

2015A1661

BL46XU

短繊維強化樹脂複合材料のひずみ・応力分布の X 線評価 X-ray Evaluation of Stress-strain Distribution in Short-fiber Reinforced Plastics

田中 啓介^a, 岩堀 恵介^b, 清水 憲一^a, 菖蒲 敬久^c,
山田 大貴^a, 小原田和也^a, 小林大純^a, 長谷 光司^a
Keisuke Tanaka^a, Keisuke Iwahori^b, kennichi Shimizu^a, Takahisa Shobu^c,
Daiki Yamada^a, Kazuya Oharada^a, Hirozumi Kobayashi^a, Koji Nagaya^a

^a名城大学, ^b(株)デンソー, ^c(国研)日本原子力開発機構
^aMeijo University, ^bDENSO Co. Ltd., ^cJAEA

炭素短繊維 30 wt% で強化した PPS 樹脂の射出成形平板から、繊維が一方に配向した表面層を取りだした平板に、疲労き裂を導入し、負荷応力状態でき裂近傍の応力分布を計測した。き裂先端での母相応力の負荷にともなう増加量は、繊維配向に依存せず母相応力が疲労き裂進展を支配する物理量であることが明らかとなった。ついで、PPS、ガラス繊維、炭酸カルシウムを等量混合した 3 相複合材について、PPS 相の応力と負荷応力との関係を求めた。射出方向の応力分配係数は炭素繊維で強化した 2 相複合材より大きく、複合材の構成相の違いによる相違が明確であった。

キーワード： 短繊維強化樹脂、疲労き裂、ひずみ・応力分布、き裂進展支配パラメータ

背景と研究目的：

近年、地球環境保全のために自動車・航空機をはじめとする輸送機器の燃費向上のための軽量化は緊急の課題であり、この目的のための切り札の材料として繊維強化樹脂材料の実用化が進んでいる。特に自動車など陸上輸送機器では製造コストの点から炭素あるいはガラスの短繊維で強化した熱可塑性樹脂 SFRP (Short-fiber Reinforced Plastics) が注目されており、繰返し荷重を受ける強度部品への適用時の安全性の確保のために、応力評価法および疲労損傷評価技術の確立が急務となっている。SFRP は異方性が非常に強く、損傷およびき裂進展挙動の評価のためには、部品の危険部における繊維配向性を考慮して応力状態を評価することが不可欠である。

本研究の目的は次の通りである。

- (1) 炭素短繊維 30 wt% で強化した PPS (Polyphenylene Sulfide) 樹脂の 2 相複合材 CFRP (Carbon-fiber Reinforced Plastics) を射出成形した 1 mm 平板から、繊維配向が一方に揃った表面層のみを取りだした板厚 0.4 mm の表面層平板 (NSLP) に、疲労き裂を導入し、負荷応力状態でき裂近傍のひずみ・応力分布の計測を基に、き裂進展の支配力学パラメータを検討する。
- (2) 実用部品に使用されている PPS、ガラス繊維、炭酸カルシウムを等量混合した 3 相複合材 GFRP (Glass-fiber Reinforced Plastics) についても、負荷応力下で、応力・ひずみ測定を行うことから、X 線応力測定法が適用できることを明らかにし、ひずみ・応力評価法として X 線法の実用性を高める。

実験 1：

炭素短繊維で強化した熱可塑性樹脂 CFRP のマクロ残留応力を、母相応力の X 線測定から評価する手法を確立し、その有効性および実用性を高めることが目的である。

本研究の第一の実験での試料は、CFRP の NSLP の平板試験片(長さ 80 mm、幅 10 mm、厚さ 0.4 mm)で、これに応力比 0.1 の引っ張り繰返し荷重を負荷して、疲労き裂を挿入した。試験片は繊維方向が荷重負荷方向に配向した MD 材、および荷重方向に垂直に配向する TD 材の 2 種類である。前者ではき裂は繊維に垂直に進展し、後者ではき裂は平行に進展する。また、両材料における疲労き裂は、ほぼ同一のき裂進展速度を有した状態で疲労試験を中断して、応力分布測定に供した。中断時の疲労状態は、MD 材について、最大応力 $\sigma_{\max} = 45 \text{ MPa}$ 、き裂長さ $a = 6.21 \text{ mm}$ 、き

