

卒業論文要旨

ガラス繊維強化プラスチックの曲げクリープ特性におよぼす CNF 添加の影響

システム工学群

材料強度学研究室 平木 稜也

1 緒言

ガラス繊維強化プラスチック (GFRP) は強化材となるガラス繊維に樹脂を含浸させることにより、単一材料では得られない軽量かつ高強度な特性を有する複合材料である。現在、自動車のフレームや風力発電機のブレードなど、特に脱炭素を掲げる産業界に広く使用されている。このような複合材料に各種フィラーを混合し、さらにその特性を向上させ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) は天然素材であり、鉄の約 25 倍の比強度を有しているためその利用が注目されており、前述の複合材料のフィラーとしての研究が報告されている。著者の研究室では、CNF を付着させたガラス繊維を強化材として成形した GFRP が未処理のガラス繊維を用いて作製した GFRP に比べ疲労強度が向上することを明らかにした。

一方、複合材料の多くは母材がエポキシ樹脂などの高分子材料であり、粘弾性特性を有する。そのため、長時間にわたる負荷により変形が進行し、実用上許容できない損傷の発生や破壊にいたる問題がある。そこで、本研究ではガラス繊維に CNF を付着させた GFRP の 3 点曲げクリープ試験を行い、材料の変形に CNF の濃度がどの程度影響をおよぼすのか定量的に検討した。

2 材料および実験方法

2.1 試験片材料

試験に用いる GFRP の母材にはエポキシ樹脂 (jER801N, 三菱ケミカル株式会社) を用いた。また、硬化剤にダイトクラル 3080 (大都産業株式会社) を用いた。主剤と硬化剤の重量比は 100:42.5 とした。強化材には平織ガラスクロス (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 100 \times 100 (mm) に 15 枚切り出し、繊維がずれないようにテープで四辺を固定した。これに CNF 希釈液 (0.1wt%, 0.5wt%) をスプレーで両面に 4 回ずつ吹きつけた。強化材に樹脂を含浸させる方法として、ハンドレイアップ法を用いて GFRP を作製した。金型に離型剤を塗布し、主剤と硬化剤を混合し、攪拌した樹脂とガラス繊維を 15 枚交互に重ねローラーで含浸させたのち、室温で 48 時間硬化後、ポストキュア (80 $^{\circ}\text{C}$, 3h) を行った。ダイヤモンドカッターを用いて試験片形状 50 \times 10 \times 3 (mm) となるように加工し、表面を #500 および #1000 の耐水研磨紙で軽く研磨した。

2.3 試験方法

定温乾燥機 (ONW-300SB, AS ONE) 内において、3 点曲げクリープ試験を行った。試験は JIS K 7116 に準じて行った。試験片のたわみ量を変位計 (DTK-A-30, Kyowa) を用いて測定し、クリープひずみを算出した。以下に 3 点曲げクリープ試験の概略図を示す。乾燥機の温度を 30 $^{\circ}\text{C}$, 35 $^{\circ}\text{C}$, 40 $^{\circ}\text{C}$, 50 $^{\circ}\text{C}$ および 60 $^{\circ}\text{C}$ で一定とし、支点間距離は $L=46$ mm とした。荷重 F は試験片に加わる応力が 8 MPa \pm 1% となるようにおもりを調整し負荷した。

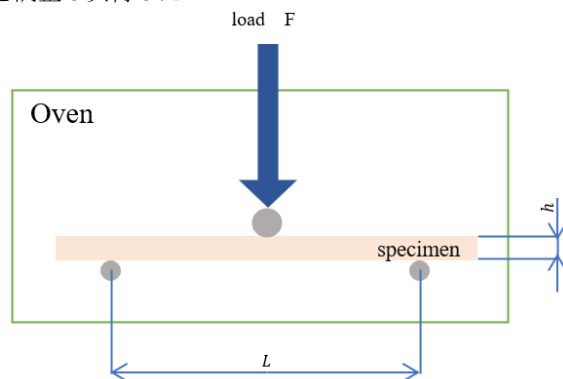


Fig.1 Schematic illustration of the creep testing

3 実験結果および考察

3.1 母材の動的粘弾性特性

20 \times 5 \times 1 (mm) の母材バルク材について動的粘弾性測定 (DMA) により粘弾性特性を求めた。試験に用いた装置は DMA 8000 (Perkin Elmer) であった。図 2 に $\tan\delta$ 曲線を示す。 $\tan\delta$ は 50 $^{\circ}\text{C}$ 付近で急激に上昇し、61.4 $^{\circ}\text{C}$ あたりでピークとなった。今回のクリープ試験を行った温度範囲において $\tan\delta$ の値には大きな変化が見られなかった。

