

# 卒業論文要旨

## CNF を添加したエポキシ樹脂接着剤による SLJ 接着継手の引張りせん断強度

### Tensile Shear Strength of SLJ Adhesive Joints Using Epoxy Resin Adhesive with CNF

システム工学群

材料強度学研究室 1250096 高柳 太一

#### 1. 緒言

近年、自動車や航空機などの産業分野で、二酸化炭素の排出量削減のため、軽量化が進められている。これらの組み立てにおいて従来用いられてきた溶接や機械的締結法では、加熱や加圧による母材の変形、重量の増加、穴あけなどによる応力集中の発生が予想される。これに対し、接着接合を用いることで、軽量化が図れ、さらに応力集中の低下や剛性の向上、異種材料間の電位差によって生じるガルバニック腐食を防止できる。しかし接着剤自体の破壊靱性が低く、信頼性が十分でないといったデメリットがある。

上記の課題を解決するため、補強材を加えることが注目されている。このような補強材として CNF(Cellulose Nano Fiber) が注目されている。CNF の特徴として、鋼鉄の 5 分の 1 の軽さで約 5 倍の強度を持っている。また CNF は植物由来の素材であるため、再生型資源として身近なものから手に入れることが可能である。しかし、CNF は本来親水性の素材であるため、疎水性の接着剤に分散しにくいという欠点がある。近年は疎水性の材料にも対応できるよう粉末状の CNF も開発されているが、樹脂に CNF を添加した研究事例はあっても、接着剤に CNF を添加した研究事例はあまりない。

本研究では、CNF を添加したエポキシ樹脂接着剤を使用し、バルク材と単純重ね合わせ接着継手(SLJ)を作製し、CNF の添加が強度と剛性に及ぼす影響について、静的引張試験を実施することによって調査した。

#### 2. 材料および実験方法

##### 2.1 材料および試験片

本研究で使用した被着体としては板厚 1.5 mm のアルミニウム合金 A2017 である。A2017 の機械的性質を表 1 に示す。接着剤には熱硬化性の 2 液型エポキシ樹脂接着剤の Araldite2011 を使用した。さらに、CNF は疎水性の接着剤に分散させやすくするため、粉末状の CNF である BiNF-i-s cellulose を使用した。CNF の添加量はバルク材の場合は 0 および 1.0 wt%，SLJ の場合は 0, 0.5 および 1.0 wt% である。

Table.1 Properties of the A2017 adherend.

| Young's modulus [GPa] | Poisson's ratio [-] | Tensile strength [MPa] | 0.2% proof stress [MPa] |
|-----------------------|---------------------|------------------------|-------------------------|
| 68.9                  | 0.35                | 396                    | 298                     |

本研究では CNF を添加したエポキシ樹脂接着剤の機械的特性を求めるためバルク試験片と単純重ね合わせ接着継手(SLJ)を作製した。図 1 に本研究で用いた SLJ 試験片の形状および寸法を示す。A2017 については接着部分を #500 のエメ

リー紙で手動研磨したものと、サンドブラスト処理したものの 2 種類を使用した。接着剤は、主剤と硬化剤を 1:0.8 の割合で混合した。また、CNF は主剤に添加した後に超音波ホモジナイザーを用いて超音波分散を行った。分散時間はバルク材の場合は 5 分間と 10 分間、SLJ の場合は 10 分間行った。乾燥炉を用いて 70°C、1 時間保持の条件で硬化させた。硬化後、接着部から出てきた余分な接着剤はスクレイパー等を用いて除去した。

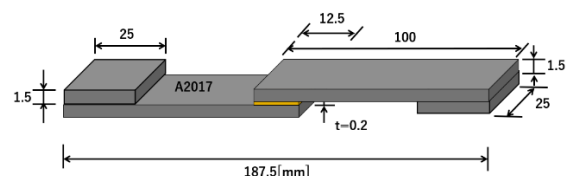


Fig.1 Configuration of SLJs specimen.

