

# 宇宙航空研究開発機構研究開発資料

## JAXA Research and Development Memorandum

---

### 3D-C/C 複合材の試験法標準化研究

青木 卓哉, 小笠原 俊夫, 八田 博志, 後藤 健

2008年3月

宇宙航空研究開発機構

Japan Aerospace Exploration Agency

# 3D-C/C 複合材の試験法標準化研究\*

青木 卓哉<sup>\*1</sup>、小笠原 俊夫<sup>\*1</sup>、八田 博志<sup>\*1</sup>

後藤 健<sup>\*2</sup>

## Standardization of test methods for evaluating the mechanical properties of 3D-C/C composites \*

Takuya AOKI<sup>\*1</sup>, Toshio OGASAWARA<sup>\*1</sup>, Hiroshi HATTA<sup>\*1</sup>  
and Ken GOTO<sup>\*2</sup>

### ABSTRACT

Three-dimensionally reinforced carbon-fiber-reinforced carbon matrix (3D-C/C) composites have been applied to the nozzle throats of solid propellant rockets such as SRB-A and M-V due to the excellent heat resistance at elevated temperatures. In order to assure the design reliability of the nozzle throats, the mechanical properties of the 3D-C/C composites are necessary from room temperature to elevated temperatures. However, no well-developed test method is available at present to evaluate the mechanical properties. The objective of this research is therefore the standardization of the test methods for evaluating the mechanical properties of the 3D-C/C composites. The mechanical tests discussed in this research include tensile, compressive and shear tests of the 3D-C/C composites from room temperature to elevated temperatures exceeding 2273 K.

Keywords: Carbon/Carbon composites, Test methods and Elevated temperatures

### 概 要

本研究は、SRB-A および M-V ロケットのノズルスロートインサートに用いられている三次元強化炭素繊維強化炭素（以下、3D-C/C と略記）複合材の力学的特性評価技術に着目し、室温から 2000℃以上の温度域における同材料の材料特性試験法の標準化を目指した検討を行うことで、固体ロケットモータの信頼性向上に貢献するものである。本稿では、ノズルスロート用 3D-C/C 複合材の模擬材料を製作し、同材料について室温から 2000℃以上の超高温域における引張、圧縮、せん断特性の試験法妥当性について実験的な検討を行った結果を報告する。

---

\*平成 20 年 3 月 1 日受付 (received 1 March, 2008)

\*1 総合技術研究本部 複合材技術開発センター (Advanced Composite Technology Center, Institute of Aerospace Technology)

\*2 宇宙科学研究本部 宇宙構造・材料工学研究系 (Department of Space Structure and Materials, Institute of Space and Astronautical Science)

## 1. はじめに

炭素繊維強化炭素(C/C)複合材料は構成材料の全てが炭素のため、2000℃以上の温度域においても高強度を保持し、極めて優れた耐熱性を有する。また、密度が1.5~2.0 g/cm<sup>3</sup>程度と軽量であり、超耐熱構造材料としての潜在能力は高い<sup>1-3)</sup>。このうち、三次元的に炭素繊維を配向させた織物にマトリックス炭素を充填した3D-C/C複合材は、負荷荷重に対し最適な繊維配向や、複雑形状を付与することが可能となる。近年、日本においても固体ロケットモータのノズルスロートインサートに3D-C/C複合材の適用が開始されている。このノズルインサートは燃焼ガスに直接晒されるため、ごく短時間で1000℃以上に、局所的には3000℃程度まで加熱される。したがって、ノズルインサートの設計にあたっては、材料データとなる同材料の室温から超高温に亘る力学特性(引張、圧縮、せん断特性等)が不可欠である。ところが、3D-C/C複合材に関しては力学特性の評価方法が標準化されておらず、また技術的に確立された方法も存在していない。このため、材料試験によって得られた力学特性データの妥当性についても、必ずしも十分に検証されていないのが現状である。

上述の背景に基づき、本研究では、固体ロケットモータのノズルスロートに用いられている3D-C/C複合材の模擬材料を製作し、室温から2000℃以上の超高温に亘る力学的特性評価方法について実験的な検討を行うことで、ノズルスロート用3D-C/C複合材の標準的材料試験方法の提案と課題の抽出を行った。併せて、これまで用いられてきた既存試験法で得られた試験結果との比較を行うことで、既存試験法の問題点を明らかにするとともに、提案した試験法の妥当性を示す。これにより、3D-C/C複合材製ノズルスロートの強度信頼性設計および評価技術の確立に貢献する。

