

# CNT 分散複合材料の硬化モニタリングにおよぼす濃度の影響

知能材料学研究室

清水秀平

## 1. 緒言

炭素材料(CNT)は、軽量、高強度かつ耐熱性、電気伝導性に優れたナノフィラーとして期待されているが、その特性向上のためには分散状態の制御が重要である。しかし、成形中の分散状態の有効な評価法に関する研究は未だ十分ではない。これまでの研究から、CNT 分散複合材料に光ファイバ屈折率測定を行うと、CNT からの散乱光で屈折率が大きく変動することが明らかとなっている。この変動は散乱体である CNT の情報を含むため、分散性の推定に役立つ可能性がある。本研究ではこの現象をさらに詳しく調べるために CNT 濃度を変えて実験を行った。

## 2. 材料および実験方法

本研究では CNT(昭和電工製 VGCF)をエポキシ樹脂(主剤 jER-801N, 硬化剤 jERCURE-LV11 を 100 : 29 の割合で混合)に添加し、硬化させ、その間の挙動を光ファイバセンサによって光強度の変化としてモニタリングした。添加する CNT は、濃度の影響を評価するため、0.1wt%、0.01wt%、0.001wt%の 3 通りの添加濃度で実験を行った。

まず攪拌機を用いて CNT と樹脂の主剤を 10 分間攪拌し、CNT の分散性を高めるため更に 5 分間超音波による攪拌を行う。攪拌後、脱泡器を用いて 30 分間脱泡を行う。その後硬化剤を主剤の重量に対して 29%の割合で投入、再び攪拌、脱泡し、シリコンで作成した型に注ぎ、80°C で加熱硬化を行った。

光強度モニタリングについては、単色光源 FP-LD(中心波長 1310[nm])を、カプラで分岐させ、2 本の光ファイバセンサを用いて計測を行った。

## 3. 実験結果および考察

それぞれの濃度における測定結果を図 1~3 に示す。それぞれのグラフは横軸を硬化時間、縦軸を屈折率変化としている。なお、温度変化については CNT0.1wt%のグラフ(図 1)にのみ示しているが、0.01wt%及び 0.001wt%の場合も同様な温度変化を示す。図 1 では、硬化初期の段階において大きな変動が高い頻度で見られるが、約 60 分で速い変動は収まり、その後緩やかに変動することがわかる。また、冷却においても大きな変動が見られた。

CNT0.1wt%の結果と CNT0.01wt%、0.001wt%の結果とを比較すると、加熱および硬化による緩やかな屈折率変動の傾向は変わらない。さらに、どの濃度においても約 60 分で大きな変動が消失することが分かる。しかし、大きな変動が生じる頻度は明らかに異なっており、濃度が低くなるほど大きな変動が生じる頻度も少なくなることが分かった。また、CNT0.001wt%においては、変動の振幅も小さくなっていることが分かる。

より定量的に考察するために、60 分までの屈折率曲線に対して速く動く変動  $\delta\Delta n$  のみを取り出し、ノイズレベルの約 50 倍である 0.005 を超える大きな変動振幅の出現頻度を求めた。その結果を図 4 に示す。図より、濃度と大きな変動が生じる頻度は両対数グラフ上で線形的な関係となることが分かった。これらの結果は濃度が低くなるに従って光ファイバセンサ先端付近に存在する CNT の数が少なくなり、その結果 CNT がモニタリングに与える影響が小さくなることを示している。

以上より本センサによって局所的な CNT 濃度のモニタリングが可能であることが分かった。

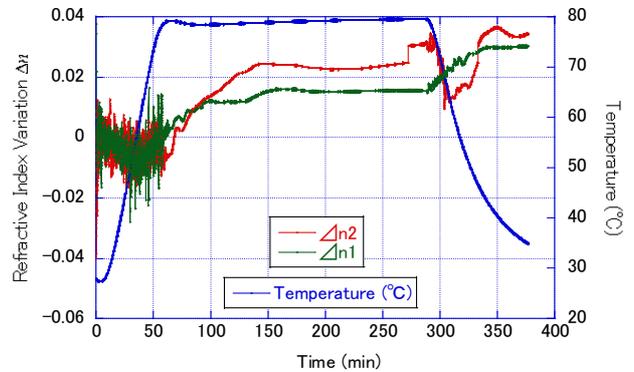


図 1 (CNT0.1wt%)成形中の屈折率変化曲線と温度

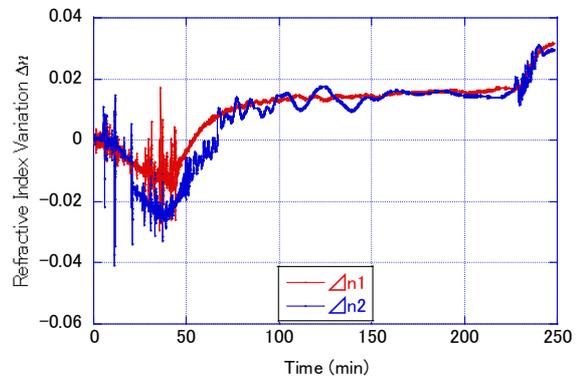


図 2 (CNT0.01wt%)成形中の屈折率変化曲線

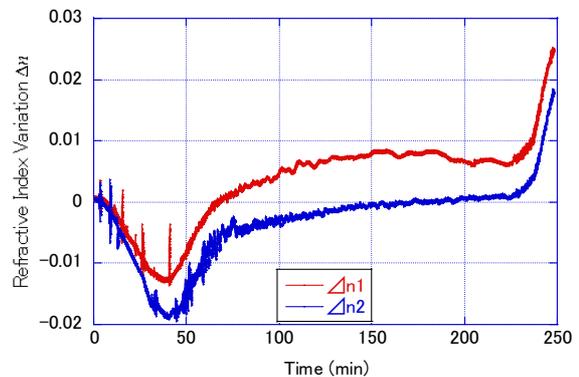


図 3 (CNT0.001wt%)成形中の屈折率変化曲線

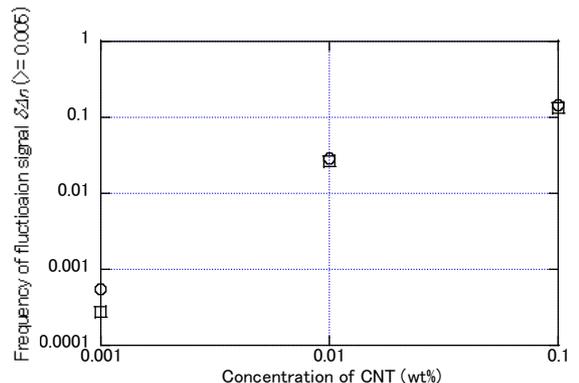


図 4 60 分までの屈折率変動の頻度と ( $\delta\Delta n > 0.005$ ) CNT 濃度の関係