

UDC 678.63:  
620.181

# 航空宇宙技術研究所資料

TECHNICAL MEMORANDUM OF NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

TM-165

フェノール系複合材の環境試験結果

古田敏康・野口義男

1969年11月

航空宇宙技術研究所  
NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

既 刊 資 料

TM-125	航技研 1 m×1 m吹出式超音速風洞におけるハーフモデル試験について	1968年2月	石原久蔵, 原 亘 利夫 榊原盛三, 関 根 英 夫
TM-127	2024-T 3 アルミニウム合金の3-bay有孔補強平板の軸荷重による疲労特性	1968年4月	飯田宗四郎, 猿 本 光 明 斉藤信一郎
TM-130	リフトエンジンの自然吸込みについて	1968年4月	近 藤 博, 大城章一郎
TM-131	遷音速タービン翼列二次元試験(Ⅲ)	1968年5月	近 藤 博, 藁 田 光 弘 山崎紀雄, 古 川 昇
TM-132	行列の最小固有値の一計算法	1968年5月	戸川隼人, 戸川保子
TM-133	フィラメント・ワインディング円筒の強度特性に関する研究	1968年5月	竹中幸彦, 齊藤浩一郎 古田敏康, 川島敏一郎 三本木茂夫, 小川敏一 越出慎一, 朝田洋雄 熊倉郁夫, 大竹邦彦
TM-134	AGARD 標準模型HB-1, HB-2の超音速風洞試験	1968年5月	齊藤秀夫, 石原久蔵 原 亘 利夫, 野田順一 関 根 英 夫
TM-135	歪ゲージの自己加熱による歪ドリフト	1968年5月	小川 敏一, 遠藤修司
TM-136	“NAL-16・31” および “NAL-25・31” 二段ロケット結合部の曲げ剛性試験	1968年5月	中井暎一, 飯田宗四郎 高木俊朗, 安藤泰勝 菊地孝男
TM-137	ロケットの三次元の運動の方程式および HITAC 5020 による軌道計算のためのプログラム	1968年5月	毛利 浩
TM-138	片持板の振動解析に関する考察	1968年6月	埜 武 敏, 越出慎一 林 洋一
TM-139	薄板構造の疲れき裂伝ば実験	1968年6月	竹内和之, 野原利雄 飯田宗四郎
TM-140	二次元スラットおよびスロッチドフラップの実験的研究(Ⅱ)	1968年7月	犬丸矩夫, 北村清美
TM-141	超音速二次元翼列予備実験風洞について	1968年7月	近 藤 博, 坂口一晋 八山 優, 高 森 晋
TM-142	二次元スラットおよびスロッチドフラップの実験的研究(Ⅲ)	1968年7月	犬丸矩夫, 高橋 侖
TM-143	端面一体巻きフィラメント・ワインディング容器の静圧強度および疲れ強度	1968年8月	竹中幸彦, 朝田洋雄 野口義男
TM-144	真ひずみ計の試作	1968年8月	竹中幸彦, 朝田洋雄 野口義男
TM-145	スピンを伴うロケットの運動を計算するプログラム	1968年8月	戸川隼人, 石黒登美子 山本浩通
TM-146	双発 STOL 機の飛行試験 (実用運用包囲線および離着陸特性)	1968年8月	幸尾治朗, 岡 遠 一 塚野雄吉, 鎌 田 幸 男 小野孝次
TM-147	浮動振子型加速度計の試作	1968年9月	大月正男, 鈴木孝雄 円居繁治
TM-148	吹出しフラップ翼の高揚力特性	1968年9月	小橋安次郎, 宮沢政文 西 武 徳
TM-149	NAL-16-TR ロケットの研究試作	1968年10月	ロケット性能研究室
TM-150	リフトジェット VTOL機 の着陸における水平方向の減速について	1968年11月	西村博史
TM-151	フラッタ解析法の再検討 (フラッタ解析法の研究 その1)	1968年12月	市川輝雄
TM-152	ノズル内の突起物によるロケットエンジンの側分力	1969年1月	檜崎哲二, 中野富雄

# フェノール系複合材の環境試験結果\*

古田 敏康\*\*・野口 義男\*\*

## 概 要

フェノール系複合材は耐熱性およびアブレーション特性がよく、しかも比重は 1.5～1.6 (樹脂の割合は 45～50 Wt %) 程度と非常に軽い。したがってロケットのノーズコーンや、ノズル、その他の断熱材としていろいろの補強材を入れた複合材が使用されるようになってきた。この場合に、なかに入れる補強材の種類によっては強度も異なり、その他の性質も異なる。そこで各種の素材試験片について乾燥、湿度、温度サイクルが重量変化に与える影響を調べるとともに、NAL-25 型および NAL-31 型モータノズル模型試験片の温度サイクル試験を行ない、そのはく離の模型を超音波探傷器により調べた。

## 1. はしがき

フェノール樹脂は開発されてから現在までにすでに 50 年以上の歴史をもち、他の樹脂類に比較して機械的強度、耐熱劣化性、耐アブレーション特性、耐炎性、電気絶縁性などがすぐれ、鋳型用、砥石用バインダ、ブレイキニングなどにも使用されるが、一般には補強材を入れた積層品として使用される例が多い。すなわちよく知られているベークライトは紙またはガラスクロスを補強材としたフェノール樹脂の積層品で、電気部品など比較的耐熱性および絶縁性を要求される場所に使用されている。

しかしフェノール樹脂は着色の制限や、高温高压成形など取り扱いに難点があり、特殊な用途にのみ利用され、比較的地味な存在であった。

しかし 1953 年頃アメリカでロケットの噴流翼の調査中にノズルの耐熱材としてメラミン複合材を使用し良い結果を得た。すなわちアブレーション冷却法を利用したわけである。フェノール樹脂は炭化率が多く、アブレーション効果が良いので、その後大型ロケットに応用され(弾頭の回収が 1958 年に初めて成功した)、現在でも空力加熱を受けるノーズコーンや、高温のロケ

ット排気ガスにさらされるノズル部に従来のグラファイトに変わり、カーボンを補強材とした FRP ノズルが使用されるようになった<sup>1)</sup>。これはグラファイトは大型になると製造が困難になるとともに、熱衝撃によるクラックが生じやすく、しかも比重が大きい (1.9～2.0)、などの欠点があるためである。その他ノズル出口部には石綿やシリカクロス、E ガラスクロス、その他の補強材を入れた耐熱複合材が使用されるようになってきた。

これらの複合材は熱伝導率が金属などに比較して約 1/300～1/500<sup>2),3)</sup>程度で、しかも比重は 1.5 程度と軽く、宇宙開発の新らしい材料として注目されている。しかしこれらの複合材はなかに入れる補強材の種類や、成形法などによりその強度も異なり、また乾燥、湿度、温度などによる経年変化をも受けやすい。電気部品などのフェノール系積層品にもその傾向がある。

ここでは耐熱複合材として使用される各種の補強材を入れたもの、あるいは成形圧力を変えた複合材試験片について、乾燥、湿度、温度サイクル試験などを行ない、その結果、それらの素材試験片が大気環境によりかなり重量の増減のあることがわかった。そこで NAL-25 型および NAL-31 型モータノズル模型試験片を作り、温度サイクル試験を行ない、超音波探傷器により複合材と金属製のノズルホルダとはく離の状況を観察した。

\* 昭和44年9月26日受付

\*\* 機体第一部

## 2. 複合材試験片

ロケットのノーズコーンやノズル、その他の断熱ライナとして使用されるフェノール系複合材は、次のように製作する。まず補強材を十分に乾燥させたのちにフェノール樹脂を含浸させ、つぎに樹脂分に含まれるアルコールなどの溶剤を蒸発させるために一定の温度、時間で予備乾燥させる。これをプリプレグ (pre-preg) という。これをフィラメント・ワインディング法、テープ・ワインディング法、ハンドレイアップ法などにより金型に巻きつけ、その上から割型で押えて、ホットプレスまたはオートクレーブなどにより高温、高圧のもとで熱硬化させて成形する。このときフェノール樹脂から反応ガスや水などが生ずるが、そこでガス抜きと称する作業を途中で数回行なう必要がある。このときの成形圧力およびガス抜き作業が重要な要素となる。本実験ではプライオーヘン #5900 フェノール樹脂を使用し、オートクレーブとプレスとを併用して下記の補強材に対して素材試験片と NAL-25 型、NAL-31 型モータノズル模型試験片を作った。

### 2.1 補強材について

現在生産されているカーボン繊維の種類は、米国ではレーヨン系、英国ではポリアクリロニトリル(PAN)であるのに対して、日本では PAN 系、リグニン系、ピッチ系など多種類生産されており、カーボン繊維の生産国としてその技術は高く評価されている。その他他国でも生産されている。カーボン繊維は焼成方法などにより、High Modulus, Low Modulus, High Strength 用などに分かれ、それぞれの使用目的<sup>4)</sup>により使い分けられている。

ロケットのノズル用としては Low Modulus のカーボンクロスが一般に使用されている。表1のうち GF-6 と E ガラスクロス の混合複合材 (10 kg/cm<sup>2</sup> 成形) は NAL ロケットのノズル用断熱材として使用さ

表 1 補強材の種類と成形圧

補強材名	成形圧
GF-6カーボンクロス	200 kg/cm <sup>2</sup> で成形
GF-20カーボンクロス	"
GF-6とガラスクロス	"
シリカガラスクロス	"
ガラスクロス	"
GF-6とガラスクロス	10 kg/cm <sup>2</sup> で成形

注) GF-6とガラスクロス の混合率は体積率で約1:1 の割合とした。

れた補強材である。

このGF-6 (商品名カーボロン) は PAN 系で、600°C 程度の温度で焼成したものであるため、まだ炭素化があまり進行していない。いわゆる耐炎繊維の段階である。焼成温度とそれに含まれる各元素の割合を図1<sup>5)</sup>に示す。この図からもわかるように600°Cで焼

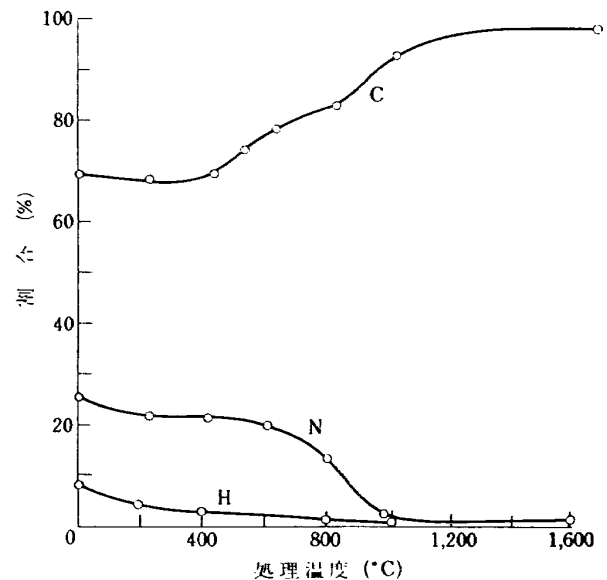


図 1 カーボン繊維の元素分析

成したGF-6は炭素(C)は約75%、窒素(N)は約20%、水素(H)は約5%程度含まれており、かなり不純物の多いことがわかる。これらの炭素繊維は表面構造はかなり粗雑で化学吸着が大きく、湿度があると吸湿量が増加する性質<sup>6)</sup>がある。これは焼成温度が低いほどその比表面積 (単位重量あたりの繊維の表面積) が多くなるためと思われる。一方、2,000°Cで焼成したGF-20になると炭素(C)の含有量が約99%程度とその純度が高くなる。また比表面積も前者に比較してかなり小さくなり、したがってその吸湿量もかなり少なくなる。

