

# C / C 複合材料の層間せん断強さ試験方法に関する評価\*

野 口 義 男\*1

## Evaluation of interlaminar shear strength testing method for Carbon / Carbon composite materials\*

Yoshio NOGUCHI\*1

### Abstract

This report shows the results of interlaminar shear tests of carbon fiber fabric reinforced carbon matrix composite materials. Test data were collected in order to evaluate the following two main test methods : a compression test of double notched specimen and a three-point bending test of a short beam specimen, which may be standardized for estimating interlaminar shear strength.

**Keywords** : Composite materials, Carbon fiber / carbon matrix, Short beam shear, Double notched shear, Interlaminar shear strength.

### 概 要

先進耐熱性複合材料であるカーボン/カーボン(C/C)材料の力学的特性評価技術の確立を目指して、層間せん断強さ試験方法に関する検討を行った。層間せん断強さ試験方法としては、FRPの標準的な試験方法を参考にして、ショートビーム(短い梁)試験片の3点曲げ試験法、及び目違い切欠き試験片の圧縮試験法を取り上げた。そして、両試験方法の標準化のための基礎評価に必要なデータを収集した。3点曲げ試験法は支点間距離と試験片厚さの比が層間せん断強さに影響することを明らかにした。また圧縮試験法では2個の座屈防止用の試験ジグ間に試験片を挟んで保持する際の締め付け力、及び試験ジグの試験片を保持する側の形状が、層間せん断強さに影響することを明らかにした。層間せん断強さ試験においては、上述の事項を統一して行うことが重要である。

### 1. まえがき

カーボン/カーボン複合材料は、炭素繊維を強化材としマトリックスも炭素とした複合材料(以下C/C材料とする)であり、1960年代から航空宇宙分野での耐熱材料として研究が開始された。C/C材料は、計量で高温不活性雰囲気中における強度・弾性率が高いこと、熱容量・熱伝導率が高く、熱膨張係数が小さいことなどによって、超高温耐熱環境となる宇宙航空構造用の材料として期待されている。さらに、化学工業用、高温炉用、生体用、核融合炉用などの一般工業用材料としても、実用化にむけてC/C材料の開発がなされている。なお同材料は先進複合材料でもあり今後の耐熱性構造部材等への適用には、種々の特性評価法の確立とその標準化が必要

である<sup>1-3)</sup>。

繊維強化樹脂複合材料(FRP)は、一方向基材や織物基材に樹脂を含浸させたプリプレグ等を積層し、加熱・加圧によって成形する方法が一般的である。このような工程によるFRPが外力を受けると、厚さ方向に強化繊維が配していないため母材樹脂に依存して層間せん断破損を生じやすい。力学的特性での弱点として、繊維方向強さに比べ層間せん断強さが低いことがある。これはC/C材料でも同様となり、層間せん断強さはFRPよりも低い場合、正確に把握することは重要である。本研究では織物基材を用いたC/C材料について、ショートビーム試験片の3点曲げ試験法及び目違い切欠き試験片による圧縮試験法を室温において評価し、同試験方法の確立を目指した基礎データの収集を行った。

\* 平成9年11月13日受付 (received 13 November 1997)

\*1 機体部 (Airframe Division)

## 2. C / C 材料

評価用 C / C 材料の強化基材とした織物は、エアロスペースパシアル(仏)が特許権を持ち、日本国内での使用権は富士重工業が保有する特殊な織物である<sup>4)</sup>。この織物は面内方向に力学的特性を損なわないように糸の曲がりをも最小限に抑えたと共に面外方向も強化されるように製織された(断面の模式図を図 1 に示す)織物であることから、2次元と3次元の中間に位置する 2.5次元織物と開発した会社では呼んでいる。本研究における基材は炭素繊維(東レ:T300)を用いて、縦糸(12K:繊維数12000本)及び横糸(6K:繊維数6000本)で9層織りによる厚織物にされた。同プリフォームにフェノール樹脂の含浸、同樹脂の硬化、炭化処理(焼成温度1735℃)の工程を5回繰り返して緻密化を行いC / C材料にした。その後、成形板表面にはSiCの耐酸化コーティング処理を施した。試料板の大きさは、300mm×300mmで厚さが約2.7mmである。なおC / C材料の成形及び試験片の加工は富士重工業(株)宇都宮製作所において行われた。

## 3. 層間せん断試験法

本研究では、織物基材によるC / C材料の層間せん断強さをFRPにおける標準的な試験方法を参考にして、ショートビーム試験片の3点曲げ試験法、及び目違い切欠き試験片による圧縮試験法で評価した。

