

剛体振子試験器での2液性エポキシ接着剤の評価事例

2020・11・06

株式会社エー・アンド・デイ
グローバルマーケティング本部
計測計量事業推進3課 須合 嘉尚

はじめに

少し前のことになります。A&D 社内で発生したことをお話しします。製品の製造工程において2液性のエポキシ接着剤を使った工程があり、品質が不安定で問題を抱えておりました。弊社のどの製品でということまでは言えませんが、センサー部になります。ことは重要そうなので、製造部門に出向き具体的にどのように使用していることから知ることにしました。状況を把握するには剛体振子物性試験器が役に立ちそうと思いました。

■ 問題内容

1. 硬化処理が上手くいってないでは疑惑

製造後、長期に亘って性能が何故かしら安定しない。

アドバイス

2液を混合攪拌に使用する容器であるが、前回の使用の残分がある状態で使用していた。

⇒ 硬化が既に進んでいるものと進んでいないものが混ざってしまう。

⇒ 使用する容器は使い切りを指示

2. 充填直後より、嵩（かさ）が引けてしまっている。後から足して良いのか？

⇒ 継足しをした界面でどんな挙動が起こるか不明である。

3. 硬化後の切断面を見ると鬆（す）がある。（赤丸部）



■ 1 接着剤の硬化特性計測

大手のメーカーさんのもので昔から使っているみたいなので正しい「使用の手引き」はあるだろうと思っていました。剛体振子試験機の特徴でもある硬化温度と硬化時間を求める必要がありそうだと考え、ISO12013-1 の手法にて硬化温度、硬化時間を求めた。

