炭素短繊維強化 PPS における疲労き裂進展に及ぼす試験温度の影響

田中 啓介^{*1}, 小原田 和也^{*2}, 長谷川 祐哉^{*3}, 清水 憲一^{*4}

Temperature effect on fatigue crack propagation in short-carbon-fiber reinforced PPS

Keisuke TANAKA^{*1}, Kazuya OHARADA^{*2}, Yuya HASEGAWA^{*3} and Kenichi SHIMIZU^{*4}^{*1} Department of Research, Nagoya Industrial Science Research Institute

1-13 Yotsuyadori, Chikusa-ku, Nagoya 468-0819, Japan

^{*2, *3} Graduate School, Department of Mechanical Engineering, Meijo University

1-501 Shiogamaguchi, Tempaku-ku, Nagoya 468-8502, Japan

^{*4} Department of Mechanical Engineering, Meijo University

1-501 Shiogamaguchi, Tempaku-ku, Nagoya 468-8502, Japan

Received: 27 October 2016; Revised: 16 January 2017; Accepted: 21 February 2017

Abstract

The effect of test temperature on the fatigue crack propagation behavior was studied with center-notched specimens of PPS (polyphenylene sulfide) reinforced with 30 wt% short carbon fibers. Specimens were cut from injection-molded plates with 1 mm thickness at three angles of the loading axis relative to the molding flow direction, i.e. $\theta = 0^\circ$ (MD), 45° , 90° (TD). Crack propagation tests were conducted under the stress ratio of 0.1 at four temperatures below and above the glass transition temperature $T_g = 363$ K : room temperature (RT = 298 K), 343 K, 373 K and 403 K. The macroscopic crack path was nearly perpendicular to the loading axis for MD and TD at all temperatures. The crack growth direction of 45° plates was inclined against the loading axis, and the inclined angle was decreased with increasing temperature. In the relation between the crack propagation rate, da/dN , and the stress intensity factor range, ΔK , da/dN was slowest for MD, and increased with increasing fiber angle at all temperatures. The crack propagation rate of each fiber angle was nearly the same at RT and 345K, and increased greatly at temperatures of 373 K and 403K above T_g . When da/dN was correlated to the J -integral range, ΔJ , the relations for different fiber angles came closer at each temperature, and also for each fiber angle the influence of test temperature on da/dN was decreased. The inelastic deformation of the matrix was mainly responsible for the acceleration of crack propagation seen in da/dN vs ΔK relation at high temperatures.

Key words : Crack propagation, Fatigue, Short carbon-fiber plastics, High-temperature effect, Stress intensity factor, J -integral

1. 緒 言

近年、輸送機器の燃費向上のため軽量化が進められており、金属材料に比べ軽量でかつ高い比強度と比剛性を有するガラスや炭素繊維を用いた短繊維強化プラスチック (SFRP: short fiber reinforced plastics) が注目されている。特に陸上輸送機器では、成形コストを抑えることのできる射出成形法の採用が可能な SFRP の一次構造部材への適用による軽量化が大いに期待されている。SFRP を一次構造部材として使用する場合には、繰返し荷重に対する疲労信頼性の保証が重要となるが、疲労特性やき裂進展特性は繊維配向に大きく依存している。ガラスあるいは炭素短繊維で強化した PEEK (Friedrich et al., 1986, Evans et al., 1996), ナイロン (Wyzgoski et al., 1990, Wyzgoski and Novak, 1991), ポリカーボネイト (秋庭他, 1992), ポリプロピレン (Karger-Kocsis et al, 1991, Pegoretti and Ricco, 1999, 2000, 2002) などの熱可塑性樹脂の射出成形平板における疲労き裂進展速度と応力拡大係数との関係では、き裂がモールドの射出流動方向に垂直に進展する場合は、平行に進展する場合より速度が遅くなることが報告されている。これ

No.16-00503 [DOI:10.1299/transjsme.16-00503], J-STAGE Advance Publication date: 2 March, 2017

^{*1} 正員, 名誉員, フェロー, 名古屋産業科学研究所 (〒468-0819 愛知県名古屋市千種区四谷通 1-13)

^{*2} 名城大学 大学院 (〒468-8502 愛知県名古屋市天白区塩釜口 1-501)

^{*3} 学生員, 名城大学 大学院

^{*4} 正員, 名城大学 理工学部

E-mail of corresponding author: ktanaka@ccalumni.meijo-u.ac.jp

はモールド方向に繊維が配向し、き裂進展の障害となるためであるされており、応力拡大係数範囲をヤング率で割った値で整理すると、繊維配向の影響が小さくなることが報告されている (秋庭他, 1992)。これらの研究で使用されてきた SFRP は、室温においてもかなりの粘弾性的な非弾性変形が認められており、き裂進展速度の周波数依存性ととともに、先端での局所的な温度上昇が検出されている。しかしながら、き裂進展速度を整理する破壊力学パラメータとしては、等方弾性体を仮定して求められる応力拡大係数が用いられ、SFRP の弾性異方性および非弾性変形の影響は無視されてきた。

筆者らは、前報 (Tanaka et al., 2014, 田中他, 2014) において炭素短繊維で強化したポリフェニレンサルファイド (PPS : polyphenylene sulfide) を用いて、室温における疲労き裂進展特性に及ぼす繊維配向の影響について検討した。PPS は室温では極めて脆性的な材料で、SFRP の疲労き裂進展試験中にマクロ的には非弾性的変形は認められず、き裂進展速度の周波数依存性あるいはき裂先端での局所的な温度上昇は認められなかった。また、疲労き裂進展速度と応力拡大係数の関係は繊維配向により大きく異なり、繊維がき裂進行方向に垂直に配向する場合に進展抵抗は最も大きく、平行に配向する場合に最も小さい。き裂進展速度と応力拡大係数範囲をヤング率で割った値との関係には、従来の報告 (秋庭他, 1992) と同様に、繊維配向の影響が小さくなることを示した。さらに、CFRP の弾性定数の異方性を考慮したき裂先端開口変位パラメータをき裂進展力として、き裂進展に対する材料の抵抗を評価する手法を提案した (Tanaka et al., 2016)。

