GFRP 中の微小破壊のダイナミクスに及ぼす ガラス繊維/マトリックス界面性状の影響*

(第 2 報, AE 原波形解析による破壊のダイナミクス)

金城 鉄 男^{*1}, 鈴木 裕 晶^{*2}, 竹本 幹 男^{*2}

Effect of Glass Fiber/Matrix Interface Quality on the Dynamics of Microfractures in GFRP (2nd Report, Dynamics of Microfractures in UD-GFRP by AE Source Characterization)

Tetsuo KINJO, Hiroaki SUZUKI and Mikio TAKEMOTO

Based on the AE source characterization method proposed in the first report, we examined the dynamics of microfractures in unidirectional GFRPs with different interfacial qualities. Three types of microfractures were revealed to occur by AE source characterization. AE event counts due to the Mode-I fiber breakage, Mode-I and-II interfacial fractures were observed at higher stresses in GFRP with poor interfacial quality (with wax in matrix) than in GFRP with good interface quality, but increased rapidly with an increase of stress. Dynamics of microfractures were found to change depending on the interface quality.

Key Words: Acoustic Emission, Visco Elasticity, Anisotropy, Source Location, Attenuation, Inverse Problem

1. 緒 言

前報では、異方分散性 GFRP の AE 原波形解析法⁽¹⁾⁽²⁾を提唱し、この計算を行なうために必要な GFRP の音響特性を測定した。マトリックスにパラフィンワックスを添加して作成した 3 種類の UD-GFRP 試験片 (Model A: ワックスなし、Model B: 4wt.% ワックス添加、Model C: 8wt.% ワックス添加) の巨視的弾性特性 (弾性率やせん断強さ) には大きな違いは見られなかった。本報では、AE 原波形解析を用いて、引張負荷中に発生する微小破壊のダイナミクスがワックスの添加 (界面性状の違い) によってどのように変化するかについての実験結果を紹介する。

2. 試験片および実験装置

片側スリット付き引張試験片を用いたが、その形状 (図 1) は音源位置標定精度を調べた前報の試験片と同じである。UD-GFRP の引張試験では、チャック部が座屈を起こしノイズを発生することから、2mm 厚のアルミのタブを接着して引張試験に供した。AE は 8 チャンネルシステムで計測したが、音源位置標定のためには受感部直径 4mm の市

販小型センサ (Dunegan, Pico) 7 個 (#1 ~ #7) を配置した。なお、座標原点は、試験片中央板厚中心で、繊維方向を x 、板幅方向を y 、厚さ方向を z とする。スリットは $x=+10\text{mm}$ にある。AE による面外変位は、図 2 に示すようなコンカル型センサ (受感部直径 1mm の PZT 圧電素子) を自作してチャンネル 8 (#8) で計測した。なお、このセンサの出力も音源位置標定に用いたので、位置標定は都合 8 チャンネルで行なった。センサ出力は広帯域プリアンプを用いて 40dB 増幅したのち、8 チャンネルマルチデジタイザ (Autonics, APC810) で時系列離散データとし、EWS (SUN, SS5) で解析した。引張試験は、0.5 N/min の定負荷速度で、応力 200MPa (ひずみ 0.70%) まで繊維方向に負荷した。

また、自作変位センサ出力を確認するために、シャープペンシルの芯の圧折による鋼塊の同一平面上の検出波と、理論表面変位を比較した。芯圧折時の原波形は立ち上がり時間 $1\mu\text{s}$ 、解放力 3.5N のステップ関数⁽³⁾で表わし、これを表面パルスの Lamb 解⁽⁴⁾から求まるグリーン関数と合成積することによって理論面外変位を求めた。その結果、図 3 に示すように、検出波の P 波、S 波、レイリー波の面外変位は良く一致し、試作センサが面外変位を検出することが確認できた。

