

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1）

Fundamental mechanical properties of carbon fiber reinforced epoxy laminates
at cryogenic temperature: 1st report

熊澤 寿, 齋藤 智広, 藤丸 瑛里, 小川 武史

Hisashi KUMAZAWA, Tomohiro SAITO, Eri FUJIMARU and Takeshi OGAWA

2018年11月

宇宙航空研究開発機構

Japan Aerospace Exploration Agency

目次

1. はじめに	2
2. 極低温環境槽概要	2
2.1 極低温環境槽システム	3
2.2 接着シール	5
2.3 温度調節システム	6
2.4 ひずみ測定方法	7
2.5 X線探傷	11
3. 試験結果	14
3.1 複合材料試験片	14
3.2 接着シーリングの密閉度	16
3.3 試験片評定部温度	16
3.4 温度調節結果	17
3.5 弾性率に及ぼす温度の影響	20
3.6 損傷発生に及ぼす温度の影響	22
3.7 無負荷状態で損傷発生に及ぼす温度の影響	26
3.8 破断強度に及ぼす温度の影響	27
4. おわりに	27
参考文献	28

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)

熊澤 寿^{*1}, 齋藤 智広^{*2}, 藤丸 瑛里^{*3}, 小川 武史^{*4}

Fundamental mechanical properties of carbon fiber reinforced epoxy laminates at cryogenic temperature: 1st report

Hisashi KUMAZAWA^{*1}, Tomohiro SAITO^{*2}, Eri FUJIMARU^{*3}, Takeshi OGAWA^{*4}

ABSTRACT

Incorporation of composite materials in cryogenic propellant tanks can potentially aid in developing high performance rockets. This study thus evaluates various aspects of carbon fiber reinforced epoxy laminates, such as elastic constants, failure strength, and development of internal damages, at cryogenic temperatures by employing a cryogenic testing system comprising a cryostat and a refrigerator. Test results obtained at cryogenic temperatures were compared with those at the room temperature for studying the effect of liquefied propellant's cryogenic temperature on the fundamental mechanical properties of composite materials. The obtained results indicate that compared to the room temperature, the damage initiation stress and failure strength of the composite laminates at cryogenic temperatures can decrease significantly, whereas the stiffness of the composite laminates at cryogenic temperatures can increase marginally. Furthermore, this study report also describes a method for temperature control through a heater system, and a method for stress measurement at cryogenic temperatures using the cryogenic testing system with the help of a refrigerator.

概要

ロケットなどの高性能化のための機体重量軽減に、極低温液体推進剤タンクの複合材料化が効果的である。本研究では、炭素繊維エポキシ複合材料を材料とし、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、内部損傷進展を冷凍機式極低温試験システムを用いて取得した。極低温にて取得した試験結果は、常温の結果と比較し、液化推進剤がもたらす極低温が複合材料の基礎的力学特性に及ぼす影響を明らかにした。極低温での複合材料積層板の力学的特性はその結果、弾性率は、極低温においてわずかに弾性率が上昇にとどまるが、複合材料積層板の損傷発生応力と破断強度は常温に比べ極低温において顕著に低くなることが明らかとなった。また、冷凍機式極低温試験について、ヒータを用いた温度調節手法、極低温でのひずみ測定手法についても本報告にまとめた。

* 平成 30 年 10 月 10 日受付 (Received October 10, 2018)

^{*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} 青山学院大学大学院 理工学研究科 理工学専攻 (Graduate school of Science and Engineering, Aoyama Gakuin University)

^{*3} 日本放送協会, 元 青山学院大学 (Japan Broadcasting Corporation, Former Student of Aoyama Gakuin University)

^{*4} 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

液体水素は、体積エネルギー密度は小さいものの重量エネルギー密度が高く、ロケットなど宇宙への輸送システムにおける燃料として用いられているが、液体水素温度(20K)が燃料タンクに与える影響は大きい。液化天然ガス(111K)、液化メタン(110K)や酸化剤である液体酸素(91K)も低温であり、液化ガス推進剤のタンクは極低温にさらされることとなる。

従来のロケットでは極低温推進剤の貯蔵タンクとしてアルミ合金等金属材料が用いられていたが、ロケットのより高性能化や再使用化を目指し、極低温推進剤タンクの複合材料化を用いた機体重量の軽量化が模索されてきた。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¹⁾。しかし、X-33 の複合材製液体水素タンクの液体水素注入/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 CFRP サンドイッチ構造の常温への昇温で、コア内水素の圧力上昇が発生し、サンドイッチ構造が破壊されたことが分かった²⁾。極低温推進剤タンクにおいて、強度や剛性と共に、樹脂割れなどの内部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。

極低温における複合材料の基礎特性の取得を目的として、JAXA では材料の力学的特性取得のために冷凍機式極低温環境槽を開発した^{3,4)}。実環境模擬試験を想定して、極低温環境槽は二軸材料試験機に対応しており、極低温に加えて二軸負荷を CFRP 試験片に加えることができる。現在、CFRP 積層板の基礎力学的特性などの取得を進めている。

本研究では、CFRP 積層板の極低温における基礎的力学的特性として、極低温における弾性率、破断強度、内部損傷の発生などを評価した。試験材料は東邦テナックス社製 CF/エポキシ樹脂複合材 HTA/#101 であり、積層構成はクロスプライ積層である試験片を評価対象とした。極低温で取得した CFRP 積層板の力学的特性は、常温におけるデータと比較し、極低温における CFRP 積層板の弾性率、損傷特性、破壊強度などの基礎的力学特性を明らかにした。

実験に関する改善も実施した。これまで試験片をゴムの成型金型の中に入れ、試験片に直接ゴムシーリングを成形していたが、コストダウンと製作時間短縮を目的とし、ゴムシートからのシーリング切り出しと試験片への接着により、シーリングを作製した。また、温度調節用の加熱ヒータによる温度調節方法も改善を行い、引張試験中において一定の温度を保持できるようにした。温度調節を実施し、極低温においては 20K から 80K の間の弾性率の取得を行った。極低温における弾性率の取得において、ひずみゲージを試験片評定部に貼付した。従来の冷却プレートは、試験片評定部を覆ってしまうため、ひずみ測定のために中央部に四角い窓の空いた冷却プレートを新たに製作した。

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⁴⁾。

2.1 極低温環境槽システム

極低温環境槽システムは、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/アンプ、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。極低温環境槽の概要を、図 2.1 に示す。また、試験片の冷凍機による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価部は上下から 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。本試験では、電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、冷却を行った。試験片と冷却プレートの間には伝熱性を良くするためにインジウムシートを挟んでいる。極低温環境槽は二軸試験機の中央部に設置され、二軸負荷が加えられる十字型試験片の評価部を極低温に冷却する。環境槽内は、試験片評価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十字型試験片の中央評価部は環境槽内にあるが、十字型試験片の腕の端部は環境槽外に露出しており、常温となっている。十字型試験片に二軸負荷を加えるために、その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られている。

