

脆性高分子材料の衝撃試験法の検討と負荷速度依存性*

山本 勇^{*1}, 宮田 博^{*2}, 猪ヶ倉周一^{*3}, 小林俊郎^{*1}

Investigation on Instrumented Impact Test and Loading Rate Dependency of Brittle Polymers

Hiroshi MIYATA, Isamu YAMAMOTO, Shuichi IGAKURA and Toshiro KOBAYASHI

In the present study, the effect of the specimen size on the vibrational wave superimposed on the load-deflection curve of polymers is first investigated. Next, in the instrumented Charpy test, a shock-absorbing material is used in order to prevent the generation of the vibrational wave superimposed on the load-deflection curve, and its validity is discussed. Further, differences of the impact response curves obtained by an instrumented Charpy test and the one-point bend test are compared and discussed. The results of this study are summarized as follows. (1) The vibrational wave can be prevented by using a small specimen which shortens the period of the vibrational wave. (2) The load value is lowered by using shock-absorbing material. (3) The differences in the impact response curves and the fracture times obtained from the instrumented Charpy impact test and the one-point bend test are rather large in the lower impact velocity of 3.10m/s; however, the obtained K_{Ic} values are nearly coincidental.

Key Words : High-Polymer Materials, Impact Strength, Brittle Fracture, Fracture Toughness, Instrumented Charpy Test, Impact Response Curve, One-Point Bend Test, Shock-Absorbing Material

1. 緒言

高分子材料は、日常生活用品から産業用構造部材に至る広範な分野で使用されているが、ガラス転移温度以下での使用がほとんどであり、その破壊挙動は脆性的である。一般に脆性材料を衝撃試験した場合に測定される荷重-変位曲線には、振動効果と応力波の伝播のために著しい振動波が重畳し、正確な動的破壊靱性値を得る上で障害となっている。前報⁽¹⁾ではPMMAの計装化衝撃試験に関し、このような検討を行った結果を一部報告した。

そこで本論文では4種類の高分子材料に関して、まず、計装化シャルピー衝撃試験により測定した荷重-変位曲線に重畳する振動波について解析し、振動波の発生しにくい試験片寸法について検討した。さらにその試験片を使用して破壊靱性の負荷速度依存性について調べた。次に、衝撃試験における振動波の発生を抑制する方法として提案されている衝撃吸収材を用いる方法⁽²⁾について、その妥当性及び有効性について検討した。更に、従来より提唱されている1点曲げ試験

法(one point bending test)^{(3),(4)}により求めた応力拡大係数履歴と計装化シャルピー衝撃試験により求めた衝撃応答曲線⁽⁵⁾について比較し、その違いについて考察を加えた。

2. 実験方法

2.1 供試材及び試験片 本研究に供した材料は、PMMA、ポリアミド、ナイロン及び粉砕結晶性シリカ粒子(平均粒子径: 36 μ m, 最大粒子径: 150 μ m)を64wt%含んでいるシリカ充填エポキシ樹脂の4種類

表1 試験片寸法

Specimen Type	Specimen Size (mm)				
	Thickness	Width	Span	Length	Notch
(A)	15	15	60	90	U
(B)	10	10	40	55	U
(C)	4	6	40	50	Slit
(D)	4	10	60	80	V
(E)	10	10	40	55	V
(F)	15	15	60	90	Crack
(G)	10	10	40	55	Crack

* 原稿受付 平成3年2月19日。

^{*1} 学生員, 豊橋技術科学大学大学院〔現: 日産自動車(株), (〒228 座間市広野台2-5000)〕。^{*2} 正員, 豊橋技術科学大学工学部 (〒441 豊橋市天伯町字雲雀ヶ丘1-1)。^{*3} 学生員, 豊橋技術科学大学大学院。

である。また本研究では7種類の試験片を使用した。7種類の試験片の寸法及び切欠形状を表1に示す。試験片は、各供試材とも平板試料からエッジワイズ方向に機械加工により採取した。なお、(F)、(G)試験片は動的破壊特性評価用試験片で、切欠先端半径 $\rho=0$ の予き裂(一定負荷条件下でポップ・イン式あるいはデッドロードにより導入; 動的破壊特性測定用)あるいは $\rho=0.1\text{mm}$ のスリット(動的応答曲線測定用)を導入した。

