

JAERI-M
91-099

宇宙用炭素繊維強化プラスチックの
熱衝撃特性に及ぼす放射線照射効果－II

1991年6月

宇田川 昂・貴家 恒男・瀬口 忠男
中尾 健志*・榊原 俊夫*・菅原 憲明*
神山 隆之*・永尾 陽典*・亀井 克己*

JAERI-Mレポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の問合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11茨城県那珂郡東海村）
あて、お申しこしてください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11茨城
県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.
Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division, Department
of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun,
Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1991

編集兼発行 日本原子力研究所
印刷 日立高速印刷株式会社

宇宙用炭素繊維強化プラスチックの熱衝撃特性
に及ぼす放射線照射効果 - II

日本原子力研究所高崎研究所材料開発部

宇田川 昂・貴家 恒男・瀬口 忠男

中尾 健志*・榊原 俊夫*・菅原 憲明*

神山 隆之*・永尾 陽典*・亀井 克己*

(1991年5月24日受理)

宇宙用構造材料としての繊維強化プラスチックおよび接着剤について放射線、熱衝撃、および両者の複合環境暴露試験を行い、材料の機械特性に与える影響を調べた。

変性TGDDM/DDS(6376)をマトリックス樹脂とする、高強度中弾性炭素繊維強化プラスチック(IM-6/6376)は、繊維方向(0°)および繊維と垂直方向(90°)の機械特性が10MGyの放射線と3000回の熱衝撃(-100°C~+100°C)による複合環境暴露に対して変化なく、十分な宇宙環境適用性を持つ材料であることが確認された。

航空機構造用変性エポキシ系接着フィルム宇宙構造物への適用性試験として、接着剪断パネルを用いた予備的な試験を実施した。耐環境性は接着剤の銘柄により著しく異なり、硬化条件による優劣を判定することは難しかった。この試験では、接着剤の厚みを充分確保する必要のあること、また、被着体の熱膨張による影響を受けやすいことが判った。

PMR-15を用いたポリイミド系CFRP、および、新たに開発されたポリイミド系CFRP(New TPI)は、いずれも複合環境暴露に対して初期の機械特性を保持すると同時に、マイクロクラックの発生もなく、宇宙用構造材料として良好な耐宇宙環境性を示した。

Irradiation Effects on Resistance to Thermal
Impact for Composites used in Space-II

Akira UDAGAWA, Tsuneo SASUGA, Tadao SEGUCHI
Kenji NAKAO^{*}, Toshio SAKAKIBARA^{*}, Noriaki SUGAHARA^{*}
Takayuki KAMIYAMA^{*}, Yosuke NAGAO^{*} and Katsumi KAMEI^{*}

Department of Materials Development
Takasaki Radiation Chemistry Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Watanuki-machi, Takasaki-shi, Gunma-ken

(Received May 24, 1991)

Mechanical properties of carbon-fiber-reinforced plastics (CFRP) and adhesives which are of practical importance for structural materials in space systems, were studied after being exposed to individual radiation and thermal shock and also to both environments. IM-6/6376 composite, which includes the modified TGDDM(DDS) matrix and high strength inter-mediate modulus carbon fiber (IM-6), showed sufficient adoptability for space material. The mechanical properties for 0° and 90° fiber direction did not change by irradiation up to 10MGy and/or by thermal shock up to 3000 cycles (-100~+100°C). To elucidate the possibility of practical use and resistance of adhesives for space environment, preliminary experiments were carried out by using inter-laminar adhesive panel with modified epoxy resin-adhesive films. The resistance of adhesives to thermal shock was dependent on the commercial products, so that it was difficult to classify the curing condition of adhesives. It was also found that the thickness of adhesives in the panel specimens should be increased and the adhesion strength was greatly affected by thermal expansion of adherends. The CFRP with polyimide resins such as PMR-15 and the newly developed CFRP with new-

* Fuji Heavy Industries, LTD.

TPI possessed the same initial mechanical properties and no micro-cracks were appeared after their exposure to both radiation and thermal shocks. It was revealed that these materials showed high resistance to radiation and thermal shock which is of interest for their use in space systems.

Keywords : Thermal Shock, Irradiation Effect, Composite Materials,
Adhesive, Space Environment

目 次

1. はじめに	1
2. 実験方法	2
2.1 試料の調製	2
2.1.1 エポキシ系CFRP	2
2.1.2 構造接着剤およびポッティング樹脂評価供試体	2
(1) 構造接着剤	2
(2) ポッティング樹脂	2
2.1.3 ポリイミド系CFRP	2
2.1.4 熱可塑性材料	2
2.2 電子線照射	3
2.3 熱サイクル試験	3
2.4 複合環境試験	3
2.5 力学特性試験	3
2.6 断面観察	4
2.7 示差走査熱分析	4
2.8 発生ガス試験	4
3. 結果と考察	16
3.1 エポキシ系CFRP	16
3.1.1 照射による影響	16
3.1.2 熱サイクルによる影響	17
3.1.3 複合環境による影響	17
3.2 構造接着剤	18
3.2.1 照射による影響	18
3.2.2 熱サイクルによる影響	19
3.2.3 複合環境による影響	19
3.2.4 ポッティング樹脂	20
3.3 ポリイミド系CFRP	20
3.3.1 照射による影響	20
3.4 熱可塑性樹脂の照射効果	21
3.5 照射による発生ガス	21
4. まとめ	43
謝 辞	44
参考文献	44

Contents

1. Introduction	1
2. Experimental	2
2.1 Preparation of Samples	2
2.1.1 Carbon-fiber-reinforced Epoxy Resin Composites	2
2.1.2 Structural Adhesives and Potting Resins	2
(1) Structural Adhesives	2
(2) Potting Resins	2
2.1.3 Carbon-fiber-reinforced Polyimide Composites	2
2.1.4 Thermo-plastic Materials	2
2.2 Electron Beam Irradiation	3
2.3 Thermal-cycle Tests	3
2.4 Combined Environmental Exposure Tests	3
2.5 Mechanical Properties	3
2.6 Observation of Cross-sectional View	4
2.7 Differential Scanning Calorimetric Analysis	4
2.8 Evolved Gas Analysis	4
3. Results and Discussion	16
3.1 Carbon-fiber-reinforced Epoxy Resin Composites	16
3.1.1 Effects of Irradiation	16
3.1.2 Effects of Thermal Shock	17
3.1.3 Effects of Combined Environmental Exposure	17
3.2 Structural Adhesives	18
3.2.1 Effects of Irradiation	18
3.2.2 Effects of Thermal Shock	19
3.2.3 Effects of Combined Environmental Exposure	19
3.2.4 Effects of Environmental Exposure for Potting Resins	20
3.3 Carbon-fiber-reinforced Polyimide Composites	20
3.3.1 Effects of Irradiation	20
3.4 Irradiation Effects of Thermo-plastics	21
3.5 Estimation of Radiation-induced Gas Evolution	21
4. Summary	43
Acknowledgement	44
References	44

1. はじめに

人工衛星や宇宙基地の宇宙構造物に複合材料が適用されつつあるが、この複合材料に対する宇宙環境（放射線、熱サイクル、高真空、原子状酸素、紫外線等）の影響を把握することが急務とされている。特に、長期にわたって宇宙に滞在する宇宙基地のような構造物へ適用する場合に、これらの宇宙環境を模擬した試験の実施が難しいことからその研究例は少なく、また、設計に必要となる力学特性、すなわち単層板の強度特性のデータが不足している。

本研究は、宇宙基地などの宇宙構造物への複合材料の適用化を進める上で必要となる宇宙環境として、電子線と熱サイクルの暴露が力学特性に与える影響を把握することを目的として行った。研究の実施に当たっては、すでに報告した前年度までの結果¹⁾を受けて、中弾性タイプの炭素繊維／高靱性型エポキシ樹脂として知られるIM-6/6376 について宇宙環境適用性を確認するため、新たに真空下での放射線暴露試験を行った。また、宇宙構造物の接合手段のひとつと考えられる接着接合継ぎ手に関して、継ぎ手部の宇宙環境特性を把握するため、現在航空機用に使用されている代表的な変性エポキシ系接着剤の電子線照射効果、熱衝撃特性、およびこれらの複合環境劣化特性について予備的な評価を行った。さらに、耐宇宙環境性において優れていると考えられる熱可塑性樹脂複合材T-800/New TPI，AS4/PEEKの電子線照射効果、および300℃以上のガラス転移温度を持つポリイミド樹脂系複合材T-800/PMR-15について同様な試験を行い、将来の宇宙構造物ならびに宇宙で製造する構造物を考慮した研究を開始し、これらの材料の適合性について検討を加えた。

なお、本研究は日本原子力研究所と富士重工業株式会社との共同研究、「宇宙用炭素繊維強化プラスチックの熱衝撃特性に及ぼす照射効果－Ⅱ」（昭和63年～平成1年度）として実施したものである。

2. 実験方法

2.1 試料の調製

2.1.1 エポキシ系CFRP

材料には、前報¹⁾で宇宙環境における耐久性に優れていると判断された高靱性型エポキシ樹脂系一方向材CFRPプリプレグ、IM-6/6376(CIBA-GEIGY)を用いた。供試体パネルの製作はオートクレーブを用い、最適条件で硬化した単層板と±45℃の積層板を作製した。硬化サイクルの概要をFig.1に示す。

成形硬化したパネルはFig.2(a)～(f)に示す試験片形状に切り出し、FM-300K フィルム接着剤を用いてタブ材を接着後、Table 1に示す環境負荷に供した。

2.1.2 構造接着剤およびポッティング樹脂評価供試体

(1) 構造接着剤

2.1.1項同様の材料を用いて硬化、作製した単層板と、厚さ2 mmのチタン板(Ti-6Al-4V)をTable 2に示す接着剤で接着した。なお、チタン板は接着に先立ち磷酸塩弗化物により前処理をしたのち、さらに、防触プライマーBR-127(ACC社)を塗布し、焼き付け硬化した。また、それぞれの接着剤の硬化にはオートクレーブを用いた。接着剤の代表的硬化サイクルをFig.3(a)および(b)に示す。

接着したパネルはFig.4に示す形状に加工後、Table 3に示す環境暴露に供した。

(2) ポッティング樹脂

材料にはエポキシ系低密度、あるいは高圧縮強度型ポッティング樹脂を用いた。樹脂は離型材を塗布したアルミニウムチューブに注入して室温で硬化し、Fig.5に示す供試体を作製した。作製した供試体は、空气中で1 MGyのγ線を照射したのち試験に供した。

2.1.3 ポリイミド系CFRP

ポリイミドパネルの製作は、材料としてNASAで開発された付加重合型のポリイミド樹脂PMR-15と、中弾性高強度型炭素繊維を組み合わせた一方向材プリプレグを用いた。このプリプレグを2.1.1項と同様の単層板に積層後、オートクレーブを用いて最適条件の下に硬化した。硬化サイクルの概要をFig.6に示す。

硬化したパネルは、Fig.2に示す形状に加工したのちTable 4に示す環境暴露に供した。

2.1.4 熱可塑性材料

熱可塑性樹脂複合材料の積層板(0° / ±45° / 90°)は、ICI社製APC-2材料(AS4/PEEK)、三井東圧化学(株)製T-800/New TPI、Dupont社製T-40/KⅢを32プライ疑似等方に成形したものを使用した。供試体はこのパネルから、Fig.7に示すような25mm(W)×105mm(L)の大きさに切り出し、電子線照射および熱衝撃試験に供した。

2.2 電子線照射

電子線照射は、日本原子力研究所高崎研究所の Cockcroft・ウォルトン型の電子加速器を用いて行った。2.1.1 項の供試体に対しては、宇宙環境を模擬した場合とこれまでに実施してきた照射条件を確認するため、空気中での照射と真空中での照射を併せて実施した。また、照射中の試料の温度は試料の大きさにより、あるいは試料冷却盤と試料の密着性などが悪くなって、かなり上昇する場合がある。そこで、供試体の形状に応じて線量率を変更し、50℃以上に上昇しない条件で行った。さらに、供試体の厚さが大きい一部の試料については、透過率の高いγ線を用いて照射した。なお、この場合γ線と電子線照射による線質効果の差異は一般にないとされている。

Table 5 に、これらの照射条件の一覧表を示す。

2.3 熱サイクル試験

熱サイクルの負荷には熱風循環方式の高温槽と、液体窒素ガススプレー方式による低温槽および室温槽を有する全自動熱サイクル試験機、MODEL HC-1 (ホクサン) を用いた。

熱サイクル負荷の条件は、宇宙基地レベルでの環境を考慮して、且つ、短時間で多くの熱サイクルを負荷するために、100 ±3 ℃の高温槽に18分間停留したのち60秒で-100 ±3 ℃の低温槽に移動させ、再度18分間停留するという方式で行い、1500または3000サイクルを負荷した。

2.4 複合環境試験

複合環境試験は電子線照射と熱サイクルの組合せで行い、下記A, Bの2条件とした。また、照射および熱サイクルの条件は、それぞれ2.2 および2.3 項と同一とした。

A : 0.1 MGy または10 MGyの電子線照射後、熱サイクル3000サイクルを負荷。

B : 熱サイクル3000サイクル負荷後、10 MGyの電子線を照射。

2.5 力学特性試験

環境負荷した試料の力学特性は、Table 1.3 および4 に示すそれぞれの暴露条件に対応する試験方法に基づいて評価した。試験機はインストロンMODEL 1127またはMODEL 1125を用いて、各条件下で3検体を測定した。Table 6 に各々の試験条件を示す。ポッティング樹脂の評価においては室温における圧縮試験とし、この場合の荷重負荷速度は1 mm/minとした。

高温および低温環境下の試験は、それぞれ+100 ±3 ℃、および-100 ±3 ℃の個別の恒温槽中に行い、室温における試験は20 ±3 ℃、相対湿度50 ±10% とした。高温および低温試験では、予め試験片内部の温度が規定の温度に到達するまでの時間を測定し、規定温度に到達してから10分間放置後、荷重を負荷するようにした。

引張り試験および圧縮試験での歪みの測定には、ストレンゲージを用いた。また、弾性率は荷重-歪み線図の1000マイクロ以上の直線部分から求めた。

2.6 断面観察

断面観察は、電子線照射(10 MGy)および熱衝撃(-156℃→+100℃, 500 サイクル)を負荷する前後において行い、マイクロクラック等の発生状況を観察した。なお、断面観察用試料はFig. 8に示すように供試体を切断し、断面をバフ研磨して表面調整したものを使用した。

2.7 示差走査熱分析

電子線照射による樹脂の変化を知る目的で、示差走査型熱量計(DSC)を用いた熱分析を実施した。未照射および照射した供試体より切り出した樹脂約30mgを試料とし、昇温速度10℃/minで走査し、吸発熱挙動を観察した。

2.8 発生ガス試験

前報¹⁾で試験した2種類のCFRP, すなわちT-300/3601(東レ), IM-6/6376(チバガイギー)および本報告で評価する材料T-800/PMR-15, T-800/PEEK, ならびに標準試料としてカプトンフィルムの発生ガスの量を調べた。これらの試料は、それぞれ真空中で3.84 MGyおよび7.58 MGyの電子線照射した試験片と未照射試験片について測定した。測定はNASDAにおける規程のアウトガス試験(ASTM E595-77)により実施した。なお、カプトンフィルムについては真空中照射のほか、空气中で3.84 MGy照射した試料についても実施した。

アウトガスの測定項目としては、質量損失比(TML), 再凝縮物質比(CVCM), 再吸水量比(WVR)の3項目とした。

測定条件を以下に示す。

- 1) 真空度 : 5×10^{-5} Torr以下
- 2) 加熱棒温度 : 125℃±1℃
- 3) 冷却板温度 : 25℃±1℃
- 4) 装置の運転時間 : 24 h

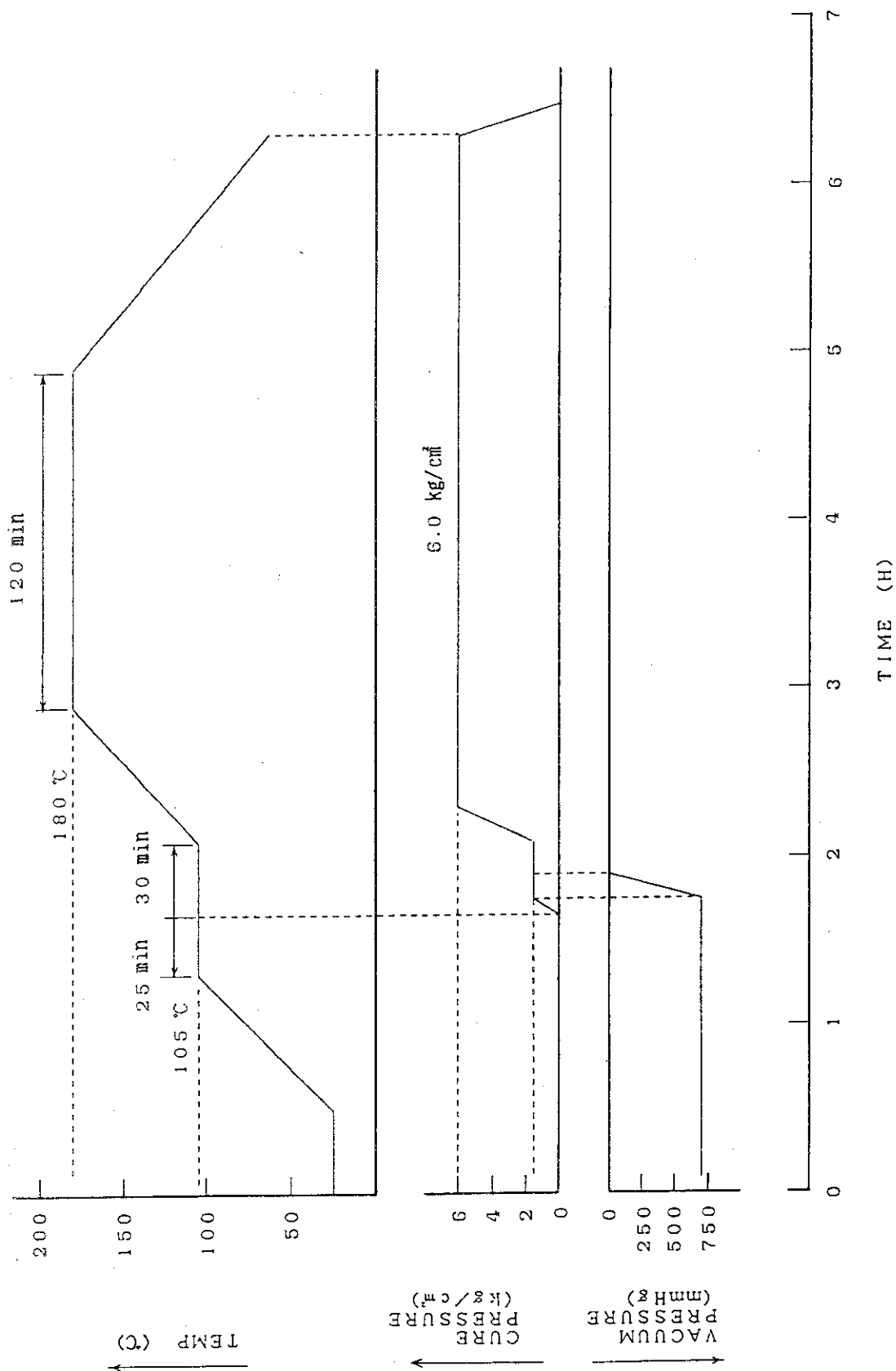


Fig.1 Typical cure condition for epoxy resin composites(IM-6/6376).

