低 ΔK 領域におけるポリカーボネートの疲労 き裂進展挙動に及ぼす応力比の影響†

白石 哲郎* 曾山 義朗*

Effect of Stress Ratio on Fatigue Crack Propagation Behavior of Polycarbonate at Low Stress Intensity Factor Range Level

by

Tetsuro SHIRAISHI and Yoshiro SOYAMA

(Faculty of Engineering, Ehime University, Matsuyama)

The effects of stress ratio R on fatigue crack propagation rate and fatigue fracture surface appearance of polycarbonate at low stress intensity factor range ΔK level were investigated. Fatigue crack closure behavior of these specimens was also examined. From these experiments, it was found that the dependence of fatigue crack propagation rate on R , which was observed in the relation between crack propagation rate and ΔK , was considerably masked by using the effective stress intensity factor range ΔK_{eff} . But, the effect of R on crack propagation mechanism was observed, and so the data of crack propagation rate at each R were not perfectly well expressed even in terms of ΔK_{eff} .

Discontinuous growth bands (D.G.B.) were observed only when R was negative, and as R was decreased, D.G.B. seemed to be more easily formed. Fatigue crack closure also seemed to contribute to D.G.B. formation. These results suggested that the cyclic compressive stress at the crack tip played an important role for D.G.B. formation. This was considered to be due to the easy initiation of a single craze at the crack tip which was responsible for D.G.B. formation when cyclic tensile and compressive stress existed at the crack tip.

(Received Nov. 17, 1983)

キー・ワード：ポリカーボネート，疲労き裂進展，応力比，き裂閉口，不連続き裂成長面

1 緒 言

高分子材料の疲労き裂進展速度は、金属材料の場合と同様、応力拡大係数幅 ΔK のべき関数として表されることが知られている^{1)~6)}。また、疲労き裂進展機構と密接に関係する疲労破面の研究によると、一般の非晶性高分子材料の場合、高 ΔK 領域ではストライエーション^{7)~9)}、低 ΔK 領域では不連続き裂成長面 (discontinuous growth band, 以下 D.G.B.)^{3)~5)9)10)}、その中間領域ではティアラインなどが観察されている¹¹⁾。しかし、これらの破面形態は種々の因子の影響を受けると言われており、それら因子と破面形態あるいはき裂進展速度との関係を明らかにすることは高分子材料の疲労き裂進展機構を理解するうえで重要と考えられる。著者らは、さらに、非晶性高分子材料の一つであるポリカーボネートの破面形態は高 ΔK 領域では応力比の影響を受けない

けれども、上記中間 ΔK 領域ではその影響を受けることを指摘した⁸⁾。したがって、D.G.B. が現れるような低 ΔK 領域においてはさらに顕著な応力比の影響が予想される。

一方、W. Elber による疲労き裂閉口現象の概念¹²⁾が導入されて以来、疲労き裂進展の諸問題に対する有効応力拡大係数幅 ΔK_{eff} の有用性が多くの金属材料で認められている。高分子材料の場合にもこの概念が適用できるかどうかは高分子材料の疲労き裂進展挙動の本質にかかわる重要な問題であると考えられる。

以上のような観点から、本研究ではポリカーボネートの低 ΔK 領域における疲労き裂進展速度や破面形態に及ぼす応力比の影響を応力比が負の値から正の値にわたって調べ、さらに、疲労き裂開閉口挙動との関係などについて検討した。

2 供試材料および実験方法

実験に用いた材料は市販のポリカーボネート板 (タ

† 原稿受理 昭和58年11月17日

* 正 会 員 愛媛大学工学部 松山市文京町

キロン PC-1600, 板厚 5 mm) である。素材から幅 50 mm, 長さ 180 mm, 厚さ 5 mm の板状試験片を切り出し, 片側中央部に糸のこおよびカッターで約 3 mm の人工き裂を設けた。その後, 140℃, 5 hr の熱処理を施してから実験に供した。熱処理後の降伏応力は 67.6 MPa (引張速度 1 mm/min) であった。