* 原稿受付 1996 年 12 月 18 日。

^{*1} 正員、青山学院大学理工学部大学院 (〒157 東京都世田谷区千歳台 6-16-1)。

^{*2} 正員、青山学院大学理工学部。

Fig.1 Experimental setup and sensor layout

Fig.2 Conical type displacement sensitive sensor

Fig.3 Comparison of simulated and measured out-of-plane displacement due to a step-wise unloading

3. AE 原波形解析による破壊のダイナミクス

3.1 AE 発生率と位置標定結果

図4には Model A, B, C 試験片の応力 - ひずみ曲線と、破壊モードを3つ(後述図6の Type 1,2,3)

に分類し、それぞれの AE カウント数とひずみの関係を示した。なお、破壊モードは後述するように、変位センサ出力と小型センサへの P 波ポラリティ分布から推定した。AE カウントはパーセンテージ表示しているが、検出された全 AE 数は、Model A で 109 個、Model B で 111 個、Model C で 108 個であったので、発生数と考えて良い。

Fig.4 Stress-Strain curve and AE count due to three fracture modes (Type 1,2 and 3)

AE カウント数とひずみの関係は界面性状によって異なり、Model A では比較的小さなひずみ (< 0.05%) から発生するが、界面性状が悪い Model B や C では大きなひずみから発生しはじめる。その詳細については後述する。一方、図5には音源位置標定結果をひずみの関数として3段階に示した。微小破壊はスリット底で発生したあと、繊維方向に進展したが、Model A では小さな負荷でのスリット底部破壊が特に多い。繊維に沿うき裂進展(拡張)範囲 (+4 < x < +19) は目視観察と良く一致していた。ひずみ 0.7% における繊維方向へのき裂進展距離は、各試験片ともほぼ同程度であった。音源は、

その評定精度が悪いと試験片外に求められたりするが、ほぼ $z=0.0 \sim +5.0$ の範囲にあり、正しく求められたと考えられる。

Fig.5 Change of AE Source location with applied strain

3.2 AE 原波形解析による破壊のダイナミクス
原波形解析は前報で示した(1)式により行なった。

$$\bar{u}_i(x, t) = \exp[-\alpha_i(x - x')] \times T_{ij}(x, t; x', t') * Ab_j(x', t') * R(t) \quad (1)$$

T_{ij} は、UD-GFRP の直交異方性を考慮した第2種グリーン関数で、音源座標、音響異方性が必要である。このうち、音源座標は図5から与えられる。音速と減衰率は、前報で示したように周波数依存性を持つが、ここではAE周波数帯域(1~2MHz)での平均値を用いた。応答遅れの補正項 $R(t)$ は、前報で求めたものを用いた。 $Ab_j(x', t')$ は破壊によって生じる体積の時間変化で、シニユソイダルランプ関数(2)式で近似した⁽⁵⁾⁽⁶⁾。

$$\begin{aligned} \frac{dAb_j(t)}{dt} &= Ab_j \sin^4(\pi t / \Delta T_r) \quad 0 < t < \Delta T_r \\ &= 0 \quad \Delta T_r < t \end{aligned} \quad (2)$$

なお、本研究ではP速度と減衰率は平均値を用いたが、それらの分散を考慮した周波数領域の信号処理

によって求まる結果とよい一致を示すことは、モデル試験片について確認している⁽⁷⁾。

原波形は、仮定した破壊モードと生成速度に対して計算したP波面外変位の振幅と立ち上がり時間が、実測P波のそれらと合うように繰り返し計算して求める。なお、破壊モードは、直交座標系における破面の法線方向ベクトル $n_i (i=x, y, z)$ と開口方向ベクトル b_i で規定し、混合モード破壊は考えない。本実験では、図5に示す3つの破壊モードに対するシミュレーションを行なった。Type 1は引張方向に開口するMode-I ($n_x=1, n_y=n_z=0, b_x=b, b_y=b_z=0$) 繊維またはマトリックス破壊、Type 2はMode-I 繊維界面破壊 (n_x または $n_z=1, b_x$ または $b_z=b$)、Type 3は界面に沿うMode-II 破壊 ($n_y=1, b_x=b$ または $n_z=1, b_x=b$) である。

