

固体推薬の単軸引張りによる力学物性測定について*

河田幸三・井田峯人**・本堂 明

On the Mechanical Properties of Solid Propellants under Uniaxial Tension

By

Kozo KAWATA, Mineto IDA, and Akira HONDO

Abstract: The behaviour of effective gage length factor, the coefficients of variation for mechanical properties, the relations among ε_L , ε_m , and ε_b , the variations of ε_L , ε_m and ε_b in low temperatures, the Poisson's ratio variation with strain are studied for NH_4ClO_4 -polyurethane or -polybutadiene propellants.

摘 要

力学物性測定の基本となる単軸引張りでの有効標線距離係数の挙動、諸力学物性値とその変動係数、単軸引張り破壊基準として提案されている値と関係ある ε_L , ε_m , ε_b の相互の関係、低温での ε_L , ε_m , ε_b の変化などを NH_4ClO_4 -ポリウレタン、ポリブタジエン系推薬について実測、諸種の検討を行なった。

1. ま え が き

固体推薬の破損、破壊基準は現在までのところ確定されていない。もっとも推薬グレーンの実際設計に当っては、経験的な破壊基準として、最大伸びを一定ひずみ値（たとえば、単軸引張りでの破断伸び ε_b ）に押える方法が主としてとられているが、裏付けはほとんどない現状である。著者は以下一連の研究において、固体推薬の破壊を含む力学物性の問題を検討し、破損、破壊基準を理論および実験の両面から考究してみることにした。

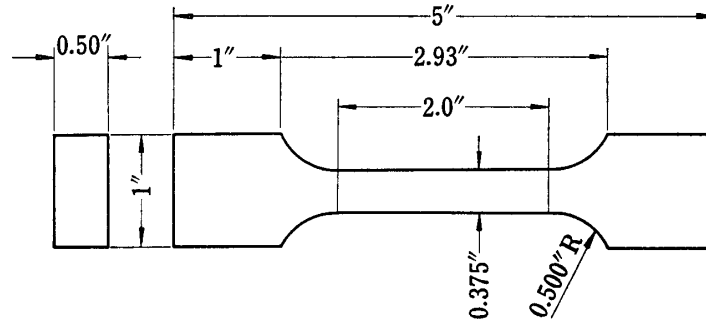
推薬の力学物性の実用的研究としては JANAF[1] のものが著名であるが、公表された基本的な研究はきわめてまれである[6]。したがって、われわれは最も基本的なところから検討をはじめることとした。本報では、力学物性測定の基本となる単軸引張りでの真および見掛けの伸び率の関係、換言すれば有効標線距離係数 α の挙動、諸力学物性値とその変動係数、 ε_L , ε_m , ε_b の関係などの、 NH_4ClO_4 -ポリウレタン、ポリブタジエン系推薬についての測定、解析について述べる。

* 固体推薬の力学物性についての研究、第1報

** 受託研究員（帝国火工品製造 K.K.）

2. 真の伸び率と見掛けの伸び率, 有効標線距離係数 α [2]

推葉の品質管理では通常チャック間の伸び測定を行ない, 有効標線距離係数(effective gauge length factor) α を用いて真の伸びに換算し, 力学物性を求める. たとえば JANAF[1] (第1図)では,



第1図 JANAF 試片寸度

$$\alpha = 2.6'' / 2.0'' = 1.3$$

と取っている. しかし α は実は一定ではなく, ひずみの関数である. 以下, α の性質を検討してみる.

$$\varepsilon_c = \Delta l_c / l_c \quad (1)$$

$$\varepsilon_g = \Delta l_g / l_g \quad (2)$$

$$\alpha (\equiv l_e / l_g) = \Delta l_c / \Delta l_g = \varepsilon_c / \varepsilon_g \quad (3)$$

ただし, ε_c : チャック間伸び率, ε_g : 標線間伸び率(真の伸び率), l_c : チャック間距離, l_g : 標線距離, Δl_c : チャック間伸び, Δl_g : 標線間伸び, α : 有効標線距離係数, l_e : 有効標線距離

$$\alpha = \frac{\Delta l_c}{\Delta l_g} = \frac{\Delta l_{ce} + \Delta l_{cp}}{\Delta l_{ge} + \Delta l_{gp}} = \begin{cases} \text{弾性域内} & 1 + \frac{\Delta l_{Re}}{\Delta l_{ge}} \\ \text{塑性域内} & 1 + \frac{\Delta l_{Re} + \Delta l_{RP}}{\Delta l_{ge} + \Delta l_{gp}} \rightarrow 1 \end{cases} \quad (4)$$

ただし, $\Delta l_{Re} = \Delta l_{ce} - \Delta l_{ge}$, $\Delta l_{RP} = \Delta l_{cp} - \Delta l_{gp}$ (添字 e : 弾性成分, p : 塑性成分)
弾性域内での α の上下限は次式で定められる.

$$1 + \frac{l_c - l_g}{l_g} \geq \alpha \geq 1 + \frac{b_g(l_c - l_g)}{b_c l_g} \quad (5)$$

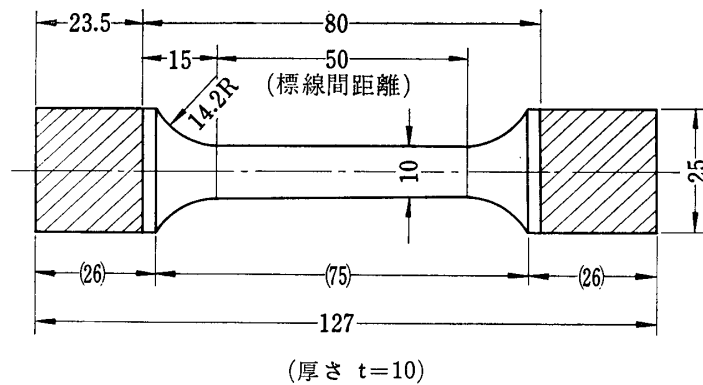
ただし, b_g : 標線間試片幅, b_c : チャック部試片幅.

JANAF を少し変更した物懇型試片[3](第2図)では,

$$1.6 \geq \alpha \geq 1.24 \quad (6)$$

α は一般に, 弾性域内で (5), (6) の上下限内の一定値*をとり, 塑性ひずみの増大に

* マトリックス法または光弾性法で得られよう.



