

ISSN 0452-2982
UDC 620.168
620.176.251
666.766

航空宇宙技術研究所報告

TECHNICAL REPORT OF NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

TR-1408

耐熱複合材料の層間せん断強さ試験

野口 義男, 青木 由雄

2000年6月

航空宇宙技術研究所
NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

目 次

1．まえがき	1
2．供試材料	2
2．1 C/C材料	2
2．2 SiC/SiC材料	2
3．層間せん断試験方法	2
3．1 ショート・ビーム試験片の3点曲げ法	3
3．2 ダブル・ノッチ試験片の圧縮法	3
4．試験法	3
4．1 3点曲げ法	3
4．2 圧縮法	3
5．C/C材料の3点曲げ法による結果	4
6．C/C材料の圧縮法による結果	5
7．SiC/SiC材料の圧縮法による試験	6
7．1 試験片と高温度用の試験ジグ	6
7．2 高温度における試験方法	7
8．SiC/SiC材料の圧縮法による結果	7
9．まとめ	10
9．1 C/C材料での知見	10
9．2 SiC/SiC材料での知見	10
10．あとがき	11
参考文献	11

耐熱複合材料の層間せん断強さ試験*

野口 義男^{*1}, 青木 由雄^{*2}

Evaluation of Interlaminar Shear Strength Test Method for Heat Resistant Composite Materials

Yoshio NOGUCHI^{*1} and Yoshio AOKI^{*2}

ABSTRACT

This paper describes the results of the investigation and evaluation of an interlaminar shear of carbon/carbon composite material (C/C materials) and silicon carbide/silicon carbide composite material (SiC/SiC materials). Data were collected by two test methods: a three-point flexural shear test method using a short beam specimen, and a compression shear test method using a double-notched specimen. The compression shear tests for C/C materials were carried out with fixing test jigs under various conditions, and the interlaminar shear strength of SiC/SiC materials was evaluated at the three air temperatures of 23, 800 and 1000 .

Key words: composite materials, C/C, SiC/SiC, interlaminar shear strength, double notched specimen

概 要

耐熱性複合材料の力学特性の試験方法は、確立しているとは言い難いのが現状である。複合材料の力学的特性における弱点に、層間せん断強さが低いことがある。本特性試験方法を見直し、信頼性の向上を目指す評価試験を実施した。炭素繊維強化炭素複合材料について、ショート・ビーム試験片の3点曲げ法による層間せん断強さ試験、及びダブル・ノッチ試験片の圧縮法による層間せん断強さ試験を室温環境において行った。次に、炭化珪素繊維強化炭化珪素複合材料について、圧縮法による層間せん断強さ試験を行った。試験は、温度を23、800及び1000とした大気環境において行った。

1. まえがき

宇宙往還機などに用いる熱防御材料としては、軽量、高強度、耐熱性が必要である。このような要求に対して、炭素繊維強化炭素複合材料(以下、C/C材料)は、非酸化雰囲気では極めて高い耐熱性と優れた機械的特性を兼ね備えていることにより、高温での用途には将来性のある材料とされている。また、炭化珪素繊維強化炭化珪素複

合材料(以下、SiC/SiC材料)は、C/C材料に比べて耐熱性では下回るものの耐酸化性では優れている。これにより耐酸化処理が不要となり、製造コストの削減が期待できる。

これらの複合材料は、異方性不均一な材料でもあり構造部材等への適用には、特性評価技術の確立が必要である。現在、耐熱用複合材料の力学特性に対する評価方法は、規格化されているものが少なく、試験方法を含めて

* 受付け 平成12年2月16日受付 (received 16 February 2000)

* 1 構造研究部 (Structures Division)

* 2 構造材料総合研究グループ (Structures and Materials Research Center)

個別に実施されている。

複合材料の力学的特性における弱点に、層間せん断強さが低いことがある。本特性試験方法を見直し、信頼性の高い評価方法とする技術の蓄積を目的として、織物を強化基材とした C/C 材料について、ショート・ビーム試験片の 3 点曲げ法による層間せん断強さ試験、及びダブル・ノッチ試験片の圧縮法による層間せん断強さ試験を室温環境において行った。圧縮法では、試験片に試験片保持ジグを取り付ける条件が試験結果に及ぼす影響を検討した。

次に、上記の結果を参考にし織物を強化基材とした SiC/SiC 材料について、圧縮法による層間せん断強さ試験を行った。試験は、温度を 23、800 及び 1000 とした大気環境において実施した。

2. 供試材料

2.1 C/C 材料

C/C 材料用の強化基材は 3 種類で、炭素繊維 (T300 : 東レ) を用いた 8 枚朱子織物の 14 層積層品、平織物の 12 層積層の厚さ方向 (Z) に炭素繊維の短糸を挿入 (繊維重量比で約 1%) した織物、及び 3 次元 (縦、横、厚さ方向での繊維重量比が 26:64:10) の織物である。プリフォームそれぞれにフェノール樹脂の含浸、樹脂硬化、炭化焼成 (1600) の工程を各 6 回繰り返して C/C 材料とした (製作は、シキボウに依頼)。試料板の大きさは、長さ 150mm で幅 150mm 公称厚さがそれぞれ 4 mm、4 mm 及び 5 mm である。以下においては、これらを表 1 に示すように、A 材、B 材及び C 材と区分する。

2.2 SiC/SiC 材料

SiC/SiC 材料用の強化基材は、炭化珪素繊維 (ハイニカロン : 日本カーボン) を用いた平織物を 10 層積層したものの厚さ方向を炭化珪素繊維の糸で間隔が 5 mm 及び 3 mm として縫った 2 種類のプリフォームである。縦、横、厚さ方向での繊維重量比は、1 : 1 : 0.04 及び 1 : 1 : 0.13 である。プリフォームそれぞれにポリカルボシラン (ハイニカロン系前駆体) の含浸、硬化、焼成 (1000) の工程を各 8 回繰り返して SiC/SiC 材料とした (製作は、シ

表 1 C/C 材料の構成と区分

強化基材	朱子織物	平織物	3次元織物
積層構成	14層	12層	
繊維重量比	1:1	1:1:0.01	26:64:10
板厚さ (mm)	4	4	5
区分	A材	B材	C材

表 2 SiC/SiC 材料の構成と区分

強化基材	平織物	平織物
積層構成	10層	10層
Z糸の間隔 (mm)	5	3
繊維重量比	1:1:0.04	1:1:0.13
板厚さ (mm)	3	3.6
区分	D材	E材

キボウに依頼)。試料板の大きさは、長さ 150mm で幅 190mm 公称厚さがそれぞれ 3 mm、及び 3.6mm である。以下においては、これらを表 2 に示すように、厚さ方向の縫糸の間隔を 5 mm としたものを D 材、同間隔が 3 mm の場合を E 材とする。

3. 層間せん断試験方法

一般的な積層複合材料においては、厚さ方向に強化繊維が配されていないので層間せん断強さが低く、注意が必要である。ところで、層間せん断強さの測定には、信頼性のある試験方法が確立されているとは言い難いのが現状である^{1-5]}。

