

プラズマ処理によるリサイクル炭素繊維とポリプロピレンの界面接着性向上に関する研究

東京大学 工学部 システム創成学科
 環境・エネルギーシステムコース
 110853 尾崎幸雄
 指導教員 高橋淳 教授
 平成25年2月

発表内容

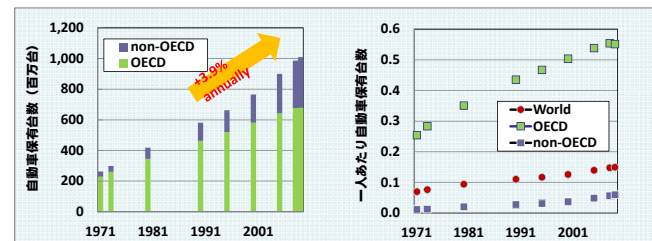
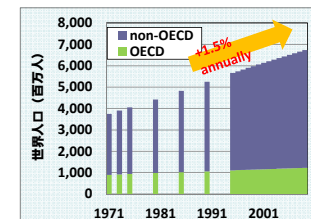
- 研究背景
- 研究の着眼点
- 界面特性評価
 - ・XPS分析
 - ・マイクロドロプレット試験
 - ・AFM観察
- 成形板の力学特性評価
- 結論

発表内容

- 研究背景
- 研究の着眼点
- 界面特性評価
 - ・XPS分析
 - ・マイクロドロプレット試験
 - ・AFM観察
- 成形板の力学特性評価
- 結論

研究背景①地球温暖化と自動車

- 増加する人口にともなって世界の自動車保有台数が増加
- 自動車の省エネルギー化が必要



出典:エネルギー経済統計要覧2012

研究背景②自動車の軽量化とCFRP

- 軽量素材による自動車の軽量化 ← 即効性のある解決策として注目
- CFRP(炭素繊維強化プラスチック) ← 比強度比剛性に優れる

燃費増 ↑

重量減 ←

出典:国土交通省 出典:自動車技術, 59, pp.17-23

研究背景③CFRTSとCFRTP

CFRTS (熱硬化性CFRP)

- 成形に時間がかかる
- リサイクルにはCFを取り出す必要がある
- 現在のCFRPの大半を占める
- コストが高く、高品位な部材として利用

CFRTP (熱可塑性CFRP)

- 成形時間が短い
- 樹脂ごとリサイクルすることも可能
- TSに比べると、コスト削減の可能性が高い

CFRPを軽量化材料として量産車に適用するなら、CFRTSよりCFRTPの方が有望

研究背景④リサイクルの重要性

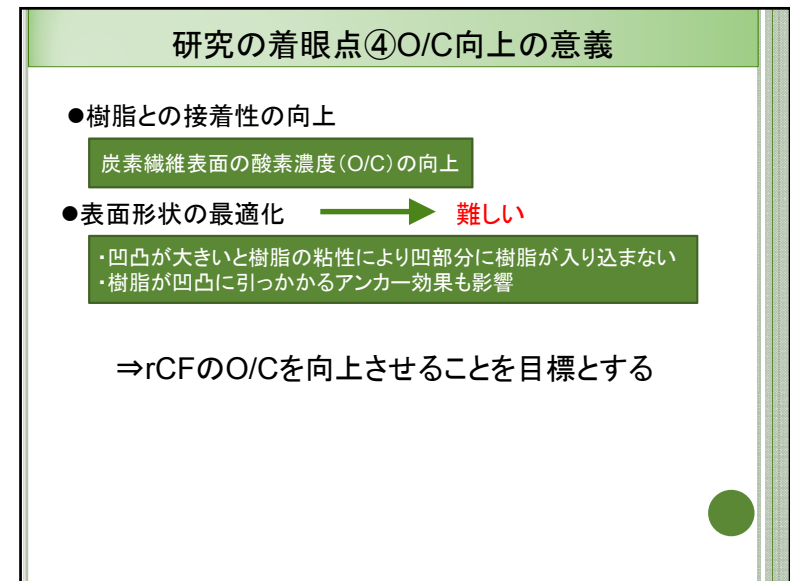
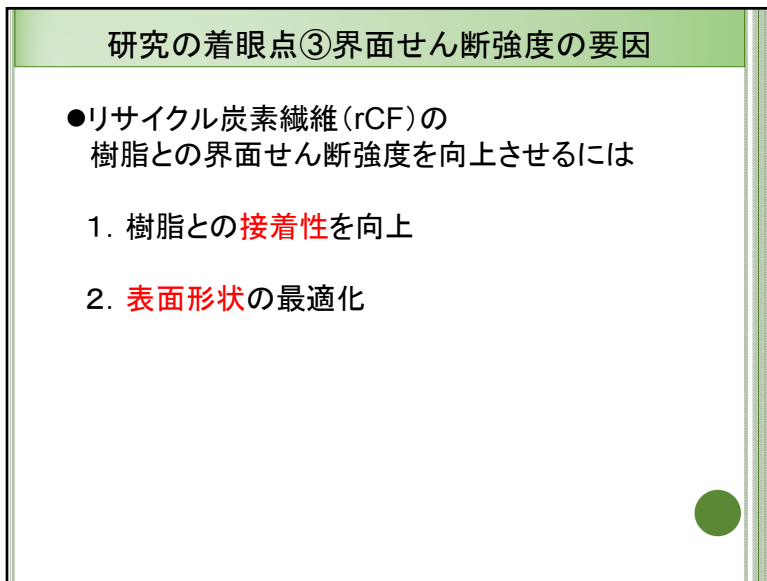
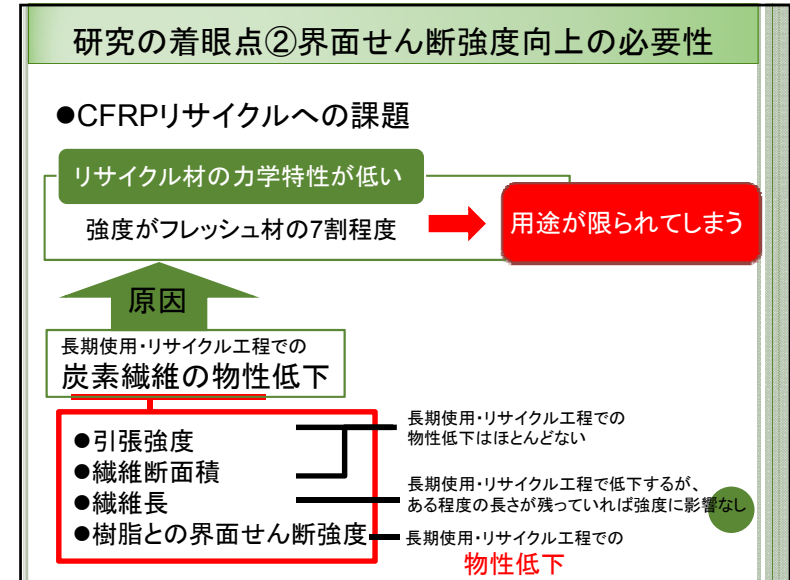
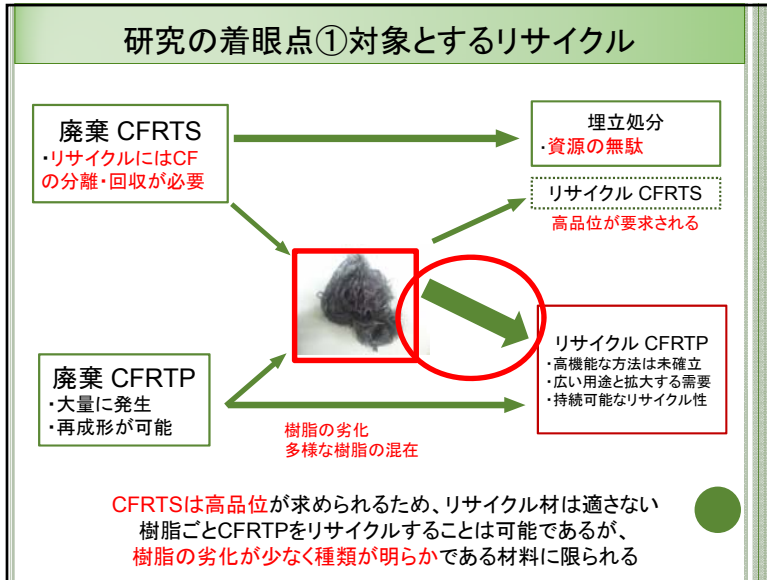
- CFRP車大量生産への課題

