

# 航空宇宙技術研究所報告

TECHNICAL REPORT OF NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

TR-519

炭化珪素複合材の強度と疲れ強度

古田敏康・松嶋正道・野口義男

1977 年 12 月

航空宇宙技術研究所  
NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

## 目 次

1. はしがき .....	1
2. SiC 繊維の特性 .....	1
3. SiC 複合材の成形 .....	2
4. 静的強度試験法 .....	2
4.1 弾性率の測定 .....	3
4.2 曲げ強度試験 .....	3
4.2.1 3点曲げ法 .....	4
4.2.2 4点曲げ法 .....	4
4.3 引張強度試験 .....	4
4.4 層間せん断試験 .....	5
4.5 圧縮試験 .....	5
4.6 バークール硬さ .....	6
4.7 熱膨張率の測定 .....	7
5. 動的強度試験法 .....	7
5.1 曲げ衝撃試験 .....	7
5.2 曲げ疲労試験 .....	8
6. 静的強度試験結果 .....	8
6.1 ◆241 変性エポキシ樹脂複合材 .....	8
6.1.1 曲げ弾性率 .....	8
6.1.2 引張強度 .....	9
6.1.3 曲げ強度 .....	9
6.1.4 層間せん断強度 .....	10
6.1.5 圧縮強度 .....	11
6.1.6 バークール硬度 .....	12
6.1.7 熱膨張率 .....	13
6.2 DX-210 標準エポキシ樹脂複合材 .....	13
6.3 ポリイミド樹脂複合材 .....	13
6.3.1 曲げ弾性率 .....	13
6.3.2 引張強度 .....	13
6.3.3 曲げ強度 .....	14
6.3.4 圧縮強度 .....	14
7. 動的強度試験結果 .....	16
7.1 曲げ衝撃試験（変性エポキシ樹脂複合材） .....	16
7.2 曲げ疲れ強さ（標準，変性エポキシ樹脂複合材） .....	17
8. あとがき .....	18

# 炭化珪素複合材の強度と疲れ強度\*

古田 敏 康\*\* 松 嶋 正 道\*\* 野 口 義 男\*\*

## Static and Flexural Fatigue Strength of Silicon Carbide Fiber Composite

By Toshiyasu FURUTA, Masamichi MATUSHIMA and Yoshio NOGUCHI

Continuous silicon carbide (SiC) fiber was obtained by heat-treating polycarbosilane polymer.

The static and dynamic mechanical properties of composite materials with silicon carbide fiber reinforced plastics were investigated experimentally.

The test was performed on composites consisting of matrices of standard epoxy resin (DX-210), denatured epoxy resin (#241), polyimide resin (F-178), and the reinforced high tension type of SiC fiber made by Nippon Carbon Co.

The experiment was carried out at room temperature and at 250°C.

Static tension, compression, bending, inter-lamina shear strength, Young's modulus as well as the flexural fatigue strength were determined.

The test proved the feasibility of SiC fiber reinforced plastics or metals for use as aeronautical structure components.

### 1 はしがき

炭化珪素 (SiC) 繊維は有機珪素化合物を紡糸、焼成した連続繊維で、東北大学の矢島聖使教授が発明し、日本カーボン(株)が、ニカロンの商品名で製造しているもので、この種の方法で製造された繊維は世界で初めてのものである。外国では炭化珪素ウイスキー、タングステン線またはカーボン繊維を心材とし、そのまわりに SiC を被覆させた SiC-W, SiC-C などの繊維が開発されているが、線径が約 100  $\mu$  と太く、価格が非常に高く、しかも成形性に難点がある。

日本で開発された SiC 繊維はボロン、カーボン繊維とともに Advanced Composites 材として、航空機の新構造材として世界で注目されているものである。利用され

る SiC 複合材の種類としては、プラスチック複合材 (FRP-Fiber Reinforced Plastics)、アルミニウム複合材 (FRM-Fiber Reinforced Metals)、鉄複合材 (FRM)、その他セラミック複合材などがあるが、今回はエポキシ樹脂を使用した SiC FRP の一方向強化材についての静的強度と曲げ疲れ強さについて、一方ポリイミド樹脂を使用した SiC FRP については 20℃ から 250℃ までの環境における静的強度の試験を行い、将来の航空機構造材としての評価を行った。

### 2 SiC 繊維の特性

この繊維は有機珪素化合物を紡糸、焼成して作られた連続繊維で、従来の炭化珪素ウイスキーや、金属細線または炭素繊維に炭化珪素を被覆したものは本質的に異なり、多くの優れた特長がある。

すなわちこの繊維は直径 50A° 程度の  $\beta$ -シリコンカー

\* 昭和 52 年 11 月 11 日受付

\*\* 機体第一部

バイト超微粒子で構成されており、プラスチック、黒鉛、金属との複合材用繊維として理想的である。また大気中で1,200℃においても強度の低下がなく、高温材料としても優れている。価格も量産した場合には現在の炭素繊維並みとなるものと思われる。現在はまだ試作の段階であるが、近い将来は量産販売される予定で、今回は特に日本カーボン㈱の好意により試料を提供して戴いた。

この繊維の形態は炭素繊維と全く同一で、柔軟性があり、やや茶色の光沢がある。繊維の特性（カタログ値）を表1に示し、繊維の束の写真を図1に示す。

### 3 SiC 複合材の成形

SiC 複合材の製法はカーボン複合材と全く同じ方法で成形できる。すなわち繊維をシート状にそろえ、それに樹脂を含浸させ、半乾燥（予備硬化またはB Stage ともいう）させたものを prepreg と呼称している。これを必要な枚数だけ積層後にホットプレスまたはオートクレープで加圧、加熱して成形する。

ここで使用した樹脂は標準エポキシ樹脂DX-210と、変性エポキシ樹脂#241である。その他に耐熱複合材用としてHexcell社のポリイミド（F-178）を使用した。

表1 NICALON(Silicon Carbide Fiber)  
の特性（カタログ値）

Diameter of filaments	10 $\mu$
Density of filaments	2.5
Tensile strength	250 kg/mm <sup>2</sup>
Young's modulus	19×10 <sup>3</sup> kg/mm <sup>2</sup>

それらの成形条件は次の通りである。

#### i) DX-210 標準エポキシ樹脂複合材

加圧時温度	170℃
予熱時間	約3分間
成形圧力	5～7 kg/cm <sup>2</sup>
加圧時間	4時間

#### ii) #241 変性エポキシ樹脂複合材

加圧時温度	170℃
予備加熱	170℃で5分間
成形圧力	7 kg/cm <sup>2</sup>
加圧時間	4時間

#### iii) F-178 ポリイミド樹脂複合材

加圧時温度	175℃
成形圧力	50 kg/cm <sup>2</sup>
加圧時間	3時間

以上 i) ii) はホットプレスを使用し、iii) はオートクレープを使用して成形した。

### 4 静的強度試験法

ここで行った静的強度の試験の種類は曲げ弾性率、3点曲げ強度、4点曲げ強度、引張強度、圧縮強度、層間せん断強度、バーコール硬度などの試験を行った。エポキシ樹脂複合材はすべて常温（25℃）で行ったが、ポリイミド樹脂複合材は常温から250℃迄の各種試験を行った。これらの強度試験にはインストロントタイプのオートグラフ I S - 20 T（島津製作所製、最大荷重20 ton）を使用した。高温強度の試験はこの試験機の付属設備である恒温槽を使用した。これを図2に示す。

試験法は以前にわれわれがCFRP用に開発した方法<sup>1)</sup>

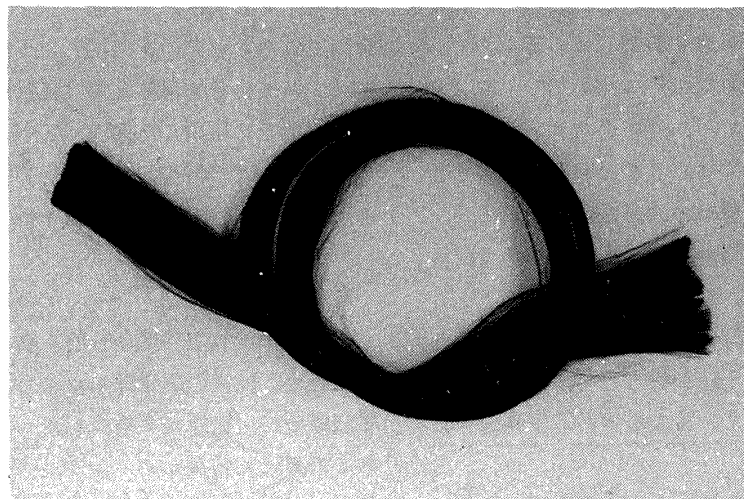


図1 炭化珪素繊維

で行ったが、圧縮試験法についてはさらに改良した方法で行った。簡単にそれらの方法を述べるとつぎのとおりである。

#### 4.1 弾性率の測定

弾性率の測定法には引張試験法、曲げ試験法などがあるが、ここでは曲げ試験法により求めた。すなわちわれわれが以前に独自に開発したDead Weight法<sup>1)</sup>により測定した。これを図3に示す。図4を参照して、この装置では

$l_1 = 50\text{ mm}$ ,  $l_2 = 100\text{ mm}$  に設定してある。この場合の曲げ弾性率( $E_B$ )は下記のとおりに求められる。

$$E_B = \frac{W l_1 l_2^2}{16 I \delta} = \frac{3}{4} \frac{W l_1 l_2^2}{b h^3 \delta} \quad (1)$$

ここで

$$I = \frac{b h^3}{12} \quad (2)$$

ここで $W$ はDead Weight(重錘)の荷重、 $\delta$ は試験片中央部の変位、 $b$ 、 $h$ はそれぞれ試験片の幅と厚さである。従って中央部の変位( $\delta$ )を測定すれば、(1)式から曲げ弾性率は求められる。その測定例を図5に示す。