層間せん断試験方法として規格化されているものに、短い梁状試験片の 3 点曲げ法^{6-9]}がある。この方法は、3 点曲げに伴うせん断応力によって積層間に破壊を発生させるものである。しかし、負荷方向とせん断の面が直交している、せん断応力以外に曲げ応力がかかっている、などによって純粋な層間せん断破壊を達成しがたい。なお本方法は簡便であり、層間せん断強さの相対比較や品質管理上では役立つので実施例も多い。

他の方法として、ダブル・ノッチ試験片の引張法^{10]}と圧縮法^{11, 12]}が規格化されている。短冊形状試料の表裏両面から、板厚さの半分の深さまでの溝を、目違いに間隔をあけて入れたものを試験片とし、引張力または圧縮力を負荷することによって両溝間で層間せん断破壊をさせるものである。この方法は、目違いに入れる溝の加工精度や座屈防止ジグによる厚さ方向の圧縮力、などに注意を要する。しかし、前記の 3 点曲げ法によって層間せん断破壊をしなかった場合にも、層間せん断破壊を生じさせられる可能性が大きい。

耐熱複合材料の力学特性評価技術に関する検討として、まず C/C 材料で、ショート・ビーム試験片の 3 点曲げ法による層間せん断強さ試験を行い、破壊様相を確かめた。次に、ダブル・ノッチ試験片の圧縮負荷による層間せん断強さ試験方法の評価を行った。ここでは、試験片に試験片保持ジグを取り付ける条件が試験結果に及ぼす影響を調べた。同結果を踏まえて SiC/SiC 材料の大気環境に

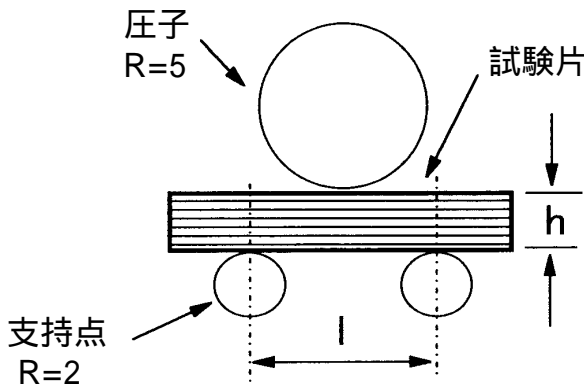


図1 3点曲げ方法

おける層間せん断強さ試験を圧縮法で行った。試験温度は23、800及び1000である。

3.1 ショート・ビーム試験片の3点曲げ法

図1に示す3点曲げ試験において、支持点間の距離(l)と試験片の厚さ(h)の比(l/h)が大きいと、試験片は曲げ破壊をしやすい。 l/h を小さくするに伴って破壊の様相は、曲げから層間せん断破壊に移行するようになる。ただし材料によっては曲げ変形や圧子直下における圧縮破壊が支配的で、目的とする試験片厚さの中立面において層間せん断破壊を生じない場合もあり、破壊様相の確認が必要である。なお得られる層間せん断強さは、 l/h を小さくすると大きくなる傾向にあり、 l/h に依存する。しかしながらFRP成形材料では品質指標として有用な意味を持ち、一般的な方法^{8,9]}で、広く用いられている。そこで、下記の圧縮方法による結果との相互比較を目的に試験を行った。試験方法は上記の規格に準拠し、3点曲げ試験における支持点の半径は2mm、圧子の半径は5mmのジグを用いた。

3.2 ダブル・ノッチ試験片の圧縮法

試験片は短冊形状とし、その中央部分において両面より、各板厚さの半分まで達する目違いの溝を平行に入れる。試験は、試験片を長さ方向に圧縮することによって、両溝の底を結ぶ面内で層間せん断破壊を生じさせる方法である。当試験は、薄板の面内圧縮試験であり、試験片が座屈を生じないように両面より支える試験ジグを必要とする。同ジグの形状は、硬質プラスチックやFRPの圧縮試験方法^{13-15]}: 文字のキ形状(全長73mm)に準拠しているが、図2に示すように文字の+形状^{16]}で全長を24mmとしたSUS鋼製(C/C材料の試験用)のものを2個製作して適用した。

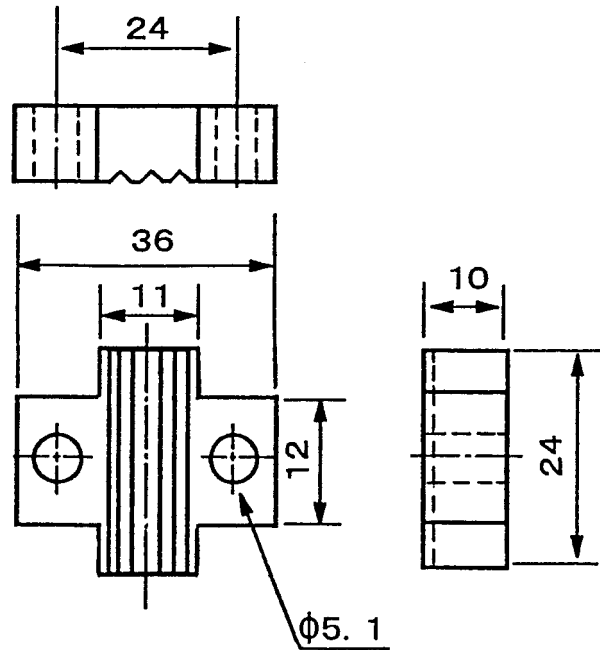


図2 圧縮法試験ジグの形状と寸法

4. 試験法

4.1 3点曲げ法

試験片形状は、長さ45mmで幅15mmの短冊状とした。曲げ試験における支持点間距離は $l/h = 5^{8,9]}$ によって20mm(A材、B材)及び24mm(C材)とした。

試験片を圧子により試験片の中央部に圧縮力が加わるように両支持点上に対称で支持点の稜線に対し直角に置かれていることを確認した後、材料試験機(INSTRON: 4505型)のクロスヘッド移動速度1mm/分で曲げ試験を行った。試験片が明確に破壊するまでの曲げ荷重と曲げ変位(クロスヘッド移動量)の関係は、材料試験機の電気的出力をX-Y記録計に連続的に記録することによって取得した。

層間せん断強さ()は、次式によって算出した。

$$= \frac{3P}{4bh}$$

ここで、P: 最大荷重。b、h: 試験片の厚さ、幅。

4.2 圧縮法

試験片には、各供試材料より長さ30mmで幅13mmの短冊形状を切り出した。その後、同試料中央部分において両面より、各板厚さの半分まで達する目違いの溝を、ダイヤモンドカッター(厚さ0.8mm)を使用して平行に入れた。試験領域は、距離を6mmとした両溝間である。ダブル・ノッチ試験片の形状と寸法を図3に示す。

