

ポリカーボネートの破壊試験条件および き裂伝ば速度と破面模様の関係

瀧本 昭夫*・藤井 敏男*

Relationships among Fracture Testing Condition, Crack Velocity and Fracture Surface Marks in a Polycarbonate Resin

Akio TAKIMOTO and Toshio FUJII

Abstract

We have reported that brittle fracture strength and crack propagation velocity change with a specimen design, a fracture type, a loading location and so on in a plastic sheet specimen of unsaturated polyester (UP) or polymethyl methacrylate (PMMA) resin. It is also reported that the both-ends-closed mark (BECM) like an ellipse and the one-end-opened mark (OEOM) like a parabola or a hyperbola are observed on a fracture surface of the specimens, and their shape, size, total number of the marks change with fracture strength and crack velocity.

Here, crack velocity and fracture surface marks of a polycarbonate (PC) resin were measured in a tension and a dynamic bend tests at room temperature. The crack velocity of tensile test was about 450 m/s in maximum, and the crack branching phenomena appeared which caused roughening of the fracture surface. On this surface, there were many bands and striations without any marks of BECM and OEOM. As the crack propagated, the crack velocity decreased to 250m/s~150m/s where the fracture surface marks of BECM and OEOM appeared. The result of the dynamic bend test performed at about -196°C was also reported in which BECM and OEOM marks were observed. The variations of those phenomena are discussed in detail.

1. 緒言

筆者らは、これまで不飽和ポリエステル(Unsaturated Polyester, UP と略す)樹脂やメタクリル(Polymethyl Methacrylate, PMMA と略す)樹脂を用いて、試験片形状、破壊様式、負荷様式などによる破壊強度、き裂伝ば速度および破面模様などの変化を報告^{(1)~(10)}してきた。その中で、UP や PMMA の破面に生成される近似だ円状などの両端閉そく模様 (Both ends closed mark, BECM と略す) や放物線状などの一端開放模様 (One end opened mark, OEOM と略す) の形状、大きさ、模様密度などは破壊強度やき裂伝ば速度の変

化と関係⁽¹¹⁾があることを示した。

最近、金属材料に代わってさまざまな新素材としてエンジニアリング・プラスチックの使用が多くなってきている。中でも衝撃性に優れ、延性に富むポリカーボネート (Polycarbonate, PC と略す) は、従来の熱可塑性樹脂に比べ高い機械的特性を持っているため広範囲にわたって実用的な材料として注目を浴びている。PC の平滑試験片は静的な引張試験において延性破壊挙動を示すが、鋭い一次き裂をもつ場合常温下でも脆性破壊を起すことが知られている。ここでは、UP や PMMA と同様に引張試験ならびに衝撃試験を行い PC のき裂伝ば速度変化を測定するとともに、PC の破面観察を行った。その結果、UP や PMMA で観察されていた BECM や OEOM が特定条件では、PC でも観察されることがわかった。本報では、PC の破面が試験条

*生産機械工学科

件およびき裂伝ば速度によりどのように変化するか検討した。

2. 実験方法

使用した材料は市販の5 mm厚, ポリカーボネート板材で, 試験片形状は Fig. 1 に示すようにゲージ部寸法260mm(長)×240mm(幅)とし, 中央に一次き裂半長 $C_{01} \approx 20\text{mm}$ および50mmの鋭いき裂を持つ大型引張試験片と Fig. 2 および Fig. 3 に示す400mm(長)×90mm(高)で下端中央部に一次き裂半長 $C_{01} \approx 5\text{mm}$ の Type I および類似の Type II の2種類の三点曲げ衝撃試験片である。

試験片は板から所望の形状に切り出し, 端面をエメリーパーで研磨した後, 薄刃の Jig saw で一次き裂を導入し, その先端にカッターの刃を押しあて衝撃を加えて鋭いき裂を導入した。成形後にひずみ取り焼鈍 (95°C, 約5時間加熱保持した後徐冷) を行ったものと, 上記焼鈍をしないものをそれぞれ準備し, 実験

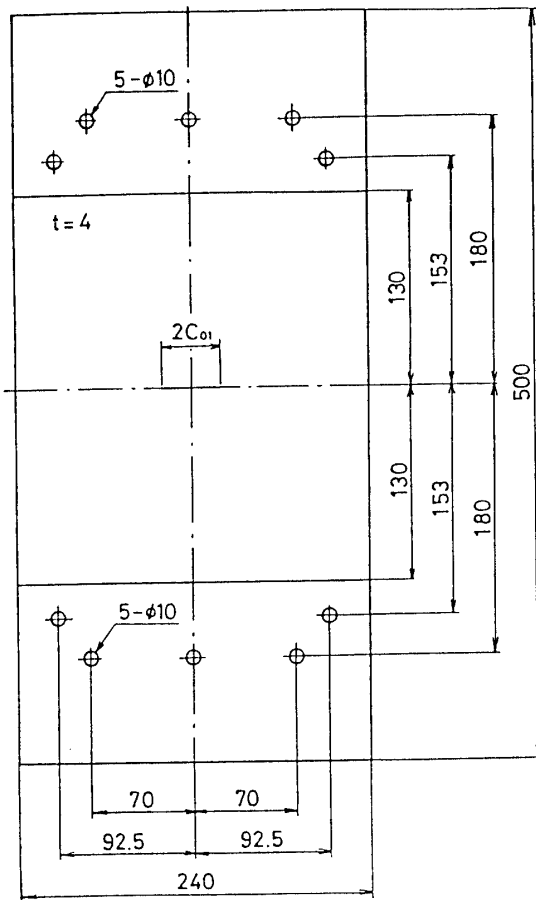


Fig. 1 Tensile specimen design having a central crack.

