

平成 30 年 9 月 2 日現在

機関番号：32616

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2016～2017

課題番号：16K14138

研究課題名(和文) 圧縮強さ100MPaを超えるスーパー繊維強化氷(FRI)の開発

研究課題名(英文) Development of a super fiber-reinforced ice (FRI) with the compressing strength exceeding 100 MPa

研究代表者

大橋 隆弘 (Ohashi, Takahiro)

国土館大学・理工学部・教授

研究者番号：80277821

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円

研究成果の概要(和文)：使い捨て型などに利用可能な圧縮強さ100MPaを超えるスーパー繊維強化氷(FRI)の開発を行うことを研究目的とし、古紙パルプ繊維、ナノセルロース繊維、炭素繊維、ガラス繊維、アラミド繊維を用い検討を行った。動的圧縮試験では、圧縮強さはアラミド繊維、紙パルプ、炭素繊維、ガラス繊維、ナノセルロースの順となった。最も良い結果が得られた繊維濃度30wt%のアラミド繊維利用繊維強化氷において、試験治具の強度限界まで圧縮しても割れによる荷重低下が見られない結果(公称圧縮強さ100MPa以上)が得られたが、真応力では30MPa程度にとどまっており、繊維の付着強度に起因する限界があるのではないかと推察される。

研究成果の概要(英文)：This project provides the trial development of a super fiber-reinforced ice (FRI) with the compressing strength exceeding 100 MPa, that can be utilized for the fabrication of an one-time disposable die. Waste-paper-pulp fibers, nano-cellulose fibers, carbon fibers, glass fibers and aramid fibers were examined for the purpose. With the dynamic compression tests, it is revealed that the aramid fibers are the most effective for high compression strength, and waste-paper pulp fibers were the second best. Carbon fibers were next, and nano-cellulose fibers were the most ineffective. In the compression text with the FRI with an aramid fiber, it displayed that its nominal compression-strength exceeded 100 MPa and fall of the compression load caused by the fracture of the specimen was not observed; however its true compression-strength was about 30 MPa on the other hand. It is thought that the fiber bonding strength with the ice matrix gave the limit of the true strength of the composite.

研究分野：成形加工

キーワード：繊維強化 氷 複合材

1. 研究開始当初の背景

塑性加工において、中空素材の空隙部に鉛や希少金属を含む低融点合金を充填し、圧縮・曲げ・押し出し成形を行うプロセスが広く行われているが、それら充填物が有害であるため、用いられ難くなっている。そこで環境に優しいなど種々のメリットがある氷で代用することが検討されている。しかし、氷の圧縮強さは3~4MPa程度しかないため、適用範囲が限られている。申請者らは、JST 研究成果最適展開支援プログラム (A-STEP) FS ステージ探索タイプ「パイクリートをを用いた革新的中空部品成形プロセスの研究」(平成27年1月~12月)で、氷をパルプ繊維で繊維強化し、鉛の引張強度に相当する21.2MPaの圧縮強度を有する繊維強化氷(FRI)を開発した(T. Ohashi et.al.: Lateral extrusion of aluminum alloy pipes with a lost core of fiber reinforced ice, LEM21 論文集(第8回 JSME 先端生産技術に関する国際会議)(2015) Paper ID.2509)。この際に、氷の強化用の繊維材として、繊維強化PPS樹脂などに使用されている無アルカリガラス(引張強度2000MPa)や、アラミド繊維(ケブラー)(引張強さ2920MPa~3400MPa)を用いれば、ねずみ鋳鉄(FC)の引張強さ(100~200MPa)に匹敵する圧縮強さが実現できるのではないかという着想を得た。

2. 研究の目的

使い捨てプレス型材などに利用可能な圧縮強さ100MPaを超えるスーパー繊維強化氷(FRI)の開発を行うことを研究目的とする。

仮に3MPaの圧縮強さのマトリックス(氷)に2000MPaの圧縮強さのフィラーを10vol%複合すれば、複合則により単純に計算すると203MPaの圧縮強さ(FC200の引張強さ200MPaに相当)となる。ねずみ鋳鉄はプレス金型の型材として利用されているが、これを繊維強化氷で代替することができれば、砂型铸造のように、木型形状を造型機により転写した使い捨ての繊維強化氷型を用いる、全く新しい、安価かつ超短リードタイム(金型製作不要)のプレス加工を実現可能である。

