

# 論文 オートクレープ養生温度を変えた P P 短繊維補強セメント材料の曲げ挙動

山本 基由<sup>\*1</sup>・山田 寛次<sup>\*2</sup>

**要旨：**本研究ではポリプロピレン（以下 PP）繊維補強セメント材料（以下 FRCC）のオートクレープ養生による影響について検討するため、異なる製造方法で造られた PP 繊維を混入したセメント材料に、温度条件を変えたオートクレープ養生を施し、その曲げ挙動及び破断面の観察を行った。その結果、PP 繊維の耐熱温度が高いほど、高い養生温度で繊維補強効果を発揮し、180℃の養生温度でも効果を維持するものもあった。また、走査型電子顕微鏡観察により、気泡への溶け出し、強度が無くなった繊維の切断面、管状に張り付いたもの等が確認された。

**キーワード：**ポリプロピレン、短繊維、オートクレープ養生、繊維補強、曲げ挙動

## 1. はじめに

オートクレープ養生は、比較的短時間で養生を完了し、目標とする強度を早く発現させるために、安定品質と安定供給のために窯業系内外装材メーカーに広く採用されている方法である。セメント系材料補強用に様々な有機繊維が提案され、それらの特徴を生かした用いられ方をされているが、その中でオートクレープ養生時の高温高圧水蒸気の雰囲気下における、セメントのアルカリに耐性のある繊維は限られている。

PP はその化学構造からも推測できるように、疎水性で、アルカリに耐性が高い。また、融点も 160℃以上で有ることから、オートクレープ養生に向いている補強繊維と言える。しかし、その欠点として、セメントマトリックスに比べ非常に弾性率が低いこと、表面加工のない場合、マトリックスとの付着力が弱く、曲げ破壊時には混入された繊維は引き抜け易いこと等が挙げられる<sup>1)</sup>。

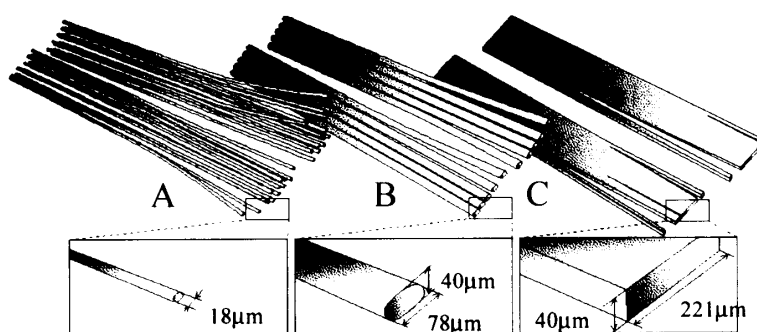
当研究では、あまり扱われていない PP 繊維へのオートクレープ

条件の影響を確認するため、異なる製造方法で造られた PP 短繊維を混入して FRCC を作成し、165℃から 180℃まで温度を変え、8 時間オートクレープ養生を施すと、養生条件の違いが繊維の補強効果にどのように影響するか、曲げ試験及びその破断面の走査型電子顕微鏡（以下 SEM）観察により検討を行った。

## 2. 実験概要

### 2.1 使用繊維概要

使用した 3 種類の PP 短繊維の模式図を図-1 に、それらの物性値について公表されている値を表-1 に示した。



\*図内の数値は平均値を表す。

図-1 P P 短繊維の模式図

\*1 (株)テザック 開発部 農修 (正会員)

\*2 秋田県立大学教授 建築環境システム学科 工博 (正会員)

表－１　PP短繊維の諸物性表

|                           | A         | B     | C         |
|---------------------------|-----------|-------|-----------|
| 形状                        | 円柱        | 楕円柱   | 角柱        |
| 製造法                       | マルチフィラメント | 特殊マルチ | スプリットフィルム |
| 繊維径 (dtex)                | 2         | 22    | 80        |
| 繊維長 (mm)                  | 6         | 6     | 6         |
| 引張強度 (N/mm <sup>2</sup> ) | 740       | 600   | 560       |
| 伸び(%)                     | 20-30     | —     | <8        |
| 弾性率 (kN/mm <sup>2</sup> ) | 5.0       | —     | 13.5      |

