

平成25年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「フッ素樹脂の複合流動制御・ハイサイクル精密射出成形技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成26年 3月

委託者 関東経済産業局

委託先 株式会社ひたちなかテクノセンター

目 次

	ページ
第 1 章 研究開発の概要	
1-1. 研究開発の背景・研究目的及び目標	2
(1). 研究開発の背景及び課題等の説明	
(2). 研究開発の目標	
(3). 研究開発の実施内容	
(4). 研究開発日程	
1-2. 研究体制	6
1-3. 成果概要	9
1-4. 当該研究開発の連絡先	11
第 2 章 本論	
2-1. 複合流動射出成形システムの構築	12
(1). 複合流動射出成形システムの概要及び開発成果	
(2). 高速バルブ制御 3 段方式金型温調システムの概要及び開発成果	
(3). 補助プランジャーシステム	
(4). キャビティ真空減圧機構	
2-2. 複合流動成形品の物性評価	17
(1). 溶出物試験	
(2). 強度確認試験	
2-3. 複合流動成形実験のノウハウ	22
(1). 多段成形	
2-4. 複合流動射出成形システムの異材適用試験	23
(1). PEEK 樹脂成型用特殊シリンダー、スクリューの開発	
(2). 異材 (PEEK 材) 成形試験	
第 3 章 全体統括	25

第1章 研究開発の概要

1-1. 研究開発の背景・研究目的及び目標

(1). 研究開発の背景及び課題等の説明

大手企業の最先端テクノロジーや精密組立技術を駆使して製造されている半導体製造装置、医療分析機器等ではあるが、それらの主要部品の製造は中小企業のものづくり技術が最も活かされている領域である。また、それら装置の微細化や高精度化の進展により、その部品製造を担う中小企業にも製造プロセスの複雑化、工程数の増加や飛躍的スピードで進むグローバル競争の中で、更なるコストダウンと必要に応じたフレキシブルな生産体制を強く求められている。

本開発は、半導体分野、医療分野等で世界的に需要拡大が見込まれるフッ素樹脂に的を絞り、その射出成形技術を高度化し、半導体製造装置で使用される配管・継手部品等の切削加工による製造方式からの脱却、歩留り向上、高品質化を狙った技術開発である。

本開発は、最も難易度の高いフッ素樹脂成形技術の高度化であるが本技術を確立した後は医療分野からもニーズが高い PEEK 材(フッ素樹脂と同様の高機能樹脂素材)の射出成形へもこの技術の応用が可能と考えられ、その波及効果は極めて大きいと考える。

また、新興国の高度経済成長に伴い半導体製造装置、医療分野等の世界的に旺盛な需要に応じるために、川下企業からはフッ素樹脂や PEEK 材などの高機能樹脂製の部品で、従来の射出成形では不可能な形状(薄肉、大口径等)の部品を高精度かつ低コストに成形する技術が要求されている。しかし、汎用樹脂の流動性が MF R 150 程度であるのに対し、フッ素樹脂は MF R 12~40 程度と流動性が非常に悪く、ハイサイクル成形や薄肉形状製品の射出成形が難しい上、品質面ではヒケ、ウェルドライン、ボイド等の不具合が多発する状況にある。市販されるフッ素樹脂対応の射出成形機も汎用樹脂成形向けのヒータ部などを一部高温対応させているだけで、必ずしもフッ素樹脂専用で作られた射出成形機とはいえない。そこでこの難度の高いフッ素樹脂の精密射出成形技術の早急な開発と確立が大きな問題となっている。これらの課題を解決するため、①フッ素樹脂の流動性を高め、超高温での温調(従来:150℃⇒開発:250℃~350℃)、高速射出(真空減圧機構複合制御)を用い高度な成形技術を確立する。具体的には、金型を超高温⇔低温急冷をバルブコントローラーで高速に行う3段方式の金型温調機の開発、射出時に最適な流動性を保てる付加機能をもった高機能な金型を設計・製作、これらを複合的に精密制御可能な高機能射出成形機を開発し、これらの開発機器を一連の高機能樹脂専用射出成形システムとして、フッ素樹脂や類似の高機能樹脂(PEEK)へ適用し、事業化を図るものである。

図 1-1 は半導体製造装置用の薬液供給ラインに使用される『溶着継手』の形状と現在の製造方法(切削加工)を示す。左図の様に大口径化(1.5インチ~2インチ)が進む半導体装置向け継手は内部に空洞部分が多く、肉厚部と薄肉部が混在していて、流動性が悪い上に高温で射出を行わなければならないフッ素樹脂素材の場合、ショートショットやボイド、ヒケが発生し射出成形での精度確保が困難で、右図の様なブロック素材から多工程の切削加工で製造を行うのが現在の主流である。この製造方法では高い精度を保つ事が可能であるが、加工工程が多い上に切削によって廃棄する部分も多く、その素材も高価であるため、最終製品も非常に高コストな部品となっている。

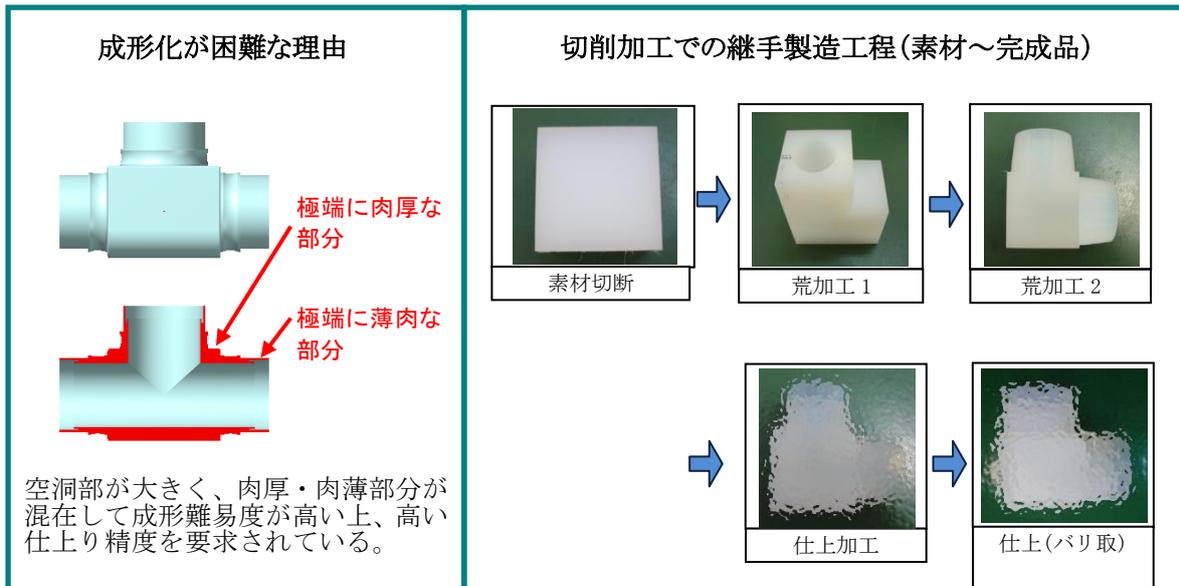


図 1-1 フッ素樹脂等の配管・継手の精密切削加工工程事例

さらに、医療分野などでは、使用されている設備の精度向上と使用される試薬などの種類が多様化しその性能を決定づける重要部品には低コスト化及び分析精度の向上が目的でステンレス材などの金属材質からPEEK材等の高機能樹脂への材質変更のニーズが高い。

図 1-2 はPEEK材で製作される医療部品の不具合事例を示す。現在はコストと仕上がり精度を両立するために『成形+切削加工』の併用加工を行う事が多いが、安定した射出成形技術が確立されていないために『ヒケ』、『ボイド』等の成形不良が15%程度発生し、後工程である切削加工時に廃棄されている。この様に歩留りの悪い高機能樹脂材であるPEEK材の複雑形状品は、成形技術の高度化の要求が常に高く、品質、コスト共に高いレベルの製品化が求められている。

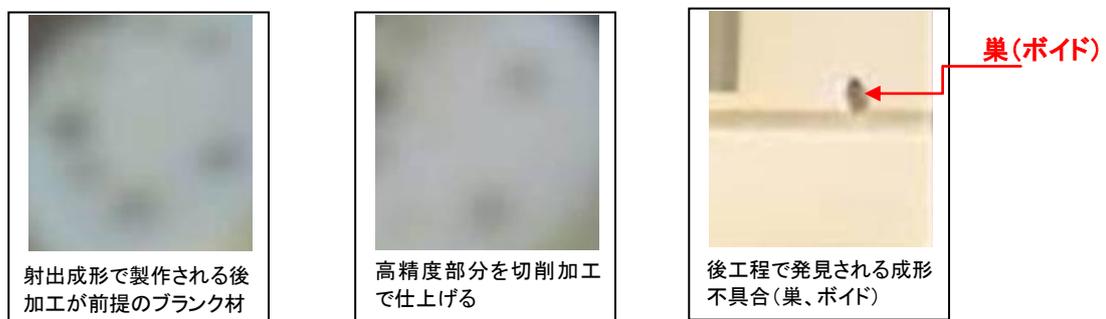


図 1-2 自動分析機器の切替弁(PEEK 材)と品質状況

表 1-1 に、PEEK樹脂の国内市場規模と分野別動向を示す。我々が開発および販売の目的に掲げる医療機器部品は 95 万トンと他の分野の製品と比べ市場規模は小さいものの、求められる精度が厳しいため、射出成形化が進んでいない事がわかる。本開発は医療機器部品についても、現在の射出成形加工比率を飛躍的に高める事が可能で医療機器部品のコスト低減に貢献する狙いでもある。

