研究速報

抽出脱脂法のセラミックス射出成形体への応用

斎藤 勝義^{☆1}, 寒川 喜光^{☆1}
 飴山 恵^{☆2}, 金子 泰成^{☆2}

^{☆1} 京都市工業試験場, 〒600 京都市下京区中堂寺南17.

^{☆2} 立命館大学理工学部, 〒603 京都市北区等持院北町.

Application of Binder Extraction to Ceramics Injection Molding Parts

Katsuyoshi Saitoh^{☆1}, Yoshimitsu Kankawa^{☆1}
 Kei Ameyama^{☆2} and Yasunari Kaneko^{☆2}

^{☆1} Kyoto Municipal Institute of Industrial Research, 17 Chudouji-minamimachi Simogyo-ku Kyoto 600.

^{☆2} Faculty of Science and Engineering, Ritsumeikan University, Tojiin-kitamachi Kita-ku Kyoto 603.

Received December 27, 1990

A testing of ceramics injection molding of alumina powder using a PE (polyethylene)-PP (polypropylene)-peanut oil binder system was carried out. When the green parts were immersed in an acetone solvent at 23°C for 6 hr, the 78% of peanut oil was extracted. The residual parts were debound in air at 420°C for 2 hr. The heating rate was 2.5°C/min in the temperature range from room temperature to 50°C, and 100°C/hr from 50°C to 420°C. The debound parts were sintered at 1620°C in air for 2 hr. The relative density of the sintered specimen was 99% over.

I 緒 言

射出成形法は、セラミックス粉末あるいは金属粉末の成形法として注目を集めている。複雑形状を成形するのに優れていると言う特徴があるものの、脱脂が難しいあるいは長時間かかるなどの欠点がある。

前報では、ステンレス粉末とポリエチレン—ポリプロピレン—ゴマ油系のバインダーを用いて、有機溶媒によるバインダー（特にゴマ油）の抽出脱脂を行うことにより脱脂時間を大幅に短縮出来ることを報告した。ここではアルミナ、ジルコニア粉末などのセラミックス粉末とポリエチレン—ポリプロピレン—ピーナツ油系のバインダーを用いて射出成形を行い、その後アセトンによる抽出脱脂を行った結果について報告する。

II 実験方法

1 実験材料

アルミナ粉末は、Al160SG4 タイプ（昭和軽金属製、平均粒子径 0.5 μm 、比表面積 5.5 m^2/g ）を使用した。またジルコニア粉末は HSY-3 タイプ（第一稀元素化学工業製、平均粒子径 0.8 μm 、比表面積 7.0 m^2/g ）を使用した。バインダー類は、ポリエチレン（PE、スミカセン G808、住友化学製）、ポリプロピレン（PP、MA8108、昭和電工製）、ピーナツ油（精製品、試薬）を用いた。配合は Table 1

Table 1 The molding compositions. (vol%)

	A	B	C	D
Ceramic powder	Al ₂ O ₃ 59.50	Al ₂ O ₃ 59.5	Al ₂ O ₃ 59.50	ZrO ₂ 48.00
PE	8.10	6.89	6.08	7.80
PP	8.10	7.29	6.08	7.80
peanut oil	24.3	26.32	28.34	36.4

PE: polyethylene PP: polypropylene

Fig. 1 Dimension of Sample.

に示す通りである。

2 混練

ラボプラストミル（東洋精機製）により、まず 180°C でポリエチレンとポリプロピレンを溶解した後粉末とピーナツ油を添加して、添加終了後は 140°C に混練を温度を下げ30分間加熱混練した。混練物は粉碎して成形材料とした。

3 成形

タテ型プランジャ式射出成形機で、Fig. 1 に示すコマ型（表面積 15.5 cm²、容積 2.5 cc）を圧力 660 kg/cm²、金型温度 27°C でノズル温度 140~160°C の範囲で成形した。

4 抽出脱脂

500 cc のビーカーにアセトン 300 cc 入れ、その中にコマ型の成形体を10個入れ 23°C で、0.5~24時間放置して抽出を行った。

5 常圧脱脂

抽出後の成形体を大気中で常温から 50°C まで20分、さらに毎時 100°C の昇温速度で 420°C まで昇温し、420°C で2時間保持したのち、冷却した。合計脱脂時間は約4時間である。

6 焼結

脱脂体をアルミナでは常温から 1620°C まで、ジルコニアでは 1550°C まで、昇温速度毎時 100°C で昇温しいずれの場合も同温度で2時間保持し、毎時 400°C の冷却速度で冷却した。

III 結果と考察

抽出を行う場合ポリエチレンやポリプロピレンを溶解しないで、ピーナツ油のみを抽出する有機溶媒として、トリクレン、テトラヒドロフラン、メチルエーテルケトン、トルエン、クロロホルム、アセトンなどが考えられるが、環境問題や毒性等を考えて本研究ではアセトンを使用した。また予備実験の結果、配合物中のピーナツ油の体積率が20%以上でないと抽出がうまく行かないこと

