

アルミナの鑄込成形 (第1報)

星 幸二 榊原 満

Slip Casting of Alumina (Part I)

by

Koji HOSHI and Mitsuru SAKAKIBARA

易焼結性アルミナの流し込み法による鑄込成形について検討した。分散剤にはポリカルボン酸アンモニウム塩を使用し、粉碎試験を行ったのち結合剤を添加し、鑄込試験を実施した。その結果、アルミナ 100 に対して分散剤 1%，水 25% を添加し、24 時間粉碎することにより効率的に粉碎できることが判明した。また粉碎したスリップに結合剤としてアクリル系エマルジョンを 4% 添加することにより機械加工が可能な生強度を付与でき、石膏型に対して目詰まりしない泥しょうを得た。耐摩耗性を利用した製品として無機スラリー輸送用鉄管の内張アルミナパイプを試作した結果、鉄管に比べて約 10 倍の耐久性を持つことが判明した。耐熱性を生かした製品として、アルミナ製ねじを試作した結果、流し込み法では着肉速度が遅く、圧力を加える必要があることが判明した。

1. まえがき

ファインセラミックス成形法の一つとして鑄込成形法は古くから行われているが、寸法精度、成形時間などに問題があり、中低級品の成形用とみなされてきた。しかし近年、装置が簡便なこと、脱脂工程が不要であることなどから見直されつつある。

本研究では常滑地区で一般陶磁器の成形法として技術蓄積のある流し込み成形法を活用し、易焼結性アルミナ原料の鑄込調合試験を行った。また実用化のためのアルミナ製品の試作試験を行った。

2. 実験方法

2.1 使用原料

アルミナ原料は易焼結性低ソーダアルミナ AL-160SG タイプ III を用いた。カタログ公称値は平均一次粒子径 $0.5 \mu\text{m}$ 、平均二次粒子径 $0.6 \mu\text{m}$ 、 1550°C でかさ比重 3.91 に焼結するものである。分散剤はセルナ D-305 で、主成分はポリカルボン酸

アンモニウム塩、固形分は 40% である。結合剤はバインドセラム WA-320、主成分はアクリル系エマルジョン、固形分は 42% である。

2.2 粉碎試験

ポットミルにアルミナ原料 100 と同重量の玉石を入れ、水を 21~26%，分散剤を 0.6~1.6% 添加し、粉碎を 2~24 時間行い、スリップの粘度、粉碎度へ及ぼす影響を検討した。粘度はスリップをポットから取り出した直後に B 型粘度計を用い、ローター No. 2、回転数 6 rpm、温度 20°C の条件で測定した。粉碎度は光透過式粒度分布測定装置を用い、被粉碎物中の粒子径 $0.5 \mu\text{m}$ 以下の割合で評価した。

2.3 鑄込試験

2.2 で十分に粉碎したスリップに対して結合剤を 1~5% 添加し、1 時間、均一になるようポットミルで混合し、鑄込泥しょうとした。

ドイツ窯業学会規定の形状の石膏型に泥しょうを流し込み、5~60 分後に排泥し、脱型乾燥後の着肉厚みを測定した。また成形寸法が直径 15 mm、長さ 120 mm の石膏型を用いて、15 分かけて固形鑄込を行い、取り出した試験体について乾

燥曲げ強度等の成形体物性を測定した。さらに1600℃ 2時間保持で焼成し、焼成性状を測定した。

3. 結果と考察

3.1 粉碎試験

易焼結性アルミナは原料メーカーの製造工程において乾式粉碎されるために、未粉碎の固まりが残りやすく、また微細なために二次粒子の凝集体を作りやすい。焼結を十分に進ませるには湿式粉碎が必要である。

図1に水分25%, 24時間粉碎の場合の分散剤量と粘度との関係を示す。両者の関係は二次曲線となり、分散剤量1%付近で粘度は最低となった。分散剤を大量に添加すると粘度は逆に高くなるの

