

## 連續炭素繊維強化ポリアミド6のオゾン酸化処理による強度向上

日大生産工(院) ○小熊 広之 日大生産工 平山 紀夫  
名古屋大 邊 吾一

### 1 まえがき

近年、地球温暖化の原因の1つとされるCO<sub>2</sub>等温室効果ガスの排出低減のための取り組みが世界規模で進められている。この一例として航空機、自動車等の輸送機関の軽量化による燃費向上の取り組みが挙げられる。軽量化を図る1つの手法として、比強度・比剛性に優れる炭素繊維強化複合材料(CFRP)の適用事例が増えているが、特にマトリックス樹脂に熱可塑性樹脂を使用した炭素繊維強化熱可塑性樹脂複合材料(CFRTP)はリサイクルや補修が可能であり、成形サイクルの短縮化等の可能性が高く、製造コストの軽減が期待できる<sup>1)</sup>ため、今後の利用拡大が予想されている。

本研究では、強化繊維として平織の炭素繊維(CF)織物を、マトリックス樹脂にはポリアミド6(PA6)を使用し、オゾン酸化処理を用いてCF織物とPA6フィルムの両方に表面処理を行った際、CFRTPの力学特性に与える影響を検証した。

### 2 実験方法および測定方法

#### 2.1 CF織物に対するオゾン酸化処理

容積5ℓのデシケータ中にCF織物を設置し、デシケータ内を攪拌しながら、オゾン-酸素混合ガスを通気した。オゾンは酸素ガスを原料として無声放電式オゾン発生器により発生させ、安定的に得られる高濃度の条件として、流量20ℓ/h、濃度60mg/ℓで供給した。オゾン酸化処理前後のCF表面の化学結合の状態変化をX線光電子分光分析装置(XPS)により調べた。

#### 2.2 PA6フィルムに対するオゾン酸化処理

2.1と同様の方法でPA6フィルムのオゾン酸化処理を行った後、接触角計による親水性の評価、フーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)による表面の酸素含有官能基の分析を行った。

#### 2.3 曲げ試験の実施

市販のCF織物、CF表面に塗布されたサイ

ジング剤を除去するためアセトン洗浄処理したCF織物及びオゾン酸化処理したCF織物とオゾン酸化処理及び未処理のPA6フィルムを用いて曲げ試験片を作製しJIS-K7074に準じた曲げ強度試験を行った。併せて繊維体積含率(Vf)、空洞率(Vv)をJIS-K7075に準じて測定した。

### 3 実験結果および考察

#### 3.1 CF織物へのオゾン酸化処理の影響

アセトン洗浄処理によりサイジング剤を除去したCF織物を用いて、オゾン酸化処理前後の表面官能基分析を行った。また、CF織物に対するオゾン酸化処理時間が2時間を超えるとCF束の最大引張荷重が低下する<sup>2)</sup>ことから、CF織物へのオゾン酸化処理時間は2時間とした。

オゾン酸化処理前後のCF表面についてXPSを用いた表面官能基分析を行い、C-C、C-O、C=O、O-C=Oの成分構成比を求めFig.1に示した。Fig.1からオゾン酸化処理の効果によりPA6との界面接着性を向上させる働きをする極性を持った酸素含有官能基(C-O、C=O、O-C=O)の成分構成比が増加していることが示された。

#### 3.2 PA6フィルムへのオゾン酸化処理の影響

オゾン酸化処理時間と接触角との関係をFig.2に示す。本研究で使用した市販のPA6フィルムは片面にコロナ処理が施されているため、オゾン酸化処理前ではコロナ処理面の方が接触角の値が小さくなつた。しかし、オゾン酸化処理を3時間行うと両面とも親水性が大幅に向上し、両面の接触角はほぼ同一となつた。

次にオゾン酸化処理前とオゾン酸化処理を3時間行ったPA6フィルムの表面について、FT-IRで測定した結果をFig.3に示した。この図から、オゾン酸化処理の効果により親水性を示す官能基であるカルボニル基(C=O)が新

---

Improvement of strength for PA6 reinforced with continuous carbon fibers  
by using ozone oxidation treatment

