

# 宇宙航空研究開発機構研究開発資料

## JAXA Research and Development Memorandum

---

### 極低温環境力学特性用試験設備の開発 (その1：単軸力学特性試験)

熊澤 寿, 高戸谷 健

2014年2月

宇宙航空研究開発機構

Japan Aerospace Exploration Agency

# 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)\*

熊澤 寿<sup>\*1</sup>, 高戸谷 健<sup>\*1</sup>

## Development of a test facility for measuring the mechanical properties of materials under cryogenic environment -1st Report : uniaxial mechanical property testing\*

Hisashi KUMAZAWA<sup>\*1</sup> and Takeshi TAKATOYA<sup>\*1</sup>

### Abstract

The recent application of composite materials in the cryogenic propellant tanks of a rocket structure is expected to result in significant structural weight reduction, a factor considered essential to the improvement of a rocket's launch capability. Previous research and development activities have highlighted the importance of propellant leakage in addition to composite material strength during the design of cryogenic propellant composite tanks. The development of a test facility for measuring cryogenic biaxial mechanical properties is currently in progress at JAXA IAT(Institute of Aeronautical Technology) with the aim of developing a data of leakage results for composite materials under cryogenic conditions. Although the final goal is to develop a test facility for cryogenic biaxial mechanical properties, a cryogenic environmental chamber for uniaxial mechanical property testing has been developed as a first step to overcoming a range of technical challenges. This report summarizes the development of a cryogenic environmental chamber for uniaxial mechanical property testing. In this development, composite specimens were cryogenically cooled using a refrigerator for the specimen instead of liquefied helium as a cryogen due to the difficulties with measuring propellant leakage from helium leak detectors. The specimen cooled by the refrigerator was subjected to uniaxial tensile load by a biaxial testing machine. During tensile testing, the specimen was maintained at a cryogenic temperature by the refrigerator and vacuum insulation. In this development, it was difficult to design the interface to apply the tensile load to the specimen gauge area, which was positioned inside the cryogenic environmental chamber combined with vacuum insulation. In addition, there was a concern that the reaction of the specimen fracture might give the damage to the cryogenic environmental chamber and the refrigerator. Therefore, the cryogenic environmental chamber was equipped with protection mechanisms to avoid the damage to chamber and the refrigerator from the shock of the specimen fracture. The results of the performance

---

\* 平成 25 年 12 月 16 日受付 (Received 16 December 2013)

\*1 航空本部 構造技術研究グループ  
(Structures Research Center, Institute of Aeronautical Technology)

tests reveal that the environmental chamber has the capability to cool the specimen below  $-196^{\circ}\text{C}$  and enables the cryogenic fracture tensile testing of the composite materials with a biaxial testing machine.

Keywords: cryogenic propellant tank, cryogenic mechanical test, CFRP, leakage property

### 概要

ロケットの打ち上げ能力の向上を考える上で構造重量の大幅な軽量化が必要であり、構造重量の大きな割合を占める極低温推進剤タンク構造への複合材料の適用は大きな効果があると期待されている。これまでの多くの研究開発により、極低温推進剤タンク構造においては複合材料の強度だけでなく、推進剤の漏えい特性も重要であることが明らかとなってきた。系統的な極低温における複合材料の漏えい試験データの測定を目的として、極低温環境二軸力学特性用試験設備の開発が JAXA 航空本部で進められている。最終的には十字型二軸試験に用いることができる極低温環境槽の開発を目指しているが、多くの技術的課題を着実に克服するために、まずは単軸力学特性試験用極低温環境槽の開発を行った。本報告書は、この単軸力学特性試験用極低温環境槽の開発についてまとめたものである。試験片を冷却する冷媒として液体ヘリウムを用いた場合、ヘリウムリークデテクタを用いた漏洩特性の測定が難しい。そのため、この開発における試験片の極低温冷却に、液体ヘリウムを冷媒とした冷却方式ではなく、冷凍機を用いた冷却方式を採用した。冷凍機により冷却された試験片には、二軸試験機を用いて単軸引張負荷を加える。引張試験は、冷凍機と真空断熱により試験片の評定部を極低温とした状態で行われる。真空断熱された極低温環境槽内に評定部がある試験片に対して負荷を加えるインターフェイスの設計が、この開発で最も難しい点であった。また、試験片の破壊による衝撃が環境槽及び冷凍機に損傷を与える恐れがあるため、試験片の破壊による保護機構を設けて、試験片の破壊時に環境槽及び冷凍機が損傷しないようにした。開発した単軸力学特性試験用極低温環境槽の性能確認試験を実施し、 $-196^{\circ}\text{C}$ 以下の冷却性能および二軸試験機を用いた複合材の極低温破壊試験ができることを確認した。

# 1 はじめに

## 1.1 背景

宇宙輸送用大型ロケットの打ち上げ能力向上には、エンジン性能の向上やロケットの重量軽減が必要である。大型ロケットは、図 1 に示されるようにエンジン、極低温推進剤タンク、フェアリング等から構成されており<sup>1)</sup>、ロケット全体の重量軽減をするためには、それぞれの構成品の重量を軽量化することが必要である。それらの構成品の中でも大型ロケット重量に占める推進剤タンクの割合は非常に高く、極低温推進剤タンクをより軽量な材料で製作することで、ロケットの大幅な重量軽減が可能であると考えられる。そのための軽量材料として、航空機構造などにも多く適用されている炭素繊維複合材料が有望視されている。また、複合材料製の極低温タンクに関する技術は、大型ロケットだけでなく、液体水素等の極低温燃料を用いる将来の航空機の軽量化にも大きく寄与すると考えられる。

現在までに、極低温推進剤タンクへの複合材料の適用が試みられ、成果を上げている事例もある。宇宙科学研究所が開発した再使用宇宙輸送システムのための再使用型ロケット実験機においては、軽量化のために金属ライナ付きの複合材製極低温タンクを適用している<sup>2)</sup>。通常、複合材料と金属材料を組み合わせた構造は、極低温での熱膨張の差が問題となるが、この金属ライナ付き複合材製極低温タンクは、小型なため自緊処理などにより熱膨張の問題を克服している。しかし、H-IIA 等の大型ロケットのための大型の複合材製タンク構造に対しては、自緊処理を行うことは難しく、大型の極低温複合材製タンクに金属ライナを適用することは現実的ではない。

NASA の再使用型宇宙往還機の無人実験機 X-33(図 2)の計画<sup>3)</sup>においては、ライナを用いていない大型複合材製極低温タンクの開発が行われていたが、地上での液体水素を使用した実大構造試験時にタンクの破壊が発生した<sup>4)</sup>。このタンク破壊の原因調査の結果、積層板に発生した樹脂割れによりサンドイッチ構造のコアに極低温状態の水素が蓄積され、極低温試験後の常温への昇温時に、コアに残存した水素の圧力上昇にサンドイッチ構造が耐えられずに破壊に至った。このことから、ライナが無いタンク構造において複合材料が直接極低温推進剤に接触する場合、強度だけでなく、損傷に伴う推進剤の漏えい特性も重要であることが明らかとなった。現在、金属ライナ無しの複合材製極低温推進剤タンクの実証プロジェクトが NASA により開始されており、直径 10m の複合材製極低温推進剤タンクを用いた実証を目指して、タンクの設計、製造、試験が進行中である<sup>5)</sup>。

上記のような複合材製極低温推進剤タンクの実大タンクやスケールモデルタンクを用いた実証に関連し、小型試験片などを用いた基礎的な試験も行われている。

複合材料積層板の極低温における単軸強度を測定するために、著者らは短冊型試験片を用いた極低温試験を行った<sup>6)</sup>。また、Donaldson からも同様の試験を実施している<sup>7)</sup>。これらの極低温強度試験では、液体窒素や液体ヘリウムなどの極低温冷媒に短冊型試験片を浸漬して、引っ張り荷重を加えている。試験の結果、常温に比べて極低温での強度が 2 割程度低下することが報告された。また、比較的低い応力レベルで樹脂割れが発生することも明らかとなった。これらの樹脂割れは強度への影響は顕著ではないが、推進剤の漏えい特性に影響するため、複合材料中の樹脂割れと漏えい特性の評価が必要である。樹脂割れに伴う漏えい評価を行うためには、実際のタンクのように二軸荷重が加わり積層板の全ての層に樹脂割れが発生している必要がある。このため、積層板へ一方引っ張り荷重を加えただけでは、一部の層のみにしか樹脂割れが発生せず、広く普及している単軸荷重試験では漏えい特性の評価はできない

という課題があった。単軸試験での漏えい特性評価を行うために、積層複合材料の積層方向の限定(引っ張り方向への配交層を無くすなど)や曲げ負荷後の引張負荷の実施などにより、全ての層に樹脂割れを発生させた積層板を用いた漏えい特性評価も試みられた<sup>8,9)</sup>。それらの試験の結果、漏えい特性に及ぼす負荷などの影響が評価されたが、積層板の積層構成の種類などが限定されているため、実際のタンクと同じ積層構成の積層板の評価に適用できないなど課題もある。

航空宇宙分野における複合材構造の開発では、実大構造試験、コンポーネント試験、サブコンポーネント試験、エレメント試験、クーポン試験等からなるビルディングブロックアプローチの手法が適用されることが一般的である。極低温複合材料製タンクの開発における漏えい特性に関して、クーポン試験や実大/コンポーネント試験が行われているが、その間を補間するエレメント試験に相当する漏えい特性試験が不足している。そのような極低温推進剤タンクの漏えい特性に関するエレメント試験の一つとして、JAXA 構造技術研究グループでは、二軸疲労試験機(以下「二軸試験機」と言う。)を用いて積層板の漏えい特性の取得を行ってきた。タンク構造のビルディングブロックアプローチにおける二軸試験の位置づけを図3に示す。十字型試験片を用いた二軸試験においては、実際のタンクと同様に面内の二方向に負荷が加わる試験が可能であり、全ての層に樹脂割れが発生した積層板に対する漏えい測定が常温にて行われた<sup>10, 11)</sup>。この試験により、損傷密度、二軸負荷、積層構成をパラメータとして、複合材積層板のガス漏えい特性が評価された。しかし、二軸試験機用極低温環境槽が無く、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漏えい試験データが取得できていないことが課題である。

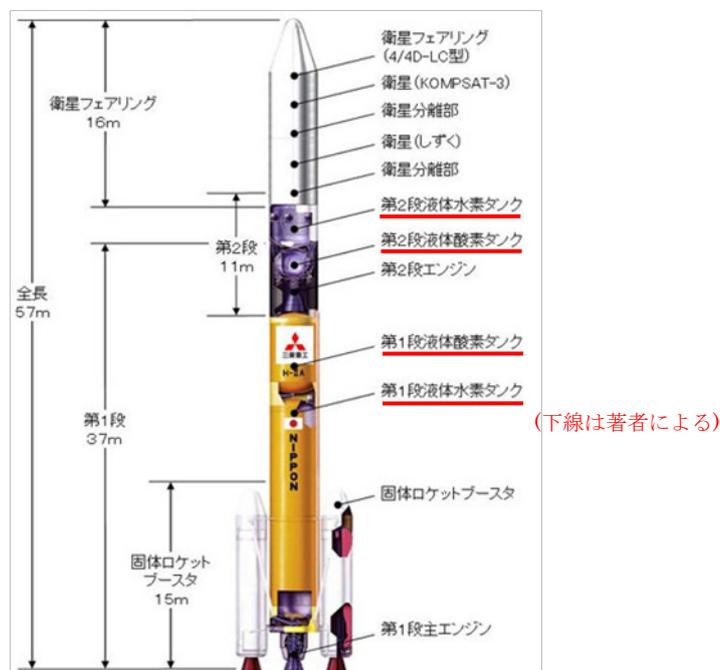
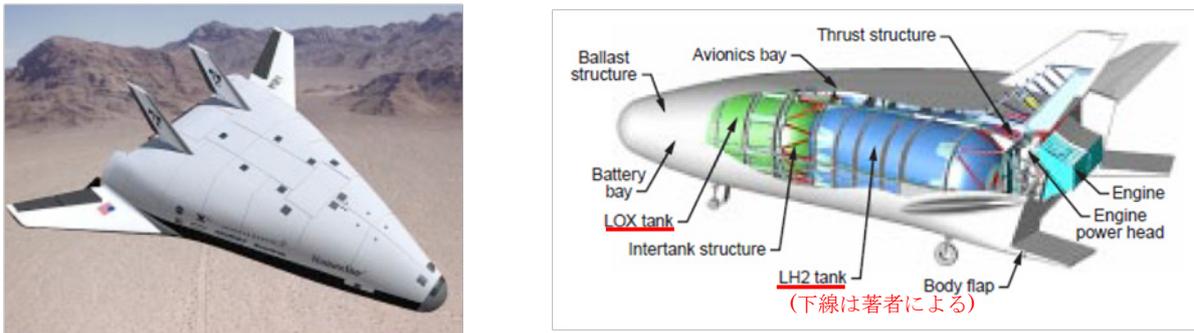


