

平成 26 年度

繊維強化プラスチック複合材料の成形過程における  
変形挙動解析に関する補助事業報告書

繊維強化プラスチック複合材料の成形過程  
における変形挙動解析

平成 28 年 3 月

東京理科大学工学部機械工学科・教授

荻原 慎二



この報告書は、競輪の補助金により作成しました。

<http://ringring-keirin.jp>



# 目次

第1章 緒言	1
1-1 はじめに	1
1-2 複合材料	2
1-2-1 炭素繊維強化プラスチック	2
1-3 炭素繊維	2
1-4 マトリックス	3
1-4-1 熱硬化性樹脂	3
1-5 複合材料の製造方法	4
1-6 オートクレーブ成形法	6
1-7 賦形シミュレーション	7
1-8 DSC (Differential Scanning Calorimetry) 試験	7
1-9 従来の研究	9
1-9-1 Ersoy らの研究	9
1-9-2 Larberg らの研究	10
1-10 本研究の目的	11
第2章 実験方法	12
2-1 材料および試験片	13
2-1-1 試験片材料	14
2-1-2 試験片形状	16
2-2 引抜試験	16
2-2-1 引抜試験装置	23
2-2-2 実験方法	23
2-2-2-1 常温下での引抜試験	24
2-2-2-2 硬化条件に沿った引抜試験	26
2-3 DSC 試験	26
2-3-1 DSC 試験装置	26
2-3-2 DSC 試験方法	26
第3章 実験結果および考察	27
3-1 常温下での引抜試験結果	27
3-1-1 T700SC/2592	30
3-1-2 T800S/3900-2B	40
3-2 硬化条件に沿った引抜試験結果	40
3-2-1 DSC 試験結果	46
3-2-2 T700SC/2592	51
3-2-3 T800S/3900-2B	54

3-3 モデル化	54
第4章 結言	58
付録 MATLAB プログラム	59
謝辞	71
参考文献	72

## 第1章 緒言

### 1-1 はじめに

近年、材料の性質の要求は厳しくなり、強度、剛性、軽量性などの様々な要求に応えなければならぬ。そのため、単独の材料では極めて困難であるので、それぞれの要求に適合する材料を組み合わせるといった考えを進展し、軽量で強いだけでなく、単一材料では実現不可能な特性を引き出すことができる複合材料というものができた。

自動車や宇宙・航空分野では重量軽減による燃料消費効率向上のため、軽くて強い構造材料に対する要求が高まっている。そこで、特に軽量高強度高剛性である炭素繊維強化プラスチック（CFRP: Carbon Fiber Reinforced Plastics）が注目されている。これまでの研究開発により様々な航空機の部品に複合材料が適用されるようになり、B787（ボーイング社）は機体の約50%が複合材料でできているなど、今後の適用拡大が期待できる。

適用範囲の広がってきたCFRPだが、一方で成形不良が生じやすいという難点がある。それによってコストが高くなる。よって成形精度を向上させ、成形不良を防ぐことは今後のCFRPの需要が伸びることによる生産量増加および低コスト化に必要不可欠である。

## 1-2 複合材料

### 1-2-1 炭素繊維強化プラスチック

繊維状の強化材とこれらの強化材をしっかりとつなぐもの(マトリックス)で互いに結合するものが繊維強化複合材料と呼び、この典型としてマトリックスにプラスチックを用いた繊維強化プラスチック(FRP: Fiber Reinforced Plastics)が挙げられる。以下、強化材に炭素繊維、マトリックスにエポキシ樹脂を用いた炭素繊維強化プラスチックについて説明する。

### 1-3 炭素繊維

ポリアクリロニトリル、ルグニン繊維、フルフラール、レーヨンおよびピッチなどの有機物を原料とし、無反応ガス雰囲気中で加熱し、炭化または黒鉛化させることによって得られる繊維である。炭素繊維は通常直径が  $8\mu\text{m}$  ほどで、ガラス繊維に比べ、約 4~9 倍の比弾性係数を示し、鉄鋼に比べ強度は約 3 倍に達する。この炭素繊維は原料から大別して PAN 系とピッチ系の 2 種類がある。

#### (a) PAN 系炭素繊維

繊維状有機物を炭化して作られる。ポリニトリルアクリル系も原料の 1 つであり、石油ピッチ系、レーヨン系などもある、ポリニトリルアクリル系から黒鉛化または炭素かされて作られ、優良カーボン繊維ができあがる。

#### (b) ピッチ系炭素繊維

ピッチ系炭素繊維は原料を石油または石炭で蒸留残渣を用いたものである。石油ピッチを原料とする製法には低弾性係数と高弾性係数のお繊維を作る 2 つの方法があり低弾性定数のものは等質ピッチを紡糸するのに対し、高弾性定数のものは液晶を含んだ非等質ピッチを紡糸して作る。構造材としての用途としては低弾性定数のものは少ない。また液晶を含んだ非等質ピッチは黒鉛化しやすく作りやすい。しかし PAN 系に比べ強度が低いという難点があり、応用が難しいという点もある。

## 1-4 マトリックス

いろいろな種類のマトリックスによって示される性質は、表 1-1 に与えられている。この種の情報は、強化材のデータと一緒に考えると、すぐに可能性がある系の評価を行える。繊維とマトリックスが大きく異なった熱膨張係数をもつ(熱収縮力が発生しやすくなる)ような場合のように、すこしこまかい点でもまた調べることができる。しかし、実際には製造の容易さがしばしばかなりの重要性をもつ。

Table 1-1 Comparison of physical properties of various thermosetting and thermoplastic resin<sup>(1)</sup>

Property	Thermosetting			Thermoplastic	
	Epoxy	Polyester	Nylon 6.6	Polypropylene	PEEK
Density $\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]	1.1-1.4	1.2-1.5	1.14	0.9	1.26-1.32
Young's modulus $E$ [GPa]		2.0-4.5	1.4-2.8	1.0-1.4	3.6
Poisson's ratio $\nu$ [-]	0.38-0.40	0.37-0.39	0.3	0.3	0.3
Tensile strength $\sigma_{UTS}$ [GPa]	0.035-0.1	0.04-0.09	0.06-0.07	0.02-0.04	0.17
Strain at break $\epsilon$ [%]	1-6	2	40-80	300	50
Coefficient of thermal expansion $\alpha$ [10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> ]	60	100-200	90	110	47
Thermal conductivity $K$ [W/(m · K)]	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2
Melting point [°C]	-	-	265	164	334
Heat deformation rate [°C]	50-200	50-110	120-150	80-120	150-200
Cure shrinkage [%]	1-2	4-8	-	-	-
Water absorption rate [%]	0.1-0.4	0.1-0.3	1.3	0.03	0.1

## 1-4-1 熱硬化性樹脂

通常最もよく使われる樹脂はエポキシ、不飽和ポリエステルおよびビニルエステルである。これらを含む多くの化学性ポリマーでは、液体の樹脂がしっかりと結合した3次元網目構造を形成し、化学的な架橋により硬い固体となる。その機械的性質は、網目構造を作り上げる分子単位と、架橋の長さや密度に依存する。前者は使用される初期化合物によって、後者はキュアリングの架橋過程の制御によって決まる。キュアリングは室温でもできるが、最適の架橋ひいては最適の性質を得るために、あらかじめ決められた時間に1つまたはそれ以上の温度で加熱するような、キュアサイクルを用いるのが望ましい。さらにキュアの工程をなるべく少なくし、性質の変化を少なくするために、比較的高い温度での最終のポストキュアの処理がしばしば行われる。また、キュア中の収縮やキュア後の冷却に基づく熱収縮は複合材料の残留応力の原因となる。

表 1-1 のデータから、熱硬化性樹脂は熱可塑性樹脂とすこし異なった性質をもっていることがわかる。これらの性質で、まず注目すべき点は、多く樹脂の破断ひずみが小さいことである。熱硬化性樹脂は本質的に脆性材料であるが、熱可塑性樹脂はかなりの塑性変形に耐える。さらに、熱硬化性樹脂の中でも、その性質は異なる。例えば、エポキシは、一般に不飽和ポリエステルやビニルエステルよりも韌性に富む。さらに、エポキシは熱変形

に強く、ポリエステルよりもキュアリング中にあまり収縮しない。よって、部分的キュアができるという点で非常に優れているため、エポキシ樹脂はプリプレグの母材として使用されている。また、エポキシは、化学薬品耐性や接着強度など多くの点で優れることから、最もよく使用されている熱硬化性樹脂である。

### 1-5 複合材料の製造方法

複合材料の重要な側面は、それを製作するための製造技術である。製造コスト、最適構造などは、マトリックスや繊維の特性および基材の構成や配列などに依存するもので、製造技術の大きな検討問題である。通常複合材料の製造では、最終製品の製作と複合材料の成形とは同じ製造工程の中で進められる。そのため繊維の最適な配列は、用途に応じた機械的特性の要求ばかりでなく、製品のニーズに対応したもので、また製造工程にも適したものでなければならない<sup>(2)</sup>。

多くの成形方法が実用化されているが成形技術により分類すると様々な成形法に分けられる。まず成形材料について分類すると以下のものが挙げられる。

#### (1) Sheet molding compound (SMC)

ポリエステル樹脂と5mm程度の繊維（主にガラス繊維）を用いた成形材料。繊維を約5mmに切断し、分散したストランドにポリエステル樹脂と増粘剤、充填剤、内部離型剤、顔料などを混入した樹脂コンパウンドを含浸させ、ポリエステルシートで両面を覆い、次に増粘剤により樹脂コンパウンドを増粘し非増粘化したシート状の成形材料である。

#### (2) Bulk molding compound (BMC)

ポリエステル樹脂と繊維（主にガラス繊維）を用いた成形方法。ポリエステル樹脂に熱可塑性ポリマー、硬化剤、充填剤、増粘剤、内部離型、顔料を配合し、これにチョップストランドを紺有する。ニーダーなどを用いて混練して得られた成形材料である。

#### (3) コンパウンド

合成樹脂に必要な応じて可塑剤、充填剤、着色剤、安定剤、強化剤その他の配合剤を加えて混和し、そのままの状態成形に供することができるようにした材料である。

#### (4) プリプレグ

クロス、マット、ロービングなどに強化剤を配合した樹脂を予備含浸させて乾燥させ半硬化状態にした成形材料である。フェノール樹脂、ポリエステル樹脂、エポキシ樹脂など種々のプリプレグクロスが存在し、オートクレーブ成形やプレス成形による電気絶縁板の成形、低圧成形による釣竿などの成形に使用されている。この材料を使用する成形法は乾式法とも呼ばれているが、一般の湿式成形法に比べ成形作業環境が良くきれいに、成形能率が上がる、繊維量のコントロールが容易、製品の仕上がりが美しいなどの利点がある反面、成形材料としての寿命があるため輸送、保存に気をつけなくてはならない。

FRPの成形方法はその分類により様々であるが、その主なものを挙げると、以下のものがある。

#### (1) ハンドレイアップ法

不飽和ポリエステルとガラス繊維を用いた成形方法。常温・無圧で硬化するという不飽和ポリエステルの特性を生かし、はけ、へら、ローラーなどの簡易器具を用いて、人の手で型の上にガラス繊維基材に樹脂を含浸させながら順次必要な厚さまで積み重ね、適切な温度管理下で樹脂を硬化させ、硬化物を型よりはずし、成形品を得る方法である。特に大型で複雑な形状のものを少数生産する場合にはこの成形法の長所が最大限に発揮される。手作業が中心となるために工場設備、技能、生産管理の良否が成形品の品質や生産性に影響を与える。

#### (2) スプレーアップ法

スプレーガンを用いた成形方法。型の上にあるスプレーガンを用いて、樹脂とカッターで切断したガラス繊維を同時に吹き付けて積層する成形方法。これによる積層板の郷土はマット積層板程度である。あまり強度をひつようとしない大型製品や曲面の多い部分、または大量に連続的に生産するのに適している。

#### (3) プレス成形法

プレス機と金型を用いた成形方法。プレス機に雌雄一対の型を設置し、これらの型に材料を供給し、加圧流動を行い成形する方法の総称であり、一般に熱硬化性樹脂の場合は型を加熱する。現在この方法に属するものとしては、コールドプレス、プリミックスプレス、プルフォームプレス、BMCプレス、SMCプレスなどがある。

#### (4) 射出成形法

射出装置と金型を用いた成形方法。閉じた金型中に、秤量機構を持つ射出装置により材料を射出充填し、金型内で固化したまたは硬化させて製品を作る成形法。製品の量産が可能なことから、プラスチック成形法の中では最も普及している。FRP分野では、成形材料(BMC、プリミックスコンパウンド)が電気部品、自動車部品、音響部品としてこの成形法により成形されている。

#### (5) 引抜成形法

強化剤には製品に応じてロービング、マット、その他のものを任意に組み合わせ連続的に樹脂槽に供給され、樹脂を含浸した繊維を所定の樹脂含有量に規制して一定の断面形状を有するダイス内に挿入し、加熱硬化させ、連続または断続的に引抜きする成形方法のことをいう。通常ロービングを使用して、ロッド、パイプ、アングルなどの同一断面を有する長尺の構造材を作るのに適した成形方法である。

#### (6) RTM 成形法

FRP製の型を用いた成形方法。一般に雌雄一対のFRP製型を用い、この一対の型の隙間に予め強化剤(ボルト、ナット、ウレタンフォームなどのインサートも含む)を配置し、クランプ後、適切な位置に設けた注入孔からマトリックスを比較的低い圧力で注入し、強化剤と一体硬化させ、その後に型を開き脱型して成形品を得る。

## 1-6 オートクレーブ成形法

この方法は基本的にはすべてのポリイミド系複合材料に適用できる成形法であり、広く用いられている。所定の方向に必要な枚数のプリプレグを成形治具上に積層し、図 1.1 のように必要な成形補助材料をセットした後、図 1.2 に示すようなオートクレーブ内に入れ、真空減圧下に加熱加圧して成形を行うものである。通常 10~20 気圧の圧力を加えて成形する。加圧工程では加熱を行うことで、樹脂の硬化反応を促進させる。多くの場合、温度をまず中程度レベルに上げ、樹脂の粘度を低下させ、気泡の除去を容易にする。さらに硬化が完了するまで加熱を続ける。この方法は大型の成形品が高品質で得られるという反面、バッチ式で準備工程が手作業のため、生産性には劣る成形法である<sup>(3)</sup>。

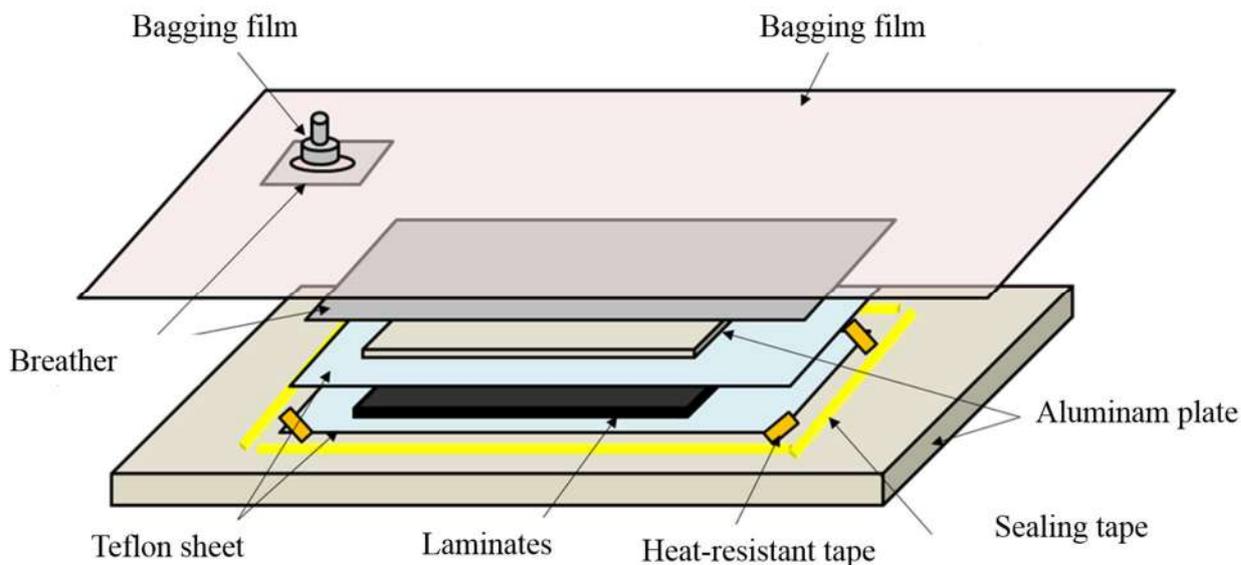


Fig.1.1 Overview of bagging of autoclave molding.



Fig.1.2 Autoclave.

### 1-7 賦形シミュレーション

強化繊維に炭素繊維を用いた炭素繊維強化プラスチック (CFRP: Carbon Fiber Reinforced Plastics) は優れた比強度, 比剛性を有するため航空宇宙分野を中心に広く用いられている。また近年, 部品点数の削減による軽量化および信頼性向上を実現するため複雑形状一体成型技術が開発されている<sup>(4)</sup>。しかし, 構造物の形状の複雑化により局所的にしわなどの成形不良が生じやすくなることが問題視されている<sup>(5)</sup>。これに対して, 賦形シミュレーションが開発されており, しわの発生を予測することで, 成形精度の向上が期待されている。しかし現状, 賦形シミュレーションは精度が高くなく, また多くの計算時間を要するため実用的ではない。そこで短時間かつ高精度な賦形シミュレーションの開発が求められている。

成形不良の一つであるしわの発生の主な原因としては, 面内せん断抵抗, 面外曲げ剛性, 層間すべりが挙げられる。面内せん断抵抗は picture-frame 試験<sup>(6)</sup>または bias-extension 試験<sup>(7)</sup>, 面外曲げ剛性はドレープ試験<sup>(8)</sup>, 層間すべりは引抜試験<sup>(9,10)</sup>によって評価することができる。これらの実験から得られた物性値を賦形シミュレーションに導入することによって解析精度を向上させることが可能になる。また過去の研究では, プリプレグ/ジグ (主にアルミ板) 界面のすべりを評価している研究<sup>(11-13)</sup>が多く見られる一方で, プリプレグ/プリプレグ界面のすべりを評価している研究は少ない。

### 1-8 DSC(Differential Scanning Calorimetry)試験

試料と基準物質とを同一炉内に対称的に配置して加熱, 冷却し, その時の両者の熱流量差を時間と温度の関数として測定する実験方法である<sup>(14)</sup>。DSC 試験の模式図を図 1-3 に示す。

DSC 試験には主に二つのタイプがある。

#### (1) 熱流束示差走査熱量測定 (熱流束 DSC)

試料及び基準物質で構成される試料部の温度を, 一定のプログラムによって変化させながら, その試料と基準物質との温度差を, 温度の関数として測定する方法。この温度差は, 単位時間当たりの熱エネルギーの入力差に比例する。

#### (2) 入力補償示差走査熱量測定 (入力補償 DSC)

試料及び基準物質で構成される試料部の温度を, 一定のプログラムによって変化させながら, その試料及び基準物質の温度が等しくなるように, 両者に加えた単位時間当たりの熱エネルギーの入力差を温度の関数として測定する方法。

一般的な傾向として, 入力補償 DSC では熱流束 DSC のような熱容量のあるヒートシンクを持たないことから, マイクロヒーターによって試料周辺のみを昇降温するために早い昇降温速度に適しているとされる。これに対して, 熱流束 DSC ではヒートシンクによって試料周辺全体が温度制御されるため, ベースラインの安定性が良いとされる。実際的には, どちらの方式でも同様のデータが得られることも多く, 性能上の違いは DSC の方式の違いより個々の装置の設計に依存する違いの方が大きいといわれている。

DSC 測定の主な用途としては, 融解, ガラス転移, 結晶化, 熱硬化などの転移の他, 熱履歴の検討から比熱, 純度, また, 相溶性など様々な解析に用いられる。また, 定量性が

あることから、反応熱解析、比熱容量解析などにも用いられる。このように、様々な熱に関する物性値を得られることから、DSCは材料の基本物性を評価する上では欠かすことのできない分析法の一つである。

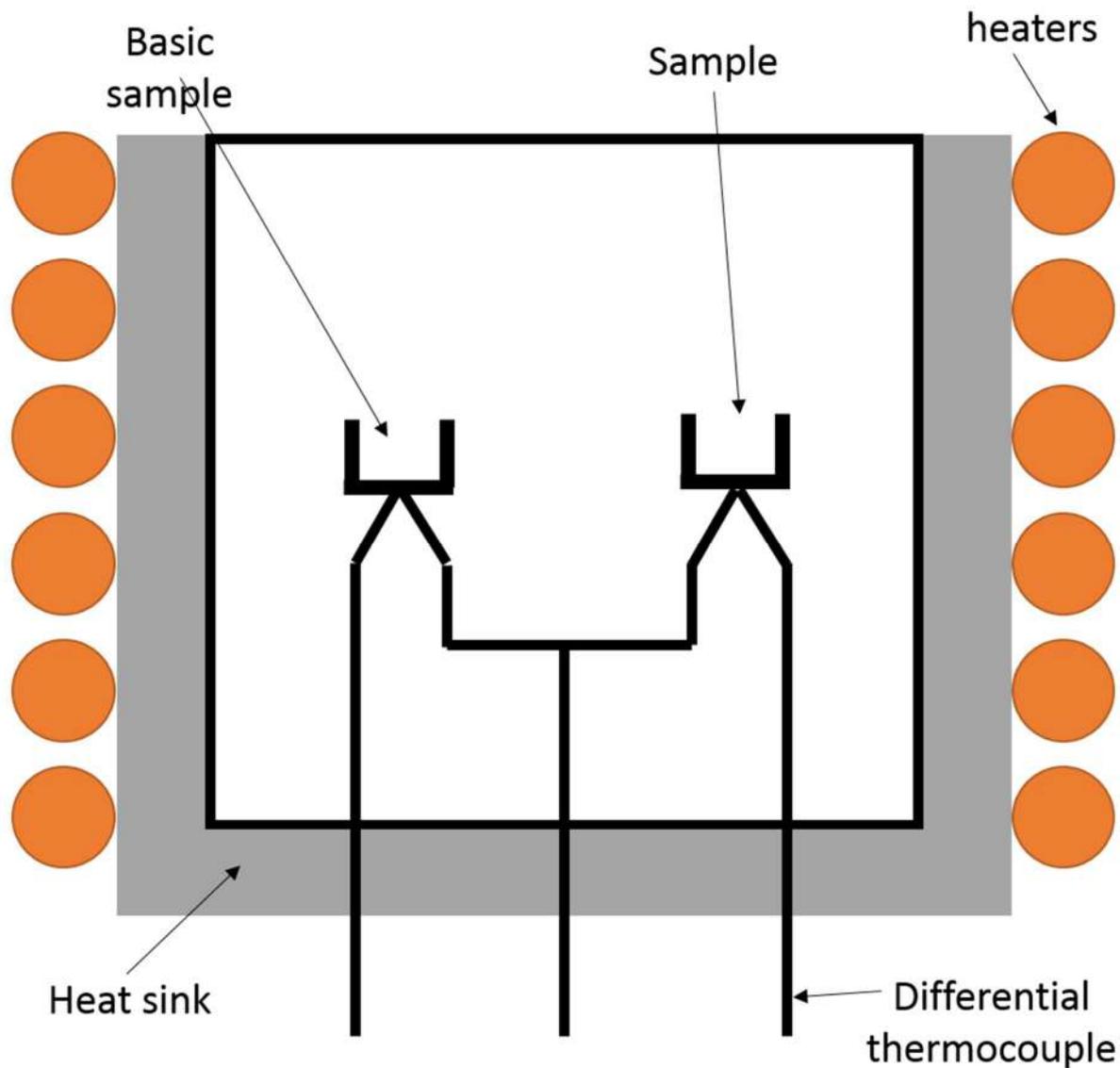


Fig.1-3 Schematic diagram of the DSC test.

## 1-9 従来の研究

プリプレグ/プリプレグ界面のすべりについて評価している研究を以下にあげる。

1-9-1 Ersoy らの研究<sup>(9)</sup>

プリプレグ/プリプレグ界面のすべりを評価しているものとして、Ersoy らの実験が挙げられる。この実験では図 1-4 に示すような試験機を用いて、オートクレーブ成形過程の温度および圧力を模擬した状態での引抜試験を行い、プリプレグ/プリプレグ界面のすべりを評価している。この実験では温度をヒーターおよび熱電対を用いて、圧力をボルトおよびバネを用いて負荷している。この研究ではすべりをせん断応力として評価しており、また DSC 試験を行うことによって硬化度による評価も行っている。彼らは成形不良の一つである Spring-In 現象に着目しており、それに関する実験<sup>(15)</sup>も行っている。これら二つの実験を元にその後 Spring-In 現象を予測する解析を行っている<sup>(16~18)</sup>。

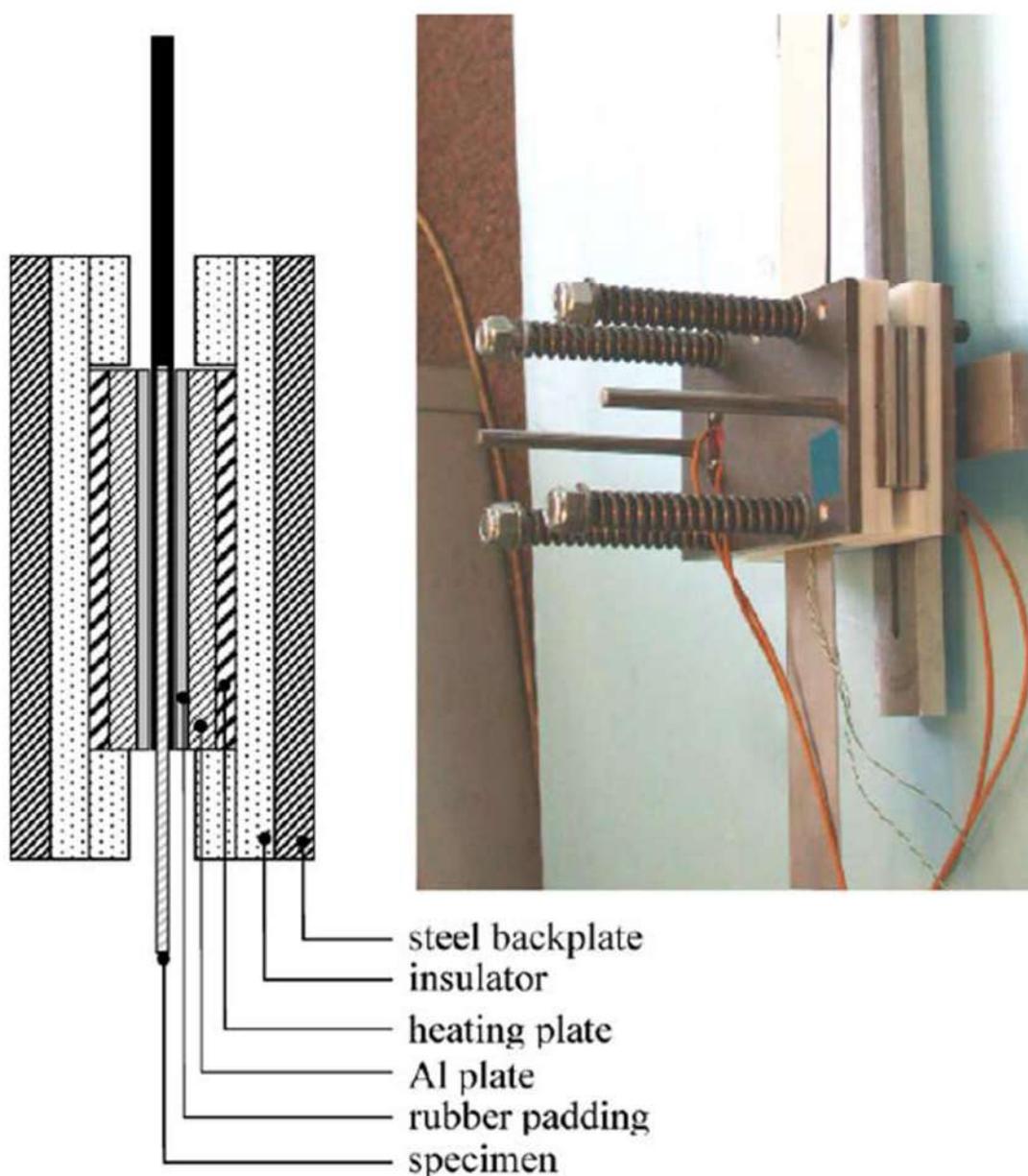


Fig.1-4 Ersoy's experimental setup.

