#### 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 1 3 日現在

機関番号: 23201

研究種目: 基盤研究(C)(一般)

研究期間: 2014~2016

課題番号: 26420023

研究課題名(和文) PBO繊維の引張および疲労強度に及ぼすキンクバンドの影響

研究課題名(英文)Effects of Kink Band on Tensile and Fatigue Strength of Poly-p- Phenylene Benzobisoxazole (PBO) Fibers

#### 研究代表者

堀川 教世(HORIKAWA, NORIYO)

富山県立大学・工学部・准教授

研究者番号:10363871

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 4,000,000円

研究成果の概要(和文):本研究ではPBO繊維の引張および疲労強度に及ぼすキンクバンドの影響を調べた。実験の結果から、PBO繊維の引張強度はキンクバンド密度の増加と共に低下し,キンクバンドは引張強度に対して損傷として働くことを明らかにした。ワイブル解析の結果からキンクバンドを持つPBO繊維の引張強度は有効体積の概念で説明できることを明らかにした。キンクバンドを持つPBO繊維に紫外線照射を行った場合、キンクバンド部分で自動酸化が生じるため、引張強度が大きく低下することを明らかにした。キンクバンドを持つPBO繊維の疲労強度は最大応力で整理できることを示した。

研究成果の概要(英文): In this study, effects of kink band on tensile and fatigue strength of Poly-p- Phenylene Benzobisoxazole (PBO) fibers were investigated. As a result of Weibull analysis, it was found that kink bands act as defects that degrade the tensile strength. A Weibull analysis demonstrated that the concept of effective volume explains the tensile strength of PBO fiber. When the PBO fiber with kink band was subjected to ultraviolet light, the residual strength is greatly reduced due to the auto-oxidation generated in the kink damaged region. The maximum stress was most suitable parameter to describe the fatigue strength of PBO fiber with kink band.

研究分野: 材料強度、破壊力学、信頼性工学

キーワード: キンクバンド 高分子繊維 紫外線劣化 強度特性

## 1.研究開始当初の背景

## (1)PBO 繊維について

PBO(Poly-p-Phenylene Benzobisoxazole) 繊維は芳香環とヘテロ環を持つ剛直な分子 構造を有しており、液晶紡糸法を用いて PBO の分子鎖を繊維方向に高配向させて得られ る高強度(アラミド繊維の約2倍、炭素繊維 の約1.6倍)、高弾性率繊維である。用途は、 主に構内配線用光ファイバケーブルの緊張 材であるが、長距離通信用の太径の光ファイ バケーブルや携帯端末の電源ケーブル、さら に曲げ曲率半径の小さい電線の補強繊維と しての用途が期待されている。

#### (2)キンクバンドと引張強度

結晶性の高分子繊維は、引張強度に比べて 圧縮強度が低いために曲げ変形によって容 易にキンクバンドと呼ばれる帯状の膨らみ を生じるが、PBO 繊維も例外ではい。PBO 繊 維に生じるキンクバンドはミクロフィブリ ルの座屈によるものと考えられており、引張 荷重を負荷すると座屈したミクロフィ 引明 の延伸によりキンクバンドが細くなる。 のため繊維の引張強度に対しては、引張屈が 消失もしくは軽減され、強度に与える影響は 小さいと考えられてきた。

#### (3)社会のニーズと問題点

今後、PBO 繊維のような結晶性高分子繊維 については小型携帯端末の電源ケーブルや さらに曲げ曲率半径の小さい電線の補強繊 維といった曲げや折り曲げによってキンク バンドを生じやすい用途での使用の期待が 高まっているが、キンクバンドを持つ PBO 繊 維の強度(引張強度だけでなく疲労強度も含 めて)に関する研究報告例は極めて少ない状 況にある。また、PBO 繊維は他の高分子繊維 と同様に紫外線照射により強度低下を起こ すことが報告されており、繊維は常に被覆等 により紫外線の当たらない環境で使用され ている。しかしながら長期間の使用では被覆 材の破損により紫外線が当たることも考え られ、キンクバンドが発生した PBO 繊維の強 度が紫外線照射によりどのような影響を受 けるか明らかにすることは繊維強度の信頼 性向上の観点から重要である。