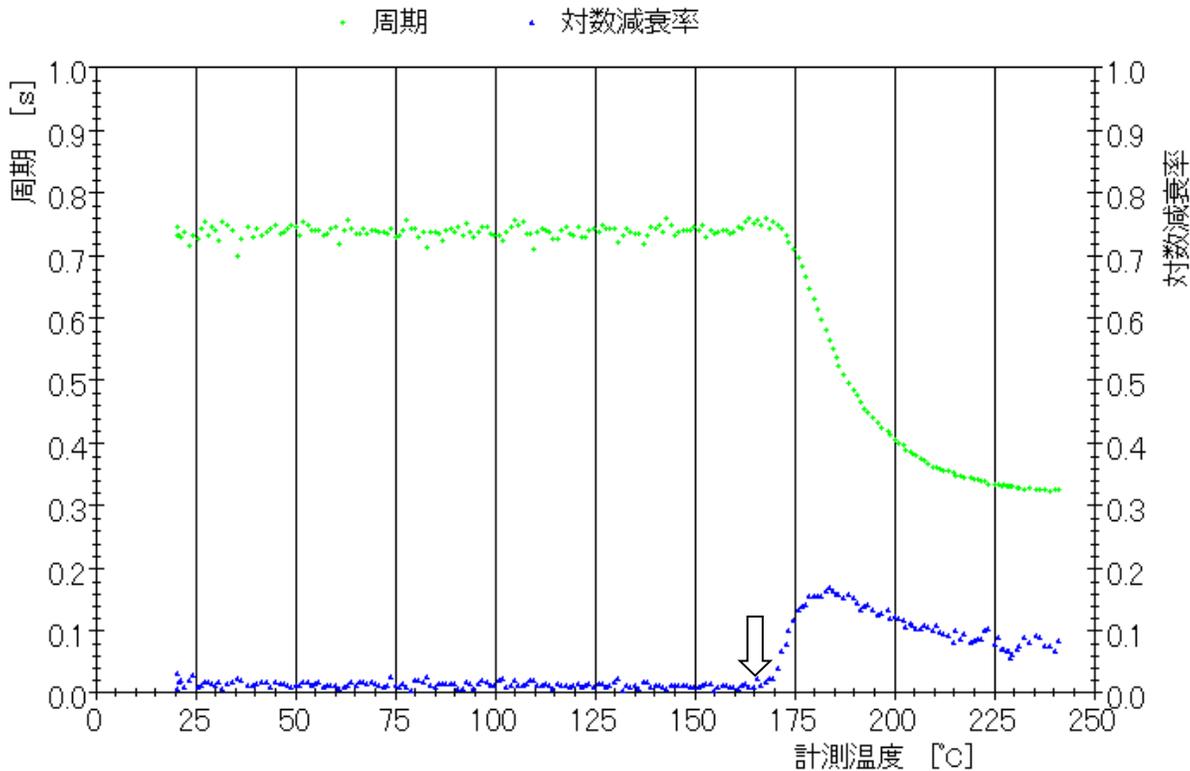


Fig.1 ISO12013-1 に準じた手法で硬化温度を求める。

硬化剤 ■■■■■■■■ (■■■■■■株式会社)

主剤 ■■■■■■■■ (■■■■■■株式会社)

混合重量比 硬化剤/主剤 = 0.15 / 1

昇温速度 10°C / 分

基材 SUS (塗布厚さ 200um)

振子 FRB-■■■

エッジ RBE-■■■

使用機器 RPT-3000W (A&D)