## 2. 研究項目

本研究は、総合技術研究本部、複合材技術開発センターと宇宙科学研究本部、宇宙構造・材料工学研究系の共同研究である。研究分担は、総合技術研究本部は3D-C/C複合材のせん断特性を、宇宙科学研究本部は引張および圧縮特性を担当することとした。以下に研究項目を要約して示す。

### 研究項目

1. 最高 3000℃の試験が可能な試験機および試験治具の整備(総合技術研究本部、宇宙科学研究本部)
2. 最適試験片形状の検討(せん断は主に総合技術研究本部、引張・圧縮は主に宇宙科学研究本部)
3. ひずみ計測技術の検討(分担は上述通り)
4. 力学特性試験方法の評価、標準化検討(分担は上述通り)

## 3. 供試材料

本研究で使用したノズルスロート用3D-C/C複合材の模擬材料は、xyzの直交三軸方向に炭素繊維を配置させた織物に、HIP(熱間静水圧)法によるピッチ含浸・炭化処理と、2000℃以上の高温熱処理を数回繰り返すことで高密度化したものである。出発材料である織物はPAN系高強度炭素繊維を使用しており、シキボウ(株)に依頼して製作した。その後のC/C化処理は、(株)IHIエアロスペースに依頼した。炭素繊維含有率はxyzの各方向とも15%で等しいものの、繊維束一本当たりの繊維数は、xおよびy方向で12000本、z方向で48000本と異なる。結果、z方向に太い繊維束が配置されている。なお、最終密度は1.95 g/cm<sup>3</sup>である。

## 4. 超高温材料試験設備の整備

国内で2000℃以上の超高温域において材料の強度や弾性定数を高精度で測定可能な試験機関は非常に限られている。本研究では、インハウスで随時3D-C/C複合材の超高温における材料特性の評価が可能となるよう既存設備の改修により、総合技術研究本部に最高試験温度2300℃の材料試験設備を、宇宙科学研究本部に最高試験温度3000℃の試験設備の整備を行った。

図1に総合技術研究本部の試験設備を示す。本設備は米国インストロン社製のネジ駆動式万能試験機(モデル8862)と、タングステンメッシュヒーターおよび真空チャンバーを組み合わせたものである。試験片に荷重を導入するための試験治具は黒鉛製であり、引張、圧縮、せん断等の各種材料試験を2000℃まで行うことが可能である。また、米国MTS社製の接触型変位計(モデル632.59F-77)を組み合わせることで、2000℃までの材料試験において試験片のひずみ測定が可能となっている。一方、宇宙科学研究本部においてもグラファイト製ヒータを用いた3000℃真空加熱炉とネジ駆動式試験機が組み合わせられた超高温材料試験設備を整備

した。本装置においても、総合技術研究本部と同様の接触型変位計を整備することで 2000℃までの試験片のひずみ測定を可能としている。

5. 3D-C/C 複合材の材料試験法の検討

5.1 引張試験方法

本研究で検討した引張試験片形状と現状法の試験片形状を図 2 に示す。引張試験の結果、3D-C/C 複合材の引張強度は 2000℃までは試験温度の上昇と共に増加し、2000℃以上の温度域においてはクリープ変形が顕著となり大きな強度低下を示すことが明らかとなった(図 3)。本研究で得られた引張試験結果は、現状法で得られた結果とおよそ一致しており、引張特性の評価においては現状法を用いることで妥当と判断された。

また、クリープ挙動は 2000℃以上で顕著となり、特に 2500℃においては著しいクリープ変形の為、最終破壊前に荷重が低下し、試験片を破断させることが出来なかった。このことは、2000℃以上の超高温引張試験においては、得られる引張特性が引張速度に依存することを意味しており、ノズルインサート設計のための引張特性データを取得するためには、妥当な試験速度を別途定める必要があることが明らかとなった。

5.2 圧縮試験方法

現状法による圧縮試験においては、図 4 に示す角柱試験片を使用している。角柱試験片を用いた場合、1000℃以下の試験温度においては、図 4 に併せて示すように、最終破壊前に試験片端部において局所破壊が

