

ロケットノズル用黒鉛および炭素繊維強化複合材の熱衝撃強度とその破壊靱性の評価

佐藤千之助* 車田 亮* 城田賢正** 斉藤紀男***

(昭和58年9月10日受理)

Evaluations of The Thermal Shock Resistance and The Thermal Shock Fracture Toughness of Graphites and Carbon/Carbon Composites for Rocket Nozzle.

SENNOSUKE SATO*, AKIRA KURUMADA*, KENSHO SHIROTA** and NORIO SAITO***

Abstract — This paper determines (1) the thermal shock resistance of graphite by a basic analysis of non-steady thermal stresses in a circular disk heated by an arc discharge at its central area and (2) the thermal shock fracture toughness using stress intensity factors due to thermal stress of the disk with an edge slit. The thermal shock resistance is defined as $\Delta = \sigma_t k / E \alpha$, (σ_t ; circumferential tensile strength, k ; thermal conductivity, E ; Young's modulus, α ; thermal expansivity) and the thermal shock fracture toughness is defined as $\Gamma = K_{IC} k / E \alpha$, (K_{IC} ; fracture toughness value of the mode I). These values are determined en bloc by only measuring each threshold electric power of the arc discharge heating to initiate and/or propagate crack in the disk using equations containing the specific non-dimensional thermal stress S_* and/or the non-dimensional stress intensity factor F_1 . The experimental studies for several kinds of graphite and a three dimensional carbon/carbon composite (3D C/C composite) were carried out to evaluate the values of Δ and Γ , respectively. The results are compared with the values of $\sigma_t k / E \alpha$ and $K_{IC} k / E \alpha$ estimated indirectly from the individual mechanical and physical properties. These techniques are useful to evaluate reasonably the availability for rocket nozzle materials.

1. 緒 論

ロケット推進用ノズルスロート部は高温の燃焼ガスにさらされ溶解, または熱衝撃破損を生ずると, その推進性能に致命的の影響を与える。ノズルスロート部では最高摂氏二千数百度にも達することがあるが, その背面では比較的低温で, その内外面間に著しく大きな温度差を生じる。それゆえ, 耐熱性, 耐蝕性に加えて熱膨張が小さく,

基本的に熱衝撃応力に対する抵抗性の大なる材料として炭素または黒鉛などの材料が考えられ, 耐熱衝撃性の大なる炭素または黒鉛材料の開発とその合理的な評価が重要な課題となっている。本研究はまずロケットノズルの熱応力状態をシミュレートする円板のアーク放電急加熱による熱衝撃強度と熱衝撃破壊靱性の測定法について述べ, ついでロケットノズル用材料として適合するとされる種々の黒鉛材料に応用し, その優劣を定量的に評価し, これらの材料の簡単かつ合理的な選択に資することを目的

* 茨城大学工学部機械工学科 (日立市中成沢町)

** 日産自動車㈱宇宙航空事業部

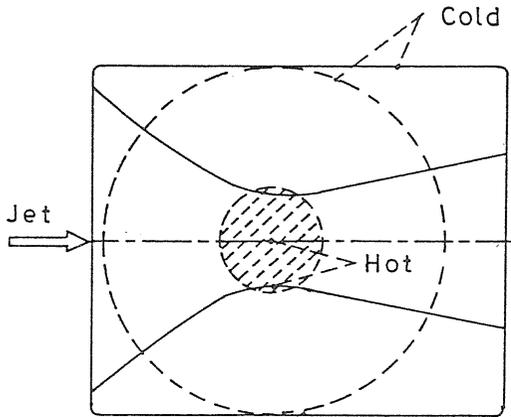
*** 宇宙開発事業団

としたものである。

2. 熱衝撃強度および破壊靱性の測定法

2.1 ロケットノズルの円板シミュレーション

第1図はロケットノズルの断面の一例を示したものである。前述のように高温のジェット流のためその内面が高温、その外面が比較的低温の状態にある。それゆえ、



第1図 円板の熱衝撃によるロケットノズルのシミュレーション

その外面は引張り応力場に、内面は圧縮応力場にある。このような熱応力の正確なシミュレーションは容易ではないが、図の点線に示すような円板を用い、その中心領域（斜線部）に熱衝撃を与えればその熱応力状態を近似することができる。本論文は、このシミュレーションによりロケットノズル用の各種の黒鉛材料の熱衝撃に対する強度と破壊靱性を薄い円板の非定常熱応力破壊試験を行い評価するものである。

2.2 円板の中心加熱による非定常熱応力

ロケットノズル用黒鉛の場合のようにその温度差が時間的に急激に変化する場合温度場とひずみ場を連成した動的効果の考慮が必要である。しかし、ここでは黒鉛の物性からみて連成効果も動的効果⁽¹⁾も比較的小さいと考えられるので非連成の場合とし、熱応力はその瞬間の温度分布によって決定される準静的熱弾性問題として取扱う。

円板の中心部の円形領域をステップ状に加熱した場合

の非定常熱応力問題はRiney⁽²⁾によって解析されている。これによると、半径Rの円板の中心部 $0 \leq r \leq a$ に単位体積、単位時間に発熱量qの加熱を受ける円板の円周方向の応力 σ_θ は初期温度ゼロ、外側境界断熱の条件において次式で示される。

$$\frac{\sigma_\theta}{E\alpha Q_0} = 2\left(\frac{a}{R}\right) \sum_i^{\infty} \left[J_1(m_{1r}/R) \frac{R}{m_{1r}} - J_0(m_{1r}/R) \right] \frac{J_1(m_1 a/R)}{m_1^3 [J_0(m_1)]^2} \times [1 - \exp(-\tau m_1^2)] \quad (1)$$