図1 H-IIAの極低温推進剤(液体水素、液体酸素)タンク<sup>1)</sup>



(a) 外観

(b) タンクを含めた内部構造

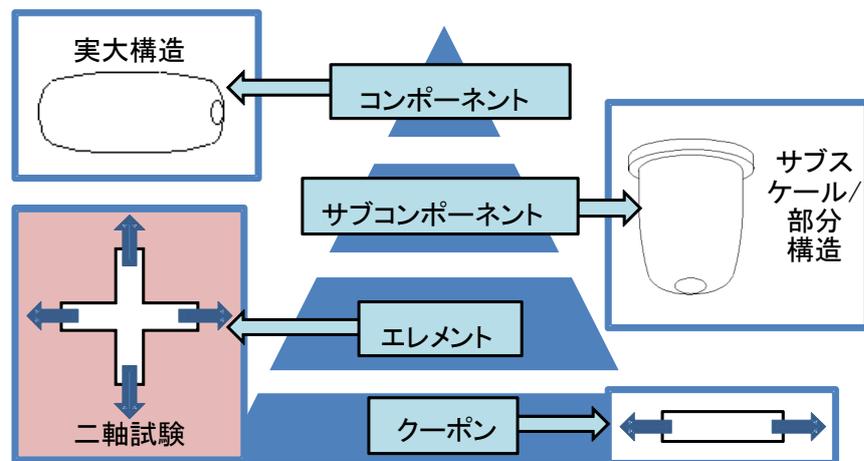
図2 再使用型宇宙往還機の無人実験機 X-33<sup>3)</sup>

図3 タンク構造におけるビルディングブロックアプローチ概要図

## 1.2 目的

二軸試験機を用いた積層板の漏えい特性試験で、これまで取得できていない極低温における漏えい試験データは、複合材料製極低温タンクの設計開発に重要であり、データの蓄積が望まれている。そのために、極低温における漏えい試験データの測定を目標として極低温環境二軸力学特性用試験設備の開発を進めている。

最終的には十字型二軸試験に用いることができる極低温環境槽の開発を目指しているが、多くの技術的課題を着実に解決することを目的として、まずは極低温環境槽プロトタイプとしての単軸力学特性試験用極低温環境槽(以下「極低温環境槽」と言う。)の開発を行った。

本報告書では、極低温環境槽における冷却方式や負荷方式などについての検討および開発方針について2章にまとめた。3章においては、極低温環境槽の概要や構成についてまとめ、4章において試験片に負荷を与える二軸試験機について記述した。今回開発した極低温環境槽の使用手順については、5章にまとめている。開発した極低温環境槽の性能を実証するために実施した性能確認試験の結果を6章に示し、最後に、本報告書のまとめを7章に示した。

## 2 極低温環境槽の検討および開発方針

極低温環境二軸力学特性用試験設備は、極低温での力学的特性のための試験だけでなく、極低温タンク構造の評価で重要な漏えい特性試験も考慮して開発しなければならない。極低温環境二軸力学特性用試験設備の技術的課題は以下の三点である。

- (a) 試験片の極低温への冷却
- (b) 試験片への二軸負荷
- (c) 試験片のガス漏えい特性の測定

上記の(a)の課題については、極低温推進剤である液体酸素温度(-183°C)と液体水素温度(-252.6°C)の環境で試験を行うため、液体水素温度での冷却を目標としている。(b)の課題は、試験片評定部を極低温に冷却しつつ、十字型試験片の4つの端部を試験機に結合し二軸負荷を行わなければならないという技術的課題である。(c)の課題は、(a)の試験片の冷却と(b)の試験片への二軸負荷をしつつ、ガス漏えい測定を行わなければならないという技術的課題である。

最終的な目標である極低温での漏えい特性の測定に用いる検知ガスとして、推進剤である水素や酸素、真空機器の漏洩検査で一般的に用いられているヘリウムが候補として考えられる。酸素は極低温で用いるには液化温度(-183°C)が比較的高いため、漏えい検知ガスには適さないと考えられる。また、水素は空気との混合比で4%から74%という広い爆発限界を持つため、取り扱いの観点から、水素ではなくヘリウムガスを検知ガスとして用いることとした。

上記の漏えい特性の測定に用いるガスをふまえた上で、(a)の技術的課題である冷却について、冷却方式を検討した。冷却方式は、大きく分けて「冷媒による冷却」と「冷凍機による冷却」に分けられる。冷媒による冷却は「液体窒素による冷却」と「液体ヘリウムによる冷却」を検討した。また、冷凍機による冷却は、冷凍機と試験片の間の熱の伝わる方式で分け、「冷凍機で冷却した窒素での冷却」、「冷凍機で冷却したヘリウムでの冷却」、「冷凍機で冷却した伝熱材での冷却」を検討した。ここでの窒素やヘリウムは雰囲気ガスとなる。また、伝熱材による冷却は、冷凍機と試験片の間を熱伝導率の高い金属などで熱的に接続し、試験片を冷却する方式である。評価項目は、①液体水素温度までの冷却が可能であるか、②ヘリウムガスを用いた漏洩試験が可能であるかについてである。検討結果を表1に示す。窒素を冷媒や雰囲気ガスとして使用した場合、液体窒素温度(-196°C)までしか冷却できず、液体水素温度まで冷却することができない。また、冷媒や雰囲気ガスにヘリウムを使用すると、液体水素温度までの冷却は可能であるが、冷却用のヘリウムが漏えい特性の測定器に混入する恐れが高く、漏えい特性試験には不適と考えられる。冷凍機で冷却した伝熱材による冷却では、冷却能力及び漏えい試験について問題が無いため、冷凍機と伝熱材による冷却方式を極低温環境二軸力学特性用試験設備では採用することとした。ただし、冷却された試験片評定部付近に空気がある場合の酸素や窒素の液化等の発生、ヘリウムガスがある場合は周辺のガスを通じての熱の流入の発生が起こり、伝熱材での極低温冷却を阻害することとなるため、評定部周辺からガスを排除し、高真空にしなければならないというデメリットがある。

冷凍機と伝熱材による冷却方式の採用により、試験片評定部を高真空にするための技術的課題を解決しなければならない。そのため、試験片評定部を高真空にするための密閉方式についても検討を行った。密閉方式として「試験片だけでなく負荷試験機を含めて密閉」、「試験片端部を含めた試験片全体を密閉」、「試験片端部のみは外部に出ているが、評定部だけでなくその近傍を含んで密閉」、「試験片評定部のみを密閉」という密閉方式を検討した。評価項目は、①高真空環境の実現できるか、②二軸負荷(油圧グリ

ップを用いて試験機と結合)が可能であるか、③漏えい試験が可能であるか、③断熱能力が高いか、④密閉が容易であるかについてである。検討結果を表2に示す。「試験片だけでなく負荷試験機を含めて密閉」については、試験機の配線や配管が多数あり密閉に向かず、既存の試験機の部品は高真空環境で使用できない問題がある。「試験片端部を含めた試験片全体を密閉」については、高真空が可能であり、断熱性や密閉性についても問題なく、評定部の漏えい試験を行う空間も十分とれる。しかし、試験片端部の密閉部も油圧グリップでつかむこととなり、端部密閉部は油圧グリップによる圧縮力と引っ張り試験によるせん断力が加わり、密閉部材が破壊する恐れが非常に高いという問題がある。「試験片端部のみは外部に出ているが、評定部だけでなくその近傍を含んで密閉」も、高真空が可能であり、断熱性についても問題なく、評定部の漏えい試験を行う空間も十分とれ、試験片も通常の試験と同様に試験片端部を直接油圧グリップでつかむことができる。ただし、試験片が密閉部の内側と外側にまたがっているため、密閉方法を工夫する必要があると考えられる。「試験片評定部のみを密閉」は、高真空が可能であり、試験片も通常の試験と同様に試験片端部を直接油圧グリップでつかむことができる点は問題ない。ただし、密閉部外側の常温の部分と評定部の距離が非常に近いため、断熱能力に問題があると考えられる。さらに、評定部の漏えい試験を行う空間が狭く、試験片が密閉部の内側と外側にまたがっている部分の密閉方法に工夫が必要などの懸念がある。これらの検討結果から、密閉方法に工夫が必要ではあるものの、他の条件を満たしている「試験片端部のみは外部に出ているが、評定部だけでなくその近傍を含んで密閉」を採用した。

これらの検討結果から、冷凍機で冷却した伝熱材による冷却を行い、評定部の真空断熱は評定部近傍を密閉し、試験片端部は負荷のために密閉空間の外部に出す方式を二軸試験機用冷凍機式極低温環境槽に適用することとした。二軸試験機用冷凍機式極低温環境槽についての具体的な技術的な課題は、以下の4点にまとめられる。

- (1) 伝熱線を介して冷凍機と試験片評定部を熱的につなげること
- (2) 断熱のために冷凍機の極低温部と試験片評定部の周りを高真空に保つこと
- (3) 試験片評定部を高真空に保ちつつ十字型試験片の4つの端部を試験機に力学的に結合すること
- (4) 試験片破壊時に、試験片と伝熱線で結ばれた冷凍機と試験片評定部を覆っている環境槽を損傷させないこと

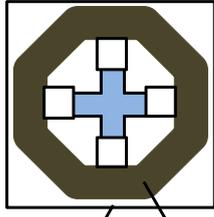
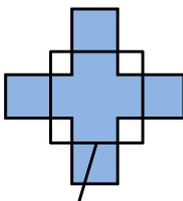
上記4つの課題のうち(3)の課題は、十字型試験片の4つの端部を力学的に結合しつつ、環境槽内を高真空に保てるように密閉しなければならず、最も解決が困難な課題と考えられる。そのため確実に(3)の課題を解決するために、他の(1)、(2)、(4)の課題と、(3)の課題の代わりに十字型試験片ではなく短冊型試験片の2つの端部を試験機に結合する課題を克服することを目指し、極低温環境槽の開発を行った。

開発する極低温環境槽の標準的な短冊試験片形状を図4のように設定した。ただし、後述する環境槽上部円筒部、円筒部用押さえ板とパッキン、冷却プレートを取り換えることにより、図4以外の試験片形状の極低温試験も可能である。図4に示す形状の複合材料試験片の評定部を液体窒素温度(-196℃)以下に保持した状態で破壊試験が可能であることを、極低温環境槽の性能の目標とした。評定部は図4の試験片中央部 80mm×80mm とした。

表 1 冷却方式の比較

冷却方式	冷媒による冷却 (液体窒素)	冷媒による冷却 (液体ヘリウム)	冷凍機/窒素 による冷却	冷凍機/ヘリウム による冷却	冷凍機/伝熱材 による冷却
液体水素温度環境	×	○	×	○	○
漏えい試験可能	○	×	○	×	○
デメリット	液体水素温度での試験が不可能	漏えい試験が不可能	液体水素温度での試験が不可能	漏えい試験が不可能	冷却部の真空断熱が必要

