

高純度アルミナの湿式成形による高密度化および低温焼結技術の開発

有明工業高等専門学校 創造工学科 環境・エネルギー工学系 榎本 尚也

有明マテリアル株式会社 満留 辰郎、藤島 準一、中村 希一郎

Development of dense packing via a novel wet molding process and low-temperature sintering of high-purity alumina

Naoya Enomoto (National Institute of Technology, Ariake College)

Tatsuro Mitsurome, Junichi Fujishima, Kiichiro Nakamura (Ariake Materials Co., Ltd.)

1. はじめに

有明高専の技術シーズであるサブミクロン単分散球プロセスによれば図1に示すような最密充填が可能である。通常の圧密成形による成形体密度は高々60%程度が限界であるが、図1の最密充填構造においては理論上74%の成形密度が期待される。この球状粒子は非晶質シリカであり、比較的簡便なプロセスで合成が可能である。

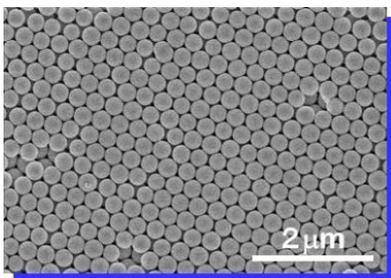


図1 単分散シリカ球の規則配列構造

こうした最密充填構造を適切に高温焼成すればより低温で緻密化し、粒成長を抑制した微細組織形成の改善が見込まれる。また、基材とのマッチングを最適化することで表面層のみを低コストで局所改質できる可能性がある。

本研究では機械的強度、電気絶縁性、焼結性に優れ、耐熱・耐腐食性の構造セラミックスとして幅広く実用されているアルミナ (Al_2O_3) セラミックスについて、湿式成形による規則配列構造形成およびその緻密化技術を開発することを目的とする。

2. 湿式成形プロセスの検討

2.1 原料

用いた市販の易焼結性アルミナ微粉体 (A, B, C) の走査型電子顕微鏡 (SEM) 像を図2に示す。粉体 A は図1の単分散球ほどではないものの、概ね球状の形態を有しそのサイズは 200~300 nm で比較的揃っていた。他方、粉体 B は粉体 A と同程度の大きさであるが、やや不揃いであった。粉体 C は A, B に比べて明白に小さく、現有 SEM の分解能では明確に判別し難かった。本報告においては、粉体 A の検討結果を主に示すこととする。

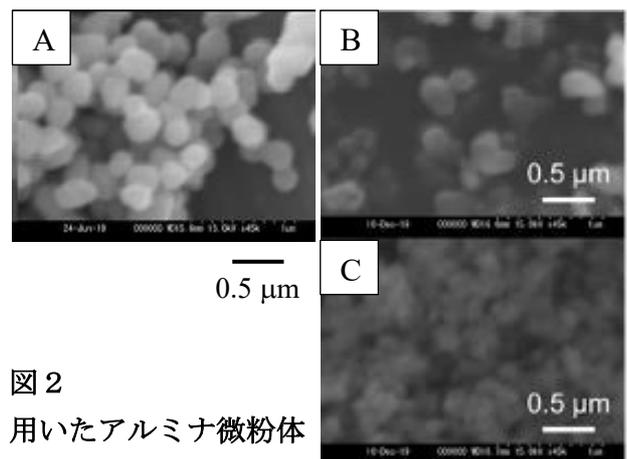


図2 用いたアルミナ微粉体

2.2 分散工程および沈降試験

市販のアルミナ微粉体に対し、種々の分散工程 (ビーズミル、超音波分散等)、媒質 pH、固液比を変えた懸濁液を蓋つきの試験管に静置し、図3に示すような沈降試験結果を得た。得られた結果より、最密充填構造形成のための適切な