### 3.1 ショートビーム試験片の3点曲げ試験法

小さな短冊状試験片で図 2 に示すような3点曲げ強さ試験を行い、層間せん断強さが求められるため、FRP関係では一般的な試験法とされている。同試験法規格<sup>5・12)</sup>の概要を表 1 にまとめて示す。曲げ試験ジグにおける支点の半径は2 mmあるいは3 mm、圧子の半径は3 mmあるいは5 mm等であり、微妙に異なっているのが現状である。なお支点間距離と試験片厚さの比( $l/h$ )は、ほとんどの規格で標準的な値を5としている。

3点曲げ試験において $l/h$ が大きいと、試験片は曲げ破壊をしやすい。 $l/h$ を小さくするに伴って破壊の様相は、曲げから層間せん断破壊に移行するようになる。ただし材料によっては曲げ変形や圧子直下における圧縮破壊が支配的で、目的とする試験片厚さの中立面においてせん断破壊を生じない場合もあり、破壊様相の確認が必要である。なお得られる層間せん断強さは、 $l/h$ を小さくすると大きくなる傾向にある。このように、 $l/h$ に依存するが下記の圧縮試験法による結果との相互比較を目的に $l/h$ を5及び4として試験を行った。

3点曲げ試験法における試験片形状は、 $l/h = 5$ では長さ25mmで幅13mm、及び $l/h = 4$ の場合は長さ16mmで幅13mmの短冊状とした。3点曲げ試験における支点の半径は3 mm、圧子の半径が5 mmの曲げ試験ジグを用いて支点間の距離は15mm、及び12mm( $l/h = 4$ )とした。試験片を圧子によって試験片の中央部に



図 1 2.5次元織物の断面模式図

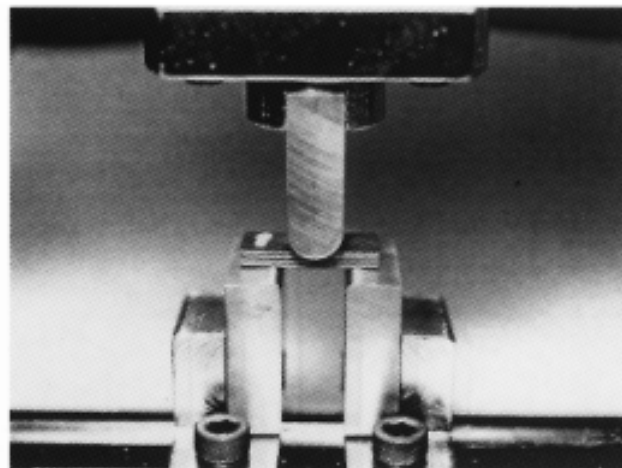
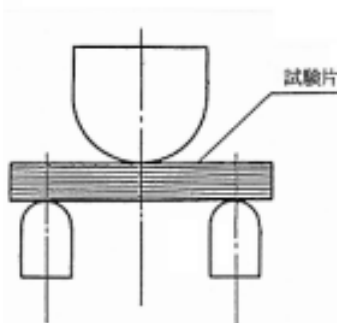


図 2 ショートビーム試験片の層間せん断試験状況

表1 ショート ビームによる層間せん断試験法の比較

規格 (適用範囲)	試験片		支点間隔 $l/h$	圧子と支点の半径	
	$b$ (mm)	$h$ (mm)		$r1$ (mm)	$r2$ (mm)
ASTM D2344 (FRP)	6.4	2-6.5	4, 5	3.2	1.6
ISO 14130 (FRP)	10	2	5	5	2
ISO 4585 (GFRP)	10	3	5	3-5	2-3
JIS K7078 (CFRP)	10	1.8-4.2	5	5	2
EN 2377 (CFRP)	15	3	5	5	2
CRAG 100 (FRP)	10	2	4, 5	3	3
SACMA SRM-8 (FRP)	6.4	2	4	3.2	1.6
RIMCOF S004 (C/C)	10	2.5	5	4	3

圧縮力が加わるように両支点上に対称で支点の稜線に対し直角に置かれていることを確認の後、材料試験機 (INSTRON : 4505 型) のクロスヘッド移動速度 0.5mm / 分で曲げ強さ試験を行った。

層間せん断強さ ( ) は、次式によって算出した。

$$\tau = \frac{3P}{4bh} \quad (1)$$

ここで、 $P$ : 最大荷重、 $b$ : 幅、 $h$ : 厚さ、である。

### 3.2 目違い切欠き試験片の圧縮試験法

短冊形状試料の両面から厚さの中央面までそれぞれ細かい溝を平行に入れて、長さ方向に引張又は、圧縮の負荷を行うことにより、両溝の底を結ぶ面上で層間せん断破壊を生じさせる試験法である。本方法は、前記の 3 点曲げ試験法によって層間せん断破壊をしなかった場合にも層間せん断破壊を生じさせられる可能性が大きい。FRP 用等の試験法規格<sup>13 - 15)</sup>における目違い切欠き試験片の形状 (図 3 参照) と寸法を表 2 に示す。本研究では、引