試験片を2個の座屈防止用の試験ジグ間に挟み、2本

のボルト・ナット (M5) によって締め付けた。その後、材料試験機の加圧面間に設置し、試験片の両端面が加圧面と平行であることを確認した後 (図4に試験状況を示す) クロスヘッド移動速度を0.5mm/分として圧縮試験を行った。

試験片が明確に破壊するまでの圧縮荷重と圧縮変位 (クロスヘッド移動量) の関係は、材料試験機の電気的出力をX-Y記録計に連続的に記録することによって取得した。

層間せん断強さ () は、次式によって算出した。

$$\sigma = \frac{P}{bs}$$

ここで、P: 最大荷重。b、s: 試験片の幅、両溝間の距離。

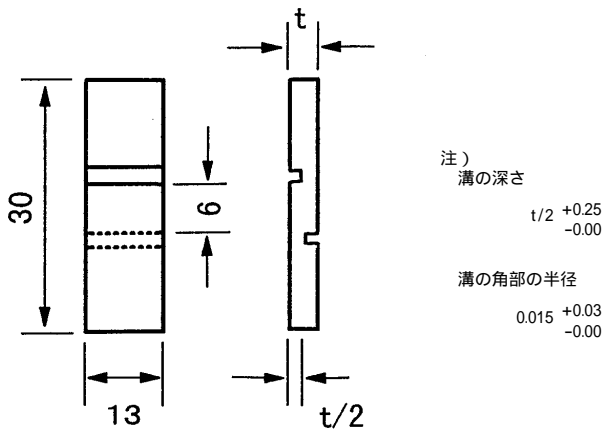


図3 ダブル・ノッチ試験片の形状と寸法

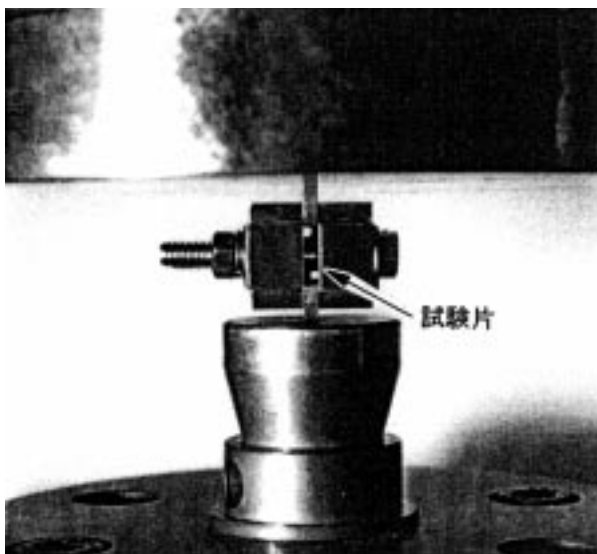


図4 圧縮法の試験状況 (室温)

5 . C/C 材料の3点曲げ法による結果

ショート・ビーム試験片の3点曲げ試験は、各5本の試験片について実施した。同試験における曲げ荷重と曲げ変位の関係例を図5にまとめて示す。A材とB材は、最大荷重の後に明確な荷重低下が記録された。これらよりもC材は、変位量が大きく曲げ変形的な傾向を呈している。試験片の側面観察によると、A材は、圧子と一方の支持点間において、各織り糸面に沿っての層間せん断破壊が見られた。しかしB材とC材では、すべての試験片が層間せん断破壊をせず、支持点間中央の最外層よりの引張破壊であった。これら試験片の中央部分側面における破壊様相の各一例を図6に示した。

ショート・ビーム試験片の3点曲げ法による、3種類のC/C材料の層間せん断強さ試験結果をまとめて表3に示す。なお、B材及びC材の結果は引張破壊であり参考値とした。

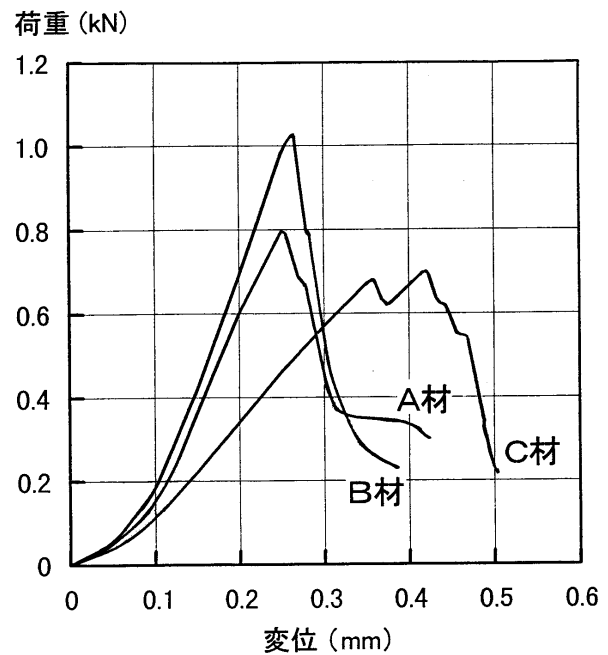


図5 曲げ荷重と変位の関係例

表3 3点曲げ法による層間せん断強さの試験結果

	層間せん断強さ (MPa)					平均値 (MPa)	変動率 (%)
A材	10.3	9.8	10.2	13.2	9.9	10.7	13
B材	10.8	13.2	11.9	12.0	12.7	12.1	7
C材	7.1	7.0	7.6	7.0	7.4	7.2	4

注) B材とC材は、すべて引張破壊である。

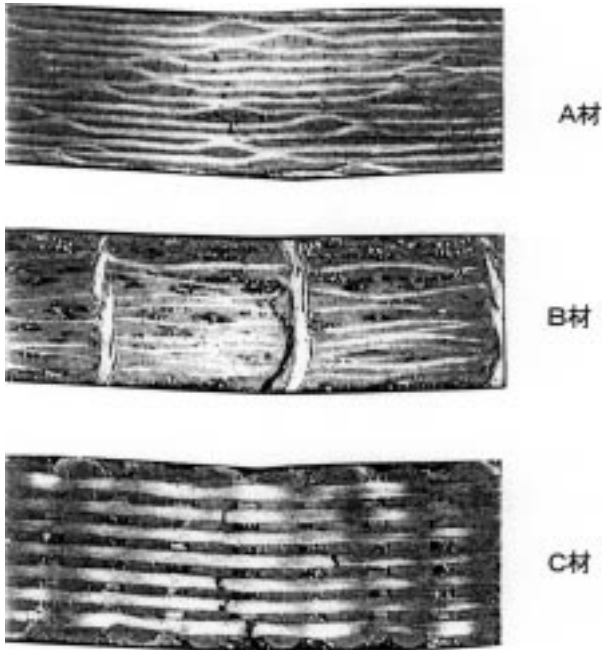


図6 3点曲げ法による破壊様相例

6. C/C材料の圧縮法による結果

ダブル・ノッチ試験片の圧縮法において試験片に試験ジグを装着する条件は、取り付け用のボルト・ナットによって、軽く締め付ける方法の規格^{13-15]}に準拠して行った。同方法では、試験片と試験ジグの保持状態を一様にするに難いものがあった。そこで、試験ジグの取り付け条件に関する検討として、ボルト・ナットによる締め付けに際し、スプリング・ワッシャーを介在させて強めにした場合。さらに試験ジグの左右をそれぞれ逆にして、平面状側で保持した場合。及び同ジグ面側にて締め付け力をスプリング・ワッシャーの使用で強めにした場合を行った。これらの試験は、各5本又は4本の試験片について実施した。3種類のC/C材料のダブル・ノッチ試験片の圧縮法による層間せん断強さ結果を表4に示した。

