

一方、き裂が内在した成形体を強制開放して、き裂の破面を観察した事例を紹介する。図4はポリ塩化ビニル (PVC) 樹脂ビンディングストラップの割れき裂破面と強制開放破面の光学顕微鏡観察結果である。図4 (a), (b) はそれぞれストラップの表側と裏側の外観像である。前者ではピッチの根元付近にき裂が認められ、後者ではそのき裂が裏側まで達していることがわかる。図4 (c) では左側が強制開放した破面で、右側がき裂破面である。前者では強制開放した際に生じた多段の切削痕が、後者ではき裂破面の右上を破壊起点とした円弧状のストライエーション状模様が観察される。この模様から、き裂が疲労により発生、進展したものと推察される。また、図5は扇風機ねじ止めキャップ (ABS樹脂) ボス部の疲労破面の光学顕微鏡像である。図5 (a) の破面全体像ではねじ止め下部が強制開放面である。左側下のみが強制開放破面であることから、ねじ止めの左側き裂破面よりも、右側き裂破面の方が早い時期から発生・進展したか、もしくは、進展速度が大きかったものと考えられる。この右側のき裂破面の拡大像を図5 (b) に示した。この破面の左側上部隅の破壊起点から、疲労特有の、砂浜の波跡状模様であるビーチマーク (beach mark) あるいは、貝殻状模様のシェルマーク (clam shell mark) が観察された。

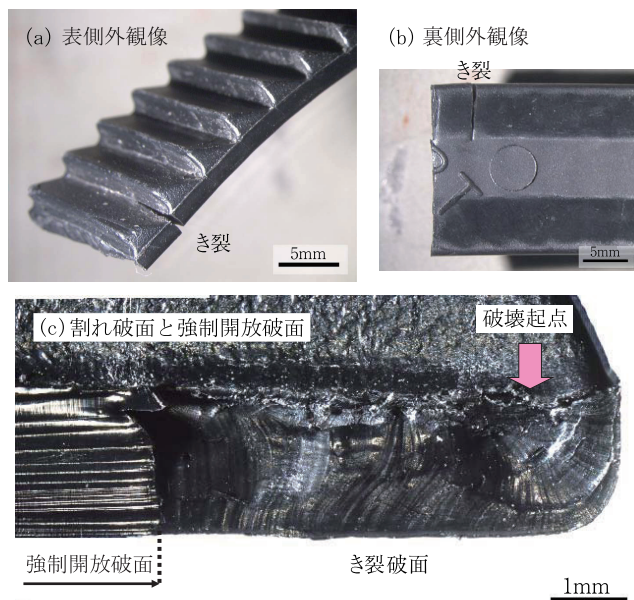


図4 PVC樹脂ビンディングストラップのき裂破面と強制開放面 (光学顕微鏡像)

