

湿式ジェットミルを使用したスラリー調製に成功

安定した分散スラリーで焼成セラミックスの性能向上

スラリー調製は、セラミックスの製造コスト、材料の特性、信頼性などに影響する重要なプロセスである。そこで、濃厚系の安定分散スラリーの作製に関する研究開発を行った。セラミックススラリーの作製に湿式ジェットミルを用いることで、濃厚系の安定した分散スラリーを得ることに成功した。開発した分散スラリーは、スラリー濃度にかかわらず高密度成形体と低収縮焼結体を作製できる。この技術開発により、焼成に伴う欠陥やそりなどが低減でき、セラミックス材料や部材の信頼性の向上が期待できる。

セラミックス・スラリーの問題点

スラリーとは、液中に原料粉体を高濃度に分散させた状態を指し、工業的なセラミックス製造プロセスに使用される。このスラリーから、顆粒体を作るか、または直接スラリーを型に流し込んで成形体を得る。スラリーの特性は、材料の特性、製造コスト、信頼性などに影響するので、粉体を一次粒子まで均一に分散制御する必要がある。しかし、粒子径がマイクロメートルレベルからナノメートルレベルへとより小さくなるのに伴って、粒子の分散不良や再凝集などの問題が起こる。このため、分散スラリーを安定した状態を得ることがセラミックス製造プロセスでは重要な課題である。

従来、原料である粉体の粉碎・解砕は、ボールなどの粉碎媒体を用いるボールミルなどの機械的な方法によって行われてきた。しかし、この方法では粉碎媒体から不純物が粉体に混入すること、作製した分散スラリーが不安

定になることなどが指摘されている。

近年、化学工業や食品工業などの分野で新しい乳化・混合・分散プロセスとして、湿式ジェットミルという方法が利用されている。この方法では、懸濁液や溶液を高速で衝突させることにより、短時間で乳化・混合・分散が可能である。この湿式ジェットミルの高速衝突プロセスをセラミックス製造プロセスに応用すると、粒子を混合した濃厚系の懸濁液、いわゆるスラリー中の凝集粒子の解砕が期待できる。

安定な濃厚系分散スラリー調製に成功

われわれは、湿式ジェットミルによる濃厚系セラミックススラリーの調製を目的に研究開発を進めた。湿式ジェットミルのフローを図1に示す。スラリーは原料タンクから供給され、ポンプ、増圧機へ送られる。そこで加圧されたスラリーは超高速で衝突ユニットチャンバへ送られ、粉体同士が衝突し、その衝撃力で解砕・分散が行

堀田 裕司 ほった ゆうじ
y-hotta@aist.go.jp

先進製造プロセス研究部門
先進焼結技術研究グループ 主任研究員
(中部センター)

産総研（旧名古屋工業技術研究所）に入所以来、セラミックスの成形プロセス条件とスラリー特性の相関性に関する研究に従事してきた。現在は、セラミックス粒子の安定分散スラリー製造に関する研究に取り組んでいる。