#### 4.2 曲げ強度試験

曲げ強度試験は3点曲げ法と、4点曲げ法とがあるが、最近では複合材では殆んど4点曲げ法が採用されているが、ポリイミド複合材の高温強度を求めるため恒温槽を使用し

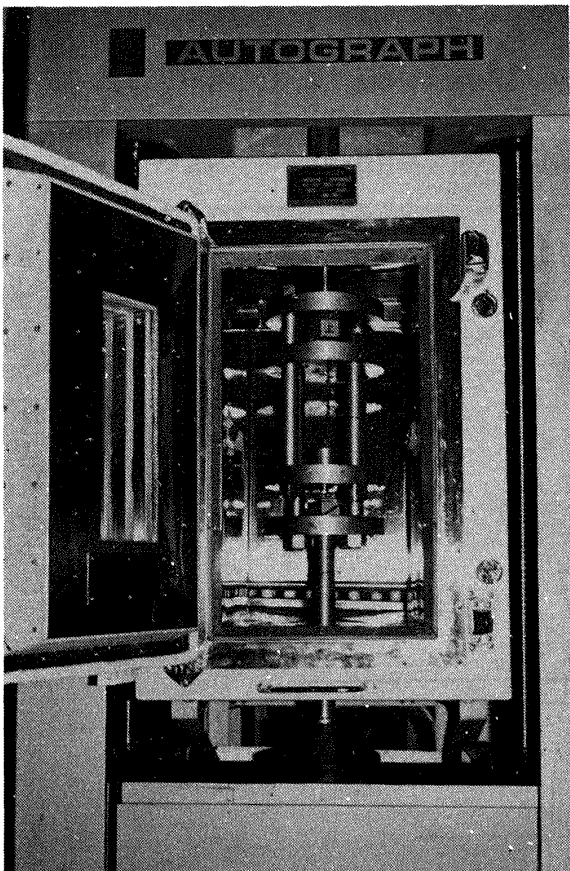


図 2 高温強度の測定に使用した恒温槽

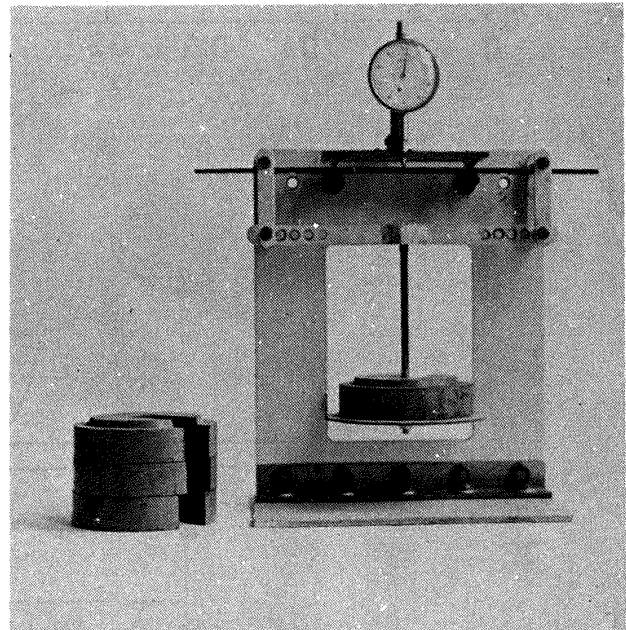


図 3 曲げ弾性率測定装置 (Dead Weight 法)

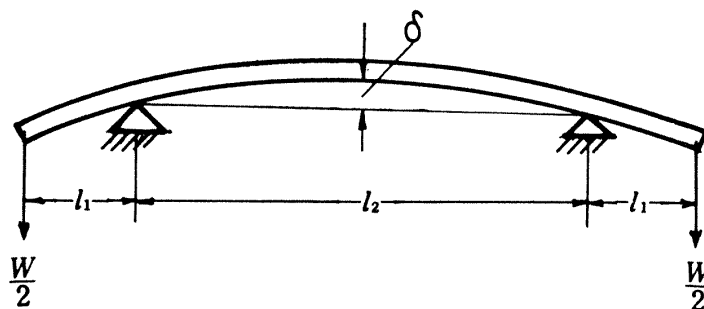


図 4 4点曲げの原理図

たので、その設備の都合上3点曲げ法しか出来なかったの  
で、この分についてのみは3点曲げ法を採用した。

#### 4.2.1 3点曲げ法

3点曲げ法は図6に示すとおりで、中央の支点部の曲率  
を12.5mm Rと大きくとり、中央部でのせん断破損を防ぐ  
ようにした。曲げ強度( $\sigma_B$ )は下記のとおり求まる。

$$\sigma_B = \frac{M}{Z} = \frac{WL}{4} \frac{6}{bh^2} = \frac{3WL}{2bh^2} \quad (3)$$

$$Z = \frac{bh^2}{6} \quad M = \frac{WL}{4} \quad (4)$$

#### 4.2.2 4点曲げ法

4点曲げ法は図7に示すとおりで、4つの支点部の曲率  
半径はすべて5mm Rとした。曲げ強度( $\sigma_B$ )はつぎのと  
おり求まる。

$$\sigma_B = \frac{M}{Z} = \frac{WL_1}{2} \frac{6}{bh^2} = \frac{3WL_1}{bh^2} \quad (5)$$

#### 4.3 引張強度試験

引張強度試験片は図8に示すとおりである。試験片の中  
央部の板厚方向に両側から12.5mm Rの曲率をつけ、中央  
部の板厚を約1mmとした。なお試験片全体の板厚は約3mm  
である。これらの曲率の加工法は特殊治具を作り、ダイヤ  
モンドカッターで正確に作ることができるようにした。試  
験片の両端面には試験機のチャック部の滑り止めに1mmの  
アルミニウム板を接着してある。なおこの方法は現在CF  
RPの引張強度標準試験法として採用されている。引張強  
度( $\sigma_T$ )はつぎのとおり求められる。

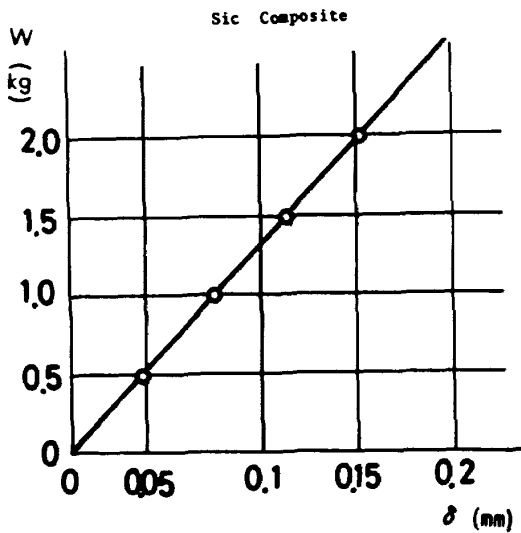


図 5 弾性率測定装置による $W-\delta$ 線図

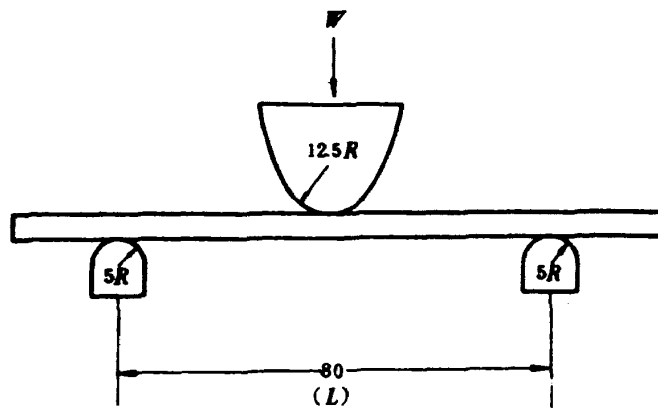


図 6 3点曲げ法

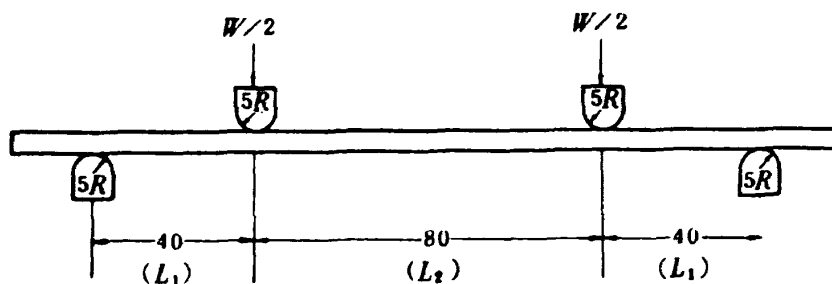


図 7 4点曲げ法

$$\sigma_T = \frac{W}{A} \quad (6)$$

ここで $W$ は試験片破断時の最大荷重で、 $A$ は試験片中央部の断面積である。

#### 4.4 層間せん断試験

層間せん断試験法にもいろいろな試験法があるが、ここではCFRPの試験に広く用いられているショートビーム法<sup>1)</sup>を使用した。その原理図を図9に示す。試験片の中立面に働く最大層間せん断力( $\tau$ )はつぎのように求まる。

$$\tau = \frac{3W}{4bh} = \frac{3W}{4A} \quad (7)$$

ここで $A$ は試験片の断面積、 $W$ は最大荷重である。この場合に中央支点部の曲率半径を余り小さくとると、試験片の中央部で軸と直角方向の曲げせん断破損を起しやすいた

め、ここでは中央支点部の曲率半径を $6R$ とした。また試験片の厚さを $h$ とし、スパンを $L$ とすると、 $L/h$ の比を余り大きくとると曲げ破損となるため、ここでは $L/h$ の比を約5とした。CFRPの場合には $L/h=5$ の近辺の試験<sup>1)</sup>を行っている。

#### 4.5 圧縮試験

複合材の圧縮強度試験は非常に困難な試験法である。すなわちCFRPやGFRPでは端面で局部破壊を起しやすい、これをBrooming現象といっている。またRAE法<sup>2)</sup>や、その他の規格<sup>3)4)</sup>などがあるが、試験片の加工法に難点があったり、特殊な治具を用意しなければならないことや、またはかなり大きな試験片を使用しなければならないなどの欠点があった。そこでわれわれは簡単で、小さな試験片を用いての新しい試験法を開発し、実験を行い良い結果を得た。

