

樹脂溶着技術に関する研究

山田岳大* 信本康男*

Study for Resin Welding Method

YAMADA Takehiro*, NOBUMOTO Yasuo*

抄録

高圧二酸化炭素を用いた樹脂溶着技術について注目し、二酸化炭素雰囲気圧である含浸圧力の操作が、PMMA接合強度とその界面における接合状態に及ぼす影響について検討を行った。その結果、次の知見を得た。1. 界面接合状態は含浸圧力変化に依存し、含浸圧力の増加により接合強度が向上した。2. SEMにより含浸圧力10MPaで処理した断面を観察すると接合面でPMMA同士融合している様子が観察された。3. ラマン分光光度計において、異種材をもちいた接合面の分析を行った。その結果、接合面の8 μ mの範囲で樹脂が融合し、接合している可能性を定量化した。4. 溶着法としての可能性が確認できた。

キーワード：超臨界流体，二酸化炭素，溶着，PMMA

1 はじめに

近年プラスチック製品は高度な機能が要求されたため複雑な形状が要求され、単一の成形品で目的を達することができず、複数部材での構成が必要とされている。そこで2次加工における接合技術の重要性が増してきている¹⁾。接合技術には加熱接合技術が挙げられ近年の技術として、超音波溶着、レーザー溶着法など様々な溶着方法が検討されている²⁾。樹脂の高温劣化の防止や、熱溶着の耐久性が向上などから低温接合技術が求められている。そこで著者らは高圧二酸化炭素を用いた樹脂溶着技術に注目した。二酸化炭素を樹脂に含浸させると見かけの粘度が低下することが知られている³⁾⁻⁸⁾。この可塑性効果を用いて低温で樹脂の溶着や可塑性促進による溶着性の向上が考えられる。本研究では、高圧二酸化炭素溶着法に

における二酸化炭素雰囲気圧である含浸圧力の操作が、PMMA 接合強度とその界面における接合状態に及ぼす影響について検討を行った。

2 実験方法

高圧二酸化炭素溶着法に使用した機器は、超臨界ガス抽出スクリーニング装置 (X-01-05 型 (株)熊谷エンジニアリング) である。試料は PMMA フィルム (アクリプレン HBX N47 三菱レイヨン(株), N47 と呼称) を用い、厚さによるガスの分布などの影響を低減させるため厚さ 0.125mm とした。これら試料を図1のようにフィルムを重ね合わせ、溶着部および試料全体に圧着がかかるようバネで挟み込み設置し、表1の条件により処理した。この試料を二酸化炭素溶解度が飽和状態に達するとされる 2h 処理した後、減圧し、0℃ に 1.5h 放置し、試料を作製した。

接合強度の特性を引張剥離試験 (YAMADEN RE-33005) (ジグ間 40mm) (引張速度 0.1mm/S) を用いて評価した。また、接合面の観

* 生産技術部

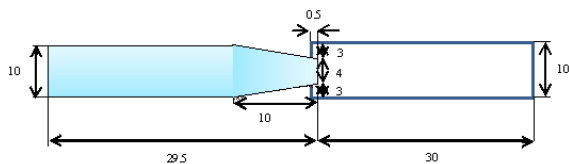


図1 成形品形状

表1 成形条件

含浸圧力(MPa)	4/4.8/5/5.2/7/10
含浸温度(°C)	40
含浸時間(h)	2
圧着力(KPa)	18
減圧速度(MPa/min)	0.5

察には SEM (日本電子(株)JSM-5300LV) を使用した。断面における接合状態を確認するためレーザーラマン分光光度計 (NSR3100 型日本分光(株)) を用いて N47 と PMMA (デルペット 560F 旭化成(株), 560F と呼称) の構造の異なる異種材をもちいて接合界面状態の測定を行った。

3 結果、考察

3.1 接着部強度評価

図2に引張剥離試験による、各含浸圧力の操作条件と破断強度を示した。4MPa以下の含浸圧力では溶着はおきなかった。5MPa付近で試料の溶着が確認された。しかし、引張剥離試験において、接合界面付近で破断した。7MPa以上になると溶着されている状況が確認され、引張剥離試験においても接合強度が高く母材で破断した。高圧二酸化炭素溶着法では、含浸圧力の依存性があり、樹脂への二酸化炭素溶解度増加が樹脂粘度を低下させ、接合強度が上昇したものと推察する。

3.2 界面観察

引張剥離試験を行い接合界面で剥離した試料の剥離面を図3に示す。4MPaでは溶着が確認できなかったが接合部写真では、圧着による変形が確認できる。溶着までには至っていないが若干の可塑化効果は確認できた。5MPaでは界面全体とし

て把握すると界面での剥離が起きている。しかし写真から一部母材破壊がなされている。局所的には溶着が完了していたものの界面溶着面積が低く界面で破断に至ったと推察する。7MPaでは母材

