

アルミナの鋳込成形 (第4報)

—アルミナの高圧鋳込成形—

星 幸二 深谷 英世 伊藤 政巳

Slip Casting of Alumina (Part IV)
—High Pressure Casting of Alumina—
by

Koji HOSHI, Hideyo FUKAYA and Masami ITO

ファインセラミックスの鋳込成形を高度化させるために、泥しょうに高圧をかけて、成形時間の短縮と成形体の物性向上を図ることを検討した。易焼結性低ソーダアルミナを対象に凝集性の少ない低水分泥しょうを調整し、樹脂型などの高強度型を用いて鋳込試験を行った。その結果、着肉速度は型材の種類には関係なく、圧力によって決ることが判明した。これは高圧鋳込の着肉は、ろ過と同じメカニズムにより進行するというで説明できる。しかし、圧力が 40 kgf/cm^2 を越えると着肉に頭打ち傾向が見られた。 40 kgf/cm^2 の圧力で10分間鋳込むと、常圧に比べて約10倍の着肉となった。成形体の密度は圧力には関係なく、平均2.59と高かった。乾燥収縮率は平均0.17%で、常圧鋳込の6.7%と比較して非常に小さくなった。成形体物性の着肉方向の均一性を調べるために、切出し試料でかさ密度、水分、粒度などを測定したが、ほぼ均一であった。樹脂型による試作では脱型の困難さと乾燥切れに課題を残した。

1. まえがき

ファインセラミックスの成形法のなかで鋳込成形は、成形時間の長さ、寸法精度の悪さなどから、射出成形法などと比較して、一段レベルが低い方法と見られてきた。この問題解決のために、既報^{1) 2)}では 10 kgf/cm^2 までの泥しょうへの加圧及び型の減圧、振動により、着肉速度の向上を図ってきた。

本研究ではさらに高圧をかけて成形の迅速化、高精度化を試みた。高圧鋳込には衛生陶器業界を中心に樹脂型などの高強度型材³⁾が用いられている。こうした型材を使用して 100 kgf/cm^2 までの圧力を泥しょうにかけてアルミナの鋳込試験を実施した。

2. 実験方法

2.1 使用原料及び添加剤

前報²⁾と同じく、アルミナ原料は易焼結性低ソーダアルミナAL-160SGタイプ4を、分散剤

はアロンA-6114 (ポリカルボン酸アンモニウム塩 固形分40%)を用いた。バインダーは成形時に型の気孔に入り込んでも、洗浄容易なFC-51 (アルコール性水酸基を持つ非イオン性界面活性剤 固形分70%)を使用した。

2.2 泥しょう調整試験

一般に、凝集体を作り易い泥しょうを鋳込成形に用いると、成形密度が上がらない⁴⁾。高圧鋳込成形用には低水分で、長時間の安定性がある泥しょうが必要となる。こうした泥しょうを得るのを目的に2.1の原料と添加剤を使用して調合試験を行った。

ポットミルにアルミナ原料と同重量のアルミナ玉石を入れ、所定量の水と分散剤を添加して24時間、分散混合して泥しょうを調整した。泥しょう粘度はポットミルから取り出した直後に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。バインダー添加による乾燥強度の付与の程度を評価するために、セッコウ型で $10\phi \times 120\text{ mm L}$ の試験体を鋳込んで、乾燥後に曲げ試験を行った。

2.3 高圧鑄込成形用型材

圧力が $10\text{kgf}/\text{cm}^2$ を越える高圧鑄込成形では、セッコウ型の強度面での使用限界を越えているので、高強度型材が必要となる。また、セッコウは水にわずかずつ溶解していくために、高純度原料の鑄込成形では焼結妨害要因⁵⁾となる。そこで、水への溶出成分の少ない材料が望まれる。

$100\text{kgf}/\text{cm}^2$ 程度の圧力鑄込成形に耐える強度を持ち、水への溶解がほとんど無い型材を収集し、その特性を測定した。また、以下の高圧鑄込成形に用いた。