各C/C材料における圧縮荷重と圧縮変位の関係結果より一例ずつをまとめて図7に示す。いずれも、最大荷重後に低下を呈するが、その過程に若干の差がある。これは、強化基材の違いによるものと思われた。すなわち、それらの破壊様相は図8、図9及び図10に示すように差が見られる。これらを比較すると、A材は、滑らかな積層面となっている。B材は、積層面に厚さ方向の糸が毛羽立つ箇所がある。そしてC材では、試験後においても厚さ方向の糸が完全に切断されずであった。このように、層間せん断強さを改善することに厚さ方向の強化糸が寄与している様相が示唆された。

各C/C材料における層間せん断強さの試験結果として、

試験ジグの試験片保持側における形状が線状の場合を図11に、及び面状とした場合を図12にそれぞれ示した。

試験ジグの取り付け方で、ボルト・ナットによる締め付けにおいてスプリング・ワッシャーを介在させて、強く(図中における：')すると層間せん断強さが高い。また、試験片保持側の形状を線状よりも面状とした方が、層

表4 圧縮法による層間せん断強さの試験結果

ジグの取り付け方	層間せん断強さ (MPa)				平均値 (MPa)		変動率 (%)
A材							
標準的	4.3	4.9	5.0	3.9	4.2	4.5	11
強めに保持	5.0	6.9	6.7	9.7		7.1	27
平板で保持	5.1	5.6	6.1	8.4	6.1	6.3	20
平板、強め保持	5.7	6.1	10.6	10.8	5.3	7.7	36
B材							
標準的	7.6	8.2	7.2	5.5	6.2	6.9	16
強めに保持	6.3	6.4	7.6	7.8	9.2	7.5	16
平板で保持	7.3	7.6	5.6	4.8	5.7	6.2	19
平板、強め保持	16.0	6.9	10.4	12.6	13.3	11.8	29
C材							
標準的	9.6	11.1	12.1	11.9	10.9	11.1	9
強めに保持	10.4	9.6	9.4	10.0	12.5	10.4	12
平板で保持	11.8	12.1	11.5	12.3		11.9	3
平板、強め保持	8.9	10.9	12.9	13.0	16.2	12.4	22

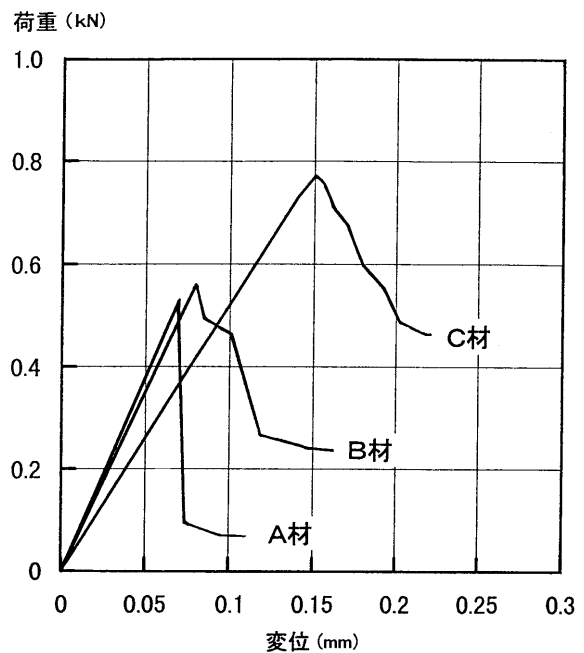


図7 圧縮荷重と変位の関係例

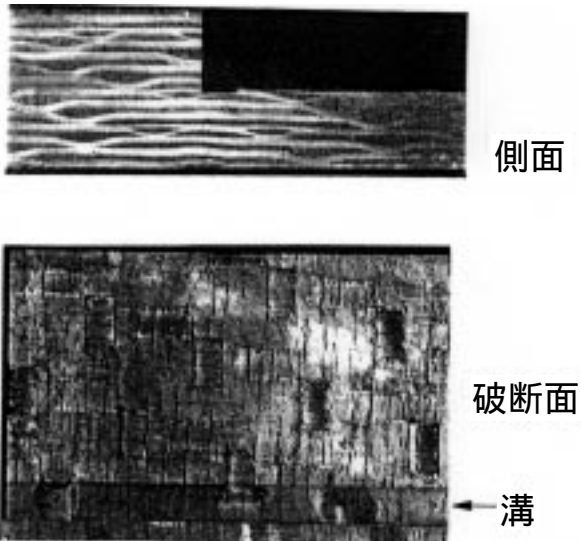


図 8 層間せん断破壊様相例 (A 材)

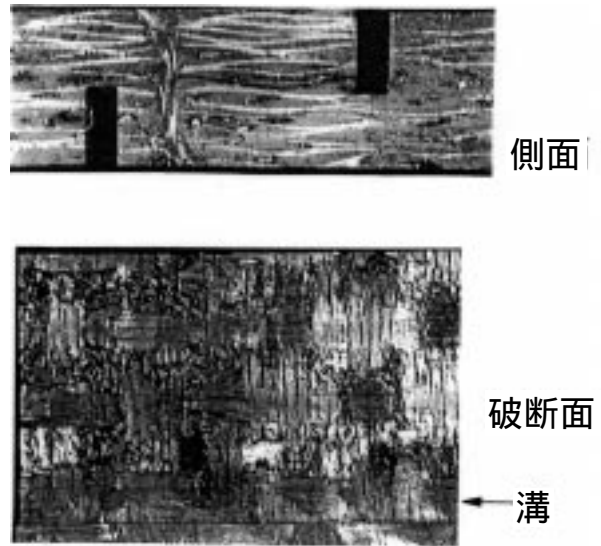


図 9 層間せん断破壊様相例 (B 材)

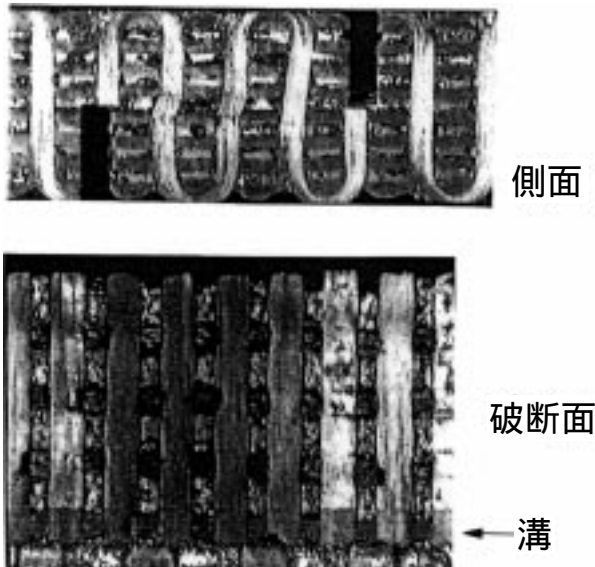


図 10 層間せん断破壊様相例 (C 材)

