

セラミックファイバーのねじり及びループ試験の 理論計算と測定結果の検討

中条 晋也*・山本 彩**
橋新 剛**・岩永 浩**

Theoretical and Measurement Values in Loop and Twisting Tests of Ceramic Fibers

By

Shinya CHUJO*, Aya YAMAMOTO**, Takeshi HASHISHIN** and Hiroshi IWANAGA**

The correspondence between theoretical concept and the experimental fracture behaviors of ceramic fibers such as Pitch based and PAN based carbon fibers, alumina and glass fibers were discussed using twisting test and the loop test. In twisting test under the combined stress, the theoretical value of tensile strength was approximately consistent with the measurement value of that in Pitch based carbon fibers. Thus correspondence was not confirmed in PAN based carbon fibers by the effect of structural anisotropic. In the loop test, the fracture surfaces of alumina, carbon and glass fibers indicated a typical pattern containing a line shape, which appeared on the compression side of alumina fibers and on the tension side of carbon and glass fibers. These fracture morphologies are interpreted as being locations of crack initiation (tension side in alumina and compression side in carbon) by bend-breaking. The loop test proved to be a useful and simple method to identify the fracture process.

1. 緒言

炭素繊維を用いた複合材料の引張り強度、ヤング率、剛性率などの機械的特性は多くの研究者によって評価されている。しかし、ファイバーまたはウイスキーにねじれが生じている複合材料、それらのねじれ歪が複合材料の強度に及ぼす影響についての報告はほとんどなされていない。また、複合材料に強化材料として用いられるものは繊維状とすることで優れた機械的特性が得られるばかりでなく、マトリックス中での分散制御も容易となる。このため繊維強化複合材料ではそれ自体の強度物性の評価だけでなく、その単繊維強化材の強度特性評価も複合材料の設計には必要となる。

本紙では予めねじりを加えた Pitch 系および PAN 系炭素繊維の引張り試験^{1,2)}を行い、破壊が表面応力に支配されるとして理論計算を行った。また、ループテ

ストと呼ばれる方法を単繊維で試みることはすでに知られており³⁾、この方法では単繊維のループを小さくしていくとループの頂点近傍で必ず破断する。したがって、頂点近傍に大きな欠陥が偶然存在する確率は低いので、破断するときの最大歪は従来用いられているような引張り試験法で得られる最大歪よりかなり大きくなることが予想される。このとき用いられる繊維のヤング率が判っていれば最大歪とヤング率の積が破断強度であるので、ループテストから得られる破断強度は繊維固有の強度に近い値が得られる。この方法により頂点で破断した破断面の観察から、もし破断直前における上下の判定を知ることが可能であるならその繊維が引張り、圧縮のどちらに強いかが判定できることになる⁴⁾。さらに、この方法には三つの特徴が含まれる。即ち、①繊維は非接触で破断するので、応力集

平成14年10月25日受理

* 大学院生産科学研究科，物質工学専攻（Department of Materials Science, Graduate School of Science and Engineering）

** 材料工学科（Department of Materials Science and Engineering）

中の影響を考える必要が無い。②繊維固有の強度に近い値が得られる。③一般に単繊維では圧縮試験を行うことは不可能であるが、この方法では圧縮・引張りの両強度特性が得られ、ループの頂点での引張り応力と圧縮応力が正負は逆であるが絶対値が等しい。そこでループテストを用いてアルミナ繊維や Pitch 系、PAN 系炭素繊維及びガラス繊維の強度特性を評価し、さらにこれらの繊維が圧縮と引張りのどちらに強いのかを判定する手法を明らかにした。

2. 実験方法

2.1 複合応力の実験方法

Pitch 系 (XN-50-30S) および PAN 系 (T800H) の炭素繊維を接着剤により繊維長さ30mmとなるように台紙に貼り付けた。その後、一日以上置いたものを引張試験機 (ORIENTEC 製 RTC-1150A) の止め具に固定したのち台紙を線香で焼き切り、回転台をまわして繊維にねじりを与えた。このとき繊維に均等なねじりを与えるために、繊維にわずかな荷重が加わる状態で回転させ、引張り試験を行った。実験装置の模式図を Fig. 1 に示す。破断させた試料の観察には SEM (日本電子製 JSE-T200) と TEM (日本電子製 JEM-100S) を用いた。

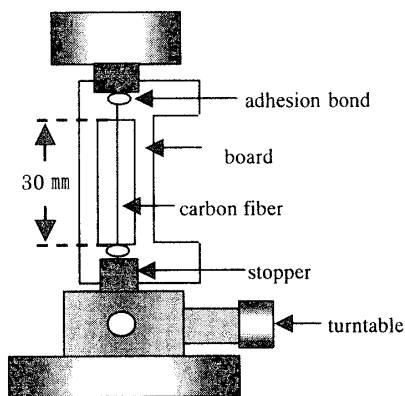


Fig. 1 Schematic illustration of test apparatus of combined stress.

