

熱可塑性 FRP の疲労評価・推定・診断に関する研究 (第3報)

鈴木貴行*、千原健司*、山田孝弘*

Study on long-term durability in fatigue of fiber reinforced thermoplastics(III)

SUZUKI Takayuki*, CHIHARA Kenji* and YAMADA Takahiro *

熱可塑性 FRP は、マトリックス樹脂の物性が環境要因に応じて変化するため、疲労特性のデータベース化が困難である。第1報¹⁾では、熱可塑性 FRP の基本的な疲労特性の評価方法を確認するために、PA6 と連続炭素繊維の織物からなる熱可塑性 FRP の引張疲労試験、及び両振り平面曲げ疲労試験を行い、第2報²⁾では、引張疲労試験における試験片形状、及び両振り平面曲げ疲労試験における試験片の切断面の影響を検討した。本報では、両振り平面曲げ疲労試験における温度の影響について報告する。

1. はじめに

樹脂に繊維を複合化させた繊維強化プラスチック (FRP : Fiber Reinforced Plastics) は、軽量かつ高強度なため、航空宇宙や自動車産業、スポーツ用途など様々な製品で活用されている。特に熱可塑性 FRP は加熱・冷却による短時間成形が可能のため、自動車部品などの生産性が重視される分野で、利用技術の研究開発が盛んに行われている。しかし、熱可塑性 FRP の利用にあたり重要となる疲労特性を把握することは困難であり、効率的な評価方法も確立されていない。これは、環境要因 (温度、湿度、成形条件、試験条件など) に応じて熱可塑性 FRP の物性が変化するためである。このことを踏まえ、熱可塑性 FRP の効率的な疲労評価方法を確立することを目的に本研究を開始した。第1報¹⁾では、熱可塑性 FRP の基本的な評価方法を確認するために、PA6 と連続炭素繊維の織物からなる熱可塑性 FRP の引張疲労試験及び両振り平面曲げ疲労試験を行った。また、第2報²⁾では、引張疲労試験においてダンベル形状の試験片を用いることによるチャック部付近での破断防止効果の検討及び両振り平面曲げ疲労試験において試験片作製時に発生する細かな傷の疲労耐久性への影響を検討した。両振り平面曲げ疲労試験においては、端面の細かな傷が疲労寿命に大きく影響していることが分かった。第1報、第2報を通して、両振り平面曲げ疲労試験における試験方法が確立できたため、本報では、各温度で熱可塑性 FRP の疲労寿命を評価し、一般的にクリーブ試験で用いられるラーソン・ミラー法による近似式から疲労寿命の推定を行った。

2. 実験

2.1 試験材料の加工方法

試験材料は、炭素繊維の 3K 綾織クロス材とマトリ

*次世代技術部

クス樹脂 (PA6) を複合化した厚み 2mm の熱可塑性 FRP (Bond-Laminate 製、TEPEX 202-C200(9)/50%) を用いた。試験片の寸法を図1に記す。試験片形状への切断は、ウォータージェット加工機 (Flow International Corporation 製、FlowMach3 1313b-XD 型) を使用し、#80 のガーネットを用いたアプレシブウォータージェット加工で全長方向が 0° 方向となるように切断した。また、切り出した際に発生する切断面の細かな傷が疲労寿命に影響することを防ぐため、研磨紙を用いて切断面を研磨した。作製した試験片は十分に乾燥させた後、標準状態 (温度 23°C、湿度 50%) で 48 時間以上静置した。

2.2 マトリックス樹脂の評価

2.1 に記載の熱可塑性 FRP における PA6 の熱特性を評価した。熱可塑性 FRP から PA6 単体を取り出すため、熱可塑性 FRP を一度 α -クレゾールに溶解し、濾紙を用いて炭素繊維を取り除いた。濾過した溶液を多量のメタノール中に滴下し、再沈殿した PA6 を回収した。その後、回収した PA6 に含まれるメタノールを真空乾燥により完全に除去した。乾燥後の PA6 を FT-IR 装置 (日本分光製、FT/IR-6700 型) を用い、一回反射 ATR 法で赤外線吸収スペクトルを測定した。また、熱特性は、示差走査熱量測定 (DSC) 装置 (TA インストルメント製、DSC2500 型) を用いて評価した。測定は、窒素雰囲気下で 5°C/min で 300°C までの昇温条件で行った。測定前に同様の条件で昇温し、-30°C まで急冷したサンプルを使用した。DSC の結果から、回収した PA6 のガラス転移点 (T_g) 及び融点 (T_m) を測定し、平面曲げ試験及び両振り平面曲げ疲労試験における温度区分を選定した。区分は T_g より十分に低い温度、標準状態、T_g、T_g より十分に高い温度とした。