表－２　使用材料

| 項目     | 記号  | 種類／緒言                                            |
|--------|-----|--------------------------------------------------|
| セメント   | C   | 早強ポルトランドセメント：比重 3.14，比表面積：4550cm <sup>2</sup> /g |
| 細骨材    | S   | 愛知県西加茂郡陸砂粉砕品：比重 2.62，比表面積：5330cm <sup>2</sup> /g |
| PP 短繊維 | PPF | 6mm カット品：比重 0.91                                 |
| 高性能減水剤 | SP  | 主成分：ナフタリン系                                       |
| 消泡剤    | MA  | 高級多価アルコール                                        |

表－３　調合表

| W/C | C<br>(g/l) | W<br>(g/l) | PPF<br>(g/l) | S<br>(g/l) | SP<br>(g/l) | MA<br>(g/l) |
|-----|------------|------------|--------------|------------|-------------|-------------|
| 33  | 1071       | 354        | 9.1          | 643        | 11          | 11          |

## 2.2 使用材料および配合

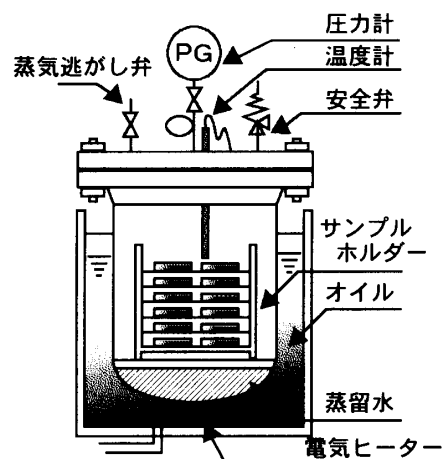
作成した試験片の使用材料を表－２に示す。マトリックスを密実にするために、細骨材をボールミルで更に粉砕したものを使用した。また、Vf は、一般的に採用されている添加率である 1.0vol%とした。

その調合を表－３に示す。型枠に流し込み後、こて仕上げするために、作業性からフロー値が 110 程度になる水比をあらかじめ測定し W/C を 0.33 に決めた。

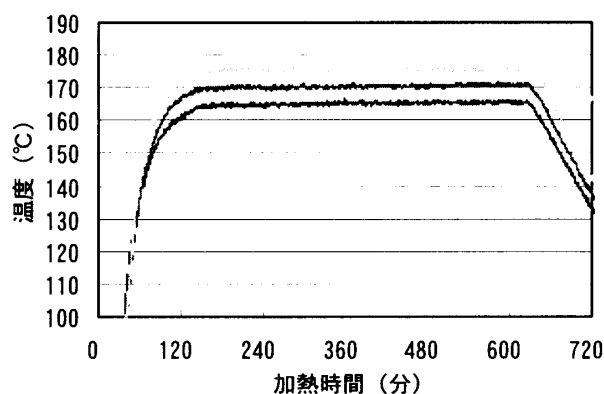
## 2.3 試験体の製作

練り混ぜには 5 リッターのオムニミキサーを使用した。セメント、細骨材、PP 短繊維を投入し、60 秒空練りした後、水、高性能減水剤、消泡剤を投入して 120 秒間練り混ぜを行った。

練り混ぜ後は、厚さ 10mm の型枠に流し込み、振動を加えながら成形し、表面を箒手で仕上げ



図－２　オートクレーブ養生



図－３　オートクレーブ養生の温度管理

た。材齢 1 日までは 20℃で封緘養生を行い、その後離型して、曲げ試験用に 125mm×50mm×10mm にダイヤモンドカッターで切断した。その試験体をサンプルホルダーに並べ、オートクレーブ養生した様子を図－２に示す。

20 リッター・オイル加熱式オートクレーブを用いて養生を行った。試験の前に 170℃で 8 時間、空気存在下でオートクレーブ養生した PP フィルムを赤外分光法で測定した結果、含まれる酸素により繊維が酸化を受けることが確認されたため、その影響を排除するために、加熱前に真空ポンプにてオートクレーブの内圧をゲージ圧  $-8.7 \times 10^4 \text{Pa}$  に減圧後、所定の時間及び温度にて、高温高压水蒸気養生を行った。

