

ミスト法を用いた強化繊維界面処理の マイクロドロプレット法による評価

Evaluation using mist method of interfaced treatment on reinforcement fiber by micro droplet method

システム工学群

機能性材料工学研究室 1180181 吉田 健次

1. 諸言

複合材料とは、2 つ以上の異なる材料を組み合わせた材料である。その中で繊維強化プラスチック (FRP) は、強化材料である繊維と母材である樹脂を組み合わせた複合材料である。FRP に用いられる繊維と樹脂の間には界面が存在しその界面を通じて応力や熱、電気などが伝達する。そのため高性能な FRP を得るには、繊維と樹脂の界面の接着性を高くする必要があるが、無機繊維を強化材にした場合、有機材料である樹脂との接着性が低い。そこで、シランカップリング剤による界面処理を行うことによって、接着性の向上や機械的強度の向上を図ることが出来る。現在、界面処理の方法としては、浸漬法とスプレー法の 2 つが挙げられる。浸漬法は繊維表面に十分に添付でき、処理を安定的に行うことができるが大規模な設備や濃度調整が必要になる。一方、スプレー法では、界面処理をやり直す場合に用いられ浸漬法より濃度調節が容易であるが、均一な処理が難しくムラがしやすい。

そこで、本実験では浸漬法とスプレー法に代わる新たな界面処理法として、マイクロミスト法による繊維界面処理法を提案する。先行研究では、1 枚のガラスクロスに対して処理を行い、エポキシ樹脂を用いて作製した板の引張試験によって、ミスト法による処理で FRP の破壊特性が向上することが示されている。本実験では、複数枚の積層したガラスクロスに 1 度に処理を行った場合の界面接着性をマイクロドロプレット法によって評価するために実験を行った。

2. 実験方法

2.1 ミスト法による界面処理

図 1 にミスト法での処理装置を示す。ミスト法での散布条件はキャリアガスを 2.5(l/min)、希釈ガスは 7.5(l/min)とした。界面処理の条件として、繊維の積層枚数を 2, 3, 4, 6, 12 枚積層の 5 条件で行う。ミストの添加時間は 30 秒で統一した。

脱泡させた樹脂をガラス繊維に付着させ、80℃の炉に 4 時間入れ樹脂を硬化させることでドロプレットを作製する。なお処理をした織物繊維から単繊維を取り出し図 2 に示すように枠に固定して試験片とする。

2.2 マイクロドロプレット法による界面せん断強度測定

マイクロドロプレット法とは、繊維と樹脂の界面せん断強度を評価する方法の 1 つである。単繊維に液体樹脂を塗付することで樹脂玉 (マイクロドロップ) を作り、マイクロドロップを繊維から引き抜く際の引抜荷重とドロプレット長から、式 (1) により、界面せん断強度を算出する。マイクロドロプレット法の長所として、他の評価方法と比較して短時間で多くのデータを取得することが出来る点が挙げられる。しかし、界面に加わる応力が不均一で界面せん断強度の測定値にばらつきが生じてしまい、1 条件に対し多くのデータが必要になる。

エポキシ樹脂は熱可塑樹脂に比べると界面せん断強度が高く、大きいドロプレットを選択して引抜試験を行うと繊維へ加わる負荷が大きくなり、繊維が破断してしまう。よって、ドロプレットの直径は 60~90 μm の大きさを選択する。

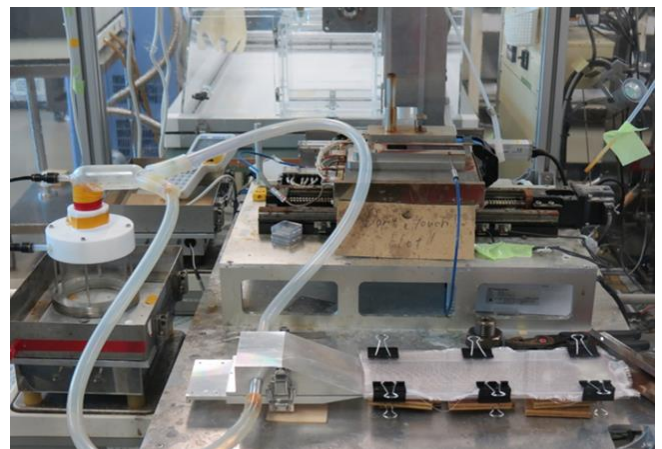


Fig.1 Mist process equipment

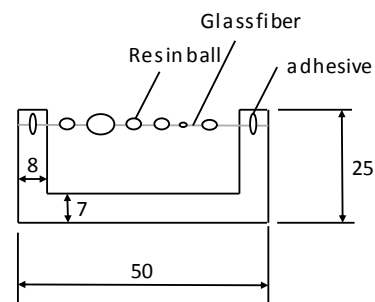


Fig.2 Dimensions of test pieces

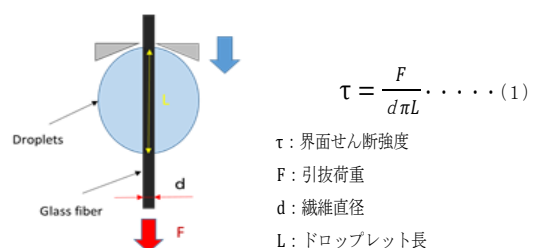


Fig.3 Schematic diagram of micro droplet method

作製した試験片を引抜試験機にセットし、引抜試験の測定を行った。引き抜き速度は 0.3mm/min とし、荷重測定には 500mN のロードセルを使用する。樹脂が繊維から完全に引き抜かれた最大荷重の値を測定した。1 条件に対して 10 個のデータ測定を行った。測定した引抜荷重 F およびドロップレット長 L を式(1)へ代入することで界面せん断強度を求めた。

