

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2021-62997

(P2021-62997A)

(43) 公開日 令和3年4月22日(2021.4.22)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C03C 25/36 (2006.01)	C03C 25/36	4G060
D06M 15/55 (2006.01)	D06M 15/55	4L033
D06M 15/70 (2006.01)	D06M 15/70	
C03C 25/002 (2018.01)	C03C 25/002	
C03C 25/20 (2006.01)	C03C 25/20	

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 12 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2019-189895 (P2019-189895)
 (22) 出願日 令和1年10月17日 (2019.10.17)

(71) 出願人 000232243
 日本電気硝子株式会社
 滋賀県大津市晴嵐2丁目7番1号
 (74) 代理人 110001232
 特許業務法人 宮▲崎▼・目次特許事務所
 (72) 発明者 國友 晃
 滋賀県大津市晴嵐二丁目7番1号 日本電
 気硝子株式会社内
 Fターム(参考) 4G060 BA02 BB02 BC01 BC07 BD22
 CB23 CB33 CB35
 4L033 AA09 AB01 AC12 CA49 CA69

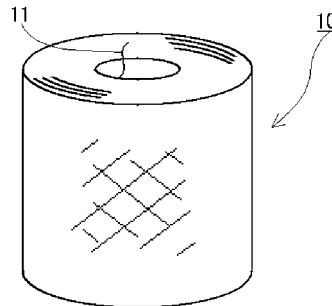
(54) 【発明の名称】 ガラスダイレクトローピングの製造方法及びガラスダイレクトローピング

(57) 【要約】

【課題】作業性に優れ、しかも樹脂と複合したときの複合材の機械的強度を効果的に高めることができる、ガラスダイレクトローピングの製造方法を提供する。

【解決手段】ガラスフィラメントの集束体が直接巻き取られてなるガラスダイレクトローピング10の製造方法であって、複数本のガラスフィラメントの表面に、エポキシ当量が180~240のエポキシ樹脂を含む集束剤を塗布し、複数本のガラスフィラメントを集束する工程と、複数本のガラスフィラメントを集束することにより得られた集束体を巻き取って、巻回体を作製する工程と、集束剤を135~155の温度で加熱乾燥させ、ガラスフィラメントの表面に被膜を形成する工程と、を備える、ガラスダイレクトローピング10の製造方法。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

ガラスフィラメントの集束体が直接巻き取られてなるガラスダイレクトローピングの製造方法であって、

複数本のガラスフィラメントの表面に、エポキシ当量が 180 ~ 240 のエポキシ樹脂を含む集束剤を塗布し、前記複数本のガラスフィラメントを集束する工程と、

前記複数本のガラスフィラメントを集束することにより得られた集束体を巻き取って、巻回体を作製する工程と、

前記集束剤を 135 ~ 155 の温度で加熱乾燥させ、前記ガラスフィラメントの表面に被膜を形成する工程と、

を備える、ガラスダイレクトローピングの製造方法。

10

【請求項 2】

前記集束剤の加熱乾燥が、熱風乾燥することにより行われる、請求項 1 に記載のガラスダイレクトローピングの製造方法。

【請求項 3】

前記加熱乾燥時において 135 ~ 155 の温度で保持される時間が、3 時間 ~ 5 時間である、請求項 1 又は 2 に記載のガラスダイレクトローピングの製造方法。

【請求項 4】

前記加熱乾燥後における前記エポキシ樹脂のモノマー比率が、35% ~ 55% である、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載のガラスダイレクトローピングの製造方法。

20

【請求項 5】

前記巻回体における前記集束体の巻き厚みが、50 mm ~ 85 mm である、請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載のガラスダイレクトローピングの製造方法。

【請求項 6】

ガラスフィラメントの集束体が直接巻き取られてなるガラスダイレクトローピングであって、

複数本のガラスフィラメントと、前記ガラスフィラメントの表面を覆っている被膜とを有する、ガラスストランドを備え、

前記被膜が、モノマー比率が 35% ~ 55% であり、かつ重量平均分子量が 450 ~ 1100 である、エポキシ樹脂を含む、ガラスダイレクトローピング。

30

【請求項 7】

前記エポキシ樹脂の分子量分布が、1.5 ~ 2.2 である、請求項 6 に記載のガラスダイレクトローピング。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、ガラスフィラメントの集束体が直接巻き取られてなるガラスダイレクトローピングの製造方法及びガラスダイレクトローピングに関する。

