

# N114

## 光ファイバ赤外分光によるビニルエステル樹脂の硬化過程計測

(東工大院理工) ○ (学) 壁直幸\*・(土木研) (正) 富山 禎仁  
 (東工大院理工) (正) 久保内 昌敏・青木 才子・(日大生産工) (正) 酒井 哲也

### 1. 緒言

繊維強化プラスチック (FRP) は日用品から先端産業まで幅広く利用されている。特に化学プラントのように酸、アルカリ等の腐食性流体を使用する場において、耐食性 FRP が金属に代わり多用されている。耐食性 FRP はその用途ゆえに高い安全・信頼性が要求され、その性能を完全に発現するためにはマトリックス樹脂の十分な硬化が必要となる。樹脂の最適な硬化条件を検討、制御するためには、硬化反応の転化率に相当する「硬化度」の計測及び評価手法が必要である。硬化度測定の方法として、最近では光ファイバセンサを樹脂中に埋め込み、硬化をモニタリングする非破壊のモニタリング技術が注目されている。化学構造変化を直接追跡できるゆえ赤外分光器は硬化度測定に有効であるが、一般的な光ファイバでは中・遠赤外領域の光を十分に透過せず利用することができない。

本研究では中・遠赤外光を透過するカルコゲナイドガラス製の光ファイバを用いることで、中赤外領域における赤外光の吸収ピーク変化を測定し、耐食性 FRP のマトリックスとして多用されるビニルエステル樹脂の硬化時における樹脂内部の化学反応モニタリングを試みた。

### 2. 実験方法

Fig.1 に示すように光源と検出器の間を、中赤外領域の透過性に優れるカルコゲナイドファイバ (REMSPEC 社製) で結び、測定部ではファイバを樹脂中に埋設した。測定部ではファイバのクラッドを取り除き、コアと樹脂を接触させた。赤外光がコアと樹脂の界面で反射する際に起こる波長吸収特性を分析することで樹脂内部の化学構造の変化を分析した。

測定に用いた樹脂は一般的なビスフェノール系ビニルエステル (昭和高分子: RIPOXY R804) を用い、硬化反応に伴うスペクトルの経時変化を計測した。赤外スペクトルを読み取ることによって硬化度を定量

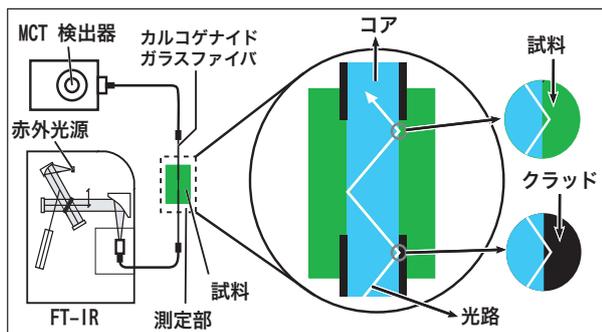


Fig.1 装置図及び測定部拡大図

的に評価する方法を Fig.2 及び (1) 式に示す。

硬化前後で測定した赤外スペクトルを比較し、変化するビニル基 ( $1630\text{cm}^{-1}$ ) のピーク高さを、不変なベンゼン環 ( $1510\text{cm}^{-1}$ ) のピーク高さで規格化し、式 (1) に代入することで硬化度  $\alpha$  を算出した。式 (1) で  $A_0$  は硬化前、 $A_e$  は硬化後、 $A_t$  は硬化反応中の任意の時間での吸光度を規格化したものを表す。

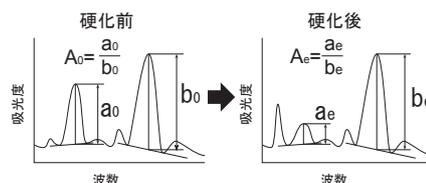


Fig.2 硬化前後での IR スペクトル変化

$$\alpha = 1 - \frac{A_0 - A_t}{A_0 - A_e} \quad (1)$$

### 3. 結果及び考察

硬化度  $\alpha$  の測定結果を時間変化に対してプロットしたものを Fig.3 に示す。また、硬化時の試料の温度履歴と、モニタリングするサンプルと同条件で作製したサンプルの任意の時間での曲げ強度を後硬化後の最終硬化物の強度を 1 とした規格化強度を併せて示した。

硬化時間の経過と共に硬化度が上昇し、硬化反応を捉えることができた。強度に注目すると、硬化度が 0.6 程度の状態では、硬化はしているが強度は低く実用に耐えず、完全に硬化し性能を発現するためには、後硬化が必要であり、後硬化によって硬化度が 0.9 程度まで上昇したとき樹脂は実用に耐えるレベルに硬化したと判断できる。このように本センサを埋め込む事で硬化度の上昇を検知・評価でき、非破壊検査として樹脂の硬化度を推察することができる。

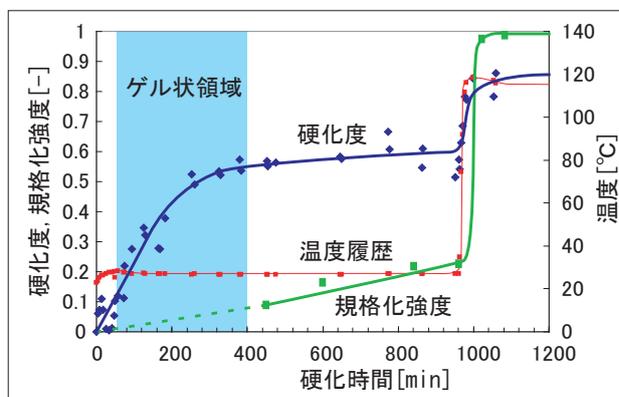


Fig.3 FT-IR による硬化度曲線

\*E-mail:kabe.n.aa@m.titech.ac.jp