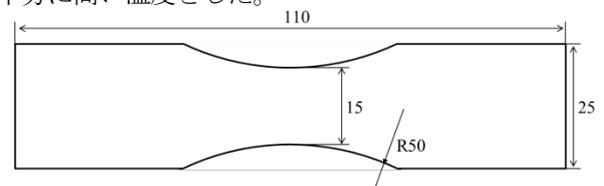


図1 試験片寸法 (mm)

2.3 平面曲げ試験

両振り平面曲げ疲労試験用の治具を使用して、平面曲げ試験を行った。試験機には万能試験機（インストロン製、5985型）を用い、試験片数は $n=5$ とした。また、2.2の結果を踏まえて、標準状態以外の温度で平面曲げ試験を行った。標準状態以外の温度で試験を行う場合は、試験前に試験片を選定した温度下で2時間以上静置し、試験片の温度が選定した温度と同程度となったことを確認してから、試験を行った。また、最大応力は最大荷重を下記の式(1)に代入することで求めた。

$$\sigma = \frac{3 \cdot P \cdot l}{b \cdot h^2} \dots (1)$$

- σ : 応力(MPa)
- P : 最大荷重(N)
- b : 試験片の破断幅(mm)
- h : 試験片の厚み(mm)
- l : つかみ部の支持点間長さ(mm)

温度(K)をX軸として、各温度での応力(MPa)の平均値をY軸としてプロットし、グラフを作成した。また、作成したグラフの対数近似を行った。

2.4 両振り平面曲げ疲労試験

JIS K 7082³⁾を基に、両振り平面曲げ疲労試験を行った。試験は図2の疲労試験機（インストロン製、8802型）を使用した。2.3と同様に標準状態以外の温度で両振り平面曲げ疲労試験を行った。疲労試験機の制御は、試験機のロードセル容量が大きく、繊細な荷重制御が困難であったため、位置制御の正弦波で行った。また、周波数は、振幅に合わせて試験時間が短くなるように調整した。

ロードセルで測定された繰り返し最大荷重を式(1)に代入することで応力を計算した。この時、位置制御による疲労試験のため、試験荷重(P)が変動する。そのため、応力の計算で用いる荷重は、破断までの繰り返し数が10サイクル以上の場合には1サイクルから10サイクルまでの最大荷重の平均から求め、破断までの繰り返し数が10サイクル未満の場合には、破断前までのサイクルの最大荷重の平均から求めた。

得られた試験結果から各温度の関係性を示すマスターカーブを作成するため、回帰分析を行い、式(2)に示すラーソン・ミラー指数(P_{LM})を求めた。得られた P_{LM} をX軸に、応力(MPa)をY軸にして試験結果をプロットし、近似式と決定係数(R^2)を記載した。また、2.2の平面曲げ試験の最大応力を繰り返し数が1回の時の試験結果とした。疲労試験開始後に繰り返し数が2回以下で破断した試験片に関しては、破断までの繰り返し数と計算した応力が対応していない可能性が高いため、試験結果から除外して、回帰分析を行った。

$$P_{LM} = T(\log t + C) \dots (2)$$

T : 温度(K)

t : 破断までのサイクル数(回)

C : 定数

2.5 超音波探傷試験

図3の超音波探傷装置（日本クラウトクレーマー製、SDS-Win6600R AM型）を使用し、両振り平面曲げ疲労試験後の試験片を評価した。測定では、径0.25inch、周波数15MHz、焦点距離1.5inchの探触子を使用し、走査条件は0.05mmピッチで、走査速度は100mm/secとした。また、測定方法は水浸式内部監視法を用いた。評価ゲートは表面反射と底面反射の影響を避けるため、表面から0.2mm-1.8mmの範囲に設定した。結果は、反射の深さを表示するBスコープ図と反射の範囲を表示するCスコープ図で示した。

3. 結果及び考察

3.1 マトリックス樹脂の評価

図4に回収したPA6のFT-IRスペクトル（黒線）と一般的なPA6のFT-IRスペクトル（赤線）を示す。回収したPA6のIRスペクトル内に α -クレゾール及びメタノールを示す赤外線吸収が確認できないため、回収したPA6内に溶媒が残留していないことがわかる。また、回収したPA6と一般的なPA6のスペクトルが一致していることがわかる。



