Mechanism of Plastic Deformation of PP by Rolling

○正 村田拓哉 (秋田県大院) 正 邱 建輝 (秋田県大)
高橋研治 (株式会社ブリヂストン) 正 境 英一 (秋田県大)

Takuya MURATA, Graduate School of Akita Prefectural University, 84-4 Tsuchiya-Ebinokuchi, Yurihonjyo, Akita

Jianhui QIU, Akita Prefectural University

Kenji TAKAHASHI, BRIDGESTONE Corporation

Eiichi SAKAI, Akita Prefectural University

Key Words: Rolling processing, Molecular orientation, Morphology

1. 緒言

圧延加工は主に金属材料に利用されており、所定の形状に加工すると同時に材質の改善が図られている。近年では、結晶の微細化による強度の向上、組織の変化等が報告されており⁽¹⁾、高分子材料に対して圧延加工を施すことにより、力学特性の向上、新機能の付与等が期待されている。これまでに、圧延加工による力学特性の変化、高次構造変化等が調べられているが^{(2),(3)}、加工途中における塑性変形メカニズムに関する研究は少ないようである。

そこで、本報では圧延加工における材料内部の塑性変形メカニズムを検討するために、ポリプロピレンシートに冷間および熱間圧延加工を行い、材料の内部結晶、分子配向性、結晶化度の変化を調べた。また、圧延加工における材料の力学特性とその異方性についても調べた。

2. 材料及び試験方法

2.1. 材料

本報では、押出成形されたポリプロピレン (PP) プレート (積水成型工業 (株)、PP-8000) を用いた。

2.2. 圧延加工

圧延加工には、PP プレートから横幅 20~80mm の短冊状に切出した試料を用いた。ここで、横幅はプレートの押出方向に対し垂直方向とし、圧延方向と押出方向を一致させた。圧延加工は縦型加熱圧延機 (井元製作所 (株) 製) を用いて行った。本圧延機におけるロール直径は 100mm、有効幅 150mm であり、ロール周速度を 3m/min とし、ロール間隔を調節して圧延加工を行った。圧延条件は、ロール温度 24±2°C (冷間圧延) および 110±4°C (熱間圧延) である。熱間圧延時には、110°C で 10 分間試料を保温した。

本報では、圧延途中における試料内部の高次構造を検討するため、途中まで圧延加工を施し、その後ロールを逆回転させて試料を取り出した。なお、圧延率 ξ は下式により算出した。

$$\xi = (H_0 - H_1) / H_0 \quad (1)$$

ただし、 H_0 は初期の板厚、 H_1 は圧延後の板厚である。

2.3. 引張試験

引張試験片は、幅 80mm に切断した PP プレートを圧延し、その後、JIS1(1/2)号ダンベル型試験片形状の試験片打抜刃によって打抜いた。打抜きの際、圧延方向(0°)から垂直方向(90°)まで 15°間隔で変化させた。これを、INSTRON (株) 製の万能材料試験機 (Series3360) によって、引張速度 10mm/min、室温 23±2°C の条件で試験に供した。

2.4. 内部構造の観察

圧延途中の試料 (圧延率 70%) について内部構造の観察を行った。観察は NIKON (株) 製の偏光光学顕微鏡 (ECLIPSE ME600D) により、ロータリーミクローム (LEICA (株) 製、RM2145) によって厚さ 10μm に切出した試料を用いて行った。

2.5. 分子配向性および結晶化度の測定

試料の分子配向性と結晶化度の変化を日本分光 (株) 製のフーリエ変換赤外分光計 (IRT7000) により測定した。測定条件は、アパチャーサイズ 100×100μm、積算回数 30 回、分解能 4.0cm⁻¹、試料厚さ 20μm とした。分子配向性は、PP の吸収位置である 998 cm⁻¹ において、偏光子の平行と垂直の比 (二色比 R) によって求めた⁽⁴⁾。圧延中間部は下式⁽⁵⁾から求めたロール接触弧長 l_d を用いて計算した。

