

ファインセラミックスの高圧鋳込成形

星 幸 二

1. はじめに

ファインセラミックスの成形法として、鋳込成形は射出成形などよりワンランク下の方法と見られてきた。しかし、射出成形は脱脂というネック工程を持つために、今一步、工業化が遅れている。そこで、射出成形と同じニア・ネット・シェイプ成形が可能で、しかも、脱脂工程が不要な鋳込成形を見直す動きがある。

ここでは、鋳込成形の問題点とされる成形時間の長さを克服するために、泥漿に高圧を加えて迅速化することを試みた。使用した素材は易焼結性低ソーダアルミナでサブミクロン粒子の代表的なものである。型材は石膏に代わる高強度型を用いた。

2. 鋳込成形の種類

鋳込成形を泥漿への加圧力で分類すると表1のようになる。

常圧鋳込成形は特別に加圧しないで成形するものである。このうち、排泥鋳込成形は目的とする厚みまで着肉した時に型内の泥漿を排出するもので、ガバ鋳込と呼ばれる。また、石膏型の一面だけで着肉させるため一重鋳込とも呼ばれる。一方、固形鋳込は石膏型の隙間全部に肉を着かせるものでムク鋳込、二重鋳込などと呼ばれている。

加圧鋳込では泥漿に加える圧力によって2つに分類できる。石膏型を使用できる2~10kgf/cm²までの加圧を中圧鋳込と呼び、高強度型材もしくは石膏型でも金属補強枠にはめ込んだものを必要とする10kgf/cm²以上の加圧力の鋳込成形を高圧鋳込と呼ぶ。

3. 高強度型材

高圧鋳込成形では石膏型の強度の使用限界を越えているために、それに代わる高強度型材を用いる必要がある。また、石膏は使用ごとに僅かずつ水に溶けていくために、高純度原料の鋳込成形では焼結妨害要因となる。現状ではセラミックフィラーを用いた樹脂型が高圧鋳込成形の主流であり、衛生陶器製造で既に実用化されている。しかし、ファインセラミックスの製造に用いられている例はほとんどない。表2に常圧鋳込用も含めて石膏型に代わる型材を表す。

プラスチック型材は常圧の陶磁器鋳込成形用にターゲットを絞ったもので、石膏型と同様に、^(注1)型の毛細管による水の吸引で着肉させるものである。石膏型に較べて、型からの不純物の溶出が少なく、寿命が長いことを特徴としている。強度的に高圧に向かない。

表1 鋳込成形の加圧力による分類

鋳込成形の種類	用途・圧力
常圧鋳込成形	排泥鋳込成形 中空形状(袋もの)
	固形鋳込成形 中実(肉厚品)
加圧鋳込成形	中圧鋳込成形 2~10kgf/cm ² の加圧
	高圧鋳込成形 10kgf/cm ² 以上の加圧

表2 型材の種類

型材の種類	特徴
プラスチック型材	一般陶磁器用(複雑形状可)
通気性金属	多孔質アルミニウム(ブロック)
多孔質樹脂HA-3	エポキシ系樹脂(複雑形状可)
セラプラスト型	PVA樹脂系(複雑形状可)
ミクロライト	PVA-フェノール系(ブロック)
マシナックス	珪灰石マシナブルセラミックス(ブロック)
多孔質成型用樹脂	型作成用素材(複雑形状可)
I N C A S T	

工業技術院九州工業技術試験所が開発した通気性金属^(注2)にはアルミニウム、ステンレスなどの素材がある。アルミニウムの場合は粒径の揃った食塩を焼結させ、その隙間に溶湯アルミニウムを圧入し、水で食塩を洗い出して気孔にするものである。食塩のあとがそのまま気孔になるので、他の材料に較べてシャープな気孔形状のものが作製できる。軟らかいので加圧鑄込成形には向かない。同じ金属材料として、焼結金属も検討されている。

多孔質樹脂HA-3^(注3)はセラミックフィラー入りのエポキシ樹脂で、高圧鑄込用に開発されたものである。石膏型と同様の複雑形状のものが作製できる。

セラプラスト型^(注4)は食器のラムプレス成形で蓄積した樹脂型技術を、鑄込成形にも応用したものである。ファインセラミックス用には型の気孔径を小さくして対処している。泥漿に接する表面層は気孔径が細く、中は太くして、脱型・洗浄用の高圧エアの通りを良くしている。

