AE法によるFRPCの破壊機構の解明* (ノズル径とスクリー形状の影響)

鈴木 恵^{*1}, 木田 外明^{*1}, 宮下 寿徳^{*2}
若松 正俊^{*3}, 小山 洋典^{*4}, 宮木 毅^{*4}

Fracture Mechanisms of FRPC by Acoustic Emission Monitoring (Effects of Nozzle Diameter and Screw Design)

Megumu SUZUKI, Sotoaki KIDA, Hisanori MIYASHITA,
Masatoshi WAKAMATSU, Yohsuke OYAMA and Tsuyoshi MIYAKI

In order to investigate the effects of nozzle diameter and screw design on the fracture mechanism when FRPC is molded with an injection molding machine, the acoustic emission monitoring technique is used during tensile testing of the molded specimens. The optimal nozzle diameter and screw design can be derived by the maximum load $P_{\max}$ and the loads at the change in damage mechanism P_b and P_c which are determined by the AE energy gradient method. The damage at the loads P_b and P_c is discussed by the peak frequencies in using the AE frequency analysis.

Key Words: Acoustic Emission, Reinforced Plastics, Mold Method, Fracture Mechanism, Nozzle Diameter, Screw Design, Injection Molding

1. 緒 言

一般に、ガラス繊維強化熱可塑性プラスチック(FRTP)を射出成形する場合、成形品の強度は樹脂温度、金型温度などの成形条件のほかに金型のゲート、ノズル、スクリーの形状などによっても大きく影響される⁽¹⁾。したがって、成形条件やそれらの形状を一定にして成形しても、FRTPはプラスチックに繊維を混合して作る材料であるため破壊は複雑である。しかしながら、非破壊検査法の一つであるアコースティック・エミッション(AE)法⁽²⁾によりFRTPの破壊機構は徐々に解明されつつある。

したがって、本研究はFRTPを射出成形するとき、射出成形機のノズル径を標準(3~4 mm)⁽³⁾より小さくするとき繊維配向が良くなるかどうかのノズル径の問題、樹脂の送り量(可塑性)と混練(可塑性均一性)のいずれに重点をおき選択するか、スクリー形状の問題に絞る⁽⁴⁾、その他の成形条件(樹脂温度、金型温度、射出速度、射出圧力、射出時間など)は一定とし

て射出成形したFRPC(短繊維強化ポリカーボネート)の引張試験による荷重-伸び曲線と引張試験中に検出したAEから求めた累積AE事象数、全AEエネルギー、AE振幅、AE周波数などから破壊機構を解明する。それからFRTPを射出成形するときの最適なノズル径、スクリー形状を求めようとする。

2. 実 験

2・1 使用した射出成形機 射出成形機は名機製作所M100B-S(100t, $\phi 40$ スクリュー)である。ノズル径は $\phi 2, 3$ mmの2種類を使用した。スクリー形状は図1に示すように、混練に重点をおくメタリングゾーンの H_m が浅く圧縮比(H_f/H_m)の大きいAスクリー、樹脂送り量に重点をおく H_m が深く圧縮比の小さいBスクリーの2種類とし、樹脂供給はホッパーから直接送る方法を採用した。それらの異なる点と同じ点を図中に示す。しかし、樹脂温度、金型温度、射出温度、射出圧力と金型ゲートの形状などはすべて同じとした。スクリー回転数は68~80 rpmの経験値を採用したが、この程度の回転数範囲では、スクリー回転数による影響は少ないと考えた。

2・2 実験試料 供試材は熱可塑性のポリカーボネート(PC)樹脂にガラス繊維(繊維重量含有率

* 原稿受付 平成5年12月8日。

^{*1} 正員、金沢工業大学 (〒921 石川県石川郡野々市町扇が丘)。

^{*2} 准員、(株)三菱樹脂 (〒526 長浜市三ツ矢町)。

^{*3} 学生員、金沢工業大学大学院。

^{*4} (株)名機製作所 (〒477 大府市北崎町)。

30%)を含有した試料で、ダンベル形試験片に射出成形されている。射出成形機のノズル径は2種類、スクリー形状は2種類計4種類の試験片を準備した。それらの機械的性質を表1に示す。表中の試料番号 $\phi 2$, $\phi 3$ はノズル径、次の①はAスクリー、②はBスクリーを示している。

AE試験片の形状は片切欠 (SEN) 試験片で、その形状と寸法を図2に示す。試験片の切欠きは初めの6 mmはダイヤモンドカッターで残りの0.5 mmは注意深く入れた。AE試験片にはチャック部でのすべりを避けるため厚さ1.5 mmのタブをつけた。ここに、各AE試験には5本以上を準備した。

