# 先進複合材料の損傷許容性評価に関する研究

# (第3報,層間破壊靱性試験システムの開発)

| 正員 | 影 | 山 | 和 | 郎*  | 正員 | 金 | 原 | 勲* |
|----|---|---|---|-----|----|---|---|----|
| 正員 | 鈴 | 木 | 敏 | 夫*  | 正員 | 大 | 沢 | 勇* |
| 正員 | 樺 | 島 | 重 | 憲** |    |   |   |    |

Damage Tolerance Estimation of Advanced Composite Materials (3rd Report : Development of A Computer Aided Testing System for Interlaminar Fracture Characterization)

> by Kazuro Kageyama, Member Isao Kimpara, Member Toshio Suzuki, Member Isamu Ohsawa, Member Shigenori Kabashima, Member

#### Summary

Japanese industrial standard for interlaminar fracture toughness tests of carbon fiber composites will be established. In order to achieve the reliable and easy-to-use test environment according to the standard, a computer aided test (CAT) system has been developed in the present paper. DCB and ENF tests for Mode I and II delamination fracture, respectively, have been applied to determine the interlaminar fracture toughness at initiation and during propagation. A mechanical servo testing machine has been controlled by a personal computer through GP-IB interface. A quasi-multiwindow man-machine interface has been designed for easy operation. The ENF test has been carried out under crack shear displacement (CSD) control, and stable delamination growth has been achieved. Delamination length has been monitored from the load versus crack opening or shear displacement (COD or CSD) diagrams based on the modified compliance calibration method. The method is very important technique for instrumentation of the interlaminar fracture toughness tests. Onset of delamination and delamination growth resistance characteristics (R-curves) in Modes I and II can be obtained automatically under the controlled delamination growth with the CAT system. Two types of advanced toughened CFRP, AS4/PEEK and T800H/3900-2, have been tested by the developed CAT system, and applicability of the test system has been examined.

# 1. 緒

营

軽量化のメリットから、舟艇,海洋機器ばかりでなく, 航空機,宇宙機器,自動車等の高速輸送機器への先進複合 材料の適用が拡大している。繊維強化複合材料は面内特性 に関しては,繊維の優れた力学特性を利用できる反面,繊 維で強化されていない層間の力学特性が,面内と比較して 著しく劣るという欠点を有しており,それが構造部材へ適 用する際の問題点となることが少なくない。複合材料積層

\* 東京大学工学部

\*\* 三菱電機株式会社

原稿受付 平成5年1月11日 春季講演会において講演 平成5年5月19,20日 構造の破壊の多くは,層間はく離に起因している。先進複 合材料に対する損傷許容性評価技術の確立が望まれるゆえ んである。

そのような観点から著者らは前報において層間破壊靱性 試験方法の検討<sup>10</sup>,および層間はく離を有する積層板の圧 縮破壊挙動<sup>20</sup> について研究を行なってきた。また欧米では, 複合材料の層間破壊靱性試験方法標準化研究が精力的に進 められており,幾つかの中間報告もなされている<sup>30~50</sup>。我が 国でも(財)高分子素材センターにおいて層間破壊靱性試験 方法の標準化 (JIS) ための研究が平成元年度から3か年計 画で実施され、その成果はいくつかの報告にまとめられて いる<sup>60~60</sup>。以上の経緯を踏まえ、日本工業規格「炭素繊維強 化プラスチックの層間破壊靱性試験方法」(JIS K 7086-1993)<sup>100</sup> が平成5年に制定されるはこびとなった。 360

# 日本造船学会論文集 第173号

層間破壊靱性試験はかなりの熟練を要し、しかも時間と 手間のかかる試験の一つであり、その普及のためには高精 度化と省力化が可能で、試験者の習熟度に依存しない客観 的データが得られる自動試験システムの開発が望まれる。 そこで本報では JIS に準拠し、試験手順と評価・解析を自 動化したコンピュータ援用試験システムを開発・試作した ので報告する。

## 2. JIS で規定する試験手順の概要

JIS K 7086 では, モード I, II 層間破壊靱性試験法とし て, それぞれ DCB 試験と ENF 試験を規定している。ここ では試験システム構築の前提となる JIS 試験手順につい て簡単に述べる。

