琉球大学学術リポジトリ

クチャ粘土と産業廃棄物アルマイトスラッジを用いたセラミックスの射出成形技術の開発

メタデータ	言語: Japanese 出版者: 南方資源利用技術研究会 公開日: 2014-10-26 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 福本, 功 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/20.500.12000/0002016644

クチャ粘土と産業廃棄物アルマイトスラッジを用いたセラミックスの射出成形技術の開発

琉球大学　工学部　　福　本　　功

1．緒言

一般にセラミックスの射出成形においては、工業的に精製された材料が用いられているが、それらの材料は高純度で微粉末であるため高価格であることが大きなネックとなっている。それに対し、窯業材料としての粘土は自然界に大量に賦存し、採掘性、輸送性の面において安価に利用できる条件下にある。そこで、沖縄県で大量に賦存するクチャ粘土（以下粘土と称す）を用いて、ミクロンサイズの微粒子のみを抽出し射出成形に適用した結果、射出成形は十分可能であり、さらにアルミナ粒子を複合化することにより機械的強度の高まる成形体が得られることが明らかになっている（1）。

本研究では、アルミナ粒子として、産業廃棄物アルマイトスラジの高度有効利用の立場より熱処理を施したαアルミナの適用を試みた。その際、実験計画法の手法を用いて、成形体の品質と機械的強度の高まる配合比、最適成形条件について検討した。

2．実験材料

2．1クチャ粘土

射出成形には、数ミクロンオーダーの微粒子が適するため、液相法を用いて粘土の微粒子のみを抽出する。まず、ポリ容器の中で重量比に対して粘土3、水７の割合で混合し、粘土を水中に分散させる。8時間後、上澄み液だけを取り出し、塩酸を添加しｐｈ４程度の酸性水溶液にし、浮かび上がっている微粒子を沈殿させる。その後、上澄み液を捨て沈殿したものを乾燥させ、ボールミルですりつぶしてパウダー状にする。得られた粘土は図１に示すように数ミクロンの微粒子が全体の約90%を占め、この時点で当初の水ひする前の重量の約50%前後になっている。さらに、粘土内に存在する結晶水を取り除くため1073Ｋで30分間保持し、それを実験材料として用いた。表１にクチャ粘土の化学組成を示す。シリカとアルミナの成分がきわめて多く含まれていることがわかる。

2．2アルマイトスラッジ

アルミサッシの表面に酸化皮膜を形成する過程でアルマイトスラッジが産業廃棄物として大量に発生する。アルミニウム水酸化物のスラッジは含水率が77%と高く、中性でベーマイト[AlO(OH)]から成る。このため、高熱を加えて乾燥させるとかなりの重量の減少を生じる。その際のスラッジの化学成分を表２に示すが、アルミナ成分が多く含まれていることがわかる。次に、スラッジに熱処理を施すことによって図２のように熱処理温度によってベーマイトから多様な結晶構造へと変化することから、本実験では、1573Kで2時間保持することによって、市販アルミナと同様の結晶構造をもつαアルミナのスラッジ（以下αアルミナスラッジと称す。）を用いた。

3．実験方法

本実験におけるセラミックスの射出成形は、配合、混練、射出成形、脱脂、そして焼成の４工程から構成されている。

混練：ボールミルを用いて粘土とαアルミナスラッジを種々の配合比で数時間混合する。次に、混練機（森山製作所S5－2ニーダー）を用いてバインダーを添加して403Ｋで混練した。その後、冷却する過程で粉砕しペレットを作成して実験材料として用いる。

射出成形：セラミックス射出成形機（日精樹脂工業PS10E1ASE）を用いて、射出速度14%、金型温度308Ｋを一定にして表３に示す成形条件を変化させ射出成形を行う。

脱脂：脱脂炉はファイン社製（ＳＨＫ－１）を用いる。脱脂速度は表３に従い上昇させ、その後炉冷する。

焼成：焼成はモトヤマ(株)製（SB－1415C）電気炉を用い、保持時間4時間と一定にし、昇温速度と焼成温度を表３に従い焼成した後、炉冷し成形体とする。

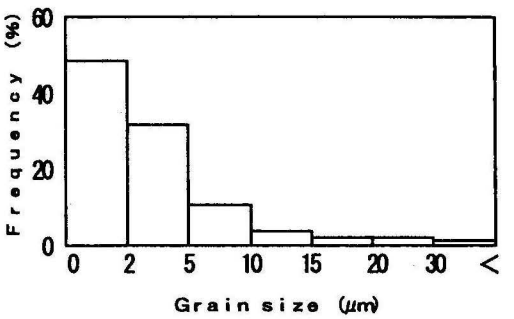

Fig.1 Particle size distribution of Kucha clay

Table 1 Chemical composition of Kucha clay (mass%)

SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	Na_2O	K_2O	Ig.loss
55.9	16.9	7.8	2.7	2.8	1.3	3.3	9.3

Table 2 Chemical composition of sludge (mass%)

SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	MgO	Na_2O	Ig.loss
0.99	91.20	0.30	0.02	0.21	0.72	6.56

$$\text{ベーマイト}[AlO(OH)] \xrightarrow[777K\sim873K]{} \gamma\text{-}Al_2O_3 \xrightarrow[1223K]{} \delta\text{-}Al_2O_3 \xrightarrow[1373K]{} \theta - Al_2O_3 \xrightarrow[1573K]{} \alpha\text{-}Al_2O_3$$

