

超臨界流体を用いた微細発泡射出成形におけるCell成長挙動に関する研究

山田岳大* 小熊広之* 村田泰彦***¹ 横井秀俊***²

Observation of Cell Growth Behavior in Microcellular Injection Molding

YAMADA Takehiro*, OGUMA Hiroyuki*, MURATA Yasuhiko***¹

YOKOI Hidetoshi***²

抄録

超臨界微細発泡射出成形においてキャビティでの最高充填圧力変化が発泡成形品内部構造に及ぼす影響とこの発泡構造の形成過程について実際に型内可視化観察を行った。その結果、スキン層よりもコア層（発泡層）の構造に影響を及ぼすことが観察された。特に、最高充填圧力が高い場合では、微細なCellの生成が抑制されることが確認された。可視化においても、樹脂流動中に生成したCellは充填圧力による強い圧縮によって一旦消失し、その後の減圧過程でのCell生成が抑制され、少数の生成したCell径が増大したことを確認した。

キーワード：超臨界流体，窒素，射出成形，可視化

1 はじめに

近年、超臨界流体を用いた微細発泡射出成形の基礎研究^{1)~2)}や、光学部品などの応用製品開発の検討が進んでいる³⁾。しかし、上記成形における金型内発泡プロセスには、未解明の部分が多く残されている。既報⁴⁾では、ガラスインサート金型⁵⁾を用いて、成形品厚さ方向に形成される発泡層構造の形成機構について検討を行った。本報告では、成形過程におけるキャビティ内最高充填圧力の変化が発泡層構造に与える影響について検討を行った。

2 実験方法

2.1 発泡層構造確認

成形機は、J85ELIII-110H-MuCell型(株)日本製鋼所,最大型締力833kN,スクリュ直径32mm)である。成形条件を表1に示す。超臨界流体にはN₂を使用

した。キャビティ内最高充填圧力変化における成形品内部発泡層構造の検討は、耐衝撃性ポリスチレン HIPS(M220,日本ポリスチレン(株))を使用した。本実験で使用したキャビティの形状を、図1に示す。厚さ5mmの矩形平板キャビティにて検討を行った。SEM(日本電子(株)JEOL JSM-5300LV)によって内部発泡層構造の観察をした。

表1 層構造確認成形条件

樹脂温度 (°C)	220-215-215-215-215-200-190-170
射出率 (cm ³ /s)	40.2
型内最高充填圧力 (MPa)	HIPS 5/15/20/30
保圧 (MPa)	0
保圧時間 (s)	0.04
背圧 (MPa)	15
型温度 (°C)	30
冷却時間 (s)	110
窒素添加量 (wt%)	0.3

2.2 発泡層構造形成過程可視化検証実験

これら層構造が実際に型内で形成される過程を観察するためガラスインサート金型を用いて検証実験を行った。図2にガラスインサート金型の基

* 生産技術部

***¹ 日本工業大学

***² 東京大学 生産技術研究所

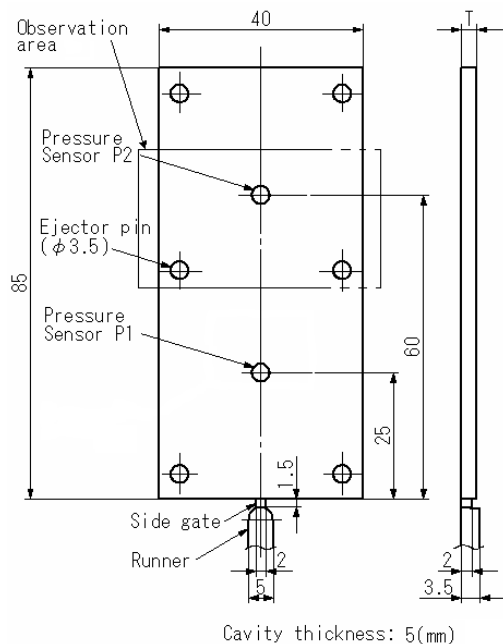


図1 キャビティ形状

表2 可視化成形条件

樹脂温度 (°C)	200-200-195-195-195-190-180
射出率 (cm ³ /s)	40.2
型内最高充填圧力 (MPa)	GPPS 3/15/23.6/28
保圧 (MPa)	0
保圧時間 (s)	0.04
背圧 (MPa)	15
型温度 (°C)	90
冷却時間 (s)	70
窒素添加量 (wt%)	0.24

