

### 湿式セラミックスシート成形体密度の迅速予測法の開発

NAKAZAWA, Hitoshi / 中澤, 仁志

---

(出版者 / Publisher)

法政大学大学院理工学研究科

(雑誌名 / Journal or Publication Title)

法政大学大学院紀要. 理工学研究科編

(巻 / Volume)

63

(開始ページ / Start Page)

1

(終了ページ / End Page)

2

(発行年 / Year)

2022-03-24

(URL)

<https://doi.org/10.15002/00025304>

# 湿式セラミックスシート成形体密度の 迅速予測法の開発

DEVELOPMENT OF A RAPID PREDICTION METHOD OF CERAMIC GREEN DENSITY  
FOR SHEET CASTING PROCESS

中澤仁志

Hitoshi NAKAZAWA

指導教員 森隆昌

法政大学大学院理工学研究科応用化学専攻修士課程

We reported that the gravitational settling test can be suitable for prediction of the green density for sheet casting process because the settling behavior represents the thickening behavior of slurry.[1] However, the problem is that it takes a long time to perform a sedimentation test in gravitational field. Therefore, in this study, we investigated whether the density of the green sheet could be predicted by two methods: ①centrifugal sedimentation test and ②drying test in which the slurry was dried in a cup and the packing fraction was calculated from the initial slurry height and final powder bed height. It was shown that the packing fraction of the dried sediment obtained from the drying test had a good connection to the green sheet density, while the packing fraction of the sediment obtained from the centrifugal sedimentation test didn't. It was demonstrated that the characterization time of slurry packing ability in order to predict the green sheet density could be shorten by using the drying test.

**Key Words** : Slurry, Sheet casting, Sedimentation

## 1. 緒言

セラミックス湿式成形プロセスでは、スラリー中の粒子の分散状態が成形体及び製品の特性に大きな影響を及ぼすことが知られている。そのためスラリー中の粒子分散状態を適切に評価・制御することは重要である。これまでに我々は、シート成形体の充填率予測には、重力場での沈降試験を行い堆積層の充填率を測定することが有効であることを示した[1]。しかしながら、重力場で沈降試験を行うと、全ての粒子が堆積するまでには長時間を要することが問題となる。そこで本研究では、①遠心沈降試験、②スラリーをカップ内で乾燥させ初期高さより最終高さより充填率を算出する乾燥試験の2つの方法でスラリーを評価し、より短時間でシート成形体充填率を予測することができるのかについて検討した。

## 2. 実験方法

### (1) スラリーの調製

粉体にチタン酸バリウム (BaTiO<sub>3</sub>, 平均粒子径 0.69 μm, 富士チタン工業), 分散媒にイオン交換水, 分散剤にポリカルボン酸アンモニウム (PCA, 中京油脂) バインダーにポリビニルアルコール (PVA, 和光純薬工業) 抑泡剤にアミド系ワックス (サンノプロ) を用いた。粒子濃度が 45

vol%になるように試料を秤量し、ボールミル混合によってスラリーを調製した。この時 PCA 添加量を 2.0 - 10.0 mg · g<sup>-1</sup> powder と変えることでスラリーの粒子分散状態を変化させた。

### (2) シート成形体の作製

調製したスラリーをドクターブレード法によりシート成形した。ブレードの高さを 0.5 mm に設定し、PET フィルム上に幅 150 mm, 長さ 300 mm, 成形速度 0.6 m · min<sup>-1</sup> の条件で成形した。得られたウェットシートは室温下 (25 °C 程度) で乾燥させた。乾燥したグリーンシートを仮焼した後に、アルキメデス法で充填率を算出した。

### (3) 遠心沈降試験

調製したスラリーを遠沈管に初期高さ約 75 mm になるように投入し、卓上遠心機を用いて様々な回転数で遠心沈降させた。24 h 経過後も高さが変化しなかった時の堆積層高さを最終堆積層高さとし、最終充填率を求めた。

### (4) 乾燥試験

直径 50 mm 高さ 15 mm のステンレス製円筒容器にスラリーを 30 g 投入し、レーザー変位計 (CL-L070, キーエンス) を用いて初期高さ (液面) と完全乾燥後の粉体層高さを測定し充填率を求めた。乾燥試験は室温 (25 °C 程度) で行った。

