

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 16 日現在

機関番号：25301

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2013～2014

課題番号：25870643

研究課題名(和文)超音波加振を用いた冷間ニードルパンチによるCFRTP層間特性の向上とその評価

研究課題名(英文) Inter-laminar fracture toughness enhancement of CFRTP by using super-sonic needle punching

研究代表者

小武内 清貴 (Obunai, Kiyotaka)

岡山県立大学・情報工学部・助教

研究者番号：30614367

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,700,000円

研究成果の概要(和文)：本研究課題では、平織炭素繊維とPA6シートからなる炭素繊維強化熱可塑複合材料(CFRTP)に対し、超音波加振したニードルを面外方向に繰り返し刺突する超音波加振ニードルパンチ処理を提案した。超音波加振ニードルパンチ処理を施したCFRTPの曲げ特性およびModeI層間破壊じん性を調査した結果、超音波加振ニードルパンチ処理によってCFRTPの面外方向に杭状の樹脂流れが誘起されることが分かった。この杭状の樹脂流れによって、超音波加振ニードルパンチ処理はCFRTPの曲げ特性を損なうことなく、ModeI層間破壊じん性を向上可能であるとの知見を得た。

研究成果の概要(英文)：This study proposes an effective technique to improve the inter-laminar property of CFRTP. In this study, CFRTP in which matrix was made of PA6 was fabricated. The fabricated CFRTP was cut into strip specimen. The fabricated specimen was super-sonic needle punching with designated condition. The super-sonic needle punch technique was employed to specimen and its effect of inter-laminar property was characterized under four-point bending and Mode I load. Test results showed that the higher bending strength was obtained by super-sonic needle punching specimen compared to that of hot needle punched specimen. DCB test results also showed that the critical load and fracture toughness at initial crack propagation was improved by super-sonic needle punching. These results revealed that the super-sonic needle punching was effective to improve Mode I inter-laminar fracture toughness of CFRTP without degradation of bending characteristics.

研究分野：機械材料・材料力学

キーワード：複合材料 熱可塑性樹脂 層間破壊じん性

1. 研究開始当初の背景

CFRTP は軽量 (比重が 1.5g/cm³~), 高強度 (400MPa~), 高弾性率 (150GPa~) 等, 高い機械的特性を持ち, また繊維配向を変更することによってポアソン比を変更できるなど使用用途に合わせた材料設計を行える先端材料である. これらの優れた特性から, 鉄やアルミ等の金属材料に替わる素材として, 車輻や航空機への応用が増加している. 一般に, 高強度・高じん性を有する長繊維強化複合材料は, 繊維方向と繊維直交方向の間で機械的特性(弾性率及び強度)に異方性を有する. そのため, 構造材等に使用する際には, 繊維方向の異なる層を積層し, 異方性を低減させた上で使用するのが一般的である. しかし繊維方向の異なる層間において弾性率が急激に変化することから, その変形初期に層間剥離を生じる可能性が大きい. CFRTP においては, 母材樹脂の高じん化や繊維と樹脂の界面の高強度化等が試みられてきた. また, 三次元織物やスティッチング等, 厚み方向に強化した強化材を用いる方法や, Z-pinning 等, 微小なピンを板厚方向に挿入する方法等も模索されている. しかし, CFRTP では母材樹脂の粘度が高く, これらの方法をそのまま CFRTP に応用することは難しい.

申請者は CFRTP の層間特性向上を目的に, 母材樹脂を加熱し, 面外方向に特殊な形状のニードルを刺突する熱間ニードルパンチ処理(以下, NP 処理)を提案した. 本処理を行うことにより面内方向の強化繊維が面外方向に再配向され, 層間が強化されることを明らかにした. しかし, 熱間ニードルパンチ処理では, ニードル刺突時に CFRTP 内部繊維が折損し, 曲げ強度が大きく低下するといった欠点がある. また, 実成型品への応用を考慮すると, 成型品全体を加熱することは難しく, 加熱せずに層間を強化する方法が望まれる.

