OUKA
Osaka University Knowledge Archive

Title	高分子発泡材料の圧縮特性に及ぼすひずみ速度と温度の影響
Author(s)	吉本, 明史
Citation	大阪大学, 2016, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.18910/59629
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

https://ir.library.osaka-u.ac.jp/

Osaka University

高分子発泡材料の圧縮特性に及ぼす
ひずみ速度と温度の影響

平成 **28** 年 **9** 月

吉本　明史

高分子発泡材料の圧縮特性に及ぼす
ひずみ速度と温度の影響

博士（工学）論文提出先

大阪大学大学院基礎工学研究科

平成 **28** 年 **9** 月

吉本　明史

論文要旨

高分子発泡材料は、その特性ゆえに衝撃緩衝材、断熱材などに広く利用され、その機械的特性に着目した多くの研究がなされている。しかし、多くの高分子材料が擁する弱点として、熱に弱い、廃棄のときに環境に与える負荷が大きいといったことがある。これらの課題に対し、熱に強いポリイミドの発泡体、低環境負荷材料であるポリ乳酸の発泡体が開発され、航空宇宙分野において、あるいは既存の高分子発泡材料の代替材料として利用が検討されている。これらの材料は、高分子発泡材料が抱える課題解決の一助となりうるが、開発されて日が浅く、その機械的特性に関する知見は必ずしも十分でない。そこで本研究では、ポリイミド発泡体、ポリ乳酸発泡体に対し、幅広いひずみ速度域、温度域での圧縮試験を実施し、その機械的特性の解明に向けた実験的検討を行い、これらの材料の圧縮特性に及ぼすひずみ速度、温度の影響を明らかにすることを目的とする。

ポリイミドは強度、耐熱性に優れた高分子材料であり、その発泡体は航空宇宙分野においても、断熱材、緩衝材としての利用が検討されている。そこで、熱に弱いという弱点を克服できるポリイミド発泡体に対し、その圧縮特性が示すひずみ速度、温度依存性を明らかにするため、様々な条件での圧縮試験を行った。ひずみ速度を変化させた圧縮試験結果から、ポリイミド発泡体は衝撃速度域で顕著なひずみ速度依存性を示すことが分かった。また、極低温～高温にかけて顕著な温度依存性を示し、極低温ではひずみ速度が大きいほど、試験片密度が小さいほど、脆性的な変形挙動を示すことが分かった。これらの結果を踏まえ、指数関数を用いた構成方程式を提案することで、ポリイミド発泡体の真応力－真ひずみ関係の定式化を行った。その結果、真ひずみ$\varepsilon_t < 0.8$ の範囲において、ポリイミド発泡体の圧縮時の真応力－真ひずみ関係を誤差± 15 % 以内で表すことができた。

ポリ乳酸発泡体は植物由来の高分子材料であり、生分解性を有しているため、廃棄による環境負荷の小さい材料として注目されている。そこで、新たな低環境負荷材料として、既存の高分子発泡材料の代替材料としての利用が見込まれるポリ乳酸発泡体に対し、その圧縮特性が示すひずみ速度、温度依存性を明らかにするため、速度、温度を変化させた圧縮試験を行った。準静的～衝撃速度域での圧縮試験結果から、ポリ乳酸発泡体の圧縮特性は幅広いひずみ速度域で顕著な速度依存性を示し、ひずみ速度の増加に伴い、流動応力が増加することが分かった。また、温度依存性についてはポリイミド発泡体と同様に、高温での著しい強度低下、極低温での脆化が確認された。

このように、二種類の高分子発泡材料について圧縮特性のひずみ速度、温度依存性を調査した。本研究で取り扱った様々な試験方法、およびそこから得られた結果は、今後新たな高分子発泡材料において、その機械的特性の調査を進めるための一助となると考えられる。

目次

第 1 章　序　論 1-23

1.1　緒　言 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・1

1.2　高分子発泡材料の機械的特性 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・3

1.2.1　高分子発泡材料の圧縮変形挙動・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・3

1.2.2　高分子発泡材料の圧縮特性とひずみ速度依存性・・・・・・・・・・・・・6

1.2.3　高分子発泡材料の圧縮特性と温度依存性・・・・・・・・・・・・・・・・11

1.2.4　高分子発泡材料の圧縮変形挙動を表す構成方程式・・・・・・・・・・・13

1.2.5　高分子発泡材料の圧縮特性に関する課題・・・・・・・・・・・・・・・・14

1.3　高分子材料の機械的特性 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・15

1.3.1　高分子材料の変形挙動・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・15

1.3.2　高分子材料の粘弾性モデル・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・17

1.3.3　Argon の塑性変形理論・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・19

1.4　研究目的、および本論文の構成 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・20

参考文献 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・22

第 2 章　試験方法と材料の衝撃問題 24-41

2.1　試験方法 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・24

2.1.1　準静的圧縮試験・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・24

2.1.2　動的、衝撃圧縮試験・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・25

2.2　材料の衝撃変形問題 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・31

2.2.1　材料の動的変形挙動・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・31

2.2.2　スプリット・ホプキンソン棒(SHPB)衝撃試験装置・・・・・・・・・・・33

2.2.3　スプリット・ホプキンソン棒(SHPB)以外の衝撃試験装置・・・・・・・35

2.3　打撃棒型衝撃圧縮試験装置における荷重振動問題 ・・・・・・・・・・・36

2.3.1　衝撃試験装置の問題点・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・36

2.3.2　打撃棒型衝撃圧縮試験装置の問題点・・・・・・・・・・・・・・・・・・37

2.3.3　荷重振動除去のためのデータ処理・・・・・・・・・・・・・・・・・・・38

2.3.4　打撃棒型衝撃圧縮試験装置に関する課題・・・・・・・・・・・・・・・・40

参考文献 ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・41

第 3 章　ポリイミド発泡体の圧縮特性に及ぼす
ひずみ速度と温度の影響 42-83
3.1　緒言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・42
3.2　試験片・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・43
3.3　試験結果、および考察・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・46
3.3.1　変形方向による圧縮特性の違い・・・・・・・・・・・・・・・・・46
3.3.2　密度補正・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・47
3.3.3　ひずみ速度依存性・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・50
3.3.4　温度依存性・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・54
3.3.5　熱活性化過程論による考察・・・・・・・・・・・・・・・・・・・61
3.3.6　真応力－真ひずみ関係・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・68
3.3.7　圧縮変形挙動を表す構成方程式・・・・・・・・・・・・・・・・・70
3.3.8　ひずみ速度、温度の重ね合わせ・・・・・・・・・・・・・・・・・78
3.4　結　言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・82
参考文献・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・83

第 4 章　ポリ乳酸発泡体の圧縮特性に及ぼす
ひずみ速度と温度の影響 84-105
4.1　緒言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・84
4.2　試験片・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・85
4.3　試験結果、および考察・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・86
4.3.1　密度補正・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・86
4.3.2　ひずみ速度依存性・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・87
4.3.3　温度依存性・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・90
4.3.4　圧縮変形挙動を表す構成方程式・・・・・・・・・・・・・・・・・96
4.3.5　発泡構造とひずみ速度・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・101
4.4　結　言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・104
参考文献・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・105

第 5 章　打撃棒型用劇圧縮試験装置における
荷重応答の振動の発生要因の解明 106-130
5.1　緒言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・106
5.2　数値解析モデルと解析条件・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・107
5.2.1　衝撃圧縮試験モデル・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・107
5.2.2　解析条件・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・109
5.2.3　高速フーリエ変換・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・110

5.3　解析結果、および考察・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・113
5.3.1　荷重検知部の曲げの影響・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・113
5.3.2　試験片の有無、打撃棒形状の影響・・・・・・・・・・・・・・・・・114
5.3.3　レンチ掛け用つかみ部の影響・・・・・・・・・・・・・・・・・・・116
5.3.4　荷重検知部の長さ、拘束条件の影響・・・・・・・・・・・・・・・・118
5.3.5　応力伝達棒の影響・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・122
5.3.6　バネの質量を考慮したバネ振動による近似・・・・・・・・・・・・・124
5.4　結　言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・129
参考文献・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・130

第6章　総　括　131-133

研究業績　134-135

謝　辞　136-137

第 1 章　序　論

1.1　緒言

高分子発泡材料は、軽量かつ優れた衝撃吸収能、断熱性能を有しており、その特性を活かして様々な場面で使用されている[1)-3)]。これらの高分子発泡材料は、鉄やアルミニウムなどの金属材料のような高い強度はないが、非常に軽量な素材であり、また、断熱や防音性にも優れており、あまり強度を要求されない二次部材や特殊用途部材に利用され、消費エネルギーの低減に寄与している。例えば、ポリスチレン発泡体（発泡スチロール）は、魚介類の運搬の際の保冷容器や、建築用断熱材として利用され、安価で衝撃吸収性が良く、耐水性もあるという特徴がある[4)]。ポリウレタン発泡体は、車両用シートや冷凍、冷蔵庫の断熱材として広く使用されており、クッション性、断熱性能に優れるといった特徴がある[4)]。また、ポリエチレン発泡体は、水道、あるいはエアコンの配管用断熱材として使用されており、力学的特性、耐水性に優れるといった特徴がある[4)]。現在では、これら多くの高分子発泡材料が普及しており、人々の生活には欠かすことのできない材料となっている。高分子発泡材料をこれらの用途に使用する場合には、その機械的特性に関する知見が不可欠である。さらに、建材や断熱材に使用される部材は、非常にゆっくりとした準静的速度域の荷重を受けるのに対し、自動車などの衝撃緩衝材に使用される部材は、衝突事故時にはひずみ速度 $10^2 \sim 10^3$ s^{-1} の非常に速い速度域の荷重を受けることが予想される。そうした背景から、特に衝撃緩衝材としての利用を見込まれる材料では、一般的な材料試験で実施される準静的速度域における機械的特性だけでなく、衝撃速度域における機械的特性も重要となる[5)-7)]。

一般に高分子発泡材料は、圧縮負荷を受ける部材に適用される場合が多く、その圧縮特性に着目した研究が多くなされている。高分子発泡材料は、緻密体と比較し、密度が低く、中には空隙率が 90 %を超えるものもあり[8)]、それゆえに圧壊を生じず大変形が可能であるという点が大きな特徴の一つである。また、発泡体は材料内部に多数の空隙を含んでおり、構成材料だけでなく空隙を満たす流体も発泡体の機械的特性に影響を与えうる点が緻密体との大きな違いである[9),10)]。

即ち、高分子発泡材料の機械的特性は、発泡体を構成する構成材料自身の機械的特性と、発泡構造内部の流体による影響を反映して決定される。この機械的特性に影響を及ぼす因子としては、密度、発泡構造、温度、ひずみ速度が挙げられる[11)-13)]。密度と機械的特性の相関関係は想像に難くなく、高密度の材料

であるほど高強度の材料となる。また、同じ密度を持つ発泡材料同士でも、発泡構造の違いによって機械的特性にも差が生じる。発泡構造は、厳密には各材料によって千差万別であるが、大別するとオープンセル構造とクローズドセル構造の二種類の構造があり、それぞれについて簡略な力学モデルを用いた議論がなされている[14), 15)]。

以上のような背景から、高分子発泡材料の圧縮変形に関する研究[16), 17)]が古くから盛んに行われている。また、スプリット・ホプキンソン棒衝撃試験装置や、微小検知部を持つ応力伝達棒を用いた衝撃圧縮試験装置などを用いて、衝撃圧縮時のエネルギー吸収効果を評価した研究[18), 19)]もなされてきた。さらに、室温だけでなく高温、あるいは低温域での圧縮特性に関する研究[20), 21)]など、高分子発泡材料の機械的特性に着目した非常に多くの研究がなされており、今日においても更なる研究が進められている。

このように幅広い分野での利用がなされ、様々な研究が進められている高分子発泡材料であるが、その多くに共通する難点として、熱に弱いという特徴がある。高分子発泡材料の各種特性は、その構成材料である高分子材料の特性に強く依存する。そして、多くの高分子材料は金属材料と比べ耐熱性が低く、高温環境下での利用が限られている[22)]。これは、高分子材料が金属材料に比べ融点が低く、さらに融点以下の温度でガラス転移を生じ、著しい強度の低下を引き起こすためである[23)]。先に述べた例で言うと、ポリスチレンはガラス転移温度が $Tg = 100$ ˚C であり、それ以上の高温環境での利用には適していない。また、ポリウレタン、ポリエチレンはそれぞれ $Tg = -20$、-125 ˚C であり、室温で既にガラス転移温度を超えているため、そもそも強度を期待した部材への適用がなされていない。そのため、こういった特徴を反映した高分子発泡材料もまた、高温環境下での利用には不向きである。

この難点を解決する一つの手段として、耐熱性に優れるポリイミドを発泡化させることで、他の高分子発泡材料よりも熱に強い材料が開発された。ポリイミドは、高分子材料中で最高レベルの強度を有するスーパーエンジニアリングプラスチックの一つである[24)]。その特徴の一つとして、ポリスチレンなどの多くの一般的な高分子材料が 100 ˚C 程度でガラス転移を生じるのに対し、ポリイミドは 300 ˚C を超えるガラス転移温度を持っている。それゆえ、100 ˚C を超える高温環境下でも使用可能な高分子材料とされ、その発泡体も、サンドイッチ構造のコア材や、航空機のエンジンナセルの防音材など、高温環境下での利用が検討されている[25)]。

さらに、高分子材料が抱える別の問題点として、廃棄による環境負荷が挙げられる。現代社会において高分子材料は、日常でも様々な形で利用、そして廃棄されている。高分子材料を焼却処分する際には、二酸化炭素の発生、発熱量

の大きさからくる焼却炉へのダメージなどの問題がある [26]。また、焼却だけでなく埋め立てによる処分も行われているが、高分子材料の特徴である物質的に安定しているという点が仇となり、時間をかけても分解されることがなく半永久的に残存する [26]。また、軽量ゆえにかさばりやすく、埋め立て処分する際には埋め立て空間の浪費につながっている。これらのことから、廃プラスチックは解決すべき課題として大いに対策が望まれている [27]。このことは、高分子発泡材料についても同様である。

そんな中、植物由来で生分解性を有するポリ乳酸樹脂製の発泡材料が開発された。ポリ乳酸は、ポテトなどの植物、あるいは非食物の生ゴミから製造され、カーボンニュートラル性を持つ低環境負荷材料として注目され、電子機器の筐体やフィルム、繊維としての利用が始まっている [28), 29)]。そして、カーボンニュートラルゆえに焼却処分時の環境負荷が小さい、埋め立て後は微生物により分解されるといった点から、高分子材料が抱える廃プラスチック問題を解決する一助となりうる。こういった特徴を持つポリ乳酸を発泡化し、既存の高分子発泡材料の代替材料として、自動車部材、食品梱包材、断熱材などへの利用が期待されている。

以上のような高分子発泡材料が抱える課題を解決する、ポリイミド発泡体、ポリ乳酸発泡体は開発されて日が浅く、その力学的特性に関するデータが未だ不十分というのが現状である。よって、高温で利用可能な、あるいは低環境負荷の高分子発泡材料の普及を促すためには、その力学的特性を明らかにすることは極めて重要である。本研究では、これら二つの高分子発泡材料に対し、様々な条件での圧縮試験を実施し、その機械的特性の解明に向けた実験的検討を行った。

1.2 高分子発泡材料の機械的特性

1.2.1 高分子発泡材料の圧縮変形挙動

ポリイミド発泡体、ポリ乳酸発泡体の機械的特性について議論を行う前に、本節で一般的な高分子発泡材料の機械的特性について述べることとする。高分子発泡材料の圧縮変形挙動について考える際には、しばしば線形弾性領域、プラトー領域、緻密化領域の三つの領域に分けての議論がなされている [30)]。図 1.1 に高分子発泡体の圧縮変形時に見られる応力－ひずみ関係の一例を示す。この図か

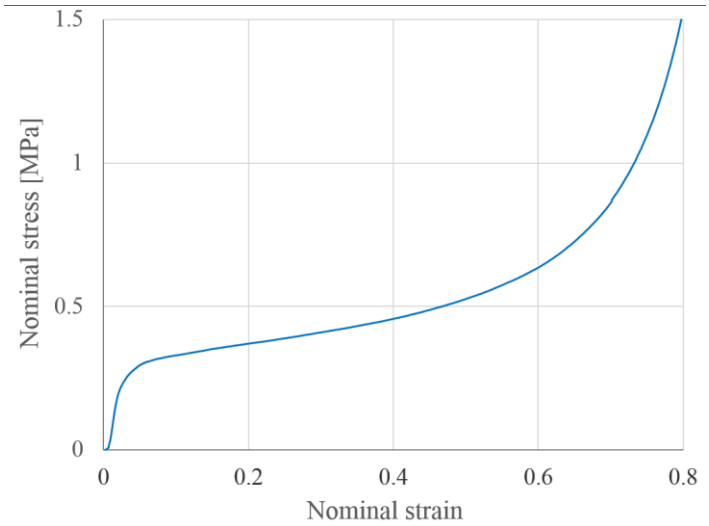


図 1.1　高分子発泡体の圧縮時の応力－ひずみ曲線の例

らも確認できるように、圧縮開始直後は応力がひずみに対し直線的に増加していく線形弾性領域が表れる。この領域においては、微細構造の曲げ変形が支配的であり、一般的にひずみ数%程度までが弾性変形領域とされている [30]。線形弾性領域の後に、応力の増加がなだらかになるプラトー領域が表れる。この領域においては、材料内部で次々に微細構造の座屈変形が進行するため、ほぼ一定の応力値で変形が進行する [30]。さらに変形が進行すると、大変形により材料内部の空隙が消失し、構成材料そのものの圧縮挙動に近い、応力が急増する領域が表れる。この領域を緻密化領域と呼ぶ。

このような圧縮変形挙動を示す高分子発泡体の機械的特性について議論をする際には、ヤング率、プラトー応力（塑性崩壊応力）を指標とし、強度評価を行う場合が多い [31), 32)]。一般的に発泡体のヤング率 E^*は経験的に以下の式で表せる [30)]。

$$E^* = C_1 E_s \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2 \tag{1.1}$$

ここで、C_1 は定数、E_s は構成材のヤング率、ρ^*は発泡体の密度、ρ_s は構成材の密度である。この式から、発泡体のヤング率は相対密度（ρ^*/ρ_s）に強く依存する値となっている。そして、ガラス転移温度 T_g 以下の温度域においては、構成材である高分子材料のヤング率 E_s は以下の式で表せる[(30)]。

$$E_s = E_s^0 \left(1 - \alpha_m \frac{T}{T_g} \right) \tag{1.2}$$

ここで、E_s^0 は絶対零度におけるヤング率、α_m は定数、T は絶対温度、T_g はガラ

ス転移温度である。これらの式をまとめると、発泡材料のヤング率 E^*が以下の式で表される。

$$E^* = C_1 E_s^0 \left(1 - \alpha_m \frac{T}{T_g}\right)\left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^2 \tag{1.3}$$

式(1.3)より、高分子発泡材料のヤング率は温度、および相対密度に強く依存することが分かる。

次に、プラトー応力σ^*_{pl}について考える。プラトー応力と相対密度の関係は、経験的に以下の式で表せる[30]。

$$\sigma^*_{pl} = C_2 \sigma_{ys} \left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^{3/2} \tag{1.4}$$

ここで、C_2は定数、σ_{ys}は構成材料の降伏強度である。さらに、構成材料である高分子材料の降伏強度σ_{ys}は一般に以下の式で表せる[30]。

$$\sigma_{ys} = \sigma_{ys}^0 \frac{E_s}{E_s^0}\left(1 - \frac{AT}{T_g}\ln\frac{\dot{\varepsilon}_0}{\dot{\varepsilon}}\right) = \sigma_{ys}^0 \frac{E_s}{E_s^0}\left(1 + \frac{AT}{T_g}\ln\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right) \tag{1.5}$$

ここで、$\sigma_{ys}{}^0$は絶対零度における降伏強度、A、$\dot{\varepsilon}_0$は定数、$\dot{\varepsilon}$はひずみ速度である。これらの式をから、高分子発泡体のプラトー応力はひずみ速度、温度、相対密度に依存すると言える。

最後に、緻密化領域について考える。プラトー領域において次々と微細構造の座屈が進行し、材料内部の空隙が減少することで構成材料同士が接触し始める。それにより、流動応力が急激に増加し、応力－ひずみ曲線の傾きが構成材料そのもののヤング率 E_sに近づく。発泡材料の圧縮変形時は、材料内部の空隙の減少を伴いながら変形が進行するため、ポアソン比が$\nu \approx 0$となり、横ひずみはほとんど生じない。したがって、相対密度を用いて単純に考えると、ひずみ$\varepsilon = 1 - \rho^*/\rho_s$まで圧縮が進行すると材料内部の空隙が完全に消失する。しかし、実際にはこの値に到達するよりも早く緻密化が完了することが分かっており、完全に緻密化するひずみε_dが以下の式で表される[30]。

$$\varepsilon_d = 1 - 1.4\left(\frac{\rho^*}{\rho_s}\right) \tag{1.6}$$

ここまでで述べてきたように、発泡材料の圧縮時の挙動は、各領域に区切って考えることで、ヤング率などの機械的特性を表す指標の定式化がなされている。そして、式(1.3)、(1.5)などからも分かる通り、それらはひずみ速度、温度と密接な関係にあると言える。なお、これらの関係式の多くは経験的に得られた

ものであり、局所的な変形を伴わず材料全体で一様な変形が生じる範囲で適用可能なものである。

1.2.2　高分子発泡材料の圧縮特性とひずみ速度依存性

上記のように、一般に高分子発泡材料の圧縮特性はひずみ速度依存性を示し、降伏応力、プラトー応力がひずみ速度の対数に比例する形で表されるものが多い[33]。図 1.2 に、ひずみ速度を変化させた発泡ポリスチレンの圧縮時の応力－ひずみ曲線を示す[34]。この図より、ひずみ速度の増加に伴い塑性崩壊応力、プラトー応力が増加していることが確認できる。ここで示した図は一つの例であるが、多くの高分子発泡体の圧縮時に同様の傾向が見られる。このようなひずみ速度依存性の要因となるものとして、構成材料の高分子が持つ粘弾性による影響、発泡構造内部に存在する流体の影響が考えられる。このうち、高分子材料の粘弾性については、次節で述べることとし、ここでは発泡構造内部の流体の影響について考察する。

発泡材料は、その構造からオープンセルとクローズドセルに大別される。これら二種類の発泡材料それぞれについて、材料内部の流体の影響を考える。オープンセル発泡体とは、材料内部の空隙（以下ではセルと呼ぶ）が壁によって仕切られておらず、材料外部までセルが連通した発泡構造体である。発泡材料を圧縮した際には、構成材料自身の圧縮変形に先行してセルの減少、消失により

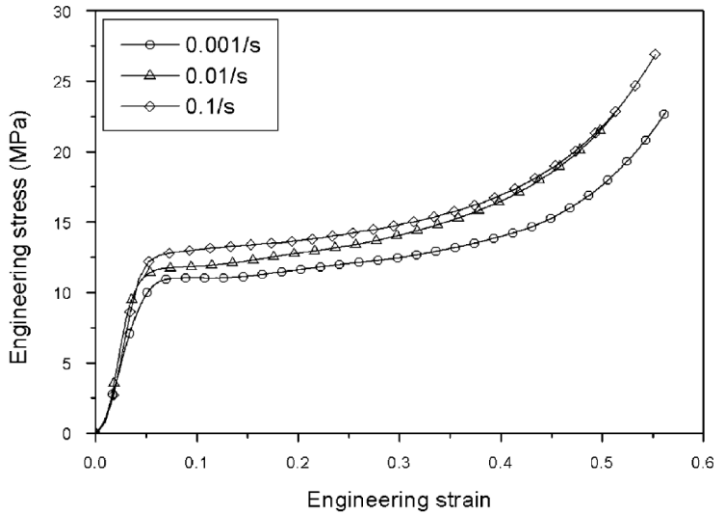


図 1.2　発泡ポリスチレンの圧縮時の応力－ひずみ曲線[34]

変形が進行していく。この時、オープンセル発泡体においては、セルの減少に伴いセル内部に存在していた流体（人工物においては空気である場合が多い）が材料外部に排出される。流体排出時の粘性流動には、変形速度に依存した仕事が必要となり、それが変形抵抗となることで圧縮特性にひずみ速度依存性が発生する。この粘性流動のための仕事による圧縮応力への寄与は、セルを満たす流体の動粘度、発泡構造のセルサイズなどにもよるが、一般的には小さい。そのため、金属発泡体のような比較的強度の高い発泡材料においてはほとんど無視することが可能である [10]。しかし、強度の低い高分子材料、特に相対密度の低い発泡体ではこの影響は無視できなくなる。

今、図 1.3 のような幅 L、高さ H の試験片を速度 V で圧縮するという簡単なモデルを想定し、セル内部の流体の影響について考える。最も簡略化したオープンセルモデルを図 1.4 に示す。このようなモデルで表されるオープンセル発泡体の圧縮時における材料内部の流体の排出は、以下に示す Darcy の法則に従うとされる [35]。

$$u = -\frac{K}{\mu}\frac{dp}{dx} \tag{1.7}$$

ここで、u は流速、μ は動粘性係数、$\frac{dp}{dx}$ は圧力勾配、K は発泡材料の絶対透過率と呼ばれる値であり、

$$K = Ad^2\left(1-\frac{\rho^*}{\rho_s}\right)^{3/2} \tag{1.8}$$

で与えられ、その単位は[m^2]である [36]。ここで、A は定数で、経験的におよそ 0.4 であることが知られている。d は材料内部のセルの寸法であり、ρ_s は発泡し

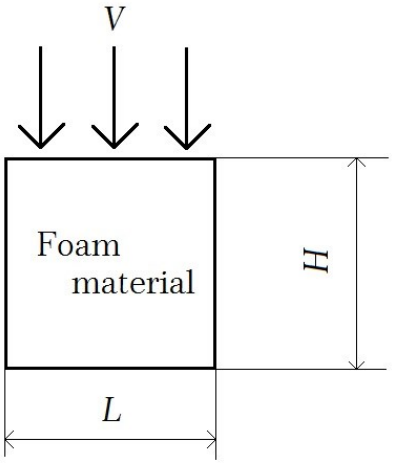


図 1.3　発泡材料の衝撃圧縮モデル

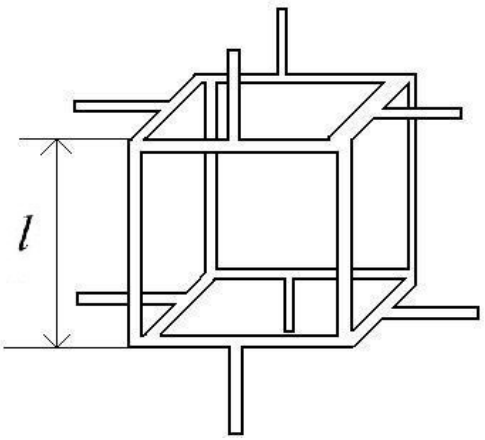


図 1.4　オープンセルモデル

ていない材料の密度、ρ^* は発泡体と化した材料の密度である。ほとんどの発泡材料においては$\rho^* << \rho_s$なので、$(1-\frac{\rho^*}{\rho_s})^{3/2} \fallingdotseq 1$ とみなしてよい。ところで、図 1.3 より二つの鉛直なセル壁面を通過する面あたりの流速 u は以下の式で与えられる。

$$u = \frac{VL}{2H} = \frac{\dot{\varepsilon}L}{2} \tag{1.9}$$

ここで、H は試験片の高さ、L は試験片の幅、V は変形速度であり、$\dot{\varepsilon}$ はひずみ速度である。材料内部の流体は中心から外側へ流れるので、任意の鉛直面を通過する流速の平均値は上記の 1/2 となる。これらの式から、

$$\frac{\dot{\varepsilon}L}{4} = -\frac{K}{\mu}\frac{dp}{dx} \tag{1.10}$$

が得られる。また、図 1.3 に示す発泡材料における圧力勾配は以下のように近似できる。

$$\frac{dp}{dx} \approx -\frac{\sigma}{L} \tag{1.11}$$

さらに、セルの寸法 d はセルを構成している辺の長さ(図 1.4 中の l)に比例するが、変形が進むにつれてセルは偏平となる。この時のセルの寸法は以下のように表せる [37]。

$$d \propto l(1-\varepsilon) \tag{1.12}$$

以上の式から、オープンセル発泡体のセル内部の流体の粘性流動による圧縮抵抗への寄与$\Delta\sigma_{op}$として以下の式が得られる [30]。

$$\Delta\sigma_{op} = \frac{C\mu\dot{\varepsilon}}{1-\varepsilon}\left(\frac{L}{l}\right)^2 \tag{1.13}$$

ここで、C は定数であり、1 に近い値をとるとされている [30]。このように、セル内部に存在する流体の排出により、圧縮時の発泡体の流動応力は$\Delta\sigma_{op}$ 増加し、そして式(1.13)からも分かる通り、$\Delta\sigma_{op}$ はひずみ速度に比例する。よって、その影響は衝撃速度域において特に顕著になる。

続いて、クローズドセル発泡体について考える。クローズドセル発泡体とは、材料内部のセルが壁によって仕切られており、セルが完全に独立した構造を持つ材料を指す。最も簡略化したクローズドセル発泡体のモデルを図 1.5 に示す。クローズドセル発泡体を圧縮した際には、大変形によりセルを仕切っている壁が破壊されるまで流体の排出は起こらず、セル内部で流体が圧縮されることで圧力増加を起こし、変形抵抗として寄与する。この時の流体の圧縮に伴う圧縮応力の増分については、以下の簡単な計算で求めることができる。まず、初期体積 V_0、発泡体密度ρ^*、構成材密度ρ_sであるクローズドセル発泡体を考える。

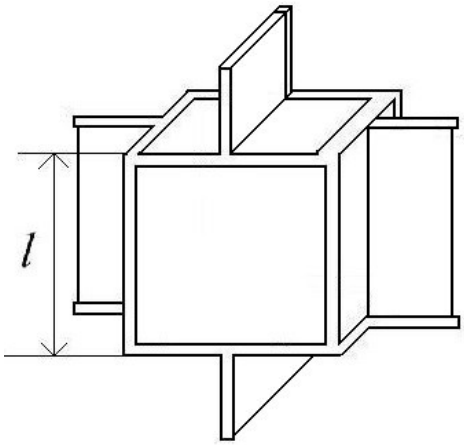


図 1.5　クローズドセルモデル

この発泡体を一軸方向にひずみεまで圧縮させた時の体積 V は以下の式で与えられる。

$$V = \{1-\varepsilon(1-2\nu)\}V_0 \tag{1.14}$$

ここで、νはポアソン比である。クローズドセル発泡体の圧縮変形は、セル内部の流体の圧縮を伴いながら進行するので、この時のセル内部の流体の体積 V_g は

$$V_g = \frac{1-\varepsilon(1-2\nu)-\dfrac{\rho^*}{\rho_s}}{1-\dfrac{\rho^*}{\rho_s}} V_g^0 \tag{1.15}$$

となる。ここで、V_g^0 は圧縮前の流体の体積である。セル内部の流体の圧縮は等温で進行するため、圧縮前の流体の圧力を p_0 とすると、気体の Boyle の法則により、ひずみεまで圧縮した時の流体の圧力 p が以下の式で表される。

$$p = \frac{V_g^0}{V_g} p_0 \tag{1.16}$$

よって、セル内部の流体の圧縮による圧縮応力の増分$\Delta\sigma_{cl}$、即ち圧縮後の圧力 p と初期の圧力 p_0 との差分が以下の式で表される。

$$\Delta\sigma_{cl} = p - p_0 = \frac{p_0\varepsilon(1-2\nu)}{1-\varepsilon(1-2\nu)-\dfrac{\rho^*}{\rho_s}} \tag{1.17}$$

ただし、高分子発泡材料のポアソン比は非常に小さく、$\nu \approx 0$ と近似できるため式は以下の形に簡略化される[30]。

$$\Delta\sigma_{cl} = \frac{p_0 \varepsilon}{1 - \varepsilon - \frac{\rho^*}{\rho_s}} \tag{1.18}$$

このようにクローズドセル発泡体におけるセル内部の流体の影響は、オープンセル発泡体とは異なり、ひずみ速度には依存せず、ひずみに依存した形となっている。なお、クローズドセル発泡体を高速で圧縮した際には一見するとセル内部の流体が断熱圧縮され、余分の圧力増加が生じるように思える。しかし、セル内部の流体は、それ自身よりもはるかに熱容量の大きなセル壁のすぐそばに存在するため、高速圧縮時においても、セル内部の流体は等温で圧縮され、その圧力増分は式(1.18)で表される。図 1.6 に式(1.13)、(1.18)から算出したオープンセル、クローズドセル発泡体におけるセル内部の流体の影響による圧縮応力増分を示す。ここでは、本研究で使用したポリイミド発泡体を室温、大気圧下で圧縮した場合を想定し、式(1.13)中の各係数をそれぞれ $C = 1$、$\mu = 1.81\times10^{-5}$ Pa・s、$\dot{\varepsilon} = 1.0\times10^{3}$ s^{-1}、$L = 20$ mm、$l = 10$ mm とした。また、式(1.18)中の各係数をそれぞれ $p_0 = 0.1$ MPa、$\rho^* = 120$ kg/m^3、$\rho_s = 1400$ kg/m^3 とした。この図より、オープンセルではその流動応力増分のひずみによる変化は小さいが、クローズドセルではひずみの増加に伴い、応力増分も増加していることが確認できる。このように、オープンセル、クローズドセル発泡体ではそれぞれ別のメカニズムによりセル内部の流体が圧縮特性に影響を及ぼすことが分かる。

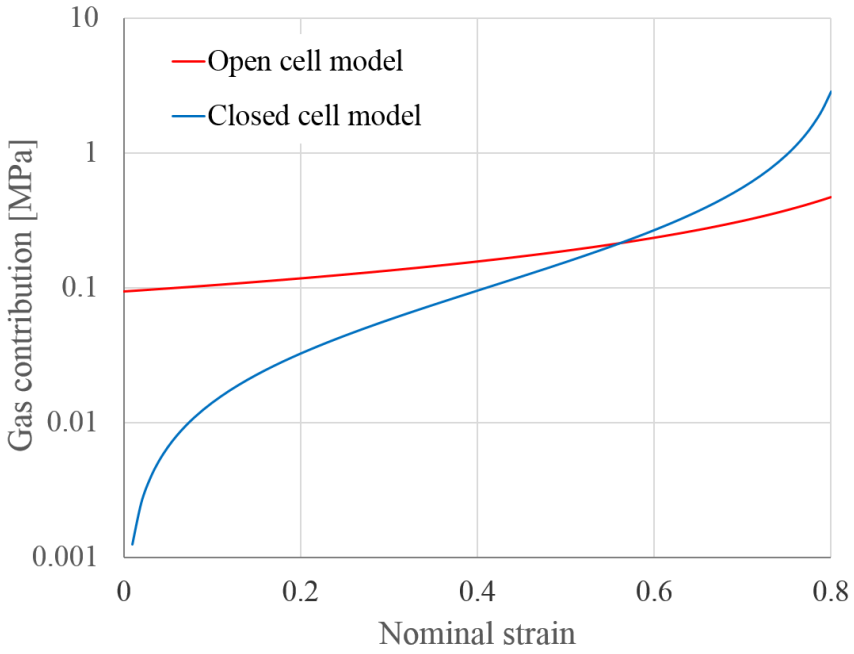


図 1.6　オープンセル、クローズドセルモデルのセル内部の流体による応力増分

1.2.3　高分子発泡材料の圧縮特性と温度依存性

1 章 2 節-1 で述べたように、一般的な発泡材料の機械的特性は温度依存性を示し、降伏応力、プラトー応力なども温度に依存した形で表される。発泡材料の機械的特性に及ぼす温度の影響は、構成材料自身の機械的特性が示す温度依存性を反映したものとなる。特に高分子材料においては、強度に及ぼす温度の影響が顕著であり、高温環境下では著しく強度が低下する [22]。このため、高分子発泡材料においても、温度を変化させた際には同様の傾向が見られる。図 1.7 に温度を変化せた時のポリメタクリルイミド硬質発泡体の圧縮時の応力－ひずみ曲線を示す [38]。この図より、室温以上の温度域では温度の増加に伴い、圧縮強度が著しく低下していることが確認できる。また、図 1.8 にポリメタクリルイミド発泡体の圧縮試験時の荷重－時間曲線を示す [39]。この図の、室温、60 ˚C の結果における荷重の振動は、他の高分子発泡材料よりも脆性的な圧縮挙動を示す材料の特性によるもので、-60 ˚C において、繰り返し生じている急激な荷重の落ち込みは、温度低下により、微細構造の破壊が顕著になった影響によるものと思われる。また、図 1.9 にエポキシシンタクチックフォームの衝撃圧縮時の応力－ひずみ曲線を示す [40]。この図より、エポキシシンタクチックフォームにおいても温度の増加に伴い流動応力が低下することが確認できる。ただし、-25 ˚C 以上の温度域では温度低下に伴い流動応力が増加するが、-54 ˚C まで冷却すると試

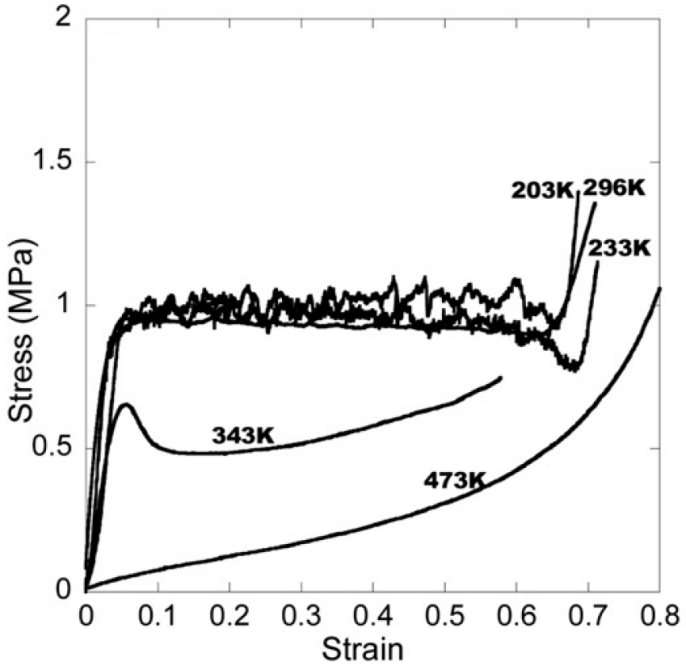


図 1.7　ポリメタクリルイミド硬質発泡体の圧縮時の応力－ひずみ曲線 [38]

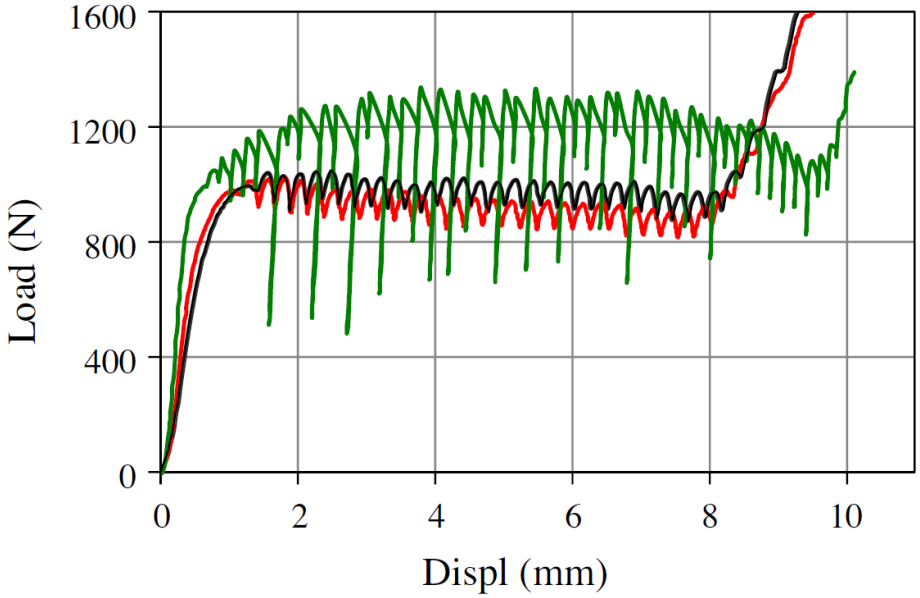


図 1.8　ポリメタクリルイミド発泡体の圧縮時の荷重－時間曲線 [39)]

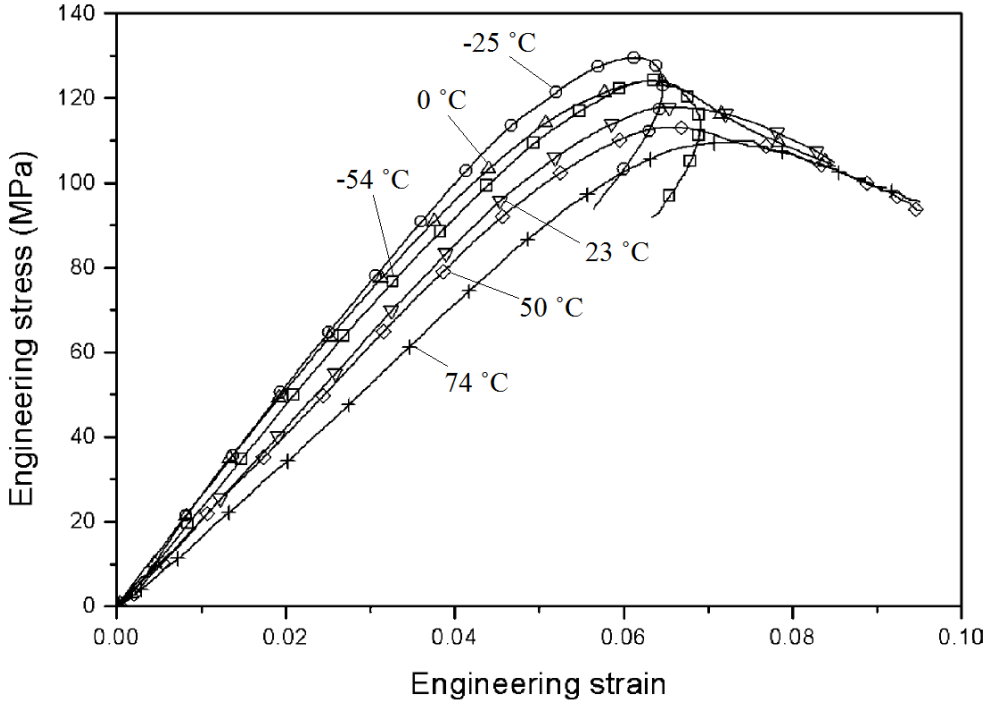


図 1.9　エポキシシンタクチックフォームの衝撃圧縮時の応力－ひずみ曲線 [40)]

験片の脆化により流動応力が低下していることが分かる。このように、多くの高分子発泡材料において温度の増加が応力の低下を生じさせるが、低温域では材料の脆化が生じるため、温度依存性を一概に表すことができないものも存在することが分かる。

また、温度が高分子発泡材料の圧縮特性に影響を及ぼすもう一つの要因として、空隙を満たす流体の動粘度が温度の関数となっているということがある。先に述べたようにオープンセル発泡体ではセルの流体の排出により圧縮時の応力が増加し、その寄与分は流体の動粘度に比例する。しかし、セル内部の流体による寄与分は極めて小さなものであり、温度による構成材料自身の強度の増加、低下と比較した場合ほとんど無視することが可能である。よって本研究においても、高分子発泡材料の機械的特性に及ぼす温度の影響は、主として構成材料自身の機械的特性の温度依存性を反映したものとして考える。

1.2.4　高分子発泡材料の圧縮変形挙動を表す構成方程式

これまでになされた高分子発泡体の圧縮変形に着目した研究では、ヤング率やプラトー応力を指標とし、強度やエネルギー吸収能の評価を行う方法が一般的であった。しかし、線形弾性～緻密化領域までを対象とし、幅広いひずみ域での構成関係を表した例は多くないというのが現状である。さらに、一口に高分子発泡体といっても製造方法の違いなどから、その微細構造は多種多様である。材料によっては、先ほど述べた線形弾性領域、プラトー領域が不明瞭であり、ヤング率、プラトー応力といったパラメータでの評価が難しいものも存在する [41]。そのような高分子発泡体の圧縮特性を評価する際には、ある一つのパラメータを用いて議論するよりも、幅広いひずみ域での応力－ひずみの関係を明らかにすることが望ましい。

Liu らは、高分子発泡体の変形時の構成関係に着目し、引張、圧縮の幅広いひずみ域にわたり、以下の単一の構成式で応力－ひずみの関係をモデル化している [42]。

$$\sigma = A\frac{e^{\alpha\varepsilon}+1}{B+e^{\beta\varepsilon}} + e^{C}\left(e^{\gamma\varepsilon}-1\right) \tag{1.19}$$

ここで、A、B、C、α、β、γは定数である。α、βは材料の加工硬化、加工軟化の挙動を決定する係数である。これらの係数は、試験結果とのフィッティングにより決定した値であり、物理的な意味を持った値ではない。

また、Ouellet らは準静的～衝撃速度域で適用可能な高分子発泡体の構成式として、以下のような式を提唱した [43]。

$$\sigma(\varepsilon)=\sigma_0(\varepsilon)\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right)^{a+b\varepsilon} \tag{1.20}$$

ここで、$\sigma_0(\varepsilon)$ は準静的速度域における構成式、$\dot{\varepsilon}_0$ は任意の参照ひずみ速度、a、b は定数である。このような、ひずみ速度をパラメータとして持つ構成式は、衝撃負荷を受け得る高分子発泡材料の機械的特性を表すうえで非常に有用である。

これらの式を用いることで、これまで三つの領域に分割し、それぞれの領域について個別に議論を行っていたものを、統括的に扱うことができる。高分子発泡体の工業利用の促進、数値シミュレーションへの応用などを視野に入れた場合はこのような構成式の定義は有意である。さらに、ひずみ速度、温度を変数とした式とすることで、ひずみ速度、温度変化にも対応できるものとなり、使用条件に合わせた安全設計を行う上で非常に便利な式となる。ただし多くの場合、これらの構成式は、式中の各係数を実験値とのフィッティングにより求めた実験式であり、定数自体に物理的な意味を持たせたものではないことに注意が必要である。

1.2.5　高分子発泡材料の圧縮特性に関する課題

ここまでで述べたように、高分子発泡材料の機械的特性については、様々な材料を用いて検討がなされている。その多くは、試験片に対し圧縮試験を実施し、そこから得られたデータを元に実験的検討を行ったものである。そのような研究より得られた結果は、材料の工業利用促進の助けとなる貴重なデータであり、工学的観点から見て非常に意義がある。しかし、これらの研究は、各材料の機械的特性の室温におけるひずみ速度依存性や、あるいは準静的速度における温度の影響を詳細に調べたものが多く、同一材について、それらの強度に及ぼすひずみ速度と温度の影響を同時に検討した例は少ない。よって、複雑な微細構造を持つ高分子発泡材料も数多く存在する中、一般的な変形挙動を表す理論は、図 1.3、1.4 のような極度に簡略化されたモデルを用いて提唱されたものが主流である。そのため、上記のような変形挙動を表す構成方程式の導出などが行われてはいるが、非常に複雑な形を持つケースも多く、より簡略な形で構成関係を記述する術が求められている。

1.3　高分子材料の機械的特性

1.3.1　高分子材料の変形挙動

前節で述べたような高分子発泡材料の機械的特性は、その構成材料である高分子の機械的特性に大きく依存するということが知られている。よって、高分子発泡材料の機械的特性に着目した研究に取り組むにあたり、高分子の機械的特性についても知っておく必要がある。高分子材料は、非常に分子量の大きい高分子鎖が複雑に絡み合った構造を持っており、結晶性高分子と非晶性高分子に大別される[44]。結晶性高分子とは、高分子鎖の主鎖が複雑に絡み合った中に、ある規則性を持った結晶が混在し、その結晶間を非晶質な主鎖が繋いでいる構造を持つ高分子を指す。結晶性高分子は、機械的強度に優れる、耐薬品性に優れる、寸法精度を出しにくい、などといった特徴がある。結晶性高分子においては、結晶部分と非晶質部分の割合（結晶化度）も機械的特性をはじめ、様々な材料特性を左右する因子となる。一方、結晶を持たず、完全に非晶質部分のみで構成されている高分子を非晶性高分子と呼ぶ。非晶性高分子は、塗装、接着に優れる、寸法精度を出しやすい、疲労強度が低い、などといった特徴がある。これらの高分子は、絡み合った主鎖や側鎖が水素結合などの分子間力により結合した構造を有している[45]。

これらの高分子に負荷を与えた時、分子鎖のすべり、配向によって変形が進行する[46]。この時、結晶性高分子では結晶にはほとんど変形は生じず、結晶間を繋いでいる非晶質部分が配向することで変形が進行する。このような変形機構を有する高分子材料では、高速での変形を与えると分子鎖間での摩擦や共有結合周囲での回転による摩擦が生じ、低速での変形時よりも大きな抵抗が発生する[46]。この特徴を反映し、高分子材料は一般的に粘弾性材料として扱われ、速度依存性を示す材料とされている。図 1.10 にひずみ速度を変化させた高密度ポリエチレンの圧縮試験より得られた応力－ひずみ曲線を示す[47]。この結果で示したように、一般的に高分子はひずみ数 %程度まで弾性変形が進行し、その後塑性変形が進行する。この時、ひずみ速度を増加させることにより、降伏応力の増加、その後の塑性域における流動応力の増加が見られる。あくまでこれは一つの例であるが、一般的な高分子材料の機械的特性はこのようなひずみ速度依存性を示す。

