

宇宙航空研究開発機構研究開発資料

JAXA Research and Development Memorandum

冷凍機式極低温環境槽を用いたダブルラップ接着継手の冷却方式
Cooling method of a double-lap bonded joint with a cryostat and refrigerator
comprised cryogenic testing system

熊澤 寿, 齋藤 智広, 小川 武史

Hisashi KUMAZAWA, Tomohiro SAITO and Ogawa TAKESHI

2019年11月

宇宙航空研究開発機構

Japan Aerospace Exploration Agency

目 次

ABSTRACT	1
概 要	2
1 はじめに	2
2 極低温環境槽概要	3
3 複合材料積層板の従来の冷却方式	5
4 ダブルラップ接着継手の冷却方式	6
4.1 複合材料ダブルラップ接着継手試験片	6
4.2 従来冷却方式の問題点	7
4.3 ダブルラップ接着継手の改良型冷却方式	9
5 性能確認試験	11
5.1 性能確認試験用試験片	11
5.2 接着継手試験片接着部への拘束が破断強度等に及ぼす影響	12
5.3 改良型冷却方式の破断強度に及ぼす影響と冷却性能	14
6 おわりに	16
参考文献	17
Appendix-A 試験片へのシーリング取り付け	18

冷凍機式極低温環境槽を用いたダブルラップ接着継手の冷却方式

熊澤 寿^{*1}、齋藤 智広^{*2}、小川 武史^{*3}

Cooling method of a double-lap bonded joint with a cryostat and refrigerator comprised cryogenic testing system

Hisashi KUMAZAWA^{*1}, Tomohiro SAITO^{*2}, Ogawa TAKESHI^{*3}

ABSTRACT

In the development of high-performance rockets, composite cryogenic propellant tanks have an advantage over conventional metallic propellant tanks owing to their ability to efficiently reduce structural weight. Adhesively bonded composite-metallic structures are very important for the assembly of composite cryogenic tanks with composite and metallic parts. To investigate the bonded structures at cryogenic temperature, an improved cooling method, which used a cryogenic testing system with a refrigerator developed for biaxial evaluation of composite laminates, was designed to evaluate the cryogenic mechanical properties of double-lap bonded joint specimens. However, the application of the conventional cooling method based on cooling plates for the composite laminate to the double-lap bonded joint suffers from an insufficient cooling capacity of the specimen gauge area and an inappropriate restriction of out-of-plane deformation of the specimen. To solve these problems, an improved cooling method with additional cooling plates and wrinkled aluminum foils was designed for the double-lap bonded specimens. The performance of the improved cooling method to conduct appropriate cryogenic mechanical testing and to cool the specimen gauge area to below 30 K was verified with composite-composite and composite-aluminum alloy bonded joint specimens. Additionally, another improved cooling method to expand the temperature range of the cryogenic testing system to more than 140 K was designed. The test results with these improved cooling methods indicate the capability to conduct tensile tests of double-lap bonded joint specimen at an approximate temperature range between 25 K to 170 K.

* 2019年9月25日受付 (Received September 25, 2019)

^{*1} 航空技術部門 構造・複合材技術研究ユニット (Structures and Advanced Composite Research Unit, Aeronautical Technology Directorate)

^{*2} 帝人株式会社, 元青山学院大学 (Teijin Ltd., Former Graduate Student of Aoyama Gakuin University)

^{*3} 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)

概要

極低温推進剤を用いるロケットにおいて、極低温推進剤タンクの複合材料化は従来の金属製推進剤タンクと比べて機体構造重量の低減に効果的であり、そのようなタンク構造では複合材料と複合材料または金属材料と複合材料の接着構造も組立構造や配管との接続のために重要になってくる。接着継手試験片の極低温力学的特性評価試験の実施を目的として、複合材料積層板の極低温二軸試験用に開発された冷凍機式極低温環境槽に適用できるダブルラップ接着継手試験片用改良型冷却方式を紹介する。複合材料積層板の冷却方式を直接ダブルラップ接着継手試験片に適用することは、接着部を十分に冷却できない問題と、接着部を上下から抑え込むことにより適切に強度試験ができないなど問題が生じる。その問題を解決するために、従来の冷却プレートに加え、追加冷却プレートとしわ加工アルミ箔を用いた改良型の冷却方式を考案した。考案した改良型冷却方式に対して、複合材-複合材接着試験片と複合材-アルミ合金接着試験片を用いて、ダブルラップ接着継手試験片の極低温負荷試験が適切に実施できること、および 30K 以下の冷却が可能であることを確認した。また、140K 以上の試験温度にも対応できるような冷却方式も考案した。その結果、追加冷却プレートやしわ加工アルミ箔を使うことにより、約 25K から 170K の温度領域で、ダブルラップ接着継手の破壊試験が適切にできることが明らかとなった。

1 はじめに

宇宙への物資輸送のためのコスト削減や効率化を目的として、ロケットの高性能化や再使用化が検討されてきた。その中でも、機体重量の軽減は大きな意義を持ち、機体重量の大きな部分を占めるアルミ合金製推進剤タンクの複合材料化は重量軽減に大きく貢献できると期待されている。しかし、複合材料に液体水素等の推進剤の極低温環境が与える影響が懸念され、複合材料の極低温特性についての評価が行われ、複合材料製推進剤タンク構造の検討が進められた¹⁾³⁾。米国では再使用宇宙往還機 X-33 が計画され、その中の技術的な挑戦の一つが液体水素タンクの複合材料化であった⁴⁾。しかし、X-33 の複合材製タンクへの液体水素注入/加圧試験後、タンクの破壊が発生した。事故調査の結果、液体水素に曝された CFRP(Carbon Fiber Reinforced Plastics)タンク内壁に樹脂割れが発生しており、その樹脂割れからサンドイッチ構造のコア内に液体水素が流入し、液体水素排出に伴うサンドイッチ構造の常温への昇温で、コア内水素圧力上昇が発生し、サンドイッチ構造が破壊された⁵⁾。極低温推進剤タンクにおいて、強度や剛性と共に、樹脂割れなどの微小な損傷も複合材料の重要な特性であると認識されることとなった。

JAXA においても、材料試験機の環境槽内に液体窒素や液体ヘリウムなどを冷媒として満たして、極低温環境下の複合材料の力学的特性等の研究が行われてきた。Aoki ら⁶⁾は、様々な種類の複合材料積層板に対して、各複合材料の強度、自由端剥離発生応力、樹脂割れ発生応力を測定し、複合材料の種類や低温環境がそれらの力学的特性に与える影響を明らかにし、炭素繊維/エポキシ樹脂複合材料の破壊靱性値に及ぼす低温環境の影響についても確認した。また Yokozeki ら⁷⁾は、同じ試験装置を用いて、円筒状複合材料に対して負荷による樹脂割れ発生とガス漏洩特性に及ぼす極低温環境の影響を明らかにした。

また、JAXA では常温ではあるものの二軸材料試験機を用いて複合材料積層板の損傷密度、二軸負荷、積層構成をパラメータとして、複合材料積層板のガス漏えい特性の評価を行ってきた^{8,9)}。しかし、二軸材料試験機用極低温環境槽が整備されておらず、複合材料製極低温タンク的设计開発に重要な極低温における複合材料の多軸力学特性などのデータが取得できていないことが課題であった。そのようなデー

タ取得のために、二軸材料試験機用極低温環境槽が開発された。二軸材料試験では、試験片が十字型であるなどの理由により、液体ヘリウムなどの冷媒を用いた試験片の直接冷却はむつかしい課題であった。そのため、冷凍機により極低温に冷却された金属製冷却プレートを複合材料試験片評定部に接触させて、極低温力学的特性が取得できる極低温環境槽を開発した^{10, 11)}。この極低温環境槽を用いて、炭素繊維エポキシ樹脂複合材料の損傷発生に及ぼす二軸荷重と極低温環境の影響についての評価も進めている^{12, 13)}。

複合材料製極低温推進剤タンクでは、タンク外の金属配管と接続するために、複合材料製タンクに配管取り付け用の金属製口金を設ける必要がある。金属製口金を複合材料製タンクに設置する場合は、気密性なども勘案し接着構造が有望である。しかし、金属材料と複合材料の接着部を極低温に冷却した場合、両材料の熱収縮に差が生じ、接着部での大きな熱応力の発生による接着強度の低下が懸念される。接着構造に及ぼす極低温環境等の影響を評価するための実験が行われ、被着材の組み合わせや破壊靱性値などに低温環境が及ぼす影響が実験的に明らかとなった¹⁴⁾。また、複合材料製推進剤タンクの金属材料/複合材料接着構造である口金部の熱応力軽減設計法が検討され、実験的な検証も行われた¹⁵⁾。

さらなる金属材料/複合材料接着構造に関する実験データ蓄積のために、開発済みの二軸材料試験機用冷凍機式極低温環境槽を用いて接着継手を試験できるような冷却方式を考案した。対象とする試験片は、ダブルラップ接着継手で、二軸試験機で負荷できる寸法の試験片形状等も設定した。この冷凍機式極低温環境槽は、ヒータを用いた温度調節システムも備えているため、冷却温度を冷媒の温度に固定されず、温度を小さい幅で変動させることができるパラメータとして接着強度のデータ取得も可能である^{16, 17)}。

本報告では、2章に冷凍機式極低温環境槽の概要をまとめ、3章に複合材料積層板に対する従来の冷却方式もまとめた。4章では、冷凍機式極低温環境槽に適用可能なダブルラップ接着継手試験片の仕様と考案したダブルラップ接着継手試験片の改良型冷却方式についてまとめた。5章は、ダブルラップ接着継手試験片を用いた冷却性能や接着強度等取得に関する適切性などを示し、最後の6章に本報告のまとめを示す。また、接着継手試験片へのシーリングの接着についての概要もAppendixにまとめた。