## 2.1 試験片

試験片は Fig. 1, 2 および Table 1 に示すような, 厚さ 2 H が約 3 mm, 幅 B が 20~25 mm, 全長が 140 mm 程度の CFRP 積層矩形板で, 板厚中央には厚さ 25 μm 以下のスタ ータフィルムが挿入されている。必要に応じて規格の手順







Fig. 1 Configuration of DCB specimen



Fig. 2 Configuration of ENF specimen

に従った予き裂処理を行ない, DCB 試験片では 40 mm 程 度, ENF 試験片では 25 mm 程度の初期き裂を導入する。 DCB 試験片では,き裂面と直角方向に荷重を負荷するた め,1対のアルミ製ピン負荷用ブロックを試験片に接着す る。

### 2.2 DCB 試験

Fig.3に示すように試験片に荷重を負荷し、荷重線上の き裂開口変位(COD)δと荷重 Pの関係を、き裂長さと対応 させながら測定する。荷重負荷に際してはユニバーサル継 手を有するピン負荷ジグの使用が推奨される。COD につい ては負荷ジグ等の変形が無視できる場合には、荷重点の変 位 u で代用できる。COD の増加速度は、はく離き裂進展量 ∆a が 20 mm までは 0.5 mm/min, それ以後は 1 mm/min とする。Fig.4に模式的に示すように、荷重-COD線図に おける初期の直線と COD 軸の交点を COD の原点と見な し,そこを基準として δ を読み取る。最大荷重以後,荷重 は低下しながらも COD は増加し続け、はく離き裂は安定 に進展する,コンプライアンス C を δ/P として定義する。 通常はコンプライアンスを求める際に除荷を行なわない。 き裂長さaは荷重線からき裂先端までの直線距離として 定義し、通常は読み取り顕微鏡によってはく離き裂進展量 が約70mmになるまでおよそ10mmごとに測定する。そ の後完全に除荷をして試験を終了するが、もしその時の

| Table | 1 | Dimensions | of | DCB | and | ENF | specimens |
|-------|---|------------|----|-----|-----|-----|-----------|
|       |   |            |    |     |     |     |           |



(Unit : mm)



Fig. 3 DCB specimen

COD の永久変形分が COD の最大値の 10%を越える場合 には,除荷/再負荷によってコンプライアンスを測定する必 要がある。

## 2.3 ENF 試験

Fig.5 に模式的に示すように、三点曲げジグにより試験 片に曲げ荷重を負荷することにより ENF 試験が行なわれ る。その際、Fig.5 に示す荷重線変位 v を測定する方法と、 き裂せん断変位 (CSD)  $\delta$  を測定する方法の 2 通りの方法を JIS では規定している。CSD は CSD 計を用いて、端面での き裂上下面の相対的せん断変位として測定されるが、CSD 制御とすることにより、はく離き裂進展を安定化すること ができる。はく離き裂のある側の支点からはく離き裂先端 までの距離として、はく離き裂長さ a を定義する。

2.3.1 荷重線変位制御による試験

支点間距離 100 mm に設定し、荷重点の移動速度 0.5 mm/min で三点曲げ荷重を負荷して試験を行なう。最大荷 重以後き裂進展は不安定となるので、進展中のはく離き裂 長さは測定できない。不安定はく離き裂進展後荷重を完全 に除荷し試験を終了する。

2.3.3 CSD 制御による試験

三点曲げ負荷ジグは同じものを使用するが,前報<sup>1)</sup>で報告した CSD 計を試験片に取り付け, CSD 速度一定条件



Fig. 4 Schematic figure of load versus COD diagram



Fig. 5 ENF specimen

(0.03 mm/min)の下で試験を行なう。この場合, Fig.4 と 同様に最大荷重以後,荷重は低下するが, CSD は増加し続 け,はく離き裂は安定に進展する。ただし,DCB 試験と異 なり,ENF 試験ではき裂の変形がモード II のせん断型でき 裂は開かないため,進展中のはく離き裂長さを光学的に読 み取ることが困難である。き裂長さの測定には後述する修 正コンプライアンス較正法の適用が不可欠である。荷重一 CSD 線図における初期の直線と CSD 軸の交点を CSD の 原点と見なし,そこを基準として  $\delta$  を読み取る。CSD コン プライアンス  $\lambda \varepsilon \delta/P$  で定義し,通常の荷重点コンプライ アンス C=v/P と区別する。通常の試験では、コンプライ アンスの測定のために除荷をする必要はない。

