# 615

## 高弾性率 PBO 繊維の疲労強度特性

富山県立大学	堀川教世	富山県立大学	春山義夫
明石工業高等専門学校	境田彰芳	滋賀県東北部工業技術センター	今道高志
富山県立大学[院] 〇(	左々木信也		

## Fatigue Strength of a High-modulus Type PBO Fiber Noriyo HORIKAWA, Yoshio HARUYAMA, Akiyoshi SAKAIDA Takashi IMAMICHI and Shinya SASAKI

### 1緒 言

炭素繊維やアラミド繊維に代表される高強度・高弾性 率繊維は複合材料の強化材として自動車,航空・宇宙分 野から土木・建築分野に至る幅広い分野で使用されてい る.近年,高分子系繊維において,従来の繊維材料を大 きく上回る性能を持つ PBO (Poly-*p*-Phenylene Benzobisoxazole)繊維が実用化され注目を浴びているが, こうした新しい材料を用いた設計では,種々の条件下に おける破壊特性を把握しておくことが重要である.その ため,本研究室では従来から PBO 繊維に関して一連の 研究を行なってきており,標準タイプの PBO 繊維につ いては,その疲労寿命は応力比が 0.1~0.7 の範囲では最 大応力で一義的に統制できることを明らかにしてきた.

そこで本研究では熱処理を加えて弾性率を高めた高 弾性率タイプ PBO 繊維に着目し、疲労強度および S-N 特性を明らかにした.また、未破壊の疲労試験を行い、 電界放射走査型電子顕微鏡(FE-SEM)および原子間力 顕微鏡(AFM)により繊維表面の疲労損傷調査を行い、 疲労破壊のメカニズムについて検討を加えた.

### 2 実験方法

2.1 供試材料および試験片 実験に用いた繊維は高弾 性率 PBO 繊維(ザイロン®-HM,東洋紡)である.繊 維は非常に細いためJIS R7601を参考にして,長方形の 厚紙を用い試験片とした.ゲージ長さは12.5 mmとした. なお,PBO 繊維は紫外線および可視光により劣化し強度 低下を引き起こすため,試験片作製作業は紫外線を遮断 した部屋で行い,接着剤が乾燥するまで暗室で保管した. 2.2 繊維単体の疲労試験 繊維単体の疲労試験には電 磁力式疲労試験機(島津製作所製,容量10 N)を使用し た.疲労試験は正弦波荷重下において,荷重制御で行い, 周波数 f=10 Hz,応力比 R=0.1,0.5,0.7 の3条件で行 い,10<sup>7</sup>回で実験を打ち切った.また,試験の際は試験 機全体を黒いシートで覆い光を遮断して行った.

2.3 未破壊疲労試験 繊維に繰返し負荷を与え未破壊の疲労試験を行い, FE-SEM および AFM により表面損傷の調査を行なった. 未破壊疲労試験は正弦波荷重下において周波数 *f* = 10 Hz, 応力比 *R* = 0.1 の条件で最大荷重は Fig. 2 の疲労試験結果をもとに 10<sup>4</sup> 回で破断するように決めた. 繰返し数 *N* は 0 (未負荷), 10<sup>2</sup>, 10<sup>3</sup>, 10<sup>4</sup>

の4条件とし,所定の繰返し数に達した後,繊維表面の 観察をFE-SEM (S4000,日立)により行なった.繊維表 面の凹凸の観察にはAFM (NanoScope III MultiModeTM SPM, Digital Instruments)を使用した.

#### 3 実験結果および考察

3.1 S-N 特性 Fig. 1 に繊維単体の疲労試験結果を示す. 縦軸は応力振幅 $\sigma_a$ , 横軸は破断繰返し数 $N_f$ である. 〇, △, □はそれぞれ応力比 R = 0.1, 0.5, 0.7 のデータを示 している.実線,破線,一点鎖線は各応力比のデータに 対して最小二乗法を用いて直線回帰したものである.図 より, 各応力比におけるデータはばらつきはあるものの 片対数線図上で右下がりの直線で近似できることが分 かる. また, 応力比の増加に伴い, 同一寿命に対する時 間強度は小さくなっており、近似直線の傾きも小さくな る傾向が見られた.これらのことから、PBO 繊維の S-N 特性は応力振幅σ。で整理した場合には明確な応力比依 存性を示すことが分かる. このことは標準タイプの PBO 繊維(未熱処理)の疲労試験結果と同じであった.また, 耐久限度の存在については現在のところデータ数が足 りないため不明である. Fig. 2 に最大応力 σ<sub>max</sub> と破断繰 返し数 N<sub>f</sub>の関係を示す. 図中の〇, △, □はそれぞれ応 力比R=0.1, 0.5, 0.7のデータを示しており, 実線は全 データに対して最小二乗法を用いて直線回帰したもの である.一点鎖線は繊維単体の引張試験で得られた引張 強度の平均値(7.95 GPa)を示している.また、破線は 引張強度の標準偏差分だけ実線の上下に平行に引いた ものである.図より、各応力比におけるデータはばらつ きはあるものの、実線の付近に分布しており、片対数線 図上でほぼ直線関係が成立していることが分かる.また, Fig.1の応力振幅 $\sigma_a$ で整理した場合とは異なり、最大応 力 σ<sub>max</sub>の場合には,実線から1標準偏差分だけ離れた破 線のバンド内に重なるように分布しており,応力比の影 響はあまり顕著に認められない.このことから,PBO 繊 維のS-N特性は応力振幅よりも平均応力の影響を大きく 受けることが分かる.また,最大応力 σ max で整理した場 合にはばらつきはあるものの一義にS-N特性を統制でき ることが分かる.なお、これらのことは標準タイプの PBO 繊維(未熱処理)の疲労試験結果とほぼ同じである. 3.2 疲労損傷発生寿命 Fig.3 に繰返し負荷を与えた繊



