セルロースアセテートの形状回復時における光粘塑性挙動*

但 野 茂**, 石 川 博 将**

Photo-Viscoplastic Behavior of Cellulose Acetate with Recovery

Shigeru TADANO and Hiromasa ISHIKAWA

The fringe order obtained by the photoplastic test gives important information on the mechanical properties of transparent polymers. However, the effect of viscosity on the fringe order has not been investigated sufficiently. In this paper, the time-dependent photoplastic properties of Cellulose Acetate was examined by means of the recovery test under uniaxial tension. The optical and the mechanical characteristics after unloading were measured as a function of elapsed time. As a result, it was observed that the recovery of both strain and fringe order increase rapidly at first, and then gradually approach constant values. Moreover, the relation between the residual strain and fringe order during recovery is represented in a linear relation independent not only of room temperature but of recovery time. In addition, strain and fringe order obtained by loading below the yield stress vanish completely by unloading and recovering.

Key Words: Plasticity, Experimental Stress Analysis, Photoplasticity, Cellulose Acetate, Recovery Behavior, Strain-Optic Relations

1 結 言

モデル光塑性実験法とは、解析対象の金属材料と弾塑性挙動が相似な高分子材料を用いて、モデル実験を行い、変形中モデル内に生じるしま次数から、金属材料の応力・ひずみ分布を推定する方法である。同法では、高分子モデル材料の選定が重要となる。今までの報告では、セルロイド⁽¹⁾⁽²⁾、ポリカーボネイト⁽³⁾、ポリエステルレジン⁽⁴⁾およびセルロースアセテート⁽⁵⁾⁽⁶⁾が最適なモデル材料として、弾塑性域におけるそれらの光学的特性が明らかにされつつある。また、最近このような高分子材料が工業材料として広範囲に使用され、それらに対する要求特性が多様化、高機能化するに伴って、光塑性実験法が高分子材料の弾塑性変形時における応力解析の手法として注目されている。

高分子材料の機械的特性および光学的特性は通常の試験環境でも粘性に大きく影響を受ける。つまり、変形中材料内に生じるしま次数は、応力およびひずみに関係するだけでなく、粘性効果による速度、温度および時間に依存した物性値である。著者らは、セルロ

イド⁽¹⁾およびセルロースアセテート⁽⁵⁾の単軸引張時におけるひずみ速度、雰囲気温度の影響を調べ、それらを考慮した応力-ひずみ-しま次数の各無次元関係式を明らかにした。また時間依存性に対する実験の一つとして、セルロースアセテートの応力緩和挙動とそれに伴うしま次数の緩和現象を報告した⁽⁶⁾。

塑性加工時の解析に光塑性法を用いた場合、高分子モデル材料は、塑性変形後に荷重がすべて取り去られると、時間につれて形状回復し、それによりひずみおよびしま次数がある程度回復してしまう。そのため、本論文では、加工後モデルに残存したしま次数から加工時の諸量を推定することを目的として、形状回復実験を行った。すなわち、セルロースアセテートの時間に依存した粘性効果に関する一実験として、単軸引張試験にて塑性変形後の形状回復実験を行い、ひずみ回復挙動とそれに伴うしま次数の回復挙動を示し、その結果を検討した。また、回復中のしま次数とひずみとの関係についても検討を試みた。なお、金属材料の形状回復挙動については、西原⁽⁸⁾が最近の研究を紹介している。

2. 実験方法および試験片

本論文で用いた実験装置および試験片は、単軸引張

* 昭和 61 年 11 月 25 日 第 941 回講演会において講演、原稿受付 昭和 61 年 5 月 26 日。

** 正員、北海道大学工学部 (〒060 札幌市北区北 13 条西 8 丁目)。

試験の場合⁽⁵⁾と同一である。

単軸引張負荷によるセルロースアセテートの応力-ひずみ関係は、図1でわかるように、あるひずみ以上で応力がほぼ一定となる弾完全塑性体に近い挙動を示す。そこで、セルロースアセテートの降伏点は、応力が一定となる開始点と定義している⁽⁵⁾。

