

アルミナセラミックスのCIP成形

久野 徹, 服部 金司, 板村 忠也

Cold Isostatic Pressing of Alumina
by
Toru KUNO, Kinji HATTORI and Chuya ITAMURA

均質で緻密なアルミナ系セラミックス素地を得るために、スプレードライヤーによるアルミナ原料の造粒試験を実施するとともに、これらの顆粒を用いて CIP 成形機による成形試験を実施した。

今回の試験では特に成形助剤の挙動を主として検討した結果、次のことが明らかとなった。

- 1) 結合剤のポリビニールアルコールは成形体の乾燥強度の向上には効果があるが、成形体、焼成体のかさ密度を小さくする。
- 2) 潤滑剤のステアリン酸エマルジョンはポリビニールアルコールの添加量が少ない場合は成形体の緻密化、乾燥強度の向上に効果が認められるが、添加量が多くなると逆の結果になる。

1. まえがき

CIP 成形においては流動性の良好なスプレー顆粒がよく使われる。このスプレー顆粒に要求される特性としては①顆粒の流動性が大きいこと ②顆粒の粒度分布が狭いこと ③顆粒のかさ密度が大きいこと ④顆粒が適当な強度を持っていることなどが考えられる。そのために成形助剤として、結合剤、分散剤が使用される。本研究はこれらの成形助剤の働きを明らかにし、均質で緻密なアルミナ系セラミックス素地を得ることを目的とした。

2. 試験方法

使用原料は表 1 のとおりである。成形助剤配合試験は表 2 のとおりで 9 種類の泥しょうを調整した。なお、アルミナと水との重量比は 1 : 0.66 で泥しょうはアルミナポットミルで 8 時間混合した。

スプレードライヤーによる造粒試験は表 3 の条件で実施した。

パウダーテスタによる流動性の評価については顆粒のゆるみ見掛け比重 (A)、固め見掛け比重 (P) を測定し、圧縮度 (C) は次の式により算出した。

表 1 使用原料

アルミナ原料	易焼結性低ソーダアルミナ
平均粒子径	0.6 μ m
真比重	3.94
化学成分	
	Al ₂ O ₃ : 99.3% Na ₂ O : 0.08%
	SiO ₂ : 0.02% Fe ₂ O ₃ : 0.01%
結 合 剤	ポリビニールアルコール
	重合度 : 500 ~ 600, 鹼化度 : 87 ~ 89
潤 滑 剤	ステアリン酸エマルジョン
分 散 剤	ポリアクリル酸アンモニウム塩

表 2 成形助剤配合表

成 形 助 剤 添 加 量 (%)			
	ポリビニール アルコール	ステアリン酸 エマルジョン	ポリアクリル酸 アンモニウム塩
1	0.5	0.5	0.5
2		1.0	"
3		2.0	"
4	1.0	0.5	0.5
5		1.0	"
6		2.0	"
7	2.0	0.5	0.5
8		1.0	"
9		2.0	"

$$C = 100 (P - A) / P (\%)$$

ゆるみ見掛け比重は一定容積に粉体を充満した時の比重で、固め見掛け比重はタッピング回数 180

表3 スプレードライヤー運転条件

乾燥塔径	: 1,200 mm
乾燥塔高さ	: 1,800 mm
噴霧方式	: ディスク方式
ディスク回転数	: 20,000 rpm
乾燥塔入口温度	: 180°C
“ 出口温度	: 110°C

回後の比重である。圧縮度は大きいほど流動性は悪くなり 20%以上の圧縮度を示すと架橋現象が強くなる。

安息角は径 8 cm の円板上にロートを介して形成した円錐状の堆積層の角度で角度が小さいほど流動性は良くなる。

顆粒の空隙率は顆粒に白灯油を浸漬させて測定した。

試験体の成形は CIP 成形機により 1000 kgf/cm²の成形圧で $\phi 50 \times 50$ mm と $\phi 20 \times 200$ mm の円柱を成形した。成形体の密度分布は $\phi 50 \times 50$ mm の試験体をダイヤモンドカッターで図 1 のように切断し、白灯油を用いて、減圧脱気法により行った。

乾燥曲げ強さは $\phi 20 \times 200$ mm の試料を用いてスパン 100 mm, エッジの降下速度 1 mm/分 で測定した。

さらに成形体を昇温速度 5°C/分, 最高温度 1600°C, 保持時間 60 分の条件で焼成し, かさ密度を測定した。

3. 試験結果と考察

3.1 顆粒の性状

粒度分析の結果を表 4 に示す。平均粒子径は

51~58 μ m の粒度範囲の狭い顆粒が得られた。ポリビニールアルコール等の成形助剤の添加によるアルミナ泥しょうの粘性の増加により粗い顆粒の生成量の増大が予想されたが, 今回の測定結果では成形助剤添加量の差異による粒度分布の変化は認められなかった。

