

## 超臨界流体を用いた微細発泡成形に関する研究 (2)

山田岳大\* 村田泰彦\*\*\*<sup>1</sup> 横井秀俊\*\*\*<sup>2</sup>

## Study on Microcellular Foaming Used Supercritical Fluid in Injection Molding (2)

YAMADA Takehiro\*<sup>1</sup>, MURATA Yasuhiko\*\*\*<sup>1</sup>, YOKOI Hidetoshi \*\*\*<sup>2</sup>

## 抄録

超臨界微細発泡射出成形は、高精度成形品に使用が検討されている。しかし発泡成形品の内部構造形成機構が解明されていないのが実状である。そこで本研究では、ガラスインサート金型を用いて、金型内の可視化観察を行い、7層構造からなる発泡体の形成機構について検討を行った。その結果、表層に形成されるCellが存在しないスキン層及び中心部に多数Cellが存在するコア層の形成機構を提示することができた。

キーワード：超臨界流体，射出成形，圧力計測，可視化，微細発泡

## 1 はじめに

超臨界流体を用いた微細発泡成形は、次世代環境対応型の発泡成形を担うものとして注目が集まっており、基礎研究ならびに高精度応用製品の開発が進んでいる<sup>1)~3)</sup>。しかし、その一方で、金型内の発泡状況の実証的な解明が遅れているのが実状である。本研究では、発泡射出成形において、発泡成形品の断面の観察を行い、厚さ方向に、Cellの分布するコア層およびCellの分布しないスキン層を含んだ層構造が形成について検討した。この発泡構造の形成過程を検証するため、ガラスインサート金型<sup>4)</sup>を用いて、金型内の流動過程から冷却過程における発泡状況の可視化観察を行い、発泡層構造の形成機構について検討を行った。

## 2 実験方法

図1にガラスインサート金型の基本構造を示す。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。本実験で使用したキャビティの形状および観察領域を、図2に示す。厚さ3mmおよび5mmの矩形平板キャビティにて検討を行った。観察領域Aで拡大観察、観察領域Bで全体像の観察を行った。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。また、図2のP1部に水晶圧電式圧力センサType9221(日本キスラー(株))を挿入して圧力の同時計測を行った。実験に使用した成形機は、J85EL III-110H-MuCell型(株日本製鋼所、型締力833kN、スクリュ直径32mm)である。成形条件を表1に示す。超臨界ガスにはN<sub>2</sub>を使用した。樹脂は、内部層構造の確認に、ハイインパクトポリスチレンHIPS (M220 日本ポリス

\* 生産技術部

\*\*\*<sup>1</sup> 日本工業大学\*\*\*<sup>2</sup> 東京大学国際・産学共同研究センター

石英プリズムガラス

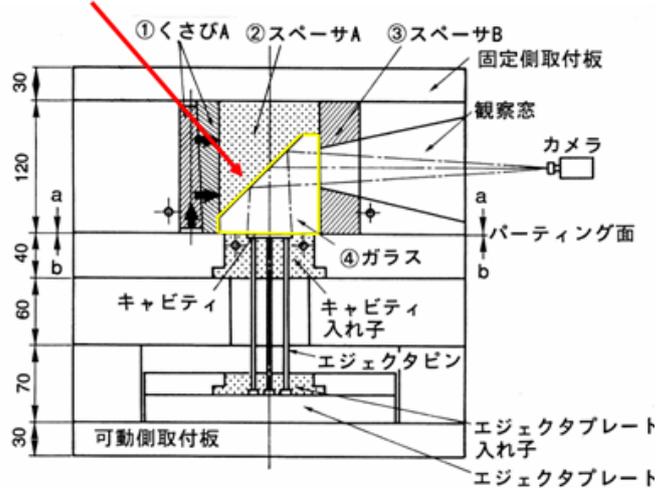


図1 ガラスインサート金型基本構造 (単位:mm)

