AE 法による FRPC の破壊機構の解明に関する研究* (スクリー形状とスクリー回転数の影響)

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

Fracture Mechanisms of FRPC by Acoustic Emission Technique (Effects of Screw Design and Numbers of Screw Rotations)

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

The fracture mechanisms of FRPC (fiber-reinforced polycarbonate) molded using various screw shapes and numbers of screw rotations are investigated by the acoustic emission technique. The fracture mechanisms of the molded FRPC are considered from the viewpoint of the apparent shearing stress at the metering zone of the screw. It is found that the apparent shearing stress affects the fiber length and the fiber orientation of the molded specimen, and the loads representing the change in the damage mechanisms which are determined by the AE gradient method. The AE frequency analysis also reveals what damage mode occurs easily at the apparent shearing stress zone.

Key Words: Acoustic Emission, FRPC, Fracture Mechanisms, Molding Methods, Screw Design, Numbers of Screw Rotations

1. 緒 言

ガラス繊維強化熱可塑性樹脂(FRTP)を射出成形する場合, 成形品の強度や破壊機構は成形条件によって大きく影響される⁽¹⁾。また, FRTP は熱可塑性プラスチックに繊維を混合して作られるためその破壊機構は複雑となるが, 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)法により徐々に解明されつつある^{(2)~(5)}。

FRTP を射出成形する際の成形条件が破壊機構にどのように影響するか調べるため, 射出成形機のノズル径とスクリー形状⁽⁶⁾, スクリー形状と樹脂供給方法⁽⁷⁾を変えたときの破壊機構を解明した。それより, 射出成形機のスクリー形状と樹脂供給方法を変えて成形した試料はノズルへの樹脂供給量を一定にするためにスクリー回転数を変化させた結果, それらの成形試料の破壊機構はスクリー回転数にも強く影響されることがわかった。

それゆえ, 本研究は射出成形機のスクリー形状と

スクリー回転数を変えて成形した非晶性樹脂を母材とする FRPC(繊維強化ポリカーボネート)の破壊機構へのそれらの影響を AE 法により検討する。

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-DM(型締力 100 t)で, ノズル径は常用の $\phi 3$ mm を使用し⁽⁸⁾, 樹脂供給はホッパーから連続的に直接スクリーに送る方法を採用した。スクリー形状は図 1(a), (b)に示すように, メタリングゾーン(計量部)の溝の深さ H_m が, D スクリーでは 4.2 mm, B スクリーでは 2.8 mm とし, その他はホッパーから供給された樹脂を送るフィードゾーン(移送部)の長さ L_f と溝の深さ H_f , 送られてきた樹脂を圧縮するコンプレッションゾーンの長さ L_c および溶融樹脂を計量するメタリングゾーンの長さ L_m は D, B スクリーとも同じ数値のものを使用した。ここで, D スクリーはフィードゾーンの溝の深さ H_f とメタリングゾーンの溝の深さ H_m の比(圧縮比 H_f/H_m)が小さく溶融樹脂の送り量に重点をおくスクリー, B スクリーは圧縮比が大きく混練性に重点をおくスクリーである。

スクリー回転数は D, B 両スクリーとも 50,

* 原稿受付 1995 年 7 月 6 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} (株)名機製作所 (〒477 大府市北崎町)。

100, 200, 300 rpm を採用し, その他の成形条件, 背圧 980 kPa (油圧), 樹脂圧換算, 金型温度 75°C, ノズル温度 280°C, 射出速度 60% (58 mm/s), 射出保持圧 7.8 MPa, 1 サイクル時間 60 s, 冷却時間 38 s など はすべて同じとした。

2・2 実験試料 供試材は熱可塑性樹脂のポリカーボネート (PC ユーピロン GS-2030M GF 30% : 三菱瓦斯化学) にガラス繊維を重量含有率で 30% 含有した FRPC であり, 試験片のつかみ部の板幅中央から試験片長手方向に樹脂を射出し, ダンベル形試験片に成形されている。射出成形機のスクリー形状は 2 種類, スクリュー回転数は 4 種類としたから計 8 種類の試料を準備した。それらの試料の機械的性質を表 1 に示す。ここに, 表 1 中の D-50 は, D スクリューでスクリー回転数が 50 rpm で成形した試料を示す。