図2 疲労試験機



図3 超音波探傷装置

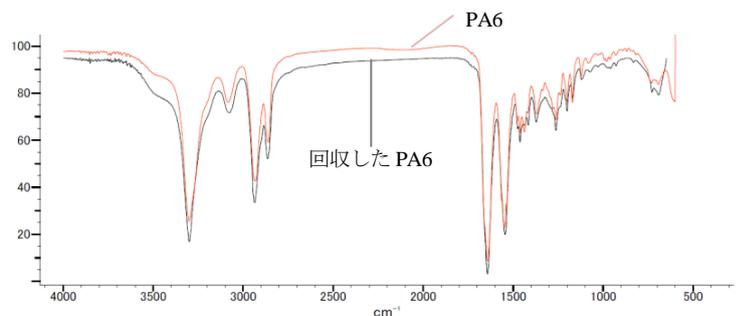


図4 FT-IR スペクトル

(黒：回収したPA6、赤：一般的なPA6)

図5に DSC の結果を示す。T_g が約 50℃、T_m が約 223℃という結果となった。この結果より、T_g より低い温度として-10℃ (263K) 及び 5℃ (278K) を、標準状態として 23℃ (296K) を、T_g の 50℃ (323K) を、T_g より高い温度として 80℃ (353K) 及び 150℃ (423K) を試験温度として選定した。-10℃ (263K) 及び 150℃ (423K) の 2 水準を選定したのは、PA6 の吸湿性を考慮したためである。つまり、樹脂に吸湿された水分の T_m 及び沸点の前後で、物性に变化が出るかを評価するために、それぞれの温度を選定した。

3. 2 平面曲げ試験

3.1 で設定した温度における平面曲げ試験の結果を図6に示す。平面曲げ試験を行った6水準（全体の区分）の対数近似は、 $\sigma = -1737 \ln K + 10654$ となり、R²の値は 0.8806 となった。また、T_g 未満の-10℃ (263K)、5℃ (278K)、23℃ (296K) と T_g 以上の 50℃ (323K)、80℃ (353K)、150℃ (423K) で区分を分け、対数近似を行った。対数近似は、それぞれ $\sigma = -3271 \ln K + 19326$ と $\sigma = -743.9 \ln K + 4765.1$ となり、R²の値はそれぞれ 0.9995 と 0.9282 となった。T_g 前後で区分を分けて近似を行った方が、全体の区分で近似を行うよりも適切にデータが表現できていることがわかる。また、水の融点及び沸点前後で近似式から応力値が離れていないため、今回の試験に関しては、樹脂内の水分による物性への影響が小さいことがわかる。炭素繊維で強化された熱可塑性 FRP においても、樹脂単体の時と同様に、マトリックス樹脂の T_g の影響を受けることがわかった。つまり、熱可塑性 FRP は、マトリックス樹脂の T_g 前後で、曲げ強度の傾向が変化することがわかった。

3. 3 両振り平面曲げ試験

全体の区分及び T_g 前後の区分で、回帰分析を行った結果を図7に示す。全体の区分で回帰分析を行った結果は $P_{LM} = T(\log t + 242.3692)$ 、T_g 未満の区分で回帰分析を行った結果は $P_{LM} = T(\log t + 84.22823)$ 、T_g 以上の区分で回帰分析を行った結果は $P_{LM} = T(\log t + 212.1311)$ となった。また、F 検定における上側 p 値（有意 F）においては、全体の区分が 6.14×10^{-13} 、T_g 未満の区分が 5.17×10^{-12} 、