2.2 静的及び動的試験法 動的試験は各供試材とも容量14.7Jの計装化シャルピー衝撃試験機を用いて大気中・室温で行い、荷重-変位曲線、荷重-時間曲線及び歪ゲージ出力-時間曲線を測定した。使用した歪ゲージはゲージ長2mmの半導体歪ゲージ(共和電業製KSN-2-E3)で、これを試験片主き裂またはスリット先端真横2mmの位置に貼付した。なお衝撃試験は $E_0 > 3E_1$ 条件(E_0 :付加工エネルギー, E_1 :全吸収エネルギー)⁽⁶⁾を満足する最低の打撃速度で行った。また使用した衝撃吸収材は、朝日本オートメーション製の商品名ゲルナックN-30(厚み2mm)で、これを試験片打撃点及びアンビル支持部に装着して計装化シャルピー衝撃試験を行った。

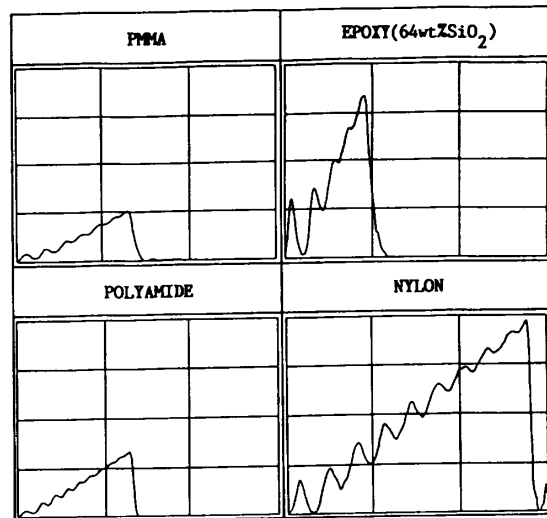
一方、静的試験にはインストロン型万能試験機を使用した。

2.3 静的及び動的破壊特性評価方法 静的破壊特性の評価はASTM E399に準拠して行った。歪ゲージを貼付した試験片を計装化シャルピー衝撃試験機で試験し、Kalthoffらが提唱する衝撃応答曲線⁽⁷⁾を測定した。また歪ゲージを貼付した試験片に対してシャルピー衝撃試験機のアンビル部分を改変して慣性荷重のみで破断させる1点曲げ試験を行い、応力拡大係数履歴を測定した。動的破壊特性は両試験法により測定した応力拡大係数履歴と破壊時間とから評価した。なお両試験法において、ハンマー荷重信号の立ち上がり点を衝撃開始点とし、歪ゲージ信号の急激な降下点をき裂発生点とし、これらの時間間隔を試験片の破壊開始時間とした。

3. 実験結果及び考察

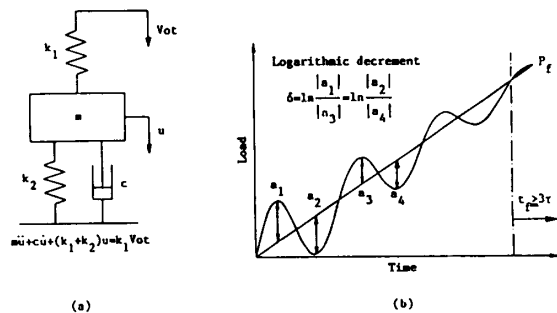
3.1 動的試験に最適な試験片条件の検討 本研究に供した4種類の高分子材料について、計装化シャルピー衝撃試験により計測した荷重-変位曲線を図1に示す。各供試材とも脆性型の荷重-変位曲線を呈し、最大荷重点まで振動波が重畳している。

ところで、シャルピー衝撃試験は図2(a)に示す振動系と考えることができる^{(8),(9)}。図2(a)に示す振



Vertical axis ; Load(100N/div.)
Horizontal axis ; Deflection(0.2mm/div.)

