

プラスチックフィルムの 破壊過程のその場観察

小泉堯* 納富充雄* 岸本喜久雄*

In Situ Observation of Plastic Film Fracture

Takashi KOIZUMI*, Mitsuo NOTOMI*, Kikuo KISHIMOTO*

In order to test the strength of plastic films, a new tensile testing machine has been manufactured in a small scale. The property of this machine is that the chacking parts can move symmetrically on both sides. The loadcell is equipped between the loading rack and the chack. As the electrical pulse number transmitted to the stepping-motor, which drives the rack, is proportional to the movement of the rack, the displacement in a test piece is assumed to be evaluated from the number of electrical pulses transmitted.

Both films of polypropylene and polycarbonate are used. The test pieces are prepared with cutting out in the figure of a long strip. An edge was introduced in each test piece, which have been kept for low humidity. The as-received test pieces and the irradiated ones by ultraviolet rays are tested under the tensile condition to obtain the load vs. displacement curve. The difference in behaviors is discussed on both materials. The variations in process regions are observed continuously by a microscope, and stored into the videorecorder. The recorded data can be printed out and are used for discussions. When the irradiated energy by ultraviolet rays increases, the unstable fracture occurs in the test piece, and it is observed that the tested material degrades predominantly.

Keywords : Plastic film, Fracture, In situ observation

プラスチックフィルムの強度試験を行う2台のリニアドライブを用いることで、同時に両側のチャックを動かすことができる。負荷用ラック部とチャック部の間にロードセルを挿入した。ラックを駆動するステッピングモータに送信するパルス数をラックの移動量に比例するため、送信パルス数からチャック部での変位量を推定した。

ポリプロピレン及びポリカーボネートのフィルム材を用意し、これから短冊形に切り出した試験片を準備し、片側き裂を入れ、低湿槽に保管した。受入れのままの母材試験片及び紫外線照射した試験片について引張試験を行い、荷重-変位曲線を求め、両材の変形挙動を比較した。き裂先端のプロセス領域の変動をマイクログラフで連続観察し、これらをビデオレコーダに記録し、必要なものは静止画像を印刷して取り出し、検討資料とした。照射量が大きくなると不安定破壊を生じ、強度は著しく低下することが観察された。

キーワード : プラスチックフィルム、破壊、その場観察

* 東京工業大学工学部 (〒152 東京都目黒区大岡山2-12-1) : Tokyo Institute of Technology, Faculty of Engineering, 2-12-1, O-okayama, Meguro-ku, Tokyo, 152

1. 緒言

プラスチックフィルムは、袋、ラップ、テープなどとして包装材に使われている。これらは屋外で、また蛍光灯下の屋内で使用されることも多く、温度、湿度、特に紫外線下に曝されることが多い。この結果、包装が劣化することが考えられ、これらの機械的性質の変化を調べておくことは意義がある。しかし、フィルム材は剛性が低く、試験片を作成することも考えると材料試験の実施は難しく、これまでプラスチックフィルムの破壊過程については十分には研究されていない。

本研究では、プラスチックフィルムの引張荷重による損傷・破壊過程を破壊力学的観点から知るために、試作した小型試験機を用いて、母材と紫外線照射材について荷重-変位線図を求めると共に、き裂材についてき裂進展試験を行っている。そしてマイクロスコプを用いて、き裂進展中のプロセス領域における変形挙動を観察し、ミクロ的解析を試みている。

2. 実験方法

2.1 供試材

厚さ $30\mu\text{m}$ のポリプロピレン（ダイセル化学工業（株）製、以下ではPPと略記する）および厚さ $100\mu\text{m}$ でビスフェノールAタイプのポリカーボネイト（帝人化成（株）製、以下ではPCと略記する）を用いた。これらのフィルムには共に品質改良のための添加剤は加えられていない。

供試材には紫外線照射が機械的性質に及ぼす影響を検討するために、成型したままのもの

のと、デューパネル光コントロールウェザーメータ内にて紫外線劣化させたものを採用した。供試材としてのフィルムより長方形の試験片を切り出し、低湿槽に保管しておき、実験時に取り出した。Fig. 1は試験片形状を示し、これに簡易印刷器（理想科学社製、PG-10）で縦縞を印刷したのち、ロータリカタで切欠きを入れて実験に供した。

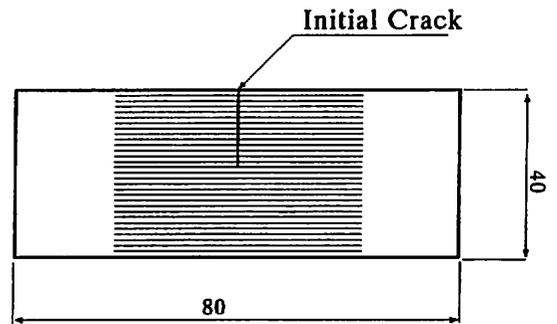


Fig. 1 The shape of specimen

2.2 実験装置

2.2.1 実験装置の概要

実験装置と観測システムをFig. 2に示す。試験機はフィルム状の小試片にまで適用できるほど小型で、左右対称に引張るように設計されている。負荷機構部には高精度のステッピングモータが使用されていて、試験片取付治具であるチャック部の移動量は精度よく制御でき、しかも試験片を水平に引張られるようになっている。2個のステッピングモータおよびドライバを、Fig. 3に示すような配置でアルミ板に固定し、アルミニウム製治具を左右に等量移動させて、中央の観測位置が移動しないようにした。このため、試験片は両端より均等に引張られ、試験片上の中央部の定