【背景技術】**【0002】**

ガラスダイレクトローピング (DR: Direct Roving) は、ガラスフィラメントの集束体が直接巻き取られてなる巻回体として知られている。ガラスダイレクトローピングから引き出されたガラスストランドは、引抜成形法やフィラメントワインディング法等により、容易に樹脂との複合材を形成することができるので、樹脂の補強繊維として広く用いられている。

40

【0003】

ガラスダイレクトローピングの製造方法としては、例えば、溶融ガラスを紡糸装置より引き出し、引き出された数百 ~ 数千本のガラスフィラメントの表面に塗布装置を用いて集束剤を塗布し、ガラスフィラメントを集束させて集束体とした後に、回転するコレットに綾を掛けながら巻き取り、乾燥させ、被膜を形成することにより製造する方法が知られて

50

いる（例えば、特許文献１）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【０００４】

【特許文献１】特表２００５－５２９０４７号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００５】

しかしながら、特許文献１のようなガラスダイレクトロービングでは、マトリックス樹脂と複合化し複合材を形成する工程において、ガラスストランドに毛羽が生じたり、滑り性が低下したりすることがあり、その結果、作業性が低下することがある。また、ガラスストランドの開繊性が悪いと、マトリックス樹脂の含浸性が低下することがあり、その結果、得られる複合材の機械的強度が低下することがある。ガラスダイレクトロービングは加熱乾燥工程で加熱することにより得られるため、加熱乾燥を考慮した上で、作業性と開繊性に優れた集束剤成分とする必要がある。

10

【０００６】

本発明の目的は、作業性に優れ、しかも樹脂と複合したときの複合材の機械的強度を効果的に高めることができる、ガラスダイレクトロービングの製造方法及びガラスダイレクトロービングを提供することにある。

【課題を解決するための手段】

20

【０００７】

本発明に係るガラスダイレクトロービングの製造方法は、ガラスフィラメントの集束体が直接巻き取られてなるガラスダイレクトロービングの製造方法であって、複数本のガラスフィラメントの表面に、エポキシ当量が１８０～２４０のエポキシ樹脂を含む集束剤を塗布し、前記複数本のガラスフィラメントを集束する工程と、前記複数本のガラスフィラメントを集束することにより得られた集束体を巻き取って、巻回体を作製する工程と、前記集束剤を１３５～１５５の温度で加熱乾燥させ、前記ガラスフィラメントの表面に被膜を形成する工程と、を備えることを特徴としている。

【０００８】

本発明においては、前記集束剤の加熱乾燥が、熱風乾燥することにより行われることが好ましい。

30

【０００９】

本発明においては、前記加熱乾燥時において１３５～１５５の温度で保持される時間が、３時間～５時間であることが好ましい。

【００１０】

本発明においては、前記加熱乾燥後における前記エポキシ樹脂のモノマー比率が、３５％～５５％であることが好ましい。

【００１１】

本発明においては、前記巻回体における前記集束体の巻き厚みが、５０ｍｍ～８５ｍｍであることが好ましい。

40

【００１２】

本発明に係るガラスダイレクトロービングは、ガラスフィラメントの集束体が直接巻き取られてなるガラスダイレクトロービングであって、複数本のガラスフィラメントと、前記ガラスフィラメントの表面を覆っている被膜とを有する、ガラスストランドを備え、前記被膜が、モノマー比率が３５％～５５％であり、かつ前記被膜中の重量平均分子量 M_w が４５０～１１００である、エポキシ樹脂を含むことを特徴としている。

【００１３】

本発明においては、前記エポキシ樹脂の分子量分布が、１．５～２．２であることが好ましい。

【発明の効果】

50

【0014】

本発明によれば、作業性に優れ、しかも樹脂と複合したときの複合材の機械的強度を効果的に高めることができる、ガラスダイレクトローピングの製造方法及びガラスダイレクトローピングを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0015】

【図1】図1は、本発明の一実施形態に係るガラスダイレクトローピングを示す模式的斜視図である。

【図2】図2は、実施例及び比較例の加熱乾燥時におけるガラスダイレクトローピングの内部温度を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0016】

