

細井厚志研究室

層間強化擬等方CFRP積層板の超音波疲労試験における損傷進展の定量評価

1. 緒言

炭素繊維強化プラスチック (CFRP_s) は、累計荷重サイクル数が、超高サイクル域 ($N \geq 10^8$ サイクル以上) に達すると想定される構造物への適用が拡大している。従って、CFRPの疲労に関する長期耐久性を証明するためには、超高サイクル域における疲労特性を評価する必要がある。

本研究では擬等方CFRP積層板 ($[-45/0/45/90]_s$) に対し、温度条件を変化させた油圧式疲労試験 (周波数 $f=5\text{Hz}$, 応力比 $R=-1$) を行うことで、超音波疲労試験 (周波数 $f=20\text{kHz}$, 応力比 $R=-1$) における自己発熱の影響を評価した。また、油圧式疲労試験及び超音波疲労試験において取得したマトリックスクラック累積挙動データを用いて、斜交座標系を導入したShear-Lag解析により、非主軸クラックを考慮した、積層板のコンプライアンスの変化を算出した。これにより、エネルギー解放率 $G_{\max}$ を算出することで、各層のマトリックスクラック密度成長速度 dD/dN との関係を定量的に評価した。

2. 斜交座標系 Shear-Lag 解析による損傷進展の定量評価

本解析では、積層板を 3 つの Sub laminate に分割し、非主軸クラックを考慮した、積層板のコンプライアンスを算出する。各 Sub laminate における変位場を算出し、クラックを有する積層板の斜交座標系における等価コンプライアンステンソルを求めた後、直交座標系に変換する。これにより、各層のクラック発生に伴うエネルギー解放率を式 (1) のように算出した。

$$G_k = \frac{\sum_{k=1}^4 t^{(k)}}{2t^{(k)} \Delta D^{(k)}} [\Delta \bar{S}_{11}^{\text{overall}}] [\bar{\sigma}_x]^2 \quad (1)$$

3. 研究結果

図 1 の S-N 線図より、温度が高い条件において疲労強度が低下した。本結果より、超音波疲労試験において、粘弾性特性に起因した自己発熱が、疲労破壊に影響を及ぼしていることが示唆された。さらに疲労損傷の進展に関して、高温条件では 90° 層における熱残留応力が解放されることから、図 2 (a) のように同 $G_{\max}$ において dD/dN が小さいことが明らかになった。一方で、図 2 (b) (c) に示した非主軸層の結果において、高い温度条件程、 dD/dN が大きいことが明らかになった。

図 3 (a) より、 90° 層における超音波疲労試験の結果は、同 $G_{\max}$ 値において dD/dN が小さい。本結果より、図 2 (a) で示された自己発熱温度の影響に加え、超音波疲労試験における高い試験周波数の影響により dD/dN が低下したことが示唆された。一方、図 3 (b) (c) より非主軸層におい

て、超音波疲労試験結果は従来疲労試験結果の近似曲線延長上または、同 $G_{\max}$ 値において dD/dN が大きいことが確認された。これは図 2 (b) (c) で示された結果に類似していることから、超音波疲労試験における非主軸層の損傷進展において、自己発熱の影響が示唆された。疲労損傷進展に関して、上記のように層ごとに大きく異なっていたが、非主軸層におけるマトリックスクラックは 90° 層と異なり、Mode-I, II 破壊が相互に作用していることが原因であると考察された。

以上より、疲労破壊及び疲労損傷進展は、マトリックス樹脂の有する粘弾性特性に依存する可能性が示唆された。

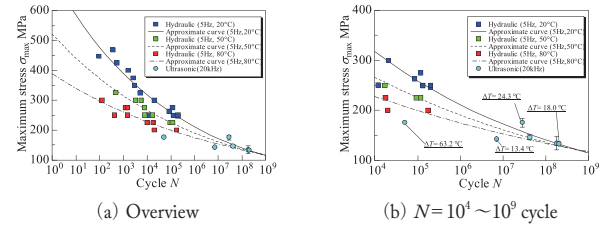


Fig. 1 S-N diagram

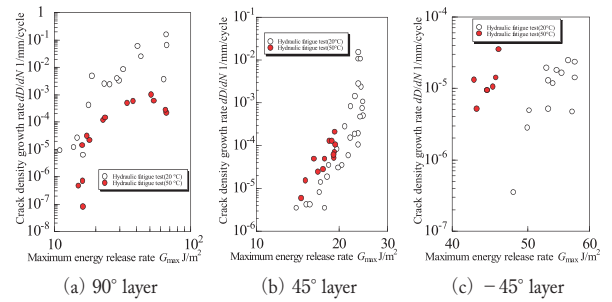


Fig. 2 Differences in temperature conditions (20, 50°C)