表 2 真空断熱のための密閉方式の比較

密閉方式	試験機を含めて密閉 	試験片端部まで密閉 	試験片評定部近傍の密閉 	試験片評定部のみ密閉 
高真空環境	×	○	○	○
二軸負荷可能	○	×	○	○
漏えい試験可能	○	○	○	△
断熱能力	×	○	○	×
密閉しやすさ	×	○	△	△

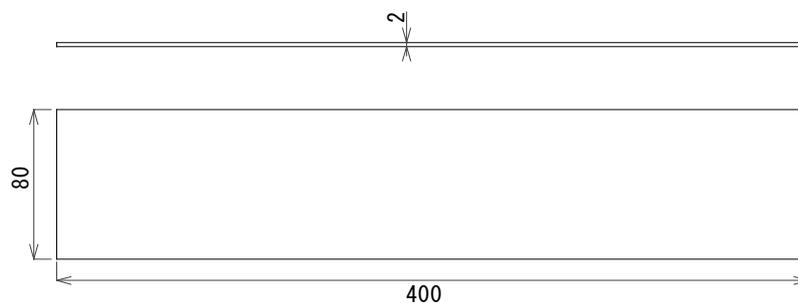


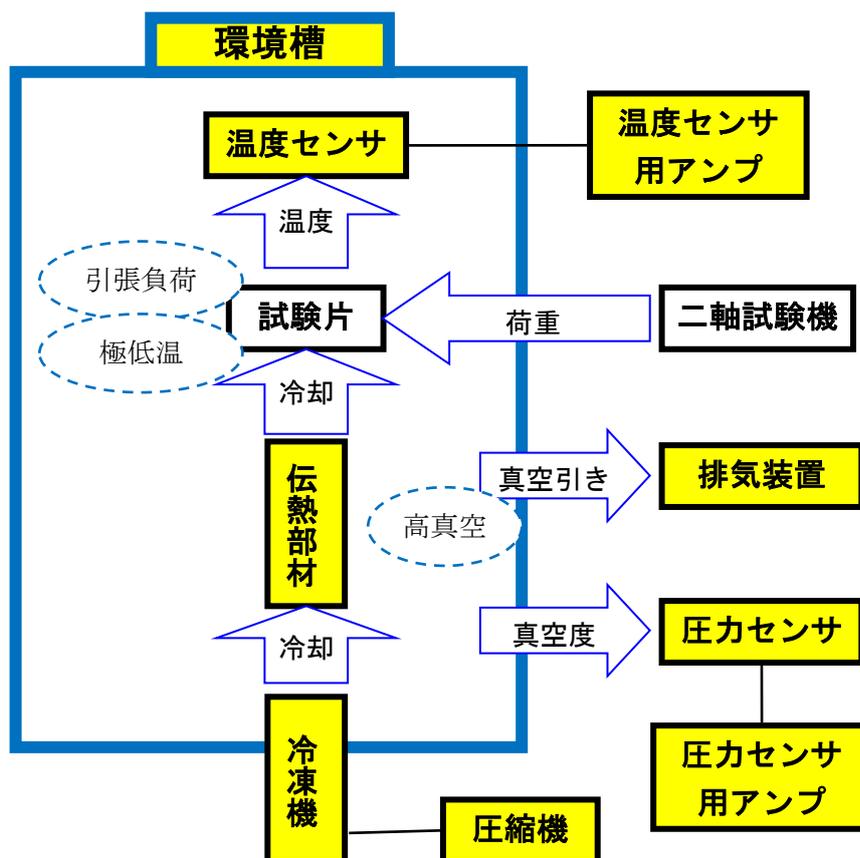
図 4 試験片の形状と寸法(単位: mm)

### 3 極低温環境槽の構成

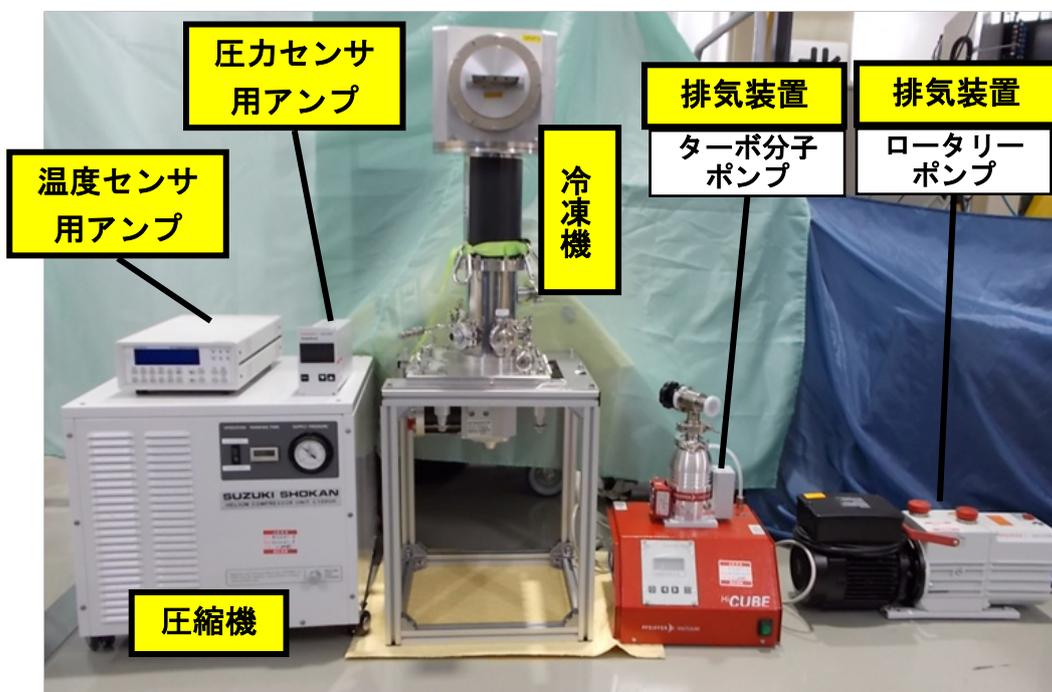
#### 3.1 極低温環境槽概要

開発した極低温環境槽は、環境槽、伝熱部材、冷凍機、圧縮機、排気装置、圧力センサ/アンプ、温度センサ/アンプから構成される。極低温環境槽の概要および構成品の写真を、それぞれ図 5(a)と図 5(b)に示す。試験片を冷却するために、冷凍機の低温部が伝熱部材を冷却し、その伝熱部材が試験片を極低温に冷却する。伝熱部材は、冷凍機の低温部に取り付けられた銅製パイプ、冷却板、伝熱線、冷却プレートから構成される。冷凍機は、冷凍機を駆動するための圧縮機と接続されている。環境槽内は、試験片評定部を断熱されるために、排気装置により高真空に保たれる。環境槽内の圧力と試験片の温度は、それぞれ圧力センサ/アンプと温度センサ/アンプにより測定される。試験片の引張負荷は、二軸試験機によって加えられる。開発した極低温環境槽と二軸試験機からなる試験設備の諸元を表 3 に示す。表 3 については、3.2 章から 3.5 章で詳細を記す。

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 6 に示す。環境槽内の評定部は 2 枚の冷却プレートにより上下から挟まれており、その冷却プレートは伝熱線等を介して冷凍機の極低温部に熱的に接続されている。試験片評定部を極低温に保持した状態で負荷試験を行うため、極低温環境槽は二軸試験機の中央部に設置されている。二軸試験機は、水平に設置した試験片の中央部が変位しないように、試験片端部を両側からアクチュエータにより同時に引っ張る機構となっている。極低温となっている短冊試験片の評定部は環境槽内にあるが、試験片の長手方向端部は環境槽外に露出しており、その露出している試験片端部を二軸試験機の油圧グリップでつかみ、試験片に単軸負荷を加える。



(a) 極低温環境槽概要(黄色い枠が今回開発した部分)



(b) 極低温環境槽構成品(伝熱部材, 温度センサ, 圧力センサを除く)

図5 極低温環境槽概要の概要および構成品

表3 極低温環境槽/二軸試験機の諸元

冷却	
冷却方式	冷凍機式(ギフォード・マクマホン方式)
冷凍機	鈴木商館製冷凍機 RF271S
圧縮機	鈴木商館製空冷圧縮機 C100GK
試験温度*1	-196°C以下
冷凍能力	42W at -193°C
負荷	
負荷装置	二軸疲労試験機
負荷軸数	単軸
負荷能力	±245kN (±25 ton)
負荷変位量	±50mm
真空排気	
低真空排気装置	ファイファーバキューム製ロータリーポンプ DUO 10M
高真空排気装置	ファイファーバキューム製ターボ分子ポンプ Hi Cube 80 Eco
試験時圧力	1Pa 以下
圧力測定	
圧力センサ	ファイファーバキューム社製圧力センサ PKR251
測定範囲	$5 \times 10^{-9} \sim 1 \times 10^6$ Pa
圧力センサ用アンプ	ファイファーバキューム製アンプ SingleGauge TPG261
温度測定	
温度センサ	LakeShore 社製シリコンダイオード温度センサ DT-670A-CU
測定範囲	1.4K~500K
温度センサ用アンプ	Lakeshore 社製温度コントローラ Model 331

\*1) CFRP 試験片断面積 160mm<sup>2</sup> の場合

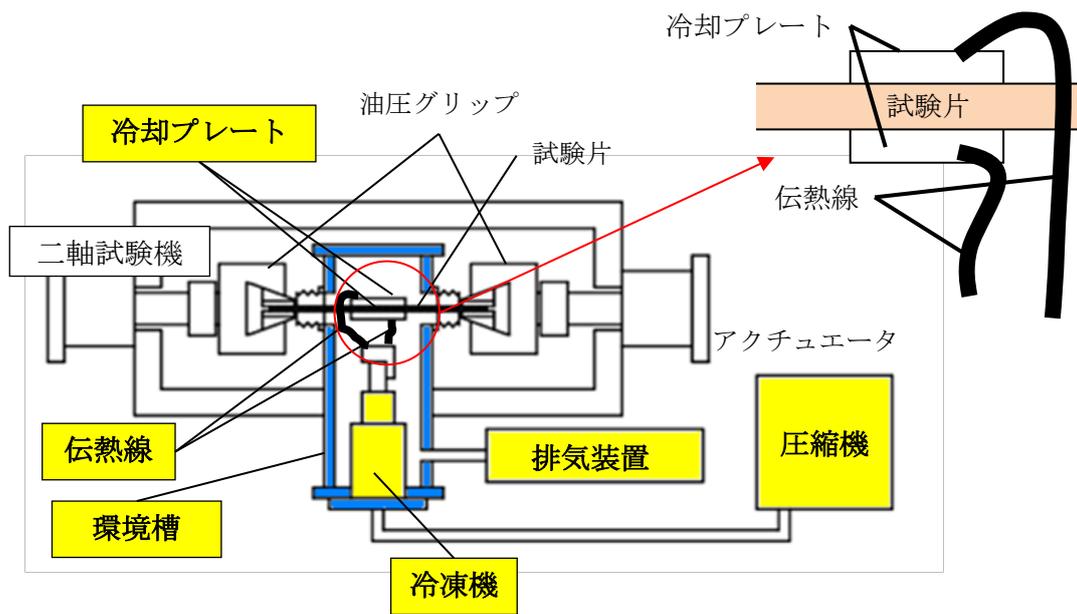


図6 試験片の冷凍機による冷却と二軸試験機による負荷概要

### 3.2 環境槽および伝熱部材

環境槽を図7に示す。環境槽は、冷凍機が組み込まれている環境槽下部と、試験片を取り付ける環境槽上部に分割が可能である。図8に分割後の環境槽上部と環境槽下部の写真を示す。環境槽下部に組み込まれた冷凍機の極低温部には、試験片が設置される位置まで伸びる銅製の金属パイプが伝熱のために取り付けられており、さらにその先端に冷却板が取り付けられている(図9)。冷却板には、試験片に取り付けた冷却プレートから伸びる伝熱線が接続される。これらの銅製パイプ、冷却板、伝熱線、冷却プレートが試験片と冷凍機を熱的につなげる伝熱部材である。環境槽は二軸試験機下部に設置されている支持台(図10)の上に取り付けられ、二軸試験機中央部に設置される。

