

研 究 速 報

表 1 供試ファインセラミックス粉末の仕様

種 類	品 番 他	粒 度 分 布	比表面積 m^2/g	真密度 g/cm^3
炭 化 珪 素 $0.15 \mu m^*$	201A200204 (三井東圧)	-2.3 -1.0 -0.5 μm 100 87 62 wt%	23.9	3.22
ア ル ミ ナ	UA-5055 (昭和電工)	-3.0 -1.0 -0.5 μm 100 86 64 wt%	5.1	3.97
窒 化 珪 素	SN-9S (電気化学)	-16 -5.0 -1.0 μm 100 57 42 vol%	7.0	3.18

* TEMによる平均粒径

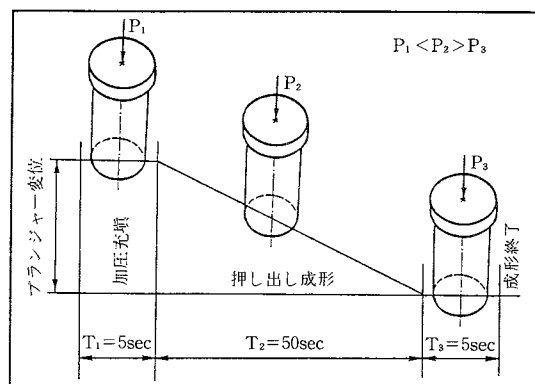


図 3 プランジャー変位と設定成形時間の関係

3 トンの能力を持つ電気油圧サーボ式振動プレスを用いたが、本実験では振動を付加せずに成形可能な条件を検討した。成形装置は実験目的に応じて変位制御と荷重制御を選択することができる。実験では、プログラムで変位と成形時間を設定して押し出し成形を行うため、変位制御を採用した。この加圧装置の概要を図1に示す。

2.2 実験用金型

ダイスおよびプランジャーは超硬合金製で直径は $\phi 20$ mmである。押し出し用ノズルはダイヤモンド製で、穴径 $\phi 0.1$ mm, $\phi 0.3$ mm, $\phi 0.5$ mmのものを使用した。成形工具部の概要を図2に示す。プランジャーの変位と設定成形時間の関係を図3に示す。

2.3 供試原料

極細線材の成形には、粒径が微細で、粒度分布がシャープな高純度ファインセラミックス粉末が望ましい。また、水溶液をバインダーとして添加するため、水に対して化学的に安定なセラミックス粉末が要求される。これらのことを考慮して表1に示すアルミナ、窒化珪素、炭化珪素の三種類の粉末を用いた。

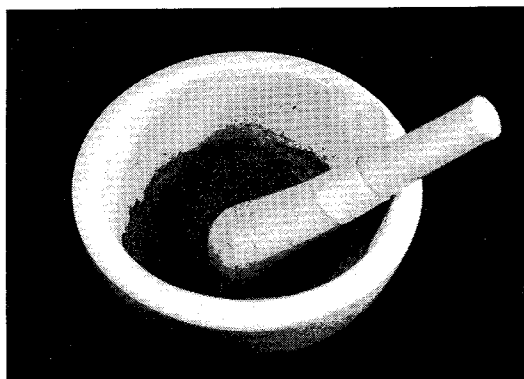
2.4 水バインダー

成形実験には主としてPVAを6~10wt%含有した水溶液を用いた。なお、PVAの濃度を10wt%以上とすることはできなかった。水溶液バインダーと供試粉末との混合は乳鉢によって行った。炭化珪素とアルミナの混練の状態を図4に示す。炭化珪素の混練においては他の粉末に比較し、バインダーの分散はより容易であることがわかった。

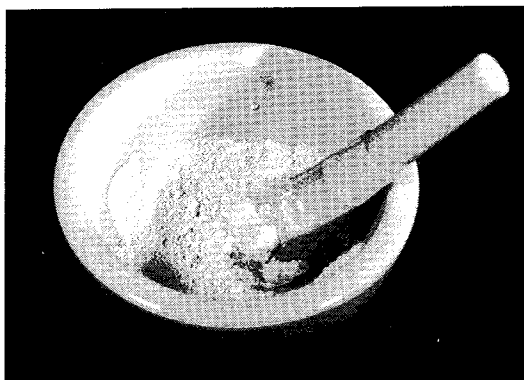
3. 実験結果

3.1 成形性

水バインダー中へのPVAの添加量は押し出し成形時に粉末と水が分離しない必要最小限の量とした。粒径の



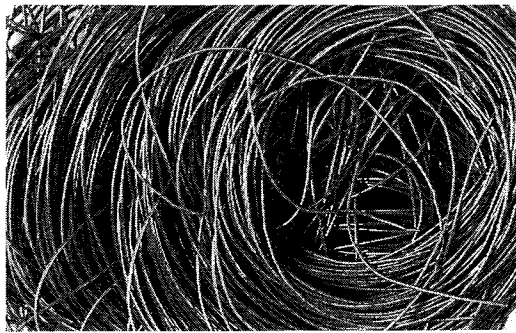
a. 炭化珪素 (SiC)



