

酸化物系構造用セラミックスに適合するマシナブル化剤の研究

光松正人^{*1}、林 直宏^{*1}

Additive Agent of making to machinable for Structural Oxide Ceramics

Masato MITSUMATSU^{*1} and Naohiro HAYASHI^{*1}

Seto Ceramic Research Center, AITEC^{*1}

焼成温度の異なる種々の酸化物系構造用セラミックスに添加するために、焼成温度の異なるバナジン酸ランタンを合成した。適合するバナジン酸ランタンは合成溶液のpHを調整することで得られた。このバナジン酸ランタンを、一軸プレスした後所定の温度で1～4時間焼成した。これをタングステンカーバイト製先端工具を用いて電動ドリルで穴あけ加工を試みた結果、いずれの焼成温度用に調製したバナジン酸ランタンのいずれも同等の穴あけ加工が可能であった。

1. はじめに

アルミナ、ムライト等に代表される酸化物系構造用セラミックスはすでに市場にいきわたり、金属材料、プラスチック材料に並ぶ工業用材料として認知されているが、焼成体の硬度が高いことから金属材料に比べて著しく加工性が低く、加工コストの点から応用分野が事実上制限されている。酸化物系構造用セラミックスの加工性が向上して、金属加工用の工具を用いて酸化物系構造用セラミックスが容易に加工できるようになれば、新たな市場の創出が期待できることから、筆者らはこれまでバナジン酸ランタンのマシナブル性に注目してマシナブルセラミックスの開発を行った。それにより、バナジン酸ランタンは種々の酸化物系構造用セラミックスと複合化できること、及びバナジン酸ランタン-酸化物系構造用セラミックス複合焼結体はマシナブル性を有することが分かった。

複数のセラミックス原料粉体を焼成する場合、固相反応のみで焼結し液相を生成しない焼成方法では、それぞれの原料粉体の焼成温度が同じであるか近似していることが望ましい。酸化物系構造用セラミックスはその種類によって焼成温度が異なり、また化学組成が同じ原料粉体であっても粒径分布によって適正な焼成温度が異なる。

そこで、本研究ではバナジン酸ランタンのマシナブル化剤としての応用範囲を広げるために、その合成条件を変えることによってその適正な焼成温度を変化させ、焼成温度幅を広げる。これによって、種々の酸化物系構造用セラミックスに適合するマシナブル化剤とすることを目的とする。

2. 実験方法

2.1 原材料及び試薬

バナジン酸ランタンの合成に用いた酸化バナジウム、酸化ランタン、塩酸、アンモニア及びアセトンは特級試薬を用いた。水は蒸留水を用いた。

2.2 バナジン酸ランタンの湿式合成

バナジン酸ランタンの湿式合成の流れを図1に示す。バナジン酸ランタンの合成方法は次のとおりとした。

酸化ランタンを希塩酸に溶解してランタン溶液を、酸化バナジウム()をアンモニア水に溶解してバナジウム溶液をそれぞれ調製する。これら2種類の溶液をランタンとバナジウムのモル比が1:1となるように混合し、攪拌しながら塩酸で混合溶液のpHをpH2に調整した後、アンモニア水で所定のpHに調整する。生成した沈殿が白色になってから室温で24時間攪拌して沈殿を得る。この沈殿を水洗した後にアセトンで洗浄する。室温で1日風乾した後60の乾燥器中で24時間乾燥させ、600で仮焼してバナジン酸ランタン粉体を得る。

2.3 バナジン酸ランタン粉末及び焼成体の物性

バナジン酸ランタンの仮焼及び焼成には電気炉を用いた。

合成したバナジン酸ランタンの鉱物相の同定にはX線回折装置を用いた。焼成体の組織の観察には走査型電子顕微鏡を用いた。焼成体の曲げ強さの測定には万能試験機を用いた。また、焼成体の熱膨張率の測定には熱機械測定装置を用いた。

