

# 紙のクリープ破壊試験過程において生じる アコースティックエミッション

山内 龍男\*

## Acoustic Emission during Creep Failure Testing of Paper

Tatsuo YAMAUCHI\*

紙のクリープ破壊寿命試験中に生じる AE を解析して、クリープ中に生じる微小破壊を検討した。クリープ荷重の大小およびクリープ破壊時間の大小にかかわらずクリープ破壊試験開始時と紙の破断前後に AE、すなわち微小破壊が多く生じる。クリープ試験開始時点では繊維間結合破壊に由来する振幅の小さい AE が生じるが、紙の破断前後では繊維間結合破壊に加えて繊維破断に由来する振幅の大きい AE もかなりの割合で生じる。クリープ試験開始直後と破断直前を除くクリープ期間において生じる AE の最大振幅は小さく、比較的弱い繊維間結合の破壊に由来する。またクリープ期間が長い程、時間あたりの AE が生じる頻度は小さい傾向がある。クリープ荷重の大小にかかわらず、クリープ全期間中に生じる AE の最大振幅分布はほぼ同じである。このことから紙のクリープ破壊は、Guthrie らの分類による低荷重—長時間型の繊維破断に基づく破壊で生じると考えられる。

キーワード：アコースティックエミッション、クリープ破壊試験、繊維間結合破壊、繊維破断、紙

An acoustic emission (AE) measurement system was applied to investigate micro failures that occurred during creep failure testing of handsheet from beaten hardwood pulp. AEs frequently occur at both points, around the start and around the end of creep failure testing. On the contrary, AEs occur rarely whole through the other creep failure testing period. Maximum amplitude distribution of AEs just before sheet breaking is broad and suggests that mixture of fiber bonds failures and fiber breakages as a mechanism of sheet failure. On the other hand, maximum amplitude of AEs at the other testing period is relatively low and suggests that failures of weak fiber bonds mainly occur during the period. The handsheet breaks by the same creep failure mechanism regardless of creep load, because little difference in AE maximum amplitude distribution for whole testing period was found irrespective of breaking time and creep load. According to a classification by Guthrie et al., this creep failure mechanism corresponds to the low load-long time type mechanism due to fiber failures.

Keywords : Acoustic emission (AE), bonding failure, creep failure testing, fiber breakage, paper

\*京都大学大学院農学研究科森林科学専攻 (〒606-8502 京都市左京区北白川追分町) :

Division of Forest and Biomaterials Science, Graduate School of Agriculture, Kyoto University, Kitashirakawa Oiwake-cho, Sakyo-ku Kyoto 606-8502 Japan

## 1. 緒言

紙を含む材料の破壊機構を検討する力学的試験の一つにクリーブ破壊寿命/時間試験があり、そこでは、ある特定の破壊機構で生じるクリーブ破壊時間の対数と負荷荷重の間一つの直線関係のあることが知られている<sup>1)</sup> <sup>2)</sup>。Guthrie ら<sup>3)</sup> は叩解程度、添加剤付着量などの異なる一連の手すき紙の引張クリーブ破壊時間と荷重の関係を検討した結果、紙においては繊維内での破壊に基づく低荷重-長時間でのクリーブ破壊および繊維-繊維間結合の破壊に基づく高荷重-短時間のクリーブ破壊の二つの機構があると結論づけた。本研究では前報<sup>4)</sup> に続きアコースティックエミッション (AE) 法を用いて、手すき紙のクリーブ破壊寿命試験中に生じる微小な破壊の進行状況を検討する。

## 2. 実験

### 2.1 試料

市販の広葉樹さらしクラフトパルプを PFI ミルでやや強度に叩解し (CSF 145 ml) た後、常法に準じて坪量  $30\text{g}/\text{m}^2$  の手すき紙を作製した。これより幅 15 mm、長さ 80 mm の短冊型試験片を切り出し、スパン間が 50 mm になるように試験片両端をクランプ<sup>5)</sup> で固定した後、 $23^\circ\text{C}$  RH 50% の標準雰囲気下で調湿した。