形状回復実験は、比例限度以上の任意のひずみまで引張負荷し、そこで緩和が起きないように即除荷を開始した。このとき、負荷および除荷のひずみ速度は一定 ($\dot{\epsilon}=0.400 \text{ h}^{-1}$) とした。除荷し応力解放後、放置時間によるひずみおよびしま次数の変化を時々刻々測定した。あわせて、回復挙動の雰囲気温度による影響を調べるため、室温 20, 25, 30°C で実験を行った。本実験で設定した室温範囲内でも、セルロースアセテートにおける単軸引張挙動および応力緩和挙動に、温度の影響は大きいことを認めている⁽⁵⁾⁽⁶⁾。最後に、除荷時のひずみが回復挙動に及ぼす影響を確認するため、負荷時と除荷時のひずみ速度を変動させた場合の回復実験も行った。

3. 実験結果および考察

3.1 ひずみ回復挙動 一例として雰囲気温度 $T=25^\circ\text{C}$ におけるセルロースアセテートの単軸引張負荷および除荷による応力-ひずみ曲線を図1に示す。図より、除荷とともに回復するひずみ量 ϵ_v は、除荷開始時のひずみ ϵ が大きくなるにつれ増加している。図1には $\epsilon=13.94\%$ 時の $\epsilon_v (=5.20\%)$ を表示してある。通常除荷に伴い、弾性ひずみ ϵ_e が回復するが、セルロースアセテートの場合では、図1の結果より ϵ_v は次式で表示される。

$$\epsilon_v = \epsilon_e + f_\epsilon(\epsilon) = \frac{\sigma_Y}{E} + f_\epsilon(\epsilon) \quad (1)$$

図1 除荷中の応力-ひずみ曲線

ここで、 σ_Y は降伏応力、 E はヤング率であり、 $f_\epsilon(\epsilon)$ が ϵ に依存するひずみ回復量である。

また、図2は25°Cにおける応力解放後試験片に残存しているひずみと放置時間との関係を示す。図2よりひずみの時間回復は非常に顕著である。残存ひずみ量は、応力解放後1hまで急激に減少し、5h後にはほぼ一定となる。応力解放時8.74%のひずみの場合では、5h放置後にその約35%回復した。応力解放後放置時間によるひずみの回復量を $\epsilon_R(t)$ とすれば、負荷により生じたひずみは式(2)の各成分に分けることができる。

$$\epsilon = \epsilon_U + \epsilon_R(t) + \epsilon_P \quad (2)$$

ϵ_P は回復しない塑性ひずみである。Findley⁽⁷⁾は時間に依存して回復するひずみを粘弾性ひずみと定義している。Findleyに従えば、式(2)の $\epsilon_R(t)$ は粘弾性ひずみといえる。

図3に、ひずみ回復実験により得られた式(2)の各ひずみ成分を示す。すなわち、単軸引張負荷し図3中×印のひずみ値で除荷を開始する。応力解放時における回復ひずみ ϵ_U を○印で、その後5h放置による

図2 除荷後のひずみ回復曲線

図3 ひずみ回復挙動

回復量 $\varepsilon_U + \varepsilon_R(5)$ を●印で測定値を表示してある。 ε_U , $\varepsilon_U + \varepsilon_R(5)$ の測定値とも, ε に関して直線近似できる。図3中の破線が雰囲気温度 $T[^\circ\text{C}]$ を考慮した ε_U の近似直線であり, 式(3)で表示される。

$$\varepsilon_U = 0.250\varepsilon - 0.056T + 3.190 \quad [\%] \quad \cdots \cdots (3)$$

$$(\varepsilon \geq 4.25 - 0.075T)$$

また, 図3中●印の測定値は一点鎖線で近似され,

$$\varepsilon_U + \varepsilon_R(5) = 0.479\varepsilon - 0.060T + 3.600 \quad [\%] \quad (4)$$

$$(\varepsilon \geq 6.910 - 0.115T)$$

となる。なお, 実線は ε がすべて回復する場合を示す。今, 応力解放後5h後の残存ひずみを塑性ひずみ ε_P とすれば, 式(2), (4)より,

$$\varepsilon_P = 0.521\varepsilon + 0.060T - 3.600 \quad [\%] \quad \cdots \cdots (5)$$

$$(\varepsilon > 6.910 - 0.115T)$$

となる。式(5)からわかるように, 25°C で $\varepsilon \geq 4\%$ のとき, そのひずみ成分に ε_P が存在する。この値は, セルロースアセテートの 25°C における降伏点のひずみ値とほぼ一致する。すなわち, 著者らが定義した降伏点⁽⁵⁾を超えたひずみに塑性ひずみが生じる。換言すると, 降伏点より小さいひずみは, 除荷および応力解放後の放置によってすべて回復してしまう。