張法の試験片よりも小さくて経済的であることから圧縮法とした。なお薄板の面内圧縮試験においては、試験片が座屈を生じないように両面より支える鋼製の試験ジグが必要である。同試験ジグの形状は硬質プラスチックや FRP 用の圧縮試験法規格<sup>16 - 18)</sup>に準拠したが、試験片の

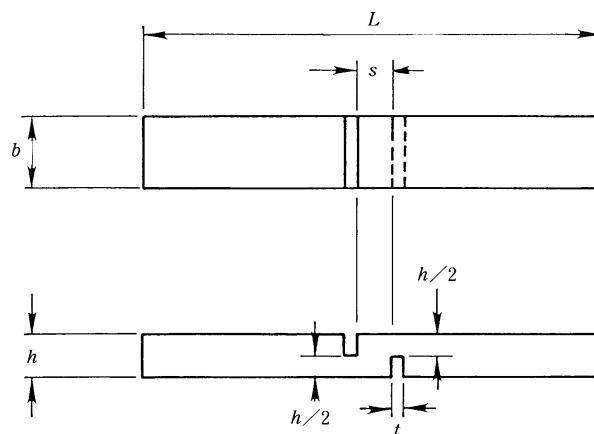


図3 目違い切欠き試験片の形状

表2 目違い切欠き試験片形状の比較

規格 (適用範囲)	全長 $L$ (mm)	幅 $b$ (mm)	厚さ $h$ (mm)	溝間隔 $s$ (mm)	溝幅 $t$ (mm)
ASTM D2733 (FRP)	200	25.4	3.2-	12.5	...
ASTM D3846 (FRP)	79.5	12.7	2.5-6.6	6.3	1-1.6
ASTM C1292 (FRC)	30	15	...	6	0.5
RIMCOF S004 (C/C)	70	12.5	5	6.4	1

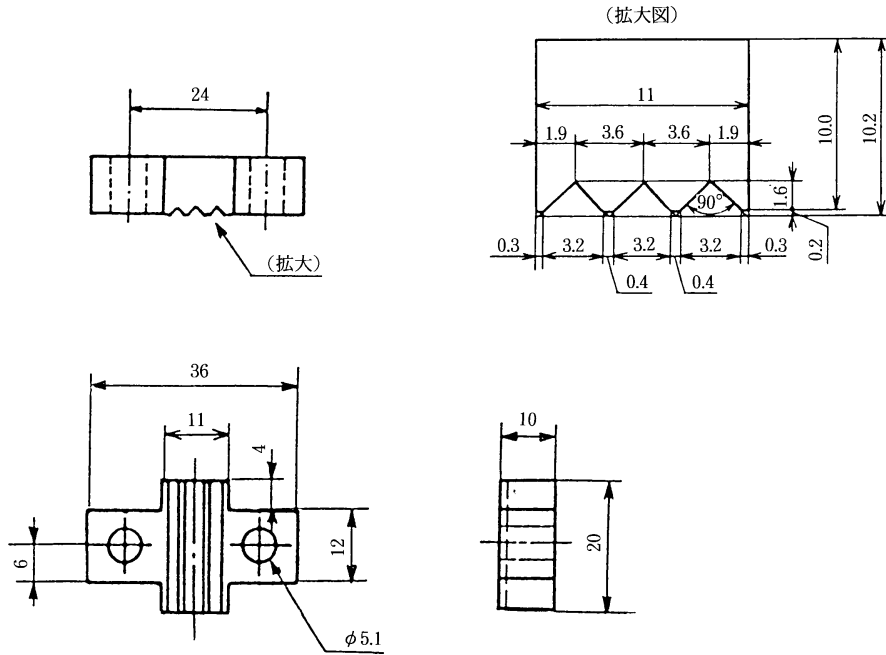


図4 座屈防止用の試験ジグの形状と寸法

長さ25mmに適用できるように全長が20mmのジグを考案し(図4参照)材質 SUS 304 によって2個製作した。試験片に試験ジグを固定するには2個のボルトとナット(M5)の締め付けにより行うことにした。

圧縮試験法による目違い切欠き試験片は、試料板より長さが25mmで、幅は8.5mm及び13mmの短冊形状を切り出した。次にダイヤモンドカッター(刃の厚さ1.7mm)を使用して、短冊試料の中央部において、両面より厚さの中央までの目違い切欠き溝の加工を行った。試験領域(両溝の間隔:  $s \times$  試験片の幅:  $b$ )は  $8.5 \times 8.5$ ,  $6.5 \times 13$  及び  $8.5 \times 13$  (mm)の3種類である(図5参照)。

試験手順は、2個の座屈防止用の試験ジグ間に試験片を挟んでボルトとナットによって固定した。この時の取り付け条件は、FRP用における圧縮試験法規格に準拠して、ナットを指で軽く締める程度<sup>16-18)</sup>とした。試験片