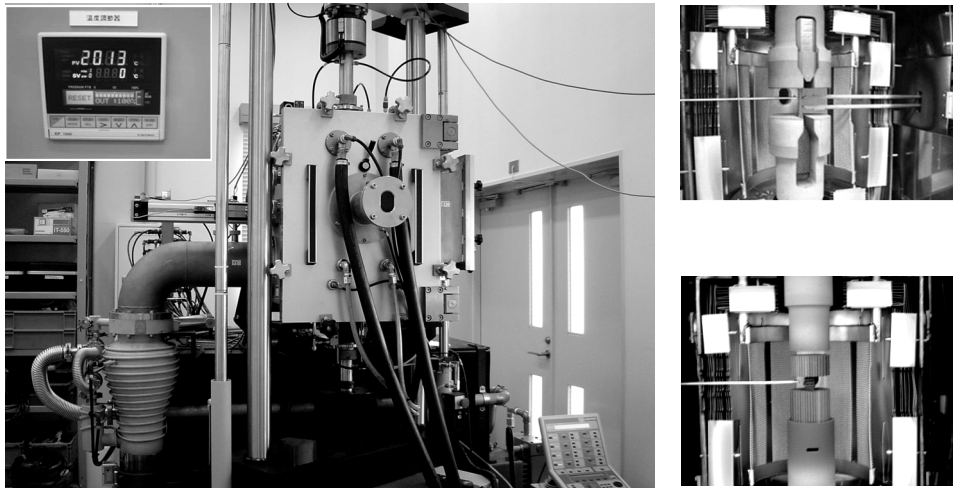
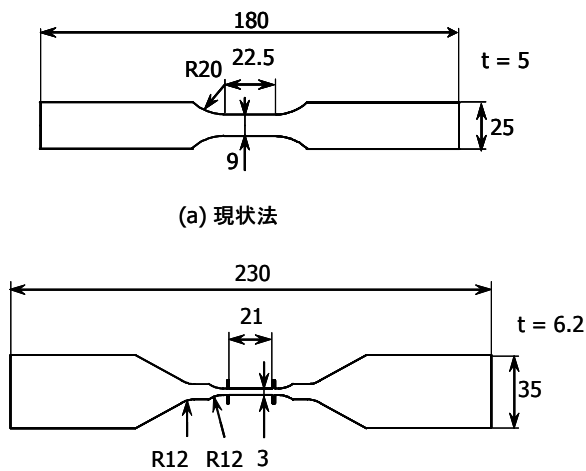


