

# 宇宙航空研究開発機構研究開発資料

## JAXA Research and Development Memorandum

---

### 極低温環境における炭素繊維強化エポキシ樹脂積層板の 基礎的力学特性(その2)

Fundamental mechanical properties of carbon fiber reinforced epoxy laminates at cryogenic temperature: 2<sup>nd</sup> report

熊澤 寿, 柏木 涼太, 蓮沼 将太

KUMAZAWA Hisashi, KASHIWAGI Reita and HASUNUMA Shota

2022年12月

宇宙航空研究開発機構

Japan Aerospace Exploration Agency

## 目次

概要	1
1 はじめに	2
2 試験方法	2
2.1 試験片 .....	2
2.2 冷凍機式極低温環境槽を用いた引張試験 .....	5
2.3 空気循環式低温環境槽を用いた引張試験 .....	7
2.4 せん断試験 .....	8
2.5 熱膨張率測定 .....	8
3 試験結果	9
3.1 ひずみゲージによる発熱 .....	9
3.2 擬似等方性積層板の弾性率、破壊特性 .....	10
3.3 一方向積層板の弾性率、熱膨張率 .....	12
3.4 接着剤の弾性率、熱膨張率、破壊特性 .....	13
3.5 接着剤材料塑性特性の数値解析への適用法 .....	17
4 おわりに	19
参考文献	19

# 極低温環境における炭素繊維強化エポキシ樹脂積層板の 基礎的力学特性(その2)

熊澤 寿<sup>\*1</sup>, 柏木 涼太<sup>\*2</sup>, 蓮沼 将太<sup>\*3</sup>

## Fundamental mechanical properties of carbon fiber reinforced epoxy laminates at cryogenic temperature: 2<sup>nd</sup> report

KUMAZAWA Hisashi<sup>\*1</sup>, KASHIWAGI Reita<sup>\*2</sup> and HASUNUMA Shota<sup>\*3</sup>

### Abstract

Application of light-weight composite materials to cryogenic liquid-hydrogen tanks is important for weight reduction of hydrogen aircraft and high-performance rockets. In this study, the fundamental characteristics of composite and adhesive materials at cryogenic temperatures were obtained. The result can serve as reference data for research and development of cryogenic liquid-hydrogen composite tanks. The mechanical properties of composite laminates and adhesive materials were measured to clarify the effect of a cryogenic environment on these properties. The test results indicate that the stiffness and the coefficient of thermal expansion which are resin-dominant properties change significantly with decreasing temperature, although the cryogenic environment has a minor effect on the fiber-dominant properties. The adhesive resin exhibits plastic properties at room and high temperatures. The plastic properties of the adhesive resin under shear and tensile loadings are found to be appropriately configured with the yield criterion that have hydrostatic stress dependence.

**Keywords:** Composite, Cryogenic Environment, Strength, Coefficient of Thermal Expansion

### 概 要

極低温液体水素タンクへの複合材料の適用による軽量化は、水素航空機や高性能ロケットの機体重量軽減に重要な課題である。本研究では、複合材料と接着剤の極低温における基礎特性を取得し、試験結果を複合材製極低温水素タンク研究のための基礎的データとして報告書にまとめた。試験では複合材料積層板と接着剤の力学的特性を測定し、極低温が各特性に及ぼす影響を明らかにした。その結果、繊維の特性が支配的な特性は極低温環境の影響は少ないが、樹脂の特性が支配的な材料特性は温度の低下によって顕著に変化した。常温や高温で接着剤は大きな塑性特性を示すことが分かり、静水圧成分を考慮した降伏条件を用いることにより、解析上で接着剤の引張特性とせん断特性を適切に設定できることが分かった。

\* 2022年10月26日受付 (Received October 26, 2022)

<sup>\*1</sup> 航空技術部門 航空環境適合イノベーションハブ (Aviation Environmental Sustainability Innovation Hub, Aeronautical Technology Directorate)

<sup>\*2</sup> 元青山学院大学 (Former Graduate Student of Aoyama Gakuin University)

<sup>\*3</sup> 青山学院大学 理工学部 機械創造工学科

(Department of Mechanical Engineering, College of Science and Engineering, Aoyama Gakuin University)

## 1 はじめに

持続可能でより良い世界を目指す SDGs のクリーンなエネルギーと気候変動対策などにおいて、脱炭素社会の実現は目標達成における重要なテーマとなっており、脱炭素社会の実現には、水素を軸とした技術が期待されている。ロケットにおいては水素を燃料として用いてきた長い実績があるが、そのほかの航空宇宙分野への水素の適用拡大も現在活発に研究開発が行われている。航空宇宙機における水素の貯蔵は、極低温・低圧での貯蔵か、常温・高圧での貯蔵が選択肢としてある。すでに自動車分野では CFRP(Carbon Fiber Reinforced Plastic)を用いた常温・高圧タンクの適用が進んでいる。航空宇宙分野においては、極低温・低圧の CFRP 製軽量水素燃料タンクが有望であり、様々な研究が進められている。

複合材製液体水素タンクについては、再使用型宇宙往還機への適用のために研究開発が行われてきた。NASA により進められていた再使用型宇宙往還機のための無人実験機 X-33 の計画においては、複合材製液体水素タンクの地上試験も行われた<sup>1,2)</sup>。しかし、タンクの地上実証試験において複合材構造の損傷に起因する不具合が発生し、極低温環境における複合材料の健全性が課題であることが分かった。JAXA では再使用型ロケット実験機(Reusable Vehicle Testing, RVT)のアルミ合金製ライナーを備えた複合材製液体水素タンクの開発が行われ、複合材製タンクを搭載した機体による実フライトを達成した<sup>3,4)</sup>。水素航空機については、これまでも概念検討などが進められており、実現性に関する評価が行われてきている<sup>5,6)</sup>。しかし、航空機を想定した複合材製液体水素タンクに関する技術はまだ未成熟の段階にある。

極低温液体水素タンクに CFRP を適用するうえで、極低温における材料特性は重要なテーマであり、最終強度だけでなく、極低温タンクにおいては樹脂割れなどの損傷特性も重要な特性となっている。前報では、冷凍機式極低温試験システムを用いて、極低温における CFRP クロスプライ積層板の弾性率、破断強度、内部損傷進展などについて報告した<sup>7)</sup>。

極低温環境でのタンク等の複合材構造や接着構造の解析において、材料特性の温度による影響の考慮が重要であり、極低温での材料データの蓄積が望まれている。本研究では、常温から極低温までの温度範囲において CFRP 擬似等方性積層板、CFRP 一方向積層板、接着剤について弾性率、破壊強度などを実験的に取得した。接着剤については、50℃の高温での特性についても取得した。試験結果より、極低温環境がそれぞれの材料の弾性率と強度に与える影響が明らかとなった。CFRP 一方向積層板、接着剤は熱膨張率の測定も行い、熱膨張率の温度依存性の取得も行った。また、接着剤は樹脂単体であるため、塑性特性の影響が大きく、接着剤の顕著な組成特性について数値解析への適切な適用法についても検討を行った。

## 2 試験方法

### 2.1 試験片

本試験では、帝人社製 180℃硬化型炭素繊維エポキシ樹脂複合材料 HTA/#101 および IMS60/#133 を複合材試験片の材料とし、スリーエム社製シート接着剤 AF163-2K を接着剤試験片の材料として用いた。炭素繊維エポキシ樹脂複合材料 HTA/#101 を用いて擬似等方性積層板を、炭素繊維エポキシ樹脂複合材

料 IMS60/#133 を用いて擬似等方性積層板と一方向積層板を製作した。シート接着剤 AF163-2K を用いて 18 層積層試験片を製作した。CFRP 積層板に対しては、弾性率及び破壊強度を取得した。ただし、 $0^\circ$  一方向積層板は破断荷重が試験機容量を超えていたので、弾性率のみ取得した。また、一方向積層板と接着剤試験片は、熱膨張率の測定も行った。各材料の測定特性等を表 2.1 にまとめた。熱膨張測定試験は、異種材接着接手試験で用いるアルミ合金 A6061-T6 に対しても実施した。

試験片は、引張試験片(CFRP 積層板、接着剤)、せん断試験片(接着剤)、熱膨張測定用試験片(CFRP 積層板、接着剤、アルミ合金)の 3 種類を作成した。接着剤のせん断試験はイオシペスク(Iosipescu)せん断試験(ASTM D5379)を実施した。引張試験片番号と試験温度のリストを表 2.2 に示す。CFRP 積層板試験片(A1~A3、B1~B3、C1、D1)の試験片サイズは 80mm×400mm(板厚 2mm)、接着剤試験片 E1~E8 と F1 の試験片サイズは、それぞれ 25mm×250mm(板厚 4mm)と 80mm×400mm(板厚 4mm)である。せん断試験片番号と試験温度のリストとせん断試験片形状をそれぞれ表 2.3 と図 2.1 に示す。熱膨張測定用試験片の試験サイズは 4mm×4mm×25mm である。熱膨張測定用試験片リストを表 2.4 に示す。