図8(a)に示す環境槽上部において、試験機の油圧グリップで試験片をつかむため、試験片の両端部は環境槽の外に露出している。外部に露出した試験片の両端部は大気圧環境にあるが、試験片評定部がある環境槽内部は、断熱のため高真空に保たなければならない。そのため試験片と環境槽外壁が交差している部分には、新規に製作した四角いパッキン等を用いて密閉を行っている。この試験片と環境槽外壁が交差している部分の詳細は、5.2章に示す。

また、引張試験時の試験片の破壊に伴う衝撃荷重等が、極低温環境槽に及ぼす影響についても考慮した。試験片の破壊とともに冷却プレートが大きく移動することが考えられ、移動した冷却プレートに接続された伝熱線を介して冷凍機の極低温部に大きな荷重がかかり、冷凍機の損傷を引き起こす可能性がある。そのため、試験片破壊に伴う冷却プレートの大きな移動が発生しても、伝熱線は引っ張りが発生しないように十分な長さを持たせている。

試験片中央の評定部が破壊された場合、破壊後の試験片の両端部が試験機の油圧グリップとともに大きく移動し、環境槽を損傷させる可能性もある。さらに、試験片の破壊により環境槽内の真空が保てなくなった場合、試験片評定部や冷凍機の極低温部が液体窒素温度以下となっているため、空気中の酸素や窒素の液化や水分の氷結が環境槽内部で起こり、環境槽内の腐食などの悪影響が懸念される。そこで、試験片評定部が破壊しても、環境槽に損傷を与えず、環境槽内部を高真空に保つように設計を行った。図8(a)に示す環境槽上部において、試験片端部が外部に出ている環境槽の部位(試験片が接触している環境槽の一部)には、ベローズが設けられており、試験片中央部が破断し、その環境槽の部位と試験片端部がともに大きく移動したとしても、ベローズが伸びることにより環境槽に大きな荷重が加わらず、さらに内部の真空を保つことができる構造となっている。

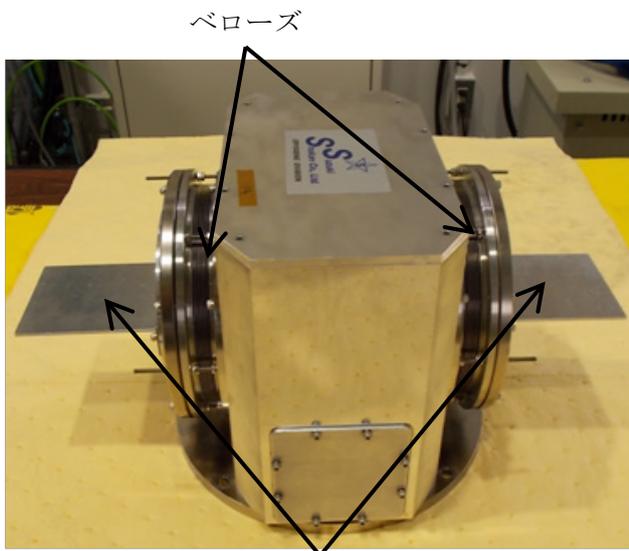


(a) 環境槽の上部と下部



(b) 環境槽と試験片および冷凍機

図7 環境槽



試験片端部

(a) 環境槽上部



(b) 環境槽下部

図8 環境槽上部および下部

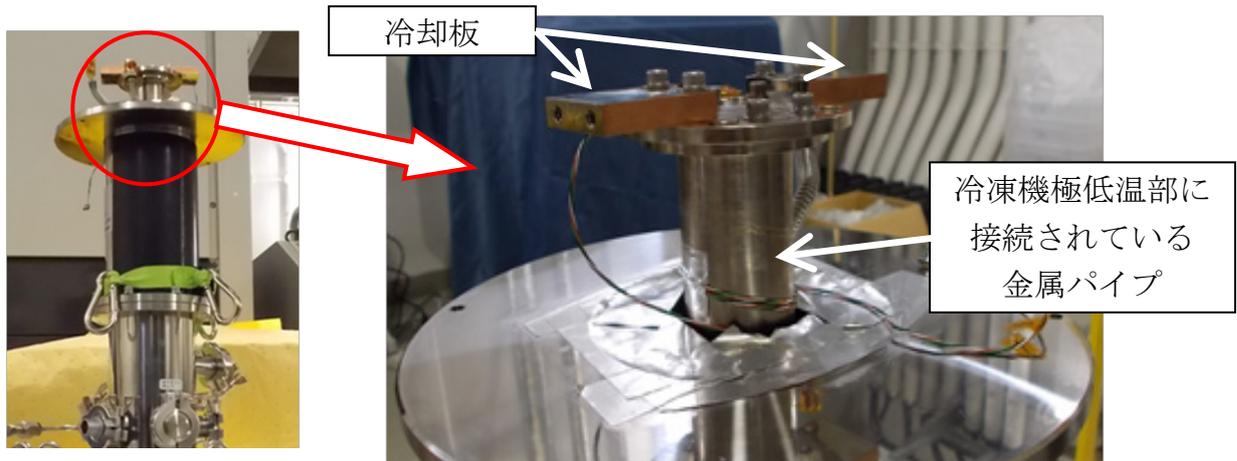


図9 冷凍機極低温部に接続されている金属棒と冷却板

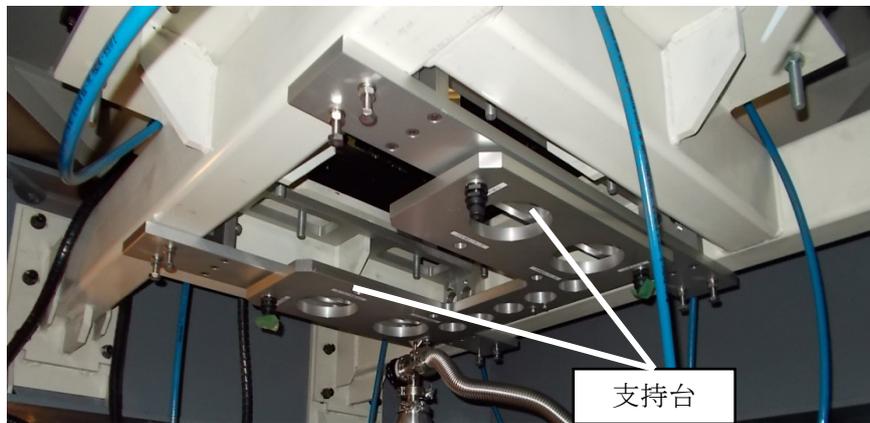


図10 二軸試験機下部のピットから見た環境槽支持台

### 3.3 冷凍機/圧縮機

極低温環境槽システムでは、試験片の冷却に鈴木商館製極低温冷凍機 RF271S および圧縮機 C100GK を用いる。冷凍機の形状および圧縮機の写真をそれぞれ図 11 および図 12 に示す。また、冷凍機 RF271S と圧縮機 C100GK の仕様を表 3 に示す。図 11 に示す冷凍機上部のコールドヘッドが極低温となる部分である。冷凍機と圧縮機の間は、冷凍機の駆動電力のためのエキスパンダケーブルと、ヘリウムを冷凍機に循環させるための二本のフレキシブルホースで接続される。

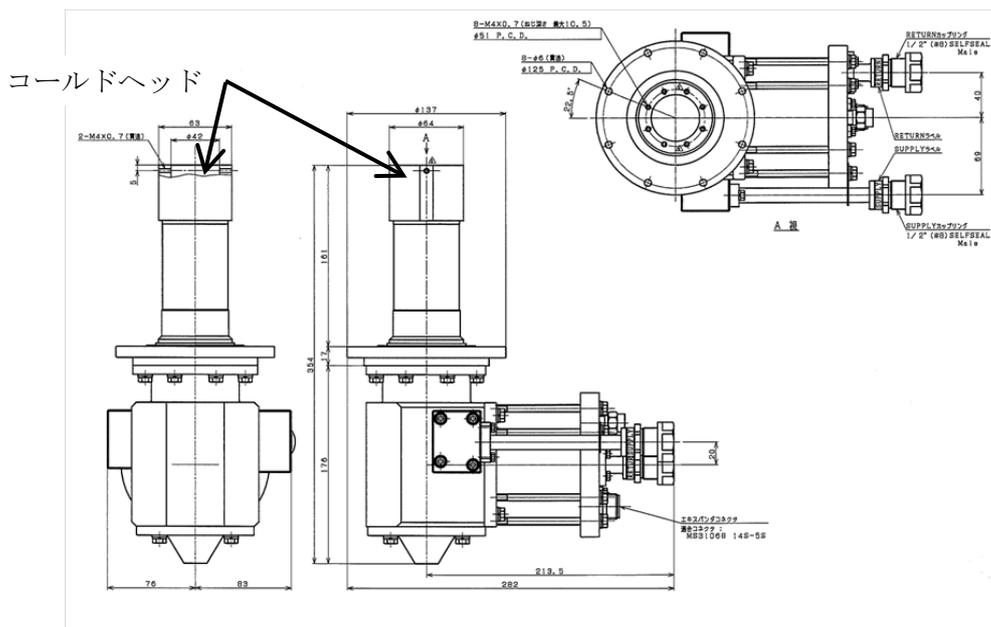


図 11 極低温冷凍機



図 12 冷凍機用圧縮機

### 3.4 排気装置

対流や空気の伝熱による試験片評定部への熱の流入を防ぐために、環境槽内を高真空にする必要がある。環境槽内を高真空にするための排気装置として、ファイファーバキューム製ロータリーポンプ DUO 10M(図 13) とファイファーバキューム製ターボ分子ポンプ Hi Cube 80 Eco (図 14)を用いる。環境槽内の排気において、大気圧から低真空では主にロータリーポンプで排気し、低真空から高真空までの排気はターボ分子ポンプで行う。



図 13 環境槽内排気用ロータリーポンプ

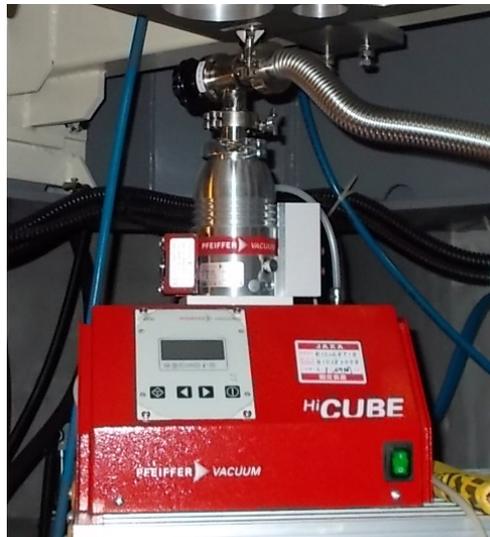


図 14 環境槽内排気用ターボ分子ポンプ

### 3.5 圧力センサおよび温度センサ

極低温環境槽には、環境槽内部の圧力を測定するための圧力センサが取り付けられている。また、試験片評定部の温度を測定するために、冷却プレートに温度センサが取り付けられている。

環境槽内の圧力を測定するための圧力センサは、ファイファーバキューム社製ピラニ/コールドカソー

ドコンビネーション圧力センサ PKR251(圧力測定範囲: $5 \times 10^{-9} \sim 1 \times 10^5 \text{Pa}$ )を用いている(図 15). 圧力センサは, 環境槽のポートに取り付けられており, ファイファーバキューム製アンプ(SingleGauge TPG261, 図 16)にセンサ出力を接続して, 圧力をモニタする.