疲労試験には油圧式引張圧縮疲労試験機 (島津サーボベット Lab-5 型) を用い, 応力比 $R = -1, -0.5, 0, 0.1$ および 0.33 のもとで荷重制御の疲労試験を行った。なお, 繰返し速度は 1 Hz, 雰囲気温度は約 20℃ である。疲労き裂進展速度は所定の繰返し数ごとに読み取り顕微鏡でき裂長さを読み取るにより求めた。この場合, 材料が透明であるため, 顕微鏡の焦点位置を試験片内部に合せることにより内部のき裂先端位置を読み取ることができた。

疲労き裂開口応力 σ_{op} の測定にはき裂近傍の試験片表面に貼りつけたひずみゲージによる方法を採用した。¹³⁾ すなわち, き裂面の上方約 1 mm の位置に貼りつけたひずみゲージ (ゲージ長さ 0.2 mm) により検出される変位と荷重を 1 Hz のもとで X-Y レコーダに描かせ, その荷重-変位線図の折れ曲り点から σ_{op} を求めた。き裂開口比 $U (= (\sigma_{max} - \sigma_{op}) / 4\sigma)$ および有効応力拡大係数幅 $\Delta K_{eff} (= U \Delta K)$ の算出は W. Elber の定義に従った。¹²⁾

また, 表面観察および破面観察には光学顕微鏡と走査型電子顕微鏡を用いた。

3 実験結果および考察

3.1 疲労き裂進展速度とき裂開口挙動

Fig. 1 は $R = -1, 0$ および 0.33 における疲労き裂進展速度と ΔK の関係をまとめたものである。 ΔK 値の計算には片側にき裂のある帯板の一樣引張りの式¹⁵⁾を用いた。従来, 高 ΔK 領域では応力比が増すにしたがってき裂進展速度も増加するという報告が多く,¹⁶⁾¹⁷⁾ 著者らも同様の結果を得ている。本実験のような低 ΔK 領域においても, 多少ばらつきはあるが, 全体的な傾向としては上述と同様の応力比依存性を示している。ただ, 高 ΔK 領域の結果と比較すると, $R = 0$ と 0.33 の場合のき裂進展速度の差が小さいようである。なお, いずれの応力比においても指数法則が成立し, また, 線図上には折れ曲りが見られる。折れ曲り点の現れるき裂進展速度は $R = -1$ のときに約 2×10^{-4} mm/c, $R = 0$ および 0.33 のときに約 5×10^{-5} mm/c であった。また, 折れ曲り点より高 ΔK 側での直線のこう配は約 3 となった。

Fig. 1. Relation between fatigue crack propagation rate and stress intensity factor range.

Fig. 2. Effects of stress ratio and stress intensity factor range on fatigue crack opening ratio.

Fig. 2 は本実験で得られたき裂開口比 U と ΔK の関係を示したものである。W. Elber はアルミニウム合金の実験結果に基づいて, $-0.1 < R < 0.7$ の範囲内では U は ΔK に依存せず R のみの関数となることを報告している。¹²⁾ しかし, その後の多くの金属材料についての実験結果によると, 例えば菊川らは U の K_{max} 依存性を示しており,¹⁴⁾ K_{max} あるいは ΔK の増加とともに U も増大するという報告が多い。ポリカーボネートについての本測定結果を見ると, $R = 0$ および -1 のときの U 値は ΔK の増加とともに大きくなっており, 傾向としては一般の金属材料と同様であることがわかった。

Fig. 2 の結果を用いて ΔK を ΔK_{eff} に換算すると, Fig. 3 のようなき裂進展速度と ΔK_{eff} の関係が得られる。金属材料では多くの場合, 種々の応力比のもとで得られた疲労き裂進展速度のデータは ΔK_{eff} によってうまく整理できることが認められている。¹²⁾¹⁴⁾ ポリカーボネートについても, Fig. 3 のように ΔK_{eff} を用いることによって疲労き裂進展速度のデータが狭い帯上にほぼ整理できる。このことから, この材料の疲労き裂進

*1 試験片内部をも含めた測定法には例えば菊川らによる除荷コンプライアンス法¹⁴⁾があるが, 本実験条件下では測定が困難であったので本方法を用いた。今後, 内部のき裂開口挙動を検討する必要があると考えている。

Fig. 3. Relation between fatigue crack propagation rate and effective stress intensity factor range.