第 2 図 JANAF を少し変更した物懇型試片寸法

つれ，1 に近づくと考えられる．以上，チャック部の抜出しはないものと仮定する．

3. ポリウレタンおよびポリブタジエン系推薬の単軸引張り特性の実測

ポリウレタンおよびポリブタジエン-NH₄ClO₄ 系推薬の単軸引張り特性の実測を行ない，その際あわせてこの種ゴム状物質の引張り試験に伴う二，三の疑問点をチェックした．

3.1 試 料

実験に用いた試料成分を第 1 表に示す．

第 1 表 ポリウレタンおよびポリブタジエン系推薬試料

UPT-1			BPT-1		
成 分		重量%	成 分		重量%
結 合 剤	ポリウレタン	20	結 合 剤	CTPB (Carboxy-terminated polybutadiene)	20
酸 化 剤	NH ₄ ClO ₄	70	酸 化 剤	NH ₄ ClO ₄	70
固体添加剤	Al 粉*	10	固体添加剤	Al 粉*	10

* 平均粒径 80 μ

3.2 常温での単軸引張りの実測

実験に当たっての諸条件は次のとおり：

試片形状：物懇型[3]，厚さ 10 mm，打抜き（第 3 図）

試片の状態：デンケータ（相対湿度 10%）内 3 日保存，

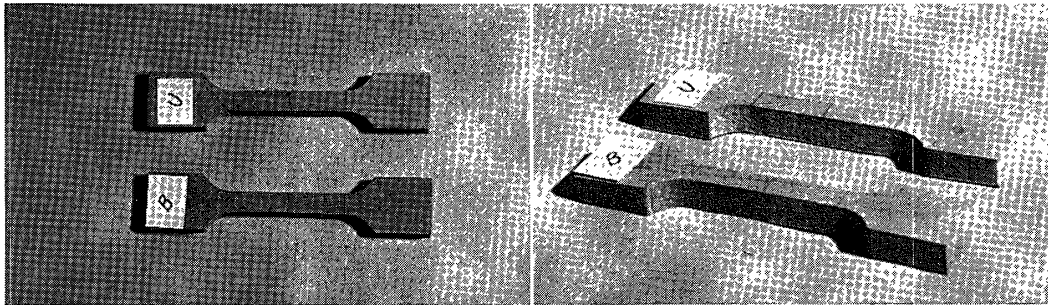
実験室温度，湿度：20 \pm 1 $^{\circ}$ C，55% 相対湿度，

試験機：IM-100，

つかみ：圧縮型（後述のように抜け出しのないことを確認した．）

引張り速度：50 mm/min.

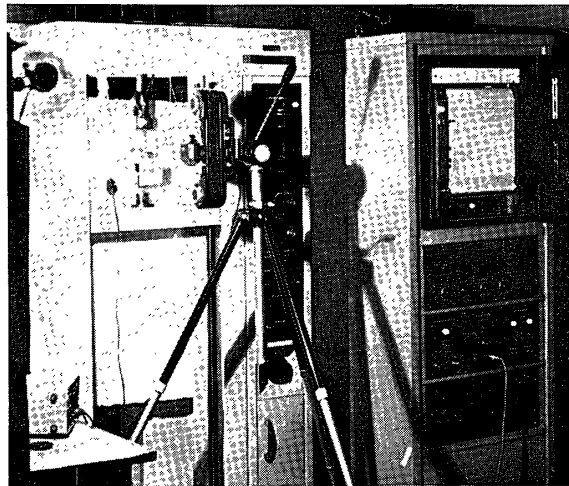
伸び測定： Δl_c はチャック間伸び記録よりとり， Δl_g は 1/1 \sim 4/1 (frame/sec) の自動カメラ記録による（第 4 図）．



(1)

(2)

第3図 物懇型試片 (打抜き)



第4図 自動カメラによる単軸引張りでの伸びの自動記録

試料数: 5 本

得られた応力-ひずみ関係を第5, 6図に示す. 図中, 実測にもとづく有効標線距離係数 α が示されている. なお, 若干異なる BP 試料について α の ε_0 および ε_c に対する2種の表示例を第7図に示す.

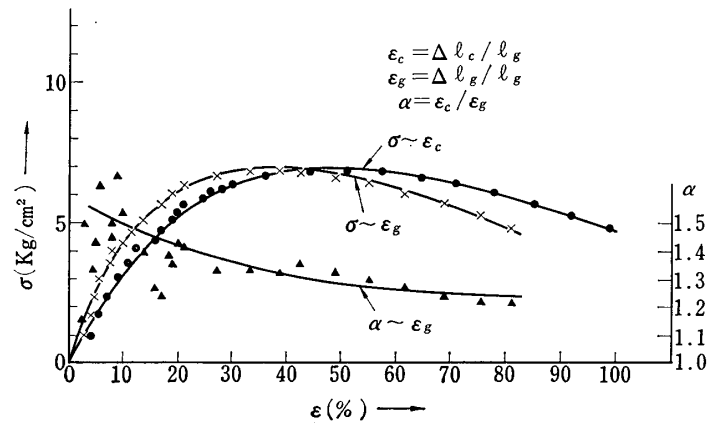
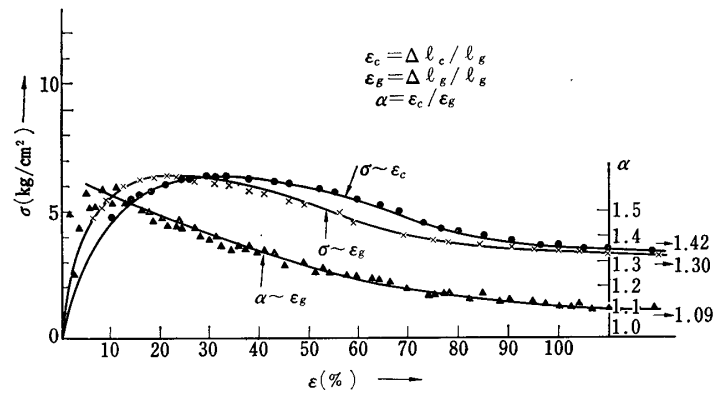
得られた力学物性データの要約を第2, 3表に示す.

推薬の許容伸び率としていかなる値をとるべきか (単軸引張りでの破損基準の一つ) は目下のところ定説がないが, Landel [4]; Milloway および Wiegand [5] はそれぞれ ε_L , ε_c ; $\varepsilon_b/2$ を提案している.

