

微量のガラス短繊維を含む非結晶性高分子材料の変形と破壊

| | |
|-------|---|
| メタデータ | 言語: jpn 出版者: 公開日: 2017-10-05 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: メールアドレス: 所属: |
| URL | http://hdl.handle.net/2297/16255 |

| | |
|-----------|--|
| 氏 名 | 小山 信次 |
| 生 年 月 日 | |
| 本 籍 | 青森県 |
| 学 位 の 種 類 | 博士 (工学) |
| 学 位 記 番 号 | 博乙第190号 |
| 学位授与の日付 | 平成11年3月25日 |
| 学位授与の要件 | 論文博士 (学位規則第4条第2項) |
| 学位授与の題目 | 微量のガラス短繊維を含む非結晶性高分子材料の変形と破壊 |
| 論文審査委員 | (主 査) 北川 正義 (副 査) 黒部 利次, 山田 良穂, 米山 猛, 茶谷 明義 |

学 位 論 文 要 旨

In order to know the fracture mechanism of FRP, quasi-static tensile and fatigue tests were performed using AS, PMMA and PC samples with small content of short glass fibers which were fabricated by the injection molding. Using these samples, the deformation behavior around the interior fibers was observed through an optical microscope. Furthermore, the same tests were performed at some temperatures and at an acidic environment.

In tensile fracture, it was found that the fracture for PMMA and AS occurred due to crazing at the ends of the fibers, while the debonding of the fibers from the matrix induces ductile or shear cracks for PC. In fatigue fracture, for AS and PMMA, fracture mechanism was the same as tensile fracture and for PC, under relatively high stress amplitude at 25 °C, crack growth from the shear cracks initiated around the interior fibers perpendicular to the loading direction caused fatigue fracture, but at relatively low temperatures, the surface crazes led to a final fracture.

The tests were performed using notched specimen and DCB specimen to investigate the effect of glass fiber on crack growth. The crack tip was observed by means of optical interferometry and the damage pattern of FRP by impinging water jets was examined to know the fracture mechanism.

1. はじめに

ガラス繊維強化プラスチックは、高い生産性と経済性に加え、軽量かつ高強度という特性を有するが、き裂伝播速度に対する抵抗が小さく、強度の点でばらつきが多く、信頼性に欠ける。本研究においては、この原因として、繊維とマトリックスの剥離、接着破壊に着目し、単調引張、引張疲労による短繊維複合材の変形、破壊の様相、特に、繊維近傍の様相を詳細に観察し、変形と破壊機構を明らかにする。そのため、透明性を有する微量のガラス短繊維を含む AS、PMMA、PC 材を用い、表面ばかりでなく、試験片内部にある繊維周りの変形を変形初期から破断まで連続的に観察した。さらに、これらの変形、破壊機構に及ぼす温度と酸の影響、切り欠き材を用い、疲労き裂成長にガラス繊維がどのように影響するか、また、流体が衝撃的に衝突するウォータージェットによる複合材の損傷機構を調べた。

2. 材料および実験方法

母材として透明な熱可塑性高分子材料である AS 材、PMMA 材および PC 材を用い、ガラス繊維重量含有率 $W_f=0.01\%$ 、 0.1% 、 1% 、 2% のダンベル型試験片に射出成形した。繊維は E ガラスで、直径 $11\mu\text{m}$ 、長さは $20 \sim 900\mu\text{m}$ の範囲にあり、平均は、ほぼ $200\mu\text{m}$ 、平均アスペクト比は約 18 である。切り欠き材の試験片は、ダンベル型試験片の中央に 0.5mm 円孔を作成し、干渉縞を利用したき裂成長試験には小型 DCB 試験片を用いた。また、変形機構に及ぼす温度の影響を調べるために試験温度を変え、酸の影響を調べるため 3.5% 塩酸中での疲労試験を行った。

引張試験は、伸び制御であり、疲労試験は片振りの荷重制御のもとで行った。光干渉縞を利用したき裂成長試験は、光学顕微鏡に小型試験機を組み込み、ビデオカメラを通してリアルタイムで画像処理し、き裂成長の様子をモニター上で観察できる。ウォータージェットによる損傷試験では、実用含有率 20% の試験片も準備し、初期の損傷機構を解明するため、低吐出圧力で行い、損傷形態を SEM 観察した。

変形機構解明のため、引張試験と疲労試験において、表面ばかりでなく、内部にある短繊維近傍に着目し、主として、繊維と母材の変形、母材からの繊維の剥離を光学顕微鏡にて連続観察した。

3. 結果および考察

室温引張試験においては AS 材と PMMA 材はぜい性的性質を示す。内部の S G F 端に発生したクレイズが隣接する繊維端に発生したクレイズと合体し、成長することで破壊が生じ、 $60\text{ }^\circ\text{C}$ では、降伏ピークを示し、内部にある短繊維の破断箇所から発生したクレイズが合体し、最終破断に導きき裂に成長する。 $-192\text{ }^\circ\text{C}$ では、破壊の起点は表面クレイズである。