また、高分子中の分子鎖が高温に曝された場合、熱膨張により分子間の距離が広がることで、分子間を結合している分子間力が低下し、それにより強度の低下を引き起こす[48]。図 1.11 に温度を変化させたポリカーボネイトの圧縮試験

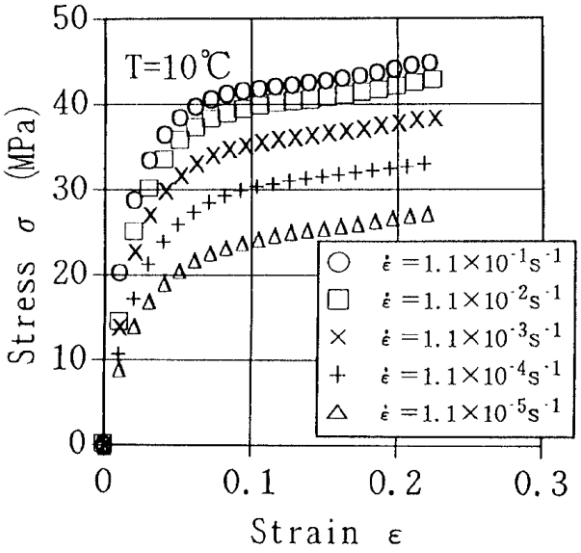


図 1.10　ひずみ速度を変化させたポリエチレンの応力－ひずみ曲線 [47)]

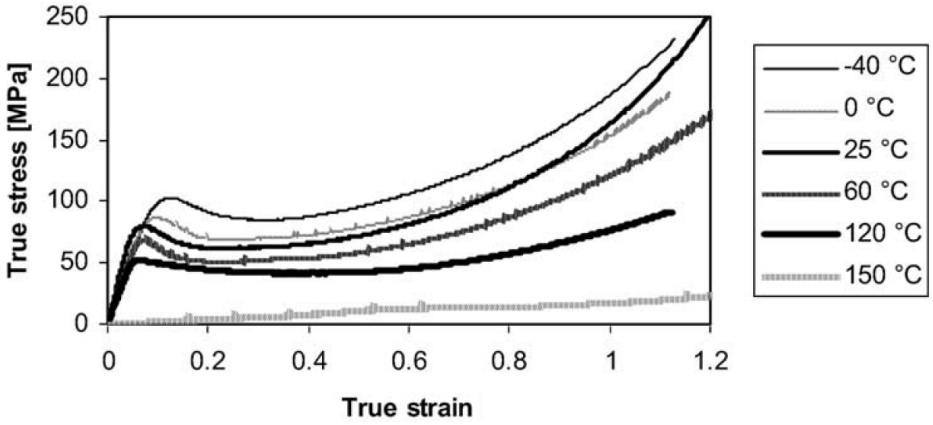


図 1.11　低温～高温でのポリカーボネイトの応力－ひずみ曲線 [22)]

より得られた応力－ひずみ曲線を示す [22)]。この図より、温度の増加に伴う降伏応力、流動応力の低下が確認できる。また、ガラス転移温度温度（140 ˚C）を超えると、特に著しい応力の低下が見られる。これは、ガラス転移による影響である。高分子材料の温度がガラス転移温度を超えると、非晶質部分がミクロブラウン運動を開始し、分子鎖が流動的に運動し始める。これにより分子鎖間のすべり、配向が生じやすくなり、結果として著しく強度が低下する [23)]。また、図 1.12 に室温～極低温まで温度を変化させたポリスチレンの引張試験より得られた応力－ひずみ曲線を示す [49)]。この結果から、極低温域ではより小さなひずみで破断が生じ、脆性的な変形挙動を示すことが分かる。このように、高分子材料の機械的特性は顕著な速度、温度依存性を有することが分かり、当然その発泡体である高分子発泡材料にもその特性が反映されている。

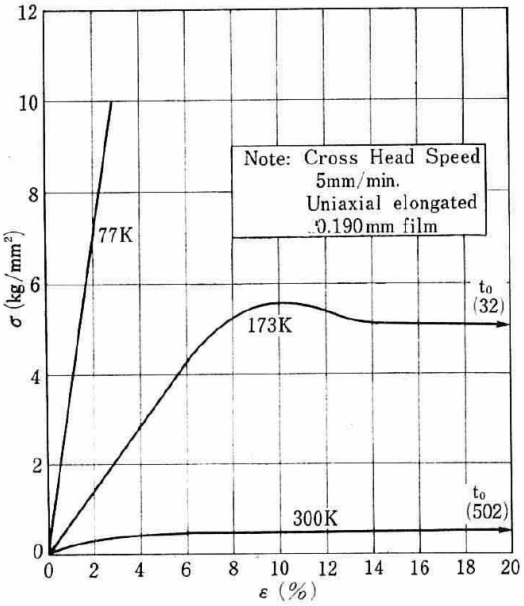


図 1.12　室温～極低温域でのポリスチレンの応力－ひずみ曲線 [49)]

1.3.2　高分子材料の粘弾性モデル

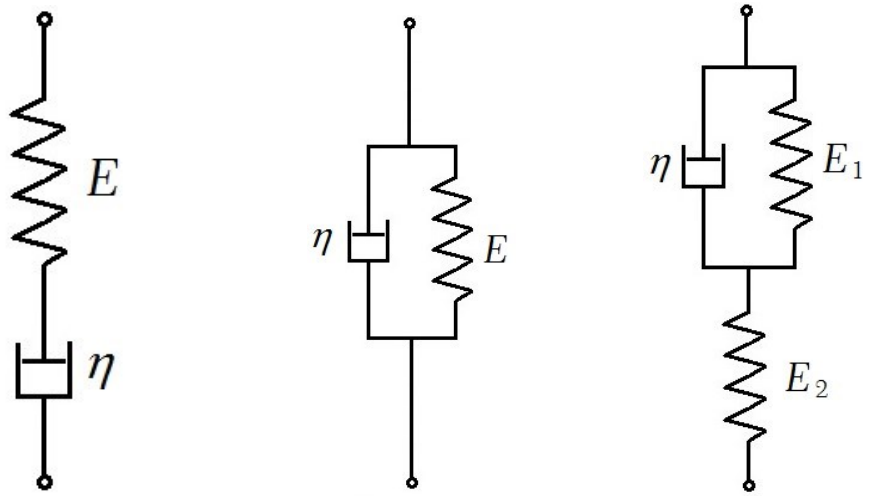
上記のように高分子材料は粘弾性材料として扱われ、バネ・ダンパ・質量系でモデル化されることが多い [50)]。この時、粘弾性的な挙動を表すために図 1.13 に示すマクスウェルモデル、フォークトモデル、三要素モデルなどが用いられる。まず、図 1.13 (a)で示すマクスウェルモデルを考えた時、変形速度を考慮に入れた応力σ、応力速度$\dot{\sigma}$、ひずみε、ひずみ速度$\dot{\varepsilon}$が以下の式で表される。

$$\dot{\sigma}+\frac{E}{\eta}\sigma=E\dot{\varepsilon} \tag{1.21}$$

ここで、Eはモデル中のバネ定数、ηはダンパの減衰係数である。この Maxwell モデルをもとに応力－ひずみ関係を表す構成方程式を求めると、以下の式が得られる。

$$\sigma=\eta\dot{\varepsilon}\left\{1-\exp\left(-\frac{E\varepsilon}{\eta\dot{\varepsilon}}\right)\right\} \tag{1.22}$$

この式により、Maxwell モデルにおける弾性領域の応力－ひずみ関係を、ひずみ速度を変数とした形で表すことができる。



(a)　　(b)　　(c)

図 1.13　粘弾性モデル

(a)：Maxwell モデル　　(b)：Voigt モデル　　(c)：三要素モデル

また、図 1.13(b)で示す Voigt モデルを考えた時、応力－ひずみ関係が以下の式で表される。

$$\sigma = E\varepsilon + \eta\dot{\varepsilon} \tag{1.22}$$

この式から、Voigt モデルにおける弾性領域の応力－ひずみ関係を、ひずみ速度を変数とした形で表すことができる。ただし、もっとも単純化したこれらのモデルでは、実際の高分子材料の粘弾性的な挙動を表すのには不十分である。

次に、図 1.13(c)で示す三要素モデルを考えた時、応力－ひずみ関係が以下の式で表される。

$$\dot{\sigma} + \frac{E_1 + E_2}{\eta}\sigma = \frac{E_1 E_2}{\eta}\varepsilon + E_2\dot{\varepsilon} \tag{1.23}$$

この時、応力－ひずみ関係を表す構成方程式を求めると、以下の式が得られる。

$$\sigma = \frac{E_1 E_2}{E_1 + E_2}\varepsilon + \left(\frac{E_2}{E_1 + E_2}\right)^2 \eta\dot{\varepsilon}\left\{1 - \mathrm{e}\ \mathrm{x}\left(\mathrm{p}\frac{E_1 + E_2}{\eta}\frac{\varepsilon}{\dot{\varepsilon}}\right)\right\} \tag{1.24}$$

この式を用いて応力－ひずみ関係を表すことで、Maxwell モデルや、Voigt モデルよりも実際の高分子材料に即した形で構成関係を表すことができる。ただし、材料定数も増え、式もより複雑になっている。高分子材料の弾性領域における機械的特性のひずみ速度依存性を議論する際には、このようなバネ・ダンパ・質量系でのモデル化を用いての議論がなされることも多い。

1.3.3　Argon の塑性変形理論

上記の粘弾性モデルでの議論は弾性領域で通用するものであり、塑性変形開始後は別の理論のもとで高分子の変形を考えなくてはならない。本研究では高分子の塑性変形について、Argon が提唱した高分子材料の塑性変形理論に基づいて議論する [51]。高分子材料の内部では、多数の高分子鎖が複雑に絡み合っており、その分子鎖一本の中には多数のキンクが含まれている。この状態に荷重が与えられると、図 1.14 に示すようにキンクの回転により分子鎖が荷重方向に配向することでキンクが減少し、塑性変形が進行する。この時、分子鎖には、周囲の分子鎖によって与えられた、分子鎖の回転に対する抵抗を上回る力が負荷されなくてはならない。Argon は、このような機構で進行する高分子材料の塑性変形を、分子鎖の二重キンクの発生、伝播により説明し、せん断応力 τ が作用した時の塑性せん断ひずみ速度 $\dot{\gamma}_p$ が以下の式で与えた。

$$\dot{\gamma}_p = \dot{\gamma}_0 \exp\left(-\frac{As_0}{kT}\left\{1-\left(\frac{\tau}{s_0}\right)^{5/6}\right\}\right) \tag{1.25}$$

ここで、$\dot{\gamma}_0$、A は定数、s_0 はせん断強度、k はボルツマン定数、T は絶対温度で

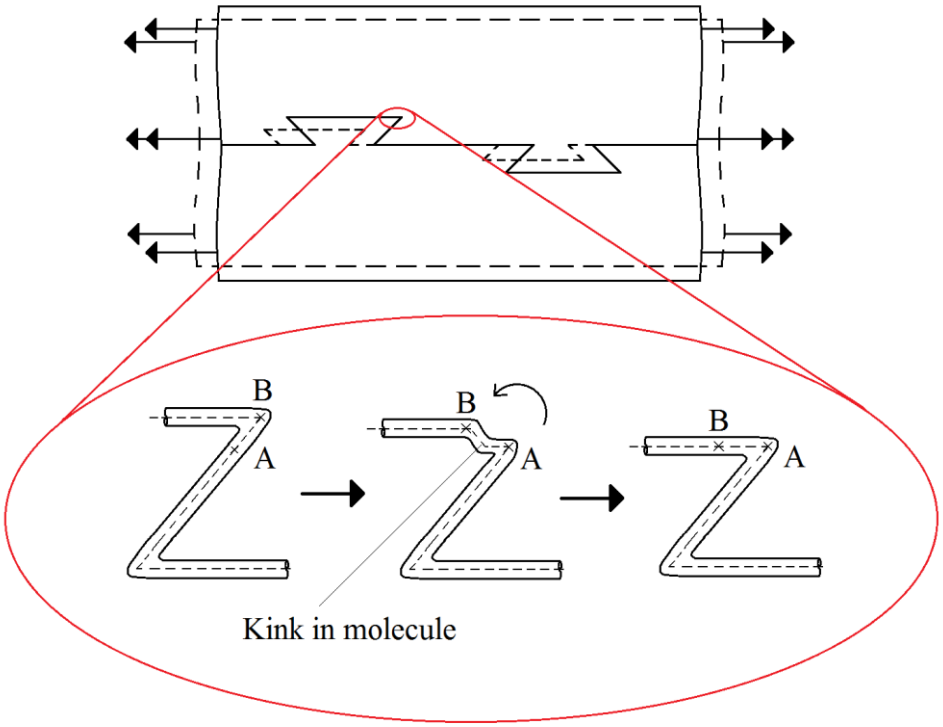


図 1.14　Argon の塑性変形理論の概念図

ある。この式は以下のように変形することができる。

$$\tau = s_0 \left\{ 1 - \frac{T}{As_0} \ln \frac{\dot{\gamma}_0}{\dot{\gamma}^p} \right\}^{6/5} \tag{1.26}$$

この式から、応力τが絶対温度Tと、ひずみ速度の対数に比例することが分かる。よって、Argon の塑性変形理論に基づいて議論を進める場合、高分子材料の塑性変形応力はひずみ速度依存性、温度依存性を示すものとして扱うことができる。本論文では、高分子の塑性変形を、分子鎖中のキンクの減少と荷重方向への配向と捉え、議論を進めていくこととする。

1.4 研究目的、および本論文の構成

本章でここまでに述べてきたように、高分子、高分子発泡材料の機械的特性については非常に多くの研究がなされてきた。しかし、高分子発泡材料が抱える熱に弱い、環境負荷が大きいという問題は、解決すべき課題として残っている。その解決に向け、新たな材料の開発も進んでいるが、十分な特性の調査がなされておらず、実用に至っていないものも多い。そこで本研究では、こういった高分子発泡材料における課題解決の助けとなりうる材料として、ポリイミド、ポリ乳酸からなる発泡体に注目し、その機械的特性、およびひずみ速度、温度依存性を明らかにすること目指す。また、ひずみ速度依存性の解明に向けた実験的検討の中で、高速で材料を圧縮変形させる打撃棒型衝撃圧縮試験装置を使用した。しかし、この装置を用いた衝撃試験時には、試験方法によっては出力される応答が振動するという問題が未解決となっている。そこで、打撃棒型衝撃圧縮試験装置の試験結果に見られる荷重応答の振動に対し、その抑制に向けての対策案につながる知見を得るため、振動の発生要因の解明を目指す。

本論文では、高分子発泡材料が抱える諸問題を解決し得る材料として、ポリイミド発泡体、ポリ乳酸発泡体に着目し、その圧縮特性に及ぼすひずみ速度、温度の影響を明らかにするために実験的検討を行った。第 2 章では、本研究で使用した各試験装置、条件について述べ、特に衝撃負荷を作用させた材料の挙動に着目し、材料の衝撃変形問題と衝撃試験装置が抱える問題について述べる。第 3 章では、高温環境下でも利用可能な高分子発泡材料として、ポリイミド発泡体の圧縮特性解明に向けての実験的検討、およびその結果を用いて、熱活性化過程論を用いた考察をする。また、工学的観点から見た時に重要となる真応

力ー真ひずみ関係を、幅広いひずみ速度、温度域で表すことを可能とした構成方程式の導入を行う。第 4 章では、低環境負荷材料の一つであるポリ乳酸発泡体に対し、ポリイミド発泡体と同様にひずみ速度、温度が圧縮特性に及ぼす影響について、実験的検討を行う。また、第 3 章で対象としているポリイミド発泡体の試験結果と比較を行い、オープンセル、クローズドセル発泡体の圧縮特性、ひずみ速度依存性の違いについての議論を行う。第 5 章では、第 2 章で触れた衝撃試験装置が抱える問題点の解決に向けた初動として、打撃棒型衝撃圧縮試験装置で見られる荷重応答の振動問題について、その原因の解明に向け、動的有限要素解析コード LS-DYNA を用いての数値解析を行う。そして、得られた数値解析結果に対し高速フーリエ変換による周波数成分の抽出を行い、荷重応答に見られる振動について周波数ベースでの議論を行い、振動の発生要因についての考察を行う。そして、第 6 章で、総括として本研究の内容をまとめる。

第 1 章　参考文献

1) 陸偉, 三村耕司：材料, 56 (2007) , 647-653.

2) 足立廣正, 長谷川照夫：高分子論文集, 58 (2001) , 56-58.

3) Md. E. Kabir, M.C. Saha and S. Jeelani：Materials Science and Engineering A, 429 (2006) , 225-235.

4) 増子善昭：日本義肢装具学会誌, 20 (2004) , 130-132.

5) W. Chen, F. Lu and N. Winfree：Experimental Mechanics, 42 (2002) , 65-73.

6) Y. Liu, W. Gong and X. Zhang：Computational Materials Science, 91 (2014) , 223-230.

7) W. Zhi-hua, J. Lin and Z. Long-mao：Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 21 (2011) , 449-454.

8) C. Jo and H.E. Naguib：Polymer, 48 (2007) , 3349-3360.

9) L. Sorrentino, M. Aurilia and S. Iannace：Polymer Testing, 26 (2007) , 875-885.

10) J.A. Sherwood and C.C. Frost：Polymer Engineering and Science, 32 (1992) , 1138-1146.

11) C. Lee, M. Kim, S. Park, J. Kim, C. Bang and J. Lee : Materials and Design, 84 (2015) , 163-172.

12) 新保實, 谷口翔, 金原勲, 三澤章博：成形加工, 20 (2008) , 201-208.

13) 中嶋隆勝, 野上良亮, 寺岸義春, 高田利夫：材料, 41 (1992) , 28-33.

14) P. Viot, R. Bouix, I. Iordanoff and J.L. Lataillade：Composite Structures, 92 (2010) , 585-592.

15) X. Badiche, S. Forest, T. Guibert, Y. Bienvenu, J.D. Bartout, P. Ienny, M. Croset and H. Bernet：Materials Science and Engineering, A289 (2000) , 276-288.

16) C. Barbier, P.M. Michaud, D. Baillis, J. Randrianalisoa and A. Combescure : European Journal of Mechanics A/Solids, 45 (2014) , 110-122.

17) Y.M. Moreu and N.J. Mills：Polymer Testing, 23 (2004) , 313-322.

18) R. Bouix, P. Viot, and J.L. Lataillade：International Journal of Impact Engineering, 36 (2009) , 329-342.

19) J.W. Tedesco, C.A. Ross and S.T. Kuennen : Journal of Sound and Vibration, 165 (1993) , 376-384.

20) M. Nicotra, M. Moncalero, M. Messori, E. Fabbri, M. Fiorini and M. Colonna：Procedia Engineering, 72 (2014) , 678-683.

21) 足立廣正, 長谷川照夫：日本複合材料学会誌,32 (2006) , 32-38.

22) J. Richeton, S. Ahzi, K.S. Vecchio, F.C. Jiang and R.R. Adharapurapu：International Journal of Solids and Structures, 43 (2006) , 2318-2335.

23) 直木基祐：高分子論文集, 53 (1996) , 803-813.

24) 今井淑夫：エレクトロニクス実装学会誌, 4 (2001) , 640-646.

25) 武田 泰昭，桝田 剛，濱 信幸，森内 幸司：第 47 回飛行機シンポジウム 前刷り集, 3D10(JSASS-2009-5137)
26) 中杉修身：廃棄物学会誌, 13 (2002) , 79-80.
27) 岩波照夫：開発工学, 11 (1992) , 26-35.
28) R. Hagen and U. Inventa：Polymer Science: A Comprehensive Reference, 10 (2012) , 231-236.
29) Y. Ema, M. Ikeya and M. Okamoto：Polymer, 47 (2006) , 5350-5359.
30) A. Gibson, and M. Ashby：CELLULAR SOLIDS : Structure & Properties (1999).
31) 足立廣正，長谷川照夫：高分子論文集, 58 (2001) , 486-488.
32) 小林秀敏，臺丸谷政志，田中健一：日本機械学会論文集（A 編）, 68 (2002) , 1395-1400.
33) 吉本 明史，小林 秀敏，堀川 敬太郎，谷垣 健一，野崎 兼介：日本機械学会論文集, 81 (2015) , 14-00343.
34) B. Song, W.W. Chen, S. Dou, N.A. Winfree and J.H. Kang：International Journal of Impact Engineering, 31 (2005) , 509-521.
35) H. Darcy：Les Fontains Publique de Ville de Dijon (1856) , 150.
36) W.F. Brace：J. Geophys. Res., 82 (1977) , 3343.
37) A.N. Gent and K.C：Rusch, Rubber Chem. Tech., 39 (1966) , 38.
38) S. Arezoo, V.L. Tagarielli, C.R. Siviour and N. Petrinic : International Journal of Impact Engineering, 51 (2013) , 50-57.
39) I. Grace, V. Pilipchuk, R. Ibrahim and E. Ayorinde : Composite Structures, 94 (2012) , 3052-3063.
40) B. Song, W. Chen, T. Yanagita and D.J. Frew：Composite Structures, 67 (2005) , 289-298.
41) 石井宏：熱物性, 6 (1992) , 128-137.
42) Q. LIU and G. SUBHASH：Polymer Engineering and Science, 44 (2004) , 463-473.
43) S. Ouellet, D. Cronin and M. Worswick：Polymer Testing, 25 (2006) , 731-743.
44) 浅井邦明：材料, 39 (1990) , 782-789.
45) 緒方直哉：繊維学会誌, 47 (1991) , 237-243.
46) 中嶋健，西敏夫：熱測定, 33 (2006) , 183-190.
47) 廣江哲幸，松尾日出男，藤原和人，宮田政信，柴田陽介，酒井憲司：日本機械学会論文集（A 編）, 61 (1995) , 743-749.
48) 綾敏彦：熱測定, 12 (1985) , 192-196.
49) 佐藤光広，隈彰二：低温工学, 8 (1973) , 95-104.
50) C. Jo, J. Fu and H.E. Naguib：Polymer, 46 (2005) , 11896-11903.
51) A.S. Argon：Philosophical Magazine, 28 (1973) , 839-865.

第 2 章　試験方法と材料の衝撃問題

2.1　試験方法

2.1.1　準静的圧縮試験

一般的な材料に対する引張試験、圧縮試験では、油圧式の万能材料試験機が広く用いられている。本研究においても、ポリイミド発泡体、ポリ乳酸発泡体の準静的圧縮試験には一般的な材料試験で使用される万能材料試験装置（島津製作所）を使用した。クロスヘッド速度は 2 mm/min、200 mm/min とし、ひずみ速度 10^{-3}、10^{-1} s^{-1} オーダーでの圧縮を行った。荷重は試験機のロードセルにより検出した。なお、密度の低い高分子発泡材料の圧縮試験においては、大きな圧縮変形を加えても試験片の破断や圧壊が発生しないため、全ての圧縮試験において最大でひずみε = 0.8 まで圧縮することとした。試験時の試験片変位は、接触型の変位計（共和電業）を試験装置に設置し、クロスヘッドの変位を測定することで計測した。また、その際圧縮荷重を加えることで試験装置の治具にも圧縮変形が生じ、クロスヘッド変位と試験片変位にはわずかながら誤差が生じる。よって、試験機の剛性として試験装置の荷重－変位関係を求め、試験装置の変形量を差し引くことで試験片の正確な変位を求めた。

また、同試験装置を用いて発泡化させる前の緻密体ポリイミドに対しての準静的圧縮試験を実施した。クロスヘッド速度は 0.2 mm/min（$\dot{\varepsilon} = 1.1\times10^{-1}$ s^{-1}）とし、最大圧縮ひずみは設定せず、圧壊が生じるまで圧縮を行った。また、発泡体試験片よりも小さな変形を精度よく測定するため、試験片変位はレーザー変位計（KEYENCE）を用いて計測した。

高温での準静的圧縮試験として、試験装置に電気炉を設置した状態での圧縮試験を実施した。試験片温度は試験片表面に設置した K 型熱電対により計測し、温度調節器により温度の制御を行った。試験温度はポリイミド発泡体では 200 ˚C、270 ˚C、ポリ乳酸発泡体では 70 ˚C、120 ˚C とし、試験片全体の温度が均一になるよう、試験片表面の温度が定常に達した後に 15 分間温度を維持し、それから試験を開始した。

低温での準静的圧縮試験として、図 2.1 に概略図を示すように試験装置に冷媒槽を設置した状態での試験を実施した。試験片の上部、下部に冷媒槽を設置し、その冷媒槽内部に液体窒素を注入することで治具を冷却し、治具との熱伝導により試験片を冷却する構造とした。なお、ポリイミドはその特性として吸水性を有しており、液体に浸すことでその圧縮特性に影響を及ぼすことが懸念され

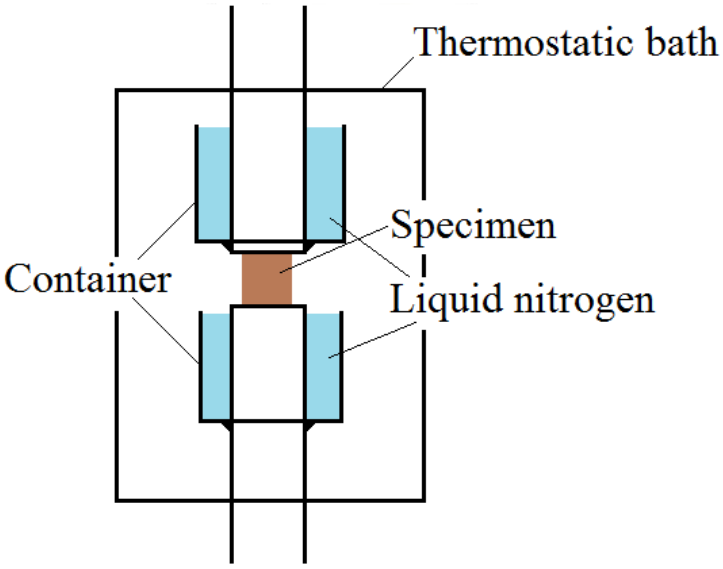


図 2.1　低温準静的圧縮試験概略図

る[1]。実際に本研究で使用した試験片においても、水中で圧縮を行うことで流動応力が低下することが確認されている。ポリイミドの機械的特性に及ぼす液体窒素の影響は未知ではあるが、本研究の低温圧縮試験では、図 2.1 のような試験片と液体窒素の接触を防ぐ構造を採用した。試験片温度は高温試験と同様に試験片表面に熱電対を設置することで計測し、表面温度が安定した後 15 分間温度を維持した後に試験を開始した。

2.1.2　動的、衝撃圧縮試験

続いて、動的、衝撃圧縮試験ついて述べる。準静的圧縮試験に使用した材料試験装置は、一般的な材料試験に広く使用されているが、最大でも 500 mm/min 程度の速度でしか変形を与えることができない。よって、本研究で使用した 20 mm 程度の大きさを持つ試験片に対して動的～衝撃速度域での圧縮試験を行うためには、別の装置を使用する必要がある。そこで、動的、衝撃速度域での圧縮試験法として、微小検知部を持つ応力棒を用いた圧縮試験装置を使用した。これは断面積の大きな応力伝達棒に荷重計測用の特殊ロードセルを設置し、応答速度の速い荷重応答を比較的長時間にわたり計測する方法である[2]。本研究では動的、衝撃圧縮試験での使用を目的としたジュラルミン製の特殊ロードセルを作製し、試験に使用した。図 2.2 に作製した特殊ロードセルの寸法を示す。こ

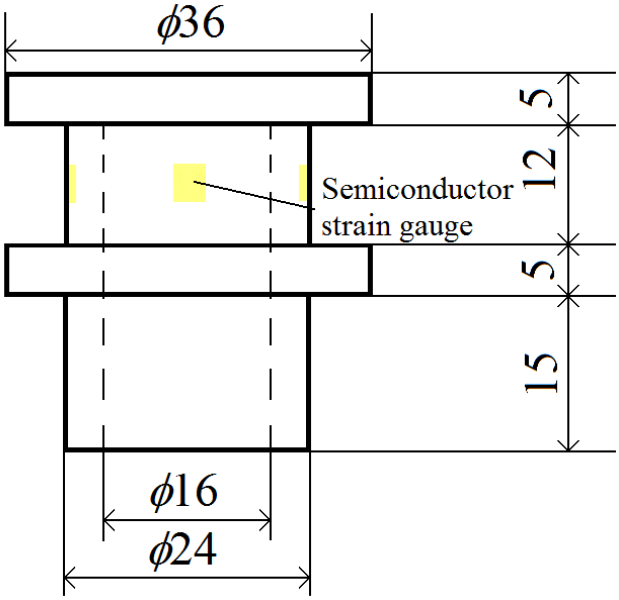


図 2.2　動的、衝撃圧縮試験用ロードセル

れは、高分子発泡材料のような比較的強度の低い材料における圧縮荷重を精度よく測定するために設計したものである。試験装置に設置する際には、ロードセル下部をねじ締結することで応力伝達部に接続した形で使用する。動的、衝撃試験では、ロードセル上部の試験片設置部の設置された試験片に動的負荷を与え、それにより発生した応力波が試験片を透過し、半導体ひずみゲージを貼り付けてある荷重検知部に伝播する。この時、試験片～ロードセル間で力のつり合いが取れていると仮定し、荷重検知部で計測した荷重値を試験片に負荷されている荷重に読み替えている。本研究では、ポリイミド、ポリ乳酸発泡体の動的、衝撃試験において、このロードセルを使用した。

ポリイミド発泡体の動的圧縮試験には、錘の自由落下を利用した落錘圧縮試験装置を使用した。図 2.3 に落錘圧縮試験装置の概略図を示す。これは、重さ約 50 kg の錘を紐で吊るし、紐を切断することで支柱に沿って錘を自由落下させ、下部に設置した試験片を圧縮する装置である。錘の下部には直径 200 mm、高さ 60 mm の円盤を設置し、その円盤に図 2.2 の特殊ロードセルを設置し、荷重計測を行った。また、円板の横にレーザー変位計（KEYENCE）を設置し、落下する錘の変位を計測することで試験片の変形量を測定した。試験機の制約上、錘の最大落下距離は約 100 mm であり、その時の落下速度は約 1 m/s（$\dot{\varepsilon} = 50\ \mathrm{s}^{-1}$）である。これは、高さ 100 mm からの自由落下時の速度 1.4 m/s よりも低い速度であるが、これは錘と支柱との摩擦や空気抵抗により自由落下と同様の速度に達しなかったためと考えられる。

また、高温での動的圧縮試験として電気炉を用いて試験片の加熱を行った。

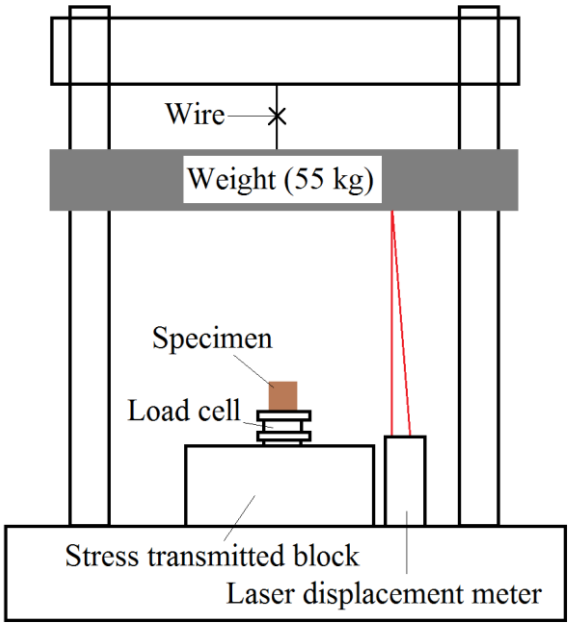


図 2.3　落錘圧縮試験装置

ただし、本研究で使用した落錘圧縮試験装置には試験機の制約上、準静的試験のように装置に電気炉を設置することができない。よって、試験装置の横に電気炉を設置しその内部で加熱した試験片を取り出した後、素早く圧縮を行うことで高温動的圧縮試験とした。試験片温度は表面に設置した K 型熱電対により計測し、試験温度は、準静的圧縮試験と同様に、200 ˚C、270 ˚C とした。

低温での動的圧縮試験として、図 2.4 に示す冷媒槽を用いて試験片の冷却を行い、冷却後の試験片に対して圧縮試験を実施した。準静的試験に使用した冷媒槽と同様に、試験片と液体窒素との接触を避ける構造とし、試験片を設置した銅板との熱伝導により試験片を冷却した。試験時には、圧縮用試験片の他に試

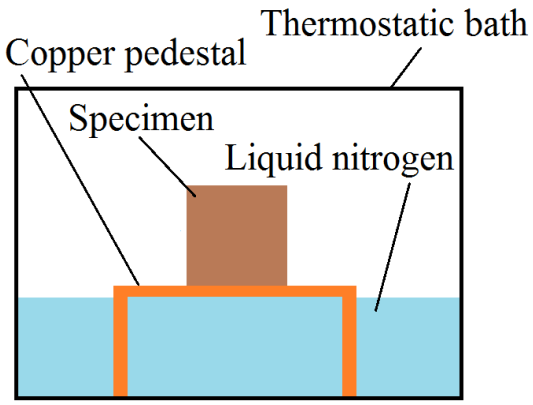


図 2.4　動的、衝撃圧縮試験用冷媒槽

験片温度モニター用の試験片を冷媒槽中にて同時に冷却し、そこから計測した温度を圧縮用試験片の温度として採用した。モニター用試験片の温度を計測したところ、冷媒槽に液体窒素投入後 5 分程度で試験片内部まで温度が均一になることが確認できた。よって、実際の試験時にはモニター用試験片の内部温度が安定後、さらに 5 分間温度を維持した後に圧縮を行った。

ポリ乳酸発泡体に対しての動的圧縮試験には、錘の自由落下を利用したレバー式の落錘圧縮試験装置を使用した。図 2.5 に落錘試験装置の概略図を示す。これは、質量約 30 kg の錘を自由落下させて、レバーに取り付けた圧子により、ロードセル上に設置した試験片を圧縮する装置である。レバーの長さ比は 5 : 1 であり、錘の落下速度の 1/5 の速度で、錘を直接衝突させた場合の 5 倍の荷重で試験片を圧縮できる。このような構造を取ることで、本研究の EPLA のような比較的大きな荷重容量を必要とする試験においても、小規模な試験装置でひずみ速度 $\dot{\varepsilon}$ = 10 s^{-1} 程度の高ひずみ域までを対象とした動的速度圧縮試験が可能となる。錘の落下高さは EPLA-A、-B についてそれぞれ 50 mm、200 mm とした。荷重は、図 2.2 の特殊ロードセルの出力から、変位は高速度ビデオカメラの映像からそれぞれ求めた。

上記の落錘試験装置を用いることで、試験片に対しひずみ速度 $\dot{\varepsilon}$ = 10 ~ 50 s^{-1} 程度の変形を与えることができる。それよりもさらに高速での変形を与えるには、衝撃試験装置と呼ばれる装置が必要となる。有名な衝撃試験装置としてスプリット・ホプキンソン棒衝撃試験装置（Split Hopkinson Pressure Bar、以下 SHPB と記述）がある。また、SHPB よりも長時間にわたって荷重応答を計測すること

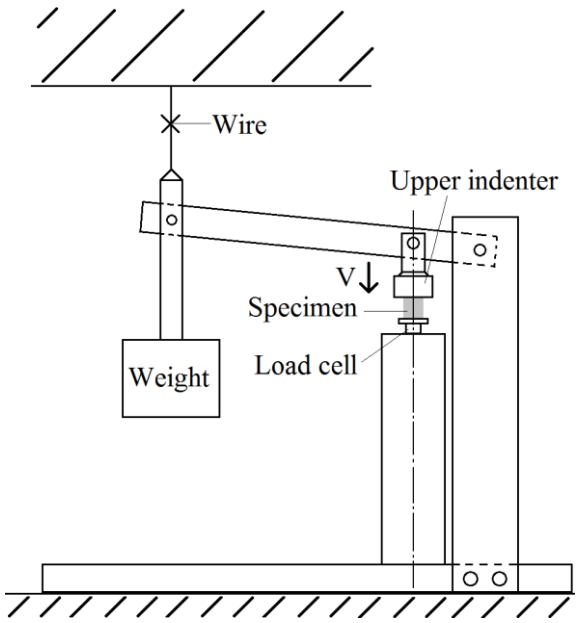


図 2.5　レバー式落錘圧縮試験機

のできる打撃棒型衝撃圧縮試験装置というものも存在する。本研究のポリイミド発泡体、緻密体ポリイミド、ポリ乳酸発泡体の衝撃圧縮試験には、SHPB と打撃棒型衝撃圧縮試験装置の二種類の装置を併用した。それぞれの試験装置の特徴、容量からポリイミド発泡体、ポリ乳酸発泡体に対しては打撃棒型試験装置を使用し、緻密体ポリイミドに対しては SHPB を使用した。図 2.6、2.7 にそれぞれ使用した試験装置の概略図を示す。

本研究で使用した SHPB は、直径 30 mm の SUS304 製の入出力棒で構成されており、入力棒長さが 1530 mm、出力棒長さが 985 mm となっている。打撃棒は、同じく直径 30 mm の SUS304 製の棒とし、長さが 500 mm となっている。これにより、200 μs の応力持続時間を確保できる。試験時には、入力棒の試験片側端部より 910 mm の位置に貼り付けた箔ひずみゲージと、出力棒の試験片側端部より 520 mm の位置に貼り付けた半導体ひずみゲージの出力を計測し、その応答を応力－ひずみ関係の算出に使用した。これにより、緻密体ポリイミドを約 4 m/s（$\dot{\varepsilon} \approx 1.3\times10^{3}\ \mathrm{s}^{-1}$）の速度で圧縮した。

また、本研究で使用した打撃棒型衝撃圧縮試験装置は、内径 60 mm、長さ 2000 mm の加速管、直径 100 mm、長さ 500 mm の応力伝達棒、先述の特殊ロードセルで構成されている。荷重の計測には、動的速度試験と同様に特殊ロードセルを用い、試験片の変位の計測には高速度カメラ（ノビテック）を使用した。図 2.8 に打撃棒型衝撃試験装置で使用した二種類の打撃棒を示す。打撃棒①は外径

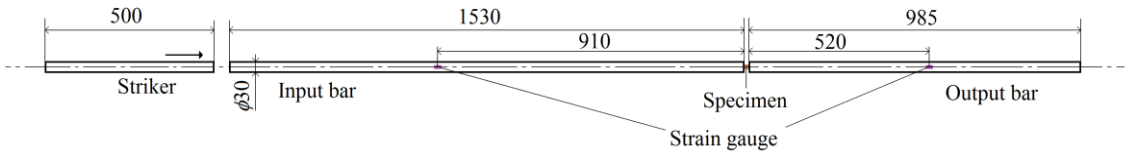


図 2.6　SHPB 衝撃圧縮試験装置

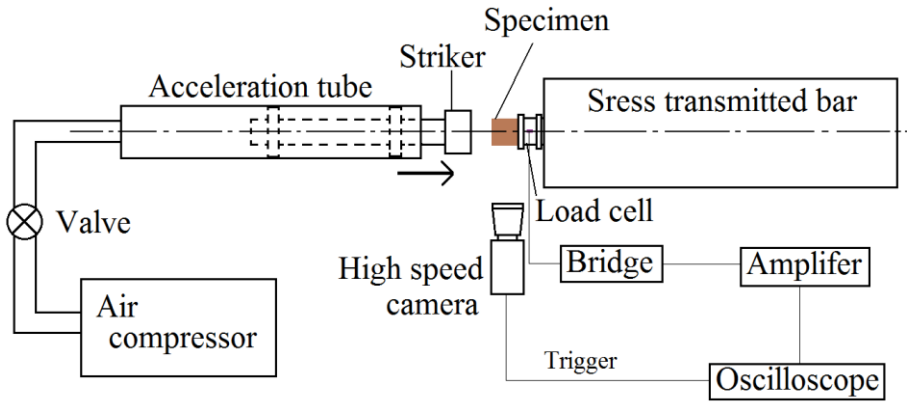
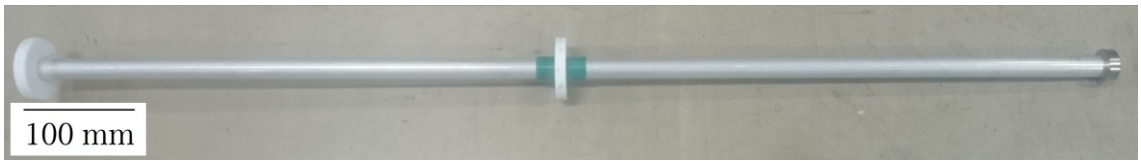


図 2.7　打撃棒型衝撃圧縮試験装置

(a)



(b)

図 2.8　衝撃圧縮試験用打撃棒　　(a)：打撃棒①　　(b)：打撃棒②

28 mm、長さ 300 mm、肉厚 2 mm のアルミ合金製の胴体部に直径 50 mm、高さ 25 mm の SUS304 製の衝突部を取り付けた構造となっている。この打撃棒を 2 気圧（ゲージ圧）の圧縮空気で加速し、加速管後端部から発射することで、最大変形速度が約 20 ~ 24 m/s となる。これにより、ひずみ速度 10^2 ~ 10^3 s^{-1} オーダーでの試験を行った。ただし、この打撃棒①は室温での衝撃圧縮試験においてのみ使用可能であり、高温、低温における衝撃圧縮試験には後述する打撃棒②を用いた別の手法での衝撃圧縮試験を実施した。

動的、衝撃試験用の特殊ロードセルは半導体ひずみゲージの出力を用いて荷重の計測を行っている。半導体ひずみゲージは熱の影響を受けやすく、加熱、冷却された試験片をロードセルに接触させることで荷重応答に影響を及ぼすことが懸念される。よって、高温、低温での衝撃試験時にはロードセルの荷重検知部に熱の影響を与えない試験方法が必要となる。よって、本研究の高温、低温衝撃試験では、ロードセルではなく図 2.8 中の打撃棒②の衝突部に試験片を設置することで、荷重検知部への熱の影響を排した衝撃試験を実施した。図 2.9 に打撃棒②を使用した高温衝撃圧縮試験装置の概略図を示す。打撃棒②は、外径 20 mm、長さ 1000 mm、肉厚 4 mm のアルミ合金製胴体部に直径 32 mm、高さ 10 mm の SUS304 製の衝突部を取り付けた構造となっている。高温衝撃試験では、加速管出口部分に打撃棒②を設置し、その先端に試験片を設置する。その状態で電気炉により試験片を加熱し、試験片表面の温度を熱電対で測定する。そして、温度が目標値に到達した後に 15 分間温度を維持し、圧縮空気により打撃棒②を加速し、ロードセルに衝突させることで試験片を圧縮する。この時、打撃棒②の加速距離は 500 mm 程度であり、試験片の変形速度は約 12 m/s（$\dot{\varepsilon} = 4.0$ ~

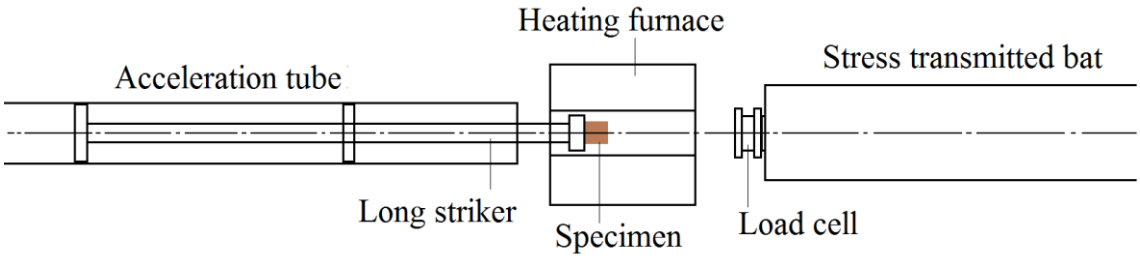


図 2.9　高温衝撃圧縮試験

6.0×10^{2} s^{-1}）となる。試験温度は、準静的、動的圧縮試験と同様に、ポリイミド発泡体では 200 ˚C、270 ˚C、ポリ乳酸発泡体では 70 ˚C、120 ˚C とした。また、低温衝撃試験では、同様に加速管出口部分に打撃棒②を設置する。そして、図 2.4 の冷媒槽で冷却した試験片を冷媒槽から取り出した後に打撃棒②の先端に設置し、素早く試験を行うこととした。この時の試験片温度は、低温動的試験と同様に、冷媒槽中に設置したモニター用試験片の温度を試験片温度として採用した。

このような衝撃試験装置を用いることで、一般的な材料試験機では計測できない、材料の動的な変形挙動というものを計測することができる。こうした試験が実施されている背景には、多くの材料において機械的特性がひずみ速度依存性を示し、部材によっては動的速度域における知見が非常に重要となる、といったことがある。次節では、材料の動的変形挙動について述べることとする。

2.2　材料の衝撃変形問題

2.2.1　材料の動的変形挙動

今日では、非常に多くの材料について引張試験、圧縮試験などの材料試験により、機械的特性が調べられている [3),4)]。これらの材料試験は、多くの場合準静的速度で行われており、そこから導かれる機械的特性は必然的に準静的速度域での機械的特性となる。これは市販の材料試験機で手軽に行うことができる速度域が概ね $\dot{\varepsilon}$ $=10^{-4}$～10^{-1} s^{-1} 程度なためである。しかし、野球でのバッティングや自動車の衝突など、日常における様々な場面で材料に対し $\dot{\varepsilon}=10^{0}$～10^{3} s^{-1} ほどの動的、あるいは衝撃負荷が作用する現象が見られる。また、工業製品の使用だけでなく、圧延や鍛造のような材料の塑性加工時においても、高速変形が生

じる。この時の材料の変形挙動は、準静的速度での変形挙動とは異なるケースが多く、予期せぬ部材の破壊などを引き起こす場合がある[5]。これは、材料の機械的特性のひずみ速度依存性に起因する現象である。

金属、高分子を問わず、材料はすべてそれぞれ固有の機械的特性を有しており、多くの材料において、その特性はひずみ速度の影響を受けることが知られている。このことは、これまでになされてきた数多くの研究結果からも明白であり、主に輸送機器分野で安全設計の指針となる知見を得るために、準静的速度から衝撃速度まで、幅広いひずみ速度域における材料の変形挙動に関する知見が求められている[6]。そうした中、スプリット・ホプキンソン棒 (SHPB)を用いて、$\dot{\varepsilon} = 10^2 \sim 10^4\ s^{-1}$ ほどの速度域での材料試験が盛んに行われている[7),8)]。図 2.10 に準静的、衝撃速度域における炭素鋼の引張試験より得られた応力－ひずみ曲線を示す[9)]。この結果から、衝撃速度域においては準静的速度域と比較し、降伏応力、塑性域での流動応力が増加していることが分かる。このようなひずみ速度の変化に伴う機械的特性の違いは、衝撃負荷を受けうる部材においては非常に重要である。

また、衝撃緩衝材に用いる材料においては、衝撃速度域でのデータが重要であるが、準静的速度域との間を埋める $\dot{\varepsilon} = 10^0 \sim 10^1\ s^{-1}$ ほどの動的速度域でのデータもまた重要である。しかしながら、これらの速度域におけるデータを得るためには特殊な試験装置が必要であり、他の速度域での試験と同様に手軽に多

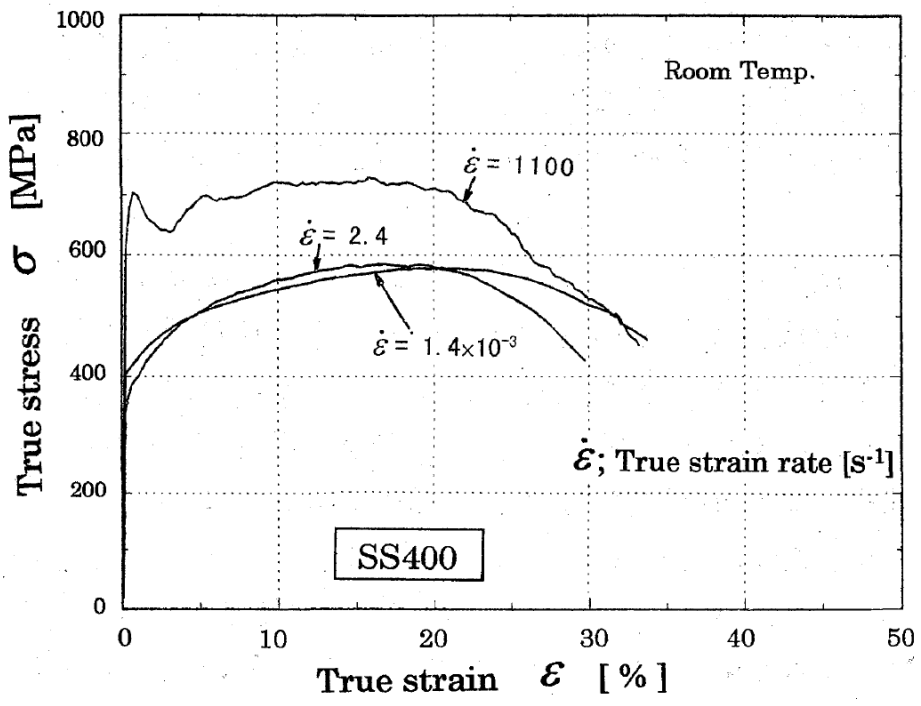


図 2.10　準静的、衝撃速度域における炭素鋼の応力－ひずみ曲線[9)]