筆者らの従来の研究で使用した PPS は、耐高温に優れた汎用の結晶性熱可塑性樹脂であり、輸送機器の高温部品への適用が期待されている (Karger-Kocsis and Friedrich, 1987)。さらに、樹脂のガラス転移温度 T_g (363K) を超える高温環境での使用も予想され、疲労特性に及ぼす使用温度の影響の把握が必要となる。そこで、本研究では、ガラス転移温度以下の室温 ($RT = 298\text{ K}$)、343 K および T_g 以上の 373 K と 403 K の 4 試験温度でき裂進展試験を行い、き裂進展挙動に及ぼす試験温度の影響を検討した。さらに、き裂進展の経路および疲労破面の様相の微視的観察を行った。破壊力学パラメータは材料の異方性を考慮して求めた応力拡大係数、エネルギー解放率でき裂進展速度を整理するとともに、高温においては非弾性変形の影響を考慮するために J 積分による検討を行った。

2. 試験方法

2.1 材料および試験片

供試材は、母材に PPS 樹脂に強化材として炭素短繊維を重量 30 wt% で強化した SFRP である。PPS 単体および複合材料のガラス転移温度は約 363 K であり両者での差はほとんどなかった。図 1 (a) に射出成形により成形した厚さ

Fig. 1 Specimens with three directions cut out from injection molded plate.

1 mm の平板を示す。上方からモールドを流入した。この平板の中央部から試験片の長手方向が射出方向 (MFD: molding flow direction) に対して 0° , 45° , 90° となるように切りだした。疲労試験片は、幅 20 mm, 長さ 80 mm の短冊状である。以下、 0° 方向に切りだした試験片を MD 材, 45° 方向を 45° 材, 90° 方向を TD 材と称する。き裂進展試験では、試験片中央部に切欠きをつけき裂進展の試験を行うが、試験片中央部での繊維の板厚方向での配向分布は大略 3 層に分かれている。表面のシェル層では繊維は MFD に配向しており、その厚さは 0.42 mm である。また、このシェル層でサンドイッチされた中心部には 0.16 mm の厚さのコア層があり、ここでの繊維配向は MFD にほぼ垂直である (Tanaka et al., 2014, 田中他, 2014)。また、本実験で使用した SFRP 中の炭素繊維の平均長さは 217 μm , 直径は 6.32 μm であり、アスペクト比は 32 であった (清水他, 2016)。

疲労試験片の形状寸法を図 1(b) に示す。試験片長手方向中央の中心に直径 2 mm の円孔をあけ、左右にスリットを機械加工して全長 6 mm の初期切欠きを導入した。スリットの幅はせいぜい 0.7 mm 程度で先端は円形となっている。試験片の両端部の 15 mm には厚さ 1 mm のアルミニウムタブを接着して疲労試験に供した。タブ接着境界を図中に破線で示す。なお、試験片形状として前報 (Tanaka et al., 2014, 田中他, 2014) では片側切欠き平板を使用した。本研究では中央切欠き平板を採用した。その理由は、異方性を考慮した場合のき裂の応力拡大係数およびエネルギー解放率の算出が容易になること、およびガラス転移温度を超える高温環境で現れることが予想される非弾性成分を考慮するための破壊力学パラメータとして J 積分を用いるが、その簡便評価式を適用するためである。試験中にき裂長さを計測とともにき裂進展経路が明確に観察するために、試験片表面をエメリーペーパー (#1500, #2000) とバフ (アルミナ粉 BaikaloX 1.0 CR) を用いて表面研磨した後にき裂進展試験に供した。

なお、材料の異方性弾性定数は各試験温度で引張試験を行い求めた。弾性定数は T_g 以下の温度では引張負荷速度に依存しなかったが、 T_g 以上の温度では負荷速度に依存した。そこで、疲労試験での負荷速度に対応した弾性定数を求めた。詳細は付録 A に述べる。

2・2 き裂進展試験

疲労試験には、電気油圧サーボ試験機 (島津製作所製, EHF-LV010k1-010) を用い、ロードセルの最大容量は 10 kN である。荷重一定条件で、応力比 $R=0.1$ とした。また、波形は三角波、周波数は $f=4.0$ Hz とした。試験温度は室温 (298 K), 343 K とガラス転移温度を超える 373 K, 403 K の 4 試験温度に設定した。き裂進展試験を行った最大応力を表 1 にまとめる。ここで、応力は切欠きを含まない試験片平行部での応力で示す。室温での負荷応力は前報 (Tanaka et al., 2014a, 田中他, 2014b) の結果を参考に設定した。また、高温では後述のように進展速度が速くなるため、負荷応力を低くした。

温度環境は熱風循環方式により実現した。試験片を上下のチャックを含めて高温チャンバー内に設置し、熱風発生機 (八光電機製 HAS4020) から発生させた熱風を、下方からチャンバー内に流入し、上方から排出させ、循環させた。荷重は高温チャンバーの上下にあけた穴にロードを通し、下方はロードセル、上方はアクチュエータのピストンに連結した。熱風発生機の出口、および試験片近傍に設置した熱電対の出力によりカスケード制御によって、チャンバー内の熱風の流れを調節した。試験温度を 403 K に設定したときの試験片平行部での温度の分布は、0.5 K 以下であった。また、疲労試験中の温度変動も 0.5 K 以下であった。き裂進展試験は設定温度に到達してから 20 min 後に開始した。

試験中の試験片の上下のチャック間の変位を荷重点の変位として、ひずみゲージ式の恒温用変位計 (島津製作所製ダイナストレーン, TCK-1-LH) を用いて計測した。荷重と荷重点変位はデータレコーダ (キーエンス NR-2000) を用いて記録した。

Table 1 Maximum stress, $\sigma_{\max}$ (MPa), applied in fatigue tests at various temperatures.

Materials	298 K	343 K	373 K	403 K
MD	37.0	38.0	28.0	23.2
TD	28.2	22.0	20.0	12.5
45°	28.2	26.0	22.0	15.9

Fig. 2 Inclined crack growth in 45° specimen.