### 2.2 引張試験、クリーブ破壊寿命/時間試験および AE 測定

インストロン型引張試験機 (島津 AGS-100型) を使用して引張試験を行い、引

張破壊強度を測定した。この破壊強度は試験片 15 mm 幅あたりの荷重で 25.2 N に相当するが、その 63~91% をクリーブ荷重とした。比較的長時間のクリーブ破壊時間測定の前報<sup>5)</sup> と同じ試作装置を用いた。一方比較的短時間の測定においては上記と同じ引張試験機の試料つかみに試験片上部側のクランプを取り付け、次いで荷重を加えたロッドを下部クランプと連結することでクリーブ破壊実験を行った。同時に試験片にかかる力および発生する AE を測定し、力が一定の間をクリーブ破壊時間 ( $T_b$ ) とした。AE センサは試験片下部に取り付け、前報<sup>4)</sup> と同様にして、個々の AE 事象が生じた時刻、各 AE 波の最大振幅などを計測した。これら AE データのさらなる解析は AE データ解析ソフト (NF 回路設計ブロック (株) 0963) を用いて行った。なお長時間にわたる AE 測定においては、試験片中に生じる微小破壊でなく電気雑音などに基づく識別不能な AE を含む可能性がある。

## 3. 結果と考察

### 3.1 同一クリーブ荷重での $T_b$ のバラツキと AE 最大振幅分布の関係

クリーブ破壊時間の対数と荷重の関係を Fig. 1 に示す。紙についての従来の研究によれば<sup>1) 3) 5)</sup>、広いクリーブ荷重域で通常見られるのは一つの直線関係であり、かなりの高荷重域で傾きのより小さい別の直線関係が存在する場合もある。本研究で見られる直線関係は一つであり、Guthrie らの考えに従えば<sup>3)</sup>、繊維破断に基づく低荷重-長時間破壊型と考えられる。

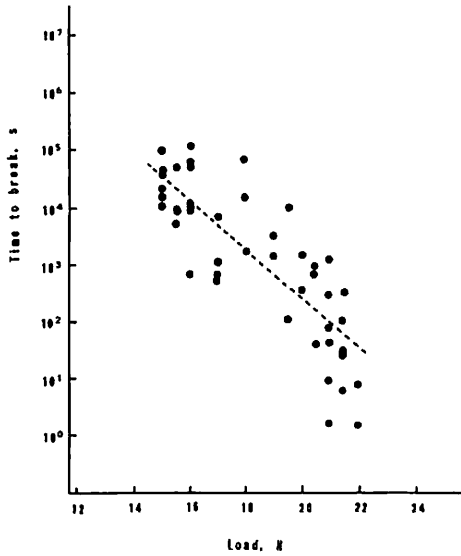


Fig. 1 Creep failure graph of the handsheet from beaten hardwood kraft pulp.

それぞれの荷重での破壊時間のバラツキは大変大きい、ポリマーをはじめ他の材料でも同様の現象が見られることから、この大きなバラツキはクリープ破壊の大きな特徴と考えられる。そこでまずこのバラツキがAE発生状況にどのように影響するのかを検討した。Fig. 2は負荷 21.4 N (破壊強度の約 85%)での6回の測定から最小(6.3 s)、最大(374 s)およびそれらの中間(26.7 s)のTbを示す測定例における負荷状態とAEの最大振幅分布の時系列変化である。クリープ全期間におけるクリープ変位は試験開始直後に生じる1次クリープ変位、次いで極くゆっくり生じる2次クリープ変位そして破壊直前に急激に生じる3次クリープ変位から成ることが知られており、時間的には2次クリープ期間が大半を占めるのでその大小がTbの長さを決定する<sup>5)</sup>。