2 極低温環境槽概要

二軸試験用の極低温環境槽システムは、二軸試験機と組み合わせて、十字型試験片の評定部に極低温環境での二軸負荷を加えることを可能とするシステムである^{10, 11)}。

極低温環境槽システムは、図2.1の概要図のように環境槽、伝熱部材、冷凍機、圧縮機、チラー、排気装置、圧力センサ/アンプ、温度センサ、温度コントローラ、加熱用ヒータ電源、ヒータから構成される。また、試験片の冷却と二軸試験機による負荷の概要を図2.2に示す。図2.2に示すように、環境槽内の試験片評定部は上下から2枚の冷却プレートで挟まれており、その冷却プレートは伝熱線等の伝熱部材を介して冷凍機の低温部に熱的に接続されている。標準的な試験では、伝熱線を上側冷却プレートに32本(4か所×8本)、下側冷却プレートに24本(4か所×6本)取り付け、冷却を行っている。試験片と冷却プレートの間にはインジウムシートを挟み、伝熱性を良くしている。極低温環境槽は二軸試験機の中央部に設置され、十字型試験片または短冊形試験片の評定部を極低温に冷却する。環境槽内は、試験片評定部を断熱するために、排気装置を用いて高真空に保持される。極低温となっている試験片の中央評定部は環境槽内にあるが、試験片の端部は環境槽外に露出しており、常温となっている。試験片に負荷を加えるために、露出している端部を二軸試験機のアクチュエータに油圧グリップで取り付けている。

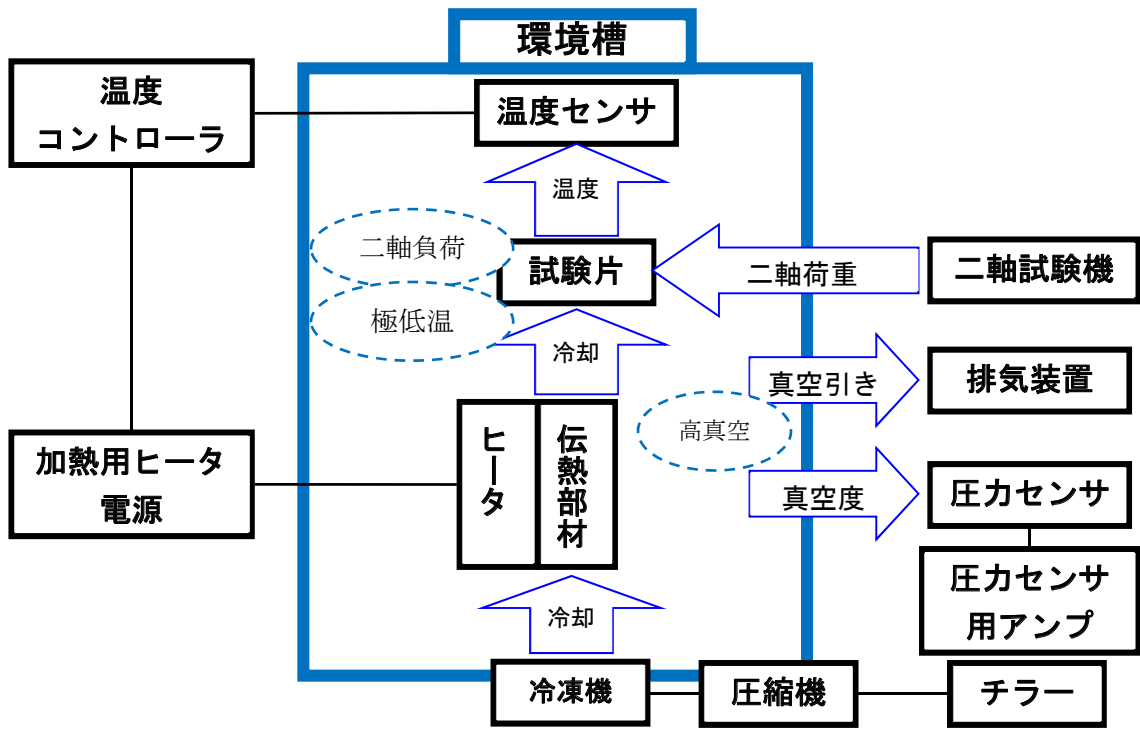


図 2.1 極低温環境槽概要

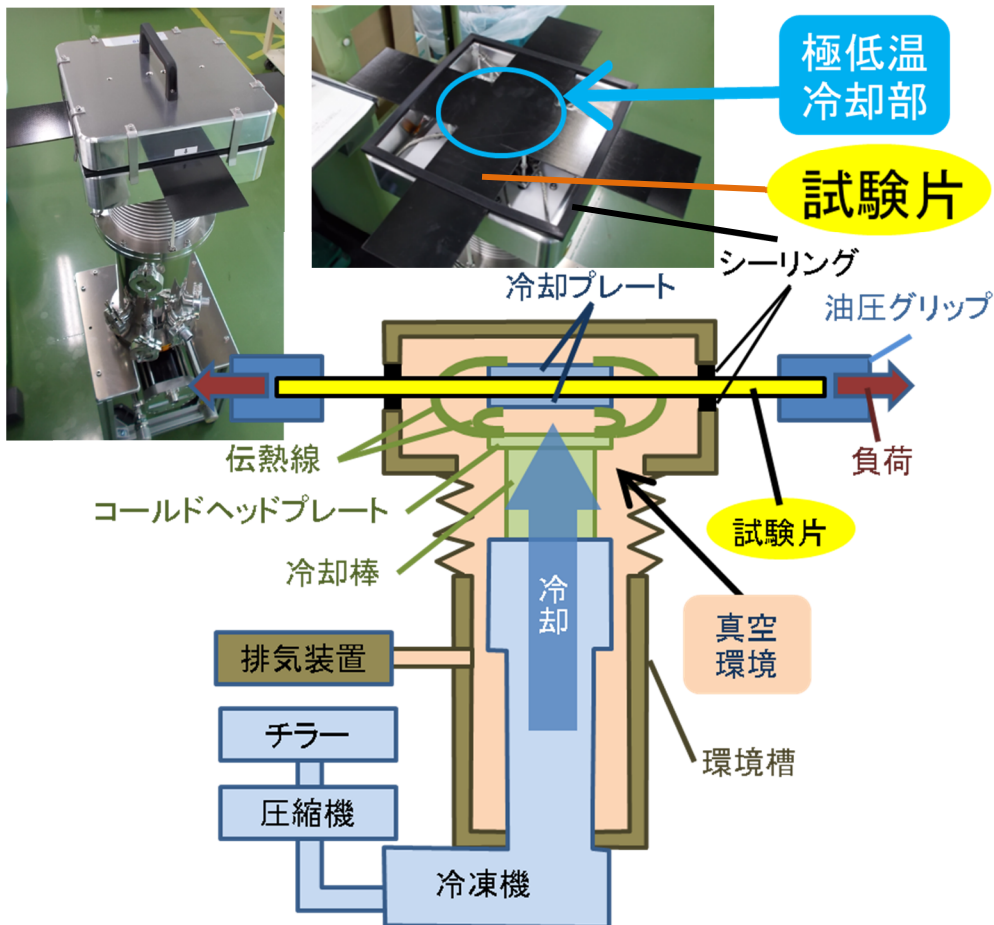


図 2.2 試験片の冷却と負荷の概要

3 複合材料積層板の従来の冷却方式

二軸試験用の極低温環境槽システムを用いて、これまで平板複合材料試験片の極低温引張試験を実施してきた^{16, 17)}。ダブルラップ接着継手の冷却方式についての基礎となる複合材料積層板の従来の冷却方式についてここにまとめる。

平板複合材料試験片に対する従来の冷却方式は、図 3.1 に示すように、冷却プレートを平板試験片に密着させて試験片評定部を冷却する。試験片への冷却プレート固定は図 3.1 に示すように全ねじで上下から固定している。実際には、冷却プレートと蝶ナットの間には、伝熱線の端部が取り付けられ、冷却プレートと試験片の間にはインジウムシート(0.1mm 厚)を挟んでいるが図中では省略している。全ねじは材料がポリエーテルエーテルケトン(PEEK)でできた M4×60mm のねじである(以後、全ねじを PEEK ねじと呼ぶ)。冷却プレートの寸法は 図 3.2 に示すように 100mm×100mm で厚さは 5mm である。図 3.2(a)および(b)は、それぞれ通常の冷却に用いる孔無し冷却プレートと、試験片の直接温度測定やひずみ測定に用いる孔を設けた孔有り冷却プレートの寸法である。

試験片への冷却プレートの取り付けは、試験片と冷却プレートを挟むように PEEK ねじに蝶ナットを取り付けて、冷却プレートを押さえつけている。試験片の幅は 90mm 以下なので、図 3.2 に示す冷却プレートの角部の孔(90mm の間隔で存在)を通して存在する PEEK ねじは、試験片自由単側面の外側に位置することとなる。PEEK ねじによる冷却プレートの押さえつけは、蝶ナットを用いて行い、締め付けは手締めで行う。PEEK ねじの下端は図 2.2 のコールドヘッドプレートに切られたねじ穴に固定されている。全ねじを PEEK 樹脂製としたのは、試験片が破壊した際に、PEEK ねじが壊れ、コールドヘッドプレート以下の冷凍機などの破損を防ぐためである。

従来冷却方式の様子を図 3.3 に示す。試験片には図 3.3 に示すようにゴムシーリングが取り付けられており、そのゴムシーリングを上下から角型容器で挟むことにより、試験片評定部周辺を断熱のための高真空環境に維持している。

