

熱可塑性 CFRP の立体成形技術の確立(第 6 報)

— 熱可塑性炭素繊維シートの作製に関する研究 —

神山真一、浅野良直、佐藤幸泰

Development of CFRTP Three Dimensional Molding Technology (VI)

— Research on production of a thermo plastic carbon fiber sheet —

Shinichi KOHYAMA, Yoshinao ASANO and Yukiyasu SATO

炭素繊維強化プラスチック(CFRP)は、高比強度で軽量である等の優れた特性を利用して航空機や次世代自動車、環境分野等で注目されている複合材料である。特に熱可塑性マトリックス樹脂を用いた熱可塑性 CFRP(CFRTP)は、ハイサイクルでの加工が可能であることから各所で研究開発が行われている。当センターでは、ニット編成技術を活用した熱可塑性の炭素繊維中間体(CF ニット)と炭素繊維シート(CF シート)を積層した立体加工用 CFRTP 板を作製する研究を実施する。今年度は、炭素繊維の配合割合と得られる CF シートの物性強度の関係を求めた。また、繊維部が作製した CF ニットと CF シートを積層して熱プレスした CFRTP 板について、曲げ強さの測定と層間剥離の検証を行った。

1. はじめに

CFRP は高比強度で軽量、寸法安定性が良く、X 線透過性がある等の優れた特性から、航空機や自動車、環境分野、医療分野等で普及拡大している。特に、自動車や航空機の運輸分野では、軽量化による燃費向上と二酸化炭素の排出削減に繋がることから、地球温暖化対策の一つとしても注目をされている。平成 22 年 6 月産業構造審議会の産業競争力部会報告書「産業構造ビジョン 2010」によると炭素繊維は、「戦略 5 分野」の「先端分野」の一つとして位置付けられており、今後も需要が飛躍的に伸びると予測されている。

特にマトリックスに熱可塑性材料を使用した CFRTP は、ハイサイクル加工による時間短縮が可能である等の優位性から各所で開発が行われている。岐阜県においては、当センターの繊維部、環境・化学部と紙業部が連携をして、ニット編成技術を活用した立体成形加工用の CFRTP 板の作製技術を検討し、工業技術研究所がぎふ技術革新センターの設備機器を活用してプレス成形加工技術を確立するプロジェクト研究を行うことにしている。その中で、当紙業部は製紙技術を活用して CF シートの作製に関する研究を実施する。厚板の CFRTP は、ニット編成技術を用いた生地の中間体(CF ニット)を活用することから、立体成形加工時の賦形性が期待出来る反面、ニットのループの形状等から樹脂層がリッチになる場所が発生することが予想される。そこで、炭素短繊維と熱可塑性繊維から出来た CF シートを層間に挟み、熱プレスを行うことで溶融マトリックス中に炭素繊維の入り込みを期待して補強をする目的でシートの開発を行う。

昨年度の研究では、抄紙に適した熱可塑性短繊維の選択、乾燥温度と CF シートの物性強度の関係等に関する知見を得た。¹⁾今年度は、炭素繊維の配合割合と CF シートの物性強度の関係を求めた。また、CF ニットと CF シートの積層体を熱プレス加工により成形した CFRTP 板の曲げ強さと層間剥離の発生について検証を行った。

2. 実験

2. 1 炭素繊維の配合割合と CF シートの物性強度

タッピシートマシンで抄紙した湿紙を簡易熱プレス((株)ハシマ製)で4分間乾燥して CF シートを作製した。炭素繊維は、トレカ(東レ(株)製)のサイズ処理の無い 6mm カットファイバーを使用した。熱可塑性短繊維は、昨年度の検討結果を参考に高融点タイプ(以下、高融点)と低融点タイプ(以下、低融点)の繊維を使用した。想定坪量を 100g/m² として、繊維長 6mm の炭素繊維の割合を 40、50、60、70%(w/w)の各条件で配合した CF シートを作製し、引張強さと引裂強さを測定した。抄紙時の乾燥温度は、低融点が 130℃と 170℃の両条件、高融点は 140℃で検討を行った。なお、CF シートの引張強さは万能試験機((株)島津製作所製)により、引裂強さは引裂試験機((株)東洋精機製作所製)を使用して紙・パルプの JIS 規格に準じて測定を行った。