Fig.6 Schematic illustration of fracture mode

Model A に対する解析結果の一例を図7に示す。左側に示した(a),(b),(c)はチャンネル #8で検出した面外変位で、それぞれ図6のType 1,2,3破壊に相当する。検出変位の下には破壊源位置(Source Point: S.P.)、伝播距離(Propagation Distance: P.D.)を、またP波の立ち上がり時間(ΔT_{pr})と振幅(ΔU_p)を示す。検出波の右にはシミュレーション変位と、原波形の立ち上がり時間(ΔT_r)、生成体積(Ab_j)を示した。各破壊モードに対して計算した初動P波変位と検出波のそれは良く一致している。S波やレイリー(R)波に対する減衰と応答遅れは考慮されていないので、若干の不一致はあるものの、これらの変位も実測値とかなりよく一致している。なお、検出波には計算変位には見られない小さなピークが存在しているが、試作センサのリングや反射波の影響と考えられる。

(a)はひずみ0.3%で発生したType 1破壊に対応する波で、生成時間(ΔT_r)は0.68 μ sでかなり早い破壊である。生成体積(Ab_j)はかなり小さいので、一本のガラス繊維の破壊を仮定すると、開口変位量(b_j)は3.9 μ mとなる。一方、(b)はひずみ0.6%で発生し、Type 2破壊と同定した。繊維表面に垂直なMode-I型破壊に対応し、生成時間は1 μ s程度であるが、その生成体積が小さいことから繊維面での微小規模の破壊と考えられる。(c)はType 3破壊と同定した波で、繊維側面に沿うせん断型はく離と推定される。

Model A (Wax 0%)

Fig.7 Comparison of detected wave and the out-of-plane displacement simulated to three mode fractures in Model A specimen

推定した破壊モードは音源位置標定用センサのP波ポラリティー解析によっても検証した。すなわち、割れをとりまく等距離の点で検出されるP波のポラリティーと振幅の空間分布⁽⁸⁾⁽⁹⁾から、破壊モードを推定した。図8に示すように、P波のポラリティーが全て同位相(図では+)ならばMode-I破壊であり、正負交互(4象限分布)になればMode-II破壊である。

Fig.8 Radiation pattern of Mode-I and -II

(a),(b),(c)と同時に検出された小型センサの出力を図9に示す。Type 1,2破壊ではP波ポラリティーはすべての方向で同じになり、理論的な放射パターンと一致する。一方、Type 3では#1, #4, #5, #8のポラリティーは正、その他の波のポラリティー

は負で、せん断破壊に固有の4象限分布と一致している。

Fig.9 Detected waves for Type 1,2 and 3 fracture modes

Model C (Wax 8%)

Fig.10 Comparison of detected wave and the out-of-plane displacement simulated to three mode fractures in Model C specimen

図10はModel Cの解析結果で、図7とほぼ同じである。なおModel Bについては割愛した。(a)はType 1繊維破断、(b)は微小規模のType 2界面はく離、(c)はひずみ0.7%で発生したType 3 Mode-II型界面の破壊と考えられる。

なお、今回使用したモニターリングシステムは、微小破壊の検出を目的として開発されており、市販 AE 装置に比べて感度は必ずしも良くなく、デットタイムは約 100ms である。面外変位の計測限界はほぼ 10^{-12} m 程度で、FRP の減衰率がかなり大きい ($0.2 \sim 0.4$ Np/cm) ことを考えると、極めて微小な破壊の検出は難しい。図 1 に示したように、#8 センサーから最も遠い破壊源は、 $+x$ 方向に約 20mm、 y 方向に 13mm (伝播距離は約 25mm) 離れているが、この地点でどのくらいの大きさの破壊が生じた場合に面外変位が計測できるかを Model A についてシミュレーションした。面外変位の大きさは、き裂体積と生成時間の双方に依存するが、生成時間を $1\mu\text{s}$ とした時には、Type 1 で $2 \times 10^{-15}\text{m}^3$ 、Type 2 で $6 \times 10^{-15}\text{m}^3$ 、Type 3 で $9 \times 10^{-15}\text{m}^3$ である。なお、Type 3 型破壊が、 $y \div 0$ 軸上で発生した場合には、#8 センサ位置での面外変位は零になるので検出できない。微小破壊の大きさは、開口変位量 b が求まらなると推定できないが、例えばガラス単繊維が破断したときのき裂体積が $2 \times 10^{-15}\text{m}^3$ なら、その時の開口変位は $0.75\mu\text{m}$ である。わずかのガラス繊維を含有するモデル試験片の AE をモニターした既報の結果⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾ を考えると、単繊維の破壊は検出限界に近いと考えられる。