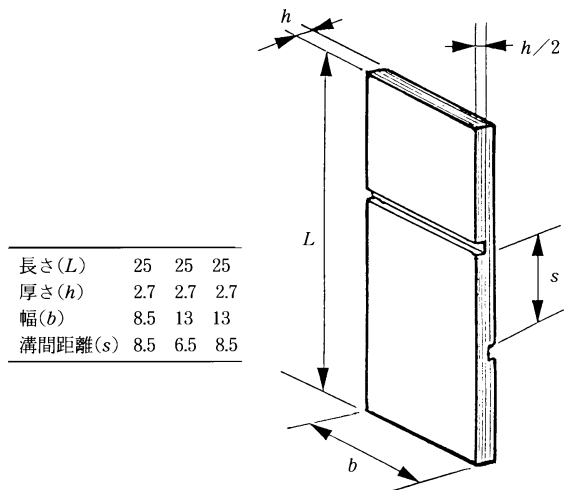


図5 評価用の目違い切欠き試験片の形状と寸法

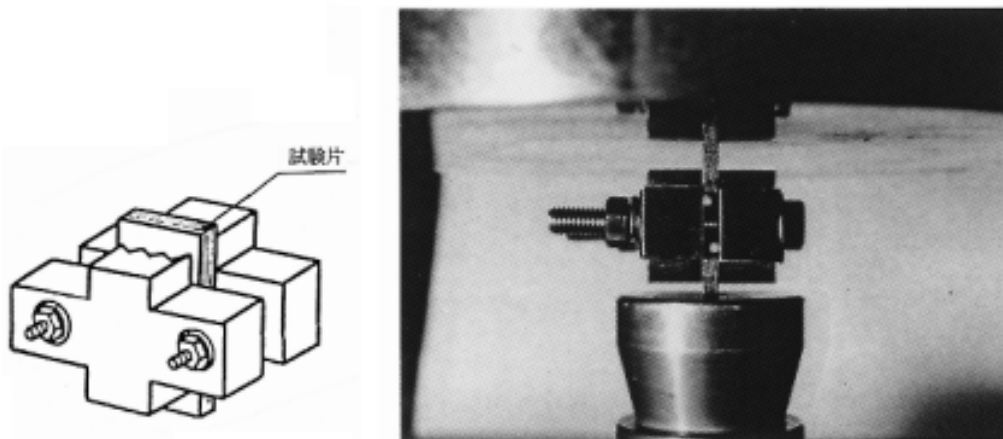


図6 目違い切欠き試験片の圧縮試験状況

に試験ジグを取り付けた状態のまま材料試験機の加圧面に置き、試験片の両端面が加圧面と平行であることを確認した後、クロスヘッド移動速度を0.5mm/分として圧縮強さ試験を行った。試験状況を図6に示す。

層間せん断強さ( )は、次式によって算出した。

$$\tau = \frac{P}{sb} \quad (2)$$

ここで、 $P$ : 最大荷重、 $s$ : 両溝間の距離、 $b$ : 試験片の幅、である。

#### 4. 試験結果

##### 4.1 3点曲げ試験法による層間せん断強さ

ショート ビーム試験片の3点曲げ試験は、4本の試験片について層間せん断強さを求めた。試験結果より、荷重と変位(クロスヘッド移動量)の関係例を図7に示す。若干曲げ変形的ではあるが、最大荷重を示した後に荷重低下を呈している。その際の試験片の側面観察によると、圧子と一方の支点間において、ほぼ板厚さの中央に近い織り糸面に沿って層間せん断破壊を生じた。層間せん断破壊が試験片の中央より左端方向に生じた様相の試験片側面における一例を図8に示す。

ショート ビーム試験片の3点曲げ試験による本C / C材料の層間せん断強さ値の試験結果をまとめて表3に示す。FRPにおいて標準的な $l/h = 5$ による、平均値は10.6MPaを得た。

なお3点曲げ試験法において、層間せん断強さが $l/h$ に依存することを検討するために、 $l/h = 4$ とした場合の試験結果の平均値は、13.4MPaであった。本試験法においては $l/h$ を小さくすると、C / C材料においても層間せん断強さは大きくなることを確認した。

表3 3点曲げ試験法による層間せん断強さの結果

$l/h$	$\tau$ (MPa)				平均値 (MPa)	変動率 (%)
5	10.9	10.2	10.6	10.6	10.6	3
4	12.5	13.8	13.8	13.4	13.4	5