に供した。

引張試験は49kN容量の引張試験機 (IS-5000) を用い, クロスヘッド速度500mm/min, 温度 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ の下で行った。また, 三点曲げ衝撃試験は下端を支点先端半径5 mm, 支点間距離 (Type I では356mm, Type II では196mm) で自由支持し, 上端中央部に先端半径5 mmの端子により曲げ負荷を加えた。その際, 試験片に与える衝撃エネルギー $mV_n^2/2$ を Type I では15.0 J, Type II では3.62J と一定にして, 衝撃速度 V_n は引張試験機の最大速度 $V_{n0} = 500\text{mm/min}$ を基準にして, $100V_{n0}, 200V_{n0}, 300V_{n0}, 400V_{n0}, 700V_{n0}$ と変化させた。この衝撃試験では, $20 \pm 2^\circ\text{C}$ での室温試験に加えて, PCの低温における破壊挙動を調べるため試験片を液体窒素 (-196°C) で十分冷却したのち, 室温に取り出した直後, 衝撃破壊させる試験も行った。

一次き裂伝ば速度測定は試験片表面にき裂伝ば予想経路と直角に塗布した銀ペイント細線をき裂が切断することによる電気信号を速度ゲージ法^{(12),(13)}で求めた。これには, デジタル・ストレージ・オシロスコープ (最高100Mサンプル/sまで測定可能) にその波形を保存し解析する手段を用いた。また, 破面は光学顕微鏡を用いて観察し必要に応じて写真撮影を行った。

3. 結果および検討

3.1 引張試験によるき裂伝ば速度と破面模様変化
中央に一次き裂長さ $C_{01} \approx 20.04\text{mm}, 50.05\text{mm}$ を持

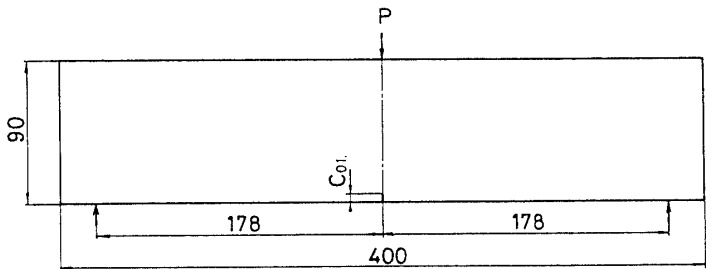


Fig. 2 Dynamic bend test specimen (Type I).

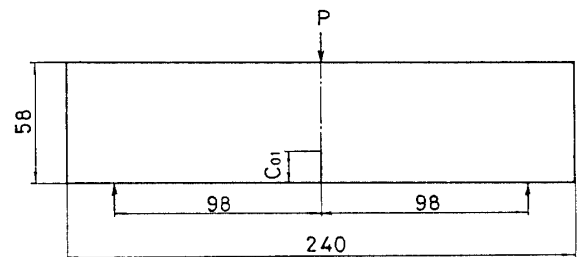


Fig. 3 Dynamic bend test specimen (Type II).

つ大型引張試験片の相対き裂伝ば距離 C_1/C_{01} によるき裂伝ば速度変化をそれぞれ Fig. 4 および Fig. 5 に示した。これら試験片の破壊強度はそれぞれ 9.6MPa および 4.7MPa であった。き裂は左右に伝ばするため各々を 1 チャンネル, 2 チャンネル (ch. 1, ch. 2) と区別し, き裂が銀ペイント線を切断していく平均速度を \circ , \triangle 印として示した。左右に伝ばし始めたき裂は急激に加速されて, 数 μs の短い時間でき裂伝ば距離 $\Delta C_1 = C_1 - C_{01} \approx 3 \text{ mm}$ のところ, すなわち, 相対き裂伝ば距離が $C_{01} = 20.04\text{mm}$ で $C_1/C_{01} = 1.15$, また, $C_{01} = 50.05 \text{ mm}$ で $C_1/C_{01} = 1.06$ に達した時その速度は約 450m/s に上昇している。この相対き裂伝ば距離付近の破面を観察すると Photo. 1 のような多くの縞模様 [striation⁽¹⁴⁾] が現れ始める。その後, き裂伝ば速度

はそれぞれ多少の速度変動を伴いながら緩やかに上昇する。このような速度上昇に伴って, Photo. 1 に示した縞模様の所々に Photo. 2 のような模様が多く現れる。これはガラス状高分子の破壊において, き裂がある限界速度に達したときにき裂前方に生じるクレーズ層の分離により, き裂が分岐した痕跡の模様と同じような模様である。したがって, PC の室温における引張試験でのき裂の限界速度は 450m/s から 500m/s であると考えられる。き裂が約試験片半幅まで伝ばしたところ ($C_{01} = 20.04\text{mm}$ では $C_1/C_{01} = 3.5$, $C_{01} = 50.05\text{mm}$ では $C_1/C_{01} = 1.5$ 近傍) より速度変動の割合が大きくなってきている。またそれらの破面は, Photo. 2 で示した模様に覆い尽されかなり荒れている。このような破面を形成する時のき裂伝ば速度は, 変化・変動が激しくその割合は破壊強度の大きいほど大きいことがわかる。

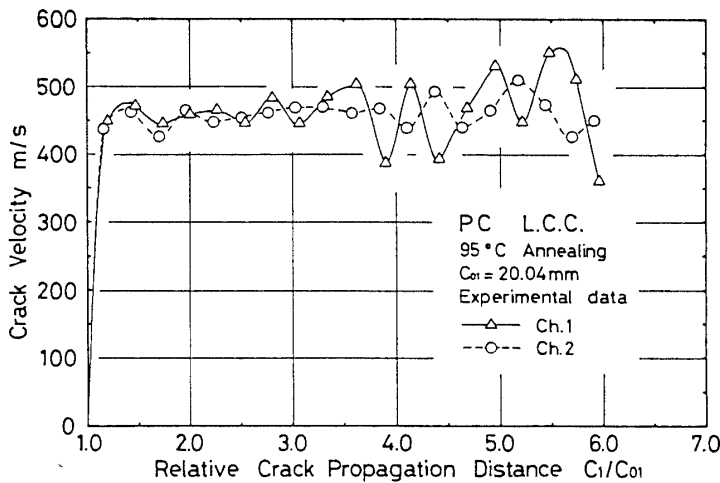


Fig. 4 Crack velocity change with respect to C_1/C_{01} for tension test ($C_{01} = 20.04\text{mm}$).