2.4 高圧鑄込試験

型材の着肉速度を評価するために、図1に示す鑄込治具(外径 125mm 内径 35mm 厚み 50mm のドーナツ状のプラスチック)の上面に型材をあて、鑄込装置の型締め機にセットする。そして、下方より泥しょうを送り込み、所定の圧力をかけ、型の片面のみの着肉試験を行った。加圧は装置の限界圧力である $100\text{kgf}/\text{cm}^2$ までとした。所定の時間経過後、圧力を解除して排泥した。治具と型を合わせたまま取り出し、着肉層に付着している泥しょうを十分にきるために、5分間静置した。その後、治具から成形体を取り出し、直ちにノギスで着肉厚みを測定した。また、脱型時の重量と 110°C 乾燥後の重量により、成形水分を計算した。さらに乾燥後の成形体寸法と治具の寸法により、乾燥収縮率を求めた。さらに、成形体の乾燥後の破断面を走査電子顕微鏡で微構造観察した。

2.5 成形体物性の均一性の評価

圧力鑄込成形では迅速に着肉させるために、成

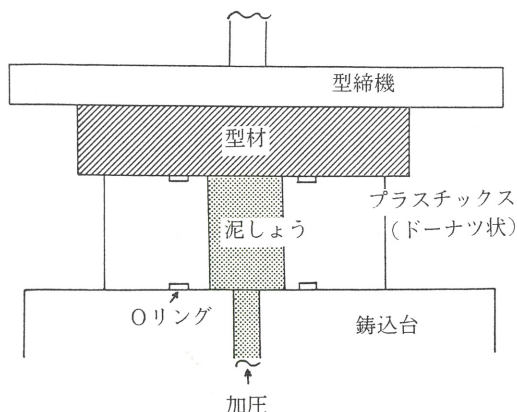


図1 高圧鑄込試験用の鑄込治具

形体の物性が不均一になるのが懸念³⁾される。そこで、脱型直後の円柱状の成形体を厚み方向に垂直に等分に切出し、輪切りになった試料で水分、強熱減量、成形かさ比重、粒度などを測定し成形体物性の均一性を検討した。

3. 実験結果及び考察

3.1 泥しょう調整試験

前報²⁾の結果で、バインダーを添加しない場合に、最小粘度を示す分散剤添加量は 0.5% であった。最小粘度になる分散剤量が鑄込性状には良好であるので、 0.5% に固定して、これにバインダーを添加して、粘度を測定した試験結果を図2に示す。バインダーを添加していくと、粘度が下がり、分散効果を示したので、分散剤の添加量を 0.4 及び 0.3% に減らしてバインダーを添加した試験も行い、その結果を同時に図2に示した。どの分散剤量でもバインダーを添加していくと粘度は下がり、従来から広く使われているPVA系のバインダーとは逆の傾向を示す。この分散効果を持つバインダーにより、低水分で安定した泥しょう調整が可能となった。また、分散剤量を減らしても粘度は大きく上昇しなかった。

バインダーを添加していった時の、鑄込成形体の乾燥曲げ強度の変化を図3に示す。添加量に応じて強度は向上するが、やや強度の付与の割合が小さい。添加量をどんどん増やせば、強度は向上するが、成形体に空孔を作り、成形密度の低下を招く。⁵⁾そこでやや強度不足ではあるが、バインダー及び分散剤添加量をとともに 0.5% として、水を 22% 添加した泥しょうを高圧鑄込試験及び試作に用いた。

3.2 高圧鑄込成形用型材

高強度型材の特性を表1に示す。ミクロライト⁶⁾とマシナックス⁷⁾はブロックで供給されるので型にするには研削加工が必要である。セラブラスト⁸⁾はプレス成形可能な形状であれば造型できる。HA-3⁹⁾はほぼ、セッコウ型と同様な複雑形状の型作成が可能である。走査電子顕微鏡による気孔形状の観察結果を写真1～写真4に示す。気孔の生成法の違いにより気孔形状が大きく違う。どの型材も少量ではあるが比較的大きな気孔があ

表1 高強度型材の特性

種 類	気孔率 (%)	耐圧強度 (kgf/cm ²)	かさ比重	材 質
樹脂型（セラプラスト）	30	320(曲げ)	1.60	フェノール系樹脂
樹脂型（HA-3）	27	374(圧縮)	1.14	エポキシ系樹脂
樹脂型（マイクロライト）	48	126(ぬれ曲げ)	0.57	PVA-フェノール系樹脂
マシナブルセラミックス（マシナックス）	36	550(曲げ)	2.10	珪灰石