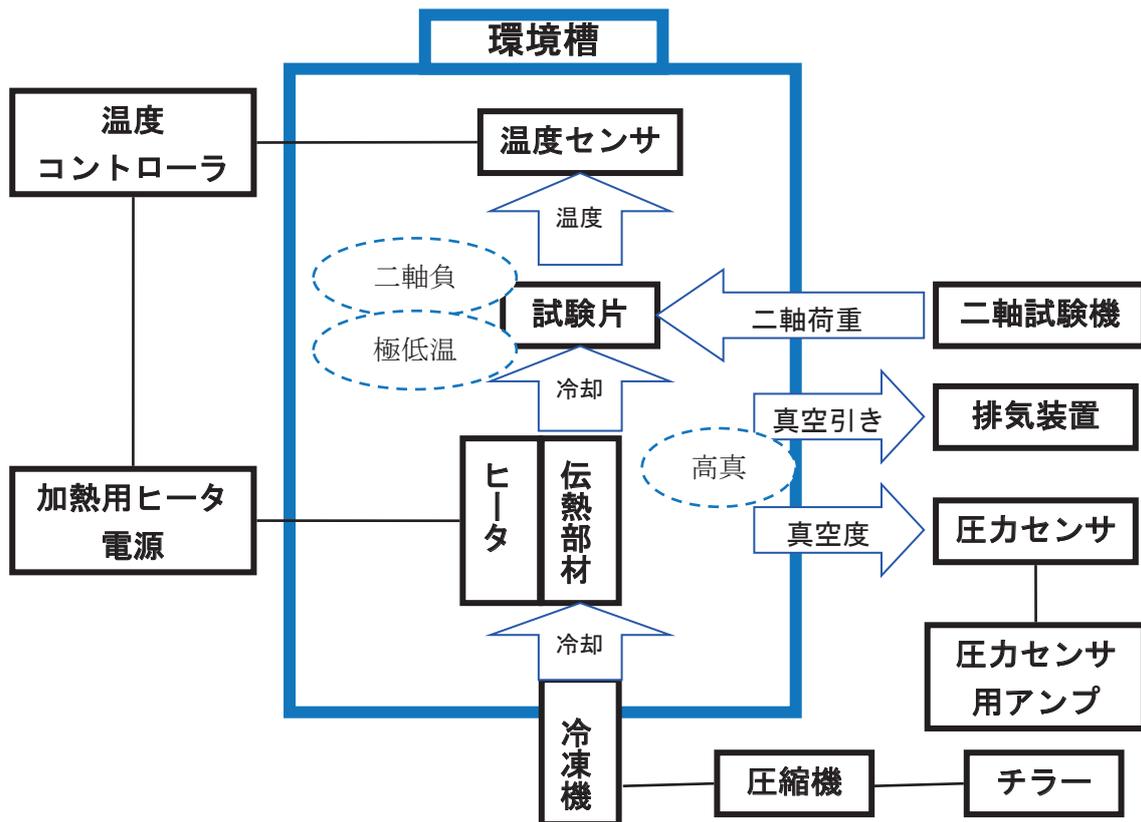


図 2.1 極低温環境槽概要

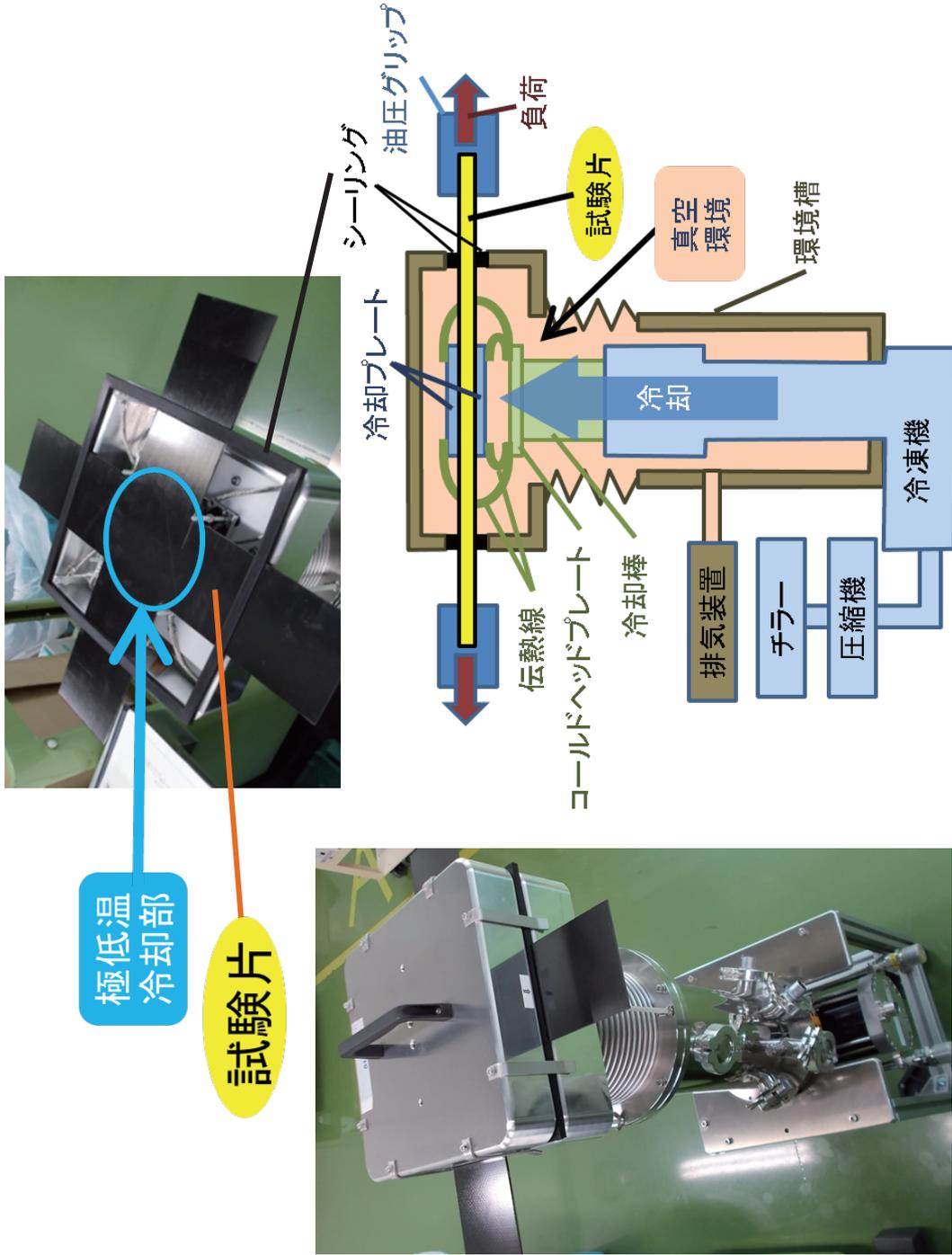


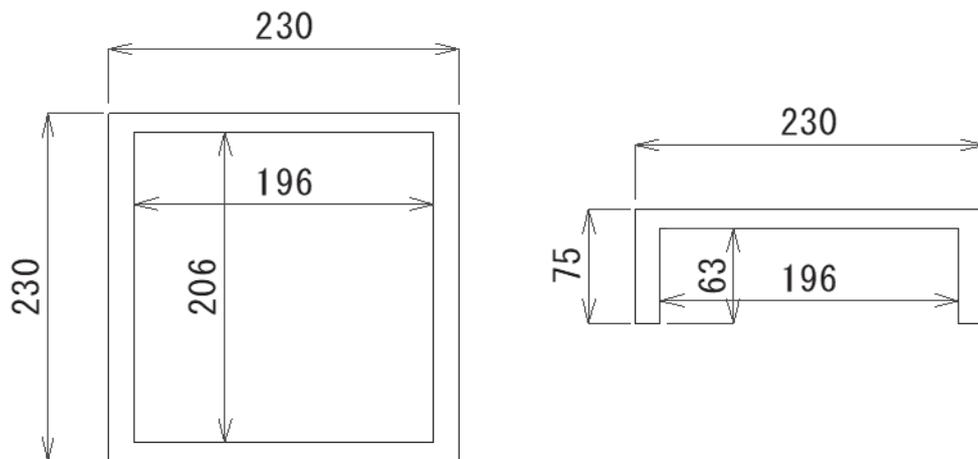
図 2.2 試験片の冷却と負荷の概要

2.2 接着シール

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ていた。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。対象とした CFRP 試験片の寸法は、板厚 2mm、長さ 400mm、幅 80mm である。図 2.3 に示すシーリング用ニトリルゴムを用意し、図 2.4 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。

図 2.3 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した。中央面用のニトリルゴム(図 2.3(b))は、試験片と同じ厚さにする必要がある。本試験では厚さ約 2mm の CFRP 積層板を用いるため、中央面用のニトリルゴムの厚さを 2mm とした。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 2.5(a)および(b)にそれぞれシーリング付き試験片の寸法と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 2.3 シーリング用ニトリルゴム(単位 : mm)

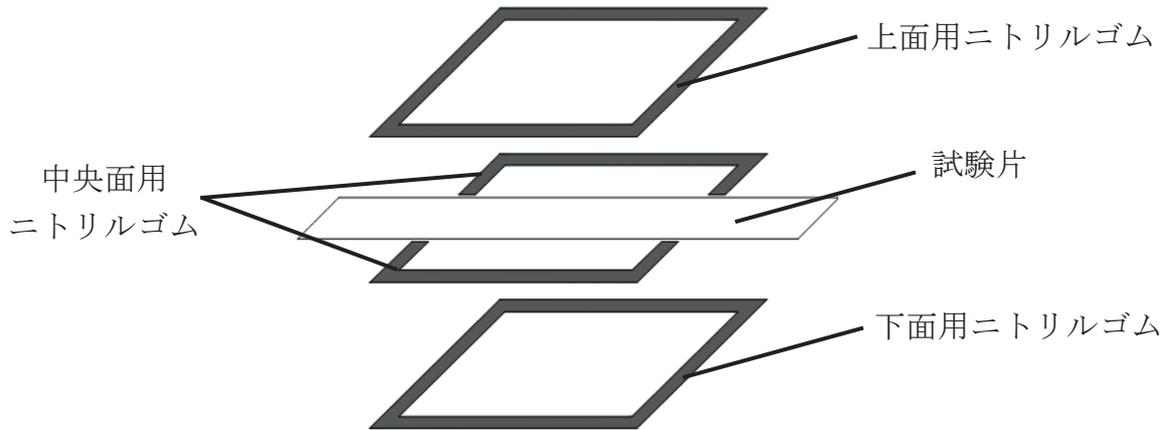
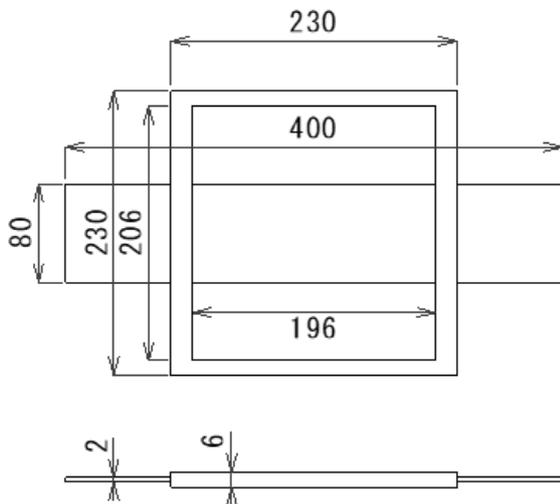
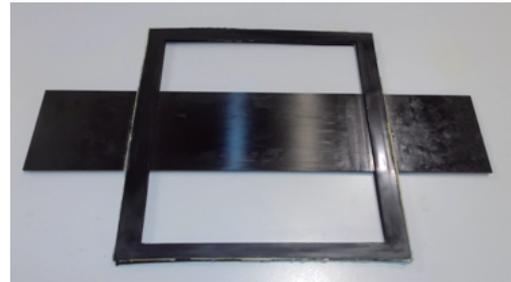


図 2.4 試験片へのニトリルゴム接着概要図



(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 2.5 シーリング付き試験片の寸法と写真

2.3 温度調節システム⁵⁾

温度調節システムは、図 2.6 に示すように、温度センサ、温度コントローラ、中継ボックス、加熱用ヒータ電源、ヒータ、ヒータと電源の間のスイッチより構成されている。温度センサは環境槽内にあり、冷却プレートなどに取り付けられている。ヒータは環境槽内のコールドヘッドプレートに内蔵されている。温度センサは、2 チャンネルあるが、温度コントロールに用いるセンサは 1 つのみであり、事前に温度コントロールに用いる温度センサを設定する。本試験では上側冷却プレートに取り付けられている温度センサを温度コントロール用センサとした。加熱用ヒータ電源は、温度コントローラから発生する電圧(0~10V)に比例した出力電圧(0~80V)を出力するように設定されている。温度コントローラでは、電圧出力の PID 制御、または加熱率設定(電圧出力設定)を行う。PID 制御では、目標温度を温度コントロ

ーラに設定し、目標温度より実温度が低い場合には、温度コントローラより電圧が加熱用ヒータ電源に出力され、ヒータが発熱する。加熱率設定を行う場合は、加熱率を温度コントローラに設定する。

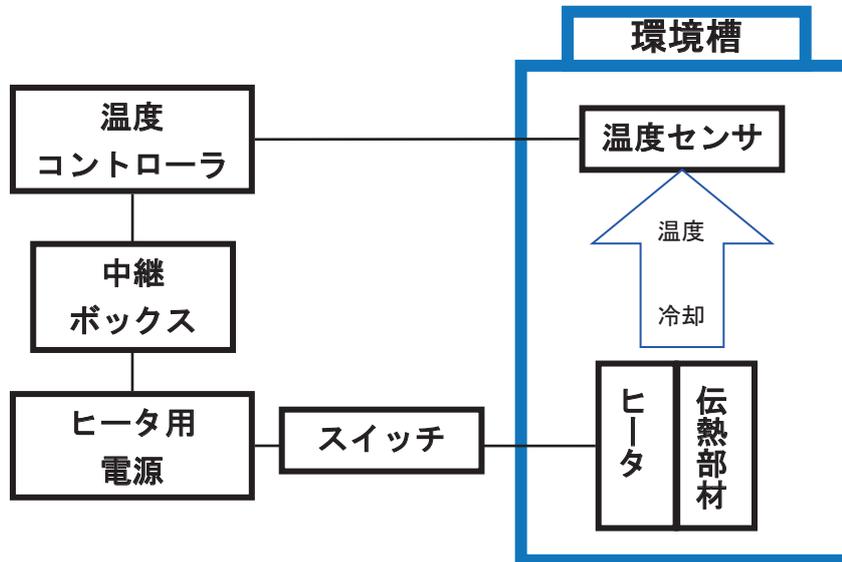


図 2.6 温度調節システム概要

2.4 ひずみ測定方法

極低温用ひずみ測定システムの概要を図 2.7 に示す。環境槽内は断熱のため真空に保たれる必要があるため、ひずみゲージのリード線は真空用コネクタを介し、外部と電氣的に接続されている。ひずみ測定に用いたひずみゲージは東京測器研究所製極低温用ひずみゲージ CFCA3-350-11(350Ω)である。ひずみゲージは環境槽外部のブリッジボックス(東京測器研究所製 SB-351A)を接続し、ブリッジボックスは動ひずみ測定器(東京測器研究所製 DRA-101C)に接続されている。動ひずみ測定器は GP-IB で計測用計算機に接続されている。測定用ソフトウェアは、東京測器研究所製 Visual LOG を用いていた。

極低温用ひずみゲージは、東京測器研究所製極低温用接着剤 EA-2A を図 2.8 左図のように接着した。ひずみゲージには、リード線を図 2.8 右図のようにはんだ付けにより接続した。極低温環境槽内には外部と電氣的な接続ができる接続用コネクタを設けており、そのためのコネクタにリード線を取り付けた(図 2.9)。図 2.9 において試験片に張られているマスキングテープは試験前にはがした。従来の冷却プレート(図 2.10(a))では、ひずみゲージによる測定ができないので、図 2.10(b)に示す有孔冷却プレートを製作した。無孔冷却プレートでは温度センサを取り付けるねじ穴が中央に一つ設けられているが(図 2.10(a))、有孔冷却プレートでは孔の周りに 4 か所ねじ穴を設けている(図 2.10(b))。ひずみゲージは冷却プレートの穴部の縁に接触する可能性があるため、図 2.8 右図のように東京測器研究所製コーティング剤 K-1 により保護した。有孔冷却プレートとひずみゲージを取り付けた試験片を二軸試験機及び極低温環境槽に設置した状態を図 2.11 に示す。測定したひずみ量は、図 2.12 に示すような温度によるゲージファクター補正データに基づいて補正を行った。

極低温環境槽を用いた負荷では、極低温環境槽内の真空環境や冷却プレートの取り付け等がひずみの

測定値に影響を及ぼす可能性がある。そのため、常温において試験片に環境槽および冷却プレート等を取り付けた場合と、取り付けない場合についてひずみを測定し、取得した弾性率の比較を行い問題ないことを確認した。弾性率は JIS7161 プラスチック-引張特性の試験規格に基づき、 $500\ \mu\epsilon$ から $2500\ \mu\epsilon$ のひずみを用いて算出した。片側のグリップの負荷速度は 0.5mm/min であるが、両側の油圧グリップが変位するため、トータルの負荷速度は 1.0mm/min である。ひずみ値は裏と表のひずみゲージ出力の平均とした。