AE 試験片はダンベル形試験片の平行部中央に切欠きを入れた片切欠 (SEN) 試験片で, その形状と寸法を図 2 に示す。試験片の切欠きの初めの 5.0 mm はダイヤモンドカッタで残りの 1.25 mm はレザーカット法で注意深く入れた。AE 試験片にはチャック部でのすべりによる雑音を防止するために厚さ 1.0 mm のフェノール樹脂製のタブを張り付けた。ここに, AE 試験片には各 5 本以上の試験片を準備した。

2・3 繊維長および繊維配向角の測定 試験片の中央部より 10×10×5 mm の試料を切り出し, パーナ

で樹脂を燃やし繊維を取り出した。各試験片で 200 本の繊維長を光学顕微鏡 (Nikon Measure scope 10) で測定し, その平均値を繊維長とした。

繊維配向角は, 試験片の長手方向を 0° とし試験片の表面と板厚中央で測定した。表面で 200 本, 中央で 200 本の繊維配向角を各試験片で光学顕微鏡で測定した。

2・4 実験方法 実験は室温で行い, 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) を求めるときと AE 周波数解析には, 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 0.1 mm/min で行った。この AE 計測システムのブロック線図は別報⁽²⁾ を参照されたい。常用の AE パラメータを求めるための 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), 周波数解析のための AE センサは広帯域形 (周波数域 0~1 MHz, 富士セラミックス社製, S-WD タイプ) で, 雑音除去のため 2 ch のセンサを空間フィルタとして使用し, 試験片に高真空用シリコングリースを介してビニールテー

Table 1 Mechanical properties of specimens

Specimen	Elastic modulus E (GPa)	Tensile strength σ_B (MPa)	Poisson's ratio ν	Percentage elongation ϕ (%)
D-50	8.8	116	0.47	5.2
D-100	8.3	113	0.44	5.0
D-200	8.5	112	0.47	5.1
D-300	8.6	112	0.49	5.0
B-50	8.2	111	0.46	5.0
B-100	8.4	113	0.46	5.1
B-200	8.5	113	0.46	5.1
B-300	8.1	109	0.46	5.1

(a) D screw

(b) B screw

Screw type	Metering zone	Compression zone	Feed zone
D	H _m 4.2mm L _m 135	L _c 225mm	H _f 6.0mm L _f 550mm
B	H _m 2.8mm L _m 135	L _c 225mm	H _f 6.0mm L _f 550mm

Fig. 1 Screw shape of injection molding machine

Fig. 2 Shape and dimension of test specimen and position of AE sensors

ブで固定した。AE 計測装置(島津 SAE-1000A)のアンブ総合利得は 60 dB, しきい値電圧は 50 mV_{0-P} に設定した。また, AE 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。

2.5 エネルギーこう配法 AE エネルギーこう配法とは, 引張試験中に発生した全 AE エネルギー曲線と荷重-伸びの関係を利用して, 損傷機構が変わる二つの荷重を求める方法である。その詳細は文献(9)を参照されたい。この方法で求めた荷重を P_b , P_c とすると, P_b と P_c はそれぞれ切欠先端で発生した微小欠陥が連結してき裂となる荷重, 連結したき裂が急速に進展して不安定破壊する荷重と考えられている。