表 2.1 試験材料と測定特性

材料	積層構成	板厚	測定特性
HTA/#101	(0/90/45/-45) <sub>2S</sub>	約 2mm	弾性率、破壊強度
IMS60/#133	(0/90/45/-45) <sub>2S</sub>	約 2mm	弾性率、破壊強度
IMS60/#133	90 <sub>16</sub>	約 2mm	弾性率、破壊強度、熱膨張率
IMS60/#133	0 <sub>16</sub>	約 2mm	弾性率、熱膨張率
AF163-2K	18 層積層	約 4mm	弾性率、破壊強度、熱膨張率

表 2.2 引張試験片リスト

試験片	材料	積層構成	弾性率試験温度	破壊試験温度
A1(QF01)	HTA/#101	(0/90/45/-45) <sub>2S</sub>	-	RT
A2(QF02)	HTA/#101	(0/90/45/-45) <sub>2S</sub>	23K~RT	-
A3(QF03)	HTA/#101	(0/90/45/-45) <sub>2S</sub>	21K~RT	21K
B1(RJ01)	IMS60/#133	(0/90/45/-45) <sub>2S</sub>	26K~RT	RT
B2(RJ02)	IMS60/#133	(0/90/45/-45) <sub>2S</sub>	23K~RT	-
B3(RJ03)	IMS60/#133	(0/90/45/-45) <sub>2S</sub>	-	22K
C1(SA01)	IMS60/#133	0_16	20K~100K	-
D1(SB01)	IMS60/#133	90_16	20K~100K	-
E1(SD01)	AF163-2K	18層積層	-	RT
E2(SD02)	AF163-2K	18層積層	223K~RT	223K
E3(SD03)	AF163-2K	18層積層	-	282K
E4(SD04)	AF163-2K	18層積層	-	265K
E5(SD05)	AF163-2K	18層積層	-	246K
E6(SD06)	AF163-2K	18層積層	125K	125K
E7(SD07)	AF163-2K	18層積層	150K~200K	173K
E8(SD08)	AF163-2K	18層積層	299K~323K	323K
F1(SC01)	AF163-2K	18層積層	20K~100K	-

表 2.3 せん断試験片リスト

試験片	材料	積層構成	試験温度
G1(VA01)	AF163-2K	18層積層	323K
G2(VA02)	AF163-2K	18層積層	223K
G3(VA03)	AF163-2K	18層積層	302K
G4(VA04)	AF163-2K	18層積層	253K
G5(VA05)	AF163-2K	18層積層	303K
G10(VA10)	AF163-2K	18層積層	273K

表 2.4 熱膨張率用試験片リスト

試験片	材料	方向
CTE-AL	A6061-T6	圧延方向
CTE-AT	A6061-T6	圧延直交方向
CTE-B	IMS60/#133	0度方向
CTE-C	IMS60/#133	90度方向
CTE-D	AF163	-

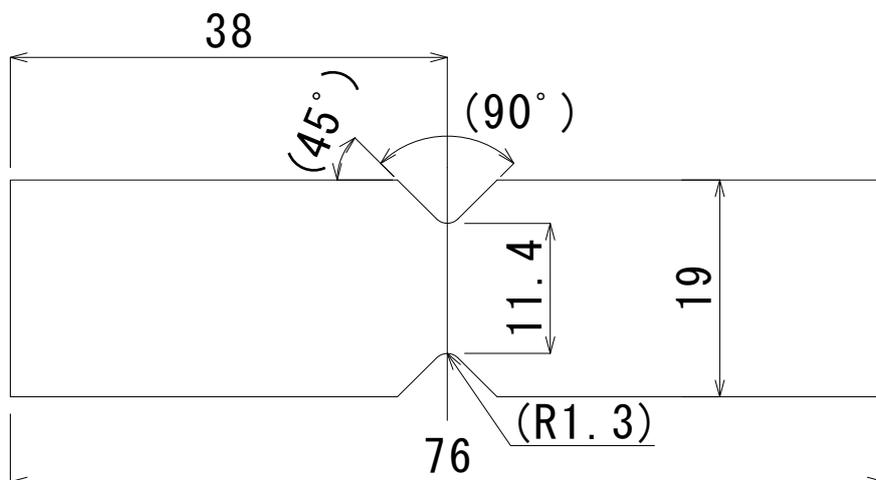
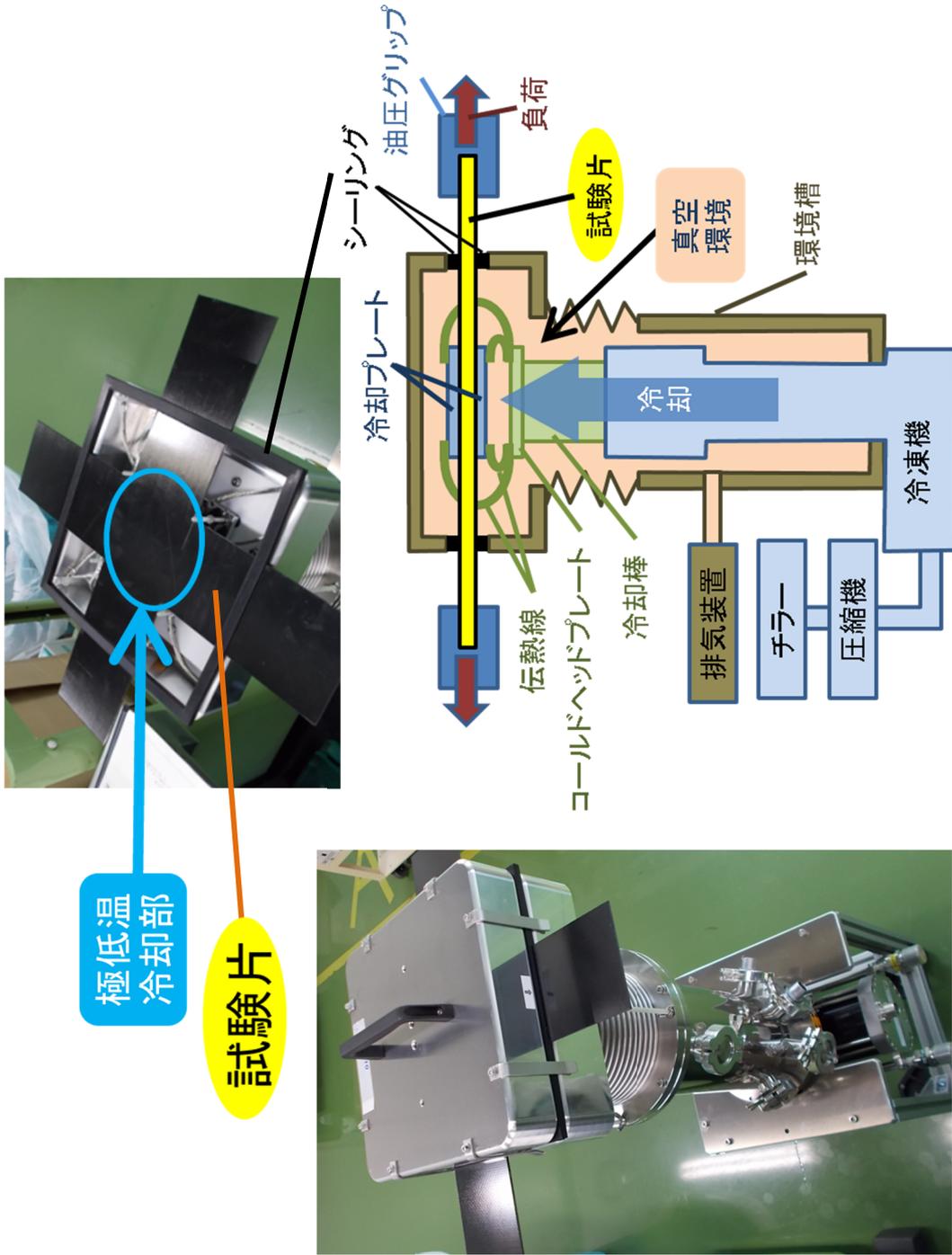


図 2.1 セン断試験片形状(板厚 4mm)