ここに、

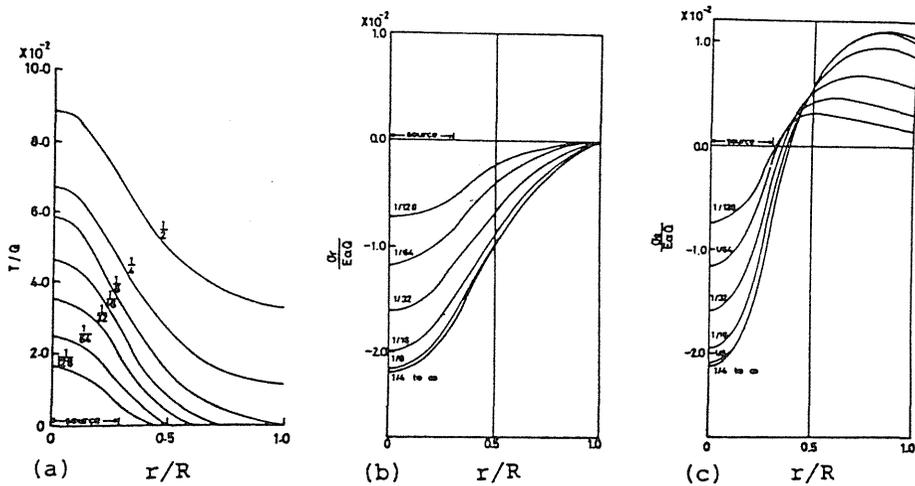
$$Q_0 = qR^2/k, \quad \tau = \kappa t/R^2 \quad (2)$$

E, α および k は材料の縦弾性係数、熱膨張係数および熱伝導率、 τ は無次元時間、 κ は熱拡散率、t は時間、 m_1 は一次第一種ベッセル関数 $J_1(m_1) = 0$ の正根で、 \sum はこの正根のすべてについてとるものとする。上式の条件は静止空気中などのような熱伝達の少ないふん囲気中に保持された比較的薄い円板がその中心部を急加熱された場合に近似されよう。第2図は一例として後述の実験条件に対応する加熱半径比 $a/R = 0.3$ の場合について、上式を計算し無次元化して示したものである。これによると、円周方向熱応力 σ_θ は中心部では圧縮であるが、外周では引張り応力に転じ、外周近くに最大の引張り応力を生ずる。半径方向熱応力はすべて圧縮応力で、中心部で最大で、外周でゼロになる。これらの熱応力分布は $\tau > 1/4$ では最大の一定値に収れんする傾向がある。温度分布は無次元時間 τ の経過につれて上昇し、 $\tau > 1/4$ では温度分布の形はほぼ一定になる。このような熱応力分布はロケットノズル用黒鉛のようにスロート部内面が急加熱を受ける場合や内部発熱のある円柱の熱応力に類似し、そのモデル試験に利用できる。

2.3 熱衝撃強度の測定

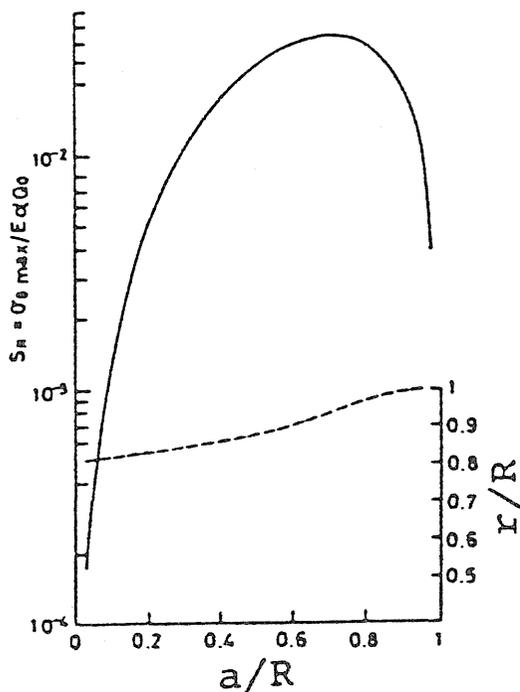
前項の円板の熱応力分布において、黒鉛の場合には一般にその圧縮強度が引張り強度に比べ約3倍ほど大きいから直接の破壊は低温側の円板外周付近に生ずる σ_θ の引張り応力により生じ易い。実際のロケットノズルでもこのような状況が多い。前述のように σ_θ は加熱開始後、 $\tau = 1/4$ 以上経過すれば a/R によって定まる特定の最大応力に収れんする。筆者らは、この最大値を特性無次元熱応力 S_* と定義した⁽³⁾

$$S_* = \sigma_{\theta \max} / E\alpha Q_0 \quad (3)$$



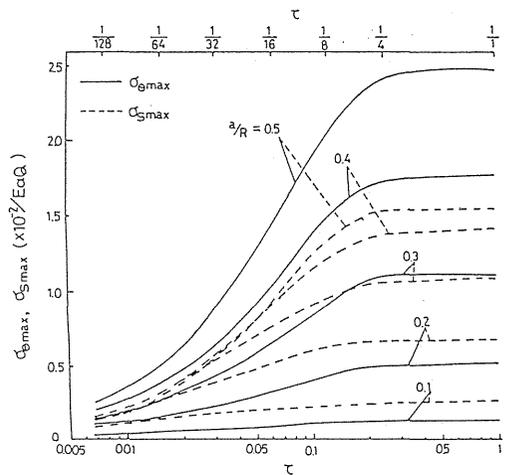
第2図 円板の中心加熱による (a) 温度，(b) 半径方向応力および (c) 円周方向応力の分布

第3図は a/R に対する S_* の計算結果を図示したものである。図の点線は S_* が生ずる位置を示したもので、外周から少し内側に生じる。



第3図 熱衝撃強度試験における特性無次元熱応力とその位置の関係

この円板には半径方向、円周方向および軸方向の主応力 σ_r 、 σ_θ および $\sigma_z (= 0)$ の差の $1/2$ としてせん断応力 σ_s も生ずる。 σ_s は a/R が比較的小さい場合は中心部においてかなり大きくなる。この σ_s が外周部の σ_θ をある程度上回る値の場合には円板中心部にせん断破壊を生じ易い。第4図は a/R のいろいろな場合について、 σ_θ と σ_s の最大値の時間依存性を示したもので、せん断応力によるモードIIの破壊靱性は一般に引張り応力によるモー



