

次世代産業基盤技術研究開発

「複合材料(樹脂系)」

第一期研究開発評価

昭和59年 3 月30日

NEDO 図書・資料室



010018180-9

次世代産業基盤技術研究開発

「複合材料（樹脂系）」

第一期研究開発評価

昭和59年3月30日

I . 総 論

1 . 第一期研究開発についての全体的評価

- (1) 本研究開発テーマは「航空宇宙機器、自動車等の輸送機器、エネルギー関連機器をはじめとして、幅広い分野で必要とされている軽量で高強度、高剛性の構造材料を実現するために、異方性を生かし、必要とする方向に、高剛性、高強度等を持たせることのできる複合材料にかかわる基盤技術を確立することを目的とする」ものであり、基本計画に掲げられている目標は「軽量で、高強度、高剛性の構造材料として、樹脂系複合材料を開発する。目標性能は下表のとおり」である。

	目 標 値
樹脂系複合材料	①耐熱温度 250℃以上（強度保持率90%以上） ②引張強度 240kgf/mm ² 以上

1 目標値は標準試験片による値。

2 目標値に対する信頼度90%。

本テーマは、航空宇宙機器、自動車等の輸送機器の軽量化、高性能化をはじめ、広範な分野で軽量で力学特性の優れた材料に対する要請が強まる中、樹脂系複合材料の基盤技術としての開発の意義は大きく、基本計画に掲げられている目標についても意欲的な目標設定であり、積極的に評価される。

- (2) 基本計画上第一期は「素材の強度、剛性の向上、強化繊維と母材との適合性の向上等高性能素材及び中間素材の開発を行なうとともに、試験片形状材の成形、加工を行うことにより、各種の成形・加工法を開発する。また、基本構造要素の成形、加工に必要な設計技術を開発する」ことを研究の重点としている。

基本計画目標及び上述の位置づけに沿って第一期研究開発推進目標として広範な研究項目についてのキメの細かい目標項目を設定しており、それぞれの目標項目のレベルは総じて内外水準からみて妥当であ

る。なお、各研究項目の目標間の一層の体系的整合性があればより適切であったと考えられる。

1) 第一期目標に照らし、第一期の研究開発実績について評価すると次のとおりである。

① 高性能素材開発のための イ) マトリックス樹脂の開発、ロ) 繊維の表面改質、ハ) 中間素材の開発の研究、及びニ) 成形加工技術、ホ) 設計技術開発の研究等樹脂系複合材料に係る要素技術開発研究を多面的に推進している。

② マトリックス樹脂及び成形加工技術の一部において、一部の目標性能に未達のものもあったが、総じて目標性能を達成し、あるいはそれに接近したことは注目される。

2) イ) マトリックス樹脂における各種の新規骨格あるいは末端化合物等の合成導入、ロ) 各種繊維表面改質技術の適用あるいは組合せ、ハ) 三次元織物、三軸織物、ハイブリッド中間素材の基本技術開発、ニ) 一連の成形加工工程に係る主要技術の改善、新方式への転換、ホ) 設計プログラム、要素設計技術の開発等において、それぞれの性能向上の技術的メドを確立し、あるいは見通しを確認しており、いずれも高度化推進による一層の性能向上の可能性を内包している。

3) 中間素材開発等一部を除き、成形加工技術をはじめ多くは何らかの在来技術等をベースあるいは起点とし、技術的あるいは原理的検討の蓄積があったが、新たな着眼のもとに、在来技術等の限界の打開を図ったことは次世代性があるといえる。また、マトリックス樹脂の研究においては、7ルートの並行競争開発推進の効果が大きいと考えられる。

なお、第一期はそれぞれの要素技術開発を主眼としたが、マトリックス樹脂と成形加工技術をはじめ研究テーマ間のなお一層の連携があれば、より効果的であったと考えられる。

2. 第二期の研究開発の方向

(1) 基本計画に掲げられている目標項目に関する限り、そのレベルは概ね妥当と考えられるも、内外情勢のダイナミックな変化、研究開発の進展等に鑑み、利用分野の明確化を図りつつ目標項目の追加の要否等について体系的レビューを行う必要がある。

(2) 基本計画上の第二期の研究開発として「素材、中間素材について、

成形性、耐環境性等の向上を行うとともに、代表的構造要素の試作を行うことにより、成形、加工法の高度化を図る。また、各構造要素ごとに最適設計技術を開発する」ことになっており、これに沿って研究を推進することとし、具体的には

- 1) マトリックス樹脂、成形技術等の技術的メドの見極めを速やかに行う。すなわち、開発樹脂の開発成形技術による成形検証を加速し、可及的速やかに技術的メドを見極め、斬新技術への発展、移行を促進する。
- 2) 斬新樹脂（ポリキノキサリン（PPQ）及び斬新高性能樹脂）、斬新成形加工法（精密自動レイアップ技術、ヒートトランスファー成形、斬新成形法）、設計技術（斬新構造法）等の斬新技術に積極的に取り組む。
- 3) マトリックス樹脂、成形加工技術相互間、品質評価技術、設計技術相互間、FRP設計技術、FRM設計技術相互間、それぞれの連携の強化を図る。
- 4) 斬新樹脂開発等にそなえた研究体制の拡充（例えば、国立試験研究所、大学の参画等の可能性検討）及び 関係機関、関係プロジェクトとの有機的連携の強化を図る。
- 5) 航空宇宙使用部材・使用環境の一層の明確化、自動車の使用部材及び使用促進のためのブレークスルー課題の明確化（含次世代自動車の概念の検討）、エネルギー分野を含むその他利用分野の漸次的明確化を行う。
- 6) なお、試験・分析・評価能力、内外データの立体的整備・活用機能の拡充が肝要である。

II. 各 論 (1) - 研究分野毎の評価等 -

1. 高性能素材の開発

(1) マトリックス樹脂の開発

1) 第一期研究開発の評価

① 第一期目標に照らしての実績の評価

エポキシ系 (3ルート)、ポリイミド系 (3ルート) 及びポリキノキサリン系をベースとした新規樹脂の開発並びに既存の熱可塑性樹脂のマトリックス樹脂としての可能性検証を実施し、

(i) エポキシ系 3ルートについては、

イ) 成形性は、一部を除き、ほぼ全ての目標性能を達成した。

ロ) 力学特性は、2ルートは、一部を除き、概ね目標性能を達成したが、1ルートは成形条件に縛られて全ての目標性能達成には至らなかったものの、卓越した耐熱性を確認した。

(ii) ポリイミド系 3ルートについては、

イ) 2ルートにおいて、成形性は概ね目標性能を達成し、うち1ルートは力学特性についてもすべての目標性能を達成した。

ロ) 1ルートは、将来性のある末端化合物を見出したが、その合成技術上の課題の本格解決は、第二期の課題である。

(iii) ポリキノキサリン系は、耐熱性の発揮及び、他の特性の原理的可能性を確認した。

(iv) 熱可塑性樹脂は、マトリックス樹脂としての耐熱性、力学特性の限界を確認した。

② 手法等の技術的意義、今後の進展等の期待

(i) エポキシ系は、高架橋、疎水性、高剛性の各骨格の合成導入等により、一部成形性に問題が残ったものもあるが、耐熱性をはじめとする各種性能を向上させ得るルートについてある程度の技術的メドを確立した。

(ii) ポリイミド系は、付加型イミドオリゴマ及び、溶媒可溶性化合物の合成、導入により、耐熱性を維持しつつ力学特性、あるいは成形性等を向上させ得るルートについてある程度の技術的見通しを確認した。

(iii) ポリキノキサリン系は、共重合による改質により耐熱性の発揮及び、力学特性・成形性向上の原理的可能性を確認した。

(iv) いずれも、高度化研究の推進によるそれぞれの特性に応じた一層

の性能向上の可能性を内包しており、成形試験への早期移行が緊要である。

③ 研究開発の内容、期間、体制等の評価

(i) エポキシ、ポリイミド系は既存高性能樹脂ではあるが、研究開発によるその限界の打開をめざした着眼点、ルートの選定は次世代的である。

(ii) 国立試・大学の参画等研究体制のなお一層の拡充が、より効果的であったと考えられる。

(iii) 7ルートの並行競争開発推進の効果は大きい。

2) 第二期研究開発の方向

(i) エポキシ系及び、ポリイミド系については、第一期で残された課題の早期解決を図るとともに、その高度化を進め、それに応じて順次複合材化を促進し、複合材としての性能発揮の可能性を確認する。

(ii) (i)を上回る広範な特性の発揮が期待されるポリキノキサリン系の改質、中間素材化を促進するとともに、新規斬新高性能樹脂の探索、基礎技術開発を促進する。

(iii) いずれも国立試・大学の参画による研究体制の拡充、成形加工との連携の強化を図る。

(2) 繊維の表面改質

1) 第一期研究開発の評価

① 第一期目標に照らしての実績の評価

(i) 表面酸化法による炭素繊維の新規樹脂（エポキシ系、ポリイミド系）への適応性及び各種表面改質法の組合せによるアラミド繊維のエポキシ樹脂への適応性向上を検討し、両繊維とも目標層間せん断強度をほぼ達成した。

② 手法等の技術的意義、今後の進展等の期待

(i) 両繊維とも従来の表面改質法あるいはその組合せ改良が新規樹脂に対しても有効であることを確認した（ポリイミドの一部で未達のものもあったが、成形条件の改善で解決の見込）。

(ii) 適応性は確認されたので、今後の新規開発樹脂について、その開発研究の中で検証を行う。

③ 研究開発の内容、期間、体制等の評価

(i) 表面改質技術そのものは在来法あるいはその組合せであり、技術

的蓄積があった。

- (ii)マトリックス樹脂開発との一体的推進を図れば、より効果的であったと考えられる。

2) 第二期研究開発の方向

- (i)マトリックス樹脂開発の中で、その一環としてそれぞれの樹脂に即した適応・改良研究を推進する。

(3) 中間素材の開発

1) 第一期研究開発の評価

① 第一期目標に照らしての実績の評価

三次元組成の柱状複合材の組成法の開発、複合材化（三次元織物）及び平面3方向配向織物組織体の設計、試作（三軸織物）並びに、炭素繊維／アラミド繊維系の新規ハイブリッド構造の開発を推進し、いずれも目標性能を達成（とくにハイブリッド中間素材はケブラー系を上回る卓越した性能を発揮）した。

② 手法等の技術的意義、今後の進展等の期待

(i)三次元織物については、

- イ) 多様な一体成形が可能な三次元組織体の織成法の開発等により、三次元織成法の技術的見通しを確認した。

- ロ) 高度化研究の推進による一層の性能向上の可能性を内包している。

(ii)三軸織物については、

- イ) バイブレン構造をもつ三軸織物を設計、試作し、力学特性の発揮を確認した。

- ロ) 織成機を利用した本格的織成の推進による複合材としての性能発揮の可能性を内包している。

(iii)ハイブリッド中間素材については、

- イ) 炭素繊維、アラミド繊維の層間ハイブリッド化を図り、ケブラー系を上回る性能の発揮を確認した。

- ロ) 新規樹脂との複合材化による複合材としての一層の特性向上の可能性を内包している。

③ 研究開発の内容、期間、体制等の評価

(i)発想は斬新である。

- (ii)期間面あるいは装置面での制約があったが一応の目標を達成している。

2) 第二期研究開発の方向

- (i)三次元織物については、複合材料としての用途等を明確化しつつ織成装置の試作、樹脂との複合化を推進する。
- (ii)三軸織物は、一応の設計技術を確立し、織成法の技術的メドを得たので、織成装置が利用可能となった時点で織成、樹脂との複合化を推進することとし、当面は中断する。
- (iii)ハイブリッド中間素材は、マトリックス樹脂開発の中で複合化を推進する。

2. 成形加工技術の開発

1) 第一期研究開発の評価

① 第一期目標に照らしての実績の評価

- イ) 航空機用をねらいとした積層一体成形、
- ロ) 自動車用をねらいとしたモールド成形（一体構造及びホットプレス、ストレッチ、レジソインジェクションによる速硬化）、
- ハ) 宇宙用をねらいとした連続成形及び
- ニ) プリプレグテープの自動積層（自動加工）、
- ホ) レーザー等による穴あけ、切断技術（高エネルギー二次加工）の開発を推進し、

- (i)一部次の点が残されたが、その他の点は品質、生産性、形状寸法とも目標性能を達成した。

- イ) 積層一体：成形サイクル（開断面）、
層間せん断強さバラツキ（閉断面）
- ロ) モールド一体構造：曲げ弾性率バラツキ・形状寸法（長繊維）
ホットプレス：成形圧力
- ハ) 連続成形：品質、形状寸法、生産性（開断面）、
形状寸法（閉断面）
- ニ) 自動加工：形状寸法（平均値は達成するも安定性欠如）
- ホ) 高エネルギー二次加工：加工変質域

② 手法等の技術的意義、今後の進展等の期待

- (i)一部前記の点が残ったものの、以下の手法により、総じて品質、生産性、形状寸法等の性能向上の技術的メドを確立した。

- イ) 積層一体成形：モニター技術による成形条件精密制御技術の開発
- ロ) モールド成形：

- a 繊維の適正配列（短繊維）及び、型込み深絞り（長繊維）技術の開発〔一体構造〕
- b 炭素繊維強化SMCの開発及び成形温度制御技術の改善〔ホットプレス〕
- c 加熱雄型の開発及び成形温度制御技術の改善〔ストレッチ〕
- d 樹脂硬化剤、促進剤の配合、注入制御技術の改善〔レジニンジェクション〕

ハ）連続成形：連続積層・連続曲げ技術（開断面）、引抜加熱装置・連続硬化プロセス技術（閉断面）の開発

ニ）自動加工：自動積層装置の開発

ホ）高エネルギー二次加工：レーザー技術等の適用

(ii) いずれも、高度化研究の推進による一層の性能向上の可能性を内包（レーザー加工については概ね技術を確立）している。

③ 研究開発の内容、期間、体制等の評価

(i) 従来から行われている成形加工法をベースとしており、技術的蓄積があった（比較的現世代的）が、一連の工程等の本格的改良に挑戦したことは次世代性がある。

(ii) 第一期としては、本格改良の第一歩であり、エポキシを中心とする在来樹脂を対象としている。

(iii) 利用分野の明確な概念、それに即した樹脂、方法等の最適組合せ等は、必ずしも明確化するには至っていない。

(iv) マトリックス樹脂開発とのより密接な連携を図れば、より効果的であったと考えられる。

2) 第二期研究開発の方向

(i) 新規あるいは改良高性能樹脂を用いた大形・複雑形状成形体試作への移行をねらいに、各プロセスの高度化と合わせ、

イ）積層一体成形は、硬化モニター技術の発展

ロ）モールド成形は、速硬化樹脂に絞り、最も適した樹脂の開発
・改良、前処理、成形工程の改善（モールド一体構造は脱オートクレーブ化を推進）

ハ）連続成形は、一連の連続要素の発展、

ニ）自動加工は、精密・高速レイアップ化をめざした斬新成形法の探索・開発の推進、

を目指す。

なお、高エネルギー二次加工は一応の技術を確立したので当面中断

し、必要に応じて成形技術の中で研究を推進する。

- (ii)以上と合わせて、脱オートクレーブ化を目指した斬新成形法の探索・開発を推進する。

- (iii)マトリックス樹脂との連携を一層推進する。

3. 設計技術の開発

1) 第一期研究開発の評価

① 第一期目標に照らしての実績の評価

強度（歪み）、たわみ、振動（フラッタ）に対する最軽量の板厚構成を得るプログラム及び、剛性、強度、軽量性の3条件を満たす構造要素設計方式の開発を推進し、

- (i)いずれも目標性能を達成、またプログラムソフトのロジック、解析結果の取れん性も妥当である。

② 手法等の技術的意義、今後の進展等の期待

- (i)各種の限定的な条件下とは言え、プログラム・要素設計とも従来法を上回る技術的見通しを確認した。
- (ii)なお、外的因子の拡充、構成要素の高度化等による一層の性能向上の可能性を内包している。

③ 研究開発の内容、期間、体制等の評価

- (i)大学の参画を得て、理論面の検討は図られているが、なお、FRM設計、品質評価技術との連携を図れば、より効果的であったと考えられる。

- (ii)座屈研究は58年度から開始したものであり、プログラムへの導入は第二期に期待される。

2) 第二期研究開発の方向

FRM設計技術との一体的推進とともに、品質評価技術との連携を深めつつ、

- (i)最適化プログラムは、外的因子の追加、ソフトの高度化、プログラムのパック化、精度の向上を主眼に、高度化を推進する。
- (ii)構造要素設計技術は、斬新構造法への発展を推進する。
- (iii)破壊機構等基本現象の機構解析を拡充する。

III 各 論 (2) - 研究項目毎の評価等 -

各研究項目毎の評価等は次表のとおりである。

複 合 材 料 (F R P) 第 一 期 評 価 ポ イ ン ト

研究項目			第 一 期 研 究 開 発 の 評 価			第 二 期 の 研 究 開 発 の 方 向		備 考
			第一期目標に照らしての 実績の評価(含実績見込)	59年 2月15日 時点	手法等の技術的意義、今後の進展等の期待			
高 性 能 素 材 の 開 発	エ ポ キ シ の 樹 脂	高 架 P 橋 G 骨 P 格	①力学特性：引張伸びを除き目標性能達成。 ②成形性：すべての目標性能達成。	①高架橋骨格の導入が耐熱性向上に資することに着目し、 ②多官能フェノール系化合物の合成・導入により、 ③成形性を維持しつつ、耐熱性・力学特性向上の技術的メ ドを確立。 ④なお分子量分布の最適化等による一層の性能向上の可能 性を内包。 ⑤成形試験への移行を促進し、複合材としての性能発揮の 可能性要検証。	①エポキシ、ポリ イミド系は既存 高性能樹脂では あるが、R/D によるその眼界 の打開を目指し た着眼点、ルー トの選定は次世 代的。 ②PPQへの着眼 は斬新。 ③専門国立試・大 学の参画等研究 体制のなお一層 の拡充がより効 果的。 ④7ルートの並行 競争開発推進の 効果大。	①第一期で開発した新規高性能樹脂について、力学特性、耐 熱性、成形性等のそれぞれの特性を充分に発揮する複合材 料の早期開発を目指して、 ②国立試・大学の参画による研究体制の拡充、各ルート間及 び成形加工との連携を強化しつつ、 ③第一期で技術的メドあるいは見通しを得た各ルートの技術 について、次の方向で、残された課題の早期解決・各特性 の発揮をねらった技術の高度化を進め、 ④進展に応じて順次中間素材化を促進し、 ⑤複合材としてのそれぞれの特性発揮の可能性を確認。 ・エポキシ樹脂（とくに、成形性に勝り、卓越した力学特性 を発揮し得ることに期待）		
		疎 水 P 性 G 骨 N 格	※ ①力学特性：引張強度・破断伸びを除き目標 性能達成。 ②成形性：目標性能達成。 （キュア圧力はホットプレス使用 のため未確認） ※但し、高温引張強度がほぼ目標性能に 接近したことは注目的	①疎水性骨格の導入が耐熱性向上に資することに着目し、 ②αナフトール系化合物の合成・導入により、 ③成形性・力学特性を維持しつつ、耐熱性・耐水性の向上 したバランスのとれた高性能樹脂開発のメドを確立。 ④なお分子量分布及び中間素材化方法等の最適化による成 形性、一層の高温強度向上の可能性を内包。 ⑤成形試験への移行を促進し、複合材としての性能発揮の 可能性要検証。		P G P	分子量分布の最適化→引張強度と伸び のバランスを中 心とする性能の 一層の向上	
		高 剛 P 性 G 骨 I 格	①力学特性：引張強度（-60℃） 曲げ強度（RT）、層間せん 断強度を除き未達（乾燥条件に 起因）。 ②成形性：キュア温度、VFを除き目標性能を 達成、（Td 420℃、Ts 301℃の卓 越した耐熱性能を確認）。	①高剛性耐熱骨格の導入が耐熱性向上に資することに着目 し、 ②イミド基含有化合物の合成・導入により、 ③乾燥条件が不十分で、樹脂本来の機能を十分発揮できな かったが、耐熱性については、卓越した性能発揮の技術 的可能性を確認。 ④成形温度抑制の難点はあるものの、骨格構造・同配合の 最適化によるポイミドにも接近する耐熱性発揮・力学特 性向上の可能性を内包。 ⑤成形試験への移行を促進し、複合材としての性能発揮の 可能性要検証。		P G N	分子量分布及び中間→成形性、一層の 素材化方法等の最適 高温強度の向上 化	
		P G I		とくにポリイミ ドにし接近する 耐熱性に期待	骨格構造・同配合の→耐熱性の発揮、 最適化 力学特性の向上			

研究項目			第一期研究開発の評価				第二期の研究開発の方向		備考
			第一期目標に照らしての実績の評価(含実績見込)	59年2月15日時点	手法等の技術的意義、今後の進展等の期待	研究開発のフレームについての評価			
高 性 能 素 材 の 開 発	ポ リ イ ミ ド 型	末端T基PI御型	中間検証によるデータではあるが、次の通り主鎖改善による効果を確認。 ①力学特性：引張強度(常温及び250℃)引張伸びを除き目標性能を達成 ②成形性：すべての目標性能達成。		①末端化合物の反応性向上が成形性向上に資することに着目し、 ②付加反応性ビニル系化合物等の導入及び主鎖の改善により、 ③耐熱性を維持しつつ成形性向上が期待し得、またPPQ末端化合物の中間原料として利用可能な将来性のある末端化合物及び同末端化合物導入に伴う流動性低下を防ぎ得る可能性を有する改善主鎖を見出したが、 ④末端化合物合成技術上の課題の本格解決を図るには、PPQとタイアップして加速的發展が適切。	①エポキシ、ポリイミド系は既存高性能樹脂ではあるが、R/Dによるその境界の打開を目指した着眼点、ルートの選定は次世代的。 ②PPQへの着眼は斬新。 ③専門国立試・大学の参画等研究体制のなお一層の拡充がより効果的。 ④7ルートの並行競争開発推進の効果大。	・ポリイミド樹脂(特に卓越した耐熱性を発揮し得ることに期待)		
							OPI		
							とくに力学特性及び成形性に期待	新規末端の導入等の→一層の成形性等の向上	
	イ ミ ド 型	新規OPRIゴマ型	①力学特性：すべての目標性能達成。 ②成形性：目標性能達成。 (キュア圧力はホットプレス使用のため未確認)。		①付加硬化型イミドオリゴマの最適化が成形性向上に資することに着目し、 ②アリルイミド型末端イミドオリゴマの分子設計により、 ③耐熱性を維持しつつ、力学特性・成形性向上の技術的見通しを確認。 ④なおTPIで得た成果の活用を含め、新規末端基の導入による一層の成形性向上等の可能性を内包。 ⑤成形試験への移行を促進し、複合材としての性能発揮の可能性要検証。		MPI	とくに耐熱性に期待	主鎖の改良 → 力学特性、一層の成形性向上 (分子量、同分布等の最適化)
		新規MPI型	①力学特性：常温引張強度、引張弾性率、層間せん断強度を除き、目標性能を達成。 ②成形性：VIを除き目標性能達成。		①ポリイミドの主鎖の最適化が、力学特性向上に資する点に着目し、 ②特定の溶媒化溶性化合物の主鎖への導入により、 ③耐熱性をも維持しつつ成形性向上の技術的見通しを確認。 ④なお主鎖の改良(分子量・同分布等の最適化)による力学特性の向上、一層の成形性等向上の可能性を内包。 ⑤成形試験への移行を促進し、複合材としての性能発揮の可能性要検証。				TPIについては、第一期研究で得た成果をOPIに移転するとともにPPQ開発の中で合成技術上の課題の本格解決を促進(同課題の解決を待って、TPIとしての特性も検証)
	ポリサリシン系		①力学特性：層間せん断強度を除き未達。 ②成形性：キュア圧力、ポストキュア温度、を除き目標性能達成。		①耐熱性に卓越し、他の特性にもすぐれた可能性を秘めるポリキノキサリンに着目し、 ②共重合による改質により、 ③耐熱性の発揮は確認したが、力学特性・成形性向上については、原理的可能性確認にとどまり、継続課題。 ④TPIの成果をも活用しつつ、付加重合型樹脂への改質による力学特性・成形性等向上の可能性を内包。				①エポキシ系及びポリイミド系樹脂に勝る広範な特性の発揮が期待される新規高性能樹脂の開発を目指して、 ②国立試・大学の参画による研究体制の拡充、各ルート間及び成形加工との連携を強化しつつ、 ③ポリキノキサリン系樹脂について、TPIの成果をも活用しつつ、中間素材化を目的に、付加重合型樹脂への改質研究を促進。 ④新規斬新高性能樹脂の探索・基礎技術開発を促進。
	熱可塑性樹脂		①代表的熱可塑性樹脂について段階的比較評価(8種→5種→2種)。 ②既存熱可塑性樹脂のマトリックス樹脂としての耐熱性(150℃～180℃が限界)、力学特性の限界を明確化。		①既存各種熱可塑性樹脂について、マトリックス樹脂としての可能性を検討し、 ②在来型熱可塑性樹脂では、耐熱性・力学的特性に限界があることを確認。 ③斬新高性能樹脂開発の一環として可能性要探索。				

研究項目	第一期 研究 開 発 の 評 価				第二期の研究開発の方向	備考
	高性能素材の開発	繊維の表面改質	炭素繊維	第一期目標に照らしての実績の評価(含実績見込)		
				59年 2月15日 時点		
炭素繊維の表面改質				①層間せん断強度の目標性能達成。	研究開発のフレイムについての評価 ①表面改質技術そのものは在来法あるいはその組合せで、技術的蓄積あり。 ②マトリックス樹脂開発との一体的推進を図れば、より効果的。	
				①アラムニ繊維と樹脂との接着性向上には、各種の繊維表面改質法の組合せが有効であることに着目し、 ②アラムニドポリマープレコーティング、極性溶剤処理、試薬処理等各種表面改質法の組合せにより、 ③エポキシ樹脂に対する適応性の向上を確認。 ④今後の新規開発樹脂について、その開発研究の中で検証。		
炭素繊維				①表面酸化法による炭素繊維表面の改質が樹脂との接着性向上に有効であることに着目し、 ②同法の新規樹脂への適応性を研究し、 ③同法の新規樹脂への適応可能性を確認した。 ④今後の新規開発樹脂について、その開発研究の中で検証。	①第一期で得た成果をマトリックス樹脂開発に反映し、 ②新規開発樹脂について、その開発研究の中で検証。	
				層間せん断強度の目標性能達成。		
アラムニド繊維						

研究項目		第一期研究開発の評価			第二期の研究開発の方向	備考
		第一期目標に照らしての 実績の評価(含実績見込)	59年 2月15日 時点	手法等の技術的意義、今後の進展等の期待		
高性能 素材の 開発	三次 元 織中 物間 素材	①製織中に、イ)糸の配列密度、ロ)組織の 変更、ハ)曲面の形成ができ、ニ)円柱・ 袋状の賦形が可能な織成法を考案し、一部 試作。 ②試織繊維を樹脂含浸・硬化成形。 ③成形複合材の機械的特性・アブレーション 特性を評価。		①軽量で強度・弾性率に優れ、また、多様な一体形成が可 能な三次元織物に着目し、 ②三次元織物の織成法の開発及び複合材化を図り、 ③小規模試作品ながら、織成技術の見通しを確認。 ④なお複合材としての用途・特性を明確化しつつ、織成・ 複合化研究を進めることにより、機能発揮の可能性を内 包。	①発想は斬新。 ②期間面の制約あ り(57年度から 実施)。	①高性能中間素材の開発をねらいに、 ②複合材としての用途・特性を明確化するとともに、 ③成形加工(とくに斬新成形)との連携を図りつつ、 ④イ)実用サイズ織成機設計のためのデータ取得を中心とし た三次元織物織成装置の試作。 ロ)試織物の樹脂複合材化及び同複合材の特性評価を推 進。
	三 軸 織中 物間 素材	①パイプレン構造三軸織物を設計し、米 Barber Colman 社織機で試作。 ②衝撃強度目標性能達成。(見込)		①繊維の平面3方向配列が成形性にすぐれた等方性複合材 料に効果的であることに着目し、 ②パイプレン構造をもつ三軸織物を設計・試作し、 ③力学的特性の発揮を確認。 ④なお織成機を利用した本格的織成の推進により、複合材 料としての性能発揮の可能性を内包。	①発想は比較的新 新。 ②装置面の制約あ り	①織成装置が利用可能となった時点で織成、樹脂との複合化 を推進することとし、 ②当面は中断。
	ハ イ ブ 中 リ 間 ッ 素 ド 材	①炭素繊維/HM-50系層間ハイブリッド複合 材を作成。 ②衝撃強度の目標性能達成。		①炭素繊維・アラミド繊維のハイブリッド化が複合材料の 高性能化に資することに着目し、 ②層間ハイブリッド化を図り、 ③ケブラー系を上回る卓越した衝撃強さの発揮を確認。 ④なお新規開発樹脂との複合化による一層の特性向上の可 能性を内包。	①発想は比較的新 新。	①新規樹脂と第一期で開発したハイブリッド繊維との複合材 化研究を推進することとし、 ②まず、エポキシ系樹脂中間素材の中で研究を進展。

研究項目		第 一 期 研 究 開 発 の 評 価				第 二 期 の 研 究 開 発 の 方 向	備 考
		第一期目標に照らしての実績の評価(含実績見込)	59年 2月15日時点	手法等の技術的意義、今後の進展等の期待	研究開発のフレームについての評価		
成 形 加 工 モ ー ド の 開 発	積層一体成形法	開断面 成形サイクルを除き品質、生産性、形状寸法とも目標性能達成。 閉断面 層間せん断強さバラツキを除き、品質、生産性、形状寸法ともに目標達成。		①積層成形において接着組立工程の省略が品質・生産性の向上に有効であることに着目し、 ②成形工程における誘電特性（開断面）及び電気抵抗（閉断面）硬化モニター技術による成形条件精密制御技術の開発により、 ③積層一体成形において、分割法を上回る品質、生産性等実現の技術的メドを確立。 ④なお多面硬化モニター技術への発展による新規耐熱樹脂を対象とした一層の性能向上の可能性を内包。	①従来から行なわれている成形加工法をベースとし、技術的蓄積あり（比較的現代的）。 ②一連の工程等の本格的改良に挑戦（次世代性）。 ③第一期としては、 イ）本格的改良の第一歩 ロ）エポキシを中心とする在来樹脂を対象 ④利用分野の明確な概念、それに即した樹脂、方法等の最適組合せ等は、必ずしも明確化するには至っていない。 ⑤マトリックス樹脂との、より密接な連携を図れば、より効果的。	①新規耐熱樹脂を用いた複雑形状成形への移行をねらいに、 ②マトリックス樹脂との密接な連携を深めつつ、 ③イ）電気式多点硬化モニター技術への発展。 ロ）耐熱樹脂成形用副資材の選定、治工具の開発等による精密成形、技術の高度化を中心に、 ④第一期で残された課題の早期解決を図るとともに、 ⑤品質性能向上を主眼にプロセス全体の高度化を推進。	
		短繊維 品質、生産性、形状寸法ともすべての目標性能達成。 長繊維 ①曲げ弾性率バラツキを除き、品質及び生産性の目標性能達成。 ②形状寸法は未達。		①モールド成形において接着組立工程の省略が品質、生産性の向上に有効であることに着目し、 ②前処理工程における繊維の適正配列（短繊維）及び型込み深絞り（長繊維）技術の開発により、 ③一体構造モールド成形において分割法を上回る品質、生産性等実現の技術的メドを確立。 ④なお長繊維深絞り部の成形作用による影響を制御するとともに、成形工程における脱オートブレイク化を目指した新形成形法への発展による新規耐熱樹脂を対象とした飛躍的な性能向上の可能性を内包。		脱オートブレイク化を目指したヒートトランスファー方式による新形成形技術に発展	
	ホットプレス	①品質、形状寸法は目標性能達成。 ②生産性（成形圧力）は未達。		①SMC (Sheet molding compound) のホットプレスが低圧速硬化での高剛性パネル成形（小型精細形状）に有効であることに着目し、 ②炭素繊維強化SMCの開発及び成形温度制御技術の改善等により、 ③ガラス繊維強化品に優る品質等の実現の技術的メドを確立。 ④なおより成形性にすぐれたSMC素材の開発、温度制御技術の高度化による生産性の改善、耐熱樹脂を対象とした一層の性能向上の可能性を内包。		①高性能耐熱SMCを用いた精細形状、高剛性パネル成形への移行をねらいに、 ②マトリックス樹脂との連携を図りつつ、 ③イ）SMC素材の改善 ロ）温度制御技術の高度化を中心に、 ④第一期で残された課題の早期解決を図るとともに、 ⑤生産性向上を主眼にプロセス全体の高度化を推進。	
		生産性、品質、形状寸法ともすべての目標性能達成。		①改良金型等による加熱硬化制御ストレッチが低圧速硬化での高剛性パネル成形（大型単純形状）に有効であることに着目し、 ②加熱雄型の開発及び成形温度制御技術の改善等により、 ③生産性、品質等向上の技術的メドを確立。 ④なお成形前処理工程における含浸・脱泡工程の短縮等による新規耐熱樹脂を対象とした一層の性能向上の可能性を内包。		①新規樹脂を用いた大形高剛性パネル成形への移行をねらいに、 ②マトリックス樹脂との密接な連携を深めつつ、 ③含浸・脱泡工程の短縮化を中心に、 ④生産性の一層の向上を主眼にプロセス全体の高度化を推進。	
	レジンインジェクション	生産性、品質、形状寸法ともすべての目標性能達成。		①樹脂・添加剤配合、注入温度を最適化したレジンインジェクションが低圧速硬化で高剛性パネル成形（大型複雑形状）に有効であることに着目し、 ②樹脂、硬化剤、促進剤の配合、注入制御技術の改善等により、 ③生産性、品質向上の技術的メドを確立。 ④なお低粘度速硬化樹脂の開発、樹脂混合注入技術の高度化により、耐熱樹脂を対象とした一層の性能向上の可能性を内包。		①耐熱樹脂を用いた大形複雑形状が高剛性パネル成形への移行をねらいに、 ②マトリックス樹脂との連携を図りつつ、 ③イ）より高性能の低粘度速硬化樹脂の開発。 ロ）樹脂混合注入技術の高度化を中心に、 ④生産性の一層の向上を主眼にプロセス全体の高度化を推進。	

研究項目			第一期研究開発の評価			第二期の研究開発の方向	備考
			第一期目標に照らしての実績の評価(含実績見込)	59年 2月15日時点	手法等の技術的意義、今後の進展等の期待	研究開発のフレームについての評価	
成形加工	連続断面	開断面			①多段ロール成形法が長尺型材の連続成形における性能、生産性向上に資することに着目し、 ②連続積層技術及び連続曲げ成形技術の開発により、 ③品質、生産性向上の技術的メドを確立。(見込) ④なお イ) 樹脂の改良・開発、ロ) 多段曲げ技術の開発等による高性能素材を対象とした長尺薄肉構造要素の性能向上の可能性を内包。	同上	①耐熱性熱可塑性樹脂を用いた長尺薄肉型材の連続成形への移行をねらいに、 ②マトリックス樹脂との連携を図りつつ、 ③イ) 熱可塑性樹脂の改良・開発 ロ) 多段曲げ技術の開発を中心に ④第一期で残された課題の早期解決を図るとともに、 ⑤品質向上を主眼にプロセス全体の高度化を推進。
		閉断面	①品質、生産性は、目標性能達成。 ②形状寸法は未達。		①加熱ダイ引抜成形法が長尺中空型材の連続成形における性能、生産性向上に資することに着目し、 ②引抜加熱装置及び連続硬化プロセス技術の開発により、 ③形状寸法上の問題は残ったものの品質、生産性向上についての技術的メドを確立。 ④なお イ) 樹脂の改良・開発、ロ) 連続積層技術の開発 ハ) 装置・プロセスシステム制御等により、形状寸法の改善、高性能素材を対象とした長尺薄肉構造要素の性能向上の可能性を内包。		①速硬化耐熱樹脂を用いた長尺薄肉中空型材の連続成形への移行をねらいに、 ②マトリックス樹脂との連携を図りつつ、 ③イ) 耐熱樹脂の改良・開発 ロ) 連続積層技術の開発 ハ) 装置・プロセスのシステム制御を中心に、 ④第一期で残された課題の早期解決を図るとともに、 ⑤品質向上を主眼にプロセス全体の高度化を推進。
技術の開発	自動加工法	自動加工	①品質、形状寸法とも目標性能を達成。 ②とくに空どう率に卓越。 ③形状寸法は平均値では目標性能は達成したものの安定性に欠如。		①FRPの成形においてハンドレイアップ方式が効率向上の大きな障害となっていることに着目し、 ②自動積層装置の開発により、 ③ハンドレイアップ方式を大幅に上回るスピードで自動的に積層し、テープすき間にやや安定性を欠くものの、品質面において性能の向上した成形体を実現しうる技術的メドを確立。 ④なお イ) 装置面の改良、ロ) テープ縁検出技術の開発等により、積層速度の一層の向上、形状寸法の安定化の可能性を内包。	同上	①第一期で開発した自動積層技術の高度化をねらいに、 ②イ) 装置面の改良 ロ) テープ縁検出技術の開発を中心に、 ③積層速度の向上及び形状寸法の安定化を主眼に高度化研究を推進。
		高エネルギー加工	①レーザー加工法 加工変質域を除き生産性、加工性とも目標性能を達成。 ②液体ジェット・超音波 生産性等未達。		①レーザー、液体ジェット、超音波等の各種エネルギーのFRPの切断、穴あけへの応用に着目し、 ②エネルギーの制御、冷却等の一連の技術を開発・評価し、 ③とくにレーザーにおいて加工変質域には多少問題が残ったものの生産性・加工性とも従来の機械加工を大幅に上回る性能発揮技術を確立。 (高出力レーザーの利用により加工変質域も改善し得る見込)	(第二期新規) (成形技術に同じ)	①在来オートクレーブ法に代る斬新成形技術の開発をねらいに、 ②第一期で開発した成形加工技術の成果の活用及び関連技術との連携を図りつつ、新たに、 ③イ) ヒートトランスファー成形法(急熱・急冷・均一加熱成形法)の開発 ロ) 各種高効率成形法の可能性探索を推進。 一応の技術を確立したので、当面研究を中断し、必要に応じ成形技術の中で研究を推進。

研究項目		第一期研究開発の評価			第二期の研究開発の方向	備考
		第一期目標に照らしての実績の評価(含実績見込)	59年 2月15日 時点	手法等の技術的意義、今後の進展等の期待		
設計技術の開発	最適化プログラムの開発	①解析的検証 強度、撓み、振動（フラッタ）のいずれも目標性能達成。 ②最適化検証 ソフトウェアのロジック及び解析結果の取れん性とも妥当。		①FRPの特性をフルに発揮させるには、 所要の外力に対応する最軽量の積層構成を得る汎用プログラムの開発が必要なることに着目し、 ②強度、たわみ、振動（フラッタ）を対象とした イ）最適理論の数式化 ロ）最適化プログラムの開発・検証 を推進し、 ③実験結果を再現し得るプログラムの技術的メドを確立。 ④なお座屈等破壊様式の追加・拡大を図りつつ、プログラムの高度化推進による一層の汎用かつバック化可能なプログラムへの発展の可能性を内包。	①大学の参画を得て、理論面の検討は図られてはいるが、なお イ）FRM設計。 ロ）品質評価技術との連携を図れば、より効果的。 ②座屈研究は58年度から開始 （プログラムの導入は第二期に期待。）	①FRM設計技術との一体的推進のもとに品質評価技術との連携を深めつつ、 ②複合材料の特性を応用目的に応じて存分に発揮させる軽量構造設計技術の開発をめざして、 ③最適化プログラムについて、 イ）座屈等外力因子の追加 ロ）ソフトウェアの高度化 ハ）プログラムのバック化、精度の向上 ④構造要素設計技術について、 イ）在来の薄板構造に代る ロ）複合材料の特性を存分に活かした ハ）新規構造方式の開発を推進。 ⑤以上と合わせて、破壊機構等基本的現象に係る機構解析を拡充。
	構造要素設計技術	剛性、強度、重量のいずれも目標性能達成。		①FRPの特性をフルに発揮させるには、 巨視的な設計最適化プログラムの他に、個々の構造要素の最適化設計技術が必要であることに着目し、 ②主構造の剛性・強度を維持する最軽量の継手構造方式を検討し、 ③単純継手要素において所期の性能を満たし得る設計技術の見通しを確認。 ④なお、より複雑な構造部材を対象とした設計技術の高度化による各種外力に対応する複雑な構造要素の最適設計への改良・発展の可能性を内包。		

複合材料（FRP）第一期評価ポイント総括

研究項目		第一期研究開発の評価			第二期研究開発の方向
		第一期目標に照らしての実績の評価（含実績見込）	59年 2月15日 時点	手法等の技術的意義、今後の進展等の期待	
高性能素材の開発	マトリックス樹脂の開発	①エポキシ系（3ルート）、ポリイミド系（3ルート）及びポリキノキサリン系をベースとした新規樹脂の開発並びに既存熱可塑樹脂のマトリックス樹脂としての可能性検証を実施。 ②エポキシ系3ルートについては、 イ）成形性は、一部を除き、ほぼ全ての目標性能を達成。 ロ）力学特性は、2ルートは、概ね目標性能を達成したが、1ルートは成形条件に縛られて全ての目標性能達成には至らないものの、卓越した耐熱性を確認。 ③ポリイミド系3ルートについては、 イ）2ルートにおいて、 a. 成形性は概ね目標性能を達成。 b. うち1ルートは力学特性についてもすべての目標性能を達成。 ロ）1ルートは、将来性のある末端化合物を見出したが、その合成技術上の課題の本格解決は、第二期の課題。 ④ポリキノキサリン系は、耐熱性の発揮及び、他の特性の原理的可能性を確認。 ⑤熱可塑樹脂は、マトリックス樹脂としての耐熱性、力学的特性の限界を確認。	59年 2月15日 時点	①エポキシ系は、 イ）高架橋、疎水性、高剛性の各骨格の合成導入等により、 ロ）一部成形性に問題が残ったものもあるが、耐熱性をはじめと各種性能を向上させ得るルートについてある程度の技術的メドを確立。 ②ポリイミド系は、 イ）付加型イミドオリゴマ及び、溶媒可溶性化合物の合成、導入により、 ロ）耐熱性を維持しつつ力学特性、あるいは成形性等を向上させ得るルートについてある程度の技術的見通しを確認。 ③ポリキノキサリン系は、 イ）共重合による改質により、 ロ）耐熱性の発揮及び、力学特性・成形性向上の原理的可能性を確認。 ④いずれも、 イ）高度化研究の推進によるそれぞれの特性に応じた一層の性能向上の可能性を内包、 ロ）成形試験への早期移行緊要。	①エポキシ、ポリイミド系は既存高性能樹脂ではあるが、R/Dによるその限界の打開をめざした着眼点、ルートの選定は次世代的。 ②専門国立試・大学の参画等研究・体制のなお一層の拡充が、より効果的。 ③7ルートの平行競争開発推進の効果大。
	エポキシ系樹脂の開発				

研究項目		第一期研究開発の評価			第二期研究開発の方向
		第一期目標に照らしての実績の評価（含実績見込）	59年 2月15日 時点	手法等の技術的意義、今後の進展等の期待	
高性能 素材の開発	繊維の表面改質	①表面酸化法による炭素繊維の新規樹脂（エポキシ系、ポリイミド系）への適応性及び各種表面改質法の組合せによるアラミド繊維のエポキシ樹脂への適応性向上を検討。 ②両繊維とも目標層間せん断強度を達成。	①両繊維とも従来の表面改質法あるいはその組み合わせ改良が新規樹脂に対しても有効であることを確認。 ②適応性は確認されたので、今後の新規開発樹脂について、その開発研究の中で検証。	①表面改質技術そのものは在来法あるいはその組合せで、技術的蓄積あり。 ②マトリックス樹脂開発との一体的推進を図れば、より効果的。	①マトリック樹脂開発の中で、その一環としてそれぞれの樹脂に即した適応・改良研究を推進。
	中間素材の開発	①イ）三次元組成の柱状複合材の組成法の開発、複合材化（三次元繊維）及びロ）平面3方向配向繊維組織体の設計、試作（三軸繊維）並びに、ハ）炭素繊維／アラミド繊維系の新規ハイブリッド構造の開発を推進。 ②いずれも目標性能を達成（とくにハイブリッド中間素材はケブラー系を上回る卓越した性能を発揮）。	①三次元繊維は、 イ）多様な一体成形が可能な三次元組織体の織成法の開発等により、 ロ）三次元織成法の技術的見通しを確認。 ハ）高度化研究の推進による一層の性能向上の可能性を内包。 ②三軸繊維は、 イ）バイブレン構造をもつ三軸繊維を設計、試作し、 ロ）力学特性の発揮を確認。 ハ）織成機を利用した本格的織成の推進による複合材としての性能発揮の可能性を内包。 ③ハイブリッド中間素材は、 イ）炭素繊維アラミド繊維の層間ハイブリッド化を図り、 ロ）ケブラー系を上回る性能の発揮を確認。 ハ）新規樹脂との複合材化による複合材としての一層の特性向上の可能性を内包。	①発想は斬新。 ②期間面あるいは装置面の制約の中で一応の目標を達成。	①三次元繊維については、複合材料としての用途等を明確化しつつ織成装置の試作、樹脂との複合化を推進。 ②三軸繊維は、一応の設計技術を確認し、織成法の技術的メドを得たので、織成装置が利用可能となった時点で織成、樹脂との複合化を推進することとし、当面は中断。 ③ハイブリッド中間素材は、マトリックス樹脂開発の中で複合材化を推進。

研究項目	第一期研究開発の評価				第二期研究開発の方向
	第一期目標に照らしての実績の評価(含実績見込)	59年2月15日時点	手法等の技術的意義、今後の進展等の期待	研究開発のフレームについての評価	
成形加工技術の開発	①イ) 航空機用をねらいとした積層一体成形、 ロ) 自動車用をねらいとしたモールド成形(一体構造及びホットプレス、ストッレチ、レジンインジェクションによる速硬化)、 ハ) 宇宙用をねらいとした連続成形及び ニ) プリプレグテープの自動積層(自動加工)、 ホ) レーザー等による穴あけ、切断技術(高エネルギー二次加工)の開発を推進。 ②いずれも、一部次の点は残されたが、その他の点は品質、生産性、形状寸法とも目標性能を達成。 イ) 積層一体: 成形サイクル(閉断面)層間せん断強さバラツキ(閉断面) ロ) モールド一体構造: 曲げ弾性率バラツキ・形状寸法(長繊維)ホットプレス: 成形圧力 ハ) 連続成形: 形状寸法(閉断面) ニ) 自動加工: 形状寸法(平均値は達成するも安定性欠く。) ホ) 高エネルギー二次加工: 加工変質域		①イ) 積層一体成形は、モニター技術による成形条件精密制御技術の開発により、 ロ) モールド成形は、 ア. 繊維の適正配列(短繊維)及び、型込み深絞り(長繊維)技術の開発(一体構造) バ. 炭素繊維強化SMCの開発及び成形温度制御技術の改善(ホットプレス) シ. 加熱雄型の開発及び成形温度制御技術の改善(ストッレチ) ド. 樹脂硬化剤、促進剤の配合、注入制御技術の改善(レジンインジェクション)により、 ハ) 連続成形は連続積層・連続曲げ技術(閉断面)、引拔加熱装置・連続硬化プロセス技術(閉断面)の開発により、 ニ) 自動加工は、自動積層装置の開発により、 ホ) 高エネルギー二次加工は、レーザー技術等の適用により、 ②一部左記の点は残ったものの、総じて品質、生産性、形状寸法等の性能向上の技術的メドを確立。 ③いずれも、高度化研究の推進による一層の性能向上の可能性を内包(レーザー加工については概ね技術を確立)。	①従来から行なわれている成形加工法をベースとし、技術的蓄積あり。(比較的現代的)。 ②一連の工程等の本格的改良に挑戦(次世代性)。 ③第一期としては、 イ) 本格的改良の第一歩。 ロ) エポキシを中心とする在来樹脂を対象。 ④利用分野の明確な概念、それに即した樹脂、方法等の最適組合せ等は、必ずしも明確化するに至っていない。 ⑤マトリックス樹脂開発との、より密接な連携を図れば、より効果的。	①新規あるいは改良高性能樹脂を用いた大型・複雑形状成形体試作への移行をねらいに、各プロセスの高度化と合わせ、 イ) 積層一体成形は、硬化モニター技術の発展。 ロ) モールド成形は、速硬化樹脂に絞り、最も適した樹脂の開発・改良、前処理、成形工程の改善。(モールド一体成形構造は②において脱オートクレープ化を推進) ハ) 連続成形は、一連の連続要素の発展。 ニ) 自動加工は、精密・高速レイアップ化をめざした斬新成形法の探索・開発を推進。 ホ) 高エネルギー二次加工は一応の技術を確立したので当面中断し、必要に応じ成形技術の中で研究を推進 ②以上と合わせて、脱オートクレープ化を目指した斬新成形法の探索・開発を推進。 ③マトリックス樹脂との連携の一層の推進。
設計技術の開発	①イ) 強度、たわみ、振動(フラッタ)に対する最軽量の板厚構成を得るプログラム及び、 ロ) 剛性、強度、軽量性の3条件を満たす構造要素設計方式の開発を推進。 ②いずれも目標性能を達成。またプログラムソフトのロジック、解析結果の取れん性も妥当。		①各種の限定的な条件下とは言え、プログラム・要素設計とも従来法を上回る技術的見通しを確認。 ②なお、外的因子の拡充、構成要素の高度化等による一層の性能向上の可能性を内包。	①大学の参画を得て、理論面の検討は図られてはいるが、なお、 イ) FRM設計、 ロ) 品質評価技術との連携を図れば、より効果的。 ②座屈研究は58年度から開始(プログラムへの導入は第二期に期待)	FRM設計技術との一体的推進とともに、品質評価技術との連携を深めつつ、 ①最適化プログラムは、 イ) 座屈等外力因子の追加、 ロ) ソフトの高度化、 ハ) プログラムのバック化、精度の向上を主眼に、高度化を推進。 ②構造要素設計技術は、斬新構造法への発展を推進。 ③破壊機構等基本的現象の機構解析を拡充。

樹脂系複合材料（FRP）第一期評価全体総括（案）

1. 第一期研究開発の評価

(1) 基本計画における全体研究開発計画

1) 研究開発の目的

「航空宇宙機器、自動車等の輸送機器、エネルギー関連機器をはじめとして、幅広い分野で必要とされている軽量で高強度、高剛性の構造材料を実現するために、異方性を生かし、必要とする方向に、高剛性、高強度等を持たせることのできる複合材料にかかわる基盤技術を確立することを目的とする。」

2) 研究開発の目標

「軽量で、高強度、高剛性の構造材料として、樹脂系複合材料を開発する。目標性能は下表のとおりとする。」

	目 標 値
樹脂系複合材料	①耐熱温度 250℃以上（強度保持率90%以上） ②引張強度 240kgf/mm ² 以上

1 目標値は標準試験片による値。

2 目標値に対する信頼度90%。

3) 研究開発テーマの意義・基本計画目標の評価

(2) 第一期の研究開発

1) 全体計画上の位置づけ

「素材、中間素材の開発、試験片形状材の成形、加工法の開発及び基本構造要素の成形、加工に必要な設計技術の開発。」

2) 第一期研究開発推進目標

3) 第一期研究開発の評価

①第一期目標に照らしての実績評価

②手法等の技術的意義、今後の進展等の期待

③研究開発のフレームについての評価

2. 第二期の研究開発の方向

(1) 基本計画目標

基本計画に掲げられている目標項目に関する限り、そのレベルは概ね妥当と考えられるも、内外情勢のダイナミックな変化、研究開発の進展等に鑑み、利用分野の明確化を図りつつ目標項目の追加の可否等について体系的レビュー。

(2) 基本計画上の位置づけ

「素材・中間素材の性能向上、代表的構造要素の試作による成形・加工法の高度化、各構造要素ごとの最適設計技術の開発。」

(3) 第二期の基本的方向

1) 技術的メド見極めの加速

- ① マトリックス樹脂
- ② 成形技術等

開発樹脂の開発成形技術による成形検証を加速し、可及的速かに技術的メドを見極め、斬新技術への発展、移行を促進。

2) 斬新技術への積極的取り組み

- ① 斬新樹脂（PPQ及び斬新高性能樹脂）
- ② 斬新成形加工法（精密自動レイアップ技術、ヒートトランスファー成形、斬新成形法）
- ③ 設計技術（斬新構造法）

3) テーマ相互間の連携の強化

- ① マトリックス樹脂、成形加工技術相互間
- ② 品質評価技術、設計技術相互間
- ③ FRP設計技術、FRM設計技術相互間

4) 研究体制の拡充、関係機関、関連プロジェクトとの有機的連携の強化

- ① 斬新樹脂開発等にそなえた研究体制の拡充
(例えば、国立試験研究所、大学の参画等の可能性検討)
- ② 関係機関との有機的連携

5) 利用分野の明確化

- ① 航空宇宙使用部材・使用環境の一層の明確化
- ② 自動車使用部材、使用促進のためのブレークスルー課題の明確化
(含次世代自動車の概念の検討)
- ③ エネルギーを含むその他利用分野の漸次的明確化

6) 試験・分析・評価能力、内外データの立体的整備・活用機能の拡充

樹脂系複合材料 (FRP) 第一期評価体系

(各研究項目の数字は
実施計画コードを示す)

基本計画目標

(1) 最終目標性能

- ①耐熱温度 250℃以上(強度保持率90%)
- ②引張強度 240kg/mm²以上

1. 目標値は標準試験片に達成
2. 目標値に対する信頼度 90%

(2) 第1期計画(56年度~58年度)

- ①素材の強度、剛性の向上、②強化繊維と母材との適合性の向上等高性能素材及び
- ③中間素材の開発を行うとともに、試験片形状の成形加工を行うことにより④各種の成形加工法を開発する。また基本構造要素の成形加工に必要な⑤設計技術を開発する。

母材(マトリクス樹脂)

(既存樹脂)

3(1)1 マトリクス樹脂の開発
○エポキシ樹脂
○耐熱性樹脂
○熱可塑性樹脂

3(1)2 繊維の表面改質

1(3) 3(1)3 中間素材の開発
○3次元繊維物
○3次元繊維物
○14グッド
中間素材

強化繊維

(既存繊維)

No.3a ←

プレプレグ (繊維配列 樹脂含浸、硬化)

プレプレグ (中間素材)

積層

成形加工

3(2) 成形加工技術の開発

- 1) 積層一体成形法
- 2) モールド成形法
- 3) 連続成形法
- 5) 自動成形法

No.4 (成形)

成形品

4) ニ次加工法

No.4 (二次加工)

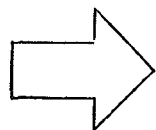
加工品

3(3) 設計技術開発

1) 最適化プログラム開発

2) 構造要素設計技術

評価 No.	70- 図	研究項目	評価ポ ット	試験実施者	備 考
高性能 素材	No.1	マトリクス樹脂の開発 (エポキシ耐熱熱可塑)	成形品	開発者(一部製材研)	開発樹脂 既存繊維 → 既存成形技術
	No.2	繊維の表面改質	成形品	開発者	開発樹脂 既存繊維 → " "
	No.3	中間素材の開発 (3次元繊維物 3軸 14グッド)	研究 70セル 成形品	a. 開発者 b. 開発者(一部機械研)	既存樹脂 既存繊維 → " "
成形 加工 技術	No.4	成形加工技術の開発	成形品	開発者	開発樹脂 既存繊維 → 開発成形加工技術
設計 技術	No.5	設計技術の開発	成形品	開発者	既存樹脂 既存繊維 → 開発設計技術



最終段階における評価の流れ

No.3b

No.1

No.2

No.5

資料 No .

取扱注意

樹脂系複合材料（FRP）第一期評価関連資料総括表（案）

昭和59年2月27日

工業技術院
次世代産業技術企画官室

複合材料 (FRP) 第一期評価関連資料総括表 - No. 1 マトリックス樹脂

「第一期実績値」は59年2月15日現在
(最終評価委員会までに一部追加・修正あり)

研 究 項 目			研究実施 機関	左以外の試 験実施機関	第 一 期 目 標 性 能 及 び 第 一 期 実 績												世界レベル		備 考
No. 1 マトリックス樹脂の開発 (56～)					力 学 特 性														

研 究 項 目		研究実施機関	左以外の試験実施機関		第 一 期 目 標 性 能 及 び 第 一 期 実 績													世界レベル		備 考				
N o . 1 マトリックス樹脂の開発 (56～)					力 学 特 性								(注)		成 形 性					(注)				
					0°引張り						0°曲げ		層せん断強度 (kgf/mm ²)	繊維体積含有率 (%)	キュア条件			ポストキュア条件		①強化繊維はトレカT400, Vf≧65%とする ②力学特性は、試験片の平均値とする。 (目標値に対する信頼度50%) ③RTは室温(25℃) HTはエポキシ樹脂の場合200℃ 耐熱樹脂の場合250℃				
					強 度 (kgf/mm ²)		弾性率 10 ³ (kgf/mm ²)	破断伸び (%)		強 度 (kgf/mm ²)		温度 ℃			圧力 (kgf/mm ²)	時間	温度 ℃	時間						
					-60℃ × 10分	RT	HT × 10分	RT	RT	RT	H T				RT	℃	時間	℃	時間					
											10分	500時間												
2.耐熱性樹脂		目 標 値		170	210	190	15.5	1.35	205	155	135	9		65	290	14	4	320	6	(3) 米国 (4) 米国, 1978 (5) 米国, 1982 (6) 米国, 1976 (7) 米国, 1976				
		世界レベル			188		16.9	1.11	155					288 ~390	14 ~28	2	316 ~371	4~16						
①末端基制御型 ポリイミド(TPI)		研究協会	(製科研)	188	190	150	17.4	1.09	252	186		11.5		72.3	290	14	2	320	4					
②新規オリゴマ型 ポリイミド(OPI)		〃	(〃)		238	222	15.6	1.59	243	168	155	16.5		65	280	*	2	320	4					
③新規主鎖型 ポリイミド(MPI)		〃	(〃)	222	202		13.7	1.38	245	173		6.8		64.4	290	14	4	320	3					
④ポリキノキサリン 系樹脂(PPQ)		〃	(〃)		166		15.4	1.08				9.0			250	30	1	350	4					
3.熱可塑性樹脂		研究協会	(製科研)	既存各種熱可塑性樹脂について、炭素繊維強化複合材料のマトリックス樹脂としての可能性の有無を検討															各種既存熱可塑性樹脂 と炭素繊維(T300)とを 成形した際の値を示す					
ポリスルフォンUD					167		14.6		180			9.5		60.2	330	30	分 15							
ポリエーテル スルホンUD					146		14.3		161			8.1		59.7	350	30	15							

*ホットプレス

複合材料 (FRP) 第一期評価関連資料総括表 - No. 2 繊維の表面改質

研 究 項 目		研究実施 機 関	第 一 期 目 標 性 能 及 び 第 一 期 実 績	世界レベル	備 考
No. 2 繊維の表面改質			層 間 せ ん 断 強 度 (kgf/mm ²)		
1. 炭素繊維	(1) エポキシ樹脂	目 標 値	11以上	(1)米国 (2)米国 (53)米国, 1982 (53)米国技術資料	
		世界レベル	9.7~13.0		
	①高架橋骨格	研究協会	11.9		
	②疎水性骨格	"	11.2		
	③高剛性骨格	"	12.2	(3)米国カタログ (4)米国1978	
	(2) 耐熱性樹脂	目 標 値	9以上		
		世界レベル	9.7~11.2		
	①末端基制御ポリイミド	研究協会			
	②新規オリゴマ型ポリイミド	"	16.5		
	③新規主鎖型ポリイミド	"	11.2		
	④ポリキノキサリン骨格樹脂	"	9.0		
2. アラミド繊維 (56~)		目標値	7以上	(8) USP. 1978 (9)米国技術資料 (9A)米国技術資料	
		世界レベル	5.4~7.3		
		研究協会	7.2		

複合材料（FRP）第一期評価関連資料総括表 - N o . 3 中間素材の開発

研 究 項 目		研究実施 機関	左以外の試 験実施機関	第 一 期 目 標 性 能 及 び 第 一 期 実 績		世界レベル	備 考
N o . 3 中 間 素 材 の 開 発				力 学 特 性		素 材 の 形 態 等	
				引張強度 複 合 機 強 度 相似配向一方向在強度 (%)	衝撃強度 対炭素繊維/ケブラー系 アップ率 (%)		
1. 三次元織物中間素材 (57~)	目 標 値					軽量で強度、弾力率の優れた三次元組織を有する柱状炭素繊維複合材料の織成法及び、成形法を開発。 * ①製織中に、イ)糸の配列密度 ロ)組織の変更ハ)曲面の形成ができ、ニ)円柱・環状の賦形が可能な織成法を考案し、一部試作。 ②試織繊維をエポキシ、樹脂に浸透後加熱硬化し成形。 ③成形複合機の機械的特性、アブレーション特性を評価。	
	世 界 レ ベ ル						
	織高研						
2. 三軸織物中間素材 (56~)	目 標 値			55以上		炭素繊維が3軸（90°±α°）方向に配列し、かつ各軸方向の繊維が互いに織物構造を有する三軸織物 * ①バイブレン構造三軸織物を設計し、米Barber-Colman Co., 織機で試織。 ②衝撃強度目標性能達成。	
	世 界 レ ベ ル						
	研 究 協 会	(機技研)					
3. ハイブリッド中間素材 (56~)	目 標 値				30以上	炭素繊維/アラミド繊維系新規ハイブリッド構造 * ①炭素繊維/HM-50系層間ハイブリッド複合機を作成 ②衝撃強度目標性能達成。120kgfcm/cm ² (ケブラー85~90 kgfcm/cm ²)	
	世 界 レ ベ ル						
	研 究 協 会				33~41		

* [] 内は実績を示す。

研究項目			研究実施 機 関	第 一 期 目 標 性 能 及 び 第 一 期 実 績											世 界 レ ベ ル	備 考		
No. 4 成形加工技術の開発(1)			形状寸法 寸法精度 (板厚) (%)	品 質								生 産 性			主な 適用分野			
				繊維体積 含有率 (%)	空 洞 率 (ボイド 率) (%)	引 張 強 さ		層間せん断強さ		引 張 弾 性 率 ※ 曲 げ 弾 性 率			成 形 サイクル			成形圧力 (kgf/cm ²)		
						バラツキ (%)	複合則比 (ROM) (%)	バラツキ (%)	せん断 (kgf/mm ²)	バラツキ (%)	弾 性 率 10 (kgf/cm ²) (%)	方 向 性 (%)						
1.積層一体 成 形 加 工 法	1-1 開断面構造 (56~)	目 標 値	8 以下	65 以下	1 以下	10 以下	80 以上	10 以下					分割法の 70%以下		(12)米国~'83 SPEC	航空機		
		世界レベル		57~69	2													
		研究協会	+7.1 -4.1	66.2 ~67.4	0 ~0.2	+7.8 -8.8	88.1	+2.8 -5.6					71.4					
	1-2 閉断面構造 (56~)	目 標 値	8 以下	65 (クロ スは60) 以上	1 以下	10 以下	80 以上	10 以下					分割法の 70%以下			航空機		
		世界レベル		57~69														
		研究協会	±3.9	67.7 (60.8)	0.6 ~0.9	3.5 ~5.5	100	11.5 ~12.1					66.0					
2.モールド 形成法	2-1 一体構造 (56~)	①短繊維	目 標 値	20 以下	35~45	1 以下	10 以下	60 以上					分割法の 70%以下		(12)米国 1969 (16)米国 1971	美 陸 (航空機)		
			世界レベル		50~65			=20										
			研究協会	+1.8 -5.2	35.7	0.9 (0.4)	5.2	76.0					64.9					
		②長繊維	目 標 値	10 以下	50 以上	1 以下					10 以下	7 以上		分割法の 70%以下		(17)米国 (18)米国~'83 SPEC	美 陸 (自動車)	
			世界レベル		60	2						7.2						
			研究協会	+18.8 -17.6	58.2	0 (0.03)					19.7	7.0		65.7				
	2-2 ホット プレス /スト レッチ (56~)	①ホット プレス	目 標 値	5 以下							※ 10 以下	※ 3 以上	※ 15 以上	3分以下	40 以下	(19) 日本 カタログ (20)米国 1979 (21)日本	自動車	
			世界レベル									1.6 ~ 3		1~3	30 ~ 70			
			研究協会	+2.2 -1.6							+1.8 -1.7	3.0	8.0	常圧	50 以上			
		②スト レッチ	目 標 値	8 以下								※ 10 以下	※ 3 以上		20分以下	10 以下	(21A) 日本、 技術資料	自動車
			世界レベル										0.8					
			研究協会	+1.8 -2.9							+4.9 -4.0	3.1		20	常圧			
	2-3 レジン インジェクション (56~)	目 標 値	8 以下								※ 10 以下	※ 3 以上	※ 15 以下	20分以下	10 以下	(22)米国 1982 (23)米国 1981 (24)米国 1981 (28)米国 1981 (29)日本	自動車	
		世界レベル										0.9 ~1.6		38 ~ 90	2 ~ 7			
		研究協会	+7.6 -7.2								±5.7	3.6	6.4	16	5.8			

複合材料 (FRP) 第一期評価関連資料総括表 - No. 4 成形加工技術 (1)

研究項目			研究実施機関	第一期目標性能及び第一期実績										世界 レベル	備考	
No. 4 成形加工技術の開発(2)			形状寸法 寸法精度 (板厚) (%)	品 質								生 産 性			主な 適用分野	
				繊維体積 含有率 (%)	空洞率 (ボイド 率) (%)	引 張 強 さ (バラツキ 複合則比 (ROM) (%)		層間せん断強さ (バラツキ せん断 強 さ (kgf/mm²) (%)		引 張 弾 性 率 (バラツキ 複合則比 (ROM) (%) 方 向 性 (%)		成 形 サイクル	成形圧力 (kgf/cm²)			
3.連 続 成 形 法	3-1 開断面構造 (56~)	目 標 値	5 以下	60 以下	1 以下						80 以上		30 m/時 以 上		宇宙 (航空)	
		世界レベル														
		研究協会														
	3-2 閉断面構造 (56~)	目 標 値	5 以下	60 以上	1 以下						80 以上		2 m/時 以 上		宇宙	
		世界レベル														
		研究協会	+10.1 -11.3	60.8	0.4						96		2.0			
4.自動加工法 (56~)		目 標 値	テープ間 スキ間 0.8 mm 以下	60 以上	1 以下					11 以上					航空機	
		世界レベル														
		研究協会	0~1.7 (平均 0.55)	68.9	0					13.5						
5. 高エネルギー二次加工法 (56~)			生 産 性 成 形 サ イ ク ル (m/時)		加 工 変 質 域 (mm)				直 角 度		加 工 粗 さ (S)				航空機	
5-1 レーザー加工法	目 標 値	48以上		0.8以下				0.1以下		12以下		(25)米国~'83 SPEC (25)米国~'83 SPEC				
	世界レベル	11~38		0.8				0.8		12						
	研究協会	78		1.6				0.07		10 S						
5-2 その他の 高エネルギー加工法 液体ジェット加工 超音波穴明け	目 標 値	レーザー加工技術以外の高エネルギー二次加工法についての適用可能性を検討														
	世界レベル															
	研究協会	30 0.5 (穴明け)		-				0.08 0.01		50 S 以上 10 S 以下						

複合材料（FRP）第一期評価関連資料総括表-No. 5 設計技術

研究項目		研究実施機関	第一期目標性能及び第一期実績			世界レベル	備考
No. 5 設計技術の開発		解析的	強 度	撓 み	振 動（フラッタ）		
			$\alpha = \frac{\epsilon \text{試験値}}{\epsilon \text{設計値}}$ (ϵ :歪度)	$\beta = \theta \text{試験値} - \theta \text{設計値} $ (θ :振れ角度°)	$\gamma = \frac{w \text{試験値}}{w \text{設計値}}$ (w :一次振動数)		
1.最適化プログラム (56~)	目 標 値	検 証	$0.8 \leq \alpha \leq 1.2$	$\beta \leq 0.5^\circ$	$0.8 \leq \gamma \leq 1.2$		
	世界レベル						
	研究協会		$0.85 \sim 1.12$	$0.10 \sim 0.30$	1.07		
			最適化の検証	評価委員会の指定する専門家による次の項目の評価を行う ①最適化ソフトのロジック ②解析結果の取れん性の検証・評価 (ソフトウェアのロジック及び解析結果の取れん性とも妥当)			
			剛 性	強 度	重 量		
			対 素 材 %	対 素 材 %	対 素 材 %		
2.構造要素設計技術 (58~)	目 標 値		100以上	80以上	200以下		
	世界レベル						
	研究協会		150	83	183		

『複合材料の研究開発』

樹脂系複合材料（FRP）の開発

第 一 期

研究開発実績報告書

昭和59年 3月 日

工業技術院
次世代産業技術企画官室

	目	次	
	(研究項目)	(実施計画コード)	(ページ)
No 1	マトリックス樹脂の開発	3 (1) 1)	
1	<u>エポキシ樹脂</u>		1
	①高架橋骨格エポキシ樹脂		2
	②疎水性骨格エポキシ樹脂		8
	③高剛性骨格エポキシ樹脂		18
2	<u>耐熱性樹脂</u>		26
	①末端基制御ポリイミド樹脂		27
	②新規オリゴマ型ポリイミド樹脂		35
	③新規主鎖型ポリイミド樹脂		45
	④ポリキノキサリン系樹脂		53
3	<u>熱可塑性樹脂</u>		63
No 2	繊維の表面改質	3 (1) 2)	
1	<u>炭素繊維</u>		71
2	<u>アラミド繊維</u>		78
No 3	中間素材の開発		
1	<u>三次元織物中間素材</u>	1 (3)	83
2	<u>三軸織物中間素材</u>	3 (1) 3)	95
3	<u>ハイブリッド中間素材</u>	3 (1) 3)	103
No 4	成形加工技術の開発	3 (2)	
1	積層一体成形加工法	3 (2) 1)	
	1-1 <u>開断面構造</u>		111
	1-2 <u>閉断面構造</u>		122
2	モールド成形法	3 (2) 2)	
	2-1 <u>一体構造</u>		134
	2-2 ホットプレス/ストレッチ		
	2-2-1 <u>ホットプレス法</u>		146
	2-2-2 <u>ストレッチ法</u>		154
	2-3 <u>レジンインジェクション法</u>		162

3	連続成形法	3	(2)	3)	
3-1	<u>開断面構造</u>				171
3-2	<u>閉断面構造</u>				180
4	<u>自動加工法</u>	3	(2)	5)	190
5	<u>高エネルギー二次加工法</u>	3	(2)	4)	200
1	レーザー加工法				201
2	その他の高エネルギー加工法				209
No 5	設計技術の開発	3	(3)		
1	<u>最適化プログラムの開発</u>	3	(3)	1)	217
2	<u>構造要素設計技術の開発</u>	3	(3)	2)	237

(アンダーラインを付したテーマ単位に要旨を付す)

要

旨

研究開発項目名 マトリックス樹脂の開発（エポキシ樹脂）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 第一期開発のポイント

トレカT400を強化繊維とした一方向CFRPの

室温平均引張強さ 240 kgf/mm^2 （最終目標並）

耐熱温度 200°C （強度保持率90%）

を達成するエポキシ樹脂を開発する。（成形性は既存オートクレープの使用可能の範囲とする。）

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和56年度：目標へのアプローチ手段の探索

昭和57年度：3ルートによる耐熱性向上の研究

（1）高架橋骨格の導入

（2）疎水性骨格の導入

（3）高剛性骨格の導入

昭和58年度：候補樹脂の合成条件、成形条件の改良研究

4. 第一期の実績のポイント

3種のルートの研究結果、つぎのとおり目標達成の有望な樹脂が見出された。

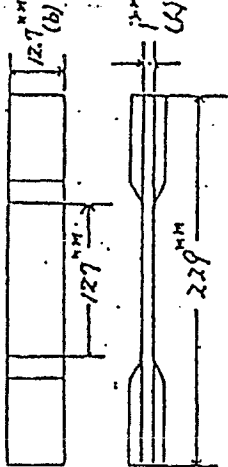
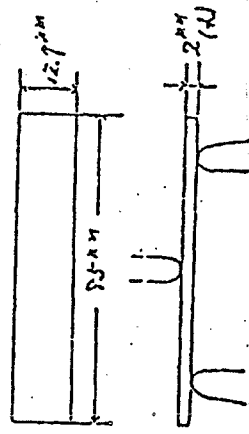
（1）高架橋骨格：PGP型エポキシ樹脂

（2）疎水性骨格：PGN型エポキシ樹脂

（3）高剛性骨格：PGI型エポキシ樹脂

PGI型エポキシ樹脂は要求成形温度では成形品中に溶媒が残存し十分な力学特性の発揮が得られなかった。

研究開発結果要約表

サブテーマ名		3CU高性能素材の開発 1)マトックス樹脂-I.エポキシ系樹脂				
研究開発手法		マトックス樹脂: 高架橋骨格耐熱エポキシ樹脂(DGPE型)				
前提条件等		強化繊維: 東V(株)製 トカ7400 成形法: 試験片標準成形法 (オートクレーブ成形)				
研究開発結果	力学的性質	項目	試験方法	要求性能	試験結果	
		0°引張強度 (0° kgf/mm ²)	 クロスヘッド速度 10 ^{mm} /min $\text{引張強度} = \frac{P}{b \cdot L} \quad (\text{kgf/mm}^2)$	-60°C RT 200°C	205 238 >184	
		0°引張弾性率 (10 ³ kgf/mm ²)	$\text{引張弾性率} = \frac{P_{0.6} - P_{0.1}}{0.005 b \cdot L}$ $P_{0.6}$ = 歪率0.6%時の荷重 $P_{0.1}$ = " 0.1 "	RT	15.5 15.9	
		0°破断伸び (%)	$\text{破断伸び} = \frac{\text{引張変位}}{\text{引張弾性率}} \times 100$	RT	1.55 1.50	
		0°曲げ強度 (kgf/mm ²)	 スパン/厚さ比: 32 クロスヘッド速度: 2.0~2.5mm/min	RT 200°C (10min) 200°C (500hr)	205 155 135 223 228	
	成形性	1/LSJ (kgf/mm ²)	・3点曲げ(スパン/厚さ比4) ・試験寸法 2 ^{mm} x 12.7 ^{mm} x 229 ^{mm} ・硝酸分解法	RT	—	12.0
		VF (%)	・硝酸分解法	—	265	66.1
		項目	要求性能	試験結果		
		成形品寸法	—	200 x 250 ^{mm} 厚さ 1~2 ^{mm}		
		キユア ポストキュア	180°C x 4H 7kgf/cm ² 220°C x 6H	180°C x 2H 6kgf/cm ² 190°C x 4H		
所見等		①高温強度はクレーパクリのため測定できなかった。				

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 高架橋付格耐熱性エポキシ樹脂 (PGP型)

研究開発実施者名 (財) 次世代金属・複合材料研究開発協会

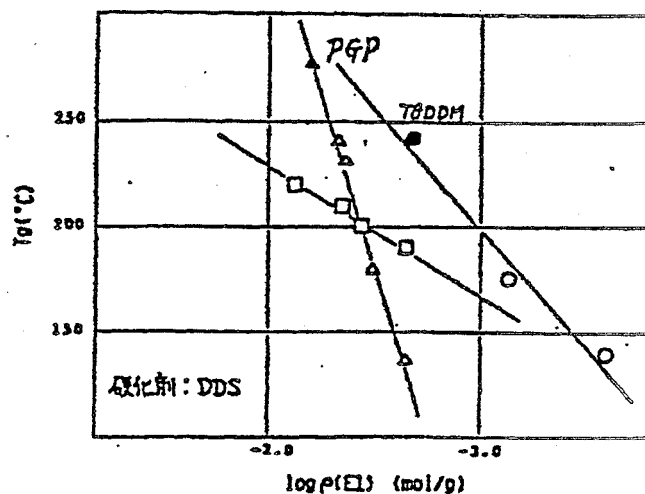
1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

1). エポキシ樹脂の架橋密度を向上させることにより、エポキシ樹脂の耐熱性を向上させる方法について研究を行った。

市販のエポキシ樹脂並びに合成1カモデルエポキシ樹脂を用いて、エポキシ樹脂の架橋密度を向上させる各種の方法について基礎

研究を行った。その結果耐熱性エポキシ樹脂としては、多官能フェノール化合物から合成されるポリフェノールグリシジルエーテルが有望であることが分った。



○ フェノールエポキシ樹脂 □ エポキシエポキシ樹脂 ▲ モデルエポキシ樹脂

2). この成果をもとに、ポリフェノールグリシジルエーテルの分子設計を行い、最適合成法を開発して PGP型エポキシ樹脂を用いて1カ (特許申請: 合成法 1件, CFRP用マトリックス樹脂 2件)。

3). PGP型エポキシ樹脂は T_g 268°C, 弾性率 396 kgf/mm² で既存の高性能エポキシ樹脂 (TGDDM) に比べて耐熱性, 耐水性並びに力学特性が向上した。さらに PGP型エポキシ樹脂は、現行のエポキシ樹脂と同等の成形性を有している。

3. 研究開発結果.

