

セラミック微細多孔体の製造技術に関する研究（第2 報）

- 多孔体の製造とキャラクターゼーション -

児玉 弘人* 諏訪 幸雄*

1. 緒 言

前報告では、主原料に砂利採石場汚泥を用い、それに石炭微粉を添加して製造されたセラミック多孔体の諸物性について報告した。その後、製造方法を検討した結果、微粉碎した原料を用いると細孔径がよく揃ったセラミック多孔体が得られることがわかった。本報告では、この製造法により造られたセラミック多孔体の物性について、得られた知見を報告する。

2. 実 験

2.1 セラミック多孔体の作成

主原料の廃泥は、砂利採石場から排出されるもので、含まれる鉱物は珪石、長石、粘土で、主な化学成分は、 SiO_2 63%、 Al_2O_3 17%、 Fe_2O_3 6.0%、 K_2O 2.4%、 MgO 1.6%、 Na_2O 1.6%である。この廃泥に石炭微粉を加え、水とともに遊星ボットミルで1時間微粉碎する。得られた泥漿を水分調整し、手で丸め直径 8mm 程度の球状に成形し、乾燥後、電気炉で焼成（昇温速度 $100^\circ\text{C}/\text{h}$ 、最高温度で2時間保持）し、セラミック多孔体を得た。なお微粉碎した廃泥の粒径は、 $1\mu\text{m}\sim 20\mu\text{m}$ であった。

2.2 セラミック多孔体の物性評価

セラミック多孔体の物性評価は、嵩比重、気孔率、比表面積（B.E.T.比表面積）、細孔径分布を測定することにより行った。嵩比重、気孔率、細孔径分布は水銀ポロシメータにより測定した。測定圧力範囲は $0.5\text{psia}\sim 60000\text{psia}$ で、水銀の表面張力を $485\text{dynes}/\text{cm}$ 、接触角を 130° とした。また、比表面積は 77K での窒素ガスの吸着等温線を測定することにより求めた。

3. 結果及び考察

3.1 嵩比重、気孔率

図1は嵩比重の焼成温度による変化を示したものである。焼成温度 $600^\circ\text{C}\sim 900^\circ\text{C}$ の範囲では、嵩比重はほとんど変化せず、 1000°C 焼成すると約0.1増加する。また、添加する石炭微粉の量を増やしてゆくと嵩比重は減少し、焼成温度 $600^\circ\text{C}\sim 900^\circ\text{C}$ の範囲では、廃泥のみを原料とした場合は1.5、石炭微粉を重量比で10%、20%、30%、50%含むものはそれぞれ1.3、1.25、0.9、0.6であった。

図2は気孔率の焼成温度による変化を示したものである。嵩比重の場合と同様に、焼成温度 $600^\circ\text{C}\sim 900^\circ\text{C}$ の範囲ではほぼ一定で、 1000°C 焼成では約5%減少した。また、添加する石炭微粉の量を増やしてゆくと気孔率は増大し、焼成温度 $600\sim 900^\circ\text{C}$ の範囲では廃泥のみを原料とした場合は44%、石炭微粉を重量比で10%、20%、30%、50%含むものはそれぞれ50%、53%、65%、77%であった。

また、未粉碎の廃泥のみを原料とした場合、焼成温度 $600^\circ\text{C}\sim 900^\circ\text{C}$ の範囲では、嵩比重が1.6、気孔率が40%とり、微粉碎により嵩比重は減少、気孔率は増加した。

