

# マイクロテクスチャリングによる異種ポリマーの接合技術とその展開

## Joining of Polymer Systems by Micro-Texturing Toward Perfect Water-Proof

相澤 龍彦\* 佐藤 沙耶\* 山口 鉄也\*\*

Tatsuhiko Aizawa\*, Saya Satoh\*, Tetsuya Yamaguchi\*\*

Mobile cellular phones, tablets or smart meters required for a perfect water proof to prevent the electric circuit units or batteries from water permeability through joined interface between plastic cover cases. This paper was concerned with a flexible joining processing between two polymer cases via silicone rubber. Adaptive adhesion method was proposed to join the silicone ring-shaped rubber onto each plastic cover case with aid of micro-textures and tailored primer toward the perfect waterproof. The pico-second laser machining was utilized to make micro-texturing onto a mold die for injection molding of plastic case. Liquid injection molding system was also employed to make adaptive joining between the plastic case and silicone rubber during the molding. Tensile adhesive strength testing was performed not only to measure the load-displacement response during tensile loading but also to make real-time microscopic observation on the interfacial delamination. Effect of initial flaw on the adhesive strength was experimentally investigated with and without the micro-grooves. In particular, higher joining strength over 4 N/mm was attained with use of the skew-angled micro-grooves on the interface not only in the laboratory-scaled specimens but also in the practical joined parts. No leaks were detected in the highly pressurizing test over 15 kPa.

Keywords : Mobile phone, Perfect water proof, Polycarbonate case, Silicone, Adaptive joining, Adhesive strength, Microtexturing, Pico second laser machining, Injection molding, Liquid injection molding

### 1. 序論

安全安心を基調とする持続的社會では、使用する製品の高機能化とともに、非常時あるいは災害時においても、その製品特性を保持する高信頼性が求められる<sup>1)</sup>。東日本大震災においても、携帯電話あるいは自動車の制御部分に海水が浸水し、機能不全に陥ったことは記憶に新しい。防水機能に関しては、すでに腕時計では早期から防水製品が販売されてきた<sup>2)</sup>。これは、時計という製品の薄さゆえに、パッキンなどの通常技術によって、高水圧下でも十分に浸水を防止できるためである。携帯電話においても防水化が指向され、技術開発がなされてきたが、完全防水を保証するレベルには、いまだ達していない。例えば、シリコン材で2つの管体をはさんで防水する場合、出荷時には固定されていたシリコンも、使用時にシリコン接地面の汚れ、シリコンの変形などにより、防水性が大きく損なわれる危険性が高い<sup>3)</sup>。

この点を改良するため、接着剤を内包する液状のシリ

コン材を管体表面に接着成形する方法が開発された<sup>4)</sup>。この選択的接着方式は、防水すべき部位を選択的にシリコンで閉塞することで、防水機能を飛躍的に向上させることを目標としていた。実際には、電池交換などプラスチック管体を開閉することで、シリコン材の剥離が生じること、選択接着時にバリが必然的に生じ、この除去が生産コスト上昇を招くなど、多くの問題点が生じている。本研究は、この生産技術課題を、マイクロテクスチャによる接合強度上昇と、型内での適合接着技術の開発で解決することを目指している。

文献5, 6) で指摘されているように、規則的なマイクロテクスチャを接合界面に配置することで、従来のサンドブラストあるいはショットピニングで前処理した面と比較して、より高い接合強度が達成できる。ただし、規則的なマイクロテクスチャを高精度で作成し、製品接合面に転写するかに関しては、研究開発が不十分であった。研究者ら<sup>7-10)</sup> は、極短パルスレーザー加工により、型材を含む多様な材料に、設計したマイクロテクス

\* デザイン工学部, デザイン工学科 Department of Engineering and Design, College of Engineering and Design

\*\* 三光ライト工業株式会社 Sankou-Light Industry, Co. Ltd

チュアを高精度で形成できることを報告してきた。特にレーザー出力・レーザービーム形状およびレーザーパルス制御を施すことで、マイクロテクスチュアのユニット形状精度・配列規則性などを制御できることも明らかにしてきた。本研究では、この極短パルスレーザー加工を利用して、接合面形成用の型駒にマイクロテクスチュアを作成し、それを射出成形によりプラスチック筐体に転写成形する。続いて、LIM成形装置を用い、型内で接合材の接合面への塗布、シリコン材との接合を連続的に行うことで、異種ポリマー接合部品を製造する技術を提案する。シリコン材と筐体との接合強度を、マイクロテクスチュアのサイズ、形状を変化させて定量的に評価する。さらに耐圧防水試験などを通じて、当該接合技術の実用性を実証する。

## 2. 実験方法

### 2.1 本生産方法の概略

従来の選択接合プロセスを、マイクロテクスチュアを利用した、金型内での適合接合プロセスに発展させるため、図1に示す生産様式を設計・製作した。両者の相違点は、ピコ秒レーザー加工機により、型内接合を行う金型の型駒にマイクロテクスチュアを製作すること、その型駒を用いて、連続的に（接合材塗布）+（シリコン射出成形）を型内で実施することの2点にある。

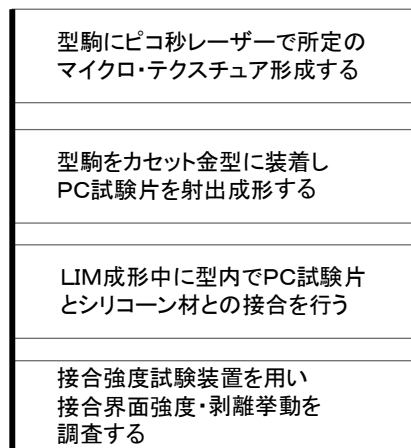


図1：適合接合プロセスによる接合部品製造方法。

Fig. 1: Manufacturing of joined parts via the adaptive joining process.