切欠き底から発生するき裂は 高温チャンバーのガラス窓を通して、試験片の表と裏の両面でデジタルマイクロスコープを用いて観察した。き裂長さ a としては、荷重軸に垂直な面への投影長さを計測し、試験片両面の平均値を採用した。また、き裂進展速度はセカント法で求めた。後述の実験結果で述べるように MD 材および TD 材では、マクロ的にはき裂は初期切欠き方向、つまり荷重軸に垂直に進展しモード I の進展となった。一方、45°材ではき裂は図 2 に示すように斜め方向に進展し、モード I と II の混合モードとなった。き裂はほぼ一定の傾きで直線的に進展した。そこで、図中に示す初期切欠き方向とき裂進展方向とのなす平均的角度をき裂進展角 ϕ として計測した。切欠きを含めたき裂の投影長さの半分を a 、実際のき裂長さを c とすると、き裂進展速度 da/dN と dc/dN とは次の関係にある。

$$dc/dN = (da/dN) / \cos \phi \quad (1)$$

なお、MD 材、TD 材では $\phi=0$ であり両者は等しい。

2・3 破壊力学パラメータ

破壊力学パラメータとしてエネルギー解放率を有限要素法の修正き裂開口法 (MCCI) 法 (Rybicki and Kanninen, 1977, Kruger, 2002) で求めた。疲労試験で採用した荷重速度に対応する各材料の異方性弾性定数を求め、その弾性定数を用いて、異方性弾性解析を行った。MCCI 法で求めた結果については付録 B に述べる。

TD 材でモード I き裂の場合には、き裂は異方性の主軸に一致しており、応力拡大係数はエネルギー解放率と次の関係にある (Sih and Liebowitz, 1968)。

$$G_I = H_I K_I^2 \quad (2)$$

$$H_I = \sqrt{\frac{1}{2E_1E_2} \left[\sqrt{\frac{E_1}{E_2}} + \frac{-2(\nu_{12}/E_1) + (1/G_{12})}{2(1/E_1)} \right]^2} \quad (3)$$

なお、MD 材に対しては、添え字 1 と 2 を入れ替えた式となる。さらに、応力拡大係数 K_I を次式で表示する。

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \cdot F_I(a/W) \quad (4)$$

ここで、 σ は総体応力、 a はき裂長さの半長、 W は板幅の半分、 $F_I(a/W)$ は補正係数である。付録 B に述べるごとく補正係数は、異方性を考慮した場合においても、等方体に対して提案されている Tada らの式 (Tada et al., 2000)

$$F_I(a/W) = \left\{ 1 - 0.025(a/W)^2 + 0.06(a/W)^4 \right\} \sqrt{\sec(\pi a/2W)} \quad (5)$$

に一致する。そこで、本研究では上式を用いて算出した。応力拡大係数範囲は次式で求める。

$$\Delta K_I = K_{\max} - K_{\min} = \Delta \sigma \sqrt{\pi a} \cdot F_I(a/W) \quad (6)$$

ここで、 $K_{\max}$ 、 $K_{\min}$ はそれぞれ最大最小応力拡大係数、 $\Delta \sigma$ は負荷応力幅 $\Delta \sigma = \sigma_{\max} - \sigma_{\min}$ である。また、エネルギー解放率範囲は次式で求める。

Fig. 3 J-integral estimate from load-displacement curve.

$$\Delta G_I = H_I (\Delta K_I)^2 = (\Delta \sigma)^2 \pi a \cdot [F_I(a/W)]^2 \quad (7)$$

一方、45°材におけるき裂は図2に示したように荷重軸に傾いて進展しており、斜めに進展したき裂に対して混合モードのエネルギー解放率を求めた。45°材ではき裂と異方性の主軸とが一致せず、エネルギー解放率から応力拡大係数を求めることは容易ではない。そこで、45°材に対しては簡便的に荷重軸に垂直方向に投影したき裂長さに対して、式(5),(6)を適用して応力拡大係数を求めた。また、MCCI法で求めたエネルギー解放率を用いて、モードIおよびIIに対するエネルギー解放率範囲を次式で表す。

$$\Delta G_I = (\Delta \sigma)^2 \pi a \cdot Y_I(a/W) \quad (8)$$

$$\Delta G_{II} = (\Delta \sigma)^2 \pi a \cdot Y_{II}(a/W) \quad (9)$$

ここで、 $Y_I(a/W)$, $Y_{II}(a/W)$ はモードIおよびIIの補正係数である。全エネルギー解放率 ΔG としては、TD, MD材では ΔG_I とし、45°材のモードIとIIの混合モードに対しては、両成分の和を採用した。

$$\Delta G = \Delta G_I + \Delta G_{II} \quad (10)$$

さらに、 T_g を超える高温環境では試験片の変形に非弾性成分が現れる。そこで、非線形変形を考慮して破壊力学パラメータとしてJ積分範囲 ΔJ を使用した。 ΔJ は試験片の荷重と荷重点変位の関係より次の簡便式で評価した(Dowling, 1976)。

$$\Delta J = \Delta G + \frac{S}{B(W-a)} \quad (11)$$

上式の第1項は弾性成分で全エネルギー解放率範囲 ΔG に等しい。また、第2項は非弾性成分であり、 S は図3に示すように荷重と変位の関係に現れるループの面積の半分、 B は板厚、 a はき裂半長、 W は板幅の半分である。

2・4 微視的観察

試験中のき裂進展の経路はデジタルマイクロスコープを用いて観察した。さらに数本の試験片は試験を中断し、き裂近傍を電解放出形走査電子顕微鏡 (SEM : Jeol JSM 7000F) を用いて観察した。また、破断した試験片においては、疲労破面をSEM観察した。SEM観察では、観察に先立ちイオンコーターを用いて金コーティングを施した。SEM観察時の加速電圧は10 kVに設定した。

3. 実験結果および考察

3・1 き裂進展経路

図4(a),(b)にMD材のRTと403 Kでのき裂のデジタルマイクロスコープ写真を示す。写真はき裂進展試験にお

Fig. 4 Fatigue crack in MD specimen at RT and 403K.

Fig. 5 Fatigue crack in TD specimen at RT and 403K.

Fig. 6 Fatigue crack in 45° specimen at RT and 403K.

Table 2 Crack propagation angle ϕ (deg) in 45° specimens tested at four temperatures.