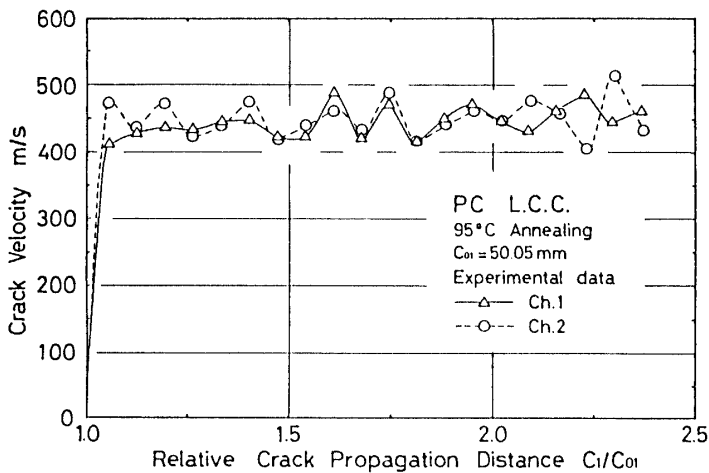


Fig. 5 Crack velocity change with respect to C_1/C_{01} for tension test ($C_{01} = 50.05\text{mm}$).

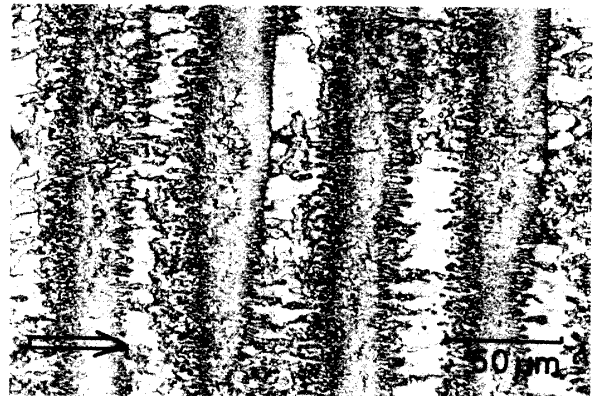


Photo. 1 Fracture surface formed at room temperature, showing striations where crack velocity was about 400m/s.



Photo. 2 Fracture surface formed at room temperature, showing craze detachments where crack velocity was above 450m/s.

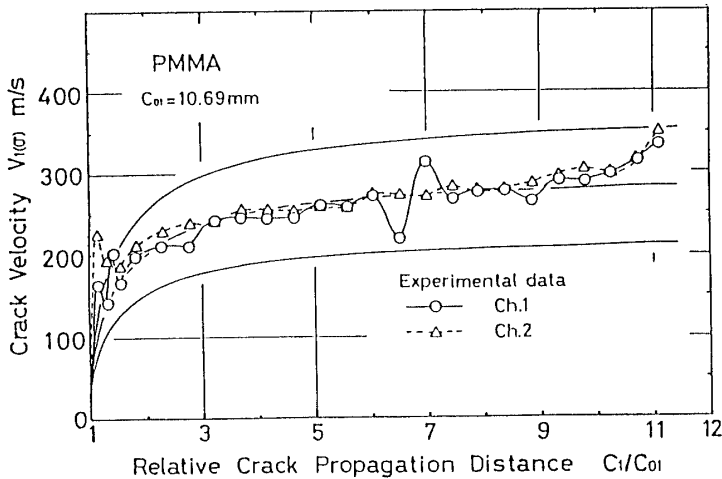


Fig. 6 Crack velocity change with respect to C_1/C_{01} for tension test ($C_{01}=10.69\text{mm}$, PMMA, constant stress condition).

UPやPMMAなどでもき裂伝ば開始直後には大きな加速度を伴って伝ばしているが、PCのように大きな加速度ではなかった。参考までに、Fig. 6にPCと同じ熱可塑性樹脂であるPMMA試験片、 $C_{01}=10.69\text{mm}$ の結果を示した。図のように、き裂が約 $C_1=32\text{mm}$ 、 $C_1/C_{01}=4.00$ に成長したとき、き裂伝ば速度は約 270m/s に達し変化・変動を伴いながら緩やかに上昇している。UPやPMMAでは、き裂伝ば速度をBerryの定応力解を用いて実線のように近似することができたが、PC場合では、き裂伝ば開始直後非常に大きな加速度を伴って伝ばするためこれらの理論解では近似することができなかった。Berryの理論で考えられているき裂先端は、非常に鋭いものでその曲率半径は零に近くなければならないが、UPやPMMAと同様な方法でPCにも導入されたき裂の先端は、延性が大きいためかそれらに比べてかなり鈍いと考えられ、そのためBerryの理論解の直接的な適用ができなかった。

3.2 衝撃試験におけるき裂伝ば速度と破面模様の変化

3.2.1 試験速度による影響

Type Iの試験片を用いて3点曲げ衝撃試験を行い、その衝撃試験速度による影響について調べた。衝撃試験速度は、 $200V_{ho}$ 、 $400V_{ho}$ 、 $700V_{ho}$ とし、試験片は焼鈍を施したものをを用いた。ここでは、 $200V_{ho}$ および $700V_{ho}$ の結果を次に示した。Fig. 7およびFig. 8は、試験速度をそれぞれ $200V_{ho}$ 、 $700V_{ho}$ としたときの相対き裂伝ば距離によるき裂伝ば速度変化を示したものである。