### 2.2 ピコ秒レーザー加工

ピコ秒レーザー加工に代表される極短パルスレーザー加工の特徴は、加工が熱影響をほとんど受けることなく、

進行する非熱加工であり、高精度の加工を実現できることにある<sup>11)</sup>。ここでは、図2に示すピコ秒レーザー加工機を用い、パルス幅8-10 ps, 最小溝幅10 μmを達成し、加工に供した。なお、マイクロテクスチュアのサイズ・配置形状はすべて、CADデータの中で指定し、CAMに関しては、ガルバノによる位置制御およびビームローテータによるビーム制御を前提に作成した。



図2：ピコ秒レーザー加工装置。

Fig. 2: Pico-second laser machining system.

### 2.3 LIM 成形による型内適合接合プロセス

マイクロテクスチュアを施したプラスチック筐体への型内適合接合を、図3に示すLIM成形装置にて行った。



図3：型内適合接合プロセスのためのLIM成形機。

Fig. 3 Liquid injection molding system for adaptive joining process in the inside of mold-die.

このLIM成形機は、縦型の射出成形機であり、液相のシリコン材を上方からのランナーで型内に導入し、ゲートを介して接合面に固定するプロセスが基本となる。

ここでは型内適合接合を実現するため、図4に示すように、2つのランナーを用意し、まずAのパスで接着用のプライマーを接合面に霧状塗布し、続いてBのパスでシリコーン材を接合面に導入した。これにより、シリコーン材に接着剤を混入しないでも、型内で接合が実現できる。同時に、霧状塗布方法およびプライマー設計によって、接合条件・接合強度を用途に応じて制御できる「適合性」(Adaptive Joining Capacity)を達成できる。

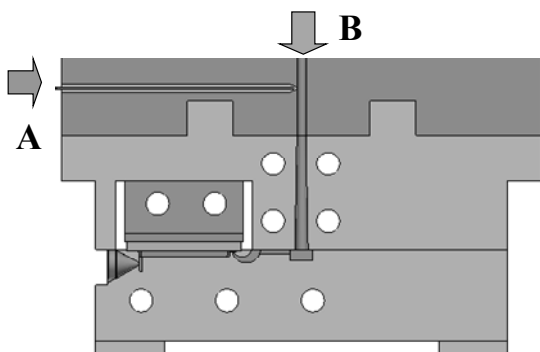


図4：型内適合接合のための金型設計例。

Fig. 4: A mold-die system for adaptive joining via LIM of plastic parts and silicone.

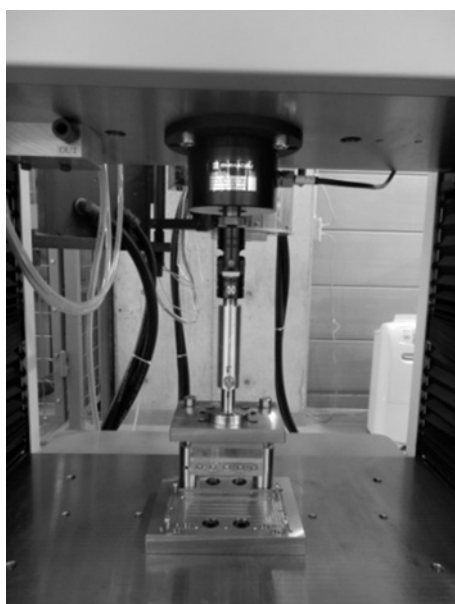


図5：接合強度試験装置。

Fig. 5: A tensile joining strength testing system.

さらに以下の実験でも実証されるように、懸案事項であったシリコーンのバリの形成、未充填による欠陥形成なども皆無となった。以下の接合強度実験・耐圧防水実験などの試験片は、この型システムも用いて行った。

## 2.4 接合強度試験

接合強度試験は、接合面に沿った応力による剥離・破壊を検討する接合せん断試験と、接合面に直交する荷重応力による剥離・破壊を定量化する、引張接合強度試験に大別される。ここでは、後者を選択し、図5に示す試験装置を用いて、垂直荷重に伴うシリコーン材とプラスチック試験片との剥離・破壊挙動を定量的に記述した。本試験において、プラスチック試験片を固定し、シリコーン材に直接荷重をかけ、その挙動を高速ビデオカメラならびにロードセル・変位計で計測した。

シリコーン材と試験片との接合界面以外で破断が生じた場合、界面そのものの健全性は保証されたことになる。

## 2.5 プラスチック筐体試験片作成

プラスチック材としてポリカーボネイト(以下、PCと称す)を用い、図6に示すように、通常の横型射出成形装置にて製作した。同図において、80mm部位がマイクロテクスチュア転写成形部位となる。なお、接合界面破壊への初期欠陥の影響を検討するために、この試験片へのシリコーン材接合時に、微小な未充填部位を接合面に導入した。

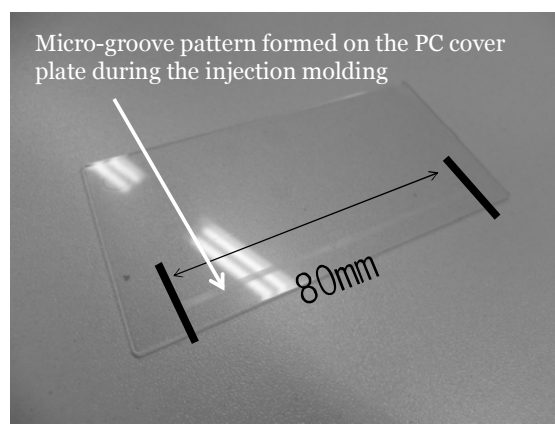


図6：マイクロテクスチュア転写成形したPC試験片。

Fig. 6: A PC-specimen with micro-grooved pattern on the interface to be joined in the width of 80 mm.