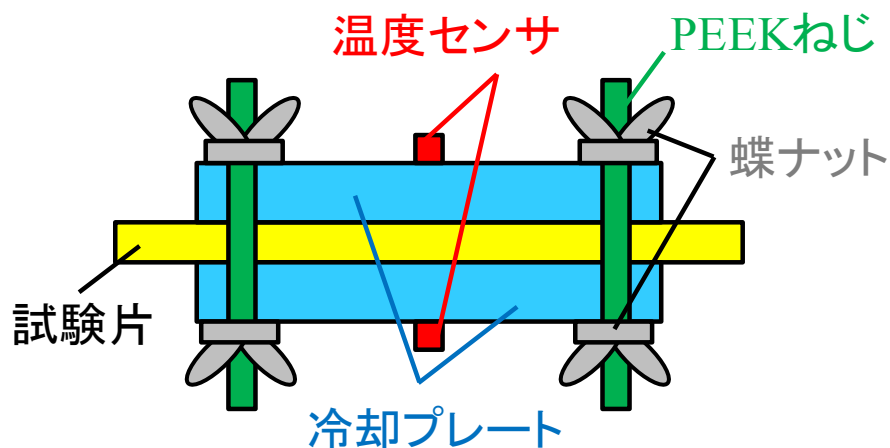


図 3.1 従来の冷却方式模式図

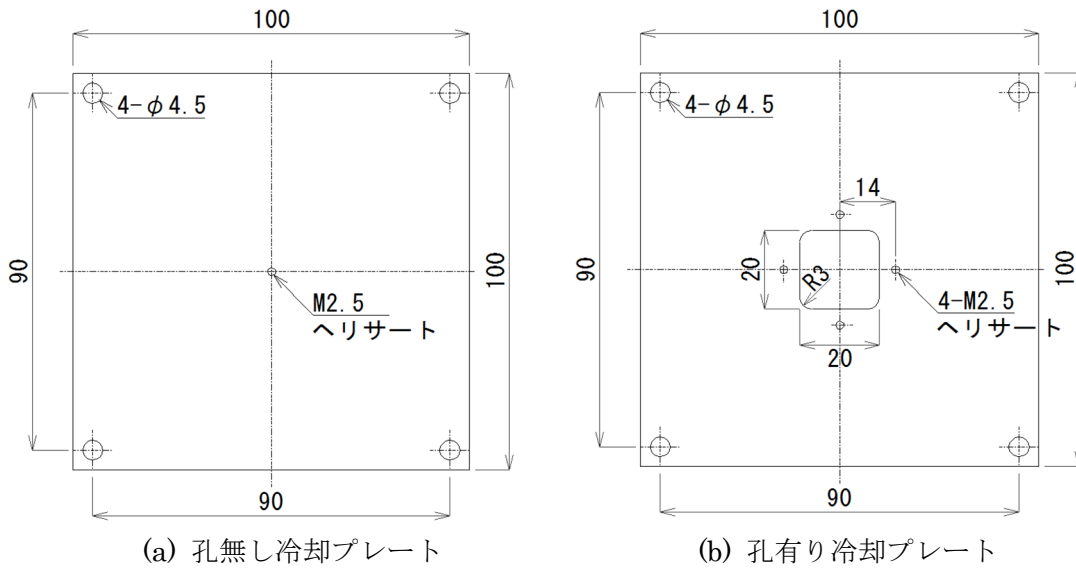


図 3.2 冷却プレート図面(単位 : mm、厚さ 5mm)

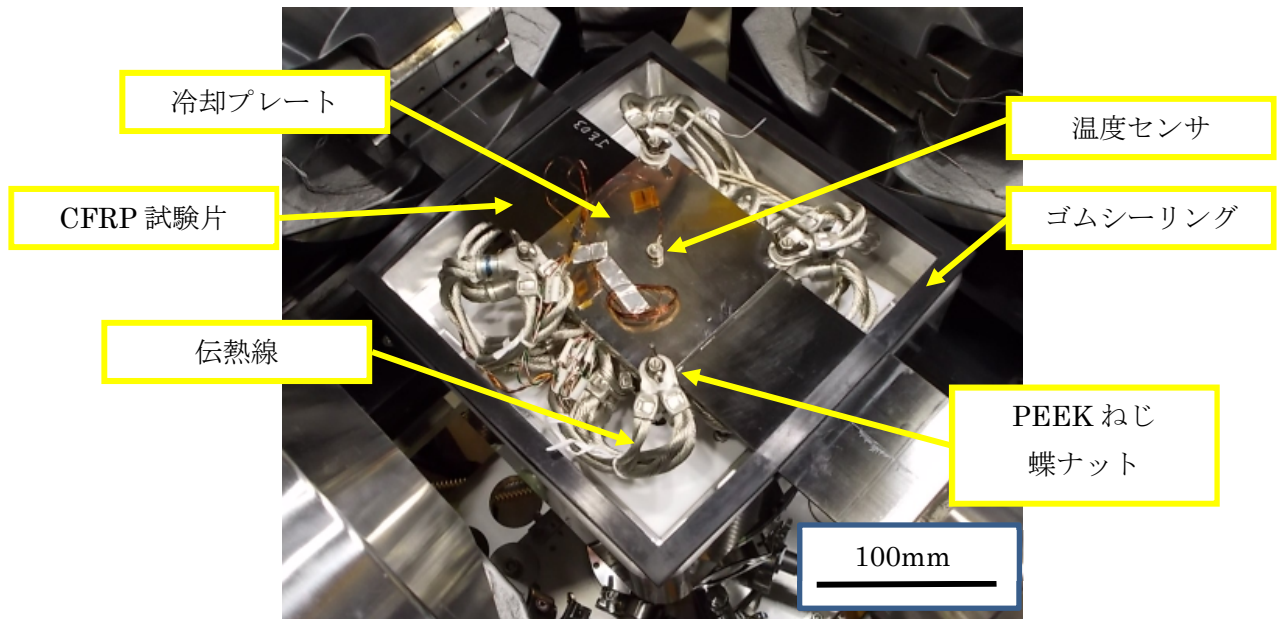


図 3.3 従来冷却方式写真

4 ダブルラップ接着継手の冷却方式

4.1 複合材料ダブルラップ接着継手試験片

ダブルラップ接着継手の冷却能力について確認するための試験片として、複合材料のみを被着材として用いた接着試験片(以後、「CFRP-CFRP 接着試験片」と呼ぶ)と複合材料とアルミ合金を被着材として用いた試験片(以後、「CFRP-アルミ合金接着試験片」と呼ぶ)を製作した。複合材料は帝人製 180°C硬化

型炭素繊維強化エポキシ樹脂 IMS60/#133 を用い、外側被着材と内側被着材の積層構成はそれぞれ (0/90/-45/45)_s と (0/90/-45/45)_{2s} である。アルミ合金および接着剤はそれぞれ A6061-T6 および 3M 社製 AF163-2K シート接着剤を用いた。CFRP-CFRP 試験片は公称接着層厚が 0.24mm と 0.48mm の試験片を用意した。

極低温環境槽により試験を行ったダブルラップ接着継手試験片の形状を図 4.1 および図 4.2 に示す。図 4.1 および図 4.2 はそれぞれ外側被着材が複合材料およびアルミ合金の接着試験片形状である。長さ 400mm、幅 50mm、内側被着材と外側被着材の厚さはそれぞれ約 2mm と約 1mm である。公称接着層厚は 0.24mm と 0.48mm の 2 種類を用意した。

図 4.1 および図 4.2 に示すダブルラップ接着継手試験片に対しても、従来と同様にニトリルゴム製のシーリングを取り付ける必要がある¹⁷⁾。シーリング取り付けについては Appendix A に概要をまとめた。

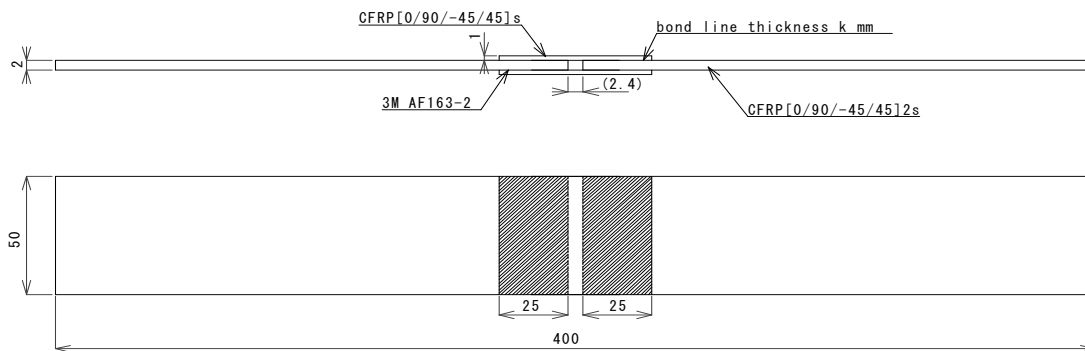


図 4.1 CFRP-CFRP 接着試験片形状(k=0.24mm, 0.48mm)