(1). 実績のポイント(詳細別紙).

- ・引張強度はほぼ目標に近いレベル(95%以上)に到達した。100%達成には到達しなかった。
- ・曲げ強度並びに層間せん断強度(ILSS)は目標を達成。とくに曲げ強度は目標値の144%レベルに達した。
- ・200°Cの曲げ強度保持率(75%)から200°C耐熱性を有することが確認された。

(2). 注目すべき知見.

- ・PGP型エポキシ樹脂は既存のエポキシ樹脂に比べて曲げ強度が著しく高い。

(3). 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術.

- ・立体障害のない高架橋骨格エポキシ樹脂の分子設計(特許出願手続中)
- ・高純度エポキシ樹脂合成法の開発(特許出願手続中)

(4). 特に効果を発揮した技術.

- ・高圧化.

(5). 未到達事項の問題点と解決の目途.

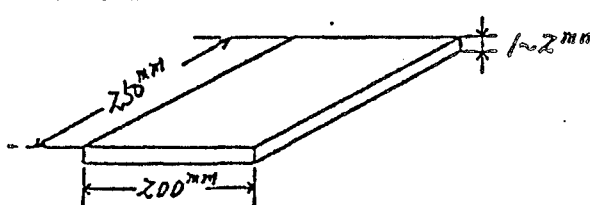
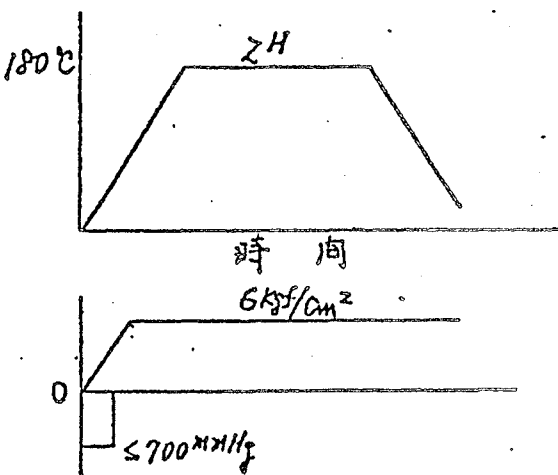
- ・分子量分布と組成の最適化により、引張強度(伸び)の1層の向上(引張強度240kgf/mm², 信頼度90%の達成)を図る。

研 究 開 発 結 果 の 詳 細

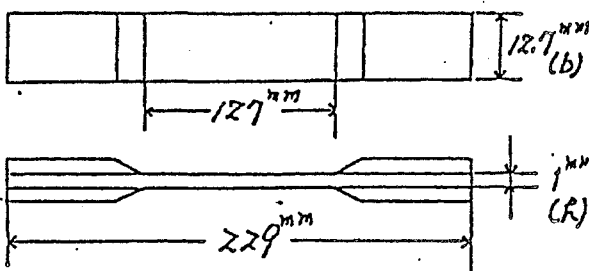
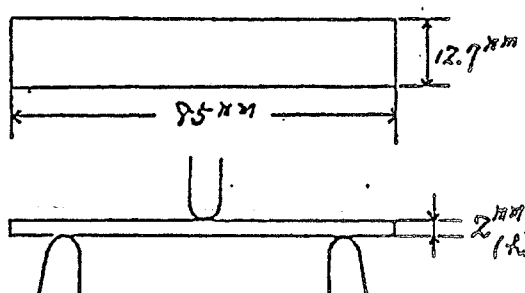
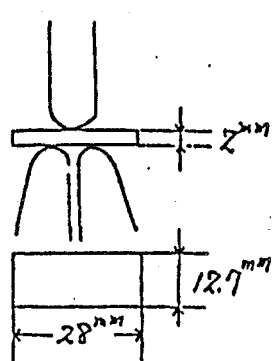
3(1). 高性能素材の開発.

サブテーマ: 1) マトリックス樹脂の開発 → エポキシ樹脂 (PGP型)

1. 供試体

項 目	内 容
① 形状・寸法	平板状試験片 
② 使用材料	マトリックス樹脂: 高架橋骨格耐熱エポキシ樹脂 (PGP型) 強化繊維: 東レ(株) トレカ T400 (測定法: JIS R-7601(1980)) 引張強度: 420 kgf/mm^2 引張弾性率: $24.0 \times 10^3 \text{ kgf/mm}^2$ 引張破断伸び: 1.75%
③ 中間素材作成法	・ 主要工程 プリプレグ作成(DW法) → 乾燥($120^\circ\text{C} \times 10\text{分}$)
④ 成形条件	A. キュア条件 (オートクレーブ)  B. アフターキュア条件 (オープン) $190^\circ\text{C} \times 4\text{H}$

2. 試験

項 目	目標性能	試 験 方 法	試 験 結 果
① 0°引張り	○引張強度 (kgf/mm^2) -60℃: 205 RT: 240 200: 216 ○引張弾性率 (kgf/mm^2) RT: 15.5×10^3 ○伸び (%) RT: 1.55	東規格 CF04R2C に準拠して測定する。  127mm 12.7mm (b) 229mm R 12スロッド速度 1.0mm/min 引張強度 = $\frac{P}{b \cdot L}$ (kgf/mm^2) 引張弾性率 = $\frac{P_{0.6} - P_{0.1}}{0.005 b \cdot L}$ (kgf/mm^2) 引張破断伸び = $\frac{\text{強度}}{\text{弾性率}} \times 100$ (%) 但し P = 破断時の荷重 $P_{0.6}$ = 歪み 0.6% 時の荷重 $P_{0.1}$ = 歪み 0.1% 時の荷重	-60℃: 247.6 227.8 235.6 x 237 RT: 強度 弾性率 伸び 245 16.2 1.51 228 16.0 1.42 231 16.3 1.42 246 16.1 1.53 242 15.1 1.60 x 238 15.9 1.50 200℃ > 184 (184 kgf/mm^2 超 97% (ハクリ) して測定不能)
② 0°曲げ	○曲げ強度 (kgf/mm^2) RT: 205 200℃: 155 (10分) 200℃: 135 (500H)	東規格 CF04R2C 法にて測定する。  12.7mm 95mm R 2mm (R) スパン/厚さ比: 32 12スロッド速度: 2.0~2.5mm/min	RT: 303 289 x 296 200℃ 224 (74%) (10分) 222 (77%) x 223 (75%) 200℃ 224 (500H) 232 228 x 228
③ ILSS	○ILSS (kgf/mm^2) RT: > 11	東規格 CF04R2C 法にて測定する。  2mm 12.7mm 28mm スパン/厚さ比: 4 12スロッド速度: 2.0~2.5mm/min	12.3 12.0 11.6 12.0

項 目	目標性能	試 験 方 法	試験結果
④ V_f	65%以上	・化学天秤により試料の重量を計測する。 ・束V規格 CF04R2C 法にて密度を計測する。 ・加熱濃硝酸により樹脂を溶解分離する。 ・繊維を洗浄後、化学天秤により繊維重量を計測する。 ・次式により V_f を算出する。 $V_f = \frac{\text{繊維重量} \times \text{試験片密度}}{\text{繊維密度} \times \text{試験片重量}} \times 100(\%)$	66.6 66.3 66.0 65.6 66.1

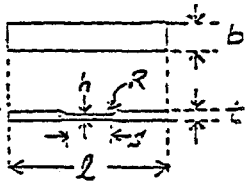
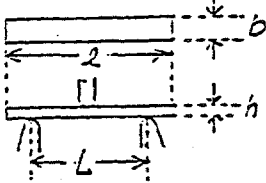
3. 使用試験器具

器具名称	仕 様 概 要	備 考
① 材料試験機	・機器名称：オートグラフ (島津製作所) ・荷重容量：10トン	
② 化学天秤	・最大秤量：160g ・最小目盛：0.0001g	

4. 備考

11	12	59/1	2	3
Eボンド合成 → 200°C x 500Haging →				
			引張り試験再評価* → *高温用タブ接着 剤の検討中	

研究開発結果要約表

サブテーマ名		3(1)高性能素材の開発、1)マトリックス樹脂の開発①エポキシ樹脂(PGN型)				
研究開発手法		マトリックス樹脂：疎水性骨格耐熱性エポキシ樹脂 (PGN型)				
前提条件等		強化繊維：炭素繊維トレフ T430 成形法：試験片標準成形法				
研究開発結果	力学物性	項目	試験方法	要求性能		試験結果
		0°引張強さ (Kgf/mm^2)	 $\left[\begin{array}{l} b=12.7\text{mm} \quad t=2\text{mm} \\ l=127\text{mm} \quad h=1\text{mm} \\ s=14\text{mm} \quad R=20\text{mm} \end{array} \right]$ $\text{引張強さ} = \frac{P}{bh} \text{ (}\frac{\text{Kgf}}{\text{mm}^2}\text{)}$	-60°C	205 Kgf/mm^2	210 Kgf/mm^2
				R.T.	240 Kgf/mm^2	215 Kgf/mm^2
				200°C	216 Kgf/mm^2	212 Kgf/mm^2
		0°引張弾性率 (10^3Kgf/mm^2)	引張弾性率 = $\frac{P'}{bh} \text{ (}\frac{\text{Kgf}}{\text{mm}}\text{)}$ ($P' = 100\%$ 伸び位置で測定)	R.T.	15.5 $\times 10^3 \frac{\text{Kgf}}{\text{mm}}$	$15.7 \times 10^3 \frac{\text{Kgf}}{\text{mm}}$
		0°引張伸び (%)	ストンパー法	R.T.	1.55 %	1.47 %
		0°曲げ強さ (Kgf/mm^2)	 $\left[\begin{array}{l} b=12.7\text{mm} \quad h=2\text{mm} \\ l=70\text{mm} \quad L=44\text{mm} \end{array} \right]$ $\text{曲げ強さ} = \frac{3Pl}{2bh^2} \text{ (}\frac{\text{Kgf}}{\text{mm}^2}\text{)}$	R.T.	205 Kgf/mm^2	224 Kgf/mm^2
				200°C (10 min.)	155 Kgf/mm^2	140 Kgf/mm^2
				200°C (500 hrs.)	135 Kgf/mm^2	155 Kgf/mm^2
		層間剥離強さ (Kgf/mm^2)	三点曲げ法 層間剥離強さ = $\frac{3P}{4bh} \text{ (}\frac{\text{Kgf}}{\text{mm}^2}\text{)}$	R.T.	$\geq 11.0 \text{Kgf/mm}^2$	13.5 Kgf/mm^2
	V_f (%)	比重法 $V_f = \frac{(\frac{W_f}{\rho_f}) - (\frac{W_c}{\rho_c})}{(\frac{W_f}{\rho_f}) + (\frac{W_c}{\rho_c})} \times 100 \text{ (}\%$)	—	$\geq 65 \%$	65 %	
	成形性	項目	要求性能		試験結果	
		成形品寸法			150 mm x 127 mm x 2 mm	
		キープ	180°C x 7 Kgf/cm^2 x 4 hr.		180°C x Kgf/cm^2 x 0.5 hr.	
		ポストキープ	220°C x 6 hr.		220°C x 4 hr.	
所見等						

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 疎水性骨格耐熱性エポキシ樹脂 (P&N型)

研究開発実施者名 (財)次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

(1) アプローチ区分

耐熱性を改善しかつ耐水性を向上させる手段として、エポキシ樹脂に対して、

(a) フッ素、(b) ナフタレン骨格のような疎水性構造の導入を試みた。

(2) フッ素の導入

フッ素の導入はC-F結合の強さ及び不活性やハッ水性などの特徴があるので、耐熱性及び耐水性の向上を期待した。試験結果によれば、フッ素を導入したエポキシ樹脂は耐水性の改善は示したものの硬化物のT_gで表わされる耐熱性及び熱分解挙動は改善されず、したがって本研究の目的及び目標の達成のための手段としては好適でない判断した。

(3) ナフタレン骨格の導入

疎水性が強かつ耐熱性の向上が期待される骨格として多核芳香環の導入を計画し、なかでもナフタレン骨格を基本構造の中に含有させることを試みた結果、 α -ナフトールを出発物質とする新規なグリシジル化合物が、耐水性も改善されかつ現行の耐熱型エポキシ樹脂(たとえばTGMDA型エポキシ樹脂)に比して耐熱性の向上も著しいことを見出した。(日本特許出願済み、外国特許出願準備中)すなわち、P&N型エポキシ樹脂が「疎水性骨格耐熱性エポキシ樹脂」としてきわめて高いポテンシャルを有することを見出した。

(4) 炭素繊維(トレカT400)/P&N型エポキシ樹脂系コンポジット

P&N型エポキシ樹脂は、現行のエポキシ樹脂に比して硬化前の流動特性などやや異なり、中間素材化及び成形硬化の条件についてはさらに最適化研究を展開することが好ましいが、コンポジット特性は研究開発結果要約表にも示したように特性的にバランスのとれた素材である。とくに、200℃での熱時引張強度が212 Kgf/mm²に達したことはエポキシ樹脂としては驚異的であり、今後技術展開をいそぐ、新規な高性能素材開発を完成したい。

3. 研究開発結果.

(1) 実績のポイント.

本研究は、疎水性骨格の導入が耐熱性向上に資することに着目し、フッ素の導入、ついでナフタレン骨格の導入を試みてきたものである。

すなわち、 α -ナフトール系化合物のポリグリシジル化反応により得られるPGN型エポキシ樹脂は、ホットメルト型の特徴を発揮しつつ、耐熱性及び力学特性においてきわめて高いレベルに到達した。

〔図1〕に示すように、PGN型エポキシ樹脂硬化物の T_g (DMA法) はポストキュア条件の選定によって 300°C にまであげうるというすぐれた耐熱特性をもち、しかも〔表1〕に示すように吸水率も3%以下となつて、耐水性では最もすぐれていることが実証されているフッ素導入型のエポキシ樹脂と同等以上の耐水性を有することを見出した。

こうして得られたPGN型エポキシ樹脂系コンポジット (強化樹脂、トレカ7400) は、研究開発結果要約表に示したように、力学特性、耐熱性などの性能の上できわめてバランスのとれた新規素材である。

さらに成形性の面でも本質的にはホットメルト型の中間素材を提供しうるものでキュア温度 $180 \sim 190^\circ\text{C}$ での賦形が可能である。今後さらに分子量分布及び中間素材化方法等の最適化によって、一層の成形性並びに高温強度の向上が可能であると考えている。

(2) 注目すべき知見 .

疎水性骨格の導入のひとつとして検討を加えたフッ素導入型エポキシ樹脂に関しては、〔表2〕に示すようなすぐれた耐水性を示すことを見出した (吸水率 $\sim 3\%$) が、一方硬化物の T_g (DMA法) に見られるように耐熱性の向上、とくに高温強度の改善が期待されないという知見をえた。したがって、本研究の目的とする短期/長期耐熱性の確保には効果的ではないと判断した。

しかしながら、耐水性、耐油性、耐薬品性などの特性が耐熱性以上に重要視される応用分野に対してはフッ素の導入は有効な手段のひとつでありうると思っている。

(3) 特徴的技術

PGN型エポキシ樹脂の特徴はナフタレン骨格の導入にある。すなわち、きわめて高い耐熱性を発揮し得るのもナフタレン骨格の導入によることは〔図1〕からも明らかである。〔図1〕中記号PGで表わしているのがベンゼン環型の耐熱

エポキシ樹脂のプロットであり、本研究のP_NGはそれらよりはるかに高いT_gを有している。）

(4) 特に効果を発揮した技術

硬化前のエポキシ樹脂の分子量を制御することは、硬化に至る樹脂の流動特性及び反応性を制御するだけでなく、硬化後の成形品の特性に大きく影響する。今後、分子量及びその分布の最適化並びに中間素材化方法の適正化によりなお一層の特性向上を図る。

(5) 問題点と解決策について

上述のように、P_NG型エポキシ樹脂は、耐熱性・力学特性・成形性等バランスのとれたきわめて高性能のコンポジットを提供しうる素材であることを見出した。しかしながら、現状到達レベルから判断すれば、P_NG型エポキシ樹脂系コンポジットは、つぎの2点についてより向上の必要がある。

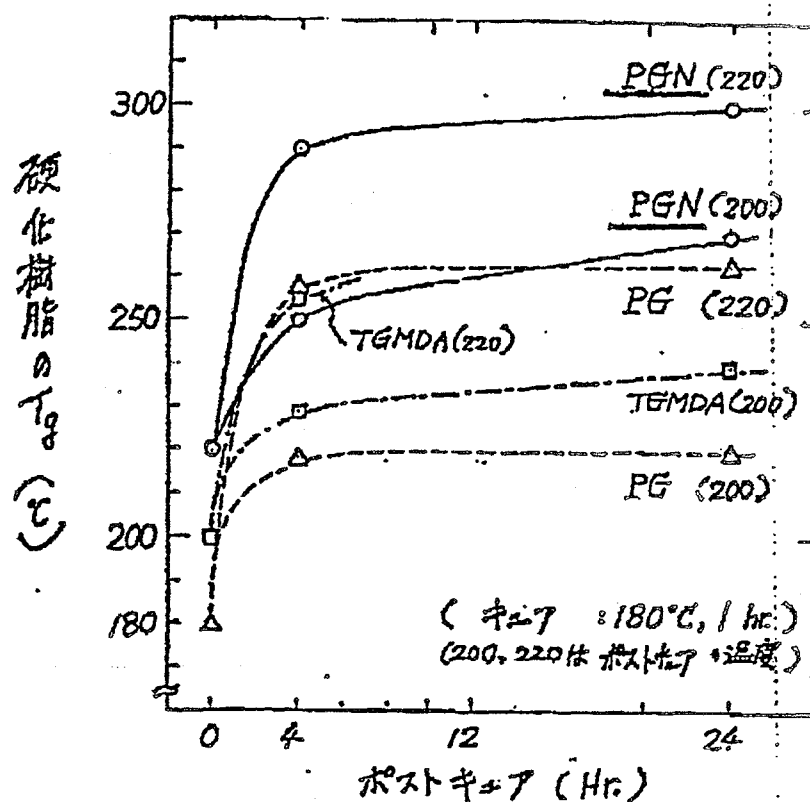
その一は0°引張強度の向上であり、二は熱時強度の改善である。これらの課題を解決する方策はすでに述べてきたような技術検討、すなわち、次期以降

①分子量分布等を含む樹脂設計の最適化。

②繊維いきせろえ方法等を含む中間素材化方法の適正化。

③樹脂構成及び中間素材構成に好適な硬化・成形条件の選定。

などについて、重点的に検討を加えてより高性能化を図るとともに、成形試験への移行を促進し複合材としての性能発揮の可能性検証に備えてゆく計画である。



【図1】 PGN型エポキシ樹脂の耐熱性(T_g: DMA法)

【表1】 PGN型エポキシ樹脂の特性

エポキシ樹脂		硬化条件			硬化物特性	
		硬化剤	温度(°C)	時間(hr)	T _g (°C) (DMA法)	吸水性(%) (10日)
PGN	耐水性規格 耐熱エポキシ樹脂	DDS	220	1	280	2.7
		DICY	190	1	260	4.0
		MNA	200	1	230	3.8
TGMDA (比較)	<chem>O=C1C=CC(=O)N1c2ccc(cc2)N3C=CC(=O)O3</chem>	DDS	220	1	245	6.7
		DICY	190	1	235	9.2

*) DDS: テトラメチルペンタエリテールジイソシアネート
 DICY: ジイソシアトリンジイソシアネート
 MNA: メチルナフタレートモノイソシアネート

所見等

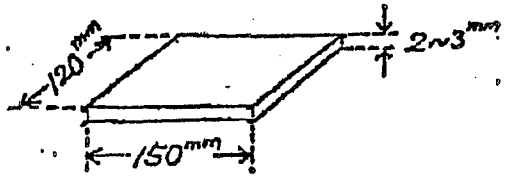
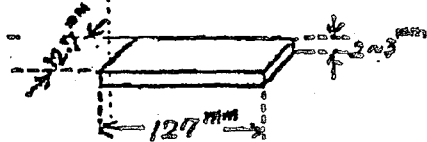
- 1). 本研究は、疎水性骨格の導入により耐熱性エポキシ樹脂を新規開発するために、 α -ナフトール系化合物の導入を試みたものである。すなわち、PGE型エポキシ樹脂をマトリックスとするコンポジットは、常温曲げ強度 224 kgf/mm^2 (目標 205 kgf/mm^2) 及び層間せん断強度 13.5 kgf/mm^2 (目標 11.0 kgf/mm^2) の達成など、表わせれるように、高水準でバランスのとれた素材である。また、 200°C (500 Hr.) での曲げ強度も 155 kgf/mm^2 (目標 135 kgf/mm^2) と耐熱性にすぐれたポテンシャルをもつことを確認した。
- 2). 現段階での課題は、常温引張強度及び熱時強度において若干目標性能対比で向上の余地があることである。しかしながら、上述の長期耐熱性にすぐれていること及びPGE型エポキシ樹脂自身の T_g (DMA法) が $\sim 300^\circ\text{C}$ に達するなど驚異的な耐熱性を有することが明らかであり、強化繊維のひきそろえ法などの中間素材化技術の向上並びに硬化・成形条件の最適化等によって、上記課題の解決を図る計画である。
- 3). PGE型エポキシ樹脂をマトリックスとするコンポジットは、上述のように、高水準でバランスのとれた力学特性、耐熱性をもち、しかも耐水性もきわめて良好であるので、特許出願手続を行なった。今後、さらに性能向上のための改良研究を実施し中間素材化技術の確立を図って、次期以降の複合材としての性能発揮の可能性実証に備えてゆく予定である。

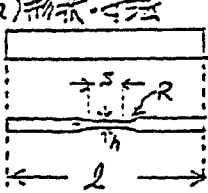
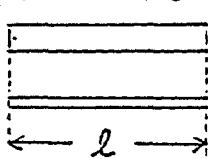
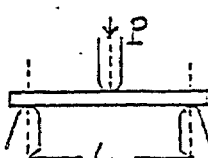
研究開発結果

3 (1) 高性能素材の開発

サブテーマ名、 1)マトリックス樹脂の開発、 ① エポキシ樹脂(PEGN型)

1. 供試体

項 目	内 容																								
① 形状・寸度	a) 平板状成形片 	b) 試験片サイズ成形片 																							
② 使用材料	a) マトリックス樹脂: b) 強化繊維 : 炭素繊維トレカ T400 (京V(株)). 引張強さ 420 Kgf/mm ² 引張弾性率 24 × 10 ³ Kgf/mm ² 引張破断伸び 1.75 %																								
③ 中間素材の試作方法	a) 手法 (パッチ方式). b) DW法. (繊維(炭素)) → 合 浸 → DW → 乾 燥 → c) UDウエビング法 (繊維(炭素)) → 部分浸漬 → 合 浸 → 乾 燥 →																								
④ 成形条件	a) プレス成形法 b) オートクレーブ成形法 <table border="1"><thead><tr><th colspan="2"></th><th>温 度 (°C)</th><th>圧 力 (Kgf/cm²g)</th><th>時 間 (hr.)</th></tr></thead><tbody><tr><td rowspan="2">プレス 成形法</td><td>キュア</td><td>180</td><td>スパーサー使用</td><td>0.5</td></tr><tr><td>ポストキュア</td><td>220</td><td></td><td>4</td></tr><tr><td rowspan="2">オートクレーブ 成形法</td><td>キュア</td><td></td><td></td><td></td></tr><tr><td>ポストキュア</td><td></td><td></td><td></td></tr></tbody></table>				温 度 (°C)	圧 力 (Kgf/cm ² g)	時 間 (hr.)	プレス 成形法	キュア	180	スパーサー使用	0.5	ポストキュア	220		4	オートクレーブ 成形法	キュア				ポストキュア			
		温 度 (°C)	圧 力 (Kgf/cm ² g)	時 間 (hr.)																					
プレス 成形法	キュア	180	スパーサー使用	0.5																					
	ポストキュア	220		4																					
オートクレーブ 成形法	キュア																								
	ポストキュア																								

2. 試験			
項目	目標性能	試験方法	試験結果
① 0°引張り試験	R.T. 240 kgf/mm^2 200°C 216 kgf/mm^2 (90%) -60°C 205 kgf/mm^2 (85%) $(V_f \geq 65\%)$	帝人 KS2-T 法による。 a) 形状・寸法  b) クロスヘッド速度 5 mm/min. c) 算出方法 $\text{引張強度} = \frac{P}{bh} \text{ (kgf/mm}^2\text{)}$ $\text{引張弾性率} = \frac{P'}{bh} \text{ (kgf/mm}^2\text{)}$ $\text{引張伸び} \text{ ステンパー法}$ $\left(\begin{array}{l} P: \text{破断時荷重} \\ P': 100\% \text{ 伸長換算値} \\ \text{与配系六値.} \end{array} \right)$	[RT] 強度 弾性率 伸び ① 212 16.2 1.55 ② 241 16.1 1.56 ③ 192 15.3 1.33 ④ 214 15.9 1.44 ⑤ — 14.9 — $\bar{X}$ 215 15.7 1.47 $\text{kgf/mm}^2 \times 10^3 \text{ kgf/mm}^2 \%$ $(S \ 20.1 \ 0.56 \times 10^3 \ 0.11)$ $(CV \ 9.3\% \ 3.6\% \ 7.5\%)$ $[200^\circ\text{C}]$ 強度 $[-60^\circ\text{C}]$ 強度 ① 214 ① 210 ② 195 ② 220 ③ 219 ③ 201 ④ 232 ⑤ 200 $\bar{X}$ 212 kgf/mm ² $\bar{X}$ 210 kgf/mm ² $(S \ 14.9 \ 9.5)$ $(CV \ 7.0\% \ 4.5\%)$
② 0°曲げ試験	R.T. 205 kgf/mm^2 $200^\circ\text{C} (10 \text{ min.})$ 155 kgf/mm^2 (75%) $200^\circ\text{C} (500 \text{ hrs.})$ 135 kgf/mm^2 (65%) $(V_f \geq 65\%)$	帝人 KS2-B 法による。 a) 形状・寸法  b) クロスヘッド速度 5 mm/min. スパン (L) 64 mm.  $(\frac{L}{h} = 32)$ c) 算出方法 $\text{曲げ強度} = \frac{3PL}{2bh^2} \text{ (kgf/mm}^2\text{)}$	[強度] R.T. $200^\circ\text{C} (10 \text{ min.})$ $200^\circ\text{C} (500 \text{ Hr.})$ ① 202 143 155 ② 236 131 157 ③ 262 133 151 ④ 205 146 157 ⑤ 216 148 153 $\bar{X}$ 224 140 155 $\text{kgf/mm}^2 \text{ kgf/mm}^2 \text{ kgf/mm}^2$ $(S \ 25.0 \ 7.7 \ 2.6)$ $(CV \ 11.2\% \ 5.5\% \ 1.7\%)$
③ 層間せん断強度	$\geq 11. \text{ kgf/mm}^2$	帝人 KS2-S 法 (3点曲げ法). a) 形状・寸法 $\left[\begin{array}{l} b \ 12.7 \text{ mm} \\ h \ 2 \text{ mm} \end{array} \right]$ $l \ 25 \sim 50 \text{ mm}$ b) クロスヘッド速度 5 mm/min. $L = 8 \text{ mm.}$ $(\frac{L}{h} = 4)$ c) 算出方法 $\tau = \frac{3P}{Lbh} \text{ (kgf/mm}^2\text{)}$	① 13.4 ② 14.1 ③ 13.5 ④ 12.7 ⑤ 13.6 $\bar{X}$ 13.5 kgf/mm^2 $(S \ 0.50)$ $(CV \ 3.7\%)$

項目	目標性能	試験方法	試験結果
④ 繊維含有率 (Vf)		a) A法: 硝酸分解法 b) B法: 比重法 $V_f = \frac{\left(\frac{W_f}{d_f}\right)}{\left(\frac{W_f}{d_f}\right) + \left(\frac{W_c - W_f}{d_m}\right)} \times 100 (\%)$ W_f 繊維乾重量 W_c 成形片重量 d_f 繊維比重 d_m マトリックス比重	65%
3. 使用試験装置			
装置名	仕様概要	備考	
① 大型特性試験装置	UTM-10T型 荷重容量 10t (東京ホルドウィン)		
② 大型特性試験恒温槽	① 用恒温槽, TCF-10T-490型 高温側 max. 490°C. 低温側 - 60°C. (液体CO ₂ 75%) (東京ホルドウィン)		
③ 複合材料耐久性試験装置	EHF-U5/05型 荷重容量 500kg 恒温槽(290°C)付 (島崎製作所)		
④ 直示天秤	LS-6DTP型 容量 160g 最小目盛 0.1mg (島津)		

研究開発結果要約表

サブテーマ名		3(1)高性能素材の開発マトリックス樹脂の開発-1エポキシ樹脂(PGⅠ型)				
研究開発手法		マトリックス樹脂: 高剛性骨格エポキシ樹脂 (PGⅠ型)				
前提条件等		強化繊維: 炭素繊維 トレカ T400 成形法: 試験片標準成形法				
研究開発結果	力学的性質	項目	試験方法	要求性能		試験結果
		0°引張強度 (kgf/mm ²)	 クロスヘッド速度 2mm/min. 引張強度 = $\frac{P}{bh}$ (kgf/mm ²)	-60℃	205	225
				RT	240	214
				200℃	216	152 *
		0°引張弾性率 (10 ³ kgf/mm ²)	引張弾性率 = $\frac{P_{0.3}}{0.003bh}$ P _{0.3} : 歪0.3%時の荷重	RT	15.5	14.0
		0°破断率 (%)	ストレインゲージ法	RT	1.55	1.48
		0°曲げ強度 (kgf/cm ²)	3点曲げ クロスヘッド速度 2mm/min. スパン	RT	205	232
				200℃ (10min)	155	86
				200℃ (500H)	135	140
	ILSS (kgf/mm ²)	3点曲げ (スパン厚さ比 5) 試験片寸法 2×10×15 mm	RT	≥11	12.1	
VT (%)	濃硝酸塩酸化水素分解法	—	≥65	63.2		
成形性	項目	要求性能	試験結果			
	成形品寸法	—	260mm×10mm×1~3mm			
	テコア	180℃×7kgf/cm ² ×4H	200℃×7kgf/cm ² ×4H			
	ホストコア	220℃×6H	230℃×6H			
所見等		高粘度溶媒より含浸している為、乾燥不十分であり、残存溶媒によるT _g 低下が起り 樹脂本来の耐熱性が現れている。 * 77°剥離				

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 高剛性骨格耐熱性エポキシ樹脂 (PGI型)研究開発実施者名 (財) 次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

エポキシ樹脂の長期及短期の耐熱性の向上を目的に、高耐熱骨格を有するエポキシ樹脂の開発を行なつた。高耐熱骨格としては、イミド環を取り上げ、下記の手法により検討を行なつた。

- 1) イミド骨格を有するイミドアミンオリゴマ、イミドアルコールの合成
- 2) 1)で得られたアミン、アルコールのグリシジル化合物の合成
- 3) 1)のエポキシ硬化剤、2)のエポキシ化合物、更には市販の硬化剤、エポキシ化合物の組合せによる硬化物の耐熱性の評価。
- 4) 3)のCFとの組合せによる複合材料への適用の可否の検討。

3. 研究開発結果

1) 実績のポイント (詳細別紙)

a) 到達項目

低温引張強度, 常温曲げ強度, ILSS.

b) 未到達項目

常温引張(強度, 弾性率, 伸ひ)

高温曲げ強度, δ , ν_f

c) 成形条件 (キュア温度)

1) 所見

今回第1期目標の成形条件を重視し、イソト環含有アミン硬化剤と市販エポキシ化合物との組合せをマトリックスとする複合材料の評価を行なったが、樹脂の融点、溶解性に難があり、高沸点溶媒より湿式にて含浸し、乾き味不十分であり、樹脂本来の耐熱性に現れぬといふ。(揮発分2.5%)
200°C x 24H 后には、曲げ強度が 86 → 131 kgf/mm² と up しており、200°C x 500H の曲げ強度は良好な値を示すことが期待される。

2) 注目すべき点

(特許出願 3 件)

1) イソト骨格を有する硬化剤、エポキシ化合物の組合せ、
これらともしくは市販エポキシ化合物、硬化剤との組合せで耐熱性が大巾に向上することの判明(図2)

(例) 熱分解開始温度(Td) 420°C

(現行耐熱エポキシ 275°C)

熱軟化温度(Ts) 301°C

(現行耐熱エポキシ 231°C)

2) 成形条件を緩和すれば上記イソト骨格を有する硬化剤、エポキシ化合物をマトリックスとする複合材料が得られ、曲げ強度は、常温で 203 kgf/mm²、200°C で 176 kgf/mm² の値が得られる。

3) 一連のプロセス中で特記すべき特徴的技術 (特許出願 1件)

1) イミド環含有硬化剤合成法の確立

2) イミド環含有エポキシ化合物合成法の確立

(図 1)

4) 特に効果を発揮する技術

5) 未到達事項の問題点と解決の目途

実績値中、高熱曲の強度が非常に低い値を示しているが、これは、残存高沸点溶媒による T_g の低下と考えられる。今後、骨格の手直しを行ない、低沸点溶媒可溶を構造とし、乾燥を充分行うことにより、樹脂本来の耐熱性が発現されると予想される。

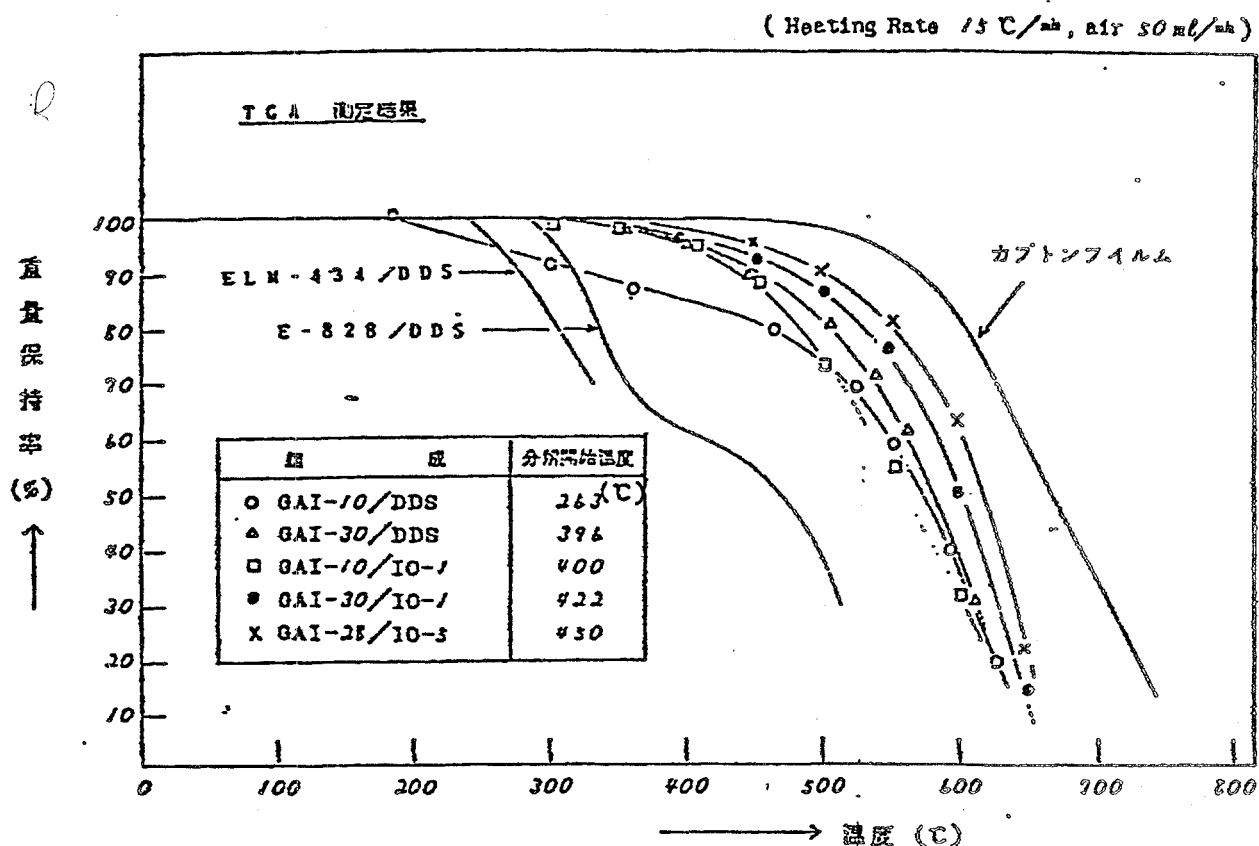


図 2 熱分解性測定結果

LR-グリシジルアミノイミド系 (GAI) の合成

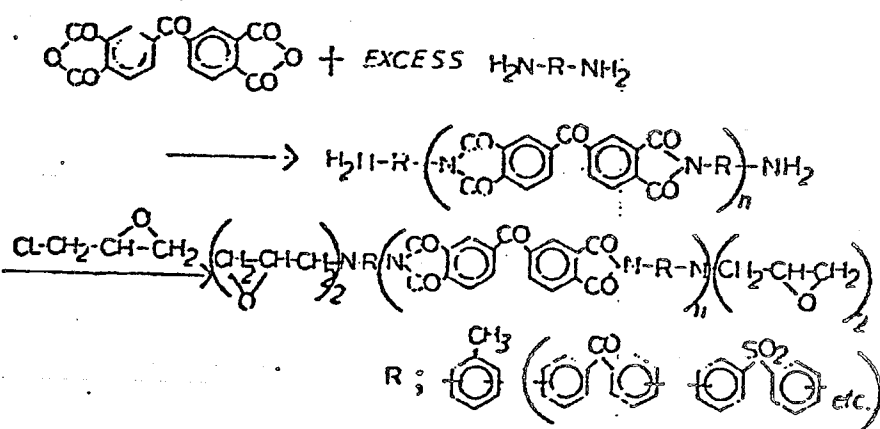
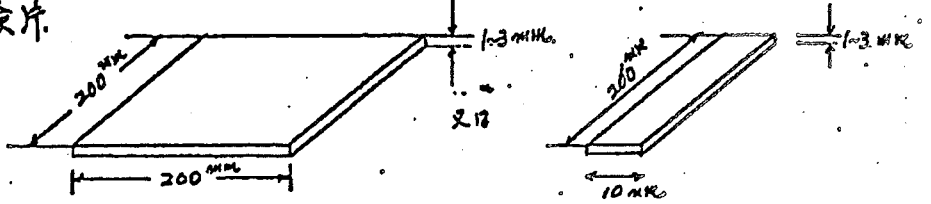
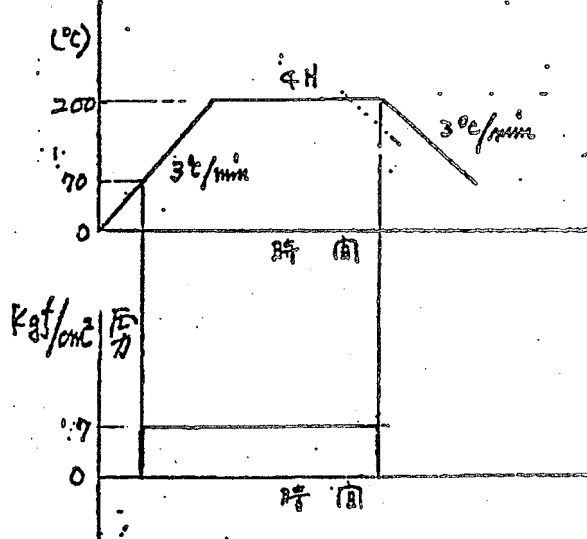
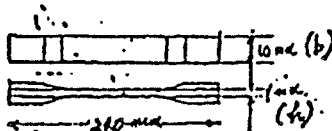
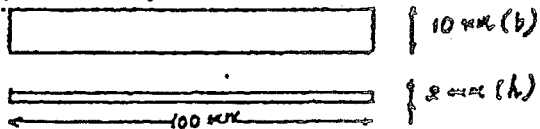
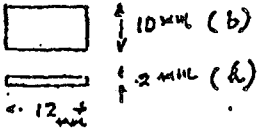


図 1 イミド環含有エポキシ化合物合成法

3(1) 高性能素材の開発
 サブテーマ名 1) マトリックス樹脂の開発 - 1. エポキシ樹脂 (PGI型)

1. 供試体

項目	内容
① 形状・寸法	平板試験片 
② 使用材料	マトリックス樹脂： 強化繊維：トレカ T400 引張強度：420 kgf/mm² 引張弾性率：24.5 × 10³ kgf/mm² 引張破断伸び：1.71 %
③ 中間素材作成法	主要工程 <pre> フォトリソグラフィ作成(DW法) → 予備乾燥 (100℃ × 10分) → 乾燥 (60℃ × 4H (真空)) </pre>
④ 成形条件	1) キュア条件 (A法: 昇温70-200 B法: フォルス)  2) アフターキュア条件 (オープン) 220℃ × 6H

2 試験			
項目	目標性能	試験方法	試験結果
① 引張特性	引張強度 (kgf/mm^2) -60°C: 205 RT: 240 200°C: 216 引張弾性率 (kgf/mm^2) RT: 15.5×10^3 伸長 (%) RT: 1.55	 クロスヘッド速度 2 mm/min. (社内規格 CH-0101) 引張強度: $\frac{P}{b \cdot h}$ (kgf/mm^2) 引張弾性率: $\frac{P_{0.2}}{0.002 b \cdot h}$ (kgf/mm^2) 引張伸度; ストレンジャー法 (P: 破断時の荷重 P_{0.2}: 至 0.2% 時の荷重)	-60°C 1274, 235, 265 → av. 225 RT 強度 219, 214, 209 → av. 214 弾性率 14.2, 13.7, 14.2 → av. 14.0×10^3 伸長 1.53, 1.53, 1.39 → av. 1.48 200°C 152, 143, 162 145, 145, 165 → av. 152 (71°C 77°C 剥離)
② 曲げ強度	曲げ強度 (kgf/mm^2) RT: 205 200°C (10分): 155 200°C (500hr): 135	三點曲げ法 (社内規格 CH0201)  クロスヘッド速度 2 mm/min スパン (L) 80 mm 加圧エッジ 3.19R 支点エッジ 3.19R 曲げ強度 = $\frac{3PL}{2bh^3}$ P: 荷重	RT 226, 225, 246 → av. 232 200°C x 10 min 98, 95, 64 → av. 86 200°C x 500 hr 153, 133, 134 → av. 140
③ 層間せん断強度	層間せん断強度 (kgf/mm^2) RT: > 11	(社内規格 CH0301)  クロスヘッド速度 2 mm/min. スパン (L) 10 mm 加圧 及び 反力エッジ 3 R 層間せん断強度 = $\frac{3P}{4bh}$	RT 12.2, 12.3, 11.9 → av. 12.1

項 目	目 標 性 能	試 験 方 法	試 験 結 果
① Vf	65% 以上	・化学天秤により、試料の重量を計測する。 ・試料の酸度を計測する。(JIS. 7501 準拠) ・ASTM D3171-76 に準拠して、熱濃硫酸/過酸化水素水により、樹脂を分解する。 ・酸液をろ別、洗浄、乾燥後、化学天秤により、酸維重量を計測する。 ・次式により、Vf を算出する。... $V_f = \frac{\text{酸維重量} \times \text{試験片密度}}{\text{酸維密度} \times \text{試験片重量}} \times 100 (\%)$	63.6, 62.8, 63.2 → 63.2

3 使用試験器械

器械名称	仕 様 概 要	備 考
① 試料試験機	・器械名称：テンション (東洋テールワン) UTM-ST型 ・荷重容量：5トン	
② 化学天秤	・最大秤量：200g ・最小目盛：0.0001g	

要 旨

研究開発項目名 マトリックス樹脂の開発（耐熱性樹脂）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

米国最先端耐熱マトリックス樹脂（LARC-160級）の水準を目指し、

東レT400を強化繊維とした一方向CFRPの

室温平均引張強度 210 kgf/mm^2 （最終目標値の88%）

耐熱温度 250°C （強度保持率90%）

を達成する耐熱樹脂合成の基礎技術を開発する。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和56年度：目標へのアプローチ手段の探索

昭和57年度：4ルートによる耐熱性樹脂の研究

(1) 末端基制御型ポリイミド樹脂

(2) 新規オリゴマー型ポリイミド樹脂

(3) 新規主鎖査型ポリイミド樹脂

(4) その他の耐熱性樹脂の基礎研究

昭和58年度：候補樹脂の合成条件、成形条件の基礎研究

4. 第一期の実績のポイント

4種のルートの研究結果、つぎのとおり目標達成の有望な樹脂が見出された。

(1) 末端基制御型ポリイミド樹脂； TPI型

(2) 新規オリゴマー型ポリイミド樹脂； OPI型

(3) 新規主鎖査型ポリイミド樹脂； MPI型

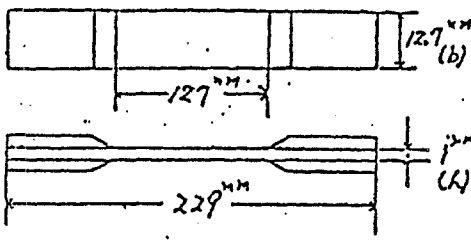
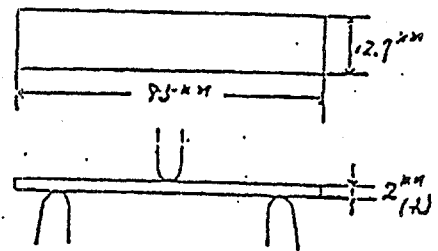
(4) その他の耐熱性樹脂；ポリフェニルキノキサリン（PPQ）系

ルート（1）では成形性の良い耐熱樹脂用の末端化合物が見出されたが、評価試験用パネルの成形に必要な量の合成には至らなかった。

ルート（3）；MPI型樹脂は成形条件の最適化が間に合わず、室温試験片はVf 64.4%，耐熱試験片はVf 68.8% となったため、試験結果はVf 64.4% に換算した。

ルート（4）；PPQは期末の段階で外国例の性能は超えたが、目標の達成は第二期に持越された。

研究開発結果要約表

サブテーマ名		30) 高性能素材の開発 1) マトリックス樹脂 2) 耐熱性樹脂				
研究開発手法		マトリックス樹脂: 末端基制御型ポリイソブレン樹脂(TPI型)				
前提条件等		強化繊維: 東レ(株)製 トレカ7400 成形法: 試験片標準成形法(オートクレーブ成形)				
研究 開発 結果	力学的性質	項目	試験方法	要求性能		試験結果
		0°引張強度 (10^3 kgf/mm^2)	 712mm/min 速度 10^{-2} mm/min 引張強度 = $\frac{P}{b \cdot d}$ (kgf/mm^2)	-60°C	170	188
				RT	210	223
				250°C	190	198
		0°引張弾性率 (10^3 kgf/mm^2)	引張弾性率 = $\frac{P_{0.6} - P_{0.1}}{0.005 b \cdot d}$ $P_{0.6}$ = 歪み0.6%時の荷重 $P_{0.1}$ = 歪み0.1%時の荷重	RT	15.5	16.7
		0°破断伸び (%)	破断伸び = $\frac{\text{引張強度}}{\text{引張弾性率}} \times 100$	RT	1.35	1.34
		0°曲げ強度 (kgf/mm^2)	 スパン/厚さ比: 32 10mm/min 速度: 2.0~2.5mm/min	RT	205	252
				250°C (10min)	155	186
				250°C (500hr)	135	248
	1LSD (kgf/mm^2)	・3点曲げ(スパン/厚さ比4) ・試験寸法 $25.4 \times 12.7 \times 2.54 \text{ mm}$	RT	—	11.5	
	T_g (%)	・仕込み法	—	≥65	69.4	
	成形性	項目	要求性能	試験結果		
		成形品寸法	—	$200 \times 250 \text{ mm}$ 厚さ1~2mm		
		キュア	$290^\circ\text{C} \times 4\text{H}$, 14 kgf/cm^2	$290^\circ\text{C} \times 2\text{H}$, 14 kgf/cm^2		
		ポストキュア	$320^\circ\text{C} \times 6\text{H}$	$320^\circ\text{C} \times 4\text{H}$		
所見等		装置に不具合があり、70/170℃作成時に糸の配列が乱れ、 大きな物性低下。装置を直して、再評価(RT, 250°C引張り 試験)した。				

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 末端基制御型ポリイミド樹脂 (TPI型)

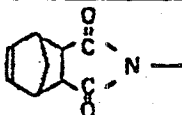
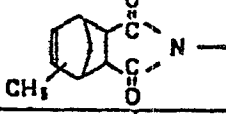
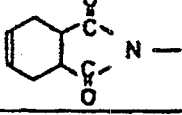
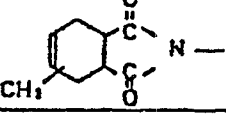
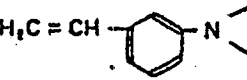
研究開発実施者名 (財) 次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

- 1). 易成形性(低温硬化型)ポリイミドの開発を目的に、末端基の反応性とポリイミドの耐熱性並びに成形性との関係について検討した。その結果、付加重合型ポリイミドの成形性は、末端基の反応性とアポリマの流動性に支配されることが分った。さらに表1に示すように、末端基としてはビニル化合物が有望なことが分った。

表 1. イミドオリゴマの反応性・耐熱性

End Group Structure	Melt-Temp (°C)	Cure Exotherm (°C)		T _g (°C)	T _{dis} (°C)
		Onset	Maximum		
	150-280	300	355	367	453
	180-310	330	370	345	467
	150-280	280	400	337	510
	155-275	290	440	237	515
	145-225	225	250	322	514

- 2). これらの成果をもとに、各種ビニル化合物化合物を中心に、末端化合物の検討を行った。その結果、反応性(並びに耐熱性)の点で下5の化合物が有望なことを確認した(図1)。

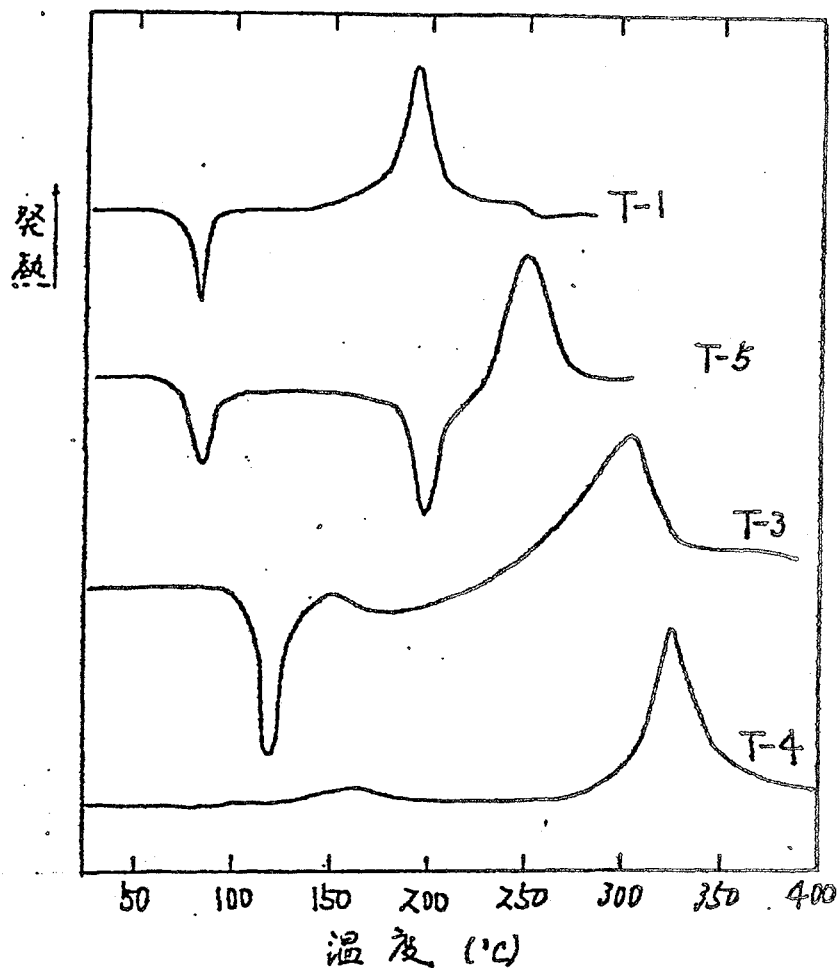


図1. 各種末端化合物の反応性

- 3). しかし、T-5を末端に有するポリイミドは220°C前後で硬化反応が起るため、芳香族ポリイミドでは成形時に十分な流動性が得られないので、主鎖に脂環式化合物の導入を検討し、流動性の改善された共重合ポリイミドを開発した(特許出願、国2参照)。この共重合ポリイミドは T_g 220°C程度あり、耐熱性は良好である。

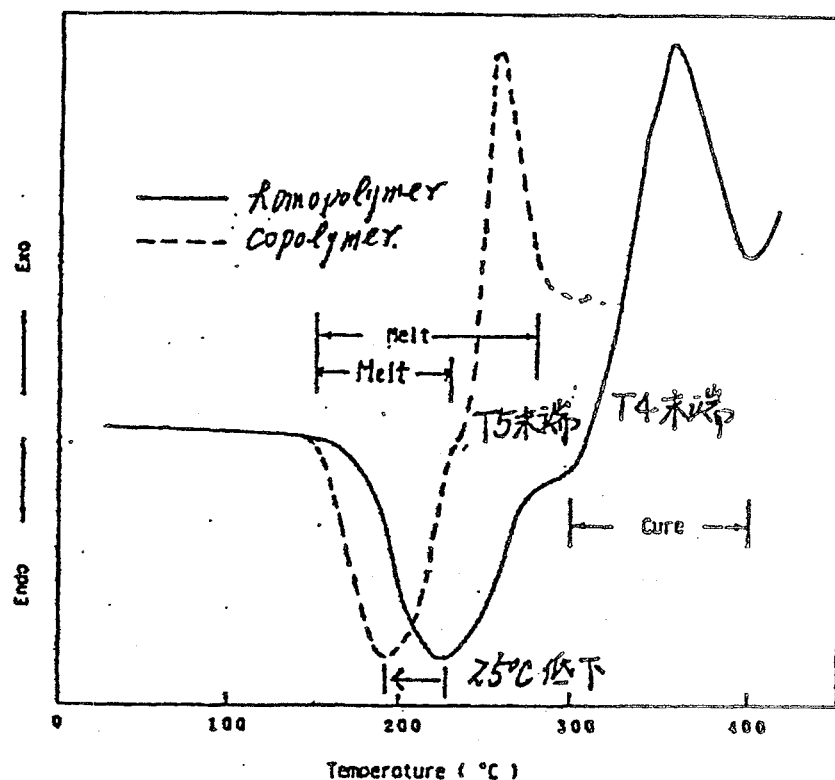


図 2 NA末端イノキシマの硬化挙動

4. 今後の課題

- (1). 末端化合物 T-5 は原料を米国から輸入 (15,700¹²/10g) し、自社で合成しているが、現在の技術では収率が低く、かつ一度に極く少量の化合物しか合成できない。実用化のためには、安価な合成法の開発が必要である。
- (2). 末端化合物 T-5 は別途開発を進めているポリキキサリン系樹脂の末端化合物の中間原料として利用することができ、そこで 59 年度は本研究開発において得られた成果をポリキキサリン系樹脂にトランスファーして、ポリキキサリン樹脂と付加型樹脂への改質を進める。この一連の研究を通じて T-5 の安価な合成法の開発を進める予定である。

3. 研究開発結果.

- (1). 実績のポイント(詳細別紙). * 末端化合物としてはT-5が最適であるが、入手困難のため、本物性評価にはT-4を使用した。(5)を参照)
- ・耐熱性250°Cはクリアできる(Tg 320°程度)
 - ・力学特性は95%以上のレベルに到達する見込み。

(2). 注目すべき知見.

- ・末端化合物T-5はポリキキサリン系樹脂を付加重合型に改質する際の原料として有用。59年度ポリキキサリン樹脂の開発研究に技術トランスファーする。

(3). 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術.

- ・脂環式カルボン酸との共重合により、耐熱性を損なうことなく、成形性を改良(特許出願手続中)。

(4). 特に効果を発揮した技術.

とくになし。

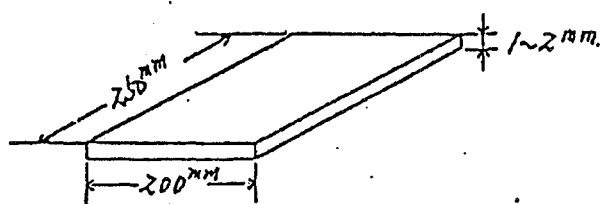
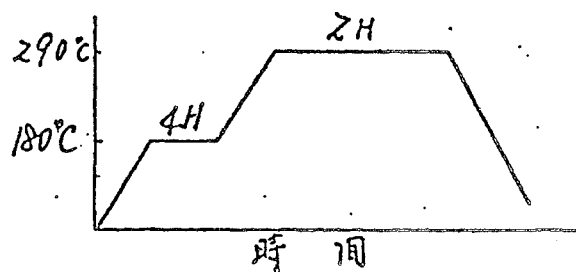
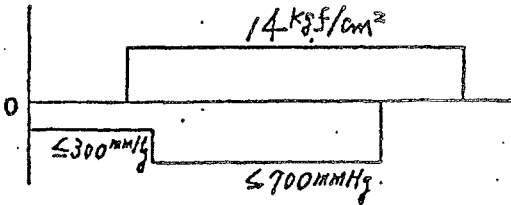
(5). 未到達事項の問題点と解決の目途.

- ・付加型ポリイミドの末端基に関する研究を行った結果、易成形性 ポリイミド(250°C耐熱性)の末端化合物としてはT-5が最適であることが分かった。しかし、T-5は現在の技術では複合材料物性の一連の評価を行うために必要な量を合成する技術が確立していないため、物性評価はT-4を使用した(ポリイミドの基本性能はT-5を使用したものと差がない)。
- ・T-5は付加重合型PPQの末端化合物の原料として、別途研究開発を進めているポリキキサリン系樹脂の開発テーマの中で合成法の研究を進めて行く。

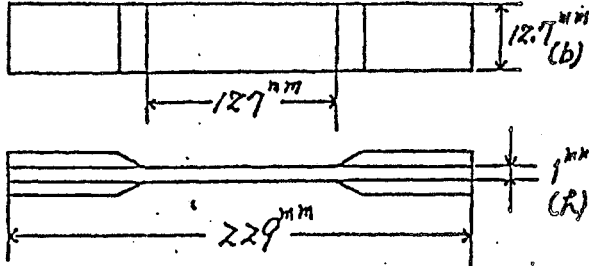
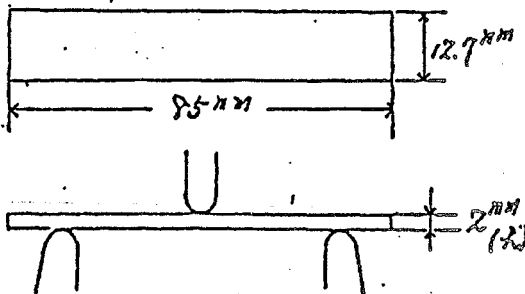
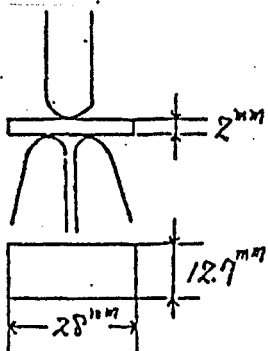
研究開発結果の詳細

3(1). 高性能素材の開発.

1. 供試体 サブテーマ: 1) マトリックス樹脂の開発 - 2. 耐熱性樹脂 (TPI型)

項目	内容
① 形状・寸法	平板状試験片 
② 使用材料	マトリックス樹脂: 末端基制御型ポリイミド樹脂 (TPI型) 強化繊維: 東レ(株) トレタ T400 (測定法: JIS-R-7601 (1980)) 引張強度: 420 kgf/mm^2 引張弾性率: $24.0 \times 10^3 \text{ kgf/mm}^2$ 引張破断伸び: 1.75%
③ 中間素材作成法	・主要工程. <pre> プリプレグ作成(DW法) → 予備乾燥(70°C×45分) → 本乾燥(120°C×6H) </pre>
④ 成形条件.	A. キュア条件. (オートクレーブ)  時間  14kgf/cm² 0 ≤300mmHg ≤700mmHg B. アフタ-キュア条件. (オーブン) 320°C×4H

2. 試験

項目	目標性能	試験方法	試験結果
① 0°引張り	○ 引張強度 (kgf/mm²) -60°C: 170 RT: 210 250: 190 ○ 引張弾性率 (kgf/mm²) RT: 15.5×10^3 伸び (%) RT: 1.35	東規格 CF04RZC に準拠して測定する。  クロスヘッド速度 1.0 mm/min 引張強度 = $\frac{P}{b \cdot L}$ (kgf/mm²) 引張弾性率 = $\frac{P_{0.5} - P_{0.1}}{0.005 \cdot b \cdot L}$ (kgf/mm²) 引張破断伸び = $\frac{\text{強度}}{\text{弾性率}} \times 100$ (%) 但し P = 破断時の荷重 $P_{0.5}$ = 歪み 0.5% 時の荷重 $P_{0.1}$ = 歪み 0.1% 時の荷重	-60°C 206.7 174.0 184.7 $\bar{x}$ 188 RT 225.9 16.9 1.34 220.0 16.5 1.33 224.3 16.6 1.35 223 16.7 1.34 250°C 188.7 210.2 196.0 198.3 $\bar{x}$ 198
② 0°曲げ	○ 曲げ強度 (kgf/mm²) RT: 205 250°C: 155 (10分) 250°C: 135 (500H)	東規格 CF04RZC 法にて測定する。  スパン/厚さ比: 32 クロスヘッド速度: 2.0 ~ 2.5 mm/min	RT 254.8 266.0 273.1 212.5 $\bar{x}$ 252 250°C (10分) 192.8 182.8 181.9 $\bar{x}$ 186 250°C (500H) 256.1 241.3 248.9 245.9 $\bar{x}$ 248
③ ILSS	○ ILSS (kgf/mm²) RT: > 9	東規格 CF04RZC 法にて測定する。  スパン/厚さ比: 4 クロスヘッド速度: 2.0 ~ 2.5 mm/min	11.3 11.4 10.1 10.4 13.2 12.4 11.5

項 目	目標性能	試 験 方 法	試験結果
④ V ₁ .	65%以上.	仕込み法 ・フリップレグの目付及び硬化板 の厚さから計算により算出.	69.4

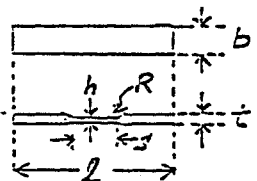
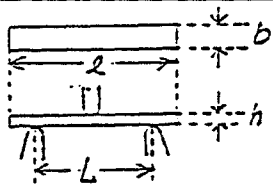
3. 使用試験器械.

