

プラスチック成形品の性能評価技術（第4報）

—微小硬度・破水試験—

中島 秀樹* 望月 政夫* 井沢 徹*

1. 緒 言

エンブラ・複合プラスチックなどの高機能・特殊機能樹脂の登場により、プラスチックは木材、金属、ガラスなどに代わって使われるようになった。しかし、プラスチックはそれらの材料とは異なる性質を持っており、その性質が十分理解されていない。また、プラスチックの成形加工を行い、各種プラスチック材料を適材適所に合理的に使用していくためには、材料のもついろいろな固有の性質、すなわちその物性について十分知らなければならない。

本研究は、基礎物性試験を充実することにより、プラスチック特有の性質の解明、プラスチックを使って製品を作る上で必要なデータを蓄積するのが目的である。

今回は、プラスチック表面の微小部の硬さを測定する微小硬度試験と、成形品の吸水量を測定する吸水試験を実施したので報告する。

2. 実験方法

表1に示す9種類の樹脂について各試験を行った。

表1 樹脂の種類

樹脂名（略号）	文中記号	備 考
アクリロニリル・ブタジエン・スチレン樹脂 (ABS)	ABS	ABS樹脂
ポリアミド (PA)	PA1	ナイロン MC901ST
ポリアミド (PA)	PA2	ナイロン MC601
ポリアミド (PA)	6N	ナイロン6
ポリエチレン (PE)	PE	高密度ポリエチレン
ポリカーボネート (PC)	PC	1-ビス・ロ・ソート
ポリメタクリル酸メチル (PMMA)	PMMA	アクリライト L
ポリプロピレン (PP)	PP	———
ポリアセタール (POM)	POM	ポリプロピレナール

2.1 微小硬度（ダイナミック硬さ）試験

ダイナミック硬さは、金属材料の硬さ測定等に広く用いられているビッカース硬さ、ヌープ硬さ等の、荷重を負荷してくぼみを作成し、くぼみの対角線長さから硬さを求めるという方式は採用せず、圧子が試料にどれだけ侵入したかにより硬さを求める方式を採用している。

試料荷重 P (mN)、圧子の試料への侵入量（押し込み深さ） D (μm) とした時、ダイナミック硬さは

$$DH = \alpha \frac{P}{D^2}$$

α ：圧子形状による定数 (=3.8584) 定義される。

このダイナミック硬さは、圧子を押し込んで行く過程の荷重と押し込み深さから得られる硬さで、試料の塑性変形だけでなく、弾性変形をも含んだ状態での材料強度特性ということになるので、粘弾性体のプラスチックに合った試験方法だと言える。

微小硬度（ダイナミック硬さ）試験は、ダイナミック超微小硬度計 (DUH-201, 島津製作所製) を用いて「圧子押し込み試験」、「負荷—除荷試験」を行った。

「圧子押し込み試験」では、設定荷重 3.00gf まで負荷を与え、荷重を 10 秒保持した後の荷重と圧子の押し込み深さからダイナミック硬さを求めた。

「負荷—除荷試験」では、設定荷重 10.0gf まで負荷を与え、保持時間 10 秒だけ荷重を保持した後、除荷を行い、負荷時のダイナミック硬さ及び除荷時のダイナミック硬さを求めた。

2.2 吸水試験

吸水試験は、乾燥させた試験片の重量と放置後の試験片の重量の差（増加分）を吸水量とした。各試験片を箱型乾燥機 (NH-020, 日水化工 (株) 製) の中で 80t, 8 時間乾燥させた時の試験片の重量を測り、その状態を乾燥状態（水分量ゼロ）とした。その後、温度 23°C、湿度 60% の部屋へ放置し、各放置時間における試験片の重量から吸水量を求めた。

3. 結果及び考察

3.1 微小硬度（ダイナミック硬さ）試験¹⁾²⁾³⁾

微小硬度試験では、圧子を局所部分へ押し込むため、試料の表面の状態によりダイナミック硬さが大きく変化してしまう。そのため、測定する前に試料表面を顕微鏡で観察し、圧子を押し込む部分に傷やゴミ等の付着物がないことを確認してから、試験をする必要がある。