くのデータを得るには、信頼性のある試験方法を検討する必要がある。動的速度域での試験方法としては、錘を自由落下させて試験片を変形させる落錘式の試験がしばしばなされている [10]。この動的速度試験に合わせ、準静的よりも速い速度域での試験片の荷重応答の測定する方法として、検力ブロックを用いた試験法が考案され、そこから改良を加えた微小検知部を持つ応力棒法が開発された [11), 12)]。これにより、準静的と衝撃速度の中間となる動的速度での試験が可能となった。材料の機械的特性と、ひずみ速度依存性について実験的検討を行う上では、これらの各速度域に合わせた試験法を知り、評価を行う必要がある。

2.2.2　スプリット・ホプキンソン棒(SHPB)衝撃試験装置

衝撃工学の基礎である一次元弾性応力波伝播理論をもとに、衝撃速度域における材料の応力－ひずみ関係を導くための装置として、SHPB が開発された [13)]。これは、密度、断面積の一様な二本の棒（以下では入力棒、出力棒と記述）の間に試験片をセットし、入力棒に打撃棒を衝突させた際に発生する弾性応力波を、棒に貼り付けたひずみゲージの出力から読み取り、試験片の応力－ひずみ関係を計測する装置である。

図 2.11 に SHPB 試験装置の Lagrange 線図（棒状の位置を表す x 軸とそれに直角方向の時間軸、t 軸で構成）を示す。圧縮空気によって加速された打撃棒が入力棒端部に衝突し、その時に入力棒、打撃棒中に圧縮の弾性応力波が発生する。入力棒側で発生した応力波は、試験片、出力棒へと透過し、入出力棒の端部で反射を繰り返しながら棒中を伝播していく。一方、打撃棒側に発生した応力波は打撃棒後端で反射し、引張弾性応力波となって打撃棒、入力棒へと透過していく。この時、入力棒側で発生した圧縮波の波頭が通過した棒中に圧縮応力が生じ、打撃棒後端で反射した引張波が伝わり、それにより圧縮応力が解放され、応力がゼロになる。この応力が作用している時間を、応力波の持続時間という。この持続時間Δt は弾性応力波が打撃棒を一往復する時間に等しいので、打撃棒の弾性応力波速度 C、打撃棒長さ L を用いて、以下の式で求めることができる。

$$\Delta t = \frac{2L}{C} \tag{2.1}$$

この式から分かるように、SHPB における応力波持続時間Δt は、打撃棒の長さ L に比例する。この持続時間は試験片を圧縮し続ける時間に相当し、試験片に大きな圧縮変形を与えるならば、それに応じた長さを持った打撃棒を使用するこ

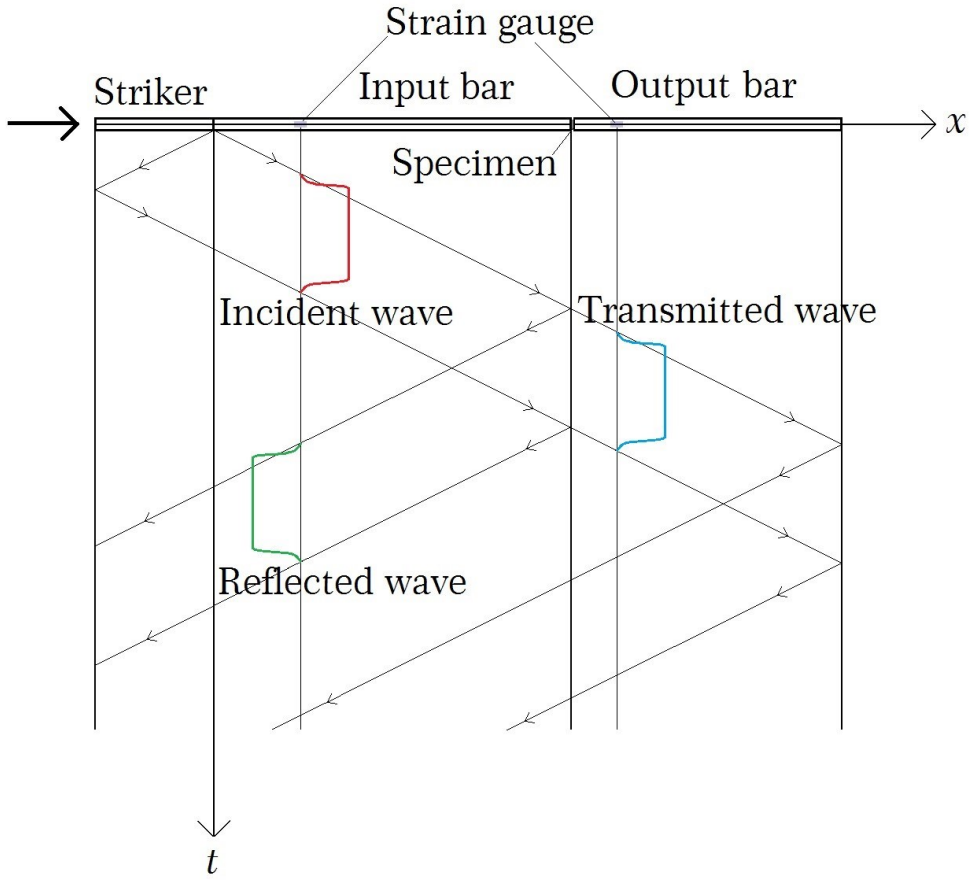


図 2.11　SHPB 衝撃試験装置の Lagrange 線図

とが必要である。

打撃棒との衝突により入力棒側で発生した弾性応力波は圧縮波として入力棒、試験片、出力棒へと伝播していく。その際、入出力棒に貼り付けられたひずみゲージにより計測されたひずみを用いて、試験片の応力σ_n、ひずみ速度$\dot{\varepsilon}$、ひずみεが以下の式で求められる。

$$\sigma_n = \frac{A\sigma_t}{A_s} \tag{2.2}$$

$$\dot{\varepsilon} = \frac{2}{\rho C L_s}(\sigma_i - \sigma_t) \tag{2.3}$$

$$\varepsilon_n = \frac{2}{\rho C L_s}\int(\sigma_i - \sigma_t)dt \tag{2.4}$$

ここで、A は入出力棒の断面積、A_s は試験片の断面積、σ_i は透過応力波、σ_t は透過応力波、ρ は入出力棒の密度、C は入出力棒の弾性応力波速度、L_s は試験片の高さである。この測定原理を用いることで、試験片に直接ひずみゲージを貼らずとも、衝撃圧縮時の試験片の応力－ひずみ状態を求めることができる。

2.2.3　スプリット・ホプキンソン(SHPB)棒以外の衝撃試験装置

上記の SHPB 以外にも､材料の衝撃圧縮試験を行うことのできる装置として、三村らによって開発された検力ブロック法がある [12)]。これは、衝突物と比較し大きなブロックに小さな突起部を設け、突起部に設置した試験片に衝突物を衝突させる装置である。このような構造をとることで、反射波の影響を受けずに長時間にわたり荷重応答を計測することを可能とした。

さらに、小川によって開発された微小検知部を持つ応力棒を利用した打撃棒型衝撃圧縮試験装置がある [14)]。これは、図 2.12 に示すような、加速した打撃棒を直接試験片に衝突させた際の荷重応答を動的に計測する装置である。この装置の特徴は、SHPB よりも小規模の装置で、試験片により大きな変形を与えることができる点である。また、試験対象に合わせた荷重検知部を設計することで、比較的小さな荷重応答でも正確に測定できると言う利点もある。このような特徴から、高分子発泡体のような低強度かつ大変形を許容可能な材料への衝撃試験の実施に適した装置であると言える。この装置では、応力伝達棒と荷重検知部の断面積比が十分大きく、応力伝達棒後端から反射した応力波の影響をほぼ無視することができるため、試験片の荷重応答を長時間計測することが可能となっている。また、ここで示した荷重検知部は落錘試験装置などの動的速度試験装置にも転用が可能であり、SHPB よりも幅広いひずみ速度域での試験が可能である。ただし、SHPB と異なり、計測することができるのは荷重応答のみであるため、試験片の変形量に関するデータを得るためには、荷重計測システムと同期させた高速度ビデオカメラ、あるいはレーザー変位計など別のシステムが必要となる。また、より高速で打撃棒を衝突させることで、荷重検知部で計測

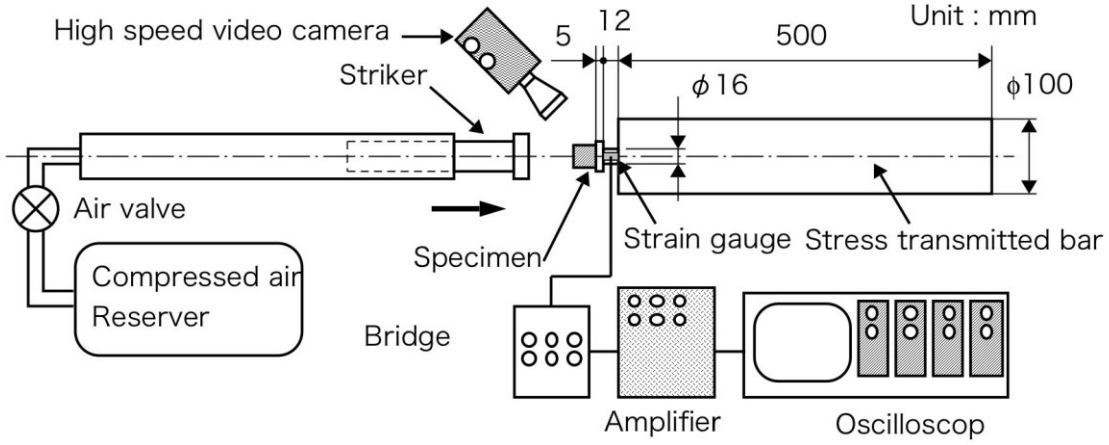


図 2.12　打撃棒型衝撃圧縮試験装置 [14)]

される荷重応答に周期的な振動が発生することが分かっており、正確な衝撃試験データ取得の弊害となっている。

2.3 打撃棒型衝撃試験圧縮装置における荷重振動問題

2.3.1 衝撃試験装置の問題点

前節で述べたように、材料の衝撃応答の調査に使用される装置としてはスプリット・ホプキンソン棒（SHPB）が有名である[13]。SHPB における試験では、試験片ではなく入力棒、出力棒のひずみを出力として計測し、そこから試験片の応力ーひずみ関係を求める。一般に SHPB の入出力棒は金属材料で作製されるが、高分子発泡体のような強度の低い材料に対し衝撃試験を行う場合は、その強度差ゆえにサイズの小さな試験片では十分な精度での試験を行うことが難しい。よって、低強度材料の精度のよい材料試験データを得るためには、なるべくサイズの大きな試験片を使用することが望ましい。このようなサイズの大きな材料に大変形を与える試験を行うためには、当然大きな変形を与えうる試験装置が不可欠となる。SHPB において、試験片に与えうる最大の変形量を決定する大きな要素が、応力波の持続時間である。この応力波の持続時間は材料に負荷を与える時間に相当し、打撃棒の長さに比例する。よって、大変形を与えるために応力波の持続時間を長くする場合、それに応じて長い打撃棒が必要となる。一方で、入出力棒に貼り付けられたひずみゲージからひずみパルスを計測する時、打撃棒の衝突で生じる入射波と、端面から返ってくる反射波の応答を分離するためには入出力棒にもそれだけの長さを持たせるが必要である。よって、長い打撃棒を使用し、応力波の持続時間の長い試験装置を想定する場合、それに伴い入出力棒も長くする必要性が生まれる。さらに、圧縮空気などを用いて打撃棒を高速で衝突させるためには、入出力棒と同軸上に長い加速距離を設ける必要がある。これらの要因により、SHPB は試験装置が長大化しやすい傾向にあり、材料に比較的大きなひずみを与える試験を行うためには、図 2.13 に示すような入出力棒の全長が 10 m を超えるような長い装置が必要となる場合もある[15]。こういった特徴から、金属材料、あるいは高分子の緻密体のような、小さなひずみで破断、圧壊を生じる材料に対しては非常に有用な装置であるが、高分子発泡材料のような非常に大きなひずみを与えることができ、大変形を受けた際の衝撃応答を評価対象とする材料には不向きな装置である。

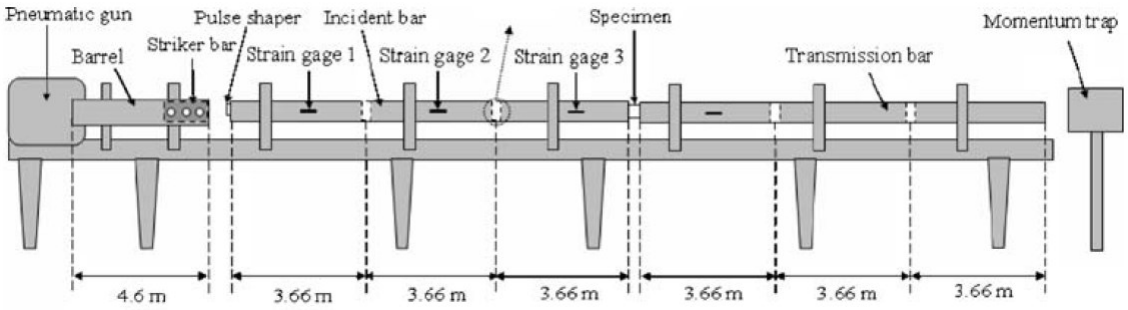


図 2.13　全長 10 m を超える長さを持つ SHPB[15)]

このような問題から、高分子発泡材料のような非常に強度の低い材料に対して SHPB で衝撃試験を行う場合、非常に大きな装置が必要となり、研究を進める上での弊害となりかねない。そのため、試験装置の長大化を避ける別の装置による衝撃試験法が望まれ、その結果微小検知部を有する応力棒を用いた打撃棒型衝撃圧縮試験装置が開発された[14)]。

2.3.2　打撃棒型衝撃圧縮試験装置の問題点

上記のような試験装置長大化という問題を解消し得る打撃棒型衝撃圧縮試験装置は、試験片に合わせた装置を設計することで、比較的小規模の試験装置で、精度の高い衝撃圧縮試験を行うことができる。

しかし、この試験において、一つ大きな問題点がある。微小検知部を持つ応力棒を用いた衝撃圧縮試験では、荷重検知部で計測される荷重応答にしばしば周期的な振動が発生する。図 2.14 に打撃棒型衝撃圧縮試験装置で計測された荷重－時間曲線の一例を示す。この図から、本来得られる荷重－時間応答に、振幅の大きな振動が重なり合っていることが確認でき、打撃棒の衝突速度が大きいほど振動がより顕著に現れる傾向にある。これは、材料の力学的特性によるものではなく、試験装置に起因するもの、具体的には、打撃棒の衝突により荷重検知部の縦振動が励起されたことが原因であると考えられている[16)]。しかし、試験装置により荷重検知部の寸法、断面積比なども様々であり、荷重応答の振動が荷重検知部の縦振動であるという理論では説明のつかない部分もあるのが現状である。現状では、高速で運動する打撃棒の衝突により発生する振動は避けられないものと見なし、振動を含んだ荷重応答を試験結果として記録している。そして、得られた応答に対し移動平均化処理あるいは、高速フーリエ変換

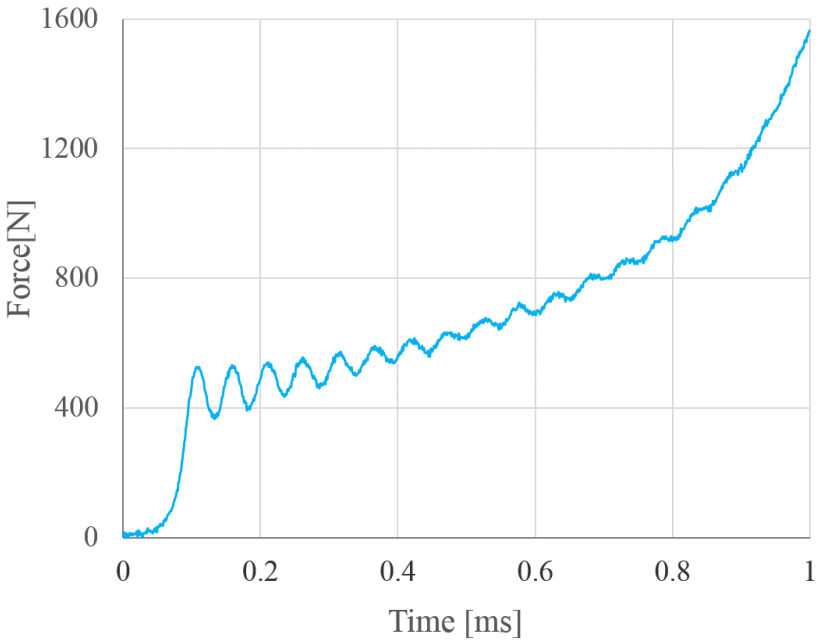


図 2.14　打撃棒型衝撃圧縮試験装置で計測された荷重－時間曲線

により高周波成分をカットするなどのデータ処理をかけることにより、振動を除去するという方法がとられている。

2.3.3　荷重振動除去のためのデータ処理

先に述べたように、衝撃圧縮試験より得られた荷重応答に周期的な振動が発生した場合、その振動を除去するにはデータ処理を行う必要がある。その方法の一つとして、得られた荷重応答を移動平均化するという手段がある。荷重応答に見られる振動は、一定の周波数を持っているため、振動一周期分の幅で荷重の平均値を計算することで荷重応答から振動を除去することが可能である。ただし、ある一定の幅を持って平均値を取るため、圧縮初期の荷重応答が脱落してしまう。さらに、降伏などにより応力－ひずみ曲線上の傾きが大きく変化する点では、曲線が均されてしまう。これらの理由から、移動平均化を行うことで本来得られるべき応答が損なわれる可能性がある。図 2.15 に移動平均化により荷重応答中の振動を除去した荷重－時間曲線を示す。この図より、振動をキャンセルすることはできているが、応答初期のデータが消えてしまい、傾きの変化もなだらかなものになってしまっている。

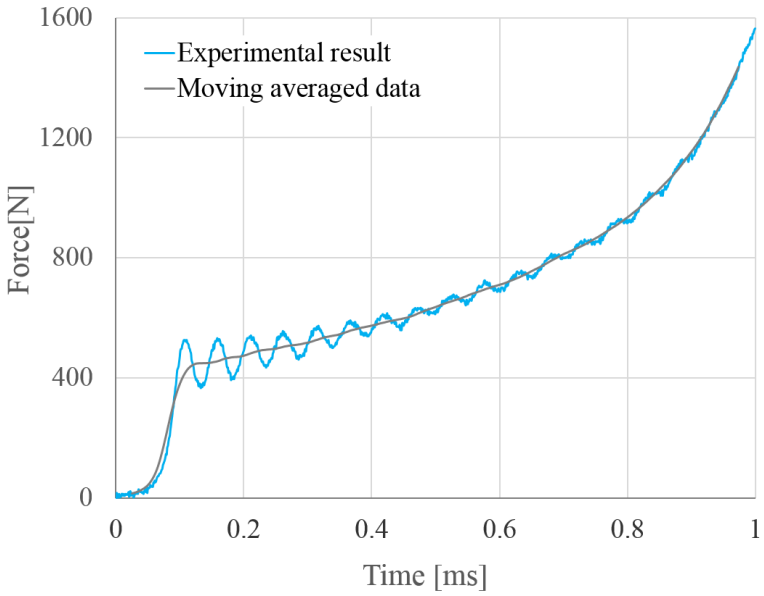


図 2.15　移動平均化により振動を除去した荷重－時間曲線

移動平均化の他に荷重応答に見られる振動を除去する方法として、高速フーリエ変換を用いて高周波成分をカットするという方法がある。これは、フーリエ変換により振動を含んだ荷重応答を各周波数成分に分解し、荷重応答より求めた振動の周波数以上の成分を 0 にすることで振動を除去する手法である。こちらの方法では、移動平均化とは異なり曲線が平均化されるリスクを回避することが可能である。図 2.16 に高速フーリエ変換により応答中の高周波成分をカ

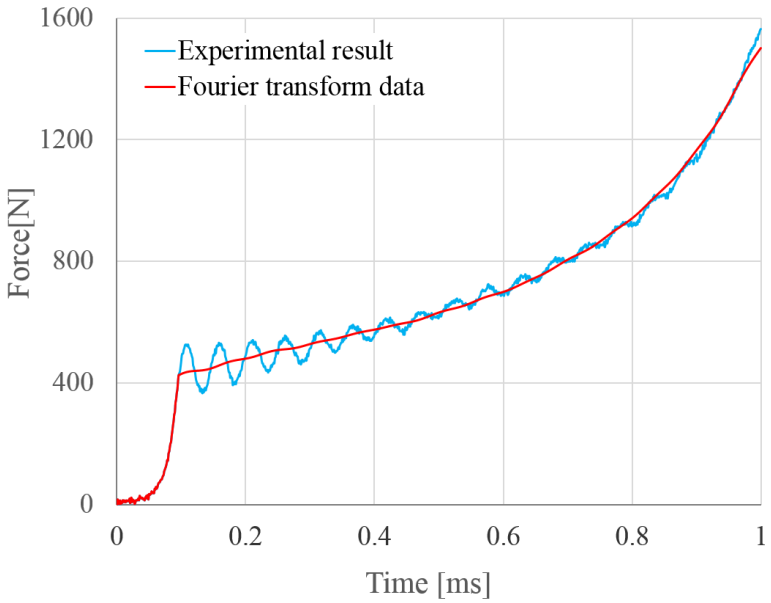


図 2.16　高速フーリエ変換により高周波成分をカットした荷重－時間曲線

ットした荷重－時間曲線を示す。この図からわかるように、高周波成分をカットすることで荷重応答の振動を除去することができ、移動平均化で見られた曲線の平滑化も回避することができている。ただし、正確に振動のみを除去するためには、振動を含んだ荷重応答を、試験片の圧縮による荷重応答と振動のみの成分に分離し、分離した成分から振動を除去した応答を再度足し合わせるといった手順が必要になるなど、データ処理が複雑化してしまうという欠点もある。

2.3.4　打撃棒型衝撃圧縮試験装置に関する課題

上記のように、データ処理により荷重応答に見られる振動を除去することは可能ではあるが、得られるべき応答の損失のリスク、複雑なデータ処理を要するなど、デメリットも多い。これらのデメリットを解消するには、根本的な改善により、振動のない荷重応答を得る方法を確立することが理想的である。そのためには、試験装置に改良を加える必要があると考えられるが、その改良に先駆けて振動の発生要因を明瞭化させることが重要である。このためには、試験装置に少しずつ変化を加え、試験片に衝撃負荷を作用させた際の荷重応答を比較検討する必要がある。そうした場合、実際の試験装置を使用するのではなく、少しずつ条件、形状を変化させたモデルを用いて数値解析を行うことが望ましい。

本研究では、ポリイミド発泡体、ポリ乳酸発泡体の、打撃棒型衝撃圧縮試験装置で得られた結果について、高速フーリエ変換を用いてのデータ処理を行い、荷重応答中の振動をキャンセルすることとした。また、同時に動的有限要素解析コード LS-DYNA を用いた数値解析により、荷重応答の振動の原因の解明を試みた。なお、詳細は第 5 章を参照されたい。

第 2 章　参考文献

1) Summary of Properties for Kapton@ Polyimide Films., E. I. du Pont de Nemours and Company.

2) 谷村眞治, 楳田 努, 三村 耕司：日本機械学会論文集（A 編）, 68 (2002) , 1767-1774.

3) 崎野清憲：材料, 54 (2005) , 1301-1306.

4) 谷村眞治：日本金属学会会報, 29 (1990) , 337-344.

5) 川口達郎：高分子化学, 18 (1961) , 529-535.

6) 木本幸胤：日本複合材料学会誌, 32 (2006) , 147-150.

7) R. Bouix, P. Viot and J.L. Lataillade：International Journal of Impact Engineering, 36 (2009) , 329-342.

8) J.W. Tedesco, C.A. Ross and S.T. Kuennen : Journal of Sound and Vibration, 165 (1993) , 376-384.

9) 吉江伸二, Carlo Albertini, 面谷幸男：材料, 46 (1997) , 1286-1292.

10) 三村 耕司, 平田晋, 中馬義孝, 谷村眞治：日本機械学会論文集（A 編）, 62 (1996) , 2609-2614.

11) 台丸谷政志, 内藤正鄰, 浜田恒平, 佐々木一之：材料, 36 (1987) , 1314-1319.

12) 三村 耕司, 平田晋, 中馬義孝, 谷村眞治：材料, 45 (1996) , 939-944.

13) H. Kolsky：Proc. Phys. Soc. B, 62, (1949) , 676-700.

14) 小川欽也：第 49 回日本学術会議材料研究連合講演会講演論文集, (2005) , 28-29.

15) B. Song, C.J. Syn, C.L. Grupido, W. Chen and W.Y. Lu：Experimental Mechanics, 48 (2008) , 809-815.

16) 野崎兼介, ：修士論文（大阪大学）, (2010).

第 3 章　ポリイミド発泡体の圧縮特性に及ぼすひずみ速度と温度の影響

3.1　緒言

近年、衝撃緩衝材としての利用や部材の軽量化といった目的から、高分子由来の発泡材料が様々な場面で使用されている。ポリスチレン、ポリウレタンなどの高分子材料の発泡体は、軽量で防音特性や断熱性、緩衝性に優れるため、防音壁や断熱部材、緩衝材などに多く用いられている[1)-3)]。しかし、高分子発泡材料の機械的特性は、構成材料である高分子材料同様に温度に対する感受性が強く、高温環境下では強度が著しく低下する[4),5)]。また、高分子材料は低温環境下において延性が低下し、小さなひずみでの破断、圧壊を生じるため、低温環境下では、大変形をうける衝撃緩衝材として高分子発泡材料を利用することは望ましくない[6)]。そこで近年、ガラス転移温度が 300 ˚C 以上と比較的高温で耐熱性があり、防音特性にも優れるポリイミド発泡体が開発された。このポリイミド発泡体をサンドイッチ構造のコア材や衝撃吸収部材、航空機のエンジンナセルの防音材などに用いることが検討されている[7)]。

ポリイミドは、繰り返し単位にイミド結合を有する高分子材料の総称であり、このイミド結合が強い分子間力を持つため、優れた機械的、熱的、化学的性質を示す高分子材料である[8)]。ポリイミドは高分子材料中で最高レベルの強度を持ち、電気絶縁性にも優れることから、複合材や絶縁フィルムとして広く用いられている。さらに、高いガラス転移温度を持ち、高温でも強度を維持することができ、極低温環境下においても大きな延性の低下を起こさない特性を有している[9)]。それ故、宇宙空間のような極限環境下での利用も検討され、2010 年に JAXA が打ち上げた宇宙ヨットイカロスの帆として利用された[10)]。このポリイミドを発泡体にすることで、軽量ながらもある程度の強度を保ち、さらに耐熱性、防音性にも優れた材料を作ることができる。ただし、このポリイミド発泡体を実際に衝撃吸収部材などに用いる場合は、衝撃速度域における圧縮強度特性の知見が必要であり、また、高温にさらされる航空機のエンジン部品などに用いる場合は、室温での強度特性だけでなく高温環境下での強度特性の知見も必要となる。しかしながら、ポリイミド発泡体は開発されて日が浅く、その強度特性については必ずしも十分明らかにされていない。それゆえ、実際の使用用途に応じた環境中におけるポリイミド発泡体の力学的特性を評価することは極めて重要である。

本章では、ポリイミド発泡体の強度が示すひずみ速度依存性、温度依存性を実験的検討により明らかにすることを目的とする。そのために、一般的な材料試験装置のみでなく落錘試験、衝撃試験装置を使用し、様々なひずみ速度域での圧縮試験を実施した。また、電気炉、液体窒素を用いて高温、低温での圧縮試験も実施した。これらの試験結果をもとに、高分子発泡材料におけるひずみ速度、温度依存性がどのように生じるものなのかを解明することを目指す。さらに、それらの結果を踏まえポリイミド発泡体の圧縮変形挙動を表す構成方程式を提案し、ポリイミド発泡体の工業利用の促進につながる知見を得ることを目指す。

3.2 試験片

ポリイミドは繰り返し単位に図 3.1 に示すイミド結合（ここで、O は酸素、N は窒素、R、R'はアルキル基を表す）を持つ高分子の総称であり、その多くは芳香族化合物がイミド結合で連結されたものを指す。芳香族がイミド結合を介して共役構造を持ち、かつイミド結合が強い分子間力を持っているため、他の高分子材料よりも優れた機械的、熱的、化学的性質を有している [8]。

図 3.2 に本研究で使用したポリイミド発泡体試験片の外観を示す。この試験片は一辺 20 mm の立方体であり、株式会社 I.S.T より作製、提供して頂いた。この試験片は、以下のようなプロセスで成形されている。まず、発泡前のポリイミドを体積倍率 100 倍となるよう発泡させる。この状態のポリイミド発泡体を、ここでは 100 倍発泡ポリイミドと記す。図 3.3 に 100 倍発泡ポリイミドの外観と、表面の微細構造を観察した走査型電子顕微鏡（SEM）画像を示す。この図より、

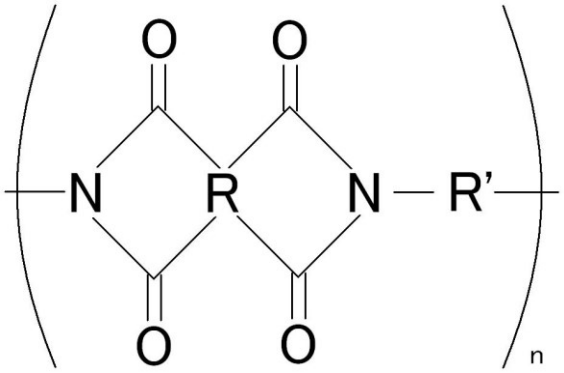


図 3.1　イミド結合

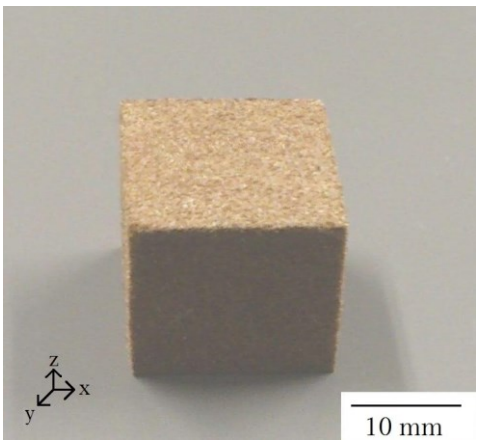
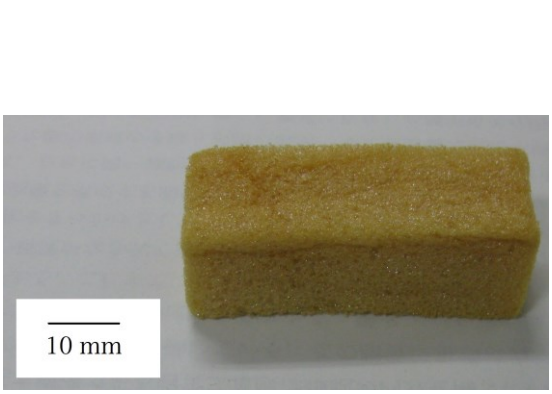
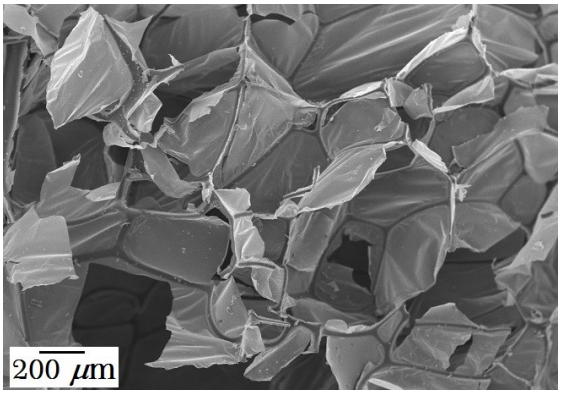


図 3.2　ポリイミド発泡体試験片

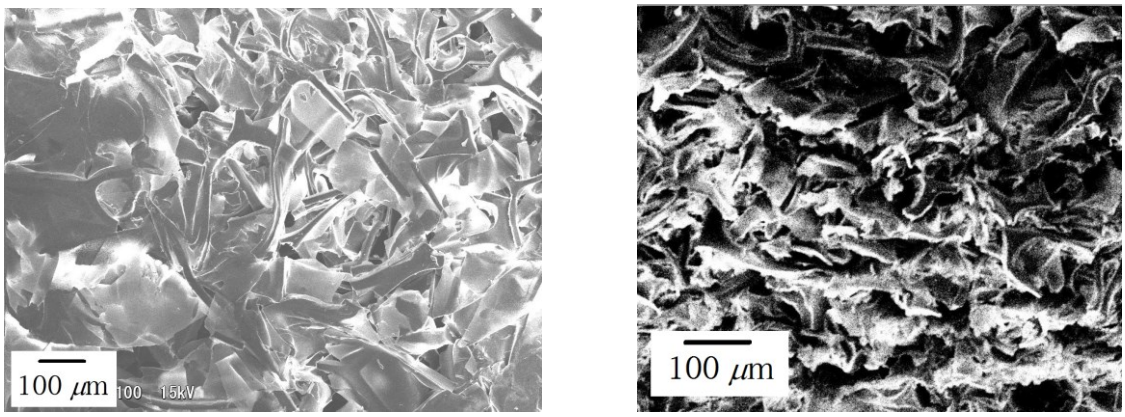




(a)　　(b)

図 3.3　100 倍発泡ポリイミド発泡体の微細構造　　(a)：外観　(b)：微細構造

100 倍発泡ポリイミドは内部の気泡がセル壁によって区切られており、等方的なクローズドセル構造を有していると言える。その後、100 倍発泡ポリイミドに熱を加えながら一方向に圧縮する。この時の圧縮量を変化させることで、試験片の密度の調整を行っている。この圧縮過程でクローズドセル構造が破壊され、結果として成形後の試験片は内部の気泡が連結したオープンセル構造となっている。ここで、成形時の圧縮方向を試験片の *z* 軸方向、*z* 軸に垂直な方向を *x*、*y* 軸方向と定義する。図 3.4 に成形後のポリイミド発泡体の上面（*xy* 平面）、側面（*xz*、*yz* 平面）の微細構造を観察した SEM 画像を示す。この図より、試験片の上面には繊維状、シート状の小片が多数確認できる。それに対し試験片の側面ではシート状の小片が *z* 方向に積み重なった構造であることが分かる。これらの観察結果より、本研究で使用したポリイミド発泡体試験片は平面状の微細な組織が *z* 方向に積み重なった層状の構造であると言える。このポリイミド発泡体は、



(a) (b)

図 3.4　ポリイミド発泡体試験片の微細構造　　(a)：上面　　(b)：側面

成形時における一方向への大変形によりこのような組織が形成され、この構造ゆえに顕著な異方性を示す材料となっている。

本研究では、密度による圧縮特性の違いも評価するために、密度の異なる二種類の試験片を使用した。成形後の試験片の公称密度はそれぞれ、120 kg/m^3（発泡倍率 10 倍）、240 kg/m^3（発泡倍率 5 倍）である。ここで、発泡倍率とはポリイミドの発泡前後の体積比である。以下では、公称密度 120 kg/m^3 のものを発泡体 A、240 kg/m^3 のものを発泡体 B と定義する。

また、発泡体でない緻密体ポリイミドの圧縮特性を併せて調査するために、発泡体 A、B の成形と同様のプロセスで、ポリイミドと同じ値まで密度を高めて作成した試験片を提供して頂いた。以下ではこの試験片を単体ポリイミド試験片と記す。図 3.5 に単体ポリイミド試験片の外観を示す。試験片形状は直径 5 mm、高さ 3 mm の円柱であり、密度は 1400 kg/m^3 となっている。また、ガラス転移温度は T_g = 310 ˚C であり、これは発泡体試験片においても同様である。本研究では、この試験片を発泡体でない緻密体ポリイミドと見なし、ポリイミド発泡体の構成材料そのものの圧縮特性の評価に用いた。

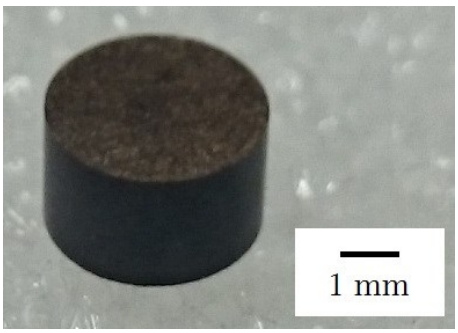
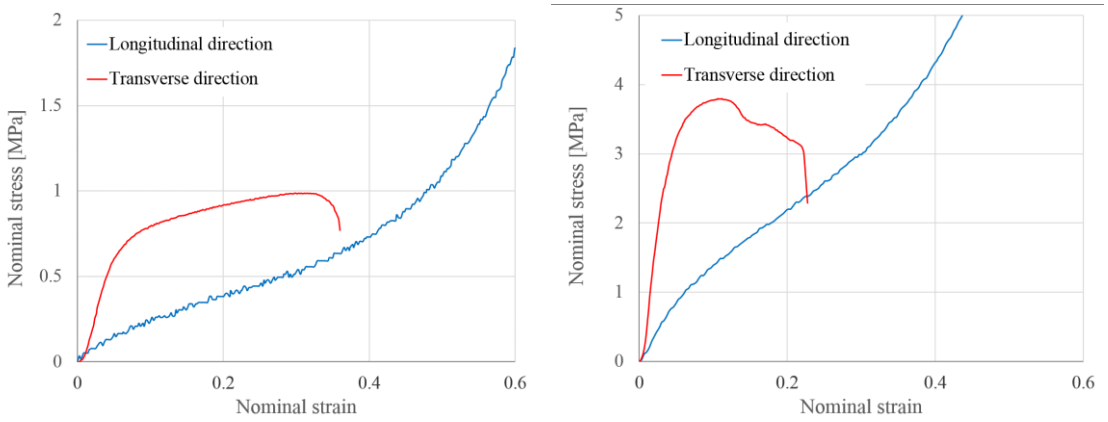


図 3.5　単体ポリイミド試験片

3.3　試験結果、および考察

3.3.1　変形方向による圧縮特性の違い

前節で述べたように、本研究で使用したポリイミド発泡体試験片は顕著な異方性構造を有している。そのため、試験片の z 軸方向に圧縮した場合と x、y 軸方向に圧縮した場合ではその特性に顕著な差が見られる。ここでは、z 軸方向の圧縮を縦圧縮、x、y 軸方向の圧縮を横圧縮と定義する。図 3.6 に試験片を準静的速度で縦圧縮、横圧縮した試験より得られた公称応力－公称ひずみ曲線を示す。この図より、圧縮方向の違いによる顕著な差が確認できる。縦圧縮では、横圧縮と比べ低い応力レベルで変形が進行し、圧壊や局所的な割れを生じることはなく、一般的な発泡材料の圧縮変形時に見られる緻密化領域まで変形させることが可能である。それに対し横圧縮では、変形初期から高い応力レベルで変形が進行するが、緻密化領域到達前のひずみ（発泡体 A : $\varepsilon \approx 0.3$、発泡体 B : $\varepsilon \approx 0.1$ 程度）で応力の急激な低下が確認できる。個体差による多少のばらつきはあったものの、この傾向はすべての横圧縮試験で確認できた。この急激な応力の低下は、圧縮途中で試験片に割れが生じたことが原因だと考えられる。図 3.7 に縦圧縮、横圧縮試験を行った後の試験片を示す。この図より、縦圧縮時には試験片に割れは生じず、大きな圧縮変形を与えられていることが分かる。それに対し横圧縮後は試験片の xy 平面に沿った方向に著しい割れが見られる。この結果より、横圧縮を作用させることで試験片の z 軸方向に積み重なった層状の微細組織が剥離し、このような割れを引き起こしたと考えられる。このように、本研



(a)　　(b)

図 3.6　縦圧縮、横圧縮時の公称応力－公称ひずみ曲線　（室温、準静的速度）
(a)：発泡体 A　　(b)：発泡体 B

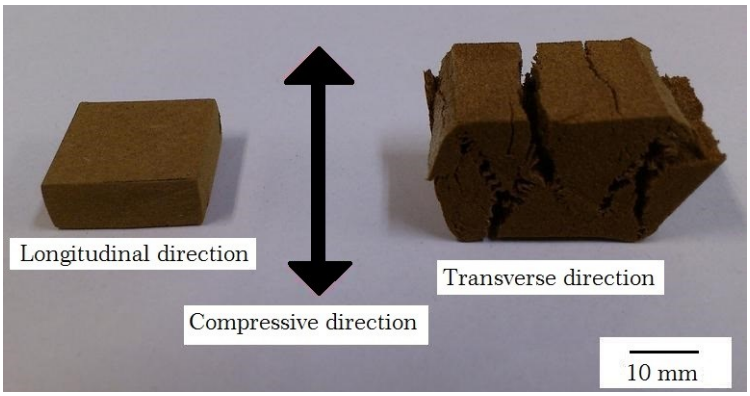
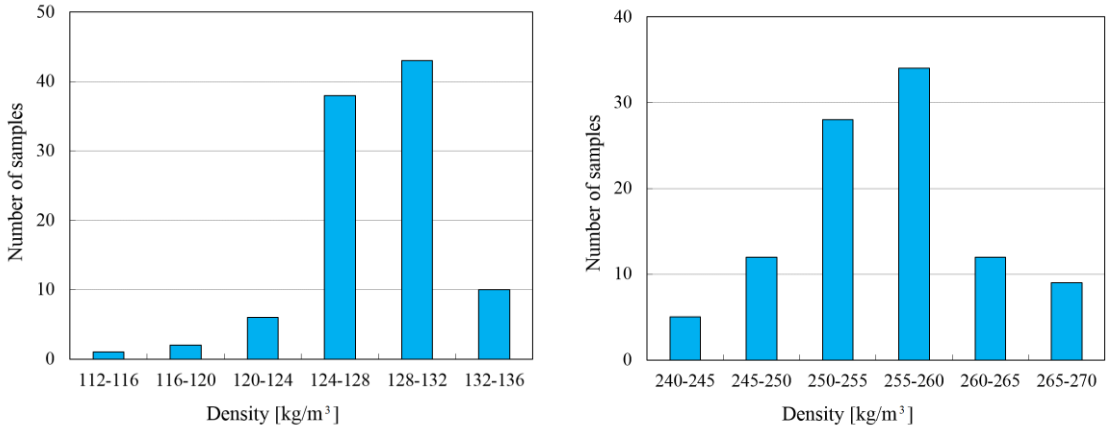


図 3.7　縦圧縮、横圧縮後の試験片（発泡体 A、室温、準静的速度）

究で用いたポリイミド発泡体は、その成型方法に由来する微細構造により、著しい異方性を示すことがわかり、使用にあたっては、力の作用する方向を十分考慮して用いる必要があると考えられる。本研究では、高分子発泡材料の圧縮特性とそこに及ぼすひずみ速度、温度の影響について幅広いひずみ域にわたっての議論を目的としている。よって、以下では大きな圧縮ひずみを許容可能な縦圧縮に焦点を当て、議論を進めていくこととする。

3.3.2　密度補正

一般に、高分子発泡体の機械的特性は密度に対する感受性が強いことが知られている [11]。このことは、高分子発泡体の機械的特性を表す指標である、ヤング率、塑性崩壊応力が式(1.1)、(1.3)の形で表されることなどからも明らかである。本研究で使用したポリイミド発泡体の圧縮特性も、例に漏れず強い密度感受性を示す。さらに、本研究のポリイミド発泡体は、同じ公称密度を持つ試験片でも密度に個体差があり、その個体差により圧縮時の応力レベルに差が生じる。図 3.8 に、無作為に選出した試験片 100 個の密度を計測し、そのバラつきをグラフ化したものを示す。この図より、同試験片でも最大で± 10 %程度のバラつきがあることが分かる。この個体差は、ポリイミド発泡体の圧縮強度に影響を及ぼし得るものであり、ひずみ速度、温度の影響を正確に評価するためには無視できない。実際に、密度の大きなもの、平均的なもの、小さなものの三つの試験片を準静的速度で圧縮し、そこから得られた応力－ひずみ曲線を図 3.9 に示す。この図より、密度に個体差を含んだ試験片を圧縮すると、同条件で行った試験



(a) (b)

図 3.8　ポリイミド発泡体試験片の密度分布　　(a) : 発泡体 A　　(b) : 発泡体 B

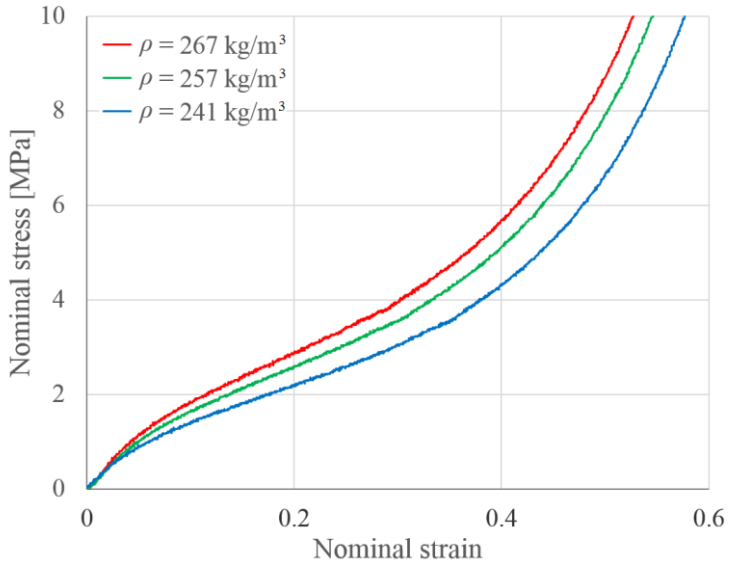


図 3.9　密度にバラつきを持つ試験片の公称応力－公称ひずみ曲線

においても応力に差が生じることが分かる。この個体差を含んだ状態では、圧縮特性に及ぼすひずみ速度や温度の影響を正しく評価することができない。

そこで、試験片に含まれる密度の個体差をキャンセルする補正式を考える。同じ試験条件で行った任意の二つの試験結果から、応力がゆるやかに増加する領域における応力の比（$\varepsilon = 0.2 \sim 0.4$ の平均応力の比）σ^* $(= \sigma_2 / \sigma_1)$と試験片密度比 ρ^* $(= \rho_2 / \rho_1)$を算出し、相関を取ることとした。図 3.10 にσ^*とρ^*の関係を両対数グラフにプロットした結果を示す。この図より、ポリイミド発泡体の密度比ρ^*、応力比σ^*の関係は一本の曲線で表すことができることが分かる。以下の式で示すσ^*とρ^*の関係式を、本研究におけるポリイミド発泡体の密度補正式とする。

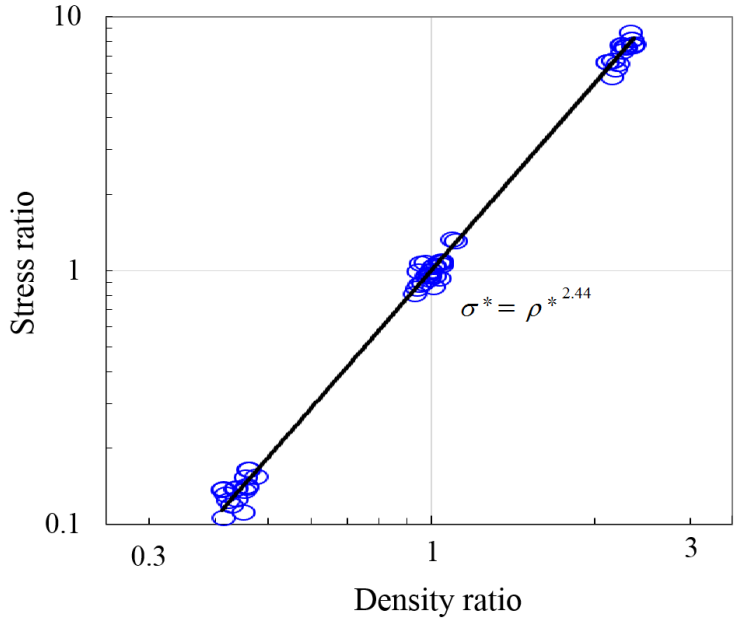


図 3.10　密度比ρ*と応力比σ*の関係

$$\sigma^* = \rho^{*2.44} \tag{3.1}$$

ここで、ρ*の指数である 2.44 は、ポリイミド発泡体の密度感受性指数に相当する。この補正式を用いて、個体差を含んだ試験片密度を公称密度である 120 kg/m^3、240 kg/m^3 に補正した。具体的には、試験より得られた応力σ_eと式 3.1 の密度感受性指数を用いて、以下の式から補正後の応力σ_nを求めた。

$$\sigma_n = \sigma_e \left(\frac{\rho_n}{\rho_s} \right)^{2.44} \tag{3.2}$$

ここで、ρ_nは試験片の公称密度、ρ_sは実際の試験片の密度である。この補正を行うことで、同試験片に見られる密度の個体差による影響をキャンセルする。図3.9に示した密度の個体差による影響を含む応力－ひずみ曲線に式(3.2)による補正をかけた結果を図 3.11 に示す。この図より、密度補正を行うことで密度の個体差による影響を概ねキャンセルすることができると言える。以下では、すべての試験結果について、この密度補正処理を行ったものをベースに議論を進めていく。

