# Study on interfacial treatment of reinforcements of FRP using mist methods

## 1. 諸言

様々な分野で活躍している繊維強化プラスチック FRP に 用いられる強化繊維には、シランカップリング剤による繊維 /樹脂界面強度を向上させる処理が行われている.<sup>(1)</sup>従来 の界面処理法には、浸漬法とスプレー法の2つが挙げられが、 中小の織物メーカーで独自に界面処理を行いたい場合など、 低コストで大量処理が可能な新たな処理方法が求められて いる.

筆者らはこれまで、マイクロミスト法<sup>(2)</sup>による繊維界面処 理法を提案してきた.マイクロミスト法とは、界面処理剤を 含むミクロンサイズのミストを発生させ、不活性ガスで対象 物に運ぶものであり、広い面に均等に処理を行うことが期待 でき、また繊維束への処理剤の良好な含浸性も期待できる. 筆者らは、マイクロミストをガラスクロスに垂直に噴射して 処理を行う垂直噴霧方式<sup>(3)</sup>による界面処理方法を開発し、浸 漬法と同等の界面処理効果が得られることを示した.しかし、 垂直噴霧方式では処理面に対して2次元走査を行う必要があ り、効率の良い処理方法とは言えない.そこで本研究では、 マイクロミストをガラスクロスに平行に噴射することによ り、一度で全体を処理する平行噴霧方式を提案する.その界 面処理効果を調査するために、同時に処理する枚数を変えて 処理を行い、GFRP 積層板を成形し、引張試験によって生じ るクラックを観察した.

## 2. 実験方法

### 2.1 試験片作製

まず,購入時に付着しているガラス織物繊維の界面処理剤 を除去するために、350℃まで加熱した.その後、アセトン、 イソプロパノール、精製水の順に超音波洗浄を行い、繊維に 付いている汚れ等を落とした.次に、浸漬法(DIP)と平行噴 霧方式(PM)により界面処理を行った.処理剤には1%濃度の エポキシシランカップリング剤(KBM-403)を用いた.

図1に、本研究で用いた平行噴霧方式の概略図を示す.縦 320 mm、横110 mm、幅4 mmのチャンバーに繊維クロスを設置 しクリップで挟み固定した.実験時にはミスト噴射器の先端 にあるノズル部に取り付け,片側からミストを噴射し、反対 側から排出した.ミスト法で用いるキャリアガス流量を 2.51/min,希釈ガス流量を7.51/mmとし、平行噴霧方式での散 布時間を30秒、同時処理積層枚数は1,2,3,4,6,12枚 とした.その後繊維を110℃で1時間乾燥させ,12枚積層し、 VaRTM 法を用いてエポキシ樹脂を含浸させ、80℃で2時間 炉に入れ完全硬化させた.試験片の厚さは成形時に天板を用 いて、1.3mm±5%以内に収めた.その後 FRP を幅 20mm、高 さ140mmの試験片に切り出した.側面の損傷観察を行うた めに研磨を行い、20mm×20mmのアルミタブを付けた.比較 対象として界面処理を行っていない繊維を用いた試験片も 作製した.

#### 2.2 引張試験と損傷観察

荷重は 1k ずつ増加させ、その後除荷する負荷除荷試験を 試験片が破断するまで行った浸漬法と平行噴霧方式で作製 知能機械システム工学コース

## 機能性材料工学研究室 1205051 野崎 裕平

した試験片では位置毎の処理ムラを詳しく調べるために, 1k~3kの間では 0.25k ずつ荷重を上げた. 図 2 に示すよ うに、ミスト噴出側から 30,60,90mmの位置から 20mmの範 囲のレプリカを採取し、1 層同時処理のみ顕微鏡で観察を行 った. 2 層同時処理と3 層同時処理,4 層同時処理,6 層同時 処理、12 層同時処理ではマクロスコープを用いて観察面を写 真撮影した.その後、それぞれの地点の 10mm 幅以内でのク ラックの数をカウントした.本研究では、それぞれの観察エ リアを Section 1,2,3 と呼ぶ.なお、界面処理なし(NON)、浸 漬法(DIP)による処理の試験については、中央部(Section2)の み損傷観察を行った.



devise by parallel misting method



#### 3. 実験結果及び考察

図 4.5 に 2 層同時処理試験片の, section 3 の 5kN での側 面観察写真を示す.図より,クラックが繊維と樹脂の界面に 沿って,繊維束を貫通するように発生していることが分かる. これは,クラックの発生と進展が,繊維-樹脂の界面強度に 強く影響されることを意味する.