#### 2.2 実験方法

万能試験機 AG-100kNG(容量 100 kN)を用いて、クロスヘッド変位速度 0.5 mm/min 条件で静的引張試験を実施した。実験時の温度は室温とし、引張荷重をバルク材または SLJ が破壊するまで負荷した。試験結果から CNF を添加することによる機械的特性の影響について調査した。

#### 3. 結果および考察

##### 3.1 接着バルク材の機械的特性

CNF を 1.0 wt% 添加したバルク材について得られた縦弾性係数および引張り強さを図 2 に示す。CNF を添加することで縦弾性係数は CNF 無添加と比較してそれぞれ 28.8 %, 32.5 % 増加した。

またポアソン比は分散時間 5 分間の時が最も大きく、非添加材と比べて 23.8 % 増加した。しかし、引張り強さに関しては CNF の有無による大きな差は見られなかった。なお破断時のひずみに関しては CNF を添加し分散時間を長くすることによって最大 165.8 % 伸びた。

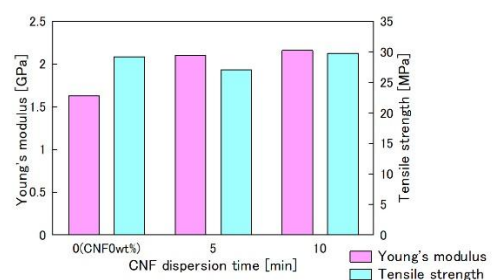


Fig.2 Young's modulus of bulk specimens.

### 3.2 SLJ 引張りせん断強度

SLJ の静的引張試験においては負荷荷重を接着面積で除して平均せん断応力を求めた。破断時の平均せん断応力を引張りせん断強度 $\tau_f$ と定義した。荷重変位線図の一例を図3に示す。 $\tau_f$ は手動研磨処理の場合、0 wt%から順に 8.57, 10.6, 10.6 MPa である。サンドブラスト処理の場合は 13.2, 17.3 MPa である。 $\tau_f$ は手動研磨処理、サンドブラスト処理の両方で CNF を添加することによってそれぞれ 23.7 %, 31.1 %増加した。 $\tau_f$ が向上した要因としては、CNF を添加したことでバルク材の延性と縦弾性係数が向上したからだと考えられる。SLJ の破断時の変位も CNF を添加することでそれぞれ 45.4 %, 27.8 %増加した。しかし、CNF の添加割合を 0.5 wt%から 1.0 wt%に増やしても引張りせん断強度や破断時の変位に大きな差が見られなかった。また、表面処理の違いから比較すると、引張りせん断強度はすべての CNF の添加割合でサンドブラスト処理のほうが大きくなった。これは破壊形態の違いによるものであると考えられる。SLJ 破断後の接着界面を図4に示す。手動研磨処理の場合はすべての試験片で界面破壊だったが、サンドブラスト処理の場合はほとんど凝集破壊だったため、引張りせん断強度が大きくなったと考える。

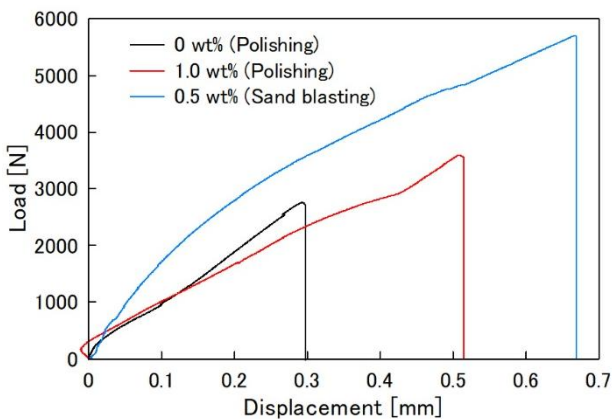


Fig.3 Load-displacement diagram.



(a) 0.5wt% (Manual polishing process) (b) 0.5wt% (Sand blasting process)

Fig.4 Fracture surface.