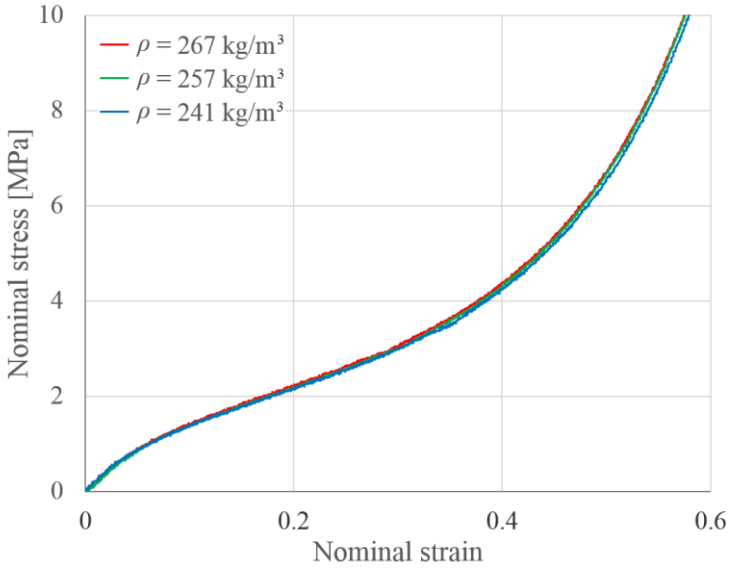
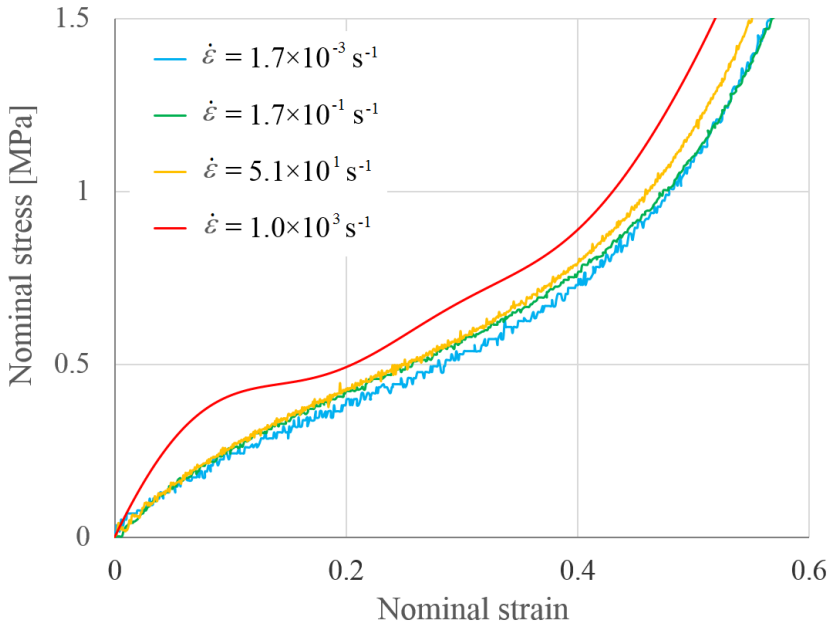


図 3.11　密度補正後の公称応力－公称ひずみ曲線

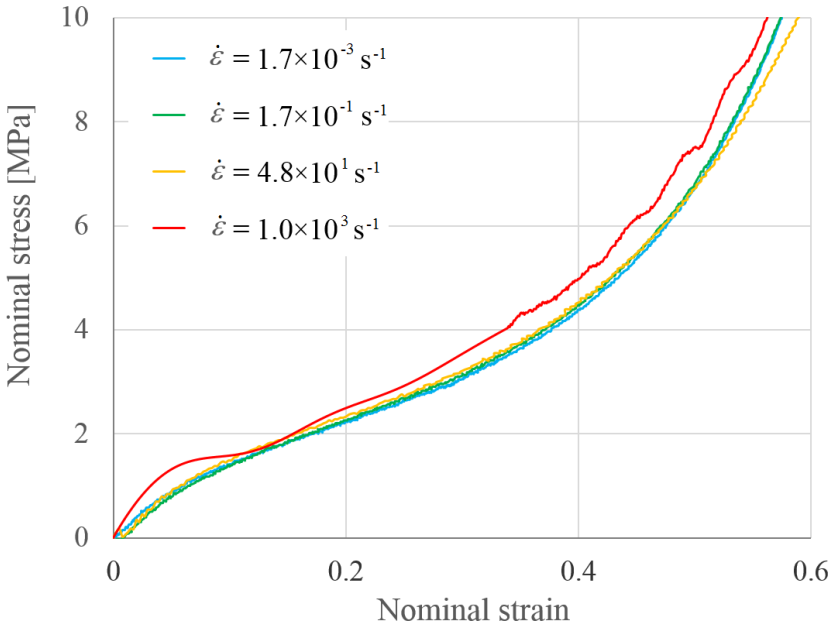
以下に各条件で実施した圧縮試験より得られた結果を示し、その結果をもとに議論を進めていく。

3.3.3　ひずみ速度依存性

図 3.12 に室温で実施した各ひずみ速度での圧縮試験より得られた公称応力－公称ひずみ曲線を示す。この図より、発泡体 A、B ともに準静的～動的速度域にかけては曲線がほぼ重なっており、個体差によるばらつき程度の差しか見受けられない。よって、準静的～動的速度域にかけて、ポリイミド発泡体の圧縮特性が示すひずみ速度依存性は非常に小さいと考えられる。それに対し、衝撃速度域では動的以下の速度域に比べ流動応力が増加していることが分かる。この増加量は試験片の個体差によるばらつきよりも大きなものである。また、各ひずみ速度における応力をより詳細に比較するために、各ひずみ速度での試験結果よりひずみε= 0.2、0.4、0.6 での流動応力を求め、ひずみ速度ごとに比較した結果を図 3.13 に示す。この図からも圧縮時の流動応力が衝撃速度域で著しいひずみ速度依存性を示すことが確認できる。これらの結果から、ポリイミド発泡体の圧縮特性は、動的速度以上の速度域で顕著なひずみ速度依存性を示すと言える。

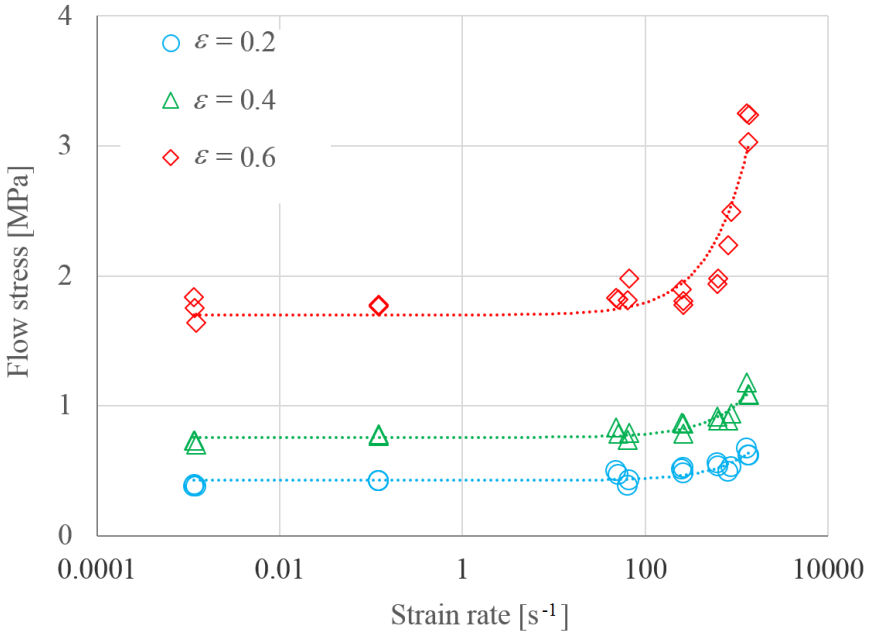


(a)

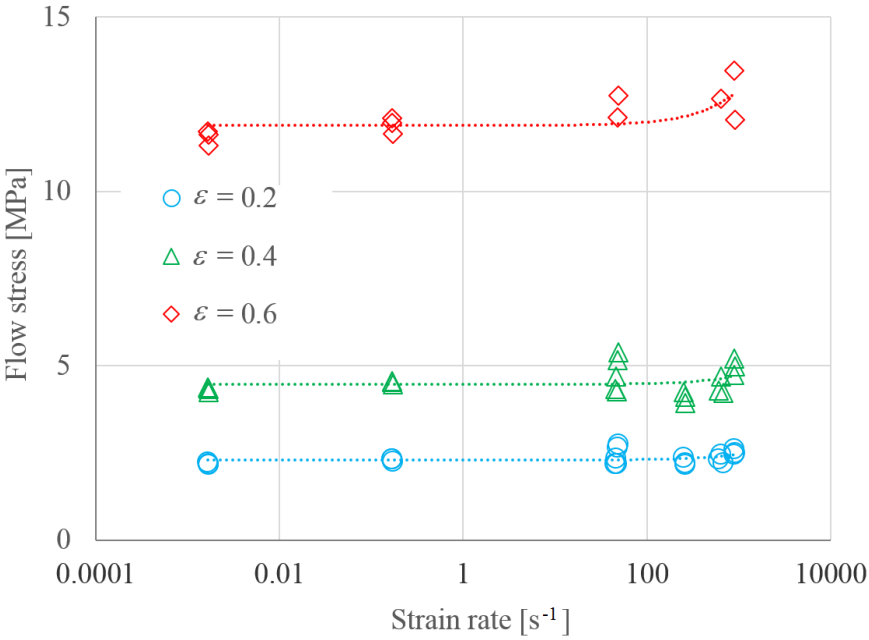


(b)

図 3.12　ポリイミド発泡体の公称応力－公称ひずみ曲線（室温）
(a)：発泡体 A　　(b)：発泡体 B



(a)



(b)

図 3.13　ポリイミド発泡体の各ひずみにおける流動応力（室温）
(a)：発泡体 A　　(b)：発泡体 B

このひずみ速度依存性の原因としては、ポリイミド発泡体を構成しているポリイミドそのものが持つ強度のひずみ速度依存性による影響、発泡構造内部に存在する流体（この場合では空気）の影響の二つの要因が考えられる [12]。一般的に、高分子材料は粘弾性的な変形挙動を示すと言われている。これは、高速変形時に分子鎖間の摩擦、共有結合周囲の回転による摩擦生じ、それが変形抵抗となり強度増加に寄与するためである [13]。また、発泡材料特有の影響としては、1 章 2 節-2 で述べた、発泡構造内部の流体による影響がある。本研究で使用したポリイミド発泡体はオープンセル構造を有しているため、セル内部の空気の排出の際に、粘性流動のための仕事が圧縮抵抗となり、圧縮抵抗が増加する。この時の圧縮応力への寄与分が、式(1.13)で表したようにひずみ速度に依存する形となっているため、圧縮時の応力にひずみ速度依存性が生じる [11]。アルミニウムなどの金属発泡体においては、準静的圧縮時の応力と比較し、流体排出時の粘性流動による応力増分が微々たるものであるため、構成材料が持つ強度のひずみ速度依存性による影響に隠れてしまう。しかし、金属よりも強度の低い高分子発泡体ではこの影響を無視することはできない [14]。本研究で試験片としたポリイミド発泡体で見られるひずみ速度依存性も、この影響を含んだ結果であると考えられる。

また、本研究の試験片を構成しているポリイミド自身の圧縮特性のひずみ速度依存性を調べるために、図 3.5 で示した単体ポリイミド試験片に対し、準静的、および衝撃速度圧縮試験を実施した。図 3.14 に室温で実施した準静的、衝撃速

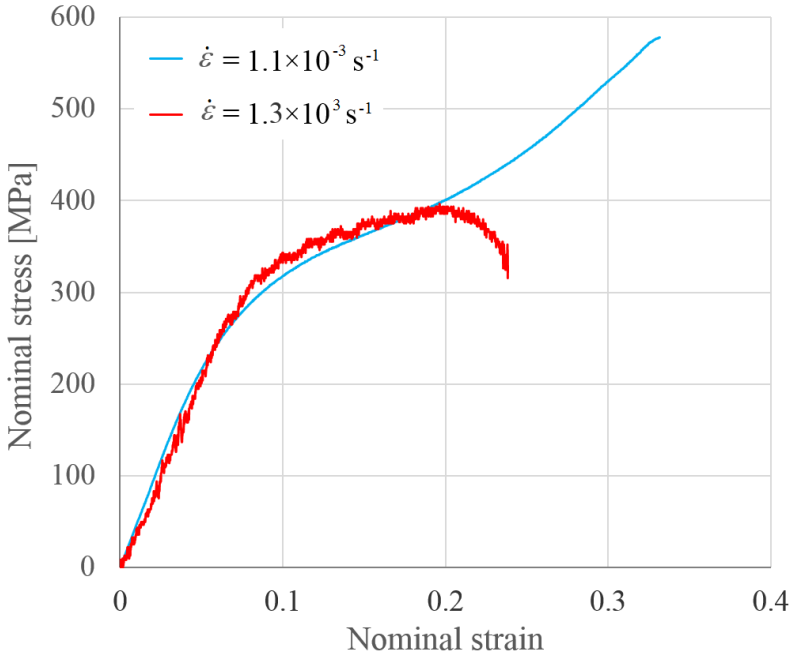


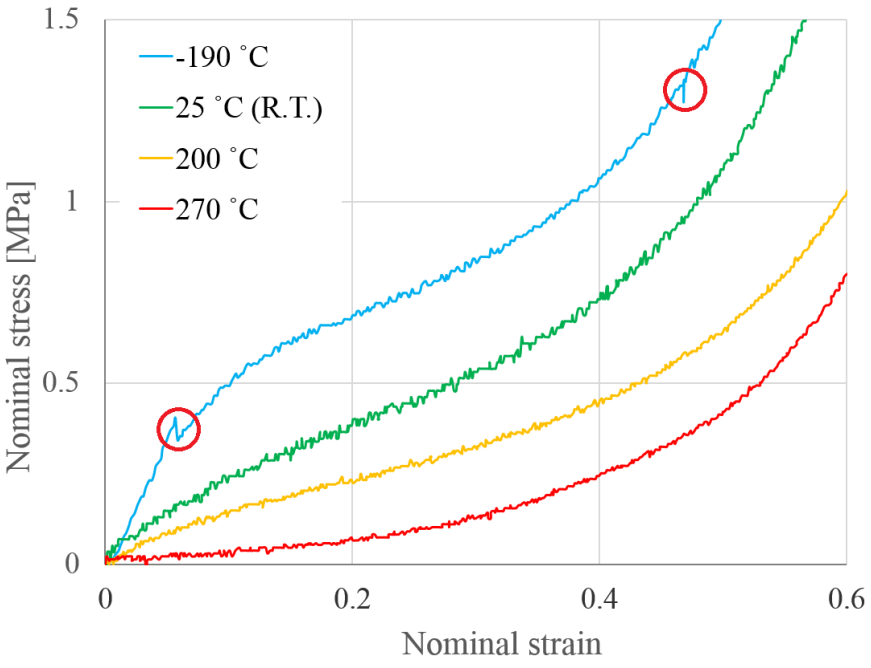
図 3.14　単体ポリイミド試験片の公称応力－公称ひずみ曲線（室温）

度での圧縮試験より得られた単体試験片の公称応力－公称ひずみ曲線を示す。この図より、ポリイミド発泡体を構成しているポリイミドはひずみ速度 $\dot{\varepsilon} < 1.3\times10^{3}$ s^{-1} の範囲では目立ったひずみ速度依存性を示さないと言える。このことから、ポリイミド発泡体試験片に見られるひずみ速度依存性は、セル内部に存在する空気の影響によるものだと考えられる。ただし、発泡体を衝撃圧縮した際に、局所的にはひずみ速度 $\dot{\varepsilon} = 1.3\times10^{3}$ s^{-1} を超えるような非常に高速での変形が生じているということも考えられる。それにより、より高ひずみ速度域における単体ポリイミドの強度のひずみ速度依存性が反映されたと考えることもでき、構成材料の影響はないと断定することはできない

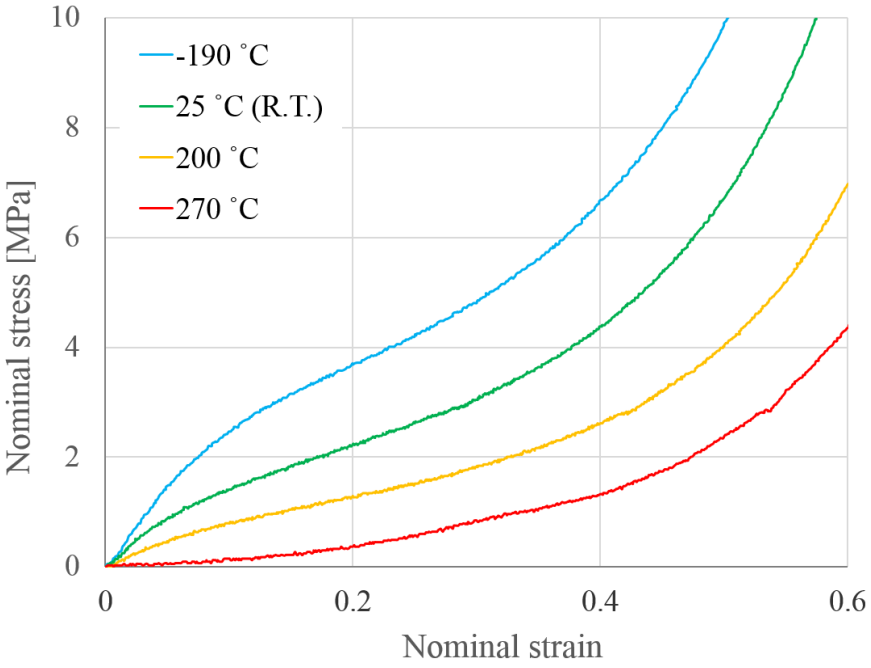
3.3.4　温度依存性

図 3.15 に準静的速度で実施した各温度での圧縮試験より得られた公称応力－公称ひずみ曲線を示す。この図より、ポリイミド発泡体の圧縮特性は幅広い温度域において顕著な温度依存性を示すことが分かる。特に、ガラス転移温度(T_g = 310 ˚C)付近の 270 ˚C においては、他の温度では見られる圧縮初期の応力勾配の大きな領域が見られず、非常に低い応力レベルで変形が進行していることが分かる。また、液体窒素温度付近の-190 ˚C においては、いくつかの試験片で圧縮中に割れが発生し、応力が急低下している（図 3.15 中赤丸）。このことから、ポリイミド発泡体は極低温度域においては脆性的な圧縮挙動を示すことが分かる。また、各温度における応力をより詳細に比較するために、各温度での準静的試験結果よりひずみε= 0.2、0.4、0.6 での流動応力を求め、温度ごとに比較した結果を図 3.16 に示す。この図からも、極低温～高温の幅広い温度域にて、温度の増加に伴いほぼ一定の割合で応力が低下し、著しい温度依存性を示すことが確認できる。

一般に、高分子発泡体の機械的特性は温度に対し強い感受性を示すことが知られている [15]。これは、高分子発泡体の構成材料である高分子の機械的特性が顕著な温度依存性を示すものであり、その効果が高分子発泡体の機械的特性にも表れるためである。ポリイミド発泡体において見られる温度依存性も同様に、発泡体を構成しているポリイミドの機械的特性が示す温度依存性が反映されたものと考えられる [16]。そこで、構成材料であるポリイミドの強度の温度依存性を確認するために、単体ポリイミド試験片に対して準静的速度で温度を変化させた圧縮試験を実施した。得られた結果を図 3.17 に示す。この図より、幅広い



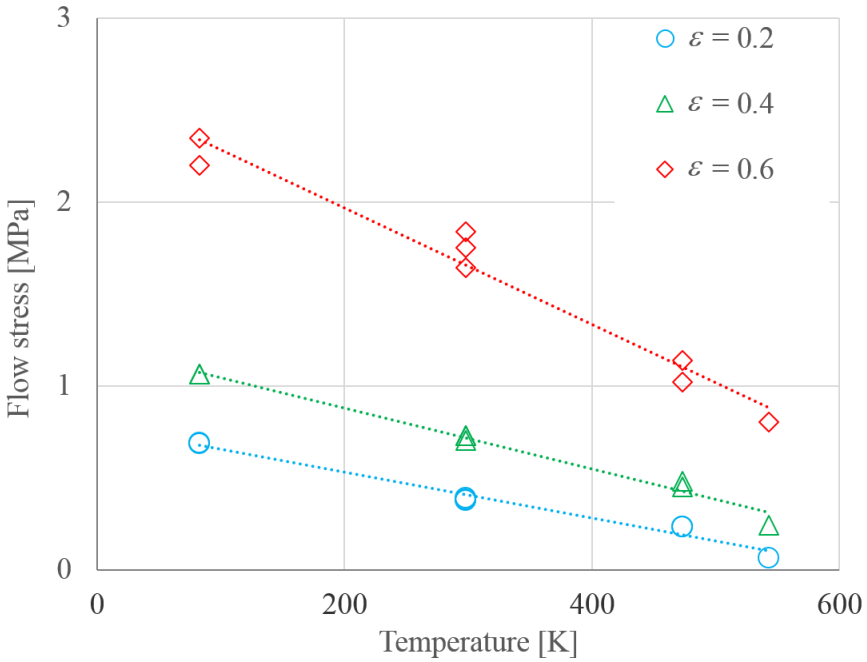
(a)



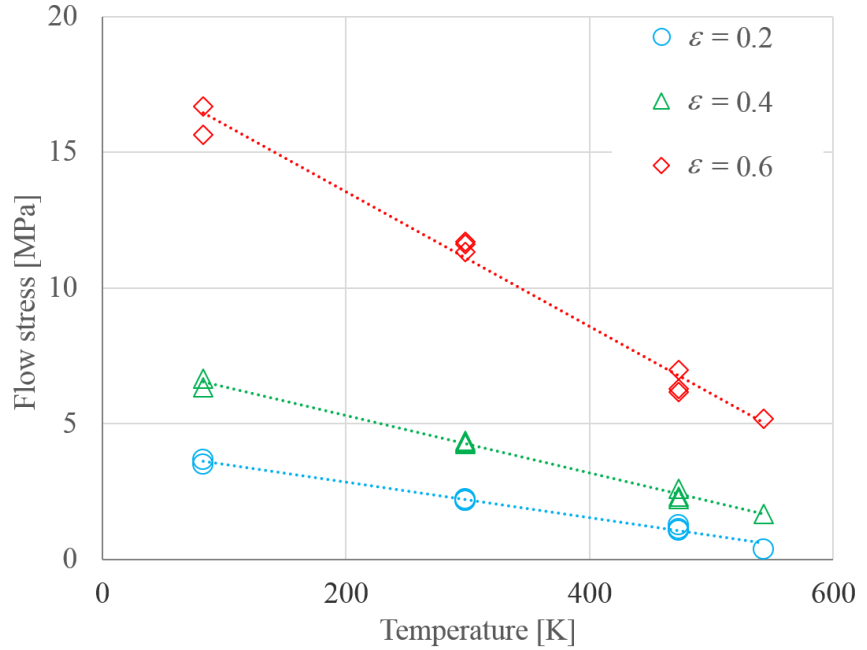
(b)

図 3.15　ポリイミド発泡体の公称応力－公称ひずみ曲線（$\dot{\varepsilon} = 1.7\times10^{-3}\ s^{-1}$）

(a)：発泡体 A　　(b)：発泡体 B



(a)



(b)

図 3.16　ポリイミド発泡体の各ひずみにおける流動応力（$\dot{\varepsilon} = 1.7\times10^{-3}\ s^{-1}$）

(a)：発泡体 A　　(b)：発泡体 B

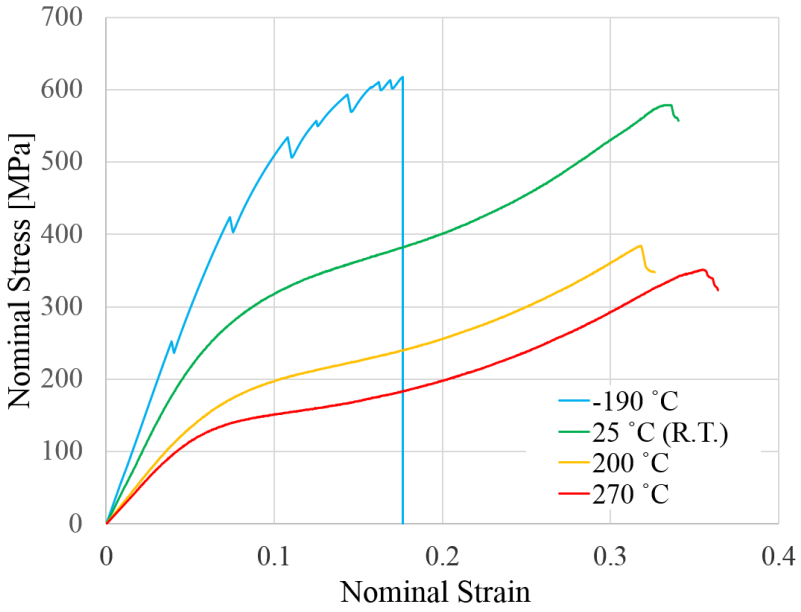


図 3.17　単体ポリイミド試験片の公称応力－公称ひずみ曲線($\dot{\varepsilon} = 1.0\times10^{-3}\ s^{-1}$)

温度域において温度の増加に伴い流動応力が低下し、本研究のポリイミド発泡体を構成しているポリイミドの機械的特性も、他の高分子材料と同様に顕著な温度依存性を示すことが分かる。また、室温以上の温度域においてはひずみε = 0.3 以下では試験片に割れが生じなかったのに対し、-190 ˚C の試験では発泡体試験片で見られた試験片の割れが、より顕著な形で表れ、ひずみε = 0.18 程度で粉々に圧壊した。このことから、発泡体試験片で見られた脆性的な圧縮挙動は、構成材料が示す温度依存性によるものであると考えられる。また、単体ポリイミド試験片に対し、極低温で衝撃圧縮試験を行った結果を図 3.18 に示す。この図から、構成材であるポリイミドは、極低温においてひずみ速度を増加させると、より小さなひずみで圧壊が生じるということが確認できる。

また、図 3.19 に衝撃速度で実施した各温度での圧縮試験より得られた公称応力－公称ひずみ曲線を示す。また、各温度における応力をより詳細に比較するために、各温度での衝撃試験結果よりひずみε = 0.2、0.4、0.6 での流動応力を求め、温度ごとに比較した結果を図 3.20 に示す。これらの図より、ポリイミド発泡体の圧縮特性は準静的速度と同様に、衝撃速度においても顕著な温度依存性を示すことが分かる。しかし、高温での圧縮挙動に着目すると、ひずみ速度を増加させたことにより、準静的速度域で見られたような温度増加による圧縮初期の応力レベルの急激な低下は見られなかった。このことから、ひずみ速度域によって温度が圧縮特性に及ぼす影響の程度が変化していると考えられる。また、低温での圧縮挙動に着目すると、準静的速度においては低温でも割れの発

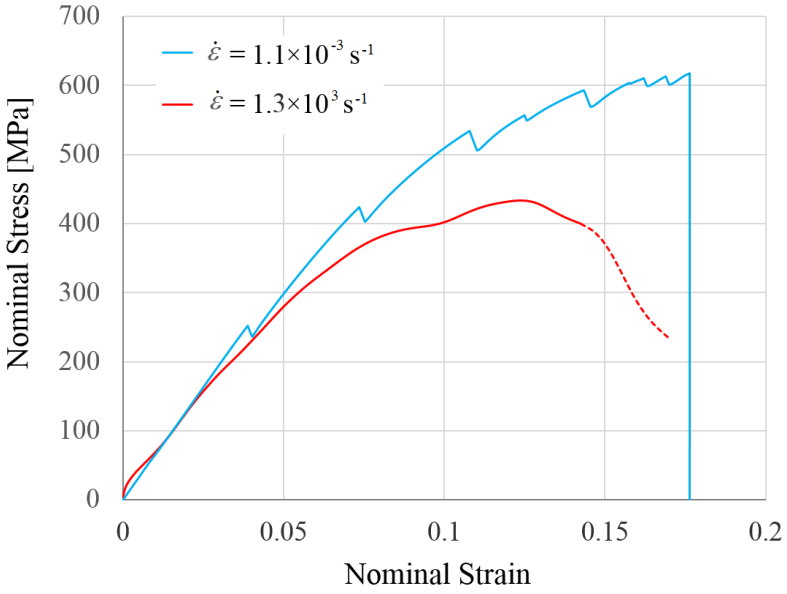
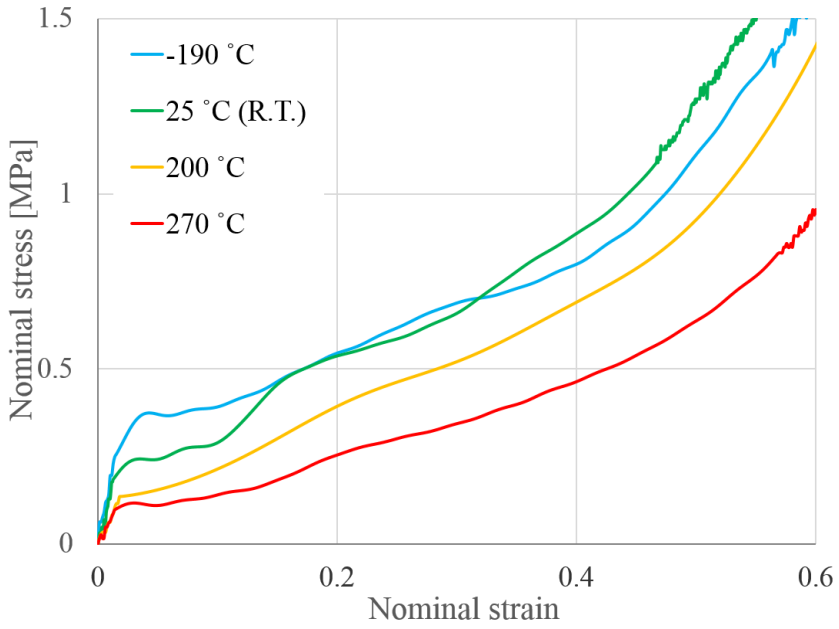
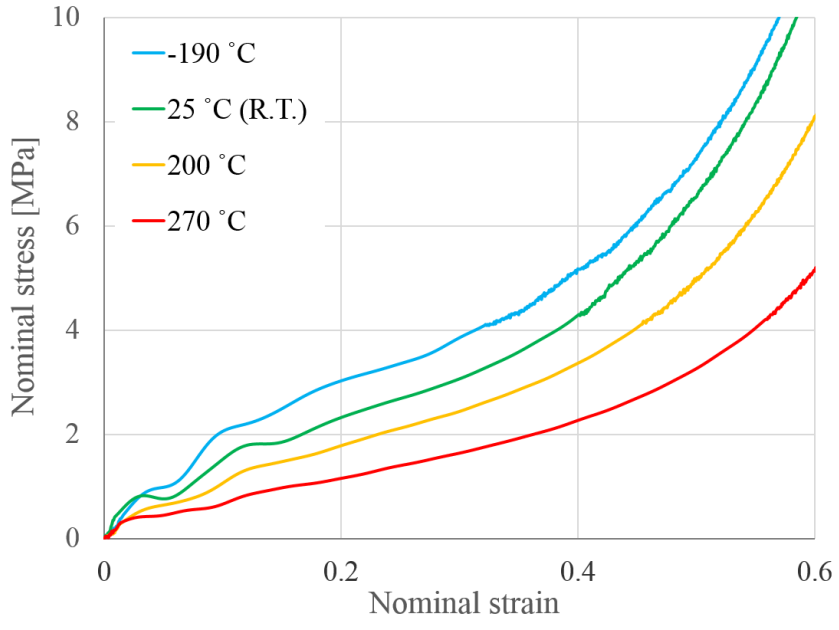


図 3.18　単体ポリイミド試験片の公称応力－公称ひずみ曲線(T = -190 ˚C)

生しなかった試験片が存在したのに対し、低温衝撃試験においては、すべての試験片で準静的速度よりも顕著な割れが発生した。図 3.21 に室温、および低温で圧縮試験を実施した後の試験片を示す。これらの結果から分かるように、室温で圧縮した際には割れが生じることはないが、低温では試験片に割れが生じることが分かる。そして、同じ温度で圧縮したもの同士を比べた場合、速度が大きいほど、試験片密度が小さいほど、より顕著な破壊を生じていることが分かる。特に発泡体 A を-190 ˚C で衝撃圧縮した場合、試験片の割れの影響により公称ひずみε = 0.3 以上の領域において流動応力が室温での値を下回っている。この傾向は試験片の破壊がより顕著に見られた発泡体 A にのみ見られ、発泡体 B では室温での流動応力よりも高い値を維持している。しかしそれでも、-190 ˚C の準静的圧縮時の結果と比べると、衝撃圧縮時の流動応力は低い値となっている。これらのことから、ポリイミド発泡体の圧縮特性は顕著な温度依存性を示すだけでなく、低温においては試験片の密度、変形速度などで脆化の度合いが変化し、低密度、高速度であるほど、より脆性的な圧縮挙動を示すと言える。この結果は、図 3.18 でも示したように、ひずみ速度を増加させたことにより、構成材ポリイミドがより小さなひずみで圧壊したことによる影響であると考えられる。

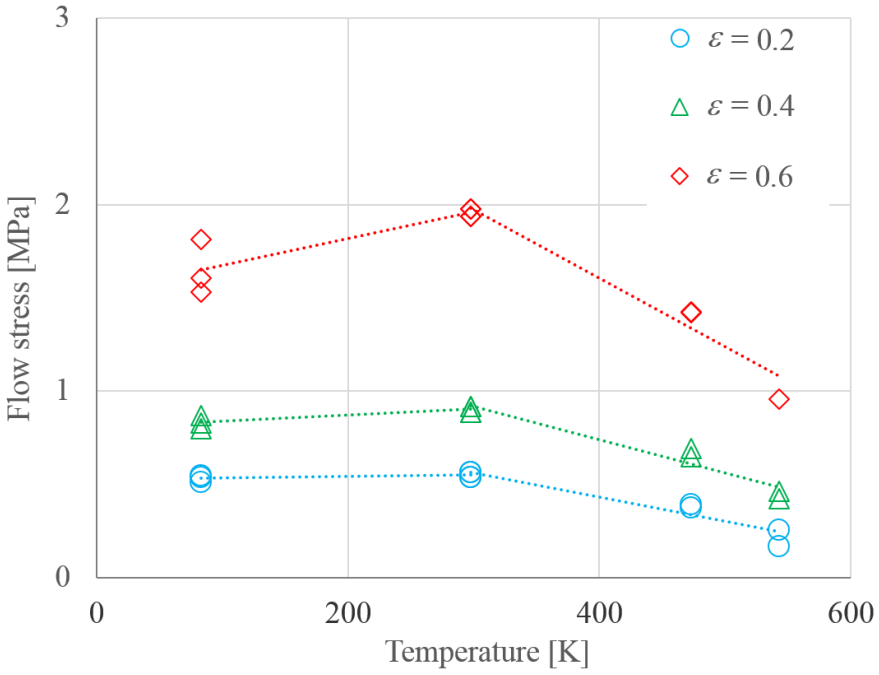


(a)

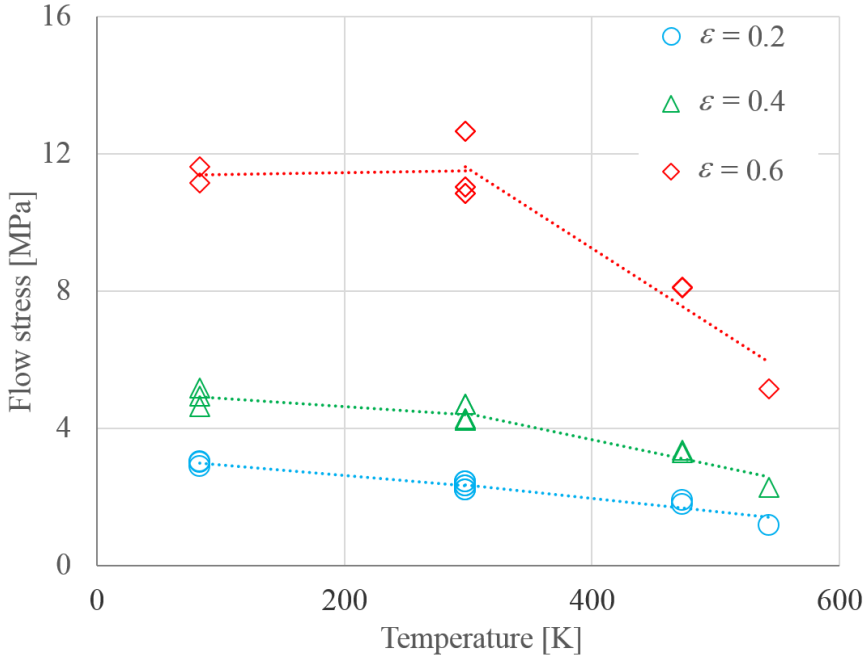


(b)

図 3.19　ポリイミド発泡体の公称応力－公称ひずみ曲線（$\dot{\varepsilon} \approx 6.0\times10^{2}\ s^{-1}$）
(a)：発泡体 A　　(b)：発泡体 B



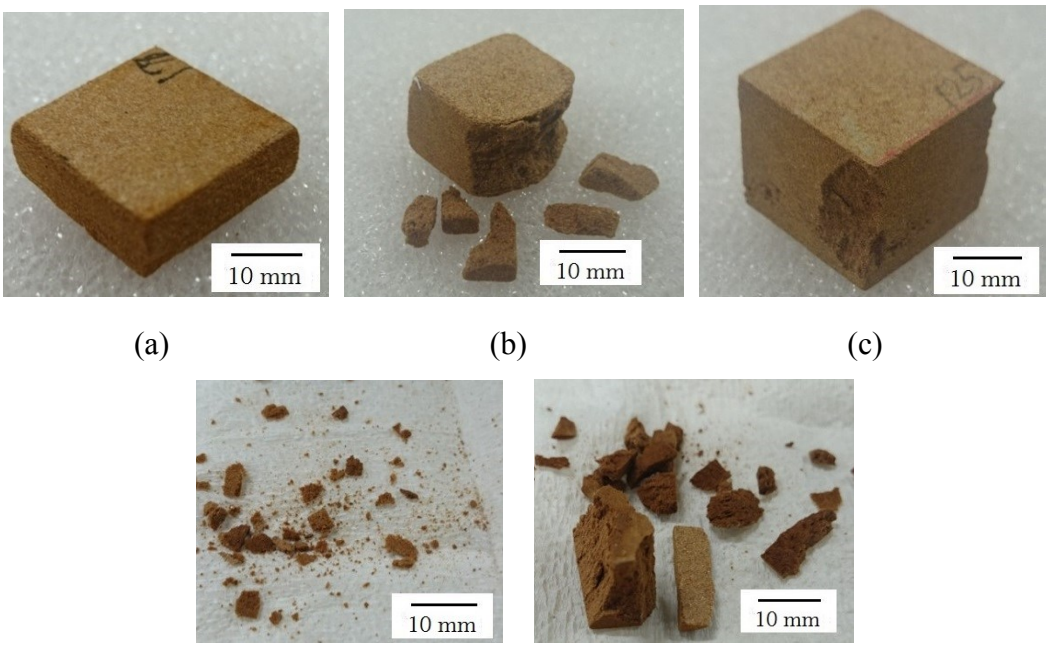
(a)



(b)

図 3.20　ポリイミド発泡体の各ひずみにおける流動応力（$\dot{\varepsilon} \approx 6.0\times10^{2}\ s^{-1}$）

(a)：発泡体 A　　(b)：発泡体 B



(a) (b) (c)

(d) (e)

図 3.21　各試験条件での圧縮試験後のポリイミド発泡体試験片

(a)：発泡体 A、室温、準静的

(b)：発泡体 A、-190 ˚C、準静的　(c)：発泡体 B、-190 ˚C、準静的

(d)：発泡体 A、-190 ˚C、衝撃　(e)：発泡体 B、-190 ˚C、衝撃

3.3.5　熱活性化過程論による考察

これまでに示した試験結果をもとに、ポリイミド発泡体の圧縮変形挙動について考える。高分子材料の強度のひずみ速度依存性、温度依存性についてはこれまでに様々な材料で調査がなされており、その結果をもとにひずみ速度－温度の重ね合わせについての議論もなされている [17]。しかし、そういった依存性の発生メカニズムにまで着目し、ひずみ速度、温度の影響を議論している例は少ない。それに対し、金属材料においては転位の運動による塑性変形メカニズムを用いて、マクロなひずみ速度、温度依存性についての説明がなされている。

金属材料では、転位が障害物を超えて運動することが塑性変形の支配的な要因となっており、その変形が、熱活性化過程に支配されるものとして説明できる。その中で、金属材料の塑性変形応力σが、ひずみ速度、温度に依存しない非熱的応力成分σ_μと、ひずみ速度、温度に依存する熱的応力成分$\sigma^*(\dot{\varepsilon},T)$の和で

あるとされ、以下の式で表される[18)]。

$$\sigma = \sigma_{\mu} + \sigma^{*}(\dot{\varepsilon}, T) \tag{3.3}$$

ここで、熱的応力成分とは転位が熱活性化過程で超え得る短範囲障害物によるものであり、非熱的応力成分とは熱活性化過程で超え得ない長範囲障害物によるものである。そして、変形が転位の運動によって支配されていると考えると、アレーニウスの式より、応力σ^{*} が作用した時のひずみ速度が以下の式で表される。

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \exp\left(-\frac{H(\sigma^{*})}{kT}\right) \tag{3.4}$$

ここで、$\dot{\varepsilon}_0$は定数、k はボルツマン定数、$H(\sigma^{*})$は活性化エネルギー、T は温度である。続いてこの式を$H(\sigma^{*})$について解き、以下の式を得る。

$$H(\sigma^{*}) = kT(\ln \dot{\varepsilon}_0 - \ln \dot{\varepsilon}) = \xi \tag{3.5}$$

ここで、ξを温度－ひずみ速度パラメータと定義する。この時、$H(\sigma^{*})$の逆関数を用いることで、σ^{*}が以下の式で表される。

$$\sigma^{*} = H^{-1}(\xi) \tag{3.6}$$

この式から、応力σ^{*} が温度－ひずみ速度パラメータの関数で表される。即ち、ひずみ速度、温度に依存する熱的応力成分に相当するものであると言える。

上記のように、金属材料においては転位の運動に支配される塑性変形応力を熱的応力成分$\sigma^{*}(\dot{\varepsilon}, T)$、非熱的応力成分$\sigma_{\mu}$に分けて考えることができた。しかし、金属材料と異なり高分子材料の塑性変形は転位の運動とは全く異なるメカニズムで進行する。そのため、金属材料で通用していた議論をそのまま高分子に適用させることはできない。すなわち、塑性変形時の応力を短範囲障害物に起因する熱的応力成分と長範囲障害物に起因する非熱的応力成分の和として記述するということができない。そこで、高分子材料の塑性変形メカニズムを考慮した上で、高分子材料で見られるひずみ速度、温度依存性について考察する。高分子材料は非常に長い高分子鎖で構成され、それらが複雑に絡み合った構造を有している。高分子材料の非弾性的な変形は、外力を与えることにより周りの分子鎖によって付加された変形抵抗に打ち勝ち、分子鎖が回転することによって発生する[19)]。ここで言う変形抵抗とは、分子鎖の回転角の関数として表されるポテンシャルエネルギーによって決定される。外力の負荷により、次々に分子鎖の回転が発生し、分子鎖が荷重方向に配向することで高分子材料の塑性変形が進行する。この変形機構をもとに考える上で、本研究では高分子材料の変形機構として Argon のキンクペアモデルを元に議論を進める[20)]。

今、ポリイミドの塑性変形について考える。本研究のポリイミド発泡体、単体試験片を構成するポリイミドの繰り返し単位の化学式は図 3.22 のようになっている。このような構造を持つポリイミドに外力を加えることで、複雑に絡み合っていた分子鎖が局所的な回転、分子鎖間の相対すべりなどを生じ、変形が進行すると考えられる。

このようなモデルを想定した時、高分子材料にせん断応力τが作用した時の塑性せん断ひずみ速度が以下の式で表される。

$$\dot{\gamma}_p = \dot{\gamma}_0 \exp\left(-\frac{As_0}{kT}\left\{1-\left(\frac{\tau}{s_0}\right)^{5/6}\right\}\right) \tag{3.7}$$

ここで、γ_0、A は定数、s_0 はせん断強度、k はボルツマン定数、T は温度である。ここで、せん断応力τが作用した際の自由エネルギー変化$G(\tau)$ が

$$G(\tau) = As_0\left\{1-\left(\frac{\tau}{s_0}\right)^{5/6}\right\} \tag{3.8}$$

となり、式(3.7)から

$$G(\tau) = kT(\ln\dot{\gamma}_0 - \ln\dot{\gamma}_p) = \xi \tag{3.9}$$

が得られる。式(3.9)から言えることは即ち、応力の関数である自由エネルギー変化$G(\tau)$ が金属における転位の運動の活性化エネルギーに相当するものであり、温度－ひずみ速度パラメータξで表すことができるということである。さらに逆関数を考えると

$$\tau = G^{-1}(\xi) \tag{3.10}$$

となり、応力が温度－ひずみ速度パラメータξの関数として表される。この$G^{-1}(\xi)$ が塑性変形応力のうちのひずみ速度、温度の影響を受ける成分、即ち熱的応力成分であると言える。よって、以下では高分子材料の塑性変形応力についても金属材料と同様に、以下の式で示すような熱的応力成分、非熱的応力成

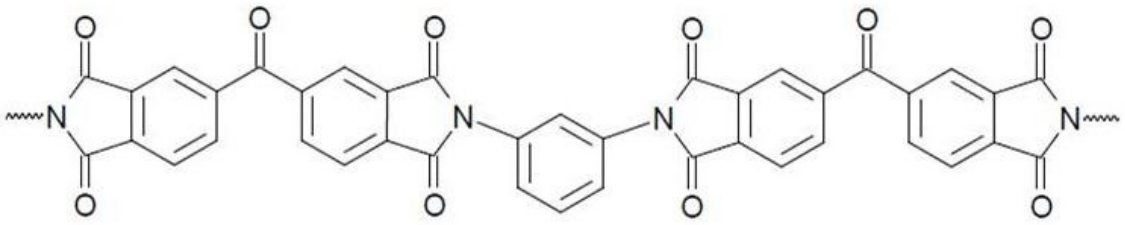


図 3.22　試験片を構成するポリイミドの繰り返し単位の化学式

分の和で表されるものとして考える。

$$\sigma = \sigma_{\mu} + \sigma^{*}(\dot{\varepsilon}, T) \tag{3.11}$$

ここで、高分子材料の変形時の応力が熱的応力成分、非熱的応力成分の和で表されるとした上で高分子発泡材料の変形について考える。高分子発泡材料の機械的特性は、概ね構成材料の機械的特性と相対密度により決定される。しかし、それだけでなく発泡構造由来の影響も存在する。1 章 2 節-2 でも触れたような、材料内部の流体の影響などがそれに該当する。オープンセル発泡体を圧縮した際の、材料内部の流体の影響による圧縮応力の寄与分$\Delta\sigma_{op}$は、以下の式で与えられる[11)]。

$$\Delta\sigma_{op} = \frac{C\mu\dot{\varepsilon}}{1-\varepsilon}\left(\frac{L}{l}\right)^{2} \tag{3.12}$$

ここで、Cは定数、μは動粘度、$\dot{\varepsilon}$はひずみ速度、εはひずみ、Lは試験片の幅、lは微細構造のセルエッジ長さ（セルサイズに相当）である。さらに、材料内部に存在する流体、即ち空気の動粘度μは温度依存性を持っており、以下の式で表される。

$$\mu(T) = \mu_0\left(\frac{T}{T_0}\right)^{3/2}\frac{T_0 + s}{T + s} \tag{3.13}$$

ここで、Tは温度、T_0は基準温度、μ_0はT_0での動粘度、sはサザーランドの定数である。よって、式(3.12)、(3.13)より、オープンセル構造を有する高分子発泡体の圧縮応力のうち、流体の粘性流動による応力増分が以下の形で与えられる。

$$\Delta\sigma_{op} = \frac{C\mu_0\dot{\varepsilon}}{1-\varepsilon}\left(\frac{L}{l}\right)^{2}\left(\frac{T}{T_0}\right)^{3/2}\frac{T_0 + s}{T + s} \tag{3.14}$$