展挙動も金属材料と同じようにき裂開閉挙動に強く支配されていることがわかる。しかし、Fig. 3 を詳細に見ると、き裂進展速度が $5 \sim 7 \times 10^{-5} \text{ mm/c}$ あたりを境として、それ以上では $R=-1$ のデータが若干低 ΔK_{eff} 側に、また、それ以下では $R=0.33$ のデータが若干高 ΔK_{eff} 側にずれる傾向を示している。この原因については後で考察する。

3・2 破面形態と疲労き裂進展速度

破面観察によると、 $R \leq 0$ の場合、試験片内部の広範囲にわたって明りょうな D. G. B. が観察された。Fig. 4 (a), (b) はその一例である。このようなしま模様はき裂進展速度がある値以下の領域で見られ、それ以上の領域では多数のティアラインが観察された。この限界のき裂進展速度 $(da/dN)_{\text{D.G.B.}}$ と R との関係を示すと Fig. 5 のようになる。 R が -1 , -0.5 , 0 と大きくなるにしたがって $(da/dN)_{\text{D.G.B.}}$ は低下し、 $R > 0$ の場合には本実験の範囲内では明りょうな D. G. B. は観察されず、Fig. 4 (c) のようなティアラインが多く見られた。 $(da/dN)_{\text{D.G.B.}}$ の値は $R=-1$ のときに約 $4 \times 10^{-4} \text{ mm/c}$, $R=0$ のときに約 $7 \times 10^{-5} \text{ mm/c}$ となり、これらは Fig. 1 における折れ曲り点とほぼ対応する。このことから折れ曲りがき裂進展機構の違いによるも

Fig. 5. Effect of stress ratio on $(da/dN)_{\text{D.G.B.}}$.

のであることが推察される。^{*2} また、Fig. 3 におけるデータの若干のずれについては次のように解釈できる。すなわち、き裂進展速度がほぼ $7 \times 10^{-5} \text{ mm/c}$ を境として、それ以上では、 $R=-1$ のときの疲労き裂が D. G. B. を形成する進展機構であるのに対し、 $R=0$ および 0.33 の場合は別の進展機構が支配的となる。また、それ以下のき裂進展速度では、 $R=-1$ および 0 のときの疲労き裂が D. G. B. による進展機構であるのに対し、 $R=0.33$ では別の機構となる。このような疲労き裂進展機構の違いが進展速度の違いに反映されたものと考えられる。

3・3 D. G. B. の形成

D. G. B. は多くの高分子材料で観察されているが、ポリカーボネートやポリスチレンの場合、その形成には繰返し速度依存性があり、例えば 100 Hz という高繰返し速度が必要であるという報告もある。⁴⁾ しかし、 2 Hz や 5 Hz の試験においてもその形成が認められており、 1 Hz で行った本実験結果をも考え合せると、低繰返し速度の試験においても D. G. B. の形成が可能であることがわかった。^{*3} この材料の D. G. B. の形成に対する繰返し速度の影響については、今後、き裂進展速度との関係などさらに系統的な研究が必要と思

*2 破面形態に明りょうな遷移の見られない $R=0.33$ の場合にも同様な折れ曲りが存在する。これは何らかのさらに微視的なき裂進展機構の差によるものかもしれないが、現在のところ不明である。

*3 0.28 Hz の実験では明りょうな D. G. B. の形成は認められず、数 $\mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ 程度のかかなり大きなボイドが観察されている⁷⁾。

Fig. 4. Appearance of fatigue fracture surfaces. Arrows indicate crack propagation direction.