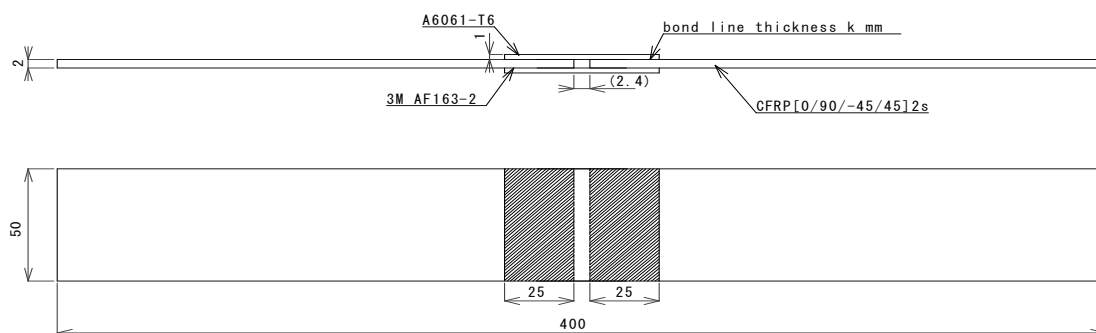


図 4.2 CFRP-アルミ合金接着試験片形状(k=0.24mm, 0.48mm)

4.2 従来冷却方式の問題点

図 3.1 に示すような方法をそのまま適用し、ダブルラップ接着継手試験片を冷却する場合、図 4.3 のような状態となる。図 4.3 では、外側被着材は直接冷却プレートが接触するため十分に冷却されるが、内側被着材には直接冷却プレートが接触しておらず、接着層を含めた評定部の冷却が十分できない可能性がある。

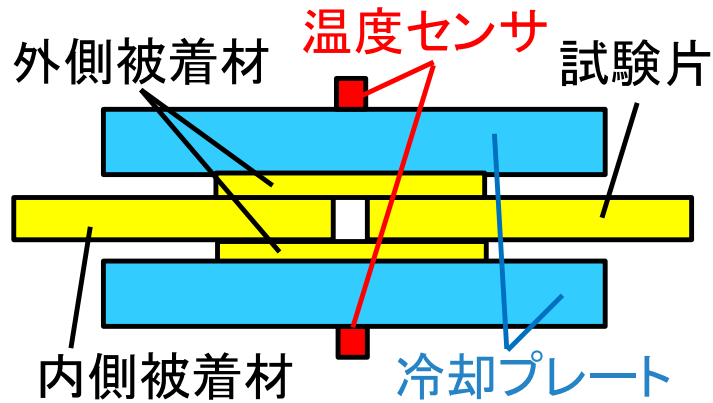
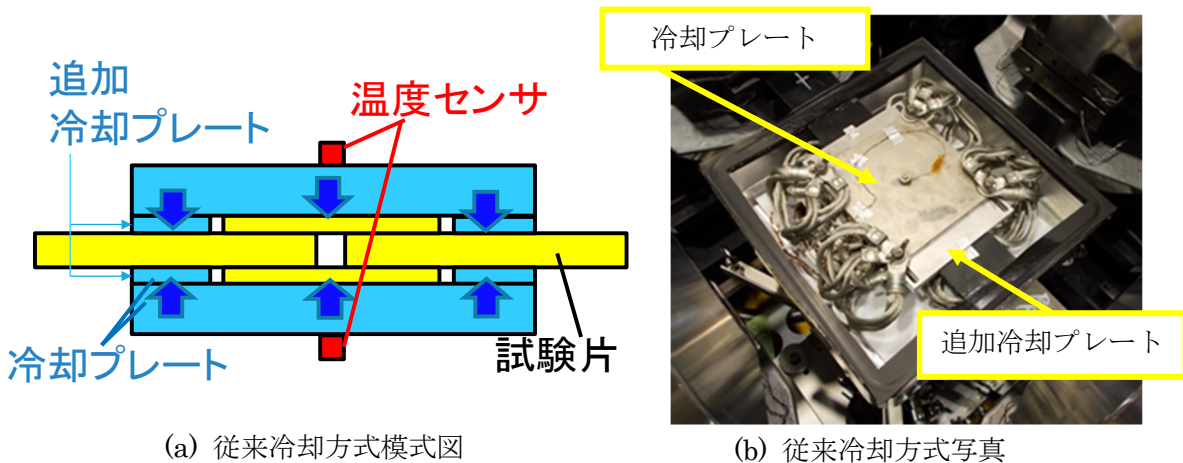


図 4.3 従来冷却方式の接着継手試験片への適用(以降、PEEK ねじ、蝶ナットを図から省略)

図 4.3 の従来方法に部品を追加して、内側被着材も冷却できるように考えた。図 4.4(a)のように追加の冷却プレートを製作し、内側被着材にも冷却プレートが接触するようにした。伝熱をよくするため、冷却プレートと試験片の間、冷却プレートと追加冷却プレートの間、追加冷却プレートと試験片の間にはインジウムシート(厚さ 0.1mm)を挿入した。追加冷却プレートの形状を図 4.5 に示す。外側被着材と接着層の厚さが変わると外側被着材上面までの高さが変わるので、追加冷却プレートは厚さが 1.0mm から 3.0mm までのものを用意し、追加冷却プレートとインジウムシートを重ねた高さが、外側被着材と同じになるように調整する。実際に追加冷却プレートを取り付けた状態を図 4.4(b)に示す。

インジウムシートを介した冷却プレートによる積層板試験片の冷却では、冷却プレートと試験片がほぼ同じ温度となることが確認されている¹⁷⁾。図 4.4(a)の試験片冷却は、試験片評価部はインジウムシートを介して冷却プレートにより冷却されているため、試験片温度はほぼ冷却プレートと同じと考えられ、試験片の冷却に関しては問題ない。しかし、引張試験においてダブルラップ接着継手試験片の接着部の端部付近において、外側被着材を引きはがす方向のピール応力が発生することが知られており、図 4.4(a)の冷却方式では、上下から接着部を押さえつけるため、このピール応力を抑え込み、適正な力学特性/強度特性の評価に問題があると考えられる。



(a) 従来冷却方式模式図

(b) 従来冷却方式写真

図 4.4 ダブルラップ接着継手試験片冷却用追加冷却プレートを用いた冷却方式(接着部面外変形拘束型)

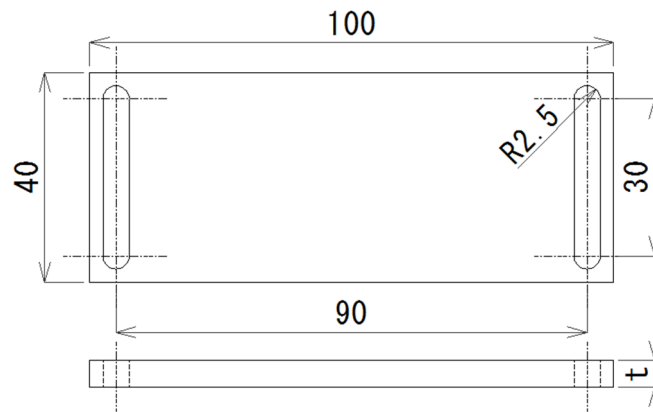


図 4.5 追加冷却プレート図面(単位 : mm, t=1.0, 1.2, 1.4, 1.6, 2.0, 3.0)

4.3 ダブルラップ接着継手の改良型冷却方式

図 4.4(a)のダブルラップ接着継手試験片冷却方式では、接着層ピール応力を抑え込んでしまうため、外側被着材を力学的に抑え込まない冷却方式を考案した。図 4.6(a)に示すように、追加冷却プレートを外側被着材より高くし、外側被着材に垂直方向の力が加わらないようにした。冷却は接着部の外側の内側被着材から行われるようにし、冷却プレートと試験片の温度を測定するために、それぞれに温度センサを取り付けた。しかし、図 4.6(a)の冷却では、外側被着材を直接冷却しないため、冷却性能が不十分となる可能性がある。そこで、外側被着材に垂直方向の力を加えずに、冷却を可能とするため、図 4.6(b)に示すように、外側被着材と冷却プレートの隙間にしわ加工を施したアルミ箔を挿入することとした。しわ加工前(50mm×250mm)と後(50mm×50mm)のアルミ箔を図 4.7(a)に示す。また、しわ加工アルミ箔と追加冷却プレートを試験片上に置いた写真を図 4.7(b)に示す。しわ加工アルミ箔を入れる空間である冷却プレートと外側被着材の隙間の目安は 0.2mm とした。

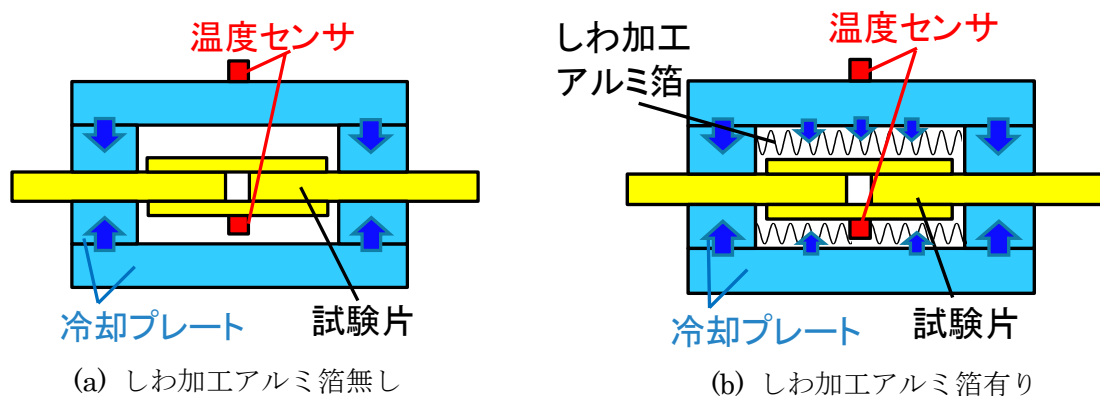
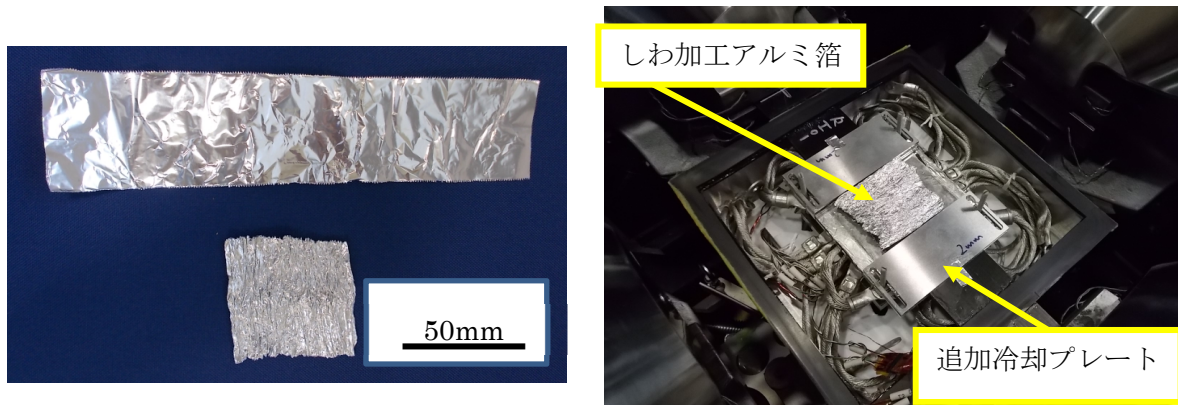


