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

評価技術課　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である。例えば、焼結体においては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、材料強度など重要な特性を変化させる。

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、分散が可能などの特長を有し、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。

そこで、ビーズミル法と高圧ジェットミル法による処理を複合化することで、従来困難であったセラミックス粒子の微粒化技術を向上させるとともに、その微粒子を応用した新しい膜作製方法を検討した。

2. 複合化高圧ジェットミル処理の特徴

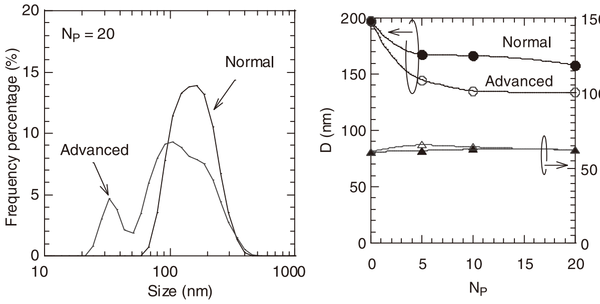
高圧ジェットミルは、高速な流体での処理のために粉砕効果以外に、粒子の形態形制御の効果もあった。これまで、その処理による球状化への形態変化を示してきた。今年度は、処理粉体のせん断力の評価を行った[1)]。高圧ジェットミル処理前後で、TiC-VC 混合粉体のせん断付着力が 1.9 から 1.6 kPa に低下することを実験的に求めた。この効果により、SPS 焼結温度の低温度化と緻密化が可能になったことが確かめられた。また、その材料の摩擦摩耗試験も行い、摩耗特性が向上することが確かめられた。

3. 高圧ジェットミルの現象解明

高圧ジェットミル処理中の AE 信号のモニタリングシステムを試作し、処理中の微粒子の評価を行った。その結果、微粒子の径に関連した信号が得られ、その場での粒子径の評価が可能になった。また、微粒化現象の解明にも役立ち、ノズルの微粒化特性の改良に有効な情報が得られた。それをもとにノズルの改良を行った[2)]。図１に、ビーズミル粉砕との複合化高圧ジェットミル処理されたアルミナ粒子の粒度分布変化と、平均径 D の処理回数 N_P 依存性を示す。従来は 200 nm までしか微粒化できなかったが、改良したものは N_P が 5 回で、ピークが 100 nm の径、さらに回数を増加させ N_P を 20 回にする 30 nm の粒子も現れるようになり、N_P 換算で 4 倍以上に微細化特性改善ができた。

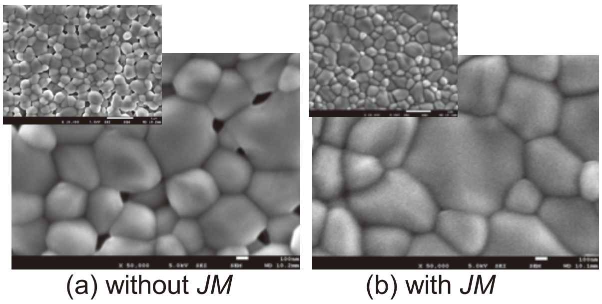
4. 膜の作製

ガスフロースパッタ法にて、3 µm/h 以上の非常に大きな膜堆積速度でのアルミナ膜作製が可能になった。複合化ジェットミルで作製した α アルミナ粒子を約１層塗布し、それをシード層とした膜を作製した。シード層をもつ膜は、アニール処理することによって α 相への結晶化温度を下げることができた。また、高圧ジェットミル処理により球状化した微粒子を、2 µm の厚み膜を作製し焼結した場合、原料粒子の充填密度の向上により、1200℃で緻密な膜が得られた。図２に 1200℃で焼成したアルミナ膜の処理の有無による SEM 像変化を示す。



(a) N_P = 20　　(b) Average size D and Zeta potential V_ζ.

Fig 1. Volume-based particle distributions of beads milled Al_2O_3 particles after jet mill process at P_N of 200 MPa with various nozzles.



(a) without *JM*　　(b) with *JM*

Fig 2. SEM images of Al_2O_3 films sintered at temperature of 1200 degrees with jet milling process *JM* and without *JM*.

5. まとめ

複合化高圧ジェットミル処理は、微細化だけでなく粒子の球状化と均一化の効果があった。特にこの効果は粒子の高密度充填に適しており、硬く靭性の高い材料作製と焼成温度の低下に有効であった。

謝辞

本研究は JSPS 科研費 24560903 の助成を受けたものです。

参考文献

1) S. Iwatsubo, “Shape Effect of TiC-VC Particles on High Density Sintering Using Wet Jet Milling Process”, The 25th Annual meeting of MRS-J 2015

2) 特願 2016-070573 号