※一部カタログ値

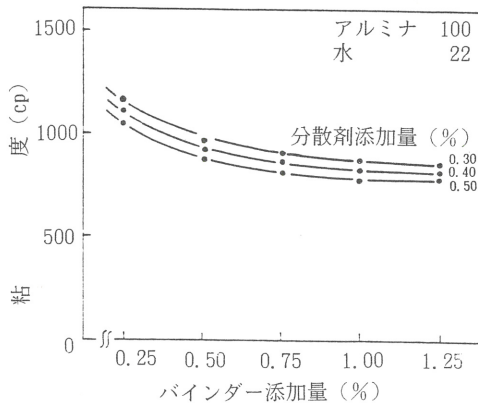


図2 バインダー添加量と粘度との関係

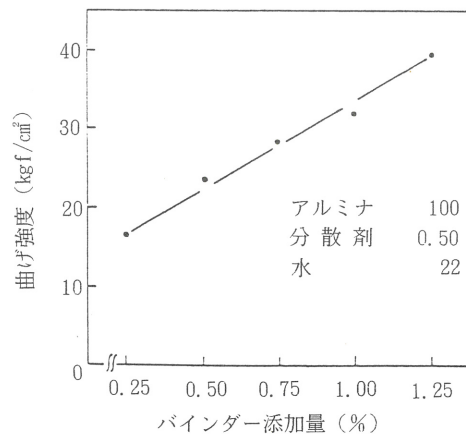
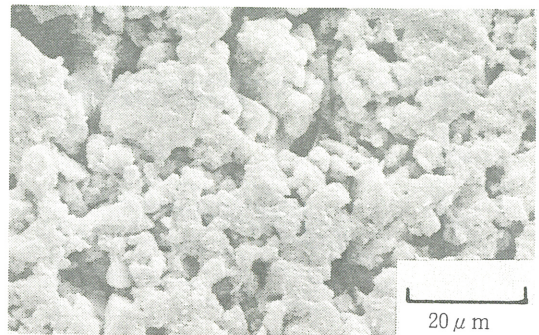
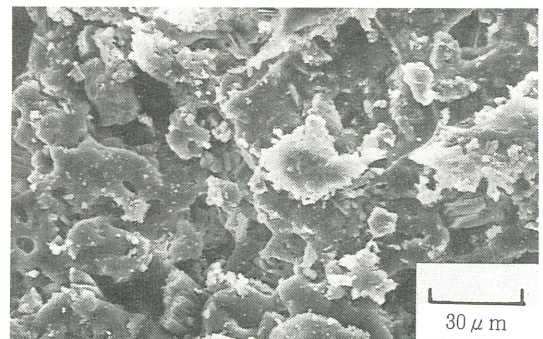
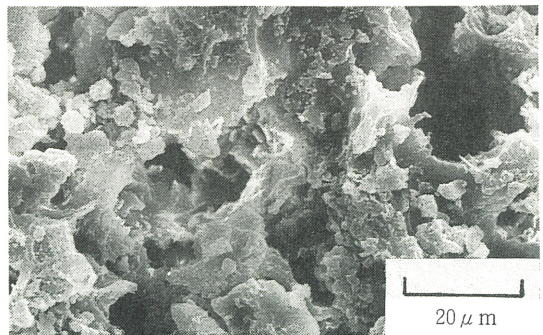


図3 バインダー添加量と成形体乾燥強度との関係

り、成形時に泥しょうが入り込み、脱型を困難にする懸念がある。

3.3 高圧焼込試験

写真1 型材のSEM写真 ×1000
(樹脂型セラプラスト)写真2 型材のSEM写真 ×250
(樹脂型HA-3)写真3 型材のSEM写真 ×1000
(樹脂型マイクロライト)

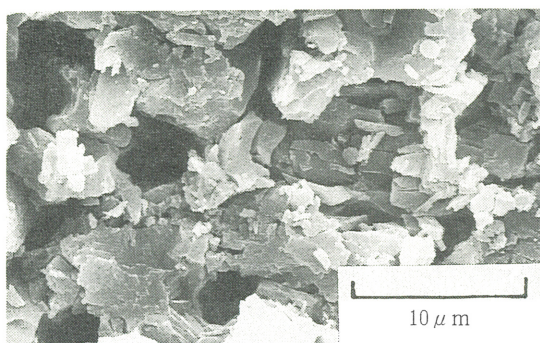


写真4 型材のSEM写真 ×3000
(マシナブルセラミックス・マシナックス)

