

行政院國家科學委員會專題研究計畫 成果報告

碳奈米管/環氧樹脂複合材料疲勞性質之研究(II) 研究成果報告(精簡版)

計畫類別：個別型
計畫編號：NSC 98-2221-E-216-009-
執行期間：98年08月01日至99年07月31日
執行單位：中華大學機械工程學系

計畫主持人：任貽明

計畫參與人員：碩士班研究生-兼任助理人員：王永傳
碩士班研究生-兼任助理人員：楊育翔

報告附件：出席國際會議研究心得報告及發表論文

公開資訊：本計畫涉及專利或其他智慧財產權，2年後可公開查詢

中華民國 99 年 07 月 30 日

一、前言

奈米材料與技術的發展問世至今已有 20 多年的歷史，其應用範圍非常廣泛，包括材料、化工、資訊、通訊、微電子、環境及醫藥等。碳奈米管（Carbon Nanotube）為奈米科技研究重點之一，它可作為填充材料直接用於製作成奈米複合材料。由於碳奈米管表面的特殊結構，在有機聚合物中具有良好的相容性(Compatibilty)，很容易製造聚合物基複合材料，而所謂的複合材料(Composite Material)係指兩種或兩種以上的物質所組成的材料，主要由基材(Matrix)和強化材(Reinforcement)組合而成。在現今的研究領域上基材大部分是以高分子聚合物為主，其中又以環氧樹脂最為常見，主要是由於它具有以下優點，如：製程收縮率低、內部應變小、機械性質優異、具有多樣性、容易進行改質及接著性良好、抗疲勞性等。

二、研究目的

綜觀目前的研究，大都針對碳奈米管/環氧樹脂複合材料的電性質與簡單的拉伸試驗作為探討，對於承受變動負載下的機械性質相當少見。而根據以往的工程經驗，機械元件破壞的肇因多為疲勞破壞，且負荷振幅往往是不固定的，其對機械元件的影響不容忽視。實驗室中兩階段累積疲勞實驗與分析是了解非固定振幅負荷間交互作用對疲勞行為影響的基礎。因此，若能運用此法進一步地掌握此類複合材料在真實情況下的疲勞性質，定能使其應用範圍更為廣泛。本計畫第二年內容包含：

- (一) 進行基本疲勞實驗以建立最大應力-疲勞壽命曲線圖，作為兩階段累積疲勞實驗設定之依據，並量測試片勁度以及電阻值之變化量。
- (二) 進行兩階段累積疲勞實驗。
- (三) 在固定週次下進行殘餘強度實驗，測定殘餘強度之變化量。
- (四) 利用週次比定義疲勞損傷，即為 Miner's rule 線性疲勞損傷理論，作為預測兩階段累積疲勞生命中第二階段疲勞壽命之用，並與實驗值相互比較。
- (五) 利用試片勁度、電阻值以及殘餘強度之變化量定義出疲勞損傷，作為預測兩階段累積疲勞生命中第二階段疲勞壽命之用，並與實驗值互相比較。
- (六) 將基本疲勞實驗、兩階段累積疲勞實驗以及殘餘強度實驗後之試片破斷面，利用光學顯微鏡以及掃描式電子顯微鏡(Scanning Electron Microscope;

SEM)進行破斷面之觀察，以了解此奈米複合材料疲勞破壞機制。

三、文獻探討

在碳奈米管的改質方面，2006年，Yaping等人[1]利用多機能胺(DETA)對多壁碳奈米管進行表面改質，並以 FT-IR 作性質分析，在環氧樹脂和不同含量 MWNTs(官能化和非官能化)的百分比下，用衝擊測試、彎曲測試及穿透式電子顯微鏡(TEM)進行觀察與研究；結果顯示，其機械性質有所提升，當 MWNTs 含量為 0.6%時，有最佳之機械性質。其中彎曲強度增加 100%，彎曲模數提升 58%，衝擊強度增加到二倍，這證明碳奈米管在基材上有良好的分散，界面間的作用力也受到官能基的影響。2007年 Kim 等人[2]提出，在酸化和氧化的官能基改質下作性質的比較；實驗中，酸改純化處理產生許多官能基，如：C-N 鍵、羧基(-COO-)等，而在氧化處理方面亦可得到與酸化處理一樣的鍵結，因此證明酸化和氧化的處理都能有效的對碳奈米管產生有效鍵結的官能基。2008年，Geng 等人[3]將非離子型界面活性劑 Triton X-100 加入碳奈米管/環氧樹脂複材之中，發現此複材之機械性質(衝擊破裂韌性、彎曲強度、彎曲模數)、熱機械性質以及電性質皆有所提升，研究觀察認為與碳奈米管和環氧樹脂之間的”bridging”作用有關。藉由界面活性劑 Triton X-100 的添加，可以改善碳奈米管在聚合物基材中之分散性與潤濕性，以達到各項性質之提升。2009年，Nadler 等人[4]將三種不同改質之多壁碳奈米管(酸改之 OH 根、聚乙烯醇縮丁醛之 PVB、潤濕分散劑 D2070)及純碳奈米管，製成不同含量之多壁碳奈米管/環氧樹脂複合材料，與純環氧樹脂進行機械性質之比較。研究結果顯示添加 0.5wt% PVB-CNTs 之奈米複材有最佳之彎曲強度與彎曲模數，分別提升了 32.3%與 29.5%。而在複材之中添加 DY070 催化劑將有助於機械性質之改善。

關於碳奈米管複合材料製程上的影響，2006年，Villoria 等人[5]考慮在兩種不同的 Curing Cycles 下，碳奈米管/環氧樹脂複合材料機械性質的改變。A Cycle 為在室溫下硬化 24 小時，成型溫度 60°C、放置 4 小時；B Cycle 為在室溫下放置 48 小時成型之後換成在 60°C 下放置 24 小時。研究發現這兩種 Curing Cycles 的強度與延性都有下降，另一方面來看，在不同的 Curing Cycles 下複合材料的性質也是不相同的。2007年，Guo 等人[6] 製作碳奈米管/環氧樹脂複材時，運用超音波震盪

來改善混合酸改質的碳奈米管在高含量下的分散性；結果顯示在碳管8.0wt%的含量下強度及破裂應變各提升11.65%和127.8%。

碳奈米管複合材料各項性質研究方面，2006年，Chen等人[7]也在2006年時把混合酸處理的碳奈米管用雙螺桿擠出機製作碳奈米管/PU複合材料；研究指出含量為0wt%、5.6wt%、9.3wt%、17.7wt%時，在應力及拉伸強度的表現下，隨含碳量提升而增加，在9.3wt%達到最大值，17.7wt%則是因為高含量的團聚現象使性質降低。不過，拉伸模數卻是在17.7wt%時最大。2007年，Jou等人[8]將不同改質之碳奈米管加入塑膠類製作高分子複合材料，研究其對電磁防護的效力；結果指出在不同改質下，皆隨碳管含量增加而使電傳導率及電磁防護效能有提升之趨勢。2008年，Wang等人[9]探討碳管排列對單壁碳奈米管/環氧樹脂複合材料導電性及機械性質的影響。研究指出沿著碳管延伸方向而排列的奈米複材，其楊氏模數、拉伸強度以及導電性質會比垂直方向來得好。除此之外，平行方向排列之碳管有較低之導電性門檻值，其電導性亦隨碳管濃度增加而增加。2009年，Zhou等人[10]利用顯微照相法測量試片破斷面兩劈裂階之距離，以預估碳奈米管在環氧樹脂中之分散性。研究結果顯示兩劈裂階平均距離隨碳管的增加而減少，亦為粗糙面之增加；但當碳奈米管含量為0.3wt%時、其劈裂面尺寸分布將集中於兩尺寸大小，代表此時碳管團聚現象開始發生。此結果可解釋於此複合材料之機械性質隨碳管含量增加而增加，但當碳管含量來到0.4wt%時，其機械強度會有下降之情形。同年，Nofar等人[11]將玻璃纖維環氧樹脂複合材料中的碳奈米管視為感測器之網絡，以用來預測其破裂區域與部位，並監測此複材遭受拉伸及疲勞負載期間機械性質的下降。實驗過程中將經由電導探針量測試片電阻，結果顯示電阻將隨拉伸負荷與週次負載的增加而增加，而在試片不同的區域範圍，電阻的改變亦不相同，其中試片破壞處將發生在電阻改變最大的部位，此與應變規量測結果有相同之趨勢，藉此可以容易確定試片裂縫區域，並將能運用在試片承受疲勞負載期間監測其疲勞損傷。

綜觀以上的文獻結果，奈米複合材料以往的文獻大多是對於不同碳奈米管改質及不同製程的狀況下，從事物理性質的分析與研究，且化學改質一直是學者們致力探討的重點。除此之外，此類奈米複合材料機械性質之研究大多集中於靜態拉伸或彎曲強度的範疇中，對於此類材料承受疲勞負荷下機械行為之研究極為少

見，且此類疲勞行為之研究，其實驗之週次波形均為固定振幅。在實際應用上，機械元件所承受之動態負荷振幅往往是不固定的，而實驗室中兩階段累積疲勞行為的實驗與分析是了解非固定振幅負荷間交互作用對疲勞行為影響之基礎。因此本研究將針對0.5wt%酸改純化之碳奈米管/環氧樹脂複合材料進行兩階段累積疲勞實驗與分析，並利用傳統的線性疲勞損傷理論以及試片勁度、電阻值與殘餘強度之變化量所定義的損傷曲線預測累積疲勞壽命，以期能更進一步掌握此類奈米複合材料在承受動態負荷下之疲勞行為，並推展此類材料的設計與應用。

四、研究方法

本計畫第二年將在室溫下對碳奈米管/環氧樹脂複合材料進行一系列的實驗。實驗內容包含 0.5wt%酸改純化之碳奈米管/環氧樹脂複合材料試片之製作；基本疲勞實驗及兩階段累積疲勞實驗之程序；以及在固定週次下電阻值之量測及殘餘強度之測定；並進行各項實驗後破斷面之觀察。

4-1 實驗材料

(一) 環氧樹脂

本計畫第二年之實驗所使用之環氧樹脂為雙液型環氧樹脂，型號為 H190/E190，其為熱固性材料。

(二) 碳奈米管

本計畫第一年之實驗所使用之碳奈米管為韓國仁川生產之多壁碳奈米管，由東成昌股份有限公司代理。其材料尺寸如下：碳奈米管之直徑約在 30-50nm 之間，長度為 10-200 μ m 之間，其純度約為 93 %。

4-2 碳奈米管酸改純化

首先將 10g 的多壁碳奈米管與 500ml 的硝酸置入三口燒杯中進行混合，其後利用止水帶封於燒杯兩側杯口，中央杯口則與冷凝管連結，而冷凝管的另一端需將氣體通入水中，以稀釋排出氣體中之硝酸含量。接著利用磁石加熱攪拌機隔矽油加熱 120 $^{\circ}$ C 並以迴流(矽油及三口燒杯中的碳奈米管與硝酸之混合溶液皆需進行磁石攪拌)方式持續 1 小時。矽油迴流主要目的為使加熱均勻；三口燒杯中的碳奈米管與硝酸之混合溶液使用磁石攪拌有助於碳奈米管之酸改純化。

將碳奈米管與硝酸之混合溶液以水循環真空系統與 PVDF 過濾片進行抽氣過濾，過濾後之碳奈米管將其加入 500ml 去離子水，經由磁石攪拌 10 分鐘、超音波震盪 30 分鐘、磁石攪拌 10 分鐘進行清洗，最後再進行抽氣過濾。重複以上過濾清洗步驟 4-5 次，使碳奈米管中所含之硝酸被徹底清除，即可得到酸改純化之碳奈米管。