#### 2.研究の目的

- (1)キンクバンドを生じさせた PBO 繊維の引 張試験を行い、キンクバンドが繊維の引張強 度に及ぼす影響を明らかにする。
- (2)キンクバンドを生じさせた PBO 繊維に紫外線照射を行い、紫外線照射が引張強度に及ぼす影響を明らかにする。
- (3) (1)、(2)において疲労試験を行いキンクバンドおよび紫外線照射が疲労強度に及ぼす影響を明らかにする。

#### 3.研究の方法

(1)実際のキンクバンドの発生状況を模擬するために図1に示すようにPBO繊維を鋼棒に巻き付ける。数種類の直径の鋼棒にPBO繊維を巻き付けキンクバンドの密度の異なるPBO

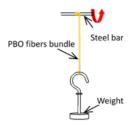


図1 キンクバンド導入方法

繊維を得る。キンクバンドを生じさせた PBO 繊維について単繊維引張試験を行い、得られ た引張強度に対してワイプル解析を行う。

- (2)キンクバンドを生じさせた PBO 繊維に紫外線照射を行い、単繊維引張試験により引張強度を求め、ワイブル解析を行う。
- (3)キンクバンドを生じさせた PBO 繊維に紫外線照射を行い、EPMA 分析によりキンクバンド部分の元素分析を行い元素量の変化を見る。
- (4) キンクバンドを生じさせた PBO 繊維について単繊維の疲労試験を行い、S-N 特性を調べる。

#### 4. 研究成果

(1)キンクバンドを生じさせた PBO 繊維の引 張強度特性

図2はPBO繊維に図1の巻き付けによる方法で生じさせたキンクバンドを光学顕微鏡で観察したもので縦の黒い線がキンクバンドである。図には10個のキンクバンドが確

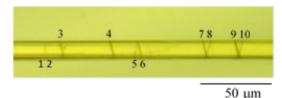


図 2 PBO 繊維のキンクバンド

## 認される。

図3は一例として直径0.65mmの鋼棒にPBO 繊維を巻き付け、キンクバンドを生じさせた PBO 繊維の残存強度比とキンクバンド密度の 関係を表したものである。PBO 繊維は引張強 度に対して直径方向に寸法効果があり、直径 が細くなると引張強度が高くなることや直

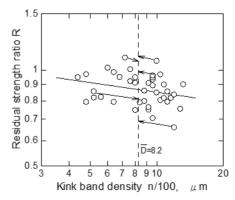


図3 キンクバンドを生じさせた PBO 繊維 の残存強度比とキンクバンド密度の関係

径と引張強度の関係は代表者が既に明らかにしているため残存強度比はキンクバンドの生じた PBO 繊維の引張強度を繊維直径から推定されるキンクバンドを生じていない PBO 繊維の引張強度で除したものである。キンクバンド密度は繊維長さ 100 μm あたりのキンクバンド数である。図よりキンクバンド密度が高くなると残存強度比が低下しており、キンクバンドが引張強度に対して永久損傷として働くことが分かった。

図4は異なる直径の鋼棒に繊維を巻き付けキンクバンドを生じさせた PBO 繊維の残存強度比をワイブル確率紙にプロットしたものである。図4の残存強度比については、キンクバンド密度は巻き付ける鋼棒の直径が同じでもばらつきがあるため図3のようにデータを回帰線に沿って平均のキンクバンド密度まで平行移動し、平均キンクバンド密度に相当する残存強度比に換算している。図より、残存強度は直線で近似できることから2母数ワイブル分布に従うことが分かった。

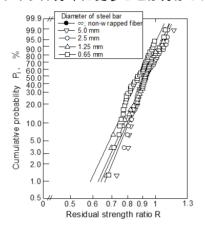


図4 キンクバンドを生じさせた PBO 繊維 の残存強度比の分布(ワイブル確率紙)

図5は図4のワイブル解析から得られた 尺度母数と平均キンクバンド密度との関係 を示している。平均キンクバンド密度が4以 上では残存強度比の代表値である尺度母数 は低下する傾向にあり、近似直線の勾配の逆 数から得られる形状母数は8.21である。こ