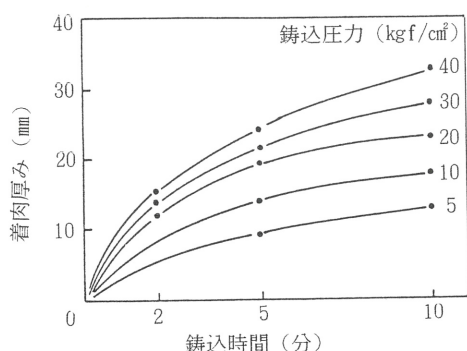


図4 樹脂型(HA-3)の着肉速度

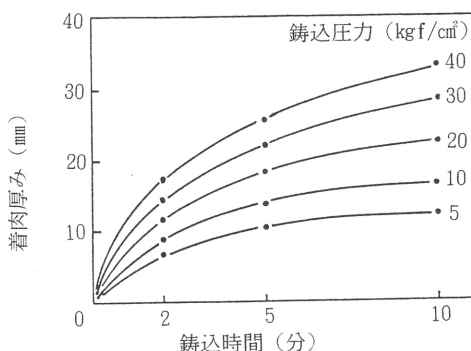


図5 樹脂型(マイクロライト)の着肉速度

樹脂型HA-3及び樹脂型マイクロライトの着肉速度を図4及び図5に示す。HA-3の鑄込圧力5及び10kgf/cm²の場合、2分の鑄込時間では脱型後の成形体に保形性がなく、着肉厚みが測定できなかった。この両者の違いを調べるために、常

圧で成形を試みたところ、マイクロライトは10分で数mmの着肉があったが、HA-3はほとんど着肉しなかった。この結果からマイクロライトには毛細管の水分吸収があり、低圧でも脱水し、保形性があるものと思われる。

20～40kgf/cm²の圧力範囲では両者の型材は、ほぼ同じ着肉速度を示した。しかも、残りの2つの型材でも同様な結果が得られた。これは高圧鑄込成形の着肉メカニズムが基本的にろ過に基づいており、そのろ過理論¹⁰⁾により説明できる。すなわち、着肉開始直後に絞り出された水分の移動には型材のろ過抵抗(ろ材抵抗)が影響するものの、着肉が進んでくると、成形層の水分移動に対する抵抗が律速となる。その結果、型材の気孔径、気孔量などの特性が着肉速度に影響しないものと考えられる。しかし、気孔率が10%程度の型材で鑄込試験を行うと、着肉は大幅に悪くなる。少なくとも20%の気孔率は必要と思われる。

以上の型材の評価では、40kgf/cm²までの圧力の着肉速度を検討したが、50kgf/cm²以上では0リングからの泥しょうの漏れが著しく、試験を行うのは困難で、数回に1回しかデータが取れなかった。そこで、試験回数を少なくするために、鑄込時間を10分間だけに限定して鑄込試験を行った。その結果を図6に示す。70kgf/cm²以上では泥しょうの漏れが防止できず、測定できなかった。圧力を高めていくと、40kgf/cm²程度までは着実に着肉速度は向上するが、それ以上では頭打ち傾向を示す。これは圧力が高くなると、比例してろ過速度が早くなるはずであるが、着肉層

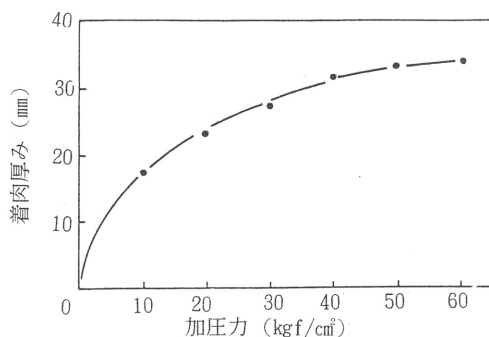


図6 着肉厚みと鑄込圧力との関係
(HA-3: 鑄込時間10分間)

の厚みが増して水分移動への抵抗が大きくなり、頭打ち傾向を示すものと考えられる。

衛生陶器の高圧焼込成形に見られるごとく³⁾，焼込圧力をいたずらに高くすると，装置が大掛かりになり，設備投資が膨大になる。また，上記の様に泥しょうの漏れ対策も大変になる。したがって，生産性と設備投資額のバランスを考えて，圧力を設定する必要がある。衛生陶器ではその圧力は10数kgf/cm²といわれている。