第4図 円周方向応力 σ_θ およびせん断応力 σ_s の最大値の時間変化

ド I の場合の約 1.2 倍であるから、⁽⁴⁾ $\sigma_s > 1.2 \sigma_g$ にならないように a/R は 0.25 以上になるように選択するのがよい。 S_* に含まれる Q_0 は qR^2/k で、 q は加熱電力 W (W) で表わせば、次式で表わされる。

$$q = \beta W / \pi a^2 h \quad (W/mm^2) \quad (4)$$

ここで、 h は円板の厚さ (mm)、 β は加熱効率で、電極や円板における各種の熱損失を含む。

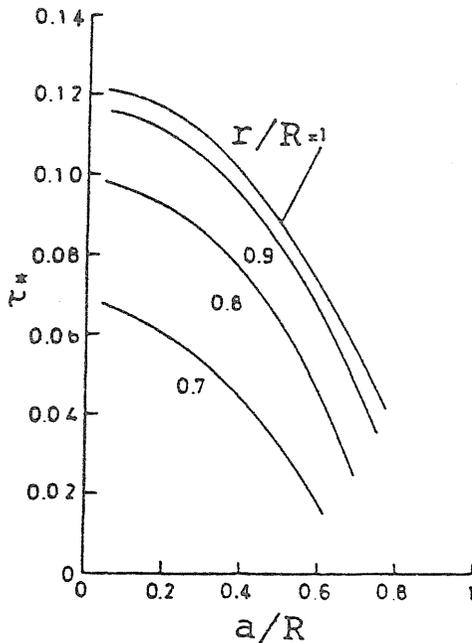
いま、(2)、(4) 式の加熱熱量を受けて $\sigma_{g \max}$ が円板の材料の引張り強度 σ_t に等しくなり、円板の外周部にき裂を生じたとすれば、(3) 式からこの円板の熱衝撃強度 I はその物性値を一括した次式で表わされる。

$$I = \sigma_t k / E \alpha = S_* \beta W / \pi h (a/R)^2 \quad (W/mm) \quad (5)$$

$\tau = 1/4$ に対応する加熱時間 t_0 は熱拡散率 $\kappa (= k / \eta \rho)$ 、 η は比熱、 ρ は比重量) から次式で示される。

$$t_0 = 0.25 R^2 / \kappa = 0.25 R^2 \eta \rho / k \quad (6)$$

ここに η 、 ρ は円板の平均温度に対応する物性値である。 κ は物性表から求められるが、本研究の副産物としても簡単に決定することができる。すなわち、温度分布の計算から、円板の外周付近に達する温度伝ばの無次元時間 τ を求め、これを利用する。第 5 図は外周付近のある半径位置 r/R において、加熱半径比 a/R の種々の場合について温度が上昇し始める無次元時間の特性値 τ_* を図



第 5 図 熱拡散率測定のための特性無次元時間

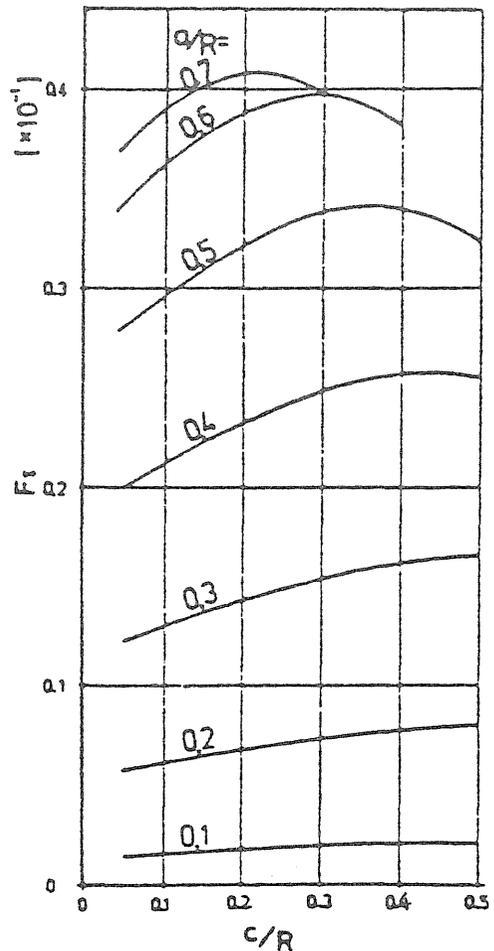
示したものである。これを用いると円板材料の κ は次式から求められる。

$$\kappa = \tau_* R^2 / t \quad (7)$$

ここに t は加熱開始後、ある半径位置に設定した熱電対の指示が実際に上昇し始める時間で、電磁オシログラフなどにより実験的に測定される。

2.4 熱衝撃破壊靱性の測定法

縁き裂を有する円板の応力拡大係数は単純な応力分布の場合について Tweed と Rooke^(5,6) の解析がある。佐藤、淡路ら^(7,8) はこの方法を一般化し、(1) 式に示した円板の熱応力分布を最小二乗法により 7 次の多項式近似を行い、種々の加熱半径比 a/R とき裂深さ c/R の場合についてき裂先端のモード I の応力拡大係数 K_I の解析を行った。第 6 図はその計算結果を次式で定義される無



第 6 図 熱衝撃破壊じん性試験における無次元応力拡大係数 F_I

次元応力拡大係数 F_I を図示したものである。

$$F_I = K_{IC} \sqrt{\pi c} E \alpha Q_0 \quad (8)$$

(8)式から熱応力による破壊靱性 K_{IC} はき裂が伝ばし始める限界の加熱量 q を代入すれば

$$K_{IC} = \sqrt{\pi c} F_I E \alpha \cdot \beta W / k \pi h (a/R)^2 \quad (9)$$

材料の機械的ならびに熱的物性を左辺に一括すれば,

$$\begin{aligned} \mathcal{F} = K_{IC} \cdot k / E \alpha = F_I \sqrt{\pi c} \cdot \beta W / \pi h (a/R)^2 \\ (W/\text{mm}^{1/2}) \end{aligned} \quad (10)$$

