AE 法による短繊維強化 PET の破壊機構に関する研究*

(繊維含有率と負荷方向の影響)

鈴木 恵^{*1}, 木田 外 明^{*1}
宮下 寿 徳^{*2}, 諸 橋 茂^{*3}

Fracture Mechanisms of Short-Fiber-Reinforced PET by Acoustic Emission Method (Effects of Fiber Content and Loading Direction)

Megumu SUZUKI, Sotoaki KIDA,
Hisanori MIYASHITA and Shigeru MOROHASHI

The fracture mechanisms of short-fiber-reinforced PET (FRPET) are studied by the acoustic emission (AE) method to examine the effects of fiber content and loading direction. The maximum loads of test specimens increase with increase in the fiber content, and the loads decrease with increase in the angle between the directions of injection and loading. The cumulative AE event count and the total AE energy are affected by the fiber content and the loading direction. The effects of the fiber content and the loading direction on the total AE energy can be explained by AE amplitude distribution. The loads of P_b and P_c determined by the stress intensity factor method are in agreement with the loads determined by the AE energy gradient method. Damage is generated by the debonding between fiber and resin at the load point of P_b and by the fiber breaking at the load point of P_c in materials with fiber content of 15 and 30% by weight.

Key Words: Fracture Mechanisms, Short-Fiber-Reinforced Polyethylene Terephthalate, Acoustic Emission, Fiber Content, Loading Direction, Frequency Analysis

1. 緒 言

本報は前報⁽¹⁾に続き繊維含有率が異なる繊維強化ポリエチレンテレフタレート(FRPET)の射出成形板から、負荷方向の影響を見るために切り出した試験片を使用し、引張試験中に AE 法により求めた AE 事象数, AE エネルギー, AE 振幅, AE 周波数などの AE パラメータと試料の微小な損傷を調べ、微視的破面も観察してこの材料の破壊機構を解明することを研究目的とする。

2. 実 験

2・1 実験試料 供試材はポリエチレンテレフタレート(PET)にガラス繊維を分散させた繊維重量含有率 15, 30%の平板(150×150×3 mm)で、これらの試料を B 材, C 材と名付ける。これらの試料の射出方向に対し負荷方向が 0°, 45°, 90°になるように試験片を切り出した。これらの試料を B 00, B 45, B 90,

C 00, C 45, C 90 材と名付ける。これらの機械的性質を表 1 に示す。AE 試験片は中央に 4 mm の片切欠き(相対切欠長さ 0.13)をもつ 150×30×3 mm の試験片である。切欠きの初めの 3.5 mm はダイヤモンドカットで、残りの 0.5 mm はレーザーカット法で注意深く入れた。繊維の配向方向と繊維の長さを調べるために、供試材の中央部から適当な大きさの試片を切り出し、配向方向では表面の母材樹脂を温度約 100°C のフェノールで溶かし繊維をランダムに 100 本選び、その角度を万能投影機(MITSUTOYO. PJ-300)で測定した。繊維長をみるためには樹脂を燃焼させた後、繊維をランダムに 250 本選びその長さを測定した。

2・2 実験方法 実験には引張速度 0.2 mm/min

表 1 試料の機械的性質

Material	Fiber content (wt.%)	Fiber content (vol.%)	Elastic modulus E (GPa)	Tensile strength σ_t (MPa)	Poisson's ratio ν
B00	15	9	6	64	0.36
B45	15	9	4	55	0.34
B90	15	9	4	50	0.32
C00	30	18	8	77	0.35
C45	30	18	6	64	0.29
C90	30	18	5	52	0.25