常圧焼込成形との着肉厚みの比較では，40kgf/cm²の圧力，10分間の焼込時間で約10倍となり，大幅な成形時間の短縮が可能となった。

成形体の脱型時の水分を表2に示す。圧力が低く，成形時間の短いところで水分が若干高くなっているが，その他はほぼ同じ値を示した。成形体のかさ比重，乾燥収縮率もほぼ同様な傾向を示し，かさ比重は平均で2.59，乾燥収縮率は平均で0.17%であった。この乾燥収縮率は常圧焼込の6.7%に比べて非常に小さくなっている。なお，脱型時の型内での収縮はほとんどなかった。常圧では1.3%程度あり，これも高圧焼込の特長となっているが，逆に，収縮がないために脱型が困難となる問題を持ち込むことになる。

表2 脱型時の成形体水分（HA-3）

圧 力	時 間 (%)		
	2 分	5 分	10 分
10 kgf/cm ²			12.8
20 kgf/cm ²	13.3	13.0	12.9
30 kgf/cm ²	12.8	12.9	12.8
40 kgf/cm ²	12.9	12.8	12.7

成形体の走査電子顕微鏡の観察結果を写真5に示す。1600℃で1時間保持した焼成体のかさ比重は3.96であった。一方，型寸法からの全収縮率は13.7%で，射出成形並に低くすることができた。

3.4 成形体の均一性の評価

樹脂型HA-3で圧力40kgf/cm²，焼込時間10分間で成形した円柱の厚み方向に垂直に切り出した試験体の水分，強熱減量，かさ比重を図7に示す。

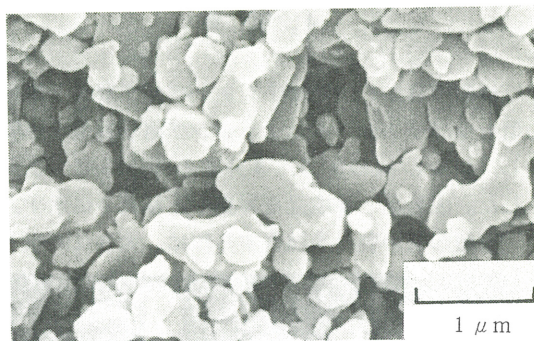


写真5 成形体のSEM写真 ×20000
(HA-3 : 40kgf/cm² 10分間)

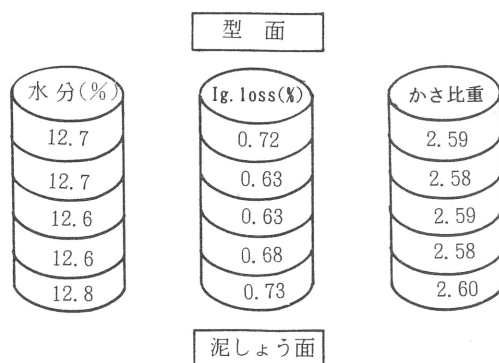


図7 成形体物性の厚み方向の分布
(HA-3 : 40kgf/cm² 10分間)

各々の物性の厚み方向の分布差はほとんどなく，ほぼ均一であるといえる。着肉速度を早くすると成形体の物性低下を招き，厚み方向の不均一性が大きくなると言われているが，ほぼ均一で常圧焼込より物性は向上している。粘土を含有した素地に比べて，アルミナ単味素地ではアルミナ粒子を取り巻く水膜が薄く，保水性に乏しいために，成形体の型面近くと排泥面との水分の差がほとんどなくなると思われる。粘土を含有した衛生陶器素地では水分勾配が大きくなる³⁾といわれている。

粒度分布の測定結果でも位置による有意差はなかった。工業ろ過ではろ材面に近いところに細かい粒子が集まる傾向を示す。工業排水は一般に固体粒子濃度が薄いので，このような不均一が起きるが，焼込泥しょうは低水分領域で調整するために，粒が自由には動けず，均一になるものと考えられる。

4. 試 作

樹脂型HA-3でセラミックバルブ型を、樹脂型セラプラストで泥しょうポンプ用羽根型を作製し、40 kg f/cm²の圧力、3分間の鑄込時間で試作した。成形品と焼成品を写真6と写真7に示す。