## 2.6 観察・測定方法

走査型電子顕微鏡(ニコン製)およびレーザー顕微鏡(オリンパス製)により、マイクロテクスチュアの形状プロファイルを測定した。前述したように、図5の強度試験装置に、動的ビデオマイクロスコープ(Keyence製)を接続し、強度試験中の荷重挙動と連動することで、実時間の剥離・破壊現象を記述した。

### 3. 実験結果

#### 3.1 型駒へのマイクロテクスチャ形成

型材として、マルテンサイト系ステンレス鋼SUS420材を選択し、焼入れ後、型駒形状に加工した。ピコ秒レーザー加工機を用い、溝幅を20、45、75、100  $\mu\text{m}$  としたマイクロテクスチャを型駒に加工した。代表的な加工後のマイクロテクスチャを図7に示す。

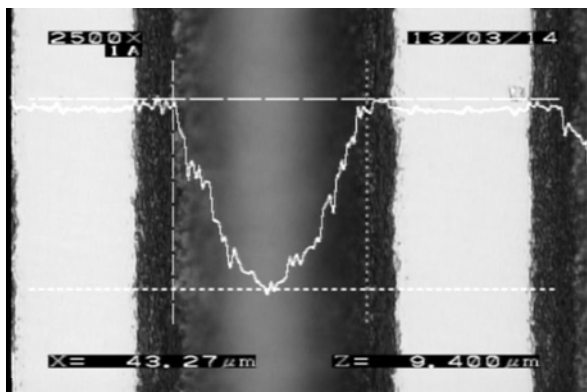


図7：型駒上に形成した代表的なマイクロテクスチャ。  
Fig. 7: A typical micro-groove formed on the mold-die unit by the laser micro-texturing.

溝幅45  $\mu\text{m}$  の場合、その加工後の溝幅は43.27  $\mu\text{m}$ 、溝深さは9.40  $\mu\text{m}$  となり、ほぼ目標の形状・寸法の加工が実現できている。また溝断面形状は、レーザービームのエネルギー分布を反映してガウス分布形状を呈している。以下では、この結果を基礎に、種々の型駒にマイクロ溝パターン加工を行った。

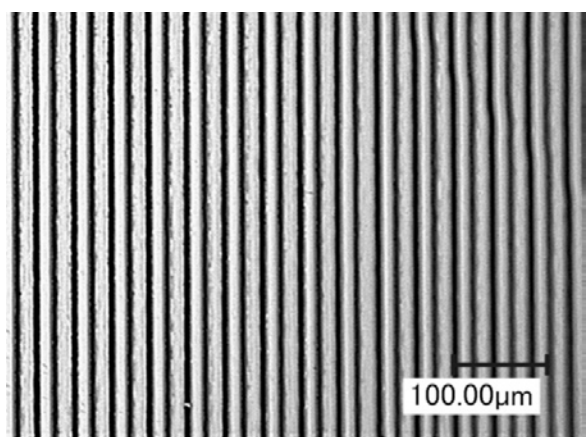


図8：射出成形によりPC試験片上に形成したマイクロテクスチャ。

Fig. 8: A micro-bump pattern formed on the PC specimen, corresponding to Fig. 7.

#### 3.2 PC試験片へのマイクロテクスチャ転写

PC試験片へは、上記の型駒をカセット金型に装着し、射出成形にて転写した。図8に光学顕微鏡像を示す。図7における凹状のマイクロ溝パターンが、PC上では、凸上のマイクロ・バンプパターンとして形成されることがわかる。

#### 3.3 型内の適合接合プロセス

マイクロテクスチャを形成したPC試験片を供試体として、LIM成形により、型内でのシリコン材との接合を行った。LIM成形後の試験体を図9に示す。接合面以外へのシリコンの溶着、バリ形成および接合部の未充填部位もなく、高精度でシリコン材が接合されていることがわかる。

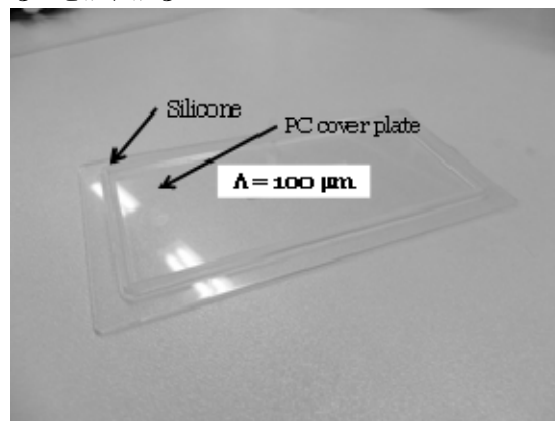


図9：LIM成形後の接合部品（PC試験片）。  
Fig. 9: Joined PC-specimen with the silicone by LIM.

#### 3.4 マイクロテクスチャなしでの破壊挙動

最初に、PC試験片とシリコン材との接合面にマイクロテクスチャを施さない場合の接合界面挙動を、負荷中の動画観察により解析した。なお、強度試験装置と動画装置とを実時間軸上で連動させることで、負荷履歴と動画とを連成して解析を実施する。

図10に、負荷時間・負荷荷重をパラメータとした動画を示す。図中の右上の時間 (t) および負荷荷重 (W) は、それぞれ接合強度試験開始からの時間・荷重を示す。上下のジグに固定されたシリコン材は、ジグ固定部でのすべりなしに単調に引張り変形をしていることがわかる。負荷増加に伴い、一部にくびれ変形も観察されるが、ほぼ一様応力で変形が進行している。図10a) および10 b)では、接合界面は清浄であり、PC試験片とシリコン材との接合面は、平滑のままである。しかし図10 c)では、シリコン材の板厚方向に、半ドーム状のマイクロ・キャビティーが規則的に生成している。すなわち、所定の

