微量のガラス短繊維を含んだ PMMA 材のき裂成長[†] — 光干渉縞を利用したき裂開口の観察 —

北 川 正 義* 甲 斐 彰** 小 山 信 次***

Crack Growth in PMMA with a Very Little Content of Short Glass Fiber — Observation of Crack Opening by Optical Interferometry —

by

Masayoshi KITAGAWA*, Akira KAI** and Nobuji KOYAMA***

In order to investigate the effect of short glass fiber on crack growth, DCB samples were machined from injection-molded PMMA plates with a very little content of short glass fibers and the crack tip in the sample was observed by means of optical interferometry. It was shown that (1) the interference fringes were distorted around the fiber crossing the crack planes over the region 2~3 times larger than the fiber diameter and (2) the fiber depressed the crack opening due to bridging between the crack planes, lessened the craze region in front of the crack and reduced the crack growth rate leaving the arrest line on the fracture surface.

Key words : Crack growth, PMMA, Short glass fiber, Optical interference, Bridging, Crack opening

1 は じ め に

高分子系複合材料の破壊じん性、き裂成長、疲労破壊など多岐にわたって、実用的な研究が多く行われてきている。筆者たちは、複合材料の基礎的な変形挙動を調べるため、前報において^{1), 2)}透明な母材 (PMMA, PC, AS 樹脂) に極微量のガラス短繊維 (GF) を混ぜた射出成形試験片を作成し、GF 回りの母材の変形挙動の観察を行った。このような試験片は、試験片内部にある GF 近傍をも観察することができ、複合材料の基本的な変形挙動を調べるには有利である。

き裂と GF の干渉を調べる研究は、破断試験片の破面観察、試験途中の表面観察などを通して行われてきたようであり³⁾試験片内部にある GF 近傍を直接観察してその進展機構を微視的に調べたものは無いと思われる。

Döll 他^{4), 5)}は、透明な高分子材料のき裂進展と開口挙動を光干渉縞法によって調べ、Dugdale 模型の適用性、き裂成長とき裂端開口変位、その分子量および温度依存性などを詳細に考察している。

本報では、極微量 GF 含有の透明高分子材料に、この光干渉縞法を適用して、GF と母材の干渉などを観察し、複合材料のき裂挙動を調べる基礎データを提供することを目的としている。

2 試験片および実験方法

2.1 試験片

表面にシラン処理した直径 $10\mu\text{m}$ の E ガラス短繊維を極微量 (重量分率 0.1 および 0.2%) 混ぜて射出成形したアクリル (PMMA) 引張試験片のつかみ部より、き

裂が GF を垂直に横切るように Fig. 1 に示す小型 DCB 試験片 ($4.5 \times 20 \times 3\text{mm}$) を切り出し実験に用いた。図には、繊維の配向について模式的に示してある。また、き裂が真っ直ぐ進むように、試験片長手方向にサイドグループを加工した。このように母材が透明で、GF 含有量が僅かであれば、前報で示したように試験片内部にある GF 周りの変形挙動を光学顕微鏡で容易に観察することが可能である。比較のため、GF を含まない DCB 試験片をも作成した。

2.2 試験装置

観察に使用した装置図を Fig. 2 に示す。装置は負荷装置を含む本体①、観察用の顕微鏡②および画像処理の解析部③から構成される。本体はステッピングモーターとネジ送り機構を利用し、プログラマブルコントローラーによって繰り返し負荷波形の制御が可能となっている。Fig. 2 (a) の丸で囲った負荷部の詳細を Fig. 2 (b) に示す。

Fig. 1. Specimen machined from injection molded plate.