図 4.6 ダブルラップ接着継手試験片冷却のための改良型冷却方式(接着部面外変形非拘束型)

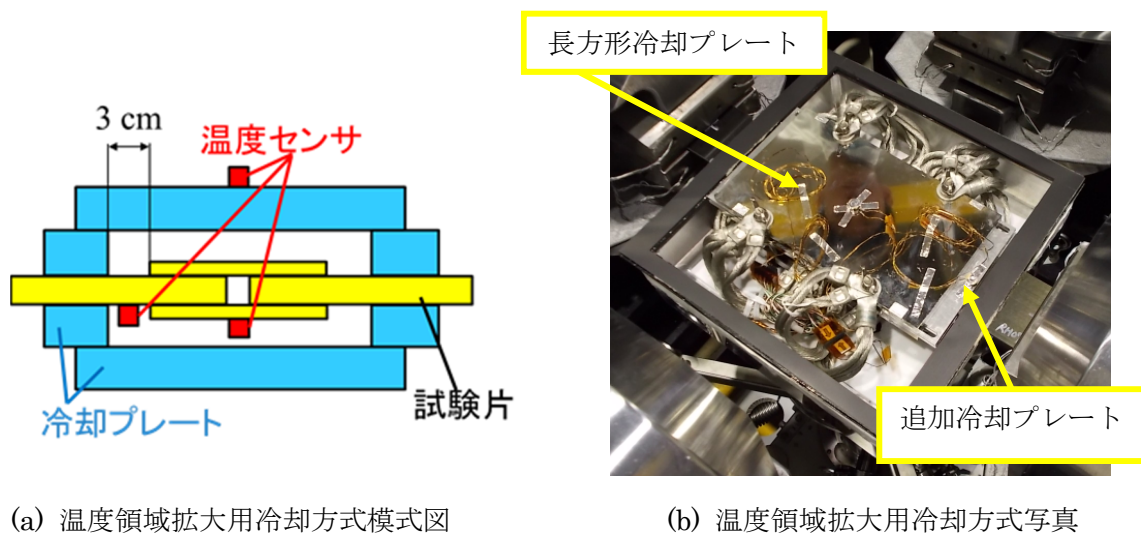


(a) しわ加工前アルミ箔(上)と
しわ加工後アルミ箔(下)

(b) しわ加工アルミ箔取り付け状態
(上側冷却プレート取り付け前)

図 4.7 しわ加工アルミ箔と取り付け状態

極低温環境槽は、温度調節システムを備えているが、ヒータの加熱能力の制限により、温度調節範囲が積層板の場合 20K から 100K 程度となっており、積層板では 100K 以上の試験をすることができなかった¹⁶⁾。環境槽内壁からの輻射を利用し、ダブルラップ接着継手試験片に対して 100K 以上の領域での試験を行う方法を考案した。基本的には図 4.6(a)と同じであるが、冷却プレートを長くし、図 4.8(a)のように、外側被着材から追加冷却プレートまでの空間を 30mm 広げることとし、環境槽内壁からの輻射が多く入るようにした。温度領域拡大用の冷却プレートの寸法等を図 4.9 に示す。従来の冷却プレートは図 3.2 に示す 100mm×100mm の寸法であったが、温度領域拡大用の冷却プレートは図 4.9 に示すように、長さを 100mm から 170mm に変更した。実際の取り付け状態の写真を図 4.8(b)に示す。



(a) 温度領域拡大用冷却方式模式図

(b) 温度領域拡大用冷却方式写真

図 4.8 ダブルラップ接着継手試験片冷却のための改良型冷却方式(温度領域拡大用)

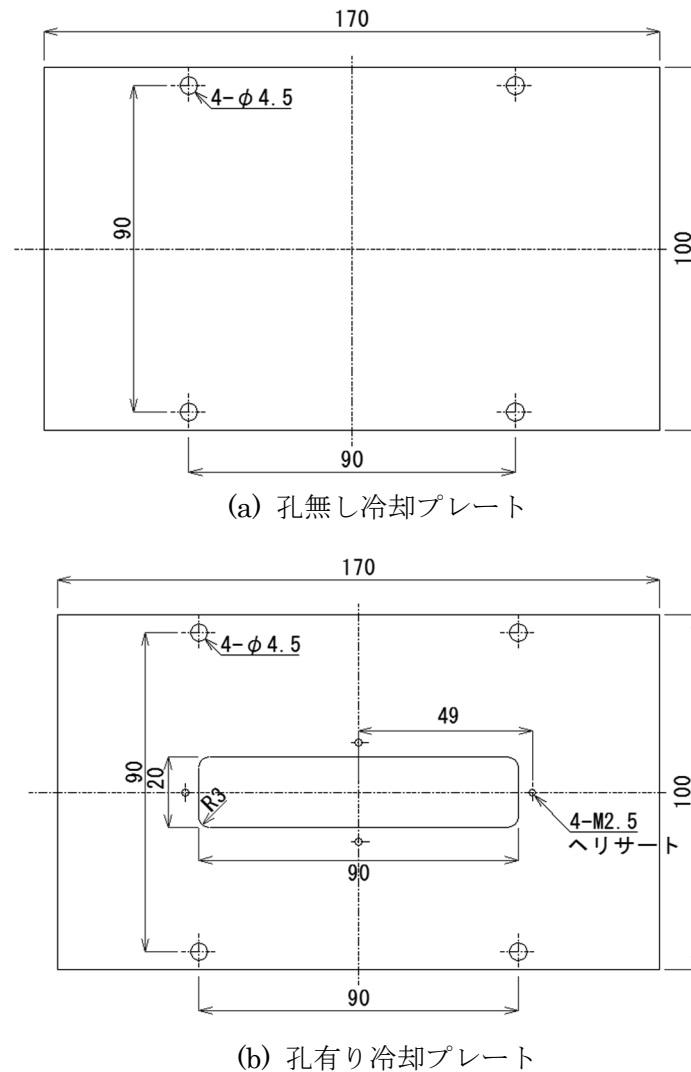


図 4.9 長方形冷却プレート図面(単位 : mm、厚さ 5mm)

5 性能確認試験

5.1 性能確認試験用試験片

図 4.1 および図 4.2 に示すダブルラップ接着継手試験片を用いて、冷却性能等の確認を行った。個々の試験片の試験片番号、被着材の種類、接着層厚(公称および実測)を表 5.1 にまとめた。試験片寸法は、図 4.1 および図 4.2 に示すとおりである。CFRP-アルミ合金接着試験片を 5 体、CFRP-CFRP 接着試験片を 6 体用いた。表 5.1 の接着層厚の実測値は、顕微鏡により一つの接着層自由端につき 3 か所測定し、一つの試験片で合計 24 か所の接着層厚の実測値の平均値である。

表 5.1 性能確認試験に用いた試験片リスト

試験片	内側被着材	外側被着材	接着厚(公称)	接着厚(実測)
RF01	CFRP	AL	240	145.2
RF02	CFRP	AL	240	151.8
RF03	CFRP	AL	240	149.3
RF04	CFRP	AL	240	154.9
RF06	CFRP	AL	240	149.4
RH06	CFRP	AL	480	344.6
RG01	CFRP	CFRP	240	152.1
RG02	CFRP	CFRP	240	148.9
RG03	CFRP	CFRP	240	146.1
RI01	CFRP	CFRP	480	342.9
RI03	CFRP	CFRP	480	329.7
RI05	CFRP	CFRP	480	361.3

(μm)

(μm)

5.2 接着継手試験片接着部への拘束が破断強度等に及ぼす影響

従来の冷却方式(図 3.1)で用いた冷却プレートと追加冷却プレートのみで接着部の面外変形を拘束した場合(図 4.4)、ダブルラップ接着継手試験片の破断強度等にどのような影響を及ぼすか常温および低温にて確認した。用いた試験片は常温では CFRP-CFRP 接着試験片、低温では CFRP-アルミ合金接着試験片である。

表 5.2 に常温における CFRP-CFRP 接着試験片の破壊試験の結果を示す。表中の引張強度は、外側被着材の破断時の応力であり、せん断強度は破断荷重を接着面積で割った値である。以後の表中の引張強度とせん断強度も同様である。