AEすなわち微小破壊の発生状況もこのクリープ変位の変化に対応して、いずれのTb

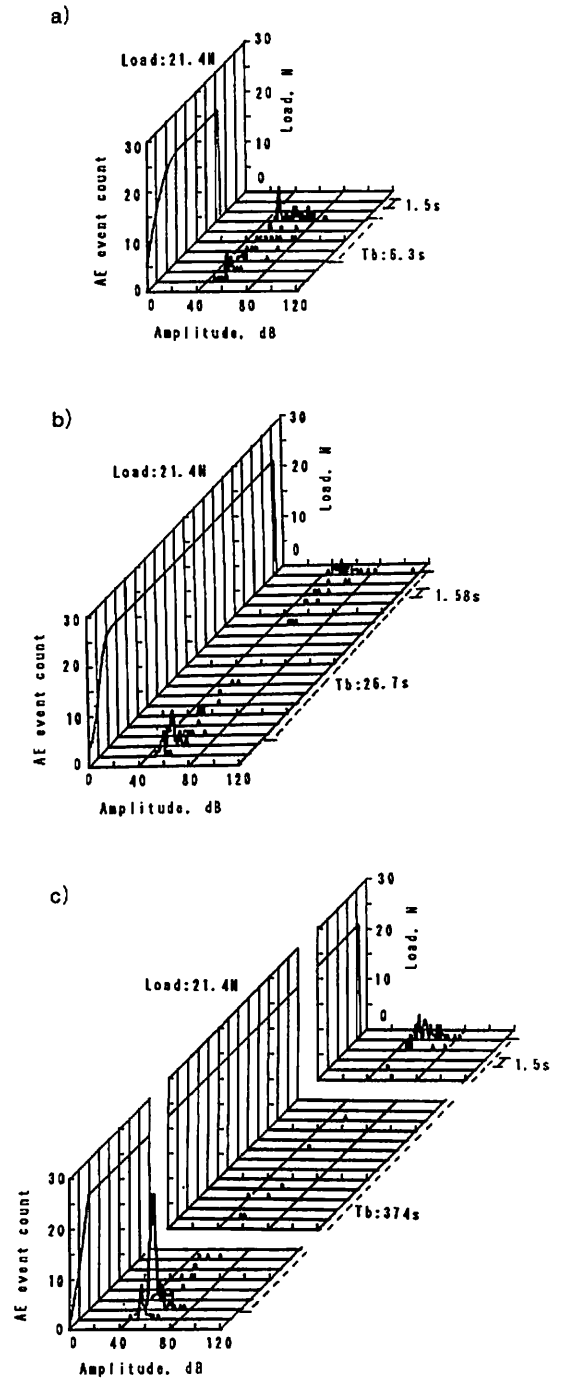


Fig. 2 Change of AE maximum amplitude distribution during the creep failure testing of the handsheet at load of 21.4 N : a) short Tb, b) intermediate Tb, c) long Tb.

の場合も負荷を開始してクリープ荷重に到達した前後および紙の破断直前で生じる AE が多い。まずクリープ荷重到達前後では最大振幅の大半が 70 dB 以下であり、約 70 dB 以上の最大振幅を示す AE が繊維破断に由来すると考えられる<sup>6)</sup>ことから、この時点では繊維間結合の破壊に支配されていると考えられる。一方紙破断直前の最大振幅分布はいずれの Tb でも広く、約 50 dB から 80 dB を越えて分布しており、この時点では繊維間結合破壊に加えて繊維の破断もかなりの割合で混在していると考えられる。一定の荷重で、クリープ破壊時間の大半を占める二次クリープに相当する期間ではいずれの時点でも AE、すなわち微小破壊の生じる頻度は小さくまた生じた AE の最大振幅はいずれもほぼ 60 dB 以下と小さいことから、この間では主として比較的弱い繊維間結合の破壊が散發していると考えられる。この負荷状態が一定の 2 次クリープ期間中での振幅分布は、Tb の長さにかかわらずほぼ同じであるが、Tb が長いほど AE すなわち微小破壊の時間あたりの発生頻度は減少する。なお Tb が 6.3 s と非常に短い場合 1 次クリープに次いですぐに破壊寸前の 3 次クリープが現れるため、明瞭な 2 次クリープ期間の確認は困難になる。

