

【研究論文】

【令和2年度 県単研究】

マルチマテリアルを支える異種接合界面の評価技術に関する検討

佐藤 勲征, 四戸 大希
材料開発・分析技術部

近年、自動車、航空機等の輸送機器の燃費向上や、スマートフォンをはじめとする電子機器類の携帯性向上のため、部品の小型軽量化が求められている。その手段として、部材の樹脂－金属複合化が検討されている。特に接着剤や締結部材を用いない直接接合は、さらなる部品の軽量化、低コスト化、信頼性向上の有力な手段として開発が進められている。

本研究は、地域企業が開発した接合技術「レザリッジ」において、接合強度、耐久性及び気密性に影響すると考えられる熔融樹脂と金属の濡れ性評価を目的としたものであり、金属表面での熔融樹脂の接触角測定装置の作製と評価について報告する。

キーワード：直接接合、熔融樹脂、接触角

1 緒言

近年、自動車、航空機等の輸送機器の燃費向上や、スマートフォンをはじめとする電子機器類の携帯性向上のため、金属部材の樹脂置き換えによる軽量化が進められてきた。しかし、さらなる小型軽量化の求めに応じ、強度が必要とされる部品においても樹脂と金属の複合化が検討されている。

これに対し、接着や締結等の従来の接合技術には重量・コスト・信頼性等の課題があり、これらを用いない直接接合技術の開発が進められている。例えば、薬品や高エネルギー放射によって被接合物表面に官能基を形成する化学的処理、微細な凹凸を形成する物理的処理及びこれらの組み合わせによる方法などが検討されている。

これらの中でも、レーザーで金属表面に形成した凹部に熔融樹脂を流し込んで接合する技術「レザリッジ」は、薬品処理等の表面処理に比べて接合力が高く¹⁾、加工プロセスの非環境汚染性・リサイクル性を満足する技術として注目されており、弊所でも開発元である県内企業とともに、接合力及び信頼性向上に取り組んできた。

この取り組みにおいて、凹部の樹脂充填率と接合強度や気密性に相関があることが分かっている。

充填率に大きく影響する要因として、熔融樹脂の金属表面への濡れ性が挙げられる。すなわち、濡れ性が良ければ樹脂が凹部に入りやすく、充填率が高くなる。一方、濡れ性が悪ければ充填率には不利に働くが、リサイクル時には樹脂が剥離しやすく有利となる。

このように熔融樹脂の濡れ性は、直接接合において重要な要素であり、これを評価するため、樹脂の接触角測定の試みが為されている。しかし、そのほとんどは一旦熔融した樹脂を冷却して凝固したものの評価であり²⁾、熔融した状態で評価した例は見られない。

また、接触角測定においては液滴形成後、接触角が経時的に変化する場合がある上、熔融樹脂は温度によって流動性が大きく変化するため、接触角の比較はそれぞれの測定条件のばらつきを少なくする必要がある。以上より、熔融樹脂の接触角は多点同時測定が理想的であるが、これが可能な評価装置は見当たらない。

そこで本研究では、金属と熔融状態樹脂の濡れ性評価を目的とし、まずは、金属板上における熔融樹脂接触角の同時多点測定が可能な装置の構築及び評価方法確立、次に異なる樹脂を用いた濡れ性評価を行った。

2 実験方法

(1) 評価装置構築

装置の機能構成を下記に示す。

- ① 加熱ステージ: 基板を樹脂熔融温度に保持するステージ
- ② 雰囲気温度調節器: 樹脂周辺雰囲気を熔融温度に保つヒーター
- ③ カメラ: 多点の熔融樹脂を接触角測定が可能な解像度で任意のタイミングで撮影するカメラ
- ④ 測定室: 測定環境を維持しつつ、外部からのカメラ撮影を可能とする容器

