

卒業論文要旨

CNF を添加した GFRP の破壊進展特性

システム工学群

先端機械・航空材料工学研究室 1220015 井出 翔太

1. 緒言

近年、ナノ素材を用いた FRP の強化に関する研究が多くなされている⁽¹⁾。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。

従来の研究では、樹脂にナノフィラーを添加するものが多かったが、成形難易度が上がるという欠点があった。これに対して、先行研究では CNF を繊維表面に重合することで、繊維・樹脂界面の強化が可能であることを示してきた⁽²⁾。

そこで本研究では、CNF 水溶液を用いてガラス繊維プリフォームに表面処理を施し、その後成形した GFRP 積層板について、層間破壊じん性と疲労強度の向上を試みた。

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°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 は高知県紙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

長さ 135mm, 幅 105mm のガラスクロスに 40 枚積層したプリフォームを使う。分散性向上のために超音波処理を行った CNF 水溶液(濃度(0.05, 0.075, 0.1wt%))を表面処理液として準備した。本研究では CNF 水溶液をスプレー法によりプリフォームに散布し、また予き裂形成のために層間の一部にテフロンシート(厚さ 50 μ m, PTFE)を挟んで重ね合わせた。その後加圧用にアルミ板(125 x 100 x 5mm³)をプリフォームに載せて、VaRTM (Vacuum assisted Resin Transfer Molding) 成形法を用いて樹脂を含浸させた。図 1 に、VaRTM 成形法を示す。

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°C のオーブンで 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。

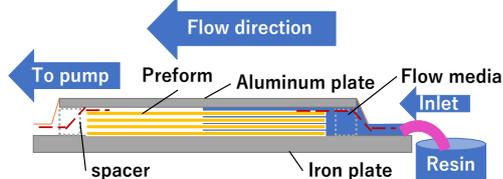


Fig. 1 Impregnation process of CNF dispersed water and resin by VaRTM.

3.2 ENF 試験

GFRP 複合材の層間破壊靱性 GIIC の耐性を評価するため、10kN の島津オートグラフ AGS-X (日本) を用いて ENF 試験を行った。試験片は 120 x 25 x 4 mm³ の寸法に切断し、3 点曲げモードで PTFE フィルムの先端と負荷ローラーの中心の間に 20 mm の一定の距離を置いた(図 2 参照)。クロスヘッドの速度は 2mm/min とし、非接触ビデオ式伸び計を用いて荷重-変位を記録した。GFRP 複合材の層間破壊じん性は、JIS K7086 に準拠して、以下の式 (1) および (2) を用いて、臨界エネルギー解放率 G_{IIC} を計算することにより求めた。

$$G_{IIC} = \frac{9P_c^2 a^2 C}{2B(3a^3 + 2L^3)} \quad (1)$$

$$a = \left[\frac{C}{C_0} a_0^3 + \frac{2}{3} \left(\frac{C}{C_0} - 1 \right) L^3 \right]^{\frac{1}{3}} \quad (2)$$

ここで、 P_c は荷重-変位データから求められる臨界荷重を示し、 a と a_0 はそれぞれ臨界荷重時のき裂長さとして初期き裂長さを示している。 C (δ_c/P_c) は臨界荷重時のコンプライアンス、 C_0 はき裂進展前の線形弾性変形内のコンプライアンスである。また、 L および B は、それぞれスパンの半分の長さおよび試験片の幅を表す。無処理の複合材および CNF 処理した複合材積層板について、少なくともそれぞれ 3 つの試験片を用いて試験を行った。

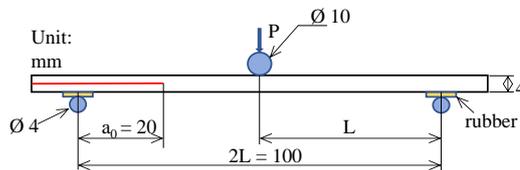


Fig. 2 Specimen setup

3.3 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。また最大静荷重を 1.14kN, 最大応力を 422MPa とし、70%(295MPa), 60%(253MPa), 50%(211MPa) の 3 条件で応力を作用させた。無処理の複合材および CNF 濃度 0.05wt% の複合材積層板について、少なくともそれぞれの条件で 6 つの試験片を用いて試験を行った。

4. 結果と考察

4.1 ENF 試験

無処理の複合材および CNF 処理した複合材積層板の荷重-変位曲線を図 3 に示す。変位 3mm 程度までに見られる非線形性はジグの影響であり、それ以降は変位 6mm 程度までは荷重と変位の間に直線的な関係が見られた。その後き裂が進展

を開始し、最大荷重まで安定したき裂の進展が見られた。そして、不安定な亀裂の進展により荷重が急激に低下して破壊した。最大荷重は CNF 濃度 0.05% で 926N、0.075% で、895N となり、無処理の最大荷重 881N よりも増加した。一方で CNF 濃度 0.1% の積層板では、最大荷重が 783N へと大きく減少することが分かった。

