

変性エポキシ樹脂の弾性率に対する真空蒸着膜厚の影響

高橋 徹[※]・藤田 晋輔[※]

Akira TAKAHASHI・Shinsuke FUJITA

Effect of Thickness of Vacuum Evaporation Film on
Elastic Modulus of Modified Epoxy Resin.

はじめに

木材の弾性域および塑性域における表面ひずみ測定⁽⁶⁾⁽⁹⁾、
ならびに金属材料等の塑性域における表面ひずみ測定に
光弾性皮膜法の適用が試みられた。光弾性皮膜法は1930
年に MESNAGER により考案されたが、当時は優れた
光弾性材料と接着剤が少なく、永らく顧みられなかつた。
1954年頃より光弾性皮膜法に関する研究がおこなわれ
はじめた。これらの一連の研究は下地の実物材料に金属
を使用しており、この場合には金属表面上の研磨や特殊
冶金法により鏡面を形成し、比較的簡単に光弾性皮膜
法の適用がなされた。⁽⁶⁾しかしひずみ測定材料自身に鏡
面を形成しえない木材等の場合には樹脂皮膜とひずみ測
定材料(木材)との間に、しかも両者の力学的な相互関
係に影響しないように鏡面を付与しなければならない。
こゝで鏡面としてアルミハク等を用いるよりも薄くて反
射効果のよい真空蒸着の採用が筆者によって試みられ
た。

筆者は木材のひずみ測定に光弾性皮膜法を適用する試
みにあたり、樹脂皮膜として用いる変性エポキシ樹脂の
光弾性⁽⁶⁾特性、下地材料の引張下における樹脂皮膜のひ
ずみ分布⁽⁷⁾に関して研究をおこなってきた。この研究シリ
ーズの一部として本報は光弾性皮膜法に用いる反射面と
して真空蒸着処理を採用した場合、真空蒸着膜厚さが変
性エポキシ樹脂の弾性挙動にいかん影響するかを検討し
た。

材料と実験方法

実験に用いた変性エポキシ樹脂は常温硬化性エポキシ
樹脂(チバ社製、アララダイトD)、可塑剤としての合
成ゴムの多硫化物系(チオコール社製、チオコールLP
-3)、および硬化剤としてのジエチレン・トリアミン
(DTA、チバ社製硬化剤951)の3成分よりなる。エポ

キシ樹脂とチオコールLP-3が重量比で(80:20)、
(70:30)、(50:50)、および(30:70)の割合でそれぞ
れ2成分混合され、硬化剤DTAが重量比でエポキシ樹
脂の4%を2成分混合物に添加される。3成分混合した
変性エポキシ樹脂溶液が3mm厚きの金属製樹脂整型板に
注入されて硬化された。3mm厚きに硬化した変性エポキ
シ樹脂板は引張試験片(ASTM規格)に加工され、そ
の中央平行部分に真空蒸着処理がなされた。真空蒸着の
処理条件は

蒸着金属:アルミニウム(純度99.99%)

蒸着真空度: $5 \times 10^{-5} \sim 10^{-4}$ mmHg

蒸着厚さ:(蒸着1回あたり)約0.2~0.5 μ

蒸着源よりの輻射温度:40~60°C

蒸着時間:(蒸着1回あたり)約8sec.

でおこなった。なお真空蒸着の前処理として樹脂表面が
洗剤で清浄にされてから、エポキシ樹脂系塗料で樹脂表
面が極く薄く下塗りがなされた。この理由は変性エポキ
シ樹脂表面に直接蒸着すると蒸着金属が黒変する。これ
は変性エポキシ樹脂に含まれるチオコールLP-3の-SH基とアルミニウムとの反応によるものと考えられ
る。また真空蒸着時の蒸着源よりの輻射温度の低いのは
蒸着時の熱によって樹脂の材質に影響させないためであ
る。

さて引張試験のために試験片の両端近くに丸孔をあけ
て、丸孔に引張試験の金具が通されて負荷された。その
ため丸孔付近には応力集中が生じて早く破壊を生ずるの
を避け、また応力集中が中央平行部分に影響しないよう
に、引張掴み部分の表面に紙を貼って補強がなされた。

