

ファイン部材の押出成形技術に関する研究

古田祥知子

アルミナ粉末を原料とし、調合条件の違いによる坏土の流動特性、成形性の変化を評価した。同一の配合割合でも成形助剤の種類により坏土の流動特性は大きく異なった。種類によっては良好な成形特性を得るための成形助剤や水分量が多くなるケースもあったが、成形助剤の一部をより接着力の強いバインダーに置き換えたり潤滑剤を添加することによって、成形助剤及び水分量を低減することが可能であり、粒子同士の結合力不足による成形体のひび割れや、潤滑性の不足による成形体表面のささくれを防止することができた。

1. はじめに

押出し成形法は、各種セラミックス製品の製造に多く用いられている。最近では燃料電池関連部材をはじめとして製品の利用分野は多様化・高度化している。県内企業においても、高度な部材に対応した製品開発のスピードを速めるために、成形条件検討の基礎材料となる技術データの集積が要望されている。本研究では、セラミックス成形の基礎となる、種々の原料特性に対応した配合条件、成形条件と成形体特性の傾向等に関する技術データを集積するとともに、高精度なファイン部材を成形する際の製造条件を確立し、製品製造現場における新製品開発に貢献することを目指す。

昨年度は平均粒径が 2.3 μm と 0.4 μm の 2 種類のアルミナを用い、調合条件の違いによる坏土特性、成形性の変化を評価した。その結果、粒径の小さい 0.4 μm のアルミナの方が混練のためにより多くの成形助剤を必要とし、同一配合で比較すると坏土の潤滑性が小さいことがわかった。また配合の変化による流動特性の変化が大きく、流速を上げると急激に成形圧が上昇してしまい、スムーズに押し出されにくい傾向にあることが確認された。

そこで本年度は、昨年度使用した 2 種類の原料粉末のうち、扱いが難しかった 0.4 μm のアルミナを用い、成形助剤の種類の違いによる坏土特性及び成形性の変化を調べた。また、できるだけ少ない成形助剤と水分の使用で良好な成形体を得るために、結合剤（バインダー）や潤滑剤など各種添加剤の使用による坏土特性の改善を試みた。

2. 実験方法

2.1 使用原料

原料粉末には住友化学製アルミナ（AES-21：平均粒径 0.4 μm ）を用いた。坏土を調製するための成形助剤にはユケン工業製 YB-133C、YB-132A、YB-154 を使用した。また原料粒子同士の接着性を高めるための結合剤として信越化学製の MC 系バインダー 60SH-4000 を、坏土の滑りを良くするための潤滑剤には中京油脂製セロゾール 920（エマルジョンタイプ）を用いた。

2.2 坏土の調製

原料粉末に対し、ユケン工業製成形助剤を 8～12mass%、溶媒として水を 10～22mass% 添加してミキサーで予備混合を行った後、混練機（宮崎鉄工製 MP-30）に 3 回通して坏土を調製した。成形助剤はメチルセルロースなどの有機物を多く含有しており混練時に発熱するので、混練機のジャケットに冷却水を流し 7 \pm 1 に保ちながら混練を行った。

坏土の粒子同士の結合力が弱いときには成形助剤の一部を 60SH - 4000 に置き換えて配合した。また、坏土の潤滑性が不足する場合には水にセロゾール 920 をあらかじめ 1.8mass% 混合したものを溶媒として用いた。

2.3 坏土の特性評価

調製した坏土は、レオメータ（島津製作所製 CFT-100D）でせん断応力とせん断速度の相関から流動特性を評価した。

成形時の特性としては、前年度に行ったのと同様の方法¹⁾で、簡易押出成形機で 5mm のノズルから水平に

20mm押出した時の垂直方向への変形量によって、
 (2mm以下) (2 - 4mm) (4 - 8mm) × (8mm以上)
 の4段階で保形性の評価を行った。また、成形体中の
 原料粒子同士の結合性及び潤滑性の評価として、原料
 粒子同士の結合力不足による成形体のひび割れが生じ
 た場合を、潤滑性が不足してノズルに坏土が粘着し、
 成形体表面がささくれた場合を×、良好な成形体が得
 られた場合を○とした。

3. 結果と考察

同一原料に対し、異なる成形助剤を用いたときの坏
 土の特性を比較した。成形助剤に YB-133C、YB-154、
 YB-132A を使用し、アルミナ粉末 AES-21 に対し成形助
 剤 12mass%、水 18mass% を配合して調製した坏土の流動
 特性を図 1 に示す。調合量が同じであっても助剤の種
 類の違いにより流動特性が大きく異なった。3 種類の成形
 助剤における坏土の流動しやすさの傾向は YB-154 >
 YB-133C > YB-132A となった。

