定荷重繊維引抜き試験における繊維応力分布の時間変化の ラマン分光による評価*

三宅卓志^{*1}, 幸川進一, 大野信忠^{*3}

Evaluation of Time-Dependent Change of Fiber Stress Profiles in Constant Load Single-Fiber Pull-Out Tests Using Raman Spectroscopy

Takushi MIYAKE^{*4}, Shinichi KOKAWA and Nobutada OHNO

^{*4} Nagoya Municipal Industrial Research Institute,
3-4-41, Rokuban Atsuta-ku Nagoya, Aichi, 456-0058 Japan

The time-dependent change of stress profiles resulting from matrix viscosity in unidirectional fibrous composites was studied using Raman spectroscopy, which enables us to determine fiber stress on the basis of the stress dependence of Raman band peak positions. Three kinds of model composites, in which single carbon fibers were embedded in three different resins, were tested by pulling the fibers at constant stresses for 500 to 1000 hours. The resins were normal epoxy, flexible epoxy and uv-curable acrylic. It was observed that a carbon fiber/normal epoxy composite exhibited negligible increase of stress transfer length with time whereas flexible epoxy and uv-curable acrylic allowed, respectively, considerable and significant changes of fiber stress profiles with time. These observations were shown to be consistent with the creep and stress relaxation test results of the matrix materials. It was however found that the time-dependent change of fiber stress profiles was much slower in the experiments than in the prediction based perfect bonding at fiber/matrix interface. It was then shown that the sliding at fiber/matrix interface, which was responsible for the slow change of fiber stress profiles, occurred in the model composites tested.

Key Words: Composite Material, Creep, Stress Relaxation, Raman Spectroscopy, Pull-Out Test, Stress Transfer Length

1. 緒 言

一方向連続繊維強化複合材において繊維破断が生じると、破断繊維の軸方向応力は破断点からの距離とともに零から未破断繊維への応力へと変化する。このように破断繊維中の繊維応力が変化する部分の長さは、応力回復長さと呼ばれ、一方向連続繊維強化複合材の強度評価上重要である。

母材にクリープが生じるとき、応力回復長さは時間とともに増加し、この結果として複合材のクリープ破断が起き得る。したがって、破断繊維中の応力分布の時間依存変化は、重要な研究課題であり、すでにいくつかの解析的研究が行われている⁽¹⁾⁻⁽⁷⁾。これらの研究によれば、応力回復長さは母材のクリープにより時間とともに増加するが、その傾向は用いられた仮定により大きく異なる。すなわち、界面の完全接着を仮定すると応力回復長さは繊維破断後急速に増加するのに

対して⁽¹⁾⁻⁽³⁾、界面での初期すべりを考慮すると応力回復長さの時間変化は極めて遅くなる⁽⁶⁾⁽⁷⁾。

このような背景のもとに、著者ら⁽⁸⁾は、ラマン分光により破断繊維中の応力分布の時間変化を実験的に調べた。用いた試験片はエポキシ樹脂に炭素繊維 1 本を埋め込んだ単繊維モデル試験片である。この試験片に引張負荷を与えて繊維を破断させた後、1000 時間にわたって試験片のひずみを一定に保ち、繊維応力分布の時間変化を測定した。この結果、破断繊維中の応力回復長さの時間変化は、母材自体がかなりの粘性変形を示すにもかかわらず極めて小さいことが明らかとなった。このような実験を行ったのは著者らが最初であり、これ以外に報告された実験結果はない。したがって、破断繊維中の応力分布に及ぼす母材クリープの影響をより詳細に調べるためには、材料系あるいは試験環境を変えて系統的な実験を行う必要がある。

破断繊維中の時間依存応力変化と同様な現象は、単繊維引き抜き試験において繊維に負荷する荷重が時間的に一定の場合にも起き得る。この場合には、繊維/母材界面に生じたせん断応力により母材がせん断クリープすると、図 1 に示すように繊維応力 σ_f の軸方向分布が時間 t とともに変化し、応力伝達長さ (σ_f が負荷値 σ_0 から零に減少する距離) が時間とともに増す。