4-3 0.5 wt%酸改純化之碳奈米管/環氧樹脂複合材料試片製作

在試片製作方面，使用 E190/H190 雙液型環氧樹脂為基材，其為熱固性之高分子材料，熱壓成型條件為：熱壓壓力 100psi、成型溫度 120°C、時間 30 分鐘；本研究選用碳奈米管含量為 0.5wt%碳奈米管/環氧樹脂複合材料為實驗之對象。此碳奈米管含量之選擇是因為在 0.5wt%含量下，碳奈米管/環氧樹脂複合材料有優異之電性與機械性質，以方便作為往後之研究。所使用之碳奈米管為酸改純化之多壁碳奈米管，添加 0.5wt%酸改純化碳奈米管製成碳奈米管/環氧樹脂複合材料試片，作為靜態及疲勞實驗所使用之試片。

將適量的碳奈米管置入燒杯中進行測重及烘烤，烘烤溫度為 150°C、時間為 24 小時。為防止碳奈米管因烘箱內氣流造成散失，烘烤過程中，我們會在燒杯上方覆蓋一層透氣膜，待 24 小時水分蒸發後，測量其殘餘重量。並將此實驗重覆三次，經由實驗結果計算得知，過濾後之碳奈米管含水量約為 96%。將測重完含水之酸改純化碳奈米管加入測重完之環氧樹脂中，將其以機械攪拌混合 10 分鐘。攪拌混合後把混合物置入烘箱中加熱，溫度為 120°C，加熱 8 個小時，將混合物中的水份排出。把加熱除水後的混合物加入與碳管相同重量之界面活性劑 Triton X-100，並進行機械攪拌混合 1 小時。

因環氧樹脂黏度會隨其溫度上升而下降，所以本實驗將環氧樹脂進行加熱，使環氧樹脂之流動性更佳。為克服碳奈米管之間凡得瓦力(van der Waals force)所引起之團聚及分散不均之情形，我們會將其混合物進行超音波震盪，溫度為 60°C，時間為 1 小時，使碳奈米管能夠更均勻分布於環氧樹脂之中。而混合物之氣泡會造成試片中產生空孔及瑕疵，對試片的機械強度亦會造成很大的影響，所以為了將因機械攪拌而產生的氣泡排出，超音波震盪後之混合物將置於真空乾燥器中進行真空排氣，以利於混合物排出氣泡，時間為 1 小時。因真空排氣會造成

碳管的沉澱與團聚，因此需將混合物進行第二次超音波震盪，溫度為 25°C，時間為 1 小時，再次分散團聚的碳管並使混合物降溫。

將硬化劑(主劑與硬化劑比例為 10：4)加入上述完成之混合物，並加入適量之消泡劑，進行機械均勻攪拌 10 分鐘以完成混合。消泡劑使用主要為幫助降低因機械攪拌所產生之氣泡。將混合物進行超音波震盪，溫度為 25°C，時間為 10 分鐘，以幫助碳奈米管分散並有助於排出因機械攪拌而產生之氣泡。其後將混合物放入真空乾燥器中，進行真空排氣，時間為 1 小時，主要目的為排出混合物中因機械攪拌所產生之氣泡。由於真空排氣會造成碳奈米管的沉澱與團聚，因此再次以 25°C 進行超音波震盪 10 分鐘，再次分散團聚之碳管。

將上述混合物倒入不鏽鋼模具中進行真空排氣 1 小時，其目的為排出因倒入模具時所產生之空孔及氣泡，使試片形狀完整。將其放置烘箱中進行加熱，溫度為 100°C，時間 5 分鐘，降低混合物之黏度，使其與模具接合更為完整，並且進行真空排氣 30 分鐘，排出殘餘氣泡。再將其放置烘箱中加熱，溫度為 120°C，時間為 20 分鐘，使混合物形成黏稠狀流動性低，較易於熱壓成型。

將模具及混合物放置熱壓機中進行熱壓成型，熱壓成型參數為：壓力 300 psi、溫度 120°C 以及成型時間 30 分鐘，待熱壓後放置冷卻至室溫以進行脫模。在試片脫模後，會將其試片於方郎機械工業有限公司以水刀加工方式進行尺寸外形裁切，再以鑽石切割機切除試片夾持端邊界，分別把試片取下。本實驗所使用之試片是依據 ASTM D-638 之標準規範[12]而製作，標距長度為 50mm，其尺寸及實體照片如圖 1 所示。

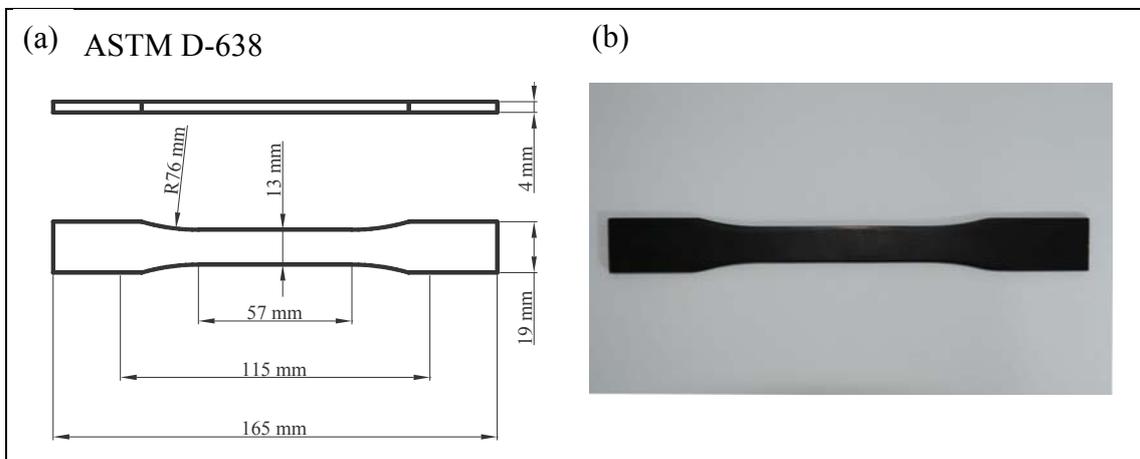


圖 1 (a)試片之尺寸圖 (b)試片之實體圖

將以 200 號砂紙利用拋光機進行試片粗拋，再分別利用 400、600 及 800 號砂紙以手動方式於試片軸向進行細拋，其可有效降低試片表面缺口或凹陷對試片機械強度所造成的影響。

4-4 實驗方法與流程

4-4-1 基本疲勞實驗

在進行基本疲勞實驗之前，需先對材料進行靜態拉伸強度測試，以求得室溫下 0.5wt% 酸改純化之碳奈米管/環氧樹脂複合材料之靜態拉伸極限強度 σ_{ult} ，作為基本疲勞實驗時負荷階選取的參考。本實驗所有室溫環境條件皆利用實驗室之溫濕度控制系統控制環境於 25°C 50%RH，得以維持室溫常濕，其系統包含四個部份，分別有溫濕度控制箱體，加熱爐系統、加濕器系統及液態氮系統。

靜態拉伸強度測試係利用 Instron 8872 材料試驗系統，在實驗室環境中以行程控制模式進行至試片斷裂為止。實驗進行中，以電腦記錄負荷、行程及時間。夾頭拉伸速率為 0.1mm/s。實驗中應力值係與負荷值除以試片之截面積求得。本測試共進行 5 次重複實驗，將靜態極限強度之數據求取平均值，以得到可靠之試片靜態極限強度。靜態拉伸實驗中極限強度之實驗結果如表 1 所示。

表 1 靜態拉伸實驗中極限強度之實驗結果

Specimen ID	a	b	c	d	e	Average
Ultimate strength , σ_{ult} (MPa)	58.07	62.54	58.55	61.38	60.89	60.28

基本疲勞測試中，利用 Instron-8872 型單軸向動態材料試驗系統進行實驗，在室溫下對 0.5wt% 酸改純化之碳奈米管/環氧樹脂複合材料試片進行拉伸-拉伸疲勞試驗，所採取的控制模式為負荷控制，應力比 R 為 0.1 (應力比之定義為最小負荷/最大負荷)。頻率為 5 Hz，測試波形為正弦波，分別取其靜態強度的 5 個應力階進行疲勞測試，記錄破壞週次數，以取得材料的應力-疲勞壽命曲線圖。本研究定義試片之疲勞壽命為試片破斷時所對應之週次數 N_f 。另外，若疲勞壽命到達一百萬週次時，即終止實驗，代表該材料具有無窮壽命。相同條件的疲勞實驗需重複三次，以確保疲勞壽命數據的可靠性。疲勞實驗完成後，將經由光學顯微

鏡、電子顯微鏡觀察其破斷面，以了解不同應力階下之疲勞破壞巨觀與微觀性質。除此之外，基本疲勞實驗完成後，即可得到此奈米複合材料之最大應力-疲勞壽命曲線圖，以作為兩階段累積疲勞壽命實驗設定之依據。

為建立以勁度定義其疲勞損傷曲線，我們將在基本疲勞試驗中記錄該應力階(35%、40%、45%、50%)下之負荷與行程範圍。試片的勁度定義為負荷範圍除以行程範圍。藉此可了解試片勁度隨負荷週次變化之情形，進而以勁度定義出疲勞損傷曲線，再以內插方式分別找出高應力階與低應力階的疲勞損傷曲線，並與實驗值所配湊出曲線互相比對，最後將其作為預測兩階段累積疲勞壽命中第二階段疲勞壽命之用。

為建立以電阻值定義其疲勞損傷曲線，本研究將在基本疲勞試驗中該應力階(35%、40%、45%、50%)下，利用多根試片以銅膠與漆包線接於絕緣阻抗測試計，分別在一定週次數暫時停機，測量當時之電阻值變化並記錄直到破壞為止；而在疲勞實驗進行過程中，將中斷絕緣阻抗測試計與漆包線之連接，以防止絕緣阻抗測試計通電致使複材試片發熱影響其性質。疲勞實驗與電阻量測系統之配合如圖3-8所示。藉由此實驗步驟，可了解試片電阻隨負荷週次變化之情形，進而以電阻值定義出疲勞損傷曲線，再以內插方式分別找出高應力階與低應力階的疲勞損傷曲線，並與實驗值所配湊出曲線互相比對，最後將其作為預測兩階段累積疲勞壽命中第二階段疲勞壽命之用。

4-4-2 兩階段應力累積疲勞實驗

在建立0.5wt%酸改純化之碳奈米管/環氧樹脂複合材料最大應力-疲勞壽命曲線圖，接著即可進行兩階段累積疲勞實驗。選擇基本疲勞壽命曲線中，對應疲勞壽命為20000及500000的應力階分別作為兩階段疲勞實驗之應力階。若對應20000週次之應力階為 σ_H ，對應500000週次之應力階為 σ_L ，而當第一階段到第二階段之應力階為 σ_H 到 σ_L 的實驗定義為負荷高到低之實驗，反之則為負荷低到高(σ_L 到 σ_H)之實驗。在兩階段累積疲勞實驗中，首先以第一階段的應力階進行疲勞實驗至一定的週次比。週次比定義為所施加的週次數除以其應力階下之基本疲勞壽命。在本累積疲勞實驗計畫中第一階段週次比既有0.1、0.3、0.5、0.7、0.9

