

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 28 年 6 月 21 日現在

機関番号：82645

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25289311

研究課題名(和文) アブレータ用CFRPの高温環境下における欠陥の生成と変形

研究課題名(英文) Cracking and deformation behaviors of CFRPs for ablator at high temperature environments

研究代表者

八田 博志 (Hatta, Hiroshi)

国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究所・名誉教授

研究者番号：90095638

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,900,000円

研究成果の概要(和文)：アブレータ用フェノールCFRPと宇宙機構造用エポキシCFRPに関して宇宙からの再突入環境における劣化挙動を検討した。両CFRPは、超高温環境におけるマトリックスの黒鉛化収縮によってTransverse Crackを生成した。フェノールCFRPでは、この亀裂が繊維束の座屈と積層界面剥離を誘発した。エポキシCFRPでは、大きな層間剥離を生じ、気流により層単位で飛散する現象が観察された。これらの亀裂の生成温度は、既存のTransverse Crack生成モデルにより推定可能であった。エポキシCFRPでは、樹脂熱分解反応開始温度により、層単位の飛散が推定できることを示めた。

研究成果の概要(英文)：Degradation behaviors of phenolic- and epoxy-matrix CFRPs were examined in the re-entry environments from the space. The first visible degradation shown in both the composites was transverse cracks and secondly interlaminar debonding mainly caused by shrinkage of the matrix due to the carbonization. The initiations of these cracks were shown to be predictable using an existing theory on transverse cracking and interlaminar debonding. In the phenolic CFRPs, the transverse cracks induced buckling of fiber bundles and the buckling deformation lead to the interlaminar debondings. In the epoxy CFRP, large interlaminar debondings resulted in flown-out by the laminar unit. The temperature at the onset of the flown-out phenomenon was shown to be predicted from the pyrolysis temperature of the matrix resin.

研究分野：材料工学

キーワード：宇宙機機用材料 アブレータ 熱防御 熱劣化 CFRP フェノール 再突入環境

### 1. 研究開始当初の背景

炭素繊維強化プラスチック (CFRP) は、大気圏再突入カプセル用耐熱材 (アプレータ) や宇宙機の構造体に使用されている。アプレータに使用される CFRP は、自身を劣化・消費することで内部への熱の流入を防ぎ、搭載機器等を保護する役割を果たす。また、通常の宇宙機は、宇宙空間に到着後大気圏に再突入させ、10,000 以上の空力加熱による高温によってガス化される。これらの劣化過程で、CFRP 内部には亀裂が進展し、材料の厚さ方向に大きな変形を起こすが、この劣化と変形の詳細や損耗速度は精密には理解されていない。このため、信頼性の高いアプレータや宇宙機の設計には、CFRP 等の宇宙機構造がどのような損耗過程を経て劣化するかを理解し、損傷機構を基に定量的な予測方法を確立することが求められている。

### 2. 研究の目的

アプレータ用のフェノールをマトリックス樹脂とする CFRP および宇宙機構造体を想定したエポキシをマトリックス樹脂とする CFRP に対して、宇宙からの再突入環境を想定した急速加熱環境における劣化挙動を観察して、まず劣化の機構を定性的に明らかにする。そして明らかにした劣化機構を基に、解析モデルを構築し、劣化の開始及び進展を推定可能にすることを目的とした。

### 3. 研究の方法

再突入時の超高温環境下における CFRP の熱劣化挙動と劣化機構を明らかにすることを目標に置いた。そのために、まずは熱分析機器を使用して、流れがなく均一な温度環境 (静的環境) 下における CFRP の高温環境下における劣化挙動を観察し劣化機構を明らかにした。続いて、既存の解析モデルを使って高温劣化の開始及び進展に関する予測可能性を検討した。さらに、アーク加熱風洞を使って高速気流中 (動的環境) の CFRP の劣化挙動を調べ、静的環境下と動的環境下における劣化挙動の相違を明らかにし、動的環境における劣化機構を明らかにした。

材料としては、アプレータ材料としてフェノール樹脂をマトリックスとし Kynol 炭素繊維を強化材とする CFRP を、宇宙機構造用材料としてエポキシ樹脂マトリックス/PAN 系高強度系の炭素繊維の CFRP を用いた。

### 4. 研究成果

(1) フェノール CFRP の静的環境下における劣化挙動

熱分析機器 (TMA と TGA) および高温顕微鏡 (加熱用の炉が設置) を使って、4 種類のフェノール CFRP の静的環境下における劣化と変形挙動を詳細に観察した。この結果、フェノール CFRP は全て図 1 に示すような、炭素繊維の小束を単位とする座屈変形を起こして板厚方向に大きな膨張変形を起こすこと