図 1 総合技術研究本部に整備した超高温材料試験設備



(a) 現状法

(b) 本研究で検討した改良法

図 2 引張試験片形状

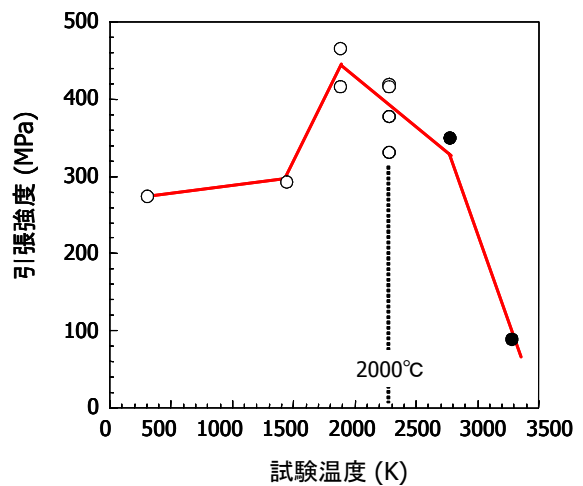


図 3 引張強度の試験温度依存性

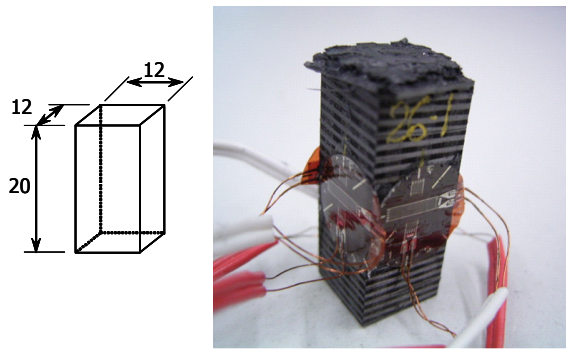


図4 角柱圧縮試験片の破壊状況（室温試験）

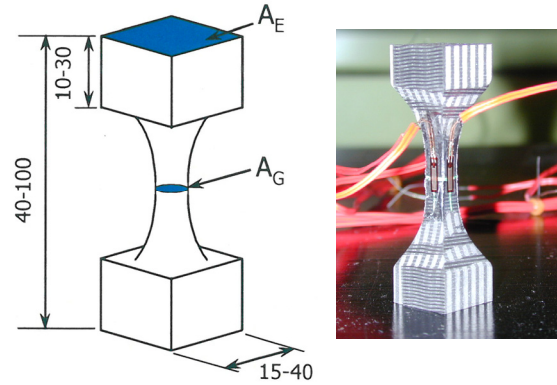


図6 本研究で検討したダンベル型圧縮試験片

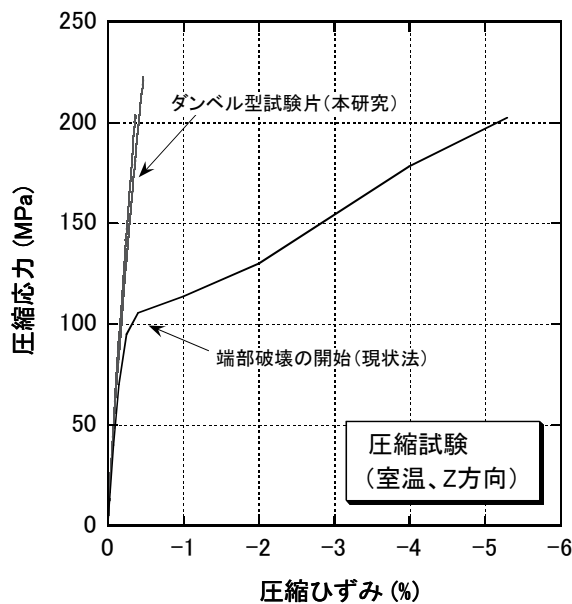
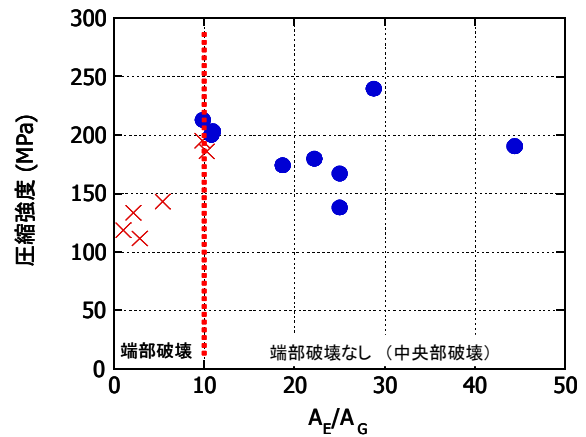


図5 角柱圧縮試験で得られた応力-ひずみ線図

生じることが報告されている。この端部破壊は約 100 MPa で発生し、その後の応力-ひずみ関係は緩やかに上昇する（図 5）。この端部破壊が生じることは、妥当な圧縮強度および応力-ひずみ関係が得られていないことを意味しており、本研究においては端部破壊が防止でき、試験片中央部で破壊させることが可能なダンベル型試験片形状を検討した。端部破壊は応力集中によって生じると考えられるため、図 6 に示すように、試験片中央部の断面積  $A_G$  と試験片端部の断面積  $A_E$  を変化させた圧縮試験を実施し、端部破壊が防止可能な  $A_G/A_E$  比を定めた。図 7 に室温圧縮強度と  $A_G/A_E$  比の関係を示す。図示のとおり、 $A_G/A_E$  比を 10 以上とすることで端部破壊が防止でき、ほぼ一定の圧縮強度が得ら

図7 室温圧縮強度と  $A_G/A_E$  の関係

れることが明らかとなった。

$A_G/A_E$  比を 10 以上としたダンベル型試験片を用いた改良法で得られた応力-ひずみ線図を図 5 に併せて示す。図示の通り、応力-ひずみ関係は最終破壊までおよそ線形となることを見出され、現状法で得られる応力-ひずみ関係は破壊ひずみを過大評価していることが分かる。なお、最終強度についてはダンベル型試験片と角柱試験片でおよそ一致しており、両試験片の最終破壊モードは同一であることがわかる。