試験速度によらず、き裂伝ば速度は大きな加速度を

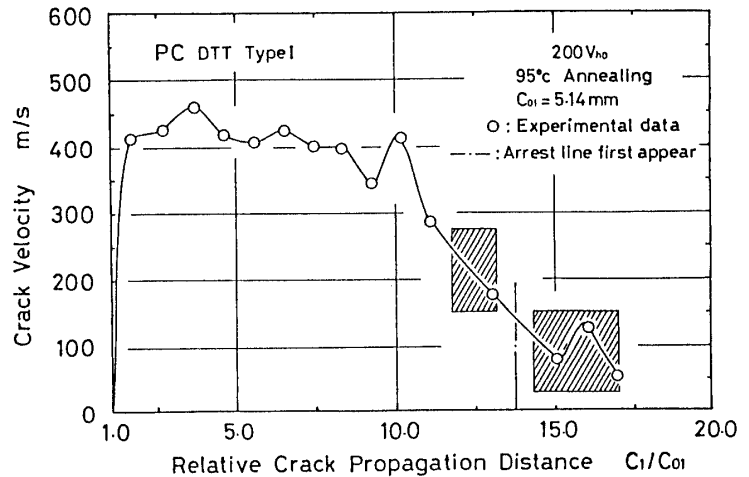


Fig. 7 Crack velocity change with respect to C_1/C_{01} for dynamic bend test (Type I, $200V_{ho}$, 95°C annealing).

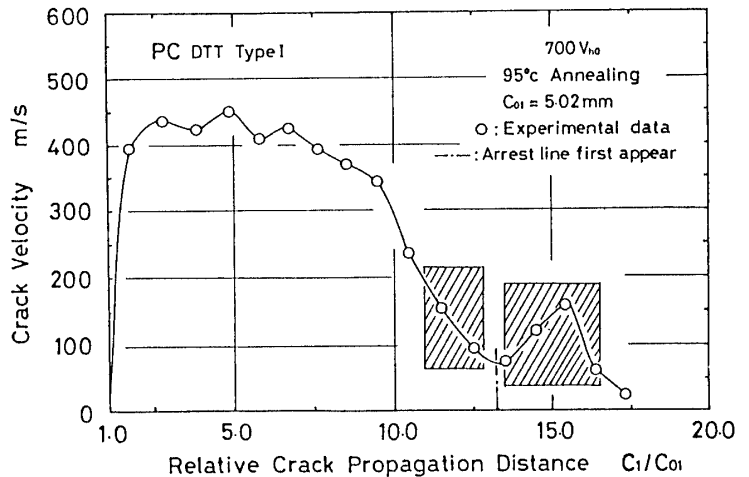


Fig. 8 Crack velocity change with respect to C_1/C_{01} for dynamic bend test (Type I, $700V_{ho}$, 95°C annealing).

伴って約 400m/s に達し、相対き裂伝ば距離 $C_1/C_{01}=4\sim 5$ 付近で最大速度約 450m/s に上昇する。また、この伝ば距離近傍で観察された破面模様もあまり大きな違いがなかった。Photo. 3は試験速度 $700V_{ho}$ での大きな加速度を伴って伝ばし始めたき裂先端近傍 $C_1/C_{01}=1.1$ の破面を示している。この破面は、鏡面状態から縞状模様への遷移状態と考えられる。き裂伝ば速度が最大に達する前、($C_1/C_{01}=2.5$)では、引張試験で示したPhoto. 1のような縞状模様が現れ、さらに、き裂速度が増加し最大速度に達するところ($C_1/C_{01}=4.2$)では、Photo. 2と同様なき裂分岐の痕跡を示す模様が観察される。その後、 $C_1/C_{01}=10.0$ 近傍よりき裂伝ば速度は、

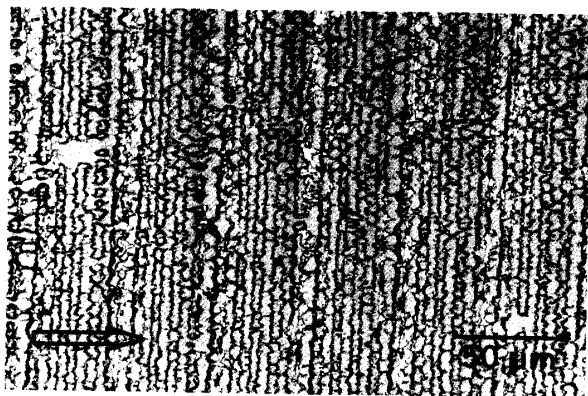


Photo. 3 Fracture surface formed at dynamic bend test ($700V_{ho}$, 95°C annealing, $C_1/C_{01}=1.1$).

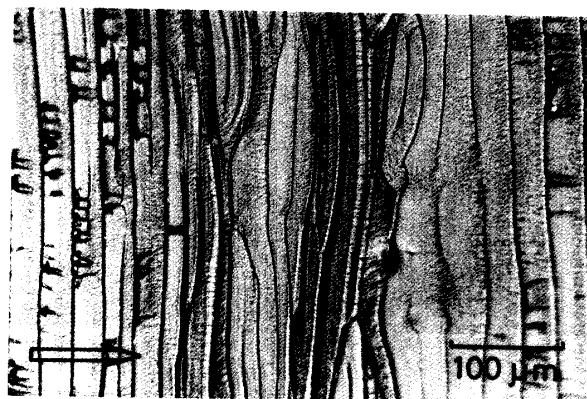


Photo. 5 Fracture surface formed at dynamic bend test, showing the arrest lines ($700V_{ho}$, 95°C annealing, $C_1/C_{01}=13.3$).

