

ASTM D5045 による樹脂の K_{Ic} 試験

- ASTM E399 (金属材料の K_{Ic} 試験) との比較 -

株式会社 シミズテック 技術顧問
木内 晃 (Akira KIUCHI)

1. まえがき

弊社では、金属材料とともに樹脂を対象とした材料試験を試験メニューとしている。

樹脂は、通常、大きな変形能を示すが、き裂が存在すると室温下でも変形能が大きく低下する。特に、非結晶性樹脂では線形的な破壊を生じ、高力アルミ合金の破壊挙動に似ている*1)。

き裂が存在する状態で単調载荷を受ける材料の強さを破壊靱性値と呼ぶ。線形的に破壊する場合、線形弾性平面歪破壊靱性値 K_{Ic} を求める試験法が、金属材料では ASTM E399⁵⁾、樹脂の場合は ASTM D5045⁶⁾ で規格化されている。

ASTM E399 は 1970 年に制定され、50 年間の歴史がある。この試験法に関しては、弊社のテクニカルレポート No.1⁷⁾ で詳しく説明した。

ASTM D5045 は ASTM E399 をベースに、1990 年に制定されたが、まだ、ASTM E399 のようには活用されておらず、規格の根拠が不明な点も多い。

樹脂の K_{Ic} 試験について、力学的な観点から検討、整理し、その結果を 3 回に分けてテクニカルレポートとして報告する。

本報では、まず、ASTM D5045 の試験法の概要を ASTM E399 と対比して、説明する。

2. 破壊靱性試験片

ASTM D5045 では、ASTM E399 と同様、Compact Tension (CT) 試験片と 3 点曲げ (SENB) 試験片の使用が認められている*2)。

2.1 標準試験片

標準サイズの SENB および CT 試験片を Fig.1 に示す。標準試験片では、 $W/B=2$ 、 $a/W=0.45\sim 0.55$ であり、これは ASTM E399 と同じである。

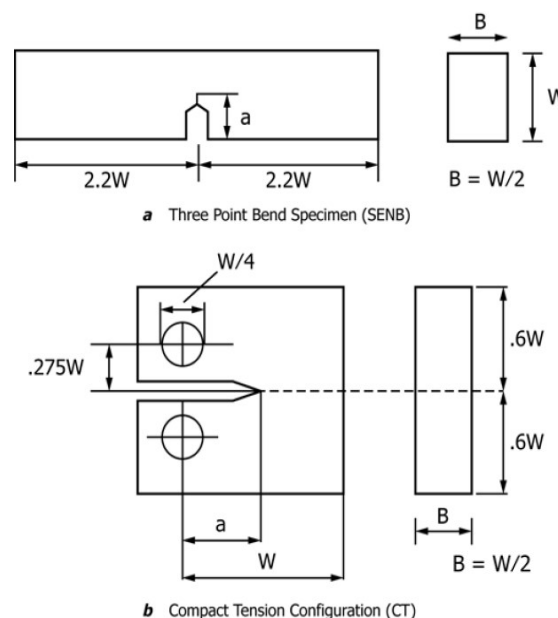


Fig.1 Standard specimen⁶⁾

*1) 似ているのは巨視的な挙動で、微視的な挙動は異なっている。樹脂の微視的挙動に関しては文献 1)~4) を参照していただき、本シリーズでは、巨視的な力学的観点から、樹脂の破壊靱性について説明する。

*2) ASTM E399 の場合は、付録として Round Compact Tension 試験片および Arc-Shaped 試験片の使用も認められている。

2.2 代替試験片

代替試験片の W/B は、SENB 試験片の場合、 $2 < W/B < 4$ 、CT 試験片では、 $2 \leq W/B \leq 4$ となる。両者は、等号の有無で微妙に異なっているが、敢えて差をつけた意味は不明である。

ASTM E399 では、SENB 試験片の場合、 $1 \leq W/B \leq 4$ 、CT 試験片では、 $2 \leq W/B \leq 4$ となっている。

ASTM D5045 では、 $1 \leq W/B < 2$ の SENB 試験片が適用外となるので、注意を要する。

2.3 予き裂の導入

ASTM D5045 では、機械または鋸によるノッチの先端に、新しい剃刀を用いて予き裂を導入する。その方法として、刃を軽くたたき、それでも予き裂が入らなければ、刃を1動作でスライドするか鋸動作で予き裂を設ける。延性のある樹脂の場合、刃を押し込んで予き裂を設けると圧縮残留応力が発生し、高目の K_{Ic} を与えるので、望ましくない。

