

【研究論文】

【平成30年度 経常研究】

## 高機能PDMSのマイクロ成形・離型の検証

天本 義己, 阿部 宏之, 小松 迅人  
機械電子情報技術部

粘度200Pa・sのPDMSに関し、自転・公転を活用したミキシングにより、気泡が少ない状態に攪拌・脱泡でき、かつ、公転遠心力を活用した泡取りを実施することにより、さらに脱泡を高精度化出来ることを示した。また、3kPaの真空中での自転・公転ミキシングでは、大気中でのミキシングに比べ、一層高精度に高粘度PDMSを攪拌・脱泡できるとともに、高粘度PDMSの蒸気圧値に注意を払いながら、攪拌・脱泡を行うことで、材料の揮発による損傷を防ぎ、かつ、材料自身の揮発による気泡発生を抑制できることを示した。そして、真空中の自転・公転ミキシングを施した高粘度PDMSを用い、薄さ50 $\mu$ mの薄物シートを成形・離型できることを示した。

キーワード：自転・公転ミキサー、蒸気圧、精密攪拌、精密脱泡、高粘度、高引裂伸長度

### 1 緒言

多くの工業製品・工業分野において、高機能、高微細・精細化に対するニーズが高まり続ける中、それらへの対応・準備あるいは先取りのために、高粘度樹脂の取扱を必要とするケースが増えてきている。しかし、材料の調合・攪拌・脱泡等の作業を伴う製品や産業である、例えば、接着剤、インク調合、導電ペースト、断熱材、樹脂モールド、LED素子、および転写用印象材<sup>1)</sup>、などの分野においては、手攪拌やプロペラ式ミキサーあるいは攪拌羽根式のプラネタリーミキサー等の使用が一般的で、処理時間の長さ、場合によっては、剪断力等による材料性質の劣化に悩まされ続けている。また、混ぜムラやダマが出来るために少量ずつ数回に分けた非効率な処理を要す、作業員毎のばらつきを有すために経験豊富な熟練技術者の勘に頼らざるを得ない、等の問題を内在してきた。そして、脱泡においても、減圧脱泡機の使用による、気泡の吹き上がりトラブル、脱泡品質の低迷、長時間所要、等の問題に悩まされ続けてきた。一方、我々のグループでも、過去に、高粘度材料の成形・離型に取り組んだことがあるが、減圧下で発生するガスに起因すると思われる気泡の残留や、材料調整の不十分性に関係があると推察される離型困難性、等に直面し、それらを容易に解決することはできなかった経緯がある。

このように、従来の材料でも、高精度な攪拌・脱泡が容易でなかった状況の中、さらに、高粘度な材料に対応していくことの困難性は、言わぬがなである。従って、高粘度材料の調合・攪拌・脱泡を高精度かつ効率良く

出来るようになることは、これらの分野における朗報と云うことができ、当面、各分野において、それぞれの抱える問題の解決に繋がっていくものと推察することができる。

そこで、本テーマでは、自転・公転ミキシングによる攪拌・脱泡が、高粘度材料の高精度攪拌・脱泡に有用であること、ならびに、その真空中での処理が、より高精度な攪拌・脱泡を可能にすること、しかし、真空の条件設定に一定の注意と対処が必要であること、などを示すとともに、それらの注意と対処のもとで、高粘度PDMSを用い、数十 $\mu$ mオーダーの厚さの短冊状シートの成形・離型が可能であることを示すことを目的とした。

### 2 実験

#### 2.1 調合・攪拌・脱泡

二液混合型の液体シリコンゴム(MOMENTIVE LSR2020<sup>2)</sup>、粘度200Pa・s)のA剤とB剤を同量秤量し容器に入れたものを複数用意した。手攪拌または自転・公転ミキサーを用いて、A剤とB剤の攪拌を行った。手攪拌はスパチュラで行い、自転・公転ミキサーによる攪拌は、株式会社シンキー製のARE-310とARV-310を用いた。前者は大気圧タイプで後者は真空中処理が可能なタイプである。

#### 2.2 自転・公転ミキサーによる攪拌・脱泡リアルタイム観察

自転・公転中の攪拌・脱泡の様子を、回転数に同期

させた光を当てることで、見かけ上の静止像として、観察した。

### 2.3 脱泡精度の確認

攪拌を終えた後、材料中の気泡を、LEDライト、および放射温度計(株式会社カスタム IR-308)のレーザー光を活用して観察した。また、大気圧タイプの自転・公転ミキサーで処理をしたサンプルについて、目に見えにくい気泡の存在の有無を確認するために、外から中を見ることのできる真空チャンバー中にサンプルを設置し、真空引きをしながらチャンバー外からの観察を行った。