**1-9-2 Larberg** らの研究<sup>(10)</sup>

Ersoy らの研究と同様にプリプレグ/プリプレグ界面のすべりについて評価している実験に Larberg らの実験があげられる。図 1-5 に示す試験機を使用して実験を行っており、温度および圧力を負荷し実験を行っている。実験では温度および圧力を変化させ、樹脂を軟化させ、その粘度を測定している。またプリプレグの表面形状の観察も行っている。数種類の異なる材料でできたプリプレグについて試験を行い、樹脂の粘度、圧力および表面形状の違いによる評価を行っている。

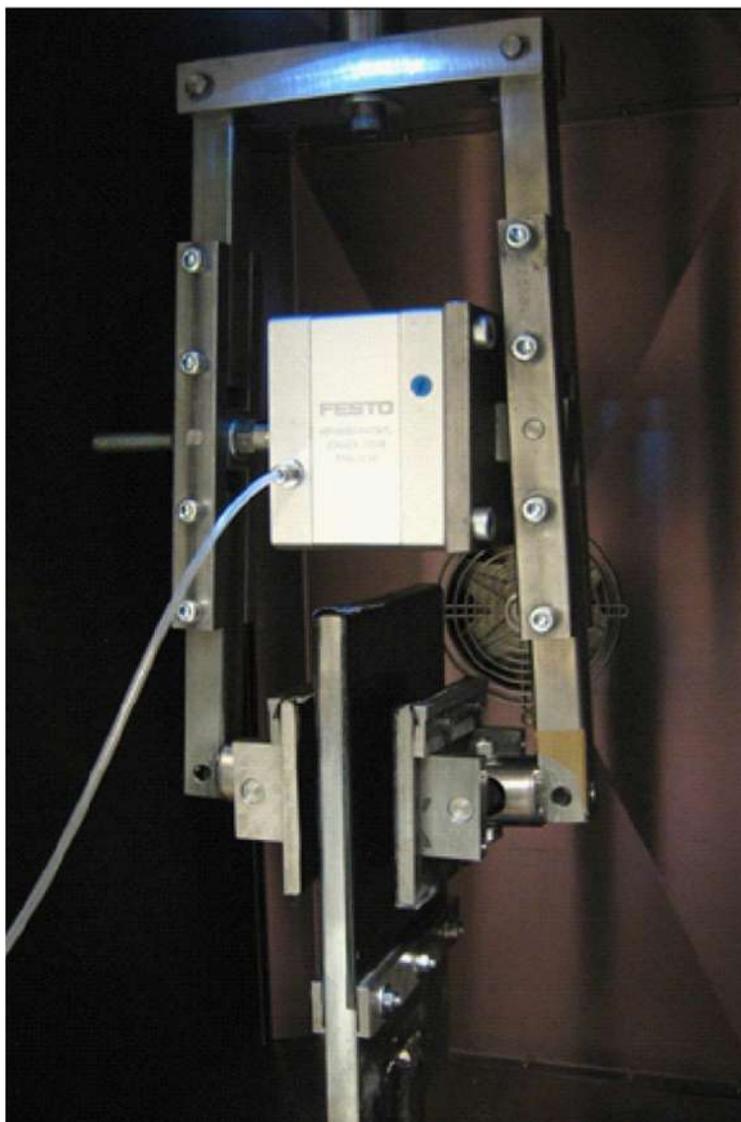


Fig.1-5 Larberg's experimental setup.

### 1-10 本研究の目的

炭素繊維強化プラスチック (CFRP) は優れた比強度, 比剛性を有するため航空宇宙分野を中心に広く用いられている. また近年, 部品点数の削減による軽量化および信頼性向上を実現するため複雑形状一体成型技術が開発されている. しかし, 構造物の形状の複雑化により局所的に成形不良が生じやすくなることが問題視されている. これに対して, 賦形シミュレーションが開発されており, しわの発生を予測することで, 成形精度の向上が期待されている. しかし現状, 賦形シミュレーションは精度が高くなく, また多くの計算時間を要するため実用的ではない.

成形不良の一つにはしわが挙げられ, その主な原因として, 面内せん断抵抗, 面外曲げ剛性, 層間すべりが挙げられる. これらは, それぞれ **picture-frame** 試験または **bias-extension** 試験, ドレープ試験, 引抜き試験によって評価することができる. また, これらの試験から得られた物性値を賦形シミュレーションに導入することによって解析精度を向上させることが可能になる.

そこで本研究では, プリプレグ/プリプレグ界面の層間すべりに着目し, 常温下および, プリプレグの硬化条件に沿った引抜き試験を行い, 層間すべりをせん断応力として評価した.

## 第2章 実験方法

### 2-1 材料および試験片

#### 2-1-1 試験片材料

本研究で用いた試験片は、エポキシ系炭素繊維強化プラスチック(以下 CFRP)のプリプレグで、T700SC/2592(厚さ 0.15[mm], 東レ株式会社)および T800S/3900-2B(厚さ 0.20[mm], 東レ株式会社)の使用されている炭素繊維および樹脂の異なる 2 種類のプリプレグを用いた。T800S/3900-2B については界面はく離の進展を抑止するためにプリプレグ表面に熱可塑性樹脂が存在するものである。なお、成形圧力はそれぞれ 0.3 および 0.6[MPa]である。また、プリプレグの硬化条件を図 2-1 および 2-2 のようにした。

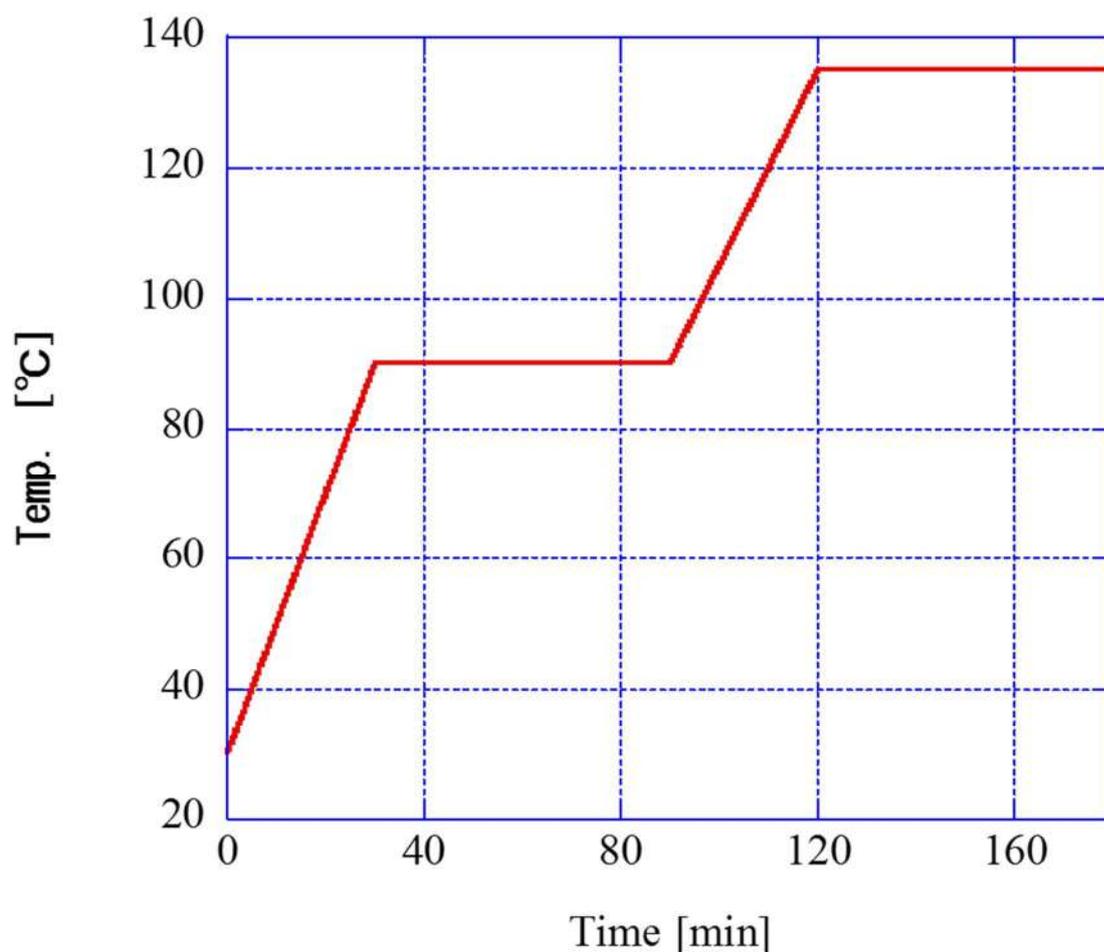


Fig.2-1 Cure cycle of T700SC/2592.

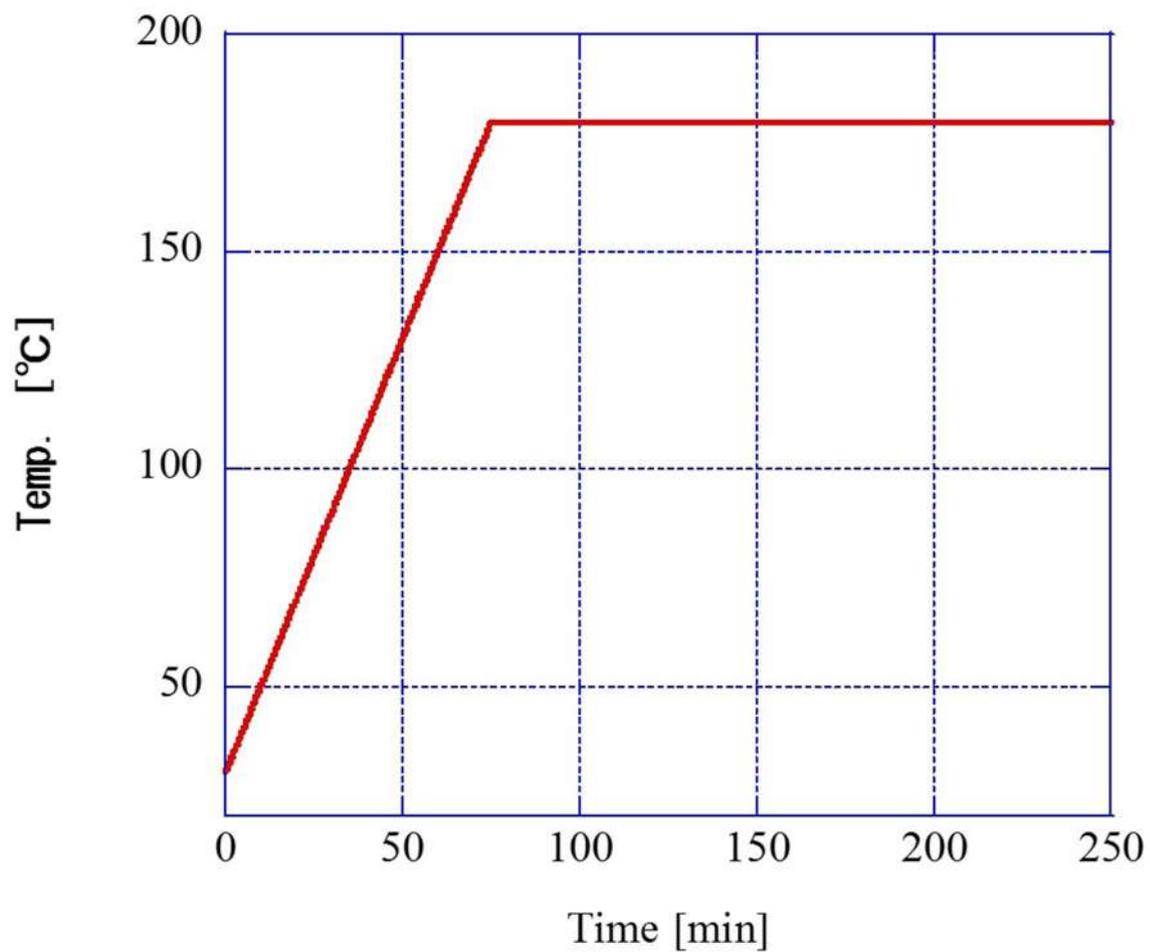


Fig.2-2 Cure cycle of T800S/3900-2B.

## 2-1-2 試験片形状

本研究では、2-1-1 で述べたように使用されている炭素繊維および樹脂の異なる2種類のプリプレグを使用した。図2-3に示すように、試験片の積層構造は(a)  $[0_2]_s$ , (b)  $[0/90/0]_s$ , および(c)  $[0/45/-45/0]_s$  の3種類とし、試験片寸法は長さ430[mm]×幅50[mm]、試験領域はプリプレグが重なり合う50[mm]×50[mm]の部分とした。また図2-4にT700SC/2592の試験片の写真を、図2-5に試験片のジグへの取り付け部を示す。また、タブにはベニヤ板を使用し、図2-5に示すように取り付けた。

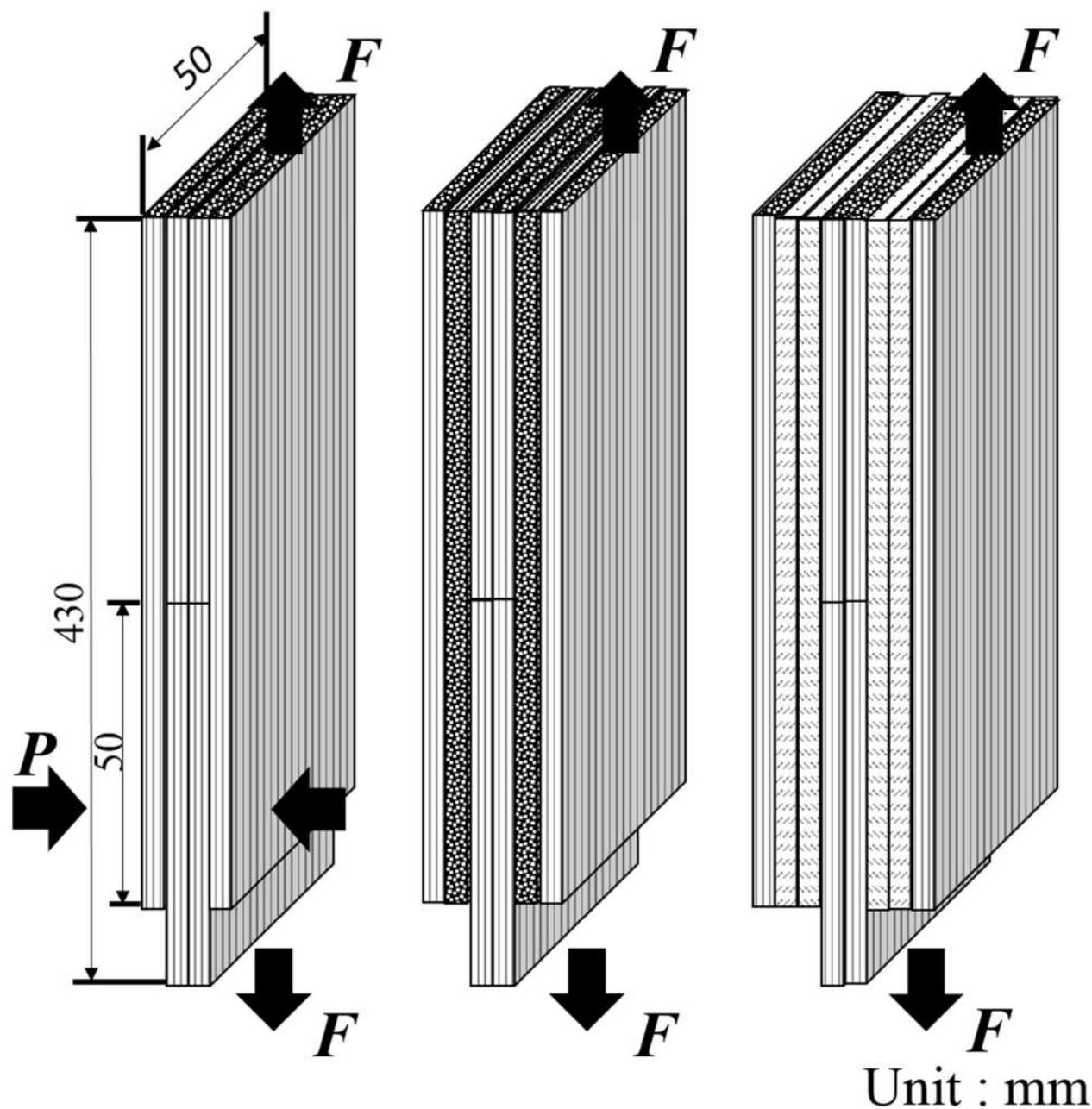
(a)  $[0_2]_s$ (b)  $[0/90/0]_s$ (c)  $[0/45/-45/0]_s$ 

Fig.2-3 The pull-out CFRP prepreg/prepreg specimen.



Fig.2-4 The specimen before pull-out test.

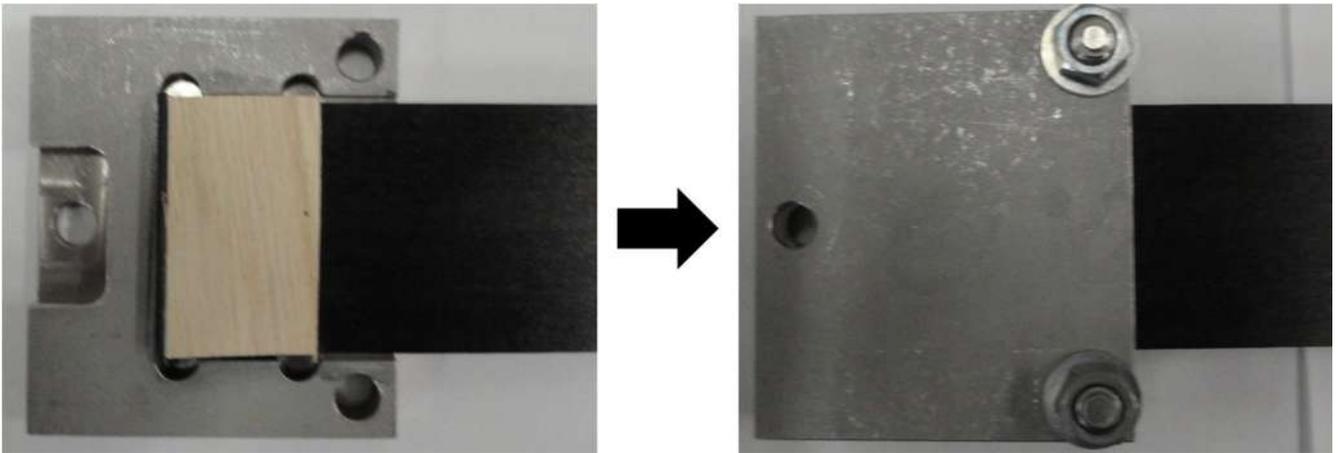


Fig. 2-5 Attachment to the jig of the pull-out specimen.

## 2-2 引抜試験

## 2-2-1 引抜試験装置

引抜試験環境は Ersoy らの研究<sup>(9)</sup>を元に作製を行った。引抜試験環境はオートクレーブ内を模擬した環境下で引抜試験を行えるよう、温度・圧力を制御できるものとした(図 2-6 および 2-7)。試験環境は(a)引張試験機、(b)加熱・加圧機構、(c)その他の機構の3つで構成されており、以下にそれぞれについて詳しく記述する。

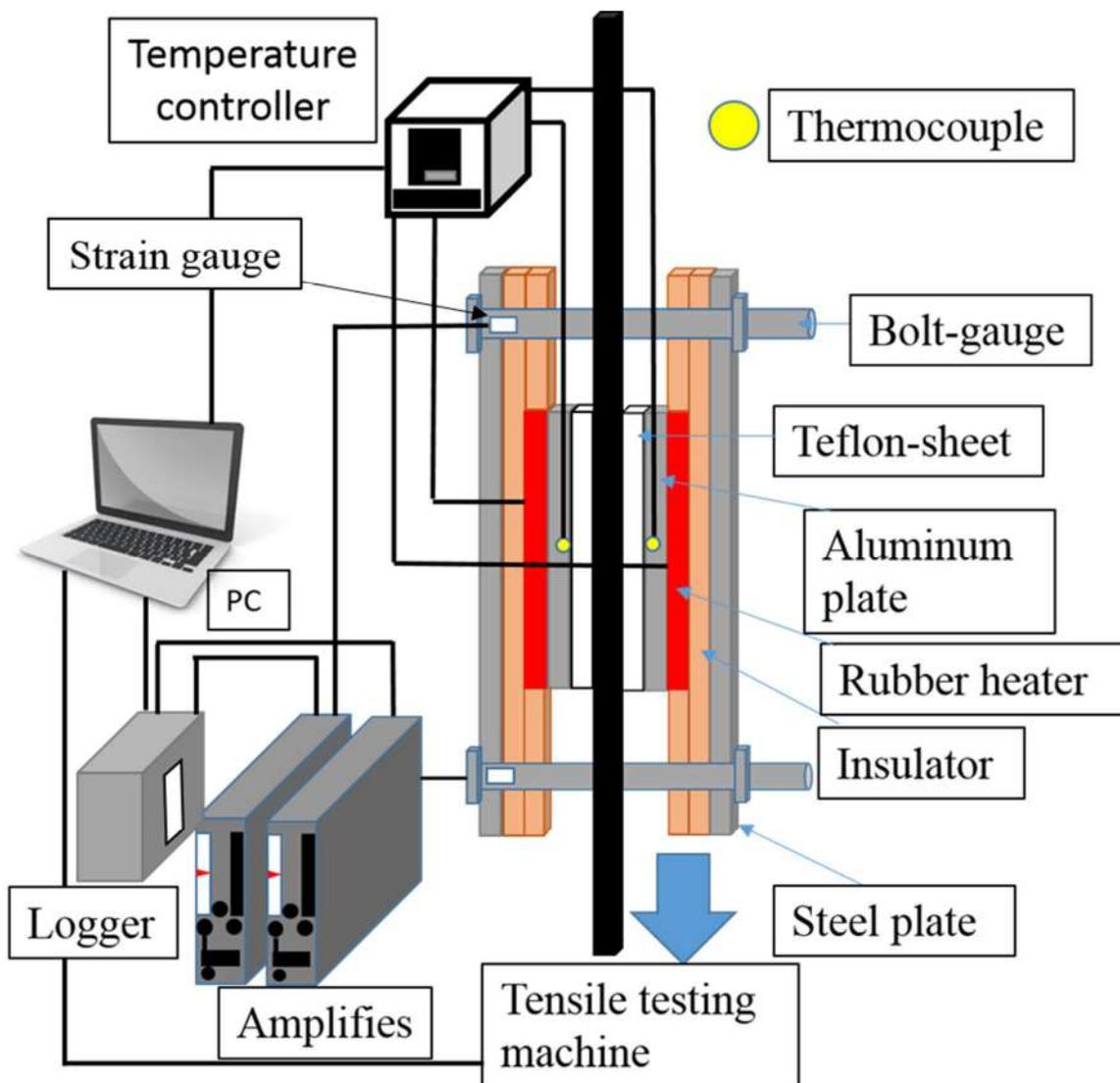


Fig.2-6 Schematic of experimental apparatus.



Fig2-7 Experimental setup.

## (a)引張試験機

引張試験機は図 2-8 に示したような 10kN 簡易型デジタル引張圧縮試験機(PS-10kN, 株式会社東京試験機)を使用し, この試験機の上に加熱・加圧機構を構築した.



Fig. 2-8 Overview of the tensile testing machine.

## (b)加熱・加圧機構

オートクレーブ内環境を模擬するための加熱・加圧機構を図 2-9 に示す。温度はラバーヒーター(SAMICON 230R, 坂口電熱株式会社, 図 2-10), 高性能卓上温度調節器(FHP301N-Pro, 東邦電子, 図 2-11, 以下温調器)および T 型熱電対を用いて制御を行った。ラバーヒーターは最大 100[V], 30[W]まで使用可能で, 厚さは 1.6[mm]である。このラバーヒーターを 2 枚使用し, 試験片を両面から加熱した。

また圧力はボルトを 4 本使用して負荷した。M8 の六角ボルトにひずみゲージ(SKF-28894, 株式会社共和電業)を接着し, ボルトの軸力を測定できるようにしたもの(以下ボルトゲージ, Fig. 2-12)を株式会社共和電業に委託し作製した。このボルトゲージにより負荷したときのひずみをひずみゲージを用いて測定し, そのひずみを電圧値として動ひずみ測定器(DPM-601A, 株式会社共和電業)へ出力し, 電圧を増幅した後, パソコンへ出力した。ボルトゲージは 5[kN]の荷重が負荷されたとき 5[V]出力するように校正されており, ボルトゲージから出力された電圧値をパソコンで記録しつつ実験を行うことにより 4 本のボルトに均等に荷重をかけつつ実験を行うことが可能になる。本実験では実験中に試験片を加熱するため, 実験中に試験片, 試験機の膨張が考えられる。その膨張による, ボルトゲージの荷重の変化を読み取り, 調節しつつ実験を行うことが可能である。

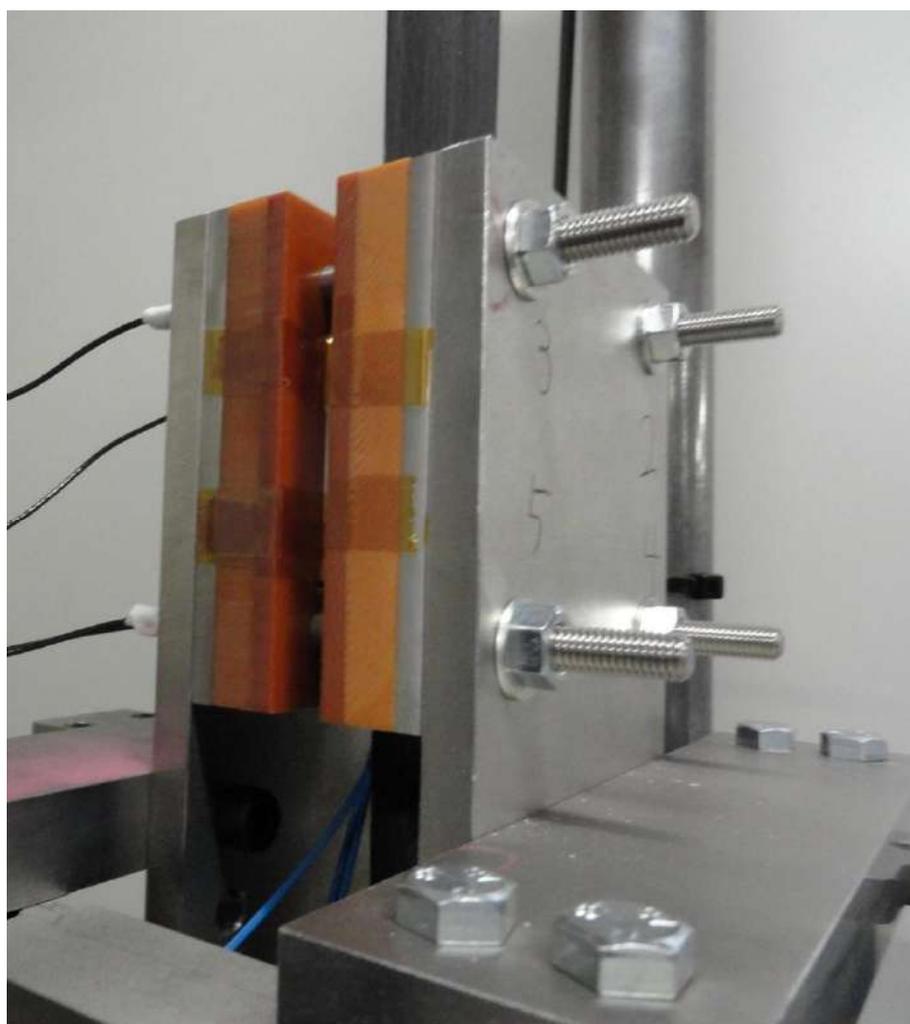


Fig.2-9 Overview of the mechanism of heat and pressure.



Fig.2-10 Rubber heater.



Fig.2-11 Temperature controller.



Fig.2-12 Bolt-gauge.

## (c) その他の機構

試験片へ直接、温度・圧力を伝えるため図 2-13 に示すアルミ板を用いた。アルミ板には図 2-14 のような穴を開け、熱電対を仕込み、温度を測定した。また図 2-15 のようにテフロンシートをアルミ板表面に接着した。また、断熱材として図 2-16 に示すベークライトを用い、ヒーターの熱が外へ漏れるのを防いだ。



Fig.2-13 Alminum plate (upper surface).

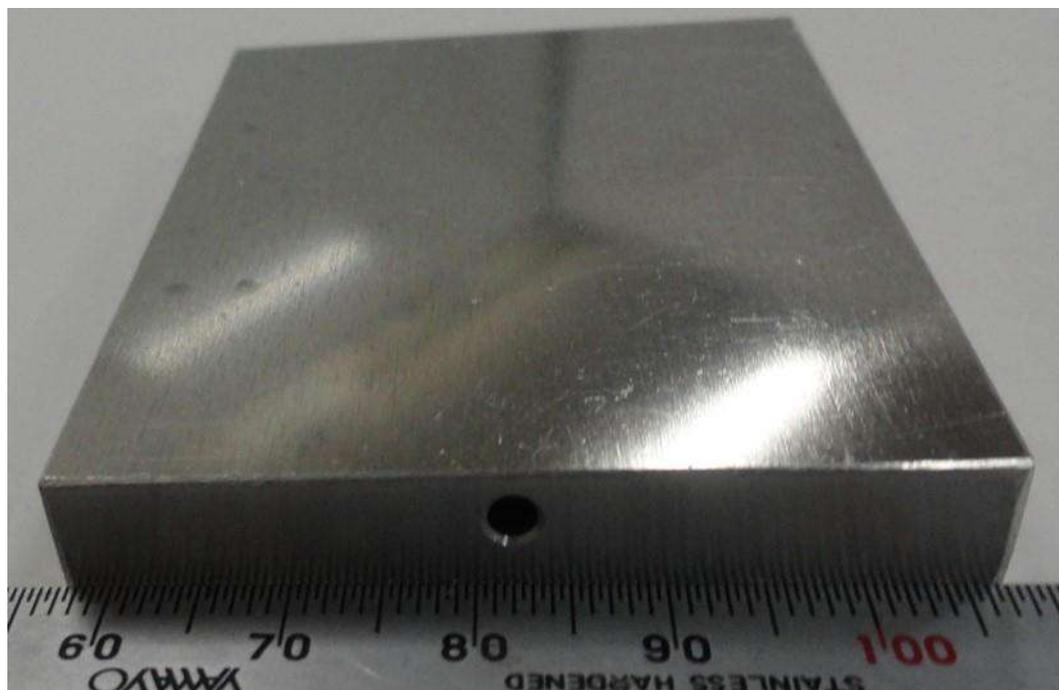


Fig.2-14 Alminum plate (side surface).