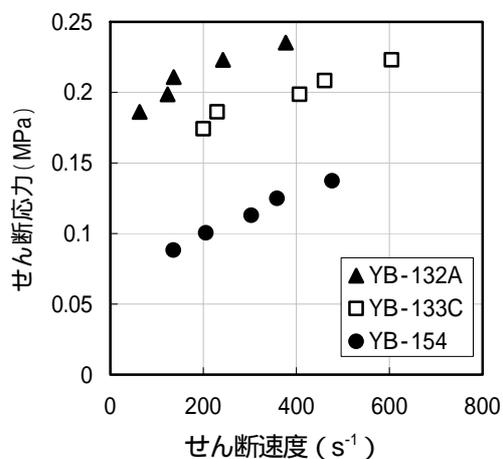


図 1 AES-21 (粒径 0.4 μm) に異なる成形助剤を加
 えて調製した坏土の流動特性
 成形助剤 12mass%、水分 18mass%

成形助剤として YB-132A を使用した坏土における水
 分量の違いによる流動特性変化を図 2 に示す。図 1 と
 の比較から、YB-132A が 12mass% で水分が 22mass% の坏
 土の流動特性は、YB-133C が 12mass% で水分が 18mass%
 の場合と同程度であることが分かる。YB-132A を助剤と
 した坏土は、流動性が小さい一方で保形性は高く、水

分量 22mass% の配合でも簡易成形時の保形性は (2mm
 以下) であった。YB-154 を助剤に用いた坏土では、水
 分を 16mass% に減少させても比較的高い流動性を維持
 していた(図 3)。また YB-154 を用いた坏土は、高い流
 動性を持ちながらいずれの水分量の場合でも保形性は
 良好で (2mm 以下) であり、AES-21 に対する成形助
 剤としては非常に扱いやすい種類であることがわかる。

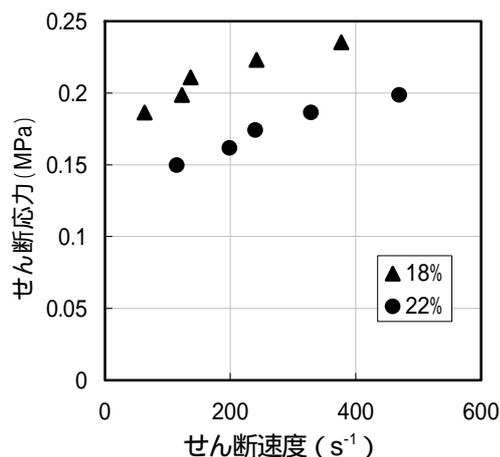


図 2 AES-21 (粒径 0.4 μm) に YB-132A を 12mass%
 加水分量を変化させて調製した坏土の流動
 特性

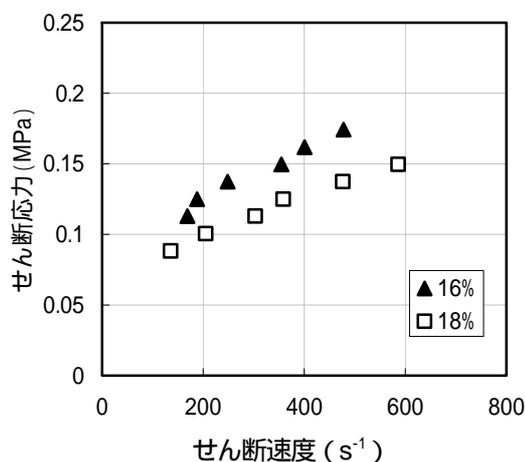


図 3 AES-21 (粒径 0.4 μm) に YB-154 を 12mass%
 加水分量を変化させて調製した坏土の流動
 特性

成形助剤として YB-133C を用いて作製した坏土にお
 ける、成形助剤と水分量の違いによる保形性の比較を
 表 1 に、成形体中の原料粒子の結合性及び潤滑性の比
 較を表 2 に示す。

表1 AES-21 (粒径 0.4 μm) に YB-133C を添加して調製した坏土で簡易成形を行ったときの成形体の保形性比較

		成形助剤 (mass%)		
		8	10	12
水分量 (%)	12	-	-	-
	13	-		
	14			
	15			
	16			
	17			
	18			
	19			
20				

表2 AES-21 (粒径 0.4 μm) に YB-133C を添加して調製した坏土で簡易成形を行ったときの成形体中粒子の結合力及び潤滑性の比較

○ : 良
 △ : 結合力不足によるひび割れ有り
 × : 潤滑性不足によるささくれ有り

		成形助剤 (mass%)		
		8	10	12
水分量 (%)	12	-	-	-
	13	-		
	14			
	15	×		
	16	×		
	17	×	×	
	18		×	
	19			
20				

