宇宙用高分子膜材の強度特性に関する破壊力学的考察*

村 上 晃 一^{*1}, 中 村 孝^{*2}
小 熊 博 幸^{*2}, 島 村 宏 之^{*3}Application of Fracture Mechanics on Polymer Films Used for
Aerospace FieldKouichi MURAKAMI, Takashi NAKAMURA^{*4},
Hiroyuki OGUMA and Hiroyuki SHIMAMURA^{*4} Division of Mechanical and Space Engineering,
Graduate School of Engineering, Hokkaido University,
North 13, West 8, Kita-ku, Sapporo-shi, Hokkaido, 060-8628 Japan

The strength evaluation method of thin polymer films less than 1 mm thick containing defects is not established. The purpose of this research is to establish the strength evaluation method of thin polymer films based on fracture mechanics. An initial notch was introduced at thin film specimen of Poly-Imide and Poly-Ether-Ether-Ketone. Then, specimens were stretched and the fracture stress was measured. Fracture surface of specimens were observed to analyze the fracture behavior. Stress intensity factor at fracture were measured and the trend with regard to notch length was investigated. As a result, those values were roughly constant when plastic zone at crack tip was small compared with ligament size.

Key Words: High Polymer Materials, Fracture Mechanics, Fracture Toughness, Stress Intensity Factor

1. 結 言

材料の製造過程や使用期間内において欠陥を起点として生じるき裂を減らすことは可能であるが、き裂の発生・成長がまったく起きない材料を大量に製造することは技術的に困難であり、経済的にも非効率である。したがって、き裂の発生・成長を考慮した破壊力学に基づく強度評価が重要とされている。このような強度評価法はASTMやJSMEにおいて規格として規定されている。しかし、厚さが1 mm以下の膜材については、それらの規格の適用範囲外である。それに対して、部材が破断するまでのき裂進展に消費されるエネルギーに注目した EWF 法による膜材の強度評価が積極的に研究されているが¹⁾、破壊力学との対応関係は必ずしも確立されていない。

一方、近年では人工衛星の太陽電池パネルなどに膜厚が1 mm以下の高分子膜材が使用されており、紫外線、電子線、原子状酸素などによる劣化が懸念されている。また、これらの劣化因子により薄膜表面に微細な欠陥が生じ、そのような欠陥を起点として膜厚方向にき裂が伝播し、材料が破壊に至る現象が報告されて

いる²⁾。このことは、高分子膜材の膜厚方向のき裂伝播に対する破壊現象の解明および破壊力学的な強度評価が今後益々重要になることを示している。

そこで、高分子膜材において表面に存在する微小な切欠きを起点として、膜厚方向にき裂が伝播する際の破壊力学に基づく強度評価法の確立を目指し、宇宙用高分子膜材における破壊じん性の評価を試みた。

供試材として、Poly-Imide (PI) 膜材および Poly-Ether-Ether-Ketone (PEEK) 膜材を用いた。これらの材料を用いて製作した切欠き材に対して破壊試験を実施し、応力拡大係数による整理を行った。走査型電子顕微鏡を用いて切欠き材の破面観察を実施し、破壊様相の分析を行った。

2. 試験条件

2・1 供試材 供試材として、厚さ 125 μm の PI 膜材 (宇部興産製 UPILEX-125S) および厚さ 400 μm の PEEK 膜材 (住友ベークライト製 FS-1100C) を用いた。PI は熱硬化性高分子であり、射出成形ができないなど成形性に難があるが、優れた機械特性、耐熱性および耐放射線性を備えている。これらの特性から、PI 膜材は人工衛星の太陽電池パネルなど航空宇宙分野において多く使用されている。PEEK は熱可塑性高分子であり成形性に優れる。また耐熱性や機械特性も優れ、宇宙分野での使用が期待されている。

* 原稿受付 2009 年 10 月 1 日。

^{*1} 学生員, 北海道大学大学院工学研究科 (〒060-8628 札幌市北区北 13 条西 8)。^{*2} 正員, 北海道大学工学部工学研究科。^{*3} (独)宇宙航空研究開発機構 (〒305-8505 つくば市千現 2-1 筑波宇宙センター)。

