

エポキシ樹脂接着剤の単軸引張りクリープ特性におよぼす CNF 添加の影響

Effect of CNF Addition on the Uniaxial Tensile Creep Properties of Epoxy Resin Adhesives

システム工学群

材料強度学研究室 松本 龍亮

1 緒言

接着接合は、溶接やボルト接合と比較して異種材料の接合が容易であることや接合部全体で荷重を分散できるため応力集中を低減できるという利点を有している。そのため近年では、航空宇宙、自動車、建築など軽量化が望まれる分野において広く利用されている。中でもエポキシ樹脂接着剤は、高い接着強度や耐久性に優れていることから構造用接着剤としての用途に多く使用されている。

一方、接着剤にフィラーなどの添加材を混合し、その機械的特性を向上させる研究が盛んに行われている。研究室では、エポキシ樹脂接着剤にセルロースナノファイバー (CNF) を添加し、そのバルク材およびその接着剤を用いた重ね合わせ接着継手 (SLJ) の強度が向上することを明らかにした。CNF は高強度、高剛性な特性を有する植物由来の超極細繊維であり、樹脂材料のフィラーとしての有効性が報告されている。

しかしながら、エポキシ樹脂接着剤は粘弾性材料であるため、長時間にわたり荷重を受けるような条件下ではクリープ変形が生じ、接合部の剛性低下や場合によっては静的強度より低い応力で破壊が生じる可能性がある。このため、接着剤そのものの時間、温度依存変形挙動を把握することが不可欠である。そこで本研究では、接着剤単体のこのような変形特性を評価するため、バルク試験片を用いた単軸引張りクリープ試験を実施した。

2 材料および実験方法

2.1 試験片

実験に使用した接着剤は、2液型エポキシ樹脂接着剤の Araldite2011 である。引張試験およびクリープ試験に使用した試験片の形状および寸法 (JIS K 7161 に準拠) を図 1 に示す。接着剤に CNF を添加する場合、まず主剤に所定の重量比で粉末状の CNF である BiNF-i-s cellulose (スギノマシーン) を添加し、超音波ホモジナイザーを用いて 10 分間超音波分散処理を行った。その後、硬化剤を重量比 1:0.8 で混合し、攪拌機を用いて 5 分間 300 min^{-1} で攪拌した。その後、真空中で 15 分間脱泡し、試験片形状に切り抜かれたシリコン型に流し込み、さらに 15 分間脱泡処理を行った。これを型ごと乾燥炉に投入し、 70°C 、1 h 保持の条件で硬化させた。作製したバルク試験片の表面を耐水研磨紙 (180 番) で研磨し仕上げた。

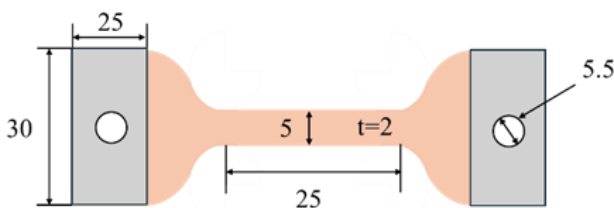


Fig. 1 Configuration of bulk specimen (in mm)

また、実験時に試験機のつかみ治具と試験片の滑りを防止するために、試験片の両端の耳部の両面に厚さ 0.5 mm の A5052 アルミ板を接着し、ボール盤を用いて直径 5.5 mm のピン穴をあけた。

2.2 試験機

引張試験には精密万能試験機 (島津製作所 AG100kNG) を用いた。

クリープ試験には自作の試験機を用いた。作製した試験機の模式図を図 2 に示す。試験片におもりを吊して静的引張り荷重を負荷する機構となっている。試験片に曲げ荷重がかからないようにボールジョイントを用いた。荷重測定用のロードセルには TU-BR N/KN-G (容量 400 kN) を用いた。試験中の試験片の伸びを測定するためにクリップゲージ (DTC-A-5 共和電業) を取り付けた。また試験中の環境温度を一定にするためにマントルヒーターと温度指示調節計 (TC-2000A) を用いて試験片周辺の温度を制御した。

