

京都工芸繊維大学繊維学部 ○濱田 泰以
 安達 英樹
 前川 善一郎

1. はじめに

短繊維で強化された射出成形品は様々な分野で利用されてきている。その疲労特性はFriedrichらが、精力的に研究を進めている。また高原らは粘弾性測定に基づき疲労挙動の解析を行っている。複合材料における繊維-樹脂界面は重要な問題であり、界面構造の解明や力学的特性との関連などの研究が行われているが、どちらかといえば熱硬化性樹脂を対象とした研究が多いように思われる。

そこで、我々は短繊維強化熱可塑性射出成形品の力学的特性に及ぼす表面効果の処理に関する基礎的研究をはじめ、その一環として疲労特性について検討している。本研究において最も基本的なデータとしてS-N線図の作成、破断面の観察を行なった。

2. 材料および実験方法

本研究で用いた材料は、母材はポリカーボネート（三菱瓦斯化学社製、ユーピロンS-2000）であり、強化材にはガラス繊維である。ガラス繊維は表面処理の異なる3種類を用いた。すなわち処理を全く施さない無処理（以下Blankと呼ぶ）、 γ -Aminopropyltrimethoxy-Silaneカップリング剤処理を施したもの（以下APMSと呼ぶ）、成形条件であるペレットを作成する際に繊維の収束を高め混練、押出を容易にするために用いられるウレタン収束剤とカップリング剤の両者を併用したもの（以下APMS+UBと呼ぶ）の3種類である。繊維含有率は重量比で20%, 10%の2種類を用意した。

試験片はダンベル型引張試験片であり、試験片寸法は長さ216mm、平行部70mm、厚さ3.2mm、幅12.7mmとし、射出成形機により成形した。成形条件はシリンダ温度200°C、金型温度80°C、射出速度50mm/sec.、保圧60MPa、保圧時間10sec.、冷却時間15sec.の通りとした。疲労試験はTOKYOKOKI PAS-063を用い、片振り引張疲労、Sin波、10Hz、荷重制御の条件下で行なった。

疲労試験に先立ち静的引張試験を行っ

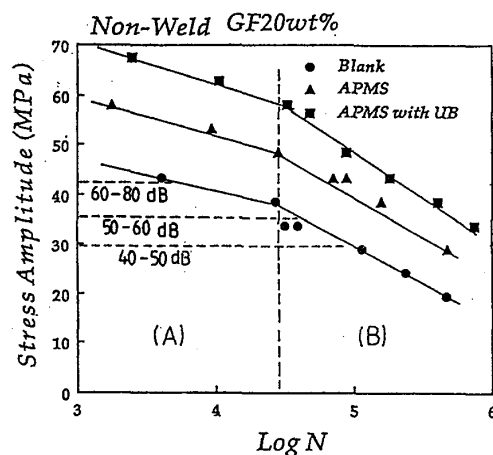


図1 S-N線図 (20% Non-Weld)