間せん断強さは高くなっている。なお、試験ジグの取り付けには試験片の表面状態も影響することが考えられた。

7 . SiC/SiC 材料の圧縮法による試験

SiC/SiC材料は、ダブル・ノッチ試験片の圧縮法によって23、800、1000及び1200（いずれも大気環境）における層間せん断強さ試験を行った。

7 . 1 試験片と高温度用の試験ジグ

試験片の形状と寸法は、図3と同一とした。試験ジグの形状と寸法も、図2と同様である。ただし、高温度用に材質をアルミナ材料として、新たに製作した。図13に高温度の試験に適用した試験ジグと取り付け用のボルト・

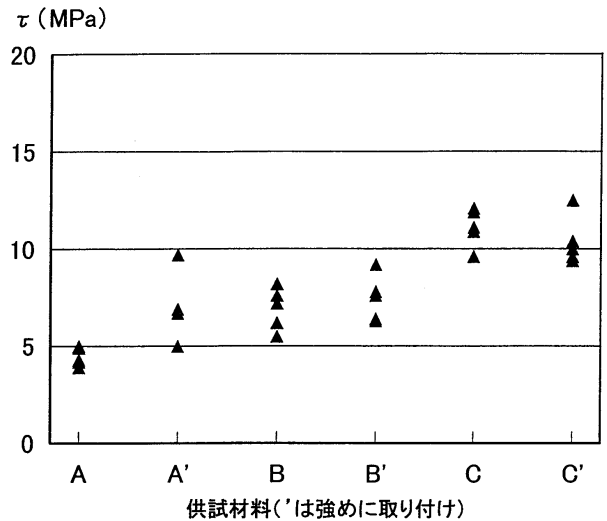


図 11 試験片の保持を線状とした場合の層間せん断強さ結果

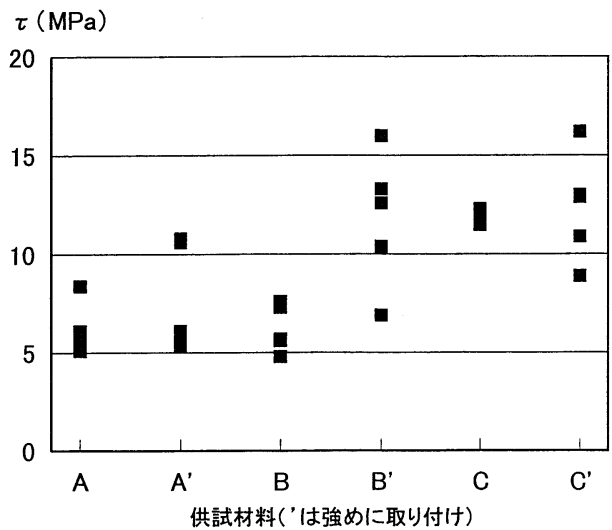
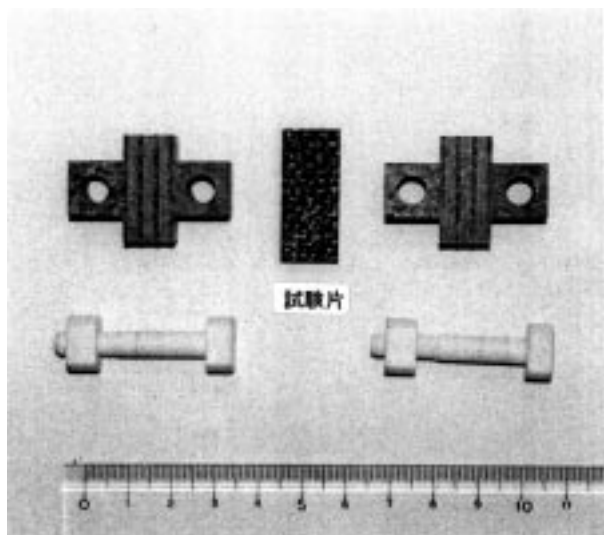


図 12 試験片の保持を面状とした場合の層間せん断強さ結果



ナット及び試験片を示す。

7.2 高温度における試験方法

室温(23℃)において、試験片を2個の座屈防止用の試験ジグ間に挟み、2本のボルト・ナット(アルミナ材料製:直径5mm)により締め付けた。その後、材料試験機の加圧面間に設置し、試験片の両端面が加圧面と平行であることを確認した後、クロスヘッド移動速度を0.5mm/分として圧縮試験を行った。

高温度環境での試験には、局所的な加熱が可能である高周波誘導加熱装置(FTA-153NH:富士電波工業)を使用した。高温度を付与するための恒温槽は、セラミックス・フォーム材料(Fiber frax:東芝モノフラックス)によって製作した。これは、試験片に試験ジグを取り付けた状態のもの、及び下記の加熱媒体を収めるものである。その外形寸法は120×90×20(mm)とし、その中央に75×45×20(mm)の空間部を設けた。なお上、下部には、同フォーム材料による断熱板(厚さ2mm)を設置した。同板の中央部には、試験片の端部(長さ13mmで幅4mm)が出る穴を開けた。

加熱媒体は、グラファイト・セラミックス材料(厚さ4mm)の板より、長さ70mmで幅40mmの中央部に長さ30mmで幅15mmの穴を空けたものとした。同板を試験ジグの上、下部に位置するように各1枚を配した。高温度試験、及び恒温槽内の様相を図14に示した。

高温度環境には、設定温度までに要する時間を15分間として高周波誘導加熱を行い、その後同温度域にて10分間の保持をした。その後、材料試験機のクロスヘッド移動速度を0.5mm/分として圧縮試験を行った。室温状態からの加熱と試験温度の保持及び試験、後の冷却について、

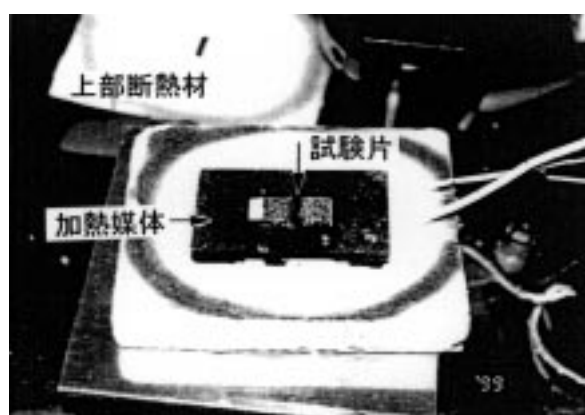


図14 高温度試験の状況と恒温槽内の様相

温度と経過時間の計測事例(試験温度800℃の場合)を図15に示した。同図は、温度測定用R熱電対の先部が試験片両側面の中央近傍とした2点の記録結果である。試験温度を1000℃(及び1200℃)とした場合も、同様な傾向であった。したがって、高温度試験の環境設定とその制御は、いずれも良好に行われた。