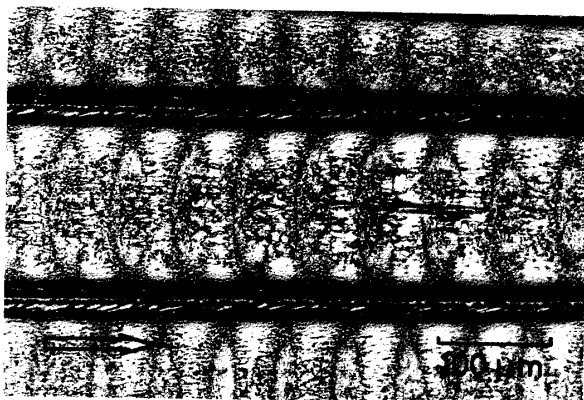


Photo. 4 Fracture surface formed at dynamic bend test ($200V_{ho}$, 95°C annealing, $C_1/C_{01}=9.1$).

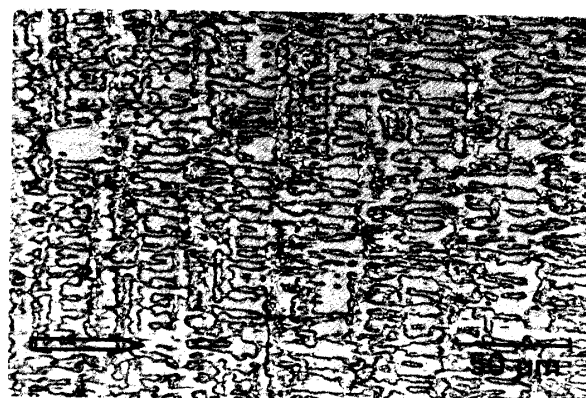


Photo. 6 Fracture surface formed at dynamic bend test ($700V_{ho}$, 95°C annealing, $C_1/C_{01}=10.5$).

約350m/sから100m/s以下へ急激に減速していく。

減速過程に移行し始めると、試験速度の違いによりき裂伝ば速度の変化量が異なるため破面模様変化にもその影響が現れる。緩やかな減速域で比較した場合、試験速度大きい $700V_{ho}$ の方が減速傾向が大きく、 $200V_{ho}$ は減速傾向が小さい。そのためか、試験速度が $200V_{ho}$ の破面にはPhoto. 4に示すような縞状模様ではあるが、き裂進行方向と平行にすじ状の線が多く現れている。このすじ状の線は、 $400V_{ho}$ の試験速度でも観察されたが、 $700V_{ho}$ では現れていなかった。また、き裂は急激に減速しその速度が小さくなり零に近づくとPhoto. 5に示すき裂停止線(Arrest line)を観察することができる。Fig 7, 8には、そのArrest lineが最初に現れる位置を一点鎖線を用いて示したが、その位置は、 $200V_{ho}$ では $C_1/C_{01}=14.0$ であるのに対して、 $700V_{ho}$ では $C_1/C_{01}=13.3$ と小さいことから減速の割合は、試験速度が大きいほど大きいと考えられる。

基本的には、破面模様の変化は試験速度による影響で生じるき裂伝ば速度変化に大きく依存していると思われる。したがって、き裂伝ば速度が、350m/sから250m/sに急激に減速するときに現れているPhoto. 6のような模様は、 $700V_{ho}$ では $C_1/C_{01}=10.0$ 近傍で、 $200V_{ho}$ では $C_1/C_{01}=11.0$ 近傍から観察できる。また、き裂速度が250m/sから150m/sに低下してArrest lineが現れる以前には、破面が鏡面状態になる。Fig 7, 8にハッチングを施してその部分を明確に示している。当然、この鏡面状態は減速の急激な方ほど早い位置に現れ、 $700V_{ho}$ の $C_1/C_{01}=10.9$ は $200V_{ho}$ の $C_1/C_{01}=11.6$ に比べ小さい。ところが、その鏡面状態の面積は、 $700V_{ho}$ で 47.7mm^2 あるが、 $200V_{ho}$ では 38.6mm^2 と小さくなる。この鏡面状態はき裂伝ば速度が250m/sから150m/sになると現れているので、この付近の減速の割合は、逆に $700V_{ho}$ の方が $200V_{ho}$ に比べて小さくなっていると考えられる。また、そのような鏡面状態の破面にはUP

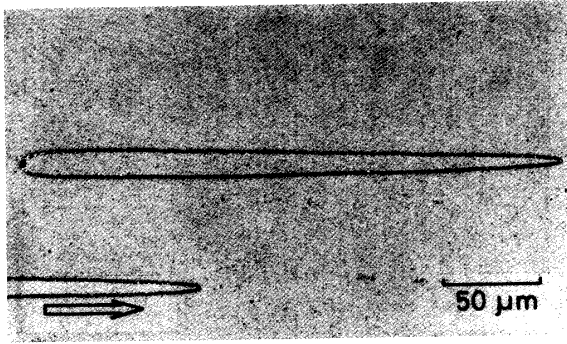


Photo. 7 BECM formed at dynamic bend test.

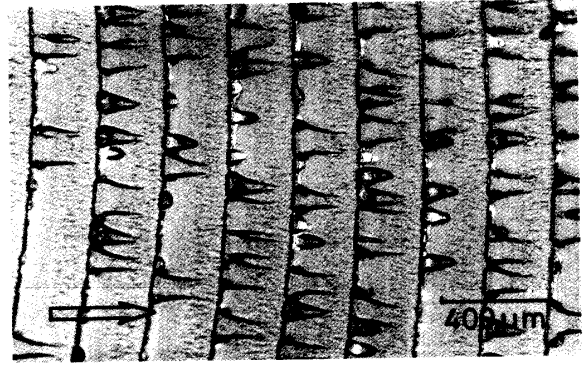


Photo. 9 Fracture surface formed at dynamic bend test ($700V_{ho}$, $95^{\circ}C$ annealing, $C_1/C_{01}=14.2$).

