

超音波による硬化剤混合度が異なる樹脂成形品の評価

日大生産工
法政大工

○酒井 哲也
新井 和吉

日大生産工

大野 茂

1. はじめに

熱硬化性樹脂である不飽和ポリエステル樹脂は薬液の添加によって化学反応を生じ、常温・大気圧で硬化する。したがって、この薬液、すなわち硬化剤および促進剤について添加量および添加後の混合プロセス等は硬化後の特性に大きく影響するため、成形後の樹脂成形品の評価は重要である^{1), 2)}。

そこで、本研究では硬化剤混合度が異なる不飽和ポリエステル樹脂成形品について、攪拌条件の制御が可能な試験片装置を使用し、意図的に硬化が不均一な不飽和ポリエステル樹脂試験片を作製した。さらに、非破壊検査によって硬化剤の混合度を評価することを最終目標に、硬化が不均一な樹脂成形品の機械的特性を求め超音波音速との関係について検討した。

2. 実験方法

2.1 試験片作製装置

試験片作製装置（攪拌装置）の概略図を Fig.1 に示す。攪拌槽は 200mm×φ140mm の円筒平底攪拌槽を用い、攪拌翼は 6 枚平羽根パドル翼を用いた。攪拌翼は攪拌槽内に樹脂を注入した際の樹脂の液高さ 1/2 の高さに設置し、攪拌翼中心軸は攪拌槽の中心に鉛直に設置した。

2.2 試験材料

試験材料はイソフタル酸系不飽和ポリエステル樹脂（ジャパンコンポジット（株）製：ポリホープ P290）に硬化剤（（株）日本油脂製：パーメック N）、促進剤（触媒）（6wt% ナフテン酸コバルト、94wt% スチレンモノマー）を添加した。添加量は硬化剤 0.60phr、促進剤 0.55phr とした。

2.3 試験片作製方法および試験片

試験片作製方法は Fig.1 に示した攪拌槽内にあらかじめ促進剤 0.55phr を添加した樹脂を注入し、回転数 100rpm で攪拌翼を回転させ定常攪拌状態にする。その後 0.60phr に相当する量の硬化剤を攪拌軸近傍に瞬間的に注入し、120s 攪拌した後、攪拌翼を停止させ、同時に攪拌槽下部のドレン弁を 4 回に分けて開き、約 390×390×2mm の型に流出し、順に No.1, 2, 3, 4 と

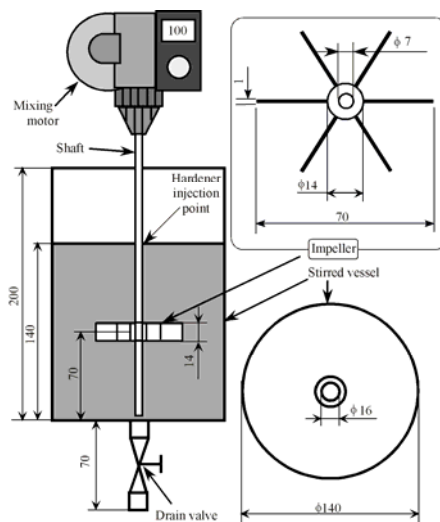


Fig. 1 Schematic illustration of resin stirring system.

ナンバリングしそれぞれ 4 枚の板を成形した。この攪拌装置による試験片と比較するために、完全混合均一化の目安として、ヘラを用いて攪拌する手混ぜ（ハンドミキシング）により、同量の硬化剤、促進剤を添加し、同じ大きさの板を 1 枚成形した（ハンドミキシング材）。注形後、室温で 48 時間放置した後、JIS K 7055 の曲げ試験片規格に準じて 52×15mm に切断し、各試験を行った。

2.4 評価方法

試験片の評価は、超音波測定装置により、25℃一定の水槽内で水浸用探触子を試験片両面に設置して超音波を照射する透過法で行い、音速を算出した。

次に、これらについて三点曲げ試験を行い、曲げ強さを測定し、超音波音速値との比較を行った。

3. 樹脂成形品の機械的特性値

全試験片について超音波測定を行い、音速を求めた。これらの平均値と標準偏差を Table 1 に示し、Fig.2 に超音波音速を正規確率紙上にプロットした。攪拌装置によって作製した試験片について 4 枚の成形板ごとに評価したとこ

Table 1 Average and standard deviation of ultrasonic sound velocity.

