天然および合成繊維の引き裂き試験[†]

北 川 正 義^{*} 松 崎 晋 也^{**} 西 大 輔^{**}

Tearing Test of Natural and Synthetic Fibers

by

Masayoshi KITAGAWA^{*}, Shinya MATUZAKI^{**} and Daisuke NISHI^{**}

This study was carried out in a serial research on spider thread. The thread is supposed to consist of three layers, outer coat resistant to water, middle layer with oriented micro-fibers and inner core with soft substance. It is desirable to observe its longitudinal and perpendicular cross-sections directly to confirm its hierarchical structure. This paper aims to tear natural and synthetic fibers with diameters 20 to 100 μm and observe their micro structures in a simple manner, while the final goal is to inspect those of structures of more fine fibers with diameter of a few micrometers like spider thread. It was shown that 1. several natural fibers such as horse mane, human hair, rabbit fur, fox tail grass etc. and synthetic fibers of aramid and nylon were torn and their hierarchical structures were observed easily through a SEM and 2. the forces required to tear fibers along their longitudinal directions were measured by a laboratory-made tearing machine and their fracture toughness were calculated on the basis of the fracture mechanics.

Key words : Tearing, Natural and synthetic fibers, Hierarchical structure, Hair, Aramid fiber

1 はじめに

クモ糸研究の一環として、クモ糸の階層構造を調べてきた。クモ糸を尿素によって膨潤させ、タンパク質染色剤で着色し断面観察を行ったところ、約 5 μm 直径の繊維は、少なくとも 3 層からなることが分かった^{1), 2)}。最外層は耐水性の薄膜、中間層は約 0.1 μm のマイクロファイバーの集合体で、強度を受け持つ層、および尿素等の溶剤に膨潤しやすい内核部である。中間層を構成するマイクロファイバーは軸方向に対しての傾斜角など、未だ不明の部分が多い。また繊維軸方向に直角な断面を観察するだけでは、繊維軸方向に沿った構造を知るには不十分である。繊維方向の連続的な構造を知るためには、その軸方向に沿った断面をも観察することが必要と思われる。

繊維は摩擦障害物で擦れると剥れが起こる。繊維の引き裂き強さを求めることができれば、このような繊維の剥れに対する抵抗力や磨耗強さなどと結びつけて考察できる可能性があると考えられる。

以上のことを念頭に繊維の引き裂き試験を行った。最終的にはクモ糸のようなミクロンオーダーの直径を持つ繊維を対象に考えているが、本報では、その第一段階として、直径 20 μm ほどまでの繊維の引き裂きを行い、繊維のメソまたはミクロ構造を容易に観察可能な装置開発につなげることを目的としている。

2 引き裂きの破壊力学

Fig. 1 に示すような引き裂きのエネルギー条件を考える³⁾。系に加えられるエネルギーを dU_1 、亀裂成長に伴う散逸エネルギーを dU_2 、内部エネルギーを dU_3 とする。エネルギーバランスより

$$dU_1 = dU_2 + dU_3 \quad (1)$$

ただし、運動エネルギーは無視した。引き裂き単位面積を成長するのに必要なエネルギー G は、

$$G = dU_2/dA = dU_1/dA - dU_3/dA \quad (2)$$

$dU_1 = [(1 + \varepsilon_1)F + (1 + \varepsilon_2)F] dL$, $dU_3 = (1/2)[\sigma_1 \varepsilon_1 A_1 dL + \sigma_2 \varepsilon_2 A_2 dL] = (1/2)(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)FdL$, $dA = BdL$ を式 (2) に代入すれば、

$$G = [2 + (\varepsilon_1 + \varepsilon_2)/2] F/B \quad (3)$$

$\varepsilon_1, \varepsilon_2 \ll 1$ の場合には、破壊じん性値 G_c

$$G_c = 2F/B \quad (4)$$

を簡単に求めることができ、ゴムの引き裂き試験に対して適用される式⁴⁾と同じとなる。破壊力学式

$$K_{IC}^2 = G_c E \quad (5)$$

を利用することによって、限界応力拡大係数をも求めることができる。計算するにあたり、 E として、便宜上繊維軸方向の値を用いた。ただし、 F は引き裂き力、 B は引き裂き幅、 $\sigma_1 (= F/A_1)$, $\sigma_2 (= F/A_2)$ および $\varepsilon_1 (= F/A_1 E)$, $\varepsilon_2 (= F/A_2 E)$ は、引き裂かれたそれぞれの繊維の応力およびひずみである。他の記号の説明を Fig. 1 に示す。