臨界応力以上では、接合界面上でマイクロ・キャビテーションが生じ、その後に、界面剥離あるいは界面破断等、最終的な接合状態の喪失に達する。

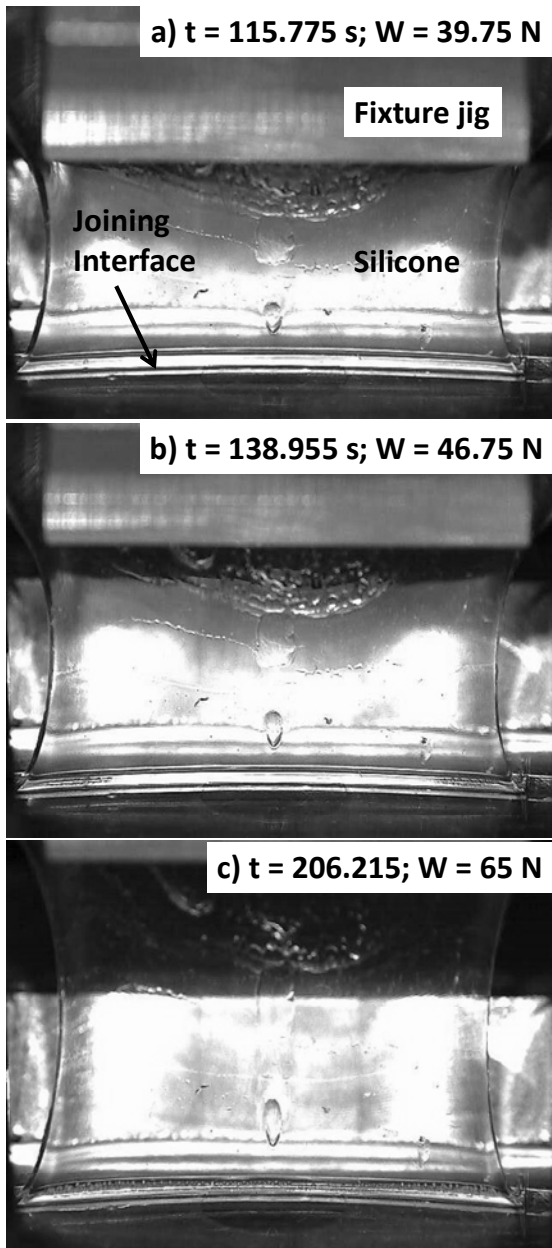


図 10 : 接合強度装置と連動させた動画マイクロスコープ像による接合界面の動的観察結果。  
Fig. 10: Time evolution of elongating silicone under the uniaxial tension via dynamic video-microscope.

実際、図 11 において接合界面剥離前後の動画を比較観察すると、接合界面剥離発生前の 0.05 s 前までは、図 10 で観察された界面上で、その規則性を保持していたマイクロ・キャビティは、不規則化するとともに、キャビティサイズも増大している。すなわち、界面剥離・破

断は、個々のマイクロ・キャビティの成長とともに、その配列の不規則化と合体によって生じている。

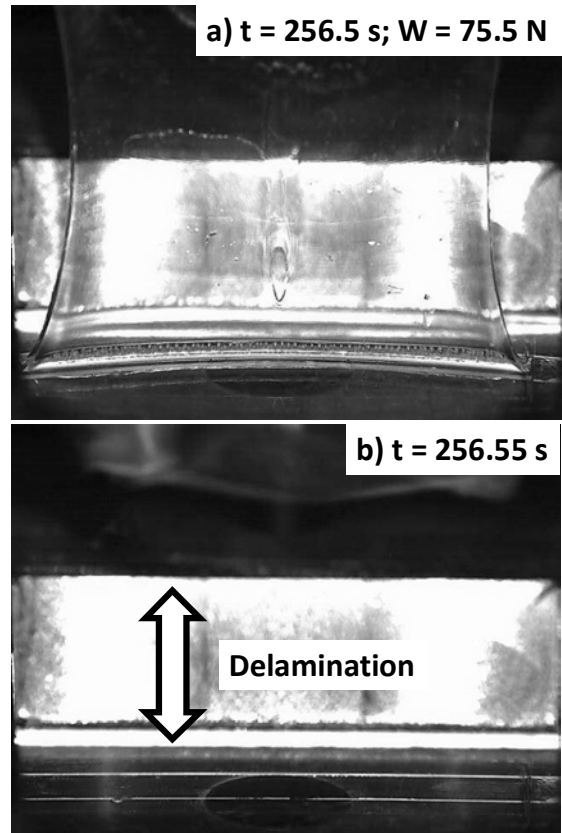


図 11 : 接合界面の最終破断前後の界面近傍の動画マイクロスコープによる動画比較。

Fig. 11: Silicone rubber just before and after delamination on the joining interface via dynamic video microscope.

### 3.5 直交マイクロテクスチュアでの接合強度

ここでは、PC試験片とシリコン材との間にマイクロテクスチュアが存在する場合における接合強度ならびに界面剥離・破断現象を調査する。

マイクロ溝幅 ( $W_G$ ) をパラメータとして、まず  $W_G$  を低下させた場合の、単位シリコン長さあたりの破断強度 (以下、シリコン破断強度 ( $S_F$ ) と称す) を、接合強度試験時に実測した荷重-変位線図より求めた。結果をまとめて表1に示す。  $W_G = 100 \mu\text{m}$  の場合、マイクロテクスチュアがない場合と同様に、界面剥離破断し、その接合強度も同等あるいは低下していることがわかる。

一方、  $100 \mu\text{m}$  よりも小さな溝幅のマイクロテクスチュアでは、接合強度はテクスチュアなしの場合よりも増大することに加え、3条件すべてに対して、界面剥離破

断は生ぜず、シリコン材の途中で破断した。実際、図12に示すように、 $W_G = 20 \mu\text{m}$  の場合、接合界面上には発生したマイクロ・キャビティーが観察されている。最終破断は、シリコン材途中で生じている。その破断面は、きわめて延性的であり、シリコンの伸び限界で破断したと予想される。興味深い点は、 $W_G$ の減少とともに破断強度も低下していることである。これは、接合界面が強化することで、破断試験におけるコンプライアンスが低下するためと考えてよい。

表1：マイクロテクスチャ有り無しでの実測した破断強度と破断モードの比較。

Table 1: Comparison of fractures strength with and without the micro-textures.