表 1-1 PEEK 樹脂の国内市場規模と分野別動向

用途別分野	需要量/2009 年 (万トン)	製造方法と加工比率 (%)	
		切削加工	射出成形加工
電気・電子部品	264	10	90
自動車部品	550	10	90
産業機械	147	25	75
医療機器部品	95	75	25
合計・平均比率	1,056	30	70

(2). 研究開発の目的

本研究開発の目的は、難易度の高いフッ素樹脂の高温、高速射出成形を可能とする斬新な射出成形技術を開発し、その技術が類似の高機能樹脂(PEEK 等)の射出成形にも応用が可能で、飛躍のスピードで進む川下企業のグローバル競争の中でコスト面や精度面での両立を望む半導体装置部品、医療部品等で、成形化が不可能であった形状の製品を高精度に射出成形し、需要変動に対応できるフレキシブルな供給体制を構築し、製品歩留り 98%以上、製品のコスト低減 70%以上等、高機能樹脂成形における高度な技術確立を目指すものである。

(3). 研究開発の実施内容

- 1) 金型機構の開発
 - ・成形不具合を減少させる為の機構として保圧補助プランジャー、真空減圧機構を開発、金型に付加する。
 - ・樹脂流動解析、金型温調解析の結果に基づく金型設計(最適な油管配置)を行う。
 - ・上記内容を反映した金型を製作する。
- 2) 温調機の開発(バルブコントロール 3 段方式特殊金型温調機)
 - ・超高温(300℃)から急速冷却(100℃)を精密に制御するバルブコントロール 3 段方式・特殊金型温調機を開発する。([加熱][予熱、予冷][冷却]の 3 段方式)
- 3) 射出成型機の開発
 - ・1)、2)の開発機器を精密に制御可能な成型機を開発する。
 - ・フッ素樹脂向けに、チェックリングを装備しつつ樹脂ダマリ防止特殊スクリーと高温対応セラミックヒーター加熱方式のシリンダーを開発し、成型機に具備する。
 - ※上記 3 項目の開発技術を複合的に精密制御し、射出成形を行うシステムを「複合流動射出成形システム」と称す。
- 4) プロジェクトの管理・運営
 - ・事業管理機関・株式会社ひたちなかテクノセンターにおいて、本プロジェクトの管理を行いプロジェクトの研究経緯と成果について取りまとめを行う。
 - ・本研究の実用化に向けた到達の度合いを検証するとともに、事業化に向けての課題等について研究実施者と調整を行う。
 - ・再委託先事業者が作成する証拠書類について、指導・確認を行う。
 - ・研究開発推進委員会を委託契約期間内に年 2 回程度開催する。

1-2. 研究体制

(1). 研究組織

本研究開発における組織の全体構成を図 1-3 に示す。

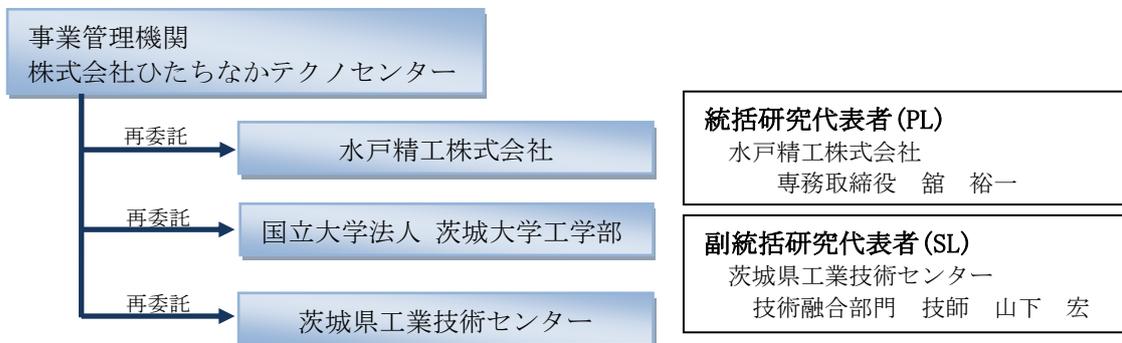


図 1-3 研究開発組織の全体構成

(2). 事業管理機関

株式会社ひたちなかテクノセンター

〒312-0005 茨城県ひたちなか市新光町 38

氏名	所属・役職	実施項目
江尻 一彦	常務取締役（企業支援部部長兼務）	④⑩⑯
浅野 俊之	企業支援部次長	④⑩⑯
森島 邦洋	企業支援部	④⑩⑯
粕淵 文明	企業支援部嘱託職員	④⑩⑯

(3). 再委託先

(3)-1. 水戸精工株式会社

〒311-1251 茨城県ひたちなか市山崎 71

氏名	所属・役職	実施項目
舘 裕一	専務取締役	①～⑯
小野 宏之	製造本部 研究員	①～⑯
吉田 繁喜	製造本部 研究員	①～⑯
河西 雅人	製造本部 研究員	①～⑯

(3)-2. 国立大学法人茨城大学工学部

〒316-8511 茨城県日立市中成沢町 4-12-1

氏名	所属・役職	実施項目
久保田 俊夫	国立大学法人茨城大学工学部 生体分子機能工学科 教授	①②③⑥

(3) - 3. 茨城県工業技術センター

〒311-3195 茨城県東茨城郡茨城町長岡 3781-1

氏名	所属・役職	実施項目
山下 宏	技術融合部門 技師	①～③、 ⑤～⑨、 ⑪～⑮
大高 理秀	技術融合部門 部門長	①～③、 ⑤～⑨、 ⑪～⑮
谷萩 雄一朗	技術融合部門 主任	①～③、 ⑤～⑨、 ⑪～⑮
前島 崇弘	技術融合部門 技師	①～③、 ⑤～⑨、 ⑪～⑮
小石川 勝男	技術融合部門 主任研究員	①～③、 ⑤～⑨、 ⑪～⑮
小松崎 和久	繊維工業指導所 開発部門 主任研究員	①～③、 ⑤～⑨、 ⑪～⑮

(4). 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

区分	会社	業務	所属	氏名
事業 管理 機関	株式会社ひたちな かテクノセンター	経理	総務・研修部課長	久信田 茂樹
		業務管理	常務取締役 (企業支援部部長兼務)	江尻 一彦
再委 託先	水戸精工株式会社	経理	総務課 課長	栗原 紀子
		業務管理	専務取締役	舘 裕一
	国立大学法人 茨城大学工学部	経理	産学官イノベーション 創生機構事務長	木村 博昭
		業務管理	生体分子機能工学科 教授	久保田 俊夫
	茨城県工業技術セ ンター	経理	企画管理部 係長	横須賀久美子
		業務管理	副センター長	小島 均

(5). 研究開発推進委員会 委員

氏名	所属・役職	備考
舘 裕一	水戸精工株式会社 専務取締役	PL
山下 宏	茨城県工業技術センター 技術融合部門 技師	SL
小野 宏之	水戸精工株式会社 製造本部 研究員	委
吉田 繁喜	水戸精工株式会社 製造本部 研究員	委
河西 雅人	水戸精工株式会社 研究員	
大高 理秀	茨城県工業技術センター 技術融合部門 部門長	
小松崎 和久	茨城県工業技術センター 繊維工業指導所 素材開発部門 主任研究委員	
谷萩 雄一郎	茨城県工業技術センター 技術融合部門 主任	
小石川 勝男	茨城県工業技術センター 技術融合部門 主任研究員	
前島 崇弘	茨城県工業技術センター 技術融合部門 技師	
久保田 俊夫	国立大学法人茨城大学工学部 生体分子機能工学科 教授	
宮崎 行雄	株式会社日本製鋼所産業機械事業部 担当課長	アドバイザー

1-3. 成果概要

本サポイン事業における開発内容とその成果概要を表 1-3 に示す。

表 1-3 開発計画と成果概要

項目	計画時目標	成果項目
複合流動射出成形システムの構築	①3 段方式の温調システムを開発しバルブコントローラーで3 段方式のハイサイクルH&C制御を可能とする。	3 段方式の温調システムを構築し、バルブコントローラーを使用したH&C制御を可能とした。一般の成形法と比較して3 割程度の成形時間の短縮（ハイサイクル化）が可能となった。
	②特殊チラーを開発、3 段方式温調機に付加し連続運転を可能とする。	完全密閉式、大型バッファータンクを備えた特殊チラーを開発付加し、真夏の日中の炎天下での連続運転も可能とした。
	③真空減圧機構、油圧プランジャー、3 段方式温調システムを備えた、複合流動制御を可能とする成形機を開発し成形ノウハウを構築する。	真空減圧機構、油圧プランジャー、3 段方式温調システムを用い、複合流動制御を可能とする成形機を開発し、これらの成形ノウハウを構築した結果、顧客要求寸法である薄肉形状成形での真円度精度 0.1mm を実現した。（肉厚 1mm、口径Φ38.1）
試作プレート、対向ウエルド試験片を用いた複合流動射出成形実験	①複合流動成形システムを使用し薄肉（1mm）成形を可能とする。	複合流動成形システムを使用し薄肉（1mm）成形を可能とした。
	②ダンベル引張による試験を行い複合流動射出成形システムでの成形品に対し市販品の素材と同等以上の強度を確保する。対向ウエルドを意図的に発生させる評価用金型を製作し対向ウエルド強度を評価し、複合流動成形におけるウエルド部分において、市販素材品と同程度の高いウエルド強度を確保した。	ダンベル試験片による引張試験を行い複合流動射出成形システムでの成形品に対し市販品の素材と同等以上の強度を確保した。対向ウエルドを意図的に発生させる評価用金型を製作し対向ウエルド強度を評価し、複合流動成形におけるウエルド部分において、市販素材品と同程度の高いウエルド強度を確保した。
	③茨城大学と共同で成形品の物性評価を行い、本成形システムでの成形品に問題のある溶出物がない事を確認する。	茨城大学と共同で成形品の物性評価を行い、本成形システムの成形品に問題のある溶出物がない事を確認した。
L字継手による複合流動射出成形実験	①顧客向けサンプルに近いL字継手を用い、複合流動制御射出成形を可能とする。	顧客向けサンプルに近いL字継手を用い、樹脂充填を確認、複合流動制御射出成形を可能とした。
	②顧客要求を満たす表面精度を確保する。	顧客要求を満たす表面精度を確保した。
	③荷重試験で破壊を起こさない程度の製品強度を確保する。	荷重試験を行い成形品に破壊が起きない事を確認した。
	④茨城県工業技術センターの協力のもとで三次元測定機による寸法評価を行い顧客要求精度を満足する。	茨城県工業技術センターの協力のもとで三次元測定機による寸法評価を行い顧客要求精度を満足した。