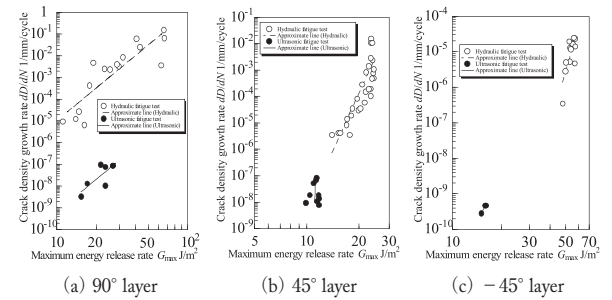


Fig. 3 Differences in fatigue testing method

4. 結言

擬等方CFRP積層板に対し、温度条件を変化させた油圧式疲労試験を行い、超音波疲労試験における自己発熱の影響を評価した。また、斜交座標系 Shear-Lag 解析により、疲労損傷進展の定量評価を実施した。その結果、超音波疲労試験結果における、疲労破壊の自己発熱の影響、疲労損傷進展の周波数及び自己発熱の影響を明らかにした。以上より、マトリックス樹脂の粘弾性特性が大きな影響を及ぼしていることが明らかになった。

アルミニウム合金とCF/PEEK積層板の接合強度に及ぼすシランカップリング処理の影響

1. 緒 言

近年、持続可能な社会の実現に向け、CO₂排出量の削減が求められている。そのため、輸送機器の軽量化による燃費向上が重要視されており、軽量で高強度な熱可塑性炭素繊維強化プラスチック (Carbon Fiber Reinforced Thermoplastics: CFRTPs) を金属と組み合わせたマルチマテリアル化が進むにつれ、異種材料の接合技術が重要となる。無機材料表面に有機官能基を導入することで、無機・有機材料の親和性を高めることができる。中でもシランカップリング処理の接着改善効果は確認されているが、メカニズムの詳細な解析は不十分である。そこで本研究では、加工性に優れるA5052と耐薬品性に優れた化学的に安定しているPEEKを母材樹脂とするCFRTPを、化学反応を促進し強固な接合が期待できる熱溶着による接合を対象に、シランカップリング処理による接合強度向上メカニズムを量子化学計算により解析及び考察した。

2. 試験方法

本研究では無機材料の被着体としてアルミニウム合金A5052を、有機材料の被着体としてはポリエーテルエーテルケトン (PEEK) を母材樹脂とするCFRTP (CF/PEEK) を用いた。CFRTPの繊維は平織炭素繊維を用い、ホットプレスでクロスプライ [(0/90)₉]_T積層板を成形した。繊維体積含有率は50 %である。

前処理としてUVを照射することでA5052の接合面に親水基を付与した。純水を用いて10 wt%に希釈したイソシアネート系シランカップリング剤にA5052を浸漬し、その後、乾燥させることでA5052表面にシランカップリング剤を付与した。ホットプレスを用いて、A5052側から400℃で加圧することで熱溶着し、シングルラップ試験片を作製した。1 mm/minの引張速度で引張せん断強さ試験を行い、接合強度を取得した。

イソシアネートシランの一量体と二量体の分子、加水分解した際に発生したエタノールとウレタン結合した分子の初期構造を作製し、汎用ソフトMatlantisを使用して構造最適化を行った。その後、汎用ソフトGaussian16を使用して再度構造最適化と振動数 (IRスペクトル) の計算を行い化学反応と分子の状態の調査をした。この計算では、 ω B97XD/6-31G (d) 関数を用いた。振動数計算から実験過程で生成された化学結合の種類を検討した。

3. 実験結果

シランカップリング剤の加水分解時間を10分から130分で変化させながら取得したせん断強度を図4に示す。この結果から、攪拌時間110分まではせん断強度が減少し、110

分以降に増加していることが分かる。このことから、シランカップリング剤の加水分解時間がせん断強度に影響を及ぼしていることが分かる。せん断強度とシランカップリング剤の分子構造の関係を調査するために、シランカップリング剤の攪拌時間が10、110、130分のときのFT-IRスペクトルに取得した (図5)。赤色の四角で囲んだ特徴的なピークをGaussViewにて分子の振動を確認することでピークの識別を行った結果を表1にまとめる。

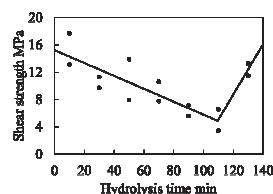


Fig. 4 Relationship between shear strength and agitation time of silane coupling agents.

