

PET 平滑材・切欠き材の片持ち回転曲げ疲労挙動

内田 武*・種 健*・大塚 翔平**

Cantilever-type Rotating Bending Fatigue Behavior of PET Smooth Specimen and Notched Specimen

Takeshi UCHIDA*, Takeshi TANE* and Shohei OTSUKA**

The cantilever-type rotating bending fatigue tests of smooth PET (Polyethylene-terephthalate) specimen were carried out under the stress ranging from 30 to 60 MPa at the room temperature. The rotational frequency were set ranging from 20 to 40 Hz. The fatigue behavior about fatigue life, Influence of repetition rate, macroscopic fracture surface analysis, and comparison of tension-compression fatigue test were investigated.

The experimental results are as follows. (1) The fatigue limit of PET is approximately 30MPa irrespective of the rotational frequency. (2) The difference between the fatigue limit of the cantilever-type rotating bending fatigue tests and tension-compression fatigue test there was 11MPa. (3) PET is a high stress area and low stress region, was found to tend to show higher strength and longer life than PMMA and PC. (4) The morphology of the fracture surface of PET was classified into two large regions.

Key Word : The cantilever-type rotating bending fatigue, PET, Tension-compression fatigue, Fatigue life, Macroscopic fracture surface analysis

1. 緒言

プラスチック材料が、今日あらゆる分野で使用・開発されているのは、軽量化による燃費改善での環境負荷低減、高性能化、一体成形などによる加工工程削減、その他に防錆性・無潤滑・低騒音、高い比強度を持つことから構造材料、機械部品材料など過酷な環境下でも積極的に使用されるようになったからである。今後さらに、より強力な複合材としてだけでなく、リサイクル性や加工性などの面からもプラスチック単体の需要が高まるものと見られ、その性質の向上が要求されるのは必至である。今回、試験片として使用するプラスチックの一種であるポリエチレンテレフタレート樹脂は、1948年にイギリス、ICI社が世界初の工業化に成功した後、各国で繊維やフィルム用として様々なメーカーが製造し、優れた耐熱性、耐薬品性、機械的特性、電気的特性から広範な工業分野で使用されてきた。1970年代からは、良好なバリア性、衛生性、透明性などの特性から飲料用ボトルや食品容器の分野で急速に需要を拡大させ、PET樹脂はペットボトル材として、よく知られる存在となった。現在、日本では年間70万トン以上の市場が形成されており、私たちの毎日の生活で欠かせない身近な材料になるまで使用が拡大している。

実際、機械・構造物の破損例の約80%が直接的あるいは間接的に疲労現象が原因とされている。疲労破壊は、一回の負荷では破断しない応力でも、繰返し負荷がかかることで破断してしまう破壊のことである。金属材料は疲労に関する多くの研究が行われ、また、今日も研究が行われている。しかし、プラスチック材料を金属や合金などの代替材料としての工業用途あるいは構造用途に利用する際に、強度や耐久性について調査する必要がある。そのため、プラスチック材料の強度的特性の評価、特に疲労挙動に関する検討は必要である。

機械や構造物などが受ける外力や変形は複雑に変動するのが通常である。しかし、疲労試験では材料の力学的応答や基本的な疲労強度特性をあきらかにするために、単純な応力や変形の連続負荷が用いられている。ここで、代表的な疲労試験機には回転曲げ疲労試験機、平面曲げ疲労試験機および引張圧縮疲労試験機などがある。

本研究では、プラスチック材料の疲労試験で今までにポリメチルメタクリレート(以下、PMMA)とポリカーボネート(以下、PC)の透明材料の平滑材を使用材料とした片持ち回転曲げ疲労試験を行い、疲労寿命、繰返し速度の影響および破断面形態、き裂進展挙動について詳細に調査することを目的として、それらに関する系統的な実験的研究を進めてきた。そこで今回、比較的共通性のある新たな材料としてポリエチレンテレフタレート(以下、PET)を選定した。今回は、これまで実施したPETの片持ち回転曲げ疲労試験、疲労寿命に与える繰返し速度の影響、巨視的破断面解析、およびき裂進展挙動を連続観察するにあたって切欠き材の疲労試験から得られた結果に加え、引張・圧縮疲労試験との比較、3種類(PMMA、PC、PET)の材料の疲労寿命と破断面形態の比較から、その違いについて報告する。

