

セラミック製造における凍結乾燥法の研究(第2報)

新技術応用部 広瀬 克美 佐久間与一郎

機械金属部 鈴木 宗明

1. 緒 言

前回において、凍結乾燥法によりアルミナ粉体の造粒を行い、造粒体の観察などを行ったが、この方法は、他の方法に比べ、結合剤等の造粒された顆粒表面への偏析が少ないという長所があるとされている。これに対して、アルミナ等のセラミック製品をプレス成形により工業的に製造する際には、経済的かつ効率的であるとの理由などから、噴霧乾燥法を用いて造粒する方法が広く利用されている。しかしこの方法では、結合剤等の顆粒表面への偏析がおこりやすく、プレス成形の際に顆粒が潰れにくくなる原因ともなっている。

ここでは、凍結乾燥法によって得られた顆粒を用いて、プレス成形、焼成を行い、得られたアルミナの破面等を電顕によって観察し、アルミナへの酸化マグネシウムの添加による影響などを検討した。また、噴霧乾燥法によって得られた造粒体、およびその焼成体との比較なども行った。

2. 実験方法

図1にアルミナ原料を用いた凍結乾燥法による造粒実験の概略を示す。また、図2に噴霧乾燥法による造粒装置の概略を示す。

凍結乾燥法においては、表1に示すような原料粉体等を用いて、図3に示すような工程を経て、造粒体を得た。一方、噴霧乾燥法によるアルミナ原料の造粒体は、凍結乾燥法で用いたのと同様の成分の泥しように噴霧乾燥装置(アンハイドロ社、LAB1型)にかけることにより得ることができた。

また、アルミナ泥しように塩化マグネシウム(0.5~4mol%まで段階的に割合を変えたもの)を加えたものの造粒体を、上述と同様な工程を経て得ることができた。

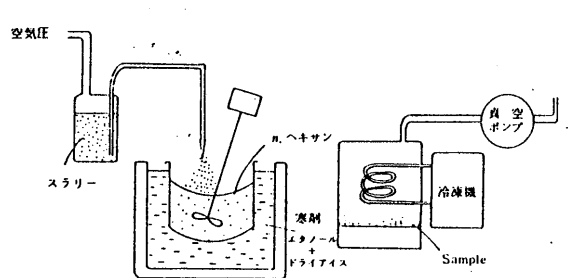


図1 凍結乾燥法の概略図

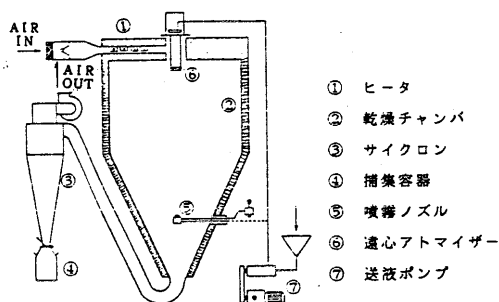


図2 噴霧乾燥装置

表1 実験に使用した材料

アルミナ	日本軽金属(株) A32
化学組成(%)	Al_2O_3 99.5
水	イオン交換水
結合剤	ポリビニルアルコール関東化学(株)
	けん化度 86.5～89 モル%
	重合度 500
	2%w/w 添加
解脛剤	ポリアクリル酸(C-24N) 日材牒(株)
	アルミナ粉末 100g に対して 1.3ml 添加

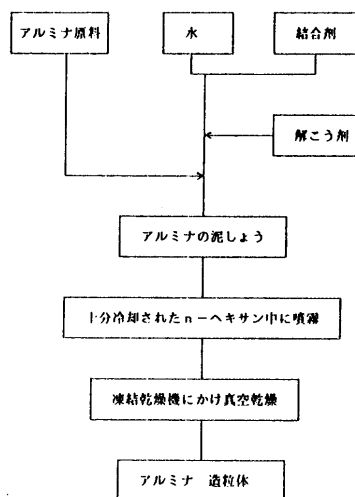


図3 凍結乾燥法による造粒工程

3. 実験結果および考察

凍結乾燥法によりアルミナ粉体の造粒を行った結果、約 $40\mu\sim 300\mu$ 程度の粒径をもった顆粒を得た。写真1, 2はアルミナ粉体の造粒前と造粒後の様子を示す。一方、噴霧乾燥法によって得られた顆粒は、粒径が約 $30\mu\sim 150\mu$ 程度で、ここでの凍結乾燥法によって得られたものよりやや粒径が小さかったが、顆粒の一部がくぼんだようなものは見受けられず、流動性の良いものが得られた。

