マイクロ波加熱を用いたスリップキャスト鑄込み型と成形体の同時乾燥

近藤直樹[†]・日向秀樹・北 英紀

産業技術総合研究所 先進製造プロセス研究部門, 463-8560 名古屋市守山区下志段味穴ヶ洞2266-98

Concurrent drying of slip cast mold and casted body by microwave heating

Naoki KONDO,[†] Hideki HYUGA and Hideki KITA

Advanced Manufacturing Research Institute, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST), Shimoshidami 2266-98, Moriyama-ku, Nagoya 463-8560

Slip-casting is an important shaping technique which is often used for the ceramics manufacturing. One of the problems for slip casting is the drying. Long time is required to dry gypsum mold and slip-casted green body, which lower the productivity. Drying technique using microwave heating is expected to shorten the time. As gypsum mold is degraded by heating, heat resistant alumina mold was used for this study. Concurrent drying, where slip-casted green body is dried in the alumina mold without de-molding, by microwave heating was tried. It was successfully demonstrated that 1) concurrent drying is effective to protect the green body from rapid heating, and 2) microwave heating can shorten the drying time.

©2010 The Ceramic Society of Japan. All rights reserved.

Key-words : Alumina mold, Slip casting, Microwave, Drying

[Received August 20, 2010; Accepted September 16, 2010]

1. 緒 言

鑄込み成形法（スリップキャスト法）は、セラミックス製造によく用いられる成形プロセスの1つである。セラミック粉末を高濃度に分散させたスラリーを石膏型に流し込み、スラリー中の水分を石膏型に吸収、粉末を固化させることにより成形体を得ることができる。この際用いられる石膏型は、型取りが容易、吸水性が良い、離型性が良い、等の鑄込み成形用として優れた特性を有している¹⁾。

一方で、石膏は乾燥に難があり、数回の使用により含水した後は1日程度の乾燥が必要となる。この乾燥中は型として使用不可能であり、よって、型の必要個数も増えることになる。石膏型の強制乾燥も可能ではあるが、型が湿っている場合には約60°C以上で、型が乾燥している場合には約50°C以上で、石膏結晶中の結晶水が次第に抜けて強度低下し、低寿命や割れ等の破損の原因になるため、温度をあげて乾燥を促進することは難しい²⁾。加えて、石膏は熱伝導率が低いため、内部と表面に温度差がでやすく、乾燥状態の不均一や熱膨張差による歪と割れがおこりやすい²⁾。この問題を克服し、効率的な乾燥が可能となれば、型の使用サイクルを増やすことで個数を減らすことが可能となる。

また、鑄込み成形法では、型の乾燥に加えて成形体の乾燥も問題となる。成形体の乾燥時のひび割れを避けるには、熱や風を避けてゆっくり乾燥させることが重要である。これ

は、表面と内部で乾燥速度が異なり、表面から先に乾燥収縮することで、ひび割れが生じるためである。この乾燥工程で時間を要することが、鑄込み成形法による生産性向上のボトルネックとなっており、効率的な乾燥が可能となれば、工程時間の短縮につながる。

さて、マイクロ波をもちいた乾燥法は、物体中に含まれる水分を直接加熱でき、乾燥時間を短縮できるという特徴を有することから、乾燥工程を含む各種工業プロセスに用いられている^{3),4)}。セラミックス製造においても、石膏型や成形体の乾燥工程の一部で実用化が進められている。成形体の乾燥にマイクロ波を用いた場合、ヒーター加熱に比べて、成形体のゆがみが少なく、乾燥が速い、という結果が報告されている^{5),6)}。さらに、マイクロ波を利用して鑄込み型と成形体を同時に、乾燥、焼成、と連続しておこなうコンパクトプロセス、も提案されている⁷⁾。

このようなマイクロ波を利用したコンパクトプロセスは魅力がある。一方で、上述したように、鑄込み成形法では型や成形体の乾燥が生産性向上のボトルネックとなっているために、マイクロ波を利用した乾燥が、さらには、型と成形体が同時に乾燥ができれば、それだけでも生産効率向上に効果があると期待できる。

先に、著者らはアルミナ製の鑄込み型を報告した⁸⁾。アルミナ型は石膏型に比べて強度があり、また、石膏型のような加熱乾燥での劣化がない点で、強制乾燥に向くものと期待できる。

そこで、本報告では、マイクロ波を用いて型と成形体の乾

[†] Corresponding author: N. Kondo; E-mail: naoki-kondo@aist.go.jp

Fig. 1. Schematic drawing of Alumina Mold and Cover Plate.