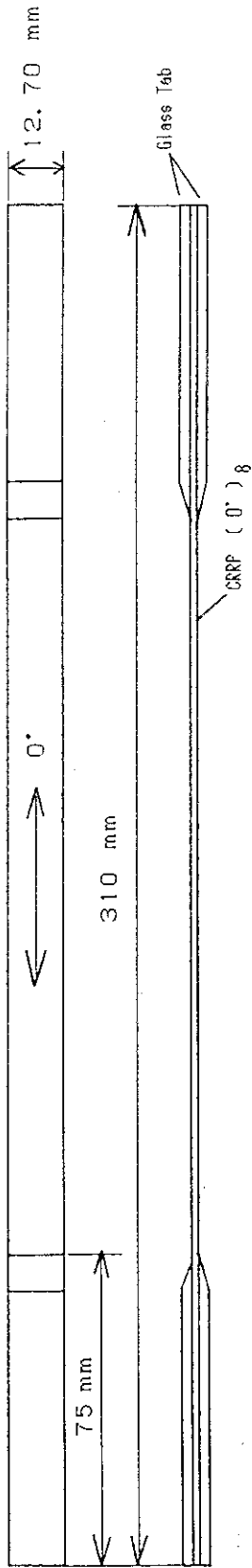


Fig.2(a) Specimen for 0° tensile strength.

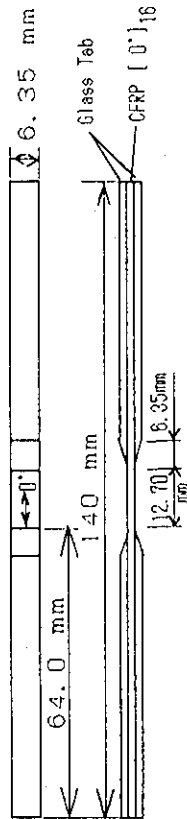


Fig.2(b) Specimen for 0° compression strength.

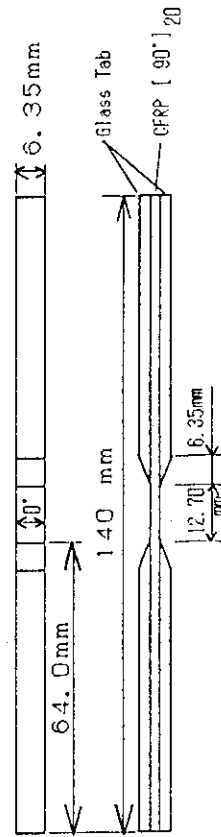


Fig.2(c) Specimen for 90° compression strength.

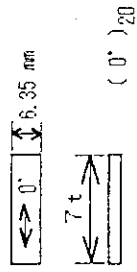


Fig.2(d) Specimen for ILSS.

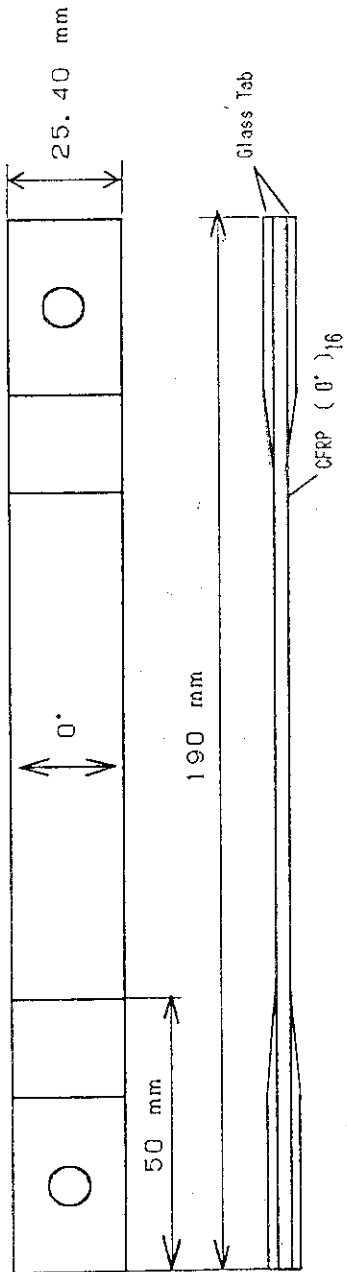


Fig.2(e) Specimen for 90° tensile strength.

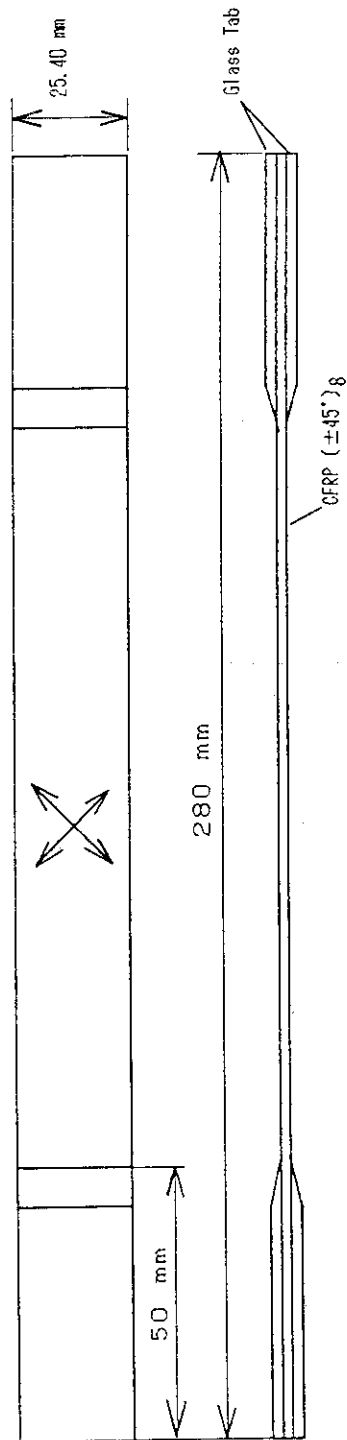


Fig.2(f) Specimen for in-plane shear strength.

Table 1 Exposure conditions and evaluation of mechanical properties for CFRP(IM-6/6376).

Exposure conditions		Method ③	Test temp. ④
Electron beams in air. ①	0 MGy	T/S(0,90), C/S(0,90), IPS, ILSS	R/T, H/T, L/T
	10 kGy	T/S(0,90), C/S(0,90)	R/T
		IPS, ILSS	R/T, H/T, L/T
10 MGy	IPS, ILSS	R/T, H/T, L/T	
Electron beams in vacuum. ①	10 MGy	IPS, ILSS	R/T, H/T, L/T
Thermal cycle. ②	1500 cycle	IPS, ILSS	R/T, H/T, L/T
	3000 cycle	T/S(0,90), C/S(0,90)	R/T
IPS, ILSS		R/T, H/T, L/T	
Thermal cycle and then elec- tron beams.	3000 cycle + 10 kGy	IPS, ILSS	R/T, H/T, L/T
Electron beams and then thermal cycle.	10 kGy + 3000 cycle	IPS, ILSS	R/T, H/T, L/T
		T/S(0,90), C/S(0,90)	R/T
	10 MGy + 3000 cycle	IPS, ILSS	R/T, H/T, L/T

Specimen number: 3

① Dose rate: See Table 5.

② Thermal cycle: 40 min/cycle, $\pm 100 \text{ }^\circ\text{C} \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$.③ T/S(0,90): 0° tensile strength and 90° tensile strength.C/S(0,90): 0° compression strength and 90° compression strength.

IPS: in-plane shear strength. ILSS: inter-laminar shear strength.

④ R/T: $20 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$. H/T: $100 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$. L/T: $-100 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$.

Table 2 Adhesive designation.

Property	Designation	Supplier
350°F cure type	FM-300K	A. C. C.
350°F cure type	FM-377-1	A. C. C.
350°F cure type	Metalbond 329-7	Narmco
250°F cure type	AF-163-2K	3M
250°F cure type	FM-73M	A. C. C.
250°F cure type	EA-9680	Hysol
Adhesive primer	BR-127	A. C. C.

Table 3 Exposure conditions and evaluation of mechanical properties for adhesives.

Exposure conditions		Method ③	Test temp. ④
Electron beam irradiation ①	0 MGy	DLSS	R/T, H/T, L/T
	1 MGy	DLSS	R/T, H/T, L/T ⑤
Thermal cycle ②	3000 cycle	DLSS	R/T ⑥
Irradiation and then thermal cyce	1 MGy + 3000 cycle	DLSS	R/T, H/T, L/T ⑦

① Dose rate: See Table 5.

② Thermal cycle: 40 min/cycle, $\pm 100 \pm 3$ °C.

③ DLSS: Double Lap Shear Strength.

④ R/T: 20 ± 3 °C, H/T: 100 ± 3 °C, L/T: -100 ± 3 °C.

⑤ For 250°F cure type, performed only R/T.

⑥ Performed only 350°F cure type.

⑦ For 250°F cure type, performed only R/T and H/T.

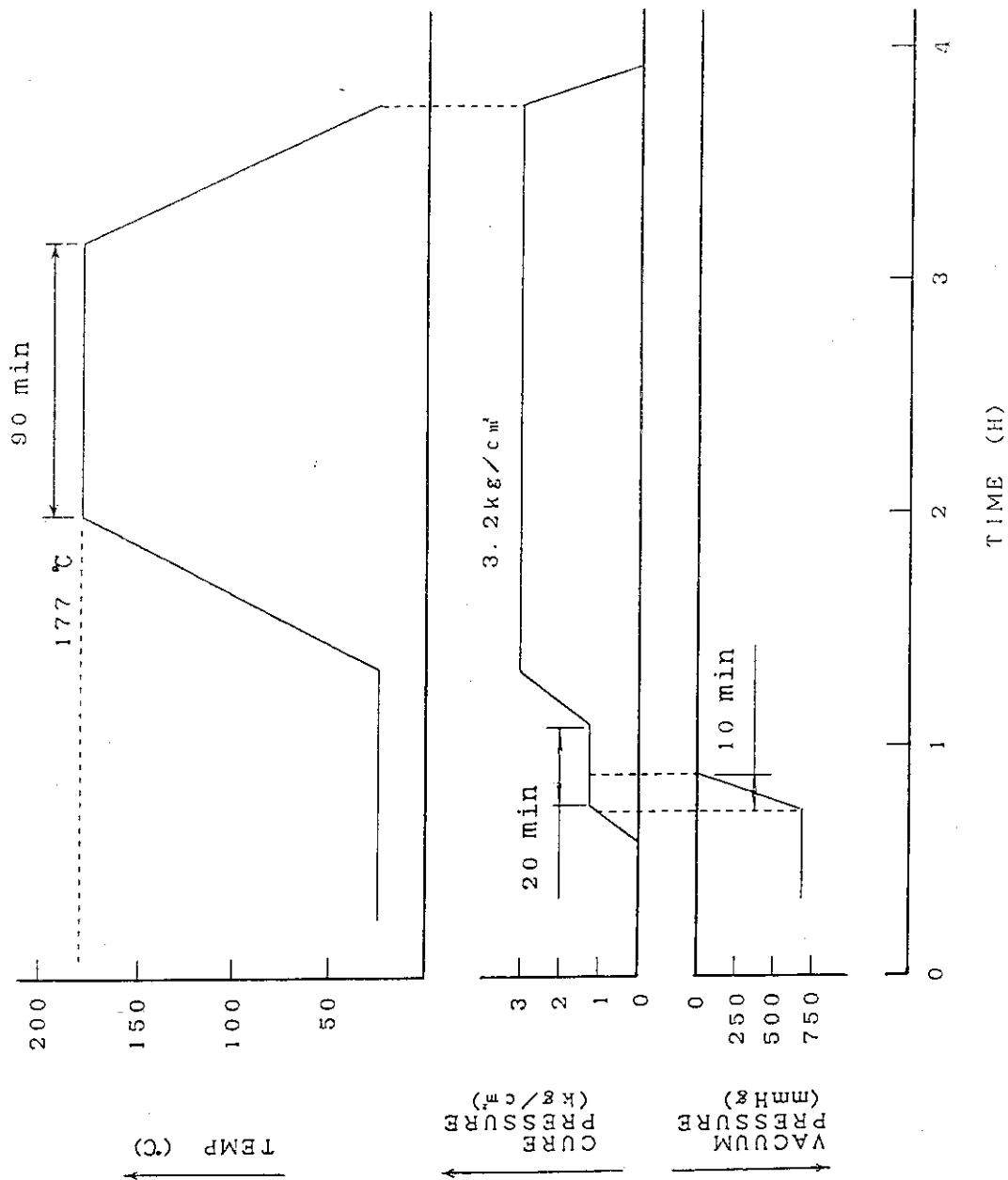


Fig.3(a) Typical cure condition for 350°F cure-type adhesives.

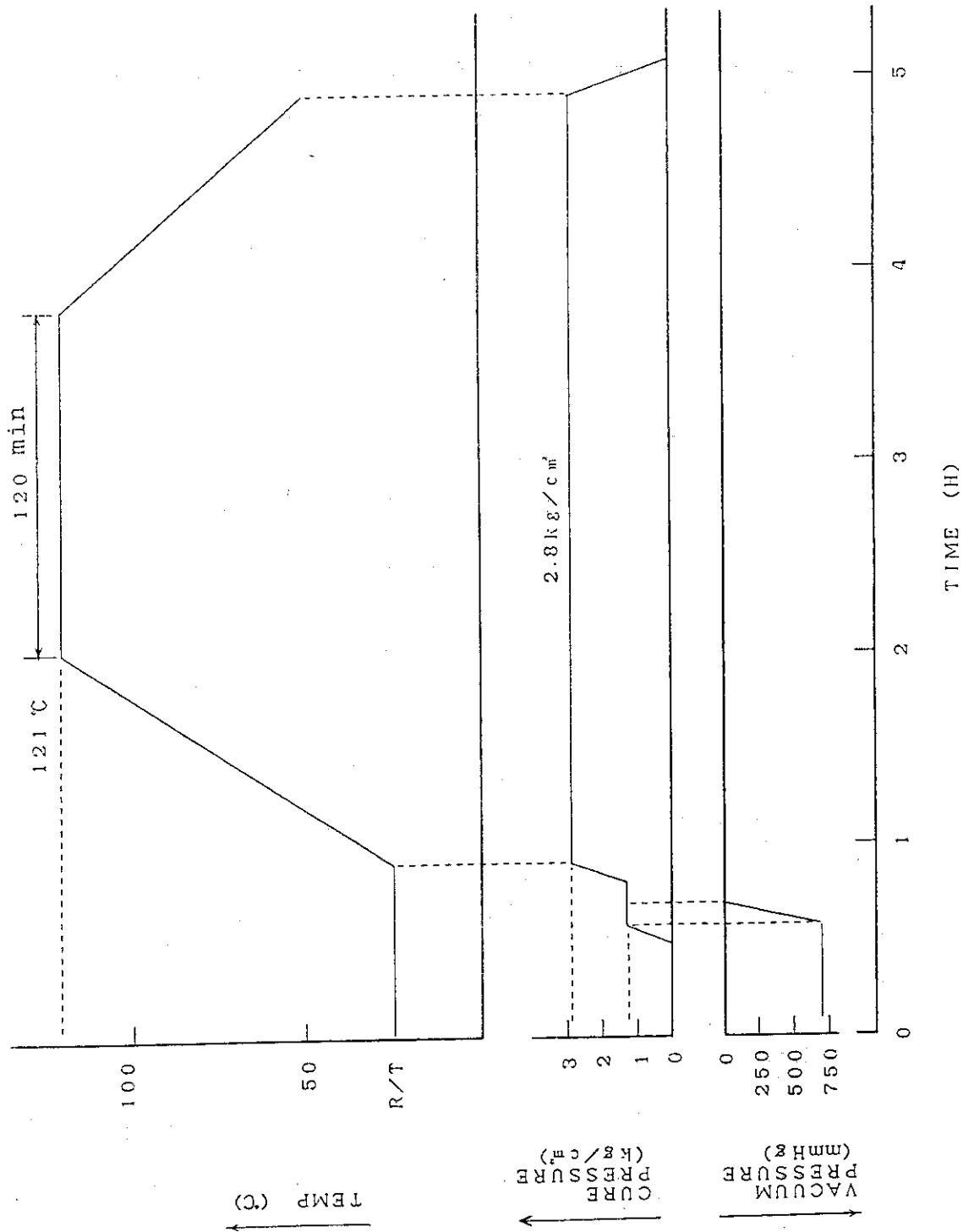


Fig.3(b) Typical cure condition for 250°F cure-type adhesives.

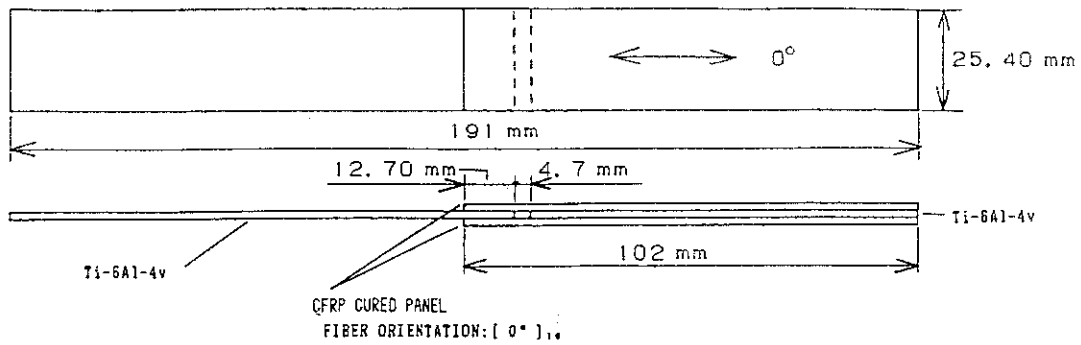


Fig.4 Specimen for double lap shear strength.

