

# 積層造形用樹脂粉末材料の開発

材料技術課 高松 周一、二口 友昭\*

## 1. 緒言

粉末焼結タイプの3Dプリンターは、樹脂粉末にレーザーを照射・焼結させ、樹脂を積層造形していくが、主にポリアミド (PA12) やポリスチレン (PS) に限られている。特に、PA12粉末は高価なことから、模型や消失金型などを作製するに留まっているのが現状である。

このため、本研究では、3Dプリンター用に使用可能な、低価格また高機能（高熱伝導性フィラーを添加したもの等）で、製品目的に応じた種々の特性の樹脂粉末の液体窒素を用いた凍結粉砕法での製造可能性について検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 樹脂

東レ株式会社製ナイロン樹脂 (PA6) アミラン標準グレードを使用した。

### 2.1 凍結粉砕

凍結粉砕は、株式会社奈良機械製作所製サンプルミルSAMを使用し、回転速度：16,000rpmで行った。

ペレットを液体窒素中で十分に冷却し、事前に液体窒素で冷却しておいた装置へ液体窒素とともに投入し、凍結粉砕を繰り返し行った。

### 2.2 球形化処理

凍結粉砕した樹脂粉末は脆性破壊されているため、その形状を球形化する必要がある。

球形化処理は、株式会社奈良機械製作所製ハイブリダイゼーションシステムNHS-1-2Lを用い、仕込み量：200g、回転速度：8,000rpm、処理時間：180秒で行った。

### 2.3 各種測定

ペレット、凍結粉砕樹脂粉末、球形化処理樹脂粉末について、各種測定を行った。

粒度分布：スペクトリス株式会社マルバーン事業部製マスターサイザー3000を用い、湿式分散（分散媒：水）にて測定を行った。

熱分析：理学電気株式会社製 ThermoPlus2 DSC 8230 を用い、昇温速度：10°C/min、窒素流量：200mL/minで行った。

赤外分光分析：日本分光株式会社製 FT/IR-680plus を用い、DuraScope を使用して ATR 測定を行った。

SEM 観察：日立製作所製 S-3400N を用い、加速電圧 1kV で観察を行った。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 凍結粉砕

図1に、凍結粉砕を3回繰り返したPA6粉末の粒度分布測定結果を示す。平均粒径 (Dv(50)) は 239  $\mu\text{m}$ 、粒径 50  $\mu\text{m}$  および 100  $\mu\text{m}$  までの累積は、各々、9%および21%であった。

なお、3回目以降の処理では平均粒径に変化がなく、部分的な表面粉砕が起こっているのみと推察される。

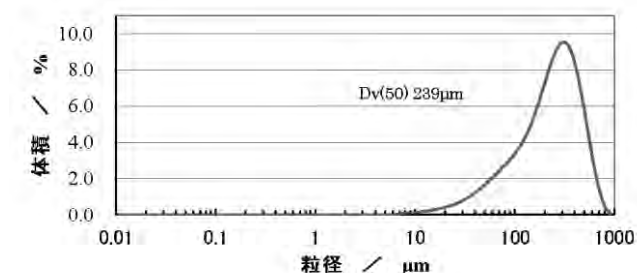


図1 凍結粉砕 PA6 粉末の粒度分布

### 3.2 球形化処理

球形化処理は、冷却下で処理を行っているとはいえ、その処理過程～メカノケミカル～での衝撃熱による変質・酸化の可能性を否定できない。そこで、球形化処理による樹脂粉末の変質・劣化・酸化の有無を確認するため、DSC 測定および赤外分光分析を行った。

図2および3に、PA6 ペレットおよび凍結粉砕 PA6 粉末 (球形化処理) の DSC 曲線および赤外吸収スペクトルを示す。

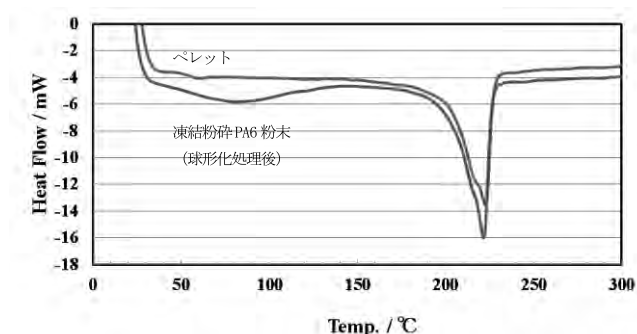


図2 PA6 ペレットおよび凍結粉砕 PA6 粉末 (球形化処理) の DSC

DSC 測定においては、ペレットに 50°C 付近のガラス転移温度と推測されるベースラインシフト、凍結粉砕 PA6 粉末 (球形化処理後) に粉末であることによる測定開始直後から 150°C 付近までのベースラインの歪みが出現し

