



研究報告

基盤技術課 倉橋 直也

テラヘルツイメージングによる樹脂接着層の 温水劣化挙動のin-situ評価

本研究では、ポリプロピレン板をシアノアクリレート系接着剤で接合した試験体について温水浸漬試験を行い、テラヘルツイメージングによって被着材層間に存在する接着剤の温水劣化挙動を非破壊で評価し得るかを検討しました。その結果、接着部に内包される剥離等の欠陥及び加水分解に伴う脱離現象が、透過率をパラメータとすることで非破壊で観察できることが明らかとなり、従来まで難しかった接合下にある接着剤のin-situな評価手法としてテラヘルツイメージングを適用できることが分かりました。本稿では、得られた結果の一部についてご紹介します。

はじめに

テラヘルツ波は0.1～10THzまでの間の周波数を持つ電磁波として定義され、紙やプラスチック、セラミックス等の非電導材料への優れた透過性を有することを特徴としています。近年になり、フェムト秒レーザーを用いた安定的なテラヘルツパルスの発生手法が確立されたことから、ポスト5Gを見据えた同帯域における物性の調査が活発に行われているほか、高分子材料の構造分析手段としての応用やX線に代わる安全な透過検査用の光源など様々な分野や用途において検討が進められています。

本研究ではテラヘルツ波の非電導材料に対して優れた透過性を持つという点に着目し、樹脂材料と接合状態にある接着剤の劣化挙動を評価する手法としても適用できるのではないかと考えました。このことから、接着剤の主な劣化要因となる加水分解を念頭に、接着剤で接合した樹脂板に対して温水浸漬試験を行うことで、意図的に接着剤を劣化させたモデル試験片を作成し、テラヘルツ波の分光分析から得られるテラヘルツイメージングから接合下にある接着剤の劣化挙動を非破壊で評価し得るかを検討しました。

テラヘルツイメージングの方法

テラヘルツイメージングには、テラヘルツ非破壊検査装置(アドバンテスト製TAS7500)の透過測定モードを用いて、0.1～4THzの周波数範囲において、周波数分解能を3.6GHz、積算回数を256回、スキャンピッチをX軸/Y軸0.8mmとして40mm×40mmの範囲を2,500点測定し、各測定点の平均透過率を専用のソフトウェアを用いてカラーマッピングすることで像を得ました。今回の検討では、0～768時間の温水浸漬試験を施したポリプロピレン板及びシアノアクリレート系接着材からなる接合サンプルの接着層の経時変化を観察することで評価を行いました。

テラヘルツイメージングによる接着層の経時変化の観察

温水浸漬を行う前の接合サンプル接着部の各点の透過率を基準として、以降の浸漬時間における同一点の透過率の時間変化をイメージングした結果を下図に示します。

図より、48時間までは透過率に大きな変化は見られませんが、96時間以降から透過率の減少が全領域に展開し始め、さらに192時間を境として透過率の低下が顕著に進行していることが分かります。このことは、温水浸漬に伴う接着剤の劣化挙動が膨潤と分解のプロセスに分かれており、このイメージングによる結果は接着剤の膨潤が一定程度済んだ段階で分解・脱離のプロセスに移行していくことを示唆するものとなっています。このように、透過像だけでは予兆が見られないような場合であっても、その変化を見ることで視覚的に接着剤の劣化挙動を捉え得ることが分かりました。

以上、透過率をパラメータとすることで接着層の分解・脱離のプロセスを捉え得ることが分かりましたが、接着剤の劣化初期の膨潤現象については今回のイメージング条件では捉えることができませんでした。例えば、テラヘルツパルスの位相などを活用することで可視化できる可能性があります。詳細な条件検討については今後の課題と考えています。

おわりに

本研究では、ポリプロピレンとシアノアクリレート系接着剤を用いた接合試験片に温水浸漬試験を実施し、接着部の劣化挙動をテラヘルツイメージングによって評価し得るかについて検討しました。その結果、接着部に存在する剥離及び気泡などの欠陥や、加水分解の進行に伴う接着剤の分解・脱離プロセスについて、透過率をパラメータとすることによってin-situでの評価ができることが分かりました。本研究の詳細にご興味をお持ちの方は材料評価係までお問い合わせください。

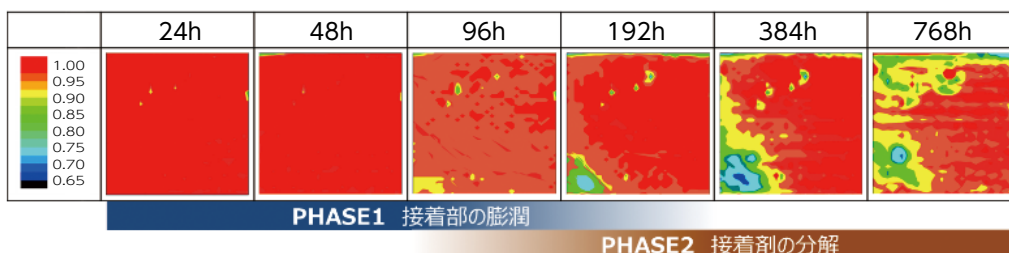


図 温水浸漬時間の経過に伴う接着層の透過率の変化