以下、好ましい実施形態について説明する。但し、以下の実施形態は単なる例示であり、本発明は以下の実施形態に限定されるものではない。また、各図面において、実質的に同一の機能を有する部材は同一の符号で参照する場合がある。

【0017】

(ガラスダイレクトローピングの製造方法)

本発明のガラスダイレクトローピングの製造方法は、ガラスフィラメントの集束体が直接巻き取られてなるガラスダイレクトローピングの製造方法である。

【0018】

本発明のガラスダイレクトローピングの製造方法は、複数本のガラスフィラメントの表面に、エポキシ当量が180~240のエポキシ樹脂を含む集束剤を塗布し、複数本のガラスフィラメントを集束する工程と、複数本のガラスフィラメントを集束することにより得られた集束体を巻き取って、巻回体を作製する工程と、集束剤を135~155の温度で加熱乾燥させ、ガラスフィラメントの表面に被膜を形成する工程と、を備えることを特徴としている。

【0019】

より具体的には、まず、ガラス溶融炉内に投入されたガラス原料を溶融して溶融ガラスとする。この溶融ガラスを均質な状態とした後に、ブッシングに付設された耐熱性を有するノズルから溶融ガラスを引き出す。その後、引き出された溶融ガラスを冷却して複数本のガラスフィラメント(モノフィラメント)を形成する。なお、ブッシングとしては、例えば、白金製のブッシングを用いることができる。

【0020】

ガラスフィラメントの組成は、特に限定されず、例えば、Eガラス、Sガラス、Dガラス、ARガラス等が用いられる。これらのなかでも、Eガラスは、安価であり、かつ樹脂と複合化した際に複合材の機械的強度をより一層高めることができるため好ましい。また、Sガラスは、複合材の機械的強度をさらに一層高めることができるため好ましい。

【0021】

ガラスフィラメントの本数は、特に限定されないが、好ましくは800本以上であり、好ましくは10000本以下であり、より好ましくは6000本以下であり、さらに好ましくは4000本以下である。ガラスフィラメントの本数が、上記下限値以上である場合、樹脂と複合化した際に複合材の機械的強度をより一層高めることができる。また、ガラスフィラメントの本数が、上記上限値以下である場合、各ガラスフィラメントの長さをより一層揃いやすくすることができる。

【0022】

ガラスフィラメントの繊維径は、好ましくは6 μ m以上であり、好ましくは24 μ m以下であり、より好ましくは20 μ m以下であり、さらに好ましくは17 μ m以下である。ガラスフィラメントの繊維径が、上記範囲内にある場合、樹脂と複合化した際の複合材の機械的強度をより一層高めることができる。なお、ガラスフィラメントの繊維径は、例えば、溶融ガラスの粘度や、巻き取りの際の巻き取り速度等を変更することにより調整する

10

20

30

40

50

ことができる。

【0023】

次に、得られた複数本のガラスフィラメントの表面に、集束剤を塗布する。集束剤が均等に塗布された状態で、複数本のガラスフィラメントを、数百から数千本引き揃え、集束する。複数本のガラスフィラメントは、例えば、集束シューにより引き揃え、集束することができる。

【0024】

集束剤は、エポキシ樹脂を含む。エポキシ樹脂のエポキシ当量は、180～240である。エポキシ樹脂は、液状のエポキシ樹脂であることが好ましい。もっとも、エポキシ樹脂は、エポキシ当量が上記範囲にあればよく、その他の性状は特に限定されない。