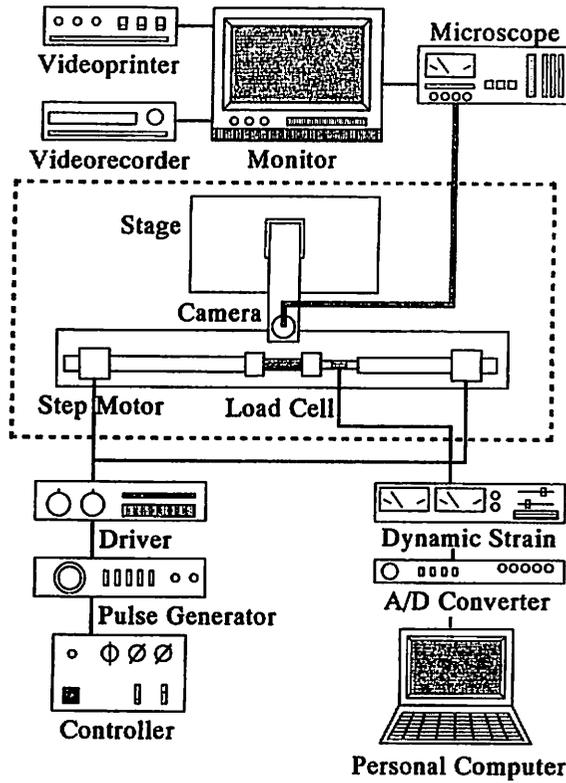


Fig. 2 Experimental equipment and observation system

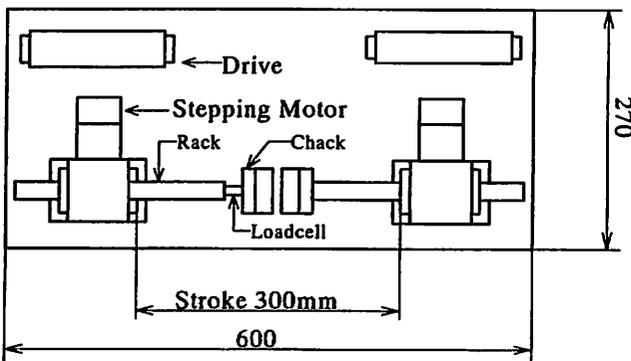


Fig. 3 Setting of the motor and drive

点はほぼ定位置に保たれるようになっている。このようにして高分子材料の破壊挙動は試験片の上方に設定されたマイクロスコ

によって実時間で観察される。観測された結果はビデオレコーダおよびビデオプリンタに記録され、後に必要な画面を取り出して、紙上に描き出せるようになっている。

2.2.2 ステッピングモータとラック試験機のアクチュエータとして、ラックとピニオン方式のリニアステッピングモータを使用した。これは、電気パルス信号を1パルス受けて、決められた一定角度だけ回転するモータで、通常ドライブユニットと呼ばれるパルス分配機能を持つ増幅器とモータから成り立っている。パルス発信器から入力されるパルス数に

応じて、ラックを必要量だけ正確にリニアに移動させるものであり、パルス数を制御することによって位置制御を行う。

2.2.3 コントローラ

ステッピングモータの運転はコントローラに依った。コントローラはパルス発信機にスタート、ストップ等の接点信号を送信したり、運転モードの切り替えをしたりするスイッチの集まりで、自製したものをを用いている。パルス数やパルス速度の設定はパルス発信器で行った。このパルス発信器は、通常はプログラムコントローラで制御されるが、ここでは手動のコントローラで制御した。

2.2.4 荷重および変位の測定

プラスチックフィルムの引張試験を行うには、試験機は10N以下で、正確に荷重を検出する必要がある。このためFig. 4に示すように、ラックと治具の間に肉厚1mm、外径6mmのアルミニウム円筒を挿入し、これに120Ωの2軸の箔ひずみゲージ（共和電業、KFG-1-120-D16）を曲げ変形の影響を相殺するように、直径上の対向する位置に2枚、貼付して4ゲージ法でひずみを検出して

ロードセルとした。試作ロードセルは万能引張試験機（ミネベア社製、TCM-50）に設置され、引張荷重が負荷され、このときの出力ひずみと負荷をそれぞれ読み取って、これらの関係をFig. 5に示すような較正曲線とし、フィルム材の強度試験の際に荷重を決定するときに利用した。

一方変位については、本研究で作成した試験機の治具部にダイヤルゲージを当て、その移動量を実測した。またステッピングモータのステップ数から移動量を算出して公称値を求めた。Fig. 6は実測値と公称値の関係を示し、ステップ数2600のとき、最大0.07mm(0.26%)の誤差が認められるが、良好な直線関係が得られている。この結果、ステップ数から得られる公称値を治具の移動量とし、ラック先端に位置する左右の治具の相対移動量で、試験片の変位を近似することとした。