YB-133C-12mass%のときの保形性は水分量 14 ~ 20mass%の範囲で良好であったが、粒子同士の結合力は水分量 14 ~ 17mass%の範囲で不足した。成形助剤が 8、10mass%の場合、水分量の増加とともに次第に保形性が低下したが、助剤 8mass%で水分 16 mass%まで、助剤 10mass%で水分 17 mass%までであれば比較的良好な保

形性を維持した。ただし粒子同士の結合力及び坏土の潤滑性については成形助剤が 8、10mass%の場合いずれも良好な結果が得られなかった。したがって YB-133C を成形助剤として用いた場合、助剤 12mass%、水分量 18 ~ 20mass%の範囲が良好な成形体を得られる配合領域といえる。

しかしながら、成形体の焼成時の収縮をできるだけ抑えるという観点からは、助剤、水分量ともに少なくする方が望ましい。そこで、接着力の高いバインダー（結合剤）や潤滑剤を用いた特性の改善を試みた。

表2の一覧で、YB-133C が 12mass%の配合では、水分が 17mass%以下だと粒子同士の結合力が不足している。そこで、表3に示すように YB-133C をより接着力の高い 60SH-4000 へと部分的に置き換えてみた。水分量が 15、16、18mass%の坏土への 60SH-4000 の添加による成形体特性の変化を図4に示す。

表3 YB-133C への 60SH-4000 の配合一覧

原料粉末に対する配合量 (mass%)		60SH-4000 添加率
YB-133C	60SH-4000	
12	0	0
10	2	0.167
8	4	0.333

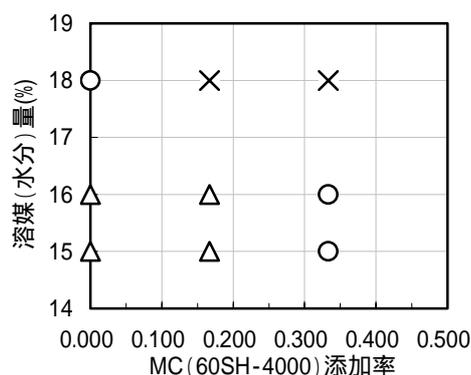


図4 YB-133C への 60SH-4000 の添加による成形体特性の変化

○ : 良
 △ : 結合力不足によるひび割れ有り
 × : 潤滑性不足によるささくれ有り

水分量 15、16mass%の配合では、60SH-4000 の添加により、原料粒子同士の結合力を改善し、成形体のひび割れを防ぐことができた。一方、もともと良好な成形体を得られていた水分量 18mass%の坏土に 60SH-4000 を添加した場合、粘着性が増して潤滑性が失われる傾向にあった。このように、成形助剤より接着力の高いバインダーを添加して併用することで、より少ない水分量で良好な成形体を得ることが可能となった。

次に YB-133C の使用量を減らし 8mass%にして良好な成形体を得る配合を検討した。8mass%の坏土は、水分量が 15 または 16mass%のとき保形性は比較的良好であるが潤滑性が不足し、成形体表面がささくれてしまう。そこで、溶媒としての水に潤滑剤であるセロゾール 920 を添加した時の成形体の特性をの変化を表 4 に示す。いずれの場合もセロゾールの添加により潤滑性が改善し、良好な成形体を得ることができた。

以上のように、接着力の強いバインダーや潤滑剤等を併用して配合することで、水分量や成形助剤の使用量を低減することが可能であった。

表4 YB-133C を8mass%添加して調製した坏土における、セロゾール 920 の添加による潤滑性の改善

セロゾール添加	溶媒使用量 (mass%)	
	15	16
なし	×	×
あり		

4.まとめ

アルミナ粉末を原料に用い、成形助剤の種類の違いによる坏土特性及び成形性の変化を調べた。また、できるだけ少ない成形助剤と溶媒（水分）の使用で良好な成形体を得るために、結合剤（バインダー）や潤滑剤など各種添加剤の使用による坏土特性の改善を試みた。同一の配合割合でも成形助剤の種類により坏土の流動特性は大きく異なり、種類によっては良好な成形特性を得るために多量の成形助剤や水分を必要とするケースもあったが、成形助剤の一部をより接着力の強

いバインダーに置き換えたり潤滑剤を添加することによって、成形助剤及び水分量を低減することが可能であり、粒子同士の結合力不足によるひび割れや潤滑性の不足による成形体表面のささくれを防止することができた。今後は、原料に対してより少ない成形助剤と溶媒使用量で良好な流動特性と成形体を得るための配合を検討するとともに、本年度得られた結果を参照しながら、燃料電池部材関連の原料等を使用した場合の坏土の配合についても検討していく予定である。

参考文献

- 1) 古田祥知子、佐賀県窯業技術センター平成 19 年度研究報告書、31-33 (2008)。