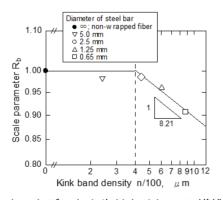


図 5 キンクバンドを生じさせた PBO 繊維の 尺度母数と平均キンクバンド密度の関係

の値は図4のワイブル解析から得られた形状母数(鋼棒径2.5mm、1.25mm、0.65mmに対して形状母数はそれぞれ10.96、10.88、10.51)の平均値10.78に近いものであった。このことから、PBO繊維のキンクバンドは引張強度に対して永久損傷として働き、強度低下は有効体積の概念で説明可能であることが明らかとなった。

# (2)紫外線照射を受けた PBO 繊維 (キンクバンドを生じさせた) の引張強度特性

図6は大気中において紫外線放射照度8 W/m²で紫外線を照射した PBO 繊維(キンクバ ンドを生じさせた)の残存強度比とキンクバ ンド密度を示したものである。赤塗り印は1 時間、黒塗り印は 10 時間の紫外線照射後の PBO 繊維の残存強度比である。PBO 繊維の紫 外線照射による強度低下については、代表者 は既に紫外線照射により繊維の表面から 徐々に自動酸化が進み劣化層が形成される ことを明らかにしている。この劣化層は引張 荷重を負担できないほど弱く、これによって 紫外線照射時間の増加とともに強度低下が 進む。キンクバンドが生じている場合には、 赤塗り印に見るように短時間の紫外線照射 では白抜き印の紫外線未照射に対して同程 度の強度低下となっており、これは劣化層の 形成により荷重を分担する有効断面が減少 したためと考えられる。しかし、長時間の紫 外線照射では黒塗り印に見るように 10%程 度の強度低下の推定線(下の破線)よりも大

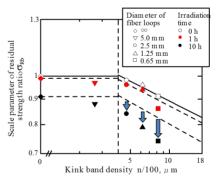
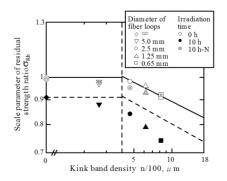


図 6 大気中で紫外線を照射した PBO 繊維 (キンクバンドを生じさせた)の残存強度比の低下



きく低下しており、劣化層の増加以外に主要 因があると考えられる。なお、図7は窒素雰 囲気中での実験結果であり、二重線印は 10 時間紫外線照射を行ったPBO 繊維の結果であ る。黒塗り印は大気中の結果であるが、同じ 照射時間でも酸素がないと紫外線照射の影 響はないことが分かる。

## (3)キンクバンド部分の EPMA 分析結果

図8はキンクバンド部分の EPMA 分析結果を示したものである。繊維はエポキシ樹脂に埋め込みウルトラミクロトームで繊維を長さ方向に半分に削ったものである。図8(c)に見るように紫外線を照射した場合はキンクバンド部分で赤色が強く表示されており酸素の偏析が確認された。このことからキンクバンド部分で自動酸化が優先的に生じていることが分かった。

図9はキンクバンドの生じた PBO 繊維に紫外線を照射した場合の模式図である。紫外線照射により表面から自動酸化が進み劣化層(緑色部分)が増えるが、照射時間が長くなると赤色で示すキンクバンド部分で自動酸化が起こり、内部まで劣化が進む。図6の黒塗り印に見る大幅な強度低下は繊維表層からの劣化層の進行に加えてキンクバンド部分の自動酸化により劣化が局所的に内部まで進行するため引張強度低下が大きくなると考えられる。

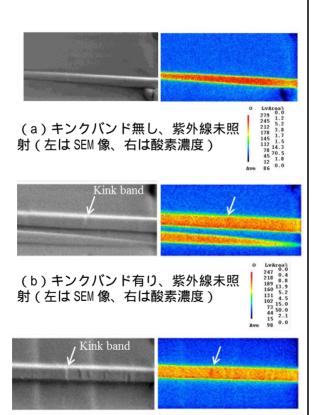
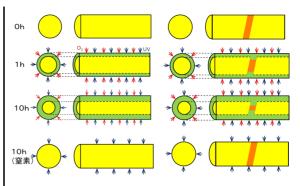