分散条件を定めた。

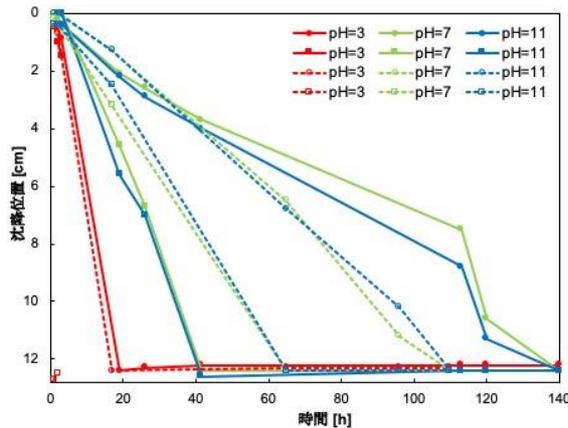


図3 実施した沈降試験の一例

2.3 オイル被覆乾燥工程

一般的にサスペンションを自然乾燥させると水溶媒の高い表面張力によって生じるマランゴニ対流によって固体粒子が移動して偏析するため、不均一な乾燥となる。本研究では溶媒の表面を油層で被覆することによりマランゴニ対流を抑制し、高分散した固体粒子をゆっくりと沈降させるとともに均一な乾燥を行った。(N. Enomoto *et al.*, *Sci. Tech. Adv. Mater.*,7 [7] 662-666 (2006))

3. 焼成による緻密化挙動

3.1 焼成工程および密度測定

得られた成形体はアルコールを用いて表面に残ったオイルを丁寧に拭き取り、低温で長時間乾燥させた後、電気炉を用いて 600～1500℃で焼成した。自作した治具と上皿電子天秤を用いて、アルキメデス法による密度測定を行った。水媒質のため As-dry の成形体は崩壊を避けられなかったが、600℃焼成試料では再現性よく密度測定できることを確認した。

3.2 緻密化挙動

粉体 A, B およびオイル被覆乾燥工程の有無について、焼成結果を図4に示す。密度測定は3回行い、測定誤差はプロットサイズ以内に収

まった。いずれの場合も概ね 1000℃までの顕著な緻密化は起きておらず、600℃での密度が成形体密度を反映しているものと考えられる。

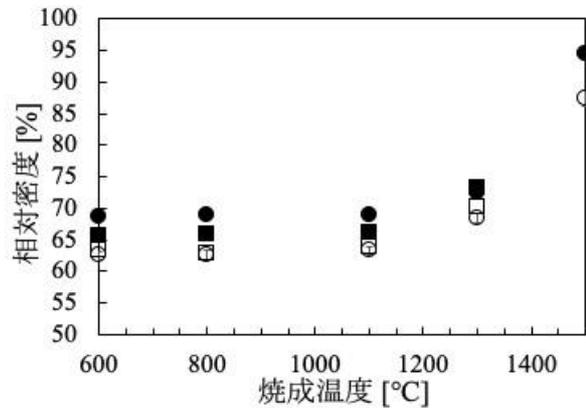


図4 焼成結果 (●○=粉体 A, ■□=粉体 B ; ●■=オイル被覆、○□=自然乾燥)

図4によれば、どちらの粉体でもオイル被覆によって高い密度が得られており、粉体 A では理論密度に迫る 70%近くの高い成形密度と考えられた。

4. まとめと今後の課題

市販のアルミナ微粉末を用いた湿式成形プロセスにオイル被覆技術を導入し、得られた高密度成形体の 600℃仮焼体で 70%近い相対密度を達成した。乾燥体自体の成形密度が直接確認できていないので、今後は脆弱な乾燥体の密度測定手法について検討したい。効率的な乾燥条件を絞り込むためオイル種も吟味する必要がある。本研究を表面高純度化に供するため多孔質基材への塗布、乾燥、焼成条件を最適化する予定である。

謝辞

本研究は、有明広域産業技術振興会平成 30 年度地場産業振興支援研究によりご支援を頂きました。実験遂行には本学・応用物質工学専攻、三浦兼新君が尽力しました。