本構造を示す。本金型は、キャビティ内の樹脂挙動を石英ガラスのプリズムカット面を介してモールドベース側面に空けられた窓から観察するものである。可視化で使用したキャビティの形状は層構造観察で成形したものと同様である。キャビティにおける観察領域を、図1に示す。可視化観察は、高速ビデオカメラ HSV-500(株ナック)を用いて 250frames/s で撮影を行った。観察領域はゲートから 56mm 離れた縦 30mm×横 50mm のキャビティ中央部とした。また、型内樹脂圧力の計測を、水晶圧電式圧力センサ Type9221(日本キスラー(株))を用いてゲートから 25mm 離れた位置に設置されたエジェクターピンを介して行った。可視化観察には透明樹脂の汎用ポリスチレン GPPS(CR2500,大日本インキ化学工業(株))を使用した。

石英プリズムガラス

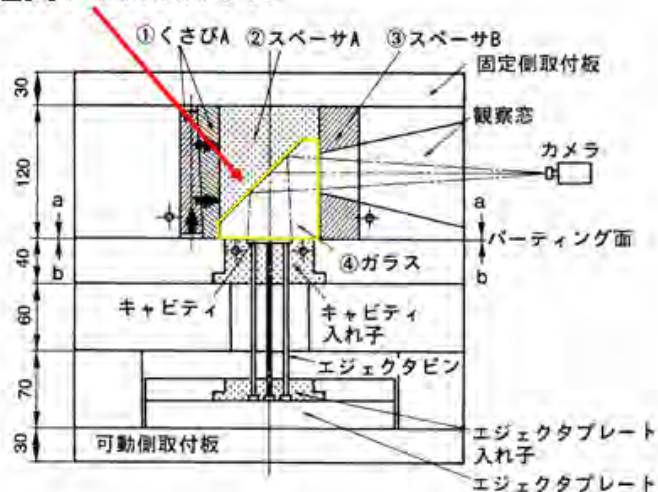


図2 ガラスインサート金型基本構造 (単位:mm)

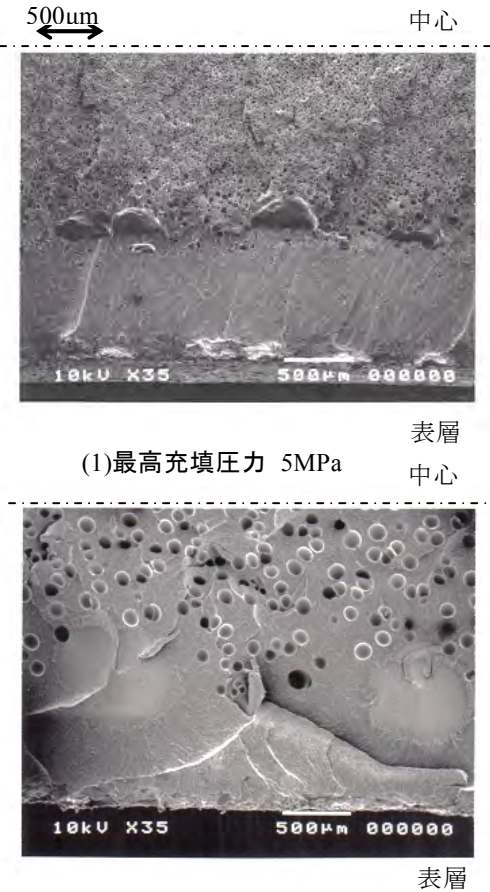
成形品表面にはシルバーストリークが生成され、内部観察の障害となることから、金型温度を GPPS の T_g 点以上の 90°C に設定してシルバーストリークの生成を抑制して観察を行った。表2に可視化検証実験における成形条件を示す。射出容量を調整し、キャビティ内における最高充填圧力が表2に示す条件となるように成形を行った。

3 実験結果

3.1 成形品断面観察

キャビティ内最高充填圧力が 5MPa と 30MPa となるようにそれぞれ成形して得られた HIPS 成形品の、流動に対して垂直方向断面の SEM 観察写真を図3に示す。成形品厚さ方向の中心部から成形品表面までを拡大して表示した。両者とも成形品厚さ方向に発泡状況の異なる層構造が形成されていることがわかる。この試料厚さ方向の気泡径によって層構造を分類した。各層の定義を表3に示す。

これら SEM 観察写真と定義に基づき得られた、最高充填圧力を変化させた場合の発泡層構造を図4に示す。表層には前報に記載したとおり多数のシルバーストリークの痕跡を留めたスキン層 I が存在するがこの厚さについては、成形品各位置での差異を正確に計測することが困