10

【0025】

エポキシ当量が上記範囲内にあるエポキシ樹脂は、加熱乾燥下でエポキシ基とその他の集束剤成分と反応させ、分子量を大きくすることができる。

【0026】

エポキシ樹脂のエポキシ当量は、好ましくは180以上であり、好ましくは240以下である。上記範囲内のエポキシ当量のエポキシ樹脂は常温、常圧下において液状である。液状であることからエマルション化が容易であり、ガラス繊維集束剤に使用するのに好適である。これらのエポキシ樹脂は乾燥工程における加熱による化学反応により、分子量が増大し、複合材化工程の作業性・開繊性に最適な被膜を形成する。なお、エポキシ当量が小さすぎると、乾燥工程において多大な時間を要するとともに、エポキシ樹脂が変色したり劣化しやすくなる。一方、エポキシ当量が大きすぎると、マトリックス樹脂と反応する官能基が減少することで、補強材の機械的強度の低下を招くことがある。加熱乾燥後のエポキシ樹脂の分子量が小さすぎると、マトリックス樹脂と複合し複合材を形成する工程において、毛羽が生じることがある。また、得られるガラスダイレクトロービングが粘着質になり、滑り性が低下することがある。従って、加熱乾燥後のエポキシ樹脂の分子量が小さすぎると、ガラスダイレクトロービングの作業性が低下することがある。他方、加熱乾燥後のエポキシ樹脂の分子量が大きすぎると、乾燥後のガラスダイレクトロービングが硬くなり、ガラスストランドの開繊性が低下することがある。そのため、マトリックス樹脂の含浸性が低下することがあり、その結果、得られる複合材の機械的強度が低下することがある。

20

30

【0027】

エポキシ樹脂としては、特に限定されず、ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェニル型2官能エポキシ樹脂、ビスフェニル変性ノボラック型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、ナフトール-クレゾール共縮合ノボラック型エポキシ樹脂、ナフトール-フェノール共縮合ノボラック型エポキシ樹脂、ジシクロペンタジエン-フェノール付加反応型エポキシ樹脂、トリフェニルメタン型エポキシ樹脂、フェノールノボラック型エポキシ樹脂、クレゾールノボラック型エポキシ樹脂、テトラフェニルエタン型エポキシ樹脂、ナフトールノボラック型エポキシ樹脂等を用いることができる。これらのエポキシ樹脂は、1種を単独で用いてもよく、複数種を併用してもよい。なかでも、ガラスストランドの結束性をより一層高める観点から、エポキシ樹脂は、ビスフェノールA型エポキシ樹脂

40

【0028】

集束剤中におけるエポキシ樹脂の含有量は、特に限定されないが、全乾固成分のうち好ましくは70質量%以上であり、より好ましくは75質量%以上であり、好ましくは95質量%以下であり、より好ましくは90質量%以下である。集束剤中におけるエポキシ樹脂の含有量を上記範囲内とすることにより、樹脂と複合したときの複合材の機械的強度をより一層効果的に高めることができる。

【0029】

集束剤は、エポキシ樹脂以外に、例えば、シランカップリング剤を含んでいてもよい。上記シランカップリング剤としては、具体的には、アミノシラン、エポキシシラン、ビニ

50

ルシラン、アクリルシラン、クロルシラン、メルカプトシラン、ウレイドシランなどを用いることができる。なお、シランカップリング剤を添加することで、樹脂と複合したときの複合材の機械的強度をより一層効果的に高めることができる。また、集束剤中には、上述のシランカップリング剤以外に、カチオン性の潤滑剤、ノニオン系の界面活性剤、消泡剤、帯電防止剤、ウレタン樹脂、ポリアミド樹脂、無水酢酸共重合体等の結束剤等の各成分を含むことができ、それぞれの成分の配合比は、必要に応じて決定すればよい。

【0030】

集束剤の塗布量は、得られるガラスストランドの強熱減量が0.5質量%~2.0質量%となるように調整することが好ましい。なお、強熱減量は、JIS R3420(2013年)に従い測定できる。

10

【0031】

次に、複数本のガラスフィラメントを集束することにより得られた集束体を、例えば、回転するコレットに綾をかけながら巻き取り、巻回体を作製する。集束体を巻き取る際のコレットとしては、例えば、直径が140mm~250mmのコレットを用いることができる。コレットの直径は、好ましくは230mm以下、より好ましくは200mm以下である。

【0032】

また、巻回体における集束体の巻き厚みは、好ましくは50mm以上、好ましくは85mm以下である。巻回体における集束体の巻き厚みが上記範囲内にある場合、集束体の巻き始め部分から巻き終わり部分までより一層均一に加熱乾燥することができる。

20

【0033】

次に、集束剤を135~155の温度で加熱乾燥させ、ガラスフィラメントの表面に被膜を形成する。これにより、本発明のガラスダイレクトロービングを得ることができる。

【0034】

加熱乾燥の温度は、好ましくは140以上であり、好ましくは145以下である。加熱乾燥の温度が上記下限値以上である場合、加熱乾燥後のエポキシ樹脂の分子量を適当な範囲にすることができ、樹脂と複合したときの複合材の機械的強度をより一層効果的に高めることができる。また、加熱乾燥の温度が上記上限値以下である場合、熱劣化による着色をより一層抑制することができる。