2. 研究の目的

以上より, 本研究課題では成型品の全体加熱に替わり, ニードルを超音波加振することによってニードル先端の樹脂のみを局所的に軟化, ニードル刺突を行う, 超音波加振 NP 処理を提案する. 本報では, CF/PA6 からなる CFRTP を作製し, 超音波 NP 処理を施した. 処理を行った試験片に 4 点曲げによる負荷および層間 Mode I 負荷を与え, 超音波 NP 処理が CFRTP の曲げ特性および層間破壊じん性に与える影響を調査した.

3. 研究の方法

3.1 CFRTP 作製方法

本研究課題では, CF/PA6 複合材料をプリプレグから作製した. プリプレグは 0.1 mm 厚の PA6 シートと平織炭素繊維をヒートプレスすることにより作製した. まず, ペレット状の PA6 樹脂 (TORAY, CM1017) から 0.1 mm 厚のシートをヒートプレスにより作製した. ペレット状の PA6 樹脂を 240°C で 1 min 予熱した後,

240°C, 5 MPa で 2 min 加圧した.

次に, 作製した 0.1 mm 厚シートと平織炭素繊維 (TORAY, C06343) を重ね合わせヒートプレスすることによりプリプレグを作製した. 作製条件は, 240°C で 1 min 予熱した後, 240°C, 5 MPa で 3 min 加圧とした.

作製した 10 枚のプリプレグをテフロンバッグ内に設置し, 真空ポンプによりバッグ内の空気を吸引した. プリプレグを密封したテフロンバッグを 240°C で 1 min 予熱した後, 240°C, 5 MPa で 3 min 加圧しプリプレグ同士を圧着させた. 作製した CFRTP の積層構成は $[0^0-90^0]_{14}$ とし, 厚みは約 3.5 mm, 繊維体積含有率は 50% 程度の CF/PA6 複合材料を作製し供試材とした.

3.2 超音波ニードルパンチ処理

図 3-1 に本研究にて使用した試験装置を示す. 本装置は制御 PC によって駆動される XYZ テーブルと超音波ウェルダ (超音波工業製 UPW0228), ニードルホーンから構成される. 図 2 にニードルホーン先端の拡大図を示す. ニードルホーンを周波数 28 kHz の超音波にて加振し, 試験片表面から 3 mm の深さまで刺突し, その後引き抜いた. 超音波加振出力を 100% とした時のニードル先端での振幅は 83.0 μm p-p である. 本研究では, 単位面積当たりのニードル刺突回数 (以下, NP 密度) が 15 /cm² となるよう, 図 3 に示すように 2 mm 間隔にてニードル刺突を行った. また模擬き裂先端部もしくは試験片の自由境界である側面からニードル刺突位置までの距離を 2 mm とした.

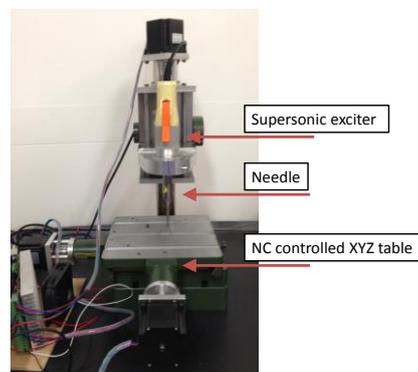


Fig. 3-1 Testing apparatus.

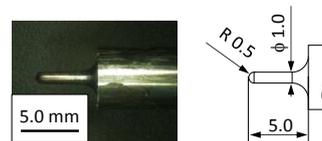


Fig. 3-2 Configuration of needle tip.

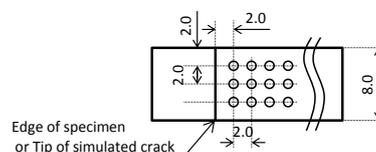


Fig. 3-3 Schematic illustration of needle punched specimen.

