

アルミナセラミックスの加温圧入成形 (第2報)

山崎 達夫 光松 正人 榊原 満

Hot Molding of Alumina Ceramics under
Low Pressure (Part II)

by

Tatsuo YAMAZAKI, Masato MITSUMATSU and
Mitsuru SAKAKIBARA

加温圧入成形法はプレス成形法等と比べて、バインダーを比較的多く必要とするが、低バインダーで成形できることが望ましい。従って、粉体の表面処理、混練方法を検討し、バインダーの低減を図った。蜜ろうをアルミナ粉体の表面に付着させ、パラフィンワックスを加えて成形したところ、ワックス量として11%で成形可能となった。また、2軸の真空プラネタリーミキサーにより、アルミナ粉体とワックス類を混合、混練したところ、混練時間の短縮及び分散状況の改善が認められた。

1. まえがき

ファインセラミックスの成形には種々の成形方法が用いられている。著者らは複雑な形状体の精密成形が可能な加温圧入成形法を研究課題として取り上げ、バインダー、成形条件等について検討¹⁾²⁾してきた。その結果、アルミナ、部分安定化ジルコニア、コーディエライト、スポジュメンについて、バインダーの種類、配合量、成形条件等を明らかにすることができた。しかし、成形用バインダー量が数%以下であるプレス成形法等と比べて、本成形法では、粉体の粒度分布が狭いものは、成形用バインダーを比較的多く必要とするため、コスト、脱脂、寸法精度等の点に問題が残る。従って、成形用バインダーを極力減らすことが望ましい。本研究では、アルミナ粉体の表面処理、アルミナ粉体とバインダーとの混練方法の検討により、低バインダー化を図り、寸法精度等の改善を目指した。

2. 実験方法

2.1 原料

アルミナ原料として、成形用バインダーを多く必要とする易焼結性のAL-160 SGを用いた。粉

体の付着基の同定を赤外線吸収法により行った。

バインダーとして、パラフィンワックス（融点50℃）を用いた。

2.2 混練方法

既報¹⁾²⁾では、1軸のプラネタリーミキサーで混合・混練を行ってきたが、モーター能力、軸端と容器のクリアランスの大きさ等により、混合・混練時間を多く必要とするとともに、混合・混練が完全とは言えなかった。この成形法において、混合・混練を十分に行うことは、成形等のために非常に重要である。したがって、混練時間の短縮及び分散性の改善を図るために、より強力な混練が期待できる2軸の真空プラネタリーミキサーを用い混練し、1軸のミキサーと比較検討した。

2.3 粉体の表面処理

アルミナ粉体のパラフィンワックスなど有機性物質への分散を考えると、アルミナ粉体の表面を親油性に変化させれば、有機性物質に良く分散するようになり、混練性の改善が期待できる。

従って、アルミナ粉体の表面に、オレイン酸、蜜ろう、アルミニウム系カップリング剤AL-M（アセトアルコキシアルミニウムジイソプロピレート）等を付着させてから、パラフィンワックスと混練させて後、成形することにより、混練性、

成形性の改善を図った。

2.3.1. オレイン酸

アルミナ粉体をスーパー造粒コーティング装置(SPIR-A-FLOW)に投入し、10%オレイン酸エタノール溶液を一定時間噴霧し混合した後、乾燥する。オレイン酸を付着させたアルミナをパラフィンワックスと混合・混練して、その粘性をB型粘度計により測定した。使用したローターはNo.4で回転数は6 rpmである。

2.3.2 蜜ろう

蜜ろうをエマルジョンの形として、アルミナ粉体と乳鉢で十分混合し乾燥する。この粉体をパラフィンワックス等と混合・混練し、その混練トルクを可塑性試験機(ラボ・プラストミル)により測定した。使用したブレードはローラー型、温度100℃、回転数は50 rpmである。

2.3.3 アルミニウム系カップリング剤(AL-M)

AL-Mをn-ヘキサンで希釈して、アルミナ粉体と乳鉢で混合した後乾燥する。この粉体をパラフィンワックスと混合・混練し、その混練トルクを2.3.2と同様に測定した。