30

【0035】

上記温度で保持される加熱乾燥時間は、好ましくは3時間以上であり、より好ましくは3.5時間以上であり、好ましくは5時間以下であり、より好ましくは4.5時間以下である。加熱乾燥時間が上記下限値以上である場合、加熱乾燥後のエポキシ樹脂の分子量を適当な範囲にすることができ、樹脂と複合したときの複合材の機械的強度をより一層効果的に高めることができる。また、加熱乾燥時間が上記上限値以下である場合、熱劣化による着色をより一層抑制することができる。

【0036】

集束剤の加熱乾燥の方法としては、特に限定されないが、例えば、巻回体を135~155の温度で熱風乾燥又は誘電乾燥する方法を用いることができる。なかでも、巻回体を135~155の温度で熱風乾燥することにより集束剤を加熱乾燥することが好ましい。この場合、集束体の巻き始め部分から巻き終わり部分までより一層均一に加熱乾燥することができる。熱風乾燥であれば、集束剤を135~155の温度で保持することがより容易かつ確実であるので好ましい。誘電乾燥では水分乾燥後の温度保持が難しく、適切な被膜を形成することが困難となる場合がある。

40

【0037】

このように、本発明においては、エポキシ当量が180~240のエポキシ樹脂を含む集束剤を135~155の温度で加熱乾燥させるので、エポキシ樹脂の分子量をより好適な範囲に調整することができ、それによって作業性を向上させることができ、しかも樹脂と複合したときの複合材の機械的強度を効果的に高めることができる。

50

【0038】

上記のようにして製造されたガラスダイレクトローピングは、巻回形状に巻き取られ、その形状でストックし、必要に応じて使用することができる。巻回形状に巻き取られたガラスダイレクトローピングは、防塵や汚れの防止や、繊維表面の保護などの目的のため、有機フィルム材、例えばシュリンク包装やストレッチフィルム等、用途に応じた包装を施して保管することができる。複数段に積層した状態で保管してもよい。

【0039】

(ガラスダイレクトローピング)

図1は、本発明の一実施形態に係るガラスダイレクトローピングを示す模式的斜視図である。図1に示すように、ガラスダイレクトローピング10は、ガラスストランド11が巻き取られてなる。より具体的に、ガラスダイレクトローピング10は、ガラスストランド11が層状になるように重ねて巻き取られた円筒形状の構造を有している。

10

【0040】

ガラスダイレクトローピング10の内径は、例えば、140mm～250mmの範囲とすることができる。また、ガラスダイレクトローピング10の外径は、例えば、260mm～315mmの範囲とすることができる。

【0041】

ガラスストランド11は、複数本のガラスフィラメントと、ガラスフィラメントの表面を覆っている被膜とを備える。ガラスストランド11は、製造方法の欄で説明したように、複数のガラスフィラメントが集束剤により集束された集束体を加熱乾燥することにより形成される。従って、被膜は、上述の集束剤と同じ成分により構成される。

20

【0042】

被膜中におけるエポキシ樹脂の重量平均分子量は、450以上であり、好ましくは500以上であり、1100以下であり、好ましくは800以下である。エポキシ樹脂の分子量が上記下限値以上である場合、マトリックス樹脂と複合し複合材を形成する工程において、毛羽の発生や滑り性の低下をより一層抑制することができる。ガラスダイレクトローピング10の作業性をより一層向上させることができる。また、エポキシ樹脂の分子量が上記上限値以下である場合、ガラスストランド11の開繊性をより一層高めることができる。そのため、樹脂との複合材を製造する際に、樹脂含浸性をより一層高めることができ、複合材の機械的強度を効果的に高めることができる。

30

【0043】

被膜中におけるエポキシ樹脂の分子量分布は、好ましくは1.5以上であり、より好ましくは1.6以上であり、好ましくは2.2以下であり、より好ましくは2.0以下である。エポキシ樹脂の分子量分布が上記下限値以上である場合、マトリックス樹脂と複合し複合材を形成する工程において、毛羽の発生や滑り性の低下をより一層抑制することができる。また、エポキシ樹脂の分子量分布が上記上限値以下である場合、ガラスストランド11の開繊性をより一層高めることができる。そのため、樹脂との複合材を製造する際に、樹脂含浸性をより一層高めることができ、複合材の機械的強度を効果的に高めることができる。