裂進展速度 $da/dN = 1.01 \times 10^{-6}$ mm/cycle、応力拡大係数範囲 $\Delta K = 6.97$ MPa $m^{-1/2}$ である。一方、TD材は、 $\sigma_{max} = 18$ MPa、 $a = 3.52$ mm、 $da/dN = 8.97 \times 10^{-7}$ mm/cycle、 $\Delta K = 1.96$ MPa $m^{-1/2}$ である。繊維方向がき裂進行に垂直な MD 材の方が、平行な TD 材よりき裂進展抵抗が大きく、同一のき裂進展速度に対する応力拡大係数範囲は、前者の方が 3.5 倍程度と大きい。

応力測定はビームライン BL46XU において、エネルギー 12 keV の X 線を用いて行った。Fig. 1 に実験での光学系を示す。フーバー製の多軸回折系に検出器として NaI シンチレーションカウンタを用いた。また、条件は Table 1 にまとめる。本実験では、照射領域を小さくして、応力勾配を有する領域での応力分布を測定した。受光側のスリットはダブルスリットである。入射ビームを 4 次元スリット (IS-1 ; 高さ 0.3 mm、幅 0.3 mm) で制限し、検出側はダブルスリット (RS1、RS2: 高さ 0.3 mm、幅 1.0 mm) とした。PPS の 111、220 回折のピークシフトの計測から母相のひずみを計測した。回折角は 13.6° であり、応力の決定は、透過法・並傾法の光学系で $\sin^2\psi$ 法によって行った。 $\sin^2\psi$ は 0.5 から 1.0 まで 0.1 刻みで 6 点の測定をした。検出器の走査角度範囲は 11.0° から 15.4° で、この範囲を 0.08° ステップで 55 点分割した。計測時間は 1 s である。なお、スリットの寸法は一定で測定したので、 $\sin^2\psi$ の値によって X 線の照射領域は異なる。

疲労き裂を導入した NSLP の平板試験片に、疲労荷重と同様に引張荷重を負荷した状態で、き裂近傍について荷重方向の応力分布を計測した。なお、応力測定で使用する PPS 相の X 線の弾性定数は、同一材料について実験室 X 線で測定した値を用いた [1]。X 線の弾性定数は、PPS のみで射出成形した平板に曲げ荷重装置で応力負荷し、反射法・側傾法の $\sin^2\psi$ 法によって測定した。

実験 1 の結果および考察：

NSLP の TD 材に対して得られたプロファイルの例を Fig. 2 に示す。疲労繰返しの最小応力 σ_{min} (= 1.4 MPa) を負荷した状態で、き裂先端での荷重軸方向の応力を、 $\sin^2\psi$ 法で測定するために計測したプロファイルである。このプロファイルは全て PPS (斜方晶) からの回折であり、炭素繊維からの回折は含まれていない。低角から 110、200、111 の回折に対応する。ここで、(1)LP 因子の補正、吸収因子補正、(2)平滑化、(3)バックグラウンド除去、(4)回折プロファイルを Gauss 関数によりフィッティングにより回折角を求めた。その際、200、111 を一つのピークとして、110 のピークと波形分離を行った。

Fig. 3 には負荷状態での MD 材、および TD 材におけるき裂先端での負荷荷重方向の PPS 相の軸方向応力に対する $\sin^2\psi$ 線図を示す。また、Fig. 4 にはこれから得られた軸方向応力の分布を示す。MD 材では 2 応力レベル、TD 材では 3 応力レベルでの測定結果である。ここで、まず負荷応力が疲労試験で負荷した最小応力における測定結果 (図中の赤丸印) において、TD 材では 10 から 20 MPa 程度の低い値であり、ほぼ一定であるのに対して、MD 材では特にき裂近傍で 100 MPa 程度の大きな値となっている。これは、MD 材では負荷状態でのき裂近傍での繊維の引き抜けなどにより、母材に大きな引張が残留していることに起因すると考えられる。一方、TD 材では繊維の引き抜けはなくき裂近傍での変形により母相の残留応力が負荷されることはない。