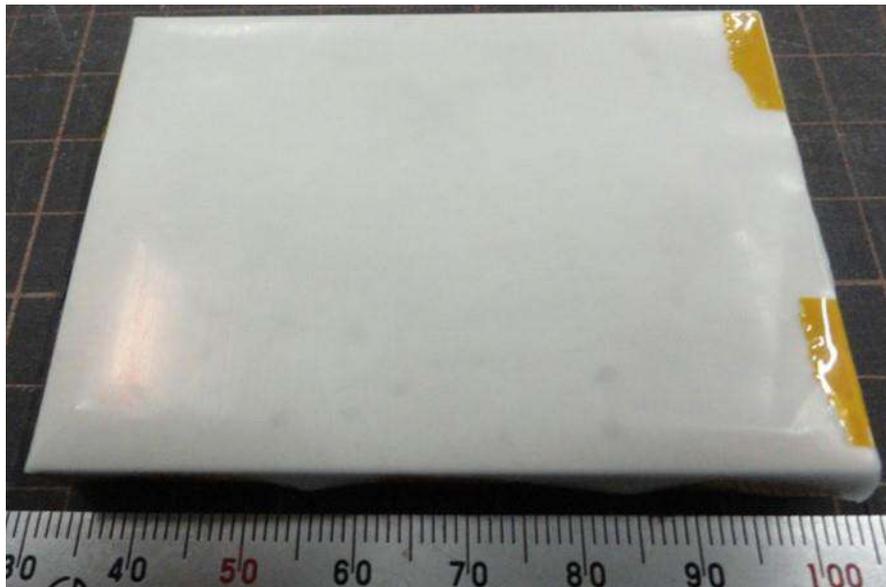


Fig.2-15 Aluminum plate adhered Teflon sheet.

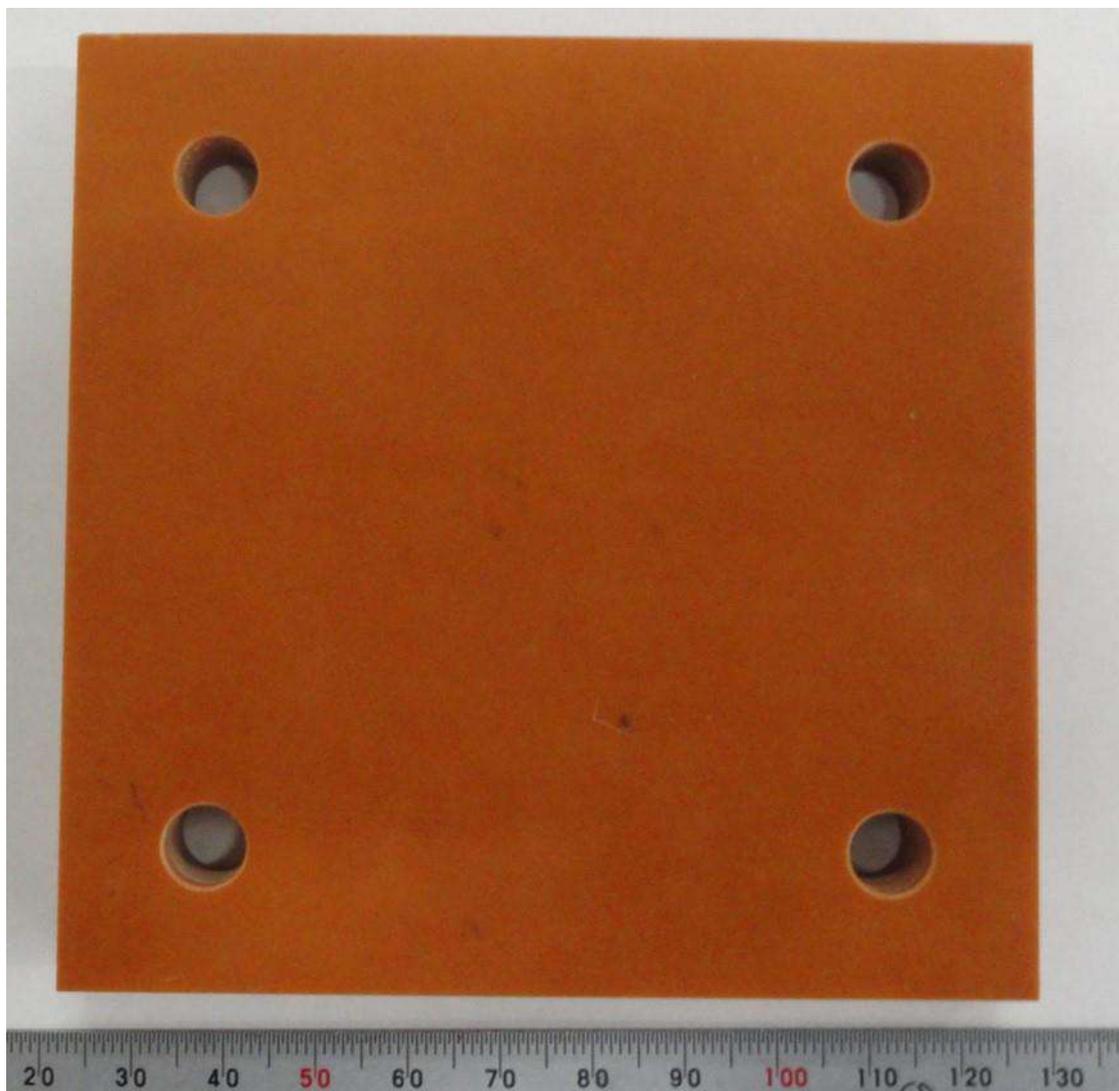


Fig.2-16 Thermal insulation material (bakelite).

### 2-2-2 実験方法

本研究では T700SC/2592 および T800S/3900-2B の 2 種類の試験片について常温下および硬化条件に沿った引抜試験を実施した。また 2 種類の試験片に関して DSC 試験を行い、硬化度の測定を実施した。以下にそれぞれの試験方法および試験条件を示す。

#### 2-2-2-1 常温下での引抜試験

##### (a) T700SC/2592

図 2-3(a)に示した[0<sub>2</sub>]<sub>s</sub> について試験を実施した。表 2-1 に示すように引抜速度は 0.1, 1.0[mm/min], 負荷圧力は 0.1, 1.0[MPa]とした。また試験中, 引張荷重  $F$  [N]と変位  $\delta$  [mm], 温度  $T$  [°C]および圧力を負荷するボルトの荷重  $P$  [N]を記録した。またせん断応力  $\tau$  [MPa]を次式で求め, 評価した。

$$\tau = \frac{F}{S} \quad (2-1)$$

ここで  $S$  は試験領域の面積であり, 試験が進むにつれ変化し, 変位  $\delta$  [mm]を用いて次式で求められる。

$$S = 50 \times (50 - \delta) \quad (2-2)$$

##### (b) T800S/3900-2B

図 2-3 に示した[0<sub>2</sub>]<sub>s</sub>, [0/90/0]<sub>s</sub>, [0/45/-45/0]<sub>s</sub> の 3 種類の試験片について試験を実施した。引抜速度は 0.05, 0.5, 1.0[mm/min], 負荷圧力は 0.1, 1.0[MPa]とした。試験は引抜量 20[mm]まで実施した。

Table 2-1 Pull-out test condition in room temp.

Prepreg type	Stacking sequence of specimens	Pull-out velocity [mm/min]	Applied pressure [MPa]
T700SC/2592	[0 <sub>2</sub> ] <sub>s</sub>	0.1, 1.0	0.1, 1.0
T800S/3900-2B	[0 <sub>2</sub> ] <sub>s</sub> , [0/90/0] <sub>s</sub> , [0/45/-45/0] <sub>s</sub>	0.05, 0.5, 1.0	

## 2-2-2-2 硬化条件に沿った引抜試験

## (a) T700SC/2592

図 2-3(a)に示した $[0_2]_s$ について図 2-1 に示した硬化条件に沿って温度を制御しつつ試験を実施した。表 2-2 に示すように引抜速度は 0.01, 0.05, 0.1 [mm/min], 負荷圧力は 0.3[MPa]とした。試験はクロスヘッドを動かす区間を変化させ、図 2-17 に示すように 3 種類の試験を実施した。まず試験中クロスヘッドを動かし続けた(a) continuous loading test, 2 か所の温度上昇区間でクロスヘッドを動かし, 温度一定区間でクロスヘッドを止めた(b) ramp loading test, 2 回目の温度上昇区間でクロスヘッドを動かし, それ以外の区間でクロスヘッドを止めた(c) second ramp loading test の 3 種類を行った。

## (b) T800S/3900-2B

図 2-3(a)に示した $[0_2]_s$ について図 2-2 に示した硬化条件に沿って温度を制御しつつ試験を実施した。表 2-2 に示すように引抜速度は 0.01,0.05, 0.1[mm/min], 負荷圧力は 0.6[MPa]とした。また図 2-3 に示した $[0_2]_s$ ,  $[0/90/0]_s$ および $[0/45/-45/0]_s$ についても図 2-2 に示した硬化条件に沿って温度を制御しつつ試験を実施した。この試験においては表 2-2 に示すように引抜速度は 0.05[mm/min]とし負荷圧力は 0.6[MPa]とした。

Table 2-2 Pull-out test condition in cure cycle

Type of prepreg	Stacking sequence of specimens	Pull-out velocity [mm/min]	Applied pressure [MPa]	Cure cycle
T700SC/2592	$[0_2]_s$	0.01,0.05,0.1	0.3	Fig.2-1
T800S/3900-2B	$[0_2]_s$	0.01,0.05,0.1	0.6	Fig.2-2
	$[0_2]_s, [0/90/0]_s, [0/45/-45/0]_s$	0.05		

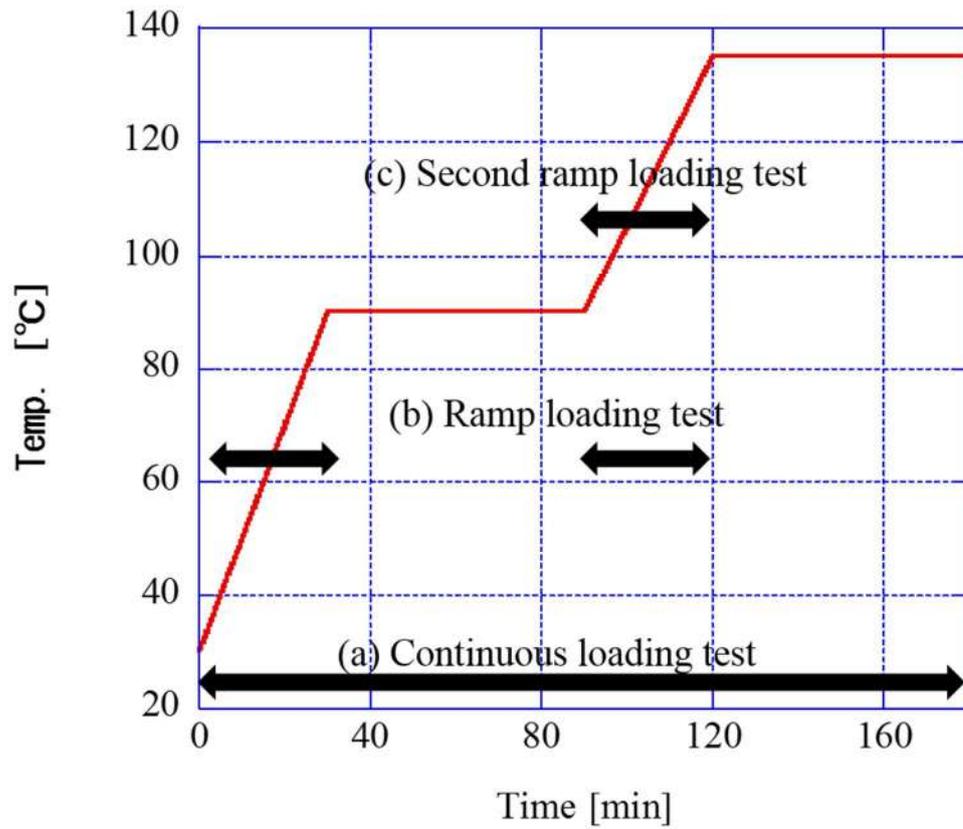


Fig.2-17 Cure cycle of T700SC/2592 and pull-out section.

## 2-3 DSC 試験

### 2-3-1 DSC 試験装置

DSC 試験は示差走査熱量計 DSC-60Plus(株式会社島津製作所)を用いて実施した。この試験機は熱流速示差走査熱量測定を行う熱流速 DSC 試験機である。



Fig.2-18 Overview of DSC testing machine.

### 2-3-2 DSC 試験方法

T700SC/2592 および T800S/3900-2B について試験を実施した。図 2-19(a)に示すアルミニウム容器に試料を入れ、図 2-19(b)のようにクリンプしたものを図 2-18 に示す示差走査熱量計に投入した。試料量は 5[mg]とし、プリプレグをパンチで繰り抜いたものを使用した。標準物質は空のアルミニウム容器を用いた。硬化条件はそれぞれ図 2-1 および 2-2 に示したものに沿って試験を実施し、発熱量を測定し、次式で硬化度  $\alpha$  を求めた。

$$\alpha = \frac{H_R}{H_T} \quad (2-3)$$

ここで、 $H_R$  は発熱量、 $H_T$  は総発熱量である。



(a)



(b)

Fig.2-19 Crimp of the test piece.

## 第3章 実験結果および考察

### 3-1 常温下での引抜試験結果

#### 3-1-1 T700SC/2592

図 3-1 に常温下で引抜速度 1.0[mm/min]，負荷圧力 0.1 および 1.0[MPa]における荷重-変位曲線を，図 3-2 に同条件におけるせん断応力-変位曲線を示す．また図 3-3 に常温下で引抜速度 0.1[mm/min]，負荷圧力 0.1 および 1.0[MPa]における荷重変位曲線を，図 3-4 に同条件におけるせん断応力-変位曲線を示す．ここで，図 3-1 および図 3-3 は引張試験機から出力された荷重  $F$ [N]のデータである．また，試験面積は変位  $\delta$ [mm]によって変化するため，式(2-2)によって変化する試験面積を求めた．さらに，式(2-1)によってせん断応力を求めたものが図 3-2 および図 3-4 である．

図 3-2 より，引抜速度 1.0[mm/min]においては，負荷圧力 1.0[MPa]の方が 0.1[MPa]より高いせん断応力を示すことが確認できる．また，図 3-4 より，引抜速度 0.1[mm/min]でも同様に負荷圧力 1.0[MPa]の方が高いせん断応力を示すことが確認できる．このように，変位 2.5[mm]以降は 1.0[MPa]の方が高いせん断応力を示すが，一方で，試験初期では負荷圧力に依存せずほぼ同様の挙動を示している．これは，試験初期と変位 2.5[mm]以降では，せん断応力に影響を及ぼしている要因が異なるからだと考えられる．すなわち，変位 2.5[mm]以降では，CFRP 同士の摩擦によってせん断応力が生じているが，一方で，試験初期では，CFRP 同士の摩擦ではなく層間の樹脂のせん断変形が起こっていると考えられる<sup>(4)</sup>．また図 3-2 および 3-4 より，負荷圧力 1.0[MPa]および 0.1[MPa]いずれの場合も，引抜速度 1.0[mm/min]の方が 0.1[mm/min]より約 2 倍高いせん断応力を示しており，速度依存性を示すことが確認できる．

以上の結果をまとめると，試験初期では層間の樹脂のせん断変形が起こり，その後摩擦挙動に移行することが判明した．また負荷圧力および引抜速度が大きくなるほどせん断応力が大きくなることが判明した．

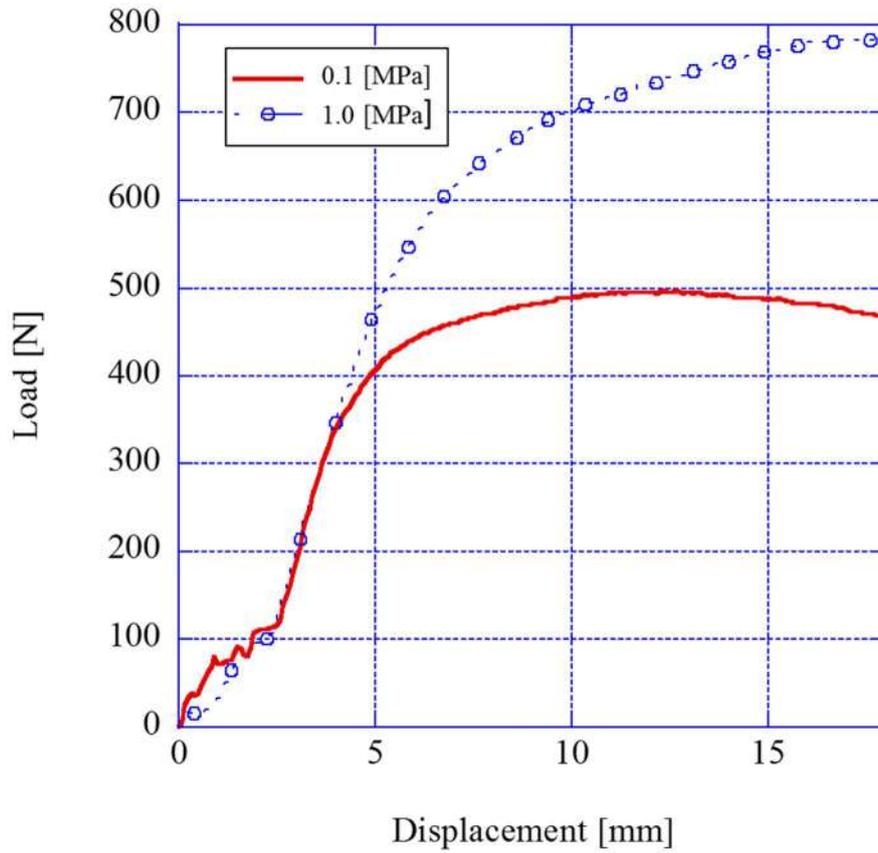


Fig.3-1 Load - displacement curve of pull-out test.  
(Room Temp., 1.0[mm/min])

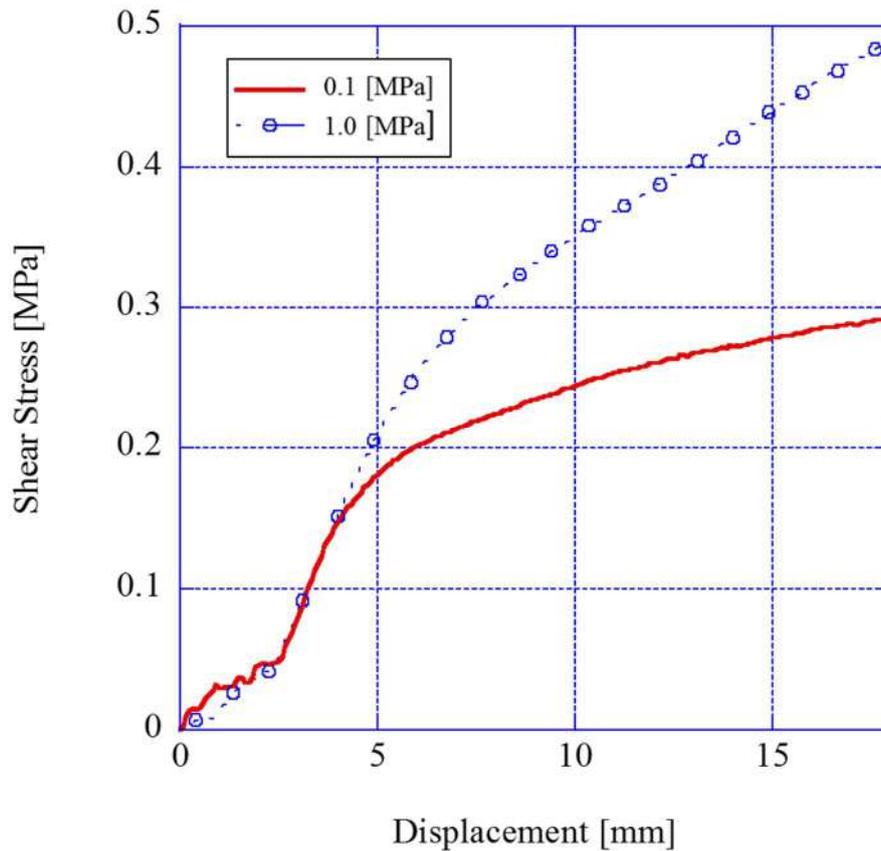


Fig.3-2 Shear stress  $\sigma$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 1.0[mm/min])

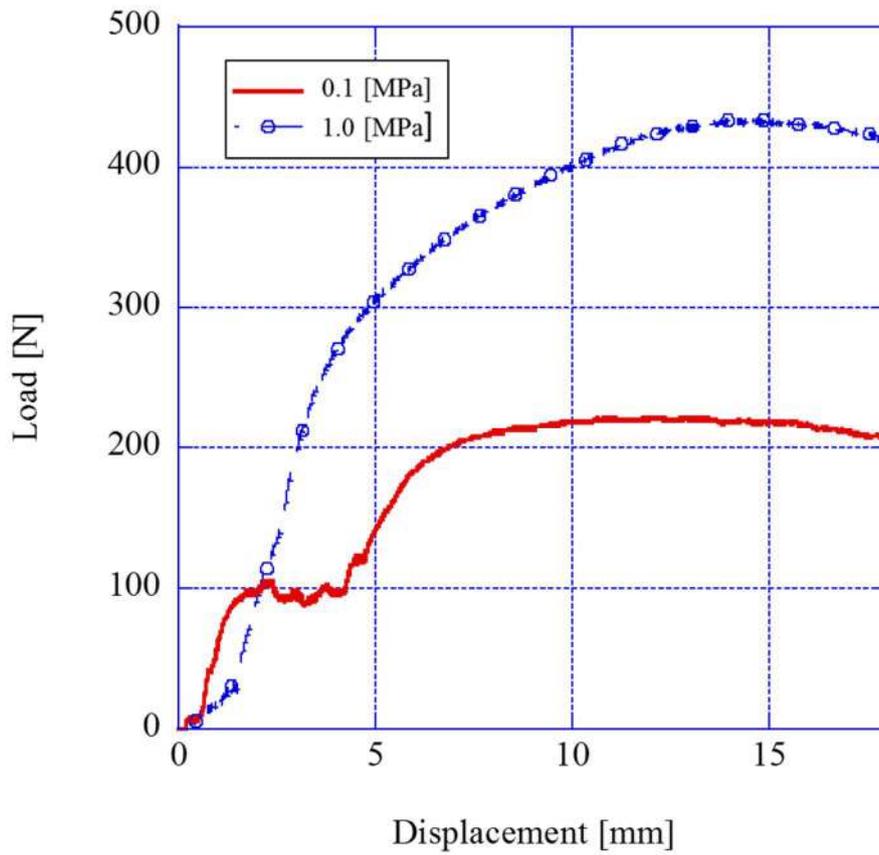


Fig.3-3 Load - displacement curve of pull-out test.  
(Room Temp., 0.1[mm/min])

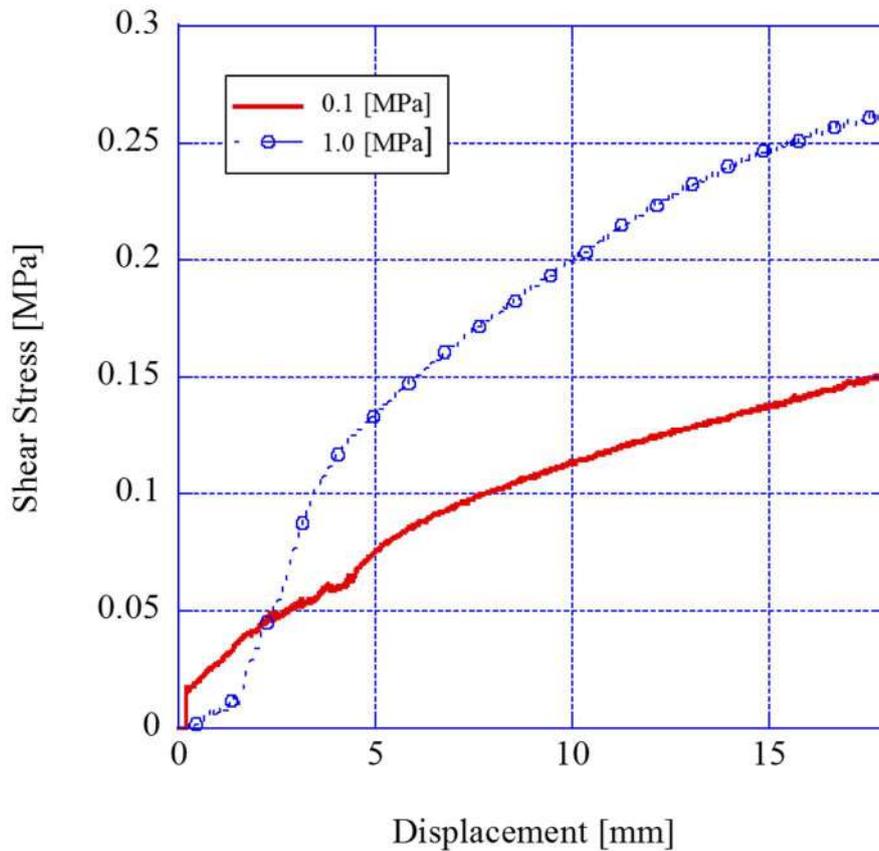


Fig.3-4 Shear stress - displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 0.1[mm/min])



### 3-1-2 T800S/3900-2B

図 3-5 に $[0_2]_s$  試験片の常温下、引抜速度 0.5[mm/min]、負荷圧力 0.1 および 1.0[MPa]における荷重-変位曲線を、図 3-6 に同条件におけるせん断応力-変位曲線を示す。

図 3-6 に示すように、1.0 および 0.1[MPa]のいずれの負荷圧力においても、試験開始後変位 1[mm]において挙動が変化していることが確認できる。これは 3-1-1 において T700SC/2592 の引抜試験でも見られた CFRP のせん断変形から摩擦挙動への移行であると考えられる<sup>(4)</sup>。また、いずれの負荷圧力においても、変位 2.5[mm]付近でせん断応力の急落が確認できる。さらに、同様のせん断応力の急落が負荷圧力 0.1[MPa]では変位 5[mm]付近に、負荷圧力 1.0[MPa]では変位 7[mm]に見られる。このように、せん断応力-変位曲線が上下するのは、せん断変形挙動（応力上昇）と摩擦すべり挙動（応力低下）を繰り返しているためであると考えられる。

図 3-5 および 3-6 と同様に、図 3-7～3-10 に $[0/90/0]_s$  および $[0/45/-45/0]_s$  試験片の荷重-変位曲線およびせん断応力-変位曲線をそれぞれ示す。また引抜速度 1.0[mm/min]および 0.05[mm/min]においても同様に図 3-11～3-22 に示す。負荷圧力の影響であるが、2 つの条件を除いて（図 3-8： $[0/90/0]_s$ , 0.5[mm/min]、図 3-22： $[0/45/-45/0]_s$ , 0.05[mm/min]）、負荷圧力 1.0[MPa]のほうが 0.1[MPa]よりも高いせん断応力を示すことが確認できる。また、引抜速度の影響については、同様の積層構成および負荷圧力同士で比較すると、引抜速度が大きいほど、せん断応力は高くなり、速度依存性を示した。また図 3-6 において見られた変位 1[mm]における挙動の変化であるが、大小の差はあるものの全ての条件において確認された。また、引抜速度 1.0 および 0.5[mm/min]では、変位 2.5[mm]でせん断応力の急落が確認されたが、引抜速度 0.05[mm/min]では、せん断応力の低下は非常に小さなものであった。これは、引抜速度が小さいとき、せん断変形が遅く、小さな摩擦すべりが断続的に起きるためであると考えられる。

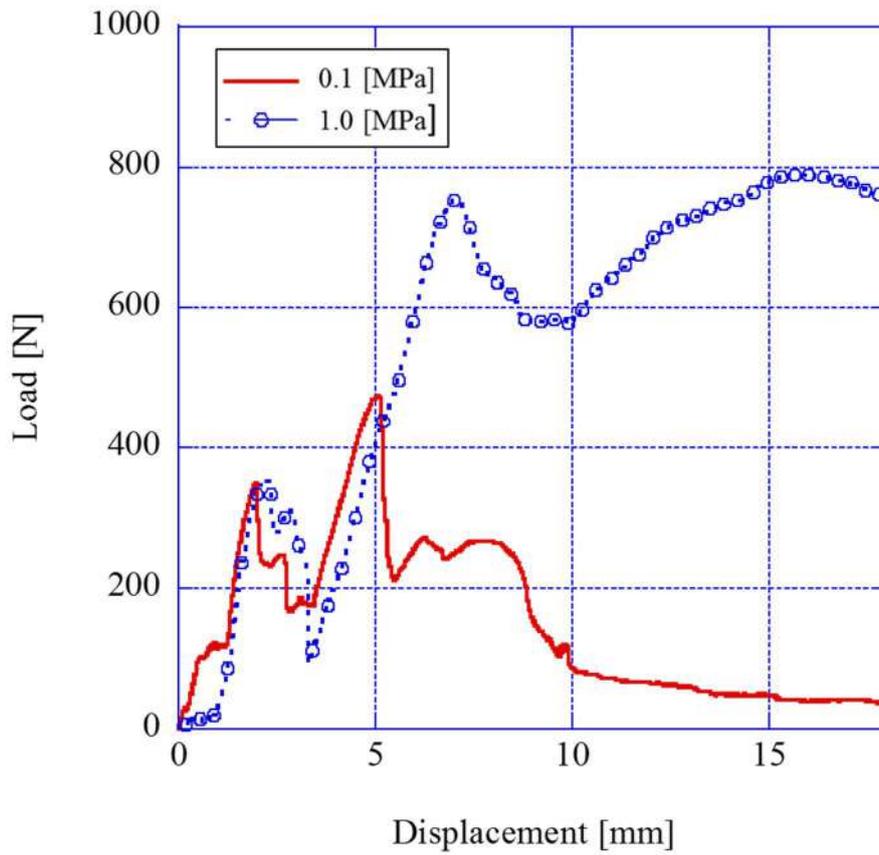


Fig.3-5 Load  $\delta$  displacement curve of pull-out test.  
 (Room temp., 0.5[mm/min], [O<sub>2</sub>]s)