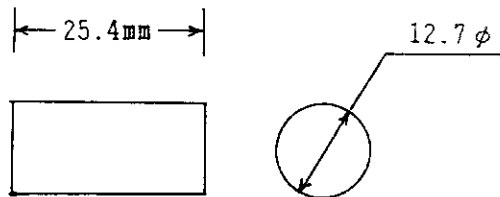


Fig.5 Specimen for potting resins.

Table 4 Exposure conditions and evaluation of mechanical properties for CFRP(Polyimide).

Exposure conditions		Method ②	Test temp. ③
Electron beam irradiation in air. (MGy) ①	0	T/S. C/S. IPS	R/T
		ILSS	L/T, R/T, H/T
	10	T/S. C/S. IPS	R/T
		ILSS	L/T, R/T, H/T

① Dose rate: see Table 5.

② T/S: 0° tensile strength, C/S : 0° & 90° compression strength, IPS: in-plane shear strength.

③ R/T: 20±3 °C, H/T: 320±3 °C, L/T: -100 ±3 °C.

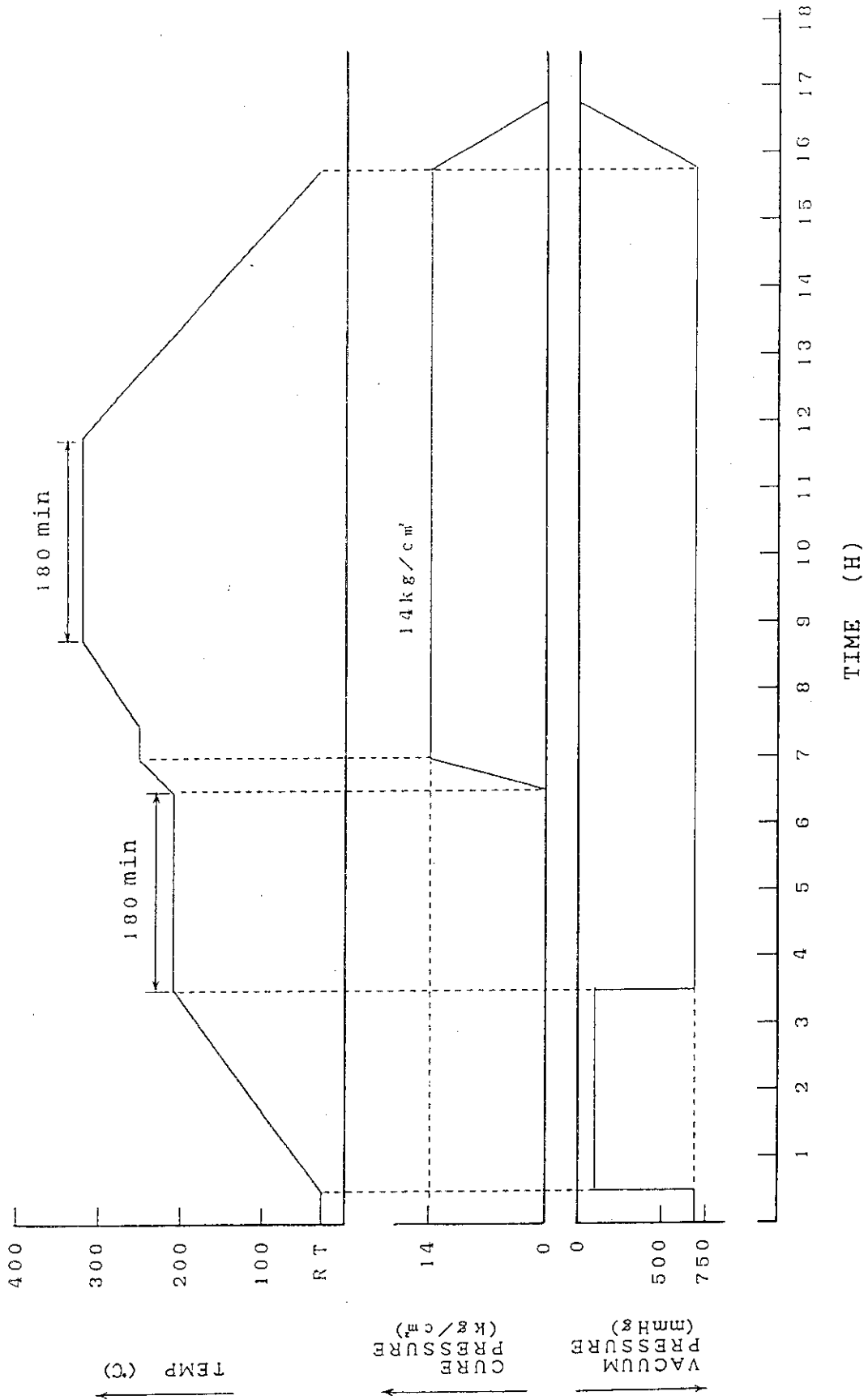


Fig.6 Typical cure condition for polyimide composites(T-800/PMR-15).

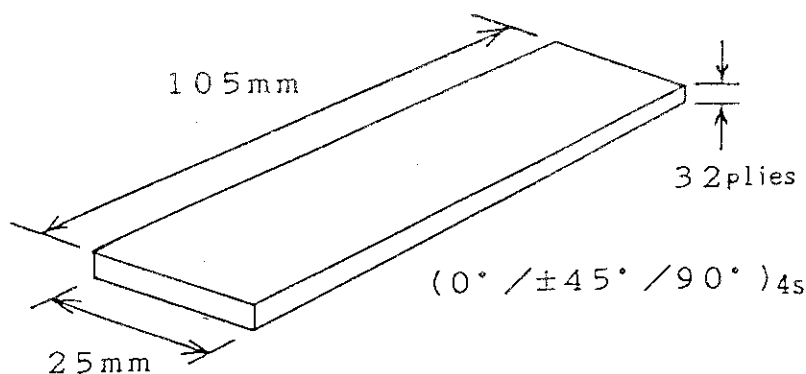


Fig.7 Specimen for irradiation and thermal cycles.

Table 5 Irradiation conditions.

Material	Source	Atmosphere	Method	Condition	Note
Epoxy CFRP	Electron beams	Air	Conveyor	2MeV, 1.5mA ①	0.7 m/min
		Vacuum	Fixed bench	2MeV, 1mA ①	1.25×10^3 Gy/s
	^{60}Co γ -rays	Air	Fixed bench	10kGy/h, 1068h (10.68 MGy)	Additional test for ILSS
		Vacuum	Fixed bench In closed		
Structural adhesive	Electron beams	Air	Conveyor	2MeV, 0.4mA ①	0.7 m/min
Potting material	^{60}Co γ -rays	Air	Fixed bench	9.8kGy/h, 100h (0.98 MGy)	
Polyimide CFRP and thermo-plastic	Electron beams	Air	Conveyor	2MeV, 0.4mA 0.7 m/min ①	10kGy, 1MGy
			Fixed bench	2.0 mA	10 MGy

① Distance from beam window to sample: 30 cm.

Table 6 Determination of mechanical properties.

Material	Item	Test method
Epoxy CFRP	In-plane shear	ASTM-D3518
	0° -Tensile	ASTM-D3039
	90° -Tensile	ASTM-D3039
	0° -Compression	ASTM-D3410
	90° -Compression	ASTM-D3410
	Inter-laminar shear	ASTM-D2344
Structural adhesive	Double lap shear	ASTM-D3528
Polyimide CFRP	In-plane shear	ASTM-D3518
	0° -Tensile	ASTM-D3039
	0° -Compression	ASTM-D3410
	90° -Compression	ASTM-D3410
	Inter-laminar shear	ASTM-D2344

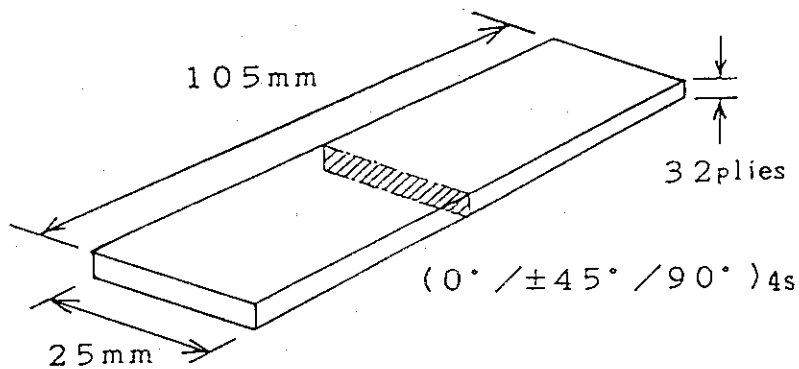


Fig.8 Specimen of microscopic observation for cross sectional view.

3. 結果と考察

3.1 エポキシ系CFRP

3.1.1 照射による影響

Fig. 9 (a), (b)に、未照射および10 kGy照射したIM-6/6376 材の室温で測定した引張り強度、圧縮強度およびそれぞれの弾性率を示す。Fig. 10 (a), (b), (c)には、それぞれ未照射、および10 kGy、10 MGy照射したときの室温、高温、および低温で測定した層間せん断強度 (Interlaminar shear strength: ILSS) および面内剪断強度 (In-plane shear strength: IPSS) を示す。これらの図では、未照射材料の室温における無暴露供試体の強度を100 として、変化量を% 表示してある。なお、本報告書に示す図は、全て無暴露室温における強度を100 とする変化量で示してある。

低軌道衛星レベルにおける環境で、10年間以上の滞在で暴露される線量と考えられる10 kGyの電子線を空气中で照射した場合、本報告で実施した全ての供試体では、温度環境下試験 (Table 1 参照) を含めて、強度および弾性率に与える電子線による照射効果はないと判断される。このことは、前報¹⁾の試験で20 MGy以上照射したILSSで初めて劣化が観察された結果と同様である。

次に、10 MGy照射した場合のILSS、IPSSおよびその弾性率に基づき劣化状況の把握を行う。室温強度において、変化は観察されない。IPSSでは弾性率において若干(7%)の上昇が観察されるが、弾性率では通常バラツキが大きい傾向にあるため有意差とは判断し難い。したがって、ここでは室温試験における力学特性の変化はないと判断される。 -100°C の試験では前報¹⁾の試験ほど顕著でないが、ILSSが若干上昇する傾向にあると同時に、IPSSの上昇も観察された。これは、成形時に生成した樹脂の内部歪みが照射により取り除かれたものと考えられる。 $+100^{\circ}\text{C}$ の試験においては、供試体に若干の強度低下が観察される。前報¹⁾の試験においても高温強度に若干の低下が観測されたが、今回の試験においても再現された。前報¹⁾のデータとの比較から、高温強度の低下は室温より若干低い線量で始まると考えられるが、10 MGyまでは顕著に現れない。以上の結果から、10 MGyまでの力学特性におよぼす影響はほとんどなく、低軌道レベルでの本材料におよぼす電子線照射の影響はないと判断される。

真空環境下で電子線を照射したILSSおよびIPSS特性は、いずれの温度条件における試験でも強度低下が激しい。しかし、 γ 線を真空中および空气中で10 MGy照射した供試体の室温におけるILSSの比較では、顕著な変化は観察されない (Table 7 参照)。このことを考慮すると、真空環境下で電子線照射した供試体の強度低下は真空環境によるものでなく、照射時の熱の影響を受けているものとするのが妥当である。今後、電流密度を下げた状態での強度変化についてさらに検討する必要がある。

なお、前報¹⁾の積層板の破壊実測値を、今回の力学特性を用いて複合則により計算した結果をもとに比較してみると、Fig. 11に示す結果が得られ、試験の妥当性が確認できた。Fig. 11では、実際に破壊した室温における強度を100 とした場合の比率として示した。

3.1.2 熱サイクルによる影響

熱サイクルによる材料の劣化挙動は、ILSSおよびIPSS特性試験により検討した。1500回および3000回の熱サイクルを与えた試料の低温、室温、高温でのILSS値の変化を未処理の結果を含めて、Fig. 12(a)に示す。熱サイクルの影響は、 ± 100 °Cの温度領域でILSSに現れないことが分かる。IPSSについての同様な結果をFig. 12(b)に示すが、ILSSの変化と同じである。しかし、熱サイクル3000回負荷後の強度は、高温試験において若干増加する傾向がみられる。

Fig. 12(c)に示すIPSS弾性率に関しては、バラツキが若干大きいためにはっきりした判断は難しいが、高温試験における若干の弾性率の増加と低温試験における弾性率の低下が認められる。

0 ° および90 ° の引張り、または圧縮試験の結果は、Fig. 13(a) および(b)に示すように強度変化は観察されない。

3.1.3 複合環境による影響

前報¹⁾および3.1.1項に述べた電子線照射による劣化試験の結果から、10kGyの照射においては力学特性への影響はなく、高温環境下で10 MGy照射した供試体に若干の強度低下が観察される。複合環境に暴露した供試体の試験結果をFig. 14(a)～(c)およびFig. 15(a)～(d)に示す。

10 kGy照射したのち3000回の熱サイクルに暴露した供試体のILSS、IPSS特性に注目すると、その傾向は単に熱サイクル3000回を負荷した場合と類似しており、高温環境下でのIPSS試験において、強度、弾性率に若干の上昇が認められる。また、0 ° および90 ° の引張り、または圧縮強度においても無暴露の状態とほぼ同等の結果が得られた。このことから、マトリックス樹脂に対する10 kGyの電子線照射による影響はなく、むしろ熱サイクルによる影響が支配的であると判断できる。一方、3000回の熱サイクルのみを暴露した強度データと、熱サイクル前後に電子線を照射した場合の強度データを比較すると、熱サイクルを与えた試料の高温下でのIPSSが上昇する。これは、熱サイクルが樹脂に対して若干のポストキュアー的効果を与え、架橋密度の上昇等を招いていることによるものと推察される。

10 MGy照射したのち熱サイクルを与えた供試体のILSSおよびIPSSも、単に熱サイクルを3000回与えた場合と同等の傾向を示す。しかし、高温下でのIPSSに注目してみると、10 kGy照射時の強度に比べ上昇率が低い結果となった。ただし、電子線照射で観察された若干の強度低下は複合環境暴露においては認められず、ILSS試験では強度が変わらず、IPSS試験で強度が上昇する結果となった。したがって、樹脂には架橋分子の切断など電子線で劣化するモードと、熱サイクルで観察されるポストキュアー的な現象があり、本報で実施した6376樹脂においてはポストキュアー的な現象が支配的であると推察する。前報¹⁾の試験においては、熱サイクルに先立ち10 MGy照射した場合の高温時の圧縮強度は上昇せず、ほとんど変化がない傾向にあった。この事は上述の結果と矛盾しているようであるが、前報¹⁾の試験では交差積層板が使用され、強度に対して0 ° 方向の繊維が支配的な役割を果たしていると同時に、ILSSの絶対値の比較から、原因としては硬化サイクルの違いにより樹脂に僅かな架橋密度の違いを生じ、これも影響しているものと考えられる。

前報¹⁾で述べたように、6376樹脂は動的粘弾性の結果からガラス転移点(Tg)以上に加熱してもTgの変化は観察されなかった。このことから、6376樹脂の良好な熱安定性は確認されているが、熱サイクルという長時間の熱暴露に対しては若干の影響を受けることが予測される。データとしては少ないが、1500サイクルと3000サイクルの熱サイクルで高温下のIPSSは1500サイクル負荷後に比べ3000サイクル負荷後の方が高い。このことは熱暴露時間が長くなることにより、高温下の強度が上昇し、樹脂に若干の変化が生じているひとつの裏付けと考えることができる。

以上、1M-6/6376の低軌道衛星レベルにおける適用性は、前報¹⁾の試験結果と上述の結果を踏まえて、十分と結論される。

3.2 構造接着剤

3.2.1 照射による影響

本報で試験した6種類の接着剤の未処理、室温における強度の比較をFM377-1を100としてFig. 16に示す。各接着剤で、室温の強度に差があることが分かる。各接着剤の未処理、室温における強度を100としたときの低温(-100℃)、および高温(+100℃)における強度の比率をFig. 17に示す。低温における強度では250°F、350°F硬化系を問わず4種類の接着剤がいずれも約75%の強度保持率を示すが、MB329-7は室温強度に比べて約20%の強度上昇を示す。また、EA9680では低下率が激しいことが分かった。高温強度では、今回の試験温度が100℃と高いこともあって、350°F硬化型の接着剤のみを評定対象としたが、剪断強度の低下率は激しいことが分かる。また、MB329-7はFM377-1、FM300の両者に比べ強度保持率が若干大きいことが分かる。

電子線を照射した供試体の低温から高温領域での強度を、未処理の室温強度を100とした場合の比率としてFig. 18に示す。供試体は電子線照射により、いずれも肉眼観察で着色が認められた。350°F硬化型接着剤の室温における試験では、照射による大きな変化は観察されない。250°F硬化系の材料では室温試験のみ実施したが、FM73Mでは強度が約30%上昇し、また、AF-163-2KおよびEA9680では強度が約20%減少する結果が得られた。したがって、250°F硬化型の接着剤は350°F硬化型に比べ、電子線の影響を受け易いと判断される。低温ではFM377-1の強度に変化はないが、FM300は未処理強度に比べて保持率で約半分の40%に低下し、MB329-7も強度の低下が観察されるようになる。高温では室温と同様に、大きな変化は観られないが、MB329-7の強度は上昇する傾向がある。

以上の結果から、接着剤は1 MGyの電子線照射により何らかの影響を受けることが伺える。その影響は、樹脂の分子構造や変成剤によって大きく異なると考えられる。試験に用いた材料の変成剤については、一般的な接着剤の変成剤がソリッドゴムであるということ以外、現状では十分な情報が得られないためにはっきりした考察はできないが、絶対強度の比較および電子線に対する安定性からFM377-1、およびMB329-7は魅力のある材料と言える。さらに劣化状況を詳しく調査する目的では、変成剤の調査ならびに接着剤単独の物理特性の把握などを実施する必要がある。

3.2.2 熱サイクルによる影響

接着強度の熱サイクルによる影響は、350°F 硬化型の3種の材料を用いて試験した。結果をFig. 19に示す。いずれの場合も激しい強度低下を示している。特に、FM-300では熱サイクル暴露中に、3体中2体において接着面が剥離破壊した。