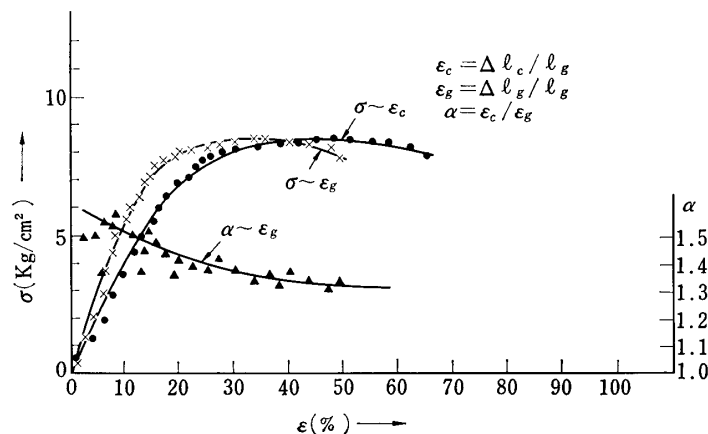
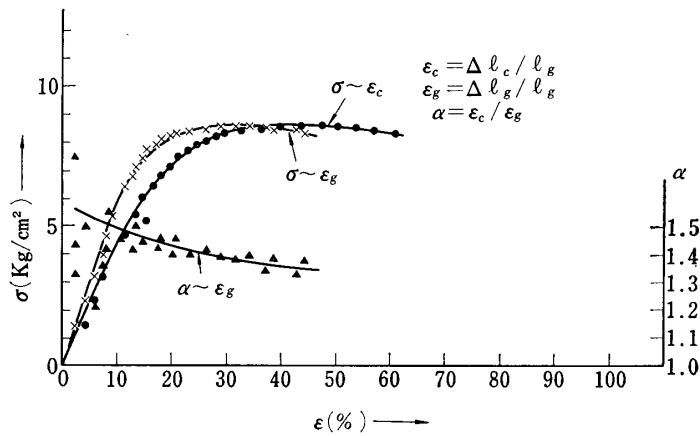
$$\varepsilon_L = \sigma_m / E \quad (7)$$

$$\varepsilon_c = \frac{2}{3} \varepsilon_m \quad (8)$$

BPT-1, UPT-1 のデータを第9図にプロットした. BPT-1 では, ε_c , $\varepsilon_b/2$ はかなりよく一致するが, ε_L より大きい. UPT-1 では, $\varepsilon_b/2$, ε_c , ε_L の順に大きい. これらのうち, ε_L は空孔形成に關係する量であるのに対し, $\varepsilon_b/2$, ε_c はむしろ破断に關係の強い量である (第2報参照).



第 5 図 ポリウレタン系推薬の単軸引張り応力-ひずみ関係 (常温)



第 6 図 ポリブタジエン系推薬の単軸引張り応力-ひずみ関係 (常温)

第 2 表 ポリウレタン系推薬 UPT-1 の単軸引張りでの力学物性 (20°C)

	試 料					範 囲	平 均 μ	標準偏差 σ	変動係数 $\sigma/\mu(\%)$
	1	2	3	4	5				
σ_m (kg/cm ²)	6.3	7.0	7.1	6.8	6.8	0.8	6.8	0.31	4.6
σ_b (")	3.0	4.0	4.8	4.5	3.8	1.8	4.0	0.69	17.3
E (")	48	63	68	63	55	20	59	7.9	13.3
ϵ_m (%)	26.9	34.6	31.6	31.5	32.3	7.7	31.4	2.80	8.9
ϵ_b (")	110	95.2	76.2	82.3	118	41.8	96.3	17.8	18.5
ϵ_L (")	12.9	10.9	10.3	10.6	12.6	2.6	11.5	1.20	10.4
α_b	1.09	1.28	1.30	1.22	1.14	0.21	1.21	0.090	7.5

(第 8 図参照)

第 3 表 ポリブタジエン系推薬 BPT-1 の単軸引張りでの力学物性 (20°C)

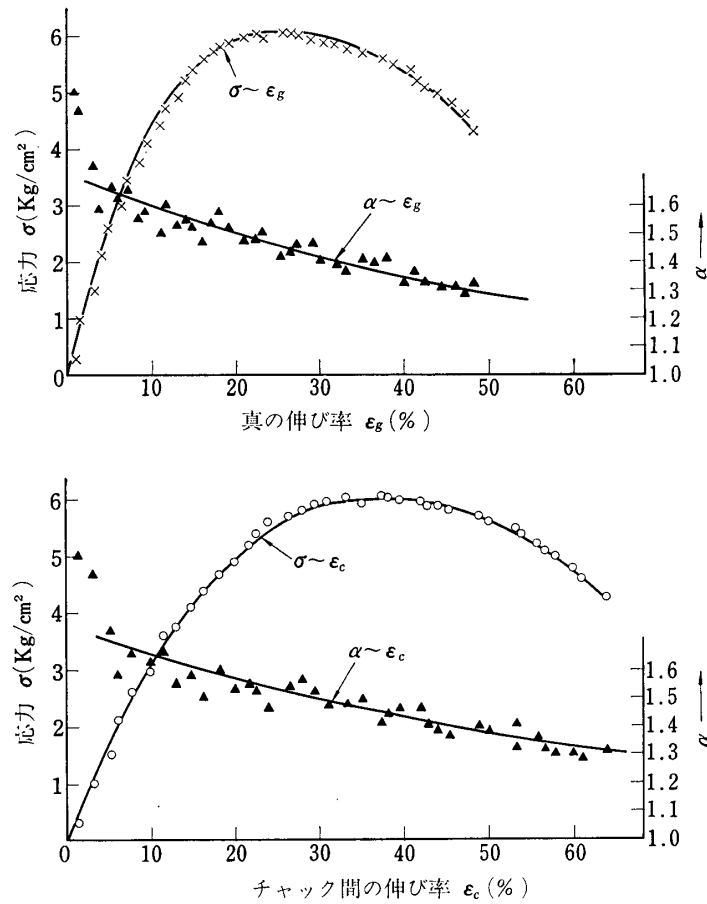
	試 料					範 囲	平 均 μ	標準偏差 σ	変動係数 $\sigma/\mu(\%)$
	1	2	3	4	5				
σ_m (kg/cm ²)	8.6	8.4	8.5	8.7	8.8	0.4	8.6	0.16	1.9
σ_b (")	8.2	7.7	7.8	8.0	8.5	0.8	8.0	0.32	4.0
E (")	81	68	65	66	73	16	71	6.6	9.3
ϵ_m (%)	30.7	30.8	31.6	30.0	32.3	2.3	31.1	0.89	2.9
ϵ_b (")	43.1	50.0	50.8	44.6	41.5	9.3	46.0	4.2	9.1
ϵ_L (")	10.5	12.6	12.9	12.2	12.2	2.4	12.1	0.93	7.7
α_b	1.34	1.35	1.31	1.43	1.38	0.12	1.36	0.0464	3.3

