



モデルコンポジットを用いたFRPの繊維／樹脂界面はく離き裂進展に関する破壊力学的研究

小岩, 康三

(Degree)

博士 (工学)

(Date of Degree)

2011-09-25

(Date of Publication)

2015-08-20

(Resource Type)

doctoral thesis

(Report Number)

甲5345

(URL)

<https://hdl.handle.net/20.500.14094/D1005345>

※ 当コンテンツは神戸大学の学術成果です。無断複製・不正使用等を禁じます。著作権法で認められている範囲内で、適切にご利用ください。



博 士 論 文

モデルコンポジットを用いた FRP の繊維／樹脂
界面はく離き裂進展に関する破壊力学的研究

平成 23 年 7 月

神戸大学大学院工学研究科

小岩 康三

目次

第1章 緒 論

1.1 繊維強化プラスチック	1
1.2 長繊維複合材料への破壊力学の適用	2
1.3 FRP のき裂進展における界面の役割とマイクロメカニクス解析	3
1.4 モデルコンポジットを用いた界面はく離特性の抽出	5
1.5 本論文の内容	6

第2章 拡大サイズの微小モデルコンポジットによる 繊維／樹脂界面はく離特性の破壊力学的評価

2.1 緒言	11
2.2 モデルコンポジット	11
2.2.1 繊維と母材	12
2.2.2 モデルコンポジットの作製方法	12
2.3 モード I およびモード II 試験方法	15
2.3.1 試験システム	15
2.3.2 試験方法	17
2.3.2.a モード I 試験	17
2.3.2.b モード II 試験	18
2.4 モード I 界面き裂進展特性	19
2.4.1 試験力—変位曲線	19
2.4.2 コンプライアンスとエネルギー解放率	20
2.4.3 モード I 界面破壊靱性値	22
2.4.4 破面および界面の微視観察	23
2.5 モード II 界面き裂進展特性	26
2.5.1 試験力—変位曲線	26
2.5.2 コンプライアンスとエネルギー解放率	27
2.5.3 モード II 界面破壊靱性値	28
2.5.4 破面および界面の微視観察	29
2.6 界面破壊靱性と樹脂靱性の分離評価の検討	31
2.6.1 FRP バルク材の破壊靱性	31
2.6.2 繊維 4 本のモデルコンポジットに対する破壊靱性試験	32
2.6.3 実験結果および考察	32
2.7 結言	38

第3章 リアルサイズモデルコンポジットに用いる その場観察試験システムの構築

3.1 緒言	41
3.2 その場観察試験システムの構築	42

3.2.1	試験機全体の構成	42
3.2.2	変位測定	43
3.3	モード I 試験	44
3.4	モード II 試験	45
3.5	精度の検証	47
3.6	結言	48
第 4 章	リアルサイズモデルコンポジットによる	
	モード I 界面破壊靱性の評価	51
4.1	緒言	51
4.2	実験方法	51
4.2.1	試験片材料	51
4.2.2	リアルサイズのモデルコンポジットの作製方法	52
4.2.3	金属線タブの接着	54
4.2.4	フレームからの試験片切断	56
4.2.5	モード I 界面破壊靱性試験方法	57
4.3	繊維 2 本のリアルサイズモデルコンポジットのモード I 界面破壊靱性	58
4.3.1	受け入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂の試験結果	58
4.3.1.a	試験力—変位関係	58
4.3.1.b	き裂長さとコンプライアンスの関係	59
4.3.1.c	破面観察	61
4.3.1.d	界面破壊靱性値	62
4.3.2	再処理ガラス繊維／ビニルエステル樹脂の試験結果	64
4.3.2.a	試験力—変位関係とコンプライアンス	64
4.3.2.b	破面観察	65
4.3.2.c	破壊靱性値	67
4.3.3	再処理ガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂の試験結果	68
4.3.3.a	試験力—変位関係とコンプライアンス	68
4.3.3.b	破面観察	68
4.3.3.c	界面破壊靱性値	71
4.4	繊維 4 本のリアルサイズモデルコンポジットを用いた 界面破壊靱性と樹脂靱性の分離評価	74
4.4.1	繊維 4 本のリアルサイズモデルコンポジットの作製方法	74
4.4.2	繊維 4 本のモデルコンポジットのモード I 破壊靱性試験結果	77
4.4.2.a	試験力—変位関係とコンプライアンス	77
4.4.2.b	破面観察	79
4.4.2.c	破壊靱性値	80
4.4.2.d	界面破壊靱性と樹脂靱性の分離評価	81
4.5	結言	82

第 5 章	リアルサイズモデルコンポジットによる	
	モード II 界面破壊靱性の評価	85
5.1	諸言	85
5.2	リアルサイズモデルコンポジットを用いた ELS 法による	
	モード II 界面破壊靱性の評価	85
5.2.1	実験方法	85
5.2.2	ELS 法によるモード II 界面き裂進展試験結果	87
5.2.2.a	試験力-変位曲線および試験片変形挙動	87
5.2.2.b	破面様相	89
5.2.2.c	き裂長さとコンプライアンスの関係	90
5.2.2.d	モード II 界面破壊靱性値	91
5.2.2.e	リアルサイズモデルコンポジットを用いた	
	ELS 法の問題点	92
5.3	繊維 3 本のリアルサイズモデルコンポジットを用いた	
	Double Shear 法によるモード II 界面破壊靱性の評価	93
5.3.1	繊維 3 本のモデルコンポジットによる Double Shear 試験	93
5.3.2	試験片材料	94
5.3.3	繊維 3 本のモデルコンポジットの作製方法	95
5.3.4	Double Shear 法による界面破壊靱性試験方法	98
5.3.5	Double Shear 法によるモード II 界面き裂進展試験結果	99
5.3.5.a	試験力-変位関係	99
5.3.5.b	破面様相	102
5.3.5.c	エネルギー解放率の解析	105
5.3.5.d	界面破壊靱性値	106
5.3.5.e	Double Shear 法による界面破壊靱性測定の課題	113
5.4	結言	114
第 6 章	結 論	117
付録 A	試験力-変位関係とエネルギー解放率の非線形解析	121
A.1	有限変形はりモデルと曲げモーメント	121
A.2	開口変位の非線形解	123
A.3	エネルギー解放率	124
A.4	き裂長さの補正	125
A.5	計算方法	125
付録 B	き裂長さの定義がエネルギー解放率に及ぼす影響	128

第1章 緒論

1.1 繊維強化プラスチック

最近数十年の材料分野の研究における最大の成果は、複合材料の開発と工業技術への応用であると言われている。複合材料は、2種類以上の材料を一体化して、単一の材料では得られないような優れた力学特性または機能性を持たせた材料であり⁽¹⁾、その多くは長繊維、短繊維、粒子等の強化材を母材（マトリックス）と複合したものである。工業材料として初めて用いられた複合材料は繊維強化プラスチック（FRP：Fiber-reinforced plastics）であり、1940年代初頭にアメリカ合衆国で初めてガラス繊維強化プラスチックが航空機材料として使用され⁽²⁾⁽³⁾、その有用性が実証されてから、急速に発展・普及することとなった。

FRPの強化材として用いられている繊維は、比強度、比剛性が高い点では構造用材料として申し分ないものであるが、その形状から引張以外の力をほとんど支えることができず、単独で構造用材料に用いることはできない、そのため、繊維を接着剤（母材）で覆って固めることで、圧縮等の荷重にも耐えられる成形物となるため、複合材料の強化材としての利用は繊維の利用法としては最適である。なお、強化繊維はガラス繊維だけではなく、強度、剛性、比重において優れている炭素繊維、アラミド繊維、ボロン繊維などが開発されている⁽⁴⁾⁽⁶⁾。マトリックス樹脂には、不飽和ポリエステル、エポキシ、ビニルエステル樹脂などの熱硬化性樹脂に加えて、ナイロン 6.6、ポリプロピレン、ポリエーテルエーテルケトン（PEEK）などの熱可塑性樹脂が用いられている。熱硬化性材料は本質的には脆性材料であるが、特にビニルエステルやエポキシについては、一般的な不飽和ポリエステル等の熱硬化性樹脂よりも靱性に富んだものが開発され、使用されている⁽⁷⁾。

FRPは繊維由来の軽量で高強度・高剛性を持ち、マトリックス樹脂由来の耐食性や成形性も持ちあわせているため、航空機、船舶、車両、住宅、建築資材、スポーツ用具、一般機械などにおいて世界中で幅広く使用されている⁽³⁾⁽⁸⁾。近年、アメリカ合衆国（ボーイング 787）やヨーロッパの開発プロジェクト（エアバス A350）で、機体構造の重量の約 50 %が複合材料からできているような旅客機が開発されていることは記憶に新しい⁽⁹⁾。

構造用の FRP としては、長繊維（連続繊維）を強化材とするものも多く用いられる。この場合は、並べた繊維に樹脂を含浸させた厚さ 0.1~0.2 mm 程度のプリプレグと呼ばれるシート状の中間材を作り、それを何層も貼り付けて硬化させ、板状の積層板として使用することが多い。このような複合材料は一般的な金属材料等の均一材料とは違い、繊維の配向に応じて、方向によって特性が変化する異方性を持つことから、FRPは「設計できる材料」として認知されており⁽³⁾。テニスラケットやゴルフシャフトなど、異方性を利用した設計がなされている例もある⁽¹⁰⁾。

1.2 長繊維強化複合材料への破壊力学の適用

航空機の一次構造や原子力機器などの極めて重要な機械・構造に用いられる材料には、運用中に損傷を受けたとしても十分にその機能を保持するという損傷許容性を確保することが欠かせない。その評価には、最大応力などの力学的パラメータ、降伏応力・引張強さなどを材料強度パラメータとして用いる破壊規準ではなく、き裂先端の特異応力場やき裂進展による解放エネルギーに基づいた破壊力学が用いられる。

破壊力学は、1920年のGriffith⁽¹¹⁾による完全弾性体に対する脆性破壊理論が基礎となっている。1940年頃に大型溶接構造物の脆性破壊事故が多発し、それが溶接個所などの応力集中部から発生したき裂によるものであると判明したためGriffithの理論が注目され、ガラス等の脆性材料に対する理論がOrowan⁽¹²⁾やIrwin⁽¹³⁾などによって線形破壊力学として鋼材のような材料にも適用できるように拡張された。

長繊維強化FRP積層板のき裂進展挙動には、繊維強度に比べてマトリックス樹脂や繊維／樹脂界面の強度が著しく低いという強度不均質性が強く反映され、き裂が繊維に沿って進展するという大きな特徴がある。例えば、積層板では層と層の間が繊維で強化されていないため、層と層が剥がれる層間はく離(delamination)が起こりやすい。また、層内のき裂も繊維に沿って進展するため、従来材料とは著しく異なる進展挙動を示す。Fig. 1-1(a)のような従来の均質等方性材料では、初期き裂にモードII(面内せん断)を含む混合モードの負荷を与えても、き裂は屈曲して向きを変え、き裂先端で純粋なモードI(開口)となる方向にき裂が進展しやすい傾向があることが知られている⁽¹⁴⁾。これに比べて、(b)のように一方向の長繊維で強化されたFRPでは、き裂が屈曲しようとしても繊維に阻止されてその方向には進展できず、結局、繊維に沿って進展することになる。このため、き裂がモードIIあるいは、混合モード下でも進展することが一つの特徴となる。

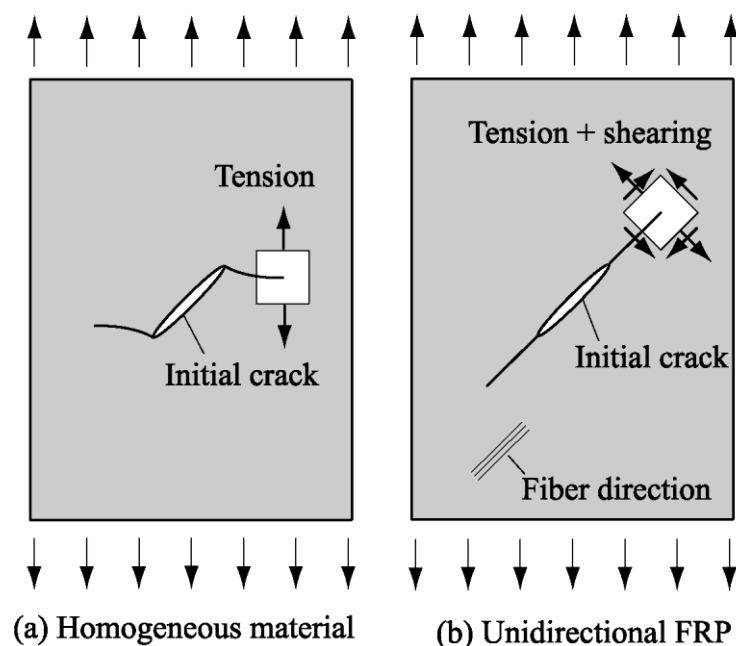


Fig. 1-1 Restraint of crack propagation direction by fiber.

層間はく離き裂は代表的な初期損傷モードとして重要なだけでなく、その進展特性が積層板の損傷許容性や寿命に大きく関わってくることから、1980年代より破壊力学特性の評価が進められている⁽¹⁵⁾⁻⁽¹⁷⁾。実際の試験方法としては、モード I の双片持ちはり (DCB : Double Cantilever Beam) 試験⁽¹⁸⁾、モード II の端面切欠き曲げ (ENF : End-Notched Flexure) 試験⁽¹⁹⁾や端面負荷割れ (ELS : End-Loaded Split) 試験⁽²⁰⁾、モード I+II 混合モードの混合モード曲げ (MMB : Mixed-Mode Bending)⁽²¹⁾や Arcan 試験⁽²²⁾が用いられている。なお、線形破壊力学パラメータとして最も一般的なものは応力拡大係数 K であるが、後述するように複合材料は微視的に不均質材料であるため、 K が代表するき裂先端の局所的な応力の物理的な意味付けが難しく、特に、複合材料中のき裂には部分的に界面き裂が含まれるため、 K の定義も難しくなる。しかし、破壊力学パラメータとして、き裂が微小長さ進展するときに系が解放する単位幅あたりのポテンシャルエネルギーとして定義されるエネルギー解放率 G を用いた場合、物理的な意味や定義が明確であり、さらに、FRP 中のき裂進展に混在している界面はく離や樹脂破壊を同じパラメータで評価でき、コンプライアンス法による実験的な評価が可能であることから、主に G が用いられるようになった⁽²³⁾⁽²⁴⁾。

1.3 FRP のき裂進展における界面の役割とマイクロメカニクス解析

FRP は高強度の繊維と脆弱な樹脂を組み合わせた不均質材料であり、異方性を用いることで設計自由度が高くなる反面、その破壊挙動は非常に複雑となるため、FRP の重要な破壊モードである繊維に沿ったき裂の巨視的な進展特性にも、不均質な微視構造に起因して生じる多様な微視的破壊特性が影響する⁽²⁵⁾。Fig. 1-2 は、長繊維一方向強化 FRP 中をき裂が巨視的に繊維に沿って進展する場合における、微視的な損傷メカニズムを模して表したものである⁽²⁵⁾。繊維の破断やブリッジを伴うこともあるが、微視的損傷メカニズムの中ではマトリックスの割れや塑性変形と並んで、繊維/マト

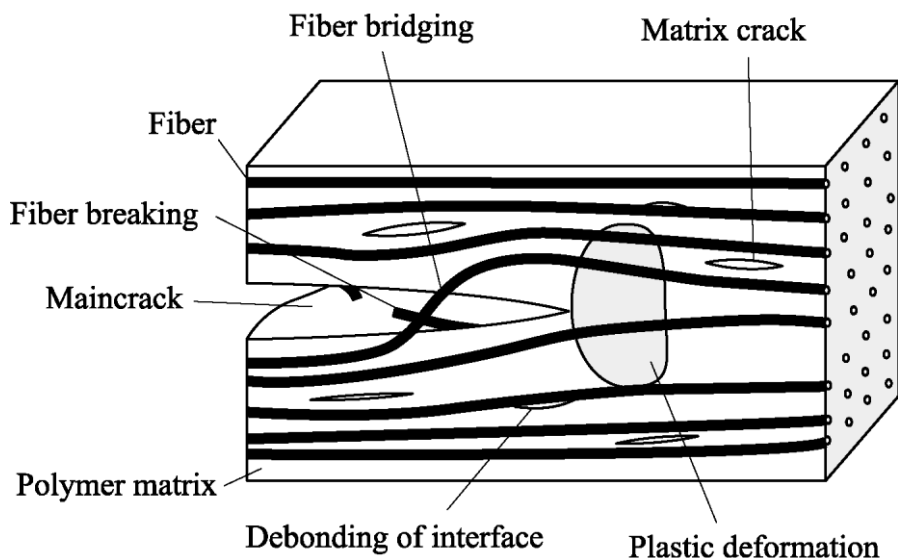


Fig. 1-2 Mesoscopic model of crack propagation in FRP.

リックス界面のはく離が特に重要な役割を担っている。

FRP の破壊特性に及ぼす界面強度の影響を調べた実験結果には様々なものがあるが、界面に高い応力が働く繊維直交方向引張やせん断強度は界面強度に強く影響されることが知られている⁽²⁶⁾⁽²⁷⁾。また、Fig. 1-2 で述べたように、き裂進展の破壊力学特性にも界面特性は影響し、FRP の繊維表面処理を変えることによって層間破壊靱性値が変化することが報告されている⁽²⁸⁾⁽²⁹⁾。

そこで、このようなミクロな視点から、繊維／マトリックス界面の微視はく離やマトリックス微視割れという個々の過程に注目し、FRP の破壊をそれらの集積と捉えれば、界面特性やマトリックス特性の改質が FRP の破壊特性に及ぼす影響を予測できる可能性があり、その意義は大きい。また、同じ繊維とマトリックス樹脂を用いて FRP 積層板を成形する場合でも、繊維の含有率や各層の繊維方向を変えればマクロな力学的視点からは異なる材料となるが、その破壊特性は界面はく離特性とマトリックス微視割れ特性を基礎データとして統一的に予測できる可能性がある。この目的に基づいたマイクロメカニクス（あるいはメゾメカニクス）的な研究として、三次元不均質 FRP を用いた数値解析も積極的に行われているが⁽³⁰⁾⁻⁽³³⁾、実際に実験でそれぞれの微視的破壊特性の基礎データを測定した例はほとんどない。

そのため、マイクロメカニクス解析を可能とするためには、繊維／マトリックス界面の破壊特性を把握することが重要である。界面強度の主な方法としては、Fig. 1-3 (a) に示す、プルアウト (Pull-Out) 法⁽³⁴⁾⁽³⁵⁾、(b) のマイクロ・ドロプレット法⁽³⁶⁾⁽³⁷⁾、(c) の微小圧子押込 (マイクロ・インデンテーション) 法⁽³⁸⁾、(d) のショートビーム 3 点曲げ法、(e) のフラグメンテーション (Fragmentation) 法⁽³⁹⁾などがあるが、これら

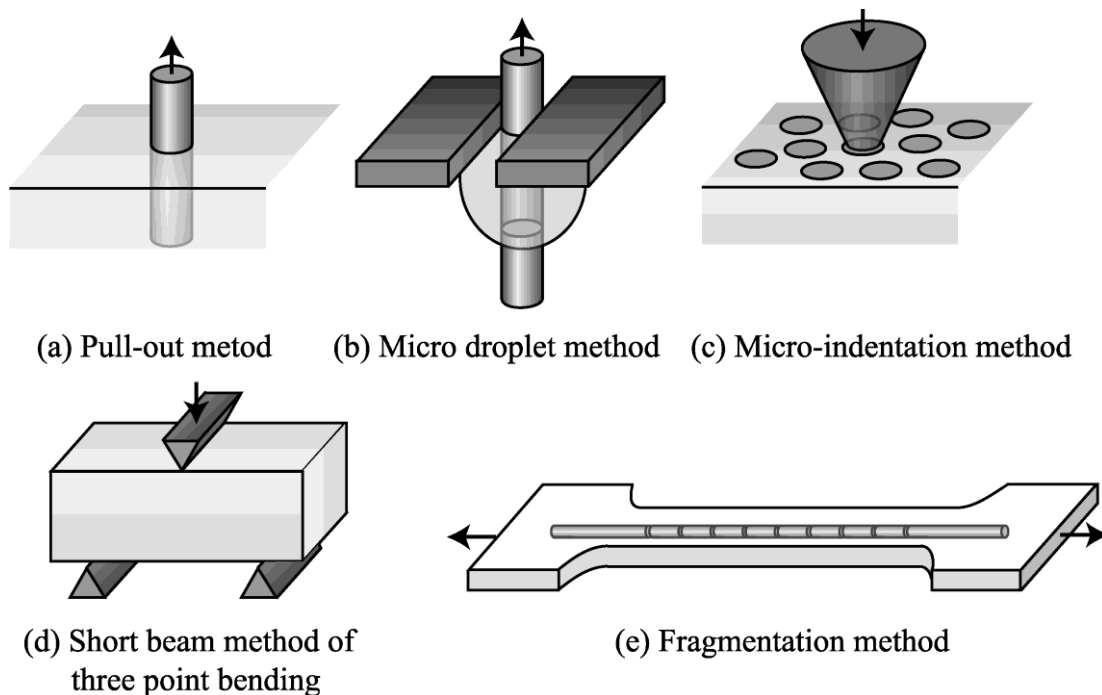


Fig. 1-3 Measurement method of fiber/matrix interfacial strength.

はいずれも界面のせん断強度を測定するものである。なお、界面の引張強度を測定する方法としては、Cruciform 法⁽⁴⁰⁾が提案されている。

しかしながら、FRP のき裂進展の破壊力学特性をマイクロメカニクスで予測するためには、単に繊維／マトリックス界面の強度ではなく、繊維／樹脂界面の破壊力学特性の評価が必須となる。それにも関わらず、界面はく離とマトリックスき裂が混在する FRP 中のき裂の進展特性から、界面はく離の進展特性だけを抽出して測定した例は極めて少なく⁽⁴¹⁾、界面はく離特性とマトリックスき裂進展特性の分離評価に成功した例はない。単に界面き裂の破壊力学特性に関する研究であれば、異種材料接合バルク材⁽⁴²⁾⁽⁴³⁾や接着継手⁽⁴⁴⁾⁽⁴⁵⁾を対象に比較的古くから行われているが、繊維／マトリックス界面のような微視的界面に対する実験的研究に着手した例は少ない。MEMS に用いられる薄膜／基盤構造の界面を対象とした研究があるが⁽⁴⁶⁾、銅などの金属薄膜に限られたものである。

1.4 モデルコンポジットを用いた界面はく離特性の抽出

FRP 中の複雑な損傷機構の中から、一部の微視的破壊要素の特性を評価するためには、その部位の破壊を FRP の破壊から抽出する必要がある。そのため、評価したい現象を抽出して簡便に観察でき、FRP 内部での繊維配向や配列にばらつきによる不均質性を排除したモデル複合材料（以下、モデルコンポジット）を作製し、試験を行う方法が考案された。Gregory ら⁽⁴⁷⁾は、繊維直径が実際の FRP の約 150 倍である 3 mm の繊維を用いて繊維破断を含んだ FRP の一部を模したモデルコンポジットを作製し、ひずみの解析を行うことに成功している。また、Fig. 1-3(e) のフラグメンテーション法も一種のモデルコンポジット試験片を用いた試験片でもあり、プルアウト法やマイクロ・ドロップレット法にも同様のことが言える⁽⁴⁸⁾⁽⁴⁹⁾。

しかし、これまでモデルコンポジットを用いて FRP 中のき裂進展における界面はく離のみを抽出した例はほとんどない。そこで、本研究では、FRP のき裂進展から繊維／樹脂界面はく離のみを抽出するために、Fig. 1-4(a)に示すような、FRP の微視組織の一部を模した微小モデルコンポジットを作製した。一方向繊維強化複合材料の繊維

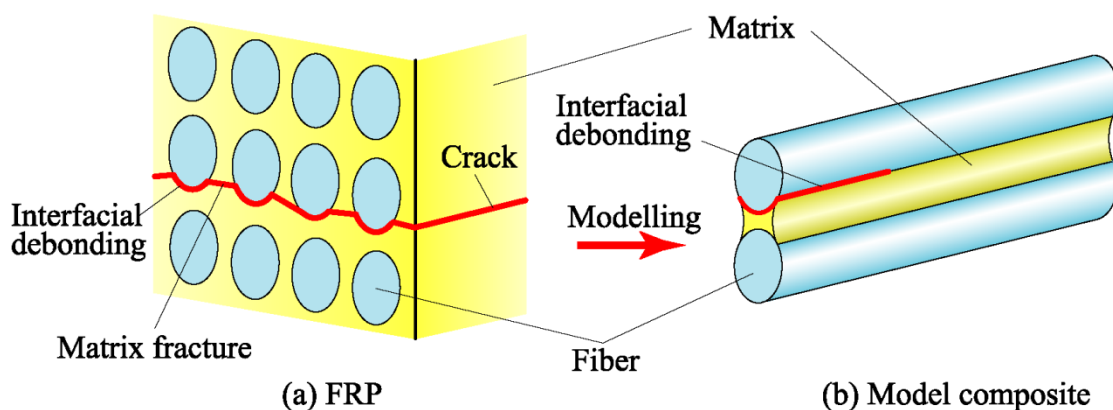


Fig. 1-4 Modelling of composite.

に沿ったき裂は、繊維／マトリックス界面はく離部だけでなくマトリックス破壊部を含んでいるため、界面はく離特性以外の要素に影響される。そこで、Fig. 1-4(b)に示すような2本の強化繊維とそれらを接合する樹脂のみからなり、き裂が繊維／樹脂界面のみを進展できるような、微小なモデルコンポジットを作製し、界面はく離の進展試験を行うことによって、界面はく離き裂の特性のみを抽出する。

本研究と同様に、モデルコンポジットを用いた界面破壊靱性評価法の例を以下に示す。Wagner⁽⁵⁰⁾ (51)らは、フラグメンテーション法において、繊維が破断する際に界面はく離が同時に発生する場合において、界面はく離の発生前後のエネルギーバランスから破壊靱性値を推定する手法を提案しているが、繊維／樹脂界面強度が低い場合に限られており、き裂の進展モードを区別することができないという欠点がある。北條ら⁽⁵²⁾は、本研究で考案した試験片に非常に近い形状を持つ、繊維2本で作製したモデルコンポジットに対して界面破壊靱性試験を行ったが、脆性的なエポキシ樹脂のみを用いているため、樹脂延性の影響は検討されていない。さらに、表面処理による破壊靱性値への影響の検討も行われておらず、モードII試験においては、試験の構造上混合モード試験となっており、純粋なモードII破壊靱性値が評価されていない。

1.5 本論文の内容

本研究では、FRPの界面き裂進展部位を模したマイクロモデルコンポジットを用いた界面はく離進展試験を行うことで、FRPの複雑なき裂進展機構の中から、繊維／樹脂界面はく離の進展の破壊力学特性を抽出することを目的とする。

本論文は全6章で構成されている。

第2章⁽⁵³⁾では、取り扱いが比較的容易な繊維直径200~400 μmの繊維を用いた拡大サイズのモデルコンポジットを対象として本手法の有効性を検討する。作製したモデルコンポジット試験片に対してDCB法およびELS法による、モードIおよびモードIIのき裂進展試験を行うことで、界面はく離の破壊靱性の実験的な評価手法を試みた。さらに、界面はく離と樹脂割れが混在したき裂進展となるモデルコンポジットを作製してモードI破壊靱性試験を行い、そこから界面の寄与を差し引くことによって、FRP中の繊維に囲まれた樹脂の破壊靱性値を分離評価する手法を検討した。

第3章では、第2章で考案したモデルコンポジット法を、実際のFRPに用いられているのと同じ直径10~15 μmの繊維を用いたリアルサイズモデルコンポジットに適用してモードIおよびモードII試験を行うための微小荷重用その場観察試験システムについて説明する。

第4章⁽⁵⁴⁾ (55)では、その場観察試験システムを用いて、モデルコンポジット法によるモードI界面破壊靱性試験が、リアルサイズモデルコンポジットに対して適用できるかどうか検討を行った。その際、モデルコンポジットに用いた繊維の表面処理および樹脂の種類を変化させ、界面強度および樹脂延性の変化が及ぼす影響を明らかにした。なお、繊維に囲まれた樹脂の破壊靱性値の評価も第2章と同様に行い、樹脂単体の破壊靱性値と比較した。

第5章では、第4章と同様のリアルサイズモデルコンポジットに対して、モードII界面破壊靱性試験を行い、モデルコンポジット法が適用できるか検討した⁽⁵⁶⁾。ここでは第2章で用いた ELS 法の他に、複合材料に適用されたことがある Symmetric Rail Shear 試験⁽⁵⁷⁾を模した、繊維3本のモデルコンポジットに対してモードII試験が行えるような Double Shear 法を考案し、モードII界面破壊靱性値を評価した。

最後に、第6章に本論文で得られた結果をまとめた。

参考文献

- (1) 工業材料, 日刊工業新聞社, (1987), Vol. 35, No.15.
- (2) 堂山昌男, 山本良一, 材料テクノロジー17 複合材料, (1984) p.3, 東京大学出版会
- (3) 入門複合材料の力学, 日本複合材料学会, (2009), 培風館
- (4) 大谷杉郎, つくる立場から見た複合材料入門, (1995), 裳華房
- (5) 三木光範, 福田武人, 元木信弥, 北條正樹, 機械システム入門シリーズ⑧複合材料, (1997), p.9, 共立出版
- (6) 植村益次, 福田 博, CMC テクニカルライブラリーvol.119, ハイブリッド複合材料, (1986), p.30, シーエムシー出版
- (7) D. ハル, T. W. クライン. 複合材料入門, (1984), 培風館
- (8) 森本尚夫, 強化プラスチックの進歩, (2008), 海青社
- (9) 邊吾一, 石川隆, 先進複合材料工学, (2005), 培風館
- (10) 宮内裕夫, 複合材料入門—基礎と応用—, (1997), p.70, 裳華房
- (11) Griffith, A.A., The Phenomena of Rupture and Flow in Solids, *Phil. Trans. Roy. Soc.*, 221 (1920), pp. 163-198.
- (12) Orowan, E., *Fatigue and Fracture of Metals*, (1952), pp. 139-167, MIT Press, Cambridge.
- (13) Irwin, G.R., Analysis of Stresses and Strains near the End of a Crack Traversing a Plate, *Trans. ASME, J. Appl. Mech.*, 24 (1957), pp. 361-364.
- (14) 影山和郎, 岡村弘之, 日本機械学会論文集(A), 引張りと面内せん断を受ける無限小屈折き裂の弾性特性と最大エネルギー解放率解放条件, 48, 430 (1982), pp. 783-791
- (15) 影山和郎, 金原 勲, 大沢 勇, 北條正樹, 先進複合材料の損傷許容性評価に関する研究(第1報, 層間破壊靱性試験方法に関する検討), 日本造船学会論文集, No.168 (1990), pp. 499-508.
- (16) 田中 拓, 炭素繊維強化プラスチックの層間・層内き裂進展に関する破壊力学的研究, 名古屋大学学位論文, (1999).
- (17) 田中啓介, 最近の破壊力学とその応用に関する講習会, (1998), pp.101-127.
- (18) Wilkins. D. J, Eisenmann. J. R, Camin. R. A, Margolis. W. S and Benson. R.A, ASTM STP 775 (1982), pp. 168-183.
- (19) Russell. A.J and Street. K.N, *Proc. 4th Int. Conf. Comp. Mater.*, 279, (1982).
- (20) Prel. Y.J, Davis. P, Benzeggagh. M. L and Charentenay. F.-X, *ASTM Spec. Tech. Publ.*

- 1012 251 (1989).
- (21) Arcan, M., Hasin, Z. and Voloshin, A., "A method to produce uniform plane-stress states with applications to fiber-reinforced materials", *Exp. Mech.*, 18, (1978) pp. 141-146.
- (22) Reeder, J.R. and Crews, J.H., Jr., Mixed-Mode Bending Method for Delamination Testing, *AIAA Journal*, Vol.28, No.7 (1990), pp. 1270-1276.
- (23) 岡村弘之, 線形破壊力学入門, (1976), pp. 211-222.
- (24) Adams, D. F., Carlsson, L. A., Pipes, R. B., *Experimental Characterization of Advanced Composite Materials 3rd Ed.*, CRC Press, Boca Raton, 2003, pp. 29-32.
- (25) Friedrich, K., "Fractographic Analysis of Polymer Composites", *Composite Materials Series 6, Application of Fracture Mechanics to Composite Materials*, (1989), pp. 425-487, Elsevier Science, The Netherlands.
- (26) Madhukar, M.S. and Drzal, L.T., Fiber-Matrix Adhesion and Its Effect on Composite Mechanical Properties: I. "Inplane and Interlaminar Shear Behavior of Graphite/Epoxy Composites", *Journal of Composite Materials*, Vol.25 (1991), pp. 932-957.
- (27) Madhukar, M.S. and Drzal, L.T., "Fiber-Matrix Adhesion and Its Effect on Composite Mechanical Properties: II. Longitudinal (0°) and Transverse (90°) Tensile and Flexure Behavior of Graphite/Epoxy Composites", *Journal of Composite Materials*, Vol.25 (1991), pp. 958-991.
- (28) Kotaki, M., Hojo, M., Tsujioka, N. and Hamada, H., "Effect of surface treatment on interlaminar /intralaminar crack growth behavior of CFRP laminates", *Proceedings of the 4th Japan International SAMPE Symposium*, (1995), pp. 1008-1013.
- (29) Hojo, M., Tsujioka, N., Kotaki, M., Hamada, H., Maekawa, Z. and Ochiai, S., "Effect of interfacial strength on interlaminar and intralaminar fracture toughness of CFRP laminates", *High Technology Composites in Modern Applications, Proceedings of COMP'95*, (1995), pp. 30-36.
- (30) Crews, J.H., Jr., Shivakumar, K.N. and Raju, I.S., "A Fibre-Resin Micromechanics Analysis of the Delamination Front in a Double Cantilever Beam Specimen", *Phase Interaction in Composite Materials*, (1992), pp. 396-405, Omega Scientific, UK.
- (31) 來海博央, 長纖維強化積層複合材料の層間き裂のメゾメカニックス的研究, 名古屋大学学位論文, (2000).
- (32) Dubois, F. and Keunings, R., "DCB Testing of Thermoplastic Composites: A Non-Linear Micro-Macro Numerical Analysis", *Composites Science and Technology*, Vol. 57, No. 4 (1997), pp. 437-450.
- (33) Tanaka, H. and Nakai, Y., "Three-Dimensional Micromechanics Analysis of Strain Energy Release Rate Distribution along Delamination Crack in FRP", *Composites Technologies for 2020, Proceedings of the 4th Asian-Australasian Conference on Composite Materials* (2004), pp. 439-444, Woodhead Publishing Ltd.
- (34) Favre, J.P. and Merrine, M.-C., "Characterization of Fibre/Resin Bonding in Composites

- Using a Pull-Out Test”, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, Vol.1 (1981), pp. 311-316.
- (35) Pitkethly, M.J. and Doble, J.B., “Characterising the Fibre/Matrix Interface of Carbon Fibre Reinforced Composites Using a Single Fibre Pullout Test”, *Composites*, Vol.21 (1990), pp. 389-395.
- (36) Chou, C.T., Gaur, U. and Miller, B., “Fracture Mechanisms during Fiber Pull-Out for Carbon-Fiber-Reinforced Thermosetting Composites”, *Composites Science and Technology*, Vol.48 (1993), pp. 307-316.
- (37) Meretz, S., Auersch, W., Marotzke, C., Schulz, E. and Hampe, A., “Investigation of Morphology-Dependent Fracture Behaviour with the Single-Fibre Pull-Out Test”, *Composites Science and Technology*, Vol.48 (1993), pp. 285-290.
- (38) Desaegeer, M. and Verpoest, I., “On the Use of the Micro-Indentation Test Technique to Measure the Interfacial Shear Strength of Fibre-Reinforced Polymer Composites”, *Composites Science and Technology*, Vol.48 (1993), pp. 215-226.
- (39) Lacroix, Th., Tillmans, B., Keunings, R., Desaegeer, M. and Verpoest, I., “Modelling of the Critical Fibre Length and Interfacial Debonding in the Fragmentation Testing of Polymer Composites”, *Composites Science and Technology*, Vol.43 (1992), pp. 379-388.
- (40) Gundel, D.B., Majumdar, B.S., Miracle, D.B., *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 33 (1995), p. 2057.
- (41) 松下幸允, 北條正樹, 田中基嗣, 第 33 回 FRP シンポジウム講演論文集, (2004), pp. 167-169.
- (42) Yuuki, R., Liu, J.-Q., Xu, J.-Q., Ohira, T. and Ono, T., “Mixed Mode Fracture Criteria for an Interface Crack”, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.47, No.3 (1994), pp. 367-377.
- (43) Cao, H.C. and Evans, A.G., “An Experimental Study of the Fracture Resistance of Bimaterial Interfaces”, *Mechanics of Materials*, Vol.7 (1989), pp. 295-304.
- (44) Malyshev, B.M. and Salganik, R.L., “The Strength of Adhesive Joints Using the Theory of Crack”, *International Journal of Fracture Mechanics*, Vol.1 (1965), pp. 114-128.
- (45) 結城良治, 鄭南龍, 石川晴雄, 中野禪, 接着継手の混合モード破壊基準, *材料*, Vol.39, No.443 (1990), pp. 1095-1100.
- (46) Kitamura, T., Shibutani, T. and Ueno, T., “Crack Initiation at Free Edge of Interface between Thin Films in Advanced LSI”, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.69 (2002), pp. 1289-1299.
- (47) Carman, G. P., Lesko, J. J., Razvan, A. and Reifsnider, K. L., “Model Composites: A Novel Approach for the Evaluation of Micromechanical Behavior, Composite materials: Fatigue and Fracture”, Forurth Volume, ASTM STP 1156, (1993), pp.381-400.
- (48) Jahankhani. H and Galiotis. C, “Interfacial Shear Stress Distribution in Model Composites, Part 1: A Kevlar 49 Fibre in an Epoxy Matrix”, *Journal of composite materials*, 25, (1991) pp.611-631.

- (49) Galiotis, C., “A Study of Mechanisms of Stress Transfer in Continuous- and Discontinuous-Fibre Model Composites y Laser Raman Spectroscopy”, *Composites Science and Technology* 48 (1993), pp.15-28.
- (50) Wagner, H.D., Nairn, J.A., Detassis, M., *Appl. Compos. Mater.*, 2 (1995) p.107.
- (51) Zhou, Z.F., Nairn, J.A., Wagner, H.D., *Compos. Part A*, 30 (1999) p.1387.
- (52) Hojo, M., Matsushita, Y., Tanaka, M. and Adachi, T., “In situ observation of interfacial crack propagation in GF/epoxy model composite using bifiber specimens in mode I and mode II loading”, *Composites Science and Technology*, 68 (2008) pp.2678–2689.
- (53) 小岩康三, 田中拓, 日和千秋, 中井善一, “繊維 2 本および繊維 4 本のモデル複合材料を用いた繊維/樹脂界面はく離じん性の実験的評価と FRP じん性への寄与の検討”, *材料*, Vol. 57, No. 12, pp.1205-1211.
- (54) 小岩康三, 田中拓, 中井善一, 伊藤真也, “リアルサイズのモデル複合材料を用いたモード I 繊維/樹脂界面破壊靱性の評価”, *材料*, Vol. 60, No. 10, 掲載予定
- (55) 小岩康三, 田中拓, 中井善一, 伊藤真也, “二種類のリアルサイズモデル複合材料を用いた FRP 中のモード I 繊維/樹脂界面破壊靱性と樹脂靱性の分離評価”, *日本機械学会論文集 (A 編)*, Vol. 77, No. 777, pp.882-891.
- (56) 小岩康三, 田中拓, 伊藤真也, 塚原健, 日和千秋, 中井善一, “繊維/樹脂界面はく離進展特性のマイクロモデル複合材料による評価と負荷モードの影響の検討”, *第 14 回破壊力学シンポジウム講演論文集*, 日本材料学会, (2009), pp. 80-85.
- (57) Lakshminarayana, H. V., “A Symmetric Rail Shear Test for Mode II Fracture Toughness (G_{IIc}) of Composite Materials – Finite Element Analysis”, *Journal of Composite Materials*, 18 (1984) pp.227-238.

第2章 拡大サイズのモデルコンポジットによる 繊維／樹脂界面はく離特性の破壊力学的評価

2.1 緒言

FRPは一般的に積層板の形で用いられるが、FRP積層板には、繊維によって強化されていない層間を、き裂が繊維に沿って進展しやすいという欠点があることが知られている。そのため、繊維／樹脂界面はく離特性は、FRPの巨視的なき裂進展特性に大きく影響すると考えられる。航空機の一次構造など、損傷許容性を確保する必要がある部材に使用される、FRPのき裂進展挙動を正確に予測するためには、繊維に沿ったき裂進展における、繊維／樹脂界面はく離のき裂進展特性を抽出して評価する方法を考案する必要がある。

本研究と同様に、モデルコンポジットを用いた界面破壊靱性評価法の例を以下に示す。第1章で述べたように、Wagner⁽¹⁾⁽²⁾らは、フラグメンテーション試験片の繊維破断と同時に界面はく離が発生する場合において、界面はく離の発生前後のエネルギーバランスから破壊靱性値を推定する手法を提案しているが、繊維／樹脂界面強度が低い場合に限られており、き裂の進展モードを区別することができない。北條ら⁽³⁾は、本研究で考案した試験片に非常に近い形状を持つ、繊維2本で作製したモデルコンポジットに対して界面破壊靱性試験を行ったが、脆性的なエポキシ樹脂のみを用いているため、樹脂延性の影響は検討されておらず、表面処理による破壊靱性値への影響も検討されていない。さらに、純モードII破壊靱性値の評価が不可能であった。

そこで本章では、GFRPの繊維／樹脂界面破壊靱性値を評価するため、実際のFRPで用いられている繊維よりも直径の大きい繊維を用いた、取り扱い易い拡大サイズのカンチレバー型モデルコンポジットを作製し、モードIおよびモードIIの界面破壊靱性試験を行った。なお、ガラス繊維に表面処理を行ったモデルと表面処理を行わないモデルを作製し、この影響が界面破壊靱性値において定量的に評価できていることを示す。さらに、界面はく離と樹脂破壊を含むモデルコンポジットを作製して破壊靱性試験を行い、得られた結果から界面はく離の寄与を差し引くことで、繊維に変形を拘束された樹脂部の破壊靱性値の分離評価手法を考案し、その妥当性を検討した。

2.2 モデルコンポジット

第1章に述べたように、Fig. 2-1(a)に示すようなFRPのき裂進展から、繊維／樹脂界面はく離のみを抽出するために、FRPの微視組織の一部を模した微小モデルコンポジットを作製した。一方向繊維強化複合材料の繊維に沿ったき裂は、繊維／マトリックス界面はく離部だけでなくマトリックス破壊部を含んでいる。そこで、Fig. 2-1(b)に示すような2本の強化繊維とそれらを接合する樹脂のみからなり、き裂が繊維／樹脂界面のみを進展できるような、微小なモデルコンポジットを作製し、界面はく離の進展試験を行うことによって、界面はく離き裂の特性のみを抽出する。

2.2.1 繊維と母材

モデルコンポジットの強化繊維にはガラス繊維を用いた。ガラス繊維は他の多くの強化繊維に比べて強度・剛性は劣るが最も安価であり、広く使用されている。また繊維成形も比較的容易に行うことができ、その成形過程において繊維の径を自由に変えることができる。本研究では、加工性・成形性に優れ、線膨張係数が小さく熱応力に強い、パイレックスガラスを用いた。

母材樹脂には、熱硬化性樹脂では比較的延性に優れた、ビニルエステル樹脂（株昭和高分子：R-806B）を用いた。ビニルエステル樹脂は、FRPの母材としてよく用いられる不飽和ポリエステル樹脂やエポキシ樹脂に比べて伸びが大きく、強化繊維との接着性も良いことから、高い機械的物性が要求される分野や、耐食性の要求される分野に用いられている。また、ビニルエステルの硬化剤としてメチルエチルケトンパーオキサイド（MEKPO）を使用した。

本研究では、ガラス繊維と樹脂の接着性を良くするためにシラン系カップリング剤（信越化学工業株：KBM-503）を使用した。シランカップリング剤は有機物とケイ素から構成される化合物で、分子中に無機材料と化学的結合をする反応基と、有機材料と化学的結合をする反応基の2種以上の異なる反応基をもっており、通常では非常に結びつきにくい有機材料と無機材料を結ぶ仲介役となる。

2.2.2 モデルコンポジットの作製方法

Fig. 2-2(a) に本研究で作製したモデルコンポジット試験片の概要図を、(b)にその写真を示す。界面はく離進展試験のための初期き裂として、一方の端部からある程度の長さの部分は、繊維を樹脂で接合しない状態とした。モデルコンポジットの長さはおよそ40 mm程度に、繊維直径 D は200~400 μm のものを作製した。

モデルコンポジットに使用するガラス繊維は、ガラス棒を加熱し融解し始めた段階で他のガラス棒を接触させ、それを引っ張ることにより作製した。この際の引っ張る速さで繊維の径は変わり、一定の速さで引っ張ることにより一定の径となる。

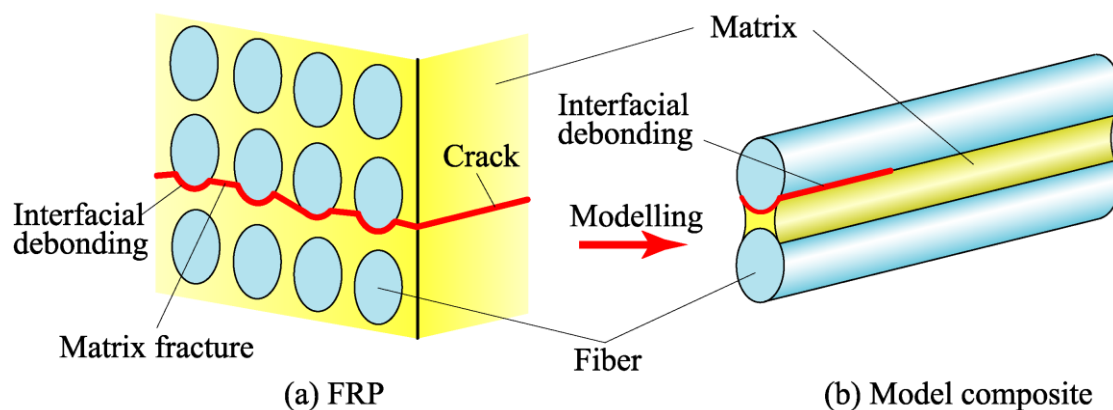
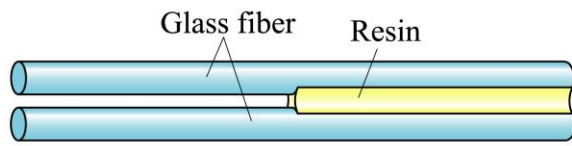
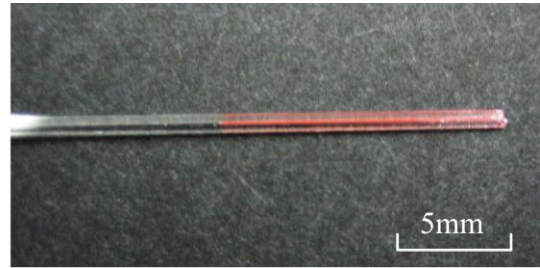


Fig. 2-1 Modelling of composite.



(a) Schematic of model composite specimen



(b) Photograph of model composite

Fig. 2-2 Model composite.

本研究では、ガラス繊維の表面処理を行ったものと、表面処理を行わなかったものの2種類のガラス繊維を用いてモデルコンポジットを作製し、表面処理の効果を比較した。カップリング処理を除いた作製過程は全て同じである。

カップリング処理をする場合、引き伸ばした繊維をすぐにカップリング剤に浸す。カップリング剤は、通常希薄水溶液にして使用される物質であり、本研究では2.0%の酢酸水で希釈して使用した。カップリング剤に浸した後、繊維を取り出しドライオーブンをを用いて約110℃で1時間熱することにより乾燥させた。カップリング処理を行わないガラス繊維は、アセトンによる表面洗浄のみ施した。

作製した繊維のうち、ほぼ同程度の径の繊維を2本並べ、Fig. 2-3(a)に示すように、その両端にアルミ箔を挟み込み固定した。アルミ箔を挟み込むのは繊維間距離を一定にし、かつ、樹脂で接着されていない初期き裂部を残すためである。固定した2本の繊維の間に未硬化の母材樹脂を塗りこむことにより (Fig. 2-3(b))、モデルコンポジットを作製した。

一度樹脂を塗りこんだ後、繊維間からあふれた樹脂を、アセトンを用いて Fig. 2-3(c)のように拭った。母材樹脂が繊維を完全に覆ってしまった場合、界面だけではなく母材樹脂の変形、破断による破壊靱性値の増加が考えられ、界面はく離の伝ば特性のみを抽出することができないためである。樹脂は常温で24時間硬化させ、さらに100℃で1時間熱処理して完全に硬化させた。

繊維と樹脂の接着領域の断面図を Fig. 2-4 に示す。接着領域は、中心角にして $2\theta = 90\sim 120^\circ$ 程度であった。このとき、断面上で見た接触界面の長さ (モデルコンポジット単位長さ当たりの接触面積) は $D\theta$ となる。なお、各モデルコンポジットの接合界面長さは、試験後の破面観察によって測定した。

作製したモデルコンポジットを走査型電子顕微鏡 (SEM : Scanning electron microscope) を用いて観察したものを Fig. 2-5 に示す。また初期き裂の先端部分を拡大した SEM 画像を Fig. 2-6 に示す。繊維間のすき間はほぼ一定となっており、この場合は約 $40\ \mu\text{m}$ である。

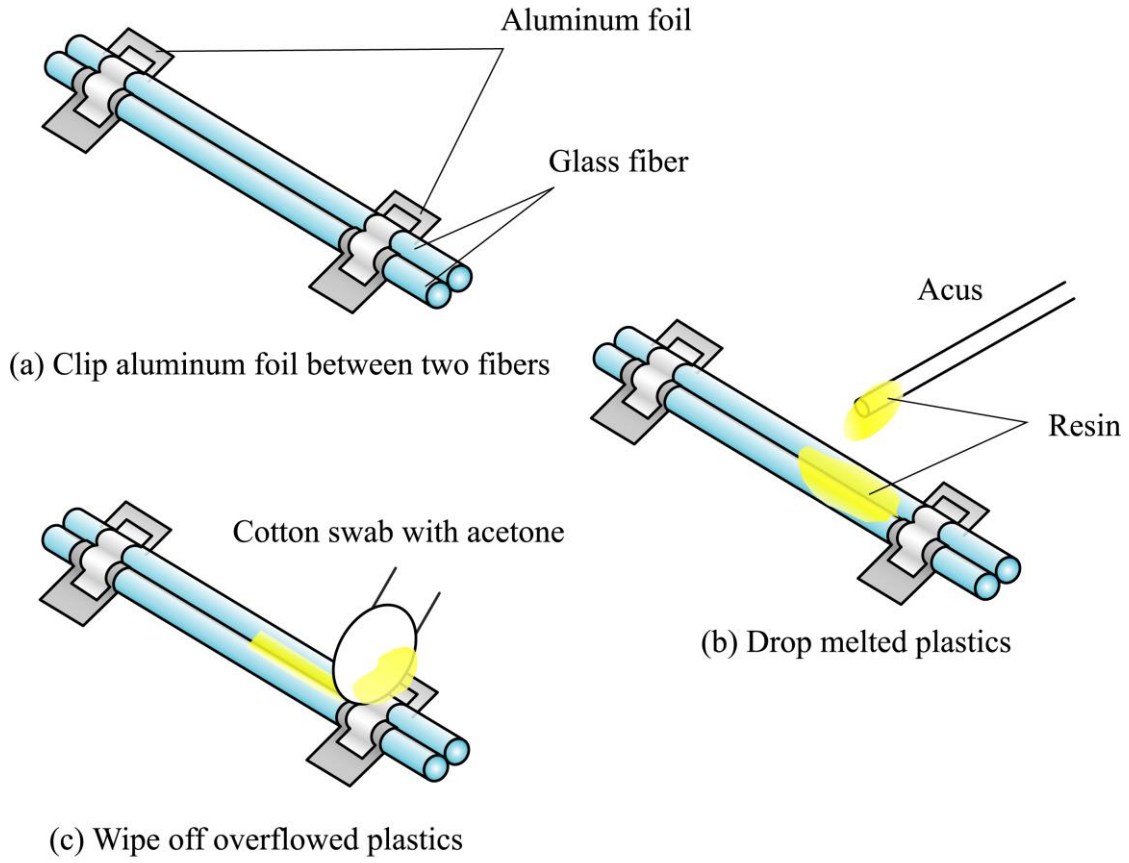


Fig. 2-3 Schematic of fabricating process.

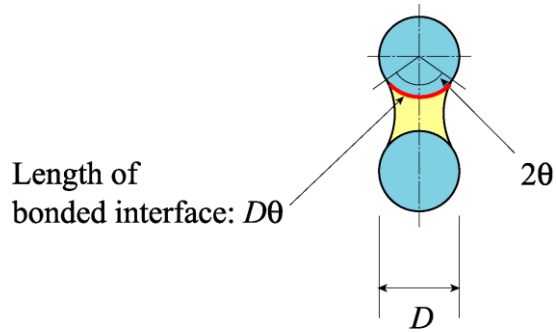


Fig. 2-4 Cross section of model composite.

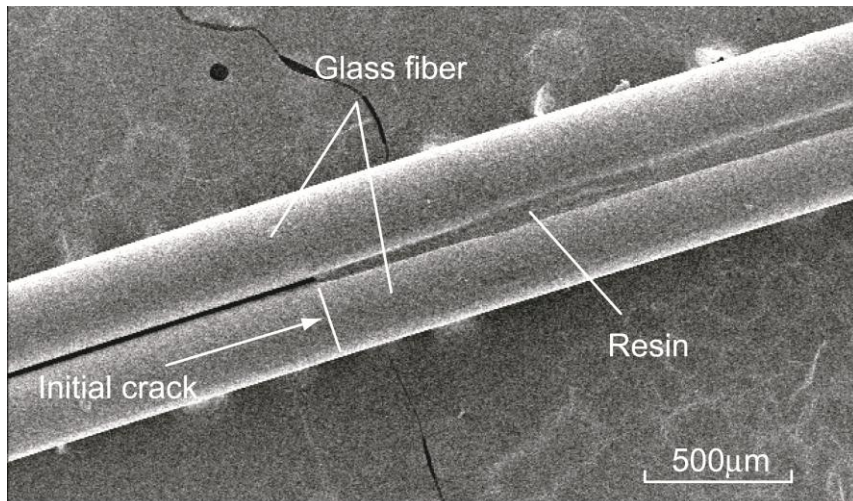


Fig. 2-5 Scanning electron micrograph of model composite.

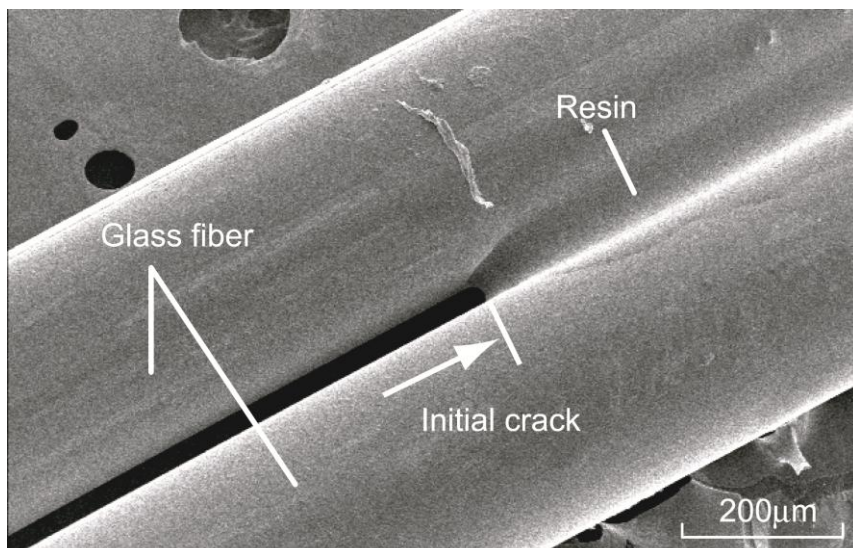


Fig. 2-6 Scanning electron micrograph of model composite.

2.3 モード I およびモード II 試験方法

2.3.1 試験システム

本研究では、モデルコンポジットを用いてモード I およびモード II の界面はく離き裂進展試験を行う。モデルコンポジット試験片が微小寸法であるので、試験力と発生変位はいずれも小さく、汎用材料試験機を用いるのは困難である。このため、本試験に合わせた新たな試験システムを構築した。

本研究において作製した試験機システムの模式図を Fig. 2-7 に、試験機本体部の写真を Fig. 2-8 に示す。

高剛性・精密型自動ステージ（シグマ光機株）：SPSG20-35）を駆動装置として使用した。このステージはステッピングモータ駆動式であり、モータの回転運動を直線運動に変換することによりステージを移動させるものである。このステージの移動量を

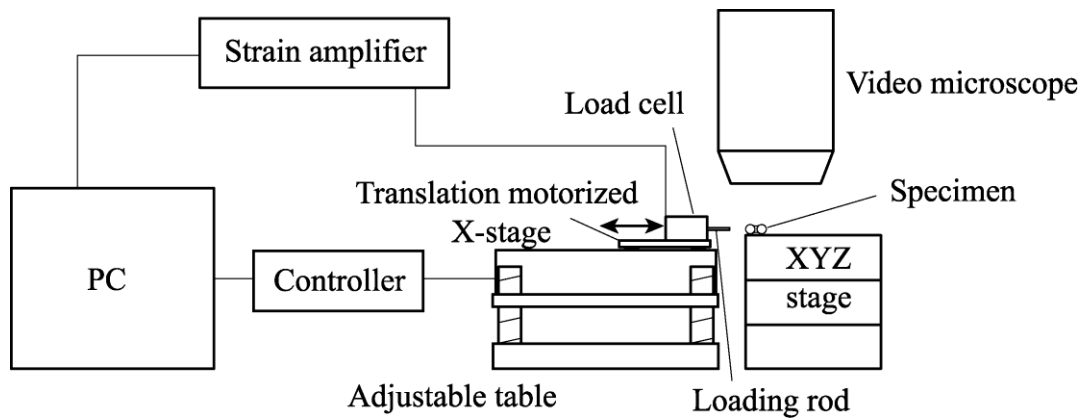


Fig. 2-7 Schematic of testing system.