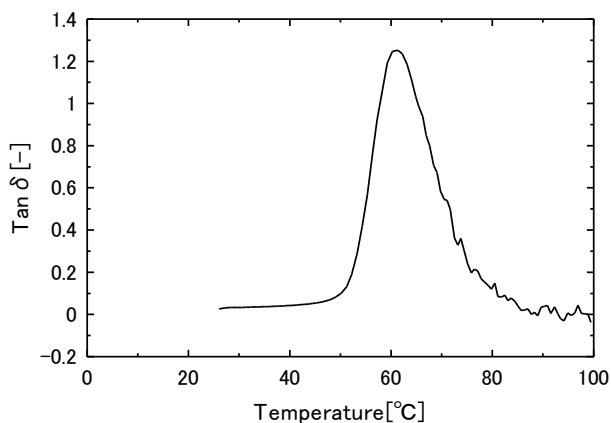


Fig.2 DMA measurement results for epoxy resin

3.2 GFRP クリープ特性におよぼす温度と CNF の影響

図3に40°Cにおける各濃度のCNFを付着させた強化材によるGFRPの3点曲げクリープ試験の結果を示す。

40°CにおけるCNF 0.1wt%材ではクリープひずみの増加が10³s以降で顕著となり、CNF free材に比べてひずみの進行が50%以上抑えられた。CNF free材では10⁴sからひずみの増加割合が低下するため、ひずみ量の差は減少した。一方、CNF 0.5wt%材はCNF free材よりひずみの進行が大きくなった。また、CNF 0.5wt%材は計測開始から10s~100sの初期よりひずみの進行が大きくなることが確認できた。これは、CNFを過剰に添加させると樹脂とガラス繊維の間の結合が逆に低下するためだと考えられ、さらに検討が必要である。

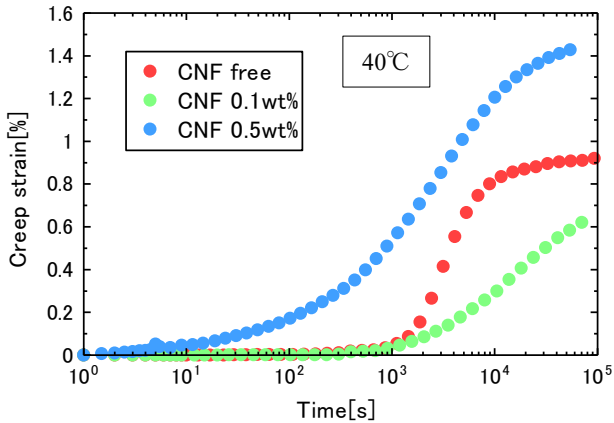


Fig.3 Creep diagrams for various amounts of CNF added at 40°C

図4にCNF 0.1wt%についての温度ごとのクリープ線図を示す。CNF 0.1wt%材の50°Cにおいて10³秒以降でひずみがほぼ一定となることがわかった。この現象は図3のCNF free材やCNF 0.5wt%材の40°Cの結果にもみられた。これは、母材のクリープひずみが大きく漸近し強化材のガラス繊維がそれ以上の変形の進行を妨げているためだと考えられる。