一定のクリープ荷重、同じく 21.4 N (破壊強度の約 85%) で全クリープ期間に生じた全ての AE についての最大振幅分布の測定例を Fig. 3 に示す。同じ荷重における 6 回の測定であるが、クリープ期間中に生じた分布形状は一定でなく、Tb との関係も明瞭でないが、Tb が長い程比較的弱い繊維間結合の破壊に由来する振幅 60 dB 以下の分布が大きくなる傾向が認められる。しかし荷重によってはこ

の傾向が認められない場合もある。なお、最も長い Tb 374 s の場合 40 dB 付近に小さな分布が認められるが、このような振幅の小さい AE は単純引張試験でも認められず<sup>6)</sup>、長時間のクリープ破壊試験でのみ見られることから、これは長時間測定中の雑音に基づく分布と考えられる。

2 桁以上の差のある Tb のバラツキに比べると、全クリープ期間に生じた累積 AE 事象数 (Fig. 3 に示す最大振幅分布曲線下の面積

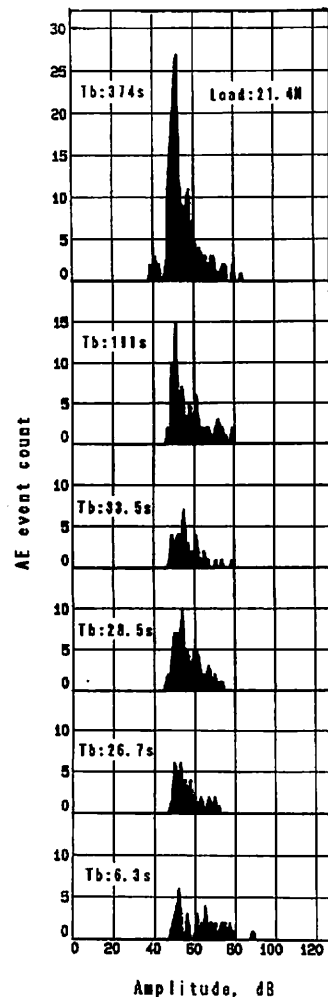


Fig. 3 Maximum amplitude distributions of the AEs that occurred during creep failure testing of the handsheet at creep load of 21.4 N.

に相当)のバラツキは小さい。概略ではあるが発生 AE 総数が少ないほど Tb は短い傾向があり、これは想像であるが微小破壊とくに繊維間結合破壊数が少なくてもそれらが位置的に偏って生じると総じて Tb が短くなると考えられる。また Fig. 2 における Tb 374 s の例が示すようにクリープ破壊試験開始前後、すなわち最大負荷開始時点近傍での AE 発生が多くかつそこでの最大振幅分布が 60 dB、さらには 70 dB 以上にまで広いと Tb が長くなる傾向も認められる。一方 Fig. 2 における Tb 6.3 s の例が示すように Tb が短くなると、最大負荷開始時点での AE すなわちクリープ破壊試験開始時点での微小破壊の発生状況は

その前後のそれとあまり変わらず比較的少ない。またそこで発生した AE の最大振幅は 60 dB 以下であり、比較的弱い繊維間結合の破壊に限定される。

### 3.2 最大振幅分布に及ぼすクリープ荷重の影響

既に述べたように Tb の対数と荷重の間は一つの直線関係と考えられることから、本研究のクリープ荷重範囲では同じ機構でクリープ破壊が生じていると見なすことができる。そこで Tb はほぼ同じで、異なる荷重での全クリープ期間を通じた AE の最大振幅分布を Fig. 4 において比較した。長時間及び比較的