剥離状況は、いずれの場合も凝集破壊と剥離破壊が混在する形で観察される。平均的な破壊モードとしての凝集破壊の割合は、それぞれFM377-1が45%、MB329-7が70%、FM300が30%程度で、残りが剥離破壊に極めて近い状態であるものの、供試体の金属面は露出していなかった。このような破壊モードの観察と、実際に熱サイクル試験中に剥離した供試体があったことから、供試体はいずれも強度試験に供する前に、すでに部分的な破壊を生じていたものと推察される。供試体はチタンパネルをCFRP単層板でサンドイッチした構造で、かつ、スパーサーとなるチタン材の面積が大きいことから、熱サイクル時に発生する熱歪みの影響が大きい。したがって、このような破壊が生じたものと判断される。剥離の発生するタイミングとしては、接着剤の硬化温度が高いために、熱歪み量が最大となる低温環境時である可能性が高い。したがって、宇宙構造用接着剤としては低温強度に優れ、かつ、歪みの吸収が可能である柔軟な材料が必要であると考えられる。

また、250°Fあるいは350°F硬化型の接着剤であっても、接着強度は測定温度にかかわらず、熱サイクル試験中に発生すると考えられる剥離に近い状態の破壊面積の大きさによって左右されるため、これが、すでにFig. 17に示したように未処理の強度が低温あるいは高温で室温の値より低くなる傾向を示す原因のひとつになると考えられる。

Fig. 20は、各種接着剤の平均的な接着層の厚みをFM-377-1を100%としたときの比率として示す。350°F硬化型の材料の中でもFM377-1、FM300Kなどは複合材接着用に開発された柔軟な接着剤であり、MB329-7はどちらかという金属接着用のリジッドな材料であるが、熱サイクル後の強度保持率はMB329-7が最も高く、換言すれば熱サイクル中の破壊部位の少ない傾向が観察された。これは、接着層の厚さによるものと考えられる。すなわち、MB329-7はキャリアとして目の細かい織物が入っていて、接着層の厚みが大きく均質な被膜が得られ易かったためと思われる。したがって、宇宙環境用の材料としては接着層の確保が重要である。

3.2.3 複合環境による影響

複合環境における接着強度は、熱サイクル試験と同様に著しく減少する。Fig. 21からも分かるように、350°F硬化型接着剤の室温における強度を未処理の試験結果と比べると、FM377-1およびMB329-7の強度低下がそれぞれ75%、67%であるのに対し、FM300Kでは低下が更に大きく95%である。

低温における試験では、室温の未処理強度と比べFM377-1が88%低下するのに対し、MB329-7では46%の強度低下にとどまっている。MB329-7がFM-377-1に比べ強度低下が少ないのは、未処理の低温強度においてMB329-7がFM377-1より高強度であることと、MB329-7の低温強度が室温強度に比べて増加する特性をそのまま保持しているからである。また、低温におけるFM300Kの強度は、ほとんど零に近い。

高温における強度に着目すると、FM-377-1の強度が94%低下するのに対して、MB329-7の強

度は72% 低下する。この低下率の違いも、未処理における強度の変化と同様である。FM300Kの強度低下は350°F 硬化型接着剤の中で最も激しく、強度保持率はほとんど零である。一方、250°F 硬化型接着剤の室温における強度保持率はFM-73Mが最も良く、56% の低下にとどまる。AF163-2KおよびEA-9680 の強度低下はそれぞれ89% および98% と激しいものとなった。また、高温における強度低下は、未処理の試験でも認められるように350°F 硬化型の接着剤に比べて激しく、強度保持率はほとんど零に近い。

FM300K, EA9680の2種類の材料では、熱サイクル暴露中に各温度条件で3体の供試体中2～3体が分解破壊し、特にEA9680においては全て破壊してしまっていた。この現象は、先に考察したFig. 20の接着層の厚みと破壊の関係に良く一致する。ほぼ同じ接着層の厚みである3種の材料を比較すると、室温強度ではFM73M > FM377-1 > AF163-2Kの順となる。本報では剛性のデータはないが、最も柔らかいとされるFM-73Mの強度保持率が最も高く、この材料は破壊モードにおいても、接着剤の剥離に近い部分が最も少なかった。

350°F 硬化型の3種類の接着剤では、熱サイクル負荷のみの室温強度に比べ、複合環境下での室温強度に増加の傾向が観察される。接着部分の面積はTable 8(a)および(b) に示すような状況になり、FM377-1 とFM300Kでは凝集破壊の面積が増えていることが観察された。この現象は、熱サイクルの前に電子線を照射することにより、熱応力が解放される傾向にあることを示唆するものと思われる。MB329-7 の破壊モードに大きな変化がないのは、もともと接着層が十分な厚みを保持しており、熱応力が接着層に均質に分散しているためと考えられる。

以上の結果から、宇宙構造を想定した接着構造を考えるためには、電子線の影響をさらに詳細に把握する試験が必要であり、その照射効果の少ない樹脂であるとともに、柔軟で接着層が均一になり易いシステムを選定することが重要であると考えられる。

3.2.4 ポッティング樹脂

本報では放射線照射試験のみを行ったが、評価に供した3種類の材料についてはFig. 22に示すように、1 MGy までは室温強度におよぼす放射線の影響は観察されなかった。

今後はポッティング材料そのものの特性に限らず、ハニカムサンドイッチ構造とした場合の熱サイクル特性を評価する必要がある。

3.3 ポリイミド系CFRP

3.3.1 照射による影響

Fig. 23は室温条件で0° の引張り、および圧縮強度、ならびに90° の圧縮強度、IPSS, ILSS による破壊試験を行い、ポリイミド系CFRPの電子線照射による影響を評価した結果である。また、-100℃および+320℃の環境下で試験したILSSによる結果をFig. 24に示す。室温における各試験の照射による影響は、10 kGy照射したIPSSに若干の強度上昇が観察されることを除き、破壊形態の観察結果も含め変化が認められない。また、照射による弾性率や破断歪みの変化も観察されなかった。

低温から高温領域でILSSの照射による変化はない。IPSSにおける強度の変化は、ILSSおよび

90° 圧縮強度試験結果に照射の影響がないことを考えると、現時点では誤差の範囲にあるものと解釈される。

PMR-15樹脂は、これまでに報告されている文献³⁾によればその分子骨格が放射線に対して強いと想像されるが、本報告で試験した結果においてもその傾向は変わらないことが分かった。

3.4 熱可塑性樹脂の照射効果

PEEK, New TPI, およびK-IIIポリマーの電子線照射による変化を示差走査熱量計(DSC)を用いて調べた。

Fig. 25にAS4/PEEK, Fig. 26にT800H/New TPI, またFig. 27にT40/K-IIIのDSC分析の結果を示す。これらは、未照射試料と10 MGy照射した試料の結果を比較して示した。PEEKおよびNew TPIの電子線照射による熱的性質の変化は、Joam G. Funkら⁴⁾、貴家ら⁵⁾、および筆者らの熱劣化調査の報告⁶⁾で示されているように、照射によりTgは高温側へ、融点温度は低温側へ若干移動している。ここではPEEKの場合、成形時に徐冷されているためTgについては明瞭でないが、349℃の吸熱ピークは照射により341℃まで低下している。これは、非晶部分で起きた架橋のために融点が下がったと推察される。New TPIの場合、390℃の融解ピーク温度は照射により380℃まで低下し、ピーク形状もブロードになっている。また、明らかに照射試料にはTgによる比熱の急変が認められ、照射により非晶化している。これらについても架橋構造の生成と関係があるものと考えられる。K-IIIポリマーは非晶性であるためTgのみが観察されたが、Tgの変化は認められなかった。以上の結果から、本報告において照射効果についての結論を得るには到らなかった。

一方、宇宙環境におけるこの種の熱可塑性樹脂複合材の耐久性を把握する目的で、電子線を10 MGy照射したのち、-156℃から+100℃の範囲で500サイクルの熱衝撃を加えた。これらの供試体の断面観察写真をFig. 28に示す。Joam G. Funkら⁷⁾は、従来のエポキシマトリックス複合材、すなわちT300/934, T300/BP907, T300/CE339などは電子線を10 MGy照射したのち、-156℃から+93℃の範囲で500サイクルの熱衝撃を負荷すると、構造体への適用で懸念されるマイクロクラックの発生が顕著になると報告している。しかしFig. 28の結果からは、層内・層間に発生するマイクロクラックは全く認められない。これは熱可塑性樹脂特有の分子構造と破断靱性等の高さが寄与していると考えられ、構造体を形成する候補材料のひとつとして有望であると判断される。

3.5 照射による発生ガス

測定結果をTable 9に示す。試験の結果、全ての試験片は要求値であるTMLが1%以下、CVCMも0.1%以下を満足しており、宇宙用材料として合格である。個別のデータに着目しても、またどの材料に関しても7.58 MGyの電子線で発生ガス量に変化することはなかった。また、試験片であるCFRPはいずれもVf(繊維体積含有率)が60%の材料であり、その質量損失率TMLを比

較するとT800/PMR-15 ポリイミドが最も小さく、次いでIM-6/6376 エポキシ、T-300/3601エポキシ、T-800/PEEKの順である。同じエポキシ系樹脂をマトリックスに持つCFRPについて比較すると、IM-6/6376 の平均TML が約0.57% であるのに対してT-300/3601は、これよりほぼ50% 大きい約0.87% であった。

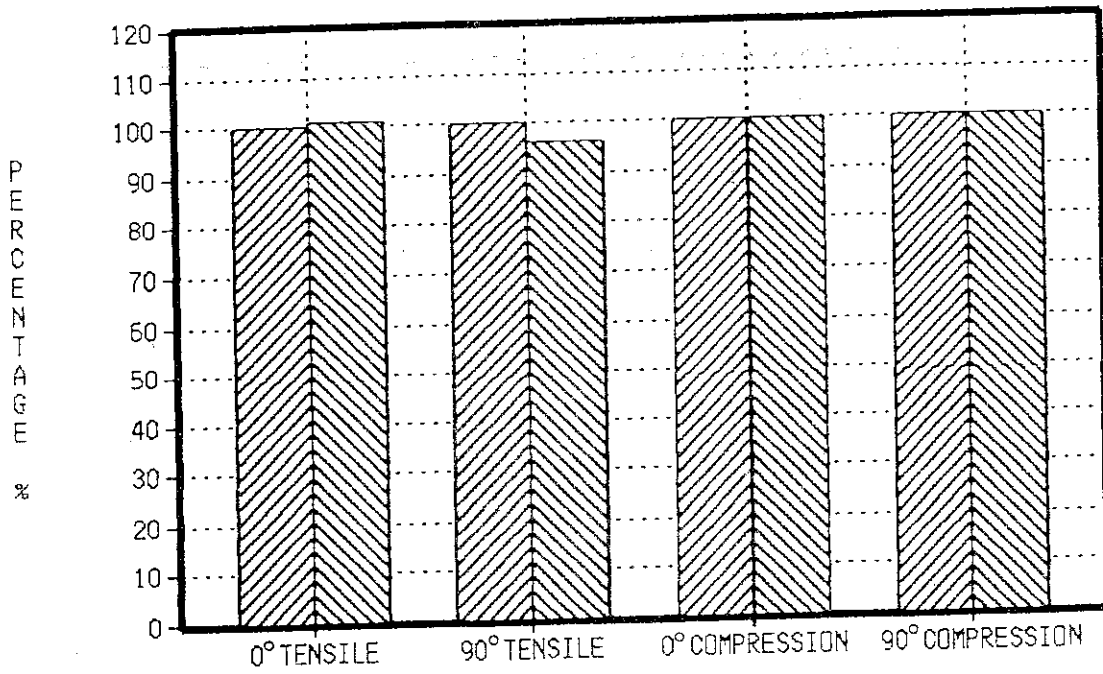


Fig.9(a) Mechanical strength at room temperature for IM-6/6376 composites before and after irradiation up to 10 kGy.

▨: un-irradiation

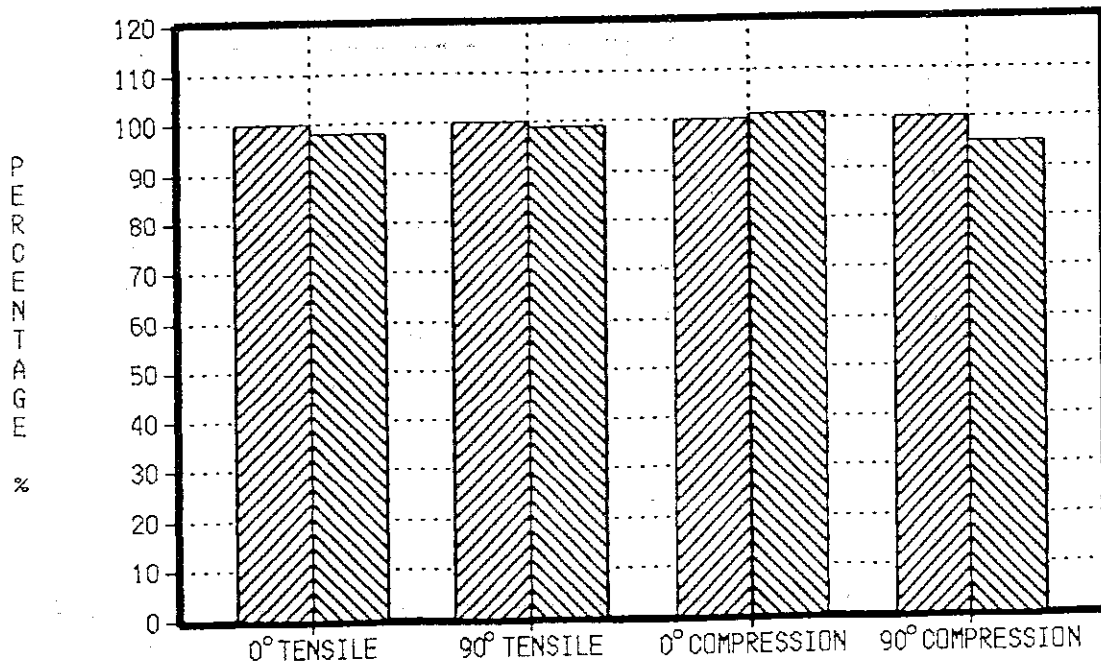


Fig.9(b) Mechanical modulus at room temperature for IM-6/6376 composites before and after irradiation up to 10 MGy.

▨: un-irradiation

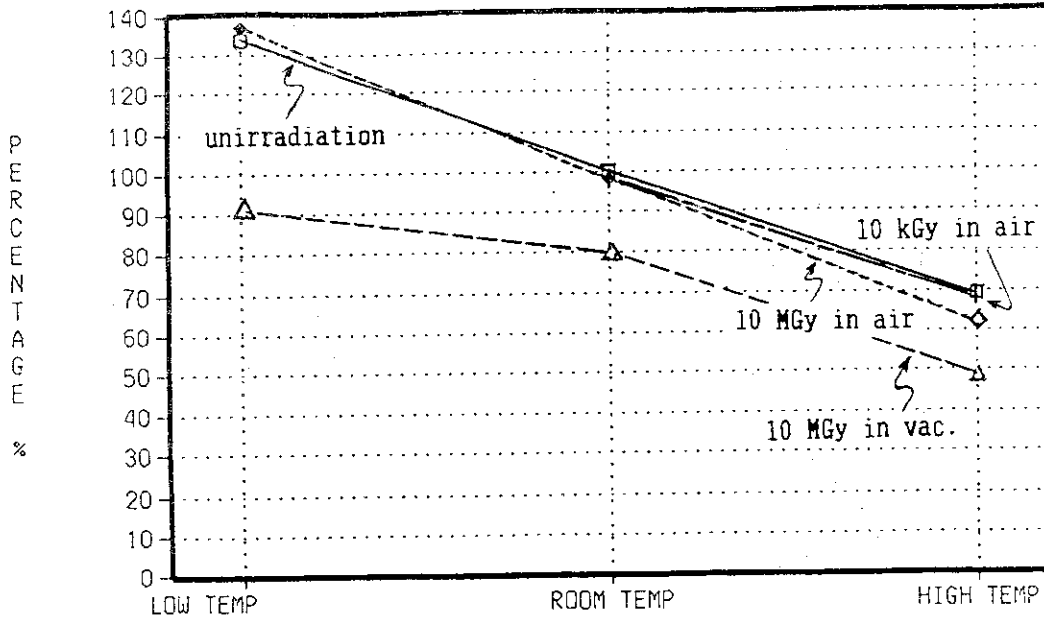


Fig.10(a) ILSS at different temperatures for IM-6/6376 composites before and after irradiation.

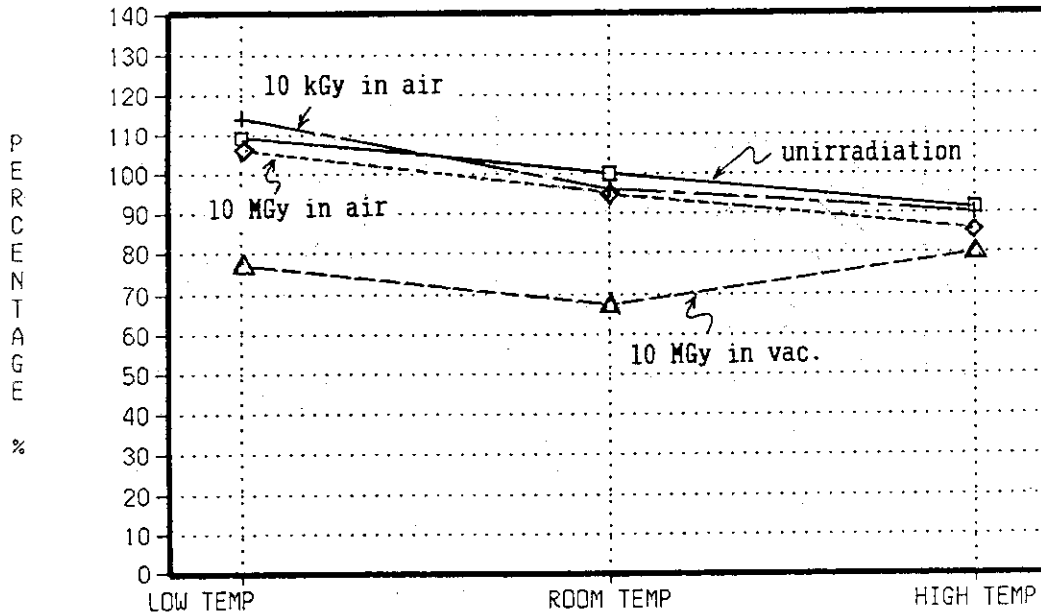


Fig.10(b) IPSS at different temperatures for IM-6/6376 composites before and after irradiation.