2.2 ループテストの実験方法

直径約 $10\mu\text{m}$ の Pitch 系 (XN-50-30S)と直径約 $5\mu\text{m}$ の PAN 系 (T800H) の炭素繊維や直径約 $9\mu\text{m}$ のアルミナ繊維 (SN-20-2K) およびガスバーナーで加熱加工した自作のガラス繊維 (直径 $0.19\sim 0.25\text{mm}$) を平坦な台の上でループを形作った後、繊維の両端をゆっくり引っぱり、ループの形状の経時変化を CCD カメラなどにより撮影した。その際、ループ状にした繊維の起き上がりを防ぐため、セロハンテープの厚さ (0.07mm)

の分だけ空間を作りカバーガラスが繊維と密着しない状態で繊維の上にカバーガラスをかぶせた。その後ループの破断直前の形状から Fig. 2(a)に示すようにループの横の長さ D および縦の長さ ϕ を、また破断部分の SEM 写真から繊維径 d をそれぞれ測定し、 $\epsilon_{\text{max}} = 1.07d/D$ の式より最大歪を算出した。また炭素繊維については引張りによる最大歪を測定するため引張り試験も行った。ループテストの実験装置の模式図を Fig. 2(b)に示す。破断後の観察には SEM (日本電子製 JSE-T200) を用いた。

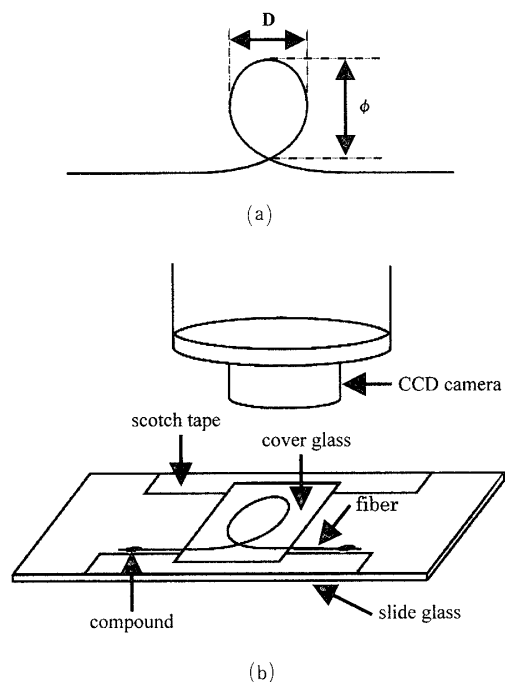


Fig. 2 Schematic illustrations of (a) loop-like fiber and (b) the loop test.

3. 理論計算

3.1 複合応力の理論計算

繊維の表面でねじれ θ によって生じる応力である純粋な剪断応力 τ は剛性率を G とすると

$$\tau = G \cdot \theta = G \cdot \frac{2\pi r n}{l} \quad (1)$$

と表される。ただし、 r は繊維の半径、 l は長さ、 n は回転数である。

この純粋な剪断応力 τ は θ が小さい時には、 45° 方向の引張り応力は圧縮応力と等価である。したがって、 θ ねじった後、 σ の引張り応力を作用させた時の試料表面に作用する複合応力は σ の引張り応力と 45° 方向の τ の引張り応力と -45° 方向の τ の圧縮応力との三つの応力の合成と見なすことができる。このとき、試料軸に垂直な面と ϕ の角度をなす面に働く法線応力 σ_n を Fig. 3 に示している。

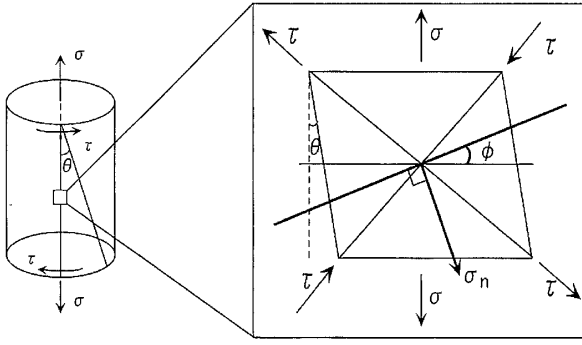


Fig. 3 Schematic illustration of a twisted fiber and the surface.

ここで法線応力 σ_n について Fig. 3 の応力の関係より次式が成り立つ。

$$\begin{aligned}\sigma_n &= \sigma \cos^2 \phi + \tau \left[\cos^2 \left(\frac{\pi}{4} - \phi \right) - \cos^2 \left(\frac{\pi}{4} + \phi \right) \right] \\ &= \frac{\sigma}{2} (1 + \cos 2\phi) + \tau \sin 2\phi \\ &= \sqrt{\left(\frac{\sigma^2}{4} + \tau^2 \right)} \cdot \sin \left(2\phi + \tan^{-1} \frac{\sigma}{2\tau} \right) + \frac{\sigma}{2}\end{aligned}\quad (2)$$