## 3. 開発した試験システム

既に著者ら<sup>11)12)</sup>によって電気一油圧サーボ方式の材料 試験機を用いた層間破壊靱性試験システムが開発されてい るが、本報では、低速での安定性に優れ、必要十分な応答 性も確保できるメカニカルサーボ方式の試験機を用いたコ ンピュータ援用層間破壊靱性試験システムを開発した。そ の試験システムのブロック図を Fig.6に示す。この図は ENF 試験の場合であるが、CSD 計の出力を制御変数とし てフィードバック回路を形成することにより、機械式にも かかわらず CSD 速度一定での試験を可能にしている。ま た、駆動ねじにより上下のクロスヘッドが互いに逆向きに 移動する構造にしてあるため、DCB 試験中には試験片の上 下位置がほとんど変化せず、顕微鏡によるはく離き裂長さ 測定に都合が良い。試験機の全景を Fig.7 に示す。



Fig. 6 Block diagram of a computer aided test system



Fig. 7 Photo of the test system

362

# 日本造船学会論文集 第173号

試験速度の設定,制御信号の入力等,試験機の操作と制 御は,GP-IB(IEEE 488標準ディジタルインターフェース) を介してパーソナルコンピュータからの命令により実行さ れる。また,荷重計,変位計および CSD 計からの信号は A/ D 変換された後,これも GP-IB を介してパーソナルコン ピュータに収録される。

試験条件や解析条件の設定は,擬似マルチウインドウ上 で,ダイアログの指示に従いながらマウスとキーボードに よって入力する。これらの設定条件にしたがって試験とデ ータ解析が実施され,層間破壊靱性やはく離き裂進展抵抗 (R カーブ)が評価されるが,それらについては次章でやや 詳しく述べる。

# 4. 評価・解析プロラム

JIS に準拠して層間破壊靱性を計算するが,その理論的 背景はすでに前報<sup>1)</sup> で述べたのでここでは省略する。JIS K 7086 は自動化試験を前提としていないが,試験の自動 化に対する対応が十分に考慮されており,規格の範囲内で 比較的簡単に評価・解析プログラムを組むことができる。 なお本プログラムは日本語 MS-DOS ver. 5.0<sup>13)</sup>上で Turbo C<sup>14)</sup> を用いて記述されている。



(a) Test and analysis menus





### 4.1 DCB 試験

DCB 試験プログラムメニューの構成を Figs. 8(a), (b)に示す。試験・解析メニューには実験と解析の各モー ドに対応する 2 ページの画面がある。

実験画面では、試験片寸法や試験条件等のデータ設定, 試験中のグラフ表示における縦軸と横軸の変数の割当とス ケーリングを行ない、試験終了後、最小二乗法による初期 の直線のあてはめと COD の原点補正を行なう。CRT の画 面中に仮想操作パネルを配置し、アイコンをマウスで操作 することにより試験機のマニュアル操作も行なえるように して、本システムの操作性を高めている。

解析画面では、試験後任意の実験データ間の相関関係の 表示を得るとともに、はく離き裂長さとエネルギー解放率 を JIS で規定する修正コンプライアンス較正法によって 計算する。すなわち前報で提案したように、B と 2H を試 験片の幅と厚さ、C をコンプライアンスとして、無次元化 はく離き裂長さ a/(2H) と単位幅当りのコンプライアンス の立方根 (BC)<sup>1/3</sup>の関係を次式で近似する。

$$\frac{a}{2H} = a_0 + \alpha_1 (BC)^{\frac{1}{3}} \tag{1}$$

オプションメニューでは、実験データのファイルへのセ ープの他、限界荷重等の代表点の同定を行なう。ここで5% オフセット点(P<sub>6</sub>)とは、荷重一COD線図において、COD の原点を通り初期の直線より5%勾配が小さい直線と荷重 ーCOD曲線の交点として定義されるもので、この点と最大 荷重点(Max)と比べて先に出現した荷重をもって、JIS K 7086では進展初期の荷重 Pc を定義している。ノンリニア 点(NL)とは初期の直線から勾配が変化し始める点である が、本プログラムでは便宜上1%の勾配低下として定義し ている。