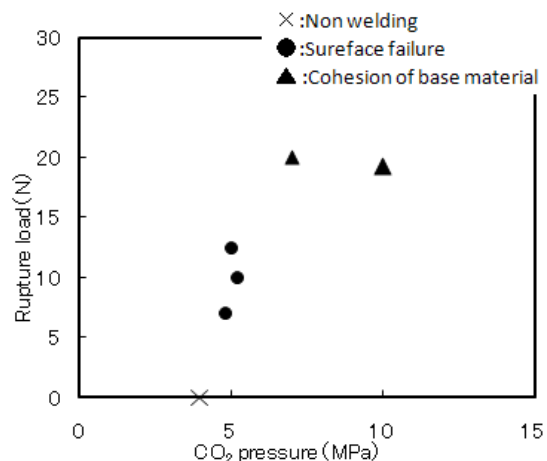
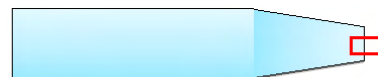


図2 含浸圧力と破断強度の関係



(1)含浸圧力:4 MPa



(2)含浸圧力:5MPa

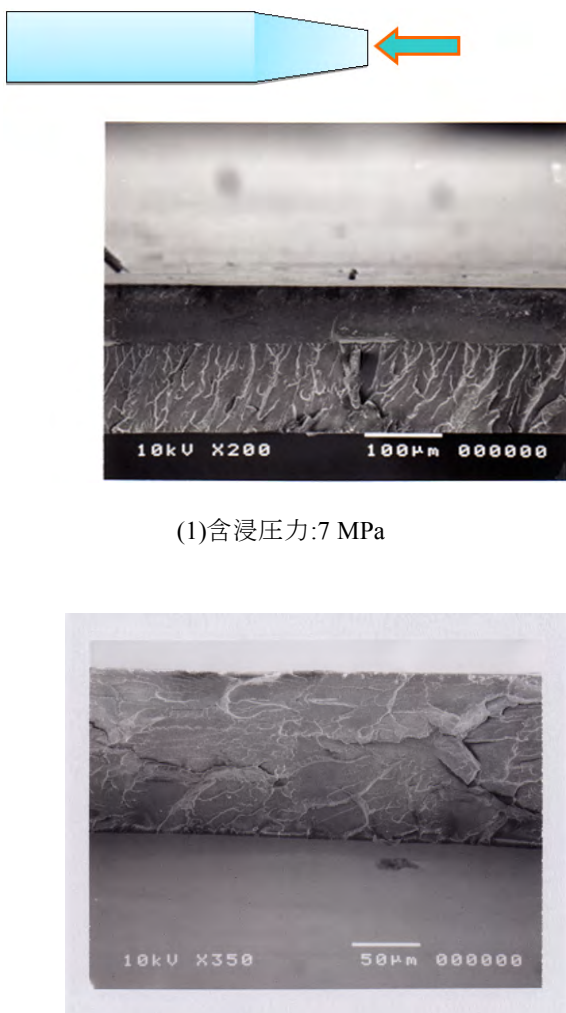
図3 剥離界面観察

母材で破断しており接合面での剥離は無く、溶着が促進していることを確認した。10MPa も同様に溶着が促進されていることを確認した。

引張剥離試験を行い母材で破壊した7MPa,10MPaの破断面写真を図4に示す。その結果、接合部に若干界面が確認できるものの溶着している様子が観察できた。含浸圧力が10MPaと増加すると界面の存在がなくなり融合していることがSEMより観察された。

含浸圧力が10MPaにおける同種PMMAは完全

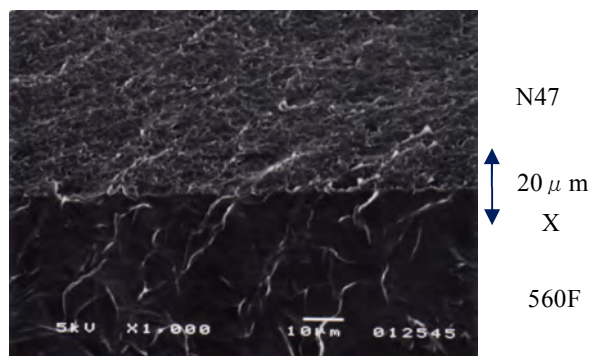
に融合しており界面状態の判断が不可能であることから同条件でN47と560Fの異なるPMMAを接合して接合界面状態の観察を行った。図5にSEMによって観察した断面状態を示す。その結果写真中心部に接合面が存在し樹脂の異種性が確認できる。この界面は平滑でなくそれぞれの樹脂が入り組んでいる様子が観察された。