マイクロライト^(注5)はPVA-フェノール系でブロックの形で供給される。従って、型にするには機械加工が必要である。のこぎりで切断が可能である。

マシナックス^(注6)は型としてではなく、マシナブルセラミックスとして開発された珪灰石系の素材である。この材料もブロックで供給される。

多孔質成型用樹脂INCAST^(注7)は型を自作するための素材である。2液性エポキシ樹脂にフィラーと水を入れ、高速混合することにより水を分散させ、乾燥後に水のあった所が気孔になるものである。

上記のうちの高圧用型材4種類の物性値を表3に示す。(一部カタログ値)

表3 型材の物性値

種類	気孔径 (μm)	気孔率 (%)	吸水率 (%)	曲げ強度 (kgf/cm^2)	嵩比重
樹脂型(セラプラスト)	2.5 (中心径)	30	—	320	1.5 ~ 1.7
樹脂型(HA-3)	9.25 (平均)	27	28.8	374 (圧縮)	1.14
樹脂型(マイクロライト)	1~50	48	66.9	126 (ヌレ)	0.57
珪灰石型(マシナックス)	1.8 (平均)	36	16.7	550	2.1

4. 高圧鑄込成形用泥漿の調製試験

アルミナ粉末を水に分散させるために分散剤が必要となる。全国の公設試験場で数多く検討され、良い結果はポリカルボン酸アンモニウム塩系統に集中している。そして、図1のように分散剤量を変えて最低粘度を示す量もしくは、若干少なめのところに添加量を設定するのが一般的である。多少水分量を変えても、最低粘度を示す分散剤添加量は同じである。

上記の分散剤他に、ファインセラミックス原料は可塑性がないのでバインダー添加が必要である。ところが、型の気孔には加圧により原料粉末

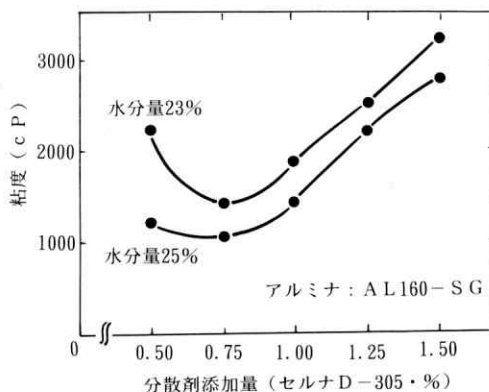


図1 分散剤添加量と泥漿粘度との関係

のほか、水に溶けた、もしくは分散したバインダーの主成分である樹脂類が入り込み、目詰まりの原因となる。樹脂類は乾燥すると固い膜となり、気孔を塞ぎ、ろ過性能劣化につながる。そのために洗浄しやすいバインダーの選択が重要である。

PVAは添加量が僅かでも強度はでるが、少し添加量が増すと泥漿粘度は急激に高くなる。一方、エマルジョンタイプのは添加量を増しても粘度は変化しないか逆に低下する。しかし、40~50%程度の固形分含有量であるのがほとんどであるので、多く添加すると、同時に水分が大量に導入される。また、強い粉砕作用に合うと、エマルジョンが壊れるので、ミルずり後に軽い攪拌操作で混合するのが一般的である。エマルジョンタイプのバインダーを用いた調合例を下記(1)に示す。

この調合の特徴は乾燥切れに強いが、長時間保存に向かないことである。調整後は出来るだけ早く使い、保存する場合は攪拌し続ける必要がある。エマルジョンタイプのバインダーを大量に使用すると、乾燥強度が上がるものの、ボイドが多くできて、成形密度が上がらないばかりか、焼結密度も低くなるので注意が必要である。

一方、バインダーFC-51はアルコール性水酸基をもつ非イオン性界面活性剤バインダーである。水溶性タイプで乾燥しても水への再溶解が容易で、分散効果も合わせ持つ。このバインダーを用いた調合例を(2)に、バインダー添加量と粘度との関係を図2に、乾燥後の成形体強度との関係を図3に示す。バインダー添加量を増しても、粘度が下がる特徴を示している。エマルジョンタイプのバインダーを使用した場合の成形体密度が2.40~2.50であるのに対して、この水溶性バインダーを使用すると2.60程度と高密度になる。しかし、ここでも過剰の添加はボイドを作り、密度低下を招く。従って、成形密度を高くするような添加量の少ない調合では、乾燥強度がやや弱い。調合方法としては、ミルずりの前に分散剤と同時に添加するのが良いと思われる。

高圧鑄込成形用泥漿の調合 (水 22%)