つぎにシリカガラスは特殊なガラス繊維を高温の硫酸で処理し、不純物を取り除き SiO<sub>2</sub> の純度を約97~98%程度としたもので、やはりかなり多孔質で、したがって吸湿性があり、その融点は1,300°C程度であり、朱子織クロスで、表面処理剤はシリコン系A-#1100を使用し樹脂とのぬれをよくしてある。つぎにガラスクロスは普通のフィラメントワインディング用と同じEガラス繊維で、断面は単純な形状をしておりほとんど吸湿性はない。厚さは0.18mmの朱子織で、ボラン処理を施してあり樹脂とのぬれも非常によく、融点は約700°C程度であるが、その強度はカーボンクロスやシリカクロスよりもはるかに強い。

2.2 素材試験片

試験片は素材試験片とモータノズル模型試験片とに分けた。すなわち素材試験片は複合材自身の乾湿度、温度などによりいかなる変化をきたすかを調べる目的の試験片である。

表1の各種補強材に対して #5900フェノール樹脂を使用し、70 mmφ の成形金型で、圧力は 200 kg/cm<sup>2</sup>、175°Cで1時間キュアさせた。ただしNAL-ロケットモータノズルに使用されているGF-6とEガラスクロスとの混合複合材に限り、同モータノズルと同じく成形圧力を 10 kg/cm<sup>2</sup> のものも別に用意した。いずれも

樹脂含有量は 45~50 Wt%とした。成形後は図2に示すように繊維の積層方向に対して30°の角度とし、厚さは6 mm となるように機械加工した。図3にこれら各種素材試験片の写真を示す。

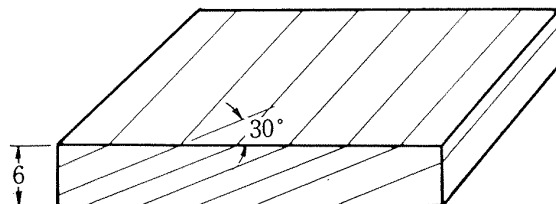


図2 試験片素材の積層方向

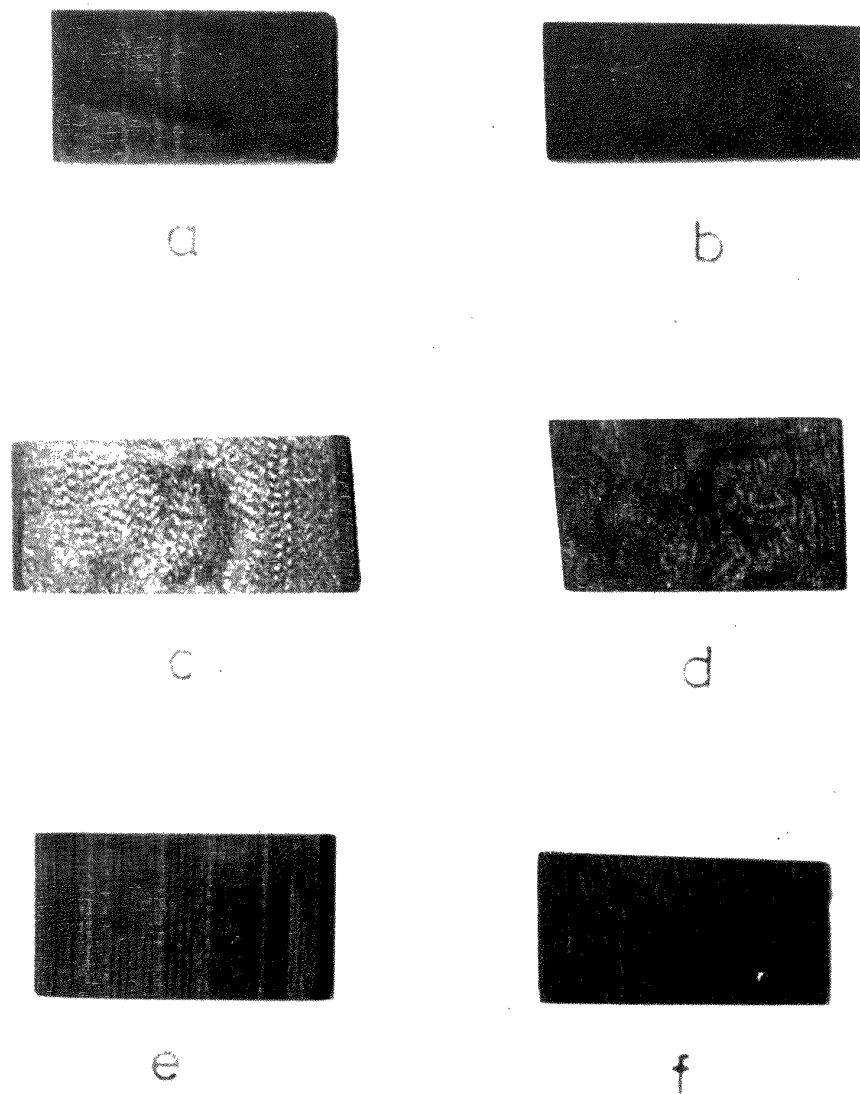
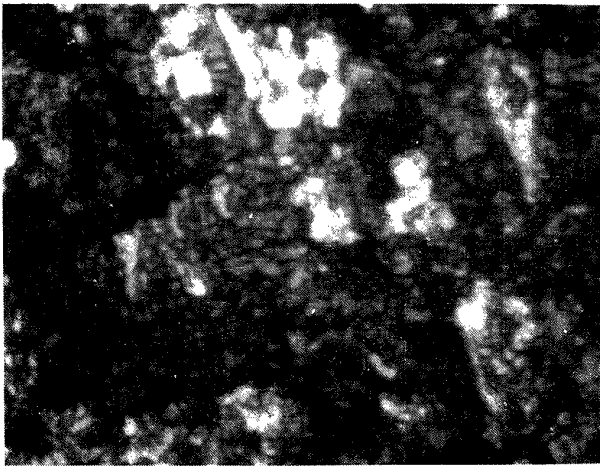
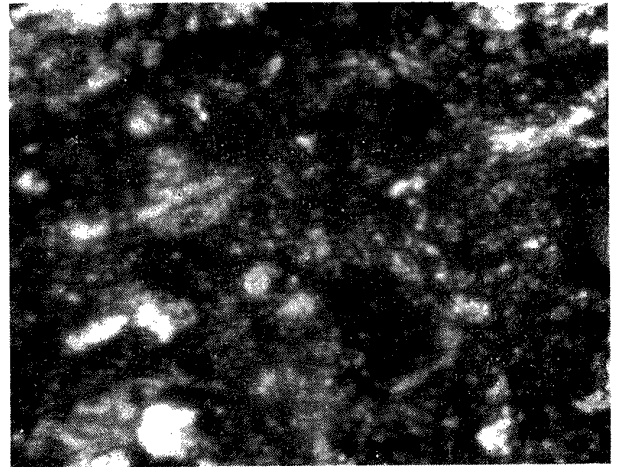


図3 各種素材試験片 (f)以外はすべて 200 kg/cm<sup>2</sup> で成形

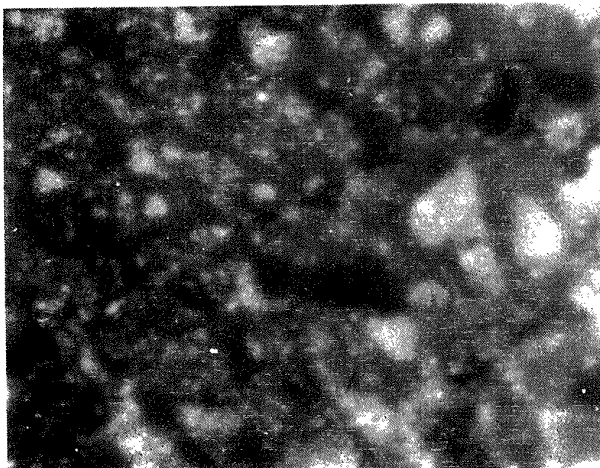
- a) GF-6クロス
- b) GF-20クロス
- c) シリカガラスクロス
- d) ガラスクロス
- e) GF-6とガラスクロス
- f) GF-6とガラスクロス (10 kg/cm<sup>2</sup> で成形)



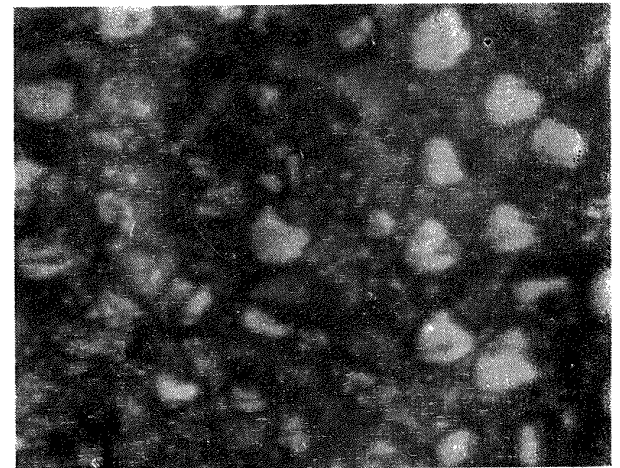
a) GF-6クロス



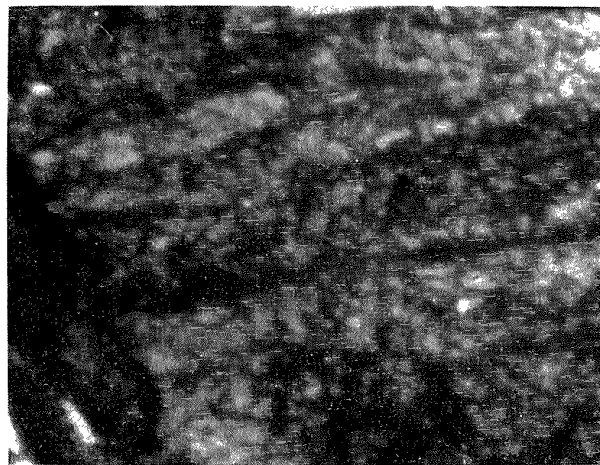
b) GF-20クロス



c) シリカクロス



d) ガラスクロス



e) GF-6とガラスクロス

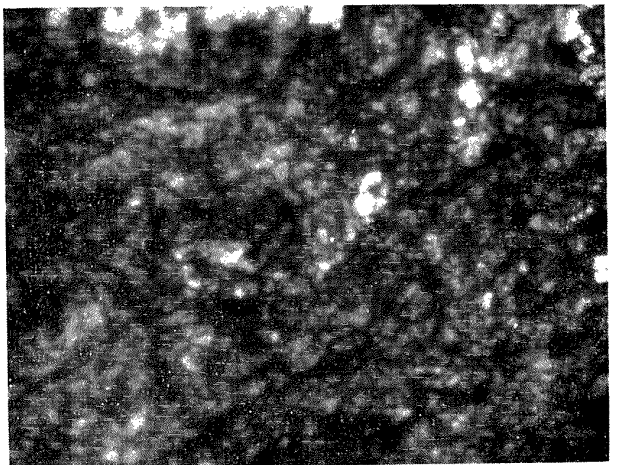
f) GF-6とガラスクロス (10kg/cm<sup>2</sup> 成形)

図4 各種複合材の拡大写真 (600倍)  
(f) 以外は 200 kg/cm<sup>2</sup> で成形

つぎにこれらの複合材の繊維方向の断面の 600 倍の拡大写真を図 4 に示す。ここで a 図は GF-6 の複合材で、カーボン繊維は強度が非常に弱く、カーボン繊維と樹脂とが渾然としている様子がわかる。カーボン単繊維の直径は約 6 ~ 7 ミクロンである。

つぎに b 図は GF-20 の複合材でやはり a 図と同じ状態である。

c 図はシリカガラスの複合材で、前述のように多孔質となっているので、複合材に含まれる単繊維の形状もやや漠然としており、ようやく単繊維と樹脂との区別がつく程度であり、ガラス繊維複合材に比較してやや粗雑な複合材となりやすく、その点ではやや吸湿性のある複合材となりやすいと思われる。