したがって、(2)式より、繊維をねじった時の剪断応力のみ、すなわち $\sigma = 0$ で破断した場合の試料表面での法線応力 σ_n が最大になる様な角度 ϕ は $\pi/4$ となるので法線応力の最大値 σ_n^{\max} は

$$\sigma_n^{\max} = \sqrt{\left(\frac{\sigma^2}{4} + \tau^2 \right)} + \frac{\sigma}{2}\quad (3)$$

となる。

もし破壊が、法線応力がある値に達したときに生じるのであれば、その臨界応力を σ_f とし、 $\sigma_n^{\max} = \sigma_f$ とすると

$$\begin{aligned}\sigma_f &= \sqrt{\left(\frac{\sigma^2}{4} + \tau^2 \right)} + \frac{\sigma}{2} \quad \text{より} \\ \sigma &= \sigma_f - \frac{\tau^2}{\sigma_f}\end{aligned}\quad (4)$$

となる。一方、ヤング率 E 、ポアソン比 ν を用いて剛性率 G を求めると、等方性の場合は

$$G = \frac{E}{2(1+\nu)}\quad (5)$$

の関係にある。しかし、一般に ν は測定が困難なので、 G が未知の場合はねじり振子法⁵⁾により測定できる。

$$\sigma = \sigma_f - \left(G \cdot \frac{2\pi r}{l} \right)^2 n^2 / \sigma_f\quad (6)$$

但し、 σ_f は等方性の場合は 0 回転の時の引張り応力 σ_0 と等しいので次のように書きかえられる。

$$\sigma = \sigma_0 - \left(G \cdot \frac{2\pi r}{l} \right)^2 n^2 / \sigma_0\quad (7)$$

3.2 ループテストの理論計算

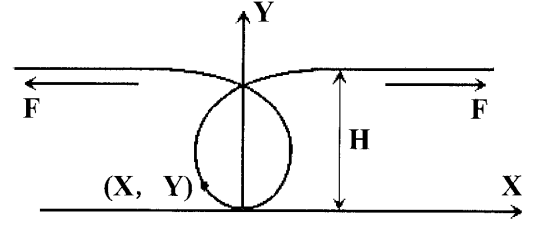


Fig. 4 Schematic illustration of loop formed by the loop test.

曲率は

$$\frac{1}{R} = \frac{\frac{d^2 Y}{dX^2}}{\left\{ 1 + \left(\frac{dY}{dX} \right)^2 \right\}^{3/2}}\quad (8)$$

であるので、変数、 $X/H=x$ 、 $Y/H=y$ とおくと(8)式は

$$\frac{H}{R} = \frac{\frac{d^2 y}{dx^2}}{\left\{ 1 + \left(\frac{dy}{dx} \right)^2 \right\}^{3/2}}\quad (9)$$

となる。

ここで Fig. 4 にループ形状の模式図を示す。この時、単純曲げ理論 $M/EI=1/R$ 、曲げモーメント M は $M=F(H-Y)$ より

$$\begin{aligned}\frac{M}{EI} &= \frac{F(H-Y)}{EI} = \frac{FH}{EI} \left(1 - \frac{Y}{H} \right) \\ &= \frac{1}{H} \cdot \frac{\frac{d^2 y}{dx^2}}{\left\{ 1 + \left(\frac{dy}{dx} \right)^2 \right\}^{3/2}}\end{aligned}\quad (10)$$

ここで $FH^2/EI=\alpha$ とおくと、 x 、 y の関係式は

$$\begin{aligned}\frac{FH^2}{EI} (1-y) &= \frac{\frac{d^2 y}{dx^2}}{\left\{ 1 + \left(\frac{dy}{dx} \right)^2 \right\}^{3/2}} \\ \frac{d^2 y}{dx^2} &= \alpha \left\{ 1 + \left(\frac{dy}{dx} \right)^2 \right\}^{3/2} (1-y)\end{aligned}\quad (11)$$

次に、 $\frac{dy}{dx} = \rho$ とおくと、 $\frac{d^2 y}{dx^2} = \rho \cdot \frac{d\rho}{dy}$ と書けるから

$$\begin{aligned}\rho \frac{d\rho}{dy} &= \alpha (1+\rho^2)^{3/2} (1-y) \\ \frac{\rho}{(1+\rho^2)^{3/2}} d\rho &= \alpha (1-y) \cdot dy\end{aligned}\quad (12)$$

(12)式を積分して

$$-\frac{1}{\sqrt{1+\rho^2}} = \alpha \left(y - \frac{y^2}{2} \right) + const\quad (13)$$

(13)式は原点 ($x=y=0$) で $\rho = \frac{dy}{dx} = 0$ より $const = -1$ となるので

$$\begin{aligned}\frac{1}{\sqrt{1+\rho^2}} &= 1 - \alpha \left(y - \frac{y^2}{2} \right) \\ 1 + \rho^2 &= \frac{1}{\left\{ 1 - \alpha \left(y - \frac{y^2}{2} \right) \right\}^2}\end{aligned}$$

$$\rho^2 = \frac{1 - \left\{ 1 - \alpha \left(y - \frac{y^2}{2} \right) \right\}^2}{\left\{ 1 - \alpha \left(y - \frac{y^2}{2} \right) \right\}^2}$$

$$\rho^2 = \left(\frac{dy}{dx} \right)^2 = \frac{\alpha \left(y - \frac{y^2}{2} \right) \left\{ 2 - \alpha \left(y - \frac{y^2}{2} \right) \right\}}{\left\{ 1 - \alpha \left(y - \frac{y^2}{2} \right) \right\}^2} \quad (14)$$

