

酸化処理による CFRTP の機械的特性の向上

日大生産工 (院) ○能勢 祐治 日大生産工 平山 紀夫 染宮 聖人

1. 緒言

液晶ポリマー (以下, LCP) は線膨張係数が低く, 寸法安定性や耐熱性, 耐薬品性, ガスバリア性, 高周波領域での電気的特性, 低吸水性に優れることから, スマートフォンなどに搭載されているコネクタやパソコンなどの内部構造部品, 軸受などに使用されている. その一方で, LCPは強化繊維である炭素繊維との接着性が低い, 繊維強化熱可塑性プラスチックのマトリックス樹脂として用いることが困難であった.

そこで本研究では, LCPと炭素繊維との接着性を向上させるために, 炭素繊維に対して表面改質を実施し, 機械的特性の向上を試みた. 本報告では, 表面改質を施した炭素繊維を強化材として, 計4種類のLCPをマトリックスとする炭素繊維強化熱可塑性プラスチック (以下, LCP-CFRTP) を作製した. そして, これらのLCP-CFRTPの曲げ試験を実施し, 炭素繊維の表面改質が機械的特性に及ぼす影響について明らかにした.

2. 炭素繊維の表面改質処理

本研究では, 炭素繊維の表面改質方法として, 有機溶剤 (アセトン) による収束剤 (サイジング剤) の除去, 加熱処理によるサイジング剤の除去, オゾン酸化の3種類の検討を行った.

2.1 アセトン処理

炭素繊維に塗布されているサイジング剤を除去するために, アセトンに炭素繊維1plyずつ30秒間浸した. その後, 浸した炭素繊維を再び未使用のアセトンに2時間浸し, 自然乾燥させた.

2.2 熱処理

アセトン処理で除去できなかったサイジング剤を燃焼させる目的で, 電気炉を用いて炭素繊維を大気中400 °C×15分間の条件で行った¹⁾.

2.3 オゾン酸化処理

オゾン酸化処理により炭素繊維や樹脂フィルムに酸素含有官能基が導入され, 界面接着性が向上する²⁾. 本研究では, 無性放電オゾン発生器によりオゾン濃度を142 mg/Lに調整したオゾン-酸素混合ガスを流量30 L/hで容量が11.5 Lのデシケータ内に2時間流入させ, 炭素繊維とLCPフィルムの酸化処理を別々に行った.

3. 成形方法および曲げ試験

3.1 成形条件と供試材

LCP-CFRTPのマトリックス樹脂にはフィルム状のLCP (ペリキュール, 千代田インテグレ株) 29枚を用いた. 一方で, 強化繊維は平織炭素繊維 (CO6343, 東レ株) 8plyを用いた. 成形方法はプレス成形法を採用し, 平板形状の金型に, 最上面と最下面LCP4枚, 中間層はLCP3枚と炭素繊維1plyを交互に積層した. そして, 305 °C×15分間の条件で熔融させ, その後, 油圧成形機を用いて3.65 MPa×1分の条件で成形した.

3.2 試験方法

本研究で作製したLCP-CFRTPの機械的特性を評価するために, JIS K 7074に準拠して3点曲げ試験を行った. 試験には万能試験機 (株島津製作所) を用いて行い, 試験片寸法は, 長さ(l)が100 mm, 幅(b)が15 mm, 厚さ(h)が2 mm, 試験片本数は5本とした. 試験条件は支点間距離(L)が80 mm, 試験速度が5 mm/minで行った. また, 曲げ強度は以下の式により算出した.

$$\sigma = \frac{3FL}{2bh^2} \quad (1)$$

3.3 試験結果

本研究で作製したLCP-CFRTPの処理条件をTable 1に示す. また, LCP-CFRTPの3点曲げ試験の結果をFig. 1に示す. Fig. 1のNo. 1~No. 4に

注目すると、炭素繊維にアセトン処理、熱処理、オゾン酸化処理の工程を積み重ねるにつれて曲げ強度が段階的に向上していることが確認できる。一方で、No. 5はNo. 4に比べ、強度が約20%低下している。これは、ポイドと繊維体積含有率 (V_f) が低いことが強度低下の要因として考えられる。

4. SEM観察

LCP と炭素繊維の接着状況を確認するため、3点曲げ試験により破損した断面を走査電子顕微鏡 (株キーエンス) にて観察した。その観察結果を Fig. 2 に示す。Fig. 2(a)から分かるように、サイジング剤が塗布された炭素繊維の表面に LCP がほとんど付着していないことが確認できる。一方で、表面改質処理を施した炭素繊維の表面には LCP が付着していることが観察された。