一方ガラス繊維複合材は d 図に示す通りで、単繊維と樹脂とが比較的に整然とまじっている様子がわかる。これはガラス繊維の強度が強く、成形しても繊維の方向性がそろいやすい。その直径は 8 ~ 10 ミクロン程度で、その断面形状は比較的単純な形をしており、しかも表面処理（ボラン処理）をしているので比較的ち密な複合材ができる。

つぎに e 図、f 図 (10 kg/cm<sup>2</sup> 成形) はそれぞれ GF-6 と E ガラスクロス混合複合材のカーボンクロス部分の写真で、a、b 図のカーボンクロスのみのもよりはやや整然としている。また成形圧力の高い e 図の方が方向性が整っている。

### 2.3 モータノズル模型試験片

#### a) NAL-25 型モータノズル模型試験片

この試験片はフェノール樹脂、補強材、成形用金型、成形圧力、材料、製作法、接着法などすべて NAL ロケットモータノズルと同じ条件とした。すなわち GF-6 およびガラスクロスを #5900 フェノール樹脂とで、まずプリプレグを造り、それらをテープワインディング法で成形金型に巻きつけ、その後に割型で締めつけながら、プレスおよびオートクレーブで 10 kg/cm<sup>2</sup> の圧力で成形した。キュアは 175°C で 1 時間行なった。その後機械加工してノズルホルダーに接着した。接着剤は耐熱性を増すためにエポン 828 に硬化剤として DDM および酸化アルミニウム粉末を入れたものである。その写真を図 5 に、その断面図を図 6 に示す。写真よりわかるように成形金型の割型の部分は繊維の方向性がかなり乱れており、しかもやや多孔質となっている。その他にも繊維の方向性の乱れている部分が多く認められた。ノズルホルダ金具の内面仕上げは旋盤による仕上げ程度で、NAL ロケットモータノズルのような薬品による化学研磨などはしていない。

#### b) NAL-31 型モータノズル模型試験片

これは図 7、8 に示す通りで、実機ノズルと全く同じモータノズル模型試験片である。これは日産自動車(株)宇宙航空部で製作したものである。ただし試験炉の内容積の都合によりノズル入口部を 40 mm 切断した長さとした。製作条件は NAL-25 型と同じである。

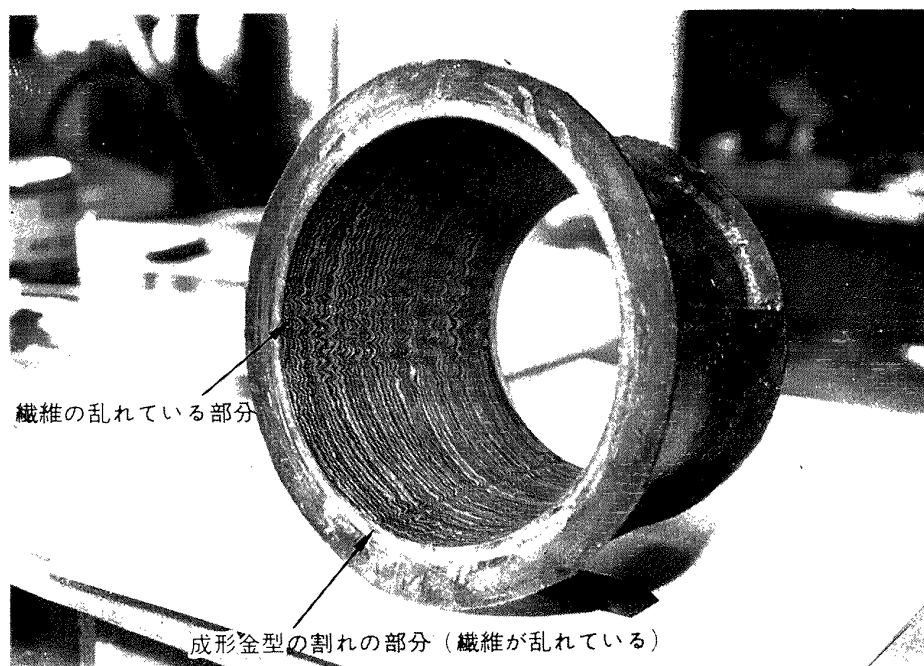


図 5 NAL-25 型モータノズル模型試験片

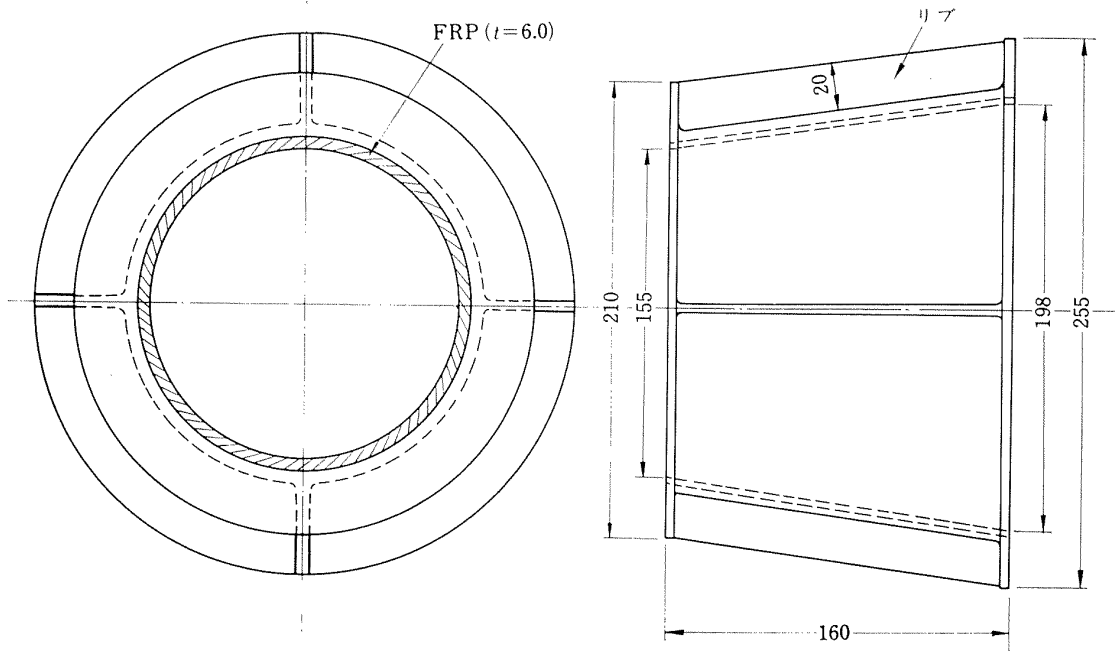


図 6 NAL-25 型モータノズル模型試験片断面図 (単位 mm)

### 3. 実験装置

#### 3.1 乾湿度試験装置

乾湿度の影響による試験には 2 個の大型デシケータを用意し、一方には水を入れて中の湿度を約 90% とし、他方はシリカゲルを入れて湿度を 6 ~ 7% の乾燥状態とし、その中に素材試験片を入れ、それぞれの重量の変化を調べた。

#### 3.2 温度サイクル試験装置

温度サイクル装置は各素材試験片の重量変化、およびノズル断熱ライナ試験片の接着部のはく離現象を調査するもので、その概観を図 9 に示す。これは従来の恒温槽を改造し、タイマ、水による冷却装置および自動温度制御装置をつけたもので、その温度履歴を図 10, a), b) 図に示すように、最低温度を 25°C とし、最高温度を 60°C とし、それぞれ 60 分間保つようにした。1 サイクルに要する時間は中に入れる試験片の大きさにより熱容量が異なるので 4.0 時間ないし 5.3 時間であった。(これを昼夜連続して行なうことができる。) 接着部のはく離は超音波探傷器を使用して調べた。

### 4. 試験方法

#### 4.1 素材試験

素材試験についての測定は下記の方法で行なった。

a) 乾燥デシケータ内の試験片の重量変化の測定



図 7 NAL-31 型モータノズル試験片



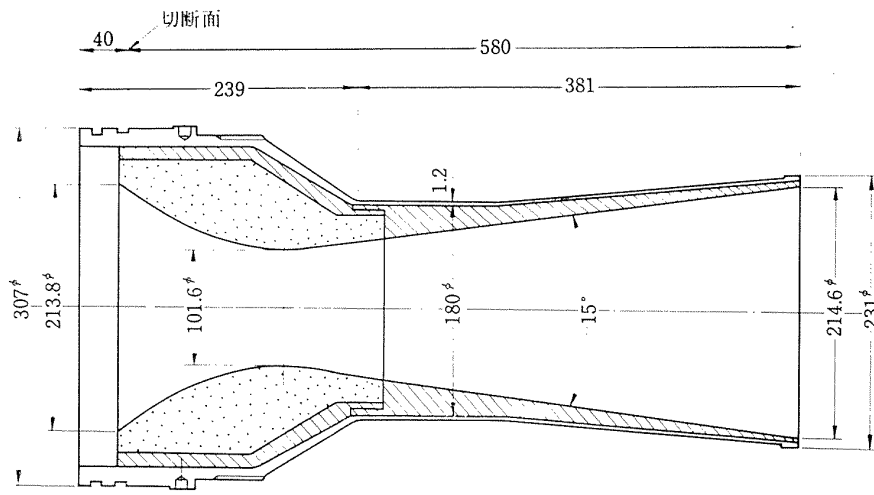


図 8 NAL-31 型モータノズル断面図 (単位 mm)

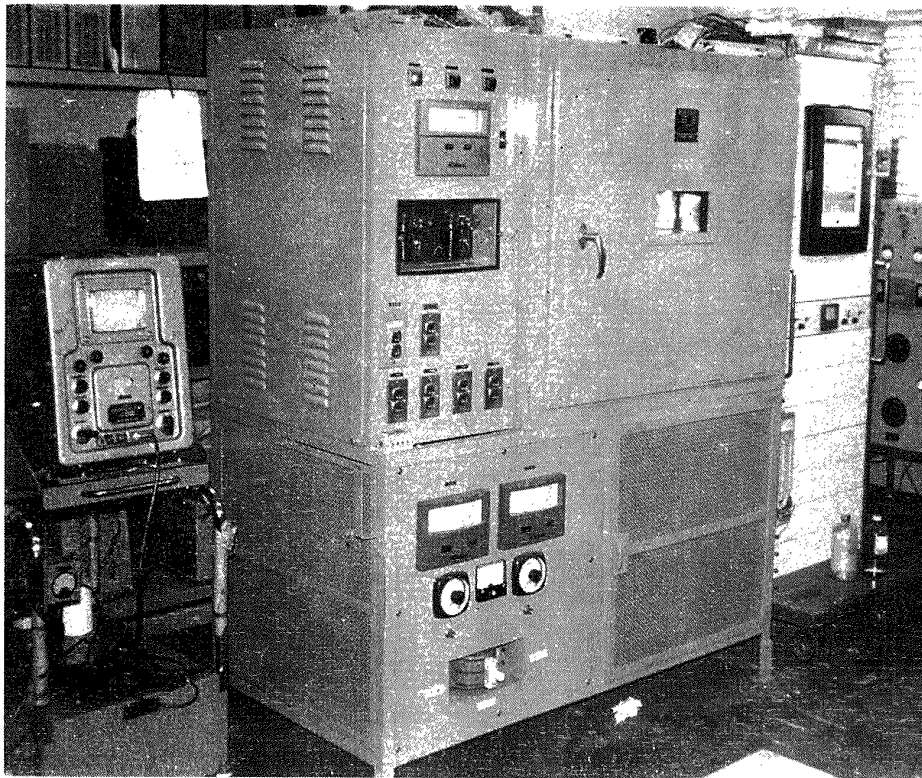


図 9 温度サイクル試験炉

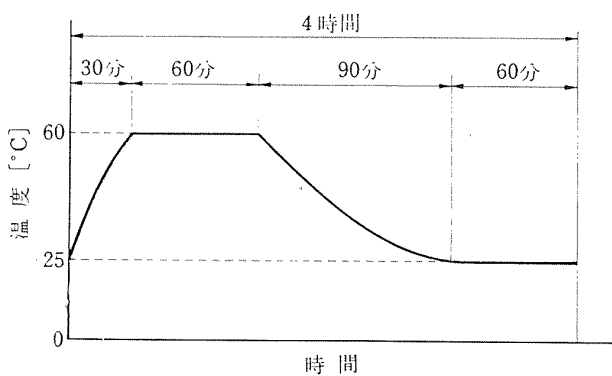


図 10 a) 1 サイクルの時間と温度の関係 (NAL-25 型)