図1 計装化シャルピー衝撃試験により測定した各供試材の代表的な荷重-変位曲線 (G)試験片

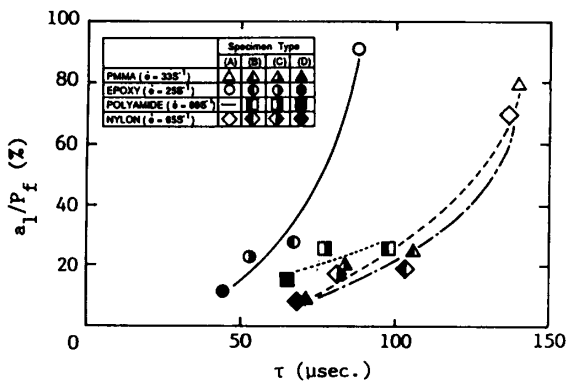


(a) シャルピー衝撃試験の振動モデル
(b) 荷重-変位曲線に重畳する振動波の定量化

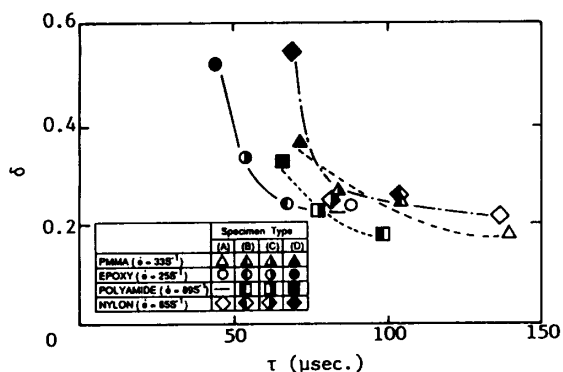
動的系において、試験片が弾性型の脆性破壊をする場合、その時間応答は図2(b)に示す様な直線的な減荷に振動波が収束する曲線となる^{(8),(9)}。そこで各供試材の破壊開始までの時間 $t_i \geq 3\tau$ ⁽¹⁰⁾を満たす荷重-時間曲線に関して、図2(b)で定義される振動波の周期 τ と初期振幅 a_1 /破壊荷重 P_f との関係及び振動波の周期 τ と振動波の対数減衰率 δ について測定した結果を図3に示す。いずれの供試材についても振動波の周期 τ の短い試験片形状の方が初期振幅率 a_1/P_f が小さく、対数減衰率 δ も大きく、振動波が抑制されやすいことがわかる。

一方、Serverは衝撃時に生じる振動波の周期 τ を(1)式で経験的に与えている⁽¹⁰⁾。(1)式は、振動波の周期 τ と試験片寸法とは比例関係にあり、試験片寸法が小さくなれば振動波の周期 τ も小さくなるということを示している。

$$\tau = 1.68 (SWEBC_e)^{1/2} / C \quad (1)$$



(a) 初期振幅率と周期との関係



(b) 対数減衰率と周期との関係

図3 荷重-変位曲線に重畳する振動波の振動挙動の評価 (δ は公称歪速度)

(1) 式で、 B : 試験片厚さ、 E : ヤング率、 C_0 : 試験片のコンプライアンス、 C_0 : 試験片中の縦波の速度である。

本供試材について、(1) 式より求めた τ と荷重-時間曲線から求めた τ とはほぼ一致し、(1) 式が適用できることを確認している。従って、図3に示す振動波の周期 τ と初期振幅率 a_1/P_f 、及び対数減衰率 δ との関係及び(1) 式の振動波の周期 τ と試験片寸法との関係より、より小型の試験片の使用は、荷重-変位曲線に重畳する振動波の振幅を小さくし、そして早く減衰させることがわかる。しかしながら、試験片を小型化することによって、靱性値の変動が増加することも懸念されるので、今後この様な観点からの検討も必要であろう。

3.2 シリカ充填エポキシ樹脂の破壊靱性値に及ぼす負荷速度の影響

シリカ充填エポキシ樹脂について、破壊靱性値を歪速度に替わる指標として応力拡大速度 $\dot{K} = (K_I/t_f)^{1/2}$ で整理した結果を図4に示す。なお、静的試験においてはインストロン型万能試験機のカロスヘッド速度を変えることにより、一方、衝撃試験においてはハンマー持上角を10, 30, 50, 70, 90, 110, 140度とそれぞれ変えることにより、応力拡大速度を