2. 試験片および試験方法

2.1 試験片

材料は結晶性、熱可塑性樹脂、延性の性質を持つPETであり、表2-1に機械的性質、図2-1に片持ち回転曲げ疲労試験片の形状・寸法を示している。また、今までの特別研究で実験に使われた材料と比較するため、表2-2にPMMA(非結晶性、熱可塑性樹脂、ぜい性)、表2-3にPC(非結晶性、熱可塑性樹脂、延性)の機械的性質を示した。

試験片は直径10mmの市場供給の丸棒から旋削加工された砂時計型である。旋削加工後、試験片湾曲部を中心に#360~2000のスポンジ研磨材および耐水ペーパーで注意深く研磨し、最終研磨に0.5μmのアルミナ水溶液で仕上げた。仕上げ後、平滑材とは別に切欠き材として使用する試験片は小穴を使用するため、ミニボール盤を用いて試験片の湾

* 機械工学科 (Department of Mechanical Engineering)

** 専攻科, 生産工学専攻2年

(Advanced Production Engineering Course, 2nd grade)

曲部中心に微小ドリル穴加工を施した。その後、試験片は旋削加工および研磨作業によって生じた残留応力が試験結果に与える影響を考え、焼きなまし処理を行い、残留応力を取り除いた。熱処理にはプログラム温度調節機 (ISUZU 製) を用い、処理温度は PET のガラス転移温度 80°C、結晶化温度 240°C を参照値とし、予備的熱処理結果から判断して、今回は 138°C に設定した。熱処理工程は、まず、100°C/hr の昇温速度で 138°C まで加熱し、138°C で 10 時間保持する。その後、-10°C/hr の降温速度で室温まで炉内で徐冷し、実験までその状態を保持する。この過程を図 2-2 にグラフで示す。

表 2-1 PET の機械的性質

ヤング率 [GPa]	引張強さ [MPa]	耐力 $\sigma_{0.2}$ [MPa]	曲げ強さ [MPa]	伸び [%]	比重
2.5	84	73	127	20	1.39

表 2-2 PMMA の機械的性質

ヤング率 [GPa]	引張強さ [MPa]	耐力 $\sigma_{0.2}$ [MPa]	曲げ強さ [MPa]	伸び [%]	比重
3.2	68~70	41.0	90~100	5.0	1.19

表 2-3 PC の機械的性質

ヤング率 [GPa]	引張強さ [MPa]	耐力 $\sigma_{0.2}$ [MPa]	曲げ強さ [MPa]	伸び [%]	比重
1.5	54.9	65.1	95	87.9	1.2

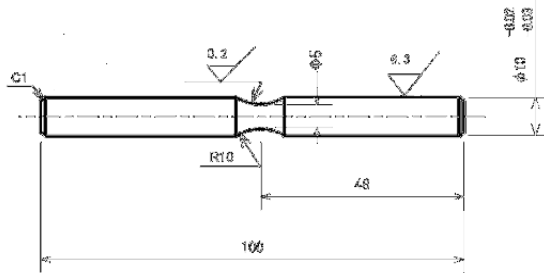


図 2-1 平滑試験片の形状・寸法

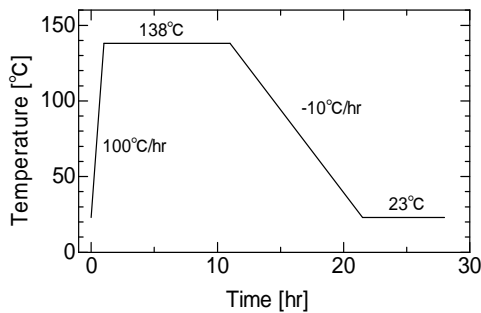


図 2-2 PET 試験片の熱処理工程

2. 2 試験方法

疲労試験は、図 2-3 に示した繰返し速度が変更可能な 4 連式回転曲げ疲労試験機 (ホークス株式会社製, RB4-3150-V2) を用いて、振幅応力 30~60MPa、設定繰返し速度 20Hz と 40Hz (スピンドル回転数で 1200rpm と 2400rpm)、温度 23°C のもとで、片持ち回転曲げ疲労試験で実施した。この試験機はモーター駆動式で、試験片 4 本を同時に異なる負荷応力下で疲労試験が可能な試験機であり、モーター回転数は任意可変できるようにインバータを取付けている。図 2-4 は試験片取り付け部の拡大した写真である。