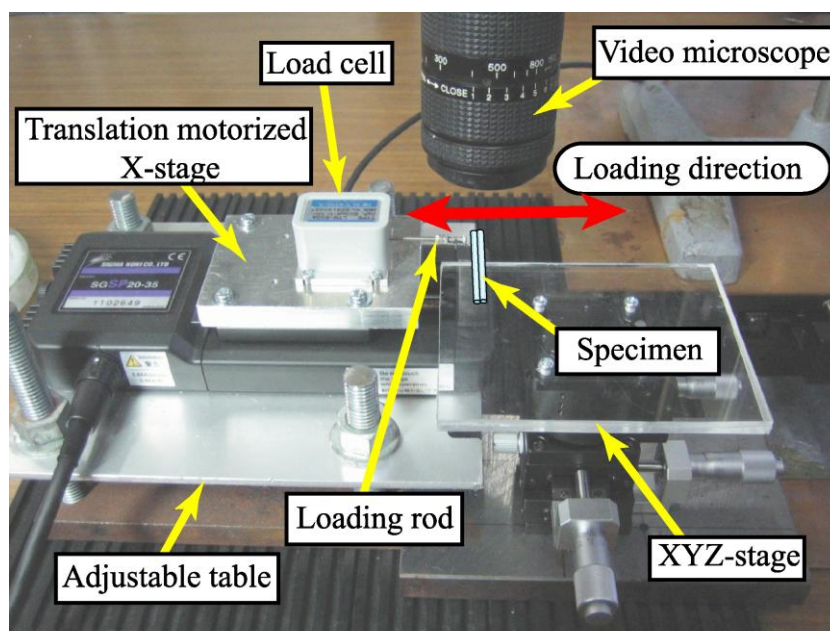


Fig. 2-8 Photograph of testing machine.

変位として取り扱い，破壊靱性試験を行う．ステージ上には引張・圧縮型微小荷重ロードセル（株共和電業：LTS-50GA，容量 500 mN，または LTS-500GA，容量 5000 mN）を取り付けた．

自動ステージは定盤に固定し高さを調節した．この自動ステージと 1 軸ステージコントローラ（シグマ光機株：PAT-001）を接続することにより移動量を制御した．ステッピングモータは 1 パルス発信するごとに 1/2 ステップ（変位換算で 1 μ m）回転し，このコントローラの最小駆動周波数は 100 パルス/s である．そのため，最小試験速度は 100 μ m/s となる．コントローラの周波数はパーソナルコンピュータにより制御した．

ステージ上のロードセルに直結している負荷ロッドの先端を試験片に取り付け，ステージを駆動することによって試験片に負荷を加える．ロードセルで検出された試験力を動ひずみ測定器（NEC 三栄株：AS1201）で増幅し，ステージ変位出力とともに A/D 変換することによりパーソナルコンピュータに採り込んだ．

自動ステージの横には試験片を固定するための台として XYZ 軸フラットアルミステージ（シグマ光機株：TBM-405C）を取り付けた。また試験片に生じるき裂進展の様子の観察は、ビデオマイクロスコープ（株KEYENCE：VH-5910）を用いて倍率 200 倍で行った。

2.3.2 試験方法

2.3.2.a モード I 試験

Fig. 2-2(a)に示した形状のモデルコンポジットを、モード I 破壊靱性試験に用いられる双片持はり（DCB：Double cantilever beam）試験片とみなし、モード I 開口変形を加えることにより、破壊靱性試験を行った。開口変位速度は $100 \mu\text{m/s}$ である。

Fig. 2-9 に示すように、繊維の変形に応じて試験力作用点が回転できるピン負荷を行うために、モデルコンポジットの樹脂未接着部分の繊維表面に外径 0.9 mm 、内径 0.5 mm のアルミの円筒を接着し、試験片とした。き裂長さ a は、2 つの円筒の中心を結ぶ線からき裂先端の接着部までの距離とする。初期き裂長さは $3 \sim 10 \text{ mm}$ とした。なお、この円筒を接着する際には、繊維同士を接着してしまわないように、繊維間にアルミ箔を挟み込んだ上で作業を行った。

次に試験方法の概要を Fig. 2-10 に示す。負荷ロッド先端には L 字型のピンを接続し、これを試験片のアルミ円筒に通した。もう一方の円筒にも同じような L 字型のピンを通し、このピンを XYZ ステージに固定する。この状態でロッドエンドの軸方向に X ステージを駆動すると、ピンを介して試験片に開口変形が加えられる。なお、この図における試験片右端は、XYZ ステージには固定されておらず、ステージ上を滑る状態にある。試験片とステージの摩擦を抑えるために、接触する部位にテフロンテープ（中興化成工業株：ASF-110）を貼り付けた。

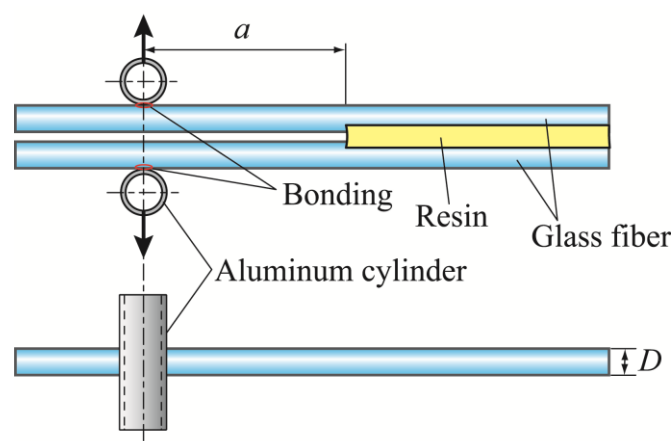


Fig. 2-9 Mode I specimen (DCB specimen).

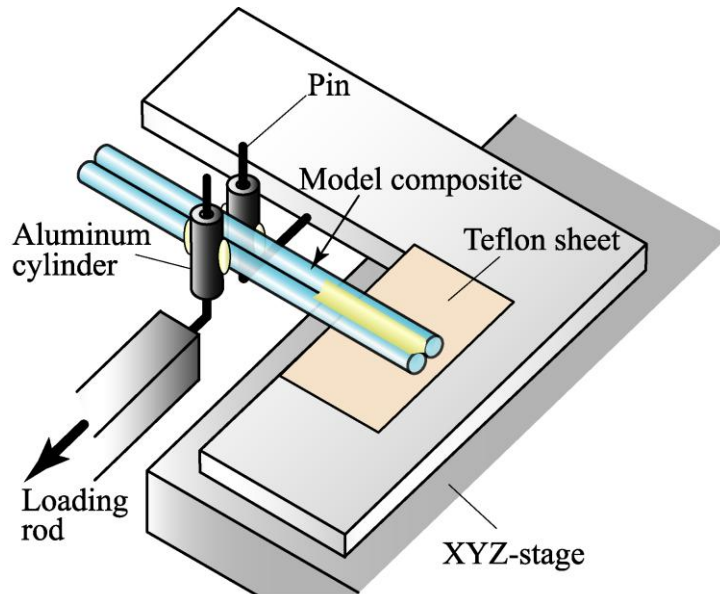


Fig. 2-10 Schematic of mode I testing method.

2.3.2.b モード II 試験

モデルコンポジットを、複合材料積層板のモード II 層間はく離破壊靱性試験に用いられる端面負荷割れ (ELS : End-Loaded Split) 試験片とみなし、モード II せん断変形を加えて破壊靱性試験を行った。変位速度は $100 \mu\text{m/s}$ である。

モデルコンポジットの樹脂接着部分の端部を XYZ ステージに接着固定した。樹脂未接着部分の繊維表面に、Fig. 2-11 に示すように負荷ロッド先端に取り付けたピンを接触させ、集中力を与える。この力の軸線から、き裂の先端までの距離をき裂長さ a 、固定端までの距離を固定端距離 L と見なした。初期き裂長さは $5 \sim 8 \text{ mm}$ 、 L は $8 \sim 12 \text{ mm}$ とした。

試験方法の概要を Fig. 2-12 に示す。ロードセル先端に接着したピンの直径は 0.6 mm である。変形の際に試験片がねじれないように図のようなガイドを作製し、ねじれによる変形を防いだ。ガイド等と繊維が接触する部分にはテフロンテープを貼り、摩擦を軽減させた。

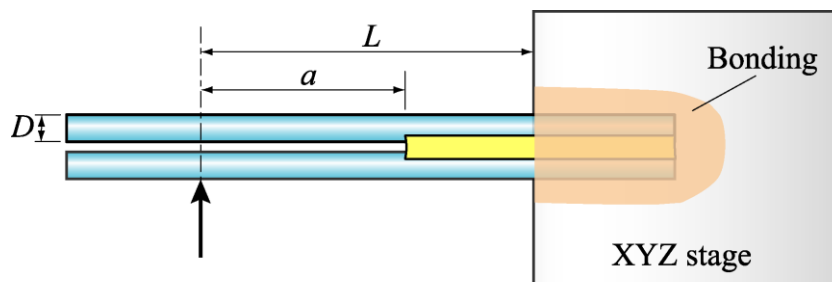


Fig. 2-11 Mode II Specimen (ELS specimen).

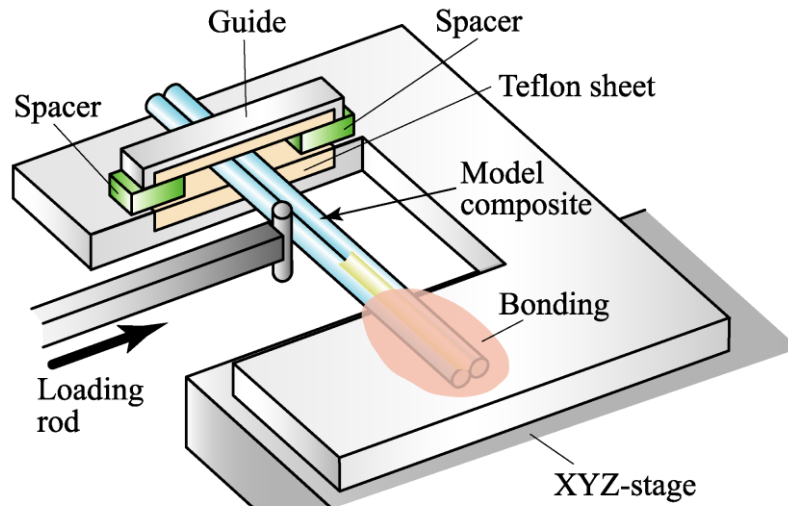


Fig. 2-12 Schematic of mode II testing method.

2.4 モード I 界面き裂進展特性

2.4.1 試験力-変位曲線

Fig. 2-13 に繊維表面処理を施していないモデルコンポジット（以下、未処理材）の代表的な試験力-変位曲線を、また Fig. 2-14 にカップリング剤を用いて表面処理を施したモデルコンポジット（以下、表面処理材）の代表的な試験力-変位曲線を示す。縦軸にはロードセルから出力された試験力 P_1 を、横軸には X ステージの変位量からロードセル変形量を差し引いて求めたき裂開口変位 δ_f をとっている。

未処理材では、一定速度で開口変位を増加させていったところ、き裂は少しずつ断続的に stick-slip タイプの進展を示し、そのたびに試験力は減少した。この試験片の場合、変位量が 1.5 mm を越えたあたりで試験片は完全に破断した。また最大試験力はおおよそ 178 mN であった。

表面処理材においては、未処理材とは大きく異なり、細かな stick-slip タイプのき裂進展ではなく、最大試験力に達したところで急激な不安定き裂進展を示した。この場合の最大試験力はおおよそ 430 mN である。なお、最大試験力に達する直前に、試験力-変位曲線が上に凸の非線形を示していることから、不安定進展の直前に若干の安定き裂進展を生じているか、もしくは母材樹脂の塑性変形の影響が現れているものと考えられる。

Fig. 2-13 と Fig. 2-14 ではモデルコンポジットの寸法とき裂長さが若干異なるため、最大試験力による比較では厳密ではないが、繊維に表面処理を施すことによってき裂進展限界力が大きく向上しており、本研究で開発したモデルコンポジットと試験システムによって界面はく離き裂の進展特性の評価が十分可能であると考えられる。

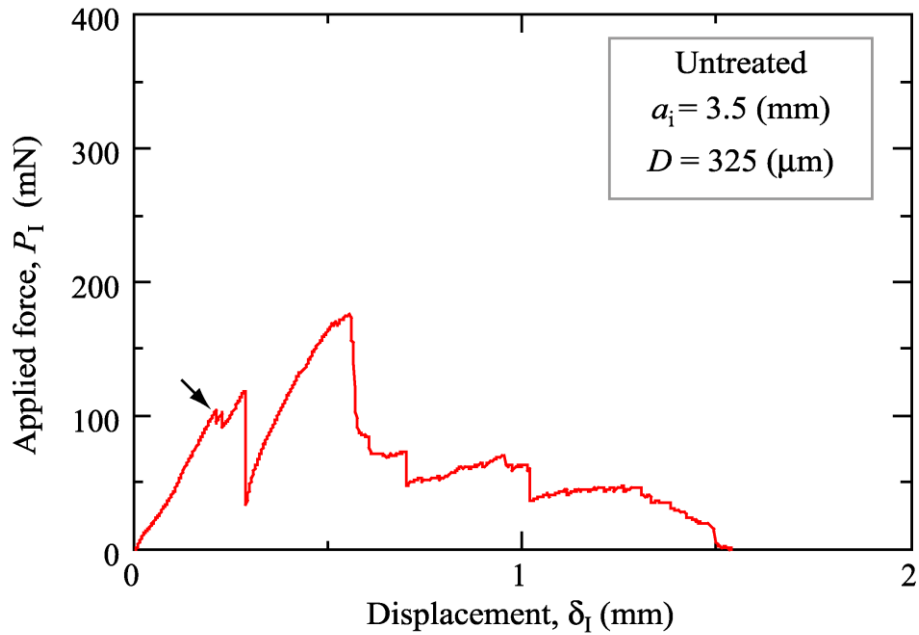


Fig. 2-13 Applied force - displacement curve (Untreated).

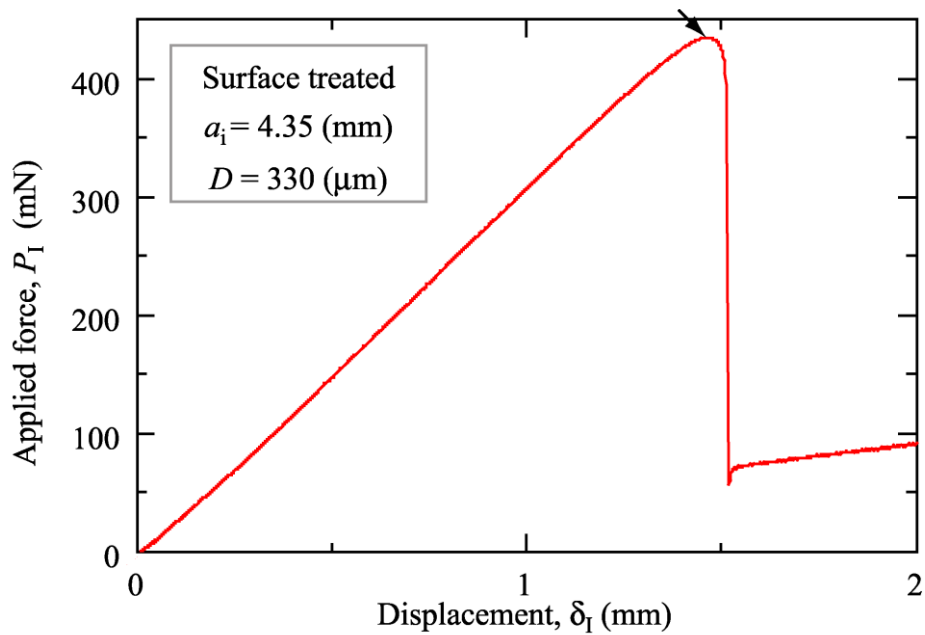


Fig. 2-14 Applied force - displacement curve (Surface treated).

2.4.2 コンプライアンスとエネルギー解放率

モデルコンポジットを、樹脂部の変形を無視して2本の繊維からなる長さ a の双片持ちはりと考えると、初等はり理論においては、コンプライアンス λ_1 は、

$$\frac{a}{D} = \left(\frac{3EI}{2D^3} \cdot \lambda_1 \right)^{1/3} = \left(\frac{3E\pi}{128} \right)^{1/3} (D\lambda_1)^{1/3} \quad (2.1)$$

で表される。ここで、 E はガラス繊維のヤング率、 $I = \pi D^4 / 64$ はガラス繊維の断面二次

モーメントである。

しかしながら、式(2.1)にはき裂先端近傍における変形集中の影響は含まれていない。この部分を補正したき裂長さ-コンプライアンス関係として、DCB 試験片では次の形の式が用いられる⁽⁴⁾。

$$\frac{a}{D} = \alpha_0 + \alpha_1 (D\lambda_1)^{1/3} \quad (2.2)$$

本研究では、破壊靱性試験において測定した試験力 P_1 -変位 δ_1 関係から、試験初期の低試験力域における近似直線によってコンプライアンス λ_1 を求めた。また、ビデオマイクروسコープでの観察によりき裂長さ a を実測した。

未処理材および表面処理材において、縦軸に a を繊維径 D で無次元化した値、横軸に λ_1 と D の積を $1/3$ 乗した値をプロットした。結果を Fig. 2-15, Fig. 2-16 に示す。いずれも、 a/D と $(D\lambda_1)^{1/3}$ の関係はほぼ直線で近似できており、式(2.2)が成立していることがわかる。得られた近似直線から α_0 , α_1 の値を決定した。

破壊靱性値は、コンプライアンス法で算出した、Fig. 2-4 に示したように、断面から見た接着界面長さは $D\theta$ であるので、エネルギー解放率 G は、(2.3)式で表される。

$$G_I = \frac{P_1^2}{2\theta D} \cdot \frac{d\lambda_1}{da} \quad (2.3)$$

ここで(2.2)式で得られた $\lambda_1(a)$ を代入すると、次式が得られる。

$$G_I = \frac{3P_1^2}{2\theta D^3 \alpha_1^3} \left(\frac{a}{D} - \alpha_0 \right)^2 \quad (2.4)$$

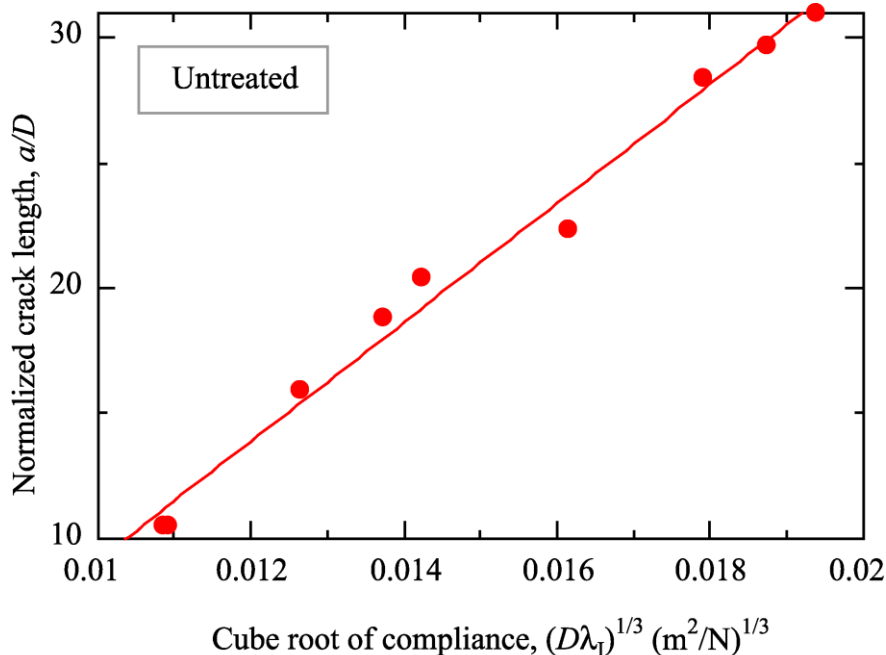


Fig. 2-15 Relation between crack length and cube root of compliance (Untreated).

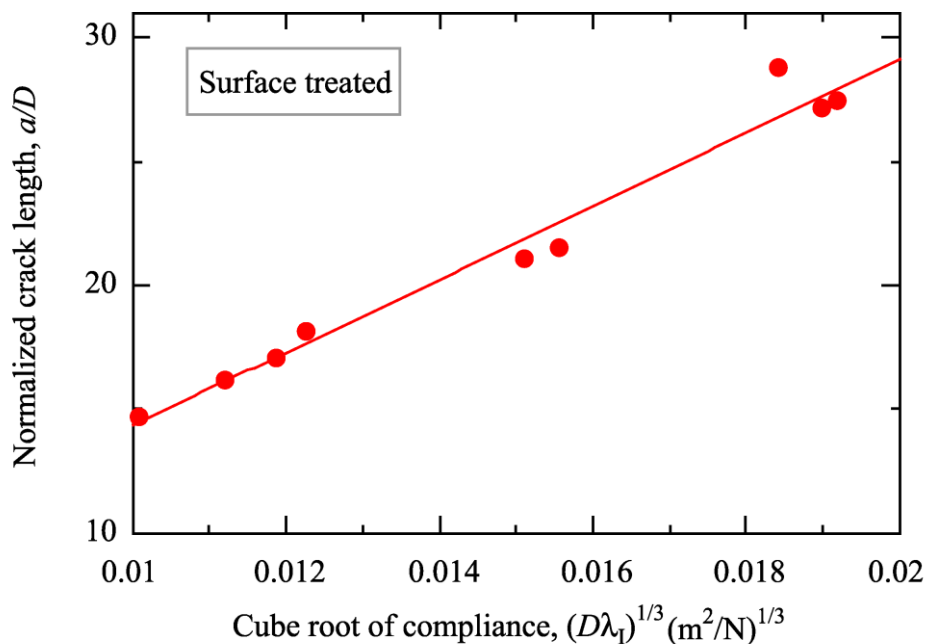


Fig. 2-16 Relation between crack length and cube root of compliance (Surface treated).

2.4.3 モード I 界面破壊靱性値

式(2.4)に、モデルコンポジットのき裂進展開始時の試験力と、その時のき裂長さを代入することにより、界面破壊靱性値 G_i を得た。ただし、Fig. 2-14 で示唆されたような最大試験力直前の安定き裂進展は無視し、試験力の極大値をき裂進展限界試験力とみなした。

Fig. 2-17 にそれぞれのモデルコンポジットより求められた界面破壊靱性値 G_i とき裂長さ a の関係を示す。ばらつきはあるものの、き裂長さとの相関は特に認められず、本試験の妥当性が示されている。未処理材では、破壊靱性値は最大で 46 J/m^2 、最小で 15 J/m^2 を記録した。表面処理材では、ばらつきは見られるものの、最大で 797 J/m^2 、最小でも 284 J/m^2 となった。未処理材の平均値は 32 J/m^2 となったのに対し、表面処理材の平均値は 510 J/m^2 となり、未処理材のおよそ 16 倍もの値を示しており、本試験法によって表面処理による違いが直接的に測定できているといえる。

靱性値のばらつきの原因としては、モデルコンポジット作製時や試験時の環境等条件の差の他に、2本の繊維間距離のばらつきによって樹脂の量が変わり、塑性変形の度合いに差が生じることも考えられる。この、樹脂間距離の影響を検証するために、繊維間距離と破壊靱性値の関係を Fig. 2-18 に示した。特に繊維間隔が大きい場合のみ、破壊靱性がやや大きくなっているが、繊維間隔が $30 \sim 50 \mu\text{m}$ 程度の場合はほとんど影響が見られない。ほとんどの試験片では、繊維間隔がこの範囲内に制御されていることから、この点がばらつきの主因ではないと考えられる。

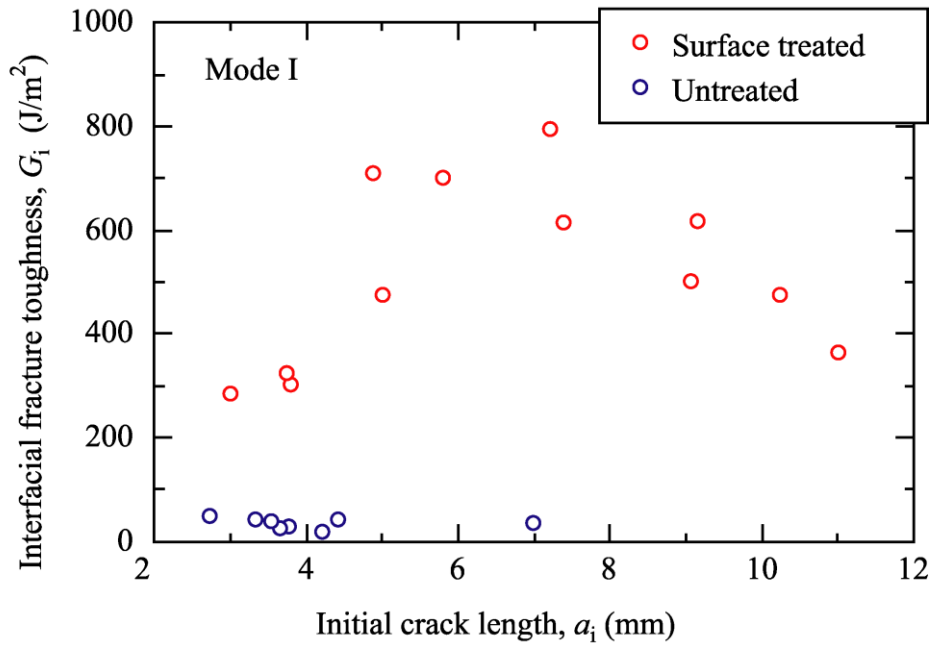


Fig. 2-17 Mode I interfacial fracture toughness plotted against initial crack length.

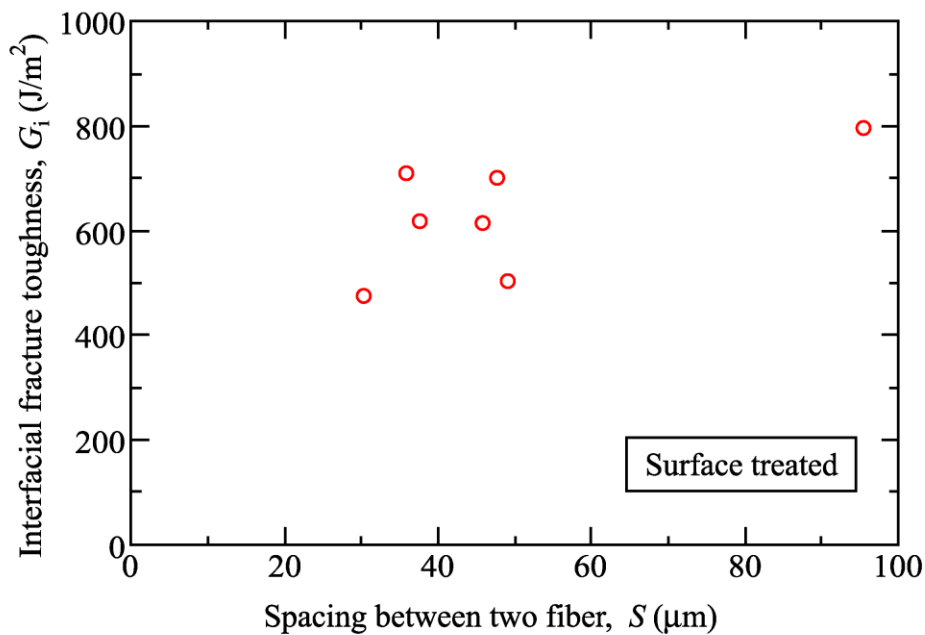


Fig. 2-18 Interfacial fracture toughness plotted against spacing between two fibers.

2.4.4 破面および界面の微視観察

破壊靱性試験終了後に、モデルコンポジットの破面を SEM により観察した。Fig. 2-19 に未処理材における初期き裂先端付近の写真の例を示す。(a)と(b)は試験片の上側と下側のそれぞれ対応した位置を撮影している。(a)の側で繊維の表面が完全に露出しており、き裂は繊維/マトリックスの界面を進展したことがわかる。

Fig. 2-20(a)に、表面処理材における初期き裂先端部分の写真の例を示す。未処理材とは異なり、繊維表面は完全には露出しておらず、きわめて界面に近い樹脂部で破壊している。Fig. 2-20(a)の赤で四角く囲んだ部分の拡大図を Fig.2-20(b)に示す。樹脂の破面にはむしれたような跡が残っている。表面処理材のみに Fig. 2-20 のような破面が見られたことから、安定き裂進展領域の塑性変形領域においてこのような痕跡が残るものと推測される。

これらの写真からは、本研究で用いたガラス繊維とビニルエステル樹脂では、カップリング処理しなかった場合は界面がはがれるように破壊するが、カップリング処理をした場合、モード I での破壊は、Fig. 2-21 の断面の模式図で示すように、きわめて界面に近い樹脂領域で進展していることがわかった。この領域は、樹脂の変形が繊維により強く拘束される領域であり、以下では界面領域と称する。このように、モード I き裂が樹脂部を進み繊維表面が露出しない結果は、炭素繊維/エポキシ積層板でも報告されている⁽⁵⁾。

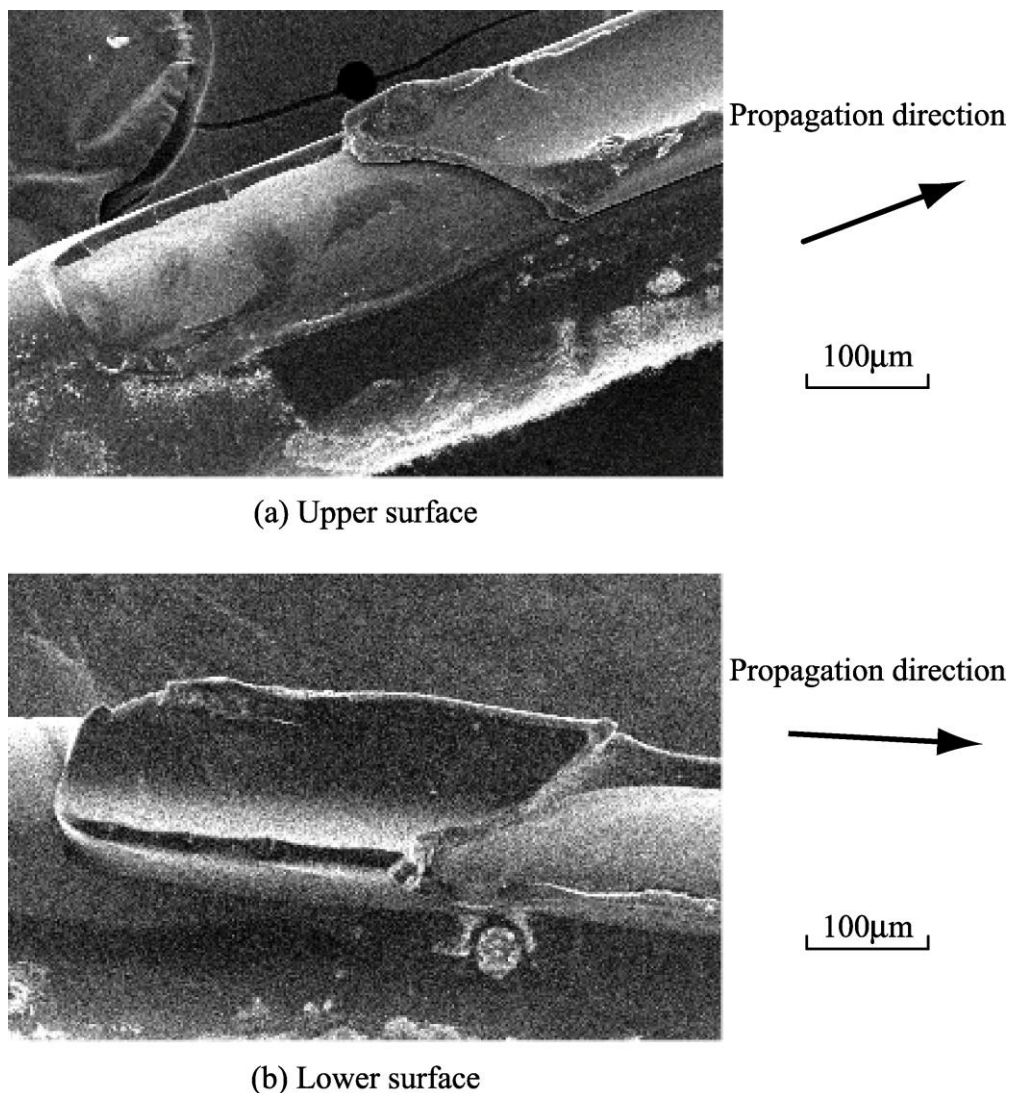
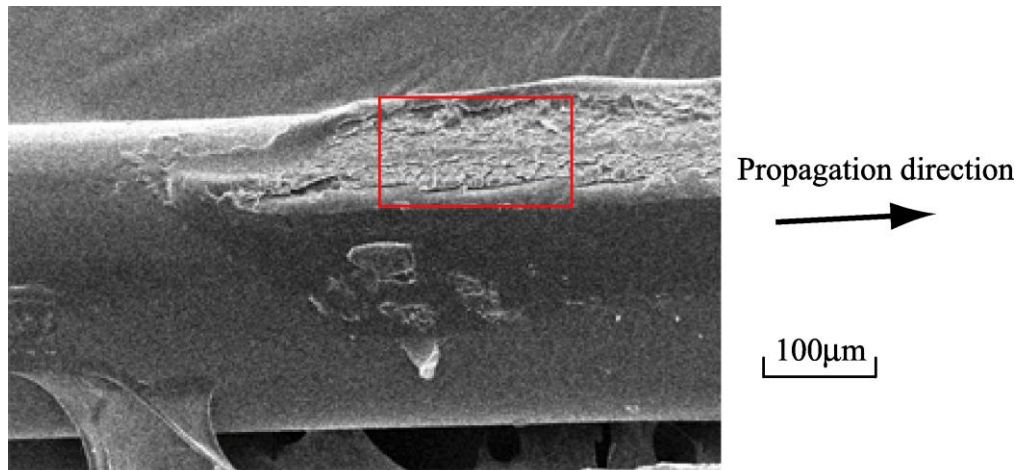
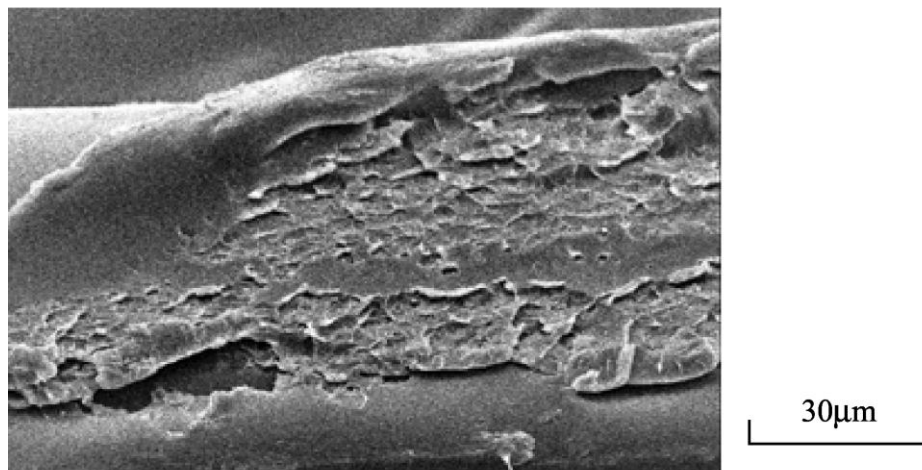


Fig. 2-19 Scanning electron micrograph of fracture surface (Untreated).



(a) Fracture surface of initial crack tip.



(b) Enlargement of (a).

Fig. 2-20 Scanning electron micrograph of fracture surface (Surface treated).

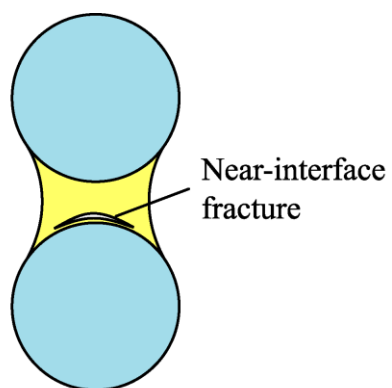


Fig. 2-21 Fracture of near-interface region.

2.5 モード II 界面き裂進展特性

2.5.1 試験力－変位曲線

Fig. 2-22 に未処理材の代表的な試験力－変位曲線を、また Fig. 2-23 に表面処理材の代表的な試験力－変位曲線を示す．縦軸には試験力 P_{II} を、横軸には X ステージの変位量からロードセル変形量を差し引いて求めた変位 δ_{II} をとっている．

Fig. 2-22 に示した未処理材による破壊靱性試験の結果は、繊維径が $D=365 \mu\text{m}$ 、初期き裂長さ $a=5.5 \text{ mm}$ 、試験片長さ $L=9.5 \text{ mm}$ のものである．一定速度で変位を増加させていったところ、未処理材のモード I 試験の時と同様、少しずつ断続的にき裂が進展していき、そのたびに試験力は一時的に減少した．また変位量が 2.2 mm を越えたあたりで試験片は完全に破断した．初期き裂が進展を開始したときの試験力は約 225 mN であった．

Fig. 2-23 の表面処理材による破壊靱性試験の結果は、繊維径が $D=330 \mu\text{m}$ 、初期き裂長さ $a=6.0 \text{ mm}$ 、試験片長さ $L=8.47 \text{ mm}$ のものである．表面処理材においてもモード I 試験の時と同様に、安定した試験力－変位関係を示した後、き裂は急激に進展し破断する傾向を示した．この場合の最大試験力は 305 mN であった．

Fig. 2-23 の表面処理材では、Fig. 2-22 の未処理材よりも初期き裂が長いにもかかわらず、繊維に表面処理を施すことによってき裂進展開始の限界力が向上していることがわかる．

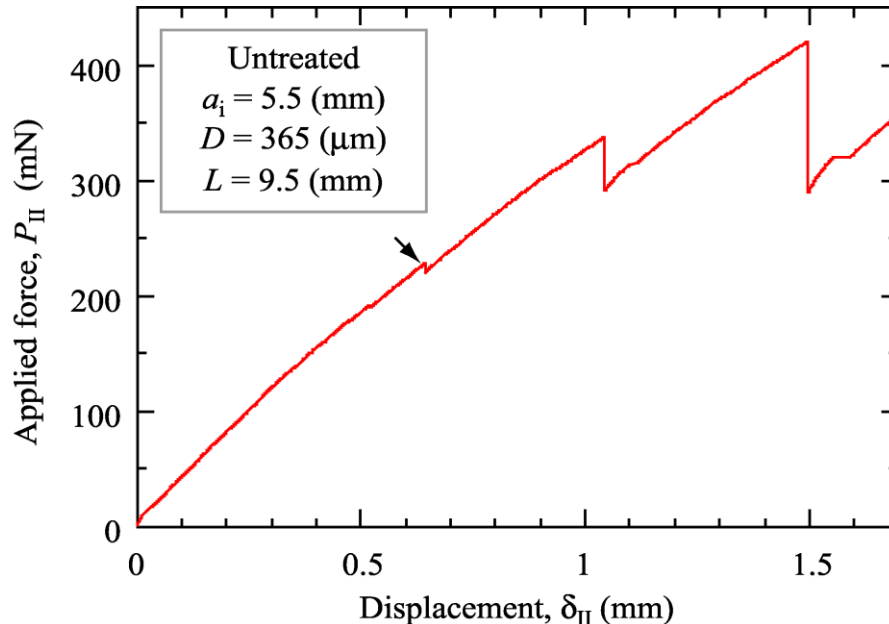


Fig. 2-22 Applied force - displacement curve (Untreated).

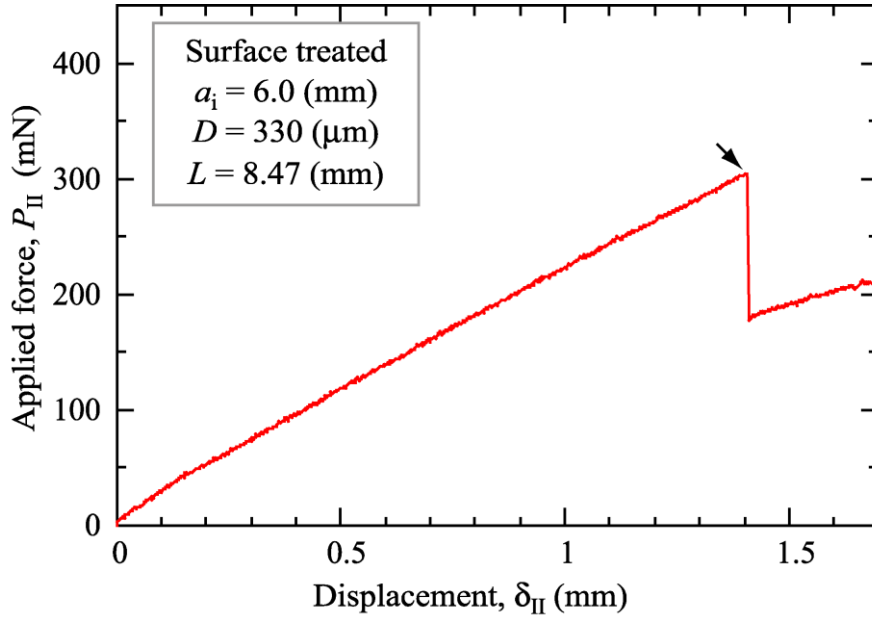


Fig. 2-23 Applied force - displacement curve (Surface treated).

2.5.2 コンプライアンスとエネルギー解放率

モード I の場合と同様に，樹脂の変形を無視して，初等はり理論を適用すると，モード II 試験片のコンプライアンス λ_{II} とき裂長さ a の関係は，

$$\left(L^3 + 4a^3\right)^{1/3} / D = \left(\frac{15\pi E}{32}\right)^{1/3} (D\lambda_{II})^{1/3} \quad (2.5)$$

で表される。

本研究では，き裂を成長させずに負荷点だけを動かすことによって，様々な a に対する試験力 P_{II} - 変位 δ_{II} 曲線を低試験力域で取得し，その近似直線からコンプライアンス λ_{II} を求めた。き裂が進展しないようにして試験を行うため，1本の試験片から，異なるき裂長さに対するコンプライアンス λ_{II} を測定することができる。

Fig. 2-24 に未処理材の結果を，Fig. 2-25 に表面処理材の結果を示す。縦軸には $L^3 + 4a^3$ を 1/3 乗した値を繊維径 D で無次元化した値，横軸は λ_{II} と D の積を 1/3 乗した値をプロットした。いずれの場合も， $(L^3 + 4a^3)^{1/3} / D$ と $(D\lambda_{II})^{1/3}$ の関係は，式(2.5)の右辺に定数項を加えた形の次式の直線で近似できることがわかる。

$$\left(L^3 + 4a^3\right)^{1/3} / D = \beta_0 + \beta_1 (D\lambda_{II})^{1/3} \quad (2.6)$$

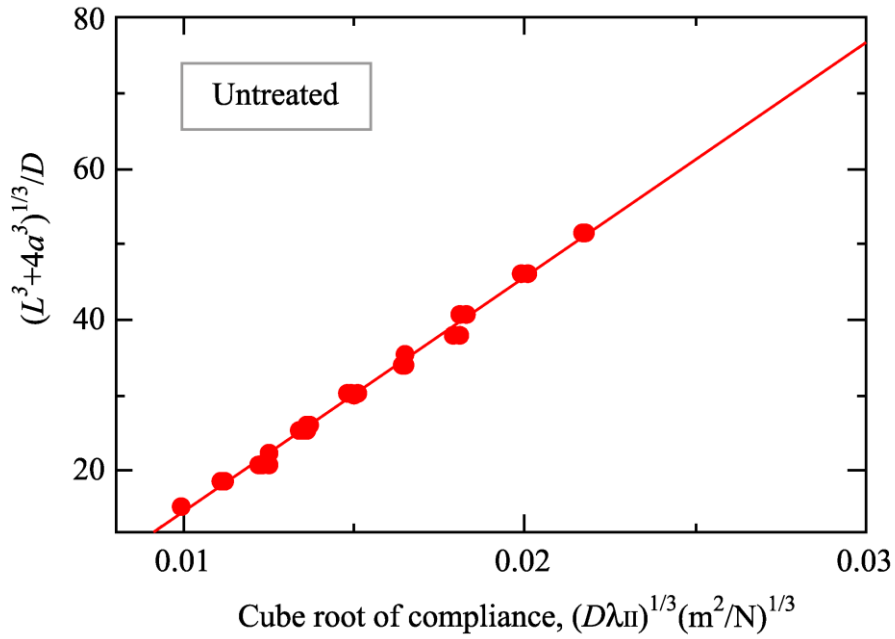


Fig. 2-24 Relation between crack length and cube root of compliance (Untreated).

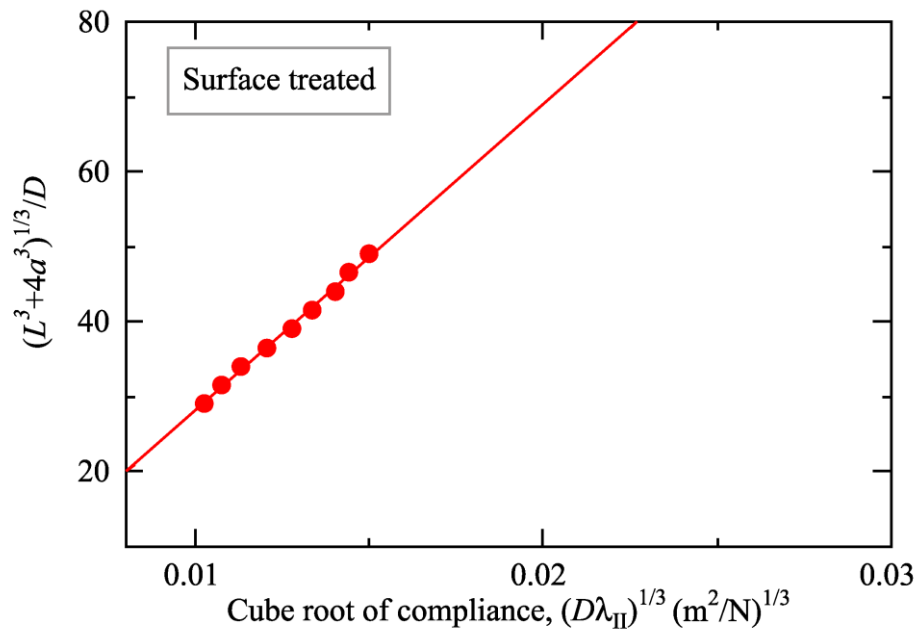


Fig. 2-25 Relation between crack length and cube root of compliance (Surface treated).

2.5.3 モード II 界面破壊靱性値

モデルコンポジットのエネルギー解放率は、式(2.6)の形で得られたコンプライアンス $\lambda_{II}(a)$ を用いて次式のように得られる。

$$G_{II} = \frac{P_{II}^2}{2\theta D} \cdot \frac{d\lambda_{II}}{da} = \frac{6P_{II}^2 a^2}{\theta \beta_1^3 D^5} \left\{ \left(\frac{L^3 + 4a^3}{D^3} \right)^{1/3} - \beta_0 \right\}^2 \left(\frac{L^3 + 4a^3}{D^3} \right)^{-2/3} \quad (2.7)$$

式(2.7)にモデルコンポジットのき裂進展開始試験力とその時のき裂長さを代入することで、界面破壊靱性値 G_i を得ることができる。

Fig. 2-26 にそれぞれのモデルコンポジットより求められた界面破壊靱性値 G_{IIC} とき裂長さ a の関係を示す。いずれもばらつきは大きいものの、き裂長さに対する有意差は認められない。未処理材での破壊靱性値は、最大で 60 J/m^2 、最小で 11 J/m^2 、平均で 24 J/m^2 であった。表面処理材では、ばらつきはあるものの未処理材よりも明らかに大きく、最大で 400 J/m^2 、最小で 63 J/m^2 、平均で 177 J/m^2 であった。表面処理材の平均値は、未処理材のおよそ 8 倍の値を示した。

前項で得たモード I の界面(あるいは界面領域)破壊靱性値と平均値を比較すると、表面処理材の場合、モード I の界面破壊靱性値がモード II の値よりも 3 倍程度大きい。バルク FRP の一方向強化材の場合、モード I の層間破壊靱性値はモード II より小さいか同程度であるのが普通であり、界面破壊靱性値がそれとは逆の結果を示している点は興味深く、今後、種々の界面に対する検討が望まれる。

一方、未処理材の界面破壊靱性は、モード I とモード II でさほど変わらず、表面処理材とは異なる傾向を呈した。未処理材は、モード I の場合でも界面領域ではなく、完全な界面はく離き裂進展となるように、破壊微視機構の点でも表面処理材とは異なっており、破壊靱性値の傾向が異なるのも当然と言える。結果的に、モード I では表面処理材の靱性が未処理材の約 16 倍、モード II では約 8 倍であることから、表面処理による靱性の増加はモード I の方により高い効果を及ぼすことがわかる。

2.5.4 破面および界面の微視観察

破壊靱性試験終了後に、モデルコンポジットの破面を SEM により観察した。Fig.

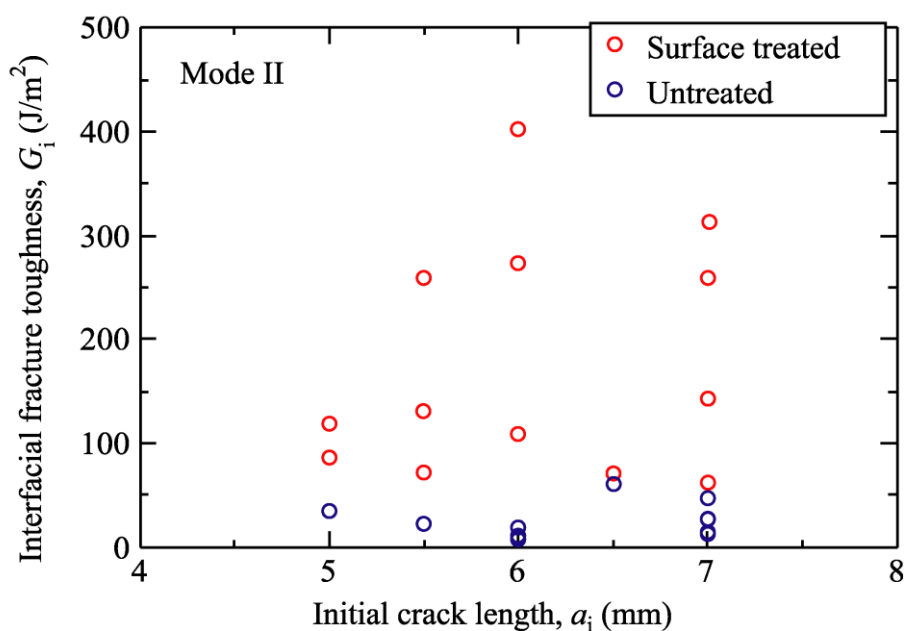


Fig. 2-26 Mode II interfacial fracture toughness plotted against initial crack length.

2-27 に未処理材の破面写真を示す. (a)と(b)は同じ試験片の上側と下側のそれぞれ対応した位置を撮影している. 上側の繊維の表面は完全に露出し, 逆に下側の繊維に付着した樹脂には繊維のはく離痕が明瞭に残されていることから, き裂は繊維/マトリックスの界面を進展したことがわかる.

Fig. 2-28 に表面処理材の破面写真を示す. (a)と(b)は上側と下側の対応した位置を撮影している. 未処理材と同様に, き裂は完全に界面を進展しており, モード I の表面処理材のような樹脂間での進展は生じていなかった. この傾向は FRP の場合と同様であり, モード II 負荷を受ける直線き裂は主引張応力に対して垂直方向のき裂進展となるよう屈曲しようとするため, FRP や本研究のモデルコンポジットではき裂が界面に突き当たり, そのまま界面を進展するものと解釈できる. また, はく離した界面近傍の樹脂にも割れが観察される他に, おそらく破面摩擦によって生じた樹脂片も残されており, 樹脂部もある程度の損傷を受けていると思われる.

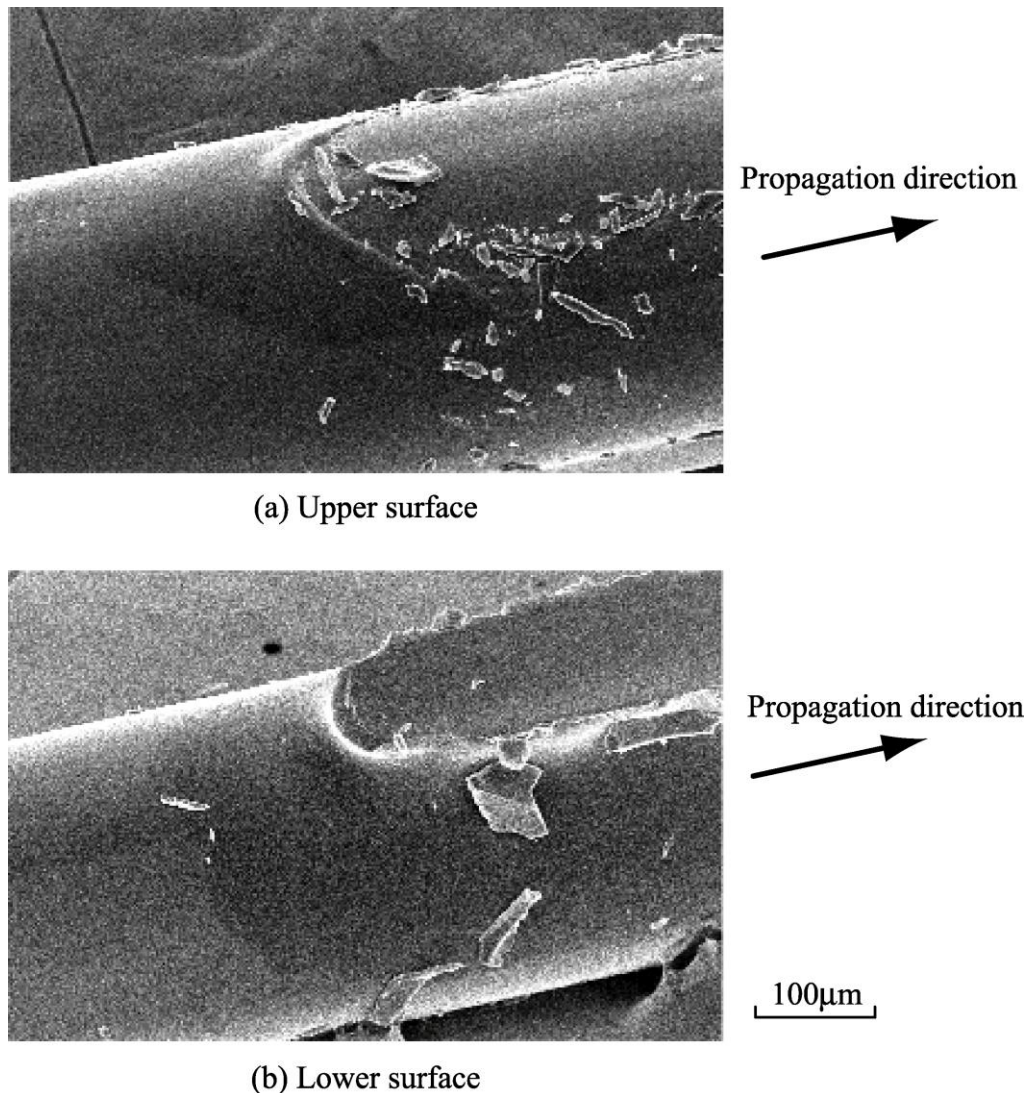


Fig. 2-27 Scanning electron micrograph of fracture surface (Untreated).

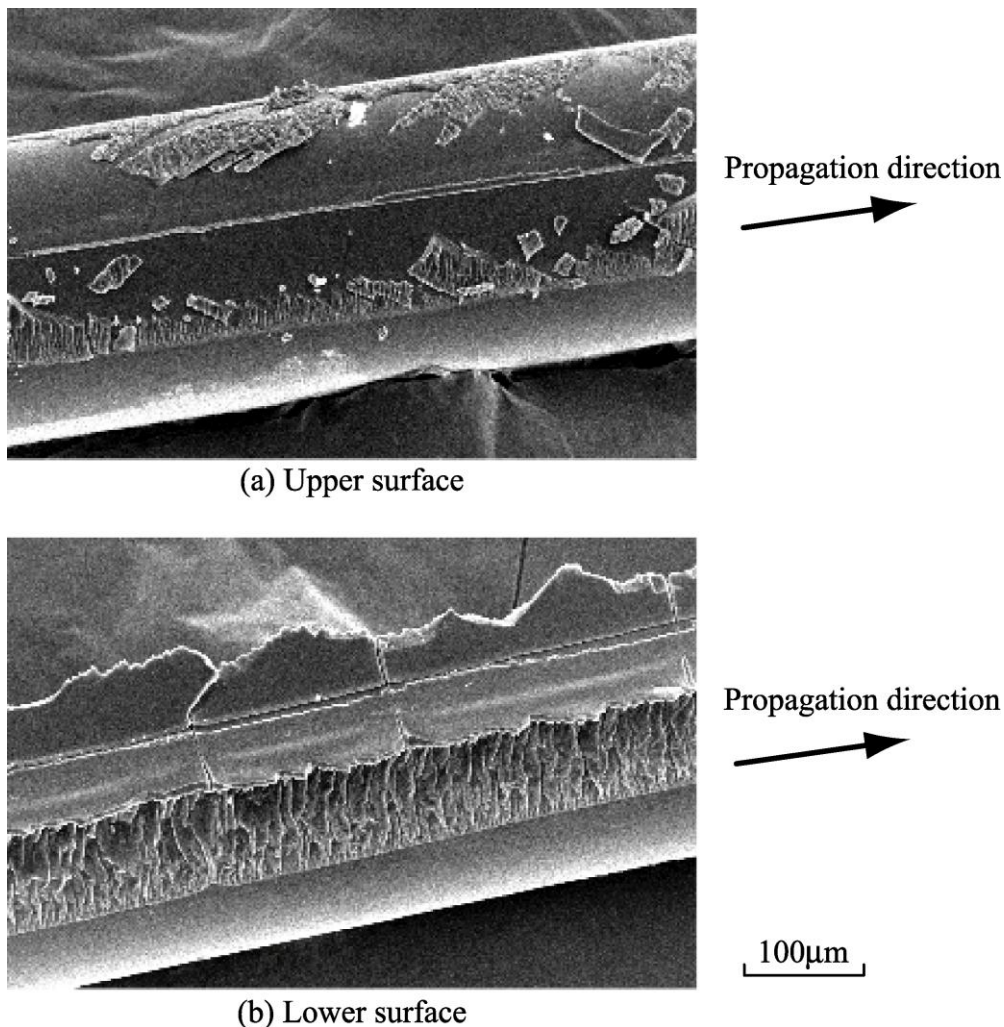


Fig. 2-28 Scanning electron micrograph of fracture surface (Surface treated)

2.6 界面破壊靱性と樹脂靱性の分離評価の検討

2.6.1 FRP バルク材の破壊靱性

ガラス/ビニルエステル複合材料のバルク材の場合，文献値によると，モード I 破壊靱性値は $700 \sim 1200 \text{ J/m}^2$ 程度⁽⁶⁾⁽⁷⁾，モード II 破壊靱性値は $3000 \sim 4500 \text{ J/m}^2$ 程度の値が報告されている⁽⁷⁾⁽⁸⁾．これらに比べて，本研究で測定された界面（あるいは界面領域）の破壊靱性の平均値は，モード I の表面処理材では約 510 J/m^2 ，モード II の表面処理材においては約 290 J/m^2 と非常に小さい．この結果から，FRP のき裂進展においては，界面はく離よりもむしろ，繊維周囲のマトリックス樹脂の損傷により大きなエネルギーが費やされるために，界面破壊靱性値に比べて大きな破壊靱性を示すものと推定される．モデルコンポジットにおける界面のみの破壊と，バルク FRP における樹脂破壊の混在した破壊の模式図を Fig. 2-30 に比較して示す．FRP 中を進展するき裂は，必ずマトリックス部の破壊を伴う点で大きな違いがある．

実際に，FRP のモード II 破壊の破面観察からは，樹脂部よりも繊維/マトリックス界面でき裂が局所的に進み易いことが判っており⁽⁹⁾，この原因は，局所的なエネルギー

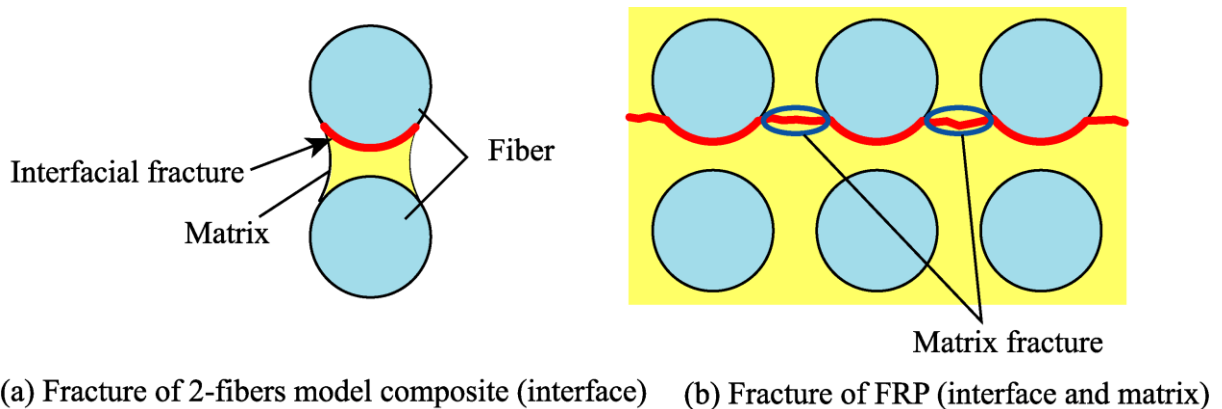


Fig. 2-29 Difference in fracture mechanism between FRP and model composite.

