ダブルノッチ試験片を用いた高温圧縮層間剪断試験用黒鉛製治具の開発

田邊靖博*, 石井 元, 中西 真, 赤津 隆, 安田榮一

(平成14年1月17日受理, 平成14年4月22日採択)

Development of Graphite Jig-Assembly for High Temperature Interlaminar Shear Strength Testing with Double-Notched Specimen Configuration Subjected to Compressive Load

Yasuhiro Tanabe*, Hajime Ishii, Shin Nakanishi, Takashi Akatsu and Eiichi Yasuda

To measure inter laminar shear strength (ILSS) of C/C composites at high temperatures, a graphite jig was developed on double notched specimen configuration. ILSS of unidirectional C/C composites and 0/90 cross-ply of C/C composites (HTT2000°C and 3000°C in both composites) were measured using the assembly up to 1500°C. In all tests, the shear load showed a liner increase after the initial stage of the loading. The assembly developed was satisfactorily used to measure the ILSS of the C/C composites at high temperatures. All specimens showed catastrophic fracture, and the ILSS largely increased with testing temperature, at least, above 1250°C. In C/C composites, relationships between ILSS and testing temperature seem to depend not on orientation configuration of their reinforcement but on their heat-treatment temperature.

KEYWORDS : Graphite jig, ILSS, Double notched compression, High temperature, Composite

1. はじめに

炭素繊維強化炭素複合材料 (C/C複合材料) は, その優れた特性から高温構造材料としての応用展開が期待され, 研究が進められている。C/C複合材料は, 繊維軸方向の特性は優れているが, 繊維軸以外の方向の特性は必ずしも芳しくない。層間剪断強度 (ILSS) もその1つである。高温におけるC/C複合材料のILSSについては, いくつかの報告があるが, 1000°C以上で一定となる報告¹⁾と測定温度とともに上昇する報告がある^{2)~4)}。この理由の1つに, 測定方法の違いが挙げられる。室温における層間剪断強度の測定方法として, Iosipescu法, ダブルノッチコンプレッション法 (目違い切り欠き圧縮法: DNC法), ショートビーム法などが提案されている。試料寸法, 試料固定法の制約, さらにには剪断モードの実現性などを考慮するとこれら試験法のすべてを高温試験へ適用することは難しい⁵⁾。前述の試験法を総合的に判断した結果, DNC法が高温試験法として有用と考えられた⁶⁾。そこで, 高温ILSSの測定が可能なDNC用治具を新たに設計して, 4種のC/C複合材料について高温ILSSを測定したので報告する。

2. 実験方法

2.1 治具

先に検討した形状^{5), 6)}の試験片 (2.2項を参照) に合わせて, **Fig.1**に示す黒鉛 (G540, 東海カーボン) 製の治具を設計した。圧縮試験時に試験片に曲げ歪が発生するのを抑えるために1対の試料固定部品 (上側⑥, ⑥'と下側⑦, ⑦') をガイドリング (⑥, ⑥'を③で, ⑦, ⑦'を④で) で締め付け, その間に挿入した押棒 (上側⑨と下側⑩) を介して荷重を負荷する構造となっている。試料切り欠き部の開閉をできるだけ抑制するために, **Fig.1** (b, d) に示すように試料固定部品は左右で長さが異なっている。さらに, **Fig.1** (c) に示すようにガイドリングと試料固定部品には2°の勾配をつけ, 試験中にゆるまない構造とした。加えて, 試験片に平行に圧縮応力加わるように, 上部台座は球座付きである。試料に試料固定部品とガイドリングをはめ, 押棒を注意深く挿入して下部台座 (⑤) に自立させる。その後, 上部台座をのせて倒れないことを確認して実験を行った。試料の破断などで試験片が炉内に散乱しないように, スリーブ (⑪) をはめて, 試験を行った。