2.2.5 測定法とシステムの性能

前節の結果にもとづき、本システムにより荷重および変位を求めるパーソナルコンピュータ用プログラムを作成した。

試験片に加わる荷重は、ロードセルに直結

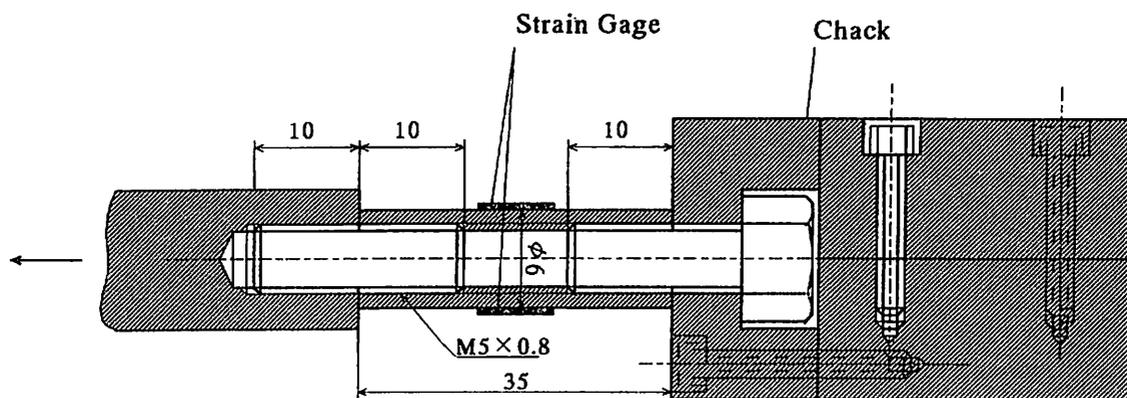


Fig. 4 Loadcell

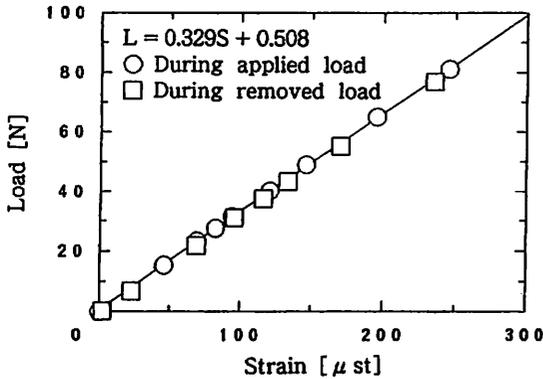


Fig. 5 Calibration of loadcell

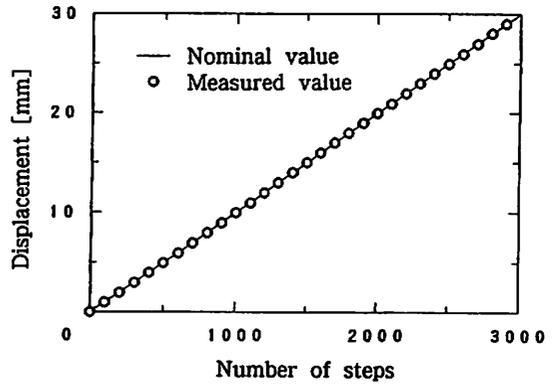


Fig. 6 Calibration of displacement

した動ひずみ計（三栄測器製、GM61）の出力電圧である信号をアナログ・プロ（カノース電子製）でA/D変換し、一定周期でサンプリングしてパーソナルコンピュータに取り込んだ。

一方、変位については、ステッピングモータのパルス周波数とサンプリング周波数から換算し、それぞれの荷重データサンプリング時に対応する変位値を求めた。

試作した小型試験機の性能を評価するために、Fig. 7に示すような形状および寸法のダンベル型試験片の引張試験を行い、併せて温度、試験条件などを同じにして、ミネベア製材料試験機で同種の試験片の引張試験を行った。引張試験速度は両試験機共に20mm/s

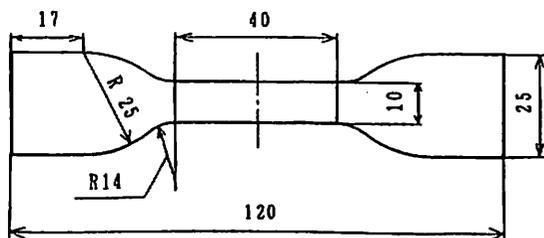


Fig. 7 Dumbbell type specimen

に選んだ。

PC材についての結果がFig. 8に、PP材についての結果がFig. 9に示してある。負荷については両結果ともほぼ一致したような傾向を示している。一方、変位については、ミネベア製試験機では上、下クロスヘッドの相対変位を採用しているのに対し、本試作機ではチャック部の相対変位を採用している点の差異、ならびに試験片の強度のバラツキなどを考えると、いずれが良好な結果であるかは速断できない。

2. き裂進展試験

2.3.1 き裂試験片

受け入れたままの母材と、これを紫外線環境下に曝露した照射材を素材とし、これよりカッターナイフで切り出した短冊型の試験片を採用した。この際、母材の異方性に配慮して切り出し方向には注意し、統一した。試験片の形状および寸法はFig. 1に示す。図中の予き裂は試験片の上側に1枚、下側に数枚の紙を重ね、ロータリーカッタ（オルファ社製）で切り込み長さが、PP材については10mm、PC材については13mmになるように作成し