T字継手による複合流動射出成形	①茨城県工業技術センターの協力のもと樹脂流動解析、金型温調解析を用いたT字継手の金型設計と製作を行う。	茨城県工業技術センターの協力のもと樹脂流動解析、金型温調解析を用いたT字継手の金型設計と製作を行った。
	②真空減圧機構、油圧プランジャー、3段方式温調システムを用い、複合流動制御を可能とする。	真空減圧機構、油圧プランジャー、3段方式温調システムを用い、複合流動制御を可能とした。
	③顧客要求を満たす表面精度を確保する。	顧客要求を満たす表面精度を確保した。
	④茨城県工業技術センターの協力のもとで三次元測定機による寸法評価を行い、顧客要求精度を満足する。	茨城県工業技術センターの協力のもとで三次元測定機による寸法評価を行い顧客要求精度を満足した。
	⑤顧客へ評価用サンプルを提出する。	顧客より、高い評価を受け、次世代顧客製品への適用評価依頼を受けサンプルを製作した。(チューブ出し継手)
Gベースによる異材(PEEK)材への複合流動制御射出成形システムの応用	①PEEK材に対応した特殊シリンダー、スクリューの開発を日本製鋼所と共同で行う。	PEEK材に対応した特殊シリンダー、スクリューの開発を日本製鋼所と共同で行った。
	②茨城県工業技術センターの協力のもと樹脂流動解析、金型温調解析を用いたGベースの金型設計と製作を行う。	茨城県工業技術センターの協力のもと樹脂流動解析、金型温調解析を用いたGベースの金型設計と製作を行った。
	③真空減圧機構、油圧プランジャー、3段方式温調システムを用い、PEEK材へ複合流動制御射出成形システムを応用する。	真空減圧機構、油圧プランジャー、3段方式温調システムを用い、PEEK材へ複合流動制御射出成形システムを応用し問題が無い事を確認した。
	④川下顧客と連携し複合流動制御成形のノウハウ構築と、事業化の模索を図る。	川下顧客と連携し、複合流動制御成形のノウハウ構築を行い、事業化を模索した。その成果として新規アイテムを受注した。25年末～26年2月末までの総受注金額約8,000万円 ※将来的に複合流動システムを使用した成形法に移管予定。
顧客ニーズによる、チューブ出し継手のサンプル製作(事業化案件)	①顧客の開発案件である、半導体製造装置向けチューブ出し継手の流動解析を行い、金型を製作、成形化を図る。	顧客の開発案件である、半導体製造装置向けチューブ出し継手の流動解析を行い、金型を製作、成形化を図った。
	②顧客評価基準を満たす成形サンプルを製作する。	成形サンプルを製作し、顧客に評価依頼を行った。※平成26年2月末時点：顧客評価中。
	③他開発案件への展開	評価結果が良好であれば、他開発案件へ展開を予定している。

事業化模索	①平成 25 年度 各種展示会に出展、開発技術を市場へ浸透させる。	平成 25 年度 国内展示会 3 回（6 月、11 月、1 月）、海外展示会 3 回（台湾、中国、アメリカ）、大企業商談会 2 回（三井化学、日立オートモティブ）へ出展し、開発技術の浸透を行った。その結果、見積依頼 6 件（内引き合い中 2 件）を獲得、徐々に浸透効果が得られている。
	②開発技術への追加設備投資。	平成 25 年度補正予算補助金を活用し追加設備投資を予定している。 ※中小企業ものづくり補助金
プロジェクトの管理・運営	研究開発委員会開催	研究開発委員会を計 7 回開催した。 平成 23 年度 第 1 回：H23 年 11 月 2 日 第 2 回：H24 年 1 月 18 日 平成 24 年度 第 1 回：H24 年 7 月 26 日 第 2 回：H24 年 12 月 10 日 平成 25 年度 第 1 回：H25 年 9 月 6 日 第 2 回：H25 年 12 月 2 日 第 3 回：H25 年 3 月 4 日

1-4. 当該研究開発の窓口

当該研究開発の事業管理機関

名称：株式会社 ひたちなかテクノセンター

住所：茨城県ひたちなか市新光町 38

代表役職・氏名：常務取締役 江尻 一彦

連絡担当者所属役職・氏名：浅野 俊之 企業支援部 次長

TEL：029-264-2200

FAX：029-264-2203

Email：asano@htc.co.jp

研究実施場所

名称：水戸精工 株式会社

住所：茨城県ひたちなか市山崎 71

代表役職・氏名：代表取締役 舘 文郎

連絡担当者所属役職・氏名：専務取締役 舘 裕一

TEL：029-265-8004

FAX：029-265-8366

Email：info2@mitoseiko.co.jp

第2章 本論

2-1. 複合流動射出成形システムの構築

(1). 複合流動射出成形システム概要と開発の成課

開発概要

本研究で開発を行った複合流動成形システムの概要を図 2-1 に示す。複合流動射出成形システムとは以下の 3 設備の持つ特殊機構を複合的に制御し射出成形を行うシステムの呼称である。

- ①高速バルブ制御 3 段方式金型温調システム
- ②補助プランジャー、真空減圧機構を付加した特殊金型
- ③特殊シリンダー、スクリューを備え、上記機構を精密に制御可能な成形機

開発成果

これらの成形システムの開発を行った結果、通常のカートリッジヒーターを使用した成形法と比較して、ハイサイクル化（約 30%）、メルトフラクチャーの発生がほぼゼロ、成形化が困難であった薄肉形状（ $\phi 38.1$ 肉厚 1mm）の高精度成形化が可能となった。

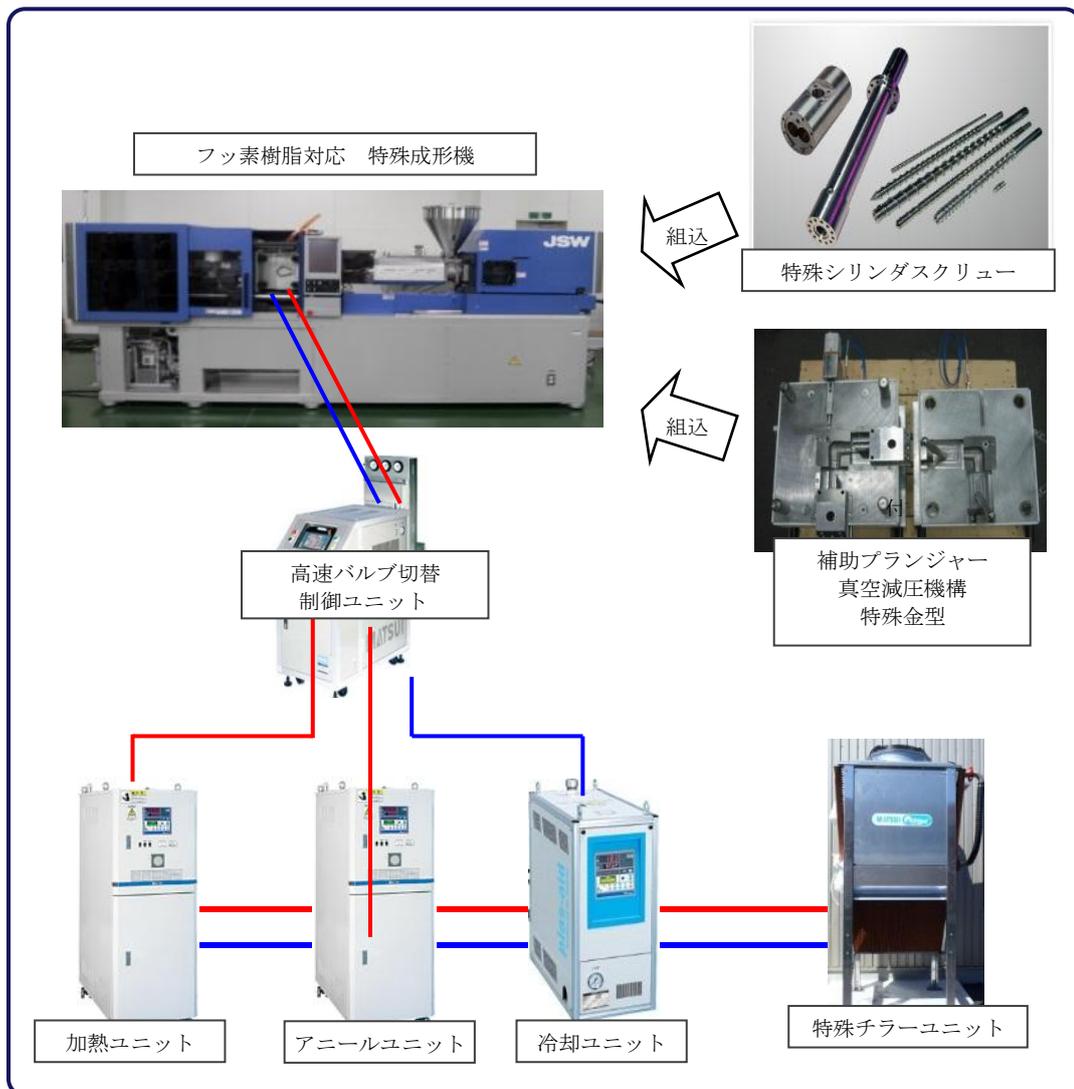


図 2-1 複合流動射出成形システムの概要

(2). 高速バルブ制御 3 段方式金型温調システムの概要と開発の成果

開発概要

フッ素樹脂の射出温度は 380℃程度と非常に高く金型の温調制御が不可能であった。本開発では、熱媒体を油媒体とし加熱ユニット（250～300℃）、アニールユニット（200℃～250℃）、冷却ユニット（100℃～160℃）の 3 段の温調機を高速バルブ切替ユニットで制御し、フッ素樹脂の様な射出温度の高い樹脂の H&C 成形を実現する装置である。その概要を図 2-2 に示す。