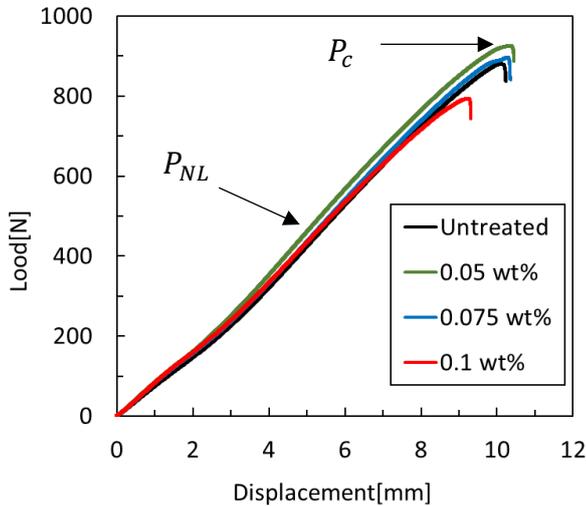


Fig. 3 Load vs displacement curves of GFRP composite laminates

荷重-変位曲線から、非線形点での荷重(P_{NL})と最大荷重(P_c)を用いて、き裂発生時 (G_{IIC} initiation) とき裂進展時 (G_{IIC} propagation) の層間破壊靱性を求めた。その結果を図 4 に示す。

CNF 濃度 0.075wt%までの G_{IIC} は、無処理の G_{IIC} よりも高いことがわかる。0.05 および 0.075wt%の複合材の G_{IIC} initiation はわずかに増加したが、 G_{IIC} propagationは大幅に改善された。0.05 および 0.075wt%の G_{IIC} propagationは、無処理と比較して、それぞれ 28% および 19% 改善した。0.05wt% と 0.075wt% で G_{IIC} が向上したのは、CNF 処理により繊維/樹脂界面強度が向上し、また CNF/エポキシ層が強硬化するためであると考えられる。0.075wt% で G_{IIC} がやや減少したのは、CNF の増加で樹脂の含侵性が部分的に悪化し、未含侵部が生じた可能性がある。0.1wt% で G_{IIC} が大きく減少したのは、CNF のコーティング層が厚くなることで樹脂の層間付近の強化繊維への含侵性が大きく悪化したためであると考えられる。

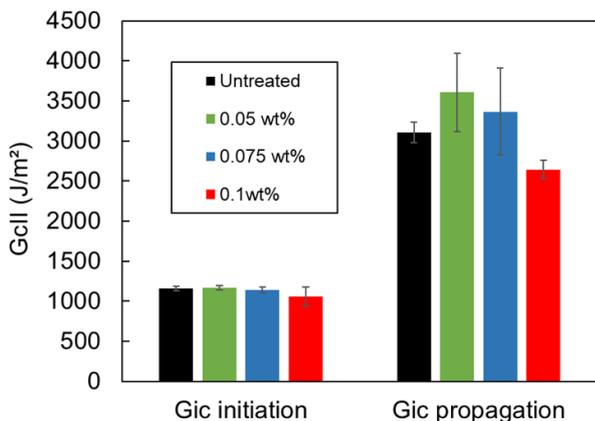


Fig. 4 Interlaminar fracture toughness of GF/EP

4.2 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, 0.05wt% GFRP の S-N 線図を図 5 に示す。

図より、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 0.05wt%では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ですが、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。

濃度 0.05wt%にて、最大負荷応力が静的強度の 70% (295MPa)の場合には、0.05wt%にて疲労寿命は約 2.2 倍、50%(211MPa)では、2.8 倍の向上となった。しかし、60%(253MPa)では、0.05wt%にて破断回数が減少し、我々の予想とは異なる結果となった。これは、最大負荷応力 60%について、0.05wt%の試験片のセッティングに何らかの問題があったことが原因だと考えられる。しかし全体を近似線で見ると、破断回数の増加が見られた。

以上から、CNF を表面処理することにより、疲労強度の向上が見込めることが分かった。

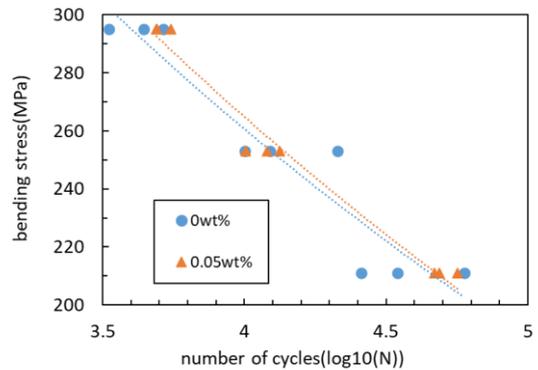


Fig. 5 Fatigue life of GFRP treated by CNF

5. 結言

本研究では CNF 水溶液を用いてガラス繊維プリフォームに表面処理を施し、その後成形した GFRP 積層板について、ENF 試験および疲労試験を行い、以下の結果を得た。

- (1) CNF 水溶液を用いてガラス繊維プリフォームに表面処理を施した、GFRP のモードII層間破壊靱性は CNF 濃度 0.05wt%で最も向上したが、CNF 濃度 0.1wt%では分散性の悪化により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 界面処理により FRP の疲労強度が向上し、また疲労寿命のばらつきが低減した。

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へ感謝いたします。

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) Sarr M. M. , Inoue, H. and Kosaka, T. , "Study on the improvement of interfacial strength between glass fiber and matrix resin by grafting cellulose nanofibers", Compos. Sci. Tech. , 211 (2021) pp. 108853.