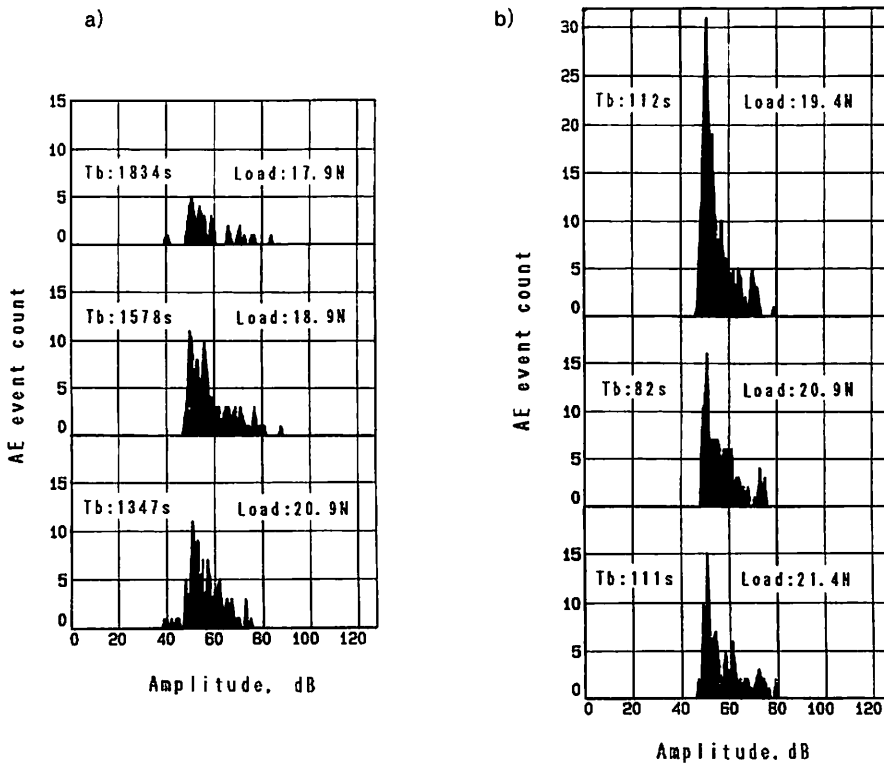


Fig. 4 Maximum amplitude distributions of the AEs that occurred during creep failure testing of the handsheet at three level of load : a) long Tb, b) short Tb.

短時間のいずれの  $T_b$  においても、分布に与える荷重の明かな影響は認められないことから、やはりいずれも同じ機構でクリープ破壊が生じていると考えられる。すなわち比較的低荷重の試験でも繊維間結合破壊に加え、主として紙破断直前で生じる繊維の破断が相当程度含まれており、これが紙破断を制御すると考えれば Guthrie ら<sup>3)</sup> の言う様に低荷重—長時間型の破壊は繊維破断型になるのかもしれない。

一般に繰り返し負荷による応力履歴がある場合、以前に加えられた最大応力に達するまでほとんど AE が発生しないことがカイザー効果として知られている。紙においても、破断寸前を除いてこの効果が認められている<sup>7)</sup>。

繰り返し負荷ではないが最大応力を保持したクリープ過程、特に比較的低荷重での 2 次クリープ過程では期間中ほとんど AE が生じないことも想像されたが、引張破壊強度に相当する荷重の約 60% の負荷によるクリープでも、発生頻度は小さいものより高負荷時のクリープと同様に AE が生じた。このことはカイザー効果が繰り返し負荷過程でのみ有効であることを示している。

紙のような繊維が集合した構造の材料の引張試験では、最大破壊荷重に至るかなり以前から微小破壊として主に繊維間結合の破壊が生じているが<sup>6) 7)</sup>、クリープ破壊試験でも全クリープ期間を通じて繊維間結合破壊を中心とする微小破壊が生じ続けていることが窺える。

### 3.3 引張試験時に生じる AE との比較

紙の引張変形過程における AE 最大振幅分布と変形・破壊機構との関係は既にかなり詳

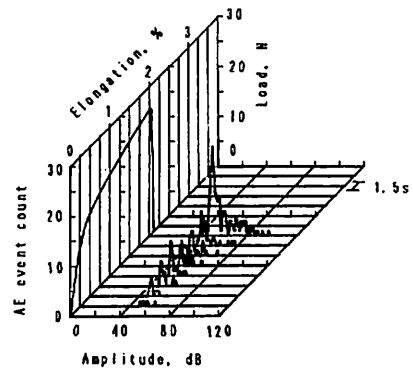


Fig. 5 Change of AE maximum amplitude distribution during the tensile testing of the handsheet.