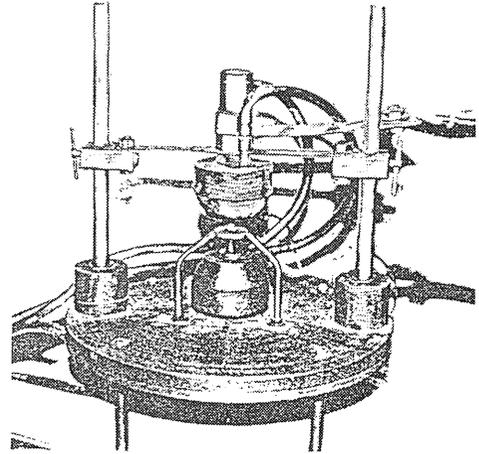
この $\mathcal{F} = K_{IC} \cdot k / E \alpha$ は前項の \mathcal{A} に対応する熱衝撃破壊靱性である。^(7,8) 炭素材料のようなぜい性材が熱応力を受けて破壊する場合, 原理的には熱応力によるき裂先端の応力拡大係数がその材料の破壊靱性 K_{IC} に達したときにき裂が伝ばすると考えられる。熱衝撃に対しては強度が大きい材料が必ずしもその破壊靱性も大きいとは限らず, 熱応力発生に関与する熱的物性も同時に考慮すべきであると考えられる。すなわち, 熱衝撃に対する破壊には熱衝撃強度 $\mathcal{A} = \sigma_t k / E \alpha$ に対応した熱衝撃破壊靱性 $\mathcal{F} = K_{IC} k / E \alpha$ によって評価するのが合理的であると考えられる。 \mathcal{F} は \mathcal{A} の場合と同じ装置を用い, $\tau > 1/4$ の加熱時間においてき裂が伝ばする限界の電力 W を実験的に定めれば, (10)式から決定することができる。

なお, 本研究の熱衝撃破壊靱性の測定の場合も円板の厚さは直径の約 $1/10$ にしてある。破壊靱性 K_{IC} を測定するために広く使用されている CT 試験法⁽⁹⁾ は靱性が比較的大きい材料の試験片の場合, 表面近くのすべり破壊の影響により本来の K_{IC} よりも大きい平面応力状態の値を示すことがあり, ある程度以上厚い材料を用いて平面ひずみ破壊靱性を測定するよう規定されている。⁽¹⁰⁾ しかし本研究の炭素材料のようなぜい性材の場合は特に著しく高温状態でない限りすべり破壊は無視して差支えない。実験的にも黒鉛材料の場合は厚さの影響が認められない。⁽¹¹⁾ それゆえ, 延性に富む金属材料の場合のように試験片の厚さの規定に拘わる必要がない。

3. 熱衝撃試験装置

3.1 熱衝撃試験装置

第7図は上述の熱衝撃強度 \mathcal{A} , 熱拡散率 κ および熱衝撃破壊靱性 \mathcal{F} の測定理論に対応するよう試作したアーク放電加熱による実験装置の加熱部を示す。本装置で円板試験片は直径30mm, 厚さ3mmの形状のものが用いられ, 円板は下部黒鉛電極の上のせ, 上部電極は弾性ビームに支えられ円板との間の放電ギャップを厚さゲージで一

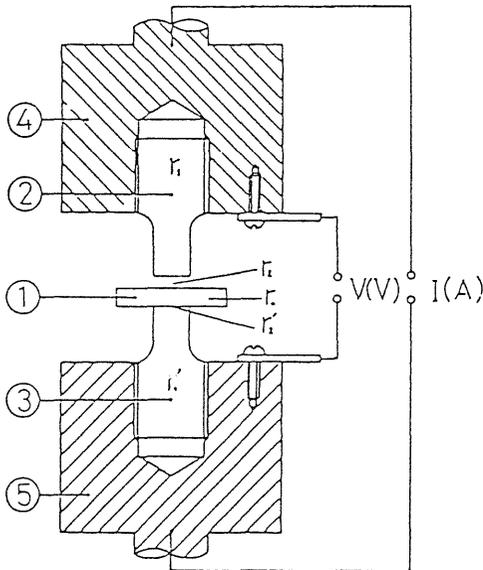


第7図 円板のアーク放電熱衝撃試験装置

定に設定した。放電ギャップは一律なアーク放電を生ずるためには小さめがよく, 本研究の場合0.6mm一定にした。アーク放電電力量は変流器と電力変換器を介してアナログ・レコーダに導き, その平均値から測定する。加熱半径比 a/R は0.25~0.5程度がよいが, 熱拡散率測定のためには a/R が小さい方が, 円板の外周部に多数の熱電対を設定することができ, かつ加熱条件の不整を平均化することができ有利である。

3.2 加熱効率 β の評価

円板の中心部のアーク放電急加熱による熱衝撃試験における電力は, 加熱系全体の電流 I と電圧 V との積として求められる。したがって, 第8図に示すように各部の抵抗に記号をつけると試料円板に加えられた加熱電力は, 上および下の電極の抵抗 r_1 および r'_1 , 試料円板の上および下のアーク放電部の抵抗 r_2 と電極との接触抵抗 r'_2 による損失を控除した加熱効率 β により補正しなければならない。アーク部の抵抗 r_2 による発熱量は, 上部電極と円板の上面の消耗量がほぼ同等であるから, その発熱量の半分が試料円板に供給されるものとする。また同様の理由で接触抵抗 r'_2 による発熱量の半分が試料円板に供給されるものとする。いま, 種々の電流に対して試料円板と下部電極の接触状態と同程度に上, 下部電極を軽く接触させた場合の電力 W_0 , 上と下の電極間でアーク放電を行なった場合の電力 W_1 および試料円板を含めた