3 実験方法

3.1 実験に使用した繊維

引き裂きに用いた繊維材料は、直径約 200 μm の馬の尾毛から約 13 μm のアラミド繊維の天然および合成繊維である。動物繊維として馬 (サラブレッド牝馬 16 歳) のタテガミ (直径: 80 ~ 150 μm) および尻毛 (140 ~ 240 μm)、人間毛髪 (50 ~ 120 μm)、ウサギ体毛 (20 ~ 40 μm)、ネコ体毛 (30 ~ 50 μm)、イヌ体毛 (30 ~ 40 μm) 植物繊維として、ネコジャラシと呼ばれるエノコログサ

[†] 原稿受理 平成 15 年 6 月 27 日 Received June 27, 2003

^{*} 正 会 員 金沢大学工学部人間・機械工学科 〒920-8876 金沢市小立野, Dept. of Human & Mech. System Eng., Kanazawa Univ., Kodatsuno, Kanazawa, 920-8667

^{**} 金沢大学大学院 〒920-8876 金沢市小立野, Dept. of Human & Mech. Systems Eng., Kanazawa Univ., Kodatsuno, Kanazawa, 920-8667

Fig. 1. Schematic illustration of tearing test of fiber. F : Tearing force, B : Tearing width, A : Cross-sectional area of original fiber, A1, A2 : Cross-sectional area of each torn fiber, L : Tearing length.

(約 $130\mu\text{m}$) の穂先に付いた繊維, および合成繊維のポリエチレン繊維 ($200\mu\text{m}$), ナイロンテグス (Suzumi 社; アレックス power 0.3 号: $200\mu\text{m}$), アラミド繊維 (Kevlar 29: $13\mu\text{m}$) である。

3・2 初期き裂の導入

引き裂き試験を行う前に初期き裂を導入する必要がある。切り取った繊維の先端を押しつぶして偏平化した部分に医療用メスにて切り込みを入れた。約 $30\mu\text{m}$ の毛髪までの場合には、繊維を真中に挟んだ銅板を万力にて締め付けることによって先端部の偏平化を容易に行うことができた。しかし直径が約 $10\mu\text{m}$ の繊維の場合には、偏平化は容易ではなかった。

剛直な分子鎖からできたアラミド繊維⁵⁾の場合には、下記の方法を利用した。① 反動圧縮試験によってキンク部ができることが知られているので、⁶⁾その生ずるキンク部にメスを入れる、または ② アラミド繊維が硫酸に溶ける性質⁵⁾を利用し、溶融した先端の一部を押しつぶすことより初期き裂の導入を試みた。しかし成功の確率は小さかったので、別の方法を開発中である。

偏平化した繊維の中央に切り込みを入れ難く、引き裂き中において次第に一方の繊維が細くなっていき、元の繊維からはく離することがあり、引き裂き荷重に影響するので注意が必要となる。

3・3 実験装置と実験方法

実験装置の概略を Fig. 2 (a) に、繊維掴み部を拡大した図を (b) に、実機写真を (c) に示す。試験装置は、引き裂き試料を掴むためのチャック ⑥、チャック部に接続した平行平板構造のロードセル ⑤ およびそのマイコン制御駆動装置からなっている。プローブ型顕微鏡観察によって注意しながら、初期き裂によって分離した繊維端を、3 軸の移動台 ② にセットされたチャックで挟み、一定速度 (0.1mm/sec) で引き裂く。試験中においては、繊維の様子を顕微鏡によって観察し、ビデオテープに記録した。なお破壊じん性値 G_c の計算に必要な引き裂き幅 B を、試験前に試料の拡大顕微鏡観察より測定した。

限界応力拡大係数を求めるため、試作した小型引張試験装置を用い、応力-ひずみ曲線の初期傾きより繊維軸

(a) Details of tearing part : ①; positioning stage with motor, ②; 3 axes positioning stage, ③; z positioning stage, ④; micrometer head, ⑤; load cell, ⑥; specimen grips with stay.