3. 実験結果と考察

3.1 溶融樹脂のせん断応力の算出 射出成形後の試験片の繊維長および繊維配向角が溶融樹脂のメタリングゾーンでのせん断応力に影響されると考える。

一般に, せん断速度 $\dot{\gamma}$ で流れるニュートン流れのせん断応力 τ は, 粘性係数を η とすると

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad (1)$$

で示される。しかし, 溶融樹脂の流れは非ニュートン流れだから, 見掛けの粘度 η_a は指数法則に従うとし

$$\eta_a = A \dot{\gamma}^{n-1} \exp(T_a/T) \quad (2)$$

が実験値とよく合うといわれている。ここに, A , n , T_a は実験常数, $\dot{\gamma}$ はせん断速度, T は温度である。したがって, 溶融樹脂の見掛けのせん断応力 τ_a は式(2)より

$$\tau_a = A \dot{\gamma}^n \exp(T_a/T) \quad (3)$$

となる。

次に, せん断速度 $\dot{\gamma}$ は, スクリューポンプの数学的モデルを使用する⁽¹⁰⁾。すなわち, スクリューは静止し, バレル(胴体)をフライト(スクリュー部)に対し角度 θ_b (流路方向の角度) 方向に回転数 N で回転するときの速度 V_b は

$$V_b = \pi N D_b \quad (4)$$

ここに, D_b はバレルの直径である。この速度は流路下流方向成分 V_{bz} と流路断面内成分 V_{bx} に分けられ

$$V_{bz} = \pi N D_b \cos \theta_b \quad (5 \cdot a)$$

$$V_{bx} = \pi N D_b \sin \theta_b \quad (5 \cdot b)$$

となるが, 式(5・a)は出口方向に溶融樹脂を引張る成分, 式(5・b)は流路内で混合を生じる成分だから, ここでは式(5・a)のみに注目し, 正方ピッチスクリューとすると $\theta_b = 17.65^\circ$ だから $\cos \theta_b = 0.95$ となり

$$V_{bz} = 0.95 \times \pi N D_b \quad (6)$$

また, 溝の深さは H_m だからせん断速度 $\dot{\gamma}$ は

$$\dot{\gamma} = V_{bz}/H_m \quad (7)$$

ここで, $D_b = 40$ mm, 回転数は $N = 50, 100, 200, 300$ rpm, 溝の深さ H_m は D, B スクリューで 4.2 mm, 2.8 mm であるので, 各材のせん断速度 $\dot{\gamma}$ を表 2 に示す。

三菱樹脂(株)による粘度計(Capivograph)により, $\dot{\gamma} = 10^1 \sim 10^3$ [1/s], 温度 280~310°C での見掛けの粘度とせん断速度の間の実験値より求めた $n = 0.777$, $A = 0.199$ [N·sⁿ/m²], $T_a = 2635$ [°C] を使用してスクリュー計量部の温度 280°C における見掛けの粘度と見掛けのせん断応力を式(2)と式(3)より計算した結果を表 2 に併せて示す。

以上の結果より求めた見掛けのせん断応力より, 以下の考察を進める。

3.2 スクリュー計量部の溶融樹脂の見掛けのせん断応力が繊維長および繊維配向角に与える影響 成形した試料の繊維長および繊維配向角の平均値と標準偏差を表 3 に示す。ここで, 射出成形される前の繊維を 500 本取り出し, 長さを測定した結果, 平均 3.35 mm, 標準偏差 0.16 mm であった。したがって, 射出成形後の繊維長は射出成形前の 8~11% になっていることがわかる。この繊維破断は成形における溶融混練(可塑化工程)の際になされるのがほとんどであり, スクリューの回転速度が高いほど破断されやすいといわれている⁽¹¹⁾。また, 溶融樹脂中の繊維はスクリューの

Table 2 Values of shearing rate, apparent viscosity and apparent shearing stress of melted resin

Specimen	Shearing rate $\dot{\gamma}$ (1/s)	Apparent viscosity η_a (Pa·s)	Apparent shearing stress τ_a (kPa)
D-50	24	1.20	28
D-100	48	1.03	49
D-200	95	0.88	84
D-300	143	0.80	115
B-50	36	1.09	39
B-100	71	0.94	67
B-200	143	0.80	115
B-300	214	0.73	157

Table 3 Mean values and standard variations of fiber length and fiber orientation angles at surface and core of specimen

