

B1 平織炭素繊維とポリイミドによる CF RTP の高温環境下での力学特性

岡田瑞生 (日大), 上田政人 (日大), 後藤健 (JAXA),
横関智弘 (東大), 仲井朝美 (岐阜大), 小林訓史 (首都大)

Mizuki Okada (Nihon Univ.), Masahito Ueda (Nihon Univ.), Ken Goto (JAXA)

Tomohiro Yokozeki (Univ. Tokyo), Asami Nakai (Gifu Univ.)

Satoshi Kobayashi (Tokyo Metropolitan Univ.)

1. 緒言

炭素繊維強化プラスチック (CFRP) は比剛性に優れるため, 航空宇宙機器部材として広く使用されている. 一般に CFRP は, 炭素繊維に熱硬化性樹脂を含浸させた状態のプリプレグシートをバキュームバックで包み減圧後, オートクレーブ内で加圧, 加熱して成形する. また, プリプレグシートは樹脂が半硬化している状態であるため, 保存には -20°C 程度に冷却しておく必要がある. 従って, 成形に手間や時間が掛かり, 冷凍庫やオートクレーブなどの設備投資も必要であることから成形コストが高くなる問題点を有する.

一方, 母材を熱可塑性樹脂とした CF RTP は, 常温での保管が可能であり, またホットプレスを用いて成形することができるため, 成形コストの削減が可能である. また, 耐熱性や力学特性に優れるスーパーエンジニアリングプラスチックを母材に用いれば, 高温環境下での使用も可能な構造部材として使用できる.

スーパーエンジニアリングプラスチックの中でも熱可塑性ポリイミドはガラス転移温度が高いため, 炭素繊維強化ポリイミド (CF/PI) は高温環境下での力学特性に特に優れると考えられる¹⁾. これまでに短繊維を用いた CF/PI に対して, 高温環境下での力学特性に及ぼす繊維体積含有率の影響²⁾や母材であるポリイミドのフィジカルエージングの影響³⁾などが報告されている. 一方で, 構造部材として使用する場合には, 短繊維ではなく連続繊維を用いた CF/PI が必要である.

そこで本研究では, 熱可塑性ポリイミドの強化繊維として平織炭素繊維を用いて CF/PI を製作した. 人工衛星周回軌道上での使用を想定して, 高温環境下における曲げ弾性率とクリープ変形挙動について検証した.

2. 供試材料

強化繊維には炭素繊維 T300-3K (東レ) の平織材を用い, 母材には熱可塑性ポリイミド (AURAM, 三井化学) を用いた. ホットプレス法により, 炭素繊維平織材とポリイミドフィルムから CF/PI を成形した. 炭素繊維平織材の積層数は 9 層であり, 成形後の板厚は 2mm であった. 繊維体積含有率は燃焼法 (JIS K7075) により測定した結果 53% であった. 樹脂のガラス転移温度は DSC 測定により $T_g = 250^{\circ}\text{C}$ であった. クリープ試験におけるフィジカルエージングの影響を排除するため, クリープ試験前には最高試験温度の 220°C にて試験時間の 10 倍である 1000 分間の熱処理を施した⁴⁻⁶⁾.

3. 高温環境下での曲げ弾性率

3.1 実験方法

JIS K7074 に準拠して、CF/PI の 4 点曲げ試験を実施した。試験片形状は長さ 100mm，幅 15mm，厚さ 2mm の短冊状である。四点曲げ治具の負荷点間距離は 27mm であり，支持点間距離は 81mm である。試験速度は 6mm/min とした。試験温度は 23°C（常温），90°C，120°C，150°C，250°C，270°C，310°C であり，それぞれ 5 回の測定を実施した。

実験結果より，曲げ弾性率 E_b 及び曲げ弾性率の保持率 R_x を次式により算出した。

$$E_b = \frac{23L^3}{108bh^3} \frac{P}{\delta} \quad (1)$$

$$R_x = \frac{E_x}{E_{23}} \times 100 \quad (2)$$

ここで， L は四点曲げ支持点間距離， b は試験片幅， h は試験片高さ， P/δ は四点曲げ試験による荷重-変位線図の傾きである。 R_x はある温度 $x^\circ\text{C}$ での曲げ弾性率の保持率， E_{23} ， E_x はそれぞれ 23°C と $x^\circ\text{C}$ とにおける曲げ弾性率を示す。なお， $x = 90^\circ\text{C}$ ， 120°C ， 150°C ， 250°C ， 270°C ， 310°C である。