小型引張試験機は、試験片が左右同速で引張られるように対称に製作されており、実験中試験片の切欠き部が中央部に位置するようにした。このようにして切欠き部の挙動を荷重中にマイクロ스코プでモニターした。なお、き裂進展により生じたわずかな移動は、プローブスタンドに組み込んだリニアステージにより、カメラが常にき裂先端部を映し出すように調整した。

3. 実験結果

3.1 母材 (PC)

き裂進展試験中の荷重-変位曲線を Fig. 11 に、き裂進展量-CTOA 関係を Fig. 12 に示す。Fig. 12 中の B、D 点は、それぞれ Fig. 11 中の B、D 点の状態に対応している。負荷の初期に、き裂先端部にクレーズを生じ、Fig. 11 中の A 点に対応する状態からこのクレーズ中でき裂の進展が始まる。この過程でき裂先端部に塑性域が拡大し始め、この間クレーズ幅が増加し、き裂は先端が鈍化する C 点でクレーズの先端に達し、続いて塑性域

中を進展する。Fig. 11 中の D 点近傍で CTOA は最大値 ($\approx 50^\circ$) に達し、き裂進展量が 2mm を超えると、ほぼ一定値 ($\approx 40^\circ$) に近づいて行く。CTOA が一定になった後、き裂進展速度は徐々に増加し、ついに破断に至る。Fig. 13~Fig. 16 は A、B、C、D 点に対応するき裂先端部の状態を表す写真撮影結果を示している。

3.2 母材 (PP)

PC 材の場合とほぼ類似した荷重-変位曲線が得られた。一方、き裂進展量-CTOA 曲線は Fig. 17 に示すように、初めの立ち上がりを除けばほぼ一様と見なし得た。また Fig. 18 および Fig. 19 に示すように、引張試験中にき裂は先端部に形成されるクレーズ中を貫通して進展して行くが、この間、き裂の先端領域には塑性域を生じていない。

すなわち PP 材では引張過程で顕著な塑性域を生じないため、材料は硬化せずに、PC 材における D 点に対応するような CTOA の最大値を生じなかったと推察される。

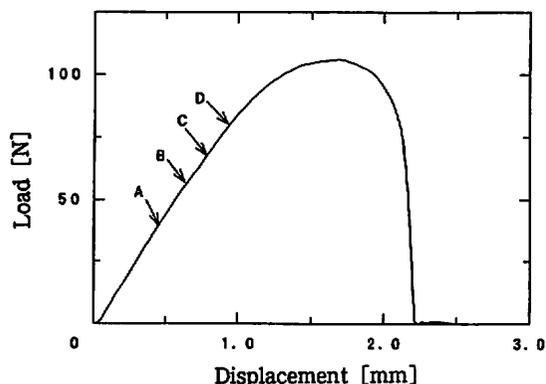


Fig. 11 Load displacement curve of crack extension test (PC)

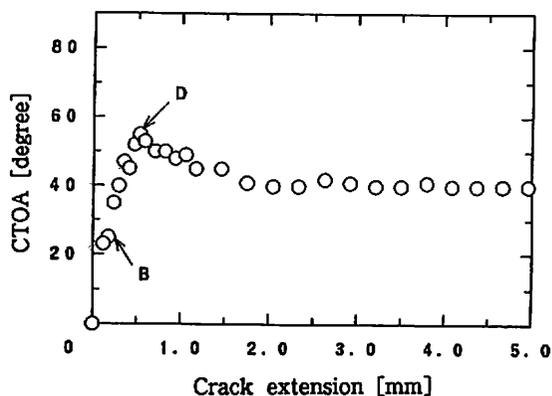


Fig. 12 Variation of CTOA (PC)

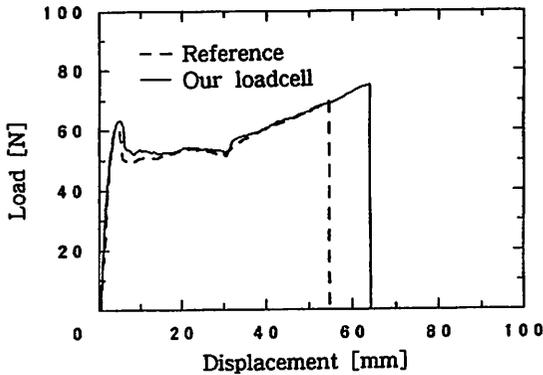


Fig. 8 Stress strain curves of PC

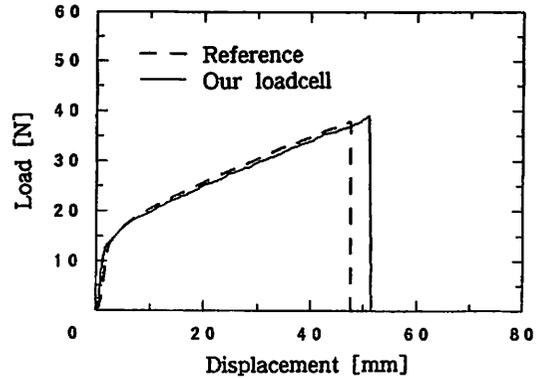


Fig. 9 Stress strain curves of PP

た。

切り込みは手作業で行ったため、作成した予き裂長さにはバラツキを生じた。このバラツキを少なくするため、マイクロ스코プ（スカラ社製、VMS-3000）でき裂長さを測定し、PP材およびPC材とも、き裂長さの誤差が $\pm 0.5\text{mm}$ 以内のものをき裂試験片として採用した。

