

リン酸三カルシウム/ポリ乳酸複合材料の溶融粘度に及ぼす界面処理量の影響

Effect of Interfacial Treatment Amount on Melt Viscosity of Tricalcium Phosphate/ Poly (lactic acid) Composites

丸島 友寛¹⁾

指導教員 坂口 雅人²⁾

- 1) サレジオ工業高等専門学校 機械電子工学科 複合材料構造研究室
2) 岐阜大学 工学部 機械工学科 (元 サレジオ工業高等専門学校 機械電子工学科)

キーワード：熱溶解積層型 3D プリンター，造形時間，界面処理，メルトマスフローレイト (MFR)，溶融粘度

1. 緒言

リン酸三カルシウム(TCP) /ポリ乳酸(PLA)複合材料は生体吸収性骨折固定用材料として注目されている。しかし、TCP/PLA 複合材料は強度が低いために、界面処理による強度の改善が試みられている[1]。

熱溶解積層型 3D プリンターは、熱可塑性樹脂をノズルの先端から押し出し、積層することで立体物を製作する事ができる装置である。また、構造がシンプルであるため価格が安価であることや材料の歩留りが良いメリットがある[2]。一方、3D プリンターのデメリットとして造形時間が長い点が挙げられる。清水らは、造形条件の最適化による造形速度の改善を試みた[3]。一方で、造形速度を向上するためにはノズルからの樹脂の吐出速度を増加させる必要がある。しかし、単純に吐出速度を増加させると吐出後の樹脂の挙動が不安定となると考えられる。そこで、本研究ではノズル内部における溶融樹脂の流動特性を明らかにすることを目的とする。基本的な調査として樹脂の MFR や粘度の調査を行った。

2. 実験方法

2. 1 試験片の準備

本実験では、「HISUN 製 REVODE 101」と「富士フィルム和光純薬株式会社 032-10855」を使用

した。また TCP/PLA は TCP の表面をステアリン酸(Sa)「Tomos Candle Craft PST-560」を用いて界面処理をした。界面処理では、Sa 及び TCP50g を無水エタノールに加え、60℃で湯煎しながらロータリーエバポレータで 3 時間攪拌した。なお、Sa 量は、0 phc，6 phc，24 phc とした。本研究では TCP100g 当たりにおける結合剤の質量を Per Hundred Ceramics (phc)と定義した。その後、PLA と 30mass/% の界面処理 TCP をドライブレンドし、一軸混練押出機により、先端温度並びに中央温度 200℃、ホッパー温度 145℃、回転速度 100 rpm で熱混練した。

2. 2 MFR 測定

MFR 測定は自作の小型簡易 MFR 試験機を使用して行った。

シリンダ内部に材料を入れ、試験機を約 181℃に加熱した後、重りを用いて約 16.8kPa の圧力 Δp を加えた。その後、容器の底の開口部から基準時間ごとに押し出された樹脂の質量 m を電子天秤で測定し、(1)式に代入して MFR を求めた。

なお、 t は 10 秒または 15 秒とした。

$$\text{MFR} [\text{g}/10\text{min}] = \frac{600m}{t} \cdots (1)$$

さらに MFR から流量 Q を求め、ハーゲン・ポアズイユの式を用いて溶融粘度 μ を求めた。ここで、

ダイの厚さ l と内径 d はそれぞれ 5 mm, 0.25 mm とした.

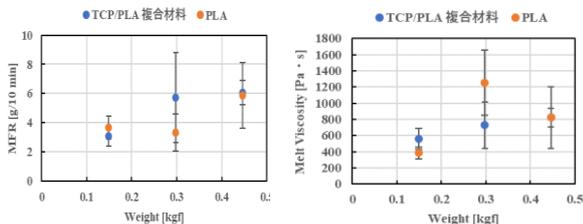
$$\Delta p = \frac{128\mu l Q_v}{\pi d^4} \dots (\text{ハーゲン・ポアズイユの式})$$

$$\therefore \mu [\text{Pa} \cdot \text{s}] = \frac{\Delta P \times \pi d^4}{128l Q_v} \dots (2)$$

3. 結果

3.1 荷重の比較

ハーゲン・ポアズイユの式はニュートン流体を前提としている. そこで, 溶融樹脂がニュートン流体であるか確認するため, 荷重を変化させて MFR 測定と粘度の算出を行った. 図 1 に荷重ごとの TCP/PLA 及び PLA における MFR の測定結果と溶融粘度を示す. 図 1 より, TCP/PLA 及び PLA では MFR と溶融粘度が増加した. 荷重の増加に伴い, 溶融樹脂が増加していることから, 非ニュートン流体であると考えられる. このため, 以下の溶融粘度の比較は, 荷重を一定として測定し, 定性的な比較を行った.



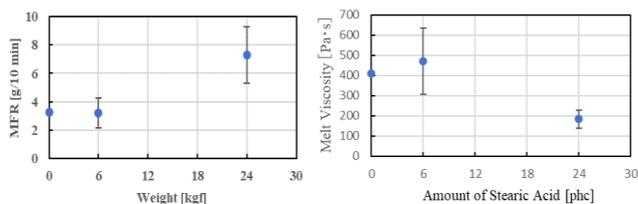
(1) MFR

(2) 溶融粘度

図 1 TCP/PLA 複合材料並びに PLA の MFR 及び溶融樹脂における荷重の比較

3.2 ステアリン酸量の比較

図 2 に界面処理量ごとの TCP/PLA における MFR の測定結果と溶融粘度を示す. MFR は数値が大きいほど樹脂の流動性が高いことを示す. 図 2 より, 24 phc では MFR が増加し, 溶融粘度が減少した. 0 phc や 6 phc と比較して MFR が増加した要因は, ステアリン酸増加により TCP の付着力が減少したからであると考えられる. ステアリン酸の増加に伴い, 溶融粘度が減少し MFR が増加していることから樹脂の押出量が増加することが分かる. これにより造形時間の改善が見込まれる.



(1) MFR

(2) 溶融粘度

図 2 TCP/PLA 複合材料の MFR 及び溶融樹脂におけるステアリン酸量の比較.

4. 結言

本研究では実験の前提条件を確認するために荷重を変化させて MFR 測定を行った. この結果, 溶融樹脂は非ニュートン流体であることが示唆された. これにより溶融粘度は荷重を一定として MFR 測定の定性比較によって行った. 次に, ステアリン酸の増加による TCP/PLA 複合材料の MFR を調査した. この結果, ステアリン酸量とともに MFR の増加と溶融粘度の減少が示された. これより, ステアリン酸の増加により造形時間の改善が期待できることが示唆された.

5. 参考文献

- [1] 長尾梨沙, 小林訓史, “L-乳酸により界面処理した β 型リン酸三カルシウム/ポリ L 乳酸複合材料の力学的特性”, 日本機械学会第 18 回機械材料・材料加工技術講演会(M&P2010)CD-ROM 論文集, No.10-29, (2010),
- [2] 岡根利光, “3D プリンター?”, 鑄造工学, Vol.86, No.9, (2014), PP.754-755.
- [3] 清水章光, 檜原弘之, 是澤宏之, “デルタ型 3D プリンタの高速度領域における成形条件のパラメータ設計”, 2016 年度精密工学会春季大会 学術講演会講演論文集, No.G79, (2016), PP.557-558.