一解放率が界面付近で高くなるだけでなく⁽¹⁰⁾，界面破壊靱性そのものの低さが一因であると示唆されている。

そこで，以上で述べた推察を検証するために，FRPと同様に樹脂内のき裂進展も含むような新たなモデルコンポジットを考案し，モード I 破壊靱性試験を行い，2.4 節で得られた界面破壊靱性値と比較検討した。

2.6.2 繊維 4 本のモデルコンポジットに対する破壊靱性試験

FRP の破壊において繊維に沿ったき裂の進展が起こる場合，Fig. 2-29(b)のように，繊維／樹脂界面だけでなく樹脂間にもき裂が進展しているため，FRP の破壊靱性値は界面だけでなく樹脂の破壊靱性値にも大きく影響される．これを模擬するために，き裂進展時に樹脂部のき裂も含むように，Fig. 2-31 に示す 4 本の繊維からなるモデルコンポジットを作製し，第 4 章と同じ DCB 法によるモード I き裂進展試験を行った．表面処理の影響を明らかにするため，繊維表面処理材と未処理材の両方に対して試験を行った．

このモデルコンポジットでは，Fig. 2-30(b)に示すように，断面で見て 4 本の繊維が正方配列されている．用いた繊維と樹脂は前章までと同様である．また，繊維表面間のすき間も，前章までの繊維 2 本のモデルコンポジットと同様に 40～50 μm であり，繊維の体積含有率としてはおよそ 60～65 %となる．この体積含有率は，通常の FRP の一方向強化材におけるそれと同程度である．

2.6.3 実験結果および考察

繊維 2 本のモデルコンポジットの場合と同様，試験力－変位曲線の初期コンプライアンスを近似直線から求め，き裂長さとの関係を示したものが Fig. 2-31 である．Fig. 2-31 は表面処理材のものであるが，未処理材においても同様に，式(2.2)の形の直線で近似できた．

得られたコンプライアンスを用いて，破壊靱性値を算出した．その際，試験片幅は試験片ごとに光学顕微鏡で測定した．

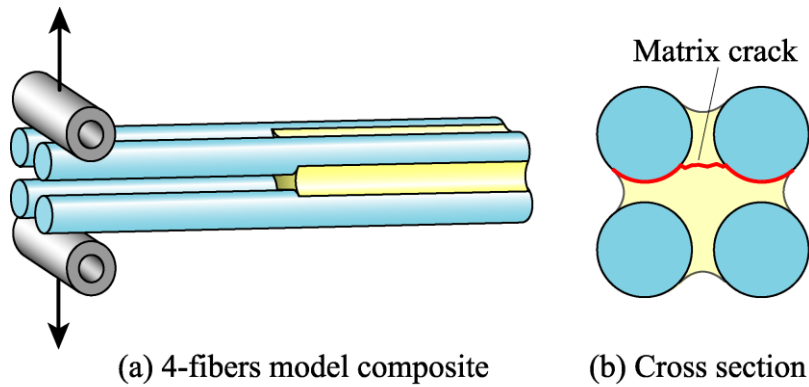


Fig. 2-30 Model composite consist of four fibers.

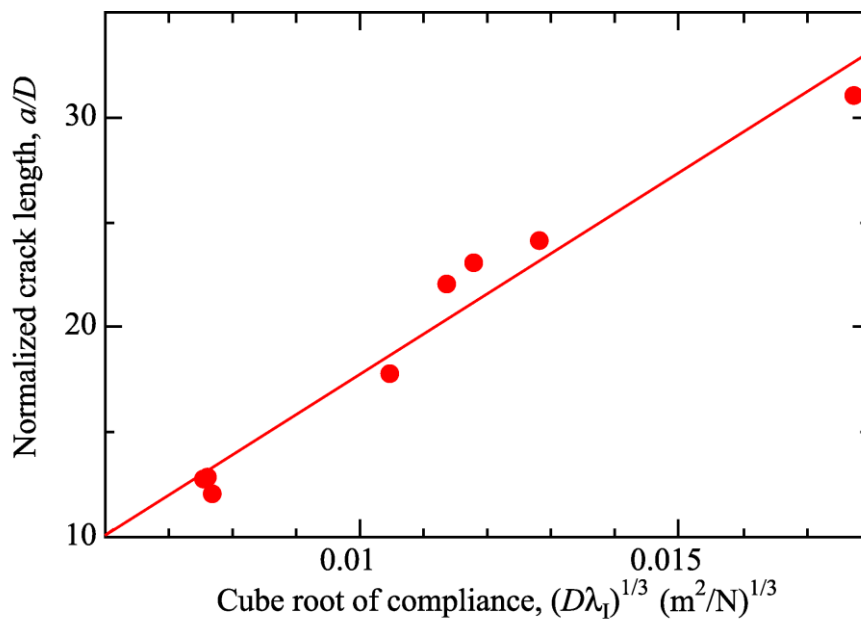


Fig. 2-31 Relation between crack length and cube root of compliance (Surface treated).

得られた破壊靱性値を Fig. 2-32, Fig. 2-33, Fig. 2-34 に示す. まず Fig. 2-32 は, 未処理材に対する繊維 2 本のモデルコンポジットと繊維 4 本のモデルコンポジットの比較である. 繊維 4 本のモデルコンポジットの破壊靱性値は, 繊維 2 本のモデルコンポジットから得られた界面の破壊靱性値を大きく上回った. 破壊靱性値が増加した理由は, 先に予想した通り, 4 本の繊維の間にある母材樹脂の破断による影響と考えられる.

Fig. 2-33 は, 表面処理材に対する繊維 2 本と 4 本のモデルコンポジットの破壊靱性値を比較している. 未処理材の場合と同様に, 繊維 4 本のモデルコンポジットから得られた靱性値は, 繊維 2 本のモデルコンポジットで得られた界面領域の破壊靱性値を明らかに上回っており, マトリックス破壊の影響が表れている.

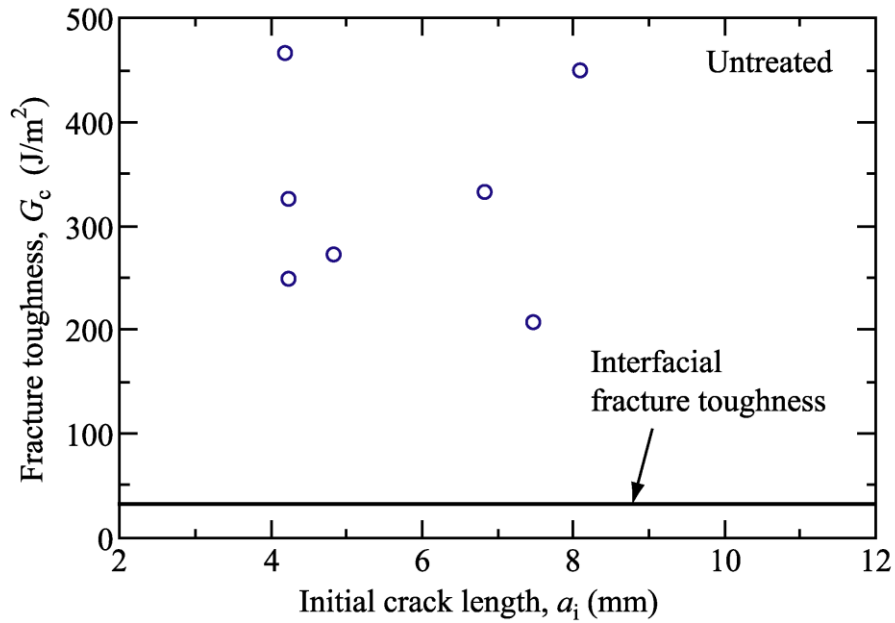


Fig. 2-32 Mode I fracture toughness plotted against initial crack length (Untreated).

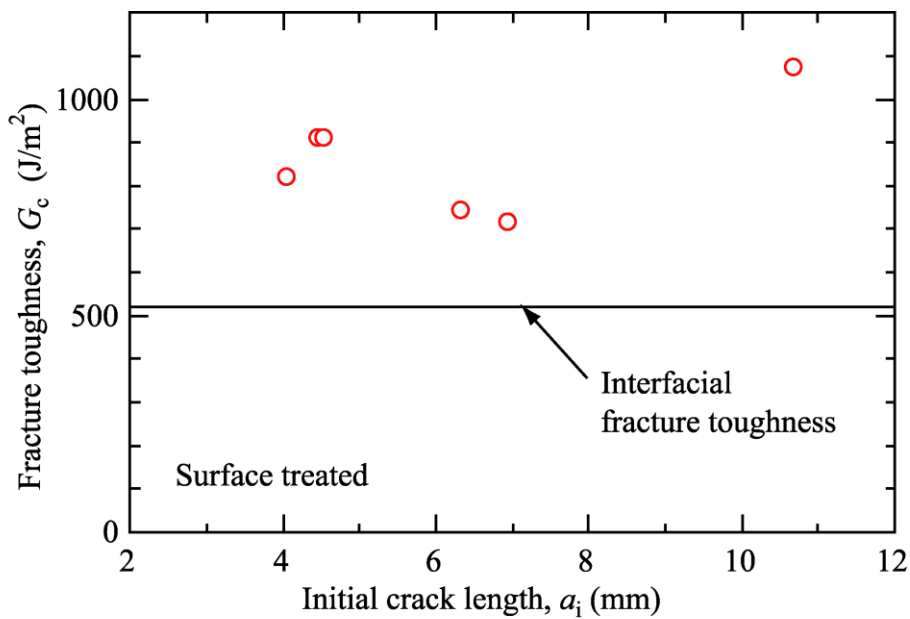


Fig. 2-33 Mode I fracture toughness plotted against initial crack length (Surface treated).

Fig. 2-34 は、繊維 4 本のモデルコンポジットの靱性値を、未処理材と表面処理材とで比較したものである。第 4 章で示した界面破壊靱性値の場合と同様に、表面処理材の値のほうが高い。したがって、繊維 4 本のモデルコンポジットの靱性値には、マトリックス破壊の影響が含まれるものの、依然として界面靱性の差も反映されたまま残っていることがわかる。

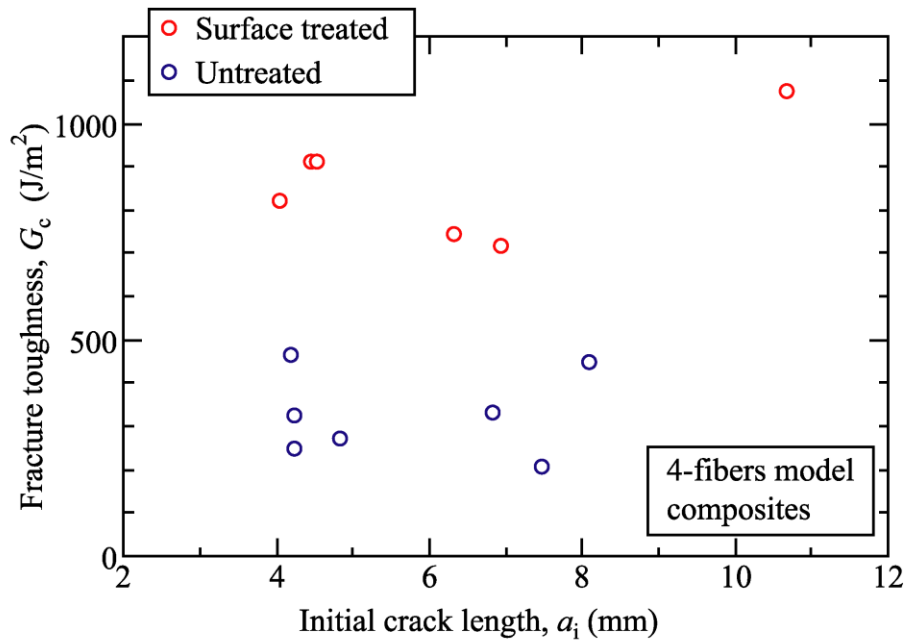


Fig. 2-34 Mode I fracture toughness plotted against initial crack length (Surface treated).

マトリックス破壊が混在してくる影響を、破壊靱性値の平均値の増加量で比較してみた場合、未処理材では界面破壊靱性が 32 J/m^2 であるのに対し、繊維 4 本の場合は約 350 J/m^2 となっており、およそ 220 J/m^2 程度の増加となったが、表面処理材の場合は、界面靱性 510 J/m^2 に対し、繊維 4 本になると約 860 J/m^2 となり、 350 J/m^2 程度の増加となった。

このように、表面処理材の方が靱性値が大きく増加した原因は、以下のように考えることができる。

Fig. 2-35 は、未処理材および表面処理材のき裂進展形態の模式図である。(a)の未処理材は、繊維 2 本のモデルコンポジットと同様に繊維/マトリックス界面を進展している部分（図中赤線）と、繊維の間におけるマトリックス部のき裂が混在した破面であるが、界面破壊部が広く、樹脂破壊の位置が図の上方、つまり、横に並んだ 2 本の繊維間の狭い樹脂領域で割れていた。一方、(b)の表面処理材では、繊維/マトリックス界面破壊と樹脂部のき裂が混在していることは同じであるが、界面が強化されているためか、界面破壊部が少なく、相対的にマトリックス内をき裂が進展している部分が多くなっていることがわかった。

このように、表面処理材では破面におけるマトリックス破壊面積の比率が高いため、より大きなマトリックス破壊エネルギーが費やされることになり、結果として、4 本繊維モデルコンポジットの破壊靱性値の界面靱性からの増加量が、より大きくなったものと考えられる。

Fig. 2-36 に示すように、繊維 4 本のモデルコンポジットの破面を光学顕微鏡で観察し、断面で見たはく離界面長さ $D_1\theta_1$, $D_2\theta_2$ を求め、断面上での総はく離界面長さ L_i

$$L_i = D_1\theta_1 + D_2\theta_2 \quad (4.7)$$

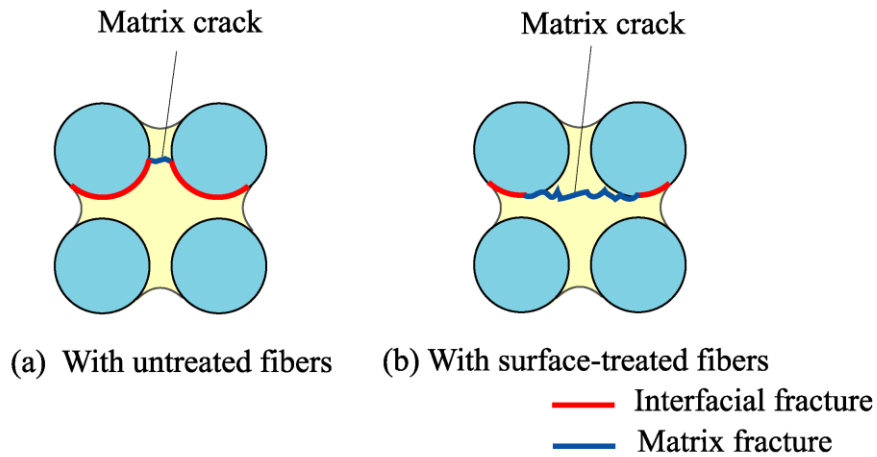


Fig. 2-35 Area ratio of fracture surface (Interface and matrix fracture).

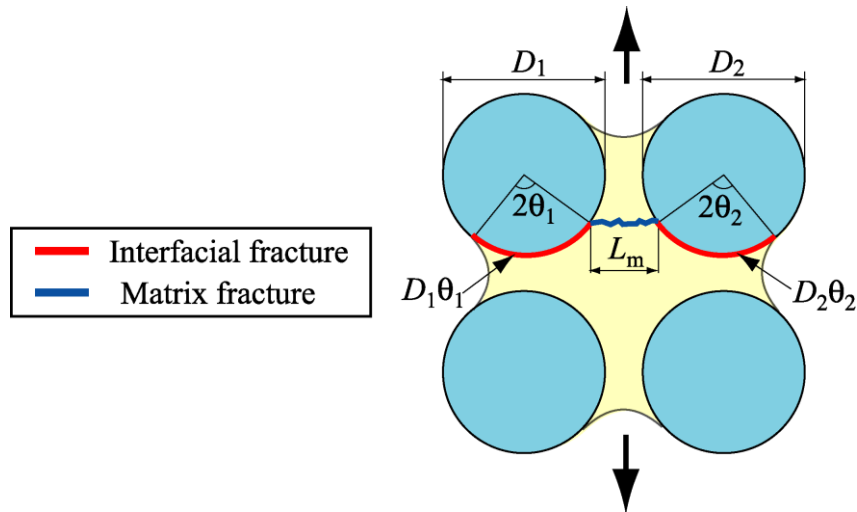


Fig. 2-36 Schematic of cross section of fractured specimen.

を算出する．同時に母材破壊部の幅 L_m を断面投影長として計測し，この L_i ， L_m から界面はく離の面積率 γ_i ，母材破壊の面積率 γ_m ，

$$\gamma_i = L_i / (L_i + L_m) \quad (4.8)$$

$$\gamma_m = L_m / (L_i + L_m) = 1 - \gamma_i \quad (4.9)$$

を求める．破面における界面はく離部とマトリックス破壊部の面積比を表面処理材，未処理材それぞれについて測定した．得られた界面はく離部の面積率 γ_i は，未処理材では約 70 % であったが，表面処理材では約 30 % まで減少していた．

次に，これまでに得られた結果を用いて，樹脂部の局所的なき裂進展に対する破壊靱性値 G_m の評価を試みた．繊維 4 本のモデルコンポジットの破壊靱性 G_c が，界面の破壊靱性値 G_i とマトリックス樹脂の破壊靱性値 G_m から，破面面積率に応じた複合則で表されると考えれば，次式が成り立つ．

$$G_c = G_i \gamma_i + G_m (1 - \gamma_i) \quad (2.8)$$

ここで γ_i は界面はく離の面積率， $1 - \gamma_i$ はマトリックス破壊の面積率である．個々の試

験片に対して γ_i を測定し、式(2.8)から G_m の値を求めた。各特性値の平均値、ならびに得られた G_m の平均値をTable 2-1にまとめる。

G_m の平均値は、未処理材において 1090 J/m^2 、表面処理材では約 1000 J/m^2 となり、非常に近い値が得られた。同じマトリックス樹脂を用いた未処理材と表面処理材から、それほど変わらない結果が導けたことから、本研究で提案したモデルコンポジットによるき裂進展試験によって、概ね妥当な破壊靱性値が得られているとともに、ここで用いた界面はく離エネルギーとマトリックス破壊エネルギーの分離評価手法も、かなり有望であると考えられる。

しかしながら、ビニルエステル樹脂単体の破壊靱性値の報告例を調べると、本章で得られた 1000 J/m^2 以上という値に比べて低いものがほとんどである^{(6),(11)-(13)}。ところが、ビニルエステルの場合、他の高分子をわずかにブレンドするなどの改質によって、大幅に靱性が向上するため^{(12)~(14)}、本研究のものとは成分が異なる材料の文献値との比較は参考にならない。このため、正確には本研究で用いたビニルエステルに対する靱性値を実測し、本章で得た推定値と比較することが必要であるが、FRP中の樹脂は繊維に囲まれていて変形を強く拘束されていることに加え、き裂先端近傍の応力分布・変位分布も繊維が含まれていない樹脂単体の場合とは異なるため⁽¹⁵⁾、C(T)試験片などを用いて樹脂単体の破壊靱性値を測定しても、実際のFRP中の破壊靱性値としては適用できないと考えられる。

Table 2-1 Average values of fracture toughness and fracture surface ratios

	Composites with untreated fibers	Composites with surface-treated fibers
Interfacial fracture toughness, $G_i \text{ (J/m}^2\text{)}$	32	510
Fracture toughness of 4-fibers model composites, $G_c \text{ (J/m}^2\text{)}$	350	860
Fracture surface ratio of fiber/matrix debonding, $\gamma_i \text{ (%)}$	73	30
Fracture surface ratio of matrix fracture, $1-\gamma_i \text{ (%)}$	27	70
Estimated fracture toughness of matrix resin, $G_m \text{ (J/m}^2\text{)}$	1090	1000

2.7 結言

本研究では、FRPの微視組織をモデル化した微小モデルコンポジットを用いて、モードIおよびモードIIの繊維/マトリックス界面はく離き裂進展試験を実施し、界面はく離進展の破壊力学特性を評価した。

さらに、実際のFRPと同様に界面のはく離だけでなくマトリックスき裂進展が混在するような、新しいモデルコンポジットを作製してモードI破壊靱性試験を行い、界面はく離き裂進展試験で得られた結果との比較を通して、界面はく離進展エネルギーとマトリックスき裂進展エネルギーの分離評価を試みた。得られた主な結果を以下にまとめる。

- (1) 2本の繊維をマトリックス樹脂で接合した形態の微小モデルコンポジットを作製した。このモデルコンポジットの場合、通常のFRPとは異なり、マトリックス部の破壊を含まず繊維/マトリックス界面がはく離するだけでき裂が進展できるため、界面のき裂進展特性を抽出することができる。本研究では直径200~400 μm 程度のガラス繊維とビニルエステル樹脂を用いた。
- (2) 微小モデルコンポジットの破壊靱性試験を行うための試験システムを構築した。このシステムでは、位置分解能1 μm の精密型自動ステージを駆動することで微小モデルコンポジット試験片に変形を与え、容量500 mNの微小ロードセルで試験力の測定を行うものである。ロードセルに直結している負荷ロッド先端にピンを接着し、モデルコンポジットの繊維に直接負荷を与えることによって、モードI (DCB法) およびモードII (ELS法) の界面はく離き裂進展試験が可能となった。
- (3) シランカップリング剤による繊維表面処理材と未処理材についてモードIの界面はく離破壊靱性試験を行ったところ、表面処理材の破壊靱性値が、未処理材の破壊靱性値のおよそ16倍の値を示した。このように、モデルコンポジットを用いた試験により表面処理が繊維/マトリックス界面の破壊力学特性に与える効果を直接的に評価することが可能となった。破面観察を行った結果、未処理材においては繊維/マトリックス界面がはく離していたが、表面処理材においては、きわめて界面に近い界面領域内の樹脂部でき裂が進展していることがわかった。
- (4) 表面処理材と未処理材についてモードII界面はく離破壊靱性試験を行ったところ、表面処理材の破壊靱性値が、未処理材の破壊靱性値のおよそ8倍の値を示し、やはり界面の破壊力学特性の違いを評価できた。破面観察を行った結果、モードIIの場合は、未処理材、表面処理材ともにき裂は界面のはく離により進展していた。

- (5) 測定された界面はく離破壊靱性値は、表面処理材の場合でも、ガラス/ビニルエステル FRP のバルク材の値に比べて大幅に小さく、FRP のき裂進展においては、界面はく離よりもむしろ、繊維周囲のマトリックス部の損傷に大きなエネルギーが費やされていることが示唆された。これを検証するため、FRP と同じくき裂進展において界面はく離だけでなくマトリックス破壊も含むような、繊維 4 本でできたモデルコンポジットを作製し、モード I 破壊靱性試験を行った。未処理材、表面処理材ともに、繊維 4 本のモデルコンポジットの破壊靱性値は繊維 2 本のモデルコンポジットから得られた界面破壊靱性値を大きく上回り、マトリックス部のき裂進展の影響が大きいことが確認された。
- (6) 繊維 2 本のモデルコンポジットから得られた界面破壊靱性値 G_i と、繊維 4 本のモデルコンポジットから得られた破壊靱性値 G_c 、さらに繊維 4 本のモデルコンポジットの破面上における界面はく離面積率 η とマトリックス破面率 $(1-\eta)$ を用いて、き裂進展エネルギーに対して複合則 $G_c = G_i\eta + G_m(1-\eta)$ が成り立つと仮定し、マトリックスのき裂進展エネルギー G_m を評価した。その結果、表面処理材と未処理材のそれぞれから、マトリックスのき裂進展エネルギー G_m としてほぼ等しい値が得られた。

今後の課題として、本研究では二種類のモデルコンポジットの破壊靱性値から、界面破壊靱性とマトリックス樹脂の破壊靱性を分離評価したが、その検証のために、同じ繊維と樹脂からなるバルク FRP や母材樹脂単体について、破壊靱性値を調べることが急務である。また、今回の研究では、樹脂にビニルエステルを使用したのが、より延性が低くき裂先端プロセスゾーンが微小となる樹脂の場合について検討することも必要である。

それ以上に大きな課題として、本研究で用いたモデルコンポジットは実際の FRP をほぼ相似に拡大したもので、繊維径も繊維間の樹脂領域寸法も実際の FRP よりかなり大きい。特に樹脂の微視組織までは相似に拡大されていないため、今回の結果がそのまま FRP に通用するかどうかは疑問である。そのため、実際の FRP で使われる直径 10 μm 程度の繊維を用いて、SEM 内で同様の試験を可能とするなど、本研究の経験と知見を活かして発展させる必要がある。

参考文献

- (1) Wagner, H.D., Nairn, J.A., Detassis, M., Appl. Compos. Mater., 2 (1995) p.107.
- (2) Zhou, Z.F., Nairn, J.A., Wagner, H.D., Compos. Part A, 30 (1999) p.1387.
- (3) Hojo, M., Matsushita, Y., Tanaka, M. and Adachi, T., "In situ observation of interfacial crack propagation in GF/epoxy model composite using bifiber specimens in mode I and

- mode II loading”, *Composites Science and Technology*, 68 (2008) pp.2678-2689.
- (4) 影山和郎, 金原 勲, 大沢 勇, 北條正樹, 先進複合材料の損傷許容性評価に関する研究(第1報, 層間破壊靱性試験方法に関する検討), 日本造船学会論文集, No.168 (1990), pp. 499-508.
 - (5) 田中 拓, 炭素繊維強化プラスチックの層間・層内き裂進展に関する破壊力学的研究, 名古屋大学学位論文, 第5章, (1999), p. 116.
 - (6) Tucker, R., Compston, P. and Jar, P.-Y.B., The effect of post-cure duration on the mode I interlaminar fracture toughness of glass-fiber reinforced vinylester, *Composites, Part A*, Vol.32 (2001), pp.129-134.
 - (7) Dharmawan, F., Simpson, G., Herszberg, I., John, S., Mixed mode fracture toughness of GFRP composites, *Composite structure*, Vol.75, (2006) pp.328-338.
 - (8) Stevanovic, D., Kalyanasundaram, S., Lowe, A. and Jar, P.-Y.B., Mode I and Mode II Delamination Properties of Glass/Vinyl-Ester Composite Toughened by Particulate Modified Interlayers, *Composites Science and Technology*, Vol.63 (2003), pp. 1949-1964.
 - (9) Tanaka, K. and Tanaka, H., Stress-Ratio Effect on Mode II Propagation of Interlaminar Fatigue Cracks in Graphite/Epoxy Composites, *ASTM Special Technical Publication 1285*, (1997), pp. 126-142.
 - (10) 日名宜之, 連続繊維強化複合材料におけるき裂進展の三次元メゾメカニクス解析, 神戸大学大学院自然科学研究科修士論文, (2004).
 - (11) Compston, P., Jar, P.-Y.B. and Davies, P., Matrix Effect on the Static and Dynamic Interlaminar Fracture Toughness of Glass-Fiber Marine Composites, *Composites, Part B*, Vol.29B (1998), pp. 505-516.
 - (12) La Scala, J.J., Orlicki, J.A., Winston, C., Robinette, E.J., Sands, J.M. and Palmese, G.R., The Use of Bimodal Blends of Vinyl Ester Monomers to Improve Resin Processing and Toughen Polymer Properties, *Polymer*, Vol.46 (2005), pp. 2908-2921.
 - (13) Gryshchuk, O., Jost, N. and Karger-Kocsis, J., Toughening of Vinylester-Urethane Hybrid Resins by Functional Liquid Nitrile Rubbers and Hyperbranched Polymers, *Polymer*, Vol.43 (2002), pp. 4763-4768.
 - (14) Robinette, E.J., Ziaee, S. and Palmese, G.R., Toughening of Vinyl Ester Resin Using Butadiene-Acrylonitrile Rubber Modifiers, *Polymer*, Vol.45 (2004), pp. 6143-6154.
 - (15) Kimachi, H., Tanaka, H. and Tanaka, K., Transition from Small to Large Interlaminar Cracks in Fiber-Reinforced Laminated Composites, *JSME International Journal, Series A.*, Vol.42, No.4, (1999), pp.537-545.

第3章 リアルサイズモデルコンポジットに用いる その場観察試験システムの構築

3.1 緒言

第2章では、繊維直径 200~400 μm のガラス繊維とビニルエステル樹脂で作製したモデルコンポジットを用いて、FRP 中の繊維に沿ったき裂進展における繊維/樹脂界面破壊靱性の抽出を行い、さらに、繊維に囲まれた樹脂の破壊靱性値を分離評価することに成功した。しかし、第2章で作製したモデルコンポジットは取り扱いを容易にするため、繊維直径は 200~400 μm と実際の FRP で用いられている繊維の直径(10~15 μm 程度)と大きく異なる拡大サイズのものであった。この拡大サイズのモデルコンポジットは、実際の FRP の繊維/樹脂界面はく離を模して相似形状を保つように作製したため、FRP とみなした場合における繊維含有率等は同様であるが、後述する界面相や破壊プロセスゾーンのように、すべての要素が試験片寸法と同様に相似形状を保つわけではない。このため、第2章で得られた繊維/樹脂界面破壊靱性を、界面はく離の破壊力学的な基礎データとして、そのまま実際の FRP に適用できない可能性がある。

試験片寸法を相似形で変化させても同様に相似形で変化しない要素として、まず界面相厚さの影響について説明する。Ishida ら⁽¹⁾は、界面相は界面のような仮想的な分子面ではなく、界面付近に存在するある厚さの領域であり、さらに繊維が存在するために樹脂の特性とも多少性質が異なるものであると定義しており、その厚さは強化材や樹脂成分、加工条件で変化すると考えている。そのため、作製条件がほぼ同じであれば界面相厚さも同じであることが予想されるため、第2章で作製したモデルコンポジットと実際の FRP 内では、樹脂部における界面相の割合が異なってくると考えられる。

また、き裂先端の破壊プロセスゾーンの寸法も、試験寸法には比例して変化しない。モデルコンポジットの繊維直径が変化すると、それに合わせて繊維間隔も小さくなるため、プロセスゾーン寸法との比率が変化するとともに、繊維間隔が小さくなることでき裂先端のプロセスゾーンが拘束され、破壊靱性値に影響を及ぼすものと考えられる⁽²⁾。なお、実際の FRP では、積層板の樹脂層厚さが破壊靱性値に大きく影響することが知られている⁽³⁾。

これらの影響を考えると、実際の FRP の界面はく離の基礎データを得るためには、実際の FRP で用いられているのと同様の寸法の繊維を用いたリアルサイズのモデルコンポジットを作製し、2章と同様に破壊靱性試験を行う必要がある。しかし、リアルサイズのモデルコンポジットは非常に微小になるため、試験時に生じる試験力および変位も極めて小さくなる。それらを測定するためには、非常に高精度な試験機が必要となる。そこで本研究では、試験中にき裂進展挙動の観察が行えるような、高精度なその場観察試験システムを構築した。

3.2 その場観察試験システムの構築

3.2.1 試験機全体の構成

モード I およびモード II 界面破壊靱性試験をリアルサイズモデルコンポジットに対して行うため、引張・圧縮が可能で、微小な試験力や変位を正確に測定し、き裂進展挙動を観察することができる、その場観察試験機を開発した。この試験システムを用いて、第4章では DCB 試験によるモード I の、第5章では ELS 試験によるモード II の界面破壊靱性試験を行った結果について述べる。

Fig. 3-1 に試験システム全体の模式図を示し、Fig. 3-2 に試験機の写真を示す。本研究で作製したその場観察試験システムは、分解能 $1\ \mu\text{m}$ の DC モータ駆動アクチュエータ (SOM-B13E, シグマ光機株), および容量 $50\ \text{mN}$ または $500\ \text{mN}$ の微小荷重用ロードセル (LVS-5GA または LVS-50GA, 株共和電業) を装着した許容ストローク XY 軸 $\pm 6.5\ \text{mm}$, Z 軸 $\pm 3\ \text{mm}$ の XYZ フラットアルミステージ (TBM-405C, シグマ光機株) を、倒立型金属顕微鏡 (NMR, ユニオン光学株) 上に設置することで構成されている。ここで、ロードセルの容量は、前章の $1/10\sim 1/100$ である。ここでロードセルは XYZ ステージ上部に設置した L 字ブラケットに設置されており、同タイプであれば、容量の異なるロードセルに付け替えることができる。アクチュエータを駆動させることで、XYZ ステージとロードセルを試験方向である X 方向 (Fig. 3-1 参照) に一定速度で移動させることができる。ロードセルの負荷ロッド先端および顕微鏡上面には試験片装着用のアタッチメントを取り付けており、アタッチメントを介して試験片とのチャッ

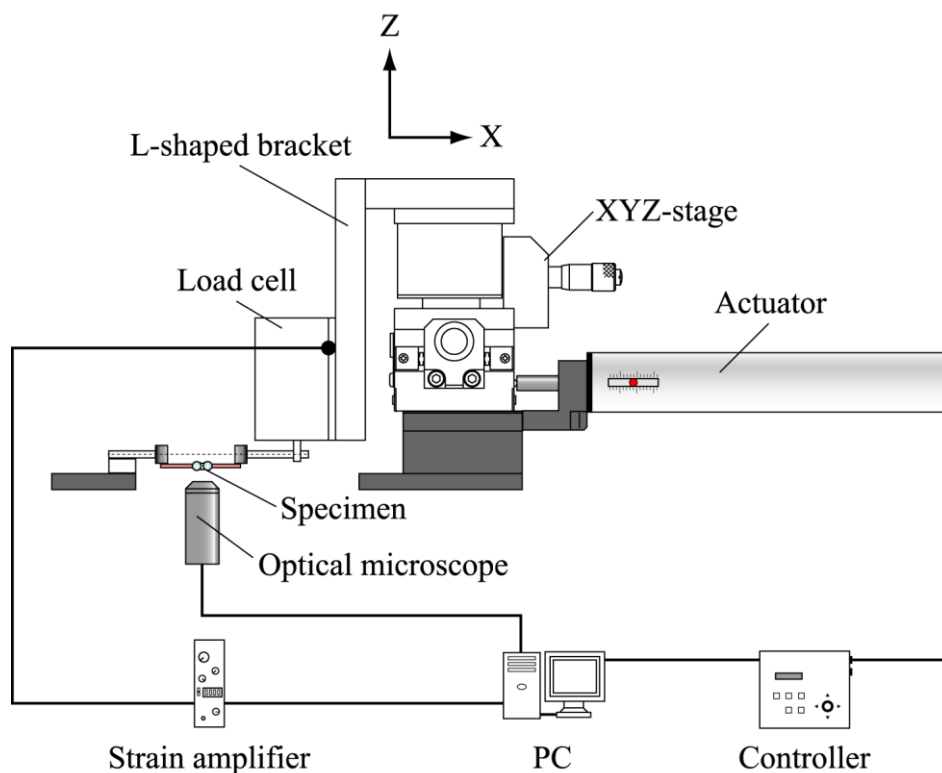


Fig. 3-1 Schematic of mode I testing machine.

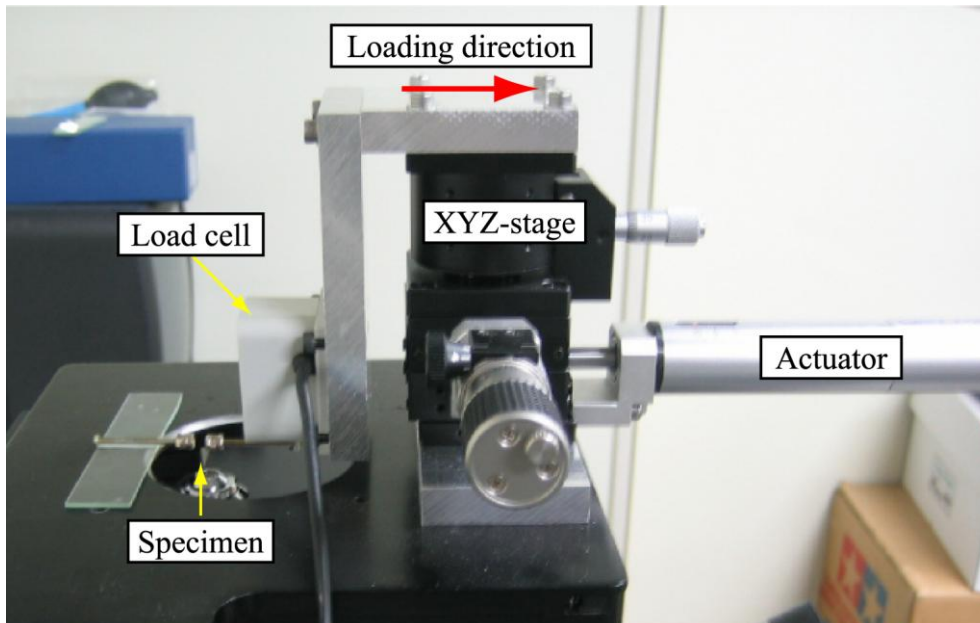


Fig. 3-2 Photograph of testing machine.

キングを行う。アクチュエータはコントローラ(OMEC-2BG, シグマ光機(株))によって制御され, 最小のアクチュエータ駆動速度は $1.5 \mu\text{m/s}$ である。第 2 章の試験機の最小試験速度 $100 \mu\text{m/s}$ と比較して, 低速度での試験が行えることがわかる。

試験の際にロードセルから得られる信号を動ひずみ測定器 (NEC 三栄(株): AS1201) で増幅して A/D 変換することによりパソコンに取り込む。

3.2.2 変位測定

試験中, 光学顕微鏡に取り付けた CMOS カメラ(31 万画素, SKDCE-1, シグマ光機(株))で試験片を撮影し, その動画をパーソナルコンピュータに取り込んで 50 フレーム/s のコマ送り画像にし, 画像から開口変位を分解能 $0.3 \mu\text{m}$ 程度で実測することができる。Fig. 3-3 および Fig. 3-4 に, 後述するモード I およびモード II 試験の際の変位測定に使用したコマ送り画像の例を示す。

しかし, この方法で試験力-変位曲線を得るためには多数の画像を実測する必要があるため, 全ての試験片に対してこの手法で開口変位を測定すると, 変位の計測に多大な時間を要してしまう。そこで, モード I 試験の際は, 一定のアクチュエータ速度約 $4.2 \mu\text{m/s}$ で試験を行った後, 全ての試験片に対して単位時間当たりの開口変位量を測定したところ, 初期き裂長さ, 試験力に関わらず大きな違いはないことが確認されたため, 全ての試験片における開口変位速度の平均である $3.5 \mu\text{m/s}$ に負荷開始からの時間を乗じることで, 試験片の開口変位測定を簡略化した。なお, モード II 試験の場合は, マイクロコンポジット試験片に試験力が作用し始めてからの経過時間を記録しておき, それに予め画像から実測しておいた正確なアクチュエータ速度を乗じた後, 試験機コンプライアンスから算出した試験機の変形についての修正を加えることで, 実際の変位 δ を求めた。なお, 試験機コンプライアンスは, 十分剛性の高い物体に

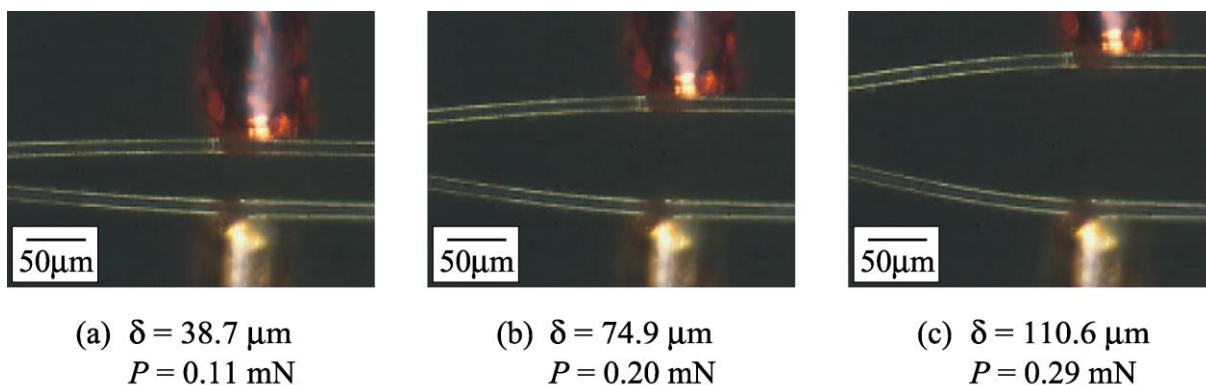


Fig. 3-3 Optical micrographs of deformation (Mode I).

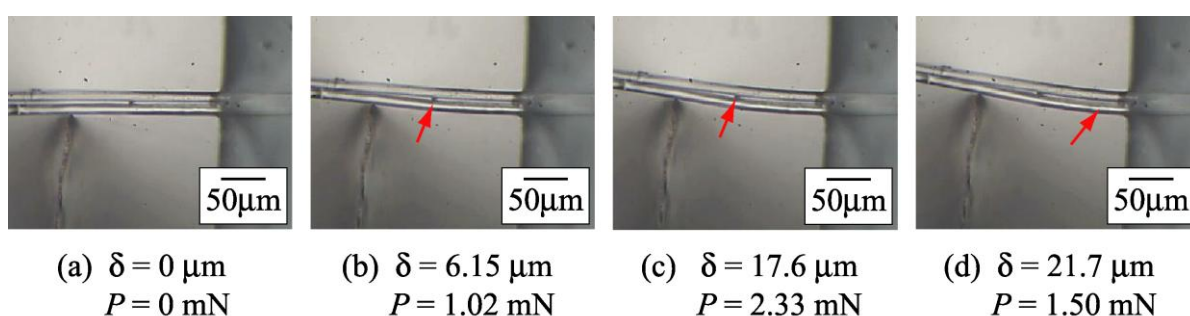


Fig. 3-4 Optical micrographs of deformation (Mode II).

負荷を与えることで測定した。画像から実測する方法，および本手法によってそれぞれ変位を算出し，試験力-変位曲線の低試験力部分におけるコンプライアンスを算出して比較してみたところ，誤差が約 2~4 % 程度と小さかったため，この簡便な変位測定法を採用した。

3.3 モード I 試験

Fig. 3-2 に示した写真は，モード I 試験用のアタッチメントを装着した試験機である。ロードセルの負荷ロッド先端および顕微鏡上面には試験片装着用のアタッチメントを取り付けており，試験片にあらかじめ取付た金属線タブの両端をそれぞれのアタッチメントに接着することでチャッキングを行う。

試験の際は，アクチュエータを駆動させることによって，XYZ ステージに固定されているロードセルを動かすことで，ロードセルの負荷ロッド先端のアタッチメントに接着された金属線タブを介して試験片に開口変位を与えた。

Fig. 3-5 にモード I 界面破壊靱性試験の概要図を示す。試験片の金属線タブの片方を顕微鏡上面に固定したアタッチメントに接着し，もう片方をロードセル先端に固定したアタッチメントに接着する。試験は，ロードセルと連動するアクチュエータを一定速度で駆動させることによって金属線タブに張力を与え，金属線タブを介してガラス繊維に試験力 P を加えることによって，試験片に開口変位 δ を与える。ここで開口変

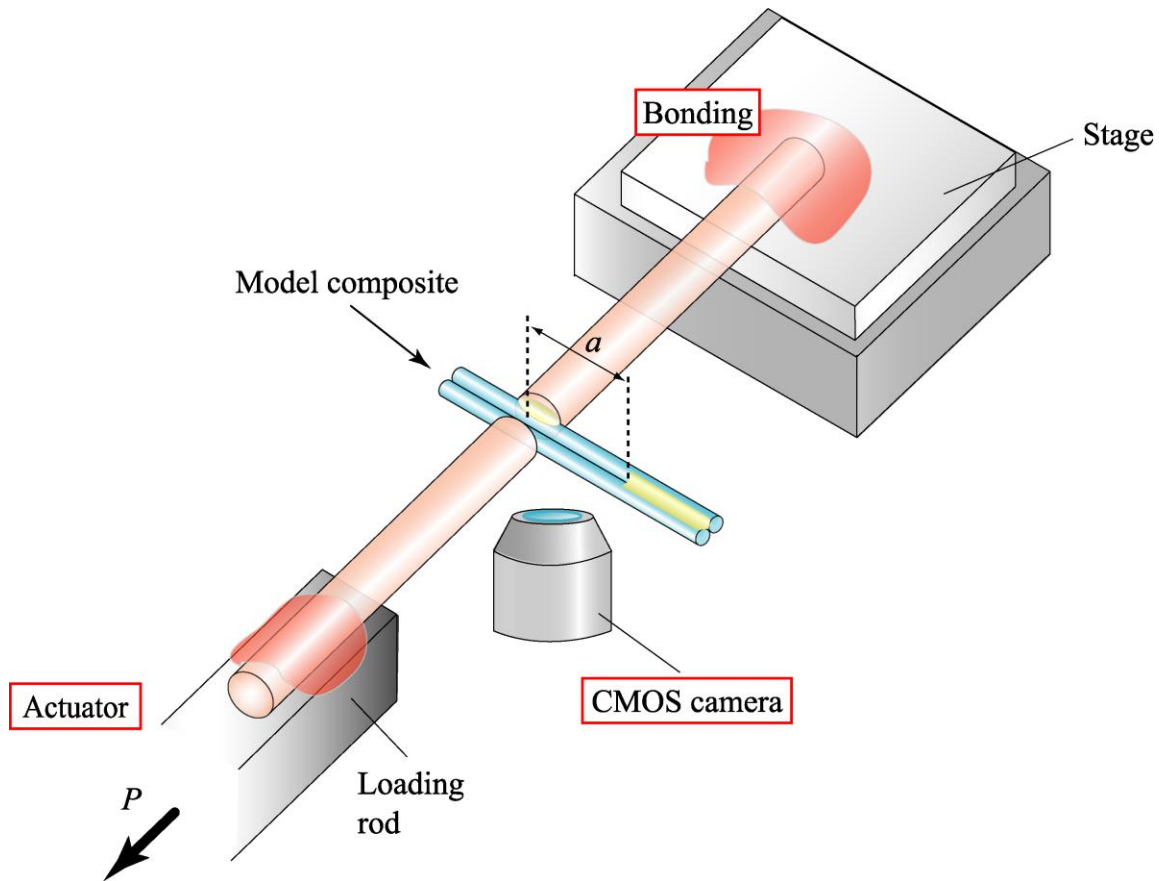


Fig. 3-5 Schematic of experiments.

位 δ は金属線の軸線上の値と定義している．前述したように，試験では開口変位速度はおよそ $3.5 \mu\text{m/s}$ とした．なお，試験片はチャッキング部以外にはどこにも接触していないため，試験片には試験力以外の力が働かず，摩擦等の外乱の影響は受けていない．

3.4 モード II 試験

Fig. 3-6 に，モード II 試験が行えるようなアタッチメントを追加した試験機の写真を示す．ロードセルに取り付けた負荷ロッド先端に，厚さ約 $85 \mu\text{m}$ ，先端半径 $5 \mu\text{m}$ 程度の剃刀の刃を圧子として装着した．

アクチュエータの駆動によって，XYZ ステージに固定されているロードセルと負荷ロッドを X 方向に動かして，リアルサイズモデルコンポジットの繊維に圧縮力をかけることで，モード II 破壊靱性試験を行う．

なお，モード II 繊維／マトリックス界面破壊靱性試験を行う際，試験片がねじれることが原因でモード III 成分の負荷が発生してしまう可能性がある．そこで，本研究では，Fig. 3-7 のようなガイドを取り付けることで，試験片がねじれるのを抑制した．ガイドは Z 軸フラットブロックステージ（TASB-403，シグマ光機株）に取り付けられており，ガイドを上下方向である Z 軸方向に動かすことで，ガイド下面と試験片ス

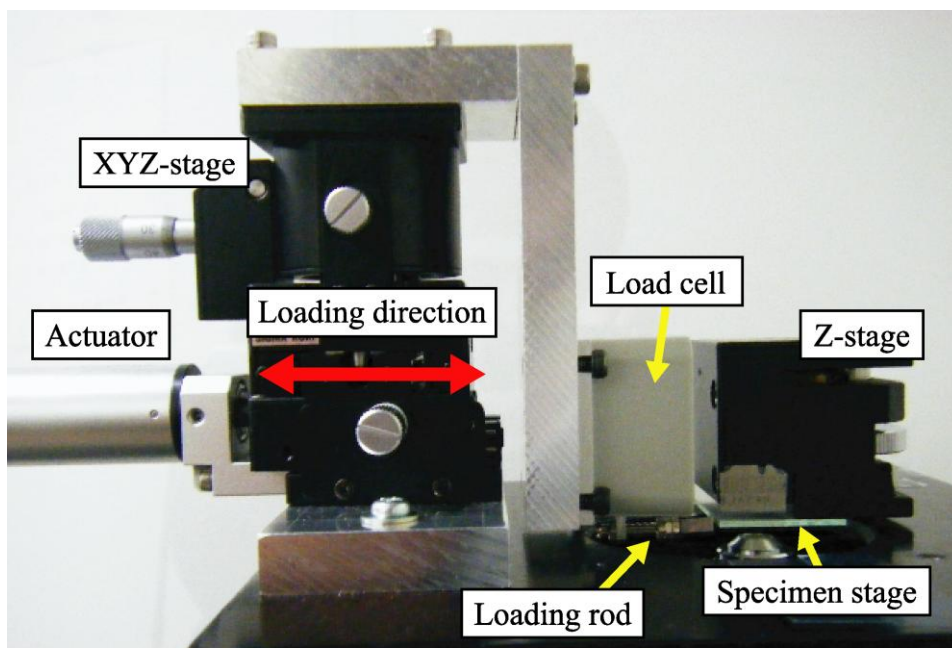


Fig. 3-6 Photograph of testing machine.

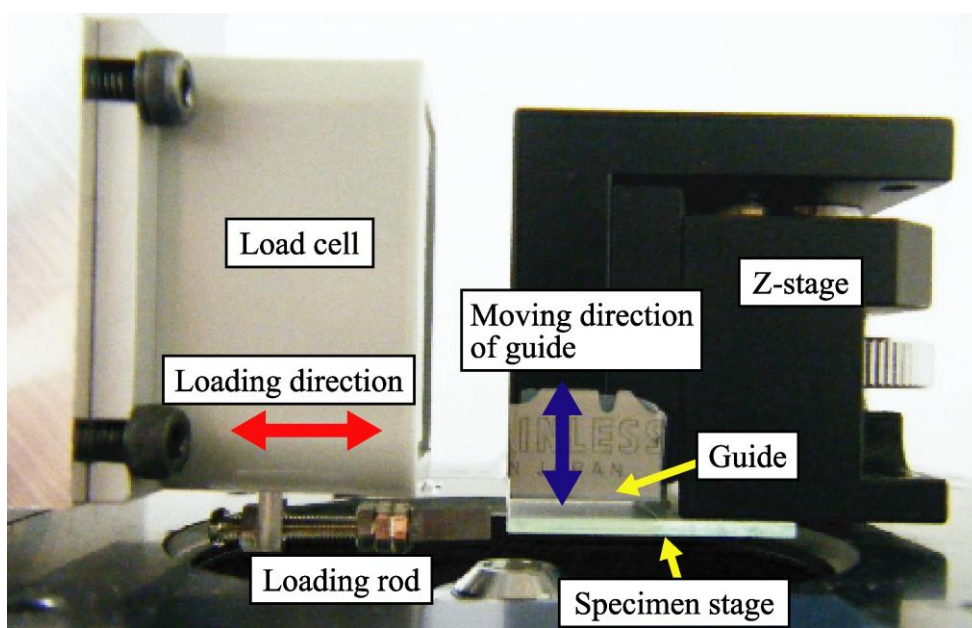


Fig. 3-7 Photograph of guide.

ステージ面の間隔を調節することが可能なため、繊維直径の異なる試験片にも対応できる。試験時の繊維とガイドの摩擦を軽減させるため、ガイドの試験片接触部分にはテフロンシートを貼っている。

Fig. 3-8 に試験方法の概観を示す。ガイド下面と試験片ステージの面の間隔を十分に広げた間に、試験片用のステージに接着した試験片を自由端側から差し込む。CM

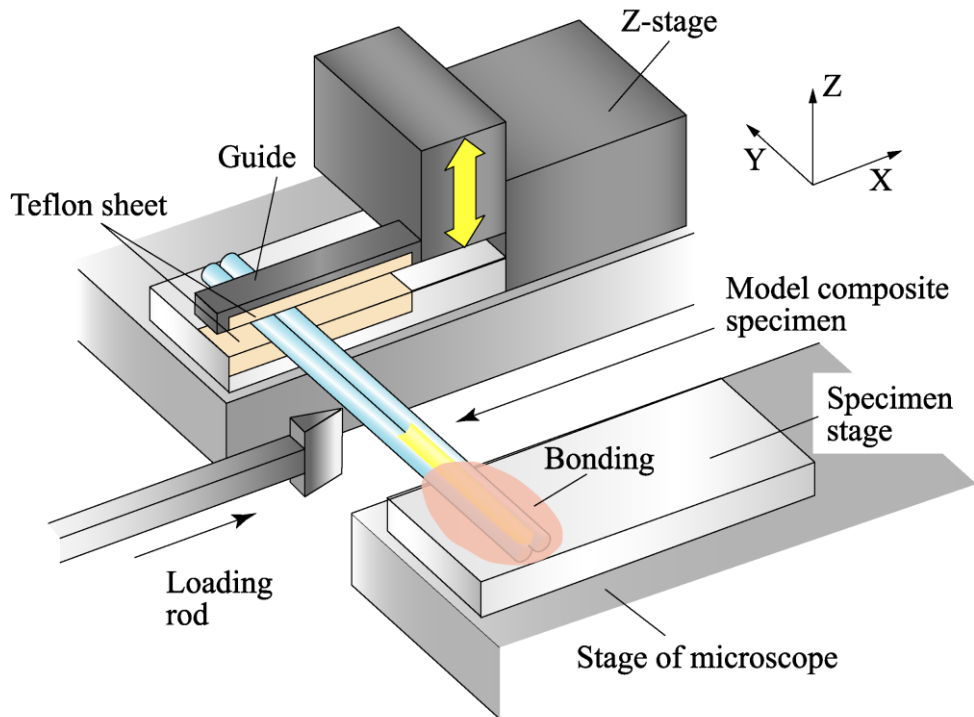


Fig. 3-8 Schematic of mode II test method.

