

カーボン/ポリイミド (T800H/PMR-15) 複合材料 Hot/Wet 圧縮強度に及ぼす吸水の影響*

濱口 泰正*¹, 下河利 行*¹, 加藤 久弥*¹,

Effect of Moisture Absorption on Hot/Wet Compressive Strength of T800H/PMR-15 Carbon/Polyimide

Yasumasa Hamaguchi *¹, Toshiyuki Shimokawa *¹, Hisaya Katoh *¹,

ABSTRACT

The objective of this study is to statistically investigate the effect of moisture absorption on the hot/wet compressive strength of a T800H/PMR-15 carbon/polyimide composite with a quasi-isotropic stacking sequence. Compression tests on moisture absorbed specimens were conducted at 260 °C. These tests clarified the compression fracture mode, the effect of moisture absorption on the hot/wet compressive strength, statistical properties and a design allowable of hot/wet compressive strength, the effectiveness of a traveler coupon in monitoring moisture absorption, and the relationship between specimen thickness and hot/wet compressive strength. Important results were as follows: (1) Hot/wet compressive strength was found to be closely related to residual moisture content measured immediately after the test, and (2) The coefficient of variation of hot/wet compressive strength was found to be approximately twice as large as that of room temperature/dry compressive strength.

Keywords : carbon/polyimide, moisture absorption, compression tests, statistical investigation, hot/wet, compressive strength, fracture modes, statistical properties, design allowable, traveler coupon, specimen thickness

概 要

本研究の目的は、T800H/PMR-15カーボン/ポリイミド複合材料で製作した擬似等方積層材料のHot/Wet圧縮強度の評価であり、ここでは、Hot/Wet圧縮強度に及ぼす吸水量の影響について統計的に調べた。吸水率を1.2 wt%、1.4 wt%および1.8 wt%に設定した試験片の圧縮強度試験を260℃高温環境で実施した。これらの試験から、圧縮破壊モード、Hot/Wet圧縮強度に及ぼす吸水率の影響、Hot/Wet圧縮強度の統計的性質およびB許容値、試験片の吸水率をモニターするトラベラークーポンの有効性、試験片厚さとHot/Wet圧縮強度の相関関係を明らかにした。主な試験結果は、(1) Hot/Wet圧縮強度は、試験直後に計測した残存吸水率と良好な相関関係を示した。(2) Hot/Wet圧縮強度の変動係数は、室温/Dry条件における圧縮強度の変動係数の2倍であった。

* 平成12年6月19日受付 (received June 19th, 2000)

*¹ 構造研究部 (Structures Division)

1. はじめに

カーボン/ポリイミド (Carbon/Polyimide) 複合材料は、宇宙輸送機構造用材料として有望視されている。この材料を宇宙輸送機構造に適用する上で最も重要な機械特性のひとつが Hot/Wet 圧縮強度である。カーボン/ポリイミド複合材料に関する基本的研究およびその応用はいくつか行われている^{1,2)}が、宇宙輸送機構造設計に適用できるデータの公開は少ない¹⁻⁷⁾。

ポリイミド複合材料の Hot/Wet 引張強度については、室温引張強度よりもかなり低いことが知られている³⁾。しかし、Hot/Wet 圧縮強度についての報告は見当たらない。カーボン/ポリイミド複合材料の Hot/Wet 圧縮強度は、カーボン/エポキシ複合材料およびカーボン/ビスマレイミド複合材料のデータから予測すると、非常に低いと考えられる^{8,9)}。この Hot/Wet 圧縮強度について、いかなる高分子系カーボン繊維複合材料についても、多数本データに基づいた統計的特性に関する研究報告が見当たらないこと、またこの材料特性値が大きいばらつきを持つと予想されることから、この材料を用いた主構造を設計するためには、統計的特性の把握が非常に重要である。

本研究では、T800H/PMR-15カーボン/ポリイミド複合材料の擬似等方積層材試験片の Hot/Wet 圧縮強度について、吸水の影響を統計的に調べた。このために、試験片の吸水率は、適切に調整して出来る限り正確に測定した。吸水した試験片について 260℃ 高温環境における圧縮試験を行った。

これらの試験結果から、圧縮破壊モード、Hot/Wet 圧縮強度に及ぼす吸水率の影響、Hot/Wet 圧縮強度の統計的性質と B 許容値、試験片の吸水率をモニターするトラベラーコーポンの有効性、試験片厚さと Hot/Wet 圧縮強度の相関関係を明らかにした。

なお、本研究は HOPE-X 開発に関する技術研究の一端として実施したものである。

2. 供試材料と試験片

供試材料は、T800H/PMR-15カーボン/ポリイミド複合材料の一方向プリプレグを擬似等方 [45/0/-45/90]_{4S} に積層し、オートクレーブ成形硬化した積層材料である。表 1 に供試材料の主な特性値と成形硬化条件を示す。

試験片は、図 1 に示すように、25.4mm × 105mm の短冊型形状で、標定部の長さは 25.4mm であり、クランプ部は両端部からそれぞれ 40 mm の範囲である。試験片の公称板厚は、プリプレグ公称板厚 (0.134mm) と積層数 (32) の積で、4.288mm である。なお、試験片板厚の実測値は 4.3 ~ 4.6mm であった。また、試験片の重量はほぼ

18g である。この短冊型試験を製作するために、450mm × 450mm の積層平板を 2 枚成形した。2 枚の積層平板から、各々、36 個の短冊形試験片と 3 個の繊維含有率測定用の試験片を切り出した。