### 3. 実験結果および考察

#### (1) 遠心沈降試験とシート成形体充填率

今回作成したスラリーは重力場において沈降が完全に終了するまでに1週間から1か月程度かかった。それに対して45 Gの遠心場では17 h程度、100 Gでは10 h程度で沈降が終了した。図1に重力場及び遠心場で形成された堆積層の充填率を示す。重力場ではPCA添加量  $2.0 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$  powder の時最も充填率が低くなった。これは先行研究で報告したPCAとPVAの相互作用によって凝集体が形成されているためだと思われる[2]。一方、遠心場ではPCA添加量  $2.0 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$  powder で充填率が最大になった。図2にシート成形体密度と堆積層充填率の関係を示す。先行研究で報告したように重力場の堆積層充填率とシート成形体充填率の間に  $R^2=0.89$  という高い相関性が見られた。一方、45, 100 Gの遠心場では  $R^2=0.1$  未満と相関性は低かった。

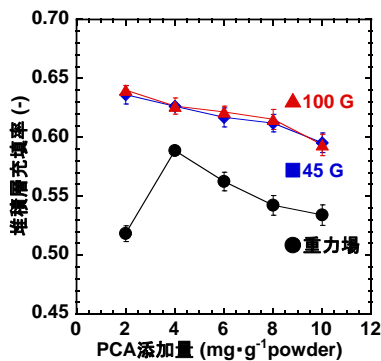


図1 各遠心条件における堆積層充填率

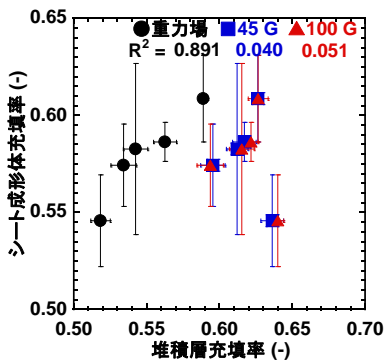


図2 シート成形体充填率と堆積層充填率の関係

#### (2) 乾燥試験とシート成形体充填率

今回行った乾燥条件では、乾燥終了までは13 h程度であった。図3に各PCA添加量における乾燥試験の結果を示す。重力場の沈降試験と同様にPCA添加量  $2.0 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$  powder の時に最も充填率が低くなった。

図4に乾燥試験で求めた充填率(図3)とシート成形体充填率の関係を示す。図4より乾燥試験で求めた充填率とシート成形体充填率の間にも高い相関性があることが確認できた。

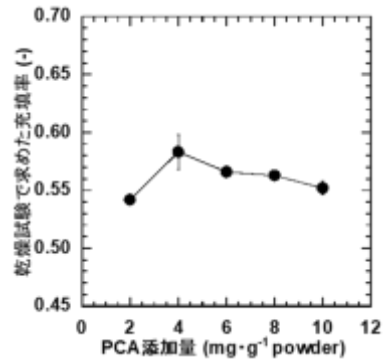


図3 乾燥試験で求めた充填率

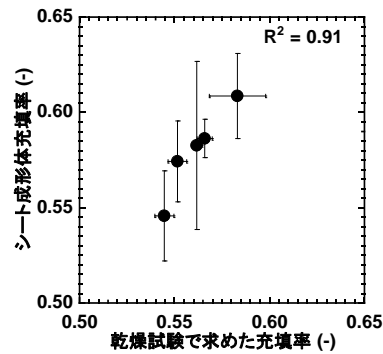


図4 シート成形体充填率と乾燥試験で求めた充填率の関係

### 4. 結言

本研究では先行研究で報告した、スラリーの重力場の充填性によりシート成形体充填率を予測する手法に対して、より短時間で予測する手法を検討した。遠心沈降試験は粒子沈降時間を大幅に短縮することができたが、スラリー条件によっては重力場と大きく異なる充填性を示す場合があることが確認された。そのためシート成形体充填率を評価する手法として遠心沈降試験は適していないと考えられる。スラリーを乾燥させて粒子層の充填率を物質収支より求める乾燥試験は、時間の大幅な短縮とシート成形体充填率との高い相関性を確認できたためシート成形体充填率の迅速予測法になり得ると考える。

謝辞：本研究は、公益財団法人 JKA の2021年研究補助のもと実施いたしました。また、中京油脂株式会社、サンノブコ株式会社より試料を提供頂きました。ここに記して謝意を表します。

### 参考文献

- 1) Iwata N, Yamada S, Mori T., "Effect of medium condition change on green body density during casting and drying.", *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, **18**, 384–393, (2021).
- 2) Iwata N, Mori T., "Effect of binder addition on optimum additive amount of dispersant for aqueous BaTiO<sub>3</sub> slurry.", *Ceram. Int.*, **45**, 19644–19649, (2019).