

超臨界流体を用いた微細発泡成形に関する研究

山田岳大* 村田泰彦***¹ 横井秀俊***²

Study on Microcellular foaming Used Supercritical Fluid in Injection Molding

YAMADA Takehiro*, MURATA Yasuhiko***¹, YOKOI Hidetoshi ***²

抄録

将来、広く使用が期待される超臨界微細発泡射出成形については、多くの企業ニーズがある。しかし、現状では成形条件によって発泡状態が大きく変化するなど金型内における発泡プロセスがまだ解明できていない。この技術的な課題を解決するため、金型内のキャビティ面圧力分布を計測し、金型内圧力状況と、成形品内における発泡状況との相関について検討した。その結果、型内における、充填後のバックフローにより引き起こされる減圧速度が射出率の増加とともに増加した。このことが、Cell密度増加、Cell径減少に大きな関係があることを確認した。

キーワード：超臨界流体，射出成形，キャビティ面圧力分布計測，微細発泡

1 はじめに

将来、広く使用が期待される超臨界発泡射出成形については、現在でも多くの企業ニーズがある。例として光学部品である反射板、燃料電池セパレータにおける高精度成形品等への応用について検討されている^{1)~9)}。しかし、現状では成形条件によって発泡状態が大きく変化する事などの金型内発泡プロセスがまだ解明されていないため、発泡任せの成形となっており、製品としての信頼性が欠けている。この現状が実用化への展開を妨げている。そこでこの発泡プロセスを解明し、発泡Cell径をいかに制御するかが急務となっている。しかしながら、超臨界流体を用いた微細発泡射出成形は多くの研究が行われているにもかかわらず、金型内の発泡プロセスとくに発泡の生成及び

成長に大きく関係のある圧力状況については、未解明の部分が多く残されている。そこで、実際の成形時におけるキャビティ面圧力分布変化を計測し、型内圧力と成形品内部における発泡状況の関係について検討した。

2 実験方法

2.1 超臨界発泡射出成形機

実験に使用した超臨界発泡射出成形機は、J85EL III-110H-MuCell型(株)日本製鋼所,最大型縮力833kN,スクリュ径32mm)である。付属の圧力計測装置によりリザーバ内の圧力測定を行った。

表1 射出条件

シリンダ設定温度(°C)	220-215-215-215-215-200-190-170
金型設定温度 (°C)	30
射出率 (cm ³ /s)	4.0/20.1/40.2/80.4
保持圧力 (MPa)	0
保圧時間 (s)	0.04
N ₂ 注入量 (wt%)	0.3

* 生産技術部

***¹ 日本工業大学

***² 東京大学国際・産学共同研究センター

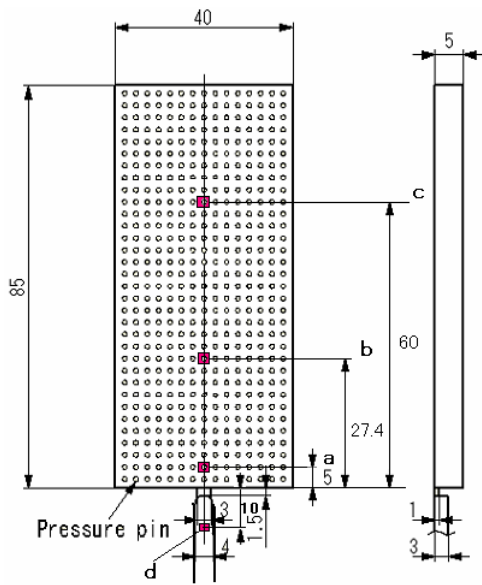


図1 キャビティ形状及び圧力伝達ピン
(単位構成:mm)