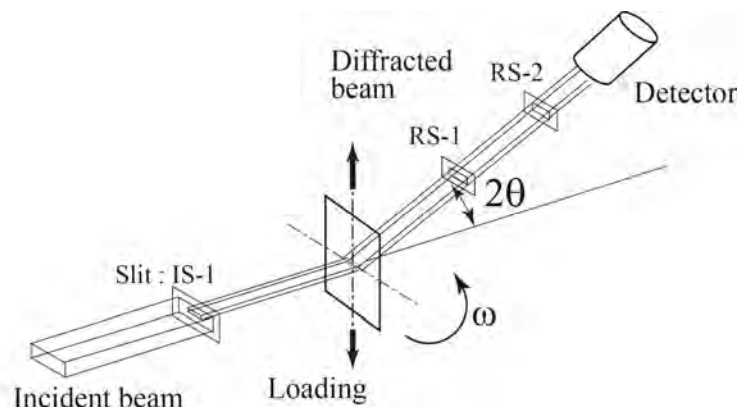


Fig. 1 Experimental set-up.

Table 1 Measurement conditions for NSLP of CFRP.

Measurement material	PPS
Energy level (keV)	12
Wave length (nm)	0.1033
Measurement method	Iso-inclination method
IS-1, h×w (mm)	0.3×0.3
RS-1, h×w (mm)	0.3×1.0
RS-2, h×w (mm)	0.3×1.0
Diffraction plane	111, 200
Diffraction angle $2\theta_0$ (deg)	13.6
Scanning range 2θ (deg)	11.0-15.4
$\sin^2 \psi$	0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9, 1.0
Counting time (s)	1
Number of partition	55
Step width (deg)	0.08

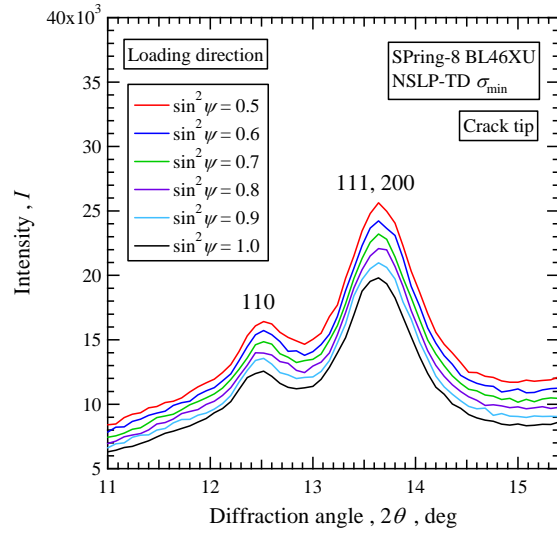


Fig. 2 Diffraction profiles of PPS from TD specimen of NSLP of CFRP for different $\sin^2 \psi$.

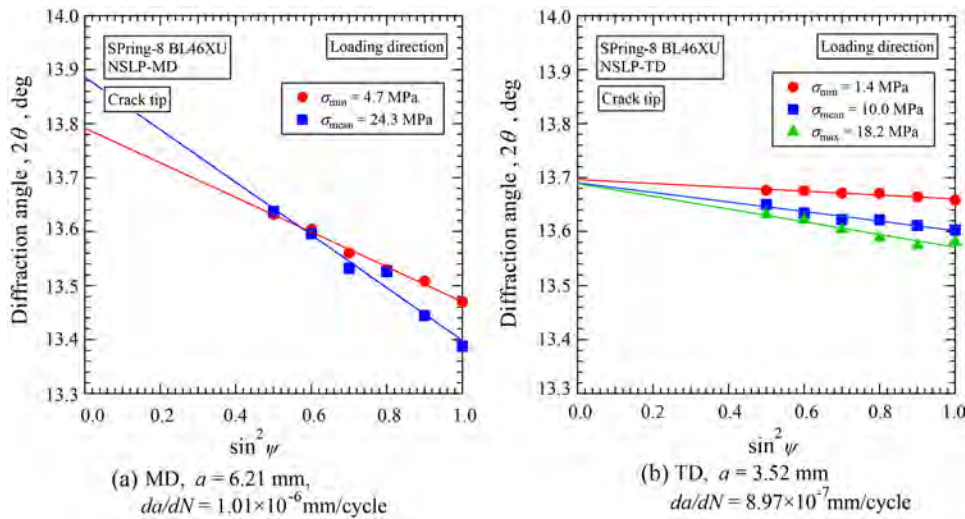


Fig. 3 2θ - $\sin^2 \psi$ diagram taken at crack tip in MD and TD specimens of NSLP of CFRP.