* 原稿受付 1999 年 6 月 18 日。

^{*1} 正員, 名古屋市工業研究所 (☎ 456-0058 名古屋市中熱田区六番 3-4-41)。

^{*2} (株) 福井村田製作所 (☎ 915-0835 武生市岡本町 13-1)。

^{*3} 正員, 名古屋大学工学研究科 (☎ 464-8603 名古屋市中種区不老町)。

E-mail: miyake@nmiri.city.nagoya.jp

このような定荷重繊維引抜き試験は、繊維端に重りにより一定荷重を負荷し続けるだけでよいから、前報の繊維破断試験に比べて実施が容易である。なお、両試験における繊維応力分布の時間変化は、シアラグモデルによると同じ方程式で表される⁽³⁾。

そこで本報では、粘性変形特性の異なる3種類の母材を用い、定荷重・長時間での単繊維引抜き試験における繊維応力分布の時間変化をラマン分光を用いて測定することにより、応力伝達長さの時間変化に及ぼす母材クリープの影響を調べた。また、母材自体の粘性変形特性試験も行った。なお、ラマン分光の単繊維引抜き試験への適用はすでに Patrikis ら⁽⁹⁾ および Gu ら⁽¹⁰⁾ が報告している。しかし彼らの研究は、引抜き負荷の増加に伴う繊維ひずみ分布の変化に着目したものであり、本研究のように母材クリープの進行に伴う繊維応力分布の時間変化を検討したものではない。

2. 試験材料および試験方法

本研究では、単繊維モデル試験片の定荷重・長時間繊維引抜き試験における繊維応力分布のラマン分光測定に加えて母材の粘性変形特性試験を行った。最初に、その試験材料および試験方法について述べる。

2.1 試験材料 用いた繊維は、通常の酸化処理を施した市販の PAN 系高弾性タイプの炭素繊維 [三菱レーヨン(株), SR-40 K] である。樹脂含浸したストランドにより求められた繊維の力学特性を表1に示す。繊維直径は約 5 μm である。

Fig. 1 Time-dependent change of fiber stress profile in fiber pull-out test at constant load

母材としては、粘性変形特性の異なる3種類の樹脂を用いた。第一の樹脂は、ビスフェノール A を骨格とする通常の2液混合常温硬化形のエポキシ樹脂 (Epoxy Technology, Inc., EPO-TEK 301-2) であり、主剤と硬化剤を重量比で 10 : 3.5 に混合したものである。第二の樹脂は、柔軟な分子鎖を有しガラス転移点常温以下であるエポキシ樹脂 (Epoxy Technology, Inc., EPO-TEK 310, 主剤と硬化剤の混合重量比 10 : 5.5) を第一の樹脂に重量比 1 : 1 で混合し、粘性変形特性を調整したものである。第三の樹脂としては、紫外線硬化形のアクリル (Dymax Corp., Light Weld 425) を用いた。今後、第一および第二の樹脂をそれぞれエポキシ 1, エポキシ 2, また第三の樹脂を単にアクリルと呼ぶことにする。これらの樹脂の機械的特性を表1に示す。

2.2 単繊維モデル試験片 上に述べた繊維と樹脂からなる単繊維モデル試験片を図2に示すように作製した。その概略は次のとおりである。まず、長円状の穴をあけた枠に炭素繊維1本を固定した後に、枠の両側にカバーガラスを接着した。次に、そのカバーガラスの内側にシリンジにより樹脂1~3のいずれかを

Table 1 Mechanical properties of materials used for model composites

	Carbon fiber	Epoxy 1	Epoxy 2	Acrylic
Tensile modulus (GPa)	490*	3.6	1.2	1.5
Tensile strength (MPa)	4300*	60	20	26
Poisson's ratio	-	0.29	0.30	0.32
Elongation (%)	0.9*	5	9	11
Durometer hardness D	-	82	78	80

*Measured with polymer impregnated strands⁽¹¹⁾.