$y \rightarrow 1$ ($x \rightarrow \pm\infty$) で $\rho = 0$ となるためには

$$2 - \alpha \left(y - \frac{y^2}{2} \right) = 0 \quad (15)$$

になればよい。これは $y = 1$ の時なので(15)式より

$$\alpha = 4 \quad \text{但し } \alpha = \left(\frac{FH^2}{EI} \right)$$

$\alpha = 4$ を(14)式に代入して計算すると

$$\rho = \frac{dy}{dx} = \frac{2\sqrt{2y-y^2}}{1-2(2y-y^2)} \cdot (1-y) \quad (16)$$

変数分離すると

$$dx = \frac{1}{2} \cdot \frac{1-2(2y-y^2)}{(1-y)\sqrt{2y-y^2}} dy$$

積分して

$$x = \sqrt{y(2-y)} - \frac{1}{4} \cdot \ln \frac{1+\sqrt{y(2-y)}}{1-\sqrt{y(2-y)}}$$

ここで $\rho \rightarrow \infty$ の点 (x_1, y_1) とすると(16)式より

$1-2(2y_1-y_1^2) = 0$ となればよいので

$$y_1 = 1 \pm \frac{\sqrt{2}}{2} = 0.2929$$

$$y_1(2-y_1) = \frac{1}{2}$$

また、

$$x_1 = \frac{\sqrt{2}}{2} - \frac{1}{4} \cdot \ln \frac{1+\frac{\sqrt{2}}{2}}{1-\frac{\sqrt{2}}{2}} = 0.2664 (= X/H)$$

$2x_1 = 0.5328 (= D/H)$ 但し D は最大横径

さらにループの高さ $x = 0$ の点 ($0, y_2$) を考えると

$$\sqrt{y_2(2-y_2)} = \frac{1}{4} \cdot \ln \frac{1+\sqrt{y_2(2-y_2)}}{1-\sqrt{y_2(2-y_2)}}$$

$y_2 = 0.7116 (= Y/H)$

さらに縦横比は

$$\frac{y_2}{2x_1} = 1.3356$$

最大歪 ε ($x=0, y=0$) でおこる。この点の曲率半

径 R を R_0 、繊維径を d とすると

$$\varepsilon = \frac{d}{2R_0} = \frac{d}{2H} \cdot \left(\frac{H}{R_0} \right) = 2 \cdot \frac{d}{H}$$

$$\frac{H}{R_0} = \frac{d^2 y}{dx^2} = \alpha = 4 \quad \text{より}$$

$D = 0.5328H$ を使うと

$$\varepsilon = 2 \times 0.5328 \frac{d}{D} = 1.066 \frac{d}{D}$$

4. 実験結果と考察

4.1 複合応力の実験結果とその考察

4.1.1 炭素繊維の形態特性

Fig. 5(a), (b)のSEM写真は、Pitch系およびPAN系炭素繊維の表面形態を示している。Pitch系炭素繊維(XN-05-30S; 直径約10 μ m)の表面が滑らかであるのに対し、PAN系炭素繊維(T800H; 直径約5 μ m)の表面には繊維軸に対して平行な溝が多く見られるのが特徴である。

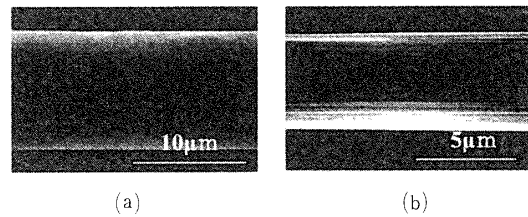


Fig. 5 SEM photographs of side surface of
(a) Pitch-based carbon fiber and
(b) PAN-based carbon fiber.

Fig. 6はPitch系およびPAN系炭素繊維のX線回折図形を示す。Pitch系炭素繊維は(002)回折ピークがブロードであることから、非晶質に近い構造を有し、PAN系炭素繊維はかなりシャープな回折ピークを示していることから、Pitch系炭素繊維に比べて、かなり結晶化していることがわかる。

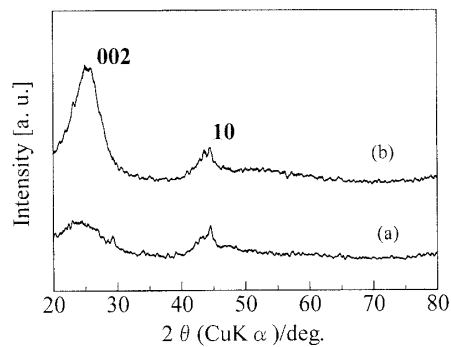


Fig. 6 X-ray diffraction patterns of carbon fiber.
(a) Pitch-based carbon fiber and
(b) PAN-based carbon fiber.