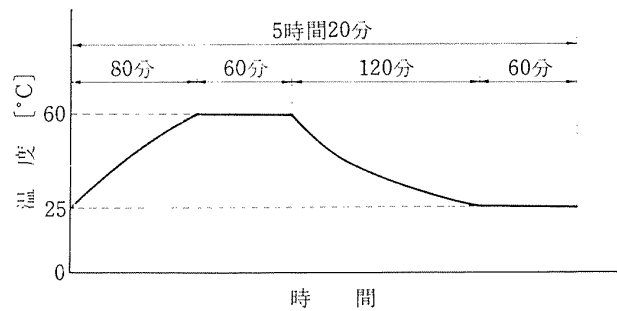


図 10 b) 1 サイクルの時間と温度の関係 (NAL-31 型)

b) 湿度デシケータ内の試験片の重量変化の測定  
 c) a)とb)の繰り返しによる重量変化の測定  
 d) 温度サイクル試験装置による重量変化の測定  
 a), b)とも試験片をデシケータ内に入れたままとし、1週間ごとの重量の変化を精密天秤で測定した。c)はまずa)の中に1週間入れて乾燥による影響を測定し、つぎにb)の中に2週間入れて測定し、これを交互に繰り返し、重量の変化を記録した。つぎにd)は温度サイクル試験装置により図10の温度履歴による繰り返し試験を昼夜連続して行ない、その重量変化を調べた。これは複合材の受ける経年変化のうち、乾湿度のほか、温度の影響をも受けるものと考えたからである。

ここでは試験装置の最低温度を25°C、最高温度を60°Cとし、35°Cの温度差によるサイクル試験を行なった。炉内の湿度は測定の結果では60°Cのときは12%、25°Cのときは35%であった。

#### 4.2 モータノズルの温度サイクル試験

モータノズルのはく離の原因としては複合材の乾湿度の影響のほか、周期的に受ける温度変化によって、金属製ノズルホルダと複合材の熱膨張差による影響も考えられる。そこで短期間にその結果を求めるために、実際に受ける温度差の約2倍の35°Cの温度サイクル試験を行ない、接着部のはく離の状況を調査した。

NAL-25型モータノズル模型試験片の温度履歴は図10 a)の通りである。この試験に要した1サイクル

の時間は4時間で、この実験中の炉内の模様を図11に示す。またNAL-31型モータノズル模型の実験中の写真を図12に示す。この試験片は大きいので、したがって熱容量も大きく、1サイクルの試験に要した時間は図10 b)に示すように5時間20分であった。ノズルのはく離の様子は超音波探傷器の多重反射法により測定した。この測定法については付記で述べる。

## 5. 試験結果

### 5.1 素材試験結果

#### a) 乾燥試験結果

湿度6~7%中の乾燥試験の結果を図13に示す。ここで縦軸に重量の減少率、横軸に測定した週数をとった。曲線の註は補強材の種類を示す。この実験で3週間目まではいずれも重量減少の勾配が急である。これは主として樹脂分中に含まれる揮発物、水分などの蒸発によるものと思われる。この後は緩慢に減少している傾向がみられる。これは主として補強材中に含まれる水分、不純物などの蒸発が毛細管現象により出てゆくものと思われる。したがって複合材中に含まれる水分などは急激には外に出ず、非常に緩慢に出てゆく。この試験ではGF-20、ガラスクロスなどは比較的に安定で、重量減少率は2%程度でほとんど一定となっている。これはガラス繊維は前述の通り単繊維の断面形状が単純で、しかも吸湿性が殆んどないこと。またGF-20のカーボン繊維は2,000°Cで処理したもので



図11 温度サイクル試験炉の内のNAL-25型モータノズル模型試験片

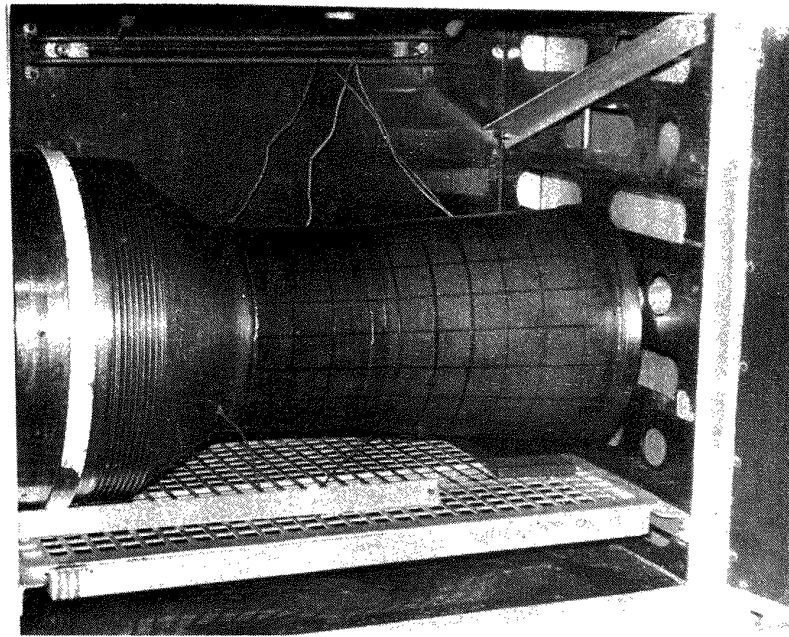


図 12 NAL-31 型モータノズルの試験炉内の模様

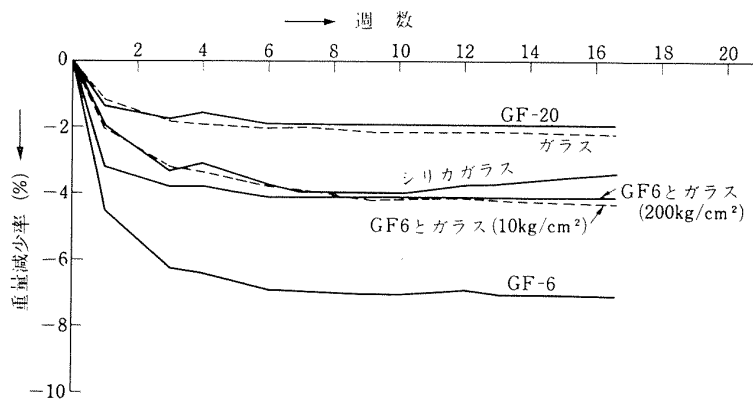


図 13 乾 燥 試 験

あって、前にも述べた通り比表面積がすくないので、吸湿量も比較的すくない。

つぎにGF-6の複合材は他のものに比較して減少率が約7%と大きく、なおつづけて減少する傾向を示している。GF-6は図1からもわかるように耐炎繊維の段階で、比表面積も大きく、単繊維としての吸湿量も約10%<sup>6)</sup>といわれている。そこでこれらの複合材もまた乾燥による重量の減少率が大きいものと思われる。

つぎにシリカガラスの複合材は3.5~4.0%程の重量減少率を示している。これはシリカガラス繊維そのものがやはり多孔質の性質をもっているためで、ガラスクロスに比較してやや多い傾向を示している。

つぎにGF-6とガラスクロスとの混合複合材はGF-6とガラスクロスとの丁度中間の4%程度で一定の値となっているが、やはりGF-6との混合の影響によ

り多少ともなお減少する傾向を示している。この場合に10kg/cm<sup>2</sup>と、200 kg/cm<sup>2</sup>の成形による影響はあまりみられないが、週数が多くなるにつれて10 kg/cm<sup>2</sup>成形のものが減少率が大きくなる傾向を示している。

#### b) 湿度試験結果

湿度を約90%とした場合の重量増加の結果を図14に示す。この実験の結果では、湿度による影響は乾燥による実験程顕著には認められないが、やはりGF-6およびGF-6とガラスクロスとの混合複合材がややその影響を受けやすいことがわかる。

#### c) 乾湿度サイクル試験結果

湿度約90%中に2週間、湿度約6~7%中に1週間入れたときの重量の変化を調べたもので、図15にGF-6とGF-20の結果を示す。やはりGF-6の方が吸湿性が大きい。

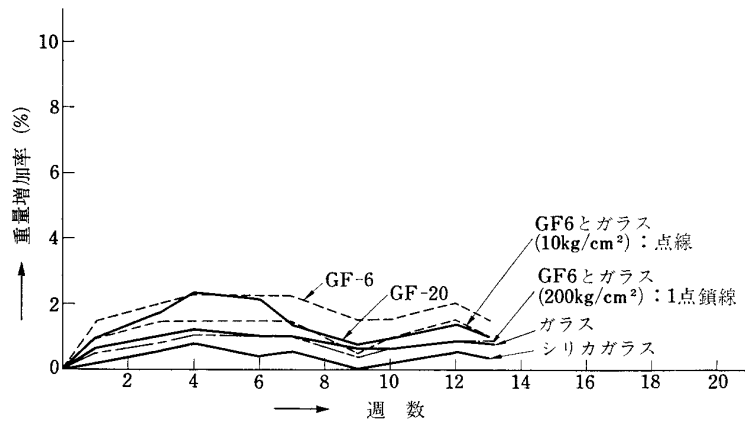


図 14 湿度試験

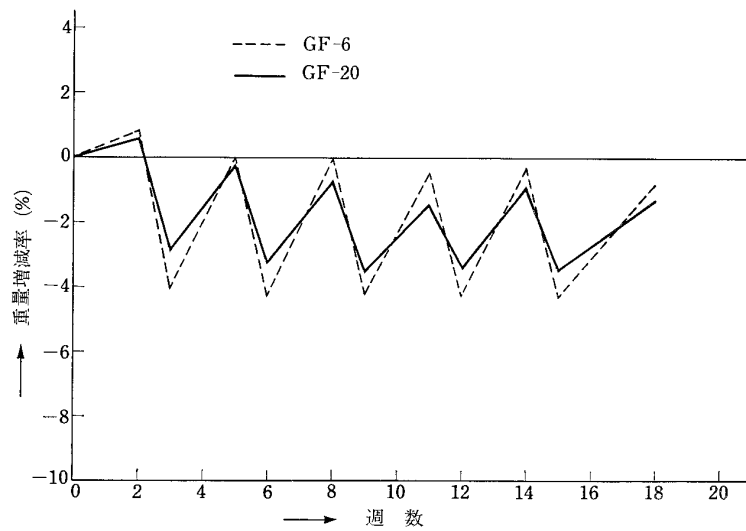


図 15 乾湿度サイクル試験

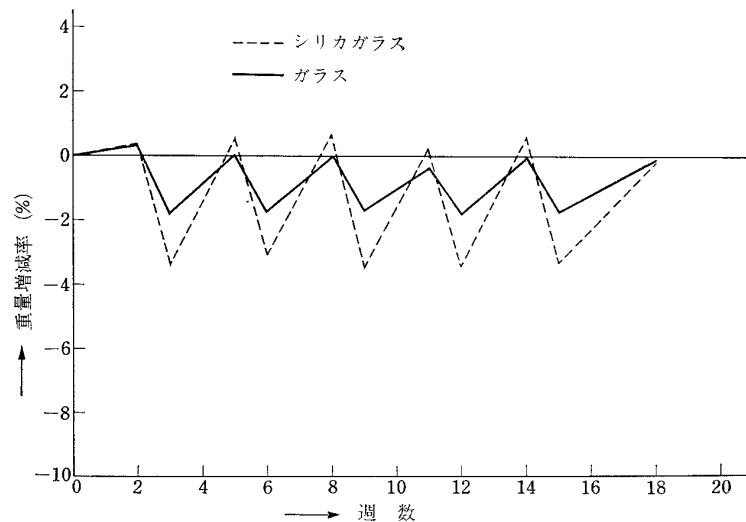


図 16 乾湿度サイクル試験

つぎに図16にシリカガラスとEガラスクロスの結果を示す。この実験でもやはりEガラスは変動のすくないカーブを示し、それに反してシリカガラスの方はその変動振幅が大きい。