* Corresponding Author, E-mail: y.tanabe@rlem.titech.ac.jp
東京工業大学応用セラミックス研究所: 〒226-8503 横浜市緑区長津田町4259
Materials and Structures Laboratory, Tokyo Institute of Technology: 4259 Nagatsuta, Midori, Yokohama 226-8503, Japan

Fig.1 The graphite jig for ILSS at elevated temperatures. (a) Appearance of jig-assembly, (b) the cross-sectional view of the jig-assembly, (c) appearance of the parts, and (d) the plane views of the assembly parts (3, 4, 6, 6', 7, 7').
① and ② : a set of upper bases with spherical locus, ③ and ④ : upper and lower guide rings, ⑤ : bottom base, ⑥, ⑥' and ⑦, ⑦' : upper and lower specimen holders acting as a bend protector ⑧ : specimen, ⑨ and ⑩ : push-bar, ⑪ : guide sleeve.

2.2 試料ならびに高温試験

プリフォームドヤーン法で作製した一方向強化C/C複合材料ならびに0°/90°直交積層強化C/C複合材料(いずれも(株)アクロス製エクセルシー:AC200-B10-2000ならびにAC200-B10-2001)を,不活性雰囲気中2000℃ならびに3000℃で30分熱処理したものを試料として用いた。学振法により求めた各試料の結晶パラメータをTable 1に示す。熱処理温度の増加とともに黒鉛化が進んでいる。また,一方向材料よりも直交異方材料のほうが黒鉛化している。

DNC用試験片寸法はASTM C1292-95aを参考にして,有限要素法による応力解析ならびにノッチ巾,ノッチ間隔,切り込み深さなどを変えた実験から決定した^{5),6)}。試験片は,15mm幅,6mm厚,30mm長さで,0.5mm巾で3.1mm深さの目違い切り欠きを15mm×30mmの両面に各1本ずつ,切り欠き間隔6mmで入れた⁶⁾。試料を2.1項で説明した治具にセットして炉に設置し,炉内が所定温度(室温~1500℃)に達した後,15分間保持して試験を開始した。Ar雰囲気下,クロスヘッド速度0.2mm/minで試験を行った。

Table 1 $d(002)$ spacing and crystallites size of heat-treated C/C composites.

HTT (°C)	unidirectional		cross-ply	
	$d(002)$ (nm)	L_c (nm)	$d(002)$ (nm)	L_c (nm)
2,000	0.344	18.0	0.344	38.9
3,000	0.339	28.3	0.338	74.2

Fig.2 Load-displacement curves for unidirectional C/C composites (heat-treated at 2,000℃) at various testing temperatures.

3. 結果と考察

Fig.2に設計した治具を用いて測定したILSS測定中の荷重と変位との関係の一例を2000℃処理一方向強化C/C複合材料について示す。負荷初期を除いて,荷重が線形で増加している。この初期部分での非線形は,押棒(上側⑨と下側⑩)と試料との微妙な初期アライメントの不一致で発生していると推察される。ある程度の予荷重を負荷後は,この非線形が小さくなることを確認している。室温においてスリーブの影響を確認したが,スリーブの有無で荷重-変位曲線に変化は認められなかった。本治具を用いて試料に余分な摩擦の影響を与えずに負荷できていることがわかった。

文献5)に示すSUS製治具を用いて得られたHTT2000℃一方向強化C/C複合材料の室温におけるILSSは 20 ± 2 (平均±標準偏差) MPaであり,本開発治具を用いて得られた 18 ± 3 (平均±標準偏差) MPaよりもいくぶん高い値を示した。しかし,標準偏差内に収まっており,両者には有意差はないと考えられる。

これらの結果と試料セットが容易であることから,本治具は高温におけるILSSを測定する治具として有益であることがわかった。

Fig.3に各試料のILSS測定値を示す。各温度水準で5本の試験片を用いた平均と標準偏差を示してある。各試料ともに,脆性的な破断を示した。HTT2000℃一方向強化C/C複合材料では,試験温度1000℃において明らかな強度増加が認められ

Fig.3 Interlaminar shear strength as a function of testing temperature.