燥を試みた。アルミナ型にアルミナスラリーを鋳込んだ後、型と成形体を離型することなく、そのままマイクロ波により乾燥をおこなった。型と成形体を同時に乾燥させることが可能か、可能であれば、同時乾燥をおこなうことの利点があるか、乾燥時間の短縮を図ることができるか、に注目し、同時乾燥の可否を検証することとした。

2. 実験方法

鋳込み用の型として、先に報告したアルミナ型を用いた⁸⁾。アルミナ型の気孔率は30%、平均気孔径は $2.5\ \mu\text{m}$ である。型の略図をFig. 1に示す。型の内寸は、上側直径56 mm、下側直径36 mm、深さ45 mmであり、型の厚みは10 mmである。また、乾燥用に同種材質で厚み12 mmのふたを用意した。

鋳込み用のスラリーはアルミナスラリーを用いた。アルミナ粉末（昭和電工、AL160SG4）に水と分散剤（東亞合成A6114）を加え、ボールミル混合によりスラリー化したものを型に鋳込んだ。スラリーを型に流し込み、着肉により成形体厚みが約5 mmとなったところで排泥をおこなった。排泥後1時間の型と成形体を乾燥に供した。乾燥開始前に成形体に含まれる水分量は約7 gであり、型に含まれる水分量は約5 gであった。成形体のみを乾燥させる場合は、成形体を脱型した後に乾燥をおこなった。型と成形体を同時乾燥する場合には、含水させたふたを型にかぶせて乾燥をおこなった。また、脱型した成形体を含水させていない型に入れて乾燥をおこなった。

乾燥に用いたマイクロ波乾燥装置は、内寸が約320 mm（幅）×300 mm（奥行）×200 mm（高）であり、Panasonic（株）製マグネトロン2M210-M1（出力800 W、周波数2.45 GHz）を1機搭載しているものである。被乾燥物は、マイクロ波を吸収しにくいアルミナファイバーボード上に置き、マイクロ波がほぼ均一に照射される乾燥装置内の中心部に配置して、乾燥をおこなった。

まず、マイクロ波の連続照射による乾燥をおこない、破損までの時間を測定した。また、乾燥（水分の蒸発）による重量変化を測定した。乾燥は連続照射および間欠照射にておこなった。間欠照射では、5秒照射、25秒休止、の1サイクル30秒の照射をおこなった。比較のため、自然乾燥や75°Cの乾

Fig. 2. Time to breakup of slip-casted body by continuous microwave radiation. The bodies were dried under three different conditions. The wet mold was the one slip-cast was carried out. (Green body and mold was provided for microwave radiation without de-molding.)

燥炉中での乾燥もおこなった。乾燥炉中での熱風循環は、成形体表面のみの乾燥が促進され、内部と表面の乾燥状態の違いに起因する乾燥割れを引き起こすとされているので、おこなわなかった。

最後に、マイクロ波による乾燥後の成形体について焼成をおこない、問題が生じないことを確認することとした。

3. 結果と考察

3.1 マイクロ波の照射による型と成形体の同時乾燥時の成形体の保護効果

マイクロ波の照射により、型や成形体の乾燥をおこなうことができるが、急速に乾燥をおこなった場合、内部に残存する水分の蒸発気化による体積膨張のため、成形体や型の破損が起こる可能性がある。そこで、成形体、および、型と成形体に対し、マイクロ波の連続照射を行い、破損が生じるか否か、生じるのであれば、破損までの時間を調べた。なお、成形体のみを乾燥では、マイクロ波を吸収しにくい多孔質アルミナレンガ上に成形体を置いて乾燥をおこなった。