Apparent shearing stress τ_a		Fiber length (mm)		Fiber orientation angle (°)			
Specimen	(kPa)	Mean	SD	Surface		Core	
				Mean	SD	Mean	SD
D-50	28	0.372	0.097	4.44	14.69	2.05	32.93
D-100	49	0.345	0.088	4.26	11.99	4.45	21.38
D-200	84	0.310	0.081	0.49	16.07	7.54	45.84
D-300	115	0.281	0.070	3.70	14.02	6.34	33.68
B-50	39	0.366	0.086	4.88	10.82	4.08	28.64
B-100	67	0.326	0.075	2.64	13.49	10.06	37.63
B-200	115	0.310	0.075	4.52	13.56	8.14	28.51
B-300	157	0.289	0.075	2.06	18.70	1.58	32.10

Fig. 3 Effects of apparent shearing stress on fiber length and fiber orientation angles at surface and core of specimen

回転によりせん断応力を受け流動方向に並ぶが、成形品内部では金型内流動状態で一定方向に並ぶとは限らないといわれている⁽¹²⁾⁽¹³⁾。

そこで、表3より繊維長、表面および中心(コア)層の繊維配向角と見掛けのせん断応力との関係を図3(a), (b), (c)にそれぞれ示す。図3中の破線で結んだ○印, ●印は同じスクリー回転数を示している。図3(a)より繊維長は見掛けのせん断応力が大きくなると短くなる。また、低せん断応力域で同じスクリー回転数ではDスクリーによる試料の繊維長はBスクリーによる試料の繊維長よりわずかに長い、高せん断応力域になると同じ回転数ではスクリー形状による繊維長の差はないようである。

図3(b), (c)は表面とコア層の繊維配向角と見掛けのせん断応力の関係を示す。表面の繊維配向角はスクリー形状に関係なく、見掛けのせん断応力が大きくなると減少し、配向がよくなるようである。また、スクリー形状の違いによる繊維配向角への影響はないようである。しかし、コア層の繊維配向角は見掛けのせん断応力域により大きな値を示し、特にBスクリーによる試料のコア層の繊維配向角はDスクリーによる試料の繊維配向角より大きく、また、コア層の繊維配向角の標準偏差は表面の繊維配向角の標準偏差より極めて大きい。このように表面とコア層とで繊維配向角が著しく異なることから破壊機構も異なることを示している⁽¹⁴⁾。

3.3 見掛けのせん断応力 τ_a が最高荷重 P_{max} およびエネルギーこう配法より求めた $P_b + P_c$ に与える影響 荷重-伸び、累積AE事象数と全AEエネルギーの関係の代表例を図4(a), (b), (c), (d)に示す。これらの図からもわかるように、AEエネルギーは伸びにより指数関数的に増加するので、2.5節で述べたAEエネルギーこう配法より求めた荷重 P_b , P_c を図中に示し、試料の P_b , P_c , $P_b + P_c$, P_{max} の値および切欠材であるため破壊靱性 K_{max} の値を表4に示す。ここに、破壊靱性 K_{max} の算出にはBrownらの関係式⁽¹⁵⁾を使用した。この式で使用したき裂長さ(切欠きを含む)、板幅、板厚は全試料でほぼ同じ値で最大荷重のみが異なるので、破壊靱性値は最大荷重に比例することから、以後破壊靱性で考察せず最大荷重で考察する。図5は荷重 P_{max} , $P_b + P_c$ と見掛けのせん断応力の関係を示す。荷重 $P_b + P_c$ と見掛けのせん断応力の関係は最大荷重 P_{max} と見掛けのせん断応力の関係と同じ傾向を示すことから、荷重 $P_b + P_c$ は最大荷重 P_{max} と同様に損傷や破壊のおきにくさを示すと考えられる。

図5の見掛けのせん断応力が60~120 kPaの範囲で荷重 $P_{\max}$ や $P_b + P_c$ の値が低くなっているが、これは図3(c)のコア層の繊維配向角が悪い見掛けのせん断応力の範囲と一致し、荷重 $P_{\max}$ や $P_b + P_c$ には、繊維配向角が影響しているようである。また、見掛けの

