

 MLF Experimental Report	提出日(Date of Report) 2017年8月30日
課題番号(Project No.) 2016M0013 実験課題名(Title of experiment) 中性子小角散乱を用いた金属分散体のコーティング樹脂の解析 (トライアルコース) 実験責任者名(Name of principal investigator) 大本正幸 所属(Affiliation) セイコーエプソン株式会社	装置責任者(Name of responsible person) 石垣徹 装置名(Name of Instrument : BL No.) iMATERIA (BL20) 実施日(Date of Experiment) 2017年3月18日

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

<p>1. 実験目的(Objectives of experiment)</p> <p>金属粉体は、主に粉末冶金の原料として使用されており、自動車や医療、エレクトロニクス、情報機器など日常生活には欠かせない製品に使用されている。近年、情報機器、電子機器、医療機器をはじめとする製品の小型化・高性能化によって、部品の高精度化・複雑形状化の流れがますます急速になってきている。当社では、小型化・高性能化を実現するために金属粉体とバインダーとを混練し、射出成型するメタルインジェクション法を用いた製品の開発を行っている。メタルインジェクション法は複雑形状や小型化に強い手法として知られているが今後、さらなる高精度化・複雑形状化の流れが進むにつれて対応しきれなくなることが懸念される。金属粉末を用いた成形方法に自由度を持たせるために、インクジェット法等のプロセスの開発が期待され、実現には金属粉体をスラリー化した溶液を用いる事が必要である。</p> <p>金属粉体は単体では溶液内にて金属粉体同士が凝集・沈降してしまう。凝集・沈降を抑制して均一に分散させる手法の一つとして、金属粉体を樹脂等でコーティングし、粒子の見かけの密度を小さくする方法が一般的である。しかしながら、肝になるはずのコーティングに関し、溶媒中で樹脂成分が金属粉体をどのようにコーティングをしているのか及びその均一性は分かっていない。溶媒中での樹脂成分による金属粉体のコーティング状態を知ることは金属粉体の分散性を向上させる施策を検討して行くために重要となっている。</p>
--

<p>2. 試料及び実験方法 Sample(s), chemical compositions and experimental procedure</p> <p>2.1 試料 (sample(s))</p> <p>異なる材料メーカーから購入したAl粉末(粒径 数100nm)を有機溶剤内に数wt%溶かしたもの、分散性の向上を目的として、Al粉末にコーティング樹脂を塗布したもの、そのコーティング樹脂量の違うもの、この3水準をサンプル水準として測定に供した。</p> <p>2.2 実験方法(Experimental procedure)</p> <p>BL20 (iMATERIA)にて中性子小角散乱 (SANS) 測定を行った。試料セルにはAlウィンドウを持つ専用セルを用いAl粉末分散液を注入した後にオートサンプルチェンジャーを利用して室温で測定を実施した。</p>

