

アルミナセラミックスのCIP成形 (第2報)

久野 徹 服部 金司* 板村 忠也

Cold Isostatic Pressing of Alumina Ceramics (II)

by

Toru KUNO, Kinji HATTORI and Chuya ITAMURA

スプレー顆粒成形用助剤としてポリビニールアルコールのほかにメチルセルロース、ポリエチレングリコール等の7種類の成形助剤を用いてアルミナ顆粒を作り、顆粒の物性およびそれをCIP成形した時の成形体、焼成体の物性を評価した。その結果、ポリビニールアルコール、メチルセルロース、ワックスエマルジョンは成形体、焼成体のかさ密度、曲げ強さの測定結果よりCIP成形に適した成形助剤であることが判明した。またポリエチレングリコール、ポリエチレンオキサイド、ステアリン酸エマルジョンはポリビニールアルコールと併用することによりポリビニールアルコールを単独で使用した場合よりも焼成体の曲げ強さ、密度は大きくなることがわかった。

1. まえがき

前報¹⁾ではアルミナ原料の造粒、成形試験について成形助剤としてポリビニールアルコール、ステアリン酸エマルジョンを用いて検討した。現在、成形助剤は各種のものが市販されているが、それらを用いたスプレー顆粒の粒度分布、流動性等の物性及びこれらの顆粒を用いた成形体、焼成体の物性についての報告はほとんど見られない。そこでメチルセルロース、ポリエチレングリコール、ワックスエマルジョン等7種類の成形助剤を用いて顆粒を作り物性を評価した。またこれらの顆粒をCIP成形機にて成形し、成形体、焼成体の物性を測定した。

2. 試験方法

使用原料は表1のとおりである。成形助剤添加試験は表2のとおりで18種類のアルミナ泥しょうを調整した。表2の調合番号1～3はステアリン酸エマルジョンの添加効果を明確にするために実施した。調合番号4～8はPVA(ポリビニールアルコール)2%をベースにして、ステアリン酸エマルジョン、ポリエチレングリコール(PEG)、ポリエチレンオキサイド(PEO)の併用による効

表1 使用原料

アルミナ原料	易焼結性低ソーダアルミナ
	0.5 μ m以下 33%
	真比重 3.94
成形助剤	ポリビニールアルコール 重合度 500 ~ 600
	(PVA) 鹸化度 87 ~ 89
	ステアリン酸エマルジョン
	ポリエチレングリコール 分子量 50,000
	(PEG)
	ポリエチレンオキサイド 平均分子量
	(PEO) 10万 ~ 25万
	ワックスエマルジョン
	カルボキシメチルセルロース アンモニウム塩
	(CMC-NH ₄ 塩)
	メチルセルロース
	(MC)

果を調べるために行った。調合番号9～18は成形助剤を単独で添加した場合について行った。

アルミナと水との重量比は1:1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の運転条件はディスク回転数20,000rpm, 乾燥塔入口温度190℃で造粒した。顆粒の粒度はふるい分析法により、流動性についてはパウ

表2 成形助剤配合表*

添加量(%)							
	PVA	ステアリン酸 エマルジョン	PEG	PEO	ワックス エマルジョン	CMC NH ₄ 塩	MC
1	1						
2	2						
3	3						
4	2	0.25					
5	2	0.50					
6	2		3				
7	2			0.5			
8	2			1.0			
9					3		
10					5		
11			3				
12			5				
13				3			
14				5			
15						1	
16						2	
17							1
18							2

* 分散剤 ポリアクリル酸アンモニウム塩 0.5%添加

ダーテストを使って測定した。成形は内寸法 $\phi 21 \times 160$ mmのゴム型に顆粒を充填し、CIP成形機を用いて成形圧 1000 kgf/cm^2 で行った。成形体及び焼成体のかさ密度はアルキメデス法により測定した。成形体、焼成体の曲げ強さはスパン 70 mm, エッジの降下速度 1 mm/min で測定した。なお焼成体は昇温速度 5°C/min , 最高温度 1600°C , 保持時間 60 分の条件で焼成した。

3. 試験結果と考察

3.1 顆粒の物性

顆粒の粒度分布等の測定結果を表3に示す。粒度分布に関してはPVAにステアリン酸エマルジョン, PEG, PEOを添加することにより顆粒の粒径は大きくなった。またゆるみ見掛比重, 固め見掛比重は測定結果からPVAにステアリン酸エマルジョンを添加することにより大きくなった。これはステアリン酸エマルジョンを添加することにより顆粒表面の潤滑効果があらわれたものと思

われる。またワックスエマルジョンを添加した顆粒のゆるみ見掛比重, 固め見掛比重は大きく潤滑効果が顕著であった。PEG, PEO, CMC-アンモニウム塩 (CMC-NH₄塩) はPVAよりは潤滑性に優れていた。メチルセルロース (MC) はゆるみ見掛比重, 固め見掛比重はPVAより小さく潤滑性に劣っていた。

3.2 成形体の物性

成形体のかさ密度は2.05~2.23の範囲にあり, ゆるみ見掛比重, 固め見掛比重との間に相関性は認められなかった。かさ密度の大きい成形助剤としてはワックスエマルジョンが優れていた。成形体の曲げ強さは $7.7 \sim 50.0 \text{ kgf/cm}^2$ の範囲にありPVA, MCを添加した時の強度が大きかった。CMC-NH₄塩を添加した時の成形体の曲げ強さは $7.7 \sim 7.8 \text{ kgf/cm}^2$ であり, 実用上は使用できないことが明らかとなった。PEG, PEOを単独で使用的場合は $14.6 \sim 16.6 \text{ kgf/cm}^2$ でやや曲げ強さは弱く問題がある。