この造粒体を用いて、プレス成形を経て焼成したアルミナの破面のSEM像を写真3～8に示す。

写真3は、凍結乾燥法により造粒し、プレス圧 $1\text{ton}/\text{cm}^2$ 、写真4は $500\text{kg}/\text{cm}^2$ でそれぞれ成形(日栄精工, UPJ-6型)し、焼成したものである。写真5は、噴霧乾燥法により造粒したものを、プレス圧 $1\text{ton}/\text{cm}^2$ で成形し、焼成したものである。なお、写真6は、同じアルミナ原料を使用して、鋳込み成形し、焼成したものである。

プレス圧の違いによって、粒成長に違いがみられるのは当然であるが、造粒法の違いによっても、焼成体の粒成長の仕方にある程度の違いがみられる。粒成長自体は、凍結乾燥法によって得られた造粒体を使った方が、噴霧乾燥

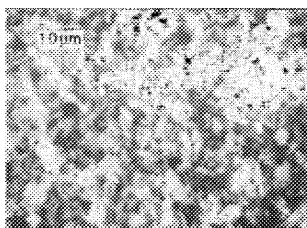
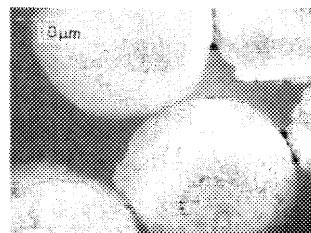
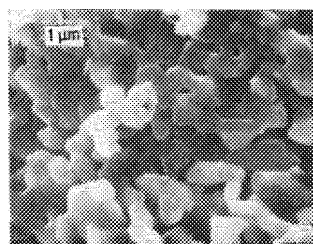
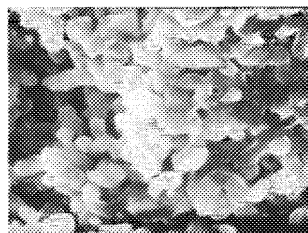


写真1 アルミナ粉体

写真2 アルミナ造粒体
(凍結乾)写真3 プレス圧 1ton
(凍結乾)写真4 プレス圧 0.5ton
(凍結乾)

法によって得たものを使用するより良いようである。

写真7, 8は、凍結乾燥法により造粒し酸化マグネシウム(塩化マグネシウムを焼成して酸化マグネシウムとしたもの)をそれぞれ2mol%, 4mol%含んだものを1ton/cm²で成形, 焼成したものである。酸化マグネシウムを添加したことによる粒成長への影響は, 添加量の間接関係もあるのか, 焼成体の破面を見ただけでは余りはっきりしない。又, 酸化マグネシウムの添加量を段階的に変えて得たアルミ。

ナのビッカース硬さを測定した所, やはり, アルミナの表面に割れが入るなど

して確かな測定はできなかった。しかし, 無添加のアルミナで約1,200(荷重200g, 30秒保持)程度の値を示し, 1mol%以上MgOを添加したものは, むしろ硬度が下る傾向を示した。

なお, 以上のものの焼成温度は, 全て1,700℃(2時間保持)である。(ケラマックス炉, 西村工業)

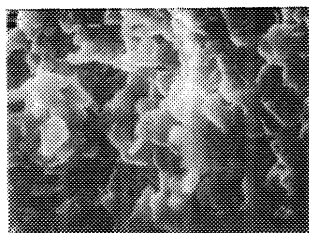


写真5 プレス圧1ton
(噴霧乾)

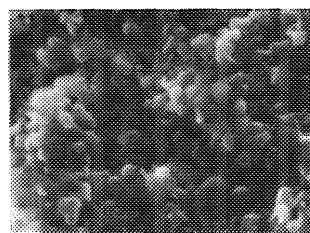


写真6 鋳込み泥しょう

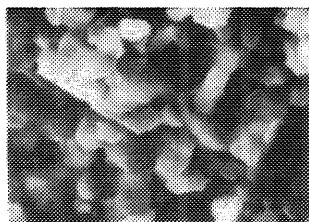


写真7 含2mol%MgO
(凍結乾)



写真8 含4mol%MgO
(凍結乾)

4. 結 言

凍結乾燥法によって得た造粒体および噴霧乾燥法によって得た造粒体を, それぞれ成形, 焼成して得たアルミナを比較すると, ほぼ同じ条件, 同成分であっても粒成長に違いが見られる。凍結乾燥法によって得た造粒体を用いた方が, 噴霧乾燥法によって得たものより粒成長は進んでいるようである。ここでの判断は, 主に焼成体の破面の観察によって行っているが, その他の特性試験(強度, 密度等)は, 試験機器との関係もあり今後の課題としたい。

参考文献

- 1) 広瀬: セラミック製造における凍結乾燥法の研究 茨城県工業試験所年報 第13号 17