開発成果

本開発による金型温調システムを使用する事で、フッ素樹脂の成形取り出し温度までの冷却時間は 10 秒程度と高い冷却性能を発揮する。加熱昇温に関しても、冷却媒体を吸収するアニールユニットによって加熱用熱媒体の温度が急激に下がる事を防ぎ、高速に金型温度を昇温する事が可能となり一般のカートリッジヒーターと比較して 3 割程度のハイサイクル化に成功した。また不可能であった高温域での金型温調を可能にする画期的なシステムとなっただけでなく、型内アニールなどにより、より高精度成形に寄与するシステムとなった。

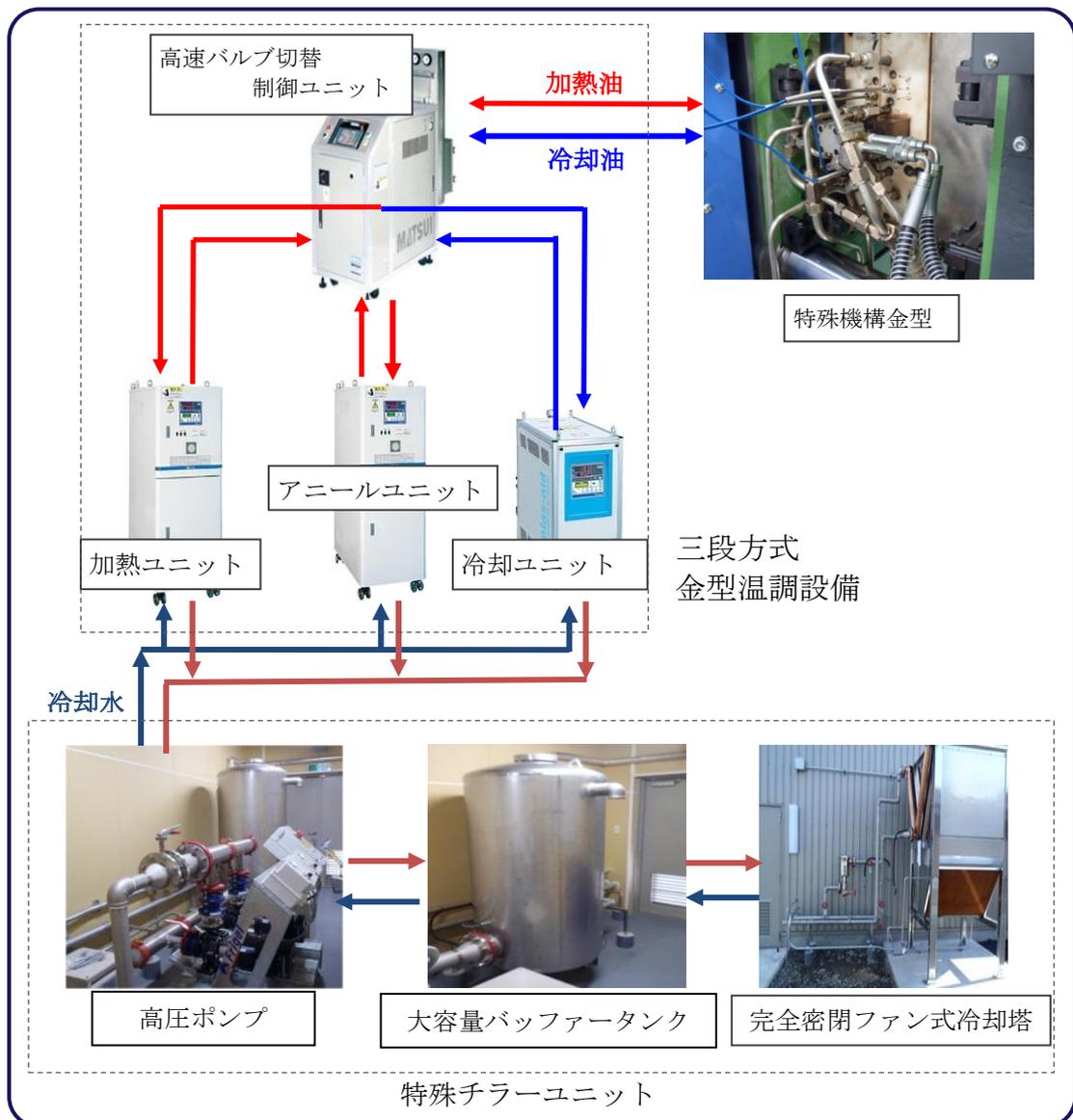


図 2-2 高速バルブ制御 3 段方式 温調システム概要

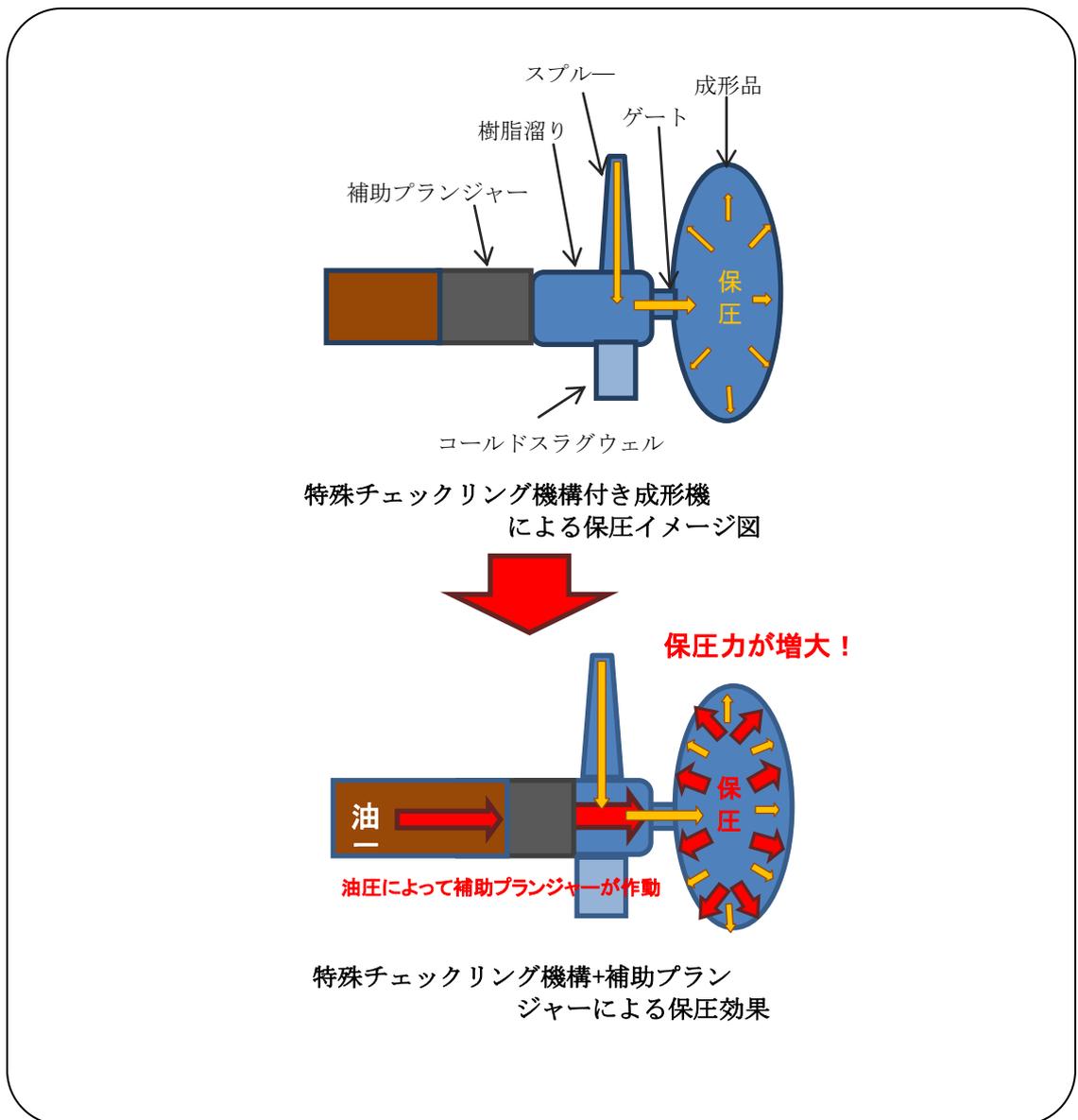
(3). 補助プランジャーシステムの開発概要と開発の成果と課題

開発概要

本開発は成形収縮率の大きいフッ素樹脂に対し、樹脂充填後に金型に付加された油圧式の補助プランジャーを作動させる事により、保圧効果を高め、成形後のヒケ、ソリなどの成形不具合の発生を抑える機構である。その概要を図 2-3 に示す。

