

CNF を付着させたガラス繊維で強化した GFRP のモード I 疲労き裂伝ば挙動 Interlaminar fatigue crack growth behavior of GFRP with grafting CNF onto the glass fiber under mode I loading

知能機械工学コース

材料強度学研究室 1275020 田中 秀平

1. 緒言

母材に樹脂、強化材にガラス繊維を用いたガラス繊維強化プラスチック (GFRP) は、複合材料の中でも比較的安価で、比強度および比剛性が高い。そのため、航空機や自動車などさまざまな分野で広く利用されている。近年、GFRP の機械的特性をさらに向上させることを目的に、ナノ材料を添加する研究が盛んに行われている。

セルロースナノファイバー (CNF) は、鉄の約 25 倍の比強度を有し、植物由来で資源量が豊富であることから、その利用が注目されている。従来の研究では、母材である樹脂に CNF を分散させて GFRP を強化する方法が数多く報告されている。本研究では、ガラス繊維上に直接 CNF を付着させる方法を採用した。この方法は、繊維と樹脂の界面を直接的に強化できる特徴があり、マイクロドロプレット試験や破壊靱性試験において、適切な濃度の CNF を添加することで繊維と樹脂の界面強度を向上させることが報告されている。さらに、先行研究では、引張疲労強度の向上に最適な CNF 添加量が存在することが明らかにされている。

一方で、GFRP の主な破壊形態は層間剥離であるため、この材料を用いた構造物の信頼性を確保するには、層間破壊挙動を十分に把握する必要がある。特に、繰り返し荷重下での疲労き裂進展挙動は、長期信頼性の観点から極めて重要である。

2. 材料および実験方法

2.1 材料

本研究では、平織ガラスクロス (日東紡 KS2750, 繊維直径 $9.3 \mu\text{m}$, 目付 104g/m^2 , ガラス密度 2.6g/cm^3) を強化材として使用した。また、マトリックスとしてエポキシ樹脂 jER 801N (三菱ケミカル株式会社) を用い、硬化剤にはダイトクラール 3080 (大都産業株式会社) を用いた。CNF は高知県紙産業技術センターより提供の 2 wt% スラリーを精製水で希釈して十分攪拌した水溶液として使用した。

2.2 試験片の作製

$150 \times 150 \text{mm}$ の大きさに切り出した平織ガラスクロスの両面に、CNF (セルロースナノファイバー) 水溶液を 2 種類の方法で付着させ、プリフォームを作製した。

まず、ガラスクロス 1 枚ごとに CNF 水溶液を 5 回ずつスプレーし、実験室環境下で 12 時間以上乾燥させた後、30 枚を積層してプリフォームとしたものを「手法 A」とする。次に、き裂が伝播する中間層の 2 枚のみに水溶液を吹き付け、30 枚を積層した状態で圧縮しながら、乾燥炉で 60°C , 3 時間乾燥させてプリフォームとしたものを「手法 B」とする。

予き裂を導入するため、積層の中心となる 15 枚目と 16 枚目の間に、厚さ $12.5 \mu\text{m}$ のカプトンシートを挿入した。また、CNF 水溶液の濃度は 0.05 wt%, 0.1 wt%, および 0.2 wt% の 3

種類とした。以下、これらのクロスを用いた材料については、それぞれ「0.2%材」などと記述する。また何も付着させていないものを「0%材」とする。

このプリフォームに対し、Vacuum assisted Resin Transfer Molding ; VaRTM 法を用いて GFRP を作製した。図 1 に模式的に示すように、離型剤を塗布したステンレス鋼板の上に、プリフォーム、ピールブレイ、フローメディアの順に重ね、真空フィルムとシーラントテープを用いてパッキングした。エポキシ樹脂と硬化剤を 1:0.425 となる重量割合で混合し攪拌、脱泡しこれを真空ポンプを用いてプリフォームに含浸させた。含浸後 24 時間常温で硬化させた。硬化後に、乾燥炉を用いて 80°C , 3 時間の条件でポストキュアを行った。