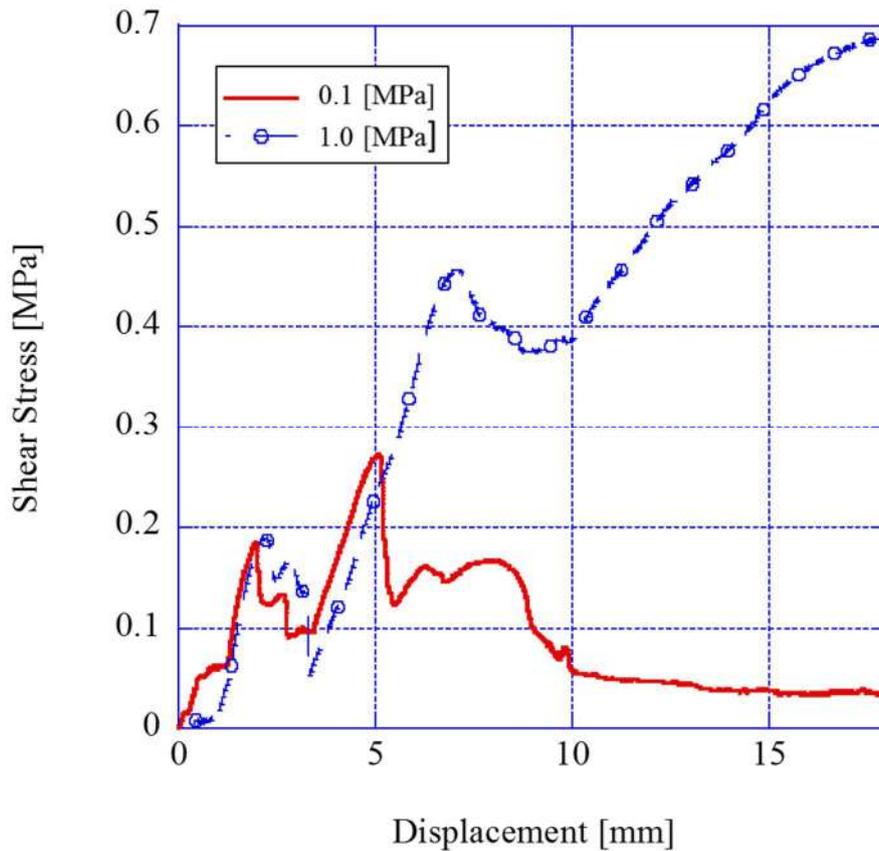


Fig.3-6 Shear stress - displacement curve of pull-out test.  
 (Room temp., 0.5[mm/min], [O<sub>2</sub>]s)

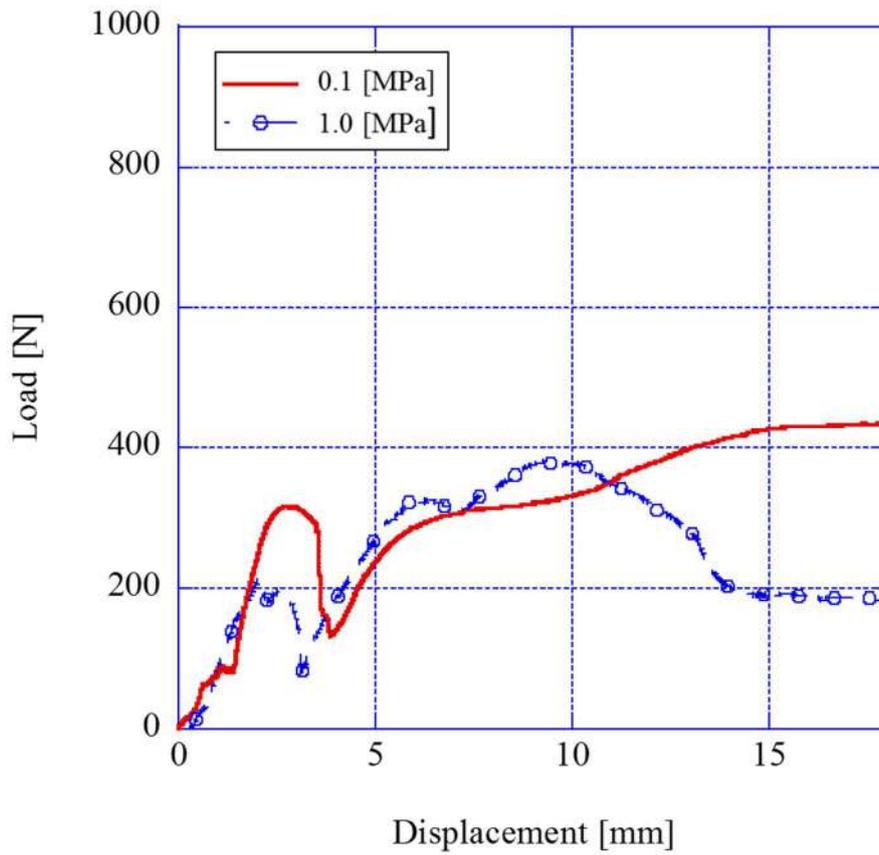


Fig.3-7 Load  $\sigma$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 0.5[mm/min], [0/90/0]<sub>s</sub>)

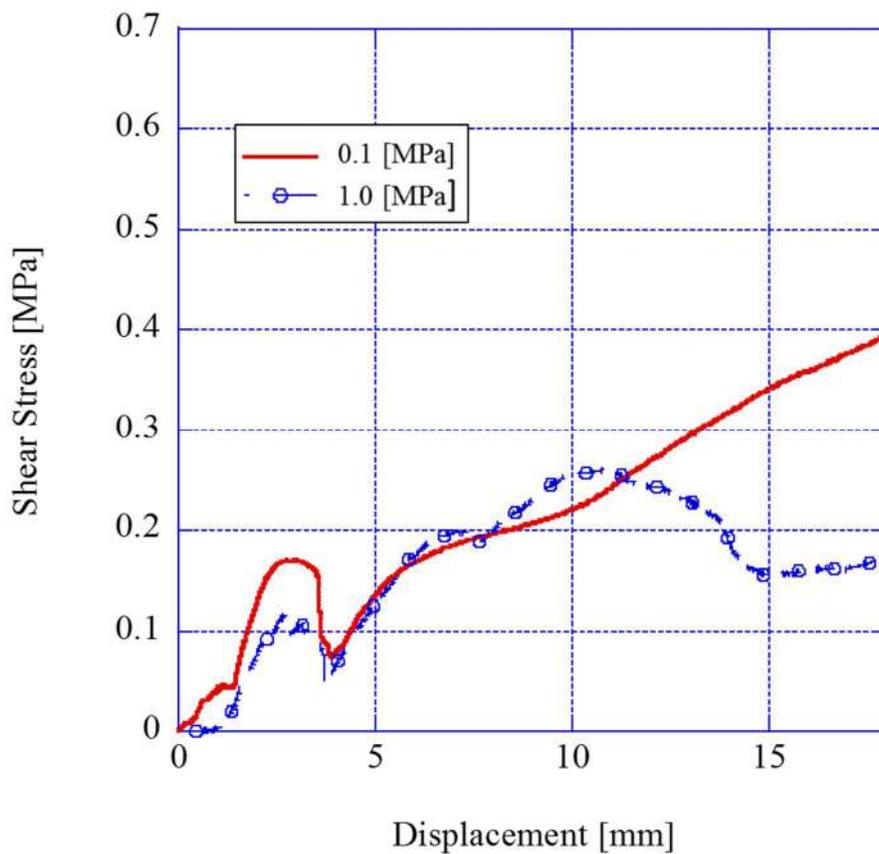


Fig.3-8 Shear stress  $\sigma$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 0.5[mm/min], [0/90/0]<sub>s</sub>)

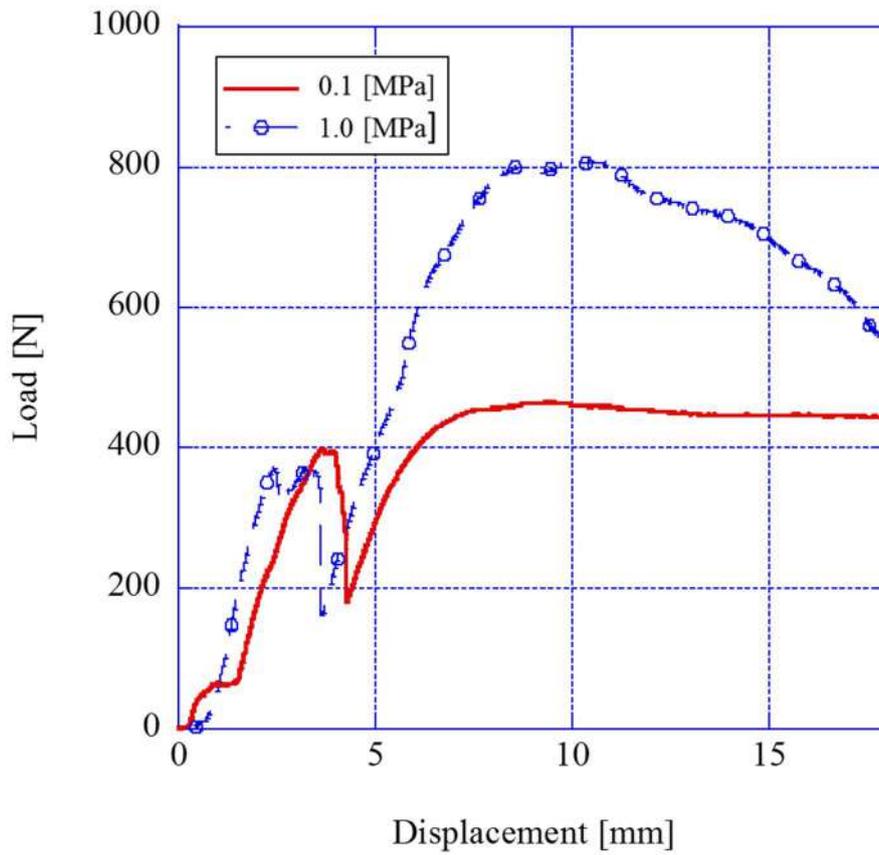


Fig.3-9 Load  $\delta$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 0.5[mm/min], [0/45/-45/0]<sub>S</sub>)

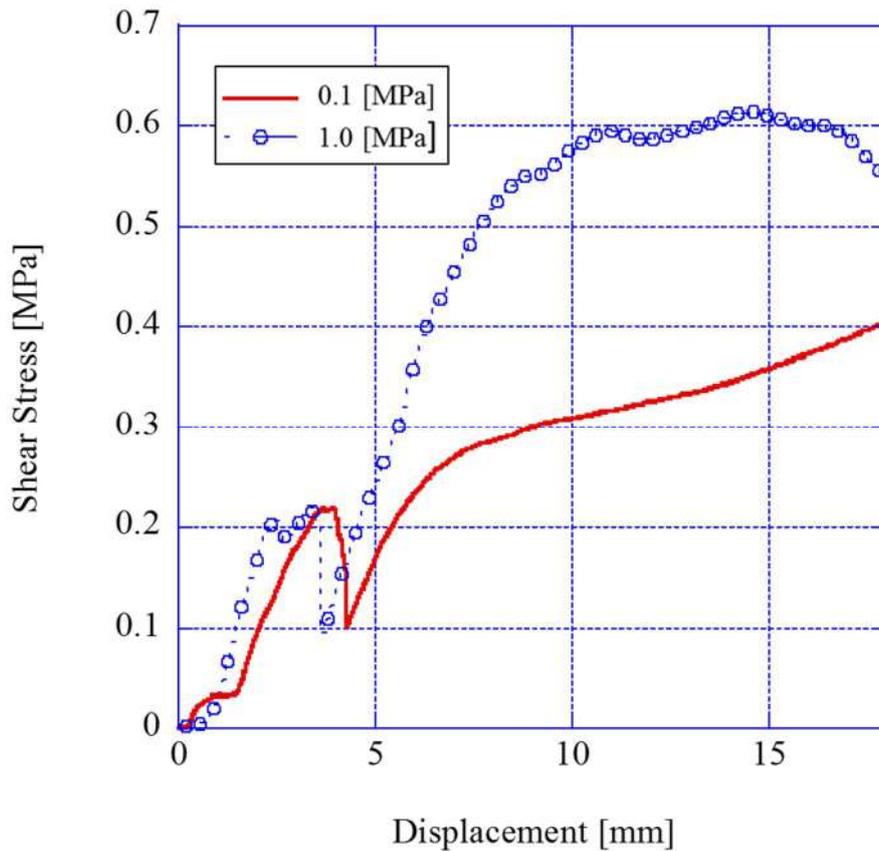


Fig.3-10 Shear stress  $\delta$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 0.5[mm/min], [0/45/-45/0]<sub>S</sub>)

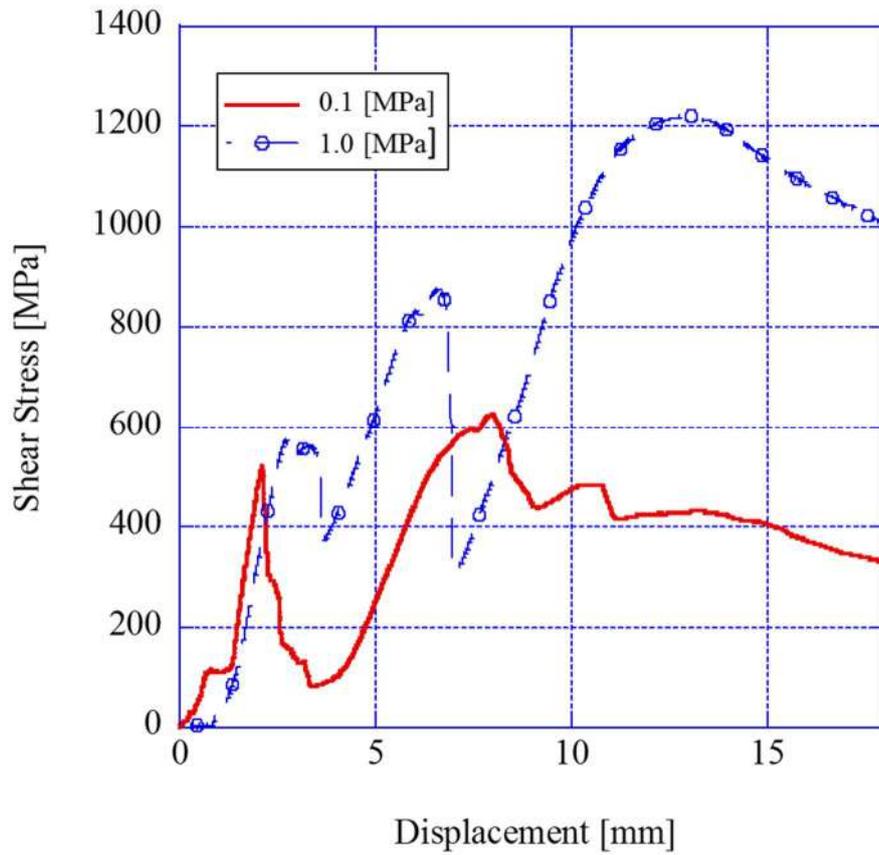


Fig.3-11 Load  $\sigma$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 1.0[mm/min], [0<sub>2</sub>]s)

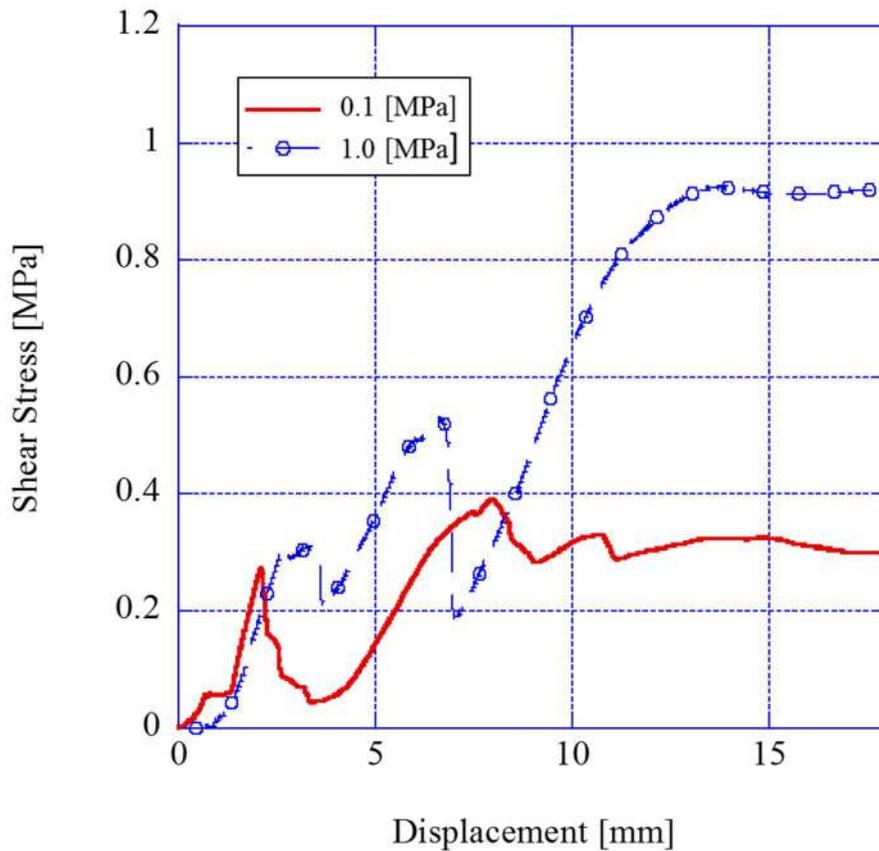


Fig.3-12 Shear stress - displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 1.0[mm/min], [0<sub>2</sub>]s)

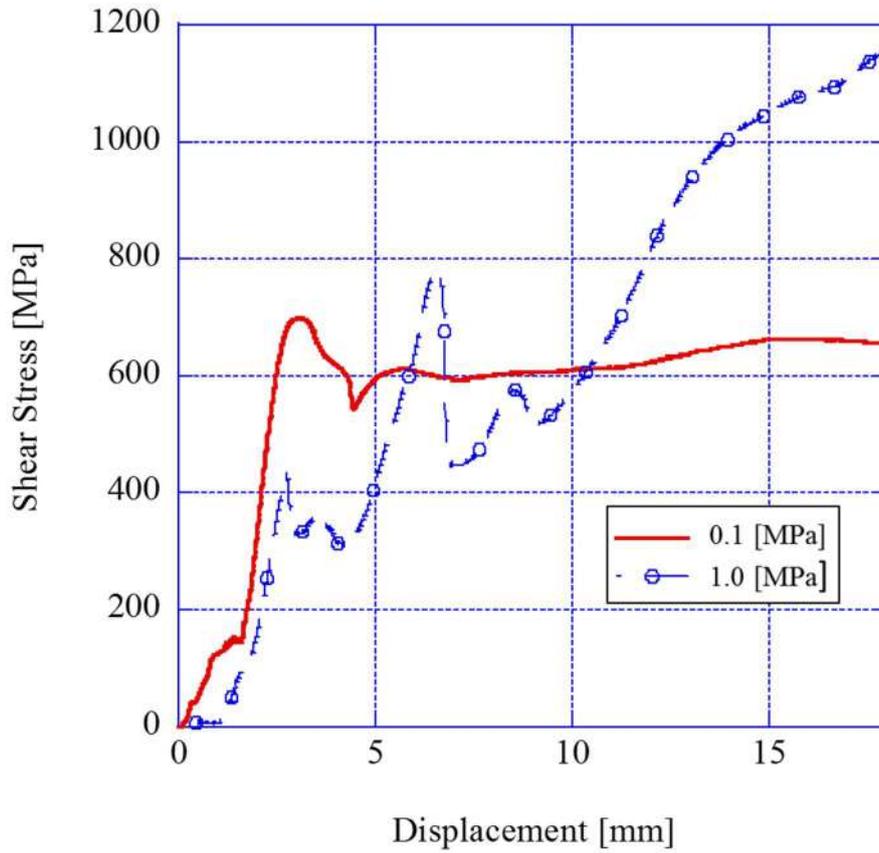


Fig.3-13 Load  $\sigma$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 1.0[mm/min], [0/90/0]<sub>s</sub>)

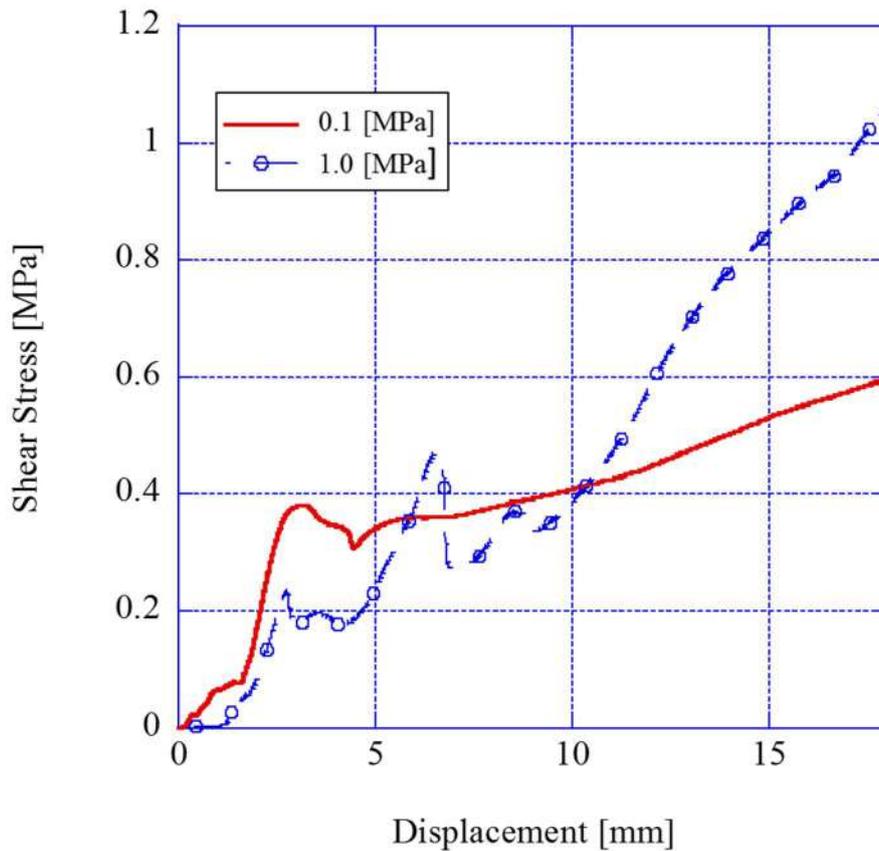


Fig.3-14 Shear stress  $\sigma$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 1.0[mm/min], [0/90/0]<sub>s</sub>)

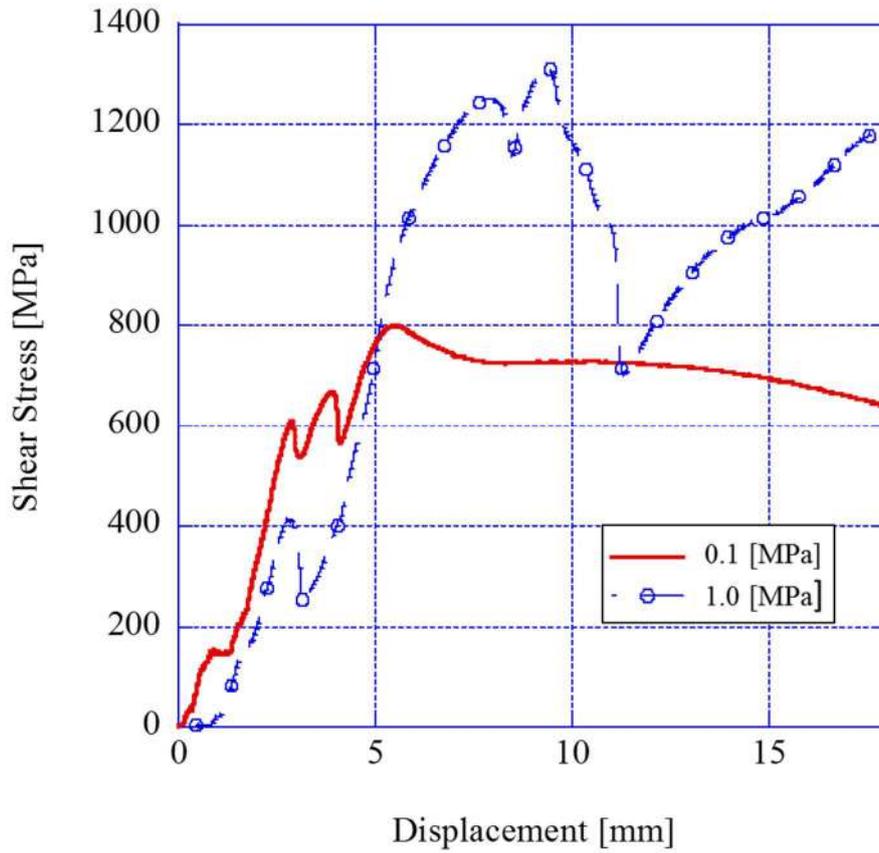


Fig.3-15 Load  $\sigma$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 1.0[mm/min], [0/45/-45/0]<sub>s</sub>)

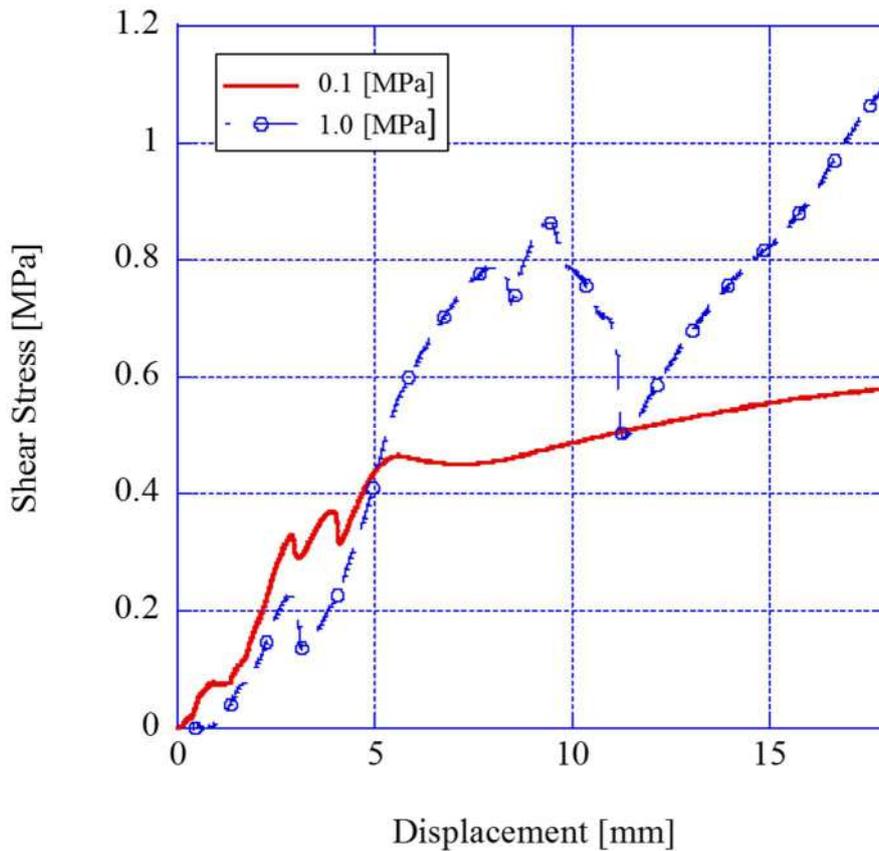


Fig.3-16 Shear stress  $\sigma$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 1.0[mm/min], [0/45/-45/0]<sub>s</sub>)

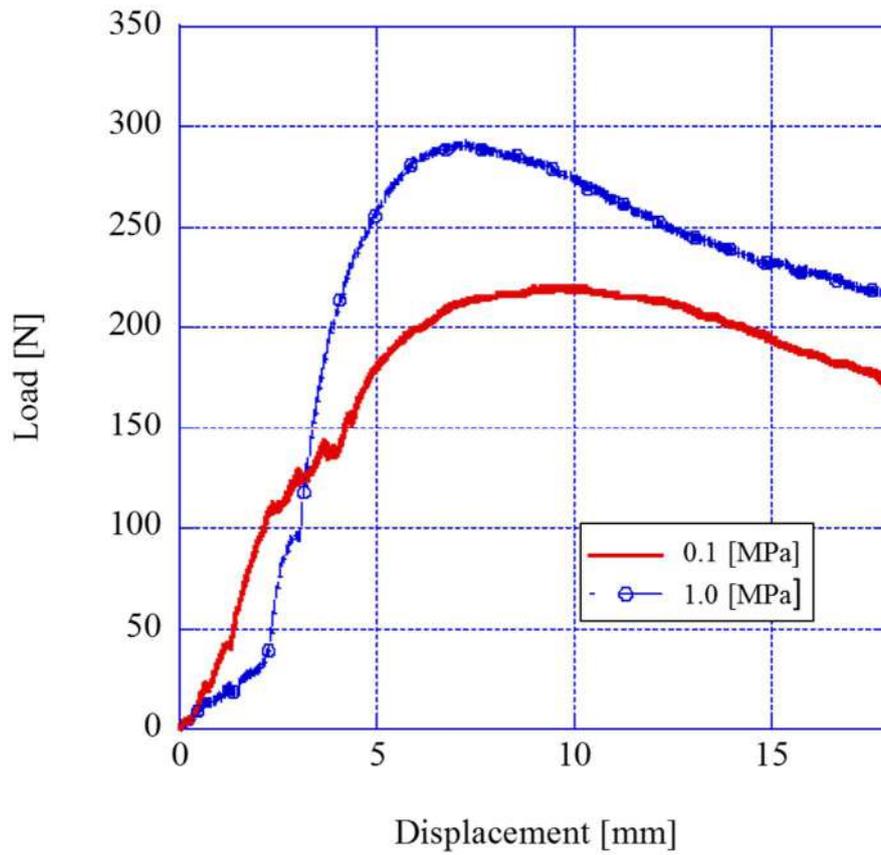


Fig.3-17 Load  $\sigma$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 0.05[mm/min], [O<sub>2</sub>]<sub>s</sub>)