当研究においては、高温養生時の 165℃～180℃の差によって、繊維の補強効果が如何に変わるかを観察しようとしていることから、目標

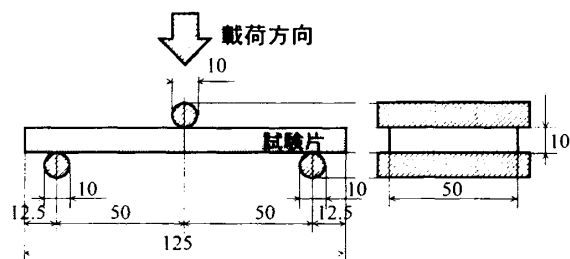


図-4 曲げ試験方法

とする温度の-1℃から+0.5℃の間で管理した。また、その器内温度の測定値を記録したものを図-3に示す。この結果から、目標温度に到達後に8時間、温度管理なされたことが確認された。養生後、器内が室温になってから取り出し、温度20℃、相対湿度80%の恒温恒湿槽内で1日間保管し、強度試験を行った。

#### 2.4 試験方法

試験に使用したPP繊維AからCをJIS K7122プラスチックの転移熱測定方法（以下DSC）で測定し、熱による影響を調べた。

曲げ試験は、5mm/minの载荷速度の変位制御試験を行い、応力-変位関係を $n=6$ で測定した。その曲げ試験の様子を図-4に示す。また、この曲げ試験後に、破断面のSEM観察を行った。

### 3 実験結果および考察

#### 3.1 DSC測定

DSC測定結果を図-5に示す。AからCにつれて、熔融開始温度、熔融ピーク温度が上昇し、そのカーブが鋭角になり、また、その吸収エネルギーが増加していくことが観察された。これらのPP繊維における物性値の違いについては、延伸条件の影響を大きく受け、 $A < B < C$ の順で延伸倍率を高く設定した製法となっていることが予想される<sup>2)</sup>。また、連続生産性を考慮した最大限の延伸倍率で生産されていると考えると、Cが最も延伸性の高い製法と言える。

#### 3.2 強度試験

異なる温度で養生されたPP-FRCCの曲げ試験の応力-たわみ曲線を図-7に、吸収エネルギー

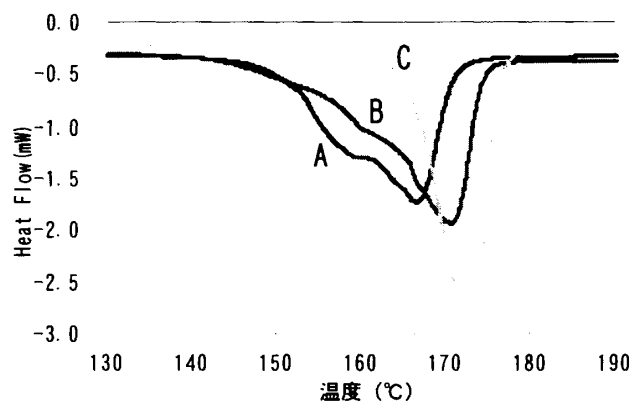
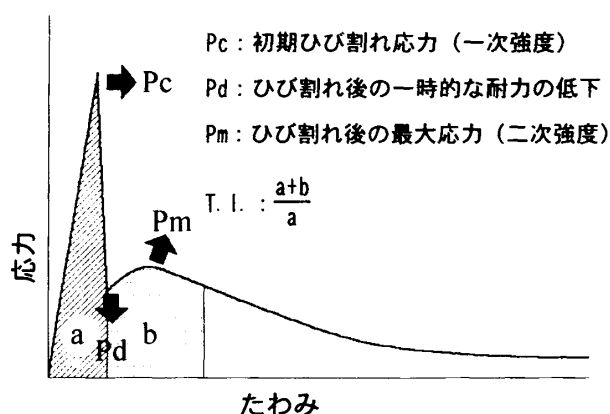


図-5 PP短繊維のDSC測定結果

図-6 PP-FRCCの曲げ応力-たわみ曲線<sup>3)</sup>

ギー-たわみ曲線を図-8に示す。PP-FRCCは、VFが小さい場合、図-6の様な応力-たわみ曲線を示す。繊維の効果を示す指標として、 $P_c$ ,  $P_d$ ,  $P_m$ の平均値を図-9, 10, 11に、また、スパン100mmの1/150たわみである0.67mmまでの吸収エネルギー(a+b)を初期ひび割れ荷重までの吸収エネルギーaで除した、Toughness-Index (T.I.)について図-12にまとめる<sup>3)</sup>。また、 $P_m$ 発生時のたわみを表-3にまとめる。