五種設計，以了解第一階段週次比對累積疲勞行為之影響。當第一階段疲勞實驗到達所設定週次比之週次時，改以第二階段之應力階進行疲勞實驗至破壞為止。第二階段之殘餘壽命將與理論之預測值相比較。第二階段疲勞壽命之定義與基本疲勞實驗壽命之定義相同。

4-4-3 殘餘強度實驗

為建立以殘餘強度值定義其疲勞損傷曲線，本研究將在基本疲勞試驗中四個應力階(35%、40%、45%、50%)之平均壽命結果，取其六個疲勞壽命週次比，分別為 0、0.2、0.35、0.5、0.65、0.8 作為疲勞實驗停機之動作，接著對試片進行靜態拉伸實驗至破壞為止。藉由此實驗步驟，可了解試片殘餘強度隨負荷週次變化之情形，進而以殘餘強度值定義出疲勞損傷曲線，再以內插方式分別找出高應力階與低應力階的疲勞損傷曲線，並與實驗值所配湊出曲線互相比對，最後將其作為預測兩階段累積疲勞壽命中第二階段疲勞壽命之用。

4-4-4 破斷面之觀察

將經由光學顯微鏡與掃描式電子顯微鏡(SEM)觀察基本疲勞實驗、兩階段累積疲勞實驗以及殘餘強度實驗試片破斷面之結果，進而觀察在巨觀、微觀下的結構差異，以了解此奈米複合材料疲勞破壞之機制，並找出與實驗結果之關聯性。

五、疲勞損傷定義及其應用

為了預測兩階段累積疲勞實驗中第二階段的殘餘壽命，本研究利用 4 種不同疲勞損傷的定義，分別定出不同應力階下的損傷曲線，並利用此損傷曲線預測第二階段的殘餘疲勞壽命。此 4 種疲勞損傷分別為：1.以週次比定義疲勞損傷。2.以試片勁度變化量定義損傷。3.以試片電阻的變化量定義損傷。4.以試片殘餘強度定義損傷。其中以試片勁度變化量及殘餘強度定義損傷是以材料承受疲勞負荷所造成的機械性質退化來界定疲勞損傷；而以試片電阻變化量定義損傷是以材料承受疲勞負荷所造成的物理性質退化來界定疲勞損傷。利用此 4 種疲勞損傷曲線所預測之第二階段殘餘壽命將與實驗結果相比較，以了解其預測之準確性。以下就此 4 種疲勞損傷定義及其應用分別加以說明如下：

5-1 以週次比定義疲勞損傷

以週次比定義疲勞損傷就是廣為工業界所知的線性疲勞損傷理論，而 Miner's rule 即是利用線性損傷理論所發展出的累積疲勞預測模型。Miner's rule 的公式如下所示：

$$D = \frac{n_1}{N_1} + \frac{n_2}{N_2} = C_1 + C_2 = 1 \quad (5-1)$$

其中 n_i 為第 i 階段施加的週次數； N_i 為第 i 階段基本壽命週次； C_i 為第 i 階段之週次比。週次比的定義為施加的週次數除以其負荷階下之基本疲勞壽命。

5-2 以試片勁度變化量定義疲勞損傷

勁度為物體承受負荷時，抵抗變形的能力。由於在控制負荷的疲勞過程中，試片勁度則會隨著週次數的增加而下降。因此，本實驗在疲勞實驗過程中，夾頭的行程將被紀錄下來，以此配合控制的負荷可以換算成試片的勁度，進而利用試片勁度的變化定義在第 n 個週次時的損傷 D_s 為：

$$D_s = \frac{S_i - S_n}{S_i - S_f} \quad (5-2)$$

此處 S 代表試片的勁度，下標 i 、 n 及 f 分別代表初始穩態、第 n 個週次及最後破壞週次時的物理量。

5-3 以試片電阻變化量定義疲勞損傷

由於在控制負荷的疲勞過程中，奈米複合材料的電阻將隨著週次數的增加而上升。因此，本實驗過程中將利用絕緣阻抗測試計(高阻計)的量測來記錄電阻變化，進而利用電阻變化定義在第 n 個週次時的損傷 D_R ：

$$D_R = \frac{R_n - R_i}{R_f - R_i} \quad (5-3)$$

此處 R 代表試片的電阻；下標 i 、 n 及 f 分別代表初始穩態、第 n 個週次及最後破壞週次時的物理量。

5-4 以試片殘餘強度定義疲勞損傷

由於在控制負荷的疲勞過程中，試片殘餘拉伸靜態強度會隨著週次數的增加

而下降。本實驗將在第一階段達到固定週次比時，量測試片之殘餘靜態強度，並利用殘餘靜態強度隨週次的變化定義疲勞損傷 D_T ，其定義如下：

$$D_T = \frac{T_i - T_n}{T_i - T_f} \quad (5-4)$$

此處 T 代表試片的殘餘拉伸靜態強度，下標 i 、 n 及 f 分別代表初始穩態、第 n 個週次及最後破壞週次時的物理量。

5-5 預測兩階段累積疲勞壽命

以上 4 種疲勞損傷的定義，除了以週次比定義的疲勞損傷之外，其他 3 種疲勞損傷都應該是與應力階相關之非線性損傷，也就是可以預測累積疲勞中的負荷順序效應。本實驗將把實驗數據加以分析，將此損傷曲線的數學模型建立。本實驗一旦損傷曲線的數學模型建立後，即可用來預測兩階段累積疲勞實驗的第二階段殘餘壽命 C_{2p} ，其方法如圖 2 所示。

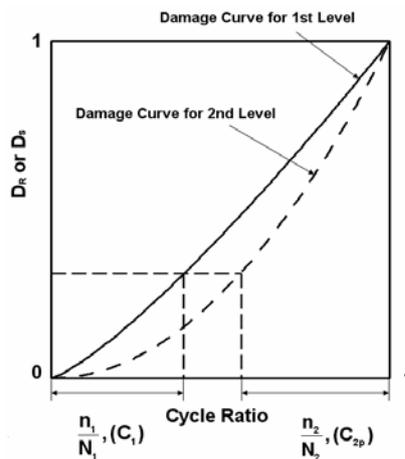


圖 2 利用非線性疲勞損傷曲線預測累積疲勞實驗中第二階段殘餘疲勞壽命之示意圖

六、結果與討論

6-1 基本疲勞實驗結果

本實驗為選取室溫下 0.5wt% 碳奈米管/環氧樹脂複合材料試片靜態拉伸實驗之極限強度平均值之五個應力階進行軸向拉伸-拉伸疲勞試驗，最大應力分別為

50%、45%、40%、35%、30% 之靜態極限強度。對於 0.5wt%碳奈米管/環氧樹脂複合材料之最大正向應力以下式計算：

$$\sigma_{\max} = \frac{F_{\max}}{A} \quad (6-1)$$

其中 σ_{\max} 為疲勞實驗之最大正向應力， F_{\max} 為室溫下 0.5wt%碳奈米管/環氧樹脂複合材料試片進行疲勞實驗時所承受之最大負載， A 為 0.5wt%碳奈米管/環氧樹脂複合材料試片中間標距之截面積。本文將在室溫環境下，0.5wt%碳奈米管/環氧樹脂複合材料試片之疲勞壽命實驗結果中最大正向應力與疲勞壽命之關係繪於雙對數圖上，並以曲線配湊法(Curve Fitting)之方式繪出應力-壽命曲線，其結果如圖 3 所示，關係式如下：

$$\sigma_{\max} (MPa) = 61.3N_f^{-0.0855} \quad (6-2)$$

上式中， σ_{\max} 為疲勞實驗各應力階下的最大應力； N_f 為 0.5wt%碳奈米管/環氧樹脂複合材料試片之疲勞壽命。

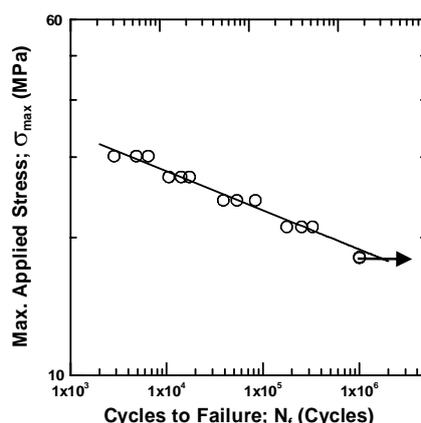


圖 3 0.5wt%碳奈米管/環氧樹脂複合材料試片疲勞實驗之最大應力-壽命曲線圖

基本疲勞實驗後試片破斷面之結果如圖所示，從圖 4 中可以明顯看出其破斷面巨觀結構皆分別有一平滑面以及粗糙面，顏色較深較暗之處為平滑面，反之為粗糙面。由圖中我們可以觀察到試片平滑區域將隨著疲勞試驗所使用的應力階增加而減少，相對地粗糙面則會增加；以上結果反映出當試片所能承受之壽命週次越高時，其平滑區域亦將越大，由此我們可以推斷試片的平滑區域為疲勞破壞所承受之處。因此圖中較平滑之區域我們將可視為試片承受疲勞負載時的疲裂面，較粗糙之區域則為驟裂面。

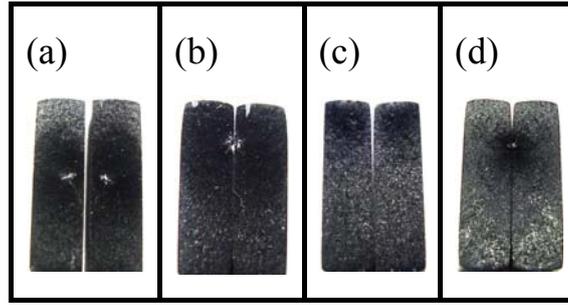


圖 4 基本疲勞實驗巨觀結構之破斷面結果圖(a) $\sigma_{\max} = 35\% \sigma_{\text{ult}}$, (b) $\sigma_{\max} = 40\% \sigma_{\text{ult}}$,
(c) $\sigma_{\max} = 45\% \sigma_{\text{ult}}$, (d) $\sigma_{\max} = 50\% \sigma_{\text{ult}}$

其微觀結構如圖 5 所示，主要為顯示試片平滑面與粗糙面分界之情形，將各別分開探討。

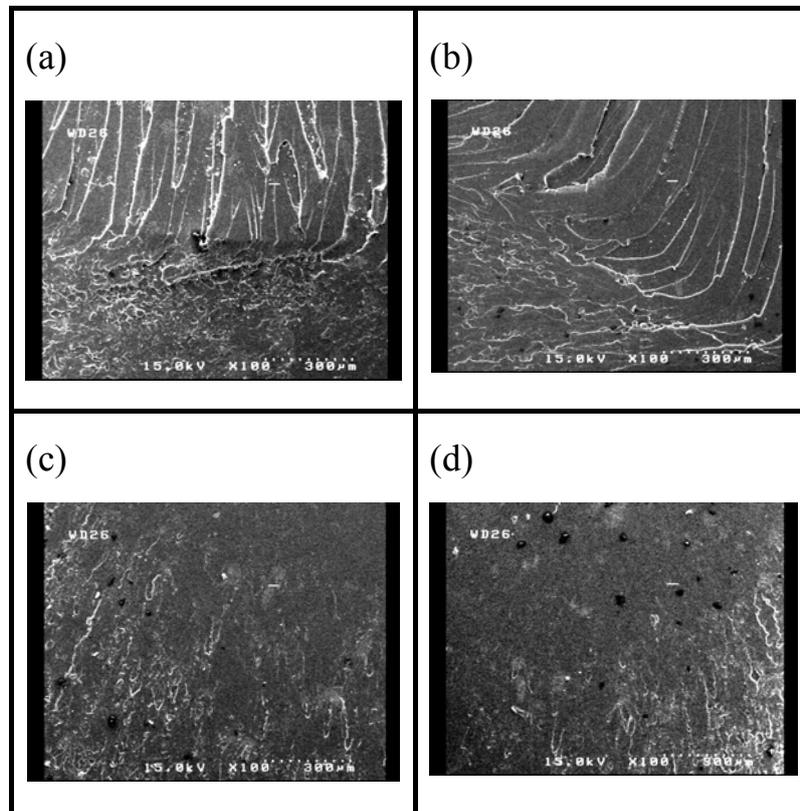


圖 5 基本疲勞實驗之 SEM 破斷面平滑區與粗糙區分界圖(a) $\sigma_{\max} = 35\% \sigma_{\text{ult}}$,
(b) $\sigma_{\max} = 40\% \sigma_{\text{ult}}$, (c) $\sigma_{\max} = 45\% \sigma_{\text{ult}}$, (d) $\sigma_{\max} = 50\% \sigma_{\text{ult}}$

