

420 フィブリル化アラミド繊維により強化した圧密化セルロースの 機械的および熱特性

同志社大学[院] 〇若杉景祐 同志社大学[理工] 大窪和也 藤井透

Mechanical and thermal properties of compressed cellulose reinforced by entangled micro-fibrillated aramid fiber

Keisuke WAKASUGI, Kazuya OKUBO, and Toru FUJII

1 緒 言

半導体のテスト工程の一つであるウェーハ検査で用いるプローブカードは、現在セラミックスが使用されている。しかし生産コストが高く廃棄性に問題があり、その代替品の利用が望まれている。セラミックス材料の代替には、その単体としては高い弾性率を持つセルロースが力学的に有望である。セルロースは再生産可能で多大な資源的な価値を持ち¹⁾²⁾、成型材料としても応用が期待されている³⁾⁴⁾。しかしセルロースのみを用いてプローブカードの代替品を成形しても、実用上、十分な強度や熱特性を得られない事が知られている⁵⁾。これを解決するには、アラミド繊維によりセルロースの成形品を強化する方法が考えられる。アラミド繊維は航空機の補強材など強度の必要な場所で使用され、様々な分野での応用が期待でき、セルロース材料の強化材としてアラミド繊維を用いる方法もまた有望であると考えた。しかしそのアラミド繊維を用いてセルロース成形材を強化する際の、その有効な強化材の形態や、有効なそれをもたらす強化機構は知られていないのが現状である。

本研究では、プローブカードのためのセルロース成形材をアラミド繊維により強化し、その特性に必要な低線膨張率を有しつつ高強度をも有する新たなアラミド繊維強化セルロース複合材料を開発するために、その適切な強化材の形態を明らかにした。またそれが得られるための強化機構を明らかにした。

2 材料および試験片作成方法

2.1 セルロース

2 種類のセルロースを使用した。植物セルロース微細繊維(ダイセル化学工業, KY-100G)(PC: Pure Cellulose)および酢酸菌が食酢の醸造過程において生成するバクテリアセルロース(BC: Bacterial Cellulose)と呼ばれるものを用いた。バクテリアセルロースは市販のナタデココを1時間煮沸し、約48時間流水に晒した後、汎用ミキサーおよびプロセスホモジナイザーを用いて微細化繊維(BCN)を抽出した。

2.2 アラミド繊維

強化材には、東レ・デュポンの Kevlar29(K)、帝人テクノプロダクツのテクノーラ(T)、およびダイセル化学工業の微細化アラミド繊維ティアラ(MFA)の3種類のアラミド繊維を用いた。Kevlar29 およびテクノーラを用いる際

には、1mm(K1, T1)および5mm(K5, T5)に各々の繊維をカットして使用した。

2.3 試験片作成方法

得られた微細化セルロース繊維およびアラミド繊維(5%wt)を水中で十分に攪拌した後、負荷圧力 0.06MPa でろ過した。その予備成型物を乾燥後、ホットプレス機で圧密成形(160℃, 100MPa, 5 分間)し、汎用カッターにより短冊状の試験片に機械加工した。

3 実験方法

3.1 線膨張率測定試験

線膨張率の測定には、各サンプルから切り出した短冊形試験片(20×8×t1.5mm)、および TMA-60 (島津製作所)を用いた。温度範囲 30℃-100℃、温度上昇率 1℃/min とし、以下の式により線膨張率を求めた⁵⁾。

$$\alpha = \frac{\Delta L}{L_0 \Delta T}$$

α : 線膨張率 [ppm/°C]

ΔT : 変化温度 [°C]

ΔL : 変化長さ [mm]

L_0 : 初期長さ [mm]

3.2 曲げ試験

成形した各平板から幅 5mm、長さ 40mm、厚さ 1.5mm の短冊形試験片を切り出し、3 点曲げ強度を求めた。試験には万能材料試験機(AUTOGRAPH (株)島津製作所製)を用い、支点間距離 34mm、試験速度 1mm/min とした。

4 実験結果および考察

4.1 線膨張率

図1に PC, PC/K5, PC/T5, BCN, BCN/K5 および BCN/T5 の線膨張率の測定結果を示す。温度上昇に対する試験片長さの変化はすべての材料で線形性を示した。アラミド繊維の添加により線膨張率は大きく低減した。表面を研磨し内部の様子を観察したところ、アラミド繊維を添加した材料には小さなボイドが観察された。ボイド率を測定した結果、材料のボイド率の増加に伴い線膨張率が低減することがわかった(図示略)。

4.2 曲げ強度

4.2.1 アラミド繊維強化セルロース材料

図2に PC, PC/K5, PC/T5, BCN, BCN/K5 および BCN/T5 の曲げ強度の測定結果を示す。また、BCN にアラミド繊維を添加したセルロース複合材料の曲げ弾性率は BCN 単体のそれと比較し向上したが(詳細略)、アラミド繊維