*1 瀬戸窯業技術センター 開発技術室

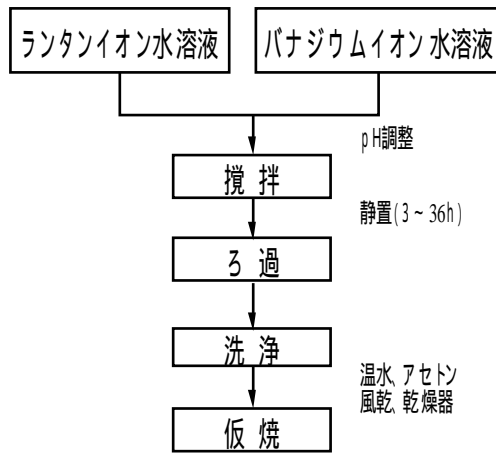


図1 パナジン酸ランタンの合成方法

3. 実験結果及び考察

3.1 パナジン酸ランタンの物性

得られたパナジン酸ランタンを 600 で仮焼した。その粉末X線回折の結果を表1に示す。粉末X線回折測定の結果から、合成溶液のpHが9以上の時、得られたパナジン酸ランタンはモナザイト型単斜晶系パナジン酸ランタン ($LaVO_4$) で、他の物質の回折ピークは認められなかった。

これを単味で一軸プレス成型(プレス圧50MPa、加圧時間3分間)し、焼成温度 1100~1600、焼成時間3時間で焼成した。焼成体の相対密度が最大となる焼成温度を表2に示す。合成溶液のpH値が大きいほどその粉体から焼成した焼成体の相対密度が最大となる焼成温度は高くなった。

それぞれのpHで合成したパナジン酸ランタン粉体は、その焼成体の相対密度が最大となる焼成温度で焼成して、各種の物性試験を行った。相対密度の変化を図2に、曲げ強さ試験の結果を図3に、また室温から1000までの熱膨張試験の結果を図4に示す。相対密度、曲げ強さと熱膨張係数は合成したpHにかかわらず、適正な焼成温度で焼成すれば一定であることが分かった。

一例としてpH9で合成した粉体を焼成した焼成体の相対密度を図5に示す。相対密度が95%以上で十分に焼結していると考えられるが、1200 焼成で相対密度95%、吸水率0.04%の焼成体を得た。この焼成体の熱膨張係数は 2.70×10^{-6} で、曲げ強さは100MPaであった。

pH9で合成した粉体の焼結体の電子顕微鏡観察結果を図6から図9に示す。図8から、1200 で十分に焼結しているといえる。

3.2 パナジン酸ランタンの加工性

pH9で合成した粉体を1200 焼成した焼成体の加工性について、タングステンカーバイト製先端工具を用いて

電動ドリルで穴あけ加工を試みた。加工条件は先端工具直径1.0mm、回転数6400回転、荷重69Nとした。加工後の試料を図10に示す。また加工面の電子顕微鏡写真を図11に示す。図11から大きな亀裂が見られず、加工性は良好であるといえる。

表1 合成溶液のpHと鉱物組成

合成溶液のpH	鉱物組成
2	アモルファス+未反応原料
3	未反応原料+ラドフェン
4	未反応原料+ラドフェン
5	ラドフェン
6	ラドフェン+モナザイト
7	ラドフェン+モナザイト
8	モナザイト+ラドフェン
9	モナザイト
10	モナザイト
11	モナザイト
12	モナザイト