圧子押し込み試験で求めたダイナミック硬さを表2に示す。また、同時に以前測定したロックウェル硬さを比較のために示す。

樹脂	ダイナミック硬さ	押し込み深さ (μm)	ロックウェル硬さ		
			HRR	HRL	HRM
PA1	6.05	4.266	98.5	75.9	44.8
PA2	5.96	4.308	103.5	74.4	52.4
6N	4.55	4.971	92.7	64.6	38.8
ABS	8.85	3.591	106.7	71.8	22.0
PE	4.20	5.117	60.7	* -9.1	* -31.9
PC	8.99	3.507	124.3	96.5	59.0
PMMA	13.4	2.870	122.8	109.3	94.4
PP	6.89	4.002	106.4	76.0	34.4
POM	12.3	3.009	119.8	104.4	85.9

*印は、このスケールでは測定できなかったことを示す。

表2 圧子押し込み試験におけるダイナミック硬さ

ロックウェル硬さが大きいものはダイナミック硬さも大きくなっているが、ロックウェル硬さのスケール間がそうであるように、ダイナミック硬さとロックウェル硬さを直接比較することはできない。押し込む鋼球やダイヤモンド角錐などの圧子の大きさや形状、押しつける荷重や速度などによっても硬さの大きさが変わってしまうので、硬さで比較するには同一スケール、同一条件で試験したもので比較しなければならない。