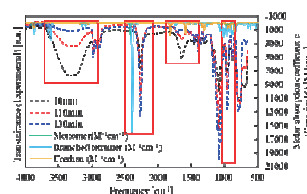


Fig. 5 Comparison of experimental transmittance and molar absorption coefficient from Gaussian16 calculations.

Table 1 IR spectral assignments and peak heights for each frequency per time (10, 110, 130 min)

Frequency cm ⁻¹	Functional Group	10 min	110 min	130 min
About 3,300	-Si-OH	High	Medium	Low
About 2,260	-N=C=O	Low	Medium	High
About 1630	-NHC (=O) O-	High	Medium	Low
About 960	-Si-O-Si-	Low	Medium	High

4. 考 察

量子化学計算を活用したシランカップリング剤の分子構造の特定により、シランカップリング剤の攪拌時間が10分のときはA5052表面への付与量の増加とPEEK樹脂との水素結合によりせん断強度が向上し、130分のときはA5052表面へウレタン結合しPEEK樹脂とシランカップリング剤の分子鎖の絡み合いによりせん断強度が向上する可能性が示唆された。また、攪拌時間が110分の際は、接合強度向上の要因とされるPEEK樹脂との水素結合とPEEK樹脂とシランカップリング剤の分子鎖の絡み合いがともに十分になされなかったことが、接合強度低下に寄与したのではないかと推察される。

5. 結 言

本研究では、接合強度を向上させるメカニズムとして、シランカップリング剤の加水分解および脱水縮合反応に着目すると、A5052との界面においてはシロキサン結合やウレタン結合などの共有結合を発現させること、CF/PEEKとの界面では水素結合と分子鎖の絡み合いを発現させることが重要であることが明らかとなった。さらなる接合強度向上のためには、これらを効果的に誘起する界面設計が必要となる。

著書・論文

M. Tazuke, T. Miyakoshi, A. Hosoi, K. Michishio, N. Oshima, H. Kawada Evaluation of very high-cycle fatigue properties and fatigue limit of 90° unidirectional CFRP laminates and free volume measurement by positron microscopy Mechanical Engineering Journal, Mechanical Engineering Journal, 10 (2023), 23-00089.
Y. Nishi, S. Itoh, A. Hosoi, H. Kawada Stress and energy release rate analysis of cross-ply carbon fiber reinforced plastic laminate with transverse cracks subjected to ultrasonic vibration using a variational approach Advanced Composites Materials, 2024, accepted.
細井厚志 “ぬれ性”の制御と表面処理・改質技術－自動車，5G/6G，粘・接着剤，IJインテーク 技術情報協会，2023年，第5章，第2節，pp.470-476.
細井厚志 熱可塑性CFRPと金属の高強度・靱性な異種接合および成形技術 コンバーテック，2023年，608，51，pp.49-51.