図 15 圧力センサ



図 16 圧力センサ用アンプ

試験片に取り付けた冷却プレートの温度を測定するために、上下の冷却プレートそれぞれに1つの温度センサを取り付けている。温度センサは、自己発熱が小さいシリコンダイオード温度センサ(LakeShore社製 DT-670A-CU)を使用した。温度センサの外観を図17に示す。シリコンダイオード温度センサは、図18に示すLakeshore社製温度コントローラ(Model 331)に接続し、温度をモニタする。シリコンダイオード温度センサは、図19のようにM2.5のねじにて冷却プレートに取り付けられており、温度センサと冷却プレートの間には伝熱性をよくするためM&I Materials Limited社製Apiezon-Mを塗布している。

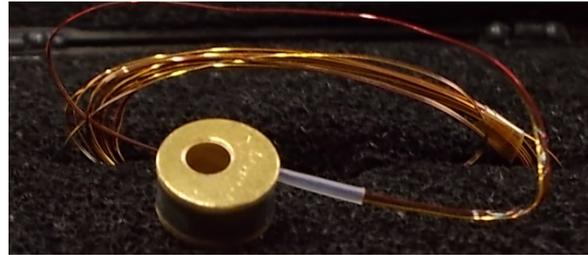


図17 温度センサ

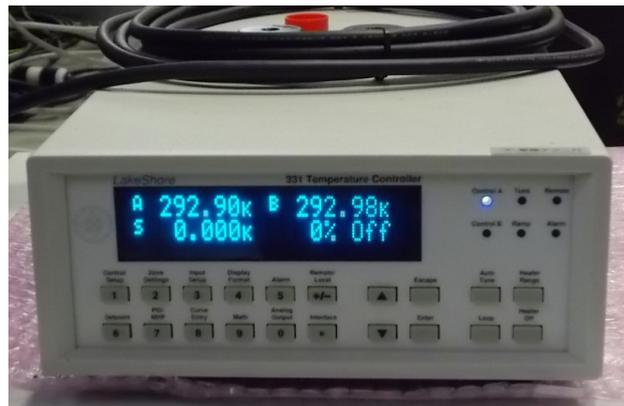


図18 温度センサアンプ



図19 冷却プレートに取り付けられた温度センサ

## 4 二軸試験機

極低温環境槽に設置された試験片の両端部は、環境槽外部に露出しており、その試験片両端部を直接つかみ、二軸試験機を用いて負荷を加える。二軸試験機は、4台のアクチュエータ(容量:245kN)、試験フレーム、油圧源、および制御装置から構成される。二軸試験機の写真を図20に示す。二軸試験機の4台のアクチュエータは、向かい合わせに配置された2台1組が1つの負荷軸となり、2組の負荷軸は直交するように配置されている。アクチュエータ番号1番と2番からなる軸をX軸、アクチュエータ番号3番と4番からなる軸をY軸としている。二軸試験に供する試験片は十字型をしており、それぞれのアクチュエータに設置された油圧グリップに十字型試験片の4つの腕部をチャックし、試験片中央部に二軸負荷を加える。各軸の荷重値、X軸とY軸の荷重比率は任意に設定することができる。本報告書で扱う極低温環境槽は単軸試験用であり、2つある軸のうち1つの軸のみを用いて極低温試験を行う。

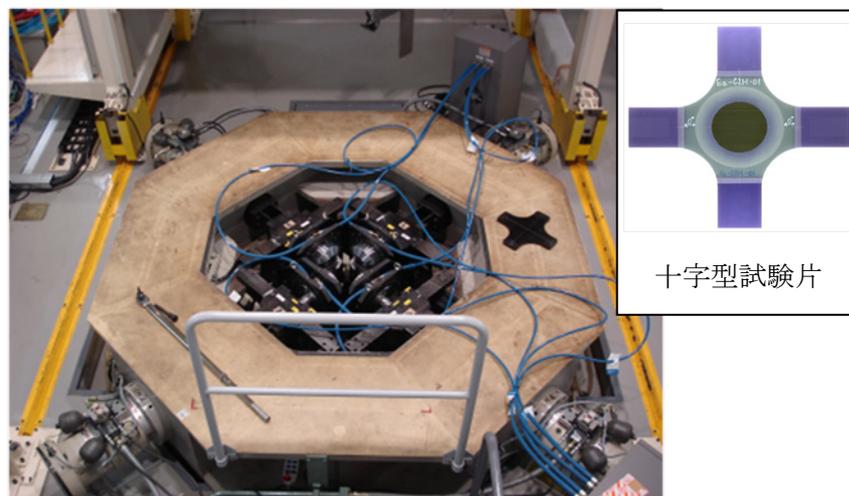


図20 二軸疲労試験機

## 5 試験方法

本章において、試験方法を説明する。極低温環境槽を用いた試験の手順は、複雑であるので、作業ミスを防ぐための作業チェックリストを作成している。作業チェックリストを表4に示す。

表4 作業チェックリスト

確認欄	作業名	対応章	完了時間	備考
1	二軸試験機中央に環境槽下部を設置する。	5.1章 環境槽 下部の設置	:	
2	圧力センサ、ターボ分子ポンプ、ロータリーポンプを環境槽下部に接続する。			
3	冷凍機と圧縮機間の接続を行う。			
4	円筒部とOリングとフランジを組み合わせる。	5.2章 試験片 取り付け	:	
5	円筒部を環境槽上部本体に取り付ける。			
6	試験片を環境槽上部のスリットに通し、パッキンを取り付ける。			
7	試験片の中央位置の調整を行う。			
8	パッキンの押さえ板を取り付け、ねじ止めする。			
9	環境槽内の試験片評定部に冷却プレートを取り付ける。			
10	環境槽上部を環境槽下部の上に取り付け、位置決めボルトで固定する。			
11	冷却プレートに取り付けられている8本の伝熱線を、環境槽下部の冷却板に取り付ける。			
12	2つの温度センサのケーブルを、環境槽下部のコネクタに接続する。			
13	伝熱線が環境槽外壁やフレキシブルチューブに接触しないようにまとめる。			
14	環境槽の最上部開口部と側面作業窓をOリングと蓋で密閉する。	5.3章 冷却	:	
15	環境槽とポンプ(ターボ分子ポンプとロータリーポンプ)の間のバルブを閉じる。			
16	ロータリーポンプを起動し、ロータリーポンプ側のバルブを開く。			
17	環境槽内圧力が下がりはじめたことを確認し、蓋類などを止めているボルトを増し締めする。			
18	真空度が約10Paとなったら、ターボ分子ポンプを起動し、ターボ分子ポンプ側のバルブを開く。			
19	ロータリーポンプ側のバルブを閉じ、ロータリーポンプを停止する。			
20	環境槽内の真空度が5Pa未満となったら、冷凍機の電源を入れる。			
21	温度が約150Kとなったら、ターボ分子ポンプ側のバルブを閉じ、ターボ分子ポンプを停止する。			
22	温度が77K(-196°C)以下となったことを確認する。			
23	油圧グリップで試験片をチャックする。			
24	所定の荷重まで、または試験片の破壊まで引っ張り負荷を加える。	5.4章 負荷試験と 試験片 取り外し	:	
25	所定の荷重まで負荷後、または試験片破壊後、試験片を油圧グリップから解放する。			
26	ターボ分子ポンプを起動し、ターボ分子ポンプ側のバルブを開く。			
27	冷凍機を停止する。			
28	環境槽内部の温度が常温付近になったことを確認し、ターボ分子ポンプ側のバルブを閉じ、ターボ分子ポンプを停止する。			
29	取り付け手順の逆の順番で試験片を取り外す。			

### 5.1 環境槽下部の設置

最初に二軸試験機に環境槽下部を設置する。図21のように吊り具を用いて環境槽下部をクレーンで吊り下げ、支持台(図10)上に環境槽下部を設置し、図22のように冷却板を二軸試験機中央部に位置させる。二軸試験機へ環境槽下部を設置後、環境槽下部の接続ポート(図23)に圧力センサ、ターボ分子ポンプ、ロータリーポンプを接続する。環境槽下部と各ポンプは、フレキシブルチューブとバルブを介して接続

する。冷凍機と圧縮機の間を、フレキシブルホース 2 本(Supply 側と Return 側)とエキスパンダケーブル 1 本で接続する。



図 21 吊り具を用いた環境槽下部の吊り下げ

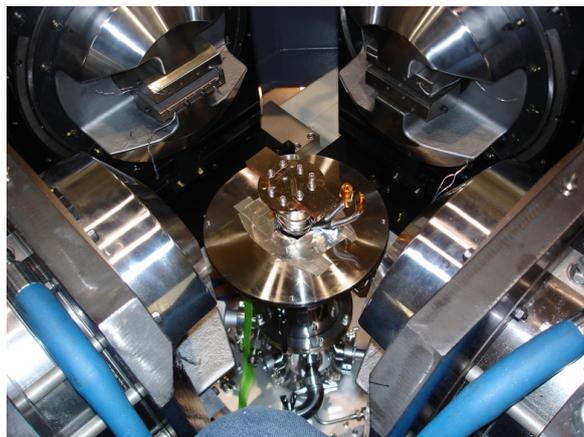


図 22 二軸試験機に設置された環境槽下部

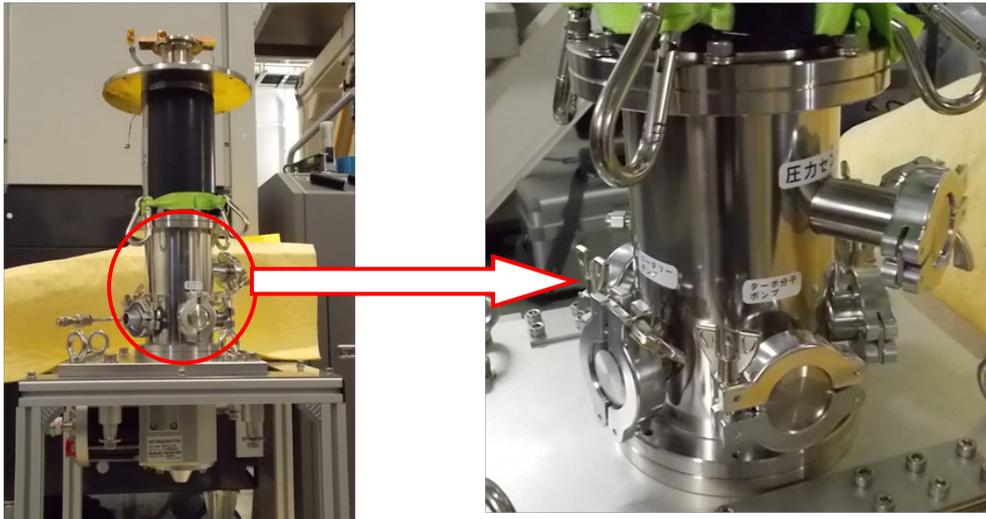


図 23 環境槽下部のポンプおよび圧力センサ接続部

## 5.2 試験片取り付け

二軸試験機に設置された環境槽下部(図 22)へ、環境槽上部(図 8(a))を取り付ける前に、環境槽上部への試験片の取り付けを行う。まず、環境槽上部本体(図 24)と図 25 に示すような円筒部と O リングと円筒部用フランジを用意する。円筒部は試験片断面に合わせたスリットを加工したものを事前に製作しておく。図 26 に板厚 2mm 用の円筒部と、板厚 6mm 用の円筒部を示す。性能確認試験では板厚が 2mm の複合材料試験片を用いたので、図 26 の左側に示している 2mm 板厚用円筒部を使用した。また、円筒部の矩形の穴に取り付ける四角いパッキンと押さえ板も用意する(図 27)。四角いパッキンと押さえ板も、試験を行う試験片断面に合わせたものを用いる。



図 24 環境槽上部本体

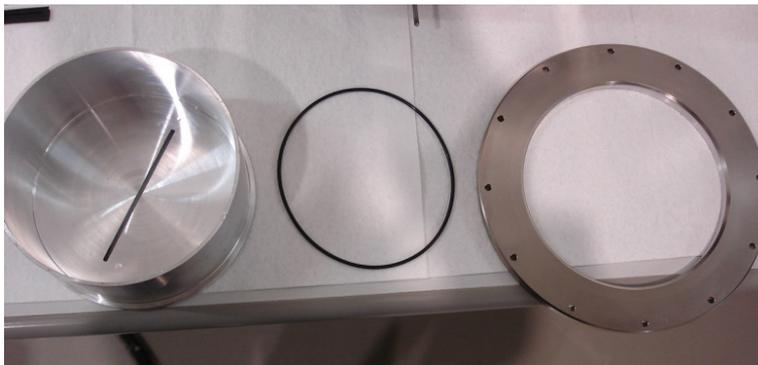


図 25 円筒部と O リングと円筒部用フランジ



図 26 環境槽上部円筒部(左 : 2mm 板厚用, 右 : 6mm 板厚用)