せん断応力が高い範囲よりも低い範囲で、荷重 $P_{\max}$ や $P_b + P_c$ の値がわずかに高い傾向を示しているが、これは図3(a)に示す繊維長と図3(c)に示すコア層の繊維配向角との影響が図3(b)に示す表面の繊維配向角の影響より上まわったためと考えられる。

3.4 見掛けのせん断応力 τ_a がAE周波数解析より求めた損傷因子に与える影響 AE波を荷重 P_b , P_c , $P_{\max}$ においてAE周波数解析した結果を図6(a), (b), (c), (d)のパワースペクトル密度-周波数-荷重の三次元図に示す。樹脂割れ、繊維と樹脂のはく離と引抜き、繊維破断が起きるときの周波数域は図7に対応する。この関係に前報⁽⁶⁾の関係を利用し、図7の $P/P_{\max}$ の各荷重において測定したAE波形の最大パワースペクトル密度を示す周波数(ピーク周波数)を求め、各荷重における損傷因子に置き換え表5に示す。

ここで、AEエネルギーこう配法の定義でわかるように、 P_b ではAEが散発的に発生しているのに対して、 P_c や $P_{\max}$ でAEは頻発しているので P_b に比べ

Table 4 Values of loads P_b , P_c , $P_b + P_c$, $P_{\max}$ and fracture toughness $K_{\max}$

Specimen	P_b (kN)	P_c (kN)	$P_b + P_c$ (kN)	$P_{\max}$ (kN)	$K_{\max}$ (MPa m ^{1/2})
D-50	0.95	1.22	2.17	1.27	8.05
D-100	0.86	1.15	2.01	1.18	7.48
D-200	0.92	1.16	2.08	1.20	7.60
D-300	0.85	1.10	1.95	1.17	7.41
B-50	0.96	1.28	2.24	1.31	8.30
B-100	0.88	1.15	2.03	1.22	7.73
B-200	0.82	1.14	1.96	1.17	7.41
B-300	0.93	1.23	2.16	1.26	7.98

Fig. 4 Typical examples of relationship between load-elongation and cumulative AE event count or total AE energy

Fig. 5 Relationship between maximum load $P_{\max}$ or load $P_b + P_c$ and apparent shearing stress τ_a of melted resin

(a) D-50

(b) B-50

(c) D-200

(d) B-200

Fig. 6 Three dimensional diagrams of power spectrum density, frequency and load

てより破壊に影響を与えているように考えられる。以上のことから、表5より P_c , P_{max} での損傷因子の数を求め、それと見掛けのせん断応力の関係を図8に示す。ここに、見掛けのせん断応力が 50, 100, 150 kPa を中心に ± 25 kPa の範囲の損傷因子の数を縦軸にとってある。

図8からわかるように、見掛けのせん断応力が低いときと高いときは繊維破断、その中間では繊維と樹脂のはく離と引抜き、また言い方を変えたと繊維の配向がよいときは繊維破断、悪いときは繊維と樹脂のはく離と引抜きが破壊を支配していることがわかる。

図9(a), (b)はAE試験後に切欠先端のコア層の破面を走査形電子顕微鏡(明石製作所 ALPHA-30A)により観察した結果である。図9(a)はD-50材の破面で、破断された後樹脂から引抜かれた繊維は短く破面に直角方向を向いている。また、図9(b)はD-200材

 Table 5 Damage modes at load P_b , P_c and P_{max}

Specimen	P_b	P_c	P_{max}
D-50	Resin cracking	Fiber breaking	Fiber breaking
D-100	Fiber breaking	Fiber breaking	Fiber breaking
D-200	Fiber debonding	Fiber debonding	Fiber debonding
D-300	Fiber breaking	Fiber debonding	Fiber debonding
B-50	Fiber breaking	Fiber breaking	Fiber breaking
B-100	Fiber debonding	Fiber debonding	Fiber debonding
B-200	Fiber breaking	Fiber breaking	Fiber breaking
B-300	Fiber debonding	Fiber breaking	Fiber breaking

Fig. 7 Relationship between damage mode and frequency

 Fig. 8 Effects of apparent shearing stress on damage modes at loads P_c and P_{max}

