

CNF を添加した FRP 積層板の曲げ機械特性

Bending property of FRP toughened by CNF

航空宇宙工学コース

先端機械・航空材料工学研究室 1235097 井上 光

1. 緒言

近年、FRP の疲労強度と向上のため母材にナノサイズの繊維や粒子を添加し FRP の強化を図る研究が盛んに行われている⁽¹⁾。代表的なものとして、CNT(Carbon Nano Tube)や Nano Clay, CNF(Cellulose Nano Fiber)があげられる。中でも CNF は繊維幅約 3nm の超極細繊維で、鉄の約 1/5 の軽さで鉄の約 5 倍の強度を持つ天然繊維であり、資源も豊富であるため、特に注目を集めている。

CNF を樹脂に混合して FRP の機械特性を向上させる研究が行われている。これに対して我々はこれまで、ガラス繊維表面に CNF を添加することにより、ガラス繊維/樹脂の界面強度が向上することを明らかにしてきた。本研究では、繊維への CNF 添加がガラスクロス積層板の疲労強度に与える影響を明らかにするために、疲労試験を行った。

2. 材料

本研究では、平織ガラスクロス(繊維直径 9.3 μ m, 目付 104g/m², ガラス密度 2.6g/cm³)エポキシ樹脂(主剤:ARALDITE LY5052, 硬化剤:ARADUR 5052 CH)を用いた。ガラス繊維には製造段階でサイジング剤が施されているため、それを除去する必要がある。そのため、今回は 350 $^{\circ}$ C のマッフル炉で 1 時間熱処理をし、冷却後アセトン、イソプロパノール、精製水の順で各 10 分間超音波洗浄を行った。CNF は高知県産産業技術センターのパルプから精製された 2wt% の CNF を用いた。

3. 実験方法

3.1 試験片の製作

図 1 に試験片の作製方法を示す。本研究では最初に、VaRTM (Vacuum-assisted Resin Transfer Molding) 法を応用して CNF をプリフォームに含浸させて表面処理を行い、その後再び VaRTM 法により樹脂を含浸させた。長さ 145mm, 幅 105mm のガラスクロスに 40 枚積層したプリフォームを用意した。最初の表面処理工程では CNF 分散水を含浸させ、含浸後 60 $^{\circ}$ C の乾燥炉で 3 時間乾燥させ、水分を除去した。

樹脂含浸工程では、表面処理されたプリフォームを真空バッグ内に設置した。このとき、上表面の平滑化のために真空バッグに天板を追加した。真空引きでエポキシ樹脂を含浸させて、常温常圧下で 20 時間かけて硬化させ、その後 80 $^{\circ}$ C のマルチオープンで 2 時間硬化させた。硬化後、FRP 板をファインカッターで全長 90mm, 幅 15mm, の短冊状に切り出し、試験片を作成した。なお、成形後の試験片厚さは約 4mm となった。

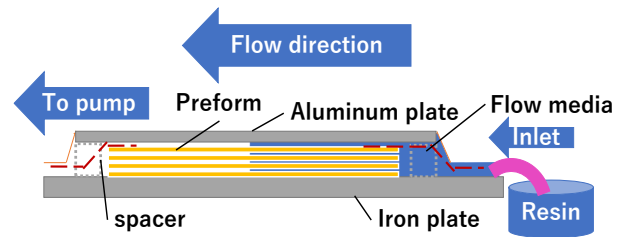


Fig.1 Impregnation process of CNF dispersed water and resin by VaRTM.

3.2 3点曲げ疲労試験

支点間距離 60mm, 圧子直径 ϕ 6mm の治具を使い、静的および疲労 3 点曲げ試験を行った。静的試験では、変位制御 (2.5mm/min.) で負荷を加えて、荷重および負荷点変位を測定した。

疲労試験では、応力比 0.1, 周波数を 5Hz として荷重制御で試験を行った。また最大応力を三点曲げ静的試験の無処理 (0%)での強度 440MPa の 90%(404MPa), 80%(352MPa), 70%(308MPa)とした。