と、後入れする結合剤との組み合わせで好ましくない。

図2に水分25%, 24時間粉碎の場合の分散剤量と粉砕度との関係を示す。図1の粘度が低い領域の分散剤添加量の所で0.5 μ m以下の割合が高く、粉碎が進んだことを示している。これに対応する粉碎効率の最も良い粘度は約500 cPであった。

図3に分散剤1%, 24時間粉碎の場合の水分量と粘度との関係を示す。水分添加とともに粘度は大きく低下した。

図4に分散剤1%, 24時間粉碎の場合の水分量と粉砕度との関係を示す。水分量24~25%付近がよく粉碎され、26%になると急激に粉砕度が悪くなった。

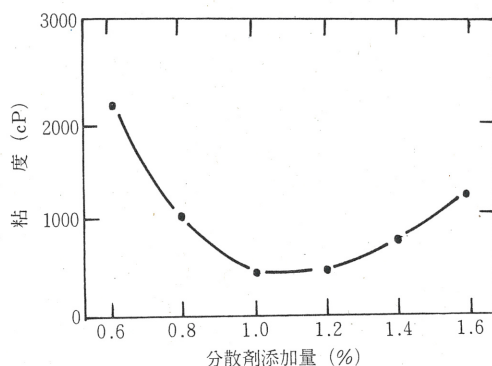


図1 分散剤量と粘度との関係

{ アルミナ 100
水 25

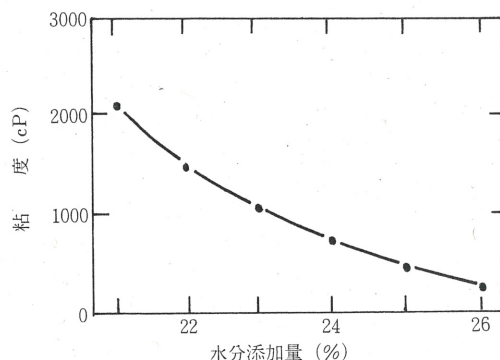


図3 水分量と粘度との関係

{ アルミナ 100
分散剤 1

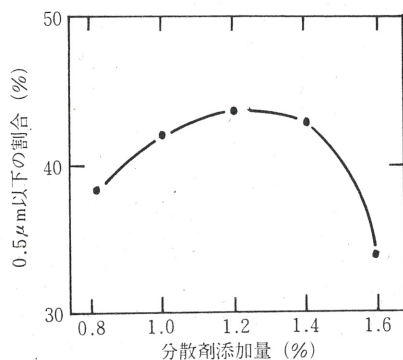


図2 分散剤量と粉砕度との関係

{ アルミナ 100
水 25

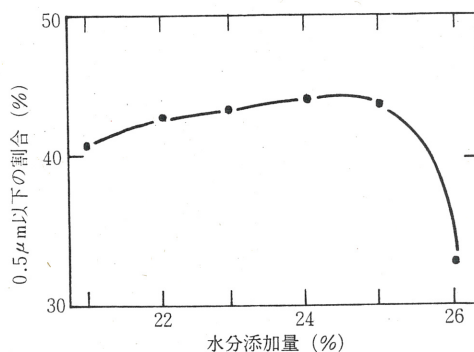


図4 水分量と粉砕度との関係

{ アルミナ 100
分散剤 1

図5に水分25%，分散剤1%の場合の粉碎時間と粉碎度との関係を示す。24時間値ではぼットでの粉碎限界となった。なお、さらに長時間、粉碎を続けた結果、粉碎は進まないばかりか、ボット内壁及び玉石からの汚染が著しくなった。