講演・発表

Evaluation of fatigue properties of CFRF and experimental elucidation of damage growth mechanism 13th International Fatigue Congress 2023. 11. 6, 一般
Fatigue damage growth behavior of quasi-isotropic CFRP laminates by ultrasonic fatigue easting The Advanced Technology in Experimental Mechanics and International DIC Society Joint Conference 2023, 2023. 10. 9, 一般
Effect of surface pretreatment on Interlaminar fracture toughness of dissimilar bonding of CF/PEEK laminates and aluminum alloys The 2nd Japan-China-Korea Joint Symposium on Composite Materials, 2023. 10. 6, 一般
Effect of span/thickness ratio on fatigue properties of thick quasi-isotropic CFRP laminates subjected to three-point bending loading 43rd Risø International Symposium on Materials Science, 2023. 9. 4, 一般
Evaluations of SiC/SiC composites fabricated by film boiling method with temperature rise/fall cycles 11th International Conference on High Temperature Ceramic Matrix Composites, 2023. 8. 27, 一般
Giga-cycle fatigue properties of transverse crack initiation in cross-ply CFRP laminates using ultrasonic fatigue testing the 38th Conference and 31st Symposium of the International Committee on Aeronautical Fatigue and Structural Integrity, 2023. 6. 26, 一般
Evaluation of transverse crack initiation in CFRP laminates under very-high cycle fatigue The 9th International Conference on Fatigue of Composites, 2023. 6. 23, 一般
Very high cycle axial fatigue property of CFRP laminates evaluated by using ultrasonic fatigue testing machine The 9th International Conference on Fatigue of Composites, 2023. 6. 23, 一般
Investigation of densification treatment method for strengthening dry-spun CNT yarns Leading Edge Manufacturing / Materials & Processing, 2023. 6. 12, 一般
Effect of CNTs deposited onto carbon fibers by new coating method on the mechanical properties of CNT/CF composites Leading Edge Manufacturing / Materials & Processing, 2023. 6. 12, 一般
Evaluation of the effect of silane coupling treatment on the bond strength of aluminum alloy and CF/PEEK laminates Leading Edge Manufacturing / Materials & Processing, 2023. 6. 12, 一般
CFRP擬似等方積層板の超音波疲労試験における自己発熱の影響及びShear-lag解析を用いた損傷進展の定量評価 第15回日本複合材料会議，2024. 3. 13，一般
新たな成形法によるCNT/CF複合繊維を用いたCFRPの疲労特性評価 第15回日本複合材料会議，2024. 3. 13，一般
新たな成形法によるCNT/CFRPの圧縮強度特性 第15回日本複合材料会議，2024. 3. 13，一般
炭素繊維強化PEEK樹脂材を用いた蒸気タービン向け推力軸受パッド摺動材の改良 第15回日本複合材料会議，2024. 3. 13，一般

膜沸騰法にて作製された層構造マトリックスを有する SiC/SiC 複合材料の破壊挙動 第15回日本複合材料会議, 2024. 3. 13, 一般
技術実証機により製造された乾式紡糸 SiC 繊維の機械的特性 第15回日本複合材料会議, 2024. 3. 13, 一般
分子動力学計算による高密度 CNT 糸の強度発現メカニズム 第15回日本複合材料会議, 2024. 3. 13, 一般
アルミニウム合金と CF/PEEK 積層板の接合強度に及ぼすシランカップリング処理の影響評価 日本機械学会 関東支部 第30期総会・講演会, 2024. 3. 13, 一般
近接電極を用いた高密度パルス電流印加による熱間金型用合金鋼の疲労き裂治癒 日本機械学会 関東支部 第30期総会・講演会, 2024. 3. 13, 一般
畳み込みニューラルネットワークによる DIC ひずみ分布を用いた AFRP の疲労寿命予測 日本機械学会 関東支部 第30期総会・講演会, 2024. 3. 13, 一般
3 点曲げ疲労試験における厚肉擬似等方 CFRP 積層板の破壊機構及び損傷進展の評価 日本機械学会 関東支部 第30期総会・講演会, 2024. 3. 13, 一般
エポキシ樹脂の疲労損傷発達及び自由体積空隙変化の評価 日本機械学会 関東支部 第30期総会・講演会, 2024. 3. 13, 一般
ハイブリッド非破壊検査システムを用いた CFRF の疲労特性の実験的評価 日本機械学会 関東支部 第30期総会・講演会, 2024. 3. 13, 一般
超音波及び油圧式疲労試験における CFRP 擬似等方積層板の疲労寿命特性に及ぼす試験温度の影響 68th FRP CON-EX 2023, 2023. 10. 26, 一般
CNN による DIC ひずみ分布画像を用いた残存強度予測 2023年度 第10回 ZAIKEN フェスタ, 2023. 10. 5, 一般
高密度化処理による高強度な乾式紡績 CNT 糸の作製に向けた高分子ポリマーの検討 2023年度 第10回 ZAIKEN フェスタ, 2023. 10. 5, 一般
高密度パルス電流印加による SUS304 の疲労き裂閉口挙動の解明 2023年度 第10回 ZAIKEN フェスタ, 2023. 10. 5, 一般
高密度電流印加による熱間金型用合金鋼の疲労き裂治癒 日本機械学会 機械材料・材料加工部門 第30回機械材料・材料加工技術講演会, 2023. 9. 27, 一般
アルミニウム合金と CFRTP の異種接合材の層間破壊靱性における接合界面形状の影響 自動車技術会 2023年春季大会, 2023. 5. 24, 一般