表 5.2 から図 4.4 のような面外拘束があった場合でも、破断強度は 1%の差もなかった。しかし、破壊モードが異なることとなった。拘束がない場合(試験片 RG01)は、接着層のみ破壊し、被着材の破壊はなかった。図 4.4 のような拘束があった場合、接着層だけでなく、外側被着材の破壊も確認された。外側被着材の破断の様子を図 5.1 に示す。この結果から、面外の拘束は試験片の破壊モードに影響を及ぼしていると考えられ、図 4.4 のような拘束方法は、常温におけるダブルラップ接着継手の破壊に影響していると考えられる。

表 5.3 に低温における CFRP-アルミ合金接着試験片の破壊試験の結果を示す。図 4.4 のように上下から接着部を上下方向に拘束している場合(試験片 RF02, RF03, RF04)は、冷却プレート温度のみ測定している。試験片とインジウムシートを介して密着している場合は、試験片温度と冷却プレートの温度にはば差がないことが分かっており¹⁷⁾、冷却プレート温度が試験片温度と考えて問題ない。低温において拘束無しの場合(試験片 RF06)は、図 4.6(a)のような冷却方式を取り、試験片に張り付けた温度センサにより、試験片の温度を直接測定している。

CFRP-アルミ合金接着試験片の場合、温度が低いほど強度が下がることが分かっている¹⁸⁾。拘束有りで約温度 20K での強度(試験片 RF02, RF03)は、拘束無しで約温度 110K での強度とほぼ同等となっている。約 80K の温度差があるにもかかわらず、同等の強度となっているのは、上下から接着部を押さえつけることにより、接着層のピール応力を低減させ、見かけの強度を上昇させていると考えられる。また、拘束有りで約温度 80K の強度(試験片 RF04)が、拘束無しで約温度 110K(試験片 RF06)の強度よりも高くなっていることも、同様に接着部の拘束が見かけの強度を上昇させていると考えられる。また、拘束有りで約温度 20K の強度(RF02, RF03)において、二つの試験片の強度が 2 割程度違う。図 3.1 に示す PEEK ねじと蝶ナットの締め付けは、直接手で行っているため、締め付け具合の違いで、それらの接着試験片の破断強度に差が生じた可能性もある。

表 5.2 および表 5.3 の結果より図 4.4 のような冷却方式では、ダブルラップ接着継手の適切な力学的特性評価はできず、試験片接着部を拘束しない図 4.6(a)の冷却方式で行う必要があることが分かった。

表 5.2 常温において破断強度に及ぼす拘束条件の影響(CFRP-CFRP 接着試験片)

試験片	接着厚 (公称)	接着厚 (実測)	試験片 温度	引張 強度	せん断 強度	拘束方式	
RG01	240	152.1	RT	828.5	19.1	-	拘束無し
RG03	240	146.1	RT	823.5	18.9	図 4.4	拘束有り

(μm) (μm) (K) (MPa) (MPa)

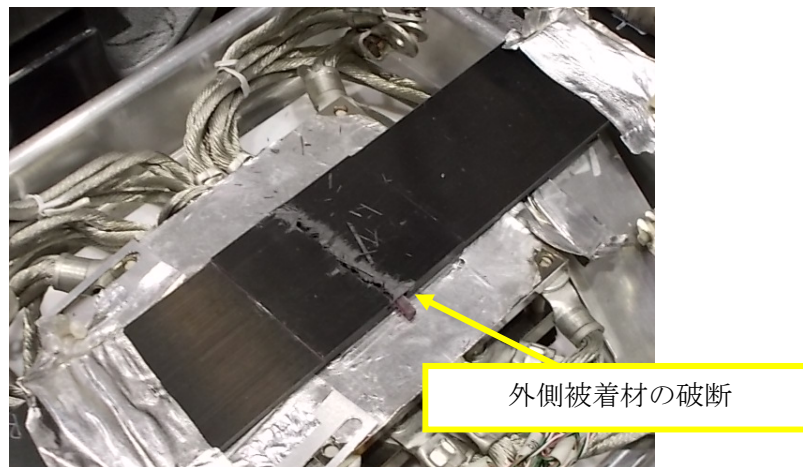


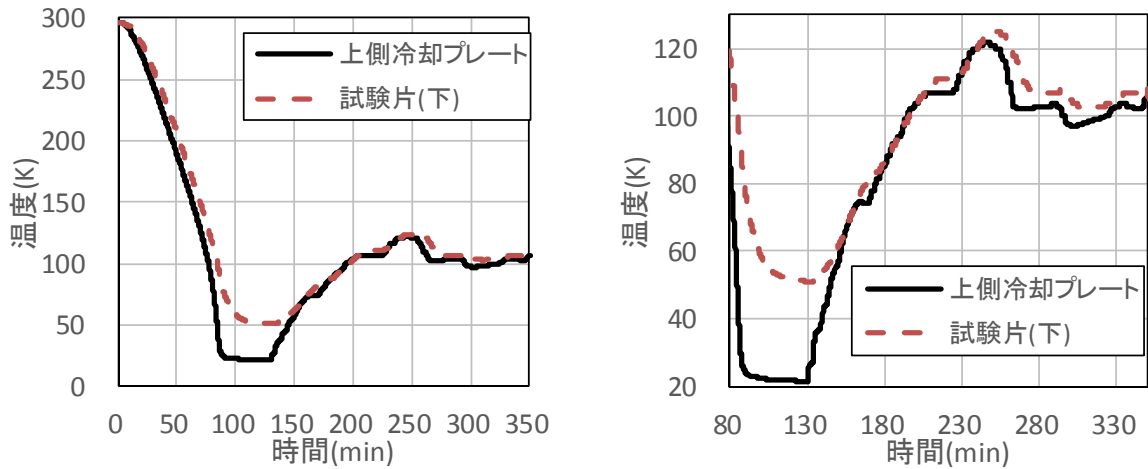
図 5.1 長方形冷却プレート図面(単位：mm、厚さ 5mm)

表 5.3 低温環境において破断強度に及ぼす拘束条件の影響(CFRP-アルミ合金接着試験片)

試験片	接着厚 (公称)	接着厚 (実測)	プレート 温度	試験片 温度	引張 強度	せん断 強度	冷却方式	
RF02	240	151.8	21.1	-	116.3	2.67	図 4.4	拘束有り
RF03	240	149.3	19.8	-	93.5	2.15	図 4.4	拘束有り
RF04	240	154.9	78.9	-	125.2	2.88	図 4.4	拘束有り
RF06	240	149.4	-	106.2	100.6	2.31	図 4.6(a)	拘束無し

(μm) (μm) (K) (K) (MPa) (MPa)

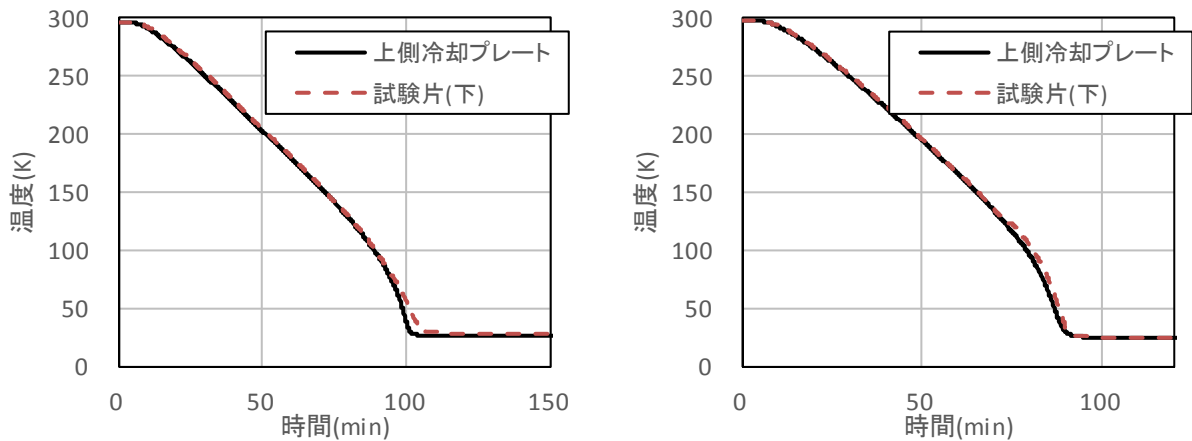
5.3 改良型冷却方式の破断強度に及ぼす影響と冷却性能



(a) 常温から低温範囲の冷却曲線

(b) 低温領域での冷却曲線拡大図

図 5.2 改良型冷却方式(しわ加工アルミ箔無し, 図 4.6(a))での冷却曲線(試験片 RI03)



(a) 冷却曲線(RI01, 試験片定常温度 27.6K)

(b) 冷却曲線(RH06, 試験片定常温度 23.9K)

図 5.3 改良型冷却方式(しわ加工アルミ箔有り, 図 4.6(b))での冷却曲線

図 4.6 に示す改良型冷却方式の冷却性能の確認と、破断強度に影響を及ぼさないことを確認する。また、図 4.8 に示す温度領域拡大用冷却方式の冷却性能も確認する。CFRP-CFRP 接着試験片 RI03 に対して、図 4.6(a)に示すしわ加工アルミ箔がない改良型冷却方式を用いた冷却を行った結果を図 5.2 に示す。冷却時には、図 4.6(a)のように上側冷却プレートと試験片下部に温度センサを設置し温度を測定した。図 5.2(a)と図 5.2(b)はそれぞれ常温から低温への冷却範囲と低温領域拡大図である。温度調節せず冷却した場合、図 5.2 の 130 分付近で最低温度となり、冷却プレートは 20K まで下がるが、試験片は 50K 程度までしか冷却できなかった。冷却プレートと試験片の隙間から入る輻射熱が大きく、冷却プレートを介した吸熱が十分でないと考えられる。図 5.2 の 130 分以降は温度コントローラを用いて 60K 以上に調節を行った。60K 以上では、冷却プレートと試験片の温度差は少なく、冷却プレートの温度を試験片の温度とみなしても問題ないと考えられる。

