



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。



氏名	小岩 康三		
論文 題目	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		
審査委員	区分	職名	氏名
	主査	教授	中井 善一
	副査	教授	阪上 隆英
	副査	教授	西野 孝
	副査	准教授	田中 拓
要 旨			
<p>本研究では、一方向強化プラスチック(FRP)積層板中を、き裂が進展する場合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ている。以下、本論文の概略を述べる。</p> <p>第1章は、序論であり、本論文の学問的な位置付けと構成について述べている。</p> <p>第2章では、直径200~400μmのガラス繊維2本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の作製と、そのモードIおよびモードIIの界面破壊靱性試験を行う手法を開発した結果について述べている。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できるようにしている。モードIの界面はく離破壊靱性試験の結果、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は、未処理材の破壊靱性値の平均値の約16倍となっており、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定量的に評価できるようになった。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、表面処理材ではき裂が界面に近い界面領域内の樹脂中を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を明らかにしている。モードII試験では、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約8倍となり、破壊力学特性の違いが評価できている。また、モードIIの場合に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を明らかにしている。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非常に小さいことから、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のと考え、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ている。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を明らかにしている。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_1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_0。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γ_1とマトリックス破面積率$(1-\gamma_1)$を用いて、き裂進展エネルギーに対して複合則$G_0 = G_1\gamma_1 + G_m(1-\gamma_1)$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を評価している。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が有用であることを明らかにしている。</p> <p>第3章では、実際のFRPで使われる直径10μm程度の繊維を用いて、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その場観察試験システムを開発した結果について述べている。</p> <p>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10~15μm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に適用し、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靱性値を評価している。リアルサイズモデルコンポジットでは、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、あるいは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再度表面処理を施した再処理ガラス繊維を強化繊維とし、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母材樹脂としてモードI破壊靱性試験を行い、モデルコンポジット法の有用性を検討している。</p>			

氏名	小岩 康三		
論文 題目	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ることを示している。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を明らかにしている。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低く、その原因として、樹脂の塑性変形に費やされるエネルギーの違いを指摘している。さらに、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ている。その結果、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_0 は界面破壊靱性値 G_1 の3倍近いことを明らかにしている。その原因として、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いことを指摘している。2章と同様に複合則が成り立つと仮定して、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(CT)試験から得られた靱性値より高く、その原因として、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、および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を考えている。 <p>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10~15μm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ている。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法を提案している。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負荷ロードによっ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。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を明らかにしている。なお、界面靱性値のき裂長さに対する依存性は認められていない。しかしながら、ELS法によるモードII界面破壊靱性試験は成功率が低いため、新たにDouble Shear法を提案している。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ている。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、材料定数とはなっていないことを示している。この要因としては、樹脂の塑性域が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ている。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る。また、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の両方が破壊要因に影響しているものと考えている。</p> <p>第6章では、本研究の結論を述べている。</p> <p>以上のように、本研究はFRP中のき裂進展における界面微視はく離について、そ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界面破壊靱性試験法の開発とその定量的評価を行い、FRP中のき裂進展から界面はく離靱性値と樹脂破壊靱性値の関係について重要な知見を得たものとして価値ある集積であると認める。よって、学位申請者の小岩康三は、博士(工学)の学位を得る資格があると認める。</p>		

本研究は、FRP 中にき裂が進展する場合における、き裂先端での微視的損傷である界面はく離の破壊力学特性を抽出することが目的である。長繊維方向強化 FRP 積層板は、現在航空・宇宙分野のみならず、自動車や船舶、建築材料等にも広く用いられているが、FRP 中にき裂が発生した場合における機械的性質を保てるような損傷許容性を確保するには、き裂進展挙動を正確に予測する必要がある。そこで、樹脂の微視割れや界面はく離など、き裂先端のミクロな破壊を集積することでマクロな FRP のき裂進展を表現し、実際の FRP のき裂進展挙動をシミュレーションするマイクロメカニクス解析を用いれば、繊維方向などの FRP の作製条件が変化した場合においても、微視的損傷の破壊力学特性が基礎データとして得られていれば、正確にき裂進展挙動を予測できる可能性がある。FRP 積層板は、繊維によって強化されていない層間にき裂が進展しやすく、さらに、き裂が繊維に拘束されて繊維に沿って進展することが知られているため、FRP の微視的損傷の中でも、界面はく離が FRP のき裂進展に与える寄与は大きいと考えられる。そこで本研究では、FRP のき裂進展から界面はく離の破壊力学特性のみを抽出するために、数本の繊維を樹脂で接合し、き裂が繊維/樹脂界面のみを進展できるようなモデル複合材料試験片 (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破壊靱性試験を行うことにより、FRP 中の繊維/樹脂界面はく離の破壊靱性値を抽出した。

論文は 6 章構成であり、1 章は緒論、2 章はモデルコンポジット法の確立、3 章はリアルサイズモデルコンポジットに破壊靱性試験を行える、その場観察微小荷重用試験機システムの構築、4 章および 5 章はモデルコンポジット法によるリアルサイズモデルコンポジットのモード I およびモード II 界面破壊靱性の評価、6 章は結論である。

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。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。界面の破壊靱性値は、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 で評価でき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を定量的に評価できることがわかった。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。ここで、FRP

と同じ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_2 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_4 、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 $G_4 = G_2\eta + G_m(1-\eta)$ 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。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 試験を、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けるモデルコンポジット法の有用性を検討した。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_4 は界面破壊靱性値 G_1 を 3 倍近く上回った。FRP 中の樹脂部の局所的なき裂に対する破壊靱性値 G_m を第 2 章で提案した複合則 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。

第 5 章では、第 4 章と同様に、モデルコンポジット法によるモード II 試験を、リアルサイズモデルコンポジットに適用した。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。3 章の試験機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、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なかった。

しかし、ELS 法によるモード II 界面破壊靱性試験は繊維の摩擦等が原因で成功率が低かったため、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。この 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。なお、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 τ_1 に、破壊靱性値と同様に樹脂長さとの相関が見られた。樹脂部が長くなるときは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て τ_1 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_1 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_1 一定の破壊と、樹脂部が十分長い場合に期待される G_1 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。