こののち、実験中のき裂進展量を測定するために、試験片には一定間隔（ $\approx 0.5\text{mm}$ ）の平行縞を簡易印刷機で印刷した。このようにして作成した試験片は低湿槽（約35% RH）内に保管して実験に備えた。

2.3.2 き裂進展試験

小型引張試験機によりき裂試験片に引張荷重を加え、き裂の進展現象をマイクロ스코プにより観察し、併せて荷重-変位曲線を記録した。引張速度はPC材で 0.04mm/s 、PP材で 0.02mm/s に選んだ。実験は室温（ 18°C ）でなされた。マイクロ스코プの本体内にあるハロゲンランプ光は、光ファイバーを通してプローブに送られ、その先端が試験片を照明する。反射光はプローブ先端のCCDカメラで捉えられ、その映像信号は本体に返

送され、ビデオ出力に変換されてモニター上に映像化される。使用したマイクロ스코プの倍率は、プローブ先端に取付けられたレンズを選択することにより、14インチCRT上で5~1000倍の範囲内で調整できるようになっている。映像はビデオレコーダに連続記録でき、その録画の必要な部分の静止画像はビデオプリンタによりプリントアウトされ、Fig. 10に示すようにしてき裂の進展量および開口角度（CTOA）の測定に利用した。

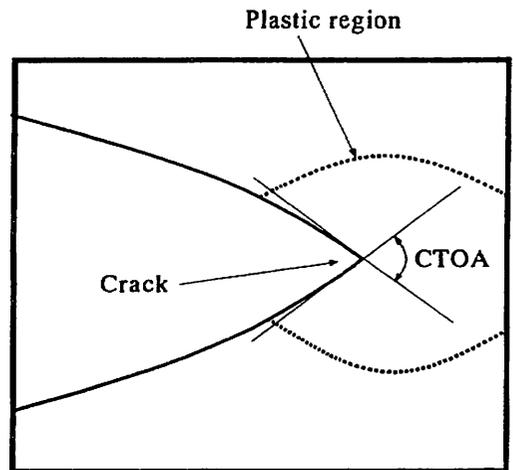


Fig. 10 Crack tip opening angle

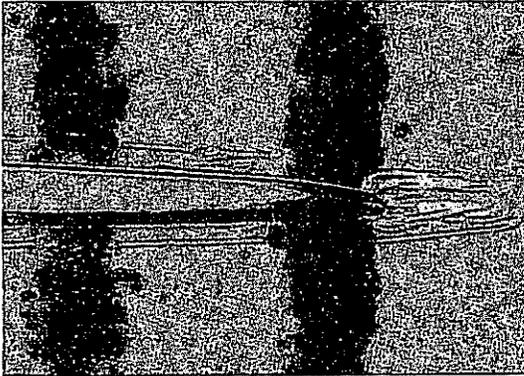


Fig. 13 Crack tip region corresponding A point in Fig. 11 (PC)

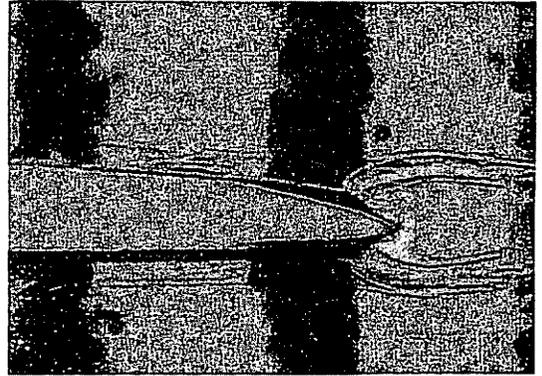


Fig. 15 Crack tip region corresponding C point in Fig. 11 (PC)

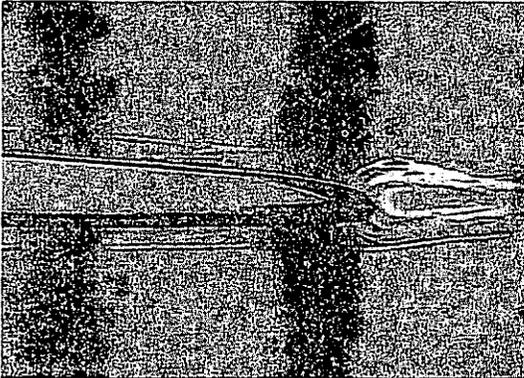


Fig. 14 Crack tip region corresponding B point in Fig. 11 (PC)

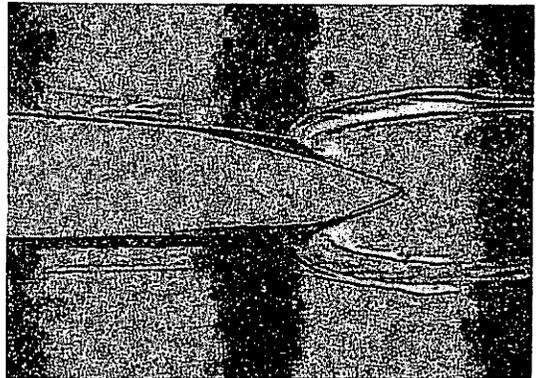


Fig. 16 Crack tip region corresponding D point in Fig. 11 (PC)