## 2.2 冷凍機式極低温環境槽を用いた引張試験

極低温引張試験は、冷凍機式極低温環境槽を用いて実施した<sup>8,9)</sup>。冷凍機式極低温環境槽の冷却と負荷の概要を図 2.2 に示す。本試験では、冷凍機式極低温環境槽を用いて約 20K(-253°C)から約 100K(-173°C)の温度での試験を実施した。図 2.2 に示すように試験片は試験片下部に設置された冷凍機により冷却される。冷凍機に伝熱線で熱的に接続した銅製の冷却プレートを試験片評価部両面に取り付けて、評価部の冷却を行う。評価部は断熱のために真空環境となっているが、試験片両端部は真空の環境槽外に出ており、負荷のために油圧グリップに取り付けられている。試験片には四角いシーリングが取り付けられており、環境槽とシーリングの間が滑り、荷重は伝達するが、シーリング部で気密が保たれており、環境槽内の真空環境を保つことができる。試験片は、図 2.3 に示すように平面形状が 400mm×80mm の試験片を使用し、冷却プレートで冷却できる領域は中央の 80mm×80mm である。二軸試験機においては、短冊試験片の両端を変位させて負荷を行う。各グリップの負荷速度を 0.5mm/min と設定し、両側を合わせた負荷速度は 1mm/min となる。弾性率の取得においてはひずみゲージを評価部中央に貼付して測定し、JIS2761 プラスチック-引張特性の規格に従って、弾性率は 500ph から 2500ph のひずみを用いて計算を行った。本報告では、ひずみゲージによる発熱の影響についてもデータを示す。



極低温  
冷却部

試験片

図 2.2 冷凍機式極低温環境槽による試験片の冷却と負荷の概要

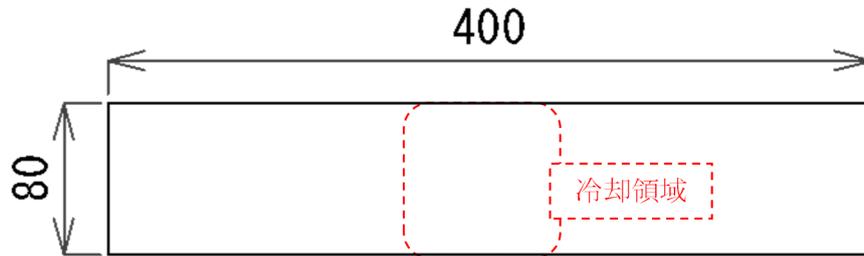


図 2.3 短冊型試験片(単位:mm)

### 2.3 空気循環式低温環境槽を用いた引張試験

図 2.4 に示すインストロン社製 88R8502 型油圧サーボ疲労試験機(最大荷重 100kN)を用いて、試験片寸法が 25mm×250mm(板厚 4mm)の接着剤試験片の引張試験を行った。材料試験機は空気循環式低温環境槽を備えており、125K(-148℃)から 323K(50℃)までの試験を実施した。223K(-50℃)から 323k(50℃)までは環境槽に備わっている冷凍器及び加熱器により環境槽内の温度調節を行い、223K(-50℃)以下の温度環境の試験においては液体窒素を用いて冷却を行った。試験片の温度の測定は試験片中央から約 10mm の位置に取り付けた熱電対により測定し、試験片温度が目標温度に達してから 30 分以上経過してから試験を実施した。引張速度は 1mm/min と設定し、弾性率の算出には 2.2 項に示した方法で行った。



図 2.4 空気循環式低温環境槽付材料試験機

## 2.4 せん断試験

イオシペスクせん断試験(ASTM D5379)により接着剤のせん断特性を取得した。試験片への負荷はインストロン社製 88R8502 型電気機械式試験機(最大荷重 100KN)を用いて行った。図 2.1 に示す V ノッチを設けた試験片を図 2.5 に示すようにジグ中央に取り付け、圧縮速度 2mm/min で評定部にせん断力を加えた。せん断応力は荷重を試験片 V ノッチ部の評定部断面積で除した値とする。ASTM D5379 に従い、せん断ひずみは試験片中央部 $\pm 45^\circ$  に貼付した 2 枚のひずみゲージの出力より計算した。

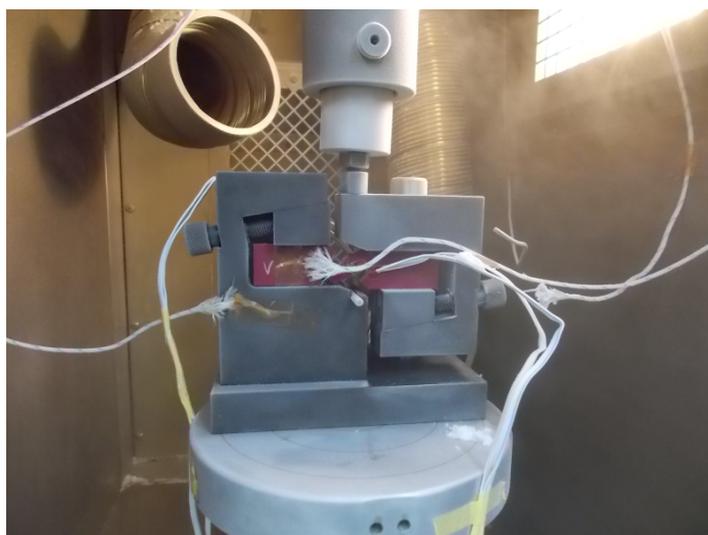


図 2.5 イオシペスクせん断試験

## 2.5 熱膨張率測定

熱膨張率の測定には NETZSCH 社熱膨張測定器 DIL402C を用いた。試験装置の写真を図 2.6 に示す。表 2.4 に示す熱膨張率用試験片リストの各試験片に対して、熱膨張率を測定した。試験片は装置内の断熱チャンバ内に設置され、温度に対する試験片の寸法変化を測定し、熱膨張率を求めている。試験片の寸法の変化は試験片を押しているロッド越しに、線形可変作動変圧器により計測している。断熱チャンバ内はヘリウムガスが満たされた状態で、冷却は液体窒素により行われ、加熱は電気式のヒータにより行われている。測定温度範囲は 123K(-150°C)から 423K(150°C)とし、熱膨張率の測定を行った。

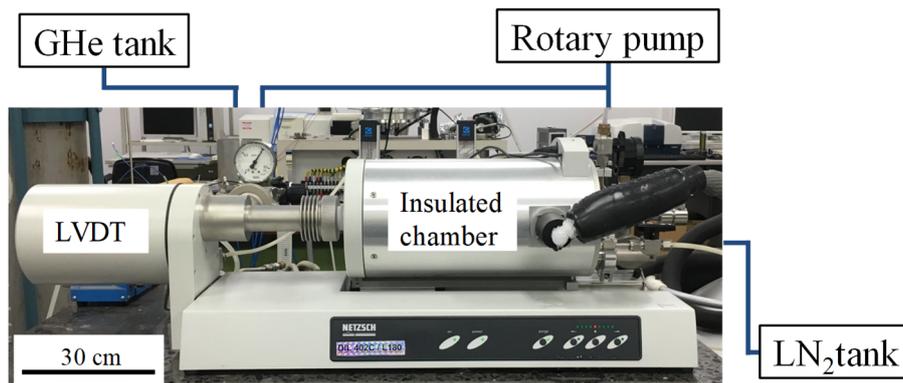


図 2.6 熱膨張測定器

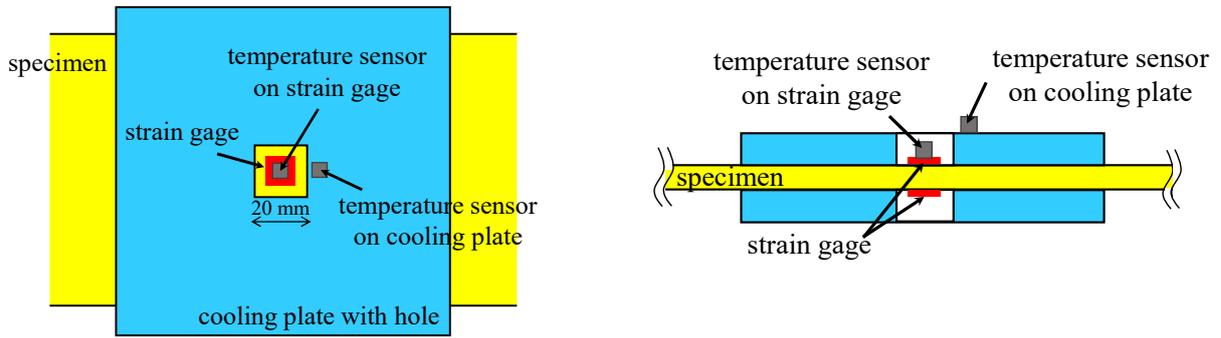
### 3 試験結果

#### 3.1 ひずみゲージによる発熱

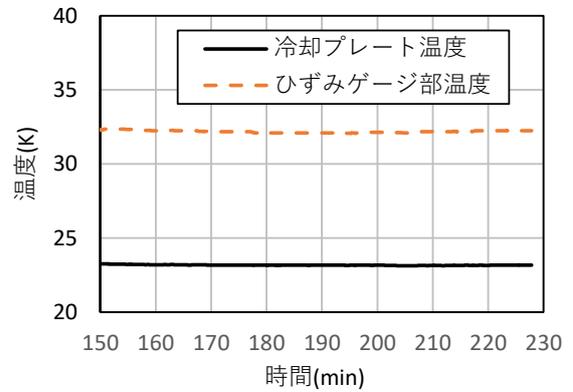
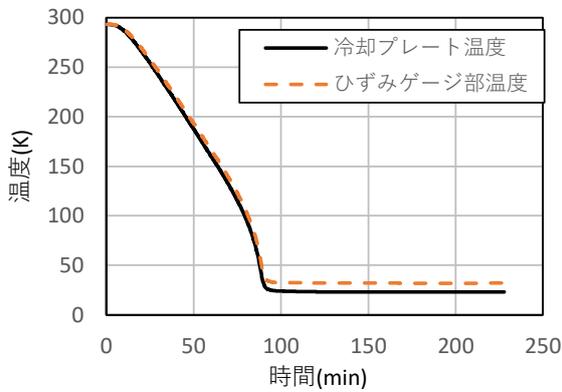
参考文献 7)のひずみ測定手法に沿って極低温におけるひずみを測定した。350Ωのひずみゲージに対して印加電圧 2V を加えており、発熱量は約 11mW となる。住友重機械工業製冷凍機 SRDK-500B の冷凍能力は 20K(-253°C)において 40W であり<sup>8)</sup>、ひずみゲージによる発熱も冷却に影響していると考えられる。

