

## 研究論文

## レーザー微細加工を利用した熱可塑性 CFRP の接着強度の向上

石川和昌\*1

## Improvement of Adhesive Strength of CFRTP with Laser Micro Texturing

Kazumasa ISHIKAWA\*1

Industrial Research Center\*1

レーザー加工により CFRTP 表面に微細な凹凸形状を形成することで親水性の向上を図り、微細形状によるアンカー効果と併せて接着強度の向上を目指した。レーザー加工条件の検討により CFRTP 表面に数  $\mu\text{m}$  の微細加工が可能となり、格子状に微細加工を行うことで親水性表面となった。レーザー微細加工を施した CFRTP を接着し引張試験を行った結果、未処理試験片や研磨加工試験片と比較して引張強度が大幅に向上した。また、CFRTP と金属の接着においても同様に接着強度が向上した。

## 1. はじめに

炭素繊維強化プラスチック (CFRP) や熱可塑性 CFRP (CFRTP) は軽量・高強度であり、航空宇宙産業や自動車産業での利用が進んでいる。CFRP や CFRTP の大型構造体への適用や、異種材料との組み合わせには接着・接合技術が重要となる。CFRP は接着剤による接合が有効であるが、CFRTP においては接着性が低く接着強度の向上が課題となっている。接着強度の向上には接着面の表面処理が重要であり、大気圧プラズマを利用した親水性への表面改質<sup>1)</sup>や微細な凹凸形成を目的としたレーザー処理<sup>2)</sup>などが検討されている。

当センターではこれまでの研究で超短パルスレーザーを用いて、樹脂材料表面に微細加工を施すことで親水性が向上することを確認している<sup>3)</sup>。そこで本研究ではレーザー微細加工により CFRTP 表面の親水性向上と微細形状によるアンカー効果の付与を実現し、CFRTP の接着強度向上を目指した。

## 2. 実験方法

## 2.1 CFRTP のレーザー微細加工

CFRTP 表面に微細加工を施すため、レーザー加工条件の検討を行った。レーザー装置は波長 355nm、パルス幅 8ps のピコ秒パルスレーザー (EKSPILA 社製 Atlantic6) を使用した。レーザーは対物レンズを通して供試材に照射し、XY ステージを用いたライン加工を行った。レーザー装置出口のビーム径は 1.8mm であり、ビームエキスパンダで 2.5 倍に拡大した後、10 倍 (f 値 20mm) および 20 倍 (f 値 10mm) の対物レンズを用いてスポット径をそれぞれ 2 $\mu\text{m}$ 、1 $\mu\text{m}$  とした。

供試材は CFRTP (樹脂:PA6) を使用した。レーザーのパルスエネルギー、ショット間隔を表 1 の範囲で調整して加工を行い、CFRTP の微細加工に最適な加工条件の検討を行った。なお、ショット間隔はレーザーの発振繰り返し周波数とステージの送り速度から計算した。

レーザー加工後の CFRTP はレーザー顕微鏡 ((株) 島津製作所製 ナノサーチ SFT-4500) を用いて加工部の計測を行い、加工条件と加工寸法の関係を求めた。

表 1 レーザ加工条件

パルスエネルギー	0.01~2.1 $\mu\text{J}$
ショット間隔	0.07~1.44 $\mu\text{m}$
スポット径	1 $\mu\text{m}$ , 2 $\mu\text{m}$

## 2.2 CFRTP のレーザー微細加工と接触角評価

CFRTP 表面の微細加工による親水性の向上を確認するため、接触角計 ((株) ニック製 LSE-B100) を用いて接触角を評価した。接触角測定は水滴滴下 10 秒後とした。供試材は CFRTP (樹脂:PA6) を使用した。レーザー加工条件は表 2 として格子状に加工を行い、加工ピッチと接触角の関係を求めた。

表 2 レーザ加工条件

パルスエネルギー	0.6 $\mu\text{J}$
ショット間隔	0.72 $\mu\text{m}$
スポット径	1 $\mu\text{m}$
加工ピッチ	10~100 $\mu\text{m}$