つぎにガラスクロスとGF-6との混合複合材について10 kg/cm<sup>2</sup>、200 kg/cm<sup>2</sup>の成形材についての比較実験結果を図17に示す。やはり10 kg/cm<sup>2</sup>のものがやや変動振幅の大きいことがわかる。拡大写真の観察の結果でも10 kg/cm<sup>2</sup>成形のものがやや多孔質な複合材であることがわかる。

d) 温度サイクル試験結果

温度サイクル試験装置で図10 a) のような温度履歴を受けた後の試験片素材の結果を図18に示す。このと

きの60°Cの炉内湿度は12%、25°Cのときは35%で、温度ばかりではなく結局は湿度の影響をも同時に受けるものと思われる。

この結果では55サイクルまでは急激な重量の減少を示している。これは主として樹脂、補強材中に含まれる揮発物、水分などが急激に除かれた結果と思われる。その後は比較的ゆるいカーブで減少していく、このなかでも特にGF-6がその減少率が大きく、200サイクル位で層間はく離を起している。GF-6とEガラスクロスとの混合複合材もやはり重量の漸減していく傾向を示している。これも前に述べたGF-6の特性によるものと思われる。

e) 体膨張係数の測定結果

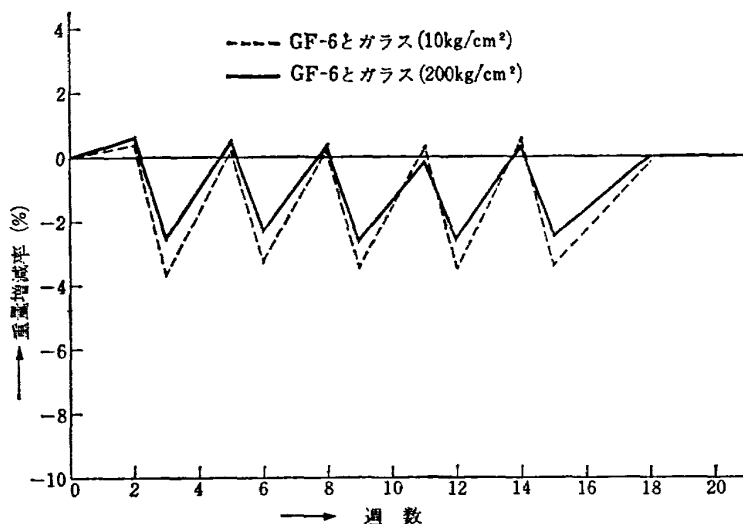


図 17 乾湿度サイクル試験

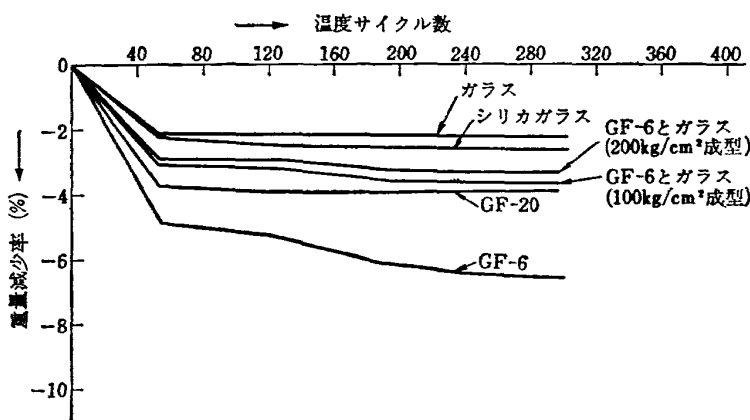


図 18 温度サイクル試験

	密度 (gr/cm <sup>3</sup> )	体膨張係数 1/°C
GF20 (よこ)	1.34	$3.46 \times 10^{-5}$
" (たて)	"	4.65
GF6 (よこ)	1.45	9.77
" (たて)	"	10.03
Eガラス (よこ)	1.97	7.24
" (たて)	"	5.76
シリカガラス (よこ)	1.74	5.00
" (たて)	"	5.18
E+GF6 (よこ)	1.72	6.43
" (たて)	"	7.28

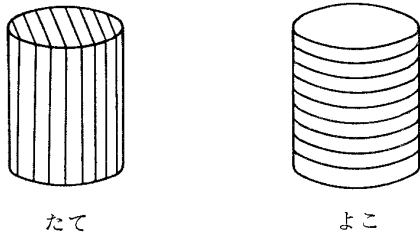


図 19 体膨張係数測定結果

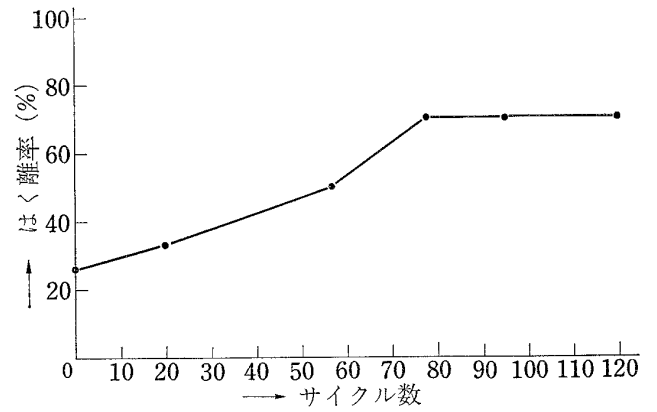


図 20 NAL-25 型モータノズル模型のはく離率

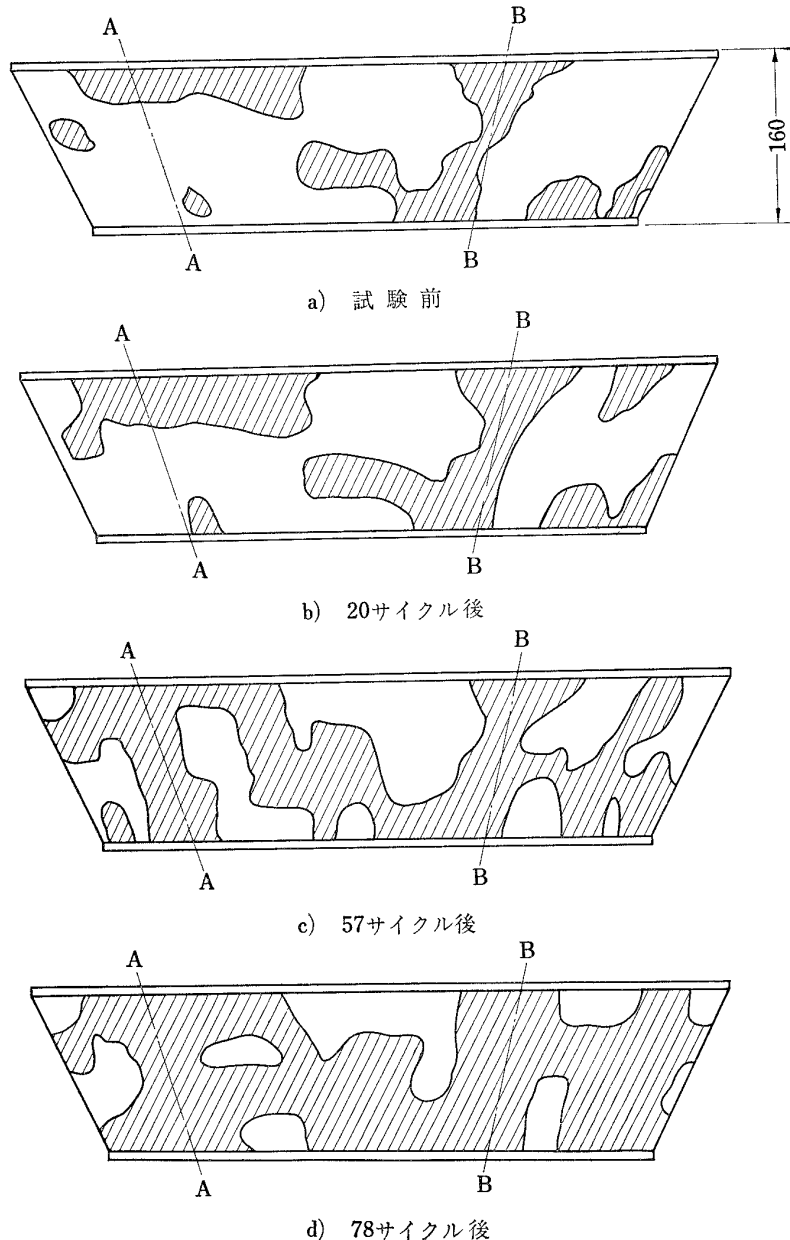


図 21 NAL-25 型モータノズルのはく離模様

各試験片素材の体膨張係数の測定結果を図19に示す。この図からもわかるように、GF-6が一番大きな値を示し、鉄の約3倍の値を示している。GF-6とガラスクロスとの混合複合材はそのつぎに大きな値で、鉄の約2倍の値を示している。これらの結果もやはり接着部のはく離を助長する原因になると思われる。この試験は農工大に依頼したものである。

## 5.2 モータノズル模型試験結果

### a) NAL-25 型模型試験の結果

NAL-25 型模型試験片を図10 a) の温度履歴による温度サイクル試験を行ない超音波探傷器による多重反射法によってのはく離の模様を図20に示す。接着されるノズルホルダ内面の金属表面の無処理、接着法などにやや難があり、始めから全接着面の25%程度はく離していたが、57サイクルですでに50%はく離、78サイクルで70%となり、その後はあまり進行していない。このはく離の状況を試験前より78サイクル試験後の模様を図21に示す。この図のA-A、B-B線は成形用金型の割れの部分で、実際には成形圧はあまりかからず、したがって繊維の方向性も乱れ、比較的多孔性となり、強度も弱い部分となる。したがって乾湿度および温度などの影響などによるはく離現象が比較的初期にこの部分から始まっている。

また図5からもわかるように繊維の方向性の乱れている所が比較的早くはく離している。はく離現象がかなり進行し、ノズルの軸方向に対して上面と下面とはく離部分が連続すると、そこではく離率は頭打ちとなるようである。

### b) NAL-31 型模型試験の結果

NAL-31 型模型試験片を図10 b) の温度履歴による温度サイクル試験のはく離率を図22に、そのはく離模様を図23(a)より(f)までに示す。ここでもやはり成形金型の割れの部分からはく離現象が進行してゆく様子がわかる。はく離率はNAL-25型よりもややゆる

やかである。これはノズルホルダの金属表面の化学研磨の結果と、接着剤の影響、複合材の成形法などの影響と思われる。観察の結果NAL-31型モータノズル模型試験片の方が繊維の方向性の乱れも少なかった。