圖 6 為試片平滑區域之微觀結構，以應力階為 35% 為例，可以從平滑區域發現其裂縫起始點以及羽毛狀之裂紋，此裂紋並可用來推估其材料破裂發生的源點。

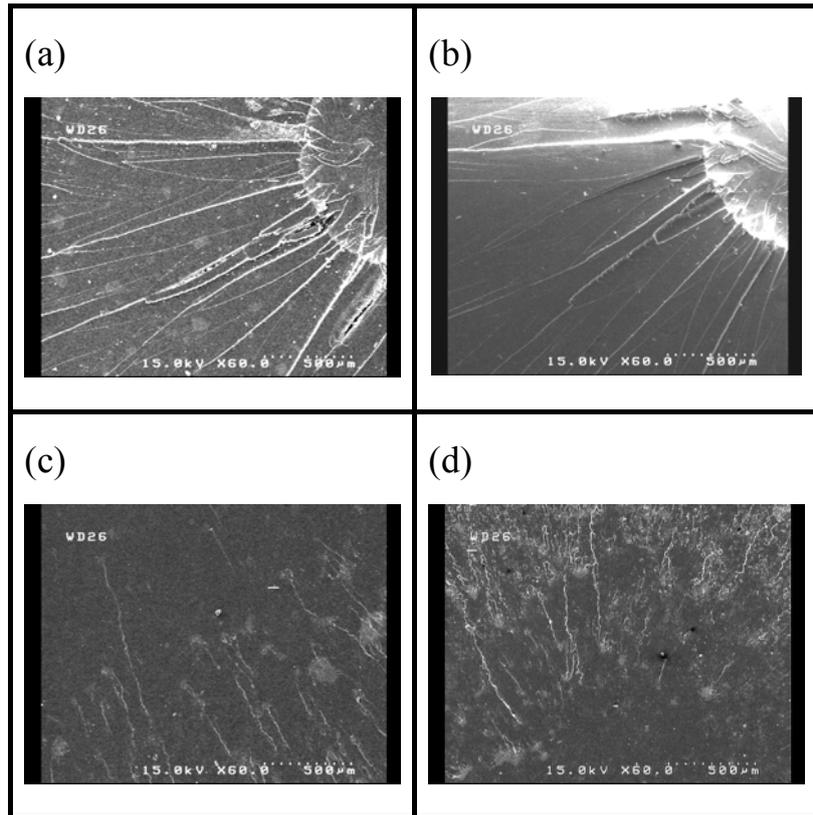


圖 6 基本疲勞實驗之 SEM 破斷面平滑區局部結果圖(a) $\sigma_{\max} = 35\% \sigma_{\text{ult}}$, (b)

$$\sigma_{\max} = 40\% \sigma_{\text{ult}}, (c) \sigma_{\max} = 45\% \sigma_{\text{ult}}, (d) \sigma_{\max} = 50\% \sigma_{\text{ult}}$$

試片粗糙之驟裂面如圖 7 所示，由粗糙的驟裂面我們可以發現當使用應力階越大時，較容易出現脆性破斷面之特徵，此破斷面特徵稱為劈裂面，而我們往往可以在靜態拉伸實驗後之破斷面觀察到此項結構，如圖 7(c) $\sigma_{\max} = 45\% \sigma_{\text{ult}}$ 及(d) $\sigma_{\max} = 50\% \sigma_{\text{ult}}$ 之破斷面結果圖，可發現破斷面劈裂之情形。此觀點說明了當疲勞測試中所使用應力階越大、疲勞週次越小時，受力之情形將越相似於靜態拉伸試驗，同時會擁有類似的試片破斷面。此外當應力階越高時，驟裂面區域的增加會致使破斷面越為粗糙。

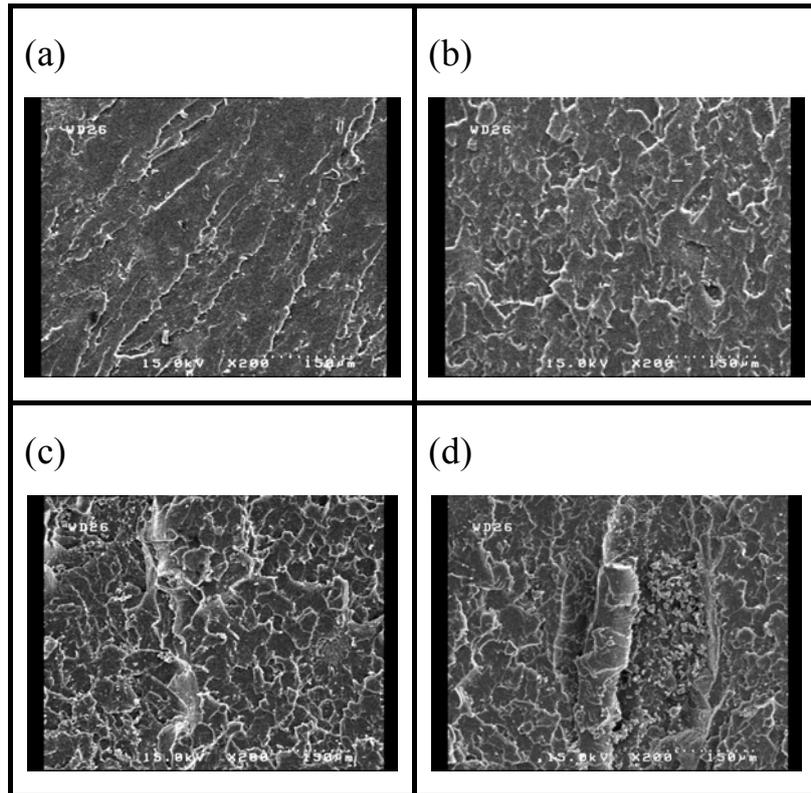


圖 7 基本疲勞實驗之 SEM 破斷面粗糙區局部結果圖(a) $\sigma_{\max} = 35\% \sigma_{\text{ult}}$, (b)

$\sigma_{\max} = 40\% \sigma_{\text{ult}}$, (c) $\sigma_{\max} = 45\% \sigma_{\text{ult}}$, (d) $\sigma_{\max} = 50\% \sigma_{\text{ult}}$

6-2 勁度變化量與疲勞損傷曲線建立之結果

勁度為物體承受負荷時，抵抗變形的能力。我們可從圖8中發現，當試片受到初始疲勞負載時，其勁度會有一急遽掉落之情形。當使用應力階越大，其試片勁度初始急遽下降情形將越明顯。接著試片會隨週次數增加而平緩下降，直至約破壞之前十週次為止。

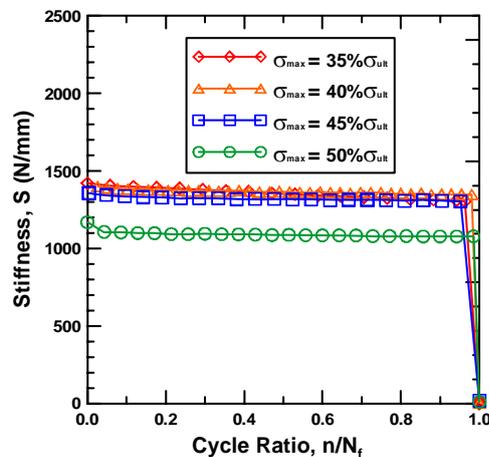


圖8 各個應力階試片勁度變化量與週次比之關係圖

試片破壞之前十週次，勁度則會突然降至趨於0，此不穩定現象，我們將在定義疲勞損傷曲線時予以忽略，以圖9試片勁度下降之情形定義疲勞損傷。而由圖中可知在各個應力階下，試片勁度皆隨著週次比緩慢下降，顯示試片內部已有損傷產生。

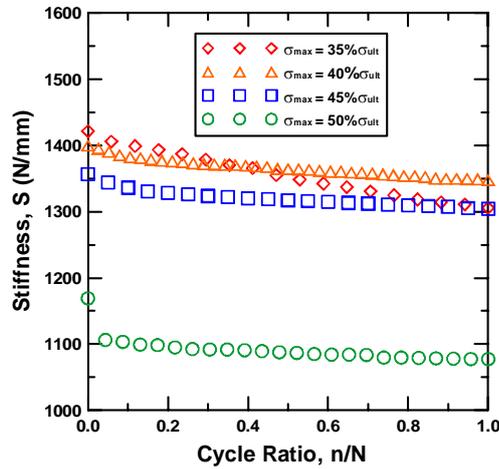


圖9 各個不同應力階試片勁度變化量與週次比之關係比較圖

圖10則為各個應力階下利用勁度變化量所建立之疲勞損傷曲線，我們可以由圖中發現試片損傷與使用應力階之關聯性，當在相同週次比之下，試片使用應力階越大，其損傷比也越大，而此種狀況特別是發生在初始疲勞負載階段最為明顯。

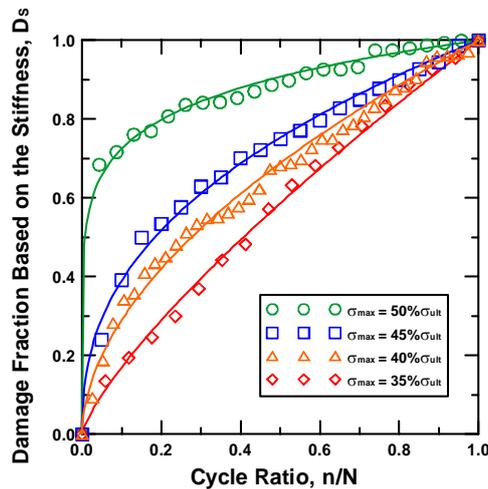


圖10 各個不同應力階試片勁度變化量所建立之疲勞損傷曲線圖

疲勞損傷曲線主要是利用勁度正規化後並與週次比配湊出一指數方程式，方程式如下所示：

$$D_s = \left(\frac{n}{N} \right)^{P_s} \quad (6-3)$$

上式指數 P_s 為應力階之函數。此函數主要是利用上式4個應力階(50%、45%、40%、35%)所配湊之指數，以曲線配湊法方式於雙對數圖上繪出所使用之最大應力階 $L(\%)$ 與指數 P_s 之關係圖。而疲勞實驗所使用之最大應力階 $L(\%)$ 與指數 P_s 之關係如圖11所示，方程式如下；

$$P_s = 6.910 \times 10^6 \cdot L^{-4.460} \quad (6-4)$$

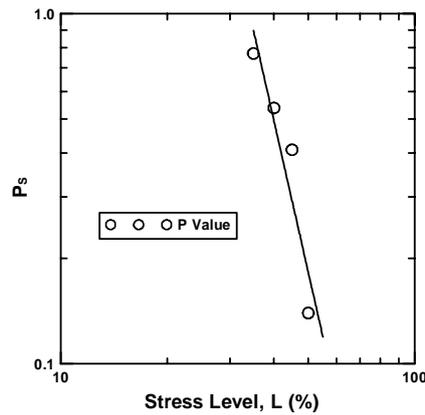


圖11 方程式指數 P_s 與應力階 $L(\%)$ 之關係圖

利用上式我們將可以預測任何應力階下之疲勞損傷曲線。圖12為高應力階與低應力階所預測的疲勞損傷曲線，以及利用實驗值所配湊之疲勞損傷曲線，比較兩損傷曲線我們可以發現在低應力階之下，無論是預測或實驗值所繪出之曲線幾乎吻合，而在高應力階下則只有些微之偏差，此結果顯現出該疲勞損傷曲線預測之建立有一定的準確性存在，同時它也說明了其損傷曲線在預測兩階段累積疲勞實驗中第二階段殘餘壽命的可行性。

