

二液型接着剤の少量塗布時における混合比を安定化する デバイスの開発（第2報）

西村太志*、栗田貴明*

Development of a device to mix two component adhesive completely even in a small amount. (II)

NISHIMURA Futoshi* and KURITA Takaaki*

二液型接着剤は塗布前に十分に混合する必要がある。このため、簡単に十分な混合が可能であるスタティックミキサーが利用される。しかし、この中に残った接着剤は利用できず廃棄される。この研究の目標は内部に残る接着剤の量を減らすスタティックミキサーを開発することである。本報では接着強度評価用に作製した引張せん断試験片の組立精度を調べた。また、二液型エポキシ接着剤に関して表面処理の影響や接着強度の経時変化を調査した。

1 はじめに

軽量化のため樹脂と金属のような異種材¹⁾の接合方法として接着はとても有効である。接着は面で接合できるので、スポット溶接²⁾やリベット³⁾と組み合わせると高剛性で高強度の部品ができる。このように接着の使用箇所や役割は増しているが、課題もある。たとえば構造用接着剤として用いられる二液型エポキシ系接着剤に注目すると、常温硬化という特徴があるが、塗布前の混合が不足すると接着不良の恐れがある。接着剤の混合にスタティックミキサーを使用すると簡便かつ十分に混合できるが、ミキサー内に残った接着剤は利用できないので廃棄物が発生するという欠点もある。

本研究の目標は混合容積が小さく、かつ十分に混合できるスタティックミキサーを開発することである。混合状態を評価する一つの方法として引張せん断試験を行うが、前報⁴⁾では試験体の組立精度を確認していない。そこで本報では試験体の組立精度を確認する。また、常温硬化二液型エポキシ接着剤の硬化反応は説明書の硬化時間よりも長く続くこともある。そこで硬化時間や硬化促進（ポストキュアという）の条件を調べる。

2 結果および考察

2.1 試験片作成の均一性

接着剤の引張せん断試験体⁵⁾を図1に示す。材質はA6061である。また、本報で使用する接着剤は二液型エポキシ接着剤（Scotch-Weld DP-190）である。接着剤に直径300 μ mのガラスビーズ（ユニチカ製ユニビーズSPL-300）を混ぜ、接着層の厚さを0.3mmに制御している。引張せん断試験結果がばらつく一つの原因として、試験体の組立寸法のばらつきが考えられる。まず、接着

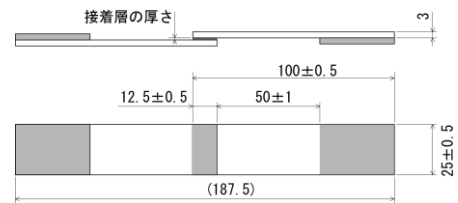


図1 接着試験体

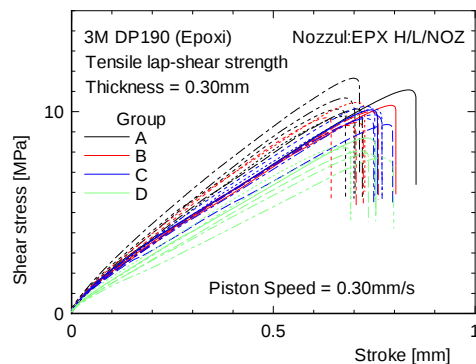


図2 引張せん断試験結果

組立した試験体（24本）の寸法（全長=187.5mm、接着層の厚さ=0.3mm、いずれも設計値）のばらつきを述べる。ここでは一つ一つの寸法は示さないが、実測した全長の平均値は187.49mm、標準偏差は0.03、変動係数は0.00である。変動係数は標準偏差を平均値で割った値である。原賀⁶⁾によると変動係数が0.10以下であればばらつきは十分小さいと見なせる。同じく接着層の厚さの平均値は0.339mm、標準偏差は0.02、変動係数は0.05である。厚さの平均値は設計値より大きい、ばらつきは十分小さい。

図2に引張せん断試験の結果を示す。横軸は引張距離、縦軸はせん断応力である。引張せん断強さの平均値は9.62MPa、標準偏差は0.999、変動係数は0.10である。