器械名称	仕 様 概 要	備 考
① 材料試験機	・機器名称: オートグラフ (島津製作所) ・荷重容量: 10トン	
② 化学天秤	・最大秤量: 160g ・最小目盛: 0.0001g	

備考

	1.1	1.2	1	2	3
末端化合物の合成		→			
プレポリマの流動性 改良		→			
プレポリマの合成			→		
コンポジット物性 の評価.				→	

研究開発結果要約表

サブテーマ名		3(1)高性能素材の開発. 2).耐熱性樹脂 (OPI型)				
研究開発手法		マトリックス樹脂：新規ポリマー型ポリアミド樹脂 (OPI型)				
前提条件等		強化繊維：炭素繊維トレカ T430 成形法：試験片標準成形法				
研究開発結果	力学物性	項目	試験方法	要求性能		試験結果
		0°引張強さ (Kgf/mm^2)	 $b=12.7\text{mm}$ $t=2\text{mm}$ $l=127\text{mm}$ $h=1\text{mm}$ $S=14\text{mm}$ $R=20\text{mm}$ $\text{引張強さ} = \frac{P}{bh} \text{ (Kgf/mm}^2\text{)}$	-60°C	170 Kgf/mm^2	222 Kgf/mm^2
				R.T.	210 Kgf/mm^2	238 Kgf/mm^2
				250°C	190 Kgf/mm^2	222 Kgf/mm^2
		0°引張弾性率 (10^3Kgf/mm^2)	$\text{引張弾性率} = \frac{P'}{bh} \text{ (Kgf/mm}^2\text{)}$ (P' : 100%伸度標準での平均値)	R.T.	$15.5 \times 10^3 \text{Kgf/mm}^2$	$15.6 \times 10^3 \text{Kgf/mm}^2$
		0°引張伸び (%)	ストレンジャー法	R.T.	1.35 %	1.59 %
		0°曲げ強さ (Kgf/mm^2)	 $b=12.7\text{mm}$ $h=2\text{mm}$ $l=70\text{mm}$ $L=54\text{mm}$ $\text{曲げ強さ} = \frac{3PL}{2bh^2} \text{ (Kgf/mm}^2\text{)}$	R.T.	205 Kgf/mm^2	243 Kgf/mm^2
				250°C (10 min.)	155 Kgf/mm^2	168 Kgf/mm^2
				250°C (500 hrs.)	135 Kgf/mm^2	(155 Kgf/mm^2)
				層間剥離強さ (Kgf/mm^2)	三点曲げ法 $\text{層間剥離強さ} = \frac{3P}{4bh} \text{ (Kgf/mm}^2\text{)}$	R.T.
	V_f (%)	比重法 $V_f = \frac{(\frac{W_f}{2.2})}{(\frac{W_f}{2.2}) + (\frac{W_c - W_f}{2.2})} \times 100 \text{ (}\% \text{)}$	—	$\geq 65 \%$	65 %	
	成形性	項目	要求性能		試験結果	
		成形品寸法			150 mm x 127 mm x 2. mm	
		キュア	290°C x 14 Kgf/cm^2 x 4 hr.		280°C x Kgf/cm^2 x 2 hr.	
		ポストキュア	320°C x 6 hr.		320 °C x 4 hr.	
所見等						

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 新規オリゴマー型ポリイミド樹脂 (OPⅠ型)研究開発実施者名 (財)次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

(1) アプローチ区分

耐熱性かつ易成形性を有する新規ポリイミド樹脂の開発を目的として、付加硬化反応性を有する新規オリゴマーの設計(分子構成要素の結合法の選定及びその分子量制御)を試みた。

(2) オリゴマーの分子量制御

オリゴマーの軟化点・融点、硬化樹脂の耐熱性(T_g 等)及び力学特性(曲げ強度等)などの評価解析を試みた結果、分子量が1000～1500(1200前後)が好適な流動特性を示すという貴重な知見を得た。

(3) オキサジノン環、キナゾロン環の導入

オリゴマー構造の中に上記環構造を導入することがポリイミド樹脂硬化物の耐熱性改善ないし維持に有効であることを見出した。しかしながら、末端基がナジック酸型であればキュア温度の低下が困難となりそのため易成形性の実現が困難であるという結論を得た。

(4) 成形性改善の試み—ア릴イミド末端基の導入

既存ポリイミド樹脂の成形条件はいずれも厳しく、ナジック酸型末端あるいはアセクレン型末端型の場合に見られるように300℃以上の高温を必要とするのが通弊である。すなわち、硬化温度を290℃以下に下げて成形条件をより温和にすることを目的として、ア릴イミド末端基の導入によるオリゴマー設計を試みた結果、成形性の一層の向上の可能性を見出した。

(5) コンポジット化及び基本特性の評価

上記の新規オリゴマー型(OPⅠ型)ポリイミド樹脂をマトリックスとするコンポジットは、研究開発結果要約表にも示したように、第一期目標性能にほぼ満足することが明らかとなった。したがって、次期以降はこの高いポテンシャルをさらに確実にするために、構成の最適化、中間素材化方法の適正化等による成形性の一層の向上を図る計画である。

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント

本研究は、付加硬化反応性末端基の導入を含むオリゴマー設計が成形性の向上に重要な役割を果たすことに着目し、アリルイミド型末端基を導入したオリゴマーの合成及び性能評価を試みた。

すなわち、各種OP I型ポリイミド樹脂の特性は、[表1]及び[図1]に示すように、 300°C 以上の T_g (DMA法)を示し、反応性希釈剤の併用あるいはナジック酸型構造の共重合が硬化温度を低下させることに有効であることを見出した。

また、オリゴマー構成要素としてのアミン成分の芳香族にメチル基を導入することがオリゴマーの融点(軟化点)を低下させ硬化反応をより均一かつ容易にすることに有効であることを見出した。すなわち、[表2]に示すように、アミン成分へのメチル基の導入がオリゴマーの融点を 50°C 以上上げることが可能になるだけでなく、上述の反応性希釈剤との相溶性改善にきわめて効果的であることを明らかにすることができた。

したがって、アリルイミド末端型(OP I型)ポリイミドを基本成分とする新規組成のポリイミド樹脂をマトリックスとするコンポジットの基本特性は、研究開発結果要約表に示したように、目標性能を満足するというきわめて優秀な研究成果を得ることができた。

(2) 注目すべき知見

オリゴマー分子量の制御について1200前後が好適であることは前述したが、OP I型ポリイミド樹脂においても硬化に際しての流動特性及び硬化樹脂の耐熱性等から判断して同様の結論に帰結した。

(3) 特徴的技術

OP I型ポリイミド樹脂の最大の特徴のひとつは付加反応性末端基にアリルイミド型の炭素炭素二重結合を設定したことであり、これによって硬化時の温度を下げることが可能にしたと判断している。しかも、アリル性不飽和結合は通常ラジカル開始剤により連鎖的反応をおこすが、本研究では上述のような共重合成分の併用により、開始剤添加は不要となることを発見した。

(4) 特に効果を発揮した技術

OP I型ポリイミド樹脂が上述のような高性能を発揮した背景に多数の新しい発見及び知見があるが、その一つは反応性希釈剤の採用である。トリアリルイソ

シアヌレート(TAIC)のような反応性希釈剤は、OPI型のオリゴイミドを溶解するあるいは混合して均一な樹脂液を形成するばかりでなく、硬化に臨んで分離あるいは脱離することなく共重合するという特徴をもつ。したがって、このような樹脂液は硬化時の流動性を改良し、緻密なコンポジットを形成する働きを有する。

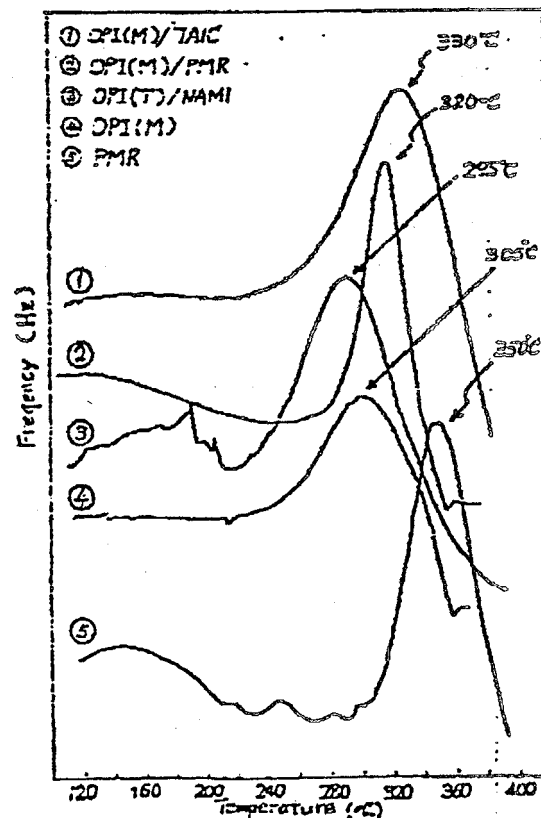
(5) 問題点と解決策

上述のように、OPI型ポリイミド樹脂はアリルイミド末端基の導入により成形性を向上させ得ることを実証した。しかも、引張強度や曲げ強度等においても第一期の目標性能を達成することが確認された。

しかしながら、オリゴマー系の流動性はまだ完全なものとはいえず、耐熱性を維持しつつ成形性をさらに向上させることが重要であり、次期研究ではこれまでの研究成果の活用・反映を含め、前述のような新規末端オリゴマーの設計による一層の成形性向上を追究するとともに、成形試験への移行を促進し複合材としての性能発揮の可能性検証に備えての技術展開が今後の課題である。

〔表1〕新規オリグマー型ポリアミド樹脂 (OPI)

No.	樹脂組成			硬化温度 (°C)	触媒 (開始剤)	硬化物の T _g (°C)
	OPI	反応性 希釈剤	他			
1	OPI(M)	TAIC	—	320	—	330
2	OPI(M)	—	PMR-15 型	~280	—	320
3	OPI(T)	NAMI	—	150~250	アセチル酸	295
4	OPI(M)	—	—	320	—	305
5 (比較)	—	—	PMR-15	320	—	350

〔図1〕新規オリグマー型ポリアミド樹脂の耐熱性 (T_g)

所見等

1) 本研究は、付加反応型オリゴマー設計により耐熱性発揮及び成形性向上の新規ポリイミド樹脂を開発することを目的として、アリルイミド型末端基を有する新規オリゴマーを試作しコンポジット化を試みたものである。

2) 本研究で展開中の OPI 型ポリイミド系樹脂をマトリックスとするコンポジット (トレカ T400, Vf 65%) は、現在評価中の低温特性をのぞく他のすべての目標性能において、第一期目標値を満足する結果を得た。すなわち、

引張強度 (常温)	238	Kgf/mm ²	(目標 210 Kgf/mm ²)
熱時引張強度 (250°C)	222	"	(" 190 ")
曲げ強度 (常温)	243	"	(" 205 ")
熱時曲げ強度 (250°C)	168	"	(" 155 ")
耐熱強度 (250°C, 500Hr)	155	"	(" 135 ")
層間せん断強度	16.5	"	(" 9 ")

等で明らかとなった。バランスのとれた性能を発揮しており、しかも 280°C でのキュアが可能であるなど成形性も改善されていることを確認した。

3) 上記 OPI 型ポリイミド樹脂に対しての次期展開の上での重点課題は、成形性がさらに向上した樹脂構成を検討しその中間素材化技術の確立をめざした改良研究を実施することにある。

耐熱性樹脂の本質として、硬化に際しての流動特性はまだ満足すべきレベルとはいえず、アリルイミド型末端基の反応性をさらに生かすためにも成形性のより一層の改善を試みてゆく計画である。

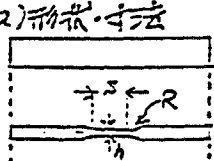
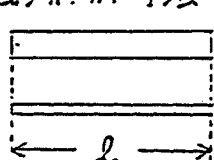
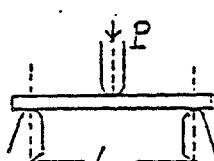
研究開発結果

3 (1) 高性能素材の開発

サブテーマ名. ①マトリックス樹脂の開発、②耐熱性樹脂 (OPI型)

1. 供試体

項 目	内 容																							
①形状・寸法	a)平板状成形片 b)試験片サイズ成形片																							
②使用材料	a)マトリックス樹脂: b)強化繊維: 炭素繊維トリカ T400 (東レ(株)). 引張強さ 420 Kgf/mm² 引張弾性率 24 ×10³ Kgf/mm² 引張破断伸び 1.75 %																							
③中間素材の試作方法	a)手法 (バッチ方式). b)DW法, (ドラムワインディング) c)UDウイズ法																							
④成形条件	a)プレス成形法 b)オートクレーブ成形法 <table><thead><tr><th colspan="2"></th><th>温 度 (°C)</th><th>圧 力 (Kgf/cm²g)</th><th>時 間 (hr)</th></tr></thead><tbody><tr><td rowspan="2">プレス 成形法</td><td>キュア</td><td>280</td><td>スポンジ使用</td><td>2</td></tr><tr><td>ポストキュア</td><td>320</td><td></td><td>4</td></tr><tr><td rowspan="2">オートクレーブ 成形法</td><td>キュア</td><td></td><td></td><td></td></tr><tr><td>ポストキュア</td><td></td><td></td><td></td></tr></tbody></table>			温 度 (°C)	圧 力 (Kgf/cm ² g)	時 間 (hr)	プレス 成形法	キュア	280	スポンジ使用	2	ポストキュア	320		4	オートクレーブ 成形法	キュア				ポストキュア			
		温 度 (°C)	圧 力 (Kgf/cm ² g)	時 間 (hr)																				
プレス 成形法	キュア	280	スポンジ使用	2																				
	ポストキュア	320		4																				
オートクレーブ 成形法	キュア																							
	ポストキュア																							

2. 試験			
項目	目標性能	試験方法	試験結果
① 0° 引張り試験	R.T. 210 kgf/mm^2 250°C 190 kgf/mm^2 (90%) -60°C 170 kgf/mm^2 (80%) $(V_f \geq 65\%)$	帝人 KS2-T 法による。 a) 形状・寸法  b 12.7 mm l 127 mm t 2 mm h 1 mm S 14 mm R 20 mm b) クロスヘッド速度 5 mm/min. c) 算出方法 $\text{引張強度} = \frac{P}{bh} \text{ (kgf/mm}^2\text{)}$ $\text{引張弾性率} = \frac{P'}{bh} \text{ (kgf/mm}^2\text{)}$ $\text{引張伸び} \text{ ストレイン法}$ $\left(\begin{array}{l} P: \text{破断時荷重} \\ P': 100\% \text{ 伸長換算での} \\ \text{平均最大値} \end{array} \right)$	[RT] 強度 弾性率 伸び ① 244 15.8 1.65 ② 228 14.2 1.69 ③ 243 16.2 1.54 ④ 235 15.4 1.52 ⑤ 241 16.5 1.56 $\bar{X}$ 238 15.6 1.59 S 6.7 0.90 0.074 (CV) 2.8% 5.7% 4.7% $[250^\circ\text{C}]$ 強度 $[-60^\circ\text{C}]$ 強度 ① 232 ① 227 ② 211 ② 214 ③ 248 ③ 228 ④ 206 ④ 224 ⑤ 215 ⑤ 219 $\bar{X}$ 222 ① 222 S 17.3 ② 5.9 (CV) 7.8% (CV) 2.6% V_f 65%
② 0° 曲げ試験	R.T. 205 kgf/mm^2 250°C (10 min.) 155 kgf/mm^2 (75%) 250°C (500 hrs.) 135 kgf/mm^2 (65%) $(V_f \geq 65\%)$	帝人 KS2-B 法による。 a) 形状・寸法  b 12.7 mm l 70 mm h 2 mm b) クロスヘッド速度 5 mm/min. スパン (L) 64 mm.  $(\frac{L}{h} = 32)$ c) 算出方法 $\text{曲げ強度} = \frac{3PL}{2bh^2} \text{ (kgf/mm}^2\text{)}$	[強度] RT 250°C 250°C (10分) (500hr.) ① 244 157 ② 236 175 ③ 240 174 ④ 247 167 ⑤ 252 168 $\bar{X}$ 243 168 2/29 程度 S 6.3 7.2 (CV) 2.6% 4.3% ↓ 前回の試験 250°C (500hr.) ① 155 ② 155 $\bar{X}$ 155 S 0.22 (CV) 1.3%
③ 層間せん断強度	$\geq 9 \text{ kgf/mm}^2$	帝人 KS2-S 法 (3点曲げ法). a) 形状・寸法 b 12.7 mm, l 25~50 mm h 2 mm. b) クロスヘッド速度 5 mm/min. $L = 8 \text{ mm}$. $(\frac{L}{h} = 4)$ c) 算出方法 $\tau = \frac{3P}{4bh} \text{ (kgf/mm}^2\text{)}$	① 16.1 ② 16.6 ③ 16.6 ④ 16.6 ⑤ 16.6 $\bar{X}$ 16.5 S 0.22 (CV) 1.3%

項 目	目標性能	試 験 方 法	試 験 結 果
④ 繊維含有率 (V _f)	≥ 65%	a) A法: 硝酸分解法 b) B法: 比重法 $V_f = \frac{\left(\frac{W_f}{d_f}\right)}{\left(\frac{W_f}{d_f}\right) + \left(\frac{W_c - W_f}{d_m}\right)} \times 100 (\%)$ $\left[\begin{array}{l} W_f \text{ 繊維重量} \\ W_c \text{ 成形片重量} \\ d_f \text{ 繊維比重} \\ d_m \text{ マトリックス比重} \end{array} \right]$	65%
3. 使用試験装置			
装置名	仕様概要	備 考	
① 大型万能試験装置	UTM-10T型 荷重容量 10トン (東京ホルドウィン)		
② 大型万能試験高温槽	① 用恒温槽, TCF-10T-490型 高温側 max. 490°C. 低温側 - 60°C. (液体CO ₂ 79%) (東京ホルドウィン)		
③ 複合材料耐久性試験装置	EHF-U5/05型 荷重容量 500kg 恒温槽(290°C)付 (島津製作所)		
④ 直示天秤	LS-6DTP型 容量 160g 最小目盛 0.1mg (島津)		

研究開発結果要約表

サブテーマ名		3(4)高機能炭素繊維マトリックス樹脂の合成-2次元性樹脂(MPI型)				
研究開発手法		マトリックス樹脂：新規主鎖型ポリイミド (MPI型)				
前提条件等		強化繊維：炭素繊維 トルカ T400 成形法：試験片標準成形法				
研 究 開 発 結 果	力 学 的 性 質	項 目	試 験 方 法	要 求 性 能		試 験 結 果
		0°引張 強度 (kgf/mm^2)	 クロスヘッド速度 2mm/min. 引張強度 = $\frac{P}{b \cdot t}$ (kgf/mm^2)	-60℃	170	222
				RT	210	202
				250℃	190	186 *
		0°引張 弾性率 ($10^3 \text{kgf}/\text{mm}^2$)	引張弾性率 = $\frac{P_{0.3}}{0.003b \cdot t}$ P _{0.3} ；歪 0.3%時の荷重	RT	15.5	13.7
		0°相對 伸率 (%)	ストレインゲージ法	RT	1.35	1.38
		0°曲げ 強度 (kgf/mm^2)	3点曲げ クロスヘッド速度 2mm/min. スパン	RT	205	245
				250℃ (10min)	155	173
				250℃ (500H)	135	172
	成 形 性	ILSS (kgf/mm^2)	3点曲げ(スパン厚さ比 5) 試験片寸法 2×10×15 mm	RT	≥9	6.8
		Vf (%)	濃硫酸過酸化水素分解法	—	≥65	64.4
		項 目	要 求 性 能	試 験 結 果		
成 形 性	成形品寸法	260 mm × 10 mm × 1~3 mm				
	テコア	270℃ × 15 kgf/cm ² × 4H	270℃ × 14 kgf/cm ² × 4H			
	ホストテコア	320℃ × 6H	320℃ × 3H			
所 見 等		溶解可溶性；マトリックスの分子量が小さい。引張弾性 ILSS が低下した。分子量 分子量分布等の最適化により性能向上の向かいを期待される。				

* 199 kgf/mm² (V_f=68.8%) の値より換算

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 新規主銀型ポリイミド樹脂 (MPI型)研究開発実施者名 (財) 次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

耐熱性の劣化が、複合材料の樹脂の物性に影響を及ぼす炭素繊維との
接着性、樹脂の破断伸ひ、更にポリプロピレンの安定性、成形加工性の
優れ、ポリイミド系エポキシ樹脂の周知を目的に、下記の手法により
検討を行った。

1) 検討対象を主銀骨格に置く。

2) 複合材料用ポリイミドに一般的に使用されているベンゾフェノン
テトラカルボン酸に加えて、耐熱性の良好なポリイミドがえられる
ことが判明しているヒドロキノン酸をも積極的に使用する。

3) 樹脂の形態として、PMRタイプに加えて、ポリプロピレンの安定性、
成形加工性の向上を目的に、溶媒可溶型イミドオリゴマーを
目指す。

3. 研究開発結果

1) 実績のポイント (詳細別紙)

1) 到達項目

低温引張強度

引張伸ひ

曲り強度 (常温, 高温)

成形条件

2) 未達項目

常温引張 (強度, 弾性率)

ILSS

6339

7f.

1) 第1回評価委員会より、このVF-58%の伸びから、今回これを
 65%に上げたい。また、77%の不飽和脂は、添付可溶型AとBの2つ
 がある。しかし、今回電磁子や成形物から得られる伸びが、Aよりも
 9分程度は小さく、成形を行なうから、多少影響があるから、現
 在の比率にはあわない。即ち、30%伸びの低下(1.63% → 1.38%)
 である。VF-40は拘りず伸びの低下に伴う強度低下(227 kgf/mm²
 → 202 kgf/mm²)、更にILSSの大幅な低下(11.2 kgf/mm²
 → 6.8 kgf/mm²)がある。

(2) 症目有之見

1) ホリイミトの一試合であるテトラカルボン酸の中、複合材料
用には使用実績の少ないエポキシワット酸が、複合材料用として
ガスに使用可能であることを実証した。(表1)

2) 成形加工が容易、ポリマーの安定性及び物理向上を目的に
数種の充填媒体可溶型イミドエポキシを合成し、これら複
合材料へ適用可能であることを。又、これら複合材料が耐熱
性と共に良好な力学特性を示すことが判明した。(表2)

(特許大願済)

ハ更に物性向上と目標に、主鎖骨格を硬直中々めざす。

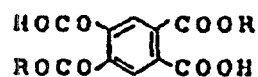
3) 一連の700以上の特許を有する特徴的技術

4) 新規の特許に、実績と産出に特に関与した効果と発揮した技術

1) イミトレーションと合成法の確立

5) 未達成事項の問題点と解決への目途

今回成形性の検討が充分行えず、早く分子量を下げることに成形性の向上を行なうため、引延伸び、ILSSが低下すると考えられる。二重糸は、基本的に伸びが大きいと考えられるため、分子量、分子分布等の最適化により、未達成項目の値は向上すると考えられる。



R-	融 点 (℃) *1		溶 解 性 *2 (33wt%)		
	ピーク	分 解	MeOH	Acetone	DMF
CH_2-	—	1240	X	X	△
CH_2CH_2-	—	227	X	X	X
$(\text{CH}_2)_2\text{CH}-$	212	207 ~227	X	X	○
$(\text{CH}_2)_2\text{CHCH}_2-$	154	201	△	△	△
$\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{CH}_2-$	176	214	X	X	○

*1 DSC

*2 ○: 可溶 △: 一部可溶 X: 不溶

表 2 イミドオリゴマーの融点及び溶解性

No	組 成 (モル比 2/3/2)	融 点 (DSC, °)	溶 解 性 *1 (33wt%)			
			MeOH	MEK	THF	DMF
PE-1	PMDA/3,3'-EDDM/MNA	296	X	○	○	○
PE-2	PMDA/3,3'-EDDM/NA	—	X	○	○	○
PE-3	PMDA/3-EDDM/MNA	—	X	X	△	○
PE-4	PMDA/3-EDDM/NA	—	X	X	△	○
BE-1	BTDA/3,3'-EDDM/MNA	290	X	△	○	○
BE-2	BTDA/3,3'-EDDM/NA	307	X	△	○	○
BE-3	BTDA/3-EDDM/MNA	—	X	X	○	○
BE-4	BTDA/3-EDDM/NA	—	X	X	○	○
BD-1	BTDA/DDM/NA	—	X	X	X	X

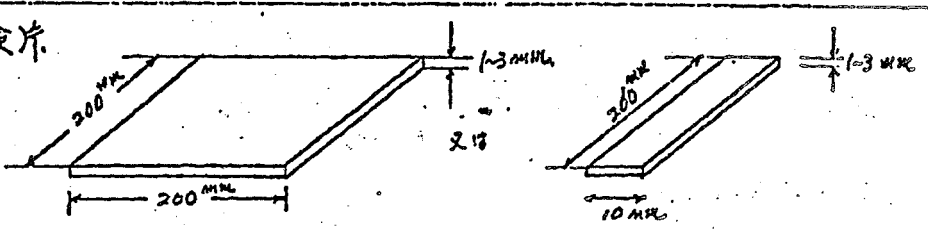
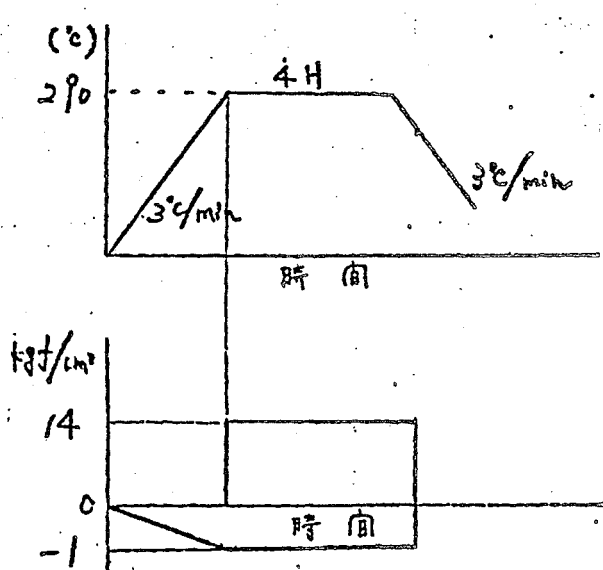
*1 ○: 可溶 △: 一部不溶 X: 不溶

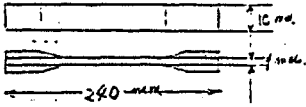
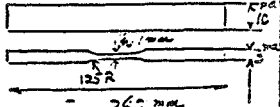
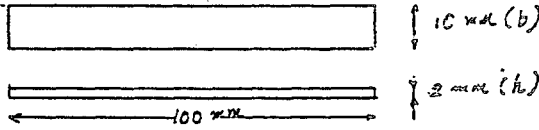
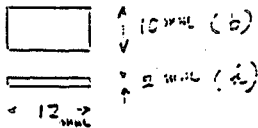
15/17

6392

3(1) 高性能素材の開発
サブテーマ名 1) マトリックス樹脂の開発-2 耐熱性樹脂(MPI型)

1. 供試体

項目	内容
① 形状・寸度	平板試験片 
② 使用材料	マトリックス樹脂： 強化繊維：トレカ T400 引張強度：420 kgf/mm² 引張弾性率：24.5 × 10³ kgf/mm² 引張破断伸び：1.71 %
③ 中間素材作成法	主要工程 フオリフレンジ作成(DW法) → 予備乾燥 → 乾燥 × 分 100 °C × 0.5 H
④ 成形条件	1). キュア条件 (A法: 180-70 B法: 70Vス)  2) アフターキュア条件 (ア-70ン) 320 °C × 3 H

2 試験			
項目	目標性能	試験方法	試験結果
① 引張特性	・引張強度 (kgf/mm²) -60°C: 170 RT: 210 250°C: 190 ・引張弾性率 (kgf/mm²) RT: 15.5×10^3 ・伸率 (%) RT: 1.35	 (-60°C, RT 場合)  (250°C 場合) クロスヘッド速度 2 mm/min. (社内規格 CM0101) 引張強度: $\frac{P}{bh}$ (kgf/mm²) 引張弾性率: $\frac{P_{0.3}}{0.003bh}$ (kgf/mm²) 引張伸度; ストレンゲージ法 (P: 破断時の荷重) (P_{0.3}: 至 0.3% 時の荷重)	-60°C 224, 221, 222 → av. 222 RT 強度 187, 200, 220 198, 206 → av. 202 弾性率 15.1, 13.8, 13.6 12.9, 13.0 → av. 13.7 伸率 1.17, 1.35, 1.47 1.44, 1.47 → av. 1.38 250°C 190, 197, 209 → av. 199 (但し V_f = 68.8)
② 曲げ強度	・曲げ強度 (kgf/mm²) RT: 205 250°C (10分): 155 250°C (500hr): 135	三點曲げ法 (社内規格 CM0201)  クロスヘッド速度 2 mm/min スパン (L) 80 mm 加圧ニツケ 3.18R 支具ニツケ 3.18R 曲げ強度 = $\frac{3PL}{2bh^2}$ P: 曲げ応力	RT 254, 241, 239 → av. 245 250°C x 10 min 182, 170, 166 → av. 173 250°C x 500 hr 169, 160, 188 → av. 172
③ 層間せん断強度	・層間せん断強度 (kgf/mm²) RT: > 9	(社内規格 CM0301)  クロスヘッド速度 2 mm/min スパン (L) 10 mm 加圧ニツケ 3R 層間せん断強度 = $\frac{3P}{4bh}$	RT 7.1, 7.0, 6.4 → av. 6.8

項 目	目標性能	試 験 方 法	試 験 結 果
④ V_f	65% 以上	- 化学天秤により、試料の重量を計測する。 - 試料の密度を計測する。(JIS 7601 準拠) - ASTM D 3171-76 に準拠して、熱処理硫酸/過酸化水素水により、樹脂を分解する。 - 繊維を分別、洗浄、乾燥后、化学天秤により繊維重量を計測する。 - 次式により、V_f を算出する。... $V_f = \frac{\text{繊維重量} \times \text{試験片密度}}{\text{繊維密度} \times \text{試験片重量}} \times 100 (\%)$	65.2, 65.7, 62.3 → av. 64.4

3 使用試験器具

器具名称	仕様・概要	備 考
① 材料試験機	- 機器名称：テンシロン (東洋ホールディング) UTM-5T 型 - 荷重容量：5 トン	
② 化学天秤	- 最大秤量：200 g - 最小目盛：0.0001 g	

研究開発結果要約表

サブテーマ名		30)高性能素材の開発 1)マトリックス樹脂 2)耐熱性樹脂				
研究開発手法		マトリックス樹脂: ポリキネサリン系樹脂 (PPQ型)				
前提条件等		強化繊維: 東レ(株)製 トウレ T400 成形法: 試験片標準成形法 (プレス成形)				
研究開発結果	力学的性質	項目	試験方法	要求性能		試験結果
		0°引張強度 (10^3 kgf/mm^2)	 $\text{引張強度} = \frac{P}{b \cdot x}$ (kgf/mm^2) プレス速度: 10^{-2} mm/min	-60°C	170	166
				RT	210	166
				250°C	190	174
		0°引張弾性率 (10^3 kgf/mm^2)	$\text{引張弾性率} = \frac{P_{0.6} - P_{0.1}}{0.005 b \cdot x}$ $P_{0.6}$ = 歪み 0.6% 時の荷重 $P_{0.1}$ = 歪み 0.1% 時の荷重	RT	15.5	15.4
		0°破断伸び (%)	$\text{破断伸び} = \frac{\text{引張強度}}{\text{引張弾性率}} \times 100$	RT	1.35	1.08
		0°曲げ強度 (kgf/mm^2)	 スパン/厚さ比: 32 プレス速度: $2.0 \sim 2.5 \text{ mm/min}$	RT	205	150
				250°C (10min)	155	130
				250°C (500hr)	135	135
	1/5J (kgf/mm^2)	・3点曲げ(スパン/厚さ比 4) ・試験寸法 $2 \times 12.7 \times 2P$	RT	—	9.0	
	T_f (%)	・仕込み法	—	≥65	64.0	
	成形性	項目	要求性能	試験結果		
		成形品寸法	—	$210 \times 250 \text{ mm}$, 厚さ $1 \sim 2 \text{ mm}$		
		キュア	$290^\circ\text{C} \times 4\text{H}$, 14 kgf/cm^2	$320^\circ\text{C} \times 2\text{H}$, 30 kgf/cm^2		
		ポストキュア	$320^\circ\text{C} \times 6\text{H}$	なし		
所見等		引張り強度の低い原因は装置の不具合(専用装置でないため)による糸配列の乱れと成形性不良による成形時の欠陥(微欠陥)にある				

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 ポリキノキサリン系樹脂

研究開発実施者名 (財)次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

- 1). PPQの化学構造と耐熱性との関連について研究した結果、
図1に示すように、 T_g 300℃以上の耐熱性の良好なPPQが得ら
れることが分った。

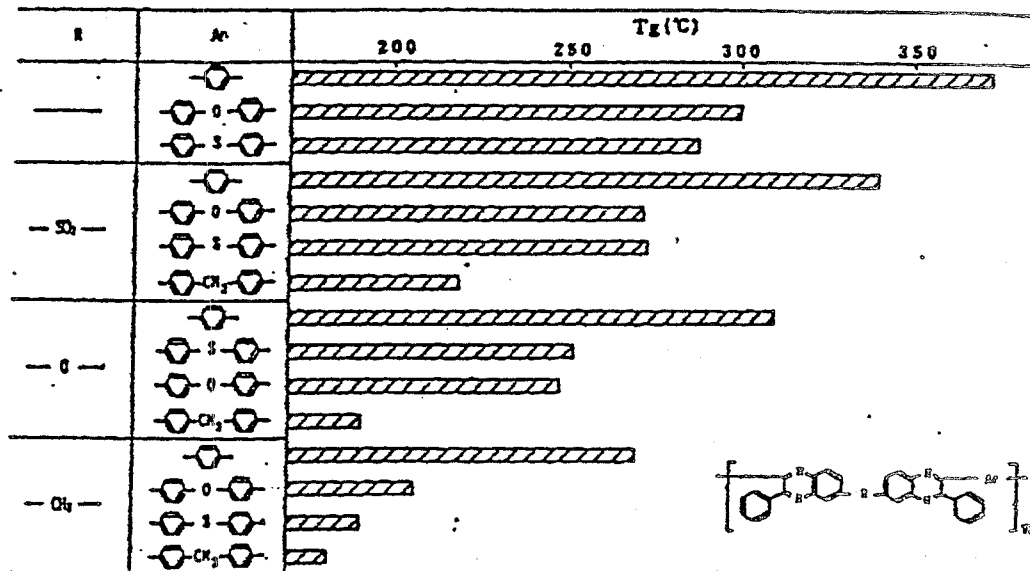
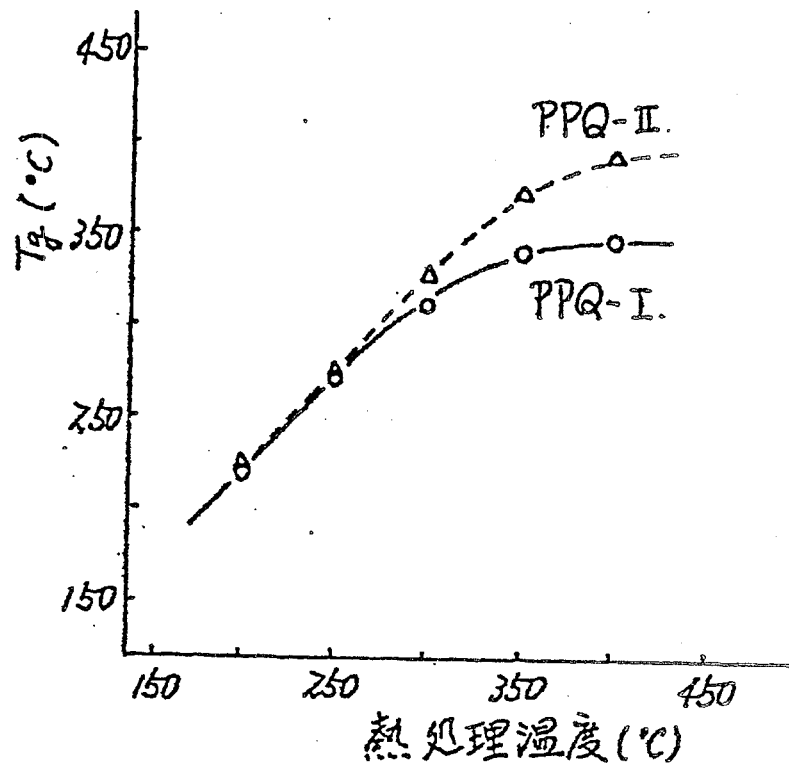


図 1. PPQの化学構造と T_g

- 2). これらの成果をもとに、CFRP用マトリックス樹脂として、PPQ-I
を開発した。PPQ-Iは180～220℃で流動性を有するので、
基本的には250℃成形可能であるが、流動性は残存溶剤の影響
を強く受けることが分った。
- 3). PPQの耐熱性並びに物性の向上を目的として、共重合による
改質を検討し、PPQ-IIを開発した。PPQ-IIは熱処理によ
って T_g が400℃程度になり、PPQ-Iに比べて50℃以上向上。



- 4) PPQ-I及びPPQ-IIについて複合材料物性の評価を行った。耐熱性は期待通り良好であったが、物性はポリイミド系に比べて低かった。この原因は成形時の樹脂の流動性が悪いためであることが分かった（成形品にはボイド等の欠陥が多い）。とくにPPQ-IIは環構造の形成に300~350°Cの高温が必要なため、縮合水の除去が困難であった。

* PPQに期待される利点。

PPQはポリイミド系に比べて耐酸化性、耐水性等が優れているので、耐環境性の点で有利である。さらにポリイミドの場合、イミド化反応が150~180°Cであるのに対し、PPQはバルク重合でも150°C以下で、メタクリレート中では室温で高重合化することから、低温成形樹脂の開発が期待できる。

3. 研究開発結果

(1). 実績のポイント(詳細別紙).

- ・力学特性は目標値をクリアするに到らなかった(79%).
- ・250℃耐熱性はT_g(340℃)並びに曲げ強度の保持率から確認できる.

(2). 注目すべき知見.

- ・高い力学特性を実現するためには良好な成形品を作ることもっとも重要である. そのためには樹脂の含浸性(とくに成形時の樹脂の流動性)が重要な要因である.
- ・プリプレグ中の残存溶剤(とくにNMP等の高沸点溶剤)は性能低下の原因となる.

(3). 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

- ・主鎖の化学構造の最適化(PPQ-I)(特許出願手続中).
- ・新規構造の導入による共重合PPQの開発(PPQ-II)(特許出願手続中).

(4). 特に効果を発揮した技術.

- ・樹脂の化学反応に対して1ステップや2ステップによる成形条件の最適化(PPQ-IIの場合).

(5). 未到達事項の問題点と解決の目途.

- PPQの最大の問題点は樹脂の流動性が悪いことであり、対策としては、(a)付加重合型樹脂への改質と(b)主鎖構造の最適化(共重合による改質)が考えられる. これらの対策において複合材料物性は大幅に向上するものと期待される.

- ◎ PPQの付加重合型樹脂への改質研究にあたっては、別途開発を進めて来た末端基制御型ポリイミド樹脂の研究によって得られた成果をトランスファーし(具体的にはF-5化合物の利用等)、効率の良い研究開発を目指す。

(6) 先行技術・特許の状況。

1) 特許 (日本には障害となる特許は見当たらない)

USP 3,661,850 (1970.7.16出願) PPQの製法。

3,748,307 (1972.4.3.)  R-末端

3,975,444 (1975.5.19.)

4,098,825 (1977.1.24.) $\text{CH}\equiv\text{C}-\text{R}$ 末端

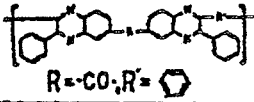
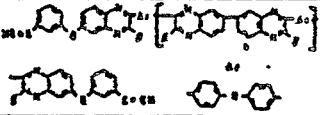
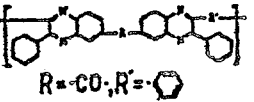
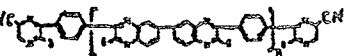
4,147,868 (1978.1.19.)

2) 先行技術

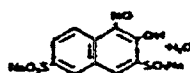
別表(次頁)にまとめ通り、 $-\text{R}-\text{CN}$ 末端 PPQの物性が高いが、総じて低物性。NASA及び民間ではBoeing社が研究している。

(7) 原料事情

- ・I期は全て実験室レベルで合成または委託合成に來たが、II期はスケールアップが必要。調査の結果特定のグリッドサリルはフランスのIFPから購入できることになったが試験生産のため高価(30万円/kg)。テトラアミンは国内委託生産の線を検討中。いずれにしても当分は開発段階のため原料は高価。

REFERENCES	Flexural(MPa)	ILSS(MPa)	STRUCTURE
SAMPE,19,146(1974)	837	43	 R = -CO-, R' = 
J. Applied Polymer Sci.,17, 3235(1973)	1283	103	ibid
SAMPE,20,315(1975)	803	32	Copolymer
	796~1052	32~53	?
SAMPE,21,83(1976)	1050	103	 R = -CO-, R' = 
SAMPE,8,114(1976)	1283	103	 R = -CO-, R' = 
	1667	62	

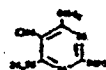
		877	
11,470-7	2-Nitroso-1-naphthol, 95% [732-53-6]	10g	\$ 9.00
*	ONC ₆ H ₄ OH FW 173.17 mp 158-158° (dec.) Beil. 7,715 NMR 5,142D IR 3,802G RTECS# QL4550000 Disp. C For the histochemical demonstration of tyrosine residues by fluorescence. <i>Histochemistry</i> , 58, 39 (1976). <i>J. Histochem.</i> <i>Cytochem.</i> , 28, 401 (1980).	50g	32.00
N2,538-9	1-Nitroso-2-naphthol-3,6-disulfonic acid, disodium	100g	21.00
*	salt hydrate [525-05-3] (nitroso-R-salt) FW 377.26 mp > 300° Beil. 11(2),190 Merck Index 9,6463 NMR 10,30A IR 3,1159F Disp. C	500g	53.55
17,506-4	Nitrosonium tetrafluoroborate [14635-75-7]	25g	43.45
*	NOBF ₄ FW 116.81 Fieser 1,747 4,360 7,253 8,364 Merck Index 9,6469 Disp. N CORROSIVE MOISTURE-SENSITIVE	50g	63.95
11,709-9	p-Nitrosophenol [104-91-6]	25g	8.20
*	ONC ₆ H ₄ OH FW 123.11 mp 132-134° (dec.) Beil. 7,522 Merck Index 9,6462 NMR 5,142A IR 3,801G RTECS# SM4725000 Sax 5,868 Disp. C FLAMMABLE SOLID TOXIC Moist solid containing 40% water	100g	20.90
15,824-0	1-Nitrosopyrrolidine [930-55-2]	10g	9.15
*	FW 100.12 bp 214° n _D 1.4896 d 1.085 Fp 182°F (83°C) Beil. 20,6 IR 3,234F RTECS# UY1575000 Disp. C CANCER SUSPECT AGENT TOXIC Nitroso-R-salt, see N2538-9, 1-Nitroso-2-naphthol-3,6- disulfonic acid, disodium salt	50g	30.45
N2,640-7	2-Nitrosotoluene, 97% [611-23-7]	5g	11.50
	CH ₃ C ₆ H ₄ NO FW 121.14 mp 72-75° Beil. 5,317 NMR 5,141B IR 3,801B RTECS# XT3400000 Disp. C	25g	38.65
19,420-4	5-Nitroso-2,4,6-triaminopyrimidine [1006-23-7]	25g	12.85
*	FW 154.13 mp > 300° IR 3,1368E Disp. C		
N2,680-6	β-Nitrostyrene, 97% [102-96-5]	25g	24.40
*	C ₆ H ₅ CH=CHNO ₂ FW 149.15 mp 56-58° bp 250-260° Beil. 5,478 Fieser 6,422 NMR 5,143B IR 3,803B RTECS# WL5450000 Disp. C LACHRYMATOR IRRITANT	100g	67.45
N2,660-1	3-Nitrostyrene, 97% [586-39-0]	25g	15.60
	H ₂ C=CHC ₆ H ₄ NO ₂ FW 149.15 mp 5° n _D 1.5840 d 1.070 Fp 225°F (107°C) Beil. 5,478 NMR 5,149A IR 3,807B Disp. C	10g	39.40
15,336-2	Nitrosulfonamide III, indicator grade [1564-89-2]	1g	15.40
	FW 822.61 λ _{max} 573(407)nm Disp. C,D For the rapid titrimetric determination of phosphates and sulfates.	5g	61.60
		10g	109.05
20,812-4	Nitrosylsulfuric acid, 95+ % [7782-78-7]	50g	22.10
*	HO ₂ SONO FW 127.08 Fieser 1,755 2,299 Merck Index 9,6468 Sax 5,869 Disp. I CORROSIVE TOXIC Nitrosyl tetrafluoroborate, see 17,506-4, Nitrosonium tetrafluoroborate	250g	85.50



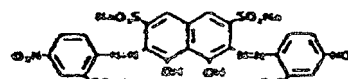
N2,538-9



15,824-0



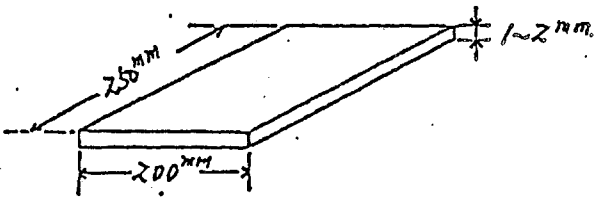
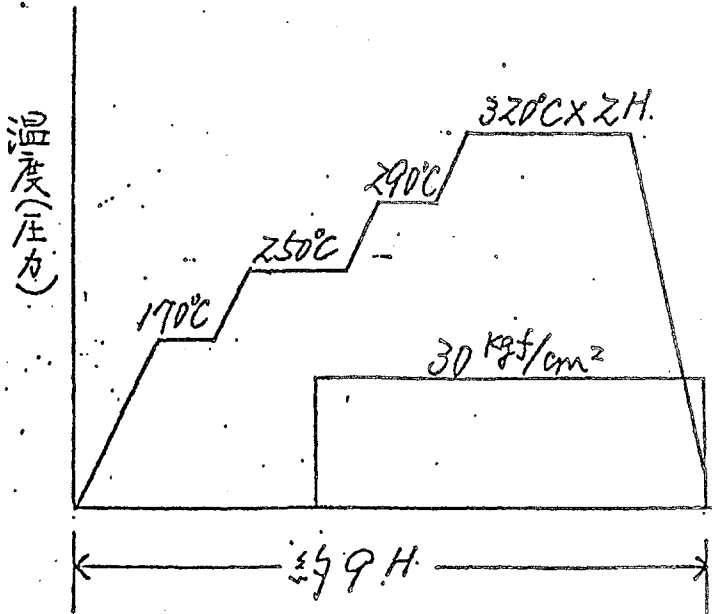
19,420-4



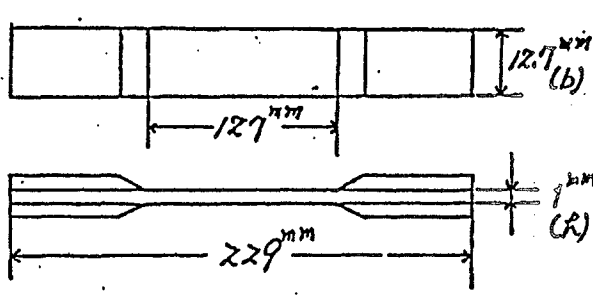
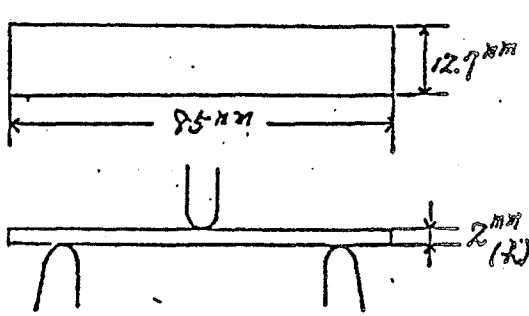
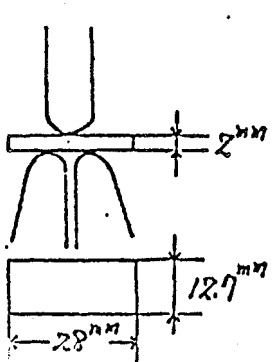
15,336-2

SEE PAGE F8 FOR RTECS# EXPLANATION

研究開発結果の詳細

3(1). 高性能素材の開発.	
サブリマテ: 1) マトリックス樹脂の開発. 2. 耐熱性樹脂. (PPQ型)	
項目	内容
① 形状・寸法	平板状試験片 
② 使用材料	マトリックス樹脂: ポリキチン系樹脂 (PPQ型) 強化繊維: 東レ(株) トレカ T400 (測定法: JIS R-7601 (1980)) 引張強度 : 420 kgf/mm^2 引張弾性率 : $24.0 \times 10^3 \text{ kgf/mm}^2$ 引張破断伸び : 1.75%
③ 中間素材作成法	・主要工程. プリプレグ作成(010法) → 予備乾燥(170°C×45分) → 本乾燥(320°C×2H)
④ 成形条件	プレス成形 

2. 試験

項 目	目標性能	試験方法	試験結果
① 0°引張り	○ 引張強度 (kgf/mm²) -60℃: 170 RT: 210 250: 190 ○ 引張弾性率 (kgf/mm²) RT: 15.5×10³ ○ 伸び (%) RT: 1.35	東規格 CF04R2C に準拠して測定する。  引張速度 1.0mm/min 引張強度 = $\frac{P}{b \cdot L}$ (kgf/mm²) 引張弾性率 = $\frac{P_{0.6} - P_{0.1}}{0.005 b \cdot L}$ (kgf/mm²) 引張破断伸び = $\frac{\text{強度}}{\text{弾性率}} \times 100$ (%) 但し p = 破断時の荷重 P_{0.6} = 歪み 0.6% 時の荷重 P_{0.1} = 歪み 0.1% 時の荷重	-60℃ 181.0 166.3 159.9 156.2 166 RT 163.4 15.8 1.03 182.6 15.1 1.21 165.4 15.6 1.06 154.2 15.0 1.03 166 15.4 1.08 HT 167.2 181.0 174
② 0°曲げ	○ 曲げ強度 (kgf/mm²) RT: 205 250℃: 155 (10分) 250℃: 135 (500H)	東規格 CF04R2C 法にて測定する。  スパン/厚さ比: 32 引張速度: 2.0~2.5mm/min	RT 150 156 X 150 153 250℃X10分 128 132 X 130 250℃X500H 150.1 136.9 X 135 129.3 125.3 133.3
③ ILSS	○ ILSS (kgf/mm²) RT: > 9	東規格 CF04R2C 法にて測定する。  スパン/厚さ比: 4 引張速度: 2.0~2.5mm/min	8.9 9.0 X=9.0

項 目	目標性能	試 験 方 法	試験結果
④ V _f .	65%以上.	仕込み法. ・フリップレグの目付及び硬化板の 厚さから計算により算出.	64.0%

3. 使用試験器械

器械名称	仕様概要	備考
① 材料試験機	・機器名称: オートグラフ (島津製作所) ・荷重容量: 10トン	
② 化学天秤	・最大秤量: 160g ・最小目盛: 0.0001g	

番号

	11	12	1	2	3
PPQ-1のコンポジット物性評価		→			
PPQ-2の合成		→			
PPQ-2のコンポジット物性評価			→		

研究開発項目名 マトリックス樹脂の開発（熱可塑性樹脂）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

既存各種エンジニアリング・プラスチックについて、宇宙構造物等に用いられる炭素繊維複合材料のマトリックス樹脂としての可能性の有無を検討する。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和56年度：目標へのアプローチ手段の探索

昭和57年度：東レT300を強化繊維とし、つぎのエンジニアリング・プラスチックをマトリックスとした一方向複合材料の試作研究

ポリスルホン（PS）

ポリエーテルスルホン（PES）

ポリカーボネート（PC）

ナイロン66（N66）

ポリフェニレンスルフィド（PPS）

4. 第一期の実績のポイント

−60℃～+100℃の温度範囲において、炭素繊維複合材料用マトリックス樹脂としてはポリエーテルスルホン（PES）、ポリスルホン（PS）が有望であり、耐熱性ではPESが、プロセス性、複合材料力学特性ではPSが優れている。

3(1). 高性能素材の開発. 3). 熱可塑性樹脂

研究開発手法

マトリックス樹脂: 熱可塑性樹脂

前提条件等

強化繊維: 東レ製 T300 BW #7371

成形法: 試験片標準成形法

研究開発結果	力学物性値	一方向性	項目	温度(°C)	ポリスルホン	ポリエーテルスルホン
			0°引張り* 強度 弾性率 伸び	RT	167	146
				RT	14.6	14.3
				RT		
			0°曲げ* 強度 弾性率	RT	180	161
				RT	13.5	13.2
		ILSS (kgf/mm ²)	—	9.5	8.1	
		VT (%)	—	60.2	59.7	
		7口ス 校	曲げ強度 (kgf/mm ²)	RT	84.7	77.4
				100	72.6	65.7
				150	57.5	62.1
				200	—	34.8
			曲げ弾性率 (10 ³ kgf/mm ²)	RT	6.0	5.7
				100	6.0	5.7
				150	5.9	5.7
				200	—	5.5
		ILSS (kgf/mm ²)	—	6.2	7.0	
		VT (%)	—	58.2	57.2	
	成形性	プレス成形	成形温度	330°C	350°C	
			成形圧力	30 kgf/cm ²	30 kgf/cm ²	
所見等						

* 単位: 強度 kgf/mm², 弾性率 10³ kgf/mm², 伸び %

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 マトリックス樹脂の開発（熱可塑性樹脂）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

1). 熱可塑性樹脂複合材料は、熱硬化性樹脂複合材料に比べて、下記の特徴を有することから、宇宙機器用途に有望であることが分った。

・熱可塑性樹脂複合材料の利点

- ・プリプレグに可使用期間がない。
- ・プリプレグを加熱賦形・冷却するだけで成形できるので、成形サイクルが早い。
- ・接着剤を使用せずに加熱融着によって接着できる。

2). これらの成果をもとに、既存の各種エンジニアリングプラスチックについて、炭素繊維複合材料用マトリックス樹脂としての可能性を検討した結果、熱可塑性樹脂としてはポリエーテルスルホンとポリスルホンが有望なことが分った（表1.ス）。

表 1. 熱可塑性樹脂複合材料の成形条件

項目 樹脂	プレス成形条件		文献にみられる成形条件	
	成形温度(℃)	成形圧力(kg/cm ²)	成形温度(℃)	成形圧力(kg/cm ²)
N46	270	7	250～280	3.5
PS	330	30	290～370	10～14
PES	350	30	290～340	14
PPS	350	60	320	10～14
PC	260	15	260	7

表 1.1.1-31 炭素繊維複合材料物性

項目	温度 ℃	PES	PS	PC	N66	PPS
曲げ強度 (kgf/cm ²)	23	77.4	84.7	78.0	86.8	86.4
	100	65.7	72.8	57.1	46.2	48.0
	150	52.1	57.5	3.2	34.9	28.6
	200	34.8	1.9	—	26.3	11.5
曲げ弾性率 (10 ³ kgf/cm ²)	23	5.55	5.96	5.73	5.44	5.54
	100	5.56	5.98	5.63	5.23	5.43
	150	5.56	5.88	1.65	4.62	5.00
	200	5.45	1.3	—	4.31	4.07
ILSS (kgf/cm ²)	23	7.0	5.2	4.9	7.4	7.1
VI (%)		57.2	58.2	57.5	58.5	57.8

VI 60%炭素繊維

- 3) そこでさらにポリエーテルスルホンとポリスルホンについて比較検討を行った結果、耐熱性ではポリエーテルスルホンが優れているが、プロセス性並びに複合材料物性の点ではポリスルホンが優れていることが分った。

3. 研究開発結果

(1). 実績のポイント(詳細別紙).

- ・熱可塑性樹脂複合材料の力学的特性は熱硬化性樹脂複合材料(とくにエポキシ樹脂)に比べて劣る。
- ・耐熱性は150~180℃が限界。

(2). 注目すべき知見.

成形には高温・高圧が必要であるが、成形時間は熱硬化性樹脂に比べて短い。短時間成形用材料として有望。

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術とくになし。

(4) 特に効果を発揮した技術。

- ・強化繊維中に樹脂を完全に含浸させることがポイント。
- ・樹脂を含浸させる手技として溶剤を用いる方法は性能(力学特性)低下の原因となる。

(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

既存のエンジニアリングプラスチックでは力学特性・耐熱性の点で限界がある。オニ期は斬新高性能樹脂開発の一環として可能性の探索を行う。

昭和57年度研究結果

表1.1.1-30 熱可塑性樹脂複合材料の成形条件

項目	樹脂		ノブス成形条件		文献にみられる成形条件	
	成形温度(℃)	成形圧力(kgf/cm ²)	成形温度(℃)	成形圧力(kgf/cm ²)	成形温度(℃)	成形圧力(kgf/cm ²)
N66	270	7	250~280	3.5		
PS	330	30	290~370	10~14		
PES	350	30	290~340	14		
PFS	350	60	320	10~14		
PC	260	15	260	7		

表1.1.1-31 炭素繊維複合材料物性

項目	樹脂	炭素繊維複合材料物性		炭素繊維複合材料物性		炭素繊維複合材料物性		炭素繊維複合材料物性	
		強度(kgf/cm ²)	弾性率(kgf/cm ²)	強度(kgf/cm ²)	弾性率(kgf/cm ²)	強度(kgf/cm ²)	弾性率(kgf/cm ²)	強度(kgf/cm ²)	弾性率(kgf/cm ²)
項目	樹脂	強度(kgf/cm ²)	弾性率(kgf/cm ²)	強度(kgf/cm ²)	弾性率(kgf/cm ²)	強度(kgf/cm ²)	弾性率(kgf/cm ²)	強度(kgf/cm ²)	弾性率(kgf/cm ²)
23	7.4	8.47	7.50	8.68	8.64	23	5.66	5.98	5.73
100	6.57	7.26	5.71	4.62	4.80	100	5.66	5.98	5.63
150	6.21	5.75	3.2	3.49	2.86	150	5.66	5.88	4.62
200	3.48	1.9	—	2.63	1.15	200	5.45	1.3	—
23	5.66	5.98	5.73	5.44	5.84	23	5.66	5.98	5.43
100	5.66	5.98	5.63	5.23	5.43	100	5.66	5.98	5.43
150	5.66	5.88	1.65	4.62	5.00	150	5.66	5.88	4.62
200	5.45	1.3	—	4.33	4.07	200	5.45	1.3	—
23	7.0	5.2	4.9	7.4	7.1	23	7.0	5.2	4.9
23	5.72	5.82	5.75	5.85	5.75	23	5.72	5.82	5.75

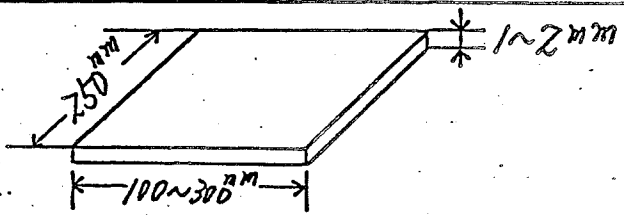
V1 60%炭素繊維

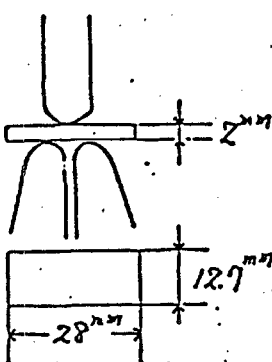
研究開発結果

3(1) 高性能素材の開発

サブテーマ 1. マトリックス樹脂の開発 - 3 熱可塑性樹脂

1. 供試体

項目	内容
① 形状・寸法	平板状試験片 
② 使用材料	マトリックス樹脂: ポリスルホン (UCC社 P1700) ポリエーテルスルホン (ICI社 100P) 強化繊維: 東レ(株) トレカ T300 トレカクロス #1373
③ 中間素材作成法	主要工程 707 プレグ作成 (手含浸) → 乾燥 (80°C x 16時間)
④ 成形条件	A: ポリスルホン 金型温度: 330°C 圧力: 30 kgf/cm² 時間: 15分 B: ポリエーテルスルホン 金型温度: 350°C 圧力: 30 kgf/cm² 時間: 15分

③ 1LSS	 東V規格 CF04RZC 法にて測定する。 スパン/分比: 4 10スパン/分速度: 2.0~2.5 mm/min	一方向性 <table><tr><td>PS</td><td>PES</td></tr><tr><td>9.5</td><td>8.1</td></tr></table> 70スパン <table><tr><td>PS</td><td>PES</td></tr><tr><td>6.2</td><td>7.0</td></tr></table>	PS	PES	9.5	8.1	PS	PES	6.2	7.0
PS	PES									
9.5	8.1									
PS	PES									
6.2	7.0									
④ Vf	東V社内規格 CF04RZC に 対 燃焼法	一方向性 <table><tr><td>PS</td><td>PES</td></tr><tr><td>60.2</td><td>59.7</td></tr></table> 70スパン <table><tr><td>PS</td><td>PES</td></tr><tr><td>58.2</td><td>57.2</td></tr></table>	PS	PES	60.2	59.7	PS	PES	58.2	57.2
PS	PES									
60.2	59.7									
PS	PES									
58.2	57.2									

3. 使用機器

器材名称	仕様概要	備考
① 材料試験機	・機器名称: オートグラフ (島津製作所) ・荷重容量: 10トン	
② 化学天秤	・最大秤量: 160g ・最小目盛: 0.0001g	

研究開発項目名 繊維の表面改質（炭素繊維）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和57年度

2. 第一期目標のポイント

「マトリックス樹脂の開発」の対象とする炭素繊維（東レT300及びT400）のこの研究で開発されるマトリックス樹脂との接着性が現行表面改質処理（表面酸化法）で充分であるか否かを確かめる。

評価基準は一方向複合材の層間せん断強度が米国の耐熱CFRPに対する要求値並であることとする。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和56年度：既存エポキシ樹脂との適合性の確認試験

昭和57年度：東レT300と新開発耐熱樹脂との適合性の研究

4. 第一期の実績のポイント

昭和57年度までに東レT300の現行表面処理は高温及び吸水状態における力学特性、層間せん断強度についてエポキシ樹脂並びにポリイミド樹脂との接着性に有意義な不具合点が認められず、研究は一応中断されたが、昭和58年度には強化繊維をT400とした各種耐熱樹脂の開発に当り一方向複合材の層間せん断強度の測定が行われるので、その結果によって再評価した結果、一部試験片が成形上の問題（ボイド）のため評価の対象とならなかった他は何れも目標を達成していることが確認された。

研究開発結果要約表

サブテーマ名		3.(1) 高性能素材の開発 2). 繊維の表面改質. -1. 炭素繊維.		
研究開発手法		ILSS(3点曲げショートビーム法)による評価.		
前提条件等		強化繊維: 東レ(株)製ト力 T400 成形法: 試験片標準成形法.		
研究 開発 結果	区分	要求性能	マトリックス樹脂	試験結果.
	エポキシ系樹脂	ILSS $\geq 11.0 \text{ kgf/mm}^2$	PGP 型	12.0
			PGN 型	13.5
			PGI 型	12.1
	耐熱性樹脂	ILSS $\geq 9.0 \text{ kgf/mm}^2$	TP1 型	11.5
			OP1 型	16.5
			MP1 型	6.8
			PPQ 型	9.0
所見等		PPQ 型の ILSS が低いのは、試験片のボイドが多いため.		

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 繊維の表面改質（炭素繊維）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和57年度

2. 研究開発手法、前提条件等

1) 炭素繊維トレカT300と既存のエポキシ樹脂との適合性の確認試験を行った。その結果、高温及び吸水状態における物特性、層間せん断強度（ILSS）に関して、繊維と樹脂との接着性に起因する有意義な不具合点は認められなかった。一方、複合材料の曲げ破断面におけるSEM観察の結果から、繊維と樹脂との接着性に関しては、基本的に問題のない事が確認できた。

2) オ1期に開発した高耐熱性樹脂（PPI型、MPI型）とトレカT300との接着性に関して実施した確認試験でも、繊維と樹脂との接着性に関しては、基本的に問題のないことが確認できた。

3) さらにオ1期で開発した高耐熱性樹脂とトレカT400との接着性を層間せん断強度の点から評価したが、繊維と樹脂との接着性に関しては、基本的に問題ないことが分かった。

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント（詳細別紙）

いずれの樹脂も目標をクリアした。

(2) 注目すべき知見

現行の炭素繊維の表面特性に関しては次世代で開発中の高耐熱性樹脂に関しても、基本的には問題のないことが確認できた。

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

とくになり。

(4) 特に効果も発揮した技術

とくになり。

(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

現行炭素繊維と新規高耐熱性樹脂との適合性に関しては、今後の樹脂開発研究の中で検証していく。

要

旨

研究開発項目名 繊維の表面改質（アラミド繊維）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

強化繊維とマトリックス樹脂との接着性向上を目的として、強化繊維の表面改質に関する基礎研究を行なう。

アラミド繊維、とくにHM-50繊維のもつ引張強さ、衝撃強さなどの強さをコンポジット特性にもっとも効果的に発現させるためには、表面接着性の向上が必須条件であり、HM-50繊維の表面処理によってアラミド繊維の強さを増強するための改質技術を探査することを第一期の目標とする。

3. 各年度の実施計画のポイント

56年度：アラミド繊維の表面改質技術に関する解析・探索を行ない、問題点を明確にする。

57年度：HM-50繊維の現状把握および改質技術の探索を実施し、接着性向上策の方向づけを行なう。

58年度：HM-50繊維の表面改質技術の改良・展開により、接着性向上を達成する。

4. 第一期の実績のポイント

(1) アラミド繊維の表面改質技術の探索により、表面の活性機能を化学的に活用ないし創出することは、接着性向上の有効な手段であると判断した。

(2) 種々の化学的改質法を検討した結果、下記3つのアプローチがHM-50繊維の接着性向上に効果的であることを見出し、改質の方向づけを行なった。

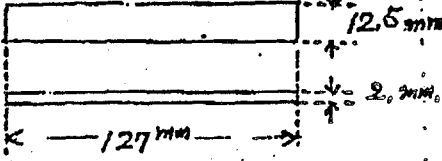
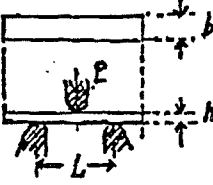
① アラミドポリマープレコーティング（たとえば、ポリマーCなど）

② 極性溶剤処理（たとえば、溶剤N、溶剤Dなど）

③ 試薬N処理

(3) 上記のような改質法の要因分析および展開を試みた結果、コンポジット（マトリックス：エポキシ樹脂）の層間せん断強さが20%の改善を達成した（

研究開発結果要約表

サブテーマ名		3.(1)高性能素材の開発 ②繊維の表面改質 ③アライメント				
研究開発手法		HM-50繊維の化学的処理法				
前 提 条 件 等	使用材料	強化繊維: HM-50繊維 (標準: 1500 de/1000fil.) マトリックス樹脂: エポキシ樹脂				
	供試体形状	一方向性ガラス繊維シート (試験片) 				
	供試体特性					
	成形条件	項目	温度 (°C)	圧力 (kgf/cm²)	時間 (hr.)	備考
		ガラス	160	スロー使用	0.5	
		ガラス	160		2.0	
研 究 開 発 結 果	項 目	試験方法	要求性能	試験結果		
	①層間せん断強度 (kgf/mm²)	3点曲げ法  $b = 12.7 \text{ mm}$ $h = 2 \text{ mm}$ $L = 8 \text{ mm}$ $(L/h = 4)$	R.T. 7 kgf/mm²	7.2 kgf/mm²		
所 見 等						

%

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 繊維の表面改質（アラミド繊維：HM-50）研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

(1) アプローチ区分

HM-50繊維の接着性向上を目的として、表面改質として化学的処理を中心とした表面処理を試み、コンポジットの層間せん断強度の向上を実施する。

(2) 化学的処理の実施

種々の繊維表面処理を試みた。その概要は以下の通りである。

- ① 通常の溶剤処理（繫糸用油剤の除去を含む）により、層間せん断強度は数%の改善を達成した。
- ② 特定の極性溶剤（溶剤N、溶剤Dなど）処理により、繊維表面の膨潤状態をひきおこし表面若性化に有効であることを見出した。
- ③ 通常の樹脂（エポキシ系、ポリウレタン系など）のプレコーティングにより、接着性は数%改善した。
- ④ HM-50繊維と同族ポリマー（溶液）のプレコーティングは層間せん断強度で15%前後の上昇を見せた。
- ⑤ エッチング作用をもつ特殊試薬（試薬Nなど）処理により、層間せん断強度は15%前後の上昇を見せた。
- ⑥ 上記の処理の組合せにより、層間せん断強度で25～30%の改善を示すことを見出した。

(3) コンポジットの層間せん断強度の改善

上述のように特定の化学処理の組合せによって、HM-50繊維（処理）/エポキシ樹脂系コンポジットの層間せん断強度を 7.2 kgf/mm^2 まで上昇させることが可能となった。（目標性能 7.0 kgf/mm^2 ）

(4) 新規開発の耐熱マトリックスへの適用によって上述の化学的処理効果を確実とする予定である。

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント

本研究は、アラミド繊維と樹脂との接着性向上に各種の繊維表面改質法が有効であることに着目し、HM-50繊維に対して多種の化学的処理を試みてきたものである。

HM-50繊維の表面を活性状態にするために有効な手段は、① 特定の極性溶剤による処理、② 特殊なエッチング効果をもつ試薬による処理、などであり、(〔図1〕及び〔図2〕参照)、さらに、これら処理を特定して組合せることによって接着性の向上を達成することができた。(〔表1〕及び〔表2〕)

すなわち、アラミド繊維に関しての世界的水準(Kevlar)から設定した目標性能 7.0 kgf/mm^2 を凌駕する実績を得た。

(2) 注目すべき知見

HM-50繊維の表面活性化処理に際し、繊維自身の強度特性を低下させずに表面層を改質することを試みたところ、試薬Nで代表される特定の試薬を用いる処理によって所期の目的達成に有効であるという知見を得た。

(3) 特微的技術

本研究で実施した改質技術のポイントのひとつに、中間素材化工程におけるマトリックス樹脂含浸に先立って連続的に処理するのが好ましい選擇であることがあげられる。

(4) 特に効果を発揮した技術

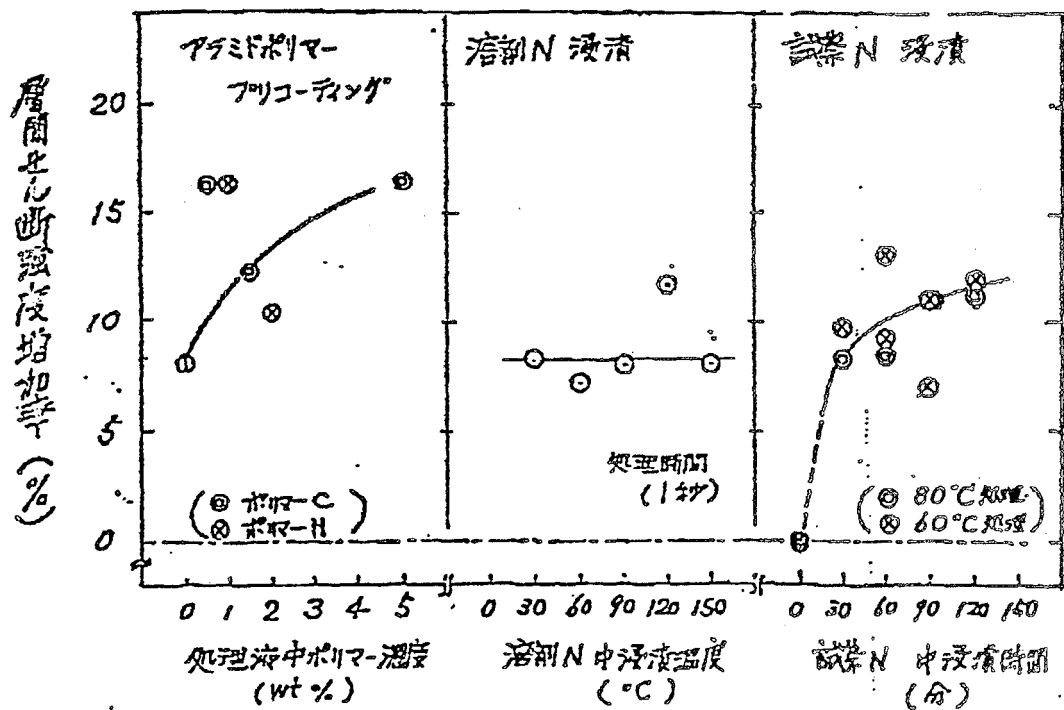
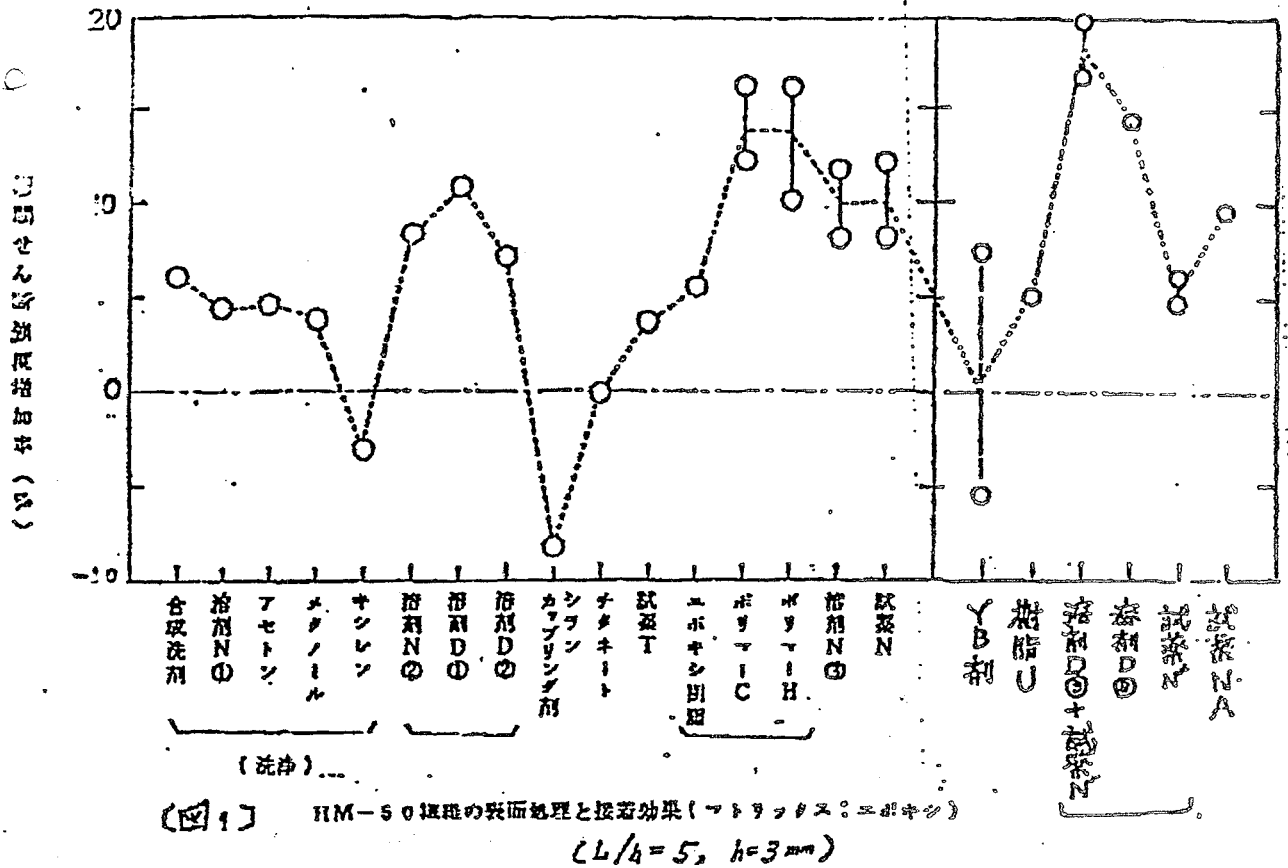
HM-50繊維の接着性を向上させることを目的として実施したいくつかの化学的処理の中でも〔表-1〕及び〔表2〕に示したように特定の極性溶剤による処理の寄与率がまわめて大きいことを見出した。

(5) 問題点と解決策

上述してきたように、いくつかの特定の化学的処理によってHM-50繊維の接着性を改善しコンポジットの層間せん断強度において目標性能を達成することができた。したがって問題点ではないが、今後の展開課題としては、これらの技術を現在開発中の新規樹脂に適用して効果を検証するとともに処理条件をさらに適正化することによって一層の接着性向上を確認してゆくことがあげられる。

所見等

- 1) アラミド繊維としてのHM-50繊維に対していくつかの特定の化学的処理を実施し、エポキシ樹脂(現行)系コンポジットにおける層間せん断強度を評価したところ、特定の組合せによって、 $\sim 30\%$ の改善を実現することを確認した。
- 2) すなわち、第一期の目標性能 7.0 kgf/mm^2 を超える処理方法が存在する二つが示された。
- 3) 上述の結果はいずれも通常のエポキシ樹脂をマトリックスとするコンポジットにおいて得られた成果である。したがって、今後の課題は現在研究開発中の新規耐熱樹脂への技術転移にあると考えている。



*) 未処理 HM-50 繊維 (77-77)

No.	表面改質		処理	温度/時間	Kg _f /mm ²	増加率 (%)
	試薬 N	溶剤 D				
1*)	—	—	—	—	5.59	—
2	80°C, 2hr	RT, 1min	—	—	6.88	+ 23.1
3	—	—	80°C, 1hr	—	6.99	+ 25.0
4	60°C, 1hr	—	—	—	6.51	+ 16.5
5	—	80°C, 1hr	—	—	7.19	+ 28.6
6	—	—	80°C, 1hr	—	7.18	+ 28.4
7	—	—	—	—	7.21	+ 28.0

[表 2] HM-50 繊維の表面改質と層間せん断強度 (*02)
(211-772: エポキシ, V_f 60%)

*) 未処理 HM-50 繊維 (77-77)

No.	表面改質		溶剤 D 処理	試薬 N 処理	Kg _f /mm ²	増加率 (%)
	溶剤洗浄	溶剤 D				
1*)	—	—	—	—	5.56	—
2	—	—	—	—	6.54	+ 17.6
3	—	—	—	—	6.07	+ 9.7
4	—	—	—	—	6.88	+ 23.7
5	—	—	—	—	5.14	- 7.6
6	—	—	—	—	6.45	+ 16.0
7	—	—	—	—	5.62	+ 1.1
8	—	—	—	—	6.67	+ 20.0

[表 1] HM-50 繊維の表面改質と層間せん断強度 (*01)
(211-772: エポキシ, V_f 60%)

研究開発結果

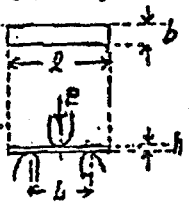
3. (1) 高性能系材の開発 2) 繊維の表面改質

サブテーマ名. ③ アラジ繊維: HM-50

1. 供試体

項 目	内 容
① 形状	a) 表面処理 HM-50 繊維 (ホビソ) b) 成形片 (標準試験片) 150 × 12.7 × 2 mm (断片 12.5 × 12.7 × 2 mm.)
② 使用材料	a) HM-50 繊維: ヤーノ 標準 1500 de/1000 fil. (他例として 1000 de/666 fil., 250 de/166 fil. など)
③ 処理条件	a) 手法及び処理剤 化学処理 (溶剤系, 試薬系, 有機脂フコート.) b) 処理条件 常温, ~80°C (加温). 連続 非はバッチ方式

2. 試験

項 目	目標性能	試験方法	試験結果
① 層間せん断強度 (kgf/mm ²)	R.T. 7 kgf/mm ²	市人 KS2-S 法 (3点曲げ法) a) 形状・寸法  $\begin{cases} b = 12.7 \text{ mm} \\ l = 25-50 \text{ mm} \\ h = 2 \text{ mm} \\ L = 8 \text{ mm} \\ L/h = 4 \end{cases}$ b) クロスヘッド速度 5 mm/min. c) 算出方式 $\text{層間せん断強度} = \frac{3P}{4bh} \quad (\text{kgf/mm}^2)$ (ILSS)	1) 処理-1. $\begin{cases} \text{① 試薬 N.} \\ \text{② 溶剤 D.} \\ \text{③ 樹脂 E.} \end{cases}$ 処理. ILSS = 7.2 kgf/mm ² 2) 処理-2. $\begin{cases} \text{① 試薬 N.} \\ \text{② 溶剤 D.} \end{cases}$ 処理 ILSS = 7.0 kgf/mm ²

3. 使用試験装置

装置名	仕様概要	備考
大型万能試験装置	UTM-10T型 (東洋ボールドウィン) (定電 10トン)	ロードセル 500kg 使用.