ポストキュア後、図 2 に示す寸法でダイヤモンドカッターにより切断し、切断面を 500 番および 1000 番のエメリー紙で仕上げた。研磨の後、試験片に蝶番を接着剤 (Araldite2011) を用いて接着し、試験片とした。なお、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 導入した。試験片の板厚は $t = 3.5 \sim 3.7 \text{mm}$ の範囲であった。

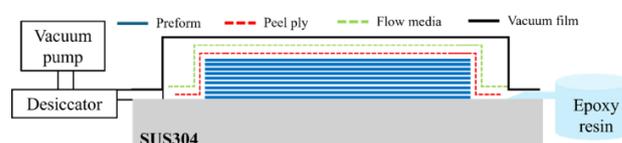


Fig.1 Schematic illustration of VaRTM process

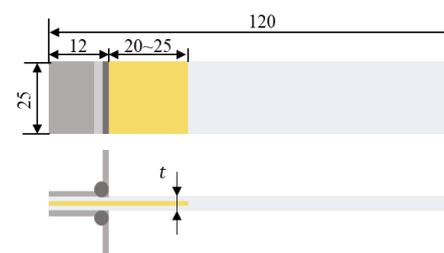


Fig.2 Configurations of specimens (in mm)

2.3 実験方法

モード I 疲労き裂伝ば試験は、油圧式疲労試験機 (EHF-F1, 島津製作所) を用いて、荷重比が約 0.1 になるようにアクチュエータ変位を制御した変位制御で繰り返し速度を 2 Hz の条件で試験を行った。き裂長さおよびエネルギー解放率 G_I は、コンプライアンスから算出した。

3. 実験結果および考察

3.1 き裂伝ば速度

図 3 にモード I 疲労き裂伝ば試験において得られたエネルギー解放率範囲 ΔG_I とき裂進展速度 da/dN の関係を両対数

プロットで示す。0 %材は3本, 0.05 %材_Aは7本, 0.1 %材_Aは4本, 0.2 %材_Aは6本の試験片の結果をまとめている。図4から, すべての試験片において da/dN - ΔG_i 関係にかなりのばらつきが見られた。

GFRP において応力比, 繊維ブリッジングなど様々な要因が影響を与える報告があり, ばらつきの原因を特定するのは困難であった。

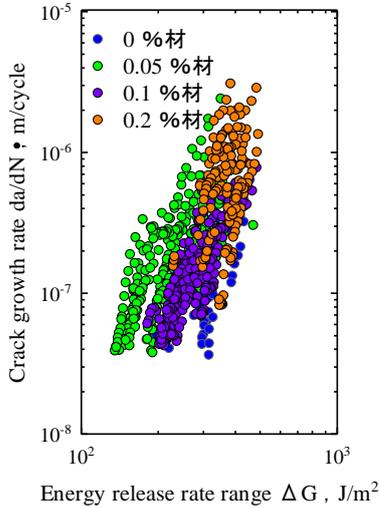


Fig.3 mode I crack growth rate(method A)

すべての条件においてばらつきが大きく比較が困難だったため, き裂伝ば速度 (2×10^{-7}) のエネルギー解放率範囲を CNF の添加量ごとにまとめたものを図4に示す。図4から0 %材に比べ CNF を添加することでばらつきがさらに大きくなり, 0.05, 0.2, 0.1 %材の順で大きい結果となった。また, 同様に CNF を添加することでエネルギー解放率範囲の平均値も小さくなっており, き裂伝ば抵抗は低下する結果となった。

引張疲労試験において, 本材料の疲労強度は手法Aにより CNF を適切な量付着させることで向上することが確認されている。しかし, 本研究における層間でのき裂伝ばに関しては, CNF の添加が強化に寄与せず, むしろ欠陥として作用する可能性が示唆された。