一方、8 チャンネルすべてのディジタル信号をハードディスクに転送するのに約 100ms かかり、この時間中のデータはサンプリングできない。従って、FRP 内部で起こっている全ての事象をモニターできたわけではないが、微小破壊発生挙動の特徴は把握できているものと考えて、界面性状と破壊速度の関係を議論する。

界面性状の良い Model A 試験片の微小破壊は、ワックスを加えた試験片よりも小さな負荷から発生した (図 4)。界面性状が悪くなるにつれて (Model A $\rightarrow$ B $\rightarrow$ C)、微小破壊の発生し始める負荷は大きくなるが、いったん発生し始めるとその数は急激に増加する。また、界面性状の悪い場合 (Model C) には、Type 2 破壊が先行し、続いて Type 1 が発生し、遅れて発生する Type 3 による AE が最終的には最も多くなる。AE 原波形から推定されるこのような破壊モードの変化 (進展) 挙動は、界面性状を反映しているものと考えられる。すなわち、界面性状が良くない試験片では、繊維表面での変位の食違い (面内変位の不連続) が許容され、繊維応力は小さく、繊維破壊が遅れる。引張変形によってマトリックスの横方向収縮が起こると、繊維表面に垂直方向の変位の不連続 (面外変位) が限界に達し、数は少ないものの Type 2 破壊が発生するようになる。ガラス繊維界面に沿った破壊を生じる臨界面内

食違い変位は、面外不連続変位より大きいであろうから、Type 3 は負荷が大きくなって発生し始め、その数は指数関数的に増大する。一方、界面性状が良い場合には、繊維応力が大きくなるため、繊維破壊が先行し、やがて破断した繊維に沿った Type 2 や Type 3 破壊が続くものと考えられる。

Fig.11 Source wave parameter of each fracture mode

破壊モード別の原波形パラメータを図 11 に示す。Type 1 繊維またはマトリックス破壊では、Model A (●) のき裂体積は $1.0 \times 10^{-14}\text{m}^3$ 以下、生成時間は $1.5\mu\text{s}$ 以下であるが、Type 2 (○) の破壊体積と生成時間が他の試験片よりも大きくなる傾向がある。そのメカニズムは良く判らないが、蓄積されたひずみエネルギーが大規模 (マトリックスを含む複数繊維) 破壊を誘起したものと考えられる。

Type 2 界面はく離の生成時間は $1\mu\text{s}$ 近傍に集中しているが、界面性状が悪い Model B や Model C のき裂体積は、Model A のそれよりも大きくなる

傾向がある。

せん断型はく離 (Type 3) のき裂体積は $1.0 \times 10^{-13} \text{ m}^3$ の規模で、Type 1 や Type 2 のそれに比べて約 10 倍も大きい。また、この破壊においてもワックス混入の影響がみられ、Model B や Model C のせん断はく離の大きさがかなり大きい。

これらの結果から、ワックスを含む試験片では低い応力での繊維破壊は抑えられる反面、蓄積されたエネルギーが大きな規模の界面はく離や繊維破壊を誘発するものと考えられる。