泥漿(1)	易焼結性低ソーダアルミナ：AL-160 SG	100
	分散剤：アロンA-6114 (固形分 40%)	0.5
	バインダー：バインドセラムWA-320 (固形分 40%)	2
泥漿(2)	易焼結性低ソーダアルミナ：AL-160 SG	100
	分散剤：アロンA-6114 (固形分 40%)	0.5
	バインダー：FC-51 (固形分 70%)	0.5

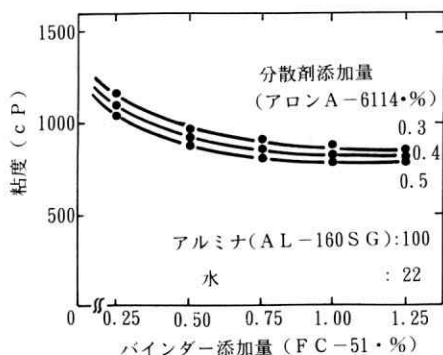


図2 バインダー添加量と粘度との関係

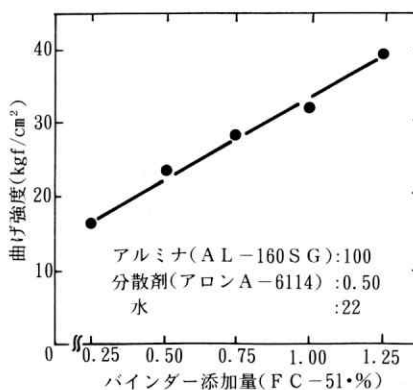


図3 バインダー添加量と成形体乾燥強度との関係

5. 高圧鑄込試験

図4に示す鑄込装置を用いて着肉の評価試験を行った。Oリングの付いたドーナツ状のプラスチックを円盤形の型材にあて円柱状の鑄込成形体を得るものである。円柱の底面だけで着肉させているが、実際の鑄込成形では二重鑄込となり、約2倍の着肉速度となる。

多孔質樹脂型HA-3を使用した時の着肉速度を図5に示す。時間の経過とともに着肉の伸びは少なくなる。一方、圧力が高くなると着肉量は増加し、圧力の効果が読み取れる。しかし、図6をみると圧力効果の限界が分かる。この図は鑄込時間を10分間一定として、圧力を60kgf/cm²まで高くした時の着肉をみたものである。40kgf/cm²を越えると、着肉の頭打ち傾向が読み取れる。

着肉完了後の硬化及び水分均一化の工程を考慮すれば、これ以上の高圧を加えて成形するのは、多少は成形時間の短縮になるものの、それに必要とする装置の仕様が大幅になり、コストの面で実用的とは言い難い。この試験で使用した鑄込装置は100kgf/cm²の圧力まで実験可能だが、60kgf/cm²を越えると、型のシールなどが問題となり、泥漿の漏れなどが発生した。工業的にも大きなプレス機のような型締機構が必要となり、設備投資が大きくなる。また、型のシール対策などの高度な型作成技術が必要となる。さらに樹脂型は使用中に徐々に変形をしてゆく傾向を持つので、耐久性の面での対策も必要になる。

東陶の松本彰夫は衛生陶器での泥漿圧力と設備投資の関係を図7のように示している。着肉時間を短くするには圧力を高くすれば良いが、設備投資はうなぎ登りに上昇する。そこで生産性と