開発の成果と課題

本開発の補助プランジャーを樹脂充填後に作動させることによって、成形収縮率を2/3程度に抑える事が可能になった。(試作プレート型試験による) これらの効果を更に強大なものにするには、より大きなプランジャーを要する事も分かった。しかし、プランジャーを大きくするためにはより大きな樹脂溜まりが必要となり、樹脂使用量も増える事から、コストの問題や樹脂量を減らすためのゲートと付近における形状改善が今後の課題である。



(4). キャビティ真空減圧機構開発概要とその成果

開発概要

フッ素樹脂のメルトフローレート値（樹脂流動性を数値で表したもの）は汎用素材であるPPなどが60以上であるのと比較して15程度と非常に流動性が悪い。これらが原因で、薄肉部分への樹脂の充填が不完全となるショートショットが発生し、極薄製品形状の射出成形は困難である。その場合、射出速度を上げれば充填可能となることが多いが無理押しとなりメルトフラクチャー（樹脂の流れた成形品表面の模様）が発生し、要求品質を保つ事が難しい。

また、同様に高機能樹脂であるPEEK材の射出成形型内にガスが充満し成形品に色合いのばらつきが発生するガス焼けといった不具合が発生する。今回開発を行ったキャビティ真空減圧機構は射出直前に真空ポンプを作動させ金型内を減圧する事で、樹脂流動性の向上とガス抜き効果を生じさせ、ショートショット防止の補助機能やガス焼けなどの成形不具合を低減させる目的がある。この機構の概要を図2-4 (1) (2) に示す。

開発の成果

本真空減圧機構を成形直前に作動させる事によって、キャビ内に溜まったガスを強制排気する事によってガス焼け等の成形不具合を抑える事が可能となった。また金型内を真空減圧することで樹脂の流動性が向上し、薄肉部への充填が可能となったが、メルトフラクチャーが発生した。このメルトフラクチャーは後述する多段成形との組み合わせと成形条件によって、ほとんど発生する事のない成形品が製作可能となっただけでなく、一般の成形法と比較して、ゲートサイズを3割程小さく設計する事が可能で、高騰する素材原価の低減にもつなげる事ができた。

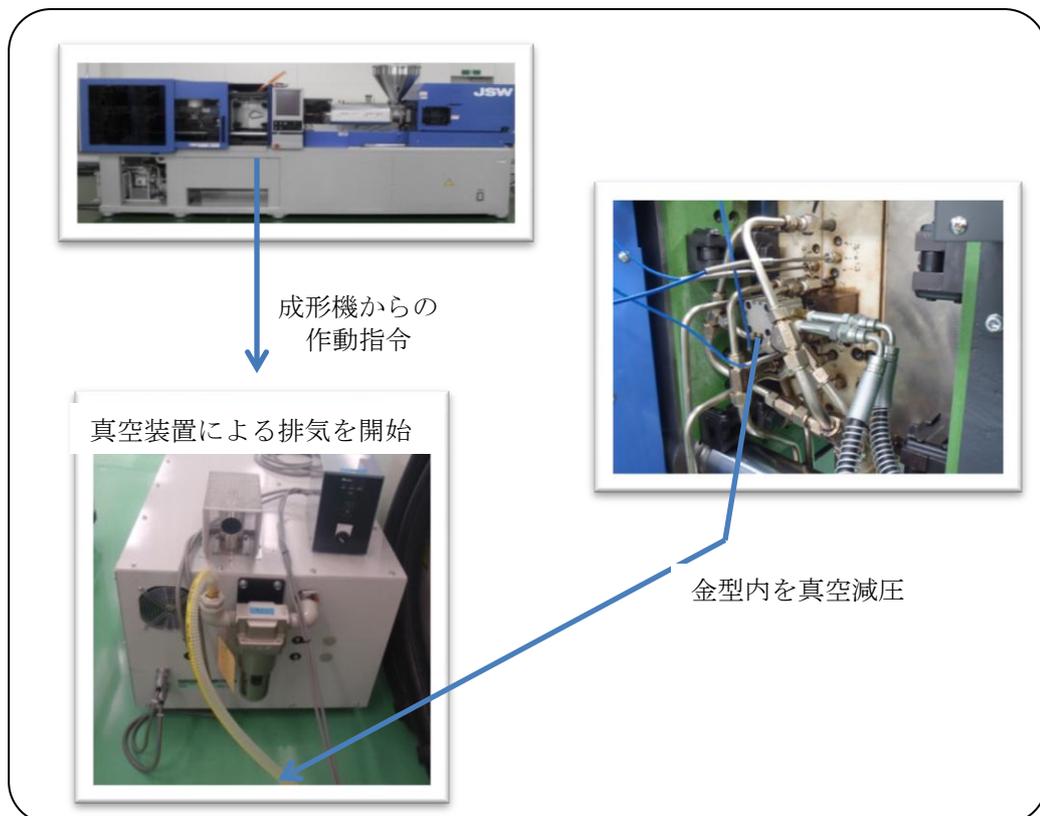


図 2-4 (1) キャビティ真空減圧機構概要

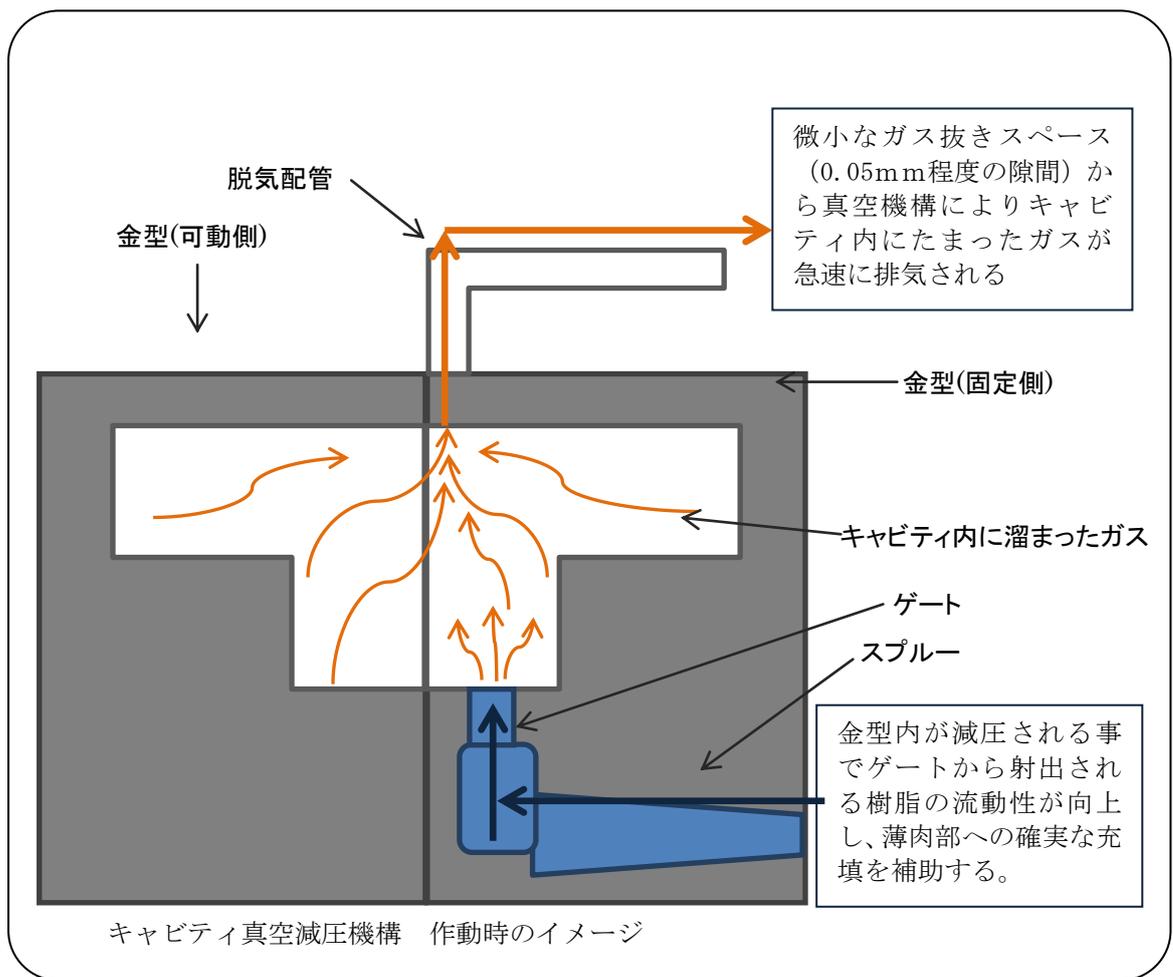


図 2-4 (2) キャビティ真空減圧機構概要

2-2. 複合流動成形品の物性評価

(1). 溶出物試験

試験の目的

本開発の成果によって得られる成形品は半導体製造装置部品、医療用分析機器部品に使用される予定である。それら装置は寸法精度の要求が高いだけでなく製品に付着するコンタミネーションを極端に嫌う分野でもある。そこで本試験では開発品の信頼度を高めるために、複合流動射出成形システムで成形した製品に何らかの溶出物、付着物が含まれていないか、分解による炭化物等の発生がないかを調べる目的で行った。

表面への付着物に対しては、X線光電子分光分析装置（XPS）試験による成形品個体表面の分析を行い、樹脂の分解が起こっていない事を確認するためには核磁気共鳴（NMR）試験を行った。分析条件について、XPS試験条件を表2-1の通りとしNMR試験条件を表2-2の通りとする。