図 4.4 のように外側被着材に直接冷却プレートを接触させれば、接着継手試験片を 20K 程度まで冷却することができるが、適切な力学的評価をできないことが問題である。接着継手試験片の接着部を拘束せずに、20K 程度に試験片を冷却して試験を行うことができるように、CFRP-CFRP 接着試験片 RI01 および CFRP-アルミ合金接着試験片に対して図 4.6(b) のようにしわ加工アルミ箔を挟む冷却方式を用いて冷却性能を確認した。図 5.3 にしわ加工アルミ箔がある場合の改良型冷却方式(図 4.6(b))を用いた冷却試験結果を示す。図 4.6(b) のように、上側冷却プレートと接着継手試験片下部に温度センサを設置し、それぞれの温度を測定した。図 5.3(a)(CFRP-CFRP 接着試験片 RI01) および図 5.3(b)(CFRP-アルミ合金接着試験片 RH06) では、それぞれ試験片温度は定常状態で 27.6K および 23.9K となり、図 4.6(b) のしわ加工アルミ箔を試験片と冷却プレートの間に挟むことにより、30K 以下まで冷却できることが分かった。図 5.3(a) および(b) において冷却プレートの定常時の温度は、冷却プレートと試験片の温度差も 2K 以内に収まっていることも分かった。

しわ加工アルミ箔を用いた改良型冷却方式(図 4.6(b))での強度評価の適切性について、CFRP-CFRP 接着試験片を用いて確認した。表 5.4 に約温度 107K でしわ加工アルミ箔のない場合(試験片 RI03)とある場合(試験片 RI05)の強度比較と、約温度 20K でしわ加工アルミ箔を用いた改良型冷却方式の場合(試験片 RI01)と図 4.4 のように接着継手試験片接着部を拘束する場合(試験片 RG02)の強度を比較した。表 5.4 において、約温度 107K で、しわ加工アルミ箔のない場合(試験片 RI03)とある場合(試験片 RI05)の強度を比較すると、ほぼ同じ強度となっており、しわ加工アルミ箔が強度に影響を及ぼさないことがわかる。また、約温度 20K で、しわ加工アルミ箔を用いた改良型冷却方式の場合(試験片 RI01)と接着継手試験片接着部を拘束する場合(試験片 RG02)の強度を比較すると、見かけの強度を高めてしまう拘束有りの場合に比べて、しわ加工アルミ箔を用いた改良型冷却方式の強度が低くなっており、この場合でも、しわ加工アルミ箔は拘束有りに比べ、試験として望ましいことがわかる。なお、約 20K で試験を行った RI01 と RG02 の接着層厚が違うが、今回用いた接着継手試験片においてこの接着層厚の違いでは、強度に差が出ないことがわかっている¹⁸⁾。

表 5.4 低温環境において破断強度に及ぼす拘束条件の影響(CFRP-CFRP 接着試験片)

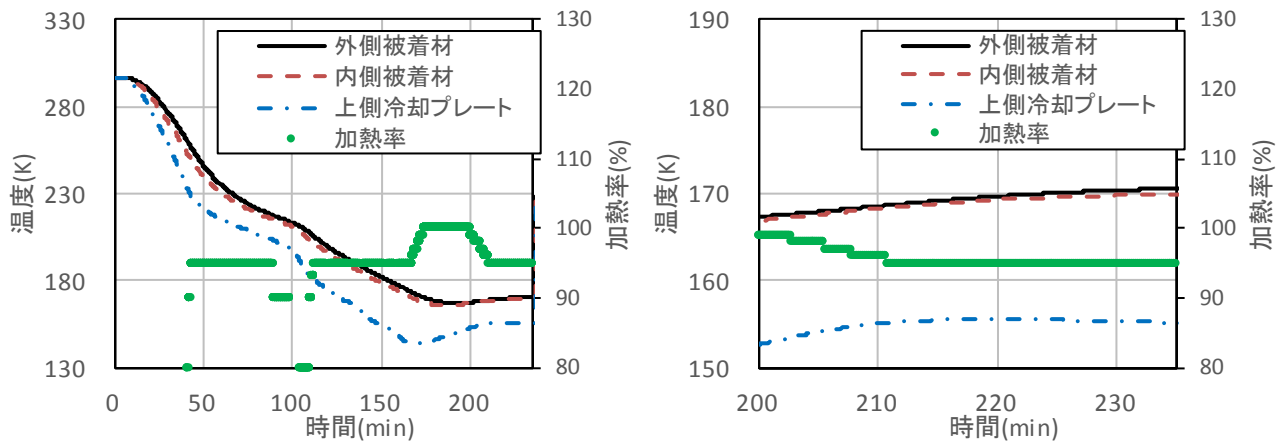
試験片	接着厚 (公称)	接着厚 (実測)	プレート 温度	試験片 温度	引張 強度	せん断 強度	冷却方式	
RI03	480	329.7	102.41	107.1	276.4	6.36	図 4.6(a)	拘束無し
RI05	480	361.3	102.66	107	279.3	6.42	図 4.6(b)	しわ加工アルミ箔
RI01	480	342.9	-	28.5	288.8	6.64	図 4.6(b)	しわ加工アルミ箔
RG02	240	148.9	18.92	-	351.1	8.08	図 4.4	拘束有り

(μm) (μm) (K) (K) (MPa) (MPa)

図 4.8 に示した温度領域拡大用改良型冷却方式を CFRP-アルミ合金接着試験片を用いて冷却性能を確認した。図 4.8(a) に示すように温度センサを上側冷却プレート、下部の外側被着材、内側被着材下部に取り付け各部位の温度を測定した。各部位の温度と、温度調整用のヒータ出力を図 5.4 に示す。図 5.4(a) と図 5.4(b) はそれぞれ常温から低温の範囲の冷却曲線と低温領域の拡大図である。図 4.6(a) および図 4.6(b) のダブルラップ接着継手試験片のための改良型冷却方式では、試験片温度が 30K 以下から 140K まで可

能となったが、ヒータ出力の制限で 140K 以上の試験ができなかった。図 4.8 に示す温度領域拡大用改良型冷却方式では、図 5.4 のデータから 170K 付近までの試験片の冷却が可能となっており、ダブルラップ接着継手試験片の試験温度領域を拡大することができた。冷却プレートと試験片温度が違うが、内側被着材と外側被着材の温度がほぼ一致しているの、接着層のある評定部はほぼ様な温度であることが分かる。試験片温度が 170K において、ヒータ出力は 100% 近いため、それ以上の高温領域の試験を行うことはむづかしい。

冷凍機式極低温環境槽を用いて試験片温度が 170K 以上の試験を行う場合、冷凍機を停止させた時の緩やかな温度上昇時に試験するなどの検討が必要である。



(a) 常温から低温範囲の冷却曲線

(b) 低温領域での冷却曲線拡大図

図 5.4 温度領域拡大用改良型冷却方式(図 4.8(a))での冷却曲線(試験片 RF01)

6 おわりに

本報告では、ダブルラップ接着継手試験片の極低温力学的特性の評価を可能にするために考案した冷却方式についてまとめた。極低温環境槽は、既存の二軸材料試験機用冷凍機式極低温環境槽を用い、従来の試験片冷却方式をダブルラップ接着継手試験片の冷却に対応できるように改良した。ダブルラップ接着継手の冷却方式においては、接着部の破壊モードへの影響を防ぐため、接着部への冷却プレートの取り付け荷重が加わらないようにした。また、高い冷却性能を達成するために、伝熱効率は高いが力学的な荷重は伝達しないしわ加工アルミ箔を接着試験片評定部に接触させた。

性能確認試験を実施し、接着試験片の破壊モードに影響を与えずに、試験片評定部を約 25K の冷却できることが確認できた。また、従来の複合材料積層板に対して約 20K から 100K の間での冷却が可能であったが、試験温度領域を拡大できるような冷却方式も考案し、接着継手試験片に対して約 25K から 170K までの温度域で適切な引張試験ができることを確認できた。

今後は、冷凍機式極低温環境槽を用いたダブルラップ接着継手試験片に対して、考案した改良型冷却方式を適用し、接着継手の破断強度に及ぼす極低温環境の影響についてのデータを蓄積していく予定である。