Hiroyuki OGUMA, Norio HIRAYAMA and Goichi BEN

たに生成されていることが示された。オゾン酸化処理を行うことで親水性が向上したのは、この官能基の影響であると考えられた。

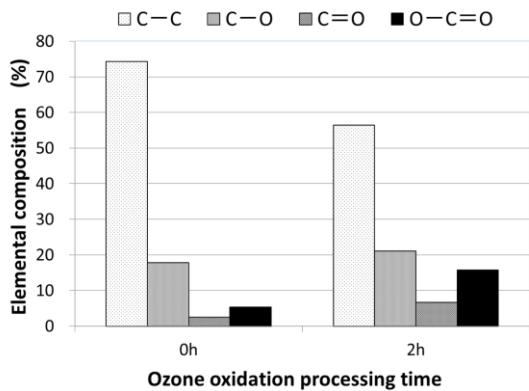


Fig.1 オゾン酸化処理時間とCF表面上の酸素含有官能基の成分構成比との関係

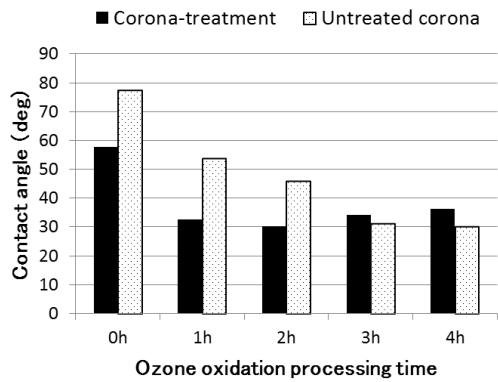


Fig.2 オゾン酸化処理時間とPA6フィルムの接触角の変化

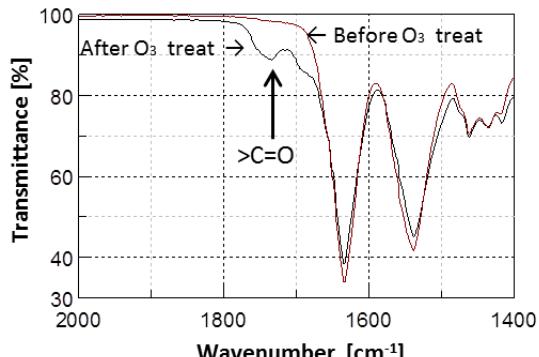


Fig.3 オゾン酸化処理前後のPA6フィルムの赤外吸収スペクトル

### 3.3 オゾン酸化処理が曲げ強度に与える影響

曲げ試験結果をFig.4に示す。CF織物とPA6フィルムの両方にオゾン酸化処理を行うとオゾン未処理と比較して曲げ強さが2倍以上高い値を示した。どの試験片もVfとVvは、ほぼ同じ値であることから、オゾン酸化処理の効果によりCFとPA6界面での接着性が向上したため曲げ強さが向上したと考察した。次に各試料の

代表的な応力-ひずみ線図をFig.5示す。CF織物とPA6フィルムの両方にオゾン酸化処理した試験片は、弾性変形的な挙動を示した後、脆的に破損に至ったのに対し、未処理の試験片は応力が低くなり、降伏現象の様な応力-ひずみ線図を示し、表面処理の有無により波形が異なった。

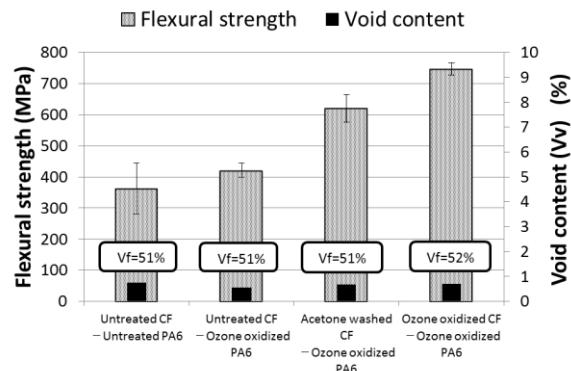


Fig.4 表面処理と曲げ強さ、Vf, Vvとの関係

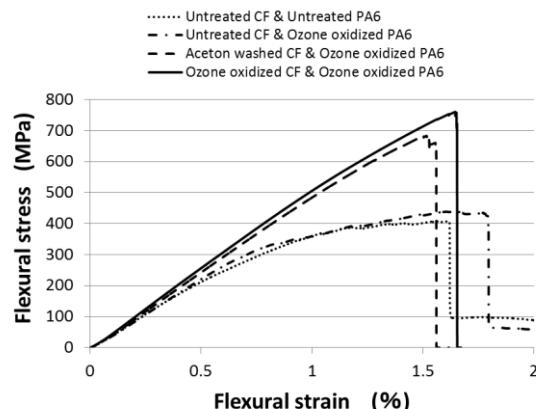


Fig.5 各試料の代表的な応力-ひずみ線図

### 4.まとめ

CF織物とPA6フィルムの両方にオゾン酸化処理を行ったところ、未処理と比較して曲げ強さが2倍以上高い値を示した。これは、オゾン酸化処理の効果によりCFとPA6界面での接着性が向上したためと考えられる。

### 「参考文献」

- E.M.Silverman, W.C.Forbes., Cost analysis of thermoplastic composites processing methods for spacecraft structures, SAMPE Journal, 26, 6(1990), 9-15.
- 小熊広之, 熊谷知哉, 坂本大輔, 関根正裕, 平山紀夫, 邁吾一, 連続炭素繊維強化ポリカーボネートのオゾン酸化処理による強度向上, 日本複合材料学会誌, 42, 5(2016), 178-184.