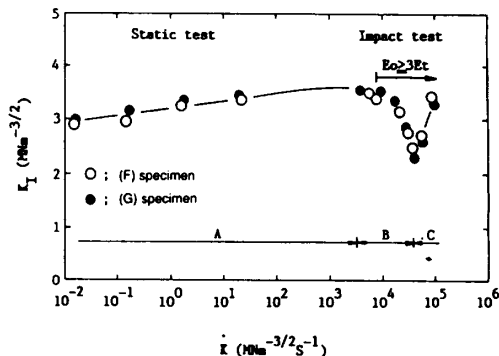


図4 シリカ充填エポキシ樹脂の破壊靱性値と応力拡大速度との関係

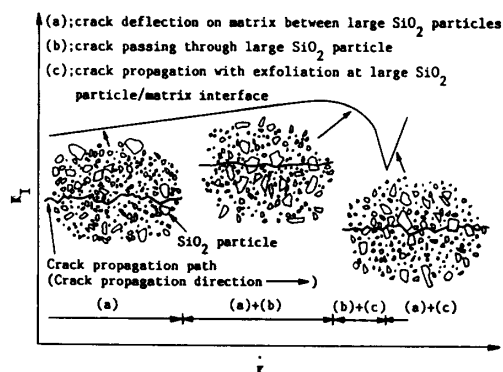


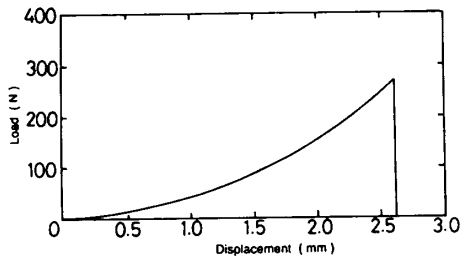
図5 応力拡大速度の変化によるシリカ充填エポキシ樹脂の破面の変化

変化させた。また試験片は最も振動波が重畳しやすい(F)試験片と標準シャルピーサイズの(G)試験片の2種類を使用した。シリカ充填エポキシ樹脂の破壊靱性値には負荷速度依存性が認められ、応力拡大速度の増加に対し破壊靱性値が単調な増加を示すA領域、急激な低下を示すB領域、そして再び増加に転じるC領域の3領域が存在し^{(11)・(11)}、その挙動は試験片の寸法によらずほぼ同一である。

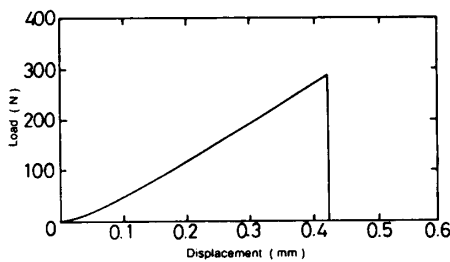
図5はシリカ充填エポキシ樹脂の負荷速度変化に伴う予き裂先端領域でのき裂伝播の形態の変化を模式的に示した図である。A領域の応力拡大係数が小さい領域では、(a)き裂は粗大シリカ粒子に対してマトリックス中を偏向しながら伝播している。そして応力拡大速度の増加に伴い、(b)シリカ粒子を粉砕しながらき裂は伝播するようになる。B領域では、き裂は大部分はシリカ粒子を粉砕しながら伝播しているが、(c)シリカ粒子とマトリックス間で界面剥離しながら伝播する場合も観察された。C領域ではき裂は粗大シリカ粒子に対してマトリックス中を偏向し、シリカ粒子とマトリックス間を界面剥離させながら進展している。シリカ充填エポキシ樹脂の負荷速度変化による破壊靱性値の変化には粗大シリカ粒子の存在が多分に関与していることがわかる⁽¹¹⁾。

3.3 衝撃吸収材の影響 図6はPMMAの(F)試験片を静的に3点曲げ負荷(変位速度:0.5mm/min)し、測定・記録した代表的な荷重-変位曲線で、(a)は衝撃吸収材を使用している場合、(b)は使用していない場合である。本供試材のように、弾性・脆性破壊型の破壊形態を呈する材料の場合、最大荷重値を正しく測定することは重要なことである。そこで、衝撃吸収材を使用した場合と使用しない場合とで、最大荷重及び最大荷重点変位がどのように変化するかを調べた。その結果を表2に示す。衝撃吸収材を使用することにより、最大荷重値は約10%程度低下し、最大荷重点変位は衝撃吸収材を使用しない場合の約7倍となった。衝撃吸収材は、一定の衝撃エネルギーのもとで応力も変形も十分小さくすることは困難であるから、衝撃時の荷重軽減のために変形をある程度犠牲にして柔構造とすることが多い⁽¹⁾⁽²⁾。このような衝撃吸収材の本質的な特性が静的試験においても認められた。