Fig. 2 Preparation specimens

注入し、硬化させた。つづいて、樹脂注入部と反対側で繊維を切断し引張用タブを接着した後に、枠を長手方向の中央部で切断し単繊維引張試験片とした。なお、エポキシ1および2は、シリンジに充てんする前に真空中で十分脱気した。一方アクリルは、シリンジに脱気後充てん済みのものを購入した。

樹脂をシリンジで注入した後の樹脂の硬化は、エポキシ1と2では常温でそれぞれ7日間および30日間放置することにより行った。アクリルに関しては、紫外線ランプに放物線形の反射ミラーを取付けることにより試験片全面が均一な照度となるよう工夫するとともに、硬化時の収縮による残留応力の発生を抑えるため 3 mW/cm^2 という低い照度で1時間硬化させた。このように硬化している間、デュロメータ硬さ D (JIS K 7215) を適宜測定し、硬化の飽和を硬認した。この飽和硬さを表1に示す。

上述のように作成した単繊維モデル試験片の形状および寸法を図3に示す。上部カバーガラスから繊維までの深さは、ラマン散乱光測定の際の樹脂による減衰を防ぐためできるだけ浅くし、 $150 \mu\text{m}$ に取ったが、この深さは繊維直径 $5 \mu\text{m}$ に比べれば十分大きい。また、繊維の埋込み長さは 10 mm 以上とした。したがって、繊維は半無限体に埋め込まれているとみなすことができる。

2.3 定荷重繊維引抜き試験 上述の単繊維モデル試験片をラマン分光測定装置の顕微鏡試料台に図4に示すように固定し、ローラを介して重りにより繊維に一定荷重を负荷した。このような定荷重繊維引抜き試験を母材の異なる3種類の試験片に対してそれぞれ500～1000時間実施した。試験本数は各1本である。試験は室温大気中で行ったが、試料の吸湿や温度変動の影響を避けるため試験室の温度は 25°C 一定、相対湿度は50%以下に保った。

Fig. 3 Shape of specimens

表2に3種類の試験片に対する試験条件を示す。この表の负荷荷重は重りと负荷皿による荷重であり、繊維直径は各試験片に対し試験後に繊維横断面のSEM写真をとって求めた値である。また、繊維の负荷応力 σ_0 とは、母材外部の繊維露出部での軸方向応力を示し、表2からわかるように本研究では $\sigma_0 \approx 2.5 \text{ GPa}$ (軸方向ひずみ $\approx 0.5\%$) である。

2.4 ラマンスペクトルの測定 定荷重繊維引抜き試験において炭素繊維のラマンスペクトルを负荷前、负荷直後、负荷後1時間、10時間、100時間および500時間経過時に測定した。試験片によっては300時間経過時にも測定を行った。

ラマンスペクトルの測定方法は、前報⁽⁸⁾と同じである。用いた光源は波長 514.5 nm のアルゴンイオンレーザーであり、これを80倍の顕微鏡対物レンズにより繊維表面上で直径 $1 \mu\text{m}$ のスポットとなるよう絞って照射した。繊維からの散乱光は同じ対物レンズを通して分光器 (Instruments S. A. Inc., SPEX-750 M) に導入し、液体窒素冷却 CCD マルチチャンネル検出器を用いてスペクトルを得た。本研究では、このようなラマンスペクトル測定を試験片のカバーガラス (図3参照) を通して行い、X-Y ステージにより試験片を繊維軸方向へ移動させることによりラマンスペクトルの

Table 2 Fiber pull-out conditions for three kinds of model composites

	Carbon fiber/ epoxy 1	Carbon fiber/ epoxy 2	Carbon fiber/ acrylic
Pull-out load (mN)	52.4	52.4	62.2
Fiber diameter (μm)	5.2	5.3	5.4
Fiber stress, σ_0 (GPa)	2.5	2.4	2.7
Pull-out duration (h)	500	1000	500

Fig. 4 Schematic illustration of fiber pull-out test at constant load

軸方向分布を得た。なお測定は、母材外部(繊維露出部)でも1箇所行った。

各測定箇所でのラマンスペクトルに基づく繊維応力の評価も前報⁽⁸⁾と同様に行った。すなわち、繊維のラマンスペクトルのうち母材樹脂のラマンスペクトルのピークとの重なりが小さい 2700 cm^{-1} 付近のピークに着目し、そのピークの中心波数 ν が繊維応力 σ_f と次の関係にあることを利用し繊維応力を評価した。

$$\nu = 2705.0 \pm 0.2 - (7.5 \pm 0.1)\sigma_f \quad \cdots \cdots (1)$$

ここで ν と σ_f の単位は、それぞれ cm^{-1} およびMPa

(a) Carbon fiber/epoxy 1

(b) Carbon fiber/epoxy 2

(c) Carbon fiber/acrylic

Fig. 5 Profiles of axial fiber stress obtained in fiber pull-out tests at constant loads