OS カメラから得られる映像で、試験片固定端とガイドとの間が $300\ \mu\text{m}$ 程度になるように試験片の位置を調節した後、試験片を取り付けているステージに錘を載せ固定する。次に、Z ステージを操作しガイドを降下させ、映像からガイドの下面が試験片に接触したのを確認後、ガイドをわずかに上昇させることで試験片に対応した間隔を調節する。

XYZ ステージのウォーム式微動マイクロメータを操作して負荷ロッド先端の圧子を Y 軸方向（繊維方向）に動かすことにより、き裂長さ a を変化させることができる。アクチュエータを駆動することで圧子を X 軸方向に移動させ、繊維表面に直接圧縮力を与えることで試験を行う。試験時の試験機圧子の変位（繊維の変形量）を δ 、試験力を P と定義する。なお、試験時のアクチュエータ速度は $4.2\ \mu\text{m/s}$ とした。

3.5 精度の検証

Fig. 3-9 に、開発した試験システムを用いて行った試験結果の例として、モード I 試験で得られた試験力—変位曲線を示す。(a)はき裂長さが小さい試験片の場合であり、き裂進展時の変位量が非常に小さいが、試験力—変位曲線には特にふらつきは見られないため、この試験システムの変位の精度は十分であると考えられる。(b)では、き裂が長いために変位は大きいですが、き裂進展開始時の試験力が非常に小さい。試験力測定値には多少のばらつきはあるものの、ふらつきの幅は $0.02\ \text{mN}$ 程度であり、最大試験力に対して十分に小さい。そのため、試験力にも十分な精度があると考えられる。

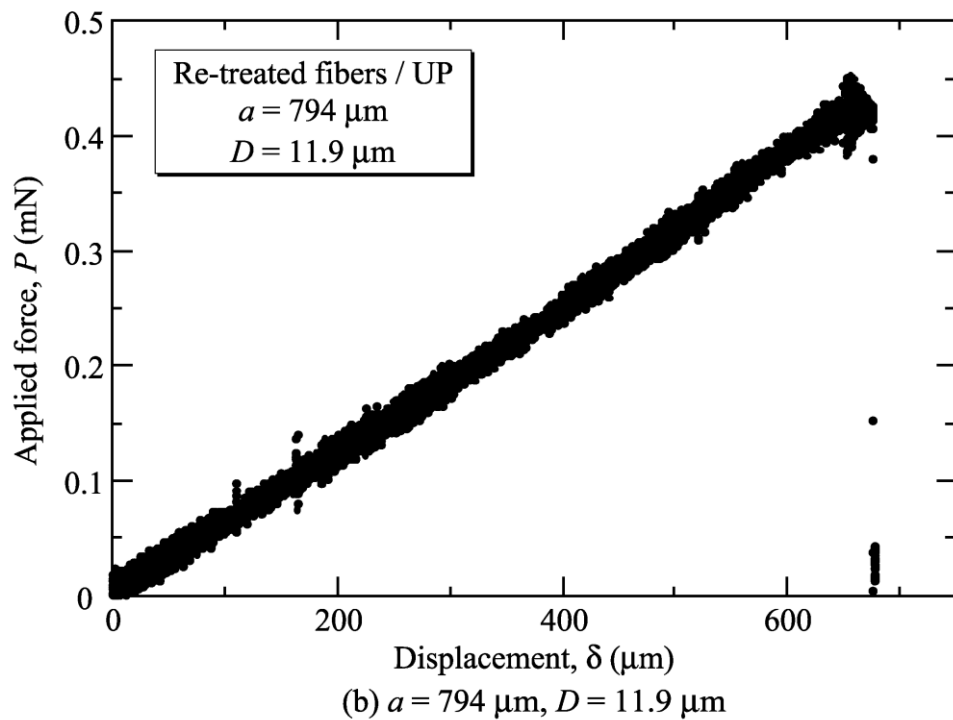
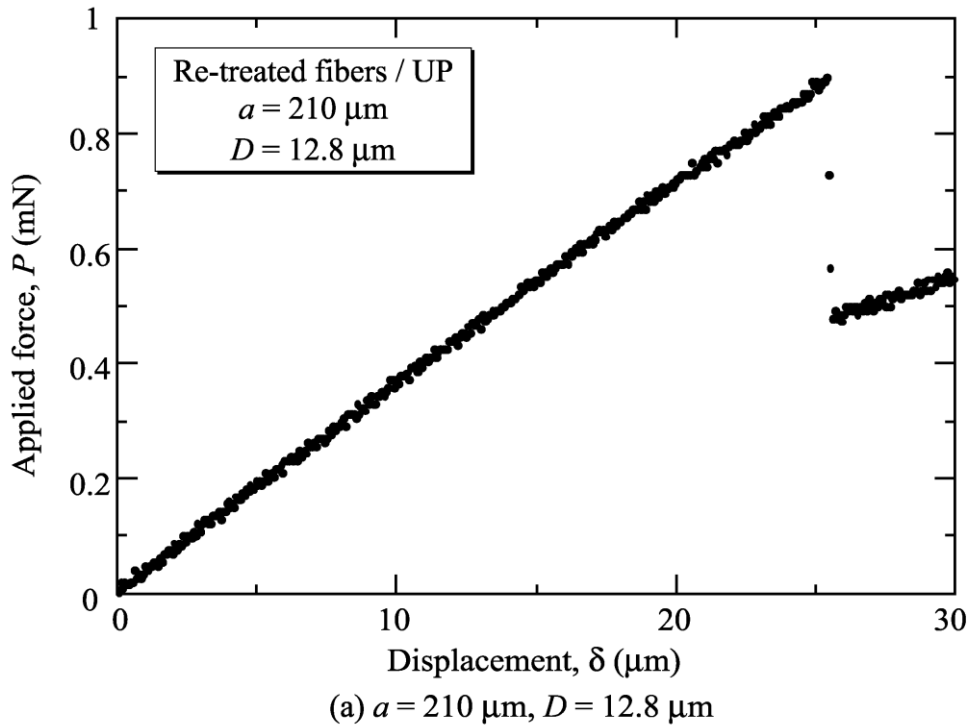


Fig. 3-9 Applied force - displacement curve (Re-treated fibers / UP).

3.6 結言

本章では、4章および5章で行われるリアルサイズモデルコンポジットに対するモードIおよびモードII界面破壊靱性試験を行えるようなその場観察試験システムを構築し、精度の検証を行った。

- (1) 作製したその場観察試験機は、引張・圧縮両方に対応し、アタッチメントを変更することでモード I およびモード II 試験を行えるようになっている。モード I では金属線タブを介して引張試験力を与えて DCB 試験を、モード II では圧子で直接繊維を圧縮することで ELS 試験を行った。モード II 試験では、繊維を挟み込むガイドを設けることで、繊維がねじれを起こすのを防いだ。
- (2) 破壊靱性試験を行った詳細な結果は、第 4 章および第 5 章に後述するが、試験で得られた試験力-変位曲線のふらつきは非常に小さかったため、試験力・変位ともに、リアルサイズのモデルコンポジットに対して試験を行うのに十分な精度をもつ試験システムを構築することができた。

参考文献

- (1) Ishida. H and Koenig J. L, Polym. J. L, Sci. Polym. Phys, 18 (1980) pp.1931.
- (2) Ozdil. F, Carlsson.L .A, “Mode I Interlaminar Fracture of Interleaved Graphite/Epoxy”, *Journal of Composite Materials*, Vo. 26, No. 3 (1992), pp. 432-459.
- (3) Chai. H, “Bond Thickness Effect in Adhesive Joint and Its Significance for Mode I Interlaminar Fracture of Composites”, *Composite Materials: Testing and design (Seventh Conference)*, ASTM STP 893, J. M. Whitney, Ed., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1986, pp. 209-231.

第4章 リアルサイズモデルコンポジットによる モード I 界面破壊靱性の評価

4.1 緒言

FRPにおける巨視的なき裂先端の近傍には、様々な種類の微視的損傷が混在しているが、第2章では、これらの微視的損傷の中でもFRPのき裂進展特性に大きく影響する、繊維／樹脂界面はく離の破壊力学特性をFRPのき裂進展から抽出して評価するためのモデルコンポジット法を考案した⁽¹⁾。しかし、第2章で用いたモデルコンポジット試験片は、取り扱いの容易さの観点から繊維直径を200～400 μm程度と拡大したものであった。実際のFRPで用いられている繊維の直径が10～15 μm程度であることから、界面層厚さやプロセスゾーン寸法が繊維直径によって変化しないことを考えると、実際のFRPのき裂進展挙動をマイクロメカニクス解析により予測するための基礎データとして、第2章で得られた結果をそのまま用いることができるかは疑わしい。

そこで、本章では、実際のFRPに用いられている直径10～15 μm程度のガラス繊維を用いてリアルサイズのモデルコンポジットを作製し、前章の試験システムを用いて、モード I 界面破壊靱性試験を行い、このサイズの試験片に対して界面破壊靱性値が評価できるかを検討した。さらに、第2章と同様に、界面はく離だけでなく樹脂割れ部も含む繊維4本のモデルコンポジットに対しても破壊靱性試験を行い、樹脂部の樹脂破壊靱性値の分離評価も試みた。

4.2 実験方法

4.2.1 試験片材料

モデルコンポジットの強化繊維にはアクリルシランで表面処理が施されているチョップドストランドマット(有沢製作所：MS253C-1040-2NT)から取り出した、直径10～15 μm程度の円形断面を有するEガラス繊維(以下、受入れガラス繊維)を用いた。また比較のため、受入れガラス繊維をアセトンに浸して超音波洗浄し、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシランによって改めて表面処理した繊維を使用した。これを再処理ガラス繊維と称する。再処理は、以下の手順で行う。まず、受入れガラス繊維をアセトンに浸して超音波洗浄する。次に、超純水に無水酢酸2.0 mass%および3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン2.0 mass%を加えて30分攪拌することで作製した表面処理剤に繊維を浸す。その後、繊維表面の表面処理剤の縮合重合を促進させるため、ドライオーブンを用いて110°Cで1時間熱処理を行った。なお、受け入れガラス繊維に施した超音波洗浄以外の手順は、第2章で行った表面処理と同様である。

母材樹脂としては第2章と同じビニルエステル樹脂(株昭和高分子：R-806)、および、不飽和ポリエステル樹脂(株昭和高分子：158BQT-1)を使用した。不飽和ポリエステル樹脂はビニルエステル樹脂に比べ、脆いという欠点があるが、硬化が早く生産性に優れている。本研究では、これらの樹脂に硬化促進剤(株昭和高分子：コバルト

N)を 0.3 mass%，および硬化剤(憚日油：パーメック N)を 2 mass%混合したものを使用した。

本章では、繊維／樹脂の組み合わせとして、受け入れガラス繊維／ビニルエステル、再処理ガラス繊維／ビニルエステル、そして再処理ガラス繊維／不飽和ポリエステル の 3 種類のモデルコンポジットを作製し、試験を行った。

4.2.2 リアルサイズのモデルコンポジットの作製方法

本章で用いるモデルコンポジットは、第 2 章のものと同様に繊維 2 本を樹脂で接合したような形態を有し、繊維を並べた後に繊維間に樹脂を含浸させて硬化することで作製する。しかし、2 本の繊維間に樹脂を含浸させるためには、2 本の繊維が平行であり、かつ一定の繊維間隔を保つ必要がある。さらに、本章のものは繊維直径が 10～15 μm となることでモデルコンポジットが非常に微小なため、作製中にわずかな負荷が加えられただけでもモデルコンポジットが破損し易いという問題がある。これらの問題を解決するため、以下に記すようなモデルコンポジット作製方法を開発した。

まず、中央部の空いたフレームに 2 本のガラス繊維を平行に並べ、一端を接着剤で固定する(Fig. 4-1 (a))。その後、繊維にたるみが生じて繊維が平行でなくなるのを防ぐために軽く張力をかけ(Fig. 4-1 (b))、反対側の端も同様に接着材で固定する(Fig. 4-1 (c))。その際に、繊維に大きなねじれが生じた状態、もしくは両方の繊維に均一に張力が加えられていない状態で両端を固定すると、後述するように最終段階で試験片としてフレームから切り離す際に、それらの変形が一気に解放されて繊維／樹脂界面に動的なせん断応力が発生し、き裂が進展してしまう場合があった。これを極力防ぐため、両端の繊維固定部の間隔を約 5 mm と長くとり、繊維の単位長さ当たりのねじれ角や繊維 2 本のひずみ差を小さくすることで対処した。

2 本の繊維間隔が小さすぎると、繊維間に樹脂を流し込んだ際に樹脂の表面張力で 2 本の繊維が完全に密着することがある。その場合は、初期き裂先端の位置が確認しにくいだけでなく、繊維が密着していない場合と同じような初期き裂先端形状を得ることが難しい。そこで Fig. 4-1 (d)に示すように、短く切ったガラス繊維を両端の固定部分より内側の繊維間に差し込んだ。挟んだ繊維はスペーサの役割を果たし、2 本の繊維を一定間隔に保つ事ができる。

次に、Fig. 4-1 (e)に示すように、針を用いて、一定の繊維間隔を保っている部分に樹脂を塗布した。この状態では 2 本の繊維間以外にも樹脂が付着しているので、Fig. 4-1 (f)に示すように、アセトンを染み込ませた先端が非常に細い綿棒を用いて、繊維間からはみ出した余分な樹脂をモデルコンポジットの上下面から拭き取った。

その後、樹脂を室温で 24 時間置いて硬化させ、さらに、100°Cで 1 時間の熱処理を行うことで樹脂を完全に硬化させて、モデルコンポジットを作製した。

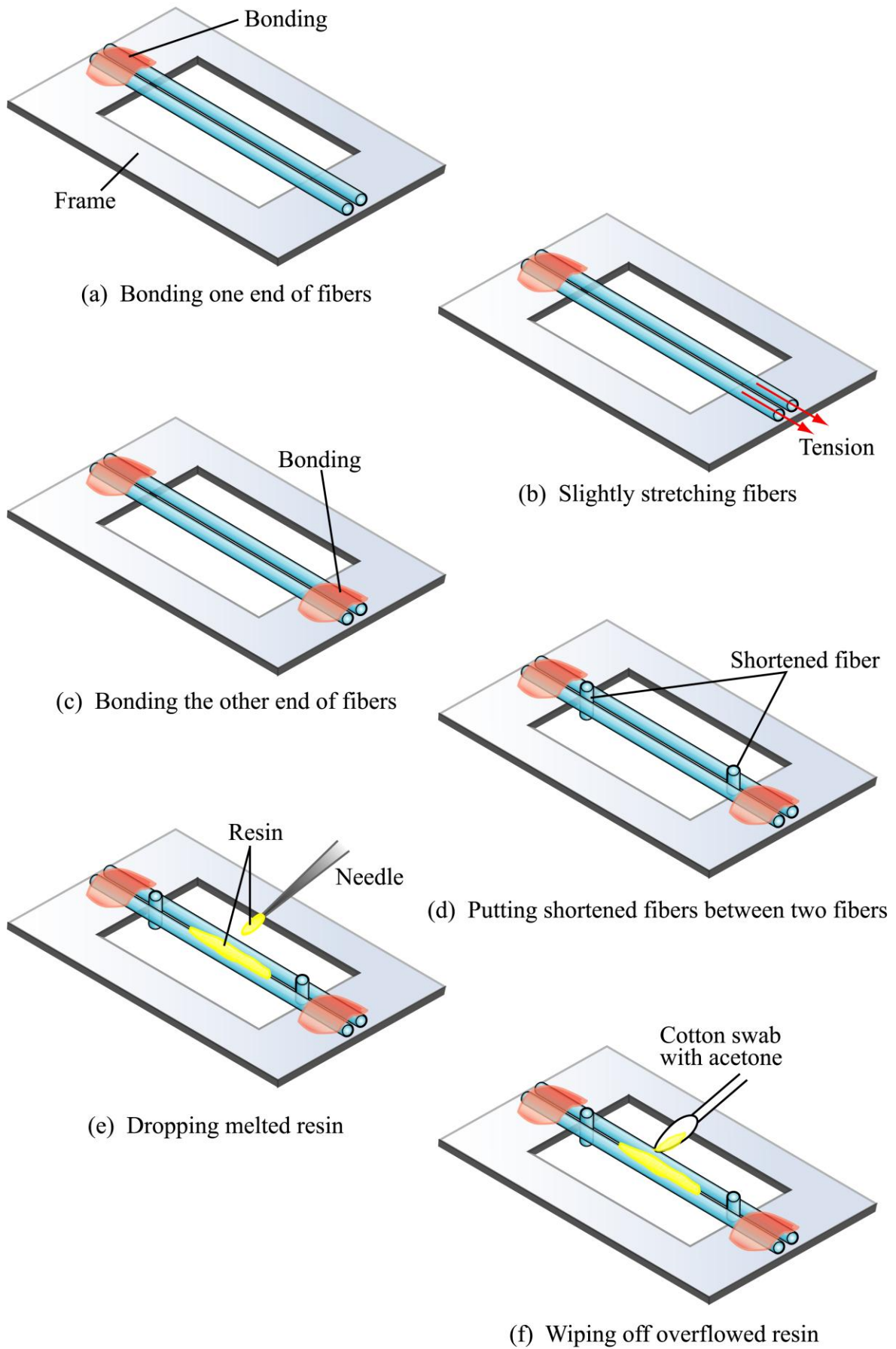


Fig. 4-1 Schematic of fabrication process.

Fig. 4-2 (a)に、本章で作製したモデルコンポジットの模式図を示し、Fig. 4-2 (b)に SEM で得た画像を示す。モデルコンポジットの一部分は繊維間を樹脂で接合しておらず、この部分を初期き裂として扱う。樹脂は繊維を完全に覆うことなく繊維間にもみ含浸しており、ほぼ一定の接着面積を有していることから、き裂進展時の界面はく離のみでき裂が進展し得るモデルコンポジットが作製できていると考えられる。また、Fig. 4-3 の初期き裂先端部分の SEM 写真に示すように、全てのモデルコンポジットのき裂先端はほぼ半円形状に統一されている。

なお、作製したモデルコンポジット試験片における繊維間隔は、Fig. 4-2 (b)でも見られるように約 $3\ \mu\text{m}$ 程度である。

4.2.3 金属線タブの接着

本章のモデルコンポジットは非常に小さく破損しやすいので、第2章のように円筒を接着してピン負荷を行う事は極めて困難である。そこで、直径約 $80\ \mu\text{m}$ の金属線をタブとしてあらかじめガラス繊維に接着し、その金属線タブを介して試験機にチャッキングすることで、繊維に開口変位を与えて試験を行うこととした。以下に金属線タブの接着方法を示す。

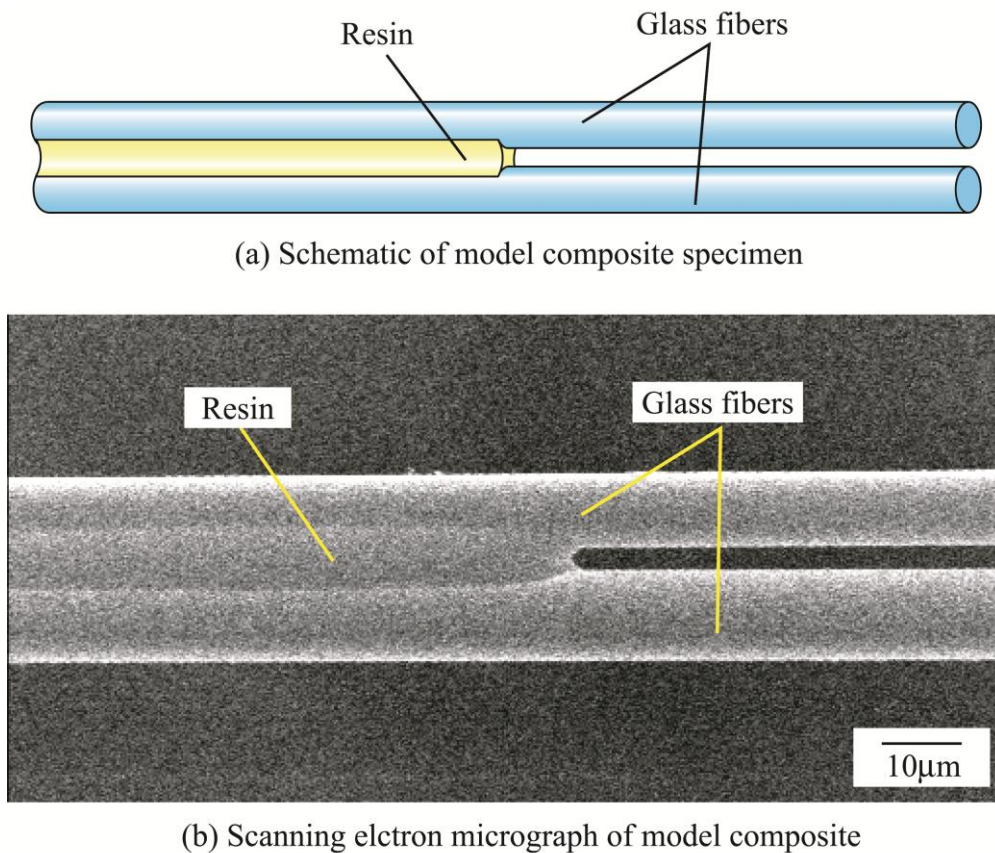


Fig. 4-2 2-fibers model composite.

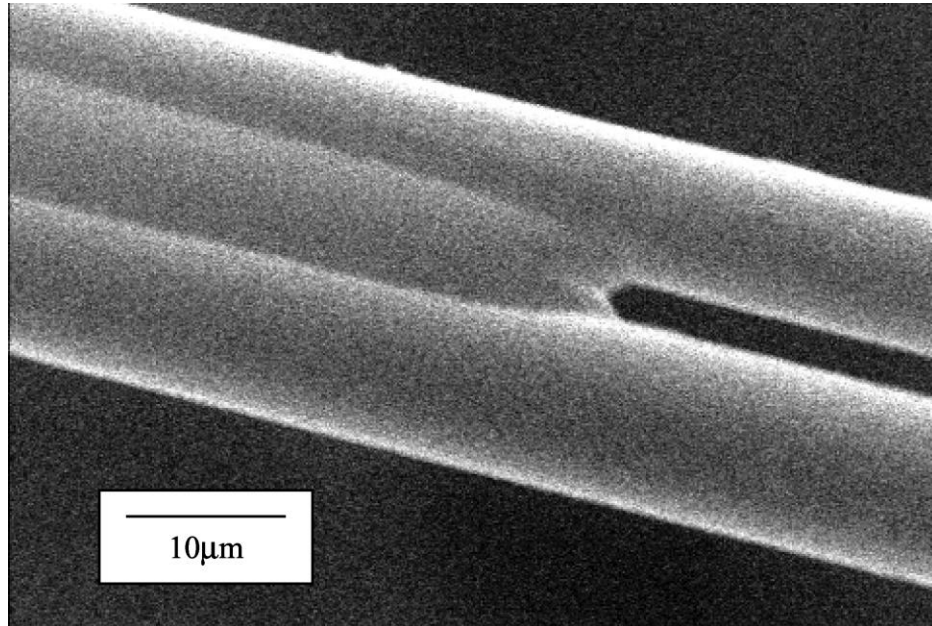


Fig. 4-3 Initial crack tip of model composite.

まず，Fig. 4-4 (a)のように，金属線の中心軸とモデルコンポジットの高さを合わせるため，台からガラス繊維までの距離とピンセットの端から金属線までの距離を合わせた．金属線の端に接着剤を少量つけ，金属線を挟んだピンセットを，台上を滑らすことによって同じ高さを保ったまま Fig. 4-4 (b)のようにモデルコンポジット長手方向に対して垂直になるように接着した．その際，樹脂部に力が加わらない事や，接着剤がもう片方のガラス繊維に接着しない事に細心の注意を払い，両側から2本の繊維それぞれに金属線を取り付けた．金属線タブを接着した試験片の写真を Fig. 4-5 に示す．金属線の中心軸からき裂先端までの長さを初期き裂長さ a とした．なお，作製した試験片の初期き裂長さは $100\ \mu\text{m} \sim 1000\ \mu\text{m}$ とした．

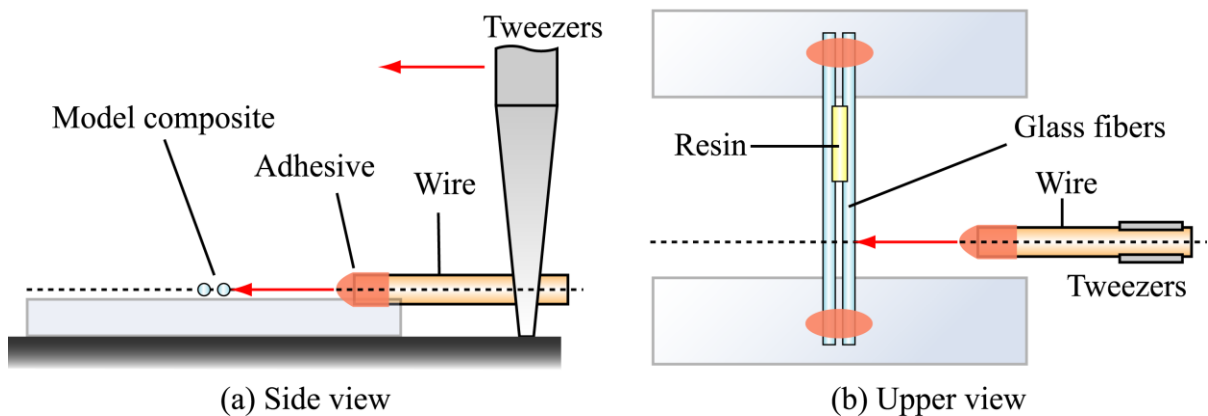


Fig. 4-4 Schematic of bonding wire to model composite.

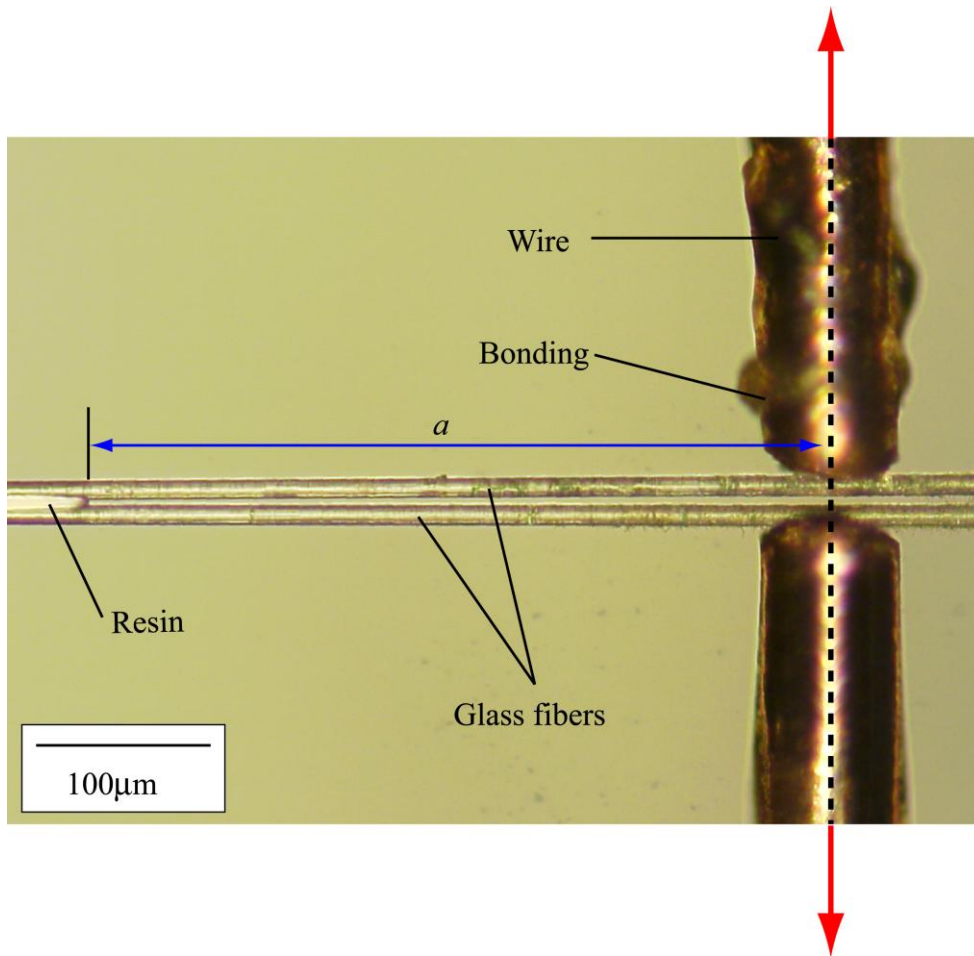


Fig. 4-5 Photograph of specimen.

4.2.4 フレームからの試験片切断

金属線タブを接着した接着剤が完全に硬化した後、フレームからモデルコンポジットを切り離す。その際、切断した衝撃で金属線タブがガラス繊維から外れたり、繊維間の樹脂部にき裂が進展したりすることを防ぐため、以下に示す方法で繊維を切断した。

まず、フレームと繊維の固定部分よりも内側の繊維上に、平均粒径 $0.05 \mu\text{m}$ 程度のアルミナ粉を被せたのち(Fig. 4-6 (a)), 繊維を直接接着しないよう注意を払いながらアルミナ粉の上からテープを貼って繊維を押さえた(Fig. 4-6 (b)). アルミナ粉を使用したのは、繊維からテープを簡単に取り外すことができ、アルミナ粉を介して固定した際に繊維に均一な圧力を加えることができ、さらに、繊維を切断する際に発生する衝撃を吸収してくれるからである。最後に、接着剤とテープの間の繊維を注意深く切断して(Fig. 4-8 (c)), テープを剥してアルミナ粉を取り除くことでモデルコンポジットを取り出した。

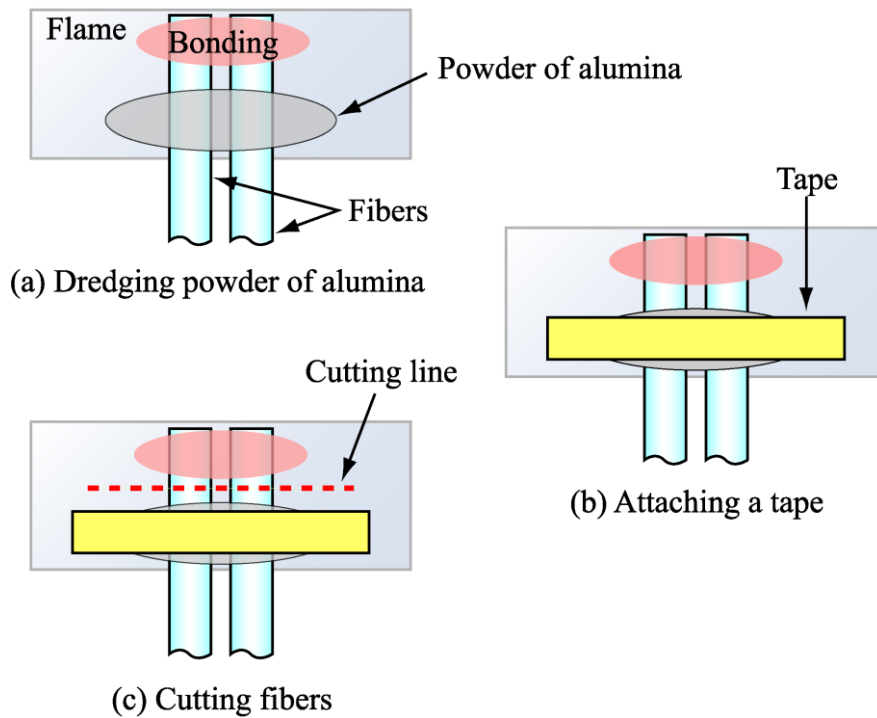


Fig. 4-6 Cutting off specimen from frame.

4.2.5 モード I 界面破壊靱性試験方法

破壊靱性試験は、第3章で述べた試験システムで実施した。Fig. 4-7 にモード I 界面破壊靱性試験の概要図を示す。試験片の金属線タブの片方を顕微鏡上面に固定したアタッチメントに接着し、もう片方をロードセル先端に固定したアタッチメントに接着する。試験は、ロードセルと連動するアクチュエータを一定速度で駆動させることによって金属線タブに張力を与え、金属線タブを介してガラス繊維に試験力 P を加えることによって、試験片に開口変位 δ を与える。ここで開口変位 δ は金属線の軸線上の値と定義し、第3章で述べた方法で計測した。試験では開口変位速度をおよそ $3.5 \mu\text{m/s}$ とした。なお、試験片はチャッキング部以外にはどこにも接触していないため、試験片には試験力以外の力が働かず、摩擦等の外乱の影響は受けていない。

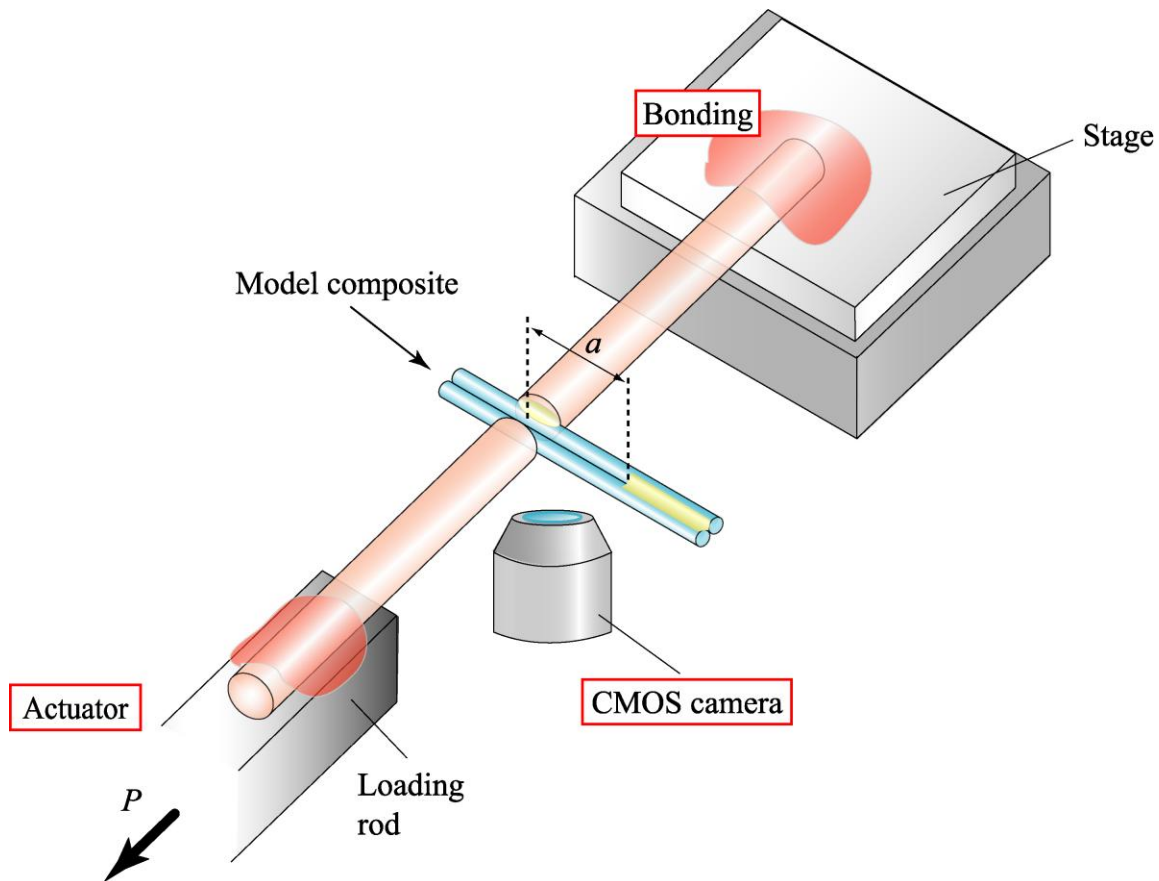


Fig. 4-7 Schematic of experiments.

4.3 繊維2本のリアルサイズモデルコンポジットのモードI界面破壊靱性

4.3.1 受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂の試験結果

4.3.1.a 試験力—変位関係

Fig. 4-8 に、受入れガラス繊維とビニルエステル樹脂を用いて作製したリアルサイズモデルコンポジット試験片に対してモードI界面破壊靱性試験を行って得られた代表的な試験力—開口変位曲線の例を示す。縦軸にはロードセルから出力された試験力 P 、横軸には開口変位 δ をとり、試験開始時から不安定き裂進展までのデータをプロットした。試験力が微小であるため多少試験力測定値にふらつきが見られるものの、ふらつきの幅はたかだか 0.02 mN であった。これは最大試験力に対して 3% 程度の幅であり、本研究で用いた試験システムによって、リアルサイズのモデルコンポジット試験片に対して十分な精度で界面破壊靱性値を評価できると言える。試験力—変位関係はやや上に凸の非線形を示し、最大試験力に達したところで急激な不安定き裂進展を示した。非線形になる理由として、母材の塑性変形の影響が現れているものと考えられる。なお、 $P = 0.24 \text{ mN}$ 付近におけるわずかな屈曲は、金属線タブが部分的に剥がれたことによるもので、この段階ではき裂は進展していないことが顕微鏡画像から確認されている。

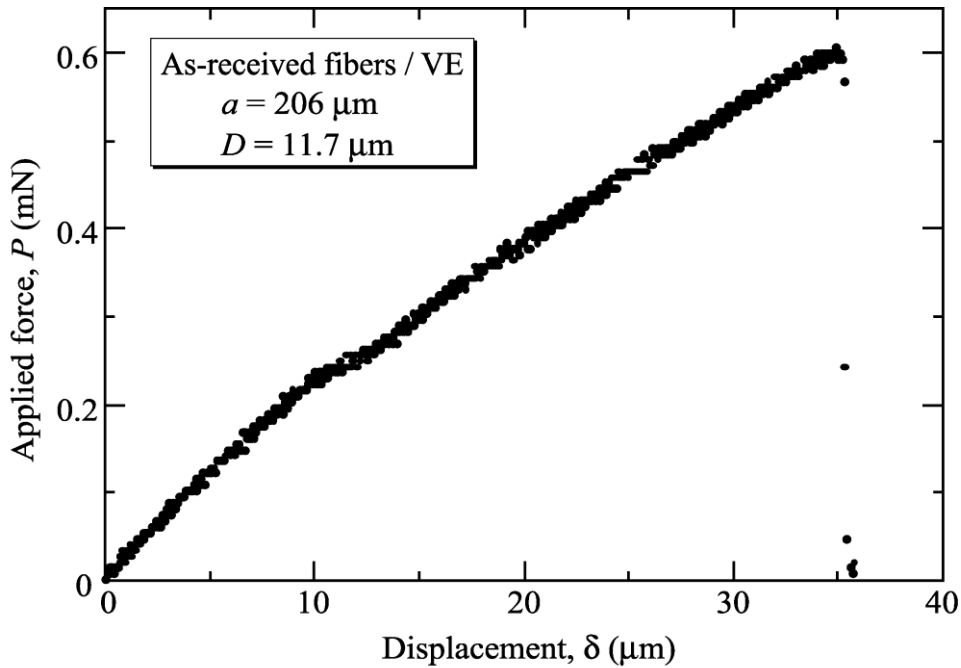


Fig. 4-8 Applied force - displacement curve
(As-received fibers / VE).

4.3.1.b き裂長さとコンプライアンスの関係

本章で用いている試験片は、DCB 試験片とよく似た形状をしているが、金属線タブを用いてチャッキングを行っているため、その変形は DCB 試験片と同一のものではない。

Fig. 4-9 に、本研究で用いた試験片と DCB 試験片における、モード I 試験中の繊維変形状態の模式図を示す。本研究で用いた試験片ではガラス繊維に比べて直径が 8 倍程度も大きい金属線タブでチャッキングされているため、Fig. 4-9 (a)に示すように、金属線タブによる変形の拘束を受けて試験力作用点においてモーメントが作用しており、Fig. 4-9 (b)に示す DCB 試験片のように試験力作用点がモーメントフリーではない。Fig. 4-10 に示した試験中の試験片開口部を撮影した画像からも分かるように、試験力や開口変位に関係なく、金属線タブ接着部におけるたわみ角 ϕ がほぼ 0° となっており、強制変位を受ける両端固定はりのような変形を起こしていた。

ここで、Fig. 4-9 (a)のように試験片を繊維からなる長さ a の両端固定はりとみなし、試験片チャッキング部でのたわみ角 $\phi=0^\circ$ としてはり理論を用いると、コンプライアンス $\lambda = \partial\delta / \partial P$ は次式のように a と関係づけられる。

$$\frac{a}{D} = \left(\frac{3\pi E}{32} \right)^{1/3} (D\lambda)^{1/3} \quad (4.1)$$

ここで E はガラス繊維のヤング率、 D はガラス繊維の直径である。

しかしながら、式(4.1)にはき裂先端近傍における変形集中の影響が含まれていない。この影響を考慮した補正式は以下の形となる。

$$\frac{a}{D} = \alpha_0 + \alpha_1 (D\lambda)^{1/3} \quad (4.2)$$

ここで α_0, α_1 はき裂長さ a や繊維直径によらない定数である. 式(4.2)は, 式(4.1)におけるき裂長さ a を $a - \alpha_0 D$ で置き換えたものに相当する.

本研究では, 破壊靱性試験において得られた試験力—開口変位関係の低試験力領域の線形部における近似直線からコンプライアンス λ を求めた.

Fig. 4-11 に, 試験で得られたき裂長さ a とコンプライアンスの関係を示す. 縦軸に a を繊維径 D で無次元化した値(a/D), 横軸に λ と D の積を $1/3$ 乗した値 $(D\lambda)^{1/3}$ をプロットした. なお, 繊維直径およびき裂長さは光学顕微鏡画像から実測している. 試験結果の近似直線を黒色実線で示し, 比較のため, 試験片を Fig. 4-9 (a)のような2本の上下対称な両端固定はり ϕ とみなした式(4.1)を赤色実線で, Fig. 4-9 (b)の DCB 試験片に対する次のはり理論式を青色実線で示した.

$$\frac{a}{D} = \left(\frac{3\pi E}{128} \right)^{1/3} (D\lambda)^{1/3} \quad (4.3)$$

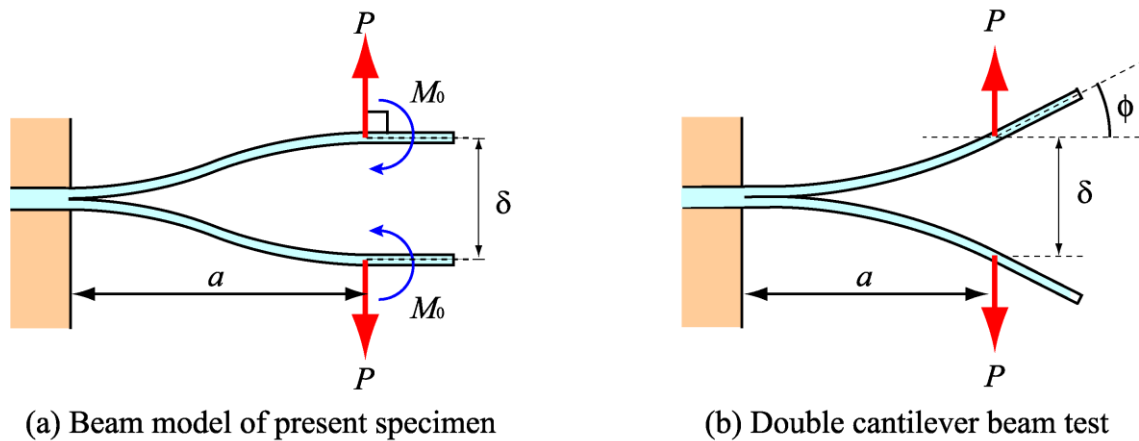


Fig. 4-9 Deformation of specimen.

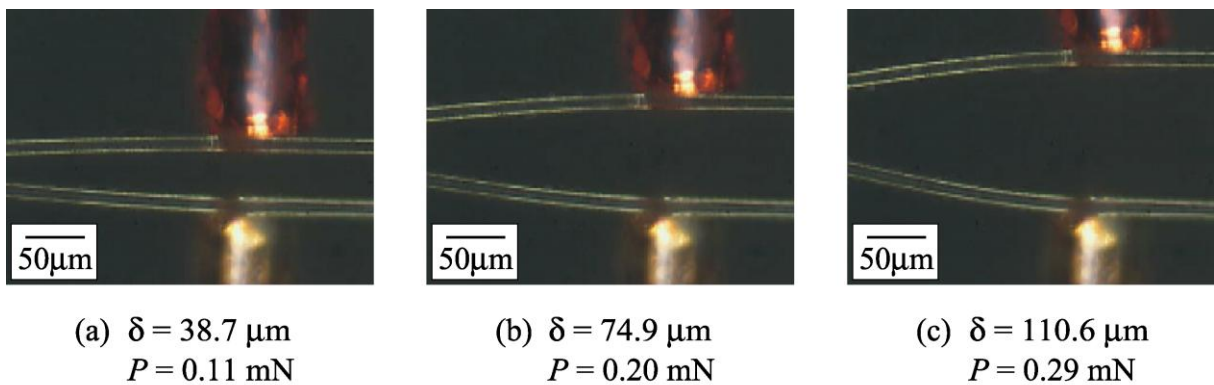


Fig. 4-10 Optical micrographs of deformation.

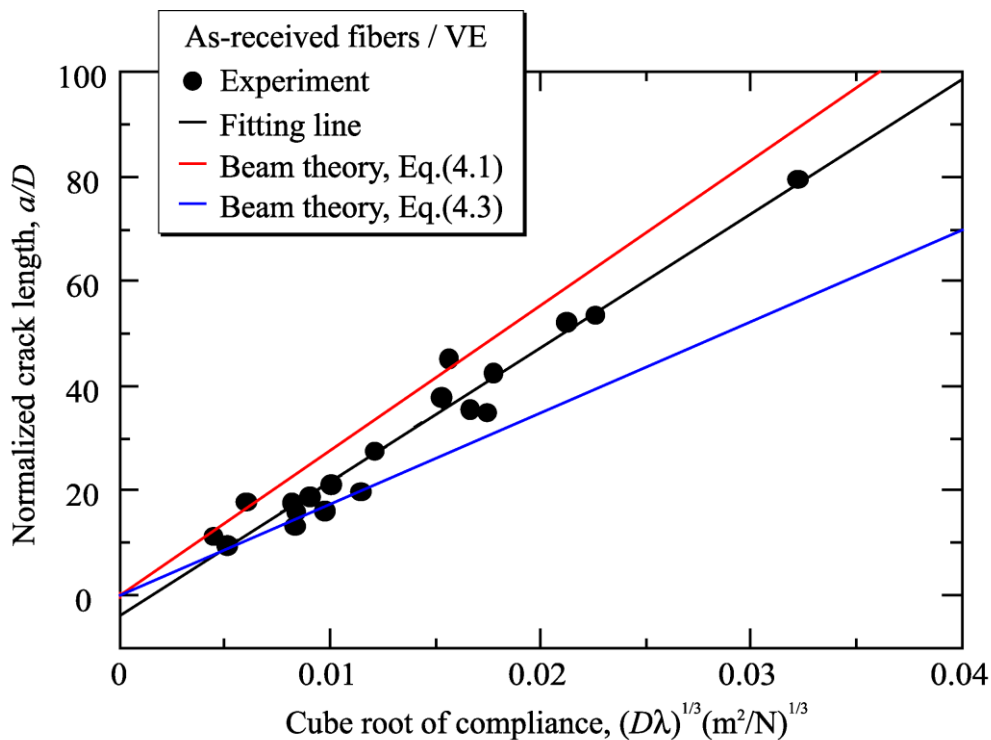
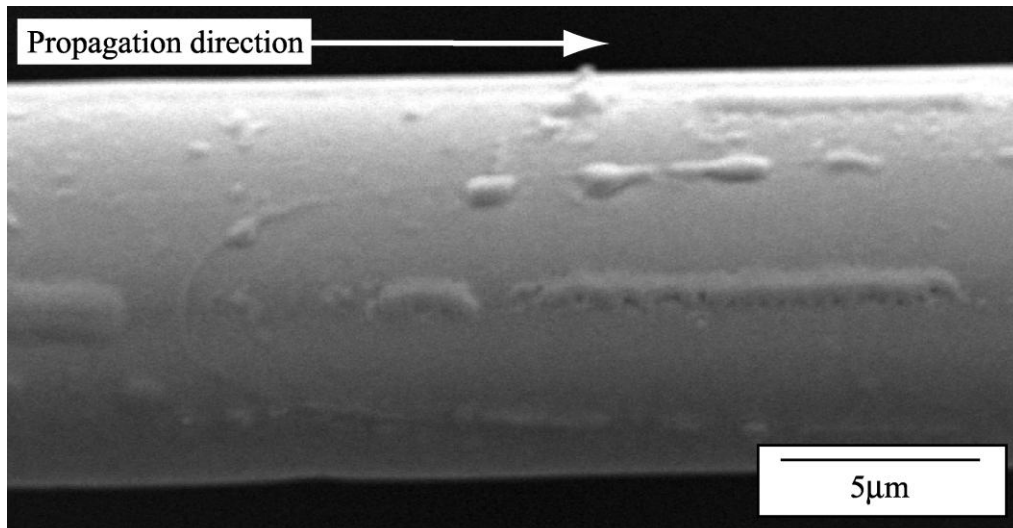


Fig. 4-11 Relation between crack length and cube root of compliance (As-received fibers / VE).

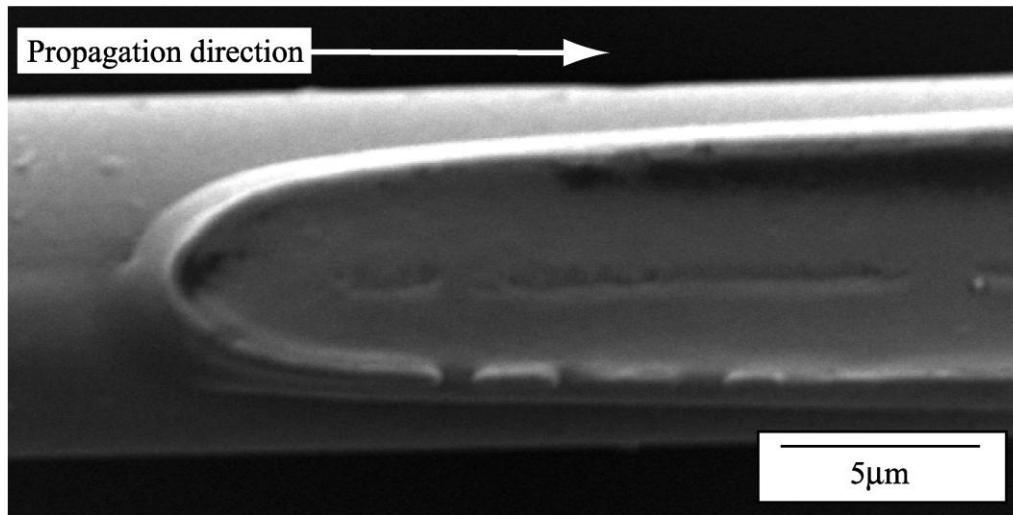
近似直線の勾配は明らかに式(4.3)よりも式(4.1)の方に近いため、試験片の変形がほぼ Fig. 4-9 (a)の両端固定はりの状態になっていることが裏付けられた。試験結果の近似直線は式(4.2)の形で表せるため、近似直線の切片から α_0 、傾きから α_1 の値が得られる。本節の実験では $\alpha_0 = -3.92$, $\alpha_1 = 2.56 \times 10^3 \text{ (N/m}^2\text{)}^{1/3}$ であった。

4.3.1.c 破面観察

試験後に、破面を SEM で観察した。Fig.4-12 に、初期き裂先端近傍の SEM 画像の例を示す。(a)と(b)は、同一の試験片におけるき裂先端付近の破面上面および下面の画像である。(a)の破面には樹脂が剥がれた形跡が確認され。(b)の破面には繊維のはく離痕が残された樹脂が付着していることが観察できることから、き裂はガラス繊維／樹脂界面を進展したことが分かった。他の試験片においても、このように樹脂が繊維から剥がれた形跡が確認された。



(a) Upper surface



(b) Lower surface

Fig. 4-12 SEM images of fracture surface
(As-received fibers /VE).

4.3.1.d 界面破壊靱性値

エネルギー解放率は第2章と同様にコンプライアンス法によって算出した。エネルギー解放率 G は式(4.4)で表される。

$$G = \frac{P^2}{2\theta D} \cdot \frac{d\lambda}{da} \quad (4.4)$$

ここで 2θ は Fig. 2-4 に示した断面上における接着界面部分の開き角であり、個々の試験片に対して SEM で実測した ($2\theta = 60 \sim 120^\circ$)。上式に、(4.2)で得られた $\lambda(a)$ を代入すると、次式が得られる。

$$G = \frac{3P^2}{2\theta D^3 \alpha_1^3} \left(\frac{a}{D} - \alpha_0 \right)^2 \quad (4.5)$$

この式に、初期き裂長さ、繊維直径、き裂進展時の限界試験力を代入することによって、界面破壊靱性値を算出した。その際、初期き裂が不安定き裂進展する時の試験力をき裂進展限界試験力とみなした。またここでは樹脂の塑性変形の影響は無視している。

Fig. 4-13にそれぞれの試験片から得られた界面破壊靱性値 G_i を初期き裂長さ a に対してプロットした結果を示す。破壊靱性値とき裂長さとの相関は特に見られず、破壊靱性値の平均値は 8.1 J/m^2 であり、最大値は 12.2 J/m^2 、最小値は 4.4 J/m^2 であった。この値は、一般的なFRPバルク材のモードI靱性値が 50 J/m^2 以上であることを考えると非常に小さく、本試験システムとリアルサイズモデルコンポジット試験片を用いることによって、脆弱な界面に対して靱性値が測定できていると言える。

しかし、第2章で行われた直径 $200 \sim 400 \mu\text{m}$ 程度のガラス繊維とビニルエステル樹脂を用いた試験では、界面破壊靱性値の平均値は、未処理材が 32 J/m^2 、表面処理材が 510 J/m^2 であり、本節で得られた破壊靱性値は、未処理材と比較しても約 $1/3$ 程度と非常に小さな値を示した。これは、寸法効果の影響に加え、ガラス繊維に施されている表面処理の違いによるものであると考えられる。本研究で使用した直径 $10 \sim 15 \mu\text{m}$ の円形断面を有するガラス繊維は、アクリルシラン系のカップリング剤で表面処理が施されていたチョップドストランドマットから取り出した受入れガラス繊維であるが、第2章では直径 $200 \sim 400 \mu\text{m}$ 程度の表面処理されていない繊維と、3-メタクリロ

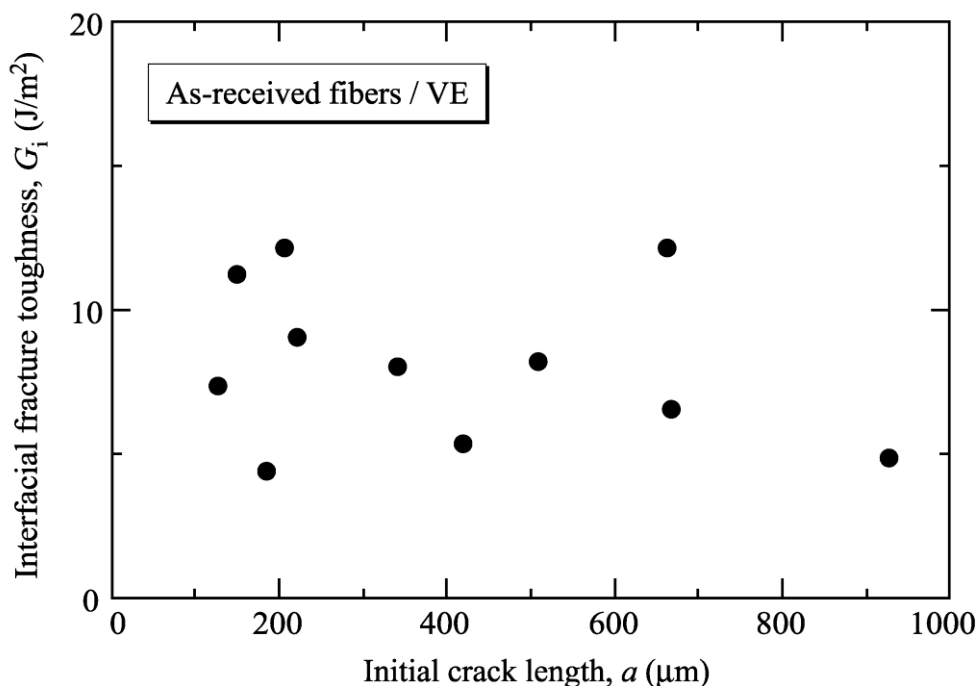


Fig. 4-13 Interfacial fracture toughness plotted against initial crack length (As-received fibers / VE).

キシプロピルトリメトキシシラン(信越化学工業(株)：KBM-503)によって表面処理した繊維を用いていた。なお、本章で使用した繊維を取り出したチョップドストランドマットに施された表面処理についての詳細な情報(表面処理剤の種類および表面処理方法)は未公表であるため、受入れガラス繊維の表面処理の効果についての正確な考察は困難である。そこで次節では、4.2.1項で述べたように、受入れガラス繊維をアセトンで洗浄した後、第2章と同じ表面処理剤である、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシランによる表面の再処理を施し、そのガラス繊維とビニルエステル樹脂を用いてモードI界面破壊靱性試験を行い、破壊靱性値を比較することとした。

4.3.2 再処理ガラス繊維／ビニルエステル樹脂の試験結果

4.3.2.a 試験力—変位関係とコンプライアンス

Fig. 4-14に、再処理ガラス繊維とビニルエステル樹脂を用いて作製したリアルサイズモデルコンポジットから得られた試験力—変位曲線の代表的な例を示す。受入れガラス繊維とビニルエステル樹脂を用いた試験片では、最大試験力に達するまで試験力—変位曲線は若干上に凸の非線形を示した後、最大試験力に達したところで急激な不安定き裂進展を示したのに対し(Fig. 4-8参照)、再表面処理を施した試験片では、最大試験力に達するかなり前から上に凸の強い非線形を示している。試験中、き裂先端近傍における樹脂の伸びが顕微鏡でも観察され、最大試験力に達する少し前から樹脂の塑性変形をともなって延性き裂が進展していた。Fig. 4-8の受け入れ繊維／ビニルエステルの場合よりもき裂が長いにも関わらず、最大試験力は70%近くも大きく、この樹脂の場合は再処理繊維との組み合わせの方が界面の接着性に優れていることが明らかである。その分、き裂が進展を始めるまでの樹脂の塑性変形が大きくなったものと考えることができる。

なお、2章の表面処理剤(同じビニルエステル樹脂および再処理繊維と同じ表面処理を施した直径200~400 μmのガラス繊維を用いて本章のものとはほぼ相似形で30倍程度大きいモデルコンポジット)の場合は、試験力—変位曲線に著しい塑性変形による非線形は現れなかった。この違いは、実際のFRP用の非常に細かい繊維に合わせて試験片が微小になると、ほぼ比例する形でき裂が短くなり、それに対してき裂先端塑性域が小さいという小規模降伏状態から逸脱し易くなることが原因であると考えられる。この点は直径10 μm程度の繊維を用いた微小モデルコンポジットに対して破壊靱性試験を行う際の大きな課題である。

Fig. 4-15に示すように、繊維を再処理した試験片においても試験力—変位曲線の低試験力領域でコンプライアンスを求めたところ、前項で示した受入れガラス繊維を用いた試験の結果にほぼ重なることから、表面処理がコンプライアンスに与える影響はないことがわかった。図中の近似直線は、受入れガラス繊維および再処理ガラス繊維のデータ全てをまとめて式(4.2)で近似したもので、 $\alpha_0 = -3.86$, $\alpha_1 = 2.56 \times 10^3 \text{ (N/m}^2\text{)}^{1/3}$ であった。

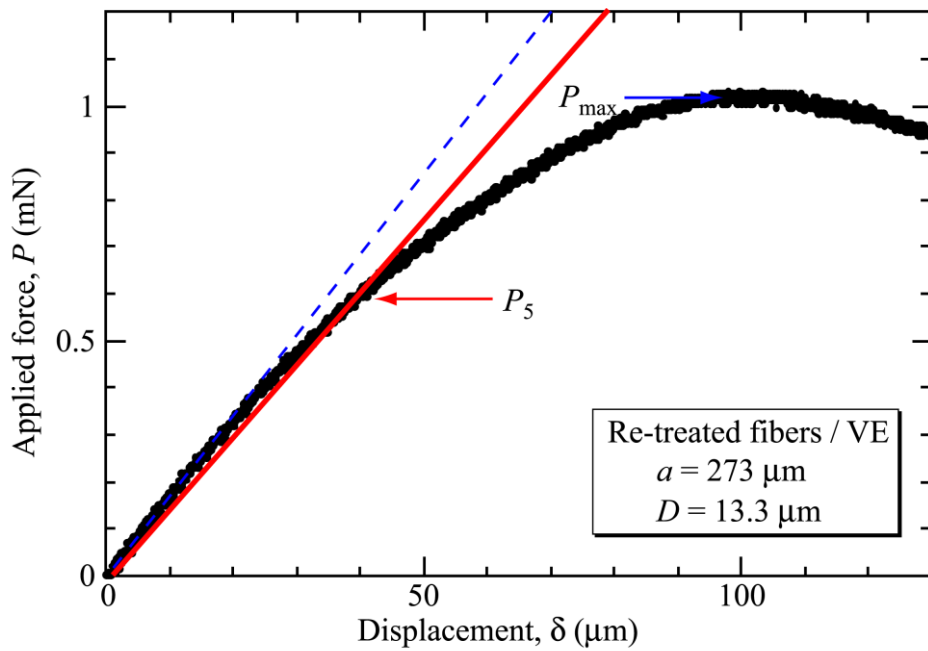


Fig. 4-14 Applied force - displacement curve (Re-treated fibers / VE).