また、圧子押し込み試験から得られた「2点深さ間硬さ一深さ」線図の主なものを図1から図3に示す。

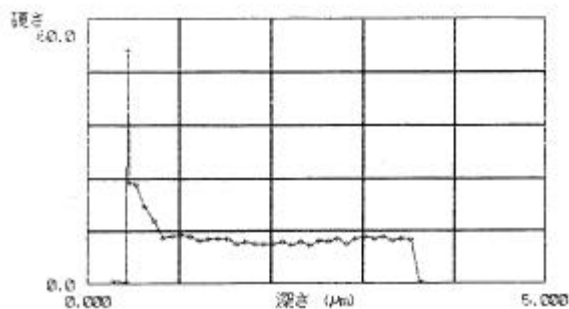


図1 ABS樹脂の「2点深さ間硬さ一深さ」

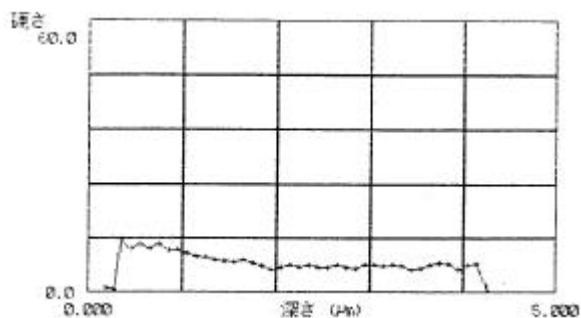


図2 PAI樹脂の「2点深さ間硬さ一深さ」

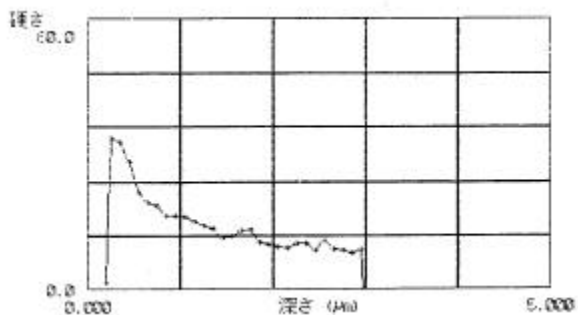


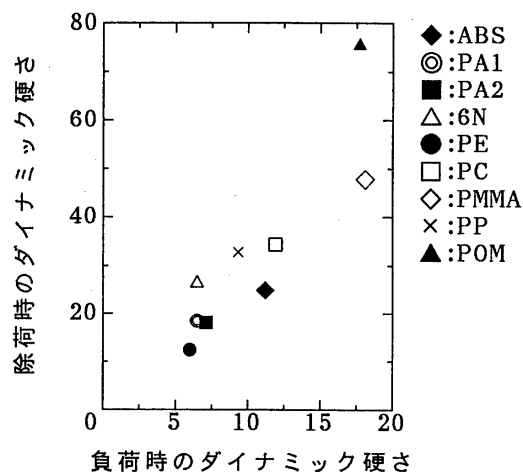
図3 POM樹脂の「2点深さ間硬さ一深さ」

図1のABS及び図3のPOMは、表面付近の部分の硬なっているが、これはプラスチックの表面が金型などに接触して、結晶成長の時間も充分ないままで固化するため、表面に非晶層（スキン層）ができているためだと考えられる。さらに深さが深くなって

いくと徐々に小さくなって行くが、この部分はやや結晶が成長した層（トランスクリスタル層）があるため、それ以降は結晶が充分に成長した球晶領域の均一層になっているため、硬さが一定になっていると考えられる。図2のPAIは、はじめからほぼ一定であるので表面層から内部まで均一になっているものと思われる。これは、樹脂の表面が金型などに触れることなく、徐々に冷却したためほとんど非晶層ができず、均一な結晶層になっているからだと考えられる。このように、この試験からは表面付近の層の状態を知ることができる。