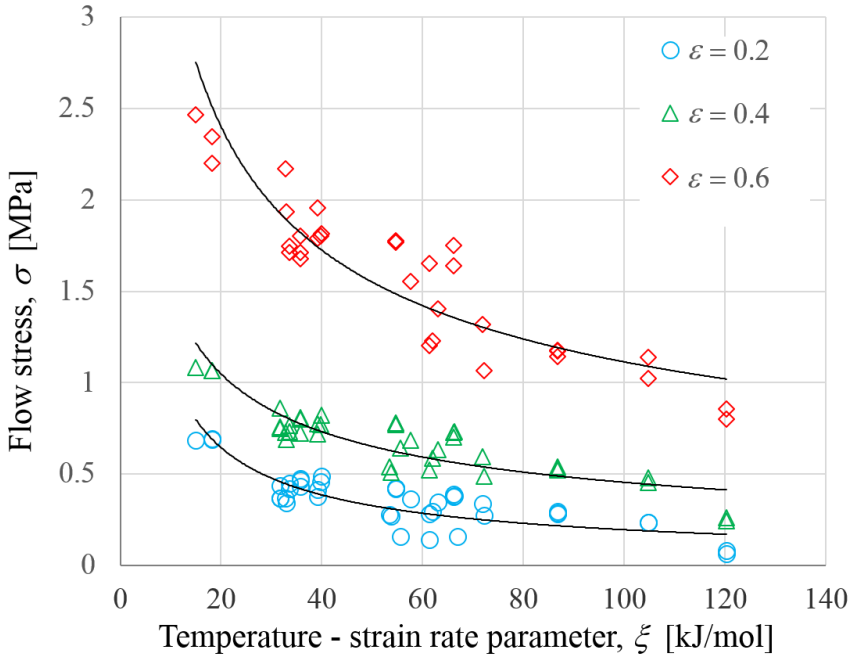
今、式(3.14)を発泡構造由来の応力成分σ_fと見なすことで、σ_fがひずみ速度、温度に依存することが分かる。高分子発泡材料の変形時の応力は、構成材料の機械的特性を反映し、それとは別に発泡構造由来の影響を含んでいるため、高分子発泡材料の塑性変形応力が以下の式で表される。

$$\sigma = \sigma_{\mu} + \sigma^{*}(\dot{\varepsilon}, T) + \sigma_f(\dot{\varepsilon}, T) \tag{3.15}$$

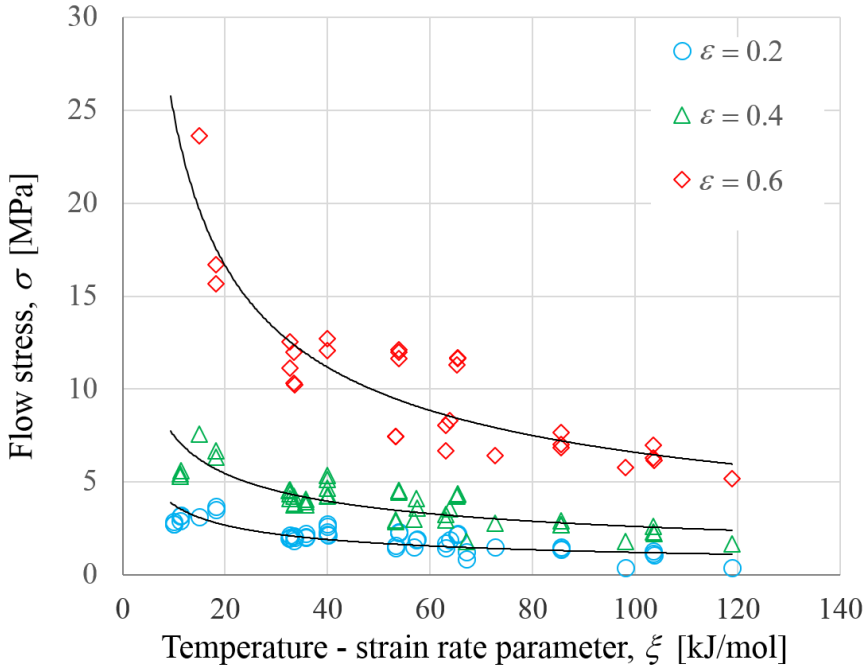
即ち、高分子発泡材料の圧縮変形時の応力は非熱的応力成分、熱的応力成分、発泡構造由来の応力成分の三つの和で表されると考えられる。

次に、試験結果からひずみε = 0.2、0.4、0.6 における応力値から、式(3.14)で示した発泡構造由来の応力成分σ_fを差し引いた値を求めた。そうして求めた応

力値を、温度－ひずみ速度パラメータξを横軸としたグラフ上にプロットしたものを図 3.23 に示す。ただし、低温衝撃試験のように試験片に割れが生じ、公称応力が急低下した結果についてはこの限りではないため、除外して考えることとする。この結果から、幅広いひずみ速度、温度域において、任意のひずみにおける応力値と温度－ひずみ速度パラメータξの関係は、概ね一つの曲線で表すことができると言える。また、図 3.23 で示した結果より近似曲線を求め、その定常値、即ち非熱的応力成分σ_μを求めた。このσ_μはひずみのみの関数となっており、ひずみ速度、温度には依存しない値である。そして、図 3.23 の結果から、σ_μを差し引き、各ひずみにおける熱的応力成分$\sigma^*(\dot{\varepsilon},T)$を求めた。ここで求めた$\sigma^*(\dot{\varepsilon},T)$と、温度－ひずみ速度パラメータ$\xi$の関係を図 3.24 に示す。この結果から、ひずみ$\varepsilon = 0.2$、0.4 では$\sigma^*(\dot{\varepsilon},T)$がひずみによらずほぼ一定であり、温度、ひずみ速度のみの関数となっていることが確認できる。しかし、$\varepsilon = 0.6$ では、圧縮初期に比べ$\sigma^*(\dot{\varepsilon},T)$が大きな値を示している。これは、圧縮後期では発泡構造に由来する効果が表れたためだと考えられ、圧縮初期を含めて一律に熱活性化過程論により説明することができない。しかし、ひずみ$\varepsilon < 0.4$ 程度の圧縮初期の領域においては、高分子発泡体の圧縮変形時の応力を熱的応力成分、非熱的応力成分、発泡構造由来の応力成分の三つの和で表すことができ、熱活性化過程に支配されるものであると見なすことができる。



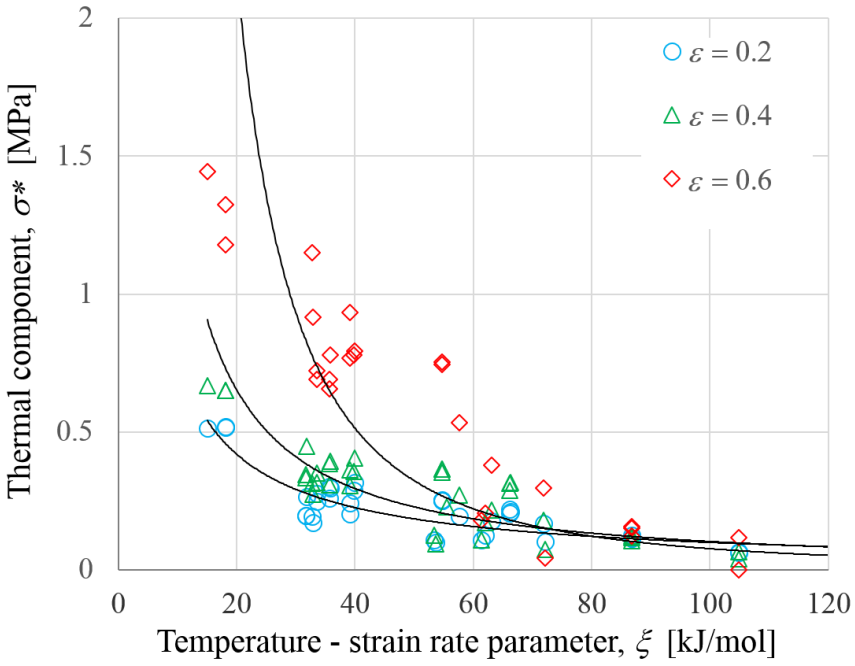
(a)



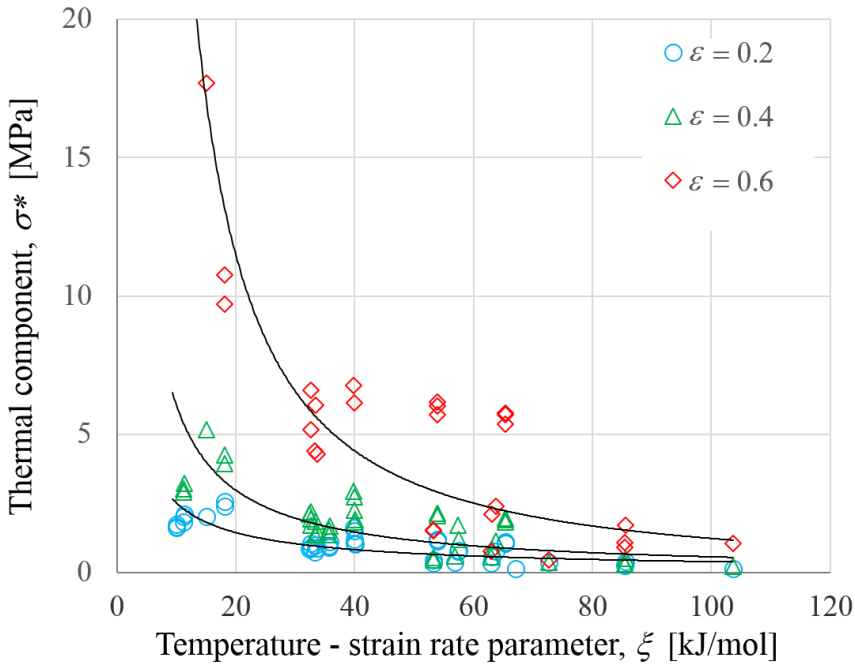
(b)

図 3.23　温度－ひずみ速度パラメータξと各ひずみにおける流動応力

(a)：発泡体 A　　(b)：発泡体 B



(a)



(b)

図 3.24　温度－ひずみ速度パラメータξと各ひずみにおける熱的応力成分

(a)：発泡体 A　　(b)：発泡体 B

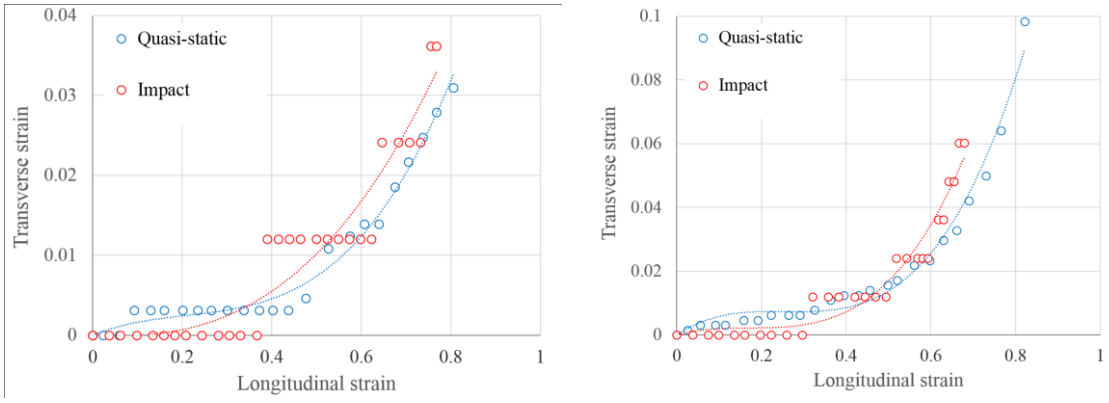
3.3.6　真応力－真ひずみ関係

ここまでで示した試験結果は、すべて試験開始時の試験片断面積、高さを用いて公称応力－公称ひずみ関係を算出したものである。発泡材料は内部に多数の空隙を含んでおり、圧縮変形を与えても断面積はほとんど変化せず、見かけ上の体積が減少しながら変形が進行する [11)]。しかし、厳密には大変形によりわずかではあるが横ひずみが生じ、変形に伴い断面積が変化し、試験片に真に生じている応力も変化する。材料の強度評価などに用いる有限要素解析では、公称応力－公称ひずみ関係ではなく、真応力－真ひずみ関係が材料の特性を表す重要なパラメータとして用いられる。よって、ポリイミド発泡体の工業利用の促進という観点から見た場合、真応力－真ひずみ関係を求めることは有意である。そこで、圧縮試験より得られた公称応力－公称ひずみ関係と、圧縮変形時の縦ひずみ－横ひずみ関係を用いて、ポリイミド発泡体の圧縮変形時の真応力－真ひずみ関係を求めることとする。

金属材料のような、体積一定の下で変形が進行する材料では、真応力σ_tが以下の式で与えられる。

$$\sigma_t = \sigma_n(1+\varepsilon_n) \tag{3.16}$$

ここで、σ_nは公称応力、ε_nは公称ひずみである。しかし、発泡材料では、見かけ上は体積の減少を伴いながら変形が進行するため、式(3.16)から真応力を求めることができない。そこで、ポリイミド発泡体の圧縮時の真応力を求めるために、まずは圧縮時の縦ひずみ－横ひずみ関係を明らかにし、断面積の変化を縦ひずみε_nの関数として表す。準静的圧縮試験中の試験片を静止画で撮影し、縦ひずみ－横ひずみ関係を求め、そこから圧縮変形の進行に伴う断面積の変化を求める。また、衝撃圧縮試験時の高速度カメラの映像からも同様に衝撃圧縮時の縦ひずみ－横ひずみ関係を求めた。準静的、衝撃試験から得られた縦ひずみ－横ひずみ関係を図 3.25 に示す。この図より、ひずみ速度による横ひずみの違いはほとんど見られない。よって、ポリイミド発泡体の断面積変化はひずみ速度によらず一定であると考え、より精度よく計測することができた準静的圧縮時の結果を断面積の算出に用いた。また、圧縮初期にはほとんど横ひずみが生じず、圧縮後期に著しく増加しており、発泡体 A と B で比較すると、密度の大きい発泡体 B でより大きな横ひずみが生じていることが分かる。この結果から縦ひずみ－断面積比関係を算出し、断面積 A を公称縦ひずみε_nを変数とした関数 $A(\varepsilon_n)$で近似した。この $A(\varepsilon_n)$と、試験時に計測された荷重 F を用いて、真応力σ_tを以下の式で算出した。



(a) (b)

図 3.25　ポリイミド発泡体の縦ひずみ－横ひずみ関係

(a)：発泡体 A (b)：発泡体 B

$$\sigma_t = \frac{F}{A(\varepsilon_n)} \tag{3.17}$$

さらに、圧縮試験から求めた公称ひずみε_nの値を用いて、真ひずみε_tを以下の式から算出した。

$$\varepsilon_t = \ln(1+\varepsilon_n) \tag{3.18}$$

式(3.17)、(3.18)を用い、圧縮試験より求めた公称応力－公称ひずみ関係から真応力－真ひずみ関係を求めた。図 3.26 に発泡体 A の室温、準静的速度の試験結果から求めた公称、真応力－ひずみ曲線を示す。この図より、ポリイミド発泡体

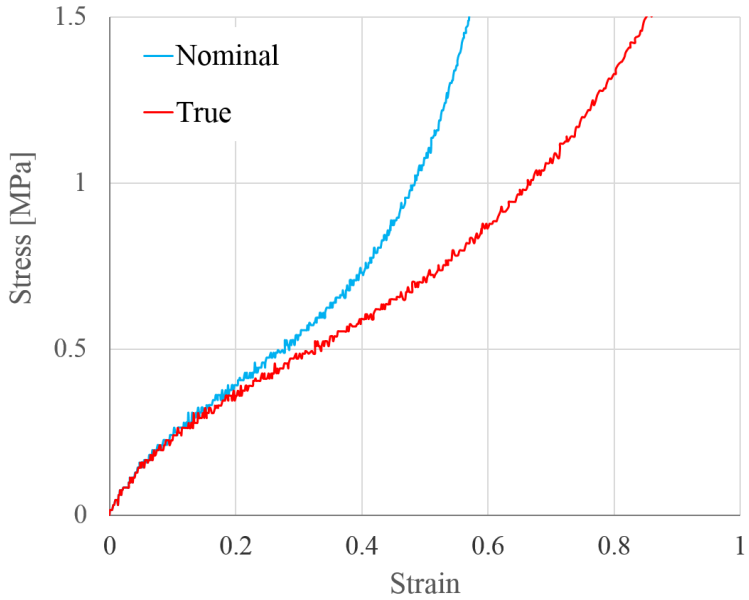


図 3.26　ポリイミド発泡体の真応力－真ひずみ曲線

の真応力－真ひずみ曲線は公称応力－公称ひずみ曲線を横に寝かせたような概形となっていることが分かる。しかし、それ以外については、不明瞭な線形弾性、プラトー領域、および応力が急激に増加する緻密化領域は確認でき、公称応力－公称ひずみ曲線と比較し、曲線の概形に大きな違いはない。材料の応力－ひずみ関係を構成式として表す際には、この真応力－真ひずみ関係が重要な知見となる。

3.3.7　圧縮変形挙動を表す構成方程式

高分子発泡体の圧縮変形挙動を考える際には、先に述べた線形弾性領域、プラトー領域、緻密化領域の三つの領域に分けての議論がしばしば行われる。しかし中には、本研究のポリイミド発泡体のように明確な線形弾性領域、プラトー領域を持たないものも存在する。そういった材料では、ヤング率、塑性崩壊応力などについて明確な値を見出すことは困難であり、それらとは異なる評価指標を定めることが望ましい。そこで、ポリイミド発泡体の真応力－真ひずみ関係を、圧縮初期から後期までを一括で表すことのできる構成方程式を提案し、圧縮変形挙動を表すことを考える。

発泡材料の圧縮変形については、これまで様々な材料で研究がなされており、その中にはひずみ速度を変数とした構成式を提唱したものも多い[21), 22)]。特に、低速度域においても顕著なひずみ速度依存性を示す材料については、ひずみ速度の対数($\log\dot{\varepsilon}$)、あるいはべき乗$\dot{\varepsilon}^{m}$を用いた形で構成式を定義することが多い[22)]。しかし、本研究で対象としているポリイミド発泡体は、低速度域ではほとんどひずみ速度依存性を示さず、衝撃速度域において圧縮応力に顕著な増加が見られる。このことは、図 3.13 からも明らかであり、構成式の形式としてはひずみ速度$\dot{\varepsilon}$に比例する形が望ましいと考えられる。また、温度による影響を考えると、図 3.16 からも分かる通り、温度の増加に比例して流動応力が低下していることが分かる。このことから、構成式は温度 T に比例する形が望ましい。ただし、極低温での試験結果に関しては、試験片の圧壊による影響が強く、同条件にて行った試験結果にも大きなバラつきが見られたため、液体窒素温度における応力－ひずみ関係は、今回定めた構成式の適用範囲外とする。

ここまでの前提を踏まえ、続いてポリイミド発泡体の圧縮変形挙動を表す構成式を考案する。ポリイミド発泡体の応力－ひずみ曲線はいずれも不明瞭な弾性領域、プラトー領域を経て緻密化領域へ移行する。それぞれの領域の境界は

不明瞭ではあるが、変形が進むにつれて圧縮前半の上に凸な概形から、後半の下に凸な概形に移行していることが分かる。このような圧縮挙動をできる限り簡単な形で表すために圧縮前半と後半の二つの領域について近似的な式を当てはめ、それらの和をポリイミド発泡体の構成式とする [23]。まず、圧縮前半の弾性～応力がなだらかに増加する領域を、ひずみの増加に伴ってある一定の応力値に漸近する挙動であるとみなし、以下の式で表す。

$$\sigma = A(1-\exp(-C\varepsilon)) \tag{3.19}$$

ここで、A、C は定数である。この式を当てはめることで、不明瞭な弾性、プラトー領域を持つポリイミド発泡体の圧縮変形の前半の挙動をよく表すことができる。次に、圧縮後半について考える。圧縮後半は、なだらかに応力が増加しつつ、ひずみの増加につれて応力が急増する緻密化領域に移行する。圧縮後半のこのような挙動を表現するために、指数関数を用いた以下の式で表す。

$$\sigma = B\exp(D\varepsilon) \tag{3.20}$$

ここで、B、D は定数である。この式を当てはめることで、なだらかな応力増加～緻密化領域までの構成関係をよく表すことができる。本研究では、上記二つの式の和をポリイミド発泡体の構成式とし、以下の式で表す。

$$\sigma = A(1-\exp(-C\varepsilon)) + B\exp(D\varepsilon) \tag{3.21}$$

次に、先に述べたようなひずみ速度、温度依存性を表すために、式(3.21)で定義したポリイミド発泡体の構成式を、ひずみ速度、温度を関数とした形に書き換える。図 3.12 を見ると、ひずみ速度の増加により圧縮開始時の曲線の傾きが大きくなり、ひずみε = 5 ~ 10 %程度まで圧縮が進行した時点で傾きが緩やかになっている。この結果を考慮し、ひずみ速度の増加が、ある一定の応力値 A への漸近を加速させていると考える。また、圧縮後半においては、ひずみ速度の増加が緻密化による応力急増の開始点を速めている。よって、式(3.21)中において、一定の応力値 A への漸近速度を決定する C、および緻密化による応力急増の開始点を決定する D を、ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}$ の関数とすることでひずみ速度の影響を構成式に反映させる。さらに、温度の影響についても考える。図 3.15 を見ると、温度の増加が、圧縮開始時の曲線の傾きを低下させ、緻密化の開始点を遅らせていると見受けられる。よって、ひずみ速度と同じく式(3.21)中の C、および D を、温度 T の関数とすることで温度の影響を構成式に反映させる。

続いて、係数 C、D に対し、どのような形でひずみ速度の項を導入するかを考える。これは、先に述べたようにひずみ速度 $\dot{\varepsilon}$ に比例する形が適している。それを踏まえ、衝撃速度域においてのみ、影響が強く表れる形として C、D を以下の式で与えた。

$$C(\dot{\varepsilon},T) = C_1(T)\left(1+m\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right) \qquad D(\dot{\varepsilon},T) = D_1(T)\left(1+r\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right) \tag{3.22}$$

ここで、$C_1(T)$、$D_1(T)$は温度の関数、m、r、は定数、$\dot{\varepsilon}_0$ は参照ひずみ速度であり、本研究では準静的試験時のひずみ速度である $\dot{\varepsilon}_0 = 1.7\times10^{-3}$ s^{-1} とした。また、温度の項についても同様に、温度 T に比例する形が望ましいため、$C_1(T)$、$D_1(T)$を以下の式で与えた。

$$C_1(T) = C_0\left(1 - p\frac{T}{T_0}\right) \qquad D_1(T) = D_0\left(1 - s\frac{T}{T_0}\right) \tag{3.23}$$

ここで、p、s、は定数、T_0 は参照温度であり、本研究では室温 $T_0 = 298$ K とした。ただし、図 3.15、3.18 で示した結果より、圧縮初期の応力レベルに及ぼす温度の影響がひずみ速度域により変化するという傾向が見られた。よって、$C_1(T)$中の温度の項を、ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}$ を含んだ形とするため、$C_1(T)$を以下の式で置き換える。

$$C_1(T) = C_0\left(1 - p\frac{T/T_0}{1 + q\left(\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_0\right)}\right) \tag{3.24}$$

ここで、q は定数である。最終的に、式(3.22)、(3.23)、(3.24)を総合し、ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}$ 、温度 T の関数 $C(\dot{\varepsilon}, T)$、$D(\dot{\varepsilon}, T)$をそれぞれ以下の形で定義する。

$$C(\dot{\varepsilon},T) = C_0\left(1 + m\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right)\left(1 - p\frac{T/T_0}{1 + q\left(\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_0\right)}\right) \quad D(\dot{\varepsilon},T) = D_0\left(1 + r\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right)\left(1 - s\frac{T}{T_0}\right) \tag{3.25}$$

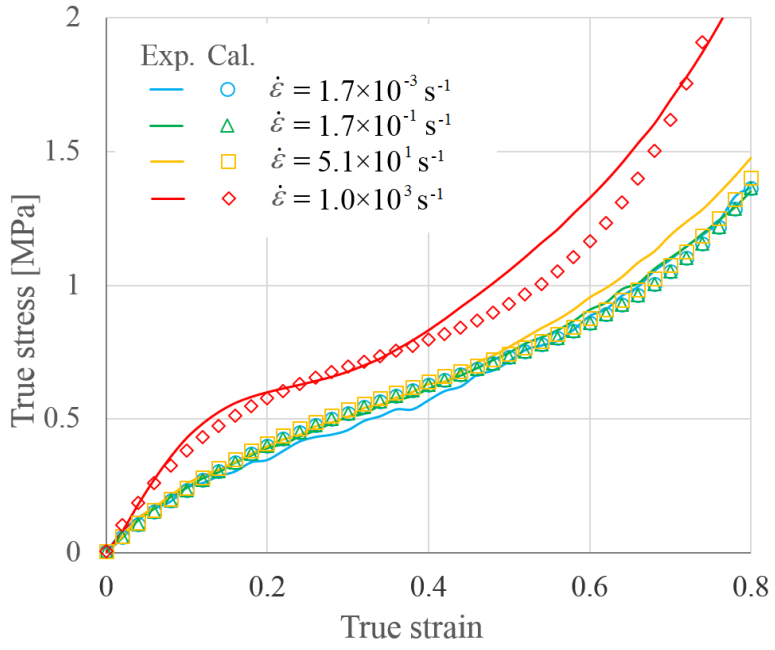
この式(3.25)を、上記の式(3.21)に代入したものを本研究におけるポリイミド発泡体の真応力－真ひずみ関係を表す構成式とする。

続いて、この構成式によって決定される構成関係を試験結果と比較し、トライ＆エラーを繰り返すことで各定数の適した値を決定していく。決定された各係数の値を表 3.1 に示す。図 3.27 に、室温で各ひずみ速度にて実施した圧縮試験より得られた真応力－真ひずみ曲線と、上記の構成式から求めた真応力－真ひずみ関係の比較を示す。この図より、上記の構成式が先に述べた不明瞭な弾性、プラトー領域から緻密化領域までをよく表すことができ、試験結果に見られるひずみ速度の影響を反映できていることが分かる。また、図 3.28、3.29 に準静的、衝撃速度で各温度にて実施した圧縮試験より得られた真応力－真ひずみ曲線と、上記の構成式から求めた真応力－真ひずみ関係の比較を示す。これらの図より、ひずみ速度の影響と同様に温度の影響もよく表すことができていると言える。図 3.30 に各ひずみにおける構成式から求めた真応力と、試験結果から得られた真応力の誤差割合を求め、グラフ化した結果を示す。この図より、式(3.21)で定義した構成式により、270 ˚C においては応力レベルの低さゆえに誤

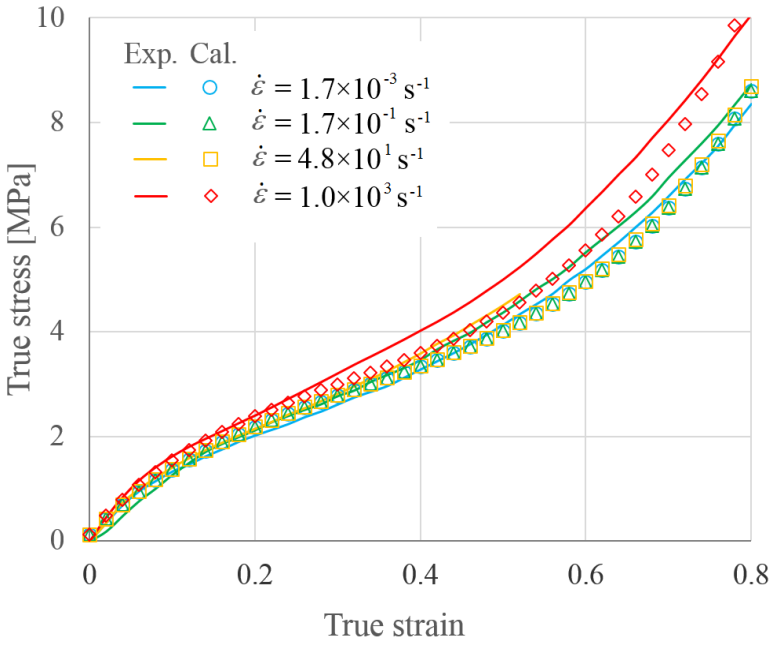
表 3.1　構成式中の各係数の値

	Foam A	Foam B
A	0.73	2.8
B	6.7×10^{-3}	0.13
C_0	7.7	12
D_0	6.7	6.1
m	7.8×10^{-7}	2.0×10^{-8}
p	1.76×10^{-3}	1.85×10^{-3}
q	1.0×10^{-7}	1.6×10^{-7}
r	2.2×10^{-7}	7.7×10^{-8}
s	0.14	0.22

差割合が大きく算出されてしまうが、真ひずみε_t< 0.8 の範囲において、幅広いひずみ速度、温度域におけるポリイミド発泡体の構成関係を±15 %以内の誤差範囲内で概ね表すことができていることが分かる。これらの結果より、圧縮前半、後半に領域分けをして考えることで、指数関数を用いた構成式によりポリイミド発泡体の構成関係を表すことができると言える。



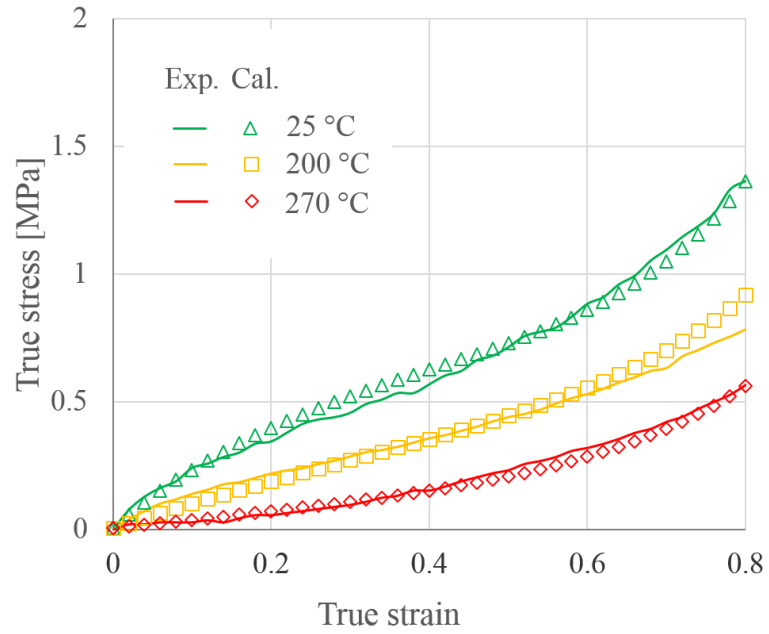
(a)



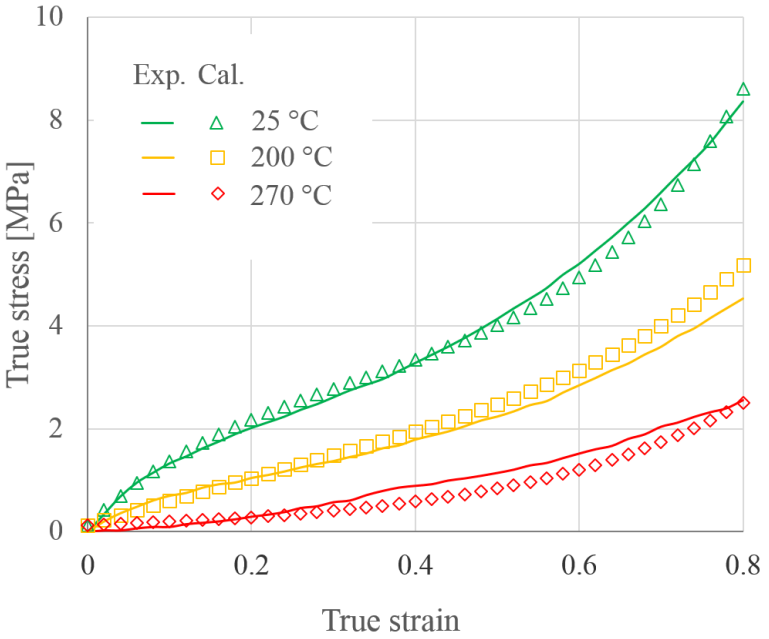
(b)

図 3.27　室温での真応力－真ひずみ曲線と構成式より得られた計算値

(a)：発泡体 A　　(b)：発泡体 B

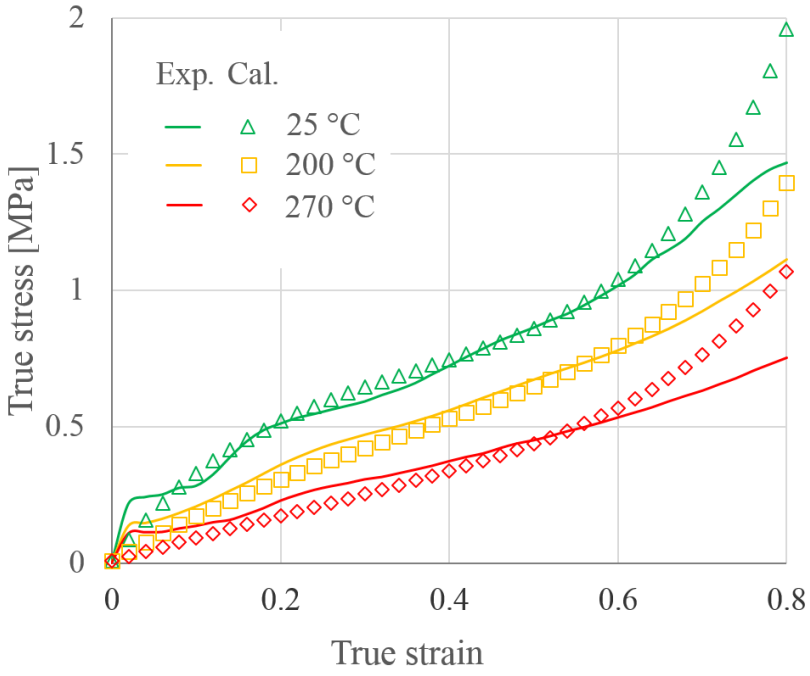


(a)

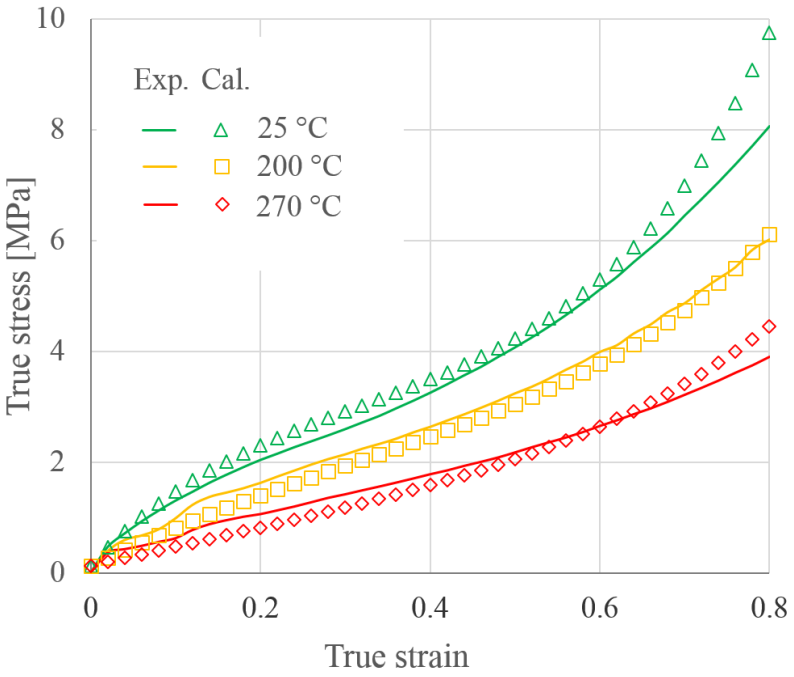


(b)

図 3.28　準静的速度での真応力－真ひずみ曲線と構成式より得られた計算値
(a)：発泡体 A　　(b)：発泡体 B

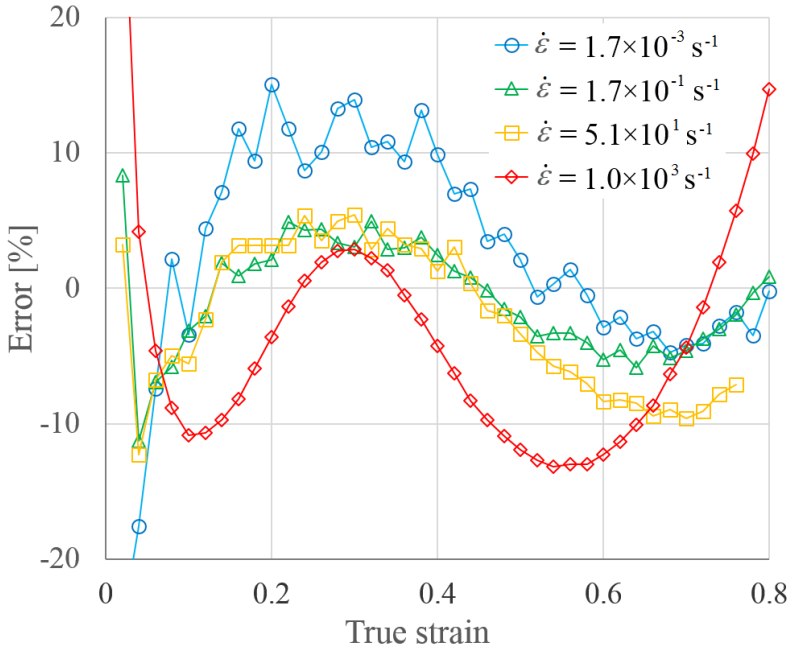


(a)

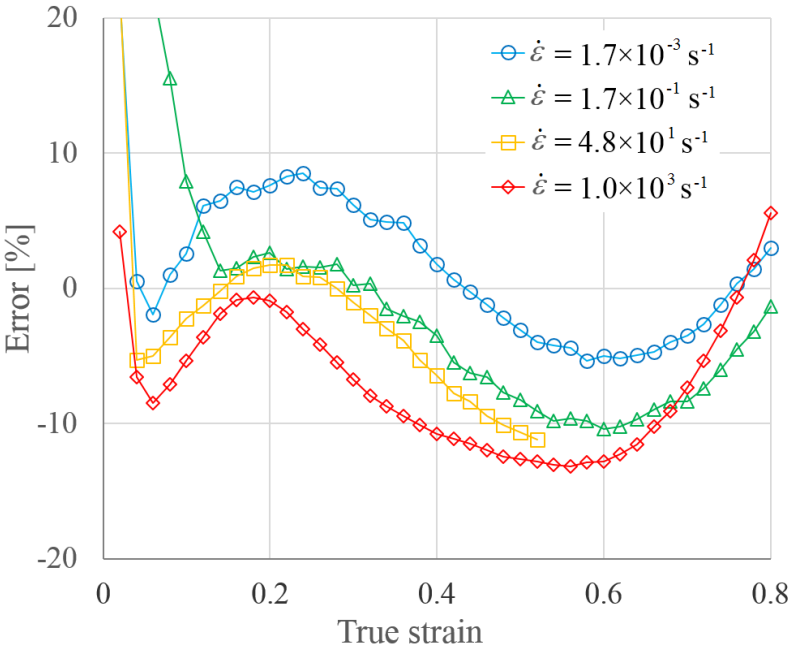


(b)

図 3.29　衝撃速度での真応力－真ひずみ曲線と構成式より得られた計算値
(a)：発泡体 A　　(b)：発泡体 B



(a)



(b)

図 3.30　室温での真応力－真ひずみ曲線と構成式より得られた計算値の誤差
(a)：発泡体 A　　(b)：発泡体 B

3.3.8　ひずみ速度、温度の重ね合わせ

2 章 3 節-7 で述べた構成式においては、ひずみ速度と温度をそれぞれ全く別の独立変数として扱っている。しかし、試験結果から判断するに、ひずみ速度変化による影響と温度変化による影響は似た性質を持ったものであると見受けられる。即ち、ひずみ速度の増加による効果を温度低下による効果に置き換えることができると考えられる。実際に高分子材料においては、変形時のひずみ速度による影響と温度の影響が可換であるとされている。このひずみ速度と温度の重ね合わせについては過去になされた研究においても議論されており、ひずみ速度の対数の変化と温度の変化が比例関係にあるという結論が導かれている[24]。Song らは、発泡ポリウレタンの圧縮時の降伏応力に及ぼすひずみ速度、温度の影響に着目し、ひずみ速度の対数の変化を $\Delta\log\dot{\varepsilon}$、温度の変化を ΔT とした時、これらが以下の関係式を満たすと結論付けている[25]。

$$\Delta\log\dot{\varepsilon}=\beta\Delta T \tag{3.26}$$

ここで、β は定数であり、この β を求めることで発泡ポリウレタンの降伏応力に及ぼすひずみ速度の影響を温度の影響に換算することができる。このように、ひずみ速度と温度の重ね合わせ、およびその関係を表す定数 β を明らかにすることで、最も一般的な室温での準静的試験より得られた結果を用いて、実験を実施することが困難な速度、温度における圧縮変形挙動を推察することができる。そういった観点から、ひずみ速度と温度の重ね合わせの妥当性、および定数 β を明らかにすることは重要である。

ここで、本研究で試験片としたポリイミド発泡体について、ひずみ速度と温度の重ね合わせが成り立つのかを検証する。得られた試験結果より、ポリイミド発泡体の圧縮時の流動応力は、ひずみ速度に比例、温度に比例すると言える。その点を踏まえ、ポリイミド発泡体の任意のひずみ ε における流動応力 $\sigma(\dot{\varepsilon},T)$ を以下の二通りの形で表す。

$$\sigma(\dot{\varepsilon},T)=A(T)+B(T)\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}-1\right) \tag{3.27}$$

$$\sigma(\dot{\varepsilon},T)=C(\dot{\varepsilon})\frac{T}{T_0}+D(\dot{\varepsilon}) \tag{3.28}$$

ここで、*A(T)*、*B(T)*、*C(*$\dot{\varepsilon}$*)*、*D(*$\dot{\varepsilon}$*)*はそれぞれひずみ速度 $\dot{\varepsilon}$、温度 *T* を変数とした関数であり、$\dot{\varepsilon}_0$、T_0 はそれぞれ参照ひずみ速度、参照温度である。ここで、式(3.27)、(3.28)より、

$$A(T)+B(T)\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}-1\right)=C(\dot{\varepsilon})\frac{T}{T_0}+D(\dot{\varepsilon}) \tag{3.29}$$

が成り立つ。また、式(3.29)に $\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0$ を代入すると

$$A(T) = C_0 \frac{T}{T_0} + D_0 \tag{3.30}$$

が得られる。ここで、$C_0 = C(\dot{\varepsilon}_0)$、$D_0 = D(\dot{\varepsilon}_0)$ である。さらに、式(3.29)を変数 T 、$\dot{\varepsilon}$ でそれぞれ微分することで以下の式を得る。

$$\frac{dA}{dT} + \frac{dB(T)}{dT}\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} - 1\right) = \frac{1}{T_0} C(\dot{\varepsilon}) \tag{3.31}$$

$$B(T)\frac{1}{\dot{\varepsilon}_0} = \frac{dC(\dot{\varepsilon})}{d\dot{\varepsilon}}\frac{T}{T_0} + \frac{dD(\dot{\varepsilon})}{d\dot{\varepsilon}} \tag{3.32}$$

これらの式より $B(T)$を消去すると

$$\frac{dA}{dT} + \frac{dC(\dot{\varepsilon})}{d\dot{\varepsilon}}\frac{\dot{\varepsilon}_0}{T_0}\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} - 1\right) = \frac{1}{T_0} C(\dot{\varepsilon}) \tag{3.33}$$

が得られ、式(3.33)に式(3.30)を代入することで $C(\dot{\varepsilon})$が以下のように求まる。

$$C(\dot{\varepsilon}) = C_0 + c_1\dot{\varepsilon}_0\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} - 1\right) \tag{3.34}$$

ここで、$c_1 = \dfrac{dC(\dot{\varepsilon})}{d\dot{\varepsilon}}$ である。さらに、式(3.30)、(3.31)、(3.34)より $B(T)$が以下のように求まる。

$$B(T) = B_0 + c_1\dot{\varepsilon}_0\left(\frac{T}{T_0} - 1\right) \tag{3.35}$$

ここで、$B_0 = B(T_0)$ である。また、式(3.29)、(3.30)、(3.34)、(3.35)より $D(\dot{\varepsilon})$が以下のように求まる。

$$D(\dot{\varepsilon}) = D_0 + \{B_0 - c_1\dot{\varepsilon}_0\}\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} - 1\right) \tag{2.36}$$

こうして得られた $A(T)$、$B(T)$、$C(\dot{\varepsilon})$、$D(\dot{\varepsilon})$を元の式(3.27)もしくは(3.28)に代入することで、$\sigma(\dot{\varepsilon}, T)$ が以下の式で表される。

$$\sigma(\dot{\varepsilon}, T) = D_0 + C_0\frac{T}{T_0} + B_0\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} - 1\right) + c_1\dot{\varepsilon}_0\left(\frac{T}{T_0} - 1\right)\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} - 1\right) \tag{3.37}$$

ここで、任意のひずみ速度 $\dot{\varepsilon}_1$、温度 T_1 において得られた任意のひずみεにおける圧縮時の応力を $\sigma(\dot{\varepsilon}_1, T_1)$ と表す。ここで、ひずみ速度の変化 $\Delta\dot{\varepsilon}$ を温度の変化

ΔT に換算可能であるならば、以下の式が成り立つ。

$$\sigma(\dot{\varepsilon}_1 + \Delta\dot{\varepsilon}, T_1) = \sigma(\dot{\varepsilon}_1, T + \Delta T_1) \tag{3.38}$$

式(3.37)をもとに、式(3.38)の両辺を計算すると以下の式が得られる。

$$\frac{\Delta\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0} = \frac{C_0 + c_1\dot{\varepsilon}_0(\dot{\varepsilon}_1 / \dot{\varepsilon}_0 - 1)}{B_0 + c_1\dot{\varepsilon}_0(T_1 / T_0 - 1)} \frac{\Delta T}{T_0} \tag{3.39}$$

ここで$\dot{\varepsilon}_1 = \dot{\varepsilon}_0$、$T_1 = T_0$とすると、式(3.39)は以下のように書き換えられる。

$$\Delta\dot{\varepsilon} = \frac{C_0\dot{\varepsilon}_0}{B_0 T_0}\Delta T \tag{3.40}$$

今、B_0、C_0、$\dot{\varepsilon}_0$、T_0 はすべて定数であるので、結論としてひずみ速度の変化による影響と温度の変化による影響が比例関係にあることが分かる。よって、衝撃速度域でのみ、顕著なひずみ速度依存性を示すような高分子発泡材料であっても、ひずみ速度と温度が換算可能であると言える。

実際にひずみε= 0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6 における応力値から B_0、C_0 を求め、各ひずみにおけるβを計算し、求めたβを用いて、衝撃速度域におけるひずみ速度増分を準静的試験における温度低下に換算した。そして、換算された温度での流動応力(σ_β)を構成式より推定し、室温での衝撃試験より得られた流動応力(σ_d)と比較を行い、その誤差を算出した結果を表 3.2 に示す。ここで、σ_d は室温衝撃試験（N = 6）より得られた各ひずみでの流動応力の平均値とした。この表より、各ひずみにおける実験値と換算値は最大 15 %の誤差範囲内で一致した。この誤差は、構成式に含まれる誤差範囲(±15 %)と同じ値であり、精度のよい換算ができていると考えられる。このことから、ポリイミド発泡体においてもひずみ速度と温度の重ね合わせが成立し、定数βを求めることでひずみ速度変化と温度変化を換算することが可能である。

表 3.2　各ひずみにおけるβ、および衝撃試験結果σ_d、
換算温度での流動応力σ_βとその誤差
(a)：発泡体 A　(b)：発泡体 B

(a)

ε	β	σ_d [MPa]	σ_β [MPa]	Error [%]
0.1	-4.4	0.44	0.37	15
0.2	-8.3	0.53	0.51	3.8
0.3	-8.0	0.73	0.68	6.8
0.4	-7.0	0.94	0.90	4.3
0.5	-4.9	1.5	1.4	6.7
0.6	-3.8	2.5	2.8	-12

(b)

ε	β	σ_d [MPa]	σ_β [MPa]	Error [%]
0.1	-9.9	1.7	1.7	0
0.2	-27	2.6	2.5	3.8
0.3	-22	3.7	3.4	8.1
0.4	-22	5.2	4.8	7.7
0.5	-34	8.2	7.5	8.5
0.6	-67	14	13	7.1

3.4 結言

ポリイミド発泡体に対する圧縮試験と、その結果をもとにした考察より、以下に示す結論を得た。

1. ポリイミド発泡体の圧縮特性は、動的速度以下では目立ったひずみ速度依存性を示さないが、衝撃速度域では顕著なひずみ速度依存性を示し、ひずみ速度の増加に伴い、流動応力が増加する。

2. ポリイミド発泡体の圧縮特性は、幅広い温度域で温度依存性を示し、温度の増加に伴い流動応力が低下する。また、ひずみ速度を増加させることで、高温での著しい応力レベルの低下が生じなくなる。

3. ポリイミド発泡体は、液体窒素温度付近の極低温では脆性的な変形挙動を示し、圧壊を生じる。そして、その脆化の度合いはひずみ速度が大きいほど、試験片密度が小さいほど顕著になる。

4. 高分子材料の変形を分子鎖の回転による荷重方向への配向として考えることで、それが熱活性化過程に支配された変形と見なすことができる。

5. 高分子の変形が熱活性化過程に支配されると考えた場合、発泡構造特有の影響を考慮に入れることで、高分子発泡体の変形時の応力を熱的応力成分、非熱的応力成分、発泡構造由来の応力成分の和として表すことができると考えられる。

6. 指数関数を用いた構成方程式を定義することで、ポリイミド発泡体の圧縮時の応力－ひずみ関係を$\varepsilon_t < 0.8$ の範囲において、誤差± 15 % 以内で表すことができる。

7. ポリイミド発泡体の圧縮時の応力に及ぼすひずみ速度の影響は、温度の影響に換算可能であり、それらは比例関係で表すことが可能である。

第 3 章　参考文献

1) 陸偉, 三村耕司：材料, 56 (2007) , 647-653.

