

屈折率測定によるCNT複合材の硬化モニタリング

知能材料研究室

中山敬太

1. 緒言

近年ナノフィラーを強化材または機能性素材として分散させたナノフィラー分散系複合材料の開発が盛んに行われている。ナノフィラーとはナノスケール(ほぼ数10~数100nm未満程度)の粒子サイズを有する充填材のことであり、添加により母材の強度、熱および電気伝導性が向上する。特にカーボンナノチューブ(CNT)が次世代のナノフィラーとして注目されている。このようなフィラー混入によって付加された特性をあげるには、分散状態の制御が重要となることが知られているが、分散性の評価すら困難であるのが現状である。よって本研究では、フィラーの分散性のモニタリングが可能なシステムの構築を目標に、屈折率測定法を用いてフィラーの状態を把握する手法の開発を試みた。

2. 光ファイバ屈折率測定実験方法

本手法の原理を図1に示す。光ファイバ端面と樹脂のフレネル反射光と、樹脂内のCNTクラスタからのレイリー散乱光が干渉するという現象を利用する。反射光には散乱光が混合するため、反射光強度には大きな変動が生じる。しかし変動信号はCNTフィラーの情報であるため、主として変動信号に着目する。

本実験では昭和電工のVGCF(縦15nm繊維径150nm)を使用した。また、樹脂にはエポキシ樹脂(主剤801N、硬化剤LV11、三菱化学)を用いた。

まず、所定の量の主剤に質量の0.1%のCNTを投入して攪拌し、超音波振動装置を使用して分散を行って、さらに真空脱泡器を用いて脱泡をする。そして、主剤100:硬化剤29となるように硬化剤を混合し、再び分散と脱泡を行う。シリコンゴムフィルムで作ったケース(40×15×5)に作成した液体を流し込み、光ファイバを挿入しオープンで45分かけて80℃まで熱し、そこから4時間継続させて30分間空冷を行った。

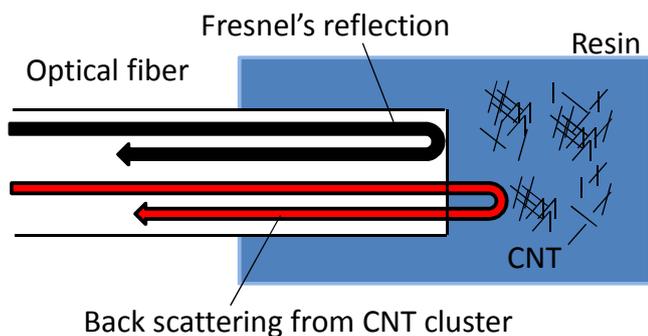


図1、フィラーとファイバ内の反射

3. 実験結果および考察

図2に、CNT/エポキシ複合材を硬化させた時の光強度と温度と硬化時間の関係を示す。測定開始時の光強度は中央値300nW、振幅100nW程度の大きな変動を含むことが分かる。この変動は、樹脂が固まっていないためフィラーの移動が激しいために生じるものである。樹脂のみの測定を行った場合の反射光強度は、50nW~150nW程度であるため、CNTクラスタからの反射光強度150nW以上と大きいことが分かる。

変動を除けば温度上昇によって光強度が低下していることが確認できる。硬化開始後2000sで光強度は上昇に転じるが、これは樹脂の硬化による反射率の向上が温度上昇による反射率の低下を上回るためである。さらに硬化が進んで5000sあたりになると、変動周期が長くなることが分かる。これは、樹脂が固まってきたのでCNTクラスタの移動性が低下したためであると考えられる。しかしながらその後に樹脂がほとんど硬化した後も長い周期での変動が生じる。これはCNTクラスタの大きな移動ではなく、散乱光とフレネル反射光の光路長差が変化することによるものであると考えられる。冷却時には温度低下とともに屈折率が上昇する傾向が見られるが、この時も干渉による周期変化が見られた。以上により、本システムで硬化度進展の定性的な観測と、硬化中のCNTクラスタからの散乱光強度の観測を行うことが出来た。

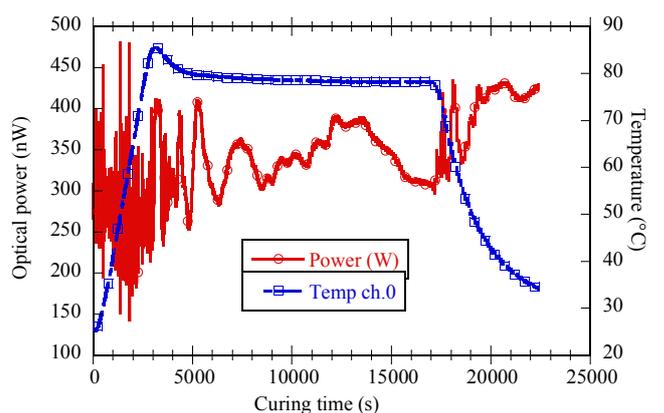


図2、光強度と温度変化のグラフ

4. 結言

光ファイバを用いた屈折率測定法をCNT/エポキシ複合材料の硬化モニタリングに適用した。その結果、CNTクラスタからの散乱光によって反射光強度に生じる変動から、硬化中のCNTの振る舞いを知ることが出来ることが分かった。