る。また、HTT2000°C直交積層強化C/C複合材料においても、試験温度1000°Cで強度の増加が認められる。両試料ともに、これよりも高い試験温度においてさらなる強度増加が認められる。これに対して、HTT3000°C一方方向強化C/C複合試料では、試験温度1000°Cおよび1250°Cでの明確な強度増加は認められない。しかし、試験温度1500°Cで明らかに強度が増加している。HTT3000°C直交積層強化C/C複合材料では、室温よりも1000°C、1000°Cよりも1250°Cでわずかな強度増加が確認された。本研究で見える限り、強度と試験温度との関係は、強化繊維の配向形態よりは最終熱処理温度に強く影響されていることが伺える。このように試料によって強度と試験温度との関係は一樣ではない。しかし、今回用いた4試料のうち3試料が1000°Cを超える試験温度で、すべての試料が1250°Cを超える試験温度で強度増加を示した。これらの結果は、向後¹⁾の結果よりは、竹原⁴⁾およびThielicke²⁾の結果に類似している。この主因の1つに試験方法の違いが考えられる。ショートビーム法では、応力状態が複雑⁷⁾であり、加えて高温下では材料の異方性に伴う内部熱応力の変化が加算された影響が現れたことが考えられる。

破断面を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察した結果、試験温

度が高いほど、破面の凹凸が多くなっていた。亀裂の発生あるいは進展に違いがあることが示唆される。そこで、各試料の繊維軸に垂直な面を室温で平面に研磨し、高純度窒素雰囲気中1400°Cまでレーザー顕微鏡を用いて観察し、観察画像を画像解析して表面の凹凸変化を計測した。その結果、1400°Cでは繊維のpull-inが観察された。残留応力の解放あるいは強化繊維のうねりの解放により繊維のpull-inが生じたと考えられ、試験温度の上昇に伴うILSSの増加にこれらの現象が関係していることが示唆される。

以上より、設計した黒鉛製治具で高温でのILSSを精度良く測定できることがわかった。本研究の範囲では、試料の繊維配向形態あるいはマトリックス組織によらず、C/C複合材料のILSSは試験温度が高くなると増加した。最終熱処理が強度増加と試験温度との関係に大きく影響していた。

謝 辞

本研究の一部は、文部科学省科学研究費補助金 (No. 10450249) によった。実験に協力をいただいた片野康雄氏に感謝いたします。高温治具の作製に協力をいただいた応用セラミックス研究所研究支援推進員 人見美代志氏、河島公夫氏に感謝いたします。

文 献

- 1) Y. Kogo, H. Hatta, A. Okura, M. Fujikura and Y. Oya-Seimiya, *TANSO* **1995** [No.166] 40-46 [in Japanese].
- 2) B. Thielicke, U. Soltesz and H. Unnasch, Proc. ECCM-CTS2 1994, Hamburg, Ed., P. J. Hogg, K. Schulte and H. Wittich (1994) pp.325-332.
- 3) U. Soltesz and B. Thielicke, Proc. Conference on Spacecraft Structures, Materials and Mechanical Testing ESA SP-386, pp.1305-1310, Noordwijk, The Netherlands (1996).
- 4) M. Takehara, Y. Matsumoto, T. Kingetsu, H. Masumoto and E. Yasuda, *TANSO* **1996** [No.186] 168-171 [in Japanese].
- 5) Y. Ishiguro, T. Akatsu, Y. Tanabe and E. Yasuda, CSJ Series 3, TTP, Switzerland (1999) pp.171-174.
- 6) Y. Ishiguro, T. Akatsu, Y. Tanabe, E. Yasuda, K. Maruyama and S. Yamada, Materials Science and Engineering Serving Society, Ed., S. Somiya, R. P. H. Chang, M. Doyama and R. Roy, Elsevier (1998) pp.285-288.
- 7) M. Li, R. Matsuyama and M. Sakai, *Carbon* **1999** [No.37] 1749-1757.