表 2-1 XPS 試験条件表

試料	水戸精工にて試作プレートを成形後に 5mm×5mm×2mmにカット。（成形後未処理品をA、成形後洗浄品をBとする。）		
成形時の金型温度	280℃	250℃	200℃
測定装置	日本電子製 JPS-9010  JEOL 日本電子株式会社		

表 2-2 NMR 試験条件表

試料	水戸精工にて試作プレートを成形後に 10mm×30mm×2mmにカット。	
試験条件	試料を 20ml の溶媒に浸漬し加熱。 加熱時間は 2 日、4 日、6 日とする。 規定時間に浸漬液を全サンプリング後、エーテル抽出を行い、減圧濃縮後 chloroform- d に溶解、F-NMR で測定を行う。	
加熱温度	水 10%食塩水 エタノール イソプロパノール アセトン	80℃ 80℃ 78℃ 78℃ 56℃
測定装置	F-NMR(フッ素磁気共鳴装置 400MHz)	

試験結果

XPS測定の結果として、成形環境下の影響で成形直後の製品表面にコンタミネーションの発生を確認したが、すべてのサンプルにおいてコンタミネーションのレベルは通常成形時のレベルと同等で洗浄により除去可能であると判断できる（図2-5）。

洗浄工程後の製品において炭素、酸素の数値が高く、手脂と推測されるコンタミネーションが発生している試料もあるが（表2-3 200A 200B 比較）、現在の川下顧客との洗浄手順協定においての洗浄を行った結果であるため、製品としての性能は問題ないと判断できる。

尚、半導体の製造装置部品には厳禁とされる金属成分や金型金属組成元素による汚染の発生は表2-3 図2-5の結果からないと判断できる。図2-6に示すとおり、NMR測定の結果としてすべての測定条件においてフッ素化合物はまったく検出されなかった。よって、複合流動射出成形システムにおける成形温度の条件設定においてフッ素樹脂が熱分解された生成物が不検出であるので、フッ素樹脂の分解はないと判断できる。

XPS測定とNMR両試験の結果から、成形品表面の溶出物の発生状況、分解状況については川下顧客の出荷基準を十分に満たしていると判断できる。

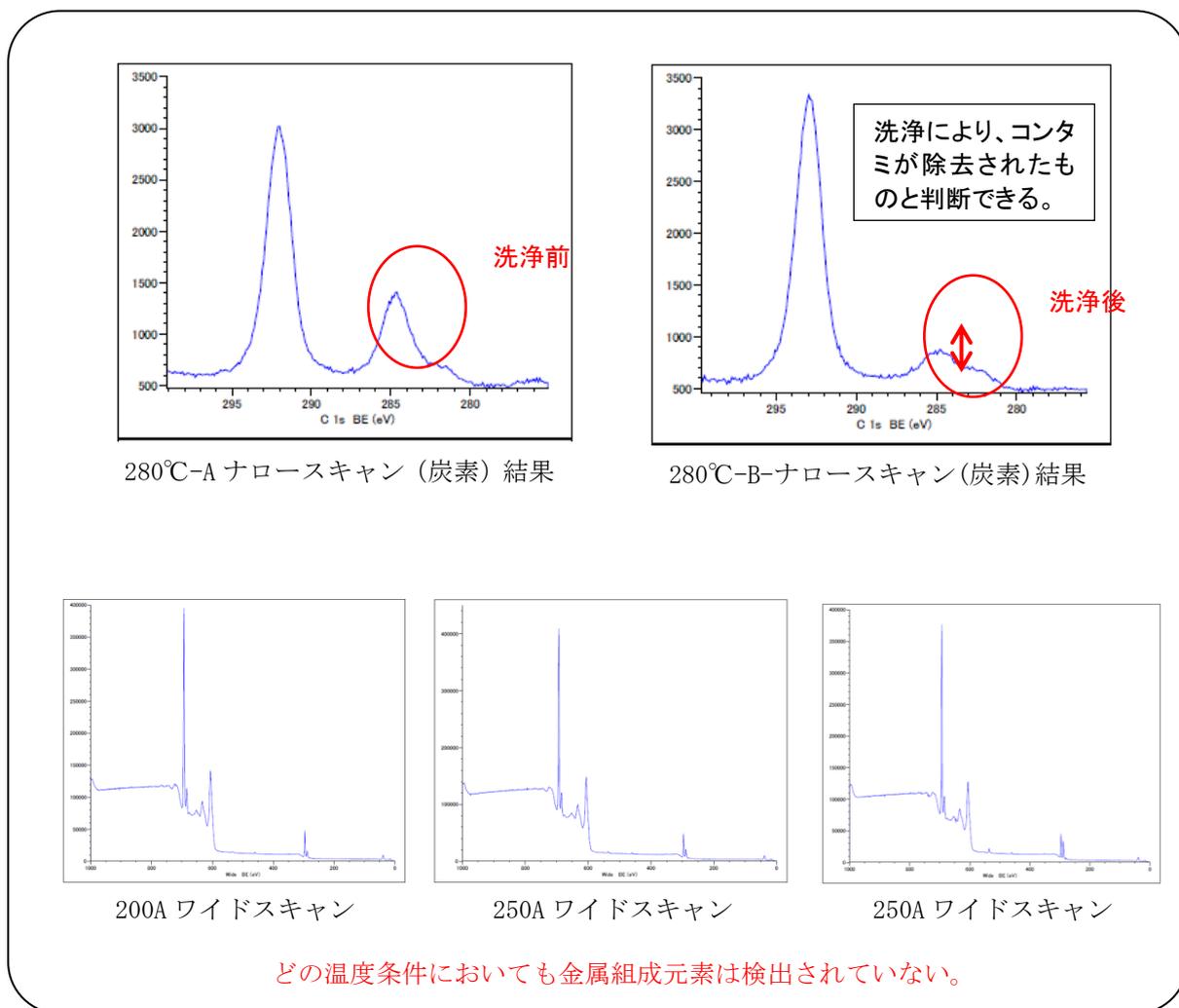


図2-5 XPS試験結果

表 2-3 X P S 試験結果

金型温度 記号	温度 洗浄	C1s	F1s	O1s	コメント
280A	成形直後	41.6	57.1	1.3	表面コンタミあり(有機物)
280B	洗浄後	33.1	66.1	0.8	表面コンタミが除去されている
250A	成形直後	33.8	65.2	1	洗浄前後の差異は認められない
250B	洗浄後	32.7	66.9	0.4	
200A	成形直後	31.8	67.8	0.4	洗浄前後の差異は認められない
200B	洗浄後	35.8	63.4	0.7	洗浄でかえってコンタミが発生

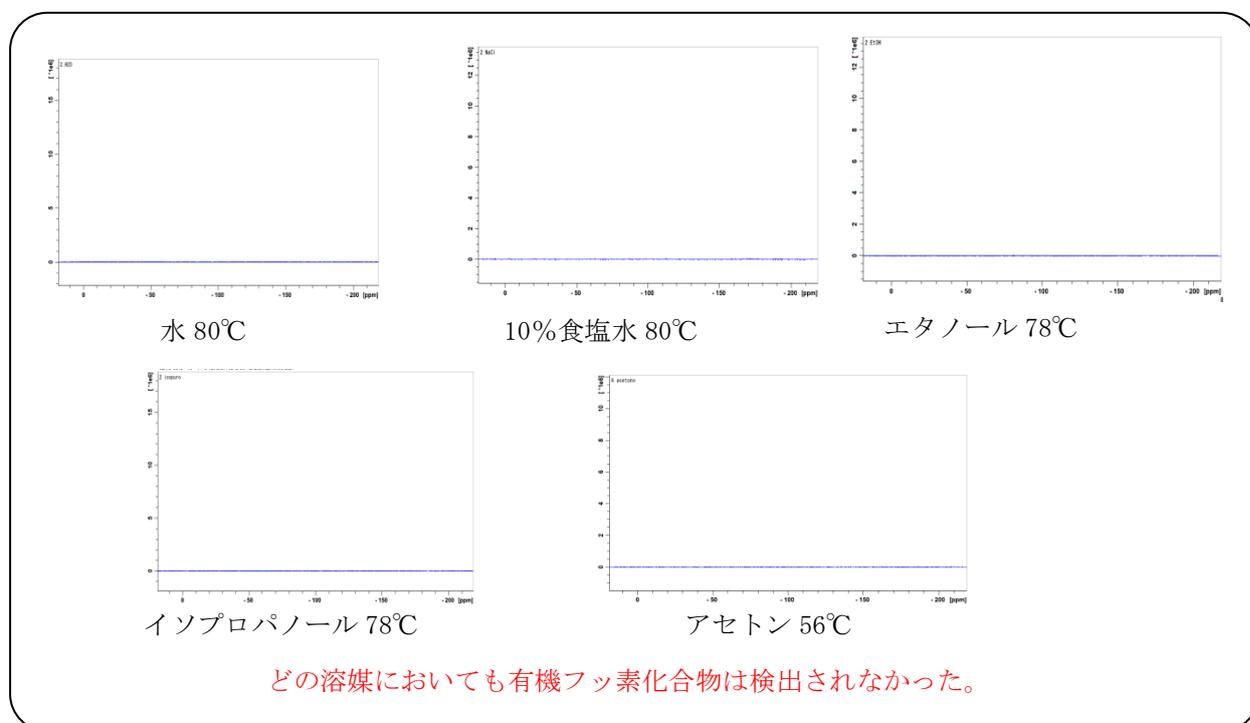


図 2-6 NMR 試験結果

(2). 強度確認試験

試験の目的

複合流動制御射出成形システムの様々な成形条件によって成形された製品に物性の変化が起こっていない事を確認するための確認のため、ダンベル型の試験片（通常、回り込みウエルド、対向ウエルド）を作成し引張強度試験を実施した。また具体的製品形状を複合流動成形にて作成しインストロン万能試験による破壊試験も行っている。