が判明した。座屈の単位となった小炭素繊維束は、カイノール繊維束に最初から組み込まれた構造で、座屈変形の駆動力はフェノール樹脂の高温における炭化時の収縮であった。

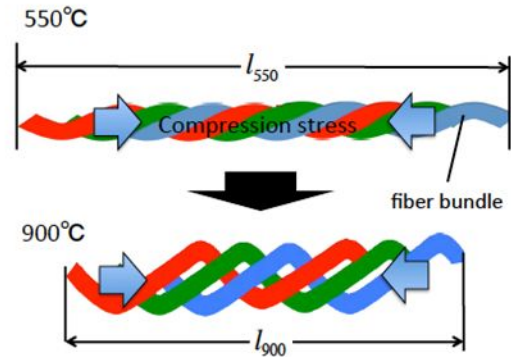


図 1 CFRP 中のカイノール繊維束に 900 で観察された座屈破壊のパターン。

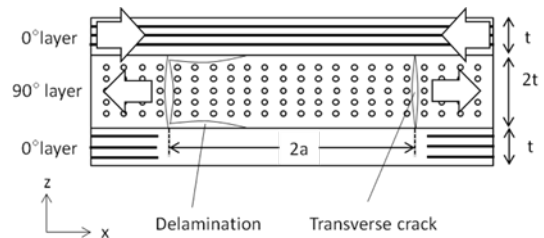


図 2 Transverse crack と層間剥離に関する Narin らの解析モデル。

一方、図 2 に示す Narin らの CFRP 中の亀裂発生に関する解析モデル [1] を転用して熱応力場における亀裂 (Transverse crack) の生成温度を見積もったところ、このモデルの Transverse crack の発生温度と実験で観察された座屈の発生温度が、4 種類のフェノール CFRP が共通して一致した。この結果から、座屈亀裂の発生は、Transverse crack の発生をトリガーとして起こり、特殊なカイノール炭素繊維の束構造 (3 本小繊維束を挟んだ構造) のために起こったものと推定された。従って、その発生温度と進展は Narin らのモデルを使って推定可能である事が分かった。

座屈亀裂の一部は、その後層間剥離に発展したが、Narin らの解析モデルは、層間剥離も推定可能な有用なモデルであることが確認された。

(2) フェノール CFRP の動的環境下における劣化挙動

プラズマアーク加熱風洞を使ってフェノールマトリックスの CFRP の動的環境下における劣化と変形挙動を検討した。この時熱流入量は、 $2\text{kW}/\text{m}^2 \sim 12\text{kW}/\text{m}^2$  の間で変化させた。この結果、動的環境でも座屈亀裂は、静的な環境と同様の密度で発生することが分かった。さらに、動的環境では、静的環境より多数の層間剥離が発生し、厚さ方向により大きな膨張変形を起こすことが確認された。

続いて、市販の有限要素法解析ソフトを使

って、表面及び内部の温度測定結果を内挿し、図3に示すように動的環境下における試料内の温度分布と熱応力を数値計算によって推定することにより、この多数の層間剥離が、動的環境で発生する急激な温度勾配により発生する熱応力によっておきていることが明らかになった。また、層間剥離の発生は、発生場所の温度から推定できると想定された。

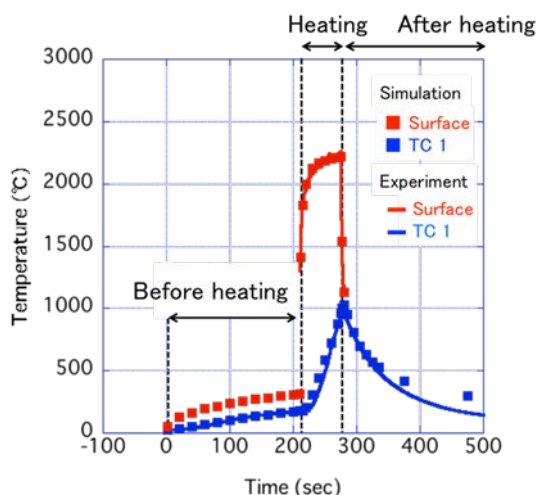


図3 アーク加熱風洞実験中の試験片内の温度分布の測定値と推定値。

(3) エポキシ CFRP の動的環境下における劣化挙動プラズマアーク加熱風洞を使ってエポキシ CFRP の動的環境下における劣化と変形挙動を検討した。エポキシ CFRP は、動的環境でも静的環境でもフェノール CFRP に比べてより大規模な層間剥離が多数発生すること、動的環境ではこの大きな層間剥離のために、図4の実験時の写真に示すように、積層の層ごとの飛散が断続的に起こることが確認された。この現象のために、エポキシ CFRP の劣化速度（Recession 速度）は極めて高い。エポキシ CFRP で大規模な層間剥離が起こり飛散するのは、エポキシ樹脂の温における残炭率が低い（フェノール：60%，エポキシ：15%）ため、炭化過程で層間強度が極度に小さくなるためであった。