剃刀によるスリット深さは、鋸によるノッチの幅または機械ノッチの先端半径の2倍より長くする必要がある。

ASTM E399 では、疲労予き裂を導入する必要がある、ノッチ幅 N が試験片幅 W の1%以上の場合 ($W=25\text{mm}$ のとき $N \geq 0.25\text{mm}$)、その長さは 1.3mm と W の2.5%の大きい方より長くする必要がある。

ASTM D5045 の剃刀スリットの長さ要求は、金属の ASTM E399 に比べてかなり緩い。予き裂導入に関する問題点については、次号のテクニカルレポートで詳しく述べる。

3. 試験

ASTM D5045 では、予き裂を導入した試験片に一定変位速度で静的に載荷し、破壊するまでの荷重と荷重線変位の関係を記録する。いっぽう、ASTM E399 では、通常、ノッチ端での開口変位を計測する。

3.1 試験数

ASTM E399 と同様、同一条件で、3個の試験を行うことが推奨されている。

3.2 試験温度と試験速度

ASTM D5045 では、試験温度は 23°C 、試験速度はクロスヘッド速度: 10mm/min が推奨されている。

ASTM E399 では、荷重 - 開口変位の線形域での K 値変化速度が $0.55 \sim 2.75 \text{ MPa}\sqrt{\text{m/sec}}$ で載荷する。

$W=25\text{mm}$ 、 $a/W=0.5$ の SENB 試験片を対象に、ヤング率: 2250 MPa 、ポアソン比: 0.42 として、コンプライアンスの式⁸⁾から上記の K 値変化速度に相当するクロスヘッド速度を計算すると、 $0.18 \sim 1.14 \text{ mm/min}$ になる。樹脂は粘弾性体であるので、金属材料に比べて速い速度で載荷することにしたのではないかと思われる。

3.3 変位の計測

SENB、CT 試験片とも試験機内蔵のストローク変位計測器で荷重線変位を計測する。それが不可能な場合や計測精度が不十分な場合は Fig.2 に示すように外付けの変位計を用いて計測する。CT 試験片では、載荷ピンの間に COD ゲージを取り付けて荷重線変位を計測する。

ASTM E399 では、Fig.3 に示すように COD ゲージをノッチ端のナイフエッジに装着して開口変位を計測する。

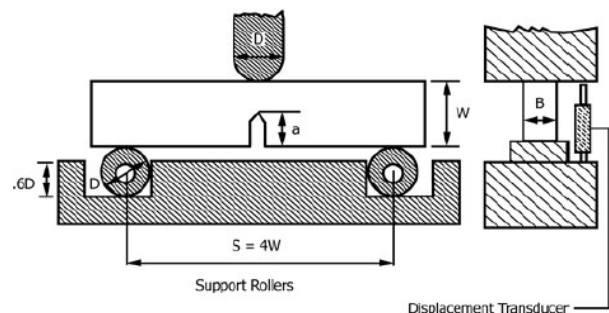


Fig.2 Displacement measurement with external displacement transducer for SENB specimen⁶⁾

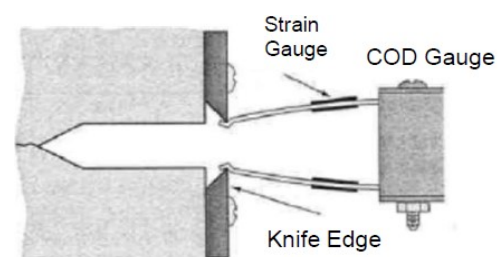


Fig.3 COD gauge mounted to knife edge at notch end⁴⁾

3.4 試験結果の整理

(1) 荷重線変位の補正

3.3 に示したように、ASTM D5045 では、開口変位を直接計測しないので、計測した変位には試験片自身の変形などが含まれる。したがって、ASTM D5045 では、Fig.4 のノッチのない試験片を用いて K_{Ic} 試験と同様な負荷を与え、荷重-荷重線変位を記録する。この余分な変位を K_{Ic} 試験で得られた変位から差し引き、変位の補正を行う。

ASTM D5045 では、荷重から求める K_{Ic} とともに荷重-荷重線変位の面積から求める限界歪エネルギー解放率 G_{Ic} も計測対象になっている。

規格からは、上記の荷重線変位の補正は、 G_{Ic} を求める際に必要な作業と読み取れる。 K_{Ic} 試験では、この作業は必ずしも必要ないのかも知れないが、正確を期すには K_{Ic} 試験でも補正した方がよいと思われる。