また、これまでのノズルスロート設計においては、試験装置の制約のため 2500°C 以上の温度域における圧縮強度については、試験が可能である 2000°C 以下の圧縮強度から外挿した推定値を使用してきた。そこで

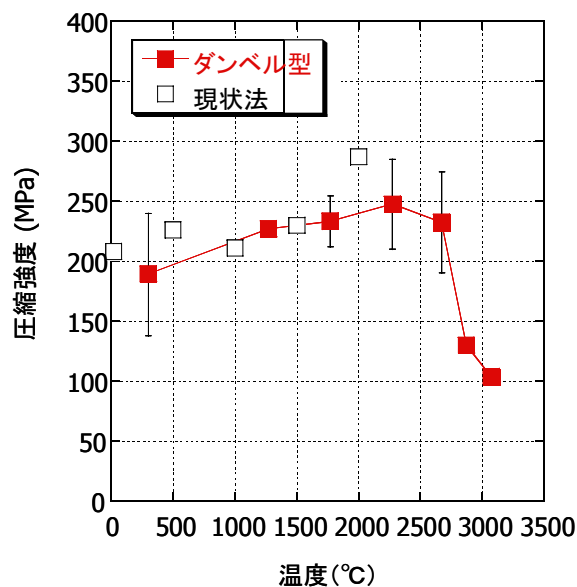


図 8 圧縮強度の試験温度依存性

本研究では、宇宙科学研究本部に整備した材料試験設備を使用し、インサート模擬材料であるものの、2500°C および 3000°C における圧縮試験を実施した。図 8 に圧縮強度と試験温度の関係を示す。図示の通り、圧縮強度は 2000°C までは試験温度の上昇と共に増加したが、2000°C 以上の温度域では圧縮強度は大幅に低下することがはじめて明らかとなった。なお、この原因は強化材である炭素繊維が劣化したためと推定される。

以下に圧縮試験で得られた結果をまとめて示す。

- 1) 試験片中央部で破壊させ、妥当な応力-ひずみ関係が取得可能なダンベル型試験片(改良法)を確立した。
- 2) 現状法と改良法において、圧縮強度の絶対値はおよそ一致した。しかしながら、現状法では 1000°C 以下の試験温度において、端部破壊が原因となり試験後半で剛性が低下する。このため、現状法で得られた 1000°C 以下の応力-ひずみ関係については、その妥当性を評価する必要がある。
- 3) ノズルインサートの模擬材料であるものの、これまで未取得であった 2500°C 以上の温度域における圧縮強度を取得した。2500°C 以上の温度域においては、大幅な強度低下を示すことを確認した。

### 5.3 せん断試験方法

せん断特性は、強化繊維を試験片長手方向に対して  $\pm 45^\circ$  に傾けた、 $\pm 45^\circ$  圧縮法により評価を行った。この試験法を用いた理由は、せん断ひずみを試験片長

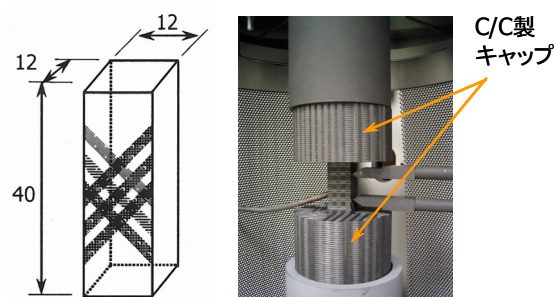


図 9 現状法によるせん断試験方法

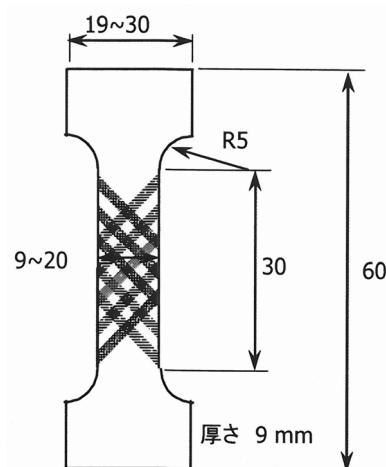


図 10 ダンベル型せん断試験片 (改良法)

手方向のひずみのみを計測することで求めることが可能なためである (通常、高温試験においてはひずみ計測は試験片長手方向の 1 方向に限られている)。

現状法では、図 9 に示すように、角柱試験片の両端を、端部破壊を防ぐことを目的として、試験と同一材料のキャップを被せて圧縮荷重を負荷することでせん断試験を実施している。