以上のデータから次の事柄がいわれよう:

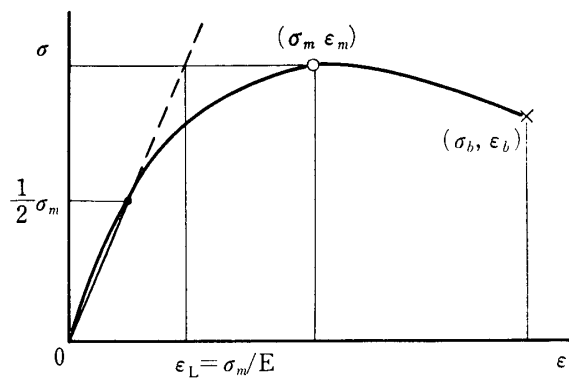
(1) α の挙動は材料の $\sigma \sim \epsilon$ 関係で異なる. ϵ の関数で, 第 2 図の試片では弾性域内では α は 1.55 近辺の値で, ϵ が非直線域に入るにつれてちくじ低下する. 大略,

$$\left. \begin{array}{l} \text{UPT-1 で } 1.5 \rightarrow 1.1 \\ \text{BPT-1 で } 1.5 \rightarrow 1.3 \end{array} \right\} \quad (9)$$

の程度である. これを JANAF のように, $\alpha = 1.3$ で一律に近似すると, 低 ϵ 域で $1.5/1.3 - 1 = 15\%$ の範囲で過大評価し, 高 ϵ 域で $1.3/1.1 - 1 = 18\%$ の範囲で過小評価することになる. もう少し近似を進めた折線近似の一例を第 10 図に示す. 実際の計算に用いるには, 横軸 ϵ_c に対してプロットし直しておくのがつごうがいい. (真のひずみ ϵ のとき, α ならば,



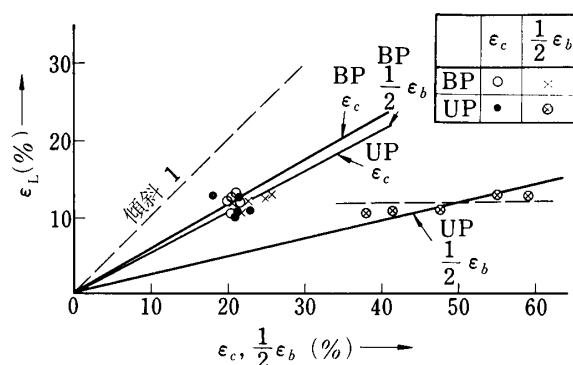
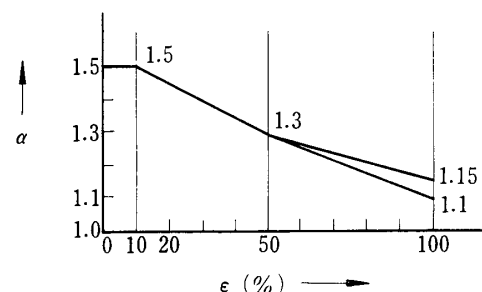
第 7 図 真の伸び率およびチャック間伸び率に対する σ および α の表示(同一結果の比較)



第 8 図 諸種の応力およびひずみの記号

その α を $\epsilon_c = \alpha \epsilon$ の ϵ_c 値にプロットすればよい.)

(2) 力学物性値の変動係数について見ると、(i) ϵ のバラツキは ϵ_b が最大で、以下 ϵ_L, ϵ_m の順である。(ii) σ のバラツキは σ_b が σ_m より大きい。(iii) UPT-1 と BPT-1 を比較すると、一般に UPT-1 の方がバラツキの大きい傾向が見られる。

第 9 図 ϵ_L , ϵ_c , ϵ_b の関係第 10 図 α の折線近似の一例

(3) 単軸引張りでの破損基準として提案されている ϵ_L , $\epsilon_c=2/3\epsilon_m$, $\epsilon_b/2$ のプロットで明らかのように、同系の推葉で ϵ_b , ϵ_m の変化に伴う ϵ_L の変化はごく小さいことに注目される。 ϵ_L は巨視的降伏点に当り、破損基準として ϵ_L をとることは大略の議論として弾性設計の概念に当たるといえよう (詳しい議論については第 3 報参照)。

3.3 チャックよりの抜け出しについての実測

ゴム状試片の単軸引張りにおいて、破断までの全過程においてチャックよりの抜け出しが生じ得るのではないかという疑念がある。この点を端的に写真法で調べてみた。第 11, 12 図に見られるように、破断までチャックよりの抜け出しはないことが明らかである。

4. 低温での力学物性について

BPT-1 および UPT-1 の ϵ_b , ϵ_m および ϵ_L の低温特性*を第 13, 14 図に示す。UPT-1 では温度降下につれ単調に ϵ_b , ϵ_m および ϵ_L の値が減少するのに対し、BPT-1 では温度降下につれ ϵ_b , ϵ_m は転移領域での極大を通過する一方、 ϵ_L は単調に減少する。両者について、 ϵ_L はゴム状領域でそれぞれほぼ一定値をとり、転移域以下に下るに伴い急激に減少する点に特徴が見られる。