3. 研究の方法

(1) ガラス繊維とアラミド繊維を含む少なくとも3種以上の高強度繊維を用い、配合比を変えた繊維強化氷を製作し、圧縮強さ、応力ひずみ線図のデータを得る。

(2) ガラス繊維を含む疎水性の繊維は、混合時に凝集の問題が生じることが予想されるため、問題を回避する繊維強化氷の製作プロセスを明らかにする。

(3) 同様に、比重が水と大きく異なる高強度繊維は、繊維の浮沈の問題が生じることが予想されるため、問題を回避する繊維強化氷の製作プロセスを明らかにする。

4. 研究成果

古紙パルプ繊維、ナノセルロース繊維、炭素繊維、ガラス繊維、アラミド繊維を用い繊維強化氷の検討を行った。

(1) 繊維強化氷及び繊維-水(氷)の混合法また、疎水性繊維は、混合時の凝集の問題が予想されたが、実際に実験すると凝集現象は観察されなかった。一方で低濃度の繊維重量比の場合において、繊維の浮沈の問題が生じた。これについては、低温氷フレークと繊維を水をバインダとして凝固させることで均一に混合できた。

(2) 古紙パルプ繊維による繊維強化氷の強度及び破壊の様態

まず、各種の高強度繊維に対するリファレンスデータとして、古紙パルプ繊維による繊維強化氷のデータを用いる。関連研究のデータを以下に簡潔に示す。図1は、JST マッチングプランナープログラム課題番号MP28116808174「繊維強化氷(FRI)型を用いた対向液圧成形」により得られた、古紙パルプ繊維によって強化した繊維強化氷の真応力-真ひずみ線図である。また、図2は、JST A-STEP FS タイプ 課題番号AS262Z00874K「パイクリートをを用いた革新的中空部品成形プロセスの研究」により得られた、圧縮試験により破壊された試験片の様子を示す。試験温度が十分低く、低速の条件では、試験片は圧縮限界時まで大きく塑性変形し、クラックが45度方向(主せん断応力面方向)に入り延性的であった。

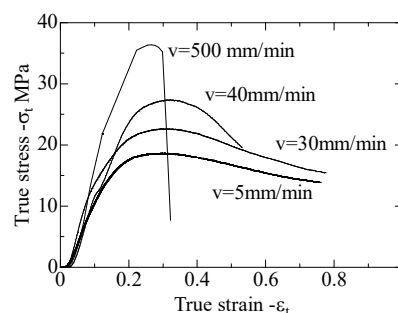


図1 古紙パルプ繊維により強化した繊維強化氷の圧縮強さ (JST マッチングプランナープログラム課題番号 MP28116808174「繊維強化氷(FRI)型を用いた対向液圧成形」成果報告書より)



図2 古紙パルプ繊維で強化された繊維強化氷の破壊例 (JST A-STEP FS タイプ 課題番号 AS262Z00874K「パイクリートをを用いた革

「新的中空部品成形プロセスの研究」成果報告書より)

(2) ナノセルロースファイバーによる繊維強化氷の検討

スギノマシン製ナノセルロースファイバー Ima-10005 極長繊維 5wt%, Ima-10002 極長繊維 2wt%, Bma-10005 長繊維 5wt%, Bma-10002 長繊維 2wt%, Wma-10005 標準 5wt%, Wma-10002 標準 2wt%, Ama-10005 短繊維 5wt%, Ama-10002 短繊維 2wt%, Fma-1005 極短繊維 5wt%, Fma-1002 極短繊維 2wt%, および、キトサンナノファイバー Efo-08002 2wt%, キチンナノファイバー Sfo-20002 2wt%, カルボキシシルメチルセルロースナノファイバー Tma-10002 5wt% で ϕ 50h50 の繊維強化氷円筒試験片を製作し、クロスヘッド速度 100mm/min、金型温度 -30°C 、実験実施温度を室温とした条件で圧縮試験を行った。結果を表 1 に示す。最も良い成績であったのは Ima-10005、Wma-10005 であり、通常の氷の圧縮強さが約 3MPa 程度であるのに対し、約 8MPa 程度の圧縮強さが得られた。しかしながら、ガラス、アラミド、紙パルプ、炭素各繊維の結果と比較すると劣った結果となった。原因の一つは繊維長さが短すぎるためであると考えられるが、より長繊維のナノセルロースファイバーの入手が困難であったため、それ以上のナノセルロースでの強度の追求は断念した。図 3 に圧縮試験により破壊された試験片の様子を示す。試験片は圧縮限界時までに大きく塑性変形することはできず、クラックが縦(主応力面方向)に入り脆性的であった。

No.	濃度wt%	繊維長さ区分	公称圧縮強さMPa
Ima-10005	5	極長繊維	8.37
Ima-10002	2	極長繊維	4.00
Bma-10005	5	長繊維	5.75
Bma-10002	2	長繊維	2.50
Wma-10005	5	標準	8.37
Wma-10002	2	標準	3.00
Ama-10005	5	短繊維	1.62
Ama-10002	2	短繊維	1.12
Fma-1005	5	極短繊維	1.12
Fma-1002	2	極短繊維	2.00
Efo-08002	2		1.37
Sfo-20002	2		2.62
Tma-10002	2		2.75