3.3 PC材（紫外線照射材）

試験片をデュパネル光コントロールウェザーメータ（スガ試験機製）内に置き、一定温度（80℃）で強さ40W/m²の紫外線を（12～46）時間照射した。照射時間を変えて9種類の試験片を劣化させた。このようにして準備した試験片は低湿槽に保管した。

小型引張試験機を用い、き裂試験片の引張試験を行い、荷重-変位曲線から最大荷重（Pmax）および破断伸び（ΔC）を読み取り、それぞれの結果を、照射強さと日数から算出した照射エネルギーと関係づけ、Fig. 20 およ

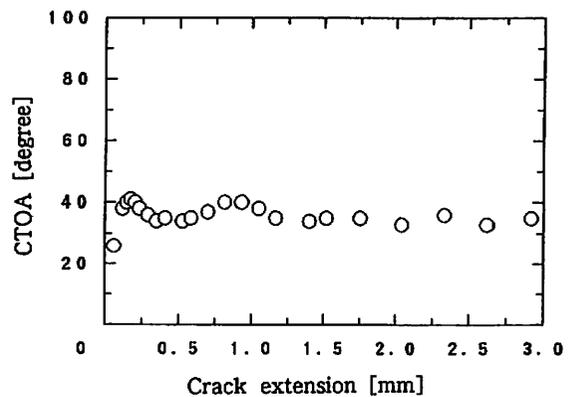


Fig. 17 Variation of CTOA (PP)

びFig. 21 に示した。

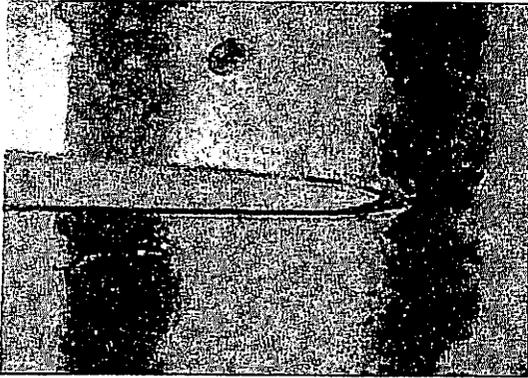


Fig. 18 Photograph of crack tip region (PP)

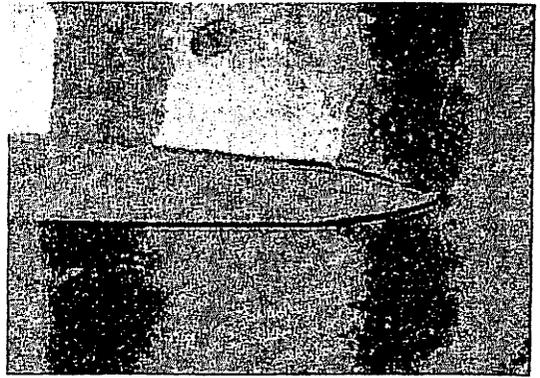


Fig. 19 Photograph of crack tip region (PP)

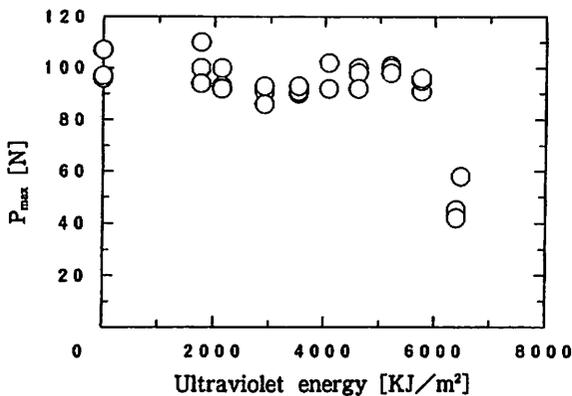


Fig. 20 Variation of P_{max} as a function of UV energy (PC)

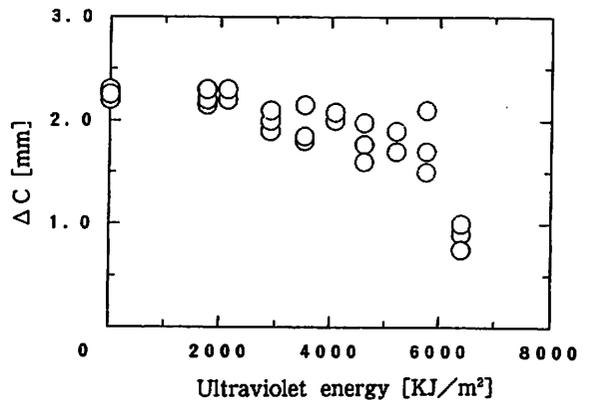


Fig. 21 Variation of failure elongation as a function of UV energy (PC)

3.4 PP材 (紫外線照射材)

PC材におけると同様にして5個のPP材についても、(7.5~18)時間紫外線を照射して劣化させた、き裂試験片の引張試験を行い、最大引張荷重および伸びと紫外線照射エネルギーの関係を Fig. 22およびFig. 23に示した。