(1)含浸圧力:7 MPa

(2)含浸圧力:10MPa

図4 溶着断面SEM写真



CO₂ pressure:10MPa

図5 異種材断面SEM写真 N47vs560F

3.3 ラマン分光光度計による界面観察

図5で観察された接合面付近を0とし、厚さ方向(x) 20 μm の範囲において 2 μm ピッチごとのラマン波形データを図6に示した。樹脂が異なるため界面から離れた上方および下方では波形が異なっており、955cm⁻¹において強度差が観察された。591cm⁻¹においては両者とも強度の変化が少ないため、これを基準とした接合断面各位置における 955cm⁻¹ の強度比を図7に示した。その結果ピーク強度は接合部界面付近において 8 μm の幅をもってなだらかに変化している。8 μm の層において樹脂が混在しており、絡み合い構造の形成が考えられる。

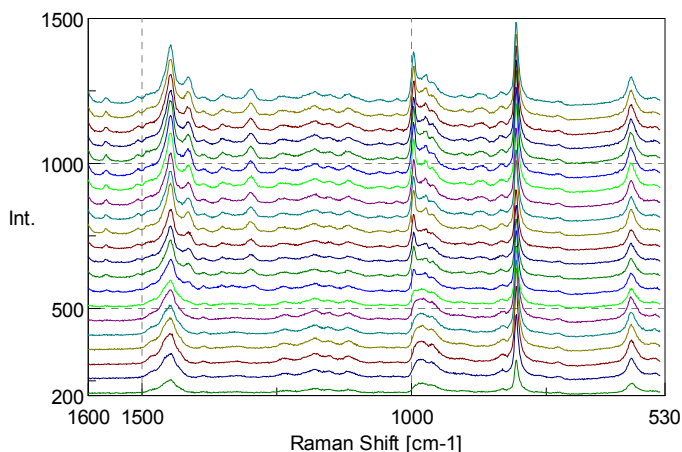


図6 厚さ方向各位置におけるラマン波形の移り変わり 検出範囲:Φ1μm 2μm ピッチで測定 N47vs560F

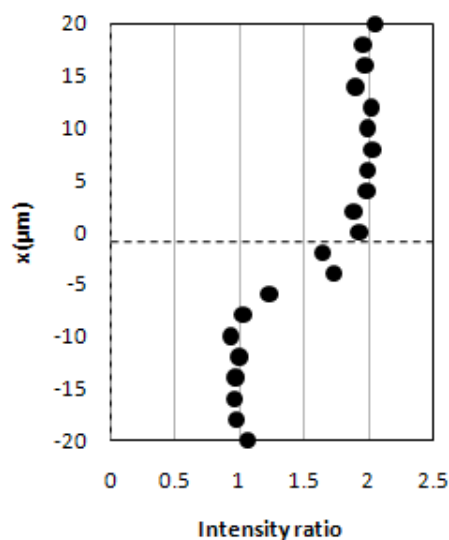


図7 ラマン強度比と厚さ方向各位置における関係 (955cm-1/591cm-1) N47vs560F

4 まとめ

本研究では、二酸化炭素雰囲気圧である含浸圧力操作がPMMA接合強度とその界面における接合状態に及ぼす影響について検討を行い以下の知見を得た。

1. 界面接合状態は含浸圧力変化に依存し、含浸圧力の増加により接合強度が向上した。
2. SEMにより含浸圧力 10MPa で処理した断面を観察すると PMMA 同士が融合している様子が観察された
3. ラマン分光光度計において、異種材をもちいて接合面での分析を行った。結果接合面の 8 μm の範囲で緩やかに樹脂による特徴ある波形が移り変わっていることを確認した。このことより樹脂が融合し、接合している可能性を定量化した。
4. 溶着方法としての可能性が確認できた。

5. 謝辞

本研究するにあたりラマン測定でご協力請け賜りました日本分光(株)と試料の提供をいただきました三菱レイヨン(株)に謝意を表します。

参考文献

- 1) 宮田 剣：高分子材料の加熱接合メカニズム,成形加工,20,12,(2008)874.
- 2)片柳 裕：高出力半導体レーザの最新動向,成形加工,18,6(2006),380
- 3) 竹田昌代, 渡辺公彦：成形加工,15,2(2003),372
- 4) 川上一徳：超音波横振動の利用技術,成形加工,15,2(2003),88
- 5) 志熊治雄, 木原伸一, 大嶋正裕：高圧レオメータで測定したポリプロピレン/CO₂系の粘弾性挙動.成形加工'05,29(2005)
- 6)林田昌大, 坂田賢志, 佐藤善之, 滝野繁樹, 舩岡弘勝：ポリマー+ガス混合系の粘度測定装置の開発 成形加工'02,(2002)95
- 7) 伊崎健晴：ガス溶解ポリマーの流動挙動,成形加工,12,11,(2000)680
- 8) Lee, M., Park, C.B. and Tzoganakis, C., : Measurements and Modeling of PS/Supercritical CO₂ Solution Viscosities, Polymer Engineering and Science, 39, 1, ,(1999) 99