連続照射をおこない、成形体が破損するまでの時間を測定した結果をFig. 2に示す。また、乾燥をおこなった成形体の例をFig. 3に示す。成形体のみを乾燥させた場合、おおよそ30秒強の連続照射により破損が生じた。最も破損が激しい場合、Fig. 3(a)の様に粉々になったが、多くの場合はFig. 3(b)の様に底部から破損が生じた。成形体の底部は多孔質レンガに接しており、乾燥の際に発生した水蒸気が排出されにくいいため、水蒸気の体積膨張による破損がおりやすいものと考えられる。

鋳込みをおこない含水している型と成形体の同時乾燥をおこなった場合、連続照射により破損に至るまでの時間はおおよそ70秒に延びた。鋳込み後の型と成形体の同時乾燥においては、型およびふたにも水分が含まれ、この水分がマイクロ波を吸収することで成形体に到達するマイクロ波が弱まるものと考えられる⁴⁾。そのため、急速加熱が避けられ、成形体破損までの時間が長くなったものと考えられる。このように、鋳込み後に型と成形体の同時乾燥をおこなう利点は、急速加熱から成形体を保護する効果が期待できることにあるといえる。比較として、鋳込みをおこなっていない乾燥した型中に、鋳込み後に離型した成形体を入れて乾燥をおこなった結果、おおよそ30秒で破損が生じた。マイクロ波は、室温近

Fig. 3. Dried green bodies by continuous microwave radiation. (a) and (b) Dried without mold. (c) Dried in dry mold. (d) Dried in wet mold.

(a)–(c) were radiated till breakup (about 30–35 sec), and (d) was radiated before breakup (60 sec). To show the broken bottoms, green bodies were placed upside down.

傍ではアルミナにはほとんど吸収されず透過することから⁴⁾、乾燥した型中では成形体のみが加熱されるため、成形体のみを乾燥した場合と差がない時間で破損が生じたものと考えられる。よって、乾燥した型では成形体の保護機能が期待できないといえる。Fig. 3(c)に乾燥した型中で乾燥をおこない、破損が生じた成形体を示す。この場合も、破損は蒸気が排出されにくい底部から生じていた。Fig. 3(d)に、鋳込みをおこなった型と成形体を同時乾燥した成形体を示す。Fig. 2に示すようにおよそ70秒の連続照射で破損が生じることがわかっているため、ここでは、60秒で照射を中止することで破損していない成形体を得ることができた。

3.2 マイクロ波照射による乾燥時間の短縮効果

マイクロ波の照射による成形体の破損を避けるため、より緩やかな乾燥条件として、マイクロ波の間欠照射を試みた。5秒照射、25秒休止、を繰り返したところ、成形体のみ乾燥、成形体とアルミナ型の同時乾燥、のいずれにおいても成形体の破損が生じないことがわかった。よって、以後は間欠照射での乾燥をおこなうこととした。

次に、乾燥に要する時間について、自然乾燥、乾燥炉中での乾燥、マイクロ波照射による乾燥の比較をおこなった。それぞれ乾燥にともなう成形体あるいは型と成形体の含水率変化を測定した。成形体のみ乾燥時の含水率変化をFig. 4に、型と成形体との同時乾燥時の含水率変化をFig. 5に示す。なお、ここでは含水率を、乾燥開始時の含水率（鋳込み排泥後1時間の含水率）が100%、完全に乾燥した後の含水率が0%となるよう、

$$\text{含水率 (Water Content / \%)} = (W - W_0) / (W_{100} - W_0) \times 100$$

(W: 乾燥途中重量, W_{100} : 乾燥開始重量, W_0 : 完全乾燥重量)

として求めている。

成形体のみ乾燥の場合、自然乾燥では十分に乾燥するまでに約28時間必要であった。乾燥炉中では、乾燥時間は約2

Fig. 4. Weight loss of slip-casted bodies by water vaporization during drying. The bodies were dried without mold by three different drying techniques. Oven temperature was 75°C. Microwave was radiated intermittently. Air drying needed 28 hours till complete drying, thus time scale was omitted here.

Fig. 5. Weight loss of slip-casted bodies by water vaporization during drying. The bodies were dried without mold by different two drying techniques. Oven temperature was 75°C. Microwave was radiated intermittently. Air drying was not carried out here.