3. 実験結果および考察

得られた代表的な結果として、図 4,5,6 に界面せん断強度 τ とドロップレット長 L の関係を処理なし、浸漬、6 枚積層中央について示す。

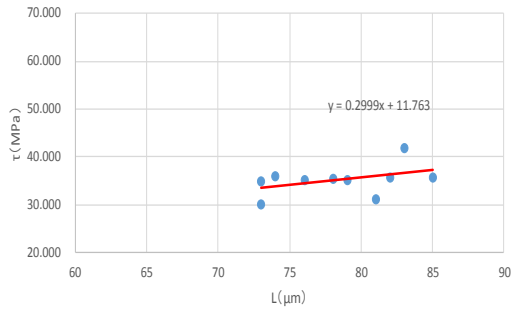


Fig.4 Relationship between interfacial shear strength and length of droplet(No treatment)

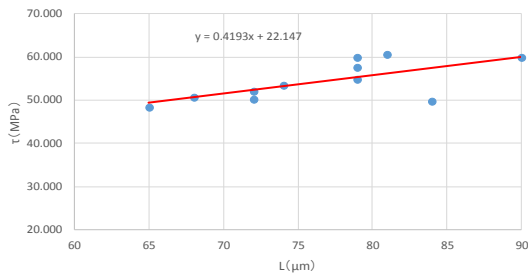


Fig.5 Relationship between interfacial shear strength and length of droplet(Immersion)

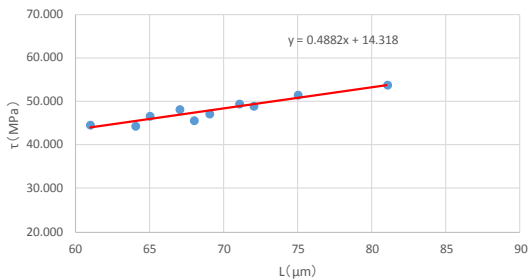


Fig.6 Relationship between interfacial shear strength and length of droplet(6sheets lamination center)

実験結果より、界面せん断強度とドロップレット長には、線形の関係があることがわかった。そこで、ドロップレット直径を $L=80\mu m$ と仮定した場合の界面せん断強度を図に示しているプロットに対する 1 次関数の近似式を適用して算出した値を図 7 に示す。

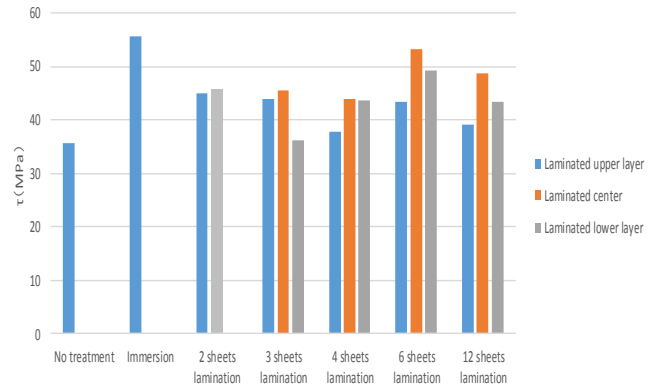


Fig.7 Interfacial shear strength($L=80\mu m$)

本実験で得られた結果としては、6 枚積層した場合が最も優れた性能を発揮しており、浸漬法と比べるとやや強度は劣るが、処理なしと比べると明らかに強度が上昇している。このことより、ミスト法による処理がしっかりと行えていることがわかる。図よりミスト法による処理を行った繊維のなかでは、6 枚積層の 3 枚目の繊維が最も高い界面せん断強度を示すことがわかった。また、どの積層構成においても、中央の層の繊維の界面せん断強度が最も大きくなることが示された。さらに、上層と下層を比べると、下層の方が界面せん断強度が大きくなることがわかった。以上から、最もミストが浸透するのが中央部であるのではないかと憶測される。

12 枚積層した場合でも 6 枚積層した場合と同等程度の性能があるので、ミスト法でも 1 度に多くの繊維を同時に処理が可能であると考えられる。

4. 結言

本実験では処理方法を変えた繊維に対し、マイクロドロップレット法を用いて評価を行った。その結果、浸漬法は処理なしと比べ 50%ほど界面せん断強度が上昇している。マイクロミスト法は処理なしと比べおおよそ 20%ほど界面せん断強度が上昇している。本実験では 1 条件に対し 10 個のデータしかなく、界面せん断強度の値に誤差が生じていることが考えられる。なので、界面せん断強度を正しく評価するにはさらに多くのデータを測定する必要があるだろう。

参考文献

1. 東レ・ダウコーニング株式会社 シランカップリング剤 https://www.dowcorning.co.jp/ja_IP/content/.../Z003_silane_coupling_agents.pdf
2. 川原村敏幸, 「ミスト CVD 法とその酸化亜鉛薄膜成長への応用に関する研究」京都大学 学位論文 21-37, B(2008)