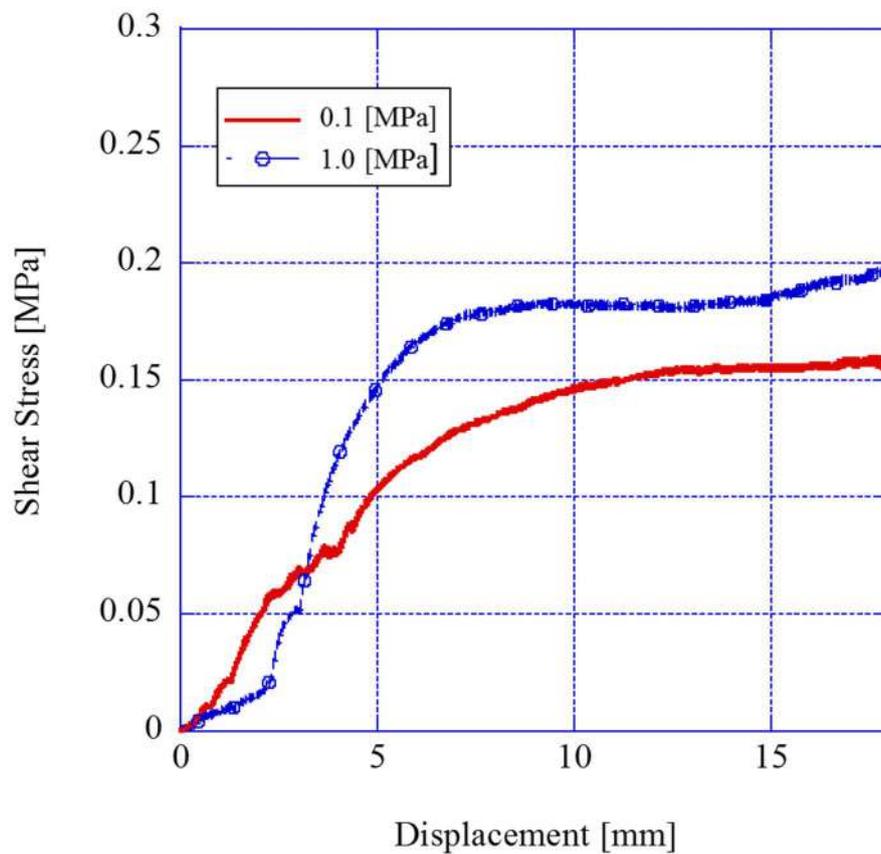


Fig.3-18 Shear stress - displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 0.05[mm/min], [O<sub>2</sub>]<sub>s</sub>)

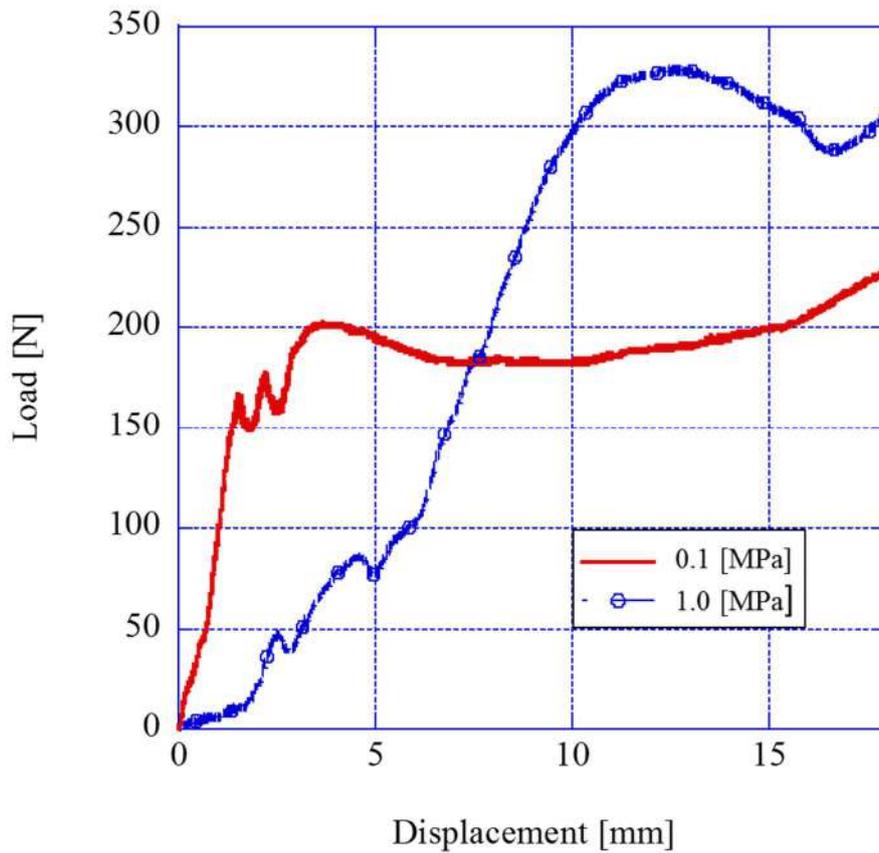


Fig.3-19 Load  $\sigma$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 0.05[mm/min], [0/90/0]<sub>s</sub>)

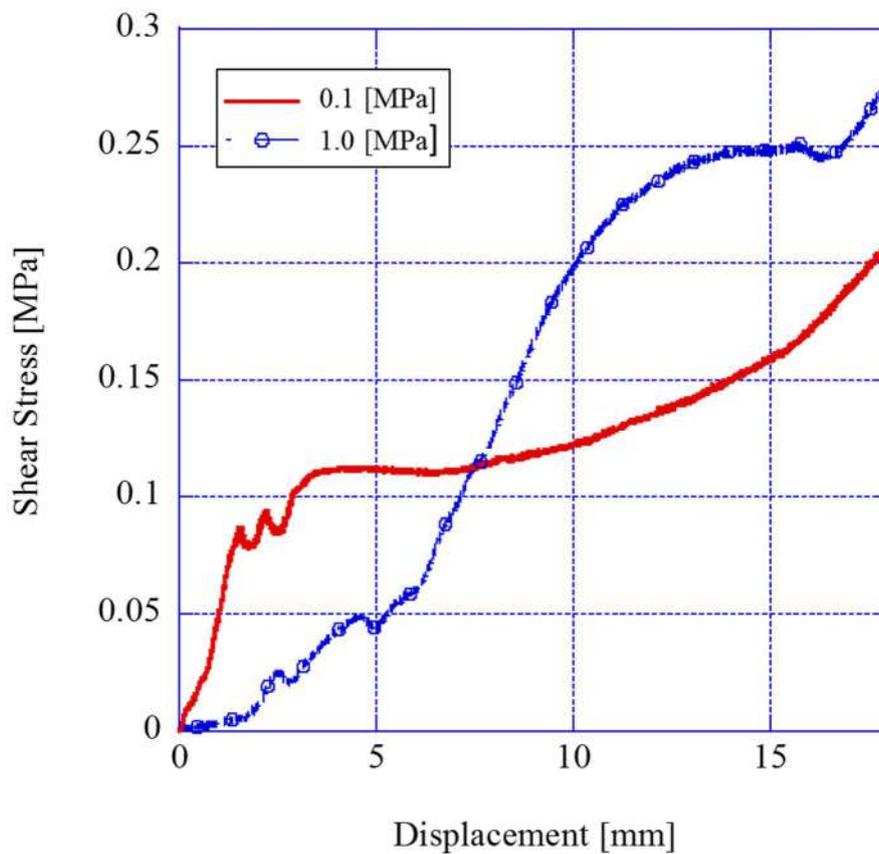


Fig.3-20 Shear stress  $\sigma$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 0.05[mm/min], [0/90/0]<sub>s</sub>)

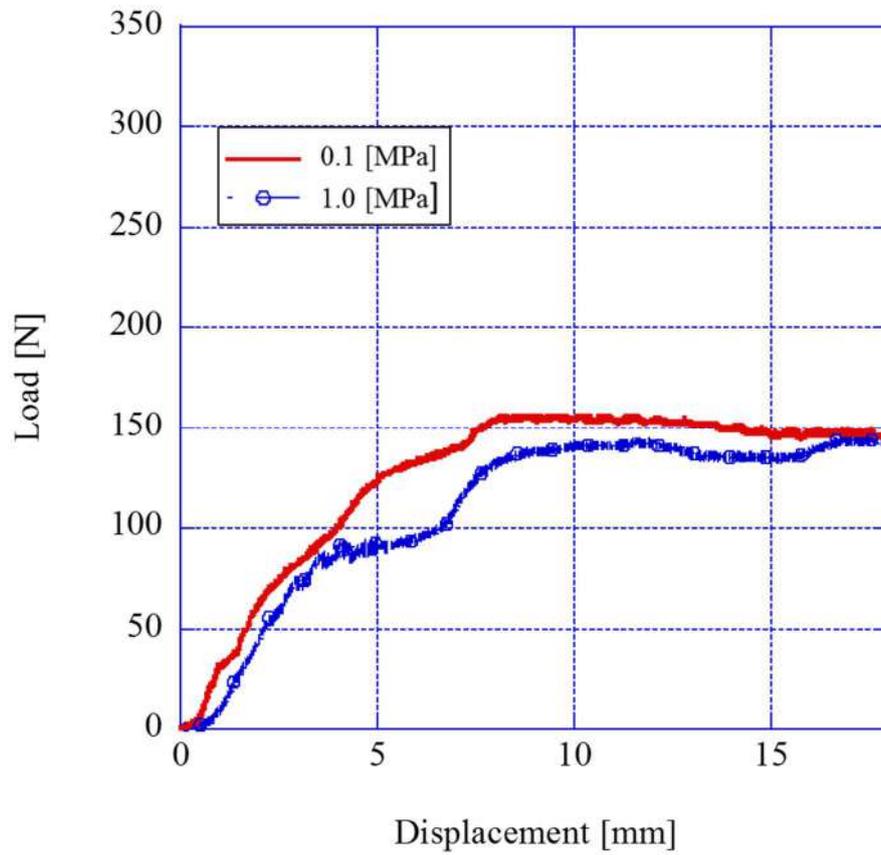


Fig.3-21 Load  $\sigma$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 0.05[mm/min], [0/45/-45/0]<sub>S</sub>)

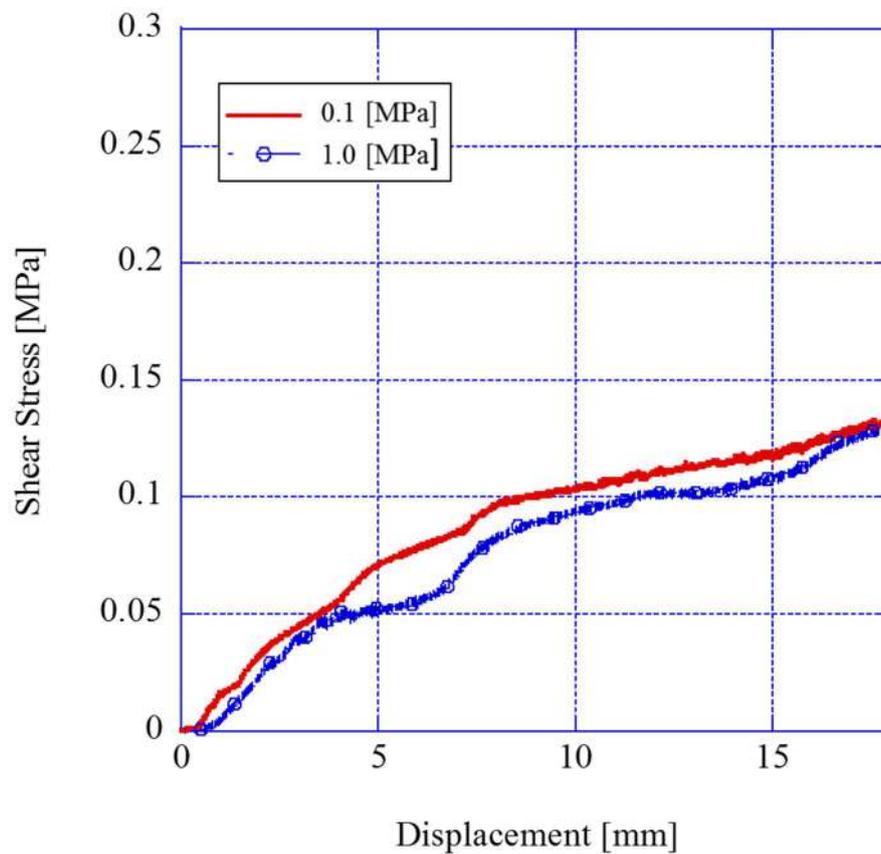


Fig.3-22 Shear stress  $\sigma$  displacement curve of pull-out test.  
(Room temp., 0.05[mm/min], [0/45/-45/0]<sub>S</sub>)

## 3-2 硬化条件に沿った引抜試験結果

## 3-2-1 DSC 試験結果

T700SC/2592 試験片の DSC 試験結果を図 3-23 に示す。DSC 試験は主に定速加熱、冷却、等温状態の熱分析を行う試験であり、CFRP の成形など、定速加熱、冷却、等温状態のような複数の温度状態を経るものを測定する際は、以下のように試験データの補完を行う必要がある。

図 3-23 の①の部分で DSC がほぼ一定となっていることが分かる。この部分は発熱反応が完全に終了し、定常状態になっているため、①の部分の DSC が 0 となるように補完を行う。次に温度変化が発生している②、③の部分の DSC が不連続となるため、連続になるように補完を行う。また④の部分についても DSC が 0 になるように補完を行う。これらの補完を行ったものを図 3-24 に示す。ここで図 3-24 において、⑤、⑥の部分において不連続な部分となるため、ここでベースライン補完を行う。ベースライン補完を行うために、⑤および⑥の部分から、⑦の曲線部分に接線を引き（図 3-25）、2本の直線の差分を引くことで、図 3-26 に示す最終的な DSC-時間曲線が得られる。同図から各時間における発熱量  $H_R$  を求めると、図 3-27 のようになる。また、時刻 150[ $\text{min}$ ]以降の発熱量を総発熱量  $H_T$  とし、硬化度を式(2-3)より求めると、図 3-28 のようになる。同図より、試験開始より約 40 分経過後に硬化が始まり、約 150 分後には硬化が完了していることが確認できる。また、硬化度は 2 回目の温度上昇が始まった 90 分経過したあたりで急激に増加している。

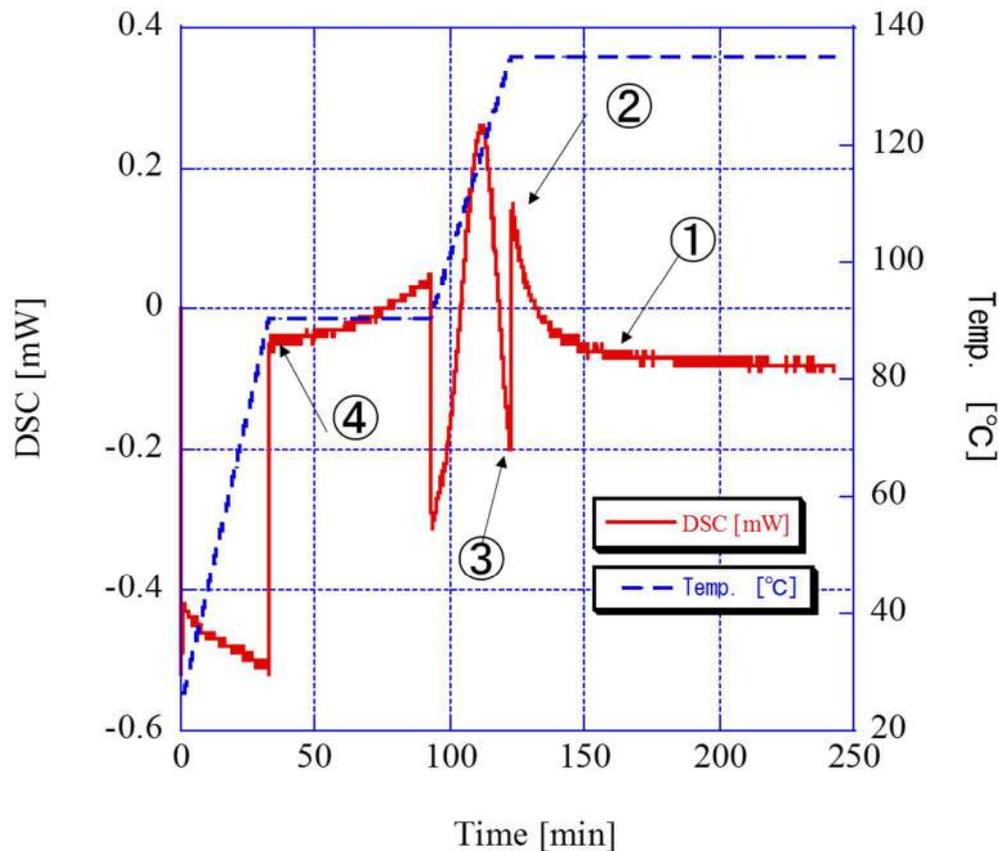


Fig.3-23 DSC ó time curve of T700SC/2592.

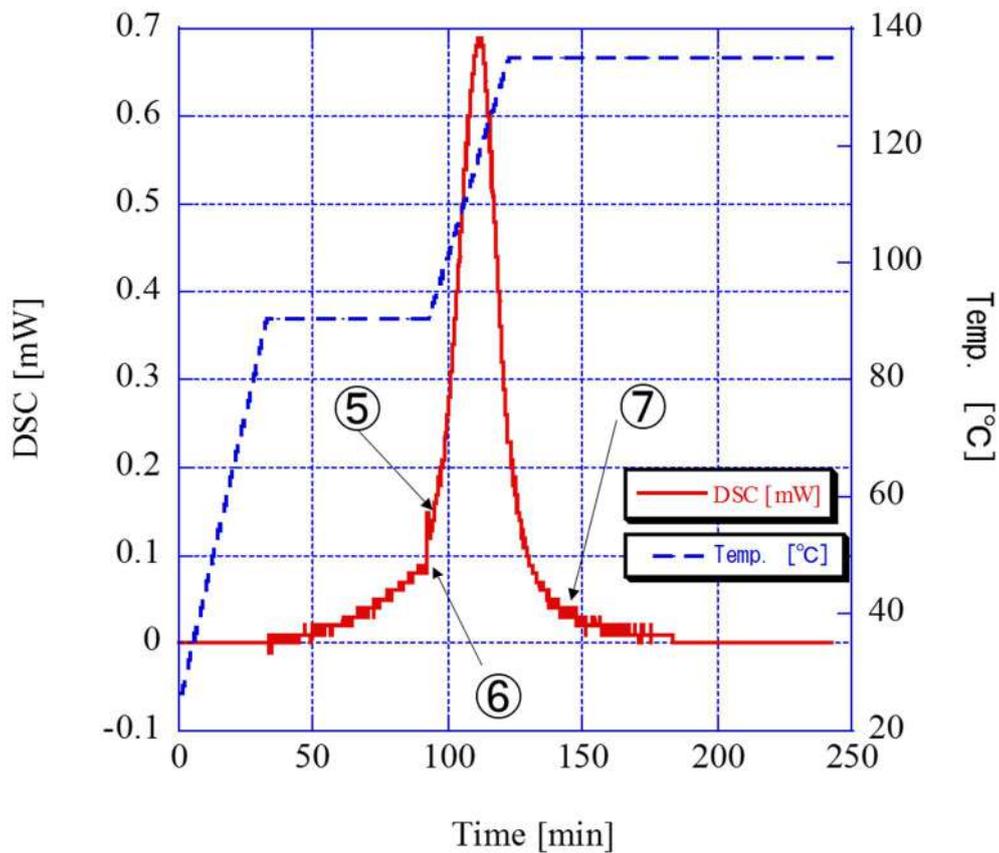


Fig.3-24 DSC 6 time curve of T700SC/2592 (complement 1).

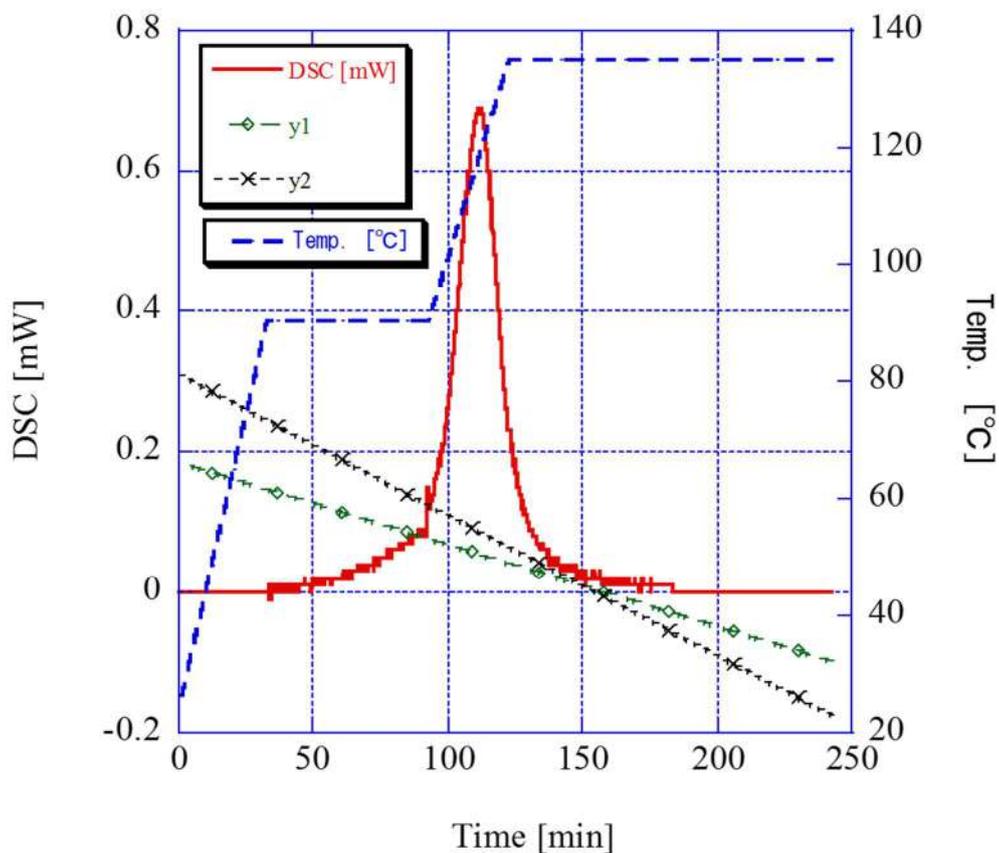


Fig.3-25 DSC 6 time curve of T700SC/2592 (complement 2)

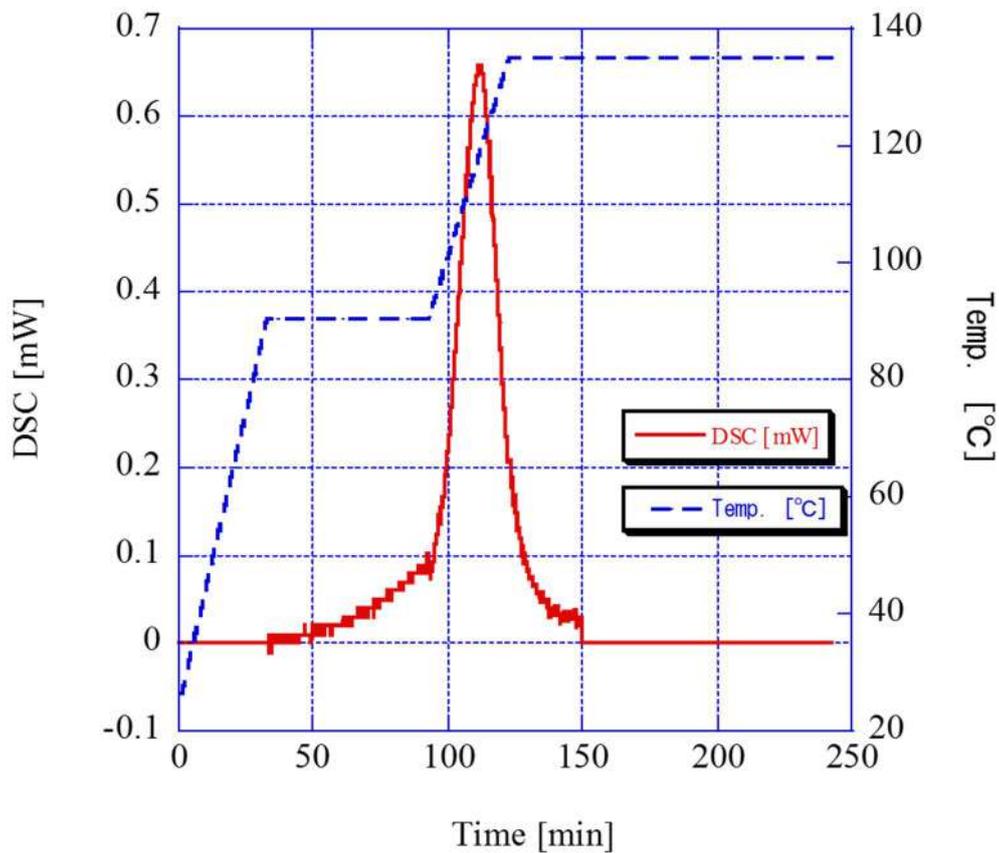


Fig.3-26 DSC 6 time curve of T700SC/2592 (complement 3).

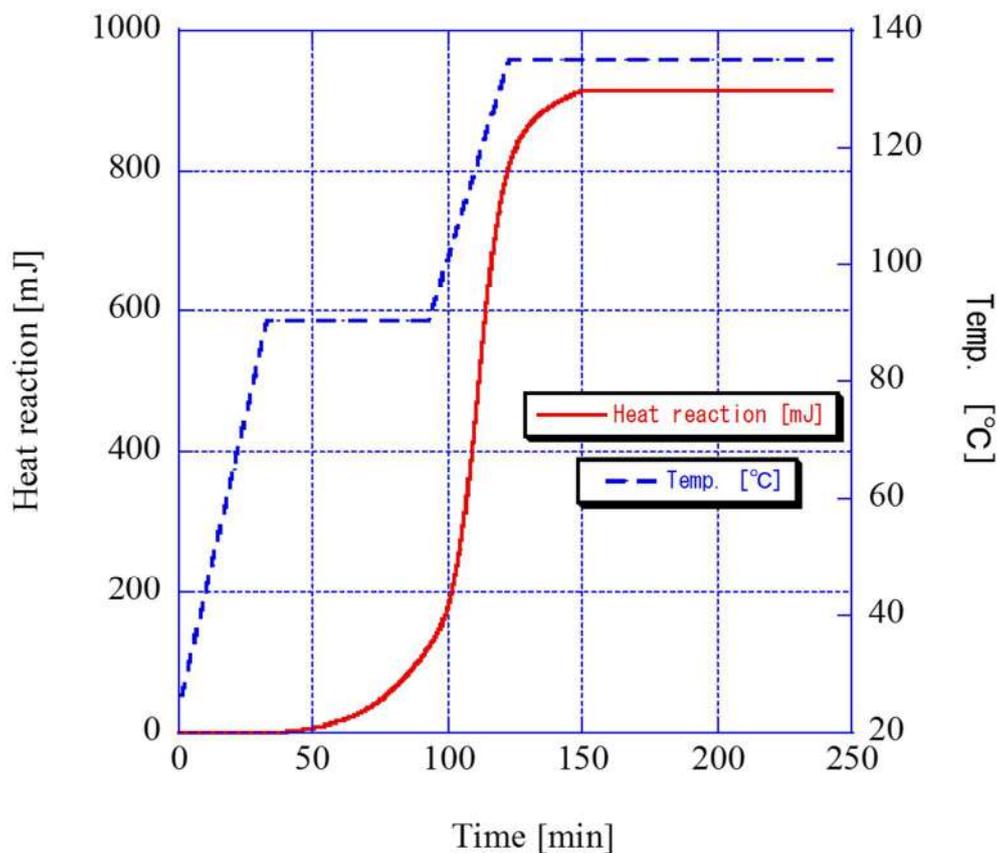


Fig.3-27 Time change of heat reaction and temperature.