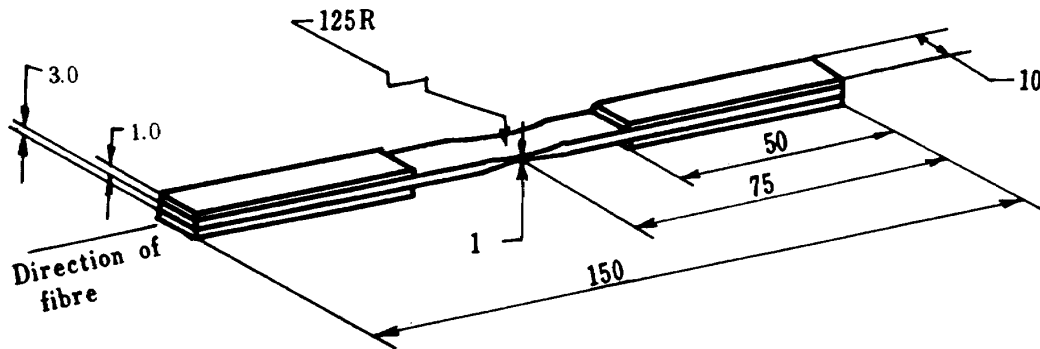


図 8 引張強度試験片

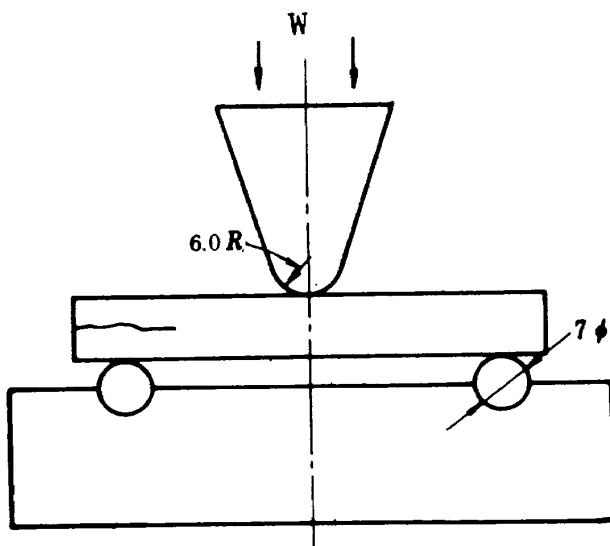


図 9 層間せん断試験法(ショートビーム法)

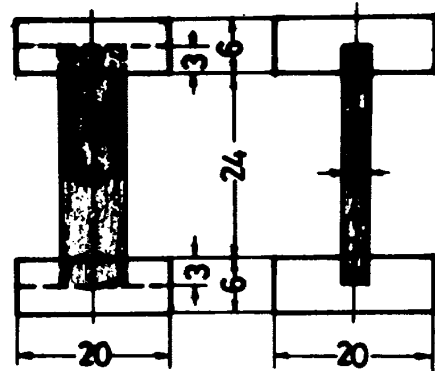


図 10 圧縮試験片寸法

図 1 0 が圧縮試験片の寸法で、試験片の厚さは 3 mm、幅 10 mm、長さ 30 mm の小さな平板で、両端面は厚さ 6 mm で、20 × 20 mm の鉄板に、中央部に 3 mm の深さ、幅 3 mm のスリットを入れ、これに試験片を接着して固定したもので、非常に簡単なものである。図 1 1 が試験片の写真である。ここで注意することは両端面の水平度を正確に出す必要がある。そこで図 1 2 に示す接着用治具を用いて、接着剤が硬化しないうちに試験片をこの治具にはさみ、24 時間放置した。図 1 3 が圧縮試験装置で、試験片の下面に球面座を用いて、試験片の軸と荷重軸とが一致するようにした。圧縮強度( $\sigma_c$ )はつぎのように求まる。

$$\sigma_c = \frac{\bar{W}}{A} \quad (8)$$

$\bar{W}$  は最大荷重で、 $A$  は試験片の断面積である。

#### 4.6 パーコール硬さ

FRP の硬さの測定は JIS<sup>5)6)</sup> やその他<sup>7)</sup> に規定されている。ここではパーコール式の硬度計を使用した。その原理はスプリングで保持された円すい形圧子を試料面に押しつけたとき、圧力の侵入度合がダイヤルゲージで読みとれるようになっている。

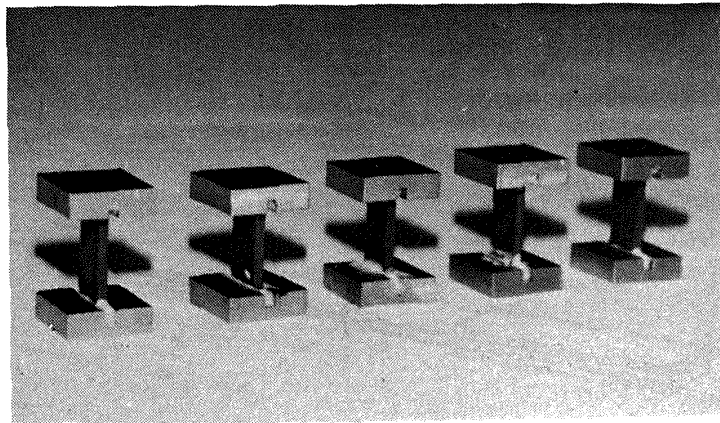


図 1 1 圧縮試験片

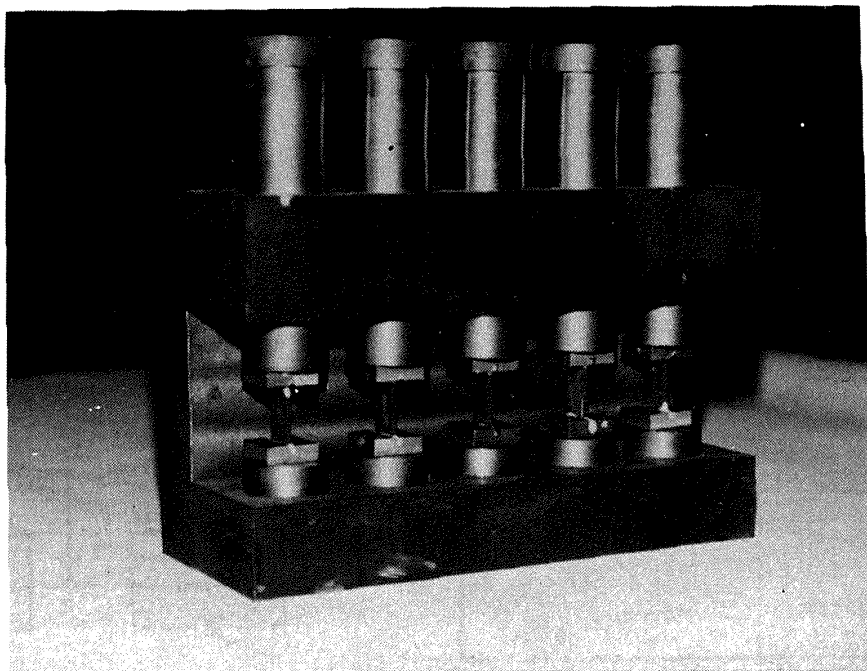


図 1 2 圧縮試験片接着用治具



#### 4.7 熱膨張率の測定

$SiC$  の熱膨張率は CFRP と同様に非常に小さいと思われる、従来の示差式熱膨張率計では誤差が大きく、測定が不可能である。ここでは東芝総合研究所製の光干渉膨張計<sup>8)</sup>を用い、前報<sup>1)</sup>と同じ方法で測定した。

### 5 動的強度試験法

ここで行った動的強度試験は、曲げ衝撃試験と、曲げ疲労試験である。試験を行った種類は変性エポキシ樹脂 # 241 複合材については両者を、標準エポキシ樹脂 DX-210 複合材については曲げ疲労試験のみを行った。なお曲げ衝撃試験については各種 CFRP についても行い、 $SiC$  複合材との比較も行った。

#### 5.1 曲げ衝撃試験

衝撃試験とは試験片を衝撃的に破断させ、破断のために吸収されるエネルギーの多少で材料の靱性、脆性の程度を判定する試験である。

衝撃試験の種類としては、引張、圧縮、ねじり、曲げなどがあるが、複合材では主として切込みのある試験片を用いた曲げ衝撃試験であるので、ここでは3点曲げによるシャルピー式曲げ試験法を採用した。この試験法は JIS K 7111 に規定されている。

FRP 用に開発された小型シャルピー試験機（東洋精機製作所製）の原理図を図 14 に示す。その仕様はつぎの通りである。

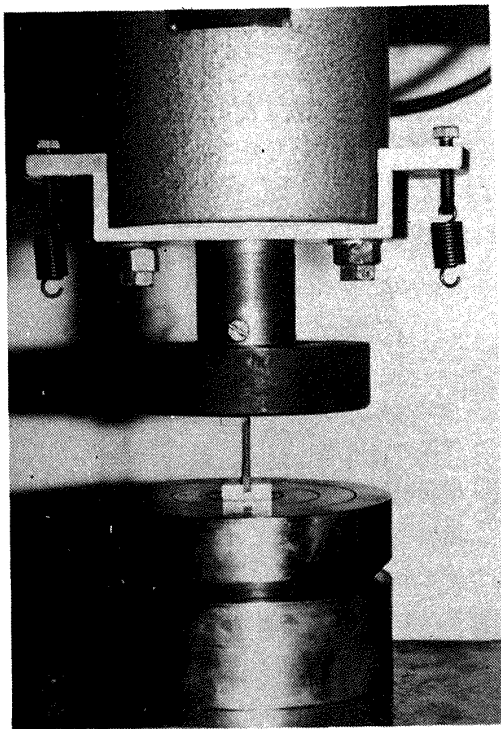


図 13 圧縮試験装置

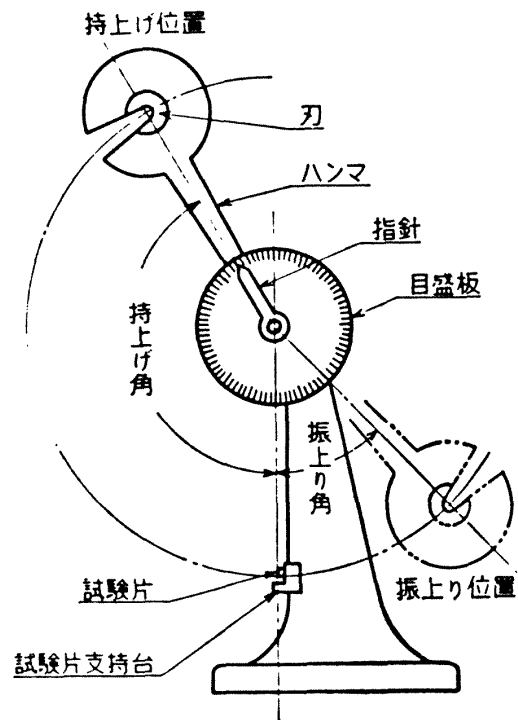


図 14 シャルピー衝撃試験機

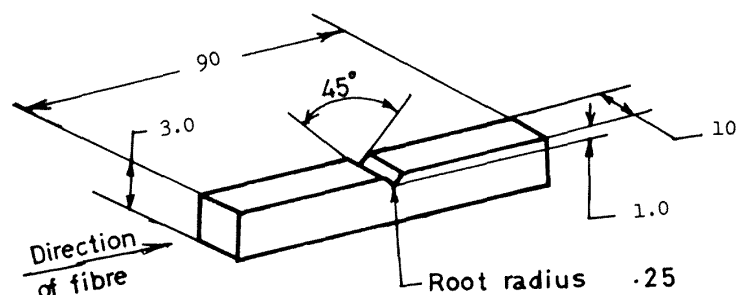


図 15 シャルピー衝撃試験法

容 量	: 150 kg-cm
ハンマの重量	: 3.615 kg
軸心より重心までの距離	: 22.24 cm
軸心より打撃点までの距離	: 39.5 cm
ハンマの持上げ角	: 150度
周 期	: 1.26秒