Hot/Wet 試験では、強度評価を行う試験片と同じ試験環境条件に曝した供試体すなわちトラベラーコーポンの重量測定を行って、試験片の吸水率をモニターすることを試みた。このトラベラーコーボンには、Hot/Wet 圧縮試験に使用した短冊型試験片に隣合させて切り出した試験片を採用した。

なお、積層平板の成形硬化および試験片の製作は富士重工株式会社で行った。

2.1 試験片の吸水

試験片は、試験片製作会社よりポリエチレンの袋に密封された状態で納入され、以下に示す方法で脱水処理および吸水処理を行った。

本研究における試験片の含水率 (γ_c) は、試験片重量を天秤で測定し、式 (1) で導いた。

$$\gamma_c = \frac{W_i - W_o}{W_o} \times 100(\text{wt}\%) \quad (1)$$

ここで、 W_i は試験片重量、 W_o は脱水処理前の試験片重量または脱水処理を施した試験片重量である。なお、重量測定には電子分析天秤 (島津製作所製、AEL-200型、最少読み取り値 : 0.0001g) を使用した。

2.1.1 脱水処理方法

試験片とトラベラーコーポンは、水分を除去するために、写真 1 に示した真空乾燥炉 (ヤマト科学製、DP32型) を用いて脱水処理を行った。図 2 には、温度 120℃ および炉内圧力 0.1Pa に設定した真空乾燥炉に保存した 6 個の試験片について、保存時間と (1) 式で示した含水率との関係をプロットして表した。この図から、288 時間保持すると水分除去はほぼ飽和状態に達すると判断できる。したがって、全ての試験片およびトラベラーコーポンを 120℃ に設定した真空乾燥炉に 288 時間保存した。この様な脱水処理を行った試験片およびトラベラーコーポンの吸水率をゼロ wt% であると定義した。

2.1.2 吸水処理方法

上記の方法で脱水処理を行った試験片およびトラベラーコーポンは、評価目標とする吸水条件付けを行う。このために、写真 2 に示したように、水温を 75℃ に設定した恒温水槽 (ヤマト科学製、BK43 型) に浸漬させた。

図 3 には、代表的な試験片について、浸漬時間と (1) 式で示した含水率との関係をプロットして示す。576 時間以降については、吸水が飽和状態になったと判断し、恒温水槽のヒーターを切った。この吸水状態を保つため、試験片とトラベラーコーポンを水槽内に浸漬した状態を

表1 供試材料の特性値と成形硬化条件

プリプレグ	
名称	T800H/PMR-15
形式	一方向(UD)プリプレグ
目付量	145 (g/m ²)
公称板厚	0.134 (mm)
繊維引張強度	5.59 (GPa)
繊維引張弾性率	294 (GPa)
製造者	横浜ゴム株式会社
積層材料	
積層構成	[45/0/-45/90] _{is}
母材寸法	450 × 450 (mm)
公称板厚	4.288 (mm)
実測板厚 (batch A)	4.34 ~ 4.55 (mm)
実測板厚 (batch B)	4.27 ~ 4.42 (mm)
繊維含有率 (batch A)	58.2 %
繊維含有率 (batch B)	60.2 %
ヒートコンパクション	
缶体圧力	0 (kg/cm ²)
温度	210 ~ 218 (°C)
リーク率	0 (mmHg/5min)
バッグ内圧力	-100 (mmHg)
オートクレープ硬化	
缶体圧力	14.1 (kg/cm ²)
温度	316 ~ 323 (°C)
リーク率	0 (mmHg/5min)
バッグ内圧力	-755 (mmHg)



写真1 真空乾燥炉



写真2 恒温水槽

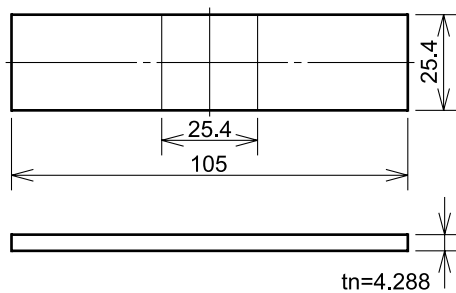


図1 試験片の形状と寸法 (単位 mm)

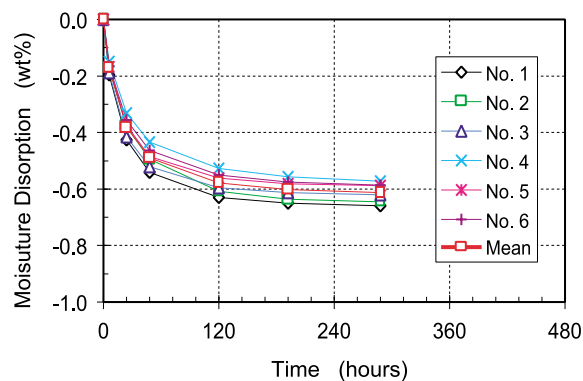


図2 脱水率 (重量%) と 120°C 乾燥時間の関係

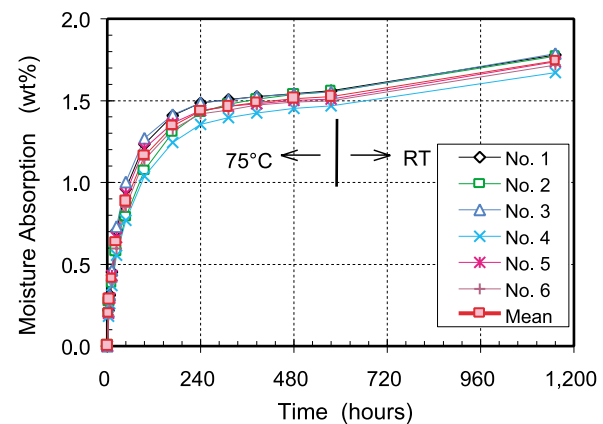


図3 吸水率 (重量%) と 浸漬時間の関係

保持した。しかしながらこの結果、吸水率が1.8 wt%程度まで上昇した。この現象は、23℃の水温環境における試験片内の飽和蒸気圧が、75℃の温水環境より、低くなることによって吸水が促進されたことによると考えられる。

