

DSC と光ファイバセンサによる FRP の硬化度測定

知能材料学研究室

植山 剛

1. 緒言

FRP の低コスト化は安価な加熱設備の導入が考えられるが、同時に、温度が不均一になってしまうという問題点がある。そのような場合でも、硬化進展の分布が確認できていれば、品質を保証することが可能だろう。

本研究では、光ファイバセンサを用いての硬化度の多点測定を行い、測定点の間はシミュレーションで補完することにより、硬化度分布の測定が可能であると考えられる。そのためには、光ファイバセンサの出力より、熱分析で定義する硬化度を精度よく求める必要がある。そこで本研究では、エポキシ樹脂について、DSC(Differential Scanning Calorimeter)を用いて硬化度曲線を測定し、熱化学モデルを求めた。また、光ファイバセンサを用いて硬化度曲線を測定し、DSC より得られた硬化度曲線との比較を行った。

2. 実験方法

2.1 DSC による硬化度測定

DSC 測定装置(マックスサイエンス PSL3100)を用いて、エポキシ樹脂(アラルダイト LY5052)を一定昇温速度(0.5, 1, 2°C/min)の条件で、室温より一定温度(150°C, 150°C, 170°C)まで加熱した。熱流を計ることにより、硬化度、硬化速度、および時間の関係を得ることができる。

2.2 光ファイバ屈折率センサによる硬化度測定

光ファイバセンサを用いて、エポキシ樹脂の硬化度の測定を行った。一定昇温速度(0.5, 1, 2°C/min)の条件で、室温より一定温度(150°C, 150°C, 170°C)まで加熱した。厚さ 5mm のシリコンゴム(縦 3cm 横 2cm)の中央を切り抜いた型を用意した。そして光ファイバと熱電対を差し込み、屈折率と温度を測定した。得られた屈折率の温度依存性を除去することで、硬化度を求める。

3. 実験結果および考察

図 1 に、DSC より求めた硬化度曲線を温度に対してプロットしたグラフを、モデルを用いたシミュレーション結果と共に示す。図より、昇温速度が上昇するにしたがって硬化が完了する温度が高くなるのが分かるが、これは典型的な熱硬化性樹脂の硬化度曲線である。実験値とシミュレーション結果を比較すると、どの昇温速度においても、求めた熱化学モデルが実験結果とよく合っていることが分かる。

図 2 に、DSC より求めた温度に対する硬化度曲線を、光ファイバセンサより求めた硬化度曲線とともに示す。図より、全体的に互いの曲線はよく一致していることが分かる。

熱分析によって得られた硬化度 α_{DSC} を縦軸に、屈折率測定で得られた硬化度 α を横軸にとって描いたグラフを図 3 に示す。図より、0.5K/min の場合は互いの硬化度がほぼ等しいことが分かる。他の昇温速度についても同様の傾向が見られるが、2K/min の場合は互いの差が大きくなっている。これは、自作した小型加熱炉が温度制御の問題でハンチングが発生したため、測定した温度の精度が悪くなったことが原因であることが考えられる。炉の温度制御を見直して、さらに実験を続けていきたい。

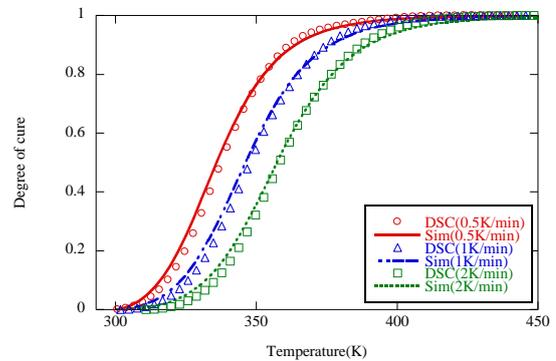


Fig.1 DOC curves of epoxy resin measured by DSC and simulated by Kamal model

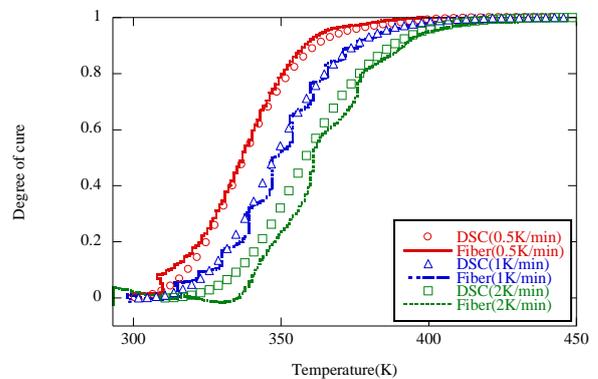


Fig.2 Relationship between DOC by optical fiber sensor, DOC by DSC and temperature

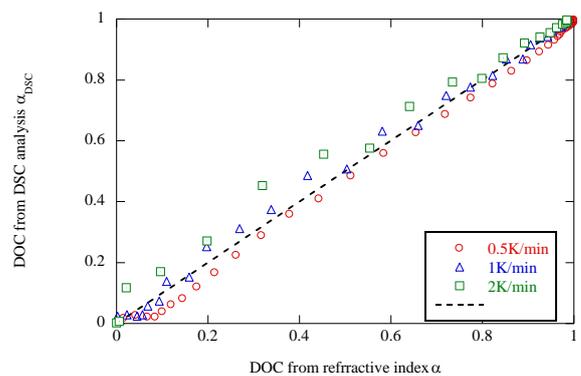


Fig.3 Relationships between DOC measured by refractive index measurements and DSC analyses

4. 結言

- 1) DSC の結果より、精度のよい硬化反応の熱化学モデルを得た。
- 2) DSC と光ファイバセンサによって得られる硬化度曲線は互いによく一致し、光ファイバセンサから DSC で定義される硬化度を得ることが出来る。

参考文献

- (1) 高坂達郎 他, 材料, Vol.59, No5(2010), pp.391-397