8. SiC/SiC材料の圧縮法による結果

試験片数は、試験温度が23℃においては5本、温度を800℃及び1000℃では各3本ずつを行った。

これらの圧縮荷重と圧縮変位の関係結果として、D材及びE材の各温度における一例を図16と図17にまとめて示した。各試験における荷重と変位の関係は、23℃ではほぼ直線的に最大荷重に達した後、急激に低下した。そのとき、試験片の試験領域では層間せん断破壊が生じたことを確認した。温度が800℃及び1000℃における試験では、23℃の結果に比べて変位量大きい。さらに、厚さ方向の縫糸(間隔が5mmまたは3mm)の切断と推測される荷重低下が2回ほど認められた。このとき、試験領域の破壊には至らず、さらに最大荷重値の更新がされ

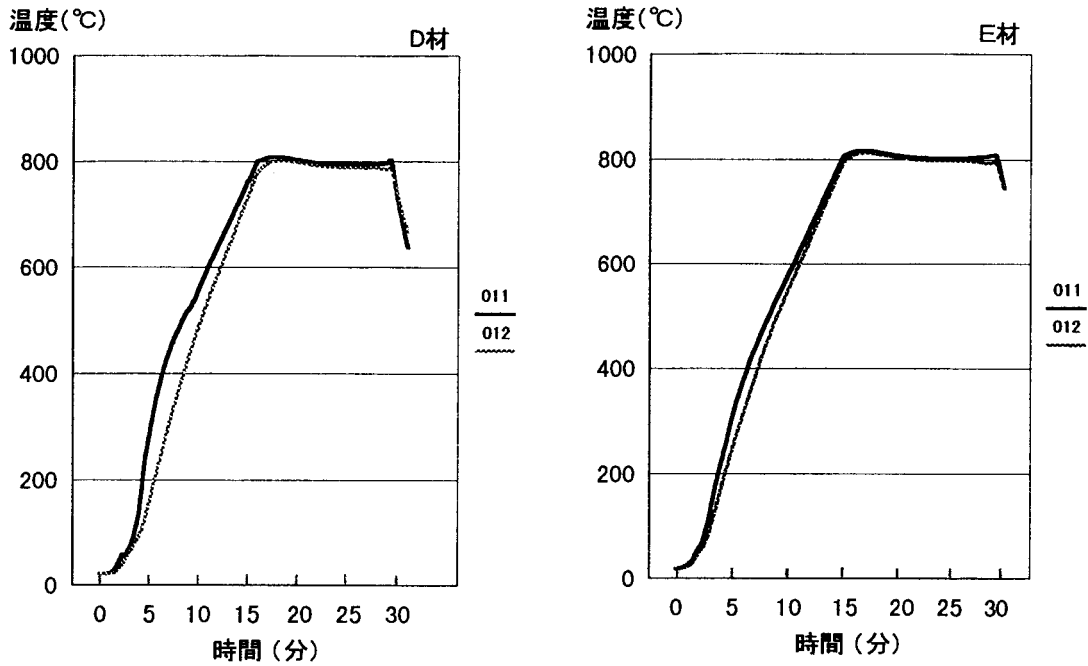


図 15 恒温槽内の温度記録例 (試験温度 800)

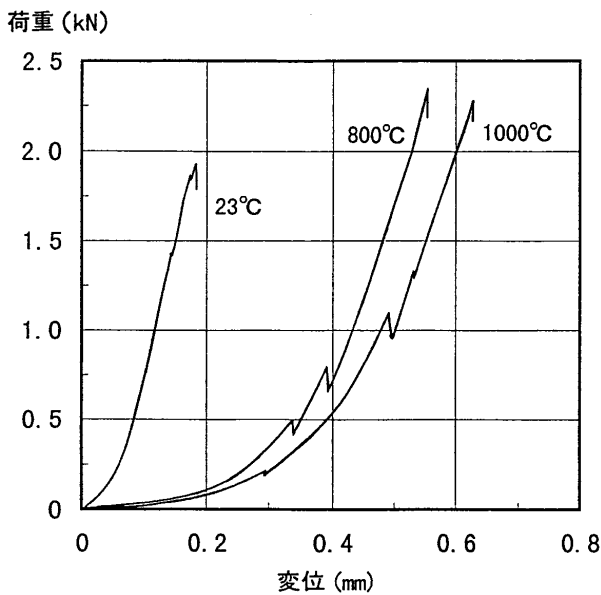


図 16 圧縮荷重と変位の関係例 (D 材)

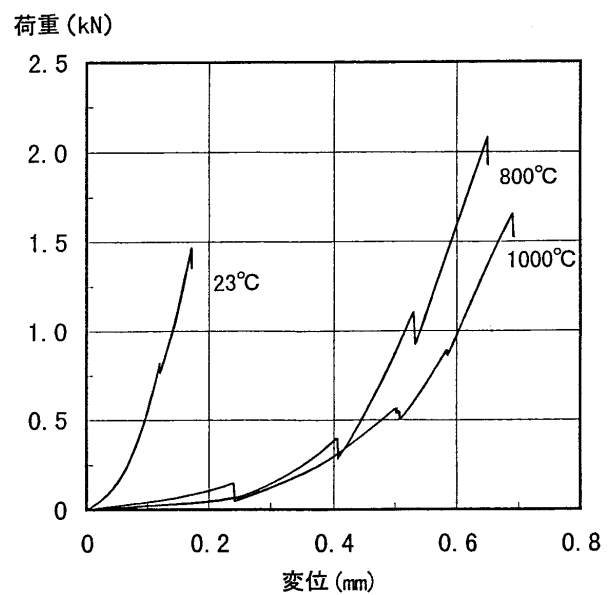


図 17 圧縮荷重と変位の関係例 (E 材)

た。その後に層間せん断破壊を生じて、荷重が大きく低下した。高温においては、母材の軟化が、層間せん断強さの向上に寄与していると推定された。

各試験温度における、層間せん断破壊様相の各一例を図 18、図 19 及び図 20 に示した。いずれの試験片においても、両溝底間の積層面に沿って、層間せん断破壊を生じたものである。なお、破壊面には、厚さ方向の縫糸の痕跡が認められた。

2 種類の SiC/SiC 材料における、温度が 23、800 及

び 1000 での層間せん断強さの試験結果を表 5 と図 21 にまとめて示した。

温度 800 では、23 における値を D 材と E 材とも上回った。なお、両材料とも 1000 での結果が 23 での値程度に止まるのは、供試材料の焼成温度が 1000 であることが挙げられた。いずれの試験温度における結果とも、D 材の値は、E 材の値を上回っており、強化基材による差が若干あった。