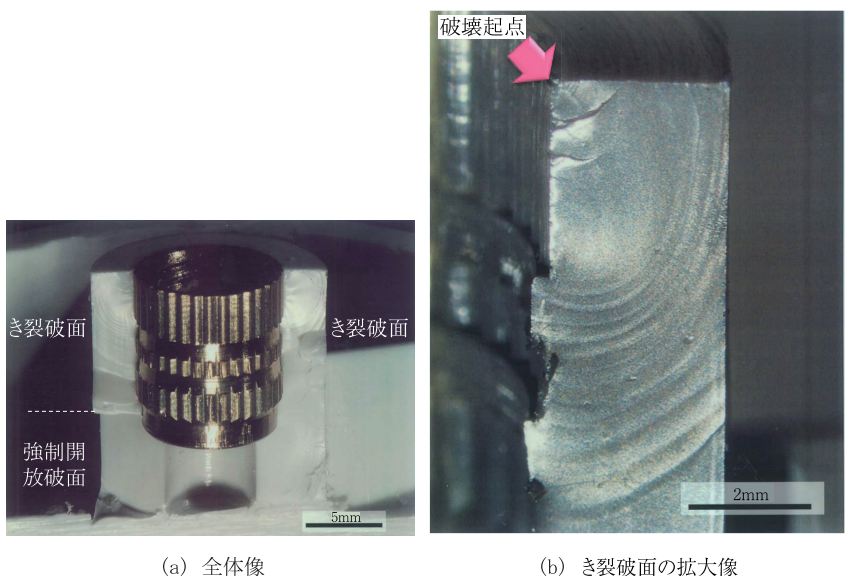


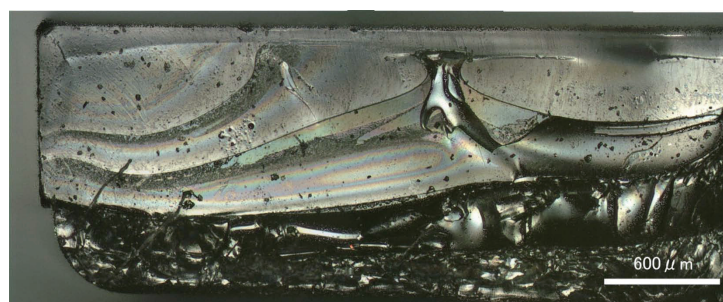
図5 扇風機ねじ止めキャップ (ABS樹脂) ボス部の疲労破面 (光学顕微鏡像)

### 3. 前処理

観察試料の前処理としては、付着した汚染物を除去する処理と、破面形態を見やすくする処理がある。汚染物除去処理では、たとえば、観察試料表面に付着したゴミなどを圧縮空気で吹き飛ばしたり、付着した水などの揮発性液体を(真空, 加熱)乾燥したり、付着した泥や油等を洗浄・乾燥する。乾燥条件としては、ポリマーの軟化点、融点さらに、熱劣化を十分考慮した温度を設定する。また、泥、油や錆の洗浄に関しては、高分子材料の溶解度パラメーター (SP 値(solubility parameter))<sup>5)</sup> になるべく異なると同時に、付着物に親和性のある有機溶剤を使用する。場合によっては、非常に強固な付着物の除去には超音波洗浄を行うこともある。いずれの場合でも、破面へのダメージが極力少なく、付着物をほぼ完全に除去する方法と条件を検討する必要がある。

一方、破面形態を見やすくするために、破面に白金(Pt)などを蒸着もしくは、コーティング処理する場合がある。例えば、透明な樹脂の破面に関しては、破面の凹凸パターンに焦点を合わせることが難しいため、蒸着やコーティングを施してから破面の観察を行うことがある。なお、これとは別に、走査型電子顕微鏡を用いて、非導電性試料である高分子材料の破面を観察する場合には、電子線照射により試料の帯電(チャージアップ)を防ぐために、破面に蒸着やコーティング処理を施す<sup>7)</sup>。

ここで、図6は泥や油が付着したアクリル・スチレン共重合体(AS樹脂)(SP 値:  $12.8(\text{cal}/\text{cm}^3)^{0.5}$ )<sup>8)</sup> 破面の観察結果である。なお、ここでは示さないが、試料の外観観察から、試料表面には、環境剤により発生したと考えられる、多数の表面クレーズの痕跡が認められた。図6(a)の洗浄前の破面では、付着した泥の粒や油膜による光の干渉模様により、破面の形態が大変見難くなっている。そこで、この油膜をn-ヘキサン(SP 値:  $7.3(\text{cal}/\text{cm}^3)^{0.5}$ )<sup>8)</sup> を用いて洗浄し、乾燥させた破面(洗浄後の破面)の写真を図6(b)に示した。試料の上部の表面クレーズを破壊起点とした、特徴がない平坦な破面が観察されることから、この破面は環境応力割れにより形成されたものと推察される。



(a) 洗浄前



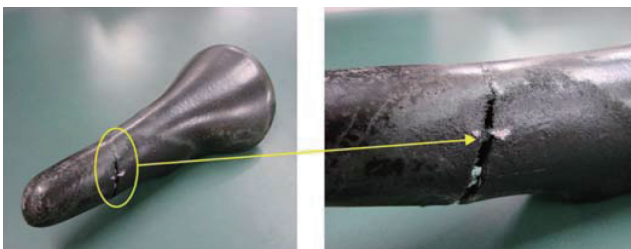
(b) 洗浄後

図6 油と泥が付着したAS樹脂破面の洗浄前後の像(光学顕微鏡像)

