

# チタン酸アルミニウムセラミックス部材の均質性向上

後藤喜良\*<sup>1</sup>、光松正人\*<sup>1</sup>、不二門義仁\*<sup>2</sup>

## Improvement in the Properties of Aluminum Titanate Ceramics

Kiyoshi GOTO, Masato MITSUMATSU and Yoshihito FUJITO

Seto Ceramic Research Center, AITEC\*<sup>1</sup>

平成 14 年度にチタン酸アルミニウムセラミックス( $Al_2TiO_5$ )をアルミニウム合金の溶湯接触部材に適用するため、長さ 930mm の直管部材を試作しその均質性を検討した。その結果、部材の底部(鑄込成形時の)と上部とでは、組成や密度分布においてバラツキがあることが判明し、この要因が鑄込成形工程にあることが推測された。

今年度は主に原料組成の見直しと鑄込成形技術の改良を行った結果、組成においては  $SiO_2$  成分の偏析を防止でき、密度分布においては均質性の向上が見られ、結晶粒径は平均化され、より細かくなった。

### 1. はじめに

平成 14 年度から 3 年計画で(財)ファインセラミックセンターと「アルミニウム合金鑄造用セラミックス部材の開発」の共同研究をしている。昨年度は、溶湯搬送システムに使用されるチタン酸アルミニウム(以下 AT と略す)製 930mmL の直管部材を試作し、その均質性を検討した。

その結果、気孔が部材の上部(鑄込成形時の)に残り、組成において上部と底部では  $SiO_2$  成分の偏析が、密度においては分布にバラツキがあり、結晶粒径では巨大粒子の存在や平均粒子径に相違があることが判明した。

この要因が気孔の残留、重量偏析、密度のバラツキに関しては鑄込成形工程に、結晶粒径の不揃いは原料の組成にあることが推測される。そこで、今年度は原料組成を見直し、鑄込成形工程の改良を試みた。

### 2. 実験方法

#### 2.1 チタン酸アルミニウム原料の改良

原料中の  $SiO_2$  成分は焼結体の粒成長を抑制する重要な成分である。仮に重量偏析が生じたとしても、抑制効果を発揮するのに十分な  $SiO_2$  量を確保するため、合成段階で  $SiO_2$  成分の供給源である 珪石の調合量を増やした。

また、重量偏析の原因として、鑄込成形時における粗粒子の沈殿・分離が考えられる。この防止策として原料粒子の微細化のため、合成原料を粉砕するボールミルのボールと内張りを磁器製からアルミナ製に変更した。

昨年度は丸ス釉薬製 AT 原料粉末 TM-19 を使用したが、この と の改良した原料粉末を TM-20 と称する。

の結果、 $SiO_2$  量(wt.%)が 6.2 から 8.1%に増えている。合成原料の化学分析値を表 1 に示す。の結果、メジアン

径が 3.8 から 2.2  $\mu m$ へ、最大粒径が 20 から 10  $\mu m$ へと微細化が確認された。原料粉末の粒度分析結果を表 2 に示す。

表 1 合成原料の化学分析値(wt.%)

原料名	$Al_2O_3$	$TiO_2$	$SiO_2$	$Fe_2O_3$	Total
TM-19	53.5	38.5	6.2	1.7	99.9
TM-20	48.7	41.3	8.1	1.4	99.5

表 2 合成原料の粒度分布

粒 径 ( $\mu m$ )	累積通過率 (vol.%)	
	TM-19	TM-20
30	100	100
20	100	100
10	91	100
6	81	98
5	78	96
4	71	87
3	63	71
2	46	45
1	16	22

#### 2.2 鑄込成形方法の改良

これまでも、鑄込スジ防止のため泥ししょうを石膏型底部から供給し、排泥も底部から行うなど工夫を重ねてきたが、更に以下のような改良を試みた。

##### 2.2.1 鑄込泥ししょうの粘性増強

泥ししょう中の原料粒子の沈降速度遅延策として、泥ししょう粘度を増加させることを考えた。泥ししょう中の水分量を減らし、泥ししょう粘度を 29mPa·s から 120mPa·s へ高めた。この高粘度泥ししょうを用いて試作した焼結部材を TM-20-1 と称する。

##### 2.2.2 圧力鑄込成形

焼結体上部(鑄込成形時の)の残留気孔の減少と焼結

\*<sup>1</sup> 瀬戸窯業技術センター 開発技術室 \*<sup>2</sup> 瀬戸窯業技術センター

体密度の増加を目的として、泥しょうタンクと石膏型の鑄込口の間に約 200 cm<sup>3</sup>の泥しょうの滞留部分を設け、泥しょう自重による加圧成形を試みた。この加圧成形を施して試作した焼結部材を TM-20-2 と称する。気孔除去対策は 16 年度も引き続き行うので、この TM-20-2 部材に関する改良結果は、その結果と併せて次報で報告する。