ひずみゲージ測定用の中央に 20mm×20mm の穴が開いた冷却プレートを用いて、試験片に貼付したひずみゲージ部の温度測定を行った。試験は表 2.2 の試験片 A2 を用いて行い、試験片中央部の表と裏に二軸ゲージを貼付した。図 3.1 に示すように二つある温度センサのうち一つは通常のひずみ測定と同様に冷却プレート上に設置し、残りの一つの温度センサをひずみゲージの上に取り付けた。冷却プレートへの温度センサ取り付けは通常通りねじにより行ったが、ひずみゲージ上への温度センサの取り付けは、センサとひずみゲージの間に真空グリース アピエゾン M を塗り、センサを上からアルミテープで固定した。この状態で、ひずみゲージへの通電の ON/OFF の切り替えで、温度の変化を測定した。

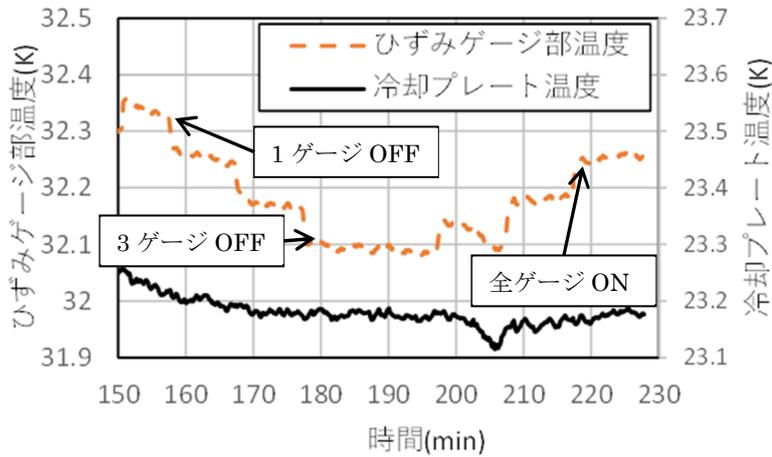
図 3.2 に極低温冷却におけるひずみゲージ部の温度履歴を示す。図 3.2(a)、(b)、(c)は、それぞれ冷却初期からの温度履歴、発熱影響測定時の温度履歴、発熱影響測定時の温度履歴詳細である。ひずみゲージは、冷却初期から通電して、冷却を行った。合計 4 個のひずみゲージのうち 1 個のひずみゲージが断線したため、3 個のひずみゲージのみ通電している。図 3.2(a)から 100 分ほどで、極低温の定常状態になったことが分かる。ひずみゲージ貼付部分は、冷却プレートに覆われておらず、環境槽からの輻射などにより冷却プレートより温度が高くなっている。冷却開始から約 160 分から約 10 分間隔で 3 個のひずみゲージ 1 個ずつ通電を停止していった。その後約 200 分より 1 個ずつひずみゲージを通電させていき、約 220 分で 3 個のひずみゲージが通電している状態となった。ひずみゲージの通電停止から通電回復までの温度変化(図 3.2(b))を見るとひずみゲージ部の温度の大きな変化がないことが分かる。図 3.2(b)の縦軸を拡大した図 3.2(c)を見ると、ひずみゲージ通電の有無で温度変化しているものの 1 個のひずみゲージの通電による温度変化は 0.1K 以下の温度変化であり、3 個のひずみゲージの通電によるひずみゲージ部の温度変化は 0.2K 程度となり、非常に低いことが分かる。



(a) 上面 (b) 側面  
 図 3.1 ひずみゲージ発熱測定のための温度センサ位置



(a) 冷却初期からの温度履歴 (b) 発熱影響測定時の温度履歴



(c) 発熱影響測定時の温度履歴詳細

図 3.2 極低温冷却におけるひずみゲージ部の温度履歴

### 3.2 擬似等方性積層板の弾性率、破壊特性

炭素繊維エポキシ樹脂複合材料 HTA/#101 材と IMS60/#133 材の擬似等方性積層板の温度と材料定数

の関係を、それぞれ図 3.3 と図 3.4 に示す。両材料とも弾性率は極低温で若干上昇し、ポアソン比は極低温でわずかに低下している傾向がある。樹脂は極低温で弾性率が上昇するが、擬似等方性積層板の剛性への寄与が大きい炭素繊維は温度依存性が低いため、極低温での弾性率が大きく上昇しないと考えられる。

HTA/#101 材と IMS60/#133 材の擬似等方性積層板の破断試験の応力-ひずみ線図をそれぞれ図 3.5(a)、(b) に示す。両材料とも極低温において剛性の上昇が確認できる。図 3.5(a) の HTA/#101 材の結果を見ると、極低温の強度は常温の強度の 6 割程度に下がっている。一方、図 3.5(b) の IMS60/#133 材の結果では、極低温でも破断強度は常温とほとんど変わっていない。炭素繊維自身の強度は極低温で大きく変化しないことが知られているが、積層板では硬化温度と試験温度の極低温の温度差により大きな残留応力が発生し、樹脂割れや層間剥離などの損傷が常温に比べ早期に発生する傾向がある<sup>10)</sup>。IMS60/#133 材は高靱性樹脂を用いた CFRP であり、極低温での層間剥離などの損傷の発生がある程度は抑えられたが、HTA/#101 材の樹脂は高靱性でないため、層間剥離などの損傷が早期に発生し、極低温での強度の低下に寄与したと考えられる。