図3 ナノセルロースで強化された繊維強化氷の破壊例

(3) ガラス繊維による繊維強化氷の検討
図4にガラス繊維により強化した繊維強化氷の圧縮強さの例を示す。

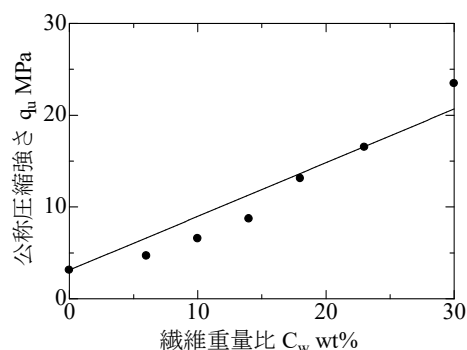


図4 ガラス繊維により強化した繊維強化氷の圧縮強さ(クロスヘッド速度 100mm/min、金型温度 -30°C 、実験実施温度室温)

繊維濃度 30%で公称圧縮強さ 23.5MPa が得られた。図5に圧縮試験により破壊された試験片の様子を示す。ナノセルロースの場合と同様に、試験により破壊された試験片の様子を示す。試験片は圧縮限界時までに大きく塑性変形することはできず、クラックも主応力面方向に入り脆性的であった。



図5 ガラス繊維で強化された繊維強化氷の破壊例(Cw=30wt%、クロスヘッド速度 100mm/min、金型温度 -30°C 、実験実施温度室温)

(4) 炭素繊維による繊維強化氷の検討
水溶性樹脂で収束した繊維長 6mm の PAN 系炭素繊維を用いて ϕ 50h50 の繊維強化氷円筒試験片を製作し、クロスヘッド速度 100mm/min、金型温度 -32°C 、実験実施温度を室温とした条件で圧縮試験を行った。繊維濃度 30wt%では、平均公称圧縮強さ 28.4MPa が得られ、ガラス繊維の場合とほぼ同等か、やや優れた結果が得られたが、アラミド繊維、古紙パルプ繊維には及ばなかった。図6に圧縮試験により破壊された試験片の様子を示す。複合材は、ナノセルロース、ナノセルロースの場合と同様に、試験により破壊された試験片の様子を示す。試験片は圧縮限界時までに通常の氷やナノセルロース、ガラス繊維の場合と比較するとより大きく変形することができた。一方でクラックは主応力面の方向に入った。

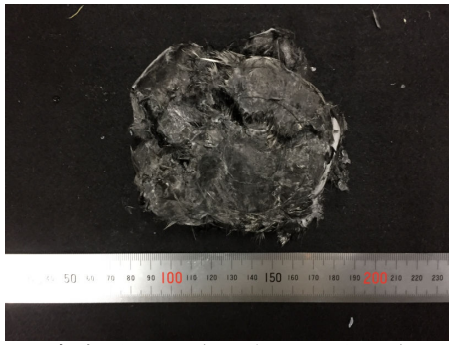


図6 炭素繊維で強化された繊維強化氷の破壊例 (Cw=30wt%、クロスヘッド速度100mm/min、金型温度-30℃、実験実施温度室温)

(4) アラミド繊維による繊維強化氷の検討

図7に繊維長20mmのアラミド長繊維により強化された繊維強化氷の圧縮試験における公称応力-公称ひずみ線図を示す。繊維濃度30wt%の条件では他の繊維(古紙パルプ繊維、ナノセルロース繊維、炭素繊維、ガラス繊維)の場合と異なり、圧縮割れによる圧縮荷重の低下が見られなかったため、試験機の限界まで公称応力は上昇を続けた。図8に圧縮試験により変形した試験片の様子を示す。アラミド長繊維による繊維強化氷の圧縮試験では割れが進展することなく試験片が平坦に圧縮されていることがわかる。

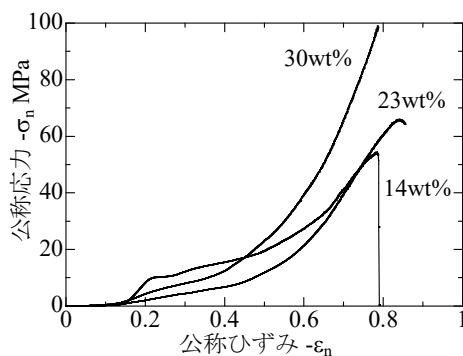


図7 アラミド長繊維により強化した繊維強化氷の圧縮強さ (クロスヘッド速度100mm/min、金型温度-30℃、実験実施温度室温)