要旨

研究開発項目 中間素材の開発(炭素繊維三次元織物)

研究開発実施者 繊維高分子材料研究所

1. 研究開発期間. 昭和57年度 ~ 昭和58年度.

2. 第一期目標のポイント.

製品に要求される性能(機械的, 熱的)及び形態に応じた繊維(又は糸)の配列と組織を有する三次元(3-D)織物複合材料の3-D織物の開発を目指す。

① 織物の糸(炭素繊維ロービング)配列密度, 組織及び成形条件(樹脂含浸条件)と複合効果の関係を調べ3-D織物の設計及び複合材料の性能向上のための資料を得る。

② 縦, 横, 高さ又は円周, 半径, 長さ方向の糸が任意に転位蛇行した三次元的組織を有し, 柱状又は環状等の立体賦形の織物を製織できる3-D織物織成装置を考案し設計する。

3. 各年度の実施計画ポイント.

57年度: 糸の交点が通常の織物のように組織した3-D織物の製織法の開発と, その方法を用いて試織した3-D織物複合材料の諸条件(組織, 密度等)と力学特性の関係を求める。また織物を構成する要素部の力学的特性についても調べる。

58年度: 前年度に引き続いて3-D織物複合材料の力学特性を調べると共に環状等立体形状賦形の可能な三次元組織体の製織装置を開発するための予備実験と装置の設計を行う。

4. 第一期の実績のポイント.

① 組織状態の異なる3-D織物を試織し, 成形した複合材料の力学的性質は織物の繊維配列に直線部のみ組織のものが圧縮強度及び弾性率において大きな値が得られた。ロービング配列密度の異なる種々の格子状3-D織物複合材料は曲げ, 圧縮に対して大きな比強度, 比弾性率が得られ, これらの値は一般的傾向として配列密度が小さくなるにつれて増加する。またこの材料の欠点に弱い欠点は材料の外周に補助ロービングを配することにより解決できることがわかった。

② 絡み組織の3-D織物は直交組織のものより優れたアフレ-ヴォレ特性を示した。

③ 環状, 異形断面柱状織物の織成機構の考案と装置の設計を行った。この機構の主要部の一部を設計試作し, 問題点の把握と改造により製織の可能性を確認した。83

研究開発結果要約表

サブテーマ名		3(1) 高性能素材の開発 3) 中間素材の開発		
研究開発手法		三次元織物		
前提条件等	複合材料	使用材料	強化繊維; 炭素繊維 (東邦レーヨン製 ベスファイト, 12,000f) マトリックス樹脂; エポキシ樹脂 (江化工業製 エピコート 828)	
		供試体形状	 (主方向繊維 250mm) 四角試験片 圧縮試験片 捻り試験片	
		供試体特性	① 炭素繊維ロービングを用いた絡み面隔の異なる三種類の3-D織物, 及びロービングの配列密度の異なる四種類の3-D織物に樹脂含浸した複合材料。 (2) ロービング配列ピッチが10mmの格子状多孔3-D織物複合材及びこれに補強ロービングを配した複合材料	
	成形条件	3-D織物を樹脂液槽に浸せきした後、槽より取り出し、室温で48時間放置、80℃のもで8時間加熱硬化		
	アブレーション特性の検討	使用材料	強化繊維; 炭素繊維 (東邦レーヨン製 ベスファイト, 12,000f) マトリックス樹脂; フェノール樹脂 (大日本インキ製、プロイネフェン5900)	
		供試体形状	50mm x 25mm x 100mm	
供試体特性		組織 (直交組織) (絡み組織) ロービングの配列密度 直交組織, 絡み組織共に4本/cm		
成形条件	樹脂含浸後の3-D織物を100℃で4時間加熱処理後160℃で24時間キュア			
三次元織物の織成方法		縦、横、高、又は円周、半径、長手方向のロービング(糸)が任意に転位蛇行して組織し、柱状、環状等の立体賦形の織物を製織できる機構の開発と設計。		
要求性能等		試験法等	結果	
研究開発結果	複合材料	機械的特性	① 絡みピッチの異なる三種類の3-D織物複合材では、見掛け比重は約0.48で曲げ強度4kg/mm ² 圧縮強度3.5kg/mm ² の値が得られた。 ② 種々の配列密度の格子状多孔3-D織物複合材は大きな比強度、比弾性率が得られる。 ③ 3-D織物複合材の捻り剛性は補助ロービングを配するにより向上する(実験例にて約6倍)。	
		アブレーション特性	絡み組織の3-D織物複合材は直交組織のものより、アブレーションに優れた性能を示す。絡み組織の試験片は高温放射炎(理論燃焼温度3000℃)より160mmの位置で120秒、70mmの位置で60秒間にかたまり形状上の変化を認めなかった。	
	三次元織物の織成方法	糸配列、組織、及び形状に多様性を有する織成法と機構の設計	機構の考察とその動作の確認	製織中に、糸の配列密度と組織の変異、曲面の形成ができて、円柱、環状の試験片が可能なる3-D織物織成法を考察した。この機構の主要部の一部を試作し、その製織動作の多様性も確認した。

研究開発実績

研究開発項目名 中間素材の開発(炭素繊維三次元織物)
研究開発実施者名 繊維高分子材料研究所

1. 研究開発期間 昭和57年度～昭和58年度
2. 研究開発手法, 前提条件等

2-1. 研究開発手法

三次元織物

三次元(3-D)織物を素材とした複合材料には優れた力学的特性, 熱的特性の発現が期待できる。高比強度, 耐衝撃性, 高低温特性を有し軽量構造材やアブレーション材料に使用可能な複合材料の中間素材を開発するために, 製品の要求性能に応じた基材(繊維)構成と成形が必要であるとの見地から, 3-D織物の構成条件と材料特性の関係を調べ, 3-D織物の設計資料を得ると共に織成法及び樹脂複合化法を開発する。

2-2 前提条件等

2-2-1. 炭素繊維三次元織物複合材料

(1) 使用繊維

実験に用いた炭素繊維の諸元を表1-1に示す。

(2) 成形条件

実験に用いた樹脂及び成形条件を表1-2に示す。

表1-1. 使用繊維の諸元

繊維 (ロービング)	炭素繊維(系形ニ製) 12,000f 0.88mm 単繊維の直径7μm	ロービングには下ヨリ, エヨリを加え双糸とした。 ヨリ数は次の三種類のものを用意した a 下ヨリ 20 ^t /m・S, 上ヨリ 15 ^t /m・Z b 下ヨリ 40 ^t /m・S, 上ヨリ 30 ^t /m・Z c 下ヨリ 78 ^t /m・S, 上ヨリ 60 ^t /m・Z
---------------	--	---

樹脂含浸ロービングの強度試験には a, b, c を使用し, 3-D 織物複合材の成形には b を用いた

表1-2 樹脂^{*}及び成形条件

	組成	(1)	(2)	(3)	硬化条件	備考
		配合比				
エポキシ樹脂	エポキシ樹脂(エポコート828) 粘度調整剤(メチルエタレチン) 硬化剤(トリメチレンテトラミン)	100 10 10	100 20 10	100 40 10	浸漬後室温 で48時間放置 80℃で3 時間加熱	3-D織物複合材の成形には主として②の配合比で採用。一部の3-D織物については①②③の配合比で採用
フェニール樹脂	Plyophem 5900(日本石油化学工業製) フェニール・ホルムアルデヒド初期重合物 溶媒(MEK可溶性アルコール) 過酸化フェニール 過酸化ホルムアルデヒド		63% 27% 8% 2%		浸漬後100℃ で9時間加熱 熱処理 160℃で24 時間キュア	

* 機械的性質の検定試験材料は炭素繊維-エポキシ樹脂複合材を用い、
フェニール樹脂-フェニール樹脂複合材を用いた。

(3) 供試体形状及び特性.

炭素繊維ロービングを用いた断面が $50\text{mm} \times 50\text{mm}$ の柱状で終端間隔の異なる三種類の 3-D 織物とロービングの配列ピッチの異なる四種類の 3-D 織物を樹脂含浸成形した複合材料を曲げ、及び圧縮試験片とした。曲げ試験片は巾の長さを 300mm とし、圧縮試験片は長さ 100mm で両端をエポキシ樹脂で補強したものを用いた。また繊維配列ピッチが 10mm の柱状 3-D 織物複合材料及びこの材料の最外周にトラス状に補強ロービングを配した長さ 160mm のものを接り試験片とした。表 2-1 及び表 2-2 に 3-D 織物複合材の組織概略図、ロービング配列ピッチ等を示す。

表 2-1. 三次元系複合材料の概略

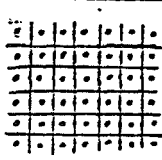
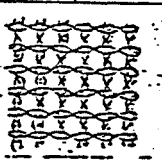
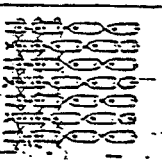
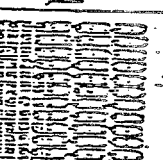
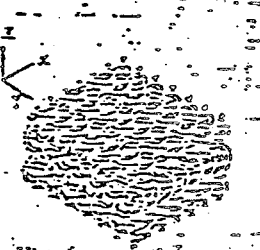
組織記号		0	I'	I	II	III
組織概略図						
ロービングの配列ピッチ () 内終端間隔	Zx	5 mm	5 mm	5 mm	5 mm	5 mm
	Zy	5	5	5	5	5
	Xy	2.5 (0)	2.5 (2.5)	5 (5)	5 (10)	5 (15)
	Xz	2.5 (0)	2.5 (2.5)	5 (5)	5 (10)	5 (15)
	Yx	2.5 (0)	2.5 (2.5)	5 (5)	5 (10)	5 (15)
	Yz	2.5 (0)	2.5 (2.5)	5 (5)	5 (10)	5 (15)
備考		アブレーション供試体 フェニール樹脂含浸		機械的性質についての供試体 エポキシ樹脂含浸		

表 2-2. 三次元系複合材料の概略

組織記号		A	B	C	D	組織概略図
ロービングの配列 ピッチ (mm)	Zx	10	10	10	15	
	Zy	10	10	10	15	
	Zz	10	10	10	15	
	Xx	30	20	10	15	
	Xy	10	10	10	15	
	Xz	30	20	10	15	

組織記号 C についてマトリックス (正交) ①、②、③ を用いて成形し、刀で切った。他の組織のものは ② を用いて成形した。

2-2-2

3-D 織物織製法.

製織中において糸 (ロービング) の配列数、密度、組織の変更、及び織物外形の変化について多様性をもつ織成機構について検討しトーションレスの手法を基本にした機構を考案した。

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント (詳細別紙)

- ① 3-D 織物の構成条件と複合材料の機械的性質の関係
 - i) 組織状態の異なる3-D 織物を試織し、成形した複合材料の力学的性質は織物の繊維配列に直線部分の多い組織のものが圧縮強度及び弾性率において大きな値が得られた。
 - ii) 格子状(多孔)3-D 織物複合材料は曲がり、圧縮に対して大きな比強度、比弾性率を得られ、これらの値はロービングの配列密度が小さくなるに従って増加する。また、この材料の族りに弱い欠点は材料の外周に補助ロービングを組織させることにより解決できることがわかった(特願昭57-167847)。
 - iii) 格子状(多孔)3-D 織物複合材料を構成する構造要素の力学的特性を検討し、構造体の力学的解析についての基礎資料を得た。
- ② 3-D 織物の組織と溶剤耐熱性
サマルスプレーガンによる溶剤耐熱性(アブレーション)試験において、絡み組織の3-D 織物を基材とした試料は、直交組織の3-D 織物を基材とした試料よりも大きな溶剤耐熱性を示し、絡み組織の3-D 織物は高性能アブレーション用の基材としての応用が期待できる結果が得られた。
- ③ 3-D 織物の織成法の考案とその装置の設計
環状、異形断面3-D 織物の織成法について検討し、織成機構の考案と装置の設計を行った。また、この機構の主要部の一部を試作し、問題点を把握すると共に、数回の改造を行い、製織の可能性を確認した(特許昭58-243562号他)。

(2) 注目すべき知見

絡み組織の3-D 織物はロービングの面配列密度の調節と、ロービングの交差位置における転位の効果により、耐衝撃性や振動吸収性などの柔構造的特性を示すことがGFRPの試料で確認されており、CFRPにおいても、織物の組織(密度、絡み間隔など)と素材の最適化を行うことによって、緩衝材への応用が期待できる。

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

本研究における3-D 織物織成法の特徴の一つは、糸(ロービング)の任意の交差位置において、糸が転位した絡み組織の織物が得られることであり、このことにより、3-D 織物の組織及び転位形成上の多様性

を得ることができた。

また、絡み組織の3-D織物は多少の変形に際しても糸の面歪み状態が乱れにくく、安定した組織体である。この性質は複合合金などの複合化の処理における織物取扱上の利便性となつた。

(4) 特に効果を発揮した技術

炭素繊維は製織上、加工性の良い繊維ではなく、特に絡み組織の3-D織物の製織に際しては糸張力、捻の状態等、製織性を得るための配慮が必要であり、製織技術に因り、当所が有する多くの知見が役立った。

(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

① 複合材料の性能向上

構造材としての3-D複合材料には、一層の強度向上が必要である。第一期においては、製織性の観点から比較的に太いロービング（12,000f）を双糸に加工して用いたため、織物の糸面歪密度が小さく、複合材料としての繊維充てん率は低い。繊維本数の少ないロービング（例えば3000f）を用い、比較的に糸と直線部分の多い糸状の絡み組織を採用するなど、繊維の高充てん化を図り、構造材用基材としての性能向上を目指す。

② 3-D織物の組織及び曲面形成について、多様性を有する構造の装置化を図ること」ができたが、各動作の完全な自動化については次期に計画している装置の試作と並行して検討する。

研究開発結果の詳細

(1) 3-D織物の構成条件と複合材料の力学特性

表2-1に示したような組織状態は異なる見かけ比重のほとんど変わらない3-D織物複合材料(試料記号I, II, III, 図1上)を成形し曲げ及び圧縮試験を行った。試験片数は2で力学的性質を表すにまとめて示した。曲げ強度及び弾性率には組織の違いによる影響はあまり見られないが圧縮強度及び弾性率は繊維配列に直線部分の多い、つまり

負荷方向に直線部分の多い組織ほどその値が大きくなることわかった。(III>II>I)。また配列密度(ローゼンゲ配列ピッチ)の異なる3-D織物複合材料(表2-2, 図1下参照)の力学的性質を調べた結果を表4に示す。

種々の強度、弾性率はローゼンゲの配列が密になるにしたがって単調に増加するが実測値を見掛け比重除いた比強度、比弾性率については曲げの場合は単調に増加し、圧縮の場合は増加せずむしろ減少する傾向が見られる。また表中の試料C-①, C-②, C-③は組織Cの織物も表1に示したようなマトリックスの配合比(①, ②及び③)

で含浸成形した複合材料でその試験結果には顕著な傾向は見られないがC-③が最も曲げ特性が良いが圧縮特性が悪いようである。

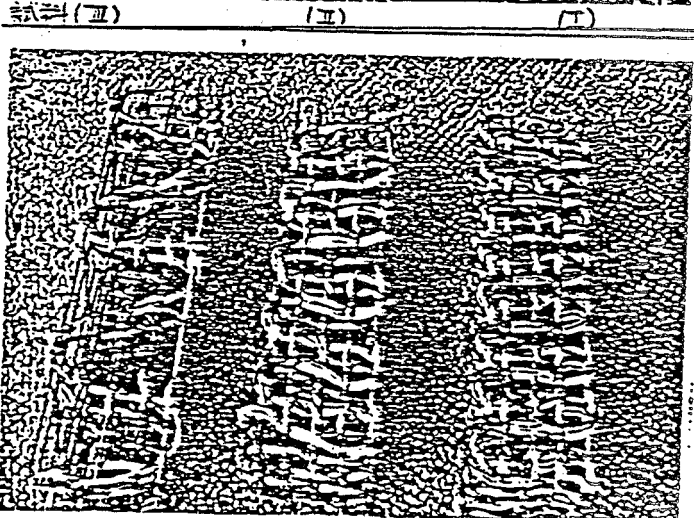
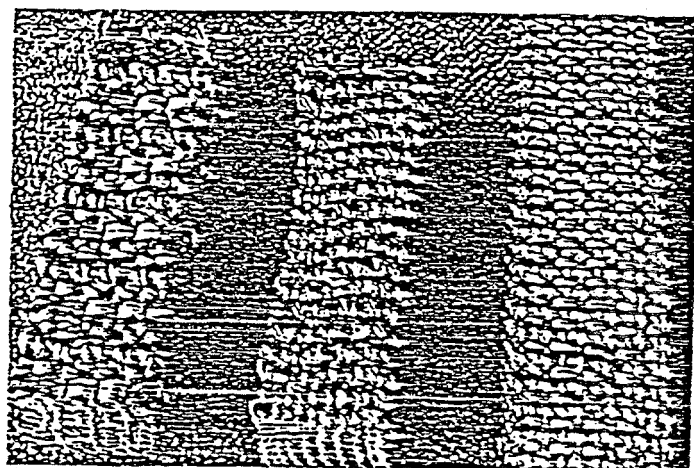


図1 3-D織物複合材料の外観写真
試料 A-② B-② C-②

表3. 組織を異にする三次元構造複合材料の力学的性質

試料記号	I	II	III
見掛け比重	0.457	0.477	0.478
曲げ強度 (Kg/mm ²)	4.02	3.84	4.02
比曲げ強度 (Kg/mm ²)	8.25	8.05	8.41
曲げ弾性率 (Kg/mm ²)	124	127	119
比曲げ弾性率 (Kg/mm ²)	255	266	249
圧縮強度 (Kg/mm ²)	2.29	3.38	3.70
比圧縮強度 (Kg/mm ²)	4.70	7.09	7.74
圧縮弾性率 (Kg/mm ²)	155	214	215
比圧縮弾性率 (Kg/mm ²)	318	449	450

* 試験片寸法 : 曲げ試験 50 (mm) × 50 (mm) × 300 (mm)
圧縮試験 50 (mm) × 50 (mm) × 100 (mm)

表4 ロービング配列ピッチの異なる三次元繊維複合材料の力学的性質

試料記号	A-②	B-②	C-①	C-②	C-③	D-②
見掛け比重 (Kg/mm^3)	0.082	0.112	0.157	0.177	0.180	0.092
曲げ弾性率 (Kg/mm^2)	0.260	0.440	0.770	0.780	1.240	—
曲げ弾性率 (Kg/mm^2)	3.170	3.930	4.900	4.410	6.890	—
圧縮弾性率 (Kg/mm^2)	10.0	15.0	34.5	40.0	67.5	—
圧縮弾性率 (Kg/mm^2)	121.9	133.9	219.7	226.0	375.0	—
圧縮強度 (Kg/mm^2)	0.48	0.56	1.21	1.73	1.15	0.46
圧縮強度 (Kg/mm^2)	5.85	5.00	7.71	9.77	6.39	5.00
圧縮弾性率 (Kg/mm^2)	91.8	110.2	124.4	147.8	125.6	71.8
圧縮弾性率 (Kg/mm^2)	1119.5	983.9	792.4	835.0	697.8	780.8

繊維配列ピッチの大きい格子状多孔3-D繊維複合材料は大きな撓り変形に耐えられるが撓り剛性は小さいという欠点がある。そこでこの欠点を補うために材料の外周周にトラス状に補強ロービングを組織させた試料について撓り試験を行った結果、力学的特性、特に撓り特性の向上に大きな効果があることがわかった。

表5に試料C-0を補強したC-1、C-2の撓り試験結果を示す。最大撓り剪断応力、剪断弾性係数は共にロービング補強により大きく増える。特に剪断弾性係数は補強法により3～6倍と増加する。

表5 三次元繊維複合材料の撓り試験結果
(補強ロービングによる増強効果)

試料記号	C-0	C-1	C-2
見掛け比重 (Kg/mm^3)	0.177	0.197	0.224
最大撓りせん断応力 (Kg/mm^2)	0.170	0.260	0.410
最大撓りせん断弾性率 (Kg/mm^2)	0.960	1.320	1.680
せん断弾性係数 (Kg/mm^2)	5.100	15.600	33.500
比せん断弾性係数 (Kg/mm^2)	28.800	79.200	137.500

(2) 3-D 繊維複合材料を構成する構造要素の力学的特性

3-D繊維を用いた格子状の複合材料は樹脂を複合したロービングとこれと交差した接点部から形成されている。これらの構造要素の力学的性質を検討し要素の曲げ、圧縮、撓り特性等を明らかにし構造体の力学的解析に対する基礎的資料を得ることは重要であると考えられる。

表6には樹脂含浸CFロービングの糸撓り係数、マトリックス配合比が圧縮強度、圧縮弾性率及び撓り剪断弾性係数等に影響について調べた結果を示す。

座屈荷重、圧縮弾性率については糸の上撓数の増加と共に大きくなり
配合比にも影響されるようである。他方、剪断弾性係数及び最大撓
り剪断応力は糸の上撓数の増加と共に減少する傾向があり、また配合
比に大きく影響されるようである。ここでローピングの撓り試験に
おける撓りの方向は糸の撓り方向とは逆方向であるため上記の結
果は予想されることである。

表6. 撓り試験及びローピングの撓り特性

(糸ヨリ法、マトリックス配合比の異なる試料について)

6-1. 撓り試験結果 (mm/mm)

糸ヨリ法 (番号) マトリックス配合比	15 (a)	30 (b)	60 (c)	ローピング率 D (mm)	撓み率 (%)
①	46.0	40.1	35.7	1.613	4.52
②	50.8	45.3	36.0	1.660	4.97
③	56.1	48.4	45.3	1.635	11.6

※配合比及びヨリ法の記号は表1参照

6-2. 圧縮弾性率 (mm/mm)

糸ヨリ法 配合比	15	30	60
①	2.31×10^3	2.23×10^3	2.51×10^3
②	2.63	2.47	2.57
③	2.70	2.25	2.53

※圧縮試験：試料長 $l = 20\text{mm}$ 、試験の荷重比 $(1/\delta) < 50$ 、試験速度 $\dot{\gamma} = 5\text{mm/min}$ 6-3. シン弾性係数 G と最大撓りせん断応力 τ_{max} (mm/mm)

配合比	15		30		60	
	$G(E_2/2)$	$\tau_{max}(E_2/2)$	G	τ_{max}	G	τ_{max}
①	35.9	1.32	39.7	1.21	30.6	0.87
②	29.7	1.46	16.5	1.16	19.3	1.05
③	56.7	1.76	43.5	1.33	36.0	1.19

※せん断試験：試料長 $l = 20\text{mm}$ 、せん断速度 $\dot{\gamma} = 0.625\text{mm/min}$

次に糸の上撓数

30% の双糸を

用いてローピング
単独及び接点
部を樹脂液(配
合比 100:15:10)

中に浸せき硬化
成形した試料
(CF/P-1) と再度
樹脂槽に浸せき
硬化成形した試
料 (CF/P-2) の
撓り及び座屈試
験を行った結果
について述べる。

図4に3-D構造
要素の撓りモデル
とその撓り特性を示す。

ここでは撓り方向は糸の
撓り方向と一致する。

3-D構造要素(接点

部)の最大撓り剪断応力 τ_{max} 及び剪断弾性係数 G はローピング
単一要素のそれより大きな値を示した。要素の長さ l と撓り特性
との相関は見出せなかった。また3-D構造要素の撓り変形
に伴う破壊は要素の接点部では生じなかった。また図4に示し
た値よりかなり大きな値となっており、3-D織物を構成する要素
は当然のことではあるが糸の撓り方向に対する撓りの方が強いことがわかる。

図5に幾つもの座屈モデルにおける座屈強度と細長比 λ の関係を示す。モデル③が3-D構造要素の二軸方向のローゼンブラス端を固定し他一軸に荷重を加えた場合で、中央に水平方向の拘束力と回転力が作用するモデルであり、格子状多孔3-D繊維複合材の各部位の座屈挙動に最も類似した挙動を示すものと考えられる。実験結果から3-D構造要素の座屈モデル③の座屈挙動はモデル②のそれに近似して考えられる。なお3-D構造要素の座屈における破壊は接点部において認められず接点部以外で生じている。

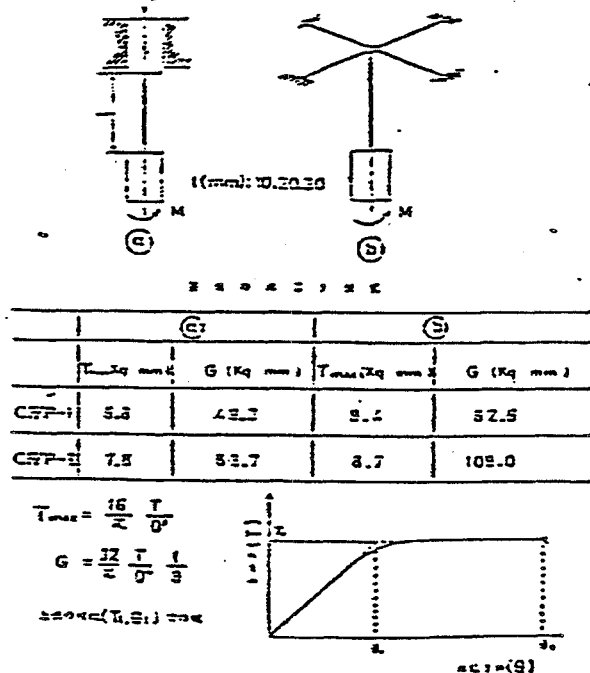


図4. 3-D構造要素の捻り特性

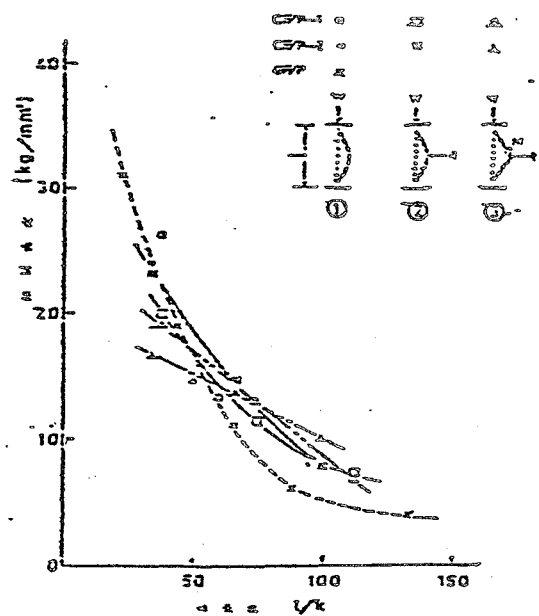


図5. ローゼンブラス要素及び3-D構造要素の座屈荷重

図6. 3-D構造要素(接点部)の接点はく離強度測定法とはく離(剪断)強度

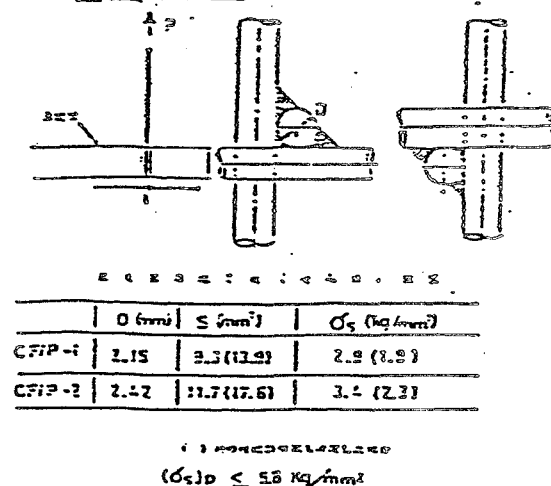


図6に3-D構造要素接点部のはく離強度の測定法と測定結果を示す。図中の $(\sigma_s)_p$ は、使用したエポキシ樹脂の剪断強度である。

3. J-D 織物複合材料のアブレーション特性。
(次ページ参照。)

4. 環状・異形断面柱状織物の織成装置の考案と設計
縦、横、高さ又は円周、半径、長さ方向の糸が任意に転位蛇行する三次元的組織を有する環状柱状体(例えば断面が円形、矩形状のもの)や異形断面柱状体(例えば断面が溝形、工形状のもの)を織成する機構を考案した。またこの機構の主要部の一部を設計、試作し、考案した機構の問題点を把握した。また数回の改良を行い考案した機構において環状・異形断面柱状織物の製織が可能であることを確認した。その内容を特許「三次元織物の織成方法及びその装置(特願昭58-240562他)」を考案した。この装置によって織られる組織と断面形状の一例を図7-1、7-2に示す。

図 7-1

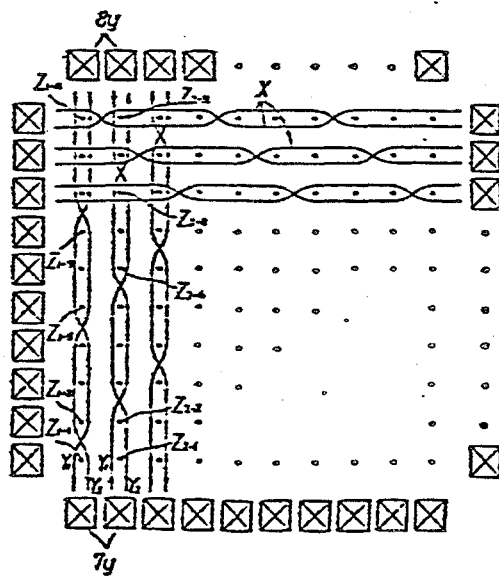
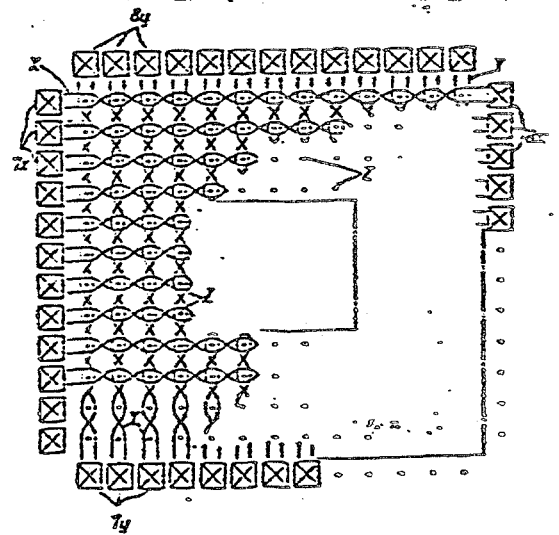


図 7-2



3-D織物複合材料のアブレーション特性

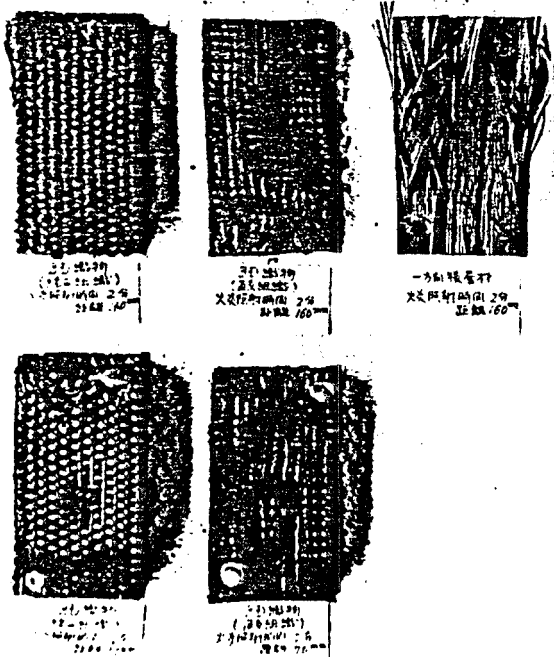
試料に用いた基材は表2-1の試料記号0, I'の3-D織物であり、同一のロービング配列密度を有する直交組織と絡み組織のものを選んだ。上記の3-D織物に表1-2に示す組成のフェーブル樹脂を含浸し、同表の硬化条件で、 $50\text{mm} \times 50\text{mm} \times 100\text{mm}$ の大きさの直方体成形し、これを長さ方向に中央において切断した裁片をテストに供した。試料の繊維含有率は41.3wt%である。

酸素・アセチレン燃焼炎(理論燃焼温度 $3,000^{\circ}\text{C}$)を試料の切断面に対して、 35° の角度で放射した。試料面から火炎1ズルの先端までの距離が 70mm , 160mm について、火炎を1~2分間放射し、試料面の形態の変化を観察した。表7に、実験条件及び結果の要点を示す。アブレーションテスト後の試料表面の状態を写真に示す。

表7 実験条件及び結果

試料形状 (mm)	基材の組織	火炎理論 燃焼温度 (°C)	ガス圧力 (PSI) 酸素流量 (L/min)	放射距離 離生(mm)	放射時間 (sec)	重量損失 率(%)	損傷面積 (cm ²) (最大深さ)	試料面の損傷状況の観察	
直方体 (50×100×25)	直交 組織	3000	20	13	160	60	—	—	樹脂の焼失のみ、基材には変化なし
					160	120	10.0	3.5 cm ² (3.2 mm)	表層部の繊維が剥離し、飛散
					70	120	21.9	3.0 cm ² (3.8 mm)	3 cm ² にわたり凹部を形成、溶炭が認められる
	絡み 組織				160	60	—	—	樹脂の焼失のみ、基材には変化なし
					160	120	(12.5)	0 (0)	基材に変化を認めず
					70	120	15.3	1.1 cm ² (2.6 mm)	約1 cm ² の面積に凹発生、溶炭あり
平板** (50×100×3)	一方向 積層	160	60	22.5	全面	繊維は試料表面より剥離、一部飛散			
		160	120	27.9	全面	" 多数の繊維が飛散			

*ガス圧力 20, 13 PSI のときのガス消費量; 酸素 $1.7\text{m}^3/\text{h}$
アセチレン $0.94\text{m}^3/\text{h}$
**一方向積層材; Vf 60%



実験結果

放射距離 160mm の比較的に低い温度部の火炎下では放射時間 60 秒までは直交組織及び絡み組織の基材には変化は殆んどなく、アブレーションに対する両基材の差は認められない。以後 120 秒までの放射によって、直交組織の基材は表層の広い範囲で繊維が焼失し、凹部を形成する。一方、絡み組織の基材には変化が認められなかった。

放射距離 70mm の高温部の火炎を作用下の経過観察では、60 秒程度で直交組織のものに凹部を生じたが絡み組織の基材には変化がなく、放射の継続により、約 90 秒後より絡み組織の基材にも凹部を生ずるが、その面積は直交組織の凹部面積に比べて小さく、絡み組織を基材とした 3-D 複合材料の方がアブレーションに優れていた。

要

旨

研究開発項目名 中間素材の開発（三軸織物）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

炭素繊維3軸織物が次世代複合材料の成形用中間素材として可能性の有無を探索する。

素材としての評価基準は相似配向の一方向中間素材複合材に対する強度発現率（織目による低下）が平織クロスの80%以上とした。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和56年度：布帛中間素材の問題点と可能性の研究

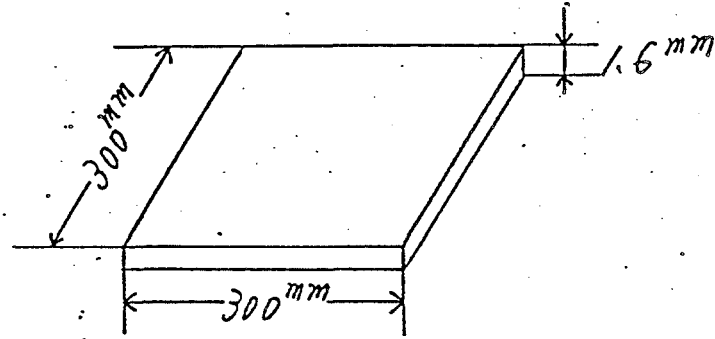
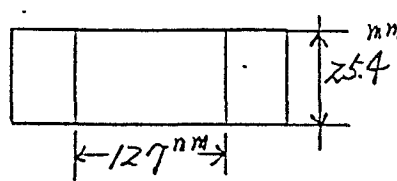
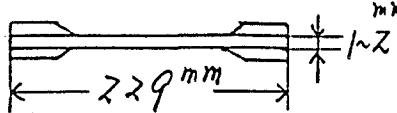
昭和57年度：3軸織物の構成、試織並びに評価

昭和58年度：3軸織物の改良、試織並びに評価

4. 第一期の実績のポイント

Bi-Plainをもつ3軸織物が繊維密度、方向性のバランスの良いことが解り、試織品の引張強度発現率は在来クロス（直交織物）に劣らないことが確認された。

研究開発結果要約表

サブテーマ名		3(1).高性能素材の開発. 3)中層素材の開発	
研究開発手法		炭素繊維三軸織物	
前提条件等	使用材料	強化繊維: U.C.C.社製 Thornel T300 マトリックス樹脂: 東レ(株) #3601樹脂(350℃硬化型)	
	供試体形状		
	供試体特性	組織 Bi-Plain. 糸使い バイアス: Thornel T300, 3K ヨ イ: Thornel T300, 3K 糸角度 $+17^\circ, -17^\circ, 90^\circ$ 密度 $6.75 \times 6.75 \times 3.95$	
	成形条件	キュア	$180^\circ\text{C} \times 2\text{H}, 6 \text{ kg/cm}^2$
		ポストキュア	—
	その他		オートクレーブ成形
研究開発結果	要求性能	試験法	試験結果
	引張強度 三軸織物 UD積層 $\geq 55\%$	  72スハット速度 1.0 mm/min	三軸織物 39.2 kgf/mm^2 一方向性 57.5 強度発現率 $\frac{39.2}{57.5} \times 100 = 68.2\%$
	所見等	Barber-Colman 社の事情により、織物の入手が遅く4月(2月6日)に入手。	

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 中間素材の開発 (炭素繊維 3 軸織物)

研究開発実施者名 (財) 次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和 56 年度～昭和 58 年度

2. 研究開発手法、前提条件等

- 1) 複合材料の成形コストを低減させる手段として、繊維が 3 方向に配列した 3 軸織物が有望なことが分った。この成果をもとに社内で作成した織物構造の最適化を行い、織物設計を行い、米国の Barber-Colman 社に試織を依頼した (Barber-Colman 社の織機では下図の 3 種類が製織可能)。

織 物 名	織 物 図	切 断 軸	一 目 面 図
A Basic Weave		a - a'	
		b - b'	
		c - c'	
B Stuffed Basic Weave		a - a'	
		b - b'	
		c - c'	
C Bi-Plain Weave		a - a'	
		b - b'	
		c - c'	

- 2) 織物構造と複合材料物性との関係について基礎研究を行った結果、炭素繊維 3 軸織物としては、Bi-Plain 構造が適していることが分った。これらの成果をもとに織物設計を行い、手作りした 3 軸織物を試作して、複合材料物性の評価を行い、TWF-4 が有望であることが分った (表 1、表 2)。

表 1 手作り三軸織物の性質

項 目 \ 水準		TWF-4	TWF-5
織 組 織		BI-Plain	Basic
糸 種	バイアス方向	トレカ [®] T300, 3K	トレカ [®] T300, 3K
	□ □ 方向	トレカ [®] T300, 1K	トレカ [®] T300, 3K
糸 角 度	バイアス方向	+23°, -23°	+23°, -23°
	□ □ 方向	90°	90°
密 度 (本/cm)		6.7×6.7×3.7	3.6×3.6×2.7
目 付 (g/m ²)		299	198
織 物 厚 み (mm)		0.40	0.61

表 2 物性評価結果

項 目 \ 水準		第 2 回 試 作		
		三 軸 織 物		比 較 品
		TWF-4	TWF-5	一方向プリプレグ
覆 層 枚 数		3	3	12
覆 層 構 成		一方向	一方向	2)
硬化板VF (%)		49.9	47.5	62.8
硬化板厚み (mm)		1.07 1.04~1.09	1.50 1.46~1.60	2.07 2.01~2.10
0°	引張り強度 (kg/mm ²)	47.3	23.4	48.3
	引張り弾性率 (10 ³ kg/mm ²)	7.5	3.5	7.1
	破 断 歪 (%)	0.64	0.88	0.76
90°	引張り強度 (kg/mm ²)	34.2	17.5	55.1
	引張り弾性率 (10 ³ kg/mm ²)	5.5	2.9	5.6
	破 断 歪 (%)	0.63	-	0.99

58年度は3軸織機によるTWF-4中の製織性の確認並びに
擬似等方性のTWF-6、バイアス構造のTWF-11を設計して米国
Barber-Colman社に試織依頼した。

項目 \ 水準		TWF-6	TWF-11
織 組 織		BI-Plain	Basic
糸 組	パイアス方向	トレカ" T300, 3K	トレカ" T300, 3K
	□ □ 方向	トレカ" T300, 3K	GF: 450 1/2
糸 角 度	パイアス方向	+30°, -30°	+45°, -45°
	□ □ 方向	90°	90°
密度 (本/cm)		3.6×3.6×3.6	4.5×4.5×4.4

これらのうち TWF-6, TWF-11 は Barber-Colman 社では
 製織できないことが判明。TWF-6 については目ズレが大きいこ
 とが分り、織密度をアップして TWF-8 に設計変更し、8 月始
 めにサンプル入手し、現在複合材料物性の評価を行っている。

- 4) TWF-6 類似の 3 軸織物は合織(ナイロン糸等)もケブラー
 では製織できていることから、炭素繊維で製織できなかった原因
 は、炭素繊維そのものが製織性の悪い糸であるうえに、Barber
 -Colman 社が織機メーカーであって、高度の製織技術を有
 していない点に本質的な原因があると思われる。

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント(詳細別紙)

目標性能はクリアはできな見込みである。

(2) 注目すべき知見

引張強度の低下が一方角找の相似構造の 50% 以下に抑
 えられたことから、三軸織物は面内の糸の交絡効果による
 耐衝撃性の向上が期待されるので、面角找としての応用が
 期待できる。

(3). 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

とくになし。

(4). 特に効果を発揮した技術

織物中での繊維はタテ糸とヨコ糸が互いに交絡しているため屈曲した形態をしている。そのため糸が交絡している所で繊維と樹脂に作用する応力集中のため、強度低下を来す。三軸織物の場合には交絡点が多く、かつ糸の屈曲が大きいため、三軸織物の組織、糸の繊維、密度を最適化することによって物性の向上を図った。

(5). 未到達事項の問題点と解決の目途

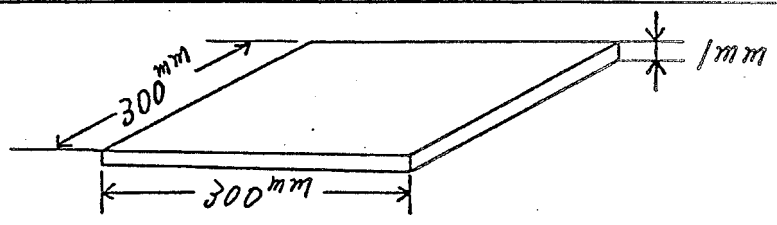
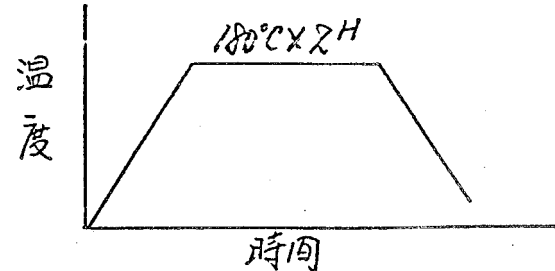
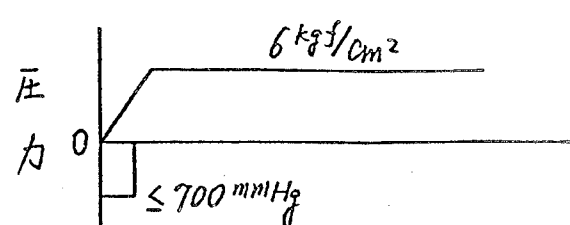
三軸織物は米国のBarber-Colman社に試織を依頼して来たが、同社は織機メーカーであって、炭素繊維の糸扱いや十分な製織技術を保有していないため、織機の性能としては製織できる筈の三軸織物が製織できないなどの問題点が顕在化した。今後研究を促進するためには織機の導入が必要である。

研究開発結果

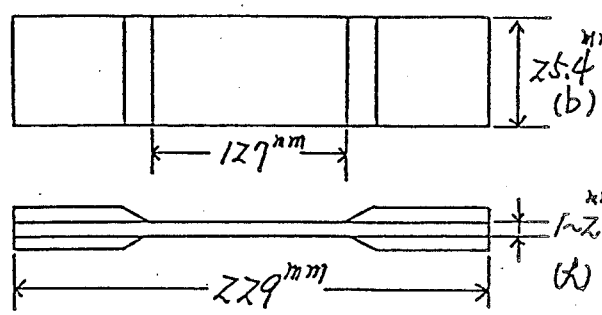
3(1) 高性能素材の開発

サブテーマ: 3) 中肉素材の開発 - 1) 炭素繊維3軸織物

1. 供試体

項目	内容
① 形状・寸法	平板状試験片 
② 使用材料	マトリックス樹脂: 東レ(株) #3601 (350°F硬化型) 強化繊維: Thornel T300, 3K 織物組織: Bi-Plain
③ 中肉素材作成法	主要工程 プリプレグ作成(手含浸) → 乾燥(120°C × 10分)
④ 成形条件	A. キュア条件 (オートクレーブ)  温度 180°C × 2H 時間  圧力 6 kgf/cm² 0 ≤ 700 mmHg B. アフターキュア なし

2. 試験

項目	目標性能	試験方法	試験結果
① 引張強度	一方向中間素材の相似複合材に対する強度発現率 55%以上	東レ規格CF04RZCに準拠して測定。  フロスヘッド速度 1.0 mm/min. $\text{引張強度} = \frac{P}{b \cdot t} \text{ (kgf/mm}^2\text{)}$ 但し、P = 破断時の荷重	3軸織物 43.3 35.8 40.6 35.4 41.1 39.2 一方向織物 59.6 54.6 53.6 62.7 57.2 57.5 強度発現率 $\frac{39.2}{57.5} \times 100 = 68.2\%$
② V_f	—	- 化学天秤において試料の重量を計測。 - 東レ規格CF04RZC法において密度を計測。 - 加熱濃硝酸により樹脂を溶解分離。 - 繊維を洗浄後、化学天秤において繊維重量を計測。 $V_f = \frac{\text{繊維重量} \times \text{試験片密度}}{\text{繊維密度} \times \text{試験片重量}} \times 100(\%)$	三軸織物 51.1% 一方向織物 51.6%

3. 使用試験器械

器械名称	仕様概要	備考
① 材料試験機	- 機器名称: オートグラフ (与津製作所) - 荷重容量: 10トン	
② 化学天秤	- 最大秤量: 160g - 最小目盛: 0.0001g	

11

研究開発実施者名 (財)次世代金属・複合材料研究開発協会

ハイブリッド中間素材に関する基礎研究を行なう。すなわち、ハイブリッド
構造の特徴を把握するとともに、中間素材の試作技術の基礎研究を行なう。

56年度：炭素繊維・アラミド繊維系ハイブリッドコンポジットの特徴および問題点も把握する。

57年度：炭素繊維・HM-50繊維系ハイブリッドコンポジットの基礎特性の評価、把握を行ない、とくに衝撃強さが効果的に発揮できる構成について探索する。

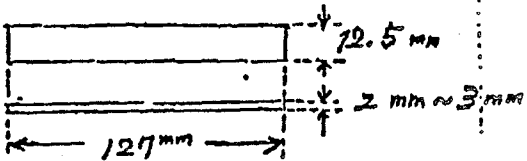
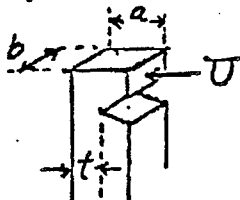
4. 第一期の実績のポイント

(1) ハイブリッドの基本構造のひとつである内層分散型UDコンポジットの各種力学特性は、炭素繊維系およびHM-50繊維系のそれぞれの特性について、ほぼ相加平均的水準にあることを認めた。

(2) ハイブリッドの最大の特徴は、衝撃強さにあり、これはアラミド繊維とくらべて HM-50 繊維を用いることに由来していることを確認した。

(3) UDフブリックを用いる積層コンポジットにおいて、アラミド繊維層を厚み方向のどくに配置させることによって、ハイブリッドコンポジットの力学特性が変化する。したがってハイブリッド衝撃特性は顕著な差が生じる。さらに、HM-50繊維はケブラーよりも優れた水準にあることが実証された。

研究開発結果要約表

サブテーマ名		3.(1)高性能素材の開発 ③中間素材の開発				
研究開発手法		炭素繊維/アミド繊維(HM-50)系ハイブリッド				
前 提 条 件 等	使用材料	強化繊維：炭素繊維+レカ T300 (T400) アミド繊維. HM-50 マトリクス樹脂：エポキシ樹脂				
	供試体形状					
	供試体特性					
	成形条件	項目	温度(℃)	圧力(MPa)	時間(hr.)	備考
	キュア	160	スパーサー使用	0.5		
	ポストキュア	160		2.		
研 究 開 発 結 果	項 目	試験方法	要求性能	試験結果		
	① 衝撃強度 (アイソト) (炭素繊維/HM-50系コンポジット)	a)アイソト衝撃試験法 (JIS K7110 準拠) b)試験片寸法  $b = 0.3 \sim 0.6 \text{ cm}$ $t = 0.5 \sim 1.0 \text{ cm}$ c)算出方式 衝撃強度 $= \frac{U}{bt}$ (Kgf-cm/cm ²)	炭素繊維/ケブラー49系 コンポジットの 80% T107			
新 見 等						

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 中間素材の開発（炭素繊維-アラミド繊維ハイブリッド）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

(1) アプローチ区分

炭素繊維を強化材とするコンポジットの問題点のひとつに耐衝撃性が弱いことがある。この弱点を解消しかつより軽量の材料を提供する手段として、炭素繊維／アラミド繊維（HM-50繊維）系ハイブリッド構造を設定した。

(2) HM-50繊維系コンポジット

アラミド繊維を強化材とするコンポジットとしてはデュポン社のケブラーを用いたものが知られており、比強度、振動減衰、衝撃特性などの特徴をもっている。HM-50繊維の場合もケブラーと同系統のものであるが、顕著な差異は、比強度がさらに大きいこと及びアイゾット衝撃値が50%も高水準に位置することである。（アイゾット衝撃値は、炭素繊維系に比べれば約3倍）（〔表1〕参照）

(3) ハイブリッド構造とコンポジットの衝撃特性

炭素繊維／アラミド繊維系ハイブリッド構造の衝撃強さは、UDコンポジットの均質分散型では両成分の相加平均値的挙動を示すが、層間ハイブリッドにおいてはアラミド繊維層の位置により異なる挙動を示すことを見出した。

(4) ハイブリッド構造モデルとして層間ハイブリッドを設定し、炭素繊維：アラミド繊維=90：10とした場合の衝撃強度を〔図1〕に示しているが、上述のように積層位置により衝撃強度が異なりアラミド層を外皮側に位置させることが有利であること及びHM-50ハイブリッド系がケブラーハイブリッド系よりもはるかに耐衝撃性が大きいという知見を得た。

(5) 強化材として使用する炭素繊維及びアラミド繊維のヤーンデニールの大きさによりコンポジット特性に若干の差を生じること、したがって目的、構造等に応じて、ハイブリッドの混合割合、配置、繊維束の選定などが必要であるという結論を得た。（〔表2〕参照）

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント

炭素繊維/アラミド繊維のハイブリッド化が複合材料の高性能化に資することに着目し、炭素繊維/HM-50系層間ハイブリッドコンポジットを試作し、衝撃特性の評価を実施した。

[図1]に示した90:10層間ハイブリッドのアイゾット衝撃値は、均質分散型ハイブリッドから予測される衝撃値よりも高い側に位置づけされた。HM-50系ハイブリッドの場合約100 Kgf-cm/cm²と予測されるが、層間ハイブリッドでは、100 Kgf-cm/cm²以上であり、HM-50繊維層を最外層に設定することにより120 Kgf-cm/cm²の衝撃値を達成できた。同じ構成のケブラー系ハイブリッドの場合(85~90 Kgf-cm/cm²)に比べて30%以上の高衝撃を發揮できた。

また均一分散型ハイブリッドの場合でも[表2]の55:45比率において、HM-50系ハイブリッドの衝撃値は190 Kgf-cm/cm²であるのに対しケブラー系ハイブリッド(相似配置)の場合は約140 Kgf-cm/cm²であって、この場合もHM-50系はケブラー系対比で約35%の優位性を示した。

すなわち、炭素繊維/HM-50繊維系ハイブリッドは炭素繊維/ケブラー系を上回る卓越した衝撃強さを發揮することを確認した。

(2) 注目すべき知見

本研究において得られた注目すべき知見は、層間ハイブリッドコンポジットにおけるアラミド繊維層の配置と衝撃特性の相関関係である。すなわち、少量のアラミド層を外側層に配置させることによって大きな衝撃特性の改善を行うこと及びその傾向はHM-50繊維を用いた系で特微的に発現したことは予想以上の成果であった。

(3) 特微的技術

HM-50繊維を強化材とするコンポジットはいくつかのすぐれた特徴をもっているが、そのひとつである衝撃特性が炭素繊維とのハイブリッド化においていかに発現した。しかもその改善効果は(2)項で述べたように、均質分散型ハイブリッド構成から予測される値をはるかに越えた大きなものであることが実証された。

(4) 特に効果を発揮した技術

炭素繊維に対してHM-50繊維をハイブリッドさせることの特徴は、上述してきたような衝撃特性の改善であるが、その他にHM-50繊維の特徴である

①低比重 1.39 (炭素繊維は1.74~1.76)、②高強度 300 kgf/mm²以上、などを十分にいかしうることが確認された。

(5) 問題点と解決策について。

炭素繊維系コンポジットに対してHM-50繊維をハイブリッドさせることが衝撃特性の改善にきわめて効果的であることは上述した通りであるが、本研究において使用したマトリックス樹脂は現世代の通常のエポキシ樹脂である。したがって、これらのハイブリッド効果が次世代研究において開発しつつある新規な高性能マトリックス樹脂においても発現できるかを検証していくことが今後の課題であり、次期研究開発の中では疎水性骨格型エポキシ樹脂に適用する計画である。

図10 UDコンポジットのアイゾット衝撃特性 (エポキシ系 V_f60%)

繊維項目		有		無			
		法		有		無	
		V _{1/4}		d=5mm b=3mm		d=3mm b=6mm	
繊維項目	U	σ _{max}	U	σ _{max}	U	σ _{max}	U
アラミド繊維	HM-50	300	81	300	88	230	84
	Kevlar29	220	53	210	85	210	83
	Kevlar49	200	57	170	68	140	107
炭素繊維	Torayca T-300	80	67	—	—	80	166
	Torayca T-400	120	101	—	—	90	173

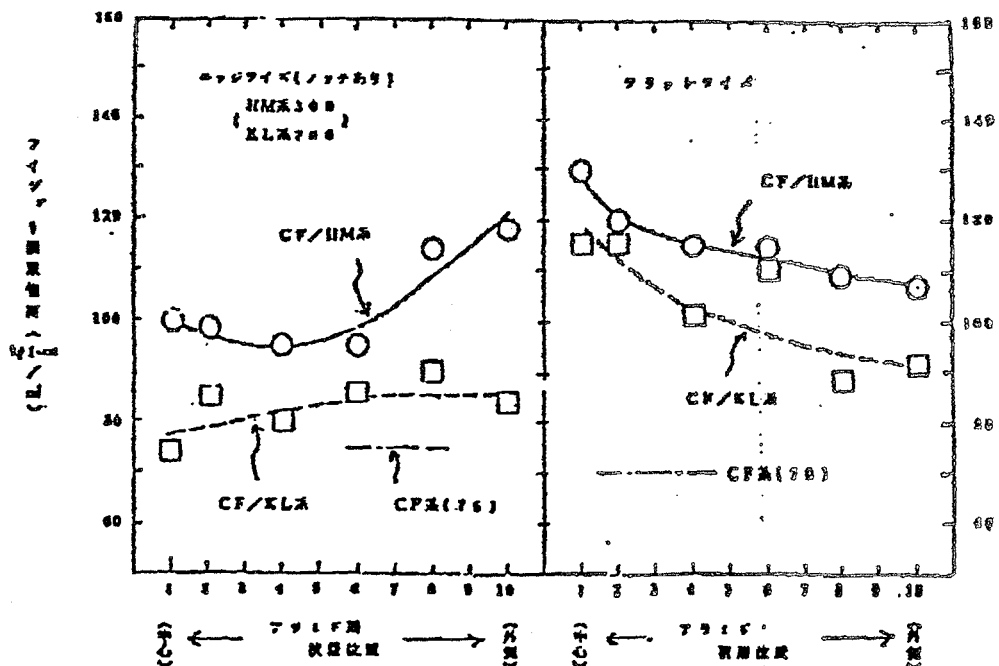
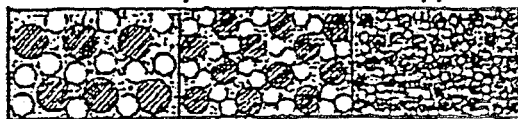


図11 炭素繊維/アラミド繊維系UDコンポジットの衝撃特性
[V_f60%, CF/アラミド=30/70,
CF: T-300, KL: ヲアラミド, HM: 考人HM-50]

〔表2〕 炭素繊維/HM-50 繊維系ハイブリッド (均質分散型)
(UDコンポジット、マトリックス:エポキシ、 V_f 60%)

No.		1	2	3
繊維構成	Carbon	3600 de/6000 fil (27 yarn.)	1800 de/3000 fil (55 yarn.)	600 de/1000 fil (110 yarn.)
	HM-50	1600 de/1000 fil (54 yarn.)	80 de/500 fil (110 yarn.)	250 de/166 fil (220 yarn.)
	断面比	55/45	55/45	55/45
3点曲げ	強度 (kgf/mm^2)	107	116	111
	弾性率 (kgf/mm^2)	8000	7920	7690
	たわみ量 (mm)	2.2	2.3	2.3
片持出し強度 (kgf/mm^2)		57	55	53
パイロット部強度 (kgf/cm^2)		190	195	185
層間せん断強度 (kgf/mm^2)		8.5	8.6	8.4



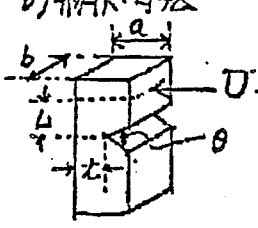
* 均質分散型ハイブリッドモデル (炭素繊維/HM-50 繊維 = 55/45)
として計算値 $180 \text{ kgf-cm}/\text{cm}^2$

研究開発結果

9/11

③ (1) 高性能素材の開発 ④ 中間素材の開発 サブテーマ名: 炭素繊維/アラミド繊維(HM-50)系ハイブリッド 1. 供試体	
項目	内容
① 形状	a) 標準成形片(試験片)
② 使用材料	a) 炭素繊維: トレカ T300 (T400) b) アラミド繊維: HM-50 繊維 (標準 1500 de/1000 fil.)
③ 試作方法	a) 繊維のめくり b) 樹脂含浸 c) 積層・成形

2. 試験

項目	目標性能	試験方法	試験結果
① 衝撃強度 (アイソト) 炭素繊維/ HM-50系 コンポジット	炭素繊維/ケラ- 系コンポジットの 30 ステープ	a) 市人 KS2-I 法. (JIS K7110 に準拠) b) 形状・寸法  c) 算出方式 $\text{衝撃強度} = \frac{U}{bt} \text{ (kgf-cm/cm}^2\text{)}$	アイソト衝撃強度: (147 度, エッジアイズ) 炭素繊維(CF)/アラミド 繊維系層間ハイブリッド (CF:アラミド=90:10) CF/HM-50系 120 kgf/cm ² (CF/ケラ-系 85~90) kgf/cm ² 相似配向のハイブリッドは 33~41%のアイソトで 達成した。

3. 使用試験装置

装置名	仕様概要	備考
アイソト衝撃試験機	UF Impact Tester (上島製作所) 容量 60 kgf-cm (Umax)	

要

旨

研究開発項目名 成形加工技術の開発（積層一体成形加工法／開断面構造）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

市販の炭素繊維－エポキシ樹脂プリプレグ材を用いて、厚肉フレーム及びストリンガーの付いたパネル構造の一体成形基本技術を開発する。

評価の基準は理論計算による強度の発現率及びバラツキとする。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和56年度：開断面積層一体成形加工法の現状と問題点の摘出

誘電特性による樹脂硬化モニター基礎技術の研究（プレス成形）

昭和57年度：誘電特性による樹脂硬化モニター技術の研究（オートクレーブ成形）

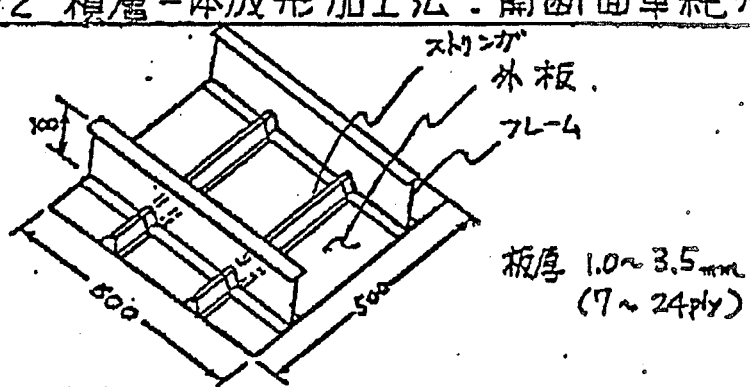
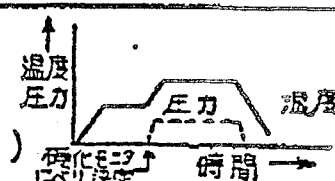
開断面積層一体成形パネルの試作による最適成形条件の研究

昭和58年度：誘電特性による樹脂硬化モニター技術を適用した開断面積層一体成形パネルの成形実験、評価

4. 第一期の実績のポイント

実機並の断面を持つ500×500mmの供試体の試作研究により、厚肉フレーム及びストリンガーの付いたパネル構造の一体成形加工法について、治工具、副資材、成形プロセスにわたる基本技術が開発された。

特に外国において実験室的に試みられている硬化モニター手法が実機構造物の一体成形に応用出来るようになった。

サフテ-マ名		3.(2) 成形加工技術の開発 1)-2 積層-体成形加工法：開断面単純形状																																																					
研究開発手法	供試体形状																																																						
	成形条件	積層-体成形法 (オートクレーブ, 350°F 7 kg/cm ² 2h) 																																																					
前提条件等	材料	350°F 硬化 炭素繊維/エポキシ 一方向配列フリアプレ-マ (ハイロフィル 三菱レイヨン A410-150 (株))																																																					
研究開発結果	要求性能	寸法精度	V _f	ボイド率	引張強さ	層間せん断強さ	生産性																																																
		板厚±8%以下	65%以上	1%以下	バラツキ 10%以下 ROM% 80以上 (71.9 kg/mm ²)	バラツキ 10%以下	分割組立法の70%以下																																																
	試験法	マ170X-9による測定 外板 n=12 フーム n=12 ストリंगा n=8 一体部 n=28	ASTM D 3171 (酸分解法) n=32	ASTM D 2734 (比重, W _f から換算) n=32	ASTM D 3039 (平板形状異なる) n=4 (フーム, 外板) (一体成形部)	ASTM D 2344 n=8 (一体成形部)	製造期間の比較																																																
	試験結果	<table><tr><th>測定部</th><th>平均値</th><th>バラツキ (%)</th></tr><tr><td>外板</td><td>0.97</td><td>+4.1 -4.1</td></tr><tr><td>フームウェーブ</td><td>1.39</td><td>+2.2 -1.4</td></tr><tr><td>フームキャップ</td><td>2.10</td><td>+2.9 -3.3</td></tr><tr><td>ストリंगा</td><td>1.93</td><td>+3.1 -3.1</td></tr><tr><td>外板・フーム一体部</td><td>2.25</td><td>+7.1 -3.6</td></tr><tr><td>外板・フーム・ストリंगा一体部</td><td>3.37</td><td>+3.6 -3.0</td></tr></table>	測定部	平均値	バラツキ (%)	外板	0.97	+4.1 -4.1	フームウェーブ	1.39	+2.2 -1.4	フームキャップ	2.10	+2.9 -3.3	ストリंगा	1.93	+3.1 -3.1	外板・フーム一体部	2.25	+7.1 -3.6	外板・フーム・ストリंगा一体部	3.37	+3.6 -3.0	<table><tr><th>測定部</th><th>平均値 (%)</th></tr><tr><td>外板</td><td>66.2</td></tr><tr><td>フームウェーブ</td><td>66.5</td></tr><tr><td>フームキャップ</td><td>66.3</td></tr><tr><td>ストリंगा</td><td>67.4</td></tr><tr><td>外板・フーム一体部</td><td>66.5</td></tr><tr><td>外板・フーム・ストリंगा一体部</td><td>67.0</td></tr></table>	測定部	平均値 (%)	外板	66.2	フームウェーブ	66.5	フームキャップ	66.3	ストリंगा	67.4	外板・フーム一体部	66.5	外板・フーム・ストリंगा一体部	67.0	<table><tr><th>測定部</th><th>平均値 (%)</th></tr><tr><td>外板</td><td>0.2</td></tr><tr><td>フームウェーブ</td><td>0</td></tr><tr><td>フームキャップ</td><td>0</td></tr><tr><td>ストリंगा</td><td>0</td></tr><tr><td>外板・フーム一体部</td><td>0</td></tr><tr><td>外板・フーム・ストリंगा一体部</td><td>0</td></tr></table>	測定部	平均値 (%)	外板	0.2	フームウェーブ	0	フームキャップ	0	ストリंगा	0	外板・フーム一体部	0	外板・フーム・ストリंगा一体部	0	平均値 = 79.2 kg/mm ² バラツキ = +7.4% ROM% = 88.1	平均値 = 71.9 kg/mm ² バラツキ = +28% ROM% = 88.1
測定部	平均値	バラツキ (%)																																																					
外板	0.97	+4.1 -4.1																																																					
フームウェーブ	1.39	+2.2 -1.4																																																					
フームキャップ	2.10	+2.9 -3.3																																																					
ストリंगा	1.93	+3.1 -3.1																																																					
外板・フーム一体部	2.25	+7.1 -3.6																																																					
外板・フーム・ストリंगा一体部	3.37	+3.6 -3.0																																																					
測定部	平均値 (%)																																																						
外板	66.2																																																						
フームウェーブ	66.5																																																						
フームキャップ	66.3																																																						
ストリंगा	67.4																																																						
外板・フーム一体部	66.5																																																						
外板・フーム・ストリंगा一体部	67.0																																																						
測定部	平均値 (%)																																																						
外板	0.2																																																						
フームウェーブ	0																																																						
フームキャップ	0																																																						
ストリंगा	0																																																						
外板・フーム一体部	0																																																						
外板・フーム・ストリंगा一体部	0																																																						
所見等																																																							