Temperature	Front face		Back face		Mean
	Left	Right	Left	Right	
298 K	26.7	24.1	23.2	25.3	24.8
343 K	20.8	20.3	20.8	21.9	21.4
373 K	20.5	20.2	21.9	21.9	21.1
403 K	19.0	20.8	21.6	21.0	20.6

ける破断直前のものである。荷重軸方向は上下方向である。MD 材ではマクロ的にはき裂は荷重軸に対して垂直方向に進展する。き裂の進展方向に対して繊維が垂直になっているため、き裂が繊維に衝突したときは繊維の界面に沿って上下に偏向して進展し、微視的には上下にジグザグしながら進展する。写真においてき裂近傍で黒くなっている領域はき裂の開口と変形領域と見なされるが、このき裂の幅は高温になるほどが大きくなり、かつき裂の枝分かれが認められる。図 5 (a), (b)は TD 材のき裂である。TD 材でもき裂はマクロ的には荷重軸に対して垂直方向に進展し、高温ではき裂の幅が大きくなり、き裂先端において枝分かれが認められる。き裂の上下のジグザグの程度は小さい。

図 6 (a), (b)には 45°材のき裂を示すが、き裂はマクロ的には斜め方向に進展する。微視的に見ると、母材では荷重軸に垂直に進展し、き裂が繊維に出会うと繊維方向に沿って進展するため、マクロ的には斜め方向に進展する。左右方向に対して繊維は平均的に 45°方向に向いているが、き裂の荷重軸に垂直な面に対する角は 45°よりも小さい。高温になるとき裂角度は低くなる。これは、高温になるほどき裂先端の変形領域が大きくなり、き裂進展が繊維に沿って進展する場合にもより荷重軸に垂直な方向となるためと考えられる。表 2 には各温度での試験片の表面裏面での左右のき裂の平均的な進展方向をまとめる。荷重軸に垂直な面に対するき裂の角度は室温で 24.8°で、温度とともに小さくなり 403K では 20.6°となる。

Fig. 7 SEM micrographs of fatigue cracks in MD, TD and 45° specimens at RT and 403 K.

Crack propagation direction is from left to right.

き裂近傍の様相をより詳細に検討するために、室温および高温（403 K）について SEM 観察を行った。表 1 と同一の応力条件で、別の試験片の疲労試験を行いき裂の進展途中で試験を中断して、き裂近傍の SEM 観察を行った。室温ではき裂進展速度が 1×10^{-7} m/cycle で、高温では 1×10^{-6} m/cycle となった時点で試験を中断した。MD 材について図 7 (a) RT, (b) 403 K に示す。き裂進展方向は左から右方向である。き裂は繊維に当たると界面沿って上下に進展しており、繊維の引き抜けも認められる。高温の方がき裂の開口が大きい。TD 材の図 7 (c) RT, (d) 403 K では、繊維界面の進展と母相の進展が混在しており、両温度でともに横方向に進展し、き裂のジグザグの程度は MD 材に比較して小さい。高温ではき裂の開口が大きくき裂近傍および破面には母相が引き延ばされている。45°材の図 7 (e) RT, (f) 403 K でも、繊維に沿う 45°方向の進展と母相の 0°方向（水平方向）の進展が混在している。また、高温でき裂の開口大きく、き裂が水平方向に進展する傾向が大きくなる。

上記では、RT と 403 K の例を示したが、343 K は RT の場合に近く、ガラス転移温度を超える 373 K では 403 K の場合に近く、き裂の幅が大きくなり、き裂近傍の母相の変形が顕著となる。

3・2 き裂進展挙動

MD 材におけるき裂進展速度 da/dN のき裂長さ a に対する変化を図 8 に示す。ここで、 a は図 2 に示すように初期切欠きとき裂の投影長の和の半分である。RT では da/dN はき裂の進展に応じて単調に上昇するが、温度が高くなると進展を開始したき裂の速度は低下し、約 3.5 mm 程度で極小となる傾向がある。その後、き裂進展速度は単調に上昇する。一方、切欠き底のき裂の応力拡大係数の値はき裂長さとともに単調に増加する。また、応力拡大係数への切欠きが影響する範囲は切欠き先端半径である 0.35 mm 程度であり、これ以上の領域では切欠き深さを加えたき裂と一致する。したがって、初期における進展速度の低下は応力拡大係数からは説明できない。なお、図 8 において 373 K のき裂進展速度が最も高速となっているが、これは負荷応力が各温度で異なっているためであり、き裂進展速度に対する温度の影響に関しては、破壊力学パラメータを用いて次項以下で検討する。

金属の疲労においても鋭い切欠きにおいて同様な速度の低下が報告され、その主な原因はき裂開口の形成とされている (Tanaka et al., 1983)。一方、Karger-Kocsis ら (Karger-Kocsis et al., 1991)、Pegoretti ら (Pegoretti and Ricco, 1999, 2000, 2002) によってもガラス短繊維で強化したポリプロピレンについても報告されており、彼らは初期の鋭い切欠きからき裂進展によってクレイズの形成による先端鈍化に起因するとしている。本実験材料では図 8 でわかるように、RT では初期遅延は生じず、高温において強調されることから、非弾性変形によるき裂先端鈍化の可能性がある。さらに、板厚方向に有する 3 層積層構造が影響して、初期の切欠きから発生した直後のき裂が、進展するにともない徐々に 3 次元形状をとっていくことにも原因であると考えられる。なお、TD 材および 45°材においても高温において、同様な初期遅延が認められた。以下では、遅延後の定常状態でのき裂進展に焦点を当てるため、き裂が切欠き底から 0.5 mm 以上 ($a > 3.5$ mm) に進展した後のき裂進展速度について破壊力学パラメータとの関係を検討する。

Fig. 8 Change of crack propagation rate with crack length for MD specimen at four temperatures, 298, 243, 373, 403 K.

3・3 き裂速度と応力拡大係数の関係

図8 (a) MD 材, (b) TD 材, (c) 45°材における4温度での da/dN と ΔK の関係を示す. いずれの材料においてもガラス転移温度以下の RT と 343 K ではき裂進展速度に大きな差はない. 一方, ガラス転移温度を超える高温環境になると, da/dN は 373K では室温の結果に比べ1 オーダー近く高速となり, 403 K は2 オーダー近く高速側になる. 図9 には (a) RT, (b) 403K における3材料に対する関係を示す. いずれの温度においても TD 材, 45°材, MD 材の順に進展が遅くなり, 進展抵抗が上昇する.