硫ゴムの加硫反応と同じと考えてよい。なめしを施すことによって皮→皮革になる。3価のクロム酸でなめした後にさらにタンニンで再なめしをすることでより丈夫な安定した皮革になる。このなめし工程が充分でないと、架橋反応にあずからない牛皮革中に遊離しているクロム酸が競技中に代謝された汗により溶出し、環境応力割れを誘引したと考えられる。すなわち、本サドル破断の原因は、サドル成形品が不良品ではなく、サドルを覆う皮革のなめし方に一部問題を有し、長期使用中の選手から代謝された汗による架橋剤  $\text{Cr}^{2+}$  の溶出がナイロン6サドルの破断を誘引したことが判明した。

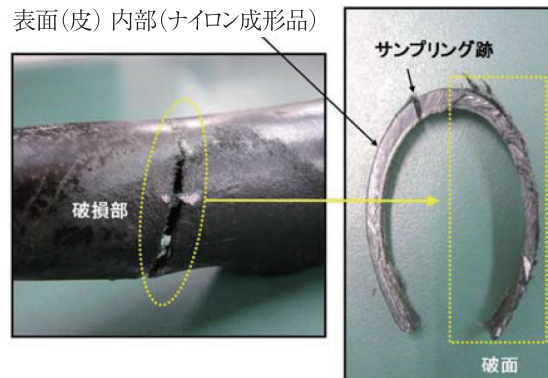
(a) サドル破損部

ナイロン6 自転車サドル

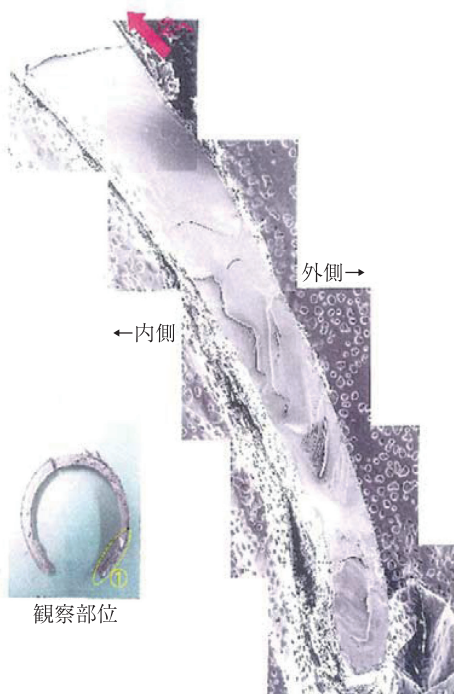


(b) 破損部破面(四角枠部)

表面(皮) 内部(ナイロン成形品)



(c) 破損品 破断面のSEM観察(×30)



(d) サドル破断部のEPMAによる元素分析

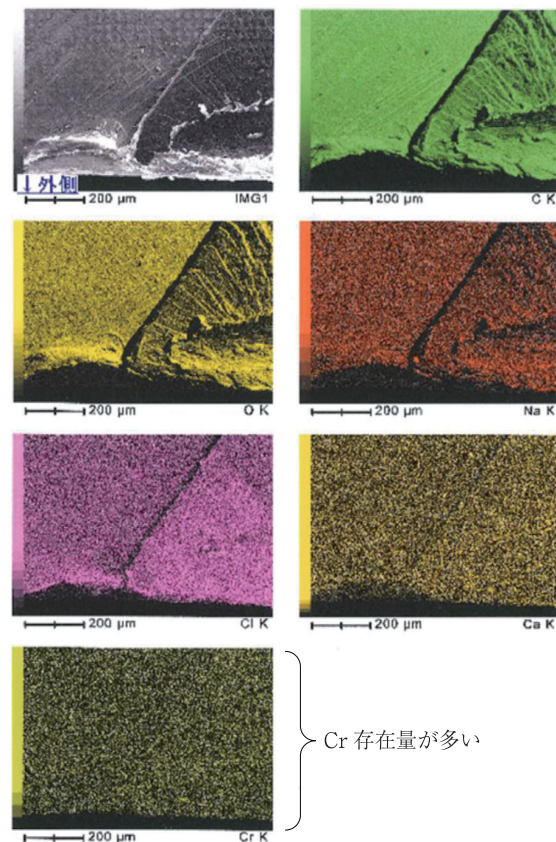


写真6 ナイロン6成形品自転車サドル

また、図37、38に静的延性破面と疲労破面についての断面方向からの観察（微細構造観察，UVエッチング処理断面のSEM観察）結果を示す。静的延性破面では断面においても破面の直下に球晶の形が存在せず，球晶が大きく塑性変形した状態が認められる。一方，疲労破面では破面の直下にはほとんど変形を伴わない球晶が存在している。このように，それぞれの破面が異なる高次構造の変化を伴った発現機構（帰属とする）により生じていると判断される。このことにより，破面をエッチングして破面直下の高次構造を出現させることで静的延性破面と疲労破面を区別することができる。その他のぜい性破面，クリープ破面のエッチング破面と断面観察結果を図39に示す。また，ポリアセタール（ジュラコン®）標準破面の帰属のまとめを表3に示す。静的延性破面以外は，内部組織である球晶がほとんど変形しない状態で破面が形成するという興味ある知見が得られている。