Micro-Groove Width ( $W_G$ ) $\mu\text{m}$	Fracture Stress ( $S_F$ ) N/mm	Fracture Mode
No textures	3.8	Delamination
100	3.4	Delamination
75	6.3	Silicone fracture
45	5.4	Silicone fracture
20	4.1	Silicone fracture

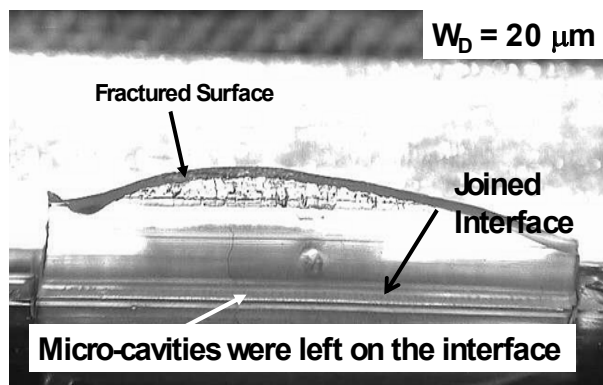


図12:マイクロテクスチャが存在する場合のシリコン材の最終破断。

Fig. 12: Fatal fracture of silicone at the presence of micro-texture with  $W_G = 20 \mu\text{m}$ .

文献12)においても示唆されるように、薄膜あるいは薄肉材料の場合には、バルク材の破壊以上に初期欠陥の影響を受けやすい。ここでは、LIM成形時のシリコン材充填時に微小な初期欠陥を導入し、そのシリコン材破断への影響を調査した。

図13に示すように、初期欠陥近傍の応力集中のため、

接合界面上にはマイクロ・キャビティーが生成しても、初期欠陥からのクラック成長が主メカニズムとなり、接合界面近傍に大きなクラックが形成されることがわかる。最終的には、この巨大クラックがシリコン材のシート幅を貫通することで最終破断にいたっている。

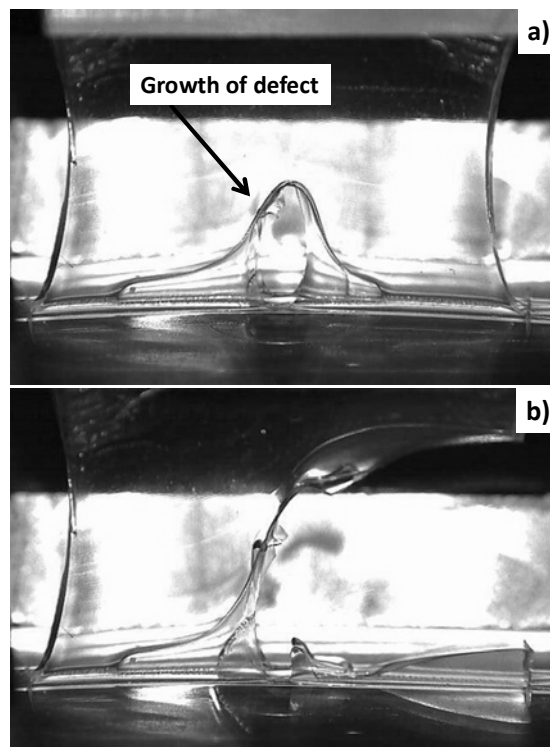


図13：初期欠陥からのクラック成長と最終破断プロセス。

Fig. 13: Crack growth from the initial tiny flaw resulting in the fatal fracture of silicone.

表2：初期欠陥が存在する場合の破断強度と破断モード  
Table 2: Fracture strength and fracture mode of silicone with the initial tiny flaw.

Micro-Groove Width ( $W_G$ ) $\mu\text{m}$	Fracture Stress ( $S_F$ ) N/mm	Fracture Mode
No textures	2.4	Delamination
100	2.6	Delamination
75	3.0	Delamination
45	2.6	Delamination
20	3.1	Delamination

初期欠陥からのクラック成長および伝播が主となる破壊メカニズムでは、接合強度は大きく減少することが予

想される。実際、表2に示すように、マイクロテクスチュアの有り無しに拘らず、接合強度は減少している。ただし、 $W_G = 20 \mu\text{m}$  の場合に見られるように、その接合強度は、いわゆる防水携帯電話筐体での接合強度に関する技術目標値である  $3 \text{ N/mm}$  を上回っており、その意味でマイクロテクスチュアによる界面力学制御は、きわめて重要であることが示唆される。

### 3.6 斜交マイクロテクスチュアの接合強度

マイクロテクスチュア形状を制御して、接合強度・破断メカニズムがどのように影響されるかを調査するため、加工が容易な斜交マイクロ溝を、図14のように接合界面に施し、それによる接合強度制御の可能性を検討した。

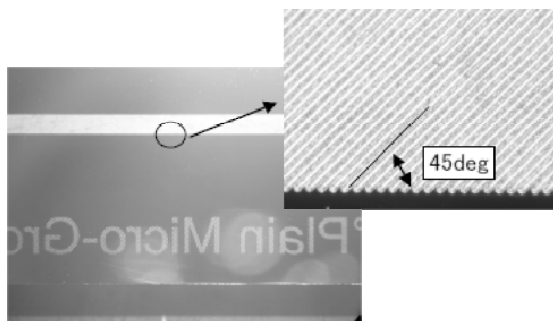


図14：斜交マイクロテクスチュアを施した型駒の一例。

Fig. 14: Skew angled micro-textures laser machined onto the mold-die unit.

表3：初期欠陥ありなしにおける直交および斜交マイクロテクスチュアの界面強度の比較。

Table 3: Comparison of the fracture strength between straight and skew micro-grooved specimen with and without the initial flaw for  $W_G = 20 \mu\text{m}$ .