応力解放後5h放置による回復量 $\varepsilon_R(5)$ は, 式(3), 式(4)の差をとることにより求まる。両式の温度に関する係数がほぼ同一なので, $\varepsilon_R(5)$ は $20 \sim 30^\circ\text{C}$ の雰囲気温度にはほとんど影響を受けないと見なせる。このことは単軸引張負荷⁽⁵⁾および応力緩和挙動⁽⁶⁾における温度効果が大きいことからして, 興味深い結果である。

次に, 応力解放時から5h放置中の, 試験片に残存しているひずみ量の簡便な定式化を行う。応力解放後 t h 経過ののち, 残存しているひずみ量 $\varepsilon_L(t)$ [$= \varepsilon - \varepsilon_U - \varepsilon_R(t)$] の応力解放時残存量 $\varepsilon_L(0)$ に対するひずみ残存率 $[\varepsilon_L(t)/\varepsilon_L(0)]$ を図4に示す。応力解放後 $t=0.1 \sim 5$ h までの回復時間を常用対数で表示すれば, 各

図4 ひずみ残存率と時間との関係

$\varepsilon_L(0)$ による残存率の測定値は直線近似できる。また図4より, $\varepsilon_L(0)$ が大きいほどひずみ残存率は大きく, その回復時間による減少率は $\varepsilon_L(0)$ によらずほぼ一定である。雰囲気温度が 30°C および 20°C の場合でも図4と同様な挙動を示した。図4中実線の近似式は式(6)で表示される。

$$\frac{\varepsilon_L(t)}{\varepsilon_L(0)} = -0.129 \log t + b \quad \cdots \cdots (6)$$

上式の係数 b を決定するため, $\varepsilon_L(0)$ に対する $\varepsilon_L(1)/\varepsilon_L(0)$ の測定値を図5に示す。図5中●印で示した室温 25°C の場合は, 他の温度のときと比べて若干のばらつきが見られるが, 全実験値の傾向から, 係数 b は雰囲気温度に依存しない直線で近似できるとしてよい。この直線近似式を式(7)で示す。

$$b = 0.218\varepsilon_L(0) + 0.065 \quad \cdots \cdots (7)$$

以上の式(3)~(7)より除荷後から5h放置までの回復ひずみ量あるいはその時々残存ひずみ量が計算される。また残存ひずみ量から除荷開始時のひずみ量が推定できる。

3.2 しま次数回復挙動 室温 25°C における単

図5 係数 b と $\varepsilon_L(0)$ の関係

図6 除荷中の応力-しま次数曲線

軸引張負荷および除荷中の応力-しま次数曲線を図6に示す。負荷中におけるセルコースアセテートの応力-しま次数曲線は、図1に示した応力-ひずみ曲線と相似な曲線であるが、除荷過程では、除荷開始点のしま次数の量 N には関係なく、除荷に伴いしま次数も一様に減少しているのがわかる。したがって、応力が解放されるまでに回復するしま次数 N_U は、弾性しま次数 N_e の回復量と定数 h の和で式(8)のように表せる。

$$N_U = N_e + h = \frac{\sigma_Y}{F} + h \quad \text{.....(8)}$$

式(8)で F は、弾性域における引張応力-しま次数曲線のこう配を表す材料定数である。なお図6に $N = 10.78$ の場合の $N_U (=5.38)$ を図示する。

除荷後のしま次数回復曲線を図7に、しま次数の回復挙動を図8にそれぞれ示す。図7より、しま次数の回復量は応力解放後1h以内に急激に増大し、5h後ではほぼ一定となる。応力解放時しま次数5.40の場合では、5h放置後に3.29となり、解放時に比べて約40%のしま次数回復が見られた。ここで、5h放置後残存量がほぼ一定値となるしま次数の値を塑性しま次数 N_P とすれば、しま次数は次の各成分の和となる。

$$N = N_U + N_R(t) + N_P \quad \text{.....(9)}$$

$N_R(t)$ は応力解放後時間回復するしま次数である。

図8に、しま次数回復による各しま次数成分の測定値を表示する。図8中×印のしま次数値に対する N_U を○印にて、 $N_U + N_R(5)$ の回復量を●印で実験結果を表示してある。図8中の矢印に沿ってしま次数が回復する。また、実線は負荷によって得たしま次数 N が全量回復する場合の限界値を意味する。図8より明らかなように、 N_U および $N_U + N_R(5)$ の測定値はともに直線で近似できる。すなわち、図8中破線は N_U の、また