流動性状及び顆粒の空隙率を表 5 に示す。安息角の測定結果では 28.0~30.0 度となり成形助剤の影響は認められなかったが, 圧縮度ではポリビニールアルコールの添加量が多いほど小さくなり流動性の向上が認められた。

顆粒の空隙率はポリビニールアルコールの添加量が多いほど大きくなった。

これは添加するバインダの増加により顆粒が膨張する傾向を示すためである。

3.2 成形体の性状

$\phi 50 \times 50$ mm の円柱状成形体の密度分布(かさ密度)を図 1 に示す。成形体の中心部と周辺部との密度差はほとんど認められず, CIP 成形が均質成形に適した成形法であることが確認できた。成形助剤の添加量が異なる他の円柱状成形体の密度分布も同様であった。

成形助剤の添加量と成形体のかさ密度との関係を図 2 に示す。ポリビニールアルコールの添加量が増えるほどかさ密度は小さくなった。これはポリビニールの添加量に比例して顆粒の空隙率が大きくなるためと思われる。

またポリビニールアルコールの添加量が 0.5, 1.0%ではステアリン酸エマルジョンの添加量が増えると, かさ密度はわずかに大きくなる傾向を示したが, ポリビニールアルコール 2.0%添加で

表4 顆粒の粒度分布

成形助剤添加量(%)		~44 μ m	44~63 μ m	63~74 μ m	74~105 μ m	105~149 μ m	149~ μ m	平均粒子径 (μ m)
ポリビニール アルコール	ステアリン酸 エマルジョン							
0.5	0.5	27.6	37.8	20.6	13.8	0.2	0.1	55
	1.0	30.1	38.7	20.5	10.1	0.2	0.3	54
	2.0	30.2	38.8	19.6	11.1	0.2	0.2	54
1.0	0.5	29.8	33.3	22.0	14.6	0.2	0.1	56
	1.0	23.8	34.9	20.8	20.0	0.2	0.1	58
	2.0	37.7	35.3	18.7	7.6	0.4	0.3	51
2.0	0.5	30.6	28.8	24.9	14.8	0.6	0.4	57
	1.0	29.6	30.0	23.3	15.6	0.7	0.8	57
	2.0	32.0	31.2	24.2	11.9	0.4	0.3	55

表5 顆粒の流動性状・空隙率

成形助剤添加量(%) ポリビニール アルコール ステアリン酸 エマルジョン		ゆるみ見掛 比 (g/cc)	固め見掛 比 (g/cc)	圧縮度 (%)	安息角 (°)	空隙率 (%)
0.5	0.5	1.18	1.33	11.7	29.0	65.7
	1.0	1.16	1.34	13.2	28.0	64.4
	2.0	1.17	1.32	11.3	28.5	64.8
1.0	0.5	1.16	1.29	9.6	29.0	66.0
	1.0	1.19	1.29	7.8	29.5	64.6
	2.0	1.21	1.33	8.8	30.0	66.7
2.0	0.5	1.09	1.18	8.4	29.0	69.7
	1.0	1.10	1.20	8.1	29.5	67.7
	2.0	1.14	1.23	8.0	30.0	68.2

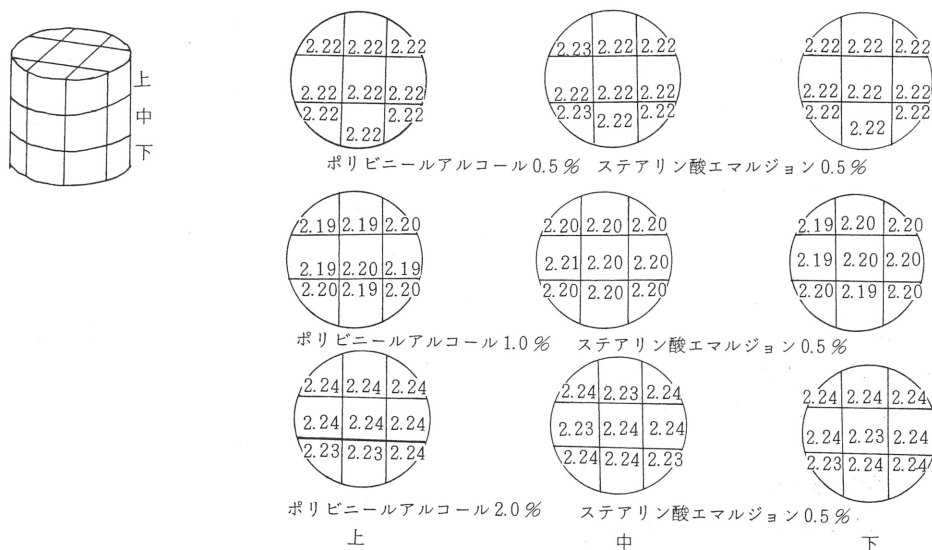


図1 成形体の密度分布 (g/cm³)