* 原稿受付 平成 4 年 7 月 2 日。

^{*1} 正員, 金沢工業大学(〒921 石川県石川郡野々市町扇が丘 7-1)。

^{*2} 学生員, 金沢工業大学大学院。

^{*3} 准員, 日立化成工業(株)(〒308 下館市五所宮 1150)。

図 1 荷重-伸び線図と AE 特性

インストロン形試験機(島津オートグラフ, AG-10 TA 形)を用い, 引張試験中の AE 計測には AE 計測装置(島津, SAE-1000 A)を使用した⁽¹⁾。予備実験の結果より AE 波形は突発形であったので, AE 信号をイベントカウント法⁽²⁾により処理した。AE センサは共振形(共振周波数 200 kHz, 富士セラミックス, S-20 DSA タイプ)で雑音除去のため空間フィルタとして 2 ch で使用し, センサ間隔は 40 mm としてシリコングリースを塗った試験片にビニールテープで固定した。また, 雑音除去のためハイパスフィルタ 100 kHz, ローパスフィルタ 500 kHz を用い, アンプ総合利得は 60 dB としてしきい値電圧は 40 mV に設定した。AE 周波数解析においては, 広帯域形センサ(富士セラミックス, S-WD タイプ)を使用し, AE 計測装置によるアナログ AE 信号を, 高速フーリエ変換モジュール(横河電機製, Model 3659 30)をもつ波形処理装置(横河電機製, Model 3656)に入力し, FFT 法により周波数スペクトルとしてパワースペクトル密度を得た。

また, 試験片の巨視的き裂の進展状態をモニタマイクロスコープ(キーエンス, VH-6000)で観察した後写真撮影も行った。微視的破面観察には走査形電子顕微鏡(明石製作所, ALPHA-30 A)を使用した。

3. 実験結果と考察

3.1 AE 発生挙動に及ぼす負荷方向の影響 図 1 は負荷方向を変化させたときの B, C 材の荷重-伸び

図 2 負荷角度による P_{max} の影響

曲線, 累積 AE 事象数, 全 AE エネルギーの関係である。図 2 は図 1 の荷重-伸び曲線の最大荷重 P_{max} と負荷方向と射出方向の間の角度 θ (以後, 負荷角度という)との関係を示し, P_{max} は負荷角度が増えるにつれ減少する。この減少の度合は繊維含有率が大きくなると著しくなる。これは, 図 3(a)の繊維の配向分布をみると, 多くの繊維が $\theta=0^\circ$ 方向に配向し, 残りの繊維は他方向に配向しているため, 引張強さは負荷方向に多くの繊維が配向するほど大きくなり, 90° 方向を引張方向とすると引張強さは小さくなるためである⁽³⁾⁽⁴⁾。繊維の配向分布によるこの傾向は, C 材は B 材より著しいため, C 材の引張強さの減少の度合が B 材より大きくなったものと考えられる。さらに, C 材の最大荷重が B 材より高いのは繊維含有率が高く, 図

3(b)より繊維長が長いと思われる。

また、B、C材の累積 AE 事象数、全 AE エネルギーの最大値 $N_{\max}$ 、 $(E_{\text{AE}})_{\max}$ と負荷角度との関係を図 4 に示す。B、C材とも 0° の場合の累積 AE 事象数が多いが、全 AE エネルギーは 3・4 節の振幅分布で詳述する。

3・2 応力拡大係数と全 AE エネルギーの関係に及ぼす負荷角度の影響 図 5 は応力拡大係数と全 AE エネルギーの関係の対数表示の一例である。応力拡大

(a) 繊維の配向分布

(b) 繊維長分布

図 3 B、C 材の繊維配向分布と繊維長分布

図 4 最大累積 AE 事象数、最大全 AE エネルギーと負荷角度の関係

係数 K_I は Brown ら⁽⁵⁾ の式を使用した。図 5 の二つの折れ点の応力拡大係数を K_b 、 K_c とする。その K_b 、 K_c 値に対応する荷重を P_b 、 P_c とし、それらの平均値と標準偏差を表 2 に示す。 P_b 、 P_c を応力拡大係数により求めるこの方法を応力拡大係数法と名付ける⁽⁶⁾。 P_b 、 P_c 値と最大荷重 $P_{\max}$ との比 $P_b/P_{\max}$ 、 $P_c/P_{\max}$ を表 2 に示す。

さて、この P_b 、 P_c 点でどのような現象が起きているかを調べてみる。短繊維強化ポリカーボネート (FRPC) では、 P_b は切欠きから安定き裂が発生する荷重、 P_c は安定き裂が不安定き裂となる荷重と報告⁽⁷⁾ されている。それゆえ、FRPET でも引張試験中、試験片の切欠先端に注目し、切欠先端の損傷とき裂発生状態を、 P_b 点前、 P_b 点後、 P_c 点後で写真撮影で観察した。しかし、それらの荷重点の写真のみでは切欠先端の損傷域(白化域)とき裂とが区別できなかった。そこで、それらの状態をモニタマイクロスコープで連続的に観察し、ブラウン管上で再生した。その再生から切欠先端の損傷状態をビデオプリントに再現し図 6 に示す。荷重 P_b でき裂の発生(矢印)、荷重 P_c でき裂の成長(矢印)が認められる。