使用した試験片の寸法は図15に示すとおりである。 $V$ 溝の加工は $45^\circ$ の角度のついたダイヤモンドカッターを使用して加工した。

試験法はまず試験片を規定寸法(60mm)に隔たっている2つの支持台でささえ、かつ切欠き部( $V$ ノッチ)を支持台の中央におき、切欠き部の背面をハンマで打撃して1回の打撃で破断させ、衝撃値を測定する。破断させるに要したエネルギー $E$ は

$$E = WR(\cos\beta - \cos\alpha) - L \quad (9)$$

ここで、

$E$ : 破断させるに要したエネルギー (kg-cm)

$W$ : ハンマの重量 (kg)

$R$ : 軸心より重心までの距離 (cm)

$\alpha$ : ハンマの持上げ角

$\beta$ : 破断後のハンマの振上り角

$L$ : ハンマの運動中に失った試験機の摩擦損失

試験機の摩擦損失 $L$ はつぎの(10)式のように求まる。まず試験片支持台に試験片を取りつけないで、指針を伴ってハンマを持上げ角 $\alpha$ から振下ろしたときの振上り角 $\alpha'$ を測定すると

$$L = WR(\cos\alpha' - \cos\alpha) \left( \frac{\alpha + \beta}{\alpha + \alpha'} \right) \quad (10)$$

なおこの試験機について実験を行ったところ $\alpha = \alpha'$ となり、 $L = 0$ としてよいことがわかった。

シャルピー衝撃値 $A_{kc}$ は

$$A_{kc} = \frac{E}{b(t-d)} \quad (11)$$

ここで、

$A_{kc}$ : シャルピー衝撃値 (kg-cm/cm<sup>2</sup>)

$b$ : 試験片の切欠き部の幅 (cm)

$t$ : 試験片の切欠き部付近の厚さ (cm)

$d$ : 試験片の切欠き深さ (cm)

## 5.2 曲げ疲労試験

曲げ疲労試験は以前に、われわれが複合材用に改造した超過荷重防止装置付<sup>9)10)</sup>のB-70型試験機を用いた。使用した試験片は図16に示す通りである。

試験法は4点曲げであるから応力は式(5)を用いて求めることができる。ここで $L_1$ は30mmに設定してある。繰返し数は1,800 cpmで、最大振幅は18mm、最大荷重は70kgの荷重一定型疲労試験機である。

## 6 静的強度試験結果

### 6.1 #241変性エポキシ樹脂複合材

#### 6.1.1 曲げ弾性率

曲げ弾性率の測定結果を表2に示す。ここで $\bar{E}$ は平均値、 $S$ は標準偏差、 $C.V.$ は変動率を示す。以下の実験結果も同様である。

弾性率の複合則<sup>1)</sup>はつぎの通りである。

$$E = E_f V_f + E_m (1 - V_f) \quad (12)$$

ここで

$E$ : 複合材の弾性率

$E_f$ : 繊維の弾性率

$E_m$ : 樹脂の弾性率 (350 kg/mm<sup>2</sup>)

$V_f$ : 繊維の体積含有率 (60%)

表1の値を用いた複合則では $E = 11160 \text{ kg/mm}^2$ であるが、実験値は $10680 \text{ kg/mm}^2$ となった。複合則に低減係数 $\alpha$ <sup>8)</sup>を乗じた式は次のようになる。

$$E = \alpha E_f V_f + E_m (1 - V_f) \quad (13)$$

実測値から $\alpha$ の値は0.95となり、CFRPの場合<sup>8)</sup>と

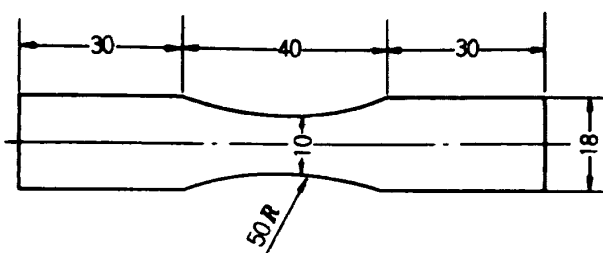


図 16 曲げ疲労試験片

表 2 SiC/#241 エポキシ複合材の曲げ弾性率

$E = 10070, 10810, 10370, 11460, 11460 \text{ kg/mm}^2$

$\bar{E} = 10680 \text{ kg/mm}^2$

$S = 603.7 \text{ kg/mm}^2$

$C.V. = 5.7\%$

$V_f = 58\%$

大体同じ値となった。

### 6.1.2 引張強度

引張強度の実験値を表3に示し、他の強度値との比較したのが図17である。破断までの荷重 ( $W$ ) と試験機のクロスヘッドの変位線図を図18に示す。この線図は直線となり、SiC 複合材はCFRPと同様に弾性破断を表わしている。

引張強度の複合則<sup>1)</sup>はつぎの通りである。

$$\sigma_T = \sigma_f V_f + \sigma_m (1 - V_f) \quad (14)$$

ここで

$\sigma_T$  : 複合材の強度

$\sigma_f$  : 繊維の引張強度

$\sigma_m$  : 樹脂の引張強度 (4.5 kg/mm<sup>2</sup>)

表1の値を用いた複合則では  $\sigma = 147 \text{ kg/mm}^2$  であるが、実測値は  $108.7 \text{ kg/mm}^2$  とかなり低い値となった。複合則に低減係数 $\beta$ <sup>8)</sup>を乗じた式は次のようになる。

表3 SiC/≠241 エポキシ複合材の引張強度

$\sigma_T = 105, 119, 109, 101 \text{ kg/mm}^2$

$\sigma_T = 108.7 \text{ kg/mm}^2$

$S = 7.86 \text{ kg/mm}^2$

$C.V. = 7.2\%$

$V_f = 58\%$

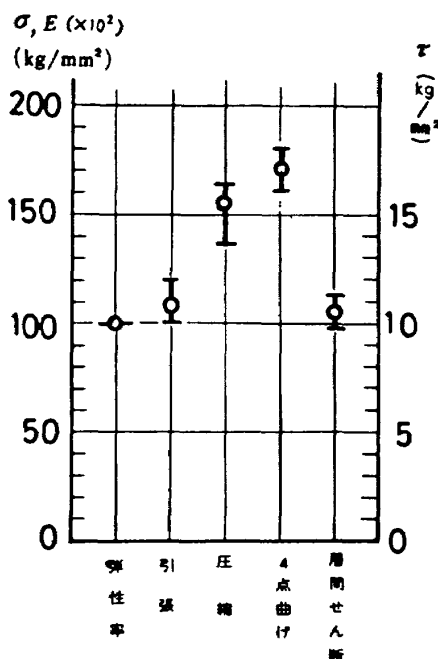


図 17 SiC/≠241 エポキシ複合材の強度と弾性率

$$\sigma = \beta \sigma_f V_f + \sigma_m (1 - V_f) \quad (15)$$

実験値から $\beta$ の値を求めると0.74となりかなり低い値である。この原因は現在のところSiC 繊維は長さが約80 cm程度のもので、従って方向性のよい prepreg を作るのが困難で、繊維の方向が蛇行した複合材になってしまったからと思われる。CFRPの場合には $\beta = 0.85 \sim 0.9$ <sup>8)</sup>程度であった。すなわちカーボン繊維のような長い連続繊維の場合には prepreg を作る時に張力をかけながら連続で作るため、複合材の方向性のよいものができるからと思われる。しかし最近SiCの連続繊維の研究も進み、近いうちに解決されるものと思われる。

引張強度試験の破断の様態を図19に示し、破断面の拡大写真(走査電顕による)を図20に示す。破断の様態はCFRPと全く同じで、拡大写真によると丸い黒い部分がSiC 繊維で、白い部分がエポキシ樹脂で、界面の接着の良好なことを示している。

### 6.1.3 曲げ強度

4点曲げ強度の実験の様態を図21に示し、破断までの強度線図を図22に示す。また強度の実験値を表4に示し、他の強度値との比較をやはり図17に示す。図21に示すように破断はすべて引張側に生じた。これは後述するように、圧縮強度が引張強度よりも強いからと思われる。図17