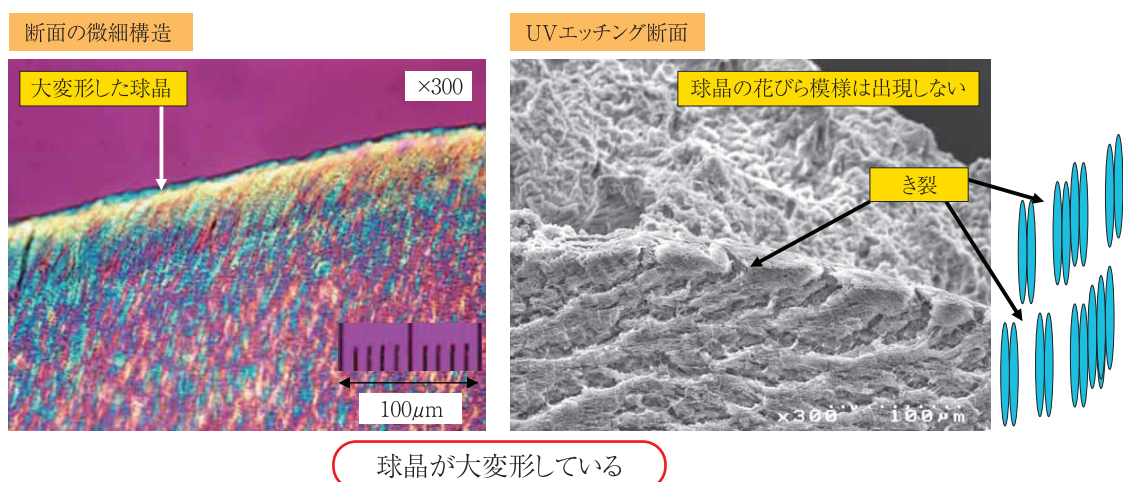


図37 静的延性破面の帰属調査

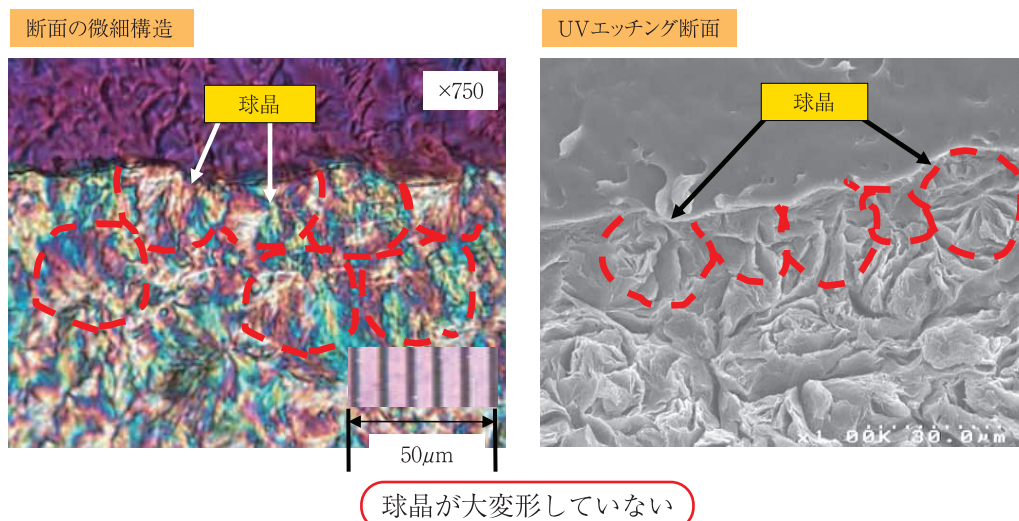


図38 疲労破面の帰属調査