修正コンプライアンス較正法によれば, DCB 試験験片の モード I エネルギ解放率は,係数 α,単位幅当りのコンプ ライアンス BC と単位幅当りの荷重 P/B を用いて次式で 計算できる。

$$G_{I} = \frac{3}{2(2H)} \left(\frac{P}{B}\right)^{2} \frac{(BC)^{\frac{2}{3}}}{\alpha_{1}}$$
(2)

限界荷重 Pc を式(2)に代入してはく離き裂進展初期のモード I 破壊靱性  $G_{lc}$  が求められる。また,進展中の荷重  $P_{R}$ 

とコンプライアンス Cを用いて、式(1)、(2)よりはく離 き裂長さ aと進展中のモード I 層間破壊靱性  $G_{IR}$  が計算 できるので、両者をプロットすればモード I の R カーブが 求められる。

## 4.2 ENF 試験

本試験システムでは、CSD計の使用を前提としている が、制御方式は荷重線変位とCSDのいづれかを選択でき るようになっている。その点を除けばプログラムメニュー の構成と操作は基本的には DCB 試験と同一である。

前報<sup>1)</sup> で述べたように, ENF 試験に修正コンプライアン ス較正法を適用すると, 無次元化はく離き裂長さ *a*/(2*H*) と単位幅当りのCSDコンプライアンスの平方根(*B*λ)<sup>1/2</sup>の関 係は次式で良く近似できる。

$$\frac{a}{2H} = \beta_0 + \beta_1 (B\lambda)^{\frac{1}{2}} \tag{3}$$

係数  $\beta_0$ ,  $\beta_1$  は弾性係数の関数で、材料が同じならば同一の 値をとる<sup>1),9)</sup>。また、モード II エネルギー解放率  $G_{II}$  は荷重  $P \ge CSD\delta$ を用いて次式のように簡単に表わされる。

$$G_{H} = \frac{3P\delta}{4B(2H)} \tag{4}$$

式(3),(4)は JIS K 7086 中でも規定されている。ただ し、ENF 試験では進展中のはく離き裂の実測が困難なた め、式(3)の係数を実験的に求めるのは容易ではない。試 験片を支点上で横にずらしながら較正曲線を求める方法も 提案されているが、本システムでは、 $\beta_1$ が弾性はり理論よ り次式で得られることを利用して、長手方向曲げ弾性率  $E_L$ より、計算で求めることを提案している。

$$\beta_1 = \sqrt{\frac{E_L}{6}} \tag{5}$$

 $\beta_0$ についは、 $G_{II}$ に影響を与えないこと、はく離き裂進展量  $\Delta a$ には関係しないこと、また DCB 試験片の  $\alpha_0$ と比較し て絶対値で  $1/3 \sim 1/4$  程度と小さいことなどを考慮して、規 格解説<sup>10)</sup>の計算式の推定値(例えば一方向 CFRP では-0.33 程度)を便宜的に用いている。

非線形開始点と5%オフセット点に関しては、荷重一荷



Fig. 9 An example of compliance calibration test

重線変位 (P-v)線図上で定義するか,荷重一CSD 線図  $(P-\delta)$ 線図上で定義するかによって,それぞれ限界荷重の値 が異なるという問題がある。JIS K 7086 では,簡便性という観点から P-v線図の使用を主に, $P-\delta$ 線図の使用を 副としているが, $P-\delta$ 線図の方がより安全側の評価を与えるため,その有用性が無視できない。そこで本システム で限界荷重をいずれの線図からも定義できるようにし,そ の選択は試験者に任せることとした。