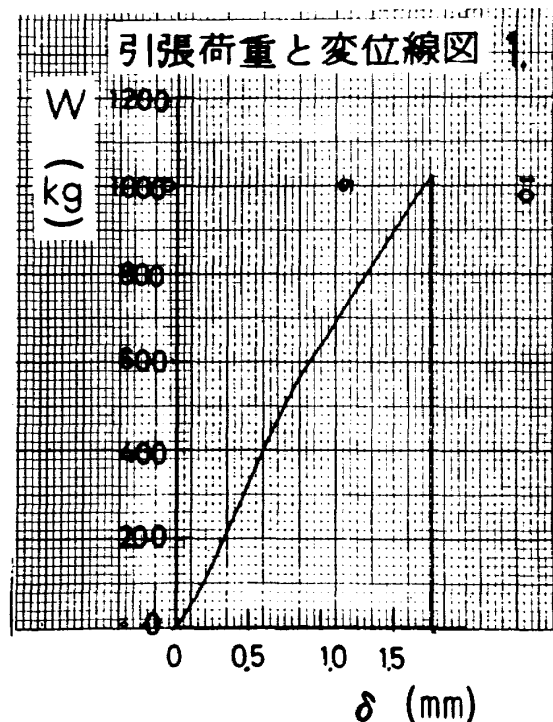


図 18 引張強度線図

に示すように他の強度値に比較して一番高い値を示している。ここでは3点曲げ強度試験は行わなかった。

#### 6.1.4 層間せん断強度

層間せん断強度の実験値を表5に示し、破断までの強度

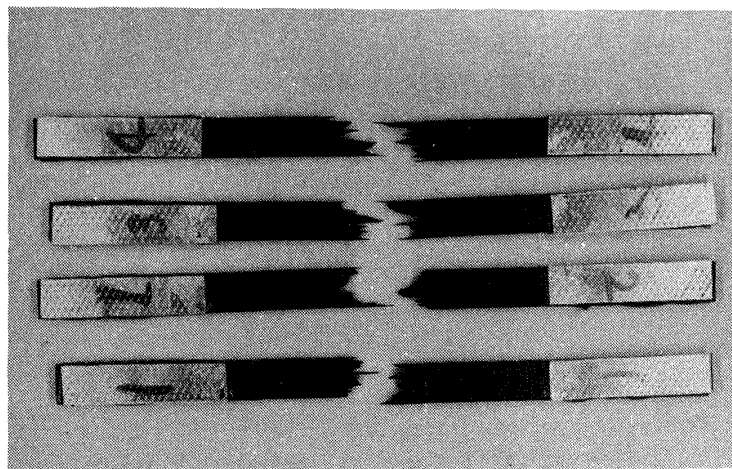


図 19 引張試験片の破断

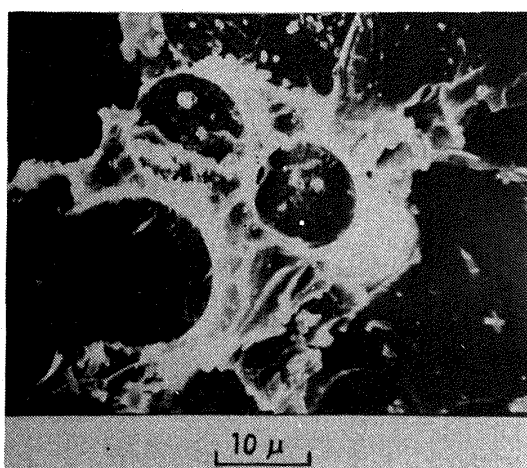


図 20 引張破断面の拡大写真

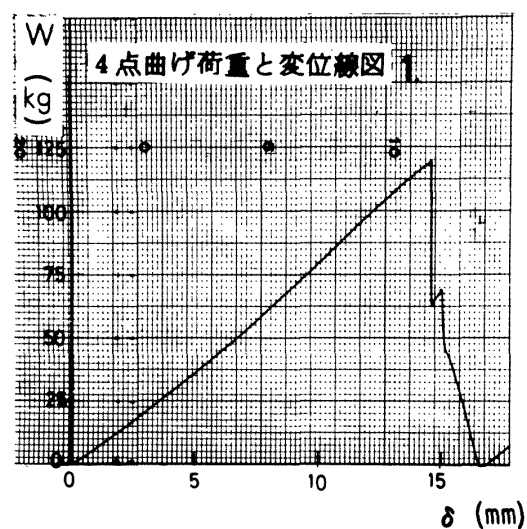


図 22 4点曲げ強度線図

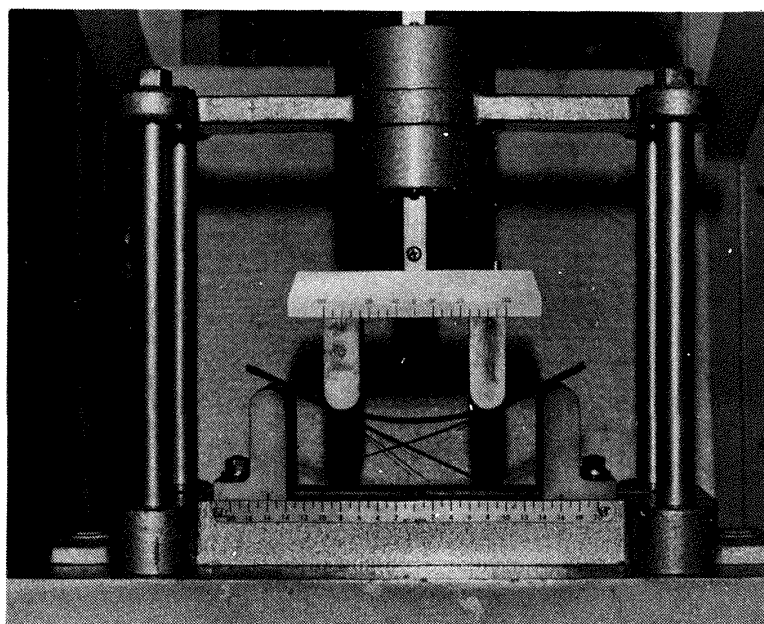


図 21 4点曲げ試験

線図を図23に示す。他の強度値との比較をやはり図17に示す。層間せん断強度はCFRPと同程度の値である。

#### 6.1.5 圧縮強度

圧縮強度の実験値を表6に示し、破断までの強度線図を図24に示し、他の強度値との比較を図17に示す。圧縮強度はCFRPの場合<sup>1)</sup>は $120 \text{ kg/mm}^2$ であるのに対し、SiC複合材の場合は $155 \text{ kg/mm}^2$ とかなり高い値となっている。これがSiC複合材の最大の利点といえる。しかもCFRPでは末端でbrooming現象を起しやすく、その時の圧縮強度は約 $80 \text{ kg/mm}^2$ <sup>1)</sup>とかなり低い値となる。

表4 SiC/#241 エポキシ複合材の4点曲げ強度

$\sigma_B = 169, 160, 180, 178 \text{ kg/mm}^2$
$\bar{\sigma}_B = 172 \text{ kg/mm}^2$
$S = 9.25 \text{ kg/mm}^2$
$C.V. = 5.4\%$
$V_f = 58\%$

表5 SiC/#241 エポキシ複合材の層間せん断強度

$\tau = 9.7, 10.2, 11.1, 11.2 \text{ kg/mm}^2$
$\bar{\tau} = 10.56 \text{ kg/mm}^2$
$S = 0.72 \text{ kg/mm}^2$
$C.V. = 6.8\%$
$V_f = 58\%$

表6 SiC/#241 エポキシ複合材の圧縮強度

$\sigma_c = 135, 164, 150, 153, 148 \text{ kg/mm}^2$
$\bar{\sigma}_c = 155.5 \text{ kg/mm}^2$
$S = 7.26 \text{ kg/mm}^2$
$C.V. = 4.7\%$
$V_f = 58\%$

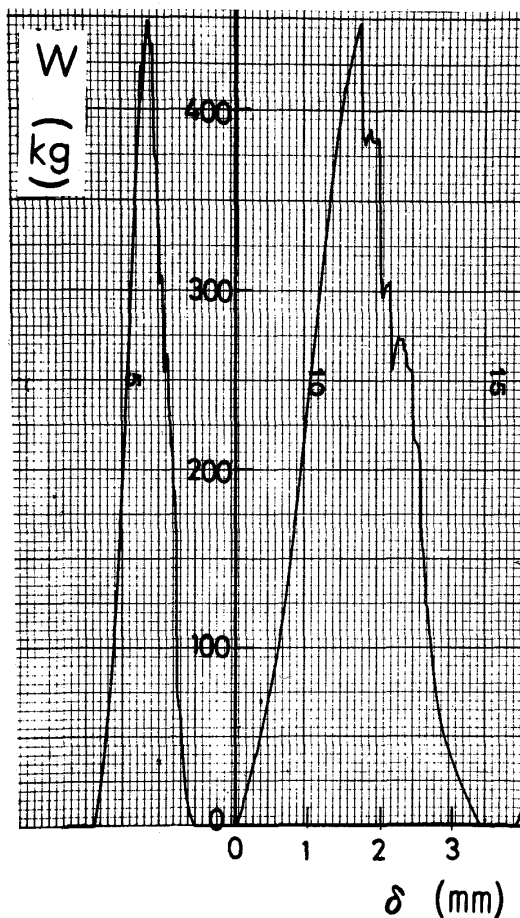


図23 層間せん断強度線図

そこで将来の航空機構造材としてはCFRPとSiCの混合複合材(hybrid composite)の活用が期待される。図25が試験片の破断の様で、末端でのbrooming現象は全く認められず、中央部で完全な圧縮破断を起している。これは新しく考案した圧縮試験法の優れていることを立証するものでもある。図26が圧縮破断の瞬間の写真で、上端部で火花の生じていることがわかる。これは恐らくこの複合材が圧電特性を持ち、破断の瞬間に放電するものと思われる。この現象は他の5個の試験片についても認められた。図27が圧縮破断面の拡大写真で、繊維と樹脂との界

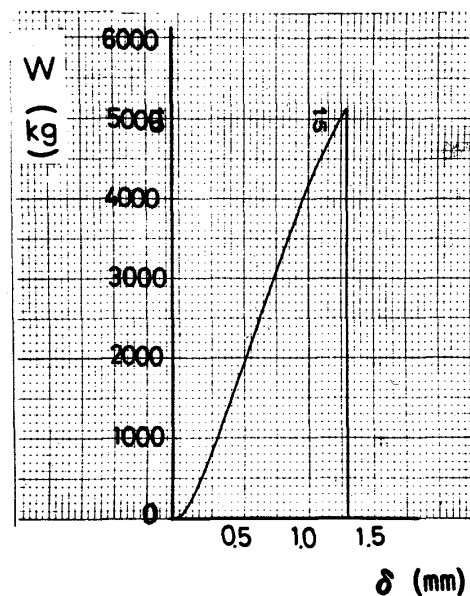


図24 圧縮強度線図

面の接着のよいことを示している。

#### 6.1.6 パーコール硬度

パーコール硬度の測定結果を図28に示す。ここではCFRPとの比較のために、各種CFRPの値も併記した。こ

の結果  $SiC$  複合材の硬度はCFRPと同程度か、少々高い値である。なお、図中Z-3, Z-2はカーボン繊維の種類を示し, DX210, #241はエポキシ樹脂の種類を示す。