3. 3 四点曲げ試験

JIS-K 7074 に基づき 4 点曲げ試験を行った。小型卓上試験機(島津製作所製 EZ-L)を用い、内部支点間距離 17 mm, 外部支点間距離 51 mm, 圧子降下速度 5 mm/min にて 4 点曲げを行った。有効試験片本数(n)は少なくとも 4 本以上とした。曲げ応力 σ_b および曲げひずみ ε_b は、以下の式を用い算出した。

$$\sigma_b = \frac{FL}{wt^2} \quad (3-1)$$

$$\varepsilon_b = \frac{4.78t}{L^2} \quad (3-2)$$

ここで, F , δ , L , w , t はそれぞれ荷重, たわみ, 支点間距離, 試験片の幅, 厚みを示す。なお, NP 材については刺突面を圧縮側として試験を行った。

3. 4 DCB 試験

小型卓上試験機を用いて DCB 試験を行った。図 3-4 に示すように試験片両面に $t:1.0$ mm アルミ板および荷重負荷用ブロックを接着し, Mode I 負荷を与えた。この際, 加重点中心から初期き裂先端までの長さを約 12 mm とし, 試験速度は 0.5 mm/min とした。試験中, 試験片側面をデジタルマイクロスコープにて観察し, 荷重負荷に伴うき裂進展長さの計測を行った。Mode I 層間破壊じん性は下式を用いて算出した。

$$G_I = \frac{3}{2t} \left(\frac{P_c}{w} \right)^2 \frac{(b\lambda_0)^3}{\alpha_1} \quad (3-3)$$

ここで, P_c は初期限界荷重, λ_0 および α_1 は COD コンプライアンスおよび無次元き裂長さおよび単位幅 COD コンプライアンスの立方根の傾きを表す係数である。

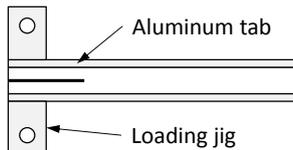


Fig. 3-4 DCB specimen.

4. 研究成果

4. 1 ニードル刺突荷重

図 4-1 にニードル刺突時に発生したニードル軸方向荷重とニードル刺突速度・超音波加振出力との関係を示す。図より, 刺突速度および超音波出力の違いに関わらず, 刺突時の荷重は最大でも 60N 程度であった。このことから小型ロボットアームや人力でも十分超音波ニードルパンチ処理を行うことが可能であると考えられる。また, 刺突速度の増加に伴い, 刺突荷重に対する超音波出力の依存性が高くなることが分かった。このことから, 刺突荷重を低減させるには, 超音波出力を高く, 刺突速度を低くすることが有効であることが分かった。

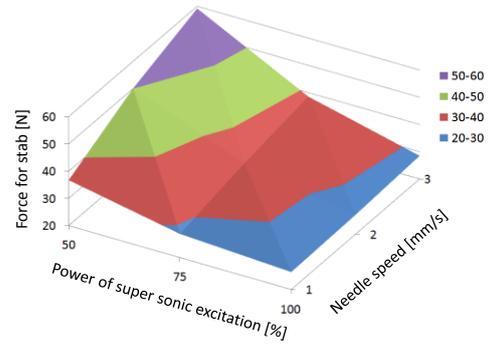


Fig. 4-1 Force for stab with respect to needle speed and power of supersonic excitation.

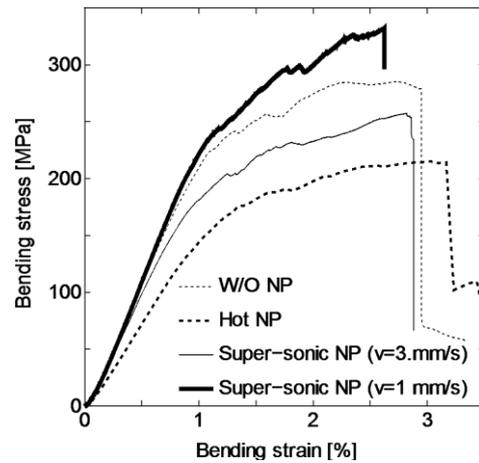


Fig. 4-2 Typical bending diagrams stress - bending strain diagrams.

