

顔料を含有した GFRP の強度特性

Strength Properties of Pigment-Containing GFRP

システム工学群

高坂研究室 安江 峻登

1 緒言

ガラス繊維強化プラスチック (GFRP : Glass fiber reinforced plastic) は、優れた耐薬品性や成形性から、歯科用 CAD/CAM レジンブロック等に広く応用されている。しかし、GFRP は異方性に起因する複雑な損傷挙動や脆性的な破壊特性を持つため、設計上の課題が多い。現在、CAD/CAM 冠の審美性向上には、加工後のステイン処理と表面レジンコートが不可欠である。しかし、咀嚼や清掃による摩擦でコートが剥離し、色調が損なわれる懸念がある。これを防ぐにはブロック内部への着色が有効だが、内部の顔料含有状態が強度特性に及ぼす影響の解明が急務となっている。

先行研究⁽¹⁾では、ガラス繊維強化熱可塑性プラスチックへの顔料の影響を調査し、繊維添加時には顔料粒子が樹脂・繊維間の結合を阻害し、曲げ特性を変化させることが示されている。しかし、ガラス/熱硬化樹脂材料の強度特性への影響に関する研究は多くない。本研究では、顔料含有が歯科用 GFRP の強度特性に及ぼす影響を明らかにすることを最終目的とし、本稿では、顔料含有がエポキシ樹脂の引張特性および GFRP の曲げ特性に及ぼす影響を調べた。

2 材料および実験方法

2.1 使用材料

エポキシ樹脂 (主剤 : jER 801N(三菱ケミカル株式会社, 硬化剤 3080(jER キュア, 三菱ケミカル株式会社)を使用し、配合比(主剤 : 硬化剤)100 : 45 で混合した。顔料粒子は FTY-03 レッド(酸化鉄, 大日精化工業)を使用した。また、ガラス繊維はガラスクロス (GE352G135SB, 三菱ケミカル株式会社, 厚さ 120 μm) を使用した。

2.2 試験片作製

樹脂試験片は JIS K 7164 (タイプ 1B 系 A 形, 厚さ 4mm)、GFRP 試験片は JIS K 7017 (クラス III) に準拠して作製した。Fig.1 に樹脂試験片の寸法を示す。作製手順として、主剤に顔料を添加し、超音波分散後に硬化剤と混合して型に流し込んだ。GFRP はハンドレイアップ法により成形した。成形後、乾燥炉にて 80 $^{\circ}\text{C}$ まで 30 分で昇温し、同温度で 3 時間硬化 (ポストキュア) させた。顔料含有量は、質量分率で 0, 1, 2, 3 mass% の 4 水準とした。

2.3 試験方法

樹脂の引張特性評価のため、JIS K 7164 に準拠した引張試験を行った。万能試験機(島津製作所, AGS-X)を用い、試験速度 1.5 mm/min, つかみ具間距離 115 mm の条件で破断まで荷重を付加した。伸びの計測には、試験片中央部に貼付したひずみゲージ(東京測器研究所, Strain Gauges)を用いた。GFRP の曲げ特性評価のため、JIS K 7017 に準拠した三点曲げ試験を行った。試験速度 0.5 mm/min, 支点間距離 40 mm とし、たわみ量はクロスヘッド変位量より算出した。

