

炭素繊維の疲労に関する研究

京都工芸繊維大学 材料化学系 小林治樹

Study on Fatigue Phenomenon of Carbon Fiber

Haruki Kobayashi

Faculty of Materials Science and Engineering, Kyoto Institute of Technology

炭素繊維は、優れた力学的性質を有し、また比較的軽量であることから、スポーツ用品や輸送機器の構造材料などの分野において広く利用されている。炭素繊維に関してのこのような利用方法において、耐疲労性の調査は安全上重要である。本研究では、炭素繊維の耐疲労性と引張強度の関係について調査を行った。異なる2種類の炭素繊維試料に対して、事前の所定の引張応力の負荷によって破断しなかったサンプル群と、そのような操作を行わなかったサンプル群とに対し、それぞれ単繊維疲労試験を行い、その疲労挙動を比較検討した。その結果、比較的低応力で引張破断する炭素繊維試料は、疲労初期に疲労破断する可能性が高く、耐疲労性と引張強度の破壊機構における強い相関関係の存在がわかった。このことから、低応力での引張破断を引き起こす原因を抑制できれば、炭素繊維の耐疲労性は向上するものと考えられる。

Carbon fibers (CFs) have been widely used in the field of sports equipment, airplanes, vehicles and so on. In those applications, the degradation of CFs, caused by the fatigue phenomenon, may lead to serious incidents. Therefore, it is important to investigate the fatigue phenomena of the CFs. In this study, the relation between fatigue resistance and tensile strength of PAN-based CFs was investigated by conducting tensile and fatigue tests. As a result, it was found that the fatigue resistance and tensile strength of CFs, used in this study, had a strong correlation. Defects which lead to the fiber fracture at relatively low tensile stress in the tensile tests are able to lead to the fatigue fracture at an relatively early stage in the fatigue tests in many cases. Therefore, removing these defects is able to be considered to an important factor to improve the fatigue resistance of the CFs.

1. はじめに

炭素繊維は、その優れた力学的性質から、様々な用途で利用されており、その市場は近年拡大している。炭素繊維と同じく、優れた力学的性質を有する高強度繊維として、アラミド繊維等も広く利用されているが、このアラミド繊維等の高強度繊維については、その強度以下の応力でも、繰返し負荷されることで繊維に疲労が生じ、強度の低下や破断が発生することが報告されている¹⁻⁵⁾。この疲労現象による高強度繊維の強度低下や破断は、高強度という特性を期待して利用される場合の多いこの種の材料において、大事故にも繋がりがねない危険な現象である。しかしながら、高強度繊維の強度や弾性率といった力学物性に対する研究は、数多くの研究グループによって実施され、これまでに多くの知見が

得られてきた一方で、疲労現象に関する研究は、それらに比べると、研究の蓄積は十分とは言えず、未解明な点も多く残り、その危険性の認識も十分にはされていないのが現状である。本研究では、炭素繊維の耐疲労性と引張強度の関係についての調査を目的として、ポリアクリロニトリル (PAN) 系炭素繊維を試料に用いて、単繊維引張試験と単繊維疲労試験を実施し、耐疲労性と引張強度の関係について検討した。

2. 実験方法

2.1 試料

本研究では、2種類のPAN系炭素繊維を試料として実験に用いた。2種類それぞれのPAN系炭素繊維を、以下CF_AとCF_Bと呼ぶ。これらCF_AとCF_Bは、どちらもフィラメント数24000の繊維束で提供された。本研究では、力学試験において、繊維試料に負荷される応力を正確に把握する目的で、引張と疲労の各力学試験は、単繊維を試料に用いて実施した。仮に繊維束を試料とした場合、繊維束に負荷される応力を正確に把握したとしても、その繊維束中の個々の単繊維に負荷される応力が正確には把握できない。その単繊維試料で各力学試験を行うための準備として、各炭素繊維束のサイジング剤を除去した後、開織して、繊維束から単繊維を引き抜き、単繊維試料を用意した。また、単繊維試料のハンドリング性を考慮し、Fig. 1に示すように、内側を切り抜いた台紙を用意し、その台紙に単繊維試料を渡し、両端をエポキシ系接着剤で固定することで、各力学試験に用いる試験片を作製した。この台紙の切り抜きを長手方向に60 mmとすることによって、各力学試験における試長を60 mmとした。この台紙は、各力学試験機にセットされた後、試験開始前に両サイドが切断され、力学試験の際には、荷重が繊維試料のみに負荷されるようにした。

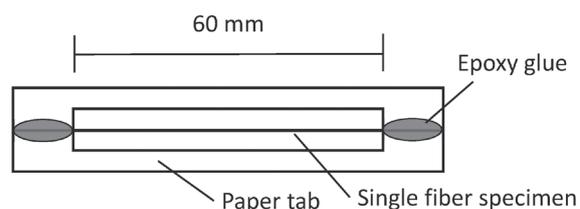


Fig 1. Schematic diagram of specimen for the single fiber mechanical tests.