である。なお中心波数 ν は、測定データにベースライン処理をした後ローレンツ関数でカーブフィット(Galiotic Ind. Co., LabCalc)して求めた。また、温度変動や測定システムの経時変化が測定結果に及ぼす影響を取り除くため、各時間でのラマンスペクトル測定に先立ってネオンランプのスペクトルのピーク波数を測定し、これを基準に上述の中心波数 ν を校正した。

2・5 母材樹脂の粘性変形特性試験 定荷重繊維引抜き試験における繊維応力分布の時間変化は、すでに述べたように、繊維/母材界面に発生したせん断応力により母材がせん断クリープし、その結果として繊維の応力伝達部が長くなる現象である。そこで、本研究で用いた3種類の母材樹脂の粘性変形特性を調べるため、母材自体のクリープ試験と応力緩和試験を行った。

両試験とも dog-bone 形の小型試験片(ゲージ部寸法 $12\text{ mm} \times 2\text{ mm} \times 5\text{ mm}$)を用いた。試験片は、各樹脂を2・2節において述べた条件で硬化させた後、機械加工により製作した。この試験片に対してもデュロメータ硬さ D を測定し、定荷重繊維引抜き試験片の母材とほとんど同程度に硬化していることを確認した後試験に供した。

クリープ試験の負荷応力は3・2節および4・1節で述べるように定荷重繊維引抜き試験の結果を参考にして定め、応力緩和試験の負荷ひずみは0.5%とした。なお、試験片のひずみは試験片に貼付した2枚の大ひずみゲージ[(株)共和電業, KFEL-5-120-C1]により測定し、クリープ試験は試験片に重りを直接ぶら下げて行った。一方、応力緩和試験では、2枚のひずみゲージの値の平均値が一定となるように電動シリンダで変位を制御しながら、試験片に直列に連結した小形ロードセルにより荷重を検出した。

3. 試験結果

3・1 定荷重繊維引抜き試験 最初に、定荷重繊維引抜き試験により得られた繊維軸方向応力 σ_f の分布を図5(a)~(c)に示す。横軸の z は繊維の軸方向座標を表し、 $z < 0$, $z = 0$ および $z > 0$ はそれぞれ母材外部、繊維が母材に入る点、母材内部を示す。

図5(a)~(c)を見ると、いずれの場合も σ_f は母材入口からの距離とともに減少し零に近づいているが、 σ_f の分布の時間変化は母材の種類によってかなり異なることがわかる。まず、図5(a)に示すエポキシ1の場合、 σ_f の分布は負荷直後と負荷後1時間では少し変化している。しかしその後は、 σ_f の分布の

変化は無視できる程度であり、応力伝達長さは約 300 μm でほとんど一定である。次に、エポキシ 2 では、負荷直後から 10 時間までは σ_f の分布が時間とともに少しずつ変わっているが、その後の変化は極めてわずかである [図 5(b)]。これに対してアクリルを母材とした場合には、 σ_f の分布は負荷直後からかなり大きく変化しているだけでなく、負荷後 300 時間から 500 時間でも変化し続けており、応力伝達長さも負荷後 500 時間の間に約 1 000 μm から 2 000 μm へと倍増している [図 5(c)]。これは明らかにエポキシ 1 や

エポキシ 2 の場合とは異なる傾向である。

なお、図 5(a), (b) に示したエポキシ 1 とエポキシ 2 の結果を見ると、母材外部 ($z < 0$) と母材入口 ($z = 0$) で σ_f の値が少し異なっている。これは主に、試験片作製時に生じた、繊維内の残留応力 [図 5(a) ~ (c) の記号 +] によると考えられる。

つづいて、界面せん断応力 τ の軸方向分布を図 6(a) ~ (c) に示す。 τ は、繊維要素に対する次の応力釣合式に上述の σ_f の軸方向分布を代入することにより求めた。

$$\tau = \frac{r_f}{2} \cdot \frac{\partial \sigma_f}{\partial z} \dots\dots\dots (2)$$