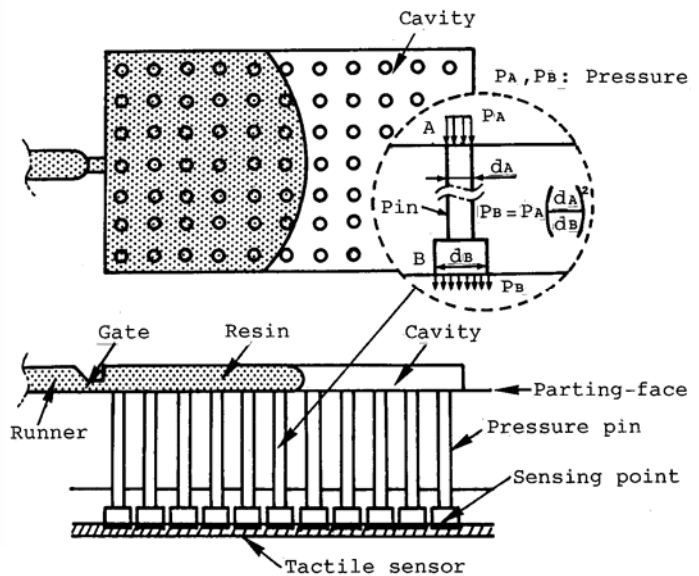


図2 流動樹脂のキャビティ面圧力計測方法

2.2 キャビティ形状及びキャビティ面圧力計測手法

実験で使用したキャビティを図1に示す。85×40×5mm(L×W×T)の矩形平板形状である。ゲートは、サイドゲートである。図2にキャビティ面圧力分布の計測原理を示す¹⁰⁾。本手法は、キャビティ壁面に対して垂直方向に2.54mm間隔に設置されたエジェクタピン形状の圧力伝達ピンを介して、樹脂圧力をシート状の触覚センサI-SCAN100(ニッタ株)に伝達して計測するものである。またランナーの圧力をキャビティ入り口から10mmの位置dで水晶圧電式圧力センサType9221(日本キスラー株)を用いて計測した。

2.3 成形条件

成形条件を表 1 に示す。樹脂は、耐衝撃性ポリスチレンHIPS(M220,日本ポリスチレン工業株)を使用した。発泡剤は超臨界N₂を使用した。

計測実験は、射出率を 4 通りに変化させて行い、その際、位置 a での最高充填圧力が、各射出率において約 15MPa と一定となるように射出容量(キャビティ内に充填する樹脂の量)を調整し実験を行った。

2.4 成形品内部の観察

本実験では、成形品内部の発泡状況を検討するために、図1中に示す、位置 b における、流動方向に対して垂直の成形品断面を、SEM(JSM-5300LV,日本電子株)により観察を行った。

3 実験結果および考察

3.1 キャビティ面圧力分布

射出率 40.2cm³/sにおいて計測されたキャビティ面圧力分布を図3に示す。①の流動過程では、低い圧力状態で樹脂が充填されている。流動過程の樹脂圧力は、すべての射出率において低いことを確認している。その後、樹脂がキャビティ末端部に到達すると圧力が急激に立ち上がり、最高充填圧力に達する(②)。なお、射出率増加に伴い、圧力の立ち上がり速度が増加することを確認している。面圧力分布には、ゲート部から末端部にかけて緩やかな圧力勾配が見られる。さらに、最高充填圧力に達した直後からは、キャビティ全域にわたって圧力が急激に低下し(③)、その後、低い圧力が長時間にわたって保持された後、消失する。

核生成は、樹脂の減圧速度に依存するものと考え

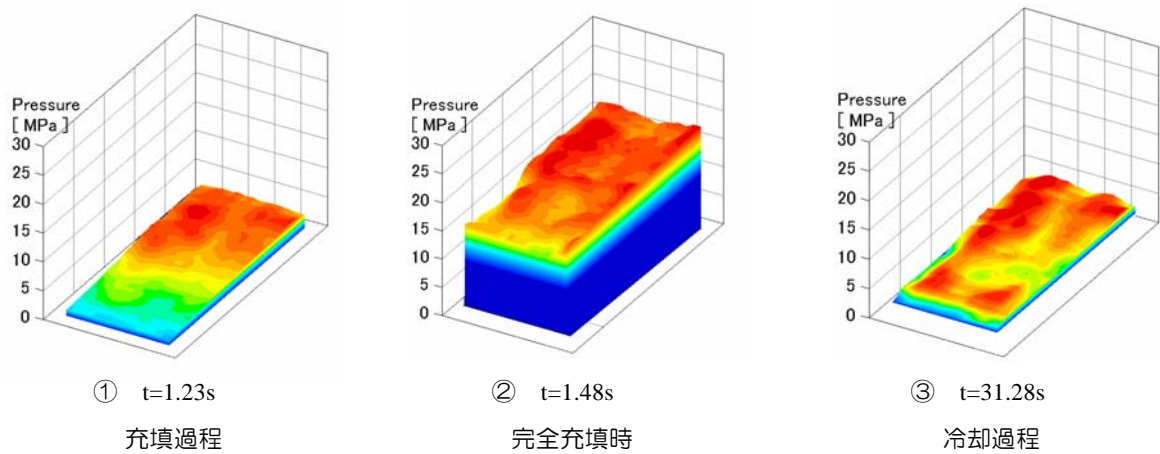


図3 キャビティ面圧力分布(射出率40.2cm³/s)