われる。

これまで報告されているポリカーボネートの D. G. B. の観察例は $R \approx 0$ についてのものが多く、その形成に対する応力比の影響は必ずしも明確でなかった。本研究によると、Fig. 5 のようにその形成に対して明らかに応力比の影響が認められ、1 Hz の繰返し速度の場合、明りょうな D. G. B. は $R \leq 0$ のみで見られ、しかも R が小さくなるにしたがってその形成が容易になることが明らかになった。なお、 $R > 0$ の場合、ごく部分的にある種のしま模様が見られることがあった。しかし、この模様はごく局部に限られる例外的なもの

Fig. 6. Relation between the band size of D. G. B. and fatigue crack propagation rate.

Fig. 7. Relation between the number of cycles required for growth through a D. G. B. and fatigue crack propagation rate.

であり、また、後述するように D. G. B. とは別の模様であると思われた。Fig. 6 は D. G. B. のしま間隔とき裂進展速度との関係を、また、Fig. 7 は一つのしまの形成に要する繰返し数とき裂進展速度との関係をまとめたものである。なお、図中には $R = 0.33$ の場合の局部的なしまについての測定結果も示している。いずれの図においても D. G. B. の測定結果は R に関係なく一つの直線ではば整理でき、き裂進展速度が増すにしたがってしま間隔は増大し、一つのしまの形成に要する繰返し数は減少する。一方、 $R = 0.33$ の結果はいずれも直線から大きくはずれ、D. G. B. の結果とは異なった傾向を示した。Fig. 8 は D. G. B. および $R = 0.33$ のときに現れたしま模様の走査電顕観察結果である。これまでの観察結果によると、D. G. B. のしまとしまの間には多数のマイクロボイドが見られ、それらの大きさはき裂進展方向に向って次第に小さくなる^{3)~5)9)10)}。Fig. 8 から、 $R = -1$ および 0 の場合は従来報告されているものと同じ形態を示しており、典型的な D. G. B. であることがわかる。しかし、 $R = 0.33$ の場合は異なった様相を示しており、このことから $R > 0$ の場合に見られた局部的なしま模様は D. G. B. とは別のしまであると思われた。

以上のように、本実験では D. G. B. の形成は $R \leq 0$ の場合に限られたが、このことは D. G. B. の形成に圧縮応力成分がなんらかの役割をはたしていることを示唆するものである。き裂開閉口挙動の測定結果によると、 $R = -1$ および 0 の場合はき裂閉口が起っているのに対し、 $R = 0.33$ ではき裂は常に開口している。また、 $R = 0.1$ の場合の U 値は、Fig. 2 には示していないが、 $\Delta K = 0.71 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ のときに約 0.92 となり ΔK の増加とともに大きくなる傾向であった。したがって、 $R = 0.1$ のときにもわずかではあるがき裂閉口が起っており、それにもかかわらず破面上には D. G. B. が形成されないということになる。これらのことから判断すると、D. G. B. の形成にはある程度以上のき裂閉口が必要であり、さらに、例えば $R = 0$ の場合でもき裂閉口後の除荷過程ではき裂先端近傍には圧縮応力が生ずるものと思われ、これら圧縮応力と引張応力の繰返しが D. G. B. の形成に寄与しているものと考えられた。

Fig. 8. Scanning electron micrographs of D. G. B. at $R = -1$, 0 and a kind of band marking at $R = 0.33$. Arrows indicate crack propagation direction.

なお、本研究におけるき裂開閉口挙動の測定結果は試験片表面についてのものである。金属材料では従来から試験片表面と内部の疲労き裂開閉口挙動の違いが指摘されており、一般に、表面の方がき裂開閉口が起りやすいと言われている¹⁴⁾。高分子材料についてもポリメチルメタアクリレート¹⁸⁾の光干渉じまによる測定によって同様の結果が報告されており、本実験における U の値も内部では表面のそれより多少大きくなるかもしれない。

D. G. B. の形成機構としてき裂先端部に発生するクレイズによるモデルやせん断変形帯とクレイズによるモデル^{3)~5)}が提案されている。いずれにしても、D. G. B. とクレイズの関係を示唆する実験事実は多く、D. G. B. の形成がクレイズと密接に関係していることは間違いないと思われる。そこで、D. G. B. のしき間隔とき裂先端クレイズ寸法との関係について若干の検討を行う。Fig. 9 は D. G. B. のしき間隔と ΔK_{eff} の関係を示したものである。疲労き裂先端の繰返し塑性域寸法 R_c として、平面ひずみ条件下では次式がよく用いられる¹⁹⁾。