(2) 最高充填圧力30MPa

図3: 最高充填圧力の違いによる内部層構造への影響
断面SEM写真 HIPS

難であったために、一定としてグラフに表示した。最高充填圧力が変化しても Cell の存在しないスキン層 II の成形品厚さ全体に占める割合は、大きな変化が見られない。一方 Cell が多数存在するコア層に大きな変化が見られる。最高充填圧力 10MPa では、直径が約 $20\mu\text{m}$ の微細な Cell の存在するコア層 II が成形品厚さの約 70% を占めている。また、スキン層 II とコア層 II との間に比較的大きな Cell が分布する層（コア層 I と呼称する）が形成されている。15MPa では、既報⁴⁾でも示したように、微細な Cell の存在するコア層 II と、約 $100\mu\text{m}$ の大きな Cell の存在するコア層 III の積層型となる。さらに 20MPa 以上では、コア層 II が見られなくなり、コア層 III がスキン層 I・II の領域以外の全域を占めている。最高充填圧力と平均 Cell 径、Cell 密度の関係を図 5 に示す。最高充填圧力の増加に伴い、Cell 密度が減少し平均 Cell 径が増加する傾向が得られている。

表3 層構造定義

	Cell 径 (μm)	状態
コア層 III	50~	粗い Cell が分布
コア層 II	0~50	微細 Cell が分布
コア層 I	150~	不均一な Cell が分布
スキン層 II	0	Cell 観察されない
スキン層 I	表層	シルバーストリーク

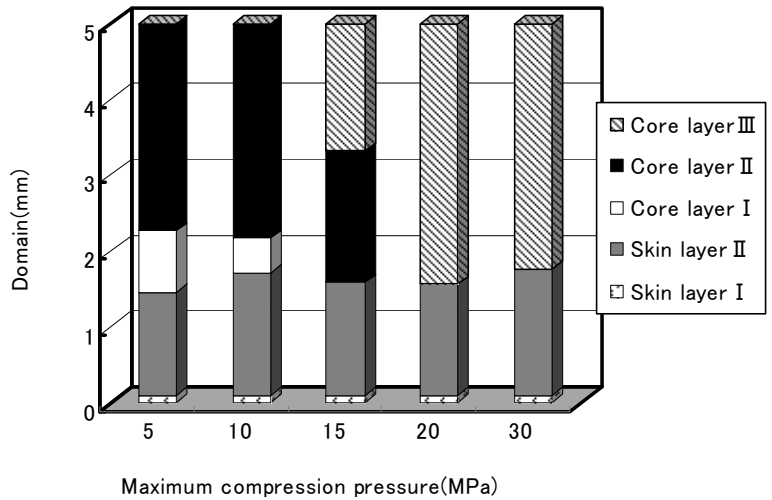


図4 最高充填圧力と内部構造の関係

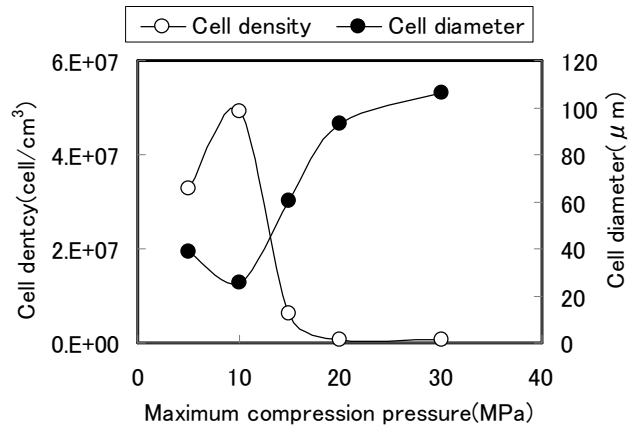


図5 充填圧力と断面における Cell 密度 Cell 径の関係

3.2 可視化観察

HIPS の層構造を観察した条件とほぼ同じ成形条件で、GPPS を用いて発泡状況の可視化観察を行った。最高充填圧力 3MPa、28MPa の場合における型内樹脂内圧力の経時変化を図 6 に示す。また、図 6 に示した①~③、④~⑥の時刻における発泡状況の可視化観察画像を図 7 に示す。最高充填圧力が低い 3MPa では、流動過程①において激しく発泡しながら流動している。圧縮過程②では

