The Society of Materials Science, Japan

304

# ＣＦＲＰの層間せん断強度に及ぼす表面処理効果

金沢工業大学　正　　小川俊夫
金沢工業大学　学　○横島聖一

## １．緒言

炭素繊維（ＣＦ）を用いた繊維強化プラスチック（ＦＲＰ）の機械的性質は、ＣＦ、マトリックス、及びそれらの界面の諸性質によって影響される。我々は繊維強化型複合材料の破壊のいわゆる「裂ける」という様相に着目し、界面の状態がＦＲＰの機械的性質にどの様に影響するかを検討することとした。本報告ではＣＦの各種表面処理がＣＦＲＰの層間せん断強度（ＩＬＳＳ）にどの様に影響を及ぼすかについて考察した。

## ２．実験

炭素繊維の表面処理が行いやすい成形法を考案し、ＣＦＲＰの成形を行ない、ショート・ビーム試験によってＩＬＳＳを測定した。尚、素材にはＣＦにＰＡＮ系長繊維、マトリックスにはエピコート８２８（エポキシ）・ＭＨＡＣ－Ｐ（硬化剤）・ＺＥ４ＭＺ（硬化促進剤）を１：1.036：0.01 の重量比でブレンドし約２時間脱気した物を用いた。

### ２．１ ＣＦの表面処理

今回の実験では、気相酸化による表面酸化処理及びサイジング処理を行なった。酸化処理は電気炉を用い空気酸化を行なった。各処理条件を以下に示す。

酸化温度　１５０℃－５５０℃
酸化時間　５min－６０min
サイジング処理　エピビス型エポキシ樹脂
　　ＫＰ－７５２　　松本油脂
　　炭素繊維に対する有効付着量
　　０．１５％

### ２．２ ＣＦＲＰ板の製作

表面処理を施したＣＦ枠を型にはめこみエポキシ樹脂を真空デシケータ内で約２時間含浸させる。含浸終了後、恒温槽で７０℃・１２時間の一次硬化を行いＣＦＲＰ板を作る。このとき成形条件として、一次硬化を常圧で行なう場合と、オートクレーブ装置によって加圧（５kg／cm²）する場合の２パターンを行なった。そのＣＦＲＰ板よりダイヤモンドカッターで試験片を切り出し、耐水ペーパーを用いて形・寸法を整えた後、１５０℃・４時間の２次硬化を行なう。更に１９０℃まで加熱し２時間のアフターキュアを行なった。アフターキュアからの温度降下速度は０．５℃／minとした。

今回成形したＣＦＲＰ試料の体積含有率（$V_f$）は $V_f$＝５７±５％であった。

### ２．３ 測定

製作したＣＦＲＰ試験片を、ショート・ビーム法による３点曲げ試験によって層間せん断強度を求めた。ショート・ビーム法はＡＳＴＭ－Ｄ２３４４およびＪＩＳ　Ｋ７０５７－１９８７を参考とした。また試験機はオートグラフ（島津製・ＡＧ－１０ＴＡ）を用いた。３点曲げ用治具構成及び試験片形状を図１・図２に示す。支点間距離は１４mm、試験速度は１mm/minで試験を行なった。また層間せん断強度の計算は次式を用い算出した。ここで、計算に用いる荷重（Ｐ）は、試験時に得られる荷重－たわみ曲線より、最初の降伏時の値を用いた。

$$\tau = \frac{3}{4}\frac{P}{bt}$$

$\tau$：層間せん断強度(ILSS)
b：幅
t：厚さ
P：荷重

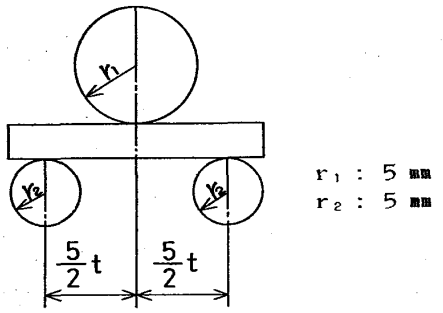


図１　３点曲げ用治具構成

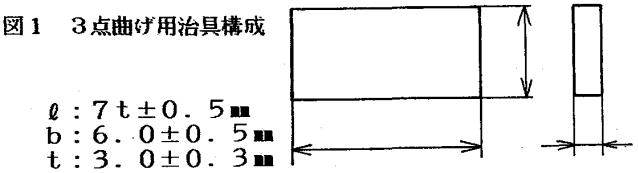


図２　試験片形状

## ３．実験結果

### ３．１ 酸化時間変化

未処理のＣＦを用いたＣＦＲＰ試験片の値を基準とし処理温度及び時間を変化させ、得られたＩＬＳＳを比較した。

酸化温度を１５０℃一定とし、酸化時間を変化させ



NII-Electronic Library Service

The Society of Materials Science, Japan

た場合のＩＬＳＳの変化を図３に示す。ここでは酸化時間１５minをピーク(約３０％の上昇）に後はほぼ横ばいの傾向がみられる。酸化温度を２５０℃一定とし、酸化時間を変化させた場合のＩＬＳＳの変化を図４に示す。ここでも同様な傾向がみられる。次に酸化温度を５５０℃一定とし、酸化時間を変化させた場合のＩＬＳＳの変化を図５に示す。ここでは酸化時間の変化にともない強度は減少する傾向がみられる。これは試験片が層間せん断破壊を起こす前に急激な曲げ破壊を起こしていることから５５０℃という温度での酸化処理はＣＦ自体の強度低下を引き起こしてしまうものと思われる。従って得られた値はＩＬＳＳのデータとしては用いることができないが他のデータと比較するために同一の計算式でＩＬＳＳとして評価している。図６及び図７に層間せん断破壊を起こした試験片のＳＥＭ写真をを示す。

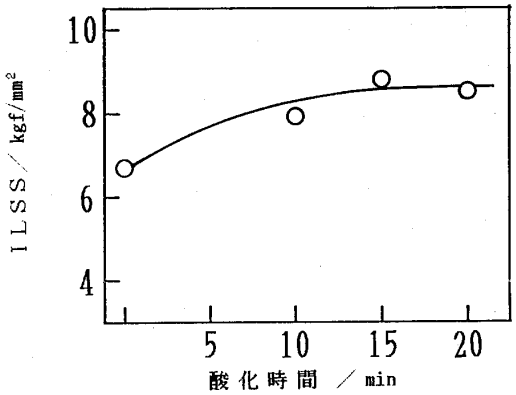


図３　酸化時間の変化に伴うＩＬＳＳの変化　（酸化温度１５０℃）

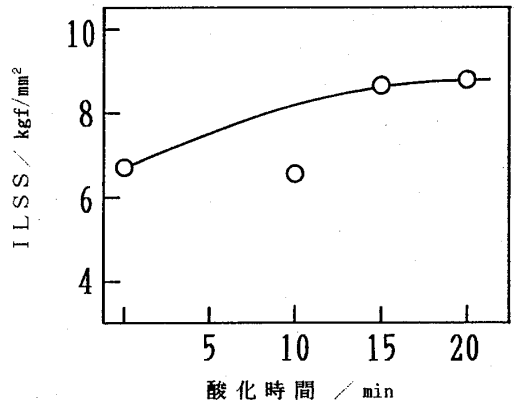


図４　酸化時間の変化に伴うＩＬＳＳの変化　（酸化温度２５０℃）

３．２　酸化温度変化

図８に，酸化時間を１５min 一定とし酸化温度を変化させた場合のＩＬＳＳの変化を示す。１５０℃から２５０℃くらいでピーク値を示し後は横ばい状態となる。そして４００℃付近を境に強度低下となる。ここでも４００℃以上の酸化温度では急激な曲げ破壊となってしまっている。