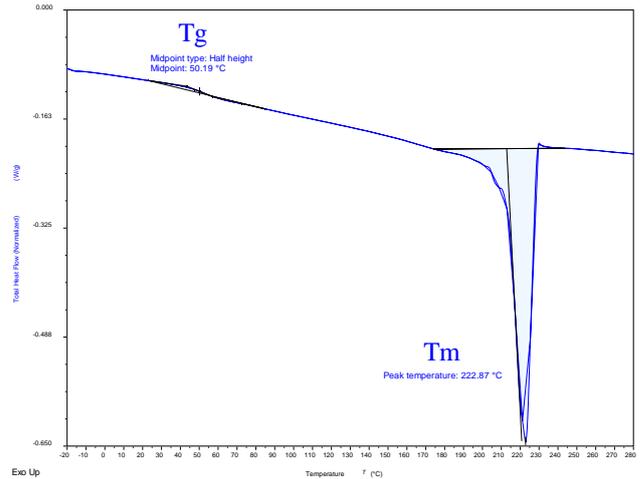


図5 DSC の測定結果

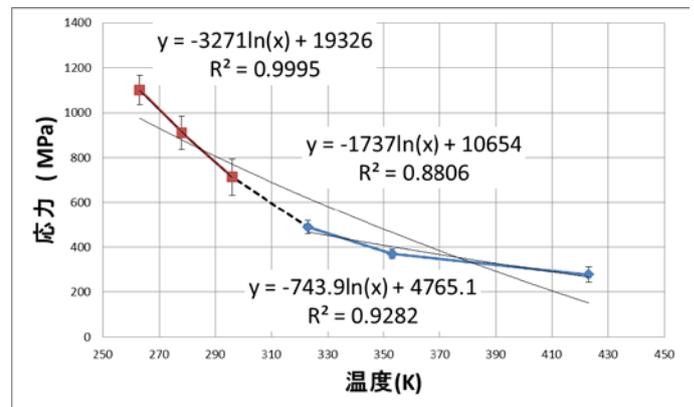


図6 平面曲げ試験の結果

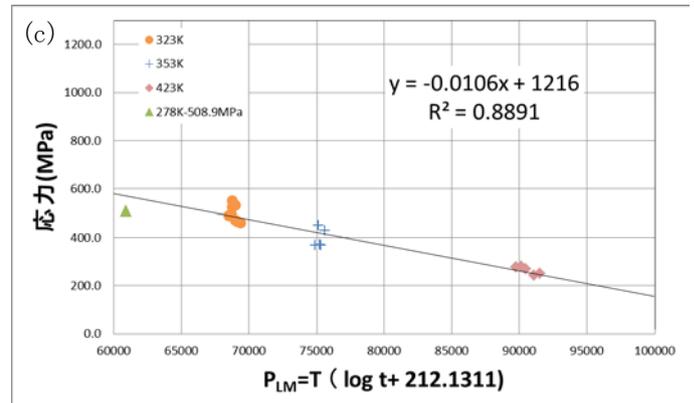
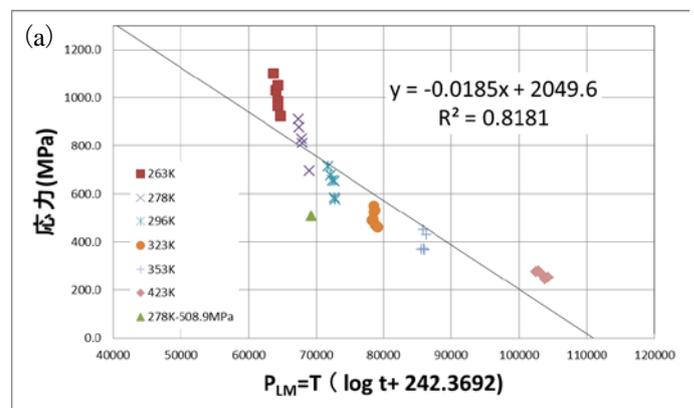
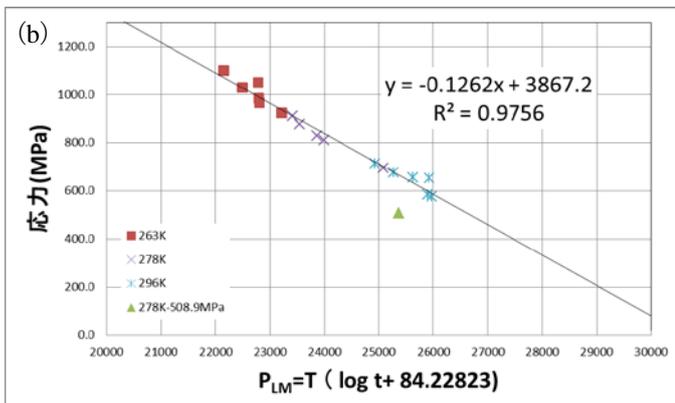