本研究においては、端部破壊を防止するための対策として図 10 に示すダンベル型試験片を用いたせん断試験を実施し、得られたせん断特性を現状法による試験結果と比較した。図 11 に現状法により、図 12 に本研究で提案したダンベル型試験片を用いた改良法により取得されたせん断挙動を比較して示す。図示の通り、試験結果はおよそ一致しており、両試験法は妥当と判断された。また、せん断強度は試験温度の上昇と共に大幅に増加することが分かる。3D-C/C 複合材のせん断破壊は、繊維束間の界面破壊とその後の界面滑りによ

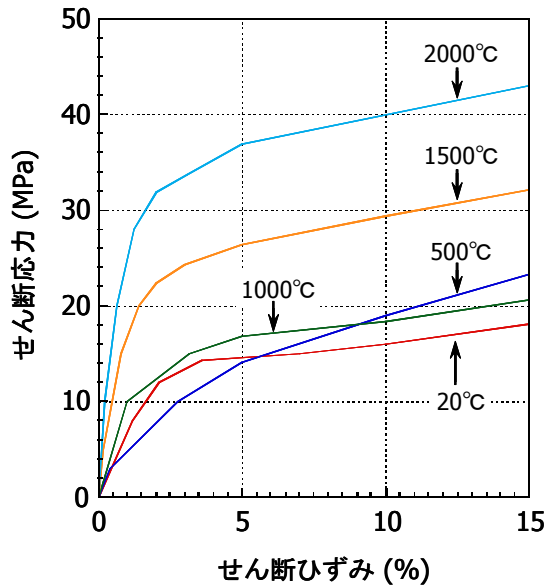


図 11 現状法で取得されたせん断応力-せん断ひずみ線図

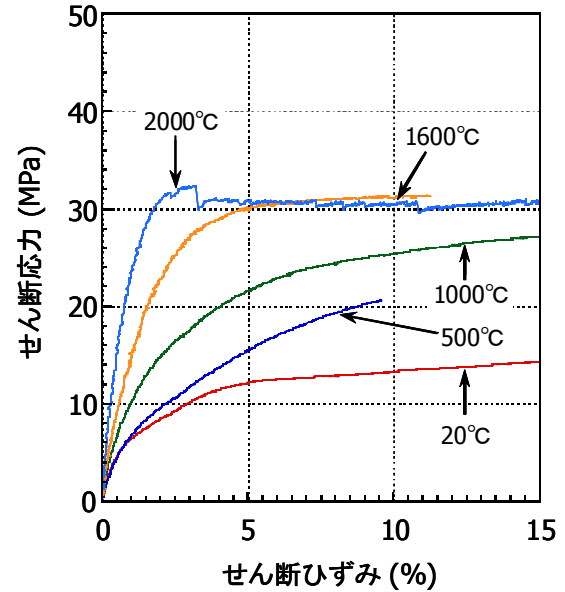


図 12 改良法で取得されたせん断応力-せん断ひずみ線図

り生じており、せん断強度が試験温度と共に上昇する理由は、繊維束間の界面強度が上昇するためと判断された。

## 6. まとめ

本研究では、ノズルスロット用 3D-C/C 複合材の模擬材料に対して、室温から超高温に亘る材料特性評価技術（引張、圧縮、せん断）について実験的な検討を行い、標準的な試験方法を提案すると共に、考慮すべき項目について明確化を行った。

## 参考文献

- 1) T. Aoki, Y. Yamane, T. Ogasawara, T. Ogawa, S. Sugimoto, T. Ishikawa, H. Hatta, "Measurements of fiber bundle interfacial properties of three-dimensionally reinforced carbon/carbon composites up to 2273 K ", Carbon (accepted).
- 2) H. Hatta, K. Goto, S. Ikegaki, I. Kawahara, M. S. Aly-Hassan, H. Hamada, "Tensile and fiber/matrix interfacial properties of 2D- and 3D-Carbon/Carbon Composites", J. Europ. Ceram. Soc, 25(4) 535-542 (2005).
- 3) H. Hatta, K. Taniguchi, Y. Kogo, "Compressive strength of three-dimensionally reinforced carbon/carbon composite", Carbon, 43, 351-358 (2005).