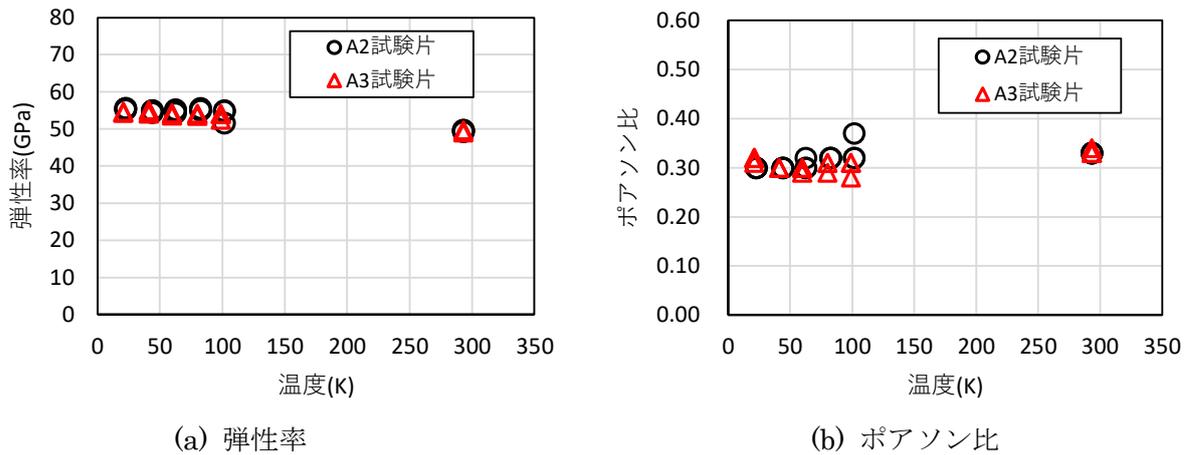


図 3.3 CFRP(HTA/#101) (0/90/45/-45)<sub>2S</sub> 積層板の温度と材料特性の関係

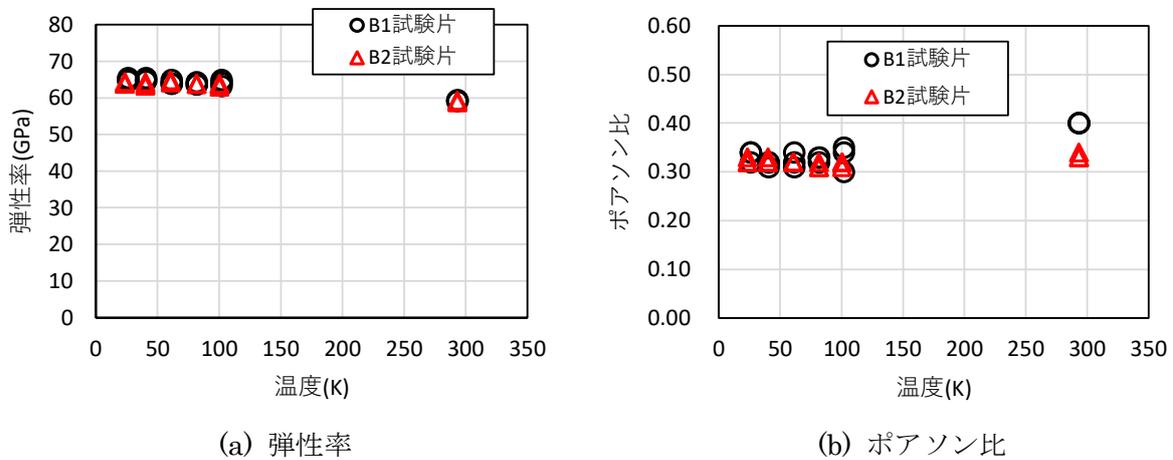


図 3.4 CFRP(IMS60/#133) (0/90/45/-45)<sub>2S</sub> 積層板の温度と材料特性の関係

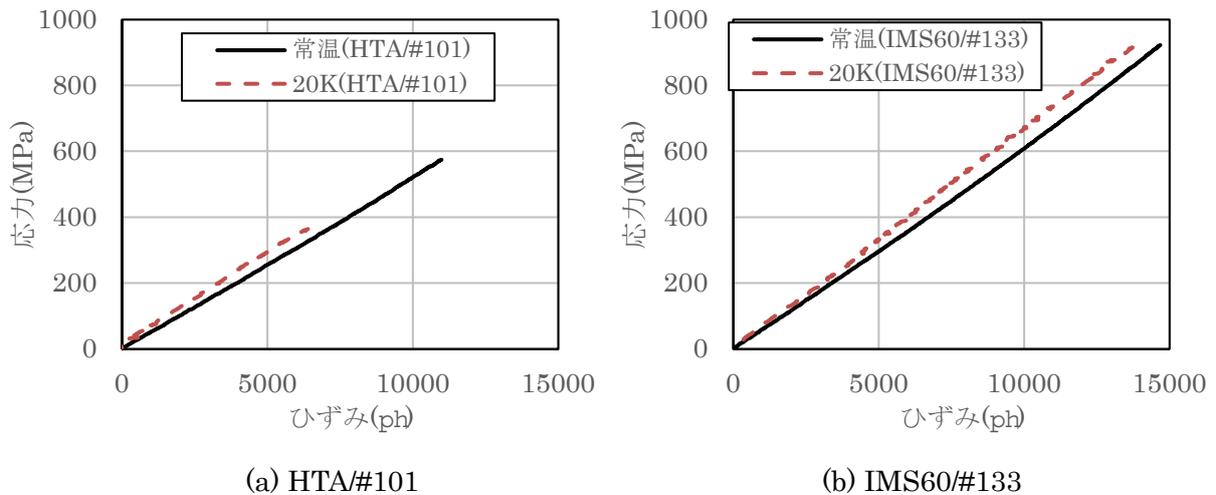


図 3.5 CFRP (0/90/45/-45)<sub>2s</sub> 積層板の常温と極低温における破断試験結果

### 3.3 一方向積層板の弾性率、熱膨張率

炭素繊維エポキシ樹脂複合材料 IMS60/#133 材の 0° 方向と 90° 方向の一方向材の温度と材料定数の関係を、それぞれ図 3.6 と図 3.7 に示す。図 3.6 に示す 0° 一方向材の弾性率とポアソン比は極低温においても常温とほとんど変化していない。0° 一方向材の弾性率は、炭素繊維の弾性率が支配的であり、炭素繊維は極低温で弾性率がほとんど変わらないため、0° 一方向材の弾性率は極低温で変化が少ないと考えられる。一方、図 3.7 に示す 90° 一方向材の弾性率とポアソン比は極低温においても常温と比べ上昇している。90° 一方向材の弾性率は、樹脂の弾性率が支配的であり、極低温で樹脂が固くなるため、90° 一方向材の剛性も上昇している。このような極低温における一方向材の弾性率等における傾向は文献 10) においても報告されている。

図 3.8 に IMS60/#133 材の一方向材の温度と熱膨張率の関係を示す。炭素繊維の長手方向の熱膨張率はほぼゼロであり、図 3.8 の 0° 方向の熱膨張率はそのためほぼゼロとなっている。エポキシ樹脂の熱膨張率は極低温でより低下すると報告されており<sup>12)</sup>、90° 方向の熱膨張率はエポキシ樹脂の特性が大きく表れるため、樹脂の特性に従って温度が低いほど熱膨張率が低下していると考えられる。