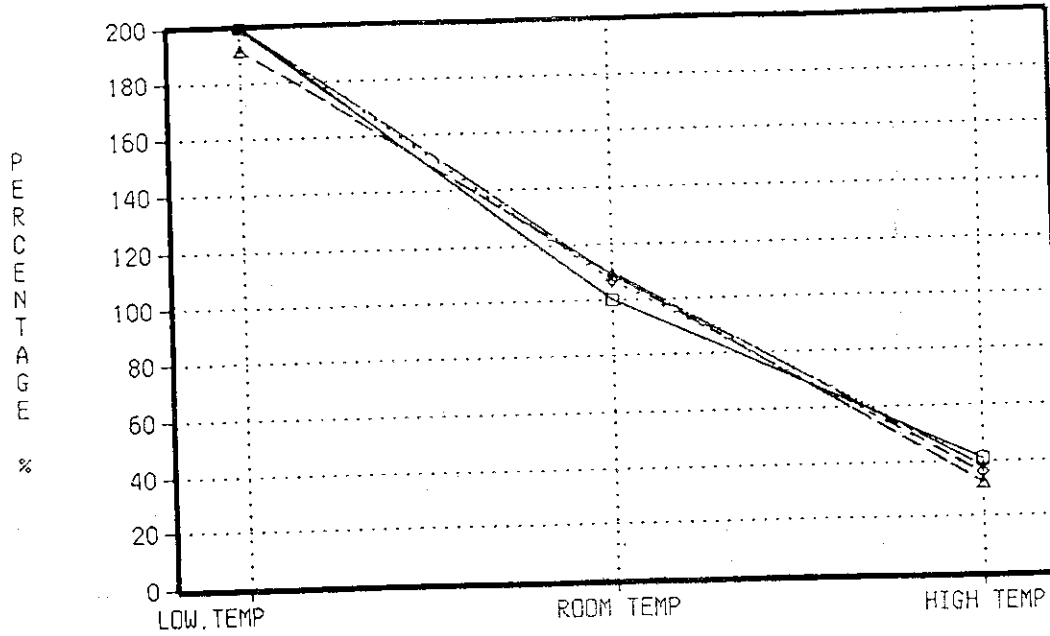


Fig.10(c) In-plane shear modulus at different temperatures for IM-6/6376 composites before and after irradiation.

□: unirradiation, +: 10 kGy in air, ◇: 10 MGy in air, △: 10 MGy in vac.

Table 7 ILSS at room temperature after irradiation up to 100 MGy by γ -rays.

Irradiation atmosphere	Average strength (%)	σ_n -(kg/mm ²) ^②	Cv ^②
Air	100 ①	0.13	1.1%
Vacuum	98.3	0.07	0.6%

① Intact value based on the value of irradiation in air.
 ② Actual data.

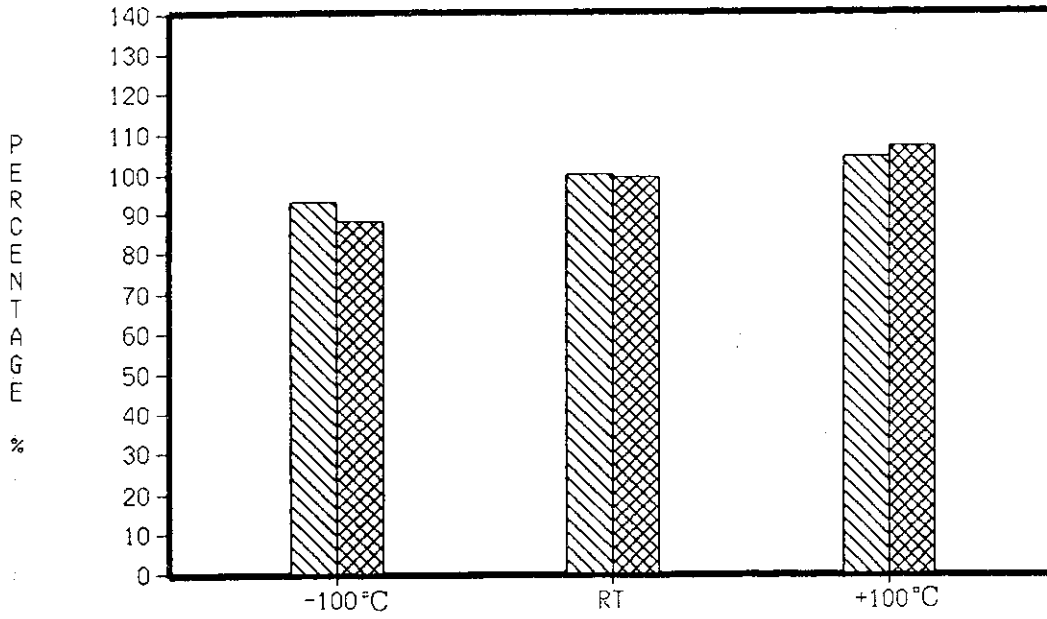


Fig.11 Angle ply strength for IM-6/6376 calculated from actual data.

ACTUAL TSAI(HILL)

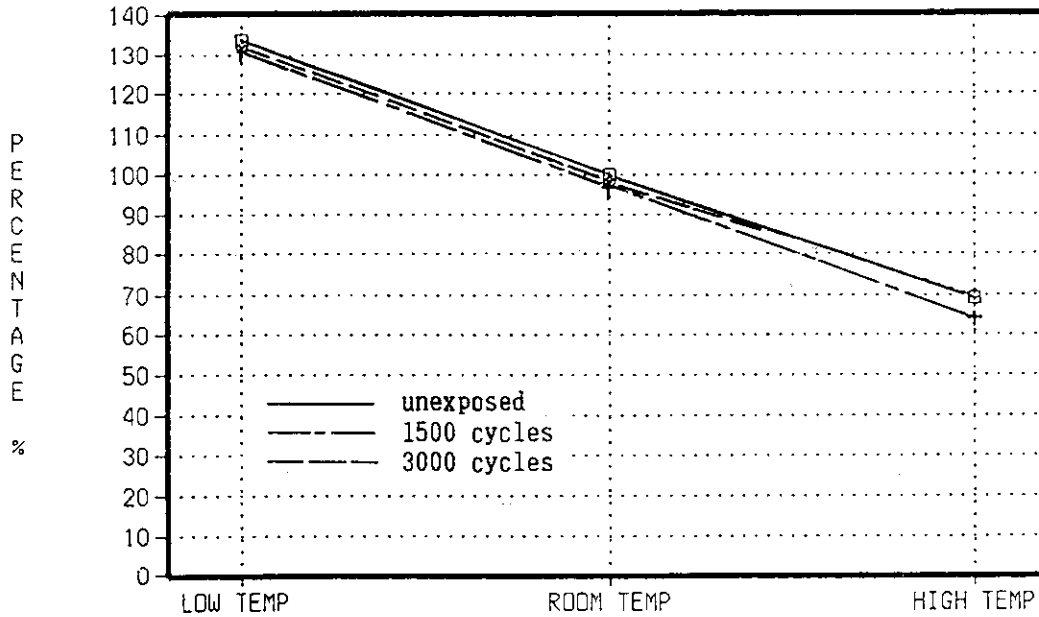


Fig.12(a) ILSS at different temperatures for IM-6/6376 composites before and after exposure with thermal cycles.

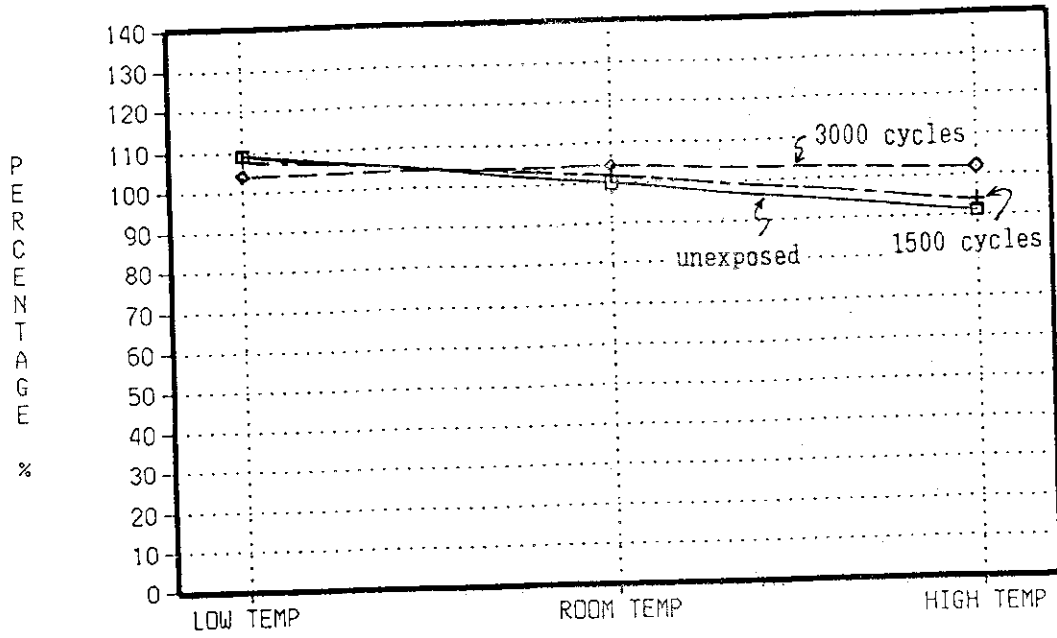


Fig.12(b) IPSS at different temperatures for IM-6/6376 composites before and after exposure with thermal cycles.

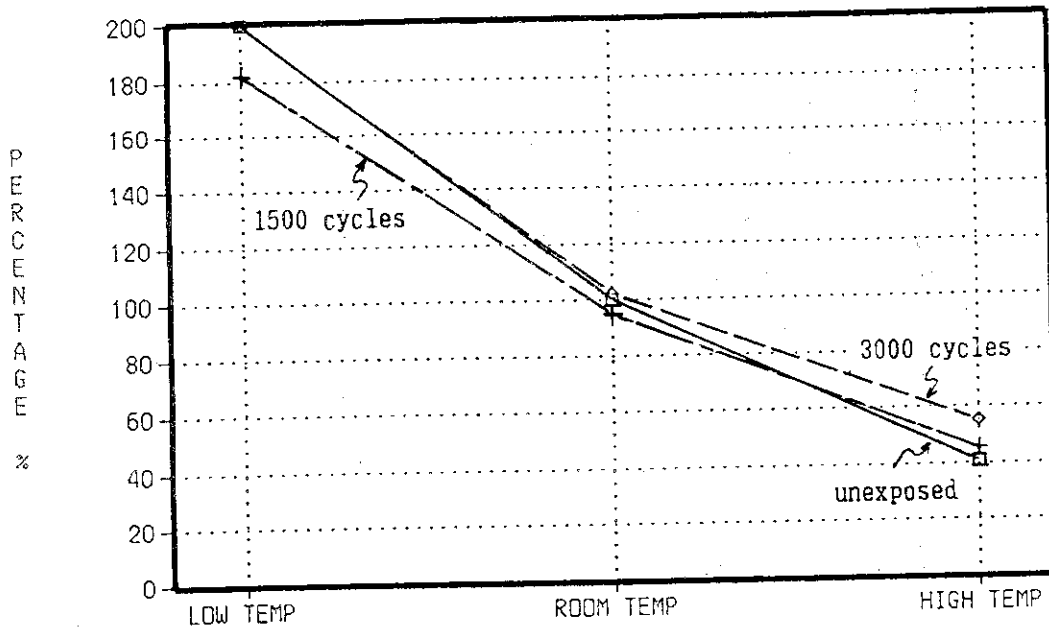


Fig.12(c) In-plane shear modulus at different temperatures for IM-6/6376 composites before and after exposure with thermal cycles.

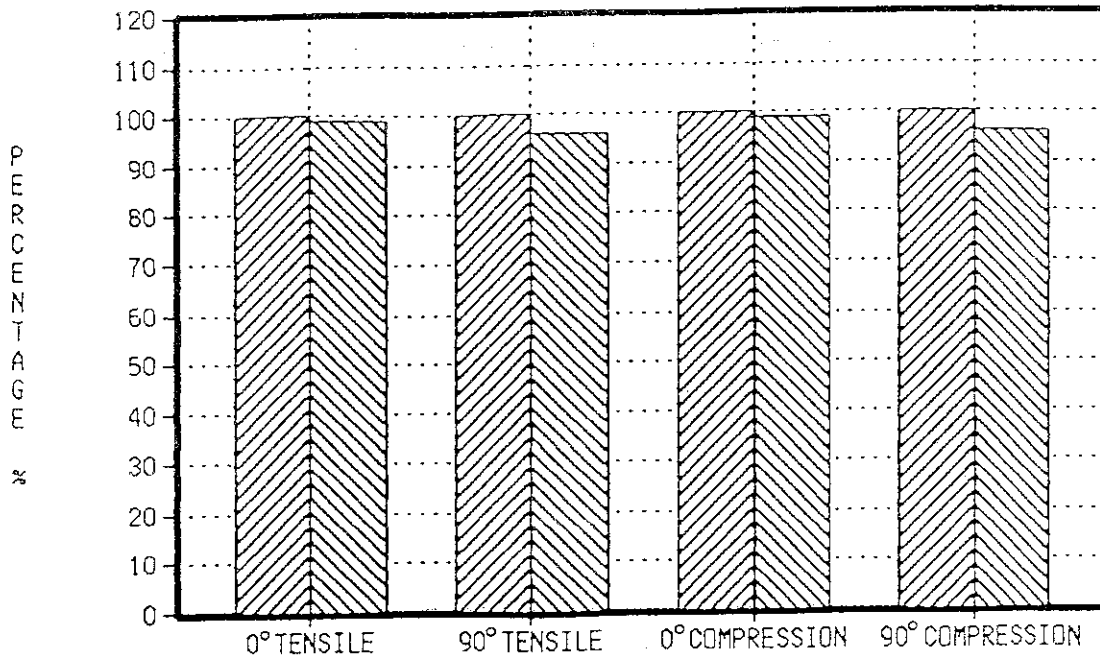


Fig.13(a) Mechanical strength at room temperature for IM-6/6376 composites before and after exposure with thermal cycles.

▨ : unexposed ▩ : 3000 cycles of thermal shock

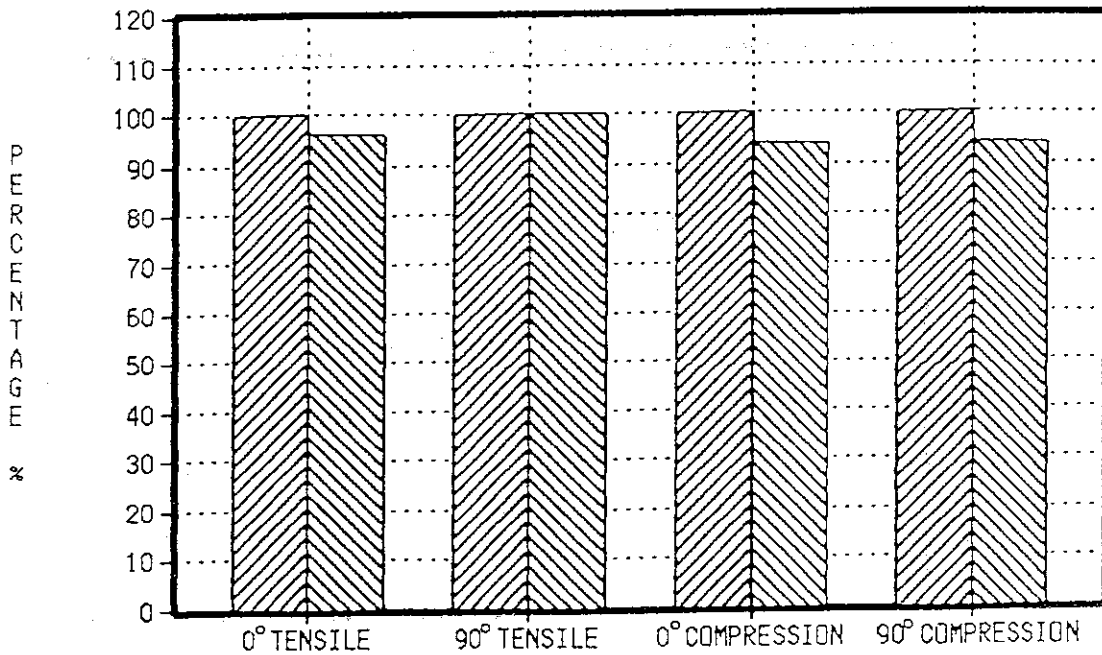


Fig.13(b) Mechanical modulus at room temperature for IM-6/6376 composites before and after exposure with thermal cycles.

▨ : unexposed ▩ : 3000 cycles of thermal shock

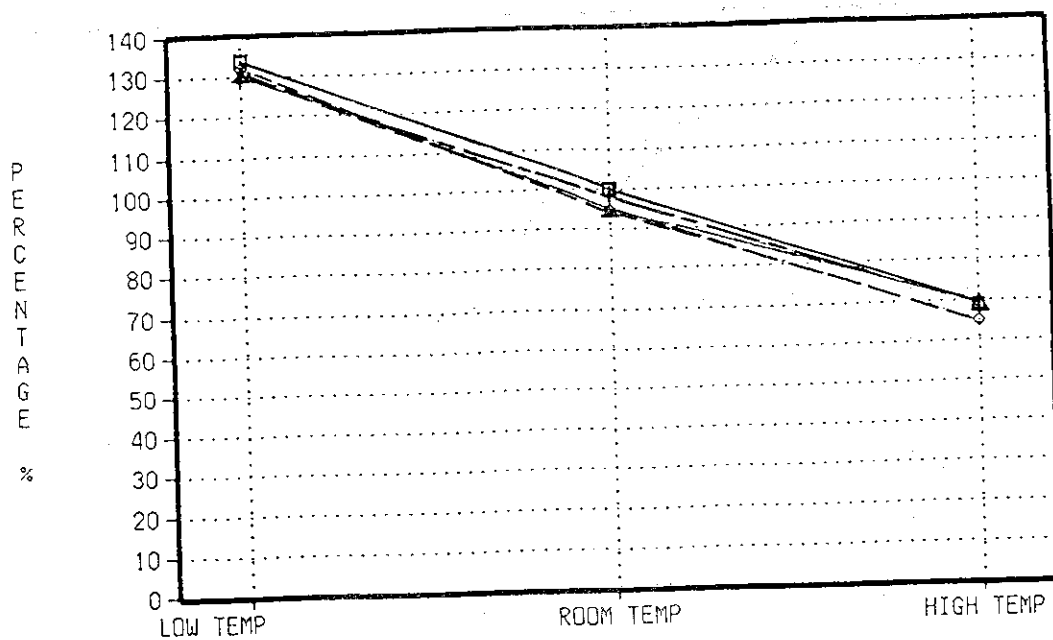


Fig.14(a) ILSS at different temperatures for IM-6/6376 composites before and after exposure with combined environments, irradiation and thermal cycles.