2. 2 CFRTP 板の作製 (CF ニットと CF シート)

CF ニットは、繊維部がニット編成技術を活用して作製した筒編みサンプルの図 1(CF:1K、Vf:27.4%)を供試した。サンプルを切断するとカールをすることから、防止策として簡易熱プレスで 170℃、1 分前処理を行った。なお、筒状になったサンプルは切り開いたそれぞれを 1 枚とした。



図 1 CF ニット(左)と CF シート(右)

次に、CF ニットを 2 枚重ねた CF ニット 2ply サンプルや、CF ニット 2 枚の間に CF シート 1 枚を挟んだサンプルを調整し、密度や投入量を考慮して選んだ中心部が空洞のステンレス製スパーサーの枠中にセットし、170℃で 3 分、6MPa の

プレス圧で、熱プレス装(神藤金属工業所製)で成形してCFRTP板を作製した。

《CFRTP板の組成》

- CF ニット 2ply
- CF ニット+CF シート(3mm、50g/m²)+CF ニット
- CF ニット+CF シート(6mm、100g/m²)+CF ニット

2. 3 CFRTP板の曲げ強度と層間剥離試験

CFRTP板の曲げ強さは、JIS K7074の「炭素繊維強化プラスチックの曲げ試験方法」の3点曲げ試験法で環境・化学部が測定をした。

CFRTP板は、層間剥離を起こすことが懸念されるため、以下の剥離試験法により検証した。層間剥離試験用のCF ニット 2ply サンプルは、テフロンフィルムをニット間に挟み熱プレス成形して作製したCFRTP板をウェール方向に15mm幅で短冊状にカットして使用した。また、CFシートを挿入したサンプルは、CF ニットとCFシートを重ねた上にテフロンフィルムを挟み同様に作製した。次に、短冊状に切った試験体の上面と下面にそれぞれ金属板を接合させた後に、図2のように蝶番で固定をして、図3のように万能試験機を使用して層間剥離試験を実施した。同様に、CF ニット 4ply の系についても層間剥離試験を行った。

さらに、CF 繊維長が3mmと6mm、坪量が50g/m²と100g/m²の各条件で作製したCFシートについて細孔径分布測定を行った。

- 《層間剥離試験条件》
- 展開長:80mm 以上
 - サンプル幅:15mm
 - つかみ具速度:50mm/min

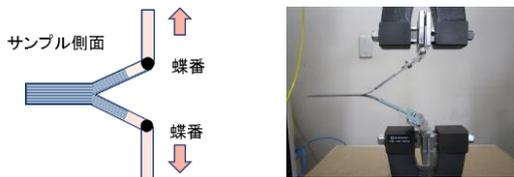


図2 層間剥離サンプル 図3 層間剥離試験の様子

3. 結果及び考察

3. 1 炭素繊維の配合割合とCFシートの物性強度

低融点の熱可塑性繊維を使用して、炭素繊維の配合割合を変えた場合のCFシートの物性強度を図4(乾燥温度130℃)、図5(乾燥温度170℃)に示した。また、高融点の熱可塑性繊維で乾燥温度が140℃の物性強度を図6に示した。

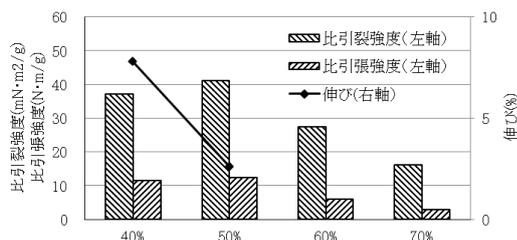


図4 CF 繊維の配合割合と物性強度(低融点、130℃)

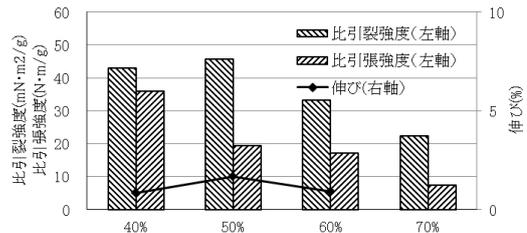


図5 CF 繊維の配合割合と物性強度(低融点、170℃)