以上の粉碎試験の結果、アルミナ100に対して分散剤1%，水25%を添加し、24時間粉碎する条件を選定し、以下の試験を進めた。

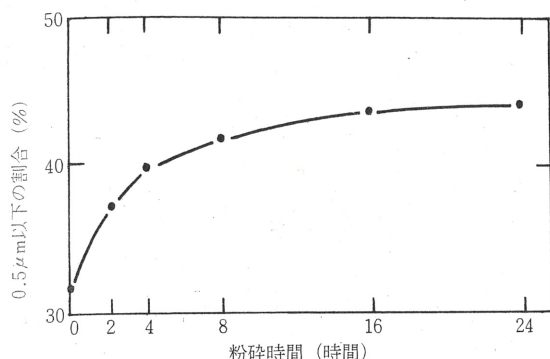


図5 粉碎時間と粉碎度との関係

アルミナ 100
水 25
分散剤 1

3.2 焼込試験

のりの役目をする結合剤を添加しても泥しょうの粘度は高くなることはなく、むしろ低下する傾向にあった。この性質がアクリル系エマルジョン結合剤の特徴といえる。予備試験では他のPVA系及び水溶性アクリル系の結合剤を使用すると少量添加でも粘度が著しく上昇し、チクソトロピーの強い泥しょうとなった。したがって、排泥焼込にはこの種の結合剤を使うのは困難である。なお、エマルジョン系の結合剤をパーセント単位で使用すると結合剤に含まれる多くの水が導入されるので濃い泥しょうを調製する場合に不都合となる。

図6に水分25%，分散剤1%の場合の結合剤量及び焼込時間と着肉厚みとの関係を示す。結合剤量を増やすと着肉速度は大幅に低下し、5%添加では無添加時に比べて半分以下となる。乾燥曲げ強度との関係もあるため難しい面もあるが極力添加量を減らすのが望ましい。なお、1及び2%添加の場合、20分以上の焼込時間では排泥困難となった。

結合剤を添加する目的はグリーン強度の付与で

ある。図7に水分25%，分散剤1%の場合の結合剤量と乾燥曲げ強度との関係を示す。結合剤添加量に対してほぼ直線的に強度が向上した。成形体のハンドリングのための最低強度は30 kgf/cm²とされているが、実際に加工作業を行ったところでは、50 kgf/cm²以上あった方が確実であった。なお、結合剤を5%以上添加すると有機物により石膏型の目詰まりを起こしやすい。したがって、実際の調合では、乾燥曲げ強度50 kgf/cm²で線引きすると結合剤添加量が3～4%で適量といえる。

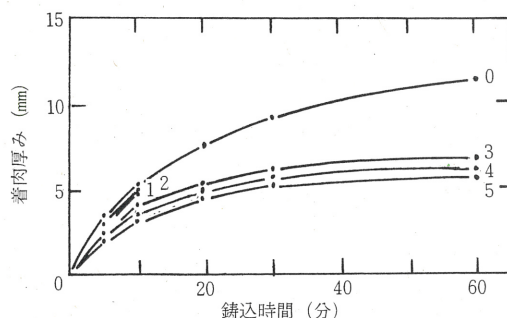


図6 結合剤量及び焼込時間と着肉厚みとの関係

アルミナ 100	0 : 結合剤 0
水 25	1 : " 1
分散剤 1	2 : " 2
	3 : " 3
	4 : " 4
	5 : " 5

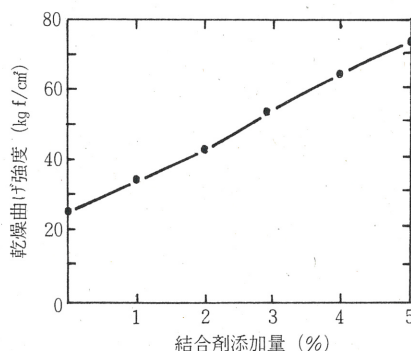


図7 結合剤量と乾燥曲げ強度との関係

アルミナ 100
水 25
分散剤 1

4. 試作

常滑、三河地区の陶磁器業界の主要製品である

窯業建材品の商品イメージの延長線上にあるファインセラミックスの開発を目標として試作を行った。アルミナの耐摩耗性を生かした商品で無機スラリー輸送用鉄管の内張材を、耐熱性を利用した商品としてねじを試作した。