一点鎖線は $N_U + N_R(5)$ の近似式を表示してあり、雰囲気温度を考慮して、それぞれ式(10)、(11)で示される。

$$N_U = 7.24 - 0.063 T \quad \text{.....(10)}$$

$$(N \geq 7.24 - 0.063 T)$$

$$N_U + N_R(5) = 0.178 N - 0.058 T + 7.23 \quad \text{.....(11)}$$

$$(N \geq 8.80 - 0.069 T)$$

式(11)の N の係数0.178は、温度30、20°Cの場合でもほぼ同一となった。また式(11)、(10)の差をとることにより求まる $N_R(5)$ の値は温度にはほとんど影響しない。 N_P は式(9)、(11)より、式(12)となる。

$$N_P = 0.822 N + 0.058 T - 7.23 \quad \text{.....(12)}$$

$$(N > 8.80 - 0.069 T)$$

上式より N_P が零となるときの N は、 $T = 25^\circ\text{C}$ の場合7.08であり、単軸引張時の降伏しま次数 N_Y にほぼ一致する。すなわち、 N_Y より小さいしま次数では、除荷およびその後の放置によって、しま次数はすべて回復し、試験片には残らない。

図9に、応力解放後試験片に残存しているしま次数 $N_L(t) [= N - N_U - N_R(t)]$ の応力解放時残存しま次数 $N_L(0) (= N - N_U)$ に対する残存率 $[N_L(t)/N_L(0)]$ を示す。しま次数残存率は、ひずみ残存率の場合と同様、経

図8 しま次数の回復挙動

図7 除荷後のしま次数回復曲線

図9 しま次数残存率と時間との関係

過時間 $\log t$ に対して直線関係にある。また、 $N_L(0)$ が小さいほど残存率は大きくなるが、その変化率は $N_L(0)$ の値に無関係である。図 9 の実線は式(13)で表示できる。

$$\frac{N_L(t)}{N_L(0)} = -0.150 \log t + d \quad \text{.....(13)}$$

$[N_L(1)/N_L(0)]$ の $N_L(0)$ に対する測定結果を示した図 10 より、式(13)の係数 d は、雰囲気温度に影響されず、 $N_L(0)$ のみによって近似的に表せる。

$$d = 0.238 N_L(0) + 0.083 \quad \text{.....(14)}$$

式(13)、(14)、(10)、(12)より、応力解放後 5 h までに回復するしま次数あるいは試験片に残存するしま次数が簡単に推定できる。

3・3 回復時におけるひずみとしま次数の関係

セルロースアセテートにおける応力解放後 t h 経過時の試験片に残存している $\epsilon_L(t)$ と $N_L(t)$ の関係を確認

図 10 係数 d と $N_L(0)$ の関係

図 11 $\epsilon_L(0)$ と $N_L(0)$ の関係

するため、 $t=0\sim 5$ h の実験結果のうち、応力解放時における $\epsilon_L(0)-N_L(0)$ の結果を図 11 に、また 5 h 放置後の $\epsilon_L(5)-N_L(5)$ を図 12 にそれぞれ示す。図 11、12 で記号 $\circ$, $\bullet$, $\triangle$ は 30, 25, 20 °C の雰囲気温度による実験値である。図 11、12 より、各実験値は、温度によらずほぼ直線で近似される。また図 11、12 から得た直線は一致し、その直線は $t=0\sim 5$ h で同一であることを確認した。したがって、 $N_L(t)$ と $\epsilon_L(t)$ の関係は次式で表せる。