複雑形状の製品を試作する際に、大きな問題と

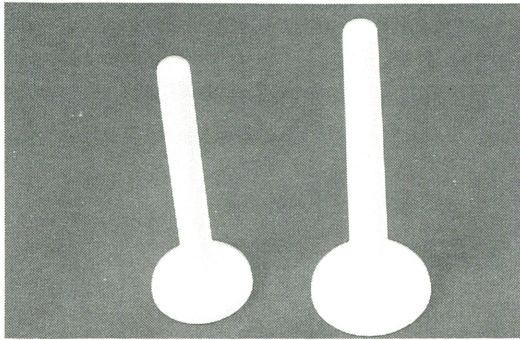


写真6 高圧鑄込試作品 セラミックバルブ
(左: 焼成品 右: 成形品)

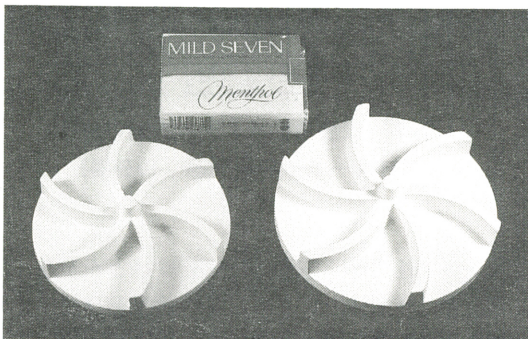


写真7 高圧鑄込試作品 泥しょうポンプ用羽根
(左: 焼成品 右: 成形品)

なったのは、脱型の困難さと乾燥切れの発生であった。脱型の問題は前述のように、型内での収縮がほとんどないという点と、型表面の大きな気孔に錨をおろすようにアルミナ素地が入り込み、脱型を困難にするものと考えられる。対策として型内へのエアブローがある。本試作では2 kg f/cm²程度の空気圧で脱型できたが、1 μm以下の気孔径ではエアの通りが悪くなり、脱型困難となる。

一方、乾燥切れは高圧鑄込には避けてとおれない問題である。原因としては成形体内部の密度差¹¹⁾、乾燥強度不足¹²⁾、脱型時の歪、緻密素地

における毛細管力の作用¹³⁾などが挙げられている。特に、成形密度が高くなり過ぎると、亀裂が入りやすい傾向がみられる。また、バインダーの選択も重要である。

5. まとめ

易焼結性低ソーダアルミナを対象に凝集性の少ない泥しょうを調整し、高強度型材を用いて高圧鑄込試験を行った結果、次のことが判明した。

- (1) 着肉速度は高強度型材の気孔径、気孔量などには関係なく、圧力により決まる。
- (2) 40 kg f/cm²の圧力をかけると、常圧に比べて約10倍の着肉速度を示し、大幅な成形時間短縮を図ることが可能である。
- (3) 成形体の物性は圧力に関係なく、ほぼ一定であり、着肉方向の物性の不均一性もなかった。
- (4) 試作を行ったところ、脱型の困難さと乾燥切れの発生の問題が検討課題として残った。

参考文献

- 1) 伊藤政巳, 星幸二, 榎原満, 愛知県常滑窯業技術センター報告, No.15, 43~48 (1988)
- 2) 星幸二, 伊藤政巳, 榎原満, 愛知県常滑窯業技術センター報告, No.16, 17~22 (1989)
- 3) 松本彰夫, 第3回粉体技術専門講座テキスト, 日本粉体工業技術協会 (1989) p 53~70
- 4) 荒川正文, 小林秀紀, 平戸啓一郎, 井上圭吉, 粉体工学会誌, 25, 585~590 (1988)
- 5) 水田博之, 芝崎靖雄, 第5回名工試におけるセラミックスの研究に関する講演会講演概要集, 名古屋工業技術協会 (1990) p 43~50
- 6) 鐘紡(株)産業資材事業本部, ミクロライト 技術資料
- 7) 後藤泰男, 石田秀輝, 藤沢寿郎, ファインセラミックス, 10, 27~34 (1989)
- 8) ニッコー(株), セラプラスト型 技術資料
- 9) (株)ノリタケカンパニーリミテド日東石膏事業部, 多孔質樹脂HA-3 技術資料
- 10) 吉野善弥, 工業操作シリーズ改訂第2版, 化学工業社 (1972) p 1~15
- 11) 内村勝次, 鶴崎永人, 高津学, 日本セラミッ

- クス協会秋シンポジウム予稿集, 620～621 (1989)
- 12) F. F. Lange and K. T. Miller, Am. Ceram. Soc. Bull. , 66, 1498～1504 (1987)
- 13) 西尾浩明, セラミックス, 25, 190～194 (1990)