

卒業論文要旨

CNF を付着した強化材を用いた GFRP のモード I 層間疲労き裂進展挙動

システム工学群

材料強度学研究室 1250047 金尾 瑞穂

1. 緒言

樹脂を母材とし、ガラス繊維を強化材として用いるガラス繊維強化プラスチック(GFRP)は、軽量で高い比強度、比剛性を有しており、機器の軽量化などを通じて環境負荷低減に有効な材料である。一般的に、GFRP はガラス繊維クロスを積層し、樹脂を含浸させた後に加圧、加熱を行い作製される。しかし、その作製方法に起因して、GFRP は層間剥離が生じやすいという課題を抱えている。繊維-樹脂界面強度の向上を図るため、ガラス繊維にセルロースナノファイバー(CNF)を付着させ、GFRP の機械的性質を向上させる研究が行われている。先行研究より、この手法で作製した GFRP では疲労強度が向上することが確認されている。

本研究ではガラス繊維に 2 種類の方法で CNF を付着させ、モード I 疲労き裂進展試験を行い、疲労き裂進展挙動に及ぼす CNF の影響について調査した。

2. 材料および実験方法

2.1 材料

GFRP 試験片の作製にあたって、本研究ではマトリクス樹脂としてエポキシ樹脂 jER 801N(三菱ケミカル株式会社)、硬化剤にダイトクラール 3080(大都産業株式会社)を用いた。主剤と硬化剤の混合割合は重量比で 100 : 42.5 とした。また、強化材として平織ガラスクロス(日東紡 KS2750、繊維直径 9.3 μm 、目付 104 g/m^2 、ガラス密度 2.6 g/cm^3)を用いた。CNF は高知県紙産業技術センター提供の 2.0 wt%CNF スラリーを精製水で希釈し、十分攪拌したものを使用した。

2.2 試験片作製

平織ガラスクロスを 150 mm $\times$ 150 mm に切り出し、これに CNF 水溶液をスプレーした。この際、2 種類の方法で付着させた。まず、30 枚のガラスクロスそれぞれに CNF 水溶液を吹き付け、自然乾燥させた。これを Type A とする。次に、き裂伝ば試験における伝ば経路となる中間層のガラスクロス 2 枚のみに水溶液を吹き付け、重ねて圧縮しながら乾燥炉で 60 $^{\circ}\text{C}$ 、3 時間乾燥させた⁽¹⁾。これを Type B とする。なお、CNF 水溶液の濃度を 0.1、0.2 wt% と変更した。

前述の方法で作製したガラスクロスをそれぞれ 30 枚積層し、プリフォームとした。なお、予き裂導入のため、積層中心の 15 枚目、16 枚目の間にカプトンシートを挿入した。これらのプリフォームに対し、樹脂を含浸させる方法として VaRTM 法(Vacuum assisted Transfer Molding)を用い、GFRP を作製した。成形の模式図を図 1 に示す。離型剤を塗布したステンレス鋼板の上にプリフォーム、ピールブライ、フローメディアの順で重ね、真空パックとシーラントテープを用いてパッキングした。主剤と硬化剤を混合、攪拌した後に脱泡し、真空ポンプを用いてプリフォームに含浸させた。48 時間程度常温で硬化させた後、乾燥炉を用いて 80 $^{\circ}\text{C}$ 、3 時間でポストキュアを行った。

ポストキュア後、図 2 に示す寸法で GFRP 板をダイヤモンドカッターで切断した。500 番および 1000 番のエメリー紙で研磨した後、モード I 負荷のための蝶番を接着した。カッターナイフを用いてカプトンシートを挿入した層間に予き裂を 20~25 mm 導入し、試験片とした。なお、厚さはいずれも $t = 3.5 \sim 3.7 \text{ mm}$ であった。