図 27 試験片用パッキンと押さえ板

図 25 に示す円筒部と O リングと円筒部用フランジを図 28 のように組み合わせる。図 28 のように組み合わせた円筒部を図 29 のように環境槽上部本体(図 28)に取り付ける。その後、図 30 のように環境槽上部の円筒部スリットに試験片を通し、試験片に四角いパッキンを取り付ける(図 31)。負荷のためにグリップする位置を考慮して、環境槽上部から外側に出ている試験片の長さを調整する(図 32)。試験片の位置の調整が完了したら、図 33 に示すようにパッキンの押さえ板取り付け、各押さえ板を 12 本のねじで取り付ける。

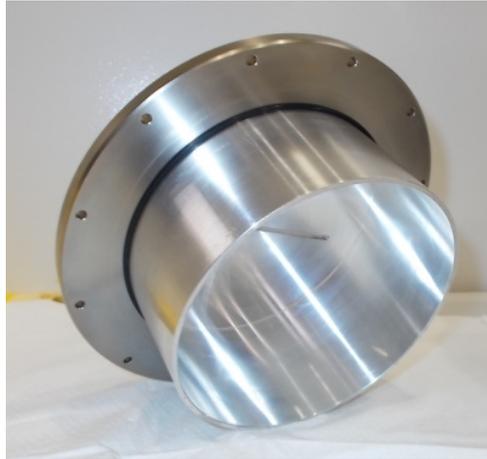


図 28 円筒部への O リングとフランジの取り付け



図 29 円筒部の環境槽上部への取り付け

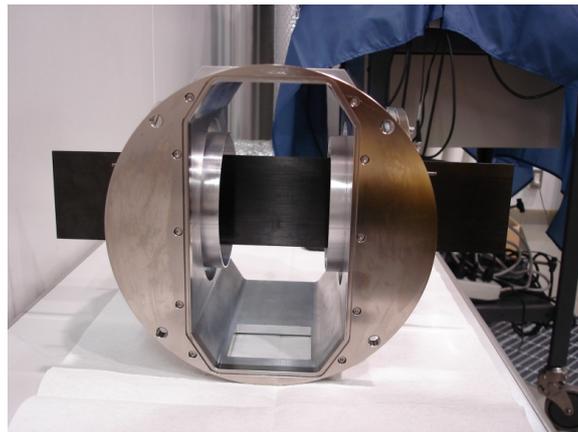


図 30 環境槽上部に取り付けた試験片（環境槽上部の下方から撮影）

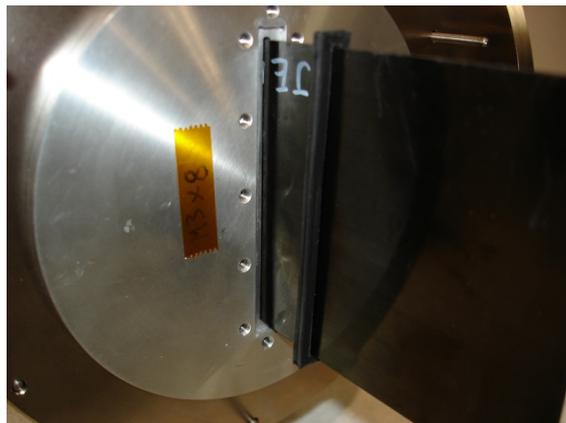


図 31 環境槽上部に設置した試験片とパッキンの装着

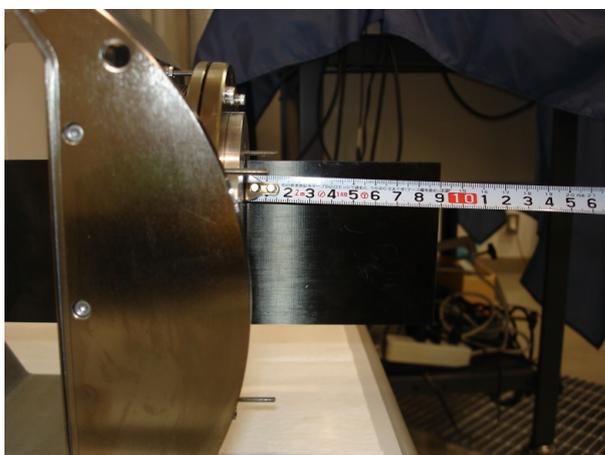


図 32 環境槽上部と試験片の位置の調整

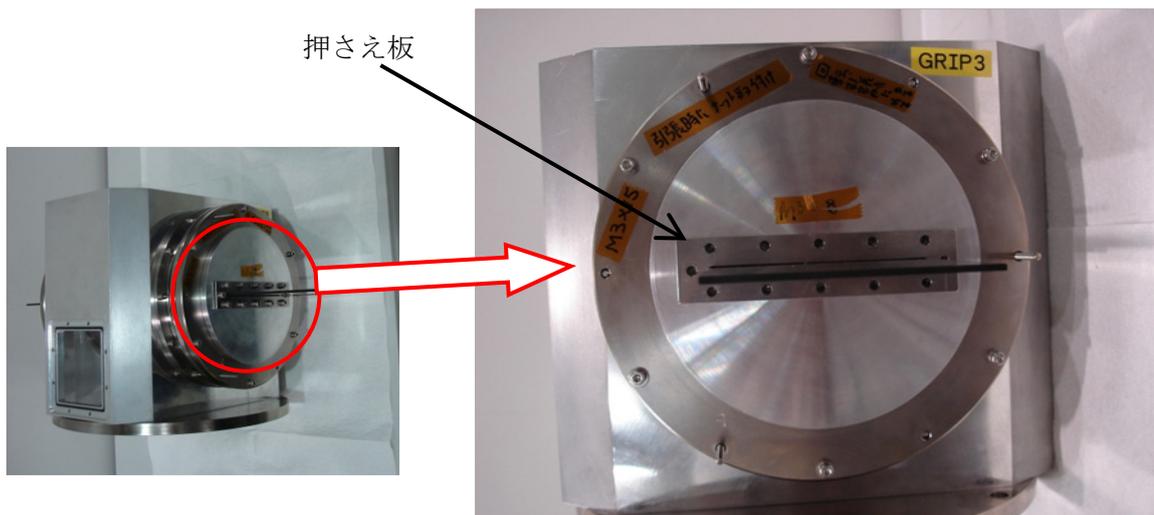


図 33 環境槽上部の押さえ板

環境槽上部に試験片を取り付けたのちに、試験片評定部を冷却する冷却プレートを試験片中央部に取り付ける。冷却プレートの写真を図 34 に示す。試験片には、上下 1 枚ずつ冷却プレートを取り付ける。各冷却プレートには、中央にシリコンダイオード温度センサが取り付けられており、冷却板と接続を行う 8 本の伝熱線も接続されている。伝熱線に取り付けられている端子と冷却プレートの間には、伝熱性を良くするために、M&I Materials Limited 社製 Apiezon-M を塗布する。環境槽上部に取り付けられている試験片の中央部に、これらの冷却プレートを図 35 のように試験片を上下から挟んで、ボルトで取り付ける。



(a) 試験片上部用

(b) 試験片下部用

図 34 伝熱線が接続された冷却プレート

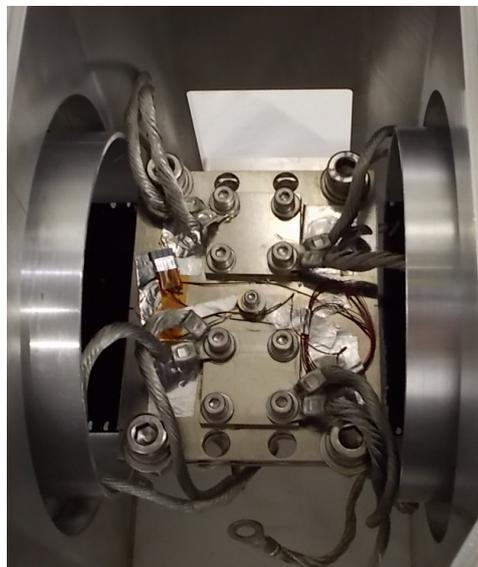


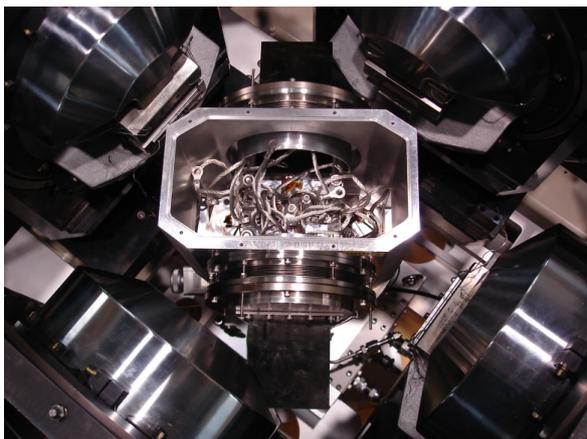
図 35 環境槽上部に取り付けた試験片に設置された冷却プレート

図 36 に示すように環境槽上部の下側には O リング用の溝がある。O リングを環境槽上部の下側の溝にはめた後、二軸試験機中央に設置した環境槽下部に環境槽上部のをせ、取り付ける。環境槽上部の下側の溝にはめた O リングは、ずれやすいので、O リング用の溝に信越化学工業株式会社製高真空シール用オイルコンパウンド HIVAC-G を塗布する。環境槽下部に環境槽上部を取り付ける際、図 37(a)のように二軸試験機の荷重軸に対しておよそ 45 度の角度で環境槽上部をおろす。その後、環境槽上部を回転させ、

試験片の軸と、二軸試験機の軸を合わせる。環境槽上部は、図 37(b)の写真にある「GRIP3」と書かれている側面を二軸試験機 3 番アクチュエータ側に向ける。そして、4つの位置決めボルトを用いて、環境槽上部と環境槽下部を固定する(図 38)。



図 36 環境槽下部へ設置するための環境槽上部の Oリング用溝と Oリング

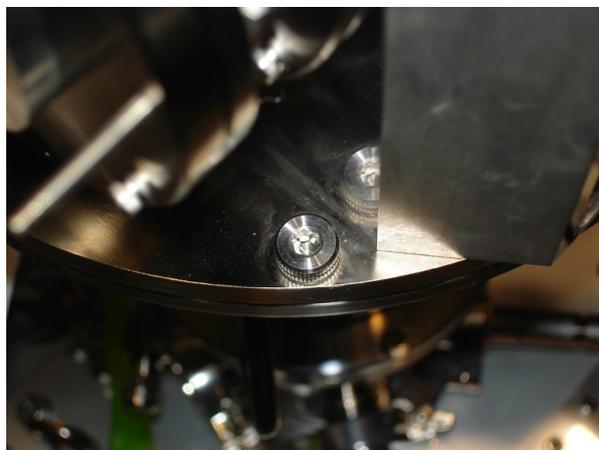


(a) 荷重軸に 45° 傾けた環境槽上部



(b) 3 番アクチュエータへ向ける側面

図 37 環境槽下部への環境槽上部の取り付け



(a) 環境槽上部固定ボルト位置



(b) 位置決めボルト

図 38 環境槽上部と環境槽下部を 4つの位置決めボルトで固定する

各冷却プレートに接続している8本の伝熱線を、環境槽下部の冷却板(図9, 図39)にM4のボルトで接続する。伝熱線に取り付けられている端子と伝熱板の間には、伝熱性を良くするために、M&I Materials Limited 社製 Apiezon-M を塗布する。その後、シリコンダイオード温度センサのケーブルを環境槽下部から出ている温度センサの配線コネクタに接続する(図40)。これらの作業は、環境槽最上部の開口部(図41(a))と側面作業用窓(図42(a))から手を入れ行う。温度センサの配線を接続した後に、温度センサアンプ(図18)の電源を入れ、温度が測定されているかを確認する。伝熱線が環境槽上部壁面に接触すると、冷却効率が下がるので、伝熱線をひもなどでまとめておく。また、図39に示す漏洩測定用フレキシブルチューブが冷却板や伝熱線に接触しないように調整し、フレキシブルチューブからの熱の流入が起これないようにする。