試験温度を 1200 とした場合を (E 材にて 2 本) 試み

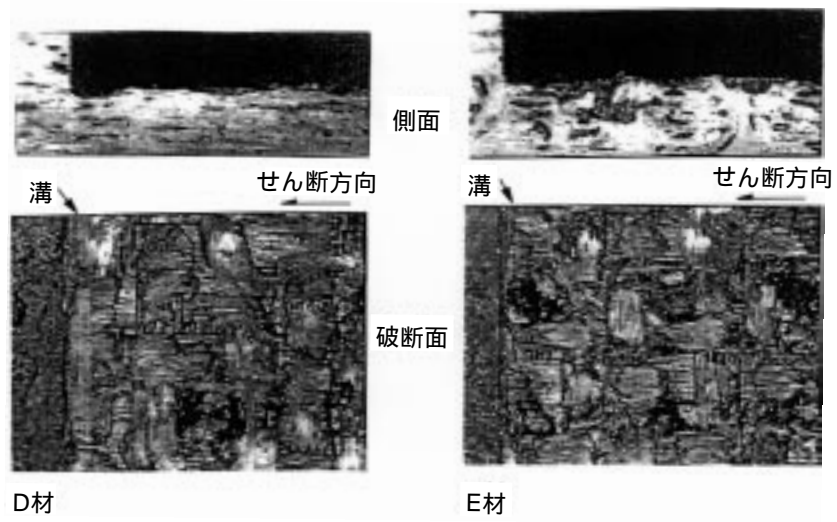


図 18 層間せん断破壊様相例 (試験温度 23)

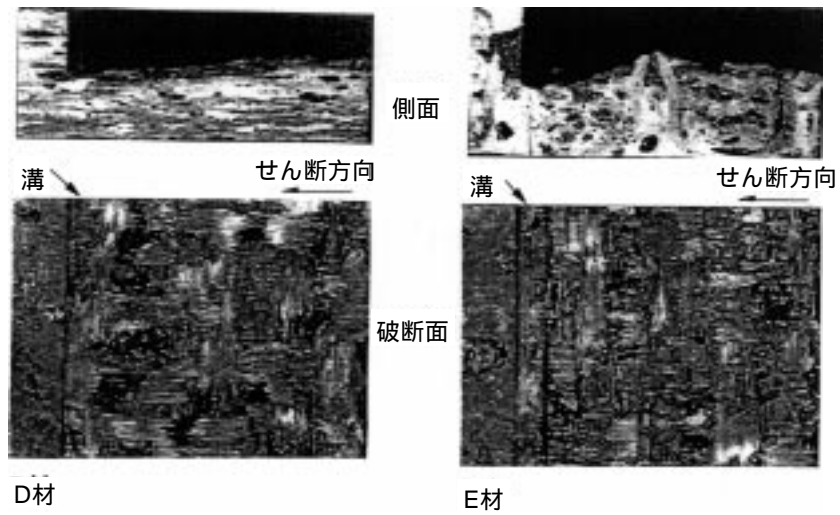


図 19 層間せん断破壊様相例 (試験温度 800)

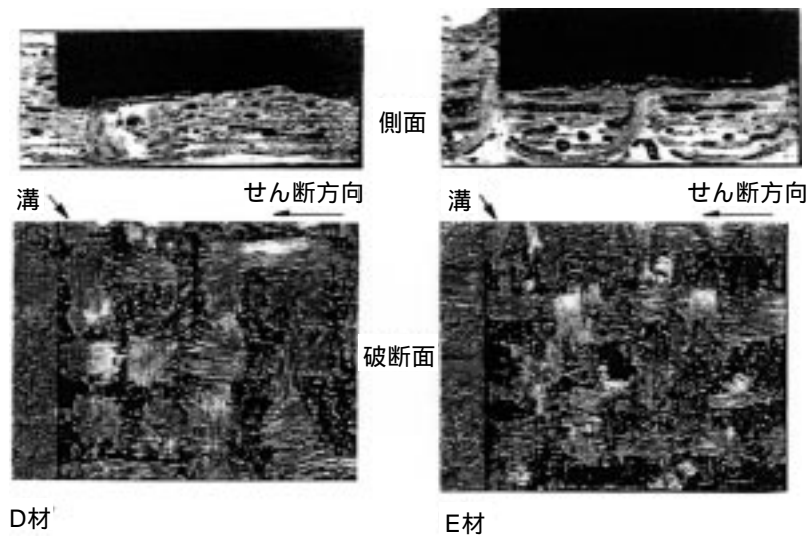


図 20 層間せん断破壊様相例 (試験温度 1000)

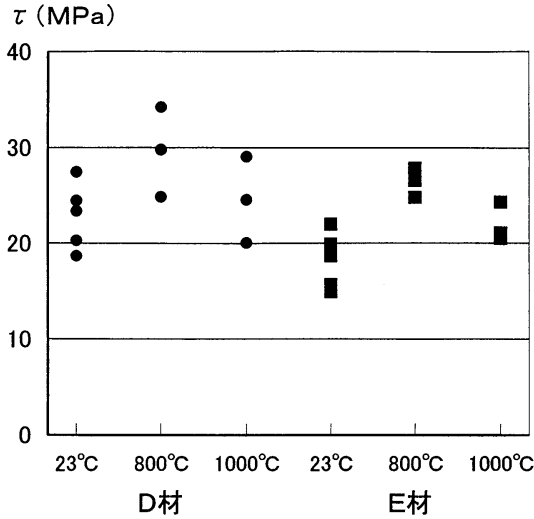


図 21 層間せん断強さ結果

表 5 SiC/SiC 材料の圧縮法による層間せん断強さの試験結果

試験温度	層間せん断強さ (MPa)					平均値 (MPa)	変動率 (%)
D材							
23	27.5	24.5	23.4	20.3	18.7	22.9	15
800	34.2	29.8	24.9			29.6	16
1000	29.1	24.6	20.1			24.6	18
E材							
23	14.9	19.9	18.7	22.0	15.7	18.2	16
800	27.9	24.8	26.6			26.4	6
1000	21.1	24.3	20.5			22.0	9