引張試験は気温15°Cで静的荷重を漸次加えて、試験
片の中央平行部分の真中付近の伸びが読取顕微鏡(精度
1/100mm)で測定された。

実験結果

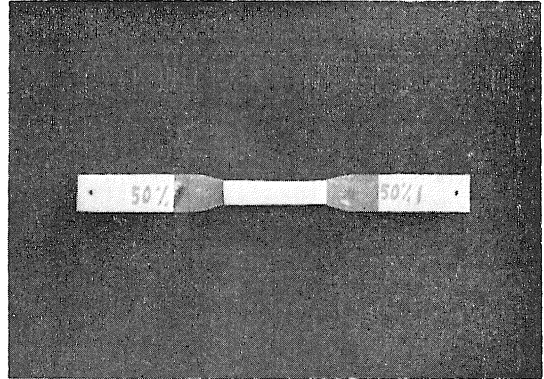
光弾性皮膜法において樹脂皮膜に鏡面を付与する目的

※ 木材加工学研究室

で、既述の真空蒸着処理条件による場合、樹脂板の力学的性質、特に弾性率に対する真空蒸着による影響を検討した結果は第1図に示される。すなわち変性エポキシ樹脂の配合比(80:20), (70:30), (50:50), (30:70)は真空蒸着の処理回数を増加しても樹脂皮膜の弾性率が殆んど変化しなかった。なお Fig. 1 の各測定点は4個の試験片による結果の平均値である。

考 察

Fig. 1 によれば、樹脂弾性率は真空蒸着処理回数の増加にもかかわらず殆んど影響をうけないことを示している。アルミニウムの弾性率は普通 $7 \times 10^5 \text{ kg/cm}^2$ のオーダーであり、変性エポキシ樹脂の弾性率の $10^2 \sim 10^4 \text{ kg/cm}^2$ のオーダーにくらべて著しく大きく、蒸着膜厚が樹脂の厚さにくらべて著しく薄いから、両者の弾性率に関して考慮すれば、蒸着処理回数(蒸着厚さ)が樹脂の弾性率に影響しないという本実験結果に矛盾があるように思われる。しかし本実験の真空蒸着時の温度が低い(40~60°C)のために真空蒸着による金属分子が完全に結晶構造をとらず、島状ないし塊状構造で、それらはファンデルワールス力等で金属分子相互に結合し、しかも著しい結晶格子欠陥を生じているためと考えれば上記の実験結果は全く妥当なように思われる。しかもこれをある程度の高温で熱処理すれば金属分子構造が再配列、すなわち



Photos. 1 Tensile test piece. Middle region was treated with vacuum evaporation.

再結晶し、機械的性質は改善されることが知られている。このように金属分子構造に結晶欠陥が著しく多いため、その弾性率が低くて樹脂の弾性率に影響しないものと思われる。このことは他の研究者等の報告からも裏付けられる。すなわち金、銀の多結晶蒸着膜の破壊強度、ヤング率は $200 \sim 2000 \text{ \AA}$ の範囲の厚さでは膜が薄くなるとともに増加して bulk の場合の数倍に達するが、 $500 \text{ \AA} \sim 12.5 \mu$ の範囲の厚さでは厚さには無関係だが、やはり bulk に較べて両者ともかなり大きい。このように一般に蒸着膜は bulk の膜にくらべて強く、なるという原因は、膜が whisker 構造をもつとすれば説明されるが、whisker モデルは蒸着膜の応力-ひずみ曲線に現れる顕著な塑性変形を説明することはできない。薄膜では二つの表面が近接するため転位の運動、増殖がむずかしく、しかも蒸着膜は強度に冷間加工された金属と同じように多くの転位や格子欠陥が集中されていると考えられている。^{(1) (3) (6) (7)}

結 論

上記の実験条件で変性エポキシ樹脂板にアルミニウムの真空蒸着処理をおこなう場合、蒸着処理回数は樹脂板の弾性率に影響しないことがわかった。光弾性皮膜法における反射面として真空蒸着処理を採用する場合、次のことが結論される。

1) 蒸着源よりの輻射温度が低く(40~60°C) またその時間が短い(1回約8sec) 蒸着処理条件では変性エポキシ樹脂の材質(光弾性諸特性)に影響しないと思われる。