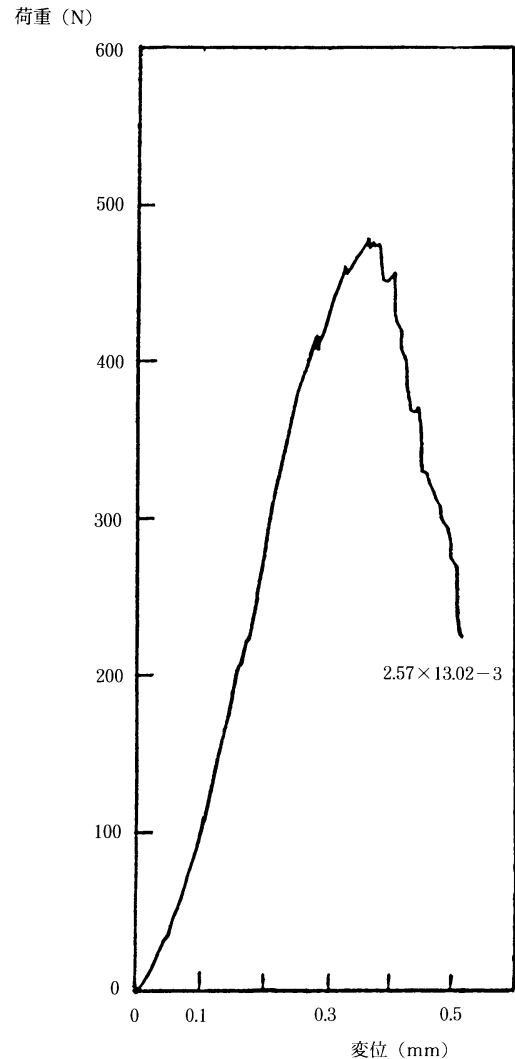


図7 3点曲げ試験法での荷重と変位の関係例

##### 4.2 圧縮試験法による層間せん断強さ

目違い切欠き試験片による圧縮試験は、各5本について層間せん断強さ試験を行った。各試験片寸法による試験結果より、荷重と変位(クロスヘッド移動量)の関係例を図9に示す。いずれも最大荷重後に急激な荷重低下を示している。両溝の底面に近い織り糸面に沿って層間せん断破壊を生じたためである。試験片側面における層間せん断破壊の様相例を図10に示す。試験後に試験ジグを取り外すと、試験片は簡単に分離するものであった。

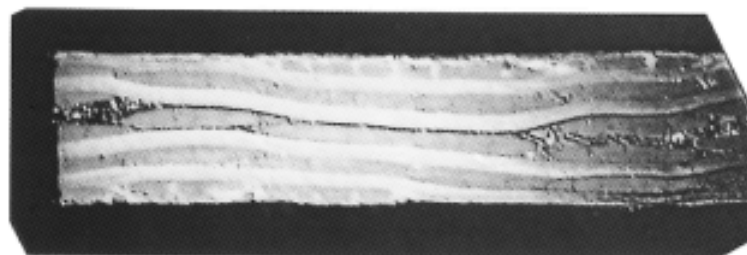


図8 3点曲げ試験法による層間せん断破壊状況例

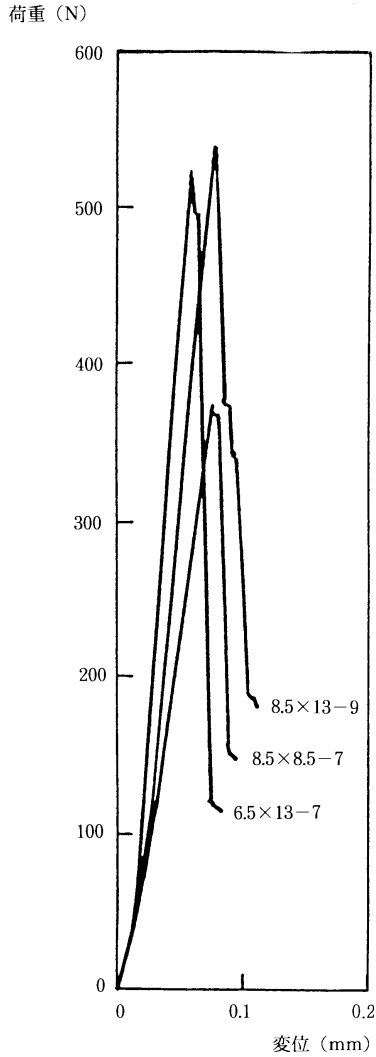


図9 圧縮試験法での荷重と変位の関係例

いずれも、やや粗い織り糸面に沿って破壊した様相が認められた。その一例を図11に示しておく。

試験領域が異なる3種類の目違い切欠き試験片による層間せん断強さ結果をまとめて表4及び図12に示す。試験領域 (s × b) を 6.5 × 13 (mm) とした場合が層間