4.1 無機スラリー輸送用鉄管のアルミナ内張材

鉄管の規格に合わせて成形時寸法で直径140 mm、厚さ3 mm、長さ180 mmのアルミナパイプを試作し、鉄管に内張した。2の試験結果から試作の割合はアルミナ100に対して、水25%、分散材1%、結合剤4%とした。パイプを固形 casting で成形する場合、中子型を石膏で作製すると脱型できなくなる。そこで石膏型の吸水を押さえるものを塗布するか、他の吸水性のない材料を使用することが考えられる。ここではアクリルのパイプを中子型とした。

casting 時間は15~20分間で、この範囲外では短い場合、脱型は可能であるが水分の抜けが充分でなく、腰がなくなって自重で変形した。一方、 casting 時間が長いと脱型できなくなった。

焼成時における問題点として、長尺のパイプを casting 込むと密度の上下差が大となり、変形しやすい。また厚みが薄いので窯内の温度分布の不均一による変形も起こりやすい。以上の二点を解決する方法として圧力 casting 法の採用と均一加熱炉での焼成が考えられる。

内張した試作品は鉄管に比べて約10倍の耐摩耗性があることが摩耗試験の結果判明した。写真はその試作品で、右側はアルミナパイプ、左は鉄管に内張した製品である。なお、この試作品はファインセラミックスフェア'87に出品した。

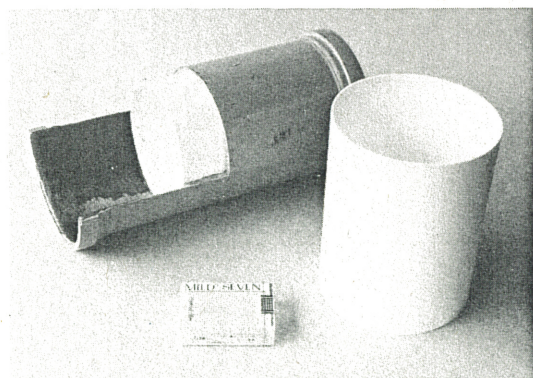


写真. 無機スラリー輸送用鉄管のアルミナ内張材

4.2 ねじ

直径25 mm、長さ110 mmのねじを試作した。泥しょう割合は4.1とおなじものを使用した。肉厚品の場合、流し込み法では着肉が悪く、生産効果率が低い。試験結果では4時間かけても完全には着肉しなかった。

そこで簡便に圧力を加える方法として落差 casting 法を用いて検討した。3 m高さの塩ビパイプの落差を利用して casting 込んだところ、1時間15分で成形できた。ただ、これを焼成すると中心部と外周部との密度差によりへこみが発生しやすい。したがって、より高品質な製品を得るには圧力 casting 法を用いる必要があると思われる。

なお、ねじのように肉厚が部所により著しく異なる製品では、薄い所が完全に着肉し、太い所が着肉している間に水分がさらに抜け、収縮が一層進み脱型が困難となったり、脱型時に両者の境界部できれつが入ってしまう。この対策として、薄い部所の型面に離型剤を厚く塗布したところ、着肉速度を押さえるのに有効であった。

5. まとめ

易焼結性低ソーダアルミナ原料を用いて流し込み成形法によるアルミナの casting 試験を行った。またアルミナ磁器の耐摩耗性、耐熱性にすぐれた性質を活用した製品を試作し、次の結果を得た。

- (1) アルミナの粉碎試験では、アルミナ100に対して水25%、分散剤1%の添加で24時間粉碎が適当であった。
- (2) casting 試験では上記割合に結合剤4%添加すると機械加工に充分な強度が得られ、有機物による目詰まりも起きなかった。
- (3) 無機スラリー輸送用鉄管の内張アルミナパイプとアルミナ製ねじを試作した。その結果、内張パイプは鉄管に比べて約10倍の耐摩耗性のある製品が得られた。またねじは、流し込み成形では着肉速度が遅く実用的でないことが判明したが、落差 casting で完全に着肉した製品を得た。

謝辞 本研究の試作にあたり、御協力いただいた常滑ファインセラミックス懇話会に深く感謝いたします。