1. コスト
 - 炭素繊維の価格が高い
 - 現在は高級車のみで使用
2. ハイサイクル成形
 - 既存の自動車と置き換えるには1分で1台生産するラインが必要
3. リサイクル
 - 将来的に予想される大量のCFRPゴミ
 - 確立されていないリサイクル手法

再利用によってコストダウン

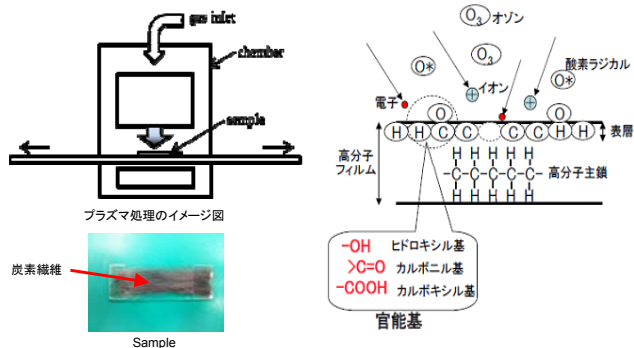
発表内容

- 研究背景
- 研究の着眼点
- 界面特性評価
 - ・XPS分析
 - ・マイクロドロプレット試験
 - ・AFM観察
- 成形板の力学特性評価
- 結論



研究の着眼点⑤プラズマ処理によるO/C向上

- 常圧プラズマ処理装置でオゾンを生じさせることによってrCF表面に官能基を導入し、O/C向上を狙う
- プラズマ処理は酸化処理の中でも短時間で十分な効果が得られる処理
⇒リサイクル炭素繊維の大量処理の可能性



研究の着眼点⑥研究方針

- rCFのプラズマ処理による影響を

界面特性 (O/C、表面形状、界面せん断強度)

成形板の力学特性 (曲げ強度、曲げ剛性)

の観点から評価してプラズマ処理によるrCFRPの物性回復の可能性を追求

研究の着眼点⑦用いる樹脂

熱可塑性樹脂のポリプロピレン(PP)

- 価格が安い
- 密度が低い(0.9g/cm³)
- 燃やしても有毒ガスが発生しない
- リサイクル性が高い
- マレイン酸を添加することで接着性が向上

CFRTP量産車に最適

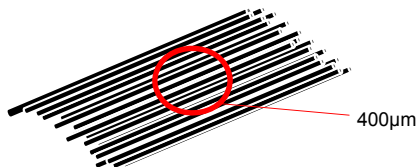
発表内容

- 研究背景
- 研究の着眼点
- 界面特性評価
 - ・XPS分析
 - ・マイクロドロプレット試験
 - ・AFM観察
- 成形板の力学特性評価
- 結論

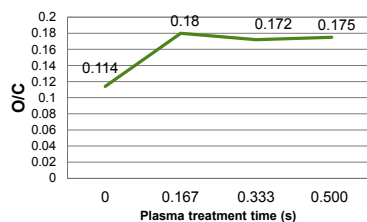
界面特性評価①XPS分析

●プラズマ処理前後のrCF表面のO/Cを2種類の分析で測定

I . 400 μ mスポット分析・・・rCFの繊維径が約6 μ mであり、広い範囲のO/C分布を平均化



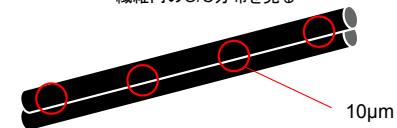
●試験結果



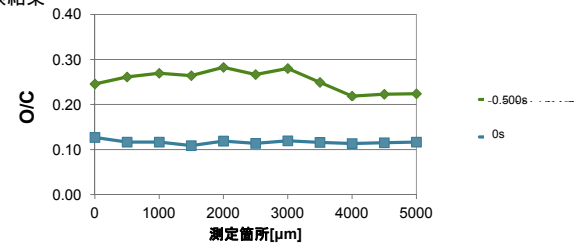
0.167sの処理で0.114から0.18まで向上して、その後効果が飽和している