Presence of Initial defects	Fracture Strength (N/mm)	Fracture Strength (N/mm)
	Straight-Texture	Skew-Texture
Without defects	4.1	4.1
With defects	3.1	4.0

表3において、溝幅を  $W_G = 20 \mu\text{m}$  共通として、直交・斜交マイクロ溝のみを変化させた場合の強度比較を行った。既述したように、直交テクスチュアでは、初期欠陥有り無しで接合強度に大差が見られたが、斜交テクスチュアでは、荷重-変位線図も接合強度にもほとんど差が生じない。実際、初期欠陥有りの接合面近傍の最終破断

に近い時刻での動的変形画像を図15に示す。図13と比較すると、初期欠陥から成長したマクロクラックは、成長途中で停止（アレスト）しており、ほとんど成長せず、最終破断はシリコーン材部分での破断として生じている。すなわち、マクロクラックは斜交マイクロ溝を施した場合、接合面上でアレストされ、その後の接合界面剥離・破断に影響しない。

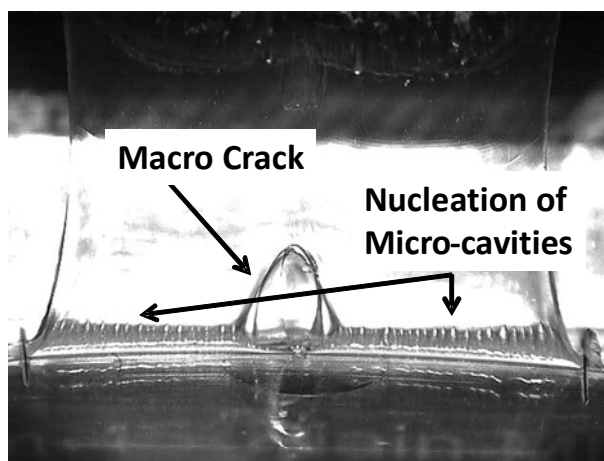


図15：初期欠陥が界面に存在する場合の斜交マイクロテクスチュアつきシリコーン材の破壊メカニズム。

Fig. 15: Fracture process of silicone with the initial flaw at the vicinity of skew micro-grooved joining interface.

特に興味深い点は、接合界面上に生成したマイクロ・キャビティーと初期欠陥から成長したマクロクラックが共存し、前者により後者がアレストされていることである。これは、マイクロテクスチュアにより強化された接合強度が、マイクロ・キャビティーとマクロクラックとの相互作用応力を上回っていることを示唆している。

## 4. 考察

一様な組織を有する金属の延性破壊<sup>13)</sup>では、塑性変形とともに組織内部にマイクロクラックあるいはマイクロ・キャビティーが生じる。さらなる負荷に応じて、このマイクロ・キャビティーは成長・合体し、最終破断にいたる。本研究で見出した、異種ポリマー間の接合界面上のマイクロ・キャビテーションは、シリコーン材の変形とともに生じる点で、金属延性破壊現象と類似している。しかし、その規則的な発生は、異種ポリマー接合面に固有である。特に、臨界応力において、同時にマイクロ・キャビティーが発生すること、発生時のマイクロ・キャビティーが形状的規則性を有していることから、この異種ポリマー接合面の平滑状態（均一な引張応力状

態)からのマイクロ・キャビテーションは、1つの力学的相変化であると考えられる。

このマイクロ・キャビテーションによる相変化が、界面上に作成したマイクロテクスチュアに影響されているかを検討する。動画画像解析より、図16に示すような接合界面近傍のマイクロ・キャビティ群の平均サイズを実測し、表4にまとめた。接合界面上に発生した平均キャビティサイズは、マイクロ溝幅に無関係であることから、接合界面におけるマイクロ・キャビテーションは、第一義的に、プライマーによるPC材とシリコン材との接着特性に依存していると考えられる。すなわち、平滑界面の一部(本実験の場合、接合しているシリコン材の端近傍)が臨界応力に達すると、その部位に最初のマイクロ・キャビティが発生する。発生に伴いキャビティ近傍は応力緩和するため、一定距離離れた部位での応力が上昇し、臨界応力を超える。このメカニズムが雪崩現象として働くことで、マイクロ・キャビテーションへの力学的相変化が生じる。この臨界応力を決めているのが、プライマーの接合強度である。

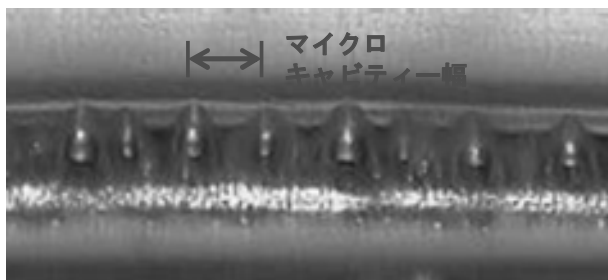


図16: 接合界面上の規則的かつ同期マイクロ・キャビテーション。

Fig. 16: Regular and simultaneous micro-cavitation on the joined interface between two polymers.

表4: マイクロ・キャビテーションへのマイクロテクスチュアサイズの影響。

Table 4: Effect of micro-texture size on the micro-cavitation.

Specimen	Micro-cavity width
Without micro-textures	145 $\mu\text{m}$
$W_G = 100 \mu\text{m}$	130 $\mu\text{m}$
$W_G = 75 \mu\text{m}$	150 $\mu\text{m}$
$W_G = 45 \mu\text{m}$	150 $\mu\text{m}$
$W_G = 20 \mu\text{m}$	140 $\mu\text{m}$

実際、文献14)にも一部指摘しているように、種々のプライマー材塗布実験および接合強度実験において、プ

ライマー種による臨界応力の差異が、接合強度の変化として実測されていることから推察される。また斜交マイクロ溝でも、図16と同一のマイクロ・キャビティ形成が観察された。すなわち、マイクロパターンサイズ・形状によりマイクロ・キャビテーション挙動が直接的には影響しないことから、いわゆる接合剥離・破断の基本プロセスへの力学的なアンカー効果(以下、機械的アンカー効果と称す)はない。

次に、初期欠陥による応力集中効果について考察する。上記の考察により、初期欠陥が存在すると、その近傍の応力が負荷早期より臨界応力値を上回り、マイクロ・キャビティ発生以前にマクロクラックへと成長し、最終破断にいたると予想される。実際、マイクロテクスチュアの有り無しに拘らず、接合強度は低下し、最終破断は接合界面近傍で生じていた。ただし、微細な直交マイクロ溝が存在すると、機械的なアンカー効果でクラック成長およびシリコン材の最終破断が遅れるため、接合強度自体にはマイクロテクスチュア効果が観察された。