時間に短縮した。マイクロ波では約15分ほどで乾燥に至り、最も乾燥時間の短縮効果があることが示された。乾燥時間の短縮効果は、先に ZnO について報告された例と同程度であった⁵⁾。

型と成形体の同時乾燥の場合、自然乾燥では成形体のみ乾燥よりさらに時間がかかると予想されたため、測定はおこなわなかった。完全乾燥までに、乾燥炉中では約6時間必要であり、マイクロ波では約35分必要であった。型と成形体の同時乾燥の場合、型を同時に乾燥させることから、乾燥炉、マイクロ波ともに成形体のみ乾燥の場合より時間を要する。この場合でも、同じく、マイクロ波乾燥により乾燥時間の短縮効果があることが示された。

乾燥時間だけを比較すれば、成形体のみをマイクロ波により乾燥させる方法が、もっとも乾燥時間が短い。加えて、成形体を脱型後に、型のみを乾燥炉やマイクロ波により乾燥することも可能である。型と成形体のマイクロ波による同時乾

Fig. 6. Sintered alumina body. The prepared green body was the one dried in wet mold and by intermittent microwave radiation.

燥の効果は、乾燥時間の短縮効果以上に、前項で示したような型が成形体の急速加熱から保護する効果が期待できること、および、型と成形体を同時にハンドリングできることにより成形体破損の可能性を減らせること⁸⁾、にあるといえる。

3.3 同時乾燥後に焼成をおこなった焼結体の検証

マイクロ波照射により、型と成形体の同時乾燥をおこなうことが可能であることは示されたが、焼成後に良好な焼結体を得ることも検証しておく必要がある。そこで、同時乾燥後に脱型した成形体を1600°C 2 h 大気炉中で焼成して、問題が生じないかを検証した。得られた焼結体をFig. 6に示す。割れなどは生じず、石膏型に铸込んだものと同等の焼結体を問題なく焼成できることが示された。

4. まとめ

アルミナ型にアルミナスラリーを铸込み成形した後、マイ

クロ波により、型と成形体の同時乾燥を試みた。

(1) マイクロ波による型と成形体の同時乾燥が可能であること、型と成形体を同時に乾燥させることで成形体を急速加熱から保護する効果が期待できること、を示した。

(2) マイクロ波の間欠照射(5秒照射, 25秒休止)により、乾燥炉中での乾燥に比べて、型と成形体を短時間で乾燥できること、を示した。

(3) マイクロ波により型と成形体の同時乾燥をおこなった成形体は、問題なく焼成できること、を示した。

謝 辞 本研究は、文部科学省都市エリア産学官連携促進事業「環境調和性成形型及び製品化技術の開発-非石膏型によるプレス・铸込み成形量産システムの開発」として行われた。

References

- 1) "Ceramics Processing—Powder Preparation and Forming—," The Ceramic Society of Japan (1984) pp. 158–159. (in Japanese)
- 2) San-Esu Gypsum Co. Ltd., <http://www.san-esugypsum.co.jp/kiso.html> (in Japanese)
- 3) "Syoho kara manabu maikuro-ha ouyou gijyutu," Sangyo Souzou Kenkyu-sho, (2004) pp120–136 and pp146–148. (in Japanese)
- 4) Japan Electro-Heat Center, <http://www.jeh-center.org/electro/micro/theory.html> (in Japanese)
<http://www.jeh-center.org/electro/micro/feature.html> (in Japanese)
- 5) T. Shirai, M. Yasuoka, Y. Hotta and K. Watari, *J. Ceram. Soc. Japan*, **114**, 217–219 (2006).
- 6) T. Shirai, T. Isobe, M. Yasuoka, Y. Hotta and K. Watari, *J. Ceram. Soc. Japan*, **115**, 440–442 (2007).
- 7) T. Shirai, M. Yasuoka, Y. Hotta and K. Watari, *J. Ceram. Soc. Japan*, **115**, 69–73 (2007).
- 8) N. Kondo, K. Tanabe, H. Hyuga, T. Nagaoka and H. Kita, *J. Ceram. Soc. Japan*, **118**, S1–S5 (2010).