表1 成形条件

樹脂	HIPS	GPPS
成形温度(°C)	220-215-215-215-215-200-190-170	200-200-195-195-195-195-190-180
射出率(cm <sup>3</sup> /s)	40.2	4.02
金型温度(°C)	30	90
N <sub>2</sub> 充填量(wt%)	0.3	0.18/0.24
保圧(MPa)	0	
保圧時間(s)	0.04	
背圧(MPa)	15	

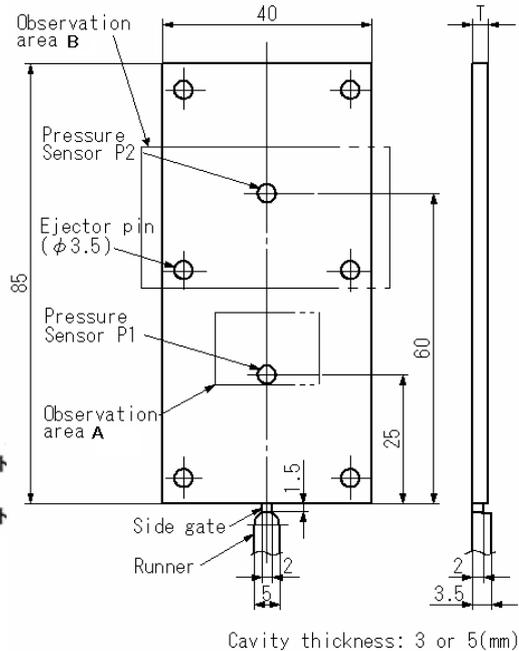


図2 キャビティ形状

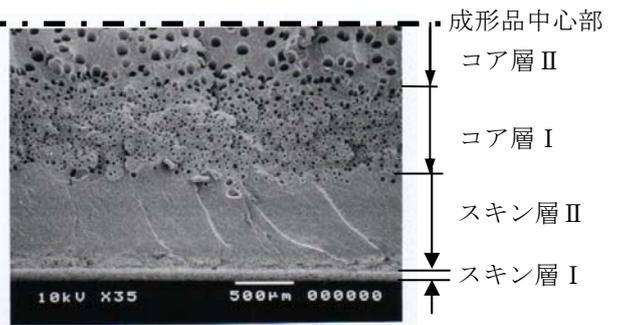


図3 成形品断面図SEM像

チレン工業)を使用した。また、その層構造形成過程を検証するため、樹脂内部の気泡観察が可能な透明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。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<sub>g</sub>(ガラス転移点)以上の90℃に設定してシルバーストリーク生成を抑制して、観察を行った。射出容量を調整して、P1部の最高充填圧力が15MPaおよび25MPaになるようそれぞれ成形を行った。

### 3 実験結果

#### 3.1 発泡層構造

射出率 40.2cm<sup>3</sup>/s、最高充填圧力 15MPaの条件で成形されたHIPS成形品の表層から中心部までの断面観察写真を図3に示す。成形品表

層部を含めると、合計7層で構成されている。まず、成形品表層には、シルバーストリークの痕跡を留めた極めて薄い層(以後スキン層Iと呼称する)が存在し、その内側にはCe11の観察されない層(スキン層IIと呼称)が存在する。また、スキン層IIの内側には、中央部にかけて、多数のCe11が観察される層(コア層と呼称)が存在する。さらに、このコア層を詳細に観察すると、スキン層内側の比較的細かいCe11が分布する層(コア層Iと呼称)の2層に分けることができる。

#### 3.2 可視化観察

厚さ3mmのキャビティにおいて、射出率4.02cm<sup>3</sup>/s、最高充填圧力25MPa、ガス量0.24wt%として成形を行い、発泡状況の可視化観察を行った。P1部で計測された圧力の経時