図-9より、一次強度 $P_c$ は温度と共に高くなりマトリックスの強度が増す傾向があることを示した。図-10, 11より、耐力低下 $P_d$ 及び二次強度 $P_m$ は温度が上がるに連れて減少する傾向にあり、AとBに関しては180℃でほぼ0になった。Cについては、若干低下しているが、補強効果を残していた。これらのことから、図-5のDSCの結果で熔融温度高く、吸収エネルギーの大きなCは、温度条件の厳しいオ

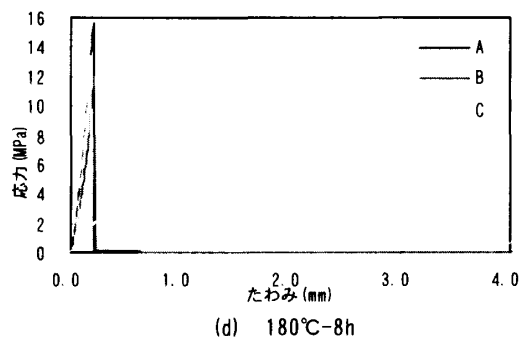
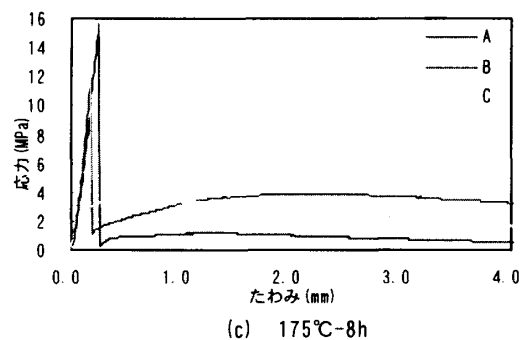
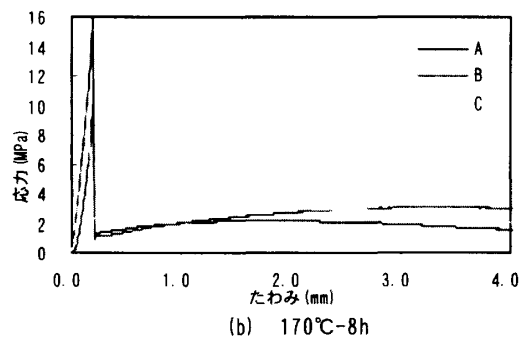
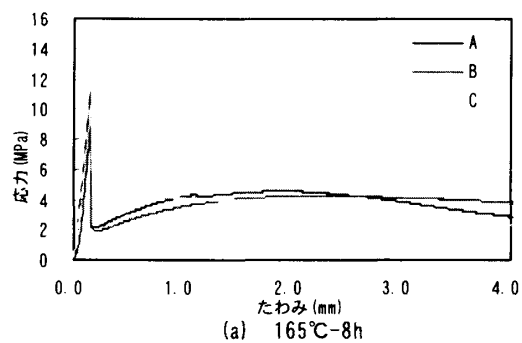


図-7 曲げ応力-たわみ曲線

ートクレープ養生でも補強効果を維持できると言える。

表-4に示すように、各温度条件における  $P_m$  発生時のたわみ量を比較すると、A、Bに比べCはかなり小さい。同じ  $V_f$  であることから、Cは弾性率が高いことにより、初期ひび割れ後、小さいたわみ量で、高い応力を発生したと考え