□: unexposed, +: 10 kGy→3000 cycles, ◇: 10 MGy→3000 cycles
 △: 3000 cycles→10 kGy

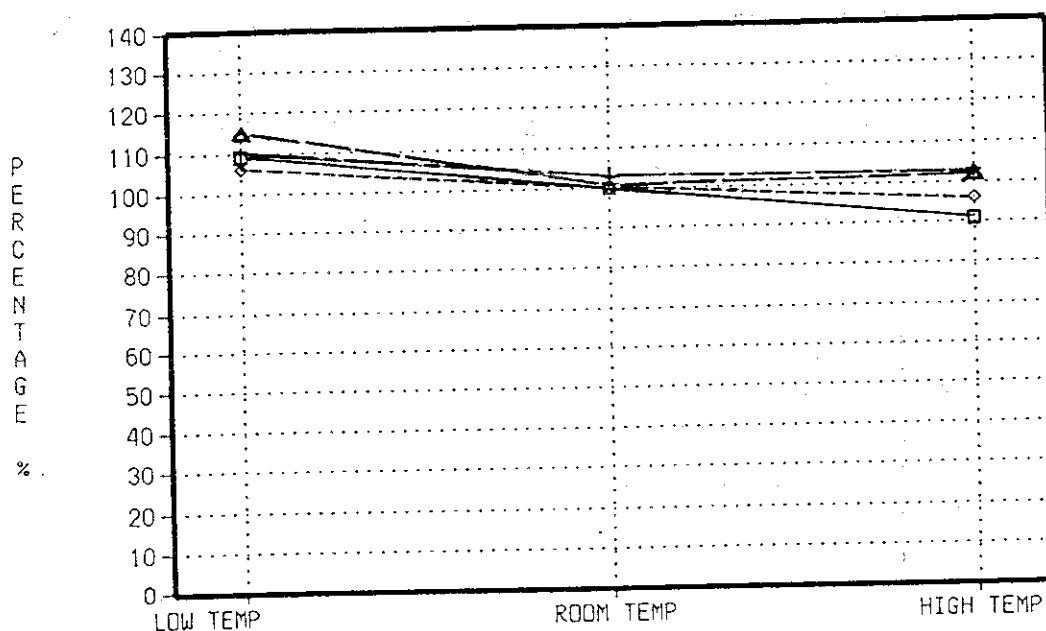


Fig.14(b) IPSS at different temperatures for IM-6/6376 composites before and after exposure with combined environments, irradiation and thermal cycles.

□: unexposed, +: 10 kGy→3000 cycles, ◇: 10 MGy→3000 cycles
 △: 3000 cycles→10 kGy

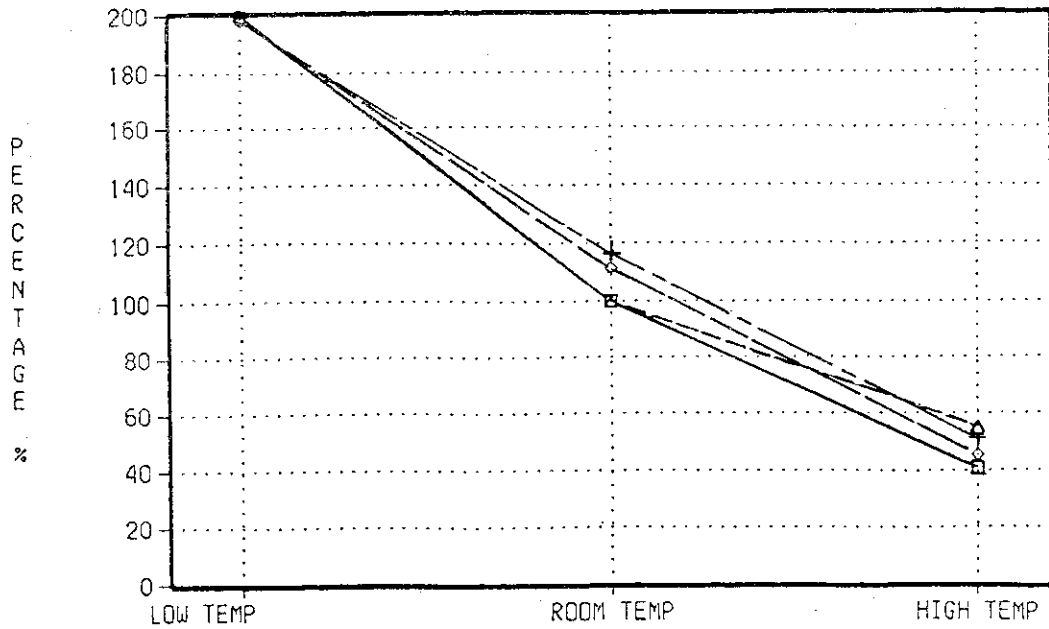


Fig.14(c) In-plane shear modulus at different temperatures for IM-6/6376 composites before and after exposure with combined environments, irradiation and thermal cycles.

□: unexposed, +: 10 kGy→3000 cycles, ◇: 10 MGy→3000 cycles
 △: 3000 cycles→10 kGy

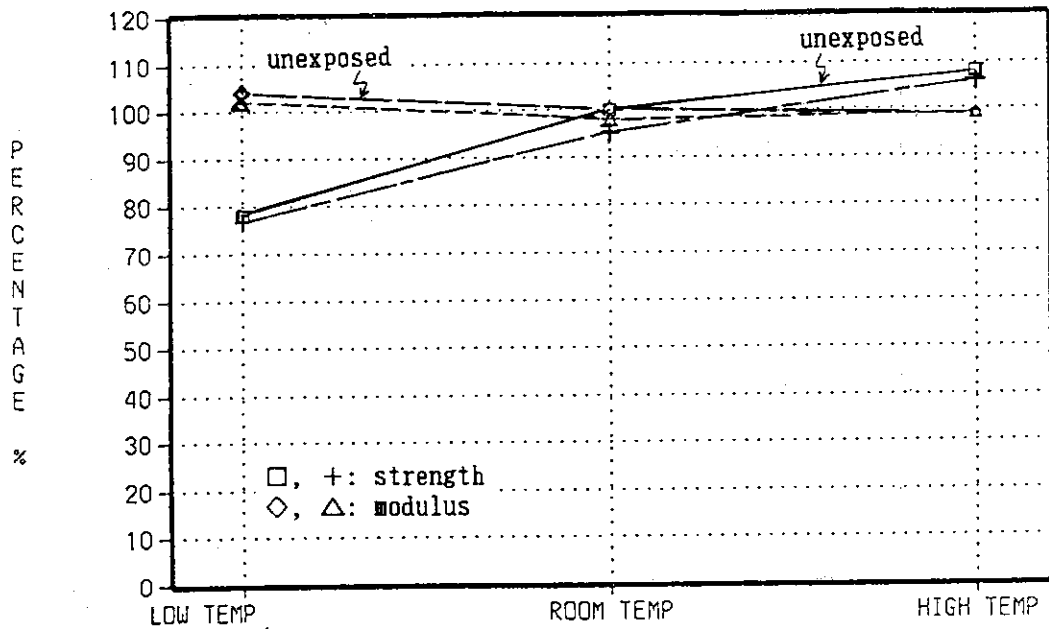


Fig.15(a) 0° tensile properties at different temperatures for IM-6/6376 composites before and after exposure with combined environments, irradiation and thermal cycles.

Exposure condition: 3000 cycles of thermal shock
 after irradiation up to 10 kGy.

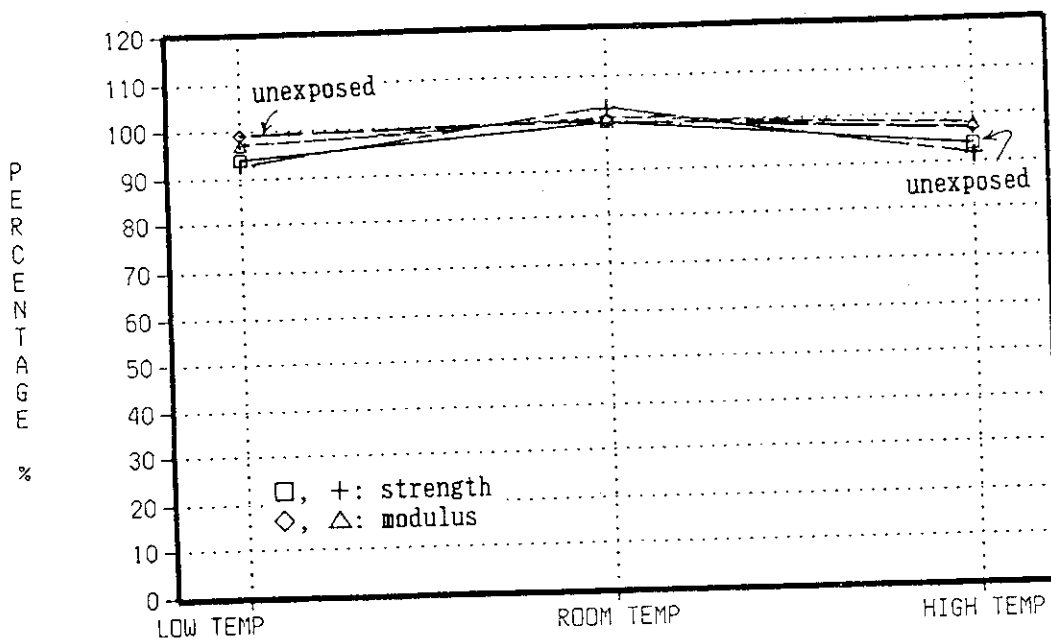


Fig.15(b) 0° compression properties at different temperatures for IM-6/6376 composites before and after exposure with combined environments, irradiation and thermal cycles. Exposure condition: as in Fig.15(a).

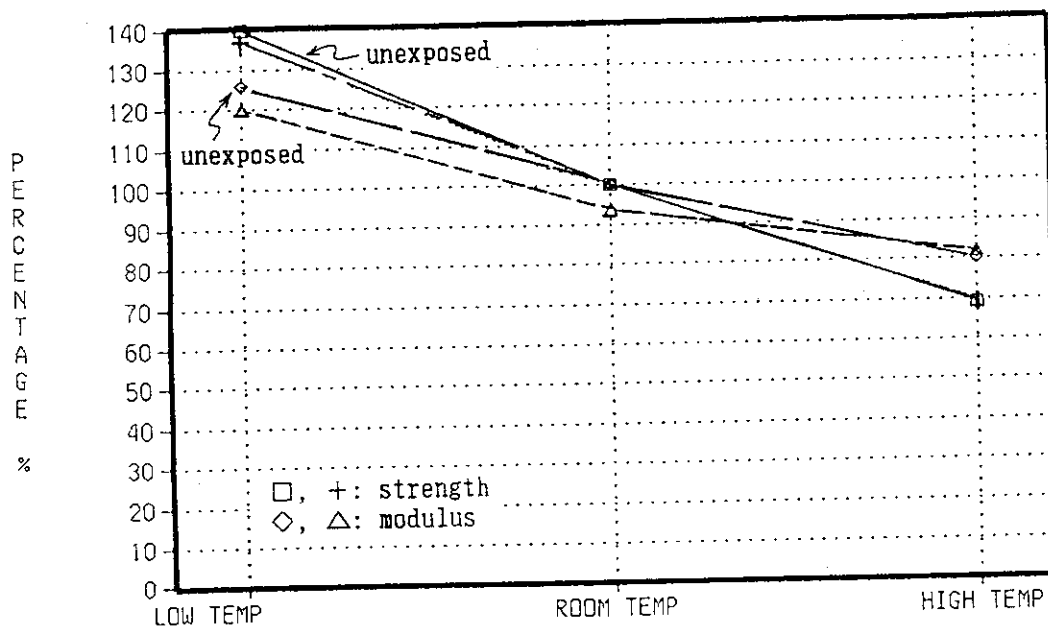


Fig.15(c) 90° compression properties at different temperatures for IM-6/6376 composites before and after exposure with combined environments, irradiation and thermal cycles. Exposure condition: as in Fig.15(a).

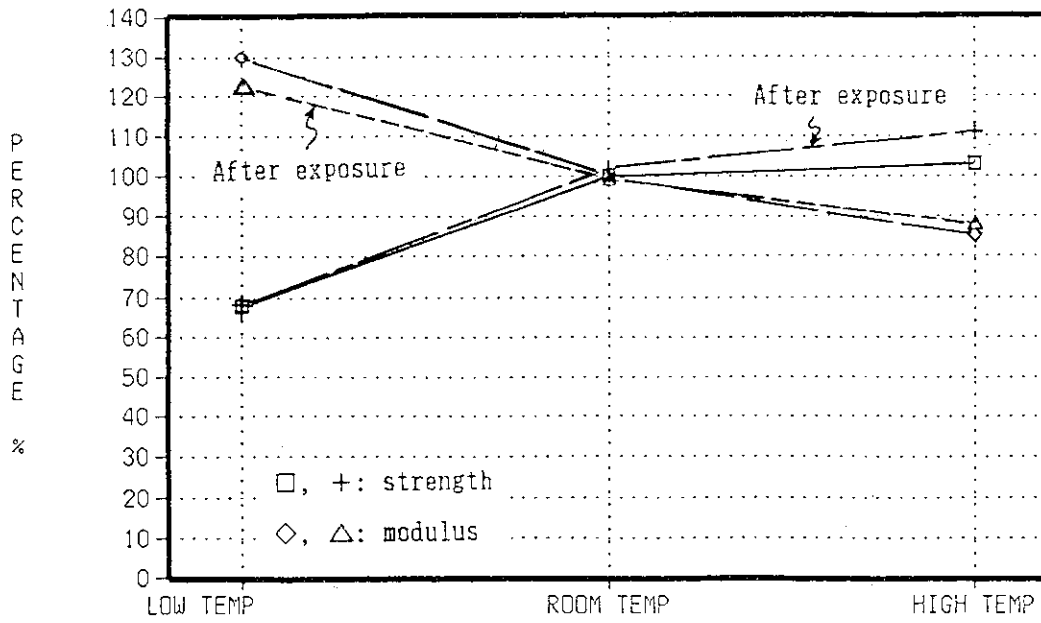


Fig.15(d) 90° tensile properties at different temperatures for IM-6/6376 composites before and after exposure with combined environments, irradiation and thermal cycles.

Exposure condition: 3000 cycles of thermal shock after irradiation up to 10kGy.

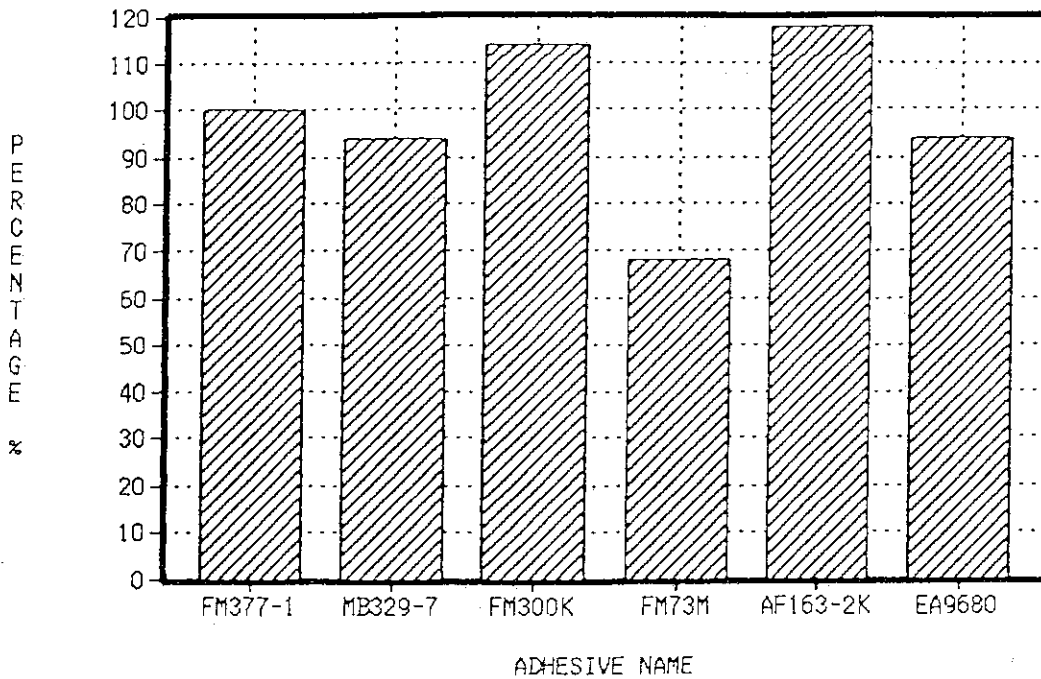


Fig. 16 Double lap shear strength at room temperature for different kinds of adhesives.