※ 対数減衰率の立ち上がり温度より硬化温度は 165°C (矢印) と判断

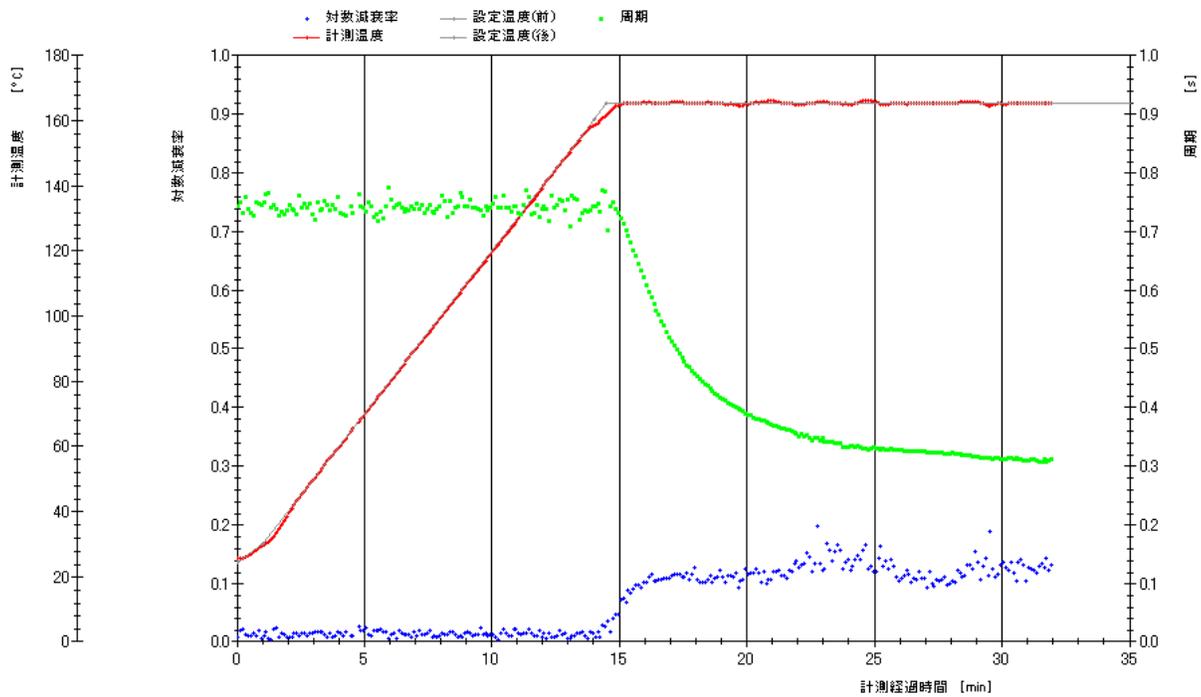


Fig. 2 硬化時間（165°Cで保持）テスト（≒35分）

※1 周期が安定するまで30分以上40分くらいは必要

材料の基本特性として165°C/35分程度でOKである。