吸水率が評価目標とする値を超えた試験片について、再度、真空乾燥炉に投入して脱水した。また、電気ドライヤーによる乾燥処理、あるいは吸水した織布によるラッピング処理を施して、試験片の吸水率を目標とする値に近づけた。

本試験では、まず、Hot/Wet圧縮強度の統計的性質の調査を目的として、試験片とトラベラーコーポンの各30本ずつの吸水率を、実用的に厳しい側と考えられる1.2 wt%に設定した。この吸水率は、研究の計画段階において推定した飽和吸水率1.7 wt%に対する70%の値である。上記の調整作業を行った試験片の吸水率は1.19～1.24 wt%の範囲であった。さらに、Hot/Wet圧縮強度に及ぼす吸水率の大きな変化の影響を調べるために、1.4 wt%ならびに1.8 wt%にそれぞれ3本の試験片を調整した。これらの吸水率に設定した試験片について、次に示す試験方法に従ってHot/Wet圧縮強度を調べた。

3. 高温圧縮試験方法

Hot/Wet圧縮試験は、高温環境槽(タバイエスベック製、熱風循環式)を取り付けたデジタル油圧サーボ材料試験装置(Instron 8502型、最大荷重容量:250kN)を使用して行った。写真3に高温圧縮試験の様子を示す。

圧縮試験用治具に取り付けた試験片と試験片の側に置いたトラベラーコーポンの様子を写真4に示す。圧縮試験用治具に関する詳細は著者らの報告¹⁰⁾に記述しており、熱容量が極力小さくなるように設計した治具である。なお、圧縮試験用治具の構造は、TyahlaとMcClellanが使用した治具に非常に近く、また、ASTM 3410法やIITRI (Illinois Institute of Technology Research Institute)法にも似ている。

高温圧縮試験は、高温槽内で、試験片温度を室温から260℃に昇温して行った。この試験温度は、航空宇宙技術研究所(NAL)と宇宙開発事業団(NASDA)とで共同開発している宇宙往還実験機構造において、荷重を受ける耐熱複合材料の最大使用限界として、過去の強度評価試験に基づいて定めた値である。試験片を260℃に昇温する時間は、治具に取り付けた試験片を高温槽内にセットしてから30±5分を目標とした。

試験片の昇温および圧縮試験は以下の手順で行った。
①室温環境において、試験片を圧縮試験用治具に取り付ける。
②予熱している高温槽内の圧縮試験用コンロッド間に圧縮試験用治具をセットする。
③30分間程度、試験

片を昇温する。
④試験片の測定 259℃に達した時点で圧縮負荷試験を開始し、破壊試験を261℃以下の温度で終了させる。このために、高温槽の熱風吹出し口の温度は295℃に設定した。試験片およびトラベラーコーポンの温度は、図4に示すように、フォイル形式の熱電対を、試験片には表と裏の両面側に、トラベラーコーポンには片面側に貼り付けて測定した。試験片を高温槽に設置してから破壊試験終了までの平均試験時間は32分であった。図5に試験片とトラベラーコーポンの昇温例を示す。トラベラーコーポンは、写真4に示す様に、圧縮用具で保持した試験片に並べて置いており、試験用具の影響をほとんど受けないことから昇温が比較的早くなっている。

試験片とトラベラーコーポンの吸水率は、Hot/Wet圧縮試験の直前および直後に、それぞれの重量を測定して導いた。Hot/Wet圧縮試験を行う前の試験片とトラベラーコーポンの吸水率は、同一ではないが、近い値となっている。

試験片の圧縮強度は、実用的見地から公称板厚に基づいた公称強度で評価する。圧縮試験は、アクチュエータ変位速度を1.3mm/minとした位置制御試験で行った。また、試験片破壊後の破片飛散を防ぐために、試験装置のリミッターを作動させて、試験片破壊直後に荷重を停止させた。これにより、誤差の少ない吸水率を計測することができる。なお、試験後の吸水率は、試験装置から試験片を取り出し、試験片破壊後15分以内に重量測定を行って導いた。

4. 試験結果および考察

3種の吸水条件で行ったHot/Wet圧縮試験結果をまとめて表2に示す。ここで、破壊強度は、破壊荷重を試験片断面積(板厚×板幅)で除した値である。公称破壊強度は公称板厚(4.288mm)を用い、実測破壊強度は表中に示した実測板厚値を用いて計算した。試験時間は、3章で説明した高温環境槽内に試験片を投入してから破壊まで保持した時間である。吸水率Before testは、2.1.2項で説明したHot/Wet試験前の吸水率である。吸水率After testは、3章で説明したHot/Wet圧縮試験後の吸水率である。