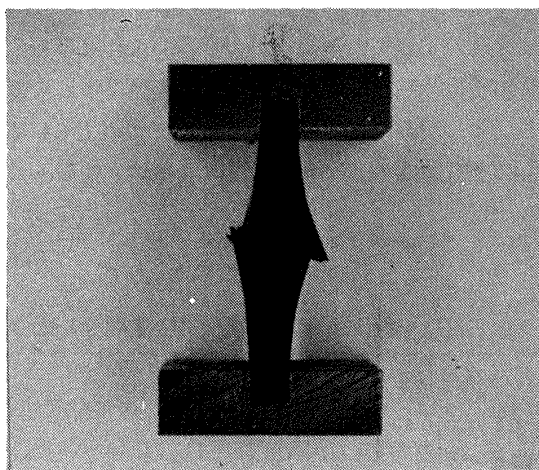


図 25 圧縮破断

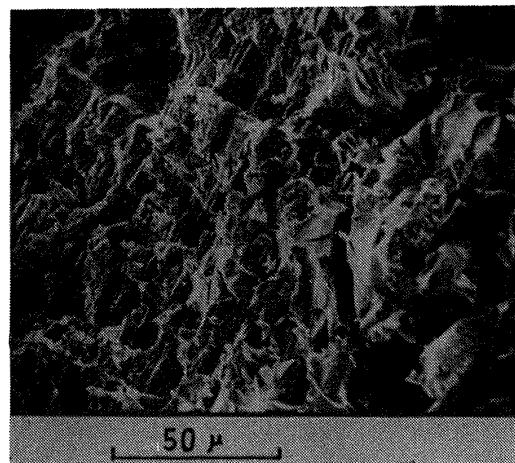


図 27 圧縮破断面の拡大写真

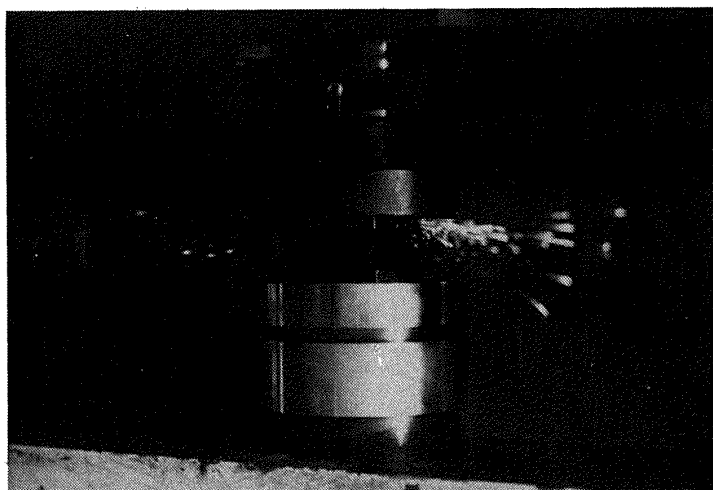


図 26 圧縮破断の瞬間

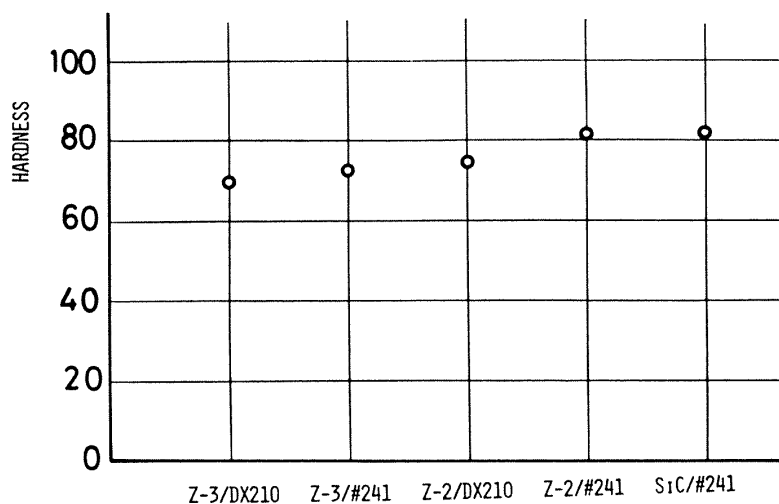


図 28 パーコール硬度

### 6.1.7 熱膨張率

繊維方向の伸びと温度の関係の実験結果を図29に示し、曲線の傾斜から求めた熱膨張率 $\alpha$ の値をそれぞれ図示してある。白丸は第1回目の実験結果で、黒丸は第2回目の実験結果で、常温から60℃迄は両方とも一致し、 $\alpha = 2.58 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  となり、60℃から120℃迄は $\alpha = 3.78 \sim 3.80 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  の値となった。CFRPの場合<sup>1)</sup> は $\alpha = 1.0 \sim 2.0 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  の値であるから、これよりはやや大きめの値である。

つぎに繊維と直角方向の値を図30に示す。第1回目(白丸)と第2回目(黒丸)とは全く一致し、 $\alpha = 20.7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  とかなり大きな値となった。これは主としてエポキシ樹脂の特性に左右されるためと思われる。

## 6.2 DX-210 標準エポキシ樹脂複合材

標準エポキシ樹脂DX-210を使用したSiC複合材の静的強度の実験結果を表7に示す。試験法は前者の方法を用いた。なお引張強度と圧縮強度は省略した。これは曲げ疲労試験用に作った試験片の一部を流用したものである。

## 6.3 ポリイミド樹脂複合材

航空機構造材のうち、エンジン周辺には耐熱複合材が要求される。そこでSiCとF-178 ポリイミド樹脂複合材の各種静的強度を求めた。さらに曲げ強度と圧縮強度については常温(25℃)から250℃迄の範囲の強度を求めた。しかしSiC繊維はポリイミド樹脂に対して界面の接着強度が低く、所期の目的を果たすことができなかったが、ここで行った実験結果について述べる。今後の問題と

しては、SiC繊維に表面処理を施し、界面の接着をよくする必要があると思われる。

### 6.3.1 曲げ弾性率

曲げ弾性率の測定結果を表8に示し、静的強度特性を比較したのが図31である。弾性率の修正複合則は式(13)より

$$E = \alpha E_f V_f + E_m (1 - V_f)$$

ここで $E_f = 19000 \text{ kg}/\text{mm}^2$ ,  $E_m = 525 \text{ kg}/\text{mm}^2$ <sup>11)</sup>,  $V_f = 40\%$ として上式より $\alpha$ を計算すると、 $\alpha = 1.4$ となり、かなり高い値となった。この原因は不明である。

### 6.3.2 引張強度

引張強度の実験値を表9に示し、常温における強度値の比較したものを図31に示す。破断面の拡大写真を図32に示す。繊維と樹脂との界面の接着の不良のため繊維が引抜かれた様子がわかる。従って引張強度はかなり低い値となるものと予想される。

強度の修正複合則は式(15)より

$$\sigma_T = \beta \sigma_f V_f + \sigma_m (1 - V_f)$$

ここで $\sigma_f = 266 \text{ kg}/\text{mm}^2$ ,  $\sigma_m = 5.25 \text{ kg}/\text{mm}^2$ <sup>11)</sup>,  $V_f = 40\%$ とし、上式より低減係数 $\beta$ を計算すると、 $\beta = 0.39$ とかなり低い値となった。

表7 SiC/DX210 エポキシ複合材の静的強度

曲げ弾性率	10200 kg/mm <sup>2</sup>
曲げ強度	163 kg/mm <sup>2</sup>
層間せん断強度	8.5 kg/mm <sup>2</sup>
$V_f$	60%

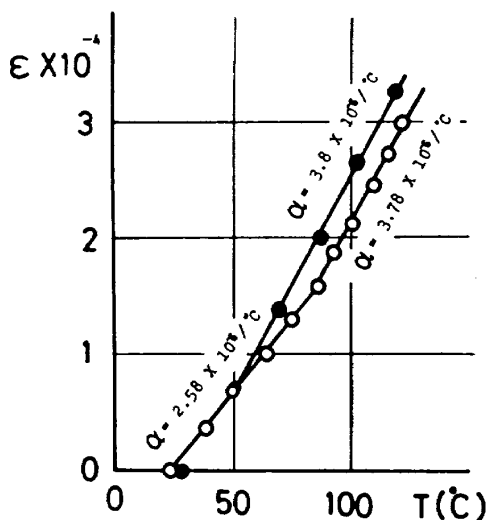


図 29 SiC/#241 エポキシ複合材の熱膨張 (繊維方向)

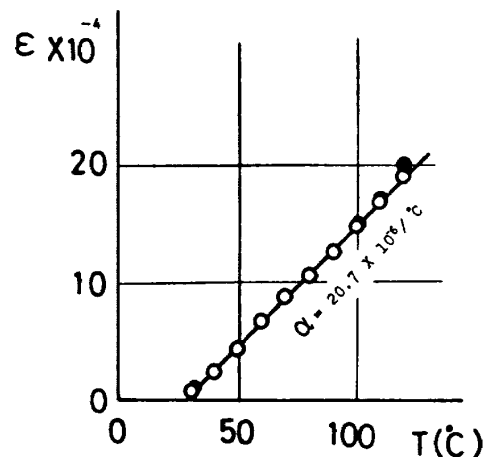


図 30 SiC/#241 エポキシ複合材の熱膨張 (繊維と直角方向)

### 6.3.3 曲げ強度

常温における4点曲げ強度の実験値を表10に示し、他の強度との比較を図31に示し、破断面の拡大写真を図32に示す。この写真でもわかるように、樹脂と繊維との界面の接着不良のため、繊維には樹脂が全く付着してない様子がわかる。このため図17に比較して、曲げ強度は非常に低い値となっている。

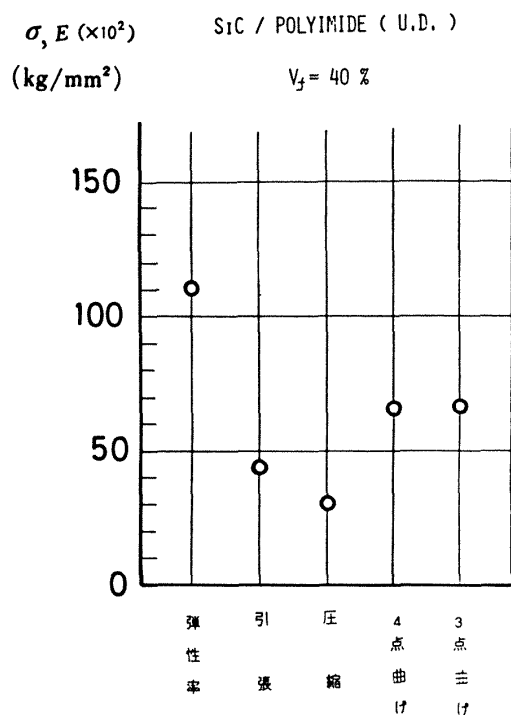


図 31 SiC/ポリイミド複合材の各種強度と弾性率

つぎに常温から250℃迄の高温における3点曲げ強度の実験値を表11に示し、これを図示したのが図34である。高温においてやや強度の低下している様子がわかる。

### 6.3.4 圧縮強度

常温から250℃迄の圧縮強度の実験値を表12に示し、これらを図示したのが図35である。常温における圧縮強度は図17のエポキシ複合材に比較して約1/2程度の強度し

表 8 SiC/ポリイミド複合材の曲げ弾性率

$$E = 11260, 10480, 11560 \text{ kg/mm}^2$$

$$\bar{E} = 11100 \text{ kg/mm}^2$$

$$S = 557.5 \text{ kg/mm}^2$$

$$C.V. = 5\%$$

表 9 SiC/ポリイミド複合材の引張強度

No.	b (mm)	h (mm)	P (kg)	$\sigma_T$ (kg/mm <sup>2</sup> )
1	9.82	1.09	450	42.0
2	9.84	1.08	445	41.9
3	9.58	1.04	390	39.1
4	9.77	1.08	495	46.9