2.3 実験方法 室温で常用のAEパラメータ(累積AE事象数, 全AEエネルギー, AE振幅分布)を求める実験には、切欠試験片を用いてインストロン形試験機(島津オートグラフ AG-10TA 形)で引張速度0.2 mm/minで行った。また、周波数解析の実験には引張速度0.2 mm/minで行った。AE計測システムのブロック線図は別報⁵⁾を参照されたい。常用のAEパラメータを求めるには、AEセンサは共振形(共振周波数200 kHz, 富士セラミックス社製, S-20DSA タイプ)で、周波数解析には広帯域形(周波数域0~1 MHz, 富士セラミックス社製, S-WD タイプ)を使用し、雑音除去のために2 chを空間フィルタとして試験片に高真空用シリコングリースを介してビニルテープで固定した。AE計測装置(島津 SAE-1000 A)のアンプ総合利得は60 dB, しきい値電圧は30 mV_{0-P}に設定した。また、周波数解析には検出したアナログ信号から、周

波数スペクトルとしてパワースペクトル密度を求めた。

また、試験片中の繊維長と繊維配向をみるために、繊維長は試験片の中央部で10×10 mmの薄片を切り取り、樹脂を溶かし繊維200本を取り出し光学顕微鏡(Nikon Measurescope 10)で測定した。また、繊維配向は試験片の中央部表面の樹脂をアセトンで溶かし100本を測定した。

3. 実験結果と考察

3.1 AE発生挙動に及ぼすノズル径とスクリー形状の影響 切欠試験片の荷重-伸び曲線, 累積AE事象数と全AEエネルギーへのノズル径とスクリー形状の影響を図3(a), (b), (c), (d)に示す。これらの荷重-伸び曲線の最大荷重 P_{max} とノズル径, スクリー形状の関係を図4(a)に示す。ここに、○印は平均値, I印はばらつきを示す。 $\phi 2$ ②材は P_{max} が最も高いことから、ノズル径が小さい $\phi 2$, 圧縮比が小さいBスクリーで成形した試料が最も P_{max} が高いことがわかる。

次に、累積AE事象数, 全AEエネルギーの最大値をそれぞれ N_{max} , $(E_{AE})_{max}$ とすると、 N_{max} , $(E_{AE})_{max}$ とノズル径, スクリー形状の関係を同図(b), (c)に示す。 P_{max} と対称的に N_{max} , $(E_{AE})_{max}$ とも $\phi 2$ 材は $\phi 3$ 材より小さくばらつきも小さい。 $\phi 2$ 材は $\phi 3$ 材より N_{max} と $(E_{AE})_{max}$ が小さいことはAE振幅分布から説明される。

また、このことは繊維長と繊維配向に関係すると思われたので試験片中央部の薄片の繊維長と試験片中央部表面の繊維配向分布を図5, 6に示す。ここに、繊維と流動方向のなす角を θ とする。これらの図は、繊維長は $\phi 2$ 材は $\phi 3$ 材よりわずかに小さく、繊維配向は $\phi 2$ 材は $\phi 3$ 材より流動方向にやや多く配向しているが、繊維配向のこの傾向は試験片厚さの中央でさらに

表1 試料の機械的性質

Specimen	Fiber content (wt%)	Elastic modulus E (GPa)	Tensile strength σ_B (MPa)	Poisson's ratio ν	Percentage elongation ψ (%)
$\phi 2$ ①	30	7.7	106	0.41	4.9
$\phi 2$ ②		7.7	105	0.39	4.3
$\phi 3$ ①		7.0	94	0.39	4.2
$\phi 3$ ②		7.2	96	0.40	4.2

図1 使用した射出成形機のスクリー形状

図2 試験片の形状と寸法およびAEセンサの位置

顕著になると思われる。一般に、試験片表面はせん断流れにより繊維配向が悪く、板厚の中央は伸長流れになるから繊維配向はよいと考えられている。したがって、同じ程度の負荷状態では、負荷方向に対し斜め方向の繊維が負荷方向と同方向の繊維より繊維はく離や繊維破断をおこしやすいと考えられている⁽⁶⁾。したがって、繊維はく離や繊維破断を生じるときにAEが多く発生すると考えると、 $N_{\max}$ と $(E_{AE})_{\max}$ が高いことは、

(a) φ2①試験片

(b) φ2②試験片

(c) φ3①試験片

(d) φ3②試験片

図3 試料の荷重-伸び、累積AE事象数と全AEエネルギーの関係

φ3材はφ2材より試験片厚さ中央の繊維配向が影響していると思われる。

3.2 AEエネルギーこう配法による荷重 P_b 、 P_c へのノズル径、スクリー形状の影響 FRPCの場合、全AEエネルギー曲線を指数関数で表示できたので⁽⁷⁾、この材料でも全AEエネルギー曲線を指数関数で近似し、その模式図を図7に示す。 A, B を定数、 δ を試験片の伸び、 δ_0 をAEエネルギーが始めるとき