4.1.2 PAN系炭素繊維の微構造

Fig. 7(a)はPAN系炭素繊維を90回転させて引っ張ったときの破断面のSEM写真である。破断面の形態から、サブミクロンレベルの繊維がFig. 7(b)の“つまようじ”のように、一本一本の小さな繊維が束状になっていることがわかる。このような形態をもつ炭素

繊維のイオン研磨後の TEM 写真と電子線回折パターンを Fig. 8(a)に示す。この回折写真の002回折スポットは常に繊維軸に対して垂直な方向に認められることから Fig. 7(b)のつまようじ状のマイクロな繊維一本（直径100nm）が Fig. 8(b)の模式図のように同心円筒状（オニオン状）に c 面配向した多層カーボンからなる（以下、円筒状繊維と略す）。すなわち、TEM 写真の中に、繊維軸に平行なラインが10本以上見られるが、このライン間には10~20層の c 面が重なっていることが考えられ、これらのラインは、積層不整によるもの (stacking fault の一種) と思われる。

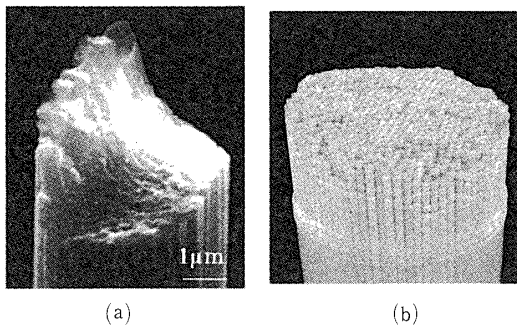


Fig. 7 (a) SEM photograph of PAN-based carbon fiber and (b) schematic illustration of bunched micro fibers.

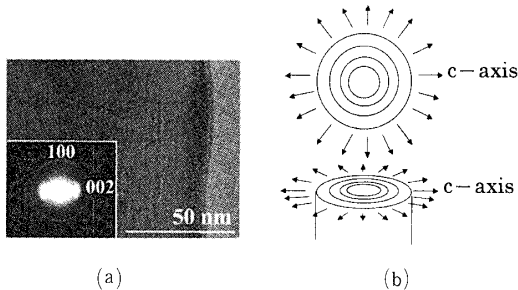


Fig. 8 Anisotropic of PAN-based carbon fiber.
(a) TEM photograph and electron diffraction pattern of sample polished by Arion,
(b) schematic illustration of a micro fiber.

4.1.3 複合応力下での引張り強度特性

Pitch 系および PAN 系炭素繊維の引張り試験の結果をそれぞれ Fig. 9(a)および(b)に示す。▲印は測定値であり、放物線状の実線は前節の(7)式を用いて描いた理論曲線である。ただし、(a)図では剛性率 $G=55\text{GPa}$ 、(b)図でのそれは $G=115\text{GPa}$ を用いている。Fig. 9(a)の Pitch 系炭素繊維の理論値と測定値はほぼ一致し、測定値は n^2 (回転数の二乗) に比例して減少している。それに比べ、Fig. 9(b)の PAN 系炭素繊維はねじれの回転数の増加に伴い、測定値は理論値よりかなり減少している。その理由は、PAN 系炭素繊維は円筒

状繊維が束状で存在することから、この繊維にねじれを与えることで、円筒状繊維間でのすべりが生じやすいために強度がかなり減少したと考えられる。また、Pitch 系および PAN 系炭素繊維の各回転数における強度のばらつきが回転数の増加に伴って大きくなっている。これは炭素繊維のねじれの不均一性に起因すると考えられる。すなわち、回転数が増加するほど、場所によって単位長さ当たりのねじれの数異なるからである。そこで、繊維に一樣なねじれがかかるように、繊維がねじれによって短くなる分だけその方向に緩めながらねじれを与えたので、強度のばらつきは異方性が強いにもかかわらず、Pitch 系炭素繊維の場合とあまり変わらなかった。

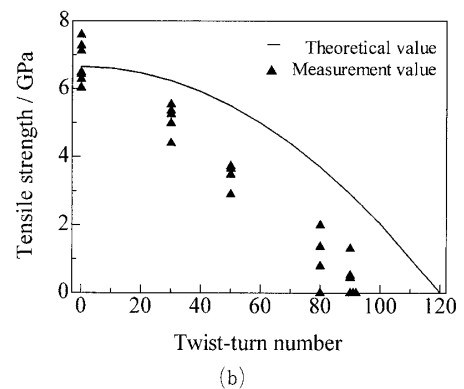
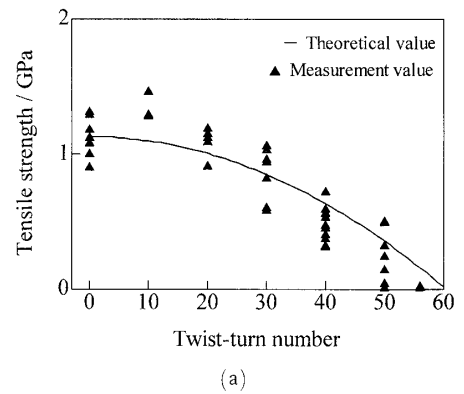


Fig. 9 Effect of tensile strength on twist-turn number (a) Pitch-based carbon fiber,
(b) PAN-based carbon fiber.