Fig. 9 Relation between crack propagation rate and stress intensity range for MD, TD, 45° specimens.

Fig. 10 Relation between crack propagation rate and stress intensity range at RT and 403 K.

3・4 き裂進展速度とエネルギー解放率の関係

エネルギー解放率範囲 ΔG をパラメータにしてき裂進展速度を整理した結果を図10(a) MD, (b) TD, (c) 45°材に示す。図では、き裂進展速度としては式(1)を使用して実際のき裂が進展する方向の速度 dc/dN を採用する。また、MD, TD材では $dc/dN=da/dN$ であるが統一のため dc/dN を使用する。いずれの材料においても、 ΔK で整理した場合に比較して、材料によるデータのバンドの幅は小さくなる。弾性定数の温度による変化が考慮されているためと考えられる。しかしながら、 T_g 以上の高温では大きな加速が認められる。図11には(a) RT, (b) 403 Kにおける各材料の結果を示すが、 ΔG で整理した場合には材料による差も ΔK で整理した場合に比較して小さくなる。

Fig. 11 Relation between crack propagation rate and energy release rate range for MD, TD, 45° specimens.

Fig. 12 Relation between crack propagation rate and energy release rate range at RT and 403 K.

3・5 き裂進展速度と J 積分の関係

ガラス転移温度を超える 373K, 403K の高温環境では, 試験中の荷重と変位の関係は線形ではなくループが認められた. 一方, T_g 以下の 373K, 343K では, 荷重変位関係は線形でループは認められなかった. 図 12 には 403 K での各材料のループの例を示す. 実験では, 疲労試験開始の最初の負荷サイクルにおいて少し伸び変形が生じたが, その後の疲労過程では, 繰返しとともに伸びが蓄積されるというラチェッチング変形は認められなかった. 荷重変位関係におけるループ幅の広がり, 母相 PPS の非弾性変形に起因すると考えられる. そこで, 荷重変位ループから式 (11) を用いた簡便法で J 積分範囲を評価した. 図 13 には非弾性成分 ΔJ_{in} の全 J 積分範囲 ΔJ に占める割合のき裂長さに対する変化を示す. 切欠きからのき裂進展初期は, 3・2 項に示した高速領域に対応しており, 定常状態への移行領域と考えられる. 定常状態での割合は 3 材料における差は大きくないが, MD 材が小さく, TD 材がやや大きい. TD 材では 373 K では約 40 %, 403 K では約 60 % 程度となる.

Fig. 13 Load-displacement curves at 403 K for MD and TD specimens.

Fig. 14 Fraction of inelastic J integral to total J -integral range at 373 and 403 K for MD, TD, 45° specimens.

J 積分範囲 ΔJ をパラメータにしてき裂進展速度を整理した結果を図 15 に示す. ここでも, き裂進展速度はき裂進行方向への速度 dc/dN で表示する. また, RT と 343 K のデータは $\Delta J = \Delta G$ であるので図 11 と同一プロットとなる. 各材料について ΔJ で整理すると試験温度による差が少なくなり, 特に TD 材では 4 試験温度のデータがほぼ同一の関係となる. 一方, MD 材, 45°材では高温のデータが室温よりやや加速側となる. き裂進展に対する駆動力を ΔJ で表すと, TD 材ではき裂進展に対する抵抗が温度に依存しないことを意味するのに対して, MD と 45°材では高温になると抵抗が弱くなることを意味する. 繊維と母相の界面強度の温度依存性が負荷応力の方

Fig. 15 Relation between crack propagation rate and J -integral range for MD, TD, 45° specimens.

Fig. 16 Relation between crack propagation rate and J -integral range at RT and 403 K.

向によって異なるためと考えられるが、今後の詳細な検討が必要である。また、 dc/dN と ΔJ の関係を、図 16 (a) RT, (b) 403 K に示す。なお、RT は ΔG との関係 (図 12(a)) と同一である。RT で認められた材料による差は、403 K では dc/dN と ΔJ の関係においては一層小さくなるが、MD 材の方が TD 材より進展速度は遅い傾向が認められる。同一 ΔJ において、繊維がき裂に垂直に配向する MD 材において、最も進展抵抗が高く、平行な TD 材で抵抗が低いことが反映されている。以上の検討から、 ΔK で整理した場合に認められた高温での大きな加速の主要な原因は、弾性定数が低くなることおよび非弾性変形によって引き起こされたものであり、 ΔJ で整理すると材料による差は小さくなるが、繊維配向による進展抵抗の差がき裂進展速度の差となる。

3・6 破面の観察

3 種類の材料の疲労破面中のシェル層の SEM 像を図 17 (a), (b) に MD 材, (c), (d) に TD 材, (e), (f) に 45°材を示す。ここでは (a), (c), (e) は室温と (b), (d), (f) は 403 K での例である。MD 材では、破面からつきだした繊維及び繊維が

Fig. 17 SEM micrographs of fatigue fracture surfaces in the shell layer of MD, TD and 45° specimens at RT and 403 K. Crack propagation direction is from left to right.

抜けた円穴が多数確認できる。多くの個所でき裂が繊維を避けようと、上下に進展していることに対応している。また、繊維の表面には母相の付着はなく、繊維に衝突したき裂は界面を進展するものと理解される。403 K の疲労破面では、母相が伸び繊維の抜け跡が大きく変形しており、非弾性変形による室温との破壊の様相の違いが確認できる。TD 材の破面では、繊維は破面上に平行になっており、繊維界面に沿って進展している。また、TD 材も 403 K は室温に比べ、母相が大きく変形しており、破面の凹凸も大きい。45°材の破面では、室温でも母相の伸びがかなり大きく、高温でその程度はさらに大きくなる。室温でも母相の伸びが確認できたのは、き裂が角度を持ち進展することにより生じるせん断変形により起因すると考えられる。破面観察においても高温において非弾性変形がき裂進展に大きく寄与していることを示している。

4. 結 言

射出成形した短繊維 CFRP の板厚 1 mm の平板から切りだした中央切欠き平板試験片を用いて、き裂進展挙動に及ぼす試験温度の影響について検討した。試験温度は室温 (RT), 343 K と、ガラス転移温度 (363 K) 以上の 373 K, 403 K の高温でのき裂進展試験を実施した。射出方向に対して荷重軸方向が異なる MD(0°) 材, 45°材, TD (90°) 材の 3 種類の繊維配向の試験片を用いて繊維配向の影響も検討した。結果をまとめると次のようになる。