Fig. 9. Relation between the band size of D. G. B. and effective stress intensity factor range.

$$R_c = \frac{1}{2\sqrt{2}\pi} \left(\frac{\Delta K}{2\sigma_y} \right)^2 \quad (1)$$

ここで、降伏応力 σ_y のかわりにクレイズ発生応力 σ_c を用いれば R_c はき裂先端クレイズ寸法と見なし得ると考える。試験片内部の疲労き裂先端近傍では三軸応力状態と繰返し応力のためクレイズが発生しやすいこ

とが予想される⁴⁾。き裂先端近傍における σ_c 値を正確に評価することはできないが、ここでは、一応の目安として σ_y の $1/2$ の値を仮定し、 ΔK を ΔK_{eff} とすると図中実線のようになる。このような仮定をすれば、D. G. B. のしき間隔とき裂先端クレイズ寸法はよく対応する。しかし、 σ_c 値はあくまでも仮定値であり、 σ_c 値の評価やき裂先端クレイズ寸法に対する式(1)の妥当性など、さらに検討する必要がある。

本研究で明らかになった D. G. B. の形成に対する応力比の影響とクレイズとの関係については次のように考える。すなわち、前述の D. G. B. の形成モデルによると、D. G. B. は疲労き裂先端部に単一クレイズ (single craze) が発生した場合に形成され、多数のクレイズ (multiple craze) が発生した場合には形成されない。一方、単調引張り²¹⁾と疲労ではクレイズの発生状態が異なり、前者では多数のクレイズが、また、後者では単一クレイズが発生しやすいと言われている。応力比が大きくなると引張平均応力が大きくなり単調引張りに近づく。そのため、き裂先端部に単一クレイズが発生し難くなり、このことが $R > 0$ の場合に D. G. B. が形成されない理由と考えられる。一方、 $R \leq 0$ の場合は、き裂先端部では引張り²¹⁾と圧縮の応力が繰返され、単一クレイズの発生が容易となるため D. G. B. が形成されやすくなるものと理解される。

これらのことを確認するため、各応力比における疲労き裂先端近傍の表面観察を行った。Fig. 10 は ΔK_{eff} がほぼ同じ値 (約 $0.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) のときの観察例で、この条件下では $R = -1$ および 0 の場合は D. G. B. が形成され、 $R = 0.33$ の場合はそれが形成されない。板状試験片の場合、試験片表面層では内部のき裂面に対しある傾きをもった二つのせん断帯が形成される。したがって、表面でのき裂はこの二つのせん断帯のどちらかに沿って進展する。図中、内部のき裂を破線で示してあるが、内部き裂は常に表面き裂より先行しており、その距離は $200 \sim 300 \mu\text{m}$ 程度であった。Fig. 10 より、き裂近傍でのクレイズは応力比が大きくなるほどその数を増しており、傾向としては前述の応力比依存性を

*4 鈴木らは²⁰⁾、高分子材料の疲労き裂先端塑性域寸法の計算には局部降伏応力 (ポリカーボネートの場合、 σ_y の約半分程度) を用いるべきであると提案している。

Fig. 10. Appearance of specimen surfaces at fatigue crack tips. Broken lines indicate cracks inside these specimens ($\Delta K_{\text{eff}} = 0.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

示している。しかし、 $R = -1$ および 0 の場合、D. G. B. の形成に寄与すると言われている単一クレイズは確認できなかった。本観察結果は試験片表面についてのものであり、おそらく、単一クレイズは内部のき裂先端部に発生するのではないかと考えられた。

以上のことから、この材料の疲労き裂進展速度や D. G. B. の形成に対する応力比の影響は定性的にはかなり理解できた。これらのことをさらに定量的に明らかにするためには、今後、試験片内部のき裂開閉口挙動や内部のき裂先端近傍におけるクレイズの発生挙動などを検討する必要があると考えられる。