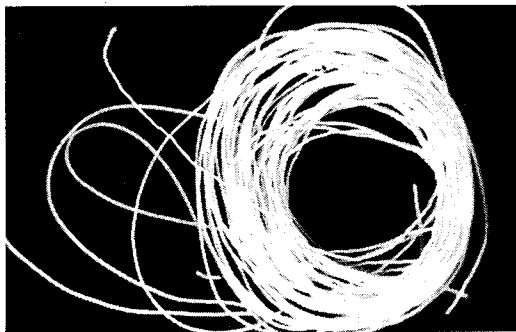
b. アルミナ (Al_2O_3)

図 4 供試粉末と水バインダーとの混練状況

細かい炭化珪素は6 wt%で、アルミナおよび窒化珪素では10wt%を必要とした。セラミックス粉末の押し出し成形結果を表2に示すが、最大4.5トンの加圧力（面圧 $P_{max}=1433kgf/cm^2$ ）をパンチに負荷しても線材が押し出されなかったものを●、押し出し初期のみ繊維が製造できたものを△、線材化できたものを○、特に良好な表面状況を呈していると思われるものを◎として表した。各種粉末の“○”と評価した線材の写真を図5（a, b,



a) $\phi 0.3\text{mm}$ 炭化珪素 (SiC)



b) 0.3mm アルミナ (Al_2O_3)



c) 0.5mm 窒化珪素 (Si_3N_4)

図5 成形性“○”と評価した各種粉末の線材

c) に示す。また、適切なバインダー量を添加することで $\phi 0.1\text{mm}$ という極細のセラミックス線材の押し出し成形が可能であった。 $\phi 0.1$ 炭化珪素の線材のグリーン体および焼成体のSEM写真を図6と図7に示す。

3.2 成形荷重

本実験では押し出し成形荷重と変位を電磁オシロにより検出した。 $\phi 0.1\text{mm}$ 線材の成形を例として、各種粉末の成形荷重とプランジャーの変位を図8に示す。成形性

表2 各種セラミックス粉末の押し出し実験結果

水ダ バ添 イ加 ン量		炭 化 珪 素					アルミナ			窒化珪素		
		vol. %										
		wt. %										
		(PVA: wt. %)										
		38	40	41	45	48	43	47	50	41	44	47
		16	17	18	20	22	16	18	20	18	20	22
		0.96	1.02	1.08	1.20	1.32	1.6	1.8	2.0	1.8	2.0	2.2
ノ ズル 穴 径	0.1mm	●	△	◎	○	○	●	△	○	●	△	○
	0.3	●	○	◎	○	○	●	○	○	●	△	○
	0.5	●	○	◎	○	○	●	○	○	●	△	○