t=射出開始からの経過時間

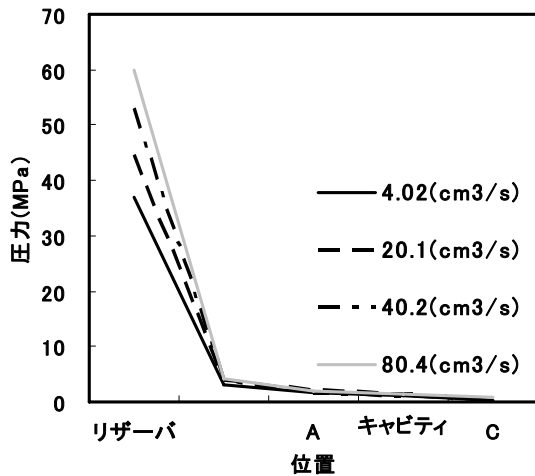


図4 樹脂末端部到達時リザーバからキャビティ末端部までの圧力状況

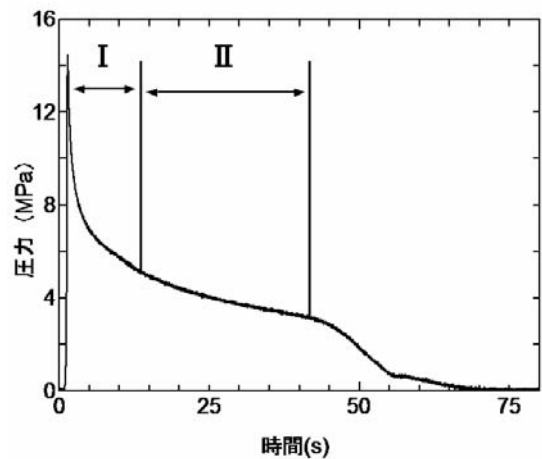


図5 樹脂圧力の経時変化(射出率40.2cm³/s)(位置b)

えられている^{11) -12)}。本研究の発泡射出成形プロセスにおけるCell生成及び成長も減圧過程で促進されると考える。前記の面圧力測定結果及びリザーバ内の圧力測定から、発泡射出成形プロセスにおける減圧過程は2つ存在する。1つは、樹脂流動過程において、樹脂がリザーバ内からキャビティ内へと流れる過程。2つ目は、キャビティ面圧力計で確認した、完全充填過程直後における減圧過程である。

最初に、樹脂流動過程のリザーバ内からキャビティ末端部にかけての圧力状況を図4に示す。樹脂が末端部に到達したときの圧力分布である。図4からリザーバ内からキャビティ内にかけてのおお

きな圧力勾配が存在することがわかり、射出率の増加に伴い、リザーバ内圧力が上がりリザーバからキャビティ内にかけての減圧量の増加及び射出時間で圧力降下を除いた減圧速度が増加することが確認できた。これは、リザーバからキャビティにかけて短時間で急激に圧力が低下していること示している。

次に、図5に、金型内の射出率40.2cm³/sにおける面圧力分布から、位置b上の測定点の圧力値を抽出し、経時変化として整理したものを示す。最高充填圧力に到達した直後から、圧力が一旦急激に低下し(減圧領域Iと呼称する)、その後、長い時間にわたって圧力が残留し(圧力残留領域II

と呼称する)、最後に、圧力が 0 に低下している。減圧領域 I の初期における減圧速度 P_{V1} (単位時間当たりの圧力減少量)、残留領域 II における減圧速度 P_{V2} と平均残留圧力 P_p をそれぞれ求めて、射出率の関係として図 6 に整理した。射出率の増加に伴い、減圧速度 P_{V1} が増加している。一方、 P_{V2} は極めて小さく、かつ、射出率の依存性がほとんどないことがわかる。さらに、平均残留圧力 P_p は、射出率の増加に伴い、増加する傾向を示す。

3.2 成形品内部における発泡状況

図 7 は、射出率 $40.2\text{cm}^3/\text{s}$ で得られた成形品の位置 b における断面観察写真を示している。成形品表層付近に Cell の観察されない層(便宜的にスキン層と呼称する)が存在し、スキン層の内側から厚さ中央部にかけて多数の Cell が観察される層(同上コア層と呼称する)が存在する。コア層