また、切欠き材の疲労試験は、振幅応力 26~45MPa、設定繰返し速度 20Hz (スピンドル回転数で 1200rpm)、温度 23°C のもとで行った。

破断面解析は、巨視的観察とともに破断面をビデオルーペ VL-11S/SL (スカラ株式会社製) で取り込み、その画像を観察する。



図 2-3 片持ち回転曲げ疲労試験機



図 2-4 試験片取り付け部

3. 試験片結果および考察

3.1 負荷応力と繰返し数の関係

(1) 疲労寿命に与える繰返し速度の影響

図 3-1 は PET 材料の片持ち回転曲げ疲労試験で得られた負荷応力 (振幅応力) と破断までの繰返し数の結果を表わす S-N 曲線である。縦軸に負荷応力、横軸に疲労寿命を表している。 10^7 回の負荷の繰返しでも破断せず試験を中断した試験片に矢印をつけ、グラフの曲線は寿命 10^4 以上の全データを曲線回帰したものである。この曲線から PET 材料の疲労限度は、およそ 30MPa であることがわかる。また、このグラフから、データのプロットが図中の曲線からほぼ等間隔に位置していることがわかるので、20Hz と 40Hz において繰返し速度が疲労寿命へ与える影響はないと判断した。

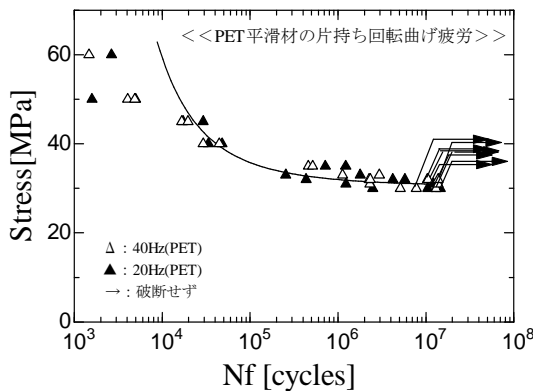


図 3-1 PET 材料の S-N 曲線図

また、過去に行った片持ち回転曲げ疲労試験の結果から、20Hz と 40Hz の速度域においては、PMMA、PC も疲労寿命に与える繰返し速度の影響は見られないことがわかっている。

(2) 片持ち回転曲げ疲労試験と引張・圧縮疲労試験の比較・考察

今回、研究室内で PET 材料を用いた引張・圧縮疲労実験を行っているグループがあるため、片持ち回転曲げ疲労試験との S-N 曲線図の結果を比較した。図 3-2 に片持ち回転曲げ疲労試験と引張・圧縮疲労試験の S-N 曲線の比較図を示す。繰返し速度は、20Hz である。この図から、片持ち回転曲げ疲労試験の疲労限度は約 30MPa であるのに対して、引張・圧縮疲労試験の疲労限度は約 41MPa であることがわかった。この原因は、片持ち回転曲げ疲労試験は試験片の最大負荷の掛かる場所が点であるのに対して、引張・圧縮疲労試験は試験片の負荷の掛かる場所が面であり、試験方法が異なることが挙げられる。これは、片持ち回転曲げ疲労試験のように負荷の掛かる面積が点であり、断面積が小さいほど、試験片に作用する負担が大きくなる。逆に、引張・圧縮疲労試験のように負荷の掛かる面積が断面全体であるため、断面積が大きいくほど、試験片に作用する負担が小さくなる。その結果、片持ち回転曲げ疲労試験と引張・圧縮疲労試験での疲労限度に差が生じたものと考えられる。