2) 本実験条件の真空蒸着処理は樹脂皮膜の弾性率に殆んど影響しない。(Fig. 1)

3) 真空蒸着の処理回数は3回以上の繰返しが適当である。この理由は Fig. 2 に示すように蒸着処理回数の増加によって光の透過率が減少し、反射率が上昇するた

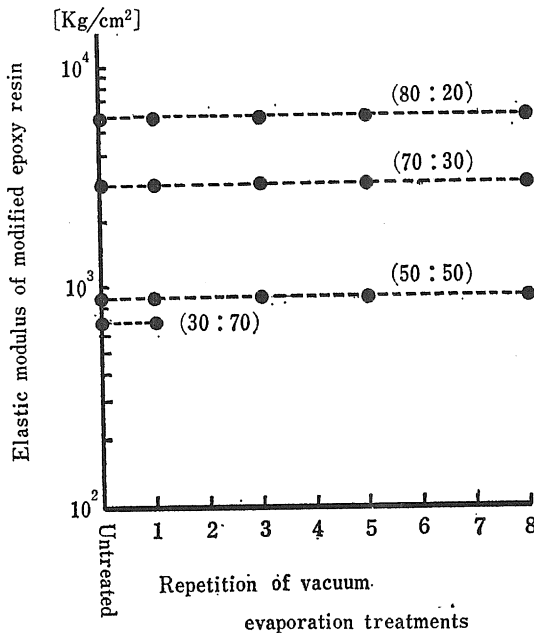


Fig. 1 Relation between elastic modulus of modified epoxy resin and repetition of vacuum evaporation treatments.

めである。⁽²⁾

4) 反射面としてアルミハクの接着や反射用の銀粉を含む塗料の塗付は反射面のしわ寄りの現象や、反射率および反射映像のせん明きの点から、真空蒸着処理による反射面はこれらの欠点を改良している。なお真空蒸着処理に関し熱心に御協力下さった京都工芸指導所、東出寛仁氏に深く感謝します。

文 献

1. Beams, J. W.: Structure and Properties of Thin Film, p. 183. John Wiley, New York (1959)
2. 原和雄: 真空, 4, 34, (1961)
3. 金原榮: 応用物理, 30, 647 (1961)
4. 河田幸三: 東大航空研集報, Vol. 1, No. 5, 320. (1959)
5. 川本眺万・丹羽義次: 土木学会論文集, No. 83, 1 (1962)
6. 高橋徹・中戸莞二: 木材誌, 10, 49 (1964)
7. 高橋徹・中戸莞二: 木材誌, 10, 55 (1964)
8. 高橋徹・中戸莞二: 木材誌, 10, 176 (1964)
9. 高橋徹: 木材誌 (投稿中)

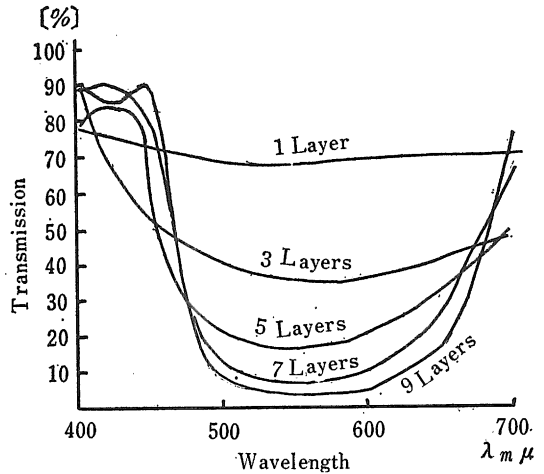


Fig. 2 Transmission characters in reciprocal layers of ZnS and Mg F₂.²⁾

Summary

We experimented about the use of vacuum evaporation film as a reflective surface in the photoelastic coating technique and discussed on the effect of the elastic modulus of the modified epoxy resin which was treated with a vacuum evaporated film of Aluminium.

The results are summerized as follows :

(1) Elastic modulus of modified epoxy resin has not the effect to the repetition of the vacuum evaporated treatments under the conditions as follows, reflectional temperature from heat source is 40—60°C and the period of treatment is about 8 sec. per once. (Fig. 1)

(2) We found that the suitable condition for repetition of the vacuum evaporated treatment is more than 3 times as shown in Fig. 2.