PC 材は室温では延性的な性質を示す。 $-192\text{ }^\circ\text{C}$ においては、降伏ピークを示さなくなり、ぜい性的な性質に変化する。室温、 $50\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $-76\text{ }^\circ\text{C}$ の場合、内部の繊維に発生したダイヤモンドき裂、剥離箇所が破壊の起点である。 $-192\text{ }^\circ\text{C}$ では、表面クレイズが破壊の起点となる。

AS、PMMA 材の疲労試験においては、応力振幅に依存した負荷繰り返し（破壊繰り返し

し数の数%)の後、試験片表面ばかりでなく内部にある負荷方向と平行なほとんどの繊維端近傍において、負荷方向と垂直な繊維端に、室温引張と同様なクレイズが発生、き裂化し、円盤状に拡大し、別の繊維端から進展してきたき裂と合体し、最終破壊に至るという過程をとる。AS材 60℃の場合は、試験片表面近傍にある短繊維が破断した箇所から発生したクレイズが破壊起点となる。

PC材室温のS-N曲線は、高応力振幅においてはせん断き裂支配型、低応力振幅においては、表面クレイズ支配型になる変形機構の相違から、逆S字形を示し、寿命の逆転現象が生ずる(Fig.1)。高応力振幅($s_a=30\text{MPa}$)においては、内部にある比較的短い繊維の両端から、繊維中心点に関して対称に剥離が発生し、繊維中心に向かって拡大する。剥離部の応力集中により、母材に多数のポイドを伴うせん断降伏帯が発生し、ポイドが合体することによりせん断帯のき裂化し、成長する。このせん断き裂は、負荷方向と45°をなし、対になって生ずる。その後、モードI型の疲労き裂となり最終破断にいたる(Fig.2)。低応力側では、表面クレイズが発生し、クレイズの先端に負荷方向と45°をなすせん断帯が発生し、高応力振幅の場合と同様なポイドを伴い、せん断帯がき裂化し、モードI型き裂の成長する。

PC材、-76℃、50℃のS-N曲線は、逆S字形にはならず、それぞれに、ほぼ一本の曲線となる。室温と比較すると大幅な疲労寿命低下を示している。-76℃、50℃においては、低応力振幅の場合、表面クレイズから疲労き裂が成長し最終破断に至る様相を示す。高応力振幅の場合は、室温低応力振幅の場合と破壊過程は同様である。室温低応力振幅、その他の温度の場合はいずれも表面クレイズから疲労き裂が成長し最終破断に至る様相を示し、このことは、S-N曲線においても同一の曲線にのる傾向を示す要因になっている。

酸環境中の疲労試験においては、AS材とPC材の場合、いずれも空気中と比較すると疲労寿命は低下する。AS材においては、表面近傍の繊維とマトリックスの凹状の境界部分が剥離し、そこからき裂が発生する場合が著しく多く、疲労き裂の起点となる。PC材の場合、試験片表面にクレイズが発生し、これが疲労き裂の起点となる。両材の破面を観察すると、繊維表面にピット、繊維の縦割れが観察された。ガラス繊維の腐食が著しく、き裂伝播に対する抵抗力が低下し、疲労寿命を減少させる要因となっている。

き裂成長試験では、き裂先端に高分子材料特有のクレイズ領域を伴うこと、母材との接着が良い場合には、ガラス繊維はき裂面の橋架けによって、き裂開口量を減少させる。また、き裂成長を遅らせるアレストラインを破面に残す結果が得られた。

ウォータージェットによる損傷試験においては、ジェット衝突領域の衝撃圧と衝突後の壁面噴流の作用により複合材は損傷を受けることになる。ジェット衝突領域の経過時間により変化する損傷形態と衝突中心へ向かう径方向の損傷形態の変化は類似している。清水の場合、損傷形態は、クレイズのき裂化、フレーク状の剥離の発生、剥離部分でのピットの多発、そして壁面噴流による円周方向き裂へ成長する損傷形態となる。含有率1%の場合は繊維の影響は見られなかったが、20%の場合は繊維が損傷程度を抑制する傾向が見られた。清水中に極微量の油が混入したウォータージェットの場合、複合材の損傷形態は、流れ方向と平行な線状き裂、線状き裂間での連絡き裂、線状および連絡き裂に囲まれ

た断片のフレイク状化とその剥離の発生という特徴的な損傷進行過程が認められた。

4. まとめ

単調引張試験において、クレイズ発生応力が小さいAS材、PMMA材については、室温でぜい性的性質を示し、いずれの温度の場合も、破壊は内部の繊維に発生したクレイズから生ずる。PC材については、-192℃の場合は、表面クレイズから破壊が生ずるが、その他の温度では延性的性質を示し、内部の繊維に発生したダイヤモンドき裂、剥離箇所から破壊が発生する。単調引張では母材と繊維の界面の力学的性質が影響すると推定される。

引張疲労においては、AS、PMMA材の場合、いずれの温度でも、破壊の起点は内部にある繊維端に発生したクレイズである。PC材の場合は、室温高応力の場合に内部の繊維から発生したクレイズ、せん断き裂が破壊の起点になるが、低応力、その他の温度の場合はいずれも表面クレイズから疲労き裂が成長し最終破断に至る様相を示し、これらは、S-N曲線においても同一の曲線にのる傾向を示す。PC材の場合は試験条件により破壊形式がかなり異なる結果が得られた。