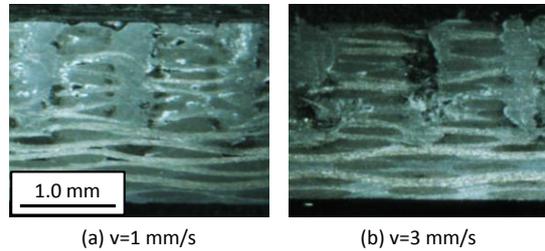


Fig. 4-3 Side views of super-sonic needle punched specimens.

4. 2 曲げ応力および曲げひずみ線図

図 4-2 に 4 点曲げ試験より得られた曲げ応力-曲げひずみ (σ_b - ε_b) 線図の一例を示す。比較のため熱間 NP 処理を行った試験片の結果も併記している。図より, 熱間 NP 処理材の曲げ剛性および強度は未処理材, 超音波 NP 処理材に比べ低下していた。これは熱間 NP 処理によって試験片長手方向の繊維に過度の屈曲および損傷が生じ, その結果曲げ特性が低下したと考えられる。一方, 超音波 NP 処理材では, 刺突速度の違いによって処理剤の曲げ特性に違いが見られ, 刺突速度の低い条件 ($v=1$ mm/s) にて処理した試験片の曲げ特性は, 未処理材のそれよりも良好であった。そこで, 超音波 NP 処理後の試験片側面を研磨し, 刺突部を観察した。図 4-3 に刺突部の光学顕微鏡観察結果を示す。

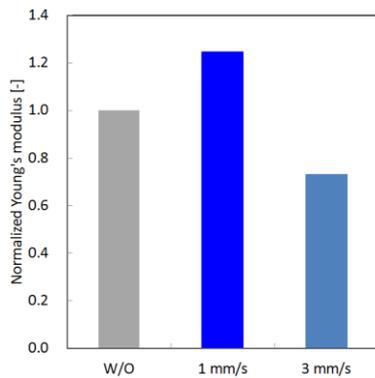


Fig. 4-4 Normalized Young's modulus of resin.

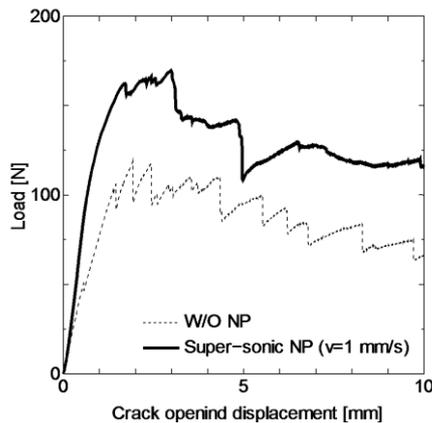


Fig. 4-5 Typical Load-COD diagrams.

図より、超音波 NP 処理によって、試験片面外方向に杭状の樹脂部が形成されていることがわかった。刺突速度の速い条件では刺突部に空隙が目立つのに対し、刺突速度の遅い条件では、刺突部の杭状樹脂は密であった。このことから、刺突速度の速い条件では、刺突部に形成された空隙が欠陥となり曲げ特性が低下したと考えられる。また、刺突部に形成された杭状樹脂の特性をダイナミック微小硬度計を用いて測定した結果を図 4-4 に示す。図より刺突速度の遅い条件で形成された樹脂部のヤング率は未処理材および刺突速度の速い条件でのそれに比べ向上していた。これらのことから、刺突速度の遅い条件では、刺突部周辺の冷却速度が緩やかとなり、樹脂の流動が促進されたと共に、樹脂の結晶化度が増加し、密でヤング率の高い杭状樹脂部が形成されたと考えられる。これらのことから、以降の超音波 NP 処理の刺突速度は 1 mm/s の条件に固定して議論を行った。