第8図 加熱効率βの評価

実験状態の場合の電力Wを測定する。各電動W₀, W₁, Wは次のように表わされる。

$$W_0 = I^2 (r_1 + r_2 + r_1') \quad (11)$$

$$W_1 = I^2 (r_1 + r_2 + r_1') \quad (12)$$

$$W = I^2 (r_1 + r_2 + r_0 + r_2' + r_1') \quad (13)$$

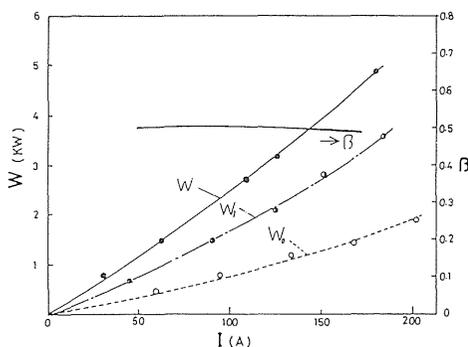
試験円板の加熱量W'は次式で表わされるから、

$$W' = I^2 \{ r_0 + (r_2 + r_2') / 2 \} \quad (14)$$

加熱効率βは次式から定まる。

$$\beta = W' / W = \{ W - (W_0 + W_1) / 2 \} / W \quad (15)$$

第9図は一例として黒鉛IG-11に対する加熱半径比a/R



第9図 加熱効率βの決定 (a/R=0.3, t₀=3 sec, IG-11)

R=0.3における加熱効率βの電流値に対する変化を図示したものである。これによると、βは電流値の変化に対してほとんど変わらず、0.50程度になる。

4. 黒鉛材料

第1表は本研究に用いたロケットノズル用候補材料とされる9種類の多結晶性人造黒鉛材料の物性値を示す。ATJはU.C.C.社製のモールド成形黒鉛, G-90はCarborundum社製の押し出し成形黒鉛, G-113は東海カーボン(株)製のモールド成形黒鉛, IG-11とIG-15は東洋炭素(株)製の準等方性微粒黒鉛, CP-101は東芝セラミックス(株)製のセラファイトと称するメソフェースピッチ系材料およびMF306-3, 416-1および-3は東北協和カーボン(株)製のメタファイトと称するメソフェースピッチ系材料である。MF416-1および-3はMF306-3を素材として1wt%および3wt%の炭素繊維チップをランダム配合した不連続繊維複合材である。これら材料の円板試験片に対して熱衝撃試験は加熱半径比a/R=0.3, 加熱時間t₀=3secとして行った。熱衝撃破壊靱性試験における緑き裂はき裂深さ比c/R=0.3とし、き裂先端の曲率半径は黒鉛材料の組成コークス粒の最大径と同程度または小さな50μm以下とした。なお、上記の9種類の黒鉛材料に加えて、最近ロケットノズル用として実用されているFiber Materials社(株)製の三軸方向強化連続炭素繊維複合材(3D C/C複合材)についても耐熱衝撃性の検討および実験を行った。

5. 実験結果および考察

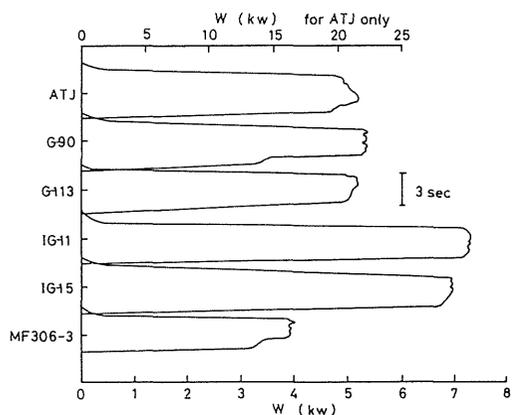
前項4、で示した9種類の黒鉛について加熱半径比a/R=0.3一定として種々の加熱時間において熱応力き裂を生ずる放電電力のしきい値を決定した。第10図に典型的な電力値のレコーダーチャートを示す。図に示すようにアーク放電中の電力値には多少の変動がみられるが、その平均をもって電力値と定め、(5)式および(10)式による熱衝撃強度Aおよび熱衝撃破壊靱性Pを算出した。なお、この場合の加熱効率βは電力と同時に記録してある電流値から第9図より求めた。

第11図(a)は一例として3種類の黒鉛の熱衝撃強度(a/R=0.3, t₀=3sec)における典型的な破壊の状況を示し、同図(b)はき裂の伝ば状況を示す。き裂は外周部から中心に向かうように進んでおり、σ_θによる引張り破壊で

第1表 ロケットノズル用各種黒鉛の機械的および熱的性質（室温）

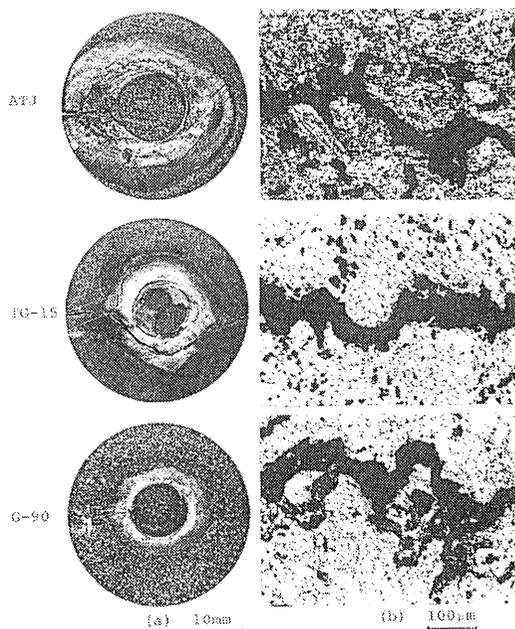
Graphite	ATJ	G-90	G-113	IG-11	IG-15	CP-101	MF306-3	MF416-1*	MF416-3**
Apparent density γ (g/cm ³)	1.74	1.91	1.58	1.75	1.89	1.56	1.99	2.02	1.96
Bending strength σ_b (MPa)	36.3	23.0	24.5	33.6	51.9	58.8	105	71.8	58.5
Compressive strength σ_c (MPa)	76.0	62.1	-	71.2	103	235	196	-	-
Tensile strength σ_t (MPa)	29.9	-	-	24.4	-	39.2	48.6	-	-
Young's modulus E (GPa)	7.92	9.66	7.84	9.70	11.8	13.7	14.7	-	-
Thermal conductivity k (W/m·K)	89.6	193	116	124	-	11.3	126	-	-
Coef. thermal expan. α ($\times 10^{-6}/K$)	4.5	4.54	2.5	4.0	4.7	3.2	5.4	5.8	4.3
Electric resistance ρ ($\mu\Omega\text{cm}$)	1175	941	-	1200	957	400	1330	1000	1000
Shore hardness Hs	45.5	43	37	52.6	59	100	85.7	78.0	76.7
Porosity (%)	17	12.7	30	<20	12.4	7.2	1.0	-	-
Ash content (%)	0.08	0.27	<0.2	<0.2	0.09	-	0.05	-	-
Forming method	M	E	M	IS	IS	M	M	M	M