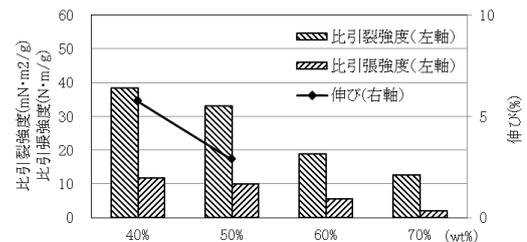


図6 CF 繊維の配合割合と物性強度(高融点、140℃)

いずれの場合も、配合率40~50%の条件が最も強い物性強度を示した。また、低融点繊維において、靴部の融点以上の温度130℃での乾燥と芯部の融点以上の温度である170℃の乾燥を比較すると、170℃の方が物性強度は高く、特に引張試験に顕著な結果がみられた。また、配合割合が多くなると伸びが計測出来なくなった。

3. 2 CFRTP板の作製(CFニットとCFシート)

CF ニット 2ply で作製したCFRTP板に光を下からあてた時の透過写真を図7に示した。また、CFシート(3mm、50g/m²)を挿入したCFRTP板を図8に示した。図7は、ニットのループ間の隙間部分で光が透けてみえることから樹脂だけの部分が存在するのが分かる。一方、図8は光が透けてみえないことから、樹脂部に炭素繊維が入り込んでいる可能性がある。



図7 透過写真(左:CF ニット 2ply)

図8 透過写真(右:CF ニット 2ply+CF シート(3mm、50g/m²))

次に、CFRTP板をニットのウェール方向から観察した断面写真を図9、10、11に示した。含浸性については、フィラメント間に細かな気泡が若干見られたが、大きなボイドや未含浸領域はみられなかった。ニットだけで作製した図9は、樹脂リッチな部分がみられるのに対し、図10は、炭素繊維群が中央部に層状に少しうねりながら入り込んでいた。CFシートの坪量が100g/m²の図11は、炭素繊維群の層が厚み全体に対して1/3程度を占めていた。

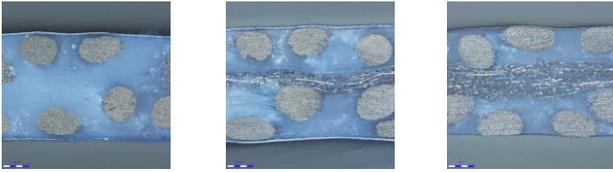


図9 断面 左:CF ニット 2ply

図10 断面(中:CF ニット 2ply+CF シート(3mm, 50g/m²))

図11 断面(右:CF ニット 2ply+CF シート(6mm, 100g/m²))

3. 3 CFRTP 板の曲げ強度と層間剥離試験

CF ニット 2ply 系の CFRTP 板の曲げ強さと層間剥離試験の結果を表 1 に示した。いずれの条件も剥離をせずに切断をした。CF シート(CF6mm, 100g/m²) の CFRTP 板は曲げ強さが大きかったが、層間剥離では試験力が小さく山形波形を幾つも示したことから、剥離が起きやすいサンプルだと思われる。

表 1 CF ニット 2ply の系の曲げ強さと層間剥離

CFRTP 板の組成	曲げ強さ*1 (MPa)	層間剥離*2 試験力(N)
CF ニット 2ply	48.4	78.7
CF ニット+CF シート+CF ニット ・CF シート:CF6mm, 100g/m ²	73.6	48.4
CF ニット+CF シート+CF ニット ・CF シート:CF3mm, 50g/m ²	46.5	77.2
CF ニット+CF シート+CF ニット 《再》CF シート:CF6mm, 100g/m ²	—	44.3

*1 曲げ強さはたわみが大きい時の計算式を使用

*2 層間剥離はサンプルが切断した時の最大試験力

次に、ニット 4ply の系で検討した層間剥離試験の結果を表 2 に示した。CF シート(6mm, 100g/m²) を挿入した CFRTP 板は剥離をした。一方、CF シート(6mm, 50g/m²) や CF シート(3mm, 100g/m²) は剥離をしなかったことから、炭素繊維の繊維長が長くて坪量が多いシートを挿入することで、層状になる炭素繊維の量が多くなり剥離を引起こしたのではないと思われる。