一方、斜交マイクロ溝では、この初期欠陥効果は、負荷初期の欠陥からのマクロクラック成長のみに観察され、マイクロ・キャビテーションおよび接合強度には全く影響しない。これは、通常の機械的アンカー効果というよりも、明瞭なマイクロテクスチュアの形状効果であり、接合強度増加に寄与する接合面(実効接合面)の拡大、ならびに実効接合面における応力状態制御が、力学的なアンカー効果として作用している。

上述のプライマー選択による化学的アンカー効果制御技術、およびマイクロテクスチュアによる力学的アンカー効果制御技術は、異種ポリマーの接合部品の完全防水などの高機能接合に不可欠な技術要素となる。特に斜交マイクロ溝パターンで成長していたマクロクラックがアレストできるという事実は、今後のポリマー接合部品の健全性確保を実現する上でも重要である。

## 5. 大面積接合部品の完全防水化

ここでは、マイクロテクスチュアの接合特性向上に関する上記の実験室規模での成果を受け、携帯電話よりも大きなタブレットなどの電子情報機器を想定し、接合線長が600mmに及ぶ接合強度実験を行った。

図17に、用いたモデル試験片を示す。図中の中央がLIM成形時のゲートであり、中央のランナー部および両端の排出口へのチャンネルを除いた、①から④までが、600mmの接合部となっている。接合部位へのマイクロテクスチュアは、上述の実験結果を受けて、幅20  $\mu\text{m}$ の



斜交マイクロ溝パターンとしている。

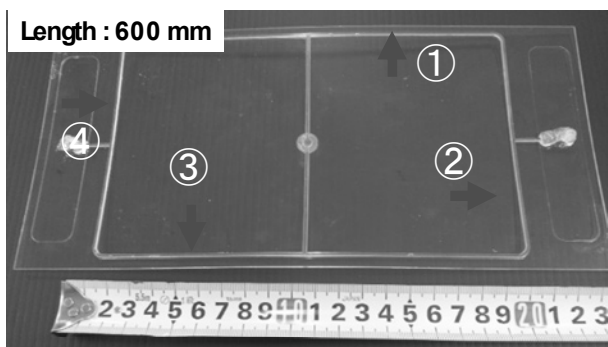


図17：大型電子情報機器における高接合特性実証用のモデル試験片。

Fig. 17: A model specimen to demonstrate the high joining strength for large-sized plastic joined parts and components.

計5体のモデル試験片を作成し、各部位ごとに強度試験を行った結果を、表5にまとめて示す。試験片ごとに多少のばらつきは見られるが、図17に示す接合ライン上の4つの部位、①から④までの平均接合強度は、4.0–4.2 N/mm であった。

表3において、実験室規模での試験片における接合強度が、初期欠陥のない場合に4.1 N/mm であったことから、同一の加工プロセスで、同一のマイクロテクスチャを施すことで、実験室規模の試験で得られた接合強度が実際の接合部品でも再現されたことになる。この再現性は、本技術を実用展開する上できわめて重要である。

表5：大規模情報電子機器の防水を目標にしたモデル試験の接合強度。

Table 5: Joining strength at the joined sections in Fig. 17 aiming at the perfect water-proof of electronic parts.

Number of Specimen	Edge-1	Edge-2	Edge-3	Edge-4
	N/mm	N/mm	N/mm	N/mm
No. 1	4.5	4.5	4.3	4.5
No. 2	4.0	3.6	4.0	4.3
No. 3	4.3	4.5	4.0	4.1
No. 4	3.8	3.8	4.0	4.1
No. 5	4.0	4.1	3.8	3.8
Average	4.1	4.1	4.0	4.2

最後に携帯電話ケースのモデル試験体を作成し、耐圧試験を行い、モデル試験体の接合界面の完全防水性を検証した。この場合にも、図18に示すように、携帯電話を

模擬したPC筐体において、その接合界面部に斜交マイクロ溝パターン（幅：20 μm）を配置した。

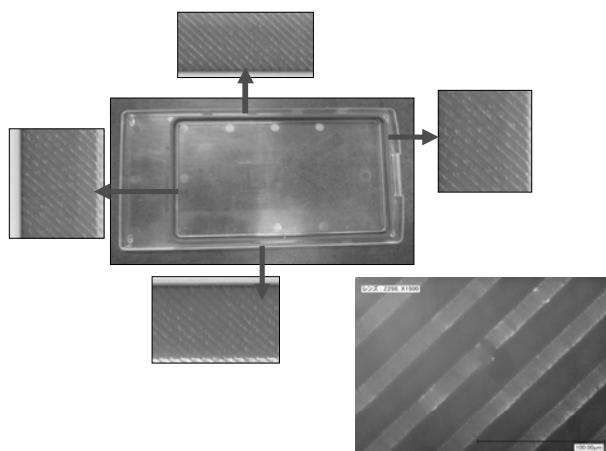


図18：接合部における斜交マイクロ溝パターンとシリコン材（赤色）を接合したモデル試験体。

Fig. 18: Model specimen for pressurizing test joined with the red silicone via the skew-angled micro-groove.

耐圧リーク試験装置（Hamlock社製）を用い、一般的な防水IPX7級試験に準拠し、一定圧力負荷時のPC筐体の変形状態を測定し、耐圧特性を評価した。一般に、高圧を負荷することで、プラスチック筐体は弾性変形する。接合部のごく一部に僅かなリークが存在したとしても、一定保持圧力下で測定される変形量は大幅に減少することとなる。

本実験では、変形測定箇所を10箇所選定し、保持圧力下での変形量の時間変化を測定した。圧力上昇速度は、毎秒10 kPa、保持圧力15 kPa、保持時間7秒とした。圧力上昇に伴い、測定箇所すべてでひずみゲージ出力の線形応答を確認し、圧力保持の最大変形量は、300–350 μm、変動幅は0から-1.0 μmとなった。規定の5秒間保持内での変形量変化はないことから、本接合部位が十分な耐圧性を有していることが実証された。