*chipped carbon fiber 1%, **chipped carbon fiber 3%,
M:mold, E:extrusion, IS:isostatic mold.

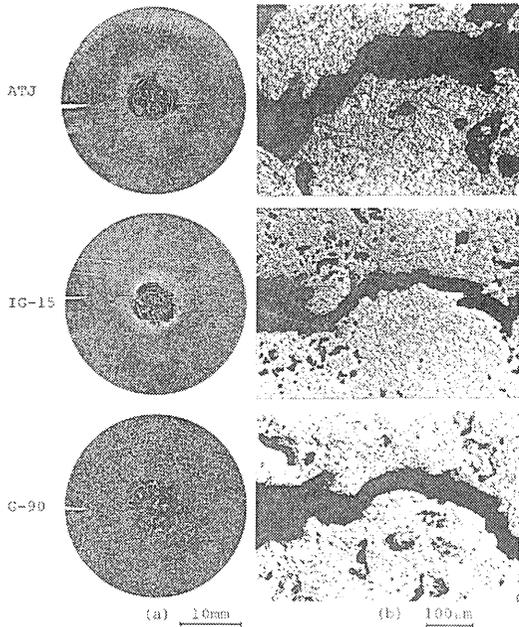


第10図 アーク放電熱衝撃試験における電力チャートの例

あることを示している。第12図(a)は熱衝撃破壊靱性試験 ($a/R=0.3$, $c/R=0.3$, $t_0=3\text{sec}$) における典型的な破壊状況を示し、同図(b)は緑き裂からの熱応力破壊によるき裂の伝ば状況を示す。熱応力によるき裂は緑き裂の先端から中心に向かって伝ばしており、モードI型破



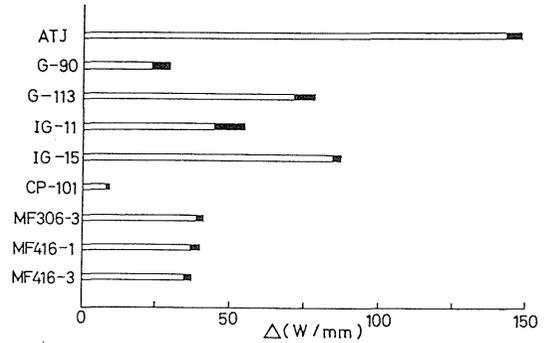
第11図 黒鉛円板の熱衝撃強度試験における (a) 破壊状況および (b) き裂伝ば写真



第12図 黒鉛円板の熱衝撃破壊じん性試験における (a) 破壊状況および (b) き裂伝ばん写真

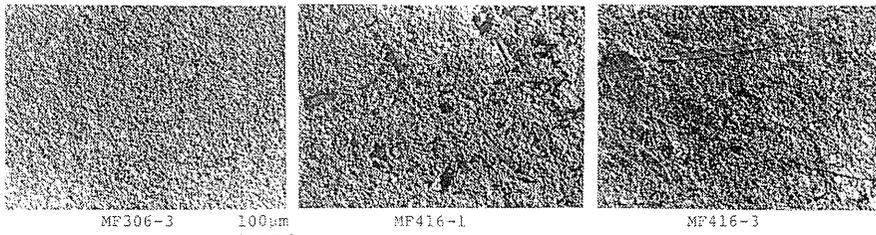
壊であることを示している。それぞれの試験において生じたき裂はバインダー部をコークス粒界に沿い、空隙部を縫うように進行する。

第13図は9種類の黒鉛材料の熱衝撃強度試験の結果を示す。図において、黒色部はその下限では破壊することなく、それ以上ではすべて破壊する範囲を示す。熱衝撃強度 d は黒鉛 ATJ が最も大きな値を示し、次ぎに黒鉛 IG-15が大きな値を示す。セラファイト CP-101は他の



第13図 ロケットノズル用各種黒鉛の熱衝撃強度

黒鉛に比べて著しく小さな値を示す。これらの理由を熱衝撃強度に關与する物性で考えてみると、黒鉛 ATJ およびIG-15は比較的縦弾性係数Eが小さいこと、セラファイト CP-101は熱伝導率 k が著しく小さいことが理由の一つに考えられる。また、繊維強化を施した MF416-1 および-3はその素材MF306-3と比較し、その補強効果はほとんど認められずやや低めの値を示す。そこで MF416-1および-3の組織を観察すると、繊維のアスペクト比はおよそ 100 である。この値は強化繊維チップの限界アスペクト比⁽¹²⁾の値を上回る。しかし、本研究のMF416-1および-3は平均数10 μm 以下のメソフェースピッチ粒を結合、炭化させた材料であるため、強化繊維とのぬれ性および接着性は均質材料をマトリックスとした場合と異なると思われる。第14図は実際に繊維と素材の境界領域を顕微鏡観察したもので、繊維と素材の接着性などがあまりよくなく、繊維のまわりに空隙が数多く観察



第14図 黒鉛 MF306-3 とその炭素繊維強化材の組織

される。このため熱応力が繊維に十分には分担されない。それに加えて繊維と素材との境界面が熱応力によるき裂発生の一核となる可能性も考えられるため、繊維強化を施したMF416-1および-3はその素材MF306-3の熱衝撃強度よりもやや低めの値を示すものと考えられる。したがって本研究の黒鉛材料のような不均質な材料に複合強化の理論を直ちに導入することには今後なお検討を必要とすると思われる。