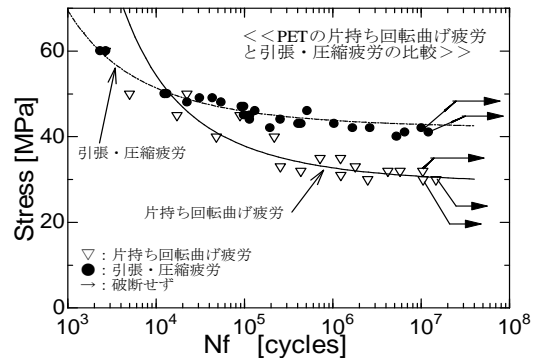


図 3-2 片持ち回転曲げ疲労試験と引張・圧縮疲労試験の S-N 曲線の比較

(3) PMMA, PC 材料との比較・考察

今回、PET の実験から得られた結果とこれまで実施してきた PMMA および PC 平滑材の実験データを比較すると、図 3-3 のようになる。図より、PMMA、PC、PET 平滑材の疲労限度はそれぞれ 16MPa、14MPa、30MPa 程度であることが分かった。

また、高応力域では、PMMA よりも PC の方が長寿命になったものとも考えられる。ところが、低応力域ではほとんど変わりはないが、PMMA の方が若干長寿命を示す傾向にあることがわかる。このような現象の理由を明らかにするためには、材料の繰返し軟化や繰返し硬化も考慮する必要がある。PET は高応力域と低応力域では、PMMA と PC より高強度、長寿命を示す傾向にあることがわかる。これは、表 2-1・2-2・2-3 を比べても分かるように、もともと PET は引張強さ、耐力、曲げ強さの数値が PC、PMMA より高いことが影響していると考えられる。また、PMMA、PC と PET の違いは、結晶性の有無があるために、このことも要因の一つとも考えられる。PET は結晶性材料であり、PC と PMMA は非結晶性材料である。結晶性材料である PET は、き裂がゆっくりと進展して破断に至るため、非結晶性材料の PC、PMMA より剛性が高いと言える。

さらに、同じ繰返し数で見ると、PET は PMMA と PC に比べて、耐応力性が高い。このことより、PET が高応力に耐える特性を持っていることがわかる。

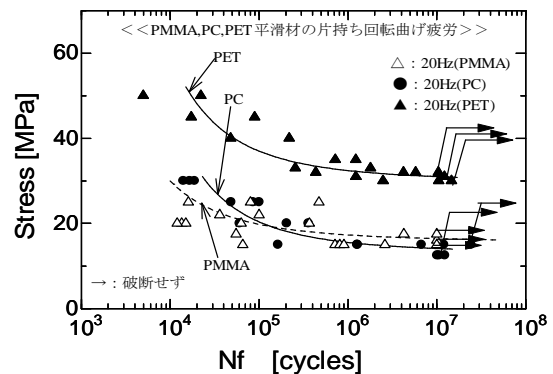


図 3-3 PMMA、PC、PET の S-N 曲線の比較

3.2 破断面解析

(1) 負荷応力と破断面の関係

今回試験を行った、繰返し速度 20Hz、負荷応力 30MPa ~ 60MPa の範囲内において破断した PET 平滑材の片持ち回転曲げ疲労試験片の破断面は、わかりにくい部分も多く、巨視的な観察では細かいところまで調べることができなかった。

今回実施した試験条件においては、全てほぼ類似した破断面形状を呈しており、長手方向に対してほぼ垂直な面で破断していた。図 3-4 は、PET 平滑材で得られた代表的な破断面の例であり、図 (a) に繰返し速度 20Hz・設定負荷応力 50MPa、図 (b) に 20Hz・30MPa の場合を示している。

これらの破断面は、明確に識別できる領域として、2 つの領域に分類することができた。すなわち、湾曲部最小断面の表面から発生したき裂が比較的ゆっくりと進行し、き裂先端が円弧状をなして広がった非常に滑らかな領域（領域 I、鏡面領域）、および破面性状が非常に粗い領域（領域 II、最終破断領域）の 2 領域である。そして、全ての破断面に領域 I と領域 II の間の境所は水平面であることがわかる。このような現象の理由としては、行った試験は回転曲げ試験であり、引張側と圧縮側で応力勾配があるので、境所は水平面になったと言える。