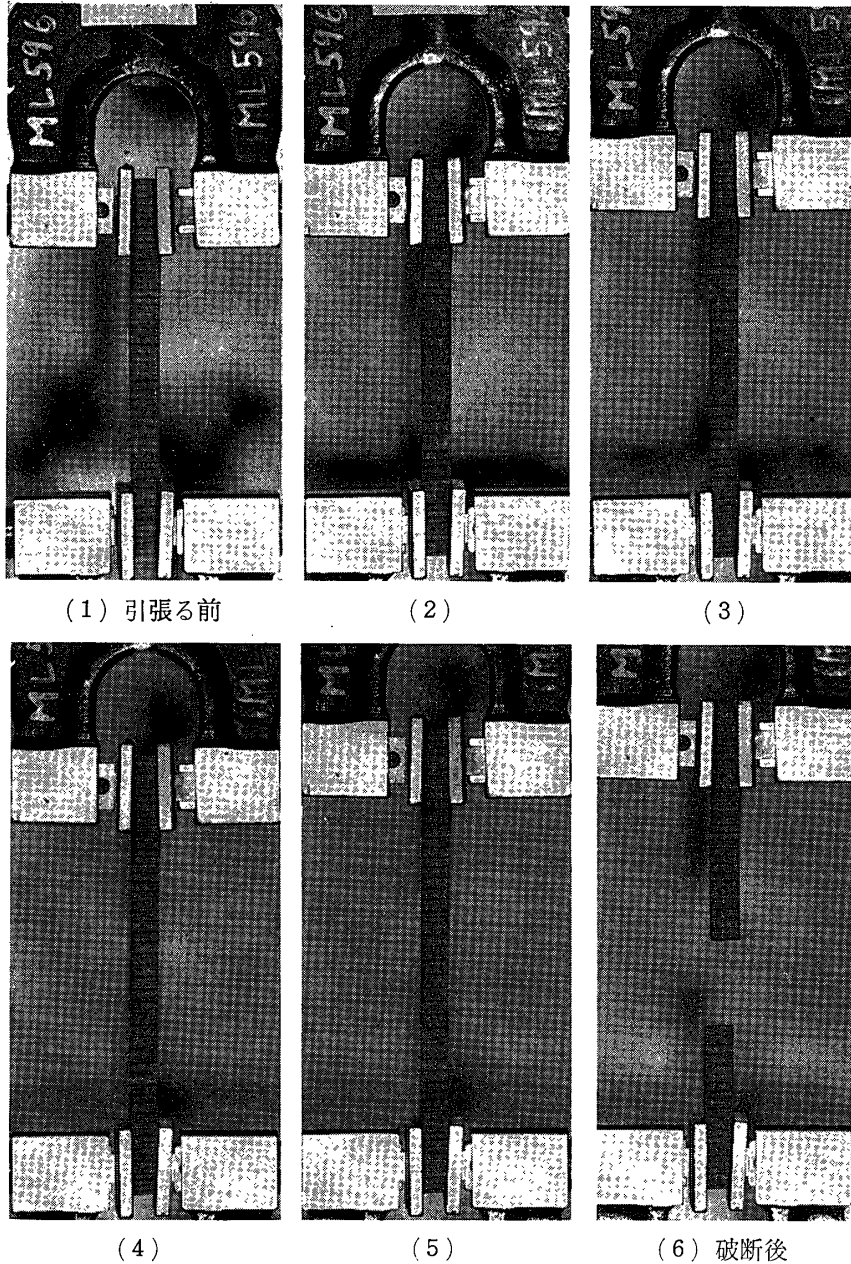
5. ポアソン比のひずみによる変化

BPT-1 のポアソン比測定を写真法で行なった。試片は物懇型で、標線距離 50 mm 間の縦ひずみに対する横幅 10 mm 間の横ひずみの比を求める方法によった。結果は第 15 図のとおりで、ひずみによるポアソン比の 0.5 よりの低下はかなり急速であるといつてよい。

6. 付録, 50 本テスト

やや軟質化したポリブタジエン推葉について、50本の引張り試験を行ない、平均値、標準偏差、その他の統計的な値のデータ (第 16 図~第 21 図, 第 4 表) を求めた。一つの資料

* 両者の引張り速度が異なっているので、定性的比較に止める。



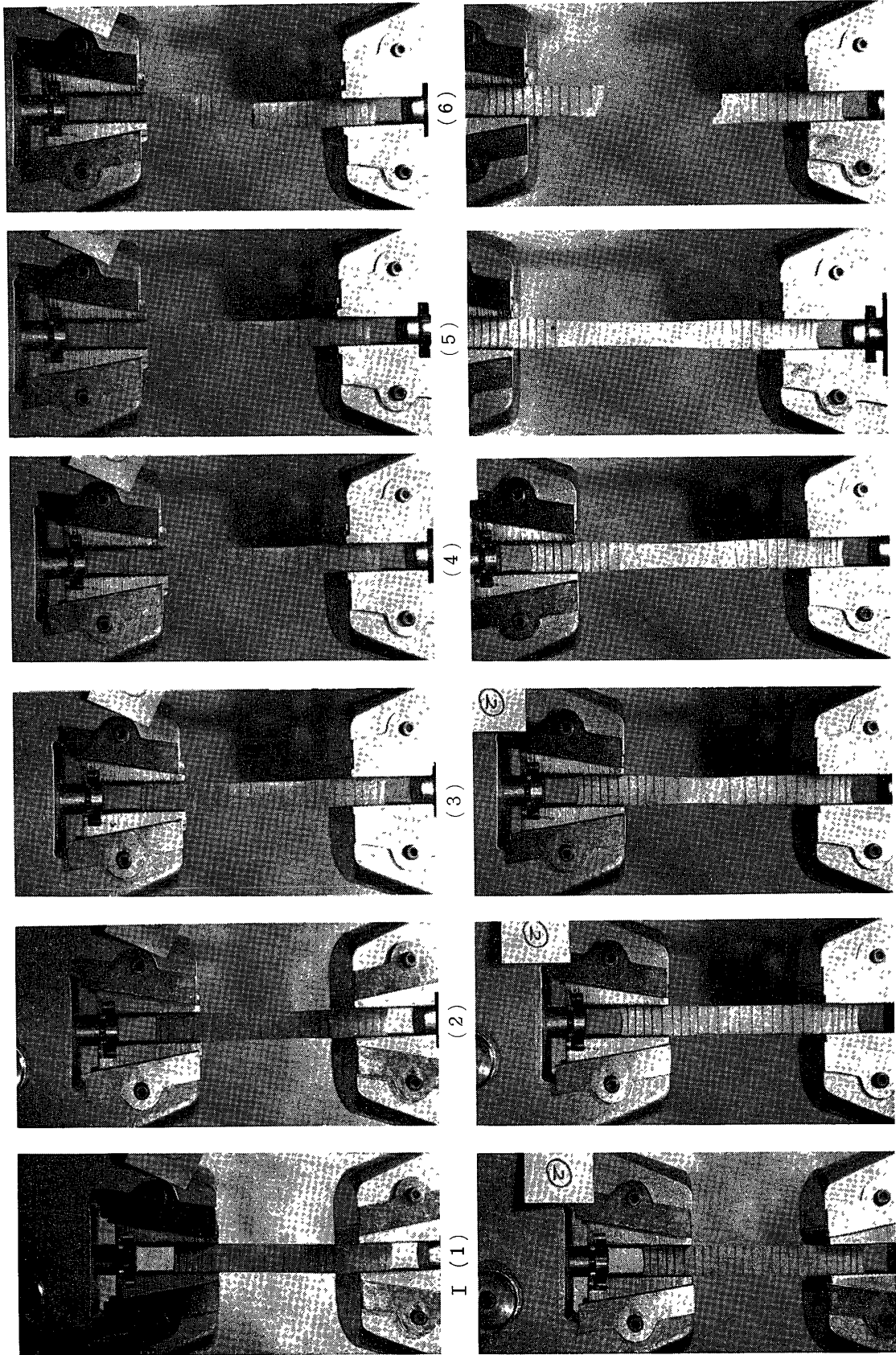
第 11 図 圧縮型チャック部試料抜け出しの実測. 試料: ポリブタジエン系推薬,
試片: 物懇型 (厚さ 10 mm), 引張り速度: 50 mm/min, チャック部圧縮
ひずみ: 10%

として付記する.