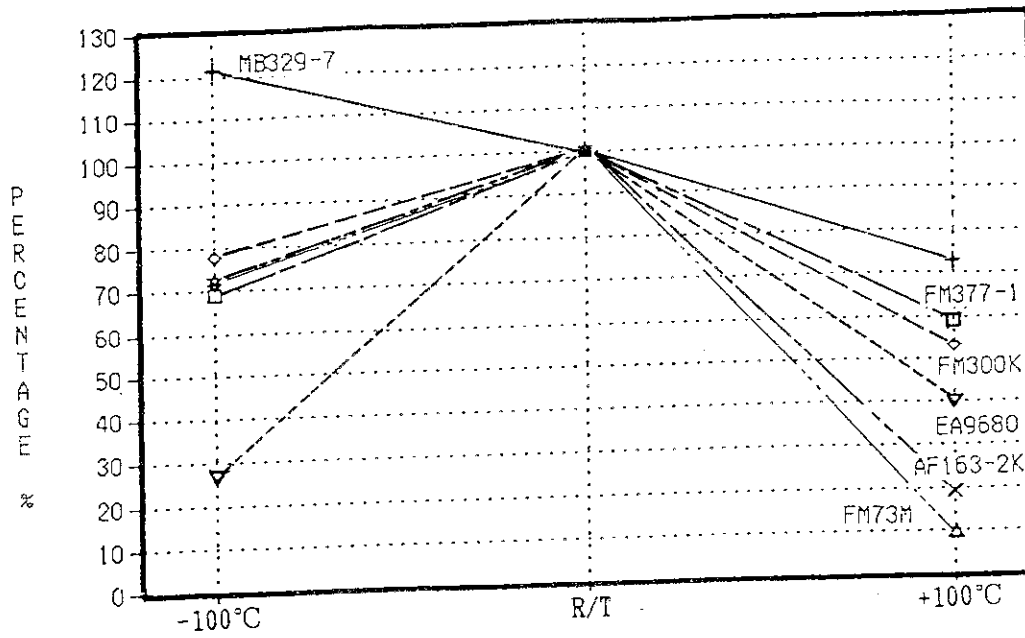


Fig.17 Double lap shear strength at different temperatures compared with a strength at room temperature.

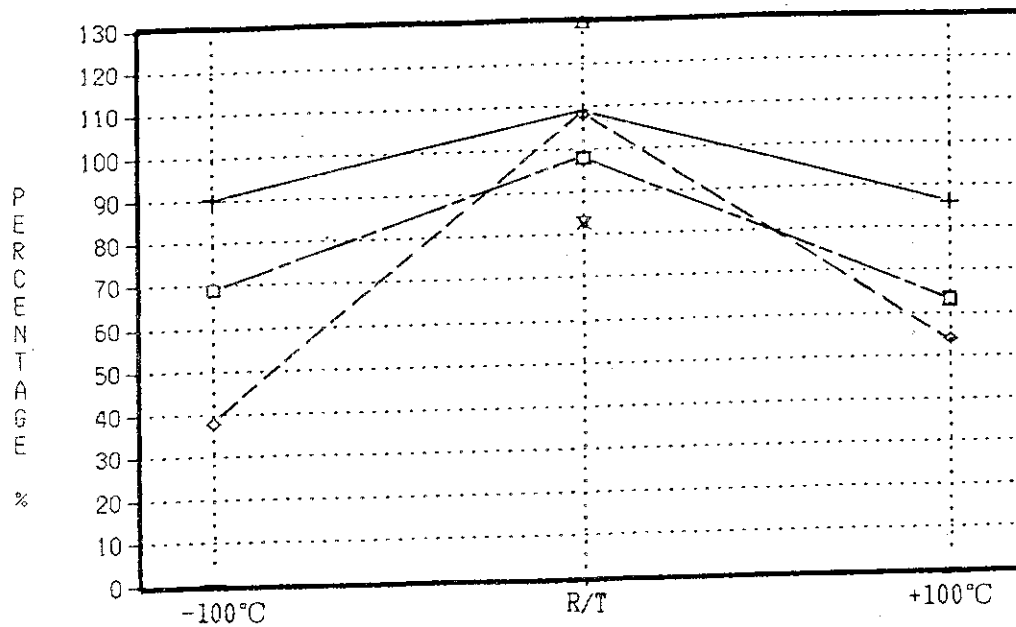


Fig.18 Double lap shear strength at different temperatures after irradiation up to 1 MGy.

□ FM377-1 + MB329-7 ◊ FM300K ▲ FM73M × AF163-2K ▼ EA9680

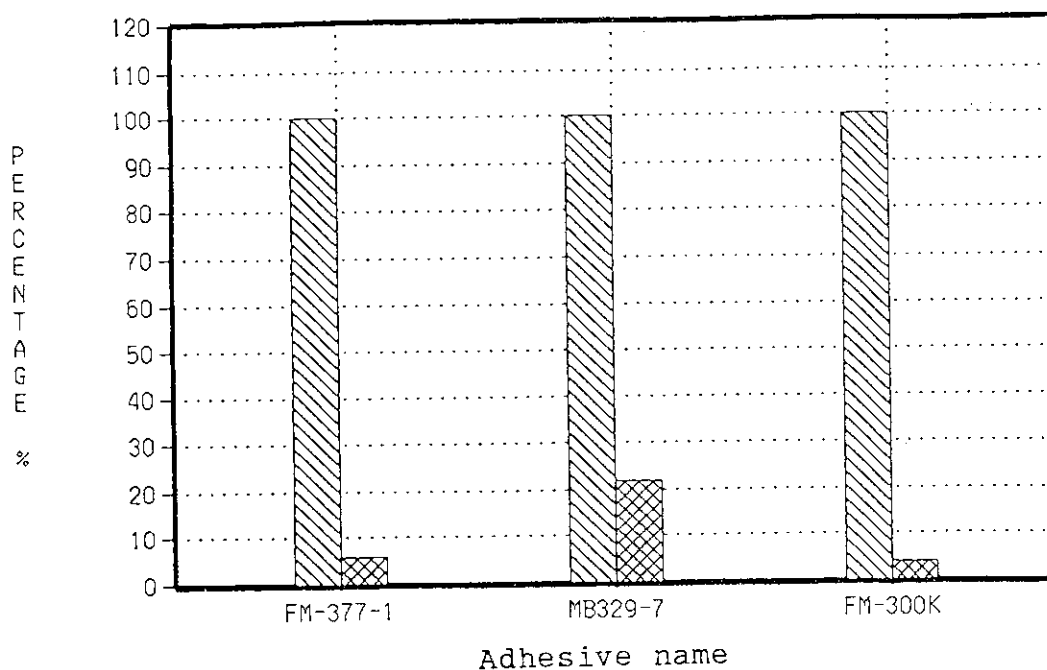


Fig.19 Double lap shear strength for 350° F cure-type adhesives before and after exposure with thermal cycles.

⊠ :3000 thermal cycles, ▨ :unexposed

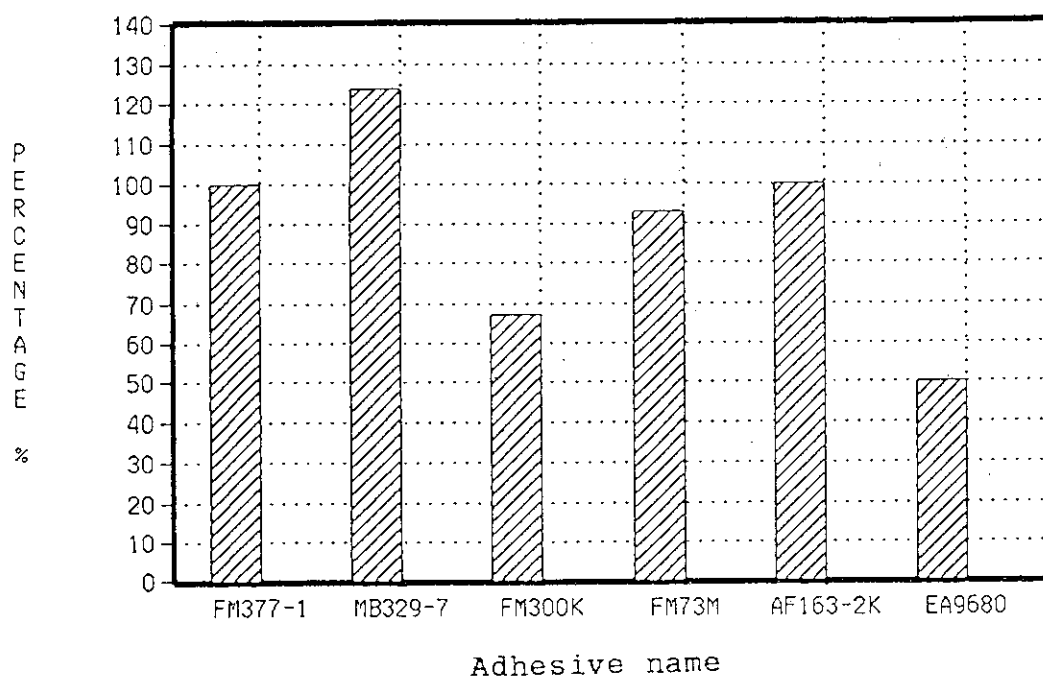


Fig.20 Bond line thickness for different kinds of adhesives.

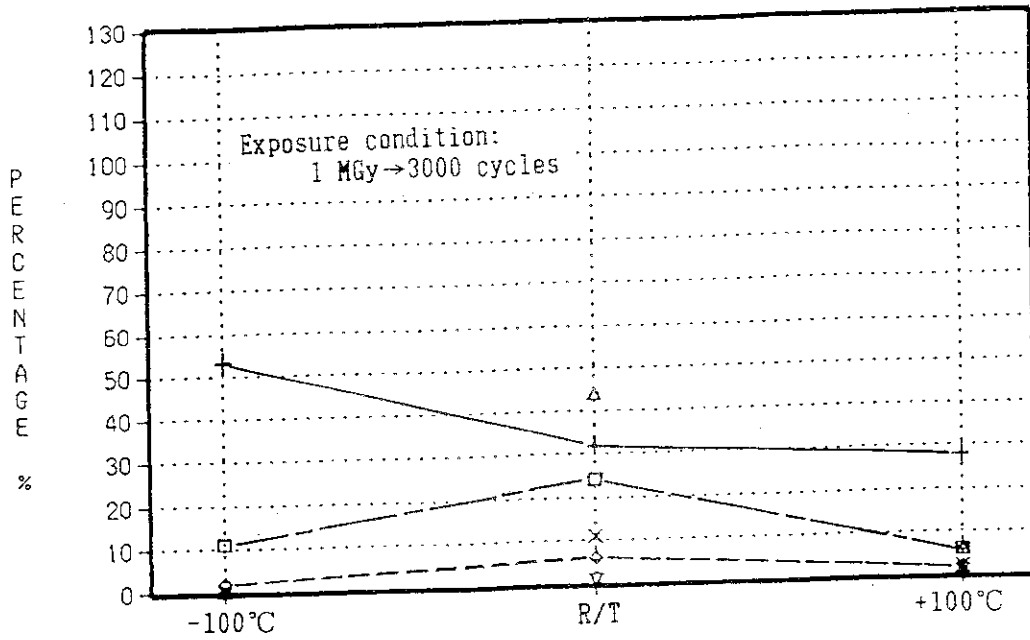


Fig.21 Double lap shear strength at different temperatures after exposure with combined environments, irradiation and thermal cycles.

□ FM377-1 + MB329-7 ◊ FM300K △ FM73M × AF163-2K ▽ EA9580

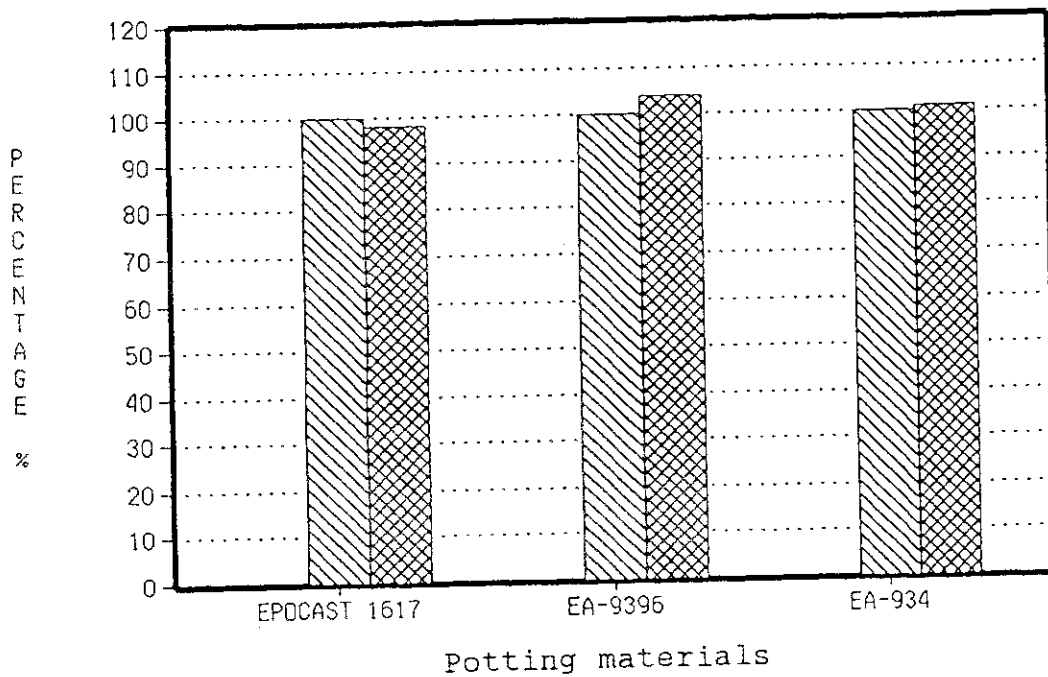


Fig.22 Compression strength for potting resins before and after irradiation up to 1 MGy.

▨ : un-irradiation

Table 8(a) Failure mode of adhesives (350°F cure-type).

Adhesive name		FM-300K		METAL BOND 329-7		FM-377-1	
Exposure conditions & test temp.		Failure portion	Cohesive failure mode (%)	Failure portion	Cohesive failure mode (%)	Failure portion	Cohesive failure mode (%)
Stand. ①	-100°C	Bond line	35	Bond line	80	Bond line	95
	RT	Substrate	••••	Substrate	••••	Substrate	••••
	+100°C	Bond line	95	Bond line	80	Bond line	95
1 MGy ②	-100°C	Bond line	30	Bond line	85	Bond line	70
	RT	Bond line	80	Substrate	••••	Substrate	••••
	+100°C	Bond line	95	Bond line	80	Bond line	90
1 MGy + T/S ③	-100°C	Bond line	5	Bond line	70	Bond line	60
	RT	Bond line	40	Bond line	70	Bond line	60
	+100°C	Bond line	5	Bond line	70	Bond line	45
T/S	RT	Bond line	30	Bond line	70	Bond line	40

①: Before exposure.

②: Absorbed dose by electron beam irradiation.

③: Exposed 3000 cycles of T/S(thermal shock) after irradiation.

Table 8(b) Failure mode of adhesives (250°F cure-type).

Adhesive name		AF-163-2K		FM-73M		EA-9680	
Exposure conditions & test temp.		Failure portion	Cohesive failure mode (%)	Failure portion	Cohesive failure mode (%)	Failure portion	Cohesive failure mode (%)
Stand. ①	-100°C	Bond line	90	Bond line	90	Bond line	40
	RT	Substrate	••••	Bond line	90	Bond line	60
	+100°C	Bond line	40	Bond line	95	Bond line	90
1 MGy ②	-100°C	←————— Un-performed —————→					
	RT	Bond line	80	Bond line	90	Bond line	50
	+100°C	←————— Un-performed —————→					
1 MGy + T/S ③	-100°C	←————— Un-performed —————→					
	RT	Bond line	40	Bond line	85	Bond line	0
	+100°C	Bond line	40	Bond line	85	bond line	0
T/S	RT	←————— Un-perforemed —————→					

①: Before irradiation.

②: Absorbed dose by electron beam irradiation.

③: Exposed 3000 cycles of T/S(thermal shock) after irradiation.

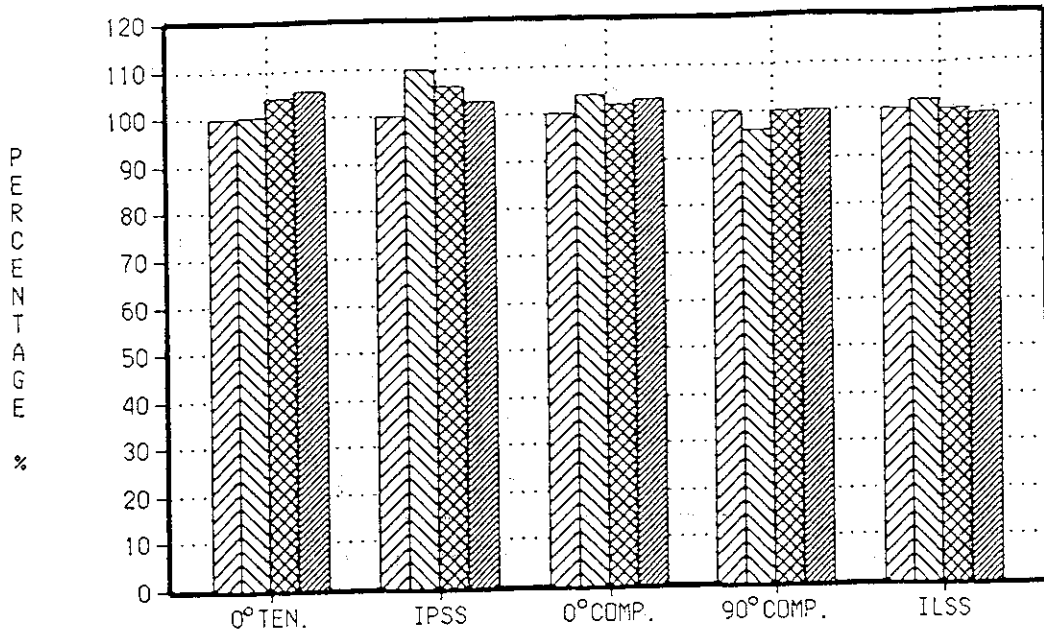


Fig.23 Various mechanical strength for T-800/PMR-15 composites before and after irradiation.

