

複合化高圧ジェットミル法による微粒子を応用した膜創成技術

加工技術課 岩坪 聡 宇都宮大学 石井 清

1. はじめに

近年、微粒子を用いた材料開発が活発になっている。そのとき、材料特性を決定する上で粒子径の制御が重要になる。例えば、焼結体においては焼結体の粒子が小さくなるほど強度が増大することが報告されている。焼結体の粒子間の結合を考えた場合、その形態も結晶粒成長に大きな影響を与え、材料強度などの重要特性を変化させると考えられる。

一般に、粒子径を減少させるには、ビーズミル等の接触式の粉砕方法が多く使用されるが、材料とビーズなどのメディアとの接触過程で、セラミックスは劈開、金属などは塑性変形による形態変化が起こる。そこでは、粒子は細かくなるとともに歪な形態に変化して行く。一方、ジェットミル法は原理的に非接触であるため粒子表面に損傷を与えず、分散が可能などの長を有しているが、ビーズミル法ほど高い粉砕エネルギーはもっていない^{1,2)}。しかし、キャビテーションや乱流による強い攪拌など従来のプロセスにはない現象を利用することができる。このキャビテーションによる強い攪拌効果は、2種類以上の混合粒子の組成均一化に有効であると考えられる。また粒子形態に関しても、高圧での処理はメディアを使用するものと異なると考えられる。そこで、本研究では粉砕された2種類の粉末を混合させ、高圧湿式ジェットミル処理を施した場合の粒子形態の変化とそれらの混合状態を調べ、その焼結体への応用を検討した。

硬く靱性の高い焼結体材料の開発として、ビッカース硬さHVが3000程度のTiCと靱性の高いHVが2000程度のVCを組合せた系を検討するために、それらの混合分粉体を作製して、その焼結過程と硬さや靱性を調べた。

さらに、今年度は高圧ジェットミル処理のモニタリング手法を開発し³⁾、その応用研究も進めた。

2. 実験方法及び結果

粒径が1 μm 程度の粉砕されたTiC(粒径:0.9~1.5 μm)とVC(粒径:1~3 μm)粉末をそれぞれ50 wt.%混合した。それぞれの融点は、3257と2648°Cである。その粉体を15 wt.%の割合でエタノールに浸しスラリーにした。200 Wの超音波処理を30分したもの、その後150 MPaの高圧ジェットミル処理JMを2回行った2種類のスラリーを作製した。高圧湿式ジェットミル処理は、スギノマシン社製スターバーストミニラボ機を使用した。

その後、住友石炭鉱業 SPS-1050 を用いて放電プラズマ焼結(SPS: Spark Plasma Sintering)を行った。プレスは室温で200 MPaの圧力、SPSは50 MPaの圧力で、2000°Cの焼成温度で焼結時間は20分とした。昇降温速度は昇温を100°C/min、降温は50°C/minとした。

粒子形態は、光学像を画像法にて形態の統計的処理を行った。粒子の微細構造と粉体の分布状態は、SEMとEDSを行って評価した。

得られた像から粒径分布と面積包絡度を求めた。粒径分布に関して、メジアン径は両者とも1.8 μm で大きな変化はないがJMによってその分布がシャープになっていた。面積包絡度の値は1に近いほど円形に、3次元的には粒子が球形であることを示している。JMによって円径から大きく外れた粒子が減少し、0.982以上の粒子が多くなる傾向があった。これは、JMによって粒子が球状に近づいたことを示している。詳細に解析を行うと、数ミクロンの粒径に対して、この効果が顕著に現れていた。

また、NJMとJMの混合粉体のSEM像とEDSにより粉体の組成元素であるTi、V、Cをマッピングした結果、NJMはそれぞれの粉体が凝着した部分が見られたが、JMでは、均一に混合していることが確認できた。

次に、得られた混合粉体をプレスした後に、SPS処理を行った。

焼結体の硬さと靱性を評価するためにJIS R1607(IF法)による破壊靱性 K_{Ic} の試験を行った。9.8 Nと0.5 Nの荷重で、硬さHVと K_{Ic} の値を求めた。0.5 Nの低荷重では、両者とも2800以上の硬さを示したが、NJMはフレック状の亀裂が生じ、 K_{Ic} はJMより小さな1.72 MPa $\cdot\text{m}^{1/2}$ の値を示した。一方、JMの方は高過重の9.8 Nでも、2800以上のHVを示し、 K_{Ic} も2.64 MPa $\cdot\text{m}^{1/2}$ と大きな値であった。

3. まとめ

TiCとVC粒子の混合系の焼結体作製において、混合粉体に高圧湿式ジェットミル法を行うことにより、粉体の球状化、均一化の効果があつた。これらによりこの処理は、高密度で硬く靱性の高い焼結体を作製に有効であることが示された。

謝辞

本研究はJSPS科研費24560903の助成を受けたものです。SPSに協力して頂きました当センターの土肥義治氏と、粒子形態測定に協力して頂きましたマルバーン社松尾亮太郎氏に感謝します。

参考文献

- 1) 岩坪 聡、第57回日本学術会議材料工学連合講演会、720、235-236 (2014)
- 2) S. Iwatsubo: "Particle Surface of Nano-sized Al_2O_3 Slurry Using Wet Jet Milling", The 24th Annual Meeting of MRS-J 2014
- 3) 特願2014-201744号