### 3 . 実験結果及び考察

#### 3.1 組成分析による均質性評価

改良原料(TM-20)を用いて試作した焼成部材の両端面からサンプルを採取し、ICP 分析を行った。その結果を表 3 に示す。改良部材(TM-20-1)の SiO<sub>2</sub>量は底部、上部とも 6.2wt%前後と、従来部材(TM-19)で見られた顕著な SiO<sub>2</sub>成分の偏析はなくなった。これは泥しょうの高粘度化により、分散粒子の沈降が抑制されたと考えられる。

表 3 改良部材(TM-20-1)の ICP 分析結果

	成形時底部 [A ブロック] (wt%)	成形時上部 [V ブロック] (wt%)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	52.82	52.49
TiO <sub>2</sub>	38.47	38.90
SiO <sub>2</sub>	6.31	6.18
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.91	1.94

#### 3.2 焼結密度分布評価

改良部材(TM-20-1)を 22 ブロックに分割し、各ブロックから 12 個のサンプルを製作して焼結体密度を測定した。その結果を図 1 に示す。太い点線は従来部材(TM-19)の平均値。従来部材(TM-19)では成形時上部で密度低下が見られたのに対し、改良部材(TM-20-1)では底部から上部に至るまで、ブロック内平均で 3.24~3.25g/cm<sup>3</sup>の範囲内にあり、密度が均一になっている。

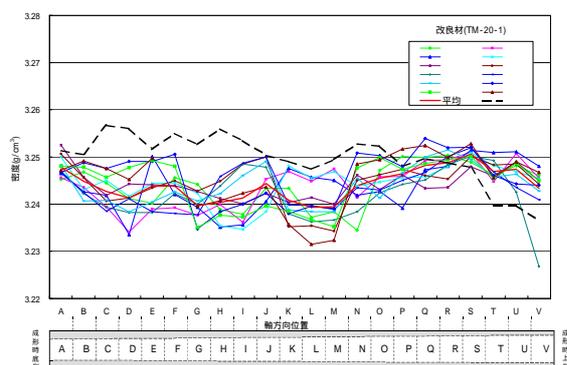


図 1 改良部材(TM-20-1)の軸方向の密度分布

#### 3.3 焼結体の微構造・結晶粒度評価

改良部材(TM-20-1)の両端面からサンプルを採取し、表面研磨した後電子顕微鏡(SEM)により微構造観察及び SEM 像から結晶粒径分布を求めた。上部及び底部サンプルの SEM 像を図 2 に、粒度分布を図 3 に示す。

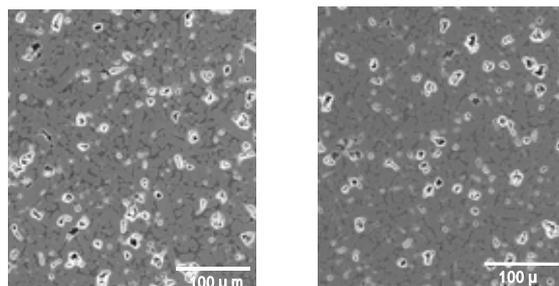


図 2 改良部材(TM-20-1)の組織観察

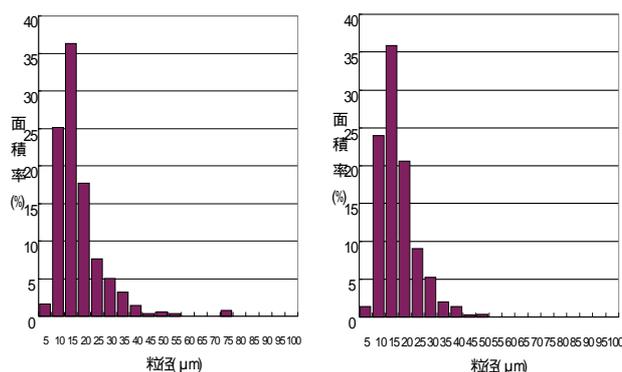


図 3 改良部材(TM-20-1)の結晶粒度分布

平均粒径は従来部材(TM-19)が 22 μmであったのに対し、改良部材(TM-20-1)では 13 μmまで小さくなっており、組織の微細化が進んでいる。改良部材は粒度の分布幅も狭く、従来部材で見られた 75 μmを超える巨大粒子はほとんどなくなった。これは原料自体の微細化と SiO<sub>2</sub>量の増加により粒成長抑制効果が増したと考えられる。

### 4 . 結び

チタン酸アルミニウム製直管部材の原料及び鑄込成形方法の改良を行い、組成、密度及び結晶粒度の均質性向上を図った。

- (1) 合成原料の SiO<sub>2</sub> 調合量の増加により、焼結体の粒成長が抑制され結晶粒径が小さく、均一になった。
- (2) 合成原料の微細化及び泥しょうの粘度増加により、泥しょう中の分散粒子の沈降が遅くなり SiO<sub>2</sub> 成分の重量偏析が解消された。

#### 付記

本研究は、平成 15 年度先端技術共同研究推進事業として、(財)ファインセラミックスセンターと共同で実施したものである。共同研究メンバーである材料技術研究所の松平恒昭氏、北岡諭氏及び測定などを協力いただいた方々に対し感謝の意を表します。