## 5. 試験実施例

低靱性 CFRP と比較してより層間破壊靱性試験の実施 が困難と思われる2種類の高靱性 CFRP について DCB, ENF 両試験を実施し,開発した試験システムの有効性を確 認した。

## 5.1 供試材

供材試は炭素繊維がAS4、マトリックスが耐熱熱可塑性 樹脂 PEEK (polyether-ether-ketone)のAPC2と、炭素 繊維がT800H、マトリックスが177°C硬化型エポキシのベ ース材料の層間に、熱可塑性樹脂の微細粉を分散させたイ ンターレイヤを形成させ層間の靱性を高めたT800H/ 3900-2の2種類である。いずれも一方向強化材で、積層構 成は繊維を長手方向(0°)に揃えた24層構成の[0]24であ る。長手方向の弾性率 $E_{L}$ の実測値はAPC2が112GPa, T800H/3900-2は132GPaであった。試験片形状はFigs. 1、2に示したものと同一である。スタータフィルムには表 面に離型処理した高さ7.5 µmのポリイミドフィルムを使 用し、必要に応じて予き裂処理を行った。

# 5.2 DCB 試験結果

Fig.9にAPC2におけるキャリブレーション試験例を 示す。図中にはく離き裂長さの実測値を合わせて示してあ る。これより無次元き裂長さと単位幅当りのコンプライア ンスの立方根の関係を求めると Fig.10 となる。この図に



Fig. 10 An example of a relation between normalized crack length and cube root of compliance per unit width

最小二乗法を適用して式(1)の係数  $a_0$ ,  $a_1$ を求めると、そ れぞれ-1.00 と 12.06(N/mm<sup>2</sup>)<sup>1</sup>/<sub>3</sub>となる。Fig. 10 にプロ ットした両者の関係には非常に良い相関があり、相関係数 rは 0.9998 に達する。

Figs. 11(a), (b)に APC2の荷重-COD 線図とモード IのRカーブを, Figs. 12(a), (b)にT 800 H/3900-2の 荷重-COD線図とモード IのRカーブの測定例を示す。 ただし、サンプリング時間は 100 msec, サンプリング数は およそ 6000 であった。R カーブ上に、はく離き裂進展初期 の層間破壊靱性 Gic の各評点 (NL, P5, Max) を示してあ る。T 800 H/3900-2 ではインターレイヤ破壊からベース材 の破壊に遷移するにつれモード Ι 層間靱性値が低下すると いう特異な挙動が測定された。この材料では、はく離き裂 成長開始点で靱性を定義すると非安全側の評価となる。し たがって損傷許容性評価の観点からは R カーブを総合的 に評価し,はく離き裂進展の許容値から破壊靱性の限界値 を評価する必要がある。本研究において開発した評価シス テムを用いれば,効率良くRカーブ全体の特性を取得でき るので、このような特異なはく離き裂進展特性を示す材料 に対しても合理的な評価が可能となる。





Fig. 11 An example of DCB test result for APC2

Figs. 13, 14 に進展中のはく離き裂進展速度の変化を両 供試材について示す。目視によるき裂長さの測定と異なり, 修正コンプライアンス較正法を用いた自動測定では,測定 データ全点でのはく離き裂長さが求められるので,このよ うな詳細な解析も可能となる。



(a) Load versus COD diagram







Fig. 13 Change of crack growth rate during delamination in APC2

先進複合材料の損傷許容性評価に関する研究











# 5.3 ENF試験

APC2の荷重-CSD線図とモードIIのRカーブの測定 例をFigs.15(a),(b)に,T800H/3900-2について同様 な測定例をFigs.16(a),(b)に示す。Rカーブ上には,P- $\delta$ 線図より評価したはく離き裂進展初期のモードII層間







Fig. 16 An example of ENF test for T800H/3900-2

破壊靱性  $G_{IIc}(NL, P_5, Max)$ を示してある。モード I の場 合と異なり, T 800 H/3900-2 は進展開始から進展中を通じ で高い靱性を示している。なお,この時のサンプリング時 間は 200 msec,サンプリング数はおよそ 2000 であった。