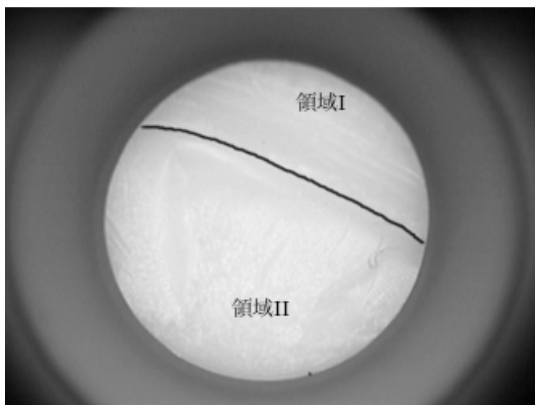


図 (a) 負荷応力 50MPa

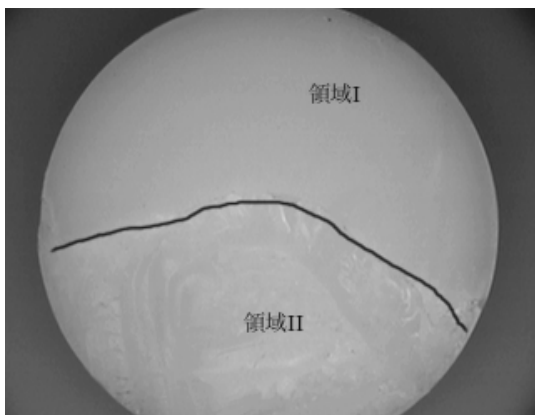


図 (b) 負荷応力 30MPa

図 3-4 PET の片持ち回転曲げ疲労破断面の代表例

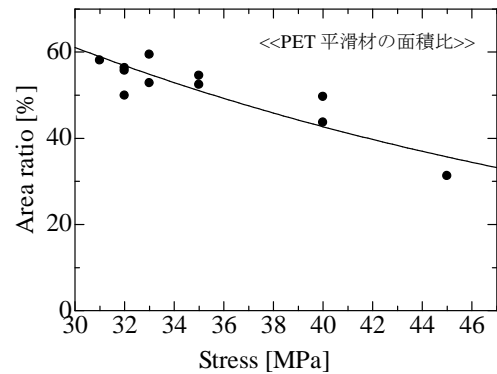


図 3-5 負荷応力一面積比曲線図 (PET)

また、この鏡面領域（領域 I）の破断面全体に占める割合が、負荷応力の大きさによってどのような影響を受けているかを示したものが図 3-5 である。縦軸に面積比（鏡面領域の占める割合）、横軸に負荷応力を示している。このグラフから、高負荷応力域ではき裂が発生してから破断が早いいためか、破断面に占める鏡面領域の割合が低かった。それとは逆に、低応力域ではき裂がゆっくりと進むためか、破断面に占める鏡面領域の割合が高かった。き裂は、負荷の繰返しによって、試験片湾曲部の底部いわゆる最小断面の表面から発生し、鏡面領域（領域 I）を形成しながらゆっくりと広がりながら成長し、その後一気に破断（領域 II）に至る。このことから、試験片に作用する負荷が高い程、一気に破断する領域 II の割合が大きく、逆に負荷が低ければき裂先端での無理の程度が小さいために、ある程度のき裂成長を伴うことになり、結果として領域 I の割合が高くなる。

(2) PMMA、PC 材料との比較・考察

図 3-6 に PET、PMMA、PC の面積比のグラフを示す。領域 I の違いは、PET を基準とすると、PMMA と PC は全領域で面積比が低いことである。この結果から、PET は PC、PMMA と違い、高い面積比まで耐えており、き裂が大きく成長しても破断しないことから寿命が長いと言える。これは、PET が持つ結晶性の性質が関わると考えられる。領域 I の PMMA と PC による違いは、PC を基準として高応力域では面積比が小さく、低応力域では面積比が大きくなっていることである。PC は延性材料なので、粘って破断すると考えると、どの応力域でも面積比が PMMA よりも大きくなるはずだが実際は異なった。原因としては、PC 試験片の破断面は PMMA 試験片と違って非常に見えにくく、観察することが困難であったことから誤差が生じたと考えられる。