$$\sigma_f = 200 \sim 260 \text{ kg/mm}^2$$

$$V_f = 40\%$$

$$\bar{\sigma}_T = 42.5 \text{ kg/mm}^2$$

$$S = 3.24 \text{ kg/mm}^2$$

$$C.V. = 8\%$$



図 32 引張破断面の拡大写真



表 10  $SiC$ ／ポリイミド複合材の 4 点曲げ強度

No	$b$ (mm)	$h$ (mm)	$W$ (kg)	$\sigma_B$ (kg/mm <sup>2</sup> )
1	14.87	2.51	4.8	61.48
2	14.84	2.46	5.3	67.89
3	14.98	2.48	5.0	65.12

$$V_f = 40\%$$

$$\sigma_B = 64.8 \text{ kg/mm}^2$$

$$S = 3.21 \text{ kg/mm}^2$$

$$C.V. = 5\%$$

表 11  $SiC$ ／ポリイミド複合材の高温の 3 点曲げ強度

Temp(°C)	$\sigma_B$ (kg/mm <sup>2</sup> )	$\bar{\sigma}_B$ (kg/mm <sup>2</sup> )	$S$ (kg/mm <sup>2</sup> )	$C.V.$ (%)
22	50.46, 79.48 65.95	65.3	14.52	22
100	53.26, 58.22 62.0	57.8	4.42	8
160	40.17, 48.35 49.0	45.8	4.94	11
200	45.93, 58.28 55.81	53.3	6.54	12
250	42.63, 46.14 45.81	44.8	1.94	4

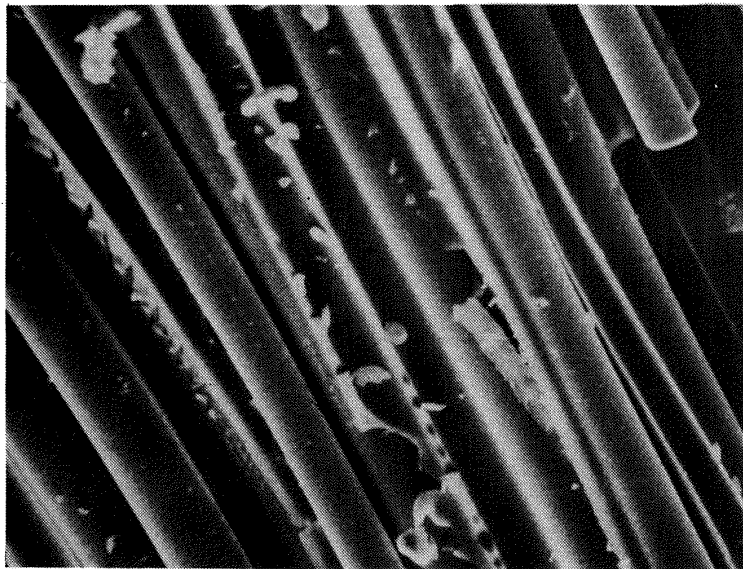


図 33 曲げ破断面の拡大写真

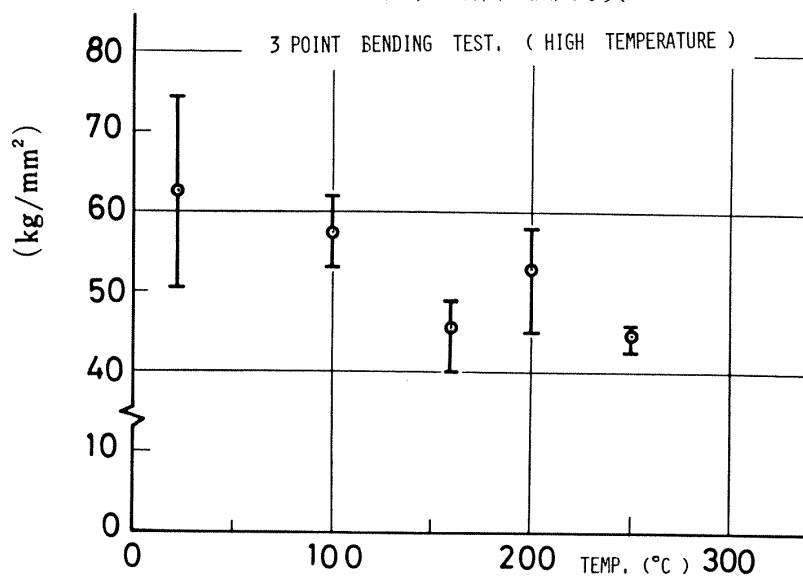
図 34  $SiC$ ／ポリイミド複合材の高温 3 点曲げ強度

表 12 SiC/ポリイミド複合材の高温圧縮強度

Temp(°C)	$\sigma_c$ (kg/mm <sup>2</sup> )	$\bar{\sigma}_c$ (kg/mm <sup>2</sup> )	S (kg/mm <sup>2</sup> )	C.V. (%)
20	27.16, 28.36, 33.81, 29.47,	29.7	2.9	1.0
100	34.50, 15.75,	25.1	—	—
200	14.08, 16.15,	15.1	—	—
250	15.94, 19.41,	17.6	—	—

かない。これも樹脂と繊維との界面の接着不良のためと思われる。高温において圧縮強度はやや低下している。

## 7 動的強度試験結果

### 7.1 曲げ衝撃試験（変性エポキシ樹脂複合材）

ここでは変性エポキシ複合材の曲げ衝撃試験を行い、かつCFRPの曲げ衝撃試験も行い、両者の比較を行った。実験値を表13に示し、これを図示したのが図36である。ここで○印が試験片の破壊時に2つに分離した場で、×印は破壊時に試験片が分離しなかった場合である。この結果

表 13 各種複合材の曲げ衝撃試験値

No	Fiber/Matrix	BARCOL	IMPACT	$A_{KC}$ (kg cm/cm <sup>2</sup> )
1	Z-3/DX-210	70	○	92
2	Z-3/#241	73	×	149
3	Z-2/DX-210	74	○	144
4	Z-2/#241	81	○	144
5	T-300/#3130	80	×	243
6	T-300/DX-210	76	×	204
7	T-200/DX-210	71	○	184
8	HT/DX-210	77	○	37
9	AS/DX-210	79	×	209
10	AS/#3501	74	×	277
11	SiC/#241	81	×	269

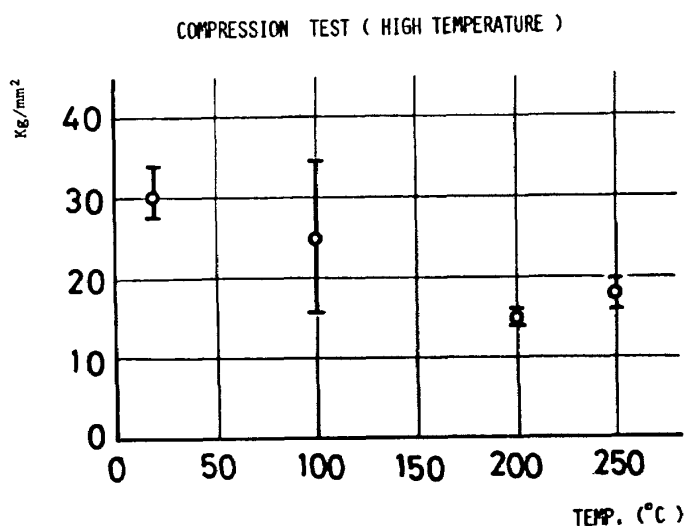


図 35 SiC/ポリイミド複合材の高温圧縮強度

○ ..... 分離破壊  
× ..... 分離破壊せず

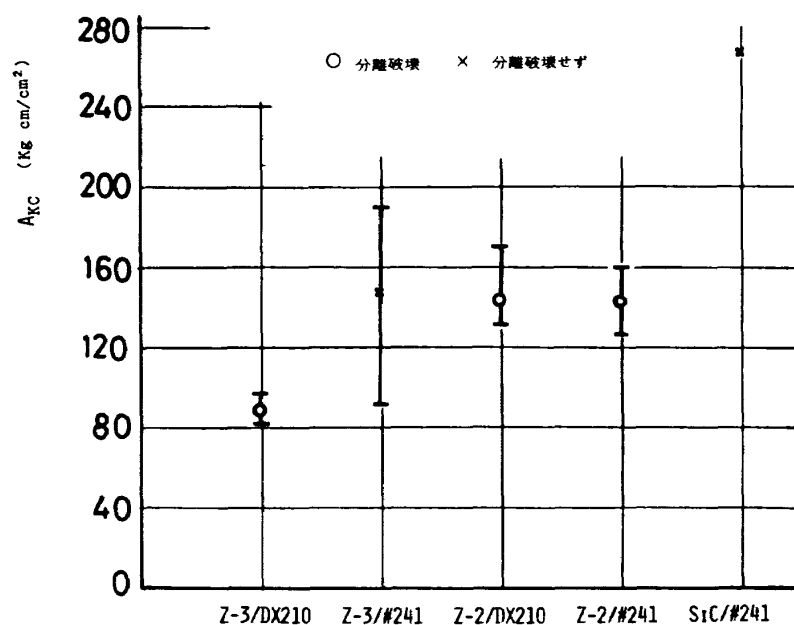


図 36 各種複合材の曲げ衝撃値

によれば、SiC 複合材はCFRPよりは衝撃値は高い値となった。

## 7.2 曲げ疲れ強さ(標準, 変性エポキシ樹脂複合材)

ここでは標準エポキシ樹脂 DX 210 と, 変性エポキシ樹脂 # 241 の SiC 複合材の両振り疲れ強さを求めた。

図 37 が前者で, 図 38 が後者で, 両者を比較したのが図

39 である。変性エポキシ樹脂複合材の方が疲れ強さは高い値を示している。これはCFRPでも静的強度<sup>12)</sup>ならびに疲れ強度<sup>13)</sup>とも変性エポキシ樹脂複合材の方がそれぞれ高い値となっているのと符合する。ここで行った曲げ疲れ試験のS-N曲線はすべて最小二乗法を用いて整理した。