また同じ接着剤を使用しても空気中の湿度の多いときは空気中の湿気が接着金属表面に付着し、接着力を弱めるなどの結果を生ずる。

## 6. あとがき

GF-6のような比表面積の多いカーボン繊維、またはシリカガラス繊維のような多孔質な補強材を使用したフェノール系複合材は乾湿度の影響をかなり受けるものと思われる。すなわちフェノール樹脂はエポキシ樹脂などのような重合反応と異なり、加熱による縮合反応により硬化する。このとき反応ガスや水分を出す性質があり、前述の補強材を含む複合材はこれらの影響を受けやすい。

さらに加熱、加圧、ガス抜き作業などの成形法が悪いと、硬化中に多孔質な複合材となりやすい。

モータノズル模型のはく離は温度、または乾湿度などの周期的変動により金属ケースと複合材の体膨張係数の差、および複合材の枯れにより生じたものと思われる。

これらの複合材の乾湿の影響をなくすためには加熱硬化後に、さらに加熱および冷却を繰り返す Post cure により十分乾燥してからノズルホルダ金具に接着する必要がある。

また成形圧力はなるべく高い方が望ましく、部分的にむらのできる割型による成形法は望ましくない。

複合材と金属との接着面の仕上げも化学研磨よりも、むしろ荒いグリット・ブラスト (Grit blast) の方が接着力は強い。

接着に際しては空気の乾燥した状態を選ぶべきである。

最後にカーボン繊維について資料を提出していただいた日本カーボン(株)研究所牧良三室長、超音波探傷法について協力いただいた日産自動車(株)宇宙航空部の莊林久男技師および実験に協力していただいた豊原恒彦技官、およびいろいろと助言をいただいた朝田洋雄技官に厚く感謝いたします。

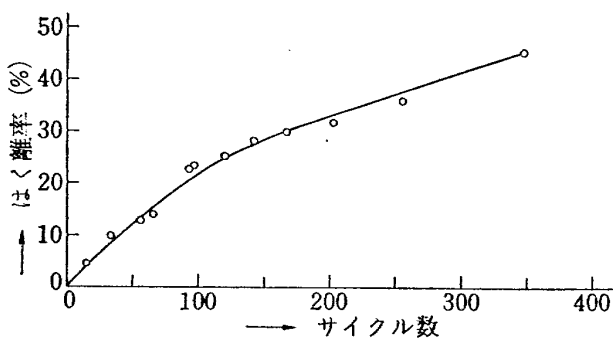
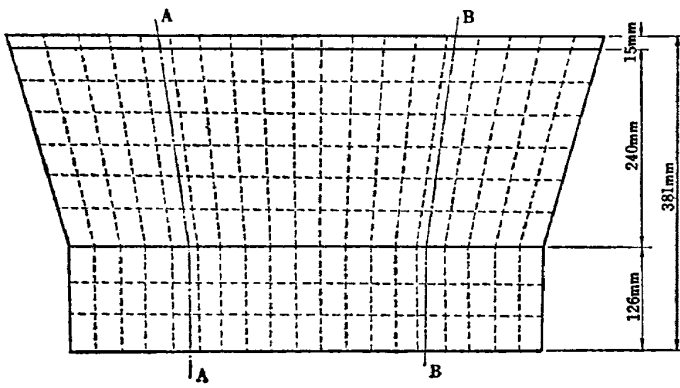
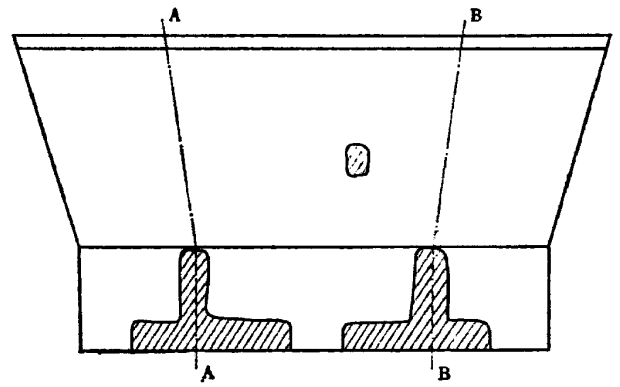


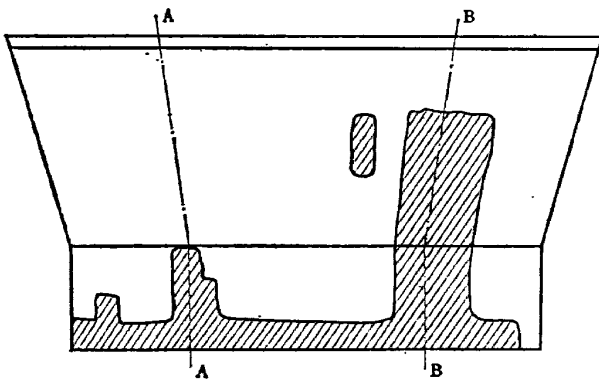
図 22 NAL-31 型モータノズルのはく離率



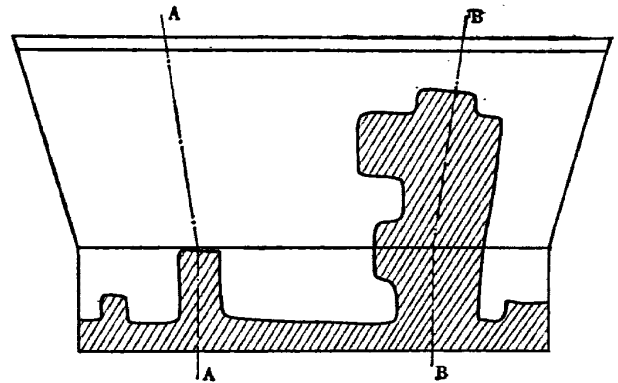
a) 試験前



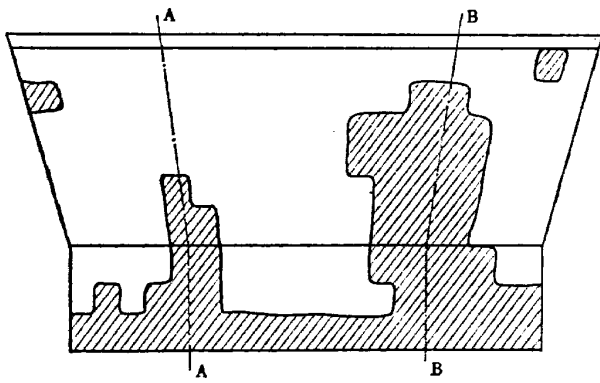
b) 33サイクル後



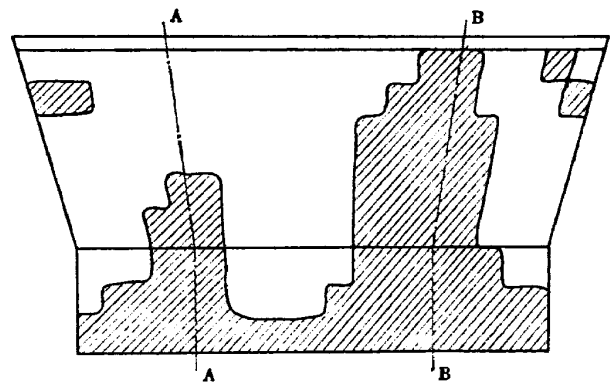
c) 96サイクル後



d) 202 サイクル後



e) 255サイクル後



f) 345 サイクル後

図 23 NAL-31 型モータノズル模型のはく離模様



## 文 献

- 1) 古田敏康ほか；FRPノズルの研究，複合材料シンポジウム前刷(日本航空宇宙学会)昭和43年4月
- 2) 小川敏一，輻射加熱による固体の熱的物性値の測定法：航技研報告，TR-128(昭和42年3月)
- 3) 古田敏康ほか：耐熱複合材の研究，日本航空宇宙学会誌 17巻 182号 (1969年3月)
- 4) W. T. Gunston; Carbon Fibres, Science Journal, Feb. 1969.
- 5) 戸田文雄；炭素繊維の製造と用途，日本繊維機械学会，vol. 18. No. 12
- 6) 牧良三；炭素繊維，高分子，vol. 17. No. 198.
- 7) A. J. Schwarber 他；Nondestructive Testing of Glass Reinforced Plastic Laminates, SPI. (1956) vol. 11.
- 8) Charles V. Cagle; Adhesive Bonding, McGraw Hill Book co.
- 9) 丹羽登ほか；固体ロケットエンジン接着部の超音波検査，非破壊検査，18巻2号 (昭和44年2月)

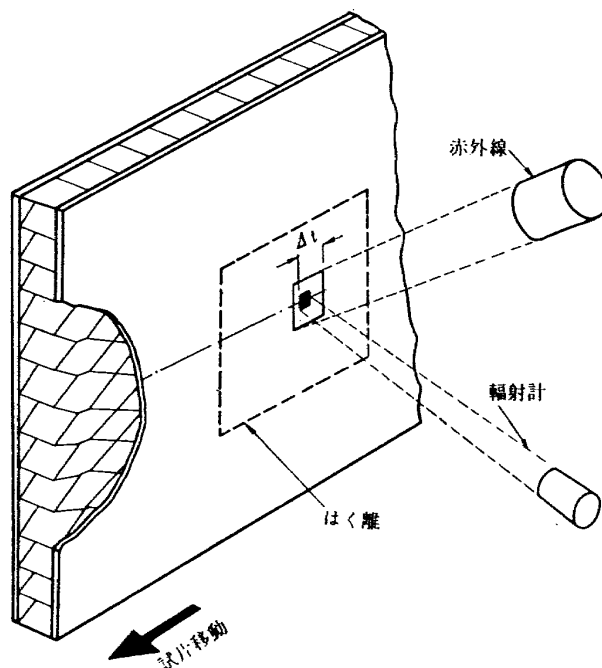
## 付記 接着部の各種検査法

## a) 打音による方法

これはかなり古くから行なわれている方法で，接着部をたたいたときにははく離部分で発生する音の違いによって積層板の欠陥あるいは接着部の不良の位置を知る方法である。この試験方法は検査する人の感や，高度の熟練を必要とし，しかも定量的に求めることがむずかしい。そこでその判定として<sup>7)</sup> 衝撃力に対して板からの振動をイヤホンで聞いたり，その波形をオシロスコープに入れてその波形より接着の有無を判定する方法などが研究されている。この方法はサンドイッチ材のコアと表皮の接着の検査に応用されている。これらの方法は他の検査と併用した場合の予備検査としては有効な方法である。

b) X線， $\gamma$ 線による方法

この方法はロケット推進薬などの充てん後の気泡やクラックなどの検査によく用いられる方法であるが，これを接着層に対し用いた場合には，垂直の方向からの検査ではかなり大粒の気泡などのように明らかな密度変化のあるものはわかるが，はく離程度ではほとんどわからない。しかし接線方向に通せば接着面のすきまは検出できるが，この方法は高価で，現像など時間がかかり，しかも比較的大きな装置で，二次元的な広がり方はわからないなどの欠点がある。

c) 赤外線による方法<sup>8)</sup>

付図 1

接着不良部は熱伝導が悪いので接着された部分と不良部では表面の温度が異なる。したがって温度分布を測ることによって接着不良部がわかる。すなわち付図1のように赤外線を一方から試験体にあて，その部分の温度を輻射温度計ではかる。その位置を上下，左右に移動させることによって付図2のように記録させると，点線でかこまれた部分が接着不良部と判定できる。