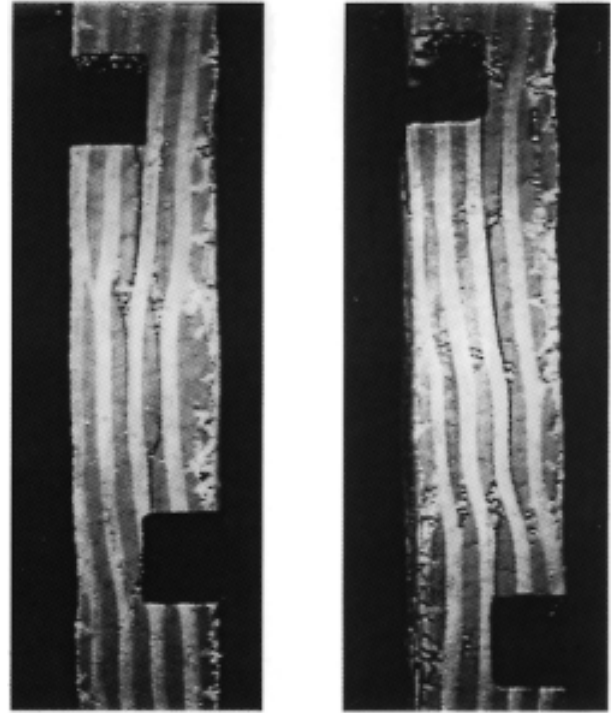


図10 圧縮試験法による層間せん断破壊状況例

せん断強さは高い値となった。ただし、同結果の変動率が他に比べて若干大きめである。試験片の幅を8.5mmより13mmとした方が層間せん断強さは高めにある。本試料における織物基材は粗い織り構成でもあり、幅を13mmとした方が良いであろう。両溝の間隔は、8.5mmより6.5mmの方が層間せん断強さは高めにある。溝間での曲げ変形を少なく留めるためにも両溝の距離は短い方が好ましいようである。これらの結果から本C/C材料の圧縮試験法による層間せん断強さ値は、5MPa ~ 6MPaであるとされた。

#### 4.3 圧縮試験方法の検討

本織物の強化基材は、炭素繊維による12Kの縦糸及び6Kの横糸で構成されている。織り糸としては太いもので

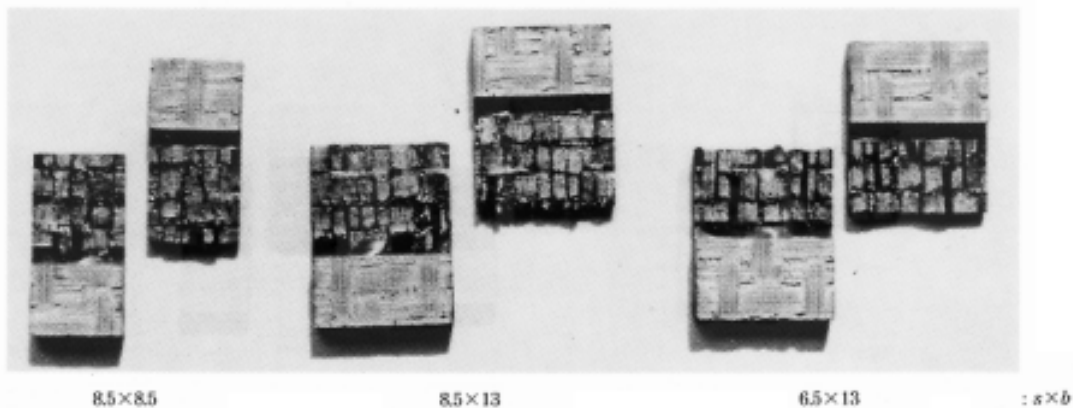


図11 目違い切欠き試験片の層間せん断破壊様相図

表 4 圧縮試験法による層間せん断強さの結果

$s \times b$ (mm)	$\tau$ (MPa)					平均値 (MPa)	変動率 (%)
8.5×8.5	5.52	4.76	4.25	4.10	4.98	4.72	12
6.5×13	6.68	3.81	6.74	6.15	8.86	6.45	28
8.5×13	5.32	4.92	5.48	4.48	5.42	5.12	8