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

(a)

(b)

(c)

図4 試料の最大荷重、最大累積事象数、最大全AEエネルギー

で示される。この曲線のAEの出始めから終わりまでを、微小な伸び a で等間隔に区切り、そのときの曲線を図のように直線で近似したときの各区間の高さを $d_1, d_2, d_3, \dots$ とする。 a と d_1 との角度 $\theta_1 = \tan^{-1}(d_1/a)$, a と d_2 との角度 $\theta_2 = \tan^{-1}(d_2/a)$, $\dots$ を求める。次に, $(\theta_2 - \theta_1), \dots$ を求め, 横軸の①点で縦軸に $(\theta_1 - \theta_0)$, 次の②点で縦軸に $(\theta_2 - \theta_1)$ をプロットし順次この作業を行うと, 任意座標でXのような曲線となる。この曲線Xの変曲点b, cを求め, そのときの荷重を P_b, P_c とする。それらの荷重 P_b, P_c を表2に示す。全AEエネルギーの曲線のこう配角度差より変曲点の荷重を求めるこの方法をエネルギーこう配法と名付けられている⁽⁶⁾。この方法により求めた荷重 P_b, P_c の物理的意味は文献(8)を参照されたい。表2より, $\phi 2$ 材による試料の荷重 P_b, P_c 値は $\phi 3$ 材より高く, スクリュー形状ではBスクリューによる試料が高いことがわかる。

図5 試料の繊維長分布

図6 試料の繊維配向分布

一般に溶融樹脂と繊維の混合した流れがノズルから流出すると, ノズル系が小さいほうが圧力損失による熱発生により樹脂は流動しやすく, 繊維も流動方向に配向しやすくなる。したがって, 小さいノズル径による $\phi 2$ 材は大きいノズル径による $\phi 3$ 材より繊維配向が良いことがわかる。したがって, 切欠試験片を引張ると, 切欠先端の斜め繊維が低い荷重 P_i 点で繊維がはく離するか破断しAEを発生する。さらに荷重域 $P_i \sim P_b$ では, 切欠先端で多くの斜め繊維がはく離するか破断しAEの発生が多くなり, 荷重 P_b 点でそれらの損傷が最も多く, さらに荷重域 $P_b \sim P_c$ では, 繊維はく離や繊維破断により生じた損傷が連結してき裂となり, P_c 点ではき裂は急速に進展する。しかし, $\phi 2$ 材は斜め繊維が $\phi 3$ 材より少ないため, $\phi 3$ 材より高い荷重で P_b, P_c となり損傷が進展する。 $\phi 2$ による試料が $\phi 3$ による試料より荷重 P_b, P_c が高くなる傾向は, 表2に現れている。 P_b, P_c 点は破壊機構の変化する荷重を示すから, それらの荷重が高いほど損傷・き裂進展に大きな荷重が必要となる。したがって, これらの荷重の大きさが損傷・き裂進展阻止効果を示すと考えると, $\phi 2$ ②材が損傷・き裂進展阻止に優れていると思われる。

3・3 AE振幅分布と周波数分布へのノズル径, スクリュー形状の影響 異なるノズル径, スクリュー形状により射出成形した試料の全引張破壊過程中的の損傷状態をみるために, AE振幅分布と周波数分布を示す。図8(a), (b), (c), (d)はそれらの試料の引張の全過程中的のAE振幅分布である。スクリュー形状は

表2 試料の P_b, P_c 値

Specimen	P_b (kN)	P_c (kN)
$\phi 2$ ①	0.69	0.93
2②	0.87	1.16
$\phi 3$ ①	0.65	0.97
3②	0.74	1.10

図7 エネルギーこう配法の説明図

同じで異なるノズル径で成形した試料のAE振幅分布は、ノズル径 $\phi 3$ による試料は $\phi 2$ の試料より広い振幅域でAE事象数がやや多い。また、ノズル径は同じで異なるスクリー形状で成形した試料のAE振幅分布は、圧縮比の小さいスクリー形状により成形した②材が①材より $\phi 2$ 材ではわかりにくい $\phi 3$ 材ではAE事象数がやや多い傾向を示す。

図9(a), (b), (c), (d)はノズル径、スクリー形状を変えて成形した試料で、微小欠陥の生成でAEが出始めの荷重 P_i 、微小欠陥の生成からそれらが連結した損傷域で損傷の生成機構が変わる荷重 P_o 、損傷域から不安定破壊が始まる荷重 P_c 、最大荷重 P_{max} 近くの荷重 P_d で周波数解析により求めたパワースペクトル密度-周波数-荷重の関係である。これらの図より100~230, 240~330, 350~420 kHzの周波数域にピーク周波数があるので、そのピーク周波数を表3に示す。