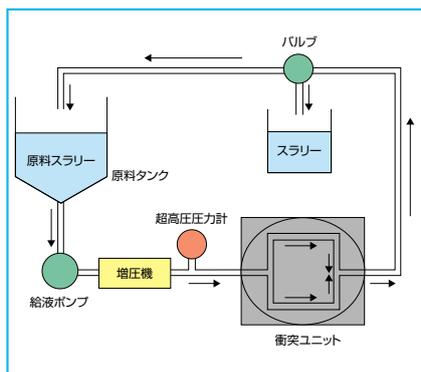


図1 湿式ジェットミルのフロー

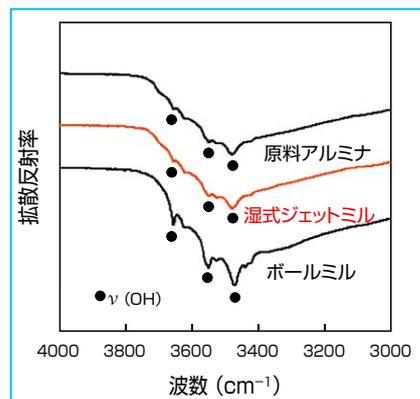


図2 原料、ボールミル、湿式ジェットミル後のアルミナ粉末に関する赤外スペクトル

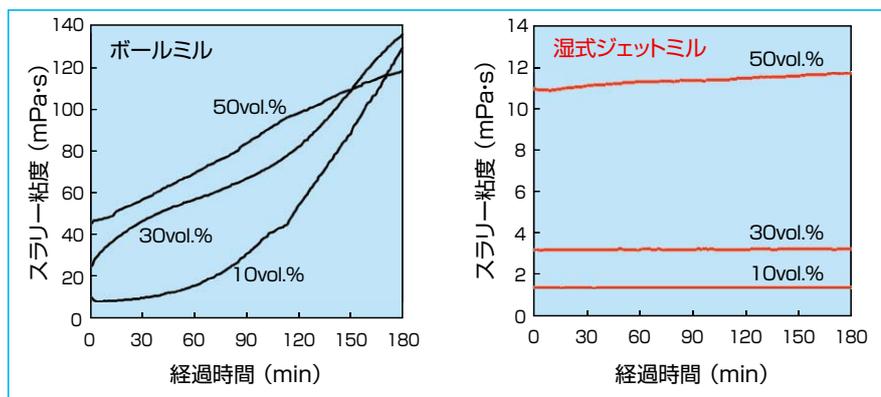


図3 ボールミルと湿式ジェットミル後のアルミナスラリー（一次粒子径：570nm）に関する粘度変化

われる。この工程は粉碎媒体を用いないため、混入する不純物は少ないのが特徴である。

広く解砕工程で用いられているボールミルと湿式ジェットミルで処理した後のアルミナ粉末について赤外スペクトルを測定すると、すべてのサンプルのスペクトルにはアルミナ表面に現れる水酸基(OH基)の伸縮振動を示すピークが見られる。しかし、ピーク強度はボールミル、湿式ジェットミルでの処理後の粉末では大きく異なる(図2)。ボールミルによる粉末では、原料粉末と比較して水酸基のピークが強く現れており、粒子表面が強い影響を受けていることを示している。一方、湿式ジェットミルによるアルミナ粉末のスペクトルは、原料のスペクトルと一致している。この結果は、湿式ジェットミルによる粒子は原料の表面状態を維持していることを示す。

図3は、ボールミルと湿式ジェットミルで作製した10、30、50 vol.%アルミナスラリーの粘度の経時変化である。ボールミルによるスラリーは、解砕・分散処理後から粘度の増加が確認された。これは、濃厚系セラミックススラリーで見られる再凝集によるもので、時間とともにスラリーの分散状

態が変化した結果である。一方、湿式ジェットミルによって作製したアルミナスラリーの場合、時間が経過しても粘度は変化せず、再凝集は観測されなかった。さらに50 vol.%の濃厚スラリーにおいても、粘度は10 mPa·s程度とキわめて低粘度であり、長時間安定であった。このように分散スラリーを作製する工程の違いによって、スラリーの安定性は大きく異なり、湿式ジェットミルは濃厚系の安定した分散スラリーを提供できるのである。

高密度成形体と低収縮焼結体

開発した濃厚系のセラミックス安定分散スラリーを利用して、成形体と焼結体の作製を試みた。図4に示すように、湿式ジェットミルによるスラリーから作製した焼結体は70%弱の相対密度になり、ボールミルで得られたスラリーから作製した成形体よりも高い相対密度をもち、しかも低い粉体含有量のスラリーでも高密度の成形体を得ることができた。さらに、ボールミルによるスラリーから作製した焼結体

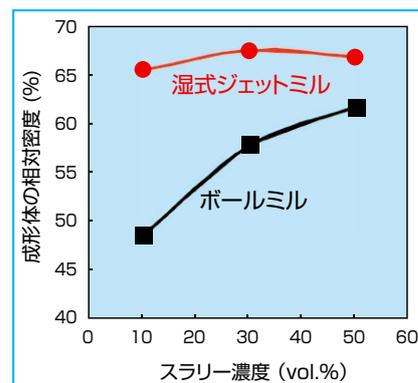


図4 ボールミルと湿式ジェットミル後のアルミナスラリー（一次粒子径：570nm）から作製した鑄込成形体の相対密度

と比較すると、焼結に伴う収縮が小さいことが確認できた(図5)。

今後の展開

開発した濃厚系の安定分散スラリーからは、高密度成形体と低収縮焼結体を作製できる。すなわち、焼成に伴う欠陥やそりなどを低減できるので、セラミックス材料や部材の信頼性の向上が期待できる。今後、凝集力が強いナノ粉末を含む安定分散スラリーの作製を試みるとともに、新たなナノ粒子の処理技術の開発を進める予定である。

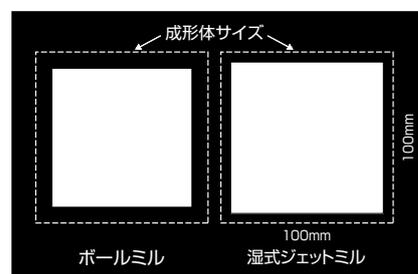


図5 ボールミル及び湿式ジェットミル後のアルミナスラリーから作製した焼結体(1600℃-2時間焼成)

関連情報：

- N. Omura, Y. Hotta, K. Watari et al. J. Am. Ceram. Soc., 89 (9), 2738-2743 (2006)
- 特願 2005-071531 「高密度粉末成形体及び焼結体とその製造方法」
- N. Omura, Y. Hotta, K. Watari et al. J. Ceram. Soc. Jpn., 113 (7), 491-494 (2005)