2.2 単繊維引張試験

単繊維引張試験は、万能試験機 (STB-1225S, A&D 製) を用いて、ASTM の規格⁶⁾に基づき実施した。試験速度は2 mm/min(ひずみ速度は3.3%/min)とした。また、この単繊維引張試験において、接着剤からの繊維の抜けや、接着剤内での繊維の破断などが発生する場合も見られたが、そのような場合は、そのデータを実験結果として用いず、試長内で繊維試料が破断した場合のデータのみ実験結果として用いた。単繊維引張試験では、各試料において、40以上の有効なデータを得た。

2.3 単繊維疲労試験

単繊維疲労試験は、本研究用に特注した電磁アクチュエータで駆動する疲労試験機を用いて、単繊維試料に繰返しの引張応力として、次式(1)で与えられる正弦波応力 $\sigma(t)$ を負荷することで実施した。

$$\sigma(t) = \frac{\sigma_{\max} - \sigma_{\min}}{2} \sin(2\pi ft) + \frac{\sigma_{\max} + \sigma_{\min}}{2} \quad (1)$$

ここで、 σ_{\max} と σ_{\min} は、それぞれ正弦波応力の最大値と最小値、 f は周波数、 t は時間である。本研究では、周波数 f を 50 Hz とし、繰返し応力の負荷回数は時間の都合上 100 万回を上限に設定した。繊維試料が破断するか、この上限回数 100 万回に到達した時点で、試験を終了とした。この単繊維疲労試験では、各試料における試験試行回数を 30 とした。

3. 結果と考察

3.1 単繊維引張試験

CF_A と CF_B の単繊維試料の平均直径、および単繊維引張試験により得られた平均引張強度、平均引張弾性率、平均破断伸度を、それぞれ標準誤差とともに Table 1 に示す。CF_A と CF_B は、平均直径、平均初期弾性率、平均破断伸度の値に違いが見られたが、平均引張強度においては、それらと比較して大きな差は見られなかった。この引張強度に関して、Fig. 2 に CF_A と CF_B それぞれの Weibull プロットを示す。これらの Weibull プロットについて、CF_A においては引張強度 3.4 GPa に相当する付近、CF_B においては引張強度が 3.0 GPa に相当する付近に屈曲が確認された。本研究における単繊維引張試験では、試長を 60 mm と比較的長く設定した。この比較的長い試長により、比較的低応力で破断に至る欠陥が試長内に存在する確率が高くなり、屈曲前の引張応力で破断に至る比較的低強度の試料の数が増加したことで、Weibull プロットの屈曲が顕著になったと考えられる。また、Weibull プロットが直線を示さず、屈曲していることから、本研究で用いる CF_A、CF_B は、その引張破断が単純な最弱リンク仮説には従わないことがわかる。また屈曲の原因として、破壊機構が 2 つ以上存在している可能性が考えられる。CF_A、CF_B それぞれの Weibull プロットにおいて、屈曲点を境に 2 つの領域を示すものと仮定し、図中に示すように、それぞれの領域を領域 I と領域 II と呼ぶことにする。この領域 I と領域 II のプロット数の割合を比較すると、CF_A においては、領域 I がおよそ 44%、領域 II

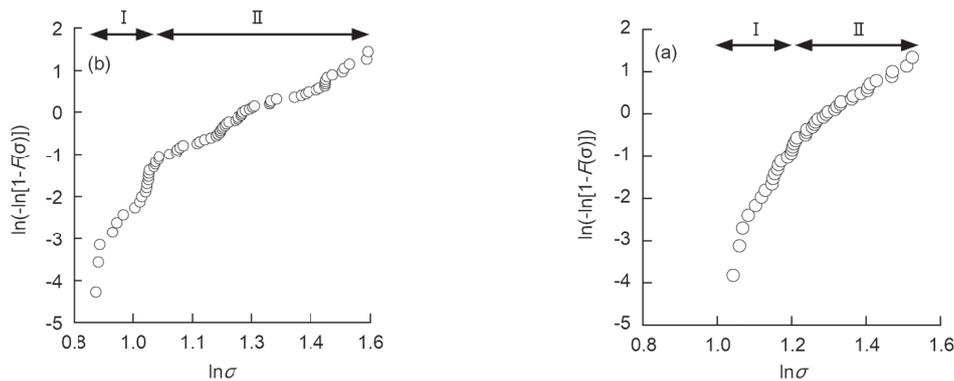


Fig 2. Weibull plots for (a) CF_A and (b) CF_B. The σ stands for tensile stress and the $F(\sigma)$ stands for cumulative probability of failure at tensile stress of σ .