4 結 言

以上、ポリカーボネートの低 $4K$ 領域における疲労き裂進展速度や破面形態におよぼす応力比の影響を検討した。得られた結果を要約すると次のようになる。

(1) 疲労き裂進展速度を $4K$ で整理すると、応力比の増加とともにき裂進展速度も増加する。

(2) 試験片表面で測定したき裂開口比は $4K$ 依存性を示し、一般の金属材料の場合と同じ傾向となった。

(3) $4K_{\text{eff}}$ を用いることによって、疲労き裂進展速度の応力比依存性がかなり減少した。しかし、ある領域では若干の応力比依存性が認められ、これはき裂進展機構の違いによるものと思われた。

(4) 破面における D. G. B. の形成は応力比の影響を顕著に受け、本実験の範囲内では、この模様は $R \leq 0$ の場合のみで現れ、しかも R が小さくなるにしたがってその形成される領域が広がった。

(5) D. G. B. の形成はき裂開閉口挙動とも密接に関係し、その形成にはき裂閉口が寄与しているように思われた。これらのことから、D. G. B. の形成にはき裂先端近傍における引張りと圧縮の応力繰返しが重要な役割をはたすものと考えられた。このことは、引張圧縮応力の繰返しによって D. G. B. の形成に必要な単一クレイズの発生が容易になるためと理解された。

終りに、実験に協力いただいた当時愛媛大学工学部学生の入谷佳夫君に厚く感謝の意を表します。

(昭和58年5月24日 日本材料学会第32期学術講演会にて講演)

参 考 文 献

- 1) 永田雅一, 鈴木 恵, 材料, **19**, 455 (1970).
- 2) 北川正義, 日本機械学会論文集, **40**, 1828 (1974).
- 3) M. D. Skibo, R. W. Hertzberg and J. A. Manson, J. Mater. Sci., **11**, 479 (1976).
- 4) M. D. Skibo, R. W. Hertzberg, J. A. Manson and S. L. Kim, J. Mater. Sci., **12**, 531 (1977).
- 5) R. W. Hertzberg, M. D. Skibo and J. A. Manson, ASTM STP 675, 471 (1979).
- 6) 古橋善男, 堀 幸夫, 日本機械学会論文集, **45**, 423 (1979).
- 7) 古橋善男, 堀 幸夫, 日本機械学会論文集, **46**, 1031 (1980).
- 8) 白石哲郎, 曾山義朗, 日本材料学会第31期学術講演会前刷, p.159 (1982).
- 9) M. E. Mackay, T. G. Teng and J. M. Schultz, J. Mater. Sci., **14**, 221 (1979).
- 10) M. T. Takemori and R. P. Kambour, J. Mater. Sci., **16**, 1108 (1981).
- 11) 成沢郁夫, “高分子材料強度学” (横堀武夫監修), p.336 (1982) オーム社.
- 12) W. Elber, ASTM STP 486, 230 (1971).
- 13) 例えば, 戸梶恵郎, 安藤善司, 森川邦彦, 材料, **29**, 808 (1980).
- 14) 菊川 真, 城野政弘, 田中健一, 高谷 勝, 材料, **25**, 899 (1976).
- 15) 岡村弘之, “線形破壊力学入門”, p.217 (1976) 培風館.
- 16) 北川正義, 材料, **21**, 859 (1972).
- 17) 古橋善男, 堀 幸夫, 日本機械学会論文集, **45**, 432 (1979).
- 18) F. J. Pitoniak, A. F. Grandt, L. T. Montulli and P. F. Packman, Engng. Fract. Mech., **6**, 663 (1974).
- 19) 小林英男, 杉浦正規, 村上理一, 中沢 一, 片桐利朗, 岩佐良秋, 日本機械学会論文集, **43**, 416 (1977).
- 20) 鈴木 恵, 山下俊朗, 西村喜一, 材料, **23**, 52 (1974).
- 21) J. A. Sauer and G. C. Richardson, Int. J. Frac., **16**, 499 (1980).