### 2.4 短冊状シートの成形

図1に示すような、アルミニウム製のプレート上にカプトンテープを用いて作製した枠を用い、攪拌と脱泡を済ませた高粘度PDMSを用い、枠の中に刷毛で塗り、そのPDMSの上面を、枠の幅より広い幅を持つスキージでなぞり、枠の上面とカプトンテープの上面を合うようにした。

このプレートを、20分ほど大気中に放置したのち、150℃に加熱したホットプレートの上に設置、15分後にホットプレートから室内の耐火物上に移し、室温近くまで空冷した後、硬化したPDMSの離型を試みた。カプトンテープ枠の内側に、カッターナイフでPDMSに切り目を入れ、PDMSの端を先の鋭利なチタン製ピンセットで摘み、短冊状シートをアルミニウムプレートから引き剥がすようにして離型した。

### 2.5 シートの厚み測定

離型した短冊状シートの厚みをマイクロメーター(株式会社ミツトヨ製)を用いて計測した。

## 3 結果

### 3.1 A剤とB剤の混合

手攪拌を10分行った試料を図2に示す。多くの気泡が混在した。

自転・公転ミキサーによる攪拌・脱泡では、図3Aに示すように混合具合の目視を容易にするため、A剤に青色トナーを重量比100:1の割合で足し合わせ、それを大気中で公転2000rpm自転1000rpmで2分間攪拌し

(図3B)、着色A剤を用意した。着色A剤と無着色B剤を自転・公転ミキサーで3kPaの真空中で公転2000rpm自転1000rpmで3分間攪拌・脱泡した後の様子を図4に示した。目視で見る限り、A剤とB剤は均一混合された。

### 3.2 大気圧での自転・公転ミキシング

図3Bで示したように、自転・公転ミキサーで大気中で公転2000rpm自転1000rpmで2分間攪拌した試料には、目視で気泡を見つけにくかった。この試料を、真空チャンバに入れ、自転も公転もせずに、静止した状態で、3kPaの真空中で1分静置したところ、図5Aに示すように、かなりの気泡が発生した。その後、1分30秒間、真空引きした後、取り出したところ、図5Bに示すように、吹きこぼれに近い状態にまで、気泡が成長していた。この試料を3kPaの真空中、公転2000rpm、自転1000rpmで、2分間、自転・公転させた後の様子が図5Cで、脱泡が進み、表面がなだらかになっている様子を確認した。

一方、大気圧での自転・公転ミキシングでは、公転と自転を併用した同時攪拌・脱泡の後に、公転による遠心力を主として利用して、泡取りの促進をすることが出来、その様子を図6に示す。図6Aが大気圧で公転2000rpm、自転800rpmで攪拌・脱泡した後の様子で、細かい泡の残存が確認できる。図6Bは、図6Aの試料を公転2200rpm、自転80rpmで3分間回し、泡取りを促進した後の様子で、かなり、泡の除去が進んだ。この試料を5kPaの真空チャンバに2分静置した。図7の右のサンプルがそれで、内在していた目に見えないほど小さな気泡が凝集し、大きな泡となって発生した。

### 3.3 真空中での自転・公転ミキシング

次に、3kPaの真空中、公転2000rpm、自転1000rpmで攪拌・脱泡した試料を図8Aに示す。目視する限り、気泡の存在を確認できなかった。図8Bは、放射温度計の赤色レーザーを試料に当てた様子で、微細な気泡が残っていることによるレーザー光の産卵が確認できなかった。

この真空中で攪拌・脱泡した試料を、図6Bで示した大気圧中で脱泡を促した試料と共に、5kPaの真空チャンバに3分間静置した。真空中で攪拌・脱泡した試料は図7の左の試料である。図7の左の試料には、真空中に3分間静置後、新たな気泡は、目視の限り、発生していなかった。

この、3kPaの真空中、公転2000rpm、自転1000rpmで攪拌・脱泡した試料を用い、アルミ板の上で薄物シートの作成を試みた。成形したシートは、図9に示すように、先の鋭利なピンセットで強くつまみ上げながら引き剥がす様にして離型出来た。引き剥がしたシートに破れは生じなかった。

