

3D-C/C 複合材の試験法標準化研究

Standardization of test methods for evaluating the mechanical properties of
3D-C/C composites utilized for nozzle throats of solid rocket motors

総合技術研究本部、複合材技術開発センター、ナノ複合材セクション

青木卓哉、小笠原俊夫

総合技術研究本部、複合材技術開発センター

八田博志

航空プログラムグループ

石川隆司

宇宙科学研究本部、宇宙材料・構造研究系

後藤健

Takuya Aoki and Toshio Ogasawara

Nanocomposite section, Advanced Composite Technology Center, Institute of Aerospace Technology

Hiroshi Hatta

Advanced Composite Technology Center, Institute of Aerospace Technology

Takashi Ishikawa

Aviation Program Group

Ken Goto

Department of Space structure and materials, Institute of Space and Astronautical Science

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 exceeding 2273 K. 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 placed upon the standardization of the test methods for evaluating the mechanical properties of the 3D-C/C composites utilized for the nozzle throats. 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.

1. はじめに

本研究は、SRB-A および M-V ロケットのノズルスロ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。本発表では、H-II-8 号機および M-V-4 号機の事故後に開始された信頼性向上プロジェクト（平成 13~15 年度）から現在までの研究成果について報告を行う。具体的には、室温から 2000℃以上の超高温域にわたるノズルスロート用 3D-C/C 複合材の引張、圧縮、せん断特性の評価技術を検討した結果を報告する。併せて、複合材技術開発センターで実施している、SRB-A 実機用 3D-C/C 複合材の 2000℃強度保証試験について紹介する。

2. 研究の概要

2.1 研究背景

図 1 に H-IIA ロケットの SRB-A および M-V ロケットにおける 3D-C/C 複合材の適用部位を示す。3D-C/C 複合材はノズルインサートに適用されており、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信頼性を確保するためには、設計データとなる同材料の室温から超高温に亘る材料特性値（引張、圧縮、せん断特性等）が必要となる。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。

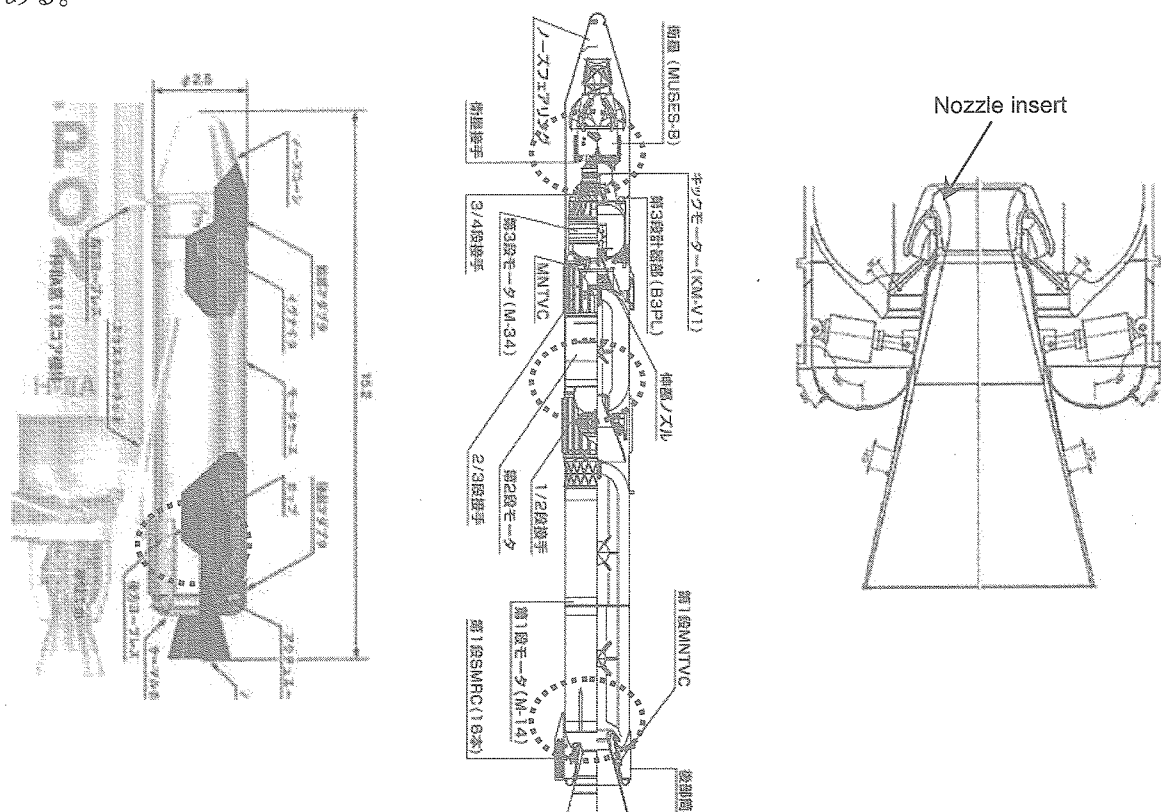


Fig.1 The 3D-C/C nozzle inserts of SRB-A and M-V solid propellant motors.

2.2 研究目的

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複合材に対して、室温から2000℃以上の超高温に亘る力学的特性評価方法に関する実験的な検討を行い、試験法の標準化を視野に入れた技術的な検討を行う。これにより、固体ロケットモータ用3D-C/C複合材の強度信頼性設計および評価技術の確立に貢献することを目的とする。

2.3 研究内容

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、宇宙材料・構造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 (IAT、ISAS)
2. 最適試験片形状の検討 (せん断は主に IAT、引張・圧縮は主に ISAS)
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)
5. 非線形力学挙動のモデル化 (IAT、ISAS)

3. 成果の概要

以下に本研究で得られた成果を要約して示す。なお、具体的な試験結果については発表にて説明を行う。

3.1 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。本研究では既存設備の改修により、IAT に最高試験温度 2300℃の材料試験設備を、ISAS に最高試験温度 3000℃の試験設備を整備した。図 2 に IAT 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。試験治具は黒鉛製で、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℃の材料試験においても試験片のひずみ測定が可能である。なお、整備した両試験設備は、H-IIA-6 号機事故のタスクフォース研究においてノズルライナー用 CFRP の超高温材料試験においても使用されている。

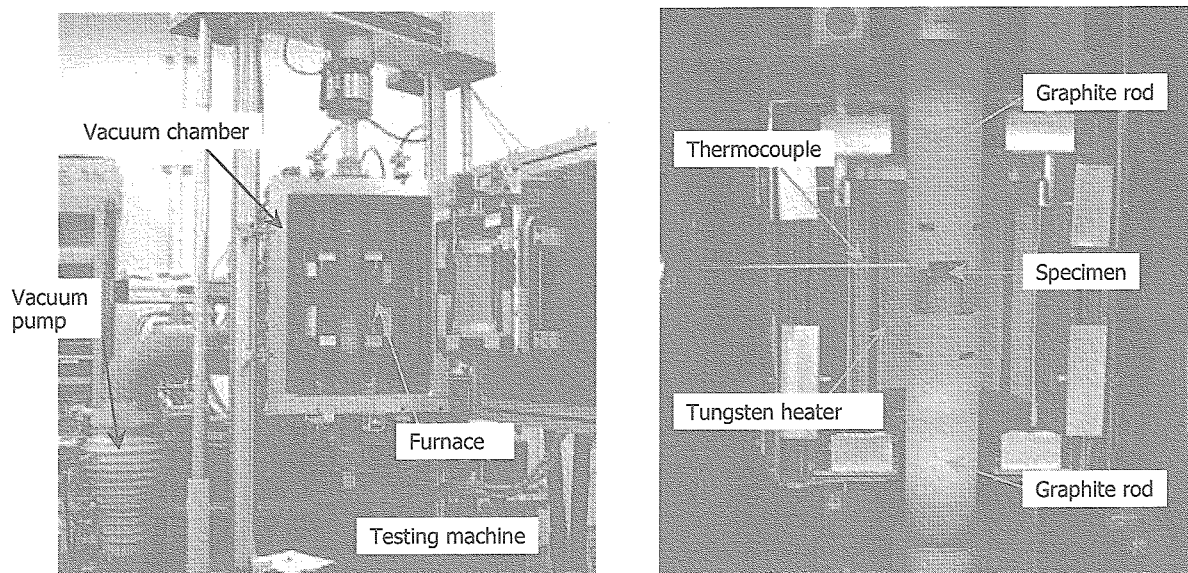


Fig.2 High-temperature testing system for the mechanical properties of the 3D-C/C composites.

3.2 引張試験法

室温から 2000℃以上の超高温域において引張試験が可能な試験片形状を定めた。ノズルスロット用 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た。しかし、1600℃以上の温度域においてはクリープ挙動を示すことが明らかとなった。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、破断させることが出来なかった。したがって、2000℃以上の超高温引張試験においては、得られる引張特性は引張速度に依存するため、妥当な試験速度を定める必要があることが明らかとなった。

3.3 圧縮試験法

室温から 2000℃以上の超高温域において、試験片評定部で破壊させることが可能なダンベル型圧縮試験片形状を定めた。圧縮強度は 2000℃までは試験温度の上昇と共に増加したが、2000℃以上の温度域では強化繊維の劣化により圧縮強度は大幅に低下することが明らかとなった。また、圧縮強度は、繊維束間の界面強度に支配されていることが明らかとなった。

3.4 せん断試験法

室温から 2000℃までの温度域においてせん断試験が可能な試験片形状を検討した。せん断強度は試験温度の上昇と共に大幅に増加した。破壊プロセスの観察から得られた簡便滑りモデルと、繊維束界面強度の実測値を用いることで、3D-C/C 複合材のせん断強度が計算可能であることが明らかとなった。これにより、せん断強度は繊維束間の界面強度に支配されていることが明らかとなった。

4. SRB-A実機用 3D-C/C複合材の 2000℃強度保証試験

平成 17 年度から複合材技術開発センターでは、H-IIA ロケットのフライト毎に SRB-A 実機用 3D-C/C 複合材の 2000℃強度保証試験を実施している。本試験は、左右 2 本の SRB-A 用 3D-C/C 複合材について、それぞれ余長部からテストピースを切り出し、2000℃でせん断試験を行うものである（1 フライトにつき 10 試験、仕様によっては 20 試験）。

実機材の強度保証試験に当たり、平成 17 年度にはフライト済みの材料について 50 試験以上の 2000℃せん断試験を行い、妥当な試験結果が得られることを確認した。これまでに H-IIA 9 号機から 12 号機の SRB-A 用 3D-C/C 複合材の強度試験を実施し、実機信頼性の保証に貢献している。

Table 1 Research subjects and output for each physical year.

年度	実施項目	実施内容・成果
13 年度	調査 試作 検討 評価	<ul style="list-style-type: none"> 試験機の整備、試験治具の試作・検証 室温材料試験（引張、圧縮、せん断）の実施 超高温材料試験法（引張、圧縮、せん断）の調査・検討 非線形挙動のモデル化手法の調査
14 年度	検討 試作 評価	<ul style="list-style-type: none"> 試験機の整備、試験治具の試作・検証 超高温材料試験（引張、圧縮、せん断）の実施 非線形力学挙動のモデル化
15 年度	検討 評価 解析	<ul style="list-style-type: none"> 超高温材料試験（引張、圧縮、せん断）の実施（継続） 最適試験片形状の検討 強度支配因子の検討 非線形力学挙動のモデル化
16 年度		H-IIA-6 号機事故のタスクフォース研究に参加 (ノズルライナーCFRP の室温から超高温に亘る各種材料試験を実施)
17 年度	検討 評価 解析	<ul style="list-style-type: none"> 最適試験片形状の検討 強度支配因子の検討 非線形力学挙動のモデル化 SRB-A 実機用 3D-C/C 複合材の 2000℃強度保証試験法の検討、実施 ⇒9 号機～11 号機分を実施
18 年度	まとめ	<ul style="list-style-type: none"> 標準試験方法の提案 補足試験の実施 SRB-A 実機用 3D-C/C 複合材の 2000℃強度保証試験の実施 ⇒11 号機～12 号機分を実施済み

5. まとめ

本研究では、ノズルスロート用 3D-C/C 複合材の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った。その結果、試験法の標準化に当たり考慮すべき項目が明らかとなった。今後は、材料試験の補足分を実施すると共に、関係部署およびメーカーと調整を行い、3D-C/C 複合材の標準試験方法の提案を行う予定である。

関連した研究論文

- 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).
- T. Aoki, Y. Yamane, T. Ogasawara, T. Ogawa, S. Sugimoto, T. Ishikawa, "Relationship between shear behavior and fiber-bundle interfacial properties of a three-dimensionally reinforced carbon/carbon composite", Composite Interface (submitted).
- 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).
- H. Hatta, K. Taniguchi, Y. Kogo, "Compressive strength of three-dimensionally reinforced carbon/carbon composite", Carbon, 43, 351-358 (2005).
- 八田博志、渡辺充洋、小山昌志、塩田一路、「C/C 複合材料の二軸応力場における破壊挙動」材料システム、23, 61-68 (2005).
- H. Hatta, K. Goto, T. Aoki, "Strengths of C/C composites under tensile, shear, and compressive loading: role of interfacial shear strength", Compos. Sci. Tech. 65, 2550-2562 (2005).
- T. Aoki, T. Ogasawara, T. Ishikawa, "Effects of normal stress on the off-axis mechanical behavior of a plain-woven C/C composite", Advanced Composite Materials, 12(2-3), 123-137 (2003).
- M. S. Aly-Hassan, H. Hatta, S. Wakayama, M. Watanabe, K. Miyagawa, "Comparison of 2D and 3D carbon/carbon composites with respect to damage and fracture resistance", Carbon, 41, 1069-1078 (2003).
- K. Goto, H. Hatta, M. Oe and T. Koizumi, "Tensile Strength and Deformation of a Two-Dimensional Carbon-Carbon Composite at Elevated Temperatures," Journal of the American Ceramic Society, 86,12, 2129-2135, (2003).