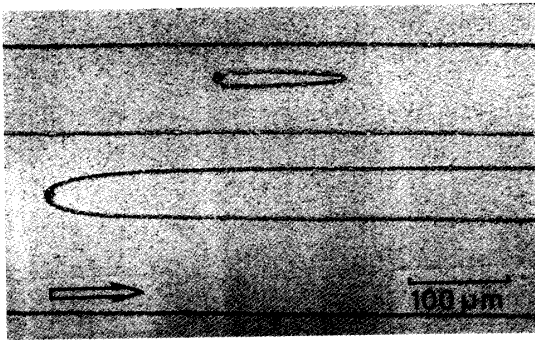


Photo. 8 BECM and OEOM formed at dynamic bend test.

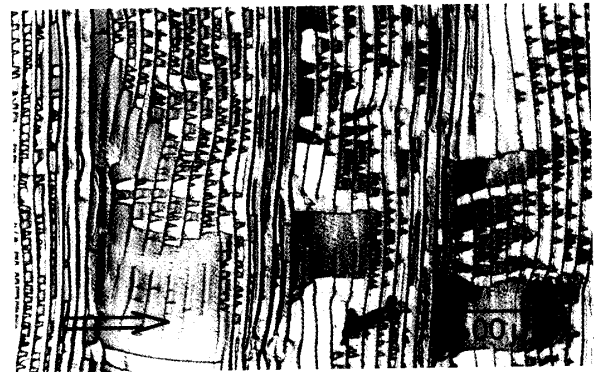


Photo.10 Fracture surface formed at dynamic bend test ($700V_{ho}$, annealing, $C_1/C_{01}=17.4$).

やPMMAに現れていたBECMやOEOMがPCでも観察でき、それらの例を Photo. 7 および Photo. 8 に示した。それら模様の形状は、UPやPMMAに比べてかなり細長い模様であった。

き裂伝ば速度が、 $100m/s$ 以下になると、Photo. 9 に示す模様が現れてくる。その後、き裂伝ば速度はさらに低下し、先に述べた Arrest line が形成された後、再び速度は上昇し鏡面状態になるが、この鏡面状態で観察できるものはBECMがほとんどで、その形状も崩れたものが多く、その後再び Photo. 9 に示された模様を示し破断に至る。試験速度が大きい $700V_{ho}$ の破断点近傍では、Photo.10に示すように多くの Arrest line を形成し破断に至っている。

3.2.2 熱処理による影響

熱処理の影響を調べるため未処理の Type I の試験片を用いて、試験速度 $200V_{ho}$ 、 $400V_{ho}$ および $700V_{ho}$ と変化させて試験を行った。Fig. 9 および Fig. 10はそれぞれ試験速度 $200V_{ho}$ 、 $700V_{ho}$ の相対き裂伝ば距離によるき裂伝ば速度変化を示したものである。Fig. 7 や Fig. 8と同様に最初に現れる Arrest line の位置を一点鎖線で、また、鏡面状態の破面領域をハッチングを施し

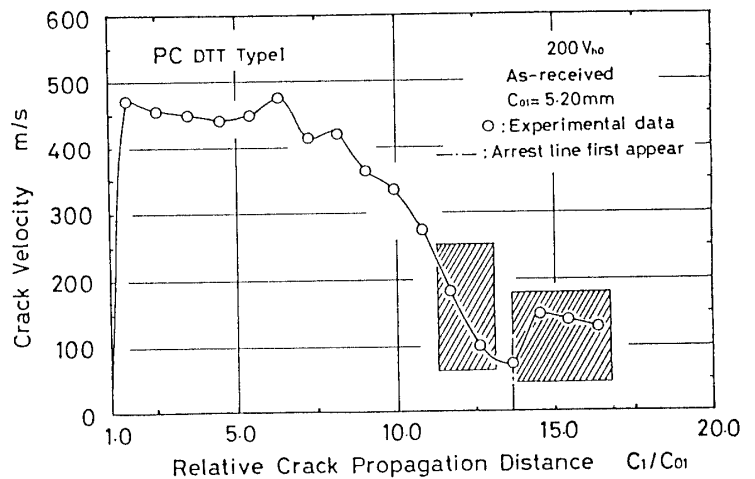


Fig. 9 Crack velocity change with respect to C_1/C_{01} for dynamic bend test (Type I, $200V_{ho}$, as=received).

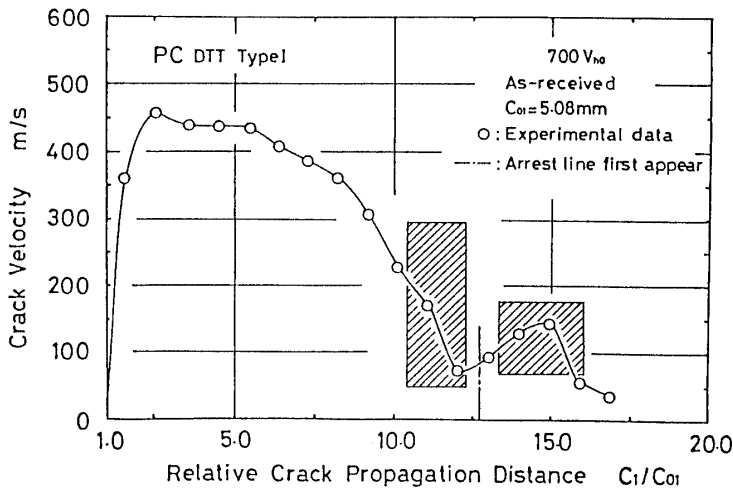


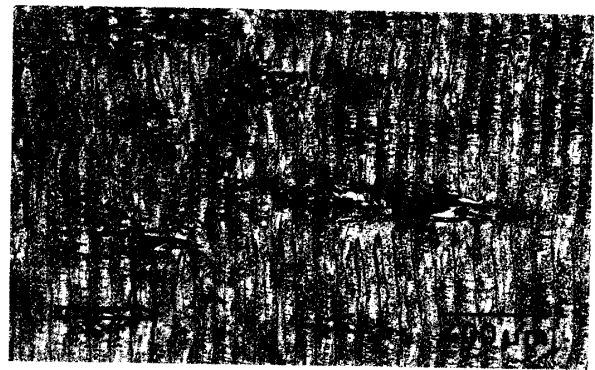
Fig.10 Crack velocity change with respect to C_1/C_{01} for dynamic bend test (Type I, $700 V_{ho}$, as-received).