## 2.3 CFRTP のレーザー微細加工と接着強度評価

レーザー加工部を接着した CFRTP 試験片を作製し、引張試験を行って接着強度を評価した。実験 1 では供試材

\*1 産業技術センター 自動車・機械技術室

に CFRTP(樹脂:PA6)を使用し、加工条件を表 3 の実験 1 として加工ピッチ、加工方向と接着強度の関係を求めた。

実験 2 では加工条件を表 3 の実験 2 として各種の供試材での接着強度を評価した。供試材は CFRTP(樹脂:PA6)、CFRTP(樹脂:PA66)、熱硬化性 CFRP(樹脂:エポキシ)を使用した。さらに、CFRTP と金属の異種材料接合試験として、CFRTP(樹脂:PA66)と A5052、CFRTP(樹脂:PA66)と純チタンを接着した試験片を作製した。また、レーザ加工の他に、未処理及び研磨紙により表面を粗くして接着した試験片を作製し、接着強度を比較した。研磨紙には#180 を使用した。未処理試験片と研磨加工試験片は、レーザ顕微鏡を用いて表面粗さの測定を行い加工前後の表面粗さの違いを確認した。

表 3 レーザ加工条件

	実験 1	実験 2
パルスエネルギー	0.6μJ	0.6μJ
ショット間隔	0.72μm	0.72μm 0.18μm※2
スポット径	1μm, 2μm	2μm
加工ピッチ	10, 15, 20μm	15μm
加工方向	横※1 格子状	格子状

※1 引張方向に対して横方向

※2 純チタン加工時のみ

引張試験の実施にあたり、2 枚の試験片にそれぞれ加工を行い、接着剤で接着して引張試験片を作製した。実験 1、2 の試験片寸法、レーザ加工と接着範囲を図 1 に示す。接着剤には 2 液硬化エポキシ接着剤(Huntsman Araldite 2012)を使用した。接着層の厚さを一定にするため、直径約 0.2mm のガラスビーズを 5wt%添加した。接着後は硬化時間までクリップで固定した。

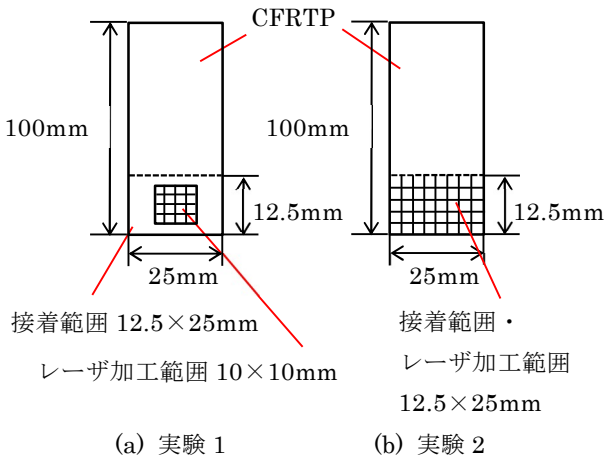


図 1 レーザ加工と接着範囲

引張試験は強度試験機((株)島津製作所製 AG-50kNXplus)を使用し、試験速度 1.0mm/min、つかみ具間距離 112.5mm、試験体数を 3 とした。

### 3. 実験結果及び考察

#### 3.1 CFRTP のレーザ微細加工

CFRTP のレーザ加工条件に対する加工部の幅・深さをレーザ顕微鏡で計測した結果を図 2 に示す。どの加工条件においてもパルスエネルギーの増加に伴い幅と深さが増加する傾向が見られた。また、スポット径の違いにより加工幅が大きく変化した。ショット間隔は小さい方が加工深さは大きくなった。

図 3 にパルスエネルギー 0.1μJ と 1.6μJ で加工したときのレーザ顕微鏡計測画像を示す。パルスエネルギーが増えると溝と溝の間の表面に溶融物が堆積し表面は粗くなった。これは、レーザアブレーション過程において、投入エネルギーの増加により CFRTP の溶融体積が増えることが原因と考えられる。この結果から表面の粗さを抑えて加工するためには、低いパルスエネルギーで加工する必要があることがわかった。