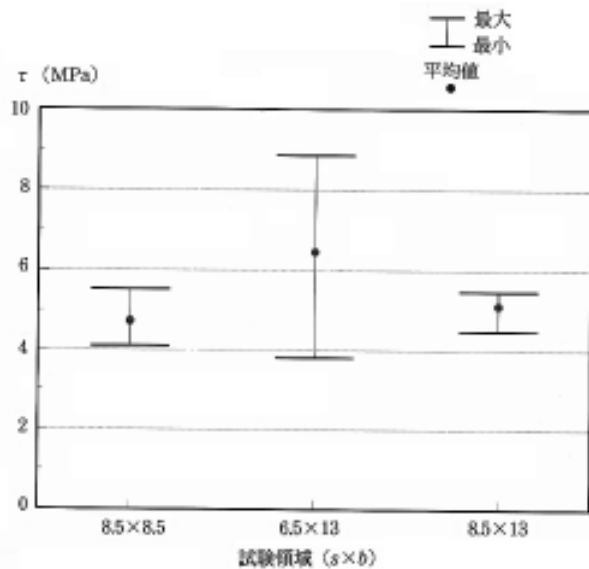


図 12 圧縮試験法による層間せん断強さ

織目も粗く、織系のうねりがやや大きい(図 8 及び図 10 参照)。さらに炭化焼成によって試料表面の平滑さは必ずしも良くはない(図 11 参照)。したがって目違い切欠き試験片の圧縮試験においては、試験片への試験ジグの取り付け状態を一様にするには難しいものがあった。そこで、試験ジグの取り付け条件に関する比較検討として、試験領域( $s \times b$ )が  $8.5 \times 8.5$  (mm) の試験片について、前項における試験片の保持方法で、締め付け力を強めにした場合の評価試験を実施した。さらに試験片を保持する試験ジグ面を平板状とし(試験ジグを逆側の平滑面にして取り付け)た場合の試験を、試験領域( $s \times b$ )が  $8.5 \times 13$  (mm) の試験片を用いて行った。次に、同じ試験ジグの条件で締め付け力を強くした場合を、試

験領域( $s \times b$ )が  $6.5 \times 13$  (mm) の試験片についても実施した。各試験における荷重と変位の関係は図 9 と同様の傾向にあるが、最大荷重は高めとなった。これらの評価結果をまとめて表 5 及び図 13 に示す。いずれとも表 4 と図 12 の値より高いものである。試験ジグの取り付け条件における締め付け力を強くした場合は、層間せん断強さ値が高く得られ、試験結果のバラツキも小さくなった。試験片を保持する試験ジグの形状は、線状よりも面状にした方が層間せん断強さは高い値が得られた。このように試験条件が試験結果に大きく影響していることが明らかになった。

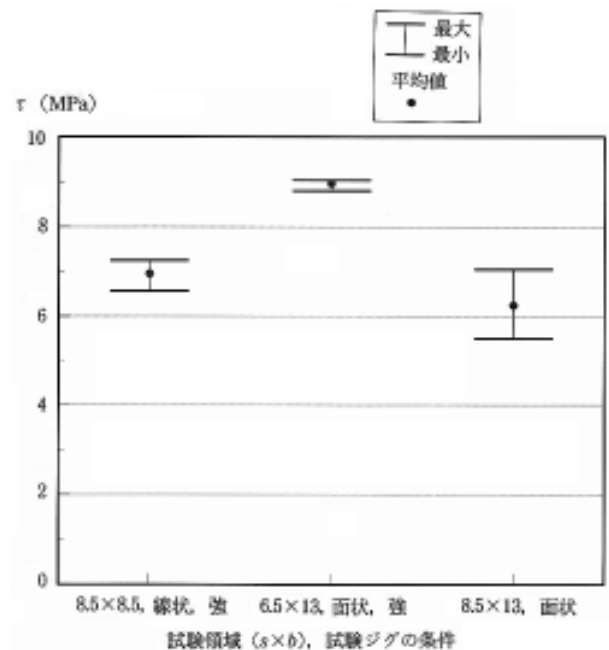


図 13 圧縮試験法の試験条件による層間せん断強さの比較

表 5 圧縮試験法における試験条件の比較結果

試験条件 $s \times b$ (mm)	$\tau$ (MPa)					平均値 (MPa)	変動率 (%)
線状で保持, 締め付け: 強。 8.5×8.5	7.01	7.26	6.57	7.47	6.98	7.06	5
面状で保持, 締め付け: 強。 6.5×13	8.80	9.02	9.04	8.57	8.22	8.73	4
面状で保持。 8.5×13	5.49	7.05	6.18	5.08	5.38	5.84	14

## 5. あとがき

織物基材による C / C 材料について、室温における層間せん断強さを FRP 複合材料における標準的な試験方法を参考にして評価した。ショート ビーム試験片の 3 点曲げ試験では  $1/h$  の比較、及び目違い切欠き試験片の圧縮試験では試験ジグの取り付け条件の比較検討を行い以下の結果を得た。

ショート ビーム試験片の 3 点曲げ試験法は、簡便に層間せん断強さが得られるため、FRP 関係では一般的な方法として広く採用されている。これらの試験法規格における  $1/h$  の標準的な値は 5 が一般的となっている。ただし、試験片寸法や試験ジグの支点と圧子の半径は統一されていないのが現状である。本試験法における  $1/h = 5$  の結果としては、10.6MPa を得た。なお  $1/h$  を小さくすると、層間せん断強さ値は高くなった。