※2 耐熱性165°C以下の部品もあるので低い温度で硬化させた特性も必要

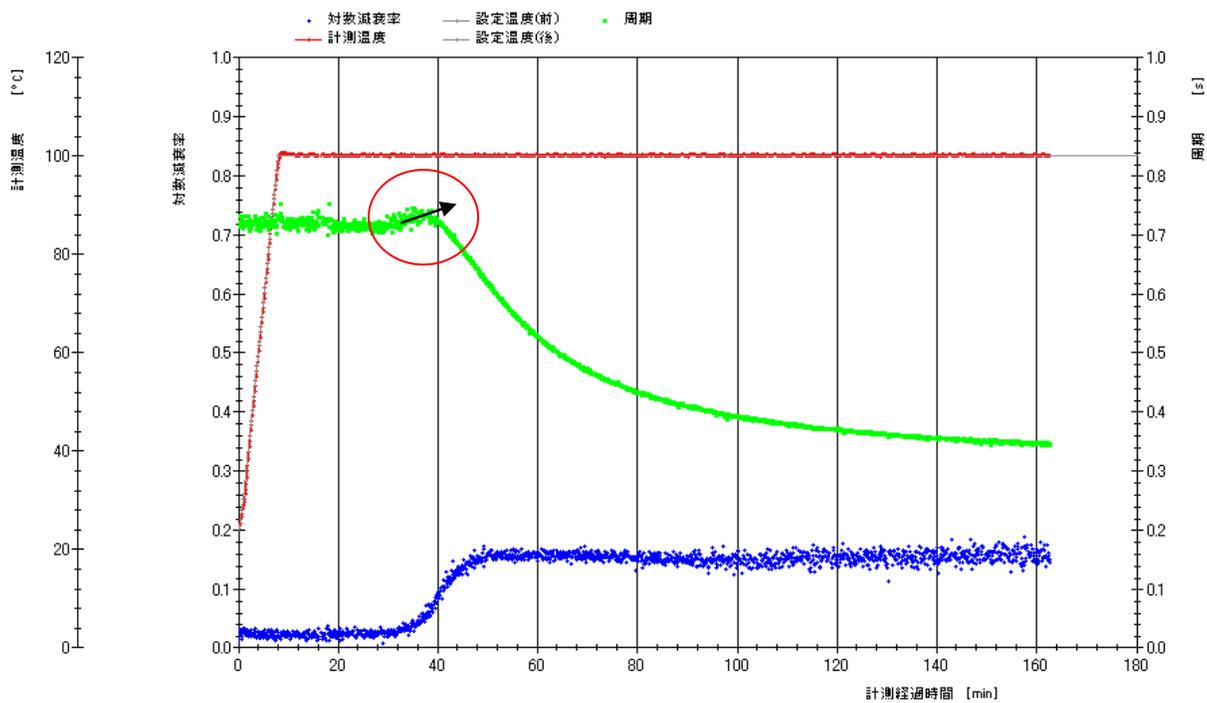


Fig. 3 硬化温度100°Cでの硬化特性

周期安定まで最低3時間必要

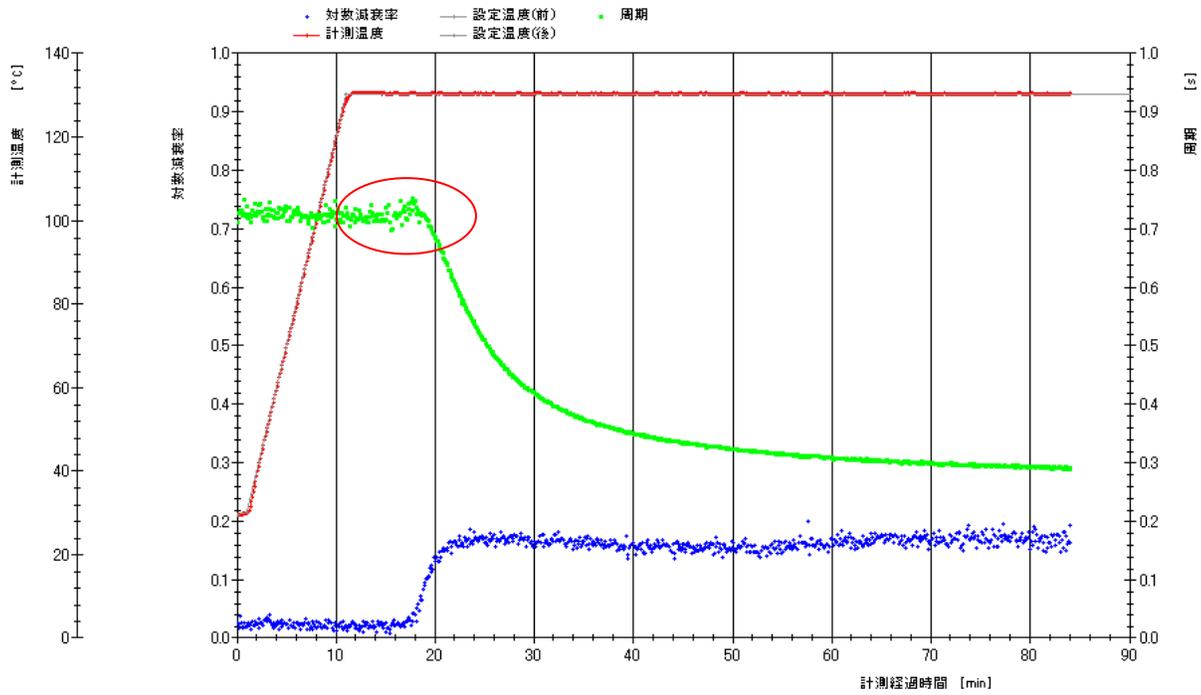


Fig. 4 硬化温度 130°C 周期安定まで 1.5 時間程度 (ID6655)