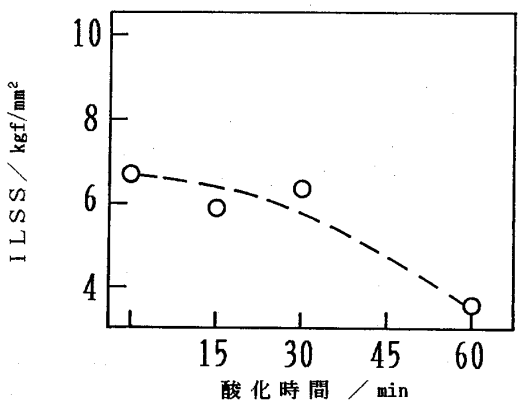


図５　酸化時間の変化に伴うＩＬＳＳの変化　（酸化温度５５０℃）

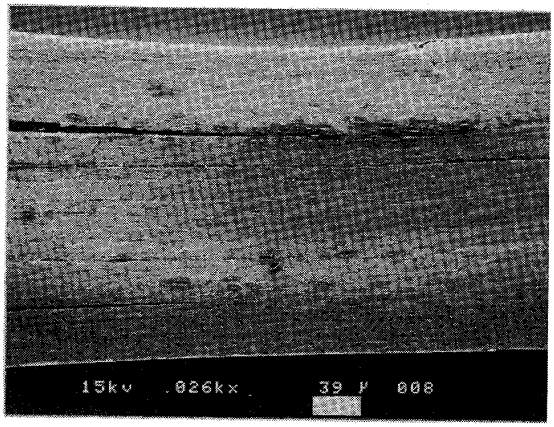


図６　層間せん断部分の様相

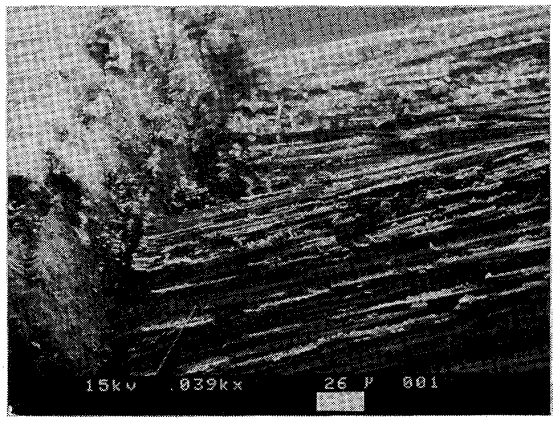


図７　層間せん断破断面のＳＥＭ写真

３．３　成形条件の影響

エポキシ樹脂の内部に残留していると思われるボイドを考慮して、オートクレーブ装置を用い一次硬化時に加圧熱硬化を行なった。結果を図９に示す。今回の成形では加圧による影響は確認することができなかった。