## d) 超音波による方法

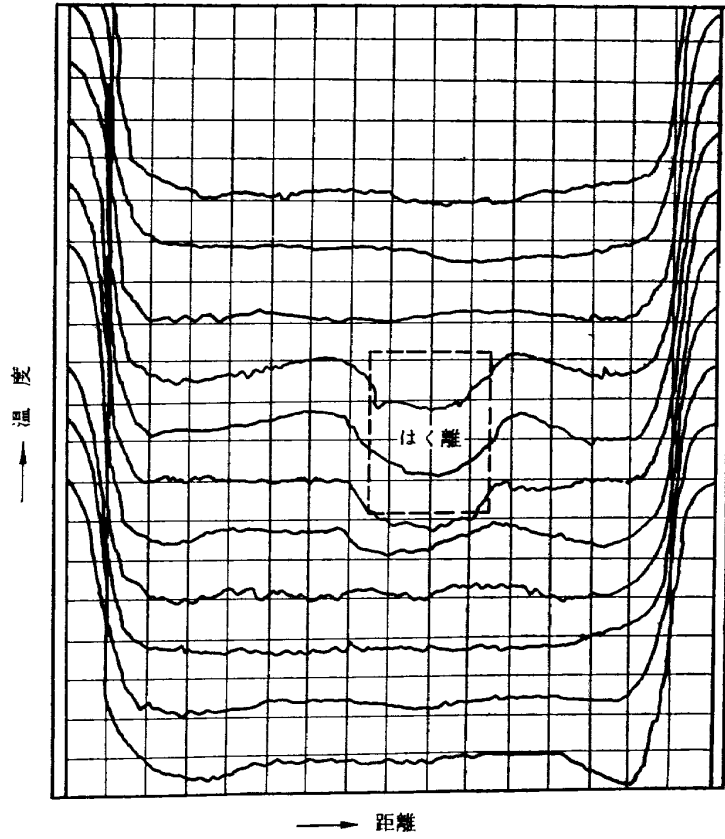
一般に超音波探傷法とは元来金属などの欠陥の探傷に開発されたものである。すなわち発振器から発した超音波は金属の中を伝わるあいだにその途中にクラックなどがあった場合にそこで反射波をブラウン管上に投影して測定する方法である。しかしながらFRPは超音波の吸収がよく超音波はほとんど反射されない，そこで金属とFRPなどの接着部の検査にはつぎのような特殊な方法が採用されている。

i) 伝相反転法<sup>9)</sup>

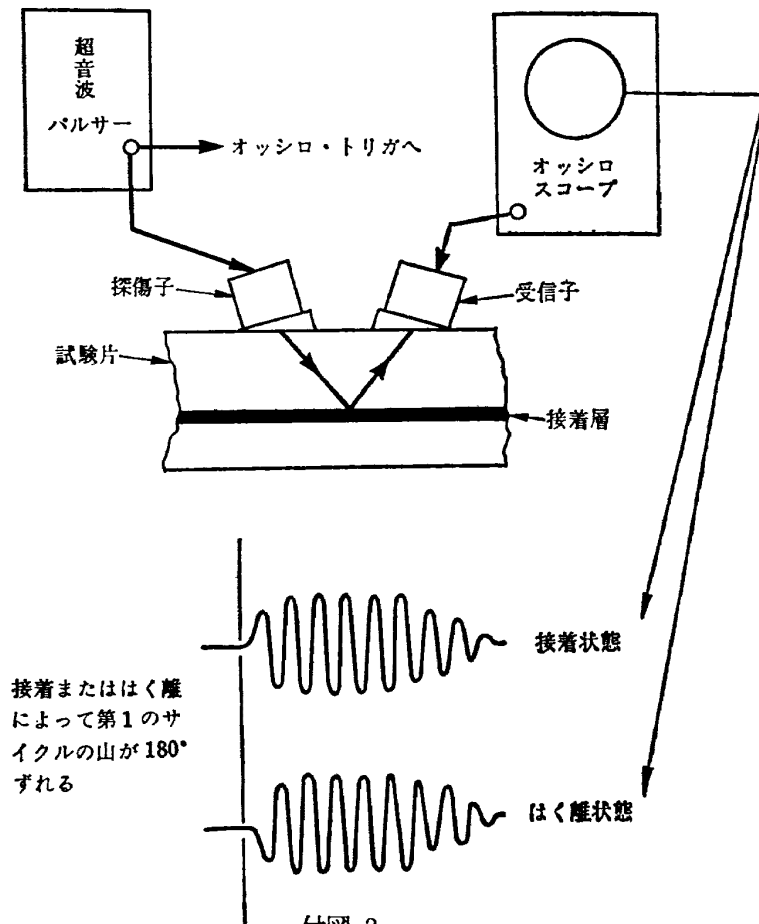
これは付図3に示すように探傷子と受信子とをある角度で対向させ，接着層で反射された波形を記録させると，接着の良，不良によりそれぞれのインピーダンスが異なり，その波形の第1の山の位相が図のように180°ずれた形が得られすぐに判定ができる。

ii) 透過法<sup>9)</sup>

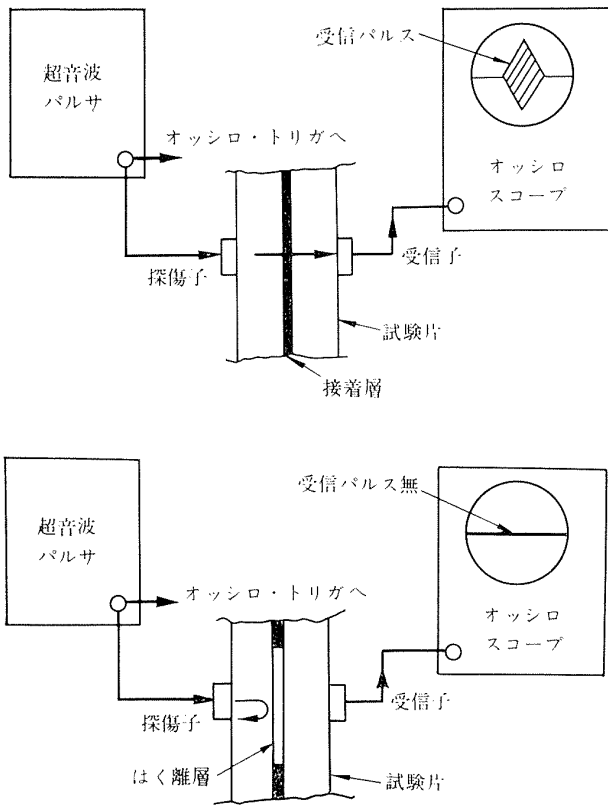
これは付図4に示すように探傷子と受信子とを接着層をはさんで対向してとりつけ超音波を発すると接着の良好の場合には図のような受信パルスが得られる。



付図 2



付図 3



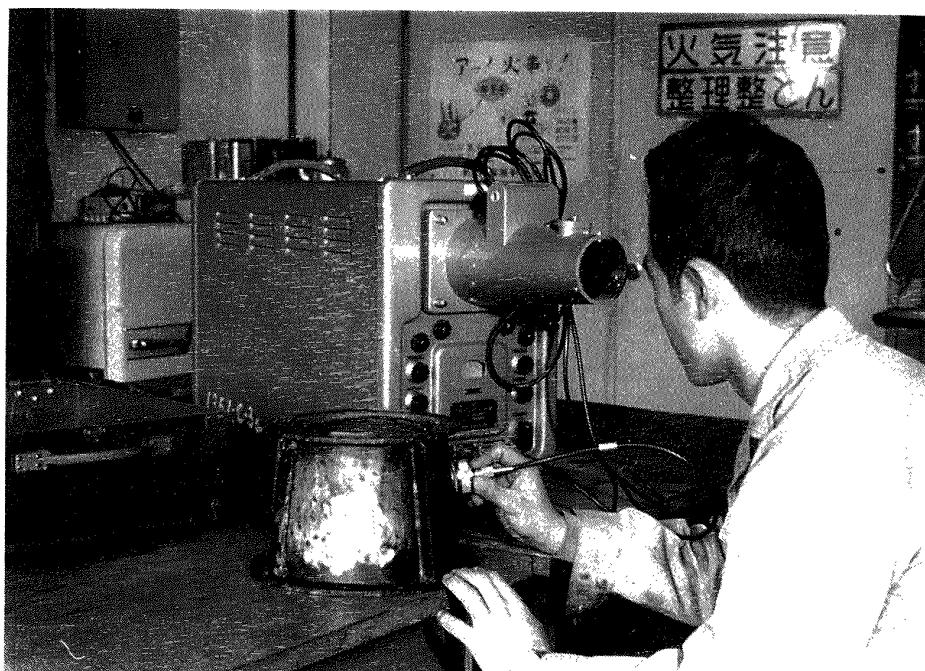
付図 4

接着不良の場合には図の下のように受信パルスは得られない。この方法は非常に簡単でその判定が明瞭な点が優れている。

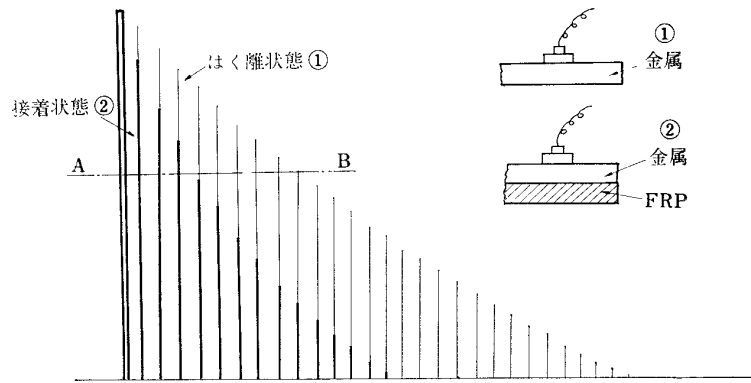
iii) 多重反射法<sup>9)</sup>

この方法は非常に簡単にでき、しかも感度の特により超音波探傷器を必要としないなどの利点がある。探傷中の写真を付図 5 に示す。多重反射法とは、超音波は金属との底面反射波は表面に戻り、そこで反射されてまた底面に帰り、その繰り返しの反射波が表われる。この反射波は指数函数的に減衰し、付図 6 の①のような波形を示す。線間の幅は金属の板厚を示す。ただし FRP などの物体が金属の裏面に接着された場合には超音波は FRP にすぐに吸収され、図の②のような波形になってしまう。実際の平板の場合の波形の比較を付図 7 に示す。a) は入力波、b) ははく離の波形、c) は接着良好の波形を示す。

つぎに FRP のはく離部分が探傷子の面積部分よりはずれた場合の実験の方法を付図 8 に示す。約 10 mm の金属片の裏面に図のように FRP を接着し、2.25MC の探傷子を移動させ、はく離部に対して探傷子の直径方向の距離が 1/3、1/2、2/3 となるようにした、そのときの波形の写真を付図 9 に示す。1/3 の場合はほとんど接着とみなされる波形で、1/2 の場合も比較的接着に近い波形を示す。ただし 2/3 の場合はほとんど