Fig.2 Crystal structure of sludge by heat treated in each temperature

4．実験結果及び考察

セラミックスの射出成形は、配合、混練、成形、脱脂そして焼成のプロセスから構成されていることから、効率良く最適条件を見出すために実験計画法の手法を用いた。まず各工程から表3に示す因子と水準を選択し、かつL18の直交表を用いて検討した。その際、目的とする特性に応じて、得られたデータをSN比に変換して望目、望大特性（2）として解析を行った。始めに射出成形では金型の転写性が極めて重要なため、目標特性として望目特性を選択して成形体の寸法のばらつきについて検討した。寸法精度に対する分散分析の結果を表4に示す。表中のfは自由度、Sは変動、Vは分散、FOはF値、ρは寄与率を示す。F検定の結果、5%の危険率においてαアルミナスラッジ含有量と焼成温度の因子が有意と認められた。また寄与率においてはαアルミナスラッジ含有量20.6%、焼成温度19.7%と示した。これは、粘土の焼成温度の上昇に伴う膨張をスラッジが抑制する効果のためにばらつきが抑えられ寸法が安定すると思われる。また焼成温度においては、焼成温度が増加するにつれて空孔が多数発生しかつ空孔が大きく成長するため寸法のばらつきを招くと考えられる。そこで、各因子の水準別のSN比を比較した。その結果を図3に示す。図よりαアルミナスラッジ含有量が増加するほど、SN比が増加することにより寸法精度は安定する傾向にあり、逆に焼成温度が上昇するにつれてSN比は減少することにより、寸法はばらつく傾向にあることがわかる。

次に、機械的強度として成形体の曲げ強さについて検討を行った。曲げ強さの分散分析結果を表5に示す。これより、αアルミナスラッジ含有量の因子のみが有意と認められ、寄与率は41.2%の値を示した。この原因として、スラッジが粘土中に分散することにより強化材の役割を果たすため、亀裂の発生、進展を阻止するため強度の向上に寄与すると思われる。そのため、スラッジ含有量が増加すると、曲げ強さが向上すると考えられる。

そこで、最適条件における曲げ強さを95%の信頼性で推定すると

$$\mu = \hat{\mu} \pm \sqrt{F_e^1(0.05) \times \frac{V_e}{n_e}} = 40.74 \pm \sqrt{7.71 \times \frac{8.70}{18/2}}$$

$$= 40.74 \pm 2.73\,(dB) = 108.90 \pm 1.87\,(MPa)$$

となる。次に、最適条件での確認実験において、曲げ強度の平均は108.10MPaを示し、推定値の範囲内に納まることが確認された。

5．結言

クチャ粘土に産業廃棄物であるアルマイトスラッジに熱処理を施したαアルミナスラッジを混合し、射出成形に適用し、複合材料を作製した。得られた成形体の寸法精度、曲げ強さに影響を与える因子について実験計画法を用いて検討を行った結果、次のことが明らかになった

1）成形体の寸法精度においては、αアルミナスラッジが焼成による粘土の変形を防ぎ、高温における粘土の溶融、空孔の発生、成長に伴う成形体の膨張現象をαアルミナスラッジ粒子が抑制するため、αアルミナスラッジ含有量が多い程寸法精度が安定することがわかった。

2）曲げ強さにおいては分散分析の結果、αアルミナスラッジ含有量の因子のみが有意と認められ、αアルミナスラッジ粒子が強化材の役割を果たすことが認められた。

参考文献

(1) 福本・他2名，日本セラミックス協会学術論文集，108，8（2000）763.

(2) 田口，横山，実験計画法，日本規格協会，（1987）148.

Table 3 Factors and levels in experimental design

Factors	level		
A Kneading time (h)	1		3
B Sludge content (%)	35	50	65
C Cylinder temperature (K)	373	393	413
D Injection pressure (MPa)	40	60	80
E Degreasing speed (K/h)	3	15	27
F Rising temperature (h)	1	2	3
G Firing temperature (K)	1473	1573	1673

Table 4 Analysis of variance of dimentional accuracy of fired bodies

Factor	f	S	V	Fo	ρ
A	1	8.52	8.52	0.77	0
B	2	173.63	86.82	7.80*	20.6
C	2	151.16	75.58	6.79	17.5
D	2	34.79	17.4	1.56	1.7
E	2	140.96	70.48	6.33	16.1
F	2	15.62	7.81	0.7	0
G	2	167.59	83.8	7.53*	19.7
e	4	44.51	11.13		24.4
Total	17				100

*Significant

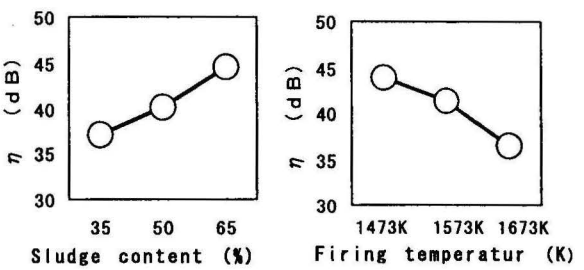

Fig.3 Comparison of SN ratios in each level on factors of sludge content and firing temperature

Table 5 Analysis of variance on bending strength of fired bodies

Factor	f	S	V	Fo	ρ
A	1	0.09	0.09	0.01	0
B	2	190.24	95.12	10.94*	41.2
C	2	58.33	29.16	3.35	9.8
D	2	49.98	24.99	2.87	7.8
E	2	42.48	21.24	2.44	6
F	2	8.42	4.21	0.48	0
G	2	35.7	17.85	2.05	4.4
e	4	34.79	8.70		30.8
Total	17				100

*Significant