Table 1 Average diameters and tensile properties of the carbon fibers.

Specimen	Average diameter (μm)	Average strain at break (%)	Average tensile strength (GPa)	Average initial modulus (GPa)
CF_A	7.3 ± 0.011	1.7 ± 0.033	3.5 ± 0.066	178 ± 1.2
CF_B	5.3 ± 0.010	1.2 ± 0.027	3.4 ± 0.083	245 ± 1.2

がおよそ 56% であり, CF_B においては, 領域 I がおよそ 25%, 領域 II がおよそ 75% であった. CF_A と CF_B は, 平均強度に大きな違いは見られなかったが, その強度分布には違いがあることがわかった.

3.2 単繊維疲労試験

Fig. 3 に CF_A と CF_B の単繊維疲労試験の結果を示す. この時の単繊維疲労試験の応力負荷条件は, どちらの場合も $\sigma_{\max} = 3.0$ GPa, $\sigma_{\min} = 0.6$ GPa とした. 同図は, 縦軸に累積破断確率, 横軸に繰返し応力の回数を取っている. 本研究における疲労試験は, 実験方法において示した通り, 100 万回を繰返し応力の負荷回数の上限としている. 図中の繰返し応力回数 100 万回にプロットされている点については, 累積破断確率ではなく, 100 万回までに破断に至らなかった試料のプロットを便宜上示したものである. そのことを表すために, そのプロットには矢印を記している (以降の図すべて同様). この Fig. 3 に示されるように, 本研究で用いた PAN 系炭素繊維である CF_A と CF_B は, どちらも繰返し応力の回数とともに破断確率が上昇した. このことから, CF_A と CF_B は, 繰返し応力を負荷されたことで, 疲労現象を示し, 繊維が疲労破断することがわかった. 次に, 同じ疲労試験の結果について, 繰返し応力の回数に対して Weibull プロットした結果を Fig. 4 に示す. 同図より, これらの Weibull プロットが, 単繊維引張試験の場合と同様に, 1 本の直線とはならないことがわかった. このことから, CF_A と CF_B の疲労破断現象は, どちらも最弱リンク仮説に従っていないことがわかった. CF_A と CF_B, どちらの Weibull プ

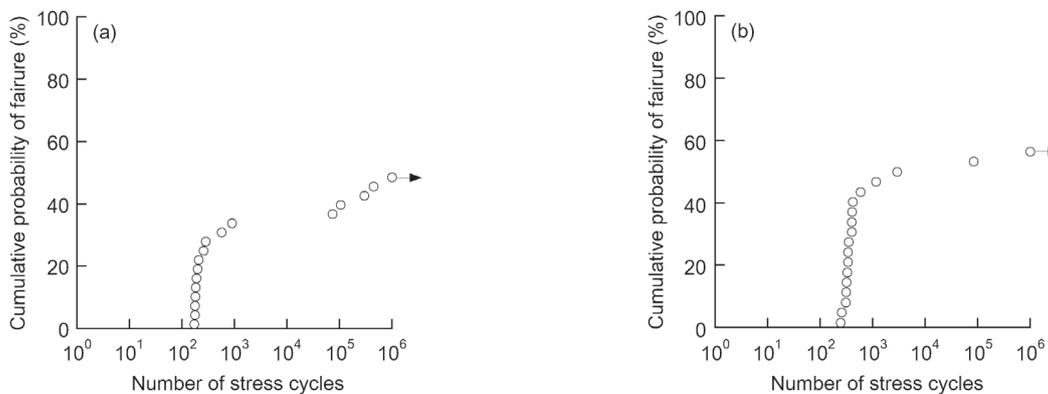


Fig 3. Cumulative probability of failure vs. number of stress cycles for (a) CF_A and (b) CF_B.