* 次世代技術部

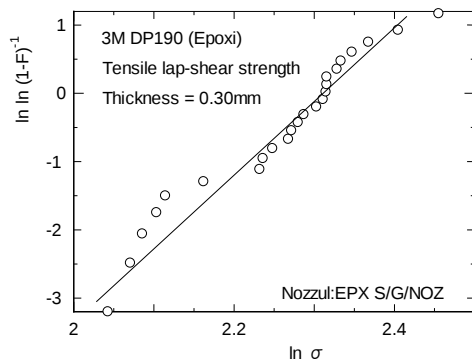


図3 ワイブル分布

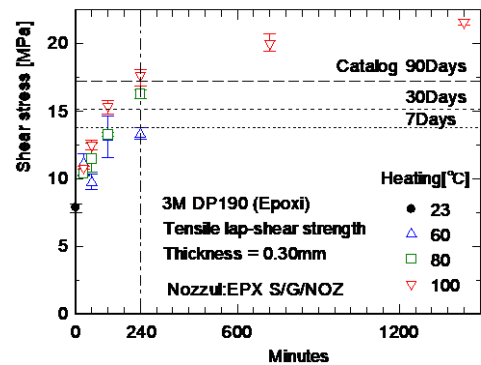


図5 ポストキュアの影響

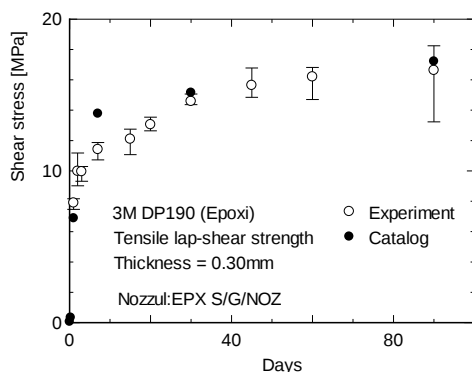


図4 接着後の経時変化

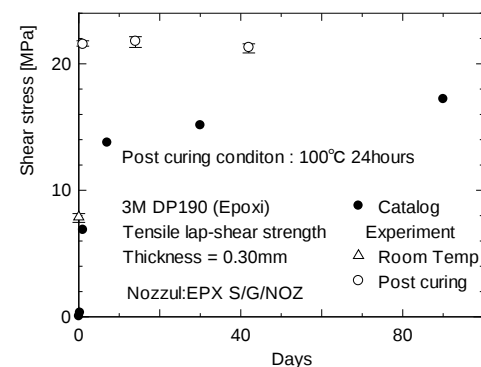


図6 ポストキュア後の経時変化

引張せん断強さのばらつきは十分小さいことがわかる。

図3に引張せん断強さをもとに平均ランク法によるワイブル分布 η を示す。縦軸の F は破壊確率、横軸の σ は引張せん断強さである。直線上に分布しているので、この試験体の破壊モードは一つであると考えられる。以上の結果から、十分に均一な試験体が組み立てられていると判断する。

2.2 接着剤の経時変化

本研究で使用した二液型エポキシ接着剤（Scotch-Weld DP-190）の取扱説明書によると、引張せん断強さは接着時から90日後まで徐々に増加していく。プラスチック試験における標準雰囲気（23°C、65%）に置かれた接着試験体（A6061）の経時変化を図4に示す。横軸は接着後の経過日数、縦軸は引張せん断強さである。そして黒丸は取扱説明書の値である。白丸が引張せん断強さの実験値であるが、取扱説明書の値と同様、接着後の日数が経過すると強さが増加することがわかる。

加熱により二液型接着剤をポストキュアすることがあるが、取扱説明書には条件等は記載されないことが多い。ここでは接着試験片の加熱温度を変えてポストキュアを行い、ポストキュア直後の引張せん断試験結果を図5に示す。ポストキュアの温度は60、80、100°Cである。横軸はポストキュアの時間（分）、縦軸は引張せん断強さである。図中の三本の直線はそれぞれ接着後7日

後、30日後、90日後の引張せん断強さ（取扱説明書の値）である。60、80°Cで240分加熱しても取扱説明書の引張せん断強さ（90日後）に達していない。100°Cで240分加熱すると説明書の引張せん断強さ（90日後）より大きくなる。また100°Cでの加熱時間がさらに長くなると引張せん断強さもさらに大きくなる。

図6にポストキュアを100°C、24時間行った後の経時変化を示す。横軸はポストキュアから経過した日数、縦軸は引張せん断強さである。1日後と42日後の強さが変わらないことがわかる。そこでDP-190のポストキュア条件は100°C、24時間とする。

2.3 被着体表面処理の影響

図7に被着体の表面処理状態を示す。脱脂はアセトンで表面の汚れを流したものの、サンドブラストはアルミナ（#80）を圧縮空気吹き付けたものの、酸洗はpH1の硝酸水溶液に浸漬したもの、レーザは波長1062nmのファイバーレーザ光を照射したものである。上側が外観写真で下側が顕微鏡写真である。

それぞれの表面処理を行った試験体について、引張せん断試験の結果を図8に示す。アセトン処理の強さが最も小さく、ここでは示さないが破断面を観察すると一部に界面破壊が見られた。酸洗、レーザ、サンドブラストはほぼ同等の強さとなっている。破断面を観察すると、全て凝集破壊である。