3・3 エネルギーこう配法と応力拡大係数法による P_b および P_c 値の比較 応力拡大係数法により求

表 2 応力拡大係数法による P_b 、 P_c 、 $P_b/P_{\max}$ 、 $P_c/P_{\max}$ の平均値および標準偏差

Specimen	P_b (kN)		P_c (kN)		$P_b/P_{\max}$		$P_c/P_{\max}$		$P_{\max}$ (kN)
	Mean	S D	Mean	S D	Mean	S D	Mean	S D	
B00	1.46	0.14	1.58	0.11	0.84	0.06	0.92	0.04	1.73
B45	1.32	0.09	1.48	0.06	0.83	0.05	0.93	0.04	1.50
B90	0.94	0.11	1.09	0.12	0.81	0.02	0.95	0.02	1.16
C00	2.50	0.13	2.95	0.29	0.77	0.03	0.90	0.01	3.06
C45	2.08	0.10	2.38	0.08	0.76	0.04	0.86	0.03	2.49
C90	1.60	0.21	1.84	0.22	0.85	0.04	0.98	0.01	1.88

S D : Standard deviation

図 5 全 AE エネルギーと応力拡大係数の関係

めた荷重 P_b , P_c 値がどのような値であるのか検討してみる。

いま、図 7 に示す全 AE エネルギーを指数関数で最小二乗近似し、全 AE エネルギー E_{AE} を次式で示す。

$$E_{AE} = A \cdot \exp\{B(\delta - \delta_0)\}$$

ここに、 A , B は定数、 δ は全体の伸び、 δ_0 は全 AE エネルギーが出始めるときの伸びである。全 AE エネルギーの出始めから最高荷重までの伸びを、微小な伸び量 a で等間隔に切り、そのときの各区間の高さを d_1 , d_2 , $\dots$, とし、曲線を直線で近似する。 a と d_1 とのこう配を示す角度 $\theta_1 = \tan^{-1}(d_1/a)$, a と d_2 との角度 $\theta_2 = \tan^{-1}(d_2/a)$, $\dots$, をとる。次に、①の点の縦方向に $(\theta_0 - \theta_1)$, ②の点に $(\theta_1 - \theta_2)$, $\dots$, をとり、それらを結ぶと X のような曲線となる。さらに、 X 曲線の変曲点 b と c を求め、 b と c 点の荷重 P_b , P_c を求める。 P_b , P_c を全 AE エネルギー曲線のこう配角度差より求めるこの方法をエネルギーこう配法⁽⁶⁾と名付ける。エネルギーこう配法により求めた P_b , P_c および P_b/P_{max} , P_c/P_{max} の平均値とそれらの標準偏差を表 3 に示す。

応力拡大係数法により求めた P_b , P_c 値とエネルギー

こう配法により求めた P_b , P_c 値が対応するかどうか、その相関をとると、相関係数は 0.94 となり、両法による荷重はほぼ一致した。両法で求めた荷重がほぼ一致した理由を次に示す。全 AE エネルギー曲線の一定伸びに対するこう配は、その伸びの間に発生する AE エネルギー量となる。ある伸びからさらに一定伸びを与えたときの AE エネルギー量の差を連ねた曲線を図 7 の X 曲線と考えると、 P_b 点はこの曲線の伸びに関する 1 次微分が増加から減少するときの荷重であるから、この荷重から伸びが大きくなると AE エネルギー量の差は小さくなる。 P_q 点はこの曲線の最大値の荷重を示し、この曲線の伸びに関する 1 次微分は零となるから、この荷重前後では伸びに対し AE エネルギー量の差は変わらない。 P_c 点はこの曲線の伸びに関する 1 次微分が減少から増加する荷重であるから、この荷重から伸びが大きくなると AE エネルギー量の差は大きくなり、不安定破壊(樹脂中や繊維と樹脂の界面を急速にき裂は進展するが、橋架け繊維があるので見掛けの不安定破壊)することを示している。