酸環境中の疲労試験においては、ガラス繊維は著しく腐食され、き裂伝播抵抗が減少する結果、疲労寿命の低下を示す。

き裂成長試験では、母材との接着が良い場合には、ガラス繊維はき裂面の橋架けによって、き裂開口量を減少させ、き裂成長が一時停止し、繊維の存在がき裂成長の抵抗となる。

ウォータージェットによる損傷形態は、ジェット衝突領域の経過時間により変化する損傷形態と衝突中心へ向かう径方向の損傷形態の変化は類似している。水滴の衝突による破壊機構は不明な点が多く今後の研究課題である。

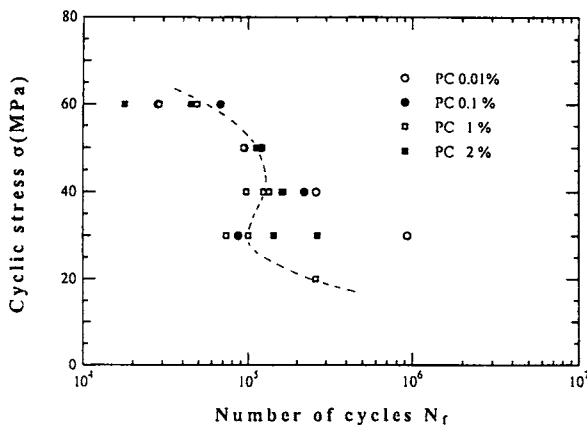


Fig.1 S-N curves for PC

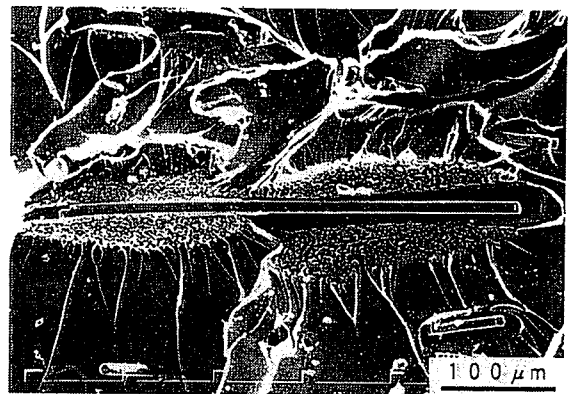


Fig.2 Fatigue fracture surface
for PC tested at $\sigma_a=30$ MPa

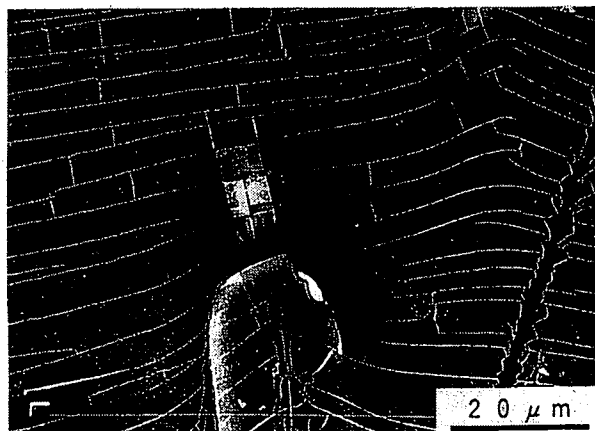


Fig.3 Damage surface for a water jet containing a very small amount of oil

学位論文審査結果の要旨

平成10年12月11日および平成11年2月5日の口頭発表後の第1, 2回審査委員会において、面接審査等を通して慎重に審査し、以下のように判定した。

ガラス短繊維 (GF)/高分子系複合材料に関する研究は、GF の高分子マトリックス (M) からの剥離を経て破壊に到るまでの基礎的な研究は少なく、不明な点が多い。本研究では、透明な非晶性高分子材料に極微量の GF を混ぜるという手法によって、内部にある GF 近傍の挙動をも観察可能な試験片を製作し、単純引張、疲労破壊、き裂成長およびウォータージェット衝撃による GF と M の損傷・剥離過程を観察し、以下の結果を得た。1) GF 端近傍からの破壊進行過程を明らかにした。特に GF/ポリカーボネイト (PC) の高応力側疲労破壊において、負荷方向と垂直な GF 端から、独特なき裂発生過程を発見し、その発生モデルを与えた。2) 開発した光干渉縞利用のき裂端開口測定装置を用いて、き裂/GF の干渉を観察し、GF 近傍でき裂開口が抑えられ、き裂成長速度を減速することを初めて実験的に示した。3) ウォータージェット衝撃によって、GF/PC 材から GF が抜け落ちる独特な損傷過程を観察した。

以上のように、新しく工夫・開発した材料および装置によって、複合材料研究の重要な実験法を示すと同時に、複合材料の基礎的な変形・破壊現象に関する新しい知見を与えており、博士論文に値するものと判定した。