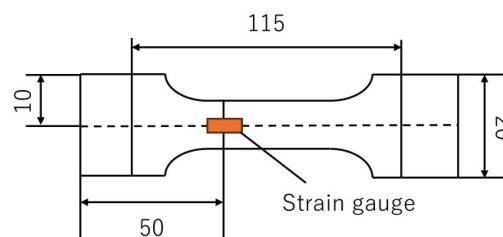


Fig.1 Dimensions of specimen

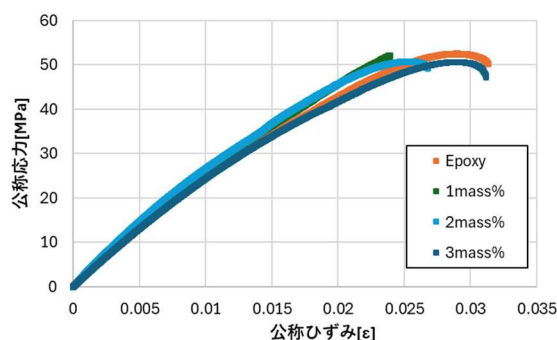


Fig.2 Stress-strain diagram of pigmented epoxy resin

3 実験結果および考察

3.1 引張試験の結果と考察

顔料含有量における代表的な公称応力-公称ひずみ曲線を Fig.2 に示す。いずれの条件もひずみ 0.005 付近で降伏し、ひずみ 0.025~0.03 付近で最大応力に達した後、樹脂内の割れ損傷に伴い荷重が低下し、その結果公称応力が低下した。

各含有量に対する引張強さ、破断ひずみの平均値をそれぞれ Fig.3, 4 に示す。引張強さは顔料の添加により低下し、2 mass% で最小となった。また、破断ひずみは顔料添加の有無による差が大きく、顔料含有により破断ひずみが低下する傾向が確認された。

引張試験の結果、顔料含有による強度低下は主に破断ひずみの減少に起因することが明らかとなった。これは、顔料粒子とエポキシ樹脂界面の接着性不足や、顔料の凝集によって生じた微細なボイドが破壊の起点となり、脆性的な破壊を促進したためと考えられる。今後は顔料へのカップリング処理等による分散性の向上が、強度改善に有効であると推測される。Fig.5 の破断面観察の結果、全条件において鏡面近傍にクレーズが確認された。バージン材では主にクレーズを起点とした破断が進行したが、顔料含有材では粗いハックルが観察

された。これは顔料添加によって樹脂の塑性変形能が低下し、局所的な応力集中により多数のマイクロクラックが発生・進展した結果、脆性的破壊様式へ移行したためと考えられる。

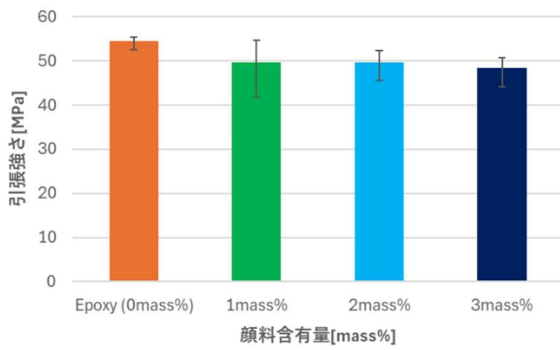


Fig.3 Tensile Strength of pigment containing epoxy

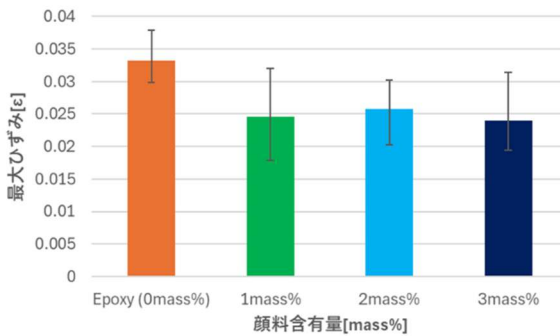


Fig.4 Maximum strain of pigment containing epoxy

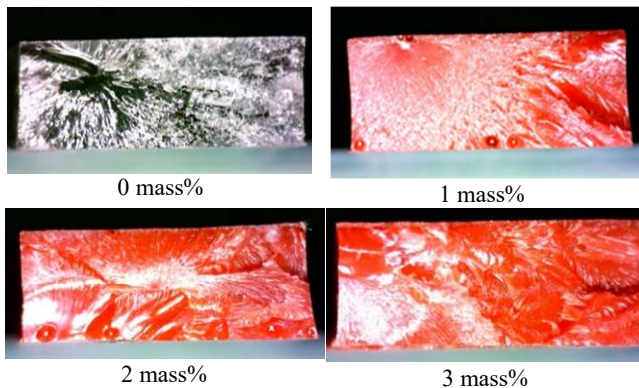


Fig.5 Fracture surface of pigment containing epoxy

3.2 三点曲げ試験の結果と考察

各顔料含有量における代表的な曲げ応力-ひずみ曲線を Fig.6 に示す。また、曲げ強さおよび曲げ弾性率の平均値をそれぞれ Fig.7, 8 に示す。曲げ強さおよび曲げ弾性率は 1 mass% で最大値を示した。