4. 3 DCB 試験結果

図 4-5 に DCB 試験より得られた荷重-き裂開口変位 (P-COD) 線図の一例を示す。図より、超音波 NP 処理材の最大荷重は、未処理材のそれに比べ約 40% 程度増加していることがわかった。試験中に目視で確認できた 1 回当りのき裂進展長さの平均値は、バージン材では 4.0 ± 1.6 mm であったのに対し、超音波 NP 材では 2.7 ± 0.8 mm と約 33% 低減し、き裂進展長さが刺突間隔 (2.0 mm) とほぼ同程度に抑制されていた。初期限界荷重より算出した超音

波 NP 材の Mode I 初期層間破壊じん性も未処理材の 3.0 kJ/m^2 に対し、 4.8 kJ/m^2 と向上が見られた。図 4-6 に DCB 試験中の超音波 NP 材のき裂先端を側面から観察したところを示す。図より、試験片上下部に架橋が生じていることが確認できた。図 4-7 に試験後のき裂面を SEM により観察した結果を示す。図より面内繊維が面外方向に再配向されているのが確認できた。これらのことから超音波 NP 処理による Mode I 層間破壊じん性の向上は、面外方向に再配向された繊維および刺突部に形成された杭状の樹脂によるものであると考えられる。

以上より、超音波加振ニードルパンチ処理は、CFRTP の曲げ特性を損なうことなく層間破壊じん性を向上させることが可能であることが分かった。

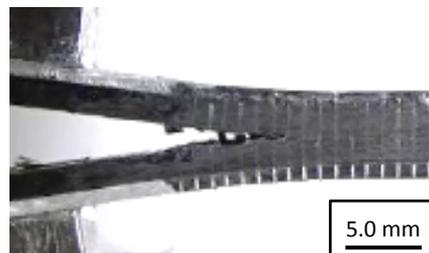


Fig. 4-6 Side view observation of DCB specimen.

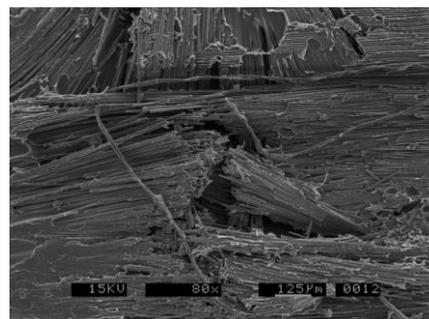


Fig. 4-7 SEM observation of fractured surface of DCB specimen.

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 4 件)

① Kiyotaka Obunai, Tadao Fukuta, Koichi Ozaki, Rei Yamagishi, Masahiro Yamamoto, Study on Patch Bonding for Recovery of Damaged Carbon Fiber Reinforced Thermoplastics by Four-Point Bending Method, Journal of Materials Science Research, Vol. 2, No. 3, pp. 60-67, 2013.

② 山本真大, 山岸鈴, 小武内清貴, 福田忠生, 尾崎公一, 曲げ損傷を受けた CFRTP の修繕性に関する基礎的研究, 機械学会論文集 A 編, Vol. 79, No. 802, pp. 759-763, 2013.

③ 小武内清貴, 大窪和也, 藤井透, 内部空孔に CNT を生成した C/C 複合材料の開発とそのトライボロジ特性, 材料, Vol. 63, pp. 356-361, 2014.

④Tadao Fukuta, Kiyotaka Obunai, Koichi Ozaki, Masato Tsutsui, Takuto Hara, Prediction Method of Fracture Strain for Non-Standardized Specimen Based on Local Absorbed Strain Energy Distribution, Journal of JSEM, Vol. 14, pp. 210-215, 2014.