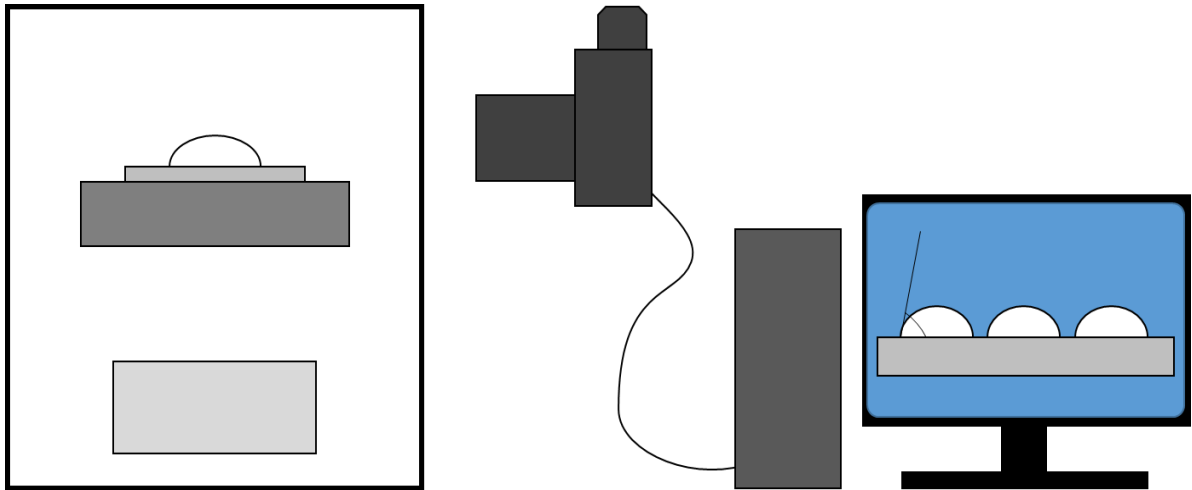


図1 測定システム模式図

⑤ 画像処理装置:撮影した画像を元に、接触角を定量評価する装置

図1に、上記構成を元に構築した評価装置の模式図を示す。

装置作製にあたっては、①、②、④については市販のヒーター、熱電対、温度制御器、耐熱ガラス等を組み合わせて自作し、④はマクロレンズを装着したデジタル一眼レフカメラを用いた。また、画像処理装置として汎用のパーソナルコンピュータと画像処理ソフトImageJ(オープンソースのパブリックドメインの画像処理ソフトウェア)を利用した。

(2) 評価方法

評価に用いたアルミニウム合金板の寸法及び形状を図2に示す。面上には10mm角の区画を三つ設け、それぞれ無処理、表面形状が変化しない程度のレーザー照射(0 μ m)、約100 μ m深さのレーザー溝形成とした。

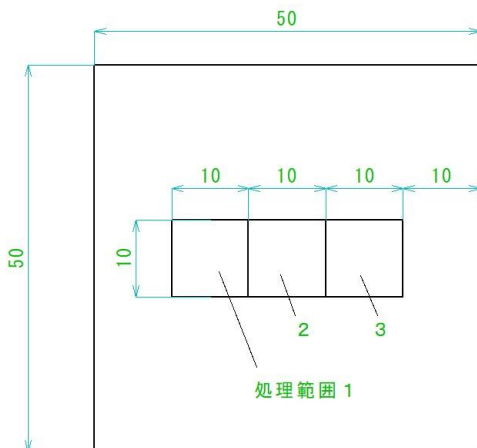


図2 試験基板

それぞれの区画に樹脂ペレットを載せた板を加熱した測定室内のステージに設置し、ペレットが完全に溶融した後、樹脂の写真を3区画同一視野にて一定時間毎に撮影。それぞれの処理区の液滴を拡大し、画像処理ソフトImageJの角度計測機能を用い接触角を手動で測定・記録した。撮影画像と測定の一例をそれぞれ図3、4に示す。