4.1.4 複合応力下での破断プロセスと破断角

引張り試験を行うと、繊維は数箇所破断し、両固定端のみが残る。これは初めの破断が生じるとその応力が衝撃波として繊維を伝播することで破壊が進行するからである。

各回転数ごとの引張り試験により生じる破断片を回収し、SEM 観察を行った。その結果、破断片の両端を SEM 観察すると、Pitch 系炭素繊維、PAN 系炭素繊維とも両固定端の破片には繊維軸に垂直な面と破断面

とがつくる角（破断角）には角度が大きいものと小さいもの（水平に近いもの）が認められた。これは、破断前には固定端のさきからねじれが急に起こるため、両端には応力集中が生じることになり、そのためどちらか一方から破断が生じるからである。繊維中央では破断した破断片の破断角は両固定端の破断角のほぼ中間の値を示していた。このことから、両端のどちらかが最初に破断し、その後、応力が衝撃波として繊維を伝播することにより数片に破断する。このとき、ねじれは徐々に回復しながら破断していったと考えられる。したがって、最初に破断した固定端側での破断角は最大で、その反対側は最後に破断するので、そこでの破断角は最小となる。

各回転数における最大破断角の SEM 写真を Fig. 10 に示す。Fig. 10(a)は Pitch 系炭素繊維を 0, 20, 50 回転させたときの最大破断角の破断片、Fig. 10(b)は PAN 系炭素繊維を 0, 50, 90 回転させたときの最大破断角をもった破断片である。写真より、Pitch 系、PAN 系ともそれぞれの回転数における破断片の最大破断角は、回転数の増加に伴い大きくなっている。これは、ねじり回転数の増加に伴い、その繊維にとって引張り応力よりも剪断応力が支配的になるからである。最大破断角を測定した結果、Pitch 系、PAN 系とも理論値とほぼ同じ値を示していた。

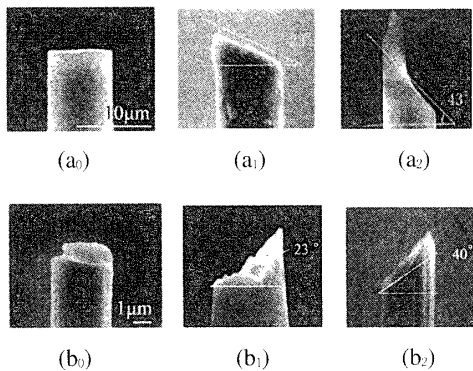


Fig. 10 Maximum fracture angles of eash twist turns.
 (a) Pitch-based carbon fiber fractured in 0, 20, 50 turns are shown as (a₀), (a₁) and (a₂),
 (b) respective PAN-based carbon fiber fractured in 0, 50, 90 turns is indicated as (b₀), (b₁) and (b₂).

4.2 ループテストの実験結果とその考察

これまでにアルミナ繊維は圧縮に、炭素繊維は引張りに強いことが報告³⁾されている。そこでアルミナ繊維と炭素繊維を Fig. 11 に示すようにそれぞれ束にして、束の上側にマーカーとなる繊維を一本加えループテストを行った。その結果、アルミナ繊維では Fig. 12

(a)のような、Pitch 系炭素繊維では Fig. 12(b)のような破断面が観察された。この SEM 写真では両繊維において破断面形状には一の字（座屈）とハの字が左右対称な形で存在していた。さらに、アルミナ繊維では圧縮側に、Pitch 系炭素繊維では引張り側に一の字が存在していたことがマーカーとなる繊維の位置から判った。したがって、一の字は座屈によって最後に破断すると考えられるので破断起点は一の字がある方と反対側になることが判った。このことからループテストにより繊維が圧縮側と引張り側のどちらに強いかが容易に判断できる方法であることが確認された。

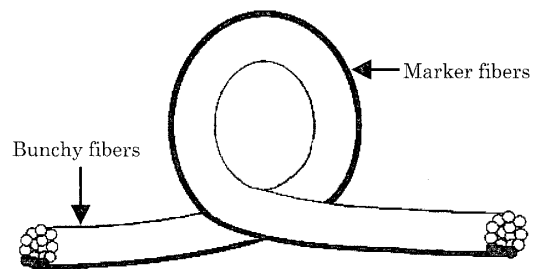


Fig. 11 Schematic illustration of loop formed by bunchy fibers.

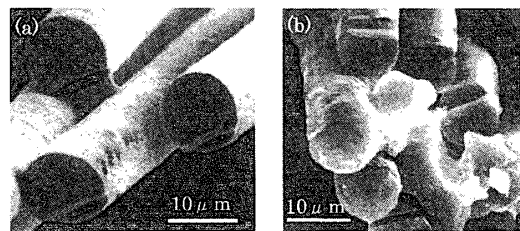


Fig. 12 SEM photographs of fracture surface of (a) alumina fiber and (b) pitch-based carbon fiber.