図 2.13 に環境槽無しで測定した場合と、環境槽を用いて測定した場合の応力ひずみ曲線を示す。環境槽を取り付けた場合は、試験片評価部は真空引きをした状態で測定を行った。このように測定した弾性率とポアソン比の値を表 2.1 に示す。その結果、環境槽の有無は複合材料の弾性定数の測定に影響を与えないことが明らかとなった。

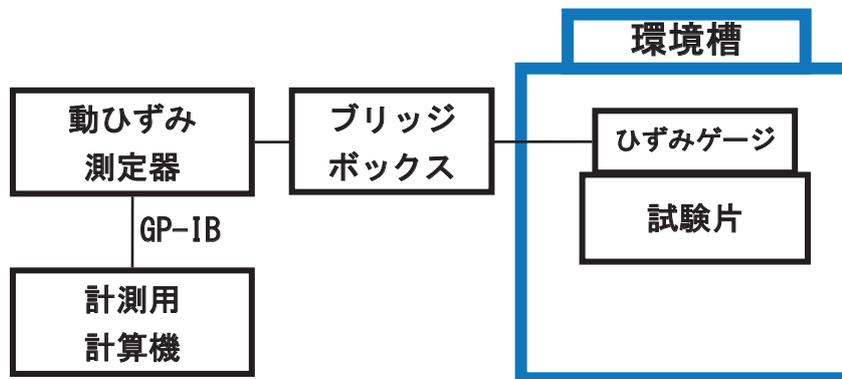


図 2.7 ひずみ測定システム概要

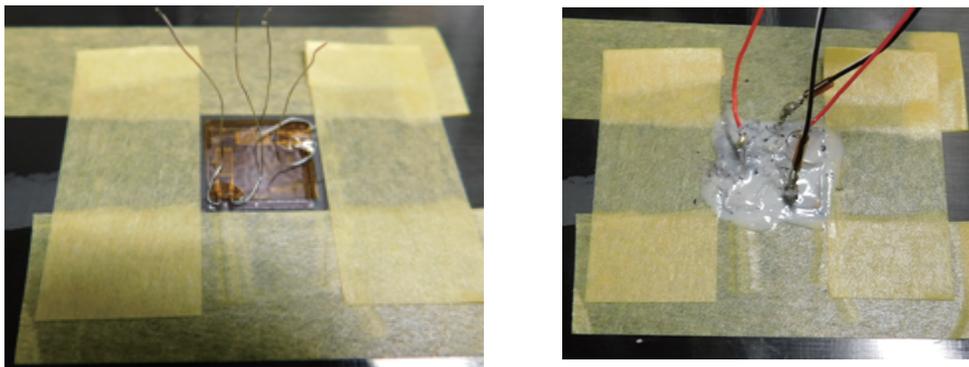


図 2.8 接着されたひずみゲージ(左：ひずみゲージ接着、右：ひずみゲージ保護およびリード線取り付け)

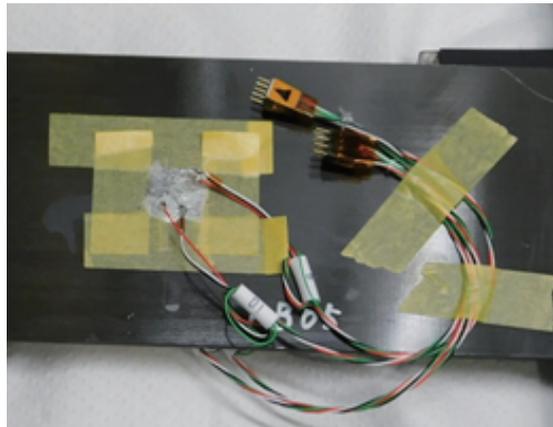
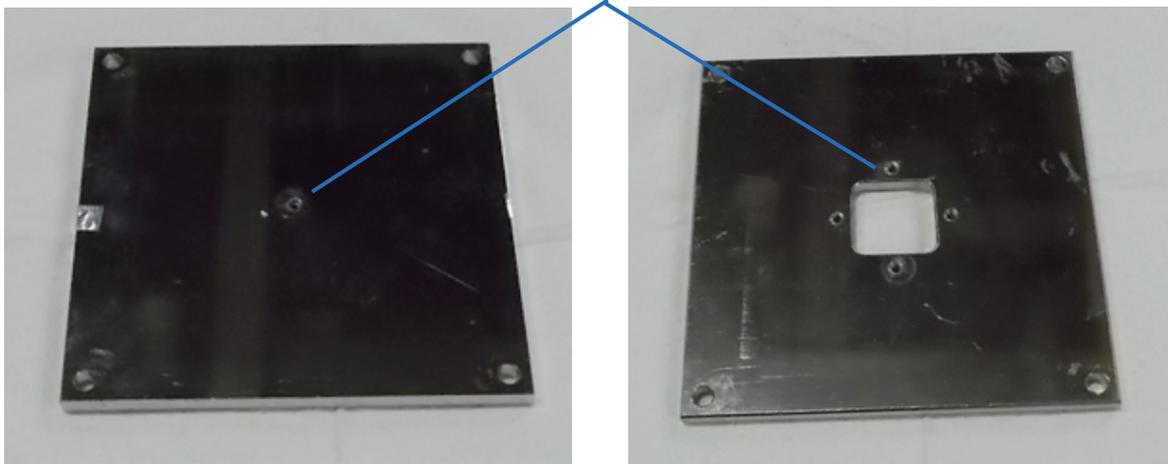


図 2.9 コネクタへを取り付けたひずみゲージ

温度センサ取り付け用ねじ穴



(a) 無孔冷却プレート

(b) 有孔冷却プレート

図 2.10 従来型とひずみ測定用の冷却プレート



図 2.11 極低温環境槽内でのひずみ測定(有孔冷却プレート使用)

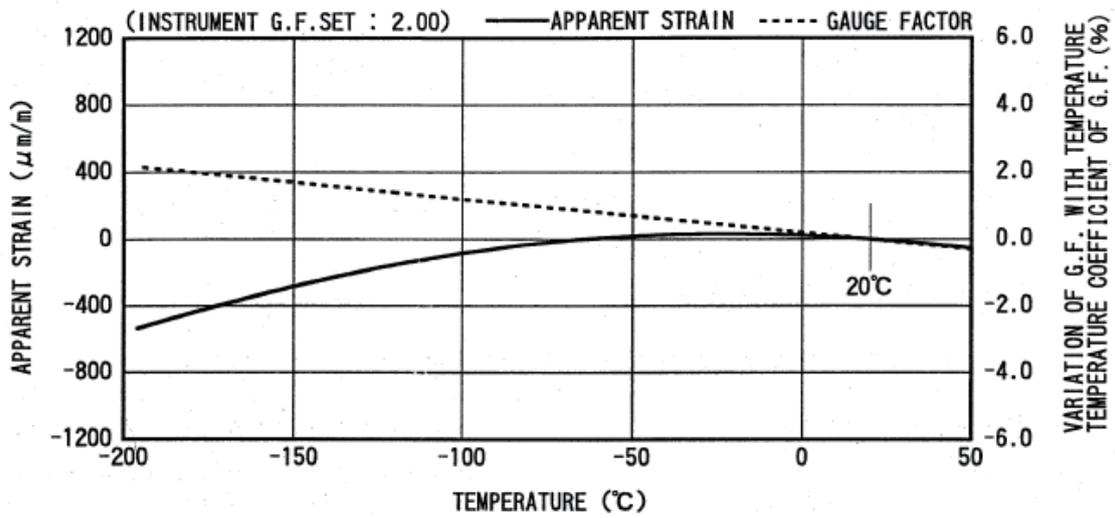
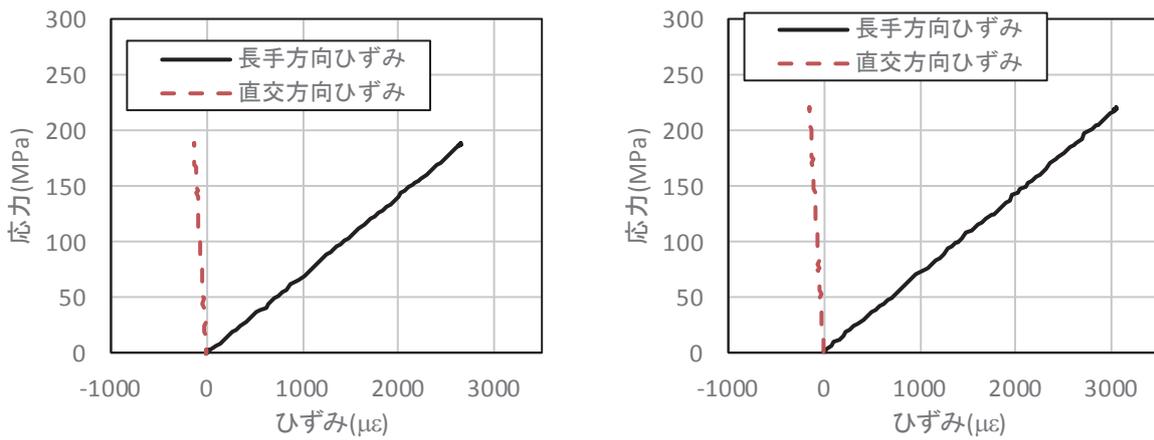


図 2.12 温度によるゲージファクター補正(東京測器製極低温ひずみゲージ CFCA3-350-11 データシートより)



(a) 環境槽無しで測定(常圧中)

(b) 環境槽内で測定(真空中)

図 2.13 常温における応力ひずみ線図(A2 試験片)

表 2.1 環境槽を用いない場合(常圧)と用いた場合(真空)で測定した弾性率及びポアソン比

試験片	温度	環境	回数	弾性率(GPa)	ポアソン比
A2	常温	常圧	1	70.88	0.051
			2	71.40	0.048
		真空	1	71.22	0.052
			2	70.54	0.049
			3	71.47	0.050

2.5 X線探傷

冷却や負荷後の複合材料中に発生した損傷を X 線により確認した。負荷後の CFRP 試験片中の損傷に造影剤を浸透させ、損傷を X 線フィルムに撮影し、フィルムスキャナでデジタルデータとして取り込んだ。取り込んだ損傷画像は、コントラスト等の調整を行い、クラック密度の計算に用いた。

本試験では、ヨウ化亜鉛溶液を造影剤として用いた。ヨウ化亜鉛溶液の成分を表 2.2 に示す。造影剤は、負荷や冷却ののち、試験片自由端に塗布し、試験片表面についての造影剤などは有機溶剤などで除去した。造影剤を損傷に浸透させた複合材試験片は、富士フィルム製 X 線フィルム IXFR(12x165.cm)に松定プレシジョン製 X 線ジェネレータ XF18-90-01(最大出力 18W, 90kV)(図 2.14)を用いて撮影した。X 線フィルムは朝日レントゲン製 X 線フィルム自動現像機 Max-RHEIN MR-SE-2 を用いて現像した。現像機の現像液温度は 30℃、定着液温度は 28℃、現像スピードは 2.6 分とした。

現像後のフィルムは、スキャナによりネガポジ反転せずに解像度 1200dpi、グレー8bit 階調でデジタルデータとして取り込んだ。板厚約 2mm の CFRP の X 線探傷のために、最適な X 線照射条件(照射時間、出力)を求めた。X 線の出力は 16W、80kV とし、照射時間を変化させてデータを取得し、最終的な照射時間を決定した。X 線源とフィルムまでの距離は約 67cm である。照射時間は、60 秒、100 秒、120 秒、140 秒、160 秒、180 秒の 6 条件で撮影した。損傷試験等を実施する試験片と同じ東邦テナックス社製 CF/エポキシ樹脂複合材 HTA/#101 を材料とし、積層構成が (0₄/90₄)_s である試験片を用いて撮影条件を設定した。試験片は中央 90 度層が厚いため、成型段階で樹脂割れが発生しており、無負荷の試験片に造影剤塗布し、X 線照射を行った。図 2.15 に樹脂割れの撮影例を示す。

表 2.2 造影剤成分

材料	分量
ヨウ化亜鉛(ZnI ₂)	30g
蒸留水	5cc
エタノール	5cc
界面活性剤*	5cc

*:富士フィルム製ドライウェル 1cc を蒸留水 200cc に溶かしたもの



図 2.14 X 線発生装置(松定プレシジョン製 XF 18-90-01)