2) 足立廣正, 長谷川照夫：高分子論文集, 58 (2001) , 56-58.

3) Md. E. Kabir, M.C. Saha and S. Jeelani：Materials Science and Engineering A, 429 (2006) , 225-235.

4) 足立廣正, 長谷川照夫：日本複合材料学会誌,32 (2006) , 32-38.

5) J. Richeton, S. Ahzi, K.S. Vecchio, F.C. Jiang and R.R. Adharapurapu：International Journal of Solids and Structures, 43 (2006) , 2318-2335.

6) 佐藤光広, 隈彰二：低温工学, 8 (1973) , 95-104.

7) 武田 泰昭, 桝田 剛, 濱 信幸, 森内 幸司, 第 47 回飛行機シンポジウム 前刷り集 3D10(JSASS-2009-5137).

8) 今井淑夫：エレクトロニクス実装学会誌, 4 (2001) , 640-646.

9) E. Tschegg, K. Humer and H.W. Weber：Cryogenics, 31 (1991) , 878-883.

10) Y. Tsuda, O. Mori, R. Funase, H. Sawada, T. Yamamoto, T. Saiki, T. Endo and J. Kawaguchi：Acta Astronautica, 69 (2011) , 833-840.

11) A. Gibson, and M. Ashby：CELLULAR SOLIDS : Structure & Properties (1999).

12) A. Yoshimoto, H. Kobayashi, K. Horikawa, K. Watanabe and K. Ogawa : Applied Mechanics and Materials, 566 (2013) , 158-163.

13) 中嶋健, 西敏夫：熱測定, 33 (2006) , 183-190.

14) L. Sorrentino, M. Aurilia and S. Iannace：Polymer Testing, 26 (2007) , 878-885.

15) 綾敏彦：熱測定, 12 (1985) , 192-196.

16) Summary of Properties for Kapton@ Polyimide Films., E. I. du Pont de Nemours and Company.

17) 廣江哲幸, 松尾日出男, 藤原和人, 津田康紀：日本機械学会論文集（A 編）, 64 (1998) , 2087-2092.

18) 小川欽也：軽金属, 51 (2001) , 175-181.

19) 冨田佳宏：日本ゴム協会誌, 75 (2002) , 435-440.

20) A.S. Argon, Philosophical Magazine, Vol.28, (1973) , 839-865.

21) W. Zhi-hua, J. Lin and Z. Long-mao：Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 21 (2011) , 449-454.

22) S. Ouellet, D. Cronin and M. Worswick：Polymer Testing, 25 (2006) , 731-743.

23) Q. LIU and G. SUBHASH：Polymer Engineering and Science, 44 (2004) , 463-473.

24) D. M. Williamson, C.R. Siviour, W.G. Proud1, S.J.P. Palmer, R.Govier, K.Ellis, P. Blackwell and C. Leppard：Journal of Physics D: Applied Physics, 41 (2008) , 3701-3707.

25) B. Song, W.Y. Lu and W. Chen：Proceedings of the SEM Annual Conference (2009).

第 4 章　ポリ乳酸発泡体の圧縮特性に及ぼすひずみ速度と温度の影響

4.1　緒言

近年、地球温暖化問題から、様々な分野で二酸化炭素排出量の低減が課題となっており、その対策に向けた多くの研究が進められている[1)-4)]。一方、幅広い分野で使用されている高分子材料の多くは石油由来の材料であり、廃棄の際には焼却、あるいは埋め立てにより処分され、二酸化炭素の放出、土壌汚染などの地球環境へのダメージにつながる[5), 6)]。そのため、石油由来の高分子材料は、二酸化炭素排出量の低減とは相性の悪い材料である。しかし、現代社会において高分子材料は必要不可欠なものであるため、代替となりうる環境負荷の小さな高分子材料の開発が望まれている。そういった背景の下、植物由来でカーボンニュートラル性を持つポリ乳酸樹脂が開発された。

ポリ乳酸樹脂は、乳酸がエステル結合により重合した高分子であり、乳酸からなるポリエステル素材と言い換えることもできる。ポリ乳酸は高分子材料中においては比較的新しい材料であり、ABS 樹脂の代替材料として電子機器の筐体、フィルム、繊維、発泡体としての利用がなされている[7), 8)]。ただし、従来のポリ乳酸発泡体は（Expanded Polylactic Acid Resin、以下、EPLA と記す）は発泡ビーズ（ビーズ状の発泡樹脂粒子）を型内発泡成形することにより製造され、60 ˚C 以上の温度域では大きな変形が生じる。そのため、ポリスチレン樹脂発泡体（EPS）などに比べて高温寸法安定性が劣り、限られた用途での利用を余儀なくされていた。しかし、最近になり製造プロセスの見直しにより最終製品の高結晶化が可能となり、150 ˚C においてもほとんど寸法変化のない高温寸法安定性に優れた新しい EPLA が開発された。この改良により、従来のものよりも幅広い環境下での利用が可能となった。この新しい EPLA は自動車部材、食品包装材、玩具、ヘルメット心材、高温断熱材などへの利用が期待されている。

このような部材への適用を検討するにあたっては、その力学特性が非常に重要となる。衝撃緩衝材に使用するには高ひずみ速度域における強度特性が、低温、高温に曝される部材に使用するには幅広い温度域での強度特性の知見が不可欠である。しかし、この新 EPLA は開発されて日が浅く、その力学的特性は必ずしも明らかにはなっていない。よって、植物由来の低環境負荷な高分子発泡材料の普及を促進させるために、広範なひずみ速度域、温度域におけるエネルギー吸収量などの機械的特性や変形を支配する構成方程式を明らかにするこ

とは極めて重要である。

本章では、幅広いひずみ速度において EPLA の圧縮特性に及ぼすひずみ速度の影響を明らかにすることを目的とする。そのために、準静的、動的、衝撃速度域での圧縮試験を実施した。さらに、圧縮変形時における横ひずみを計測し、得られた試験結果をもとに EPLA の真応力－真ひずみ曲線を求め、構成方程式の導出を行った。また、EPLA の圧縮特性に及ぼす温度の影響を明らかにするために、室温だけでなく液体窒素、電気炉を用いての低温、高温での試験も併せて実施した。

4.2 試験片

図 4.1 に本研究で使用したポリ乳酸発泡体試験片の外観を示す。この試験片は積水化成品工業（株）より提供頂いた板厚 30 mm の板状 EPLA から切削加工により切り出したものである。この EPLA は、ユニチカ(株)製テラマック HV6250H を原料とし製造されたものであり、融点は 169 ˚C となっている。この板状 EPLA は金型により製造されたため試験片上面、および底面（金型に接触している面）はスキン層と呼ばれる平滑面、試験片側面はスキン層ではないが比較的平滑な面となっており、特別な端面仕上げなどは施していない。試験片寸法は直径 30 mm、高さ 30 mm の円柱となっている。

本研究では、密度による圧縮特性の違いも併せて評価するために、密度の異なる二種類の試験片を使用した。試験片の発泡倍率は 20 倍、6 倍であり、公称

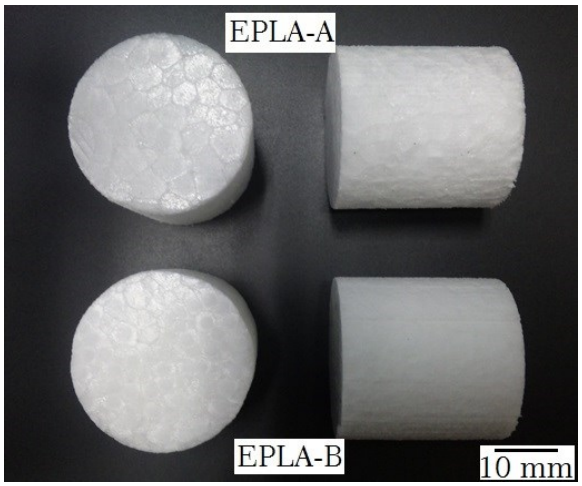


図 4.1　ポリ乳酸発泡体試験片

密度はそれぞれ 60 kg/m^3、200 kg/m^3 となっている。ここで、発泡倍率とはポリ乳酸樹脂の発泡前後の体積比である。以下では、公称密度 60 kg/m^3 のものを EPLA-A、200 kg/m^3 のものを EPLA-B と定義する。これらの EPLA は、内部のセルがセル壁によって独立したクローズドセル構造となっている。また、無作為に選出した EPLA-A および-B 、各 50 個のセルのサイズを計測した結果、それぞれの平均セルサイズは EPLA-A が 4.06 mm、EPLA-B が 3.45 mm であり、発泡倍率の大きい EPLA-A の方が約 17 %大きい。また、セルサイズにもバラつきが見られ、どちらも最大で±13 %程度のバラつきがあった。

4.3　試験結果、および考察

4.3.1　密度補正

3 章 3 節-2 でも述べたように、高分子発泡体の機械的特性は密度に対する感受性が強いことが知られている [9]。本研究で使用した EPLA も、例に漏れず強い密度感受性を示す。ポリイミド発泡体がそうであったように、本研究の EPLA は、同じ公称密度を持つ試験片内でも密度に個体差があり、その個体差により圧縮時の応力レベルに差が生じる。そこで、ポリイミド発泡体における密度補正と同様の補正を行うため、EPLA の密度比$\rho*$、応力比$\sigma*$の関係を求め、対数グラフ上にプロットしたものを図 4.2 に示す。この結果から、応力比$\sigma*$が密度比$\rho*$

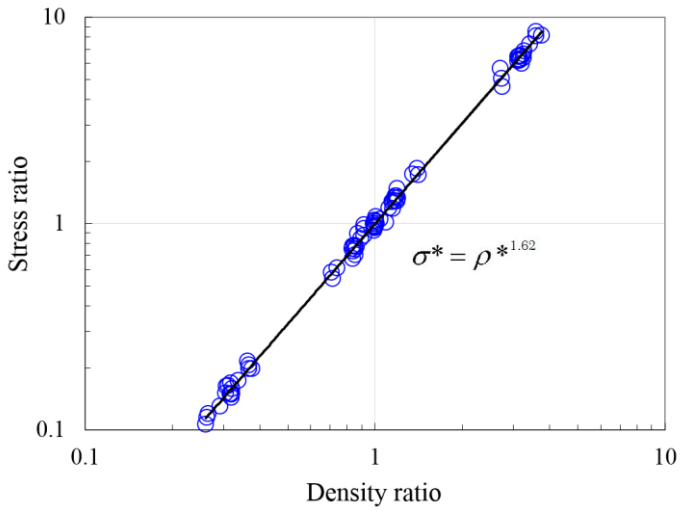


図 4.2　密度比$\rho*$と応力比$\sigma*$の関係

の指数関数で表されることが分かる。この結果から得られたσ^*、ρ^*の関係式を以下に示す。

$$\sigma^* = \rho^{*1.62} \tag{4.1}$$

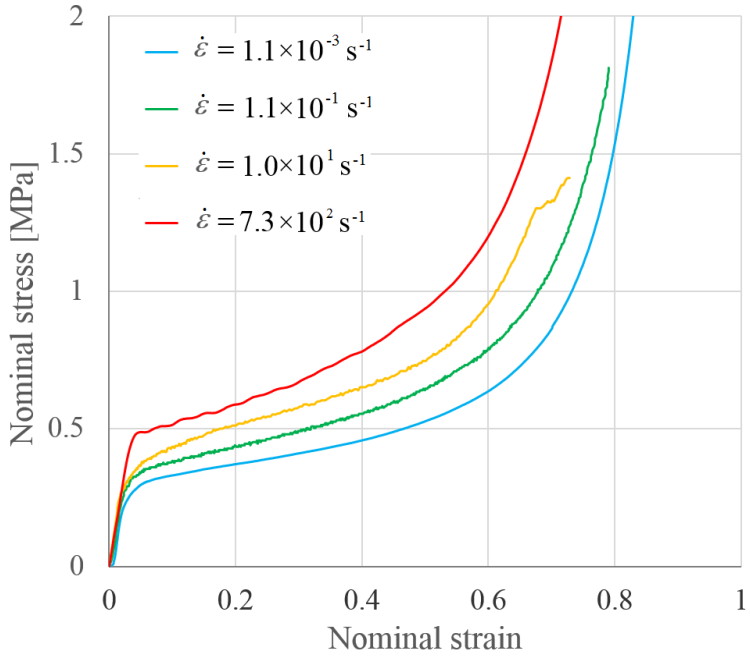
この式を用いて、個体差を含んだ試験片密度を公称密度である 60 kg/m^3、200 kg/m^3 に補正した。各試験結果について、式(4.1)の密度感受性指数を用いて、ポリイミド発泡体と同様に補正後の応力σ_nを求めたところ、ポリイミド発泡体と同様に密度の個体差による影響をキャンセルすることができた。以下では、全ての結果についてこの密度補正処理を行ったものをベースに議論を進めていく。

以下に各条件で実施した圧縮試験より得られた結果を示し、その結果をもとに議論を進めていく。

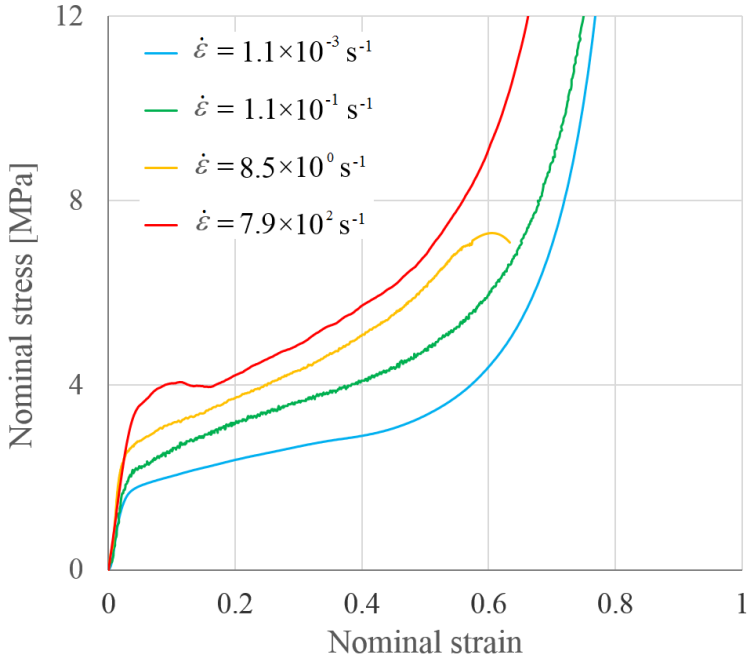
4.3.2 ひずみ速度依存性

図 4.3 に室温で実施した各ひずみ速度での圧縮試験より得られた公称応力－公称ひずみ曲線を示す。この図より、EPLA-A、-B ともに一般的な発泡材料の圧縮変形時に見られる圧縮初期の線形弾性領域，応力値一定で大変形が進行するするプラトー領域，応力が急激に増加する緻密化領域が確認できた。また、幅広いひずみ速度域にかけて、ひずみ速度の増加に伴い流動応力が増加しており、顕著なひずみ速度依存性を示すことが分かる。各ひずみ速度における応力をより詳細に比較するために、各ひずみ速度での試験結果よりひずみε = 0.1、0.3、0.5 での流動応力を求め、ひずみ速度ごとに比較した結果を図 4.4 に示す。この図からも、EPLA の圧縮特性が顕著なひずみ速度依存性を示すことが確認でき、ひずみ速度のべき乗に比例して流動応力が増加していることが分かる。この時の応力の増加割合、即ちグラフ上の傾き m を各ひずみで求めたところ、m はひずみの値によらずほぼ一定となっている。この m が EPLA のひずみ速度感受性指数に相当する。

このひずみ速度依存性の原因としては、発泡構造特有の影響、構成材料そのものが持つひずみ速度依存性による影響の二つが考えられる。オープンセル発泡体の圧縮時には、材料内部のガス排出時の粘性流動のための仕事が変形抵抗と寄与し、ひずみ速度依存性に反映される。一方、クローズドセル発泡体においては、微細構造内の空隙がセル壁によって区切られており、発泡体の圧縮に伴いセル内の流体（この場合では空気）が圧縮される。そして、圧縮されたこ



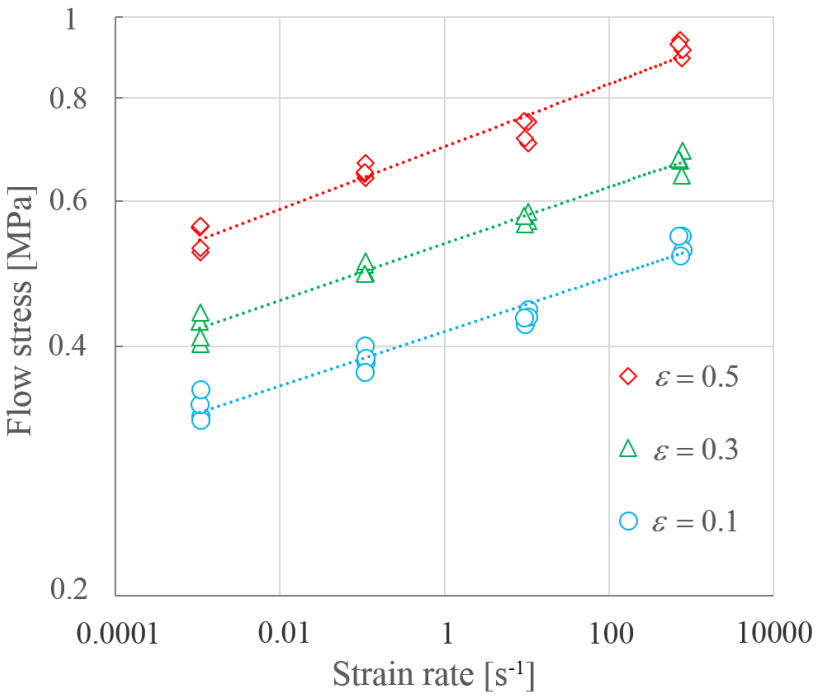
(a)



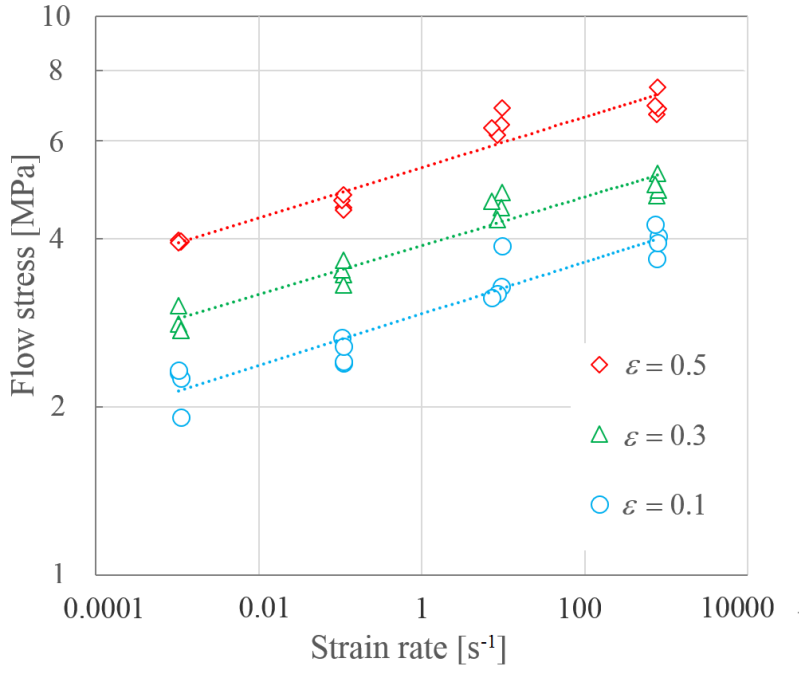
(b)

図 4.3　EPLA の公称応力－公称ひずみ曲線（室温）

(a)：EPLA-A　　(b)：EPLA-B



(a)



(b)

図 4.4　EPLA の各ひずみにおける流動応力（室温）

(a)：EPLA-A　　(b)：EPLA-B

とで流体の圧力が増加し、それが変形抵抗となる。この流体圧力による影響は、ひずみ速度ではなくひずみに依存し、応力増分は以下の式で表される[9]。

$$\sigma_{cl} = \frac{p_0 \varepsilon}{1 - \varepsilon - \frac{\rho^*}{\rho_s}} \tag{4.2}$$

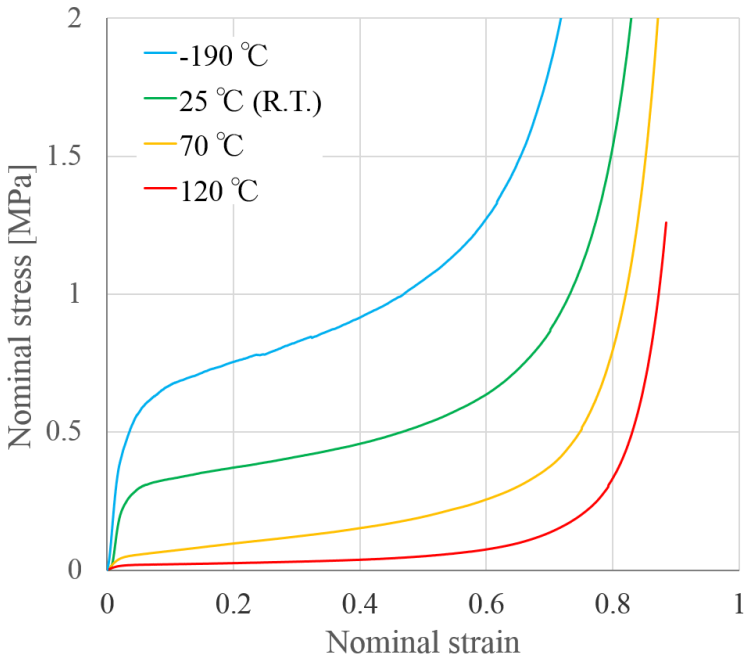
ここで、p_0はセル内のガスの圧力、ρ^*は発泡体の密度、ρ_sは構成材の密度である。式(4.2)から分かるように、流体圧力の変形抵抗への寄与はひずみ速度変化には依存しない形となっていることから、セル内部の流体は、クローズドセル発泡体の圧縮特性のひずみ速度依存性の原因ではないと言える。

また、発泡体の圧縮変形では、構成材料の曲げ変形、座屈により大きな変形が進行する。よって、構成材料そのものの機械的特性が示すひずみ速度依存性が、発泡体の機械的特性にも反映される。一般に高分子材料は粘弾性的な変形挙動を示し、ひずみ速度の増加に伴い塑性変形時の流動応力が増加するものが多い[10), 11)]。ポリ乳酸も例に漏れず、ひずみ速度の増加に伴い流動応力が増加する[12)]。本研究の EPLA で見られるひずみ速度依存性もこの効果が反映されたものだと考えられる。

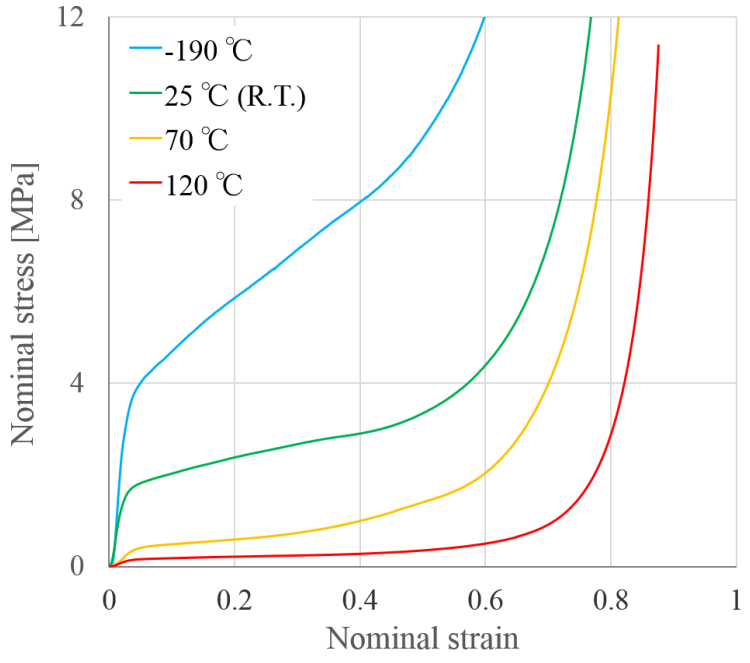
4.3.3　温度依存性

図 4.5 に準静的速度で実施した各温度での圧縮試験より得られた公称応力－公称ひずみ曲線を示す。この図より、EPLA の圧縮特性は、幅広い温度域において顕著な温度依存性を示すことが分かる。特に高温度域では線形弾性領域がほぼ消失しており、非常に低い応力レベルで変形が進行している。また、各温度における応力をより詳細に比較するために、各温度での準静的試験結果よりひずみε = 0.1、0.3、0.5 での流動応力を求め、温度ごとに比較した結果を図 4.6 に示す。この図からも、著しい温度依存性が確認できる。特に、室温以上の温度域ではその影響が著しく、低温域よりも大きな割合で流動応力が低下していることが分かる。

1 章 2 節で述べたように、一般に、高分子発泡材料の機械的特性は温度に対し強い感受性を示すことが知られている[13)]。これは、高分子発泡体の構成材料である高分子の機械的特性が顕著な温度依存性を示すものであり、その効果が高分子発泡体の機械的特性にも表れるためである。EPLA で見られる温度依存性も同様に、発泡体を構成しているポリ乳酸の機械的特性の温度依存性が反映され



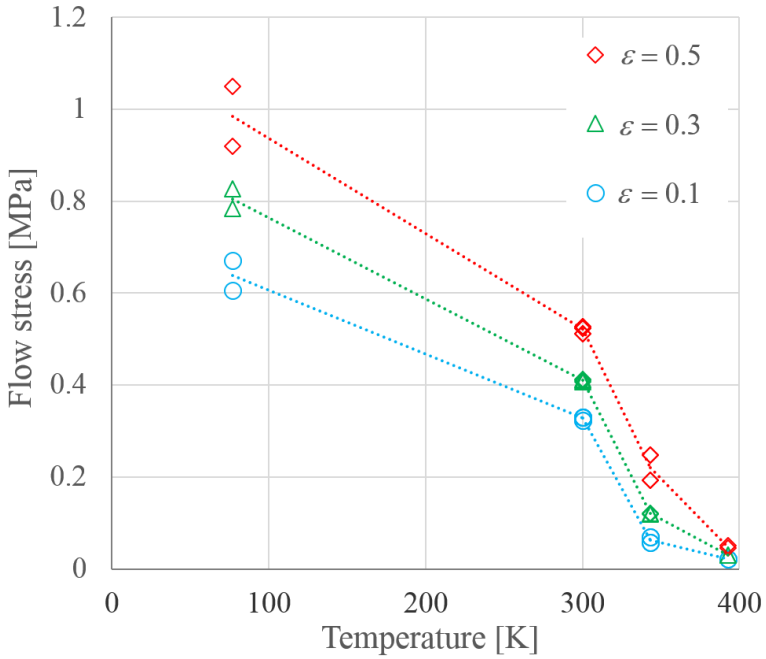
(a)



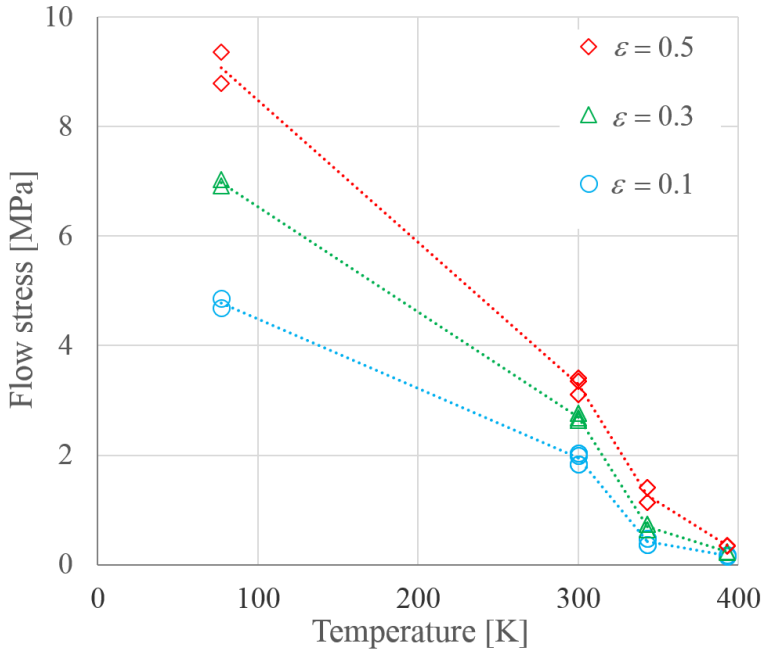
(b)

図 4.5　EPLA の公称応力－公称ひずみ曲線（$\dot{\varepsilon} = 1.1\times10^{-3}\ s^{-1}$）

(a)：EPLA-A　　(b)：EPLA-B



(a)



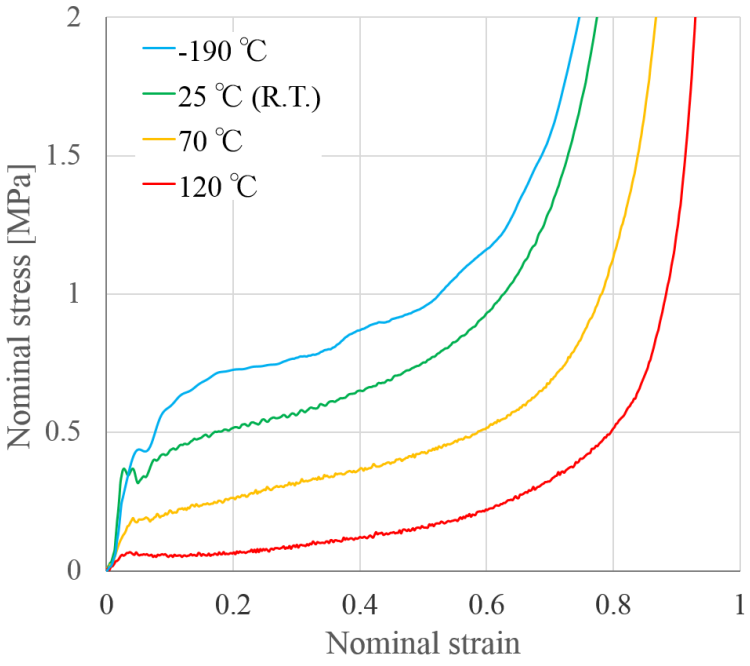
(b)

図 4.6　EPLA の各ひずみにおける流動応力（$\dot{\varepsilon} = 1.1\times10^{-3}\ s^{-1}$）

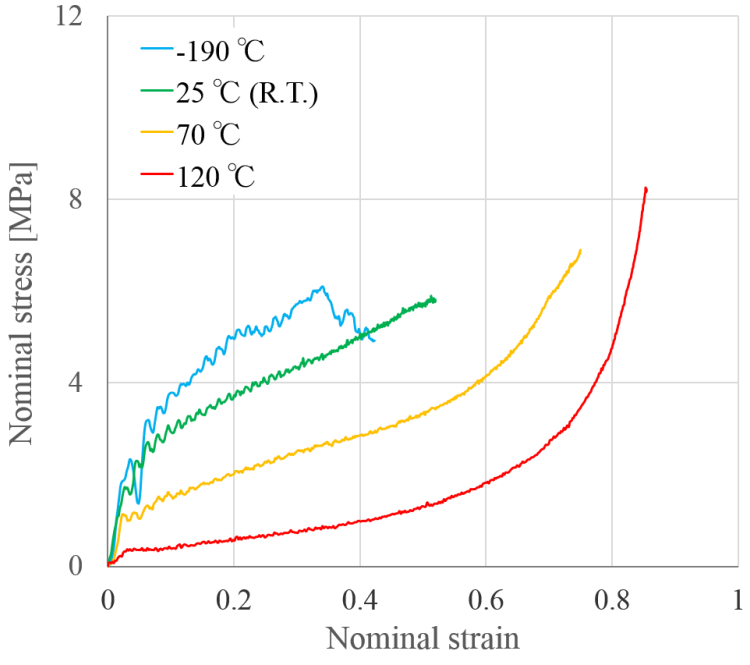
(a)：EPLA-A　　(b)：EPLA-B

たものと考えられる。

また、図 4.7 に衝撃速度で実施した各温度での圧縮試験より得られた公称応力－公称ひずみ曲線を示す。ただし、EPLA-B の衝撃試験結果については、試験機容量の都合上、極低温での最大圧縮ひずみが$\varepsilon \approx 0.35$ 程度となっている。この図より、EPLA の圧縮特性は準静的速度と同様に、衝撃速度においても顕著な温度依存性を示すことが分かる。ただし、準静的速度に比べ、低温域での温度の影響が小さく、低温衝撃圧縮時の流動応力は低温準静的圧縮時よりも小さいことが分かる。これは、衝撃圧縮時に見られる著しい試験片の圧壊が原因であると考えられる。このことをより詳細に確認するために、各温度での準静的試験結果よりひずみ$\varepsilon = 0.1$、0.3、0.5 での流動応力を求め、温度ごとに比較した結果を図 4.8 に示す。この図から、衝撃速度域では低温域においてもほとんど流動応力が増加していないことが分かる。これは、温度低下による応力の増加と、衝撃圧縮による顕著な脆化に伴う試験片の圧壊が重なり合い、その効果を互いに相殺し合った結果であると考えられる。このことは、図 4.9 に示す低温での圧縮試験後の試験片からも確認できる。この傾向は、程度の差はあるもののポリイミド発泡体においても見られ、EPLA においても、ひずみ速度の増加により、極低温における脆化がより顕著になると言える。

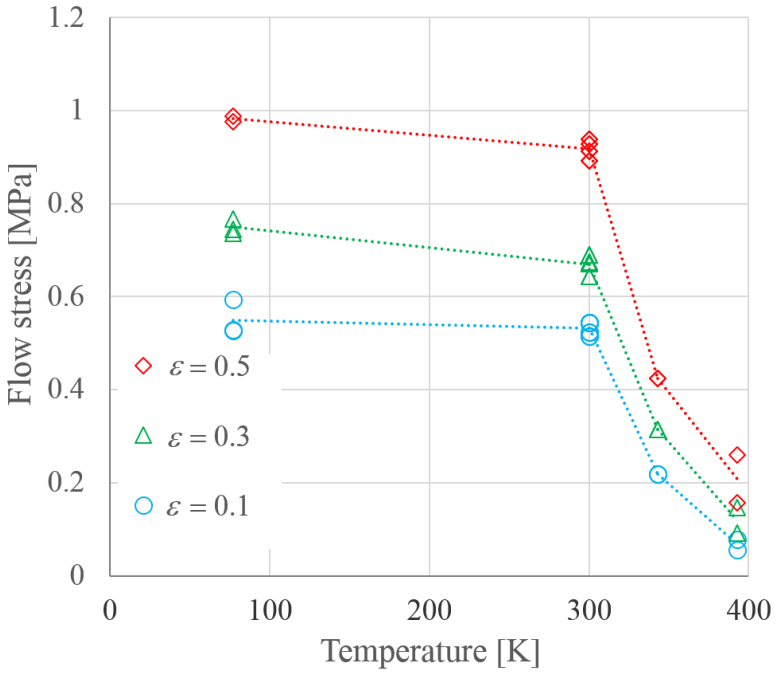


(a)

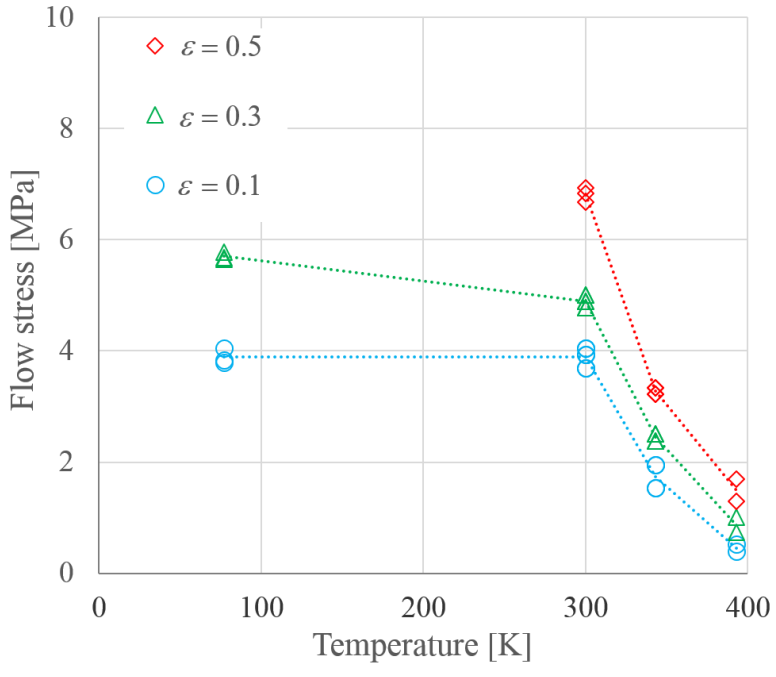


(b)

図 4.7　EPLA の公称応力－公称ひずみ曲線（$\dot{\varepsilon} \approx 4.0\times10^{2}\ s^{-1}$）
(a)：EPLA-A　　(b)：EPLA-B



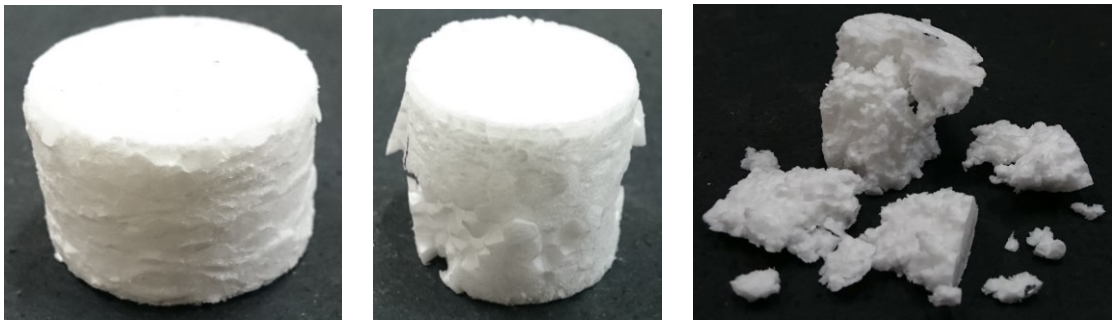
(a)



(b)

図 4.8　EPLA の各ひずみにおける流動応力（$\dot{\varepsilon} \approx 4.0\times10^{2}\ s^{-1}$）

(a)：EPLA-A　　(b)：EPLA-B



(a)　　(b)　　(c)

図 4.9　圧縮試験後の EPLA 試験片

(a)：EPLA-A、室温、準静的

(b)：EPLA-A、-190 ˚C、準静的　(c)：EPLA-A、-190 ˚C、衝撃

4.3.4　圧縮変形挙動を表す構成方程式

3 章 3 節-7 で述べたように、高分子発泡材料の真応力－真ひずみ関係を表す構成式は、工学的観点から見て非常に有用なものである[14), 15)]。本章で対象としている EPLA についても同様に、圧縮時の構成式を考える。ただし、EPLA はポリイミド発泡体と比較し熱に弱く、主に室温環境で利用されるという点を考慮し、温度を一定とし、ひずみ速度を変数とした、より簡略な形式での構成式の提案を目指す。

各試験結果から EPLA の真応力－真ひずみ関係を求めたところ、ポリイミド発泡体と同様に公称応力－公称ひずみ曲線を横に寝かせたような概形となっており、公称応力－公称ひずみ曲線と同様に線形弾性領域、プラトー領域、緻密化領域が見られる。この曲線のうち、線形弾性領域からプラトー領域にかけては初期の傾きが大きく、後半の傾きがなだらかになっていることから$\sqrt{\varepsilon}$の関数で表すことができると考えられる。また、プラトー領域から緻密化領域にかけては、応力がなだらかに増加する領域の後に緻密化開始とともに応力が急激に増加するので、exp(ε)の関数で表すことができると考えられる。さらに、EPLA の圧縮時の流動応力はひずみ速度のべき乗に比例し増加することが分かっている。よって、構成式はひずみ速度のべき乗をパラメータとして含んだ形とした。これらをまとめ、EPLA の圧縮時の真応力－真ひずみ関係を表す構成式として、$\sqrt{\varepsilon}$および、exp(ε)の関数とひずみ速度依存性パラメータを組み合わせた以下のような式を考える。

$$\sigma = \left(\frac{\dot{\varepsilon}_n}{\dot{\varepsilon}_0}\right)^m \left[c_1(1+\sqrt{\varepsilon}) + c_2 \exp(c_3\varepsilon)\right] \tag{4.3}$$

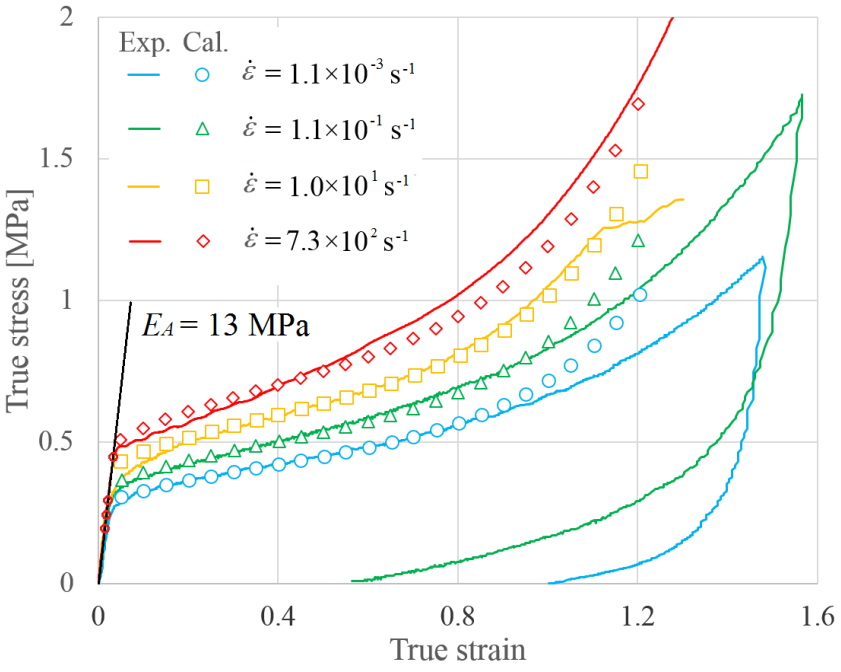
ここで、$\dot{\varepsilon}_0$ は任意の参照ひずみ速度であり、ここでは$\dot{\varepsilon}_0 = 0.001$ とした。構成式を決定するために、図 4.4 からひずみ速度感受性指数 m を求め、式(4.3)の係数 c_1、 c_2、c_3 に数値を代入し、実験値と比較しながらトライ&エラーを繰り返すことで EPLA の圧縮変形を表す構成式を決定した。得られた構成式中の係数 c_1、c_2、c_3、m の値を表 4.1 に示す。また、EPLA-A および-B について、最終的に得られた構成式から算出した真応力－真ひずみ関係と、実験結果から求めた真応力－真ひずみ曲線の比較を図 4.10 に示す。この図より、どちらの材料も$\varepsilon_t \approx 1.0$ までは実験結果とよく一致していると言える。圧縮初期の曲線の傾きから弾性率を求めたところ、それぞれ EPLA-A が $E_A = 13$ MPa，EPLA-B が $E_B = 89$ MPa となった。また、この弾性率と同じ傾きを持つ直線とそれぞれの曲線との交点から真の降伏応力、およびその時の真ひずみを求めたところ、表 4.2 のようになった．それらも図 4.10 に赤い丸印で示した。

表 4.1　構成式中の各定数

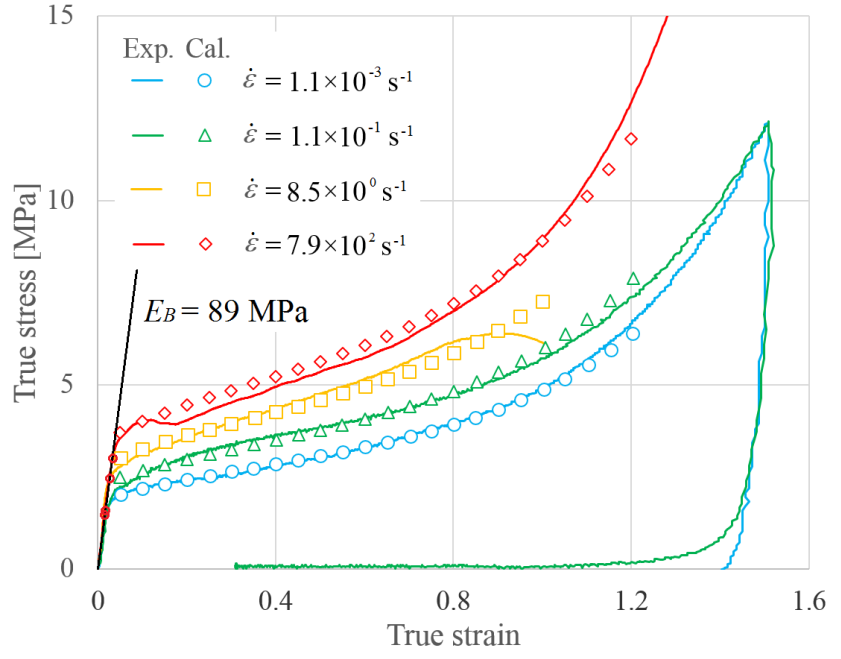
	c_1	c_2	c_3	m
EPLA-A	0.25	0.0041	4.0	0.038
EPLA-B	1.6	0.095	2.9	0.045

表 4.2　EPLA の降伏応力と降伏ひずみ

	EPLA-A		EPLA-B	
Strain rate [s^{-1}]	Yield stress [MPa]	Yield strain	Yield stress [MPa]	Yield strain
Quasi-static ($\dot{\varepsilon} = 1.1\times10^{-3}$ s^{-1})	0.18	0.017	1.4	0.017
Quasi-static ($\dot{\varepsilon} = 1.1\times10^{-1}$ s^{-1})	0.22	0.018	1.4	0.017
Intermediate ($\dot{\varepsilon} = 8.5$〜10 s^{-1})	0.29	0.023	2.5	0.029
Impact ($\dot{\varepsilon} = 7.3$〜7.9×10^{2} s^{-1})	0.46	0.037	3.2	0.036



(a)

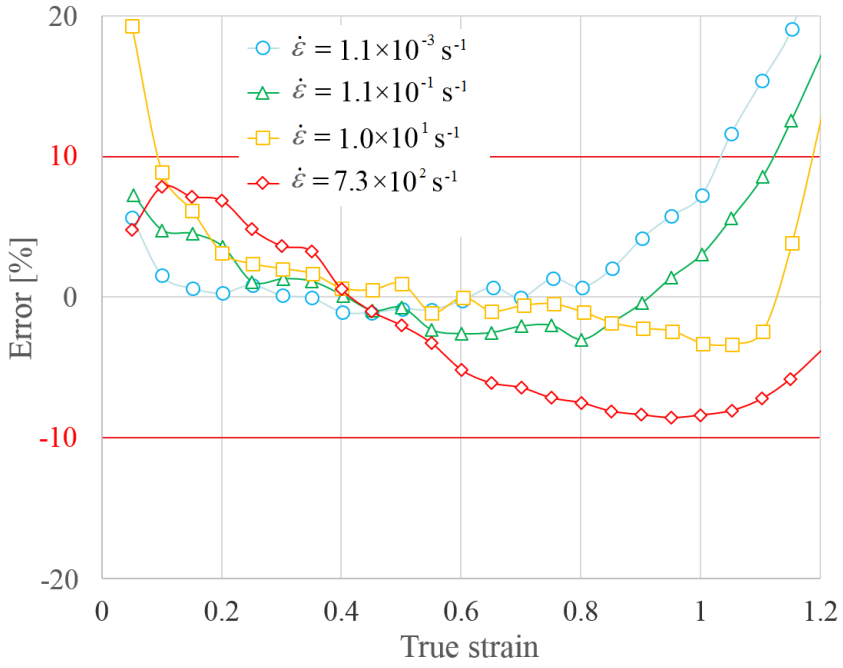


(b)