このシートの厚みは5カ所測定の平均値で50 $\mu$ mであった。

#### 4 結論

- (1)自転・公転を活用したミキシングにより、高粘度PDMSを、かなり気泡が少ない状態にまで、攪拌・脱泡でき、さらに、公転遠心力を主に活用した泡取り促進を図ると、一層、脱泡を進められることを示した。
- (2)3kPaの真空中での自転・公転を活用したミキシングでは、大気中より高精度に、高粘度PDMSを攪拌・脱泡できることが分かるとともに、同PDMSの蒸気圧値に注意を払いながら、攪拌・脱泡を行うことで、材料の揮発を防ぎ、材料を損なうことを低減できると共に、材料自身の揮発による気泡の発生を抑制できることを示した。
- (3)真空中での自転・公転ミキシングを施した高粘度PDMSを用い、薄さ50 $\mu$ mの薄物シートを成形・離型できることを示した。

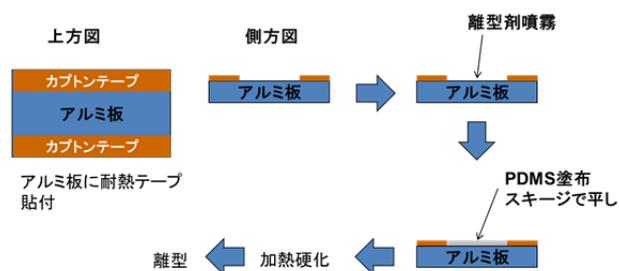


図1 短冊状シート成形の模式図

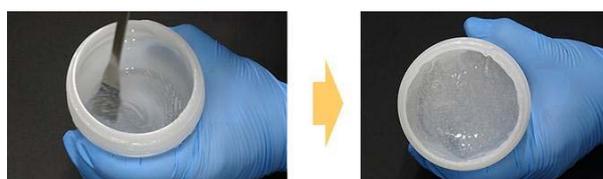


図2 高粘度PDMSを手攪拌している様子(左)と攪拌後の高粘度PDMS

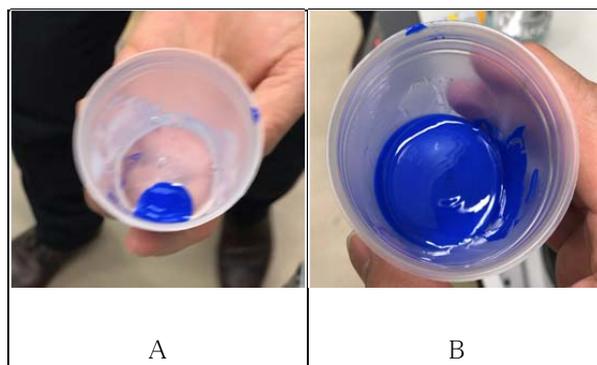


図3 着色トナーと高粘度PDMAのA剤(A), およびそれらを大気中で公転2000rpm自転1000rpmで2分間攪拌した後の様子(B)



図4 着色A剤と無着色B剤を自転・公転ミキサーで3kPaの真空中で公転2000rpm自転1000rpmで3分間攪拌・脱泡した後の様子

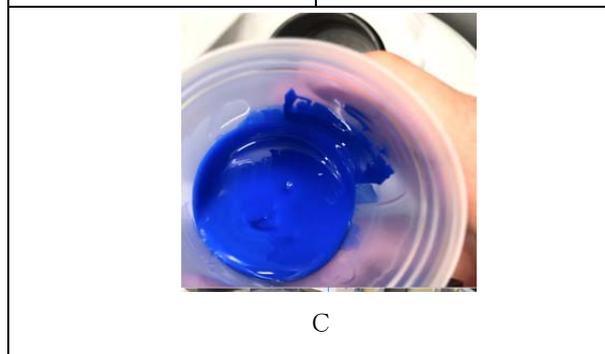
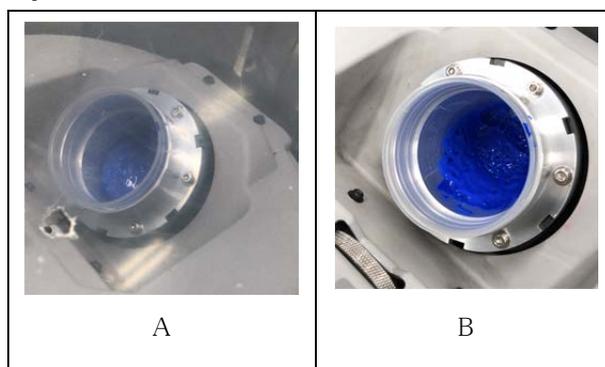