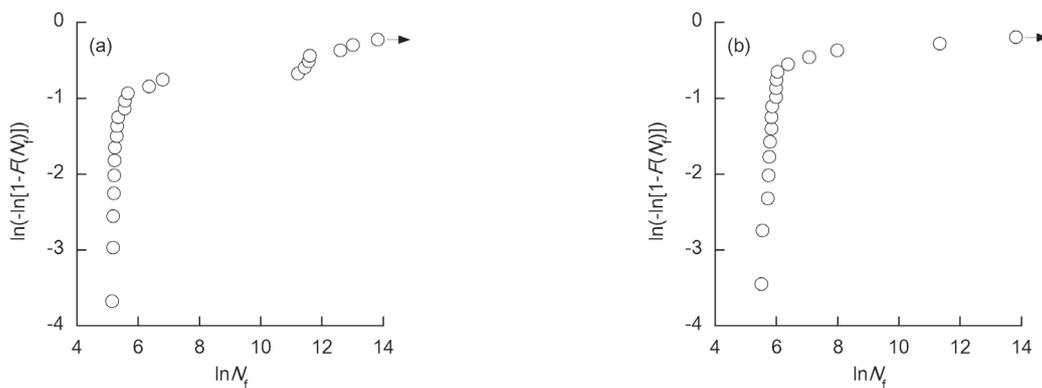


Fig 4. Weibull plots for (a) CF_A and (b) CF_B. The N_f stands for number of stress cycles at failure and the $F(N_f)$ stands for cumulative probability of failure at number of stress cycles of N_f .

ロットも、繰返し応力負荷 400 回程度に相当する回数において、プロットが大きく屈曲しており、疲労破断現象においても、破壊機構が2つ以上存在している可能性が考えられる。

単繊維引張試験と単繊維疲労試験の両者において、その Weibull プロットには屈曲が見られたが、単繊維引張試験において比較的応力（領域 I）で発生する引張破断をもたらす繊維試料の欠陥と、単繊維疲労試験において比較的少ない繰返し応力の回数で発生する疲労破断をもたらす欠陥との関係について検討するために、次のような検証を行った。すなわち、単繊維疲労試験を実施する前に、単繊維繊維試料に所定の引張応力を一度負荷して、破断するものと、破断せずに残るものとに分け、破断せずに残った試料でのみを用いて、疲労試験を行った場合、そのような操作をせずに、すべての試料に対して疲労試験を行った場合とどのような違いが出るかの検証である。この時の事前に負荷する所定の応力は、領域 I と領域 II の境界となる引張応力、すなわち CF_A においては 3.4 GPa、CF_B においては 3.0 GPa に設定した。この引張応力に耐えた繊維試料のみで単繊維疲労試験を行った結果を Fig. 5 に示す。比較のために、Fig. 3 において示された事前の引張応力負荷を行っていないサンプル群に対しての疲労試験の結果も同時に示す。同図から、CF_A、CF_B とともに、事前の応力負荷を行ったサンプル群とそのような操作を行っていないサンプル群とでは、その疲労挙動には明確な違いが見られる。事前の引張応力負荷によって、比較的応力（領域 I）で破断する試料を取り除いたサンプル群では、疲労試験において 100 万回までに疲労破断する確率が明確に減少している。Fig. 6 には、これらの結果を

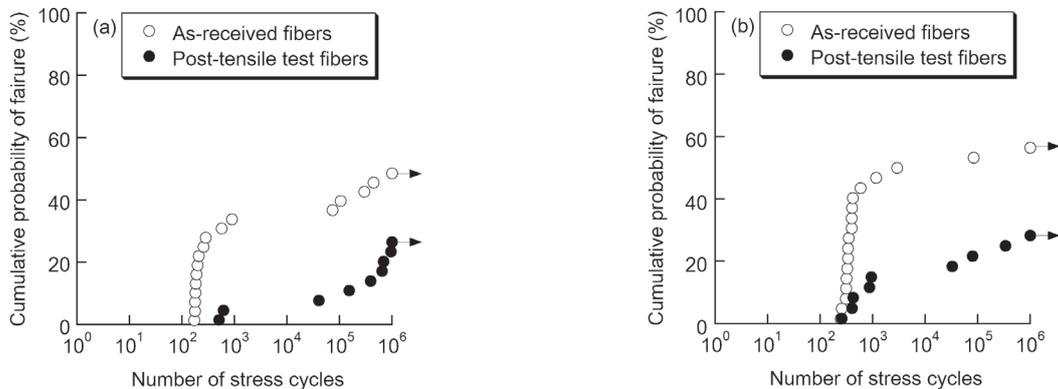


Fig 5. Cumulative probability of failure vs. number of stress cycles for (a) CF_A and (b) CF_B.