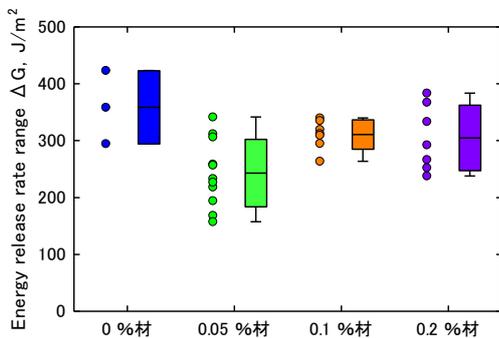


Fig.4 Energy release rate range for $da/dN=2 \times 10^{-7}$

図5に手法AとBで0.1 wt% CNF水溶液を付着させた実験結果を比較したものを示す。手法Bにおいても da/dN - ΔG_i 関係にかなりのばらつきが見られた。また同一 ΔG で手法Aと比較を行うと伝ば速度は10倍高くなった。疲労き裂伝ば

抵抗が低下した原因として CNF を付着させて加圧したことが考えられるが詳細なメカニズムは不明である。

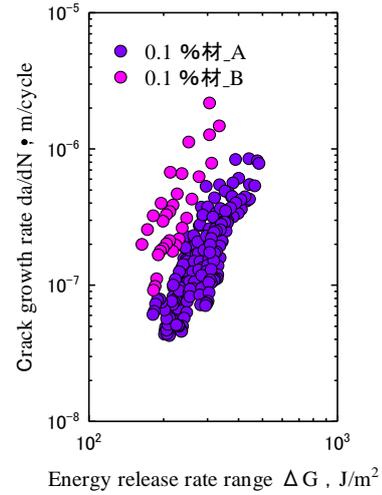


Fig.5 Comparison of Methods A and B

3.2 破面観察

図6に0.1 %材_Aおよび0.2 %材_Aの $\Delta G=300 \text{ J/m}^2$ 付近の破面を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した結果を示す。

手法AでCNFを付着させたものはすべての濃度の破面において図6に示すようなガラス繊維と樹脂の界面をき裂が進展した様相が確認された。また, 0.1 %材_Aおよび0.2 %材_Aの両者でCNF付着が確認され, 後者ではCNFの付着量が多く, 赤丸で示すようにCNFの重なりが観察された。このことから, CNFの濃度が高くなることで, CNFが欠陥として作用し, き裂進展抵抗の低下を引き起こした要因の一つであると考えられる。

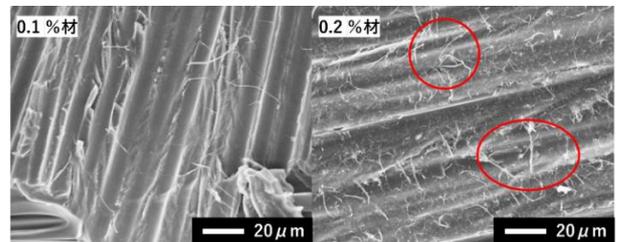


Fig.6 SEM observations of the fracture surface(method A)

4. 結言

ガラス繊維に2種類の方法でCNFを付着させたGFRP積層板のモードI疲労き裂進展試験について調査した。得られた結論を以下に示す。

- (1) 手法Aで作製したすべての試験片において da/dN - ΔG_i 関係にかなりのばらつきが見られた。
- (2) き裂伝ば速度 $2 \times 10^{-7} \text{ m/cycle}$ に対応するエネルギー解放率範囲で比較を行うと, CNFを添加することでばらつきは大きくなりき裂伝ば抵抗は小さくなることが分かった。
- (3) 手法Aに比べ手法BのGFRP積層板はき裂伝ば抵抗が著しく低下した。
- (4) 破面を観察した結果, き裂がガラス繊維と樹脂界面を進展し, 界面にCNFの付着が確認できた。

(参考文献省略)