資 料

超硬ボールミルによる二ホウ化チタン粉末の 粉碎効果と不純物の混入量*

西 山 勝 廣**

Katsuhiro Nishiyama: Milling Effect and Contamination of Titanium Diboride Powder Using WC-Co Ball-mill.

Milling effect and contamination of titanium diboride powder by centrifugal-type ball-milling carried out in a WC-Co pot, with WC-Co balls were examined. The average particle-size of the as-recieved powder with $6\ \mu\text{m}$ decreased to $2.5\ \mu\text{m}$ by ball-milling for 3 hr. However, the contamination quantities of WC, Co and O_2 remarkably increased with the lapse of the milling times.

(Received September 18, 1989)

I 緒 言

二ホウ化チタン (TiB_2) の硬さはホウ化物セラミックスの中でも高硬度 (約 33 GPa) であり, 粉碎が極めて困難な物質の一つである。微細粉を得るためには, 一般に機械的粉碎法が用いられる。従来の研究において, ボールミルやアトライターによる機械的粉碎による微細化の限界と不純物の混入量についての報告¹⁾や振動ミルによる微細化の報告²⁾がある。しかし前者は実験条件が示されていないこと, また後者は容器などからの不純物の混入量が明らかではない。そこで本研究において, 実験室などで少量の粉体の粉碎の際に用いられている小型の超硬合金製遠心式ボールミルを用い, 市販の TiB_2 粉を粉碎した場合の微細化の限界並びに WC, Co の混入量および吸着酸素量について調べてみた。

II 方 法

TiB_2 粉末は Material Research 社製のもので, その粉末の平均粒径は $6\ \mu\text{m}$ であり, 最大粒径は $15\ \mu\text{m}$ である。粉碎に用いた遠心ボールミルは Fritsch 社製 (型式 06001) のものであり, その形状および寸法を Fig. 1 に示す。容器およびボールは超硬合金製 (WC-6%Co) である。 TiB_2 粉末の化学分析値と容器およびボールの組成を Table 1 に示す。粉碎実験条件は Table 2 に示す通りである。粉体の粒径の測定は沈降式光走査型粒度分布測定装置を用い, 粉体の最大粒径の測定および観察は透過型電子顕微鏡を用いて行った。WC 量および Co 量は,

Fig. 1 Dimensions of ball-milling container geometry for the milling tests.

粉体の重量増加量を天秤をもちいて測定し, これから算出した。測定に用いた天秤の最小秤量は 0.01 mg (標準偏差 0.02 mg) である。酸素の分析は JIS Z 2613 に準拠した真空融解法により行った。

III 結 果

Fig. 2 に TiB_2 粉末の粒度分布と粉碎時間との関係を

* 平成元年9月18日受理。

** 東京理科大学理工学部, 〒278 野田市山崎2641番地。

Table 1 Chemical analysis of TiB_2 powder and the composition of ball mill used in this experiment.

Materials	Composition (wt%)	Particle size (μm)	
TiB_2	Ti : 68.5	B : 30.4	C : 0.23
	N : 0.02	Fe : 0.001	Al : 0.001
	Cu : 0.001	Mg : 0.0001	Mn : 0.001
			Si : 0.001
WC-6%Co	WC : 93.4	Co : 6.0	Ti : 0.5
			Ta : 0.5

Table 2 Test condition for milling of TiB_2 powder.

Sizes of Container and Balls

Container: inner size, 45.0 mm in diameter,
39.0 mm in depth (see Fig. 1)

Ball: type A; 16.8 mm in diameter,
type B; 6.6 mm in diameter,
type C; capcell like, 8.7 mm in diameter, 8.6 mm in length.

Test Condition

Charge quantity of TiB_2 powder: 20 gm.

Additive agent: 2 wt% paraffin in toluene

Charge quantity of ball:

type A; 2 pieces,

type B; 5 pieces,

type C; 2 pieces.

Revolution speed of container: 180 rpm.

Atmosphere: in air.

示す。さらに TiB_2 粉末の平均粒径, 最大粒径, WC 量, Co 量および酸素量と粉碎時間との関係を Fig. 3 に示す。 TiB_2 粉末の粒径は時間とともに減少し, 粉碎時間 210 min での平均粒径は $2.4 \mu\text{m}$ であり, 最大粒径は $5.8 \mu\text{m}$ であると認められる。また超硬遠心ボールミルによる TiB_2 粉末の粉碎においては平均粒径および最大粒径のいずれも粉碎時間 10 min での粉碎効率が大きいことが分かる。

WC 量は時間とともに急激に増加し, 粉碎時間 60 min で 5 wt% となり, 180 min では 20 wt% の混入が認められる。また Co 量は 180 min で 1.2 wt% である。酸素量は粉碎初期においては時間とともにゆるやかに増加するが, 粉体の微細化とともに著しい増加が認められる。例えば, 粉碎時間 180 min の吸着酸素量は 1.2 wt% であり, 入手粉の値の約 4 倍にも増加することが分かる。

Photo. 1 に入手粉および粉碎時間 90 min の粉末の透

Fig. 2 Particle-size distribution of as-received and milled TiB_2 powders. Fig. 3 Influence of the milling time on the average particle-size and maximum particle-size of TiB_2 powder, and on the contamination quantities of WC, Co, and O_2 .

Photo. 1 Transmission electron micrographs of titanium diboride powders: (a) as-received, (b) ball-milled for 90 min.

過電子顕微鏡写真を示す。粉碎により $1\mu\text{m}$ 以下の粒子が観察されるが、未粉碎の粒子も観察される。

このように機械的粉碎法による TiB_2 粉の微細化には限界があり、しかも不純物の混入量が多いことから、粒度調整が可能な TiB_2 粉の製造法の開発が望まれる。

IV 結 論

超硬合金製造心ボールミルを用いて TiB_2 粉末の粉碎実験を行った結果、本実験条件の範囲で得られる粉末の

粒径は、平均粒径 $2.5\mu\text{m}$ であり、最大粒径 $5.8\mu\text{m}$ であった。また WC の混入量は、粉碎時間 60 min で 5 wt%，180 min で 20 wt% であり、また吸着酸素量は 180 min で 1.2 wt% と認められた。

文 献

- 1) 土井：Boundary, 2 [3] (1986), 33.
- 2) 山田，石井，原：日立評論，64 [12] (1982), 63.

新 入 特 別 会 員

(平成 2 年 7 月 26 日現在)

団 体 名	口数	所 在 地	担 当 者 名	業 務 内 容
日本カーボン(株) 研究所	1	221 横浜市神奈川区新浦島町1-1 045-459-4651	市 川 宏	人造黒鉛電極製造，各種黒鉛，炭素製品（不浸透黒鉛，可撓性黒鉛他）炭素繊維，SiC 繊維，同複合材
日本合成ゴム(株)	1	104 中央区築地2-11-24 03-5565-6517	岩 間 真 道	合成ゴム，エマルジョンおよび合成樹脂分野のスペシャリティ・ケミカル。高分子技術を活かしハイテク素材及びシステム，ソフト

粉体および粉末冶金

平成 2 年 8 月 20 日 印刷

平成 2 年 8 月 25 日 発行

第37巻 第 6 号（年間 8 回刊行）

編 集 兼 中 西 典 彦
発 行 者

社 団 法 人 粉 体 粉 末 冶 金 協 会

〒606 京都市左京区下鴨森本町15
生産開発科学研究所内

印 刷 所 中 西 印 刷 株 式 有 限 公 司

〒602 京都市上京区下立売通小川東

定 価 3000円

Copyrighted 1990, by J.S.P.M.

Printed in Japan