３．４　サイジング処理効果

有効付着量０．１５％でサイジング処理を行なった場合の酸化時間を変化させたＩＬＳＳの変化を図10



NII-Electronic Library Service

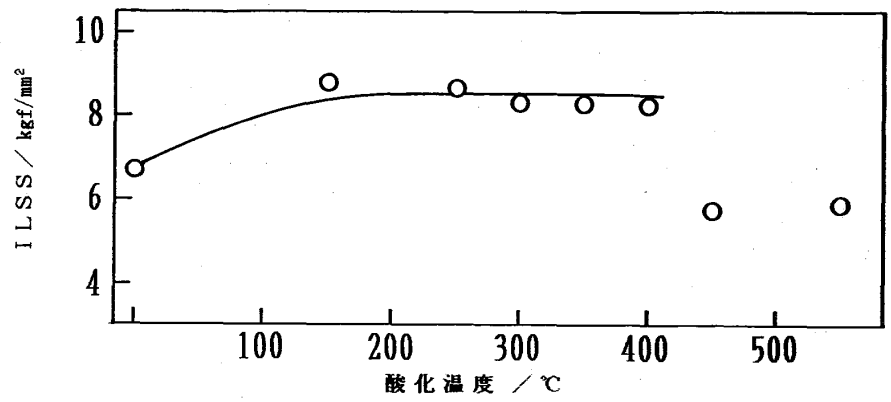


図８　酸化温度の変化に伴うＩＬＳＳの変化 （酸化時間１５０min）

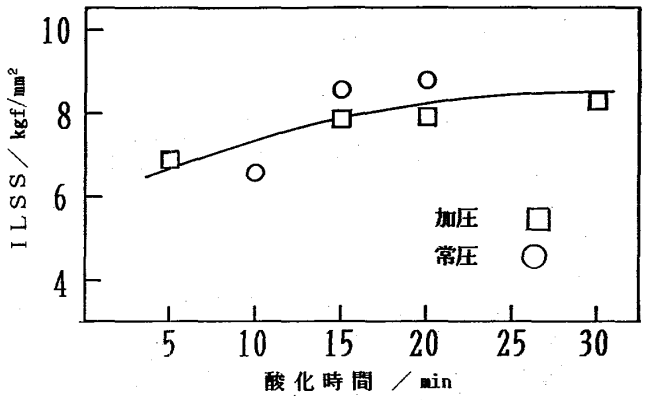


図９　成形条件の影響

に示す。また酸化処理及び酸化＋サイジング処理の一般的な荷重－たわみ曲線を図11に示す。図10よりサイジング処理はＩＬＳＳの上昇にあまり影響を及ぼさないと思われる。また、図11では、サイジング処理を施してない場合ピーク値から急速に荷重が低下するのに対し、サイジング処理を施した物はピーク値付近から荷重が低下しても再び回復してきて破断待て時間がかかる。このことより、ＣＦに付着しているサイジング剤はＣＦＲＰの破壊挙動の様相に影響を及ぼしていると考えられる。

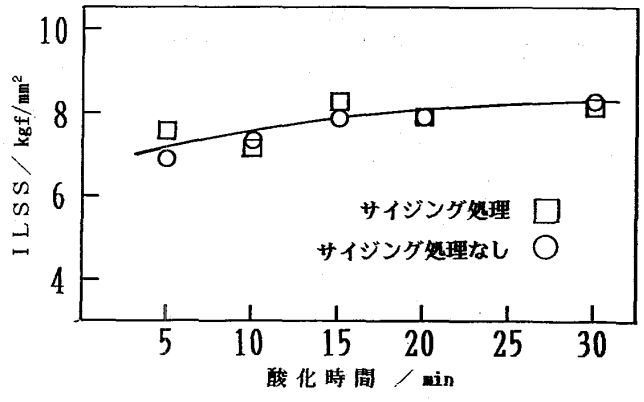


図１０　サイジング処理の影響

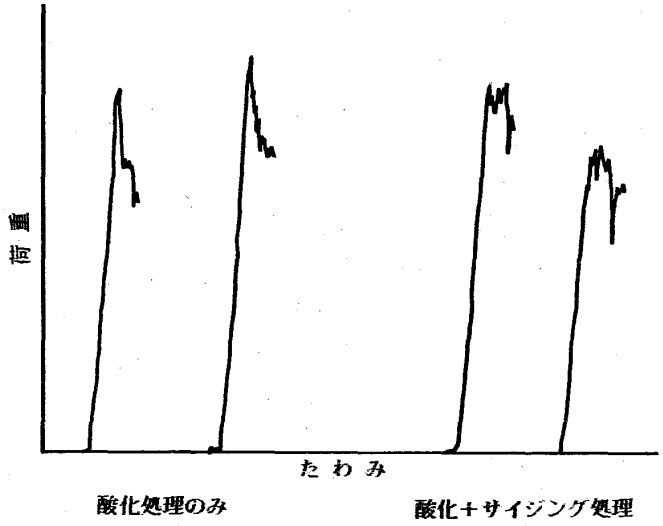


図１１　荷重－たわみ曲線

## ４．結論

以上の実験結果より、空気酸化による表面処理はＣＦＲＰの層間せん断強度の上昇によい影響を及ぼすことが確認できた。そして、その最適酸化温度は１５０℃－２５０℃と比較的低く、その時の最適酸化時間は１０min－１５min程度と比較的短いことが確認できた。

またサイジング処理は層間せん断強度の上昇に深く起因するというよりも成形時のＣＦの操作性の向上及び、ＣＦＲＰの機械的性質において層間せん断強度以外のパラメータに影響を及ぼすものと思われる。



NII-Electronic Library Service