40

【0044】

なお、本明細書において、エポキシ樹脂の分子量は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)により測定されたポリスチレン換算での重量平均分子量(Mw)である。また、エポキシ樹脂の分子量分布は、重量平均分子量/数平均分子量(Mw/Mn)から求めることができる。

【0045】

被膜中におけるエポキシ樹脂のモノマー比率は、好ましくは35%以上であり、より好ましくは40%以上であり、好ましくは55%以下であり、より好ましくは50%以下である。エポキシ樹脂のモノマー比率が上記下限値以上である場合、ガラスストランド11の開繊性をより一層高めることができる。そのため、樹脂との複合材を製造する際に、樹脂含浸性をより一層高めることができ、複合材の機械的強度を効果的に高めることができ

50

る。また、エポキシ樹脂のモノマー比率が上記上限値以下である場合、マトリックス樹脂と複合し複合材を形成する工程において、毛羽の発生や滑り性の低下をより一層抑制することができ、ガラスダイレクトロービング10の作業性をより一層向上させることができる。なお、モノマー比率もGPCにより求めることができる。

【0046】

ガラスストランド11の番手は、特に限定されないが、好ましくは600tex以上であり、より好ましくは1200tex以上であり、好ましくは4800tex以下であり、より好ましくは3000tex以下である。ガラスストランド11の番手が上記下限値以上である場合、樹脂との複合材を製造する際に、ガラスストランド11の断線をより一層少なくすることができる。ガラスストランド11の番手が、上記上限値以下である場合、樹脂と複合したときの複合材の機械的強度をより一層効果的に高めることができる。

10

【0047】

ガラスダイレクトロービング10は、引抜成形法やフィラメントワインディング法等により、樹脂との複合材を作製することができ、樹脂の補強材として好適に用いることができる。

【0048】

以下、本発明について、具体的な実施例に基づいて、さらに詳細に説明する。本発明は、以下の実施例に何ら限定されるものではなく、その要旨を変更しない範囲において適宜変更して実施することが可能である。

【0049】

20

(実施例1)

まず、集束剤を、集束剤全体に対して、エポキシ樹脂エマルジョン(HEXION社製、Epi-resin 3514-W-56、エポキシ当量：185~192)が15.0質量%、シランカップリング剤としてのエポキシシラン(KBM-403)が0.6質量%、カチオン潤滑剤としてのステアリン酸・テトラエチレンペンタミン縮合物が0.2質量%、消泡剤(TSA730)が0.0001質量%となるように、イオン交換水により均質混合して調製した。

【0050】

次に、Eガラスの組成となるように熔融ガラスを、数百~数千のノズルを有するブッシングから引き出してガラスフィラメントを得た。

30

【0051】

次に、得られたガラスフィラメントの表面にアプリケータを用いて、予め調製した上記集束剤を強熱減量が0.6質量%となるように調整して塗布し、ガラスフィラメントを集束させ、それによって得られた集束体を直径が150mmのコレットに巻き取って巻回体を作製した。次いで、作製した巻回体を145で750分間、熱風乾燥炉で加熱乾燥させてガラスダイレクトロービングを得た。得られたガラスダイレクトロービングの寸法は、重量18kg、巻き高さ250mm、内径150mm、外径275mmであった。また、ガラスストランドの番手は2400texであった。

【0052】

(実施例2)

40

エポキシ樹脂エマルジョンとして三菱ケミカル社製、W2801(エポキシ当量：190~205)を用いたこと以外は、実施例1と同様にしてガラスダイレクトロービングを得た。

【0053】

(比較例1)

巻回体の加熱乾燥温度を125としたこと以外は、実施例1と同様にしてガラスダイレクトロービングを得た。

【0054】

(比較例2)

巻回体の加熱乾燥温度を130としたこと以外は、実施例1と同様にしてガラスダイ

50

レクトローピングを得た。

【0055】

(比較例3)

エポキシ樹脂エマルジョンとしてHEXION社製、Epi-resin 3522-W-60(エポキシ当量:615~715)を用いたこと以外は、実施例1と同様にしてガラスダイレクトローピングを得た。