3.2 比表面積

図3は、BET比表面積の焼成温度による変化を示し

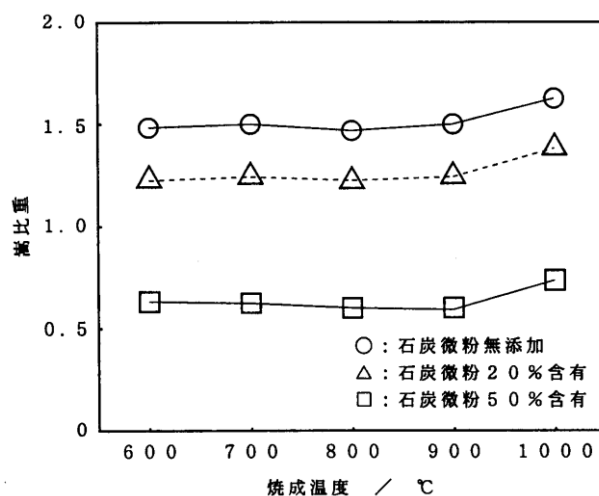


図1 焼成温度による嵩比重の変化

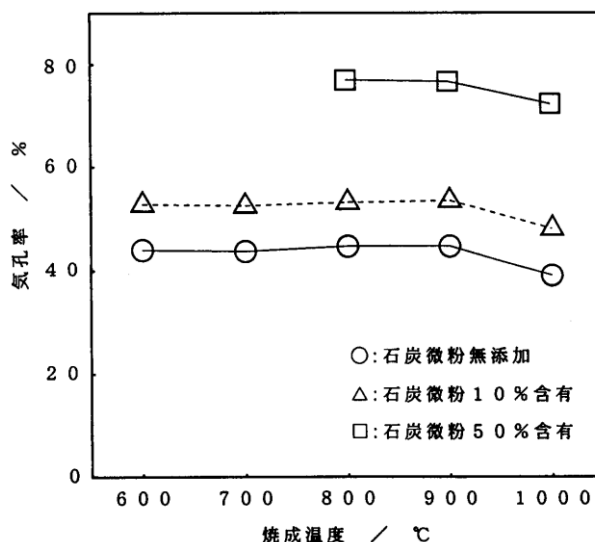


図2 焼成温度による気孔率の変化

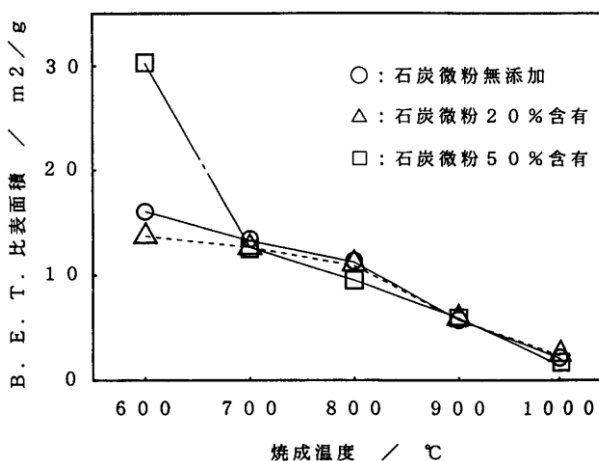


図3 焼成温度による比表面積の変化

たものである。廃泥のみと20%の石炭微粉を含む廃泥を原料にしたものは、ほぼ同様の傾向を示し、焼成温度600℃～800℃では、約10m²/gであったものが、900℃焼成では約6m²/gとなり、1000℃焼成では約2m²/gまで減少した。また、石炭微粉を10%、30%含有したものについても同様の値となった。

それに対し、石炭微粉を50%含有したものは、600℃焼成したもののみ、表面積は30m²/gとなった。この多孔体のTG測定の結果、約4%の燃焼による減量が認められ、表面積が大きい値となったのは、未燃焼の石炭微粉が多孔体中に存在しているためと考えられる。

3.3 細孔径分布

原料の廃泥を微粉砕したもの及び未粉砕のものから得られたセラミック多孔体（石炭微粉末添加、焼成温度800℃）の細孔径分布を比較したものが図4である。未粉砕の場合は、細孔直径が0.3μm～1μmに分布している。それに対し、微粉砕したものは、そのほとんどが0.1μm～0.2μmに集中している分布となった。このことから、微粉砕すると細孔径が小さくなり、且つその大きさが揃うことがわかった。

図5は、石炭微粉を20%含有させ800℃及び1000℃で焼成したものの細孔径分布である。800℃で焼成したものは、細孔直径0.5μmにピークを持つ細孔分布となった。焼成温度600℃～900℃まではこの細孔分布とほとんど変わらないが、1000℃焼成したものは、そのピークが約0.8μmにシフトした。この1000℃焼成におけるピークのシフトは石炭微粉無添加の場合も認められた。

図6は、石炭微粉の添加量による細孔分布の変化を示したものである。石炭微粉無添加のものは、0.2μmの細孔径のところにピークを持つ分布となるが、石炭微粉を20%含有させたものは、そのピークが0.5μmとなり、石炭微粉を30%含有したものは1.5μmにそのピークがシフトした。50%含有させたものでは、2μmにピークがシフトするが、機械的強度としては非常に弱くなり、用途がかなり限られたものとなる。このように、主原料に加える石炭微粉の量を増やしてゆくと細孔径が大きくなり、石炭微粉の添加量により、多孔体の細孔径を0.2μm～2μmの範囲で制御できることがわかった。