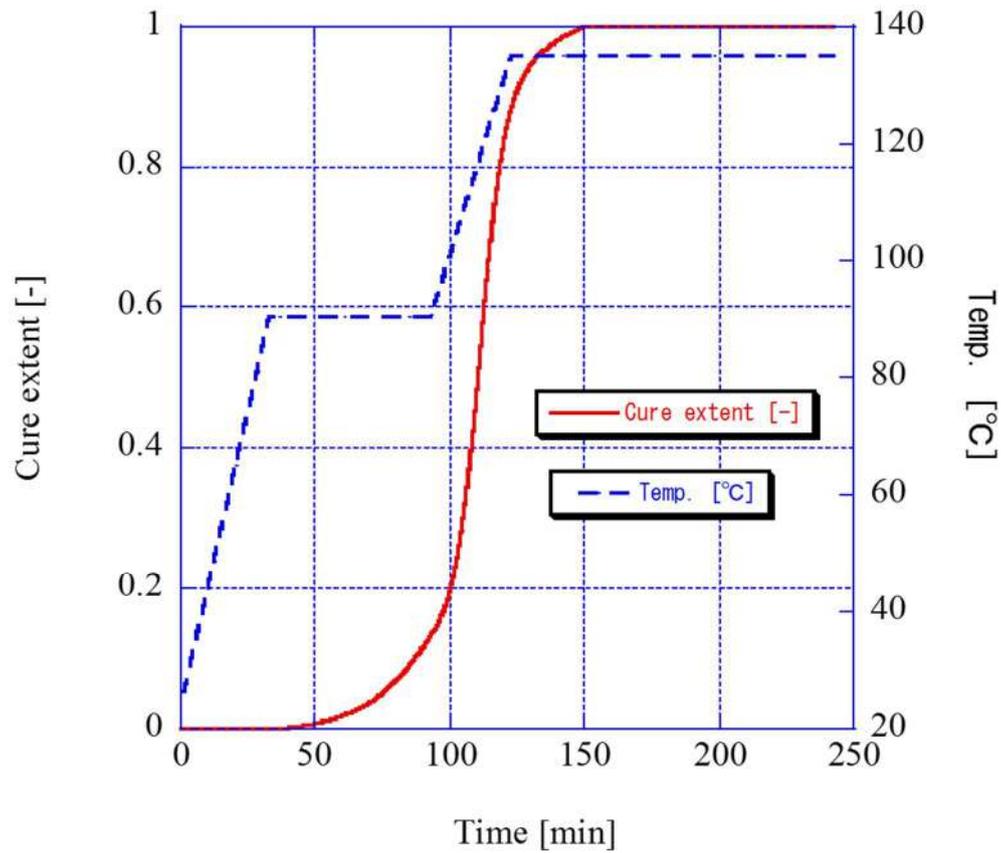


Fig.3-28 Time change of cure extent and temperature.

T800S/3900-2B 試験片の DSC 試験結果を図 3-29 に示す. また, T700SC/2592 と同様に補完を行うと, 図 3-30 に示す DSC-時間曲線が得られる. さらに, 図 3-30 から各時間における発熱量  $H_R$  を求めると図 3-31 のようになる. 時刻 150[min]以降の発熱量を総発熱量  $H_T$  とし, 硬化度を式(2-3)から求めると図 3-32 のようになる. 同図より, 試験開始より約 40 分後に硬化が始まり, 約 150 分には硬化が完了したことが確認できる.

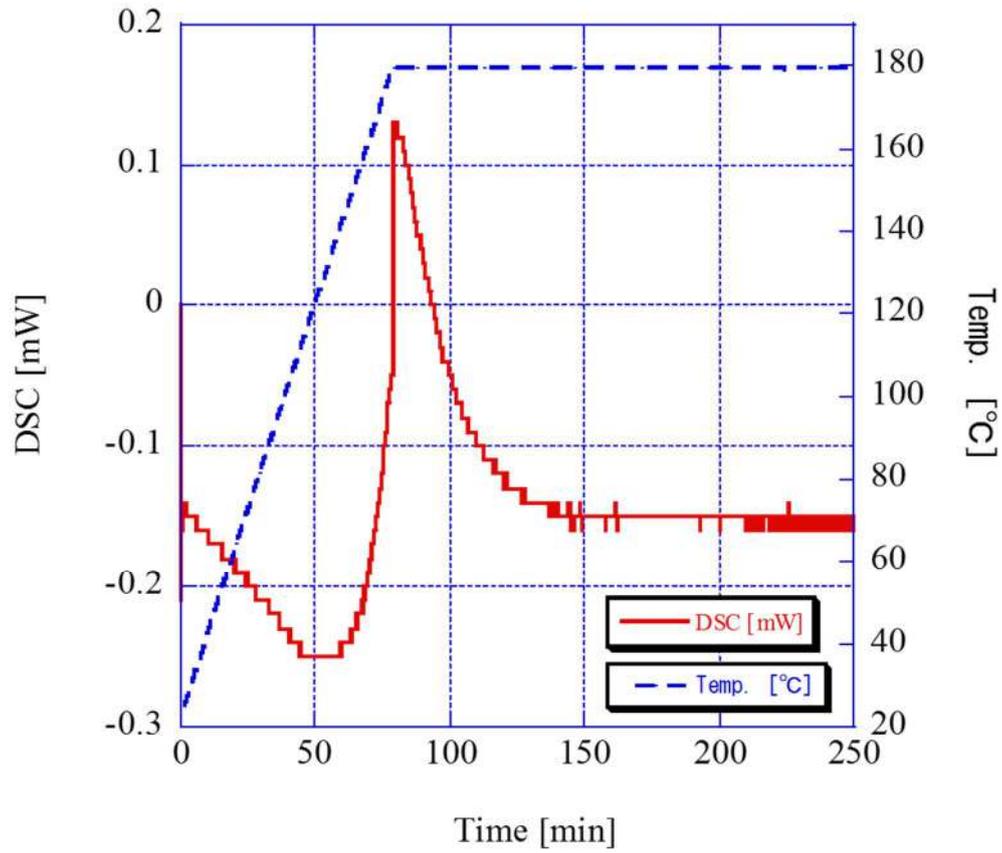


Fig.3-29 DSC 6 time curve of T800S/3900-2B.

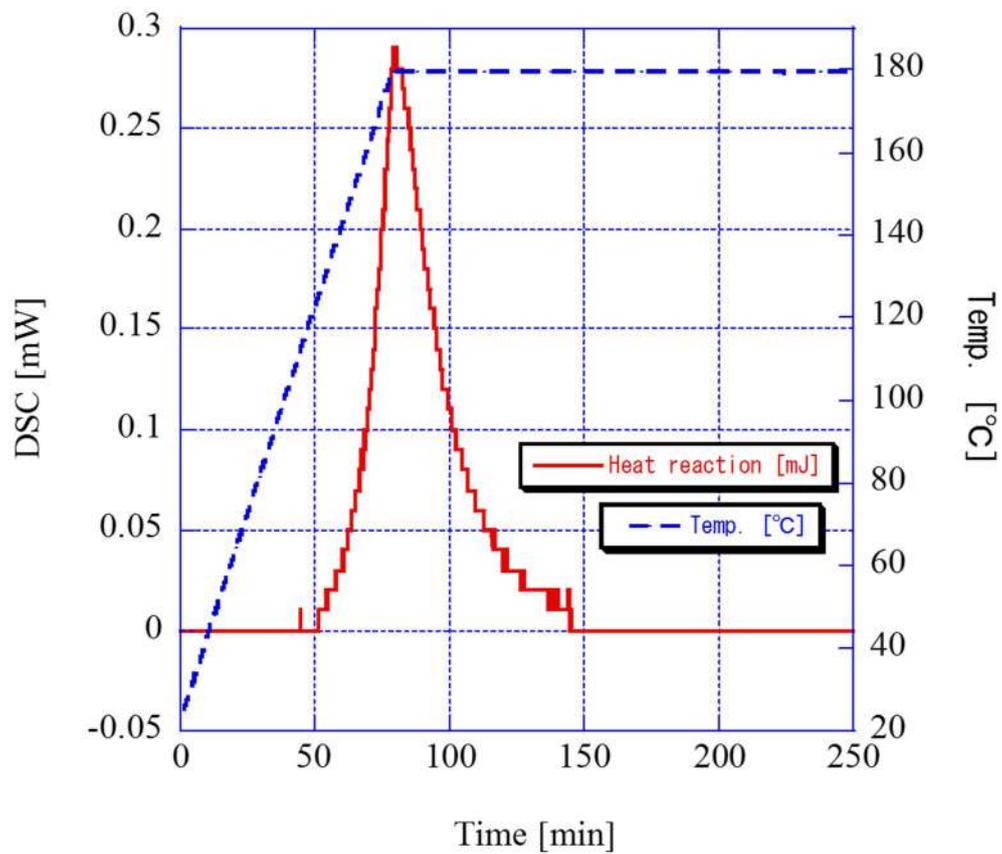


Fig.3-30 DSC 6 time curve of T800S/3900-2B(complement).

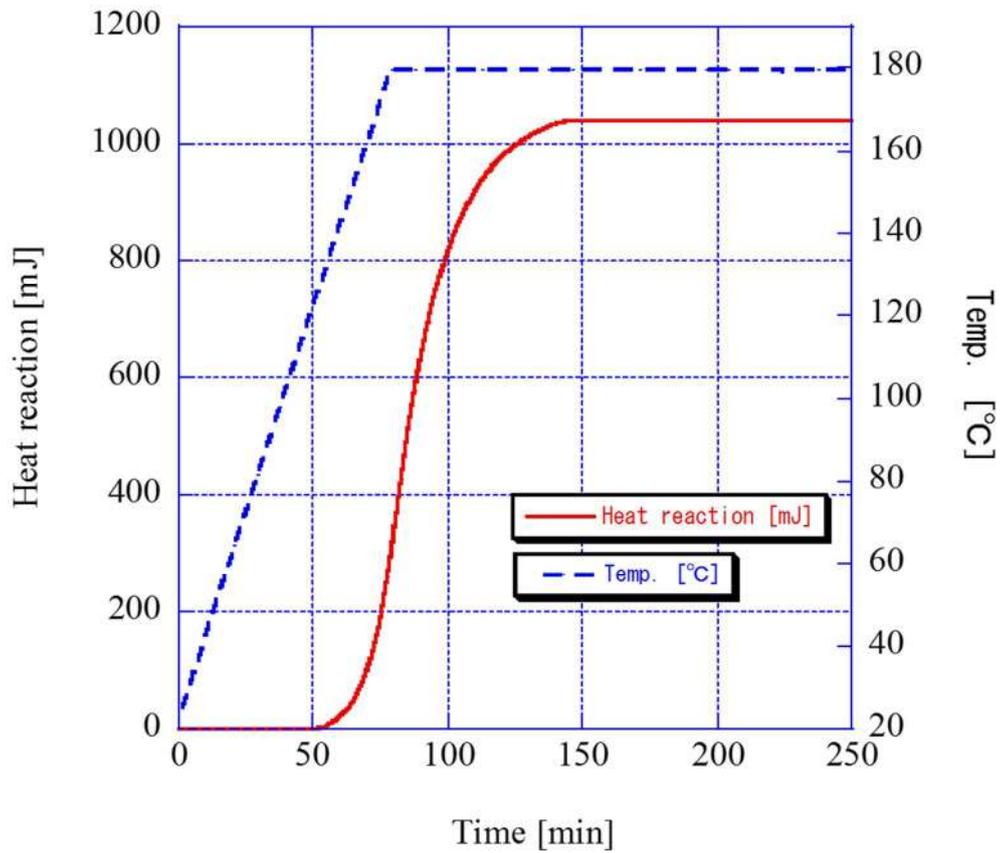


Fig.3-31 Time change heat reaction and temperature.

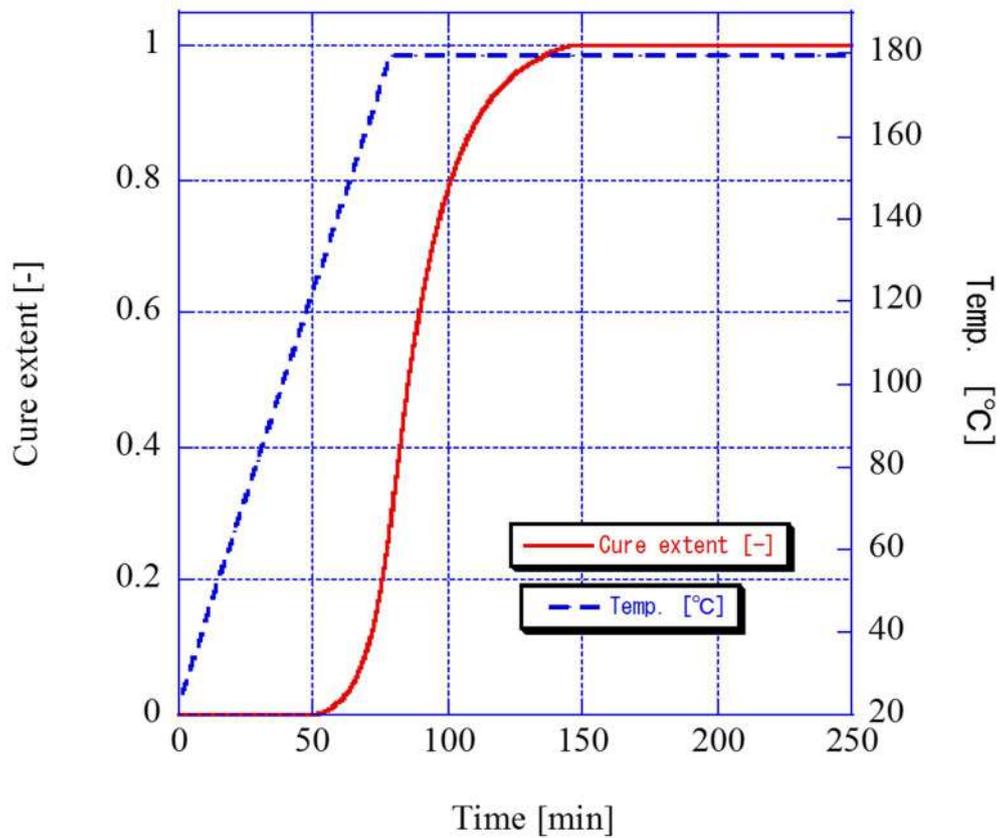


Fig.3-32 Time change of cure extent and temperature.

### 3-2-2 T700SC/2592

図 3-33 に硬化条件に沿った引抜試験 (Continuous loading test) におけるせん断応力-変位曲線を示す。(a)には硬化条件を、(b)には硬化度をともに示した。また、同様に図 3-34 に Ramp loading test, 図 3-35 に Second ramp loading test のせん断応力-変位曲線を示す。

図 3-33(a)より Continuous loading test において引抜速度が大きいくほどせん断応力が大きくなることを確認できる。また、せん断応力はクロスヘッドを動かし始めた試験開始より約 100 分後に急激に増加している。また、常温下での試験 (図 3-4) に比べ、非常に低いせん断応力を示している。このせん断応力の急激な増加および低いせん断応力は樹脂の硬化状態が試験中に変化したためであると考えられる。図 3-33(b)より試験開始から 100 分後にせん断応力の急激な増加が見られるが、この発生時刻は硬化度が急激に増加する時刻とほぼ一致している。よって、せん断応力の急激な増加は、硬化によるものだと考えられる。また、試験初期では温度が低く、樹脂が未硬化で柔らかい状態であったため、低いせん断応力状態を示したと考えられる。

図 3-34(a)より、Ramp loading test においても引抜速度が大きくなるほどせん断応力が大きくなることを確認できる。また、クロスヘッドを止めて、温度を一定に保った区間 (30~90[ $\text{min}$ ]および 120[ $\text{min}$ ]以降) では応力緩和が起きており、2 回目の方がより大きく応力緩和が起きている。図 3-33(a)と比較すると、最大せん断応力は Continuous loading test の方が非常に大きな値を示している。しかし、2 回目の温度上昇区間(90~120[ $\text{min}$ ])におけるせん断応力の増加量は、表 2-1 に示すように引抜速度 1.0[ $\text{mm}/\text{min}$ ]では Continuous loading test が 0.25[ $\text{MPa}$ ]、Ramp loading test が 0.22[ $\text{MPa}$ ]であり、引抜速度 0.05[ $\text{mm}/\text{min}$ ]では 0.10 および 0.11[ $\text{MPa}$ ]、0.01[ $\text{mm}/\text{min}$ ]では 0.02 および 0.02[ $\text{MPa}$ ]であり、ほとんど両者に差が見られなかった。図 3-34(b)よりクロスヘッドを動かした区間(0~30[ $\text{min}$ ]および 90~120[ $\text{min}$ ])においてせん断応力の増加量を比較すると 0~30[ $\text{min}$ ]のせん断応力の増加量と比べ、90~120[ $\text{min}$ ]のせん断応力の増加量の方が大きいことが確認できる。これは、0~30[ $\text{min}$ ]においては硬化が進んでおらず、90~120[ $\text{min}$ ]においては硬化が進んでいることが原因と考えられる。さらに、クロスヘッドを止めた区間 (30~90[ $\text{min}$ ]および 120[ $\text{min}$ ]以降) で起こる応力緩和についても硬化前の方が小さい応力緩和を示し、硬化後の方が大きな応力緩和を示している。

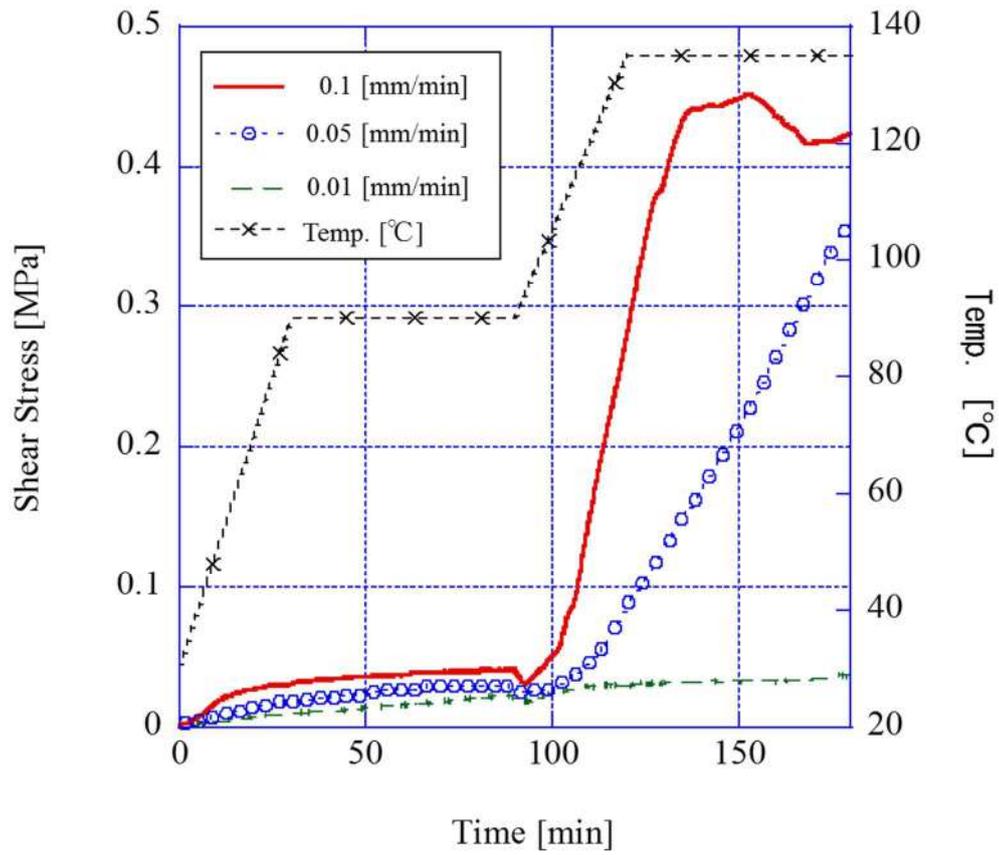
図 3-35(a)より、Second ramp loading test においても引抜速度が大きくなるほどせん断応力が大きくなることを確認できる。また、クロスヘッドを止めた区間 (120[ $\text{min}$ ]以降) では応力緩和が起きているが、図 3-34(a)の Ramp loading test における同区間の応力緩和よりも小さくなった。さらに、2 回目の温度上昇区間 (90~120[ $\text{min}$ ]) におけるせん断応力の増加量は、表 2-1 に示すように引抜速度 0.1, 0.05, 0.01[ $\text{mm}/\text{min}$ ]についてそれぞれ 0.12, 0.02, 0.01[ $\text{MPa}$ ]と図 3-33(a)Continuous loading test および図 3-34(a)Ramp loading test と比べ、非常に低い値を示した。これは Continuous loading test および Ramp loading test では最初の温度上昇区間 (0~30[ $\text{min}$ ]) でクロスヘッドを動かしているのに対し、Second ramp loading test ではクロスヘッドを動かしていないことが原因であると考えられる。すなわち最初の温度上昇区間での挙動が 2 回目の温度上昇区間での挙動に大きく影響を与えたと考えられる。図 3-35(b)より Second ramp loading test では硬化が進んでいない、樹脂が軟らかい状態でクロスヘッドを動かしていない。このことが原因となり Second ramp loading test が他の試験

と異なり、2回目の温度上昇区間においてせん断応力の増加量が少なくなったと考えられる。

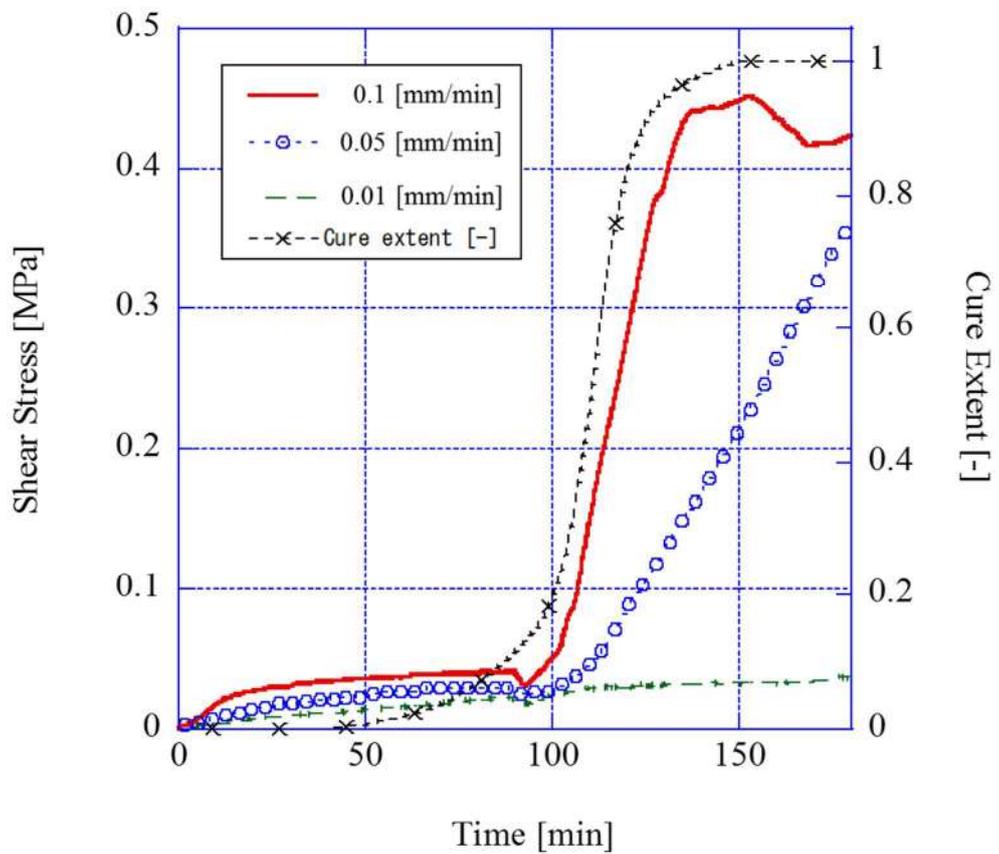
以上の結果をまとめると、引抜速度が大きくなるほどせん断応力が大きくなることが判明した。またせん断応力は樹脂の状態に影響を受け、試験初期の樹脂の軟らかい状態では低いせん断応力を示し、硬化が進むと高いせん断応力を示すことが判明した。

Table 2-1 Increase quantity of shear stress

Test type \ Pull-out rate	0.01 [mm/min]	0.05 [mm/min]	0.1 [mm/min]
Continuous loading test	0.02mm	0.10mm	0.25mm
Ramp loading test	0.02mm	0.11mm	0.22mm
Second ramp loading test	0.01mm	0.02mm	0.12mm

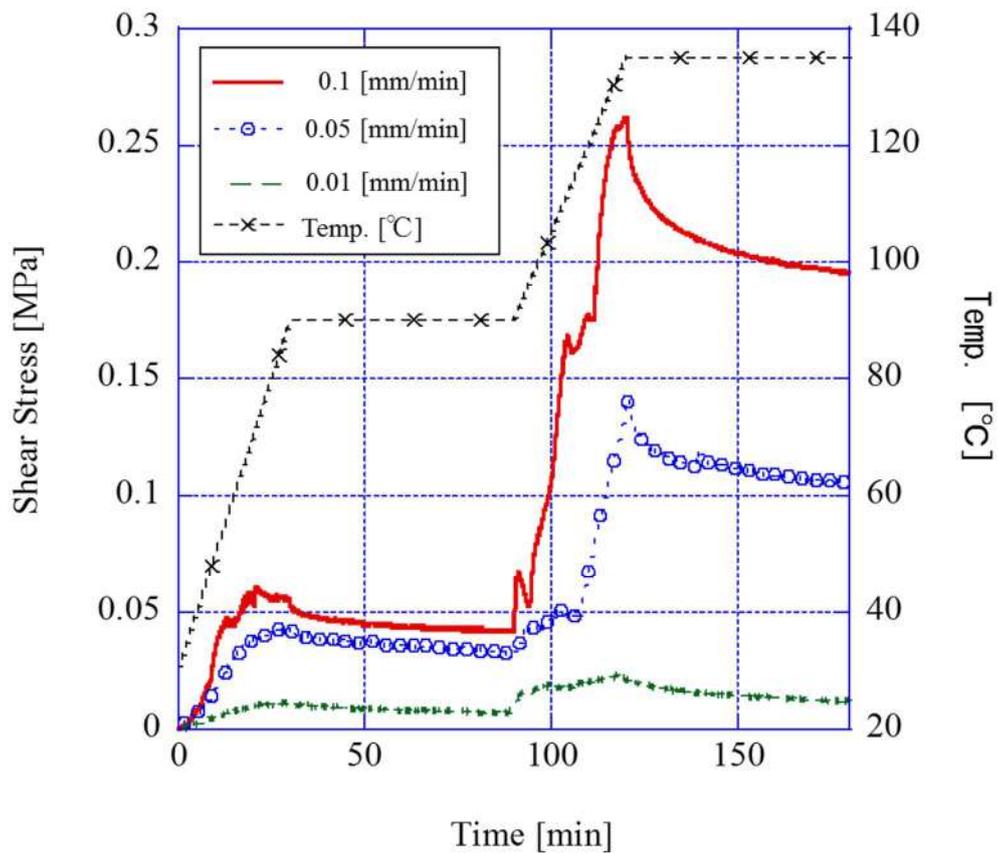


(a)

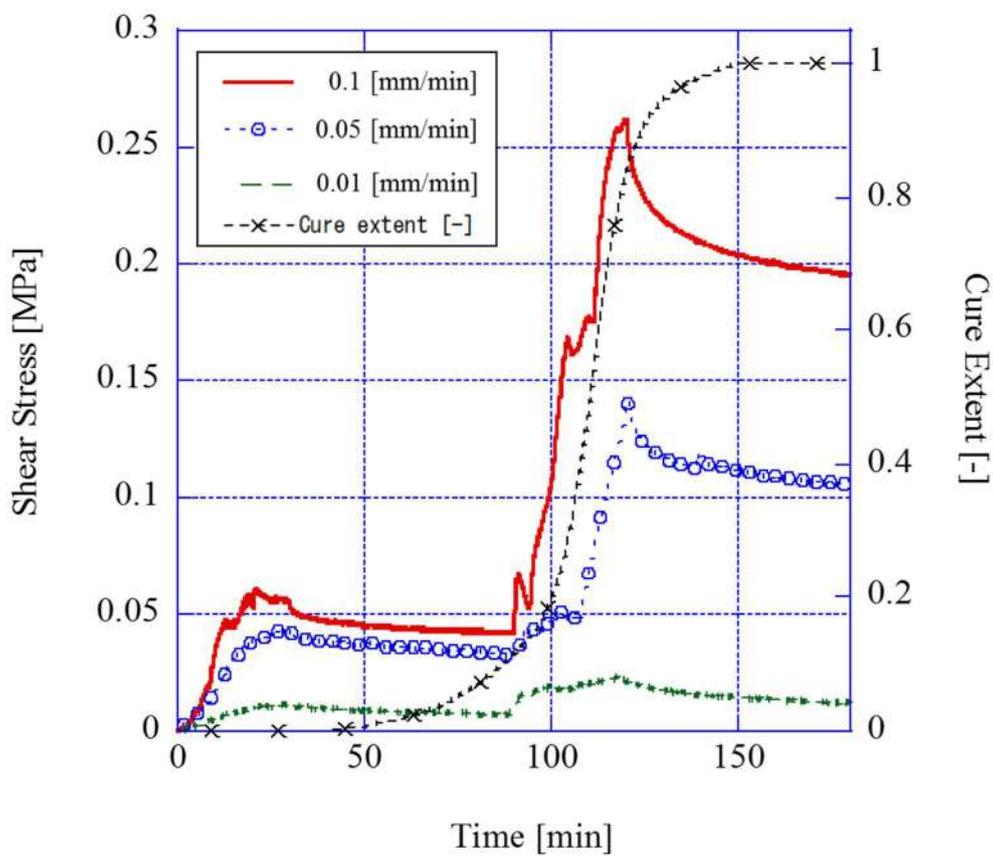


(b)

Fig.3-33 Shear stress  $\sigma$  time curve of continuous loading test.