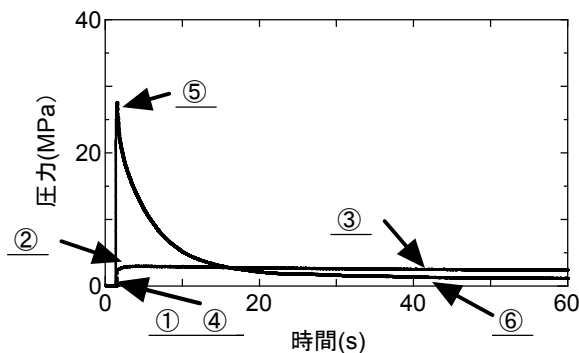
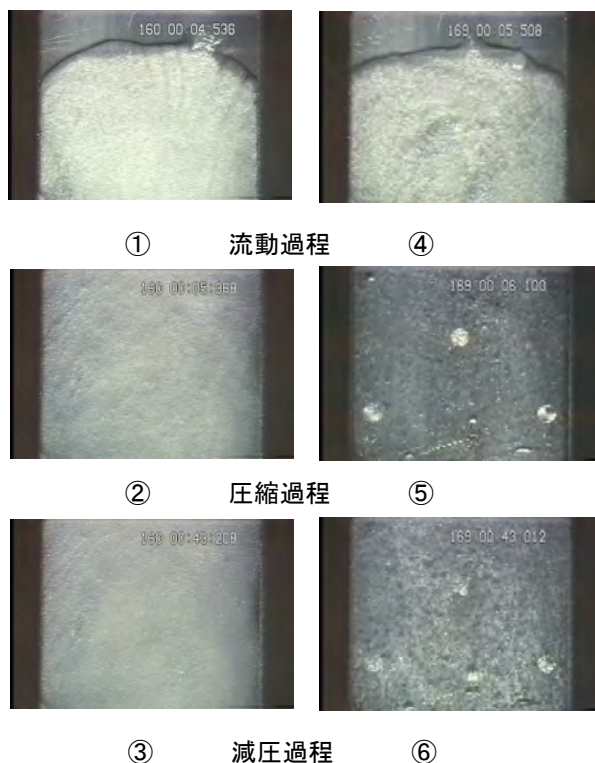


図6 型内樹脂圧力波形 (GPPS)



(1) 最高充填圧力3MPa (2) 最高充填圧力28MPa

図7 可視化観察画像 (GPPS, 射出率:40.2cm³/s)

Cell のわずかな消失が見られる。減圧過程③に入っても圧縮過程と同じ状態を維持している。一方、キャビティ両側面部では圧縮過程において Cell の消失を確認した。また、28MPa の場合では、圧縮過程⑤において、流動過程④で見られた多数の Cell が一旦消失する。さらに、減圧過程⑥では、Cell の再生成と成長が起こる。最高充填圧力が高い場合では、Cell の再生成開始が遅れ、Cell 密度の減少および Cell 径の増加が起こることを画像より確認した。

4 考察

最高充填圧力が変化した場合に、コア層Ⅱ・Ⅲの形成状況が変化した原因を以下に考察する。最高充填圧力が低い場合では、圧縮過程での Cell の消失が少なく、Cell 密度が高まった状態で減圧過程を迎えるために Cell の成長の余地がなく、微細な Cell から構成されるコア層Ⅱが形成されやすくなったものと推察される。一方、最高充填圧力の増加に伴い、発泡層構造形成は、減圧過程での Cell の再生成と成長に支配されるようになる。最高充填圧力の増加に伴い、減圧過程での再発泡開始が遅れ、減圧速度が低下した状態から核生成が起こること、また、補償流動による樹脂温度上昇が Cell 径の成長を促進させることにより、Cell 密度が低く、Cell 径の大きいコア層Ⅲが形成されやすくなったものと推察される。

3 まとめ

最高充填圧力の変化は、コア層の構造に影響を及ぼす。特に、最高充填圧力が高い場合では、微細な Cell の生成が抑制され、コア層の層構造が変化することが確認された。

おわりに、水晶圧電式圧力センサを貸与下さった日本キスラー(株)に謝意を表します。

【参考文献】

- 1) 瀧健太郎, 藁谷友祐, 大塚哲央, 大嶋正裕: ブロックコポリマーと二酸化炭素による薄膜ナノ発泡体, 成形加工'06, 111(2006)
- 2) 中野晋, 新保實, 福村功昌: 物理的発泡剤を用いたシリコンゴム発泡体とその諸特性, 成形加工'06, 115(2006)
- 3) 高田知行, 小島淳也, 神野文夫: マイクロセルラープラスチックの新規パターン発泡技術と液晶バックライト部材への応用, 成形加工'06, 109(2006)
- 4) 山田岳大, 村田泰彦, 横井秀俊: 微細発泡射出成形におけるキャビティ面圧力分布Ⅲ, 成形加工'05 シンポジウム, 51(2005)
- 5) 横井秀俊, 村田泰彦, 坂本一郎: ガラスインサート金型におけるガラスキャビティ面の充填特性評価, 成形加工, 6, 5, 349(1994)