

## アルキメデス法を用いた硬化収縮量と収縮応力の評価法

(三菱電機株式会社) 長谷川千夏, 上山幸嗣, 原賀康介, 廣井治

Establish the amount of shrinkage and contraction stress evaluation method in the process of curing adhesive by the Archimedean principle

Chinatsu HASEGAWA, Koji KAMIYAMA, Kosuke HARAGA and Osamu HIROI

Mitsubishi Electric Co.

[Hasegawa.Chinatsu@dy.MitsubishiElectric.co.jp](mailto:Hasegawa.Chinatsu@dy.MitsubishiElectric.co.jp)

## 1. 緒言

接着剤の硬化過程では、一般に硬化収縮応力と熱応力から成る内部応力が発生し、製品のひずみや接着力低下をもたらす。内部応力のうち熱応力は、硬化温度を低くするなど製造プロセスにおいて低減させる手段を講じやすいが、硬化収縮応力は、接着剤自体の反応機構に依存するため使用者側のコントロールが難しい。硬化収縮応力を低減させるには、それによる影響を見積もった上で接着体の設計を行う必要があり、定量化が重要となる。

硬化過程における接着剤の硬化収縮応力を定量化する方法としては、ディラトメータによる体積変化を利用した方法（ディラトメトリ法）を春名らが研究しており<sup>(1)</sup>、硬化過程の物性値変化の考慮が重要であることが明らかとなっている。しかし、この報告で使用した計測手法は、水銀を使用することから現在は汎用の測定手法とはいえない状況になっており、新たな測定手法の構築が求められる。

本報告では、簡易で多様な材料に対応可能な環境に優しい硬化収縮量測定手法の構築と、それを利用した硬化収縮応力算出方法の構築の検討結果について報告する。

## 2 実験

## (1) 硬化収縮応力評価法

春名らの報告では、硬化収縮応力を評価するため、バイメタルのひずみ量で定量化していたが、式(1)による硬化収縮応力の算出を試みた。今回の評価方法は、接着剤自体の特性を把握でき、種々の計算モデルに適用できるなど、幅広い応用が期待できる。

$$\sigma = \int \{d\alpha(t) / dt \times E(t)\} dt \quad \dots \text{式 (1)}$$

$\sigma$ : 硬化収縮応力、 $\alpha(t)$ : 線収縮率

$E(t)$ : 引張弾性率、 $t$ : 時間

## (2) 線収縮率測定法

硬化過程の線収縮率を測定には、ディラトメトリ法と呼ばれる水銀の高さ変化を利用した方法の代替として、浮力を利用した測定方法を考案した。本報告では、この方法をアルキメデス法と呼ぶ。アルキメデスの原理を利用して、体積収縮率を式(2)、(3)から算出し、体積収縮率から線収縮率は式(4)を用いて算出した。

$$W_a - W_s(t) = V(t) \times D(t)$$

$$\therefore V(t) = \{W_a - W_s(t)\} / D(t) \quad \dots \text{式 (2)}$$

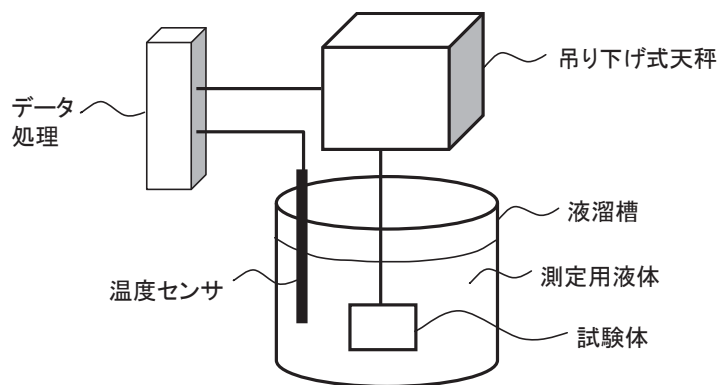


図1 アルキメデス法

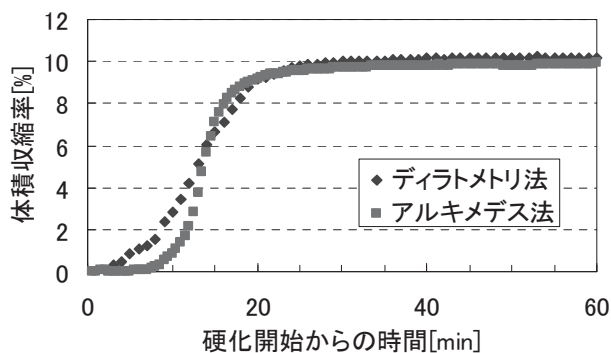


図2 ディラトメトリ法とアルキメデス法の比較 (接着剤: C373)