しく検討された<sup>6) 7)</sup>。Fig. 5 は本研究で用いた試料での引張試験における AE の最大振幅分布の時系列変化を示す。引張変形約 1% に相当する塑性変形域半ば(破壊荷重の約 80%)までは、いずれの AE もその最大振幅は 60 dB 以下であり、比較的弱い繊維間結合の破壊によると考えられる。さらに変形が進むと振幅 60 dB 以上の比較的強い繊維間結合の破壊も混じるようになり、最大荷重に近づく(最大荷重の約 90%) とさらに振幅 70 dB 以上の AE も生じるようになるが、これは既に述べたように繊維破断に由来すると考えられている。引張変形の進行に伴うこのような最大振幅分布の変化は前報<sup>6)</sup> とほぼ同じである。

二つのクリープ荷重レベルでのクリープ破壊試験中に生じる AE と同じ荷重に至るまでの引張試験中に生じる AE の最大振幅分布を比較したのが Fig. 6 である。引張強度に相当する荷重の約 63、82% に当たる、15.1 N および 20.9 N のいずれの荷重レベルでもその差異は明瞭である。すなわち、引張試験下では分布は 50 dB から 60 dB の狭い範囲であり、いずれの微小破壊も比較的弱い繊維間結合の破壊に由来すると考えられる。一方クリープ

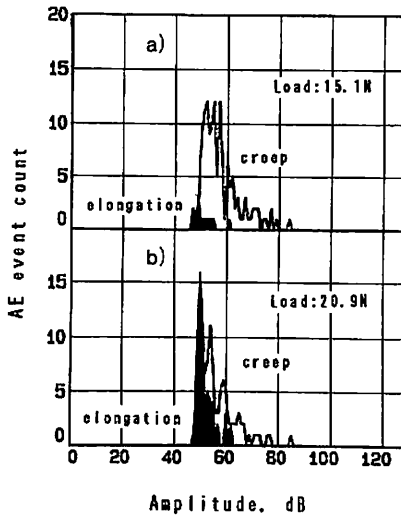


Fig. 6 Maximum amplitude distributions of the AEs that occurred during creep failure testing and those during tensile testing up to the corresponding load, a) load : 15.1N, b) load : 20.9 N.

試験下ではこの範囲の微小破壊の分布が多いものの、さらに 80 dB 以上に及ぶ高振幅側にも分布が広がり、微小破壊として比較的強い繊維間結合の破壊や繊維の破断も併せ生じていることがわかる。

#### 4. 結 言

クリープ荷重の多少、Tb の大小にかかわらずクリープ全期間を通じて紙中に生じる微小破壊は繊維間結合破壊が中心であり、それに加えて紙破断直前を中心に繊維破断も生じる。

最大荷重が同じでもそれが一定のクリープ試験とそれに至るプロセスである引張試験では生じる AE に明らかに差異があり、前者で見られる繊維破断に基づく高振幅の AE は後者では全く認められない。Tb の長さの変化に直接結びつく微小破壊の要因は見い出せなかった。

#### 謝 辞

AE 装置の使用を快諾して頂いた京都大学大学院農学研究科林産加工工学研究室に深く感謝します。

#### <文 献>

- 1) Kolseth, P. and De Ruvo A. "Handbook of Physical and Mechanical Testing of Paper & Paperboard" p.278 (1983)
- 2) 川端季雄 材料 20, 444 (1971)
- 3) Guthrie, J. L. and Fulmer, G. E., Tappi, 52 : 2181 (1969)
- 4) 山内龍男、包装学会誌、12(1)49 (2003)
- 5) 松井文雄、山内龍男、村上浩二、今村力造 紙パ技協誌、33(5), 52 (1979)
- 6) Yamauchi, T., Okumura, S. and Noguchi, M., J. Pulp Paper Sci. 16(2) J44 (1990)
- 7) Yamauchi, T., Okumura, S. and Murakami, K., J. Pulp Paper Sci. 15(1) J23 (1989)

(原稿受付 2002 年 12 月 9 日)

(審査受理 2004 年 1 月 7 日)