† 原稿受理 平成 8 年 12 月 2 日 Received Dec. 2, 1996

* 正 会 員 金沢大学工学部人間・機械工学科 〒920 金沢市小立野, Dept. of Human and Mech. Systems Eng., Kanazawa Univ., Kodatuno, Kanazawa, 920

** 金沢大学工学部研究科機械システム工学専攻 〒920 金沢市小立野, Dept. of Human and Mech. Systems Eng., Kanazawa Univ., Kodatuno, Kanazawa, 920

*** 八戸工業大学エネルギー工学科 〒031 八戸市大字妙字大開, Labo. of Food Tech., Hachinohe Inst. of Tech, Ohbiraki, Hachinohe, 031

DCB 試験片のき裂面が、顕微鏡入射光に垂直に進むように、試験片つかみ部を高精度リニアガイドで上下方向に真直に運動するように工夫してある。顕微鏡の入射光光源には、波長 546nm の水銀灯を使用した。得られた像は CCD カメラを通して VTR に保存し、干渉縞を画像処理装置に取り込み、直ちにき裂端の開口挙動を測定できるシステムになっている。

2・3 実験方法

単色光をき裂面に投射すると、その上下面で反射した光が光路差によって干渉縞を生ずる。この縞からき裂およびクレイズの断面形状が測定できる。縞の暗線と明線の明度ピーク位置を画像処理装置によって求める。その縞次数 n よりき裂縁の開口変位 (V) は Döll^{4), 5)} によって示されている

$$n\lambda = 2\mu V \quad (1)$$

$$\mu = \left\{ 1 + \left[0.6 / (0.8 + \varepsilon) \right] \right\}^{1/2} \quad (2)$$

$$n/n_0 = 1 + \varepsilon / 1.32 \quad (3)$$

を通して求めることができる。 n および n_0 は負荷時および無負荷時の縞次数、 ε はクレイズ内のひずみ、 μ は屈折率である。Lorentz-Lorenz 式

$$(\mu^2 - 1) / (\mu^2 + 2) = (4/3)\pi p \quad (4)$$

の分極率 p を密度 ρ に比例するとし ($p = (\rho/\rho_0)p_0$)、さらに密度比 ρ/ρ_0 がひずみ ε との間に

$$\rho/\rho_0 = 1/(1 + \varepsilon) \quad (5)$$

と仮定することによって式 (2), (3) は誘導される。ただし、指標 0 は、ひずみを受けないときの値である。 $\mu_0 = 1.32$ はひずみを受けない PMMA 材の屈折率である。き裂部では、 $\mu = 1$ としてき裂開口を求めた。ここでは、今井⁶⁾が指摘したクレイズ破断によって生ずる延伸分子鎖の残存層厚さは考慮していない。

PMMA 材の場合、負荷荷重が初期き裂長さに応じた値に達すると、き裂は成長を始める (応力拡大係数 $K \approx 1 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$)。き裂が成長を開始した時、負荷点の変位を一定に保つと、次第に速度を減少させながらき裂は成長し、 $K \approx 0.7 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ までには成長を止める。この時点で再度引張荷重を増しき裂を成長させ、成長状況を

観察した。実験温度は、室温 $23 \pm 3^\circ\text{C}$ である。実験中に与えた荷重、変位はパソコンに入力し、応力拡大係数の計算に用いた。装置に付けたダイヤルゲージによって測定した干渉縞観察位置における破面の SEM 観察を行った。

3 結果および考察

GF を含まない PMMA 材のき裂先端の干渉縞模様の例を Fig. 3 に示す。(a)は干渉縞、(b)は画像処理によって得られた(a)の明度の変化、(c)は式 (1)~(3) によって求められるき裂開口変位を示す。き裂部とその先端にあるクレイズ領域の境界は暗線間隔が最も密になるところであり、クレイズ部は Dugdale モデルが指摘するようにカスプ型になっていることが分かる。クレイズ長さ s よりクレイズ応力 σ_c ($\sigma_c = 70.3 \text{ MPa}$) を求め、Dugdale 模型の開口変位 (V) の近似式⁷⁾

$$s = (\pi/8)(K/\sigma_c)^2 \quad (6)$$

$$V(x) = (4\sigma_c s / \pi E) \left\{ \xi - (x/2s) \log[(1 + \xi)/(1 - \xi)] \right\} \quad (7)$$

$$\xi = [1 - (x/s)]^{1/2}$$

によって計算した結果を図の破線で示す。但し、 K は応力拡大係数、 x は荷重点からの距離、 E は弾性係数で、計算には $E = 2700 \text{ MPa}$ を用いた。Dugdale 模型は、先端にクレイズを伴ったき裂形状をよく表現する。

き裂が GF 周りを成長する時に見られる干渉縞のゆがみ模様の例を Fig. 4 に示す。また、その時のき裂総長さ a (き裂長さ c + クレイズ域長さ s)、応力拡大係数 K 、き

Fig. 2. Schematic illustration of testing machine.