$$l_d^2 = R(H_0 - H_1) - \frac{(H_0 - H_1)^2}{4} \quad (2)$$

ここで、式中の R はロール半径である。結晶化度は 998 cm⁻¹ と 973 cm⁻¹ における吸光度比 A_{998}/A_{973} より求めた⁽⁶⁾。

3. 結果及び考察

3.1. 引張特性

冷間圧延後の試料における応力-ひずみ線図を Fig.1 に示す。圧延方向に平行 (0°) な場合の降伏応力は 58MPa である。本報で使用した PP プレートの引張強さ (カタログ値) は 32MPa であるため、60%の冷間圧延によって、圧延方向に 1.8 倍の強度が得られた。圧延方向に対して垂直方向 (90°) の場合、降伏応力が 20MPa であり、カタログ値の 0.6 倍となっている。圧延方向から垂直方向に変化するに従って降伏応力が低下し、45°以上では圧延前より強度が低下する。一方、破断ひずみについては、90°方向に近いほど延性が高くなっている。熱間圧延においても、冷間圧延と同様な傾向が見られた。

Fig.1 Stress-strain curves of PP after cold rolling ($\xi=60\%$).

3.2. 内部構造

冷間および熱間の各圧延途中における顕微鏡写真を Fig.2 に示す。また、冷間圧延におけるロール入口部、中間部、圧延部の各部分における顕微鏡写真を Figs.3,4,5 にそれぞれ示す。圧延途中の顕微鏡写真において、表面付近は圧延ロールに沿った結晶の变形が生じているが、中央付近ではロール入口部における結晶形状の変化が少ない。一方、圧延部においては、表面と内部の結晶形状が圧延方向に変形している。熱間圧延においても冷間圧延と同じ傾向が観察されており、圧延加工における結晶の変化は、試料表面から生じ、圧延が進むに従って内部まで及ぶと考えられる。

Fig.2 Microphotographs of PP during rolling to ξ of 70%: (a) cold rolling, (b) hot rolling.

Fig.3 Microphotographs of PP at entry side during cold rolling to ξ of 70%: (a) upper surface, (b) center part.

Fig.4 Microphotographs of PP at processing part during cold rolling to ξ of 70%: (a) upper surface, (b) center part.

Fig.5 Microphotographs of PP after cold rolling to ξ of 70%: (a) upper surface, (b) center part.

3.3. 高次構造

冷間圧延における分子配向性の変化を Fig.6 に示す。なお、図中の①、⑤は表面付近、③は中央部であり、②、④は表面と中央部の間である。試料表面の分子配向性が高くなり、次いで内部の分子配向性が高くなっている。熱間圧延においては、冷間圧延に比べ配向度は低下したが、表面から変化が生じた。そのため、圧延によって表面付近の結晶が引延ばされ、次いで内部の变形が生じたと考えられる。これらの結果は、顕微鏡による結晶変化の様子と一致する。また、結晶化度は、冷間圧延では分子配向性と同様の傾向が見られる (Fig.7)。一方、熱間圧延では結晶化度の変化が少なかった。これは、110°C で圧延しているため、加工時の熱の影響により再結晶化したためと考えられる。

Fig.6 Molecular orientation of PP after cold rolling ($\xi=70\%$).

Fig.7 Crystallinity of PP after cold rolling ($\xi=70\%$).

4. 結言

本研究では、冷間および熱間圧延を行い、圧延による変形メカニズムを検討した。その結果は次の通りである。

- (1) 加工時の温度の影響により熱間圧延において結晶化度の低下が抑えられる。
- (2) 圧延加工では、まず表面付近の結晶が引延ばされ、次いで内部の構造が変化する。
- (3) 圧延加工により、分子配向性が強くなり、圧延方向に対する引張強度が増加する。

参考文献

- (1) Jin, L., Dong, J., Wang, R., Peng, L.M., *Materials Science and Engineering A*, 527(2010), pp.1970-1974.
- (2) Kazuo, N., Masao, M., Hisaaki, K., *Journal of JSTP*, 25, 278(1984), pp.233-237.
- (3) Jianhui, Q., Makoto, K., Wataru, M., Mikio, M., *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. Series A*, 66,645(2000), pp.867-874.
- (4) Tabatabaei, S.H., Carreau, P.J., Ajji, A., *Polymer*, 50 (2009), pp.4228-4240.
- (5) Shuji, N., Jun, Y., *Fundamentals in Metal Forming*, CORONA PUBLISHING CO., LTD., (1997), pp.119-124.
- (6) Luongo, J.P., *J. Appl. Polym. Sci.*, 3,9(1960), pp.302-309.