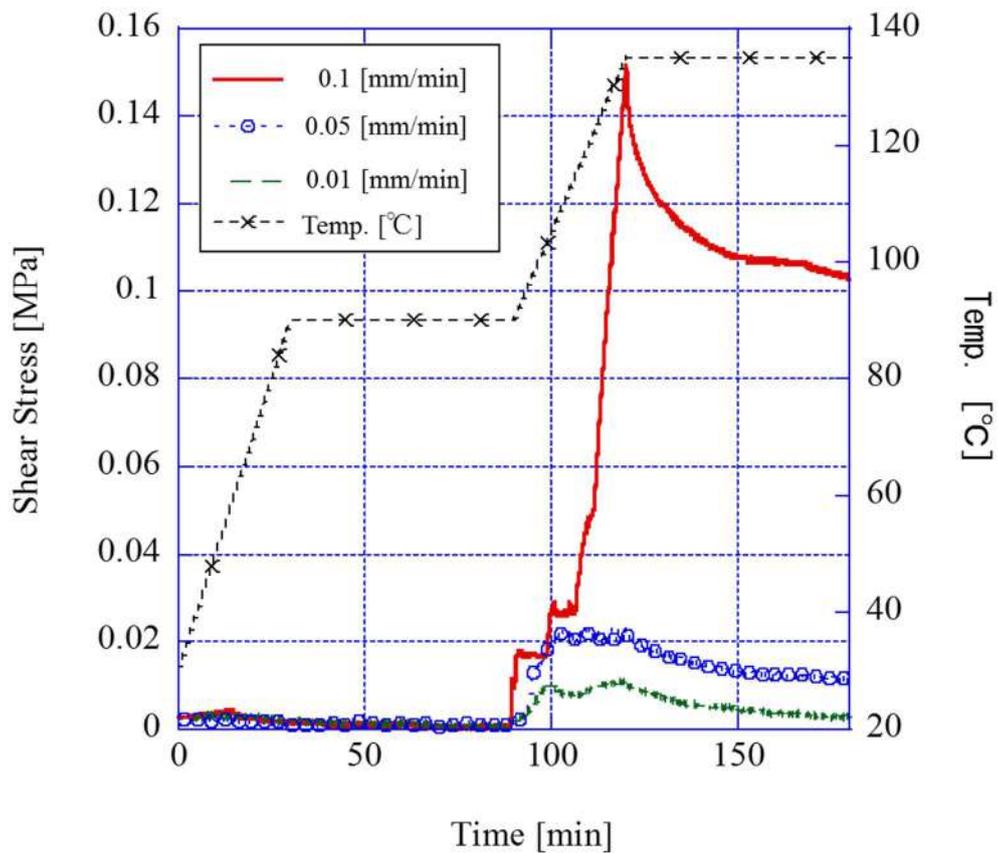


(a)

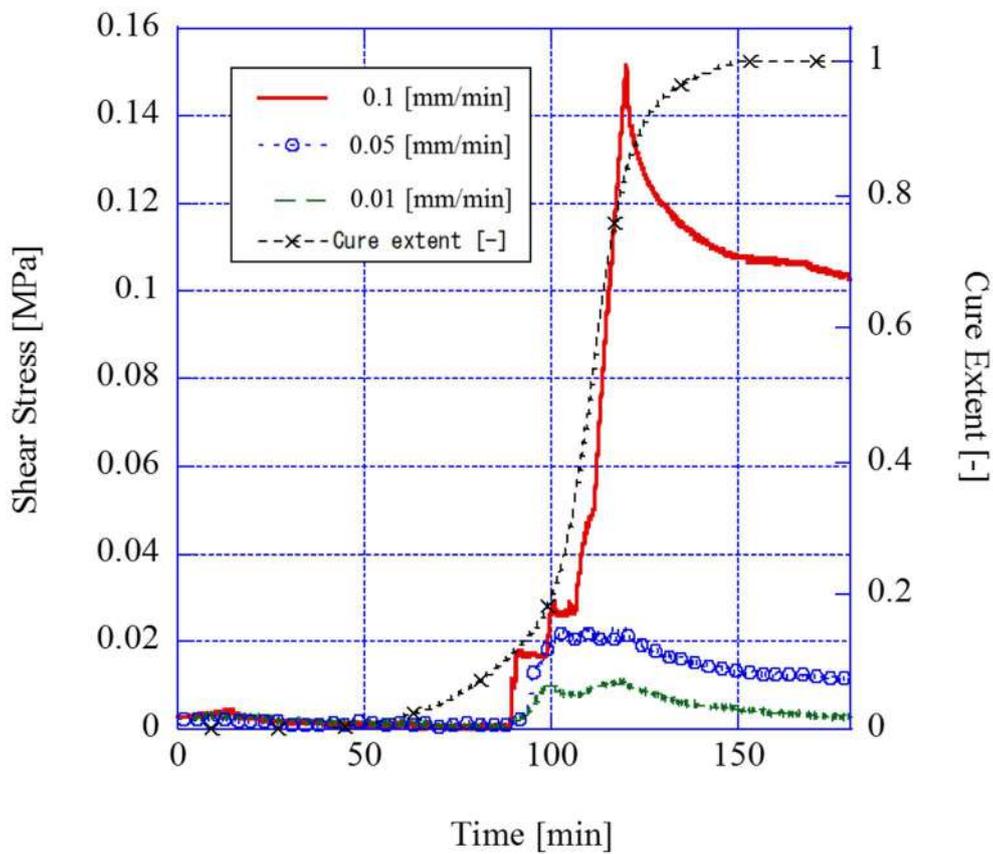


(b)

Fig.3-34 Shear stress  $\sigma$  time curve of ramp loading test



(a)



(b)

Fig.3-35 Shear stress ó time curve of second ramp loading test

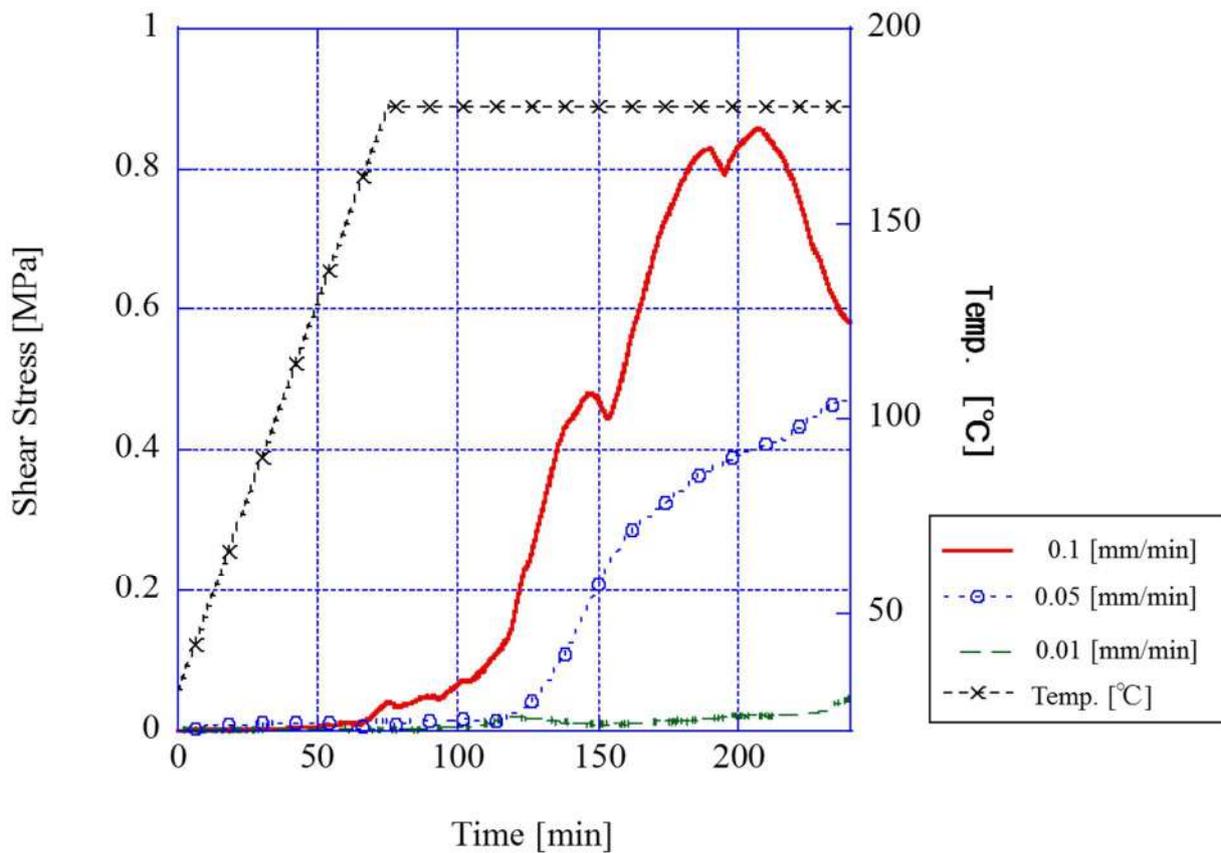
### 3-2-3 T800S/3900-2B

図 3-36 に硬化条件に沿った引抜試験を異なる引抜速度について実施したときのせん断応力-時間曲線を示す。(a)には硬化条件を、(b)には硬化度をともに示した。また図 3-37 に異なる積層構成の試験片で引抜試験を実施したもののせん断応力-時間曲線を示す。図 3-36 と同様に(a)には硬化条件を、(b)には硬化度をともに示した。

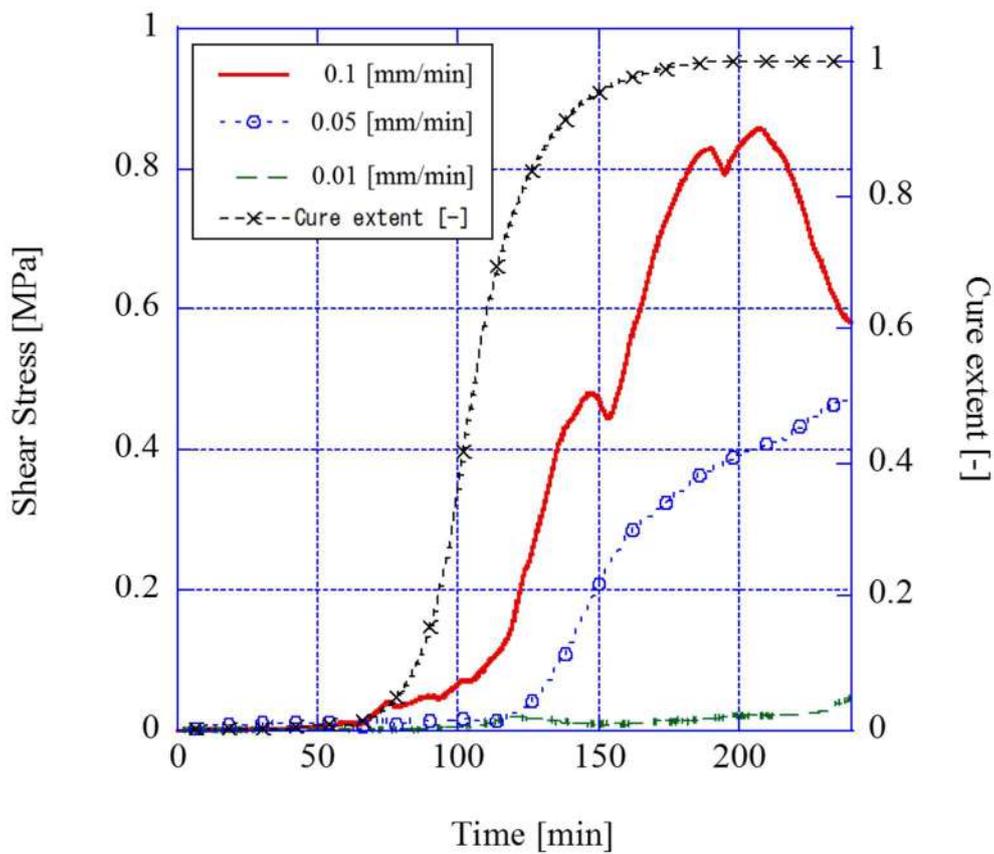
図 3-36(a)より、試験開始より約 60 分間は低いせん断応力状態であることが確認できる。また、試験開始より約 60 分までは引抜速度によるせん断応力の差はほとんど見られないが、60 分以降は引抜速度が大きいほどせん断応力が大きくなっている。また、図 3-36(b)より、60 分以降のせん断応力の増加は樹脂反応の開始時刻とほぼ一致している。

図 3-37(a)より、試験開始から約 50 分までは $[0_2]_s$ が最も大きなせん断応力を示し、 $[0/90/0]_s$  および $[0/45/-45/0]_s$ は低いせん断応力を示し、積層構成の影響があることが確認できる。また、約 50 分を過ぎたあたりで、 $[0/90/0]_s$  および $[0/45/-45/0]_s$ は大きなせん断応力を示すのに対し、 $[0_2]_s$ は小さなせん断応力を示している。さらに、試験開始後約 120 分経過したあたりで全ての試験片においてせん断応力の急激な増加が見られ、それ以降は $[0_2]_s$ が再び最も大きなせん断応力を示し、 $[0/90/0]_s$  および $[0/45/-45/0]_s$ は $[0_2]_s$ と比べ低いせん断応力を示した。

図 3-37(b)より、硬化反応は試験開始から約 50 分後に始まっていることが確認できる。このことより、樹脂の硬化反応が始まる前は $[0_2]_s$ が大きなせん断特性を有し、 $[0/90/0]_s$  および $[0/45/-45/0]_s$ は低いせん断特性を有することが判明した。しかし、硬化反応が始まってからは挙動が変わり、 $[0_2]_s$ の方が低いせん断応力を示している。また、約 120 分経過したあたりで起こったせん断応力の急激な増加は、硬化反応が約 8 割進み試験片がほぼ硬化したことが原因であると考えられる。

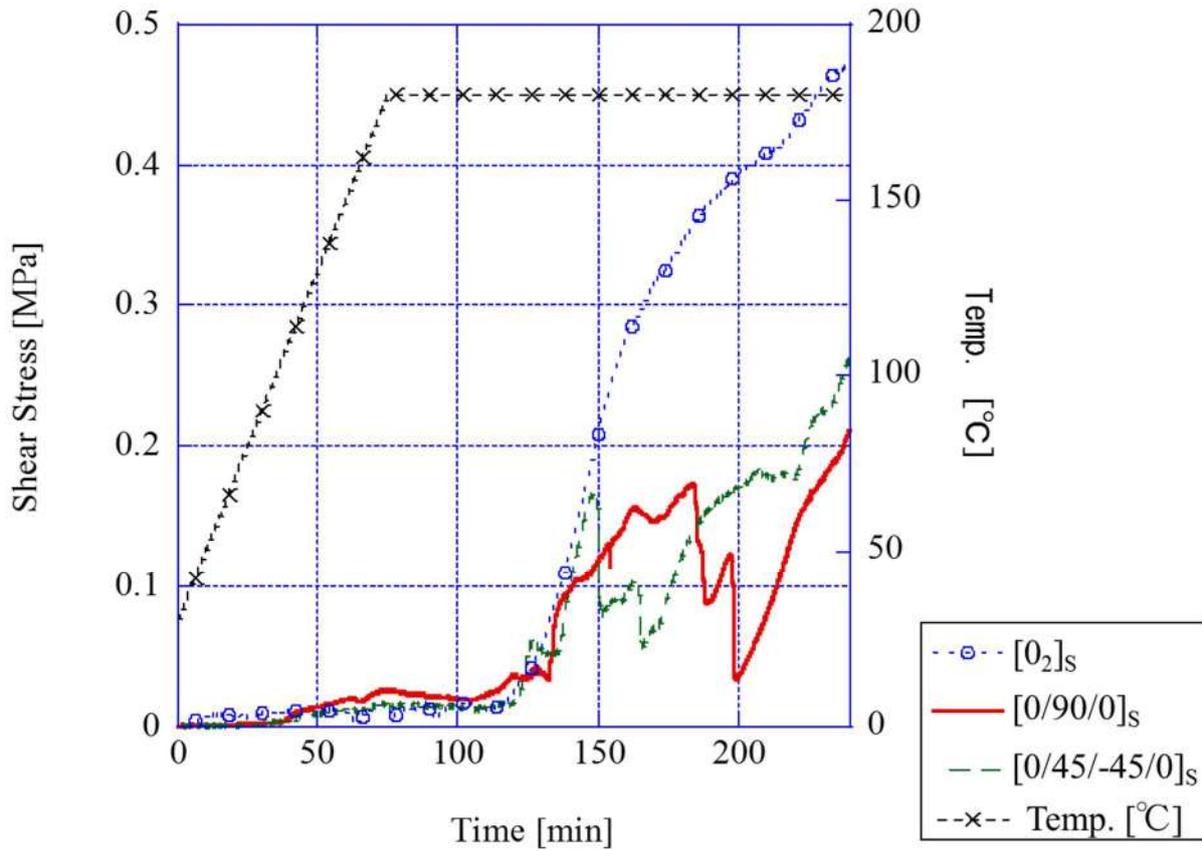


(a)

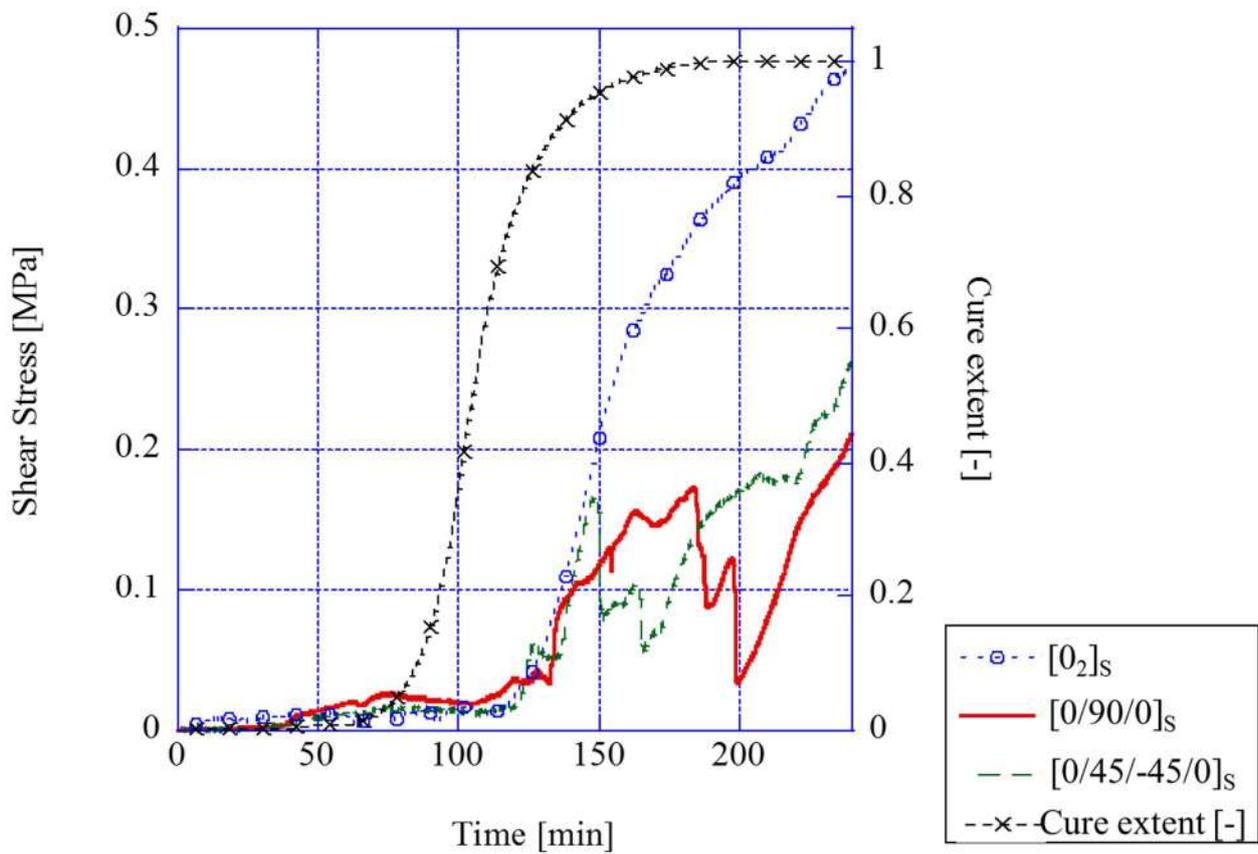


(b)

Fig.3-36 Shear stress  $\sigma$  time curve of pull-out test.  
(Effect of pull-out rate)



(a)



(b)

Fig.3-37 Shear stress  $\sigma$  time curve of pull-out test.  
(Effect of specimen type)

### 3-3 モデル化

硬化条件に沿った引抜試験結果についてモデル化を行った。Maxwell モデルを図 3-38 に示す。\$E\$ は弾性率，\$\eta\$ は粘度である。応力とひずみをそれぞれ \$\sigma\$，\$\varepsilon\$，それぞれの時間微分を \$\dot{\sigma}\$，\$\dot{\varepsilon}\$ とする。応力とひずみの関係は次のように表現される。

$$\dot{\sigma} = E\dot{\varepsilon} = \eta\dot{\gamma} \tag{3-1}$$

$$\dot{\sigma} = \eta\dot{\gamma} \tag{3-2}$$

$$\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_v \tag{3-3}$$

$$\sigma = \sigma_e + \sigma_v \tag{3-4}$$

さらにこれらの式を変形することにより，

$$\sigma = E\varepsilon + \eta\dot{\varepsilon} = E\varepsilon + \eta\dot{\gamma} - \eta\dot{\varepsilon}_v \tag{3-5}$$

$$\dot{\sigma} = \frac{E}{\eta}\sigma = \frac{E}{\eta}\dot{\sigma} - \eta\dot{\varepsilon}_v \tag{3-6}$$

式(3-5)および式(3-6)において弾性率 \$E\$ をせん断係数 \$G\$ に，応力 \$\sigma\$ をせん断応力 \$\tau\$，ひずみ \$\varepsilon\$ をせん断ひずみ \$\gamma\$ とすると図3-39に示すようになり

$$\tau = G\gamma + \eta\dot{\gamma} = G\gamma + \eta\dot{\gamma} - \eta\dot{\gamma}_v \tag{3-7}$$

$$\dot{\tau} = \frac{G}{\eta}\tau = \frac{G}{\eta}\dot{\tau} - \eta\dot{\gamma}_v \tag{3-8}$$

とすることができる。

図3-28より硬化反応は試験開始より90分後に急激に進行していることが確認できる。そこでモデル化においては試験開始から90分後に硬化が始まり，120分後に硬化が完了したと仮定し，\$G\$，\$\eta\$，および\$\gamma\$が硬化によって変化するものとした。これらの材料定数を用いて，引張速度0.1, 0.05, 0.01 [mm/min]における Continuous loading test, Ramp loading test および Second ramp loading test のそれぞれの試験におけるせん断応力—時間関係を MATLAB によって計算した。(計算に用いた MATLAB のプログラムは付録に示す。)Continuous loading test におけるモデルを図 3-40 に示す。また実験結果との比較を図 3-31 に示す。Ramp loading test と Second ramp loading test についても同様に図 3-42~3-45 に示す。

図 3-40 より Continuous loading test におけるモデルは粘弾性モデルにより速度依存性および硬化による材料特性の変化によるせん断応力の急激な増加を表現できていると考えられる。図 3-41 におけるモデルと実験結果の比較においては試験開始直後については比較的よ

い一致を見せている。また試験開始より約 100 分経過したあたりのせん断応力の急激な増加はタイミングがすこしずれるものの表現できていると考えられる。

図 3-42 より Ramp loading test におけるモデルは Continuous loading test と同様に粘弾性モデルによって速度依存性が表現されている。またクロスヘッドを止めた区間 (30~90, 120~180[min]) では応力緩和が表現できている。図 3-43 より実験結果とモデルはよい一致をみせている。

図 3-44 より Second ramp loading test におけるモデルは Ramp loading test と同様に粘弾性モデルによって速度依存性および応力緩和が表現できている。図 3-45 より実験結果とモデルは比較的よい一致をみせている。

今回のモデル化においては非常に簡単なモデルを用いたため、実験結果と乖離が生じる部分も多く見られる。これらに関しては材料の硬化に伴う材料特性の変化をより細かく設定すること、より複雑なモデルを用いることによって精度を向上させることが可能であると考えられる。

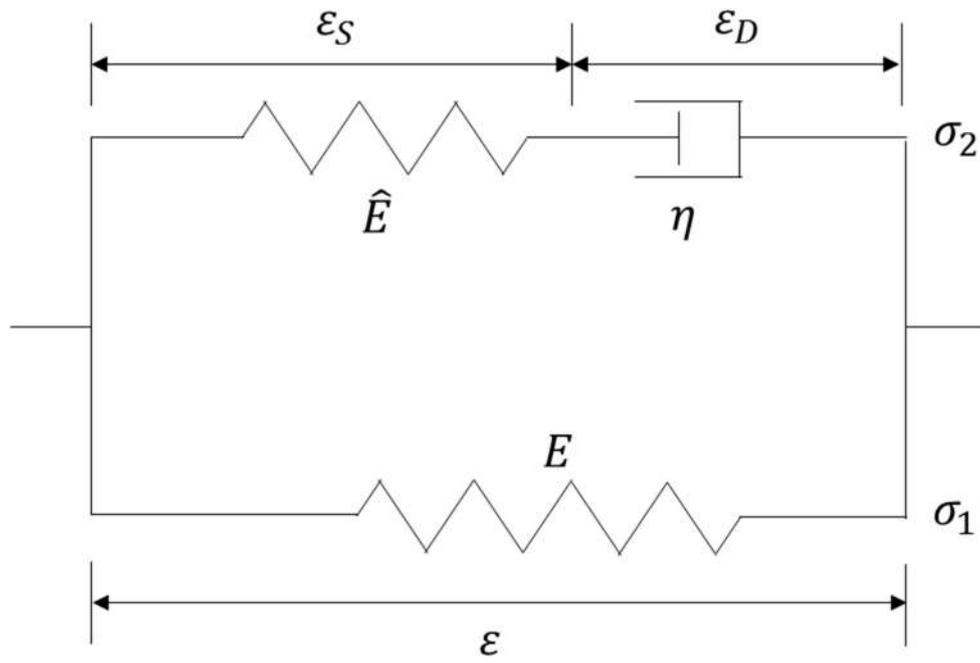


Fig.3-38 Maxwell model.

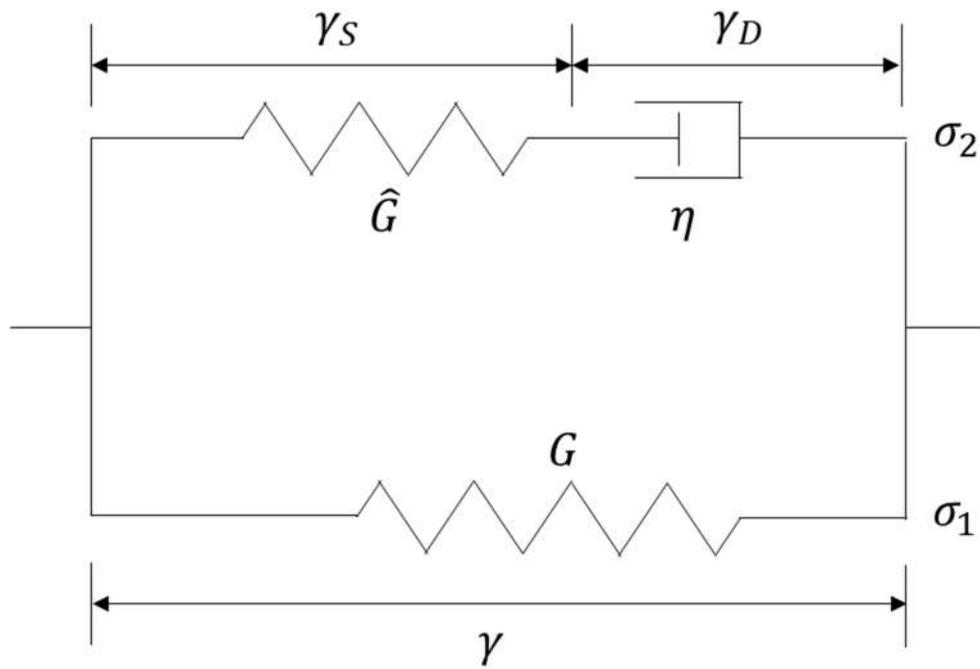


Fig.3-39 Maxwell model on shear stress.

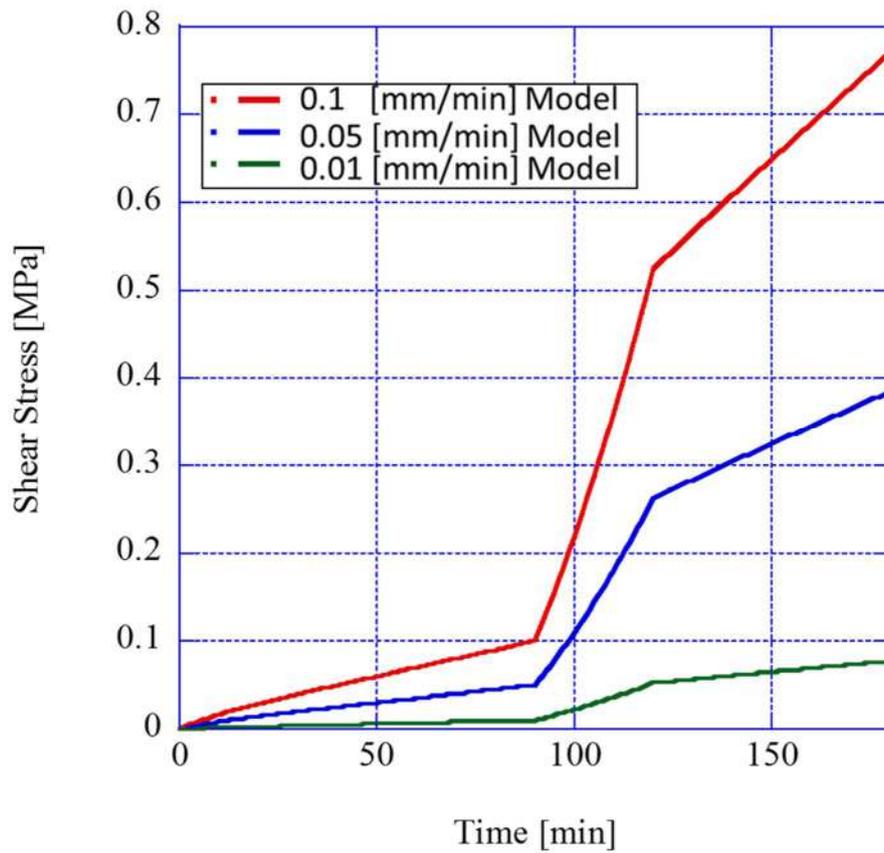


Fig.3-40 Shear stress  $\sigma$  time curve of friction models of continuous loading test.