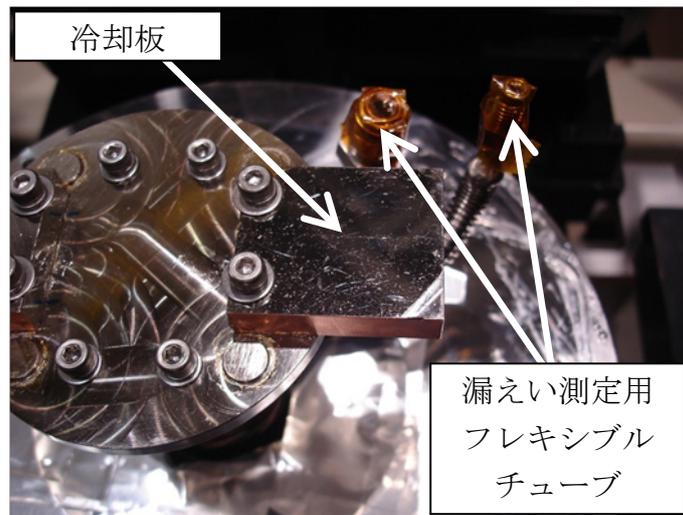
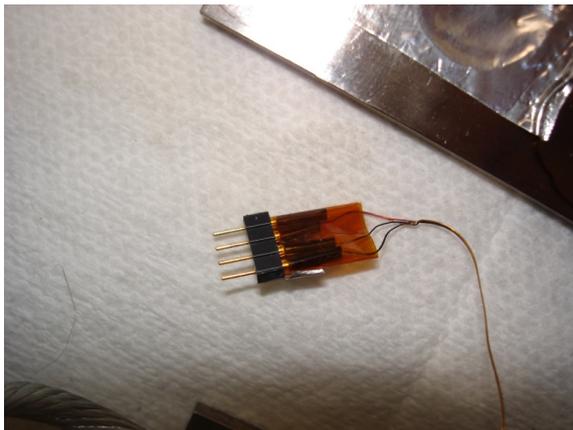
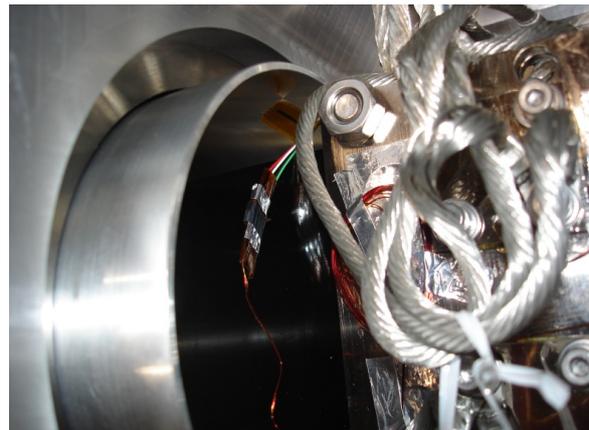


図 39 伝熱線を接続する冷却板と漏洩測定用フレキシブルチューブ

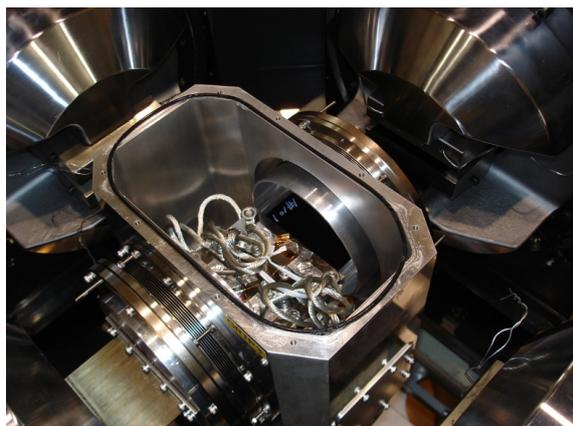


(a) 温度センサコネクタ



(b) 接続後の温度センサコネクタ

図 40 シリコンダイオード温度センサの配線接続部



(a) 環境槽最上部の開口部

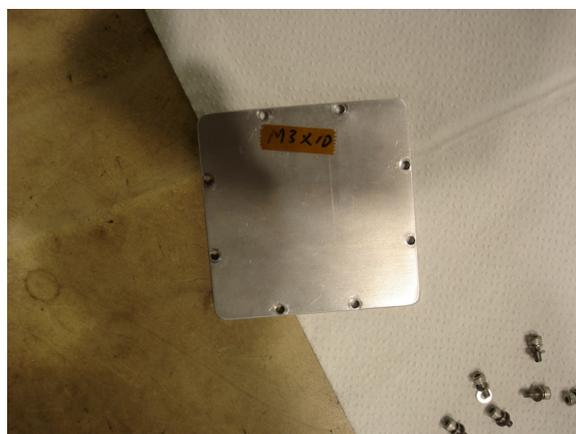


(b) ふたとOリング

図 41 環境槽最上部の開口部と開口部用のふた



(a) 作業用窓



(b) 作業用窓のふた

図 42 側面の伝熱線接続作業用窓とふた

環境槽内部の接続が終わったのちに、環境槽最上部の開口部(図 41(a))と環境槽側面の作業用窓(図 42(a))を、Oリングを溝にはめた後、ボルトを用いてふた(図 41(b)、図 42(b))を取り付ける。環境槽最上部の開口部溝にはめたOリングはずれやすいので、Oリング用溝に信越化学工業株式会社製高真空シール用オイルコンパウンド HIVAC-Gを塗布する。環境槽最上部のふたを設置した後の様子を図 43に示す。

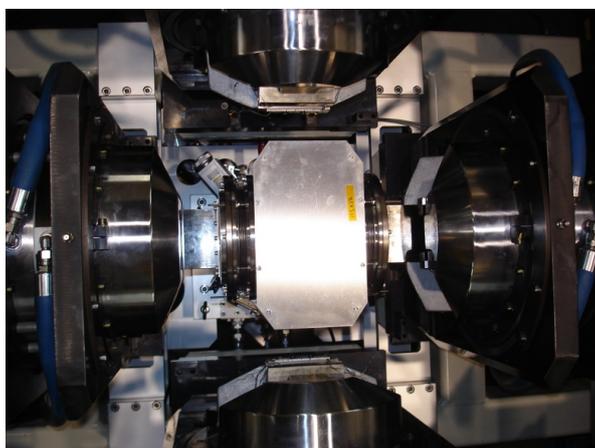


図 43 最上部のふたの設置後の環境槽

### 5.3 冷却

冷却開始前に、断熱のために環境槽内を高真空にする。まず、環境槽とポンプ(ターボ分子ポンプとロータリーポンプ)の間のバルブを閉じる。ロータリーポンプを起動し、その後、ロータリーポンプと環境槽のバルブを徐々に開く。環境槽内の圧力が下がり始めたことを確認し、Oリングやパッキンを抑えている蓋類(特に、試験片と接触している四角いパッキン)を止めているボルトを増し締めする。真空度がおよそ10Paとなったら、ターボ分子ポンプを起動し、ターボ分子ポンプと環境槽の間のバルブを開放する。その後、ロータリーポンプと環境槽の間のバルブを閉め、ロータリーポンプを停止する。

その後、環境槽内の真空度が5Pa未満となったことを確認し、冷凍機の電源を入れる。1~2時間程度して、温度が150Kとなったら、ターボ分子ポンプと環境槽の間のバルブを閉め、ターボ分子ポンプを停止する。さらに、1~2時間して、温度が77K(-196°C)以下となったことを確認する。

### 5.4 負荷試験と試験片取り外し

評定部温度が77K以下となったら、二軸試験機のY軸(アクチュエータ番号:3番と4番)の油圧グリップで試験片をチャックする。破壊まで至らない部分負荷を加える場合は、所定の荷重まで引っ張り、その後に除荷を行う。破壊試験の場合は破壊するまで負荷を行う。負荷後、油圧グリップを開いて試験機と試験片の結合を解放する。その後、ターボ分子ポンプを起動し、ターボ分子ポンプと環境槽の間のバルブを開いて、環境槽内を高真空に保つようにし、冷凍機の電源をオフにする。そのまま、環境槽内部に霜がつかない程度の温度となるまで、二時間程度放置する。その後、ポンプと環境槽間のバルブを閉じて、取り付け手順の逆の順番で、試験片を取り外す。

## 6 性能確認試験

開発した極低温環境槽の性能を実証するために、性能確認試験を実施した。性能確認試験で得られた冷却性能の確認結果と負荷試験の結果を示す。

### 6.1 冷却性能

冷却性能の確認には、東邦テナックス性炭素繊維エポキシ複合材料 HTA/#101 を材料とし、図 4 に示す形状と寸法に加工した試験片を用いた。積層構成は(0/90)<sub>4S</sub>である。この試験片を極低温環境槽に取り付けて冷却を行い、試験片評定部の冷却プレートの温度測定を行った。冷却性能確認試験結果を図 44 に示す。冷却開始から約 200 分を超えた時点で、上下の冷却プレートが液体窒素温度(-196°C)以下となった。評定部上側の冷却プレート温度が下側冷却プレートの温度よりわずかに高いのは、下側冷却プレートは冷却板等で常温である環境槽外壁からの熱輻射の多くが遮られているが、上側冷却プレートは環境槽外壁からの熱輻射がほとんど遮られていないためである。

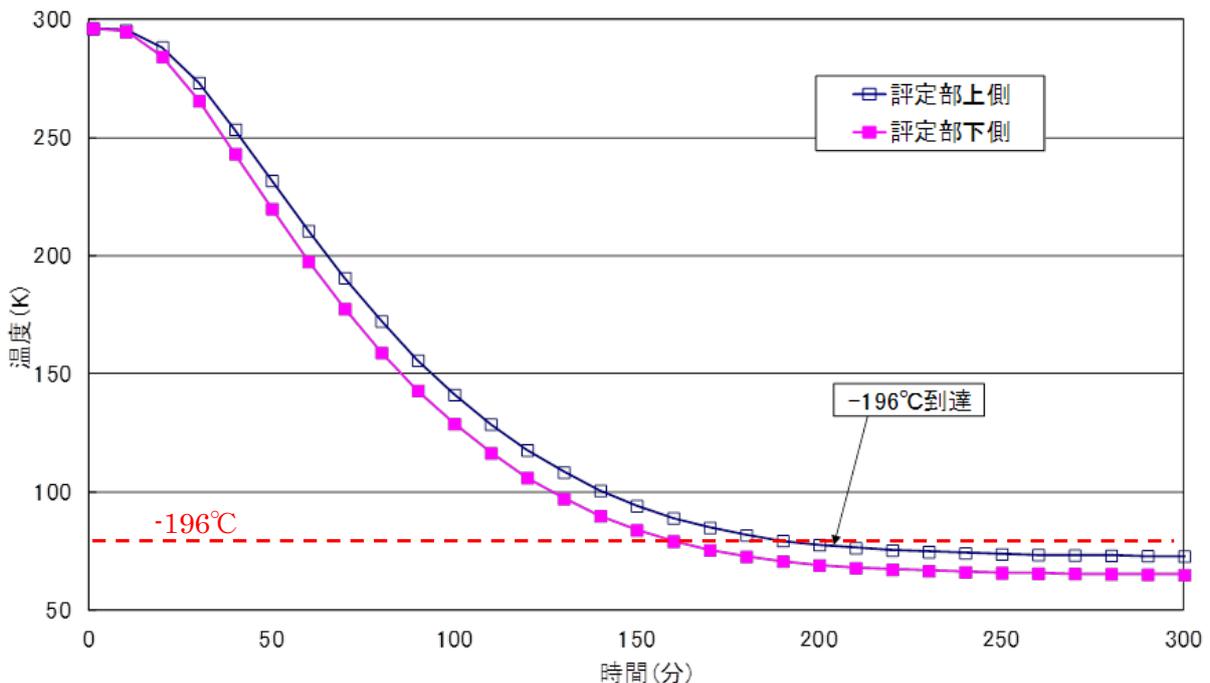


図 44 冷却性能確認試験結果

### 6.2 極低温負荷試験

試験片評定部が、液体窒素温度以下に到達後(冷却プレート温度上側 64K, 下側 62K), 試験片をグリップにチャックし、引張試験を行った。負荷速度は 1mm/min である。引張試験結果を図 45 に示す。試験片の破壊時、図 8(a)に示す環境槽上部両端のベローズや十分長い伝熱線などの効果もあり、試験片破壊後も環境槽内部は高真空に保たれ、冷凍機も保護されていた。そのため、破壊試験の場合であって