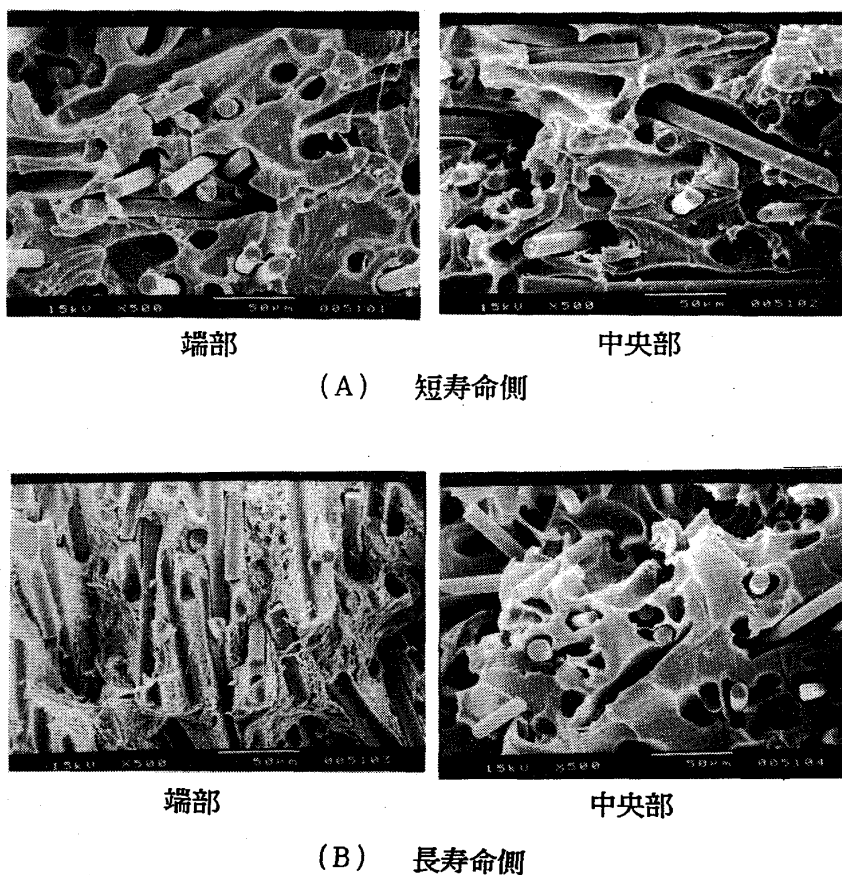


図2 SEM観察写真 (20% Non-Weld Blank)

た。引張強度は繊維含有率 20% では blank は 51.15MPa、APMS は 67.30MPa、APMS+UB は 85.22MPa、10% では APMS は 55.47MPa、APMS+UB は 69.06MPa であった。20% 成形品での平均繊維長を測定すると blank が 112 μ m、APMS が 132 μ m、APMS+UB では 227 μ m であった。カップリング剤の他に、収束剤の効果がみられる。したがって、上述の強度の差は表面処理剤の界面強化と繊維長の違いの両者の効果が重なっている。

3. 実験結果

図 1 に 20% 試料の S-N 線図を示す。静的試験結果と同様に疲労特性は blank、APMS、APMS+UB の順に向上している。全ての線図において折れ曲がり点を認めることができる。そこで短寿命側 (A) と長寿命側 (B) とに区別し、破断面の SEM 観察を行なった。図 2 および図 3 にそれぞれの写真を示す。観察の結果、試験片幅方向の端部と中央部において破壊様相が異なる場合があったため、その両者を示した。図 2 は blank の場合であり、短寿命側では端部、中央部ともに安定的なき裂進展が生じた様子が樹脂部に見られる。それに対して長寿命側では端部の樹脂部においてフィブリル化した様子が顕著に見られ、中央部では短寿命側で観察された安定的なき裂進展ではなく、脆性的なき裂が進展した様子が見られた。この傾向は APMS、APMS+UB においても同様である。図 3 には APMS+UB の観察結果を示す。短寿命側での安定的なき裂進展、長寿命側でのフィブリル化および脆性的な破面などは図 2 とほぼ同様であることがわかる。

この端部でのフィブリル状の破面は樹脂が疲労試験中に発生する熱によって、溶融したものによると考えられる。例えば図 4 は平行部にノッチを挿入した DEN 試験片の疲労引張破断面のなき裂付近の様相である。長寿命側の端部で見られたようなフィブリル化が観察できる。この場合なき裂の開口に伴う熱発生が生じているものと考えられる。このため図 2 および図 3 で見られたフィブリル化も上述の熱発生に伴う樹脂の溶融によると思われる。この熱発生は粘弾性特性に基づくそれよりもさらに大きいと推察する。