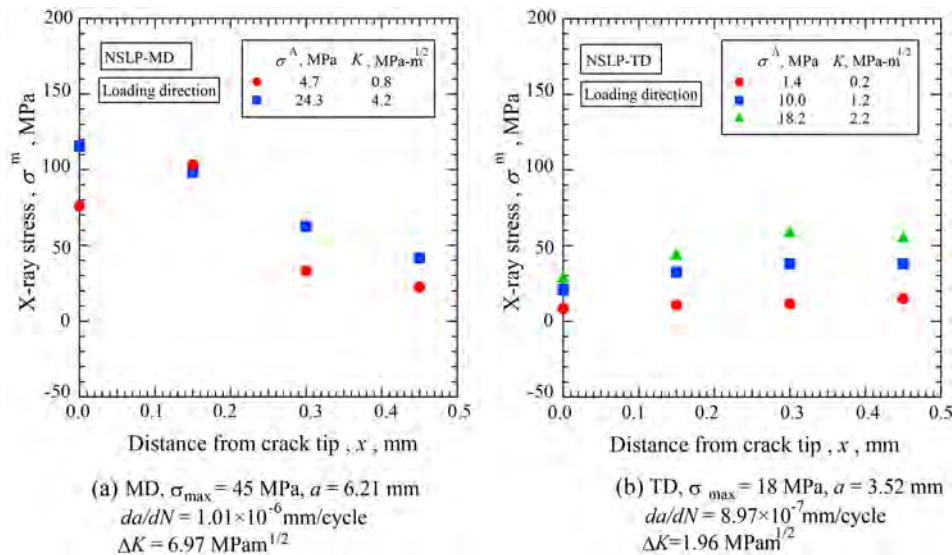


Fig. 4 Stress distribution near crack tips in MD and TD specimens of NSLP of CFRP.

負荷応力が増すと母相応力も増大する。MD 材および TD 材ともに負荷応力の増大とともに母相応力は増大するが、き裂先端近傍での上昇量が特に大きいということはない。ここで、き裂先端から 0.3 mm 位置での荷重軸方向の母相応力と、負荷した応力拡大係数 ΔK をヤング率 E で割った値 $\Delta K/E$ との関係を図 5 に示す。ここで、非常に興味深い点は母相応力の増加量と、 $\Delta K/E$ との関係には繊維配向はあまり影響しないことがわかる。一方、繊維配向が異なった TD、MD 材における疲労き裂進展速度 da/dN が、同一 ΔK では MD 材の方が非常に遅くなるが、 $\Delta K/E$ で整理するとほぼ同一となることを明らかにした[2]。このことと Fig. 4 に示す結果はよく対応する。つまり、き裂先端近傍の変形挙動は ΔK ではなく、 $\Delta K/E$ によって決定されることを意味しており、これがき裂進展速度を支配するパラメータであることを支持する実証データであると見なされる。

今後、荷重条件が異なるき裂に対しても同様の測定を行い、蓄積されたデータを基に支配力学パラメータとしての有効性の確認が必要である。

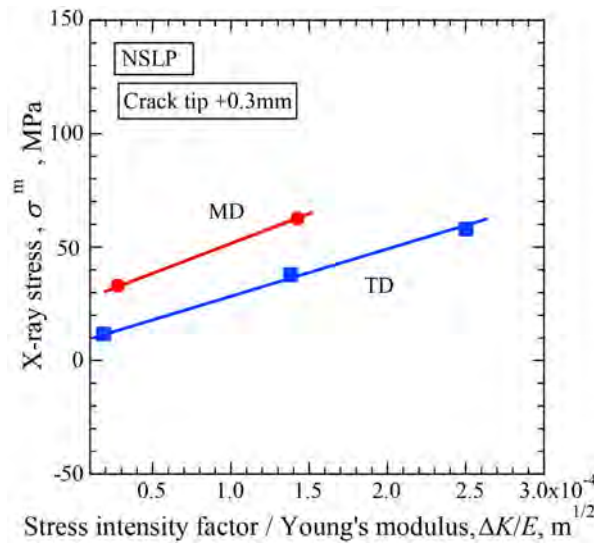


Fig. 5 Change of crack-tip stress with stress intensity range divided by Young's modulus of MD and TD specimens of NSLP of CFRP.