ここで r_f は繊維半径を示す。なお、上式の $\partial \sigma_f / \partial z$ は σ_f の測定誤差によって大きく値が変わるから、この影響を取り除くため Savitzky-Golay の二次重みを用いて 5 点移動平滑化を行った。この結果、母材入口 ($z = 0$) から内部にかけての 2 測定点では τ が求まっていない。

図 6(a) ~ (c) から、 τ の分布の時間変化も σ_f と同じく母材の種類によってかなり異なっており、エポキシ 1、エポキシ 2、アクリルの順に時間変化が著しいことがわかる。各時間での τ の分布における最大値 τ_{max} に注目すると、 τ_{max} は負荷後いずれの試験でも時間とともに減少する傾向にあるが、特にアクリルが母材の場合には、 τ_{max} が時間とともに減少し続け、負荷後 500 時間で半減している。またアクリルの場合、 τ の分布が繊維応力伝達部において一様化する傾向にある。

なお、エポキシ 2 とアクリルの試験結果では、負荷直後の τ の分布に極大点が現れている [図 6(b), (c) の記号 ○]。これは、4 章で議論するように、負荷時に界面すべりが生じたことを示す。

3.2 母材樹脂の粘性変形特性試験

定荷重繊維引抜き試験における繊維応力分布の時間変化は、繊維/母材界面に発生したせん断応力により母材がせん断クリープすることによる。したがって、この時間変化に及ぼす母材クリープの影響を検討するためには、3 種類の母材樹脂のクリープ試験の応力値を、定荷重繊維引抜き試験で生じた τ_{max} を考慮して設定する必要がある。そこで、負荷直後の τ_{max} を図 6(a) ~ (c) から求め、これにほぼ等しい応力値で引張クリープ試験を行った。このように応力値を設定することにより、4 章で議論するように、繊維の応力伝達部に接する母材部分のせん断クリープが平均的に評価できると考えられる。

上述のように行ったクリープ試験の結果を図 7 に示

Fig. 6 Profiles of interfacial shear stress obtained in fiber pull-out tests at constant loads

す。図7より、次の違いがわかる。エポキシ1では、負荷直後からクリープひずみはあまり生じない。エポキシ2の場合、負荷直後にかなりの遷移クリープが生じるが、しだいにクリープ速度が小さくなり、エポキシ1と同様にあまりクリープしなくなる。これに対してアクリルでは、負荷直後から著しいクリープが生じ、その後もほぼ定常クリープ的にクリープが進行する。

次に、ひずみ0.5%での応力緩和試験の結果を図8に示す。図8より、エポキシ2では応力緩和が極めて短時間で進行するが、約3時間でほとんど停止してしまうことがわかる。アクリルの場合も短時間で応力緩和が進むが、エポキシ2とは異なり約20時間経過後も応力は緩和し続けている。これに対してエポキシ1では、応力緩和が大変遅いだけでなく、エポキシ2と同様にしだいに応力緩和が停止する傾向にあることが認められる。これらの結果は、上に述べたクリープ試験の結果とよく対応している。

4. 検 討

4.1 母材クリープの影響 本研究では、母材のせん断クリープ試験に代えて引張クリープ試験を行い、引張負荷応力 σ を $\tau_{\max}$ にほぼ等しく取った。ここで $\tau_{\max}$ は、3.2節で述べたように繊維引抜き試験における負荷直後の界面せん断応力の最大値である。北川⁽¹²⁾は、ポリエチレンおよびポリプロピレンの非弾性変形に関して引張りとおねじりで金属と同様な等価性が成り立つことを実験的に示した。彼らの実験結果は、本研究で用いた3種類の樹脂の引張クリープとせん断クリープに関しても金属と同様な等価性が成り立つ可能性を示唆している。いまこのような等価性が成り立つとして、単純にトレスカの基準を仮定すれば、図7に示したクリープ試験は $\tau = \tau_{\max}/2$ でのせん断クリープ試験、つまり界面せん断応力発生部分での母材のせん断クリープを平均的に試験したものとみなすこ