(a) D-50

(b) D-200

Fig. 9 Microfractographs at core in notch tip of specimens

の破面で、樹脂とはく離した後引抜かれた繊維は長く破面に斜め方向を向いていることがわかる。ここで、図 9(a)は見掛けのせん断応力が低い領域の試料、図 9(b)は見掛けのせん断応力が中間域の試料だから、見掛けのせん断応力の領域と AE 周波数解析による損傷因子の推定が妥当であると思われる。

4. 結 論

射出成形された FRPC の破壊機構は、射出成形機のスクリー形状やスクリー回転数、すなわちスクリー計量部での熔融樹脂の見掛けのせん断応力に影響されると考え、成形試料を AE 法により調べた結果、その結論を得た。

(1) スクリー計量部での熔融樹脂の見掛けのせん断応力は、試料の繊維長と繊維配向角に影響を与える。

(2) 繊維長は見掛けのせん断応力が大きくなると短くなるが、繊維配向角は表面とコア層とで異なり、破壊機構が異なることを示唆した。

(3) 最大荷重 P_{max} と AE エネルギーこう配法より求めた荷重 $P_b + P_c$ は、見掛けのせん断応力の影響を受け、低せん断応力域と高せん断応力域では高く、中間のせん断応力域では低くなる。

(4) この低せん断応力域と高せん断応力域での試

料の AE 周波数解析による損傷因子は繊維破断、中間せん断応力域の試料は繊維と樹脂のはく離が破壊を支配することがわかった。

本研究に対し、繊維強化ポリカーボネートの熔融樹脂の見掛けの粘度測定に対する三菱樹脂(株)円山普薫部長のご配慮および本学小川俊夫教授のご教示に謝意を表す。

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) 木田外明・ほか 3 名, AE 法による短繊維強化 PET の破壊機構に関する研究(切欠き長さや繊維含有率の影響), 機論, 58-553, A (1992), 1537-1543.
- (3) 鈴木恵・ほか 3 名, 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), 機論, 59-566, A (1993), 2271-2277.
- (4) 鈴木恵・ほか 5 名, AE 法による短繊維強化 ABS 複合材料の破壊機構の解明に関する研究(繊維含有率の影響), 機論, 60-576, A (1994), 1779-1785.
- (5) 木田外明・ほか 4 名, AE 法による短繊維強化 AS 複合材料の破壊機構の解明に関する研究(繊維含有率の影響と FRABS との比較), 機論, 61-587, A (1995), 1485-1491.
- (6) 鈴木恵・ほか 5 名, AE 法による FRPC の破壊機構の解明に関する研究(ノズル径とスクリー形状の影響), 機論, 60-578, A (1994), 2242-2247.
- (7) 鈴木恵・ほか 4 名, AE 法による FRPC の破壊機構の解明に関する研究(スクリー形状と樹脂供給方法の影響), 機論, 61-588, A (1995), 1745-1750.
- (8) 千坂浅之助, 射出成形技術入門・基礎と応用, (1992), 38, シグマ出版.
- (9) 鈴木恵・ほか 4 名, AE 法によるクラス A-SMC の破壊機構の解明に関する研究(繊維含有率および充てん材量の影響), 機論, 59-561, A (1993), 1306-1312.
- (10) Tadmor, Z. and Gogos, C. G. (大柳康監修訳), プラスチック成形加工原論, (1991), 334, シグマ出版.
- (11) 大柳康, エンジニアリングプラスチックその特性と成形加工一, (1985), 101, 森北出版.
- (12) D. ハル(宮入裕夫・池上皓三・金原勲共訳), 複合材料入門, (1983), 70, 培風館.
- (13) 文献(11)の 99 ページ.
- (14) 高橋清・崔洛三, 熱可塑性高分子基複合材料の微視的損傷機構, 第 40 回材料強度と破壊シンポジウム論文集 40, (1995-4), 79-84.
- (15) 尾田十八・ほか 3 名, 材料力学〈応用編〉, (1993), 86, 森北出版.