実験 2 :

対象とする材料は PPS、ガラス繊維、炭酸カルシウムを各 33 wt% 混合した GFRP の射出成形板である。実際の部品は 6 mm 厚さで成形されている。しかし、設定したエネルギー 12 keV では、透過 X 線強度が低く、測定に長い時間がかかることが予想されたために、予定を変更して、まず 1 mm 厚さの平板（長さ 50 mm、幅 10 mm）を用いて、引張負荷条件下で応力測定を行い精度について検討することとした。試験片としては、CFRP と同様に荷重方向が射出方向に平行な MD 材と垂直な TD 材について測定した。

Table 2 に条件をまとめる。光学系は CFRP の場合と同一である。PPS の 111、220 回折のピークシフトの計測から母相のひずみを計測した。応力の決定は、透過法・並傾法の光学系で $\sin^2\psi$ 法によって行った。本実験では、照射領域を $0.4 \times 0.4 \text{ mm}^2$ と大きくして、回折 X 線強度を上げた。また、炭酸カルシウムも結晶であり、この相の応力測定も検討した。透過法・並傾法の光学系での $\sin^2\psi$ 法によって行った。

実験 2 の結果および考察 :

GFRP の MD 材から得られたプロファイルの例を図 6 に示す。無負荷での測定である。CFRP に比較して回折強度が 5 分の 1 程度で弱い。CFRP の場合と同様に、111、220 回折を一つのピークとして測定した。Fig. 7 には MD 材の PPS 相の荷重方向および垂直方向応力に対する $\sin^2\psi$ 線図

を示す。直線性はかなり悪いが、回帰直線を求めその傾きから求めた負荷方向 σ_1^m および垂直方向応力 σ_2^m と負荷応力の関係を Fig. 8 に示す。負荷応力に対して、平行な方向の応力と負荷応力の比は 0.339 であり、CFRP の場合 0.233 よりは大きく、PPS 相がより高い応力分配係数となる。一方、垂直方向の応力はあまり変化しなかった。一方、TD 材についても応力の測定を行ったが、データのばらつきが大きく信頼できるデータは得られなかった。これは回折強度が弱いために、精度が悪くなったためと考えられる。

また、炭酸カルシウム (CaCO_3) 相についても $\sin^2\psi$ 線図を求めたが、ばらつきが大きく、有用なデータは得られなかった。さらに、 CaCO_3 の弾性定数は不明であり、今後の検討が望まれる。これらの実験結果に共通しているのは、GFRP 中の PPS 相、 CaCO_3 相の割合が低く、十分の回折 X 線強度が得られなかったことが原因と考えられる。さらに、6 mm 程度の板厚の内部応力の測定のためには、エネルギーをあげ、例えば 20 keV を採用することが必要になるものと考えられる。

Table 2 Measurement conditions for GFRP.

Measurement material	PPS	CaCO_3
Energy level (keV)	12	
Wave length (nm)	0.1033	
Measurement method	Iso-inclination method	
IS-1, h×w (mm)	0.4×0.4	
RS-1, h×w (mm)	0.4×3.0	
RS-2, h×w (mm)	0.4×3.0	
Diffraction plane	111, 200	012
Diffraction angle $2\theta_0$ (deg)	13.6	15.4
Scanning range 2θ (deg)	11.0-15.0	15.1-15.7
$\sin^2\psi$	0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9, 1.0	
Counting time (s)	1	
Number of partition	50	
Step width (deg)	0.08	0.012