▨ STD. ▩ 1 MGy ▤ 10 kGy ▧ 10 MGy

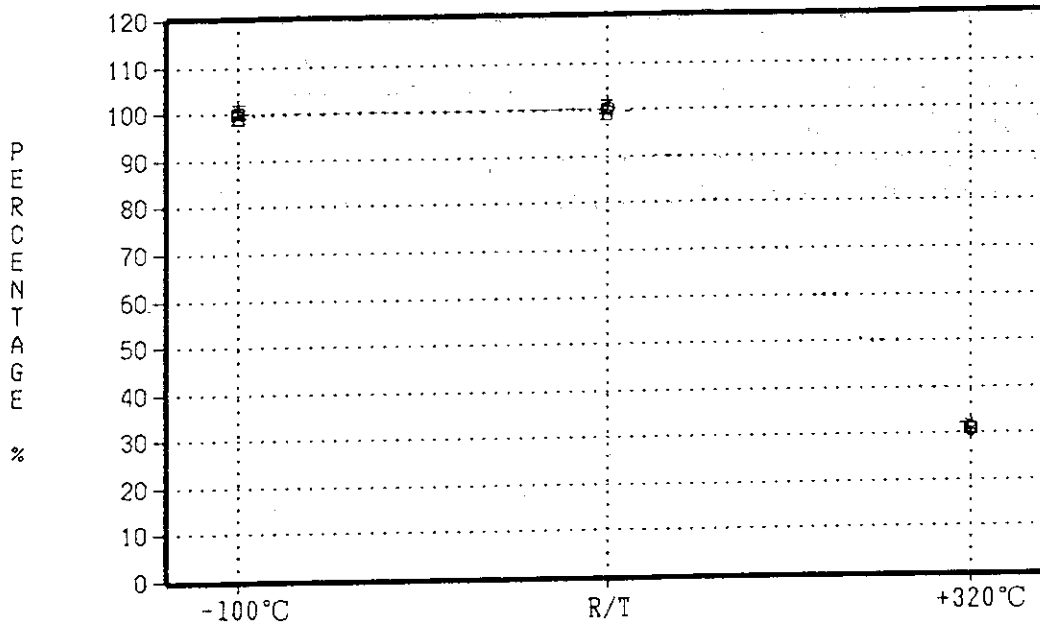


Fig.24 ILSS at different temperatures for T-800/PMR-15 composites before and after irradiation.

□ STD. + 10 kGy ◇ 1 MGy △ 10 MGy

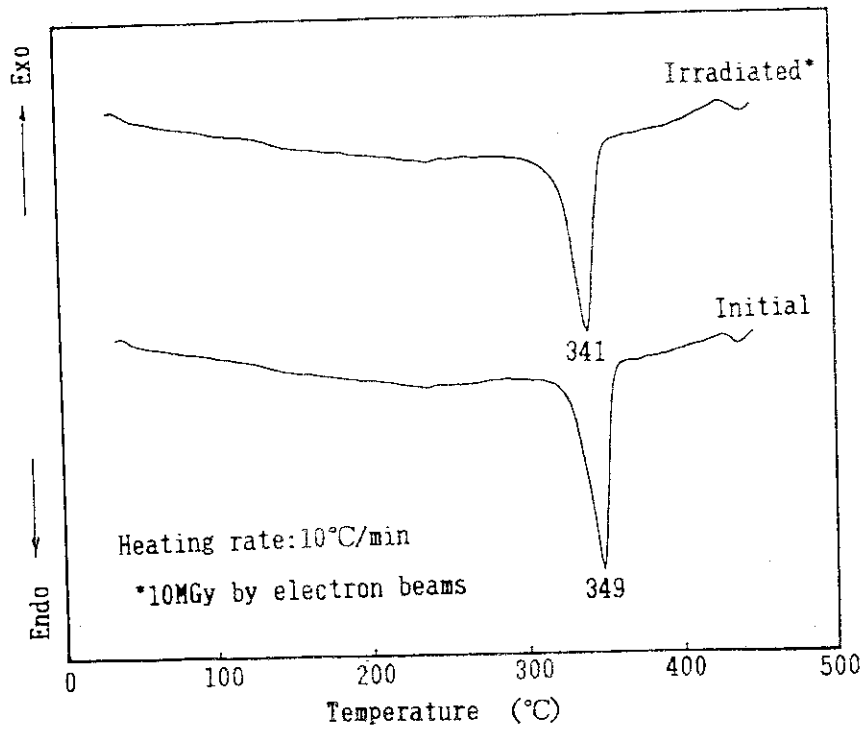


Fig.25 Results of DSC analysis for AS-4/PEEK composites.

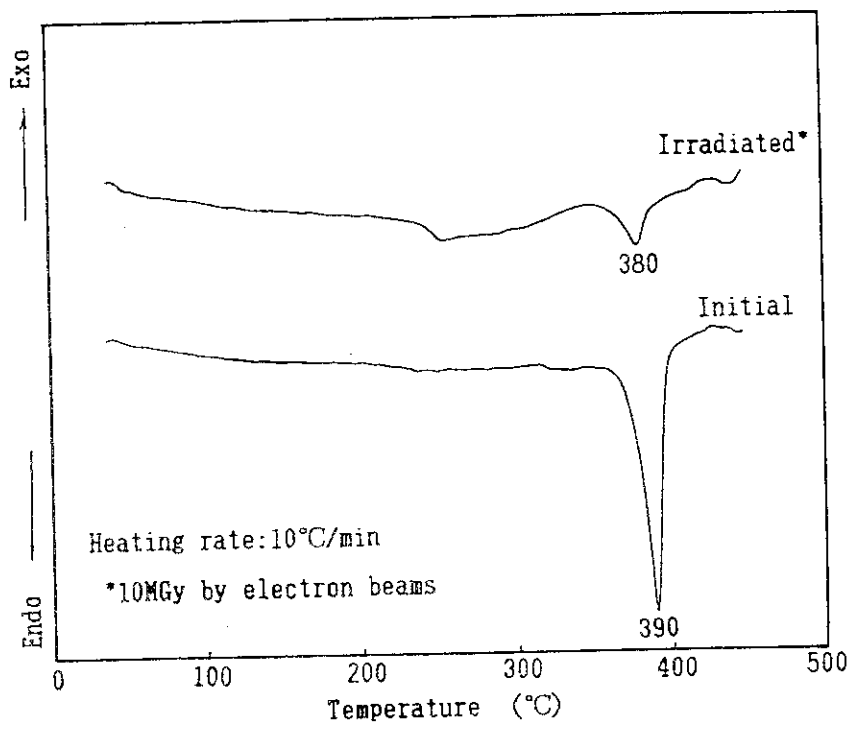


Fig.26 Results of DSC analysis for T-800/new-TPI composites.

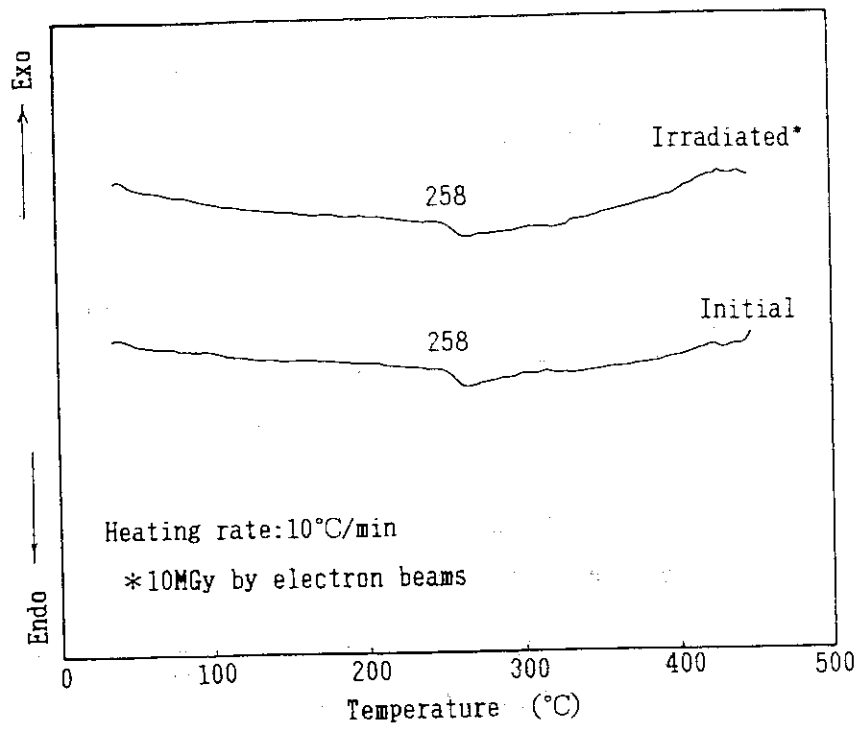


Fig.27 Results of DSC analysis for T-40/K-III composites.



T-40/K-III

T-800/new-TPI

AS-4/PEEK,

Fig.28 Cross-sectional views for AS-4/PEEK, T-800/new-TPI and T-40/K-III composites after exposure with combined environments, irradiation(10 MGy) and then thermal shock(500 cycles).

Table 9 Evaluation of the radiation-induced evolved gas from CFRP materials and Kapton.

Materials	Dose	TML (%)	CVCM (%)	WVR (%)	Inspection
T-300/3601	Unirrad.	0.891 ±0.006	0.005 ±0.001	0.124 ±0.002	PASSING
	3.84 MGy	0.859 ±0.005	0.003 ±0.002	0.122 ±0.001	PASSING
	7.58 MGy	0.893 ±0.018	0.001 ±0.001	0.122 ±0.006	PASSING
IM-6/6376	Unirrad.	0.573 ±0.005	0.012 ±0.000	0.087 ±0.001	PASSING
	3.84 MGy	0.568 ±0.006	0.007 ±0.004	0.092 ±0.002	PASSING
	7.85 MGy	0.581 ±0.003	0.001 ±0.001	0.095 ±0.003	PASSING
T800/PMR15	Unirrad.	0.161 ±0.001	0.002 ±0.001	0.068 ±0.001	PASSING
	3.84 MGy	0.182 ±0.002	0.002 ±0.001	0.061 ±0.000	PASSING
	7.58 MGy	0.181 ±0.002	0.001 ±0.001	0.065 ±0.002	PASSING
T800/PEEK	Unirrad.	0.886 ±0.004	0.006 ±0.000	0.301 ±0.005	PASSING
	3.84 MGy	0.917 ±0.014	0.007 ±0.003	0.390 ±0.095	PASSING
	7.58 MGy	0.930 ±0.008	0.010 ±0.002	0.277 ±0.012	PASSING
Kapton® ⇒	Unirrad.	1.058 ±0.003	0.044 ±0.001	0.871 ±0.000	REJECTION
	3.84 MGy	1.089 ±0.015	0.018 ±0.006	0.934 ±0.013	REJECTION
	7.58 MGy	1.128 ±0.035	0.001 ±0.004	0.965 ±0.031	REJECTION
	3.84 MGy	1.168 ±0.009	0.033 ±0.003	0.958 ±0.007	REJECTION

⇒: Irradiated in atmosphere of oxygen.

TML : Total Mass Loss (質量損失比).

CVCM: Collected Volatic Condensable Materials (再凝縮物質比).

WVR : Water Vapor Regained (再吸水量比).

Data were made inspection of NASA standard values; TML:below 1%. CVCM:below 0.1%.

4. ま と め

前報¹⁾の試験研究に引き続き、エポキシ系CFRPとしてIM-6/6376の宇宙環境をシミュレートした研究を実施し、下記の結論を得た。

- (1) 本報告による単層板の力学特性を用いた積層板の予測破壊荷重は、前報¹⁾の試験値とほぼ一致し、試験結果の妥当性を確認することができた。これに基づき、設計に必要なデータを取得することができた。
- (2) 10 MGyまでの電子線照射において、力学特性上の影響はほとんど観察されない。ただし、6376樹脂自身は高温時(-100℃)の強度が若干低下する傾向にあることが、ILSSおよびIPSS試験でわかった。
- (3) 3000回の熱衝撃試験(-100℃~+100℃)で、力学特性におよぼす影響はほとんどない。ただし、6376樹脂自身は高温時(+100℃)の強度が若干増加する傾向にあることが、ILSSおよびIPSS試験でわかった。
- (4) 複合環境暴露試験においても力学特性におよぼす影響はほとんど観察されず、ほぼ熱衝撃試験の結果と良く似た傾向であった。
- (5) 低軌道衛星レベルでの本材料の適用は、十分可能であると判断された。
- (6) 宇宙環境をシミュレートした試験として、今後、低エネルギー放射線による照射効果試験を行う必要がある。

また、航空機構造用変成エポキシ系接着フィルムを、チタンとCFRPとの接着剪断パネルにより評価したが、接着剤の銘柄によって照射効果の影響が著しく異なり、接着剤の選定は難しくことが分かった。しかし、本報で評価した6種類の接着剤のうち、350 F 硬化型の接着フィルムは250 F 硬化型に比べ耐環境性に優れ、さらにその高温強度が上昇する傾向にあったことから、電子線照射は熱衝撃特性との複合環境性能において良い相乗効果を期待できる。宇宙構造物へ接着構造を適用するに当たっては、次のような定性的所見を見出した。

- (1) 接着層の厚みを十分確保し、かつ均質にする。
- (2) 柔軟性に富む接着剤を選択し、オープンメッシュキャリアーの使用を避ける。
- (3) 構造および被着体としては、熱膨張率を考慮する。

ポリイミド系のPMR-15を用いたCFRPは、10 MGyの電子線照射に対しても単層板における力学特性(引張り、圧縮、ILSS)上の変化がほとんど観察されず、十分安定であると判断され、宇宙往還機等の耐熱性の高い部分の構造材料として有望である。

熱可塑性樹脂複合材は宇宙空間で大型構造物を構築する場合、作業効率から有利な材料であるが、本研究で試験したイミド骨格をもつ新規耐熱性樹脂(New TPI など)は、PEEK樹脂に比べより有力な候補材である。したがって、さらに超低温環境力学特性を含む実環境に近いレベルの評価を実施し、その特性を確認する必要がある。

以上、本研究においては母材を貫通するエネルギーレベルの放射線照射を行ってきたが、宇宙環境では種々のエネルギーの電子線およびその他の放射線が観測されている。今後、宇宙構造物への複合材料の幅広い活用を考慮して、宇宙環境における電子線のエネルギーレベルも考慮した暴露安定性試験や、その他の放射線を考慮した試験を実施する必要がある。

謝 辞

電子線照射および線量測定・評価について、日本原子力研究所高崎研究所照射施設課の金沢孝夫氏の協力を得た。ここに、記して感謝する。

参 考 文 献

- 1) 貴家恒男, 江草茂則, 宇田川昂, 瀬口忠男, 田村直幸, 神山隆之, 菅原憲明, 中尾健志, 葭田雄二郎, 榊原俊夫, 永尾陽典, 亀井克己: JAERI-M. 88-238(1988), 「宇宙用炭素繊維強化プラスチックの熱衝撃特性に及ぼす照射効果」.
- 2) 神山隆之, 永尾陽典, 菅原憲明, 瀬口忠男, 貴家恒男, 江草茂則: 第4回日米複合材料学会, June 28(1988), Washinton, USA.
- 3) T. Sasuga, N. Hayakawa, K. Yoshida and M. Hagiwara: Polymer, 26, 1039(1985).
- 4) Joan G. Funk and F. Sykes, Jr: SAMPE Quarterly, 19, 19(1988), "Space Radiation Effects on Poly[Aryl-Ether-Ketone] Thin Films and Composites".
- 5) 貴家恒男: 電気学会絶縁材料研究会資料, EIM-89-115(1989).
- 6) 南雲 隆, 中村裕之: 富士重工業株式会社社内データ.
- 7) Joan G. Funk and George F. Sykes, Jr: NASA Technical paper, 2906(1989), "The Effects of Simulated Space Environmental Parameters on Six Commercially Available Composite Materials".

以上、本研究においては母材を貫通するエネルギーレベルの放射線照射を行ってきたが、宇宙環境では種々のエネルギーの電子線およびその他の放射線が観測されている。今後、宇宙構造物への複合材料の幅広い活用を考慮して、宇宙環境における電子線のエネルギーレベルも考慮した暴露安定性試験や、その他の放射線を考慮した試験を実施する必要がある。

謝 辞

電子線照射および線量測定・評価について、日本原子力研究所高崎研究所照射施設課の金沢孝夫氏の協力を得た。ここに、記して感謝する。

参 考 文 献

- 1) 貴家恒男, 江草茂則, 宇田川昂, 瀬口忠男, 田村直幸, 神山隆之, 菅原憲明, 中尾健志, 葭田雄二郎, 榊原俊夫, 永尾陽典, 亀井克己: JAERI-M, 88-238(1988), 「宇宙用炭素繊維強化プラスチックの熱衝撃特性に及ぼす照射効果」.
- 2) 神山隆之, 永尾陽典, 菅原憲明, 瀬口忠男, 貴家恒男, 江草茂則: 第4回日米複合材料学会, June 28(1988), Washinton, USA.
- 3) T. Sasuga, N. Hayakawa, K. Yoshida and M. Hagiwara: Polymer, 26, 1039(1985).
- 4) Joan G. Funk and F. Sykes, Jr: SAMPE Quarterly, 19, 19(1988), "Space Radiation Effects on Poly[Aryl-Ether-Ketone] Thin Films and Composites".
- 5) 貴家恒男: 電気学会絶縁材料研究会資料, EIM-89-115(1989).
- 6) 南雲 隆, 中村裕之: 富士重工業株式会社社内データ.
- 7) Joan G. Funk and George F. Sykes, Jr: NASA Technical paper, 2906(1989), "The Effects of Simulated Space Environmental Parameters on Six Commercially Available Composite Materials".

以上、本研究においては母材を貫通するエネルギーレベルの放射線照射を行ってきたが、宇宙環境では種々のエネルギーの電子線およびその他の放射線が観測されている。今後、宇宙構造物への複合材料の幅広い活用を考慮して、宇宙環境における電子線のエネルギーレベルも考慮した暴露安定性試験や、その他の放射線を考慮した試験を実施する必要がある。

謝 辞

電子線照射および線量測定・評価について、日本原子力研究所高崎研究所照射施設課の金沢孝夫氏の協力を得た。ここに、記して感謝する。

参 考 文 献

- 1) 貴家恒男, 江草茂則, 宇田川昂, 瀬口忠男, 田村直幸, 神山隆之, 菅原憲明, 中尾健志, 葭田雄二郎, 榊原俊夫, 永尾陽典, 亀井克己: JAERI-M, 88-238(1988), 「宇宙用炭素繊維強化プラスチックの熱衝撃特性に及ぼす照射効果」.
- 2) 神山隆之, 永尾陽典, 菅原憲明, 瀬口忠男, 貴家恒男, 江草茂則: 第4回日米複合材料学会, June 28(1988), Washinton, USA.
- 3) T. Sasuga, N. Hayakawa, K. Yoshida and M. Hagiwara: Polymer, 26, 1039(1985).
- 4) Joan G. Funk and F. Sykes, Jr: SAMPE Quarterly, 19, 19(1988), "Space Radiation Effects on Poly[Aryl-Ether-Ketone] Thin Films and Composites".
- 5) 貴家恒男: 電気学会絶縁材料研究会資料, EIM-89-115(1989).
- 6) 南雲 隆, 中村裕之: 富士重工業株式会社社内データ.
- 7) Joan G. Funk and George F. Sykes, Jr: NASA Technical paper, 2906(1989), "The Effects of Simulated Space Environmental Parameters on Six Commercially Available Composite Materials".