3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

本研究では、Al 粉末のメーカー及びコーティング樹脂量の違いにより、溶材中での該コーティング材料の状態を評価する事を目的とした。

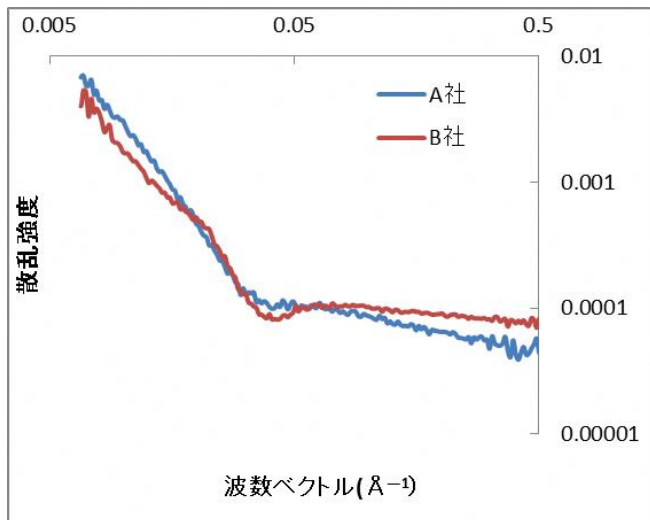


図1 Al 粉末材料メーカー違い小角散乱スペクトル

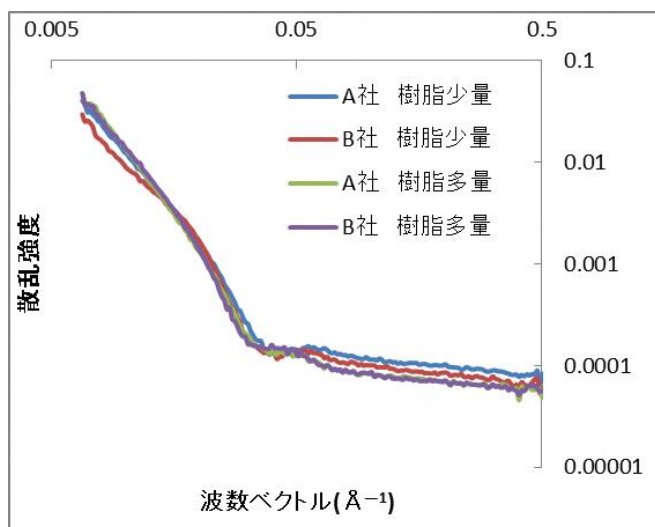


図2 Al 粉末メーカー及びコーティング樹脂量違い小角散乱スペクトル

図1に異なる材料メーカーのAl粉末について得られた小角散乱スペクトルを示す。溶剤からの影響を差し引くため、Al粉末を溶かす前の有機溶剤についても評価を行い、BGとして差し引いて比較を行った。その結果、A社、B社ともに小角方向でピークが増加する傾向が見られた。さらにB社については大よそ $0.015\sim 0.025\text{Å}^{-1}$ の散乱ベクトルの範囲でA社とは異なる散乱ピークを持つ傾向が見られた。事前に行ったSAXS評価においても同様の位置にピークが観測されたこと、及び 0.005Å^{-1} 近傍にAl粉末由来と推測される散乱が計測されたことからB社のAl粉末で検出される散乱ピークはAl粉末自身のピークではなくAl粉末表面に被膜のようなものが存在することによるものと推測された。

図2に異なるメーカーのAl粉末にコーティング樹脂を塗布した試料の散乱スペクトルを示す。コーティング樹脂量を振った結果を比較すると、A社についてはコーティング樹脂量による散乱スペクトルの違いが見られなかったのに対して、B社ではコーティング樹脂量が少量の時に大よそ $0.015\sim 0.025\text{Å}^{-1}$ の散乱ベクトルの範囲で、他の試料とは異なる散乱ピークを持つ傾向が見られた。事前に行ったSAXS評価では大よそ $0.015\sim 0.025\text{Å}^{-1}$ の散乱ベクトルの範囲にて樹脂量による散乱ピークの差異は見られなかった。検出されなかった理由として、 0.005Å^{-1} 近傍にAl metal由来の散乱ピークが強く検出される影響により本実験で検出されたわずかな散乱ピークの変化をとらえることができなかつたためと

考えられた。散乱ピークが検出された要因について、同じB社でもコーティング樹脂量を多くしたときではA社のスペクトルと同様の散乱が見られることからコーティング樹脂のみによる散乱ピークではないと言える。図1の結果からB社ではAl粉末表面の被膜由来の散乱ピークを持つことが分かっているため、樹脂量が少ない状態ではAl粉末表面にできている被膜の影響を受けたものと推測される。

本実験の結果から、樹脂量が少量の時にはAl自身の状態の影響を受けることが推測されたため、溶剤中の分散状態の制御のためにはコーティング樹脂の状態の制御だけではなく、原材料となるAl粉末の状態を制御する事が重要であるということが分かった。

4. 結論(Conclusions)

Al 粉末のメーカー及びコーティング樹脂量を変えた試料について小角散乱スペクトルを評価した結果、B 社の Al 粉末では Al 粉末表面が被膜されていることが示唆された。Al 粉末自身の変化により、コーティング樹脂量が少ない場合にはコーティング樹脂の状態も Al の影響を受けることが分かった。この結果から、溶剤中の分散状態を制御するためにはコーティング樹脂自身だけでなく原材料の Al 粉末の状態も制御する必要がある事が分かった。

今回のトライアルにて、処方異なるサンプルで、小角散乱スペクトルに差異が観察できる事が明確化出来たが、材料・プロセスの両観点で、設計目論見とスペクトルの変化の対応の知見、インクジェット吐出特性の改善に向けた処方への反映は今後の課題であり、それを導くためには十分な周辺実験を積み重ねていく必要がある事が想到される。