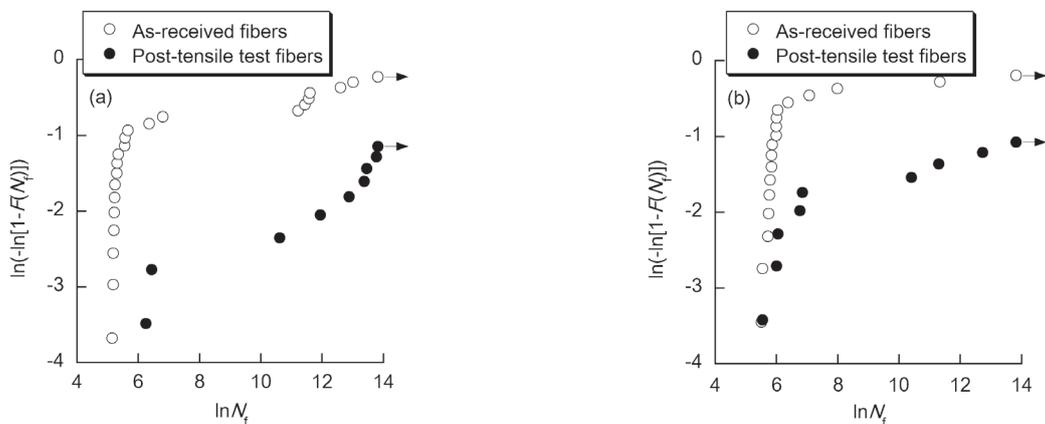


Fig 6. Weibull plots for (a) CF_A and (b) CF_B. The N_f stands for number of stress cycles at failure and the $F(N_f)$ stands for cumulative probability of failure at number of stress cycles of N_f .

Weibull プロットした結果を示す。同図から、事前の引張応力負荷によって、比較的低応力（領域 I）で破断する試料を取り除いたサンプル群では、疲労試験における Weibull プロットの屈曲前の疲労破断確率が大幅に減少していることがわかる。このことから、単繊維引張試験における比較的低応力（領域 I）で発生する破断と、単繊維疲労試験における比較的少ない繰返し応力回数での疲労破断とには、強い相関があることがわかる。このことから、両者の破壊は、同じ種類の欠陥が原因である可能性が推察される。単繊維引張試験において、CF_A の領域 I と領域 II の割合は、領域 I が 44%、領域 II が 56% で、CF_B においては、領域 I が 25%、領域 II が 75% であった。このことから、単繊維疲労試験においては、CF_A に比べて、CF_B における比較的少ない繰返し応力回数での疲労破断の比率も抑制されるものと予想されたが、結果は必ずしもそうはならなかった。また、事前の引張応力に耐えた試料の中にも、比較的少ない繰返し応力回数での疲労破断が発生するものも少ないながら存在していた。この点に関する調査は今後の課題である。

4. 結論

単繊維引張試験における比較的低応力で発生する破断と、単繊維疲労試験における比較的少ない繰返し応力回数での疲労破断とには、強い相関があることがわかった。この両者の破断が、同じ種類の欠陥によって発生する可能性が考えられる。単繊維引張試験における比較的低応力で発生する破断の原因を抑制することができれば、耐疲労性は大きく向上するものと考えられる。

5. 謝辞

本研究は、平成 30 年度日本板硝子材料工学助成会の研究助成を受けて行ったものである。同助成会に心より感謝いたします。

6. 参考文献

- 1) H. Kobayashi, W.G. McDonough, J.P. Dunkers, S.A. Wight, H.J. Lee, J.H. Kim, A.L. Forster, K.D. Rice, and G.A. Holmes, *Polymer Composites*, 33, 803 (2012)
- 2) H. Kobayashi, R. Shimoda, S. Semba, A. Yamatsuta, Y. Yomogizawa, S. Yagi, K. Sugimura, and A. Suzuki, *Photon Factory Activity Report 2013*, #31 Part B, 231 (2014)
- 3) M. Ido, R. Kimura, H. Kobayashi, and M. Shioya, *Journal of Fiber Science and Technology*, 75 (12), 186 (2019)
- 4) S. Yagi and H. Kobayashi, *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, 60, 220 (2020)
- 5) S. Yagi and H. Kobayashi, *Journal of Applied Polymer Science*, 138, 49771 (2021)
- 6) ASTM C1557-03 (2004)
- 7) W. Weibull, *Journal of Applied Mechanics*, 18, 293 (1951)