[学会発表] (計 15 件)

①山内仁, 尾崎公一, 佐藤洋一郎, 福田忠生, 小武内清貴, エネルギー保存を考慮した画素値分布推定法, 電子情報通信学会画像工学研究会(東京), 2013/04/26

②山本真大, 小武内清貴, 福田忠生, 尾崎公一, ニードルパンチ処理とパッチ貼付を併用した CF/PA6 複合材料の修繕性評価, 2013 年度 JCOM 若手シンポジウム(石川), 2013/08/23

③小武内清貴, 福田忠生, 尾崎公一, マイクロ波照射による CF/Epoxy 複合材料からの炭素繊維抽出, 第 5 回自動車用途コンポジットシンポジウム(京都), 2013/10/26

④ Masato Tsutsui, Takuto Hara, Tadao Fukura, Kiyotaka Obunai, Koichi Ozaki, Prediction Method of Fracture Strain for Non-Standardized Specimen Based on Local Absorbed Strain Energy Distribution, 8th International Symposium on Advanced Science and Technology in Experimental Mechanics(宮城), 2013/11/4

⑤山本真大, 小武内清貴, 福田忠生, 尾崎公一, ニードルパンチ処理を施した CF/PA6 複合材料の ModeI 層間破壊じん性評価, 成形加工シンポジウム'13(岡山), 2013/11/7

⑥藤谷亮平, 小武内清貴, 大窪和也, 藤井透, 炭素前駆体へのガラス繊維の添加による C/C 複合材料の摩擦係数の温度依存性の低減, 日本機械学会 M&M2014 材料力学カンファレンス(福島), 2014/07/18

⑦原卓土, 小武内清貴, 福田忠生, 尾崎公一, 輝度エネルギーの保存を考慮した画素補完法の提案と工学的非接触ひずみ計測への応用, 日本実験力学学会 2014 年度年次講演会(兵庫), 2014/08/28

⑧太才大陸, 福田忠生, 小武内清貴, 尾崎公一, 円周切欠き付小型丸棒試験片を用いた破壊じん性試験方法の検討, 日本実験力学学会 2014 年度年次講演会(兵庫), 2014/08/28

⑨小武内清貴, 福田忠生, 尾崎公一, 超音波加振したニードルの CFRTP への刺突特性, 2014 年度 JCOM 若手シンポジウム(高知), 2014/09/01

⑩森川祥文, 小武内清貴, 福田忠生, 尾崎公一, ニードルパンチ処理を施した CF/PA6 複合材料の ModeI 層間破壊じん性と曲げ強度, 2014 年度 JCOM 若手シンポジウム(高知), 2014/09/01

⑪Kiyotaka Obunai, Tadao Fukuta, Koichi Ozaki, Yoshigumi Morikawa, ModeI Interlaminar Fracture Toughness of Hot Needle Punched CFRTP, The 9th Asian-Australasian Conference on

Composite Materials(中国), 2014/10/14

⑫Kiyotaka Obunai, Tadao Fukuta, Koichi Ozaki, Yoshigumi Morikawa, ModeI Interlaminar Fracture Toughness of Hot Needle Punched CFRTP, The 11th China-Japan Joint Conference on Composite Materials(中国), 2014/10/18

⑬森川祥文, 小武内清貴, 福田忠生, 尾崎公一, CF/PA6 積層板への超音波加振したニードルの刺突特性, 第 6 回自動車用途コンポジットシンポジウム(京都), 2014/11/22

⑭小武内清貴, 福田忠生, 尾崎公一, 超音波加振ニードルパンチ処理を施した CF/PA6 複合材料の曲げ特性, 第 6 回自動車用途コンポジットシンポジウム(京都), 2014/11/22

⑮小武内清貴, 福田忠生, 尾崎公一, 超音波加振ニードルパンチ処理を施した CFRTP の層間破壊じん性, 第 6 回日本複合材料会議(東京), 2015/03/04

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ等: なし

6. 研究組織

(1)研究代表者

小武内 清貴 (KIYOTAKA OBUNAI)

岡山県立大学・情報工学部・助教

研究者番号: 30614367

(2)研究分担者

なし

(3)連携研究者

なし