4.1 圧縮強度と試験温度の関係

図6には、圧縮強度と試験温度の関係を示す。この試験結果には、以前に著者らが導いたDry条件での圧縮強度データも含めて示す。なお、Dry条件とは、実験室に保管した試験片を用いた試験結果であり、試験片に対する脱水処理は施していない。

この図から、260℃におけるHot/Wet圧縮強度は、Dry

表 2 Hot/Wet 圧縮試験結果 (試験温度: 260°C)

目標 吸水率 (wt%)	破壊荷重 (kN)	公称破壊強度 Sn (MPa)	実測破壊強度 Sm (MPa)	試験時間 (分:秒)	吸水率 Before test (wt%)	吸水率 After test (wt%)	バッチ別	板厚 (mm)	板幅 (mm)	
1.2	23.14	212	207	31:58	1.21	0.83	B	4.406	25.43	
	23.25	213	208	32:03	1.21	0.87	B	4.396	25.42	
	23.94	220	217	31:56	1.21	0.88	A	4.342	25.42	
	24.24	222	218	31:40	1.20	0.84	B	4.375	25.42	
	25.13	231	221	31:46	1.20	0.80	A	4.469	25.42	
	25.46	234	226	31:51	1.20	0.82	B	4.423	25.42	
	27.05	248	235	32:50	1.19	0.81	A	4.524	25.42	
	27.11	249	249	29:49	1.19	0.78	B	4.283	25.43	
	27.15	249	236	34:40	1.19	0.79	A	4.526	25.42	
	27.27	250	237	30:59	1.21	0.85	A	4.535	25.42	
	27.51	252	238	31:20	1.21	0.79	A	4.545	25.42	
	27.64	254	253	30:46	1.19	0.84	B	4.305	25.42	
	27.64	254	249	32:48	1.19	0.84	B	4.360	25.42	
	27.85	255	248	30:47	1.20	0.80	B	4.421	25.43	
	27.91	256	250	31:10	1.19	0.75	B	4.400	25.42	
	28.18	259	249	32:01	1.21	0.80	A	4.449	25.42	
	28.30	260	250	31:54	1.21	0.78	A	4.445	25.42	
	28.31	260	261	32:27	1.21	0.75	B	4.272	25.42	
	28.48	261	253	30:32	1.24	0.91	A	4.423	25.42	
	28.61	262	256	31:23	1.19	0.74	B	4.404	25.42	
	28.86	265	259	30:42	1.19	0.83	B	4.381	25.42	
	29.07	267	258	30:19	1.22	0.79	A	4.435	25.42	
	29.10	267	258	32:29	1.21	0.79	A	4.436	25.43	
	29.14	267	257	30:11	1.23	0.88	A	4.463	25.44	
	30.34	278	276	31:53	1.19	0.80	B	4.327	25.42	
	30.39	279	271	31:31	1.20	0.70	A	4.417	25.42	
	30.84	283	272	30:43	1.19	0.81	A	4.463	25.42	
	31.52	289	283	31:41	1.19	0.71	B	4.374	25.42	
	31.99	293	291	28:50	1.19	0.75	B	4.326	25.42	
	38.16	350	341	31:15	1.20	0.53	A	4.396	25.43	
	1.4	27.34	251	246	30:43	1.35	0.84	B	4.379	25.42
		28.57	262	257	33:34	1.35	0.79	B	4.372	25.42
		29.09	267	261	30:34	1.35	0.83	B	4.383	25.42
1.8	19.16	176	170	32:00	1.77	1.23	A	4.422	25.43	
	21.49	197	189	31:00	1.78	1.20	A	4.473	25.43	
	21.65	199	191	32:00	1.78	1.20	A	4.459	25.43	

圧縮強度に比べて著しく低い値を示し、さらに 300°C の Dry 圧縮強度よりも低いことがわかる。

4.2 Hot/Wet 圧縮強度と吸水率の関係

図 7 には、260°C Hot/Wet 公称圧縮強度と吸水率の関係を示す。

試験直前に計測した吸水率と公称圧縮強度との関係 (図中、色付記号で区分) は、弱い相関関係がみられる。一方、試験直後に計測した吸水率であらわす残存吸水率と圧縮強度の間 (図中、白抜き記号で区分) には、より明確な相関関係が見られる。すなわち、残存吸水率と公称圧縮強度の関係は、強い負の相関関係を示した。これらの代表的な関係は、式 (2) で示すように、片対数座標上における回帰直線でうまく表すことができる。

$$S_c = 218 - 409 \times \log \gamma_R \quad (2)$$

ここで、 S_c は公称圧縮強度 (MPa)、 γ_R は残存吸水率 (wt%) である。

図中の集団から離れて 350MPa の圧縮強度を持つ試験片は、特に少ない残存吸水率が得られており、これに対応したトラベラークーボンについても同様に少ない残存吸水率であった。これらの結果から、圧縮荷重負荷時の試験片の吸水率が計測可能であれば、この吸水率に基づいた Hot/Wet 圧縮強度評価が適切であることを示唆している。

4.3 圧縮破壊モード

写真 5 (a) および 5 (b) は、3 種の吸水条件で行った Hot/Wet 圧縮試験における代表的な破壊試験片の側面、および Dry 圧縮試験における代表的な破壊試験片の側面を示す。Hot/Wet 圧縮試験では、写真に示したように試験片の側面が斜めに破壊するせん断破壊モードである。また写真 6 には、破壊した部分を人工的に分離して、ファイバーの断面を SEM (走査電子顕微鏡) 観察した結果を示す。各ファイバーについて、破面左側には圧縮破面