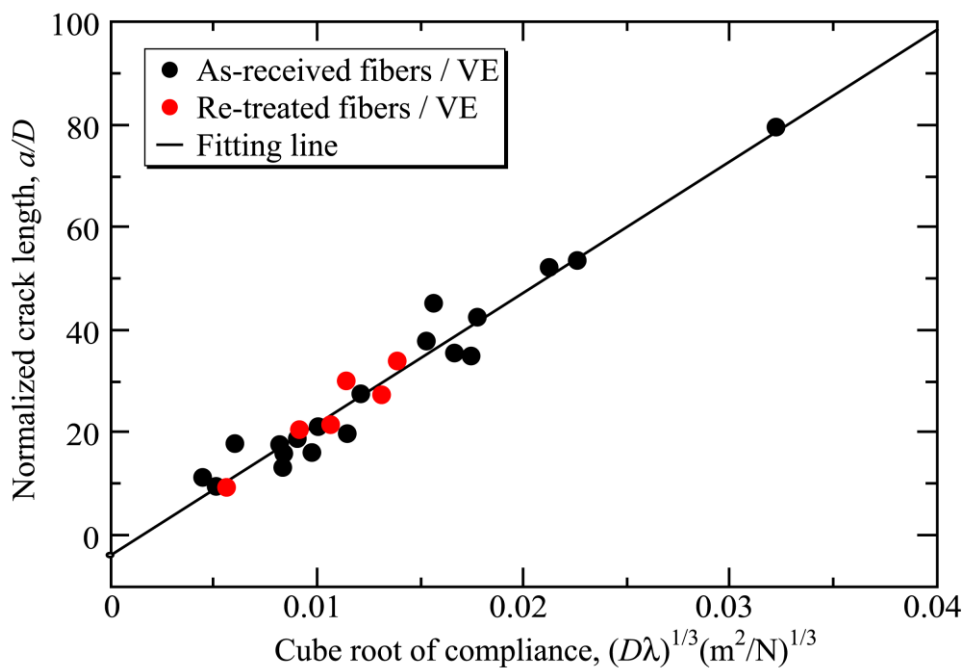
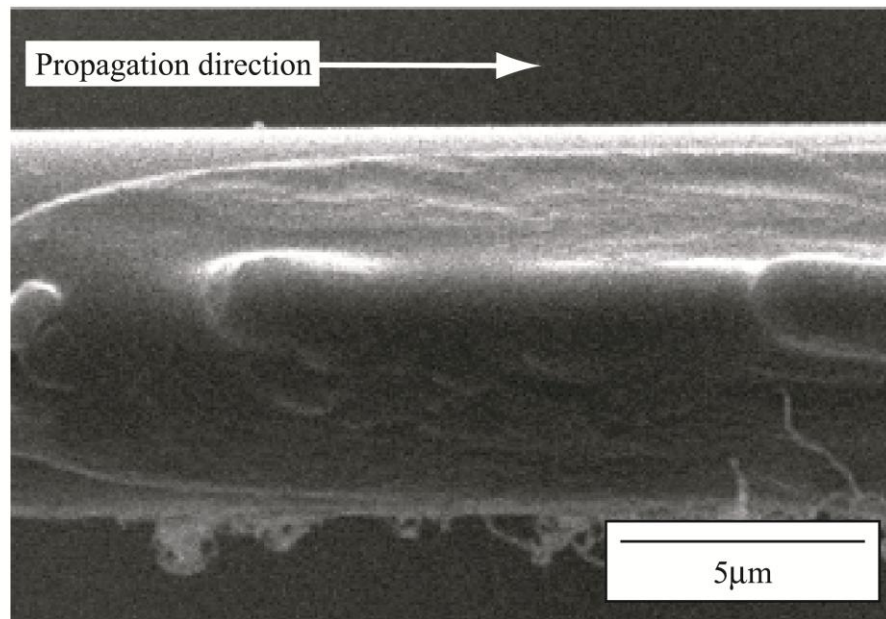


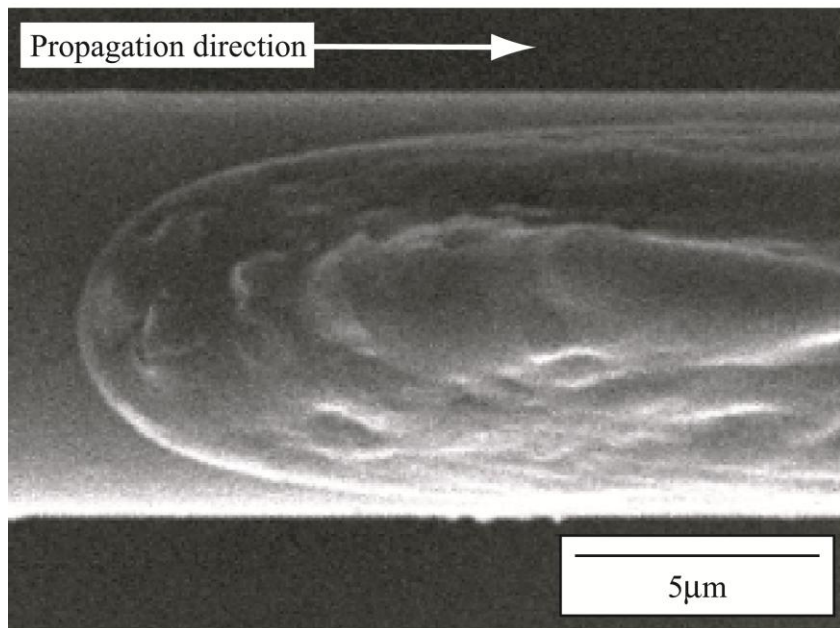
Fig. 4-15 Relation between crack length and cube root of compliance (As-received, Re-treated fibers / VE).

4.3.2.b 破面観察

Fig. 4-16 に、再処理ガラス繊維で作製した試験片の破面の SEM 画像を示す. (a)と (b)は、同一の試験片におけるき裂先端近傍の破面上面および下面での画像である. 受入れガラス繊維を用いた試験片の破面 (Fig. 4-12) では、一方に樹脂の付着、もう一方に樹脂が剥がれた跡が確認されたが、再処理ガラス繊維を用いた試験片の破面では



(a) Upper surface



(b) Lower surface

Fig. 4-16 SEM images of fracture surface
(Re-treated fibers / VE).

繊維表面が露出しておらず、両側の破面に樹脂が付着しており、樹脂が引き伸ばされ、塑性変形してちぎれたような形跡が見られた。したがって、比較的延性が高いビニルエステル樹脂を用いた場合、界面の靱性が低くなる受け入れ繊維との組み合わせでは樹脂が大きく塑性変形する前に界面がはく離するが、界面靱性が高くなる再処理繊維との組み合わせでは、著しく塑性変形した樹脂間をき裂が進展することになる。この場合、本手法でモードI界面き裂の進展特性を測定するのは困難であり、本手法の限界といえる。

4.3.2.c 破壊靱性値

再処理ガラス繊維／ビニルエステル樹脂の試験片では，樹脂が塑性変形しながら安定き裂成長を示したために，初期き裂進展開始のタイミングを特定できなかったことから，式(4.5)の限界試験力 P として，二つの値を代入することで破壊靱性値を算出した．一つは，受入れガラス繊維を用いた場合と同様に最大試験力 P_{\max} を用いる方法，もう一つは，試験力—変位曲線の低試験力域における近似直線 (Fig. 4-14 の青破線) よりも勾配が 5 % 小さい直線 (同図の赤線) と，試験力—変位曲線との交点における試験力 P_5 を用いる方法である．5 % の勾配の減少は，き裂長さが 2 % 弱増加したときの弾性コンプライアンス変化に相当する．

Fig. 4-17 に，算出した破壊靱性値とき裂長さの関係を示す． P_{\max} で得られた破壊靱性値を青丸で， P_5 で得られた破壊靱性値を赤丸で示した．また，比較のため，受入れガラス繊維を用いた場合の界面破壊靱性値を黒丸で示した．

最大試験力 P_{\max} から算出した靱性値の平均は 26.2 J/m^2 ， P_5 から算出した靱性値は 4.6 J/m^2 であった．しかし既に述べたように，本節の試験片では界面はく離ではなく明らかに樹脂破壊によってき裂が成長しており，界面破壊靱性値を評価したものとは言えず，比較は妥当ではないと考えられる．さらに，試験力—変位曲線が比較的 low force 域から非線形を示すため， P_{\max} 時において，き裂先端で小規模降伏条件を満たさず，線形破壊力学から逸脱していると考えられるため，エネルギー解放率で破壊靱性値を表すこと自体にも無理が生じていると考えられる．ただし，受入れガラス繊維を用いた場合にははく離した界面が，本節の再処理ガラス繊維の場合にははく離せず樹脂

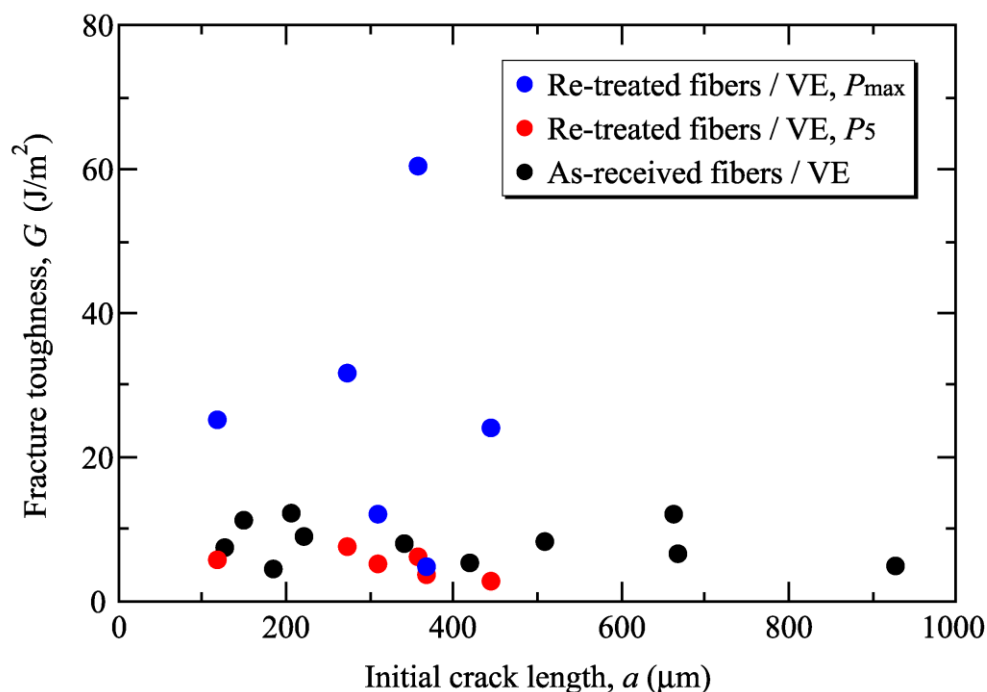


Fig. 4-17 Interfacial fracture toughness plotted against initial crack length.

破壊に転じていることから、表面再処理によって界面が強化されていることは明らかである。

以上のことから、界面の接着性が高く、かつ樹脂の延性が高い場合、本研究の試験方法では界面はく離の達成が困難であると結論づけることができる。逆にこの場合、FRP 中のき裂進展において、界面はく離の役割は小さく、樹脂破壊の役割がほとんどとなるものと予想される。そこで次節ではビニルエステル樹脂より延性が低い不飽和ポリエステル樹脂と、表面処理効果が確認された再処理ガラス繊維を用いて、同様にモード I 界面破壊靱性試験を行った結果について説明する。

4.3.3 再処理ガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂の試験結果

4.3.3.a 試験力—変位関係とコンプライアンス

再処理ガラス繊維と不飽和ポリエステル樹脂を用いて作製したリアルサイズモデルコンポジットに対して得られた一つの代表的な試験力—変位曲線を Fig. 4-18 (a)に示す。試験力はほとんどふらつきがなく、最大試験力に達するまで概ね線形関係を保ち、最大試験力に達したところで急激な不安定き裂進展を示した。前項のビニルエステル母材のような著しい樹脂の塑性変形や安定き裂進展が認められなかったため、コンプライアンス法を用いての靱性値算出が十分可能であると考えられる。また、Fig. 4-18 (b)に示すように、初期き裂長さがかなり長い場合、試験力—変位曲線が下に凸の非線形を示すことがあった。比較のため、低試験力領域における近似直線を延長させたものを図中に緑色実線で示している。繊維径に比べ、き裂進展時の開口変位量が大きくなるため微小変形状態を逸脱し、幾何学的な非線形効果が現れたものと考えられる。

き裂長さとコンプライアンスの関係を Fig. 4-19 に示す。ここで黒の実線は本項の実験結果に対する近似直線、赤の一点鎖線は前項までに示したビニルエステル樹脂を母材とした場合の近似直線である。樹脂の違いによる影響はほとんどなく、コンプライアンスはガラス繊維の変形で決まっていることがわかる。式(4.2)の定数、 α_0 、 α_1 は、 $\alpha_0 = -4.37$ 、 $\alpha_1 = 2.59 \times 10^3 \text{ (N/m}^2\text{)}^{1/3}$ であった。

4.4.3.b 破面観察

Fig. 4-20 に、再処理ガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂の試験片から得られた破面の SEM 画像を示す。(a)と(b)は、同一の試験片破面のき裂先端部分上面および下面の画像である。(a)の破面には樹脂が剥がれた形跡が確認され、(b)の破面には樹脂が付着していることから、4.3.1 項で述べた受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂の試験片と同様に、き裂は界面を進展したことが分かった。

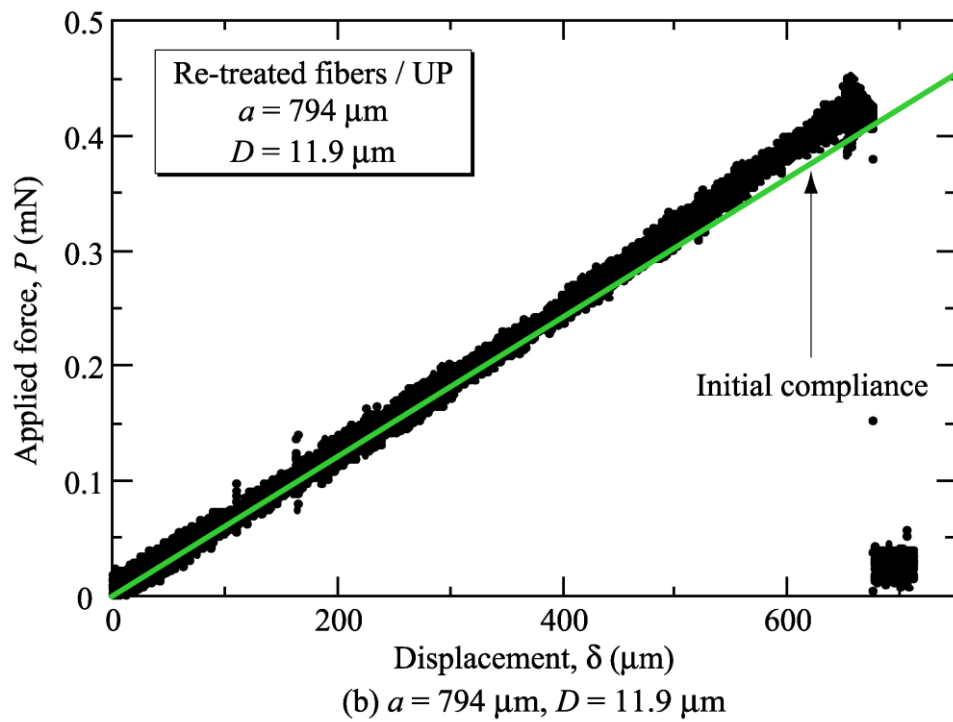
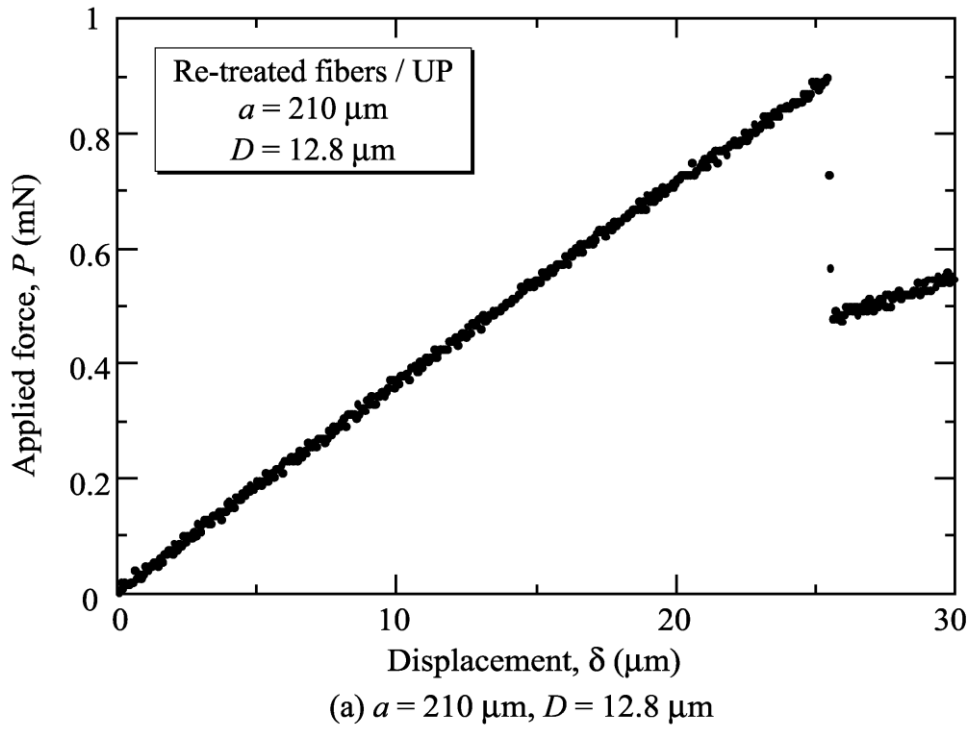


Fig. 4-18 Applied force - displacement curve (Re-treated fibers / UP).

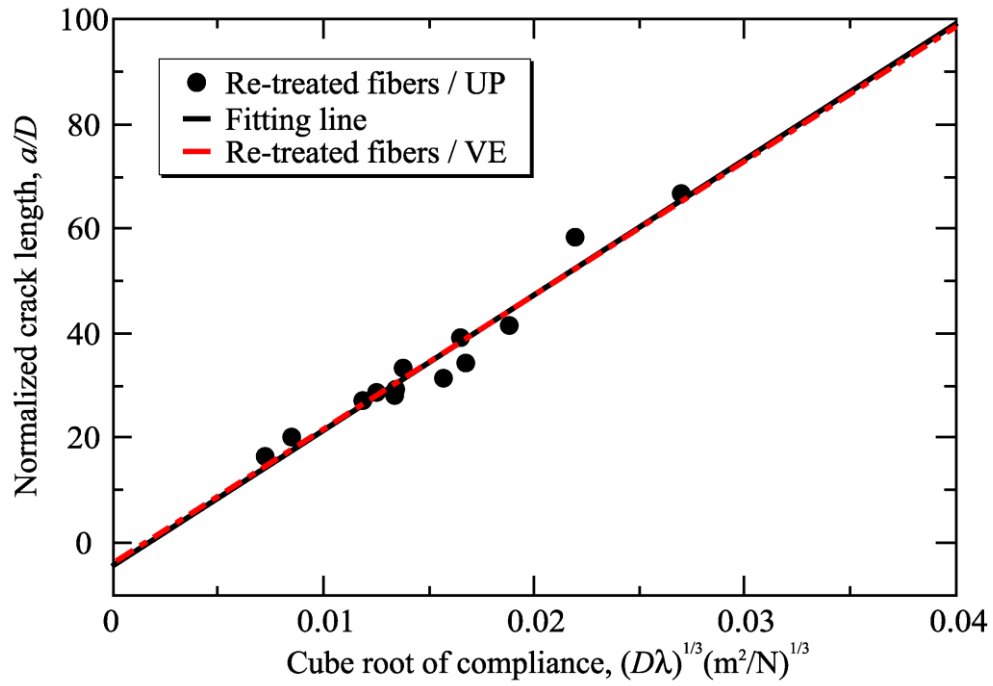
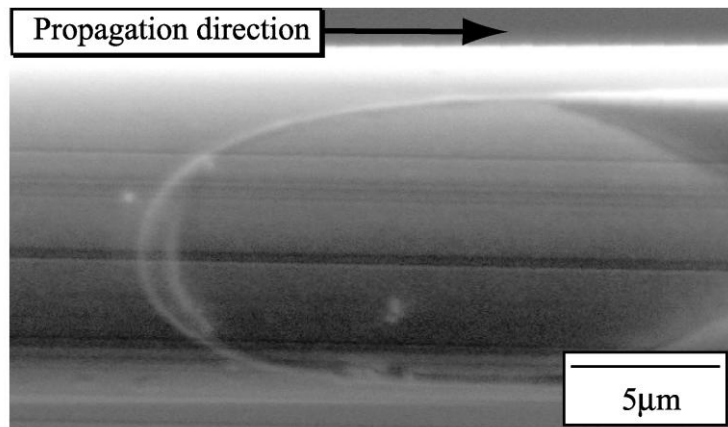
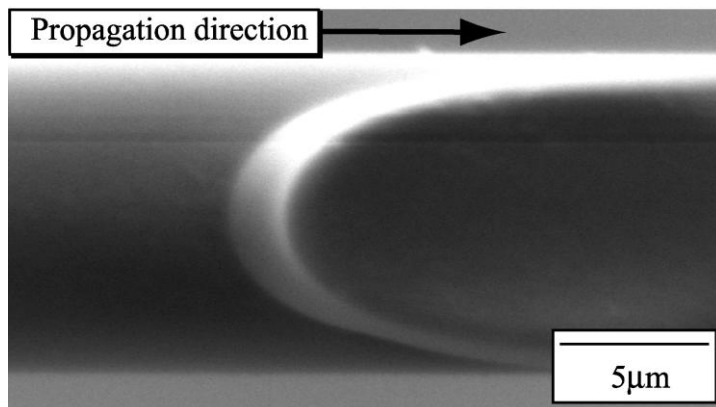


Fig. 4-19 Relation between crack length and cube root of compliance (Re-treated fibers / UP).



(a) Upper surface



(b) Lower surface

Fig. 4-20 SEM images of fracture surface (Re-treated fibers / UP).

4.3.3.c 界面破壊靱性値

受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂の試験片の場合と同様に、式(4.5)に初期き裂が不安定き裂進展する時の試験力を限界試験力として代入することで界面破壊靱性値を得た。Fig. 4-21 に得られた靱性値と初期き裂長さの関係を示す。破壊靱性値の平均は 33.0 J/m^2 ，最大で 75.8 J/m^2 ，最小で 15.4 J/m^2 であった。受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂，再処理ガラス繊維／ビニルエステル樹脂のいずれの試験から得た靱性値よりも大きい結果になった。

しかし Fig. 4-21 から分かるように、靱性値が最も大きい $a = 409 \mu\text{m}$ のデータを除くと、き裂が長くなるにつれて靱性値が増加する傾向が見られた。その原因として以下の2つの理由が考えられる。

本材料の試験では、試験中、初期き裂が進展する前に金属線タブとモデルコンポジットの接着部がその試験力に耐えられず外れてしまい、試験が成立しないことがしばしば発生した。特にき裂が短い試験片は限界試験力が高くなるため、その傾向が顕著に見られた。このことから、初期き裂長さが短い試験片では、破壊靱性値の低い試験片の値のみを優先的に抽出していた可能性が高く、結果的に初期き裂が短い時のほうが得られる靱性値が低くなっていることが考えられる。

また初期き裂長さが長い試験片は、繊維径に比べ、き裂進展時の開口変位量が大きくなるため、Fig. 4-18(b)に示したような幾何学的非線形効果が含まれていると考えられる。その影響で、線形を仮定して算出した靱性値が過大評価になっている可能性がある。

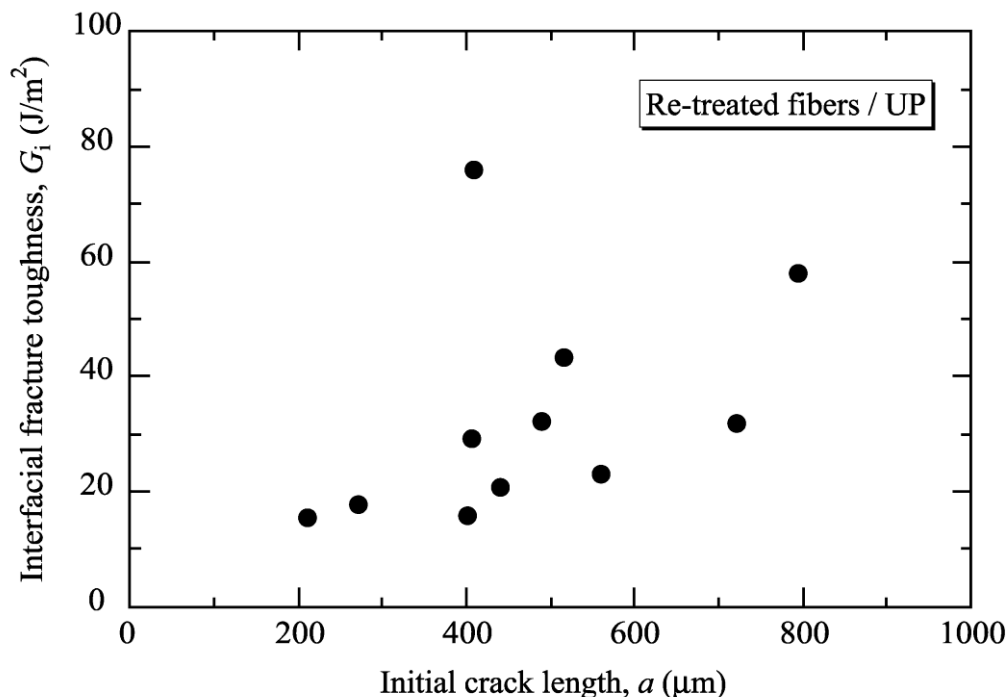


Fig. 4-21 Interfacial fracture toughness plotted against initial crack length (Re-treated fibers / UP).

そこで、本論文末の付録 A に記した有限変形はり理論に基づく非線形解析を行い、非線形効果を考慮した試験力—変位関係およびエネルギー解放率を評価した。

Fig. 4-22 に、Fig. 4-18(b)に示したき裂長さ $a = 794 \mu\text{m}$ の試験片について、非線形解析で得られた試験力—変位関係と実験結果を比較して示す。黒色が実験から得られた試験力—変位曲線、赤色が非線形解析で得られた曲線である。比較のため結果に対する低試験力領域の近似直線も示した。非線形解析から予測される試験力—変位関係は、変位を若干過小評価しているものの、近似直線より実験結果に近く、非線形効果を概ねよく評価できている。

Fig. 4-23 に試験力—変位関係の非線形性を考慮した界面破壊靱性値とき裂長さの関係を示す。破壊靱性値の平均は 31.3 J/m^2 、最大で 71.5 J/m^2 、最小で 15.3 J/m^2 であった。初期き裂長さの短い試験片では Fig. 4-21 と比べて靱性値はほとんど変化がなかったが、き裂長さが長いものは、非線形成分を考慮することで、靱性値が最大で約 13% 低下し、靱性値のき裂長さ依存性は若干弱くなった。

しかし、大変形による非線形性を考慮した Fig. 4-23 でも依然として靱性値とき裂長さの関係に相関が認められる。やはり前述したとおりき裂長さの短い試験片では金属線タブとモデルコンポジットの接着部の接着力不足が原因で、破壊靱性値の低い試験片の値を優先的に抽出していたことが大きく影響していると考えられる。

本章のモデルコンポジット法でモード I 界面破壊靱性値が測定できたのは、比較的延性的な樹脂であるが界面のき裂進展抵抗が低い受け入れ繊維／ビニルエステル樹脂と、界面のき裂進展抵抗はある程度高いが樹脂の延性が低い再処理繊維／不飽和ポリエステル樹脂の場合であった。一方、再処理繊維／ビニルエステル樹脂のように界面のき裂進展抵抗がある程度高く、かつ、樹脂の延性も高い場合、微小なモデルコンポジット試験片では小規模降伏を逸脱してき裂先端塑性域が発達し、樹脂の延性破壊によるき裂進展となり易い。このことは本手法を適用するための大きな課題である。

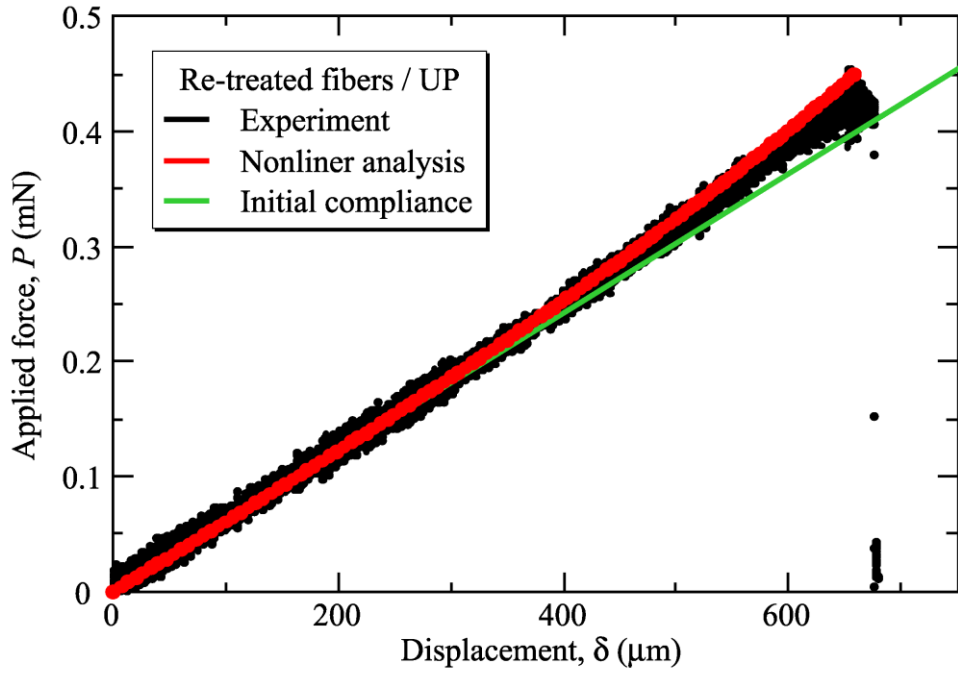


Fig. 4-22 Applied force - displacement curve (Re-treated fibers / UP).

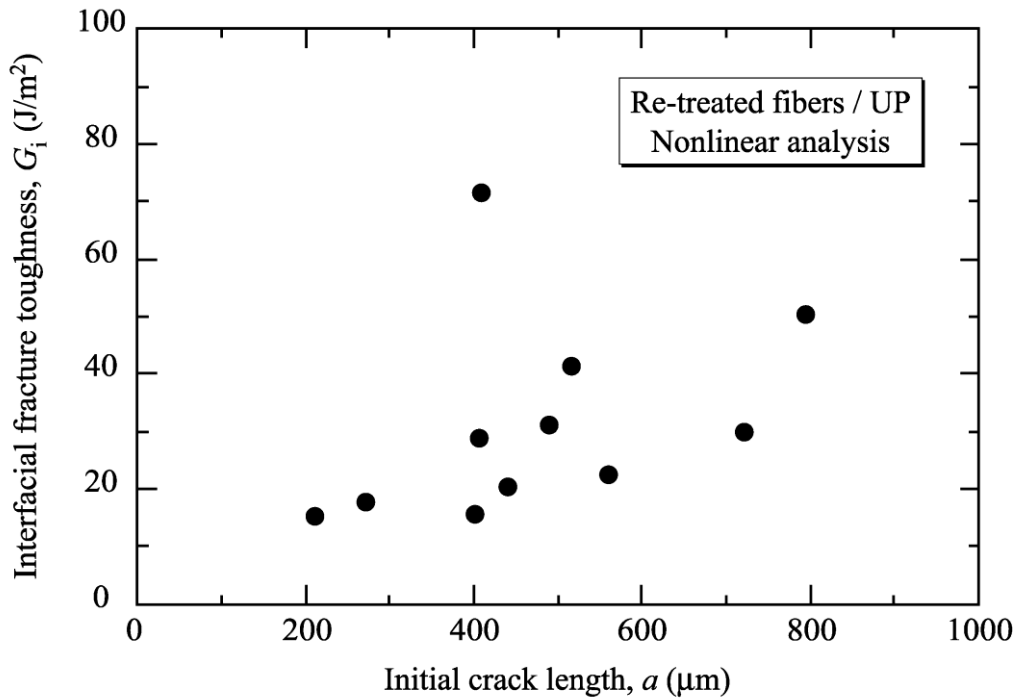


Fig. 4-23 Interfacial fracture toughness plotted against initial crack length (Re-treated fibers / UP, nonlinear analysis).

4.4 繊維 4 本のリアルサイズモデルコンポジットを用いた 界面破壊靱性と樹脂靱性の分離評価の作製方法

4.4.1 繊維 4 本のリアルサイズモデルコンポジットの作製方法

本章のリアルサイズモデルコンポジットに対しても、第 2 章で行ったのと同様に、界面はく離だけでなく樹脂部のき裂進展も含まれる、Fig. 4-24 のような繊維 4 本からなるモデルコンポジットを用いて破壊靱性試験を行い、前節の結果と合わせることで、界面靱性と樹脂靱性の分離評価を試みた。

繊維および樹脂としては、4.3.3 項と同じ再処理ガラス繊維と不飽和ポリエステル樹脂を使用した。以下に繊維 4 本のリアルサイズモデルコンポジットの作製手順を示す。

まず、Fig. 4-25(a)に示すように、形状が異なる 2 種類のフレーム A, B を用意する。フレーム A はフレーム B より大きく、中央部のスペースが狭くなっている。それぞれのフレームに 2 本のガラス繊維を平行に並べ、接着剤で固定する。その後、フレーム B を裏返してフレーム A に上から重ね、それぞれのフレームに固定してある 2 本の繊維が上から見て重なり合うように位置を調節したのち、全ての繊維をフレーム A に接着剤で固定する(Fig. 4-25(b))。その後、接着部—フレーム B 間の繊維をそれぞれ切断し、フレーム B を取り外す。この手順により、フレーム A 上に繊維 4 本を並べて固定することができたが、初めにフレームに A に接着した下の 2 本の繊維と、フレーム B に接着した上の 2 本の繊維の間には、Fig. 4-25(a)の時点で用いた接着剤が挟まっているためかなり大きな間隔が開いてしまう。そこで、繊維間隔をより小さくするため、Fig. 4-25(c)に示すようにスペーサとして十字にガラス繊維を差し込んだのち、ドラフティングテープを用いて上の繊維 2 本をフレームに押さえつけ、最終的には Fig. 4-25(d)のような繊維配置とした。ここで、Fig. 4-25(d)の断面図において左右方向が破壊靱性試験の負荷方向となる。最後に 4 本の繊維間に針を用いて樹脂を流し込み、エタノールを染み込ませたスポンジで余分な樹脂を除去し、繊維 2 本の場合と同様の熱処理を行うことによって樹脂を完全に硬化させることで、繊維 4 本のモデルコンポジットを作製した。

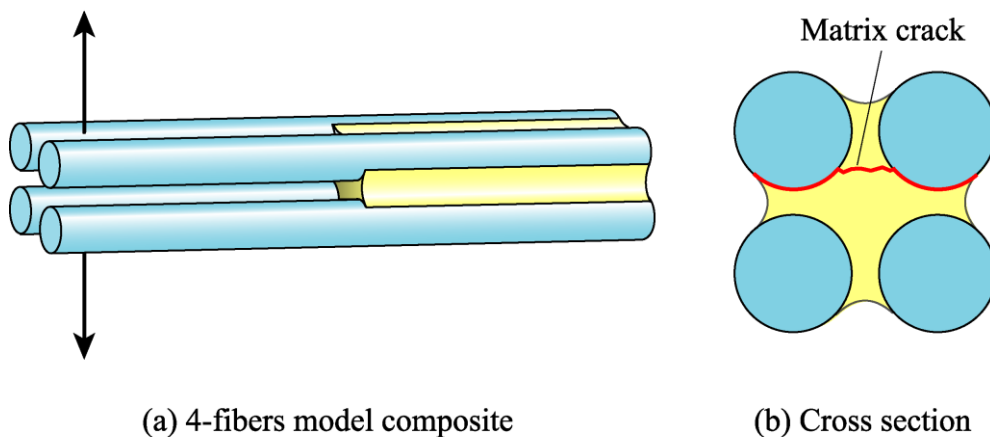
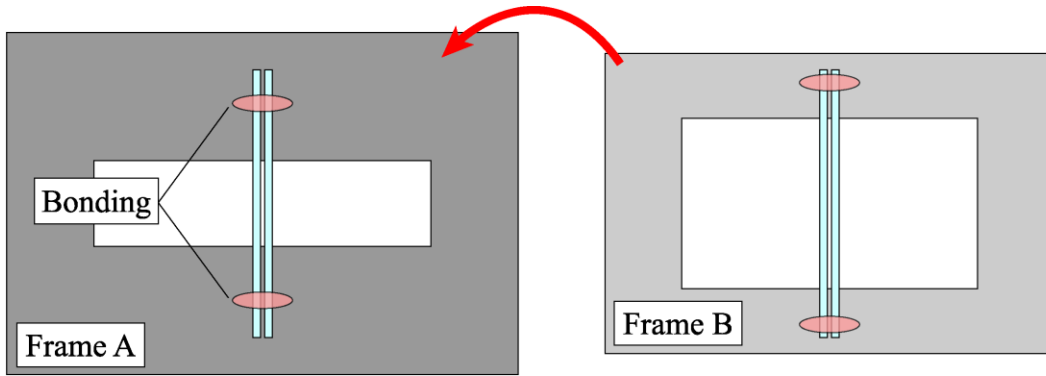
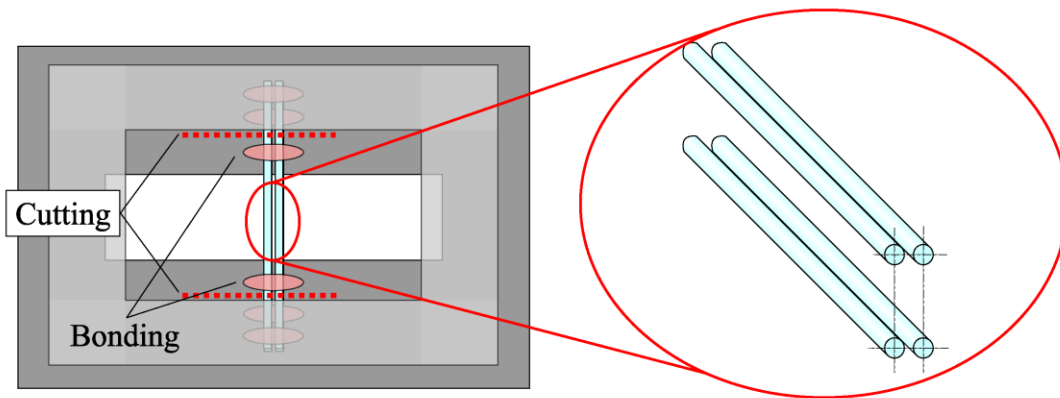


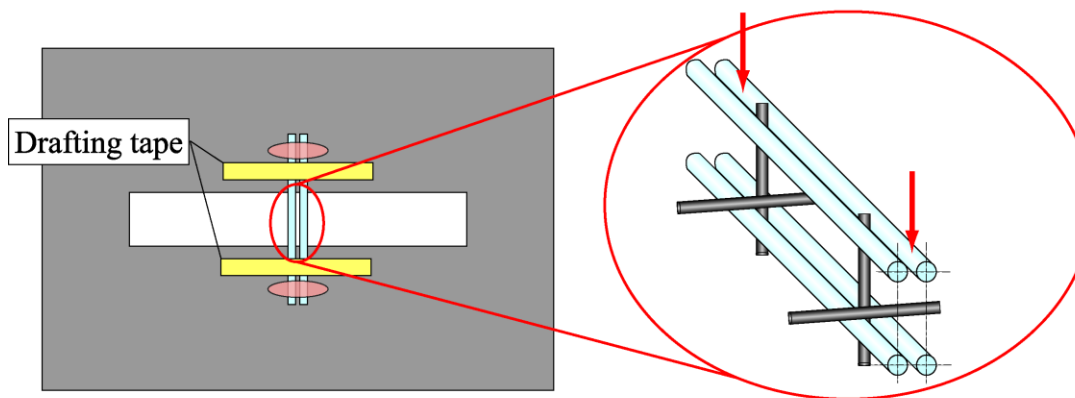
Fig. 4-24 Model composite composed of four fibers.



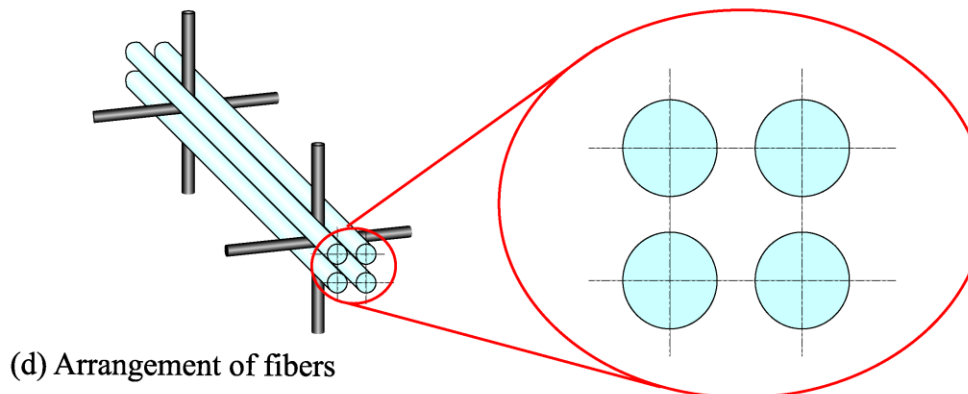
(a) Bonding two fibers to each frame



(b) Laying two frames and bonding all fibers



(c) Holding down the upper fibers with drafting tape



(d) Arrangement of fibers

Fig. 4-25 Schematic of fabricating process.

繊維 4 本のリアルサイズモデルコンポジットでも、繊維 2 本の場合と同様に、金属線タブをモデルコンポジットに取り付けたものを試験機にチャッキングした。

Fig. 4-26 に、繊維 4 本のモデルコンポジットに金属線タブを接着した状態の画像を示す。試験片繊維 4 本のモデルコンポジットの試験では、き裂進展に樹脂の破壊が含まれていることから最大試験力の増加が予想されたため、繊維 2 本の場合よりも接着剤の量を増やして金属線タブの接着を強化した。なお、接着剤の増加により、接着時に反対側の繊維 2 本をも同時に接着してしまうことを防ぐため、繊維の間に直径約 80 μm の金属線をスペーサとして挿入した。スペーサは、金属線タブをガラス繊維に接着して、接着剤が完全に硬化した後に抜き取った。スペーサを抜き取っても、2 本の接着した金属線タブの中心線は概ね同一の直線上にあることを確認できた。なお、付録 B に示したように、金属線タブからみ出した接着剤による繊維の変形拘束の影響を考慮し、き裂長さの定義の変更をすることも考えられたが、き裂長さの定義によらず得られるエネルギー解放率に変わりがないことが分かったため、繊維 2 本の試験片の場合と同様に金属線タブの中心線からき裂先端までの距離をき裂長さ a とした。

試験は前節までと同様に、第 3 章の試験システムによって行った。開口変位速度は、4.2 節と同様に、およそ 3.5 $\mu\text{m/s}$ とした。

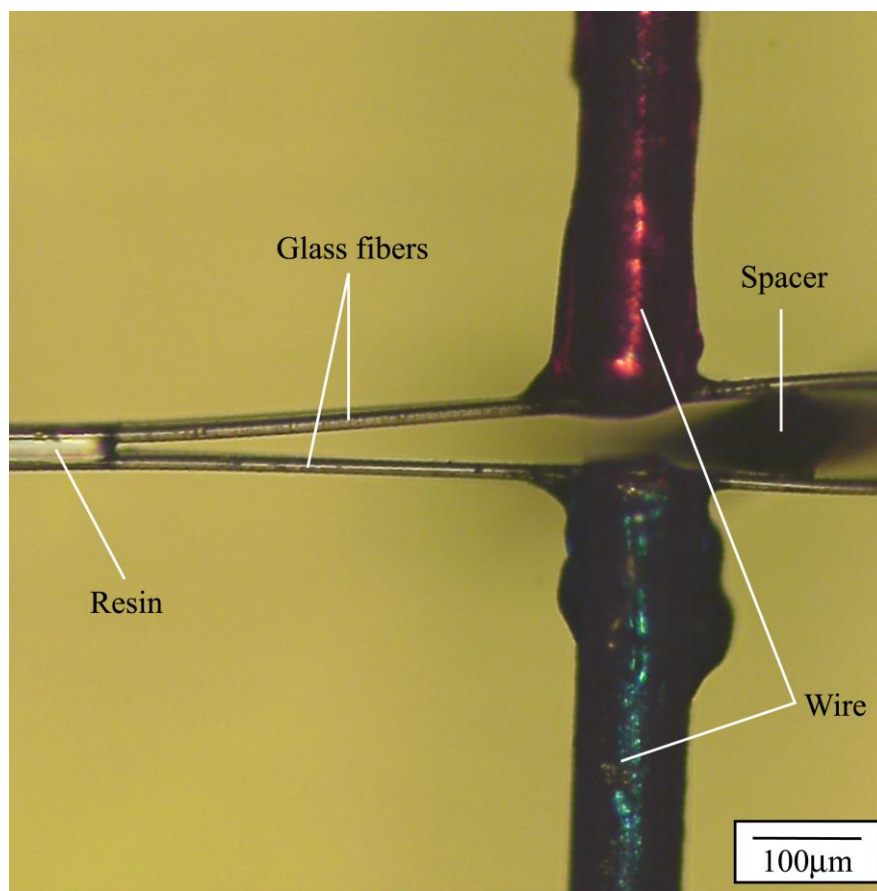


Fig. 4-26 Photograph of grip.

4.4.2 繊維 4 本のモデルコンポジットのモード I 破壊靱性試験結果

4.4.2.a 試験力-変位関係とコンプライアンス

Fig. 4-27 に再処理ガラス繊維/不飽和ポリエステル樹脂からなる繊維 4 本のリアルサイズモデルコンポジット試験片を用いたモード I 破壊靱性試験における代表的な試験力-変位曲線の例を示す。

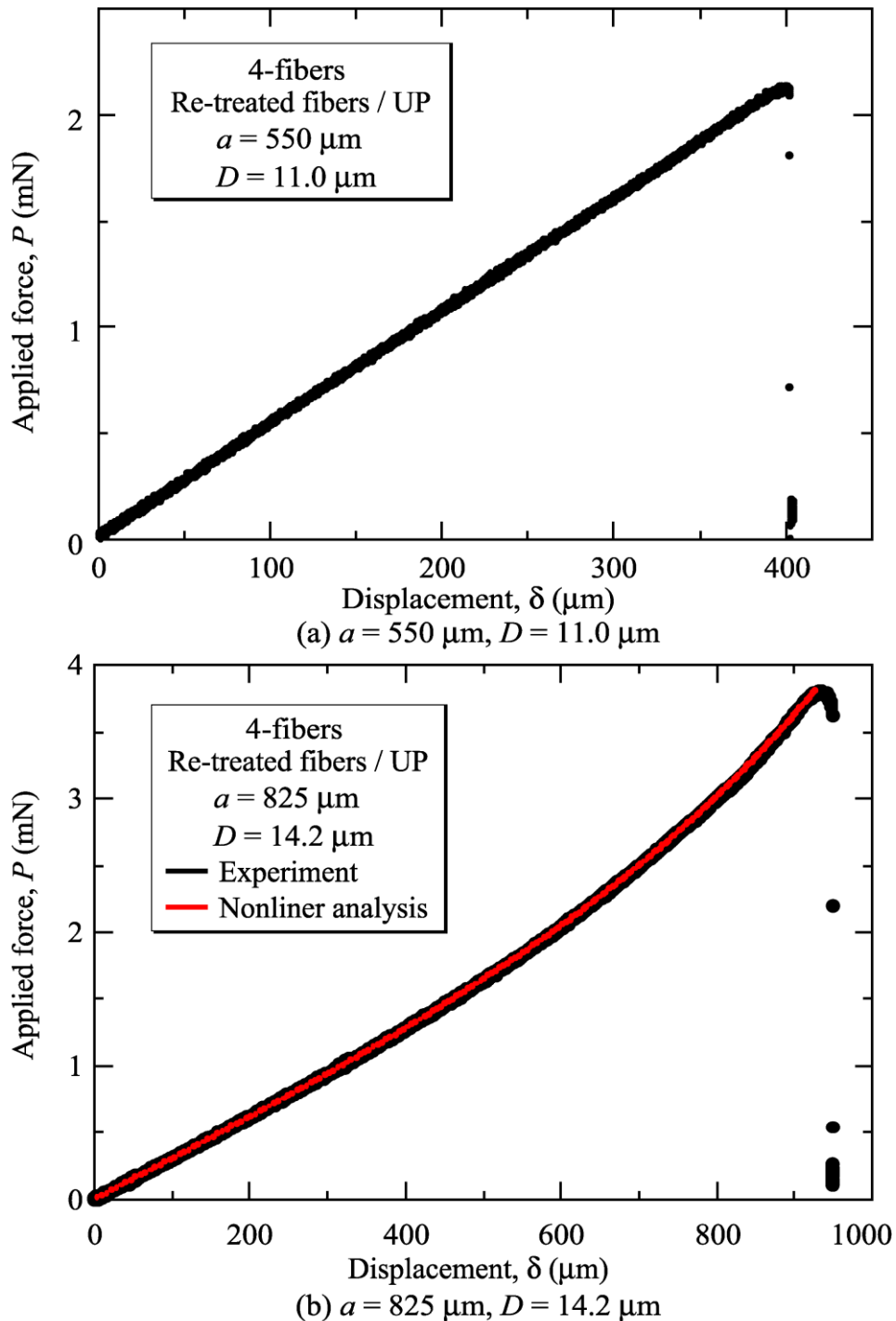


Fig. 4-27 Applied force - displacement curve
(4-fibers, Re-treated fibers / UP).

き裂長さが短い試験片では、Fig.4-27(a)に示したように試験力—変位関係はほぼ線形の関係を保ったまま最大試験力に達したのちに、急激な不安定き裂進展を示した。一方き裂長さが長く開口変位量が多くなったものは、Fig. 4-27(b)に示したように大変形の影響で下に凸の非線形を示した。そこで、4.3.3.cと同様に付録Aの方法で非線形解析を行ったところ、Fig. 4-27(b)に赤色で示したように、非線形解析から予想される試験力—変位関係と、試験から得られた曲線が極めて良く一致した。このため、繊維4本の試験片においても、幾何学的非線形を考慮して靱性値評価を行った。

Fig. 4-28に、得られたき裂長さとコンプライアンスの関係を示す。試験結果は繊維2本の場合と同様に式(4.2)を用いて直線に近似でき、得られた近似直線の切片から α_0 、傾きから α_1 の値を決定した。繊維4本の試験においては、 $\alpha_0 = 2.54$ 、 $\alpha_1 = 3.44 \times 10^3$ (N/m^2)^{1/3}であった。得られた近似直線を図中に黒色実線で示している。

ここで繊維4本の試験片のき裂長さとコンプライアンスの関係は、試験片を上下2本ずつの対称なはりとみなし、チャッキング部のたわみ角 $\phi = 0^\circ$ としてはり理論を用いると、以下の理論式で表される。

$$\frac{a}{D} = \left(\frac{3\pi E}{16} \right)^{1/3} (D\lambda)^{1/3} \quad (4.6)$$

式(4.6)で得られた直線を Fig. 4-28 に赤色実線で示す。理論式の傾きが実験結果から得られた近似直線の傾きと極めて近いことから、繊維4本の場合でも、試験片は Fig. 9(a)に示した両端固定はりのような変形となっていることがわかる。

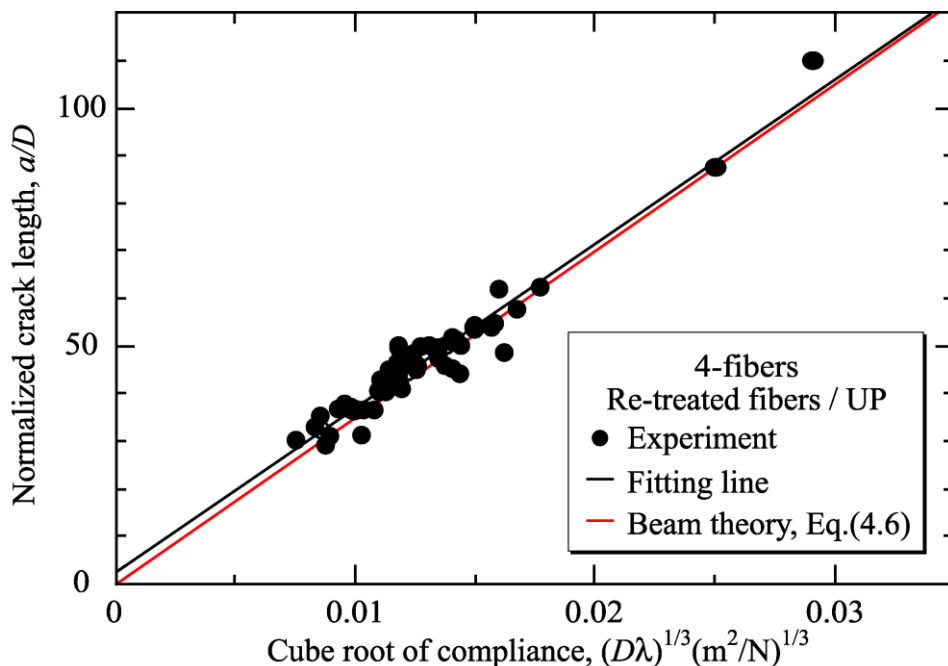
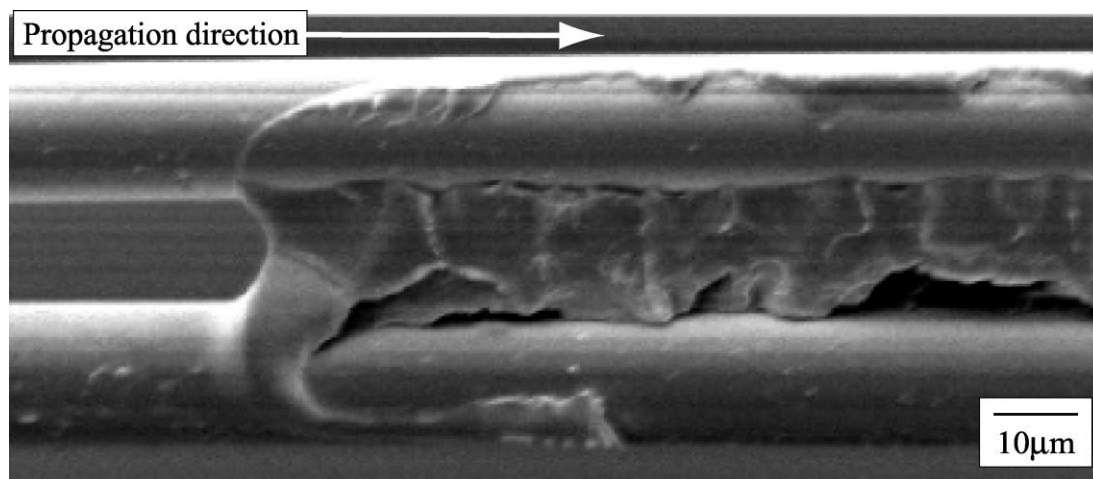


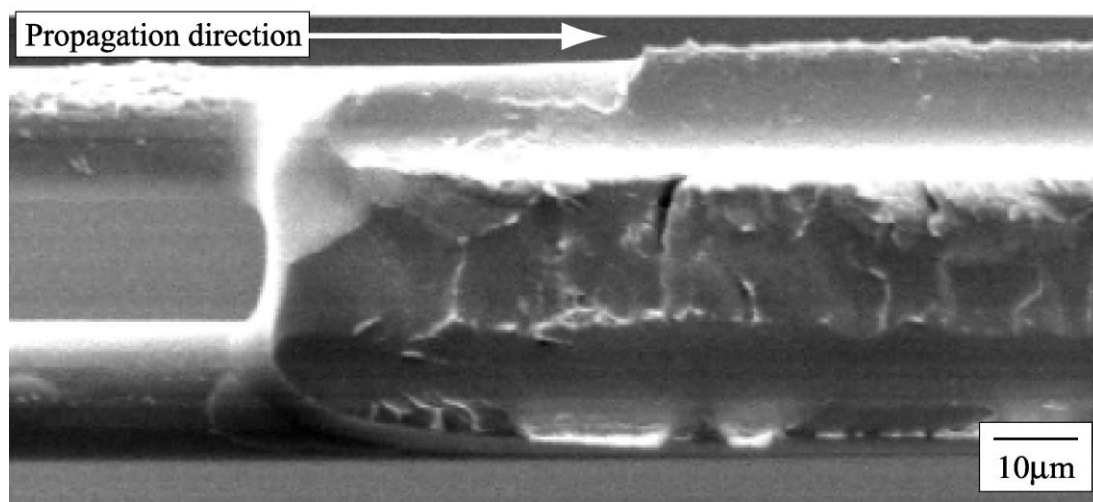
Fig. 4-28 Relation between crack length and cube root of compliance (4-fibers, Re-treated fibers / UP).