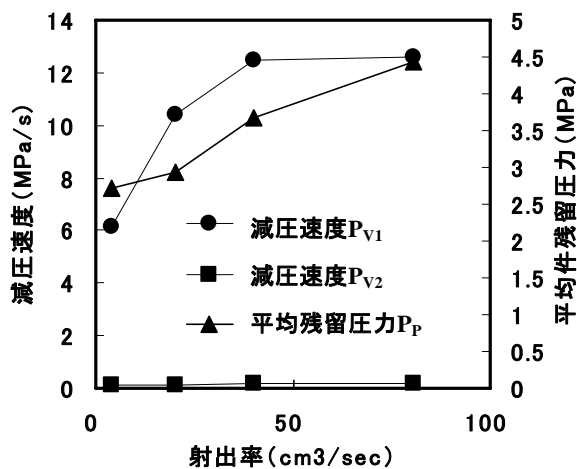


図6 減圧速度および平均残留圧力と射出率の関係 (位置b)

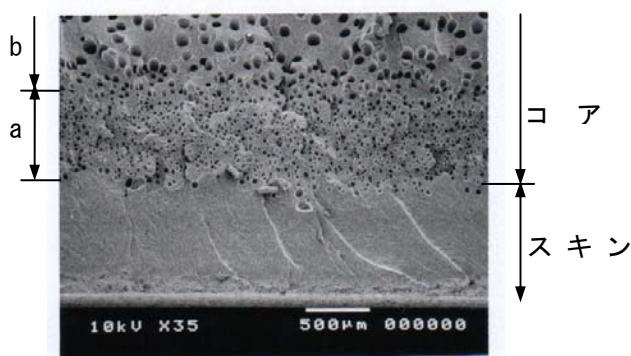
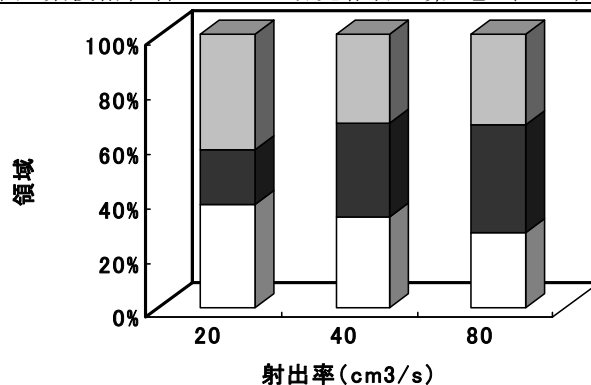


図7 成形品断面のSEM観察写真 (射出率 $40.2\text{cm}^3/\text{s}$, 位置b)



□ スキン層 ■ コア層a □ コア層b

図8 成形品厚さ5mmにおける各層の領域

は、さらに、スキン層内側の細かな Cell が存在するコア層 a と、その内側の大きい Cell の存在するコア層 b の 2 層に区別できる。各射出率条件においても同様の観察を行い成形品厚さ 5mm における各層の占める割合を図 8 に示した。その結果、射出率増加に伴い、スキン層が薄くなることを確認している。これは、射出率増加によって、キャビティ壁面近傍を流れる樹脂が金型からの冷却効果の影響を受け難くなる。このことにより、壁面近傍における樹脂の粘度上昇が抑制され、Cell 生成及び成長可能な領域が壁面近傍まで増加したことが 1 つの原因と推察される。

また Cell 生成について考察すると、リザーバからキャビティにかけて大きな減圧が生じており、キャビティ流動中の樹脂内部には既に Cell が生成していると考えられる。しかし、本研究での射出条件では、キャビティでの充填圧力が 15MPa と高く設定しているため、流動中の微細な cell の一部は圧縮を受け縮小、消失することが考えられる¹³⁾。このことからキャビティ内における樹脂充填時直後の減圧過程が主な Cell 生成過程の 1 つと考えた。そこで各射出率における断面観察写真に基づき、コア層における単位面積内に存在する Cell の平均直径(平均 Cell 径)および個数(Cell 密度)を求め、図 6 の減圧速度 P_{V1} との関係として整理したものを図 9 に示した。減圧速度 P_{V1} の増加に伴い、Cell 密度が増加し、平均 Cell 径が減少する傾向が示されている。