(2) 暫定破壊荷重 P_Q の求め方

得られた荷重-荷重線変位線図 (Fig.5) で、立ち上がりの線形域の直線 AB のコンプライアンス $C = \tan \theta$ より 5% 大きいコンプライアンス $\tan \theta'$ の線 AB' を引き、その線と荷重-荷重線変位線図の交点を P_Q とする。荷重-荷重線変位が交点に達する前に破壊する場合は、最大荷重 P_{max} を P_Q とする。

ASTM E399 では、Fig.6 に示す荷重-開口変位線図で、立ち上がりの線形域の直線 OA より傾きが 5% 少ない線 (95% secant) を原点から引き、それと荷重-開口変位線図との交点の荷重 P_S を P_Q とする。 P_S が得られる前に不安定破壊を生じる Type III では最大荷重 P_{max} を P_Q とし、Type II のように Pop-in を生じる場合は Pop-in 発生荷重を P_Q とする。

すなわち、ASTM D5045 では変位として荷重線変位、ASTM E399 ではノッチ端での開口変位を用い、 P_Q を求めるための直線として ASTM D5045 では荷重-荷重線変位線図の線形域の傾きの逆数であるコンプライアンス C の 5% 増、ASTM E399 では、荷重-開口変位線図の線形域の傾きの 5% 減の線を用いる。なお、ASTM E399 の 5% 減の線をコンプライアンスの変化に直すと C の約 5.3% 増

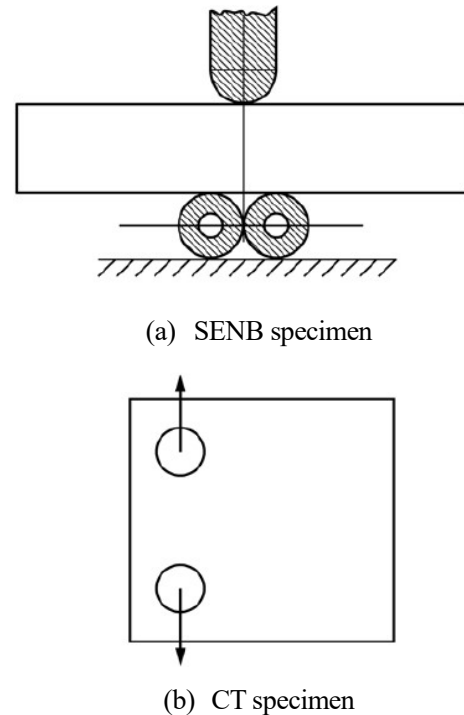


Fig.4 Arrangements for finding indentation displacement ⁶⁾

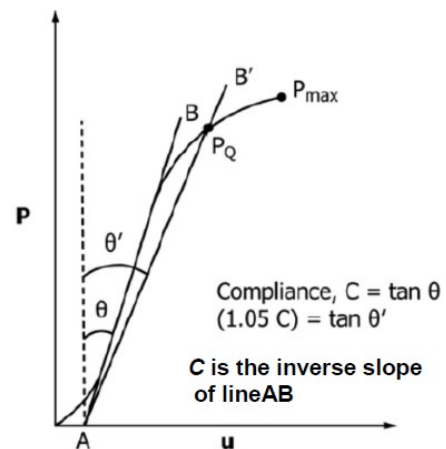


Fig.5 Determination of C and P_Q (ASTM D5045)

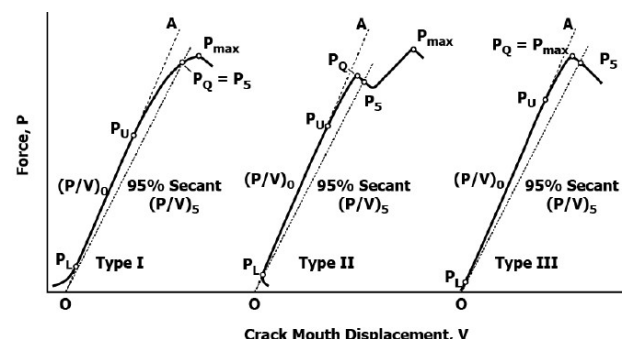


Fig.6 Determination of 95% secant and P_Q (ASTM E399)