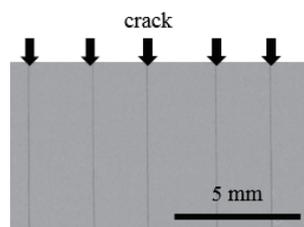


図 2.15 樹脂割れの撮影例

撮影したフィルムをもとに樹脂割れ部と損傷がない部分の輝度差と照射時間の関係を図 2.16 に示す。輝度差が大きいほど樹脂割れが識別しやすくなり、最も輝度差が表れた条件は照射時間が 120 秒の場合であったため、本試験における CFRP 試験片中の樹脂割れの探傷では、照射時間 120 秒に決定した。

フィルムに撮影された損傷はそのままでは明瞭に確認できないため、画像処理を施した。画像処理は画像ビューアソフト Irfan VIEW を用いてコントラスト調整、二値化を行った。まず、コントラスト補正により明暗をはっきりさせる。色の明暗差を高めるため、引き延ばしによる補正を行う。画像の最小輝度値と最大輝度値をもとに、その間の輝度値を出力画像において表示できる輝度値範囲に広げた。輝度値の変換関数は次のようになる。

$$g = \frac{g_{max} - g_{min}}{f_{max} - f_{min}} (f - f_{min})$$

ここで、各文字の定義は以下 f_{min} の通り。

f : 入力画像の輝度値

f_{min} : 入力画像中の輝度値の最小値

f_{max} : 入力画像中の輝度値の最大値

g : 出力画像の輝度値

g_{min} : 出力画像中で表示できる輝度値の最小値

g_{max} : 出力画像中で表示できる輝度値の最大値

図 2.17 にコントラスト補正前後の画像例を、図 2.18 にコントラスト補正前後における画像のヒストグラムを示す。輝度値範囲を広げたコントラスト補正後の画像は、輝度がヒストグラム全体に広がり、画像の明暗の差がはっきりし、損傷がよりはっきり見える。コントラスト補正をせずに二値化した例とコントラスト補正を行った後に二値化した例を図 2.19 に示す。補正を行うことにより、よりクラックが明確に確認できることが分かる。スキャンした画像とコントラスト補正及び二値化を行った画像例を図 2.20 に示す。図 2.20 より、画像処理が効果的なクラックの確認に有効であることが分かる。

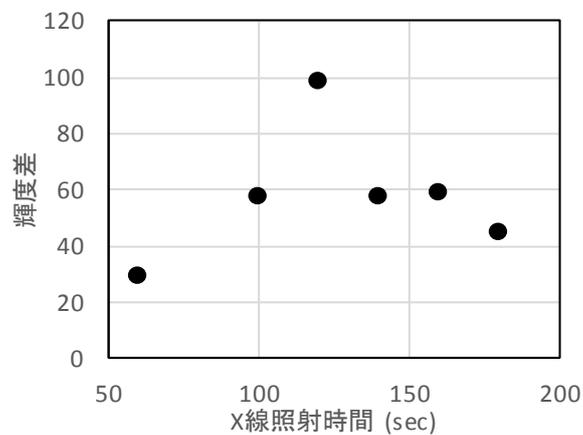


図 2.16 X 線照射時間と輝度差(白黒 256 階調の差)

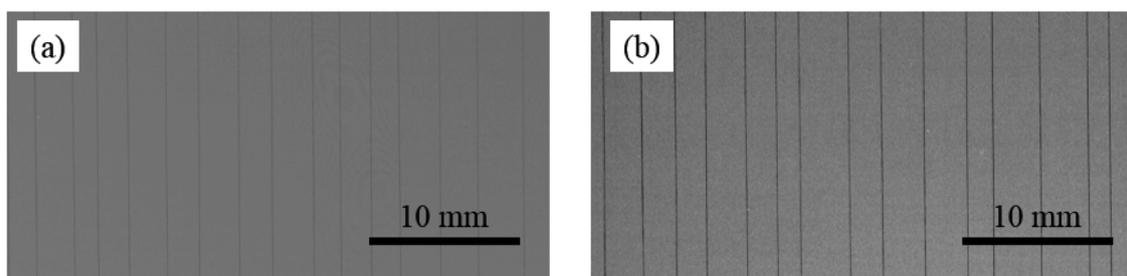


図 2.17 損傷画像のコントラスト調整((a)調整前, (b)調整後)

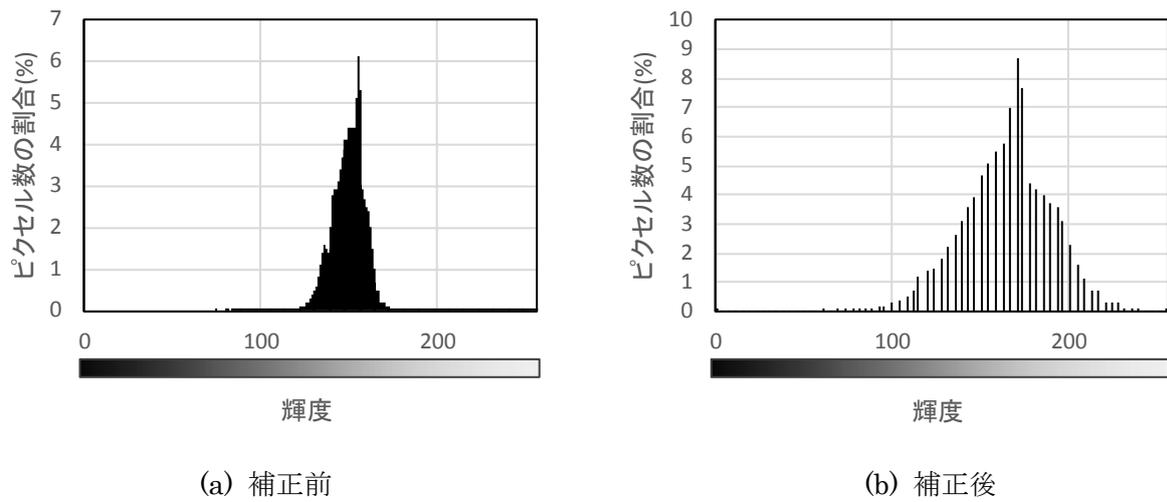


図 2.18 補正前後の輝度の割合(輝度：256 階調)

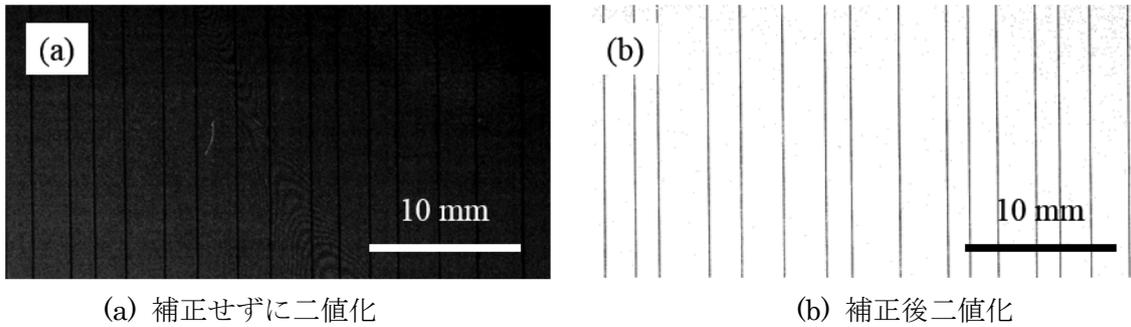


図 2.19 亀裂損傷画像の二値化

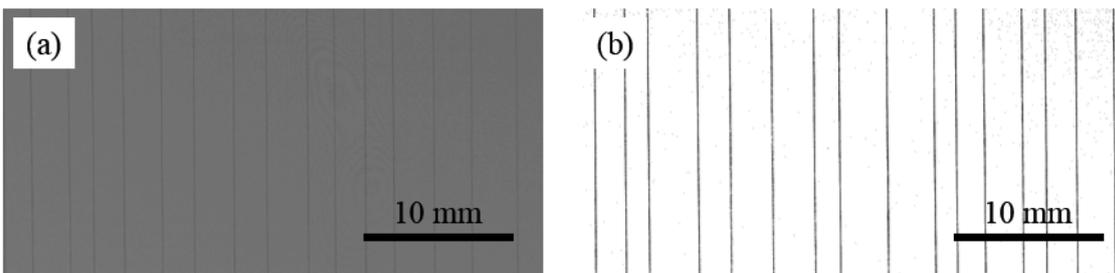


図 2.20 損傷画像の画像処理 ((a) 画像処理前, (b) 画像処理後)

3 試験結果

3.1 複合材料試験片

本試験においては、東邦テナックス社製 180°C硬化型炭素繊維エポキシ複合材料 HTA/#101 を材料とし、図 3.1 に示す形状と寸法に加工した試験片を用い、試験片の積層構成は、(0/90)₄S、(0₂/90₂)₂S、(0₄/90₄)_S

の16層積層である。冷却領域は図3.1に示す中央80mm×80mmである。表3.1に各試験片、積層構成、実施試験をまとめた。部分付加試験においては、部分負荷ごとに試験機から試験片を取り外し、造影剤塗布後X線写真撮影を行い、マトリックスクラックの負荷によるクラック密度の増加データを取得した。ひずみ測定試験および破壊試験においては極低温用ひずみゲージを貼付し、ひずみデータを測定し、弾性率を算出した。

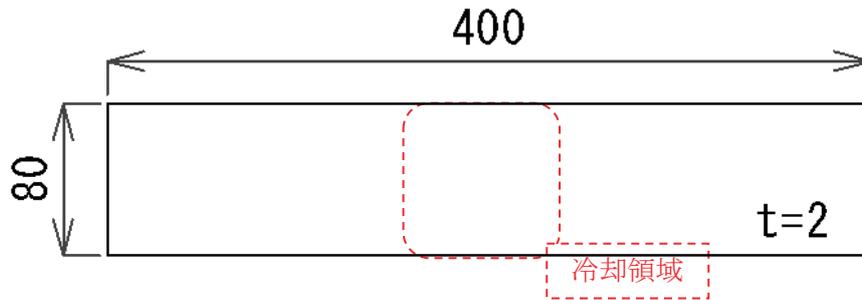


図 3.1 短冊型試験片(単位:mm)

表 3.1 試験片の積層構成と試験タイプ

試験片	積層構成	平均幅 (mm)	平均厚さ (mm)	試験タイプ	試験温度
A1(KB02)	(0/90) _{4S}	80.09	2.10	部分負荷損傷試験	室温
B1(MF03)	(0 ₂ /90 ₂) _{2S}	80.08	2.04	部分負荷損傷試験	室温
C1(MG08)	(0 ₄ /90 ₄) _S	80.09	2.10	部分負荷損傷試験	室温
B2(MF04)	(0 ₂ /90 ₂) _{2S}	80.07	2.09	部分負荷損傷試験	極低温
B3(MF05)	(0 ₂ /90 ₂) _{2S}	80.09	2.05	部分負荷損傷試験	極低温
B4(MF06)	(0 ₂ /90 ₂) _{2S}	80.08	2.03	部分負荷損傷試験	極低温
B5(MF08-1)*	(0 ₂ /90 ₂) _{2S}	80.10	2.03	無負荷冷却試験	極低温
A2(KB05)	(0/90) _{4S}	80.06	2.04	ひずみ測定試験	常温
				破壊試験	常温
A3(KB06)	(0/90) _{4S}	80.07	2.10	ひずみ測定試験	常温
				破壊試験	常温
A4(KB07)	(0/90) _{4S}	79.92	1.90	ひずみ測定試験	極低温～常温
				破壊試験	極低温
A5(JE03)	(0/90) _{4S}	80.2	2.10	部分負荷損傷試験	室温

*:試験片長さ 180mm

3.2 接着シーリングの密閉度

従来の金型で試験片に直接成型していたシーリングを、接着シーリングに変更した。接着シーリングによる密閉度を確認するため、真空引きを行ったデータを取得した。図 3.2 に真空引き後の圧力と時間の関係を示す。接着シーリングのデータと比較するため図 2.3(a)に示すシーリングのみのデータも図 3.2 に示す。真空引きは 20Pa まではロータリーポンプでおこない、圧力がおおよそ 20Pa に到達後ターボ分子ポンプを起動している。冷却開始圧力の目安である 2Pa までの到達時間は、シーリング単体で 30 分程度、接着シーリングで 40 分程度であり密閉度は問題ないことが確認された。