E-mail: nakamut@eng.hokudai.ac.jp

2・2 試験片形状 試験片はき裂先端の平面ひずみ条件 $B \geq 2.5 \cdot (K_I / \sigma_f)^2$ を満足する形状とした⁽³⁾. 条件式において, B は試験片の幅, K_I は材料の破壊じん性, σ_f は降伏強さである. 条件式の K_I と σ_f にそれぞれ, 三点曲げ試験により得られた PEEK の平面ひずみ破壊じん性 $K_{IC} = 7.0 \text{ MPa m}^{1/2(4)}$ および, 引張試験により得られた降伏強さ $\sigma_f = 92 \text{ MPa}$ を代入すると, PEEK 膜材がこの条件を満たすためには試験片の幅が 14.5 mm 以上必要となる. 各材料における試験結果の比較を目的として PI の試験片形状は PEEK のそれと同様にした.

本研究で用いた試験片形状を図 1 に示す. カミソリの刃を用いて試験片中央部に, 幅方向ではなく膜厚方向へ初期切欠きを導入した. 切欠き材の製作時にはカミソリの刃の侵入量を管理し, 試験片ごとに異なる長さの切欠きを導入した. 表 1 に PI および PEEK の切欠き長さを示す. PI の切欠き長さは約 $5 \sim 100 \mu\text{m}$, PEEK の切欠き長さは約 $65 \sim 265 \mu\text{m}$ の範囲にある.

2・3 試験条件 試験本数は PI について 8 本, PEEK について 7 本である. 本試験では, 引張試験機 (ミネベア製 TCM-10000) を用いて, 試験片を初期切欠きに対して垂直方向に引張り破断させた. 試験片の標点間距離は 30 mm , ひずみ速度は 0.1 min^{-1} とした. 試験片を試験開始 48 時間前から温度 $23 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$, 湿度 $50 \pm 5 \%$ の環境下に保持した. 試験は温度 $23 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$, 湿度 $21 \pm 2 \%$ の実験室環境下で実施した. 試験後, 試験片の破面を走査型電子顕微鏡 (HITACHI S-3200N) を用いて観察した.

3. 試験結果および考察

3・1 破断応力 PI および PEEK 試験片の破断応力 σ_B を表 1 に示す. 破断応力は試験片破断時の荷重を切欠きが存在しない場合の試験片の断面積で除することで求めた. 表 1 によると, σ_B は試験片ごとに大きくばらついた値となっている. これは前節で述べた初期切欠きの長さの違いによるものである. また, PI および PEEK の平滑材および切欠き材における応力-ひずみ曲線の代表例を図 2 に示す. 切欠き材は平滑材の引張り特性における弾性域で破断し, 巨視的に見ると大きな塑性変形を伴わず脆性的に破断した.

3・2 破面観察 図 3, 図 4 に PI および PEEK の破面写真を示す. 両写真において, 下側の平坦で無特徴な部分はカミソリの刃によって導入された切欠き面に対応する. また, PI, PEEK 共に凹凸状の模様がほぼ全域にわたって観察された. これは, 高分子材料が不安定なき裂伝播を経て破断した際に見られる破面と類似している. このことから, PI および PEEK の

試験片は切欠き先端を起点として, 不安定なき裂伝播を経て破断したと考えられる. また, 切欠き長さが変化しても破面の特徴に変化は見られなかった.

3・3 応力拡大係数による整理 破壊試験および破面の観察により得られた結果から, 応力拡大係数による整理を試みた. 以下では試験片破断時の応力拡大係数を, 不安定なき裂進展に対する破壊抵抗 K_C と見なして実験結果を整理した. K_C を求める際には, 片側にクラックのある帯板の一樣引張りの式 (1) を用いた⁽⁵⁾.

Fig. 1 The shape of the specimen

Fig. 2 Stress strain curves of the pristine and notched specimens

Fig. 3 The fracture surface of a PI specimen

Fig. 4 The fracture surface of a PEEK specimen

Table 1 Notch length and fracture stress of the specimens

PI		PEEK	
Notch length $a [\mu\text{m}]$	Fracture stress $\sigma_B [\text{MPa}]$	Notch length $a [\mu\text{m}]$	Fracture stress $\sigma_B [\text{MPa}]$
5.8	198	66.7	84
6.9	208	94.4	77
11.5	181	115.3	62
11.6	177	134.3	69
17.4	147	152.5	60
39.2	134	161.3	59
39.9	137	264.3	37
100.5	20		