4. 結 言

本研究では、主原料に微粉砕した廃泥を用い、セラミック多孔体を製造、その物性を調べた。その結果、多孔体原料の微粉砕は比表面積を増大させる効果はないが、細孔径の大きさが揃ったセラミック多孔体を得るために有効であることがわかった。また、石炭微粉の添加量を調節することにより、0.2μm～2μmの範囲で細孔径の大きさを制御できた。しかし、この方法で制御できる細孔径範囲は非常に狭く、今後、さらに大きな細孔径を持つ多孔体の製法、広範囲に細孔径を制御できる手法を検討する必要がある。

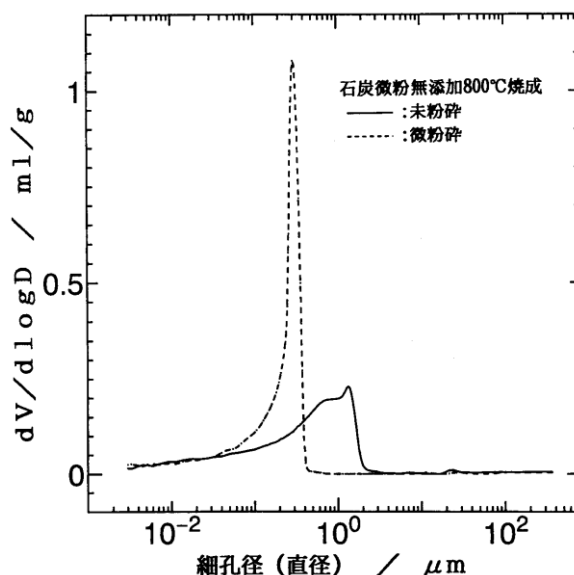


図4 細孔径分布—微粉砕の効果

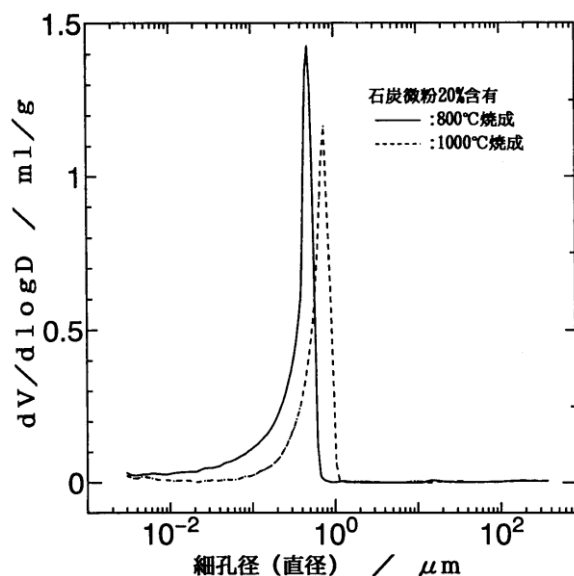


図5 細孔径分布—焼成温度による変化

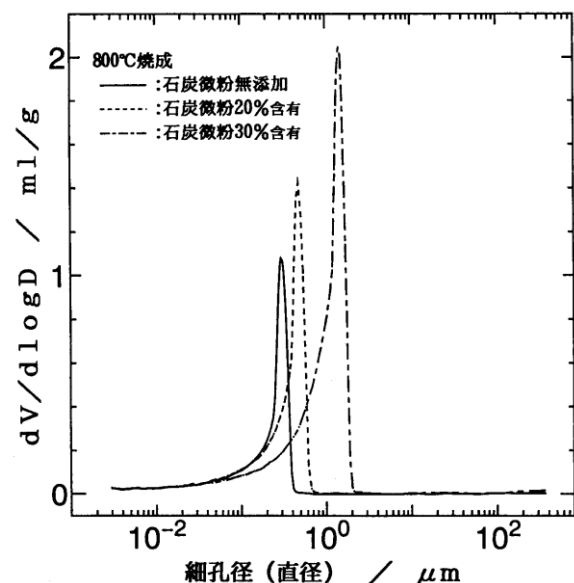


図6 細孔径分布—石炭微粉含有量による変化