7. 結 言

本報告の実測と検討により次のことが明らかにされた:

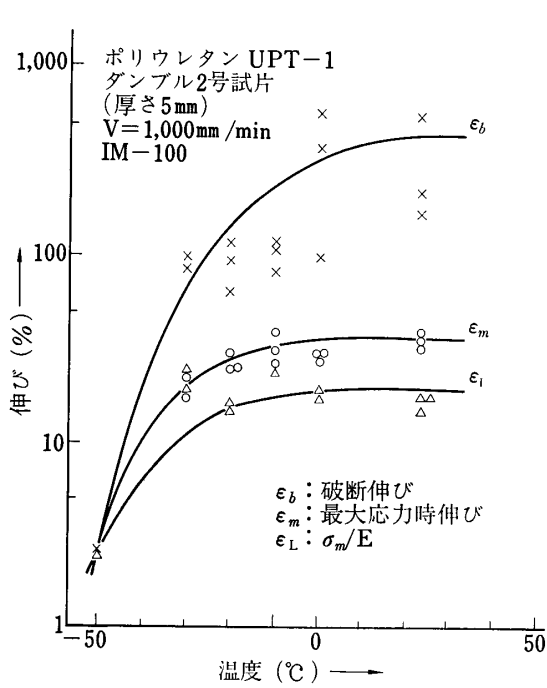
- (1) 有効標線距離係数 α はひずみ ε の関数で, 弾性域内で一定, 非線型部の増大につれ



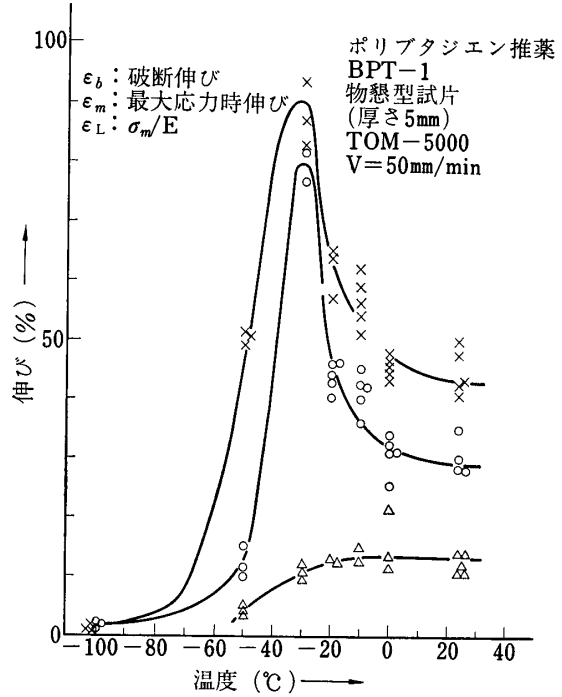
破断後

引張る前

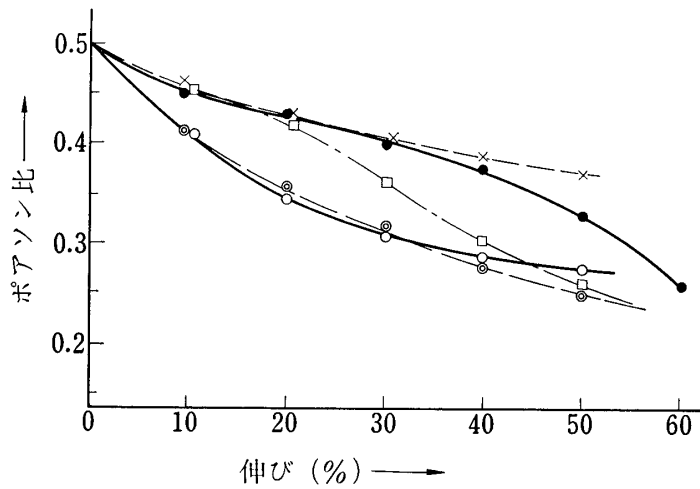
第 12 図 くさび型チャック部試料抜け出しの実測。条件は第 11 図に同じ。



第 13 図 UPT-1 推薬の諸伸びの温度変化



第 14 図 BPT-1 推薬の諸伸びの温度変化



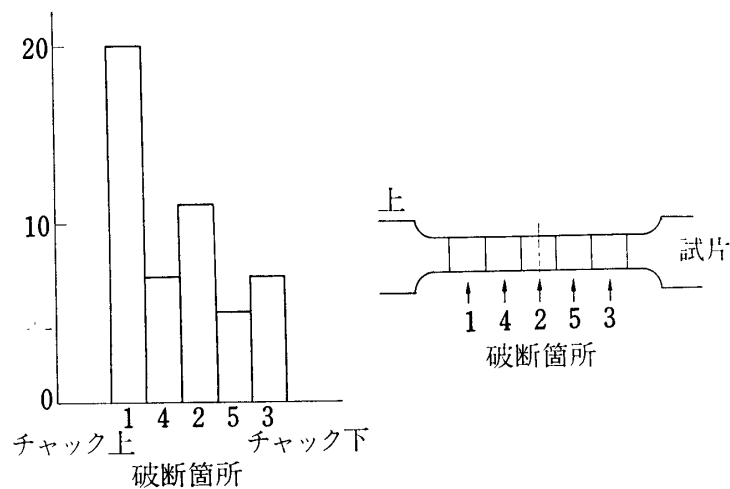
第 15 図 ポアソン比と伸びの関係

引張り速度 50 mm/min, 温度 20°C

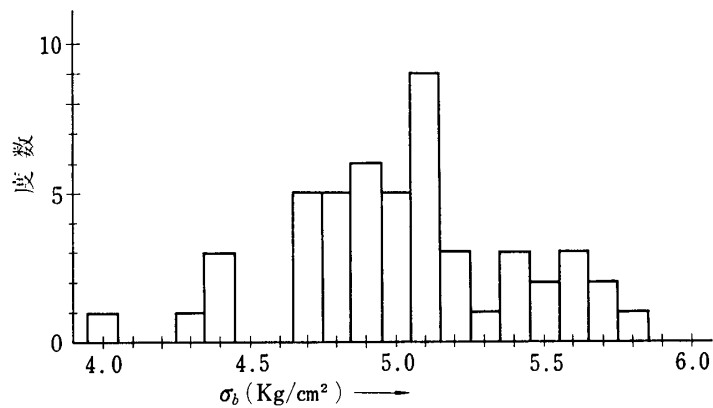
- ポリブタジエン推薬
 - ポリブタジエン(低ヤング率)推薬
 - ×··· 非圧縮性物質
 - ◎— 標準推薬
 - 低ヤング率推薬
- } 実測
} M. L. Williams(比較のための参考値)