上記の2つの実証試験結果より、マイクロテクスチャを大面積接合部に配置することで、タブレットを含む情報電子製品の完全防水性を保証できることがわかった。

## 6. 結論

接合強度へのマイクロテクスチャ効果に関する研究は、そのほとんどが密度・サイズ効果に関する定性的な議論であった。接着剤もエポキシ樹脂ベースであり、界面剥離・破断現象に関する考察はなされてこなかった。

本研究は、接合強度へのマイクロテクスチュアのサイズ効果・形状効果を実験的に考察するとともに、接合面への負荷過程と界面破断挙動とを同時に定量評価する手法を開発し、プライマーによるPC材とシリコン材との接合力学特性を記述した。

最初に異種ポリマー界面の剥離破断が、マイクロ・キャビテーションとその後のマイクロ・キャビテー复合体により最終界面破断が生じることを示した。その上で、マイクロテクスチュア効果は、このマイクロ・キャビテーション挙動へのサイズ・形状効果として理解できることを明らかにした。すなわち、マイクロ溝幅がマイクロ・キャビテー間隔と同程度あるいはそれ以上では、全くサイズ効果がなく、接合界面での剥離が生じる。マイクロ溝幅がそれ以下になると、接合強度は増加するとともに、最終破断はすべてシリコン材中で生じ、接合界面は健全性を保持する。このことから、マイクロ・キャビテー発生開始臨界応力には、接合強度へのプライマーの化学的アンカー効果が作用し、さらにマイクロ溝の微細化による機械的アンカー効果で、接合強度が増加する。その接合強度は、接合技術目標値である3 N/mmを上回り、マイクロテクスチュアにより実用的な接合ができることを示した。

興味深い点は、マイクロテクスチュアの形状効果である。特に初期欠陥が接合界面に存在し、それを起点にしてのマイクロクラック成長が生じて、そのクラック成長はアレストし、最終的に初期欠陥のありなしに関係なく、最終破断はシリコン材中で生じ、接合強度は同等であった。実験室規模の試験片で得られた、接合強度4 N/mmは、接合距離が600mmという大型情報機器における接合面でも再現でき、当該マイクロテクスチュア技術は、部品のサイズに関係なく実用化できることも示した。耐圧試験により、この接合界面は15 kPaでも漏洩なく健全であることも実証され、当該技術が異種ポリマー接合部品の完全防水化を実現する重要な手法を与えている。

今後は、マイクロテクスチュア形状の3次元化による接合強度の増加を追及するとともに、用途に応じたプライマーの適合選択設計による化学的アンカー効果の定量化、そのマイクロ・キャビテーションプロセスの制御性、ならびにマイクロテクスチュア設計による力学的アンカー効果の制御性を、実験と理論の両面から検討を進めたい<sup>15, 16)</sup>。

## 【謝辞】

本研究において、酒寄氏、伊林氏（三光ライト工業株）ならびに相川氏（現、クルトンカービー株）の協力を得た。この場を借りて深く謝意を表す。なお、本研究は、戦略的基盤技術高度化支援事業（10121018-2）および科学研究連関費（411417）による。

## 【参考文献】

- 1) J. M. Allwood, J. M. Cullen, "Sustainable materials," 2012, UIT.
- 2) <http://www.ebay.com/bhp/waterproof-army-watch> (25, October, 2013).
- 3) [http://www.technokolla.com/categoria.php?linea=6&utm\\_noov\\_erride=1&gclid=CLzKxOKzsbOCFY5gpQodemAqW](http://www.technokolla.com/categoria.php?linea=6&utm_noov_erride=1&gclid=CLzKxOKzsbOCFY5gpQodemAqW) (25, October, 2013).
- 4) <http://www.shinetsu.co.jp/> (25, October, 2013).
- 5) A. Balden, "Adhesively bonded joints and repairs in metallic alloy, polymers and composite materials: adhesives, adhesion theories and surface pretreatment," *Journal of Materials Science*, Vol. 39, 2004, 1-49.
- 6) D. Xu, M.K. Ng, R. Fan, R. Zhou, H. Wang, J. Chen, J. Cao: "Influence of micro surface texturing on adhesion strength," *Proc. 7th ICOMM*, 2011, 587-593.
- 7) T. Aizawa, K. Itoh, T. Inohara: "Imprinting of patterns onto polymers and oxide-glasses via fine micro-stamping," *Proc. 6th ICOMM*, 2010, 77-82.
- 8) T. Aizawa, T. Inohara: "Micro-texturing onto glassy carbon substrates by multi-axially controlled pico-second laser machining," *Proc. 7th ICOMM*, 2012, 66-73.
- 9) T. Aizawa, T. Inohara: "Multi-dimensional micro-patterning onto ceramics by pico-second laser machining," *Res. Rep. SIT*, 56-1, 2012, 17-26.
- 10) T. Aizawa, LIPS-Works, Co. Ltd., Japanese patent with the contract of #2011-212046, 2011.
- 11) D. Koshimizu, K. Omata, H. Kusaka, S. Soeda, T. Inohara, Y. Matsuoka: "Fabrication of periodical micro-structure on metal surface using ultra-short laser pulses," *Technical Note on Laser Research*, 41-10, 2013, 1-4.
- 12) T. Aizawa, "Advanced fracture mechanics design of diamond-like carbon coating against delamination behavior," Chapter 10. *Recent Trends in Fracture Mechanics*, 2012, NOVA Publishers.
- 13) B. Dodd, Y. Bai, "Ductile fracture and ductility," 1987, Academic Press.
- 14) 経済産業省：戦略的基盤技術高度化支援事業報告書、2012。
- 15) M. Taya, "Micromechanics for composite materials," 2006, Cambridge Publishers.
- 16) S. Muraishi, "Triangular dislocation loop model for indented material," *Mechanics of Materials*, 10-6, 2012.

(2014年9月15日受付)

本論文は、2014年3月にシンガポールで開催された、第8回微小製造技術に関する国際会議 (International Conference on Micro-Manufacturing; ICOMM) における査読付き論文 "Micro-textured design for joining between polymer components" を基調に、より詳細な結果説明を行うとともに、接合面剥離・接合面破壊現象の基礎を考察した。さらに、大面積防水化技術および耐圧防水試験に関する記述を加え、編集した。