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 積層一体成形加工法（開断面構造）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

(1) 開発の狙い

ビーム、ストリング、ハネル等の開断面構造要素の積層一体成形技術を確立するため、単純形状品の試作実験により基礎的成形加工条件を設定する。

(2) 現世代を超える開発要素

硬化モータによる航空機胴体パネル模擬体試体の積層一体成形

(3) 開発手法

① まず、誘電特性による硬化モータ技術を確立し。

② 次にこれを用いた単純形状開断面ハネルの成形加工研究を実施して、基本成形加工条件を設定する。

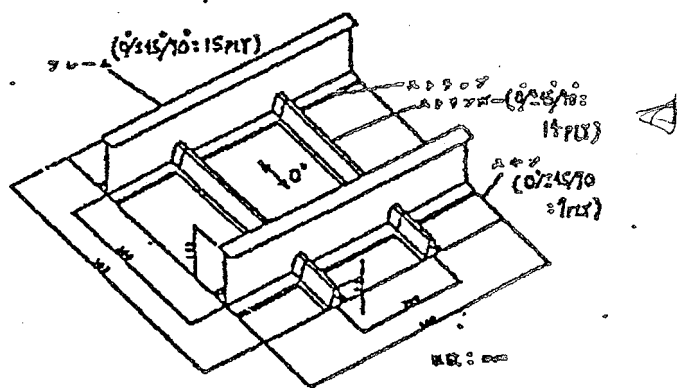
▶ 典型的積層構成

右図

▶ 治具

エラストマ ツール併用

木フレーム成形治具



(4) 前提条件

使用材料は、現世代エポキシ樹脂系の一方向繊維材料。

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント 目標性能との対比

項目	寸法精度	V _f	ボイト率	引張強±	層間剥離強±	生産性
目標性能	±8%以下	65%以上	1%以下	1177キ ROM% 10%以下 80以上	1177キ 10%以下	分割組立法の 90%以下
実績	Max. +7.1 Min. -4.1 %	Min. 66.2%	Max. 0.2 %	Max. -8.8% 88.1%	Max. -5.6%	71.4%
7/11ヤ 未達	○	○	○	○	○	×

(2) 注目すべき知見

成形工程における 電気特性モニター 技術による 成形条件
精密制御技術。

特許出願「樹脂系複合材料の成形方法」特願57-167658
第2回日米複合材料会議「Process Optimization Studies by Monitoring
the Electrical Properties During the Cure Cycle for CFRP」

(3) 一連のプロセスの中で 特記すべき特徴的技術

① エラストマ ツール 併用 オートクレーブ 成形治具技術

試作対象 開断面パネル 供試体に最適な形状・寸法/構成
の治具技術により、寸法精度等の目標を達成。

② 溶出タイマ 治具技術

低融点合金 の 中子への 応用による 生産性の向上。

(4) 特に効果を発揮した技術

① フリアレグ 積層品 予備成形技術

外板・フレーム・ストリング 単体の 硬化前 加熱加圧 工程が
目標 寸法精度・V_f等の 達成に 効果を発揮。

② オートクレーブ 成形時の バグging 技術

ブリーダ材 (余剰樹脂 吸い取り用), フレザ材 (脱気用) 等の適用
が、目標寸法精度・V_f等の 達成に 効果を発揮。

(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

① 生産性が目標に未到達

問題点： 1) 評価方法の海外例との違い、及び分割成形の実績のない(見積値)点。

2) 接着組立工程の省略の製造期間全体に占める割合が小さい点。

② 解決の目途

接着工程以外の工程期間を短縮し、生産性向上を図る。

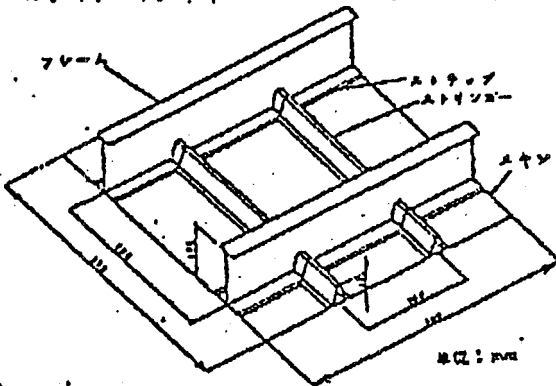
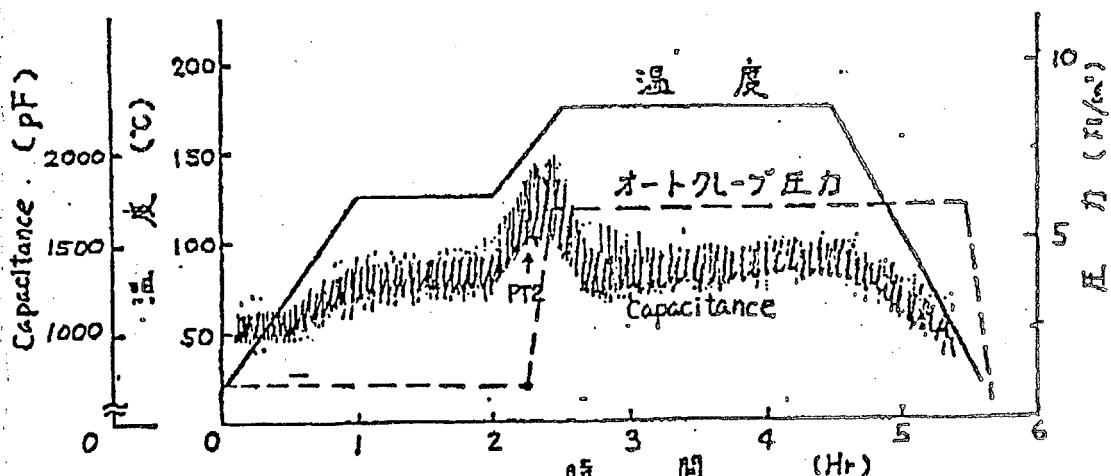
1) 積層作業の自動化。

2) 硬化モータ技術の採用レベル迄の完成による硬化サイクルの簡略化。

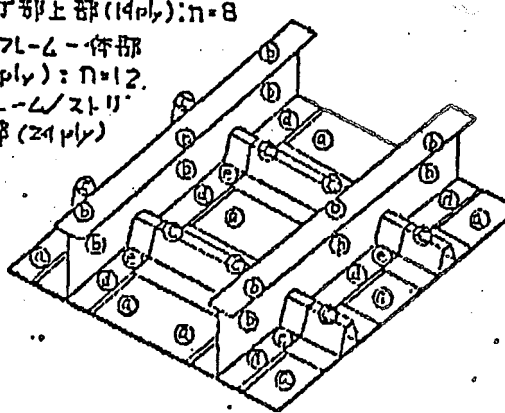
研究開発結果

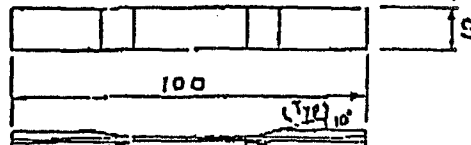
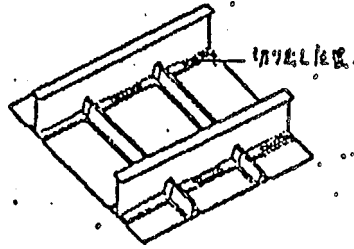
ワフテーマ名： 11-2 積層一体成形加工法：閉断面矩形形状

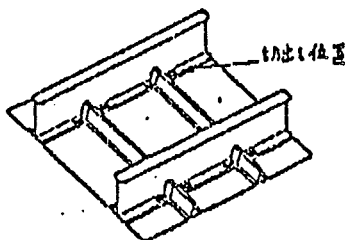
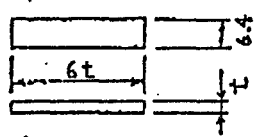
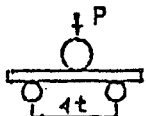
1. 供試体

項目	内容										
① 形式・寸度	外板/ストリップ/フレーム - 体構造閉断面パネル  板厚 1.0~3.5mm (7~24ply)										
② 使用材料	350°F硬化炭素繊維/エポキシ 一方向配列プリプレグテープ - 商品名：パイロフィル A40-150 (三菱レイヨン) - 基本特性 (メカ カタログ値) <table border="1"> <thead> <tr> <th>炭素繊維</th><th>標準一方向積層板特性 (Vf=60%)</th></tr> </thead> <tbody> <tr> <td>引張強度: 280 kg/mm^2</td><td>0°引張強度: 170 kg/mm^2 90°引張強度: 8.6 kg/mm^2</td></tr> <tr> <td>引張弾性率: 21000 kg/mm^2</td><td>0°引張弾性率: 12600 kg/mm^2 90°引張弾性率: 0.8 kg/mm^2</td></tr> <tr> <td>フラメント数: 10000</td><td>圧縮せん断強度: 13.5 kg/mm^2</td></tr> <tr> <td>密度 ρ 1.82</td><td></td></tr> </tbody> </table>	炭素繊維	標準一方向積層板特性 (Vf=60%)	引張強度: 280 kg/mm^2	0°引張強度: 170 kg/mm^2 90°引張強度: 8.6 kg/mm^2	引張弾性率: 21000 kg/mm^2	0°引張弾性率: 12600 kg/mm^2 90°引張弾性率: 0.8 kg/mm^2	フラメント数: 10000	圧縮せん断強度: 13.5 kg/mm^2	密度 ρ 1.82	
炭素繊維	標準一方向積層板特性 (Vf=60%)										
引張強度: 280 kg/mm^2	0°引張強度: 170 kg/mm^2 90°引張強度: 8.6 kg/mm^2										
引張弾性率: 21000 kg/mm^2	0°引張弾性率: 12600 kg/mm^2 90°引張弾性率: 0.8 kg/mm^2										
フラメント数: 10000	圧縮せん断強度: 13.5 kg/mm^2										
密度 ρ 1.82											
③ 成形条件	・主要工程 <pre> プリプレグカット → プリフォーム (レイアップ) → バック適用 → 硬化 </pre> ・詳細硬化条件  加圧の時間は、硬化モニタ信号をもとに決定した。										

2. 試験

項目	目標性能	試験方法	試験結果																																																																																								
① 寸法精度	板厚±8%以下	・板厚をマイクロメータで測定し、各部それぞれの平均値Mを求め板厚とする。 ・板厚は、$\frac{1}{100}$mm単位で読み取る。 <u>測定箇所</u> ① 外板部(7ply): n=12 ② フレーム部(10ply): n=6 フレーム部(15ply): n=6 ③ ストリンガ部上部(14ply): n=8 ④ 外板/フレーム-体部(16ply): n=12 ⑤ 外板/フレーム/ストリンガ-体部(24ply): n=16  ・供試体数nに対する平均値からの最大値M_{max}、最小値M_{min}のバラツキを%で示す。 バラツキ = $\frac{M_{max} - M}{M} \times 100 (\%)$ バラツキ = $\frac{M_{min} - M}{M} \times 100 (\%)$	<table><tr><th>No</th><th>測定箇所</th><th>Ply</th><th>板厚 (mm)</th><th>平均値 (mm)</th><th>バラツキ (%)</th></tr><tr><td rowspan="5">①</td><td rowspan="5">外板部</td><td rowspan="5">7</td><td>0.97</td><td>0.96</td><td rowspan="5">0.97</td><td rowspan="5">+4.1 -4.1</td></tr><tr><td>0.99</td><td>0.97</td></tr><tr><td>0.95</td><td>0.99</td></tr><tr><td>1.01</td><td>0.98</td></tr><tr><td>0.95</td><td>0.93</td></tr><tr><td rowspan="3">②</td><td rowspan="3">フレーム部</td><td rowspan="3">10</td><td>1.40</td><td>1.38</td><td rowspan="3">1.39</td><td rowspan="3">+2.2 -1.9</td></tr><tr><td>1.42</td><td>1.39</td></tr><tr><td>1.37</td><td>1.37</td></tr><tr><td rowspan="3">③</td><td rowspan="3">ストリンガ部</td><td rowspan="3">14</td><td>2.12</td><td>2.11</td><td rowspan="3">2.10</td><td rowspan="3">+2.9 -1.3</td></tr><tr><td>2.07</td><td>2.03</td></tr><tr><td>2.16</td><td>2.12</td></tr><tr><td rowspan="5">④</td><td rowspan="5">外板/フレーム-体部</td><td rowspan="5">16</td><td>1.95</td><td>1.96</td><td rowspan="5">1.93</td><td rowspan="5">+3.1 -3.1</td></tr><tr><td>1.99</td><td>1.90</td></tr><tr><td>1.87</td><td>1.91</td></tr><tr><td>1.89</td><td>1.97</td></tr><tr><td>2.41</td><td>2.21</td></tr><tr><td rowspan="5">⑤</td><td rowspan="5">外板/フレーム/ストリンガ-体部</td><td rowspan="5">24</td><td>2.26</td><td>2.27</td><td rowspan="5">2.25</td><td rowspan="5">+2.1 -3.6</td></tr><tr><td>2.29</td><td>2.23</td></tr><tr><td>2.19</td><td>2.21</td></tr><tr><td>2.32</td><td>2.20</td></tr><tr><td>2.24</td><td>2.22</td></tr><tr><td rowspan="5">⑥</td><td rowspan="5">外板/フレーム/ストリンガ-体部</td><td rowspan="5">24</td><td>3.41</td><td>3.31</td><td rowspan="5">3.37</td><td rowspan="5">+3.6 -3.0</td></tr><tr><td>3.37</td><td>3.32</td></tr><tr><td>3.32</td><td>3.38</td></tr><tr><td>3.47</td><td>3.40</td></tr><tr><td>3.41</td><td>3.33</td></tr></table>	No	測定箇所	Ply	板厚 (mm)	平均値 (mm)	バラツキ (%)	①	外板部	7	0.97	0.96	0.97	+4.1 -4.1	0.99	0.97	0.95	0.99	1.01	0.98	0.95	0.93	②	フレーム部	10	1.40	1.38	1.39	+2.2 -1.9	1.42	1.39	1.37	1.37	③	ストリンガ部	14	2.12	2.11	2.10	+2.9 -1.3	2.07	2.03	2.16	2.12	④	外板/フレーム-体部	16	1.95	1.96	1.93	+3.1 -3.1	1.99	1.90	1.87	1.91	1.89	1.97	2.41	2.21	⑤	外板/フレーム/ストリンガ-体部	24	2.26	2.27	2.25	+2.1 -3.6	2.29	2.23	2.19	2.21	2.32	2.20	2.24	2.22	⑥	外板/フレーム/ストリンガ-体部	24	3.41	3.31	3.37	+3.6 -3.0	3.37	3.32	3.32	3.38	3.47	3.40	3.41	3.33
			No	測定箇所	Ply	板厚 (mm)	平均値 (mm)	バラツキ (%)																																																																																			
①	外板部	7	0.97	0.96	0.97	+4.1 -4.1																																																																																					
			0.99	0.97																																																																																							
			0.95	0.99																																																																																							
			1.01	0.98																																																																																							
			0.95	0.93																																																																																							
②	フレーム部	10	1.40	1.38	1.39	+2.2 -1.9																																																																																					
			1.42	1.39																																																																																							
			1.37	1.37																																																																																							
③	ストリンガ部	14	2.12	2.11	2.10	+2.9 -1.3																																																																																					
			2.07	2.03																																																																																							
			2.16	2.12																																																																																							
④	外板/フレーム-体部	16	1.95	1.96	1.93	+3.1 -3.1																																																																																					
			1.99	1.90																																																																																							
			1.87	1.91																																																																																							
			1.89	1.97																																																																																							
			2.41	2.21																																																																																							
⑤	外板/フレーム/ストリンガ-体部	24	2.26	2.27	2.25	+2.1 -3.6																																																																																					
			2.29	2.23																																																																																							
			2.19	2.21																																																																																							
			2.32	2.20																																																																																							
			2.24	2.22																																																																																							
⑥	外板/フレーム/ストリンガ-体部	24	3.41	3.31	3.37	+3.6 -3.0																																																																																					
			3.37	3.32																																																																																							
			3.32	3.38																																																																																							
			3.47	3.40																																																																																							
			3.41	3.33																																																																																							
② Vf	65%以上	ASTM D 3171 凍結 酸分解法 ・供試体各部より試験片をとり出す。 <u>試験片採取位置</u> ① 外板部: n=6 ② フレーム部(フレーム): n=3 フレーム部(フレーム): n=3 ③ ストリンガ部上部: n=6 ④ 外板/フレーム-体部: n=6 ⑤ 外板/フレーム/ストリンガ-体部: n=8 <u>試験片形状</u>  <u>試験器材</u> 直示分析天秤 ・直示分析天秤によって試験片重量を測定する。 ・ASTM D 792 Method Aに従って密度を測定する。 ・加熱・溶融・酸により樹脂を溶解分解する。 ・繊維を洗浄後、直示分析天秤により繊維重量を測定する。 ・式によりVfを算出する。 $Vf = \frac{W_f \times \rho_f}{\rho_f \times W_c + \rho_c \times W_f} \times 100 (\%)$ Wf: 繊維重量 ρf: 繊維密度 Wc: 試験片重量 ρc: 試験片密度	<table><tr><th>No</th><th>測定箇所</th><th>Vf (%)</th><th>平均値 (%)</th></tr><tr><td rowspan="2">①</td><td rowspan="2">外板部</td><td>66.2 66.4 66.0</td><td rowspan="2">66.2</td></tr><tr><td>65.9 66.4 66.5</td></tr><tr><td rowspan="2">②</td><td rowspan="2">フレーム部</td><td>66.7 67.0 65.9</td><td rowspan="2">66.5</td></tr><tr><td>66.5 66.8 65.7</td></tr><tr><td rowspan="2">③</td><td rowspan="2">ストリンガ部</td><td>67.1 67.4 67.5</td><td rowspan="2">67.4</td></tr><tr><td>67.6 66.8 67.7</td></tr><tr><td rowspan="2">④</td><td rowspan="2">外板/フレーム-体部</td><td>66.3 66.7 67.2</td><td rowspan="2">66.5</td></tr><tr><td>65.8 66.4 66.7</td></tr><tr><td rowspan="3">⑤</td><td rowspan="3">外板/フレーム/ストリンガ-体部</td><td>66.9 67.5 66.6</td><td rowspan="3">67.0</td></tr><tr><td>67.4 66.7 66.0</td></tr><tr><td>67.4 67.3</td></tr></table>	No	測定箇所	Vf (%)	平均値 (%)	①	外板部	66.2 66.4 66.0	66.2	65.9 66.4 66.5	②	フレーム部	66.7 67.0 65.9	66.5	66.5 66.8 65.7	③	ストリンガ部	67.1 67.4 67.5	67.4	67.6 66.8 67.7	④	外板/フレーム-体部	66.3 66.7 67.2	66.5	65.8 66.4 66.7	⑤	外板/フレーム/ストリンガ-体部	66.9 67.5 66.6	67.0	67.4 66.7 66.0	67.4 67.3																																																										
No	測定箇所	Vf (%)	平均値 (%)																																																																																								
①	外板部	66.2 66.4 66.0	66.2																																																																																								
		65.9 66.4 66.5																																																																																									
②	フレーム部	66.7 67.0 65.9	66.5																																																																																								
		66.5 66.8 65.7																																																																																									
③	ストリンガ部	67.1 67.4 67.5	67.4																																																																																								
		67.6 66.8 67.7																																																																																									
④	外板/フレーム-体部	66.3 66.7 67.2	66.5																																																																																								
		65.8 66.4 66.7																																																																																									
⑤	外板/フレーム/ストリンガ-体部	66.9 67.5 66.6	67.0																																																																																								
		67.4 66.7 66.0																																																																																									
		67.4 67.3																																																																																									

項目	目標性能	試験方法	試験結果																																				
		試験片形状  ・試験機にセットし、荷重負荷速度 1.0~1.5 mm/min で破壊時の荷重を測定し、次式で引張強さを算出する。 引張強さの$\sigma = \frac{P}{b \cdot t}$ (kgf/mm²) P=最大破壊荷重 b=試験片幅 t=測定板厚 ・上記で求めた引張強さの平均値σからの最大値のmax及び最小値のminのバラツキを%で表す。 バラツキ = $\frac{\sigma_{max} - \sigma}{\sigma} \times 100 (\%)$ バラツキ = $\frac{\sigma_{min} - \sigma}{\sigma} \times 100 (\%)$ ・ROM% = $\sigma / \text{設計値} \times 100 (\%)$	* 設計仕様書 NA-42422																																				
③ ホイト率	1%以下	ASTM D 2734 準拠. ・V4 測定法に同じ ・次式によりホイト率を算出する ホイト率 = $100 - \rho_c \left(\frac{W_f}{\rho_f} + \frac{W_t}{\rho_t} \right) (\%)$ ρ_c: 試験片密度 W_f: 繊維重量 % ρ_f: 繊維密度 W_t: 樹脂重量 % ρ_t: 樹脂密度	<table><tr><th>NO</th><th>測定箇所</th><th>ホイト率 (%)</th><th>平均値 (%)</th></tr><tr><td>①</td><td>外板部</td><td>0.1 0.3 0.1 0.3 0.2 0.3</td><td>0.2</td></tr><tr><td rowspan="2">②</td><td>フレーム部</td><td>0 0 0</td><td>0</td></tr><tr><td>フレーム部</td><td>0 0 0</td><td>0</td></tr><tr><td rowspan="2">③</td><td>ストリンガ部</td><td>0 0 0.1</td><td>0</td></tr><tr><td>上部</td><td>0 0 0</td><td></td></tr><tr><td rowspan="2">④</td><td>外板/フレーム部</td><td>0 0 0</td><td>0</td></tr><tr><td>一部部</td><td>0 0 0</td><td></td></tr><tr><td rowspan="2">⑤</td><td>外板/フレーム部</td><td>0.1 0 0 0</td><td>0</td></tr><tr><td>ストリンガ部</td><td>0 0.2 0 0</td><td></td></tr></table>	NO	測定箇所	ホイト率 (%)	平均値 (%)	①	外板部	0.1 0.3 0.1 0.3 0.2 0.3	0.2	②	フレーム部	0 0 0	0	フレーム部	0 0 0	0	③	ストリンガ部	0 0 0.1	0	上部	0 0 0		④	外板/フレーム部	0 0 0	0	一部部	0 0 0		⑤	外板/フレーム部	0.1 0 0 0	0	ストリンガ部	0 0.2 0 0	
NO	測定箇所	ホイト率 (%)	平均値 (%)																																				
①	外板部	0.1 0.3 0.1 0.3 0.2 0.3	0.2																																				
②	フレーム部	0 0 0	0																																				
	フレーム部	0 0 0	0																																				
③	ストリンガ部	0 0 0.1	0																																				
	上部	0 0 0																																					
④	外板/フレーム部	0 0 0	0																																				
	一部部	0 0 0																																					
⑤	外板/フレーム部	0.1 0 0 0	0																																				
	ストリンガ部	0 0.2 0 0																																					
④ 引張強さ	バラツキ 10% 以下 ROM % 80 以上 (119.58 kgf/mm ²) 以上	ASTM D 3039 準拠 短冊試験片引張 ・供試体より試験片をとり出す。 試験片採取位置 ① 外板/フレーム部: $n=4$  試験器材 インストロン型 材料試験機	<table><tr><th>NO</th><th>測定箇所</th><th>引張強さ (kgf/mm²)</th><th>バラツキ (%)</th><th>ROM %</th></tr><tr><td rowspan="4">①</td><td rowspan="4">外板/フレーム部</td><td>85.1</td><td>+7.1</td><td rowspan="4">79.2</td></tr><tr><td>72.2</td><td>-8.8</td></tr><tr><td>79.3</td><td>(CV38)</td></tr><tr><td>80.2</td><td>(10.67)</td></tr></table> ** 設計仕様書 NA-42422 より。 設計値 = 89.9 kgf/mm² を使用。	NO	測定箇所	引張強さ (kgf/mm ²)	バラツキ (%)	ROM %	①	外板/フレーム部	85.1	+7.1	79.2	72.2	-8.8	79.3	(CV38)	80.2	(10.67)																				
NO	測定箇所	引張強さ (kgf/mm ²)	バラツキ (%)	ROM %																																			
①	外板/フレーム部	85.1	+7.1	79.2																																			
		72.2	-8.8																																				
		79.3	(CV38)																																				
		80.2	(10.67)																																				

項目	目標性能	試験方法	試験結果																
⑤ 屈曲せん断強さ	バラツキ 10%以下	ASTM D2344 準拠 3点曲げ ・供試体より試験片を切り出す。 <u>試験片採取位置</u> ③ 外板/フレーム/ストリンガー部: n=8  <u>試験器材</u> インストロン型材料試験機 <u>試験片形状</u>  ・試験片を荷重負荷装置を用いて荷重速度 1.0~1.5 mm/分で破壊するまで荷重をかける。 	<table><tr><th>NO</th><th>測定箇所</th><th>屈曲せん断強さ (kgf/mm²)</th><th>平均値 (kgf/mm²)</th><th>バラツキ (%)</th></tr><tr><td rowspan="4">③</td><td>外板/フレーム</td><td>7.0</td><td rowspan="4">7.1</td><td rowspan="4">+2.8 -5.6</td></tr><tr><td>ストリンガー部</td><td>6.9</td></tr><tr><td></td><td>6.7</td></tr><tr><td></td><td>7.2</td></tr></table>	NO	測定箇所	屈曲せん断強さ (kgf/mm ²)	平均値 (kgf/mm ²)	バラツキ (%)	③	外板/フレーム	7.0	7.1	+2.8 -5.6	ストリンガー部	6.9		6.7		7.2
		NO	測定箇所	屈曲せん断強さ (kgf/mm ²)	平均値 (kgf/mm ²)	バラツキ (%)													
③	外板/フレーム	7.0	7.1	+2.8 -5.6															
	ストリンガー部	6.9																	
		6.7																	
		7.2																	
		・破壊荷重を測定し、次式で屈曲せん断強さを算出する。 屈曲せん断強さ $H_s = \frac{3}{4} \cdot \frac{P}{bt}$ (kgf/mm ²) P=最大破壊荷重 b=試験片幅 t=測定板厚 ・上記で求めた屈曲せん断強さの平均値 $\bar{H}$ からの最大値 H_{max} 及び最小値 H_{min} のバラツキを%で表わす。 $\text{バラツキ} = \frac{H_{max} - \bar{H}}{\bar{H}} \times 100 (\%)$ $\text{バラツキ} = \frac{H_{min} - \bar{H}}{\bar{H}} \times 100 (\%)$																	

項目	目標性能	試験方法	試験結果
⑥ 生産性	分割組立法の70%以下	一体成形法と分割成形+接着組立法による断面構造供試体の製造期間を比較する。 ・一体成形法 <pre> 材料切削 → 成形 → 加工 → 1-2-3-4-5-6-7-8-9-10-11-12-13-14-15-16-17-18-19-20-21-22-23-24-25-26-27-28-29-30-31-32-33-34-35-36-37-38-39-40-41-42-43-44-45-46-47-48-49-50-51-52-53-54-55-56-57-58-59-60-61-62-63-64-65-66-67-68-69-70-71-72-73-74-75-76-77-78-79-80-81-82-83-84-85-86-87-88-89-90-91-92-93-94-95-96-97-98-99-100 </pre> 製造期間 T (試作実績値) ・分割成形+接着組立法 <pre> 材料切削 → 成形 → 1-2-3-4-5-6-7-8-9-10-11-12-13-14-15-16-17-18-19-20-21-22-23-24-25-26-27-28-29-30-31-32-33-34-35-36-37-38-39-40-41-42-43-44-45-46-47-48-49-50-51-52-53-54-55-56-57-58-59-60-61-62-63-64-65-66-67-68-69-70-71-72-73-74-75-76-77-78-79-80-81-82-83-84-85-86-87-88-89-90-91-92-93-94-95-96-97-98-99-100 </pre> 製造期間 T' (見積り値) ・上記2つの方法の製造期間 T, T' より比率を算出する。 製造期間の比率 (%) = $\frac{T'}{T} \times 100$	・一体成形法による断面構造供試体の製造期間 (T) ---- 12.5 日間 ・分割成形+接着組立法による断面構造供試体の製造期間 (見積り値) (T') ---- 17.9 日間 ・製造期間の比率 (%) = $\frac{T'}{T} \times 100$ = 71.9 %

使用試験器材			
器材名称	仕様概要	台数	備考
インストロン型 材料試験機	荷重容量 : 25トン 試験速度 : 0.05 ~ 500 mm/min ストローク : 1200 mm	1	
直示分析天秤	最大秤量 : 100g 最小目盛 : 0.0001g	1	

備考(研究日程)

	58/4	5	6	7	8	9	10	11	12	59/1	2	3
1) 板層一 体成形加工 法												
<u>1-1</u>			最適硬化条件の研究									
			開断面と正角一隅部材の設計・製作・評価									
(1)-2			開断面単純形状要素試作研究									

*1 成形

評価試験

*2 成形

評価試験

報告書

要

旨

研究開発項目名 成形加工技術の開発（積層一体成形加工法／閉断面構造）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

市販の炭素繊維－エポキシ樹脂プリプレグ材を用いて、多数の隔壁をもつ箱形構造（マルチセル構造）の一体成形基本技術を開発する。

評価の基準は理論計算による強度の発現率及びバラツキとする。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和56年度：閉断面積層一体成形加工法の現状と問題点の抽出

電気抵抗による樹脂硬化モニター基礎技術の研究（プレス成形）

昭和57年度：電気抵抗による樹脂硬化モニター技術の研究（オートクレープ成形）

閉断面積層一体構造模型の試作による最適成形条件の研究

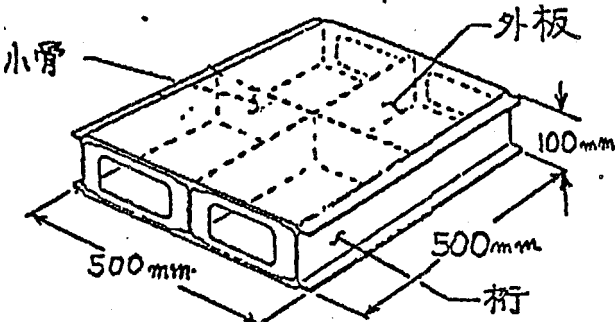
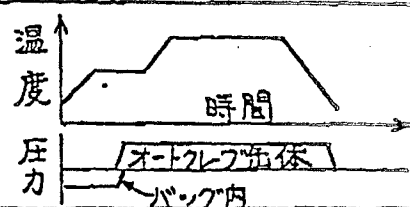
昭和58年度：電気抵抗による樹脂硬化モニター技術を適用した6面拘束閉断面構造模型の成形実験、評価

4. 第一期の実績のポイント

500×500mmの6面拘束閉断面構造模型供試体の試作研究により、航空機翼構造に見られるような多数の隔壁をもつ箱形構造（マルチセル構造）の一体成形加工法について、治工具、副資材、成形プロセスにわたる基本技術が開発された。

特に外国において実験室的に試みられている硬化モニター手法が実機構造物の一体成形に応用出来るようになった。

研究開発結果要約表

サブテーマ名		3-(2) 成形加工技術の開発 1-1) 積層一体成形加工法 6面拘束閉断面構造					
研究開発手法	供試体形状	 [板厚] 外板部 4mm 小骨・桁部 2mm					
	成形条件	積層一体成形法 (オートクレーブ, 350°F 6 kgf/cm ² , 2時間 硬化サイクル右図参照) 温度 圧力 					
前提条件等	便材料	350°F硬化炭素繊維/エポキシ -方向材ポリアレク(P3060-15) 東レ株式会社 織物ポリアレク(F7373-06M) 東レ株式会社。					
研究開発	要性能	寸法精度	V _f	ボイド率	引張強さ	層間剪断強さ	生産性
		板厚バラツキ ±8%以下	65%以上 (クロス使用) は60%以上	1%以下	変動係数10%以内 ROM 80%以上 設計要求値 (外板部65kgf/cm ² 小骨部15kgf/cm ²)	変動係数 10%以下	分割組立法 の70%以下 (30%以上短縮)
開発結果	試験法	マイクロメータによる測定 n=32 (外板・桁・小骨)	ASTM D3171 (酸分解法) n=52 (外板・桁・一体接合部)	ASTM D2734 (METHOD B) n=52 (外板・桁・一体接合部)	ASTM D3039 (T型形状試験) n=16 (外板・桁・小骨)	ASTM D2344 (スパン/厚さ=4) n=32 (一体接合部)	製造期間の比較
	試験結果	外板部 $\bar{x}=3.94$ バラツキ +1.3% -1.0%	外板部 67.7%以上 桁・小骨部 60.8%以上	外板部 0.6%以下 桁・小骨部 0.8%以下	外板部 変動係数 3.5% ROM 111% 最小値 72.0%	一体接合部(桁・小骨) 変動係数 11.5% 平均値 5.39%	$\frac{T_i}{T_f} \times 100\%$ $= \frac{90^H}{136^H} \times 100$ $= 66\%$
所見等		硬化モーター技術(直流電気抵抗)の応用により、高品質の構造要素製作の技術的目 途を確立。層間剪断強さの変動係数が高いのは硬化モーター点か少なく樹脂状態管理 が十分でないためと判断。多点多点モーター技術の開発により改善余地を内包。					

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 積層一体成形加工法（閉断面構造）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

航空機構造の重量軽減と製造コストの低減を目的とする一体化構造を安定した品質で得るために、基礎的加工技術の確立を計った。

素材グループにより開発される新材料の供給がオ2期以降となるため、オ1期は、既存の材料を用いるの加工法の基礎的要素技術の開発が重点となった。開発対象は、航空機の翼等の構造を想定して、外板部と桁小骨部に相当する要素を組み込んだ閉断面構造とし、外板部は将来のテ-ラリング技術に対処するため一方向材主体とした。初年度(56年度)は、単純な4面拘束閉断面構造を試作し、年度を追って拘束面を増し、58年度は、最も拘束面の多い、6面拘束閉断面構造を試作し評価した。(図1)

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント(詳細別紙)

硬化過程に於るエポキシ樹脂の直流電気抵抗変化を指標とする加圧時期決定手法開発の目的をたてた。6面拘束閉断面構造の試作において、本方法により、加圧時期を設定して加圧を行い、板厚、 V_f 、ボイト率および引張強度については、目標値を達成したが、層間剪断強度は12%程度の変動に留まった。

(2) 注目すべき知見

1) 硬化過程にあるエポキシ樹脂の直流電気抵抗と、そのときの樹脂粘度との間に深い相関関係のあることを見出した。

2) 直流電気抵抗を利用し、加圧時期を決定する手法を構造要素の試作に応用した。(図2)

3) 硬化過程での加圧用密封袋としては、ゴムバッグが有効であった。(図3)

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

1) 硬化過程の樹脂の直流電気抵抗を積層品の片面のみに取付けた電極によりモニターする「片面電極法」の技術(図4)

3(3) 1) つづき

〔実用新案出願〕 熱硬化型樹脂系複合材料についての直流電気抵抗計測装置

2) 硬化過程にある樹脂の粘度と直流電気抵抗を同時に計測する技術

〔特許出願〕 樹脂の粘度と電気特性の同時計測器

(4) 特に効果を発揮した技術.

1) 硬化過程の樹脂の直流電気抵抗を計測する技術

2) 積層品を硬化過程中コムバックを用いて加圧する方法.

(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

層間剪断強度の変動係数が目標値(10%以内)に納まらなかった。これは、応用した硬化モーターの測定点が少ないため構造要素全体の樹脂状態を十分に管理できず硬化サイクルの適正化度が低かったためと判断している。硬化モーターの測定点多点化の技術を開発し、それを適用して硬化サイクルの適正度を向上させることにより、層間剪断強度の変動係数の低下が期待できる。

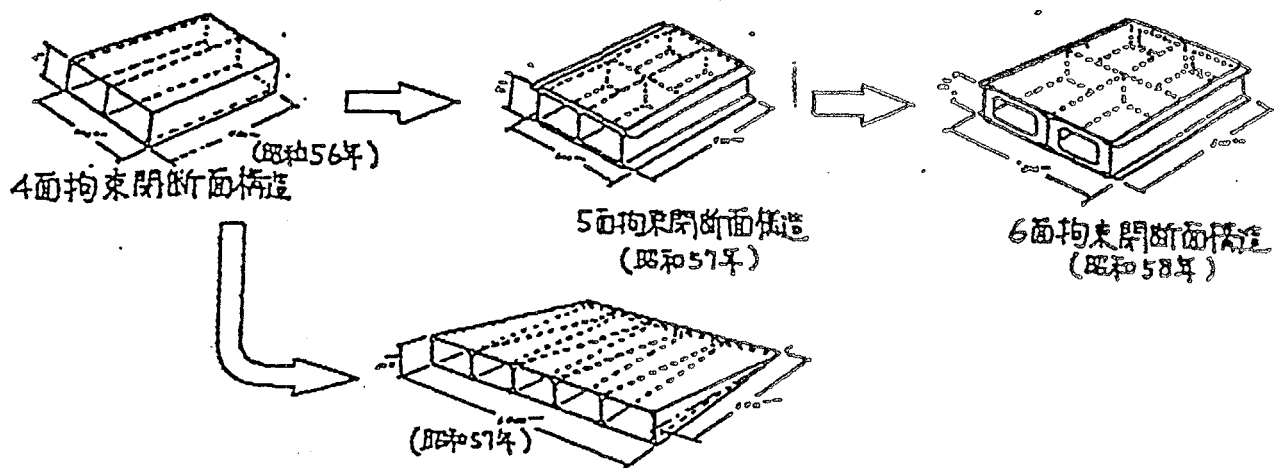


図1 閉断面構造の開発推移

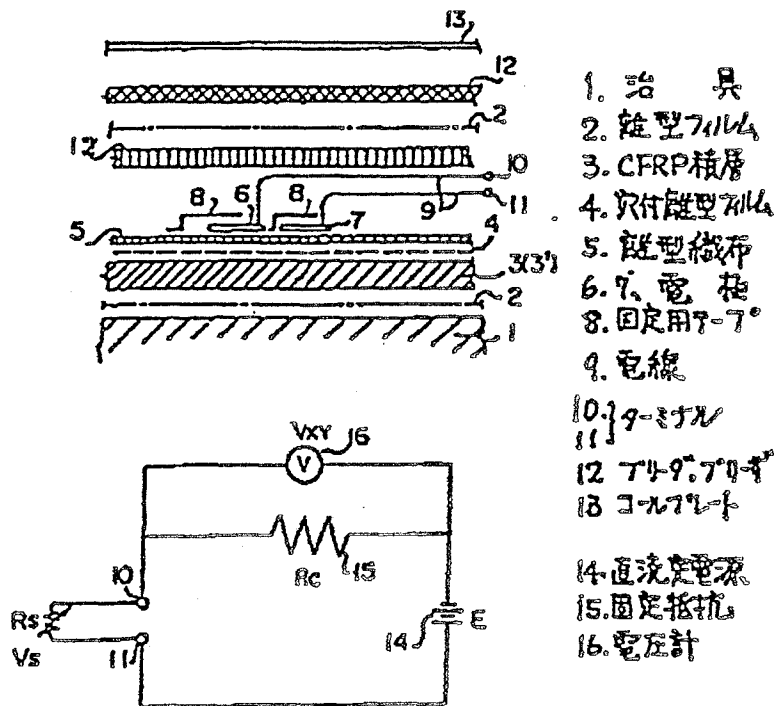


図4 片面電極法の原理図

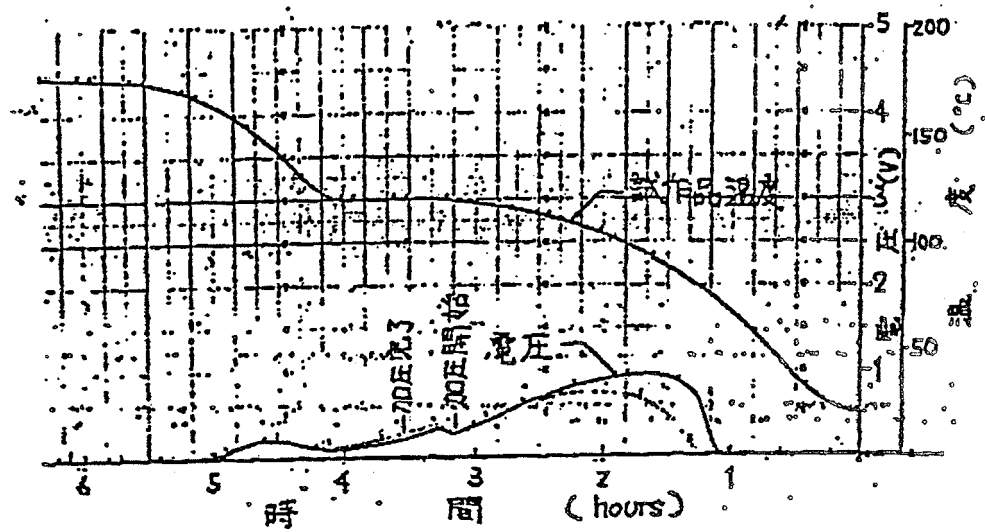
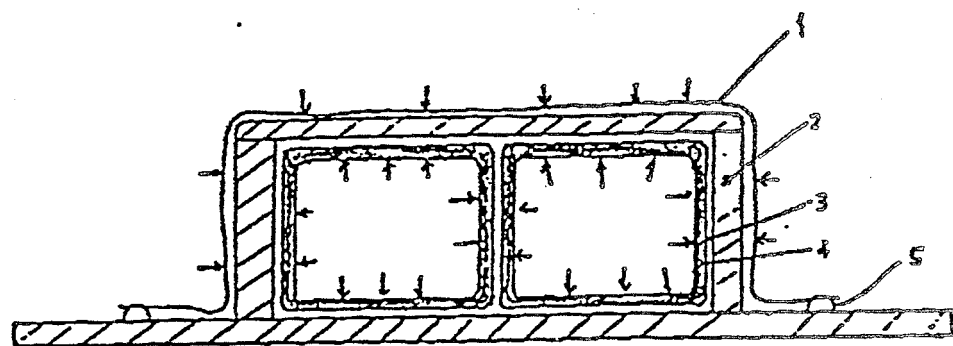


図 2. 樹脂の直流電気抵抗変化を利用する加圧時期
決定法の構造要素への応用例

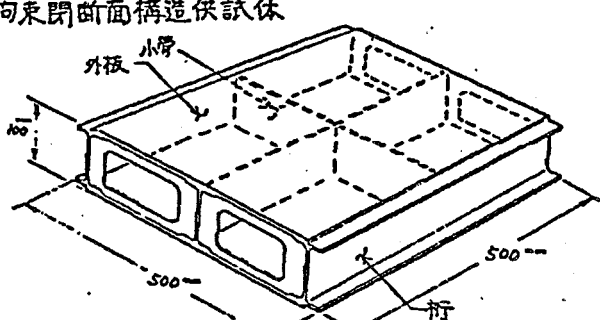


1. 真空バッキング 2. 治具(金具) 3. CFRP積層
4. 耐熱ゴムバッキング 5. シーラント

図 3. 開断面構造用基本治具構造

サアターマ名：3(2)成形加工技術の開発 1)-1 積層一体成形加工法、6面拘束閉断面構造

1. 供試体

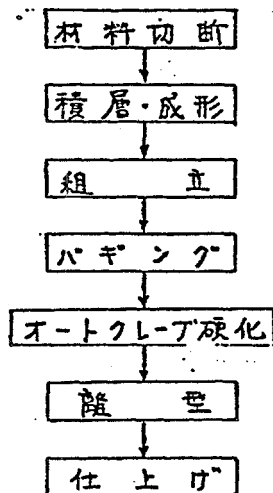
項 目	内 容
① 形状・寸度	6面拘束閉断面構造供試体  外板部：炭素繊維/エポキシ樹脂 板厚 4mm 桁小帯部：炭素繊維/エポキシ樹脂 板厚 2mm

② 使用材料

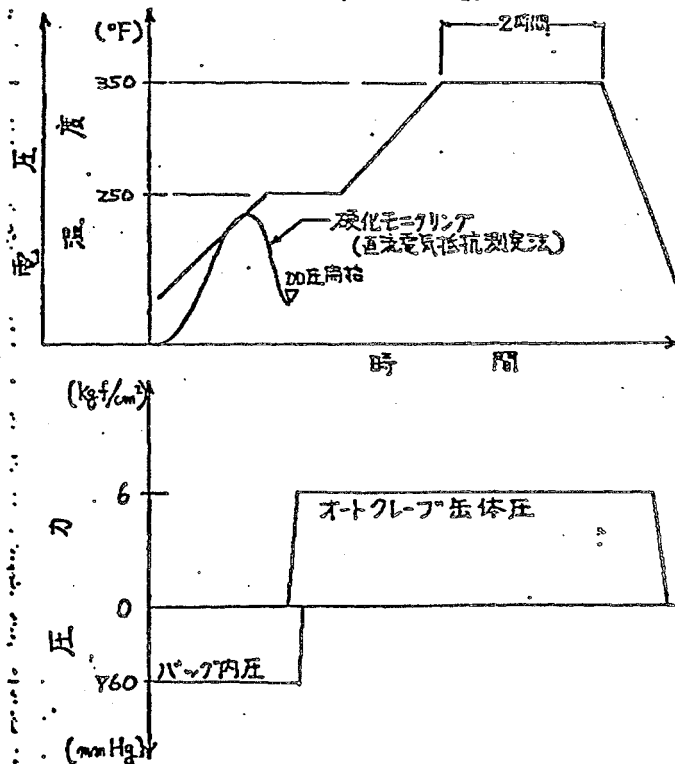
350°F 硬化炭素繊維/エポキシ樹脂				
商品名	一方向材 P3060-15 (東レ株式会社製)		織布 F7373-06M (東レ株式会社製)	
	フ リ フ レ ッ ク	標準積層板 (23°C, V _f 65%)	フ リ フ レ ッ ク	標準積層板 (23°C, V _f 60%)
基本特性	使用系 T-300	0°引張強度 165 kgf/cm ²	使用系 T-300	引張強度 55 kgf/cm ²
	糸重量 145±5 g/m ²	0°引張弾性率 15,000 kgf/cm ²	組織・重量 平織 193±8 g/m ²	引張弾性率 6,700 kgf/cm ²
X-001	フ リ フ レ ッ ク重量 259±12 g/m ²	90°引張強度 5 kgf/cm ²	フ リ フ レ ッ ク重量 333±16 g/m ²	破断伸び 0.8 %
90°引張	樹脂含有率 42% (by weight)	90°破断伸び 0.5 %	樹脂含有率 42% (by weight)	層間剥離強度 7 kgf/cm ²
	揮発分 2%以下 (163±5°C)	0°層間剥離強度 12 kgf/cm ²	揮発分 2%以下 (163±5°C)	(5-913 95/30 方向)

③ 成形条件

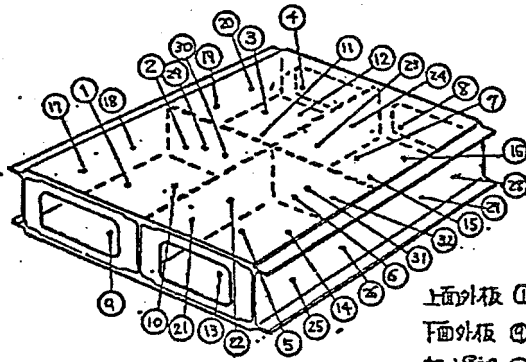
(積層一体成形法主要工程)



(詳細硬化条件)



2. 試験

項 目	目 標 性 能	試 験 方 法	試 験 結 果		
寸法精度 ① 板厚のバラツキ	±8%以下	・供試体より小片を切出し(下図参照).各小片の板厚をマイクrometerで3回計測し.その平均を切出し部の板厚 d_n とする. 板厚は100mmまで読み取る.板厚のバラツキは.外板部および桁小骨部ごとに供試体数 $n=16$ に対する平均値 d からの最大値 d_{max} および最小値 d_{min} のバラツキを%で表す. $\frac{d_{max} - d}{d} \times 100 (\%)$ ここで d_{max}: $d_1 \sim d_{16}$ の最大値 d_{min}: $d_1 \sim d_{16}$ の最小値 d: $d_1 \sim d_{16}$ の平均値.  上面外板 ①~⑯ 下面外板 ⑰~⑳ 桁小骨部 ㉑~㉔	d_n	外板部	桁小骨部
			1	3.94	1.97
2	3.97	2.02			
3	3.99	2.00			
4	3.93	1.98			
5	3.93	2.06			
6	3.94	2.06			
7	3.91	2.09			
8	3.95	2.07			
9	3.95	1.99			
10	3.96	1.97			
11	3.95	1.96			
12	3.90	1.95			
13	3.92	2.06			
14	3.94	2.11			
15	3.95	2.09			
16	3.94	2.07			
d	3.94	2.03			
d_{max}	3.99	2.11			
d_{min}	3.90	1.95			
バラツキ			+1.3 %	±3.9%	
			-1.0 %		

品質 ② V_f

一方向外板部 (外板部) 65%以上
 繊維部 (桁小骨部) 60%以上

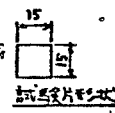
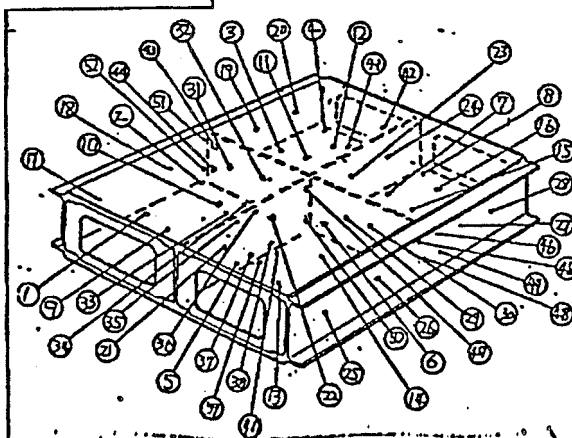
・供試体各部の試験片を切出し(下図参照)化学天秤による重量を計測する。
 ・化学天秤による重量を計測する。
 ・ASTM D792 Method Aに従って密度を計測する。
 ・加熱濃硝酸により樹脂を溶解分離する。
 ・繊維を洗浄後.化学天秤による繊維重量を計測する。

・次式により V_f を算出する

$$V_f = \frac{W_f \times \rho_c}{\rho_f \times W_c} \times 100\%$$

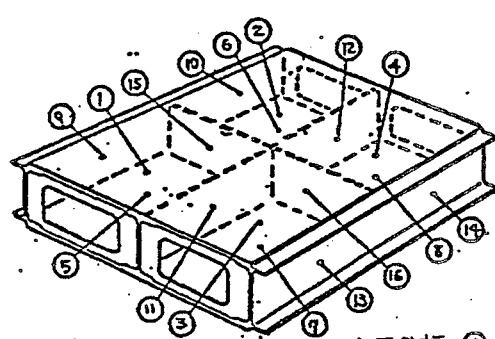
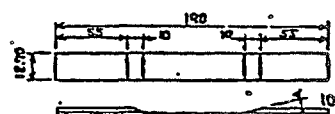
ここで
 W_f : 繊維重量, ρ_f : 繊維密度
 W_c : 試験片重量, ρ_c : 試験片密度

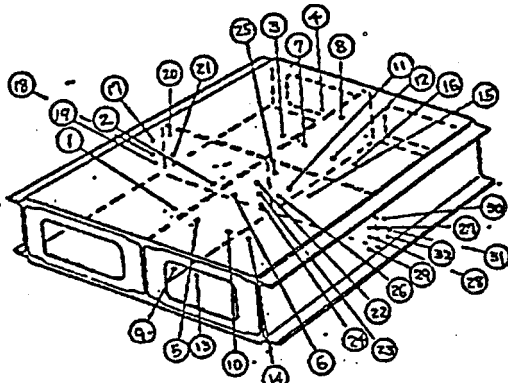
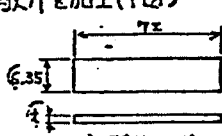
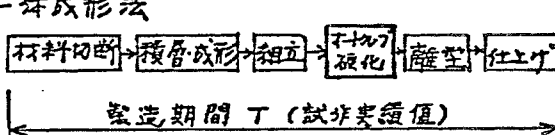
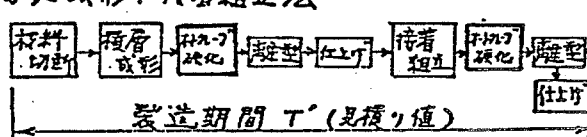
*試験方法は. ASTM D3171に準拠



	外板部	桁小骨部	外板桁一体接合部	桁小骨体接合部
1	67.8	64.6	66.3	66.6
2	68.1	62.2	66.7	67.2
3	68.3	63.1	66.7	66.5
4	68.4	64.6	66.8	65.5
5	68.6	61.8	67.2	65.2
6	68.6	61.2	67.0	65.6
7	68.9	60.8	66.3	61.0
8	68.8	61.5	66.8	62.0
9	68.3	64.3	66.4	64.2
10	68.3	64.7	66.2	63.0
11	68.0	65.0		
12	67.7	63.4		
13	68.4	61.1		
14	68.4	61.4		
15	68.4	62.1		
16	68.2	62.1		
Ave	68.3	62.7	66.6	64.7

項 目	目 標 性 能	試 験 方 法	試 験 結 果				
③ ポット率	1%以下	・ V_f測定結果より、下式により算出する。 $V_v = 100 - (V_f + V_r) \quad V_v: \text{ポット率}$ $V_r = \frac{W_r \times P_c}{P_r \times W_c} \times 100 \quad V_r: \text{樹脂体積含有率}$ $W_r: \text{樹脂重量 (} W_c - W_f \text{)}$ $P_r: \text{樹脂密度}$ * 試験方法は、ASTM D 2734 Method B に準拠。		外板部	樹脂部	外板部 接合部	樹脂部 接合部
			1	0.1	0.4	0.9	0.8
			2	0.1	0.3	0.8	0.7
			3	0.0	0.6	0.9	0.4
			4	0.2	0.5	0.9	0.6
			5	0.1	0.5	0.8	0.3
			6	0.1	0.4	0.8	0.6
			7	0.1	0.3	0.8	0.8
			8	0.1	0.7	0.8	0.6
			9	0.2	0.5	0.8	0.3
			10	0.0	0.3	0.8	0.2
			11	0.5	0.8		
			12	0.6	0.3		
			13	0.5	0.1		
			14	0.6	0.2		
			15	0.5	0.5		
			16	0.5	0.3		
			MAX	0.6	0.8	0.9	0.8
			AVE	0.3	0.4	0.8	5.3

項 目	目 標 性 能	試 験 方 法	試 験 結 果	
			外 板 部	桁・小骨部
④ 引 張 強 さ	変動係数 10% 以下 ROM % 80 以上 [設計要求値] 外板部 : 65 kgf/mm ² 桁・小骨部 : 59 kgf/mm ²	・ 供試体各部より試験片を切り出し、試験片加工を行う。(図参照)試験片を引張試験機にセットし、荷重負荷速度 1.0 ~ 1.5 mm/分 で破壊まで負荷する。破壊荷重を計測し、次式で引張強さを算出する。 $\sigma_t = \frac{P}{b \cdot t} \quad (\text{kgf/mm}^2)$ P : 最大破壊荷重 b : 試験片幅 t : 公称板厚 * 試験方法は、ASTM D3039 に準拠。 * 計測結果は、次式により ROM % 及び変動係数 C _v を算出する。 $\text{ROM \%} = \frac{\sigma_a}{\sigma_t} \times 100 \quad (\%)$ σ _t : 設計要求値 σ _a : 実測値 $C_v = \frac{\sigma}{\bar{x}} \times 100 \quad (\%)$ σ : 標準偏差 x̄ : 平均値	1 75.0	16.6
			2 72.0	18.6
			3 75.5	17.2
			4 72.9	16.4
			5 73.0	19.2
			6 77.1	17.8
			7 80.1	17.6
			8 76.3	18.3
			Ave 75.2	17.7
			Min 72.0	16.4
ROM 111 % 以上	103 % 以上			
C _v 3.5 %	5.5 %			
④ 引 張 強 さ (つぎ)		 計測機器 引張圧縮万能試験機 (オートグラフ) 試験片形状 ↔ 0°方向  注 1. 試験片平行度は ±0.13 mm 以内。		

項 目	目標性能	試 験 方 法	試 験 結 果																																																									
⑤層間前断強さ	変動係数10%以下	供試体一体接合部より試験片を切り出す(下図参照)  (外板・桁一体接合部 ①～⑬) (桁・小梁一体接合部 ⑭～⑳) ・試験片を加工(下図)  試験片の形状 試験片を荷重負荷装置を用いて荷重速度1.0-1.5 mm/分で破壊するまで荷重負荷する。 (下図参照)	<table><tr><th></th><th>外板・桁一体接合部</th><th>桁・小梁一体接合部</th></tr><tr><td>1</td><td>4.85</td><td>6.09</td></tr><tr><td>2</td><td>5.92</td><td>5.56</td></tr><tr><td>3</td><td>6.01</td><td>6.11</td></tr><tr><td>4</td><td>4.45</td><td>6.94</td></tr><tr><td>5</td><td>6.10</td><td>6.42</td></tr><tr><td>6</td><td>5.82</td><td>5.20</td></tr><tr><td>7</td><td>4.99</td><td>5.34</td></tr><tr><td>8</td><td>6.29</td><td>5.00</td></tr><tr><td>9</td><td>6.14</td><td>5.15</td></tr><tr><td>10</td><td>5.55</td><td>4.99</td></tr><tr><td>11</td><td>5.61</td><td>6.88</td></tr><tr><td>12</td><td>4.68</td><td>6.91</td></tr><tr><td>13</td><td>5.40</td><td>6.82</td></tr><tr><td>14</td><td>4.43</td><td>6.26</td></tr><tr><td>15</td><td>5.01</td><td>6.66</td></tr><tr><td>16</td><td>4.89</td><td>6.52</td></tr><tr><td>Ave</td><td>5.39</td><td>6.05</td></tr><tr><td>CV</td><td>11.5%</td><td>12.1%</td></tr></table>		外板・桁一体接合部	桁・小梁一体接合部	1	4.85	6.09	2	5.92	5.56	3	6.01	6.11	4	4.45	6.94	5	6.10	6.42	6	5.82	5.20	7	4.99	5.34	8	6.29	5.00	9	6.14	5.15	10	5.55	4.99	11	5.61	6.88	12	4.68	6.91	13	5.40	6.82	14	4.43	6.26	15	5.01	6.66	16	4.89	6.52	Ave	5.39	6.05	CV	11.5%	12.1%
	外板・桁一体接合部	桁・小梁一体接合部																																																										
1	4.85	6.09																																																										
2	5.92	5.56																																																										
3	6.01	6.11																																																										
4	4.45	6.94																																																										
5	6.10	6.42																																																										
6	5.82	5.20																																																										
7	4.99	5.34																																																										
8	6.29	5.00																																																										
9	6.14	5.15																																																										
10	5.55	4.99																																																										
11	5.61	6.88																																																										
12	4.68	6.91																																																										
13	5.40	6.82																																																										
14	4.43	6.26																																																										
15	5.01	6.66																																																										
16	4.89	6.52																																																										
Ave	5.39	6.05																																																										
CV	11.5%	12.1%																																																										
生産性 ⑥分割組立法との対比.	70%以下 (30%以上の短縮)	一体成形法と 分割成形+接着組立法による6箇所束間断面構造供試体の製造期間を比較する。 一体成形法  分割成形+接着組立法  上記二つの方法の製造期間T, T'の比率を算出す $\text{製造期間の比率(\%)} = \frac{T}{T'}$	$\frac{T}{T'} \times 100\% = \frac{90}{136} \% = 66\%$ T = 90^分 T' = 136^分																																																									

項 目	目 標 性 能	試 験 方 法	試 験 結 果
生産性 ④ 分割組立法の 対比.	70%以下 (30%以上の短縮)	一体成形法と 分割成形+接着組立法の6面内束 閉断面構造試体の製造期間を比較す。 一体成形法 <pre> 材料切断 → 積層成形 → 組立 → 材料の硬化 → 脱型 → 仕上り </pre> 製造期間 T (試非実値) 分割成形+接着組立法 <pre> 材料切断 → 積層成形 → 材料の硬化 → 脱型 → 仕上り → 接着組立 → 材料の硬化 → 脱型 → 仕上り </pre> 製造期間 T' (見積り値) 上記二つの方法の製造期間 T, T' の比率を 算出す。 $\text{製造期間の比率}(\%) = \frac{T}{T'}$	$\frac{T}{T'} \times 100 = \frac{90}{136} \times 100\% = 66.2\%$ T = 90H T' = 136H

3 備考

項 目	細 目	第 3 四 半 期		第 4 四 半 期		
		11	12	1	2	3
(1) 最適硬化条件の 研究	条件確認試験	→				
(2) 閉断面構造要素の 試作研究	試作・品質評価	(12月目)	→	(3月目)		
(3) T-9 解析。 報告書作成				→		

要

旨

研究開発項目名 成形加工技術の開発（モールド成形法／一体構造）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

市販の炭素繊維及びマトリックス樹脂を用いて、金属構造の継手金具及び深絞り
に代る複合材継手及び深絞り部材の基本成形技術を開発する。

評価の基準は理論計算による強度の発現率又は引張弾性率及びバラツキとする。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和56年度：長、短繊維モールド成形の現状と問題点の抽出

加工性把握試験

昭和57年度：短繊維整列技術の開発、短繊維整列材の力学特性の研究

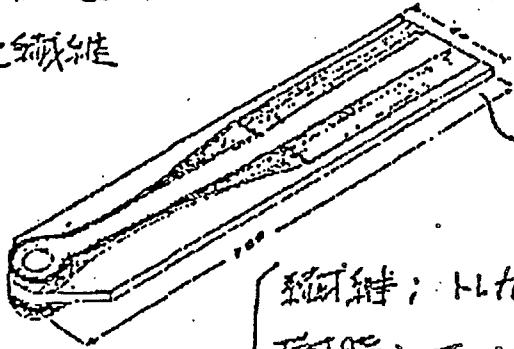
長繊維杉綾織（フィラメントワインディング）材の力学特性及び深絞り
性の研究

昭和58年度：短繊維及び編組材一体構造模型の試作、評価

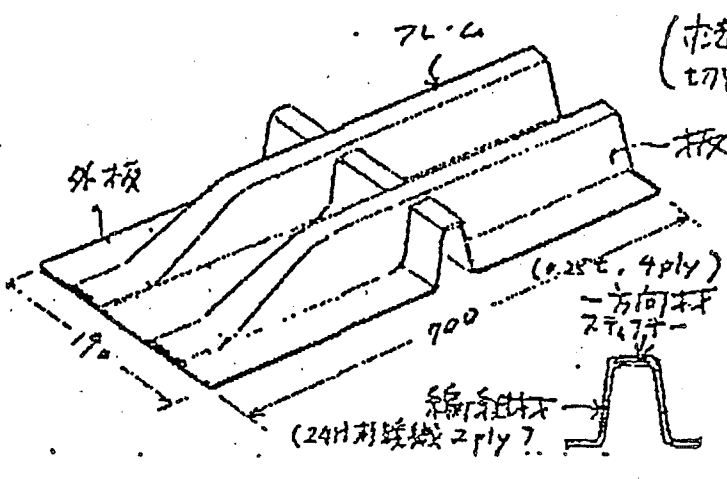
4. 第一期の実績のポイント

短繊維整列技術並びに短繊維及び編組材一体構造成形基本技術が開発され、
複合材継手部材及び波形深絞り材等への応用の道が開けた。

開発結果要約表

サブテ-2名	3(2) 成形加工技術の開発 2) モールド成形法 2)-1- (本体構造 1. 複雑断面変位部 (短繊維))					
供試体形状	□ 短繊維整列材 ▨ 連続繊維 (寸法: 使用 × 1 回) (0.4 mm × 5 年)  短繊維: トリ T300 樹脂: イピ-TB27/NMA/BDMA					
材料						
成形条件	90°C X 1H + 180°C X 4H (> 0.6 kg/cm ²) マ-4ト-9"X 成形法					
要求性能	短 ROM%	Y+	寸法精度	ボイド率	生産性	
	60%以上 (実測値) (理論値) バラツキ10%以下	35%以上 45%以下	(肉厚) 20%以下	1%以下	分割組立法 70%以下 (30%以上 短繊維)	
試験法	ASTM D638 (1/2形状異径) n=5	ASTM D3171 酸分解法 n=5	マイクログラフ による測定 m=15	X線撮影 によりボイド面 積を統計 (参考: 比較法) n=5	製造期間 の比較 n=6	
試験結果	σ ROM kgf/mm² % 43.1 76.0	% 35.7	% 0.9 (0.4)	% 64.9		
	CV	5.2	+1.8/-5.2			
所見等	第一期目標を概ね達成した。					

研究開発結果要約表

サブテーマ名	3(2) 成形加工技術の開発 2, モールド成形法 2)-1 - (本体構造) ロ, 三次元曲面部 (長繊維継)					
供試体形状						
材料						
成形条件	90℃ × 1H + 180℃ × 4H (6.1cc/cm ²) バックモールド成形法					
要求性能	弾性率	寸法精度	Vf	ボイド率	生産性	
	7000 kgf/mm ² 以上 バラツキ10%以下	(板厚) 10%以下	50%以上	1%以下	分割組立法 970%以下 (30%以上短縮)	
試験法	ASTM D-3039 (T/P材用) (外板×3 700×4) × 3/4	マイ704-7 による測定 n = 23	ASTM D3171 酸分解法 n = 21	X線撮影 によりボイド面 積を統計 (参考: 比重法) n = 21	製造期間 の比率 n = 4	
試験結果	平均	kgf/mm ² 6.998		% 58.2	% 0 (0.03)	% 65.7
	CV	19.7 % +18.8 % (一方向部) -17.6 % (外板部)				
所見等	弾性率と板厚のバラツキが大きい理由は、深い絞り使用のため織物の繊維交差角度が場所によって変化したため					

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 モールド成形法（短繊維及び編組材一体構造）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

1) 開発の狙い

将来の複合材構造は、より大型化するとともに形状も複雑化するため、成形加工の研究対象としては単純なパネルやビーム等の組合せ中に、鋳鍛品や鍛金深絞り品に類する形状機能の部材を複合化して同時に組込んだ一体化成形品を想定する必要がある。従って短繊維整列材・長繊維編組材を含むモールド一体成形法を、航空機等の二次構造部材に適用する目的をたてたため

Ⅰ. 短繊維整列材と長繊維一方向材からなる複雑断面変位部分をマニ

チトダイ成形する要素加工技術

Ⅱ. 長繊維編組材と一方向材からなる三次元曲面部分をバグ

モールド成形する要素加工技術

の研究を進め、基本技術を取りまとめることを狙いとした。

2) 現世代技術で成える開発要素

Ⅰ. (1) 鋳鍛品のような複雑形状部を複合材化する場合には、成形性の確保のため、一部の繊維を不連続化する必要がある

(2) その部分の強度低下を最少限に抑えるため、短繊維の整列性の向上や含有率の最適化を図る等の必要がある。

(3) そのため、整列工程の機械化と長短一体マニチトダイ成形法の開発を実施した。

Ⅱ. (1) 鍛金深絞り材のような多くの複曲面を持つ部分の繊維層においては、ブリーフ材に切れ目を入れたり、ニフを挟つてはなさない

(2) そのため強度剛性と深絞り性の相反する要求をバランスよく満たす織布材の追求を行なった。

(3) また、バグモルディング法を普及させた深絞り一体成形法の開発を行なった。

3. 研究開発結果

(別紙)

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント (詳細別紙)

① 複雑断面変化部 (短繊維系)

強度ROM%, 強度バラッキ, 寸法精度, ホイド率及び生産性のすべての要求性能を達成した。

② 三次元曲面部 (長繊維系)

弾性率, 寸法, ホイド率及び生産性は要求性能を満たすが, 弾性率のバラッキと, 板厚精度は, 深い絞り作用を受けた場所においては繊維布と繊維の交差角が変動するため, ±20%程度となった。

(2) 注目すべき知見

① モノポイント間でインターフェースさせた短繊維整列の効果により,

0°方向引張強さがV145%で $\text{MAX } 60 \text{ kgf/mm}^2$ に達した。

本整列技術では, 炭素以外の繊維 (ホイスカ等), エポキシ以外のマトリクス (金属等) にも開発の可能性を有する。

② 強度剛性と成形性の相反する要求をバランスよく満たす繊維布材を

追求し, 杉綾織布が航空機等の二次構造に適することを見出した。

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特種的技術

① 短繊維整列工程の機械化に関する特許 (特許願昭58-153089号) を出願した。

② 16枚束手織物 (16本ごとにタテ・ヨコが交差) 及び16枚杉綾織布 (F/W方式) を試織し, 成形性等を評価した (従来は8本とび登)。

(4) 特に効果を発揮した技術

① 継手部等の鋳鍛材の複合化における成形性確保のために繊維を短かく切ること及び, 補強部等の鍛造絞り部の複合化における荷重の伝達と生産性確保のためアワフレブに切れ目を入れたいことは, いずれも目的達成に効果が認められた。