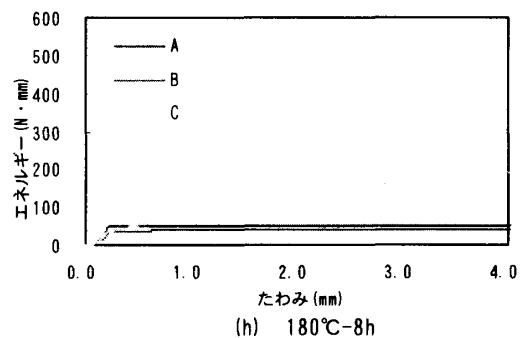
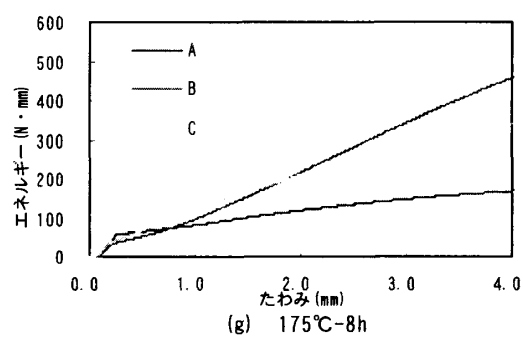
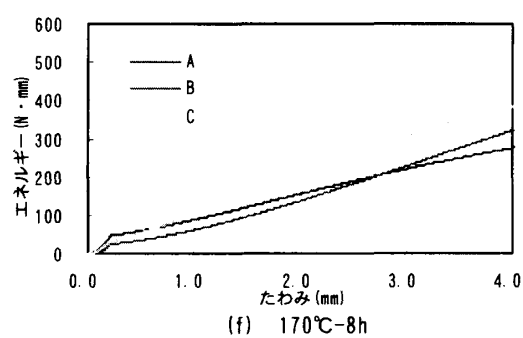
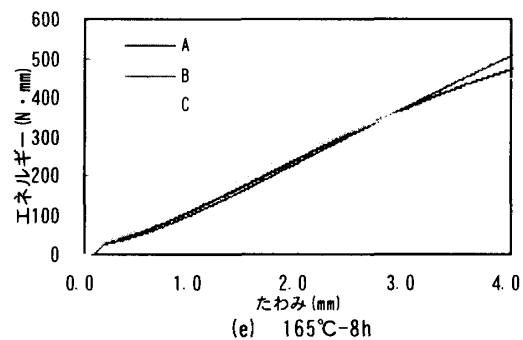


図-8 曲げ吸収エネルギー-たわみ曲線

られる。図-12の T.I.については、 $P_m$  に似た傾きを示し、温度が上がるにつれ、減少する傾向が現れた。また、180°CではA、Bの T.I.が1に近い値となっているが、公式のbに当たる吸収エネルギー値が0に近く、補強効果がほとんど見られないことを意味する結果となった。