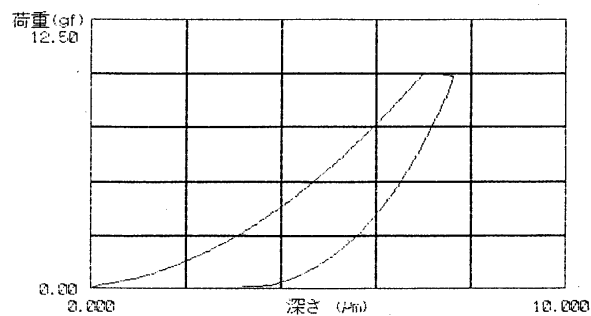
負荷除荷試験で求めた負荷時と除荷時のダイナミック硬さの関係を図4に示す。

負荷時のダイナミック硬さが大きい樹脂は、除荷

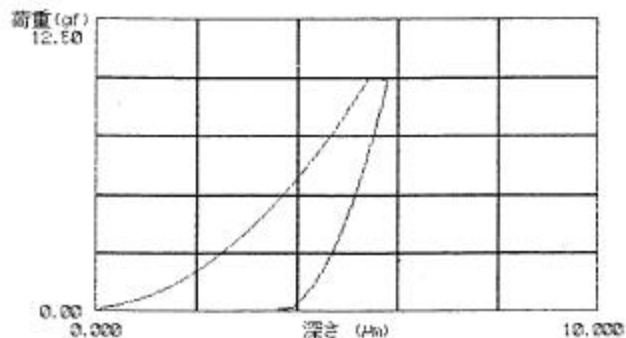


時のダイナミック硬さも大きくなっており、ほぼ相関を示した。

図4 負荷時と除荷時のダイナミック硬さ



負荷除荷試験より得られた「荷重一押し込み深さ」線図を図5から図7に示す。



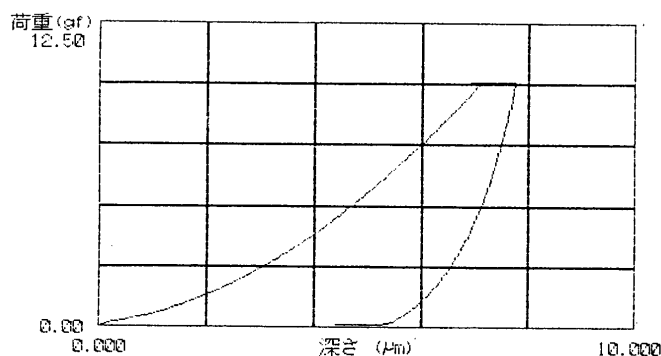


図5 6N樹脂の「荷重—押込み深さ」

図6 ABS樹脂の「荷重—押込み深さ」

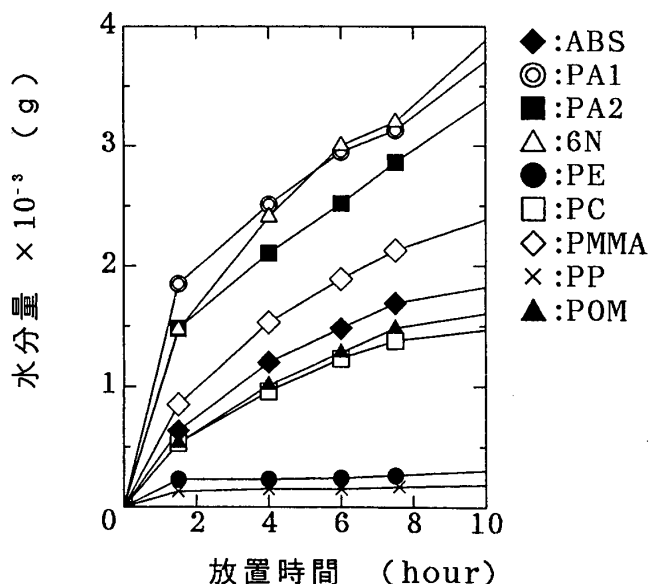
図7 PE樹脂の「荷重—押込み深さ」

荷重を設定値まで負荷し、一定時間保持した時の最大押込み深さから、荷重を除荷していき、荷重がゼロになった時の押込み深さまでが、弾性変形領域を示しており、荷重を除荷しても元に戻らない押込み深さが、塑性変形領域を示している。

図5の6Nは、荷重の立上がりやがゆるく、除荷により元の状態へ最も近いところまで復元しているの、弾性の性質が強く、粘り強いことを表している。

図6のABSのように、荷重の立上がりやが急で、なおかつ除荷をしてもあまり押込み深さが戻らない樹脂は、塑性の性質が強く、硬いので傷がつき易い。

図7のPEのように、荷重の立上がりやがゆるやかであるが、除荷をしてもあまり復元しないものは、柔らかく、外力に対して弱い延性の性質の強い樹脂である。



ある。

3.2 吸水試験^{2) 4) 5)}

各樹脂の放置時間に対する吸水量の推移を図8に示す。

図8 各樹脂の放置時間に対する水分量の推移

各樹脂とも時間の経過とともに、水分量が増加している。特にPA1, PA2, 6Nのポリアミド樹脂は、吸水量が多かったが、逆にPE, PPは時間が経過してもほとんど水分を吸収しなかった。PA1, PA2, 6Nのポリアミド樹脂の吸水量が多いのは、アミド結合(-CONH-)を含んでいるためで、PE, PPが少ないのは、-CH₂基を含んで、疎水性になっているからであると考えられる。

プラスチックの吸水は、試料の種類・形状・表面状態や温度、試料に配合された充てん材、強化材、その他の配合材などの種類や配合比率により異なり、また材料の製造工程、製品化するための成型条件など多くの条件に支配される。吸水することでプラスチックは、寸法や物性が変化するものもあるので、プラスチックで製品を製作する場合には注意が必要である。

4. 結 言

- 1) プラスチック成形品の表面の微小部分の硬さを測定することで、表面付近の層の状態を知ることができた。また、この試験により、成形品の表面の均一性を調べることができる。
- 2) プラスチックは、ポリアミド樹脂の様な極性の高いものほど吸水量が多く、その吸水作用により寸法や物性が変化するの製品を作るときには注意が必要である。

参考文献

- 1) 広恵章利他:プラスチック物性入門, 日刊工業新聞社
- 2) 大石不二夫他:プラスチック材料の寿命, 日刊工業新聞社
- 3) 成沢郁夫:プラスチックの強度設計と選び方, 工業調査会
- 4) Lawrence E. NIELSEN :高分子の力学的性質, 化学同人
- 5) 成沢郁夫:高分子材料強度学, オーム社