② 織布の成形性を定量評価するため「ウィービング数」と「フランク率」によるデーター整理を試みた。

(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

織布の深絞り部分における繊維方向と板厚のコントロールには, 成形作用による繊維交差角の変動を予測する設計手法の開発が不可欠である。

研究開発結果

サマリー名: 2) モールド成形法 2)-1- 一体化構造

1 供試体

項目	内 容
① 形状・寸度 (供試体)	1. 複雑断面変化部 (短繊維) □ 短繊維整列材 ■ 長繊維方向材 (寸法測定用 × 1 枚 切出す寸法 × 5 枚) 2. 三次元曲面部 (長繊維) (寸法測定用 × 1 枚 切出す寸法 × 3 枚)
② 使用材料 基本特性:	短繊維整列材: 繊維: トカ T300-3K L 樹脂: エポキシ BZ7/NMA/BDMA 連続繊維: 繊維: トカ T300AD-C77 樹脂: エポキシ BZ7/NMA/BDMA 長繊維方向材: 繊維: トカ T300AD-C77 樹脂: エポキシ BZ7/NMA/BDMA
③ 成形条件	1. 複雑断面変化部 (短繊維) 主要工程: (7) フォトリソグラフィ 植毛整列含浸 → 型込み → バック (7) フォトリソグラフィ → 脱型 → 仕上り 硬化条件: 成形治工具 (例) 2. 三次元曲面部 (長繊維) 主要工程: (6) モールド成形法 7) フォトリソグラフィ → 植毛整列含浸 → 脱型 → 仕上り 硬化条件: 左記短繊維材料に同じ (樹脂系も同一のため) 成形治工具 (例)

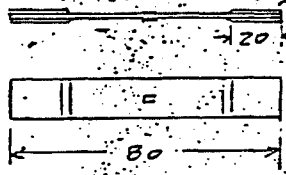
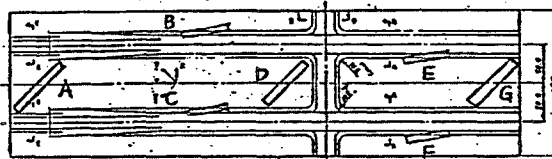
2. 試験 1. 複断断面変化部 (繊維織)

項目	目標性能	試験方法	試験結果																		
① 繊維 ROM %	60%以上 (実測値) (理論値) バラツキ 10%以下	ROM評価用 引張試験片 (ASTM D-638 Mod.) FYSB 供試体 (切出位置) 試験方法: 供試体(長短繊維一体化)の繊維織型 列材のみの部分(上図)より引張試験片を 切出し、引張試験を行う。(引張試験片 はFRPグラブを接着後加工を行う。 評価条件(設計許容値): $\sigma_c = \sigma_{Tf}(1 - \frac{L_c}{2L}) \{ \sigma_m(1 - \sigma_f) \}$ の理 論値(設計計算書 積設-00-2179 参照) を算出し、比較する。	X_n <table border="1"> <thead> <tr> <th>供試体 No</th> <th>繊維 ROM %</th> <th>ROM %</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>No1</td> <td>40.2</td> <td>76.5</td> </tr> <tr> <td>No2</td> <td>47.0</td> <td>74.1</td> </tr> <tr> <td>No3</td> <td>42.5</td> <td>80.2</td> </tr> <tr> <td>No4</td> <td>42.1</td> <td>63.0</td> </tr> <tr> <td>No5</td> <td>43.5</td> <td>86.0</td> </tr> </tbody> </table> $\bar{x}$ 引張強度 43.1 kgf/cm^2 ROM 76.0 % 引張強度 C.V. 値 5.2 % 試験器具: 1020 = 5t	供試体 No	繊維 ROM %	ROM %	No1	40.2	76.5	No2	47.0	74.1	No3	42.5	80.2	No4	42.1	63.0	No5	43.5	86.0
供試体 No	繊維 ROM %	ROM %																			
No1	40.2	76.5																			
No2	47.0	74.1																			
No3	42.5	80.2																			
No4	42.1	63.0																			
No5	43.5	86.0																			

2. 試験 1. 複断断面変化部 (繊維織)

項目	目標性能	試験方法	試験結果																																										
② η	35%以上 45%以下	前項①引張試験破断部近傍より η 試験片を切出し、評価する 試験法: ASTM-D3177 酸分解法	<table border="1"> <tr> <th>X_n</th><th>No1</th><th>No2</th><th>No3</th><th>No4</th><th>No5</th></tr> <tr> <td>(%)</td><td>32.5</td><td>39.9</td><td>32.8</td><td>42.2</td><td>31.2</td></tr> <tr> <td>$\bar{x}$</td><td colspan="5">35.7 %</td></tr> <tr> <td>C.V.</td><td colspan="5"></td></tr> </table>	X_n	No1	No2	No3	No4	No5	(%)	32.5	39.9	32.8	42.2	31.2	$\bar{x}$	35.7 %					C.V.																							
X_n	No1	No2	No3	No4	No5																																								
(%)	32.5	39.9	32.8	42.2	31.2																																								
$\bar{x}$	35.7 %																																												
C.V.																																													
③ 寸法精度 (肉厚)	20%以下	下記 ④EP点 (各15ヶ所) の厚みを実測し、 1. 図面寸法に対する 板厚誤差率* を求める。 *板厚誤差率 = $\frac{X-X'}{X'} \times 100$ X': 図面寸法 X: 実測値	<table border="1"> <tr> <th rowspan="9">X_n</th><th rowspan="9">(%)</th><th rowspan="9">順部</th><th rowspan="9">部</th><th>1</th><th>-2.5</th><th>9</th><th>-2.5</th></tr> <tr><th>2</th><th>-2.0</th><th>10</th><th>+0.4</th></tr> <tr><th>3</th><th>-2.5</th><th>11</th><th>-1.4</th></tr> <tr><th>4</th><th>+1.8</th><th>12</th><th>-0.4</th></tr> <tr><th>5</th><th>-0.8</th><th>13</th><th>-3.9</th></tr> <tr><th>6</th><th>0</th><th>14</th><th>-3.1</th></tr> <tr><th>7</th><th>+1.0</th><th>15</th><th>-5.2</th></tr> <tr><th>8</th><th>-0.5</th><th></th><th></th></tr> <tr><th colspan="4">図面寸法に 対する板厚 誤差率</th><th>+1.8 %</th><th>-5.2 %</th></tr> </table>	X_n	(%)	順部	部	1	-2.5	9	-2.5	2	-2.0	10	+0.4	3	-2.5	11	-1.4	4	+1.8	12	-0.4	5	-0.8	13	-3.9	6	0	14	-3.1	7	+1.0	15	-5.2	8	-0.5			図面寸法に 対する板厚 誤差率				+1.8 %	-5.2 %
X_n	(%)	順部	部					1	-2.5	9	-2.5																																		
								2	-2.0	10	+0.4																																		
								3	-2.5	11	-1.4																																		
								4	+1.8	12	-0.4																																		
								5	-0.8	13	-3.9																																		
								6	0	14	-3.1																																		
								7	+1.0	15	-5.2																																		
								8	-0.5																																				
				図面寸法に 対する板厚 誤差率				+1.8 %	-5.2 %																																				
④ ホット率	10%以下	前項①引張試験破断部近傍より ホット試験片を切出し、評価する 試験法: ミクロ撮影 (50~100倍) (全断 面を撮影し、断熱率を算出する) (実測値と設計値とを比較する)	<table border="1"> <tr> <th>X_n</th><th>No1</th><th>No2</th><th>No3</th><th>No4</th><th>No5</th></tr> <tr> <td>(%)</td><td>0.5</td><td>0.5</td><td>3.2</td><td>0.6</td><td>0</td></tr> <tr> <td></td><td>(0)</td><td>(0)</td><td>(0.6)</td><td>(1.4)</td><td>(0)</td></tr> <tr> <td>$\bar{x}$</td><td colspan="5">0.9 (0.4) %</td></tr> </table> () 内は比重法による結果	X_n	No1	No2	No3	No4	No5	(%)	0.5	0.5	3.2	0.6	0		(0)	(0)	(0.6)	(1.4)	(0)	$\bar{x}$	0.9 (0.4) %																						
X_n	No1	No2	No3	No4	No5																																								
(%)	0.5	0.5	3.2	0.6	0																																								
	(0)	(0)	(0.6)	(1.4)	(0)																																								
$\bar{x}$	0.9 (0.4) %																																												

2 試験 口 三次元曲面部 (長繊維織)

項目	目標性能	試験方法	試験結果																																																		
① 弾性率	(タテ方向 引張弾性率) 7000 kgf/cm^2 以上 バラツキ 10%以下	弾性率評価用試験片 ASTM D3039 Mod.1.5  試験器具: イ-ストン 5TON, XYL-9 試験片切出し位置: 下記①⑥⑦  FTSB用試本 (1枚布の深絞り品) 	<table border="1"> <thead> <tr> <th colspan="2"></th> <th>試片 No.1</th> <th>No.2</th> <th>No.3</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td rowspan="6">外 板 部</td> <td>A</td> <td>6033</td> <td>7861</td> <td>8051</td> </tr> <tr> <td>D</td> <td>9346</td> <td>5136</td> <td>8908</td> </tr> <tr> <td>G</td> <td>9020</td> <td>5710</td> <td>5950</td> </tr> <tr> <td rowspan="3">7 L - μ 部</td> <td>B</td> <td>8115</td> <td>7752</td> <td>8014</td> </tr> <tr> <td>C</td> <td>4057</td> <td>5734</td> <td>8438</td> </tr> <tr> <td>E</td> <td>6565</td> <td>6224</td> <td>5941</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">部</td> <td>F</td> <td>6887</td> <td>7020</td> <td>6193</td> </tr> <tr> <td>Σ</td> <td>7146</td> <td>6491</td> <td>7356</td> </tr> <tr> <td colspan="2"></td> <td colspan="3">6998</td> </tr> <tr> <td colspan="2">CV</td> <td colspan="3">19.7%</td> </tr> </tbody> </table>			試片 No.1	No.2	No.3	外 板 部	A	6033	7861	8051	D	9346	5136	8908	G	9020	5710	5950	7 L - μ 部	B	8115	7752	8014	C	4057	5734	8438	E	6565	6224	5941	部	F	6887	7020	6193	Σ	7146	6491	7356			6998			CV		19.7%		
		試片 No.1	No.2	No.3																																																	
外 板 部	A	6033	7861	8051																																																	
	D	9346	5136	8908																																																	
	G	9020	5710	5950																																																	
	7 L - μ 部	B	8115	7752	8014																																																
		C	4057	5734	8438																																																
		E	6565	6224	5941																																																
部	F	6887	7020	6193																																																	
	Σ	7146	6491	7356																																																	
		6998																																																			
CV		19.7%																																																			

2 試験 口 三次元曲面部 (長繊維織)

項目	目標性能	試験方法	試験結果
②寸法精度	(板厚) 10%以下	下記①の点 (23ヶ所) の厚みを測定し各部の板厚バラツキを調べる。 	

2. 試験			
項目	目標性能	試験方法	試験結果
(5) 生産性	分割組立法 70%以下 (30%以上短縮)	一体成形法と分割成形+接着組立法によるモールド成形-硬化精度の製造期間で比較する。 分割成形+接着組立法 成形→積層→硬化→組立→積層→硬化 ←製造期間T(更短縮)→ 上記Tと一体化のTとを比較(%)する。	1. 板状断面硬化部(短縮率) No1 69.9 % No2 61.9 No3 67.7 No4 63.3 No5 59.7 平均 64.9
	短縮率	上記に同じ	2. 三次元断面硬化部(短縮率) No1 64.7 % No2 68.6 No3 61.9 No4 67.6 平均 65.7

3. 備考

	11	12	1	2	3
1. 研究準備(装置点検等)	準備完了	準備完了		準備完了	最終評価完了
2. 短繊維試験					
2-1. 供試体設計 (完)	#3 4 5 6				
2-2. 製作加工	#3 4 5 6				
2-3. 評価試験	#3 4 5 6				
3. 長繊維試験					
3-1. 供試体設計 (完)	#1 2 3 4				
3-2. 製作加工	#1 2 3 4				
3-3. 評価試験	#1 2 3 4				
4. 報告書					
4-1. テーブル作成	短縮率	一体化解析			
4-2. 報告書作成					

番号

構造-00-2679

課題

モルト成形材の
理論強度・剛性値の計算

承認

点検

製作

政枝

58.10.13

1. 目的

航空機二次構造用として開発中の短繊維整列材の理論強度と長繊維編組材の剛性値を算定する。

2. 理論強度・剛性値

項目	理論強度 $F_{tu} (kg/mm^2)$	理論剛性 $E_t (kg/mm^2)$
短繊維整列材	56.2 ~ 70.8 ($V_f = 35\%$) ($V_f = 45\%$)	—
長繊維編組材	—	7000

3. 参考資料

1) 第11回宇宙航空材料シンポジウム (1981. 2. 20)

「短繊維強化複合材料の強度について」

2) 日本航空宇宙学会誌 Vol. 13, NO. 183

「繊維強化複合材料の強度理論」

4. 短繊維整列材の理論強度

参考資料により次の福田/CHOUの式に基づいて算定する。

$$\sigma_c = \sigma_f V_f (1 - l_c/2l) + \sigma_m (1 - V_f) \quad (1)$$

上式で

σ_c : 短繊維整列材の理論強度 (kg/mm^2)

σ_f : T300 繊維の保証強度 $\sigma_f = 280 kg/mm^2$

σ_m : 樹脂強度 社内試験より $\sigma_m = 4.8 kg/mm^2$

V_f : 繊維含有率

l : 短繊維長さ $l = 3mm$

l_c : 限界長さ (mm) $l_c = (\sigma_{fy}/2\tau_{my}) \cdot d$

C_o : 配向係数

$$\sigma_{fy} = \sigma_f = 280 \text{ kg/mm}^2, \quad d: \text{纖維径} \quad d = 0.007 \text{ mm}$$

τ_{my} : 樹脂の界面剪断強度

τ_{my} は 参考資料²⁾に示された ガラス/エポキシの強度を使用

$$\tau_{my} = 2.0 \text{ kg/mm}^2$$

C_o は 参考資料¹⁾に示された INJECTION MOULDE材の 0.59 を使用

上記のデータに基づいた $V_f = 35\% \sim 45\%$ での σ_c の 計算値を以下に示す。

$$l_c = \frac{280}{2 \times 2.0} \times 0.007 = 0.49 \text{ mm}$$

$$\sigma_c = 280 \left(1 - \frac{0.49}{2 \times 3}\right) V_f \times 0.59 + 4.8(1 - V_f) = 4.8 + 146.84 V_f$$

$$\sigma_c = 56.2 \text{ kg/mm}^2 (V_f = 0.35), \quad 70.8 \text{ kg/mm}^2 (V_f = 0.45)$$

5. 長纖維編組材の理論剛性

長纖維編組材の理論剛性の計算式は設定されていないため、類似素材である航空機用クロス材の剛性要求値 ($E_{T(90)} = 7000 \text{ kg/mm}^2$) を長纖維編組材の理論剛性とする。

$$\text{理論剛性} \quad E_{T(90)} = 7,000 \text{ kg/mm}^2$$

要

旨

研究開発項目名 成形加工技術の開発（モールド成形法／ホットプレス法）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

自動車用大形パネル部品のFRP化を目指し、ホットプレスによる高剛性パネルの
低圧成形基本技術を開発する。

評価の基準は生産性（成形圧力、成形サイクル）とする。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和56年度：ホットプレス成形の現状と問題点の抽出

成形予備試験

昭和57年度：ガラス繊維－不飽和ポリエステルSMC、炭素繊維－ビニルエステル

SMCパネルの比較研究

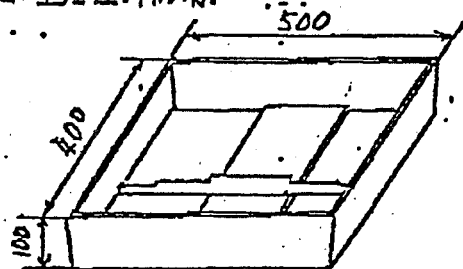
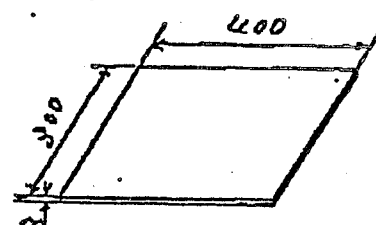
昭和58年度：400×500mm炭素繊維－ビニルエステルSMC箱型パネルの試作

による生産性、力学特性の評価

4. 第一期の実績のポイント

ホットプレスによる高剛性パネルの低圧成形基本技術が開発された。

研 究 開 発 結 果 要 約 表

サブテーマ名		3.(2) 成形加工技術の開発 3-2. ホットプレス加圧ストレッチ法 A: ホットプレス法					
研究開発手法	供試体形状	(i) 生産性評価用. 		(ii) 品質評価用. 			
	成形条件	項目	生産性評価用		品質評価用		
		金型温度	上型: 135~148℃ 下型: 137~144℃		上型: 145±2℃, 下型: 140±2℃		
		成形圧力	Max 50 kgf/cm ²		40 kgf/cm ²		
		加圧時間	180秒		150秒		
		チーグ条件	展開面積の90%チーグ		80%×3回(同-方向)		
前条件	材料	SMC (炭素短繊維強化ビニルエステル) 東レ(株)のトレカSMC (試作品 No. S31R-201D)					
研究開発結果	要求性能	生産性		品質			
		成形圧力	成形サイクル	弾性率	弾性率の方向性	弾性率のバラツキ	寸法精度
		40 kgf/cm ² 以下	3分以下	3,000 kgf/mm ² 以上	変動係数 15%以下	±10%以下	板厚±5% 以下
	試験法	型抜きと成形品の成形面積より算出する。	材料供給の脱型までの時間とストレッチングにて測定する。	JIS K 6919, 準拠に3点荷重試験法 n=24 (性能評価用) 2-3 (性能評価用)	←	←	マシナリによる測定 ←
	試験結果	現有プレス能力限界である50 kgf/cm ² でも垂直部で圧力不足となり満足な成形品は得られない。		E=2962 kgf/mm ²	Cv=8.0%	+1.9% -1.7%	d=3.17mm +2.2% -1.6%
所見	品質においては薄物SMCにより繊維の補強効率を上げ、弾性率の向上、撓み等方向性の改善を図れれば、生産性の面では深絞り成形に問題が残っており、外観品質の向上も含めた素材の改善と来2期にて実施する。						

研究開発実績

研究開発項目名 モールド成形法(ホットプレス法)

研究開発実施者名 (財)次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度 ~ 昭和58年度

2. 研究開発手法, 前提条件等

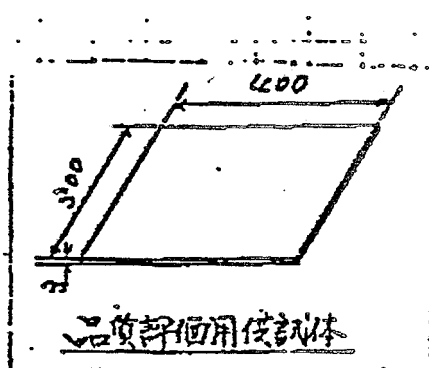
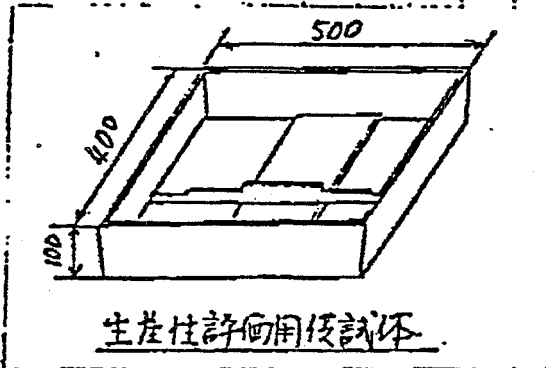
高剛性パネルの低圧速硬化成形を実現するために、ホットプレス法における要素技術の研究を下記により実施した。

SMCのホットプレス成形において

(1) 生産性評価用 ... $400 \times 500 \times$ 深さ $100 \times$ 厚さ $3 \sim 5$ mm の箱型

(2) 品質評価用 ... $300 \times 400 \times$ 厚さ 3 mm の平板

の供試体と成形するための成形条件を検討し、品質及び生産性の向上を図る。また成形材料としては、高弾性率及び擬似等方性と考慮に入れ、炭素短繊維強化SMC(東レ(株)試作品: トレカSMC(繊維長17))を用い、改善を進めた。



3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント (詳細別紙)

	生産性		品質			
	成形圧力	成形サイクル	弾性率	弾性率の 方向性	弾性率の バラツキ	寸法精度
目標性能	40 kgf/cm^2 以下	3分以下	3000 kgf/cm^2 以上	変動係数 15%以下	$\pm 10\%$ 以下	板厚 $\pm 5\%$ 以下
試験結果	50 kgf/cm^2 でも 成形不可		2.962	8.0	+1.9 -1.7	+2.2 -1.6

上表の如く、品質においては、弾性率がやや不足するもののほぼ目標値を達成しており、高弾性率、擬似等方性の面での改善が図れた。

一方、生産性に関しては、平板の成形であれば、 $40 \text{ kgf/cm}^2 \times 3$ 分で可能であるが、箱型の深絞り成形では現有プレス能力限度である、 50 kgf/cm^2 でも垂直部は圧力不足となり、満足な成形品は得られない。

(2) 注目すべき知見

高弾性率、擬似導方向性、外観品質等と同時に低圧、速硬化と達成するためには、素材と GF 強化 SMC と同レベルの生産性により改善することが重要課題であり、これは主として素材メーカーの技術開発に負うところである。よって、素材の改善はどの程度まで可能か、またその素材を用いての実用化に付随する技術的課題は何か、という事を適確に把握し、解決して行く事が本研究の重要課題となる。

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

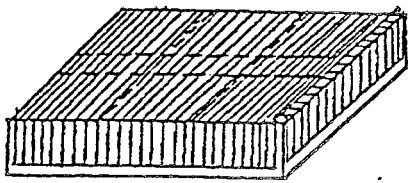
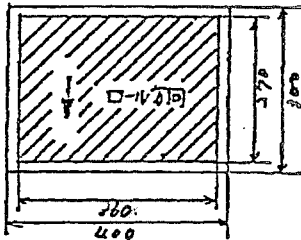
高弾性率と必要とする場合、ガラス繊維では長繊維を使用するため、擬似導方向性を要求するとは困難であるが、炭素短繊維を使用することにより、成形性の問題が若干残るものの、品質評価用試験体(平板)ではほぼこれらの要求品質と達成することができた。

(4) 特に効果と発揮した技術

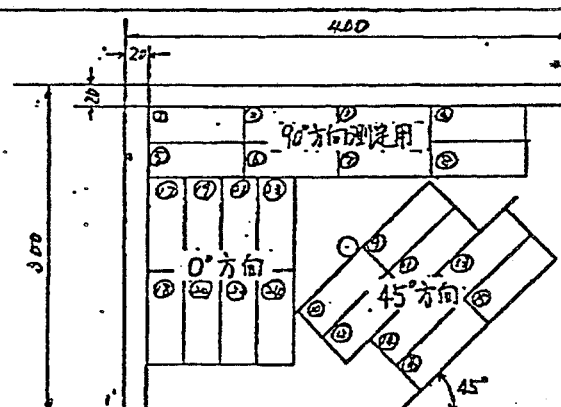
上記の実績を得るに当たっては、炭素繊維(144長)の 3000 繊維束のものを使用して繊維含有率を高め(55wt%)、かつ薄物 SMC にするために、繊維の補強効果を、シート方向のロスと抑え、二次元に有効活用することの改善と施した。

(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

現在使用している CF 強化 SMC では、低圧(40 kg/cm²)での連続成形(100mm)及び外観品質に問題が残されており、これを素材面から改善することが急務である。中長期においては、この英に力と注ぎ、品質の目標性能は第一期と同レベルに抑えて、成形性と改善して行く。

項 目	内 容
	- 成形圧力 50 kgf/cm² - 加圧時間 180 秒 - チャージ条件 右図の如く、両面部にもチャージ 中央の層内(5mm厚)部及び リブ部にはチャージ量を増加し、 チャージ面積は、展開面積の 約 90% である。 (SMCのロール方向の区別はない)  ① 試験片の用. - 金型温度 上型: 145 ± 2°C. 下型: 140 ± 3°C - 成形圧力 40 kgf/cm² - 加圧時間 150 秒 - チャージ条件  左図の如く、成形品面積の約 80% チャージの 大さな SMC を 3 枚、同一方向に積んでいる。

2. 試験

項目	目標性能	試験方法	試験結果																																																																																															
生産性 ① 成形圧力	40 kg/cm ² 以下	型持刀 P (ton) と成形品の投影面積 S (cm ²) とから次式で算出する。 $P = \frac{P_r \times 10^4}{S}$ P: 成形圧力 (kgf/cm ²) P _r : 型持刀 (ton) (プレスの圧力計より読み取り) S: 成形品の投影面積 (cm ²)	垂直部における圧力不足の恐れ、プレス能力の限界 (100 ton) であり 50 kg/cm ² とも満足は成形品は得られない。 (参考) ・トスカ SMC での半硬成形 (品質評価用) 40 kg/cm ² × 3/台 ・ガラス繊維強化 SMC での生産性評価用試験体の成形 40 kg/cm ² × 3/台																																																																																															
品質 ② 成形サイクル ③ 寸法	3/台 以下 3,000 台/月以上	材料供給から脱型までの時間をストップウォッチにて測定する。 JIS K 6919 に準じて 3 点曲げ試験により、曲げ弾性率を求め、但し、治具はインストロン社の曲げ試験治具を使用する。 (i) 装置: インストロン 1125 型万能試験機を使用。 (ii) 試験片: 1 枚試験片より厚さの寸法で長さ 80 mm、幅 25 ± 0.5 mm の機械加工品。 114. 試験片の採取位置は次図の通り。																																																																																																
		 (iii) 方法: 試験片の幅は 30 mm 厚さは 2 mm のインフレーションで 0.01 mm まで測定する。 試験片を右図に示す如く 50 mm の長さで、両端に 10 mm の金具型で受え、試験片の中央部に押し金具を 10 mm/分 の速度で試験片を破断するまで荷重を加える。このときの荷重対にわかれ曲線の初期の直線部分に接線と引いて、その勾配と求め、次式により曲げ弾性率 E (kg/cm ²) を算出する。 $E = \frac{L^3 \cdot m}{4 \cdot b \cdot d^3}$ L: 35.5 mm 距離 (mm) b: 試験片の幅 (mm) d: 試験片の厚さ (mm) m: 荷重-1: わかれ曲線の初期直線部分の傾きの勾配 (kg/mm)	<table><tr><th>方向</th><th>1</th><th>2</th><th>3</th></tr><tr><td rowspan="10">90° 方向</td><td>2308</td><td>2887</td><td>2778</td></tr><tr><td>2661</td><td>2719</td><td>2693</td></tr><tr><td>2537</td><td>2544</td><td>2531</td></tr><tr><td>2612</td><td>2804</td><td>2248</td></tr><tr><td>2970</td><td>3111</td><td>2991</td></tr><tr><td>2615</td><td>2676</td><td>2674</td></tr><tr><td>2370</td><td>2339</td><td>2651</td></tr><tr><td>2751</td><td>3145</td><td>3104</td></tr><tr><td>平均</td><td>2772</td><td>2778</td><td>2847</td></tr><tr><td rowspan="10">45° 方向</td><td>3174</td><td>2876</td><td>2922</td></tr><tr><td>2702</td><td>2961</td><td>2922</td></tr><tr><td>3039</td><td>3034</td><td>2964</td></tr><tr><td>3060</td><td>2586</td><td>2951</td></tr><tr><td>3174</td><td>3293</td><td>3061</td></tr><tr><td>2842</td><td>3113</td><td>2892</td></tr><tr><td>3080</td><td>3088</td><td>3048</td></tr><tr><td>2712</td><td>3063</td><td>2169</td></tr><tr><td>平均</td><td>2975</td><td>2995</td><td>2999</td></tr><tr><td rowspan="10">0° 方向</td><td>2923</td><td>2820</td><td>3060</td></tr><tr><td>3191</td><td>2933</td><td>3178</td></tr><tr><td>3175</td><td>3062</td><td>3011</td></tr><tr><td>3249</td><td>3153</td><td>3110</td></tr><tr><td>2890</td><td>2990</td><td>3387</td></tr><tr><td>3181</td><td>2817</td><td>3145</td></tr><tr><td>3195</td><td>2877</td><td>3207</td></tr><tr><td>2976</td><td>3085</td><td>3173</td></tr><tr><td>平均</td><td>2967</td><td>2967</td><td>3209</td></tr><tr><td>全平均</td><td>2956</td><td>2913</td><td>3018</td></tr></table> (E₁) (E₂) (E₃) $E = \frac{E_1 + E_2 + E_3}{3}$ = 2962 (kg/cm²)	方向	1	2	3	90° 方向	2308	2887	2778	2661	2719	2693	2537	2544	2531	2612	2804	2248	2970	3111	2991	2615	2676	2674	2370	2339	2651	2751	3145	3104	平均	2772	2778	2847	45° 方向	3174	2876	2922	2702	2961	2922	3039	3034	2964	3060	2586	2951	3174	3293	3061	2842	3113	2892	3080	3088	3048	2712	3063	2169	平均	2975	2995	2999	0° 方向	2923	2820	3060	3191	2933	3178	3175	3062	3011	3249	3153	3110	2890	2990	3387	3181	2817	3145	3195	2877	3207	2976	3085	3173	平均	2967	2967	3209	全平均	2956	2913	3018
方向	1	2	3																																																																																															
90° 方向	2308	2887	2778																																																																																															
	2661	2719	2693																																																																																															
	2537	2544	2531																																																																																															
	2612	2804	2248																																																																																															
	2970	3111	2991																																																																																															
	2615	2676	2674																																																																																															
	2370	2339	2651																																																																																															
	2751	3145	3104																																																																																															
	平均	2772	2778	2847																																																																																														
	45° 方向	3174	2876	2922																																																																																														
2702		2961	2922																																																																																															
3039		3034	2964																																																																																															
3060		2586	2951																																																																																															
3174		3293	3061																																																																																															
2842		3113	2892																																																																																															
3080		3088	3048																																																																																															
2712		3063	2169																																																																																															
平均		2975	2995	2999																																																																																														
0° 方向		2923	2820	3060																																																																																														
	3191	2933	3178																																																																																															
	3175	3062	3011																																																																																															
	3249	3153	3110																																																																																															
	2890	2990	3387																																																																																															
	3181	2817	3145																																																																																															
	3195	2877	3207																																																																																															
	2976	3085	3173																																																																																															
	平均	2967	2967	3209																																																																																														
	全平均	2956	2913	3018																																																																																														

項 目	目標性能	検 査 方 法	検 査 結 果									
④ 弾性率の方向性	変動係数15%以下.	0°, 45°, 90°方向の天々$n=8$. 計24個の平均値E_iを求め、供試体数$i=3$に對しE_iの平均値とて弾性率Eとする. 上記③で測定した弾性率14個について、供試体1枚当りの曲り弾性率$C_n(n=24)$の変動係数C_nと次式より求めた供試体数$i=3$に對する平均値C_vで表わす. ここに C_n: 変動係数(%) $C_n = \frac{\sigma_n}{E_i} \times 100$ 0: 曲り弾性率($n=24$)の標準偏差(%) E_i: 供試体1枚当りの平均曲り弾性率(%)	<table><tr><th colspan="3">供試体 no.</th></tr><tr><th>1</th><th>2</th><th>3</th></tr><tr><td>C_{v1} 9.3% (C_{v1})</td><td>7.5% (C_{v2})</td><td>7.1% (C_{v3})</td></tr></table> $C_v = \frac{C_{v1} + C_{v2} + C_{v3}}{3}$ $= 8.0 (\%)$	供試体 no.			1	2	3	C_{v1} 9.3% (C_{v1})	7.5% (C_{v2})	7.1% (C_{v3})
供試体 no.												
1	2	3										
C_{v1} 9.3% (C_{v1})	7.5% (C_{v2})	7.1% (C_{v3})										
⑤ 弾性率のバラツキ	$\pm 10\%$ 以下.	上記③で求めた平均曲り弾性率$E_1 \sim E_3$のうち最大値E_{max}と最小値E_{min}の平均値Eのバラツキを%で表わす. $\frac{E_{max} - E}{E} \times 100 (\%)$ ここに E_{max}: $E_1 \sim E_3$の最大値 E_{min}: $E_1 \sim E_3$の最小値 $\frac{E_{min} - E}{E} \times 100 (\%)$ E: $E_1 \sim E_3$の平均値($= \frac{E_1 + E_2 + E_3}{3}$)	$+1.9 \%$ -1.7%									
⑥ 寸法精度	板厚 $\pm 5\%$ 以下	上記③で測定した板厚16個について、供試体1枚当りの平均板厚d_i ($n=24$)を求め、供試体数$i=3$に對する平均値dとdの最大値d_{max}と最小値d_{min}のバラツキを%で表わす. $\frac{d_{max} - d}{d} \times 100 (\%)$ ここに d_{max}: $d_1 \sim d_3$の最大値 d_{min}: $d_1 \sim d_3$の最小値 $\frac{d_{min} - d}{d} \times 100 (\%)$ d: $d_1 \sim d_3$の平均値($= \frac{d_1 + d_2 + d_3}{3}$)	<table><tr><th colspan="3">供試体 no.</th></tr><tr><th>1</th><th>2</th><th>3</th></tr><tr><td>d_1 3.12 (d_1)</td><td>3.16 (d_2)</td><td>3.24 (d_3)</td></tr></table> $d = 3.17 (mm) +2.2 (\%)$ $-1.6 (\%)$	供試体 no.			1	2	3	d_1 3.12 (d_1)	3.16 (d_2)	3.24 (d_3)
供試体 no.												
1	2	3										
d_1 3.12 (d_1)	3.16 (d_2)	3.24 (d_3)										

3. 使用試験器具

インストロン1125型万能試験機
及び曲り試験治具

4. 備考

炭素繊維強化SMCでは、成形圧力 50 kgf/cm^2 以下の生産性評価用供試体の深絞り成形は不可能であったため、

① 平板 (品質評価用供試体) では $40 \text{ kgf/cm}^2 \times 3 \text{ 分}$ で成形可能

② ガラス繊維強化SMCであれば、生産性評価用供試体と $40 \text{ kgf/cm}^2 \times 3 \text{ 分}$ で成形可能

という実績が得られている。

よって、炭素繊維強化SMCとガラス繊維強化SMCと同レベルの生産性に対する改善が、この重要課題であり、これを期して実施する。

要

旨

研究開発項目名 成形加工技術の開発（モールド成形法／ストレッチ法）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

自動車用大形パネル部品のERP化を目指し、ストレッチ法による高剛性パネルの成形基本技術を開発する。

評価の基準は生産性（成形圧力、成形サイクル）とする。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和56年度：ストレッチ成形法の現状と問題点の摘出

成形予備試験

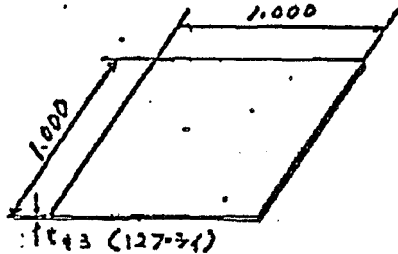
昭和57年度：ストレッチ法による各種ハイブリッドパネルの比較試験

昭和58年度：1,000×1,000mmハイブリッドパネルの試作による生産性、

力学特性の評価

4. 第一期の実績のポイント

ストレッチ法による高剛性パネルの成形基本技術が開発された。

研究開発結果要約表																			
サブテーマ名		3.(2) 成形加工技術の開発 2)-2 ホットプレス脱泡ストレッチ法 B: ストレッチ法																	
研究開発手法	試験体形状																		
	成形条件	雰囲気温度 24℃ 型表面温度 (徐々に昇温させ20分後2-40~50℃) 配合比 樹脂(100):硬化剤(1):促進剤(1) 1:1:1 vol比 積層構成 (CF) ₂ /(GF) ₂ /(CF) ₂ 同一方向																	
前提条件	材料	ガラス繊維: 平織リクロス (日本硝子繊維(株) マイロガラスクロス YEH-2501-N1) 炭素繊維: 平織リクロス (東レ(株). トレカクロス 6343) 不飽和ポリエステル (武田薬品工業(株) ポリマール X-440-AM) 硬化剤 MEKP (日本油脂(株) パーマー7-N) 促進剤 ナフテン酸コバール (武田薬品工業(株). ポリマール促進剤 QP-3)																	
	要求性能	<table><tr><th colspan="2">生産性</th><th colspan="3">品質</th></tr><tr><th>成形圧力</th><th>成形サイクル</th><th>弾性率</th><th>弾性率のバラツキ</th><th>寸法精度</th></tr><tr><td>10 kgf/cm²以下</td><td>20分以下</td><td>3,000 kgf/mm²以上</td><td>±10%以下</td><td>板厚±2%以下</td></tr></table>				生産性		品質			成形圧力	成形サイクル	弾性率	弾性率のバラツキ	寸法精度	10 kgf/cm ² 以下	20分以下	3,000 kgf/mm ² 以上	±10%以下
生産性		品質																	
成形圧力	成形サイクル	弾性率	弾性率のバラツキ	寸法精度															
10 kgf/cm ² 以下	20分以下	3,000 kgf/mm ² 以上	±10%以下	板厚±2%以下															
研究開発結果	試験法	<table><tr><td>フィルム張力の垂直方向以外に加工方向は特にない</td><td>材料供給から成型までの時間とストップアウチにて測定する。</td><td>JIS K 6919準拠 3点曲げ試験法 n=15(試験体数) i=3(試験体数)</td><td>←</td><td>マイトメ-915にて測定 ←</td></tr></table>				フィルム張力の垂直方向以外に加工方向は特にない	材料供給から成型までの時間とストップアウチにて測定する。	JIS K 6919準拠 3点曲げ試験法 n=15(試験体数) i=3(試験体数)	←	マイトメ-915にて測定 ←									
	フィルム張力の垂直方向以外に加工方向は特にない	材料供給から成型までの時間とストップアウチにて測定する。	JIS K 6919準拠 3点曲げ試験法 n=15(試験体数) i=3(試験体数)	←	マイトメ-915にて測定 ←														
試験結果	<table><tr><td>常圧下</td><td>20分</td><td>E = 3122 kgf/mm²</td><td>+4.9% -4.0%</td><td>d = 3.39mm +1.8% -2.9%</td></tr></table>				常圧下	20分	E = 3122 kgf/mm ²	+4.9% -4.0%	d = 3.39mm +1.8% -2.9%										
常圧下	20分	E = 3122 kgf/mm ²	+4.9% -4.0%	d = 3.39mm +1.8% -2.9%															
所見		平板成形においては、型と含浸脱泡作業用定盤との兼用が可能であり、含浸脱泡時から徐々に昇温することによって生産性の向上が図れる。しかし今後の構造要素の成形に当たっては成形技術の開発が必要であり、含浸脱泡技術の開発と併せて全体の成形プロセスの合理化を進めなければならぬ。																	

研究開発実績

研究開発項目名 モールド成形法（スリッパ法）

研究開発実施者名 (財) 次世・次々層複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法 前掲資料号

高剛性バネの低圧硬化成形を実現するために、スリッパ法に
上掲の要請技術の研究を下記により実施した。

強化繊維（ガラス繊維及び炭素繊維の平織ツロツと不飽和ポリエステルを用いたスリッパ成形法）について、大型バネ（1000×1000×3mmの平板）の
製作と進み。

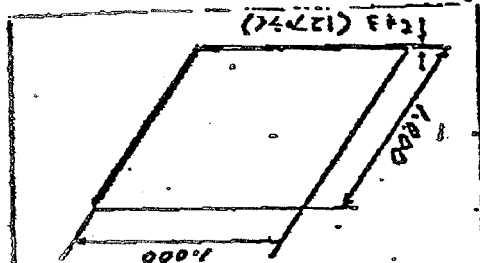
強化繊維の組合せ（ハイブリッド化）

樹脂配合比

温度条件

成形プロセスの合理化

1. 基礎成形条件を検討し、品質及び生産性の向上を図った。



3. 研究開発結果

(1) 実績のポット（詳細別紙）

試験結果	常圧	20	3/22	+4.9 -4.0	+1.8 -2.9
目標性能	10 kg/cm ² 以下	20 kg/cm ² 以下	3000 kg/cm ² 以下	±10%以下	±8% 以下
成形圧力	成形サリ	弾性率	弾性率	寸法精度	品質

加熱硬化後のプロセス改善により、生産性の向上を図るとともに、ハイブリッド化
により機械的特性の向上と保ちながら、コストを削減することとした。

(2) 注目すべき点

成形プロセスの短縮とコスト削減の両方を達成し、温度条件と樹脂
配合率の最適化により、コストを削減することとした。品質
生産性ともに、急激な脱炭素化の進展により、コストを削減することとした。

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術。

樹脂の速硬化と図りには、硬化剤の増量と加熱硬化が最も効果的であるが、いずれも、ゲル化時間が早まり、含浸・脱泡作業に支障を来すため、これらのバランスをうまく調整することにより目標を達成した。

(4) 特に効果を発揮した技術。

上記のバランスを取るために、平板の成形における含浸脱泡作業台と型とがいずれも定盤であることに着目し、両者の兼用により、1工程省略するとともに、含浸脱泡時から徐々に型を昇温させ、成形サイクルの短縮を狙った。

(5) 未到達事項の問題点と解決の目途。

平板の成形に際しては、上記(4)の手法が可能であったが、代表的構造要素の成形においては、定盤上での含浸・脱泡後、型上へのせて成形・硬化、という工程にならざるを得ない。

よって、オ2期においては、「含浸・脱泡技術の開発」、「異成形技術の開発」を行っている。その成果を基に、全体の成形プロセスの合理化と図り・ストレッチ成形の高度化を進める。

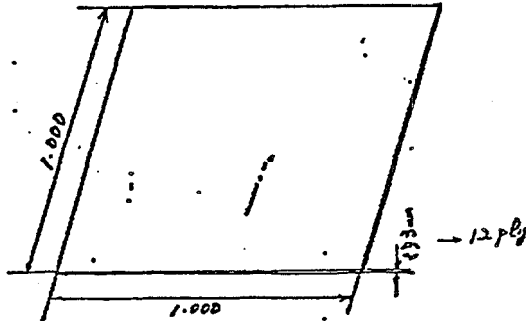
研究開発結果

B: ストレッチ法.

1. 供試体.

項目

① 形状・寸法



平板 (1,000 x 1,000 x 12 mm)

② 使用材料

- ガラス繊維・平織リクロス (日不硝子繊維(株) マイログラスクロス YEH-2501-N1)
- 炭素繊維: 平織リクロス (東レ(株) トレカクロス 6343)
- 不飽和ポリエステル (武田薬品工業(株) ポリマー X-440-AM)
- 硬化剤: MEKP (日不硝子(株) パーメック-N)
- 促進剤: ナフテン酸コバール (武田薬品工業(株) ポリマー促進剤 OP-3)

基本特性(仕様) ... カタログ値.

・マイログラスクロス YEH-2501-N1.

標準寸法 (mm)	標準重量 (g/m ²)	密度 (g/cm ³)	寸法公差 (mm)	寸法公差 (mm)	寸法公差 (mm)
0.25	286	2.2	±1	±1	±1

... 下リリラン表面処理.

・平織リクロス

・トレカクロス 1343

標準寸法 (mm)	標準重量 (g/m ²)	密度 (g/cm ³)	寸法公差 (mm)	寸法公差 (mm)	寸法公差 (mm)
0.27	200	1.5	±1	±1	±1

・平織リクロス

・ポリマー X-440.

炭素繊維の特性 ... カタログ値.

項目	単位	値
曲げ強度	kg/mm ²	12.2
曲げ弾性率	kg/mm ²	850
引張強度	kg/mm ²	8.9
引張弾性率	kg/mm ²	870
伸縮率	%	1.3
圧縮強度	kg/mm ²	16.0
熱変形温度	°C	2.8
ガラス転移温度	°C	105
ガラス転移温度	°C	45

項目

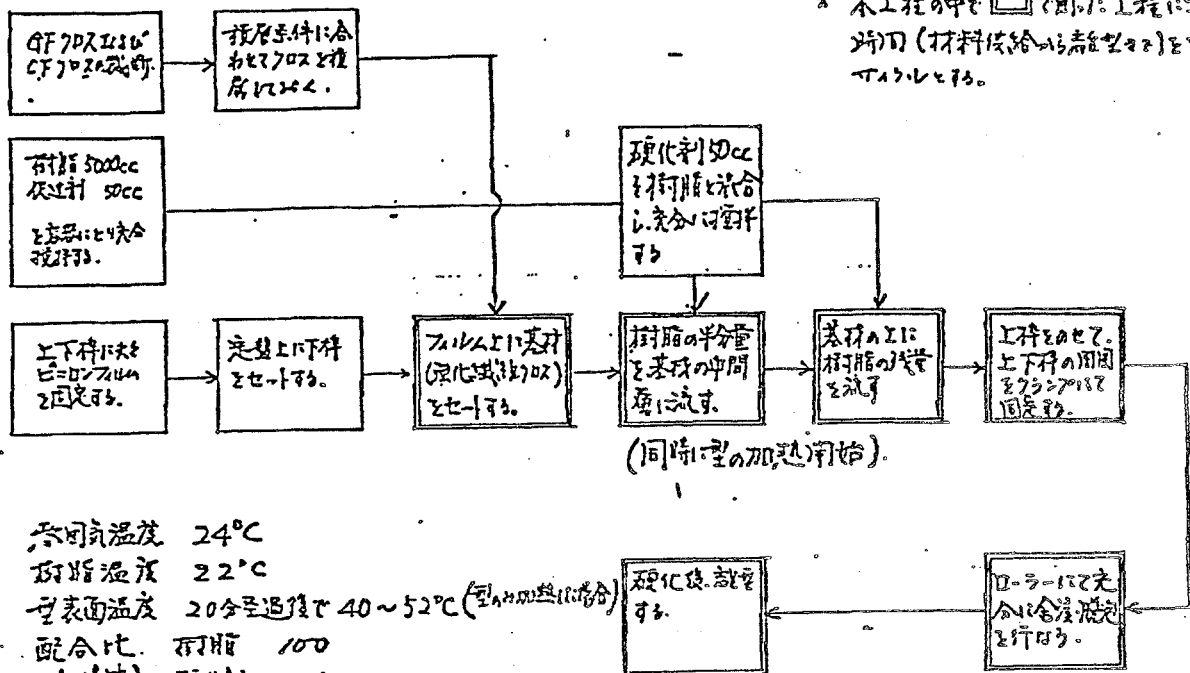
Ⅱ

Ⅲ

③ 成形条件

成形工程

※ 本工程の中で □ で囲った工程に等しい
時間 (材料供給の速度等) を成形
タイムとします。



室温 24°C

樹脂温度 22°C

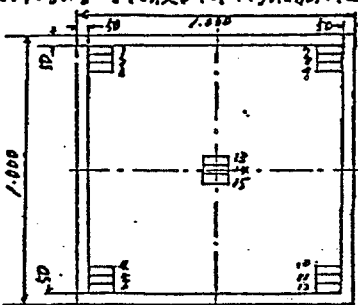
型表面温度 20分経過後で 40~52°C (型加熱の場合)

配合比 樹脂 100

(vol比) 硬化剤 1

促進剤 1

積層条件 (CF)₁/(GF)₂/(CF)₃。すべて同一方向に積層。

2. 試験																																																																							
項目	目標性能	試験方法	試験結果																																																																				
生産性 ① 成形圧力	10 t/cm ² 以下	特に上型を用いて行う。フィルム(ビロンフィルム)張力の垂直成分以外の加圧荷荷はしていない。今回は平板成形のため殆んど全視である。	19 t 常圧下																																																																				
② 成形サイクル	20 分以下	材料供給から脱型までの時間とストローウエーゲにて測定する。	20 分 20 分 20 分 平均 20 分																																																																				
品質 ③ 弾性率	3,000 kgf/mm ² 以上	JIS K 6975 準拠の 3 点曲げ試験により、曲げ弾性率を求める。 但し、治具は、インストロン社の曲げ試験治具を使用する。 ※装置: インストロン 1125 型万能試験機を使用。 ※試験片: 試験片は、厚さ 0.4 mm で、長さ 80 mm、幅 25 ± 0.5 mm の板状加工品である。Y は試験片の中心と採取位置は下図の通り。 	TT. NO. 試験片 No. <table border="1"> <thead> <tr> <th></th><th>1</th><th>2</th><th>3</th></tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>3082</td><td>3077</td><td>2787</td></tr> <tr><td>2</td><td>3085</td><td>3160</td><td>2795</td></tr> <tr><td>3</td><td>3002</td><td>3307</td><td>2779</td></tr> <tr><td>4</td><td>3196</td><td>3223</td><td>2798</td></tr> <tr><td>5</td><td>3144</td><td>3204</td><td>2762</td></tr> <tr><td>6</td><td>3063</td><td>3215</td><td>2853</td></tr> <tr><td>7</td><td>3071</td><td>3200</td><td>2831</td></tr> <tr><td>8</td><td>3022</td><td>3295</td><td>2777</td></tr> <tr><td>9</td><td>3193</td><td>3324</td><td>2802</td></tr> <tr><td>10</td><td>3269</td><td>3327</td><td>2832</td></tr> <tr><td>11</td><td>3201</td><td>3266</td><td>2742</td></tr> <tr><td>12</td><td>3205</td><td>3128</td><td>2768</td></tr> <tr><td>13</td><td>2736</td><td>3200</td><td>3190</td></tr> <tr><td>14</td><td>2777</td><td>3208</td><td>3251</td></tr> <tr><td>15</td><td>2708</td><td>3218</td><td>3133</td></tr> <tr><td>平均</td><td>3094 (E₁)</td><td>3274 (E₂)</td><td>2797 (E₃)</td></tr> </tbody> </table> $E = (E_1 + E_2 + E_3) / 3$ $= 3122 \text{ kgf/mm}^2$		1	2	3	1	3082	3077	2787	2	3085	3160	2795	3	3002	3307	2779	4	3196	3223	2798	5	3144	3204	2762	6	3063	3215	2853	7	3071	3200	2831	8	3022	3295	2777	9	3193	3324	2802	10	3269	3327	2832	11	3201	3266	2742	12	3205	3128	2768	13	2736	3200	3190	14	2777	3208	3251	15	2708	3218	3133	平均	3094 (E ₁)	3274 (E ₂)	2797 (E ₃)
	1	2	3																																																																				
1	3082	3077	2787																																																																				
2	3085	3160	2795																																																																				
3	3002	3307	2779																																																																				
4	3196	3223	2798																																																																				
5	3144	3204	2762																																																																				
6	3063	3215	2853																																																																				
7	3071	3200	2831																																																																				
8	3022	3295	2777																																																																				
9	3193	3324	2802																																																																				
10	3269	3327	2832																																																																				
11	3201	3266	2742																																																																				
12	3205	3128	2768																																																																				
13	2736	3200	3190																																																																				
14	2777	3208	3251																																																																				
15	2708	3218	3133																																																																				
平均	3094 (E ₁)	3274 (E ₂)	2797 (E ₃)																																																																				
④ 弾性率のバラツキ	± 10% 以下	西方法: ホートプレス法と同様に曲げ試験を行う。曲げ弾性率を求める。 試験片毎に $n = 3 \sim 5$ 桁の平均値 E_i を求め、試験片数 $i = 3$ に対する E_i の平均値として弾性率 E とする。 上記③で求めた平均曲げ弾性率 $E_1 \sim E_3$ のうち、最大値 E_{max}、最小値 E_{min} の平均値 E のバラツキを % で表わす。 $\frac{E_{max} - E}{E} \times 100 (\%)$ ※ E_{max}: $E_1 \sim E_3$ の最大値 E_{min}: $E_1 \sim E_3$ の最小値 E: $E_1 \sim E_3$ の平均値 $(= \frac{E_1 + E_2 + E_3}{3})$	+ 4.9 % - 4.0 %																																																																				
⑤ 寸法精度	板厚 ± 8% 以下	上記③で測定した板厚において、試験片 1 枚当たりの平均板厚 d_i ($n = 5$) を求め、試験片数 $i = 3$ に対する平均値 d のうち、最大値 d_{max}、最小値 d_{min} のバラツキを % で表わす。 $\frac{d_{max} - d}{d} \times 100 (\%)$ ※ d_{max}: $d_1 \sim d_5$ の最大値 d_{min}: $d_1 \sim d_5$ の最小値 d: $d_1 \sim d_5$ の平均値 $(= \frac{d_1 + d_2 + d_3}{3})$	試験片 No. <table border="1"> <thead> <tr> <th></th><th>1</th><th>2</th><th>3</th></tr> </thead> <tbody> <tr><td>d_i</td><td>3.45</td><td>3.39</td><td>3.44</td></tr> <tr><td></td><td>(d_1)</td><td>(d_2)</td><td>(d_3)</td></tr> </tbody> </table> $d = 3.39$ (平均) = 1.8 % - 2.9 %		1	2	3	d_i	3.45	3.39	3.44		(d_1)	(d_2)	(d_3)																																																								
	1	2	3																																																																				
d_i	3.45	3.39	3.44																																																																				
	(d_1)	(d_2)	(d_3)																																																																				

3. 使用試験器材.

インストロン1125型万能試験機
及び曲げ試験治具

4. 備考.

要

旨

研究開発項目名 成形加工技術の開発（モールド成形法／レジンインジェクション）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

自動車用大形パネル部品のERP化を目指し、レジンインジェクション法による高剛性パネルの成形基本技術を開発する。

評価の基準は生産性（成形圧力、成形サイクル）とする。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和56年度：レジンインジェクション成形法の現状と問題点の摘出

予備成形型による樹脂注入実験

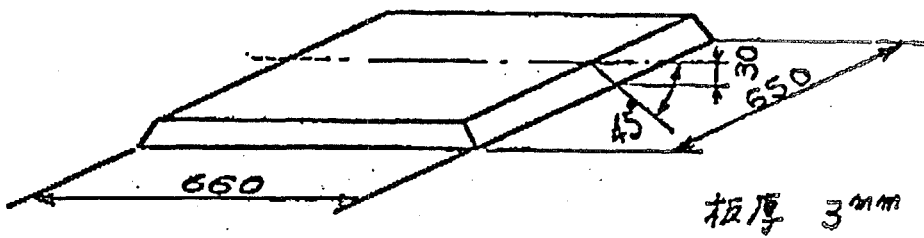
昭和57年度：樹脂の選定、低圧速硬化実験装置による注入、硬化試験

昭和58年度：660×650mmパネルの試作による生産性、力学特性の評価

4. 第一期の実績のポイント

レジンインジェクション法による高剛性パネルの成形のための樹脂高速注入並びに速硬化基本技術が開発された。

研究開発結果要約表

サブテーマ名		3. (2) 成形加工技術の開発 2)-3 レジンインジェクション法					
研究開発手法	供試体形状	 板厚 3mm					
	成形条件	型 温 度 : 150℃ 注入樹脂温度 : 100℃ 樹脂注入圧力 : max 15kgf/cm ² 樹脂混合比投量 : 主剤:硬化剤:促進剤 = 100:87:8					
前提条件等	材 料	炭素繊維 平織 フロス (東レ #6343) ガラス繊維 コンティヌス ストラツトマツト (東レ #M8600) >IM7リッド 主 剤 : ビスフェノール A 947・エポキシ (大日本インキ エピロン 840) 硬化剤 : 酸無水物 (" エピロン B570) 促進剤 : イミダゾール (四国化成 2E4ME)					
研究開発結果	要求性能		生 産 性		品 質		
			成形サイクル	成形圧力	弾性率	弾性率のバラツキ	弾性率の方向性
			20分 以下	10kgf/cm ² 以下	3000kgf/cm ² 以上	±10% 以下	変動係数 15% 以下
研究開発結果	試験法		・ストップウォッチ ・離型剤塗布 ・型清掃	・最大最小値 カミ7-7の 投影面積で 割った値	ASTM D0790-71	← 最大最小値 の割合を算出	← 供試体から 無作為に試 験片を10個 採取
	試験結果		15分53秒 (n=5)	5.8kgf/cm ² (n=5)	3594kgf/cm ² (n=5)	+5.7% -5.7% (n=5)	6.4% (n=10)
所 見							

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 モールド成形法（レジンインジェクション法）研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 ・ 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

1) 開発の狙い

将来の自動車用大型FRPパネルの製造技術として
レジンインジェクション成形の低圧性を維持して、大巾な
サイクルアップを実現させるための要素技術の研究を行ない、
基本技術として取りまとめることを狙いとした。

これに際し、特に、下記の技術について開発を進める
こととした。

1) 樹脂の高速注入技術

現代技術を大きく越えるVf条件で、ゲル化前に樹脂を
ファイレアップさせる。

2) 樹脂の速硬化技術

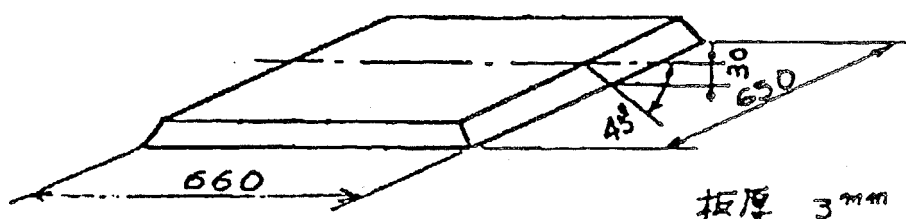
上記1)を満足させながら、速硬化を実現する樹脂組成、
及び設備技術。

2) 開発手法

1) テストピース型による要素技術検討

2) 成形実験用装置（モールド、樹脂混合注入装置、モールド温調装置）の仕様検討及び導入。

3) 基本成形条件の設定



3 研究開発結果

(1) 実績のポイント

材料構成、成形条件・設備に関する基本技術を確立し
プラスチックの成形バレル (660×650) において、初期
の生産性目標、品質目標を満足した。

(2) 注目すべき知見

市販の樹脂及び繊維基材の特性を検討し、要求に適合
ものを選定して開発した本レジンインジエクション
適用することにより、現世代法に比べ大幅なサイクルタイム
短縮が可能であることを見出された。
また、現世代のレジンインジエクションにおいて、繊維含有
率は 35 wt%^{*} ($V_f \approx 20\%$) が「限度」となっているが、本
70セキに V_f : 約 48% まで可能とすることができた。
^{*} 1 ポリ-97セキ 1981.10 P41

(3) 一連の70セキの中で特記すべき特徴的技術

① 材料技術

樹脂 : 低粘度かつ速硬化可能な樹脂を選定し適用した。
繊維 : 表面層に高弾性繊維、中間層に反発弾性が高い
繊維を適用した構成を開発した。(後述)

② 樹脂の注入技術

3液の樹脂を混合前に所定温度まで加熱して2液混合
後の注入樹脂粘度を下げる樹脂混合注入装置を開発した。
③ 金型温度コントロール

金型を 150℃ 付近まで加熱し、流動中の樹脂粘度も
さらに下げると共に、樹脂の硬化を促進させるための
金型温度調節システムを適用した。

(4) 特に効果を発揮した技術

① 繊維構成

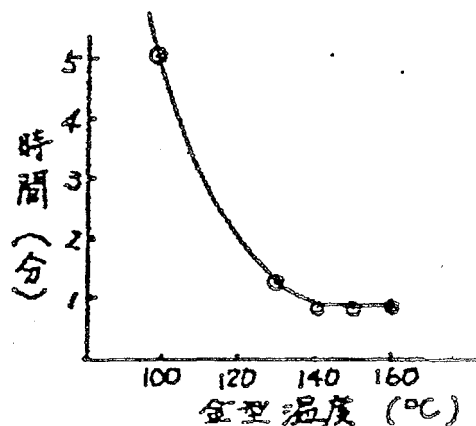
表面層をCFクロス(表裏各4枚)とし、中間層を当初のGF-チョップドストランドマットからGF-コンティニユアスストランドマットに変更した構成は、生産性(樹脂注入時間短縮及び成形圧力の低下)、品質(曲げ弾性率の向上)の両面で効果を発揮した。

中間層繊維	樹脂注入時間 (秒)	成形圧力 (kgf/cm ²)	曲げ弾性率 ($\times 10^3$ kgf/cm ²)
	10 20 30 40 50	2 4 6 8 10	1 2 3
チョップドストランドマット			
コンティニユアスストランドマット			

他の成形条件は同じ

② 金型の温度コントロール

金型温度を適正にコントロールすることにより、硬化時間が飛躍的に短縮された。右図は樹脂注入開始から最高発熱温度到達までの時間との関係を示す。



(5) 実用化のための問題点

① 樹脂注入硬化以外のプロセス時間が長い。

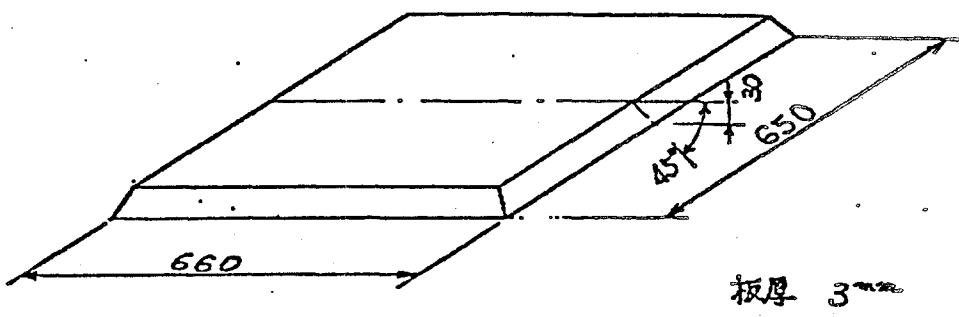
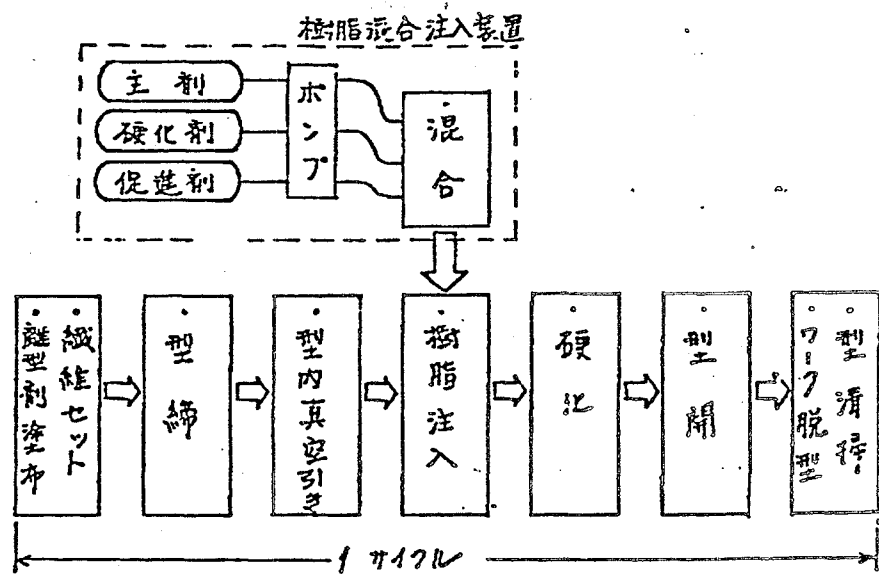
サイクルタイム 約16分と目標20分以下を達成し、外周レベル(0.2m²で35分)より大幅に短縮することができたが、離型剤塗布、型内真空引き、脱型等の工程で全体の6割強の時間を消費している。さらにサイクルタイムを短縮して実用化に近づけるため、これらの工程についての検討(型構造、表面材質等)が必要である。⇒ 第2期で検討したい。

- ② 成形面積が拡大した場合 現状よりも注入硬化時間が長くなる。
大型FRPパネルの場合 樹脂の流動距離が増加し、増粘
も相まって 流動時間が長くなる。このため、ゲル化の長い
樹脂を選定する必要があるが、これは通常 硬化時間短縮とは
逆行する。これに対応するため、低粘度で、かつゲル化から硬化
までの時間の短い新規の樹脂を開発するとともに、1サイクル
内で金型温度を急速に昇降できる温調システムが必要である。
⇒ 第2期で検討したい。

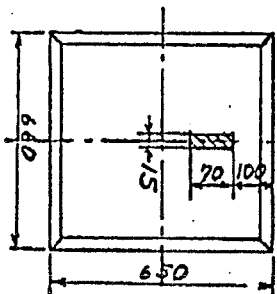
- ③ パネルだけでは実用に供せない。
パネル部品としての機能を保持させるため、発泡体コアの設置、
接合のための機構等を検討する必要がある。
⇒ 第2期～第3期で検討したい。

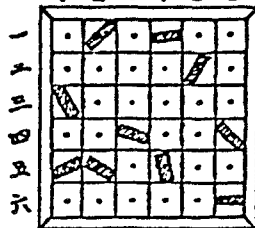
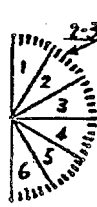
3.(2) 成形加工技術の開発
サブテーマ名: 2)-3 レジンインジェクション法

1. 供試体

項目	内容																									
① 形状・寸度	 板厚 3mm																									
② 使用材料	繊維: 炭素繊維 平織70S (東レ Hカ70S 6343) ガラス繊維 コンティニュアスランドマット (旭ファイバー M8600) 樹脂: 主剤; ビスフェノールAタイプエポキシ (大日本インキ エピロン840) 硬化剤; 酸無水物 (大日本インキ エピロンB570) 促進剤; イミダゾール (四国化成 ZE44MZ) <table><caption>繊維の基本特性 (仕様)</caption><tr><th rowspan="2">Hカ70S 6343</th><th>標準厚さ</th><th>標準重量</th><th colspan="2">密度 (g/cm³)</th><th rowspan="2">使用繊維 (経緯共に)</th></tr><tr><th>(mm)</th><th>(g/m²)</th><th>経系</th><th>緯系</th></tr><tr><td></td><td>0.27</td><td>200</td><td>15</td><td>15</td><td>T300-3000</td></tr></table> <table><tr><th>コンティニュアスランドマット M8600</th><th>標準重量</th><th>繊維形態</th><th>表面処理剤</th></tr><tr><td></td><td>(g/m²) 450</td><td>連続繊維</td><td>アクリルシラン</td></tr></table>		Hカ70S 6343	標準厚さ	標準重量	密度 (g/cm³)		使用繊維 (経緯共に)	(mm)	(g/m²)	経系	緯系		0.27	200	15	15	T300-3000	コンティニュアスランドマット M8600	標準重量	繊維形態	表面処理剤		(g/m²) 450	連続繊維	アクリルシラン
Hカ70S 6343	標準厚さ	標準重量		密度 (g/cm³)		使用繊維 (経緯共に)																				
	(mm)	(g/m²)	経系	緯系																						
	0.27	200	15	15	T300-3000																					
コンティニュアスランドマット M8600	標準重量	繊維形態	表面処理剤																							
	(g/m²) 450	連続繊維	アクリルシラン																							
③ 成形条件	・ 主要工程  ・ 成形条件 ・ 型温度 : 150℃ ・ 注入樹脂温度 : 設定 100℃ ± 5℃ ・ 樹脂注入圧力 : 注入ヘッド内 5~15kgf/cm² (圧力センサー) max 15kgf/cm² ・ 樹脂混合比 : 主剤:硬化剤:促進剤 = 100:87:8 ・ 繊維構成 : CF70S 4枚 / ガラスコンティニュアスランドマット 2枚 / CF70S 4枚, V_f:47.8%																									

2. 試験

項目	目標性能	試験方法	試験結果																		
生産性																					
①成形サイクル	20分以下	・ P2 工程 1 サイクルをストローク、チンにて別脱	<table><tr><td>①</td><td>17秒</td><td>30秒</td></tr><tr><td>②</td><td>15秒</td><td>40秒</td></tr><tr><td>③</td><td>15秒</td><td>55秒</td></tr><tr><td>④</td><td>15秒</td><td>25秒</td></tr><tr><td>⑤</td><td>14秒</td><td>55秒</td></tr><tr><td>Ave.</td><td>15秒</td><td>53秒</td></tr></table>	①	17秒	30秒	②	15秒	40秒	③	15秒	55秒	④	15秒	25秒	⑤	14秒	55秒	Ave.	15秒	53秒
①	17秒	30秒																			
②	15秒	40秒																			
③	15秒	55秒																			
④	15秒	25秒																			
⑤	14秒	55秒																			
Ave.	15秒	53秒																			
②成形圧力	10 kgf/cm ² 以下	・ 成形に必要なとる最低型締圧力 P _レ を求める。 P _レ …… 振脂注入圧にヨリ型が閉く 限界型締力。 プレスの圧力ゲージ読み取り (t _{mm}) S …… プレスの投影面積 (4300 cm ²) $P = \frac{P_{レ} \times 10^3}{S} \text{ (kgf/cm}^2\text{)}$	<table><tr><td>①</td><td>35</td><td>0.0</td></tr><tr><td>②</td><td>30</td><td>0.0</td></tr><tr><td>③</td><td>25</td><td>0.0</td></tr><tr><td>④</td><td>20</td><td>0.0</td></tr><tr><td>⑤</td><td>25</td><td>0.0</td></tr></table> $\frac{25 \times 10^3}{4300} = 5.8 \text{ kgf/cm}^2$	①	35	0.0	②	30	0.0	③	25	0.0	④	20	0.0	⑤	25	0.0			
①	35	0.0																			
②	30	0.0																			
③	25	0.0																			
④	20	0.0																			
⑤	25	0.0																			
品質																					
③弾性率	3000 kgf/cm ² 以上	・ 試験片 4枚試験体 5 個から下図の要領にて採取する。  ・ 切り出し: プレスで圧入。 ・ 寸法: 長さ L=70 mm 幅 b=15 mm 厚さ d=1.5 mm (試験片厚)	<table><tr><th>試験体 No.</th><th>E</th></tr><tr><td>1</td><td>3660</td></tr><tr><td>2</td><td>3800</td></tr><tr><td>3</td><td>3400</td></tr><tr><td>4</td><td>3390</td></tr><tr><td>5</td><td>3720</td></tr><tr><td>平均 E</td><td>3594</td></tr></table>	試験体 No.	E	1	3660	2	3800	3	3400	4	3390	5	3720	平均 E	3594				
試験体 No.	E																				
1	3660																				
2	3800																				
3	3400																				
4	3390																				
5	3720																				
平均 E	3594																				
④弾性率のバラツキ	±10%以下	・ 試験方法 ASTM D0790-71 (3点曲げ試験) スパン L=48 mm 荷重速度 1.5 mm/min 環境 RT. 60% RH ・ 試験装置 島津 オートグラフ (2ト) ・ 算出 エンゲル-ゲス利の b.d 係数 & 荷重変位曲線の初期二直線の傾きにヨリ E を算出	③ 弾性率: $E = 3594 \text{ kgf/cm}^2$ $\frac{E \text{ の最大値} - E}{E} \times 100 = 5.7$ $\frac{E \text{ の最小値} - E}{E} \times 100 = -5.7$ ④ 弾性率のバラツキ +5.7% -5.7%																		