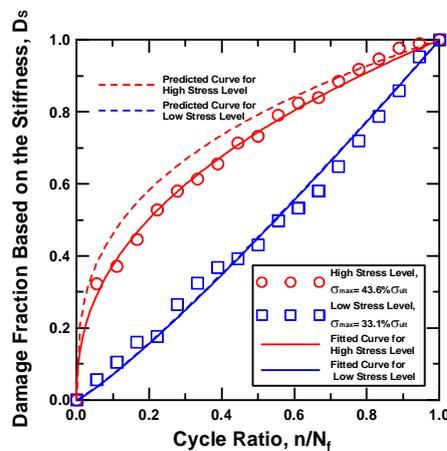


圖12 高低應力階疲勞損傷曲線-預測與實驗配湊之結果比較圖(勁度)

6-3 電阻變化量與疲勞損傷曲線建立之結果

圖 13 為不同應力階(35%、40%、45%、50%)試片電阻變化量與週次比之關係圖，圖中顯示 0.5wt%碳奈米管/環氧樹脂複合材料試片之電阻值皆隨週次比增加而上升，此說明經由疲勞負載的施加，試片內部碳奈米管之交聯已產生損傷，致使試片導電性下降，電阻上升。而試片承受初始疲勞負載時，其電阻值變化會有跳動較大之情形，當使用應力階越大變化將越明顯。

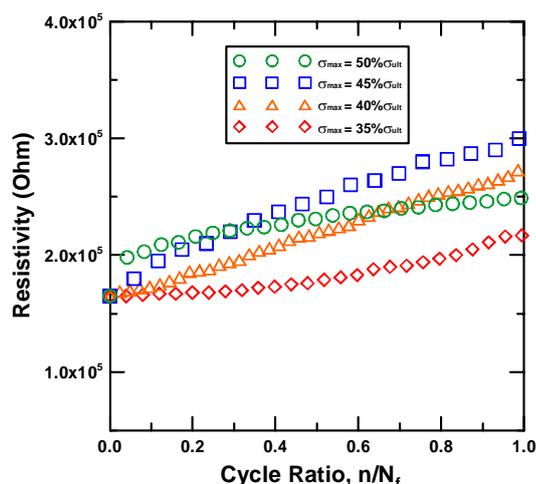


圖 13 各個不同應力階試片電阻變化量與週次比之關係比較圖

圖 14 則為各個應力階下利用電阻變化量所建立之疲勞損傷曲線，我們可以由圖中發現試片電阻與使用應力階之關聯性，當在相同週次比之下，試片使用應力階越大，其損傷比也越大，而此種狀況特別是發生在初始疲勞負載階段最為明顯。

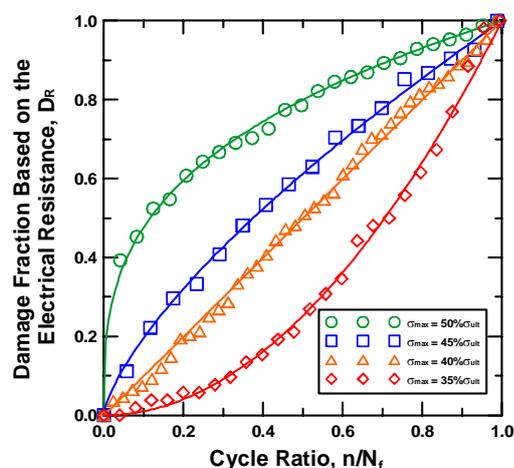


圖 14 各個不同應力階試片電阻變化量所建立之疲勞損傷曲線圖

疲勞損傷曲線主要是利用電阻值正規化後並與週次比配湊出指數方程式，方程式如下所示：

$$D_R = \left(\frac{n}{N} \right)^{P_R} \quad (6-5)$$

上式指數 P_R 為應力階之函數。此函數主要是利用上式 4 個應力階(35%、40%、45%、50%)所配湊之指數，以曲線配湊法方式於雙對數圖上繪出所使用之最大應力階 L (%)與指數 P_R 之關係圖。而最大應力階 L (%)與指數 P_R 之關係如圖 15 所示，方程式如下：

$$P_R = 6.633 \times 10^7 \cdot L^{-4.867} \quad (6-6)$$

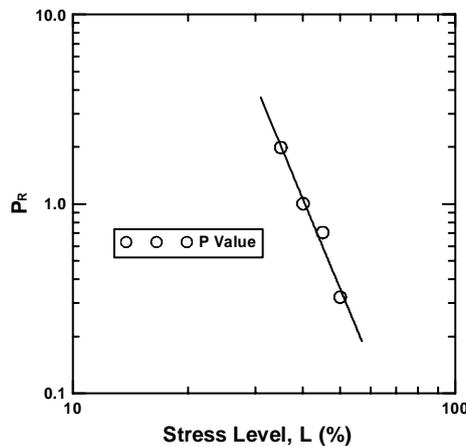


圖15 方程式指數 P_R 與應力階 L (%) 之關係圖

利用上式我們將可以預測任何應力階下之疲勞損傷曲線。圖16為高應力階與低應力階所預測的疲勞損傷曲線，以及利用實驗值所配湊之疲勞損傷曲線，比較兩損傷曲線我們可以發現在高應力階與低應力階之下，無論是預測或實驗值所繪出之曲線幾乎吻合，此結果證明了此疲勞損傷曲線預測之建立有一定的準確性存在，同時它也說明了其損傷曲線在預測兩階段累積疲勞實驗中第二階段殘餘壽命的可行性。

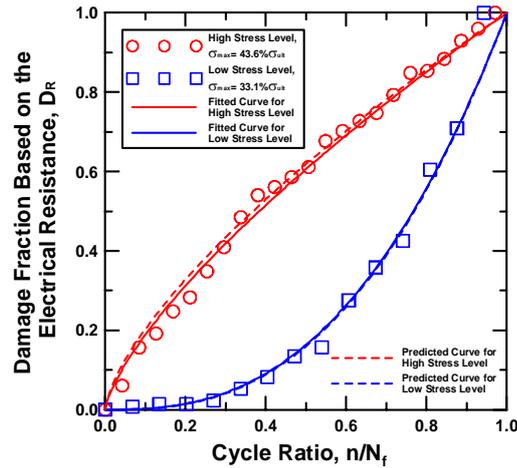


圖16 高低應力階疲勞損傷曲線-預測與實驗配湊之結果比較圖(電阻)

6-4 兩階段應力累積疲勞實驗結果

圖 17 顯示在累積疲勞壽命週次比為 1 時有一分界線，兩階段累積疲勞中由 σ_H 做到 σ_L 時，其疲勞壽命週次有小於 1 之趨勢，反之 σ_L 到 σ_H 則大於 1，這顯示了當試片先受到較低應力階之疲勞破壞對其疲勞壽命較有助益，反之可能降低此試片之疲勞壽命。由以上結果可發現此類奈米複合材料之兩階段累積疲勞存在與金屬材料類似的負荷順序效應(Loading Sequence Effect)，此一發現對於此類奈米複合材料累積疲勞特性之研究具有特別的意義。

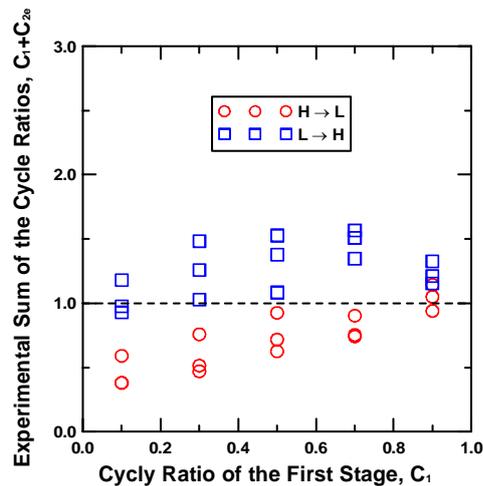


圖 17 0.5wt%碳奈米管/環氧樹脂複合材料試片兩階段累積疲勞 σ_H 到 σ_L 與 σ_L 到 σ_H 之壽命週次比關係比較圖

兩階段應力累積疲勞實驗後試片破斷面之結果如圖 18 與 19 所示，其巨觀結構與基本疲勞實驗破斷面結果相同，分別各有一平滑面與粗糙面，試片較為平滑

之處可視為承受疲勞破壞時的疲裂面，較為粗糙之區域則為驟裂面。藉由此破斷面巨觀結果與實驗數據互相比對，在兩階段累積疲勞實驗中，無論應力階由高做到低或低做到高，我們可以發現試片平滑區域大小主要是反應在低應力階的高週次數上，當低應力階週次數越高時其試片平滑區域也將越大。而其微觀結構與基本疲勞實驗破斷面結構相似，如圖 5 所顯示。

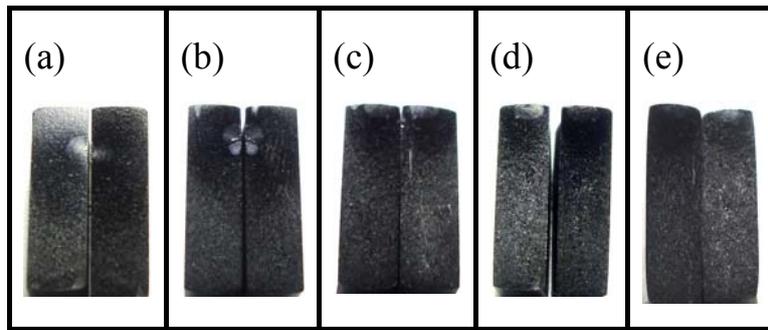


圖 18 不同第一階段週次比下兩階段累積疲勞實驗(σ_H 到 σ_L)巨觀結構之破斷面結果圖(a) $C_1=0.1$, (b) $C_1=0.3$, (c) $C_1=0.5$, (d) $C_1=0.7$, (e) $C_1=0.9$