4.4.2.b 破面観察

Fig. 4-29 に、試験後の繊維4本の試験片における破面のSEM画像を示す。Fig. 4-29(a) および Fig. 4-29 (b)の破面は、同じ試験片の上下面に対応している。Fig. 4-29 (a)においては、繊維部分での繊維表面の露出および繊維間の樹脂が破壊した形跡が確認された。繊維2本の試験片の場合と同様に繊維の露出が見られることから (Fig. 4-20(a)参照)、界面はく離が起こったことがわかる。また、Fig. 4-29(b)においては、破面全体に樹脂が残存しており、繊維が剥れた跡、および繊維間ではき裂が樹脂間を進展した形跡が観察された。以上のことから、繊維4本のリアルサイズモデルコンポジットにおいては、界面のはく離と母材の割れが同時に混在したき裂進展となっていることがわかる。なお、繊維4本のモデルコンポジットにおける樹脂破面は、樹脂単体バルク材のき裂進展で見られるような平坦な破面とは異なり、微細な割れが発生していた。



(a) Upper surface



(b) Lower surface

Fig. 4-29 SEM images of fracture surface
(4-fibers, Re-treated fibers / UP).

4.4.2.c 破壊靱性値

Fig. 4-30 に、繊維 4 本のモデルコンポジットの破壊靱性値を白色で示す．ここで靱性値は、コンプライアンス法で得られる式(4.5)の値に、4.3.3 項と同様、付録 A によって評価する非線形効果分の修正を施すことで算出した．比較のため、繊維 2 本の再処理ガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂の試験片から 4.3.3 項で得られた界面破壊靱性値を黒丸で示し、それらの平均値 31.3 J/m^2 を黒色実線で示した．繊維 4 本の試験片の破壊靱性値 G_c は、平均で 93.0 J/m^2 、最大で 149 J/m^2 、最小で 58.5 J/m^2 であり、繊維 2 本の試験片から得られた界面の破壊靱性値を平均値で 3 倍近く上回った．破壊靱性値が大きくなった原因としては、第 2 章と同様に、繊維の間で破壊した母材樹脂の靱性が界面の靱性よりも高かったことが考えられる．そこで次節では、FRP 中をき裂が進展する場合における樹脂破壊の寄与について評価するために、母材樹脂の破壊靱性値の分離評価を行った．

またガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂複合材料のバルク材の場合、作製方法や環境によっても左右されるが、文献によると、破壊靱性値は $100 \sim 160 \text{ J/m}^2$ 程度⁽²⁾と報告されている．本章で測定された繊維 4 本のモデルコンポジットの破壊靱性値は界面破壊靱性値に比べればバルク材の値に近いもののバルク材よりやや低い値をとった．この原因としては、樹脂が本章で用いたものと文献のものでは同一ではないことその他に FRP のき裂進展に関与する界面はく離や母材の割れ以外の微視メカニズム、例えば繊維の破断や、ブリッジングなどが、モデルコンポジットには含まれないことも影響している可能性がある．

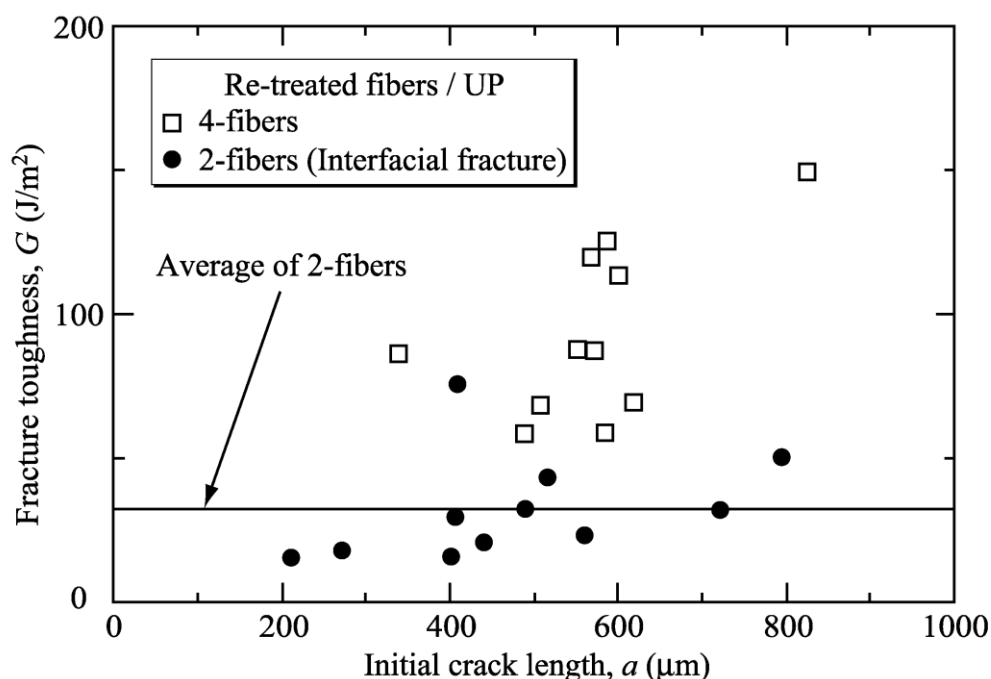


Fig. 4-30 Fracture toughness plotted against initial crack length (4-fibers & 2-fibers, Re-treated fibers / UP).

4.4.2.d 界面破壊靱性と樹脂靱性の分離評価

本章でも第2章と同様に、繊維4本のリアルサイズモデルコンポジットの破壊靱性 G_c が、界面の破壊靱性値 G_i および母材樹脂の破壊靱性値 G_m を用いて、破面面積率に応じた複合則に従うと仮定した次式を用いる。

$$G_c = G_i \gamma_i + G_m (1 - \gamma_i) \quad (4.7)$$

本章では、再処理ガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂の繊維2本の試験片に対して4.3.3項で求めた、界面破壊靱性値の平均値 31.3 J/m^2 を G_i とし、本章のそれぞれの試験片において得られた G_c 、 γ_i を式(4.7)に代入することによって、母材樹脂の破壊靱性値 G_m を得た。

Fig. 4-31 に、分離評価した母材靱性値 G_m とき裂長さの関係を示す。分離評価した母材靱性値は平均で 233 J/m^2 、最大で 438 J/m^2 、最小で 116 J/m^2 を示した。比較のため、黒色実線で界面破壊靱性値の平均値を示した。予想された通り母材樹脂の破壊靱性値は、界面破壊靱性値を明らかに上回っていることがわかる。

本節で用いたモデルコンポジットは、かなり脆性的な母材樹脂と、4.3.3項の結果からもわかるように比較的接着性に優れた界面を有している。その場合でも界面靱性の方が低くなることから、一般的にFRP中のき裂は界面を進み易く、界面はく離が損傷拡大の起点となりやすいことが示唆される。これは Tanaka ら⁽³⁾による長繊維CF／エポキシの層間き裂に対する破面観察結果とも一致している。

また、本章で使用した不飽和ポリエステル樹脂を用いて C(T)試験片(基準長さ $W=24.8 \text{ mm}$ 、厚さ $B=12.4 \text{ mm}$)を作製し、静的引張負荷を与えて破壊靱性試験を行い、母材樹脂単体バルク材の破壊靱性値を求めた。得られた破壊靱性値の平均値 150 J/m^2 を、Fig. 4-31 に青色実線で示した。モデルコンポジットの試験結果から分離評価を行

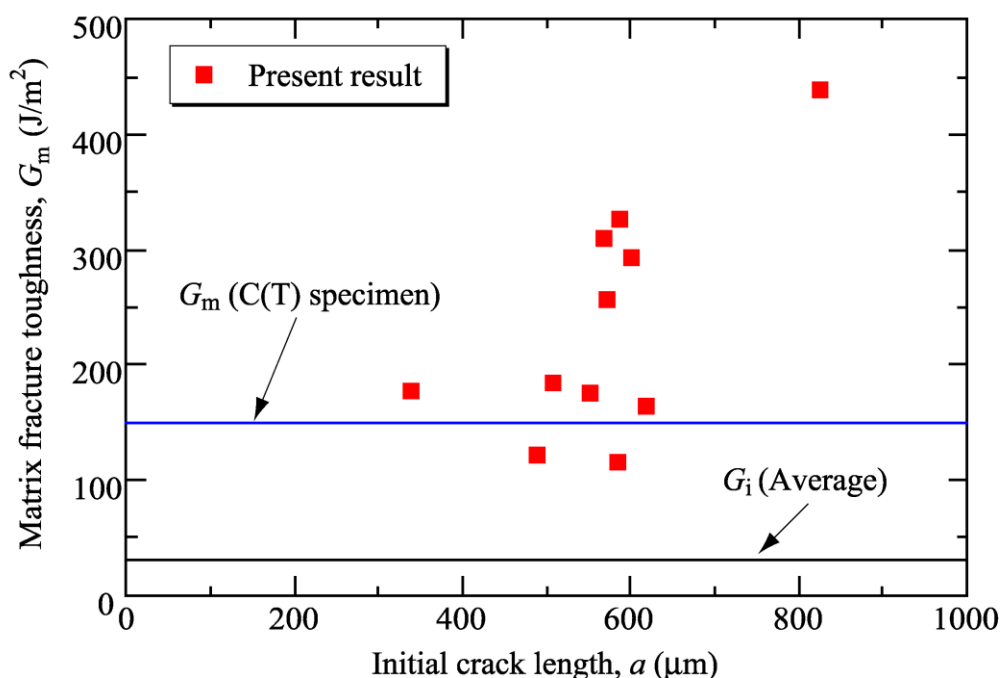


Fig. 4-31 Matrix fracture toughness plotted against initial crack length.

って得られた樹脂の破壊靱性値は C(T)試験片で得られた値より全体に高めとなった。この原因としては、樹脂単体バルク材のき裂進展による平坦な破面に比べて FRP 中や繊維 4 本のモデルコンポジットにおける樹脂部の割れは凹凸に富んでおり、実際に形成される破面の面積が大きくなることや、FRP 中の樹脂の変形は周囲の樹脂に影響され、樹脂単体バルク材のそれとは異なった挙動を示すことが考えられる。

なお、Fig. 4-30 と Fig. 4-31 を比較すると、繊維 4 本の試験片の破壊靱性値 G_c のばらつきが、母材樹脂の破壊靱性値 G_m のばらつきに支配されているかのように見えるが、これは界面破壊靱性値として平均値を用い、ばらつきを考慮していないためである。実際には、界面の靱性値も試験片ごとにばらつきがあるし(Fig. 4-30 参照)、繊維間隔やき裂先端形状の違いなどの試験片の個体差によるばらつきも繊維 4 本の試験片の靱性値がばらつく要因として関与している。

4.5 結言

本章では、FRP の複雑な微視メカニズムに基づくき裂進展から界面はく離き裂の進展特性のみ抽出する方法として前章で提案し、直径 200~400 μm の繊維の場合に適用したモデルコンポジット法による繊維/樹脂界面破壊靱性評価法を、実際の FRP で使用されている直径 10~15 μm 程度のガラス繊維を用いた場合に適用し、この手法の有効性を検討した。このガラス繊維を用いて、FRP の界面はく離き裂進展部位を模したリアルサイズの微小モデルコンポジット試験片を作製し、繊維に直接力を与えるモード I 破壊靱性試験を行うことによって、界面のき裂進展における破壊力学特性を評価した。得られた結果を以下にまとめる。

- (1) 直径 10~15 μm のガラス繊維 2 本を用いて、樹脂部の破壊を伴わず繊維/樹脂界面のみをき裂が進展することが期待できるリアルサイズモデルコンポジットを作製した。強化繊維としてはアクリルシランで表面処理が施されている受入れガラス繊維、および 3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシランによって改めて表面処理を施した再処理ガラス繊維を用意し、母材樹脂にはビニルエステル樹脂あるいは不飽和ポリエステル樹脂を用いた。作製したモデルコンポジットに直径約 80 μm の金属線タブを接着することにより破壊靱性試験片とした。
- (2) 試験によって得られた試験力—変位関係の低試験力領域のコンプライアンスから、き裂長さ a とコンプライアンス λ の関係を求めた。 a と $\lambda^{1/3}$ の関係は直線で近似され、その勾配は金属線タブによる変形拘束の影響のため双片持はり (DCB) 試験片のそれとは異なり、モデルコンポジット試験片を両端のたわみ角が 0 の状態で強制変位を受ける 2 本の固定はりとみなした場合の理論値と極めて近い値をとった。
- (3) 繊維表面処理と樹脂を変えた 3 種類のモデルコンポジットに対して試験を行っ

た結果、比較的延性的な樹脂であるが界面のき裂進展抵抗が低い受入れ繊維／ビニルエステル樹脂と、界面のき裂進展抵抗はある程度高いが樹脂の延性が高くない再処理繊維／不飽和ポリエステル樹脂の場合、き裂は界面を進展し、本手法によってモード I 界面破壊靱性値を得ることができた。この靱性値は比較的大きなばらつきを示すものの、き裂長さに依存しない材料特性としての意味を有していた。

- (4) 界面のき裂進展抵抗がある程度高く、かつ、樹脂の延性も高い再処理繊維／ビニルエステル樹脂の場合、試験力－変位関係は樹脂の塑性変形によって著しい非線形を示し、き裂は界面を進展せずに樹脂の延性破壊によるき裂進展となった。しかし、第 2 章で同じビニルエステル樹脂、および再処理繊維を施した直径 200～400 μm のガラス繊維を用いて、相似形で 30 倍程度大きいモデルコンポジットを作製して同様の試験を行った場合、著しい塑性変形による非線形は見られなかった。この違いは、微小モデルコンポジット試験片ではき裂が短くなるため、小規模降伏を逸脱してき裂先端塑性域が拡大することによるものであり、本手法の適用における大きな課題である。
- (5) き裂が界面だけではなく樹脂部にも進展する FRP 中のき裂を模擬するものとして、ほぼ正方配列させた繊維 4 本を樹脂で接合したモデルコンポジットを作製しモード I 破壊靱性試験を行った。再処理ガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂に対して得られた靱性値 G_c は界面破壊靱性値 G_i を 3 倍近く上回った。この結果は、脆性的な不飽和ポリエステル樹脂と比較的接着性に優れた界面の場合でも繊維の間で破壊した母材の靱性が界面の靱性よりも高かったことを意味している。それを定量的に評価するため、 G_i と G_c 、さらに繊維 4 本のモデルコンポジットの破面における界面はく離の面積率 γ_i と母材破壊の面積率 $(1-\gamma_i)$ を用いて、FRP 中の樹脂部の局所的なき裂に対する破壊靱性値 G_m を複合則 $G_c = G_i\gamma_i + G_m(1-\gamma_i)$ が成り立つと仮定して算出した。得られた G_m の値は、同じ不飽和ポリエステル樹脂単体 C(T)試験から得られた靱性値より高くなった。

本章ではリアルサイズのモデルコンポジットを用いた繊維／樹脂モード I 界面破壊靱性評価法の有効性を検討し、多くの知見を得た。しかし、FRP のき裂進展方向は繊維に拘束されることにより、モード I だけでなくモード II の条件下でもき裂が進展する。このため、異なるモード下での界面はく離き裂進展特性の評価法の開発が望まれる。

参考文献

- (1) 小岩康三, 田中拓, 日和千秋, 中井善一, 繊維 2 本および繊維 4 本のモデル複合材料を用いた繊維／樹脂界面はく離じん性の実験的評価と FRP じん性への寄与の検討, 材料, Vol. 57, No. 12, pp. 1205-1211.
- (2) De Charentenay, F.-X., Harry, J. M., Prel, Y. J., and Benzeggagh, M. L., “Characterizing the Effect of Delamination Defect by Mode I Delamination Test,” *Effect of Defect in Composite Materials, ASTM STP 836*, (1984), pp. 84-103.
- (3) Tanaka, H., Nakai, Y., Hina, N. and Tanaka, K., “Fractography and Micromechanical Analysis of Front Shape of Fatigue Cracks in CFRP”, Book of Extended Abstracts of the 3rd International Conference on Fatigue of Composites (2004), pp. 95-96.

第5章 リアルサイズモデルコンポジットによるモードⅡ界面破壊靱性の評価

5.1 緒言

本論文の第2章では、FRPのき裂進展から、その進展特性に大きく影響する繊維／樹脂界面はく離の破壊力学特性を抽出して評価するためのモデルコンポジット法を考案し⁽¹⁾、試験片の取り扱いの容易さの観点から繊維直径を200～400 μm程度と拡大したモデルコンポジットを用いて評価を行った。しかし実際のFRPで用いられている繊維の直径は10～15 μm程度であることから、その寸法効果を検討するため、4章⁽²⁾⁽³⁾では実際のFRPに用いられている直径10～15 μm程度のガラス繊維を用いてリアルサイズのモデルコンポジットを作製し、モードⅠ界面破壊靱性試験を行い、界面破壊靱性値が評価できるかを検討した。その結果、樹脂延性と界面接着性がともに高い場合を除けばモードⅠ界面破壊靱性値を評価できることが判明したが、得られた破壊靱性値は第2章で得られたものよりも非常に小さくなり、寸法効果の影響が表れていると考えられる。そのため、モードⅠだけでなく、モードⅡに対しても同様の評価が必要である。

そこで本章では、第4章で作製したリアルサイズモデルコンポジットを用いて、第2章で考案されたモデルコンポジット法のモードⅡ試験を行い、その有効性を検討した。さらに、試験の成功率を高めることを意図し、試験片チャック部以外に接触部を有しない新しい試験法として、繊維3本で作製したモデルコンポジットを用いたモードⅡ界面破壊靱性試験であるDouble Shear法を考案し、試験を試みた。

5.2 リアルサイズモデルコンポジットを用いた ELS 法によるモードⅡ界面破壊靱性の評価

5.2.1 実験方法

繊維には、第4章と同じく、アクリルシラン処理されたチョップドストランドマット（有沢製作所：MS253C-1040-2NT）から取り出した、直径9～15 μmのEガラス繊維（以下、受入れガラス繊維）を用いた。母材樹脂には、第2章および第4章と同様に、ビニルエステル樹脂（株昭和高分子：R-802）を用いて、硬化促進剤（株昭和高分子：コバルトN）を0.3 mass%、および硬化剤（株日油：パーメックN）を3～4 mass%混合したものを使用した。

本節でも第4章と同じ方法で作製したリアルサイズモデルコンポジットを用い、Fig. 5-1に示すELS試験を行った。4.2.2項に記述したように繊維2本のモデルコンポジットを作製したのち、本節では金属線タブを接着せずにフレームから切り離し、接着剤でステージに固定することでELS試験片とした。ELS試験片の寸法の定義はFig. 5-1に示したものをを用いて、初期き裂長さ a_i は45～160 μm程度、固定端距離 L は170～370 μm程度とした。また、試験時の試験機圧子の変位（繊維の変形量）を δ 、試験力を P と定義する。

Fig. 5-2 に試験方法の概観を示す. ガイド下面と試験片ステージの面の間隔を十分に広げた間に, Fig. 5-1 に示したように試験片用のステージに接着した試験片を自由端側から差し込む. CMOS カメラから得られる映像で, 試験片固定端とガイドとの間が $300\ \mu\text{m}$ 程度になるように試験片の位置を調節した後, 試験片を取り付けているステージに錘を載せ固定する. 次に, Z ステージを操作しガイドを降下させ, 映像からガイドの下面が試験片に接触したのを確認後, ガイドをわずかに上昇させることで試験片に対応した間隔を調節する.

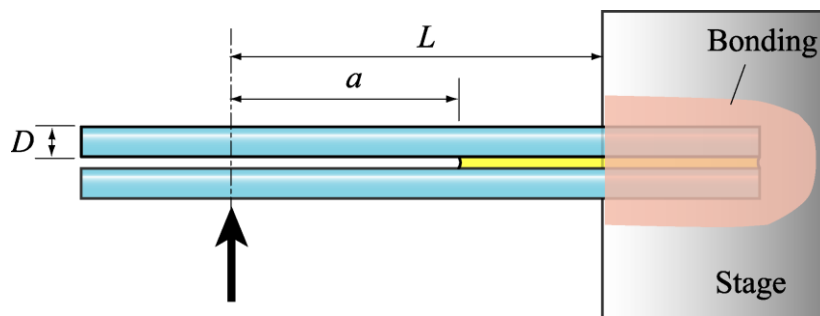


Fig. 5-1 ELS specimen.

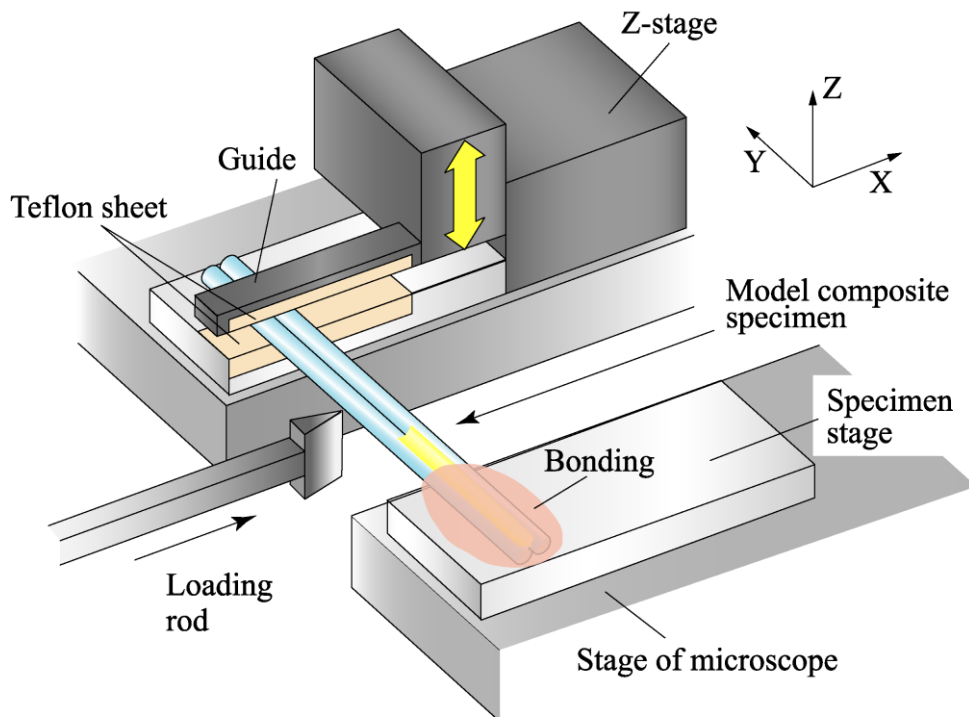


Fig. 5-2 Schematic of mode II test method.

XYZ ステージのウォーム式微動マイクロメータを操作して負荷ロッド先端の圧子を Y 軸方向(繊維方向)に動かすことにより、き裂長さ a を変化させることができる。アクチュエータを駆動することで圧子を X 軸方向に移動させ、繊維表面に直接圧縮力を与えることで試験を行う。アクチュエータの変位速度は約 $4.2 \mu\text{m/s}$ とした。

この試験では、一つのモデルコンポジット試験片に対して、き裂が進展しない程度に試験力をかけることで、複数の異なるき裂長さでの低試験力域の試験力-変位曲線を得ることが可能である。そのため、5.3.3 項で後述するように、それらの試験力-変位曲線の近似直線からコンプライアンスを求め、コンプライアンス法を用いて破壊靱性値を算出した。

5.2.2 ELS 法によるモード II 界面き裂進展試験結果

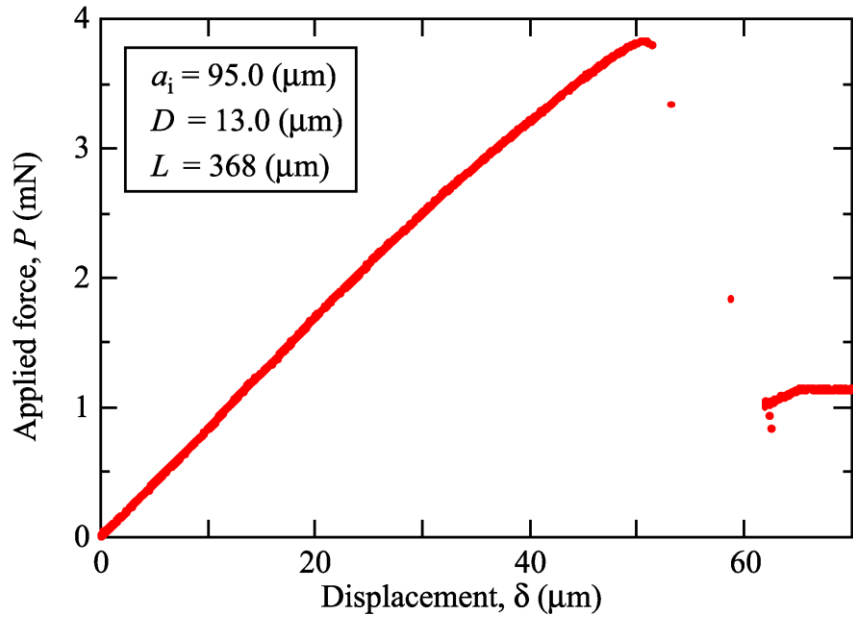
5.2.2.a 試験力-変位曲線および試験片変形挙動

Fig. 5-3 に、本試験で得られた試験力-変位曲線の代表的な例を示す。縦軸にはロードセルから得た試験力 P を、横軸には、前章で述べた簡便な変位測定法により算出した変位 δ をとっている。

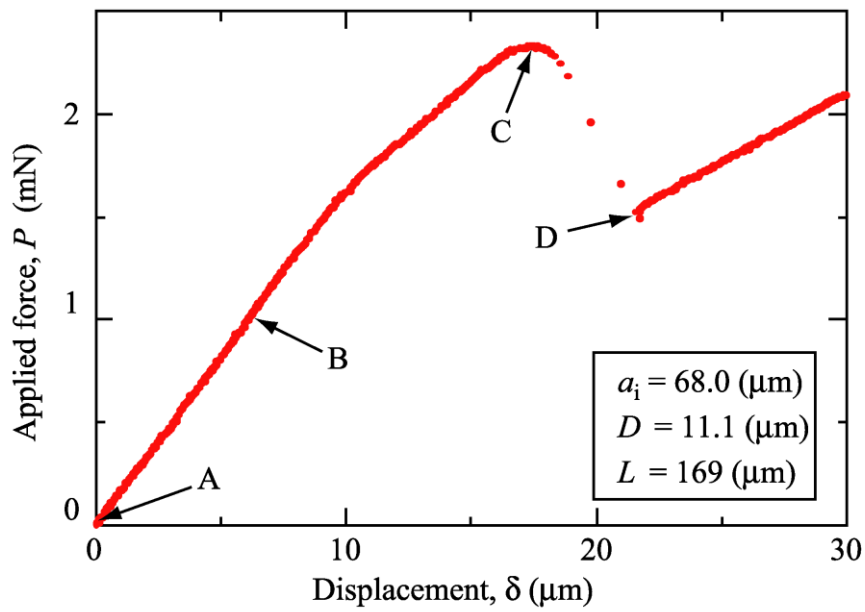
Fig. 5-3 (a)は、繊維径 $D=13.0 \mu\text{m}$ (2本の繊維の平均値、以下でも同様)、初期き裂長さ $a_i=95.0 \mu\text{m}$ 、固定端距離 $L=368 \mu\text{m}$ の条件で試験を行い、得られた試験力-変位曲線である。最大試験力に達するまで試験力-変位曲線はほぼ線形の関係を示しており、最大試験力に達した直後に急激な不安定き裂進展を起していることがわかる。

また、(a)とは異なり、頻度は少ないが非線形が著しい曲線が得られることもあった。その例として、Fig. 5-3(b)に繊維径 $D=11.1 \mu\text{m}$ 、初期き裂長さ $a_i=68.0 \mu\text{m}$ 、固定端距離 $L=169 \mu\text{m}$ の場合の試験力-変位曲線を示す。低試験力の領域では Fig. 4-1(a)と同様に試験力-変位曲線はほぼ線形性を示すが、不安定なき裂進展を起こす前に、試験力-変位曲線が上に凸の非線形を示した。上に凸の非線形の領域では、安定き裂進展が生じているか、もしくは母材樹脂の塑性変形の影響を受けているものと考えられる。

Fig. 5-4 に、Fig. 5-3(b)の試験中に CMOS カメラから得られた画像を示す。示した画像 A~D は、Fig. 5-3(b)中の点 A~D に対応している。A は試験開始前、B は試験力が最大試験力の 44 %になった時点、C は最大試験力に達した時点での画像である。これらの画像からは、試験機圧子が下側から繊維に圧縮力を与えることで、試験片が変形を起こしている様子が確認できる。B と C では、赤い矢印で示しているき裂先端において繊維の曲率が局所的に大きくなっており、繊維が樹脂で接合されている右側の部分と、接合されていない初期き裂側との間でたわみ角が急激に変化していることがわかる。それと比較すると、D の試験力低下直後の画像では、繊維の曲率が大きくなっており、固定端の方向に移動しており、き裂が進展したと判断できる。また、D でも曲率が大きい点が固定端まで達しておらず、途中でき裂進展が止まったと考えられる。本研究では行っていないが、この後も試験を継続すれば、半円状の先端をもつ初期欠陥ではなく、試験時に発生した界面はく離の進展特性を測定できる可能性があるため、今後の課題の一つであると考えられる。

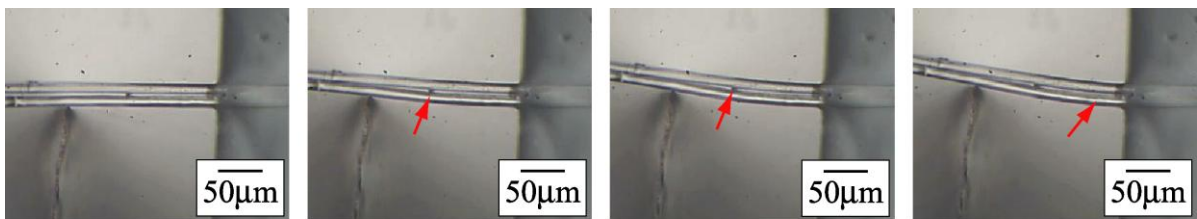


(a) $a_i = 95.0$ μm , $D = 13.0$ μm , $L = 368$ μm



(b) $a_i = 68.0$ μm , $D = 11.1$ μm , $L = 169$ μm

Fig. 5-3 Applied force - displacement curve.



A $\delta = 0$ μm
 $P = 0$ mN

B $\delta = 6.15$ μm
 $P = 1.02$ mN

C $\delta = 17.6$ μm
 $P = 2.33$ mN

D $\delta = 21.7$ μm
 $P = 1.50$ mN

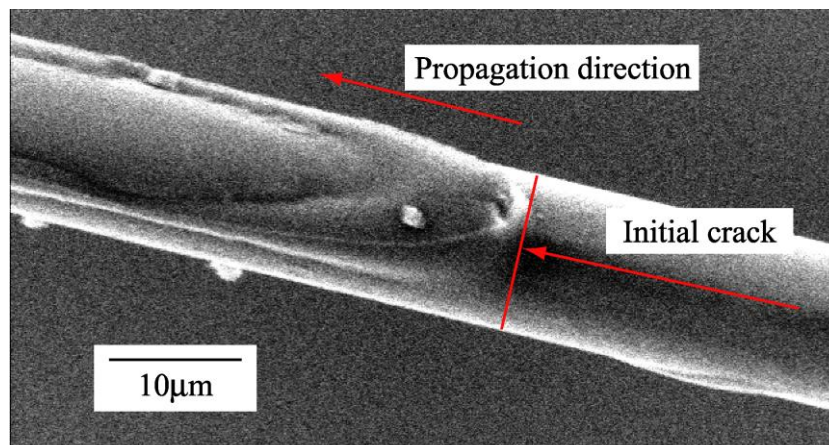
Fig. 5-4 Optical micrographs of deformation (Mode II).

Fig. 5-3 で得られた試験力-変位曲線は、最大試験力が2~4 mN 程度ときわめて小さいにもかかわらず、試験力測定値のふらつきもほとんど見られないことから、本研究で作製した試験システムは、リアルサイズのモデルコンポジットに対してモードII 界面破壊靱性試験を行える性能を持っていることが示された。さらに、Fig. 5-4 に示したように CMOS カメラの画像からき裂進展が観察でき、モデルコンポジットの繊維/マトリックス界面はく離き裂の進展挙動がその場観察できる試験システムが作製できた。

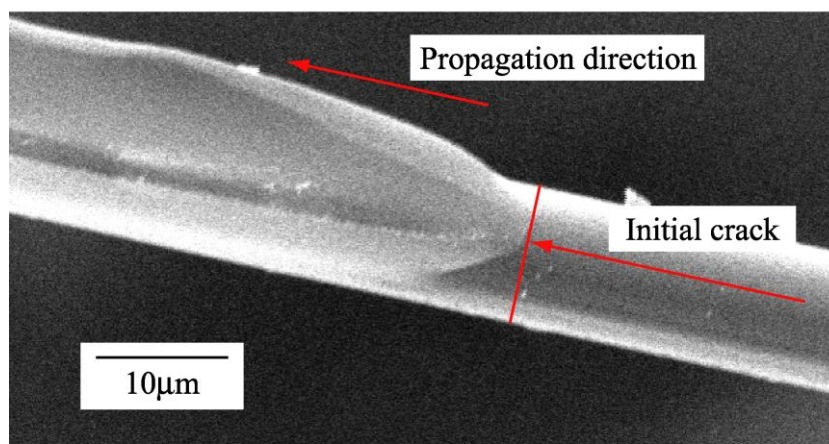
5.2.2.b 破面様相

破壊靱性試験後に、き裂進展が観察されたモデルコンポジット試験片の破面を、SEM を用いて観察した。Fig. 5-5 に、モデルコンポジットの初期き裂先端付近の破面画像の例を示す。Fig. 5-5(a) および Fig. 5-5(b)は、同一の試験片から得られた破面の画像であり、それぞれき裂の上側と下側に対応した画像である。

Fig. 5-5(a) では繊維の表面が露出しており、逆に Fig. 5-5(b) では残存している樹脂



(a) Upper surface



(a) Lower surface

Fig. 5-5 Scanning electron micrograph of fracture surface.

に繊維のはく離痕が明瞭に残されていることから、リアルサイズモデルコンポジットのモード II き裂進展においては、き裂は繊維/マトリックス界面を進展していることがわかった。ただし、Fig. 5-5(a)における初期き裂先端から 10 μm 程度の範囲では、繊維が完全に露出せずわずかな樹脂の残存が確認できることから、この部分のわずかなき裂進展が最大試験力付近での安定き裂進展に対応している可能性がある。なお、Fig. 5-5 に示した試験片以外の破面においても、同様に界面をき裂が進展していることが確認された。

5.2.2.c き裂長さとコンプライアンスの関係

繊維 2 本のモデルコンポジット試験片における、繊維が樹脂で接合されていない初期き裂部分を長さ a のはり 2 本とし、樹脂で接合されている部分を長さ $L-a$ のはりと考えた場合、初等はり理論において、コンプライアンス λ は、

$$\left(L^3 + 4a^3\right)^{1/3} / D = \left(\frac{30EI}{D^3} \cdot \lambda\right)^{1/3} = \left(\frac{15\pi E}{32}\right)^{1/3} (D\lambda)^{1/3} \quad (5.1)$$

で表される。ここで E はガラス繊維のヤング率、 $I = \pi D^4 / 64$ はガラス繊維 1 本の断面二次モーメントである。なお、樹脂の厚さと変形は無視している。

第 2 章と同様に、1 つの試験片に対して、負荷ロッドの位置を動かすことでき裂長さ a を変化させ、き裂を成長させない程度の低試験力を試験片に与えることで異なるき裂長さにおける試験力-変位曲線を取得し、得られた試験力-変位曲線の近似直線を用いて、それぞれのき裂長さに対するコンプライアンス λ を算出した。

Fig. 5-6 に、得られたき裂長さ a -コンプライアンス λ の関係を示す。この図では、縦軸に $L^3 + 4a^3$ を $1/3$ 乗した値を繊維径 D で無次元化した値、横軸に λ と D の積を $1/3$ 乗した値をプロットしており、2 本の試験片に対して得られた a - λ 関係とその近似直線、さらに比較のために初等はり理論から求められた式(5.1)の直線 ($E = 72.5 \text{ GPa}$ とした)を示している。実験で得られた $(L^3 + 4a^3)^{1/3} / D$ と $(D\lambda)^{1/3}$ の関係は、モデルコンポジットのき裂先端の変形集中に対する補正を行う意味で、式(5.1)の右辺に定数項を加えた以下のような形の式で近似できる。

$$\left(L^3 + 4a^3\right)^{1/3} / D = \beta_0 + \beta_1 (D\lambda)^{1/3} \quad (5.2)$$

最小二乗近似で得られた定数は、試験片 A においては $\beta_0 = -4.0$ 、 $\beta_1 = 4.9 \times 10^3 \text{ (N/m}^2\text{)}^{1/3}$ 、試験片 B においては $\beta_0 = -4.0$ 、 $\beta_1 = 5.0 \times 10^3 \text{ (N/m}^2\text{)}^{1/3}$ とほぼ一致している。また、近似直線の傾きは、はり理論から求められた直線の傾きに近い値であり、このことから、これらの試験片において、かなり正確にコンプライアンスが測定できていると考えられる。これら以外の試験片でも式(5.2)による近似は良好であったが、 β_0 と β_1 の値には試験片の個体差によってある程度のばらつきが生じた。原因として、繊維未接着部における繊維間のすき間が変形挙動に及ぼす影響や、正確なき裂先端位置の同定ができていなかった可能性が考えられ、今後の課題である。

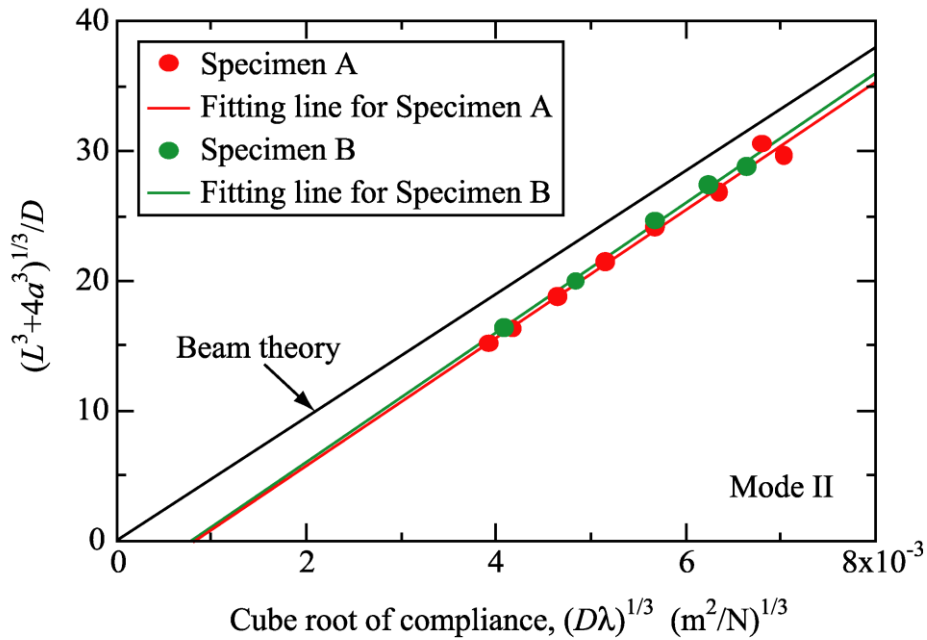


Fig. 5-6 Relation between crack length and cube root of compliance.

5.2.2.d モード II 界面破壊靱性値

本節においては、第 2 章と同様に、繊維／マトリックス界面破壊靱性値をコンプライアンス法で算出した。Fig. 2-4 に示したように、断面から見た接着界面長さは $D\theta$ であるので、エネルギー解放率 G は(5.3)式で表される。

$$G = \frac{P^2}{2D\theta} \cdot \frac{d\lambda}{da} \quad (5.3)$$

ここで、(5.2)式で表されるコンプライアンス $\lambda(a)$ を代入すると、次式が得られる。

$$G = \frac{6P^2 a^2}{\theta \beta_1^3 D^5} \left\{ \left(\frac{L^3 + 4a^3}{D^3} \right)^{1/3} - \beta_0 \right\}^2 \left(\frac{L^3 + 4a^3}{D^3} \right)^{-2/3} \quad (5.4)$$

この式に、モデルコンポジットのき裂進展時の限界試験力 P および初期き裂長さ a_i を代入することにより、界面破壊靱性値 G_i を得た。ただし、初期き裂が不安定進展する時の試験力をき裂進展限界試験力とみなし、 θ は Fig. 5-5 のような破面の画像から計測した。今回作製したモデルコンポジット試験片においては $2\theta = 16^\circ \sim 152^\circ$ であった。

Fig. 5-7 に、それぞれのモデルコンポジットより求められた界面破壊靱性値 G_i と初期き裂長さ a_i の関係を示す。破壊靱性値は平均で 10.4 J/m^2 、最大で 18.3 J/m^2 、最小で 6.3 J/m^2 であり、き裂長さに対する依存性は特に見られなかった。靱性値のばらつきの原因としては、5.3.5.d 項において詳しく後述する。

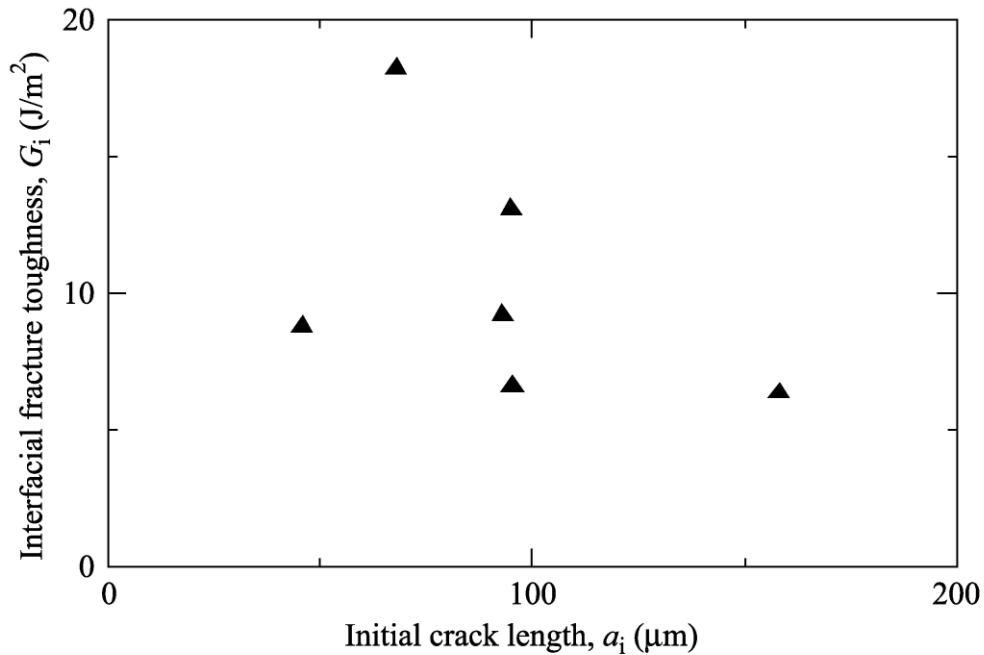


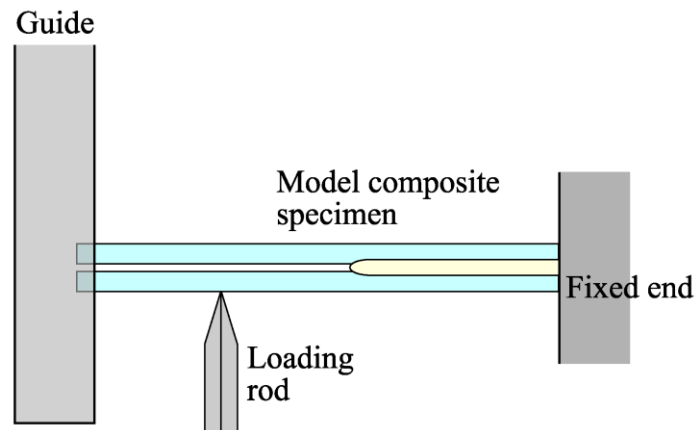
Fig. 5-7 Relation between interfacial fracture toughness and initial crack length.

5.2.2.e リアルサイズモデルコンポジットを用いた ELS 法の問題点

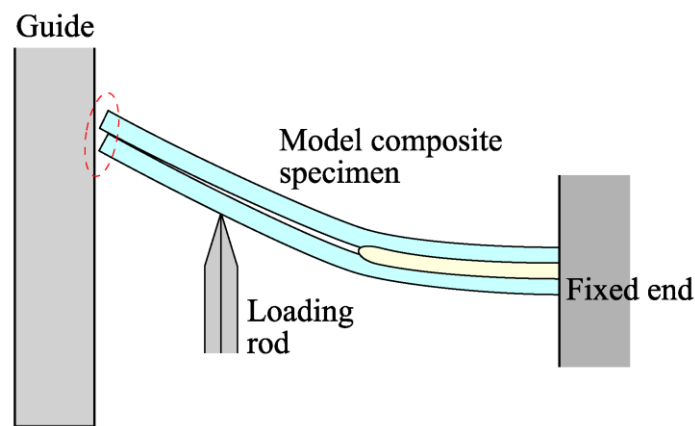
ビニルエステル樹脂を用いたリアルサイズモデルコンポジットに対して ELS 法を実施し、繊維／樹脂界面のモード II き裂進展に対する破壊靱性値を評価することができたが、試験の成功率が非常に低いという問題点があった。また、靱性の低い不飽和ポリエステル樹脂に変更して試験を行ったが、試験成功率の向上は見られなかった。大きな要因と考えられるのは静電気である。

ELS 法では Fig. 5-8(a)に示すように、試験片のねじりを防ぐためのガイドに自由端の近傍のみを挿入した場合、試験中に試験片が変形して試験力作用点のたわみ角が大きくなると、Fig. 5-8(b)のように自由端がガイドから外れて試験片がステージから浮き、試験片にねじりが生じてしまうことがあった。そこで、自由端がガイドから外れるのを防ぐため、試験片の樹脂が付着していない部分を長くして自由端を深くガイドに差し込むことで対処したが、この場合は試験力がかなり大きくなってもしき裂が進展しないケースが多くなった。これは繊維とガイド、および2本の繊維同士が触れ合う面積が多くなる事で、静電気等の影響で摩擦力が生じてしまい、力がき裂先端部にほとんど伝わっていないためではないかと考えられる。

以上のことから、ELS 法によってモード II 界面破壊靱性値を評価することはできたが、成功率が低だけでなく特定の条件でのみ評価できていた可能性もあり、この方法で得た破壊靱性値が信頼できない可能性も考えられる。そのため、次節では、新しいモード II 界面破壊靱性試験方法を検討する。



(a) Undeformed specimen



(b) Strongly deformed specimen

Fig. 5-8 Strongly deformed specimen sliding out of the guide.

5.3 繊維 3 本のリアルサイズモデルコンポジットを用いた Double Shear 法によるモード II 界面破壊靱性の評価

5.3.1 繊維 3 本のモデルコンポジットによる Double Shear 試験

前項の ELS 法において試験成功率の低さを招いたと考えられる静電気の問題は、ELS 法が非常に細いモデルコンポジット試験片に曲げを与える方法であるために、変形が大きくなることに起因しており、この大変形下で試験片のねじれを防止するガイドを用いると、繊維とこのガイド、および繊維同士の接触部で静電気による摩擦力が生じることが原因と考えられる。そこで本節では、曲げ変形ではなく繊維に引張変形を与える破壊靱性試験方法として、3 本の繊維から成るモデルコンポジット試験片を用いた Double Shear 法を検討する。

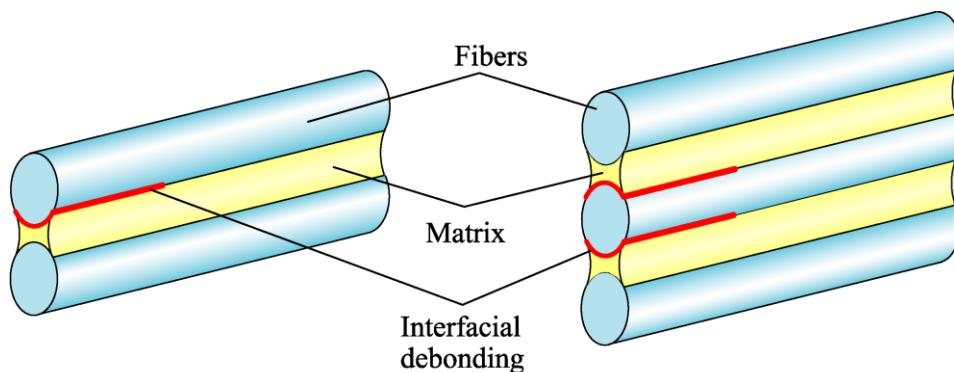
新しいモデルコンポジット試験片は、前節までに用いていた繊維 2 本のモデルコンポジット(Fig. 5-9(a))の繊維が 1 本増えた様な形状で、同一平面状で平行に並んだ繊維 3 本を樹脂が接合している(Fig. 5-9(b)). これまでと同様に、繊維を完全に樹脂で覆うことなく、繊維間にのみ樹脂が含浸しているので、樹脂破壊を伴わずにき裂が界面の

みを進展できる。

この繊維 3 本のモデルコンポジットに対し，Fig. 5-10 に示すように外側の 2 本の繊維を支持し，中央の繊維に直接引張試験力を加える Double Shear 法により，モード II 界面破壊靱性試験を行う．北條ら⁽⁴⁾が繊維 2 本のモデルコンポジットを用いて類似の Single Shear 試験を試みているが，この場合は試験片が非対称なため繊維に曲げ変形が生じ，明らかにモード I 成分が混合している．しかし，ここで考案したモデルコンポジットは中央の繊維に対しては対称形を有しているため，繊維は曲げ変形を受けることが無く，樹脂部はより純粋なせん断に近づくことが期待される．

5.3.2 試験片材料

強化繊維には，前項と同様の受入れガラス繊維の他に，第 4 章でも用いた再処理ガラス繊維も用いた．母材樹脂としては，前項のビニルエステル樹脂に加えて，第 2 章および第 4 章で用いた不飽和ポリエステル樹脂も使用した．繊維と樹脂の組み合わせとしては，受入れガラス繊維に対してはビニルエステルと不飽和ポリエステル樹脂の 2 種類，再処理ガラス繊維に対しては不飽和ポリエステル樹脂の 1 種類で，合計 3 種類の組み合わせで試験片作製，および Double Shear 試験を実施した．



(a) Model composite composed of two fibers (b) Model composite composed of three fibers

Fig. 5-9 New model composite.

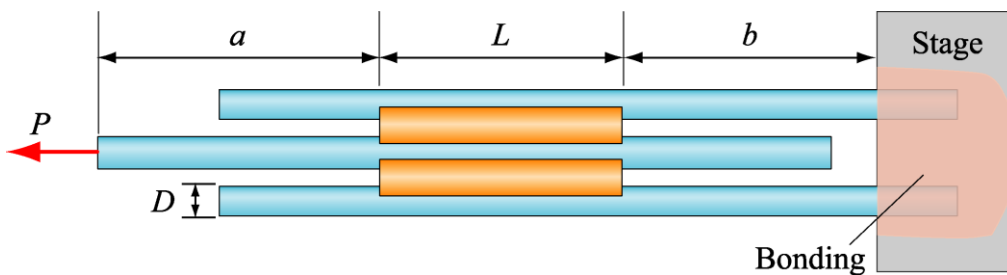


Fig. 5-10 Double Shear test.

5.3.3 繊維 3 本のモデルコンポジットの作製方法

繊維 3 本のモデルコンポジットは、直径 9~15 μm の繊維 3 本を並べて樹脂で接合することによって作製するが、対称性を持たせるために、3 本の繊維を同一平面上において平行に保つ必要がある。そこで本研究では、Fig. 5-11 に記すようなモデルコンポジット作製方法を開発した。

中央部に四角の穴がある大小 2 つのフレームを用意する。外形が大きいフレーム A よりも小さいフレーム B の方が、中央部の穴は大きい。また、大きい方のフレーム A には穴の両縁に予めスペーサを取り付ける。

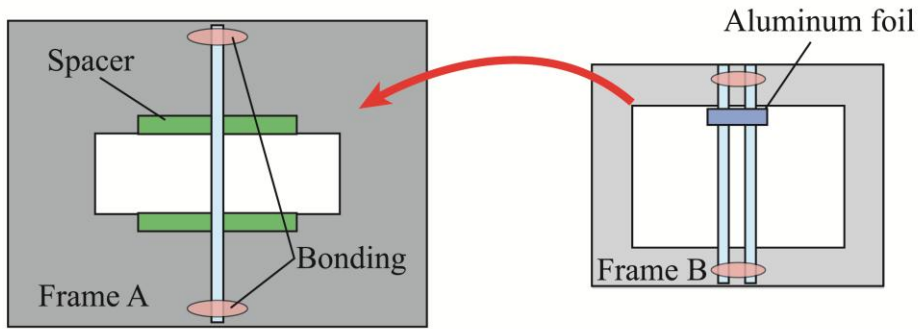
まず、Fig. 5-11(a)に示すように、フレーム A には 1 本のガラス繊維をスペーサの上に置き、繊維の両端を固定する。小さい方のフレーム B には 2 本のガラス繊維を繊維 1 本分強の間隔をあけて平行に並べ、繊維の両端を接着剤で固定する。繊維を固定する時は、先に繊維の片側端を固定した後、繊維が弛まないように軽い張力を与えながらもう一端を固定する。また、フレーム B の繊維 2 本上に小さく切ったアルミ箔を上側から図のように接着する。これは、試験時のチャッキングを容易にするためである。

次に Fig. 5-11(b)に示すように、繊維 2 本を並べたフレーム B を裏返し、フレーム B の繊維 2 本の間フレーム A の繊維 1 本が入るように調整してフレーム A 上に重ね、3 本の繊維が同一平面状で平行になる状態でテープによって 2 つのフレームを固定する。このとき、フレーム A に予め取り付けられていたスペーサの存在によって、3 本の繊維が同一平面上に並ぶ。

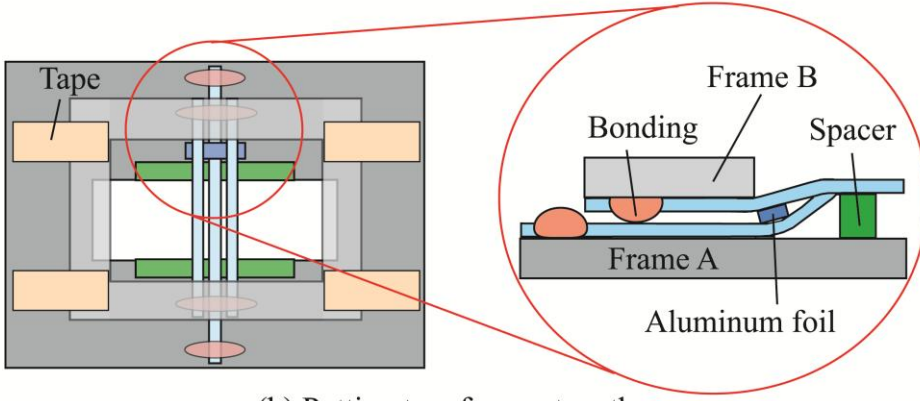
このようにガラス繊維 3 本を並べた後、繊維間に樹脂を塗布するが、その際に繊維間隔が小さすぎると、樹脂の表面張力で繊維が完全に密着し、き裂先端の位置を判別しにくいだけでなく、各試験片において安定したき裂状欠陥の先端形状を得ることが難しい。そこで Fig. 5-11(c) に示すように、短く切った直径 5~8 μm の炭素繊維をスペーサの内側のガラス繊維間に差し込んだ。炭素繊維を挟むことにより、ガラス繊維 3 本の間隔を一定にしつつ平行を保つことができる。

その後、針を用いて、繊維間にのみ樹脂が含浸するように少量の樹脂を塗布する (Fig. 5-11(d))。樹脂を塗布した後、常温で 24 時間、さらに 100°C で 1 時間の熱処理を行うことで樹脂を完全に硬化させ、モデルコンポジットを作製した。

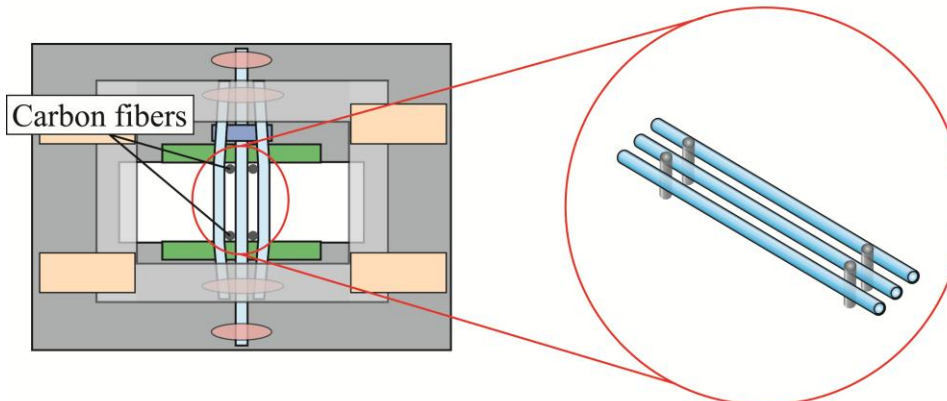
作製したモデルコンポジットは非常に微小なため、破損しないように慎重にフレームから切り離す必要がある。まず、Fig. 5-11(e)に示すように、フレーム A に取り付けてある繊維 1 本を、固定部とフレーム B の外縁の間で切断する。これにより、モデルコンポジットはフレーム B のみに接着されている状態になるため、フレーム B を固定していたテープを取ると、モデルコンポジットごとフレーム A から取り外すことができる。その後、アルミ箔を取り付けていない方の外側繊維 2 本のみを切断する。次に Fig. 5-11(f)に示すように、小さく切ったアルミ箔を、Fig. 5-11(a) で繊維 2 本に取り付けた側と反対側に、上から中央の繊維にのみ接着する。その後、アルミ箔と接着部の間で切断し、モデルコンポジットを取り外す。以下、これをモデルコンポジット試験片として扱う。



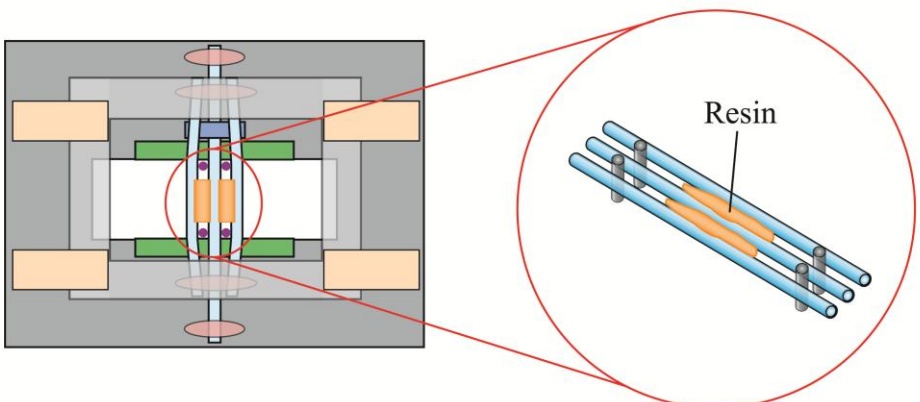
(a) Bonding fibers to frames



(b) Putting two frames together



(c) Putting shortened carbon fibers between glass fibers



(d) Dropping uncured resin

Fig. 5-11 Schematic of fabrication process.