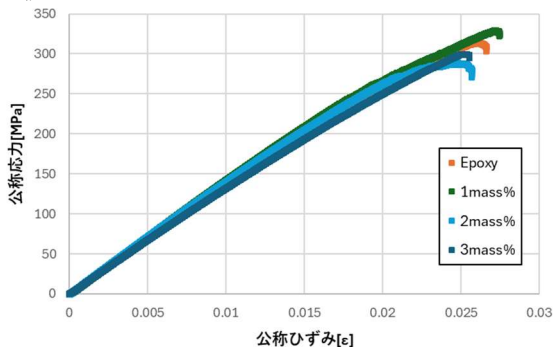


Fig.6 Flexural S-S curves of pigmented GFRP

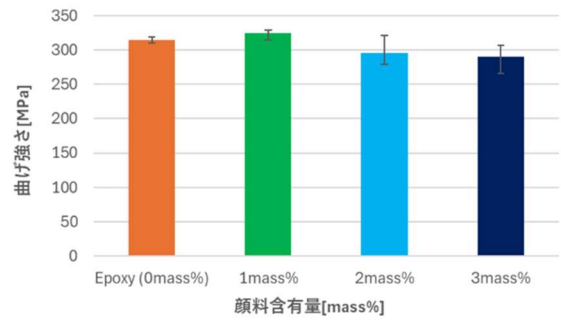


Fig.7 Flexural strength of pigmented GFRP

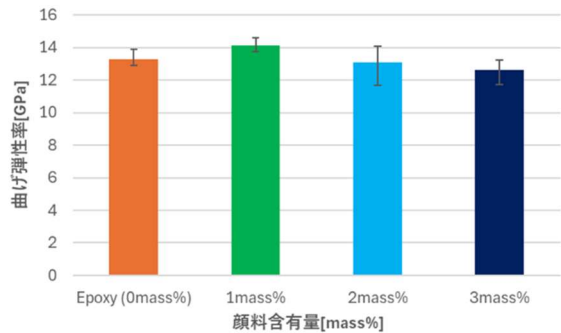


Fig.8 Flexural modulus of pigmented GFRP

曲げ試験の結果、1 mass%において曲げ弾性率、曲げ強さが向上したのは、適度な顔料分散によりマトリックスの変形が拘束され、拘束効果が最大化したためであると考えられる。一方、2 mass%以上で低下に転じたのは、粒子の凝集による応力集中の激化、および樹脂、繊維、顔料間の有効界面面積の減少が支配的となったためと考えられる。

4 結言

本研究により、顔料含有量がエポキシ樹脂および GFRP の強度特性に有意な影響を及ぼすことが明らかとなった。

エポキシ樹脂単体においては、顔料添加に伴い破断ひずみが減少し、引張強さが低下した。これは顔料と樹脂界面の密着性不足により、界面剥離が破壊の起点となったためと考えられる。今後は顔料粒子にシランカップリング剤による表面処理を施し、界面結合力の強化が強度低下の抑制に及ぼす影響を調査する必要がある。一方、GFRP 試験片の曲げ特性においては、1 mass%の顔料含有時に曲げ強さおよび曲げ弾性率が最大値を示した。1 mass%において特性が向上したのは、適度な顔料分散によるマトリックス拘束効果が最大化したためと推測される。

参考文献

- (1) Yasuhiro Tanimoto, Manamu Nagakura, and Norihiro Nishiyama, "Glass fiber-reinforced thermoplastics for use in metal-free removable partial dentures: Combined effects of fiber loading and pigmentation on color differences and flexural properties", Journal of Prosthodontic Research, Vol.62, No.3(2018), pp. 359-364

謝辞

本研究を進めるにあたり、顔料の提供ならびに多大なるご協力を賜りました YAMAKIN 株式会社様に、深く感謝の意を表します。