- (1) き裂の進展は MD 材では繊維に沿って迂回し、TD 材では繊維の沿って平坦に進むが、き裂進展のマクロな方向は両者ともに、荷重軸に垂直方向でモード I 進展をした。一方、45°材では斜めに進展した。このとき進展経路は繊維界面と母相でマクロには進展角度は 21° から 25° 程度となり高温の方が低角となる。
- (2) き裂進展速度と応力拡大係数範囲 ΔK の関係では、ガラス転移温度を超えた高温環境になると、室温に比べて、373 K では 1 オーダー近く高速側に、403 K では 2 オーダー近く高速となる。また、いずれの温度においても TD が最も速く、MD が最も遅くなる。
- (3) き裂進展速度をエネルギー解放率範囲 ΔG で整理すると、 ΔK で整理した場合に比較して、材料によるデータのバンドの幅は小さくなる。しかしながら、同一繊維方向で T_g 以上の高温では大きな加速が認められる。
- (4) き裂進展速度を J 積分範囲 ΔJ で整理すると、各材料において高温での加速の程度は小さくなる。また、各温度での材料による影響も小さくなる。しかし、厳密には TD 材が最も速く、MD 材が最も遅くなる。このことより、高温におけるき裂進展速度と ΔK の関係におけるき裂進展の加速の主な要因は母相の非弾性変形によるものであり、温度 403 K では弾性定数の低下が重畳する。
- (5) 疲労破面の SEM 観察において、いずれの温度でもき裂が繊維に当たると界面に沿って進展するため、MD 材ではき裂進展の抵抗となるのに対して、TD 材では進展を助長するため、最も抵抗が低い。また、室温の疲労破面では、繊維界面に沿った母相のぜい性的な破面となるのに対して、高温においては母相の引きちぎれに伴う大きな変形が認められる。

付 録 A. 各温度における材料の異方性弾性定数

3 種類の材料、MD, TD, 45°材の弾性定数は温度によって異なることが予想される。そこで、3 種類の材料の板幅 10 mm, 長さ 80 mm の短冊状の試験片を用いて、両端には 15 mm 幅のアルミニウムタブを接着し、種々のクロスヘッド速度で引張試験を行った。このとき、試験片の中央に十字型のひずみゲージを添付し、引張試験を行い低応力領域での応力とひずみ関係の比例関係より、異方性弾性定数を疲労試験を行った 4 温度 (298, 343, 373, 403 K) において測定した。測定値はガラス転移温度以上の 373, 403 K では負荷速度によって異なった。そこで、弾性定数と負荷応力速度との間のべき乗関係式を求めた。ついで、疲労試験は荷重制御であることを考慮し、負荷速度に対応する弾性定数を決定した。疲労試験における負荷応力速度 $\dot{\sigma}$ を、周波数 f と負荷応力幅 $\Delta\sigma$ から $\dot{\sigma} = 2f\Delta\sigma$ で求め、この負荷速度をべき乗関係式に代入して弾性定数を決定した。このようにして決定した弾性定数を表 3 にまとめる。 E_1 が繊維方向、 E_2 が垂直方向のヤング率、 G_{12} がせん断弾性係数、 ν_{12} , ν_{21} がポアソン比である。ここで、RT と 343 K では弾性定数に負荷速度依存性がないために、MD, TD, 45°材で同一値となる。各条件で、ほぼ $\nu_{12}/E_1 = \nu_{21}/E_2$ はほぼ満たされており直交異方性で見なしうる (Carlsson and Pipes, 1987)。ヤング率 E_1 , E_2

Table 3 Elastic constants under the fatigue stressing rate at four temperatures.

Temperature	Specimen	Stress rate	Young's modulus		Poisson's ratio		Shear modulus	Stiffness parameter
		$\dot{\sigma}$ MPa/s	E_1 GPa	E_2 GPa	ν_{12}	ν_{21}	G_{12} GPa	$1/H_1$ GPa
RT (298 K)	MD	266.4	22.8	10.8	0.378	0.177	4.86	17.4
	TD	203	22.8	10.8	0.378	0.177	4.86	12.0
	45°	203	22.8	10.8	0.378	0.177	4.86	—
343 K	MD	273.6	26.6	12.6	0.376	0.176	5.50	20.1
	TD	158.4	26.6	12.6	0.376	0.176	5.50	13.8
	45°	187.2	26.6	12.6	0.376	0.176	5.50	—
373 K	MD	273.6	25.5	11.4	0.390	0.180	5.43	19.4
	TD	144	24.9	10.8	0.390	0.180	5.33	12.5
	45°	158.4	25.0	11.1	0.390	0.180	5.34	—
403 K	MD	167	16.8	7.72	0.389	0.169	7.47	12.6
	TD	90	16.4	7.42	0.387	0.169	3.40	8.33
	45°	114.5	16.5	7.63	0.388	0.169	3.43	—

は室温より 343K では少し上昇し, T_g 以上の 373 K では 343K より低下するが室温よりは少し高い. 一方, 403 K では非常に低くなる. 温度の上昇によるヤング率の上昇する原因として, 母相の結晶化度が大きくなることも考えられ今後の検討が必要である. また, 表中には MD 材, TD 材に対して式(3)で求まる $1/H_1$ の値も示した.

付 録 B. 有限要素法による破壊力学パラメータの算出

市販の有限要素法のソフト Marc Ver. 2005 を用いて, 図 1 に示す MD 材, TD 材の中央き裂平板に対するエネルギー解放率 G_I を, MCCI 法 (Rybicki and Kanninen, 1977, Kruger, 2002) で求めた. 8 接点の四辺形のアイソパラメトリック要素を使用し, 平面応力を仮定した. 表 3 に示す直交弾性異方性体の弾性定数を用いた. き裂は荷重軸に垂直に進展するとし, モード I のエネルギー解放率を求めた. 境界条件は, 実験でのタブを通したチャッキングを考慮し, 図 1 の $20 \times 50 \text{ mm}^2$ の平板の左右の 20 mm の端面に長手方向に一定の変位を負荷し, 幅方向の変位は拘束した. MD, TD 材では 4 分の 1 の領域について, 45°材では全領域を解析した. また, FEM メッシュはき裂近傍で小さく, 最小の寸法は $\Delta a = 0.03125 \text{ mm}$ とした. MCCI で求めたエネルギー解放率から式(2)を用いて応力拡大係数 K_I を算出した. この変換で H_1 として表 3 の値を使用した.

MD 材, TD 材において異方性で解析した応力拡大係数からの式(4)で求められる補正係数 F_1 の, 相対き裂長さ a/W (き裂長さ a の板幅の半分 W との比) に対する変化を図 18 に示す. ここで, RT に関して等方体についても同

Fig. 18 Correction factor of mode I stress intensity factor for MD, TD specimens.

Fig. 19 Correction factor of mode I and II energy release rate for 45° specimen.

様の境界条件で、ヤング率とポアソン比として表 2 中の室温の E_1 および ν_2 を用いて、FEM 解析を行ったがその結果も示す。ここで、非常に興味深い点は F_I に対する温度や異方性の影響はなく、いずれも等方性と等しくなることである。さらに、この F_I は Tada ら (Tada et al., 2000) による等方体に対する次式と 0.5% の差の範囲で一致した。

$$F_I(a/W) = \left\{ 1 - 0.025(a/W)^2 + 0.06(a/W)^4 \right\} \sqrt{\sec(\pi a/2W)} \quad (12)$$

このことは、直交異方体で異方性の主軸上にある長さ $2a$ の孤立き裂に垂直に遠方応力 σ が作用するとき、応力拡大係数が異方性の影響を受けず、等方体と同一の $\sigma(\pi a)^{1/2}$ となる (Sih and Liebowitz, 1968) ことと対応している。この結果は有用で、 K 値を等方体の式を用いて求め、ついで、弾性定数より求められる H_I を使用して式(2)から、異方性を考慮したエネルギー解放率が求められることになる。本文においてはこの方法によりエネルギー解放率を求めた。

モード I と II の混合モードとなる 45°材に対しては図 1 の中央切欠きを同じ長さのき裂に置き換え、初期き裂から図 2 に示すように斜めき裂を導入した。き裂の進展角度は、表 2 を参照して、RT では $\varphi = 25^\circ$ 、その他は 21° とした。試験片全体の有限要素法モデルを作成し、同様に MCCI 法でエネルギー解放率を求め、式(8), (9)の補正係数 Y_I , Y_{II} を決定した。図 19(a)には Y_I , (b)には Y_{II}/Y_I の相対き裂長さ a/W に対する変化を示す。 Y_I は RT, 343, 373 K ではあまり差はなく、403 K の場合に少し高くなる。一方、モード II の I に対する比 Y_{II}/Y_I は、モード I の予き裂からの斜め進展の初期に、やや急速に増大するが、その後はき裂長さによってあまり変化しない。き裂進展角度が大きい RT では、他の場合より少し高くなり、この比が主にき裂進展角度によって決まることを示している。

文 献

- 秋庭義明, 原田昭治, 柳生佳則, 中野雅弘, 短繊維強化プラスチックの疲労強度に及ぼす繊維含有量と配向角の影響, 材料, Vol. 41, No. 467 (1992), pp. 1285-1291.
- Carlson, L. A. and Pipes, R. B., Experimental Characterization of Advanced Composite Materials, Prentice Hall Inc., Englewood Cliffs, New Jersey, Chap. 2 (1987).
- Dowling, N. E., Geometry effects and J integral approach to elastic plastic fatigue crack growth, ASTM STP 601, Cracks and Fracture, Edited by Swedlow, J. L. and Williams, M. L., American Society for Testing and Materials (1976), pp. 19-32.
- Evans, W. J., Isaac, D. H. and Saib, K. S., The effect of short carbon fiber reinforcement on fatigue crack growth in PEEK. Composites, Part A, Vol. 27A (1996), pp. 547-554.
- Friedrich, K., Walter, R., Voss, H. and Karger-Kocsis, J., Effect of short fiber reinforcement on the fatigue crack propagation and fracture of PEEK-matrix composites, Composites, Vol. 17 (1986), pp. 205-216.

- Karger-Kocsis, J. and Friedrich, K., Microstructural details and the effect of testing conditions on the fracture toughness on injection-molded poly(phenylene-sulphide) composites, *Journal of Materials Science*, Vol. 22 (1987), pp. 947-961.
- Karger-Kocsis, J., Friedrich, K. and Bailey, R. S., Fatigue crack propagation in short and long glass fiber reinforced injection-molded polypropylene composites, *Adv. Composite Materials*, Vol. 1, No. 2 (1991), pp. 103-121.
- Kruger, R., The virtual crack closure technique: history, approach and applications, OCase Report No. 2002-10, NASA/CR-2002-211628 (2002).
- Pegoretti, A. and Ricco, T., Fatigue crack propagation in polypropylene reinforced with short glass fibres, *Composite Science and Technology*, Vol. 59 (1999), pp. 1055-1062.
- Pegoretti, A. and Ricco, T., Fatigue fracture of neat and short glass fiber reinforced polypropylene; Effect of frequency and material orientation, *Journal of Composite Materials*, Vol. 34 (2000), pp. 1009-1027.
- Pegoretti, A. and Ricco, T., Crack growth in discontinuous glass fiber reinforced polypropylene under dynamic and static loading conditions, *Composites, Part A*, Vol. 33 (2002), pp. 1539-1547.
- Rybicki, E. F. and Kanninen, M. F., A finite element calculation of stress intensity factors by a modified crack closure integral, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 9 (1977), pp. 931-938.
- 清水憲一, 小池祐基, 山田大貴, 小原田和也, 田中啓介, 菖蒲敬久, 透過 X 線法による短繊維強化樹脂材料の内
部応力の評価, *材料*, Vol. 65, No. 9 (2016), pp. 657-664.
- Sih, G. C. and Liebowitz, H., Mathematical theory of brittle fracture, Edited by Liebowitz, H., *Fracture*, Vol. 2
Mathematical Fundamentals, Academic Press, New York (1968), pp. 67-190.
- Tada, H., Paris, P. C. and Irwin, G. R., *The Stress Analysis of Cracks Handbook*, Third Edition, ASM International
Publication (2000), p.41.
- Tanaka, K., Kitano, T. and Egami, N., Effect of fiber orientation on fatigue crack propagation in short-fiber reinforced plastics, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 123 (2014), pp. 44-58.
- 田中啓介, 北野巧也, 江上登, 短繊維強化樹脂材料の疲労き裂進展挙動に及ぼす繊維配向および応力比の影響,
材料, Vol. 63, No. 12 (2014), pp. 830-8363.
- Tanaka, K. and Nakai, Y., Propagation and non-propagation of short-fatigue crack at a sharp notch, *Fatigue of Engineering
Materials and Structures*, Vol. 6 (1983), pp. 315-327.
- Tanaka, K., Oharada, K., Yamada, D. and Shimizu, K., Fatigue crack propagation in short-carbon-fiber reinforced plastics
evaluated based on anisotropic fracture mechanics, *International Journal of Fatigue*, Vol. 92 (2016), pp. 415-425.
- Wyzgoski, M. G., Novak, G. E. and Simon, D. L., Fatigue fracture of nylon polymers, Part I Effect of frequency, *Journal of
Materials Science*, Vol. 25 (1990), pp. 4501-4510.
- Wyzgoski, M. G. and Novak, G. E., Fatigue fracture of nylon polymers, Part II Effect of glass-fibre reinforcement, *Journal of
Materials Science*, Vol. 26 (1991), pp. 6314-6324.