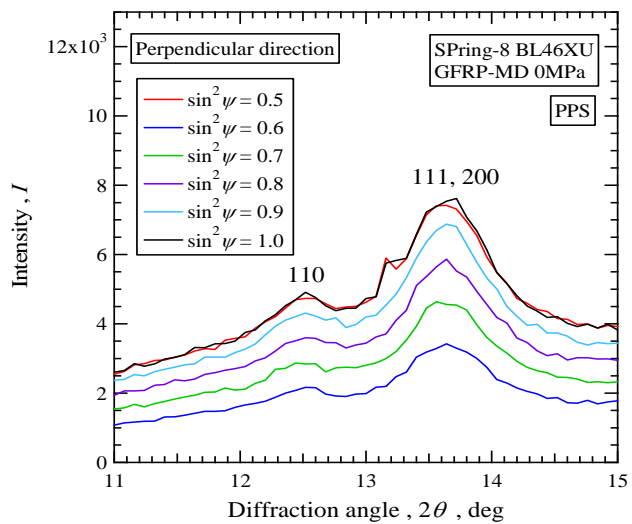


Fig. 6 Diffraction profiles of PPS from MD specimen of GFRP for different $\sin^2\psi$.

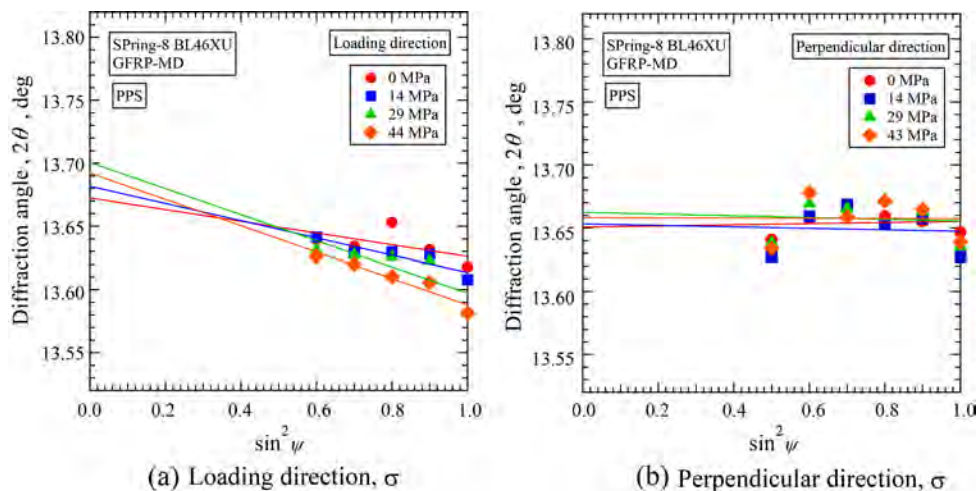


Fig. 7 2θ - $\sin^2\psi$ diagram of TD specimen of GFRP.

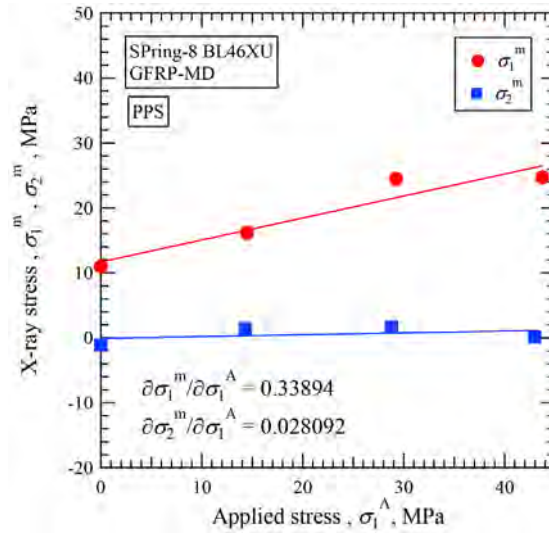


Fig. 8 Change of parallel σ_1^m and perpendicular stress σ_2^m in PPS under the applied stress σ_1^A for GFRP.

参考文献：

- [1] 田中啓介, 所 昇平, 小池祐基, 江上 登, 秋庭義明, 材料, **63**(7), 514 (2014).
- [2] K. Tanaka, T. Kitano, N. Egami, *Engineering Fracture Mechanics*, **123**, 44 (2014).

©JASRI

(Received: October 21, 2015; Early edition: July 11, 2017;
Accepted: July 18, 2017; Published: August 17, 2017)