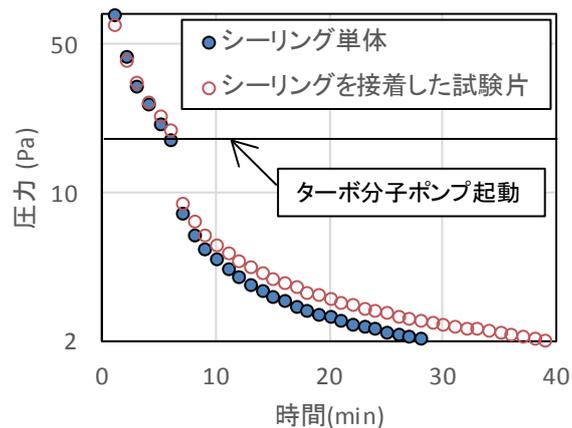


図 3.2 シーリング単体と試験片へ接着したシーリングの真空排気時の圧力変化

3.3 試験片評定部温度

極低温試験では、冷却プレートに取り付けた温度センサにより温度を測定していたが、これまで冷却プレートに挟まれた積層板の温度を測定が直接行われてはいなかった。試験片の温度を直接測り、冷却プレートに挟まれた試験片が冷却プレートと同じ温度になっていることを確認した。図 3.3 に試験片の温度測定の概略図を示す。通常の冷却プレートでは、試験片評定部に直接温度センサを取り付けることができないため、下側の冷却プレートのみ試験片評定部への温度センサ取り付け用の孔を設けた冷却プレートを使用した。上面側冷却プレートは従来通り温度センサを冷却プレートへねじ止めし、試験片には下側から温度センサを取り付けた。試験片への温度センサの間には M&I Materials Limited 社製 Apiezon-M を塗布し、温度センサ上側からアルミテープで固定した。

試験片 A5 を用いて測定した温度の時間履歴を図 3.4 に示す。冷却プレートと試験片の温度はほぼ差がなく冷却されていることが分かる。約 1 時間 30 分経過後の温度はおおよそ一定に達し、冷却プレートと試験片の温度は 25K 以下となり、その差は約 2K 程度となった。このことより、冷却プレートと試験片の温度差はあまりなく、おおよそ冷却プレートの温度を試験片評定部の温度とみなせることが分かった。

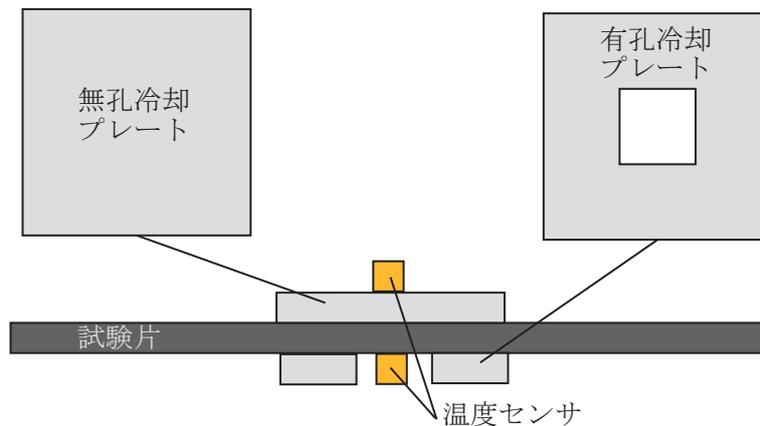


図 3.3 試験片の直接温度測定

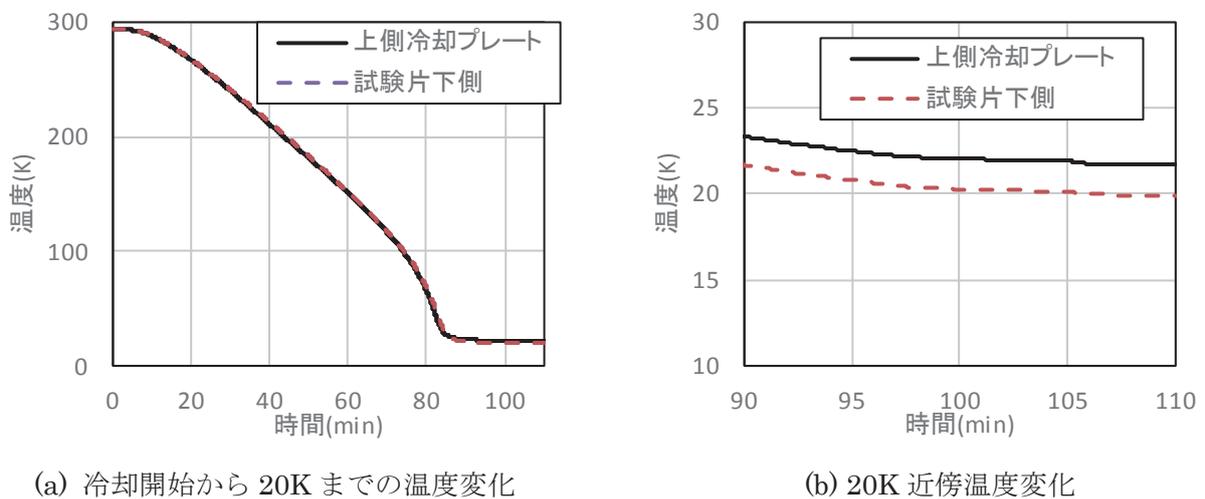


図 3.4 冷却プレート温度と試験片温度の比較(試験片 A5)

3.4 温度調節結果

本試験においては、温度調節システムを用いて設定した温度に温度を調節し、その温度において負荷を行う試験も実施した。負荷試験に先立ち、温度調節システムによる温度調節の安定性などを確認した。温度調節の確認には、PID 制御による温度調節には試験片 A5、加熱率設定による温度調節には試験片 A4 を用いた。PID 制御では、P を 86.4(%)、I を 8.9(%)、D を 100(%)とした。また、温度センサは上側と下側の冷却プレートにねじ止めした。

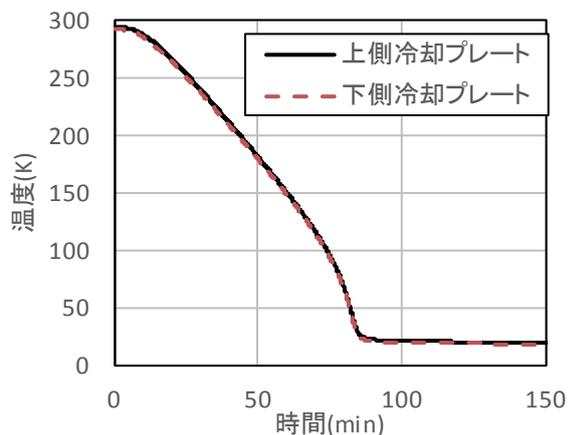
図 3.5 に温度調節をせずに冷却した温度の時間履歴を示す。上側と下側の冷却プレートの温度差は 2K 以内であり、両冷却プレートとも 20K 以下となった。その後、温度調節を行った温度の時間履歴を図 3.6 に示す。PID 制御による温度調節は上側冷却プレートの温度センサに対して行った。図 3.6 は温度設定を 40K と 80K とし、PID 制御した場合のデータである。40K に設定した場合は温度が一定となったが、80K にした場合は温度の振幅が収まらなかった。

加熱率設定による温度調節による結果を図 3.7(1 回目)および図 3.8(2 回目)に示す。図 3.7(a)は温度を

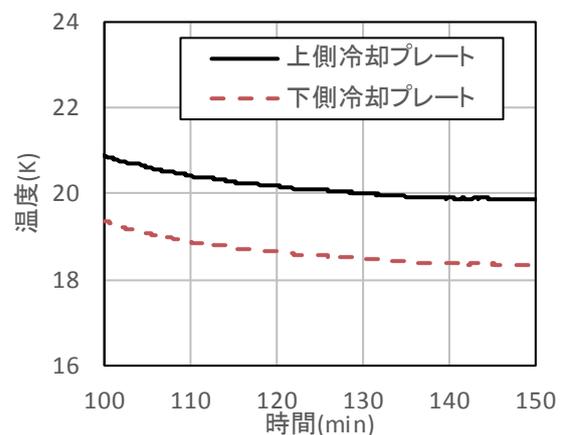
低下させながらの温度調節、図 3.7(b)は温度を上昇させながらの温度調節の結果である。温度調節の評価において、引っ張り試験の時間を勘案し、15 分間に冷却プレートの温度変化が $\pm 1\text{K}$ 以内となった状態を定常状態とした。図 3.9 に 2 回目冷却温度低下時(図 3.8)のヒータ出力 60.6%の時の温度変化を示す。15 分間にわたり温度変化が 0.5K 以下であることが分かる。

1 回目と 2 回目の冷却での温度調節のヒータ出力と定常温度の関係を表 3.2 に示す。1 回目と 2 回目でヒータ出力と温度の関係がわずかながらに代わっていることが分かる。このずれは、冷却プレートの取り付けが蝶ねじを手締めで取り付けるため、締め付け具合などのばらつきが発生していることも原因の一つである。

図 3.7 および図 3.8 の実験に加えて、追加試験を行ったデータを加え、加熱率と安定した温度の実測値の関係を図 3.10 にプロットした。同じ加熱率でも、安定した温度がばらついていることが分かる。図 3.10 の実測値に沿って近似曲線を求めた。この近似曲線により、目標温度に対する大まかな加熱率を計算することができる。実際の試験では、図 3.10 により初期の加熱率を定め、目標温度近くに実測値が到達したら、微調整を行い目標温度に近づける操作を行う必要がある。

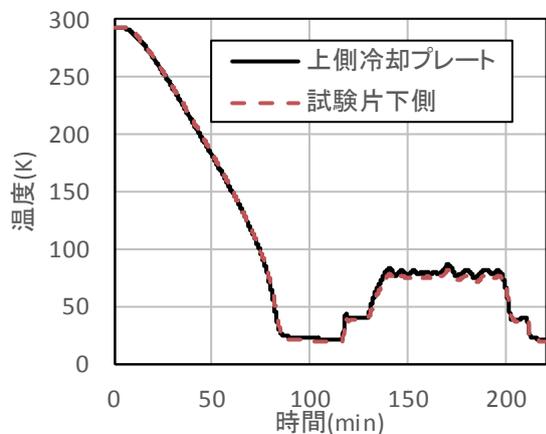


(a) 冷却開始から 20K までの温度変化

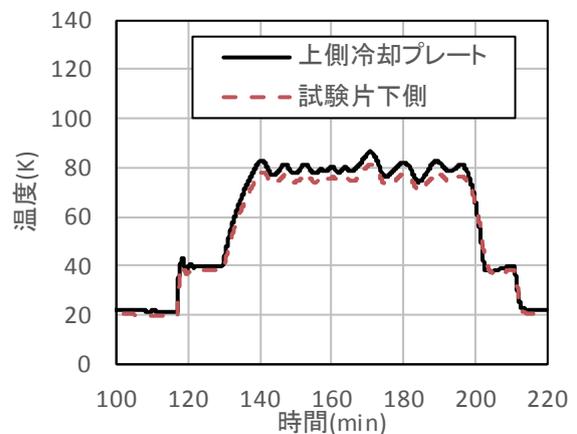


(b) 20K 近傍温度変化

図 3.5 冷却時の上下の冷却プレート温度(試験片 A5)