項目	目標性能	試験方法	試験結果																						
⑤ 弾性率の 方向性	変動係数 15%以下	○試験片 供試体1個から下記の要領で採取する 試験片寸法は P4 に同じ 1 2 3 4 5 6  ○採取場所 左図より無作為に 10個所を選定 (サイコロの2度振り) ○採取角度 180°を 5°22'2"で 36等分し、無作為に 10個所分の角度を選定 (サイコロの2度振り)  ・切り出し：ダイヤモンドカッター ・$n=10$ ○試験方法 } P4 に同じ ○試験機 } ○算出 P4と同様に $n=10$ の E を求め、この平均値 及び標準偏差から変動係数 C_v を算出	<table border="1"> <thead> <tr> <th>試験片 No</th><th>E kgf/cm^2</th></tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>4040</td></tr> <tr><td>2</td><td>3740</td></tr> <tr><td>3</td><td>3250</td></tr> <tr><td>4</td><td>3380</td></tr> <tr><td>5</td><td>3910</td></tr> <tr><td>6</td><td>3870</td></tr> <tr><td>7</td><td>3710</td></tr> <tr><td>8</td><td>3520</td></tr> <tr><td>9</td><td>3520</td></tr> <tr><td>10</td><td>3770</td></tr> </tbody> </table> 平均値 $\bar{E}=3671$ 標準偏差 $\sigma=235.9$ $C_v = \frac{\sigma}{\bar{E}} \times 100$ $= 6.4\%$	試験片 No	E kgf/cm^2	1	4040	2	3740	3	3250	4	3380	5	3910	6	3870	7	3710	8	3520	9	3520	10	3770
試験片 No	E kgf/cm^2																								
1	4040																								
2	3740																								
3	3250																								
4	3380																								
5	3910																								
6	3870																								
7	3710																								
8	3520																								
9	3520																								
10	3770																								
⑥ 寸法精度	板厚 $\pm 8\%$ 以下	P4 ③④ で測定した試験片の板厚 の平均値 $\bar{d}$ を求め、最大値 $d_{\max}$ 及び 最小値 $d_{\min}$ との差を%表示	<table border="1"> <thead> <tr> <th>供試体 No</th><th>d mm</th></tr> </thead> <tbody> <tr><td>1</td><td>2.61</td></tr> <tr><td>2</td><td>2.44</td></tr> <tr><td>3</td><td>2.83</td></tr> <tr><td>4</td><td>2.58</td></tr> <tr><td>5</td><td>2.69</td></tr> </tbody> </table> 平均値 $\bar{d}$ 2.63 $\frac{d_{\max} - \bar{d}}{\bar{d}} \times 100 = 7.6$ $\frac{d_{\min} - \bar{d}}{\bar{d}} \times 100 = -7.2$ 板厚: $2.63 \pm 7.6\%$ -7.2%	供試体 No	d mm	1	2.61	2	2.44	3	2.83	4	2.58	5	2.69										
供試体 No	d mm																								
1	2.61																								
2	2.44																								
3	2.83																								
4	2.58																								
5	2.69																								

要

旨

研究開発項目名 成形加工技術の開発（連続成形法／開断面構造）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和57年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

市販の炭素繊維及び熱可塑性樹脂プリプレグ材を用いて、L型、U型等の開断面構造要素の連続成形基本技術を開発する。

評価の基準は理論計算による強度の発現率及びバラツキとする。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和57年度：材料及び加工装置の検討

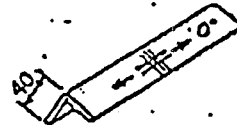
基本加工試験による成形基礎試験機の計画

昭和58年度：成形基礎試験機によるL型材の試作研究

4. 第一期の実績のポイント

30 x 30 x 700 mmのL型材の試作研究により、高弾性炭素繊維－熱可塑性樹脂系材料のセクションロールによる段階的連続曲げ成形加工法についての基本技術の問題点が解明されたが、研究開始2年目で試験機、供試素材とも第一回試作品であるため、目標の達成には至らなかった。

研究開発結果要約表

可成テーマ名		3 (2) 成形加工技術の開発 3)-1 連続成形法：開断面長尺単純形状					
研究開発手法	供試体形状	長さ 400mm 肉厚 1mm  繊維配列 0° 方向配列 (炭素ガラス繊維 1ply)					
	成形条件	次世代 連続成形法 (Section Roll Forming) 温度 230℃ 圧力 3.1 MPa 速度 0.1 m/min					
前提条件等	材料	高弾性率 炭素繊維 / 熱可塑性樹脂 (IM6/PES)					
研究開発結果	要求性能	寸法精度	収縮率		ROM %	V _f	生産性
		板厚 ±5% 以下	1% 以下		80 以上	60% 以上	30m/kt
	試験法	マイクログラフによる測定 n=20	ASTM D2734 (比重 4.5) 換算 n=11		ASTM D3039 31張引強度 n=4	ASTM D3174 酸分解法 n=11	成形速度と測定
		試験結果	平均値 1.18 mm バラツキ +11.9 % -3.4 %	平板部 平均値 6.5 % 曲げ加工部 平均値 3.7 %	平均値 12700 MPa ROM % 80.1 %	平板部 平均値 54.7 % 曲げ加工部 平均値 52.1 %	平均値 6m/kt
所見等	目標性能にほぼ到達したが、基本的加工条件を把握し、連続成形の用途は得たと考える。						

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 連続成形法（開断面構造）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和57年度～昭和58年度
2. 研究開発手法、前提条件等

(1) 開発の狙い

アングル、チャンネル等の開断面構造要素の連続成形加工技術を確立するため、試験片（約300～500mm程度）の試作実験により基本加工条件を設定する。

(2) 現世代をこえる開発要素

薄肉長尺開断面構造要素の連続成形

- ① 高弾性炭素繊維／熱可塑樹脂系材料の適用
- ② セクションロールによる段階的連続曲げ成形条件の確立

(3) 開発手法、手段

- ① まず、材料・加工法（含む装置）の基礎的検討と素材の基礎評価を行って、
- ② そのデータをもとに基礎実験機を試作し、単純形状品の成形加工研究を実施して基本加工条件を設定する。

(4) 前提条件

使用材料は、現世代熱可塑樹脂系成形材料。

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント

目標性能との対比

項目	寸法精度	ボイド率	ROM%	V _f	生産性
目標性能	±5% 以下	1% 以下	80 以上	60% 以上	30 m/hr
実績	←	別	紙	→	6 m/hr
クリア 未達	X	X	○	X	X

(2) 注目すべき知見

炭素繊維/熱可塑樹脂製薄肉長尺型材の連続曲げ成形技術及び装置。〔特許出願 or 1/10/10別冊化予定〕

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

① 成形素材の適正余熱条件

段階的曲げを可能とし、品質を劣化させない温度・時間の管理。

② 連続曲げロール形状

段階的曲げを可能とする最適ロール形状・ロール数。

(4) 特に効果を発揮した技術

① 成形素材の繊維配列仕様

段階的曲げを可能とする最適繊維配列。

(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

① 問題点

1) 連続成形用高性能長尺成形素材の入手。

2) 寸法精度のコントロール。

1) 耐熱樹脂、複雑形状への展開。

② 解決の目途

1) 素材メーカーの供給促進。

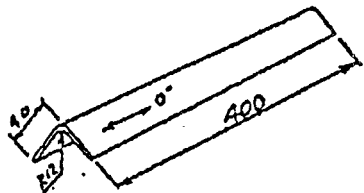
2) 加熱・加圧、冷却条件の最適化。

1) 実験装置改修による対応。

研究開発結果の詳細

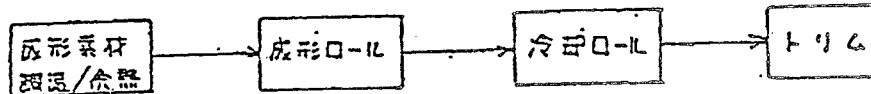
サブテーマ名 : 3D-1 連続成形法 : 断面長尺直線形状

1. 試作品

項目	内容																				
① 形状・寸法	アングル断面長尺構造要素  肉厚 : 1mm 傾斜 : 0°±5° (ガウス制御付)																				
② 使用材料	高弾性タイプ炭素繊維 / 熱可塑性樹脂 ・IM-6 / PES (複合化) 基本特性 <table><thead><tr><th colspan="2">炭素繊維</th><th colspan="2">樹脂積層板</th></tr></thead><tbody><tr><td>引張強度</td><td>400 kg/mm^2</td><td>引張強度</td><td>133 kg/mm^2</td></tr><tr><td>弾性率</td><td>29000 kg/mm^2</td><td>弾性率</td><td>14300 kg/mm^2</td></tr><tr><td>繊維長</td><td>12000</td><td></td><td></td></tr><tr><td>密度</td><td>1.73</td><td></td><td></td></tr></tbody></table>	炭素繊維		樹脂積層板		引張強度	400 kg/mm^2	引張強度	133 kg/mm^2	弾性率	29000 kg/mm^2	弾性率	14300 kg/mm^2	繊維長	12000			密度	1.73		
炭素繊維		樹脂積層板																			
引張強度	400 kg/mm^2	引張強度	133 kg/mm^2																		
弾性率	29000 kg/mm^2	弾性率	14300 kg/mm^2																		
繊維長	12000																				
密度	1.73																				

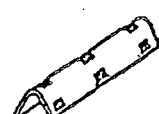
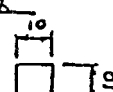
③ 成形条件

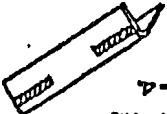
3D-1 連続成形法



成形条件

- 成形ロール部温度 230°C
- 加圧力 3.1 kg/mm^2 (250 $\text{kg}/80\text{mm}$)
- 成形速度 0.1 mm/min (6 m/hr)

2. 試験					
項 目	目 視 性 能	試 験 方 法	試 験 結 果		
① 寸法測定	板厚15%以下	・ 板厚をマイクロメータにより測定し、その平均値Mをその板厚とする。 ・ 板厚は100mmまで読み取る。 測定箇所 n=20 ・ 供試体数nに対する平均値からの最大値M_{max}、及び最小値M_{min}のバラツキ率%を算出する。 $\text{バラツキ} = \frac{M_{\max} - M}{M} \times 100(\%)$ $\text{バラツキ} = \frac{M_{\min} - M}{M} \times 100(\%)$	板 厚 (mm)	平均値 (mm)	バラツキ (%)
			1.21 1.16 1.15 1.14		
			1.21 1.20 1.16 1.16		
			1.18 1.19 1.14 1.14	1.18	+11.9
			1.19 1.24 1.15 1.13		-3.4
			1.32 1.13 1.25 1.13		
② ボイド率	1%以下	ASTM D 2734 準拠 ・ 供試体より試験片を切り出す。 試験片採取位置 ・ 平板部 n=6 ・ 曲げ加工部 n=5  試験片形状  試験器具 直示分断天秤 ・ 直示分断天秤により試験片重量を測定する。 ・ ASTM D 792 Method A に従って密度を測定する。 ・ 加熱溶剤法により樹脂を溶解分離する。 ・ 残渣を洗浄後、直示分断天秤により繊維重量を測定する。 ・ 式により算率を算出する。 $\text{ボイド率} = 100 - P_c \left(\frac{W_f}{P_f} + \frac{W_r}{P_r} \right) (\%)$ P_c : 試験片密度 W_f : 繊維重量% P_f : 繊維密度 W_r : 樹脂重量% P_r : 樹脂密度	測定箇所	ボイド率 (%)	平均値 (%)
			平板部	2.3 6.8	
				7.8 10.4	6.5
				4.3 7.1	
			曲げ加工部	3.7 2.2	
				5.3 0.4	3.7
				6.9	

項目	日 性 性 能	試 験 方 法	試 験 結 果
③ ROM % 引張弾性率	80 以上 ($2.1 \times 10^3 / \text{mm}^2$)	ASTM D 3039 機械伸張引張 ・ 試験片より弾性をとり出す。 試験片採取位置 開口部より距離 m-A 	引張弾性率 (kg/mm^2) 平均値 ROM % 12800 13100 11900 12900 12700 80.1
④ VF	60%以上	ASTM D 3171 機械百分伸張 ・ 試験片を測定元と同じ ・ 次式によりVFを算出する $VF = \frac{WF \cdot Pc}{Pc \cdot Wc} \times 100 (\%)$ WF: 試験重量 Pf: 試験重量 WC: 試験片重量 Pc: 試験片重量	測定箇所 VF (%) 平均値 平板部 55.7 54.5 54.6 52.7 55.0 55.8 54.7 曲部 52.9 52.9 50.3 52.4 52.0 52.1
⑤ 圧縮率	30%以上	成形中の供試体に目印をつけ、一定の圧点 間を通過する時間を7.5~7.0秒に7割 定する。 成形速度 = $\frac{\text{標点間距離}}{\text{通過する時間}}$	・ 標点間距離—0.7m ・ 通過する時間—7.0min ・ 成形速度 = $\frac{0.7}{7.0} = 0.1 \text{ m/min}$

3. 使用試験器口			
器材名称	仕様概要	台数	備 考
インストロン型 材料試験機	最大容量 : 25トン 試験速度 : 0.05 ~ 500 mm/min ストローク : 1200 mm	1	
直示分析天秤	最大秤量 : 100g 最小目盛 : 0.0001g	1	

4. 備考 (研究日程)

3) 連続成 形法	5/4	5	6	7	8	9	10	11	12	5/1	2	3
3) - 1	断面形状・単体形状・底面形状・高径比						連続成形高径比					
									連続成形高径比			

連続成形高径比 → 成形実験 → 評価試験
評価試験
計画

< 別添 >

連続成形試作品 ROM 計算値

1. 材料

IM6/PES - 方向材

糸の弾性率 $E_f = 29000 \text{ kg/mm}^2$ (X-力情報)

2. ROM 計算式

積層板中の ガススリム。樹脂の弾性率 E_g, E_r 寄与分を無視し、($\because E_g, E_r \ll E_f$)

$$ROM = E_f \times V_f \quad \text{とする。}$$

3. 結果

平板部の V_f 0.547 か3.

$$ROM = 29000 \times 0.547 = 15860 \text{ kg/mm}^2$$

$$(ROM = 80\% = 12690 \text{ kg/mm}^2)$$

要

旨

研究開発項目名 成形加工技術の開発（連続成形法／閉断面構造）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和57年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

市販の炭素繊維及びマトリックス樹脂を用いて、宇宙構造物用薄肉長尺円筒の連続成形基本技術を開発する。

評価の基準は理論計算による強度の発現率及びバラツキとする。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和57年度：材料及び加工装置の検討

基本加工試験による成形基礎試験機の計画

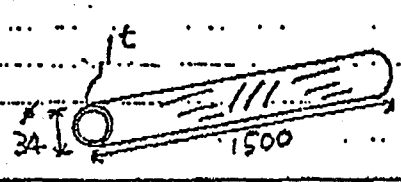
昭和58年度：成形基礎試験機（引抜硬化装置）による薄肉長尺円筒の試作研究

4. 第一期の実績のポイント

1 t x 34 φ x 1,500 mmの薄肉円筒の試作研究により、ホットダイ引抜法における加熱スケジュール等の基本加工技術が開発された。

昭和59年2月15日

研究開発結果要約表

研究開発手法	サツ テ-2名	3(2)成形加工技術の開発 3)-2 連続成形法:肉断面長尺薄肉構造				
	供試体 形状・寸法	長さ 1500mm パイプ径(φD) 34mm 肉厚 1mm  0°/84°/0° 積層 4/1/4 プライ				
	成形条件	引拔硬化700℃ (加熱硬化条件: 硬化 140℃×9分 炉長 300mm 後硬化 170℃×9分 炉長 300mm [引張速度 2%/s])				
前提条件	材料	高弾性917°炭素繊維 (M-40) / エポキシ樹脂 (E2500) 7°17° S405-12 東レ(株)				
研究開発結果	要求性能	寸法精度	ボイド率	引張弾性率 ROM%	V _f	生産性
		肉厚 ±5%以下	1%以下	80以上	60%以上	2m/rt 以上
	試験法	JIS-K6911-5.5.3に準拠 (2170×702)測定 n=16	ASTM D2734に準拠 n=4	917°引張試験法 (引張弾性率) n=4	ASTM D3171に準拠 (酸分解法) n=4	引拔速度 (標点間移動速度計時) n=3
試験結果	試験結果	0.908 +10.1% -11.30%	0.4(%)	96(%)	60.8(%)	2.0m/rt
所見等	寸法精度は、要求性能に未達成である。今後肉断面連続成形基座試験機のシステムアップ(積層成形装置等の結合)により改善が見込まれる。					

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 連続成形法（閉断面構造）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和57～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

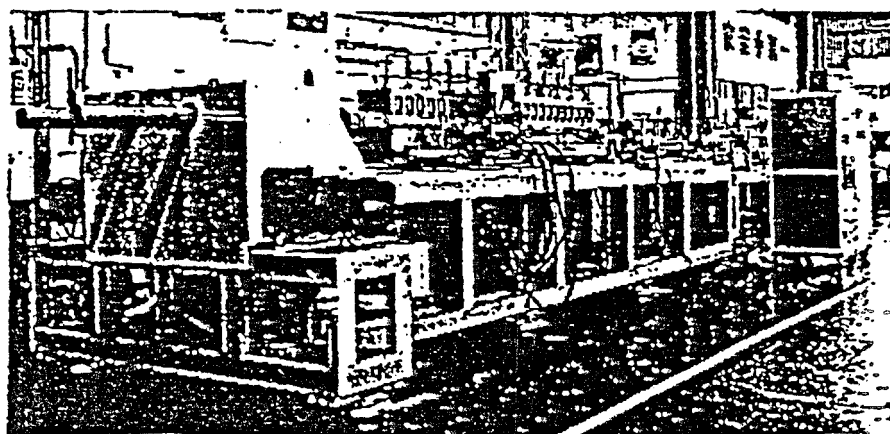
宇宙機器大型化への対応を可能にするため、基本部材として必要なCFRP製閉断面長尺薄肉構造要素の高効率連続成形技術を開発する。

高性能素材（高弾性炭素繊維／エポキシ樹脂）からなる複合材を積層成形する場合、現状ではフィラメントワインディング／オートクレーブ法によるのが一般的であるが、設備面からの寸法上の制約と生産性が極めて悪い難点があった。

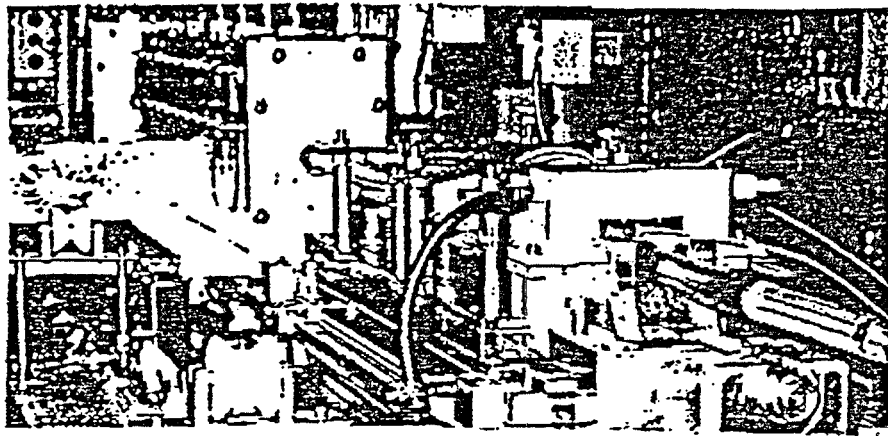
同様な目的のための成形技術として米国で高速ワインディング法が開発されたが、硬化プロセスを連続化し得なかった。従来の不飽和ポリエステルを用いた連続成形では厚肉品が対象になり、寸法精度・耐熱性等の面で問題がある。

第一期は開発要素並に技術課題が最も多いと考えられる連続硬化プロセスを取り上げ、基礎試験機として引抜加熱装置を設計・製作するとともに、成形品の試作研究と品質評価を通して基本加工条件を取りまとめようとした。

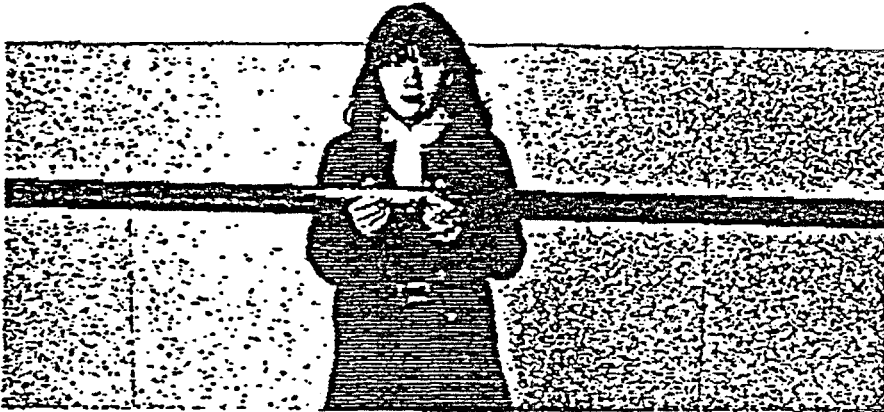
実験方法は次の通りである。即ち、引抜力・温度計測センサーを装着した加熱ダイ／連続引抜駆動部からなる引抜加熱装置を用い、マンドレル上に巻回した炭素繊維／エポキシプリプレグ（東レ製S405）が加熱ダイ中を通る過程で余剰樹脂を排出させつつ、高V_f成形品を連続的に硬化させた。得られる試体の寸法・形状は長さ1,500mm・外径34mm・肉厚1mmのパイプで、その繊維配向は軸方向（0°）／周方向（84°）の積層比を8／1とした。代表的な成形条件は、加熱ダイ（全長600mm）において、硬化ゾーン（300mm長）の温度を140℃、後硬化ゾーン（300mm長）の温度を170℃に設定し、引抜速度を2m/minにしたとき加熱ダイ中での素材の滞留時間が18分になるようにした。



引抜加熱装置全貌



加熱ダイ部分拡大



CFRPパイプの
試作品

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント(詳細別紙)

引抜硬化法により高性能素材(高弾性炭素繊維/エポキシ樹脂)を用いた長尺薄肉中空部材を成形し、要求性能に対する評価試験を行った結果、ポイド率: 1%以下・引張弾性率ROM%: 80以上・ V_f : 60%以上及び生産性: 2m/分以上の各項目に関しては、所期の目標を達成した。特に引張弾性率ROM%に対しては、繊維切小等、生じ易い素材を用いているにもかかわらず、極めて高い値が得られた。

寸法精度: 肉厚 $\pm 5\%$ 以下については、今回の実験で目標を達成することができなかったが、今後、基礎試験機のシステム化(積層成形装置等の結合)により性能改良が見込まれる。

(2) 注目すべき知見

装置開発とプロセス研究を併行して進めることにより、連続成形法の完全自主技術確立を担っている。本年度の実績により、今後の段階的な研究開発の促進が見込まれた。

成形品の薄肉化に関しては、プリプレグを積層したマンドレルで引抜く移動法の採用により、厚さ0.5mmの極薄パイプの連続硬化が可能になった。

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

加熱ダイの形状・構成・温度分布などの工夫により、成形品の高機能化とその品質安定化を図った。例えば、絞り角度を小さくすることによって繊維の破断を防ぎ、プリプレグ樹脂の早期ゲル化によって配向の乱れを抑えた。

また、2つの引抜きランバーによる梱め替への機構^(新たに)を工夫し、連続成形中の歪度ムラ発生を防止した。

これらの新規技術については、現在特許出願準備中である。

(4) 特に効果を発揮した技術

高周波加熱機構を用いた予熱システムの導入により、加熱ダイの引抜き力が低下し、品質改善とともに生産性向上の目的を果たした。

(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

目標性能に対して未到達となった寸法精度については、装置・成形技術及び素材における諸々の要因が関与しているため、問題解決には今後かなりの困難が予想される。基礎試験機のシステム化を進めていく中で、改良のための対策を見出したい。

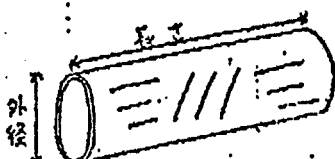
以上

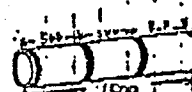
研究開発結果の詳細

3(2) 成形加工技術の開発

リブテ-28: (3)-2 連続成形法: 肉断面長尺薄肉構造

1. 供試体

項目	内容
① 形状・寸法	 寸法: 長さ 1.5m × 肉厚 1mm × 外径 $\phi 34$ 配向: $0^\circ/84^\circ/0^\circ$ (*10mmホテ-ア合せ ワンテ-28時の角度) フライ数: 4/1/4
② 使用材料	◎ 高弾性タフ炭素繊維/Tポキシ樹脂 アリアール 商品名 "トル" アリアール S405-12 (東レ製) ・炭素繊維 M-40 (A=1811/1775) 密度 1.21 ・寸法 厚さ 0.12mm 幅 900mm × 長さ 2m 巻き 10mm × 100m (7-7-7) ・"アリアール" 目付量 200g/m^2 ・繊維含有率 $58\text{wt}\%$ ・引張強度 140kgf/mm^2 (0°方向, V_f 60%, 23°C) ・引張弾性率 22000kgf/mm^2 (" " " ")
項目	内容
③ 成形条件	[引拔硬化700℃] <pre> graph TD A[アリアール 組立] --> B[アリアール 巻付] B --> C[アリアール 剥付] C --> D[引拔硬化] D --> E[脱型] E --> F[切断] </pre> [引拔硬化条件] I) 硬化 $140^\circ\text{C} \times 9\text{分}$ (引拔速度 2mm/s 硬化炉長さ 300mm) II) 後硬化 $170^\circ\text{C} \times 9\text{分}$ (引拔速度 2mm/s 後硬化炉長さ 300mm)

2) 試験		試験方法		試験結果																																							
項目	目標性能																																										
① 寸法 精肉厚 ±5%		JIS K6911-5.5.3 に準拠		<table border="1"><thead><tr><th>測定箇所</th><th>肉厚 (mm)</th></tr></thead><tbody><tr><td>1</td><td>0.805</td></tr><tr><td>2</td><td>0.807</td></tr><tr><td>3</td><td>0.854</td></tr><tr><td>4</td><td>0.813</td></tr><tr><td>5</td><td>0.809</td></tr><tr><td>6</td><td>0.885</td></tr><tr><td>7</td><td>0.856</td></tr><tr><td>8</td><td>0.813</td></tr><tr><td>9</td><td>0.813</td></tr><tr><td>10</td><td>0.846</td></tr><tr><td>11</td><td>0.870</td></tr><tr><td>12</td><td>0.915</td></tr><tr><td>13</td><td>1.000</td></tr><tr><td>14</td><td>0.876</td></tr><tr><td>15</td><td>0.948</td></tr><tr><td>16</td><td>0.816</td></tr><tr><td>平均肉厚 (mm)</td><td>0.908</td></tr><tr><td>C.V. (%)</td><td>0.3</td></tr></tbody></table>		測定箇所	肉厚 (mm)	1	0.805	2	0.807	3	0.854	4	0.813	5	0.809	6	0.885	7	0.856	8	0.813	9	0.813	10	0.846	11	0.870	12	0.915	13	1.000	14	0.876	15	0.948	16	0.816	平均肉厚 (mm)	0.908	C.V. (%)	0.3
測定箇所	肉厚 (mm)																																										
1	0.805																																										
2	0.807																																										
3	0.854																																										
4	0.813																																										
5	0.809																																										
6	0.885																																										
7	0.856																																										
8	0.813																																										
9	0.813																																										
10	0.846																																										
11	0.870																																										
12	0.915																																										
13	1.000																																										
14	0.876																																										
15	0.948																																										
16	0.816																																										
平均肉厚 (mm)	0.908																																										
C.V. (%)	0.3																																										
		(1) 器具 管厚用ポイントマイクロメータ (0.01mm 目盛)		$\frac{1.000 - 0.908}{0.908} \times 100 = 10.1 (\%)$																																							
		(2) 方法 パイプの両端面のつぎとれどれ円周に 約 2.45° 間隔 20箇所、肉厚を測定 する測り、計 16 点の平均値を所定 肉厚とする。		$\frac{0.805 - 0.908}{0.908} \times 100 = -11.3 (\%)$																																							
		(3) 計算 肉厚変動 = $\frac{\text{測定肉厚} \left(\frac{\text{最大値}}{C_{\max}} \right) - \text{平均肉厚}}{\text{平均肉厚}} \times 100 (\%)$		肉厚: 0.908mm : ±10.1 (%) : : : ±11.3 (%)																																							
② Vf	60% 以上	ASTM D3171 に準拠 <酸分解法>		<table border="1"><thead><tr><th>試験項目</th><th>値 (%)</th></tr></thead><tbody><tr><td>1</td><td>59.2</td></tr><tr><td>2</td><td>61.4</td></tr><tr><td>3</td><td>61.1</td></tr><tr><td>4</td><td>60.8</td></tr><tr><td>平均</td><td>60.8</td></tr><tr><td>C.V. (%)</td><td>1.0</td></tr></tbody></table>		試験項目	値 (%)	1	59.2	2	61.4	3	61.1	4	60.8	平均	60.8	C.V. (%)	1.0																								
試験項目	値 (%)																																										
1	59.2																																										
2	61.4																																										
3	61.1																																										
4	60.8																																										
平均	60.8																																										
C.V. (%)	1.0																																										
		(1) 試片  試片 (mm) 100 x 10 x 4 n=4 試片重量 約 0.3~0.5g																																									
		(2) 器具 電熱器, 精密化学天秤																																									
		(3) 方法 (パイプの耐熱性試験に使用) ① 空気中並に水中での重量を秤量 (23°C) ② 炭酸ガス中 120 分煮沸後、過熱水素酸で処理 ③ ガラス皿 100°C 炭素繊維を乾燥後秤量																																									
		(4) 計算 (ASTM D792 参照) 密度 = $\frac{\text{空気中の試片重量}}{\text{空気中の試片重量} - \text{水中の試片重量}} \times 0.99975$																																									
		重量含有率 (Wf) = $\frac{(\text{ガラス皿重量} + \text{繊維重量}) - \text{ガラス皿重量}}{\text{試片重量}} \times 100 (\%)$																																									
		体積含有率 (Vf) = $\frac{\text{繊維重量} / \text{繊維密度}}{\text{試片重量} / \text{試片密度}} \times 100 (\%)$																																									

項目	目標性能	試験方法	試験結果												
③引伸率	1%以下	ASTM E2734に準拠 引伸率測定法に同じ $n=4$ 計算 引伸率 = $100 - \left\{ \frac{\text{繊維体積含有率} + \text{樹脂体積含有率}}{\text{CV}} \right\} (\%)$ (V_f) (V_r) (V_r)	<table><tr><th>試片番号</th><th>引伸率 (%)</th></tr><tr><td>1</td><td>0.3</td></tr><tr><td>2</td><td>0.2</td></tr><tr><td>3</td><td>0.5</td></tr><tr><td>4</td><td>0.6</td></tr><tr><td>平均値</td><td>0.4</td></tr></table> (平均値計算は使用せず)	試片番号	引伸率 (%)	1	0.3	2	0.2	3	0.5	4	0.6	平均値	0.4
試片番号	引伸率 (%)														
1	0.3														
2	0.2														
3	0.5														
4	0.6														
平均値	0.4														

④ 引張弾性率
ROM % 80 以上

パイプ材引張試験法

(1) 試片形状

- 品① 試片部 試作パイプ中央部を規定長さに切断して使用
- 品② 補強剤 カウエー硬化剤(同時接着)より削り出し

(2) 試験装置

- 電子管式 万能試験機 30kN (島津製)
- X-Y 11-9
- 治具

(3) 測定条件 (23°C ± 1°C)

- 歪速度 0.01 ~ 0.02 strain/min
- 弾性率測定範囲 予張破断強度の10%以内

(4) 計算 ROM % = $\frac{\text{試験値}}{\text{理論値}} \times 100$

(例) 19,700 kgf/mm²
 $\nabla 60\%$ 配向比 0.85/0.4 = 1/4 の理論値(備考)

試片番号	引張弾性率 ROM (%)	ROM (%)
1	85.00	84
2	82.00	82
3	89.00	86
4	93.00	88
平均値	89.00	86
CV (%)	2.9	6.8

別紙

1817°枝引張弾性率理論値の計算

1. 計算に用いた力学定数

$$E_L = 22000 \text{ kg/mm}^2$$

$$E_T = 660 \text{ kg/mm}^2$$

$$\nu_{LT} = 0.26$$

$$G_{LT} = 430 \text{ kg/mm}^2$$

2. 解析条件

理論 … 積層理論

積層 … (0°/84°/0°)

層厚比 4:1:4

3. 結果

$$E = 19700 \text{ kg/mm}^2$$

要

旨

研究開発項目名 成形加工技術の開発（自動加工法）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

ハンドレイアップに頼ってきた積層一体成形の自動化の出発点となるオート・レイアップヘッドの基本技術を開発する。

評価基準は自動積層成形品の層間せん断強度とする。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和56年度：自動加工法の現状と問題点の把握

基礎試験機の計画

昭和57年度：基礎試験によるレイアップ試験機の設計、部品製作

昭和58年度：レイアップ試験機の製作、成形試験並びに評価

4. 第一期の実績のポイント

レイアップ試験機の試作、 400×400 mm CFRPのレイアップ、成形試験によりオートレイアップ・ヘッド開発のための基本技術が得られた。

1-2-55

1-2-55

研究 開 発 実 績

研究開発項目名 自動加工法

研究開発実施者名 (財)次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

(開発の狙い、特許出願技術等、現世代技術を超える開発要素を要領良く書く。
図を添えることが望ましい。)

一方向繊維プリプレグテープを用いて積層を自動的に高速で行う自動レイアップ機が望まれている。このため自動レイアップ機の開発を行った。テープの幅は最大76mmまでとし、切断とレイアップを同時に行う方法をとることにした。このため予備試験を行い、裏紙は切らずにテープのみ切断する方法、切断したテープの端を一時ロールに巻きとる方法を研究し、下記の特許の申請を行った。

この方法を使用したレイアップヘッド、およびこのヘッドをX, Y, Z方向に動かしてレイアップする試験機を設計した。この試験機はテープの切断をレイアップ中に行い、しかも $\pm 45^\circ$ の任意の角度で切断できる構造としテープはできる限り有効に使って、ロスを少なくするよう考えたレイアップ機である。

58年度に製作完了し調整試運転をした後、レイアップ条件を変えて積層を行い物性試験を行って問題点をとりとめた。

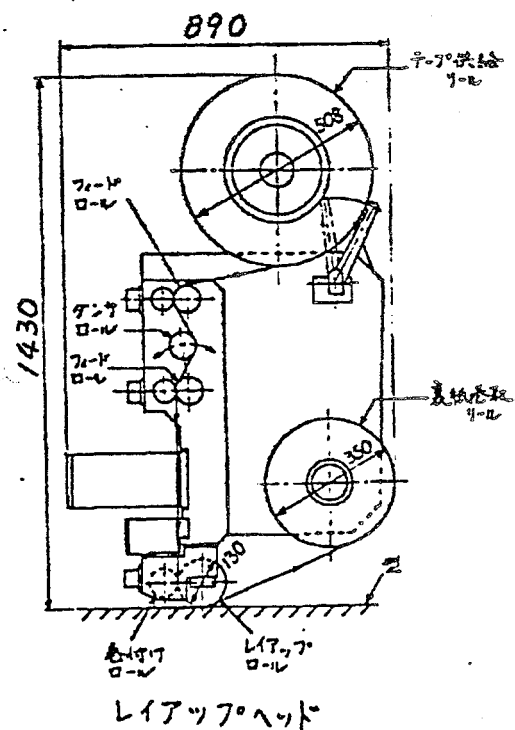
(特許出願)

特願 昭57-174597

FRPテープの自動切断装置

特願 昭57-174598

FRPテープの自動貼付方法
および装置



3 研究開発結果

(1) 実績のポイント (詳細別紙)

- 1) 層間せん断強さは平均で、テープ重ね合せ部 (L) で 13.54 kgf/mm^2 、テープ突き合せ部 (B) で 13.57 kgf/mm^2 で要求性能 11 kgf/mm^2 を大幅に超過した。
- 2) V_f は L 部 69.34% 、B 部 68.50% で目標 60% をクリアした。
- 3) ボイド率は 0% で顕微鏡による断面写真観察の結果でもボイドは認められず問題なかった。
- 4) テープすき間は各層の最大値で $0.6 \sim 2.2 \text{ mm}$ と大きく、目標 $0 \sim 0.8 \text{ mm}$ は達成できなかった。一度はる度にテープの位置を手で修正しレイアップしてもこの程度であった。これは運転中テープが幅方向に動き易くこのためレイアップするテープが左右に動いてすき間が大きくなったためである。

(2) 注目すべき知見

- 1) テープすき間が非常に大きかったにも拘らず、層間せん断強度、 V_f 、ボイド率は L 部と B 部で差が認められなかった。 0° 方向の積層の場合、テープすき間がある程度大きくても許容されると考えられる。
- 2) レイアップロールの押付力はロール幅に対し、 $3.2 \sim 12.5 \text{ kgf/cm}$ で試験したが差はなかった。
- 3) テープ張力は大きいとテープの幅方向の動きが大きくなり、テープが切断し易くなるため、 3 kgf 程度の低い方が良かった。

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

- 1) フリフレアテープの切断を低速走行中に、裏紙は切らずにテープのみ切断する方法を採用し、低速 (1 m/min) では可能となった。

特許出願 特願昭 57-174597 FRPテープの自動切断装置

- 2) 切断したテープの始端を一時巻付けロールに巻きつけておく方法を採用し、連続テープを使用するようにしたが、条件によってはうまくゆくとが確認された。

特許出願 特願昭 57-174598 FRPテープの自動貼付方法および装置

(4) 特に効果を発揮した技術

- 1) レイアップロールの押付けに 空気圧を使用し、いつも一定圧力 (最高 100 kgf) で押え付ける構造とした。テープに対し 均一な押し付けが可能となり 高い層間せん断強度、 V_f が得られた。
- 2) カッターで テープ走行中に テープのみ切断する方法をとつたため、テープが扱い易くなり 能率向上ができた

(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

- 1) レイアップ速度は本試験では 6 m/min であつたが、世界レベルは 25 m/min である。試験機を改造し、高速にすれば 25 m/min は可能である
- 2) フリフレイプテープがレイアップ中に幅方向に動き易く 積層したテープ間のすき間を小さくできない。テープの幅方向位置自動調節装置、レイアップしたテープの縁の検出装置をつけることにより 解決すると思われる。しかしテープの縁検出装置は技術的に非常に難しく今のところ 目途は立っていない。
- 3) テープと裏紙との接着性、テープとロールとの接着性がテープにより問題となる 周囲温度により大幅に変わるので、部分的なテープの温度を行えば 相当程度改善すると思われる。
- 4) カッターの調整が難しいが、カッターを取り付けたまま調整できるように構造に改造することにより 解決する。

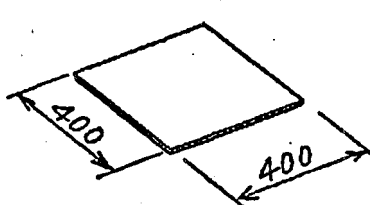
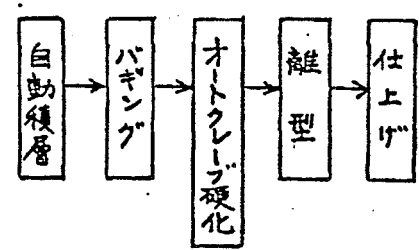
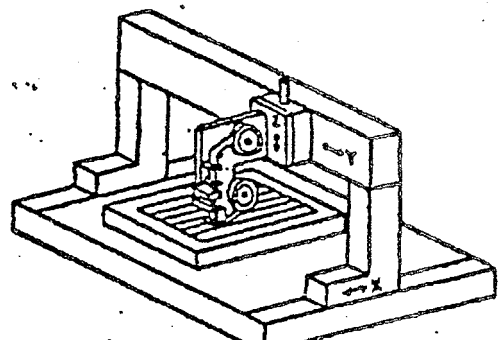
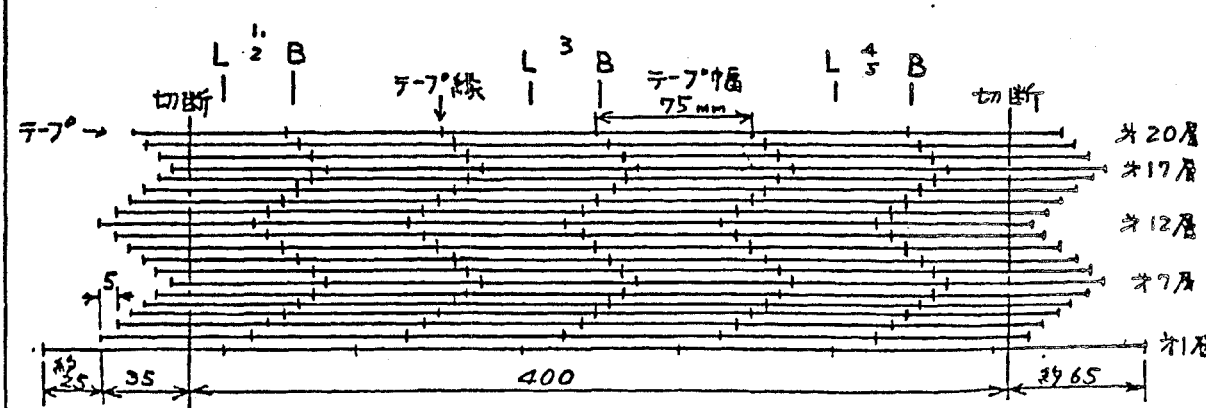
以上

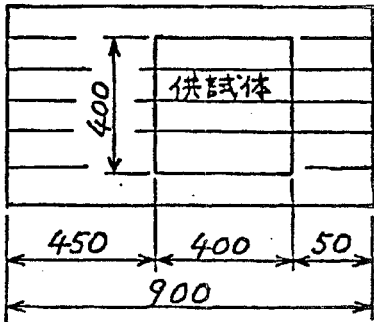
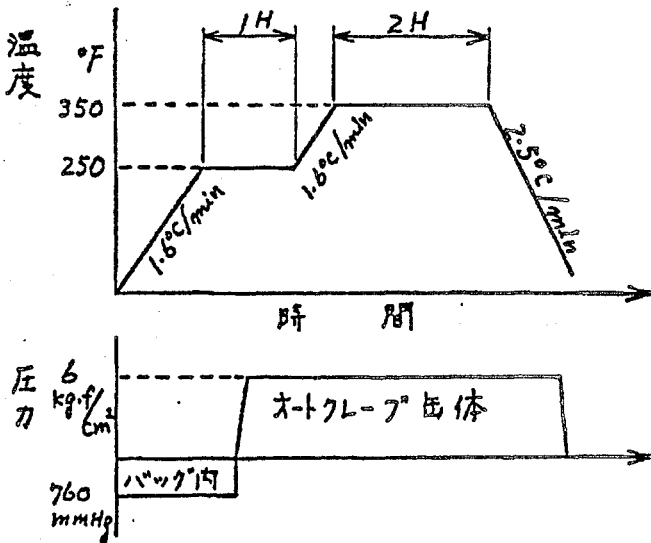
3 研究開発結果

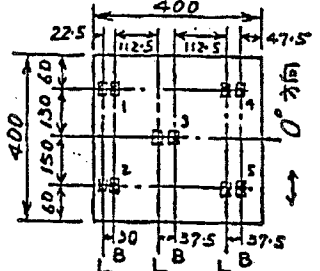
(1) 実績のポイント

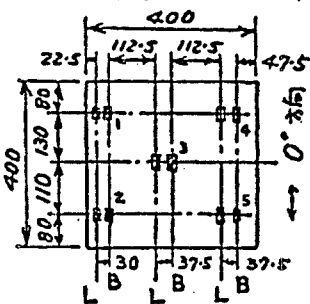
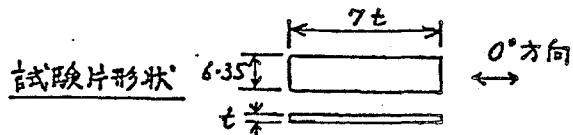
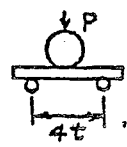
サブテーマ名: 5) 自動加工法

1 供試体

項目	内容						
① 形状寸度	平板状供試体 繊維方向 (0°-方向) 板厚 約 2.14 mm (20 PLY) 						
② 使用材料	350°F 硬化 炭素繊維 / エポキシ <table border="1"> <tr> <td>種類</td><td>一方向フリップレグ材</td></tr> <tr> <td>品名</td><td>東レ(株) P3060 B-12</td></tr> <tr> <td>基本特性</td><td> 樹脂含有率: 約 37 % 糸重量: 125 g/m^2 テープ幅: 75 mm 標準厚さ: 0.125 mm </td></tr> </table>	種類	一方向フリップレグ材	品名	東レ(株) P3060 B-12	基本特性	樹脂含有率: 約 37 % 糸重量: 125 g/m^2 テープ幅: 75 mm 標準厚さ: 0.125 mm
種類	一方向フリップレグ材						
品名	東レ(株) P3060 B-12						
基本特性	樹脂含有率: 約 37 % 糸重量: 125 g/m^2 テープ幅: 75 mm 標準厚さ: 0.125 mm						
③ 成形条件	(自動加工法主要工程)   (自動積層法) 型板の上にオ1層としてテープを横に7枚並べてはり、端を接着テープで固定する。その上にオ2層を6枚並べてレイアップする。次にオ3層は右に5mmずらして6枚はり、オ4層はさらに右に5mmずらしてはり、オ5層からは反対に5mmづつずらしてはり、5層はると反対方向にする。即ち下図のように、オ13, 18層で逆転し、合計20層積層する。試験片を採取したテープの整なり部Lと突き合せ部Bの位置も示す。 						

項目	内容
③ 成形条件 (続き)	(自動積層条件) レイアップ速度 6 m/min 全長 900 mm の長さに積層し加減速部を除き 6 m/min の速度で積層したところで 400 mm の長さの試験片をとる レイアップロール押付力 100 kgf テープ張力 3 kgf 供試体の採取位置は下図に示す。  (オートクレープ硬化条件) 350°F 6 kgf/cm^2 2 H 

2 試 験					
項 目	目標性能	試 験 方 法			試 験 結 果
① テープ間すき間	0-0.8mm 直なりのないこと	テープとテープの間のすき間を一層レイアップする毎にスケールで測定。最大値と最小値を計測する 第1層目は手貼りで行う。			MAX MIN MAX MIN
					1 - - 11 1.4 0
					2 1.6 0 12 1.7 0
					3 1.5 0 13 2.0 0
					4 1.0 0.3 14 1.2 0
					5 1.2 0.3 15 2.2 0
					6 1.2 0.3 16 1.6 0
					7 1.2 0.1 17 1.0 0
					8 0.9 0 18 0.8 0
					9 0.8 0 19 0.8 0
					10 1.4 0 20 0.6 0
					MAX 2.2 MIN 0
					Σ 0.548
② V_f	60% 以上	・供試体より試験片を切り出す。(概略位置は下図による)  n = 10 (L, B 各 5) L: テープ直なり部 B: テープ突き合せ部 試験片形状 計測機器 化学天秤 ・化学天秤によって重量を計測する。 ・ASTM D792 Method A に従って密度を計測する ・加熱濃硝酸により樹脂を溶解分離する ・繊維を沈降後、化学天秤によって繊維重量を計測する ・次式により V_f を算出する $V_f = \frac{W_f \times \rho_c}{\rho_f \times W_c} \times 100 (\%)$ $W_f: \text{繊維重量} \quad \rho_f: \text{繊維密度}$ $W_c: \text{試験片重量} \quad \rho_c: \text{試験片密度}$ ・試験方法は ASTM D 3171 に準拠する			L B
					1 70.3 68.8
					2 70.0 65.9
					3 69.3 69.4
					4 66.5 67.6
					5 70.6 70.8
					MAX 70.6 70.8
					MIN 66.5 65.9
					Σ 69.34 68.50
					CV 2.39 2.71
③ ポイド率	1% 以下	・ V_f 測定法に同じ ・次式により算出する。 $V_v = 100 - (V_f + V_v) \quad V_v: \text{ポイド率}$ $V_r = \frac{W_r \times \rho_c}{\rho_r \times W_c} \times 100 (\%)$ $V_r: \text{樹脂体積含有率}$ $W_r: \text{樹脂重量} (W_c - W_f)$ $\rho_r: \text{樹脂密度}$ ・試験方法は ASTM D2734 Method B に準拠する			L B
					1 0 0
					2 0 0
					3 0 0
					4 0 0
					5 0 0
					MAX 0 0
					MIN 0 0
					Σ 0 0
					CV 0 0

項目	目標性能	試験方法	試験結果																																													
④ 層間せん断強さ	11 kgf/mm ² 以上	・ 供試体より試験片を切り出す (概略位置は下図に示す)  $n=20$ (L, B 各10) L: テーパ重なり部 B: テーパ突き合せ部 計測機器 引張圧縮万能試験機 ・ 試験片加工を行う 試験片形状  ・ 試験片を荷重負荷装置を用いて、荷重速度1.0~1.5 mm/min で破壊するまで荷重負荷する。(図参照) 荷重負荷方法  ・ 破壊荷重を計測し、次式で層間せん断強さを算出する $H_s = \frac{3}{4} \frac{P}{b \cdot t} \quad (\text{kgf/mm}^2)$ P: 最大破壊荷重 b: 試験片幅 t: 公称板厚 ・ 試験方法は ASTM D 2344 に準拠する。	<table><tr><th></th><th>L</th><th>B</th></tr><tr><td>1</td><td>13.08</td><td>13.94</td></tr><tr><td>1'</td><td>12.53</td><td>13.63</td></tr><tr><td>2</td><td>13.89</td><td>13.87</td></tr><tr><td>2'</td><td>13.53</td><td>13.98</td></tr><tr><td>3</td><td>13.79</td><td>13.61</td></tr><tr><td>3'</td><td>13.97</td><td>13.44</td></tr><tr><td>4</td><td>13.53</td><td>12.48</td></tr><tr><td>4'</td><td>13.52</td><td>12.90</td></tr><tr><td>5</td><td>14.03</td><td>13.77</td></tr><tr><td>5'</td><td>13.51</td><td>14.04</td></tr><tr><td>MAX</td><td>14.03</td><td>14.04</td></tr><tr><td>MIN</td><td>12.53</td><td>12.48</td></tr><tr><td>$\bar{x}$</td><td>13.54</td><td>13.57</td></tr><tr><td>CV</td><td>3.34%</td><td>3.74</td></tr></table>		L	B	1	13.08	13.94	1'	12.53	13.63	2	13.89	13.87	2'	13.53	13.98	3	13.79	13.61	3'	13.97	13.44	4	13.53	12.48	4'	13.52	12.90	5	14.03	13.77	5'	13.51	14.04	MAX	14.03	14.04	MIN	12.53	12.48	$\bar{x}$	13.54	13.57	CV	3.34%	3.74
				L	B																																											
			1	13.08	13.94																																											
			1'	12.53	13.63																																											
			2	13.89	13.87																																											
			2'	13.53	13.98																																											
			3	13.79	13.61																																											
			3'	13.97	13.44																																											
			4	13.53	12.48																																											
			4'	13.52	12.90																																											
5	14.03	13.77																																														
5'	13.51	14.04																																														
MAX	14.03	14.04																																														
MIN	12.53	12.48																																														
$\bar{x}$	13.54	13.57																																														
CV	3.34%	3.74																																														
3 使用試験器械																																																
V _f 層間せん断強さ	化学天秤 METTLER H-1000 (METTLER社製) 引張圧縮万能試験機 オートグラフ DCS-500 (島津製)																																															
4 備考																																																

(2) 注目すべき知見

- 1) 供試体の層間せん断強さ、 V_f は非常に高い数値が得られた。
- 2) ホット率は0で顕微鏡による断面写真観察の結果でもホットは発見されなかった。
- 3) テープの重なり部と突き合せ部とではあきらかな有意差は認められなかった。
- 4) テープ間のすき間は目標0.8mm以下に対し最大2.2mmと大きく、この試験機では完全な自動化はできなかった。これはテープがロールの幅方向に対し移動し位置が決らないためである。

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

- 1) フリフレグテープの切断を低速走行中に、裏紙は切らずにテープのみ切断する方法を採用し低速では可能となった。
- 2) 切断したテープの始端を一時巻付けロールに巻きつけておく方法を採用し条件によってはうまくゆくことが確認された。

(4) 特に効果を発揮した技術

- 1) レイアップロールでテープを一定圧力で押えながらレイアップすることにより高い層間せん断強さが得られた。
- 2) カッターでテープのみ走行中に切断する方法をとったため均一なレイアップが可能となり能率向上ができた。

(5) 未到達事項の問題点と解決の目度

- 1) フリフレグテープがレイアップ中にロールの幅方向に動き易く、積層したテープ間のすき間を小さくできない。テープの幅方向位置自動調節装置、レイアップしたテープの縁の検出装置をつけることにより解決すると思われる。
- 2) テープと裏紙との接着性が周囲温度により大幅に異なり接着力不足が問題となる。このため部分的な温度調節が必要である。
- 3) レイアップ速度は本試験では6m/minであったが世界レベルの25m/minにアップする必要がある。
- 4) カッターの調整が難しい。改造する必要がある。

要

旨

研究開発項目名 成形加工技術の開発（高エネルギー二次加工法）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

現行炭素繊維-エポキシ樹脂積層板を対象として、レーザー加工機による高速切断の基本技術を開発する。

評価基準は切削速度とする。

なお、その他の高エネルギー加工法の適用可能性についても検討する。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和56年度：国内各種レーザー加工機による切断予備試験

液体ジェット加工機による切断予備試験

昭和57年度：加工補助装置（補助ガス）を用いたレーザー切断試験

液体ジェット、超音波加工機の応用研究

昭和58年度：加工補助装置（補助ガス）を用いたレーザー切断試験継続

超音波加工機の応用研究継続

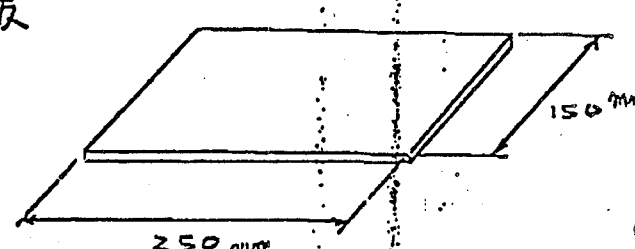
4. 第一期の実績のポイント

シングルフェーズ・レーザー加工機に加工補助装置（補助ガス）を考案した結果、従来不適といわれていたCFRP 3mm積層板を78m/時（1.3m/sec）の速度で切断することが可能となり、機械加工に比べ格段の生産性を示した。

その他の高エネルギー加工法では液体ジェット切断及び超音波穴明け法が適用の可能性を持つ。

(1/1)

研 究 開 発 結 果 要 約 表

	サブテーマ	3.(エ) 成形加工技術の開発 4) 高エネルギー加工法														
研究開発手法	供試体形状	・ 平板  250 mm150 mm0°/90°交互積層														
	成形条件	350°F硬化炭素繊維/エポキシ方向配列7リブレット7° 商品名 P3060-15 (東レ株式会社製)														
前提条件等	使用材料	・ 使用装置の名称: ML-3P (三菱電機株式会社) ・ レーザによる平板直線切断。 ・ レーザ加工面の炭化層 (スケール) は、サンドペーパーにより除去。														
研究開発結果	要求性能	形状・寸法	加工品質				生産性									
		板厚	加工変質域	直角度	加工面粗さ	力学的特性	加工速度									
		3mm以下	0.8mm以下	0.1以下	12s以下	機械加工面と有意差がないこと。	0.8%/min以上									
	試験法	マイクロメータによる測定	顕微鏡写真による測定	顕微鏡写真による測定	表面粗さ計による測定	・ 引張試験 n=5 ・ 面圧試験 n=5	ストップウォッチによる測定									
	試験結果	レーザー加工	平均板厚 3.0mm	1.6mm [炭化層 0.8mmを 含む]	0.07	10s	<table><tr><td>分類</td><td>引張試験</td><td>面圧試験</td></tr><tr><td>平均値 (%)</td><td>59.43</td><td>91.36</td></tr><tr><td>CV (%)</td><td>4.4</td><td>8.7</td></tr></table>	分類	引張試験	面圧試験	平均値 (%)	59.43	91.36	CV (%)	4.4	8.7
分類		引張試験	面圧試験													
平均値 (%)	59.43	91.36														
CV (%)	4.4	8.7														
機械加工					<table><tr><td>分類</td><td>引張試験</td><td>面圧試験</td></tr><tr><td>平均値 (%)</td><td>59.54</td><td>92.53</td></tr><tr><td>CV (%)</td><td>7.3</td><td>6.8</td></tr></table>	分類	引張試験	面圧試験	平均値 (%)	59.54	92.53	CV (%)	7.3	6.8		
分類	引張試験	面圧試験														
平均値 (%)	59.54	92.53														
CV (%)	7.3	6.8														
所見		加工変質域は、冷却効果により縮小できているが、目標性能には至らなかった。今後、シングルモードでより高出力のレーザー加工機の実現を待ち加工条件を調整することで目標性能を達成できると判断する。														

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 高エネルギー加工法（レーザー切断加工）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和57年度

2. 研究開発手法、前提条件等

従来の機械加工に於ける複合材料二次加工の問題点を排除しつつ加工の高速化を目的として、レーザーを利用した複合材料の基礎的加工技術の開拓を計った。

素材グループにより開発される新材料の供給が第2期以降となるため、第1期は既存の炭素繊維強化エポキシ樹脂複合材料（180℃硬化型）積層板を対象とし、加工は平板の直線切断とした。

加工手段として用いるレーザーは、昭和56年度に本研究が開始されるまでに蓄積した先行研究の成果を反映し、複合材料への吸収率が良好で大出力を得易い炭酸ガスレーザーを選抜した。加工試験は、500ワット級シングルモード・レーザー加工機により開始し、現在日本国内で使用できるシングルモードで最大級の出力である1,500ワットのレーザー加工機まで試験を行った。（表1）

3. 研究開発結果

（1）実績のポイント

開発したレーザーノズル周辺試験装置を用いて、目標性能である板厚3mm、直角度0.1以下、加工面粗さ12μ以下、力学的特性に有意差のないこと、及び加工速度0.8mm/minを満足したが、加工変質域は0.8mmに対して、1.6mm（炭化層0.8mmを含む）となった。

（2）注目すべき知見

1) CFエポキシ積層板の熱変質域は、加工部を冷却することで縮小させることが可能である。（図1）

2) CFエポキシ積層板の熱変質域は、外観上の変色域とほぼ一致し、品質評価上の有効な手段にできる。

3) レーザー加工機の出力をパラメータとし、被加工材板厚と切断速度及び熱変質域との関係を把握した。（図2）

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

1) 熱変質域を減少させる冷却媒体の適用技術。

〔特許出願〕 レーザー加工装置 (図3)

(4) 特に効果を発揮した技術

1) 熱変質域を減少させるシングルモードのレーザー加工装置。

2) Tフリル板へのレーザービーム照射による焦点位置決め技術。

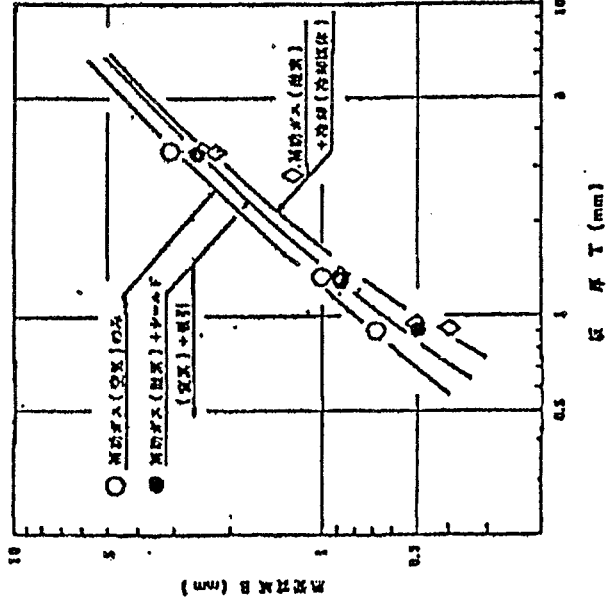
(5) 未到達事項の問題点と解決の目的

1) 目標性能の加工変質域、 0.8 mm に対して、試験結果 1.6 mm であった。シングルモードで 1.500 W 以上の高出力レーザー加工機の出現を待ち、加工条件を調整することで目標性能の加工変質域を達成できると判断する。

表1 試験に使用したレーザー加工機の諸元

国 産	日 本		米 国	
	三菱電機		コヒーレント	
レーザー加工機の諸元	ML-1000	ML-1P	ML-3P	Y-1200
定格出力 (W)	500	500	2KW	375
レーザーモード	500	500	5KW	375
発振形式	連続	連続/パルス	連続	連続/パルス
レンズの材質	ZnSe	ZnSe	KCL	GaAs
レンズの焦点距離 (mm)	63.5	63.5	127.0	127.0
砲撃器の構造	2軸直交	3軸直交	高速軸直交	低速軸直交
砲撃器の構造	直交放電	直交放電	直交放電	直交放電

(○) は不明もしくは X-カ-公長値なし



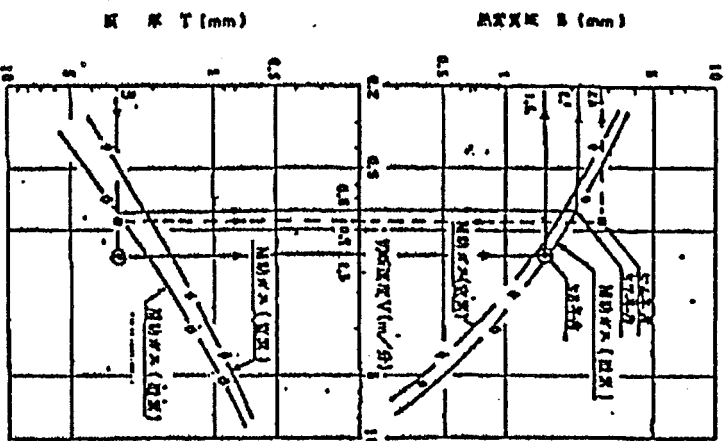
項目	試験条件
レーザー出力 (W)	500 (サーマル+空圧)
焦点距離 (mm)	63.5 (ZnSe)
砲撃器の構造 (mm)	±0
レーザーの構造 (mm)	2.0 μ
加工材料	310°F 硬化鋼
加工速度 (mm/min)	加工速度測定

項目	試験条件
レーザー出力 (W)	5
焦点距離 (mm)	100

項目	試験条件
レーザー出力 (W)	3
焦点距離 (mm)	100

項目	試験条件
レーザー出力 (W)	300
焦点距離 (mm)	100

図1 被加工部の条件に対する板厚と熱変質域の関係



項目	56号加工条件	58号加工条件
切削力 (W)	500 (0.97kN)	1,500 (1.50kN)
加工厚 (mm)	±2.5 (2.5φ)	127.0 (5.0)
加工公差 (mm)	±0.1 (加工公差)	±0.1 (加工公差)
加工公差 (mm)	2.0φ	1.5φ
加工公差 (mm)	3.5 (加工公差)	3.5 (加工公差)

● 56号加工条件
① 58号加工条件

図2. 板厚と切断速度と熱変質域の関係

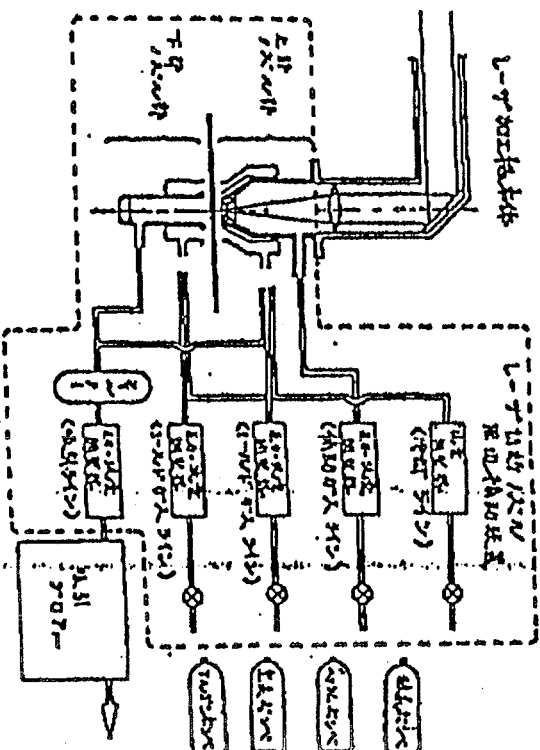
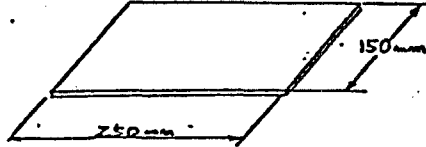
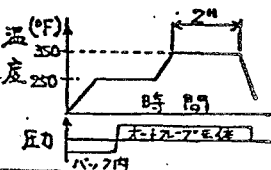


図3. L-γ線照射実験装置

サマチマ名; 3(2)成形加工技術の開発 4) 高エネルギー加工法

1. 供試体

項目	内	容
① 形状、寸度、	・ 平板 	積層構成: $0^\circ/90^\circ$ 交互積層. 硬化条件; (オートクレーブ, 350°F) (6kgf/cm^2, 2時間) 

② 使用材料

350°F 硬化炭素繊維/エポキシ樹脂方向配列プリプレグ

・ 商品名: P3060-15 (東レ株式会社)

・ 基本特性 (X-カーカプロパ値)

プリプレグ	標準積層板 (23°C , $V_f=65\%$)
使用系 T-300	0° 引張強度 165 kgf/mm^2
糸重量 $45 \pm 5\text{ g/cm}^2$	0° 引張弾性率 $15,000\text{ kgf/mm}^2$
プリプレグ重量 $259 \pm 12\text{ g/cm}^2$	90° 引張強度 5 kgf/mm^2
樹脂含有率 $+2\%$ (by weight)	90° 破断伸び 0.5%
揮発分 2% 以下 ($163 \pm 5^\circ\text{C}$, 20分)	0° 層間せん断強度 12 kgf/mm^2
ゲルタイム $7 \sim 20$ 分 ($170 \pm 5^\circ\text{C}$)	

③ 成形条件

・ レーザによる平板直線切断。

・ 使用したレーザ加工装置の諸元

X-カー、型式; 三菱電機株式会社 HL-3P

発振形式; 三軸直交型, 無声放電励起式

最大出力; 1.5 kW

ビームモード; シンケルモード

・ レーザ加工条件。

・ レーザ波長; $10.6\mu\text{m}$

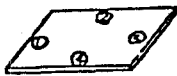
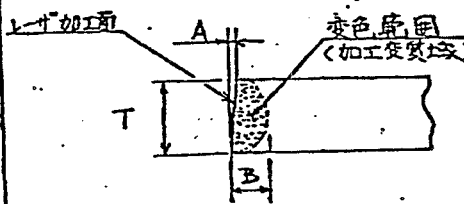
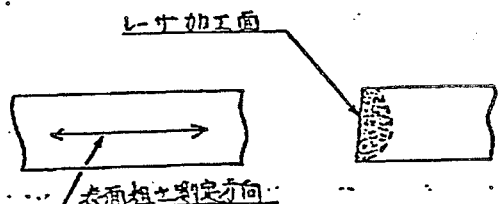
・ レーザ出力; 1.5 kW

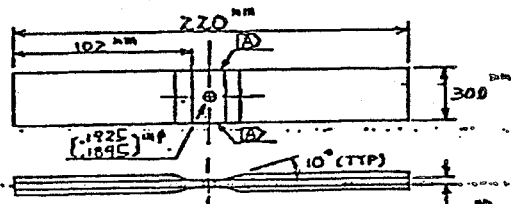
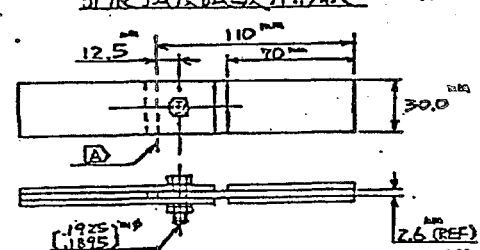
切断速度; 1.3 mm/min

補助ガス; 窒素

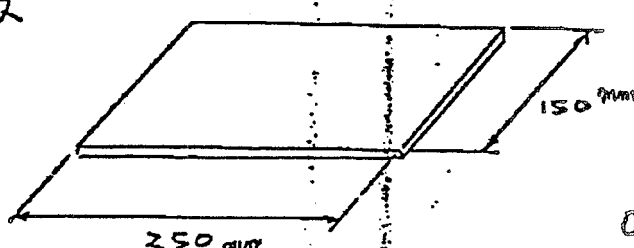
冷却媒体; 液体

・ レーザ加工面の炭化層 (スケール) は, サンドペーパーにより除去。

2. 試験		試験結果													
項目	目標性能	試験方法													
形状・寸法 ① 板厚	3 mm 以下	品質及び生産性に関する目標性能を満たして直線切断できる最大板厚を定める。 	$T_{max} = 3.0 \text{ mm}$ <table border="1"><thead><tr><th>測定位置</th><th>測定板厚</th></tr></thead><tbody><tr><td>①</td><td>2.91</td></tr><tr><td>②</td><td>3.08</td></tr><tr><td>③</td><td>3.04</td></tr><tr><td>④</td><td>3.14</td></tr><tr><td>平均</td><td>3.04</td></tr></tbody></table>	測定位置	測定板厚	①	2.91	②	3.08	③	3.04	④	3.14	平均	3.04
測定位置	測定板厚														
①	2.91														
②	3.08														
③	3.04														
④	3.14														
平均	3.04														
加工品質 ② 加工変質域	0.8 mm 以下	直線切断を行った加工断面の顕微鏡写真により、変色範囲を加工変質域として測定する。	加工変質域 1.6 mm (加工変質域は炭化層 0.8 mm を含む.)												
③ 直角度 ($\frac{A}{T}$)	0.1 以下	直線切断を行った加工断面の顕微鏡写真により、直角度を測定する。 	$\frac{A}{T} (avg) = 0.017$												
④ 加工面粗さ (R_{max})	12.5 以下	直線切断を行った加工断面の板厚中央部の表面粗さを切断方向に平行に表面粗さ計を用いて測定する。 	$R_{max} = 10.5$												