とができる。

したがって、図7に示した母材クリープ試験の結果に基づく、定荷重繊維引抜き試験の結果[図5(a)~(c)]は次のように説明できる。まず、エポキシ1が母材の場合、繊維に荷重を負荷することにより繊維/母材界面にせん断応力が生じるが、母材はわずかなせん断クリープしか示さないため、繊維応力分布の時間変化はほとんど生じないことになる。次に、エポキシ2が母材の場合は、母材のせん断クリープが繊維に荷重を負荷した直後にかかなり生じるため、繊維応力分布の時間変化がある程度進行するが、その後、母材がクリープ硬化し、せん断クリープ速度が小さくなるため、繊維応力分布の時間変化のさらなる進展はわずかとなる。これに対してアクリルの場合は、母材のせん断クリープが負荷直後から著しく生じ、しかもクリープ硬化があまり起きないため、繊維応力分布の時間変化は負荷直後だけでなく時間が経過しても顕著に生じ続ける。これらの説明は、エポキシ1の場合の負荷直後から1時間の変化を除いて、試験結果をよく表している。したがって、定荷重繊維引抜き試験における繊維応力分布の時間変化は母材のクリープ特性に大きく依存することが本実験によって検証されたとと言える。

エポキシ1の場合、クリープ試験結果(図7)から判断して、負荷後1時間の間に母材のせん断クリープはほとんど進行しないと考えられる。したがって、上に述べたエポキシ1の単繊維引抜き試験における負荷直後から1時間の変化は、おそらく負荷後に界面すべりが進行した結果であると推察される。

4.2 界面すべりの影響 最後に、界面すべりの影響について検討するため、界面での完全接着と母材の線形粘弾性に基づくLifshitz-Rotemの近似解⁽¹⁾との比較を行う。彼らの解は、母材に埋め込まれた破断

Fig. 7 Tensile creep curves of matrix materials

Fig. 8 Stress relaxation curves of matrix materials at tensile strain of 0.5%

繊維中の繊維応力分布の時間変化に対するものであるが、定荷重繊維引抜き試験にも適用でき、これによると本問題における繊維の応力伝達長さは $J(t)$ の $1/2$ 乗に比例して発達することになる。ここで $J(t)$ は母材のせん断クリープ関数を表す。いま、 $J(t)$ として図7のクリープ試験結果を参照すると、繊維応力分布の時間変化は本試験結果 [図5(a)~(c)] よりはるかに著しく生じると予測される。例えばエポキシ2の場合、図7のクリープ試験における100時間でのひずみは負荷直後での値の13倍になっているから、エポキシ2を母材とした定荷重繊維引抜き試験 [図5(b)] における応力伝達長さは負荷後100時間で約3.6倍になるはずである。

上述の違いの主因は、界面での完全接着の仮定にあると考えられる。界面での完全接着を仮定した弾性シアラグモデル⁽¹³⁾によると、繊維引抜き試験における界面せん断応力の最大値は

$$\tau_{\max} = \sigma_0 \left[\frac{G_m}{2E_f \ln(R/r_f)} \right]^{1/2} \dots\dots\dots (3)$$

と表される。ここで、 G_m と E_f はそれぞれ母材の剛性率および繊維のヤング率を示し、また R/r_f は母材せん断変形の消失する半径と繊維半径の比である。いま、Li-Grubb の検討結果⁽¹³⁾ に従って $R/r_f = 4$ と取り、表1の材料定数を上式に代入して $\tau_{\max}$ を求め、試験結果における負荷直後の値と比較すると表3のようになる。表3から、式(3)による値は試験結果より大変大きいことがわかる。この原因としては界面すべりや母材の塑性変形が考えられるが、本試験結果における負荷直後の界面せん断応力 τ の分布を見ると、特にエポキシ2とアクリルの場合はすでに指摘したように極大点が現れている。このような極大点は界面すべりを示すことがラマン分光測定と偏光観察の結果として報告されている⁽¹⁰⁾。またエポキシ1の場合も、前報⁽⁹⁾ で得られた界面すべり応力 20 MPa から判断して、やはり負荷時に界面すべりが生じていると考えられる。界面すべりが生じれば、界面せん断応力は大きくなり、母材のせん断クリープ速度が小さくなり、繊維応力分布の時間変化は Lifshitz-Rotem の近似解ほどには著しく生じないことになる。換言すれば、界面の完全接着を仮定した理論を用いると、本試験結果における応力伝達長さの時間変化は過大評価されることになる。