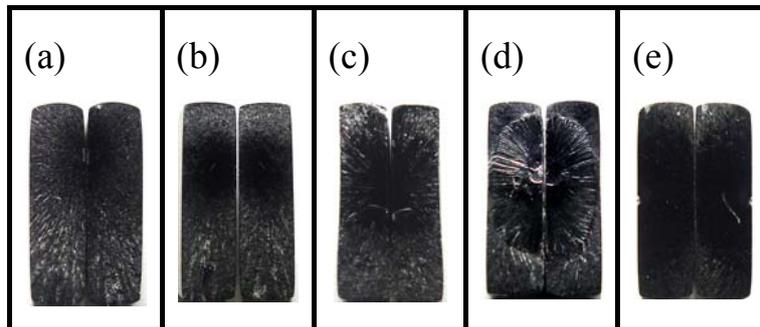


圖 19 不同第一階段週次比下兩階段累積疲勞實驗(σ_L 到 σ_H)巨觀結構之破斷面結果圖(a) $C_1=0.1$, (b) $C_1=0.3$, (c) $C_1=0.5$, (d) $C_1=0.7$, (e) $C_1=0.9$

6-5 殘餘強度實驗結果

圖 20(a)為四個不同應力階(35%、40%、45%、50%)疲勞實驗之殘餘強度與週次比關係，由圖中可以發現，在不同應力階下承受固定週次後之殘餘強度至材料發生疲勞破壞前均無下降或下降甚少。而在高應力階與低應力階的殘餘強度亦有相同之趨勢，如圖 20(b)可看出。此現象反映出此類奈米複合材料之損傷應屬微觀結構之改變，而殘餘強度此種巨觀的材料性質無法有效的反應奈米複合材料

微觀的損傷過程，因此不適合作為損傷的定義。

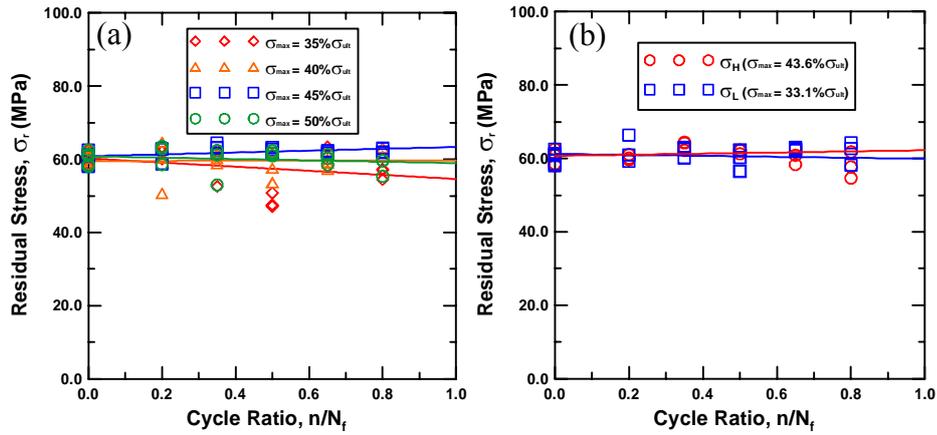


圖 20 (a)不同應力階疲勞實驗(b)高低應力階疲勞實驗之殘餘強度與週次比之關係圖

殘餘強度實驗後試片破斷面之結果如圖所示，從圖 21 至 24 中仍然可以明顯看出其破斷面巨觀結構亦分別有一平滑面與粗糙面，此與基本疲勞實驗與兩階段應力階累積疲勞實驗的破斷面結果相同。我們將不同應力階與週次比破斷後試片作比較，由圖中我們可以觀察到在相同應力階下，試片破斷面之平滑區域皆隨週次比增加而增加，粗糙面減少，此結果可反映出殘餘強度實驗中試片所累積之疲勞損傷；當試片所承受疲勞負載週次比越高時，平滑區域越大，疲勞損傷也就越大。而試片破斷面之平滑區域亦隨使用應力階越大而減少，此與基本疲勞實驗破斷面結果有相同之情形。微觀結構則與基本疲勞實驗破斷面結構相似，如圖 5。

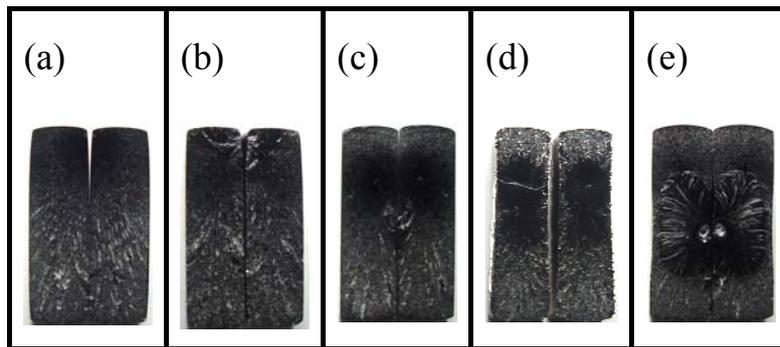


圖 21 碳奈米管/環氧樹脂複合材料承受疲勞負荷 ($\sigma_{max} = 35\% \sigma_{ult}$) 在特定週次比下殘餘強度實驗巨觀結構之破斷面結果圖(a)週次比= 0.2, (b)週次比= 0.35, (c)週次比= 0.5, (d)週次比= 0.65, (e)週次比= 0.8

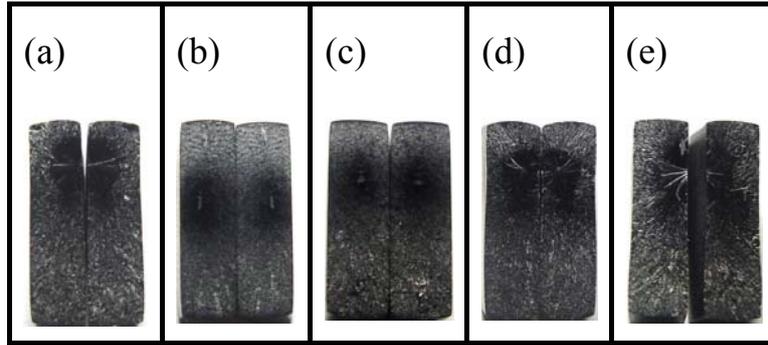


圖 22 碳奈米管/環氧樹脂複合材料承受疲勞負荷 ($\sigma_{\max} = 40\% \sigma_{\text{ult}}$) 在特定週次比下殘餘強度實驗巨觀結構之破斷面結果圖(a)週次比=0.2, (b)週次比=0.35, (c)週次比=0.5, (d)週次比=0.65, (e)週次比=0.8

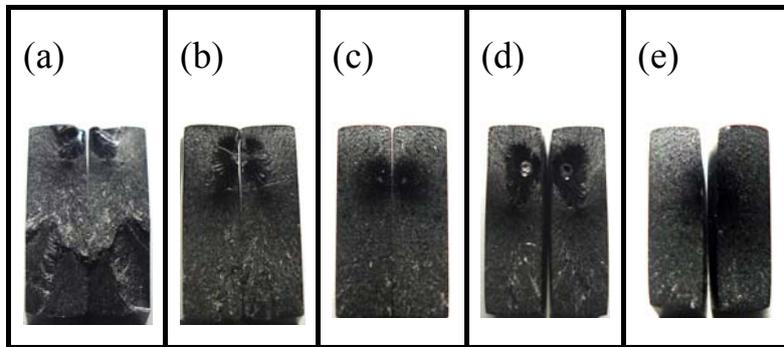


圖 23 碳奈米管/環氧樹脂複合材料承受疲勞負荷 ($\sigma_{\max} = 45\% \sigma_{\text{ult}}$) 在特定週次比下殘餘強度實驗巨觀結構之破斷面結果圖(a)週次比=0.2, (b)週次比=0.35, (c)週次比=0.5, (d)週次比=0.65, (e)週次比=0.8

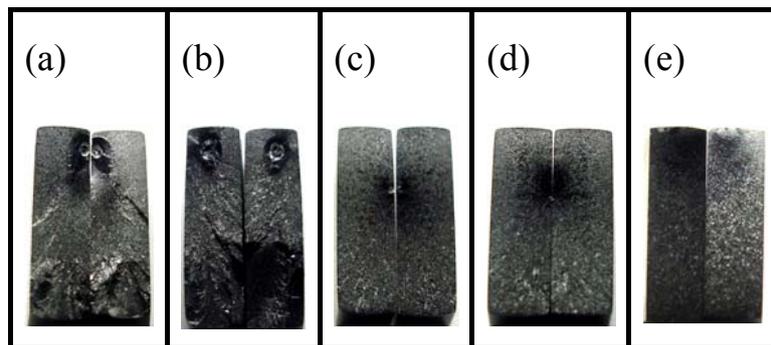


圖 24 碳奈米管/環氧樹脂複合材料承受疲勞負荷 ($\sigma_{\max} = 50\% \sigma_{\text{ult}}$) 在特定週次比下殘餘強度實驗巨觀結構之破斷面結果圖(a)週次比=0.2, (b)週次比=0.35, (c)週次比=0.5, (d)週次比=0.65, (e)週次比=0.8

6-6 兩階段累積疲勞實驗中第二階段殘餘壽命之預測

利用傳統的線性疲勞損傷理論 Miner's Rule 來預測第二階段殘餘之疲勞壽命，以及藉由試片勁度與電阻所建立出非線性疲勞損傷曲線，用來預測第二階段殘餘之疲勞壽命，並比較加以分析其損傷曲線的準確性。

6-6-1 利用線性疲勞損傷理論 Miner's Rule 預測之結果

Miner's Rule 在疲勞試驗中，試件在給定的應力或應變循環作用下，損傷可以認為是與應力或應變循環次數成線性累積的關係，當損傷累積到某一個臨界值時，就產生破壞。此處總累積損傷臨界值 $D=1$ 時視為試片疲勞壽命破壞之週次，其表示式如 4-1 式所示，故兩階段累積疲勞中第二階段殘餘壽命週次比 C_{2p} 可以下列式子計算而得：

$$C_{2p} = 1 - C_1 \quad (6-7)$$

將它繪於圖 25 與實驗值 C_{2e} 做比較。圖中對角實線為預測準確性之指標，數據越靠近此線表示預測之準確性越高，而第二階段殘餘壽命週次比誤差判定則是以兩條誤差虛線 ± 0.2 為依據，主要是將此視為預測誤差的可接受範圍，越多數據落於兩線之內就代表著預測準確性越高，反之則代表預測失效。藉由以上敘述方法可以從圖中發現，大部份的數據主要分布於兩誤差線之外，它說明了 Miner's Rule 線性疲勞損傷理論，對於此複合材料第二階段殘餘疲勞壽命週次比之預測並不適用，此結果也反映出以週次比無法描述其材料疲勞損傷之情形。