項目	目標性能	試験方法	試験結果																																																
力学的特性 ⑤ 機械加工面との有意差	有意差のないこと	・ レーザ加工した試験片と機械加工した試験片の強度を相対比較する。 試験方法としては、構造への適用状況を模擬した下記の種類とする。 (1) 引張強度試験 (2) 面圧強度試験  引張強度試験片形状  面圧強度試験片形状 (A) レーザ加工面 (評価面)	<table><tr><th colspan="3">引張強度試験 (kgf/mm²)</th></tr><tr><th>T.P. No.</th><th>レーザ加工</th><th>機械加工</th></tr><tr><td>1</td><td>57.85</td><td>57.25</td></tr><tr><td>2</td><td>66.38</td><td>57.48</td></tr><tr><td>3</td><td>58.23</td><td>62.39</td></tr><tr><td>4</td><td>54.75</td><td>62.40</td></tr><tr><td>5</td><td>59.92</td><td>58.18</td></tr><tr><td>Ave</td><td>59.43</td><td>59.54</td></tr></table> 有意水準5%で検定した結果、平均値の有意差はない。 <table><tr><th colspan="3">面圧強度試験 (kgf/mm²)</th></tr><tr><th>T.P. No.</th><th>レーザ加工</th><th>機械加工</th></tr><tr><td>1</td><td>95.89</td><td>86.90</td></tr><tr><td>2</td><td>90.33</td><td>88.42</td></tr><tr><td>3</td><td>82.88</td><td>89.01</td></tr><tr><td>4</td><td>102.49</td><td>97.26</td></tr><tr><td>5</td><td>85.19</td><td>101.06</td></tr><tr><td>Ave</td><td>91.36</td><td>92.53</td></tr></table> 有意水準5%で検定した結果、平均値の有意差はない。	引張強度試験 (kgf/mm ²)			T.P. No.	レーザ加工	機械加工	1	57.85	57.25	2	66.38	57.48	3	58.23	62.39	4	54.75	62.40	5	59.92	58.18	Ave	59.43	59.54	面圧強度試験 (kgf/mm ²)			T.P. No.	レーザ加工	機械加工	1	95.89	86.90	2	90.33	88.42	3	82.88	89.01	4	102.49	97.26	5	85.19	101.06	Ave	91.36	92.53
			引張強度試験 (kgf/mm ²)																																																
T.P. No.	レーザ加工	機械加工																																																	
1	57.85	57.25																																																	
2	66.38	57.48																																																	
3	58.23	62.39																																																	
4	54.75	62.40																																																	
5	59.92	58.18																																																	
Ave	59.43	59.54																																																	
面圧強度試験 (kgf/mm ²)																																																			
T.P. No.	レーザ加工	機械加工																																																	
1	95.89	86.90																																																	
2	90.33	88.42																																																	
3	82.88	89.01																																																	
4	102.49	97.26																																																	
5	85.19	101.06																																																	
Ave	91.36	92.53																																																	
生産性 ⑥ 加工速度	0.8 mm/min以上	・ 直線切断を行う場合の最大切断速度をストップウォッチで測定する。	$V_{max} = 1.3 \text{ m/min.}$																																																

研究開発結果要約表

	サテ-7名	3.(2) 成形加工技術の開発 4) 高エネルギー加工法						
研究開発手法	供試体形状	・平板  250 mm 150 mm 0°/90°交互積層						
	成形条件	350°F硬化炭素繊維/エポキシ-方向配列アラレ7"テ-7° 商品名 P3060-15 (東レ株式会社製)						
前提条件等	使用材料	・使用装置の名称: ML-3P (三菱電機株式会社) ・レーザーによる平板直線切断。 ・レーザー加工面の炭化層(スケール)は、サンドペーパーにより除去。						
研究開発結果	要求性能	形状・寸法	加工品質				生産性	
		板厚	加工変質域	直角度	加工面粗さ	力学特性	加工速度	
	要求性能	3mm以下	0.8mm以下	0.1以下	125以下	機械加工面と有意差のないこと。	0.8 ^m /min以上	
	試験法	マイクロメータによる測定	顕微鏡写真による測定	顕微鏡写真による測定	表面粗さ計による測定	・引張試験 n=5 ・面圧試験 n=5	ストップウォッチによる測定	
	試験結果	レーザー加工	平均板厚 3.0 mm	1.6 mm [炭化層 0.8 mmを含む]	0.07	10 S	分類 引張試験 面圧試験 59.43 91.36 4.4 8.7	1.3 ^m /min
		機械加工					分類 引張試験 面圧試験 59.54 92.50 7.3 6.8	
所見	加工変質域は、冷却効果により減少できるが、目標性能には至らなかった。今後、シングルモードでより高出力のレーザー加工機の実現を待ち、加工条件を調整することで目標性能を達成できると判断する。							

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 高エネルギー加工法（その他の高エネルギー加工）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

複合材料の切断及び穿孔加工法として、レーザー以外の高エネルギー加工法の適用性を検討した。

加工対象は、レーザー加工と同じく、既存の炭素繊維強化エポキシ樹脂複合材料（180℃硬化型）積層板とした。

加工法としては、熱加工法としてプラズマ加工及び電子ビーム加工、衝撃破砕加工法として液体ジェット加工及び超音波加工を取り上げた。（表1）

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント

予備検討の結果、液体ジェット加工は切断加工に、超音波加工は穿孔加工に適用できる可能性を見出した。

(2) 注目すべき知見

1) 液体ジェット加工法では、ノズル距離と加工液を適正に選択して行くことにより、切断加工速度の向上が計れることを見出した。（図1）

2) 超音波加工法の検討の結果、層間剥離のない穿孔加工条件を設定できることを見出した。（図2）

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

1) 液体ジェット加工法において、加工液を選択することで切断速度を改善する技術。

(4) 特に効果を発揮した技術

1) 液体ジェット加工法における非金属材料加工技術。

2) 超音波加工法における非金属材料加工技術。

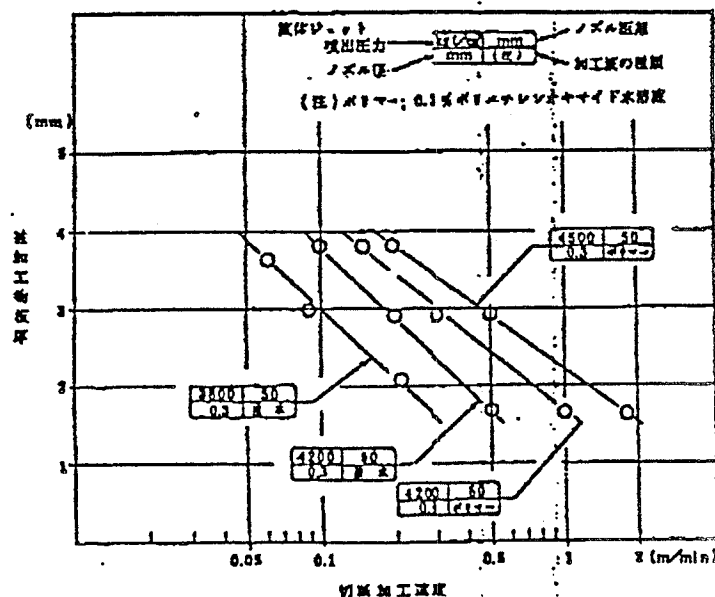
(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

1) 液体ジェット加工法については、液体ジェット噴出圧力を現状以上に高くすることは、加工機用使用材質やエネルギー効率の問題があり困難と判断している。生産性向上のためには、より切削力の高い加工液の開発が有効である。

2) 超音波加工法については、加工圧力、砥粒サイズ、工具形状等の加工条件因子を詳細に検討し、適正な加工条件を設定することにより、生産性向上の可能性を内包している。

表1. その他高エネルギー加工成果概要

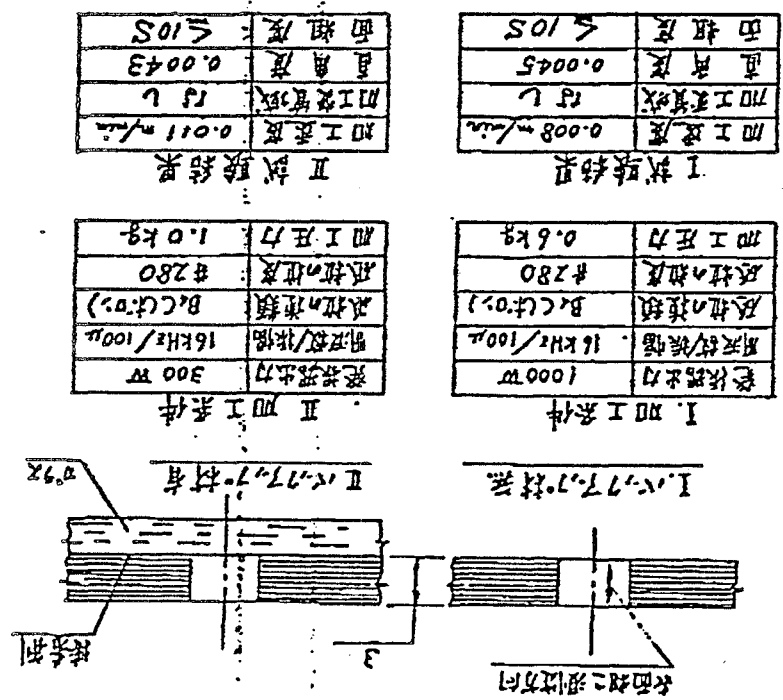
大区分	小区分	主たる用途	研究 成果		使用加工機名
			品質	生産性	
熱加工	プラズマ加工	切断加工	加工変質域 (5mm以上)	—	メーカー：アズビル 型式：PA20-2
	電子ビーム加工	切断加工	加工変質域 (4mm以上)	—	メーカー：三菱電機
衝撃 破砕加工	液体 ジェット加工	切断加工	加工面粗さ (50μ以上)	加工速度 (0.5%/min)	メーカー：スガマシン 型式：ASP-5070 メーカー：70-インプスト 型式：MODEL 102
	超音波加工	穴あけ加工	加工面粗さ (10μ以下)	加工速度 (8 mm/min)	メーカー：日本電子工業 型式：UM-300C UM-1000E



液体ジェット加工法

図1. 各種加工条件での切断加工速度と被加工物板厚

図2 超音波加工条件に対する加工速度及び加工品質



I. 加工条件

超音波出力	1000 W
超音波/振幅	16 kHz / 100 μ
砥粒の種類	B ₆ C (4:0.1)
砥粒の粒度	#280
加工圧力	0.6 kg

I 試験結果

加工速度	0.008 m/in
加工実効性	付
直角度	0.0045
面粗度	$\leq 10S$

II. 加工条件

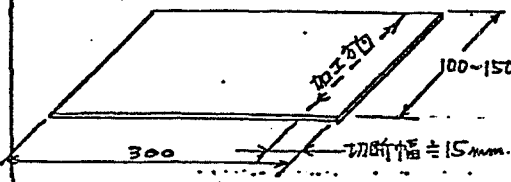
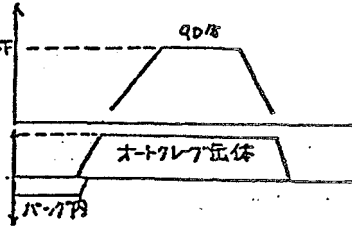
超音波出力	300 W
超音波/振幅	16 kHz / 100 μ
砥粒の種類	B ₆ C (4:0.1)
砥粒の粒度	#280
加工圧力	1.0 kg

II 試験結果

加工速度	0.011 m/in
加工実効性	付
直角度	0.0043
面粗度	$\leq 10S$

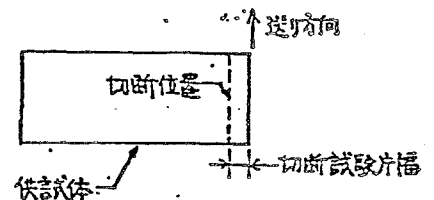
1) プラマ名 ; 3(2) 成形加工技術の開発 4) 高エネルギー加工法 (その他の高エネルギー加工)
[液体ジェット加工法]

1. 供試体

項目	内容										
① 形状・寸度	・ 平板, 板厚 3mm  積層構成 ; 0°/90°交互積層 硬化条件 ; (オートクレーブ 260°F 3.2kgf/cm² 90分) 										
② 使用材料	260°F 硬化タイプ炭素繊維/エポキシ方向配列プリプレグ ・ 商品名 ; C3U190/F6986S03 (横浜ゴム株式会社) ・ 基本特性 (X-カデータ値) <table border="1"> <thead> <tr> <th>プリプレグ</th><th>標準積層板 (RT)</th></tr> </thead> <tbody> <tr> <td>糸重量 190±5g/m²</td><td>0°引張強度 119.5 kgf/mm²</td></tr> <tr> <td>樹脂含有率 40±2.0% (by weight)</td><td>0°引張弾性率 12,303 ~ 14,060 kgf/mm²</td></tr> <tr> <td>揮発分含有率 2% (max) (by weight)</td><td>90°引張強度 4.9 kgf/mm²</td></tr> <tr> <td>ゲルタイム 3~13分</td><td>90°引張弾性率 773.3 ~ 913.9 kgf/mm²</td></tr> </tbody> </table>	プリプレグ	標準積層板 (RT)	糸重量 190±5g/m ²	0°引張強度 119.5 kgf/mm ²	樹脂含有率 40±2.0% (by weight)	0°引張弾性率 12,303 ~ 14,060 kgf/mm ²	揮発分含有率 2% (max) (by weight)	90°引張強度 4.9 kgf/mm ²	ゲルタイム 3~13分	90°引張弾性率 773.3 ~ 913.9 kgf/mm ²
プリプレグ	標準積層板 (RT)										
糸重量 190±5g/m ²	0°引張強度 119.5 kgf/mm ²										
樹脂含有率 40±2.0% (by weight)	0°引張弾性率 12,303 ~ 14,060 kgf/mm ²										
揮発分含有率 2% (max) (by weight)	90°引張強度 4.9 kgf/mm ²										
ゲルタイム 3~13分	90°引張弾性率 773.3 ~ 913.9 kgf/mm ²										

③ 成形条件

・ 液体ジェットによる平板直線切断
定速度送りテーブルに、切断試験片幅
が約 15mm とする様に固定し、所定送り
をかけて切断。

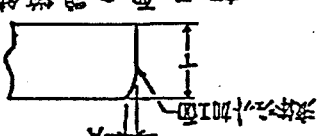
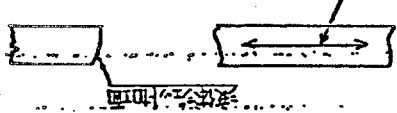


・ 使用した液体ジェットポンプ
X-カ, 型式 ; 株式会社スギノマシン AJP-5070
最大噴出圧力 ; 5000 kgf/cm²
最大流量 ; 7 l/min.
動力 ; 120 PS

・ 切断加工条件

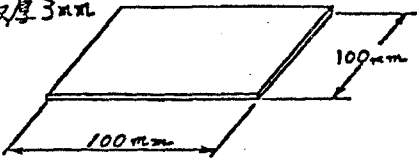
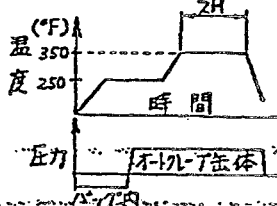
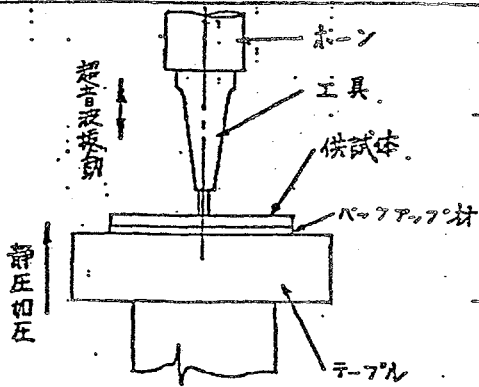
噴出圧力 ; 4500 kgf/cm²
ノズル径 ; 0.3mm
ノズル距離^(注1) ; 50mm
加工液 ; 0.3% ポリエチレンオキサイド水溶液

注1. ノズルから被加工物表面までの距離

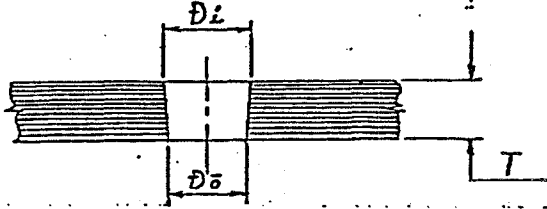
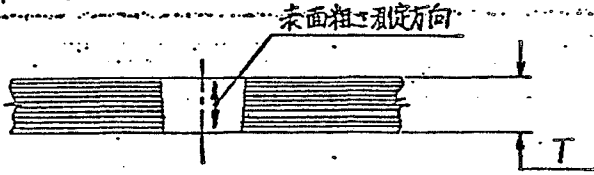
2. 試験項目 B	試験方法	試験結果
品質項目 ① 直角度 (今) ② 加工面粗さ H 産性 ③ 加工速度 V	・直線切断を行なった加工断面の顕微鏡写真に於直角度を測定する。  加工面の顕微鏡写真 ・直線切断を行なった加工断面の板厚中央部の表面粗さを切断方向に平行に表面粗さ計を用いて測定する。  ・層間剥離を生ずるに於て直線切断を行なった最大の切断速度を求め、70% 以下で測定する。	$\frac{A}{T} = 0.08$ $R_{max} > 50 \text{ S}$ $V_{min} = 0.5 \text{ m/min}$

サブテーマ名; 3(2) 成形加工技術の開発 4) 高エネルギー加工法(その他の高エネルギー加工)
【超音波加工】

1. 供試体

項 目	内 容														
① 形状、寸度	・ 平板, 板厚 3mm  積層構成: 0°/90° 交互積層 硬化条件; (オートクレーブ, 350°F) (6 kgf/cm², 2時間) 														
② 使用材料	350°F 硬化炭素繊維/エポキシ-方向配列プリプレグ - 商品名; P3060-15 (東レ株式会社) - 基本特性 (X-カーブの値) <table border="1"> <thead> <tr> <th>プリプレグ</th><th>標準積層板 (23°C, V_f=65%)</th></tr> </thead> <tbody> <tr> <td>使用系 T-300</td><td>0° 引張強度 165 kgf/cm²</td></tr> <tr> <td>糸重量 145±5g/m²</td><td>0° 引張弾性率 15,000 kgf/cm²</td></tr> <tr> <td>プリプレグ重量 259±12g/m²</td><td>90° 引張強度 5 kgf/cm²</td></tr> <tr> <td>樹脂含有率 42% (by weight)</td><td>90° 破断伸び 0.5 %</td></tr> <tr> <td>揮発分 2%以下 (163±5°C, 20±5分)</td><td>0° 層間せん断強度 12 kgf/cm²</td></tr> <tr> <td>ゲルタイム 7~20分 (170±3°C)</td><td></td></tr> </tbody> </table>	プリプレグ	標準積層板 (23°C, V _f =65%)	使用系 T-300	0° 引張強度 165 kgf/cm ²	糸重量 145±5g/m ²	0° 引張弾性率 15,000 kgf/cm ²	プリプレグ重量 259±12g/m ²	90° 引張強度 5 kgf/cm ²	樹脂含有率 42% (by weight)	90° 破断伸び 0.5 %	揮発分 2%以下 (163±5°C, 20±5分)	0° 層間せん断強度 12 kgf/cm ²	ゲルタイム 7~20分 (170±3°C)	
プリプレグ	標準積層板 (23°C, V _f =65%)														
使用系 T-300	0° 引張強度 165 kgf/cm ²														
糸重量 145±5g/m ²	0° 引張弾性率 15,000 kgf/cm ²														
プリプレグ重量 259±12g/m ²	90° 引張強度 5 kgf/cm ²														
樹脂含有率 42% (by weight)	90° 破断伸び 0.5 %														
揮発分 2%以下 (163±5°C, 20±5分)	0° 層間せん断強度 12 kgf/cm ²														
ゲルタイム 7~20分 (170±3°C)															
③ 成形条件	- 超音波による平板穿孔 超音波振動子に外径 6φ 内径 5.2φ の中空断面を持つ工具を取付け、テーブル上にセットした試験片に静圧をかけて超音波穿孔。 - 使用した超音波装置 製造: 日本電子工業株式会社 型式: UM-300C 型 出力: 300W 周波数: 16 kHz - 穿孔加工条件 周波数: 16 kHz 工具材質: SUS304 相当 砥粒の材質: B₄C 加工液: 水 														

2. 試験

項目	試験方法	試験結果
品質 ① 平均直角度 ($\frac{A}{T}$)	・ 孔の上面側の内径と下面側の内径を測定し、その差の平均 A と板厚 T の比を平均直角度とする。 	$A = \frac{ D_1 - D_2 }{2}$ $\frac{A}{T} = 0.0043$
② 加工面粗さ R	・ 穿孔を行なった加工面粗さ R を板厚方向に 表面粗さ計を用いて測定する。 	$R_{max} \leq 10.5$
生産性 ③ 加工速度 V	・ 板厚 T の供試体で孔が貫通するまでの時間を測定し、平均加工速度と算出する。	$V_{max} = 0.011 \text{ m/min}$

要

旨

研究開発項目名 設計技術の開発（最適化プログラムの開発）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

一方向繊維強化積層材構造の強度、剛性、振動最適化解析プログラムを開発する。

プログラムの評価基準は後退角付片持梁模型の計算値と実験値との比較による。

3. 各年度の実施計画のポイント

昭和56年度：強度、剛性最適化プログラムの開発

昭和57年度：同、検証並びに改良

振動最適化プログラムの開発

昭和58年度：統合プログラムの開発

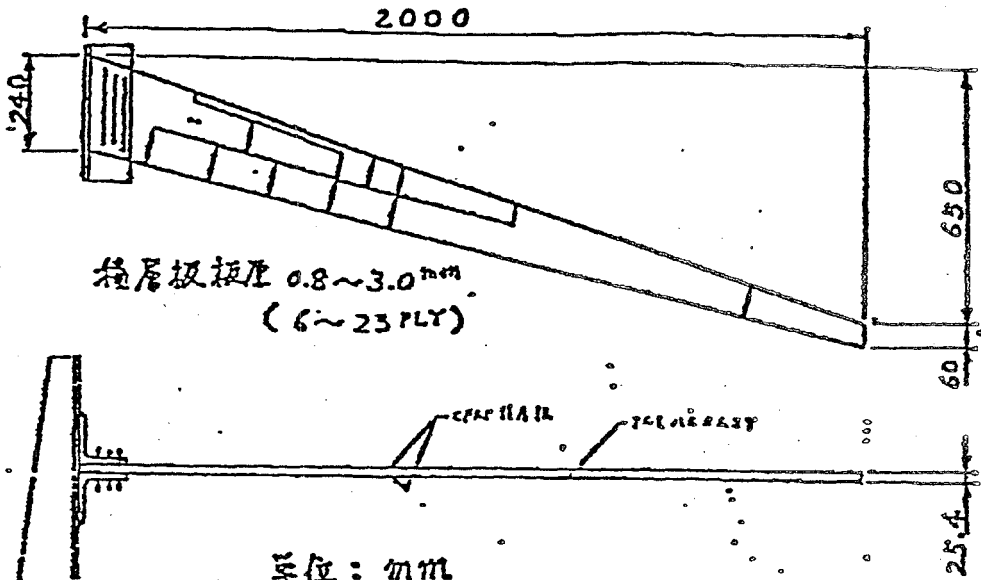
同、検証実験

座屈最適化プログラムの骨子作成

4. 第一期の実績のポイント

一方向強化積層材構造の強度、剛性、振動（フラッター）最適化解析プログラムを開発し、専門家によるアルゴリズムの検証、歪み、たわみ及び振動数の計算結果が何れも目標範囲内に入ることの片持梁模型荷重実験による検証を済ませた。

研究開発結果要約表

サブテーマ名		2.(3) 設計技術の開発 1)-1 最適化プログラム検証試験		
研究開発手法		構造最適化プログラムの開発		
前提条件等	供試体形状	 複層板板厚 0.8~3.0mm (6~23 PLY) 単位: mm		
	材料	350°F 硬化 炭素繊維/エポキシ 一方向 プリプレグ (P3060-15 東レ(株))		
研究開発結果	検証項目	評価委員会の指定する専門家により、次の項目の評価を行う。 (1) 最適化ソフトのロジック検証 (2) 解析結果の収れん性検証		
	最適化検証			
	解析の検証	強度	撓み	振動数
		$0.8 \leq \frac{\epsilon_{TEST}}{\epsilon_{ANAL}} \leq 1.2$	$ \theta_{TEST} - \theta_{ANAL} \leq 0.5^\circ$	$0.8 \leq \frac{\omega_{TEST}}{\omega_{ANAL}} \leq 1.2$
結果	試験法	STRAIN GAUGEによる歪測定 (6カ所)	振れ角測定 (3カ所)	供試体端部加振一次振動数を測定
	試験結果	$0.8 \leq \alpha \leq 1.2$ ① 1.12 ④ 0.85 ② 0.95 ⑤ 0.99 ③ 0.91 ⑥ 1.00 ①~⑥ 歪測定断面	$\beta \leq 0.5^\circ$ ⑧ 0.10° ⑨ 0.23° ⑩ 0.30° ⑧~⑩ 振れ角測定位置	$0.8 \leq \delta \leq 1.2$ [1.07]
所見等				

研 究 開 発 実 績

研究開発項目名 最適化解析プログラムの開発

研究開発実施者名 (財) 次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和56年度～昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

過去の経験や知識が豊富な構造の設計には、何回かの試行錯誤を繰り返して、与えられた設計要求を満たす設計を得ることが出来る。しかし全く新しい構造形式の場合には、このような方法は有効とは言えない。

そのため、高性能複合材構造の設計に当っては、最適構造(最小重量構造)を得るための明確な手順が必要となる。この要望に応えるため、必要最小限の重量で設計要求を満足する複合材構造の設計条件を得る最適化解析プログラムを開発した。開発対象とした設計要求は、(a)静強度(b)剛性(c)振動(d)座屈である。

最適化プログラムの開発方法としては、構造解析部は既存の有限要素法プログラムを使用し(開発要素なし)、最適化解析部を最適化規準の設定→数式化→プログラムの作成→例題解析→検証実験という手順をとった。

図表リスト [図1] 強度・剛性・振動最適化プログラムの概要
[図2] 座屈最適化プログラムの概要

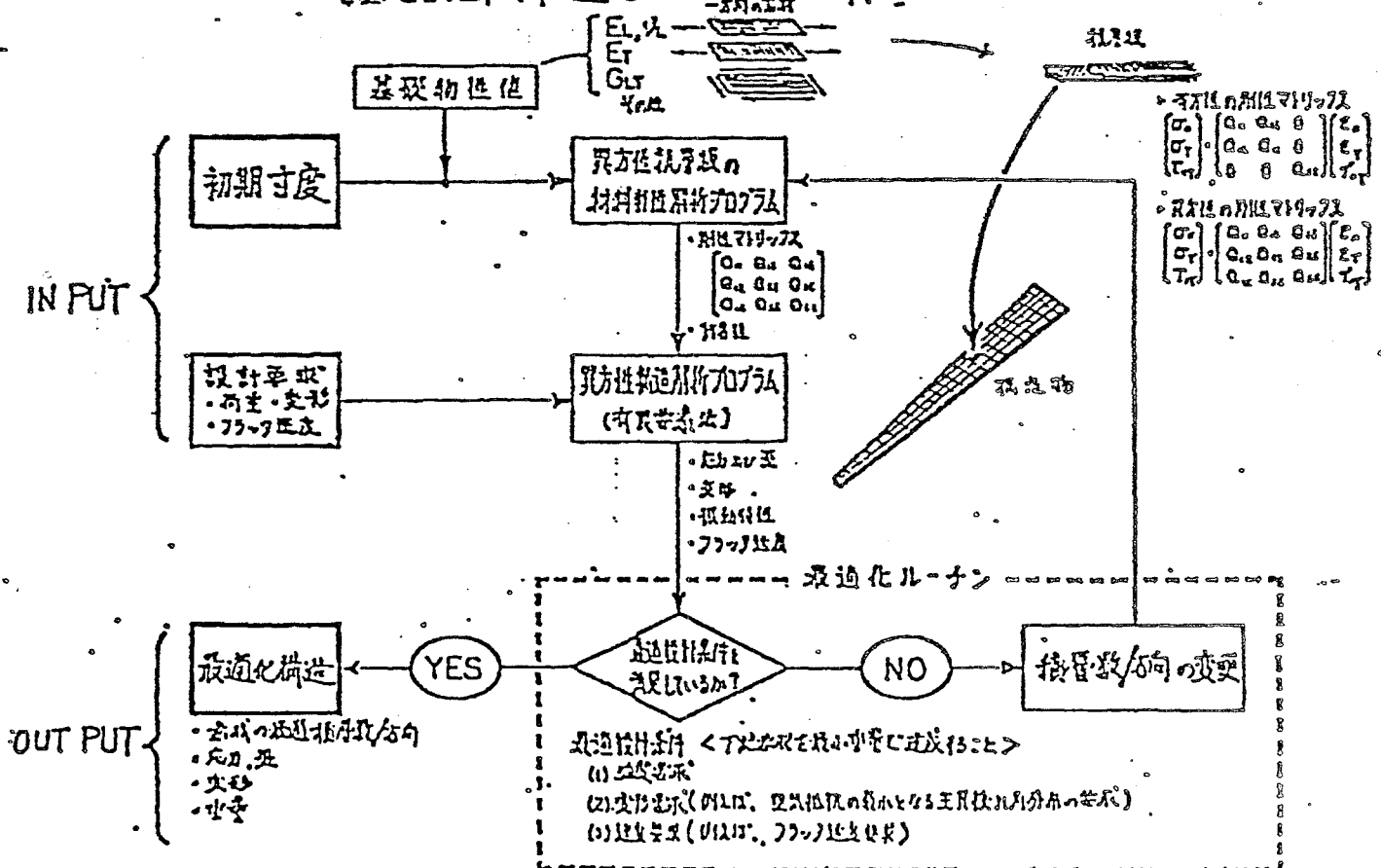


図1 強度・剛性・振動最適化プログラムの概要

(3/11)

座屈最適化プログラム骨子の作成

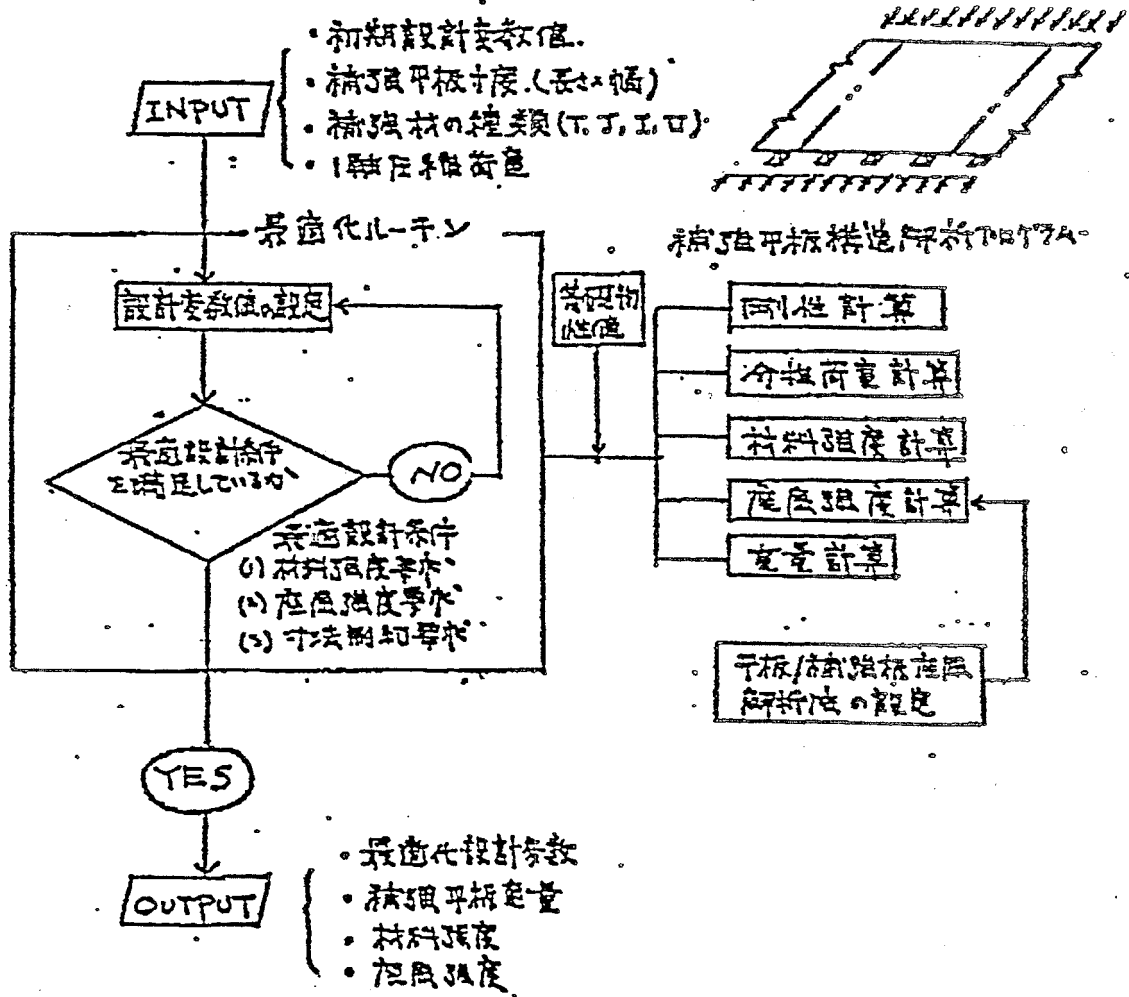


図 2

座屈最適化プログラムの骨子

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント [表1 参照]

- ① 強度、たわみ、振動(フラッタ)最適化プログラムを作成した。
- ② 例題解析を行い、強度最適性規準 FSD (全応力法)の不備を見い出し、改良を行った。
- ③ 片持ち梁供試体の実験により、実験値と解析値との比較検証を行い、次の検証目標をクリアした。
 - a 強度 : 実験値と解析値との比 $\leq \pm 20\%$
 - b たわみ : 実験値と解析値との差 $\leq \pm 0.5^\circ$
 - c 振動数 : 実験値と解析値の比 $\leq \pm 20\%$
- ④ 最適化プログラムのロジック及び解析結果の収束性について、専門家の検証を受けた。
- ⑤ 産屋最適化プログラムの開発に着手し、骨子を作成した。

[表1] 研究開発実績の一覧

研究開発実績		設計要求	静強度	剛性	振動	座屈
最適性規準の選定			全応力法(FSD) + 全応力法-改良	たわみ微係数 $\frac{\partial V_F}{\partial \omega}$ -一定	フラッタ速度微係数 $\frac{\partial V_F}{\partial \omega}$ -一定	検討中
最適化プログラムの作成		COSMOS			COSMOS-FLUTTER	骨子作成
検証	最適化理論	専門家によるロジック検証				——
	解析	片持梁供試体による 実験値と解析値の比較検証				——

(5/11)

(2) 注目すべき知見

① 強度最適性基準として、

- (イ) 当初、全応力法 (Fully Stressed Design, FSDと略す) だけを用いていた。しかし、 $0/90$ からなる複合材積層板に FSD を適用すると最弱層 90° の板厚が増え、軽い構造とにならないことが判明した。
- (ロ) には、等方性材料では経験しなかった異方性材料特有の問題であると考えられ、新しい最適性規準が必要となった。
- (ハ) 積層板を構成する一方向強化材の許容歪エネルギー密度が、繊維方向で最大となることに注目し、『歪エネルギー密度比が一定』という新しい規準を付加して、最適化の方向を与えれば改善できることがわかった。

② 異方性の強い構造では、

- (イ) 製造時に反りやゆがみが出やすい。特に部品毎に作り組み立てる製造法では、単品時の反りやゆがみが激しい。
- (ロ) 異方性の強い構造物への積層一体成形法の適用が不可欠である。

(6/11)

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき 特徴的技術

- ① 複合材料の高強度を活かす軽構造の設計技術 (強度最適化)に加え、複合材料の異方性を利用し、従来の金属材料(等方性)では実現できなかった機能を構造に付与するテーラリング設計技術(たゆみ最適化、あるいは、フラッタ速度最適化)を確立する目途を得た。
- ② この技術により、例えば航空機の主翼構造へ複合材料を適用し、負荷状態での捩れ角を最適化することができ、空気抵抗を最小にする設計が可能となる。

(4) 特に効果を発揮した技術

素材の開発目標の検討において、0°方向及び90°方向の伸びをそれぞれ改善した場合の効果について比較計算を行った。その結果、90°方向の伸びを改善した方が最小重量設計には、効果的であることが明らかとなった。

本プログラムは、今まで定性的議論しか成し得なかった分野での定量的解析用ツールとして有効であることがわかった。

① ΔABC には、複合対称破壊則と σ_1 の組合せが成り立つ。

- i) TSAI - WV 則
ii) HOFFMAN 則
iii) 最大应力說
iv) 最大位移說

2. 1. 5. 1. 破壊則を使用するから、使用者の選択
 による。従、2. 同じ問題でも破壊則の
 選択により結果が異なる。この不都合を解消する
 ため、複合破壊則の一本化が望まれる。
 2. 分野は、人手等の研究室レベルで現在研究中で
 あり、近い将来、一本化が望まれる。

(2) 現在最適化70%以下は、対象物の板厚が t_{opt}
 以上値を取り得るものと見て最適板厚を計算している(ア
 ナログ法)。最適化70%以下の最適板厚は、積層板の厚さ
 の整数倍の値しか取り得ない(デジタル法)
 の最適化)。デジタル法の最適性基準について
 研究が進められている。知識導入を図り最適化
 解析に反映することがある。

③ 本プログラムは (i) 有限要素法構造解析部 (FINITE ELEMENT METHOD, 以下 FEM と略す) と (ii) 最適化解析部とから構成されている。

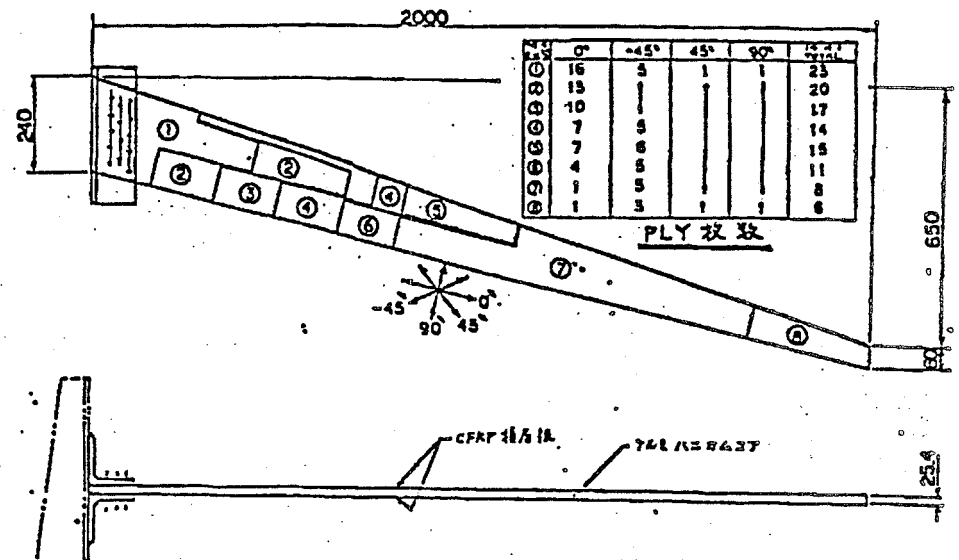
こゝで、FEM 部は既存のプログラムを組み合わせ、いさ。しかし、当 FEM は機能の少ない、効率の悪いため、計算時間、計算可能な問題の大きさに制限が生じている。こゝ不便を解消するため、新しい汎用 FEM プログラムに組み換え、演算の高速化、高精度化、コンピュータ化を図る。こゝ作業は 59 年度に実施する。

(9/11)

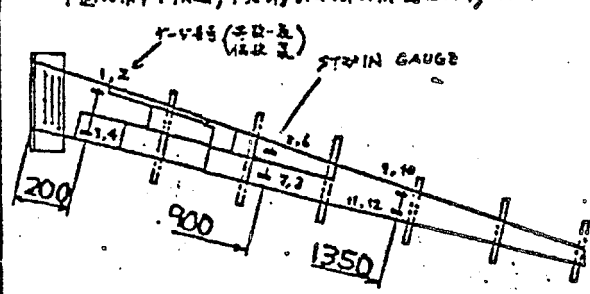
研究開発結果の詳細

研究開発結果

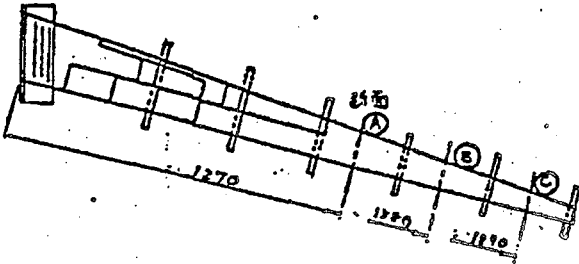
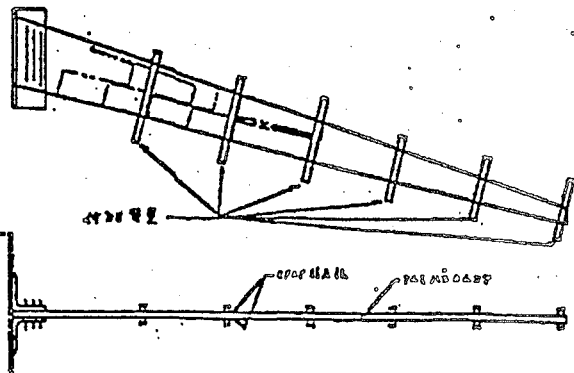
1 供試体

項目	内容																																																						
① 形状, 寸法	<table><thead><tr><th>区画</th><th>0°</th><th>-45°</th><th>45°</th><th>90°</th><th>合計</th></tr></thead><tbody><tr><td>①</td><td>16</td><td>5</td><td>1</td><td>1</td><td>23</td></tr><tr><td>②</td><td>13</td><td>1</td><td>1</td><td>1</td><td>20</td></tr><tr><td>③</td><td>10</td><td>1</td><td>1</td><td>1</td><td>17</td></tr><tr><td>④</td><td>7</td><td>5</td><td>1</td><td>1</td><td>14</td></tr><tr><td>⑤</td><td>7</td><td>5</td><td>1</td><td>1</td><td>18</td></tr><tr><td>⑥</td><td>4</td><td>5</td><td>1</td><td>1</td><td>11</td></tr><tr><td>⑦</td><td>1</td><td>5</td><td>1</td><td>1</td><td>8</td></tr><tr><td>⑧</td><td>1</td><td>5</td><td>1</td><td>1</td><td>8</td></tr></tbody></table> PLY 枚数 45° 90° 45° CFRP 補正板 761 A=8437 250	区画	0°	-45°	45°	90°	合計	①	16	5	1	1	23	②	13	1	1	1	20	③	10	1	1	1	17	④	7	5	1	1	14	⑤	7	5	1	1	18	⑥	4	5	1	1	11	⑦	1	5	1	1	8	⑧	1	5	1	1	8
区画	0°	-45°	45°	90°	合計																																																		
①	16	5	1	1	23																																																		
②	13	1	1	1	20																																																		
③	10	1	1	1	17																																																		
④	7	5	1	1	14																																																		
⑤	7	5	1	1	18																																																		
⑥	4	5	1	1	11																																																		
⑦	1	5	1	1	8																																																		
⑧	1	5	1	1	8																																																		
② 使用材料	350°F 硬化 炭素繊維/エポキシ 一方向プリプレグ材 - 品名 P3060-15 (東レ(株)) $E_L = 14500 \text{ kg/cm}^2$ $E_T = 983 \text{ kg/cm}^2$ $G = 565 \text{ kg/cm}^2$ $\nu = 0.31$ $F_L = 168 \text{ kg/cm}^2$ $F_T = 6.2 \text{ kg/cm}^2$ $F_c = 159 \text{ kg/cm}^2$ $F_t = 38 \text{ kg/cm}^2$ $F_{LT} = 9 \text{ kg/cm}^2$																																																						

2 検証試験

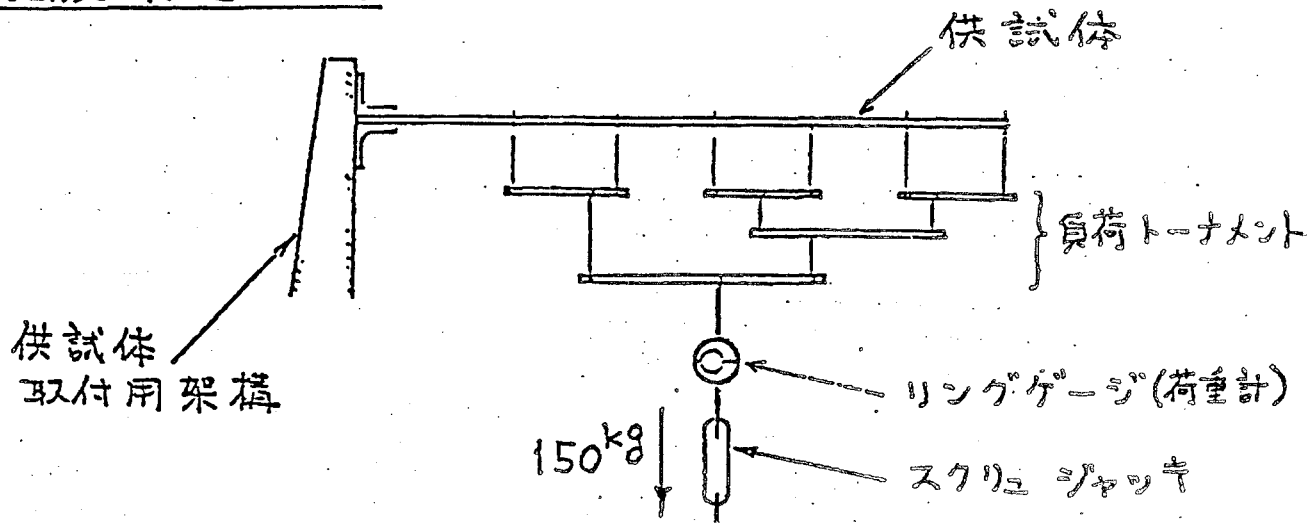
項 目	検証目標	試 験 方 法	試 験 結 果																																			
強 度	① STRAIN (ε) 計測値に対し、 $0.8 \leq \frac{E_{TEST}}{E_{ANAL.}} \leq 1.2$ 解析値 ($E_{ANAL.}$) (荷重150kg時、 炭素繊維平均値) <table><tr><th>ゲージ</th><th>$E_{ANAL.}$</th></tr><tr><td>1, 2</td><td>675^H</td></tr><tr><td>3, 4</td><td>909</td></tr><tr><td>5, 6</td><td>1185</td></tr><tr><td>7, 8</td><td>1404</td></tr><tr><td>9, 10</td><td>1236</td></tr><tr><td>11, 12</td><td>1229</td></tr></table>	ゲージ	$E_{ANAL.}$	1, 2	675 ^H	3, 4	909	5, 6	1185	7, 8	1404	9, 10	1236	11, 12	1229	・ STRAIN 計測位置 (表裏) 下図に示す内載部、中央部、外載部の前後2ヶ所、計12ヶ所  ・ 負荷荷重 最大 150 kg まで、負荷する。 ・ 負荷位置は、上図に示す6個所とし、 翼板みにより負荷する。	<table><tr><th>ゲージ</th><th>E_{TEST}</th><th>$\frac{E_{TEST}}{E_{ANAL.}}$</th></tr><tr><td>1, 2</td><td>758^H</td><td>(1.125)</td></tr><tr><td>3, 4</td><td>863</td><td>(0.95)</td></tr><tr><td>5, 6</td><td>1075</td><td>(0.91)</td></tr><tr><td>7, 8</td><td>1200</td><td>(0.85)</td></tr><tr><td>9, 10</td><td>1223</td><td>(0.99)</td></tr><tr><td>10, 11</td><td>1225</td><td>(1.00)</td></tr></table>	ゲージ	E_{TEST}	$\frac{E_{TEST}}{E_{ANAL.}}$	1, 2	758 ^H	(1.125)	3, 4	863	(0.95)	5, 6	1075	(0.91)	7, 8	1200	(0.85)	9, 10	1223	(0.99)	10, 11	1225	(1.00)
ゲージ	$E_{ANAL.}$																																					
1, 2	675 ^H																																					
3, 4	909																																					
5, 6	1185																																					
7, 8	1404																																					
9, 10	1236																																					
11, 12	1229																																					
ゲージ	E_{TEST}	$\frac{E_{TEST}}{E_{ANAL.}}$																																				
1, 2	758 ^H	(1.125)																																				
3, 4	863	(0.95)																																				
5, 6	1075	(0.91)																																				
7, 8	1200	(0.85)																																				
9, 10	1223	(0.99)																																				
10, 11	1225	(1.00)																																				

(10/11)

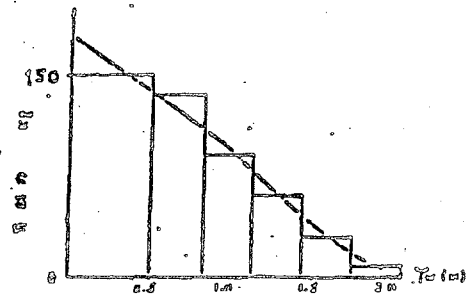
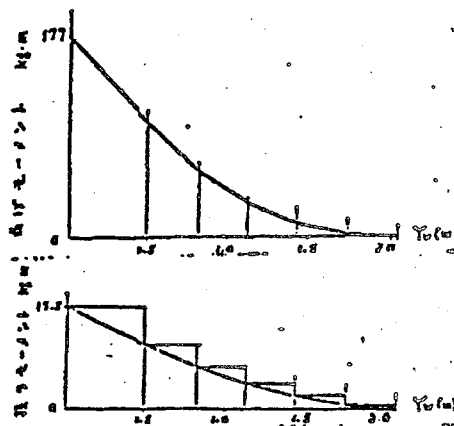
項目	検証目標	試験方法	試験結果																				
揺み	各点での構造方向 揺れ角(θ)に対し $\theta_{TEST} - \theta_{ANAL} \leq 0.5^\circ$ (最大荷重時) 解析値(θ_{ANAL}) (荷重 150 kg 時分) <table><tr><th>断面</th><th>θ_{ANAL} (度)</th></tr><tr><td>A</td><td>0.25</td></tr><tr><td>B</td><td>0.32</td></tr><tr><td>C</td><td>0.47</td></tr></table>	断面	θ_{ANAL} (度)	A	0.25	B	0.32	C	0.47	・ 揺れ角計測位置 下図に示す三断面位置で揺れ角を計測する。 又、校正用として、取付部変位も計測する。  ・ 負荷荷重 最大 150 kg まで負荷する。 ・ この試験は、「強度」検証試験と同時にを行う。 従って、負荷荷重、負荷ステップは、「強度」検証 試験と同一である。	<table><tr><th>断面</th><th>θ_{TEST}</th><th>$\theta_{TEST} - \theta_{ANAL}$</th></tr><tr><td>A</td><td>0.35</td><td>(0.10)</td></tr><tr><td>B</td><td>0.55</td><td>(0.23)</td></tr><tr><td>C</td><td>0.77</td><td>(0.30)</td></tr></table>	断面	θ_{TEST}	$ \theta_{TEST} - \theta_{ANAL} $	A	0.35	(0.10)	B	0.55	(0.23)	C	0.77	(0.30)
断面	θ_{ANAL} (度)																						
A	0.25																						
B	0.32																						
C	0.47																						
断面	θ_{TEST}	$ \theta_{TEST} - \theta_{ANAL} $																					
A	0.35	(0.10)																					
B	0.55	(0.23)																					
C	0.77	(0.30)																					
振動数	1次振動数(ω)に 対し $0.8 \leq \frac{\omega_{TEST}}{\omega_{ANAL}} \leq 1.2$ 解析値(ω_{ANAL}) (1次振動数) $\omega_{ANAL} = 7.1 \text{ Hz}$	・ 供試体端部を加振し、振動モードより 一次曲げ振動があることを確認し、振動数 を計測する。 ・ 振動試験は、下図に示すように、付加質量 を付けて行う。 	<table><tr><th>ω_{TEST}</th><th>$(\omega_{TEST}/\omega_{ANAL})$</th></tr><tr><td>7.6 Hz</td><td>(1.07)</td></tr></table>	ω_{TEST}	$(\omega_{TEST}/\omega_{ANAL})$	7.6 Hz	(1.07)																
ω_{TEST}	$(\omega_{TEST}/\omega_{ANAL})$																						
7.6 Hz	(1.07)																						

3 使用試験器材

1) 強度・剛性試験



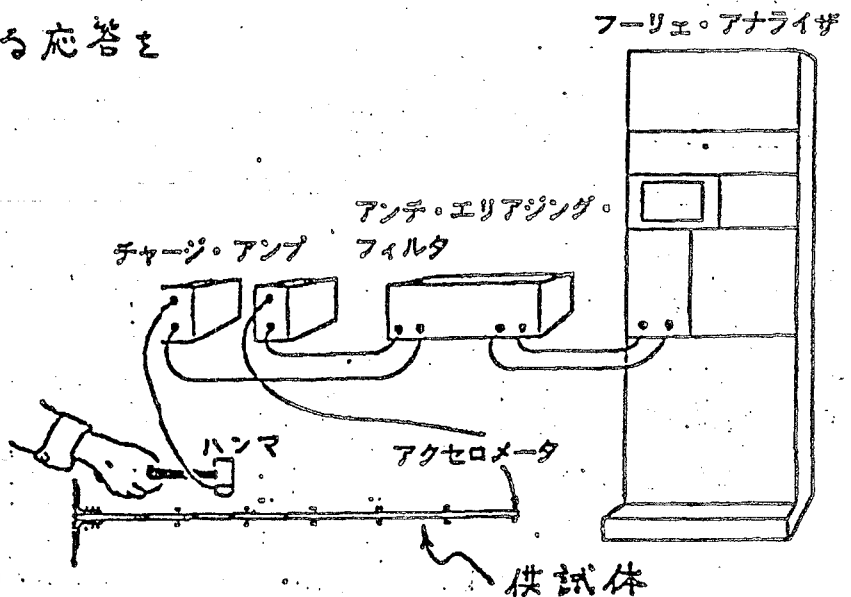
供試体設計荷重に
対し、曲げと捩れ
をカバーするよう、
負荷トナメントを
構成した。



2) 振動試験

ハンマ加振による応答を
計測する。

- 加振信号は、ハンマ
の打撃面に取り付け
られているセンサにより
計測する。
- 応答は加速度計
(アクセロメータ)により
計測する。
- アンチ・エリάζング・フィルタ
により、フーリエ変換時の
折り返しを防ぐ。



4 備考

開発「最適化プログラム」の検証報告書

昭和59年2月23日

(財)次世代金属・複合材料研究開発協会

複合材料総合調査研究委員会

委員長 箕田 芳 郎 殿

検証委員 工学博士 幾徳工業大学 山 田 嘉 昭

同 工学博士 東京大学工学部

境界領域研究施設講師 福 田 博

次世代産業技術研究開発課題「複合材料」樹脂系複合材料の第一期中間評価に関して、
評価 No5-1 最適化プログラムの開発のうち開発プログラムの最適化の検証、すなわち

(1) 最適化ソフトのロジック検証

(2) 解析結果の収れん性検証

を実施した結果を報告する。



校 証 結 果

(1) 最適化ソフトのロジック検証

(2) ロジックの検証

複合材料の重要な応用分野に、advanced compositeの航空機構造における使用がある。米国においては、1960年代の半ばから、この分野における理論の展開が始まり、1970年代には構造最適化のためのソフトウェアが多く開発されて、設計に実用化されるに至っている。先駆的なプログラムとして、Grumman社で開発された FASTOP [1] および ASOP-3 [2] を挙げることでよいであろう。

本プロジェクトにおける最適化のロジックは、主に上記米国の2つのプログラムにおいて基礎となっているものに基づいており、それに必要な補強あるいは修正を加えたものである。

ソフトとして、最適化に関しては、昭和57年頃までに強度最適化、剛性最適化、振動特性最適化(フラット)の三つが開発されており、強度昇降、剛性昇降、振動特性昇降、および強度と剛性と同時に満足する場合の最適化を行なうことができる。最適化の目標関数は重量最少、設計変数は寸法(非積層要素の場合は断面積あるいは厚さの厚さ、積層要素の場合は各積層方向のply数配分)である。いずれの場合も、間接最適化の方法を用いている。

剛性要求について述べれば、間接最適化法の最適化基準は、「おみ微係数がすべての新材について一様になった収束解が、最小重量設計である」とを求めていることである。つまり

$$\partial \delta / \partial w_j = \text{const.} \quad (j=1, 2, \dots, n) \quad (1)$$

ただし δ は指定した場所のたわみ量, w_j は j 番目の部材の重量, n は部材の総数である。最適化の定式化は, 報告書に詳しいが, 例えは部材寸法(重量)の調整について記すと, 次のようである

$$\dot{w}_j^{(k+1)} = w_j^{(k)} \sqrt{\frac{\partial \delta^{(k)} / \partial w_j}{(\partial \delta / \partial w)_{\text{target}}}} \quad (2)$$

フラッタ速度について, 式(1)に対応する表示式は

$$\partial V_f / \partial m_j = \text{const.} \quad (j=1, 2, \dots, n). \quad (3)$$

ただし V_f は指定したフラッタ速度, m_j は j 番目の質量を表わす。フラッタの場合も, 最適化のロジックは, 上記の剛性に対するものに類似している。

強度の最適化については, 本プロジェクトのプログラムでは, 全応力設計法 (Fully Stressed Design, 昭和56年度開発) とエネルギー密度を規準とする方法 (昭和57年度開発) のいずれかの規準を選択できるようにになっていることが特徴である。FSD法では, 次のように定義される強度率 r_j (Thaoら [3] により Stress Ratio とよばれている) を用い, 逐次近似により部材寸法 x_j を決定する。すなわち

$$r_j = F_j / \sigma_j^{(k)}, \quad (4)$$

$$x_j^{(k+1)} = x_j^{(k)} / r_j, \quad (j=1, 2, \dots, n). \quad (5)$$

ただし F_j は許容応力, $\sigma_j^{(k)}$ は k 回目の近似で得られる応力である。繰り返しでは, 式(4)の代わりに

$$r_j = F_0 / \sigma_j^{(k)} \quad (6)$$

と各ラミナの強度率とされている。ただし、 Γ は一方向強化材の繊維方向を表わす。一方、エネルギー密度を規準とする定式化においては、「各部材の歪エネルギー密度と最大許容エネルギー密度の比が一定になったとき、重量が最小となる」とし、部材寸法や具体的な調整を次のように行なっている。部材 j の歪エネルギー密度を U_j 、最大許容歪エネルギー密度を U_{allow} とし、その比

$$R_j^{(k)} = U_j / U_{allow} \quad (7)$$

を計算する。また、与えられた荷重下における各部材の強度率を求め、その最小値を

$$\gamma_{min} = \min(r_1, r_2, \dots, r_n) \quad (8)$$

とする。これより、部材重量を $w_j^{(k)}$ とし、 R_{target} および部材寸法を次のように決定する。

$$R_{target} = \frac{\sum R_j^{(k)} w_j^{(k)}}{\sum w_j^{(k)}} \quad (9)$$

$$\alpha_j^{(k+1)} = \alpha_j^{(k)} \frac{R_j}{R_{target}} \frac{1}{\gamma_{min}} \quad (10)$$

以上は、報告書のロジックの要約によるまとめであるが、以下に検証結果として、若干の見解を列記することとする。

(1) トラス構造の強度の最適化においては、全応力設計法(FSD)を使用するとされており、その妥当性はFSDの評価にかんかんかかっている。例えは3本脚トラスの例題では、中央部材の断面積が0という結果になっており、これが最適値でないことは、報告書においても指摘されている通りである。この場合、剛性要求を追加すると、FSDの制約から離れ、妥当と思われる値に落ちつつあり、

実用上問題はな〜うであるが、FSDを用いた設計を行う場合の限界、またFSDを剛性要求と併用する場合におけるFSD組込みの効果について、一般的な指針を述べ、例題によって実証されるべきである。

(ii) 式(5)と式(10)を比較する場合、後者における R_j は前者の $1/r_j$ に対応する関係にあるが、歪エネルギー密度を規準とした後者の式(10)には、 γ_{min} の項が含まれていることが特徴である。 γ_{min} が割ることは、first ply failureを起こさせないということであり、本報告のエネルギー法は、積層材などの層も破壊させない条件のもとでの最小重量設計になるものと考えられる。

(iii) 歪エネルギー密度のフライテリオンは唯一無二のものではなく、式(10)において、材料寸法変更の規準となっている R_j の代わりは、式(6)において $1/r_j$ も有している。したがって、式(5)に γ_{min} および $1/(1/r_j)_{target}$ 値を持ち込めば、式(10)を用いる場合と同様の効果が期待される。ただし、歪エネルギー法は、物理的な考察によるものの一つとして、また報告書において、エネルギーによる強度最適化の効果の実例が示されていることと評価される。なお、強度率は式(4)ではなく、式(6)を用いる場合、FSDのプログラムを使用しても中味はFSDではなく、本報告のエネルギー密度規準による場合と極めて近いものとなっている。

(iv) 剛性最適化、および振動特性最適化については、理論的な定式化ならびにプログラム化のいずれも妥当と考えられるが、次に他の類似プログラムとの比較の項において述べる検証結果についても、参照を求めたい。

(b) 他の類似プログラムとの比較

検証の資料となった文献[1, 2]および[4]の他に、筆者らは十分なデータを持ち合わせておらず、また短期間では、満足な比較、検証を行なうことは困難である。したがって、次のように所感をまとめるに留めることにする。

(i) オブジェクトのプログラム COSMOS および COSMOS-FLUTTER は、米国における ASOP-3 [2] および FASTOP [1] にならびにその背景となる理論に従うとすることが少ないように見える。したがって、報告書においては、ほゞに等式を用いた形式化と、オブジェクトにおいて新しく開発された部分とが、容易に識別されるような記述が望ましい。報告書からは、前述のごとき、強度最適化について、エネルギー規準の導入と、新しい試みとして評価することになっている。しかし、剛性規準とフラック速度規準については、既存の形式化に対し、どの部分が新しい改良であるかが明らかにならないように記述になっている。

(ii) 一般に有限要素法を用いた大型プログラムの開発においては、基礎的な例題あるいは共通の標準問題により、プログラムの検証を行なうことが重要である。報告書では、この種の検証に関する記述が少なく、成果の裏付けとして、必要を追加を行なわれることが望ましい。参考にする例として、文献[4]では、NASTRAN による詳細解析結果と、構造解析の部分を簡易化したプログラム ASA-T による結果の比較が行なわれている。

(iii) 文献[4]によれば、1977年代、米国と西ドイツの間に、オブジェクトと引種の開発に因って技術交流があった由である。有限要素解析プログラムの検証の見地から、今後、オブジェクト

において、技術の国際交流の推進を計られるよう期待したい。

(C) 斉度性の評価

58年以降において、静力学とフラックス、静力学と剛性およびフラックス、さらに座屈を含めたプログラムの機能拡張を計画されていることは、自然の斉度であり、成果を期待することである。また、有限要素法プログラムとして、NASTRAN等の汎用プログラムを組み込むことを検討されていることも、妥協と受け入れられる。

以上の開示があったとして、本検証において述べたことの多くは、すでに考慮済みと受け入れられるが、標準問題によるプログラムの検証について、とくに留意されるときを希望する。

最後に、プログラムの汎用性についてであるが、プログラムの機能拡大に伴って、理論および使用方法マニュアルの整備が重要であることを仕事である。本プロジェクト同僚といたし手法およびプログラムが、広く活用され、技術交流に対しても役立つよう、マニュアルの整備を進められることが望ましい。

(2) 解析結果の収れん性検証

報告書によれば、開発初期の三本トラスの例題では、FSDによる強度要求は30回、強度と剛性を満たす最適化には、なんと要求にさらに20回を要しており、収束はやや遅いが、積層板およびフラッタ速度を取り換えた例題では、収束が改善され、収れん性自体の問題はなくなっている。

さらに、追加資料[5]では、収れん性について、文献[2]および[1]との比較がなされている。追加資料で取り替えているモデルは、文献のそれと若干異なっているが、次のような比較の結果となっている。

強度と接合部の最適化に対し、COSMOSでは9回、ASOP-3では3回、フラッタ速度最適化に対しCOSMOS-FLUTTERでは10回、FASOPでは8回。

収れんまでの回数は、収束判定条件にもよることであり、上記の結果は、開発プログラムが、収束のまで、既存のプログラムとほぼ同等のレベルにある証拠とみることができると考えられる。ただし、なお正確な評価のためには、共通の標準問題によるプログラムの検証を、いつでも述べられるような国際交流の基盤において推進する必要がある。

以上

参考文献

1. K. Wilkinson, J. Markowicz, E. Lerner and D. George, FASTOP: A Flutter and Strength Optimization Program for Lifting-Surface Structures, J. Aircraft, Vol. 14, No. 6, 581-587 (June, 1977).
2. G. Isakson, H. Pardo and E. Lerner, ASOP-3: A Program for Optimum Structural Design to Satisfy Strength and Deflection Constraints, J. Aircraft, Vol. 15, No. 7, 422-428 (July, 1978).
3. S. W. Tsai and H. T. Hahn, Introduction to Composite Materials, Technomic Publishing Company, Westport, Connecticut, 1980.
4. H. Gödel and G. Schneider, Application of Structural Optimization Procedure for Advanced Wings, 51st Meeting of the AGARD Structures and Materials Panel, AGARD Report No. 691, Aix-en-Provence, France (Sept. 1980).
5. 次世代複合材構造最適設計プログラム検証 解析結果の収束性比較資料, 富士重工業株式会社, 機体研究課, 昭和59年2月.

要 旨

研究開発項目名 設計技術の開発（構造要素設計技術の開発）

研究開発実施者名 （財）次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和58年度

2. 第一期目標のポイント

第一期では宇宙構造物を対象に「成形技術の開発」で研究中の長尺薄肉円筒の継手の設計技術を蓄積する。

3. 各年度の実施計画のポイント

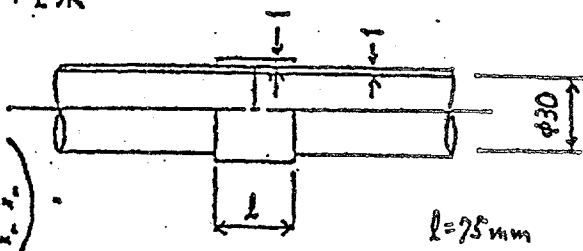
昭和58年度：薄肉円筒継手の模型実験を行う。

4. 第一期の実績のポイント

金属継手に代る複合材薄肉円筒継手の系統的实验を行い、最適（軽量化）設計資料が得られた。

(1B-Ⅳ)

研究開発結果要約表

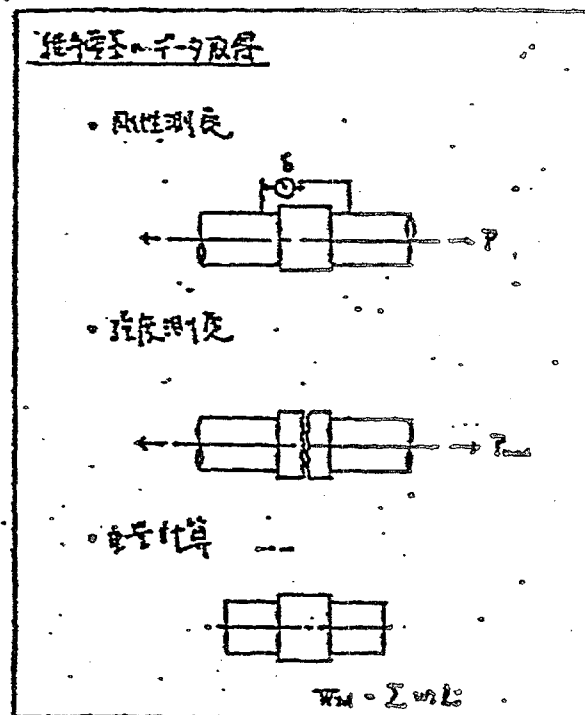
サグ・テ-2名		3.(3) 設計技術の完成 1)-2 構造要素設計技術の完成		
研究開発手法	供試体形状	供試体: 継手要素  (M40/エポキシ) $E_L = 22600 \text{ kg/mm}^2$ $F_L = 110 \text{ kg/mm}^2$		
	材料	基材: 高弾性炭素繊維/エポキシ樹脂 (東レ製:M40) (三菱電機製:MS-1) 継材: 同上 接着剤: エポキシ樹脂		
前提条件等	成形条件	基材: フラメント・ワイピング法 継材: 同上		
研究開発結果	要求性能	剛性	強度	重量
		基材の100%	基材の80%以上	基材の200%以下
	試験法	引張試験 n=3	引張試験 n=3	重量計算 n=3
試験結果 平均値		150%	83%	183%
所見等				

研 究 開 発 実 績

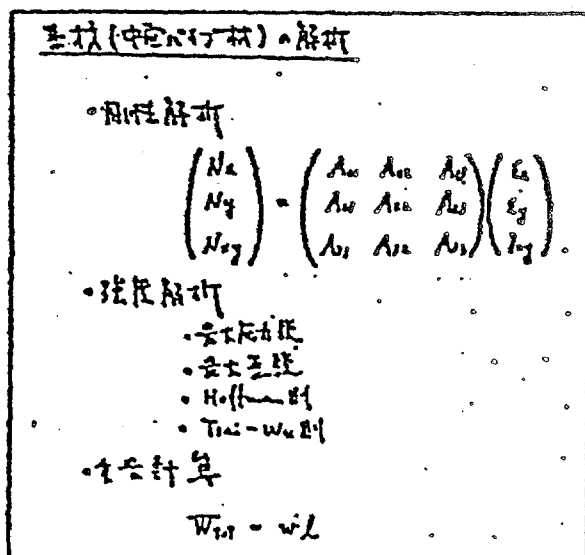
研究開発項目名 構造要素設計技術の開発研究開発実施者名 (財)次世代金属・複合材料研究開発協会

1. 研究開発期間 昭和58年度

2. 研究開発手法、前提条件等

進行要素設計P-Q取得・概要

比較

進行要素設計P-Q

3. 研究開発結果

(1) 実績のポイント(詳細別紙)

剛性 }
強度 } すべて、目標を達成した。
重量 }

(2) 注目すべき知見

単純継手要素において、前期の剛性・強度性能を崩さし
得る軽量接着継手設計技術の見通しが得られた。

(3) 一連のプロセスの中で特記すべき特徴的技術

事前に実施した平板接着継手による特性検討が、本研究
に有効に利用出来た。

(4) 特に効果を発揮した技術

なし

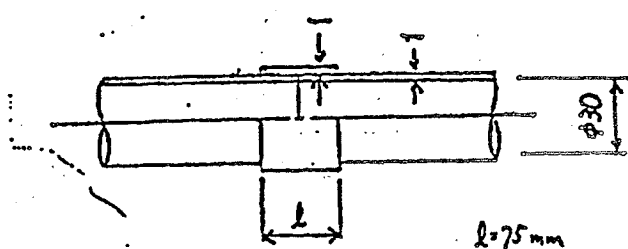
(5) 未到達事項の問題点と解決の目途

59年度以降は、曲げ・振り等各種外力に対応する継手要
素設計技術の開発を進め、構造要素設計技術の高度化を図
っていく。

(1A-3/3)

研究開発結果の詳細

(1) 供試体

項目	内容
① 形状・寸法	
② 使用材料	- 高弾性炭素繊維 / エポキシ樹脂 (東芝: M40) (三菱化学: MS-1) 719ミントワンデイング成形品, 積層 ($\pm 45^\circ / \pm 10^\circ$)s $E_L = 22600 \text{ kg/mm}^2$, $F_L = 112 \text{ kg/mm}^2$

(2) 検証試験

項目	検証目標	試験方法	試験結果
剛性	素材の 100% (素材の剛性は 100mm 当り $-1.074 \times 10^6 \text{ kg/mm}$)	31張試験により, 荷重-変位(ギンジ長 =100mm)を測定する。	No.1 156% No.2 150% No.3 144% 平均 150% 分散 0.040
強度	素材の 80%以上 (素材の強度(最大荷重) は 4548 kg)	31張試験により 最大荷重を測定する。	No.1 75% No.2 84% No.3 89% 平均 83% 分散 0.085
重量	素材の 200%以下 (素材の重量(100mm 当り) は 15.25 gram)	計法を標準化し, 重量(100mm 当り) を算出する。	No.1 186% No.2 186% No.3 178% 平均 183% 分散 0.025