References

- Akimiwa, Y., Harada, S., Yagyu, Y. and Nakano, M., Effect of fiber content and fiber orientation on fatigue strength of
short-fiber reinforced plastics, *Journal of Materials Science, Japan*, Vol. 41, No. 467 (1992), pp. 1285-1291 (in
Japanese).
- Carlson, L. A. and Pipes, R. B., *Experimental Characterization of Advanced Composite Materials*, Prentice Hall Inc.,
Englewood Cliffs, New Jersey, Chap. 2 (1987).
- Dowling, N. E., Geometry effects and *J* integral approach to elastic plastic fatigue crack growth, ASTM STP 601,
Cracks and Fracture, Edited by Swedlow, J. L. and Williams, M. L., American Society for Testing and Materials
(1976), pp. 19-32.
- Evans, W. J., Isaac, D. H. and Saib, K. S., The effect of short carbon fiber reinforcement on fatigue crack growth in PEEK.
Composites, Part A, Vol. 27A (1996), pp. 547-554.
- Friedrich, K., Walter, R., Voss, H. and Karger-Kocsis, J., Effect of short fiber reinforcement on the fatigue crack propagation
and fracture of PEEK-matrix composites, *Composites*, Vol. 17 (1986), pp. 205-216.

- Karger-Kocsis, J. and Friedrich, K., Microstructural details and the effect of testing conditions on the fracture toughness on injection-molded poly(phenylene-sulfide) composites, *Journal of Materials Science*, Vol. 22 (1987), pp. 947-961.
- Karger-Kocsis, J., Friedrich, K. and Bailey, R. S., Fatigue crack propagation in short and long glass fiber reinforced injection-molded polypropylene composites, *Adv. Composite Materials*, Vol. 1, No. 2 (1991), pp. 103-121.
- Kruger, R., The virtual crack closure technique: history, approach and applications, OCase Report No. 2002-10, NASA/CR-2002-211628 (2002).
- Pegoretti, A. and Ricco, T., Fatigue crack propagation in polypropylene reinforced with short glass fibres, *Composite Science and Technology*, Vol. 59 (1999), pp. 1055-1062.
- Pegoretti, A. and Ricco, T., Fatigue fracture of neat and short glass fiber reinforced polypropylene; Effect of frequency and material orientation, *Journal of Composite Materials*, Vol. 34 (2000), pp. 1009-1027.
- Pegoretti, A. and Ricco, T., Crack growth in discontinuous glass fiber reinforced polypropylene under dynamic and static loading conditions, *Composites, Part A*, Vol. 33 (2002), pp. 1539-1547.
- Rybicki, E. F. and Kanninen, M. F., A finite element calculation of stress intensity factors by a modified crack closure integral, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 9 (1977), pp. 931-938.
- Shimizu, K., Koike, Y., Yamada, D., Oharada, K., Tanaka, K. and Shoubu, T., Evaluation of internal stress in short-fiber reinforced plastics by transmission X-ray diffraction, *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol. 65, No. 9 (2016), pp. 657-664 (in Japanese).
- Sih, G. C. and Liebowitz, H., Mathematical theory of brittle fracture, Edited by Liebowitz, H., *Fracture*, Vol. 2 Mathematical Fundamentals, Academic Press, New York (1968), pp. 67-190.
- Tada, H., Paris, P. C. and Irwin, G. R., *The Stress Analysis of Cracks Handbook*, Third Edition, ASM International Publication (2000), p.41.
- Tanaka, K., Kitano, T. and Egami, N., Effect of fiber orientation on fatigue crack propagation in short-fiber reinforced plastics, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 123 (2014), pp. 44-58.
- Tanaka, K., Kitano, T. and Egami, N., Effect of material orientation and stress ratio on fatigue crack propagation in short-fiber reinforced plastics, *Journal of Materials Science, Japan*, Vol. 63, No. 12 (2014), pp. 830-8363 (in Japanese).
- Tanaka, K. and Nakai, Y., Propagation and non-propagation of short-fatigue crack at a sharp notch, *Fatigue of Engineering Materials and Structures*, Vol. 6 (1983), pp. 315-327.
- Tanaka, K., Oharada, K., Yamada, D. and Shimizu, K., Fatigue crack propagation in short-carbon-fiber reinforced plastics evaluated based on anisotropic fracture mechanics, *International Journal of Fatigue*, Vol. 92 (2016), pp. 415-425.
- Wyzgoski, M. G., Novak, G. E. and Simon, D. L., Fatigue fracture of nylon polymers, Part I Effect of frequency, *Journal of Materials Science*, Vol. 25 (1990), pp. 4501-4510.
- Wyzgoski, M. G. and Novak, G. E., Fatigue fracture of nylon polymers, Part II Effect of glass-fibre reinforcement, *Journal of Materials Science*, Vol. 26 (1991), pp. 6314-6324.