5. 結 言

本研究では、一方向連続繊維強化複合材料の応力伝達長さ(応力回復長さ)に及ぼす母材クリープの影響を

Table 3 Comparison of theoretical and experimental results on maximum shear stress at interface just after loading

	Carbon fiber/ epoxy 1	Carbon fiber/ epoxy 2	Carbon fiber/ acrylic
Theoretical (MPa)	80.1	44.2	55.2
Experimental (MPa)	14.7	2.4	4.5

調べるため、母材の異なる3種類の単繊維モデル複合材料の定荷重繊維引抜き試験を500~1000時間にわたって実施した。用いた母材は、通常のエポキシ樹脂(エポキシ1)、これに柔軟なエポキシ成分を混合したエポキシ樹脂(エポキシ2)、および紫外線硬化形のアクリル樹脂の3種類であり、これらと炭素繊維により単繊維モデル試験片を製作し、定荷重繊維引抜き試験における繊維応力分布の時間変化をラマン分光により測定した。母材自体の粘性変形特性を調べるため、各母材樹脂のクリープ試験および応力緩和試験も行った。本研究の主な結果は次のようにまとめられる。

(1) エポキシ1を母材とした場合には定荷重繊維引抜き試験における繊維応力分布は負荷後500時間経過してもほとんど変化しなかったが、エポキシ2を用いた試験片では負荷後10時間程度までは応力伝達長さが時間とともに増した。これに対してアクリルを母材として用いた場合は、繊維応力分布の時間変化が負荷直後に著しかっただけでなく負荷後500時間経過した時点でも継続していた。

(2) 上述の定荷重繊維引抜き試験の結果は、母材自体のクリープ試験および応力緩和試験の結果とよく対応し、したがって応力伝達長さの時間変化は母材のせん断クリープによって説明できることが実験的に確かめられた。

(3) 本研究で実施した定荷重繊維引抜き試験では、負荷時に界面すべりが生じたと考えられる。したがって、界面での完全接着を仮定した理論を用いると、本試験結果における応力伝達長さの時間変化は過大評価される。なお、アクリル母材の試験結果に関しては界面すべりを考慮した理論的検討を行っているため、その検討結果を別報⁽¹⁴⁾にて報告する。

最後に、本研究の一部は平成11年度文部省科学研究費補助金[基盤研究(C)(2)、課題番号11650086]の助成によるものであることを付記し、謝意を表す。

文 献

- (1) Lifshitz, J.M. and Rotem, A., *Fiber Sci. Tech.*, 3

- (1970), 1-20.
- (2) Lagoudas, D. C., Hui, C.-Y. and Phoenix, S. L., *Int. J. Solids Struct.*, **25** (1989), 45-66.
- (3) Mason, D. D., Hui, C.-Y. and Phoenix, S. L., *Int. J. Solids Struct.*, **29** (1992), 2829-2854.
- (4) 合田公一, 第12回材料・構造信頼性シンポジウム講演論文集, (1993-12), 45-49.
- (5) Kelly, K. W. and Barbero, E., *Int. J. Solids Struct.*, **30** (1993), 3417-3429.
- (6) Du, Z.-Z. and McMeeking, R. M., *J. Mech. Phys. Solids*, **43** (1995), 701-726.
- (7) Ohno, N. and Miyake, T., *Int. J. Plasticity*, **15** (1999), 167-189.
- (8) 三宅卓志・大野信忠・水野衛・山川太一郎, 機論, **64**-620, A (1998), 981-987.
- (9) Patrikis, A. K., Andrews, M. C. and Young, R. J., *Comp. Sci. Tech.*, **52** (1994), 387-396.
- (10) Gu, X.-H., Young, R. J. and Day, R. J., *J. Mater. Sci.*, **30** (1995), 1409-1419.
- (11) 三菱レーヨン(株)炭素繊維技術資料, (1993).
- (12) 北川正義・邱建輝・水谷数信, 機論, **58**-548, A (1992), 621-626.
- (13) Li, Z.-F. and Grubb, D. T., *J. Mater. Sci.*, **29** (1994), 189-202.
- (14) 大野信忠・安藤隆章・三宅卓志・琵琶志朗, 機論, **66**-643, A (2000), 472.
-