となる。弾性体として、これらコンプライアンスの変化に対応するき裂進展量 (Δa) を計算すると、Table 1 に示すように、 Δa は初期き裂長さの 2% 前後になる。ASTM D5045 での Δa は、ASTME399 の Δa に比べて、CT 試験片では小さく、SENB 試験片では大きくなる。

(3) 暫定破壊靱性値 K_Q の計算

(2)で求めた P_Q を SENB または CT 試験片の K 値の式⁹⁾に代入し、暫定破壊靱性値 K_Q を計算する。これは、ASTME399 も同じである。

(4) K_Q の合否判定条件

式(1)と式(2)をともに満足すると、 K_Q は線形弾性平面歪破壊靱性値 K_{Ic} と見做なせる⁶⁾。

$$B, a, W-a \geq 2.5(K_Q/\sigma_{ys})^2 \quad (1)$$

$$P_{max}/P_Q \leq 1.10 \quad (2)$$

ここで、 B : 試験片厚、 a : き裂長さ

W : 試験片幅、 σ_{ys} : 降伏応力

ASTM E399 では、式(3)と式(2)を満足すれば、 K_Q を K_{Ic} と見做せる。

$$W-a \geq 2.5(K_Q/\sigma_{ys})^2 \quad (3)$$

$a \approx W-a$ なので、式(3)を満足すれば a も自動的に式(3)を満足するが、 B に対する要求は、現在の ASTM E399 には含まれていない。その理由は、文献 7) に示しているのので、それを参照していただきたい。

(5) 降伏応力 σ_{ys} の定義

ASTM D5045 では、式(1)の降伏応力 σ_{ys} は、樹脂の引張試験の規格である ASTM D638⁹⁾ の定義と異なり、単軸引張試験での最大荷重から求めると記されている。分かりづらいので、以下、 σ_{ys} の定義について具体例をあげて説明する。

樹脂の代表的な **s-s** 線図を Fig.7 に示す。Fig.7 の(a)はポリメチルメタクリレート(PMMA)のような非結晶性樹脂の中の脆性的な材料、(b)はポリカーボネート(PC)や硬質塩化ビニール(硬質PVC)のような非結晶性樹脂の中で比較的延性に富んだ材料、(c)は高密度ポリエチレンのような結晶性樹脂の **s-s** 線図の特徴を現している。

高密度ポリエチレンは延性が大きく、 K_{Ic} 試験の対象にならない*3)。いっぽう、PMMA、PC、硬質PVCは K_{Ic} 試験の報告例¹⁰⁾⁻¹³⁾がある。

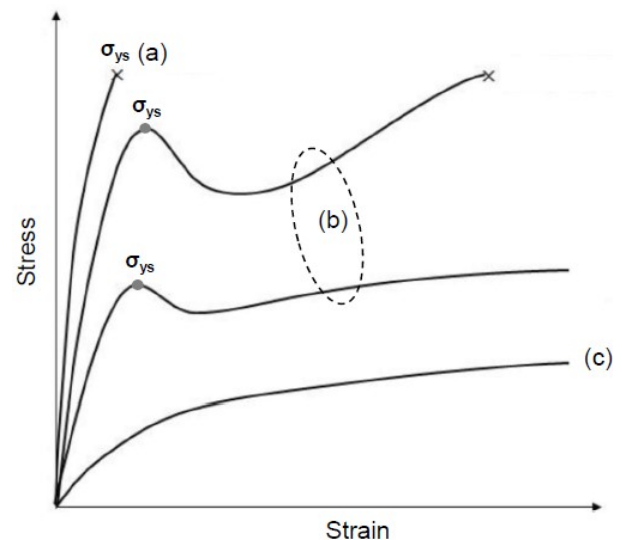


Fig.7 Typical stress-strain response of engineering plastics

Table 1 Amount of crack growth corresponds to the change in compliance

Standard		ASTM E399	ASTM D5045
Target material		Metal excluding ferritic steel	Plastic
Definition of secant line to determine P_Q		5% reduction in slope of linear range of load-crack opening displacement	5% increase in compliance of the linear range of load-load line displacement
Position of displacement measurement		End of notch	Load line
Ratio of equivalent crack growth to initial crack length	CT	2.30%	1.94%
	SENB	1.81%	2.40%