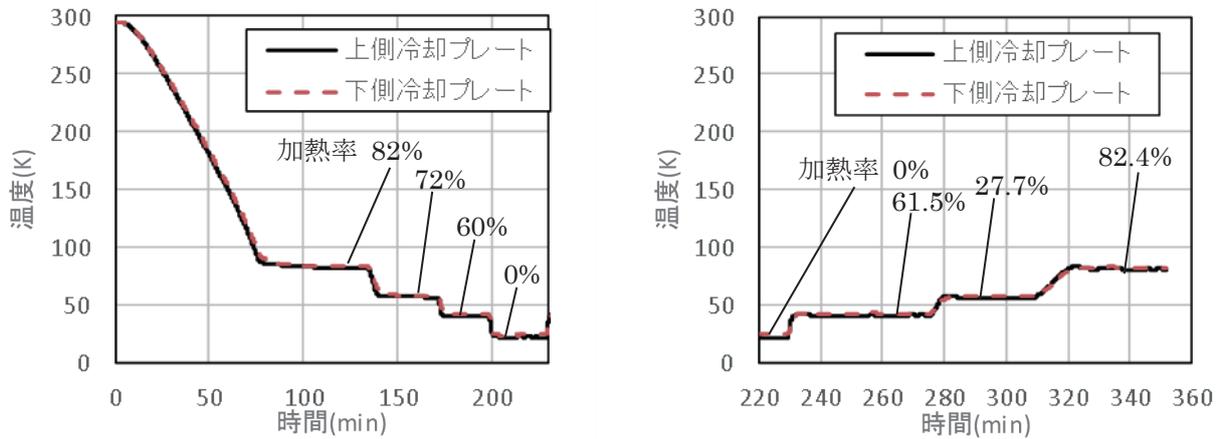


(a) 冷却開始から温度調整までの温度変化



(b) 温度調整時の温度変化

図 3.6 PID 制御による温度調整(試験片 A5)



(a) 温度低下時の温度調整

(b) 温度上昇時の温度調整

図 3.7 加熱率設定による温度調整(試験片 A4, 冷却 1 回目)

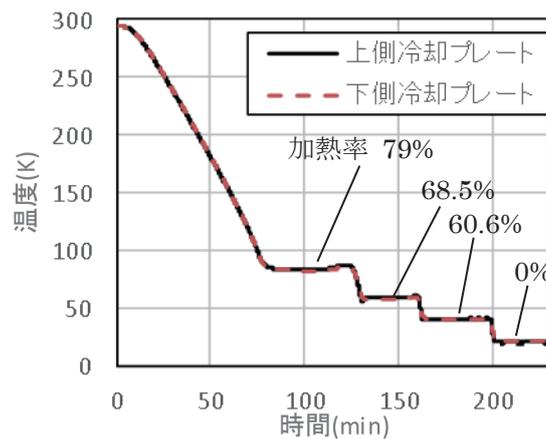


図 3.8 加熱率設定による温度調整(試験片 A4, 冷却 2 回目温度低下時)

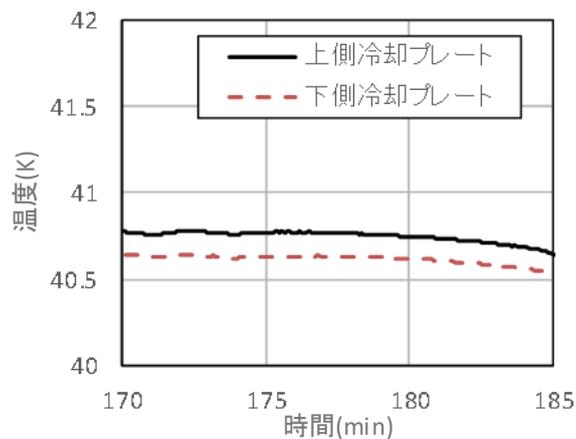
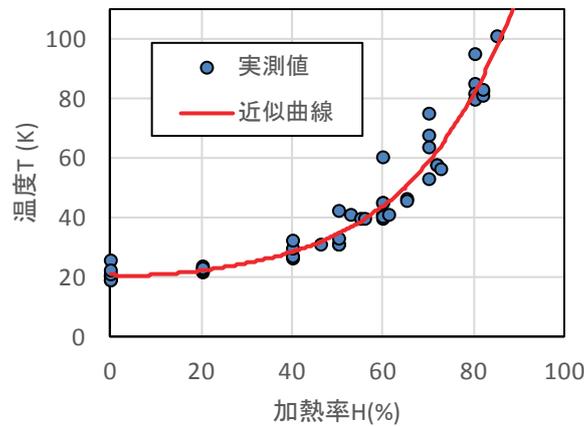


図 3.9 加熱率設定による温度調整(試験片 A4, 2 回目, 加熱率 60.6%)

表 3.2 ヒータ出力と温度の関係

(a)1回目温度低下時		(b)1回目温度上昇時		(c)2回目温度低下時	
ヒータ出力(%)	温度(K)	ヒータ出力(%)	温度(K)	ヒータ出力(%)	温度(K)
0	23.2	0	21.5	0	20.2
60	40.5	61.5	41	60.6	40.6
72	57.1	72.7	56.5	68.5	59.4
82	82.6	62.4	80.9	79	84.7

図 3.10 加熱率 H(%)と温度 T(K)の関係($T=2.3 \times 10^{-6}H^4+1.9 \times 10^{-4}H^3+0.011H^2-0.090H+21$)

3.5 弾性率に及ぼす温度の影響

弾性率に及ぼす温度の影響を実験的に取得した。弾性率は JIS7161 プラスチック-引張特性の試験規格に基づき、 $500 \mu\epsilon$ から $2500 \mu\epsilon$ のひずみを用いて算出した。片側のグリップの負荷速度は 0.5mm/min であるが、両側の油圧グリップが変位するため、トータルの負荷速度は 1.0mm/min である。

図 3.7(a)に示す 1 回目の冷却時に測定した各温度の応力-ひずみ曲線を図 3.12(a)から(e)に示す。また、2 回目の冷却時のひずみ測定及び追加試験のデータを含め、各温度での応力-ひずみ曲線より計算した各温度の弾性率とポアソン比を図 3.13 にプロットした。図 3.13(a)より温度の変化による弾性率の上昇はわずかにとどまっていることが分かる。CFRP のエポキシ樹脂が温度低下により剛性が上がっているが、弾性率に支配的である繊維の温度依存性が低いため、弾性率の温度低下による上昇が大きくなかったと考えられる。

材料定数測定のための負荷(ひずみ $2500 \mu\epsilon$ 以上)により、試験片が損傷している可能性が考えられた。試験片に樹脂割れ等が発生した場合、弾性率に影響を及ぼすため、負荷後の試験片に損傷が発生していないことを X 線探傷により確認した。極低温で負荷後、造影剤塗布し、軟 X 線で撮影を行った写真を図 3.14 に示す。図 3.14 より、材料定数を測定したレベルの負荷では損傷が発生していないことが分かり、測定した弾性率とポアソン比は、樹脂割れ等損傷の影響はないことが明らかとなった。

ひずみ測定において、リード線のついていないひずみゲージにはんだ付けでリード線を電氣的に接続

したが、試験片取り付け時に冷却プレートなどにぶつかった際に断線することが何度か発生し、問題となった。ひずみゲージの接続については、今後改善が必要である。

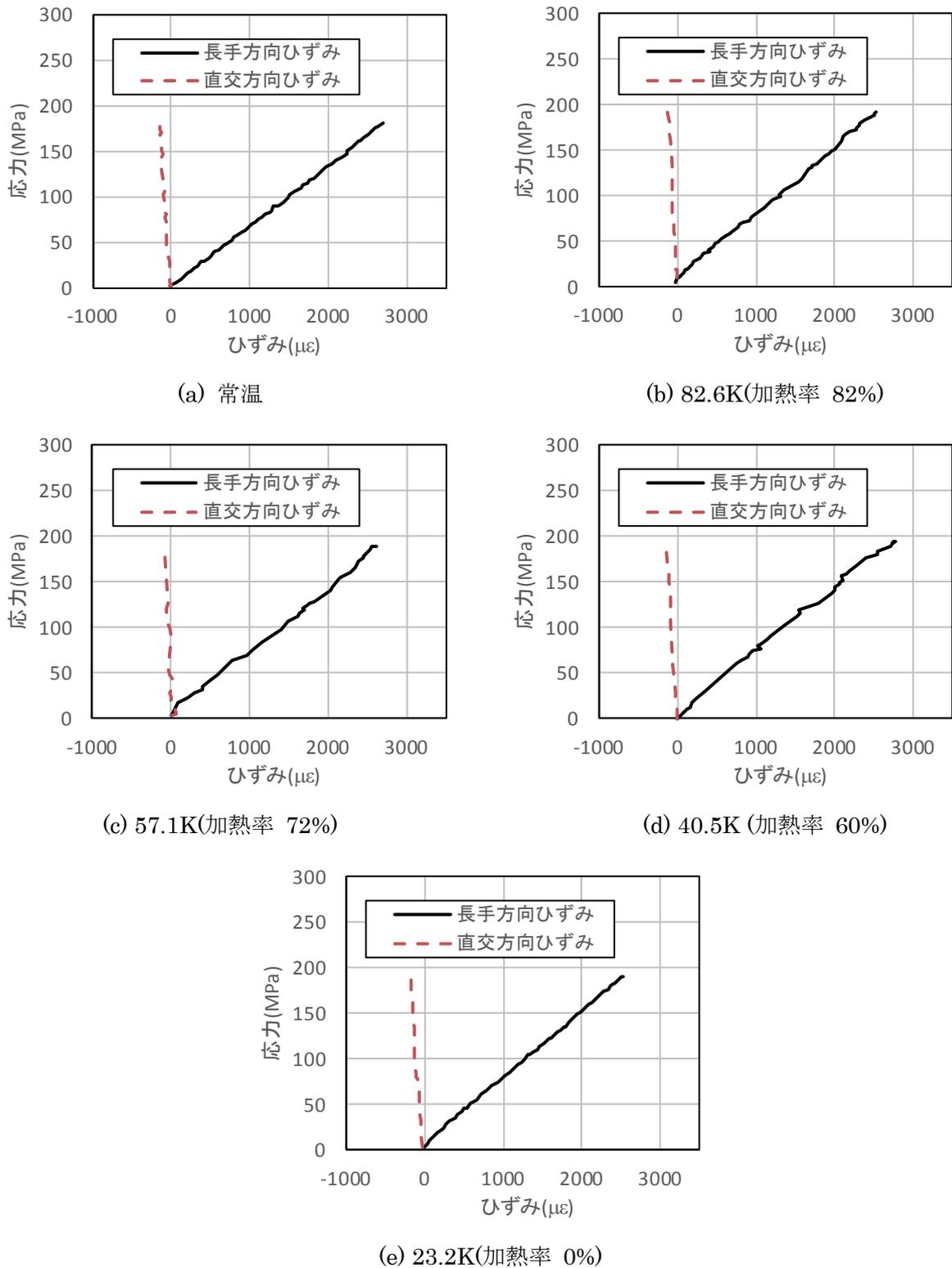


図 3.12 各温度における応力ひずみ線図(A4 試験片, 冷却 1 回目)

