

## 21 高付加価値炭化物の開発

高橋輝男, 石間健市, 山田和俊, 山下 満, 柏井茂雄, 上月秀徳

### 1 目 的

我々は、平成14年度から兵庫県立農林水産技術総合センターと共同で、従来は燃料あるいは堆肥の原料としてのみ処理されてきた木材加工くずや農業廃棄物の用途拡大および高付加価値化する木材加工くずや農業廃棄物の用途拡大および高付加価値化する木材加工くずや農業廃棄物の用途拡大および高付加価値化する木材加工くずや農業廃棄物の用途拡大を目的に研究を進めてきた。

当工業技術センターでは、工業的に価値の低い難黒鉛化炭素の典型である天然有機物系炭化物を工業的に付加価値の高い黒鉛に変換する研究および天然有機物系炭化物を出発原料とした分散強化アルミニウム合金作製の研究を行っている。

本報告では、前年に報告<sup>1)</sup>した分散強化アルミニウム合金の分散粒子である Al-B-C 系三元金属間化合物の組成範囲の精密化と、より高温での熱的安定性について検討した。また Al-B-C 系三元金属間化合物粉を固化成形した結果についても簡単に言及する。

### 2 実験方法

出発原料の杉チップ粉の SEM 像を図1に示す。これは農林水産技術センターで 350℃で2時間炭化処理したものである。この杉チップ炭を微粉碎した木炭粉を使用し、所定の比に配合した Al および B 粉とともに(図2)、図3に示す Spex8000 粉碎混合ミキサーミルで50時間機械的合金化(MA)処理を行った。混合容器はステンレス鋼であり、混合メディアは SUJ2 鋼球である。試料の重量を1バッチ 10 g とし、アルゴン置換した後、MA 処理した。得られた粉末は、高真空中 600 あるいは 1000℃で1時間の加熱処理を行った。

粉末の状態の確認には、X線回折装置(CuK $\alpha$ 線、

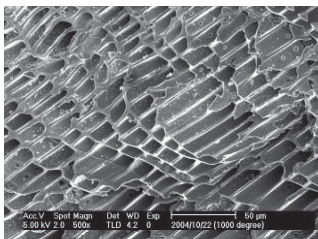
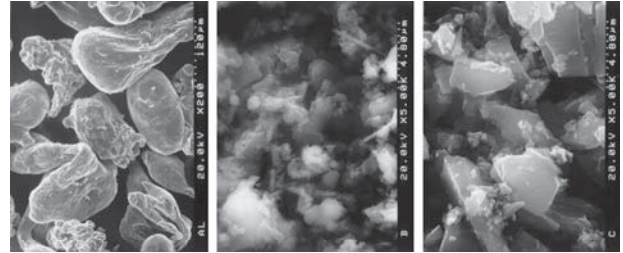


図1 杉チップ炭の SEM 像



(a) Al 粉 (b) B 粉 (c) 木炭粉

図2 出発原料粉の SEM 像

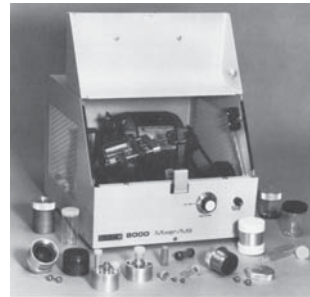


図3 実験に使用した Spex8000 混合粉碎ミキサーミル

40kV、40mA、モノクロメーター付き)で行った。

加熱処理した粉末の一部を、プラズマアシスト焼結装置(PAS)により固化成形し、比重測定およびマイクロ組織の観察などを行った。

### 3 結果および考察

以前に行った実験結果<sup>1)</sup>の一部を、図4に示す。これは Al:B:C=22:9:9 の組成で20時間MAし、600℃で1時間加熱した粉末のX線回折図形を示す。この図形からほぼ単相の化合物が生成することが明らかになったが、詳細に検討すると図形中↑印で示したところに僅かであ

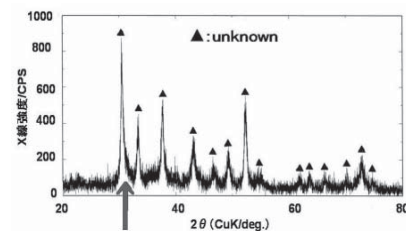


図4 Al:B:C=22:9:9 の組成で得られた粉末の X線回折図形

るが、別の相が存在していることが明らかになった。この相を出さないために配合組成を図5に示すようにAl:B:C=22:9:9から55:27:18に僅かに変化させてMAおよび加熱処理を行った。加熱温度はこの化合物の熱的安定性を調べることを目的として1000℃で行った。