試験結果

金型温度と板厚による違い

板厚 1.5mm の試験片の塑性域での強度はバラツキが大きいですが、2mm の試験片ではばらつきはあまり見られない傾向にある。塑性域での強度は板厚が厚い方が高い傾向にある。また、板厚が同じ場合では、金型温度が高いと塑性域での強度が微増する傾向にある。実際に製品として使用する弾性域における強度（上降伏点応力）は、全体平均で 14.03[MPa]（標準偏差 0.31）程度を示しており、市販品と遜色のない結果を得る事ができた。型温と射出速度についても確認を行ったが同等の成果を得た。またウエルドを意図的に発生した状況でもウエルドラインから破断はするものの、市販される素材以上の強度を得る事が出来た。（図 2-7）。

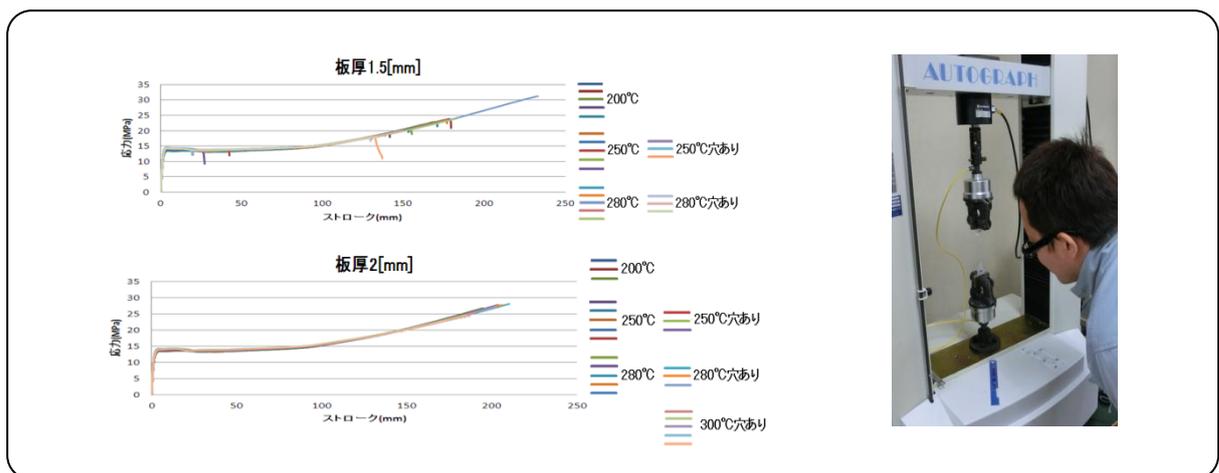


図 2-7 引張強度試験

破壊試験の結果を図 2-8 に示す。破壊試験に使用した試験片は、平成 23 年度の開発事業で製作したエルボ金型（具体的製品形状）を用いて行った。

試験片の成形条件は、射出速度 2 種(8, 10mm/s)、金型温度 3 種 200°C, 250°C, 280°C) の組合わせの 6 パターン、サンプル数は 3 とした。圧縮試験には、インストロン万能試験機（株）インストロン社製 55R1125 型）を用いた。圧縮速度は 5mm/min に設定し、試験片が潰れて内側の壁面同士が接触するまで（約 25mm 程度の圧縮量）圧縮した。その試験の結果を図 2-9 に示す。グラフの横軸は圧縮量、縦軸は荷重である。グラフ右下の枠内の数字は、便宜的なサンプル番号（サンプル数は 3）である。図のマトリクスは、横軸に金型温度（金型温調装置のオイルの温度）、縦軸に射出速度をとり、試験結果のグラフをまとめたものである。

グラフは、始めの立ち上がりから直線的な部分が弾性変形の領域、その次の少なだらかな部分が塑性変形の領域である。圧縮量 20mm 付近から急に傾きが大きくなる部分は、成形品の内側の壁面が接触し始めている部分である。このまま圧縮を続けると、完全に接触して一気に荷重が増加してしまうため、今回の試験は

図 2-8 (右下) のような状態になったところまでとした。

グラフを見ると、金型温度と射出速度の6つの組合せの場合においても、3つのサンプルの試験結果はほぼ一致している。このことから、成形品のバラツキは非常に小さいと考えられる。



図 2-8 圧縮破壊試験

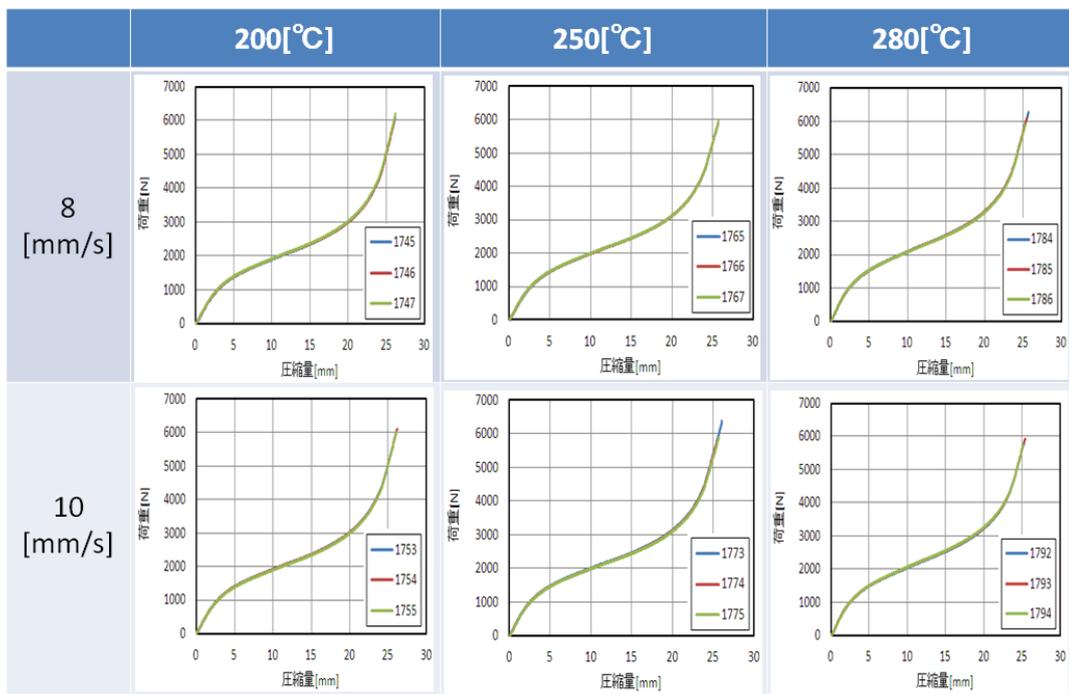


図 2-9 圧縮破壊試験結果

2-3. 複合流動成形実験のノウハウ

(1). 多段成形試験

試験目的

様々な成形実験を通して、金型温度が同じ設定であれば、射出速度が遅い程、メルトフラクチャーの発生が少ないが、形状によりショートショット(樹脂未充填)が発生する。射出速度を上げれば樹脂を完全に充填する事が出来るが、メルトフラクチャーが発生するという、射出条件設定としては逆相関が起きる事が分かった。合わせてゲート径の大きさが、メルトフラクチャーの発生抑止やショートショットの防止に影響を与える事も分かった。(表 2-4)

そこで、ゲート付近を過ぎるところまで射出速度が低い状態で樹脂を流し、ゲート付近を過ぎた所で射出速度を上げて一気に樹脂充填を完了させる、多段成形実験を行う事でメルトフラクチャーの発生を防止する。その概要を図 2-10 に示す。

試験結果

多段成形を行った結果、表面精度が非常に高い成形品を作る事が出来た。複合流動射出成形システムに置いて、多段成形は非常に有用な手法である事がこの実験を通して確認する事ができた。