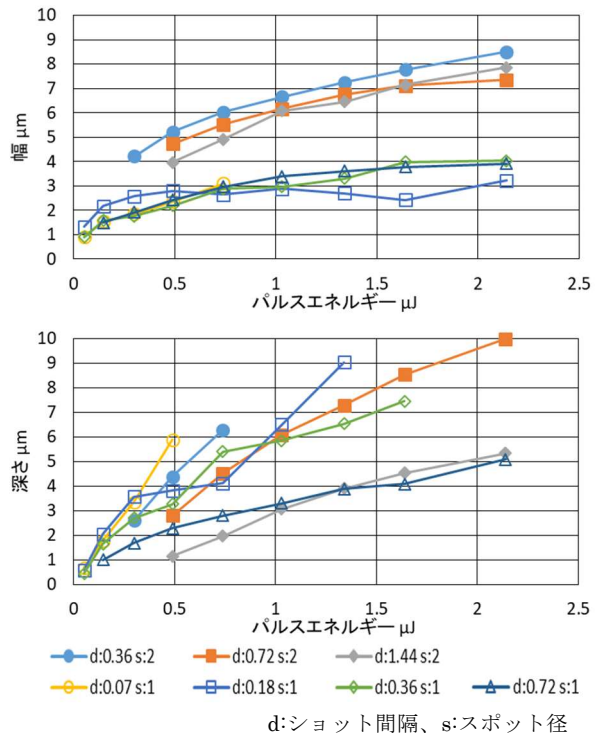
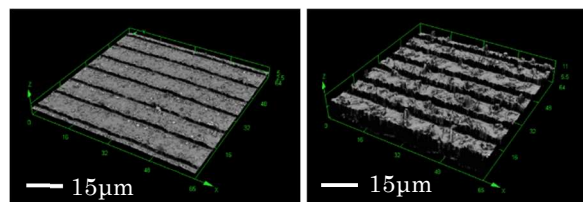


図 2 レーザ加工条件と加工量



(a) 0.1μJ(d:0.72,s:1) (b) 1.6μJ(d:0.72,s:1)

図 3 加工部のレーザ顕微鏡画像

3.2 CFRTP のレーザ微細加工と接触角評価

レーザ微細加工部を計測した結果、幅 2.9 $\mu\text{m}$ 、深さ 2.4 $\mu\text{m}$  程度であり、3.1 の加工条件と加工量の関係と一致した。CFRTP 表面に所定のピッチで格子状に溝加工を施し、接触角を測定した結果を図 4 に示す。加工ピッチにより接触角は大きく変化し、加工ピッチが小さいほど接触角は小さくなり親水性となった。加工ピッチが小さいほど単位面積あたりの溝本数が増えるため、溝部に引き込まれる水量が増加し、水滴が溝に沿って広がることで親水性になると考えられる。一例として、ピッチ 10 $\mu\text{m}$  で加工したときのレーザ顕微鏡計測画像を図 5 に、接触角の測定写真を図 6 に示す。

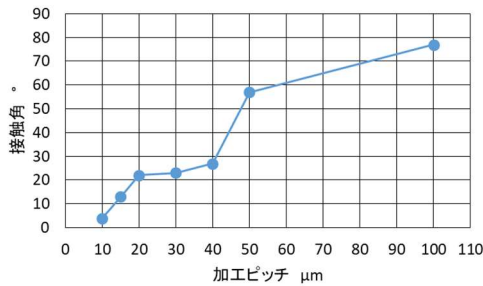


図 4 接触角測定結果

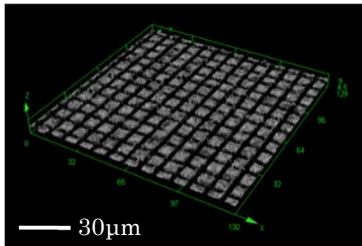


図 5 加工ピッチ 10 $\mu\text{m}$  のレーザ顕微鏡画像

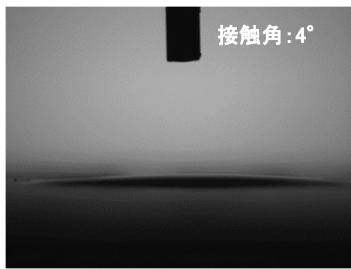
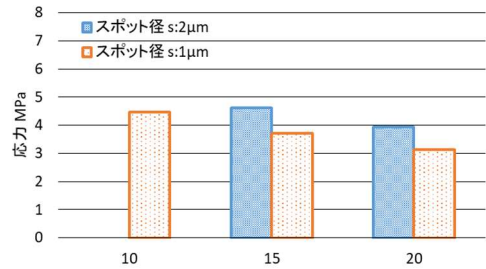