写真3 高温試験装置

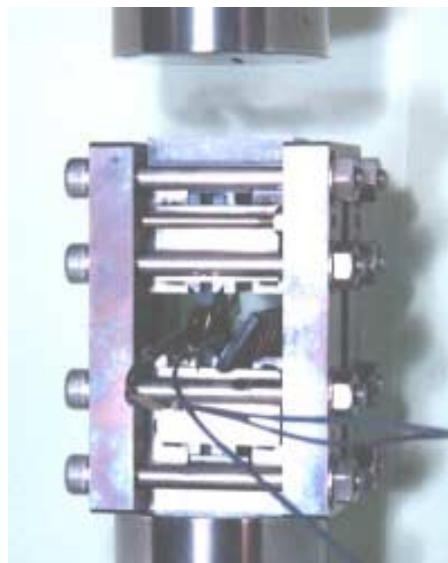


写真4 圧縮試験用治具

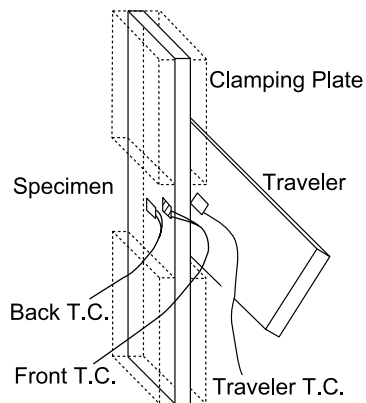


図4 フォイルタイプ熱電対の貼付け個所

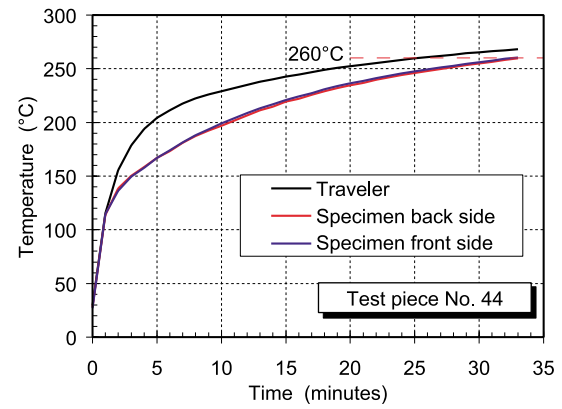


図5 Hot/Wet 試験における試験片とトラベラーケーボンの温度計測例

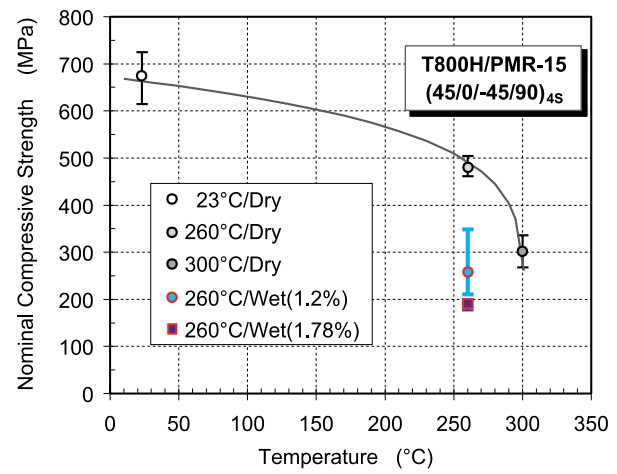


図6 公称圧縮強度と試験温度の関係

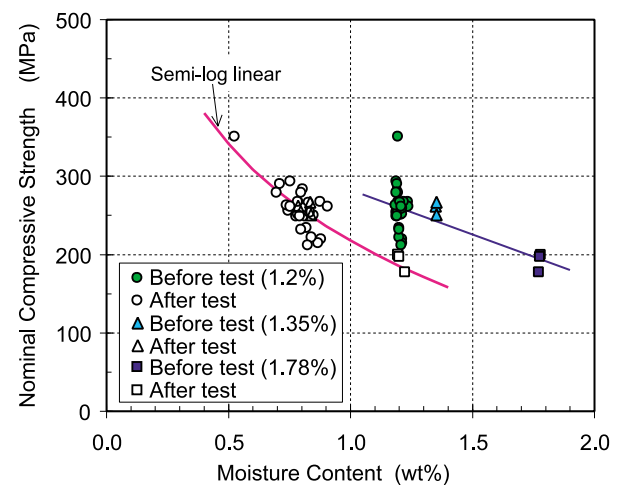


図7 Hot/Wet 公称圧縮強度と吸水率の関係

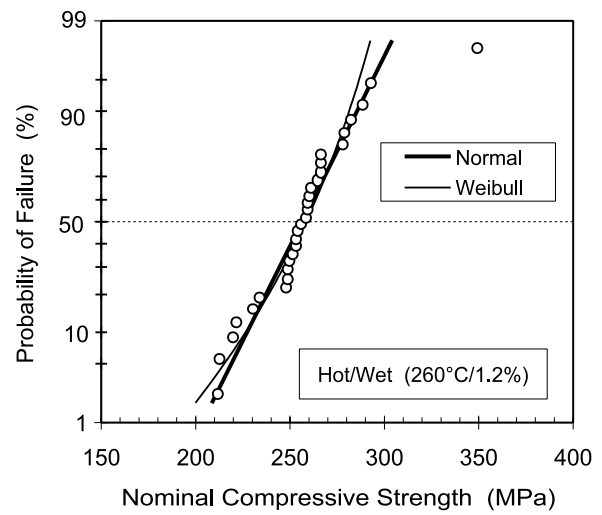


図8 正規確率紙にプロットした Hot/Wet 公称圧縮分布

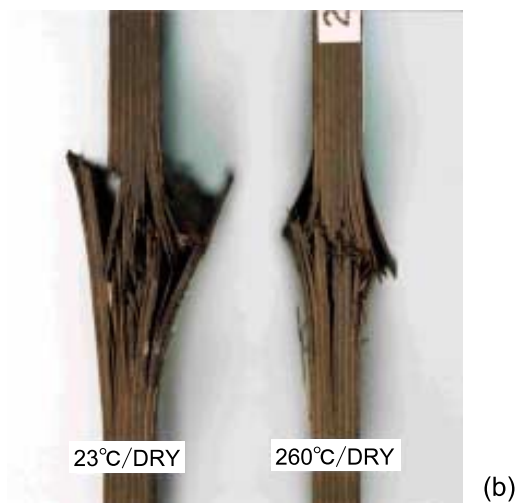


写真5 破壊の様子 (側面写真)

表3 Hot/Wet 圧縮強度分布の母数と B 許容値 (打ち切りデータによる推定)

分布形	項目	推定値
正規分布	中央値	258 MPa
	平均値	256.4 MPa
	標準偏差	22.3 MPa
	変動係数	8.88 %
	B 許容値	217 MPa
2 母数ワイブル	尺度母数	265 MPa
	形状母数	14.2
	B 許容値	213 MPa

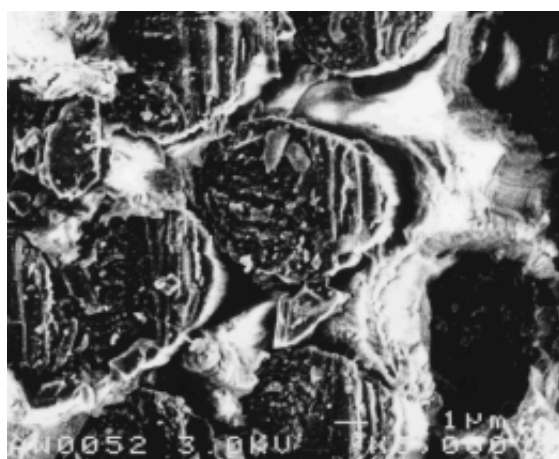


写真6 破面のSEM観察結果 (5,000倍撮影)

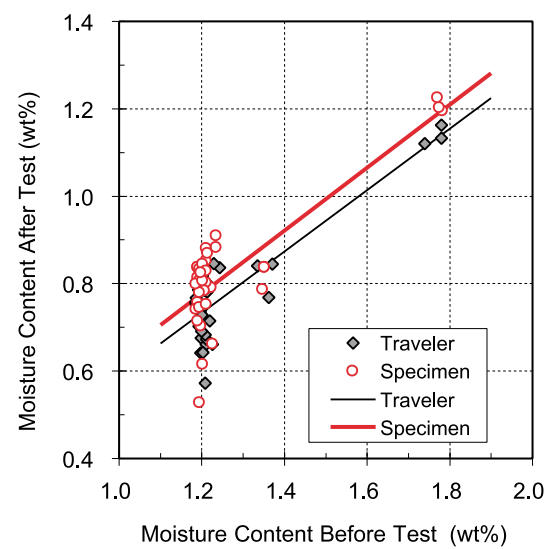


図9 試験片とトラベラーカーボンの試験前および試験後含水率の関係