Fig. 2. Laboratory made tearing machine. (a) Details of the test part, (b) Enlargement of grips ⑥ and load cell ⑤ and (c) photograph of test system. The main part of the machine (a) was set in the circle of (c).

方向の弾性係数を測定した。試験片の作り方はクモ糸試験片の場合と同じである。⁷⁾

さらに引き裂かれた破面を SEM によって観察し、繊維のマイクロ構造を調べた。

実験の応用として、人毛髪の引張応力-ひずみ曲線および引き裂き力に及ぼす紫外線、水およびシャンプーの環境の影響を調べた。波長 254nm と 302nm 、照射エネルギー強度 90W の紫外線管によって 0.2m の距離で、室温にて 1 時間から 24 時間照射した。なお 254nm 紫外線は、オゾン層のため地上では観測されないといわれる。さらに、室温で水およびシャンプー希釈液に任意時間浸けた試料も準備した。

いずれの試験も、室温 ($20 \sim 25^\circ\text{C}$) にて行った。

4 結果および考察

4・1 引き裂き荷重

引き裂き荷重対時間関係の例として、馬尾毛に対する結果を Fig. 3 に、試験途中の様子を Fig. 4 に示す。使用した繊維に対する曲線はほぼ同ような傾向となっており、1. 取り付けるときに緩く撓んでいた部分が、直線的になるまでの領域、2. 引き裂きまでの弾性的変形領域、3. 繊維の引き裂きが連続的に起こっている領域の 3 領域に分けることができる。引き裂きは必ずしも消らかに起

Fig. 3. Variation of tearing force with time in horse caudal hair.

Fig. 4. Tearing of horse caudal hair.

こっているわけではなく、荷重-時間曲線にはノコギリの目のような細かい変動が常に現れる。大きな変動は、相手側の引き裂き面に残された太目の微細繊維束が、相手面から急にはく離したことによって起こった。微細な荷重変動も、同じような機構で、小さな繊維束が相手面から繰り返し引き剥がされるためによると思われる。いずれの結果も最大と最小荷重の差が大きく、また試験片ごとのバラツキも大きい。このような変動はフィルムの引き裂き試験でも観察されている。⁹⁾JIS規格⁹⁾には、トラウザーズ型引き裂き試験で得られる引き裂き荷重を定義する方法が書かれているが、荷重変動の比較的小さなものに対するものであり、本結果のようにバラツキの大きなものには不向きと思われる。そこで本報では、ピーク荷重を引き裂き荷重と定義し、式(4)を用いて G_c の上限と下限を求め示した。また、引張試験で求めた弾性係数値もバラツキを持つが、それらの平均値を用いて K_c 値を計算した。結果をTable Iに示す。

人毛髪の引き裂き強度に及ぼす水およびシャンプー液の影響をFig. 5に示す。紫外線照射結果は大きなバラツキを示したのでここでは省略した。引き裂き荷重は、水によってかなり大きくなるが、シャンプー液浸漬の場合には、採取直後の毛髪のものとあまり変わらない。この傾向は馬尾毛でも認められた。

毛髪の引張試験によると、紫外線の照射時間が24時間までの範囲では、毛髪は降伏を起こした後に破壊する。弾性係数は照射時間とともに漸増する傾向があるが、降

Table I. Fracture toughness of some fibers tested.

Fiber	σ_b (MPa)	E (GPa)	G_c (kJ/m)	K_c (MPa $\cdot$ m ^{1/2})
HorseCH	350	7.0	1.0~1.6	2.6~3.3
Horse M	250	6.4	0.8~2.0	2.3~3.6
Human H	450	8.2	1.0~1.4	2.9~3.4
Nylon	1100	5.8	1.5~2.8	2.9~4.0
PE			2.1~3.5	

HorseCH:horse caudal hair, Horse M:Horse mane, Human H:Human hair

Fig. 5. Effect of environmental agent on tearing force in human hair.