4. 結果と考察

4.1 CNF 濃度が試験片の製造に与える影響

CNF 濃度が 0.1%までは試験片厚さは 4 \pm 0.1mmであったが、CNF 濃度 0.5%では 4.3mm と厚くなった。これは CNF 分散水の粘度上昇によって、含浸時にプリフォームが膨らんだためだと考えられる。また、含浸・乾燥工程後のプリフォームは、CNF によって繊維束間および層間が接合され、特に濃度 0.1%以上ではプリフォームが一体化していた。このことから、CNF 濃度が高い場合は CNF 含浸処理後のプリフォームを変形させることは難しく、プリフォームの予備成形の段階で CNF を含浸させる本手法が有効であると考えられる。

4.2 3点曲げ静的試験

3点曲げ静的試験から得られた各条件の最大曲げ応力を図 2 に示す。図より、無処理のものと比較して CNF 濃度が 0.1%までは曲げ強度が向上するが、0.5%では逆に強度が低下することが分かった。濃度 0.1%では約 5%の曲げ強度の向上が見られた。一方で濃度 0.5%での強度低下の一因として、CNF 濃度 0.5%ではプリフォームが厚くなるため Vf が低下したことが考えられる。

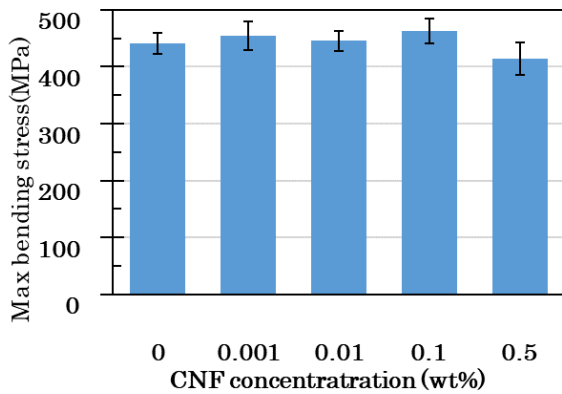


Fig.2 Maximum bending stress of GFRP treated by CNF.

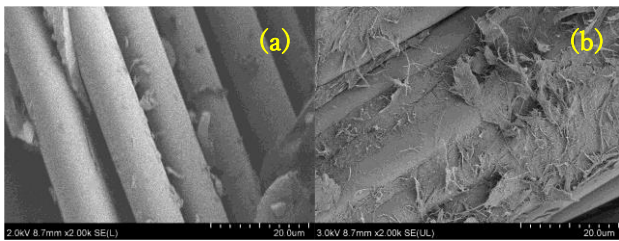


Fig.3. SEM images of fracture surfaces of GFRP after static 3point bending test. (a)0.1%, (b)0.5% CNF

CNF の表面処理が曲げ強度に与える影響をより詳細に調べるために、FE-SEM を用いて破断後の試験片観察を行った。図3に破面の様子を示す。CNF 濃度 0.1% (図.3(a)) の写真では、ガラス繊維表面に CNF を含む樹脂塊を確認することができ、繊維/樹脂の界面強度が向上していることが分かる。一方で CNF 濃度 0.5% (図.3(b)) の写真では、ガラス繊維をまたぐように樹脂を含まない CNF 層が確認された。これは CNF が繊維上に堆積し緻密になり、樹脂の含浸を妨げたと考えられる。この未含浸の CNF 層は脆性的な破壊を示すと考えられ、濃度 0.5%での強度低下の一因であると思われる。

4.3 3点曲げ疲労試験

3点曲げ低サイクル疲労試験から得られた CNF 濃度 0, 0.001, 0.01, 0.1%試験片の S-N 線図を図4に示す。図より、濃度が上がるほど破断回数が増加する傾向がみられた。0%の無処理の試験片については破断回数のバラツキが大きく、濃度が上がるほどバラツキが小さくなった。これはポイドの影響が無処理の場合は大きい、CNF 添加によってプリフォームの繊維束が結合されると、ポイドの影響が小さくなるためではないかと考えられる。

最大負荷応力 396MPa での場合には、0.1%にて疲労寿命は約 1.4 倍、352MPa では約 5 倍の向上となった。しかし、負荷応力 308MPa では0%と0.1%の疲労寿命にはあまり違いがみられなかった。濃度 0.001%の試験片は無処理よりも疲労寿命が向上する傾向を示したが、0.01%の試験片ではバラツキが小さくなるものの、強度の向上はあまり見られなかった。