図 6 接触角測定画像

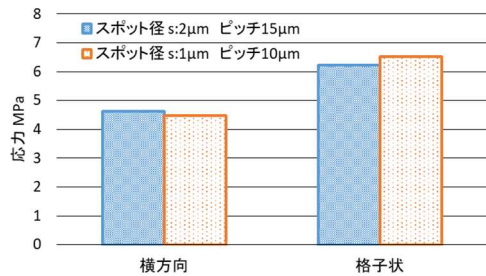
3.3 CFRTP のレーザ微細加工と接着強度評価

実験 1 の引張試験結果を図 7 に示す。加工ピッチの影響は横方向に加工した条件で比較した。加工ピッチは小さいほど接着強度は大きくなり、親水性の向上と同様の傾向が見られた。加工方向は横方向のみの加工より、格子状に加工した方が接着強度は大きくなった。加工溝の本数増加により接着箇所表面積が増加することやアンカー効果により接着強度が向上したと考えられる。また、スポット径 2 $\mu\text{m}$  ・加工ピッチ 15 $\mu\text{m}$  とスポット径

1 $\mu\text{m}$  ・加工ピッチ 10 $\mu\text{m}$  では同等の接着強度となっていることから、加工溝の幅や深さも接着強度に寄与すると考えられる。



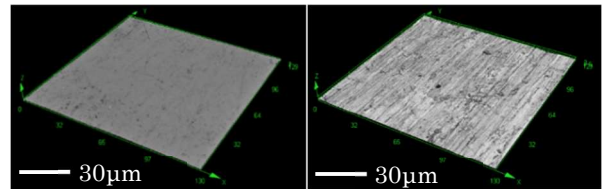
(a) 加工ピッチの影響(横方向)



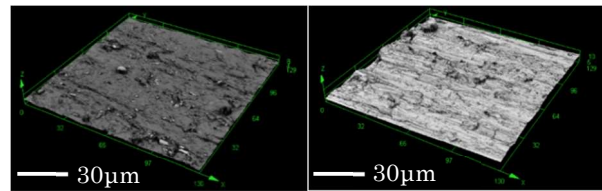
(b) 加工方向の影響

図 7 引張試験結果

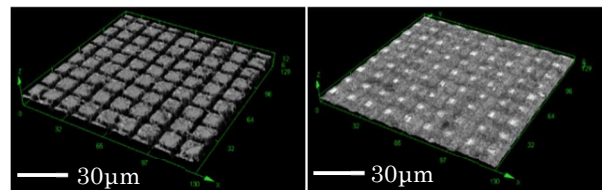
実験 2 の試験片のうち CFRTP(PA66)と A5052 のレーザ顕微鏡計測画像を図 8 に示す。表 4 に未処理、研磨加工後の表面粗さとレーザ加工部の幅・深さを測定した結果を示す。研磨加工により未処理と比較して表面粗さは増加した。また、レーザ加工により各試験片に幅・深さ数  $\mu\text{m}$  の溝加工ができた。



(a) 未処理



(b) 研磨加工



(c) レーザ加工

図 8 CFRTP(PA66)(左図)と A5052(右図)のレーザ顕微鏡画像

表4 表面粗さ・寸法測定結果

試験片	未処理	研磨加工	レーザー加工	
	粗さ Sa(μm)	粗さ Sa(μm)	幅 (μm)	深さ (μm)
CFRTP (PA6)	0.04	0.16	5.2	3.6
CFRTP (PA66)	0.03	0.17	4.3	3.7
CFRP (エポキシ)	0.08	0.17	5.7	2.9
A5052	0.03	0.16	7.7	1.2
純チタン	0.10	0.11	9.2	1.1

実験2の各試験片の引張試験結果を図9に示す。各試験片ともに未処理より研磨加工により接着力が高くなり、レーザー加工でさらに接着力が高くなった。CFRTPやCFRPに加えて、CFRTPとA5052、CFRTPと純チタンの接着においてもレーザー加工により接着強度が大きく向上した。