の添加によるセルロース複合材料の曲げ強度の改善は見られなかった。アラミド繊維を添加した複合材料の破断面には引き抜けが多数観察され、アラミド繊維とセルロース繊維間の界面強度が低い事が確認できた。PC/T(テクノロジー)間および BCN/T 間の界面せん断強度をマイクロドロップレット試験により測定したところ、界面強度はそれぞれ 3.97, 4.13MPa であった。BCN とアラミド繊維間の界面強度は PC とのそれと比較しわずかに高い値を示したものの、PC/T および BCN/T ともに低い界面強度を示した。またアラミド繊維強化複合材料ではセルロース単体と比較し空隙が観察され、繊維径の大きいアラミド繊維の添加はセルロース繊維間の自己接着を阻害したと考えられる。つまり、大きなサイズの強化繊維を用いると、点接触に近い状態となって空隙が出来やすくなるため、単位体積当たりの有効な接着面積が減少したと考えられる。

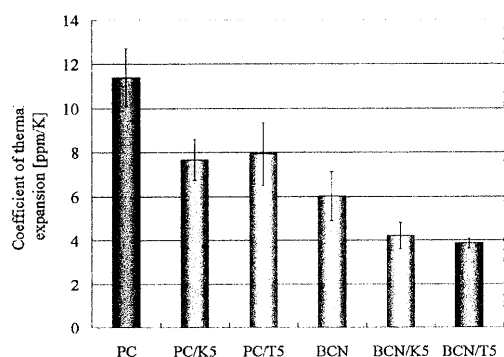


Fig.1 Coefficient of thermal expansion of PC, PC/T5, PC/K5, BCN, BCN/T5 and BCN/K5.

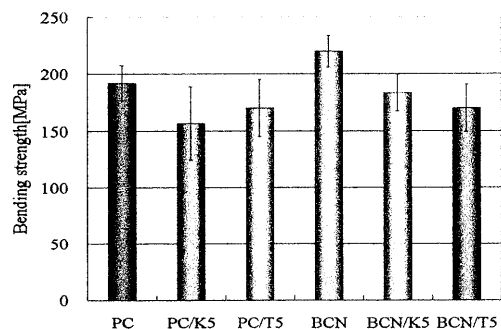


Fig.2 Bending strength of PC, PC/K5, PC/T5, BCN, BCN/K5 and BCN/T5.

4.2.2 微細アラミド繊維強化セルロース材料

単位体積当たりの接触面積の増加をはかるために、微細化された強化繊維 (MFA) を用いた。図 3 に PC, PC/K1, PC/T1 および PC/MFA の曲げ強度の測定結果を示す。セルロース複合材料中に用いるアラミド繊維の繊維径を小さくするほどアラミド繊維セルロース複合材料の曲げ強度は向上した。PC/MFA の曲げ強度は 280MPa 以上の値を示し、PC 単体のそれと比較し約 1.5 倍の値を得た。

図 4 に PC/T1 および PC/MFA の曲げ試験後の破断面を

示す。PC/T1 ではアラミド繊維の引き抜けが観察された。一方 PC/MFA では PC/K1 のそれとは異なり母材との接触面積が増え、この図に示すように、引き抜けが防止された事が観察された。さらに微細なアラミド繊維(MFA)がセルロース間の自己接着を阻害せず三次元的に絡み合うことも確認できた。セルロース繊維とアラミド繊維の界面接着強度は低い、たとえ界面強度が低くとも三次元的な絡み合いを構成すれば強度は向上することがわかった。なお確認のため、PC/T1, PC/MFA の線膨張率も測定したところ、PC/T5 に比べ大きな値を示したものの、PC のみで作成したものよりも低い線膨張率を得ることができた。

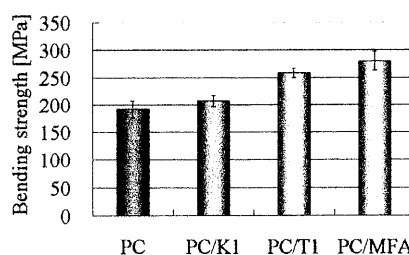


Fig.3 Bending strength of PC, PC/K1, PC/T1 and PC/MFA.

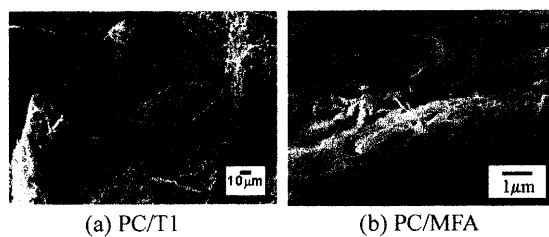


Fig.4 Fracture surface of PC/T1, PC/MFA.

4 結 言

- (1) セルロース材の強化材にアラミド繊維を用いる場合、短繊維を用いるよりも微細化繊維を利用の方が強化に有効であった。
- (2) アラミド繊維強化セルロース複合材料の強化機構は、繊維/母材間の界面接着性よりもむしろ微細化された強化繊維の三次元的な絡み合いによりもたらされた。

参考文献

- 1) 岡野健, 祖父江信夫, '木材科学ハンドブック', 朝倉書店, 83(2006).
- 2) 矢野浩之, '高強度木質材料', Cellulose Commum, 10, 22-27(2003).
- 3) 矢野浩之, 'セルロースマイクロフィブリルナノコンポジット', 14(2004).
- 4) 矢野浩之, "バイオナノファイバー: セルロースマイクロフィブリルの可能性", cellulose commune, 12, 2, 63-68(2005).
- 5) K.Matsuoka, K.Okubo, and T.Fujii, 'Application of high homogenization technique to fabrication of electric testing probe disk using Micro-Fibrillated bacteria cellulose', MSEC_ICMP 2008, distributed by CD-ROM.