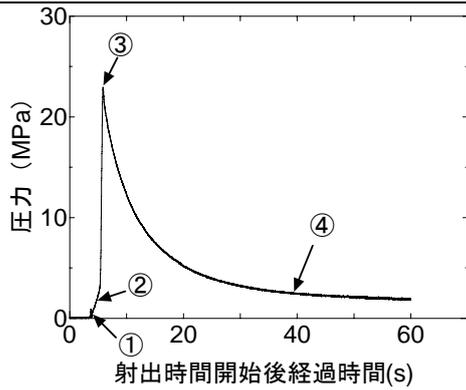


図4 圧力波形



①t=3.66s (流動過程)



②t=4.17s (充填過程)



③t=6.04s (圧縮過程)



④t=39.3s (冷却過程)

Fig. 5 型内発泡拡大可視化画像(t:射出時間開始後経過時間) (キャビティ厚さ:3mm) 観察領域A

変化を図4に、また、図4中の①～④の時点における観察画像を図5にそれぞれ示す。①の流動過程では、フローフロントにおいて破泡を繰り返す、シルバーストリークの痕跡を成形品表面に留めながら流動が進行している。さらに流動が進む②では、微細なCellがすでに生成され樹脂内層部を流動して行く様子が確認される。その後、時間経過とともに、比較的大きなCellが通過して行く様子も観察された。③の最高充填圧力時では、一部の大きなCellを除いて、微細なCellは一旦消失する。さらに、射出が完了して冷却過程に入ると、Cellの再生成および成長が行われる(④)。

### 3.3 スキン層形成可視化

図6に実際に図3のSEM写真と同様の圧力条件で成形した厚さ5mmの可視化画像を示す。成形条件は射出率4.02mm/s 充填圧力15MPaである。本観察では成形品上部から2次元的な観察を行っている。よってスキンII層、コア層I, IIなどの断面情報が無い。今回は端部(C)をスキン層の形成場所とし、縦方向にもスキン層の形成が同じように起こっていると仮定して観察を行った。①の流動初期では、フローフロントは発泡し、表層を形成しながら流動している。樹脂が末端部に到達し、圧縮過程が始まると、表層及びCellが消失し始める。スキン層が形成する端部においては、②の圧縮初期から流動過程で流れ込んでいた微細なCellが消失し、スキン層が形成される(C)。このとき、成形品中央部においては流動圧縮過程にあるためCellが多数存在する樹脂が流れ込んでいる。その後③最高充填圧力時には、スキン層のCell及びコア層の微細なCellは消失するが、コア層における比較的大きな径のCellは消失しない。その後、ゲートがシャットし、逆流がおき、冷却過程にはいると、スキン層が形成される端部においてはCellの生成は確認できず、コア層に当たる成形品中央部付近で微細なCellの生成が確認できた(④)。