一方、応力拡大係数法による K_0 値は繊維のはく離、繊維破断により AE エネルギーが発生して微小欠陥が生成される K 域(全 AE エネルギーのこう配は大)から、それらが連結して AE エネルギーが少なくなる K 域(全 AE エネルギーのこう配は小)への移行点の K 値を示している(連結した微小欠陥域を損傷域という)。 K_q 値はこの移行点以降破壊が進行して全 AE エネルギーのこう配が変化する点の K 値を示すが、この方法ではわかりにくい。 K_c 値は損傷域の先端で繊維のはく離、繊維破断が同時に起きて AE エネルギーが多発する破壊域(全 AE エネルギーのこう配は大)へ移行する点(この点以降を見掛けの不安定破壊域と呼ぶ)の値と考えている。これらの K 値を切欠長さは一定として荷重に置き換えると、荷重は伸びと対応するから、AE エネルギー量の差を連ねた曲線の伸びに関する 1

図 6 C 材のき裂進展写真

図 7 エネルギーこう配法の説明図

表 3 エネルギーこう配法による P_b , P_c , P_b/P_{max} , P_c/P_{max} の平均値および標準偏差

Specimen	P_b (kN)		P_c (kN)		P_b/P_{max}		P_c/P_{max}	
	Mean	S D	Mean	S D	Mean	S D	Mean	S D
B00	1.33	0.09	1.55	0.09	0.81	0.03	0.90	0.01
B45	1.20	0.03	1.36	0.05	0.76	0.04	0.86	0.03
B90	0.83	0.15	1.02	0.12	0.71	0.05	0.88	0.02
C00	2.29	0.22	2.79	0.28	0.75	0.02	0.91	0.02
C45	1.91	0.15	2.33	0.05	0.77	0.05	0.94	0.04
C90	1.36	0.10	1.78	0.22	0.73	0.04	0.94	0.04

SD: Standard deviation

図 8 B, C 材の AE 振幅分布

図 9 B, C 材のパワースペクトル密度-周波数-荷重, P_i は AE が出始めの荷重

次微分と応力拡大係数より換算した荷重に関する全 AE エネルギーのこう配の増減は一致し、両法による荷重はほぼ一致したものと考えられる。

また、荷重 P_c からの破壊域を見掛けの不安定破壊域と呼んだが、この破壊域では両破断面に橋架けしている繊維を破断したり引抜くために荷重は増加したもののと思われる。

3.4 AE 振幅分布に及ぼす負荷方向の影響 図 8 は負荷方向を変化させたときの B, C 材の AE 振幅分布である。B 材で負荷角度が 0° の場合はピーク振幅が 1 mV 付近、 45° の場合は 2 mV 付近、 90° の場合は 3 mV 付近にピーク振幅がある。図 4 に示す 45° の場合 AE エネルギーが高いのは、高振幅側に AE が多く現れたためと思われる。

次に、C 材で負荷方向が 0° の場合はピーク振幅が 1 mV 付近、 45° の場合はピーク振幅が 2 mV 付近、 90° の場合はピーク振幅は 2 mV 付近にある。図 4 に示すように、 90° の事象数が 0° の事象数より少ないのに比べ AE エネルギーがほぼ同じなのは、 90° の場合は高振幅の AE がやや多いことによるためと思われる。また、C 材は B 材より 45° の場合を除き高振幅側の AE がやや多い。

3.5 負荷方向が異なるときの周波数解析 図 9 は負荷方向を変化させたときの B, C 材のパワースペクトル密度-周波数-荷重の三次元図である。

表 4 $P_b/P_{\max}$, $P_c/P_{\max}$ での損傷因子の順位

	$P_b/P_{\max}$	$P_c/P_{\max}$
B00	①Fiber breaking ②Fiber debonding ③Resin cracking	①Fiber breaking ②Fiber debonding ③Resin cracking
B45	①Fiber debonding ②Resin cracking ③Fiber breaking	①Fiber breaking ②Fiber debonding ③Resin cracking
B90	①Fiber debonding ②Fiber breaking ③Resin cracking	①Fiber breaking ②Resin cracking ③Fiber debonding
C00	①Fiber debonding ②Resin cracking ③Fiber breaking	①Fiber breaking ②Fiber debonding ③Resin cracking
C45	①Fiber debonding ②Fiber breaking ③Resin cracking	①Fiber breaking ②Fiber debonding ③Resin cracking
C90	①Fiber debonding ②Fiber breaking ③Resin cracking	①Fiber breaking ②Fiber debonding ③Resin cracking