● 成形不可能

△ 成形性不良

○ 成形可能

◎ 成形性良好

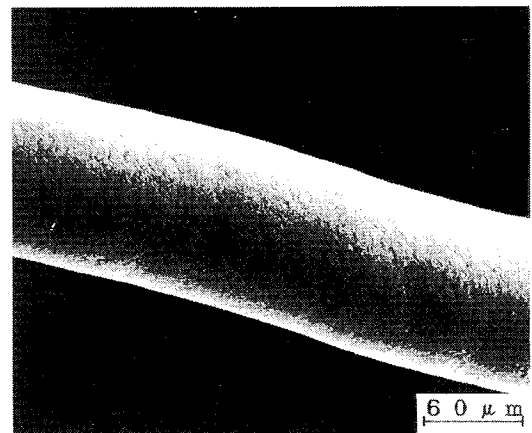
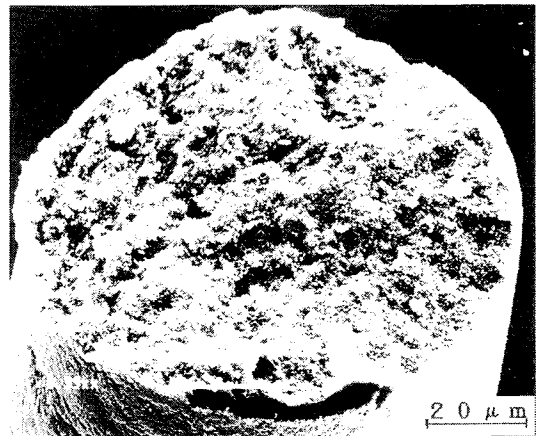
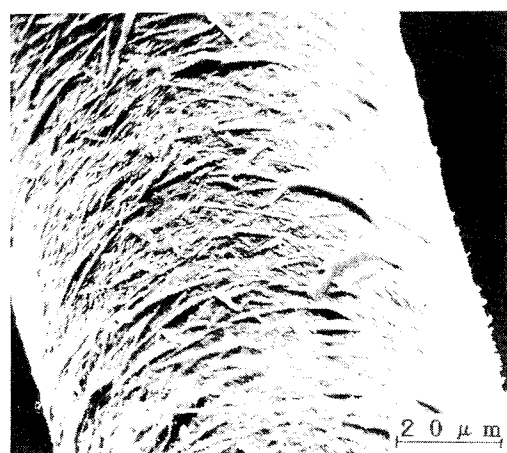
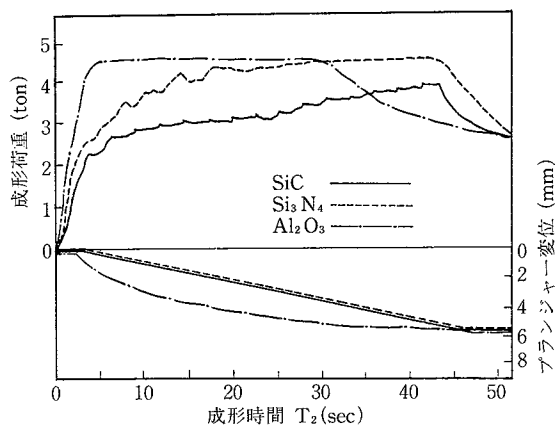
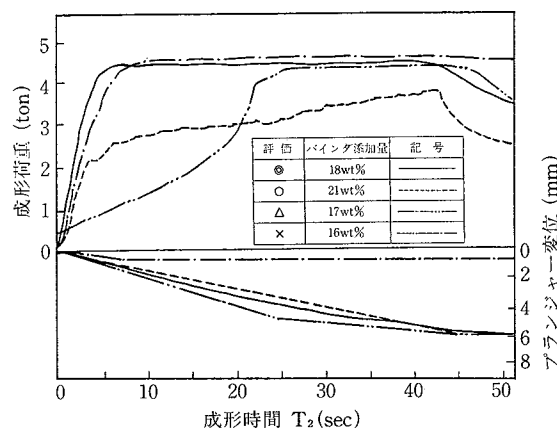


図6 $\phi 0.1\text{mm}$ SiC繊維グリーン体の断面と表面のSEM写真

の良好な粉末は成形荷重がより小さいことを確認した。なお、 $\phi 0.1\text{mm}$ SiC線材の押し出し成形の場合、バインダー添加量により成形荷重に大きな差異が現れ、変位速度も若干異なることが明らかになった。電磁オシロによ

図7 $\phi 0.1\text{mm}$ SiC 繊維焼成体の断面と表面のSEM写真図8 $\phi 0.1$ 線材の成形時の押し出し荷重とプランジャーの変位図9 押し出し荷重とプランジャー変位に及ぼすバインダ添加量の影響 ($\phi 0.1\text{mm}$ SiC 線材)

る成形荷重の変化を図9に示す。

3.3 バインダー

0.1mmのノズルから線材を押し出すのに要するPVA水溶液バインダー量は炭化珪素で41vol.% (18wt%), アルミナで50vol.% (20wt%), 窒化珪素で47vol.% (22wt%) となっている。また、ノズルの穴径を大きくすると成形に要する水添加量は少なくなっている。

4. おわりに

バインダーとして水を使用することにより少量のPVA添加量 (0.9~2.2wt%) でセラミックス線材の押し出し成形が可能であることを明らかにした。

本実験では、押し出される線材が比較的太いこともあり、振動を重畳しなくても成形が可能であったが、振動を付加すればより微小断面繊維の押し出しや、押し出し

荷重の低減が達成できるものと考えている。またバインダーの種類についてもさらに検討を進めれば、より成形が容易となる可能性があるものと考えている。

最後に、本研究を行うにあたりご協力いただいた三井東圧化学(株)の丸山謙作氏、また当研究室の安斎正博助手に厚く御礼申し上げます。(1988年7月18日受理)

参 考 文 献

- 1) 中川, 張, 野口: 昭和62年窯業協会年会論文集 (1987) p911~912
- 2) 中川, 張, 野口, 鈴木: 昭和62年粉体粉末冶金協会秋期大会講演概要集 (1987) p80~81
- 3) 中川, 張, 野口, 鈴木: 昭和63年セラミックス協会年会講演予稿集 (1988) p326