界面特性評価①XPS分析

II . 10 μ mスポット分析・・・rCFの長手方向にスポットを動かしながらO/Cを測定し、繊維内のO/C分布を見る



●試験結果

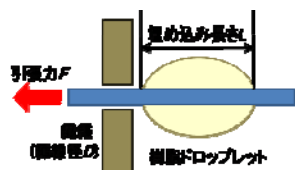


プラズマ処理したrCFのO/C分布のバラツキが大きい

界面特性評価②マイクロドロプレット試験

●マイクロドロプレット試験

単繊維に樹脂粒(ドロプレット)をつけ繊維を引き抜くことで、界面せん断強度を測定
繊維径は6 μ mで固定して計算



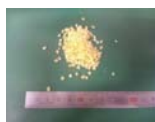
$$\tau = \frac{F}{\pi DL}$$

τ : 界面せん断強度 (MPa) D : 繊維径 (μ m)
 F : 最大引張力 (mN) L : 埋め込み長さ (μ m)

樹脂はPPと無水マレイン酸添加PP (MAPP) を酸変性率が0.5%となるように配合して用いた



PP

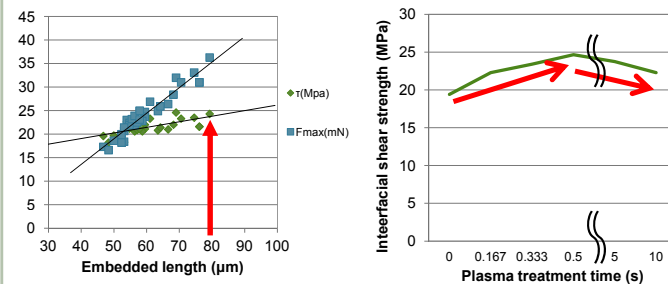


MAPP

界面特性評価②マイクロドロプレット試験

●試験結果

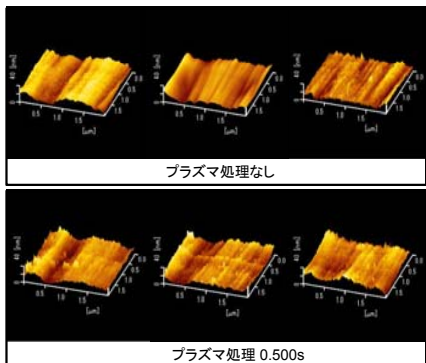
1本の繊維内に30程度のドロプレットを作成することができるが、
界面せん断強度は埋め込み長さ依存性があるので、平均値ではなく
散布図の近似直線より埋め込み長さが80 μ mの点の界面せん断強度を採用



プラズマ処理0.500sまで界面せん断強度が増加しているのに対し、
5s,10sでは界面せん断強度が減少している

界面特性評価③AFM観察

- 走査型プローブ顕微鏡のAFM (Atomic Force Microscope) モードを使用してプラズマ処理前後のrCF表面形状の違いを観察した



プラズマ処理なしrCFは表面形状のバラツキが大きい
 プラズマ処理したrCFは表面の凹凸が削られている

界面特性評価④考察

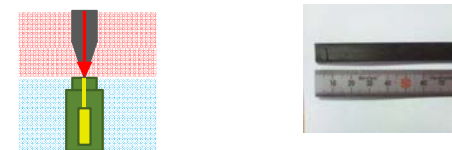
- プラズマ処理によるO/C向上は0.167sから0.500sまでの間で一定なのに対して、界面せん断強度は0.500sまで増加している
 - ⇒プラズマ処理によって表面の凹凸が削られるため、rCF表面が滑らかになり、rCF表面全体に樹脂が付きやすくなった可能性
- プラズマ処理が5s, 10sと増加すると、界面せん断強度が低下
 - ⇒マイクロドロップレット試験では繊維径を6 μ mで固定して界面せん断強度を計算しており、プラズマ処理によって繊維径が削られるため、見かけ上、界面せん断強度の値が小さくなっている可能性
- CFRPIにしたときに界面せん断強度が低いところ(O/Cが低いところ)から破壊する可能性がある
 - ⇒今後バラツキが小さくなるようなプラズマ処理の方法の研究が必要