式 (1) において、 σ は材料の破断応力、 a は破断時のき裂長さ、 W は試験片の幅、 $F(\xi)$ は試験片の形状や負荷形式に依存する補正係数である。表 1 に示した試験片の破断応力 σ_B および切欠き長さ a を式 (1) に代

$$K_C = \sigma \sqrt{\pi \cdot a} \cdot F(\xi) \quad (1)$$

$$F(\xi) \approx 1.12 - 0.231 \cdot \xi + 10.55 \cdot \xi^2 - 21.72 \cdot \xi^3 + 30.39 \cdot \xi^4$$

$$[\xi = W/a]$$

入することで K_C を求めた。図 5 に PI ならびに PEEK の K_C と初期切欠き長さの関係を示す。両グラフによると、PI, PEEK 共に K_C 値は初期切欠き長さの増加に伴い上昇する傾向が見られた。このような傾向が見られた要因として次の可能性が考えられる。初期切欠きの長さが増加するにつれ、リガメント長さに対する塑性域寸法の割合が大きくなり、やがてリガメント部が全断面降伏にいたる。全断面降伏による塑性変形により不安定なき裂伝播時よりもき裂伝播に費やされるエネルギーが増加する。このことにより、 K_C の値が上昇する。そこで、平面ひずみ状態における塑性域寸法 ω を式 (2) により求めた⁽³⁾。式 (2) において、 K_I は応力拡大係数、 σ_y は材料の降伏応力である。リガメン

Fig. 5 Stress intensity factor – Initial notch length plots
The arrows indicate the range of K_C when plastic zone size ω at crack tip is less than 20% of ligament size b .

Fig. 6 Relationship between ω/b and Initial notch length
Dashed lines indicate the region where plastic zone size ω at crack tip is less than 20% of ligament size b .

$$\omega = \frac{2}{5.6\pi} \left(\frac{K_I}{\sigma_y} \right)^2 \quad (2)$$

ト長さを b として、PI および PEEK 試験片の ω と b の比 ω/b と切欠き長さの関係を図 6 に示す。切欠きが微小な部分では a の増加に対する ω/b の増加は小さく、PI では 20 μm , PEEK では 125 μm 以下の切欠きの場合 ω/b は 20 % 以下となる。しかし、切欠きが長くなるにつれて値が大きく上昇する、すなわちリガメントに対する塑性域の割合が大きく上昇することがわかる。図 5, 図 6 において ω/b の値が 20 % 以下の範囲にある部分を破線で示した。この範囲内において K_C は PI, PEEK 共にほぼ一定値にある。 K_C の物理的意味は今後、十分に検討する必要があるものの、上記の事実より本研究で使用した膜材の膜厚方向のき裂伝播は初期切欠きが微小であるとき、 K_C により評価できる可能性が示唆された。

4. 結 言

(1) PI, PEEK 共に切欠き材は平滑材の引張り特性における弾性域で破断し、巨視的に見ると大きな塑性変形を伴わず脆性的に破断した。

(2) PI, PEEK 共に試験片の破面を観察すると凹凸状の模様がほぼ全域にわたって観察された。これは、材料が不安定なき裂進展を経て破断した際の破面と類似している。このことから、PI および PEEK の切欠き材は切欠き先端を起点とした不安定なき裂進展を経て破断したと考えられる。

(3) K_C は切欠き長さが増加するほど大きくなる傾向が見られたが、切欠き長さが微小である部分では K_C は PI, PEEK 共にほぼ一定値を示した。

文 献

- (1) C. A. Paton, S. Hashemi, Plane-stress Essential Work of Ductile Fracture for Polycarbonate, *Journal of Materials Science*, Vol.27, No.9 (1992), pp. 2279-2290.
- (2) Shimamura, H., Nakamura, T., Mechanical Properties Degradation of Polyimide Films Irradiated by Atomic Oxygen, *Polymer Degradation and Stability*, Vol.94, No.9 (2009), pp.1389-1396.
- (3) Kobayashi, H., Fracture Mechanics (in Japanese), Kyoritu Shuppan, (1993), p. 100, p. 125.
- (4) Narisawa, I., Fracture Toughness of Plastics (in Japanese), Siguma Shuppan, (1993), p. 57.
- (5) W. F. Brown, Jr., J. E. Srawley, Plane Strain Crack Toughness Testing Of High Strength Metallic Materials, ASTM STP 410, American Society for Testing and Materials, (1966), p. 1.