図 8 PBO 繊維内部のキンクバンド部分の EPMA 分析結果

(c) キンクバンド有り、紫外線照射

(左は SEM 像、右は酸素濃度)



(a) キンクバンド有り (b) キンクバンド無し

図9 キンクバンドを生じさせた PBO 繊維の 劣化(自動酸化)過程

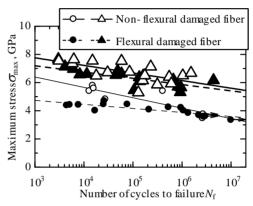


図 1 0 キンクバンドを生じさせた PBO 繊維の S - N線図

(4)キンクバンドを生じさせた PBO 繊維の疲労強度特性

図10にキンクバンドを生じさせた PBO 繊維の単繊維疲労試験結果を示す。丸印は汎用タイプ PBO 繊維、三角印は高弾性率タイプの実験結果である。キンクバンドを生じさせた PBO 繊維の実験データは汎用タイプ、高弾性率タイプ共に直線で近似できることから最大応力で整理することによって疲労強度を一義的に推定することができる。なお、紫外線照射を行ったキンクバンドを生じさせた PBO 繊維の S-N 特性については現在実験結果を検討中であり、今後随時発表する予定である

### 5. 主な発表論文等

LvArea & 276 0.0 244 0.1 212 41.1 180 11.4 2.1 116 2.1 11.4 52 6.5 95 0.0

〔雑誌論文〕(計 0件)

### [学会発表](計 11件)

堀川教世、キンク損傷を有する PBO 繊維の疲労強度特性、日本機械学会北陸信越支部 第54 期総会・講演会 2017 年 3 月 9 日、金沢大学

堀川教世、キンク損傷が PBO 繊維の疲労破壊 挙動に及ぼす影響、日本機械学会 M&M2016 材 料力学カンファレンス、2016 年 9 月 20 日、 神戸大学

N. HORIKAWA, Effect of Kinking Damage on Fatigue Strength of High-modulus Type PBO Fiber, The 10<sup>th</sup> Asian-Pacific Conference on Fracture and Strength 2016 (APCFS-2016), 20 September 2016, Toyama(Japan)

堀川教世、キンク損傷を有する高弾性率タイプ PBO 繊維の疲労強度、日本機械学会 2016年度年次大会、2016年9月12日、九州大学

N. HORIKAWA, Tensile Strength of Poly-p-Phenylene Benzobisoxazole (PBO) Fiber with Kinking Damage, 21st European Conference on Fracture (ECF21), 24 June 2016, Catania(Italy)

DOI:10.1016/j.prostr.2016.06038

堀川教世、PBO 繊維の疲労強度に及ぼすキンク損傷の影響、日本材料学会第 65 期総会・ 講演会、2016 年 5 月 29 日、富山大学

堀川教世、キンク損傷が PBO 繊維の引張破壊挙動に及ぼす影響、日本機械学会北陸信越支部 第53期総会・講演会、2016年3月5日、信州大学

堀川教世、キンク損傷を有する PBO 繊維の紫外線照射による強度低下要因の検討、日本機械学会 2015 年度年次大会、2015 年 9 月 15日、北海道大学

N. HORIKAWA, Fatigue Property of PBO Fiber Considering Size Effect in Diametral Direction, The 3rd Japan-China Joint Symposium on Fatigue of Engineering Materials and Structures, 6 November 2014, Takayama (Japan)

堀川教世、巻き付けによりキンク損傷を与えた PBO 繊維の引張強度評価、日本設計工学会平成 26 年度 秋季研究発表講演会、2014 年10月4日、山形大学

堀川教世、キンク損傷を与えた PBO 繊維の引 張強度の確率分布、日本機械学会 M&M2014 材 料力学カンファレンス、2014 年 7 月 20 日、 福島大学

[図書](計 0件)

[産業財産権]

出願状況(計 0件)

取得状況(計 0件)

[その他]

なし

6.研究組織 (1)研究代表者 堀川 教世(HORIKAWA NORIYO) 富山県立大学・工学部・准教授 研究者番号:10363871

- (2)研究分担者
- (3)連携研究者
- (4)研究協力者