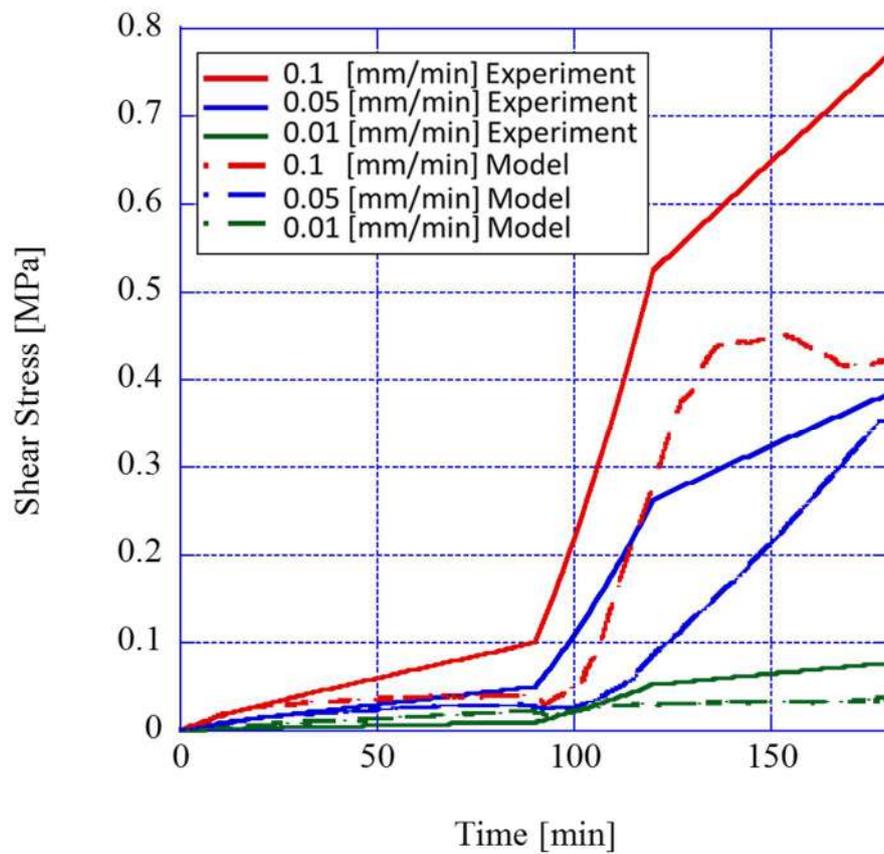


Fig.3-41 Comparison of shear stress  $\sigma$  time curve of friction models of continuous loading test.

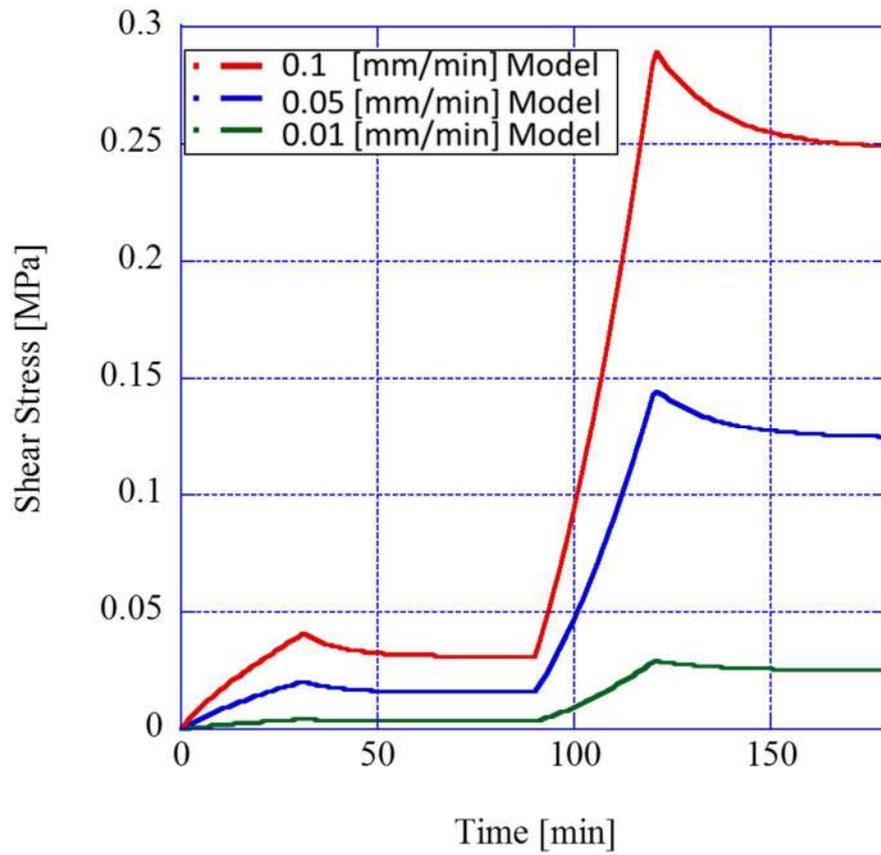


Fig.3-42 Shear stress  $\sigma$  time curve of friction models of ramp loading test.

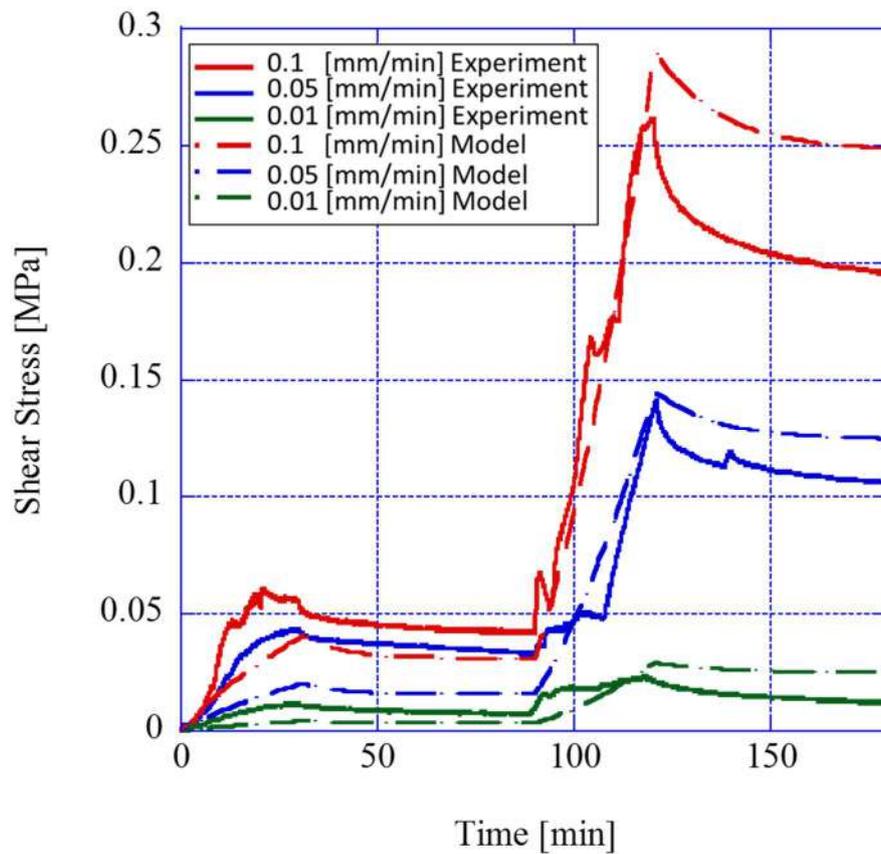


Fig.3-43 Comparison of shear stress  $\sigma$  time curve of friction models of ramp loading test.

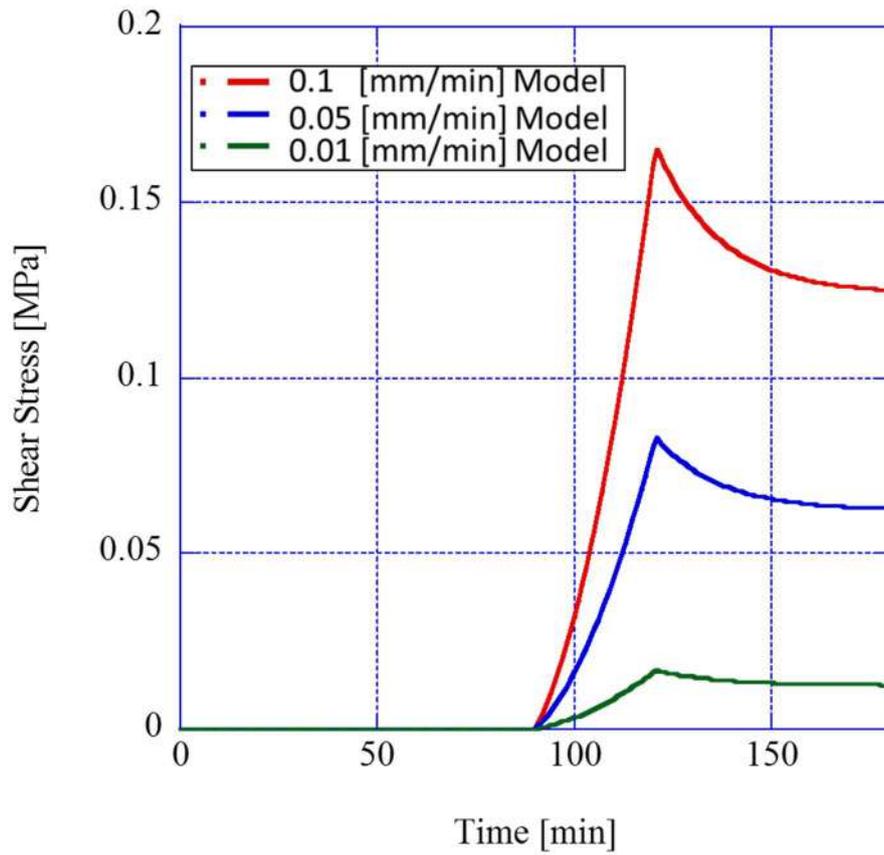


Fig.3-44 Shear stress  $\sigma$  time curve of friction models of second ramp loading test.

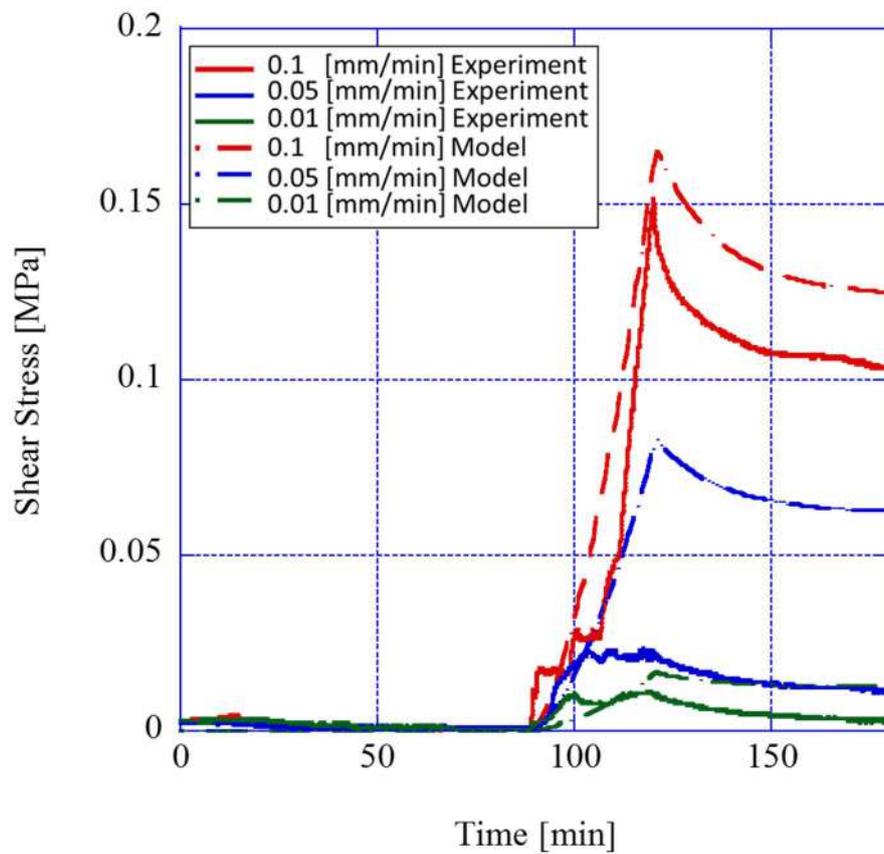


Fig.3-45 Comparison of shear stress  $\sigma$  time curve of friction models of second ramp loading test.

## 第4章 結言

プリプレグ/プリプレグ界面の層間すべりに着目し、常温下および、プリプレグの硬化条件に沿った引抜試験を行い、層間すべりをせん断応力として評価した。それによって以下の結言を得た。

- (1) T700SC/2592 における常温下での引抜試験では試験初期では層間の樹脂のせん断変形が起これ、その後摩擦挙動に移行することが判明した。また負荷圧力および引抜速度が大きくなるほどせん断応力が大きくなることが判明した。
- (2) T800S/3900-2B における常温下での引抜試験では層間の樹脂のせん断変形挙動（応力上昇）と摩擦すべり挙動（応力低下）を繰り返していることが判明した。また引抜速度が大きくなるほどせん断応力が大きくなることが判明した。
- (3) T700SC/2592 における硬化条件に沿った引抜試験では引抜速度が大きくなるほどせん断応力が大きくなることが判明した。またせん断応力は樹脂の状態に影響を受け、試験初期の樹脂の軟らかい状態では低いせん断応力を示し、硬化が進むと高いせん断応力を示すことが判明した。
- (4) T800S/3900-2B における硬化条件に沿った引抜試験では引抜速度が大きくなるほどせん断応力が大きくなることが判明した。またせん断応力は樹脂の状態に影響を受け、試験初期の樹脂の軟らかい状態では低いせん断応力を示し、硬化が進むと高いせん断応力を示すことが判明した。また積層構成によって異なる挙動を示すことが判明した。
- (5) T700SC/2592 における硬化条件に沿った試験についてモデル化し、定式化を行った。硬化過程におけるせん断応力を速度および硬化度に依存するモデルとして定式化した。

## 付録 MATLAB プログラム

```
・ Continuous loading test
n=180;

G=zeros(n+1,1);
G_hat=zeros(n+1,1);
eta=zeros(n+1,1);

gamma_01=zeros(n+1,1);
gamma_dot_01=zeros(n+1,1);
gamma_D_01=zeros(n+1,1);
gamma_D_dot_01=zeros(n+1,1);
tau_01=zeros(n+1);

gamma_005=zeros(n+1,1);
gamma_dot_005=zeros(n+1,1);
gamma_D_005=zeros(n+1,1);
gamma_D_dot_005=zeros(n+1,1);
tau_005=zeros(n+1);

gamma_001=zeros(n+1,1);
gamma_dot_001=zeros(n+1,1);
gamma_D_001=zeros(n+1,1);
gamma_D_dot_001=zeros(n+1,1);
tau_001=zeros(n+1);

time=zeros(n+1,1);

for i=1:91

    G(i)=0.01;
    G_hat(i)=0.01;
    eta(i)=0.1;
```

```
end
```

```
G_end=0.04;
```

```
G_hat_end=0.03;
```

```
eta_end=0.5;
```

```
for i=92:121
```

```
    G(i)=0.01+(G_end-0.01)*(i-91)/30;
```

```
    G_hat(i)=0.01+(G_hat_end-0.01)*(i-91)/30;
```

```
    eta(i)=0.1+(eta_end-0.1)*(i-91)/30;
```

```
end
```

```
for i=122:181
```

```
    G(i)=G_end;
```

```
    G_hat(i)=G_hat_end;
```

```
    eta(i)=eta_end;
```

```
end
```

```
for i=1:n+1
```

```
    gamma_dot_01(i)=0.1;
```

```
    gamma_dot_005(i)=0.05;
```

```
    gamma_dot_001(i)=0.01;
```

```
end
```

```
for i=1:n+1
```

```
    time(i)=i-1;
```

```
end
```

```
for i=1:n
```

```

gamma_01(i+1)=gamma_01(i)+gamma_dot_01(i)*(time(i+1)-time(i));

gamma_005(i+1)=gamma_005(i)+gamma_dot_005(i)*(time(i+1)-time(i));

gamma_001(i+1)=gamma_001(i)+gamma_dot_001(i)*(time(i+1)-time(i));
end

for i=1:n

    gamma_D_dot_01(i)=G_hat(i)/eta(i)*(gamma_01(i)-gamma_D_01(i));

    gamma_D_01(i+1)=gamma_D_01(i)+gamma_D_dot_01(i)*(time(i+1)-time(i));

    gamma_D_dot_005(i)=G_hat(i)/eta(i)*(gamma_005(i)-gamma_D_005(i));

    gamma_D_005(i+1)=gamma_D_005(i)+gamma_D_dot_005(i)*(time(i+1)-time(i));

    gamma_D_dot_001(i)=G_hat(i)/eta(i)*(gamma_001(i)-gamma_D_001(i));

    gamma_D_001(i+1)=gamma_D_001(i)+gamma_D_dot_001(i)*(time(i+1)-time(i));

    tau_01(i+1)=G(i+1)*gamma_01(i+1)+G_hat(i+1)*(gamma_01(i+1)-gamma_D_01(i+1));

    tau_005(i+1)=G(i+1)*gamma_005(i+1)+G_hat(i+1)*(gamma_005(i+1)-gamma_D_005(i+1));

```

```
tau_001(i+1)=G(i+1)*gamma_001(i+1)+G_hat(i+1)*(gamma_001(i+1)-gam  
ma_D_001(i+1));  
end
```

```
• Ramp loading test
n=180;

m1=30;
m2=90;
m3=120;

G=zeros(n,1);
G_hat=zeros(n,1);
eta=zeros(n,1);

gamma_01=zeros(n+1,1);
gamma_dot_01=zeros(n+1,1);
gamma_D_01=zeros(n+1,1);
gamma_D_dot_01=zeros(n+1,1);
tau_01=zeros(n+1);

gamma_005=zeros(n+1,1);
gamma_dot_005=zeros(n+1,1);
gamma_D_005=zeros(n+1,1);
gamma_D_dot_005=zeros(n+1,1);
tau_005=zeros(n+1);

gamma_001=zeros(n+1,1);
gamma_dot_001=zeros(n+1,1);
gamma_D_001=zeros(n+1,1);
gamma_D_dot_001=zeros(n+1,1);
tau_001=zeros(n+1);

time=zeros(n+1,1);

for i=1:91
```

```
G(i)=0.01;  
G_hat(i)=0.01;  
eta(i)=0.1;
```

```
end
```

```
G_end=0.04;  
G_hat_end=0.03;  
eta_end=0.5;
```

```
for i=92:121
```

```
    G(i)=0.01+(G_end-0.01)*(i-91)/30;  
    G_hat(i)=0.01+(G_hat_end-0.01)*(i-91)/30;  
    eta(i)=0.1+(eta_end-0.1)*(i-91)/30;
```

```
end
```

```
for i=122:181
```

```
    G(i)=G_end;  
    G_hat(i)=G_hat_end;  
    eta(i)=eta_end;
```

```
end
```

```
for i=1:m1+1
```

```
    gamma_dot_01(i)=0.1;  
    gamma_dot_005(i)=0.05;  
    gamma_dot_001(i)=0.01;
```

```
end
```

```
for i=m2+1:m3+1
```

```
    gamma_dot_01(i)=0.1;
```

```

    gamma_dot_005(i)=0.05;
    gamma_dot_001(i)=0.01;
end

for i=1:n+1
    time(i)=i-1;
end

for i=1:n
    gamma_01(i+1)=gamma_01(i)+gamma_dot_01(i)*(time(i+1)-time(i));

gamma_005(i+1)=gamma_005(i)+gamma_dot_005(i)*(time(i+1)-time(i));

gamma_001(i+1)=gamma_001(i)+gamma_dot_001(i)*(time(i+1)-time(i));
end

for i=1:n

    gamma_D_dot_01(i)=G_hat(i)/eta(i)*(gamma_01(i)-gamma_D_01(i));

gamma_D_01(i+1)=gamma_D_01(i)+gamma_D_dot_01(i)*(time(i+1)-time(i));

gamma_D_dot_005(i)=G_hat(i)/eta(i)*(gamma_005(i)-gamma_D_005(i));

gamma_D_005(i+1)=gamma_D_005(i)+gamma_D_dot_005(i)*(time(i+1)-time(i));

gamma_D_dot_001(i)=G_hat(i)/eta(i)*(gamma_001(i)-gamma_D_001(i));

gamma_D_001(i+1)=gamma_D_001(i)+gamma_D_dot_001(i)*(time(i+1)-ti

```

```
me(i));
```

```
tau_01(i+1)=G(i+1)*gamma_01(i+1)+G_hat(i+1)*(gamma_01(i+1)-gamma_
D_01(i+1));
```

```
tau_005(i+1)=G(i+1)*gamma_005(i+1)+G_hat(i+1)*(gamma_005(i+1)-gam
ma_D_005(i+1));
```

```
tau_001(i+1)=G(i+1)*gamma_001(i+1)+G_hat(i+1)*(gamma_001(i+1)-gam
ma_D_001(i+1));
```

```
end
```

```
• Second ramp loading test
n=180;

m1=90;
m2=120;

G=zeros(n,1);
G_hat=zeros(n,1);
eta=zeros(n,1);

gamma_01=zeros(n+1,1);
gamma_dot_01=zeros(n+1,1);
gamma_D_01=zeros(n+1,1);
gamma_D_dot_01=zeros(n+1,1);
tau_01=zeros(n+1);

gamma_005=zeros(n+1,1);
gamma_dot_005=zeros(n+1,1);
gamma_D_005=zeros(n+1,1);
gamma_D_dot_005=zeros(n+1,1);
tau_005=zeros(n+1);

gamma_001=zeros(n+1,1);
gamma_dot_001=zeros(n+1,1);
gamma_D_001=zeros(n+1,1);
gamma_D_dot_001=zeros(n+1,1);
tau_001=zeros(n+1);

time=zeros(n+1,1);

for i=1:91

    G(i)=0.01;
```

```
G_hat(i)=0.01;
```

```
eta(i)=0.1;
```

```
end
```

```
G_end=0.04;
```

```
G_hat_end=0.03;
```

```
eta_end=0.5;
```

```
for i=92:121
```

```
    G(i)=0.01+(G_end-0.01)*(i-91)/30;
```

```
    G_hat(i)=0.01+(G_hat_end-0.01)*(i-91)/30;
```

```
    eta(i)=0.1+(eta_end-0.1)*(i-91)/30;
```

```
end
```

```
for i=122:181
```

```
    G(i)=G_end;
```

```
    G_hat(i)=G_hat_end;
```

```
    eta(i)=eta_end;
```

```
end
```

```
for i=m1+1:m2+1
```

```
    gamma_dot_01(i)=0.1;
```

```
    gamma_dot_005(i)=0.05;
```

```
    gamma_dot_001(i)=0.01;
```

```
end
```

```
for i=1:n+1
```

```

    time(i)=i-1;
end

for i=1:n
    gamma_01(i+1)=gamma_01(i)+gamma_dot_01(i)*(time(i+1)-time(i));

gamma_005(i+1)=gamma_005(i)+gamma_dot_005(i)*(time(i+1)-time(i));

gamma_001(i+1)=gamma_001(i)+gamma_dot_001(i)*(time(i+1)-time(i));
end

for i=1:n

    gamma_D_dot_01(i)=G_hat(i)/eta(i)*(gamma_01(i)-gamma_D_01(i));

gamma_D_01(i+1)=gamma_D_01(i)+gamma_D_dot_01(i)*(time(i+1)-time(i));

gamma_D_dot_005(i)=G_hat(i)/eta(i)*(gamma_005(i)-gamma_D_005(i));

gamma_D_005(i+1)=gamma_D_005(i)+gamma_D_dot_005(i)*(time(i+1)-time(i));

gamma_D_dot_001(i)=G_hat(i)/eta(i)*(gamma_001(i)-gamma_D_001(i));

gamma_D_001(i+1)=gamma_D_001(i)+gamma_D_dot_001(i)*(time(i+1)-time(i));

tau_01(i+1)=G(i+1)*gamma_01(i+1)+G_hat(i+1)*(gamma_01(i+1)-gamma_D_01(i+1));

```

```
tau_005(i+1)=G(i+1)*gamma_005(i+1)+G_hat(i+1)*(gamma_005(i+1)-gamma_D_005(i+1));
```

```
tau_001(i+1)=G(i+1)*gamma_001(i+1)+G_hat(i+1)*(gamma_001(i+1)-gamma_D_001(i+1));
```

```
end
```

## 謝辞

本研究を遂行するにあたり，公益財団法人 JKA Ring!Ring!プロジェクト 競輪の補助をいただき，深く謝意を表します．また，公益財団法人 JKA 機械工業振興事業課の野村慎治様には事務手続き等において様々なご助言をいただきました．さらに，研究室秘書 川辺有里さんには事務処理等でご協力いただきました．ここに記して謝意を表します．

平成 28 年 3 月

東京理科大学工学部機械工学科

荻原 慎二

## 参考文献

1. D.ハル・T.W.クライン共著/宮入祐夫・池上皓造・金原勲 共訳，複合材料入門，改訂版，(2003)，pp.4, 8-12, 26-28, 205-236, 238-240，培風館.
2. 浅井治海，小石眞，中尾富士夫，山口金哉，酒井紘，木場友人，土井治，北村厚，香川豊，上野和夫，柳瀬元昭，山本哲也，鈴木哲彦，大石不二夫，松井醇一，戸田孝昭和，中島博行，園田克己，福島敏夫，青木茂，宮入裕夫，林敬次郎，真下敏雄，加部和幸. コンポジット材料の製造と応用，(2000)，pp.20, 63-69，シーエムシー.
3. 森田幹郎，金原勲，福田博，複合材料，初版1刷，(1989)，pp.73-83，日刊工業新聞社.
4. S. Erland, T.J.Dodwell, R. Butler, Inter and intra-ply shearing of uncured carbon fibre laminates, ECCM16-16TH European Conference on Composite Materials, June (2014), pp.22-26.
5. 西正人，鏑木哲志，黒瀬雅詞，平島禎，倉敷哲生，有限要素法による織物強化熱可塑性樹脂のプレス成形解析，日本機械学会論文集，Vol.80, No.820 (2014)，SMM0354.
6. B. Zhu, T. X. Yu and X. M. Tao, An experimental study of in plane large shear deformation of woven fabric composite, Composite Science and Technology, Vol.67, No.2 (2007), pp.252-261.
7. B. Zhu, T. X. Yu and X. M. Tao, Large deformation and slippage mechanism of plain woven composite in bias extension, Composites: Part A, Vol.38, No.8 (2007), pp.1821-1828.
8. E. de Bilbao, D. Soulat, G. Hivet and A. Gasser, Experimental study of bending behavior of reinforcements, Experimental Mechanics, Vol.50, No.3, (2010), pp.333-351.
9. Nuri Ersoy, Kevin Potter, Michael R. Wisnom, Martin J. Clegg, An experimental method to study the frictional processes during composites manufacturing, Composites: Part A, Vol.36, Issue 11, (2005), pp. 1536-1544.
10. Y. R. Larberg, M. Akermo, On the interplay friction of different generations of carbon/epoxy prepreg systems, Composites: Part A, Vol.42, No.9 (2011), pp.1067-1074.
11. G.Twigg, A.Poursartip, G.Fernlund, An experimental method for quantifying tool-part shear interaction during composites processing, Composites Science and Technology, Vol.63, No.13, (2003), pp.1985-2002.

12. G.Twigg, A.Poursartip, G.Fernlund, Tool-part interaction in composites processing. Part I: experimental investigation and analytical model, *Composites Part A*, Vol.35, No.1, (2004), pp.121-133.
13. V.Kaushik, J. Raghavan, Experimental study of tool-part interaction during autoclave processing of thermoset polymer composite structures, *Composites: Part A*, Vol.41, No.9, (2010), pp.1210-1218.
14. L. Sun, S. Pang, A. M. Sterling, I. I. Negulescu, M. A. Stubblefield, Dynamic Modeling of Curing Process of Epoxy Prepreg, *Journal of Applied polymer Science*, Vol.86, No.8 (2002), pp.1911-1923.
15. N.Ersoy, K.Potter, M.R.Wisnom, M.J.Clegg, Development of spring-in angle during cure of thermosetting composite, *Composites: Part A*, Vol.36, No.12 (2005), pp.1700-1706.
16. N.Ersoy, T.Garstka, K.Potter, M.R.Wisnom, D.Porter, M.Clegg and G.Stringer, Development of the properties of a carbon fibre reinforced thermosetting composite through cure, *Composites: Part A*, Vol.41, No.3 (2010), pp.401-409.
17. N.Ersoy, T.Garstka, K.Potter, M.R.Wisnom, D.Porter, M.Clegg and G.Stringer, Modeling of spring-in phenomenon in curved parts made of a thermosetting composite, *Composites: Part A*, Vol.41, No.3 (2010), pp.410-418.
18. K.Cinar and N.Ersoy, Effect of fibre wrinkling to the spring-in behavior of L-shaped composite materials, *Composites: Part A*, Vol.69, No.1, (2015), pp.105-114.