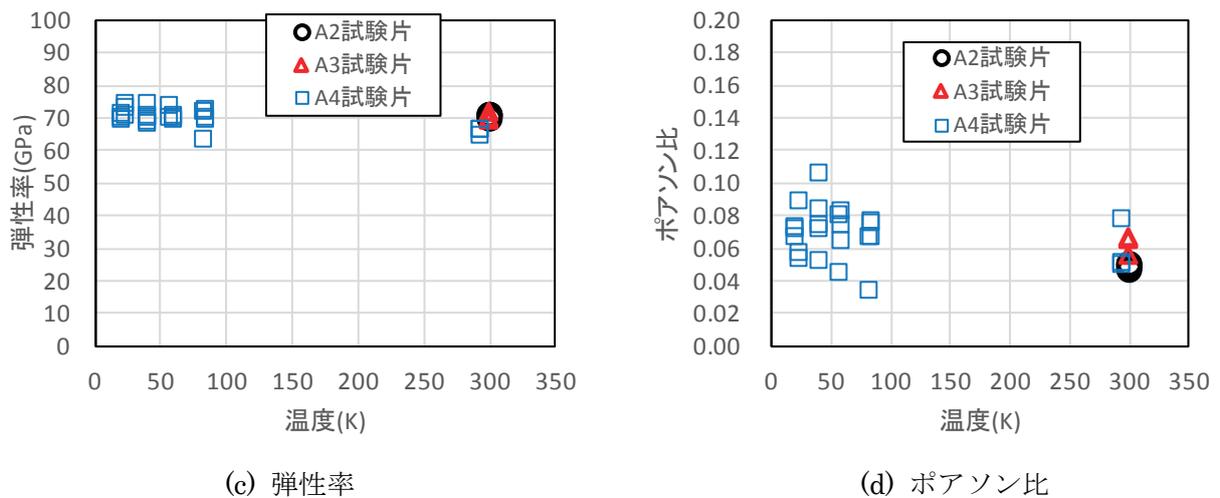


図 3.13 温度と材料特性の関係

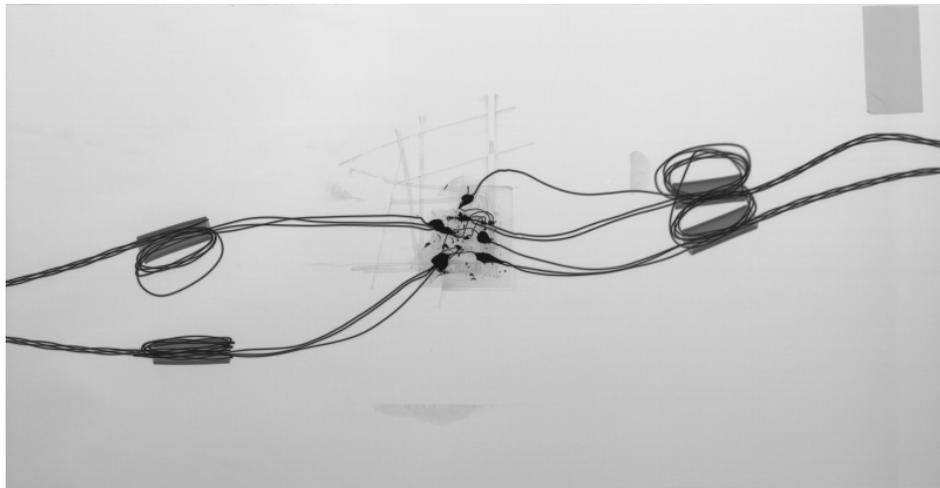


図 3.14 弾性率測定後の X 線写真(A4 試験片)

3.6 損傷発生に及ぼす温度の影響

常温における損傷試験の結果を示す。図 3.17 に 3 つの積層構成 (0/90)_{4s} (試験片 A1)、(0₂/90₂)_{2s} (試験片 B1)、(0₄/90₄)_s (試験片 C1) の常温での負荷による積層板中の損傷発生の様子を示す。積層構成(0₄/90₄)_s では成型した時点で損傷が発生していたが、負荷による損傷の増加はほとんど確認できなかった。同じ応力レベルで積層構成 (0/90)_{4s} と (0₂/90₂)_{2s} を比べると、90 度層の層厚の薄い(0/90)_{4s} で損傷が比較的小さいことが分かる。図 3.17 に示した常温での試験片への負荷とクラック密度の関係を図 3.18 に示す。図 3.18 において(0₄/90₄)_s (試験片 C1)は 400MPa 付近まで損傷の増加は確認できず、製造された時点で、損傷の発生がほぼ飽和していたと考えられる。図 3.18 において(0/90)_{4s} (試験片 A1)と(0₂/90₂)_{2s} (試験片 B1)、(0₄/90₄)_s (試験片 C1)を比較すると、初期損傷発生は 90 度層厚が厚い(0₂/90₂)_{2s} が低い荷重でクラックが発生することが分かる。

上記の三種類の積層構成 ((0/90)_{4s}、(0₂/90₂)_{2s}、(0₄/90₄)_s)の中で積層構成(0₂/90₂)_{2s}について、極低温での

損傷進展を評価した。表 3.1 に示す $(0_2/90_2)_2s$ 試験片 B2、試験片 B3、試験片 B4 をおよそ 20K の極低温に冷却した場合の損傷増加について、試験を行った。表 3.3 にそれぞれの試験での最大/最小温度、負荷荷重、負荷応力を示し、それぞれの試験片と負荷ごとに B2-200 のように試験名を付けた。表 3.3 における温度の最大と最小については、上下の冷却プレートの温度が負荷中に変動するが、その変動中の最大温度と最小温度である⁴⁾。極低温負荷後の B2 試験片の試験片中心からの距離によるクラック密度の分布を図 3.17 に示す。各点のクラック密度は 10mm の範囲に発生したクラック数を長さで割った値である。図 3.17 より中心から離れるほど、クラック密度が低下していることが分かる。図 3.4 より試験片の中心部分は冷却プレートとほぼ同じ温度であることが確かめられている。しかし、中心から離れるにしたがって、クラック密度が低下していることから、中心から離れるにしたがって試験片の局所的な温度が上昇していると考えられる。冷却プレートに覆われている範囲 -50mm から 50mm においても冷却プレートの端に近い部分でクラック密度が低下している。冷却プレートに覆われていても、冷却プレート端に近い部分は十分に冷却されていないと考えられる。そのため、それぞれの温度と負荷におけるクラック密度の計算は、冷却プレートとほぼ試験片の温度が同じとなっている試験片中心から算出することとし、各試験片の中心から-20mm から 20mm の範囲で計算を行った。

表 3.3 の各極低温試験後の損傷の発生状態を図 3.18 に示す。図 3.18 のデータよりクラック密度を計算し、極低温における負荷応力に伴うクラック密度の増加を図 3.19 にプロットした。図 3.19 には、比較のために常温におけるクラック密度の増加もプロットした。図中より、極低温においては常温に比べてはるかに低い応力でクラックの増加が確認された。 $(0_2/90_2)_2s$ 試験片では、負荷を加えず、極低温に冷却しただけで、クラックが発生したことが分かる。

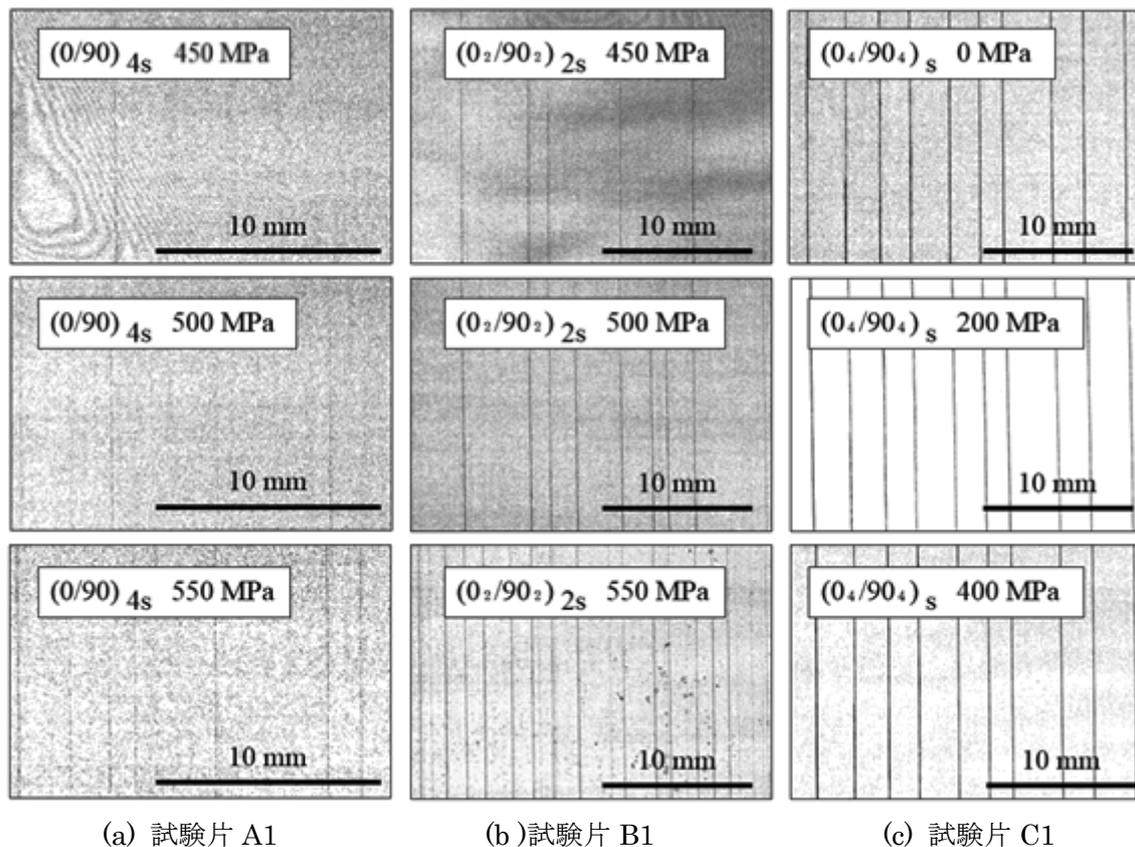


図 3.15 常温におけるクロスプライ積層板中の損傷発生

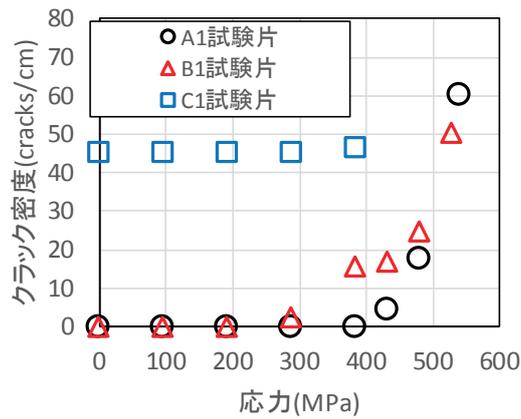


図 3.16 常温におけるクロスプライ積層板のクラック密度の増加

表 3.3 極低温試験における温度、引っ張り荷重、応力

試験	試験片	温度 (K)		負荷荷重 (kN)	負荷応力 (MPa)
		最少	最大		
B2-200	B2	18.42	19.61	32.4	193.7
B3-0	B3	18.74	20.44	0	0
B4-0	B4	18.44	19.55	0	0
B4-25		19.98	22.41	4.25	26.2
B4-50		21.38	26.04	8.15	50.2
B4-100		20.44	22.59	16.2	99.8

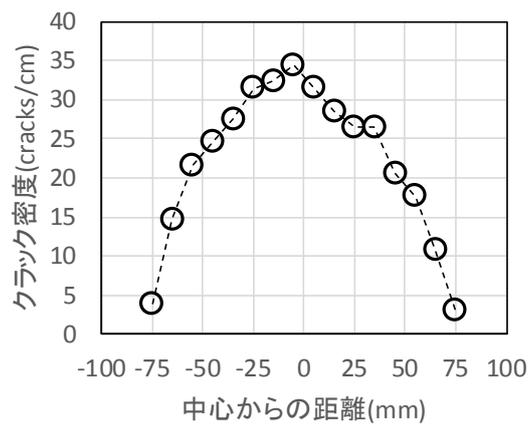


図 3.17 極低温におけるクラック密度分布(B2 試験片, 193.7MPa)