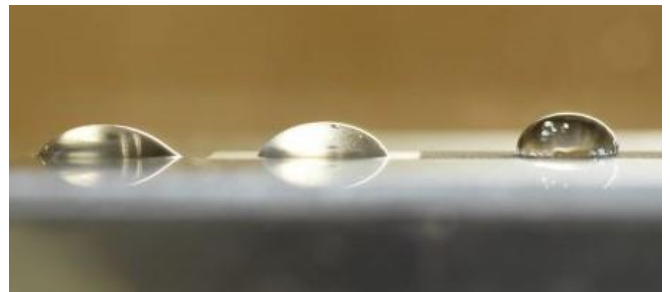


図3 溶融樹脂液滴の多点観察画像

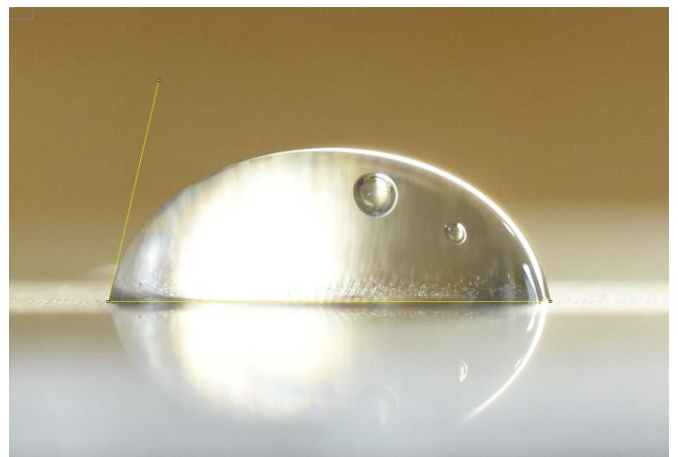


図4 溶融樹脂液滴の接触角測定例

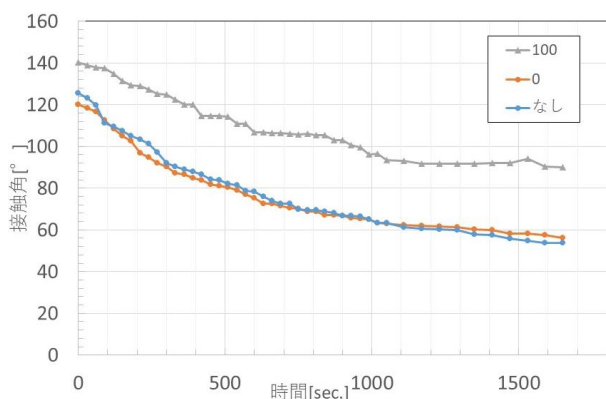


図5 測定結果 PP

(3) 樹脂種による比較

樹脂の極性による濡れ性の傾向を把握するため、無極性樹脂としてポリプロピレン(PP:市販品)、極性樹脂としてポリアミド(PA6:市販品)を用いた。試験温度はそれぞれ融点よりわずかに高い180℃、260℃とした。

3 実験結果及び考察

図5にPPの接触角測定結果を示す。

接触角は時間経過に伴い低下を続け、変化率は小さくなるものの、完全な安定には達しないことが分かった。ここで、観察開始から1,600秒経過時点で樹脂液滴に褐変が見られた。これは樹脂の変質によるものと考えられる。変質した樹脂は流動性をはじめとして機械的、化学的特性が変化することから、接触角は変質前の数値を採用すべきと考えられる。

各水準の接触角は、処理なしと0 μmがほぼ同じで、100 μmよりも大幅に小さかった。

粗さと接触角の間には、下に示すWenzelの式が知られている。

$$\cos \theta_r = \gamma \cos \theta$$

ここで θ は基準面の接触角、 θ_r は粗面の接触角、 γ は粗面表面積/基準面表面積で表される表面積増因子を示す。

この式によれば、接触角が小さい(90°未満)面の粗さを増せば、接触角はより小さくなる。しかし、今回の試験では粗さを増した結果、接触角は逆に約60°から90°と大きくなった。これは、レーザー処理によって溝を形成した場合、単に粗さが増す物理的変化だけではなく、濡れ性に影響する何らかの状態変化がアルミニウム表面起きていることを示唆するものだと考えられる。

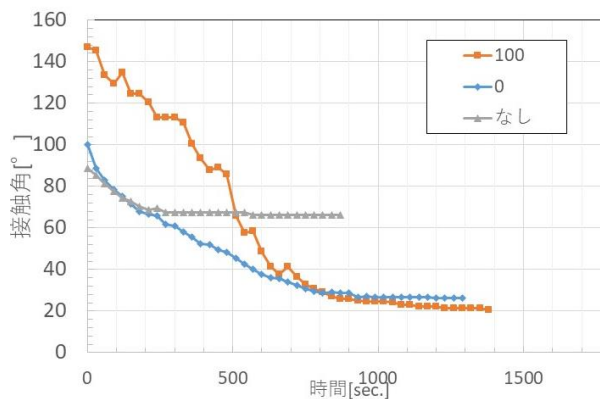


図6 測定結果 PA6

次に、図6にPA6の接触角測定結果を示す。

接触角が時間とともに低下する傾向はPPと同様だったが、処理なしに比べて0 μmの接触角が顕著に小さな値となった。両処理区の表面粗さはほぼ同じであることから、レーザー照射でアルミニウム基板の表面状態が変化することが考えられる。これは、表面の有機物除去(クリーニング効果)や官能基与奪が考えられる。

また、Wenzelの式によれば、100 μmの接触角は0 μmよりも小さくなるはずであるが、接触角測定値は両者でほぼ同等だった。

この結果も、レーザー溝形成加工によりアルミニウム表面が何らかの状態変化を起こしていると示唆するものと考えられる。

また、PPとの変化の違いも、この状態変化が影響している可能性がある。

これらの検証にはアルミニウムの表面状態の分析が必要であり、今後の課題である。

4 結言

金属と熔融樹脂の濡れ性評価を目的とし、アルミニウム板上における熔融樹脂接触角の同時多点測定が可能な装置を構築し、評価方法を確立した。

アルミニウム基板に対する熔融樹脂の濡れ性評価のため、レーザー処理なし、照射のみ、100 μm深さの溝加工処理区についてPP、PA6の接触角を測定したところ、一般的な粗さと接触角の関係式と合致しない結果が得られた。また、樹脂の種類によって変化の傾向には違いが見られた。

これはレーザー処理による金属表面の何らかの状態変化が影響している可能性が考えられる。アルミニウム基板の表面にどのような状態変化が発生しているかの

検証は今後の課題である。

参考文献

- 1) 安岡 哲夫, 竹田 智, 星光, 杉本 直, 岩堀 豊,
チタン合金及びCFRPに種々の表面処理を施した
場合の濡れ性と表面形状評価及び接着接合継手
強度 宇宙航空研究開発機構研究開発報告
JAXA-RR-16-014
- 2) van der Straeten, K., Sparla, J., Olowinsky, A. et
al. Influence of self-organizing microstructures on
the wettability of molten plastic on steel for hybrid
plastic-metal joints. Weld World 63, 1431-1441
(2019).