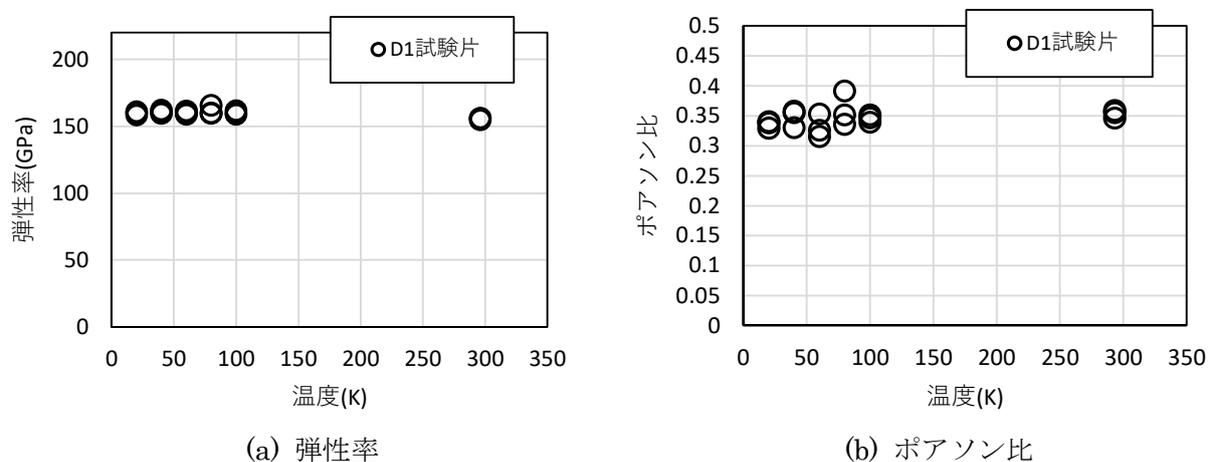


図 3.6 CFRP(IMS60/#133) 0° 方向一方向材の温度と材料特性の関係

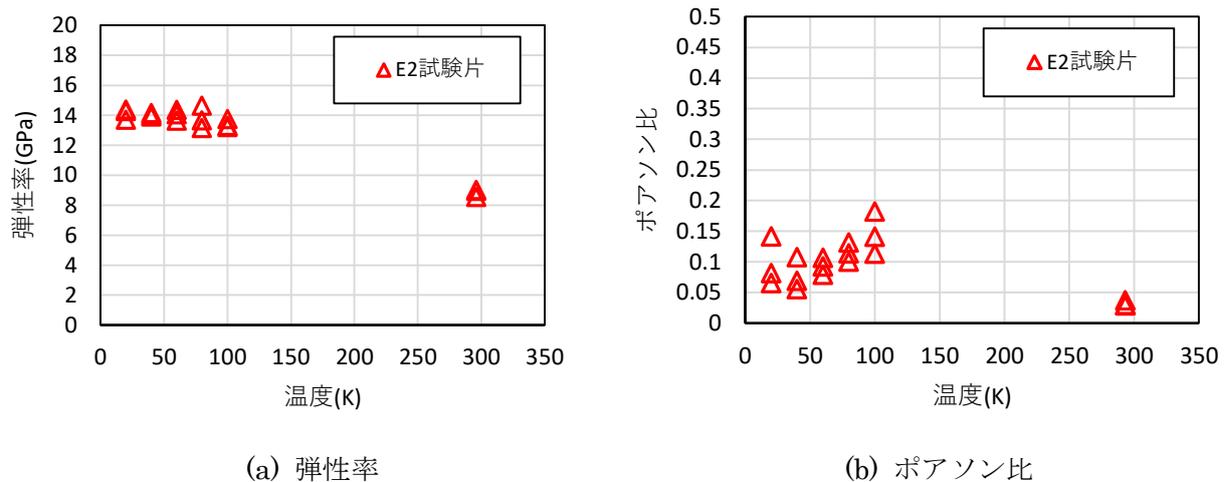


図 3.7 CFRP(IMS60/#133) 90° 方向一方向材の温度と材料特性の関係

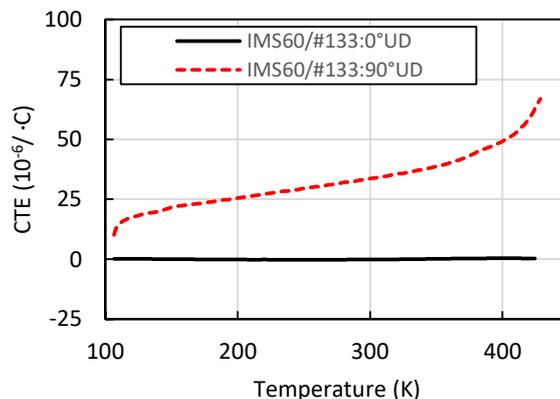


図 3.8 CFRP(IMS60/#133) 一方向材の温度と熱膨張率の関係

### 3.4 接着剤の弾性率、熱膨張率、破壊特性

接着剤 AF163-2K の温度と材料特性の関係を図 3.9 に示す。接着剤の弾性率は温度の低下とともに上昇し、ポアソン比はわずかに低下していることが分かる。図 3.10 に接着剤 AF163-2K の温度と熱膨張率の関係を示す。参考として図中には取得したアルミニウム合金 A6061-T6 の熱膨張率データも示す。アルミニウム合金に比べて、接着剤の熱膨張率は温度とともに低下している。接着剤の弾性率と熱膨張率の低温での変化傾向は、樹脂特性が支配的である 90° 一方向材 CFRP(図 3.7(a)と図 3.8)と同様である。

温度による接着剤の塑性特性の変化について、図 3.11 から図 3.14 にまとめた。図 3.11、図 3.12(a)、図 3.12(b)は、それぞれ接着剤の各温度での引張試験における応力-ひずみ関係、強度、破断ひずみを示す。図 3.11 の 323K(50°C)の試験ではひずみゲージが途中で断線したため、荷重-変位線図から破断までのひずみを計算して、プロットをした。図 3.12(b)の引張破断ひずみは、総ひずみに加えて塑性ひずみ成分(総ひずみ-弾性ひずみ)もプロットしている。図 3.11 の応力-ひずみ関係では、高温(323K)では、10%を超える高いひずみで破壊し、温度が低下するにつれ、塑性変形が少なくなっていることが分かる。図

3.12(a)より、接着剤の引張強度は、低温ほど高くなり、150K(-123℃)付近では常温の2倍近く強度が上昇していることが分かる。一方、図3.12(b)より引張破断ひずみは、温度が高くなるにつれ上昇しており、その引張破断ひずみの上昇のうち多くの割合を塑性ひずみが占めていることが分かる。

図3.13と図3.14に、それぞれ接着剤の各温度でのせん断試験における応力-ひずみ関係とせん断弾性率を示す。図3.13の223K(-50℃)の曲線において、応力30MPa付近で不連続な挙動がみられるが、試験治具のがたの影響であり、接着剤試験片の部分破壊の影響ではない。図3.15に223K(-50℃)から323K(50℃)での破壊後のせん断試験片写真を示す。せん断試験片の破壊はせん断ではなく、くびれ部自由端の引張応力が加わる場所を起点としており、破壊荷重から純粋なせん断破壊応力が計算できないため、せん断破壊応力は取得できていない。図3.13、図3.14より接着剤の引張特性と同様に、常温や高温で塑性変形が大きく、低温でせん断弾性率が高くなっていることが分かる。

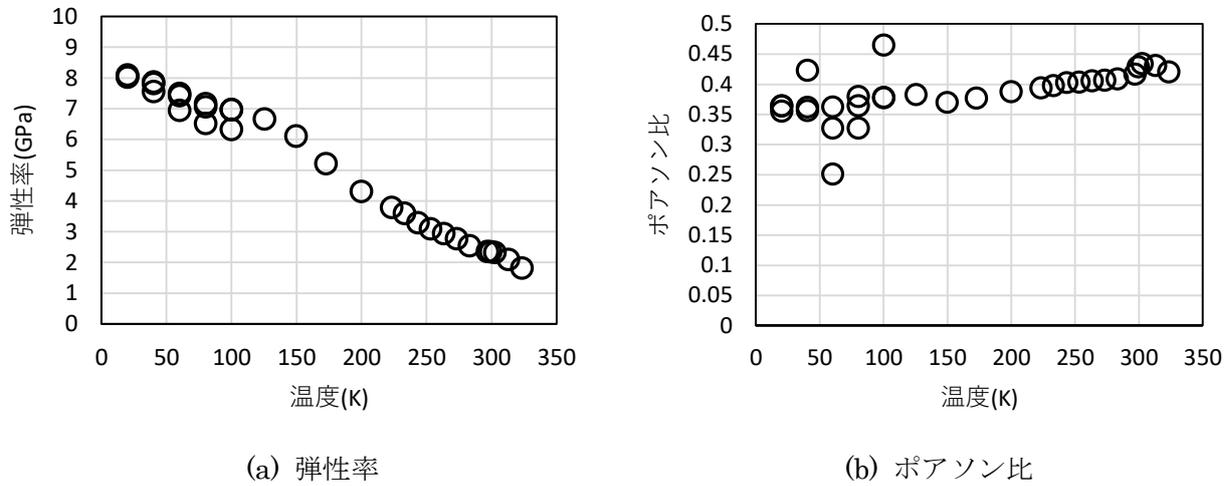


図 3.9 接着剤(AF163-2K)の温度と材料特性の関係

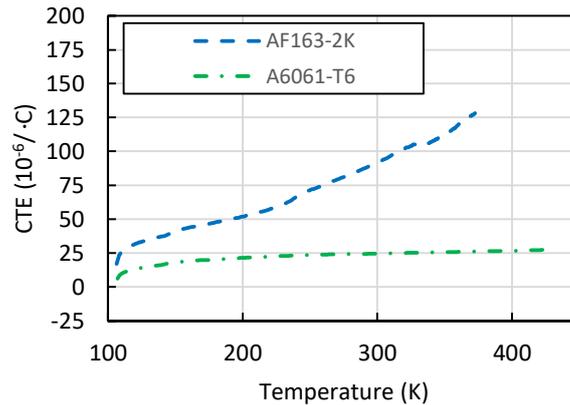


図 3.10 接着剤(AF163-2K)とアルミ合金(A6061-T6)の温度と熱膨張率の関係

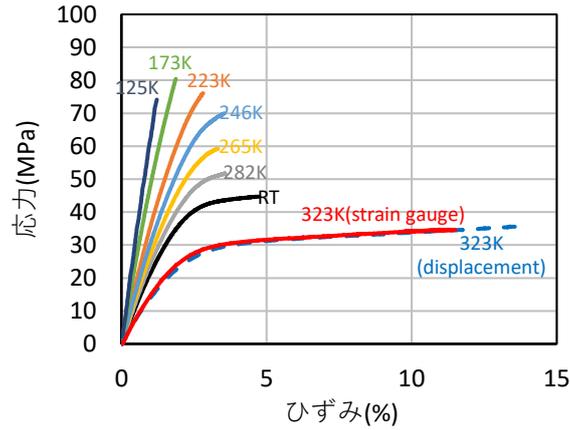
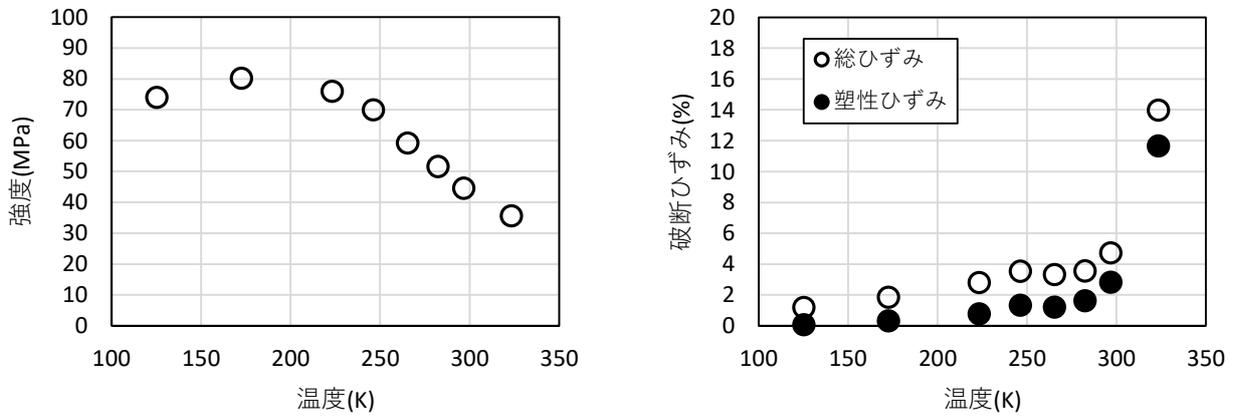