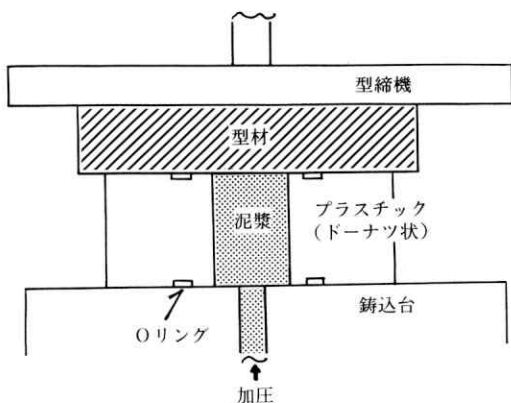


図4 鑄込装置

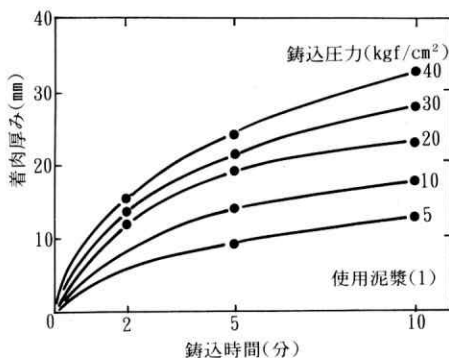


図5 型材の着肉速度（型材：HA-3）

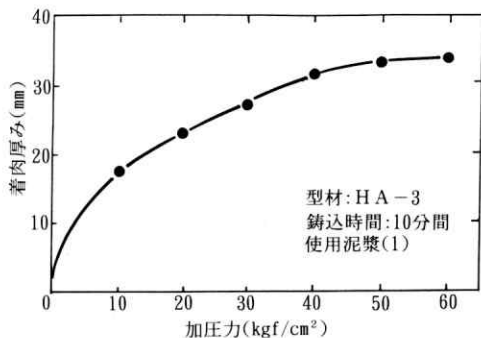


図6 加圧力と着肉厚みとの関係

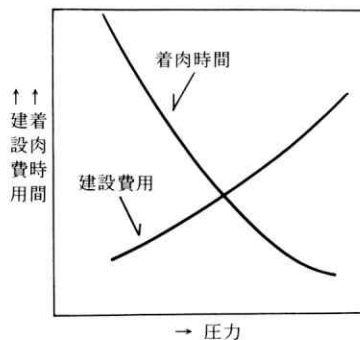


図7 加圧力と着肉時間、建設費用との関係（概念図）

設備投資の両者のバランスのとれた圧力で成形することになる。衛生陶器業界では10数 kgf/cm²の圧力で成形されている。この圧力でも衛生陶器は大型であるので、トータル圧力は高く、大きなプレス機並の鑄込装置が工場に並んでいる。設備投資が大きいので、無人自動化24時間操業によってはじめて採算に乗ることになる。ところが、ファインセラミックスの場合には月に数百個という小ロット注文が多くあり、大量生産は難しいことが多い。この点が高圧鑄込成形をファインセラミックスに適用する場合の問題点となる。前述の衛生陶器製造での加圧例は数十ミクロンの粒子を含有している衛生陶器用泥漿に対してであり、ファインセラミックスのようなサブミクロン粒子の泥漿に対しては適用できない。

なお、40kgf/cm²の圧力を加えると、着肉速度は常圧鑄込に較べて6~10倍程度になり、大幅な成形時間の短縮をはかることが可能になる。衛生陶器工場においても高圧鑄込成形では1サイクルの時間が10数分になり、常圧鑄込成形に較べて10分の1程度に短縮され、生産性向上に貢献している。

6. 成形体の物性

圧力鑄込成形では迅速に着肉させるために、厚み方向の不均一性が懸念される。そこで、着肉後の水分、乾燥後の強熱減量及び成形嵩比重を、厚み方向に等分に切り出した試料で測定した結果を図8に示す。結果から見ると、懸念された物性の分布差は予想外に小さかった。しかし、この程度の比重差でも、乾燥切れの原因になるという報告^(注14)があり、さらに精密な検討を要する。

次に、圧力を変えたときの円柱全体の脱型時水分^(注14)を調べた結果を表4に示す。これも、圧力を変えてもほとんど差は見られなかった。ただし、10kgf/cm²の圧力で2分と5分で鑄込んだ時は脱型時に成形体を保形できず、測定できなかった。

なお、上記の試験結果で図8の試験には前述の泥漿(1)を、表4の試験には泥漿(2)を用いた。この両者の水分の値を比較してみると、泥漿(2)の方が成形水分が1%以上少なく調製できているのが分かる。また、成形体嵩比重も2.55~2.60と高くなっており、水溶性バインダーの特徴がでている。

7. 脱脂及び焼成

成形体に含有するトータル樹脂量は多くても1%程度(重量)であるので、射出成形の樹脂量に較べて非常に少ない。この程度であれば脱脂工程なしで、いきなり焼成可能である。ただし、脱臭対策は必要である。

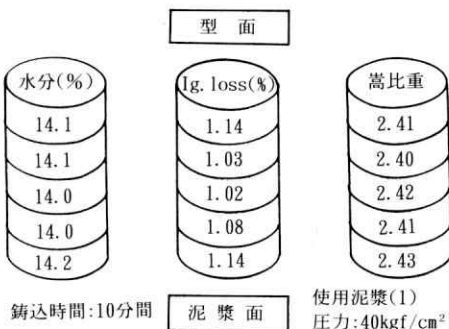


図8 成形体の物性(型材:HA-3)