衝撃吸収材の効果をより明確にするために、試験片は3.1の結果より、荷重-変位曲線に最も振動波が重畳しやすい(F)試験片を用いた。図7はPMMAの(F)試験片を計装化シャルピー衝撃試験した時の荷重-変位



(a) 衝撃吸収材を使用した場合



(b) 衝撃吸収材を使用しない場合

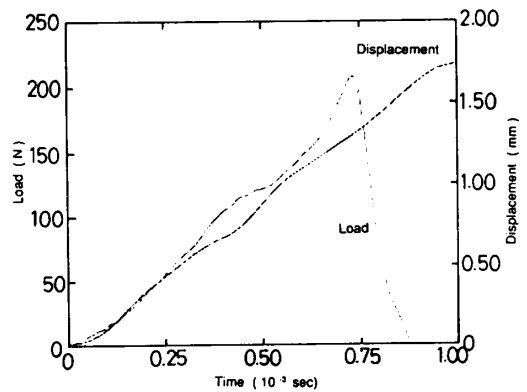
図6 静的3点曲げ試験により測定したPMMAの荷重-変位曲線((F)試験片)

表2 静的3点曲げ試験により得られた最大荷重及び最大荷重点変位(衝撃吸収材を使用した場合と使用しない場合の比較)

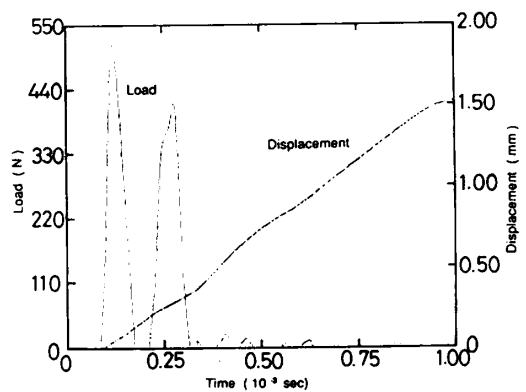
Test Number	With		Without	
	load (N)	Displacement (mm)	load (N)	Displacement (mm)
1	264.8	2.62	279.5	0.422
2	264.8	2.82	269.3	0.410
3	250.1	2.82	287.3	0.388
Average	259.9	2.75	285.4	0.407

曲線(衝撃速度1.98m/s)、(a)は衝撃吸収材を使用している場合、(b)は使用していない場合である。衝撃吸収材の有無で、荷重-変位曲線の形態は劇的に変化した。衝撃吸収材を使用しない場合に観察された振動波は、衝撃吸収材を使用することによって完全に消失している。ところで、衝撃吸収材を使用していない荷重-変位曲線には振動波が著しく重畳しているため、静的試験のように衝撃吸収材の有無による真の最大荷重値の相違を定量的に比較することができないが、衝撃吸収材の使用による荷重値の低下は生じているものと思われる。しかしながら、衝撃吸収材の振動波除去効果は脆性材料の動的変形・破壊挙動を評価する上で魅力であり、衝撃吸収材と後述する1点曲げ試験とを組み合わせた使用等、その有効利用については今後さらに検討したく考えている。

3.4 1点曲げ試験結果 PMMA及びシリカ充填エポキシ樹脂の(G)試験片について、計装化シャルピー衝撃試験により求めた衝撃応答曲線と破壊開始点及び1点曲げ試験により求めた応力拡大係数履歴と破壊開始点を図8、9に示す。両供試材とも衝撃速度



(a) 衝撃吸収材を使用した場合



(b) 衝撃吸収材を使用しない場合

図7 計装化シャルピー衝撃試験により測定したPMMAの荷重-時間及び変位-時間曲線((F)試験片)

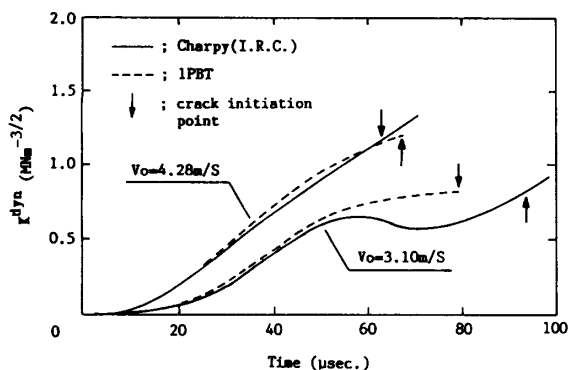


図8 計装化シャルピー衝撃試験により測定した衝撃応答曲線と1点曲げ試験により測定した応力拡大履歴 (PMMA, (G) 試験片)