目違い切欠き試験片の圧縮試験法においては、両溝の底を結ぶ面に近い織り糸に沿った層間せん断破壊を生じた。本試験法による結果としては、5MPa ~ 6MPa を得た。しかし、試験片を 2 個の座屈防止用の試験ジグ間に挟んで保持する際の締め付け力を強くすれば、層間せん断強さは高い値が得られる。さらに、試験片を保持する試験ジグの形状が線状の場合よりも、面状にして試験片面を拘束した方が層間せん断強さの結果は高い値となる。

両試験法とも、諸事項を、統一して実施しなければ層間せん断強さの試験結果に大きく影響することを明らかにした。なお試料表面の平滑性も関連するなど、さらに検討すべき事項が多い試験方法である。

本 C / C 材料の層間せん断強さ値としては、ショートビーム試験片の 3 点曲げ試験で  $1/h = 5$  にて 10.6MPa、及び目違い切欠き試験片の圧縮試験で 5MPa ~ 6MPa であった。これらの値は、2 次元配向による他の C / C 材料の特性値報告例<sup>19 - 22)</sup>と同程度である。脆性材料である C / C 材料においては層間を横切る糸の効果が、層間せん断破損を阻止するには十分発揮されていない様であった。

## 参考文献

- 1) B. Thielicke, U. Soltesz ; The interlaminar shear strength of carbon fiber-reinforced carbon(CFC)-differences between various experimental methods. ECCM-CTS Composites testing and standardization (1992) pp. 287-296.
- 2) E. Lara-Curzio, M. K. Ferber, M. G. Jenkins ; Methodologies for the thermomechanical characterization of continuous-fiber ceramic matrix composites : A re-

view of test methods. 39th International SAMPE Symposium (1994) pp.1780-1790.

- 3) 次世代複合材料試験方法に関する予備調査報告、次世代金属・複合材料研究開発協会 (1983) .
- 4) 富川利夫, 神山隆之, 田村裕文, 鶴飼崇夫 ; 2.5 次元織物とカーボン / カーボンコンポジット, 第 38 回宇宙科学技術連盟講演会講演集 (1994) pp.283-284.
- 5) ASTM 2344 ; Apparent interlaminar shear strength of parallel fiber composites by short-beam method. American society for testing and materials (1984).
- 6) ISO 4585 ; Textile glass reinforced plastics-Determination of apparent interlaminar shear properties by short-beam test. International standard (1989).
- 7) ISO / DIS 14130 ; Fiber-reinforced plastics composites-Determination of apparent interlaminar shear strength by short beam method. Draft international standard (1994).
- 8) ISO / DIS-2 14130 ; Fiber-reinforced plastics composites-Determination of apparent interlaminar shear strength by short beam method. International standard (1995).
- 9) JIS K7078 ; 炭素繊維強化プラスチックの層間せん断試験方法, 日本工業規格 (1991) .
- 10) CRAG 100 ; Method of test for interlaminar shear strength of fiber reinforced plastics. Composites research advisory group (1988).
- 11) SACMA SRM-8 ; Apparent interlaminar shear strength of reinforced plastics by short beam method. Suppliers of advanced composite materials association (1988).
- 12) RIMCOF-S-004 ; A C / C 複合材料の室温せん断試験方法, 次世代金属・複合材料研究開発協会 (1994) .
- 13) ASTM D2733 ; Interlaminar shear strength of structural reinforced plastics at elevated temperatures. American society for testing and materials (1970).
- 14) ASTM D3846 ; In-plane shear strength of reinforced plastics. American society for testing and materials (1979).
- 15) ASTM C1292 ; Shear strength of continuous fiber-reinforced advanced ceramics at ambient temperatures. American society for testing and materials (1995).
- 16) ASTM D695 ; Compressive properties of rigid plastics. American society for testing and materials (1961).
- 17) JIS K7056 ; ガラス繊維強化プラスチックの圧縮試験



- 方法，日本工業規格（1987）.
- 18) JIS K7076;炭素繊維強化プラスチックの面内圧縮試験方法，日本工業規格（1991）.
- 19) 岩田育穂，斉藤誠，中尾昇；PAN系炭素繊維 C / C 複合材料の開発及び機械的特性，第6回超耐環境性先進材料シンポジウム講演集（1995）pp. 353-361.
- 20) 田口元康，武田文人；航空宇宙用高強度 C / C 複合材の開発，第34回飛行機シンポジウム講演集（1996）pp. 213-216.
- 21) 向後保雄，八田博志；SiC ウィスカの添加による C / C 複合材料の層間特性の向上，日本機械学会論文集（A編）62-596（1996）pp. 25-33.
- 22) 竹原正治，松本義典，金月俊樹，榎本弘毅，安田栄一；C / C 材料の高温層間せん断強度，第12回宇宙構造・材料シンポジウム講演集（1996）pp. 114-115.