$$N_L(t) = 0.620 \epsilon_L(t) \quad \text{.....(15)}$$

式(15)により、応力解放後残存しているひずみは、残存しま次数のみで表すことができ、両者の関係は、雰囲気温度および放置時間に依存しない。

3・4 除荷中のひずみ速度の影響 除荷中におけるひずみ速度の回復挙動に対する影響を検討する。すなわち、室温 20 °C において同一ひずみ速度 ($\dot{\epsilon} = 0.330 \text{ h}^{-1}$) でひずみが 8 % になるまで単軸引張負荷し、その後ひずみ速度を 3 条件 (1.200, 0.330, 0.039 h^{-1}) に変えて除荷した。そのときの応力解放時における残存量、 $\epsilon_L(0)$ と $N_L(0)$ の測定値を表 1 に示す。表 1 により、本実験のひずみ速度の範囲内 ($0.039 \text{ h}^{-1} \leq \dot{\epsilon} \leq 1.200 \text{ h}^{-1}$) では、 $\epsilon_L(0)$ と $N_L(0)$ の値に除荷ひずみ速度の影響は見られない。またその後の回復挙動にも除荷ひずみ速度は影響しないことを確認した。加えて、セ

表 1 除荷ひずみ速度の影響 (20 °C)

Unloading Strain-rate	1/hr	$\epsilon_L(0)$	%	$N_L(0)$
1.200		5.36		3.51
0.330		5.37		3.53
0.039		5.58		3.43

図 12 $\epsilon_L(5)$ と $N_L(5)$ の関係

ルロースアセテートの除荷における応力-ひずみ曲線および応力-しま次数曲線にもひずみ速度の影響はほとんど見られなかった。

以上の本実験による結果より、セルロースアセテートの形状回復中における残存しま次数を測定することにより、材料内の残存ひずみ分布を容易に得ることができるし、加工時(負荷時)のひずみ分布を簡便に推定することができる。このことは、セルロースアセテートを用いた光塑性実験法が、加工問題の解析にも広く適用できる可能性を示したことになる。また、セルロースアセテートに生じるしま次数は、粘性に大きな影響を受け、その時間依存特性は、緩和時には応力のみ依存し⁽⁶⁾、形状回復時には前述の式(15)に示したように、ひずみに依存する二面性を持つ。

4. 結 論

セルロースアセテートの単軸引張負荷後の形状回復実験から以下の結論を得た。

(1) 応力解放後形状回復に伴い、ひずみおよびしま次数が回復し、その量は応力解放時の残存したひずみ、しま次数にそれぞれ依存する。また応力解放後からほぼ一定となる5h後までの回復量には、室温(20~30°C)の影響はほとんど見られない。

(2) 除荷による回復ひずみ量は、除荷開始時のひずみ量に依存する。

(3) 形状回復中の試験片に残存しているひずみとしま次数の関係は、雰囲気温度によらず線形関係にある。またその関係は回復時間にも無関係である。

(4) セルロースアセテートのひずみは、応力除荷とともに回復する弾性ひずみ、応力解放後時間に依存して回復する粘弾性ひずみ、および回復しない塑性ひずみの各成分に分けることができる。同様に、しま次数も弾性、粘弾性、塑性しま次数に分けられる。

(5) 降伏点以下のひずみおよびしま次数は、除荷およびその後の放置によってすべて回復する。

(6) 回復挙動は除荷におけるひずみ速度($0.039 \text{ h}^{-1} \leq \dot{\epsilon} \leq 1.200 \text{ h}^{-1}$)に依存しない。

最後に、実験に協力していただいた本学部学生 渡辺裕一郎君〔現在 川崎製鉄(株)〕に深謝する。

文 献

- (1) Ishikawa, H. and Hata, K., *Int. J. Mech. Sci.*, **24**-11 (1982), 669.
- (2) Javornicky, J., *Photoplasticity*, (1974), 73, Elsevier, Amsterdam.
- (3) Brinson, H. F., *Exp. Mech.*, **11**-10 (1971), 33.
- (4) Morris, D. H. and Riley, W. F., *Exp. Mech.*, **12**-10 (1972), 448.
- (5) 石川・ほか2名, 機論, **51**-464, A (昭60), 1073.
- (6) 石川・但野, 機論, **51**-461, A (昭60), 286.
- (7) Findley, W. H. and Lai, J. S., *Trans. ASME, J. Appl. Mech.*, **45**-9 (1978), 507.
- (8) 西原・井口, 塑性と加工, **27**-302 (昭61), 351.