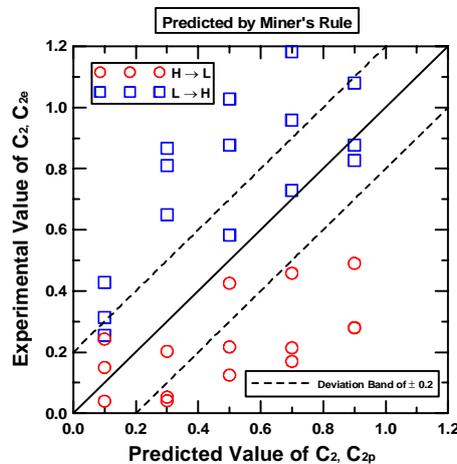


圖 25 利用線性疲勞損傷理論 Miner's Rule 預測累積疲勞實驗中第二階段週次比之結果圖

6-6-2 利用試片勁度與電阻所建立疲勞損傷曲線預測之結果

利用試片勁度與試片電阻所建立的非線性疲勞損傷曲線結果，用來預測兩階段累積疲勞中第二階段殘餘壽命週次比方法如圖 2 所示。其方法係利用第一階段應力階所造成的疲勞週次比，於第一階段應力階疲勞損傷曲線上對應其疲勞損傷，再將其損傷對應到第二階段應力階疲勞損傷曲線上，其所對應剩餘的週次比就為第二階段預測之殘餘疲勞壽命 C_{2p} ，可由以下式子計算而得：

$$C_{2p} = 1 - \left[(C_1)^{P_{S1}} \right]^{1/P_{S2}} \quad (6-8)$$

$$C_{2p} = 1 - \left[(C_1)^{P_{R1}} \right]^{1/P_{R2}} \quad (6-9)$$

其中 P_S 和 P_R 為試片勁度與電阻所建立疲勞損傷曲線之指數，而下標 1 和 2 則分別為第一階段與第二階段所使用之應力階。將它繪於圖 26(a)及圖 26(b)與實驗值 C_{2e} 做比較。圖中對角實線為預測準確性之指標，數據越靠近此線表示預測之準確性越高，而第二階段殘餘壽命週次比誤差判定則是以兩條誤差虛線 ± 0.2 為依據，主要是將此視為預測誤差的可接受範圍，越多數據落於兩線之內就代表著預測準確性越高，反之則代表預測失效。藉由以上敘述方法可以從圖中發現，大部份的數據主要分布於兩誤差線之內，只有 4 至 5 個點超出此範圍，它顯示出利用試片勁度與電阻所建立的非線性疲勞損傷曲線，對於此複合材料第二階段殘餘疲勞壽命週次比之預測較為準確，而試片物理性質的變化成功地運用在此項工作上，其結果說明了試片勁度與電阻較能反應出此複合材料疲勞破壞的微觀機制。

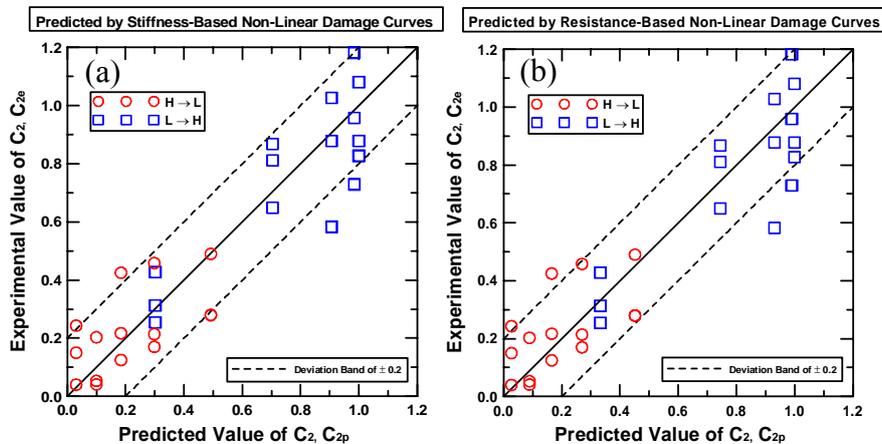


圖 26 利用試片(a)勁度(b)電阻所建立疲勞損傷曲線預測累積疲勞實驗中第二階段週次比之結果圖

6-7 試片破斷面之結果

由以上各項實驗後試片破斷面之觀察結果顯示，可以得到以下兩個破壞機制之觀點，分別為巨觀以及微觀。以巨觀來看，在試片承受疲勞負載的過程中，當使用應力階越小時，力將分布於較大面之區塊，反之應力階越大越集中於小面積，因此在低應力階負載之下，試片偏向終其一生都在形成裂縫，當裂縫一旦形成時就會馬上斷裂；反之試片在承受高應力階負載時，試片裂縫傾向於慢慢的增長，增長到受力面積無法承受時而斷裂。此破壞之機制與金屬材料相似，亦說明了此類奈米複材兩階段累積疲勞的負荷順序效應之情形。以微觀來看，在低應力階負載之下，試片之微缺陷偏向繞過碳管而成長，成長到一定程度時，碳管將被慢慢抽出而形成裂縫，致使材料最後斷裂；而在高應力階負載下則是偏向當微缺陷成長時，一旦遇到碳管，碳管將可能被抽出而慢慢形成裂縫，致使材料最後斷裂。此破壞機制將可說明兩階段累積疲勞實驗以及殘餘強度實驗後破斷面，在不同壽命週次比下所產生的平滑區域之結果。

六、結論

1. 碳奈米管/環氧樹脂複合材料之兩階段累積疲勞存在與金屬材料類似的負荷順序效應；Miner's Rule 線性疲勞損傷理論，對於此複合材料兩階段累積疲勞試驗中第二階段殘餘壽命週次比之預測並不適用。
2. 利用試片勁度與電阻建立疲勞損傷曲線過程中，我們可以發現此複合材料之疲勞損傷對於所使用應力階的大小相當敏感；損傷曲線方程式之指數亦強烈地取決於應力階大小。
3. 成功地以試片勁度與電阻所建立之非線性疲勞損傷曲線預測兩階段累積疲勞試驗中第二階段之殘餘疲勞壽命週次比。
4. 疲勞實驗試片破斷面分別有一平滑區域與粗糙區域，其中破斷平滑區域會隨著所使用應力階越高而越小，粗糙區域則越大且較容易發現靜態拉伸實驗後試片破斷之劈裂面。
5. 兩階段累積疲勞實驗應力階由高到低之試片破斷平滑面隨第一階段週次比越高而越小；而應力階由低做到高時，試片破斷平滑面則隨第一階段週次比越高而越大。殘餘強度實驗試片之破斷面平滑區域亦隨使用應力階越大而減

少，而在相同應力階下，試片破斷之平滑區域皆隨週次比增加而增加，粗糙面則減少。

七、計畫成果自評

本計畫第二年之內容均已於預定時間內完成相關工作，研究成果與原計畫所提出之構想相符。計畫內容主要完成碳奈米管/環氧樹脂複合材料在室溫環境下所進行的兩階段累積疲勞之實驗與分析。計畫中利用週次比、電阻變化、試片勁度變化及殘餘強度定義疲勞損傷，並求取相關之疲勞損傷曲線，以預測第二階段累積疲勞的殘餘疲勞壽命。在四種損傷定義之中，我們成功地以試片勁度與試片電阻所建立出的非線性疲勞損傷曲線預測兩階段累積疲勞試驗中第二階段之殘餘疲勞壽命週次比。最後在各個實驗後之試片破斷面，利用光學顯微鏡(OM)以及掃描式電子顯微鏡(SEM)進行破斷面之觀察，並以巨觀且微觀的觀點，解釋此類奈米複合材料疲勞之破壞機制。

本計畫第二年詳細之成果已撰寫成論文在國際學術期刊中發表[13]。部分之成果將於第二十七屆全國學術研討會中進行發表。本計畫第二年參與研究之人員能獲得碳奈米管製作及改質的技術；並掌握此類奈米複材在變動負荷下之疲勞行為與性質。且參與研究之人員能獲得奈米複合材料之製備及相關物理及機械性質的能力，未來可投入相關產業。研究中所有的實驗數據、物理及疲勞壽命預測模型皆可供業界或是研究人員從事相關產品研發及設計上的參考依據。

八、參考文獻

1. Z. Yaping, Z. Aibo, C. Qinghua, Z. Jiaoxia and N. Rongchang, "Functionalized Effect on Carbon Nanotube/epoxy Nano-composites," *Mat Sci Eng A*, Vol. 435-436, pp. 145-149, 2006.
2. S. D. Kim, J. W. Kim, J. S. Im, Y. H. Kim and Y. S. Lee, "A Comparative Study on Properties of Multi-walled Carbon Nanotubes (MWCNTs) Modified with Acids and Oxyfluorination," *J Fluorine Chem*, Vol. 128, pp. 60-64, 2007.
3. Yan Geng, Ming Yang Liu, Jing Li, Xiao Mei Shi, Jang Kyo Kim," Effects of

- surfactant treatment on mechanical and electrical properties of CNT/epoxy nanocomposites,” *Compos Part A-Appl S*, Vol. 39, pp. 1876–1883, 2008.
4. M. Nadler, J. Werner, T. Mahrholz, U. Riedel, W. Hufenbach, ”Effect of CNT surface functionalisation on the mechanical properties of multi-walled carbon nanotube/epoxy-composites,” *Compos Part A-Appl S*, Vol. 40, pp. 932–937, 2009.
 5. R. G. D. Villoria, A. Miravete, J. Cuartero, A. Chiminelli and N. Tolosana, “Mechanical Properties of SWNT/epoxy Composites Using Two Different Curing Cycles,” *Composites Part B-Engineering*, Vol. 37, pp. 273-277, 2006.
 6. P. Guo, X. Chen, X. Gao, H. Song and H. Shen, “Fabrication and Mechanical Properties of Well-dispersed Multiwalled Carbon Nanotubes/epoxy Composites,” *Compos Sci Technol*, Vol. 67, pp. 3331-3337, 2007.
 7. W. Chen, X. Tao and Y. Liu, “Carbon Nanotube-reinforced Polyurethane Composite Fibers,” *Compos Sci Technol*, Vol. 66, pp. 3029-3034, 2006.
 8. W.-S. Jou, H.-Z. Cheng and C.-F. Hsu, “The Electromagnetic Shielding Effectiveness of Carbon Nanotubes Polymer Composites,” *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 434-435, pp. 641-645, 2007.
 9. Qing Wang, Jianfeng Dai, Weixue Li, Zhiqiang Wei, Jinlong Jiang, ”The The effects of CNT alignment on electrical conductivity and mechanical properties of SWNT/epoxy nanocomposites,” *Compos Sci Technol*, Vol. 68, pp. 1644-1648, 2008.
 10. Yuanxin Zhou, M.I.Jeelani, S. Jeelani, “Development of photo micro-graph method to characterize dispersion of CNT in epoxy,” *Mat Sci Eng A*, Vol. 506, pp. 39–44, 2009.
 11. Nofar M, Hoa SV, Pugh MD. “Failure detection and monitoring in polymer matrix composites subjected to static and dynamic loads using carbon nanotube networks,” *Compos Sci Technol*, Vol. 69, pp. 1599-1606, 2009.
 12. ASTM, “Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics,” D 638-03, *Annual Book of ASTM Standards*, 2003.
 13. Yi-Ming Jen, Yu-Hsiang Yang “A study of two-stage cumulative fatigue behavior for CNT/epoxy composites ” *Procedia Engineering*, Vol. 2, pp. 2111-2120, 2010.

行政院國家科學委員會補助國內專家學者出席國際學術會議報告

99年6月20日

報告人姓名	任貽明	服務機構 及職稱	中華大學機械工程學系 副教授
時間 會議 地點	99年6月6日-99年6月11日 Prague, Czech Republic	本會核定 補助文號	國科會第 1710 次業務會報通過， 通知文號：0980044356(98.07.01)
會議 名稱	(中文) 第十屆國際疲勞研討會 (英文) 10 th International Fatigue Congress (FATIGUE 2010)		
發表 論文 題目	(中文) 碳奈米管/環氧樹脂複合材料兩階段累積疲勞行為之研究 (英文) A study of two-stage cumulative fatigue behavior for CNT/epoxy composites		

一、參加會議經過：

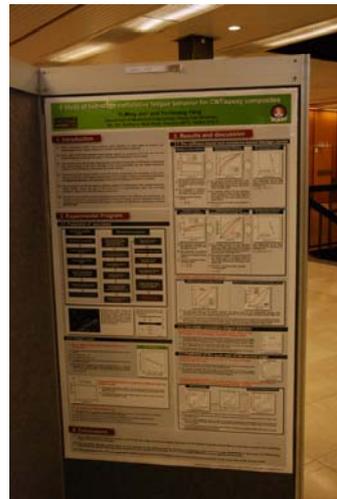
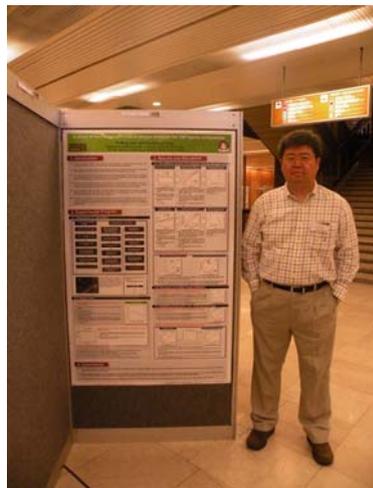
本人於台北時間 99 年 6 月 4 日上午九點多由台灣桃園國際機場出發，途經香港及德國法蘭克福轉機，經過近 20 小時之轉機及長途飛行，於當地時間 99 年 6 月 4 日夜間十一點抵達捷克布拉格國際機場。因到達布拉格市區時間已是 6 月 5 日凌晨，故先於下榻飯店休息一天調整時差。會議舉行場所在布拉格國際會議中心 (Prague Congress Center) (圖一)，位在布拉格著名的高堡區附近，該會議中心號稱是歐洲數個大型會議中心之一，交通便捷且會議設施完善；但由於該會議中心住宿費用太高，本人選擇住在較便宜之郊區飯店 Hotel Diplomate，距會議地點搭乘地鐵約 25 分鐘。



圖一：開會地點：Prague Congress Center

大會議程自99年6月6日傍晚的歡迎酒會開始。本人於當日下午五點半先行前往註冊、參

加歡迎酒會，並張貼發表文章之海報（圖二及圖三）。隔天6月7日早上九點開始參加正式的研討會議程。國際疲勞研討會是疲勞破壞領域最盛大的研討會。其自1981年在瑞典斯德哥爾摩舉辦第一屆國際疲勞研討會以來，每隔三至四年舉辦一次，其目的在聚集世界各地對疲勞問題有興趣之科學界及工程界人士發表並研討有關疲勞破壞研究的最新發現，今年已是第十屆。本屆國際疲勞研討會由捷克國家科學院（Academy of Sciences of the Czech Republic, ASCR）材料物理研究所（Institute of Physics of Materials）主辦。主辦單位為歐洲研究材料科學的重鎮，其中成員Petr Lukas 及Ludvik Kunz為重量級的疲勞研究學者，也是住次大會的主席。此次邀稿的範圍橫跨了所有疲勞研究的範圍：從疲勞裂縫形成到成長、疲勞壽命的預測、各種材料及新興材料的疲勞問題、多尺度疲勞問題等皆在本次研討會的邀稿範圍內；規模可說是十分盛大。本屆會議共有215篇論文口頭發表以及44篇海報論文發表。另外，本次會議論文審查極為嚴格，僅約全部投稿數的1/2被接受口頭或是海報發表，且會中發表論文的全文需經由兩位同儕評審後，方可於會後刊登於研討會論文集。此次的論文集是刊登於Elsevier公司出版的Procedia Engineering期刊，屬於EI等級，因此其學術性可以預期。本人是在99年5月4日接獲大會主席之信件，告知本人此篇文章經審查委員審查後，已接受發表於Procedia Engineering期刊。



圖二、本人與發表之海報論文 圖三、本人發表之海報論文

大會這次安排了幾場重量級學者的大會演講（Plenary Lecture），如德國的H. Mughrabi教授演講疲勞問題的持續存在；日本京都大學K. Takana教授的缺口試件在雙軸向負載下的裂縫成長；美國喬治亞理工學院S. Johnson教授的等效裂縫長度在疲勞壽命預測上所扮演的角色；以及英國樸里矛斯大學M. N. James教授等人利用珠擊法對渦輪葉片殘餘應力及疲勞破壞的影響。另外大會在每天每個會場的第一場次也都安排知名學者對場次主題的主題演講（Keynote Lecture），本人對於其中從微觀理論推展至巨觀疲勞壽命預測的多尺度理論覺得

非常有興趣，認為是未來疲勞研究的重點，使我深覺此次參加會議獲益良多。

由於發表論文數目眾多，因此大會除了大會演講的論文之外，一般論文安排了五個會議地點同時進行，讓大家可以選擇有興趣者聆聽研討。每位口頭發表論文時間約15分鐘，後留5分鐘討論。會議中討論極為踴躍，常有欲罷不能之狀況，而被主席請至會後場邊再行討論。本人海報論文發表及討論的時間訂在99年6月8日下午四點十分至晚上六點。本人本次發表的論文是與碩士班學生楊育翔共同研究的「A study of two-stage cumulative fatigue behavior for CNT/epoxy composites」（碳奈米管/環氧樹脂複合材料兩階段累積疲勞行為之研究）。本人於海報論文邊以英文共計回答了約20個問題。大多數人都覺得本人此次發表的論文題目很有趣；其中最多的問題是對於奈米複合材料在兩階段累積疲勞行為中也有如同金屬材料般的負荷順序效應感到十分有趣，以及文章中提出的以電阻及試片勁度變化為損傷定義的疲勞壽命評估法。國際期刊主編D. McDowell 與本人討論甚久，並建議將此篇論文後續的發展投至International Journal of Fatigue。

本次研討會台灣僅有本人一篇論文獲接受發表。國內沒有其他學者與會，實為可惜。此次研討會中國大陸約有二十餘人參加，陣容頗為龐大。其次是日本與韓國的專家學者約有十數人左右。會中本人與各國學者相談甚歡，也對彼此的研究展開熱烈的討論。在與大陸學者交談中發現：基本上大陸學者發表的論文著重在實際的應用。其所用的方法及理論較為陳舊，但其應用上的著墨卻頗為紮實。反觀台灣此一領域的研究不論是對象、方法及理論都較為創新。簡言之，也就是大陸著重紮根及應用，台灣重創新及開發，頗有互補的意味。

大會在99年6月11日下午一點半圓滿結束。本人於當地時間隔天6月12日上午搭機離開捷克布拉格，於6月13日下午抵達台灣。

二、與會心得：

1. 此次大會安排的 Keynote Lecture 都非常精彩。其中對於由微觀材料結構改變來解釋巨觀疲勞行為的演說十分吻合現今多尺度力學的發展重點。此與以往先觀察到巨觀現象，再以數學模型描述疲勞行為是完全相反的；且由微觀機制來解釋巨觀現象十分符合物理演繹的精神。這將會是未來疲勞研究的一個重要分水嶺。這些演說對本人來說收穫可說非常大。
2. 此次為本人近五年來第三次參加國際研討會。深覺參加國際研討會能增加個人在該研

究領域的視野，瞭解國際間最新該領域的研究狀況；且藉由在現場與國際間知名學者專家的討論，可以釐清一些觀念及問題，並可檢視一些自己未曾注意到的地方。比起在國內自己關起門從事研究有許多好處。

3. 此次學界方面的論文發表，有許多是由學生上台報告，而其指導教授也在台下聆聽。本人覺得此訓練可以增加研究生相關領域新知、增廣研究視野、增加英語溝通能力。對於研究所學生來說是一寶貴的經驗。日後亦應鼓勵學生多參加類似的活動，以提昇學生的國際學術視野。

三、考察參觀活動(無是項活動者省略)：

略。

四、建議：

1. 由於國際原油價格飆升，導致國際機票票價大幅上揚。特別是歐洲地區的機票不但昂貴且一位難求。以疲勞破壞領域而言，本人與同領域的國內學者談到此，都認為國內相關學者不在少數。但會前本人與同領域學者接觸的結果，大家都有感覺赴歐洲開會花費甚大，因此均裹足不前。建議補助赴國外參加研討會之補助經費應檢討。
2. 國內相關學會或組織應時時報導國際相關研討會訊息，並鼓勵國內同領域的專家學者參加此類國際大型研討會；甚至以團體名義出席，以提升台灣在該領域的國際學術及研究地位。
3. 建議國科會能舉辦研究生參加國際研討會經驗交流會。請有經驗之教師或研究生發表參加國際研討會的心得，使有心參加國際研討會的研究生能有經驗交流、互相學習的機會。

五、攜回資料名稱及內容：

1. 大會論文摘要手冊乙本 (Book of Abstracts)：內含議程及會議中發表論文之摘要。
2. 大會論文集光碟一片：內含議程及會議中發表論文之全文。

3. 近期國際間疲勞相關研討會的徵稿文件資料。

4. 贊助大會參展廠商的型錄。

六、其他：

無。

96年06月研發處修訂

無研發成果推廣資料

國科會補助專題研究計畫成果報告自評表

請就研究內容與原計畫相符程度、達成預期目標情況、研究成果之學術或應用價值（簡要敘述成果所代表之意義、價值、影響或進一步發展之可能性）、是否適合在學術期刊發表或申請專利、主要發現或其他有關價值等，作一綜合評估。

1. 請就研究內容與原計畫相符程度、達成預期目標情況作一綜合評估

達成目標

未達成目標（請說明，以 100 字為限）

實驗失敗

因故實驗中斷

其他原因

說明：

2. 研究成果在學術期刊發表或申請專利等情形：

論文： 已發表 未發表之文稿 撰寫中 無

專利： 已獲得 申請中 無

技轉： 已技轉 洽談中 無

其他：（以 100 字為限）

本計畫第二年詳細之成果已撰寫成論文在國際學術研討會中發表。部分之成果將於第二十七屆全國學術研討會中進行發表，並也將撰寫為期刊論文發表。

3. 請依學術成就、技術創新、社會影響等方面，評估研究成果之學術或應用價值（簡要敘述成果所代表之意義、價值、影響或進一步發展之可能性）（以 500 字為限）

本計畫第二年之內容均已於預定時間內完成相關工作，研究成果與原計畫所提出之構想相符。計畫中利用週次比、電阻變化、試片勁度變化及殘餘強度定義疲勞損傷，並求取相關之疲勞損傷曲線，以預測第二階段累積疲勞的殘餘疲勞壽命。在四種損傷定義之中，我們成功地以試片勁度與試片電阻所建立出的非線性疲勞損傷曲線預測兩階段累積疲勞試驗中第二階段之殘餘疲勞壽命週次比。最後在各個實驗後之試片破斷面，利用光學顯微鏡(OM)以及掃描式電子顯微鏡(SEM)進行破斷面之觀察，並以巨觀且微觀的觀點，解釋此類奈米複合材料疲勞之破壞機制。

本計畫第二年詳細之成果已撰寫成論文在國際學術研討會發表。部分之成果並也將撰寫成期刊論文發表。本計畫參與研究之人員能獲得碳奈米管製作及改質的技術；並掌握此類奈米複材在變動負荷下之疲勞行為與性質。且參與研究之人員能獲得奈米複合材料之製備及相關物理及機械性質的能力；未來可投入相關產業。研究中所有的實驗數據、物性及疲勞壽命預測模型皆可供業界或是研究人員從事相關產品研發及設計上的參考依據。