Mixing condition		Number of specimens	Sound velocity [m/s]	
			Average	Standard deviation
Hand mixing		70	2364	10.1
120s	No.1	35	2323	15.6
	No.2	29	2351	18.6
	No.3	35	2387	14.8
	No.4	36	2408	10.8
	All	135	2368	36.4

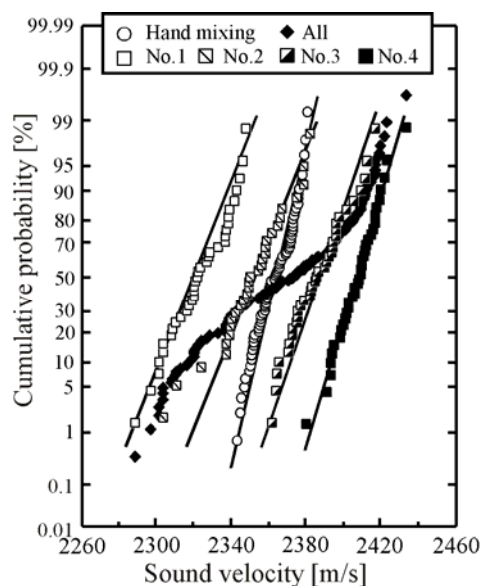


Fig.2 Normal probability plot of sound velocity of hand mixing and stirring mixed specimens.

ろ、全ての成形板で音速の分布は正規分布となった。また、音速は各分布のプロット位置および平均値からもハンドミキシング材に比べて遅い No.1, 2, 速い No.3, 4 となった。

4. 超音波音速と曲げ強さ

Fig.3 は攪拌装置により作製した各試験片の超音波音速と曲げ強さを示したもので、成形板ごとに同一シンボルで表示し、比較のためにハンドミキシング材についても同一図上にプロットした。

全体的な傾向として音速の上昇とともに曲げ強さはほぼ比例して増加しており、相関関係認められたが、音速が 2400m/s 以上になると増加が鈍化した。次に、成形板ごと評価したところ、ハンドミキシング材に比べて、低い音速の No.1, 2、ほぼ同等の No.3、高い速度の No.4 に分類でき、Fig.2 の正規確率紙上の音速の傾向と曲げ強さは相関があり、成形板ごとに異なる硬化剤混合度の影響が現れた結果となった。しかし、No.4 のプロットは曲げ強さの増加が鈍

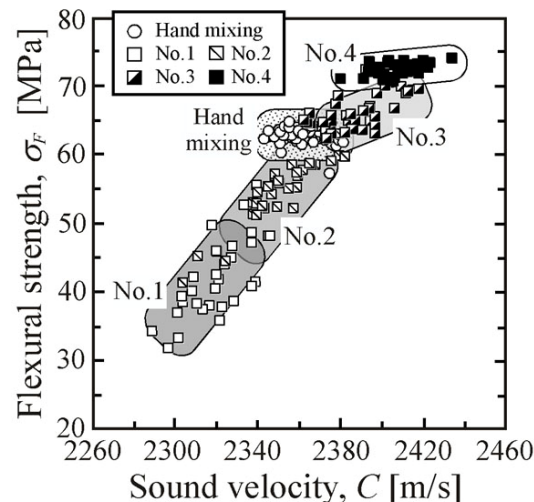


Fig.3 Relation sound velocity and flexural strength of UP.

化する領域（音速：2380～2430m/s）に集中している。これは硬化剤が高濃度の場合、過度に硬化反応が進むため、硬化収縮が生じ脆性化したためである。したがって、低濃度領域（No.1 および No.2）において得られた音速と強さの傾向から、高濃度領域の強さを超音波によって評価をする場合注意が必要である。

5. おわりに

攪拌装置により作製した試験片について、機械的特性はハンドミキシング材に比べて、硬化剤濃度の濃淡が反映された成形品となった。さらに、これらを超音波測定した結果、音速と曲げ強さについて、特に硬化剤が低濃度の成形板において強い相関が認められた。しかし、高濃度においても音速による評価は可能であるが、低濃度の傾向と異なることを把握して行う必要がある。

<参考文献>

- 1) 酒井哲也ら；材料の科学と工学, Vol.44, No.5, pp.209-214
- 2) 酒井哲也ら；ネットワークポリマー, Vol.27, No.2, pp.19-28