て示した。

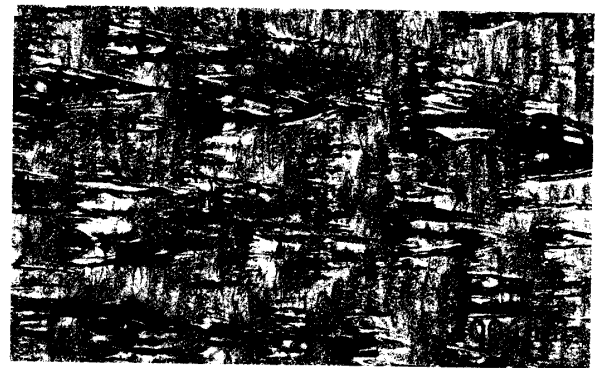
焼鈍を施さなかった試験片でのき裂伝ば速度変化は、それを施したものとほとんど同様な変化を示していた。き裂伝ば速度に依存していると思われる破面模様変化も速度が最大約450m/sに達した近傍を除くと焼鈍したものと同様破面を呈し、ほぼ同じ位置にBECMやOEMなどが観察できる鏡面状態の破面や Arrest line が現れていた。Photo.11には、熱処理したものと未処理のものとの最大速度近傍における破面の様子を示した。この荒れた破面も拡大してみると Photo. 1や Photo. 2に示したような縞状の破面であり、分岐を起こした痕跡と思われる模様は焼鈍を施すことにより増加しているが、焼鈍によって破壊の抵抗が大きくなり分岐しやすくなったためと考えられる。

3.2.3 試験温度による影響

プラスチックの破壊挙動は温度にかなり大きく依存することはよく知られているが、室温に加え低温でもPCの衝撃試験を行き裂伝ば速度や破面模様の変化についても検討を行った。ここでは、低温雰囲気中で衝撃試験を行うのではなく、試験片を液体窒素中 (-196°C) で十分冷却した後、試験片を取り出した直後室温 ($20 \pm 2^{\circ}\text{C}$) で衝撃試験を行うことにした。冷却された試験片を取り出して試験を行うまでに1分程度の時間を要する。予備試験を行った結果、実際に試験片が破壊するときの試験片内部温度は約 $-100 \sim -70^{\circ}\text{C}$ 程度であると考えられる。焼鈍を施し、速度ゲージを取り付けた試験片を液体窒素の入った容器に入れる都合



(a) as-received



(b) 95°C annealing

Photo.11 Comparison of both fracture surfaces at critical crack velocity.

上 Fig. 3に示した Type IIの試験を用いた、試験片を冷却したものおよび冷却しないものをそれぞれ試験速度 $300 V_{ho}$ で衝撃試験を行い、相対き裂伝ば距離によるき裂伝ば速度の変化を Fig. 11および Fig.12に示した。

き裂伝ば速度は冷却後衝撃試験を行った方がき裂伝ば距離全体にわたって大きく、平均き裂伝ば速度も170 m/sとなり冷却していない試験片の150m/sに比べて大きい。また、最大速度も冷却を行った試験片では約400 m/sであるが、これに対し冷却を行わなかった試験片では350m/sと小さいき裂伝ば速度であった。相対き裂伝ば距離 $C_1/C_{01} = 1.2$ 近傍の冷却試験片の破面および冷却しないものの破面をそれぞれ Photo.12および Photo.13に示した。

冷却を施さなかった試験片の破面 Photo.13は、Type I試験片でき裂伝ば速度350m/sで現れていた Photo. 1と、比較すると Type I試験片のほぼ同じき裂伝ば速度をもつ位置で観察された模様とよく似ている。一方、冷却して衝撃試験を行った場合、き裂伝ば速度は約400m/sであるにもかかわらず、Photo.12に現れるように Photo. 3のような縞状模様が現れる破面とは

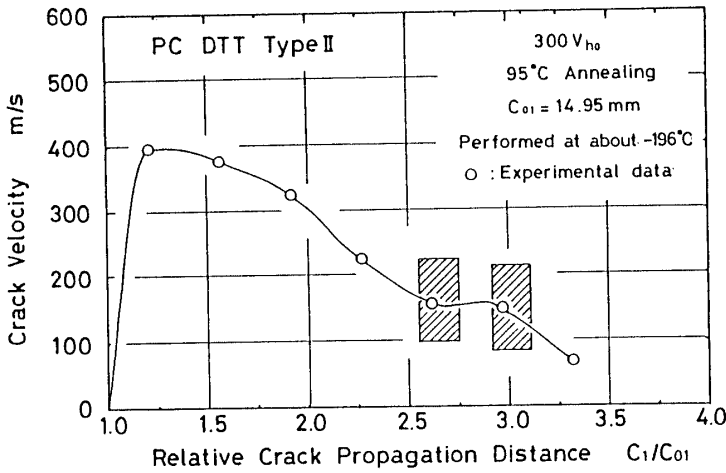


Fig.11 Crack velocity change with respect to C_1/C_{01} for dynamic bend test at about -196°C (Type II, 300V_{ho}, 95°C annealing).