【0056】

図2は、実施例1及び比較例1、2の加熱乾燥時におけるガラスダイレクトローピングの内部温度を示す図である。なお、内部温度を測定するに際して、巻回体における集束体の巻き厚みは125mmであり、端面方向から中央部に熱電対を10cm差し込み、乾燥炉内で内部温度を連続的に測定した。図2より、水分蒸発後に内部温度が熱風設定温度近辺まで上昇していることがわかる。また、熱風設定温度近辺まで上昇している時間は、4時間~5時間であることがわかる。なお、実施例2においても、熱風設定温度近辺まで上昇している時間が、4時間~5時間であることが確認されている。

10

【0057】

[評価]

(乾燥後モノマー比率及び重量平均分子量)

乾燥後モノマー比率は、実施例及び比較例で得られたガラスダイレクトローピングの被膜成分をテトラヒドロフランで抽出し、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)により分子量を測定することにより求めた。同様に、乾燥後の重量平均分子量をゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)により求めた。なお、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)は、以下の条件により測定した。

20

【0058】

カラム:Chrompack Microgel 5 500 Angstrom 50 cm column

溶剤:THF

流量:1000ml/min

UV検出器の波長:272 nm

【0059】

(テンション毛羽)

ガラスダイレクトローピングから引き出したガラスストランドをテンションバーによりテンションをかけながら、300m/分で1500m走行させた。その際、テンションバーの下に堆積したガラスフィラメントの質量を測定した。

30

【0060】

(引張強度)

実施例及び比較例で得られたガラスダイレクトローピングからガラスストランドを引き出し、ASTM D2344に準拠した方法で、エポキシ樹脂と混練することにより複合材を得た。ガラスストランドは、複合材中における含有量が、70質量%となるように添加した。複合材の引張強度(複合材強度)は、島津製作所社製の曲げ試験機により測定した。複合材の曲げ強度は、ASTM D2344に準拠して測定した。

40

【0061】

結果を下記の表1に示す。

【0062】

【表 1】

	実施例1	実施例2	比較例1	比較例2	比較例3
集束剤中のエポキシ樹脂のエポキシ等量	185	200	185	185	665
熱風設定温度	145°C	145°C	125°C	130°C	130°C
総乾燥時間	750分	750分	750分	750分	750分
ロービングの温度が140°C以上の時間 (時間)	5	5	0	0	0
乾燥後モノマー比率	43%	48%	58%	57%	57%
乾燥後の重量平均分子量	540	680	435	460	1600
テンション毛羽	8mg	3mg	15mg	17mg	22mg
複合材強度 ASTM D2344	72MPa	73MPa	68MPa	66MPa	66MPa

表 1 より、乾燥後モノマー比率は、実施例 1 において 1 4 5 で乾燥したときに最も小さくなっており、液状エポキシ樹脂の反応が最も促進していることがわかる。また、その結果、実施例 1 では、テンション毛羽が少なく、複合材の引張強度に優れていることがわかる。実施例 2 においても、テンション毛羽が少なく、複合材の引張強度に優れた結果が得られた。

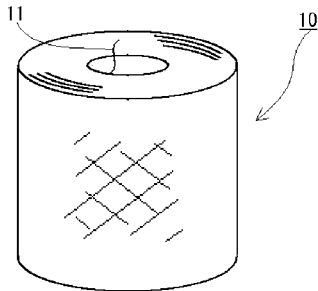
【符号の説明】

【 0 0 6 4 】

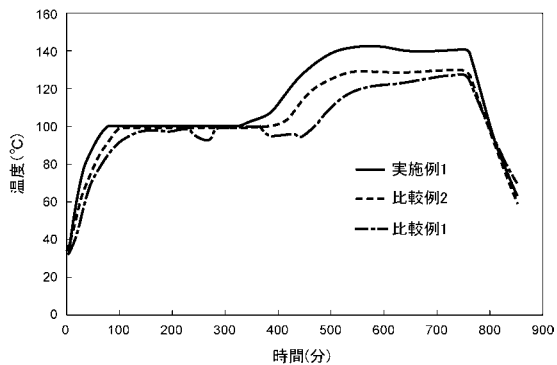
1 0 ... ガラスダイレクトローピング

1 1 ... ガラスストランド

【 図 1 】



【 図 2 】



フロントページの続き

(51) Int. Cl.

D 0 6 M 101/00

(2006.01)

F I

D 0 6 M 101:00

テーマコード(参考)