図5、図6に疲労試験後の破面の様子を示す。写真に示されているのは繊維束と樹脂の剥離箇所である。図5(a)、図6(a)は無処理の剥離面であり、繊維には樹脂が付着していないことがわかる。一方で図5(b)、図6(b)ではガラス繊維表面に CNF を含む樹脂塊が確認された。これより、疲労試験においても、繊維/樹脂界面の界面強度が向上していることがわかる。これによって界面の損傷進展が抑制されて、疲労寿命が向上したと思われる。

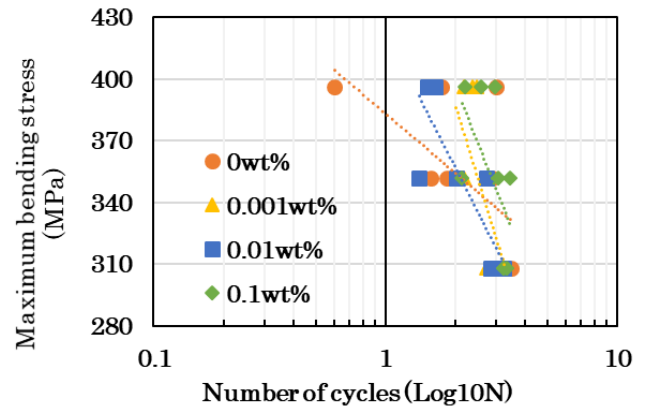


Fig.4 Fatigue life of Glass/Epoxy interface-treated by CNF

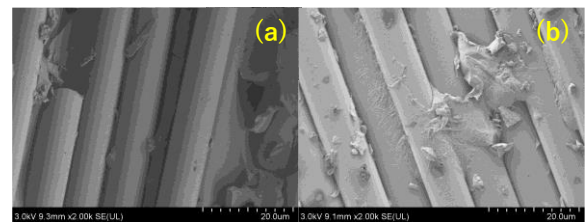
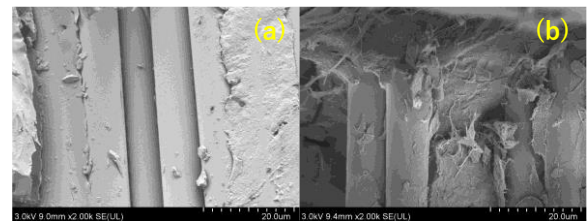


Fig.5. SEM images of fracture surfaces of GFRP after fatigue test under 404MPa maximum stress. (a)0%, (b)0.1% CNF



これまで、数%～数十%という高い割合で樹脂にナノ素材を混ぜ込む研究²⁾がある中で、0.1%という低い濃度でも強度向上に効果があることが分かった。本実験中最も濃度が高い0.1%にて強度向上効果が表れたことから、今後さらに濃度を上げての試験を行っていきたく考えている。

5. 結言

本研究では以下の結果を得た。

- (1) VaRTM 法を用いてガラスプリフォームに界面処理を施した GFRP の静的曲げ強度は CNF 濃度 0.001%～0.1%間向上し最大約 5%向上したが、CNF 濃度 0.5%では曲げ強度が減少した。
- (2) GFRP の低サイクル疲労寿命については、CNF 濃度の上昇とともに疲労寿命が向上する傾向がみられた。

謝辞

本研究を行うにあたり、CNF を提供していただいた高知県立紙産業技術センターの皆様、ご指導いただいた岐阜大学 仲井朝美教授ならびに、京都工芸繊維大学 大谷章夫准教授に深く感謝申し上げます。

文献

- (1) 林研太 大窪和也 小武内清貴 “母材へのナノ繊維添加による CFRP の界面接着強度および機械的特性の改善” 接着学会誌 Vol.54 No.11 (2018)pp. 402～409
- (2) Yan Tian, Hui Zhang, Zhong Zhang, ”Influence of nanoparticles on the interfacial properties of fiber reinforced-epoxy composites” Composites: Part A 98 (2017) pp1-8