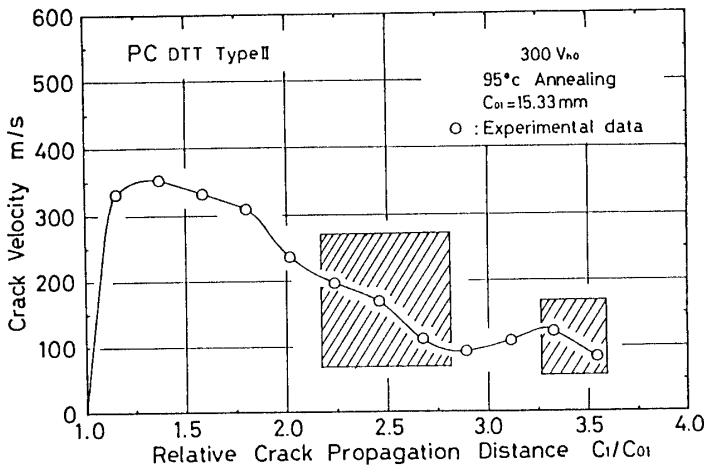


Fig.12 Crack velocity change with respect to C_1/C_{01} for dynamic bend test at room temperature (Type II, 300V_{ho}, 95°C annealing).

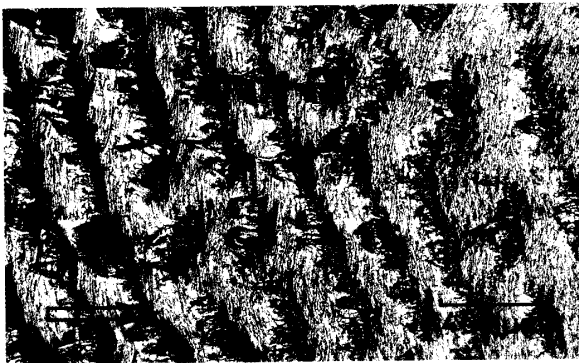


Photo.12 Fracture surface formed at about -196°C ($C_1/C_{01} = 1.1$).

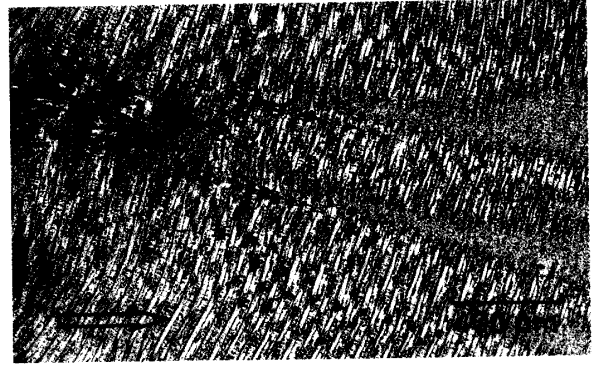


Photo.13 Fracture surface formed at room temperature ($C_1/C_{01} = 1.1$).

様子が異なっていた。しかしながら、この試験片の破面にも冷却していないものに比べると面積は小さいが、鏡面状態の領域が存在し、BECMやOEOMなどが観察できた。このように、き裂伝ば速度が限界速度約400~450m/sになる近傍で現れる模様は、焼鈍の有無によっても、また試験温度を低下させた場合でも変化した。他のき裂速度域においては大きな差はみられなかった。

4. 結言

PCの大型中央引張試験片および衝撃試験片を用い、破壊試験条件によるき裂伝ば速度変化や破面模様の関係を調べた。一次き裂長さ、試験速度、ひずみ取り焼鈍の有無および試験温度のき裂伝ば速度や破面に及ぼす影響を検討し次の結言を得た。

(1) 引張試験において一次き裂半長を $C_{01} = 20\text{mm}$ から 50mm まで変化させた結果、一次き裂半長によらずき裂は急加速し限界速度と考えられるき裂伝ば速度約 450m/s に達する。

(2) また、限界速度に達した後き裂は大きな速度変動を伴って伝ばし、その変動量は一次き裂半長が小さいほど大きい。

(3) 引張試験では縞状模様が破面を占め、速度変動が大きくなるとき裂が分岐したと考えられる痕跡が増加するのでBECMやOEOMの模様は観察されなかった。

(4) 衝撃試験でも試験速度やひずみ取り焼鈍の有無に関係なく引張試験と同様にき裂は限界速度に達し、破面も引張試験で観察された縞状模様が現れていた。

(5) 衝撃試験では、限界速度に達したき裂はやがて減速されて減速過程に応じた模様が現れ、どの試験条件においてもき裂速度が約 250m/s から 150m/s にな

ると鏡面状態の破面が現れ、そこにはBECMやOEOの模様が観察される。

(6) ひずみ取り焼鈍の有無はき裂伝ば速度に大きな影響を示さなかったが、低温による衝撃破壊試験では、き裂伝ば速度が大きくなる。

(7) ひずみ取り焼鈍による限界速度付近の破面は、未処理のものに比べ大変荒れていたが、この付近以外の破面はほとんど焼鈍していないものと同様な破面を呈していた。

(8) 低温における衝撃破壊でも限界速度付近の破面は室温で観察できる縞状模様の破面とは異なっていた。

参考文献

- (1) 瀧本・ほか3名, 機論, 49-443, A(1983), 803.
- (2) 瀧本・吉村, 機論, 52-476, A (1986), 818.

- (3) 瀧本・吉村, 機論, 52-476, A (1986), 801.
 - (4) 瀧本・ほか2名, 機論, 52-476, A(1986), 809.
 - (5) 瀧本・増田, 機論, 53-487, A (1987), 490.
 - (6) 瀧本・ほか2名, 機論, 53-491, A(1987), 1332.
 - (7) 瀧本・吉村, 機論, 53-493, A (1987), 1754.
 - (8) 瀧本・ほか2名, 機論, 54-507, A(1988), 2039.
 - (9) 瀧本・小田, 機論, 55-512, A (1989), 811.
 - (10) 瀧本・ほか3名, 機論, 55-518, A (1989).
 - (11) 瀧本・ほか3名, 山口大学工学部研究報告, 39-2 (1989), 25.
 - (12) Chubb, J. P., and Congleton, J., Int. Conf. Dyn. Crack Propag., (1973), 439.
 - (13) 大谷・小林, 東京大学宇宙航空研究所報告, 17-1, B (1981), 479.
 - (14) Doyle, M. J., J. Mater. Sci. 18, (1983), 687.
- (平成元年10月14日受理)