一方、PCの割れの実験および繊維と樹脂のはく離、繊維破断を考えたモデル実験⁽⁹⁾によると、樹脂割れ、繊維と樹脂のはく離、繊維破断に対応する周波数は、それぞれ100~230, 240~330, 350~420 kHzであるので、上述の100~230 kHzは樹脂割れ、240~330 kHzは繊維のはく離、350~420 kHzは繊維破断が対応すると考え、ピーク周波数に対応する損傷因子を表4に示す。

この表の $\phi 2$ で①と②を加えた試料をP材、 $\phi 3$ で①

図8 試料の振幅分布

(a) $\phi 2$ ①試験片

(b) $\phi 2$ ②試験片

(c) $\phi 3$ ①試験片

(d) $\phi 3$ ②試験片

図9 試料のパワースペクトル密度-周波数-荷重の関係

表 3 試料のピーク周波数

Specimen	Pi/Pmax	Pb/Pmax	Pc/Pmax
φ2①	240~330[kHz]	240~330[kHz]	350~420[kHz]
2②	350~420	240~330	240~330
φ3①	240~330	240~330	240~330
3②	350~420	350~420	240~330

表 5 試料の損傷モードの比較

Specimen	Damage Factor	
	Debonding	Breaking
P	4	2
Q	4	2
R	5	1
S	3	3

表 4 試料の損傷モード

Specimen	Pi/Pmax	Pb/Pmax	Pc/Pmax
φ2①	Fiber debonding	Fiber debonding	Fiber breaking
2②	Fiber breaking	Fiber debonding	Fiber debonding
φ3①	Fiber debonding	Fiber debonding	Fiber debonding
3②	Fiber breaking	Fiber breaking	Fiber debonding

と②を加えた試料をQ材, またφ2とφ3の各①を加えた試料をR材, 各②を加えた試料をS材とし, 各試料の損傷モードの数を求めると表5のようになる。この表より, P, Q材すなわちノズルφ2, φ3による試料とも, 繊維はく離が繊維破断よりやや多く, R, S材すなわち圧縮比が大きいスクリー①では繊維はく離が繊維破断より極めて多く, 圧縮比が小さいスクリー②では繊維はく離と繊維破断が同程度起きている。このことから, ノズル径をφ3からφ2に変えても繊維はく離が繊維破断よりやや多いという損傷モードの傾向は変わらないが, 圧縮比を大から小に, すなわちスクリー形状を変えると繊維破断が増加し, 繊維はく離と繊維破断がほぼ同程度起きることがわかった。

4. 結 言

射出成形機のノズル径とスクリー形状を変えて射出成形したFRPCの破壊機構にそれらが与える影響について, 荷重-伸び曲線とAE特性から調べた結果, 次の結論を得た。

(1) 最高荷重 P_{max} とエネルギーこう配法により求めた荷重 P_b , P_c は, 繊維配向がよいノズル径φ2, および圧縮比が小さいBスクリーにより成形した試料のほうがやや高い。

(2) AE試験ではノズル径φ2による試料はφ3による試料より累積AE事象数, 全AEエネルギーともばらつきが少なく低い値を示す。これは繊維配向が影響していると思われる。

(3) ノズル径φ3による試料はφ2による試料より, 振幅分布の全範囲でAEは活発である。周波数解析によると, φ3により成形した試料は繊維はく離の損傷が多い。また, 圧縮比が大きいAスクリーを圧縮比が小さいBスクリーに変えると, 繊維はく離が支配的だった損傷は, 繊維はく離と繊維破断がほぼ同程度に起きることがわかった。

本研究は, 金沢工業大学機械工学科学生・青木明, 桜井渉君の協力により行ったものであり, 材料力学研究室の大学院生, 学生の助力, 京都工芸繊維大学・中西博教授, 名機製作所技術研究所所員の方達のご援助によったので記して謝意としたい。

文 献

- (1) プラスチック加工技術便覧編集委員会編, プラスチック加工技術便覧(新版), (1990), 173, 日刊工業新聞社。
- (2) 大津, アコースティック・エミッションの特性と理論, (1988), 54, 森北出版。
- (3) 千坂, 射出成形技術入門, (1992), 38, シグマ出版。
- (4) 文献(1)の137ページ。
- (5) 木田・ほか3名, 機論, 58-553, A(1992), 1537。
- (6) D. ハル(宮入・池上・金原共訳), 複合材料入門, (1983), 189, 培風館。
- (7) 鈴木・ほか5名, 材料, 35-392(1986), 521。
- (8) 鈴木・ほか4名, 機論, 59-561, A(1993), 1306。
- (9) 鈴木・ほか3名, 材料, 39-442(1990), 901。