図 3.11 接着剤(AF163-2K)の各温度における引張応力-引張ひずみ関係



(a) 引張強度

(b) 引張破断ひずみ

図 3.12 接着剤(AF163-2K)の温度と引張強度と引張破断ひずみの関係

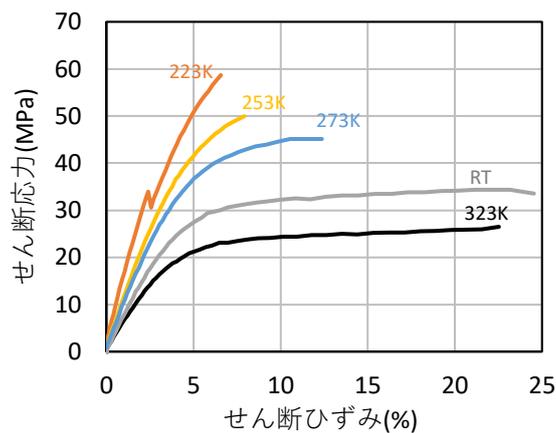


図 3.13 接着剤(AF163-2K)の各温度におけるせん断応力-せん断ひずみ関係

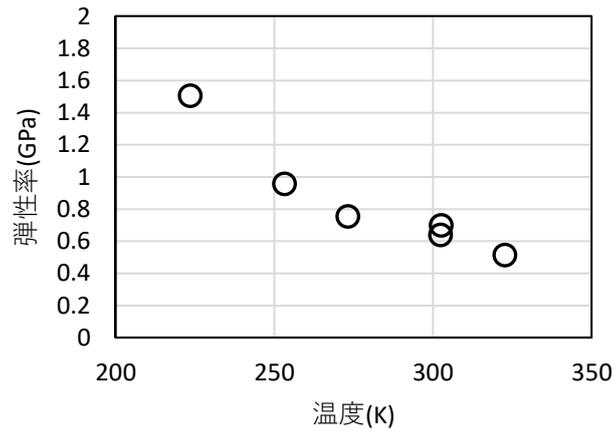
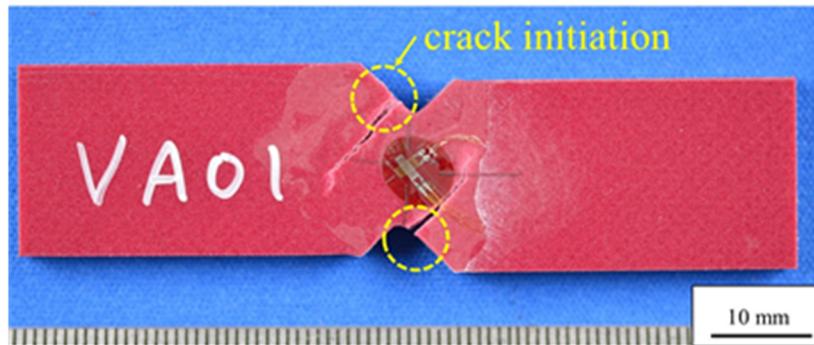
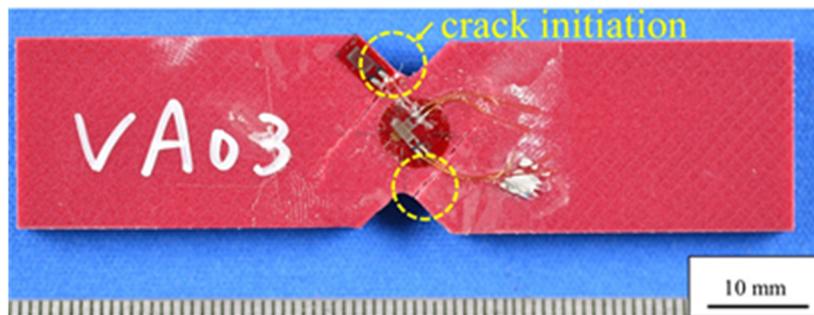


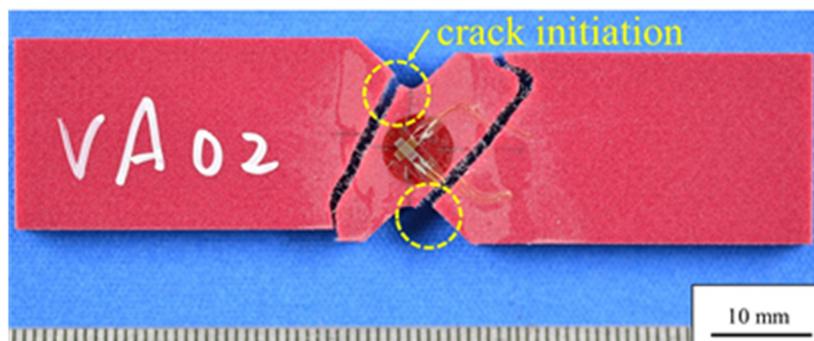
図 3.14 接着剤(AF163-2K)の温度とせん断弾性率の関係



(a) 323K (VA01)



(b) RT (VA03)



(c) 223K (VA02)

図 3.15 破断後のせん断試験片写真

### 3.5 接着剤材料塑性特性の数値解析への適用法

降伏条件を用いて、塑性挙動の大きい材料の引張応力-引張ひずみ関係より、せん断応力-せん断ひずみの関係式を算出することが可能である。弾性域でミーゼス降伏条件、塑性域では全ひずみ理論を用いて、引張応力-引張ひずみ関係よりせん断応力-せん断ひずみの関係式を算出した結果を図 3.16 に示す。なお、今回接着剤単体の試験データでは、明確な降伏点がみられなかったため、0.2%耐力を降伏応力とした。図 3.16 では、低温(-50℃)、常温、高温(50℃)の計算結果と、試験結果もプロットしてある。試験と計算の結果を比較すると、すべての温度で、せん断応力の計算結果が試験結果より低いことが分かる。ミーゼスの降伏条件は体積変化の影響を考慮しておらず、樹脂には適していない可能性がある。

金属材料に比べ接着剤のような樹脂材料において、静水圧応力の影響が大きいことが知られている。樹脂の塑性特性が影響する解析においては、適切な静水圧応力の影響を考慮する必要がある。エムエスシーソフトウェア社製 Marc 2019 において、静水圧応力を考慮した接着剤塑性特性への数値解析への適用法について検討した。静水圧応力の影響を考慮するために、Marc 2019 において使用できる Drucker-Prager によって提案された降伏条件を適用する。本研究では Drucker-Prager によって提案された式(1)の降伏条件式を用いた。

$$aJ_1 + \sqrt{J_2} - \bar{\sigma}/\sqrt{3} = 0 \quad (1)$$

ここで、 $a$ は材料特有の静水圧応力の影響度を示した定数、 $J_1$ および $J_2$ は応力の第一不変量と偏差応力の第二不変量、 $\bar{\sigma}$ は静水圧が生じていない時の降伏応力を表す。

静水圧応力に影響しない降伏応力 $\bar{\sigma}$ は、せん断応力-せん断ひずみ関係から相当応力-相当塑性ひずみを求め、代入した。相当応力 $\bar{\sigma}_{eq}$ 、相当塑性ひずみ $\bar{\varepsilon}_{eq}$ は以下の式より求めた。

$$\bar{\sigma}_{eqi} = \sqrt{3}\tau_i \quad (2)$$

$$\bar{\varepsilon}_{eqi} = \gamma_i/\sqrt{3} \quad (3)$$

ここで、 $\tau_i$ 、 $\gamma_i$ はそれぞれ試験結果のせん断応力、せん断ひずみである。図 3.17 に試験データより求めた各温度での相当応力-相当塑性ひずみ関係を示す。

$a$ は温度によらず一定と仮定し、図 3.17 のデータより引張応力-引張ひずみ曲線を求め、パラメータフィッティングにより $a = 0.1$ と定めた。各温度におけるせん断応力-せん断ひずみ曲線と $a = 0.1$ とした場合のせん断応力-せん断ひずみ曲線と引張応力-引張ひずみ曲線をそれぞれ図 3.18 と図 3.19 に示す。実際には、 $a$ は温度により変化すると考えられるが、-50℃から 50℃の範囲では $a$ 一定としても十分近似が可能であることが分かった。上記の塑性特性の適用法により、接着構造の解析を精度高く実施することができると期待される。