図 4.6.1 に, section1 の観察から得られたクラック密度と負 荷応力の関係を,1 層同時処理,2 層同時処理,3 層同時処理, 4 層同時処理,6 層同時処理,12 層同時処理,処理なし(NON) および浸漬法(DIP)の各試験片について示す.界面未処理の 試験片については、40MPa付近でクラックの発生が始まり, 115MPaでクラックの飽和が始まり,最終的には200MPaで クラック密度が20(本/mm<sup>2</sup>)を超えた.これに対して他の界 面処理試験片では、クラックの発生応力とクラック数が大き く抑えられていることが分かる.負荷応力150MPa付近では、 クラック密度が処理なしが22.2(本/mm<sup>2</sup>),NMが15.4(本 /mm<sup>2</sup>)なのに対し同時処理の6条件では5~17(本/mm<sup>2</sup>)に抑 えられている.これより、Section 1 では、同時処理枚数12 層までの平行噴霧方式による界面処理は、垂直噴霧方式と同 等かそれより良好なクラック抑制効果を示すことが分かった.

図 4.6.2 および図 4.6.3 に, section2 および 3 の観察から得ら れたクラック数と負荷応力の関係をそれぞれ示す. 図 4.6.2 より,同時多層処理は、クラックの発生応力は、浸漬法と同 じく抑えられているが、150MPaを超えた辺りから浸漬法と 比べるとクラック密度が大きく増加していることが分かる. これは,距離が離れたため処理液が繊維に十分に含浸し無か った為,150MPa 以前から試験片内部に小さなクラックが発 生していており,これが,150MPaを超えた辺りから繋がり, 観察面に一気に現れたと考えられる.以上より, section2 で は, 平行噴霧方式によるクラック抑制効果は, 同時処理枚数 に関わらず、効果は確認できるが浸漬法と比較すると効果が 薄くなっているということが分かった.一方,図4.6.3より, section3では、同時多層処理は、処理なしに比べ、クラック の発生応力は抑えられているが、150MPa以降のクラック密 度は、処理なしと比較しても大きくなっているため界面処理 の効果が確認できなかった.

以上より, section3 では効果が確認出来なかったことから, section3 で安定して効果を確認するためには,散布時間を今 回の 30 秒より長くするか,流量を増やすかする必要がある と考える. 今後は, 1, 2, 3, 4, 6, 12 層同時処理での各 section での再現性の確認や流量や処理時間を変化させ, section3 で も安定して十分な効果の確認できる条件を探っていく必要 がある.

#### 4. 結言

本研究では、マイクロミストを用いた平行噴霧方式による 複数クロスの同時界面処理手法を提案し、その強化効果を定 量的に調べた.成形した GFRP 材の引張試験を行い、負荷応 力とクラック数の関係からクラック抑制効果を調べた.その 結果、section1 では浸漬法と比較しても同等かそれより良好 なクラック抑制効果が確認できた.しかし、section2 では、 効果の確認は出来たが、浸漬法と比較しても効果が薄く、 section3 においては効果が確認できなかった.以上より、ノ ズル部より距離が離れすぎなければ、複数枚の同時処理が可 能であることにより、処理効率の向上が見込めるだけでなく、 予備成形された型内部のプリフォームにも表面処理を行う ことが出来ると考えられる.今後は同時処理積層枚数と流量 や時間を変化させ同時処理枚数の最適な条件を調べていき たい.

#### 文献

- (1) "シランカップリング剤", 東レ・ダウコーニング㈱, (2008).
  (2) 川原村敏幸, "ミスト CVD 法とその酸化亜鉛薄膜成長へ
- の応用に関する研究" 京都大学学位論文(2008), pp.21-37.
  (3) 野崎裕平ほか, "ミスト法による界面処理を行った GFRP の損傷特性", 中国四国学生会 第46回学生員卒業研究 発表講演会(2016).



Fig.3 Photograph of side view of textile GFRP laminates under tensile load of 5kN



Fig.4 Relationship between stress and number of cracks of GFRP specimen (section 1)



Fig.5 Relationship between load and number of cracks of GFRP specimen (section 2)



Fig.6 Relationship between stress and number of cracks of GFRP specimen (section 3)