第2表は例として数種類の黒鉛について第1表の室温における物性値を用いた熱衝撃強度パラメータ ($\sigma_t k / E \alpha$) および熱衝撃破壊靱性パラメータ ($K_{IC} k / E \alpha$) の計算値と Δ および ∇ の実験値を比較した表である。

第2表 ロケットノズル用各種黒鉛の熱衝撃強度および破壊じん性の計算値と実験値の比較

	ATJ	IG-11	CP101	MF306-3
σ_t (MPa)	29.9	24.4	39.2	48.6
$\sigma_t k / E \alpha$ (W/mm)	75.0	78.0	10.0	77.0
Δ (W/mm)	146 ±2.0	51.0 ±4.0	8.5 ±0.5	39.8 ±0.7
KIC (MPa $\sqrt{2}$)	-	0.723*	-	0.712*
$K_{IC} k / E \alpha$ (W/mm $\sqrt{2}$)	-	73.0	-	36.0
∇ (W/mm $\sqrt{2}$)	49.1 ±1.1	32.5 ±2.5	8.8 ±1.2	17.8 ±0.3

*Reference (13).

の計算値と実験値を比較すると、ATJ以外は計算値の方が実験値より大きな値を示している。この理由としては Δ に関与する物性が温度に依存するため室温の物性値を用いた計算とは一致しないことが考えられる。すなわち、 σ_t , E , α および K_{IC} は1000°C付近までの温度の上昇により徐々に増加し、 k はかなり急に減少するため、高温で測定された実験値の方が室温のパラメータの計算値より小さな値を示すと考えられる。また、熱衝撃破壊は熱ひずみとその材料の収容しうる全ひずみ量を超えるとときに起こるため、熱衝撃強度パラメータ中の弾性ひずみ σ_t / E を破壊ひずみ ϵ_f に置換えて考えた方が、より実際の破壊に適合していると考えられる。ATJの Δ の実験値が非常に大きいことの一つの理由は、この材料の衝撃エネルギーおよびクリープ強度が著しく大である⁽¹⁴⁾ ことから、 ϵ_f が相当に大きいものと考えられ、高温においてかなり延性を有するためと思われる。

3D C/C複合材の熱衝撃強度パラメータ ($\sigma_t k / E \alpha$) はそのメーカーの物性値データ⁽¹⁵⁾ を用いて計算すると、

$$\begin{aligned} \Delta_1 &= \frac{\sigma_t k}{E \alpha} = \frac{94(\text{MPa}) \cdot 47 \times 10^{-3} (\text{W/mm} \cdot \text{K})}{33 \times 10^3 (\text{MPa}) \cdot 0.52 \times 10^{-6} (\text{K}^{-1})} \\ &= 257 (\text{W/mm}) \end{aligned}$$

ただし、物性値の温度依存性は24°Cから2485°Cの間を直線近似とし、試料円板外周付近の温度は光高温計で観測すると約700°Cであるから熱衝撃強度パラメータの物性値は700°Cの温度のデータを採用した。

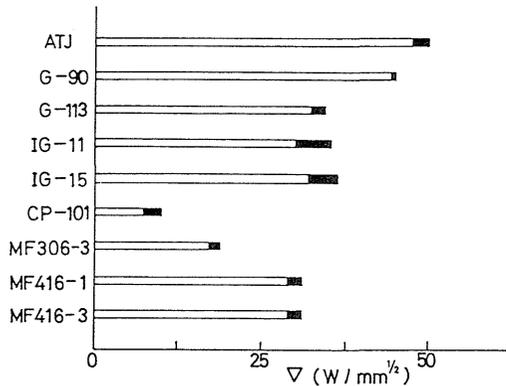
一方、熱衝撃強度は熱ひずみの収容限度を表わすものであるから、(5)式のパラメータの中の σ_t / E を破壊ひずみ ϵ_f に置換えて計算すれば次のようになる。

$$\begin{aligned} \Delta_2 &= \epsilon_f \frac{k}{\alpha} = 0.96 \times 10^{-2} \cdot \frac{47 \times 10^{-3} (\text{W/mm} \cdot \text{K})}{0.52 \times 10^{-6} (\text{m/m} \cdot \text{K})} \\ &= 868 (\text{W/mm}) \end{aligned}$$

Δ_1 と Δ_2 を比較すると著しい差がある。これは Δ_1 が線形弾性理論によるものであり、実際の熱応力破壊現象は材料のもつ全ひずみの収容限界を超えたとき発生するものであるから、 Δ_2 が実際に近いものと考えられる。

本研究室における熱衝撃試験装置の測定しうる最大の熱衝撃強度は Δ_1 の値と偶然同程度であり、その測定の可能性はある。しかし、この値は Δ_2 の値と比較して著しく小さく、本試験装置の容量をもってしては熱衝撃破壊を生じさせ得ない。3D C/C複合材の円板に対する40kw程度のアーク放電熱衝撃加熱はその電流が約1000Aを超え、円板の加熱中心部が溶解し穴があくことがあり、実際には試験装置の容量を大にしても熱衝撃破壊を生じさせ得ないと考えられる。このようなC/C複合材の耐熱衝撃性は2D C/C複合材についての実験においても容量的に線形弾性理論による熱衝撃パラメータの計算値を超えても熱応力破壊を生ずることがなく、穴があいたり、繊維強化面内と積層方向に異質性があるため層間の素材が破壊してしばしば層間は離破壊を生ずることが観察されている。

第15図は8種類の黒鉛材料の熱衝撃破壊靱性試験の結果を示す。熱衝撃破壊靱性 ∇ は黒鉛 ATJ が最も大きな値を示し、次に黒鉛G-90が大きな値を示す。セラファイトCP-101は他の黒鉛に比べて著しく小さな値を示す。これらの理由は Δ の場合と同様、黒鉛 ATJ およびG-90は比較的Eが小さいこと、セラファイトCP-101はkが著しく小さいことが主な理由の一つと考えられる。またMF306-3の ∇ はMF416-1と-3の値に比較し約40%小さく、明らかに繊維入り効果が認められる。この理由