表2 合成溶液のpHと鉱物組成及び焼成温度

合成溶液のpH	鉱物組成及び焼成温度
9	モナザイト 1200
10	モナザイト 1400
11	モナザイト 1500
12	モナザイト 1500

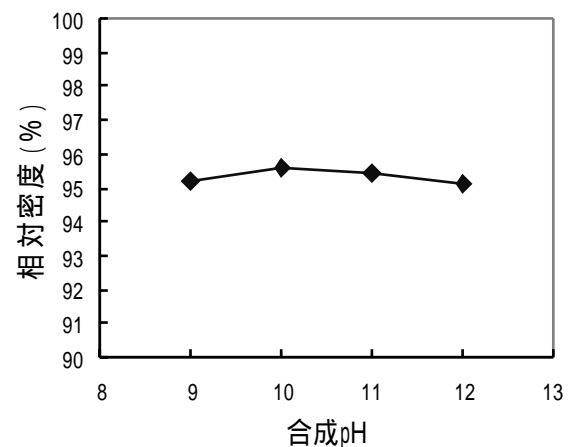


図2 合成pHと焼成体の相対密度

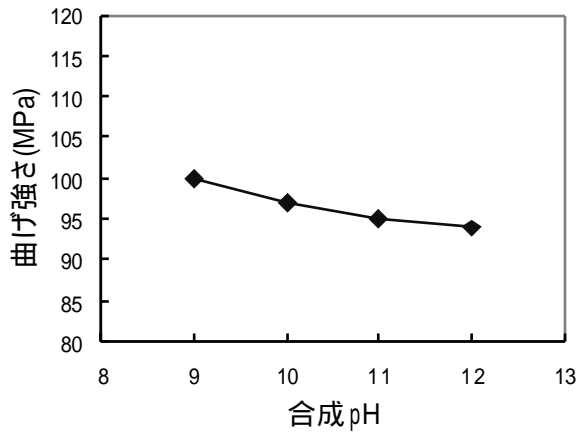


図3 合成pHと焼成体の曲げ強さ

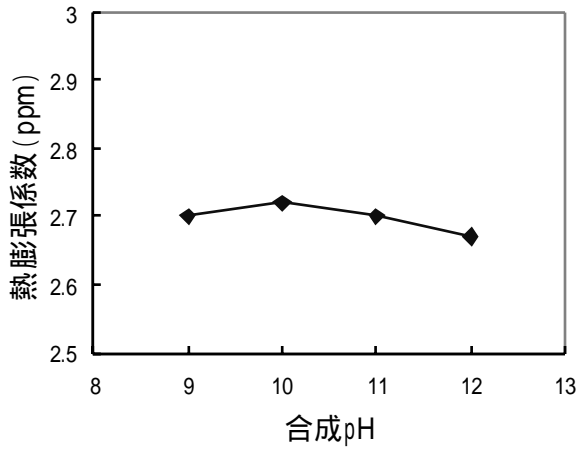


図4 合成pHと焼成体の熱膨張係数

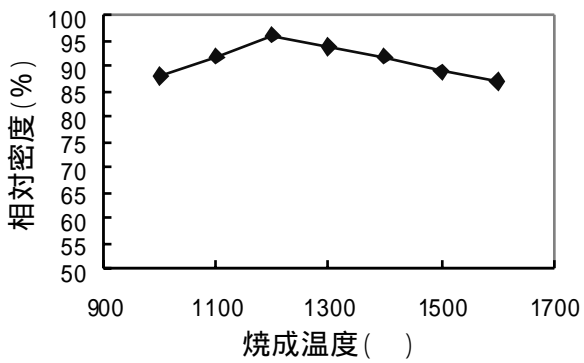


図5 焼成体の相対密度と焼成温度 (pH 9)