3.2 実験結果

各温度環境下における曲げ弾性率の保持率を図 1 に示す。樹脂単体及び CF/PI とともに，ガラス転移温度の 250°C 付近から保持率が低下しているが，樹脂単体よりも炭素繊維で補強した CF/PI の方が曲げ弾性率の保持率が高い。また，人工衛星周回軌道上での最大温度である 120°C 程度であれば，CF/PI の曲げ弾性率は減少しない。

4. クリープ試験

4.1 実験方法

JIS K7088 に準拠して CF/PI の 4 点曲げクリープ試験を実施した。試験片形状及び使用治具は前章と同様である。まず，クリープ試験における負荷応力を決定するため，曲げ強度の 10%～50% の応力を負荷して 1000 秒間のクリープ試験を 23°C 環境下で実施した。得られたクリープコンプライアンス線図を図 2 に示す。これより曲げ強度の 35% 以下の負荷応力であれば，その大きさに依存せずに同じクリープ挙動を示している。従って，本研究では曲げ強度の 35% の応力を負荷して，クリープ試験を実施した。

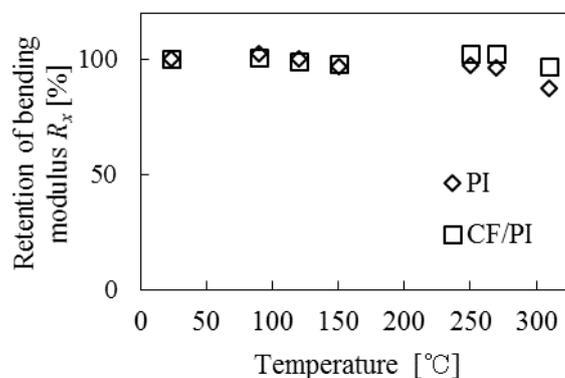


Fig. 1 Retention of bending modulus at elevated temperature

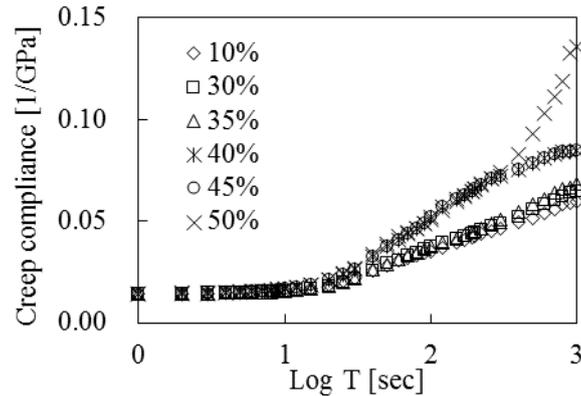


Fig. 2 Creep compliance curves by different stress level

試験温度を 23°C, 120°C, 150°C, 220°C に設定し, 負荷応力を曲げ強度の 35% として 100 分間のクリープ試験を実施した. 得られたクリープ変位 S_c より, 式(3)を用いてクリープコンプライアンス $D_c(t, T)$ を算出した.

$$D_c(t, T) = \frac{\varepsilon_c(t, T)}{\sigma} = \frac{108S_c(t, T)b}{23l^2} \frac{bh^2}{wl} \quad (3)$$

4.2 実験結果

各試験温度でのクリープコンプライアンスと時間との関係を図 3 に示す. これより基準温度を 120°C として, 温度-時間換算則を用い作成したクリープコンプライアンスのマスターカーブを図 4 に示す. マスターカーブは一本の曲線で表されており, 線形粘弾性理論の適用が可能であることを示している.

図 5 には, マスターカーブを作成した際の移動量であるシフトファクター $a_{T0}(T)$ と温度との関係を示す. ここで, アレニウスの式は次式で表される.

$$\ln a_{T0}(T) = \frac{\Delta H}{2.303R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \quad (4)$$

ここで ΔH は活性エネルギー, R はガス定数, T_0 は基準温度, T は任意の温度である.

シフトファクターと温度とには線形的な関係があり, アレニウス型の時間-温度換算則が成立している. 一般に, シフトファクターはガラス転移温度付近において傾きが変わるが, 本実験ではガラス転移温度以下で試験を実施したために, 傾きの変化は観察されなかった.

5. 結言

平織炭素繊維と熱可塑性ポリイミドとを用いた CF/PI の高温環境下での曲げ特性について評価を行った. 得られた結果を以下に示す.

- (1) ポリイミドのガラス転移温度である 250°C 以下では, CF/PI の曲げ弾性率は減少しない. 一方, 250°C 以上では曲げ弾性率は減少し始めるが, 樹脂単体と比較して CF/PI ではその減少率が小さい.
- (2) クリープコンプライアンスのマスターカーブを一本の曲線で表すことができ, 23°C~220°C の温度域においてアレニウス型の時間-温度換算則が適用できることを示した.