*3) このケースでは、ASTM D6068¹⁴⁾ に準じて非線形破壊力学パラメータ J を用いた破壊靱性試験を行う。

Fig.7 の(a)の場合、上述の ASTM D5045 の定義通り、最大荷重となる破壊応力を σ_{ys} とする。

Fig.7 の(b)は、非線形を呈してピークを示したのち歪軟化により応力は低下し、その後、歪硬化により応力は再上昇する。この **s-s** 線図の最大荷重は破断時であるが、ASTM D638 では最初のピーク値を σ_{ys} と定義する⁹⁾。PC や硬質 PVC を対象とした K_{Ic} 試験¹¹⁾⁻¹³⁾でも、 K_Q の合否判定にこの σ_{ys} を用いており、破断時の応力は用いられていない。

高力アルミ合金、チタン合金、高強度鋼などの金属の K_{Ic} 試験では、 σ_{ys} として 0.2%耐力が使用される。ちなみに、上記の PC の σ_{ys} は、ほぼ 3% 耐力に相当する。

式(1)の合否判定の意義は、テクニカルレポート No.17¹⁾に示したように、き裂先端近傍に形成される塑性域寸法が試験片寸法に比べて十分に小さいことを保証するものである。この判定に、定義の異なる σ_{ys} を用いて問題はないのか、理論的な裏付けはあるのかとの疑問が生じる。これについては、次々号のテクニカルレポートで検討し、報告する。

4. むすび

樹脂の平面歪破壊靱性値 K_{Ic} を求める試験規格である ASTM D 5045 の概要を金属の K_{Ic} 試験規格である ASTM E399 と対比して、説明した。

ASTM D 5045 は、ASTM E399 をベースに制定されたものであるが、本文に示したように、異なる点も散見される。

次号のテクニカルレポートでは、樹脂の K_{Ic} 値に及ぼす影響因子を公表文献をもとに整理し、金属の場合と比較する。また、樹脂の K_{Ic} 試験の課題について示す。

本文の 3.4 の(5)に示したように、樹脂の σ_{ys} の定義は独特で、金属の場合と大きく異なる。この σ_{ys} を用いて ASTM E399 とほぼ同じ式で K_{Ic} の合否判定を行うことになるが、それで問題はないのか疑問が残る。これについては、次々号のテクニカルレポートで検討し、報告する。

参考文献

- 1) 横堀武夫監修、成沢郁夫著；“高分子材料強度学”，オーム社，(1982)
- 2) 石川優，成沢郁夫；“高分子固体の破壊条件とじん性の評価”，日本材料強度学会誌，第 17 巻，第 4 号，pp85-101，(1983).
- 3) 成沢郁夫；“高分子材料の強度と破壊靱性”，日本金属学会会報，第 27 巻，第 8 号，pp650-656，(1988).
- 4) T. L. Anderson；“FRACTURE MECHANICS, Fundamentals and Applications, Fourth Edition”，CRC Press，(2017).
- 5) ASTM E399-20；“Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials”，(2020).
- 6) ASTM D5045-14；“Standard Test Methods for Plane-Strain Fracture Toughness and Strain Energy Release Rate of Plastic Materials”，(2014).
- 7) 木内晃；“ASTM E399 による K_{Ic} 試験の合否判定基準の意義と必要性”，Shimizu-tech Technical Report No.1，pp.1-10，(2021/3).
- 8) R. J. Bucci, P.C. Paris, J.D. Landes and J.R. Rice；“J integral estimation procedures”，ASTM STP 514，pp.40-69，(1972).
- 9) ASTM D638-14；“Standard Test Methods for Tensile Properties of Plastics”，(2014).
- 10) 栗山卓，成澤郁夫；“高分子材料の破壊靱性に及ぼす予き裂導入法の効果”，成形加工，第 1 巻，第 5 号，pp.529-537 (1989).
- 11) M. S. Cayard；“Fracture toughness characterization of polymers”，Ph.D. Dissertation, Texas A&M University, (1990).
- 12) 辻毅一；“ポリカーボネイトの破壊靱性評価に関する研究”，日本機械学会論文集(A 編)，58 巻，546 号，pp.212-217，(1992).
- 13) 木内晃，陳 榮、清水洋志；“樹脂の破壊じん性値に及ぼす予き裂導入法および試験片幅の影響”，材料，Vol.61, No.12, pp.940-945, (2012).
- 14) ASTM D6068-10(2018)；“Standard Test Method for Determining $J-R$ Curves of Plastic Materials”，(2018).

【著者紹介】

木内 晃

〒651-2241 神戸市西区室谷 2 丁目 2 番 6 号
 TEL : 078-992-1160 FAX : 078-992-2533
 E-mail : kiuchi@shimizutech.co.jp