Table 2 The extraction ratio of peanut oil from the green parts with acetone solvent at 23°C. (%)

Hr	A	B	C	D
0.5	22	25	29	33
1	34	37	41	46
2	43	51	59	60
4	59	69	75	75
6	70	78	80	83
8	77	81	83	88
16	83	87	90	89
24	85	89	93	92

Table 3 The relation between the extraction time and the ratio of non-defective unit. (n=10)

Hr	A	B	C	D
0.5	0	0	0	0
1	0	0	0	0
2	0	0	0	0
4	0	20	70	0
6	0	100	70	80
8	20	100	100	80
16	20	100	100	100
24	40	100	100	100

から、Table 1 の配合を検討した。

成形時に、金型面にピーナツ油のにじみだしが見られたので、スプルーやランナーや不良品の再生利用については注意が必要であろう。

Table 2 に、各配合での時間の経過にともなうピーナツ油の抽出変化を示す。ポリエチレンやポリプロピレン等のポリマーが少ないほど、ピーナツ油は抽出され易いが時間の経過とともに飽和状態になる。所定時間抽出後、実験方法で述べた通常の1時間数°Cの昇温速度と比較して格段に早い昇温速度で常圧脱脂を行い、その後焼結操作を行った。

Table 3 に抽出時間と焼結体の良品率の関係を示すが、良品とは表面クラックや変形もなく、焼結体相対密度が99%以上のものを示している。A 配合では100%の条件はなく、B 配合では6時間以上の抽出脱脂により100%の良品率となる。また C 配合では8時間以上で、D 配合では16時間以上で100%の良品率となる。このことは、目安としてアルミナにおいては B, C 配合ではピーナツ油を88%, すなわち全体のバインダー類の55容積%抽出すれば高速脱脂が可能であると言える。ジルコニアではピーナツ油を85%以上、全体のバインダー類の60容量%抽出する必要がある。アルミナでは最適条件下 B 配合

Table 4 The molding compositions. (vol%)

Alumina	59.47
PE	5.86
PP	5.86
Wax	2.34
AC	4.69
penut oil	21.79

PE: polyethylene PP: polypropylene Wax: carnauba wax
AC: acryl-oligomer

では、抽出時間6時間、常圧脱脂4時間合計10時間で脱脂処理を行うことが出来る。これは従来の脱脂方法に比較して、数分の1に短縮できることになる。このような結果は、射出成形の改善や新しく工業化する場合に、多いに参考になるものと考えられる。

この配合系では成形体強度が低く取扱に注意が必要である。この問題を解決するために、カルナバワックスとアクリル系オリゴマー（分子量約1500）を添加して、Table 4 に示すような配合を検討した。成形時のピーナ

ツ油のにじみだしを防止することが出来るとともに、成形体強度が圧縮強度で約3倍になり、成形体強度の改善が認められる。成形体をアセトン中で抽出脱脂したところ、82%のピーナツ油を抽出していることが分かった。その後実験方法で示した方法で、常圧脱脂、焼結を行ったが100%の良品率であり、相対密度も99%以上であった。

IV 結 言

アルミナとジルコニア粉末を用いて、ポリエチレンーポリプロピレンーピーナツ油系のバインダーで射出成形を行い、成形体をアセトン中で抽出脱脂を行った。その結果アルミナではピーナツ油を88%以上、ジルコニアでは85%以上抽出すれば、昇温速度 100°C の高速脱脂が可能であることが明らかとなった。また成形体強度は、カルナバワックスとアクリル系オリゴマーを添加することで改良されることが明らかとなった。

文 献

- 1) 斎藤，金子：材料，39 (1990)，844.

新 入 正 会 員

(平成3年7月9日現在)

氏 名	卒業学校	卒業 年次	会 員 番 号	専 門	勤 務 先	現 住 所
富 永 陽 一	(在学中)		135041	粉末冶金	860 熊本市黒髪2-39-1 熊本大学 大学院工学研究科 096-344-2111	860 熊本市清水町麻生田1805-4 096-338-1585
堀 尾 正 毅	名 大	46*	155024	化学工学	184 小金井市中町2-24-16 東京 農工大学工学部物質生物工学科 0423-86-3303	182 調布市多摩川1-8-4 RI-108 0424-81-0738
渡 辺 明 男	早 大	53*	191036	セラミッ クス	305 つくば市並木1-1 無機材質 研究所第1研究グループ 0298-51-3351	305 つくば市竹園3-106-105 0298-55-0818
四 方 良 一	名 工 大	44	122072	無機材料	597 貝塚市二色中町 大阪セメン ト(株)セラミックス部技術開発課 0724-31-8014	630 奈良市三条町606-76 奈良 ハイタウン2-904 0742-22-7468
山 本 泰 次	京工繊大	55	171111	無機材料	597 貝塚市二色中町 大阪セメン ト(株)セラミックス部技術開発課 0724-31-8014	573 枚方市岡南町5-18-15 0720-44-4095