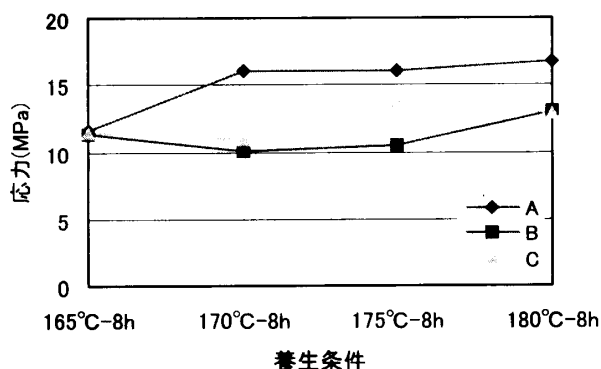


図-9 PP-FRCCの養生条件とPcでの応力の関係

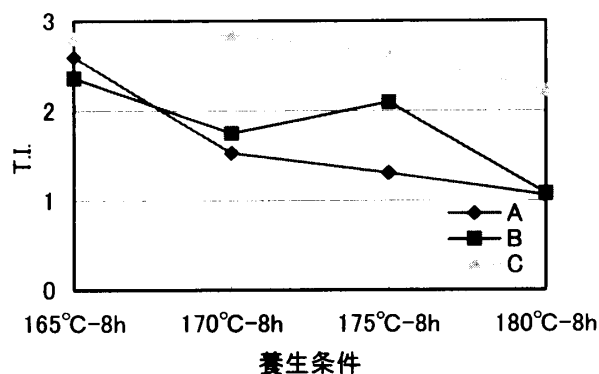


図-12 PP-FRCCの養生条件とT.I.の関係

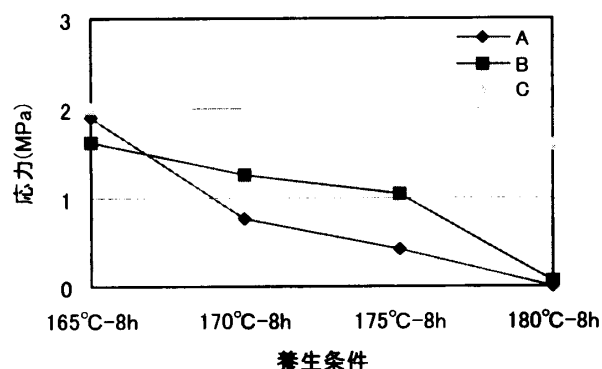


図-10 PP-FRCCの養生条件とPdでの応力の関係

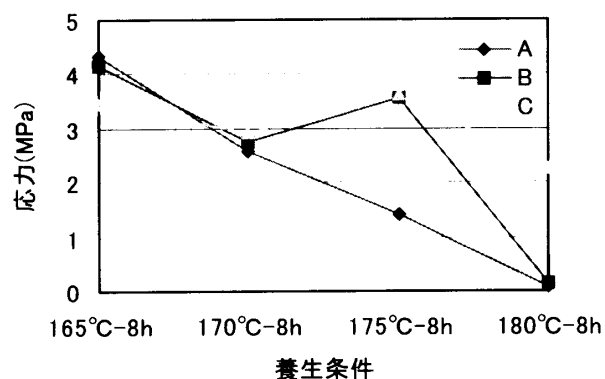


図-11 PP-FRCCの養生条件とPmでの応力の関係

表-4 PP-FRCCの養生条件とPm発生時のたわみ量の関係

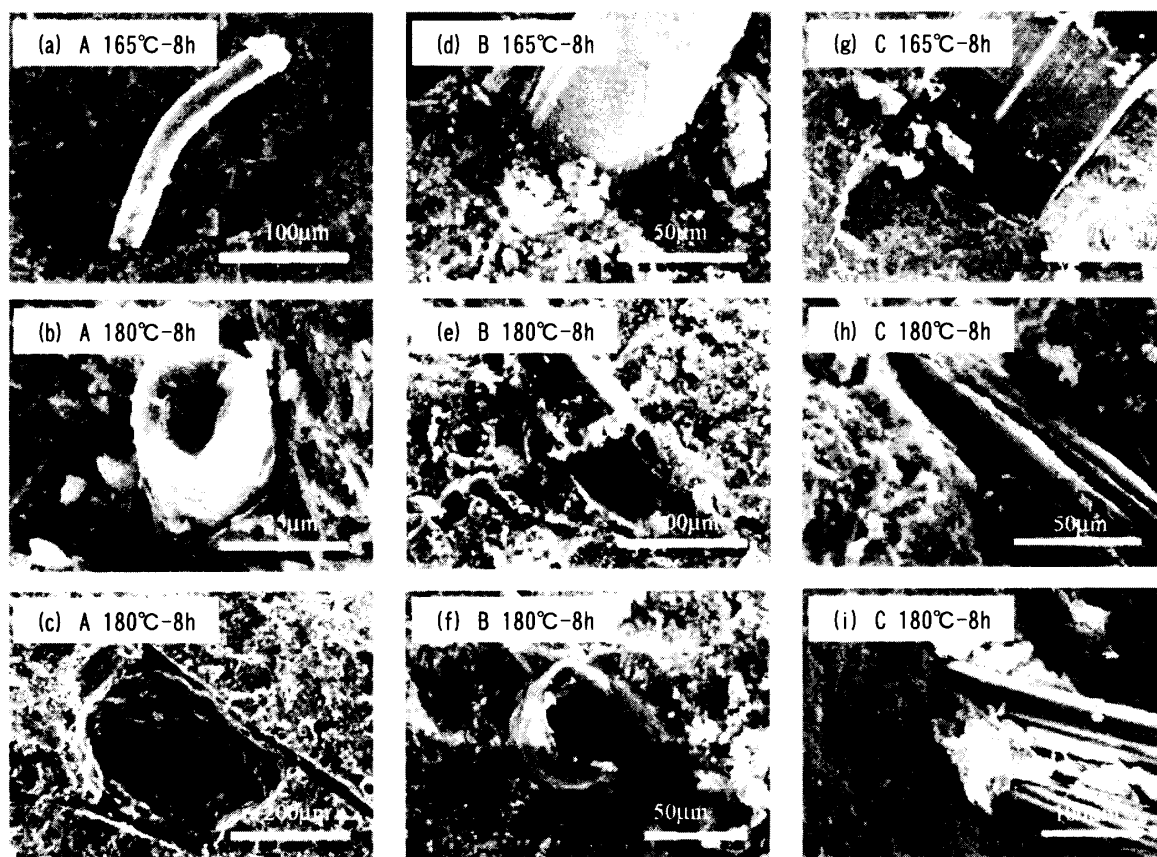
|          | A   | B   | C   |
|----------|-----|-----|-----|
| 165°C-8h | 1.9 | 2.0 | 0.6 |
| 170°C-8h | 1.4 | 3.1 | 0.8 |
| 175°C-8h | 1.0 | 2.0 | 0.4 |
| 180°C-8h | —   | 0.2 | 0.3 |