さらに、これらの結果は巨視的に破断面を見た結果であり、より詳しく調べるために微視的な破断面の調査が必要である。

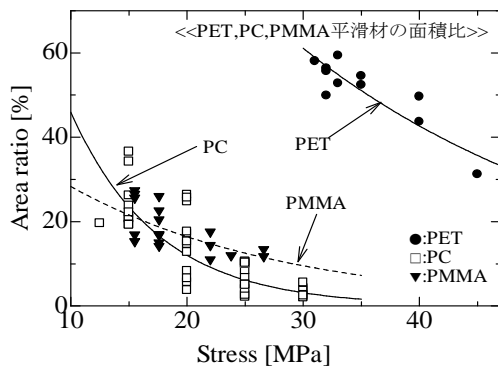


図 3-6 負荷応力-面積比曲線図 (PET、PC、PMMA)

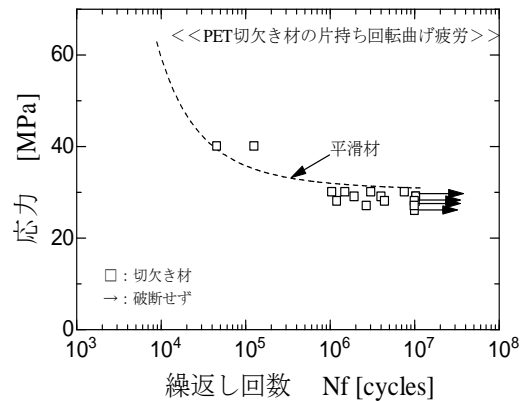


図 3-7 PET 切欠き材の S-N 曲線

3.3 切欠き材の切欠き係数の決定

図 3-7 は切欠き材の応力と繰返し数の関係 (S-N 曲線) を示している。図 3-7 の矢印を付けた試験片は繰返し数が 10^7 回を超えても破断しないため、試験を中止したものである。平滑材の曲線は繰返し速度 20Hz のデータについて曲線回帰したものである。

き裂進展の連続観察は平滑材で行うのが最も良いが、き裂発生を観察することが困難なため、加工 (微小穴) した切欠き材を使用する。図 3-7 より、平滑材の曲線に比べて、切欠き材の疲労寿命は短いことがわかり、切欠き加工による影響があることがわかる。平滑材の疲労限度は約 30MPa で、切欠き材の疲労限度は約 27MPa であった。き裂が切欠きから発生し、疲労限度にそれほど影響を与えないドリル穴の調査の結果について、これまでの実験データを参照し、図 3-7 の切欠き材の直径と深さは全て約 0.1mm のデータで行ったものである。

ここで、切欠き係数とは平滑材の疲労限度を切欠き材の疲労限度で割った値なので、切欠き係数 β は

$$\beta = \frac{30}{27} = 1.11$$

となった。

この結果より、 β が 1.0 に近い加工 (微小穴) の影響は小さいと言えるため、今現在、き裂成長の連続観察を疲労限度付近である 29MPa、繰返し数 10^4 回を超える 40MPa、それらの中間応力である 35MPa の 3 つの応力レベルで試験を行っている。き裂成長の測定は、レプリカ法を用いている。しかし、まだき裂の連続観察で得られたデータが少ないため、グラフ化できていない。最終的には、応力とき裂成長の関係性について調査する必要がある。

4. 結言

今回は、これまで実施した PET の片持ち回転曲げ疲労試験について、疲労寿命に与える繰返し速度の影響、巨視的破断面解析、およびき裂進展挙動を連続観察するにあたって切欠き材の疲労寿命から得られた結果、また引張・圧縮疲労試験との比較と 3 種類の材料 (PMMA、PC、PET) の疲労寿命、破断面形態の比較をした。以下に、これらの研究で得られた結果を示す。