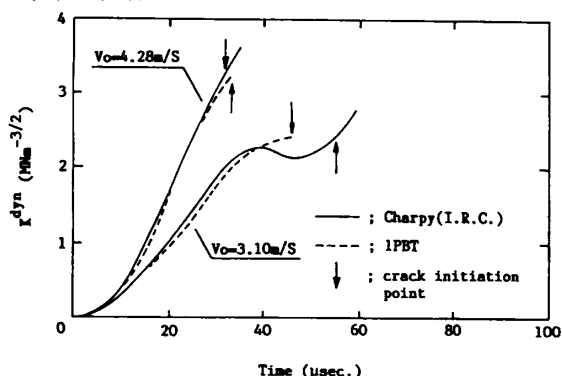


図9 計装化シャルピー衝撃試験により測定した衝撃応答曲線と1点曲げ試験により測定した応力拡大履歴 (エポキシ, (G) 試験片)

3.10m/s では、試験片の振動に起因する振動挙動が計装化シャルピー衝撃試験により求めた衝撃応答曲線 (I.R.C.) に見られるが、衝撃速度 4.28m/s では、両試験法により測定した応力拡大係数履歴はほぼ同一な形態を呈し、振動挙動は見られず、スムーズな変化をしている。さらにまた、両供試材とも、衝撃速度が小さくなるにつれて、1点曲げ試験の破壊時間と計装化シャルピー衝撃試験でのその差は大きくなり、計装化シャルピー衝撃試験の方が長い。これは衝撃速度 3.10m/s の場合、試験片の固有振動周期内で試験片は破壊せず、そのような場合、両試験法での試験片の拘束状態の違いが破壊時間に影響を及ぼしたためと考えられる。一方衝撃速度 4.28m/s の場合、試験片は固有振動周期内で破壊しており、そのような場合の破壊時間は試験片の拘束状態に無関係となる。しかしいずれにしても、計装化シャルピー衝撃試験と1点曲げ試験により求めた K_{Ic} とで大差がない値が得られることが明らかとなった。

4. 結言

4種類の高分子材料の動的破壊靱性とその評価法について検討した結果、以下に示す結論を得た。

- (1) 衝撃時に発生する振動波の周期 τ が短くなるような試験片を用いることにより、荷重-変位曲線に重畳する振動波を抑制することができる。
- (2) シリカ充填エポキシ樹脂の破壊靱性値は負荷速度に依存し、そして粗大シリカ粒子の存在がこの現象に多大に関与していることが示唆された。
- (3) 衝撃吸収材を使用することによって、静的3点曲げ試験の場合、約10%程度最大荷重値は低下することがわかった。衝撃試験でも同程度低下しているものと考えられる。
- (4) PMMA及びシリカ充填エポキシ樹脂とも、衝撃速度 3.10m/s では、計装化シャルピー衝撃試験により求めた衝撃応答曲線には振動挙動が見られるが、衝撃速度 4.28m/s では見られなかった。また、衝撃速度 3.10m/s では計装化シャルピー衝撃試験の方が破壊時間は長く、両試験法での試験片の拘束状態の違いが影響したものと考えられたが、得られる動的破壊靱性値に大差はなかった。

参考文献

- (1) 小林俊郎ら, 機論, 52-520, A(1989), 2434.
- (2) 藤森英二郎ら, 材料, 38-429(1988), 675.
- (3) J.H.Giovanola, ASTM STP 905(1986), 307.
- (4) H.Sakata et al., Adv.Frac.Res.(ICF7), Vol.1 (1989), 827.
- (5) T.Kobayashi et al., Eng.Frac.Mech., 31(1988), 873.
- (6) 小林俊郎ら, 鉄と鋼, 72-15(1986), 2133.
- (7) J.F.Kalthoff, Int.J.Frac., 27(1985), 277.
- (8) J.G.Williams et al., Int.J.Frac., 33(1987), 209.
- (9) J.G.Williams et al., Int.J.Frac., 39(1989), 147.
- (10) W.L.Server, J.Test and Eval., 6(1978), 29.
- (11) 上井ら, 機論, 55-513, A(1989), 1036.
- (12) 茶谷明義, 機械の研究, 41-5(1989), 617.