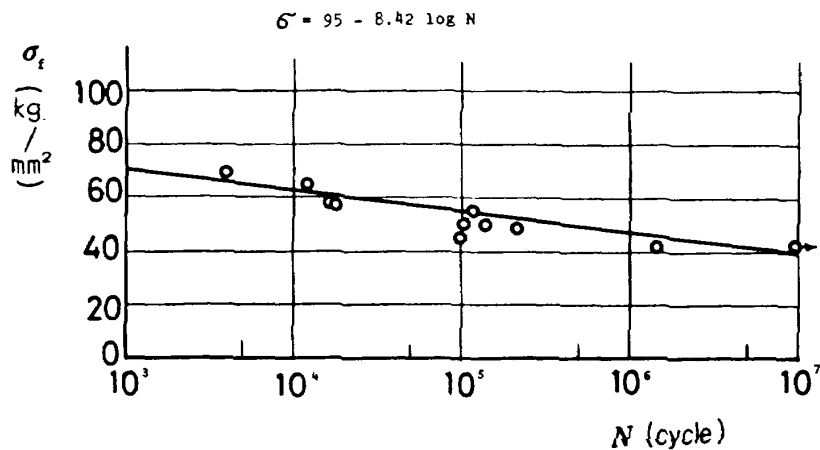


図 37 SiC/DX 210 エポキシ複合材の曲げ疲れ線図

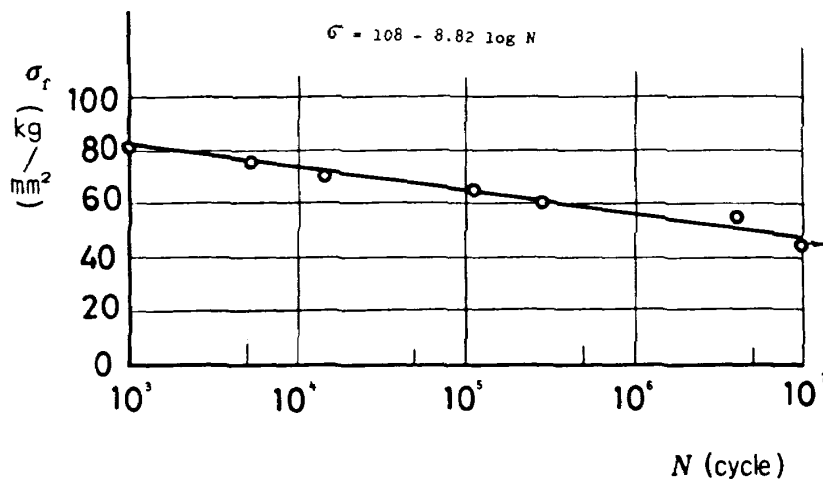


図 38 SiC/#241 エポキシ複合材の曲げ疲れ線図

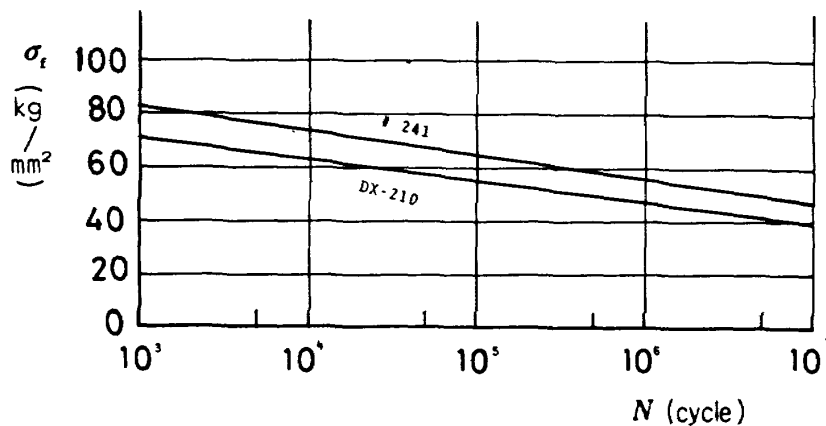


図 39 SiC/エポキシ複合材の曲げ疲れ線図の比較

ここで時間強度を $\sigma$ とし、 $N$ を破断時迄の繰返し数とすると、つぎの実験式が得られる。

$$\sigma = A - B \log N \quad (16)$$

$A$ 、 $B$ は定数で、 $A$ は $N=1$ のときの時間強度で、 $B$ は直線の傾きを表わす。疲労試験はいずれも $25^{\circ}\text{C}$ の常温で行った。つぎに式(16)で各実験の定数 $A$ 、 $B$ 、 $10^7$ 回の時間強度( $\sigma_f$ )、表4、7から得られた静的強度( $\sigma_B$ )ならびにそれらの比、すなわち $A/\sigma_B$ 、 $\sigma_f/\sigma_B$ などの疲労特性を表14に示す。CFRPの疲労特性<sup>9)13)</sup>と比較すると、 $A/\sigma_B$ の値はCFRPの場合は約1前後の値であるのに対して、SiC複合材は約0.6でかなり低い値となっている。一般に複合材は破断モードにより強度の異なることが、今までの実験経験から分っている。図40が変性エポキシ樹脂複合材の破断写真で、図21の静的強度の破断状況と全く異なることがわかる。

つぎに $\sigma_f/\sigma_B$ の値はCFRPの場合が約0.46<sup>13)</sup>前後の値に対して、SiC複合材では0.24~0.26の値でこれもかなり低い値といえる。

なおポリイミド樹脂複合材については界面の接着強度不良のため、十分な強度が得られなかったので、今回は曲げ疲労強度試験は行なわなかった。

## 8 あとがき

今回行った各種SiC複合材の実験ではCFRPに比較してかなり低い値しか得られなかった。この原因はSiC繊維はまだ試作の段階であり、特にカーボン繊維の様な数千mという連続繊維は製造されておらず、約80cmの繊維から複合材を作った。従って繊維に張力を加えながらprepregを作ることは困難で、繊維の方向の蛇行した複合材しか得られなかったのが最大の原因と思われる。しか

表14 SiC複合材の疲労特性

複合材の種類	A	B	$\sigma_f^*$ (kg/mm <sup>2</sup> )	$\sigma_B$ (kg/mm <sup>2</sup> )	$A/\sigma_B$	$\sigma_f/\sigma_B$
SiC/DX210	95	8.42	40	163	0.58	0.24
SiC/#241	108	8.82	46	172	0.62	0.26

\*  $10^7$  回の時間強度

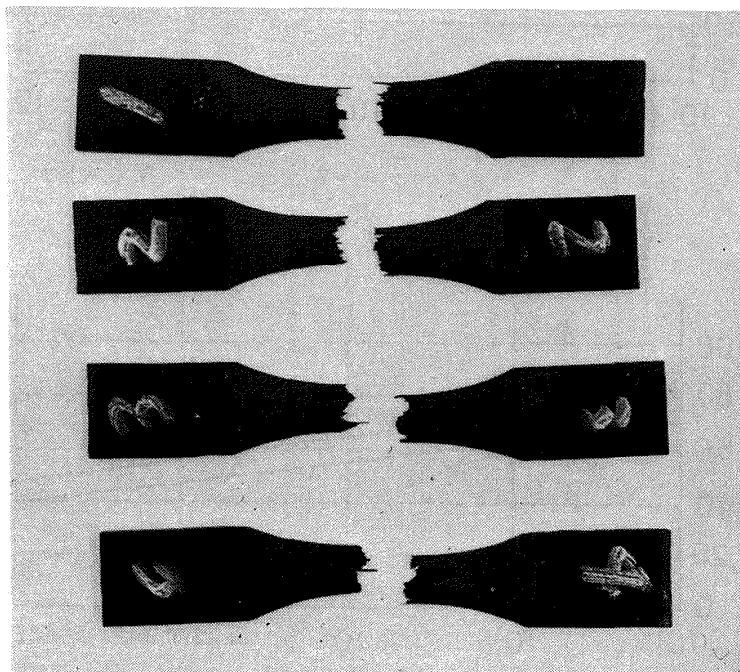


図 40 SiC/#241 エポキシ複合材の疲労破断

しこの程度の試験片でも圧縮強度と曲げ強度がCFRPに比較してかなり高いことなどから、将来の航空機構造材として、カーボンとの混合複合材(hybrid)を使うことにより、CFRPの欠点を補うことができるものと思われる。昭和53年中には連続繊維が出来る予定なので、その時にはカーボンとの混合複合材の評価試験を行う予定にしている。

なおポリイミド樹脂複合材については繊維と樹脂との界面の接着強度不足のため、予期した強度が得られず残念に思っている。しかしこれは新しい繊維の開発の初期にはよく起る問題で、カーボン繊維でも過去に経過したことで、将来は表面処理の技術開発によりいずれは解決されるものと思う。

一方現在アルミニウムとの複合材(FRM)の研究も行っているが、1年前迄はやはり界面の接着不良の問題があったが、今はこの問題は解決されている。

SiC 繊維は将来の航空機構造材用にFRPまたはFRMとして期待されるものと思う。この報告書はこれらの研究のさきがけとなるものと思う。最後にこの報告書をまとめるに当たり、バーコール硬度計ならびにシャルピー衝撃試験機を借用した東京大学工学部金原勲助教授、SiC 繊維ならびに試験片の成形について御配慮いただいた日本カーボン㈱の関係者に厚く御礼申し上げます。

## 文 献

- 1) 古田, 野口, 松嶋; カーボン複合材の強度特性, 航技研資料, TM-241, 1973年6月
- 2) A.C.Ham; Technical Report,RAE.1971
- 3) F.S Method 1021・1
- 4) ASTM D695
- 5) JIS・K・7111-71
- 6) JIS A 5704-71
- 7) ASTM D 2583-72
- 8) 岸井貫; 東芝光干渉膨張計販売技術資料, YB-9030, 昭和48年1月
- 9) 古田, 野口, 松嶋; カーボン複合材の曲げ疲労強度, 航技研報告, TR-366, 1974年6月
- 10) 下河, 浜口; 航空機用アルミニウム合金2024-T4 板材における疲れ寿命のばらつきとS-N曲線との関係 航技研報告, TR-367, 1974年4月
- 11) 工業調査会編; プラスチックガイド/原材料・副材料 編, 1974年11月
- 12) 古田, 松嶋, 野口; 各種カーボン複合材の静的強度特性, 航技研資料, TM-330, 1977年4月
- 13) 古田, 松嶋, 野口; 各種カーボン複合材の曲げ疲労強度, 航技研報告, TR-525 1977年12月

---

## 航空宇宙技術研究所報告 519 号

昭和 52 年 12 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 1880  
電話武蔵野三鷹(0422)47-5911(大代表)●182

印刷所 株式会社 東京プレス  
東京都板橋区桜川 2～27～12

---

