膨潤ゲル粒子を用いたエポキシ樹脂微細空孔体の作製

Manufacture of the epoxy resin foam with used a swelling gel particle (山形大学) (学)西本聖、(正)杉本昌隆、(正)谷口貴志、(正)小山清人

In recent years, foaming of thermosetting resin is one of the fields studied extensively. We discuss the conditions that produce epoxy resin foam with swelling gel particles. The sample used in this work is bisphenol A type low viscosity epoxy resin. We used nitrile rubber particles swelled by methylethylketone. The particle size is 100~500nm. Voids were foam in the epoxy resin by shrinking particles due to evaporation of the solvent. The void size was micron size. However, the void density was low.

Keyword: epoxy resin, foam, swelling

1.緒言

近年、発泡技術として超臨界CO₂発泡が注目されている。しかし熱硬化性樹脂にこの技術を適用するのは困難である。そのため熱硬化性樹脂における新たな発泡技術を構築する必要性がある。さらに空孔を微細化にすることで強度の保持や電気特性、熱特性などの新規特性が期待される。そこで本研究では熱硬化性樹脂であるエポキシ樹脂に微細空孔体を作製する新手法の検討を行った。

2. 実験方法

試料として、主材はビスフェノール A 型低 粘度希釈エポキシ樹脂、硬化剤は常温で硬化 させるためトリエチレンテトラミン(TETA)、樹脂中に導入する膨潤ゲル粒子はアクリル酸 ブチル(分散安定剤)で修飾されたニトリルゴム(NBR)をメチルエチルケトン(MEK)で膨潤させたものを用いた。ニトリルゴムは三次元網目構造を成しているため相溶である溶媒で膨潤させることができる。

Takashi NISHIMOTO*, Masataka SUGIMOTO, Takashi TANIGUCHI and Kiyohito KOYAMA Dept of Polymer Science and Engineering Yamagata University, Yonezawa 992-8510, JAPAN TEL:0238-26-3058, FAX:0238-26-3411

E-mail:nishimoto@ckpss.yz.yamagata-u.ac.jp

実験方法はまず NBR を MEK に 10wt%添加し、 12 時間静置し平衡膨潤に達した膨潤ゲル粒子 を作製した。その後、超音波分散装置を用い MEK 中に膨潤ゲル粒子を分散させた。そして エポキシ樹脂と膨潤ゲル粒子を撹拌機を用い て混合した。NBR 中の MEK をエポキシ樹脂の 硬化中に揮発させないために常温 MEK 雰囲気 下で硬化させた。硬化後に乾燥し粒子中の MEK を揮発させることで粒子の収縮によりエポキ シ樹脂中に空孔を形成させることを試みた。 本実験では MEK の揮発速度による変化を見る ために常温空気雰囲気下と常温減圧雰囲気下、 100 空気雰囲気下そして100 減圧雰囲気下 の4種類で MEK を揮発させた。以下これらの 条件を条件 A、B、C、D とする。作製した試料 の破断面を走査型電子顕微鏡(SEM)で観察し た。

3. 結果・考察

図1、2、3、4に条件A、B、C、Dで作製した試料の破断面のSEM写真、表1にSEMで観察した画像から解析した値を示す。

バルク状でのエポキシ樹脂の比重は 1.17 であり今回作製した試料の比重は全て下がっている。これは空孔が導入されていることと比重が 1の NBR が混入しているためである。

条件 A、Bでは空孔を確認できたが、多数の空孔を導入することはできなかった。これはエポキシ樹脂に導入する膨潤ゲル粒子が少なかったためである。しかし膨潤ゲル粒子を多くしてしまうとエポキシ樹脂中に MEK が多く含まれ軟化してしまい、空孔が潰れてしまうという結果になった。一方、条件 C、D の SEM 写真では空孔をほぼ観察されなかった。100 乾燥で空孔ができていなかった理由としては急激に MEK が揮発しマトリクスが可塑化してしまったことが原因ではないかと考えた。



Fig.1 SEM photograph of condition A

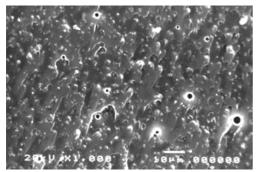


Fig. 2 SEM photograph of condition B

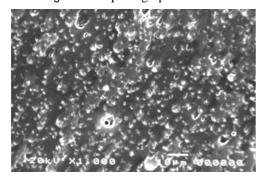


Fig. 3 SEM photograph of condition C

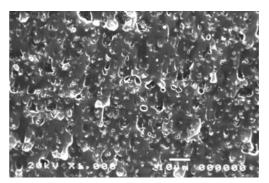


Fig. 4 SEM photograph of condition D

Table 1. Mean diameter, void density, and relative density of differently condition.

	mean		relative
condition	diameter	void density	density
Α	1.45µm	$6.8 \times 10^7 \text{cell/cm}3$	1.141
В	1.43µm	7.4×10 ⁷ cell/cm3	1.140
С			1.151
D			1.152

4. 結言

常温で徐々に MEK を揮発させることによりエポキシ樹脂に空孔を導入することができたが、多数の空孔を導入するには至らなかった。

5.参考文献

Charlier Y.; Hedrick J.L.; Russell T. P.;
Jonasa.; Volksen W.: Polymer, vol36,
987-1002 (1995)