図5 自転・公転ミキサーで大気中で公転2000rpm自転1000rpmで2分間攪拌した試料を、真空チャンバに入れ、静止状態、3

kPaの真空中で、1分静置した様子 (A)、その後1分30秒間、真空引きした後、取り出した様子 (B)、および、その試料を3kPaの真空中、公転2000rpm、自転1000rpmで、2分間、自転・公転させた後の様子 (C)

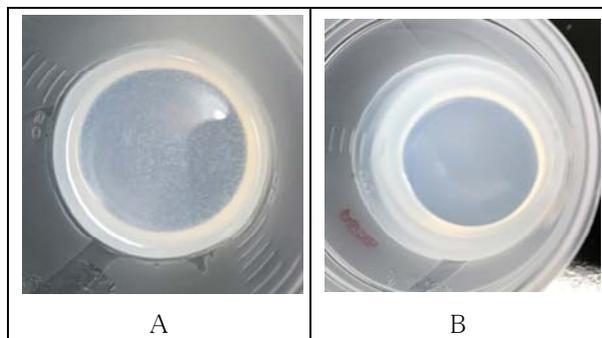


図6 大気中で公転2000rpm、自転800rpmで攪拌・脱泡した後の様子 (A)、およびAの試料を大気中で公転2200rpm、自転80rpmで3分間攪拌・脱泡した後の様子 (B)

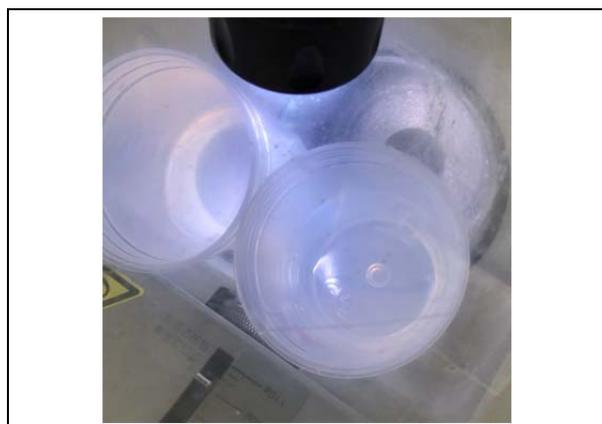


図7 5kPaの真空チャンバに2分静置した様子。右は大気圧で公転2000rpm、自転800rpmで攪拌・脱泡した後、続けて、公転2200rpm、自転80rpmの条件で3分間回した試料で、左は3kPaの真空中、公転2000rpm、自転1000rpmで攪拌・脱泡した試料(図8(A)と同じサンプル)

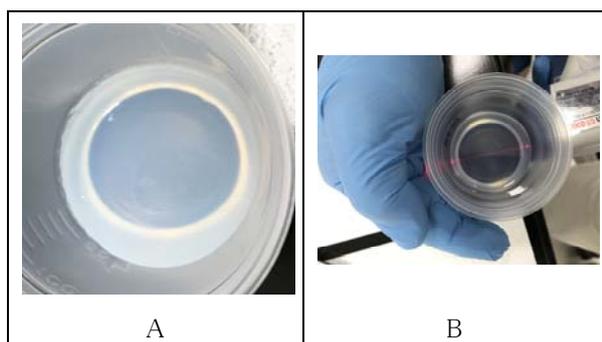


図8 3kPaの真空中、公転2000rpm、自転1000rpmで攪拌・脱泡した試料(A)、および、その試料に放射温度計のレーザーを当てて、微細な気泡の有無を確認している様子

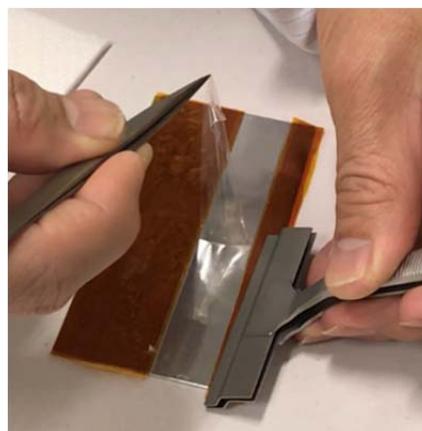


図9 高粘度PDMSで成形した短冊状の薄物シートを鋭利なピンセットの先で摘み、引っ張り、離型している様子

#### 謝辞

本研究を進めるにあたり、株式会社シンキーの市ノ川氏、岡本氏に助言を頂きました。ここに謝意を表します。

#### 参考文献

- 1) 産総研 TODAY 2013-01 p15
- 2) Silopren\* LSR 2020 Technical Data Sheet, MOMENTIVE