図7 両振り平面曲げ疲労試験の回帰分析結果 (a) : 全体の区分 (b) : T_g 未満の区分 (c) : T_g 以上の区分

T_g 以上の区分が 2.29×10^{-8} であり、どの区分においても値が十分に小さいため、それぞれの回帰分析の結果が推定に有効であることがわかる。また、回帰分析における決定係数 (R^2) 及び自由度調整済み決定係数 (補正 R^2) は、全体の区分で $R^2=0.8180$ と補正 $R^2=0.807$ 、T_g 未満の区分で $R^2=0.9756$ と補正 $R^2=0.972$ 、T_g 以上の区分で $R^2=0.8891$ と補正 $R^2=0.875$ となった。全体の区分で回帰分析を行ったときの R^2 及び補正 R^2 の値においても高い相関性があるといえるが、T_g 前後で区分を分けて回帰分析を行った方が適切にデータを表現できていることがわかる。また、近似式の有効性を評価するために、近似曲線以下の試験条件で両振り平面曲げ疲労試験を行い、試験結果をそれぞれのグラフにプロットした。近似曲線以下の試験条件は、温度を 5°C(278K)、最小幅での応力を 508.9MPa とした。この試験条件では、両振り平面曲げ疲労試験の繰返し数が 10^7 回となっても試験片の破断が起らなかった。

3. 4 超音波探傷試験

3.3 で記載した 10^7 回の疲労試験を実施した試験片を超音波探傷測定で観察した結果を図8に示す。図中の色が濃いほど超音波の反射が強いことを表す。C スコープ図に注目すると、一部で強い反射が確認でき、層間剥離が進展していることがわかる。つまり、近似曲線以下の試験条件であっても、試験片が破断していないだけで、試験片の内部では、層間剥離が進展していることがわかる。繰返し数を更に増やし、層間剥離が更に進展すると、最終的に試験片が破断すると考えられる。

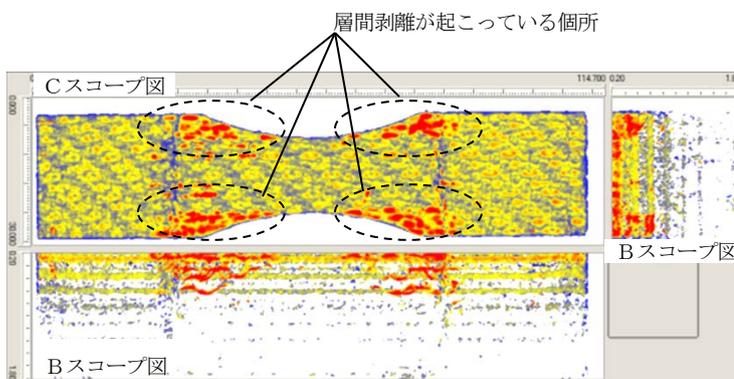


図8 超音波探傷による B スコープ図と C スコープ図

4. まとめ

各温度で平面曲げ試験及び両振り平面曲げ疲労試験を行い、得られた応力及び破断までの繰返し数から、両振り平面曲げ疲労試験における破断までの繰返し数が推定可能な近似式が得られた。また、近似式から熱可塑性 FRP においても、樹脂単体の時と同様に、マトリックス樹脂の T_g 前後で熱特性が変化し、疲労寿命の傾向が変化することがわかった。そのため、T_g 前後で区分を分けて回帰分析を行う必要があり、区分を分けることで相関性が高く、有効な近似式が得られた。また、近似曲線以下の破断が起らない条件でも、試験片の破断が起らないだけで、層間剥離が進展していた。本報では、破断までの繰返し数からグラフ及び近似式を求めたが、アコースティックエミッション (AE) 測定などを活用し、層間剥離が発生する繰返し数を判定できれば、層間剥離が発生するまでの繰返し数を近似式から求めることができると考えられる。また、本報は、疲労寿命における温度の影響を評価したが、実際には湿度や成形条件などの環境要因及び周波数などの疲労試験条件が試験結果に影響を及ぼすと考えられるため、今後の検討が必要である。

【謝 辞】

本研究の一部は、公益財団法人遠藤斉治朗記念科学振興財団の研究助成金により実施しました。ここに深く感謝いたします。

【参考文献】

- 1) 鈴木ら,岐阜県工業技術研究所研究報告 No.7, pp59-62,2019
- 2) 鈴木ら,岐阜県産業技術総合センター報告 No.1, pp75-78,2020
- 3) JIS K 7082 「炭素繊維強化プラスチックの両振り平面曲げ疲れ試験方法」