が形成され、破面右側には引張り破面が形成されている様子を示す。すなわち、本材料の Hot/Wet 圧縮破壊は、カーボン/エポキシ複合材にも見られように^{8,11)}、面外における繊維のマイクロバックリングまたはキンキングによる破壊様式と思われる。

一方、最大破壊強度を示した試験片は、層間剥離の生成が多いことにより、側面から見るとひし形 (rhombus) 形状を示した。この破壊モードは、いわゆるデラミネーションバックリングと呼ばれるもので、この材料の室温環境⁷⁾において、通常に表れる破壊モードである。このことは、残存吸水率が少ない場合は、室温環境試験で見られような通常の破壊モードが表れて、この場合の Hot/Wet 強度は高い値を示す。また図 7 は、破壊モードの変化が残存吸水率が 0.6wt% 程度以下の時に起こることを示す。

4.4 Hot/Wet 圧縮強度の統計的分布

図 8 には、正規確率紙にプロットした Hot/Wet 圧縮強度を示す。このデータは試験前の吸水率を 1.19~1.24 wt% に調整した 30 本の試験片の結果である。試験結果は、最大強度値を除いた場合、正規確率紙上で導いた回帰直線を太めの実線で示すが、正規分布に良くあてはまる。2 母数ワイブル分布形に対しては、ワイブル確率紙上で導いた回帰線を細い実線で示したが、分布の両端の領域において、低い強度値を予測した。

最大強度値を示した試験片は、4.3 項で述べたように異なった破壊モードを示しており、設計のための強度評価データとしては除外した。したがって、観測データは 30 本であるが、29 本の打ち切りデータとして解析する。この条件において、正規分布または 2 母数ワイブル分布にあてはめて、Hot/Wet 圧縮強度の母数と B 許容値を推定した。B 許容値は、MIL-HDBK-5G で定義された 95% 信頼水準における 90% 信頼度に相当する設計値である。