2.4 成形・脱脂・焼成試験

アルミナ粉体をパラフィンワックス等とプラネ

タリーミキサーで混合・混練し、加温圧入成形装置により、成形し、その成形性について検討した。成形体は60×60×5 mmの平板である。次に脱脂・焼成試験を行い、脱脂・焼成性状について検討した。ただし、脱脂の昇温速度は8℃/hrで最高温度は430℃である。

3. 結果と考察

3.1 アルミナ原料

アルミナ AL-160 SG の赤外吸収スペクトルを図1に示す。3400~3500 cm⁻¹に見られる吸収は水分の吸着に示すものであり、粉体に焼成処理を施すことにより、吸収の度合が小さくなっている。

第1報によれば、AL-160 SGは成形するのにパラフィンワックスと蜜ろうの含量として、14%近く必要であり、分散性が良くない。これは平均粒子径が0.5 μmであること及び粉体に含まれる水分の存在と関係していると考ええる。

3.2 混練方法

2軸と1軸のミキサーによる混練結果を表1に示す。配合例(1)のようにパラフィンワックスが12%と多い場合は、混練時間や成形性に差は余り

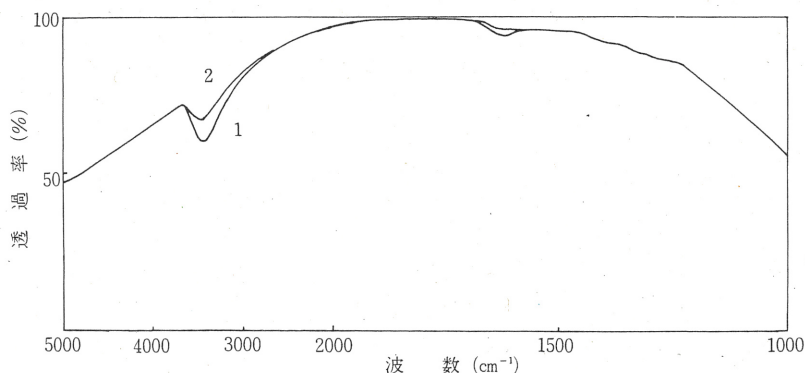


図1 アルミナ AL-160 SG の赤外吸収スペクトル

1. 110℃乾燥アルミナ
2. 1100℃焼成アルミナ

表1 1軸と2軸ミキサーの比較

	配 合 (%)			スラリー化する時間(min)		成形の可否	
	AL-160SG	パラフィンワックス	蜜ろう	1 軸	2 軸	1 軸	2 軸
(1)	100	12	2	36	23	可	可
(2)	100	10	2	600	120	不可	可

認められない。配合例(2)の場合、1軸のミキサーで10時間という長時間を混練するのに必要とし、このスラリーでは成形ができなかった。2軸のミキサーの使用によれば、混練時間の短縮が図れると共に、成形可能となった。凝集粒も著しく減少した。2軸のミキサーはモーター能力が大きいこと、2軸であることによる軸間相互のプラネタリー運動による捏和効果、容器と軸端のクリアランスの少なさによりデッドスペースがないこと及び真空で混練することによる粉体のぬれの改善等によるものとする。2軸の真空プラネタリーミキサーの優位性が明らかになったので、今後の表面処理粉体の混練試験は2軸のミキサーを用いて行った。

3.3 粉体の表面処理

3.3.1 オレイン酸

表面処理粉体と未処理粉体の粘性の違いを図2に示す。表面処理粉体は未処理粉体より粘性が低く、1%以上バインダーが少なくとも同じ粘度になっているので、成形に必要なバインダーをへらすことが可能である。しかし、成形にはパラフィンワックスを14%程度を必要とするので蜜ろうより、成形性は劣る。

3.3.2 蜜ろう

AL-160 SG 100, パラフィンワックス 12%に対して蜜ろう 2%または蜜ろうエマルジョン 2% (固形分換算), AL-M 2%の配合の混練トルクを図3に示す。蜜ろうエマルジョンの方が蜜ろうより、混練トルクが早くかつ小さな値になる。即ち、混練性が優れていることを示す。

また、表2によれば、蜜ろうでは混練することもできなかったパラフィンワックス量9%でも成形が可能である。その時、成形かさ比重は2.91(脱脂かさ比重2.62)と大きく、焼成収縮率を12%以下におさえることが可能となった。蜜ろうエマル