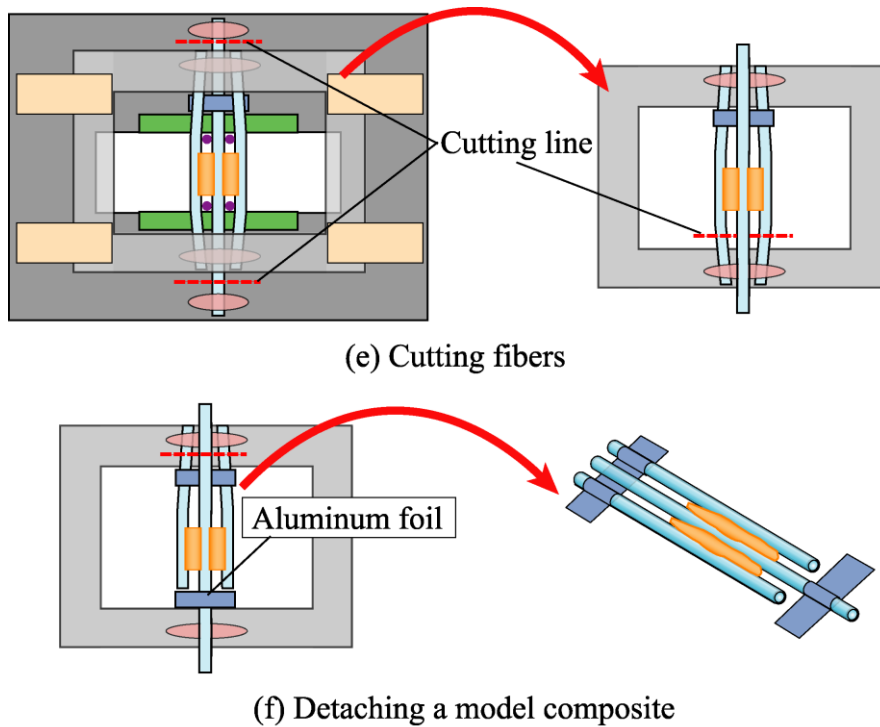
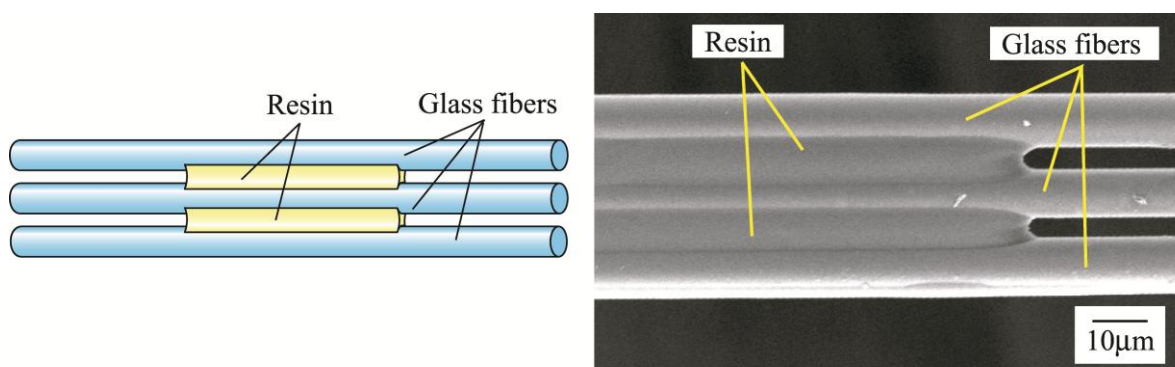


Fig. 5-11 Schematic of fabrication process (continued).

Fig. 5-12 に、作製した繊維 3 本のモデルコンポジットの概観図および SEM 写真を示す。繊維 2 本のモデルコンポジットと同様に、繊維が樹脂に覆われることなく、樹脂は繊維間にのみ含浸しており、樹脂破壊を含まずき裂が界面はく離のみで進展可能なモデルコンポジットが作製できている。

Fig. 5-13 に、モデルコンポジットの断面図を示す。Fig. 2-4 に示す繊維 2 本のモデルコンポジット試験片と同様に、繊維と樹脂の接着領域を直径 D の繊維断面の中心角 2θ で表すと、接着界面の長さは $D\theta$ となる。接着界面の長さは、試験後の破面観察によって測定した。



(a) Schematic of model composite specimen (b) Scanning electron micrograph of model composite

Fig. 5-12 Model composite composed of three fibers.

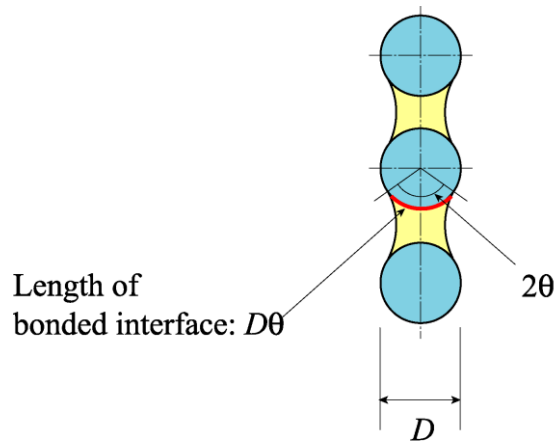


Fig. 5-13 Cross section of model composite.

5.3.4 Double Shear 法による界面破壊靱性試験方法

Double Shear 試験は、第3章に示した試験機システムで実施した。ELS 試験よりも試験力が大きくなるためロードセルの容量を大きくする必要があり、容量 500 mN のロードセル(株共和電業, LVS-50GA) を用いた。

Fig. 5-14 に繊維 3 本のモデルコンポジット試験片を用いた Double Shear 法の概観図を示す。試験片のアルミ箔が中央の繊維 1 本に付いている方を負荷ロッドに、反対側はアルミ箔を介して外側 2 本の繊維のみをステージに固定する。外側繊維のみをチャッキングするのは、繊維が微細なため通常は困難であるが、予め試験片作製時にアルミ箔が上側にある中央繊維に未接着、下側になっている外側繊維 2 本だけに接着されているので、比較的容易にステージにチャッキングすることが可能である。試験はアクチュエータを一定速度(約 $4.2 \mu\text{m/s}$)で駆動させることにより、中央繊維の軸方向に P の試験力を与え、き裂先端にモード II の変形を与える。また、アクチュエータ変位を δ と定義する。なお、ELS 試験とは異なり、試験片はチャッキング部以外にはどこにも接触していないため、静電気等による摩擦の影響は受けない。

Fig. 5-15 に、試験機にチャッキングした状態の試験片の模式図を示す。試験片の樹脂部長さを L 、繊維間隔を s と定義する。しかし、微小な試験片を作製しているため、中央繊維を挟んで上側と下側の樹脂部の長さが異なる場合がある。その時は両側の樹脂部長さの平均値を意味することとし、また、同様に繊維間隔 s も両側の繊維間隔が違う場合は平均値を意味する。負荷ロッドの先端から樹脂部までの距離を a 、ステージ端から樹脂部までの長さを b とするが、樹脂部の先端位置が異なる場合、共に短い方の長さを意味することとする。作製した試験片では、それぞれの寸法が $L=70\sim 300 \mu\text{m}$ 、 $s=3.2\sim 9.0 \mu\text{m}$ 、 $a=630\sim 4530 \mu\text{m}$ 、 $b=1640\sim 4300 \mu\text{m}$ であった。なお、試験片全体の長さは $3140\sim 7130 \mu\text{m}$ であった。

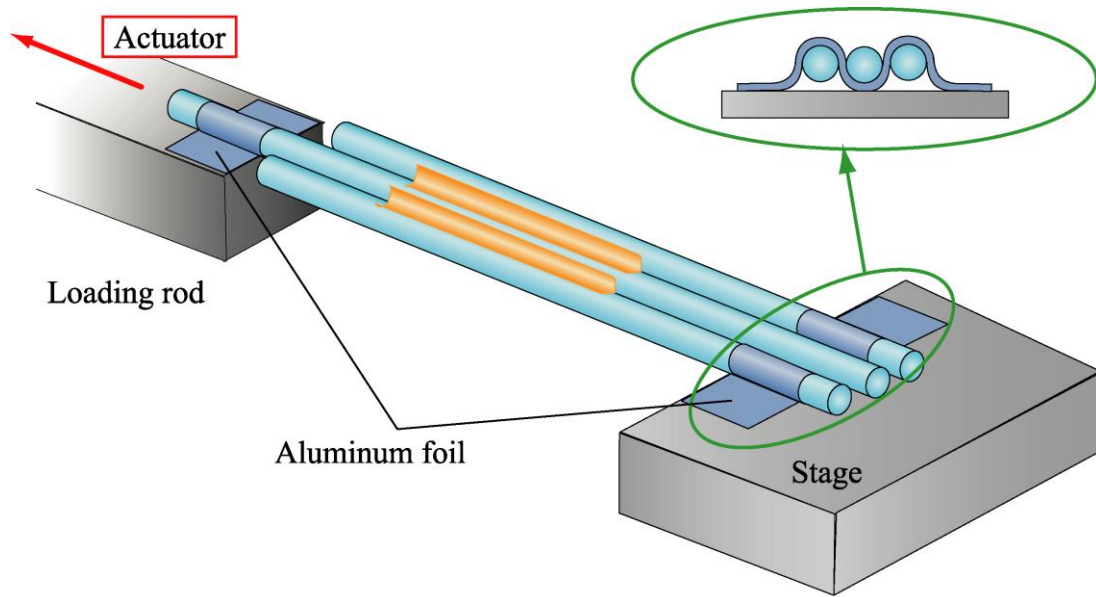


Fig. 5-14 Schematic of Double Shear method.

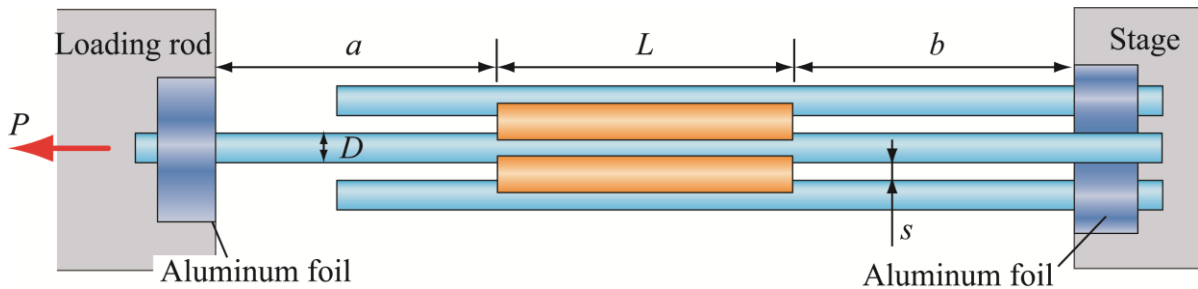


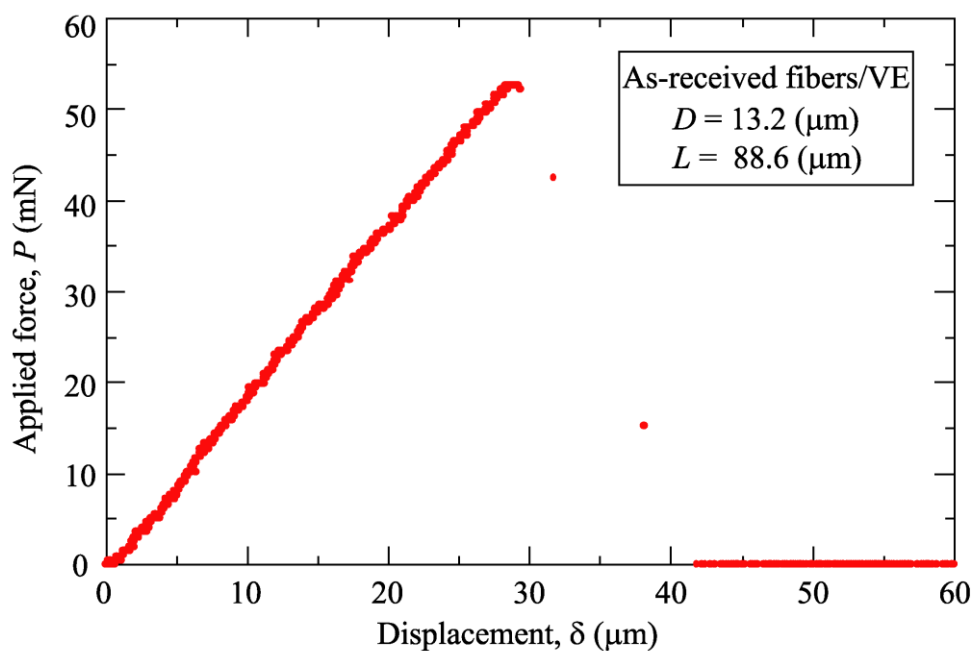
Fig. 5-15 Definition of specimen dimensions.

5.3.5 Double Shear 法によるモード II 界面き裂進展試験結果

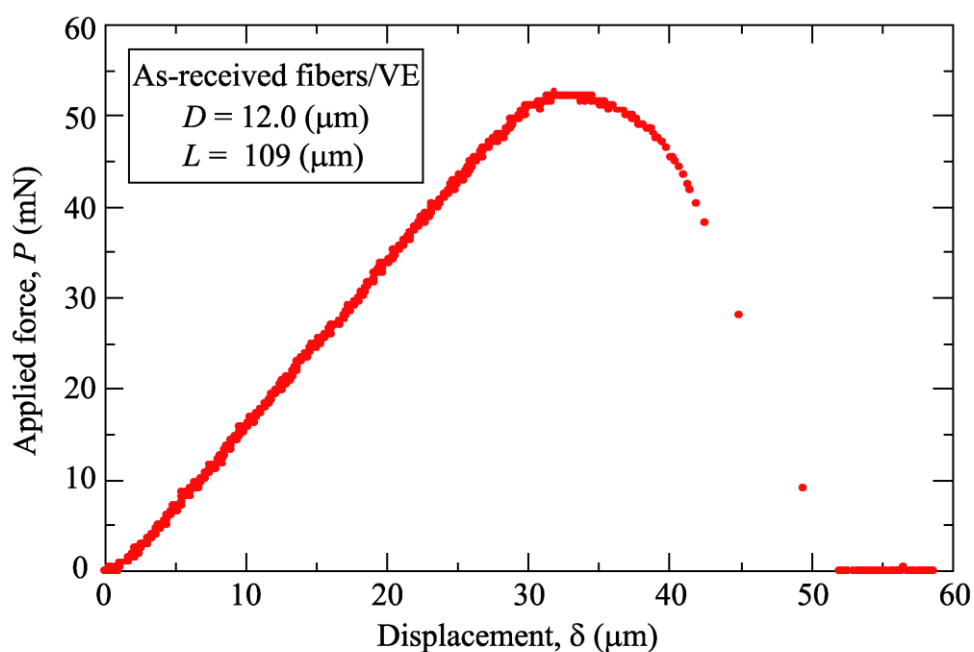
5.3.5.a 試験力—変位関係

Fig. 5-16 に、受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂に対して Double Shear 法で得られた試験力—変位曲線の代表的な例を 2 種類示す．縦軸にはロードセルから出力された試験力 P ，横軸にはアクチュエータ変位 δ をとり，試験開始時からき裂不安定進展までのデータをプロットしている．なお，それぞれの例における試験片の繊維長さ，繊維直径，樹脂部長さなどが異なるため，単純に試験力，変位，コンプライアンスを比較することはできない．

Fig. 5-16(a)においては，試験開始直後は，試験力—変位曲線がわずかに下に凸の緩やかな曲線を描くが，その後はほぼ線形関係を保ち，最大試験力に達した所で急激な不安定き裂進展を起こしていることがわかる．一方，Fig. 5-16(b)では，試験開始直後は下に凸の緩やかな曲線を描いた後，最大試験力付近まではほぼ線形関係を保つ点は Fig. 5-16(a)と共通しているが，こちらは最大試験力の少し手前から上に凸の大きな非線形を示したのち，不安定き裂進展を起こした．最大試験力付近の非線形は，安定き



(a) $D = 13.2 \text{ }\mu\text{m}$, $L = 88.6 \text{ }\mu\text{m}$



(b) $D = 12.0 \text{ }\mu\text{m}$, $L = 109 \text{ }\mu\text{m}$

Fig. 5-16 Applied force - displacement curve (As-received fibers/VE).

裂進展が生じているか、もしくはき裂先端の樹脂部の塑性変形によるものではないかと考えられる。試験が成功した全試験片で、最大試験力付近にて Fig. 5-16(a)のように非線形を示さないか、もしくは Fig. 5-16(b)のように非線形を示すかの2通りに分かれたが、割合は7:3で前者の非線形を示さない試験片が多い結果であった。

なお、双方の試験力—変位曲線において、試験開始直後に見られる下に凸の非線形は、試験開始時のモデルコンポジットのチャッキング状態によるものと考えられる。

試験開始前の試験片は、両端のアタッチメント以外に接着されておらず、初期状態で試験力を与えないためにモデルコンポジット試験片全体が少し弛んだ状態になっている。試験開始後に、引張試験力によって弛みがなくなるまでは試験力—変位曲線は非線形になり、弛みがとれると線形関係を示し始めると思われる。しかしながら、用いた Double Shear 試験片は樹脂で接合されていない繊維部 (Fig. 5-15 の *a* と *b*) が 3 mm 以上であり、繊維径に対して十分長いため、ある程度以上の試験力になれば繊維部は理想的な引張り状態になり、初期の弛みは試験自体に影響はないものと考えられる。

Fig. 5-17 に受入れガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂、Fig. 5-18 に再処理ガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂に対する試験力—変位曲線の代表的な例を示す。受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂の場合と同様に、試験開始直後に試験片の弛みが原因と考えられる下に凸の非線形を示すが、その後は最大試験力の 90 % 程度まではほぼ線形の関係を保つ。さらに、最大試験力付近で安定き裂進展や母材の塑性変形の影響と考えられる上側に凸の緩やかな非線形を示した後、不安定き裂進展が起り破断した。

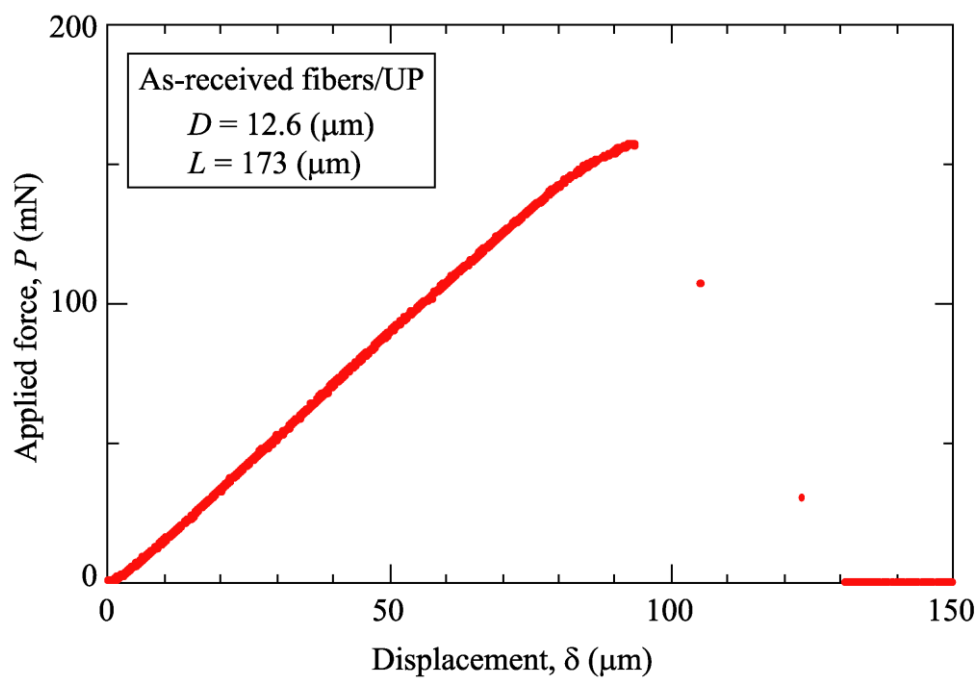


Fig. 5-17 Applied force - displacement curve (As-received fibers/UP).

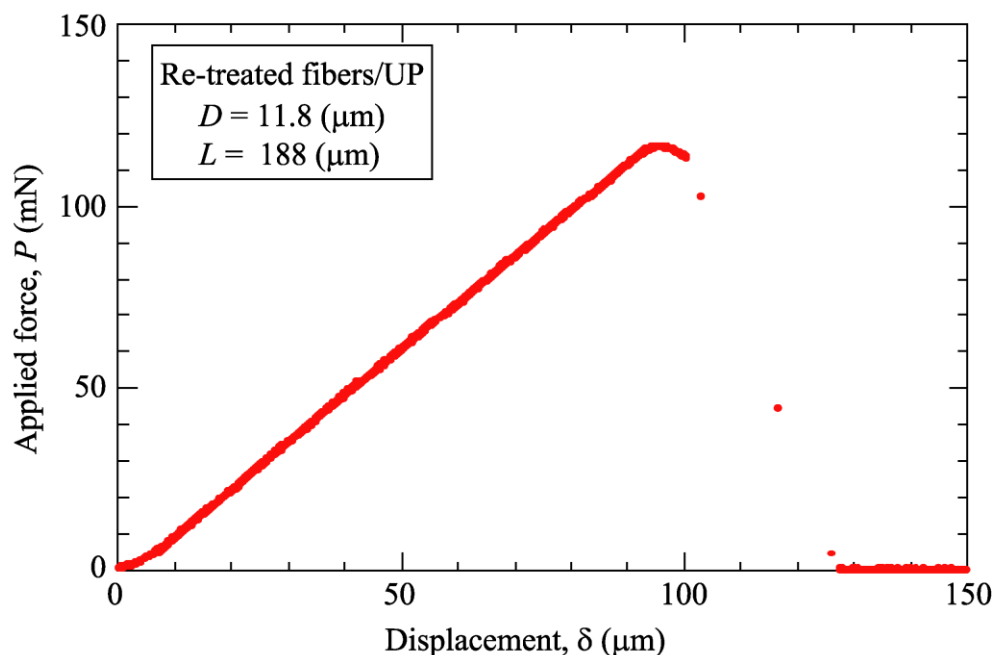
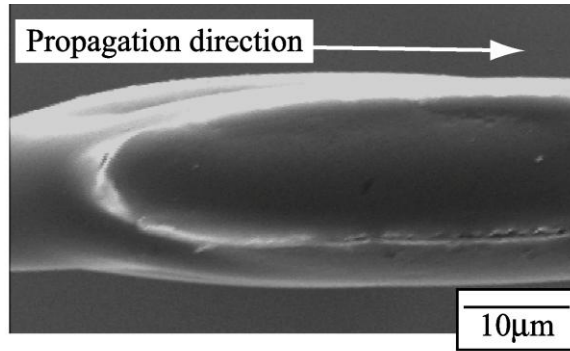


Fig. 5-18 Applied force - displacement curve (Re-treated fibers/UP).

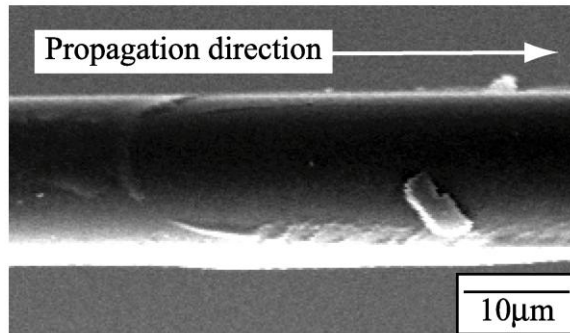
5.3.5.b 破面様相

Double Shear 試験後に、SEM による破面観察を行った。まず、受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂に対する初期き裂先端付近の破面画像を Fig. 5-19 および Fig. 5-20 に示す。なお、いずれもき裂面の中央繊維側の画像を(a)、外側繊維側の画像を(b)に示している。Fig. 5-19 では、(a)の中央繊維側には樹脂が残存しており、樹脂に繊維のはく離痕が明瞭に残されている。一方で(b)の外側繊維側では繊維表面が露出していることから、き裂は外側繊維／樹脂界面を進展したことがわかる。逆に、Fig. 5-20 では、(a)の中央繊維側では繊維表面が露出しており、(b)の外側繊維側に残存している樹脂に繊維のはく離痕が明瞭に残されているので、き裂は中央繊維／樹脂界面を進展したことがわかる。破面観察の結果、全ての試験片においてき裂が繊維／樹脂界面を進展したことが確認されたが、界面はく離き裂の進展箇所が中央繊維側界面か外側繊維側界面かの、2通りのき裂進展挙動があったことが判明した。その割合は、中央繊維側：外側繊維側がおよそ 7：3 であり、中央繊維側の繊維／樹脂界面のき裂進展が多いという結果であった。

Fig. 5-21 に受入れガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂（外側繊維側）、Fig. 5-22 に再処理ガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂（中央繊維側）に対する同様の破面写真を示す。いずれもき裂は界面を進展したことが判った。受入れガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂では 5：8 で外側繊維／樹脂界面を進展した試験片が多く、再処理ガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂では 5：1 で中央繊維／樹脂界面を進展した試験片が多かった。

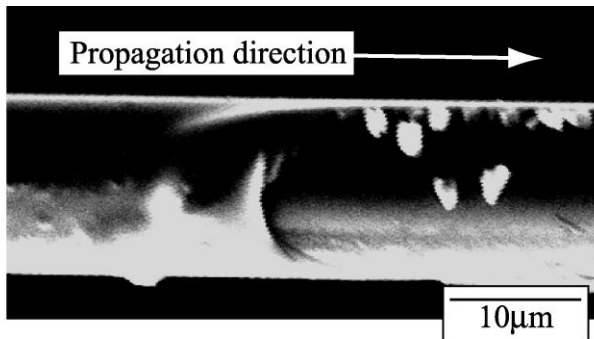


(a) Surface of center fiber

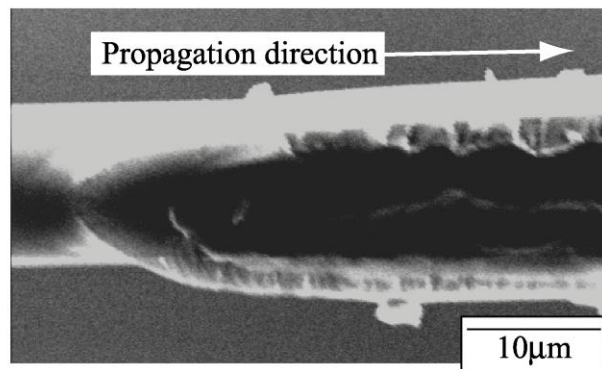


(b) Surface of outer fiber

Fig. 5-19 Fracture surface of specimen
(outer fiber/matrix interface, As-received fibers/VE).

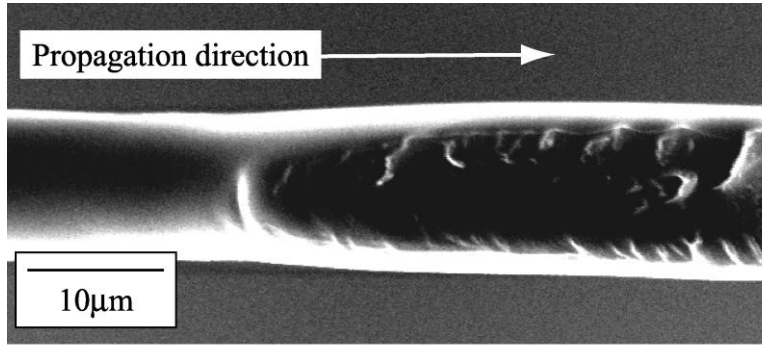


(a) Surface of center fiber

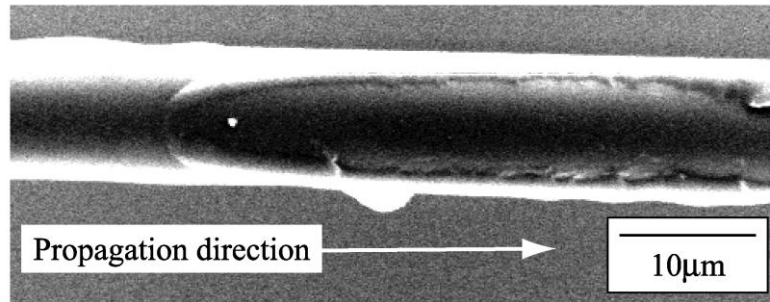


(b) Surface of outer fiber

Fig. 5-20 Fracture surface of specimen
(center fiber/matrix interface, As-received fibers/VE).

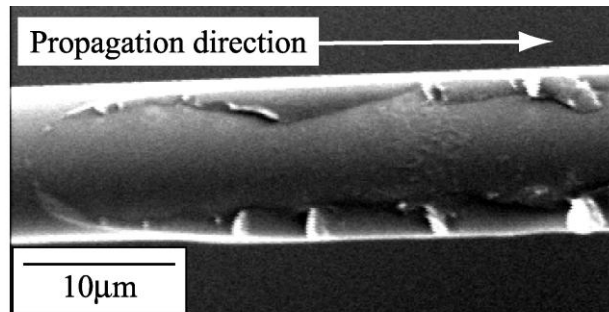


(a) Surface of center fiber

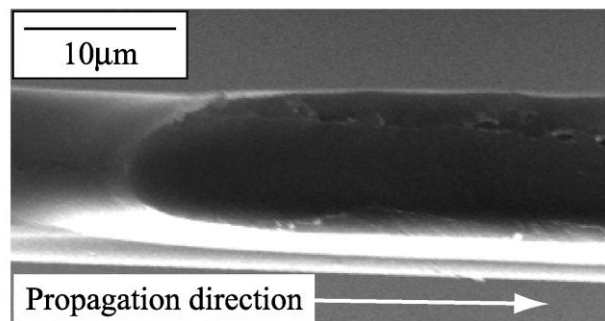


(b) Surface of outer fiber

Fig. 5-21 Fracture surface of specimen
(outer fiber/matrix interface, As-received fibers/UP).



(a) Surface of center fiber



(b) Surface of outer fiber

Fig. 5-22 Fracture surface of specimen
(center fiber/matrix interface, Re-treated fibers/UP).

5.3.5.c エネルギー解放率の解析

Double Shear 法では、繊維は引張により伸び、樹脂は主にせん断変形をするが、試験片の繊維を長くしているために樹脂のせん断変形による変位は繊維の伸びによるそれに比べて非常に小さいと考えることができる。このため、樹脂の変形を無視し材料力学モデルによるひずみエネルギーの解析を行うことによって、界面き裂進展時のエネルギー解放率を評価した。

Fig. 5-23 に、解析に用いた材料力学的モデルを示す。このモデルでは繊維の引張りによる伸びだけを考える。試験片を図に示したような(i), (ii), (iii)の3つの領域に分割してそれぞれのひずみエネルギーを算出し、それを合計することで試験片全体のひずみエネルギーを求める。簡単のため、領域(i)では長さ a の中央繊維 1 本の両側に試験力 P 、同様に領域(ii)では長さ L の繊維 3 本に均等に $P/3$ の力、領域(iii)では長さ b の外側繊維 2 本に $P/2$ の力がかかっているとみなす。このときそれぞれの領域におけるひずみエネルギーを U_i , U_{ii} , U_{iii} とすると、

$$U_i = \frac{2P^2 a}{\pi ED^2}, \quad U_{ii} = \frac{2P^2 L}{3\pi ED^2}, \quad U_{iii} = \frac{P^2 b}{\pi ED^2} \quad (5.5)$$

となる。ここで E はガラス繊維のヤング率 (72.5 GPa), D は繊維直径である。上式の U_i , U_{ii} , U_{iii} に対して、試験片全体のエネルギーは、

$$U = U_i + U_{ii} + U_{iii} \quad (5.6)$$

となる。

まず、き裂が繊維 1 本側の先端である図中の A 側から進展する場合を考える。ただ

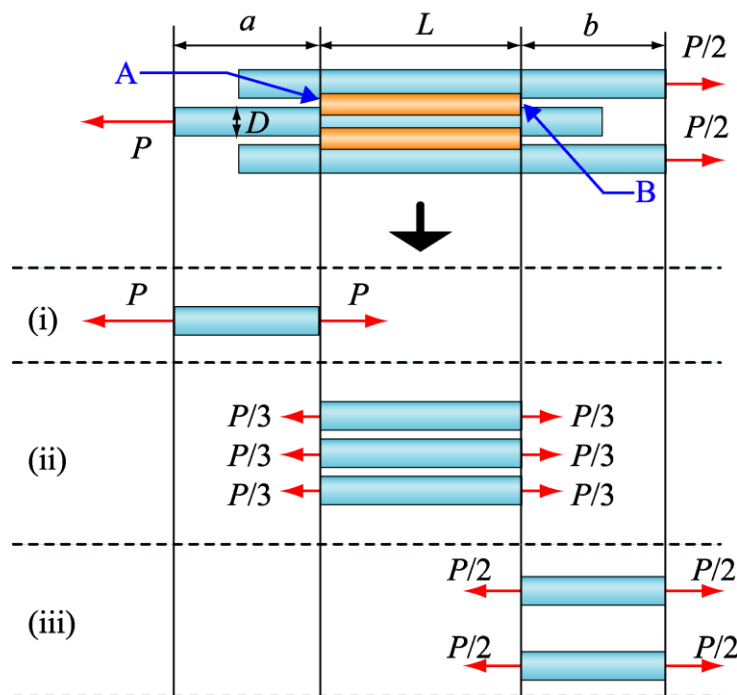


Fig. 5-23 Strength-of-materials model.

し、実験では中央繊維の上側と下側の両方で界面き裂進展が生じたので、ここでも上側と下側で同じ長さ Δa のき裂進展が生じるものと仮定する。このときの上側と下側を合わせたき裂面積増加量 ΔA は、Fig. 5-13に示したように繊維方向単位長さあたりの接着面積が $D\theta$ であることを考慮すると $\Delta A=2D\theta\Delta a$ である。したがってエネルギー解放率 G_A は、 $dL/da=-1$ を考慮すると、式(5.5)、(5.6)より

$$G_A = \lim_{\Delta A \rightarrow 0} \frac{\Delta U}{\Delta A} = \frac{1}{2D\theta} \cdot \frac{d}{da} (U_i + U_{ii} + U_{iii}) = \frac{1}{2D\theta} \left(\frac{dU_i}{da} - \frac{dU_{ii}}{dL} \right) = \frac{2P^2}{3\pi ED^3\theta} \quad (5.7)$$

となる。

次に、き裂が繊維2本側の先端である図中のB側から進展する場合を考える。この場合も中央繊維の上側と下側で同じ長さ Δb のき裂進展が生じるものと仮定して同様に考えると、 $\Delta A=2D\theta\Delta b$ および $dL/db = -1$ を考慮することで次式のエネルギー解放率 G_B が得られる。

$$G_B = \lim_{\Delta A \rightarrow 0} \frac{\Delta U}{\Delta A} = \frac{1}{2D\theta} \cdot \frac{d}{db} (U_i + U_{ii} + U_{iii}) = \frac{1}{2D\theta} \left(\frac{dU_{iii}}{db} - \frac{dU_{ii}}{dL} \right) = \frac{P^2}{6\pi ED^3\theta} \quad (5.8)$$

となる。

式(5.7)の G_A と式(5.8)の G_B を比較すると、前者のほうが後者の4倍大きい。したがって、接着角 θ に大きな差がある場合を除けばき裂は繊維1本側であるA側から進展すると考えられ、実際に本節の破壊靱性試験でもその通りの結果が得られた。

以上の結果より、本節では式(5.7)を用いて界面破壊靱性値を算出した。ただし、ここでは簡単のため、繊維3本の直径 D や中央繊維上側と下側の接着角 θ は等しいものとして式を導出したが、実際にはそれぞれの寸法が異なるとして同様の手法で導出した式を用い、試験片各部の寸法を実測して界面破壊靱性値の算出を行っている。なお、繊維中心からの接着角 θ は、Fig. 5-17のような破面の画像から直接測定した。また、き裂進展限界試験力としては最大試験力を用いた。

5.3.5.d 界面破壊靱性値

Double Shear 試験で得られたモードII界面破壊靱性値 G_I を平均繊維間隔 s に対してプロットしたのがFig. 5-24、平均繊維直径 D に対してプロットしたのがFig. 5-25、接着界面角度 2θ に対してプロットしたのがFig. 5-26である。得られたモードII界面破壊靱性値は、青丸印の受入れガラス繊維/ビニルエステル樹脂では平均値 6.1 J/m^2 、最大値 17.3 J/m^2 、最小値 2.1 J/m^2 、標準偏差が 4.8 J/m^2 、赤丸印の受入れガラス繊維/不飽和ポリエステル樹脂では平均値 24.8 J/m^2 、最大値 46.9 J/m^2 、最小値 2.4 J/m^2 、標準偏差が 16.1 J/m^2 、黒丸印の再処理ガラス繊維/不飽和ポリエステル樹脂では平均値 24.4 J/m^2 、最大値 44.1 J/m^2 、最小値 15.5 J/m^2 、標準偏差が 10.9 J/m^2 であった。いずれのモデルコンポジットでもばらつきはかなり大きい。

Fig. 5-24~Fig. 5-26を個々の材料について見ると、界面破壊靱性値は平均繊維間隔 s 、平均繊維直径 D 、および接着界面角度 2θ に対して明確な依存性を示していないと言える。

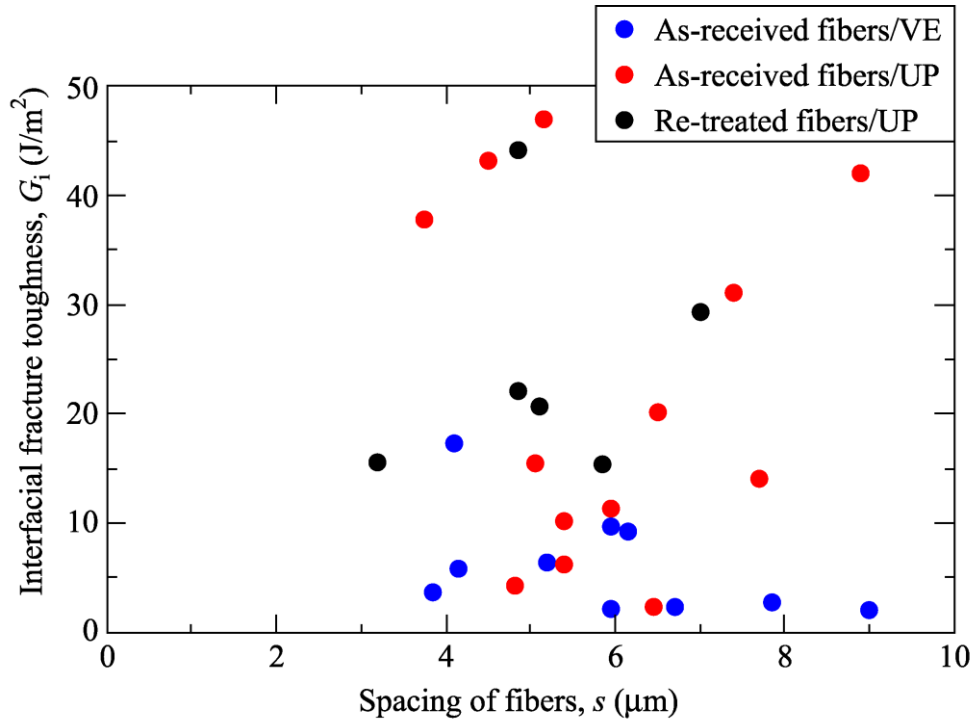


Fig. 5-24 Relation between interfacial fracture toughness and spacing of fibers.

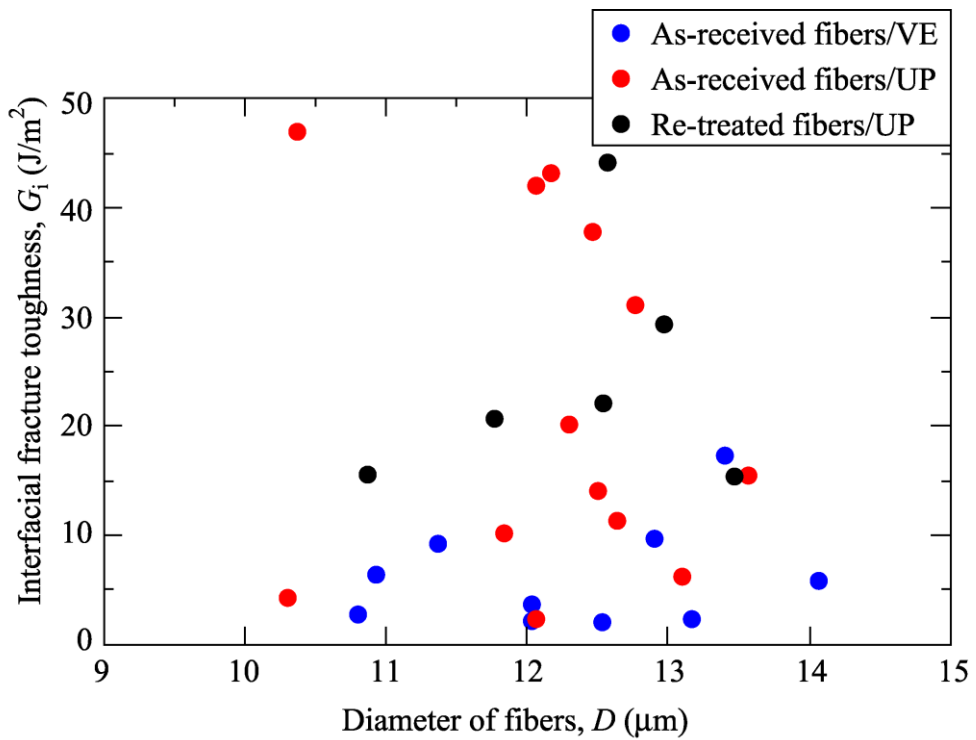


Fig. 5-25 Relation between interfacial fracture toughness and diameter of fibers.

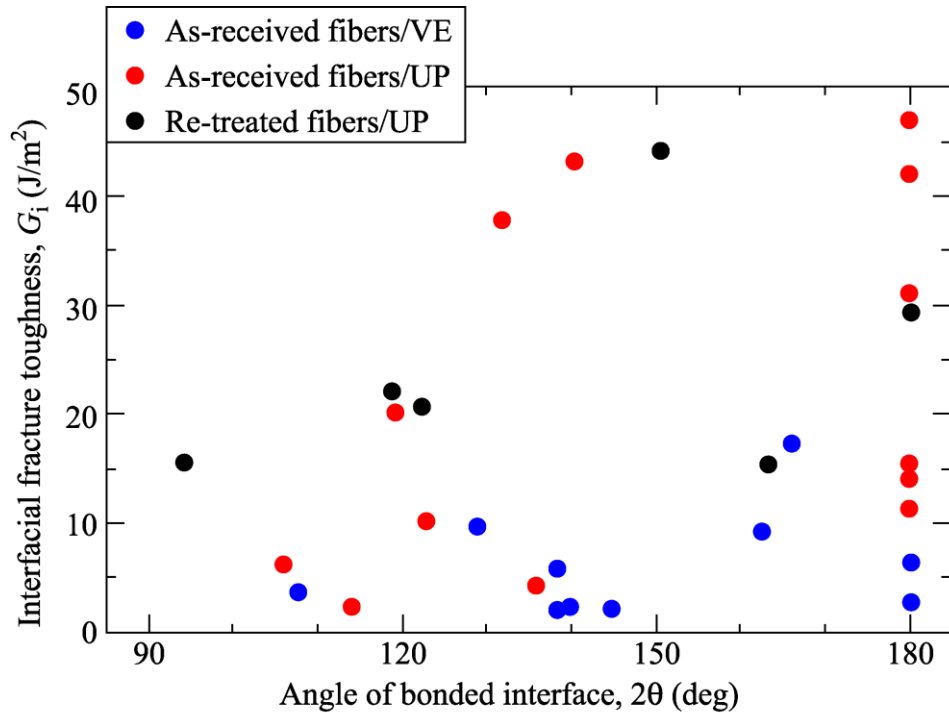


Fig. 5-26 Relation between interfacial fracture toughness and angle of bonded interface.

Fig. 5-27 は界面破壊靱性値を樹脂部長さ L (定義は Fig. 5-15) に対してプロットしたものである。いずれの材料においても樹脂部が長くなるにつれて靱性値が大きくなる傾向が明らかに現れており、Double Shear 法で測定された靱性値は材料定数とはいえないことがわかる。この原因については後で改めて検討する。

次に、受入れガラス繊維/ビニルエステル樹脂について Double Shear 法で得られた結果を前項の ELS 法による結果と比較する。Fig. 5-28 は Double Shear 法の結果を青丸印, ELS 法の結果を黒三角印として、繊維間隔 s に対してプロットしたものである。ELS で得られた靱性値の平均は 10.4 J/m^2 であり、Double Shear 法の 6.1 J/m^2 のほうがやや小さいものの、いずれにしても通常の長繊維 FRP で得られるモード II 破壊靱性値が 100 J/m^2 を超えることを考えれば、界面破壊靱性値は非常に小さい。

Fig. 5-29 は同じ結果を樹脂部長さ L に対してプロットしたものである。ELS 試験の $L=101 \mu\text{m}$ のデータだけが飛び抜けて外れている以外、両試験法による結果はほぼ重なり、樹脂部長さとともに増加している。この結果から、ELS 試験の件のデータは何らかの原因による異常値であり、モード II 界面破壊靱性値は試験法には依存しないが、いずれの試験法も樹脂部長さに依存しない材料定数として靱性値を測定できていないという同じ問題を抱えているものと考えられる。

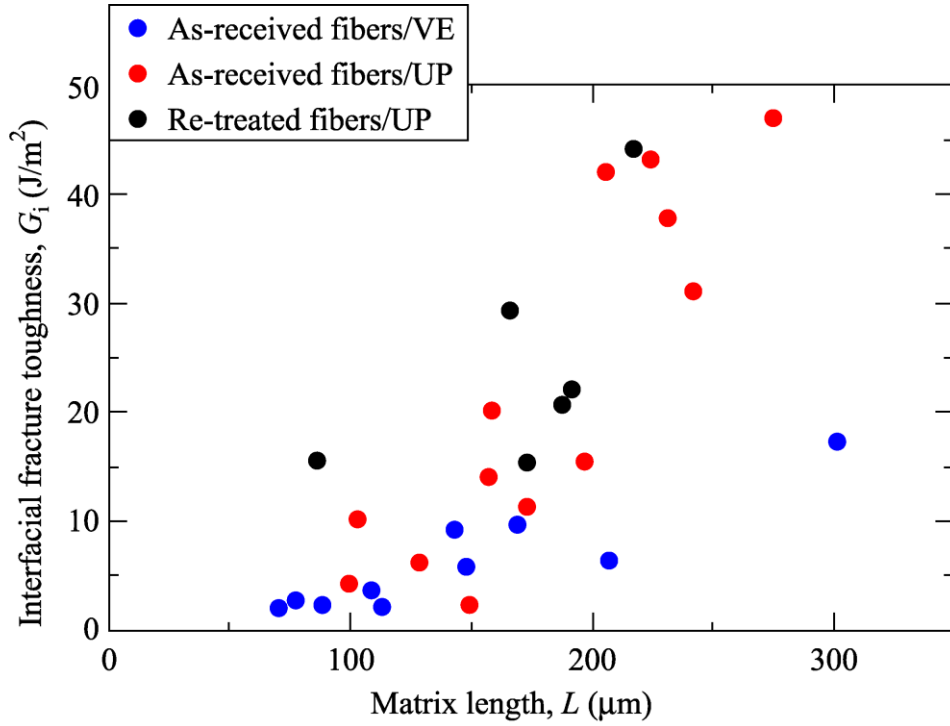


Fig. 5-27 Relation between interfacial fracture toughness and matrix length.

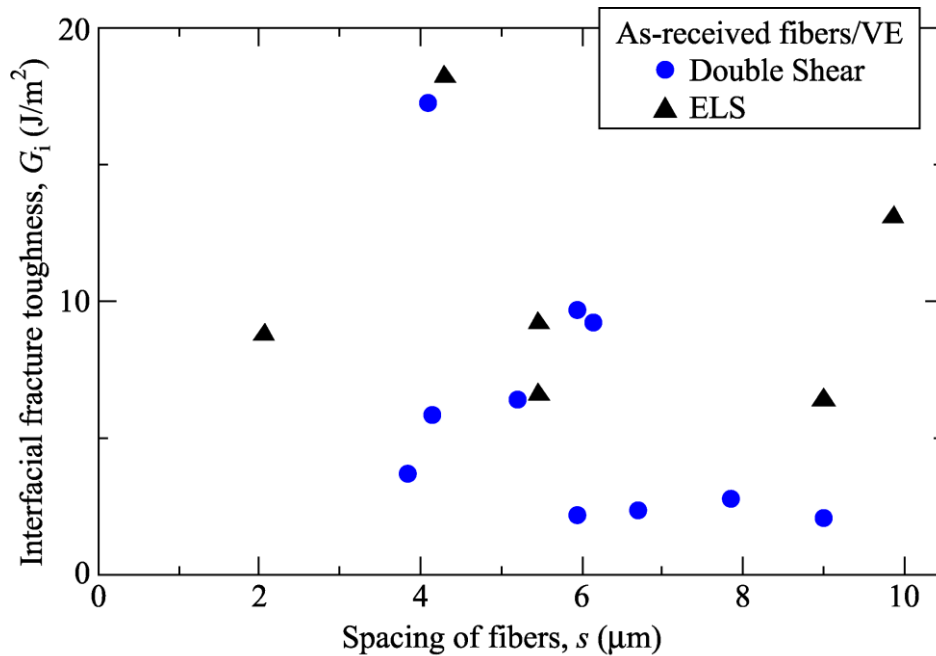


Fig. 5-28 Comparison of interfacial fracture toughness plotted against spacing of fibers between Double Shear test and ELS test (As-received fibers/VE).

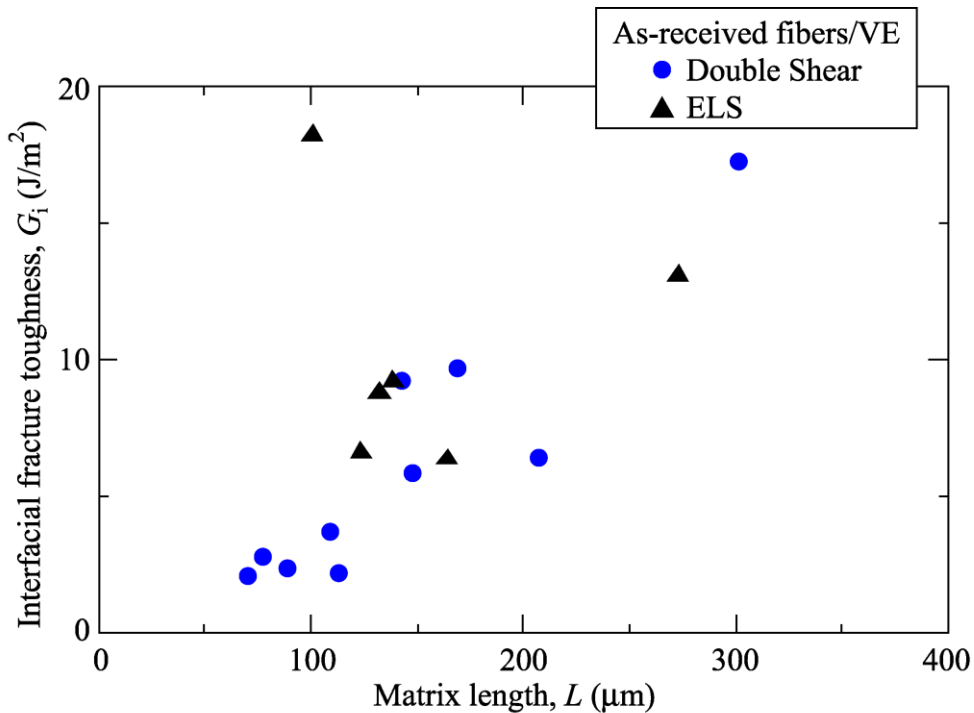


Fig. 5-29 Comparison of interfacial fracture toughness plotted against matrix length between Double Shear test and ELS test (As-received fibers/VE).

モード II 界面破壊靱性値が樹脂部長さに依存する原因として、き裂先端の塑性域寸法の影響が考えられる。來海ら⁽⁵⁾は、有限要素解析を用いて FRP 中の樹脂部におけるモード I とモード II の塑性域寸法を検討し、モード II では塑性域高さ ω_y に比べてき裂前方の塑性域長さ ω_x がモード I に比べて大きくなることを明らかにしている。また、FRP 内部の樹脂が繊維に拘束され、塑性域寸法が変化することも明らかにしている。つまり Fig. 5-30(a)に示すように、繊維間隔が塑性域高さ ω_y よりも大きい場合に比べ、Fig. 5-30(b)のように繊維間隔が狭く塑性域が界面に達する場合、塑性域はき裂前方に伸びて ω_x が大きくなる。

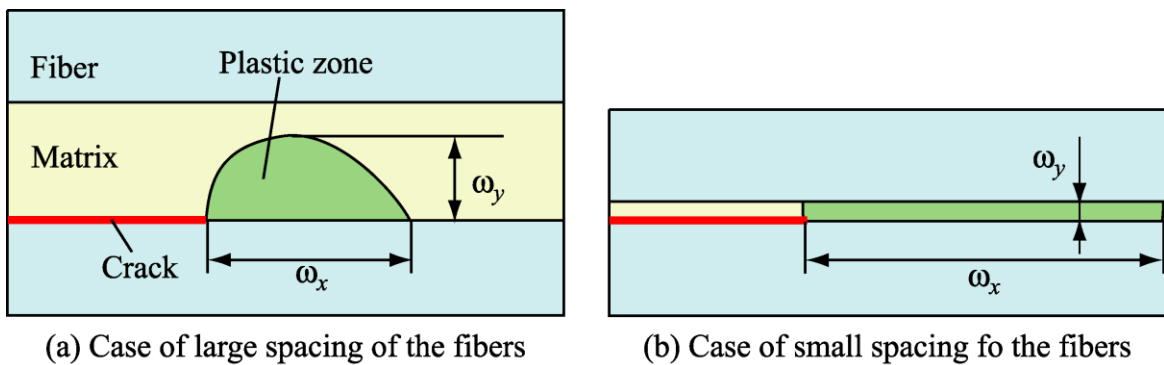


Fig. 5-30 Constraint of plastic zone.

本研究の試験片では、繊維間隔が平均で約 $6 \mu\text{m}$ と狭いため、Fig. 5-30(b)に示す状態になっていると考えられる。これらの要因から、本研究の Double Shear 試験片と ELS 試験片では、 $300 \mu\text{m}$ 程度以下の樹脂部長さ全体に渡って塑性域が広がることで、樹脂の塑性変形のエネルギー散逸に対する寄与が、試験片の樹脂部長さに依存する結果になったと考えられる。

樹脂部全体が著しく塑性変形した場合は、完全弾塑性体と仮定するとせん断応力の分布が一様に近づいてき裂先端の応力集中の影響が小さくなり、むしろ界面のせん断応力に支配された破壊になると予想される。そこで、破壊時の界面せん断応力の平均値 τ_i を算出した。Fig. 5-31(c)に示すように、Double Shear 試験片の外側繊維 1 本について長手方向の力の釣合いを考えると、平均せん断応力 τ_i の界面一つが $P/2$ の力を支えていることになる。Fig. 5-31(a)の断面図のように接着界面角度を 2θ とすると、断面図に赤線で示した界面一つの面積は $L \times D\theta$ である。ここで、実際の試験片では中央繊維を挟んだ両側の樹脂部長さが必ずしも等しくないの、樹脂部長さ L として短いほうの長さ L_{\min} を用いると、この界面の面積は $L_{\min}D\theta$ となり、界面せん断応力の平均値 τ_i が次式のように表される。

$$\tau_i L_{\min} D\theta = \frac{P}{2} \quad \therefore \tau_i = \frac{P}{2L_{\min} D\theta} \quad (5.9)$$

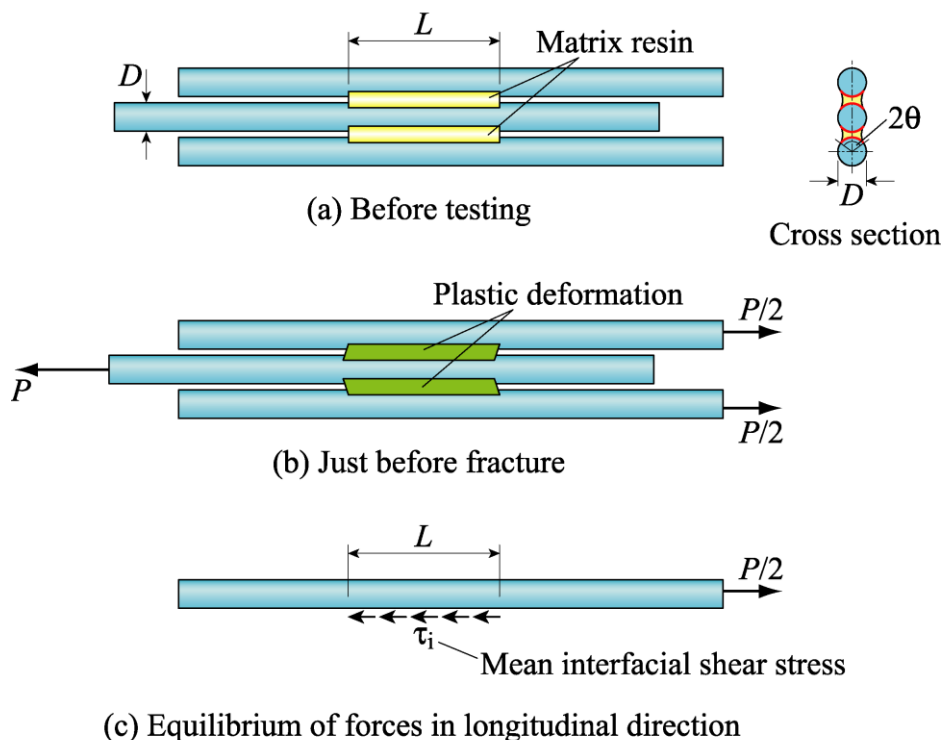


Fig. 5-31 Plastic deformation in Double Shear specimen.