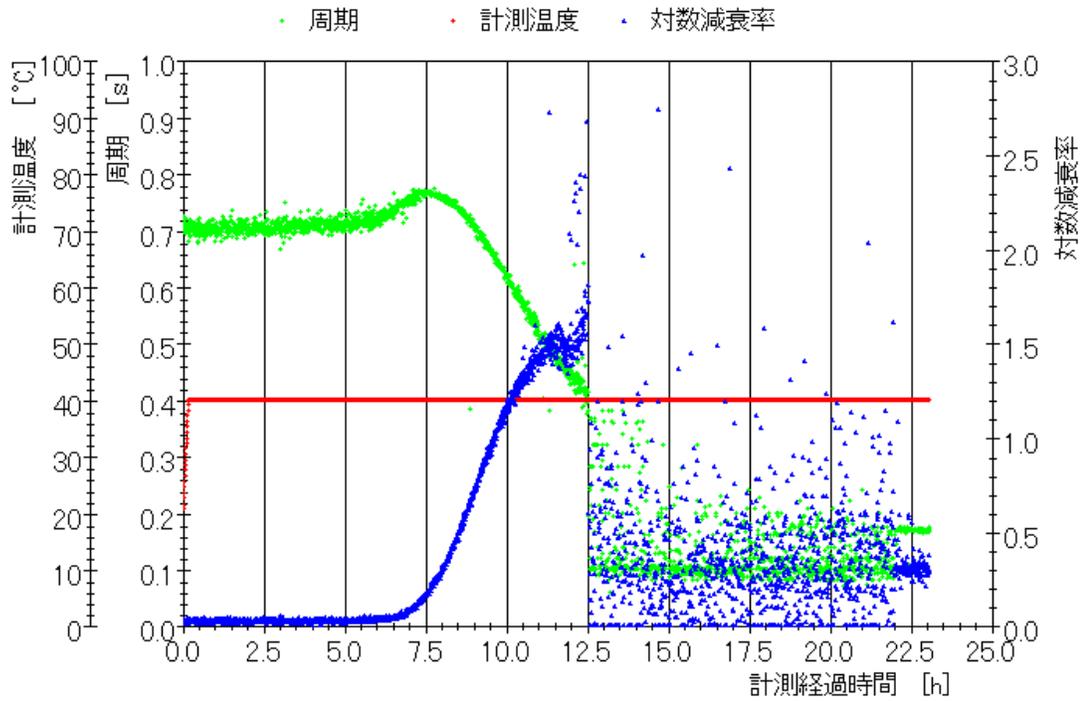


Fig. 5 40°Cでの硬化特性 (ID6663) 硬化時間は 23 時間
 ※ 12.5~22.5h のデータの乱れは減衰振動が臨界減衰振動に近いため

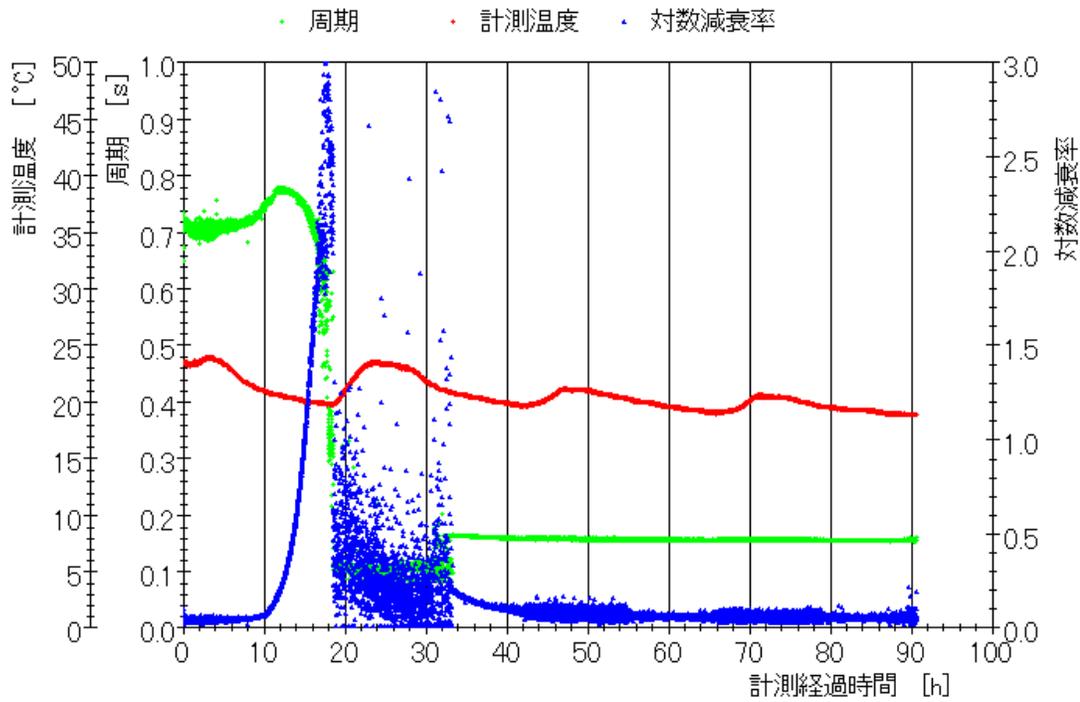


Fig. 6 室温での硬化テスト (ID6661) 45 時間を要している。
 ※ 18~33h のデータの乱れは減衰振動が臨界減衰振動に近い
 ため

硬化温度 (°C)	時間 (h)
165	0.7
130	1.5
100	3
40	23
22 (RT)	45

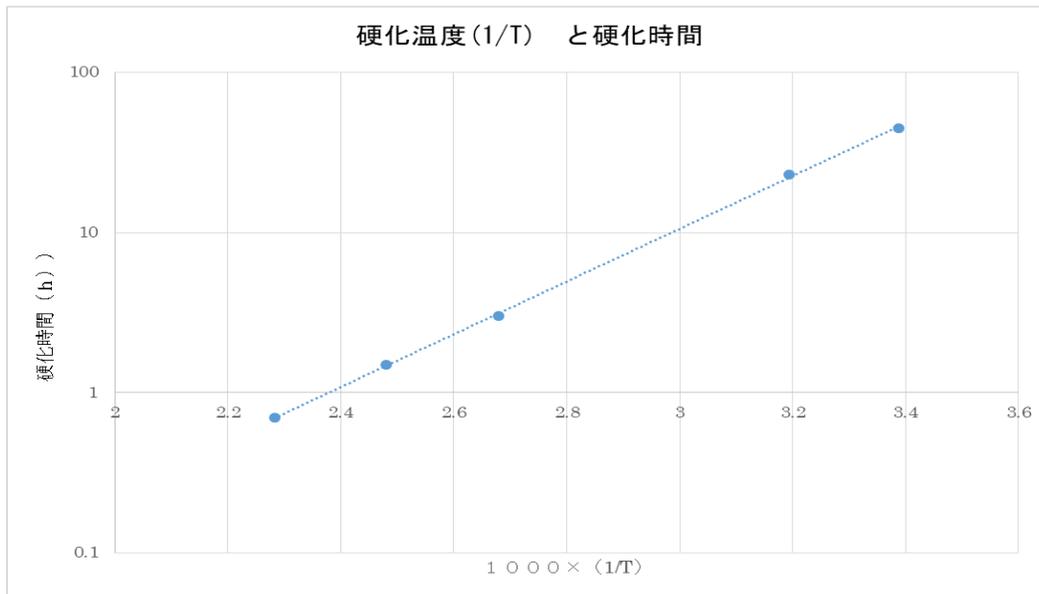


Fig. 7 硬化温度と硬化時間の関係

■ 硬化（IS012013-1）から物性（IS012013-2）の連続測定

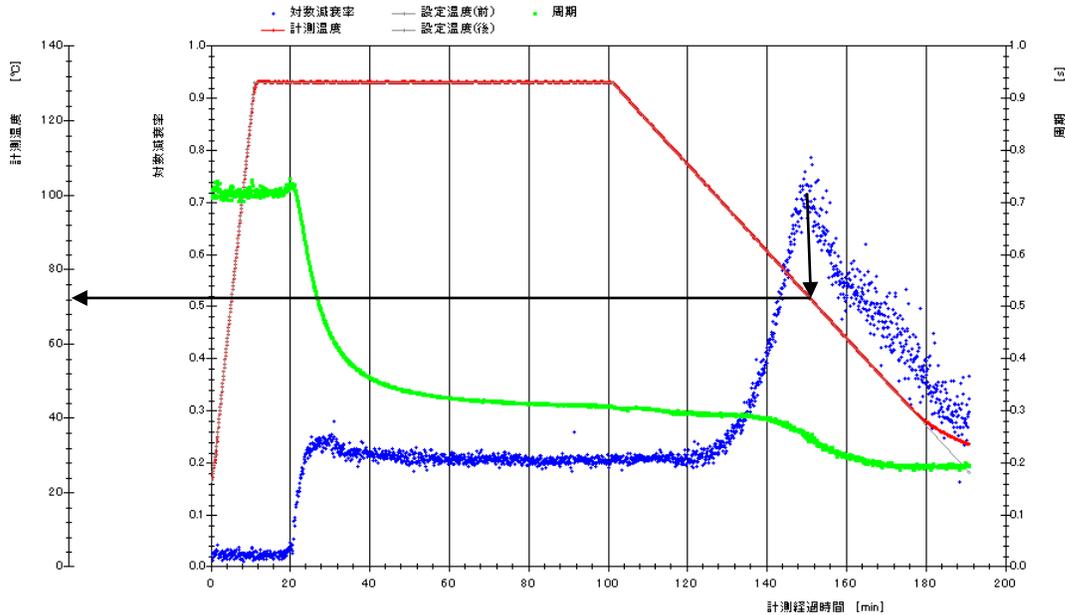


Fig. 8 硬化から物性測定 (T_g (IS012013-2) $\cong 73^\circ\text{C}$)

※ テスト試料片例（測定後）



Fig. 9 測定後の試料状態

結果&考察

1. 硬化温度と硬化時間の関係を求めることができた。
2. グラフを見ると周期の上昇がみられところがある。これは通常の均一物ではあまり出ない現象である。原因として 2 液を混合攪拌時する際に気泡が取り込まれてしまうが、塗布後それが徐々に出て、試料の厚さが減ってくるからではないか。周期の値が測定開始時から乱れていることもその現象を示していると考えられる。
3. 硬化後に、鬆（す）ができるのは気泡が出きらずに硬化してしまったからであろう。鬆が硬化物内に内包されない条件については残念ながら検討できていない。しかし、剛体振子で計測することで現象として捉えているようなので期待できる。
3. 塗膜を剥離させない状態で T_g を求めることができた。