正規分布形に対応する母数と B 許容値は、次のように導いた。30 個の観測値に対応する最大強度値はメジアンランク 30 番目に相当する回帰直線から推定できる。すなわち、破壊確率は 0.977 に相当する。この推定値と 29 個の観測値を用いて、まず、平均値 (\bar{x}) と標本標準偏差 (S) を導いた。正規分布については、標本数 30 において、B 許容値に対応する係数 (k)¹³⁾ は 1.778 である。従って、B 許容値 (x_B) は、 $x_B = \bar{x} - k \cdot S$ の関係から計算した。

同様に、2 母数ワイブル分布形に対応する統計量と B 許容値は、次のように導いた。尺度母数 (m) と形状母数 (α) は、メジアンランクを用いてワイブル確率紙にプロットする方法と最小二乗法を組み合わせ推定した。この場合、極小値のタイプ I 極値分布に従う解析方法を適用すると、標本数 30 本の B 許容値に対応する係数

(V)¹⁴⁾ は 3.127 で与えられる。この係数を用いて、2 母数ワイブル分布における B 許容値は、 $x_{WB} = \exp \{ \ln(m) - V/\alpha \}$ の関係式から計算した。

これらの結果を表 3 に示す。平均 Hot/Wet 圧縮強度の推定値は 256MPa となる。この値は図 6 に示した 260°C の Dry 条件における平均圧縮強度のほぼ 53% である。また、2 母数ワイブル分布をあてはめて導いた B 許容値は、正規分布をあてはめて導いた B 許容値に比べて若干小さい値を示す。

データのばらつきを表す変動係数は、8.9% であり、30 本の標本数から導いた室温/Dry 圧縮強度の変動係数⁷⁾のほぼ 2 倍である。また、6 本の標本数から得られた 260°C/Dry 圧縮強度変動係数の 2.5 倍であった。

4.5 試験前と試験後の吸水率

図 9 には、試験片とトラベラークーポンそれぞれについて、試験前と試験後の吸水率の関係を表す。1.35 wt% 以上の試験前吸水率の場合を考えると、観測 (実験) 数がわずかであるが、残存吸水率をコントロールすることは可能であるように思われる。しかしながら、試験前吸水率を 1.2 wt% 程度とした場合は、試験片とトラベラークーポンの残存吸水率は非常に大きくばらついている。このとき、高温槽内での保持時間と残存吸水率との間には、相関関係が見られなかった。すなわち、Hot/Wet 圧縮強度に影響する残存吸水率を、精度よくコントロールすることは困難であることを示した。

4.6 試験片とトラベラークーポンの脱水率

ここでは、実際の試験工程において、試験片の吸水率を、同一試験環境におかれたトラベラークーポンの吸水率から推定する手法を検討した。図 10 には、同一試験に

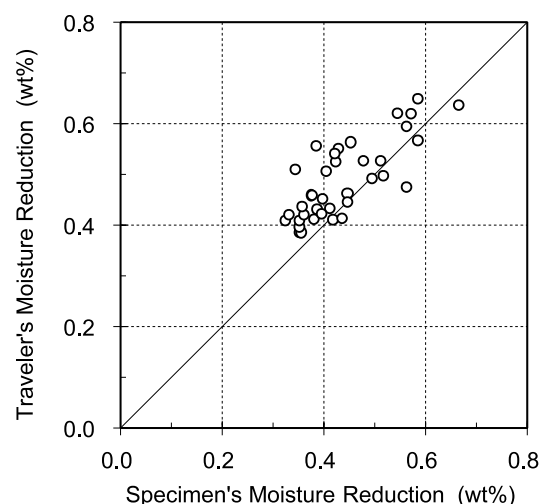


図 10 同一条件で行った試験片とトラベラークーポンの脱水率の関係

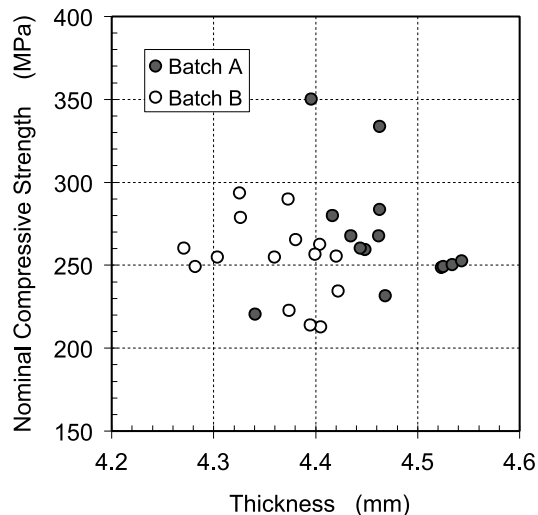


図 11 Hot/Wet 公称圧縮強度と試験片実測板厚の関係

における試験片の吸水率低下量とトラベラークーポンの吸水率低下量との相関関係を表わした。データ点は、直線上に集まると予測したが、この図では、幅広い領域に分布している。従って、トラベラークーポンの吸水率から試験片の吸水率を正確に推定することは困難である。しかしながら、ラフな推定には有効であると考えられる。