表 2-4 T字継手の成形不具合相関表

射出速度	メルトフラクチャー	ショートショット	ゲート拡大
速い	発生=大	発生しない	有用
遅い	発生=少	発生	有用

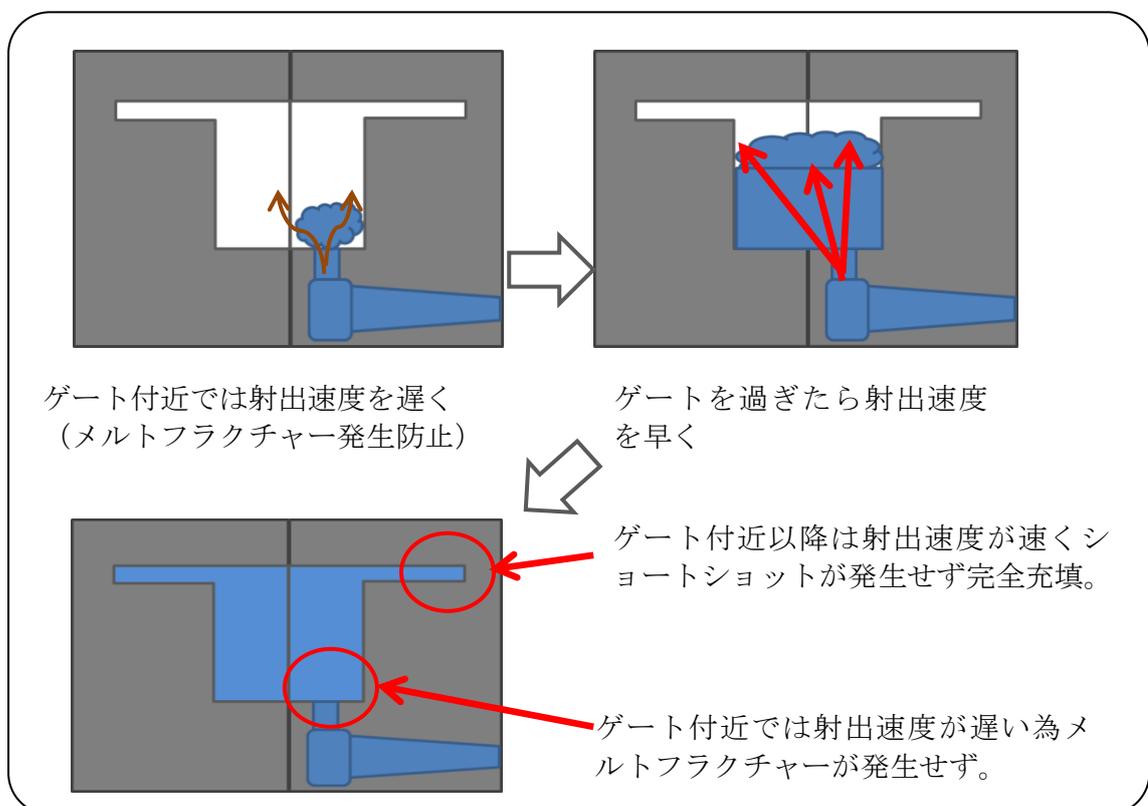


図 2-10 多段成形の概要

2-4. 複合流動射出成形システムの異材適用試験

(1). PEEK 樹脂成型用特殊シリンダー、スクリーウの開発

開発の目的

PEEK 材はこれまで成形を行ってきたフッ素樹脂とは樹脂流動性や粘性、また成形時に発生するガスの種類も異なる。その為、PEEK 樹脂専用のシリンダー、スクリーウが必要となる。そこでこれらの製作ノウハウを多くもつ株式会社日本製鋼所と共同で PEEK 樹脂成型用特殊シリンダー、スクリーウの開発製作を行った。

開発の概要

開発したスクリーウ径は充填量を考慮し 32φとした。またガス焼け防止の為に樹脂温度を下げた状態（粘性の高い状態）でも負荷の掛かりにくいスクリーウ形状を採用している、負荷が掛かりにくい形状を採用する場合、樹脂の混練が弱くなるが、スクリーウ形状を部分的に可変化する事で混練性能を高く保った。

また、シリンダーとスクリーウの素材については、ガラス充填材入り素材や別材（PPS 材）などの顧客要求事項の変化に備えて耐食性能が高いだけでなく耐摩耗の高い合金鋼（KHV）を選定している。

スクリーウヘッドについては、既に開発を行ったフッ素樹脂用のスクリーウヘッドと同様の形状で、樹脂の滞留を極力抑える形状の特殊逆流防止リングを備えた。これは精度維持のために高い保圧力を確保しつつも、樹脂滞留に起因する炭化による異物防止する特殊スクリーウヘッドである。その概要を図 2-11 に示す。



KHV 材で製作した特殊シリンダー、スクリーウは充填材入素材にも対応可能。



樹脂温が低めの状態でも、負荷の掛かりにくいスクリーウ形状を採用している特殊スクリーウ。



樹脂の滞留を極力起こさない様に設計開発された、逆流防止リング。異物防止と高い保圧力を確保した。



開発した逆流防止リングを装備したスクリーウヘッド

図 2-11 PEEK 材用特殊シリンダー、スクリーウの概要

(2). 異材成形実験

実験の目的

PEEK 材は医療分野や自動車などに多用される高機能樹脂である。また PEEK 材もフッ素樹脂同様に樹脂流動性が悪く、射出温度も 370℃～400℃と高温である事や、目的製品の形状の複雑さや精度から 1 ショットによる製品化が難しく、射出成形で大まかな形状を素材ブランクとして製作し素材コストを下げ、精度を要する部分は切削加工による 2 次加工で仕上げを行うハイブリット生産を行っている。しかしながら、PEEK 材によるブランク成形も容易ではなく、ボイドや焼けなどの不具合も多発し、その不具合も切削による 2 次加工後に発見されるために無駄の発生や製品の歩留りが悪くコストダウンの妨げになっている。図 2-12

そこで、本開発による複合流動射出成形システムによる成形方法を PEEK 材にも適用する事で、セル部品に限らず分析機器に多用される PEEK 材の部材の低コスト化と、その形状から成形化が困難であった製品の射出化を進め、コスト低減を担い、川下顧客の国際競争力を増す目的がある。

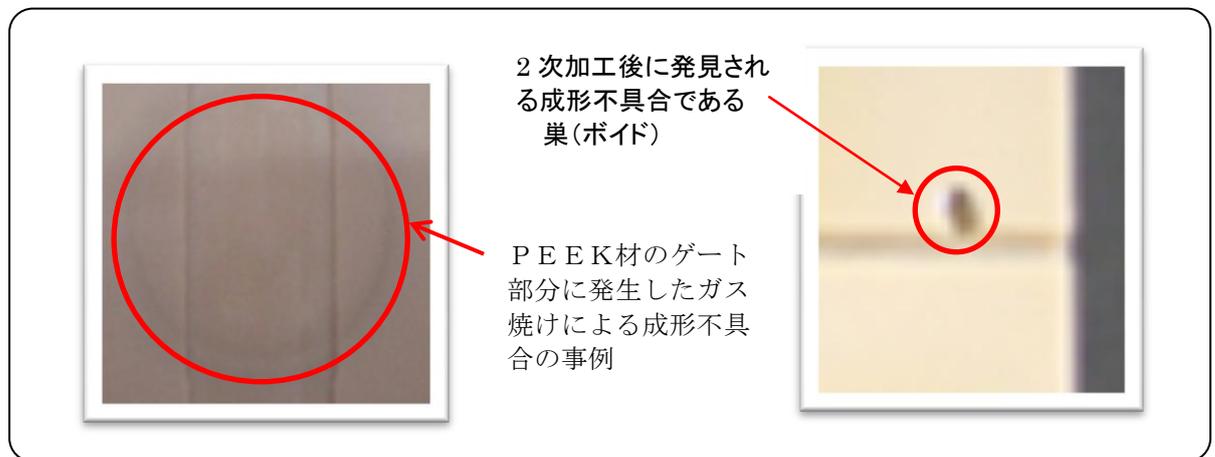


図 2-12 PEEK 成形不具合概要

実験結果

客先製品形状にて金型を作成、複合流動射出成形での製品化を確認した。また図 2-13 に示す通り、ある一定の成形条件にてゲート付近のガス焼けや結晶化度の違いによる色ムラを極力抑える事ができた。また、寸法評価、引張試験においても問題のない結果を得ることが出来た。それらの結果から複合流動射出成形システムでの成形が PEEK 材にも問題なく適用できる事が分かった。



図 2-13 PEEK 異材適用実験

第3章 全体統括

3-1. 複合流動射出成形システムの構築

高速バルブ切替3段方式の温調機、補助プランジャー、真空減圧装置などの特殊開発機構をフッ素樹脂対応特殊成形機と連動させ、複合流動射出成形システムを開発した。また高温状態の機器を安定して運用するために大型のバッファータンクを装備した特殊密閉チラーシステムの開発によって、夏場の炎天下状況でも 300℃→160℃のH&C連続成形を可能とした。

また、フッ素樹脂成形において、三段方式温調システムを使用することによって、約3割のハイサイクル成形が可能となった。※T字継手

保圧プランジャー、真空減圧機構などの金型特殊付加機構が高機能樹脂成形時において一定の効果がある事を確認した。

課題であった、大口径で薄肉部と厚肉部が混在する製品の高精度成形が可能となった。(口径：φ38 先端部肉厚：1mm 真円度公差0.1以内)

3-2. 物性評価

開発した複合流動射出成形システムを使って製作した製品の物性評価を行い、成形後の製品において、物性に変化が発生していない事を確認した。強度面においても実用域で十分な強度を持つ成形が可能になった。

3-3. 異材適用試験

複合流動射出成形システムが異材(PEEK材)に適用するための実験を前提としてPEEK材に適したシリンダー、スクリュー、低滞留形状の逆流防止機構を採用したシリンダーヘッドを開発した。樹脂流動解析を用いてサイドゲート、ダイレクトゲート切替方式の特殊金型を製作し、複合流動射出実験を行った。その結果、ガス焼けなどの成形不具合を極力抑えた高精度成形が可能であることが分かった。

また、本複合流動射出成形システムが異材(PEEK材)にも適用可能であることが分かった。今後、他の機能樹脂への適用化も図って行きたい。

3-4. その他

本事業は、複合流動射出成形システムの構築において、(株)松井製作所、(株)日本製鋼所の技術者をアドバイザーに迎え、適切なアドバイスのもとでのシステム開発を行った。また、各種評価については地元機関である、茨城県工業技術センター、茨城大学の協力の下で事業を適切に進める事が出来た。課題であった流動解析技術については茨城県工業技術センターの指導の下で構築を図った。

また、複合流動成形の異材適用実験時には、医療分野である川下顧客の技術者を交えての実験を行い、半導体川下顧客からはフッ素樹脂の薄肉成形についての高い評価をもらい、次世代継手のサンプル製作の依頼を受けるなど事業化に向けて、川下顧客へのPRも積極的に行った。今後は複合流動成形のサンプル等を各種展示会に出展し、認知度を高めて早期の事業化につなげて行きたい。

以上