$W_a$ : 大気中の試験体重量、  
 $W_s(t)$ : 液中の試験体重量、  
 $V(t)$ : 硬化時試験体体積、  
 $D(t)$ : 液体密度

$$V(0) = \{W_a - W_s(0)\} / D(0) \quad \dots \text{式(3)}$$

$V(0)$ : 硬化開始時の試験体体積

$W_s(0)$ : 硬化開始時の液中の試験体重量

$D(0)$ : 硬化開始時の液体密度

$$\alpha(t) = \{ -1 + \sqrt{1 + 4/3 \times 100 \times \beta(t)} \} / 2 \times 100 \quad \dots \text{式(4)}$$

$\beta(t)$ : 体積収縮率[%]、

$\alpha(t)$ : 線収縮率[%]

### (3) 引張弾性率 (貯蔵弾性率) の測定

引張弾性率の測定は、液状から 10MPa までは、パラレルプレート (周波数 1Hz) を用いてせん断弾性率を求めた。引張弾性率は式(5)を用いて算出した。1~10<sup>3</sup>MPa では引張りモードで直接、引張弾性率を求めた (周波数 1Hz)。この様にして求めた弾性率の経時変化を適用して応力の換算を行った。

$$E(t) = 2 \times G(t) \times (1 + \nu) \quad \dots \text{式(5)}$$

$E(t)$ : 引張弾性率、 $G(t)$ : せん断弾性率

$\nu$ : ポアソン比 (接着剤の硬化に応じて (0.5→0.34 レベルの) 変動があると想定されるが本報告では硬化後の物性値 (0.34) を用いて算出)

### (4) 評価材料

対象接着剤は、室温硬化型接着剤とした。ディラトメトリ法との比較を 2 液アクリル接着剤 (C373/電気化学工業) で、硬化収縮応力の定量化を 2 液エポキシ接着剤 (DP-460、DP-125/3M) で実施した。それぞれ、混合した後、25°C で測定を行った。その結果を図 2~5 に示す。

## 3. 結言

- ①アルキメデス法を用いて C373 (電気化学工業) の線収縮率を測定した結果、ディラトメトリ法による測定結果とよい一致を示し、硬化過程の線収縮率をアルキメデス法で代替できることが分かった。
- ②硬化収縮応力は DP-460 では 1.3MPa、DP-125 では 0.008MPa と同種のエポキシ系接着剤であるにも関わらず、算出値が大きく異なることが分かった。
- ③DP-125 のように、硬化収縮応力が非常に小さい場合でも、本手法を用いることで図 5 に示すように、硬化収縮応力の立ち上がりを確認できることが分かった。

## 参考文献

- (1) 春名一志, 原賀康介; “接着剤の硬化収縮応力による内部応力を対象とした数値解析手法”, 日本機械学会論文集, **60**, (579), 2589-2594 (1994)

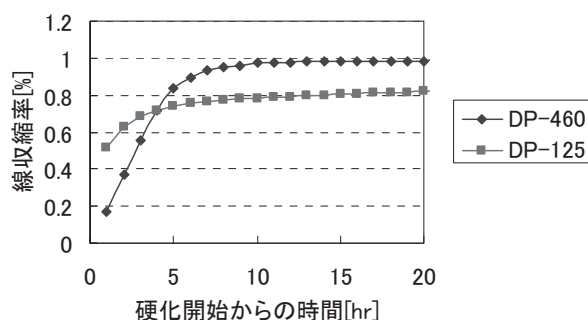


図 3 硬化過程における線収縮率

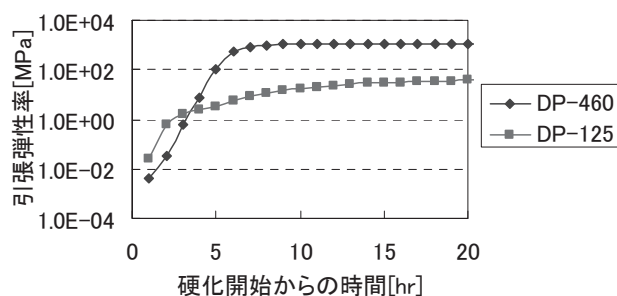


図 4 硬化過程における引張弾性率

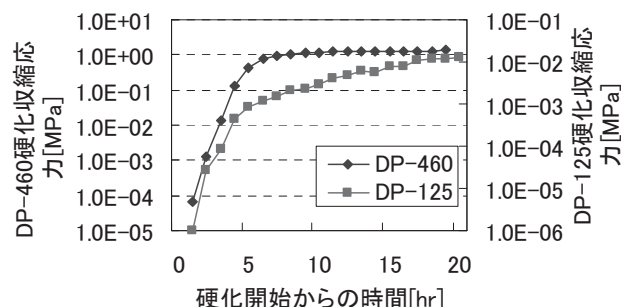


図 5 硬化収縮応力