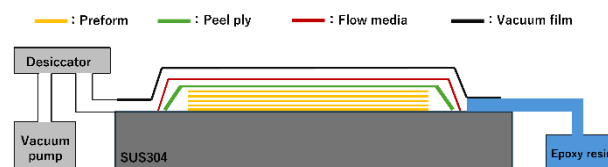


Fig.1 Schematic illustration of VaRTM process

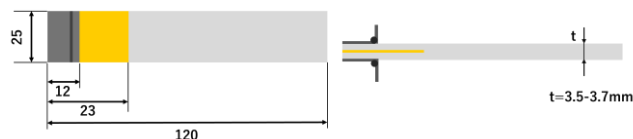


Fig.2 Double Cantilever Beam (DCB) specimen for crack growth tests

2.3 試験方法

油圧式疲労試験機(EHF-F1、島津製作所)を用いて、荷重比 0.1、繰返し速度 2 Hz、正弦波状負荷、変位制御の試験条件でモード I 疲労き裂進展試験を行った。き裂長さおよびエネルギー解放率範囲 ΔG_I はコンプライアンスから導出した。

3. 実験結果および考察

3.1 疲労き裂進展速度

CNF を付着させていないガラス繊維を使用した試験片(UP 材)の疲労き裂進展試験の結果を図 3 に示す。UP 材においては、 $da/dN - \Delta G_I$ 関係はかなりばらつきが生じ、一つの式でこの関係を表すことは困難であった。UP 材の $da/dN - \Delta G_I$ プロットの範囲を赤色の破線で示したが、伝ば速度の低い領域でのばらつきが大きい傾向にあった。

CNF を Type A でガラス繊維に付着させた場合の $da/dN - \Delta G_I$ 関係を図 4 に示す。比較のため図 3 に示した UP 材の結果を破線で示した。UP 材と同様に $da/dN - \Delta G_I$ 関係のばらつきが大きい。0.1 wt%CNF を Type A で付着させた場合の $da/dN - \Delta G_I$ プロットは、ほぼ UP 材のデータの分布範囲と同様であったが、0.05、0.2 wt%の CNF 濃度の場合、伝ば速度の高い領域までプロットが広がり、き裂伝ば抵抗が低下する傾向にあった。

引張り圧縮の疲労試験において、本材料の引張り圧縮疲労強度は、CNF を付着させると疲労強度が向上することが確認されている。しかし、CNF の濃度を 0.2 wt%まで高くすると

その効果が低くなることが分かっている。層間でのき裂伝ばに関しては、0.1 wt%CNF を付着させると UP 材と同程度の $da/dN - \Delta G_I$ プロットが得られ、0.05, 0.2 wt%CNF を付着させると伝ば抵抗が低下するという結果となった。

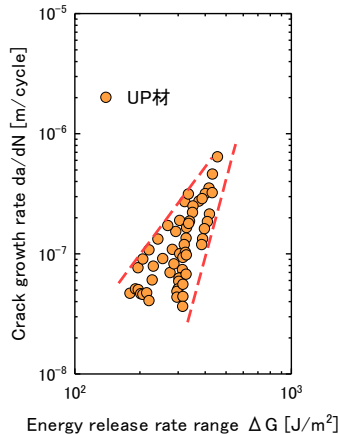


Fig.3 Mode I crack growth rate in UP

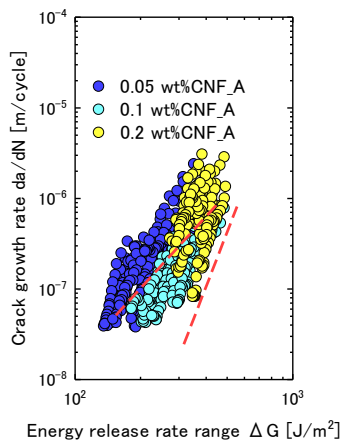


Fig.4 Mode I crack growth rate using Type A

0.1 wt%CNF を付着させる時の付着方法の比較を図5 に示す。Type B においても $da/dN - \Delta G_I$ 関係のばらつきは大きかった。また、伝ば速度は Type A に比べて 1 桁程度高くなった。Type B ではガラスクロスを重ねて加圧した状態で乾燥させた。これは、層間の CNF による結合強化の意図があったが、逆に伝ば抵抗を低下させる結果となった。現段階では詳細なメカニズムは不明である。