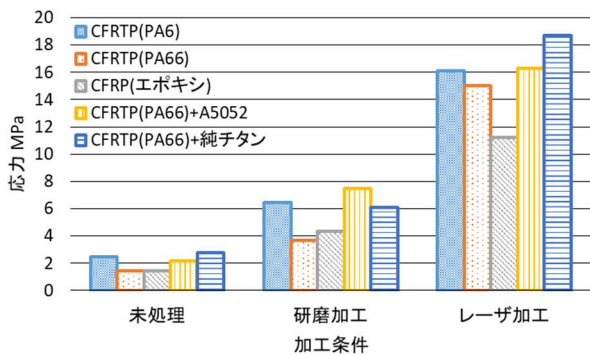


図9 引張試験結果

CFRTP(PA6)及び、CFRTP(PA66)+A5052の引張試験後の接着面の観察画像を図10に示す。

CFRTP(PA6)の観察画像から未処理試験片、研磨加工試験片はCFRTP表面から接着剤が剥がれていた。一方、レーザー加工試験片では貼り合わせた双方のCFRTP表面に接着剤が破壊して付着していることから、CFRTP表面の接着性が向上しCFRTPと接着剤との界面で剥がれることなく、接着剤の強度が限界に達し接着剤部分で破壊したと推察される。

CFRTP(PA66)とA5052の接着試験片も同様に未処理試験片と研磨加工試験片では試験片の界面で接着剤が剥がれ、レーザー加工試験片では接着剤部分が破壊した。またCFRTP(PA66)、CFRP(エポキシ)、CFRTP(PA66)と純チタンの引張試験後の試験片を観察した結果、同様に未処理と研磨加工では接着剤の界面剥離が見られ、レーザー加工では接着剤の破壊が確認できた。使用した接着剤の引張せん断強度はカタログ値で18N/mm<sup>2</sup>であり、レ

ーザ加工時の引張試験結果の値から接着剤の破壊に至ったと考えられる。これらの結果からレーザー加工により材料表面に微細加工を施すことで、接着性の悪い材料においても接着強度を接着剤の破壊強度まで向上可能であることがわかった。

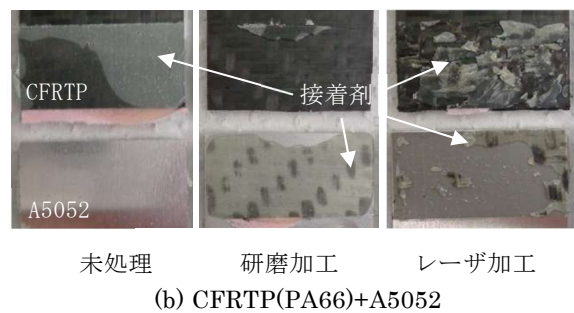
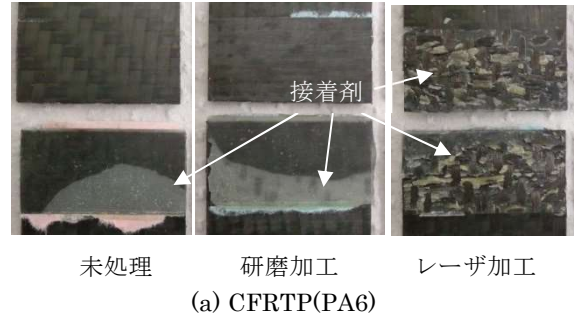


図10 接着面の観察画像

#### 4. 結び

本研究の結果は、以下のとおりである。

- (1) レーザ加工によりCFRTP表面に微細な溝加工を施した。そのピッチを小さくすることで親水性が向上した。
- (2) 加工ピッチを小さく、格子状に加工することでCFRTPの接着強度は向上した。
- (3) CFRTPとアルミやチタンの接着においても未処理や、研磨加工と比較してレーザー加工により接着強度を向上することができた。

#### 付記

本研究は、公益財団法人内藤科学技術振興財団2021年度研究助成により実施した。

#### 文献

- 1) 鈴木正史, 村上英司, 河田圭一, 石川和昌, 小林弘明, 杉本貴紀, 福岡修, 加藤正樹: あいち産業科学技術総合センター研究報告, **2**, 38(2013)
- 2) 横関智弘, 石橋勝, 小林やよい, 社本英泰, 岩堀豊: 日本複合材料学会誌, **41**(1), 19(2015)
- 3) 石川和昌, 三輪幸弘, 伊藤靖天, 河田圭一: あいち産業科学技術総合センター研究報告, **10**, 116(2021)