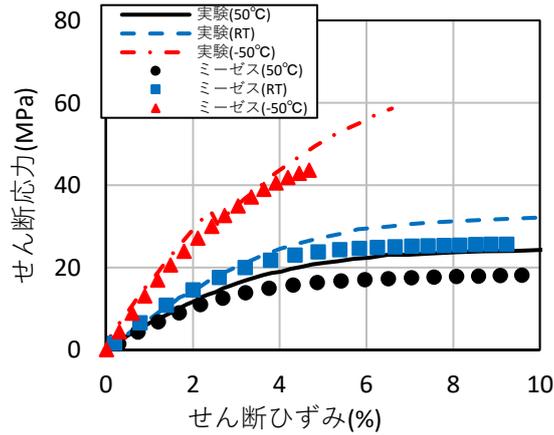


図 3.16 ミーゼス降伏条件を用いて算出したせん断ひずみ-せん断応力特性と試験結果の比較

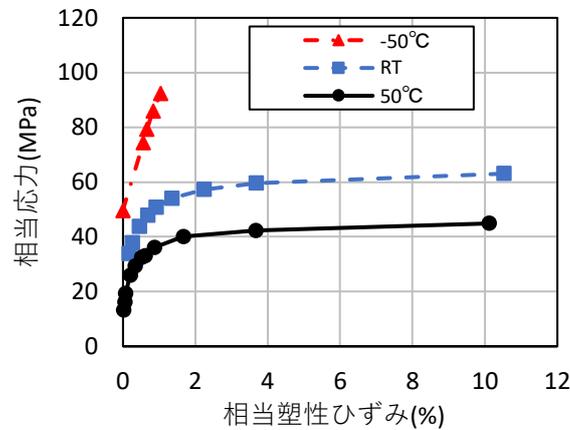


図 3.17 相当塑性ひずみ-相当応力曲線

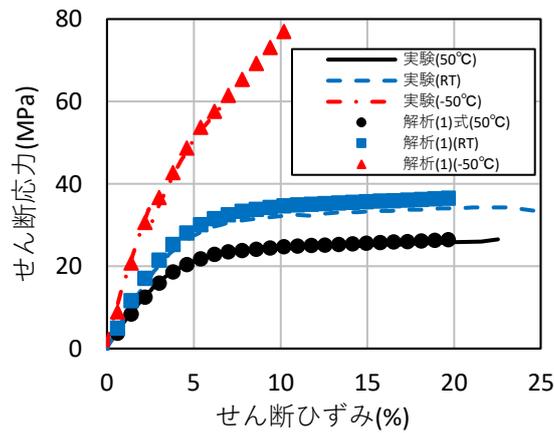


図 3.18 静水圧に依存する降伏条件を用いて算出したせん断応力-せん断ひずみ特性と試験結果の比較

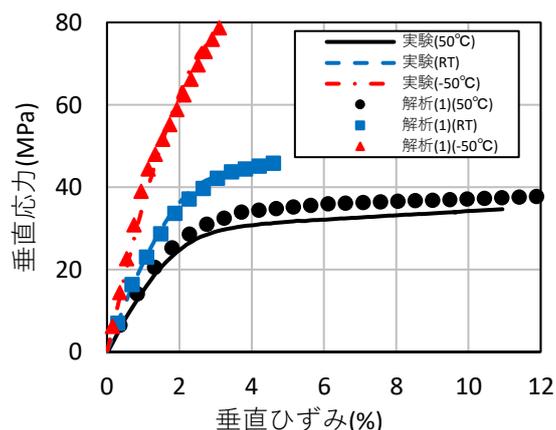


図 3.19 静水圧に依存する降伏条件を用いて算出した引張応力-引張ひずみ特性と試験結果の比較

## 4 おわりに

複合材製極低温推進剤タンクの研究は、これまでロケットの高性能化のための重量軽減のために研究されてきたが、近年、水素航空機等の軽量燃料タンクとしても重要性が高まっている。本報告では、複合材製極低温推進剤タンク研究の基礎的データとして、実験的に取得した複合材料と接着剤の低温環境における基礎特性をまとめた。

二種類の CFRP を用いて製作した積層板と、接着剤の樹脂板に対して、引張特性と熱膨張率の測定を行った。接着剤試験片に対してはさらにせん断試験も実施し、せん断特性も取得した。極低温環境での引張試験には、冷凍機式極低温環境槽と空気循環式低温環境槽を用いた。

極低温での CFRP 擬似等方性積層板の強度は、高靱性材の場合は常温とあまり変わらなかったが、汎用材の場合では常温の 6 割程度の強度となることが分かった。CFRP 積層板の弾性率は、90° 一方向材を除くと、極低温で弾性率がほとんど変わらないか、わずかに上昇する程度であった。樹脂の特性が支配的な 90° 一方向材の弾性率は極低温で上昇した。一方向材の熱膨張率も弾性率と同様に、繊維の特性が支配的な 0° 方向は極低温でもほとんど変化がなかったが、樹脂の特性が支配的な 90° 方向は極低温で低下することが分かった。接着剤の弾性率と熱膨張率は 90° 一方向材と似た特性を示しており、極低温で弾性率は上昇し、熱膨張率は低下した。

接着剤は、塑性特性が顕著であるが、極低温では弾性体に近づいていくことが、接着剤の引張試験とせん断試験により明らかとなった。接着剤の引張試験結果とせん断試験結果を比較すると、静水圧応力成分を考慮していないミーゼスの降伏条件では、両試験結果を適切に表現できないが、静水圧応力成分を考慮した降伏条件で接着剤の塑性特性を適切に表現することができることが分かった。

本報告でまとめた材料特性等は、極低温環境でのタンク等の複合材構造や接着構造の解析において、精度の高いか移籍の実現に役立つデータと考えられる。

## 参考文献

- 1) Richard W. Powell, Mary Kae Lockwood and Stephen A. Cook, The Road from the NASA Access-to-Space Study to a Reusable Launch Vehicle, 49th International Astronautical Congress, Melbourne,

Australia, IAF-98-V.4.02, Sept 28-Oct 2, 1998.

2) Marshall Space Flight Center/NASA, Final Report of the X-33 Liquid Hydrogen Tank Test Investigation Team, May 2000.

3) K. Higuchi, S. Takeuchi, E. Sato, Y. Naruo, Y. Inatani, F. Namiki, K. Tanaka, Y. Watabe, Development and flight test of metal-lined CFRP cryogenic tank for reusable rocket, *Acta Astronautica*, Vol.57, pp.432-437, 2005.

4) 竹内 伸介, 宇宙研の極低温推進剤用複合材タンク開発史, *ISAS ニュース*, No. 450, pp.1-3, 2018.

5) 湯原達規、李家賢一, 水素燃料超音速旅客機の機体成立性に関する研究, *航空宇宙技術*, Vol.9, pp. 29-35, 2010.

6) 田口 秀之, 小林 弘明, 小島 孝之, 岡井 敬一, 超電導推進を用いた水素航空機の概念検討, *日本航空宇宙学会誌*, Vol. 66, No. 2, pp.41-46, 2018.

7) 熊澤 寿, 齋藤 智広, 藤丸 瑛里, 小川 武史, 極低温環境における炭素繊維強化エポキシ樹脂積層板の基礎的力学特性(その 1), 宇宙航空研究開発機構研究開発資料, JAXA-RM-18-003

8) 熊澤寿, 高戸谷健, 極低温環境力学特性用試験設備の開発(その 2 : 二軸力学特性試験), 宇宙航空研究開発機構研究開発資料, JAXA-RM-15-005, 2016.

9) 熊澤寿, 十字二軸力学特性試験用極低温環境槽温度調節システム, 宇宙航空研究開発機構研究開発資料, JAXA-RM-17-003, 2017.

10) Takahira Aoki, Takashi Ishikawa, Hisashi Kumazawa and Yoshiki Morino, Cryogenic mechanical properties of CF/polymer composites for tanks of reusable rockets, *Advanced composite materials*, Vol. 10, No. 4, pp.349-356, 2001.

11) エムエスシーソフトウェア, 理論およびユーザー情報 MSC. Marc マニュアル, Vol. A pp.(7-65)-(7-66).

12) Wonoh Lee, Chang-Su Ban, Sang-Bok Lee, Jin-Woo Yi, Moon-Kwang Um, Prediction of anisotropic thermal expansion behavior of fiber reinforced composites at cryogenic temperature, *Proceedings of 18th International Conference on Composite Materials*, 2011.

宇宙航空研究開発機構研究開発資料 JAXA-RM-22-002  
JAXA Research and Development Memorandum

極低温環境における炭素繊維強化エポキシ樹脂積層板の基礎的力学特性(その2)  
Fundamental mechanical properties of carbon fiber reinforced epoxy laminates at cryogenic  
temperature: 2<sup>nd</sup> report

---

発	行	国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構(JAXA) 〒182-8522 東京都調布市深大寺東町7-44-1 URL: <a href="https://www.jaxa.jp/">https://www.jaxa.jp/</a>				
発	行	日	2022年12月23日			
電	子	出	版	制	作	松枝印刷株式会社

※本書の一部または全部を無断複写・転載・電子媒体等に加工することを禁じます。  
Unauthorized copying, replication and storage digital media of the contents of this publication, text and images are  
strictly prohibited. All Rights Reserved.

---