・アーク風洞試験中（30s加熱後）

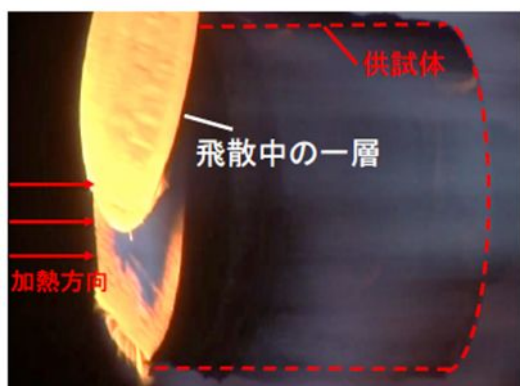


図4 アーク風洞加熱中の試験片からの層単位の飛散。入射熱量：1.4 kW/m<sup>2</sup>。

<引用文献>

[1] J. A. Narin, "The Strain Energy Release Rate of Composite Microcracking: A Variational Approach", Journal of Composite Material, 23, 1989, pp.1106-1129.

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計2件)

- (1) Y. Kubota, K. Fukuda, H. Hatta, N. Langhof, W. Krenkel, Y. Kogo, "Crack development and deformation mechanisms of carbon-fiber-reinforced plastics at elevated temperatures", Engineering Fracture Mechanics, 153 (2016年3月) pp.244-258.
- (2) Y. Kubota, K. Fukuda, H. Hatta, R. Wernitz, G. Herdrich, S. Fasoulas, "Comparison of thermal deformation of carbon fiber-reinforced phenolic matrix ablators by arc-plasma wind tunnel heating and quasi-static heating", Advanced Composite Materials, Vol.24, 2, (2014) pp.179-195.

〔学会発表〕(計6件)

- (1) 小川諒, 久保田勇希, 八田博志, G. Herdrich, 「急速加熱環境下における炭素繊維強化プラスチックの劣化挙動」宇宙航行の力学(宇宙科学研究所) 2015.12.10.
- (2) Ryo Ogawa, Yuki Kubota, H. Hatta, G. Herdrich, "Deformation and Cracking in CFRP Ablator during Arc Wind Tunnel Testing, 8<sup>th</sup> European Symp. Aerothermodynamics for Space Vehicles, Lisbon, March 2015.
- (3) 久保田勇希, 福田幸平、小川諒、八田博志、向後保雄、"炭素繊維強化フェノール樹脂の昇温過程における劣化と変形"、日本機械学会2014年度年次大会DVD論文集、S0420202, 2014年(査読なし)
- (4) 小川諒、久保田勇希、福田幸平、八田博志、"CFRPの炭化過程における亀裂数密度予測と亀裂携帯に寄与する材料構成の評価"、日本機械学会2014年度年次大会DVD論文集、S0420201, 2014年(査読なし)
- (5) Y. Kubota, K. Fukuda, H. Hatta, W. Krenkel and N. Langhof; "Defect and Deformation Mechanisms of Carbon Fiber Reinforced Phenolic Ablators", Proceeding of 29<sup>th</sup> International Symposium on Space Technology and Science (CD-ROM), c-28, 2013. (査読なし)

- (6) K. Fukuda, Y. Kubota, H. Hatta, Y. Kogo, K. Hirai, W. Krenkel, N. Langhof; "Degradation and deformation of carbon phenolic ablator under elevated temperature process", Proceedings of The 19<sup>th</sup> International Conference on Composite Materials (USB flas drive), pp.9104-11 2013.

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕

出願状況(計0件)

取得状況(計0件)

#### 6. 研究組織

(1)研究代表者 八田博志(HATTA, Hiroshi)  
国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構・  
宇宙科学研究所・名誉教授  
研究者番号：90095638

(2)研究分担者 山田哲也(YAMADA, Tetsuya)  
国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構・  
宇宙科学研究所・准教授  
研究者番号：10280554

久保田勇希(KUBOTA, Yuki)  
国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構・  
航空技術部門・宇宙航空プロジェクト  
研究員 研究者番号：30737044

(3)連携研究者

(4)研究協力者  
小川諒(OGAWA, Ryo)  
東京理科大学基礎工学部修士課程

Georg Herdrich  
University of Stuttgart・Institut für  
Ranumfatrtsysteme(IRS)・Associate  
Professor