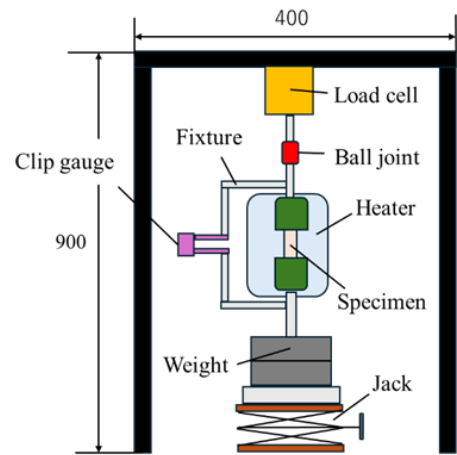


Fig. 2 Schematic illustration of the creep testing machine (in mm)

2.3 クリープ試験

クリープ試験における荷重はおもりで調整した。試験温度は 30°C 、 40°C の 2 種類で実施し、試験片の変形量 (チャック間距離) はクリップゲージを用いて 20 時間 (7200 s) 連続的に測定した。試験はそれぞれの条件で 2 本以上行った。

3 試験結果および考察

3.1 機械的性質

引張試験を Araldite2011 のバルク材とこれに CNF を 0.1 wt%、0.5 wt%、1 wt% 混合した材料について環境温度を 30°C および 40°C に制御して行った。得られた引張強度の結果を図 3 に示す。引張強度は温度 30°C の場合、最大値は 0.5 wt% の 34.6 MPa で、最小値は 1 wt% の 26.7 MPa で 0.5 wt% が 1 wt%

の約 1.3 倍となった。

温度 40°C の場合、最大値は 0.5 wt% の 32.3MPa で、最小値は 1 wt% の 12.6MPa で 0.5 wt% が 1 wt% の約 2.6 倍となった。温度 30°C と温度 40°C を比較すると、どの添加量も引張強度が減少した。0 wt% と 1 wt% は 50% 以上減少したが、0.1 wt% は約 27% 減少、0.5 wt% は約 7% の減少となった。このことから、0.5 wt% の CNF 添加が強度を向上させる効果が最も高いと考えられる。

引張試験において、ひずみゲージによるひずみ測定により、ヤング率についても測定を行った。引張強度と同様の傾向を示し、温度 30°C におけるヤング率は 0 wt%、0.1 wt%、0.5 wt% および 1 wt% 添加した添加材それぞれについて 1.43、1.50、2.01 および 1.55GPa となり、また 40°C におけるヤング率も 0.37、1.11、1.65 および 0.35GPa となり、いずれの温度でも 0.5 wt% のヤング率が最も大きい値となった。

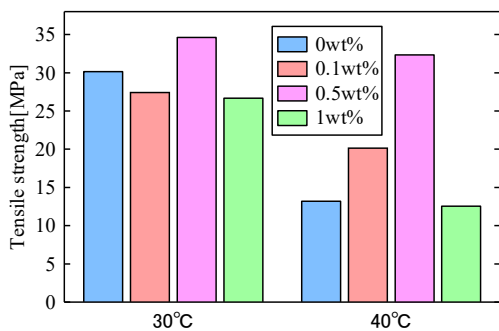


Fig. 3 Effect of temperature on tensile strength

3.2 破断寿命

温度 30°C、40°C それぞれについてクリープ試験を行った。温度 40°C における負荷応力と破断時間の関係を図 4 に示す。ばらつきが大きいため CNF 添加の効果について明瞭な傾向は認められなかったが、CNF を 0.5 wt% 添加した材料は無添加材が破断する応力 12MPa でも未破断が認められた。