Fig. 3. Example of interference fringe patterns near crack tip in PMMA without glass fiber.

裂先端開口変位 CTOD の負荷開始からの経過時間 t による変化を Fig. 5 に示す. Fig. 4 の写真下の (a) ~ (j) は, 時間経過の順に Fig. 5 の黒丸に対応している. GF のある部分は黒い円となって見える. これに対応した破面の SEM 観察例を Fig. 6 に示す.

き裂面とほぼ垂直な GF がクレイズ先端と出会い, クレイズ層の中に取り込まれるまでは ((a)~(c)), GF 近傍のクレイズ域長さ s は, GF の無い部分の s より小さい. GF がクレイズ域に完全に取り込まれ ((c), (d)), クレイズーき裂境界部に近づくにつれて ((e), (f)), 干渉縞のゆがみは次第に小さくなる. クレイズ域が GF を通り越し, GF がき裂内部に入ると ((g)~(j)), GF はき裂開口を抑えるので, GF 部分では他の部分よりクレイズ域長さは幾分長くなっている. GF が完全にき裂に入り, クレイズ端から少し遠ざかると ((h), (i), (j)), クレイ

ズ内部の干渉縞のゆがみはほとんど消える. 干渉縞がゆがむ範囲は, GF 回りにおいて, その直径の 2~3 倍の範囲で, クレイズ端側 (図の GF の右側) に限られている. 干渉縞のゆがみ範囲は, GF のき裂開口に及ぼす影響範囲を示すものと考えられる. GF がクレイズーき裂境界に達した写真 (g) の後, き裂の成長は一時止まる. 少しの時間の後, き裂は急に再度成長を開始する ((h), (i)). この時点でも Fig. 7 のき裂形状を見る限りでは, GF の引き抜けが起こっていないようである. この時 Fig. 6 に示すような多数の空孔と延伸分子鎖からなるアレストラインを破面に残す. アレストラインの形状は, 干渉縞の乱れ形状に対応しているようである. (j) の後, 再度き裂が停止し, 観察を中断した. Fig. 4 の GF 周りの干渉縞の V 字型ゆがみは, Fig. 7 に示すように GF によるき裂面間の開口を抑制していることを表し, GF がき裂面間を橋架け (bridging) していることを示唆している. (j) の時点では, GF 近傍と離れたところの開口変位差は

Fig. 4. Change of fringe patterns around a glass fiber with crack growth.

Fig. 5. Crack length $a (= c + s)$, stress intensity factor and crack tip opening displacement vs. time t diagram corresponding to Fig. 4. The region with the oblique line denotes the position of GF.

Fig. 6. Fracture surface corresponding to Fig. 4.

認められず, GF は破断しているものと考えられる. この間き裂成長速度が減少し, K 値も僅かに減少していくが, CTOD 値は単調増加の後ほぼ一定値になるので, CTOD 値は必ずしもき裂成長速度を表す有効なパラメータとなっていないようである.

Fig. 4 に対応したき裂開口状況を, GF を横切る線上 (A-A) および GF の影響を受けない位置 (B-B) に沿って Fig. 7 に示す.

横軸は, き裂-クレイズ境界点を原点として表示している. Fig. 7 の網掛け部は GF 近傍を含めた暗領域に対応する. Fig. 7 の説明には, 対応した Fig. 4 の写真番号をも示した. GF 線上に沿っては, GF からクレイズ先端に向かった側 (図の右側) の開口が GF 直径の約 3 倍の $30\mu\text{m}$ の範囲にわたって極端に押さえつけられているが, き裂中央部 (図の左側) に向かっては, 開口はあまり GF の影響を受けていない. GF がクレイズ内にあると, き裂内にあろうと, GF がき裂開口に及ぼす影響範囲はあまり変わらないようである.

この他認められた干渉縞の乱れ模様とそれと対応した破面の SEM 観察の結果を拡大倍率を等しくして Fig. 8

に示す.