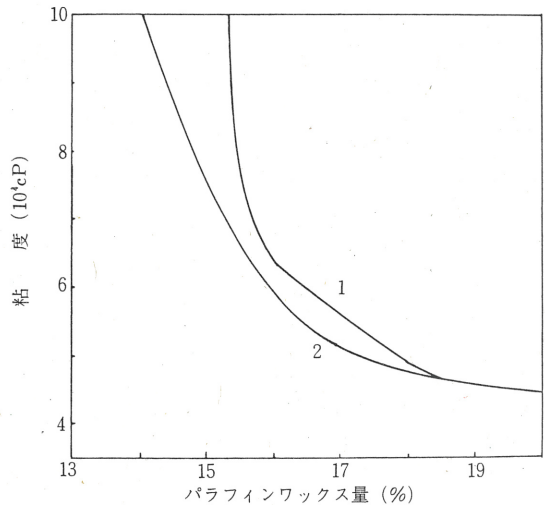


図2 原料の表面処理とスラリー粘度

1. 表面処理粉体 (オレイン酸 0.5%)
2. 未処理粉体

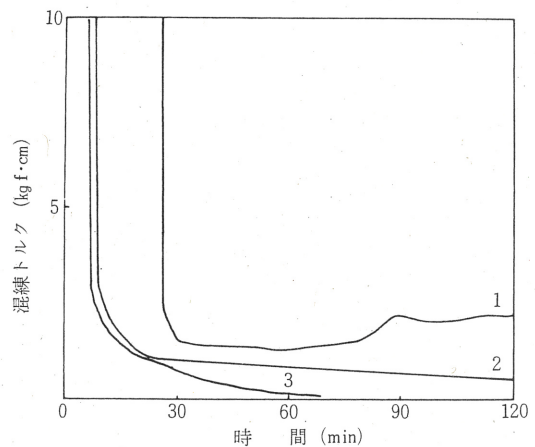


図3 原料の表面処理と混練トルク

1. 未処理 (蜜ろう 2%)
2. 蜜ろうエマルジョン
3. AL-M

ジョンの優位性の理由として、次のように考える。蜜ろうエマルジョンの粒の大きさは μm オーダーであり、最初からアルミナ粒子の表面をコー

表2 蜜ろうエマルジョン 2% (固形分換算) 使用した配合

	配 合 (%)		成形かさ比重	1500℃焼成	
	AL-160SG	パラフィンワックス		かさ比重	収縮率(%)
(3)	100	10	2.86	3.93	12.6
(4)	100	9	2.91	3.94	11.7

ティングするという形ではなく、アルミナ粒子の表面の一部に付着する形であり、加熱することにより、付着した蜜ろうが表面をおおうと思われる。このことにより、パラフィンワックスとアルミナ粒子のぬれが改善された。なお、充てん率はプレス成形法では55%程度であるが、ここでは67%という密充てんを示している。

3.2.3 アルミニウム系カップリング剤

カップリング剤にはシラン系、チタン系などがあるが、焼成した後のSi、Tiを考慮して、ここではアルミニウム系を選択した。図3によれば、パラフィンワックス12%では、混練性は良好であった。しかし、11.5%未満では、混練はできたが、成形することはできなかった。アルミナとパラフィンワックスだけの場合、パラフィンワックスを50%近く必要とすることや、オレイン酸と比べると低バインダーでは成形しうるが、蜜ろうほどバインダー低減効果はない。

このように表面処理、混練方法を検討してみると、蜜ろう中のワックス分を考えると、成形に必要なワックス量としては11%前後であり、成形助

剤をかえてもこのくらいは必要となる。このアルミナでは11%程度が低減化の限界であろう。

4. まとめ

粉体の表面処理、混練方法を検討した結果、次のことが判った。

- 1) 粉体の表面に成形助剤である蜜ろうを付着させパラフィンワックスを加えて成形したところ、パラフィックス及び蜜ろうの含量として11%で成形可能となり、低バインダー化が図れた。
- 2) 2軸の真空プラネタリーミキサーにより混合・混練したところ、混練時間の大幅な短縮及び分散状況の改善が認められた。

参考文献

- (1) 山崎ほか：愛知県常滑窯業技術センター報告，No.12，21～27（85）
- (2) 山崎ほか：愛知県常滑窯業技術センター報告，No.13，13～18（86）