4. 結果の考察

4.1 紫外線照射と劣化

PC材の母材試験片ではき裂先端部で塑性

域が拡大する。この塑性域の広がる速度はき裂進展速度より速いために、塑性域はき裂進展中にリガメント部全域に広がって行く。したがって、き裂は破断するまで塑性域中を進展する。このような破壊形式をA型と呼ぶことにする。

PC材について、紫外線照射が劣化に及ぼす影響は、破断伸びに関しては紫外線照射量の増加に伴うゆるやかな減少として表れる。一方、最大荷重については紫外線照射量が5750kJ/m²付近までは殆ど変化を生ぜず、

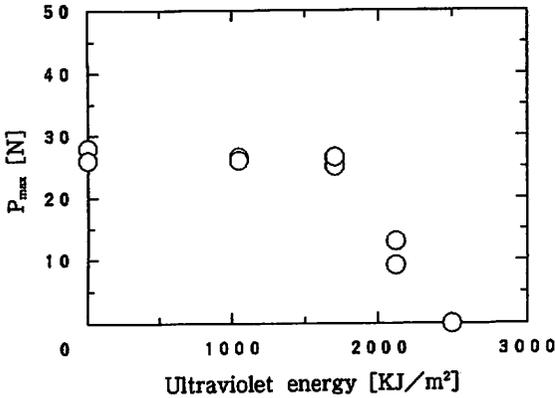


Fig. 22 Variation of P_{max} as a function of UV energy (PP)

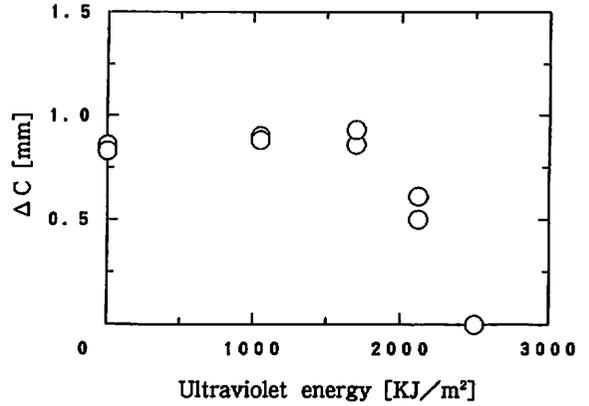


Fig. 23 Variation of failure elongation as a function of UV energy (PP)

の急激に減少している。この現象は破壊過程の変化としても観察された。紫外線で劣化させた一部の試験片では、き裂の進展が途中から急激に速くなり、塑性域の拡大に追い付き、塑性域の外に出た瞬間、試験片は破断した。この場合、材料が脆性的に挙動するようになったため、き裂進展速度が増加して破壊したためと考えられる。この破壊形式をB型と呼ぶことにする。

さらに紫外線照射量が6480kJ/m²の試験片のき裂進展試験では、塑性域の拡大は殆どなく、き裂進展の開始直後に試験片が破断するのを観察した。これは紫外線によりPC材が異常に劣化せしめられ、脆化したためと考えられ、この破壊型式をC型と呼ぶことにした。6480kJ/m²以上の照射を受けた試験片はすべてC型の破壊挙動を示した。

それぞれの破壊形態に対応する荷重-変位曲線をFig. 24に示してある。母材試験片および紫外線照射量5750kJ/m²以下の試験片はほぼA型の破壊挙動を示した。しかし、紫外線照射量と劣化の進行を単純に関連づけられないような例外的破壊挙動を示すものもあ

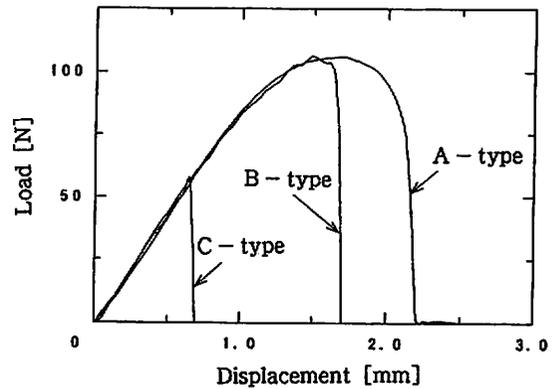


Fig. 24 Variation of load displacement curves due to UV degradation (PC)

った。

なおPP材についての結果はFig. 22およびFig. 23に示されるように、照射量が2000kJ/m²を越えたあたりから、最大荷重・破断伸びともに急激に減少して、脆化を生じている。文献¹⁾によれば、紫外線がPP材の引張試験における破断ひずみの減少に及ぼす影響は、非晶質部の主鎖の切断とこれに伴う粘性の低下(相対的には脆性の増加)によるとされている。本実験によるき裂進展試験でも、約2000kJ/m²の紫外線照射により主鎖の切断が起こり、別に測定した粘性の低下と合わ

せて考えれば、破断伸びの減少を生じたと考えられる。しかしPC材の破壊挙動において見られたような顕著な観測結果の変化は見られなかった。

4. 2 マイクロクラック

Fig. 25に示すように、B型破壊において、荷重負荷中にき裂先端部に脆化が誘因と考えられるマイクロクラックの発生を観察した。このとき、き裂はマイクロクラックに向かって進展し、やがて連結する。すなわち不連続なき裂進展が起こる²⁾。Fig. 26は不連続なき裂進展を模式的に表したものである。このような現象がB型破壊においてき裂進展速度が増大する原因の一つと考えられる。マイクロクラックが比較的大きく成長し、き裂とマイクロクラックが連結するとき、この現象は急速に起こるため、荷重-変位曲線には階段部を生ずる。