表 2 CF ニット 4ply の系の層間剥離

CFRTP 板の組成	層間剥離* (N)
CF ニット 4ply	122.7
CF ニット 4ply+CF シート 3ply ・CF シート:CF3mm, 50g/m ²	107.2
CF ニット 4ply+CF シート 3ply ・CF シート:CF3mm, 100g/m ²	112.4
CF ニット 4ply+CF シート 3ply ・CF シート:CF6mm, 50g/m ²	116.8
CF ニット 4ply+CF シート 3ply ・CF シート:CF6mm, 100g/m ²	剥離 (67.4)

* 層間剥離はサンプルが切断した時の最大試験力

CF シート(3mm, 50g/m²) を挿入した CFRTP 板の断面写真を図 12 に示した。CF ニットの炭素繊維間をバランス良く分散して層状に入り込んでいる様子が確認出来る。



図12 CF ニット 4ply+CF シート 3ply(3mm, 50g/m²)

また、環境・化学部が、CF ニット 4ply の系で種々の条件の CF シートを積層した CFRTP 板を作製し、曲げ強さを実験計画法により検証した結果、繊維長が 3mm と 6mm、坪量が 100g/m² の条件で曲げ強さが大きくなる傾向を示した。表 2 の結果と併せて考え、CFRTP 板の曲げ強さがあり、剥離を起こさない条件を見いだすことが出来た。

最後に、種々の CF シートの細孔径分布チャートを図 13 に示した。繊維長 3mm と 6mm では差異が殆どなかった。一方、坪量 50g/m² に比べて 100g/m² の方が、10 μm 程度小さい細孔径分布であった。

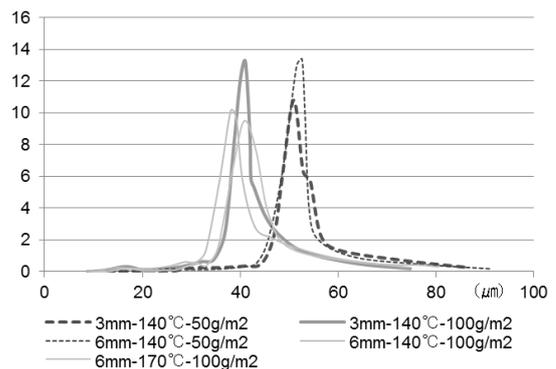


図13 種々の CF シートの細孔径分布(繊維長、坪量)

4. まとめ

本研究では、炭素繊維の配合割合と CF シートの物性強度の関係や CF ニットと CF シートを積層して作製した CFRTP 板の曲げ強さや層間剥離試験に関する検討等を行った結果、以下のことが明らかになった。

- (1)炭素繊維の配合割合を 40~70%(w/w)で検討した結果、40~50%配合の CF シートの引張強さや引裂強さが最大となった。
- (2)CF ニットだけで作製した CFRTP 板は樹脂がリッチな部分が見られたが、CF シートの積層により層状に炭素繊維が挿入されることが分かった。
- (3)今回検討した CF ニットの系において、CF シートの積層により、曲げ強さが大きく層間剥離を起こさない条件を見いだすことが出来た。

CF シートを挿入した CFRTP 板は、シートの構成条件によっては層間剥離を発生することがあるが、適した坪量のシートの挿入により物性強度を向上させ、層間剥離が防止出来る

ことが明らかになった。李らが UD 材と不織布をハイブリット化した複合材料の作製方法の検討²⁾や特性評価³⁾を検討しているが、CF ニットと湿式不織布の CF シートで作製した CF RTP 板も、立体成形の賦活性や他にない特性がある材料である。今後は、繊維部が開発する接着性を向上させた改質糸の利用や新たな CF ニットに対して CF シートの適用を検討して行く予定である。

【参考文献】

- 1) 神山ら, 岐阜県産業技術センター研究報告 No8, pp53-55.
- 2) 李ら, 材料, Vol53, No8, pp917-922, 2004.
- 3) 李ら, 第34回FRPシンポジウム講演論文集, pp282-284.