### 3.3 ワイブルプロットによる故障確率

SLJ による静的引張試験で得られた結果からワイブルプロットを作成した。ワイブルプロットを図5に示す。

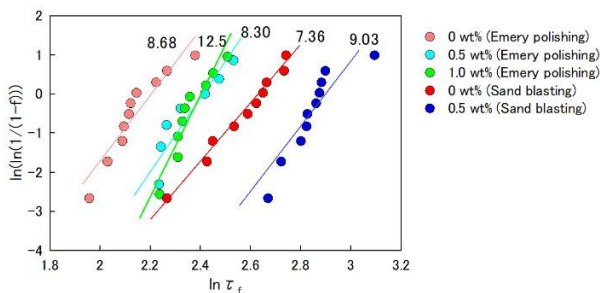
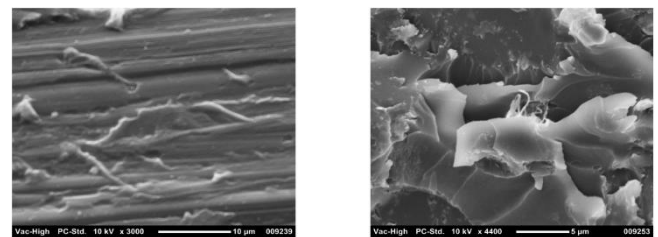


Fig.5 Weibull plot

図中の数値はワイブル分布における形状母数を表している。形状母数は5種類の間で大きな差が見られた。サンドブラスト処理の場合は2母数のワイブル分布に従うが、手動研磨処理の場合はこれから逸脱する傾向が見られる。この原因としては破壊形態が界面破壊であったためだと考えられる。

### 3.4 破面観察

各 SLJ の破面を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察したときの図を図6に示す。SEM 観察においてエポキシ樹脂に CNF が付着している箇所が見られた。またエポキシ樹脂に小さな穴が複数見られる。これは CNF によって発生した穴であると考えられる。このような補強材によってできた穴は、機械的特性を向上させる要因であると Amit Chanda らの論文<sup>[1]</sup>で明らかになっている。また(b)の試験片では他の試験片と比較して CNF がより顕著に見られた。これは CNF を 0.5 wt%添加したサンドブラスト処理の試験片はほとんど凝集破壊だったため、CNF が樹脂の破壊に大きく抵抗したためだと考える。



(a) 0.5wt% (Manual polishing process) (b) 0.5wt% (Sand blasting process)

Fig.6 Fracture surface observation by SEM.

### 4. 結言

本研究で得られた結果を以下に示す。

(1) バルク材は CNF を 1.0 wt%添加することで縦弾性係数が最大 29.7%向上した。また破断時のひずみも CNF を添加することで最大 165.8 %向上した。しかし引張強度については CNF を添加してもあまり変化が見られなかった。

(2) SLJ については CNF を添加すると、引張りせん断強度が手動研磨処理は 23.6 %, サンドブラスト処理は 31.5 %向上した。また破断時の変位もそれぞれ 42.5 %, 28.5 %向上した。しかし、CNF の添加割合を 0.5 wt%から 1.0 wt%に増やしても引張りせん断強度や破断時の変位に変化が見られなかった。

(3) SLJ の静的引張試験の結果からワイブル分布を作成すると、形状母数に大きな差が見られた。また、サンドブラスト処理の場合は2母数のワイブル分布に従うが、手動研磨処理の場合はすべての試験片で界面破壊であったため、2母数のワイブル分布から逸脱する傾向が見られた。

(4) SLJ 破断後の接着界面を SEM で観察すると、エポキシ樹脂に CNF が付着している箇所が見られた。また CNF の添加割合が 0.5 wt%の時は、エポキシ樹脂に CNF によって発生した穴が見られた。さらに、凝集破壊が見られた SLJ の場合 CNF がより顕著に見られた。

### 参考文献

[1] Amit Chanda, Sujeet K. Sinha, Naresh V. Datla. "Fiber alignment and mode-mixity effects on fracture behavior of CNF/ epoxy nanocomposite adhesive joints" Composites Part B 247 (2022) 110341