Fig. 13~16に各種繊維の破断面 SEM 写真を示し、左右の写真は破断面の対応面、上側は引張り側、下側は圧縮側である。また、Fig. 17の右側には繊維の中心付近の拡大写真を示している。Fig. 13に示すようにアルミナ繊維は一の字が圧縮側に存在し、ハの字は存在しないものもあった。このことから、アルミナ繊維は引張りによって破壊していると考えられる。

次に、Pitch 系炭素繊維との破断面の比較のため、PAN 系炭素繊維についてもループテストを行った。Fig. 14, 15に示すように両炭素繊維で全ての繊維で一の字が引張り側に存在し、ハの字は Pitch 系では存在しないものや破断面が一致しないものがあった。一方、PAN 系は破断面が粗くハの字がまったく認められなかった。このことは、PAN 系は繊維軸に平行な側面に存在する縦の筋が等間隔でなく、その断面は楕円形を有することがあり、繊維の対称性が悪いためと考え

られる。しかし、どの場合でも一の字は引張り側にあるため炭素繊維は圧縮によって破壊していると考えられる。また Pitch 系, PAN 系炭素繊維の ϕ/D はそれぞれ 1.35 ± 0.01 , 1.34 ± 0.02 と、繊維の頂点近傍に大きな応力が加わるため、どちらも繊維に欠陥の少ない状態に近い値を示していた。しかし、Pitch 系炭素繊維の方の最大歪が PAN 系より大きいのでループの縦の長さ ϕ , 横の長さ D は Pitch 系の方が小さい値をとると予想されたが実際は平均値で Pitch 系炭素繊維では $\phi=0.25$, $D=0.18$, PAN 系炭素繊維では $\phi=0.18$, $D=0.15$ となり、PAN 系炭素繊維の方がより小さい状態で破断に至っていることが判った。これは PAN 系炭素繊維の繊維径 d が Pitch 系炭素繊維の d に比べ半分程度しかないためと考えられ、 $\epsilon=1.07d/D$ より d/D の比で見ると Pitch 系炭素繊維の方がより小さいことがわかる。

次に、ガラス繊維を用いてループテストを行った。その破断面写真を Fig. 16, 17(a), (b) に示す。ガラス繊維は繊維の中心付近に穴のないもの（以下、穴無しガラス繊維）と穴のあるもの（以下、穴あきガラス繊維）について行った。その結果、ガラス繊維は自作であるため破断面は左右対称でないものが多かったが、全てにおいて引張り側に一の字の形状を有していた。このことから、ガラス繊維は圧縮によって破壊していると考えられる。ガラス繊維では破断部分を重ね合わせると一の字の部分が座屈により欠落しているものが認められた。一方、八の字ははっきり見えるものとそうでないものがあつた。繊維の破断面は Fig. 17(a) に示すように、穴あきガラス繊維にのみ一の字と垂直な方向に、穴から Fig. 17(b) に示す矢印の方向に小さな亀裂が入っていた。これは圧縮側から引張り側に破壊が生じるため、この方向に亀裂が進展したと考えられる。

Fig. 18~20 に各種繊維の引張り試験とループテストの最大歪の比較図を示し、Fig. 21 にガラス繊維と炭素繊維のループテストにおける最大歪の比較図を示す。Fig. 18 に示すようにアルミナ繊維について引張り試験を行いループテストと最大歪について比較を行ったところ、ループテストの方が引張り試験よりも値のばらつきが認められたものの最大歪は引張り試験より約 2 倍大きな値になるという傾向を示した。また、Fig. 19, 20 に示すように両炭素繊維についてもアルミナ繊維と同様の傾向を示した。このことは、引張り試験が欠陥の多い所で破断するのに対してループテストではループの頂点近傍で破断するため繊維の固有強度に近い値が得られたと考えられる。また、Fig. 21 より炭素繊維

の最大歪はガラス繊維の最大歪より大きくなる傾向が認められた。このことは、炭素繊維のヤング率がガラス繊維のヤング率よりも大きいことと一致している。穴無しガラス繊維と穴あきガラス繊維とでは穴無しガラス繊維の最大歪が大きくなる傾向が認められた。このことは、穴あきガラス繊維が楕円形に歪んでいたため穴の存在が応力緩和に寄与していたと考えられる。

以上のような結果から、ループテストは、引張りりと圧縮のどちらに強いのかを判定する方法として利用できることが確認された。

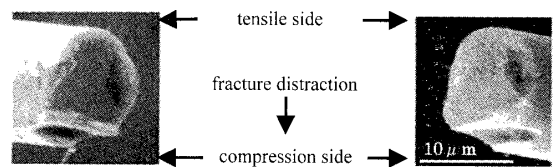


Fig. 13 SEM photographs of fracture surface of alumina fiber.