6. 参考文献

- 1) A. R. Offringa, Carbon fiber reinforced thermoplastics in Aerospace – a huge potential, 炭素繊維協会 第 26 回複合材料セミナー資料, (2013), pp. 63-72.
- 2) 岩本典之, 宗宮詮, 熱可塑性ポリイミド系 CFRTP のクリープコンプライアンスに及ぼす繊維含有率の影響, 日本機械学会論文集 (A 編), Vol. 61, No. 589 (1995), pp. 1951-1956.
- 3) 坂井建宜, 野溝寿一, 宗宮詮, 炭素繊維強化熱可塑性ポリイミドのクリープ挙動に及ぼすフィジカルエージングの影響, 実験力学, Vol. 10, No.4 (2010), pp. 401-406.
- 4) L. C. E. Struik, Physical aging in amorphous polymers and other materials, (1978) Elsevier Science Publishing Co., New York.
- 5) K. M. Bernatz, L. Girl, S. L. Simon and D. J. Plazek, Physical aging by periodic creep and interrupted creep experiments, Vol. 111, No. 5 (1999), pp.2235-2241.
- 6) L. C. Brinson and T. S. Gates, Effect of physical aging on long term creep of polymers and polymer matrix composite, International Journals of Solids and Structures, Vol. 32, No. 6-7 (1995), pp.827-846.

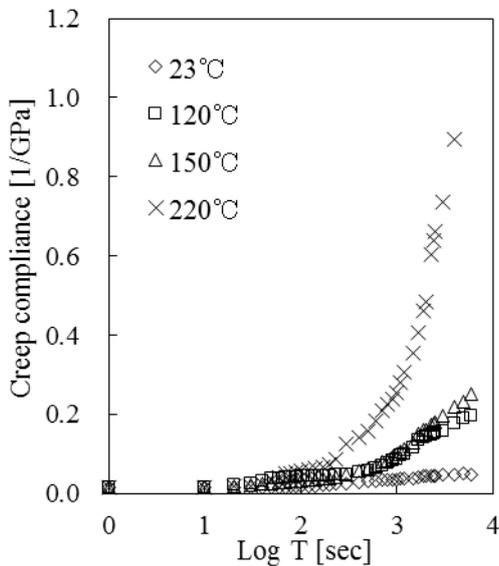


Fig. 3 Creep compliance curves

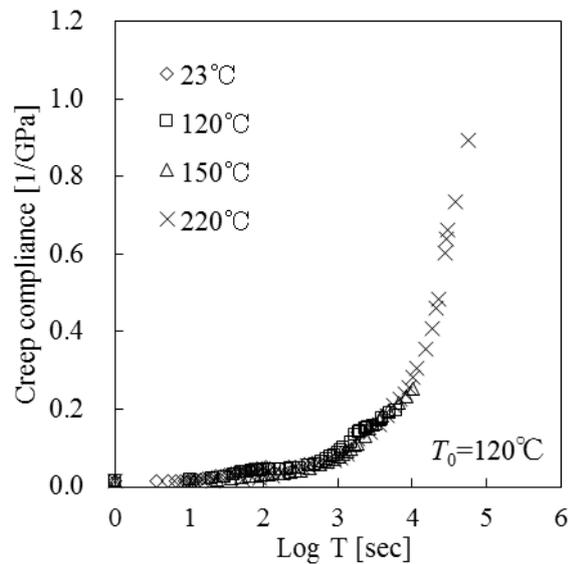


Fig. 4 Master curve of creep compliance

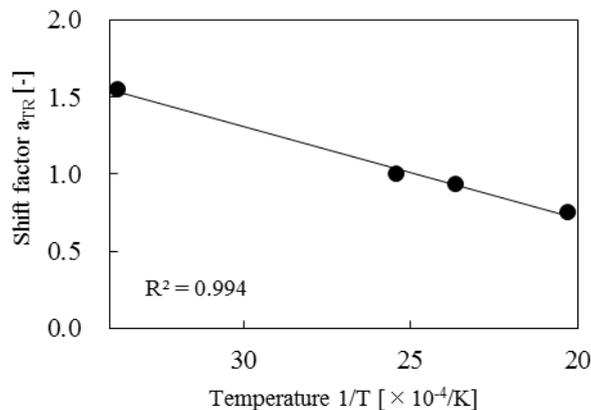


Fig. 5 Effect of temperature on time-temperature shift factor