ところで、今回用いた E ガラス繊維 / マトリックスの組合せでは、マトリックスの破壊ひずみ (1.6%) はガラス繊維の破壊ひずみ (約 4%) より小さい。このような GFRP で繊維破壊が発生するのか、あるいは繊維破壊といっている AE がマトリックス破壊によるものではないかという問題がある。そこで、Model A 試験片について、実験終了後スリット部分を切り出し、700°C でマトリックスを焼失させた後、SEM 観察を行なった。

Fig.12 Transverse SEM at 1mm far from slit bottom after tensile testing

図 12 は、スリット先端から約 1mm 離れた部分の写真であるが、多くの破壊したガラス繊維が観察されており、Type 1 破壊はガラス繊維の破壊、および繊維破壊に誘発された繊維・マトリックスの破壊を意味しているものと考えられる。

4. 結 言

マトリックスにパラフィンワックスを添加することによって作成した界面性状の異なる一方向繊維強化 GFRP 試験片の単軸引張試験中の AE 計測と音源位置標定、原波形解析、縦波放射パターン解析を行ない、界面性状の違いによる AE 発生挙動や破壊のダイナミクスの変化を評価した。得られた結果は以下の様に要約される。

AE 原波形解析と縦波放射パターン解析から、引張り負荷中には、Mode-I 型繊維破壊、繊維表面での Mode-I 及び Mode-II 型破壊が生じていることが推定された。界面性状が異なっても、AE 発生総

数には大きな差は見られなかった。しかし、界面性状が悪くなるにつれて、微小破壊が発生しはじめる負荷 (ひずみ) は大きくなるが、いったん生じ始めるとその頻度は高くなる。また、界面性状の良い試験片では、小さな負荷からスリット先端部で繊維破断が発生し始め、続いて Mode-I および Mode-II 型繊維表面の破壊が発生し、ひずみ 0.6% 以上では Mode-II 型はく離が最も多くなる。一方、ワックスを 8wt.% 添加した GFRP では、Mode-I 型繊維表面破壊が Mode-I 型繊維破断よりも早く発生し、最も遅れて Mode-II 型繊維表面剥離が発生するが、ひずみ 0.6% 以上では他を凌駕する。

また、AE 原波形解析による微小破壊のダイナミクスから次のことが推定された。ワックスを添加した試験片では、大きな破壊が発生する頻度が高くなるが、その生成速度はほぼ $1 \mu\text{s}$ 程度である。Mode-II 型繊維表面はく離の大きさ (体積) は繊維破壊体積の約 10 倍にも達する。

試験片製作の御指導と御便宜を戴いた昭和高分子株式会社 篠原 典夫氏、西沢 和男氏、試験片を加工して戴いた DISCO 株式会社に感謝する。また、協力した本学学生、大鹿 勝弘君、根本 昌明君、釘崎直樹君に感謝する。

文 献

- (1) Suzuki, H., Takemoto, M. and Ono, K., *Progress in Acoustic Emission Vol. VI, JSNDI, Tokyo*, (1992), 45-50.
- (2) Suzuki, H., Takemoto, M. and Ono, K., *J. Acoustic Emission*, **11**-3 (1993), 117-127.
- (3) N.N. Hasu and F.R. Breckenridge, *Materials Evaluation*, **39** (1981), 60-67.
- (4) H.M. Monney, *Bull. Seism. Soc. Am.*, **64**-2 (1974), 473-478.
- (5) N.N. Hasu and S.C. Hardy, *Elastic Waves and Nondestructive Testing of Materials*, AMD-29, ASME, (1978), 85-106.
- (6) F.R. Breckenridge and M. Greenspan, *J. Acoust. Soc. Am.*, **69** (1981), 1177-1185.
- (7) Suzuki, H., Kinjo, T. and Takemoto, M., *Experimental Mechanics: Advances & Applications*, (1996), to be published.
- (8) 大津, 材料, **32**-356 (1982), 577-583.
- (9) M. Ohtsu and K. Ono, *J. Acoustic Emission*, **5**-4 (1986), 124-133.