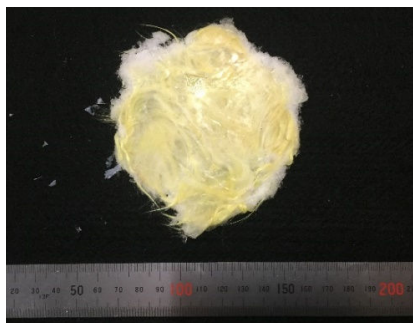


図8 アラミド繊維で強化された繊維強化氷の破壊例 (Cw=30wt%、クロスヘッド速度100mm/min、金型温度-30℃、実験実施温度室温)

(5) 考察

動的(スライド速度100mm/min)な圧縮試験では、同濃度(重量比)で圧縮強さはアラミド繊維 \geq 紙パルプ \geq 炭素繊維 \geq ガラス繊維 \geq ナノセルロースの順となった。

破壊の観察ではアラミド繊維、紙パルプ繊維で延性破壊を呈し、その他は脆性破壊を呈した。強化機構は繊維のアンカー効果によるクラック拡大抑制にあると考えられ、各繊維が許容可能な伸びが影響している。クラック拡大時の繊維の抜けは、繊維が氷とともに弾性変形し界面でせん断が生じる deboning ステージから、繊維が滑る sliding ステージを経て行われるが、十分な繊維長がないナノセルロースの利用は難しいことがわかった。また、deboning ステージで繊維のヤング率が氷に比べ非常に高い(ガラス繊維、炭素繊維)と、氷の塑性変形が促され強度に影響する可能性がある。また、sliding ステージでは含水繊維で水素結合の効果が考えられ、アラミド繊維、紙パルプ繊維が有利である。以上から、アラミド繊維と紙パルプ繊維を選定し、繊維濃度別圧縮強さ、応力ひずみ線図を得た。最も良い結果が得られた繊維濃度30wt%のアラミド繊維利用繊維強化氷において、試験治具の強度限界まで圧縮しても割れによる荷重低下が見られない結果(公称圧縮強さ100MPa以上)が得られたが、一方で真応力では30MPa程度にとどまっており、繊維の付着強度に起因する限界があるのではないかと推察される。また、アラミド繊維を用いた繊維強化氷の試験結果は試験片每ばらつきが大きかった。一方で真応力では30MPa程度にとどまっているため、繊維付着強度や繊維間干渉を高める工夫を今後行いたい。

5. 主な発表論文等 (研究代表者は下線)

[雑誌論文] (計 2件)

① Takahiro Ohashi, Ryu Hayashi, Hidetoshi Nanba: Compression Text of Glass-Fiber-Reinforced Ice, Key Engineering Materials, Vol.777, (2018年8月), pp. 361-365. 査読有 DOI:10.4028/www.scientific.net/KEM.777.361https://www.scientific.net/KEM

② Takahiro Ohashi: Steel Tube Bending with a Filling Medium of Fiber-Reinforced Ice (FRI), Key Engineering Materials, Vol.703 (2016年8月), pp. 11-16. 査読有 DOI:10.4028/www.scientific.net/KEM.703.11

[学会発表] (計 5件)

① Takahiro Ohashi, Ryu Hayashi,

Hidetoshi Nanba: Compression Test of Glass-Fiber-Reinforced Ice, 2018 7th International Conference on Advanced Materials and Engineering Materials (ICAMEM2018), 福岡, 2018年1月.

- ② 大橋 隆弘, 野口 雅貴, 成田 晃一, 丁 連鵬: 管成形用充填材として用いるための繊維強化氷 (FRI) の変形・破壊の観察, 平成29年度塑性加工春季講演会講演論文集, pp.175-176, 岐阜, 2017年6月
- ③ Takahiro Ohashi: Steel Tube Bending with a Filling Medium of Fiber-Reinforced Ice (FRI), Proc. 5th International Conference on Advanced Materials and Engineering Materials (ICAMEM2016), HongKong, 2016年4月, USB Memory (Best paper award).
- ④ Takahiro Ohashi: Fiber Reinforced Ice (FRI) Utilized as a New One-Time-Use Disposable Material in Metal Forming, Abstract Book of the Conference on Advances in Functional Materials 2016 (AFM2016), Jeju, 2016年8月, pp. 275-276.
- ⑤ Takahiro Ohashi, Lianpeng Ding: Utilization of Binding Ice Flakes with Pulp-Fibers as Fillings on Tube Forming, Abstract Book of 9th International Conference on Materials Science and Technology (MSAT-9), 2016年12月, Bangkok, P. 224

[図書] (計 0件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
出願年月日:
国内外の別:

○取得状況 (計 0件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
出願年月日:
取得年月日:

国内外の別:

[その他]
ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

大橋 隆弘 (Takahiro Ohashi)
国士舘大学・理工学部・教授
研究者番号: 80277921

(2) 研究協力者

角田 敦 (Atsushi Sumida)
一般社団法人 強化プラスチック協会
研究者番号:

永井恒夫 (Tsuneo Nagai)

国士舘大学学術研究支援課支援ディスク・
コーディネータ
研究者番号: