Changes of Fatigue Fracture Properties on the Flow Direction of Injection-Molded PP Sheets

○正 邱 建輝 (秋田県大) 正 熊沢鉄雄 (秋田県大) 正 中山 昇 (秋田県大)

Jianhui QIU, Akita Prefectural University, 84-4Tsuchiya-Ebinokuchi, Honjyo, Akita, 015-0055 Japan
 Tetsuo KUMAZAWA, Akita Prefectural University
 Noboru NAKAYAMA, Akita Prefectural University

1. はじめに

ポリプロピレン(PP)は軽量、安価で、リサイクルし易いため、家電、自動車部品に採用されつつある。特に自動車用プラスチック材料として、近年、使用量が急激に増えている。しかし、自動車バンパー、インストルパネル等のような薄長い構造部品やファンシュラウドなど繰返し熱応力を受けるエンジン内部材、更に PP 系複合材料の開発²⁾による用途を拡大した繰返し負荷を受ける構造部品に使用する場合は、その力学特性を十分に把握する必要がある。本研究ではそのような細長い射出成形品の流れ方向における材料の内部構造と疲労破壊特性との関連性を明らかにし、PP をより広範囲に応用するために、その信頼性に関わるデータを提供することを目的としている。

2. 実験方法

2-1 供試材料と試験片

市販の PP ペレット(三菱化学 ホモポリプロピレン MA2)を用いて、射出成形機(日本製鋼(株)製、J75SS2)により JIS1 号ダンベル型試験片(Fig. 1)を成形した。成形条件としてはノズル温度 200℃、金型温度 40℃、射出速度 2.2、22、55cm³/sec、射出圧力 56.4MPa、冷却時間 20sec である。

2-2 内部組織の観察

射出成形した試料の内部モルフォロジーを調べるため、試料幅の中央部からロータリーマイクロトム(LEICA(株)製、RM2145)で流れ方向に沿ってゲート側の曲がり部から反対側の曲がり部までそれぞれ試料幅 2mm×長手方向(10mm)×厚さ 10μm の薄片を切り出した。また、偏光光学顕微鏡(NIKON(株)製、ECLIPSE ME600D)により内部構造を観察した。

2-3 硬さの測定

流れ方向における試料断面各層(スキン、中間、コア)の力学特性の違いを調べるため、ダイナミック超微小硬度計(島津製作所(株)製、DUH-200)により硬さを測定した。測定用試料は試験片平行部の中央から切出し、測定面はロータリーマイクロトムで切出した後、エメリー紙で研磨し、パフ研磨で仕上げた。測定箇所はゲート側から反対側まで 10mm の間隔で 7 箇所である。硬さ測定は荷重 0.098N、負荷速度 2.65×10⁻³N/sec、保持時間 5sec、室温(24±1℃)で行った。硬さは次の式(1)で算出した。

$$DH=\alpha P/D^2 \quad (1)$$

ただし、P は試験荷重、D は押し込み深さ、 $\alpha=37.838(115$ 度三角錐圧子)

Fig.1 Specimen geometry

2.4 疲労試験

実験装置は疲労試験機(オリエンテック(株)製、VFA-1KNA)である。この試験機により応力制御条件下での疲労過程における貯蔵弾性率 E', 損失弾性率 E'', 力学的損失正接 tanδ、試料の伸び Ld、伸び振幅 ΔL および試料の表面温度 Ts などを連続的に測定した。試験片の流動方向における疲労破壊特性を調べるために、平行部(60mm)を 20mm ずつ三等分に分けた試験片を用いた。試料長(チャック間距離)20mm、周波数 5Hz、引張片振り正弦波の応力比 0.02 である。また、PP の力学特性が試験温度の変動を受けやすいので、各部分の疲労破壊特性の違いをより正確に検出するために、試験温度を 20±0.1℃(最初 20min の最大波動範囲 19.8~20.4℃である)の範囲で試験終了まで精密にコントロールした。温度制御用液体窒素タンク容量の制限により長時間の試験ができないので、テストを行って、負荷応力振幅は 15MPa、16MPa に設定し、試料の相対疲労寿命を求めた。

3. 結果および考察

3-1 内部構造

Fig.2 に流れ方向における試料断面の偏光顕微鏡写真を示した。試料の左表面は結晶が見えない白いスキン層であり、その隣の黒く観察される部分は中間層で、更に右側の結晶が観察される部分はコア層である。流れ方向に向かって、このような 3 層構造は光学顕微鏡での観察では明瞭な変化が認めなかった。

一方、射出成形速度の増加はスキン層と中間層の厚さが 520→340→280μm のように薄くなるのに対して、コア層は次第に厚くなった。これは射出成形する際に、射出速度が速いほど、樹脂の充填する時間が短く、せん断応力を受けながら形成する中間層は比較的短時間で凝固するので薄くなることによるものである。

Fig.2. Micrographs of cross section(22cm³/s)

3-2 硬度分布の変化

Fig.3 に流れ方向における各層の硬さ変化を示し、Fig.4 に流れ方向における各試料断面の微小硬さ分布を示した。図より、流れ方向に向かって各層の硬度が低下することがわかる。その変化範囲は、3 層の中ではスキン層が約 8.1~7.3 で最も大きい。一方、Fig.4 により各試料断面の硬さは、スキン層→コア層→中間層の順に高くなる。また、ゲート側

Fig.3 Distribution of hardness in Flow Direction

Fig.4 Distribution of hardness in cross section

と中央部における各層の硬さ分布と大きさの差は小さいが、反対側の硬さでは低かった。つまり、ゲートから最も遠いところ硬さは一番小さい。また、成形速度が遅いほど(例えば、 $2.2\text{cm}^3/\text{sec}$)、試料の中間層が厚くなり、硬さも高くなる。

以上のような射出成形試料断面および流れ方向における硬さの分布となる要因は射出成形する際に材料内部構造の形成機構によるものと考えられる。

3.3 疲労破壊特性

Fig.5(a)(b)に疲労破壊過程における $\tan\delta$ と E' の変化および試料伸び L_d と伸び振幅 ΔL の変化を示した。各試料では、負荷繰返しにつれて、 E' が緩やかに低下するとともに、 $\tan\delta$ は上昇している。破断直前に E' の急低下と $\tan\delta$ の急上昇が見られる。また、試料の伸び L_d と伸び振幅 ΔL も $\tan\delta$ の変化傾向と同様である。流れ方向における各パラメータの変化は、 E' のレベルが低下し、 $\tan\delta$ のレベルは上昇する。この傾向は疲労に進むにつれて次第に大きくなる。つまり、試料の疲労破壊は流れ方向に沿ってより延性的になり、疲労寿命も短くなる。この傾向は前述した断面の硬さ変化とほぼ一致している。

以上の結果は流れ方向の流動状態と射出成形速度による試料の内部構造等に関係があるが、主に前述した中間層の厚さの

(a) Variations in E' and $\tan\delta$ during fatigue process

(b) Variations in L_s and ΔL during fatigue process.

Fig.5 Dynamic viscoelastic properties of fatigue process (20°C)

変化と深く関連していると思われる³⁾⁵⁾。つまり、この射出成形試料の中間層は高硬度、高弾性率、高配向度であり、外部負荷を受ける際、中間層が大きな応力を分担しているため、き裂の発生と伝播が起こりやすくなると考えられる。

4. まとめ

本研究は射出成形試料の流れ方向における内部構造と疲労破壊特性について調べた。その結果は次の通りである。

- (1). 光学顕微鏡による内部組織の観察では、3層構造が確認できたが、流れ方向に向かって、その3層構造の顕著な変化が見えなかった。
- (2). 流れ方向に向かって試料断面各層の硬さは低下した。
- (3). 流れ方向に向かって疲労過程中的 E' のレベルが低くなり、 $\tan\delta$ のレベルが高くなった。これに伴って疲労寿命が低下した。
- (4). 射出成形速度を変えた場合にも各特性の傾向は類似していた。

参考文献

- (1). 植野、ポリファイル 39-455、(2002).p30.
- (2). 永田、ポリファイル 39-455、(2002).p52.
- (3). 邱、川越、水野、森田、機論 A、66-645、(2000).p875. 等