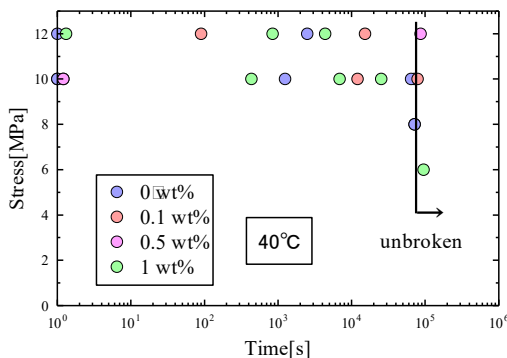


Fig. 4 Relationship between stress and rupture life (40°C)

静的強度との関係を検討するために、負荷応力を引張強度で除した式 (1) に示す標準化応力を算出し、これで整理を試みた。温度 40°C における標準化応力と破断時間の関係を図 5 に示す。0.5 wt% は引張強度が大きいため、標準化応力では小さくなったが、それに対して 1 wt% は高標準化応力で破断がないことがわかった。

$$\sigma_L = \frac{\sigma}{\sigma_T} \quad (1)$$

ここで σ_L は標準化応力 σ は応力 σ_T は引張強度

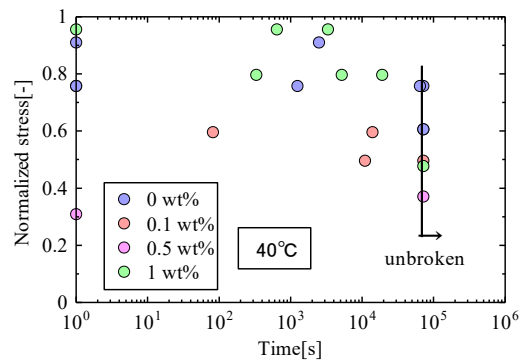


Fig. 5 Relationship between normalized stress and rupture life (40°C)

3.3 クリープ変形

測定した試験片の変形量をクリープひずみに換算し、負荷応力 12MPa における温度 30°C、40°C でのクリープひずみと対数時間の関係を図 6 に示す。

30°C、12MPa の条件下ではどの添加材でも破断しておらず、クリープひずみによる差異は認められなかった。また、温度 40°C の場合、0 wt%、0.1 wt%、1 wt% は破断が発生したが、0.5 wt% は未破断となった。全体にわたり 0.5 wt% 材のクリープひずみが最も小さかった。

温度 30°C と 40°C を比較すると、どの添加量においてもクリープひずみが温度 40°C になると増加していることがわかるが、0.1 wt%、0.5 wt% は 0 wt%、1 wt% よりもクリープひずみが増加していない結果となった。

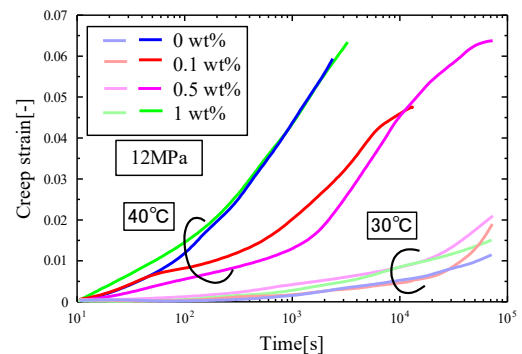


Fig. 6 Relationship between creep strain and Time (30°C 40°C)

4 結言

エポキシ樹脂接着剤におけるクリープ特性に及ぼす CNF 添加の影響を調査し、以下の結果を得た。

- (1) 引張強度とヤング率どちらも CNF を 0.5 wt% 添加したものが最大であった。また、温度における引張強度およびヤング率の差は 0.5 wt% のとき最も小さくなった。
- (2) 0.5 wt% が温度 40°C における応力 12MPa で未破断となった。標準化応力で表したクリープ強度では 1 wt% が最も大きかった。
- (3) 温度 30°C では添加量に関わらずクリープひずみは類似した値となっている。一方、温度 40°C では 0.1 wt%、0.5 wt% 材のクリープひずみが CNF 無添加、1 wt% 材に対して小さくなった。

(参考文献省略)