また、S-N 線図での折れ曲がり点は、フィブリル化が生じるか否かの遷移点であると考えられる。静的に blank 材を引張試験し、その際の AE 特性を観察した。AE の振幅を低振幅 (40-50dB)、中振幅 (50-60dB)、高振幅

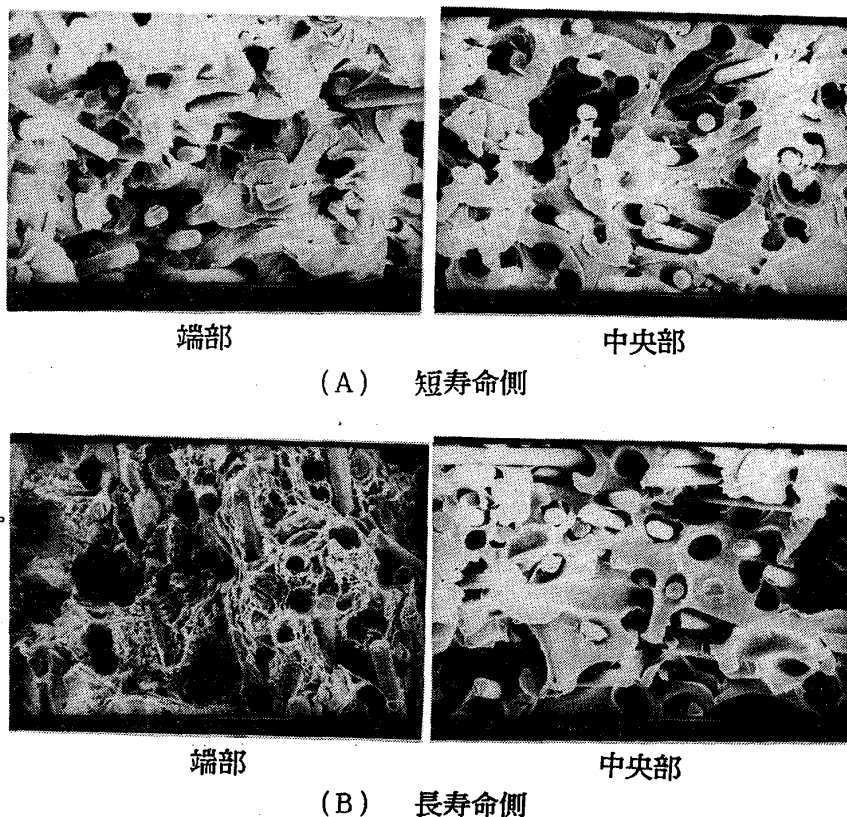
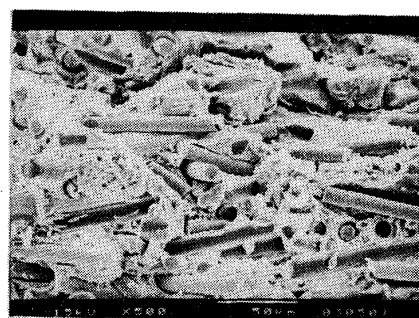


図 3 SEM 観察写真 (20% Non-Weld APMS+UB)



予き裂付近 長寿命側

図 4 DEN 試験片写真 (20% Non-weld Blank)

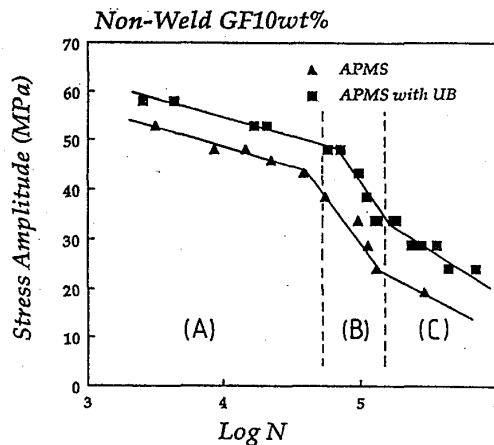


図 5 S-N 線図 (10% Non-Weld)