(a) は Fig. 4 と同じようにき裂が GF とほぼ垂直な場合, (b) は GF がき裂面上に横たわっている場合, (c) は空孔のような欠陥があった場合, (d) はき裂面にあったティアラインが干渉縞を乱す場合を示す. (b) のような場合には, 干渉縞の乱れの領域は, (a) に比べて大きくなるが, GF 近傍での乱れ方は小さいようである.

ティアラインの場合 (d) 以外は, 破面にアレストラインを残している. クレイズが通過する前に GF が破断したり, GF と母材との接着が悪く母材からの引き抜けが容易に起こった場合には, 干渉縞の乱れをほとんど残さない. 以上のように, 材料内部にあらかじめ存在する欠陥または障害物をき裂が横切って進む場合には, 干渉縞をやがませ, 本実験材料の場合には, 破面上にアレストラインを残す. すなわち, このような欠陥や障害物はき裂成長速度を減少させる原因となることを示唆している.

これを確かめるため, GF 含有量の異なる3種の材料についてのき裂成長を観察した. その破面を Fig. 9 に示す.

Fig. 7. Variation of crack geometry along the dotted lines A-A (○—●) and B-B (---) with time. The alphabets (a), (e) and (j) correspond to those of Fig. 4.

Fig. 8. Examples of fringe patterns distorted by glass fiber and other defects.

Fig. 9. Arrest lines observed on the fracture surfaces of PMMA samples with different contents of glass fiber.

荷重点変位を一定に保ち成長させているき裂は、GF 含有量 0% のもので $K \approx 0.7 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$, 0.1% のもので $K \approx 0.75 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$, 0.2% のものでは $K \approx 0.95 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ までは負荷が減少すると進展が停止する。GF 含有量が高いほど、破面に残されたアレストラインの数も多くなっていることが分かる。GF を含まない破面上のアレストラインは、き裂成長時に急に負荷荷重を減少させ、き裂成長を停止させて作った人為的なアレストラインである。GF を含まない材料では、これ以外のアレストラインを

含まず、障害物がない場合にはき裂は滑らかに進むことを示している。

GF 含有量 0.2% 材では、多くのアレストラインが残っている。これらのアレストライン近傍を丁寧に調べると、GF、気泡などの欠陥が破面に残ったティアラインと必ず結びついている。すなわちこのような欠陥がき裂成長を遅らせることを示している。

繊維量が多くなると、き裂面上に欠陥を含む確率が高くなり、破面にはアレストラインが多く現れ、光干渉縞の乱れも多くなり観察しにくく、良好な映像を得ることが難しくなる。本実験材料では、0.1% GF 含有材が GF 周りの干渉縞観察に有効であった。さらにははっきりとした映像を得るには、これより少ない GF 含有材の方が適当であると思われる。

4 む す び

ガラス短繊維を僅かに含む PMMA 材を用いて、光干渉縞法を利用した実験装置によって、ガラス繊維回りのき裂成長を観察した。その結果、(1) 母材との接着が良い場合には、ガラス繊維はき裂面の橋架けによって、き裂開口量を減少させ、(2) き裂成長を遅らせアレストラインを破面に残すことが明らかとなった。

実験に協力いただいた本学学生・石井公啓君に謝意を表す。

参 考 文 献

- 1) 北川正義, 小山信次, 近松 努, M. T. Takemori, 材料, **43**, 1094 (1994).
- 2) 小山信次, 北川正義, M. T. Takemori, 日本機械学会論文集, A-61, 1480 (1995).
- 3) 例えば, K. Friedrich and J. Karger-Kocsis, "Fractography and Failure Mechanisms of Polymers and Composites", ed. by A.C. Roulin-Moloney (1989) Elsevier Applied Sci..
- 4) W. Döll, "Advances in Polymer Sci.", **52/53**, edited by H. H. Kausch (1983) Springer-Verlag.
- 5) W. Döll and L. Konczol, "Advances in Polymer Sci.", **91/92**, edited by H. H. Kausch (1990) Springer-Verlag..
- 6) 今井康文, 日本機械学会論文集, A-54, 500 (1988).
- 7) J. R. Rice, "Fracture", edited by H. Liebowitz (1968) Academic Press.