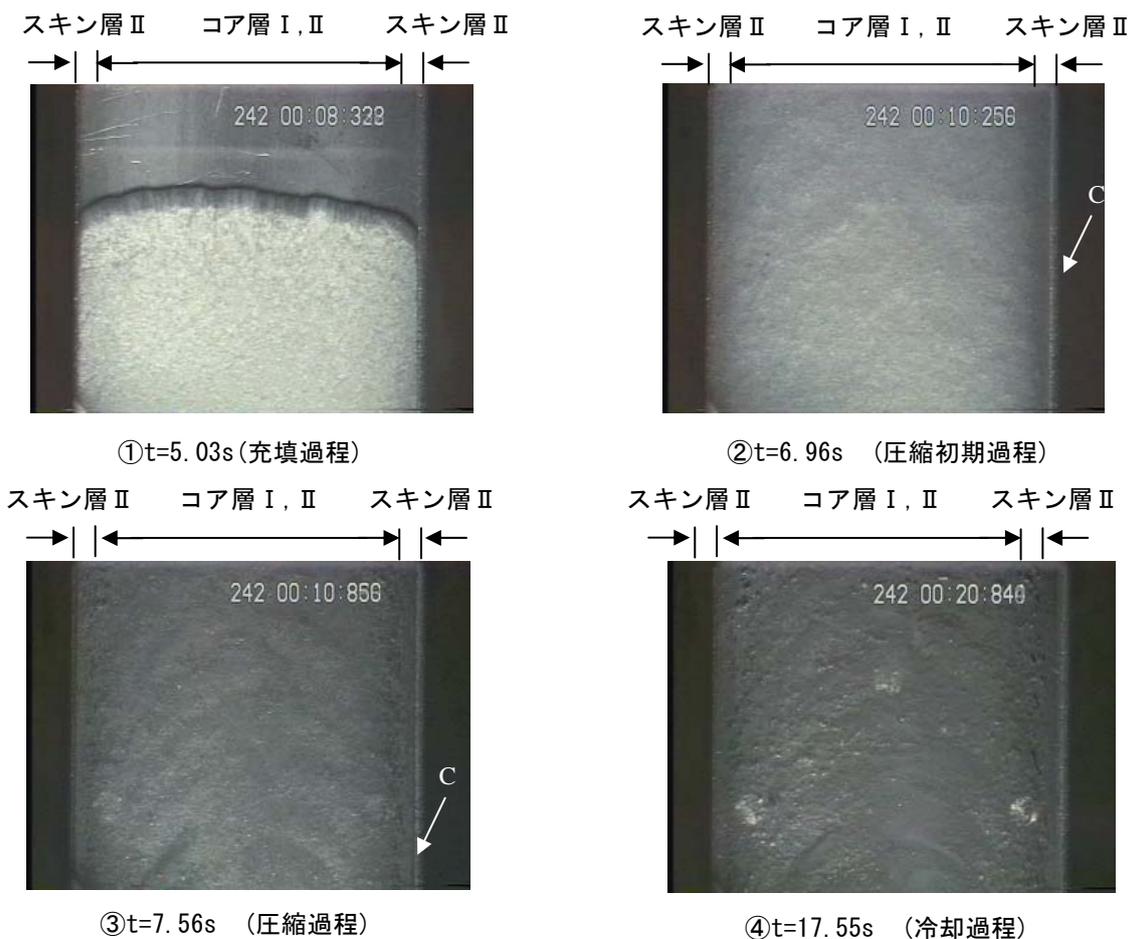


Fig. 6 型内発泡全体可視化画像 (t:射出開始後経過時間) (キャビティ厚さ:5mm) 観察領域B  
 充填圧力15MPa 射出率4.02cm<sup>3</sup>/s

#### 4 考察

以上の可視化観察結果に基づき、7層構造の形成機構を以下に考察する。まず、スキン層Iは、フローフロントに到達したCellが、ファウンテンフローする際に生成されるシルバーストリークの痕跡を留めた領域である。スキン層IIは、圧縮過程において一旦消失したCellが、その後の減圧過程において再び生成および成長を開始するものの、冷却が最も促進される型壁面近傍に位置するために、樹脂粘度が上昇し、Cellの再生成が起こらない間に固化を完了する領域と考えられる。一方、厚さ中心部に向かうほど、冷却が促進され難くなるため、厚さ中心部におけるCellの生成および成長も促進されて、Cellが多数存在するコア層が、生成されるものと推察される。

#### 5 まとめ

ガラスインサート金型を用いて可視化観察を行った。その結果、流動過程では、微細なCellが樹脂内層部を流動していること、圧縮過程においてCellが一旦消失し、その後の減圧過程において再生成および成長することを確認した。また、7層構造の形成機構を提示した。今後は、Cell生成・成長状況の拡大観察を通して、詳細な検討を行う予定である。

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) 馬場:三菱電機技報, **178**, 11 (2004)
- 2) 大塚, 瀧, 大嶋:成形加工'07 シンポジア 135(2006)
- 3) 津田:成形加工, **13**, 2, 83(2001)
- 4) 横井, 村田, 坂本:成形加工, **6**, 5, 349(1994)