1 に近づく。物懇型試片について弾性の α の上, 下限が定められた。

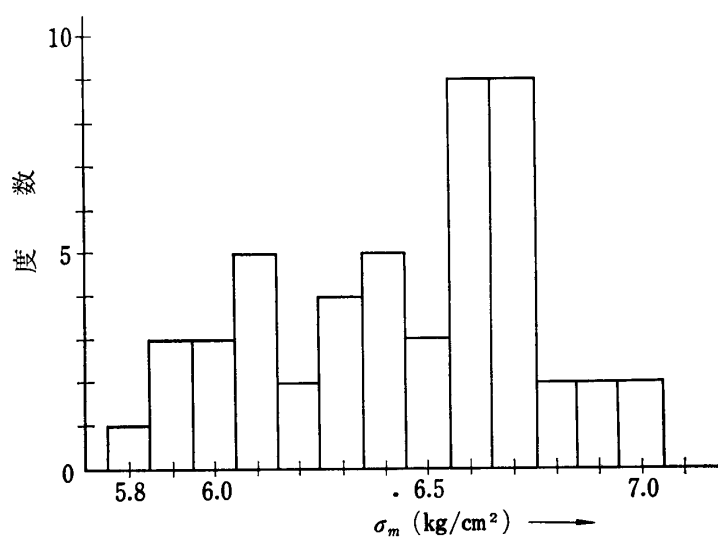
(2) ポリウレタンおよびポリブタジエン— NH_4ClO_4 系推薬 UPT-1 および BPT-1



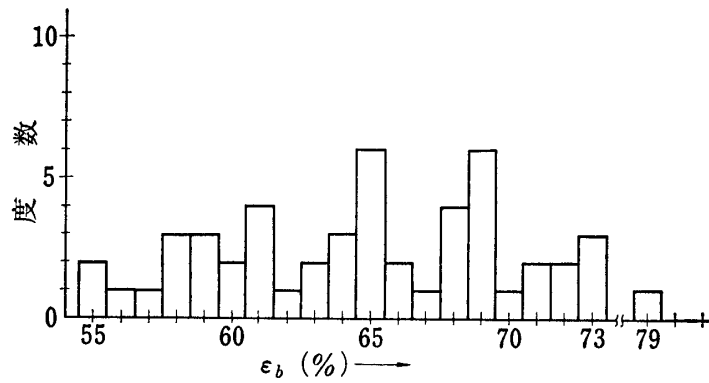
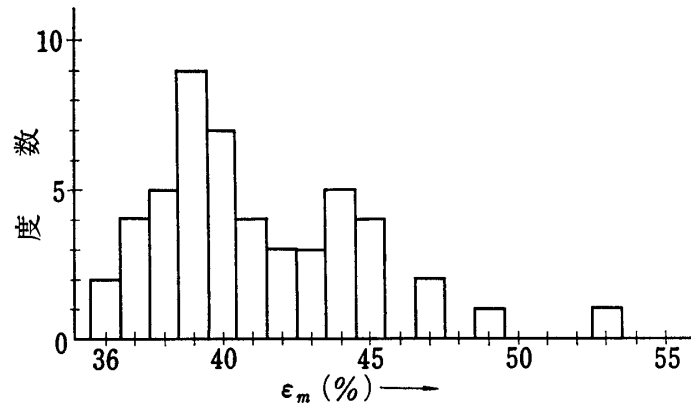
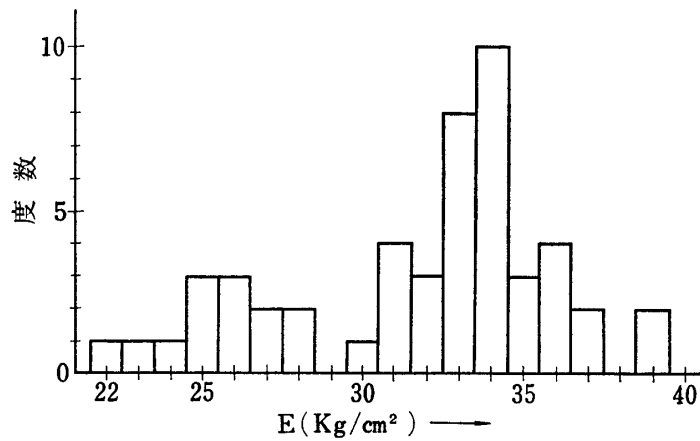
第 16 図 試片の破断箇所



第 17 図 σ_b の度数分布



第 18 図 σ_m の度数分布

第 19 図 ϵ_b の度数分布第 20 図 ϵ_m の度数分布

第 21 図 E の度数分布

- について上記の予測がたしかめられた。UPT-1 で $\alpha \cong 1.5 \rightarrow 1.1$, BPT-1 で $\alpha \cong 1.5 \rightarrow 1.3$ と見られ, その折線近似も行なわれた。JANAF 近似の精度が計算された。
- (3) これら推葉について, 2種のチャックで 10% 圧縮ひずみを与えることによって, 破断までチャック部より試片の抜け出しのないことが明らかにされた。