Fig. 1 S-N curves plotted stress amplitude in ordinate for high-modulus type PBO fibers.



Fig. 2 S-N curves plotted maximum stress in ordinate for high-modulus type PBO fibers.

維の側面の FE-SEM 写真を示す. Fig. 3(a), (b)はそれぞ れ繰返し数 N=10<sup>2</sup>, 10<sup>4</sup> である. (a)より, 繰返し負荷の ごく初期において局所的に繊維長さ方向に長さ 10~20 μ m 程度の数本の筋が見られた.この筋は繰返し数の増 加に従って,長さが長くなり本数も増加する傾向にあっ た. 破断繰返し数に相当する(b)では, これらの筋は比較 的周辺にも観察された. Fig. 4 にこのような筋の AFM 像 の一例を示す.図より、Fig.3において見られた繊維表 面の筋は鋭く窪んでいることが観察される.PBO 繊維の 内部構造については, Fig. 5 に示すように繊維の表面は 約 0.2µm と非常に薄くミクロボイドが散在しないスキ ン層を形成しており、内部はミクロフィブリルと呼ばれ る微小径繊維が束になり繊維方向に配向していると報 告されている.また、ミクロフィブリル同士は完全に結 合しているのではなく、繊維方向に細長いミクロボイド と呼ばれる未結合部分が内部に多数存在すると報告さ れている<sup>1)</sup>. こうしたことを考えると,疲労損傷の発生 は、まず、繊維に繰返し荷重が作用すると、ミクロボイ ドは完全には繊維方向に平行ではないため両端の応力 状態はモード」とモード॥の混合モードとなると考えら れる. ミクロフィブリルの界面せん断強度はミクロフィ ブリルの強度よりも低いため、ミクロボイドはミクロフ ィブリル間の界面に沿って成長する.その後,他のミク ロボイドとの合体を繰返しながらミクロボイドがさら に成長する.このようなミクロボイドが表面のスキン層



(a) Number of cycles  $N = 10^2$ . (b) Number of cycles  $N = 10^4$ . Fig. 3 Surfaces of high-modulus type PBO fiber subjected to fatigue loads.



Fig. 4 AFM image of surface of high-modulus type PBO fiber subjected to fatigue loads.



Fig. 5 Illustration of internal structure of PBO fiber.

直下に存在する場合,表面のスキン層も影響を受けるため,表面に細い窪みやき裂が生じるものと考えられる. また,疲労においてはこうした弱い部分に損傷が集中的に起こるため,Fig.3に見られるように細い筋が局所的に観察されたと考えられる.以上のことをまとめると,疲労損傷の発生はミクロレベルにおいて全寿命の比較的初期の段階から始まり,表層部の細い筋は表層付近のミクロボイドが繊維方向に進展したためと推察される. なお,今回は比較的損傷の起きやすい低サイクル低応力比の条件のみの観察であり,その他の条件での観察については今後の課題としたい.

#### 4 結言

(1) 高弾性率 PBO 繊維の疲労破壊は応力振幅よりも 平均応力の影響が顕著であり,疲労寿命はばらつきはあ るものの最大応力により一義的に統制可能である.

(2) 繰返し荷重負荷による疲労損傷は全寿命の比較的初期の段階から生じる.

#### 謝辞

実験に使用した PBO 繊維は寺本喜彦氏を通じて東洋紡 績(株)からご提供頂いた.記して謝意を表します.

#### 参考文献

 T. Kitagawa, H. Murase and K. Yabuki, "Morphological study on poly-*p*-phenylenebenzobisoxazole (PBO) fiber", Journal of Polymer Science: part B: Polymer Physics, Vol. 36, pp. 39-48 (1998).