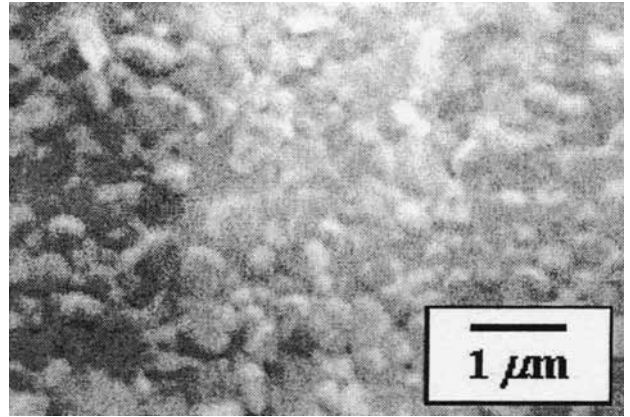


図6 合成pH 9、1000 焼成した焼成体のSEM写真

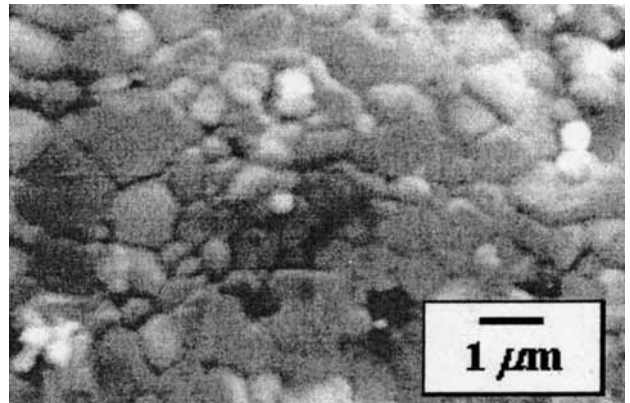


図7 合成pH 9、1100 焼成した焼成体のSEM写真

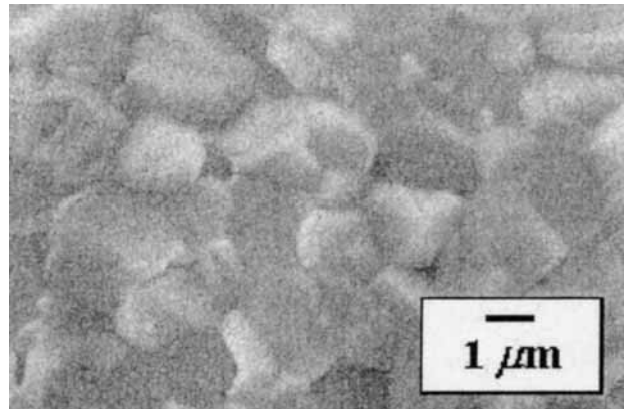


図8 合成pH 9、1200 焼成した焼成体のSEM写真

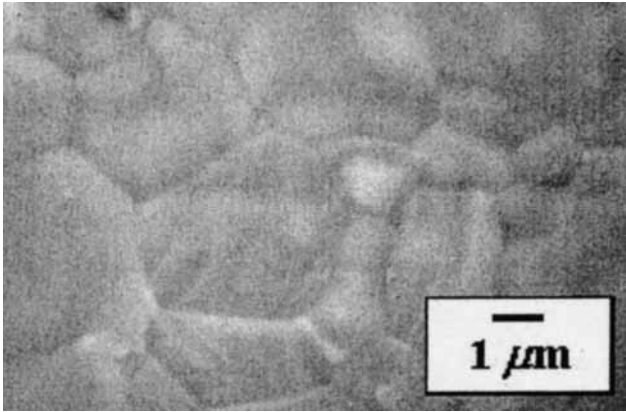


図9 合成pH9、1300 焼成した焼成体のSEM写真

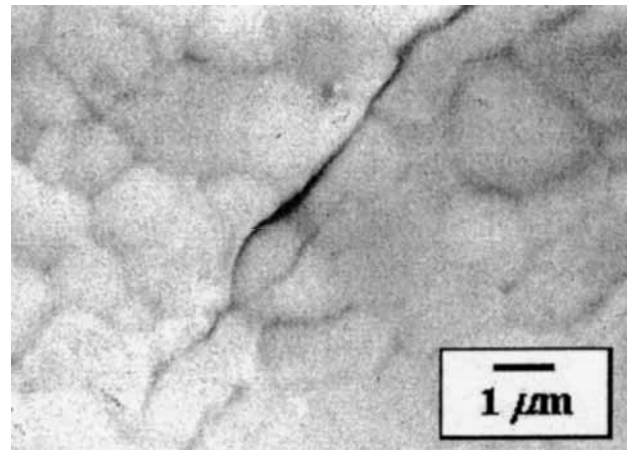


図11 加工面の電子顕微鏡観察

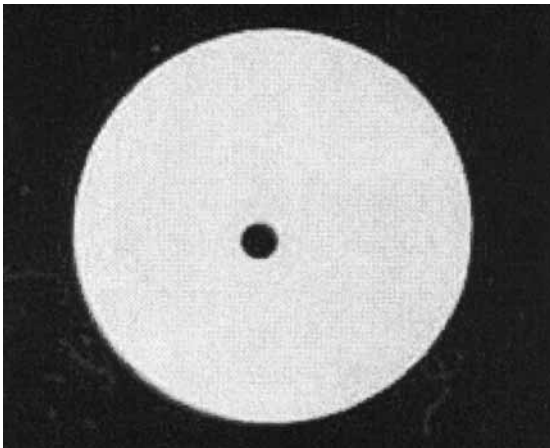


図10 穴あけ加工した焼成試料

4. 結び

酸化物系構造用セラミックスの機械加工性を向上させるためのマシナブル化剤として用いることを目的として、水溶液中からバナジン酸ランタンを合成した。

合成溶液のpHをpH9 - pH12の間で調整することによって、適正な焼成温度の異なるバナジン酸ランタンが合成可能であった。

合成されバナジン酸ランタンの相対密度、熱膨張係数及び曲げ強さは合成溶液のpHにかかわらず一定であった。