伏応力および破壊応力は、紫外線照射時間の影響をあまり受けないので、紫外線に対する強度指標としては不向きである。約5時間以上紫外線を照射すると、引張破壊ひずみ ε_f は照射時間とともに減少する。自然毛髪の ε_f は0.5~0.7であるが、24時間照射では降伏直後に破壊し、 ε_f は0.1以下となる。紫外線照射を受けた引き裂き荷重が大きなバラツキを持つのは、紫外線効果の毛髪への侵入深さ、それに伴うぜい化に関係すると思われる。バラツキが大きかったので、引き裂きについて、本報では述べなかった。一方、水に1日浸けた毛髪の応力-ひずみ曲線は、採取直後およびシャンプー液に浸けたものとほぼ同じとなる。しかし、水に浸けた馬尾毛の応力-ひずみ曲線の応力値は、採取したままの毛に対するものに比べてかなり低くなる。水に浸けた毛髪や馬尾毛の引き裂き荷重が大きくなるというFig. 5の傾向と矛盾するようである。水の毛髪への浸透と関係すると思われるが、本研究の範囲を越えるので、ここでは考察していない。

ナイロンテグスに対する結果をFig. 6に示す。人毛髪とは違って、軸方向に配向した一群のマイクロファイバー束を持っていないので、引き裂き難い。90 μ m繊維の場合には、引き裂きを開始した後、次第に一方の引き裂き部が細くなり、次第に繊維本体から剥れ、引き裂き開始から僅か約2~3mmき裂が進んで引き裂き荷重が零となる場合がある。初期き裂導入のために行った繊維の偏平化、メスによる切断によって生ずる初期き裂先端部の塑性変形が引き裂き荷重の大きさにバラツキを与えらると思われる。一方200 μ m繊維では、比較的安定な引き裂

Fig. 6. Variation of tearing force with time in nylon fibers with diameter $200\mu\text{m}$.

きが可能で、引き裂き荷重は約 $150 \sim 200\text{mN}$ と一定となった。この荷重曲線において、引き裂きがほぼ定常に起こっていると見なされる部分の最大値を用いて、 G_c 、 K_c 値の範囲を求め、Table I に示した。同じように行ったポリエチレン繊維の結果をも示す。毛髪などに比べて、いずれも高い値となる。使用した繊維の配向度は不明であるが、引き裂き強度に及ぼす配向度の影響も今後の課題となろう。約 $15\mu\text{m}$ 直径を持つアラミド繊維に対して、引き裂きが成功した例を Fig. 7 に示す。引き裂き荷重を測定していないので、破壊じん性値を求めている。

4・2 引き裂き断面観察

この実験で用いた繊維の引き裂き断面の観察結果を Fig. 8 に示す。掲載した写真でははっきりとしないが、馬タテガミおよび人毛髪は今まで観察されているように、¹⁰⁾表皮（キューティクル）、皮質（コルテックス）および髄質（メジュラ）の3層からなっている。また皮質は無数のマイクロファイバー、髄質は小さな部屋で仕切られた空洞の多い構造であることが分かる。馬尾毛において髄質の占める割合は極めて小さい。

染色剤クマシーブルーによって青色に染色し、透過光によって観察したウサギ体毛の写真 (d) には、規則的な小さな部屋の集合体が認められる。軸方向に直角に切断した繊維の SEM 観察によれば、二つの円筒を平行に並

Fig. 7. Success case for tearing of aramid fiber with diameter $13\mu\text{m}$.

Fig. 8. SEM observation of cross sections of natural and synthetic fibers used in this test.