以上のことから、サイジング剤が炭素繊維と LCP との界面接着を阻害していることが示唆され、LCP に関しても他の熱可塑性樹脂と同様に、サイジング剤の除去、熱処理、オゾン酸化処理による界面接着性の向上が図れることが確認できた。

5. 結言

本研究では、炭素繊維織物に対して、4種類の表面改質を実施し、LCP との接着性の向上を試みた。その結果、サイジング剤を除去することで LCP と炭素繊維の接着性が向上し、CFRTP の曲げ強度が改善された。さらに、オゾン酸化処理を施すことにより、曲げ強度が約 470MPa まで向上することがわかった。

参考文献

- 1) 杉俣悦郎, 石田応輔, 附木貴行, 上田久偉, 奥村航, 長谷部裕之, 森大介, 鶴澤潔, “サイジング剤の熱処理が CFRTP 複合材料の機械的強度に及ぼす影響”, *Journal of Fiber Science and Technology*, Vol. 76, No. 2, (2020) pp. 88-94.
- 2) 小熊広之, 坂本大輔, 原田雅典, 関根正裕, 平山紀夫, 邊吾一, “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*, Vol. 42, No. 5, (2016) pp. 178-184.

Table 1 Treatment of LCP-CFRTP.

	No. 1		No. 2		No. 3		No. 4		No. 5	
	resin	fiber								
Acetone	×	×	×	○	×	○	×	○	×	○
Heat	×	×	×	×	×	○	×	○	×	○
O ₃	×	×	×	×	×	×	×	○	○	○

*¹ Acetone: Acetone wash, O₃: Ozone oxidation

*² ○: Treated, ×: Untreated

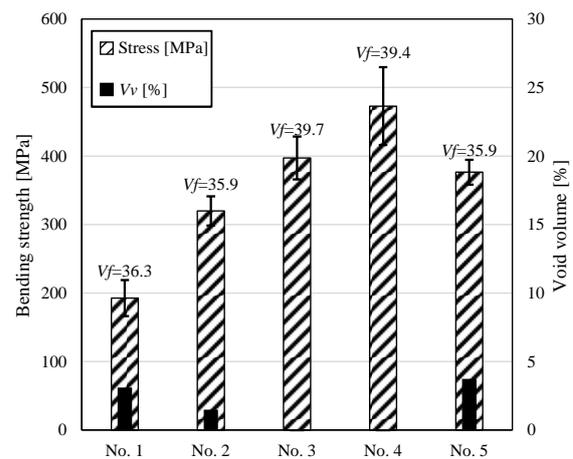


Fig. 1 Bending strength and void volume in different treatment condition.

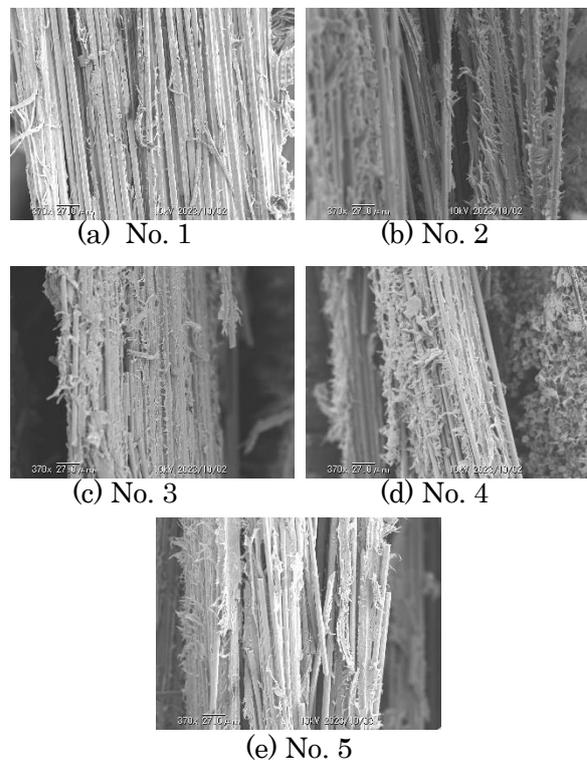


Fig. 2 SEM photographs of LCP-CFRTP.