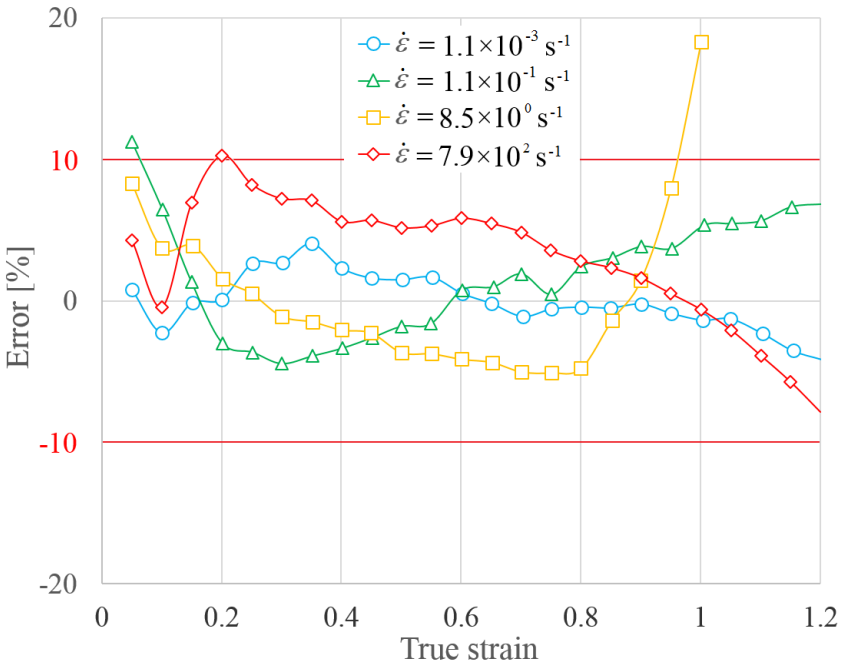
図 4.10　試験結果と構成式から求めた計算値の比較

(a)：EPLA-A　　(b)：EPLA-B

さらに、この構成式の精度を定量的に検討するために、図 4.10 から各ひずみにおける実験値と、構成式から求めた計算値の差を算出し、それらの誤差を求めた結果を図 4.11 に示す。この図より、真ひずみε_t= 0 ~ 1 の範囲において実験値と計算値の誤差が概ね± 10 %以内に抑えられていることが分かる。よって、この構成式は、真ひずみε_t= 0 ~ 1 の範囲において EPLA の圧縮特性を± 10 %程度の誤差範囲で記述した構成式であると言える。なお、ε_t >1 の領域においては誤差が大きくなっているが、これはひずみ速度依存性指数 m をε_t = 0 ~ 1 の範囲で求めたことが要因と考えられる。さらに複雑な式を用いることで、より適用可能範囲の広い構成式を見いだせる可能性はあるが、実用面から考えると単純な形式のものが使いやすいため、式(4.3)の形式で妥当であると考えられる。



(a)



(b)

図 4.11　試験結果と構成式の誤差

(a)：EPLA-A　　(b)：EPLA-B

4.3.5　発泡構造とひずみ速度

広義の「発泡材料」と呼ばれる材料には非常に多くの材料が含まれるが、それらは大別するとオープンセルとクローズドセルに分けられる。オープンセルとは、材料内部の気泡（以下ではセルと呼ぶ）が連結した構造を指す。一方、クローズドセルとは、セル壁により分断された独立したセルを持つ構造を指す。本研究で使用した材料は、ポリイミド発泡体がオープンセル、EPLA がクローズドセルに分類される。これらの材料は、しばしば図 1.3、1.4 のような簡略化したモデルで表される。これらのモデルはオープンセル、クローズドセルを最も簡単な形で表したモデルであり、実際の発泡材料はこのモデルよりも複雑な構造を持った材料がほとんどである。しかし、図 1.3、1.4 のモデルはオープンセル、クローズドセル発泡体の特徴を最低限表すことができており、発泡材料の圧縮、引張変形を議論する際には、多くの場合これらのモデルに基づいた変形様式が適用される[16), 17)]。このようなモデルで表されるオープンセル、クローズドセル発泡体に圧縮、引張変形を与えた際には、その構造の違いから様々な差異が見られる。ここでは、特にひずみ速度に着目し、ひずみ速度の変化がオープンセル、クローズドセル発泡体の圧縮特性に及ぼす影響について考える。

まず、オープンセル発泡体を高ひずみ速度で圧縮させた場合には、1 章 2 節で述べたように、セル内部の流体の粘性流動の仕事により圧縮時の流動応力が増加する[9)]。本研究のポリイミド発泡体に対してもこの効果が表れていると考えられるが、衝撃速度域での流動応力の増分を完全に説明できるほどではない。実際に式(1.13)から、衝撃試験時の応力増加寄与を計算したところ、試験時に見られた応力増分の半分程度の値が算出された。ポリイミド発泡体 A の準静的試験結果に式(1.13)による計算値を加算し、衝撃試験結果と比較した結果を図 4.12 に示す。この結果から、式(1.13)の計算値のみではひずみ速度の増加に伴う流動応力の増加を説明するには不十分であることが分かる。よって、ポリイミド発泡体の衝撃圧縮時には、流体（この場合では空気）の排出による応力増加のみでは説明ができない。

ここで、別の要因について考える。今、式(1.13)で計算される空気の排出による応力増加は、セル内部の空気がスムーズに流動し、材料外部へ排出されるという前提の下で成立している。しかし、ポリイミド発泡体はオープンセルに分類されるものの複雑な微細構造を有しており、衝撃試験のような非常に高速度での圧縮変形を与えた場合には、セル内部の空気が排出されるための十分な時間がないと考えられる。そのため、クローズドセル発泡体のようにセル内部の空気の圧縮による圧力増加が生じたということも考えられる[18)]。ポリイミド発泡

体の衝撃試験に対し、式(1.18) を用いて応力増分を計算し、準静的の結果に加算した結果を図 4.13 に示す。この結果から、クローズドセルのような挙動で変形が進行したと仮定する場合でも、ひずみ速度増加による流動応力の増加は、実験値に満たず、これらの理論のみでは説明ができない。よって、微細構造の局所的な部分で公称ひずみ速度よりもさらに大きなひずみ速度での変形が生じているなどといった、複雑な構造ゆえの別の現象が生じていると考えられ、更なる検討が必要である。このように、オープンセル構造を持つ発泡材料において、ひずみ速度が圧縮特性に及ぼす効果については非常に複雑な議論が必要となる。

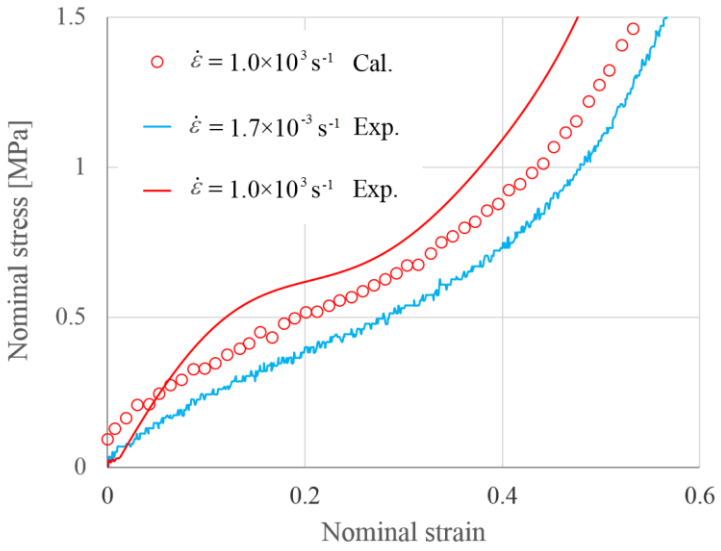


図 4.12　準静的試験結果に式(1.13)の計算値を加算した結果

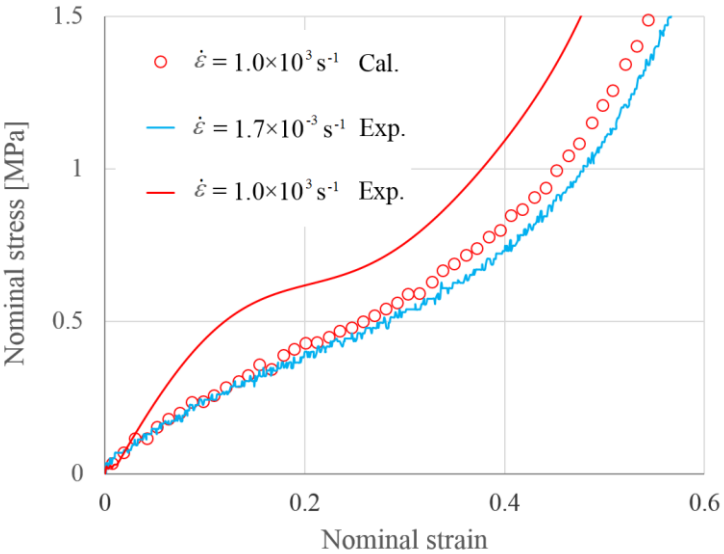


図 4.13　準静的試験結果に式(1.18)の計算値を加算した結果

続いて、クローズドセル構造を有する EPLA について考える。図 4.4 でも示したように、EPLA の流動応力はひずみ速度のべき乗に比例して増加していく。しかし、セル内部の空気の影響については、式(1.18)で示したように、クローズドセル発泡体におけるセル内部の流体の影響による応力増分は、ひずみ速度に依存せず一定である。しかし、クローズドセル発泡体を圧縮した際には、圧縮初期ではセルの曲げ、座屈、セル壁の伸長により変形が進行するが、変形が進行するとセル壁の破壊が起こり、セル内部の流体が材料外部へ排出される。この時、式(1.13)で示したような流体の排出に伴う圧縮応力の増加が生じるということも考えられる。しかし、複雑な構造を持つクローズドセル発泡体において、どのセル壁が破壊され、どこから流体の排出が起こっているかなどを推定することは困難であり、オープンセルにおける流体排出のような効果を一概に表すことはできない。このように、オープンセル、クローズドセルそれぞれにおいて個別の議論がなされているが、材料の微細構造、試験条件によっては、オープンセル、クローズドセルという垣根を超えた現象を考慮に入れた議論が必要となる。

4.4 結言

EPLA に対する圧縮試験と、その結果をもとにした考察より、以下に示す結論を得た。

1. EPLA の圧縮特性は、幅広いひずみ速度域でひずみ速度依存性を示し、ひずみ速度のべき乗に比例して、流動応力が増加する。

2. EPLA の圧縮特性は、幅広い温度域で温度依存性を示し、温度の増加に伴い流動応力が低下する。特に高温度域ではその影響が顕著になり、室温以上の温度域では著しい応力の低下が生じる。

3. EPLA は、液体窒素温度付近の極低温では脆性的な変形挙動を示し、圧壊を生じる。また、この圧壊による影響と温度低下による強度増加が重なり合い、結果として、極低温でも室温と同程度の公称応力を示す。

4. 平方根と指数関数を用いた構成方程式を定義することで、EPLA の圧縮時の応力－ひずみ関係を誤差 ± 10 % 以内で表すことができる。

第 4 章　参考文献

1) 間瀬清芝：日本ゴム協会誌, 81 (2008) , 383-387.
2) 堀川敬太郎：軽金属, 60 (2010) , 542-547.
3) 梶川義明：まてりあ, 30 (2000) , 25-30.
4) 永井大介，落合文吾，遠藤剛：高分子論文集, 62 (2005) , 158-166.
5) 中杉修身：廃棄物学会誌, 13 (2002) , 79-80.
6) 岩波照夫：開発工学, 11 (1992) , 26-35.
7) R. Hagen and U. Inventa：Polymer Science: A Comprehensive Reference, 10 (2012) , 231-236.
8) Y. Ema, M. Ikeya and M. Okamoto：Polymer, 47 (2006) , 5350-5359.
9) Gibson, A. and Ashby, M., CELLULAR SOLIDS : Structure & Properties, (1999).
10) R. Bouix, P. Viot, and J.L. Lataillade：International Journal of Impact Engineering, 36 (2009) , 329-342.
11) J.W. Tedesco, C.A. Ross and S.T. Kuennen : Journal of Sound and Vibration, 165 (1993) , 376-384.
12) 田中皓一，西田政弘，川瀬康幸：日本機械学会論文集(A 編), 71 (2005) , 844-851.
13) 足立廣正，長谷川照夫：日本複合材料学会誌, 32 (2006) , 32-38.
14) S. Ouellet, D. Cronin and M. Worswick：Polymer Testing, 25 (2006) , 731-743.
15) 吉本 明史，小林 秀敏，堀川 敬太郎，谷垣 健一，野崎 兼介：日本機械学会論文集，81 (2015) , 14-00343.
16) P. Viot, R. Bouix, I. Iordanoff and J.L. Lataillade：Composite Structures, 92 (2010) , 585-592.
17) X. Badiche, S. Forest, T. Guibert, Y. Bienvenu, J.D. Bartout, P. Ienny, M. Croset and H. Bernet：Materials Science and Engineering, A289 (2000) , 276-288.
18) L. Sorrentino, M. Aurilia and S. Iannace：Polymer Testing, 26 (2007) , 878-885.

第 5 章　打撃棒型衝撃圧縮試験装置における荷重応答の振動の発生要因の解明

5.1　緒言

これまで、金属材料、高分子材料も含め、様々な材料に対し、その機械的特性に関する研究が進められてきた[1)-3)]。そして、多くの材料の機械的特性は、それぞれ固有のひずみ速度依存性を有しており、衝撃負荷時には準静的速度で負荷を与えた場合と異なる応答を示すことが知られている[4),5)]。そのため、衝撃緩衝材などへの適用が見込まれる高分子発泡材料などでは、衝撃試験を行い、その材料の機械的特性のひずみ速度依存性を明らかにすることが重要である。材料に対する衝撃試験には、スプリット・ホプキンソン棒衝撃試験装置（Split Hopkinson Pressure Bar　以下、SHPB と記述）が広く利用されている[6),7)]。2 章 3 節で述べたように、SHPB は試験装置が長大化しやすいという特徴がある。

これらの問題に対する解決案として、SHPB に代わる衝撃試験装置として微小検知部を持つ応力棒を用いた打撃棒型衝撃圧縮試験装置がある[8)]。これは、SHPB よりも小型の装置で材料に大変形を与える衝撃圧縮試験が可能となるが、高速で打撃棒を衝突させることで荷重応答が振動するという特徴がある[9)]。この荷重応答中の振動を除去するために、データ処理の際に計測された荷重応答を移動平均化し、振動を均すといった方法もある[10)]。しかし、データ処理を行うことで本来得られるべき応答が損なわれるという懸念があるため、このようなデータ処理を施す必要のない試験結果を得る方法を確立することが理想的である。そのためには、まずは荷重応答の振動の原因を特定し、それに合わせた対策を講じる必要がある。

本研究でポリイミド発泡体、ポリ乳酸発泡体に対して使用した打撃棒型衝撃圧縮試験装置においても、荷重応答に周期的な振動が確認された。そこで本章では、実際に衝撃試験に使用した打撃棒型衝撃圧縮試験装置をモデル化し、動的有限要素解析コード LS-DYNA による数値シミュレーションを用い、荷重応答に見られる振動の発生要因を解明することを目的とする。

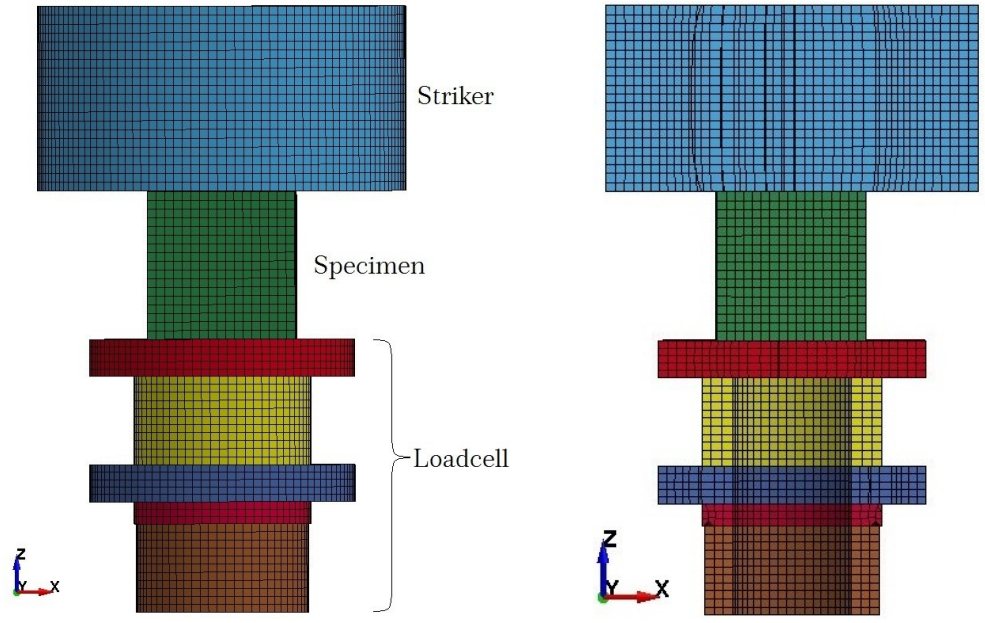
5.2　数値解析モデルと解析条件

5.2.1　衝撃圧縮試験モデル

衝撃圧縮試験時に見られる荷重応答の振動について考察するために、まずは試験装置と同じ材質、寸法の試験装置をモデル化する必要がある。そこで、本研究で使用した打撃棒型衝撃圧縮試験装置を数値解析上で再現するために図 5.1 に示すモデルを作製した。これは、微小検知部を持つロードセルの上に高分子発泡体試験片を設置し、加速した打撃棒を衝突させるというモデルであり、メッシュサイズは一辺 1.2 mm の立方体とした。なお、ここでは圧縮方向を *z* 軸方向と定義している。このモデルは、大きく分けると、ロードセル、試験片、打撃棒の三つの要素で構成されている。

まず、衝撃圧縮試験に使用したロードセルを再現するために、以下に示すセクションを結合させたモデルを作成した。

・試験片設置部（直径 36 mm、高さ 5 mm の円盤）
・荷重検知部（外径 24 mm、内径 16 mm、高さ 12 mm の円筒）
・レンチ掛け部（外径 36 mm、内径 16 mm、高さ 5 mm の円筒）
・円筒部（外径 24 mm、内径 16 mm、高さ 3 mm の円筒）
・ねじ部（外径 23.35mm、内径 16 mm、高さ 12 mm の円筒）



(a)　　(b)

図 5.1　衝撃圧縮試験モデル　　(a)：外観図　(b)：断面図

ここで、ねじ部の外径は M24 のねじの有効径である 23.35 mm としている。材質はすべて試験装置と同じジュラルミン製である。以下では、これら五つのセクションの集まりをロードセルとして扱うこととする。

試験片は、一辺 20 mm の立方体型とし、材質にはクローズドセル型高分子発泡体モデルを用いた。典型的な高分子発泡体の衝撃圧縮試験時の応答を出力させるために、試験片には 4 章で述べたポリ乳酸発泡体の材料モデルを入力することとした。発泡倍率 20 倍のポリ乳酸発泡体（EPLA-A）の真応力－真ひずみ関係を真ひずみ 4 %刻みで$\varepsilon_t = 0.6$ までプロットしたものを図 5.2 に示す。この構成関係、および密度、ヤング率を試験片の材料データとして採用した。この材料データを入力し、数値解析により求めた衝撃圧縮時の試験片の公称応力－公称ひずみ曲線と、実際の衝撃圧縮試験より得られたポリ乳酸発泡体の公称応力－公称ひずみ曲線を図 5.3 に示す。この図より、解析結果、試験結果どちらも荷重応答に振動が見られ、同様の応力－ひずみ関係を示していることが分かる。なお、公称ひずみ$\varepsilon_n > 0.6$ 以上の領域においては、解析結果が試験結果よりも低い応力レベルで変形が進行し、二つの結果に差異が見られるが、これは入力した試験片の構成関係が$\varepsilon_t < 0.6$ の範囲に限られているためだと考えられる。本章では衝撃圧縮試験における荷重応答の振動を議論の対象としているため、以下ではこの材料データでポリ乳酸発泡体の圧縮変形挙動における負荷重の変動を検討することとした。

打撃棒は、室温での衝撃圧縮試験に使用した打撃棒の衝突部を模したモデルとし、SUS304 製の直径 50 mm、高さ 25 mm の円柱とした。モデル上では、こ

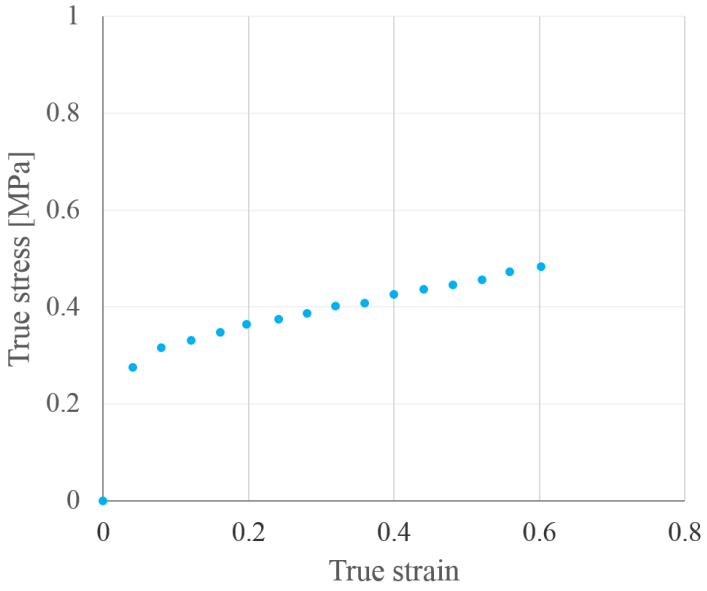


図 5.2　EPLA-A の真応力－真ひずみ関係

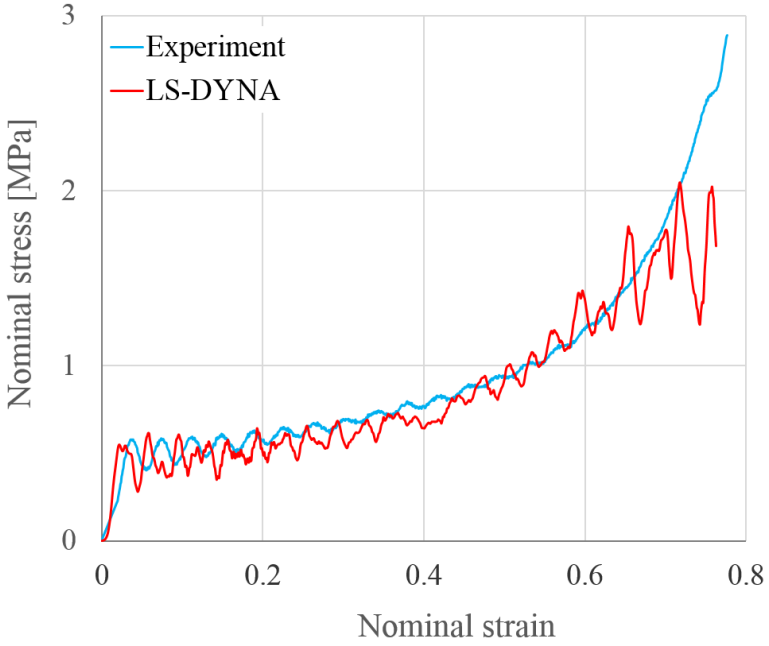


図 5.3　衝撃圧縮試験、数値解析より得られた
EPLA-A の公称応力－公称ひずみ曲線

の打撃棒を試験片上端より 0.1 mm 距離をあけた位置に配置し、打撃棒に初速を与えることで試験片を衝撃圧縮することとした。

5.2.2　解析条件

続いて、図 5.1 のモデルで数値解析を行う上での解析条件を決定する。応力波伝播のような、時々刻々と状態が変化する動的な挙動を時間履歴で解析する場合、満たすべき必要条件としてクーラン条件というものがある。これは、「時間増分 Δt が、隣り合う格子に情報が伝達する時間よりも小さくなければならない」というものである。よって、メッシュサイズ Δx を小さくすると、それに応じて時間増分 Δt の上限値も減少することとなる。今、衝撃圧縮試験を想定した解析モデルでは、材料中の応力波伝播速度 C が情報の伝達速度に相当する。よって、メッシュサイズ Δx 、時間増分 Δt 、応力波伝播速度 C が以下の式を満足する必要がある。

$$\Delta t < \frac{\Delta x}{C} \tag{5.1}$$

先に述べたように、メッシュサイズは一辺 1.2 mm なので、$\Delta x = 1.2$ mm である。また、材料中の応力波伝播速度 C は以下の式で求められる。

$$C = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \tag{5.2}$$

ここで、E は材料のヤング率、ρ は材料の密度である。ここでは、材質として試験装置と同じジュラルミンを用いているので、ヤング率 E = 69 GPa、密度ρ = 2.79×10^3 kg/cm^3 である。よって、応力波伝播速度が $C \approx 5.0\times10^3$ m/s となる。これらの値から、時間増分 Δt の上限を求めると $\Delta t < 0.24$ μs となる。よって、ここでは時間増分を $\Delta t = 0.2$ μs とした。

打撃棒の初速は、実際の衝撃圧縮試験と同程度の $V = 20$ m/s とし、時刻 $t = 1$ ms で計算を終了するよう条件を定めた。打撃棒－試験片間、および試験片－ロードセル間は摩擦なしの接触とし、ロードセルのねじ部に変位を固定する拘束条件を与え、試験装置の位置を固定することとした。

解析結果から実際の衝撃圧縮試験に近い形の荷重－時間曲線を得るために、荷重検知部の外径表面 4 ヶ所（試験片設置部から 6 mm の位置で、90° 間隔に 4 点選定）での応力－時間曲線を出力とした。そして、それらの出力を平均化し、荷重検知部の断面積を乗ずることで数値解析上での荷重－時間曲線を求めた。このようにして荷重－時間曲線を決定した理由は、実際の衝撃圧縮試験装置では荷重検知部のわずかな曲げの影響をキャンセルするために、荷重検知部に 90° 間隔で 4 枚のひずみゲージを貼り、そこから得られる出力を荷重応答としているためである。

5.2.3　高速フーリエ変換

図 5.4 に衝撃圧縮試験において荷重検知部で計測した荷重－時間曲線の一例、およびその曲線の線形弾性領域以後を 4 次関数で近似した曲線を示す。なお、ここでは圧縮荷重を正としており、以下の荷重－時間曲線についてもすべて同様である。この結果から衝撃圧縮試験時の荷重出力に一定周期の振動が発生していることが分かる。図 5.3 でも示したように、LS-DYNA を用いた数値解析結果においても同様の振動が確認された。しかし、このグラフからでは振動の周波数や振幅など定量的に表すことはできず、その発生要因を突き止めることもできない。そこで、得られた荷重－時間曲線に高速フーリエ変換（Fast Fourier

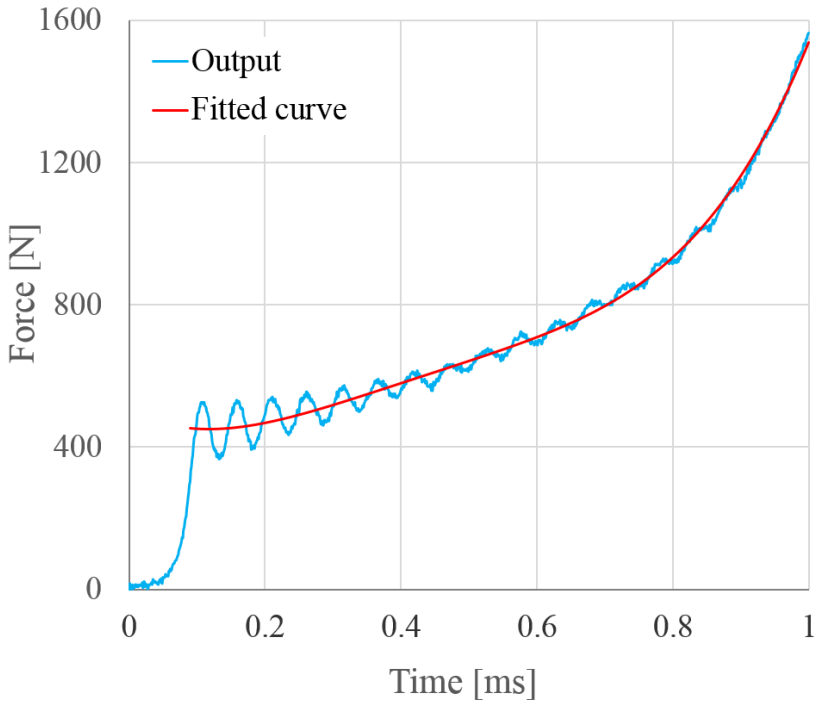


図 5.4　衝撃圧縮試験より得られた荷重－時間曲線と近似曲線

Transform　以下、FFT と記述）をかけることで、振動の周波数成分を抽出し、その結果をベースに議論を進めることとする。

以下の手順を踏むことで、試験結果、および解析結果から荷重応答中に発生している振動の周波数成分を抽出する。まず、得られた荷重－時間曲線の線形弾性領域以後を 4 次関数で近似した曲線（図 5.4 中、赤の曲線）を求める。次に、振動の混ざった荷重－時間曲線から、求めた近似曲線を差し引く。こうして、試験片由来の荷重応答を消去し、試験装置由来の振動のみを取り出したものを図 5.5 に示す。続いて、図 5.5 に示した振動成分に FFT をかけ、振動の周波数成分を抽出する。FFT により図 5.5 の荷重－時間曲線の周波数成分を抽出した結果を図 5.6 に示す。このグラフの横軸は周波数を表し、縦軸はその周波数の振動の強度を表している。この結果から、図 5.4 に示した荷重－時間曲線には周波数 19 kHz の顕著な振動が発生していることが分かる。この他の衝撃試験結果についても同様に周波数成分の抽出を行ったところ、一貫して 18～22 kHz の振動が発生していることが分かった。以下では、様々な条件で行った数値解析結果より得られた荷重－時間曲線から振動の周波数成分を抽出し、その結果をもとに振動の発生要因の解明を目指す。

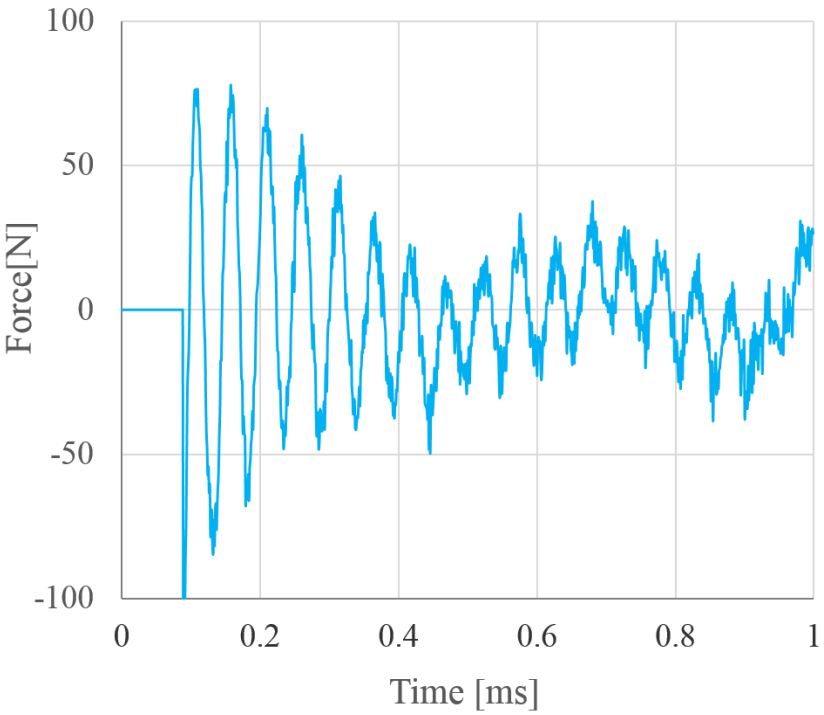


図 5.5　荷重－時間曲線中の振動成分

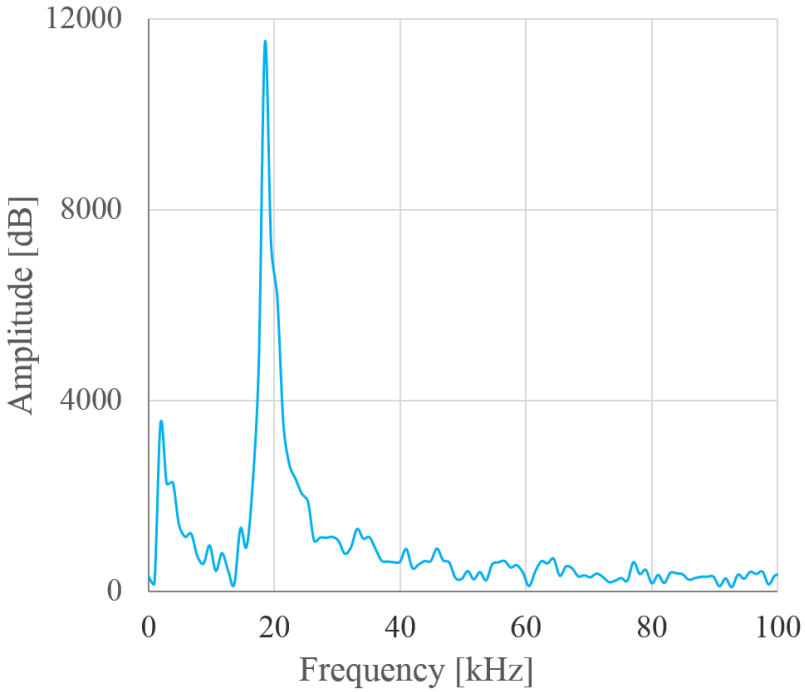


図 5.6　荷重－時間曲線から抽出した周波数成分

5.3　解析結果、および考察

5.3.1　荷重検知部の曲げの影響

本研究で用いたロードセルを使用し衝撃圧縮試験を行う際には、円盤状の試験片設置部の全体に等しく荷重がかかるのではなく、試験片が接している領域に荷重が集中する。特に、断面積の小さな試験片ではロードセル中心部にのみ大きな荷重が発生し、試験片設置部の中心が窪むような曲げ変形が生じると考えられる。試験片設置部に曲げ変形が発生すると、当然その下の荷重検知部にも曲げ変形が発生し、樽型に変形することが懸念される。この時、小さな荷重を精度よく計測するために断面積の小さな荷重検知部を採用している場合、断面積の小ささゆえに曲げ剛性が小さく、樽型変形による曲げの効果が表れやすいと考えられる。荷重検知部で曲げ変形が発生した場合、ひずみゲージを貼り付けた外周表面は引張の応力が発生するため、曲げ変形が周期的に発生するのであれば、荷重応答が振動するということも考えられる。

そこで、曲げ変形が荷重応答の振動に影響を及ぼすのかを明らかにするために、衝撃圧縮時のロードセル荷重検知部の外周表面のσ_zに断面積を乗じて推定した荷重と、内周表面のσ_zから推定した荷重の時間履歴を比較した結果を図 5.7

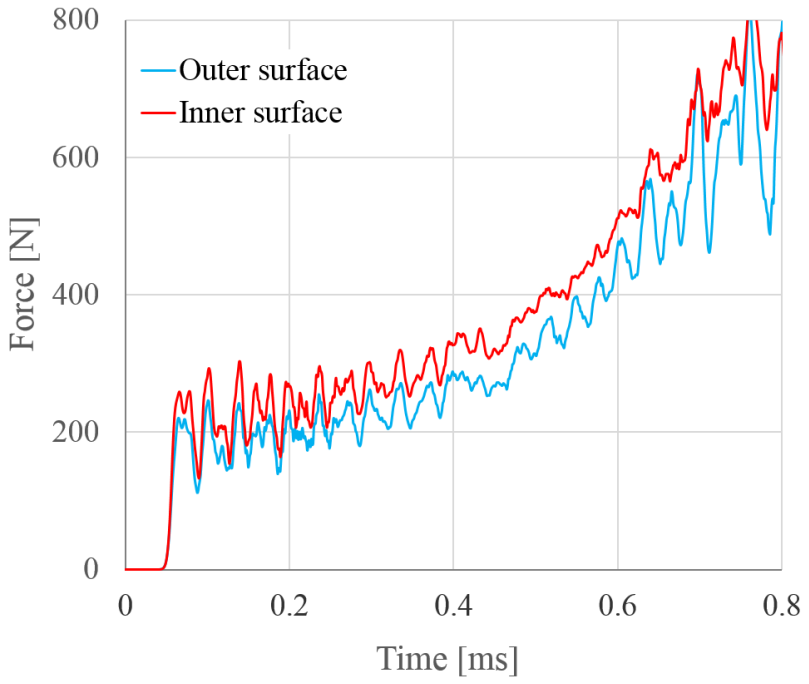


図 5.7　荷重検知部の外周側表面と内周側表面における荷重－時間曲線

に示す。この図より、内周表面の圧縮応力が外周表面の圧縮応力より大きいことから、薄肉円筒部が樽型変形していると考えられる。ただ、これらの荷重応答にはどちらも振動が発生しており、その周期が一致していることから、検知部は一定の樽型の曲げ変形を維持したまま *z* 軸方向に圧縮され、曲げ変形とは別の要因により振動が発生していると考えられる。よって、本研究で使用したロードセルにおいては、検知部の曲げ変形は荷重応答の振動に影響を及ぼさないと言える。

5.3.2　試験片の有無、打撃棒形状の影響

荷重応答に発生する振動が試験片、および打撃棒の影響を受けるのかを明らかにするために、図 5.8 に示すモデルにて同様に検知部における荷重－時間曲線を求めた。これは図 5.1 のモデルと異なり、試験片を設置しておらず、打撃棒を直接ロードセル試験片設置部に衝突させるモデルとなっている。また、打撃棒形状の影響を同時に検証するために形状を直径 36 mm、高さ 1 mm とした。図 5.8 のモデルより得られた荷重－時間曲線を図 5.9 に赤の実線で示す。この図より、荷重応答に顕著な振動が発生していることが分かる。また、図 5.3、および図 5.9 の荷重－時間曲線から、FFT により抽出した周波数ピークを図 5.10 に示す。なお、2 つのグラフのピーク値の大きさにかなりの差があるため、ピーク値を 1 として振動強度を正規化したグラフを図 5.11 に併せて示している。これらのグラフより、試験片なしの場合では振動強度のピーク値が非常に大きく、図 5.9 からも極めて振幅の大きな振動が発生していることが分かる。これは、打撃

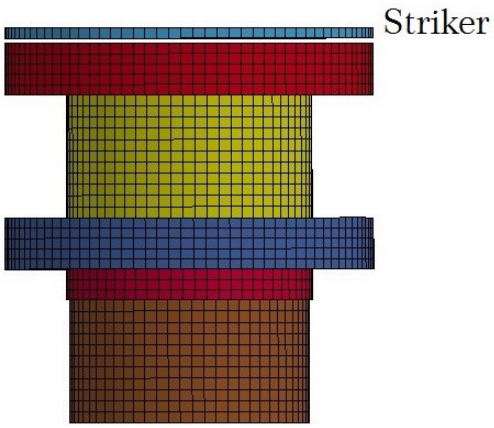


図 5.8　試験片を設置しない衝撃圧縮試験モデル

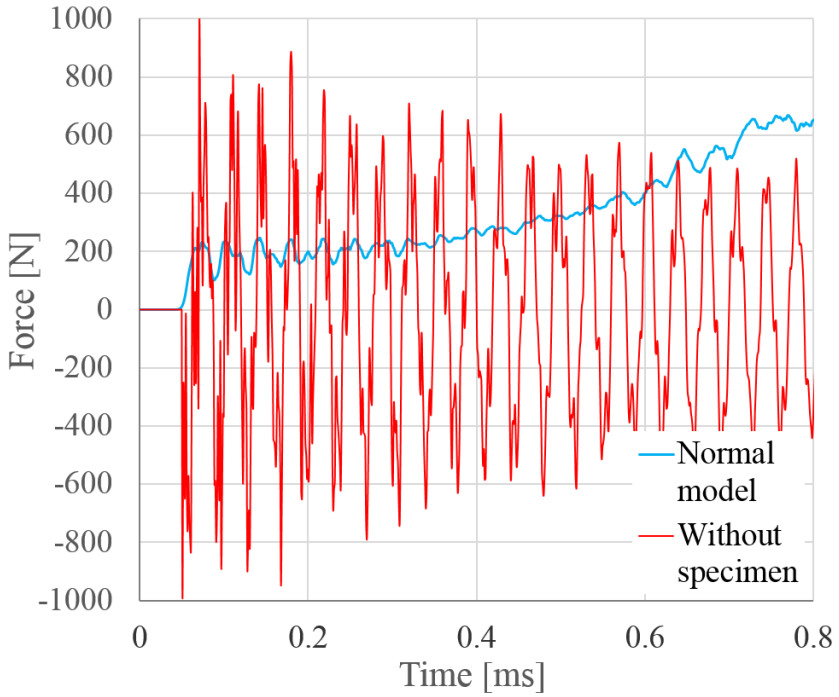


図 5.9　試験片がない場合の荷重－時間曲線

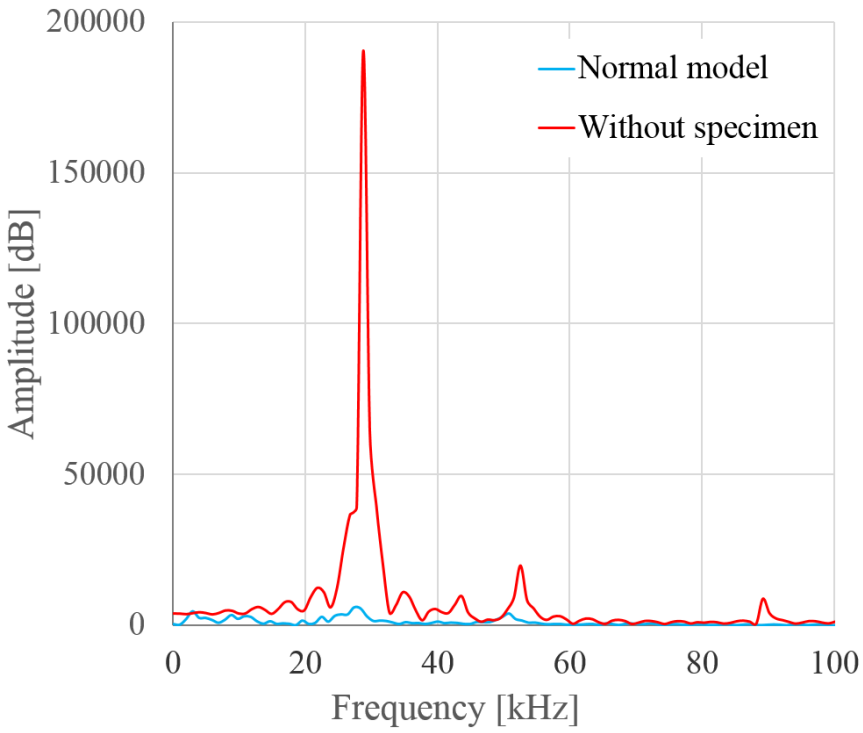


図 5.10　試験片がない場合の荷重応答の周波数成分

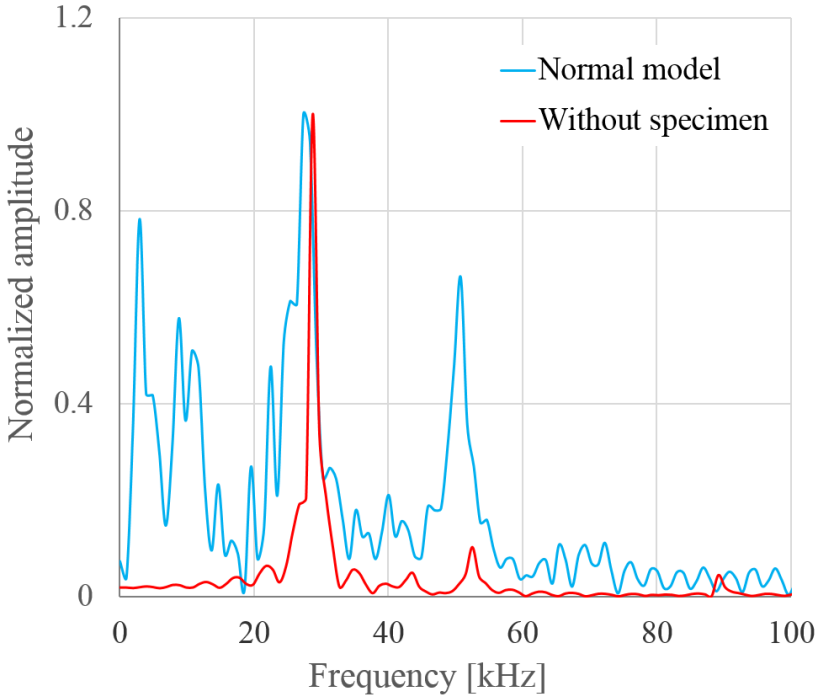


図 5.11　図 5.10 の振動強度を正規化した周波数成分

棒を発泡体試験片ではなくロードセルに直接衝突させたことが原因である。しかし、これらを正規化した図 5.11 のグラフで比べると、試験片あり、なしの二つのモデルで発生した振動がほぼ同じ周波数の振動であり、試験片の有無、および打撃棒の形状は、荷重応答に発生する振動の振幅には影響を及ぼすが、周波数には影響を及ぼさないと言える。このことから、試験片の有無と打撃棒の形状は、荷重応答に発生する振動の要因ではないと考えられる。

5.3.3　レンチ掛け用つかみ部の影響

本研究で衝撃圧縮試験に使用したロードセルは、試験装置への取り付けの都合上、荷重検知部とねじ部の間にレンチ掛け用のつかみ部を設けている。このつかみ部の有無が、荷重応答に発生する振動に影響を及ぼし得るのかを明らかにするために、図 5.12 に示すつかみ部なしのモデルを作成し、同様の解析を行った。つかみ部の影響のみを比較するために、試験片設置部－ねじ部間の長さ l (= 20 mm)は変化させていない。このモデルにおける荷重－時間曲線から FFT により周波数成分を抽出し、つかみ部があるモデルの結果と比較したものを図 5.13

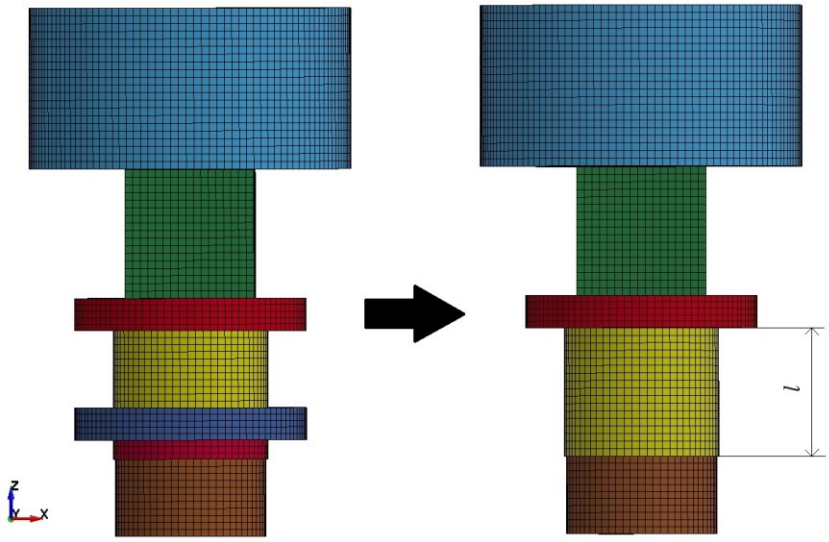


図 5.12　ロードセルのつかみ部を排したモデル

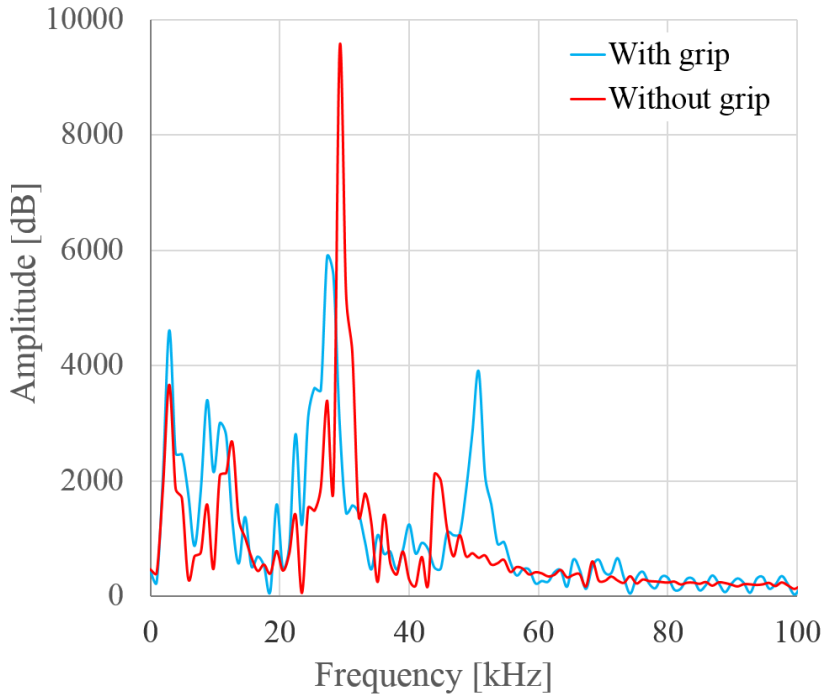


図 5.13　つかみ部を排したモデルの荷重応答に見られる振動の周波数成分

に示す。この図より、つかみ部がない場合では振幅の大きな単一の振動が発生しているのに対し、つかみ部がある場合は振幅の小さな二つの振動が発生しているが、その周波数は、つかみ部がない場合の振動とのそれと 概ね一致している。これは、つかみ部がない場合では試験片設置部－ねじ部間で単一の振動が発生していたのに対し、つかみ部を設けることで断面積が急変する領域が生ま

