

高機能樹脂粉末材料の開発Ⅱ

材料技術課 高松周一^{*1}、住岡淳司、石黒智明

ものづくり研究開発センター 氷見清和

1. 緒言

ハイブリダイゼーションシステムは、乾式・高速気流中で粉末表面にメカノケミカル効果を発現させ、複合化、成膜化等の粒子設計を可能とするシステムである¹⁾。

本研究では、このハイブリダイゼーションシステムを応用し、樹脂粉末とグラファイトを複合化した樹脂粉末をレーザ焼結法で成形し、得られた成形体の導電性等の向上効果とその要因解明を目的とした。

2. 実験方法

2.1 試料

母粒子には、積層造形用樹脂粉末として上市されているナイロン12（以下、PA12）粉末を使用し、子粒子としてグラファイト（伊藤黒鉛工業株式会社製 EC1500）を使用した。なお、PA12 粉末の平均粒径は約 50 μ m、グラファイトは約 7 μ m である。

2.2 ハイブリダイゼーション（複合化）処理

複合化処理は、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 100g、回転速度 8,000rpm、処理時間 180 秒で行った。

まず、PA12 粉末 100g に対し重量比で 0.5wt% の EC1500 を添加後、攪拌・混合し、装置へ投入し複合化処理を行い、グラファイト被覆 PA12 複合材料を得た。

なお、成形体（積層体）内部での子粒子成分の分布状態確認を容易にするため、子粒子に酸化鉄（Fe₂O₃）を選択し、簡易的に振動ミルを使用し複合材料を調製した。

2.3 複合材料成形

3D プリンティングを想定したレーザ焼結法、成形法として代表的な熱プレス法で成形を行った。

レーザ焼結法：波長 445nm の市販半導体レーザ加工機（図 1）を使用し、出力 1.6W、スキャン速度 300mm/sec、スキャン間隔 200 μ m、積層厚 100 μ m で行った。

熱プレス法：複合材料約 0.5g を直径 20mm の金型へ投入し、170℃に保たれた熱プレス機で、15MPa の圧力で成形した。

2.4 表面抵抗率測定

各成形品の表面抵抗率は、三菱化学社製ハイレスタ-UP を用い、所定の電圧を 30 秒間印加し測定した。

2.5 電子顕微鏡観察

日立製作所製 S-3400N を用い、加速電圧 15kV で観察を行った。

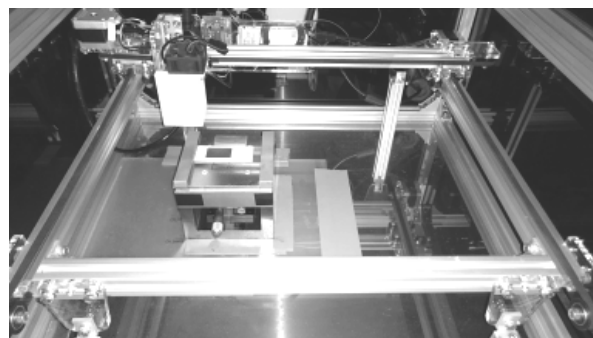


図 1 半導体レーザ加工機

3. 実験結果および考察

3.1 複合材料成形

図 2 に、グラファイト被覆 PA12 複合材料のレーザ焼結法による成形品（積層体）を示す

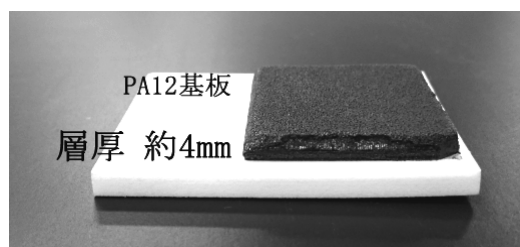


図 2 複合材料積層体

レーザ焼結法については、積層体を得るまでスキャン速度、スキャン間隔を変え、積層体が得られる焼結条件を設定した。

その結果、レーザスキャン方向を直行させる方向で積層していったところ、約 40 層の積層体を得られた。図ではグラファイト複合材料についてのみ示すが、Fe₂O₃ 複合材料についても、良好な積層体が得られている。

なお、積層基板を PA12 基板にしたことで、基板と 1 層目の接着性が向上し積層体の剥離が起こりにくくなり、積層体を得られやすくなっている。

一方、その反面、積層が進むにしたがって、熱収縮が原因と考えられる積層体の湾曲が発生し、図からは判別しにくい基板の湾曲まで発生したこと、また、接着性が向上したことから、基板から積層体を分離する際に積層体の一部破壊が起こってしまう結果となった。これらについては、更なる積層条件の検討等、今後の検討課題である。

グラファイト、Fe₂O₃ 複合材料積層体および熱プレス品の表面抵抗率を測定したところ、10⁹ Ω /□、10¹² Ω /□、10¹⁵ Ω /□

^{*1} 現 加工技術課

のオーダーであり、グラファイト複合材料のレーザ焼結法において導電性の向上が認められた。 Fe_2O_3 複合材料については、金属酸化物のため著しい導電性の向上は認められなかったが、他の機能性（例えば、熱伝導率等）向上に期待している。