Fig. 5-32 は、受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂を例として、破壊時の平均界面せん断応力 τ_i を、短いほうの樹脂部長さ L_{\min} に対してプロットした結果である。破壊時の τ_i は非常にばらつきが小さく、本研究の Double Shear 試験片の破壊がやはり界面せん断応力に強く支配されていることが伺える。ただし、 τ_i 一定の破壊とはなっておらず、樹脂部が長くなるにつれて破壊時 τ_i が低下している。これは、樹脂部が長くなる時裂先端から離れた位置での塑性変形の程度が弱くなり、界面のせん断応力分布に対してき裂先端の応力集中の影響が強くなっていくためと考えられる。逆に、樹脂部が非常に短くなると樹脂部全体が強く塑性変形し、界面のせん断応力が一様分布に近づくため、 τ_i 一定の破壊に近づいていくものと予想される。この場合の破壊時における τ_i の値は界面せん断強度に他ならず、Fig. 5-32 の場合は 25~30 MPa 程度と見積もることができる。

以上より、Fig. 5-27 と Fig. 5-32 を合わせて考えると、本研究で行った Double Shear 試験は、Fig. 5-33 に模式的に示すように、樹脂部が非常に短い場合の τ_i 一定の破壊と、樹脂部が十分長い場合に期待される G_I 一定のき裂進展との遷移領域に相当する実験結果であると考えられる。

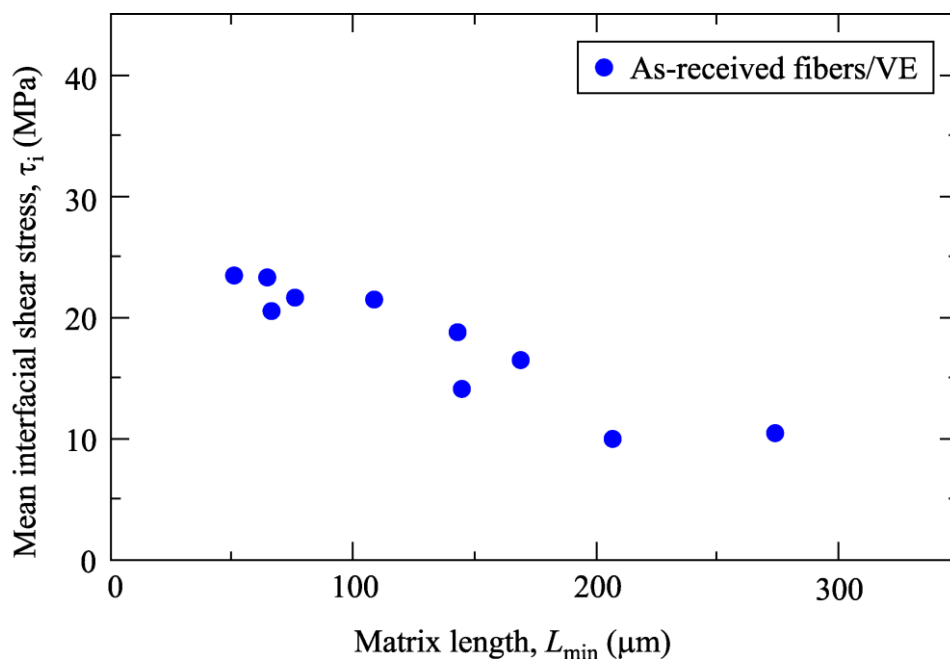


Fig. 5-32 Relation between mean interfacial shear stress and matrix length (As-received fibers/VE).

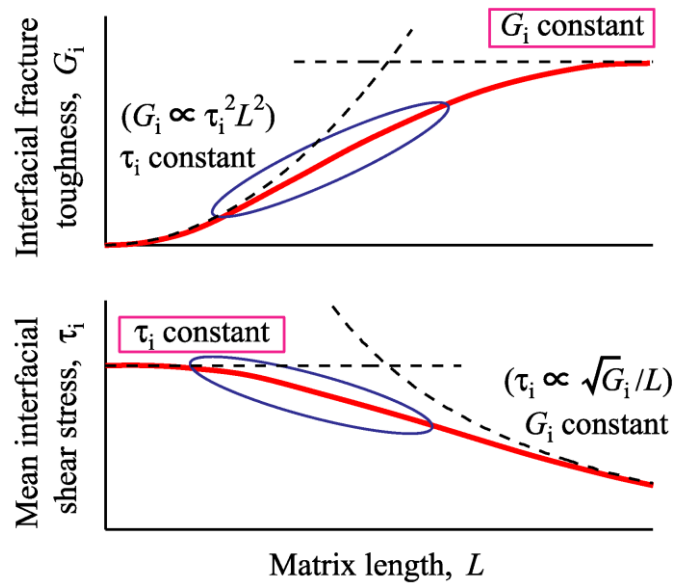


Fig. 5-33 Fracture criterion of model composites.

5.3.5.e Double Shear 法による界面破壊靱性測定の問題

ここでは本章で得られた結果をもとに、モデルコンポジットを用いた Double Shear 法によるモード II 界面破壊靱性試験の有する現状の問題を挙げる。

まず最大の問題点は、測定された界面破壊靱性値が樹脂部長さに依存し、材料定数として測定できていないことであり、Fig. 5-29 の結果からは Double Shear 法だけでなく ELS 法でも同様の問題が生じているものと考えられた。この原因は前項で考察したように、樹脂部が短いために著しい樹脂の塑性変形が生じることで界面せん断応力支配型の破壊となっており、樹脂部を十分長くすれば材料定数としての界面破壊靱性値が得られることが期待される。しかし樹脂部が長くなると試験力の増加によってき裂進展よりも先に繊維の引張破断が生じる可能性があり、その場合には試験片の形状を再考する必要がある。

また、塑性変形の影響が強くと考えられることから、小規模降伏状態の適用限界に来ている可能性が高く、リアルサイズモデルコンポジットを用いた Double Shear 法の解析には、線形破壊力学ではなく弾塑性破壊力学に基づいた取り扱いの必要性も考えられる。この場合、大規模降伏状態にある微小試験片に対して破壊靱性値を J 積分の値 J_c として求め、その値が小規模降伏状態でも不変とすれば、小規模降伏状態が成り立つサイズの試験片で得られるエネルギー解放率の限界値 G_c との間に次の換算が成立する⁽⁶⁾。

$$G_c = J_c \quad (5.10)$$

リアルサイズモデルコンポジットを用いた破壊靱性値の評価においては、このような手法を検討することも必要であると考えられる。

さらに、今回はエネルギー解放率の解析に材料力学モデルを用いており、正確な力学解析が行えていないことも挙げられる。特に、材料力学モデルによる解析ではモー

ド II き裂であることを仮定しているが、実際には他の変形モードも混入している可能性がある。また、材料力学モデルで求めたエネルギー解放率はき裂の前縁に沿って変化する値の平均値であり、き裂前縁に沿った分布やその最大値の解析が必要である。さらに、モデルコンポジットの初期欠陥先端の形状が及ぼす影響も不明である。

これらの点を明らかにするために、FEM 等による三次元数値解析の実施が大きな課題である。

5.4 結言

本研究では、FRP 中のき裂先端部に混在する様々な破壊過程の中から、繊維／樹脂界面のき裂進展特性のみを抽出する方法として提案されている、モデルコンポジットを用いたモード II 界面破壊靱性値の評価法⁽¹⁾を、実際の FRP に使用されている直径 9～15 μm のガラス繊維を用いたモデルコンポジットに適用し、その有用性を検討した。まず、樹脂破壊を伴わずにき裂が界面だけを進展できる繊維 2 本のモデルコンポジット試験片を作製して、端面負荷割れ (ELS) 法によるモード II 界面破壊靱性試験を行った。ついで、曲げによる大変形とそれに伴う問題を排除できるモード II 界面破壊靱性試験法として、繊維 3 本を用いたモデルコンポジットの繊維に直接引張試験力を与える Double Shear 法を提案した。得られた結果を以下に示す。

- (1) ELS 法によって受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂のモデルコンポジット試験片の破壊靱性試験を行った。破面を SEM により観察した結果、き裂は界面を進展していた。得られた試験力－変位曲線より、コンプライアンス法を用いてモード II 繊維／樹脂界面破壊靱性値を求めることが可能であり、平均で 10.4 J/m^2 、最大で 18.3 J/m^2 、最小で 6.3 J/m^2 であった。靱性値のき裂長さに対する依存性は認められなかった。
- (2) ELS 法によるモード II 界面破壊靱性試験は成功率が低く、その主な原因としては、比較的大きな曲げ変形下での試験片のねじれを抑制するために設置したガイドと繊維、および繊維同士の接触部において静電気によって生じる摩擦が考えられた。
- (3) ELS 法の欠点を解消するために、モデルコンポジット試験片に曲げ変形を与えず、かつ、接触部の摩擦がない試験方法として、新たに Double Shear 法を提案した。この方法では、3 本の平行な繊維を同一平面上に等間隔で配したモデルコンポジットを作製し、試験片の一方の端で外側 2 本の繊維を支持して、反対側の端で中央繊維に引張試験力を与える。Double Shear 試験片に対して、簡単な材料力学モデルを用いることでエネルギー解放率の評価式を導出できた。

- (4) 三種類のモデルコンポジット（受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂，受入れガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂，および，受入れガラス繊維を洗浄して改めて別の表面処理を施した再処理ガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂）に対して，**Double Shear** 法でモード II 界面破壊靱性値を評価した．得られた界面破壊靱性値は，繊維間隔，繊維直径，接着界面角度，繊維長さには依存しなかったが，樹脂部長さに依存して大きくなる傾向を示し，材料定数といえる値ではないことがわかった．この要因としては，樹脂の塑性域がき裂先端付近にとどまらず試験片の樹脂部全体に広がることによって，樹脂の塑性変形に費やされるエネルギーが試験片の樹脂部長さに依存するためであると考えられた．
- (5) 受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂について，**ELS** 試験と **Double Shear** 試験から得られたモード II 界面破壊靱性値を樹脂部長さに対してプロットして比較すると，**ELS** 法で得られる結果も 1 つの異常値を除き **Double Shear** 試験の結果と一致し，樹脂部長さに依存して増加することから，**ELS** 法でも樹脂部全体に塑性変形が及んでおり，材料定数としての界面破壊靱性値が測定できていないものと考えられた．
- (6) 本章のリアルサイズモデルコンポジット試験では，受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂における破壊時の樹脂部せん断応力に，破壊靱性値と同様に樹脂長さとの相関が見られるため，破壊靱性値と平均せん断応力双方が破壊要因に影響していると考えられる．樹脂部が長くなるときは，き裂先端から離れた位置での塑性変形の程度が弱くなり，界面のせん断応力分布に対してき裂先端の応力集中の影響が強くなってくるが，逆に樹脂部が非常に短くなると，樹脂部全体が強く塑性変形し，界面のせん断応力が一様分布に近づくため， τ_i 一定の破壊に近づいていくものと予想される．この場合の破壊時における τ_i の値は，界面せん断強度とみなせる．本研究で行った **Double Shear** 試験は，樹脂部が非常に短い場合の τ_i 一定の破壊と，樹脂部が十分長い場合に期待される G_i 一定のき裂進展との遷移領域に相当する実験結果であると考えられる．

以上のように，モデルコンポジット試験片を用いて **ELS** 法および **Double Shear** 法でモード II 界面破壊靱性値を得ることができたが，いずれの方法でも界面破壊靱性値が樹脂部長さに依存し，材料定数として測定できていない問題点が明らかとなった．このため，試験片形状の再考が必要であるとともに，線形弾性破壊力学ではなく弾塑性破壊力学に基づいた取り扱いが必要となることが予想される．そのため，き裂先端において大規模降伏状態でも破壊靱性値を評価できる，**J** 積分が有用であると考えられるので，三次元有限要素解析による評価が必須である．また，現状ではエネルギー解

放率の解析に ELS 法ではコンプライアンス法, Double Shear 法では材料力学モデルを用いており, 詳細な力学解析が行えていないことも問題点として挙げられる. 特に, いずれの解析でもモード II き裂であることを仮定しており, 実際には他の変形モードも混入している可能性がある. また, き裂前縁に沿ったエネルギー解放率とそのモード比の分布も三次元有限要素解析等によって明らかにすることが課題である.

参考文献

- (1) 小岩康三, 田中拓, 日和千秋, 中井善一, 繊維 2 本および繊維 4 本のモデル複合材料を用いた繊維/樹脂界面はく離じん性の実験的評価と FRP じん性への寄与の検討, 材料, Vol. 57, No. 12, (2008), pp.1205-1211.
- (2) 小岩康三, 田中拓, 中井善一, 伊藤真也, リアルサイズのモデル複合材料を用いたモード I 繊維/樹脂界面破壊靱性の評価, 材料, Vol. 60, No.10, 掲載予定
- (3) 小岩康三, 田中拓, 中井善一, 伊藤真也, 二種類のリアルサイズモデル複合材料を用いた FRP 中のモード I 繊維/樹脂界面破壊靱性と樹脂靱性の分離評価, 日本機械学会論文集 (A 編), Vol. 77, No. 777, pp.882-891.
- (4) Hojo, M., Matsushita, Y., Tanaka, M. and Adachi, T. “In Situ Observation of Interfacial Crack Propagation in GF/epoxy Model Composite Using Bifiber Specimens in Mode I and Mode II Loading”, *Composites Science and Technology*, Vol. 68, No. 13 (2008), pp. 2678-2689.
- (5) 來海博央, “長繊維強化積層複合材料の層間き裂のメゾメカニックス的研究”, 名古屋大学博士論文 (2000).
- (6) 材料強度学, 日本材料学会, (2002), pp. 75.

6章 結論

本論文では、ガラス繊維強化プラスチック：GFRP 積層板の一方向強化材中にき裂が進展する場合における、微視組織をモデル化した微小モデルコンポジットを用いて、純モード I および純モード II 繊維／マトリックス界面はく離き裂進展試験を実施し、界面はく離進展の破壊力学特性を評価することを目的とした。まず、繊維／樹脂界面はく離を抽出できるモデル複合材料：モデルコンポジットを用いて、モード I およびモード II の繊維／樹脂界面破壊靱性試験を行うことで、破壊靱性値に対する表面処理の影響、負荷モードの影響を検討し、さらに、FRP 中の繊維に囲まれた樹脂の破壊靱性値評価法を考案し、樹脂破壊靱性の FRP 靱性への寄与を検討した。

次いで、実際の FRP で用いられている直径 10 μm 程度の繊維で作製したリアルサイズモデルコンポジットに対して、開発したモデルコンポジット法による試験を行えるようなその場観察試験システムを開発した。それを用いて、モード I およびモード II 界面破壊靱性試験を行い、破壊靱性値を評価することで、繊維表面処理の影響、樹脂の延性の影響、さらに、界面層厚さの影響やプロセスゾーン寸法の影響を検討した。ここでは各章において得られた主な結果を述べ、本論文の概略をまとめる。

第 2 章では、直径 200~400 μm のガラス繊維を 2 本の繊維をビニルエステル樹脂で接合した形態の微小モデルコンポジットを作製し、モデルコンポジットに対してモード I およびモード II の界面破壊靱性試験を行う手法を検討した。ロードセルに直結している負荷ロッド先端にピンを接着し、モデルコンポジットの繊維に直接負荷を与えることによって、モード I (DCB 法) およびモード II (ELS 法) の界面はく離き裂進展試験が可能となっている。界面の破壊靱性値を評価するため、解析手法としてコンプライアンス法を用いることでエネルギー解放率 G が得られることが明らかになった。モード I の界面はく離破壊靱性試験を行った結果、シランカップリング剤を用いた表面処理材の破壊靱性値の平均値が、未処理材の破壊靱性値の平均値のおよそ 16 倍の値を示し、表面処理が繊維／マトリックス界面の破壊力学特性に与える効果の定量的な評価が可能であることがわかった。破面観察によって、未処理材では繊維／マトリックス界面のはく離が発生し、表面処理材ではきわめて界面に近い界面領域内の樹脂部にき裂が進展しており、表面処理が破壊形態に影響を与えていることが明らかになった。モード II 試験の結果としては、表面処理材の破壊靱性値の平均値が、未処理材の破壊靱性値の平均値のおよそ 8 倍の値を示し、同様に破壊力学特性の違いを評価できたが、破面観察を行った結果、モード II の場合は表面処理に関わらず、き裂は界面のはく離により進展していることがわかった。なお、測定された界面はく離破壊靱性値は FRP のバルク材の破壊靱性値に比べて大幅に小さく、FRP のき裂進展においては、繊維周囲のマトリックス部の損傷に費やされているエネルギーが大きいことが示唆されたため、FRP と同じくき裂進展において界面はく離だけでなくマトリックス破壊も含むような繊維 4 本でできたモデルコンポジットを作製し、モード I 破壊靱性試験を行うことで、樹脂靱性の寄与を検証した。未処理材、表面処理材ともに、繊維 4 本のモデルコンポジットの破壊靱性値は繊維 2 本のモデルコンポジットから得られた界面破壊靱性値を大きく上回り、マトリックス部のき裂進展の影響が大きいこと

が確認された。ここで、繊維 2 本のモデルコンポジットから得られた界面破壊靱性値 G_i と、繊維 4 本のモデルコンポジットから得られた破壊靱性値 G_c 、さらに繊維 4 本のモデルコンポジットの破面上における界面はく離面積率 η とマトリックス破面率 $(1-\eta)$ を用いて、き裂進展エネルギーに対して複合則 $G_c = G_i\eta + G_m(1-\eta)$ が成り立つと仮定し、マトリックスのき裂進展エネルギー G_m を評価した。その結果、表面処理材と未処理材のそれぞれから、マトリックスのき裂進展エネルギー G_m としてほぼ等しい値が得られたため、FRP 中の樹脂の破壊靱性値の分離評価手法に有用性があることが示唆された。

第 3 章では、実際の FRP で使われる直径 10 μm 程度の繊維を用いて同様のモデルコンポジットを用いて、モード I およびモード II 界面破壊靱性値を行えるようなその場観察試験システムの構築を検討した。第 2 章で用いたモデルコンポジットの繊維径や繊維間の樹脂領域寸法が実際の FRP よりかなり大きいにも拘らず樹脂の微視組織までは相似に拡大されていないことから、2 章で得られたエネルギー解放率がそのまま FRP に通用するかどうかは明らかでないためである。この試験機は引張・圧縮両方に対応し、アタッチメントを交換することでモード I およびモード II 両方の試験を可能にした。性能評価そのものは第 4 章および第 5 章で行っているが、リアルサイズのモデルコンポジットに対して、モード I およびモード II の界面破壊靱性値を評価するのに十分な性能を持つ試験機が作製できたことが確かめられた。

第 4 章では、第 2 章で考案したモデルコンポジット法によるモード I 繊維／樹脂界面破壊靱性評価法 (DCB 法) を、実際の FRP で使用されている直径 10~15 μm 程度のガラス繊維を用いたリアルサイズモデルコンポジットの場合に適用し、この手法の有効性を検討した。このガラス繊維を用いて、FRP の界面はく離き裂進展部位を模したリアルサイズの微小モデルコンポジット試験片を作製し、接着した金属線タブを介して繊維に直接力を与えるモード I 破壊靱性試験を行うことによって、界面のき裂進展における破壊靱性値を評価した。リアルサイズモデルコンポジットの強化繊維としてはアクリルシランで表面処理が施されている受入れガラス繊維、および 3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシランによって改めて表面処理を施した再処理ガラス繊維を、母材樹脂にはビニルエステル樹脂あるいは不飽和ポリエステル樹脂を用いてモード I 試験を行い、各材料の組み合わせにおいてモデルコンポジット法が有用性を検討した。受入れガラス繊維と延性の高いビニルエステル樹脂を組み合わせたモデルコンポジットの場合、き裂は界面を進展し、界面破壊靱性の算出が可能であったが、より接着性が高い再処理ガラス繊維とビニルエステル樹脂の組み合わせでは、著しい塑性変形を伴った樹脂破壊となり、界面破壊靱性値の計測が困難であった。また、接着性が高い再処理ガラス繊維を用いた場合でも、延性の低い不飽和ポリエステル樹脂と組み合わせたときは、界面靱性値の計測が可能であり、界面強度と樹脂の延性によっては界面破壊靱性値を評価できない場合があることが分かった。なお、得られた破壊靱性値は第 2 章で得られたものよりも小さく、それには樹脂の塑性変形に費やされるエネルギーの違いが影響していることが示唆された。なお、第 2 章と同様の手法で繊維 4 本を樹脂で接合したモデルコンポジットを作製してモード I 破壊靱性試験を行い、

樹脂靱性の寄与を検討した。再処理ガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂に対して得られた繊維 4 本モデルの靱性値 G_c は界面破壊靱性値 G_i を 3 倍近く上回った。脆性的な不飽和ポリエステル樹脂と比較的接着性に優れた界面の場合でも繊維の間で破壊した母材の靱性が界面の靱性よりも高かったことが示唆される。2 章と同様に、FRP 中の樹脂部の局所的なき裂に対する破壊靱性値 G_m を複合則 $G_c = G_i \gamma_i + G_m (1 - \gamma_i)$ が成り立つと仮定して算出した結果、得られた G_m の値は、同じ不飽和ポリエステル樹脂単体 C(T) 試験から得られた靱性値より高くなった。この原因としては、樹脂部の割れが凹凸に富み、実際に形成される破面の面積が大きくなること、FRP 中の樹脂の変形が周囲の樹脂に影響され、樹脂単体バルク材とは異なった挙動を示すことが考えられる。

第 5 章では、第 4 章と同様に、第 2 章で考案したモデルコンポジット法によるモード II 繊維／樹脂界面破壊靱性評価法 (ELS 法) を、実際の FRP で使用されている直径 10~15 μm 程度のガラス繊維を用いたリアルサイズモデルコンポジットの場合に適用し、この手法の有効性を検討した。ついで、曲げによる大変形とそれに伴う問題を排除できるモード II 界面破壊靱性試験法として、繊維 3 本を用いたモデルコンポジットの繊維に直接引張試験力を与える Double Shear 法を提案した。第 3 章で作製したその場観察試験システムを使用して、アクチュエータで稼働できるようにした微小容量のロードセルに取り付けた負荷ロッド先端を通じて、モデルコンポジット試験片の繊維に直接試験力を与え、モード II 界面破壊靱性値を評価している。負荷ロッド先端と試験片固定部のアタッチメントを交換することで、ELS 試験と Double Shear 試験の両方が可能となっている。ELS 法によって受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂のモデルコンポジット試験片の破壊靱性試験を行った結果、すべての試験片においてき裂は界面を進展しており、得られた試験力-変位曲線より、コンプライアンス法を用いてモード II 繊維／樹脂界面破壊靱性値を求めることが可能であることがわかった。なお、界面靱性値のき裂長さに対する依存性は認められず、正確な破壊靱性値を評価できたことが示唆された。

しかし、ELS 法によるモード II 界面破壊靱性試験は成功率が低く、その主な原因としては、比較的大きな曲げ変形下での試験片のねじれを抑制するために設置したガイドと繊維、および繊維同士の接触部において静電気によって生じる摩擦が考えられたため、ELS 法の欠点を解消するために、モデルコンポジット試験片に曲げ変形を与えず、かつ、接触部の摩擦がない試験方法として、新たに Double Shear 法を提案した。この方法では、3 本の平行な繊維を同一平面上に等間隔で配したモデルコンポジットを作製し、試験片の一方の端で外側 2 本の繊維を支持して、反対側の端で中央繊維に引張試験力を与えている。ここでは、Double Shear 試験片に対して、簡単な材料力学モデルを用いたエネルギー解放率の評価を検討した。三種類のモデルコンポジット (受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂、受入れガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂、および、受入れガラス繊維を洗浄して改めて別の表面処理を施した再処理ガラス繊維／不飽和ポリエステル樹脂) に対して、Double Shear 法によるモード II 界面破壊靱性試験を行ったところ、得られた界面破壊靱性値は、繊維間隔、繊維直径、接着

界面角度，繊維長さには依存しなかったが，樹脂部長さに依存して大きくなる傾向を示し，材料定数といえる値ではないことが明らかになった．この要因としては，樹脂の塑性域がき裂先端付近にとどまらず試験片の樹脂部全体に広がることによって，樹脂の塑性変形に費やされるエネルギーが試験片の樹脂部長さに依存するためと考えられた．この結果は，受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂における ELS 法の場合でも同様であった．これらの破壊靱性値をモード I と比較することはできないが，樹脂長さが十分長くなり樹脂長さに依存しない界面破壊靱性値が得られれば，モード I よりも大きくなることが予想される．

Double Shear 試験では，受入れガラス繊維／ビニルエステル樹脂における破壊時の樹脂部せん断応力に，破壊靱性値と同様に樹脂長さとの相関が見られるため，破壊靱性値と平均せん断応力双方が破壊要因に影響していると考えられる．樹脂部が長くなるときは，き裂先端から離れた位置での塑性変形の程度が弱くなり，界面のせん断応力分布に対してき裂先端の応力集中の影響が強くなってくるが，逆に樹脂部が非常に短くなると，樹脂部全体が強くと塑性変形し，界面のせん断応力が一様分布に近づくため， τ_1 一定の破壊に近づいていくものと予想される．本研究で行った Double Shear 試験は，樹脂部が非常に短い場合の τ_1 一定の破壊と，樹脂部が十分長い場合に期待される G_i 一定のき裂進展との遷移領域に相当する実験結果であると考えられる．

以上のように，本論文では FRP 中のき裂進展における界面微視はく離の破壊力学特性を評価するため，モデルコンポジット試験片を用いたモード I およびモード II 界面破壊靱性値の定量的評価を行ってきた．本論文の大きな成果は，第 2 章および第 4 章で用いた，FRP 内部の樹脂破壊靱性値の抽出手法の確立である．これまで，マイクロメカニクス解析によって FRP のき裂進展挙動を予測しようとする研究が行われてきたが，繊維に囲まれた樹脂部の破壊靱性値を抽出し，有限要素解析等に使用した例はないため，設計に使用されれば，FRP の設計の合理化や安全性の確保に大きく貢献することが期待される．

一方で，ELS 法および Double Shear 法でモード II 界面破壊靱性値を得ることができたが，いずれの方法でも界面破壊靱性値が樹脂部長さに依存し，材料定数として測定できていない問題点が明らかとなった．そのため，試験片形状の再考が必要であるとともに，線形弾性破壊力学ではなく弾塑性破壊力学に基づいた取り扱いが必要となると考えられるため，三次元有限要素解析を行い， J 積分によって破壊靱性値を評価することが望まれる．また，現状ではエネルギー解放率の解析に ELS 法ではコンプライアンス法，Double Shear 法では材料力学モデルを用いており，詳細な力学解析が行えていないことも問題点として挙げられる．特に，いずれの解析でもモード II き裂であることを仮定しており，実際には他の変形モードも混入している可能性がある．また，き裂前縁に沿ったエネルギー解放率とそのモード比の分布も有限要素解析で明らかにすることが課題である．

付録 A 試験力－変位関係とエネルギー解放率の非線形解析

A.1 有限変形はりモデルと曲げモーメント

4.3 節および 4.4 節で述べたように、母材として不飽和ポリエステル樹脂を用いたモデルコンポジット試験片では、微小変形の範囲を超えて、試験力－開口変位曲線が下に凸の非線形を示すことがあった。このとき、非線形の影響を考慮してエネルギー解放率を評価するために、本研究ではモデルコンポジット試験片を Fig. 4-9(a)に示すような長さ a の 2 本のはりとして近似し、有限変形はり理論に基づく解析を行った。ここで用いた手法は、Williams⁽¹⁾が DCB 試験片に用いたものを本研究のモデルコンポジット試験片に拡張したものである。

上下対称な試験片の下側繊維に着目し、その変形状態を Fig. A-1 に示すはりとしてモデル化する。ここで破線が変形前の真っ直ぐな状態（長さ a ）、実線は変形した状態である。左端はたわみ角 θ の固定支持とする。右端はたわみ角が 0 となるように支持されながら、集中力 P を受けて下方にたわむとともに、左右方向にも拘束無く移動できる。このとき、はりは軸力を受けず、軸線に沿った長さは常に a に保たれるものとする。したがって、図中に示すように、はりの左端を始点として軸線に沿った座標 s を定義すると、右端では $s = a$ となる。

Fig. A-1 に示すように、左端を始点とする右向き座標 x をとり、位置 x におけるはりの軸線のたわみを y （下向き正）、たわみ角を ϕ （時計回り正）とする。右端におけるたわみは、モデルコンポジット試験片の開口変位の半分 $\delta/2$ にあたる。また、右端に発生する支持モーメントを図のように M_0 と表す。

変形した状態におけるはりの左右方向投影長さを図中に示したように a_x と表す。このとき、はりの中心位置は $x = a_x/2$ であるが、この点を中心としてはりが逆対称の変形となることは明らかである。したがって、この位置におけるたわみは右端のたわみの半分の $\delta/4$ となる。また、この位置のたわみ角を α と表すことにする。

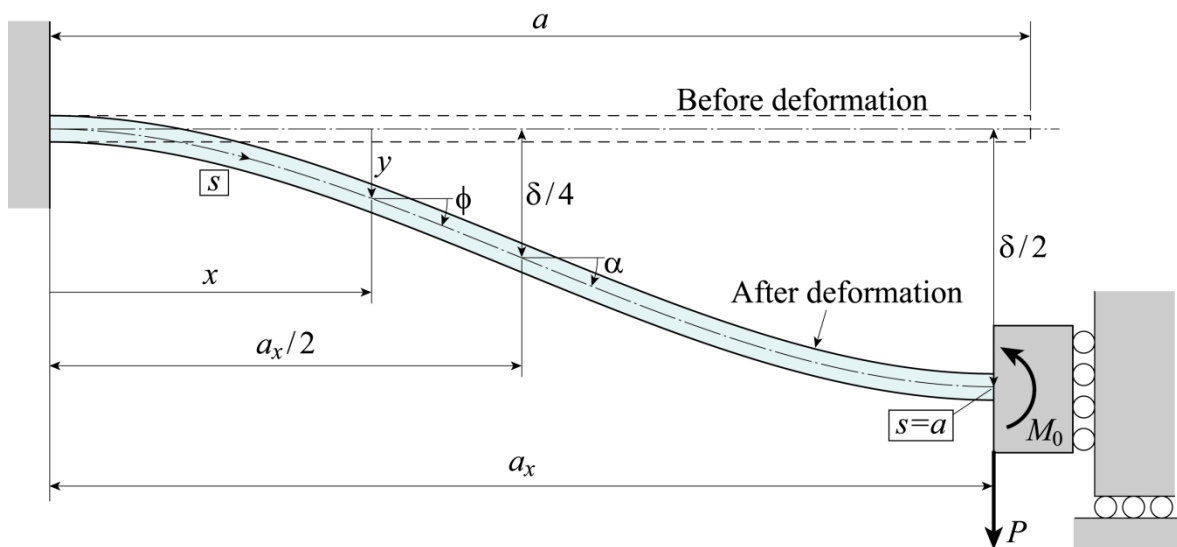


Fig. A-1 Finite deformation of fiber in model composite specimen.

まず, Fig. A-2 に示すように, はりの微小長さ ds の部分を考える. この位置のたわみ角を ϕ とすると, 次の関係が成り立つ.

$$\frac{dx}{ds} = \cos \phi, \quad \frac{dy}{dx} = \tan \phi, \quad \frac{dy}{ds} = \sin \phi \quad (\text{A.1})$$

また, Fig. A-3 に示すように, 位置 x における曲げモーメントは $M = Px + M_0 - Pa_x$ と表されるから, この位置におけるはりの曲率半径 R は, はり理論における基礎的な関係 $1/R = M/(EI)$ を用いて次のように表される.

$$\frac{1}{R} = \frac{M}{EI} = \frac{1}{EI} (Px + M_0 - Pa_x) \quad (\text{A.2})$$

ここで EI ははりの曲げ剛性である.

次に, Fig. A-4 のような微小長さ ds の部分の変形を考える. この微小要素の変形を半径 R の円弧状と考え, この左端および右端におけるたわみ角をそれぞれ ϕ , $\phi + d\phi$ とすると, 曲率半径 R に関して次の関係が成り立つ.

$$R(-d\phi) = ds \quad \therefore \frac{1}{R} = -\frac{d\phi}{ds} \quad (\text{A.3})$$

上式を変形して式(A.1)の第一式を代入すると

$$\frac{1}{R} = -\frac{d\phi}{ds} = -\frac{dx}{ds} \frac{d\phi}{dx} = -\cos \phi \frac{d\phi}{dx} \quad (\text{A.4})$$

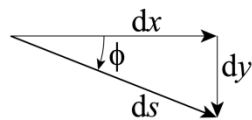


Fig. A-2 Angle of inclination.

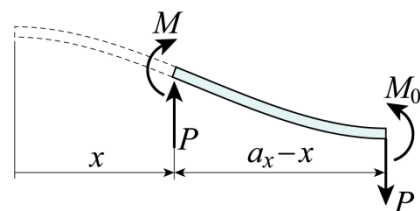


Fig. A-3 Bending moment, M .

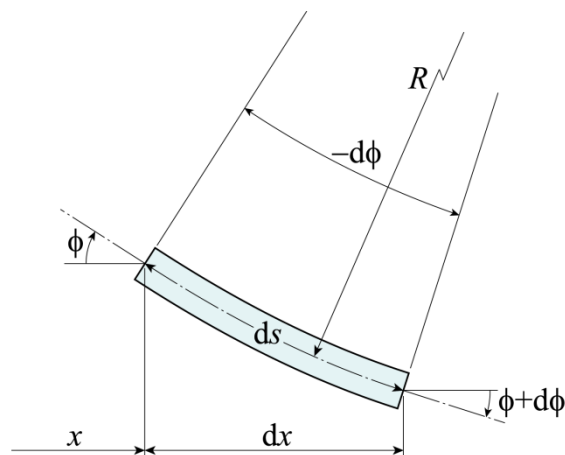


Fig. A-4 Radius of curvature and angle of inclination.

式(A.2)と式(A.4)の比較から，次の関係が成り立つ．

$$\frac{1}{EI}(Px+M_0-Pa_x)=-\cos\phi\frac{d\phi}{dx} \quad \therefore (Px+M_0-Pa_x)dx=-EI\cos\phi d\phi$$

上式の両辺を不定積分し，積分定数を C とおく．

$$\frac{1}{2P}(Px+M_0-Pa_x)^2=-EI\sin\phi+C \quad (\text{A.5})$$

ここで，はりは中央点 $x=a_x/2$ に対して逆対称の変形となるから，この点では曲率 $1/R$ が 0 となり， $M=Px+M_0-Pa_x=0$ である．この位置におけるたわみ角が $\phi=\alpha$ のとき，式(A.5)より次式が成り立つ．

$$-EI\sin\alpha+C=0 \quad \therefore C=EI\sin\alpha$$

この C を式(A.5)に代入して整理すると

$$M^2=(Px+M_0-Pa_x)^2=2PEI(\sin\alpha-\sin\phi) \quad (\text{A.6})$$

特に $0\leq x\leq a_x/2$ においては $M<0$ となり，この範囲における曲げモーメントは次のように表される．

$$M=Px+M_0-Pa_x=-\sqrt{2PEI(\sin\alpha-\sin\phi)} \quad (0\leq x\leq a_x/2) \quad (\text{A.7})$$

A.2 開口変位の非線形解

変形の逆対称性を考慮し， $0\leq x\leq a_x/2$ の部分について考える．式(A.3)に式(A.2)と式(A.7)を順次代入すると，はりの微小長さ ds が次式で表される．

$$ds=-Rd\phi=-\frac{EI}{M}d\phi=\frac{EI}{\sqrt{2PEI(\sin\alpha-\sin\phi)}}d\phi=\sqrt{\frac{EI}{2P}}\frac{d\phi}{\sqrt{\sin\alpha-\sin\phi}} \quad (\text{A.8})$$

はりの左端では $s=0$ ， $\phi=0$ ，中央点 $x=a_x/2$ では $s=a/2$ ， $\phi=\alpha$ だから，この範囲で上式の両辺を積分して 2 倍すると，はりの長さが a に保たれる条件が次のように得られる．

$$2\int_0^{a/2} ds=2\int_0^\alpha \sqrt{\frac{EI}{2P}}\frac{d\phi}{\sqrt{\sin\alpha-\sin\phi}} \quad \therefore a=\sqrt{\frac{2EI}{P}}\int_0^\alpha \frac{d\phi}{\sqrt{\sin\alpha-\sin\phi}} \quad (\text{A.9})$$

次に，式(A.1)の第三式は

$$dy=\sin\phi ds$$

となるから，これに式(A.8)の ds を代入することによって dy が次式のように表される．

$$dy = \sqrt{\frac{EI}{2P}} \frac{\sin \phi d\phi}{\sqrt{\sin \alpha - \sin \phi}}$$

はりの左端では $y=0$, $\phi=0$, 中央点 $x=a_x/2$ では $y=\delta/4$, $\phi=\alpha$ となるから, この範囲で上式の両辺を積分して4倍すると, モデルコンポジット試験片の試験力作用点における開口変位 δ が得られる.

$$4 \int_0^{\delta/4} dy = 4 \int_0^{\alpha} \sqrt{\frac{EI}{2P}} \frac{\sin \phi d\phi}{\sqrt{\sin \alpha - \sin \phi}} \quad \therefore \delta = 2 \sqrt{\frac{2EI}{P}} \int_0^{\alpha} \frac{\sin \phi d\phi}{\sqrt{\sin \alpha - \sin \phi}} \quad (\text{A.10})$$

ここで ϕ に関する二つの積分を次の記号で置く.

$$I_1 = \int_0^{\alpha} \frac{d\phi}{\sqrt{\sin \alpha - \sin \phi}}, \quad I_2 = \int_0^{\alpha} \frac{\sin \phi d\phi}{\sqrt{\sin \alpha - \sin \phi}} \quad (\text{A.11})$$

このとき, 式(A.9)と式(A.10)の比をとることで, δ が次のように表される.

$$\frac{\delta}{a} = \frac{2I_2}{I_1} \quad \therefore \delta = \frac{2aI_2}{I_1} \quad (\text{A.12})$$

微小変形を仮定した線形はり理論で得られるモデルコンポジット試験片の開口変位 δ_{linear} は

$$\delta_{\text{linear}} = \frac{Pa^3}{6EI} \quad (\text{A.13})$$

であるから, 有限変形を考慮した式(A.12)の δ と δ_{linear} の比は次式で与えられることになる.

$$\delta / \delta_{\text{linear}} = \frac{2aI_2}{I_1} \cdot \frac{6EI}{Pa^3} = \frac{12EI}{Pa^2} \cdot \frac{I_2}{I_1} \quad (\text{A.14})$$

微小変形, つまり ϕ , α が十分小さい場合は $I_1 = 2\sqrt{\alpha}$, $I_2 = 4\alpha^{3/2}/3$, $\alpha = Pa^2/(8EI)$ であり, このときは当然ながら上式の $\delta/\delta_{\text{linear}}$ は 1 となる.

A.3 エネルギー解放率

モデルコンポジット試験片は, Fig. A-1 と同じ変形をする2本のはりで構成されている. このため, 試験片に蓄えられるひずみエネルギー U は, はり1本に蓄えられるその2倍であり, 棒の軸線に沿った次の積分で表される.

$$U = 2 \int_0^a \frac{M^2}{2EI} ds = \int_0^a \frac{M^2}{EI} ds \quad (\text{A.15})$$

エネルギー解放率 G は, P 一定下でき裂が単位面積だけ成長したときのひずみエネルギー増加量として得られる. き裂面積を A とすると

$$G = \left. \frac{dU}{dA} \right|_{P=\text{const.}}$$

本研究のモデルコンポジット試験片においては、Fig. 2-4 に示したように $dA = D\theta da$ (D は繊維直径, θ は断面で見た接合界面長さ) であるから、式(A.15)を用いると、上式は次のように計算できる。

$$G = \frac{1}{D\theta} \cdot \frac{dU}{da} \Big|_{P=const.} = \frac{1}{D\theta} \cdot \frac{d}{da} \left[\int_0^a \frac{M^2}{EI} ds \right] = \frac{1}{D\theta} \cdot \frac{\{M(s=a)\}^2}{EI} \quad (\text{A.16})$$

ここで $M(s=a)$ は Fig. A-1 のはりの右端における曲げモーメントを意味する。右端においてはたわみ角 ϕ が 0 であることを考慮すると、式(A.6)より

$$\{M(s=a)\}^2 = 2PEI \sin \alpha$$

となる。これを式(A.16)に代入することで以下の結果を得る。

$$G = \frac{1}{D\theta} \cdot \frac{2PEI \sin \alpha}{EI} = \frac{2P \sin \alpha}{D\theta} \quad (\text{A.17})$$

微小変形を仮定した線形はり理論で得られるモデルコンポジット試験片のエネルギー解放率 G_{linear} は、上式で $\sin \alpha \doteq \alpha = Pa^2 / (8EI)$ とすることによって

$$G_{\text{linear}} = \frac{2P}{D\theta} \alpha = \frac{2P}{D\theta} \cdot \frac{Pa^2}{8EI} = \frac{P^2 a^2}{4D\theta EI} \quad (\text{A.18})$$

となるから、有限変形を考慮した式(A.17)の G と G_{linear} の比は次式で与えられることになる。

$$G/G_{\text{linear}} = \frac{2P \sin \alpha}{D\theta} \cdot \frac{4D\theta EI}{P^2 a^2} = \frac{8EI}{Pa^2} \sin \alpha \quad (\text{A.19})$$

A.4 き裂長さの補正

4.4 節で述べたように、モデルコンポジット試験片のコンプライアンスは、実際のき裂長さ a に等しい長さのはりではなく、長さ $a - \alpha_0 D$ (α_0 は実験で得られる定数, D は繊維直径) のはりに置き換えてはり理論で求めたものとよく一致し、エネルギー解放率の式(4.5)についても同様である。このため本研究では、式(A.14)の開口変位および式(A.19)のエネルギー解放率についても、以下のように同様の補正を施すことにした。

$$\delta/\delta_{\text{linear}} = \frac{12EI}{P(a - \alpha_0 D)^2} \cdot \frac{I_2}{I_1} \quad (\text{A.20})$$

$$G/G_{\text{linear}} = \frac{8EI}{P(a - \alpha_0 D)^2} \sin \alpha \quad (\text{A.21})$$

A.5 計算方法

本研究では、それぞれの試験片に対する試験力 P 、き裂長さ a 、繊維直径 D の値を入力データとして、式(A.20)と式(A.21)の $\delta/\delta_{\text{linear}}$ 、 G/G_{linear} を計算した。実験で得た低試験力域のコンプライアンス $\lambda = \partial\delta/\partial P$ に試験力を掛けた $\delta_{\text{linear}} = P\lambda$ に対して、 $\delta/\delta_{\text{linear}}$

を乗じることで δ の非線形解析値を求めた。また、コンプライアンス法による式(4.5)の G_{linear} に G/G_{linear} を乗じることで G の非線形解析値を得た。ここでガラス繊維のヤング率は $E = 72.5 \text{ GPa}$ 、定数 α_0 は各モデルコンポジットに対するき裂長さ-コンプライアンス関係式(4.2)として決定された値を用いた。また、はりの断面二次モーメント I は次式である。

$$I = \begin{cases} \pi D^4 / 64 & (\text{繊維2本のモデルコンポジット}) \\ \pi D^4 / 32 & (\text{繊維4本のモデルコンポジット}) \end{cases} \quad (\text{A.22})$$

計算では、まず、与えられた試験力 P とき裂長さ a に対して、式(A.9)を満たす α の解をNewton-Raphson法によって求めた。式(A.20)に含まれる積分 I_1, I_2 は、被積分関数が積分範囲内で常に有限値となるよう式(A.11)を以下のように変形した上で、決定された α を用いて台形則で計算した。

$$\begin{aligned} I_1 &= \int_0^\alpha \frac{d\phi}{\sqrt{\sin \alpha - \sin \phi}} = \int_0^\alpha \frac{\cos \phi}{\sqrt{\sin \alpha - \sin \phi}} \cdot \frac{d\phi}{\cos \phi} \\ &= 2\sqrt{\sin \alpha} + 2 \int_0^\alpha \sqrt{\sin \alpha - \sin \phi} \frac{\sin \phi}{\cos^2 \phi} d\phi \end{aligned} \quad (\text{A.23})$$

$$\begin{aligned} I_2 &= \int_0^\alpha \frac{\sin \phi d\phi}{\sqrt{\sin \alpha - \sin \phi}} = \int_0^\alpha \frac{\cos \phi}{\sqrt{\sin \alpha - \sin \phi}} \cdot \frac{\sin \phi}{\cos \phi} d\phi \\ &= 2 \int_0^\alpha \frac{\sqrt{\sin \alpha - \sin \phi}}{\cos^2 \phi} d\phi \end{aligned} \quad (\text{A.24})$$

計算で得られる $\delta/\delta_{\text{linear}}$ と G/G_{linear} の、無次元化試験力 $P(a - \alpha_0 D)^2 / (8EI)$ に対する変化をFig. A-5に示す。 $P(a - \alpha_0 D)^2 / (8EI)$ が十分小さい場合、 $\delta/\delta_{\text{linear}}$ と G/G_{linear} はほぼ1となり非線形効果は無視できるが、 $P(a - \alpha_0 D)^2 / (8EI)$ の増加とともに $\delta/\delta_{\text{linear}}$ と G/G_{linear} はいずれも減少し、線形値に比べて非線形値が小さくなることがわかる。このとき試験力-開口変位関係は、Fig. A-6に示すように、試験力が大きくなるにつれて開口変位が線形値より小さくなる方向に外れていき、結果として下に凸の非線形を示すことになる。また、 $P(a - \alpha_0 D)^2 / (8EI)$ が大きくなるにつれて非線形効果が強くなることは、同じき裂長さなら試験力が大きくなるほど、同じ試験力ならき裂が長くなるほど非線形効果が強くなることを意味している。

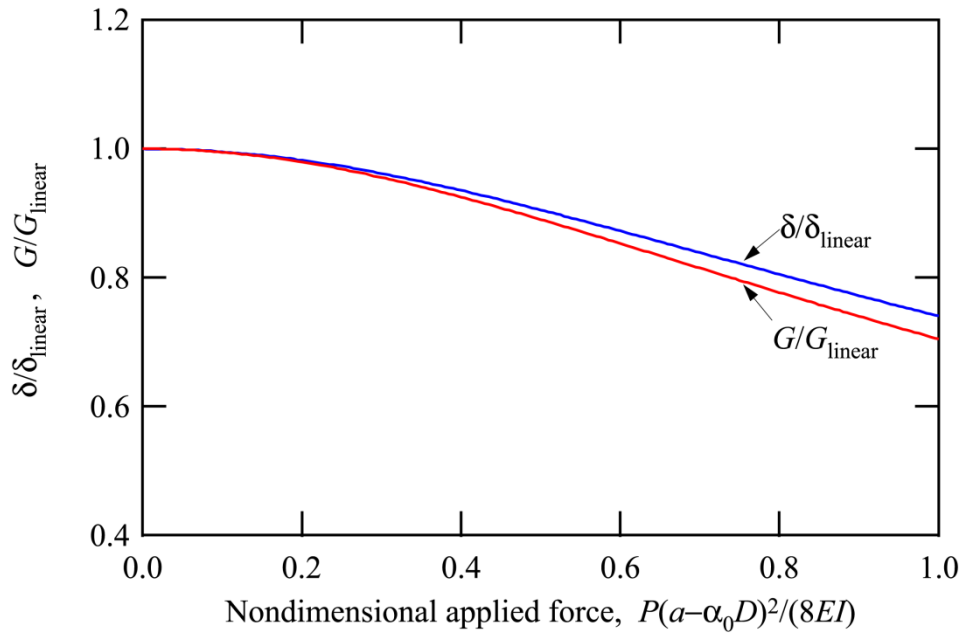


Fig. A-5 Nonlinear displacement and nonlinear strain energy release rate plotted against nondimensional applied force.

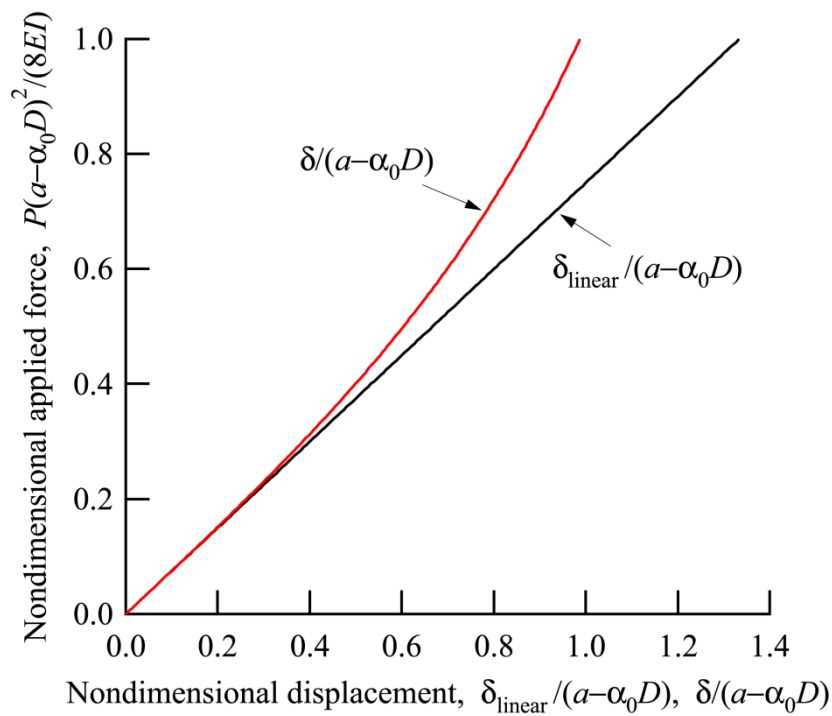


Fig. A-6 Nonlinear effect on applied force-displacement curve.

参考文献

- (1) Williams, J.G., "Large Displacement and End Block Effects in the 'DCB' Interlaminar Test in Modes I and II", *Journal of Composite Materials*, Vol. 21, (1987), pp. 330-347.

付録 B き裂長さの定義がエネルギー解放率に及ぼす影響

本研究においては、モード I 試験におけるき裂長さは、金属線タブの中心軸からき裂先端までの距離(Fig. B-1 の a_A)として定義していた (以下、定義 A とする)。このき裂長さの全範囲が金属線タブによる変形拘束を受けないわけではなく、実際には金属線タブに接着されている部分は拘束を受けるし、さらには接着剤がはみ出している部分も影響を受ける。特に繊維 4 本のモデルコンポジットでは、金属線タブが外れやすかったため、それを防ぐ目的で接着剤をより多く使用していた。このことから、き裂長さの定義として、Fig. B-1 に a_B と示したように、接着剤のついていない部分の長さ (以下、定義 B とする) とすることも考えられる。そこで、繊維 2 本あるいは 4 本のモデルコンポジットにおける全ての試験片において、金属線タブの中心軸から接着剤はみ出し部までの距離 $w = a_A - a_B$ が一定と見なし、き裂長さの定義の違いがエネルギー解放率の値に及ぼす影響を評価した。

定義 A において、式(4.2)から得られる α_0, α_1 を α_{0A}, α_{1A} 、得られるエネルギー解放率を G_A とする、また同様に、定義 B におけるそれぞれを、 $\alpha_{0B}, \alpha_{1B}, G_B$ とすると、定義 A では

$$\frac{a_A}{D} = \alpha_{0A} + \alpha_{1A} (D\lambda)^{1/3} \quad (\text{B.1})$$

$$G_A = \frac{3P^2}{2\theta D^3 \alpha_{1A}^3} \left(\frac{a_A}{D} - \alpha_{0A} \right)^2 \quad (\text{B.2})$$

定義 B では

$$\frac{a_B}{D} = \alpha_{0B} + \alpha_{1B} (D\lambda)^{1/3} \quad (\text{B.3})$$

$$G_B = \frac{3P^2}{2\theta D^3 \alpha_{1B}^3} \left(\frac{a_B}{D} - \alpha_{0B} \right)^2 \quad (\text{B.4})$$

が成り立つ。ここで、 w を用いると、式(B.1)は

$$\frac{w + a_B}{D} = \alpha_{0A} + \alpha_{1A} (D\lambda)^{1/3}$$

となり、移項すると

$$\frac{a_B}{D} = \left(\alpha_{0A} - \frac{w}{D} \right) + \alpha_{1A} (D\lambda)^{1/3} \quad (\text{B.5})$$

となる。式(B.3)と式(B.5)の比較より、

$$\alpha_{0B} = \alpha_{0A} - \frac{w}{D}$$

$$\alpha_{1B} = \alpha_{1A}$$

が導かれる。つまり α_0 が定義によって定数 w/D だけ変化し、 α_1 は変化しない。これらを用いると式(B.4)は

$$G_B = \frac{3P^2}{2\theta D^3 \alpha_{1A}^3} \left(\frac{a_B}{D} - \alpha_{0A} + \frac{w}{D} \right)^2$$

$$= \frac{3P^2}{2\theta D^3 \alpha_{1A}^3} \left(\frac{a_A}{D} - \alpha_{0A} \right)^2$$

となり，結局

$$G_B = G_A$$

が導かれ，定義 A でも定義 B でも算出されるエネルギー解放率の値は変わらないことが示された。

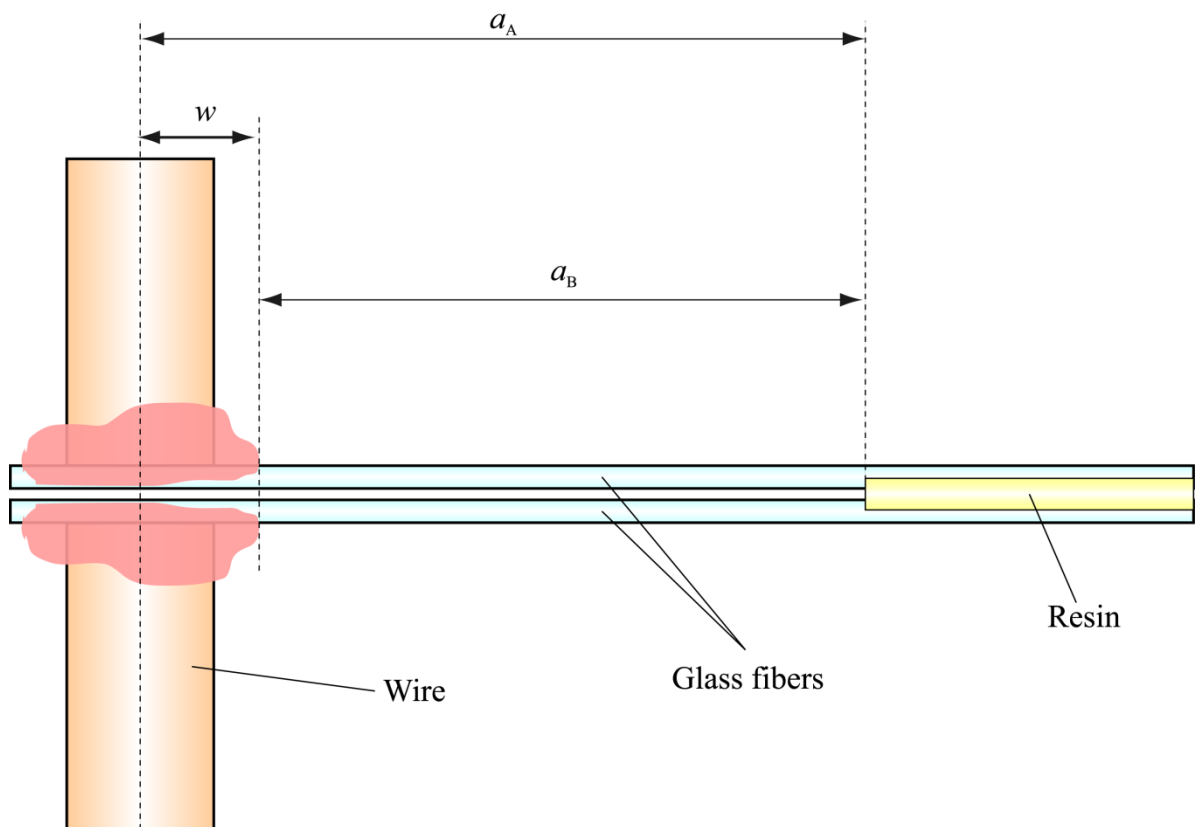


Fig. B-1 Schematic of specimen.

謝辞

本研究を遂行し本論文を作製するにあたり、ご指導と御鞭撻をいただいた、神戸大学大学院工学研究科 中井善一 教授に心から感謝の意を表します。著者が神戸大学大学院に在学中から現在に至るまで、教授の材料強度に対する高いご見識と心温かい励ましに導いて頂くことによって、本論文を完成させることができました。ここに、厚く御礼申し上げます。

神戸大学大学院工学研究科 田中拓 准教授には、材料強度分野の研究を始めたときから現在に至るまで、研究方針や試験方法だけでなく、数値解析手法や論文作成に至るまで、きめ細やかなご指導を頂いたことに心から感謝申し上げます。先生には、研究者としての指導のみならず、研究者としての姿勢を示していただきました。ここに深く御礼申し上げます。

神戸大学大学院工学研究科 塩澤大輝 助教には、本研究の遂行にあたって、日頃から実験方法やデータ解析等において有益な御助言、御教授を賜りました。ここに厚く御礼申し上げます。

元 神戸大学 自然科学系自然科学研究環 日和千秋 助教には、本研究の試験材料を調達していただき、試験および試験装置について機会があるたびに貴重な御助言を頂いたことに、心から感謝申し上げます。

神戸大学大学院工学研究科 阪上隆英 教授ならびに 西野孝 教授には、同大学院在学中にご指導を頂き、多くの御助言、御教授を賜りました。ここに深く感謝いたします。

これまでこの研究を遂行するにあたり、多くのご協力を頂いた、神戸大学工学研究科機械工学専攻破壊制御学研究室の伊藤真也氏（現 サントリーコーポレートビジネス株）、塚原健氏（現 Canon株）、新谷英明氏、盆出真理氏をはじめ、同研究室の卒業生ならびに現役学生諸氏にご協力を頂きました。ここに記して感謝いたします。