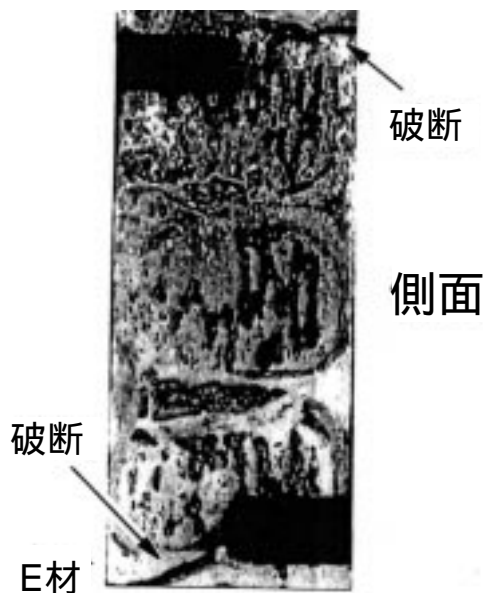


図 22 溝部における圧縮破壊様相例

た結果は、層間せん断破壊とならず、溝部での圧縮破壊 (図 22 に一例を示す) となった。なお、取り付け用のボルト (2 本) も引張破断を生じた。

次に、同材料の試験片を用いて、試験ジグの取り付けにボルトのみとし、締め付けナットを使用しない場合を、試験温度 1000 及び 1200 において実施した。これらの結果も、層間せん断破壊の前に、溝部で圧縮破壊 (図 22 と同様相) を生じた。なお、高温度における試験ジグの取り付け状態には、各材料の熱膨張率の違いや試験片の表面状態も影響することが考えられたが、ここでは今後の検討事項とした。

9 . まとめ

9 . 1 C/C 材料での知見

C/C 材料について、室温における層間せん断強さをショート・ビーム試験片の 3 点曲げ法、及びダブル・ノッチ試験片の圧縮法で評価した。圧縮法では、試験片保持ジグの取り付け条件について比較検討を行い、以下の結果を得た。

ショート・ビーム試験片の 3 点曲げ法では、A 材は層間せん断破壊を生じたが、B 材と C 材は、すべて引張側よりの破壊となり、目的とする層間せん断試験にならなかった。

ダブル・ノッチ試験片の圧縮法によると、3 種類の C/C 材料とも両溝の底を結ぶ積層面に沿った層間せん断破壊を生じた。試験片を 2 個の座屈防止用の試験ジグ間に挟んで保持する際、固定用のボルト・ナットの締め付け力を強くすることにより、層間せん断強さは高い値が得られた。さらに、試験ジグの試験片保持側の形状を線状 (規格に従った方法) で支持するよりも、面状 (規格に準拠したジグを左右それぞれ逆にして用いること) によって支持した方が、層間せん断強さは高い値となった。これらの事項を統一しなければ、試験結果に影響があった。

9 . 2 SiC/SiC 材料での知見

2 種類の SiC/SiC 材料について、大気環境の 23、800 及び 1000 における層間せん断強さをダブル・ノッチ試験片の圧縮法で評価し、以下の結果を得た。

両材料とも 23、800、及び 1000 において、両溝の底を結ぶ積層面に沿った層間せん断破壊を生じた。

圧縮法においては、試験片が座屈を生じないように保持する試験ジグが必要である。ここで使用したアルミナ材料製の試験ジグは、1200 においても問題はなかった。ただし、高温度において厚さが薄い材料を評価すると、供試材料中の母材が軟化し、試験片の溝部で圧縮破壊をすることがある。試験片の厚さには注意が必要であった。

両材料における層間せん断強さは、同様な傾向であっ

た。すなわち、800 °C では 23 °C における結果を上回った。さらに 1000 °C においても、23 °C での値以上を確認した。

10. あとがき

耐熱複合材料の層間せん断強さ試験方法の評価として、ショート・ビーム試験片の 3 点曲げ法、及びダブル・ノッチ試験片の圧縮法について検討を行った。織物を強化基材とした C/C 材料について、層間せん断強さ試験を室温環境において行った。

3 点曲げ法では、層間せん断破壊を生じないことが多かった。高温での本方法は、材料の軟化があると、さらに曲げ変形が優先し、層間せん断破壊しないことが推定された。

圧縮法では、両溝の底を結ぶ積層面に沿って、層間せん断破壊が明確に生じた。なお、試験片に試験片保持ジグを取り付ける条件が試験結果に影響することを明らかにした。

次に、織物を強化基材とした SiC/SiC 材料について、圧縮法による層間せん断試験を温度環境が 23 °C、800 °C 及び 1000 °C として実施した。高温の大気中における試験には、アルミナ材料製の試験ジグを使用し、セラミックス・フォーム材料による簡易な恒温槽と高周波誘導加熱法を適用することにより、適切かつ速やかな層間せん断強さの評価を可能にした。

参考文献

- 1] B.Thielicke, U.Soltész: The interlaminar shear strength of carbon fiber-reinforced carbon (CFC) - differences between various experimental methods. Proceedings of ECCM-CTS conference (1992) pp.287-296.
- 2] E.Lara-Curzio, M.K.Ferber: Methodologies for thermomechanical characterization of continuous-fiber ceramic matrix composites: A review of test methods. Proceedings of 39th. international SAMPE symposium(1994) pp.1780-1790.
- 3] Y.M.Tarnopol'skii, A.K.Arnautov, V.L.Kulakov: Methods of determination of shear properties of textile composites. Composites: Part A 30 (1999) pp879-885.
- 4] 剪断強度(複合材)の調査研究:「石油代替電源用新素材の試験・評価方法の標準化に関する調査研究」成果報告書 第9章。日本ファインセラミックス協会(1996) pp.442-450.
- 5] 大竹康弘、松本義典: 高温下における C/C 複合材料のせん断試験。宇宙構造・材料シンポジウム(第14回)講演集(1998) pp84-87.
- 6] ASTM D2344: Standard test method for apparent horizontal shear strength of reinforced plastics by short beam method. The american society for testing and materials (1984)
- 7] CRAG Method 100: Method of test for interlaminar shear strength of fiber reinforced plastics. Composite research advisory group of RAE (1988)
- 8] JIS K7078: 日本工業規格 炭素繊維強化プラスチックの層間せん断試験方法(1991)
- 9] ISO 14130: Fibre-reinforced plastic composites - Determination of apparent interlaminar shear strength by short beam method. The international organization for standardization (1997)
- 10] ASTM D2733: Standard test method for interlaminar shear strength of structural reinforced plastics at elevated temperatures. The american society for testing and materials (1979)
- 11] ASTM D3846: Standard test method for in-plane shear strength of reinforced plastics. The american society for testing and materials (1979)
- 12] ASTM C1292: Standard test method for shear strength of continuous fiber-reinforced advanced ceramics at ambient temperatures. The american society for testing and materials (1995)
- 13] ASTM D695: Standard test method for compressive properties of rigid plastics. The american society for testing and materials (1989)
- 14] JIS K7208: 日本工業規格 プラスチックの圧縮試験方法(1997)
- 15] JIS K7076: 日本工業規格 炭素繊維強化プラスチックの面内圧縮試験方法(1991)
- 16] 野口義男: C/C 複合材料の層間せん断強さ試験方法に関する評価。航技研資料 TM-722 (1997)

航空宇宙技術研究所報告 1408号

平成12年9月発行

発行所 科学技術庁航空宇宙技術研究所
東京都調布市深大寺東町7丁目44番地1
電話(0422)40-3075 ㊦182-8522
印刷所 株式会社 東京プレス
東京都板橋区桜川2-27-12

禁無断複写転載

本書(誌)からの複写,転載を希望される場合は,研究支援課資料係にご連絡ください。

Printed in Japan