表4 脱型時の成形体水分

圧力 (kgf/cm ²)	鑄込時間(分)		
	2	5	10
10			12.8
20	13.3	13.0	12.9
30	12.8	12.9	12.8
40	12.9	12.8	12.7

型材:HA-3 使用泥漿(2)

加工が必要な時は、乾燥後もしくは1100～1200℃で仮焼後、研削加工することができる。乾燥後は脆いので、仮焼した後に機械加工したほうが良い。

焼成は最高温度1550～1600℃で2時間保持して行えば、3.95程度の焼成比重が得られる。1時間に300℃位の昇温速度での迅速焼成も可能である。

鑄込型の寸法を基準にすると、乾燥収縮は0.17%程度、焼成後の全収縮は13.7%程度であった。成形体の充填が良いために、乾燥収縮、全収縮ともに小さくすることができた。特に乾燥収縮を小さくできるのが高圧鑄込成形の特徴となっている。これは変形などの不良率低下や寸法精度向上につながる事が期待できる。

8. 着肉のメカニズム

圧力鑄込はろ過と同じメカニズムで着肉が進行する。図9にろ過の模式図^(注15)を示す。一般に、ろ滓ろ過、標準閉塞及び完全閉塞の組み合わせで、ろ過が始まるが、着肉が進行すると、ほとんどろ滓ろ過になり、成形体(ケーキ)内部の水分移動の抵抗が律速となる。鑄込型の気孔量が十分にあり、水分移動がスムーズに行えれば、ケーキの水分移動の抵抗が着肉速度を支配することになる。同じ泥漿を使用して、同じ圧力で成形すれば、その抵抗が同じであるので、鑄込型の種類には関係なく、同じ着肉曲線を示すはずである。型材を変えた時の着肉速度への影響を見るために、マイクロライトでの試験結果を図10に示す。図8のHA-3とほぼ同じ着肉曲線を示しているのがわかる。他の型材の試験結果も同様の曲線を示している。

鑄込型の気孔径は、鑄込直後には着肉速度に影響するものの、着肉が進行すると、前述のように着肉層がろ過材となり、影響はほとんど無くなる。しかし、実際には繰り返し使用していると、目詰まりが進み、有効気孔量が減ってしまう。その結果、気孔率が小さな型材では、着肉速度が低下する問題を生じる。従って、ある程度の気孔率を持つ型材を選択する必要がある。経験的に気孔率20%程度がその目安と思われる。

9. 高圧鑄込成形の課題

(1) 脱型

40～60 kgf/cm²の圧力で泥漿を型に圧入し、ろ過を行うので、脱型時の収縮がほとんどなく、脱型が難しくなる。そこで、型材を通してエアブローを行い、型と成形体の間に水膜を作り、スムーズに型から離すことが必要になる。脱型や型の洗浄用に圧縮空気を吹き込むために、型内へ通気性のあるチューブを埋め込むが、均一にエアが出てくるように、等間隔にセットするこ

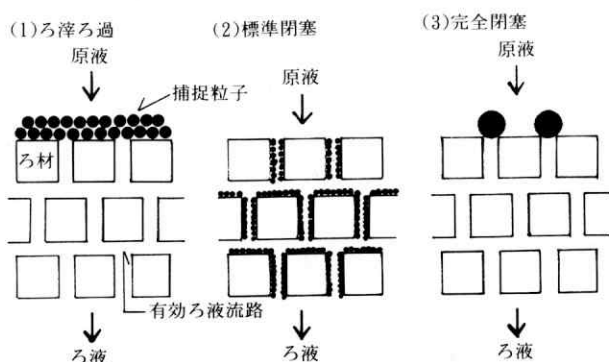


図9 ろ過のメカニズム

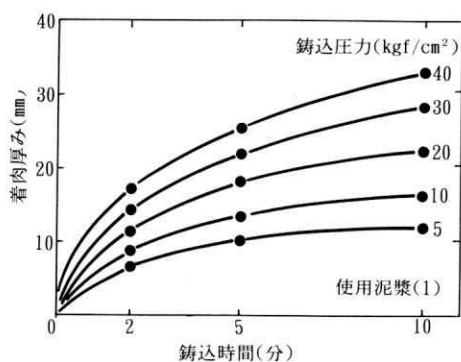


図10 型材の着肉速度(型材:マイクロライト)

とが必要である。また、水を含ませた型に圧縮空気を送り込んだ場合に、細かい霧状の水が出てくることが求められる。この時、気孔径が均一でないと、エアアの通過しやすい大きな気孔から、内部の水が霧にならずに、水滴となって放出される。これが、脱型時に成形体の表面を損なう原因となる。こうしたことから、型の表面の気孔をいかに均一に作るかが型作成の大きな課題となる。