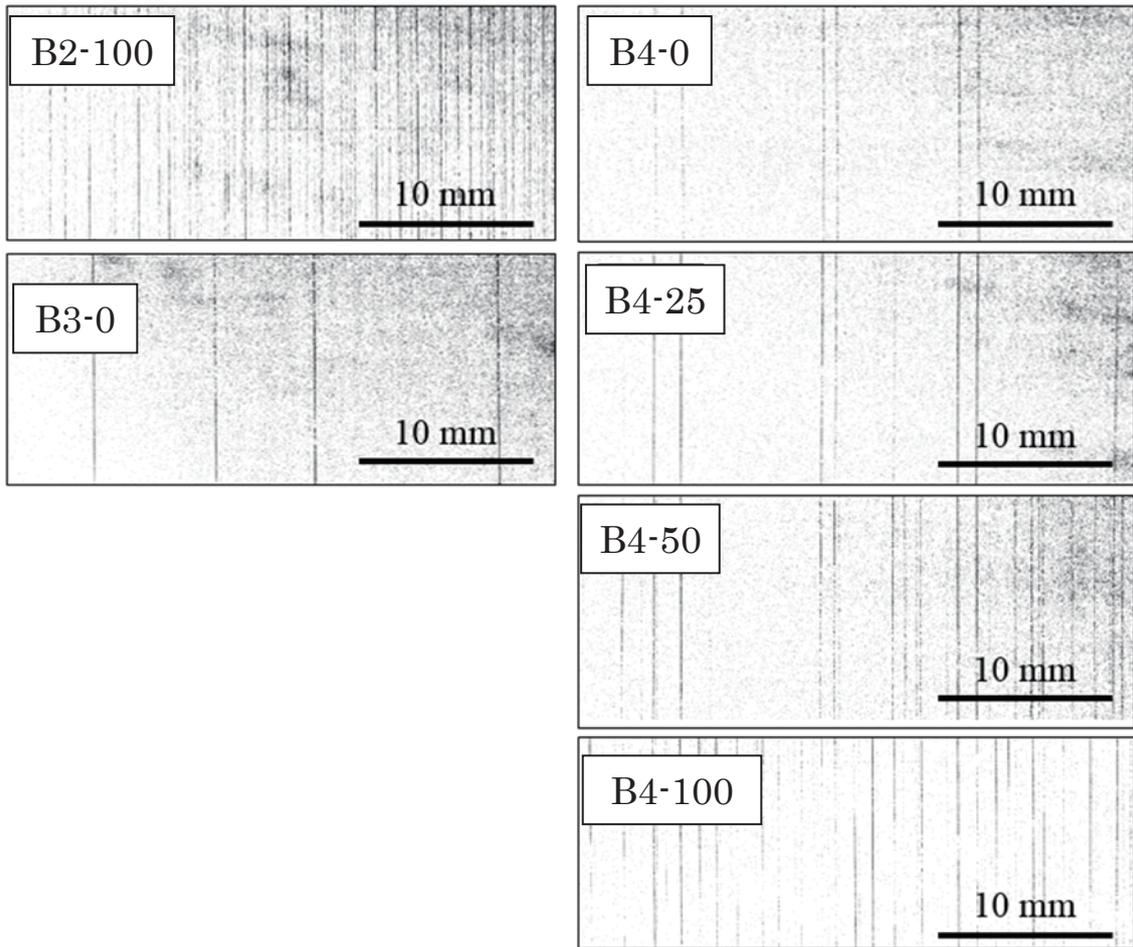


図 3.18 極低温におけるクロスプライ積層板中の損傷発生

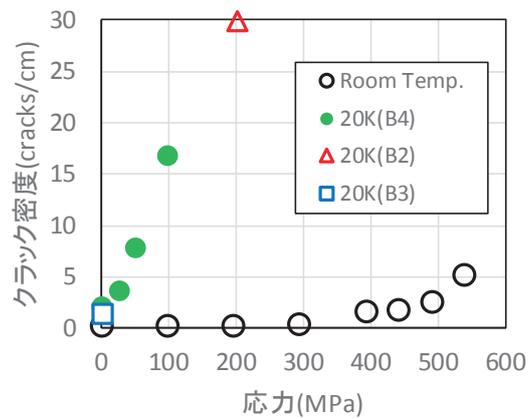


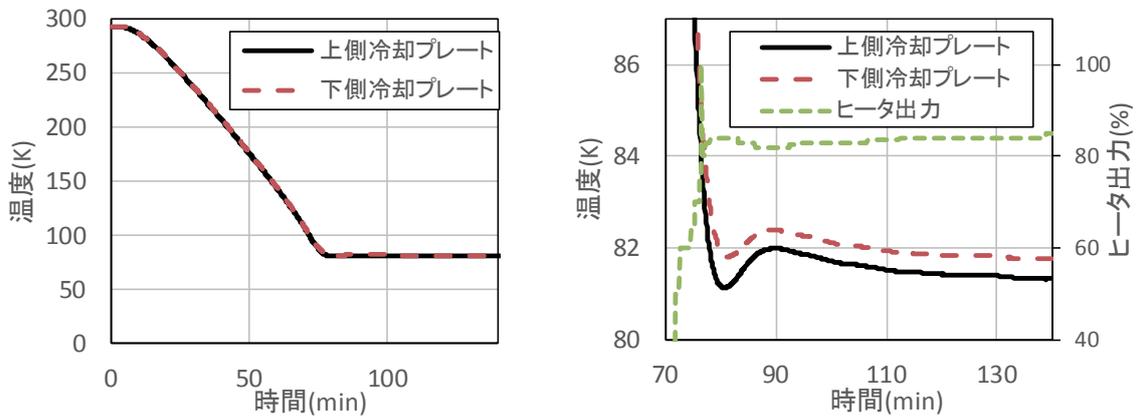
図 3.19 常温および極低温におけるクロスプライ積層板のクラック密度の増加

3.7 無負荷状態で損傷発生に及ぼす温度の影響

($O_2/90_2$)_{2S} 試験片の図 3.18 の試験ケース B3-0 と B4-0 の約 20K への無負荷冷却においても、クラックが発生している。ヒータ出力を手動で調整し、80K を目標とした冷却を行い、無負荷状態において温度の差がクラックの発生に及ぼす影響を確認した。試験片は B5 試験片を用いた。

図 3.20(a)に 80K を目標として冷却曲線と図 3.20(b)に 80K 近傍での温度変化とヒータ出力をプロットした。冷却開始 80 分から 1 時間、上下の冷却プレートの最大温度 82.4K、最小温度 81.1K の間で温度を保つことができた。

常温、約 80K、約 20K の温度におけるクラック密度を図 3.21 にプロットした。常温ではクラックが発生していないが、約 20K において 2 体の試験片において 1cm あたり 1.4 本と 2.0 本のクラックの発生が確認された。約 80K においても 1 体の試験片の結果として 1cm あたり 1.2 本のクラックが確認された。無負荷においては、液体窒素温度に近い 80K への冷却でも 20K に近いクラック密度で損傷が発生していることが分かった。



(a) 冷却開始から温度調整までの温度変化

(b) 温度調整時の温度変化

図 3.20 80K 冷却における温度履歴(B5 試験片, 無負荷)

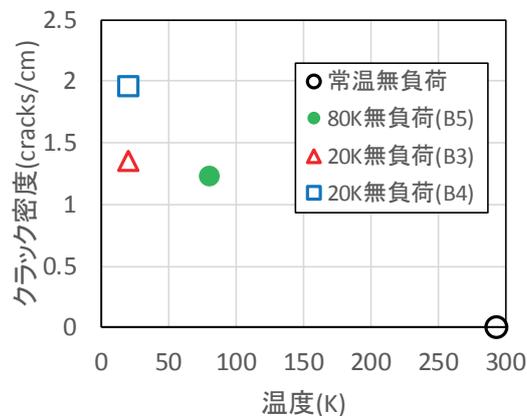


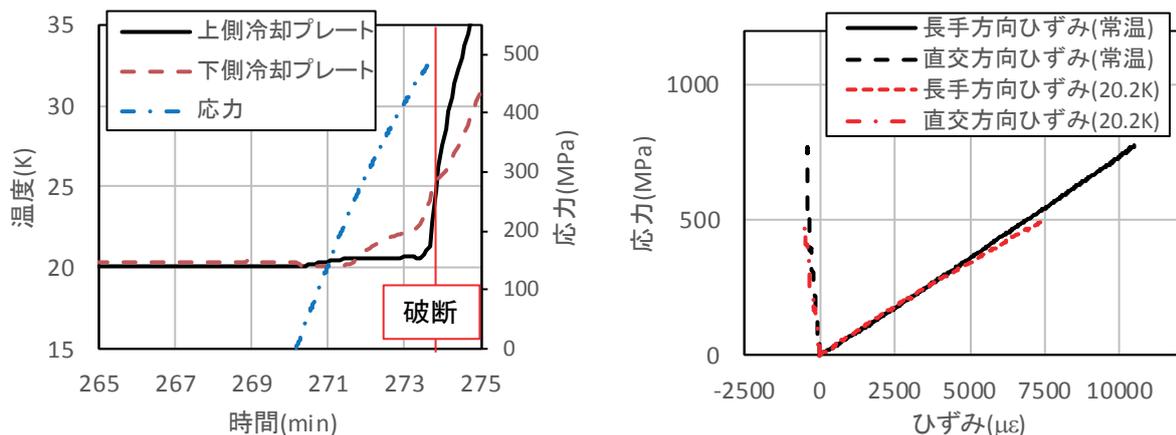
図 3.21 無負荷状態での冷却がクラック密度に及ぼす影響

3.8 破断強度に及ぼす温度の影響

極低温が CFRP 積層板の破壊強度へ及ぼす影響を確認するため、 $(0_2/90_2)_{2S}$ 試験片の破壊試験を常温及び 20K において行った。負荷速度は 1.0mm/min とした。試験片評定部中央に貼付した弾性率測定用ひずみゲージを用いて、破断までのひずみの測定も行った。

図 3.22(a)に極低温での負荷時の冷却プレート温度の変動と図 3.22(b)に極低温と常温における応力とひずみの関係をプロットした。極低温での CFRP 積層板への負荷は、冷却プレート温度に影響し、温度が変動することがこれまでの実験で確認されている。図 3.22 から破断荷重近傍では、より温度の変動が大きくなっていることが分かるが、破断までの温度の変動はおおよそ 25K 以下に収まっていることが分かる。

図 3.22(b)において、極低温において 497MPa で破断し、常温における破断強度 776MPa に比べて、約 36%の強度低下が確認された。強度低下の原因としては、極低温でのクラックの発生と、それに伴う積層板内の応力分布の不均一が強度低下の原因となっていると考えられる。



(a) 極低温時の応力と冷却プレート温度

(b) 常温と極低温における応力ひずみ曲線

図 3.22 常温と極低温における積層板の破断強度(常温：A3 試験片，極低温；A4 試験片)

4 おわりに

ロケットなどの高性能化のための機体重量軽減に、極低温液体推進剤タンクの複合材料化が効果的である。本報告では、そのような極低温推進剤がもたらす極低温環境が複合材料の基礎的力学特性に及ぼす影響を明らかにするため、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、内部損傷の発生に及ぼす極低温環境の影響を明らかにした。

極低温試験は、冷凍機式極低温環境槽を用いて実施した。冷凍機式極低温環境槽を用いた試験は、十分成熟しておらず、ヒータを用いた温度調節手法の確立、真空密閉のためのシーリングの低コスト化、

極低温でのひずみ測定手法の確立、試験片評定部の温度確認も行い、本報告にまとめた。

本試験においては、東邦テナックス社製 180℃硬化型炭素繊維エポキシ複合材料 HTA/#101 を材料とし、積層構成は、(0/90)_{4S}、(0₂/90₂)_{2S}、(0₄/90₄)_S の 16 層クロスプライ積層である試験片を試験対象とした。積層構成のうち(0₂/90₂)_{2S} の試験片を常温及び極低温での損傷評価試験、(0/90)_{4S} の試験片を常温及び極低温での弾性率測定試験と破壊試験に用いた。(0₄/90₄)_S の試験片は常温での損傷試験の比較対象として常温のみのデータを取得した。

弾性率は、常温および極低温(約 20K～約 80K)において測定を行い、温度の低下とともにわずかに弾性率が上昇するものの、クロスプライ積層板では温度依存性の少ない炭素繊維の影響が支配的であり、わずかな剛性上昇にとどまった。

クロスプライ積層板の損傷発生については常温において層厚が厚いほど損傷の発生が低い荷重で発生することを確認した。極低温において(0₂/90₂)_{2S} 積層板の損傷発生を確認したところ、極低温において低い荷重で損傷の発生が始まり、極低温においては負荷を加えない冷却のみでも損傷が発生することが明らかとなった。

破壊試験においては、常温と約 20K の極低温において破断強度を測定し、極低温において 4 割近い強度低下が確認された。

本試験を通じて、評定部を冷却する冷却プレートに覆われた領域においても、十分冷却されていない領域があると考えられ、今後、温度分布の確認とその改善を行う必要がある。また、リード線にはんだ付けで接続されたひずみゲージを用いていたため、試験片取り付け作業中に断線するなど問題が発生したため、ひずみゲージの接続についても今後改善が必要である。

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) 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.
- 4) 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.
- 5) 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.

宇宙航空研究開発機構研究開発資料 JAXA-RM-18-003
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1)
Fundamental mechanical properties of carbon fiber reinforced epoxy laminates at cryogenic
temperature: 1st 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: <http://www.jaxa.jp/>
発行日 平成30年11月29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.