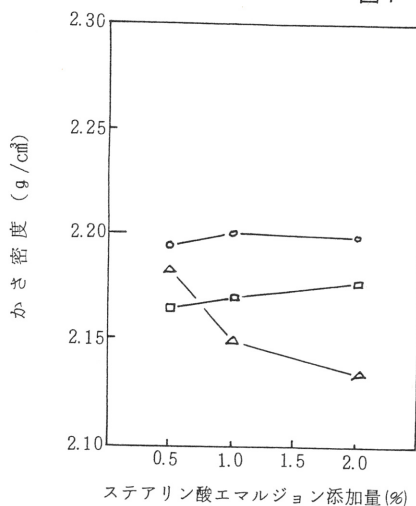


図2 成形体のかさ密度 (脱脂後)

- ポリビニールアルコール 0.5%
- " 1.0%
- △—△ " 2.0%

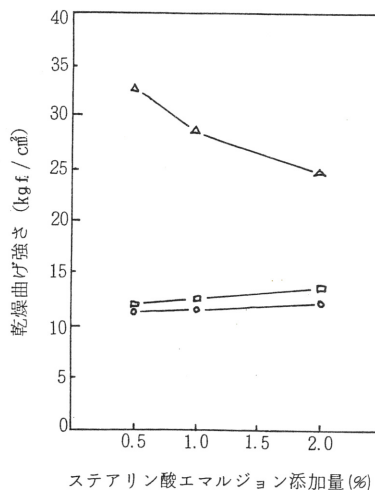


図3 成形体の乾燥曲げ強さ

- ポリビニールアルコール 0.5%
- " 1.0%
- △—△ " 2.0%

は逆の結果になった。

成形助剤の添加量と成形体の乾燥曲げ強さとの関係を図3に示す。ポリビニールアルコールの添加量が多いほど強く、またポリビニールアルコール0.5, 1.0%添加ではステアリン酸エマルジョンの添加量が多いほど強度は大きくなったがポリビニールアルコール2.0%では逆の結果になった。

3.3 焼成体の性状

成形助剤の添加量と焼成体のかさ密度との関係を図4に示す。成形体の場合と同様にポリビニールアルコールの添加量が多いほどかさ密度は小さくなった。またステアリン酸エマルジョンについても成形体と同様にポリビニールアルコール0.5, 1.0%の添加ではかさ密度の向上が認められたが、ポリビニールアルコール2%では逆の結果になった。

4. まとめ

均質で緻密なアルミナ系セラミックス素地を得る目的で成形助剤の挙動を検討した結果、次のことが明らかとなった。

- (1) 顆粒のかさ密度はポリビニールアルコールの添加量が多い程、小さくなったが、流動性は向上した。
- (2) 成形体の乾燥曲げ強さはポリビニールアルコールの添加量に比例して大きくなったが、かさ

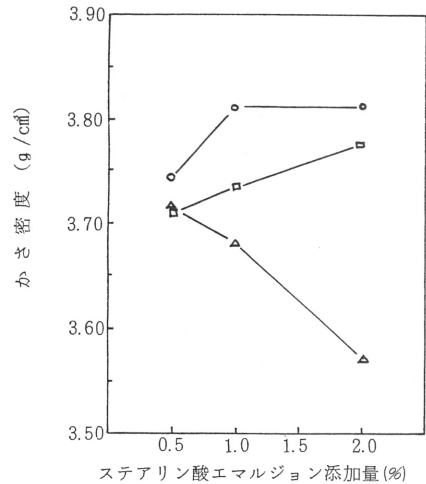


図4 焼成体のかさ密度

- ポリビニールアルコール 0.5%
- " 1.0%
- △—△ " 2.0%

密度は逆に小さくなった。

(3) 焼成体のかさ密度はポリビニールアルコールの添加量が増えると低下した。

(4) ステアリン酸エマルジョンの添加は、ポリビニールアルコールの添加量が1%以下では成形体の強度向上、焼成体の密度向上に効果が認められたが、ポリビニールアルコールの添加量が多くなると、逆の結果になった。