- (1) PET 平滑材料の疲労限度は、およそ 30MPa であることがわかった。PET 試験片は、PMMA、PC 試験片と同様に繰返し速度による疲労寿命への影響は見られなかった。片持ち回転曲げ疲労試験の疲労限度 30MPa と引張・圧縮疲労試験の疲労限度 41MPa を比較してみると、約 11MPa の差があることがわかった。
- (2) PC と PMMA を比較してみると、高応力域では PC のほうが疲労寿命は長く、低応力域では PC のほうが疲労限度は低かった。PET は高応力域と低応力域では、PMMA と PC より長寿命を示す傾向にあることがわかった。また、PET は PMMA と PC に比べ、高応力に耐える特性を持っているとわかった。
- (3) 破断面の形態については、巨視的にみて 2 つの領域に分けることができた。表面から発生したき裂が比較的ゆっくりと進行してできた滑らかな領域 (領域 I、鏡面領域)、および一気にき裂が進行してできた粗い領域 (領域 II、最終破断領域) の 2 領域である。PET、PC、PMMA 試験片も領域 I の面積比は負荷応力によって大きく異なっていた。また、領域 I の違いは、PET を基準とすると、PMMA と PC は全領域で面積比が低いとわかった。この結果から、PET は PC、PMMA と異なり、高い面積比まで耐えており、き裂が大きく成長しても破断しないことから寿命が長いとわかった。これは、PET が持つ結晶性の性質が関わると考えられる。これはあくまで巨視的な観点からの見方であり、より調べるためには微視的な観察が必要不可欠であることが言える。

- (4) き裂進展の連続観察は平滑材で行うのが最も良いが、き裂発生を観察することが困難なため、切欠き材を使用した。微小ドリル穴の直径と深さは、共に 0.1mm であったときの切欠き材の疲労限度は 27MPa となり、平滑材の疲労限度は 30MPa であった。このとき、切欠き係数 β は 1.11 であり、切欠きが疲労寿命に与える影響は小さいといえる。
- 今現在、レプリカ法を用いたき裂成長の連続観察を行っているが、まだデータが少ないため、継続して観察していく予定である。

参考文献

- (1) 例えば 高野 菊雄；プラスチックス，4月号，(1997)，pp.10～15，工業調査会。
- (2) 福井 博之；プラスチックス，1月号，(2009)，p69，工業調査会。
- (3) 小川 俊夫；工業技術者の高分子材料入門，(1993)，共立出版。
- (4) 成澤 郁夫；プラスチックの機械的性質，(1994)，シグマ出版。
- (5) 村上 理一，金 允海，楠川 量啓；材料の強度と破壊の基礎，(2005)，pp74～77・83・84，ふくろう出版。
- (6) 内田 武・江藤 友昭；ポリメチルメタクリレート (PMMA) の破壊強度に及ぼす負荷速度の影響，北九州工業高等専門学校研究報告，No.31，(1998)，pp.15～22。
- (7) 内田 武・池田 哲朗；PMMA の破壊じん性値およびき裂進展挙動に及ぼす変位速度の影響，北九州工業高等専門学校研究報告，No.33，(2000)，pp.17～27。
- (8) 内田 武・呉 奉春；PMMA ならびに PC の破壊じん性値および破壊エネルギーに及ぼす変位速度の影響，北九州工業高等専門学校研究報告，No.35，(2002)，pp.9～18。
- (9) 内田 武・山内 康平；PMMA の引張・圧縮疲労挙動に関する研究 (第 2 報：切欠き材の疲労寿命およびき裂進展挙動)，北九州工業高等専門学校研究報告，No.35，(2002)，pp.19～25。
- (10) 内田 武・小西 雄一郎；PMMA の片持ち回転曲げによる疲労挙動に関する研究 (第 1 報：平滑材の疲労寿命・表面温度・破断面形態)，北九州工業高等専門学校研究報告，No.37，(2004)，pp.13～20。
- (11) 内田 武・坂本 洋；PMMA および PC 平滑材の片持ち回転曲げ疲労挙動，北九州工業高等専門学校研究報告，No.40，(2007)，pp.7～14。
- (12) 内田武・大和政弘；ポリカーボネートの片持ち回転曲げ疲労挙動に関する研究，北九州工業高等専門学校研究報告，No.43，(2009)，pp.10～15。

(2014 年 11 月 10 日 受理)