参考文献

- 1) K. Pannkoke and H.-J. Wagner, Fatigue properties of unidirectional carbon fibre composites at cryogenic temperatures, *Cryogenics*, Vol.31, No.4, pp.248-251, 1991.
- 2) R.P. Reed and M. Golda, Cryogenic properties of unidirectional composites, *Cryogenics*, Vol.34, No.11, pp.909-928, 1994.
- 3) M.J. Robinson, Composite Cryogenic Propellant Tank Development, AIAA-94-1375-CP, 1994.
- 4) 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.
- 5) Marshall Space Flight Center/NASA, Final Report of the X-33 Liquid Hydrogen Tank Test Investigation Team, May 2000.
- 6) T. Aoki, T. Ishikawa, H. Kumazawa and Y. Morino, Cryogenic mechanical properties of CF/polymer composites for tanks of reusable rockets, *Advanced Composite Materials*, Vol.10, No.4, pp.349-356, 2001.
- 7) Tomohiro Yokozaki, Takahira Aoki, Takashi Ishikawa, Experimental cryogenic gas leakage through damaged composite laminates for propellant tank application, *Journal of spacecraft and rockets*, Vol.42, No.2, pp.363-366, 2005.
- 8) Kumazawa H., Aoki T. and Susuki I., Analysis and Experiment of Gas Leakage through Composite Laminates for Propellant Tanks, *AIAA Journal*, Vol. 41, No. 10, pp. 2037-2044 (2003).
- 9) Kumazawa H., Aoki T. and Susuki I., Influence of stacking sequence on leakage Characteristics through CFRP composite laminates, *Composites Science and Technology*, Vol. 66, Issue 13, pp. 2107-2115, 2006.
- 10) 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1: 単軸力学特性試験), 宇宙航空研究開発機構研究開発資料, JAXA-RM-13-014, 2014.
- 11) 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.
- 12) Hisashi Kumazawa, Takeshi Takatoya, Development of a refrigeration system for biaxial mechanical testing and damage evaluation of CFRP laminates under cryogenic environment, *Proceedings of 14th Japan International SAMPE Symposium*, No.79, 2015.
- 13) Hitoshi Hamori, Hisashi Kumazawa, and Tomohiro Yokozeki, Experimental Evaluation of Gas Permeability of Then - Play CFRP Laminates under Biaxial Loading, *Proceedings of 16th Japan International SAMPE Symposium & Exhibition*, 1C-05, 2019.
- 14) Akinori Yoshimura, Tomohiro Takaki, Yohei Noji, Tomohiro Yokozeki, Toshio Ogasawara & Shinji Ogihara, Fracture Toughness of CFRP Adhesive Bonded Joints at Cryogenic Temperature, *Journal of Adhesion Science and Technology*, Vol.26, pp.1017-1031, 2012.
- 15) 吉村 彰記, 小笠原 俊夫, 末益 博志, 液体窒素浸漬試験による複合材料製極低温推進剤タンクの熱応力軽減設計の検証, 宇宙航空研究開発機構研究開発資料, JAXA-RM-12-012, 2013.

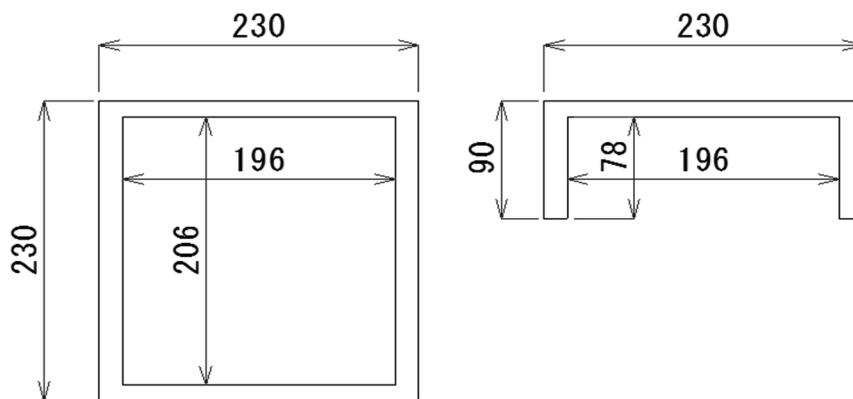
- 16) 熊澤寿, 十字二軸力学特性試験用極低温環境槽温度調節システム, 宇宙航空研究開発機構研究開発資料, JAXA-RM-17-003, 2017.
- 17) 熊澤寿, 齋藤 智広, 藤丸 瑛里, 小川 武史, 極低温環境における炭素繊維強化エポキシ樹脂積層板の基礎的力学特性 (その 1), JAXA-RM-18-003, 2018.
- 18) 齋藤智広, 熊澤 寿, 中川 博貴, 小川 武史, 極低温環境におけるダブルラップ CFRP- 金属接着継手の強度特性評価, 第 61 回構造強度に関する講演会講演集, pp.61-63, JSASS-2019-302, 2019.

Appendix A 試験片へのシーリング取り付け

極低温環境槽内を高真空に保つため、極低温環境試験を行う試験片にはニトリルゴム製シーリングを取り付ける。従来のシーリングは型を用いて試験片に直接成形していたが、シーリングの取り付けに時間とコストがかかることが問題であった。短時間でのシーリング取り付けとコスト削減のため、シーリングを接着により行うこととした¹⁷⁾。図 4.1 および図 4.2 に示すダブルラップ接着継手試験片を対象とする場合、図 A.1 に示すニトリルゴム製シーリングを用意する。図 A.1 に示すシーリング用ニトリルゴムは厚さ 2mm のニトリルゴムシートより、カッターを用いて切り出す。中央面用のニトリルゴム(図 A.1(b))は、ダブルラップ接着継手試験片内側被着材と同じ厚さにする必要がある。参考文献 17) で取り扱った 80mm 幅の積層板試験片と本報告で取り扱う幅 50mm の接着継手試験片では中央面ニトリルゴム(図 A1(b))の寸法が違うので注意が必要である。

図 A.2 のように試験片にニトリルゴムを接着し、シーリングを形成した。ニトリルゴムの接着にはアラルダイト製エポキシ系接着剤アラルダイトラピッド(急速硬化型 RT30)を用いた。接着後側面のニトリルゴム接着境界には補強のため、共和電業製接着剤 CC-33A を塗布した。シーリング表面は、接着剤が付着すると気密に問題が出るため、接着作業時にはシーリング表面にマスキング等を行う必要がある。

図 A.3(a)および(b)にそれぞれシーリング付きダブルラップ接着継手試験片の寸法および完成したシーリング付き試験片の写真を示す。



(a) 上下面用ニトリルゴム(厚さ 2mm) (b) 中央面ニトリルゴム(厚さ 2mm)

図 A.1 接着継手用ニトリルゴム製シーリング (単位: mm)

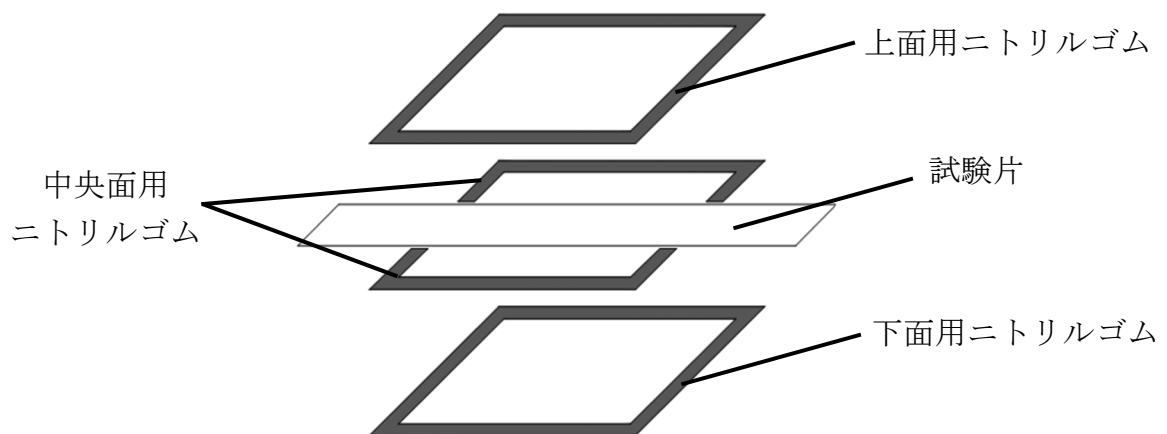
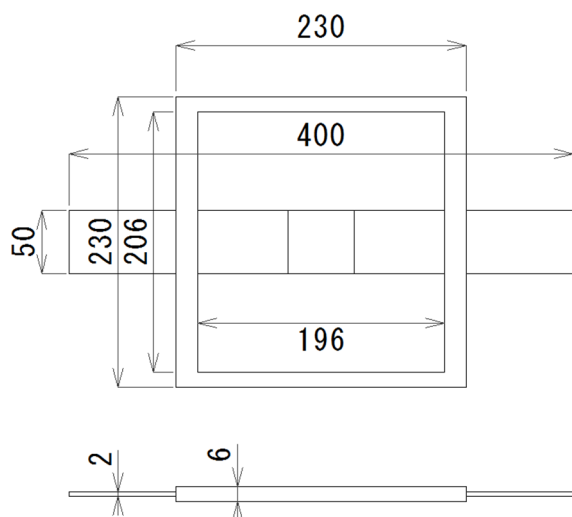
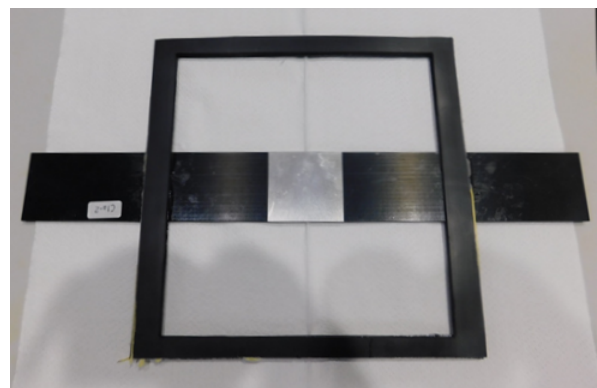


図 A.2 試験片へのニトリルゴム接着概要図



(a) シーリング付き試験片寸法(単位 : mm)



(b) シーリング付き試験片写真

図 A.3 シーリング付きダブルラップ接着継手試験片の寸法と写真

宇宙航空研究開発機構研究開発資料 JAXA-RM-19-002
JAXA Research and Development Memorandum

冷凍機式極低温環境槽を用いたダブルラップ接着継手の冷却方式
Cooling method of a double-lap bonded joint with a cryostat and refrigerator comprised
cryogenic testing system

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: <http://www.jaxa.jp/>

発行日 2019年11月7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.