樹脂割れ、繊維と樹脂のはく離、繊維破断を調べるためのモデル材の実験によると、60～240 kHz は樹脂割れ、240～330 kHz は繊維と樹脂のはく離、350～420 kHz は繊維破断が対応すると報告⁽⁹⁾ されている。この報告に基づき、B, C 材のパワースペクトル密度-周波数-荷重の三次元図で、高パワースペクトル密度を示す周波数を、構成因子の損傷に換えて表 4 に示す。ここに、丸印の中の数字はパワースペクトル密度の高さの順位である。この表から、負荷方向が異なっても B, C 材の損傷は、 P_b 点付近では繊維と樹脂のはく離、 P_c 点付近では繊維破断が破壊に大きく寄与していることがわかる。

3.6 微視的破面観察による破壊機構の推定 図 10 は C 材の切欠先端の微視的破面の例を示す。図には示していないが、B 材の負荷角度 0° の場合には、繊維のはく離による繊維の引抜けの跡が多く見られ、繊維破断も少し起きている。 45° の場合には、繊維のはく離により繊維が斜めに引抜けている状態が、 90° の場合には破面にそって繊維のはく離、引抜け跡が見られる。B 材では繊維のはく離、引抜けが破壊に大きく影響を与えている。一方、C 材の 0° の場合には、繊維の引抜け跡が多く見られ、繊維破断も起きている。また、 45° , 90° の場合はほぼ同じような傾向を示し、繊維のはく離、繊維破断が見られる。C 材では、繊維と樹脂のはく離と繊維破断が破壊に大きく影響することがわかった。

4. 結 言

繊維含有率が異なる FRPET の成形板から負荷角度が異なる試験片を切り出し、引張試験中の AE 信号を解析し、切欠先端の損傷と微視的破面の観察を行い、次の結論を得た。

(1) 最高荷重は負荷角度が増えるにつれて減少する。また、高繊維含有率の試料(C 材)は低含有率の試料(B 材)よりその減少の度合は大きい。B, C 材とも 0°

図 10 C 材の切欠付近での微視的破面

の場合の累積 AE 事象数が多いが、全 AE エネルギーは振幅分布で説明される。

(2) 応力拡大係数法とエネルギーこう配法による荷重 P_b , P_c はほぼ一致し、それらの荷重の一致する理由を明らかにした。

(3) B, C 材の AE 振幅は 0~3 mV に集中し、C 材は B 材より 45° の場合を除き高振幅側の AE がやや多い。

(4) AE 周波数解析により、B, C 材とも負荷角度に関係なく P_b 点付近では繊維と樹脂のはく離、 P_c 点付近では繊維破断が多い。

(5) 微視的破面観察でも、B, C 材は繊維のはく離と繊維破断が多くおきていることがわかった。

本研究に対し、試料の作製と溶解についてご教示下さった関係会社および実験に協力してくれた本学学生岸本、渡辺、竹部君らに感謝する。

文 献

- (1) 木田・ほか 3 名, 機論, 58-553, A(1992), 1537.
- (2) 羽田野・ほか 3 名, 最新 AE 技報, (1976), 10, 応用技術出版.
- (3) Yamaki, J., *J. Physo. D : Appl. Physo.*, 9(1976), 15.
- (4) Suzuki, M., ほか 4 名, *Proc. of ICCM/VIII*, 27(1991), H 1.
- (5) Brown, W. F. Jr. and Srawley, J. E., *ASTM STP*, 410(1966), 12.
- (6) 鈴木・ほか 4 名, 機論, 59-561, A(1993), 1306.
- (7) 鈴木・ほか 5 名, 材料, 35-392(1986), 521.
- (8) 鈴木・ほか 3 名, 材料, 39-422(1990), 901.