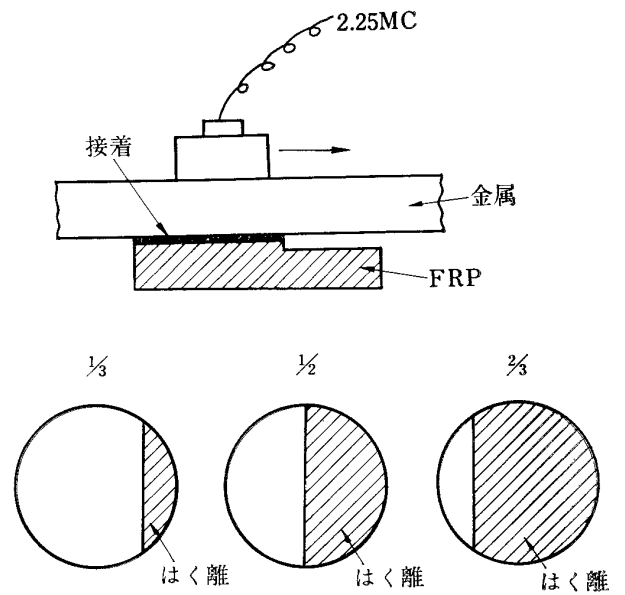
付図 5 超音波探傷中のところ



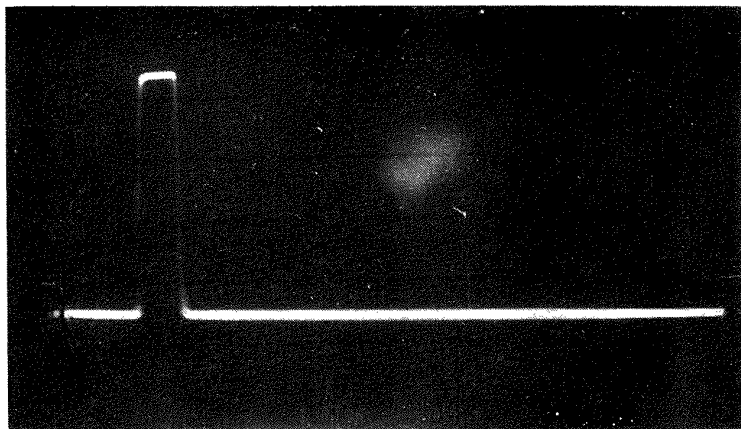
付図 6

完全はく離に近い波形を示す。

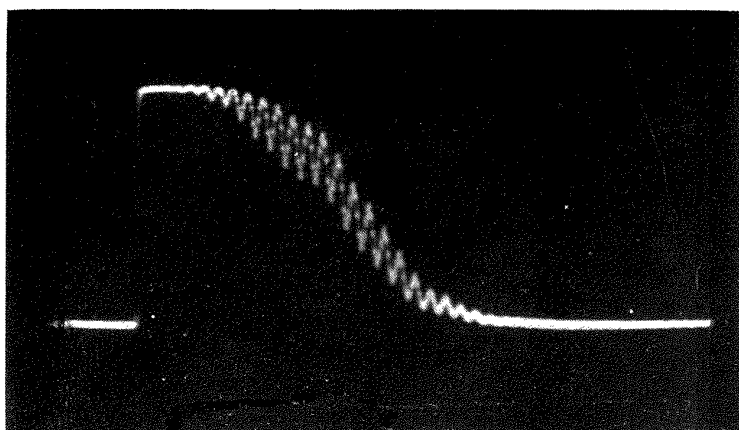
つぎにノズルライナの測定波形を付図10に示す。a)は接着良好の波形, b), c)ははく離の波形を示す。ノズル部は円筒状であるので, 反射波は平板にくらべてやや乱れた波形を示す。平板およびノズルライナの場合も探傷子と試験片とのあいだにはグリースを使用し密着させて超音波の通りをよくした。



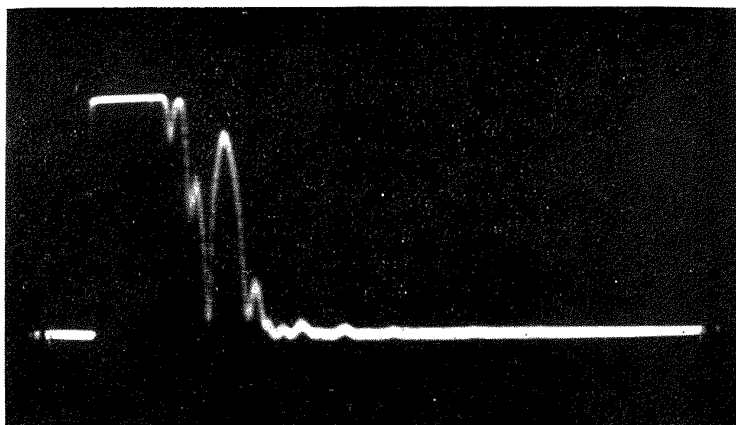
付図 8 テストピースによる試験



a) 入力波

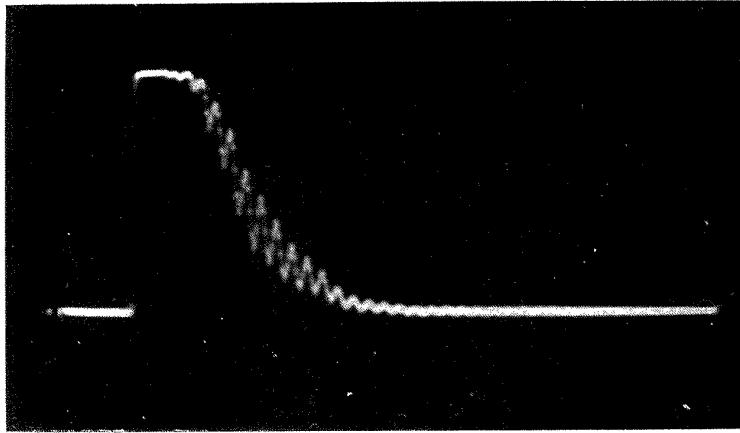


b) はく離

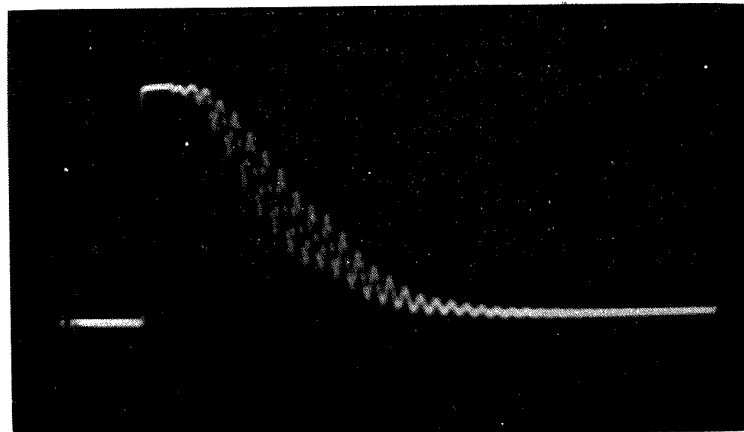


c) 接着

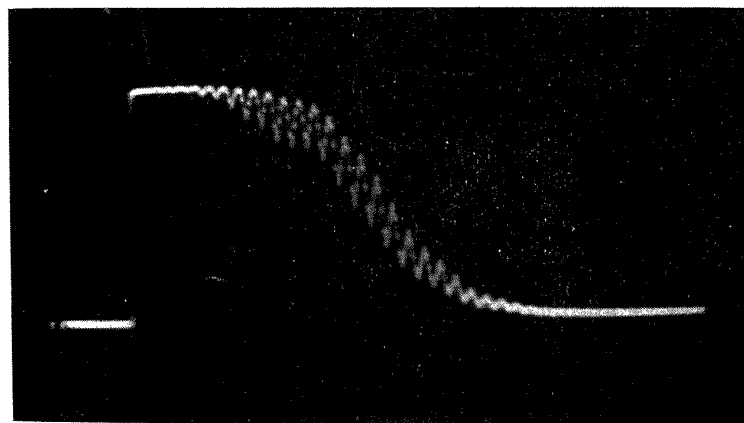
付図 7



a)  $1/3$  はく離

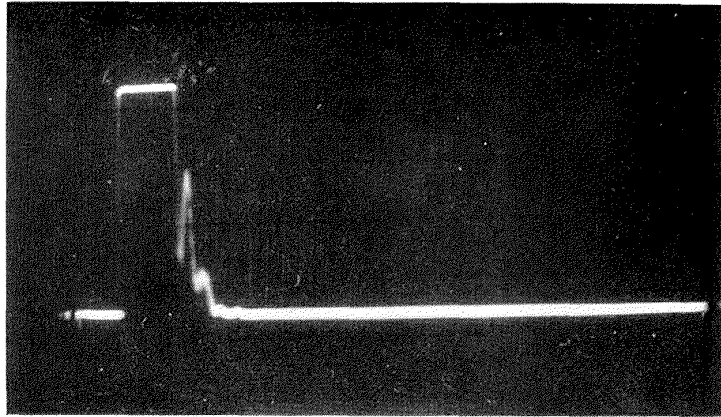


b)  $1/2$  はく離

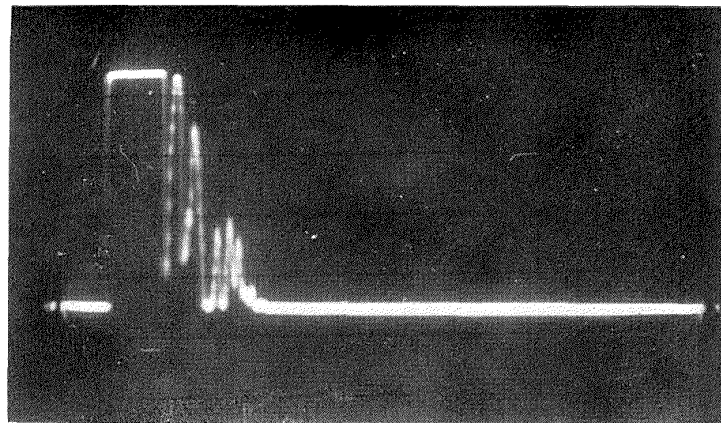


c)  $2/3$  はく離

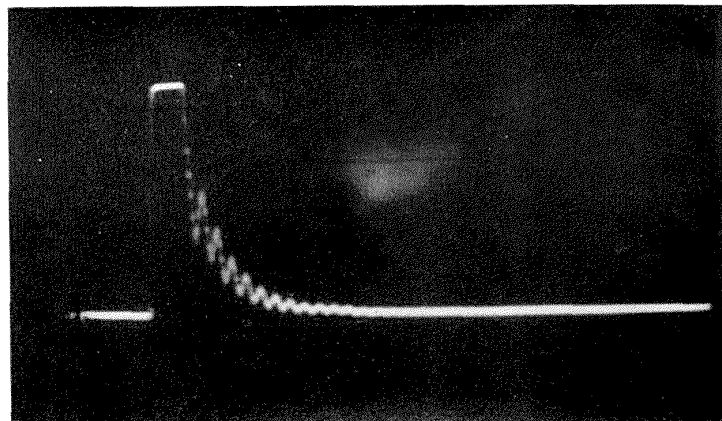
付図 9



a) 接着



b) はく離



c) はく離

付図 10

TM-153 FA-200 改機の風洞試験 (I) プロペラ付き	1969年2月	広末健一, 坂井紀穂 高橋宏, 綿貫忠晴
TM-154 FA-200 改機の風洞試験 (II) 高揚力装置付き	1969年2月	広末健一, 木村友昭 高橋宏, 綿貫忠晴
TM-155 極超音速風洞 M7ノズル較正試験	1969年2月	橋本登, 吉沢昭 穂積弘一
TM-156 自動制御系の動特性を計数型電子計算機により模擬するための汎用プログラム	1969年3月	戸川隼人, 丸山治雄
TM-157 機上用超小形エンコーダの研究	1969年3月	中正夫, 山本芳樹 大石晃
TM-159 可動アイアンバードによる姿勢制御の実験	1969年5月	西村博史, 藤枝郭俊
TM-160 極超音速風洞計測装置について	1969年7月	長洲秀夫, 松崎貴至 吉沢昭
TM-161 燃料蒸発管に関する研究 (II) —加熱蒸発管の燃料未蒸発分捕集—	1969年8月	鈴木邦男, 田丸卓 乙幡安雄
TM-162 境界層内圧力変動および板の振動変位の測定 (I)	1969年9月	藤森義典, 山崎浩
TM-163 ある双発プロペラ STOL 機動安定風洞実験	1969年9月	別府護郎, 鈴木友昭
TM-164 ブレードのフラッピング運動をパネで拘束したロータのピッチダンピングについて	1969年10月	別府護郎, 岡遠一

注：欠番は配付先を限定したもの。

---

## 航空宇宙技術研究所資料165号

昭和44年11月発行

発行所 航空宇宙技術研究所  
東京都調布市深大寺町1380  
電話武蔵野三鷹(0422)44-9171 (代表) ☎182

印刷所 一誠社総合印刷株式会社  
東京都武蔵野市御殿山1-6-10

---