(60-80dB)と分け、それぞれのAEが発生する点を求めた結果を図1中に示す。折れ曲がり点の応力は中振幅のAEが発生しはじめる応力に近いことがわかる。したがって長寿命側の応力レベルは、繊維-樹脂界面での剝離が生じる応力以下の応力であり、疲労過程にその剝離が生じはじめ、剝離に基づく界面での摩擦熱により大きな熱発生が起こったと考えられる。短寿命側では、すでに剝離が生じそれがその部分にとどまることなく拡がっていく応力レベルであるため安定的な破壊進展になったと考えられる。また、線図の傾きが長寿命側において大きくなるのは、フィブリル化した部分が一種のき裂となり、脆性的に破壊が進行したためであろう。

図5に10%試料のS-N線図を示す。疲労特性はAPMS+UBの方がAPMSより優れている。また、線図は3つの直線によって表わされる。領域AからBへの折れ曲がり点の繰返し回数は20%の折れ曲がり点より多い。

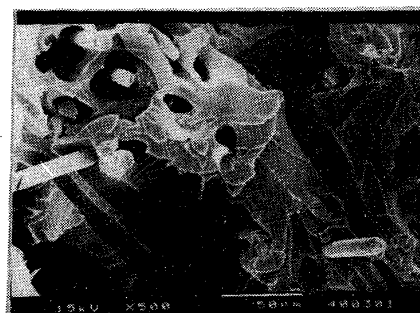
図6にはAPMS+UBの(A)での破面を示す。20%の短寿命側で見られたものと同様に安定的なき裂進展の様相が観察された。これはAPMSの(A)の破面においても同様であった。

図7にはB領域、C領域の破面を示す。

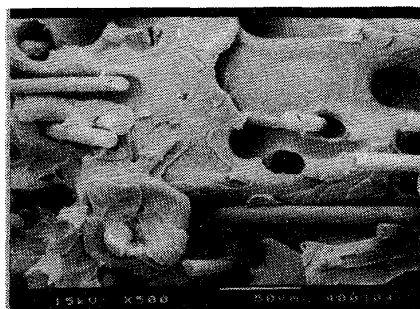
(B)領域においては端部のみならず、中央部においても若干のフィブリルの様子が見られる。この破面に関して端部より中央部にかけてさらに詳細に観察を行ったが、全面的にフィブリルが生じているわけではなく、端部付近と中央部付近に限られていた。それ以外の箇所は脆性的なき裂進展と思われる様子がみられた。

(C)領域においても同様に、詳細な観察を行ったが、この場合はフィブリルは試験片端部にほぼ限定されていた。また他の部分においては脆性的な破壊面ばかりではなく、混合した様子がみられた。

端部でのフィブリルにおいては、(B)よりも(C)におけるそれは極めて細かいものとなっており、(B)と(C)で異なっている。フィブリルが上述のように熱発生によるものであれば、(C)領域の熱発生は大きいと考えられる。しかしながらS-N線図の傾きの違いや20%材も含めてフィブリル発生位置などの詳細に関しては今後さらに検討する必要がある。

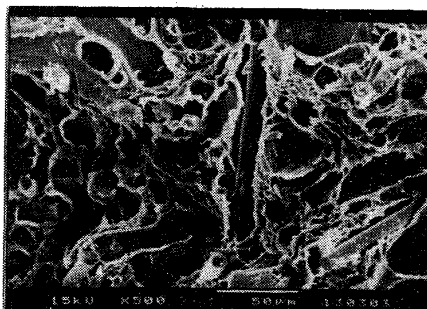


端部



中央部

図6 疲労破面 (10% Non-Weld APMS+UB)



端部



中央部

(B) 側



端部



中央部

(C) 側

図7 疲労破面 (10% Non-Weld APMS)