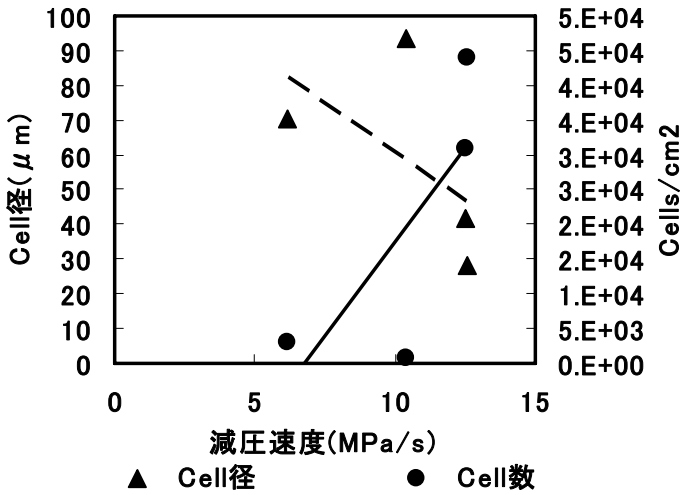


図9 Cell径およびCell密度と減圧速度の関係 (位置b)

樹脂流動過程では、射出増加に伴い金型内における樹脂の流動速度が高まり、樹脂が流動中、低圧にさらされる時間が短縮されることからCellの成長が抑制され、微細なCellを含んだ樹脂が流動してくる可能性が高くなることが考えられる。そして、この微細なCellが多く存在する樹脂が完全充填時に圧縮過程を経る。この圧縮過程で、内部の微細なCellの一部はさらに縮小もしくは、消失する可能性が考えられる。その後、射出完了直後におけるノズル・リザーバ方向への樹脂の逆流、および樹脂の成形収縮がおきる。これら現象は、射出率増加に伴い顕著に発生する。よって射出率増加は、充填後の減圧速度が大きくなり、Cellの核生成速度が増加し、充填後に形成されるCell数の増加、Cell径の微細化を起こさせるものと推察する。

また、射出率増加に伴い、平均残留圧力 P_p が増加する傾向を示したのは、上記Cell密度の増加に加えて、キャビティ壁面近傍にも微細なCellが生成し、これらが、金型壁面にたいしてCell成長による力を効率よく伝えるものとする。

4 まとめ

キャビティ面圧力分布と成形品内部における発泡状況の相関関係について検討を試みた。その結果を示す。

(1) リザーバ内からキャビティ内にかけておおきな圧力勾配が存在することがわかり、射出率

が増加に伴い、リザーバ内圧力が上がりリザーバからキャビティ内にかけての減圧量の増加及び射出時間で圧力降下を除いた減圧速度が増加することが確認できた。

(2) 射出率の増加に伴い、最高充填圧力に達した直後における減圧速度が増加した。

(3) 成形品においては射出率増加により Cell 密度が増加し、平均 Cell 径が減少したことを確認した。

今後は、樹脂流動時から冷却過程において金型内可視化観察を行い発泡の挙動を詳細に検討していく予定である。

謝 辞

水晶圧電式圧力センサを貸与下さった日本キスラー(株)、触覚センサ、金型製作に協力を賜ったニッタ(株)、池上金型工業(株)、住友重機械工業(株)に謝意を表します。

参考文献

- 1) 津田:成形加工,13,2,83(2001)
- 2) Mucell Process News, Volume VIII (2002)
- 3)馬場:三菱電機技法 178, 11(2004)
- 4) 稲森,葉山,高田,大嶋,谷垣:成形加工,11,3,194(1999)
- 4) 川島,新保:成形加工,15,9,632(2003)
- 5) 寺本,阿江,金井:成形シンポジウム'03,247(2003)
- 6) 村田,山田,忽滑谷,石井,横井:成形加工'04,321(2004)
- 7)手嶋,上坂:プラスチック成形加工第 85 回講演会資料, 20(2005)
- 8)瀧,藁谷,大塚,大嶋:成形加工'06, 111(2006)
- 9)KBledzki, H. kirschling, G. Steinbichler, P. Egger: The Polymer Processing Society, 22, 300(2006)
- 10) 村田,横井,河崎:成形加工,8,4,249(1996)
- 11)J. S. Coltn, N. P. Sue:Advanced Manufacturing Process, 1, 341-364, 1986
- 12) 大嶋:プラスチック成形加工第 85 回講演会資料, 13(2005)
- 13) Chang, Dae Han, C. A. Villamizar: Polymer Engineering and Science, 18, 9 (1978)