(2) 型の目詰まり

目詰まりの原因には2点が考えられる。1つは原料粒子が型表面の気孔に入り込むことである。ファインセラミックスの原料は微細粒子が多いので、陶磁器原料より問題が深刻である。解決策として、粒子径に合わせて気孔径を小さくすると、前述のエアブローが困難となる。また、気孔径を小さくすると、同時に型の気孔率を下げる場合が多く、着肉速度が遅くなる。しかも、現在の技術水準では気孔径を自由には設計できない。一旦、高圧で入り込んだ粒子を全部、5kgf/cm²程度のエアブローで排出することは無理である。その結果、徐々に粒子が気孔内に蓄積して目詰まりとなる。衛生陶器の高圧鑄込成形用の樹脂型の寿命は、この目詰まりにより決まると言われている。アルミナ粒子はゼータ電位が高く、粒子同志が反発しあい、^(注16) 型材の気孔入口でブリッジを作りやすく、粒子が気孔に入り込みやすい。従って、成形開始時には低圧で送泥し、徐々に圧力を上げて目詰まりを防ぐことが対策として考えられる。

もう1つの目詰まりの原因として、バインダーとして添加される樹脂類が気孔内で固化することが挙げられる。対策は脱型後の型の十分な洗浄と型を乾かさないことである。また、洗浄しやすいバインダーの選択も重要である。この問題は粒子の目詰まりより解決は容易である。

(3) 成形体の乾燥切れ

圧力鑄込成形の最大の課題は成形体の乾燥切れ対策である。薄くて単純形状の鑄込では比較的問題は少ないが、成形体が厚くなったり、複雑形状になると、深刻な乾燥切れの問題が起きてくる。成形体各所の密度差、脱型時の無理な力加わることによる歪み、バインダーの特性などの原因が挙げられている。また、限界水分付近で成形されるために、強度はそこそこあるものの、可塑性が小さくなっており、変形に対してクラックが発生しやすくなっているとも考えられる。今後、さらに詳細な研究が必要であると思われる。

10. おわりに

ファインセラミックスの高圧鑄込成形のメリットをまとめると下記のようなになる。

- (1) 複雑な形状の製品の迅速成形が可能となる。
- (2) 自動化が容易になり、24時間操業が可能となる。
- (3) 型の乾燥が必要なくなり、乾燥設備、乾燥スペースが不要となる。
- (4) 製品の物性が向上する。乾燥、焼成収縮の大幅な低下により良品率、寸法精度が向上する。
- (5) 不純物の混入が石膏型より大幅に減少する。
- (6) 成形回数を重ねても、石膏型のような表面の荒れによる寸法の狂いが無い。また、石膏型のような頻繁な型交換が不要になる。

付記

本報告は愛知県常滑窯業技術センターにおいて、昭和61年から4年間にわたって行った研究の

結果及び各種技術文献を基にまとめたものである。

参考文献

- 注 1 電気化学工業(株)：陶磁器成形用プラスチック型材 技術資料
- 注 2 坂本満：工業技術院九州工業技術試験所 機械金属部金属工学科 資料
- 注 3 (株)ノリタケカンパニーリミテド・日東石膏事業部：多孔質樹脂HA-3 技術資料
- 注 4 ニッコー(株)：セラプラスト型 カタログ及び技術資料
- 注 5 鐘紡(株)産業資材部：マイクロライト 技術資料
- 注 6 (株)INAX：マシナックス カタログ
- 注 7 (株)アイ・エヌ・テクニカルラボ：多孔質成型物用エポキシ樹脂 技術資料
- 注 8 三井東庄(株)：化成品建材本部 バインドセラムWA-320 技術資料
- 注 9 中京油脂(株)：セルナWE-518 技術資料
- 注10 日本石油化学(株)：セラメートT-500 技術資料
- 注11 コニシ(株)：ボンドCD45 技術資料
- 注12 日研化学(株)：ファインセラミックス用添加剤FC-51 技術資料
- 注13 松本彰夫：第3回粉体技術専門講座テキスト，53(1989)
- 注14 内村勝次ほか：日本セラミックス協会'89秋シンポジウム予稿集，620(1989)
- 注15 改訂・ろ過(工業操作シリーズNo.8)，1,化学工業社
- 注16 長瀬洋一：第6回粉体技術専門講座テキスト，1(1990)