\*現 ものづくり研究開発センター

ているが、ピークトップ温度 (ca. 222℃)、融解熱量 (ca. 84J/g) に大きな相違は認められなかった。

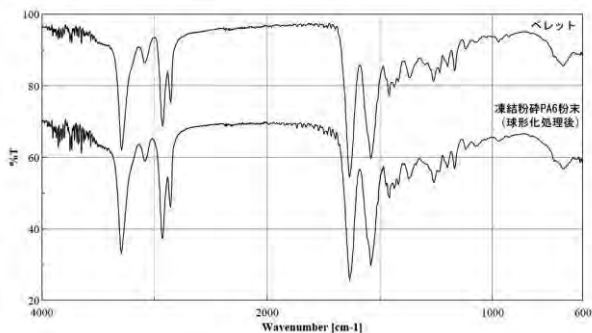


図3 PA6ペレットおよび凍結粉砕PA6粉末 (球形化処理) の赤外吸収スペクトル

赤外分光分析では、一般的に酸化に起因すると言われる  $1,700\sim 1,750\text{cm}^{-1}$  に吸収が認められない～ノイズに隠れている可能性あり～こと、また、 $1,500\sim 1,000\text{cm}^{-1}$  付近の微細な吸収にも相違がないことから、球形化処理による変質・劣化・酸化はないものと推測される。

ただし、熱分析、赤外分光分析で検出できない程度の、粉末極表面の変質・劣化・酸化は否定できない。

図4に、凍結粉砕および球形化処理後のPA6粉末のSEM像を示す。

凍結粉砕されたものは脆性破壊された形状を示している一方、ハイブリダイゼーションシステムにより球形化処理されたものは、ローターブレードからの衝撃力、粉末同士の衝突による球形化処理が十分に機能していることが認められた。

#### 4. まとめ

樹脂の凍結粉砕による積層造形用樹脂粉末の調製に関しては、凍結粉砕・球形化処理・ $100\mu\text{m}$  以下の篩上げを繰り返すことである程度可能と考えられるが、厳しいものと言える。

今後は、凍結粉砕法の検討を行うとともに、樹脂粉末

の表面改質・複合化を並行し、様々な成形法の試行とレーザー照射による焼結の可能性について検討していきたい。

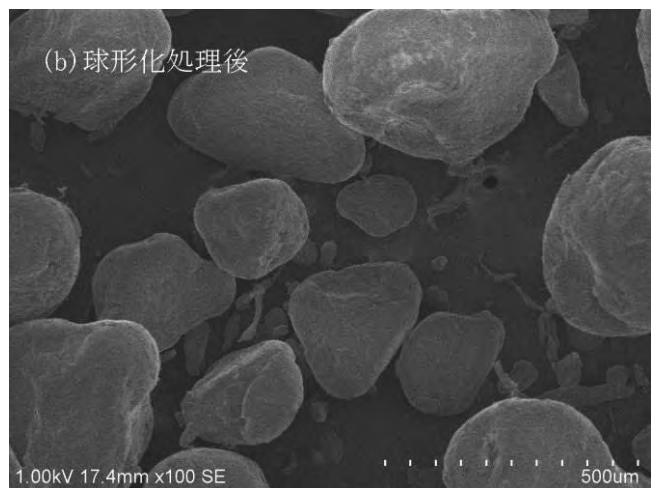
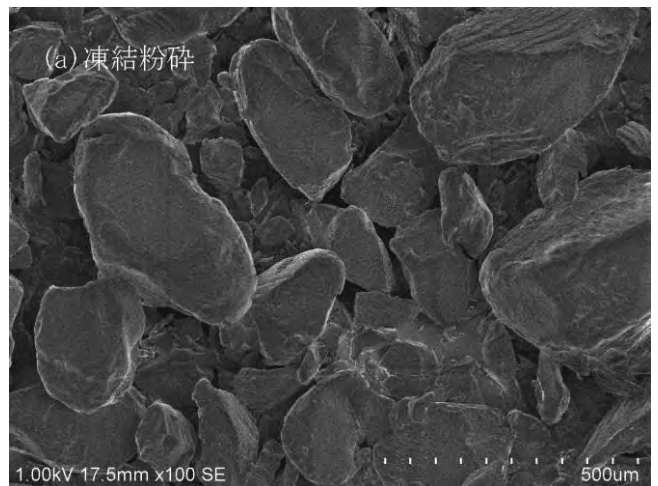


図4 凍結粉砕および球形化処理後のPA6粉末のSEM像

#### 謝辞

終わりに、本研究推進にあたり数多くご助言を頂いた、株式会社奈良機械製作所 プロジェクトチームアルファの各位に深く感謝致します。

キーワード：積層造形、樹脂粉末、凍結粉砕、球形化

Development of Resin Powder for Additive Manufacturing

Shuichi TAKAMATSU, Tomoaki FUTAKUCHI

In order to investigate the possibility of resin powder production, it was carried out freeze grinding method and sphere packing treatment to Nylon-6 pellet. As a result, it was obtained Nylon-6 powder with an average particle diameter of  $239\mu\text{m}$ . It was also noted that sphere packing treatment is functioning sufficiently.