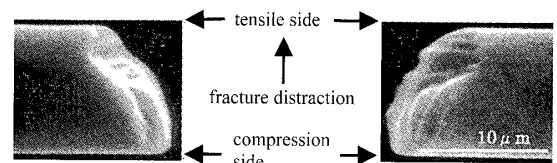


Fig. 14 SEM photographs of fracture surface of pitch-based carbon fiber.

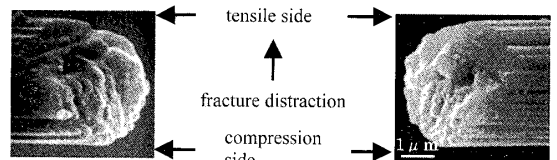


Fig. 15 SEM photographs of fracture surface of PAN-based carbon fiber.

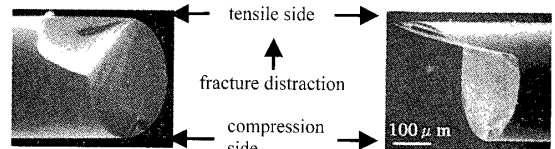


Fig. 16 SEM photographs of fracture surface of solid glass fiber.

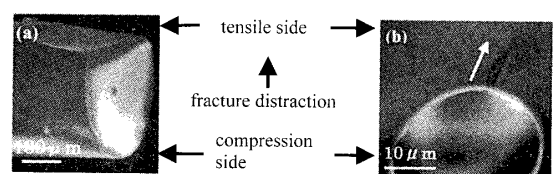


Fig. 17 SEM photographs of fracture surface of (a) hollow glass fiber (b) the enlarge photographs of (a).

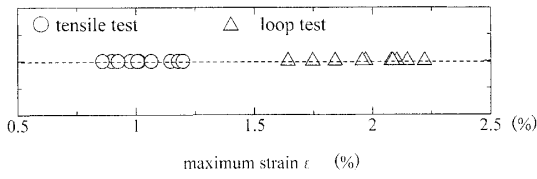


Fig. 18 Comparison of the maximum strain by the various examinations of alumina fibers.

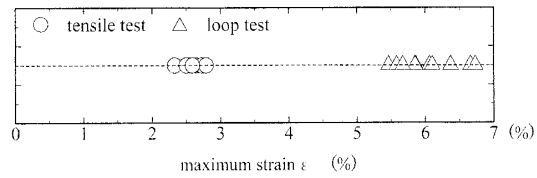


Fig. 19 Comparison of the maximum strain by the various examinations of pitch-based carbon fibers.

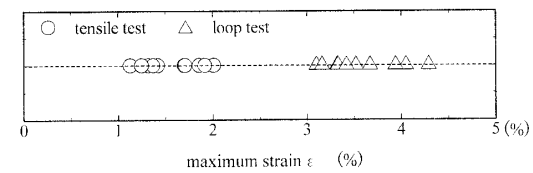


Fig. 20 Comparison of the maximum strain by the various examinations of PAN-based carbon fibers.

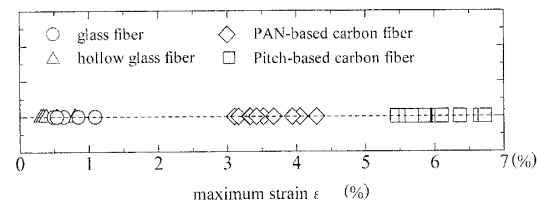


Fig. 21 Comparison of the maximum strain by the loop test of glass fibers and carbon fibers.

5. 結言

複合応力は、等方性炭素繊維については応力の測定値が n^2 (回転数の二乗) に比例して減少した。異方性炭素繊維はねじりの回転数の増加に伴い複合応力強度の測定値が大きく減少し、等方性炭素繊維よりもねじれの影響が大きいことがわかった。また、この影響は SEM および TEM 像から、異方性炭素繊維は約100 nmの細い円筒状のものが束を形成しているためであることがわかった。

ループテストは、非接触で破壊することやループの頂点での引張り応力と圧縮応力が正負は逆であるが絶対値が等しく、繊維固有の強度に近い値で破壊するなどの特徴と、左右対称、上下非対称という破断面の特徴から、引張りと圧縮のどちらに強いのかを判定する方法として利用でき、未知の繊維の強度の判定に応用できることがわかった。

参考文献

- 1) H.Iwanaga, T.Hidaka, and S.Takeuchi, *Carbon*, **38** (2000) 1887-1888.
- 2) H.Iwanaga, T.Hidaka, Y.Nakamoto and S.Takeuchi, *Tanso*, **195** (2000) 378-382.
- 3) 松井醇一, *炭素繊維の展開と評価方法*, (1989) 215-217.
- 4) T.Hashishin, H.Kohara, H.Iwanaga and S.Takeuchi, *J. Ceram.Soc. Japan*, **110** (2002) 772-774.
- 5) S.J.Deteresa, S.R.Allen, R.J.Farris and R.S.Porter, *J. Mater.Sci.*, **19** (1984) 57-59.