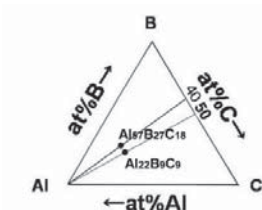


図5 配合組成の変化

図6に、得られた粉末からのX線回折図形を示す。これから明らかなように図4で示した矢印の位置  $2\theta = 30.8^\circ$  での回折強度は弱くなり、ほぼ単相に近い化合物が生成していることが明らかになった。1000℃での加熱にも拘わらずX線回折図形には他の析出物の存在を示すピークもなく、この化合物が非常に安定したものであることが明らかになった。

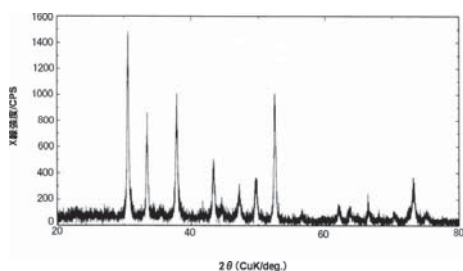


図6 Al:B:C=55:27:18の粉末を50時間MAし1000℃で1時間加熱した粉末のX線回折図形

図7は、Al:B:C=55:27:18の粉末を50時間MAし1000℃で1時間加熱した粉末をPAS焼結法により固化成形し、#150のエメリーペーパーで研磨した状態の試験片のSEM像である。

この焼結体の比重は、 $2.2\text{g/cm}^3$ であった。この値は、理論真密度の約81%であった。図7のSEM像から、焼結体周辺部では空隙も少なく緻密であるが、中心部ではかなり多数の空隙が存在していることが明らかになった。この原因については次のように考えられる。すなわちPAS法では、MA粉を黒鉛の型に充填し、一軸圧縮で加圧成形しながら通電する。この方法では粉末の塑性流動が生じにくいいため、中心部では空隙が残留しやすいものと考えられる。

使用した木炭をSEM-EDXで分析した結果、僅かなK

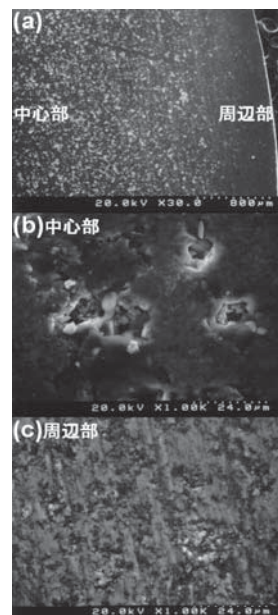


図7 Al:B:C=55:27:18の粉末を50時間MAし、1000℃で1時間加熱した粉末をPAS焼結法により固化成形し、#150のエメリーペーパーで研磨した試験片のSEM像

とCaが存在することが明らかになった。これら元素の比はK:Ca = 47:53であった。これらの元素の全体に占める割合は2%前後であると推定された。また、PAS焼結体をEDX分析した結果、KおよびCaは全く検出されず不純物として問題のないレベルにとどまっていることが明らかになった。またMA処理に使用したSUS容器とスチールボールからの汚染も非常に少ないことが明らかになった。

#### 4 結論

本研究結果を要約すると次のようになる。

- (1) 配合組成をAl:B:C=22:9:9から55:27:18に僅かに変化させてMAおよび加熱処理を行った結果、ほぼ単相と考えられる化合物が得られた。
- (2) このMA粉を1000℃で1時間加熱した結果、他の化合物と考えられるX線回折ピークは出現せず、この化合物の熱的安定性は優れていることが明らかになった。
- (3) 焼結体の比重は $2.2\text{g/cm}^3$ であり、理論真密度の約81%であった。

#### 参考文献

- 1) 山下 満, 柏井茂雄, 石間健市, 山田和俊, 元山宗之, 高橋輝男, 上月秀徳, 兵庫県立工業技術センター研究報告書第13号, p.67.

(文責 高橋輝男)

(校閲 上月秀徳)