べた構造で、全体として扁平な形状となっている (c). これだけでは、その全体構造を推定することは困難であり、軸方向に引き裂いた断面を調べることが必要である。髄質部は、薄い円盤が軸方向と直角に空洞の仕切り板のように並んでいる (e). 拡大すると、仕切り板には微小な米粒をばら撒いたような粒子が多数認められる (f). このような仕切り板は、人毛髪、馬タテガミには見られない。円筒部に対応する髄質の占める割合はかなり大きい。髄質に空洞を多く含むことによって、保温性を高め、さらに繊維全体の軟らかさを持たせているものと考えられる。このような髄質の仕切り板構造は、ネコ体毛 (h) にも見られる。ネコ体毛に髄質の占める割合は、ウサギの場合のように極めて大きい。また犬の体毛 (g) も髄質の占める割合は大きい。その構造はウサギ、ネコのものより人間のものに似ており、複雑となっている。ネコのヒゲでは、馬尾毛と同じように、髄質の占める割合は極めて小さくなる。馬尾毛やネコヒゲが体温保持とあまり関係ないためと思われる。

植物繊維として取り上げたエノコログサ (i) の穂先繊維を見てみよう。エノコログサ穂先繊維には、トゲ状の表皮とその内側に軸方向と平行に並んだ薄壁で仕切られた空洞の管 (細胞) との 2 層構造となっている。穂先に向かって繊維軸に対して斜めに突き出したトゲは、穂先を手で握ったり離したりすると、茎方向へ前進し、その逆の運動をし難くしている。

合成繊維のナイロンテグス、アラミド繊維の引き裂き破面例を (j), (k) 示す。ナイロンテグスでは、製造後にコーティングしたと思われる表面層と引き裂き特有の引き裂き痕 (テアマーク) のある内部層が観察されるが、マイクロ構造としてのマイクロファイバー束が認められない。アラミド繊維では、引き裂き繊維片側には曲げによる圧縮を受けた結果、キューティクル状の模様が見られる。この模様は、圧縮による塑性変形またはバックリングによって生じたと推定される。それゆえ、アラミド繊維は圧縮には比較的弱い繊維であることが判る。合成繊維

に比べて天然材料のメソ構造は、驚くほど複雑である。

このような 3 次元メソまたはミクロ構造の推定には、繊維軸方向と直角な断面を観察するだけでは不十分であり、繊維軸方向の引き裂き断面の観察と両方を併用してはじめて有効であるといえよう。

5 む す び

クモ糸のような数 μm 径の繊維のメソまたはミクロ階層構造を調べることを最終の目的として、第一段階として $100\mu\text{m}$ から $20\mu\text{m}$ までの合成および天然繊維の軸方向に沿った引き裂きを試みた。その結果、1. 人毛髪などの直径数十 μm の繊維引き裂き荷重を求め、破壊力学的な観点より、引き裂きエネルギーを求めることができた、2. 引き裂きによって、繊維のミクロまたはメソ階層構造を容易に観察することが可能となった。

実験装置製作、実験に協力いただいた 本学技官 北山外志夫氏に謝意を表す。

参 考 文 献

- 1) F. Vollrath, T. Holtet, H. C. Thogersen and S. Frische, Proc. R. Soc. London, **361**, 147 (1996).
- 2) 北川正義, 安富正直, 古川顕秀, 材料, **50**, 1213 (2001).
- 3) J. G. Williams, "Fracture Mechanics of Polymers", p.36 (1984) John Wiley & Sons.
- 4) R. S. Rivlin and A. G. Thomas, J. Polymer Sci., **10**, 291 (1953).
- 5) 太田利彦, 功刀利夫, 矢吹和之, "高強度・高弾性率繊維", p.64 (1988) 共立出版.
- 6) S. R. Allen, J. Materials Sci., **22**, 853 (1987).
- 7) 北川正義, 笹川博司, 北山外志夫, 材料, **44**, 153 (1995).
- 8) A. Chang, T. Inge, L. Tau, A. Hiltner and E. Baer, Polymer Eng. & Sci., **42**, 2202 (2002).
- 9) 日本ゴム協会編, "ゴム試験法", p.240 (1998) 日本ゴム協会.
- 10) 花王生活科学研究所編, "ヘアケアの科学", p.18 (1995) 裳華房.