発表内容

- 研究背景
- 研究の着眼点
- 界面特性評価
 - ・XPS分析
 - ・マイクロドロップレット試験
 - ・AFM観察
- 成形板の力学特性評価
- 結論

成形板の力学特性評価①成形手法

- 射出成形・・・最も多く使われている成形手法で、加熱熔融させた材料を金型内に射出注入し、冷却・固化させる事によって、成形品を得る手法



試験片ごとの繊維状態のバラツキが小さく、界面接着性の影響が出やすい

⇒プラズマ処理(0.500s)rCFとプラズマ処理なしrCFとマイクロドロップレット試験で用いたMAPPを用いて、繊維の体積含有率(Vf)が15%となるように配合し成形した

射出成形混練条件

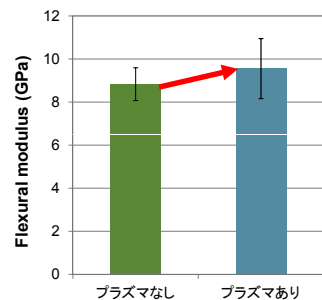
回転速度	10rpm
混練温度	200℃
混練時間	5分

成形板の力学特性評価②試験結果

それぞれの試験片に対して三点曲げ試験を行った
支点間距離:40mm 幅:10mm 厚さ:2mm

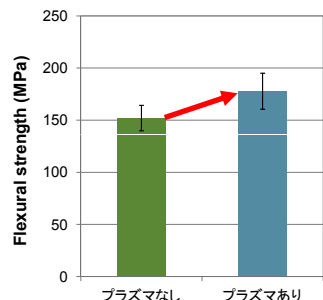
●弾性率

バラツキが大きいものの
プラズマ処理によりわずかに向上



●強度

プラズマ処理により約17%向上



成形板の力学特性評価③考察

●複合則により繊維長が十分にあり、繊維配向が同じ条件の時、**弾性率はVfの影響が強く、強度はVfと界面接着性の影響を受けるため**
強度の方が界面接着性の影響が出やすい

⇒プラズマ処理により成形板の力学特性(特に強度)が向上したのはrCFの樹脂との**界面接着性が向上した**からだと考えられる

●0.500sプラズマ処理でマイクロドロプレット試験での
界面せん断強度が約27%向上し、成形板の強度が約17%向上

⇒今後、最適プラズマ照射時間・方法の検証と表面形状を最適化
することによって**さらなる強度向上**が期待できる

発表内容

- 研究背景
- 研究の着眼点
- 界面特性評価
 - ・XPS分析
 - ・マイクロドロプレット試験
 - ・AFM観察
- 成形板の力学特性評価
- 結論

結論

●rCFにプラズマ処理を施すことにより、rCF表面の**O/Cは向上し**、
その効果は**0.167sで飽和**する

●O/Cが飽和しても、プラズマ処理**0.500sまで界面せん断強度は向上**する
原因はプラズマ処理によって凹凸が削られて、rCF表面が滑らかになり樹脂が
付きやすくなったからという可能性が考えられる

●プラズマ処理が5s、10sになると**繊維径が削られる**と考えられるため
見かけ上の界面せん断強度が低下する

●射出成形により成形した混練板では、プラズマ処理なしrCF試験片より
0.500sプラズマ処理したrCF試験片の方が**弾性率・強度ともに高かった**

●今後、O/Cと表面形状の影響を定量的に調べることによって、さらに成形板の
強度向上が期待されるため、rCFに対するプラズマ処理の**有効性**が示された。

ご清聴ありがとうございました