レーザ焼結積層体の導電性向上の要因は、積層体中のグラファイト相が樹脂相に三次元網目状に連結・分散する、ポリマーアロイのそれと類似している「共連続構造」を形成しているためと推察される。

積層体中のグラファイト分散状態を確認するため、厚さ方向断面の薄切片を調製し、光学顕微鏡観察を行った。

図 2 に、グラファイト複合材料積層体の内部から調製した、薄切片（厚さ約 $20\mu\text{m}$ ）の光学顕微鏡写真を示す。

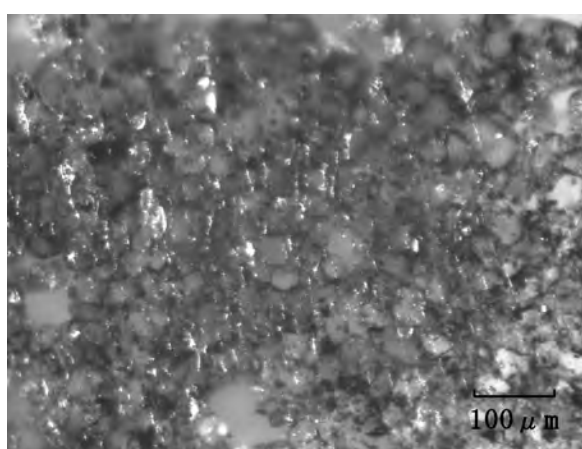


図 3 積層体内部の光学顕微鏡写真

薄切片を得る際にカールするため、明瞭な光学顕微鏡写真は得られなかったが、積層体中の PA12 樹脂粉末を被覆するグラファイトの連続相が確認された。このグラファイトの連続相が導電性向上の大きな要因となっていると推測できる。

図 4 には、 Fe_2O_3 複合材料積層体の SEM 写真および元素マッピング像を示す。

こちらにも積層体中の PA12 樹脂粉末の周囲に鉄が分散して存在していることから、今回は PA12 基板から剥離

の際に積層体を破壊してしまったため測定できていないが、熱伝導性向上の大きな要因となることが推測できる。

4. まとめ

積層体内部に PA12 樹脂粉末を被覆するように、グラファイトの連続相が確認でき、この連続相が導電性向上の要因となっていることが確認できた。

今後は、更なる積層体内部での子粒子成分の分布状態と物性向上の要因解明が重要な課題である。

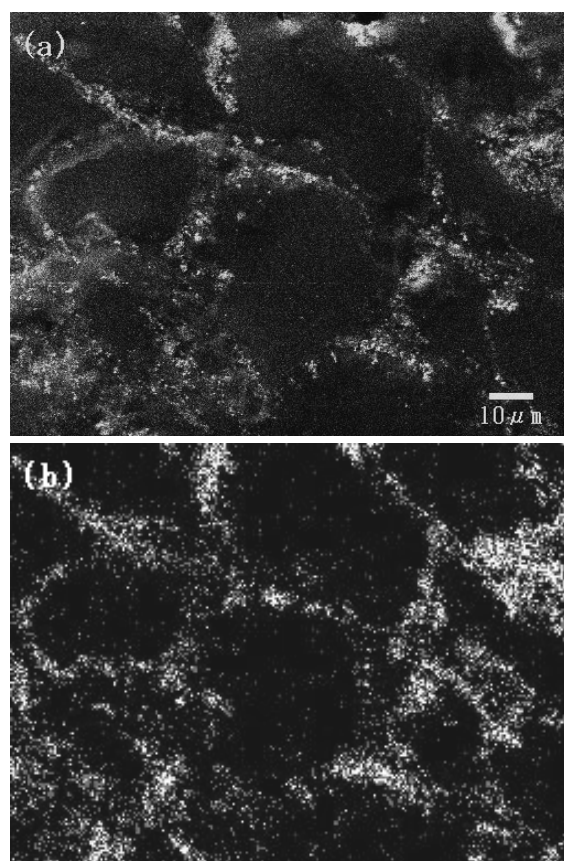


図 4 Fe_2O_3 複合樹脂粉末積層体の断面観察
(a)SEM 組成像 (b)Fe マッピング

参考文献

- 1)小野憲次編著：実用表面改質技術総覧、材料技術研究協会、812-817(1993)

キーワード：積層造形、樹脂粉末、複合化、

Development of High-Performance Resin Powder II

Shuichi TAKAMATSU, Junji SUMIOKA, Tomoaki ISHIKURO, Kiyokazu HIMI

In order to analyze a factor of the functional improvement, it was observed the distribution of graphite and Fe_2O_3 in the laser sintering laminate. As a result, it was confirmed the continuous phase of the graphite in the laser sintering laminate. Also, it was show that a factor of conductive improvement.