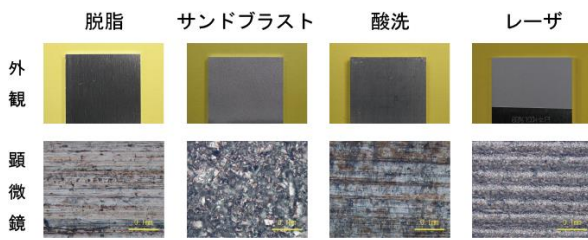


図7 表面処理方法

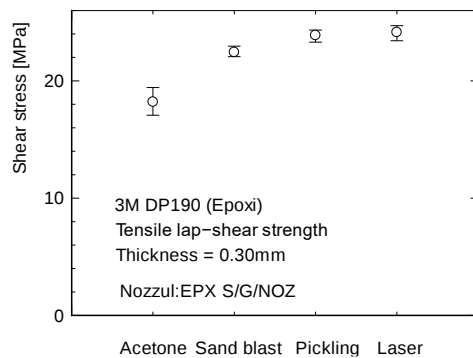


図8 表面処理の影響

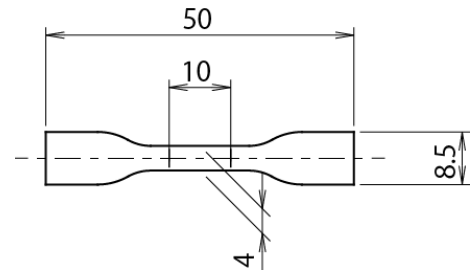


図9 ダンベル試験片

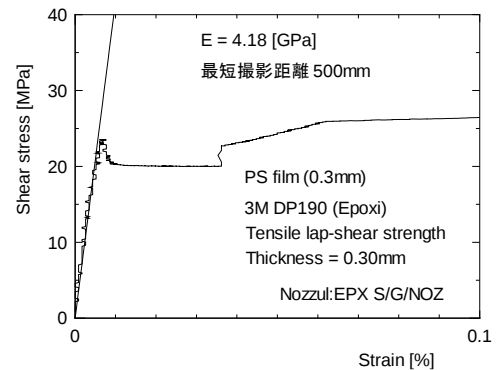


図10 応力ひずみ線図

2.4 ひずみ測定

北條⁹⁾は接着した試験体だけでなく、接着剤をシート状に硬化させたもの（バルク材という）の性質を調べている。このバルク材の性質を調べると二液型接着剤の混合具合を判断できる可能性がある。そこでバルク材の伸び測定について検討する。接着剤から 0.3mm 厚のシートを作製し、図9のダンベル試験片⁹⁾を打ち抜く。標線間隔を 10mm とし、引張速度 1mm/m で万能試験機（インストロン製 5985 型）により引張試験を行い、ダンベル試験片が変形する様子を動画撮影する。この動画から自作のソフトウェアで標線の移動量を計算してひずみを得る。動画から得たひずみと万能試験機で得た応力による応力ひずみ線図を図10に示す。図中の弾性率はひずみ 0%から降伏ひずみまでの間で最小二乗近似から求める事ができる。

3 まとめ

本研究のまとめを示す。

- (1) 引張せん断試験体は寸法、引張せん断強さともばらつきは十分小さい。
- (2) DP-190のポストキュア条件（100℃、24時間）が定まった。
- (3) バルク材の応力ひずみ曲線を得ることができた。

【謝 辞】

本研究を実施するにあたり、国立研究開発法人産業技術総合研究所ナノ材料研究部門接着界面グループ秋山陽久グループ長から接着試験に関して丁寧な指導を受けました。厚く御礼申し上げます。

【参考文献】

- 1) 原賀,佐藤, 自動車軽量化のための接着接合入門,日刊工業新聞社, 2015
- 2) 堀, 自動車の走行性能と構造, グランプリ出版, 2021
- 3) 防衛技術ジャーナル編集部, 航空装備技術の最先端, 防衛技術協会, 2023
- 4) 西村ら, 岐阜県産業技術総合センター研究報告 No.4, PP67-68, 2023
- 5) JIS K6850:1999 接着剤－剛性被着材の引張せん断接着強さ試験方法
- 6) 原賀, 接着の材料選定と構造・プロセス設計, 日刊工業新聞社, 2022
- 7) 真壁, 新版信頼性工学入門, 日本規格協会, 1985
- 8) 北條, 日本接着学会誌 Vol.60, No.1, pp19-24, 2024
- 9) JIS K6251:2017 加硫ゴム及び熱可塑性ゴム-引張特性の求め方