4.7 Hot/Wet 圧縮強度と試験片厚さ

試験片は、同一の成形硬化条件であるが2枚の積層平板から製作している。それらを Batch A と Batch B と称して区別する。図 11 には、試験片板厚と公称 Hot/Wet 圧縮強度との相関関係を、各 Batch で異なる記号を用いて表した。この図では、本研究における試験片板厚と Hot/Wet 圧縮強度の間には相関関係が無いことを示す。なお、相関係数の計算値は -0.08 であった。

5. 結論

T800H/PMR-15カーボン/ポリイミド複合材料で製作した擬似等方積層材料の Hot/Wet 圧縮強度について、260°C 環境における統計的研究を行った。得られた主な結果を以下に示す。

- (1) ほとんどの試験片の破壊モードは、巨視的に見ると、面外マイクロバックリングとキンキングにより、側面に傾斜破面が表れるせん断破壊であった。しかし、最大強度を示した試験片は、室温試験で観察される試験片側面に菱形破壊が見られるデラミネーションバックリング破壊モードであった。
- (2) Hot/Wet 圧縮強度は、試験終了後に測定した残存吸水率に近似的な関係付けができ、この代表的な関係を数式によって表した。
- (3) 最大強度を除いて、Hot/Wet 圧縮強度の分布形は正

規分布に良く一致した。2母数ワイブル分布形に適合させた解析において、分布両端部における強度推定値は、試験値に比べて低い値を示した。ここでの母数は打ち切りデータから推定した。

- (4) 試験前の吸水率が1.19~1.24 wt%である試験片から導いた平均Hot/Wet圧縮強度は、260°C/Dry圧縮強度の53%であった。
- (5) Hot/Wet圧縮強度の変動係数は、室温/Dry試験条件の圧縮強度の変動係数よりも大きく、2倍程度であった。2母数ワイブル分布から導かれるB許容値は、正規分布から導かれるB許容値よりも小さい。しかし、それぞれは近い値であった。
- (6) 試験後に計測される残存吸水率を調整することは困難であると判断できた。
- (7) 同一試験において、試験片の吸水率モニターにトラベラークーポンを使用する方法は、ラフな推定には有効であるが、正確な推定はできないことが明らかになった。
- (8) 試験片厚さとHot/Wet圧縮強度の間には相関が見られなかった。

謝 辞

本研究を遂行するに当たり、日本航空機開発協会の田村裕文氏には各種のご支援を頂きました。ここに、厚く感謝申し上げます。

参考文献

- 1) Dexter, H.B. and Davis, J.G., eds., *Graphite/Polyimide Composites*, NASA CP-2079, 1997.
- 2) *High Temperature Polymer Matrix Composites*, NASA CP-2385, 1985
- 3) McCleskey, S.F., Cushman, J.B. and Skoural, D.E., "High Temperature Composites for Advanced Missile and Space Transportation Systems," AIAA Paper 82-0707, *Proc. SDM Conf.*, American Institute of Aeronautics and Astronautics, 1982, pp. 212-222.
- 4) Tompkins, S.S. and Williams, S. L., "Effects of Thermal Cycling on Residual Mechanical Properties of C6000/PMR-15 Graphite Polyimide," AIAA Paper 82-0710, *Proc. SDM Conf.*, American Institute of Aeronautic and Astronautics, 1982, pp. 239-246.
- 5) Wilson, D.W., Pipes, R.B., Riegner, D. and Webster, J., "Mechanical Characterization of PMR-15 Graphite/Polyimide Bolted Joints," *Test Methods and Design Allowables for Fibrous Composites*, ASTM STP 734, 1981, pp. 195-207.
- 6) 下河利行, 濱口泰正, 角田義秋, 三本木茂夫, 森野

- 美樹, 山本昌孝, 「カーボン/ポリイミド複合材料における引張機械的性質の統計的評価」, 日本複合材料学会誌, Vol. 20, No. 5, 1994, pp. 195-204.
- 7) 下河利行, 濱口泰正, 角田義秋, 「カーボン/ポリイミド T800H/PMR-15 複合材料における圧縮機械的性質の統計的評価」, 日本複合材料学会誌, Vol. 22, No. 5, 1996, pp. 184-192.
- 8) Baker, A.J. and Balasundaram, "Compression Testing of Carbon Fiber-Reinforced Plastics Exposed to Humid Environments," *Composites*, Vol. 18, No. 3, 1987, pp. 217-226.
- 9) Tyahla, S. T. and McClellan, P. S., Jr., "Durability and Damage Tolerance of Bismaleimide Composites, Volume I: Technical Report," AFWL-TR-88-3026, Vol. I, 1988.
- 10) Shimokawa, T., Hamaguchi, Y., and Kakuta, Y., Katoh, H., Sanda, T., Mizuno, H. and Toi, Y., "Effect of Isothermal Aging on Ultimate Strength of High-Temperature Composite Materials for SST Structures," *Journal of Composite Materials*, Vol. 33, No. 4, 1999.
- 11) Soutis, C. and Turkmen, D., "Moisture and Temperature Effects of the Compressive Failure of CFRP Unidirectional Laminates," *Journal of Composite Materials*, Vol. 31, No. 8, 1997, pp. 832-849.
- 12) MIL-HDBK-5G, Metallic Materials and Elements for Aerospace Vehicle Structures, Department of Defense, USA, 1994.
- 13) 山内二郎他編, 「統計数値表」, JSA-1972, 日本規格協会, 1972.
- 14) 下河利行, 「数表による極値分布と2母数ワイブル分布の母数およびパーセント点の信頼性限界値推定」, 材料, Vol. 41, No. 468, 1992, pp. 1446-1451.