3.3 焼成体の物性

表3 顆粒の物性

	~44 μm	44 ~63 μm	63 ~74 μm	74 ~105 μm	105~ μm	平均粒子 径(μm)	ゆるみ見掛 比重	固め見掛 比重	圧縮度 (%)
1	23.9	30.1	22.2	20.3	3.5	60	0.925	1.029	10.6
2	24.6	28.3	22.5	19.3	5.3	60	0.885	0.977	9.5
3	21.3	25.1	22.6	24.9	6.2	63	0.878	0.940	6.7
4	27.6	30.1	22.9	18.1	1.3	58	0.963	1.051	8.4
5	19.3	28.5	26.3	24.1	1.9	64	0.988	1.072	7.9
6	13.9	22.7	26.1	32.7	4.6	68	0.866	0.942	8.1
7	16.4	27.0	24.0	28.1	4.5	66	0.895	0.979	8.6
8	19.7	26.0	23.5	27.4	3.4	64	0.903	0.983	8.2
9	25.7	40.6	21.2	12.0	0.4	55	1.065	1.258	15.4
10	16.0	36.3	27.3	19.8	0.5	62	1.048	1.229	14.8
11	19.5	32.5	27.2	20.4	0.4	62	0.943	1.088	13.2
12	20.8	30.7	27.0	20.9	0.6	62	0.949	1.092	13.0
13	21.8	39.6	23.3	14.9	0.3	58	0.955	1.116	14.4
14	18.5	33.6	27.4	20.2	0.3	61	0.997	1.127	11.5
15	18.4	36.0	30.1	14.7	0.8	61	0.928	1.071	13.3
16	18.0	34.0	32.0	14.8	1.2	62	0.913	1.069	14.6
17	23.3	30.0	25.6	18.2	2.9	61	0.769	0.941	18.3
18	21.6	29.0	24.5	22.0	2.8	63	0.786	0.943	16.7

焼成体のかさ密度は3.50~3.77の範囲にあり、成形体のかさ密度に比例して大きくなった。また成形助剤の添加量が増えるにつれてかさ密度は小さくなった。焼成体の曲げ強さは15.7~32.5 kgf/mm²の範囲にあり、焼成体のかさ密度が大きいほど大きくなった。

3.4 各種成形助剤の評価

以上の結果より成形助剤の添加効果を評価するとPVAを単独で使用するよりもステアリン酸エマルジョン、PEGまたはPEOを併用する方が焼成強度が大きくなることが明らかとなった。この理由はステアリン酸エマルジョン等を添加することにより潤滑効果があらわれCIP成形体の表面が平滑になるためと思われる。焼成体の密度もステアリン酸エマルジョン、PEGをPVAに添加することにより大きくなった。

ワックスエマルジョンは3及び5%添加したが、添加量は3%の方が成形体、焼成体の物性は優れていた。なお焼成体のかさ密度はPVAに比べて小さかった。この理由はワックスエマルジョンが均一にアルミナ素地中に分散しないために比

表4 成形体・焼成体の物性

	成形体		焼成体	
	かさ密度* g/cm ³	曲げ強さ kgf/cm ²	かさ密度 g/cm ³	曲げ強さ kgf/mm ²
1	2.19	21.2	3.74	25.1
2	2.18	31.8	3.69	22.8
3	2.14	35.0	3.67	22.9
4	2.14	28.0	3.69	26.9
5	2.15	21.3	3.77	27.2
6	2.20	20.3	3.74	26.7
7	2.17	15.8	3.67	25.6
8	2.16	37.5	3.63	23.6
9	2.23	33.6	3.64	24.5
10	2.17	21.2	3.62	21.4
11	2.16	16.6	3.69	24.1
12	2.12	16.0	3.65	25.0
13	2.16	15.5	3.67	27.3
14	2.13	14.6	3.71	26.1
15	2.12	7.7	3.58	19.4
16	2.05	7.8	3.50	15.7
17	2.18	50.0	3.67	32.5
18	2.11	19.0	3.64	16.8

* 脱脂後のかさ密度

ンが均一にアルミナ素地中に分散しないために比較的大きな気孔が生成し、焼結が妨害されたものと思われる。PEG, PEO を添加した焼成体の曲げ強さ等の物性は優れていたが成形体の強度が不十分であった。CMC-NH₄塩は成形体、焼成体の物性は劣り、CIP 成形用に適してないことが明らかとなった。MC は PVA に比べて添加量が少量で成形体の強度は大きくなり、また焼成体の強度も今回使用した成形助剤のうちで一番優れていた。

4. まとめ

CIP 成形に適する成形助剤を数種類検討した結果、次のことが明らかとなった。

(1) 成形体、焼成体のかさ密度、曲げ強さの測定結果から PVA, MC, ワックスエマルジョンが適していることが明らかとなった。

(2) ステアリン酸エマルジョン, PEG, PEO は PVA と併用することにより成形体、焼成体の物性向上に効果のあることが明らかとなった。

参考文献

- (1) 久野ほか：愛知県常滑窯業技術センター報告 No.12, 11~14 ('85)