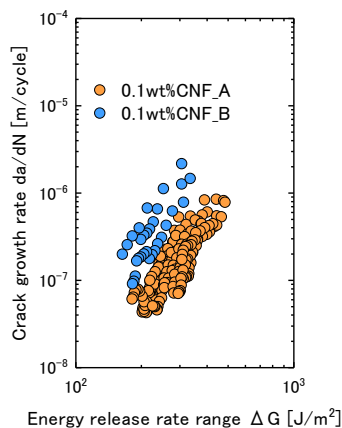


Fig.5 Fracture surface observation on Type A

3.2 破面観察

図6 に Type A における 0.05 wt%材, 0.1 wt%材, 0.2 wt%材の 300 J/m² 付近の樹脂側の破面を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した結果を示す。いずれの濃度の破面においても、ガラス繊維と樹脂界面と樹脂部分でき裂が進展した様相が見られた。また、界面に CNF が付着していることが確認された。

0.05 wt%材において、図6(b)に示すように低倍率で確認できるほど気泡が混入していることが確認された。これは、他のいずれの濃度の試験片においても見られなかった特徴である。0.05 wt%材を作製した9月中旬から下旬は気温が高く、含浸時に樹脂の流入速度が速くなり、気泡が混入した可能性が考えられる。

0.2 wt%材においては、CNF が多く見られ、図6 (d)に示すように樹脂が割れた跡や明瞭でない部分が観察された。

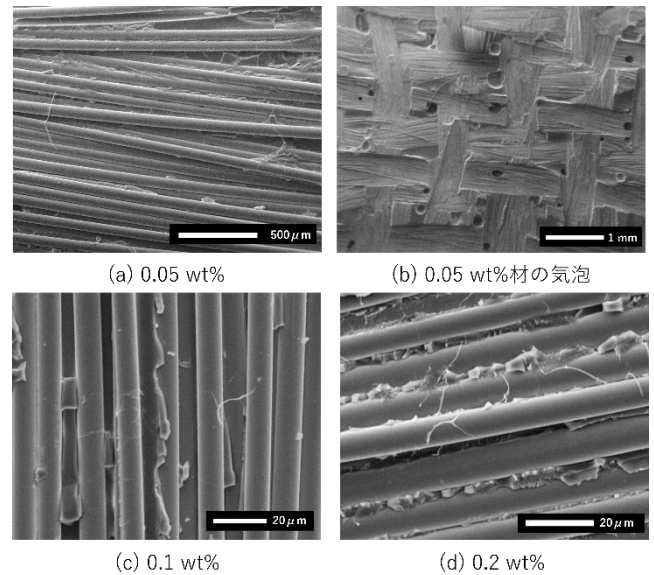


Fig.6 Fracture surface observation on Type A

4. 結言

ガラス繊維に2種類の方法でCNFを付着させて成形したGFRP積層板のモードI層間疲労き裂進展挙動について調査した。得られた結論を以下に示す。

- (1) 作製したGFRP板において、 $da/dN - \Delta G_I$ 関係は大きくばらつき、一つの指数則で表すことは難しかった。特にき裂進展速度が低い時、そのばらつきが著しくなることが分かった。
- (2) Type A で 0.1 wt%CNF を付着させた材料の $da/dN - \Delta G_I$ 関係は UP 材の分布とあまり差異はなかった。
- (3) 同一き裂進展速度で比較した際、0.05 および 0.2 wt%CNF を付着させたものは UP 材よりき裂進展抵抗が低下し、ばらつきも大きく生じることが分かった。
- (4) Type B で作製したGFRPではType Aで作製したものと比較した際、き裂進展抵抗が著しく低下した。
- (5) 破面観察の結果、き裂がガラス繊維と樹脂界面を進展し、界面にCNFが付着していることが確認された。

参考文献

- (1) Mouhamadou Moustapha Sarr, Tatsuro Kosaka “Effect of cellulose nanofibers on the fracture toughness mode II of glass fiber/epoxy composite laminates, Heliyon, Volume 9(2023), e13203