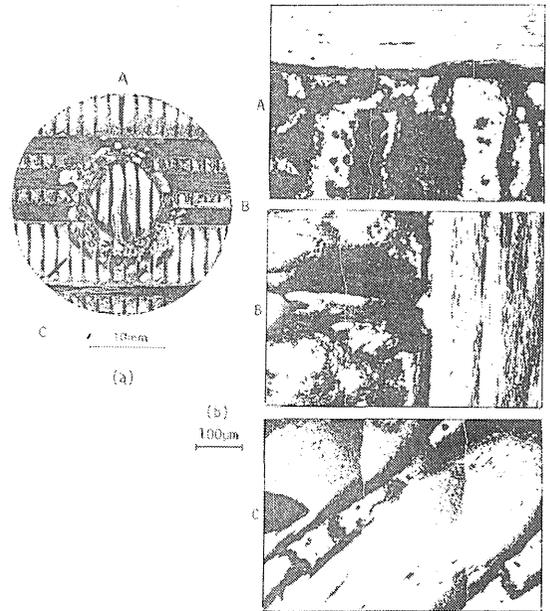


第15図 ロケットノズル用各種黒鉛の熱衝撃破壊じん性

としては、緑き裂に対し直角方向を向いている繊維が熱応力によるき裂伝ばを妨げ、き裂の進展方向を一時的に変えるなどの障害によると考えられた。しかし、1wt%と3wt%の繊維含有量の違いは認められない。また、熱衝撃強度 Δ の大なる材料が必ずしも熱衝撃破壊靱性 Γ も大であるとは限らないことがわかる。

3D C/C複合材の Γ についても、 Δ と同様に物性値による検討を行なった結果、本実験装置の最大容量で測定できる可能性が比較的大きいので実際に熱衝撃破壊靱性試験を行なった。

3D C/C複合材の円板にき裂寸法比 $c/R=0.3$ とし、お互いのき裂が相互に影響しないよう135°おきに繊維の方向に対する角度を3種の方向(0°, 45°, 90°)に変え、き裂を鋭く加工し、熱衝撃装置の最大容量(1200 A, 44 kW)に近い条件で熱衝撃破壊靱性試験を行なった。その結果、960 W/mm^{1/2}に相当する熱衝撃を加えてもいずれのき裂先端にもき裂の伝ばが認められなかった。第16図(a), (b)はその顕微鏡観察の状況を示したものである。これから3D C/C複合材の Γ は少なくとも960 W/mm^{1/2}を上回るものと判断される。この960 W/mm^{1/2}という値は、たとえば高強度高靱性黒鉛ATJの熱衝撃破壊靱性値49.1 ± 1.1 W/mm^{1/2}を少なくとも19倍以上も大きく、この3D C/C複合材料の耐熱衝撃性の抜群の優秀性を示すものである。



第16図 3D C/C複合材の熱衝撃破壊じん性試験

6. 結 論

以上、本研究においては黒鉛材料がその抜群の耐熱性のため、高温で熱応力や熱衝撃を受ける部材として広く実用されている関係上、円板のアーク放電加熱法を用いて、各種のロケットノズル用黒鉛の熱衝撃強度 Δ および熱衝撃破壊靱性 Γ の測定を行なった。熱応力、熱衝撃の問題にはその機械的性質に加えて熱的性質も関与するため、関与する物性のすべてを個々に求めて評価することはかなり面倒である。特に成形に伴う異方性やその温度依存性を含むときはすこぶる煩雑である。しかし、本研究の方法によるときは、これらの異方性を含めて、同形状の小形円板を用いて熱衝撃強度 Δ ならびに熱衝撃破壊靱性 Γ が定量的に求められ、材料の実際の耐熱衝撃性を評価するうえで利点が多い。

実験の結果3D C/C複合材はロケットノズル用として最適であり、黒鉛の中ではATJが最も適合し、IG-15やG-113などがこれに次ぐものと評価される。なお炭素繊維チップの補強効果についてはなお検討を要すると思われる。

参 考 文 献

- 1) 竹内洋一郎: 機論, vol. 48, No. 450, (1982), p. 699.
- 2) Riney, T.D.: J. Appl. Mech., ASME 28, (1961), p. 631.
- 3) Sato, S., et al.: Carbon, 13, (1975), p. 309.
- 4) Sato, S., Awaji, H., et al.: High Temp-High Press., 12, (1980), p. 23.
- 5) Tweed, J and Rooke, D.P.: Intern. J. Eng. Science, 11, (1973), p. 65.
- 6) Rooke, D.P. and Tweed, J: Intern. J. Eng. Science, 11, (1973), p. 279.
- 7) Sato, S., Awaji, H. and Akuzawa H.: Carbon 16, (1978), p. 103.
- 8) 淡路英夫, 佐藤千之助: 日本材料強度学会誌 13, (1978), p. 78.
- 9) ASTM Designation E399-83, Part 10, ASTM, Annual Standards, (1983).
- 10) Rolfe, S.T. and Burson, J.M.: Fracture and Fatigue Control in Structures, Applications of Fracture Mechanics, Prentice-Hall (1977), p. 57.
- 11) Yahr, G.T. and Valachovic, R.S.: Conf. 70 11 05, USAEC, Gatlingburg, (1970), p. 533.
- 12) 林毅編: 複合材料工学, 日科技連出版, p. 37.
- 13) 炭素材料学会: 多目的高温ガス実験炉用黒鉛構造設計基準の調査報告書, (1983), p. 29.
- 14) The Industrial Graphite Engineering Handbook, U.C.C., Section 5A, (1964).
- 15) W.L. Lachman (Materials International), J. A. Crawford and L.E. McAllister (Fiber Materials Inc.): Multidirectionally Reinforced Carbon / Carbon Composites.