れ、結果として試験片設置部－つかみ部間で発生する振動、および試験片設置部－ねじ部間で発生する振動の二種類の振動が発生したためだと考えられる。よって、本研究のロードセルのつかみ部のように、検知部に断面積の変化する領域を設けた場合、発生する振動の種類が増え、その振幅は小さくなると考えられる。

5.3.4　荷重検知部の長さ、拘束条件の影響

ここまで、試験片の有無、打撃棒の形状、つかみ部の有無が荷重応答の振動に及ぼす影響について検討を行ったが、解析から得られた荷重応答には一貫して 30 kHz 前後の強い振動が発生している。解析結果の荷重応答において発生したこれらの振動は、振幅の強弱はあるもののすべて同一の要因で発生したものであり、それは試験片設置部より下部の形状、拘束条件のみによって決定されると考えられる。よって、このことを確認するために、まずは荷重検知部の長さを変化させたモデルで解析を行った。なお、以下では簡略化のために図 5.1 のつかみ部以下を省略した図 5.14 のモデルを元に議論を進めることとする。
図 5.14 に示すモデルにおいて、荷重検知部の長さ l が 20、12 mm である二つのモデルを作製した。これらのモデルはねじ部を排しているので、検知部の底面に変位固定の拘束条件を与えた。これらのモデルで得られた荷重応答と、応答中の振動の周波数成分を図 5.15、5.16 に示す。この結果から、検知部の長さ l

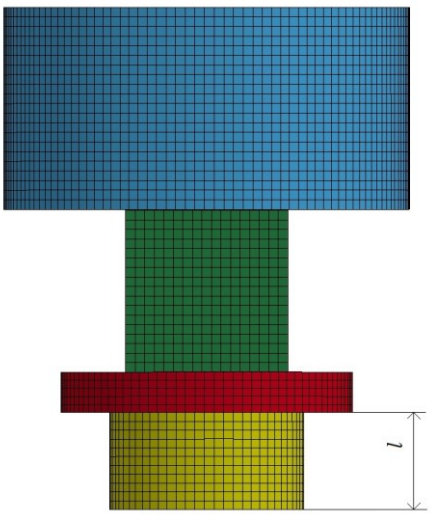


図 5.14　つかみ部、ねじ部を排した衝撃圧縮試験装置モデル

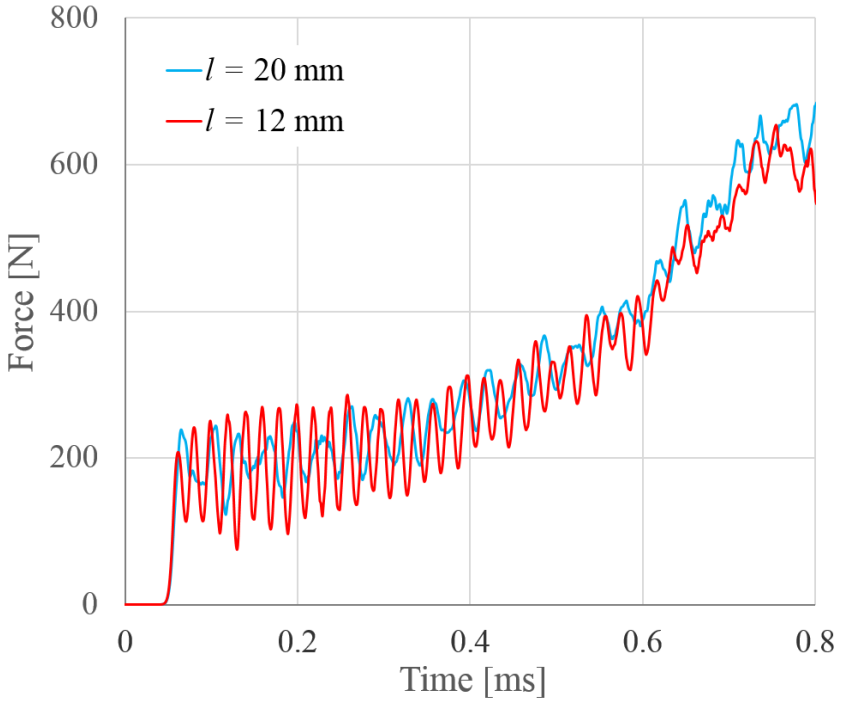


図 5.15　検知部長さ l を変化させた時の荷重ー時間曲線

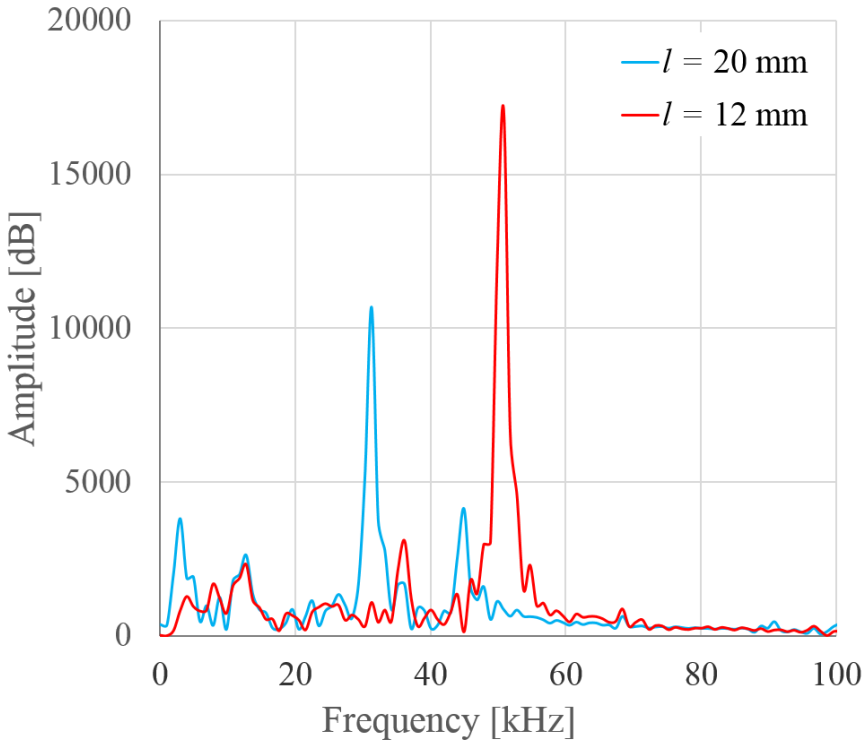


図 5.16　検知部長さ l を変化させた時の周波数成分

を変化させることで、発生する振動の周波数も変化するということが確認でき、発生した振動の周波数はそれぞれ $l = 20$ mm で 31 kHz、$l = 12$ mm で 50 kHz となった。このことから、衝撃圧縮試験時に発生する振動は荷重検知部の長さに強く依存し、検知部が長くなるほど発生する振動の周波数が小さくなり、検知部長さの比 5:3 が周波数の比 3:5 の逆比で表されることが分かる。よって、これまでの結果をまとめると、荷重応答に見られる振動は、試験片設置部より下の荷重検知部の縦振動により発生したと考えられる。さらに、$l = 20$ mm のモデルで発生した振動の周波数が、図 5.1 のねじ部側面の変位を拘束した場合の振動の周波数 30 kHz とほぼ一致している。すなわち、ねじ部の側面を拘束した場合と、ねじ部を排し検知部底面を拘束した場合では同じ振動が発生すると考えられる。これらのことから、ねじ部側面の変位を拘束した場合は、ねじ部の長さは振動に影響を及ぼさず、検知部の長さのみで振動の周波数が決定されると言える。しかし、ねじ部側面を拘束した場合に発生した振動の周波数 30 kHz は、実際の衝撃試験で発生した振動の周波数 19 kHz と一致しない。つまり、衝撃試験時には数値解析上の衝撃圧縮試験とは別の現象が生じ、異なる振動が発生していることになる。

次に、実際の衝撃試験で見られた 19 kHz の振動が、どのような条件の下で発生したものなのかを考える。先に述べたように、より小さい周波数の振動が発生しているということは、より長い荷重検知部を持った構造であることと等しい。しかし、作成した数値解析モデルは試験装置のロードセルに合わせたものであるため、形状には問題は見当たらない。そこで、ねじ部側面の変位を拘束するという拘束条件を見直し、図 5.12 のねじ部底面の変位を拘束したモデルを作成し（図 5.17 参照）、同様の解析を行った。図 5.18 にねじ部の側面を拘束した場合と、ねじ部の底面を拘束した場合の振動の周波数成分を示す。この図より、同じ形状を持ったロードセルにおいても、拘束条件を変えることで発生する振動の周波数が変化し、底面を拘束した場合では実際の試験装置で発生した振動に近い 23 kHz の程度の振動が発生していることが分かる。これは、側面を拘束していたモデルでは、ねじ部が縦振動に加担していなかったが、拘束位置を底面に変更することでねじ部も縦振動に加担し、振動に加担する領域が長くなったことで周波数が小さくなったためだと考えられる。実際の衝撃圧縮試験では、発生する振動の周波数に多少のばらつきはあるものの、18 ~ 22 kHz 程度の振動が発生しており、底面を拘束したシミュレーション結果の 23 kHz と近い値となっている。よって、実際の衝撃圧縮試験では、ねじ部側面は実質的に拘束されておらず、荷重応答の振動はねじ部を含んだロードセル全体の縦振動が原因であると考えられる。

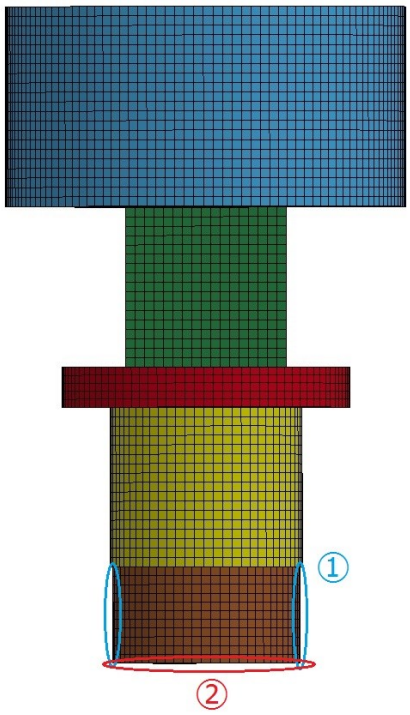


図 5.17　ねじ部の拘束条件

側面拘束：①の節点を拘束　　底面拘束：②の節点を拘束

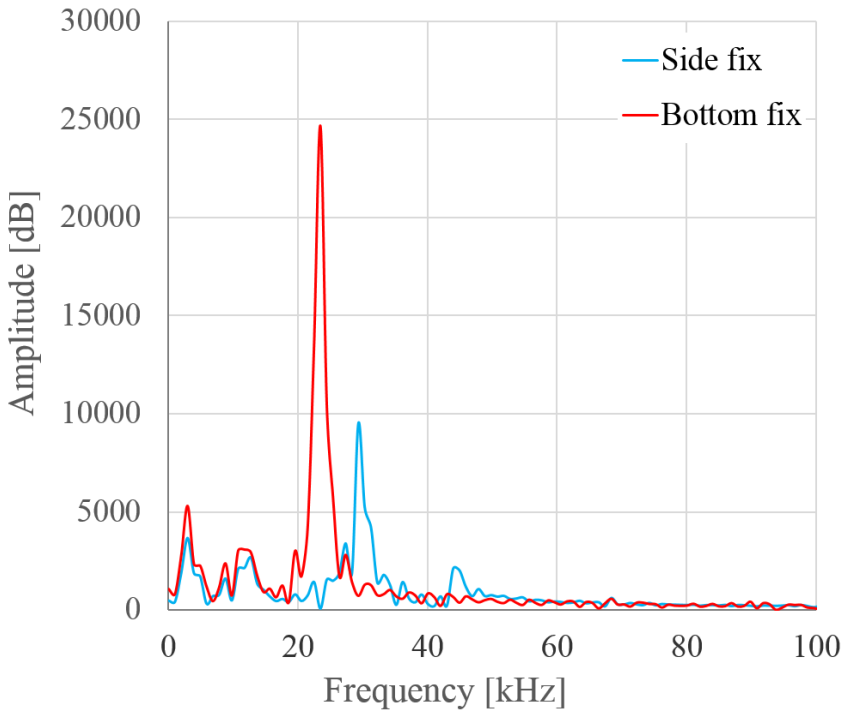


図 5.18　ねじ部の拘束条件を変えた時の荷重応答から抽出した周波数成分

5.3.5　応力伝達棒の影響

ここまでは、ロードセルに変位を固定する拘束条件を与えたうえで衝撃圧縮試験を模擬した解析を行ってきた。しかし、実際の衝撃圧縮試験装置では、ロードセルを応力伝達棒に設置して試験を行う。この応力伝達棒は、ロードセル中を伝播した応力波を透過させ、ロードセル内を往復する応力波を低減する役割を果たしている。ロードセルから透過した応力波は、伝達棒端部で反射を繰り返しながら減衰していく。その際、伝達棒とロードセルの断面積比を大きくすることで、応力波が再度ロードセルに透過することを防ぐ構造となっている。この応力伝達棒が、荷重応答に見られる振動に及ぼす影響を明らかにするために、応力伝達棒を設置したモデルを作成し、解析を行った。なお、簡略化のため図5.14のつかみ部、ねじ部を排したモデルを使用し、検知部の長さをl = 12 mmとして、ロードセル底面に応力伝達棒を設置したモデルを図5.19に示す。なお、荷重検知部は円筒形状であるため、モデルの試験片設置部～応力伝達棒間の荷重検知部内部は空洞となっている。ロードセルー応力伝達棒間は結合接触とし、応力伝達棒の材質はSUS304、直径は試験装置と同じ100 mmとした。図中のLは応力伝達棒の長さを表し、L = 25、100、500 mmの三種類で解析を行った。L = 500 mmの応力伝達棒を設置した場合と、応力伝達棒がない場合の荷重ー時間曲線を図5.20に示す。また、これらの結果より得られた荷重応答の振動の周波数成分を図5.21に示す。これらの図より、応力伝達棒を設置することで、発生する振動の周波数は変化しないが、その振幅を低減できることが分かる。これは、

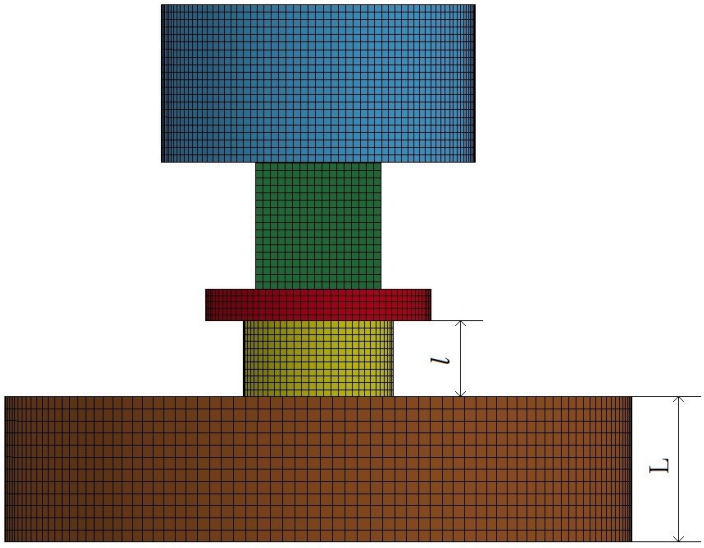


図5.19　応力伝達棒を設置した衝撃圧縮試験モデル

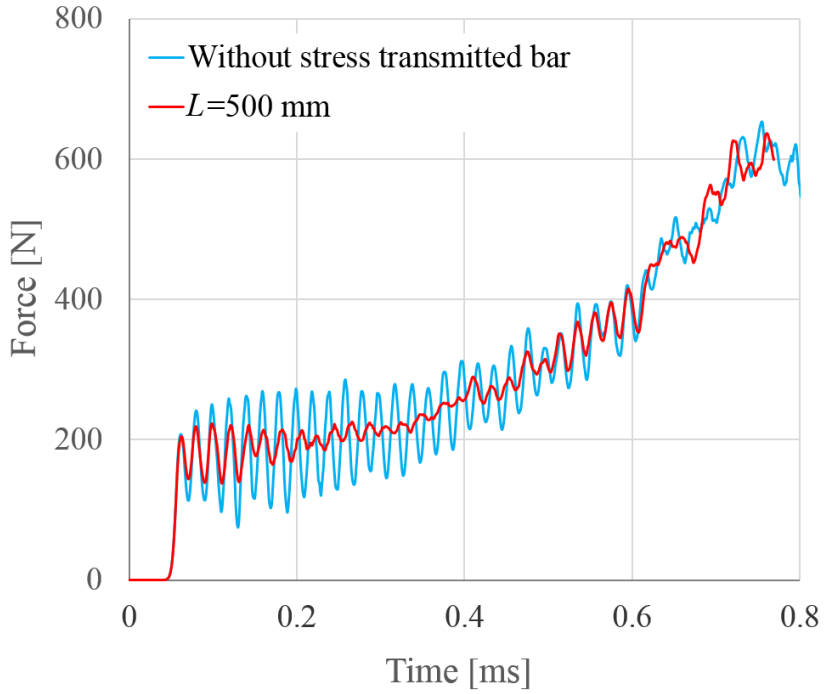


図 5.20　荷重－時間曲線に及ぼす応力伝達棒の影響

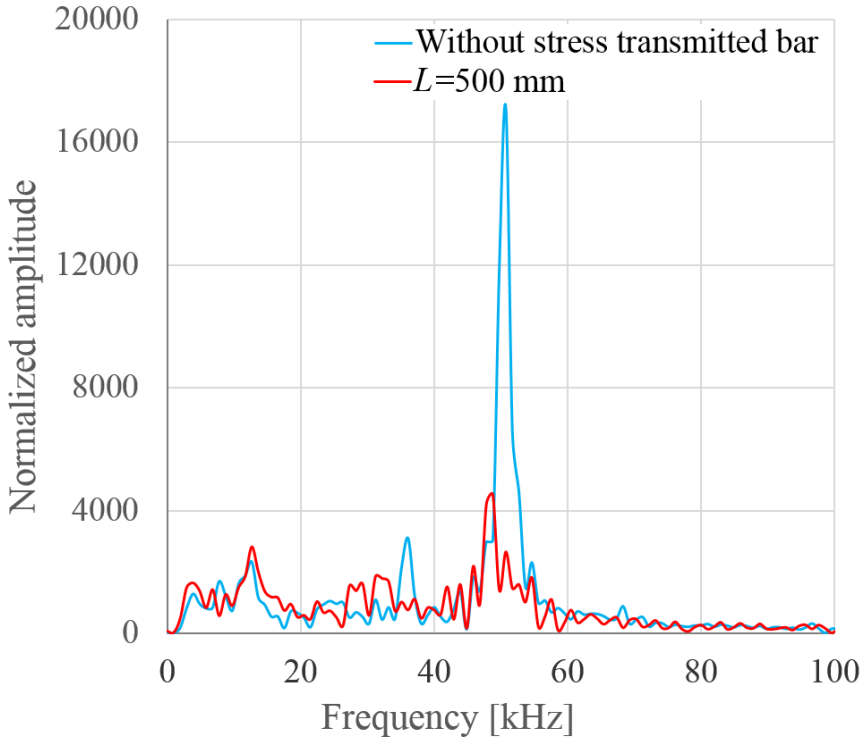


図 5.21　周波数ピークに及ぼす応力伝達棒の影響

ロードセルに質量の大きい応力伝達棒を設置することで、衝撃負荷により発生する縦振動を減衰させた結果であると考えられる。また、時間 $t < 0.2$ ms の圧縮初期における振動振幅の平均値 Average amplitude と L の関係を図 5.22 に示す。この結果から、応力伝達棒を設置することで、発生する振動を大きく低減できることが分かる。そして、応力伝達棒の長さを変化させても振幅の低減の程度にはあまり違いはなく、$L = 25$、500 mm の結果を比較してもその差は 20 %程度でしかない。よって、応力伝達棒には荷重振動を抑制する効果があり、短い応力伝達棒でも十分な効果が得られると言える。

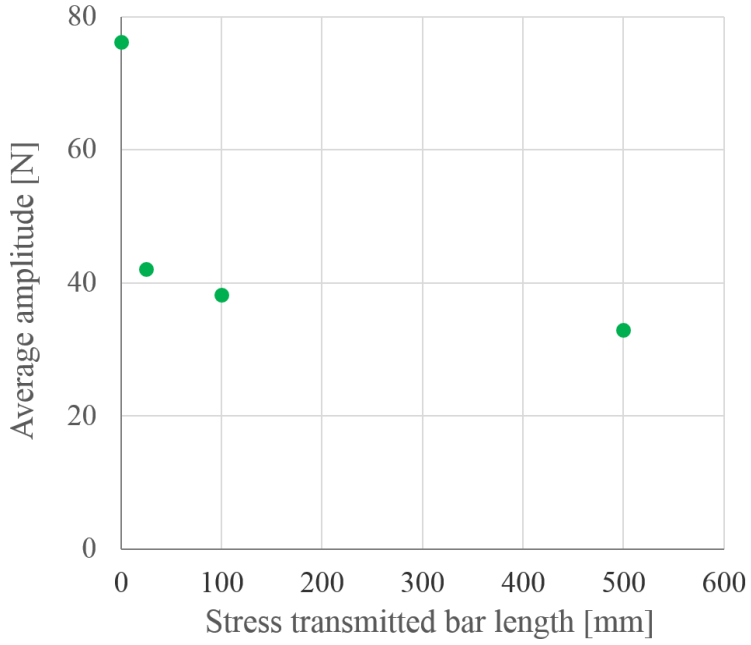


図 5.22　応力伝達棒の長さと振幅の関係

5.3.6　バネの質量を考慮したバネ振動による近似

ここまでに示した結果より、衝撃圧縮試験時の荷重応答に見られる振動はロードセル全体の縦振動によるものであると考えられる。このことを確認するために、図 5.23 のように、本研究で使用したロードセルをバネ・質点系に見立て、その時の固有振動数と解析結果より得られた振動の周波数の比較を行った。ここでは、ロードセルの試験片設置部を質量 m の質点、荷重検知部～ねじ部をバネ定数 k のバネと見立てている。この時のバネ定数 k は以下の式で求められる。

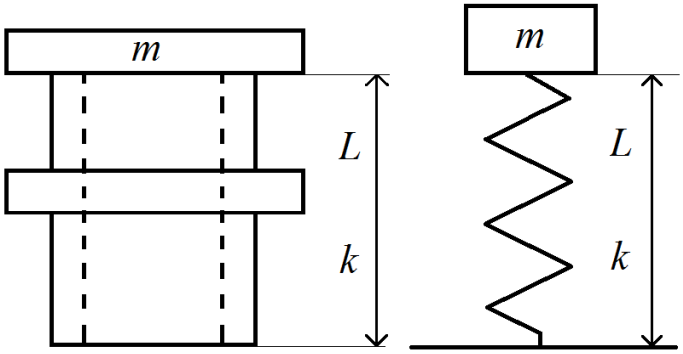


図 5.23　衝撃試験用ロードセルとバネ・質点系による近似

$$k = \frac{AE}{L} \tag{5.3}$$

ここで、A は検知部の断面積、L は検知部～ねじ部の長さ、E はロードセル材質（ジュラルミン）のヤング率である。このバネ・質点系における縦振動の固有振動数 f_1 は、以下の式で与えられる。

$$f_1 = \frac{1}{2\pi}\sqrt{\frac{k}{m}} \tag{5.4}$$

今、衝撃試験に使用したロードセル全体をこのバネ・質点系に当てはめた場合、式(5.4)から得られる固有振動数は約 32 kHz となる。この計算結果を、実際の圧縮試験時の荷重応答に発生した振動の周波数の最大値 23 kHz と比較すると、40 %程度の差があり、荷重応答中の振動をこのバネ・質点系の振動と見なすには誤差が大きい。

一方、打撃棒型衝撃試験機では、小さな荷重を精度よく計測するために図 5.24 に示すような荷重検知部の肉厚を薄くし、断面積を小さくしたロードセルを使用する場合もある。過去になされた研究 [10]では、このロードセルにおいて、試験片設置部を質点、断面積の小さい荷重検知部をバネと見立てたバネ・質点系をベースに議論がなされている。このモデルの試験片設置部の厚みを変化させることで質量 m を変化させ、数値解析、式(5.4)から荷重応答に見られる振動の周波数が求められた。それにより得られた各質量 m における周波数を図 5.25 に示す。この結果から、荷重検知部の断面積が小さいロードセルにおいては、数値解析から求めた周波数と、バネ・質点系から計算した周波数が概ね同様の傾向を示しており、試験片設置部、荷重検知部をバネ・質点と見立てることで荷重応答中の振動を説明できる、と結論付けている。

しかし、本研究で使用したような、比較的大きな荷重を計測することを想定

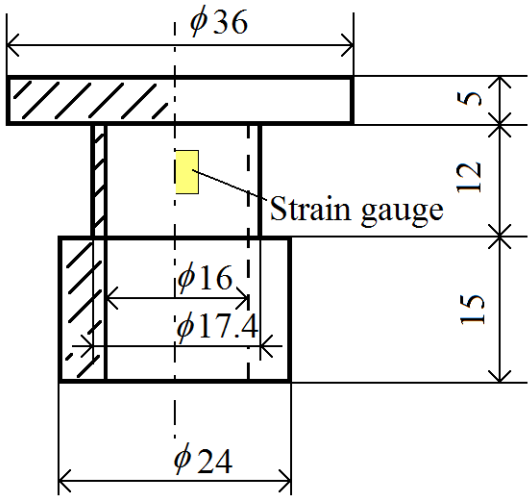


図 5.24　荷重検知部の断面積を小さくしたロードセル

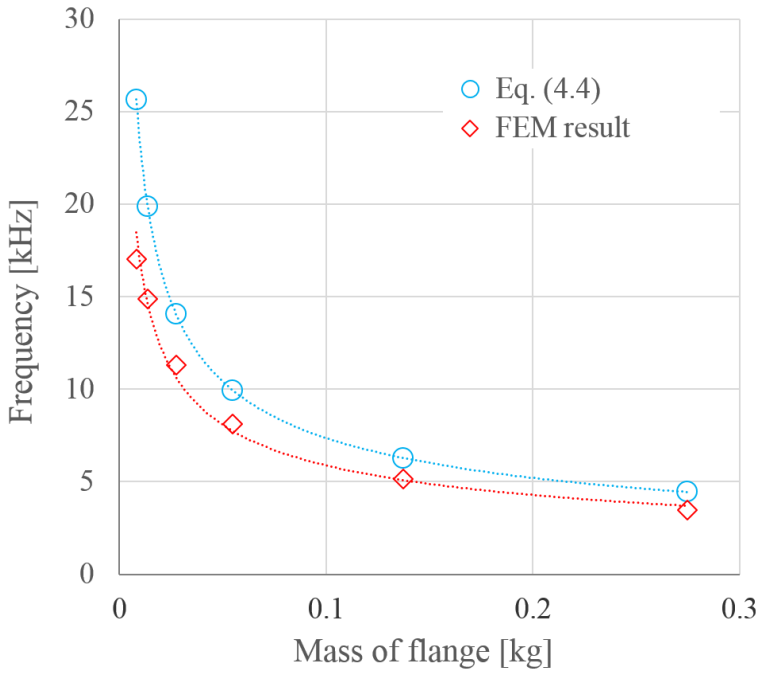


図 5.25　薄肉ロードセルにおける質量と振動周波数の関係

した、断面積の大きなロードセルではその限りではない。この原因としては、先に述べたように荷重検知部のみでなくロードセル全体で縦振動が発生しているということが考えられる。ロードセル全体で縦振動が発生する場合、ロードセルをバネ・質点系として見立てた時のバネに相当する荷重検知部～ねじ部間の質量が非常に大きくなる。結果として、バネの質量が、質点に相当する試験片設置部の質量を超え、もはやバネ・質点系として取り扱えないものとなっている。これは、荷重検知部の断面積が大きい場合特有の問題であり、荷重振動

をロードセル全体の縦振動として取り扱うためには、別のモデルを用いて議論する必要がある。そこで、もっとも単純なバネ・質点系ではなく、質量を持ったバネを有するバネ・質点系の振動について考える。

質量を持ったバネを有するバネ・質点系として、図 5.26 に示すような質量 m_1 の質点と、質量 m_2、長さ L、バネ定数 k のバネからなる系を考える。ここで、質点が振動の中心を通過する速さを v_0 とし、質点が振動の中心を通過する瞬間の系全体の運動エネルギーを計算する。まず、バネを長さ dx の微小区間に分割して考えると、バネの固定端では微小区間の速さは 0 であり、質点に近づくにつれてその速さは増していく。この時の微小区間の速さは、固定端からの距離 x に比例し、$x=L$ で速さが v_0 となる。よって、固定端から距離 x だけ離れた位置に存在する微小区間の運動エネルギーK_{dx} は以下の式で表される。

$$K_{dx}=\frac{1}{2}\left(\frac{dx}{L}m_2\right)\left(\frac{x}{L}v_0\right)^2 \tag{5.5}$$

バネ全体の運動エネルギーK'は、式(5.5)を x で積分することで計算されるので

$$K'=\int_0^L\frac{1}{2}\left(\frac{m_2}{L}\right)\left(\frac{x}{L}v_0\right)^2dx=\frac{1}{2}\left(\frac{m_2}{3}\right){v_0}^2 \tag{5.6}$$

となる。このバネ全体の運動エネルギーK'と、質点の運動エネルギーの総和が系全体の運動エネルギーとなるので、バネの質量を考慮したバネ・質点系の全運動エネルギーK は以下の式で表される。

$$K=\frac{1}{2}\left(\frac{m_2}{3}\right){v_0}^2+\frac{1}{2}m_1{v_0}^2=\frac{1}{2}\left(m_1+\frac{m_2}{3}\right){v_0}^2 \tag{5.7}$$

式(5.7)より、質量 m_1 の質点と質量 m_2 のバネを持つバネ・質点系の系全体の運動エネルギーは、質量$(m_1+m_2/3)$の質点を持つバネ・質点系の運動エネルギーと等しいということが分かる。よって、この系のバネ振動の固有振動数は

$$f_2=\frac{1}{2\pi}\sqrt{\frac{k}{(m_1+{m_2}/{3})}} \tag{5.8}$$

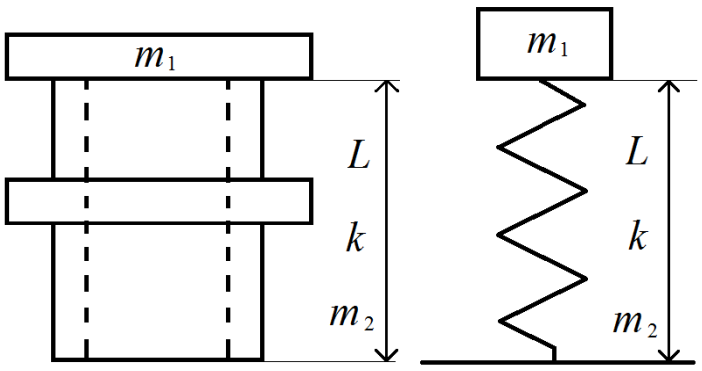


図 5.26　質量を持ったバネを有するバネ－質点系モデル

と表され、この式(5.8)を用いることで、バネの質量を考慮したバネ・質点系の固有振動数を計算することができる。

試験に用いたロードセルで見られる荷重振動が、バネの質量を考慮したバネ・質点系の縦振動と見なすことができるのかを検討するため、図 5.19 の応力伝達棒の長さ L = 25 mm としたモデルにおいて、荷重検知部の長さ l を 32、20、12 mm と変化させた場合の荷重振動の周波数を求めた。さらに、それぞれのケースにおいて式(5.8)から縦振動の周波数を計算し、比較検討を行った。また、参考にバネの質量を無視した式(5.4)を用いての周波数の計算も行い、これらの結果を表 5.1 に示す。この結果から、検知部の長さが l = 12 mm の場合は、式(5.8)から求めた系の固有振動数と数値解析上での振動の周波数がよく一致している。検知部長さ l を大きくした場合においても、式(5.4)を用いて計算した場合には解析結果との誤差が最大 40 %近くあったが、式(5.8)を用いて計算することで誤差が最大 13 %程度になっている。これらの結果から、断面積の大きな検知部を持つロードセルの荷重応答の振動は、打撃棒の衝突によって励起されたロードセル全体の縦振動によって生じたものであり、バネの質量を考慮したバネ・質点系の振動で定性的に表すことができると考えられる。

ここまでの結果から、荷重応答の振動は打撃棒の衝突によって励起されるロードセルの縦振動に由来するものであると考えられる。この時、荷重検知部の断面積が大きい場合に関しては、荷重検知部のみでなく、ねじ部を含んだロードセル全体の縦振動となることに注意が必要である。その振動は、バネの質量を考慮したバネ・質点系の縦振動で定性的に表すことが可能である。衝撃試験時に荷重振動を発生させないためには、振動を励起させない、あるいは励起された振動を速やかに減衰させるといった手段が必要となる。振動を励起させないためには振動部分を可能な限り短くし、振動の周波数を高くすることで振動を励起させにくくするといった方法がある。しかし、実際はひずみゲージの貼り付けや、応力伝達棒への結合などに長さが必要となるため、制約がある。よって、応力伝達棒への接続方法を改善するなどし、励起された振動の振幅をできる限り小さく、そして素早く減衰させる方法が今後の検討課題となる。

表 5.1　各検知部長さ l での固有振動数 [kHz]

	FEM (f_0)	f_1	f_2
l = 32 mm	23	32	26
l = 20 mm	31	40	35
l = 12 mm	48	52	48

5.4　結言

打撃棒型衝撃圧縮試験装置と、断面積の大きな荷重検知部を持つロードセルを用いての衝撃試験結果と、それを模擬した数値解析から、以下に示す結論を得た。

1. 断面積の大きな荷重検知部を持つロードセルに衝撃圧縮荷重を作用させた場合、荷重検知部だけでなくロードセル全体で縦振動が発生し、その縦振動が荷重応答の振動の要因となっている。

2. 衝撃圧縮試験において、試験片の有無、打撃棒の形状は発生する振動の振幅に影響を及ぼすが、振動の周波数には影響を及ぼさない。

3. ロードセルに応力伝達棒を設置することで荷重応答の振動の振幅を低減することが可能である。また、設置する応力伝達棒の長さが振幅の低減に及ぼす効果は小さく、伝達棒の長さを 20 倍にした場合においても、振幅の低減効果は 20 %程度である。

4. 断面積の大きな荷重検知部を持つロードセルの縦振動は、バネの質量を考慮したバネ・質点系の振動で定性的に表すことができる。

第 5 章　参考文献

1) 吉江伸二, Carlo Albertini, 面谷幸男：材料, 46 (1997) , 1286-1292.

2) J. Richeton, S. Ahzi, K.S. Vecchio, F.C. Jiang and R.R. Adharapurapu：International Journal of Solids and Structures, 43 (2006) , 2318-2335.

3) Y.M. Moreu and N.J. Mills：Polymer Testing, 23 (2004) , 313-322.

4) 崎野清憲：材料, 54 (2005) , 1301-1306.

5) 谷村眞治：日本金属学会会報, 29 (1990) , 337-344.

6) J.W. Tedesco, C.A. Ross and S.T. Kuennen : Journal of Sound and Vibration, 165 (1993) , 376-384.

7) R. Bouix, P. Viot, and J.L. Lataillade：International Journal of Impact Engineering, 36 (2009) , 329-342.

8) 小川欽也, 第 49 回日本学術会議材料研究連合講演会講演論文集, (2005) , 28-29.

9) 三村 耕司, 平田晋, 中馬義孝, 谷村眞治：材料, 45 (1996) , 939-944.

10) 野崎兼介, 修士論文（大阪大学）, (2010).

第6章　総　括

現代社会では、食品の梱包材、クッション材、断熱材など、様々な用途で高分子発泡材料が使用され、用途の拡大に向けて更なる研究が進められている。しかし、これらの高分子発泡材料の多くは、熱に弱く、廃棄による環境負荷が大きいという欠点を抱えている。そこで本研究では、熱に強いポリイミド発泡体と、低環境負荷材料であるポリ乳酸発泡体の二つの高分子発泡材料に着目し、その機械的特性が示す、ひずみ速度、温度依存性を明らかにし、高分子発泡材料が抱える課題の解決の一助となりうる知見を得ることを目的とした。また、得られた試験結果を用いて、これらの材料の工業的利用の促進という観点から有用な知見となる、幅広いひずみ速度域、温度域で適用可能な構成方程式の導入を行った。

第 1 章では、まずは現状における高分子発泡材料の活用と、それらがどのような機械的特性を示すのかをまとめた。また、これまでになされてきた研究において、高分子発泡材料の機械的特性に対し、どのような評価、考察が行われてきたかを紹介した。その後、構成材料である高分子材料の機械的特性に関する知見まとめ、本研究での高分子発泡材料の変形に関する考察の基礎となる、Argon の塑性変形理論について述べた。

第 2 章では、本研究で使用した試験装置、およびそれらを用いての試験方法をまとめた。また、それらの装置を用いてデータの取得が行われる衝撃速度域における材料の変形挙動を、これまでになされてきた研究結果を踏まえつつ説明した。さらに、こういった材料の衝撃変形問題を対象とした研究で広く使用されているスプリット・ホプキンソン棒衝撃試験装置(SHPB)や、それ以外の衝撃試験装置を紹介した。そして、これらの衝撃試験装置が抱える問題点、およびその問題を解決する対策、そして、打撃棒型衝撃圧縮試験装置を使用することで発生する新たな問題について説明し、現在の衝撃試験法に関する課題を提示した。

第 3 章にて、ポリイミド発泡体の各条件での圧縮試験結果と、そこから得られた知見をまとめた。ポリイミド発泡体の圧縮特性は、動的以下の速度域においては目立ったひずみ速度依存性を示さず、衝撃速度域で顕著なひずみ速度依存性を示すことが分かった。構成材のポリイミドの圧縮特性が目立ったひずみ速度依存性を示さなかったこと、ポリイミド発泡体がオープンセル構造を有するということを考慮すると、このひずみ速度依存性の原因として、セル内部に存在する空気の排出による影響が考えられる。この影響による応力増加を計算

したところ、実験値の半分程度の値が得られ、ひずみ速度の増加による応力増加を完全に説明できるとは言えないが、セル内部の空気の影響が、圧縮特性のひずみ速度依存性の一因となっていると考えられる。また、ポリイミド発泡体の圧縮特性は、幅広い温度域で顕著な温度依存性を示すことが分かった。これは、構成材料のポリイミドの特性が反映された結果だと考えられ、極低温域においては脆性的な圧縮挙動を示し、変形速度が大きいほど、試験片密度が小さいほど、著しい脆化を生じることが分かった。また、Argon の塑性変形理論をもとに高分子発泡材料の変形を考えることで、高分子材料の塑性変形応力が、ひずみ速度、温度に依存する熱的応力成分と、それらに依存しない非熱的応力成分、そして、発泡構造由来の成分の和で表すことができると考えられる。さらに、ポリイミド発泡体の真応力－真ひずみ関係表す式として、指数関数を用いた構成方程式を提案した。そして、試験結果とのフィッティングによりポリイミド発泡体の構成式を決定し、真ひずみε_t< 0.8 の範囲において、幅広いひずみ速度、温度域における構成関係を±15 %以内の誤差範囲で表すことができた。また、この構成式を用いて、高分子発泡材料におけるひずみ速度、温度の重ね合わせの妥当性を確認した。

第 4 章にて、ポリ乳酸発泡体の各条件での圧縮試験結果と、そこから得られた知見をまとめた。ポリ乳酸発泡体の圧縮特性は、幅広いひずみ速度域で顕著なひずみ速度依存性を示すことが分かった。ポリ乳酸発泡体のようなクローズドセル発泡体では、セル内部の空気の影響による応力増加が、ひずみ速度によらず一定であるため、ポリ乳酸発泡体の圧縮特性に表れたひずみ速度依存性は、構成材料のポリ乳酸の特性によるものだと考えられる。また、温度依存性については、ポリイミド発泡体と同じく、高温～極低温で顕著な温度依存性を示し、極低温では脆性的な変形挙動が確認された。また、室温での利用が期待されるポリ乳酸発泡体に対して、ひずみ速度をパラメータとし、室温での真応力－真ひずみ関係を表す構成方程式を導入した。そして、導入した構成式に対し、室温での試験結果とのフィッティングを行った結果、得られた構成式は、真ひずみε_t= 0 ~ 1 の範囲において、室温でのポリ乳酸発泡体の圧縮変形挙動を± 10 % 以内の誤差範囲で表すことができた。

第 5 章にて、打撃棒型衝撃圧縮試験装置における、荷重応答の振動問題の原因の究明を行った。試験装置を再現した衝撃圧縮モデルに対し、拘束条件、装置の寸法などを変化させ、数値解析を行った結果、荷重応答に見られる振動の原因は、ねじ部までを含んだロードセル全体での縦振動によるものだということが分かった。この振動は、高速で運動する打撃棒の衝突により励起されるものであり、ロードセル形状、拘束条件により、その固有振動数が決定される。このことは、ロードセルをバネの質量を考慮したバネ・質点系モデルに近似し

て考えることで、概ね説明できる。これは、薄肉検知部を持つロードセルにおいて得られた結果と異なるものであり、試験装置の形状によって、振動の発生要因も変化しうると考えられる。また、実際の試験装置のように、ロードセル底面に断面積の大きな応力伝達棒を設置することで、発生する振動の振幅を低減できることが分かった。しかし、応力伝達棒の長さを大きくしたことによる振動抑制の効果は小さく、荷重振動のさらなる抑制に向けては、別のアプローチが必要である。

以上のように、ポリイミド発泡体とポリ乳酸発泡体について、その機械的特性と、そこに及ぼすひずみ速度、温度の影響についての実験的検討を行った。これらの結果から、ある単一の高分子発泡材料に対し、幅広いひずみ速度域、温度域における圧縮特性の違いを評価することができた。また、ポリイミド発泡体、ポリ乳酸発泡体の二種類の材料を使用することで、オープンセル、クローズドセルによる違いを比較することができた。本研究で取り扱った様々な試験方法、およびそこから得られた結果は、今後新たな高分子発泡材料において、その機械的特性の調査を進めるための一助となると考えられる。

また、LS-DYNA を用いた数値解析により、打撃棒型衝撃圧縮試験装置において問題となっている荷重応答の振動の原因の究明を行った。ここで得られた結果は、今後の研究で荷重応答の振動を抑制する術を考案する際の重要な知見となると考えられる。

研究業績

学術論文

1. **Akifumi Yoshimoto**, Hidetoshi Kobayashi, Keitaro Horikawa, Keiko Watanabe and Kinya Ogawa：Dynamic and Quasi-static Compressive Deformation Behaviour of Polyimide Foam at Various Elevated Temperature, Applied Mechanics and Materials, Vol. 566, pp. 158-163, 2013.
2. **吉本 明史**，小林 秀敏，堀川 敬太郎，谷垣 健一，野崎 兼介：ポリ乳酸発泡体の圧縮特性に及ぼすひずみ速度の影響，日本機械学会論文集（A 編），Vol. 81, No. 824, pp. 1-10, 2014.
3. **Akifumi Yoshimoto**, Hidetoshi Kobayashi, Keitaro Horikawa and Kenichi Tanigaki：Effect of Strain-Rate and Temperature on Mechanical Behaviour of Polyimide Foam in Compression, Mechanical Engineering Journal (投稿中)
4. **Akifumi Yoshimoto**, Hidetoshi Kobayashi, Keitaro Horikawa and Kenichi Tanigaki：Compressive Behavior of Expanded Polylactic Acid Resin at Quasi-static and Impact Strain Rate and Wide Temperature, Special Issue on Advanced Technology in Experimental Mechanics of Mechanical Engineering Journal (印刷中)

国際会議録

1. Hidetoshi Kobayashi, **Akifumi Yoshimoto**, Kinya Ogawa, Keitaro Horikawa and Keiko Watanabe：Effects of Strain Rate and Elevated Temperature on Compressive Flow Stress and Absorbed Energy of Polyimide Foam, 10th DYMAT International Conference, Germany (Freiburg), 2012.
2. **Akifumi Yoshimoto**, Hidetoshi Kobayashi, Keitaro Horikawa, Keiko Watanabe and K. Ogawa：Dynamic and Quasi-static Compressive Deformation Behaviour of Polyimide Foam at Various Elevated Temperature, The 8th International Symposium on Impact Engineering, Japan (Osaka), 2013.
3. **Akifumi Yoshimoto**, Hidetoshi Kobayashi, Keitaro Horikawa and Kenichi Tanigaki：The Compressive Behaviour and Constitutive Equation of Polyimide Foam in Wide Strain Rate and Temperature, 11th DYMAT International Conference, Switzerland (Lugano), 2015.

4. **Akifumi Yoshimoto**, Hidetoshi Kobayashi, Keitaro Horikawa and Kenichi Tanigaki：Compressive Behavior of Expanded Polylactic Acid Resin at Quasi-static and Impact Strain Rate and Wide Temperature, International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics 2015, Japan (Aichi), 2015.

著書

1. **吉本明史**，小林秀敏：ポリイミド発泡体の衝撃圧縮特性評価，【実践】発泡成形，第 5 章 第 2 節, 2016.

学会発表歴

1. **吉本明史**, 小林秀敏, 堀川敬太郎, 渡辺圭子 : ポリイミド発泡体の広範なひずみ速度域における圧縮強度の評価，日本機械学会 関西学生会 平成 22 年度学生員卒業研究発表講演会 2011.
2. **吉本明史**, 小林秀敏, 堀川敬太郎, 渡辺圭子 : ポリイミド発泡体の衝撃圧縮強度，日本材料学会 第 60 期学術講演会, 2011.
3. **吉本明史**, 小林秀敏, 堀川敬太郎, 谷垣健一 : 様々な試験温度におけるポリイミド発泡体の衝撃変形，日本機械学会 第 20 回機械材料・材料加工技術講演会(M&P2012), 2012.
4. **吉本明史**, 小林秀敏, 堀川敬太郎, 谷垣健一 : ポリイミド発泡体の衝撃圧縮特性，日本機械学会 関西支部第 88 回期定時総会講演会, 2013.
5. **吉本明史**, 小林秀敏, 堀川敬太郎, 谷垣健一 : 広範な温度域におけるポリイミド発泡体の衝撃圧縮特性，日本機械学会 M&M2014 材料力学カンファレンス, 2014.
6. **吉本明史**, 小林秀敏, 堀川敬太郎, 谷垣健一 : ポリイミド発泡体の圧縮挙動に及ぼすひずみ速度と温度の影響，日本材料学会 第 64 期学術講演会, 2015.

謝　辞

本論文の作成にあたり、お世話になった多くの方々に深く感謝の意を表します。

本論文を完成するにあたり、懇切丁寧なる御指導と御鞭撻を賜りました、大阪大学 大学院基礎工学研究科 機能創成専攻 非線形力学領域 材料構造工学講座 材料・構造強度学グループ 教授 小林秀敏 先生、准教授 堀川敬太郎 先生、助教 谷垣健一 先生に深く感謝の意を表します。

小林秀敏 先生には、学部生時代の研究室配属以降、研究生活や進学に際し、多岐にわたる御教授を頂きました。先生とのディスカッションを通じ、現在の私の基礎となる知識を身に付けることができました。また、先生とともに参加した国内外の学会発表では非常に良い経験をさせて頂きました。心より感謝、御礼を申し上げます。

堀川敬太郎 先生には、研究に取り組むにあたっての物事の考え方など、研究者として持つべき姿勢を御教授頂きました。先生の御指導を通じて、研究者とはかくあるべし、という研究者としての真摯な姿勢を学ぶことができました。重ねて御礼を申し上げます。

谷垣健一 先生には、研究への助言、提案だけでなく、研究室のありかた、学生として持つべき態度など、幅広い面での御指導を賜りました。その御指導を通じ、特に博士課程として過ごした三年半を濃密なものとすることができ、非常に良い経験をさせて頂きました。重ねて御礼を申し上げます。

この六年半の間で先生方に御教授頂いた様々なことを、今後の糧として参りたいと存じます。

本論文の審査にあたり、御尽力、御助力くださいました、大阪大学 大学院基礎工学研究科 機能創成専攻 教授 平尾雅彦 先生、同教授 尾方成信 先生に感謝申し上げます。

研究の遂行にあたり、衝撃試験方法等、様々な助言を賜りました、スペース・ダイナミクス研究所 小川欣也 先生に厚く御礼を申し上げます。先生には、衝撃試験装置について、基礎からの懇切な御指導を賜り、研究を進める上で欠かすことのできない知識を身に付けることができました。重ねて感謝、御礼を申し上げます。

また、本研究の遂行にあたり、ポリイミド発泡体試験片の提供、および多大な研究助成をいただきました株式会社 I.S.T の坂田聡史 様、森内幸司 様、田山紘介 様に厚く御礼申し上げます。

そして、本研究の遂行にあたり、ポリ乳酸発泡体試験片の提供をしていただきました株式会社積水化成品工業の平井孝明 様、落合哲也 様に厚く御礼申し上げます。

実験装置、試験片の製作および加工に多大な御協力を頂きました大阪大学 科学教育機器リノベーションセンター 機械工作グループの皆様方に厚く御礼申し上げます。

そして、実験の遂行、ならびに論文の作成にあたり、多大なる御協力を頂いた小林研究室の学生一同に心より感謝申し上げます。

最後に、多大な迷惑をかけながらも、生活面で支えとなり、研究に取り組む私を応援してくれた家族に深く感謝いたします。

平成 28 年 9 月
吉本 明史