APC2とT800H/3900-2のモードII層間破壊靱性の各 種初期値に及ぼすCSD速度の影響を調べた結果をFigs. 17,18に示す。CSD速度0.001mm/minの場合1本の試験 片のデータを取得するためには6時間以上を要する。これ をマニュアルで実施することを考えると、自動化により労 力が大幅に省かれている。またCSD速度が0.1mm/min という比較的高速の試験も問題なく実施されている。

# 6. 結 言

最近制定された日本工業規格(JIS K 7086)に準拠して, CFRPのモードI, II層間破壊靱性評価を自動的に行なう 比較的安価なコンピュータ援用試験評価システムを開発し た。本試験システムを2種類の高靱性CFRPに適用して層 間破壊挙動を評価し、その有効性と有用性を確認した。

本試験システムを用いれば,はく離き裂進展初期の特性 ばかりでなく,Rカーブ全体を総合的に評価できるので, 特異なはく離き裂進展特性を示す材料(例えば本供試材に

365



Fig. 17 Effect of CSD rate on Mode II interlaminar fracture Toughness in APC2

用いた T 800 H/3900-2) に対しても,損傷許容性に対する 合理的な評定を与えることができる。

層間破壊靱性試験は多くの手間と時間を要する試験の一 つであるが、本試験システムのような自動評価システムが 開発されたことにより、層間破壊靱性試験の一層の普及を を期待したい。

#### 謝 辞

本試験システムの開発に当っては,(株)米倉製作所より 試験装置の提供を受け,また技術的な助言を得た。ここに 感謝の意を表する。

## 参考文献

- 影山和郎,金原勲,大沢勇,北條正樹:先進複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, 第168 号,(1990), p.497
- 影山和郎,金原勲,鈴木敏夫,大沢勇,国分和也, 大宮慎一:先進複合材料の損傷許容性評価に関する 研究(第2報,層間はく離を有する積層板の圧縮破 壊挙動),日本造船学会論文集,第170号,(1991), p.737
- H. Wittich and K. Friedrich: Proc. 8th Inter. Conf. Compos. Mater., Honolulu, (1991), p. 28-C-1
- P. Davies et. al : Round-robin interlaminar fracture testing of carbon-fibre-reinforced epoxy and PEEK composites, Compos. Sci. Tech., Vol. 43 (1992), p. 129.



Fig. 18 Effect of CSD rate on Mode II interlaminar fracture Toughness in T800H/3900-2

- 5) T. K. O'Brien and R. Martin: Experiences in round robin testing of AS 4/PEEK thermoplastic composites using the double cantilever beam specimen, Proc. Euro. Conf. Composites Testing & Standardisation, Amsterdam, (1992), p. 373
- 6) 有機・複合系新素材の標準化に関する調査研究成果 報告書,炭素繊維複合材料編,(1992),(財)高分子 素材センター
- 彩山和郎,北條正樹,田中潔:CFRPの層間破壊靱 性試験方法標準化研究(その1,調査研究の概要) 37th FRP CON-EX 講演要旨集,(1992), p. 19
- 8) 北條正樹, 影山和郎, 田中潔: 同上(その2, DCB 試 験方法の検討), 同上, p.24
- 9) 田中潔, 影山和郎, 北條正樹: 同上 (その3, ENF 試験方法の検討), 同上, p.29
- 10) 炭素繊維強化プラスチックの層間破壊靱性試験方法 (JIS K 7086-1993),日本規格協会、(1993),発行 予定
- K. Kageyama, T. Kobayashi and T.-W. Chou: Analytical compliance method for Mode I interlaminar fracture toughnes testing of composites, COMPOSITES, Vol. 18, No. 5 (1987), p. 393
- 12) K. Kageyama, M. Kikuchi and N. Yanagisawa : Stabilized End Notched Flexure Test-Characterization of Mode II Interlaminar Crack Growth, Composite Materials : Fatigue and Fracture (Third Volume), ASTM STP, 1110, T.K. O'Brien Ed. (1991), p. 210
- 13) 日本語 MS-DOS(Ver 5.0), 日本電気, (1991)
- 14) Turbo C 2.0, Borland, (1988)