表-5 繊維の観察結果

|          | A | B  | C  |               |
|----------|---|----|----|---------------|
| 165°C-8h | + | ++ | ++ | ++ : 劣化見られず   |
| 170°C-8h | — | +  | +  | + : 表面に荒れが生じる |
| 175°C-8h | — | —  | —  | — : 溶けた箇所がある  |
| 180°C-8h | — | —  | —  | — : 溶けた箇所多し   |

### 3.2 SEM観察結果

各養生条件、各繊維ともPP-FRCCの曲げ試験後の破断面のSEM観察を行ったが、その劣化後の特徴を示すために、ほぼ劣化していない165°Cと180°Cで養生したものについて記載する。図-13の(a)(d)(g)は各繊維の165°C-8hの養生条件下における曲げ破断面である。(a)には若干見られる繊維劣化を示すような表面荒れなどは(d)(g)に見られない。(c)は樹脂の流出、(b)(e)(f)は中心が粗または筒状に固まった状態、(h)(i)は繊維方向に高融点部分(高配向部分)がむき出しになった状態、また、(b)の様に切断した繊維も観察された。PP繊維が加熱されると、150°Cから180°Cで熔融しながら体積膨張が進む<sup>4)</sup>。つまり、繊維周辺の気泡等に樹脂が流出し、それに伴い繊維は元々あった自身の空間内で体積減が生じる。再び凝固する際は、繊維の外周の温度低下に伴って外周から温度が低下し、再凝固するため、中心が粗な状態で固まったものと思われる。再凝固した繊維は強度が失われているため、切断した繊維が観察された。また繊維の状態観察結果を表-5にまとめた。繊維の状態からもC>B>Aの順に補強効果が残ることを裏付けることとなった。



図－１３ PP-FRCCの低速曲げ破断面のSEM観察

#### 4. まとめ

本研究で得られた結果を以下にまとめる。

- (1) スプリットフィルム繊維Cは他のPP繊維に比べ高い熔融温度であるため、曲げ試験で他の繊維では補強効果が失われていたオートクレーブ養生条件 180℃, 8 時間においても、PP-FRCC は補強効果を維持していた。
- (2) 180℃, 8 時間養生した試験片のSEM観察によって、補強効果を失ったPP繊維が周囲の気泡などへの流出したものや、筒状に再凝固したもの等が観察された。また、繊維形状を維持しているが強度を失っていることを示す切断面が観察された。繊維Cについては、一部溶けている箇所があるものの、繊維の形状は保持していた。
- (3) オートクレーブ養生した高強度かつ高弾性のPP-FRCCを得るためには、高融点と高弾性率のPP繊維を選択し、繊維が熱劣化を起

こさない高い温度、例えば繊維Cの場合溶融ピーク温度近くの170 から175℃で処理を施すのが良いと思われる。

#### 参考文献

- 1) 牧恒雄：ポリプロピレン繊維補強コンクリートの曲げ特性について，農学集法，Vol.26,No.2,pp.200-207, 1981.8
- 2) エドワード・P・ムーア・Jr：ポリプロピレンハンドブック，工業調査会，pp.366-367, 1998.5
- 3) 真鳴光保，幸左賢二，大野定俊：繊維補強セメント／コンクリート複合材料，技報堂出版，pp.26, 1994.5
- 4) 井上辰雄，川上茂：ポリプロピレン，日刊工業新聞社，pp.65, 1964.9