第4表 ポリブタジエン推葉試片50本引張り試験結果

No.	σ_b kg/cm ²	σ_m kg/cm ²	ε_b %	ε_m %	E kg/cm ²	$\varepsilon_L = \sigma_m/E$ %
1	4.9	6.6	69.6	40.2	34.7	19.0
2	5.0	6.5	66.6	41.2	33.7	19.5
3	5.0	6.7	73.0	42.0	33.3	20.2
4	5.1	6.7	68.0	39.0	34.7	19.3
5	5.1	6.9	69.0	39.6	33.3	20.7
6	5.0	6.7	67.6	38.2	39.1	17.1
7	4.9	6.9	66.2	36.6	39.5	17.5
8	4.8	6.6	68.0	39.2	34.0	19.4
9	4.7	6.6	69.6	40.0	33.3	19.8
10	4.9	6.3	65.6	40.6	34.4	18.3
11	5.4	6.6	61.2	43.8	28.9	22.9
12	5.5	6.6	65.2	42.6	33.0	20.0
13	5.1	6.6	63.0	39.8	34.0	19.4
14	5.8	6.7	58.6	44.6	28.0	24.0
15	5.6	6.7	55.2	37.0	37.0	18.1
16	4.7	6.6	70.6	39.4	35.1	18.8
17	5.3	6.8	61.4	37.2	36.2	18.8
18	4.8	6.7	65.4	37.8	37.5	17.9
19	4.8	6.6	68.2	39.0	33.7	19.6
20	4.0	6.4	79.4	42.0	31.4	20.4
21	4.7	6.4	73.4	43.0	30.6	20.5
22	5.6	7.0	61.2	39.2	36.5	19.2
23	5.2	6.4	59.4	38.6	36.4	18.1
24	5.1	6.5	63.6	40.8	34.4	18.9
25	5.4	6.7	56.4	38.8	35.9	18.7
26	4.9	6.4	64.2	39.6	33.3	19.2
27	4.8	6.8	69.4	38.6	36.2	18.8
28	4.4	6.3	73.4	41.8	34.0	18.5
29	4.9	6.6	72.4	44.4	31.7	20.8
30	5.2	6.7	64.2	40.4	34.0	19.7
31	5.1	6.7	65.8	40.6	34.7	19.3
32	5.7	7.0	59.4	40.2	33.0	21.2
33	4.7	6.3	71.0	43.0	32.7	19.3
34	5.1	6.4	58.6	36.6	34.8	18.4
35	5.5	6.5	55.8	39.4	32.7	19.9
36	4.7	6.1	62.0	44.0	26.7	22.9
37	5.2	6.1	59.4	45.6	26.7	22.9
38	5.1	6.1	57.8	45.0	24.6	24.8
39	4.7	6.0	60.0	44.0	27.8	21.6
40	5.0	6.0	69.6	49.4	22.7	26.4
41	5.0	5.9	72.2	53.0	23.0	25.6
42	4.4	5.9	71.4	45.2	27.9	21.2
43	4.6	6.2	65.4	41.0	32.3	19.2
44	5.1	6.2	65.6	47.4	25.8	24.0
45	4.4	5.8	69.2	44.0	26.9	21.6
46	4.3	5.9	64.0	38.4	31.5	18.7
47	4.8	6.3	58.4	37.0	35.2	17.9
48	5.1	6.1	60.0	47.0	25.0	24.4
49	4.6	6.0	61.4	45.0	25.0	24.0
50	4.4	6.1	68.6	41.6	31.0	19.7

(4) これら推葉について、力学物性値： σ_m , σ_b , E , ε_m , ε_b , ε_L とその変動係数が求められた。一般に、添字 b のつく量は添字 m , L のつく量より変動係数が大きい。UPT-1 と BPT-1 を比較すると、前者の力学物性値の変動係数の方が大きい。

第 5 表 ポリブタジエン推薬試片 50 本引張り試験結果

	破断応力 σ_b	最大応力 σ_m	破断伸び ε_b	最大応力時伸び ε_m	ヤング率 E
平均値 M	5.0 kg/cm ²	6.4 kg/cm ²	65.3%	41.5%	32.0 kg/cm ²
中央値 M_c	5.0 kg/cm ²	6.5 kg/cm ²	65%	40%	33 kg/cm ²
最多値 M_0	5.1 kg/cm ²	6.6 kg/cm ²	65%	39%	34 kg/cm ²
変動係数 σ/M	7.5%	5.0%	8.3%	8.3%	13.0%
標準偏差 σ	0.37 kg/cm ²	0.32 kg/cm ²	5.42%	3.44%	4.16 kg/cm ²

- (5) BPT-1 では ε_c , $\varepsilon_b/2$ はかなりよく一致するが, ε_L より大きい. UPT-1 では, $\varepsilon_b/2$, ε_c , ε_L の順に大きい. ε_L は巨視的降伏ひずみと考えられる量で, 破損基準として ε_L をとるのは大略の議論として弾性設計に近いものといえよう. ε_b , ε_m の変化に伴う ε_L の変化は僅少で, 基準としてとるに適した量の一つと考えられる.
- (6) BPT-1 および UPT-1 の ε_m , ε_b , ε_L の低温特性が知られた, 温度降下につれ, UPT-1 では単調に ε_b , ε_m , ε_L が減少するのに対し, BPT-1 では ε_b , ε_m は転移領域で極大を通過する一方, ε_L は単調に減少する. 両者について, ε_L はゴム状領域でそれぞれほぼ一定値をとることは注目すべきである.
- (7) ひずみによる BPT-1 推薬のポアソン比の低下はかなり急速で, グレーンの応力, ひずみ解析の際に十分考慮する必要がある.
- (8) 50 本テストにより力学物性値の度数分布を実測した結果を資料として付記した.

終りに, 熱心にご討議いただいた小林 昭助教授, 実験に当り熱心に助力された橋本彰三, 大谷信男, 佐藤 正, 栗山慎鋒, 中村幸紀, 佐藤秀夫, 古谷 実の諸氏に厚く感謝する. また, 試料作製に助力された帝国火工品製造 K.K. の諸氏に深甚の謝意を表する.

1969 年 10 月 27 日 材料部

参 考 文 献

- [1] Joint Army-Navy-Air Force Panel on Physical Properties of Solid Propellants: Method for Determining the Tensile Properties of Solid Rocket Propellants, Part II Composite Propellants. SPIA/PP 8 (Feb., 1957), Solid Propellant Information Agency, Applied Physics Laboratory, The Johns Hopkins University.
- [2] 河田幸三, 井田峯人: CAS 研究報告, No. 11 (1968), 128; 河田, 井田: 第 12 回宇宙科学技術講演会講演集(1969/1), 30; 河田幸三: 推薬物性に関するシンポジウム前刷集(1969/6), 50.
- [3] 推薬物性懇談会: 過塩素酸アンモニウム系コンポジット推薬引張試験法案(43.4.28 案), 推薬物性に関するシンポジウム前刷集 (1969/6), 56.
- [4] R. F. Landel: Combined Bimonthly Summary No. 66, Jet Propulsion Laboratory, Calif. Inst. Tech. (1958).
- [5] W. T. Milloway, J. H. Wiegand: J. Appl. Polymer Sci., 7 (1963), 1325.
- [6] 二, 三の例をあげれば, [2] のほかに国内では, 推薬物性に関するシンポジウム前刷集(1969/6); 植村益次, 林 実, 阿部慎蔵: 東大宇宙研報告, 2, 2(B) (1966/6), 738. などがあるが, 一般にきわめて少ない.