も、通常の手順で冷凍機のクールドヘッドなどの低温部を常温に戻すことが可能である。破壊後、環境槽内部の温度が常温近くまで回復したのち環境槽を開け、試験片の破壊が冷却部で起きたことを確認した(図 46)。

温度による引張試験結果への影響を確認するため、同等の試験片の常温引張試験も実施した。常温での試験結果を図 47 に示す。極低温と常温での破壊強度を比較すると、約 2 割の強度低下がみられた。

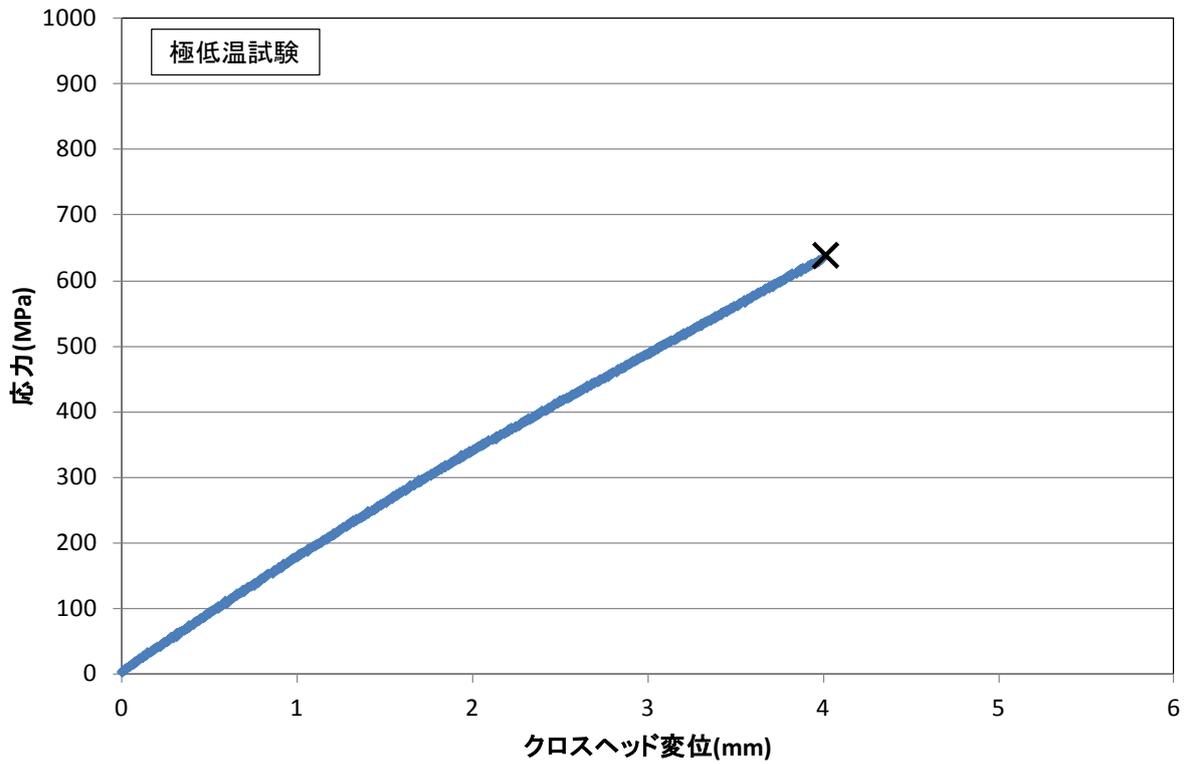


図 45 極低温引張試験結果

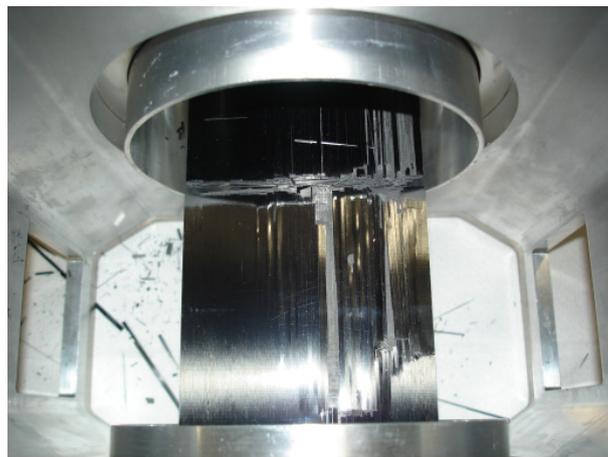


図 46 極低温試験での試験片の破壊部

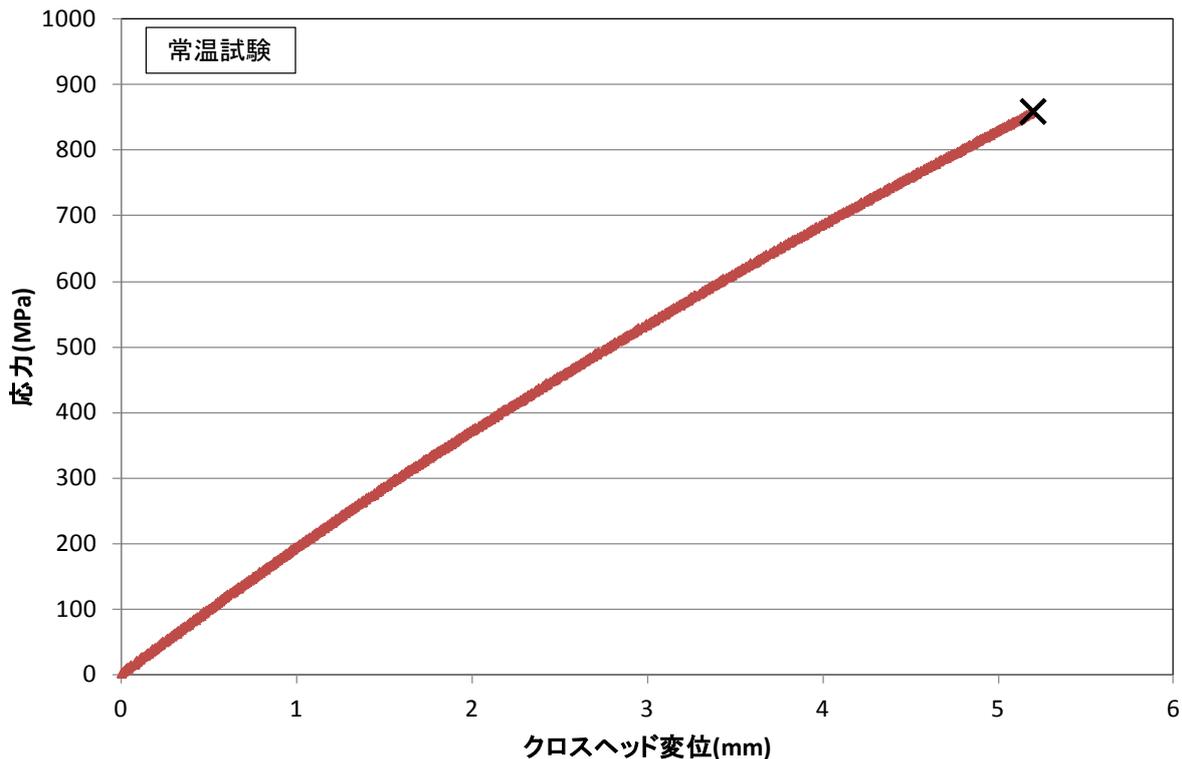


図 47 常温引張試験結果

## 7 おわりに

現在、極低温での漏えい特性試験が可能である十字型二軸試験用極低温環境槽の開発を進めている。その開発においては多くの技術的課題があるため、その最初のステップとして、極低温環境槽プロトタイプである単軸試験用の極低温環境槽を開発した。漏えい特性試験を行うためには、検知ガスであるヘリウムを冷媒(液体ヘリウム)として使用できないため、冷凍機を用いた冷却方式を採用した。また、試験片破壊時の冷凍機および環境槽の保護を目的とした保護機構等を設けて、極低温環境槽の繰り返し使用を可能とした。性能確認試験を実施し、開発した極低温環境槽が液体窒素温度(-196℃)以下の冷却性能および複合材の破壊試験ができる性能があることを確認した。

今回の極低温環境槽の開発で、以下の4つの技術的課題の解決の目途がついた。

- (1) 伝熱線を介して冷凍機と試験片評定部を熱的につなげること
- (2) 断熱のために冷凍機コールドヘッドと試験片評定部の周りを高真空に保つこと
- (3) 試験片評定部を高真空に保ちつつ短冊型試験片の2つの端部を試験機に力学的に結合すること
- (4) 試験片破壊時に試験片と伝熱線で結ばれた冷凍機と試験片評定部を覆っている環境槽を損傷させないこと

今後は、今回の極低温環境槽の開発により得られた知見を活用し、十字型試験片に対応した十字型二軸試験用極低温環境槽の開発を行う。上記の(3)の技術的課題は短冊型試験片に対してであったが、十字型試験片に対しても試験片評定部を高真空に保ちつつ4つの試験片端部を試験機に結合できる構造に発展させていく。また、今回開発した単軸試験用の極低温環境槽を用いて、極低温における漏えい試験方法の開発も進めていく。

## 参考文献

- 1) [http://www.jaxa.jp/countdown/f21/overview/h2a\\_j.html](http://www.jaxa.jp/countdown/f21/overview/h2a_j.html).
- 2) Higuchi, K., Takeuchi, S., Sato, E., Naruo, Y., Inatani, Y., Namiki, F., Tanaka, K. and Watabe, Y., Development and flight test of metal-lined CFRP cryogenic tank for reusable rocket, *Acta Astronautica*, Vol.57, No.2-8, pp.432-437 (2005)
- 3) 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.
- 4) Marshall Space Flight Center/NASA, Final Report of the X-33 Liquid Hydrogen Tank Test Investigation Team, May 2000
- 5) Theodore F. Johnson, David W. Sleight and Robert A. Martin, Structures and design phase I summary for the NASA composite cryotank technology demonstration project, AIAA 2013-1825, 54th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference, 2013
- 6) Aoki T., Ishikawa T., Kumazawa H. and Morino Y., Cryogenic mechanical properties of CF/polymer composites for tanks of reusable rockets, *Advanced composite materials*, Vol. 10, No. 4, pp.349-356(2001)
- 7) Donaldson S.L., Kim R.Y. and Trejo R.E., Damage Development in Laminates Mechanical Cycled at Cryogenic Temperature, AIAA 2004-1774, 45th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference, 2004
- 8) Yokozaki T., Aoki T. and Ishikawa T., 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)
- 9) Yokozeki T., Ogasawara T. and Ishikawa T., Evaluation of gas leakage through composite laminates with multilayer matrix cracks: cracking angle effects, *Composites science and technology*, Vol.66, No.15, pp.2815-2824(2006)
- 10) 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)

11) 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)

