

高溶解性熱付加型イミドオリゴマーTriA-X を母材とした 炭素繊維複合材料の開発

(JAXA) ○石田雄一、久保田勇希、青木卓哉
(農工大) 小笠原俊夫、(カネカ) 古田武史、横田力男

現在航空機等で広く用いられている炭素繊維複合材料 (CFRP) の母材の多くはエポキシ樹脂であり、その耐熱性は 120°C 程度である。そのため、エンジン部品などの高温部材には現状チタン合金が用いられているが、軽量化・高燃費化に向け耐熱 CFRP の適用が求められている。耐熱 CFRP の母材として複数の熱付加型イミドオリゴマー (熱硬化性ポリイミド) が開発されているが、そのほとんどにおいてイミド化後のオリゴマーが有機溶媒に高濃度で溶解できないため、前駆体のアミド酸、もしくはモノマー溶液からプリプレグ (炭素繊維に樹脂を含浸させたシート状の中間素材) を製作している。これらのプリプレグは複合材成形中にイミド化による水を発生するため、空隙 (ボイド) が発生しやすく、厚板の成形が難しい。そのような中、JAXA とカネカは、NMP に 30 wt.% 以上可溶で、かつ硬化後の T_g が約 360°C の熱付加型イミドオリゴマー “TriA-X” を開発した。本報告では、TriA-X 複合材料の成形プロセスおよび高温特性評価について述べる。

TriA-X 溶液プリプレグは成形中に水を発生しないものの、プリプレグにタック性 (表面のべたつき) とドレープ性 (しなやかさ) を持たせるために、意図的に溶媒の NMP を残している。従来の一段階成形法では疑似等方 32 層 (厚さ約 4 mm) でボイドが発生し、一見ボイドレスに見える疑似等方 16 層 (厚さ約 2 mm) の CFRP でも T_g が 300°C 程度と、樹脂単体 ($T_g = 356^\circ\text{C}$) に比べ 50°C 程度低いものであった。そこで、揮発分を完全に除去する目的で、溶媒除去工程と成形工程を分割した二段階成形法を採用した。その結果、Fig. 1 に示すように、64 層の積層板 (厚さ約 8.8 mm) においてもボイドやクラックのない品質良好のポリイミド複合材を作製することが可能となった。また、得られた積層板の T_g は 365°C と樹脂単体に近い値となり、成形時の課題解決に向け大きく前進した。



Fig. 1 Optical micrograph of TriA-X CFRP of 64 plies ($t = 8.8$ mm)

二段階成形法で作製したポリイミド複合材について、直交積層 16 層 ($[90/0]_{4s}$) と疑似等方積層 16 層 ($[45/0/-45/90]_{2s}$) の高温無孔圧縮試験 (NHC) を実施した。いずれの積層板も、高温で徐々に強度は低下するものの、300°C で室温強度の約 70% を維持し、十分な高温力学特性を有することが示された。

高分子材料は高温・空気雰囲気下では酸化劣化が進むため、実際にエンジン部品として使用するには、空気中での長期熱安定性を評価することが重要である。そこで、TriA-X 複合材を 250°C、270°C、300°C でそれぞれ約 1000、2000、3000 時間エアオープンにて熱暴露後、重量変化の測定、および無孔圧縮試験を行った。250°C では、3000 時間後も重量減少率は 0.5% 未満、かつ強度は低下せず、十分な長期熱安定性を示した。一方、270°C では 2000 時間、300°C では 1000 時間暴露で強度低下がみられた。また、複合材の重量減少率が 1% 付近になると、無孔圧縮強度の低下がみられることがわかった。TriA-X 硬化樹脂フィルム単体の真空中 270°C 熱暴露では 3000 時間後も重量減少がほぼ見られなかったことから、空気中・当該温度での高温劣化は酸化によるものと思われる。したがって、表面に耐酸化コーティングを施すことにより、高温での耐久時間、もしくは耐熱温度を改善できることが期待される。

謝辞

本研究は内閣府総合科学技術・イノベーション会議の戦略的イノベーション創造プログラム (SIP) 「革新的構造材料」(管理法人: JST) の支援により実施したものであり、関係各位ならびに参画機関の皆様に深く感謝いたします

Development of highly soluble addition-type imide oligomer “TriA-X” matrix carbon fiber composite, Yuichi ISHIDA (JAXA), Yuki KUBOTA, Takuya AOKI, Toshio OGASAWARA (TUAT), Takefumi FURUTA (KANEKA) and Rikio YOKOTA: Aeronautical Technology Directorate, Japan Aerospace Exploration Agency (JAXA), 6-13-1 Ohsawa, Mitaka-shi, Tokyo 181-0015, Japan, Tel: 050-3362-4006, Fax: 0422-40-3548, E-mail: ishida.yuichi@jaxa.jp