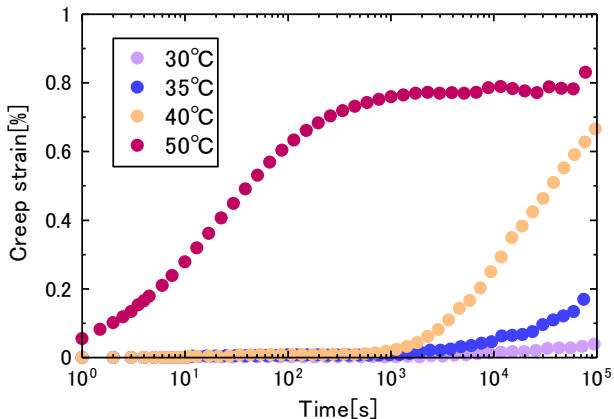


Fig.4 Creep diagrams for various amounts of temperature at CNF 0.1wt%

3.3 時間—温度換算則の適用

図5にCNF 0.1wt%材のクリープコンプライアンス $J(t)$ に対して時間-温度換算則(TTSP)を適用し、重ね合わせて得られたクリープコンプライアンスのマスターカーブを示す。基準温度を40°Cとし、式(1)を用いて各温度の線図を時間軸方向にシフトした。

$$t' = \frac{t}{a_t} \quad (1)$$

ここで、 a_t はシフト量であり、目視で各温度の線図が重なるように決定した。この図から50°Cの低コンプライアンス部 ($t' \geq 2000$) では若干の差がみられるが、許容範囲であり、コンプライアンスの変化挙動をほぼ一本の曲線で表すことができた。通常TTSPは T_g 付近での適用が一般的であるが、今回の温度範囲でもある程度適用可能だと考えられる。

基準温度へのシフト量 a_t の値を用いてWLF式(式(2))から C_1 、 C_2 をそれぞれ48、180と決定した。この C_1 および C_2 から求めた $\log a_t$ と T の関係を図6に示す。

$$\log a_t = \frac{-C_1(T - T_r)}{C_2 + T - T_r} \quad (2)$$

今回の試験温度条件は少なく範囲も狭いが、 $\log a_t$ と温度の相関は大きくこの領域での種々温度におけるクリープひずみを推定することが可能だと思われる。

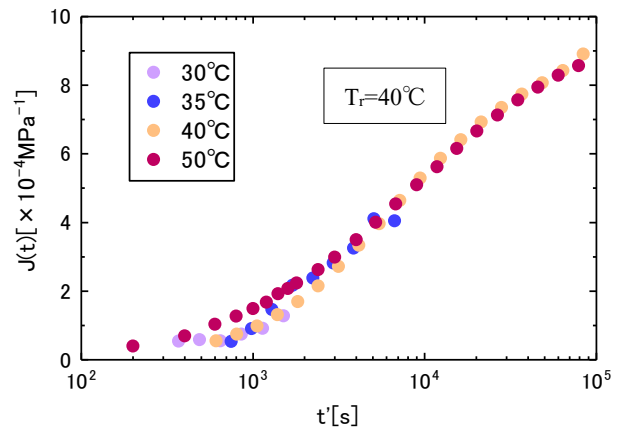


Fig.5 Master curve of creep compliance for GFRP with CNF 0.1wt%(Tref=40°C)

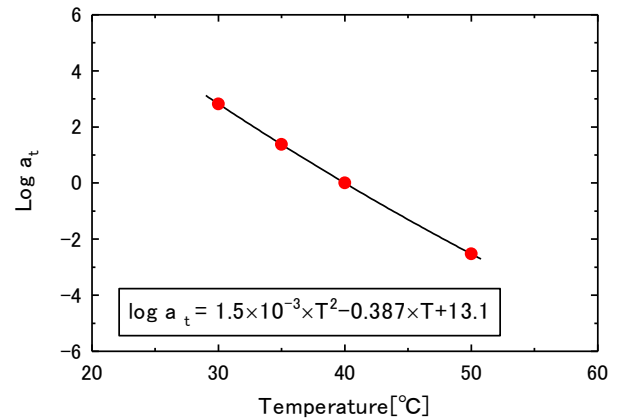


Fig.6 Relationship between a_t and T with WLF equation

4 結言

CNFを0wt%、0.1wt%、0.5wt%の体積分率で希釈したスラリーをガラス繊維に付着させたGFRPの3点曲げクリープ試験を行い、以下の結論を得た。

- (1) クリープ試験において、CNFを過剰に添加することで変形量が大きくなった。また温度を上昇させるほどひずみが早期から増加した。
- (2) CNFを添加した場合、今回の温度範囲では時間-温度換算則の適用は可能であり、シフト量と温度の関係を示すことができた。

(参考文献省略)