5. 結 言

本実験では、プラスチックフィルムの破壊過程を微視的観点に立脚して観察、測定している。このため、まず試験片のマイクロスコープ観察を可能にした小型引張試験機を製作した。ついでポリプロピレンおよびポリカーボネイト供試材について、母材およびデュパネル光コントロールウェザーメータにて紫外線照射したものについて、き裂進展試験を行い、以下の結論を得た。

(1) PC材およびPP材とも紫外線照射量があるしきい値を超えると材料は急激に損傷を受けて劣化する。すなわち、PC材では、照射量 $5750\text{kJ}/\text{m}^2$ 付近までは紫外線照射量が増

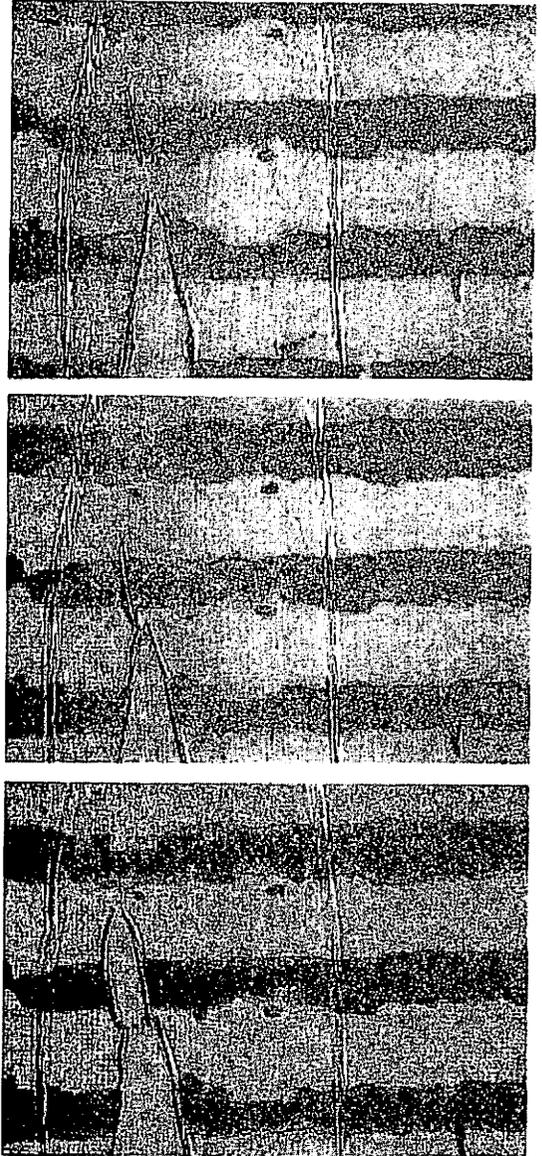


Fig. 25 Crack connecting another one (PC)

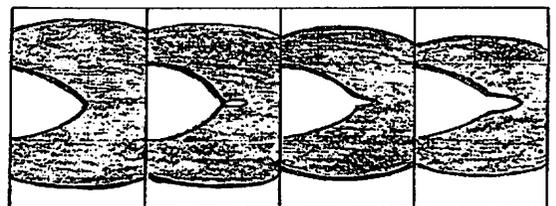


Fig. 26 Illustration of uncontinous crack extention

加するにつれて、破断伸びは徐々に減少したが、最大荷重はほとんど変動しなかった。しかし、約 $5750\text{kJ}/\text{m}^2$ を超えると破断伸びおよび最大荷重は共に急激に減少した。一方PP材では、 $2000\text{kJ}/\text{m}^2$ 辺りまでは最大荷重および破断伸びは殆ど変化を生じなかったが、それ以上の照射量では破断伸びおよび最大荷重は急激に減少した。

(2) き裂進展試験において、き裂が進展し始める前に、き裂先端領域において、PC材では塑性域の拡がりを生じたが、PP材ではこのような現象を生じなかった。

(3) PP材およびPC材ともに、き裂進展中のCTOAはほぼ一定であったが、進展速度は徐々に増加した。

(4) 紫外線照射したPC材の引張試験の結

果、3種類の破壊過程：①き裂先端の塑性域はリガメント全域まで拡がり、き裂はこの塑性域中を進展しながら破断に至る；②初め塑性域中を進展していたき裂は、ある時期から急速に進展しはじめ、塑性域を超えて脆性的な破壊を生ずる。この過程でマイクロクラックがポイドなどを生ずる；③き裂先端における塑性域の発生がほとんど見られない脆性的不安定破壊が起こる。

<引用文献>

- 1) 川上辰雄、井上茂、“ポリプロピレン”、日刊工業新聞社、p.137 (1961)
- 2) A. C. Rouin-Moloney, N. Cudre-Maurox and H. H. Kaush, Polym. Compos., 8 (5), 324 (1987)

(原稿受付 1993年 8月11日)

(審査受理 1993年10月25日)