

炭素系セラミックス製発熱体の開発

伊藤隆*，岡本康男*，山本佳嗣*

Study on Development of Carbon Ceramic Heater

by Takashi ITO, Yasuo OKAMOTO and Yoshitsugu YAMAMOTO

Ceramic heater for induction heating containing carbon and -eucryptite is developed. It's suitable crystalline graphite as carbon materials and 1200~1300 hotpressing temperature for induction heating, and needed crystalline graphite above 30wt% content. At these conditions electric resistivity is below 10^{-2} cm, it will result from preferred orientation of crystalline graphite. Crystalline graphite-eucryptite composites indicate a very low thermal expansion coefficient, below 0.5×10^{-6} (/), and have oxidation resistance up to 600 .

Keywords: Carbon, Crystalline graphite, Ceramic heater, Induction heating, Low thermal expansion

1. まえがき

誘導加熱を加熱原理とする電磁調理器に対応できる発熱体として、土鍋など低熱膨張性のセラミックスに適合し、耐久性のあるものが求められており、導電性低熱膨張性セラミックスの開発と利用が急務となっている。

ホウ化ジルコニウム-リチア系セラミックス複合体については、すでに報告¹⁾されているが、さらに安価な導電性材料として炭素系材料の利用が考えられる。

炭素系材料には、結晶性の良い黒鉛、非晶質炭素など様々なものがあるが、一般に難焼結性であり、低温での焼結は難しく、酸素の存在する雰囲気では高温になると酸化されやすいという欠点がある。

そこで、炭素系材料と -スボジユメンなどの低熱膨張性リチア系セラミックスとの複合体をアルゴンなどの不活性雰囲気中で焼成することにより、焼結

体を作製し、誘導加熱へ対応できるセラミックス製発熱体として利用可能にすることを目的とした。

2. 実験方法

炭素系材料として、りん状黒鉛(100メッシュ通過、固定炭素分98%以上)、土状黒鉛(平均粒子径5 μ m、固定炭素分80%)、人造黒鉛(100メッシュ通過、固定炭素分99.5%)、及び導電性カーボンブラック(200メッシュ通過)を用いた。また、リチア系セラミックスとして、ペタライトや -スボジユメンに比べて焼結しやすいと考えられる²⁾市販の -ユークリプタイト(平均粒径5.6 μ m)を用いた。

図1のフローに従い、炭素系材料と -ユークリプタイトを湿式ボールミル混合し、乾燥、粒度調製後、5MPaの圧力を加えながらアルゴン中でホットプレス焼成を行った。昇温速度は、400 時、所定温度での保持30分とした。

各焼成体の誘導加熱特性について、100Vタイプ

* 窯業研究室応用技術グループ

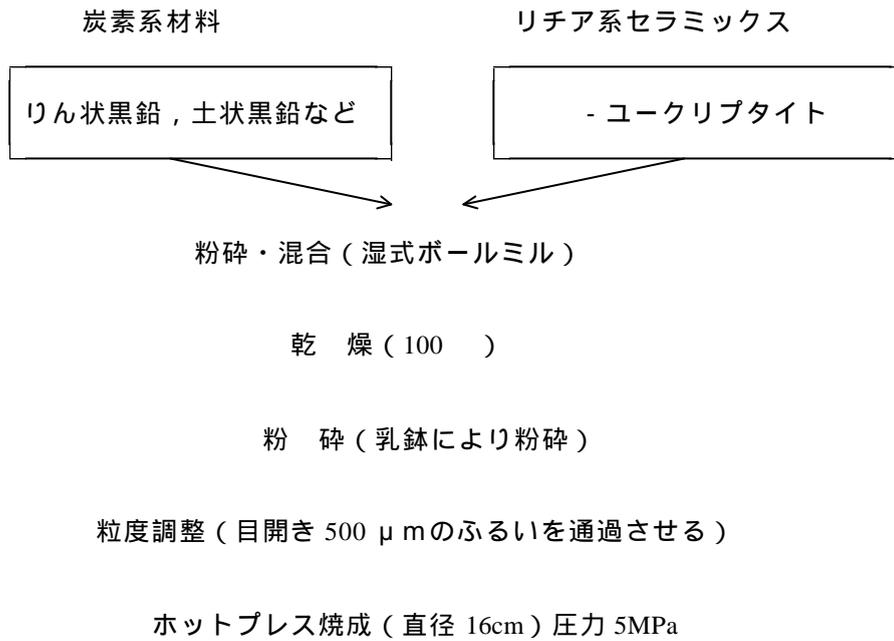


図 1 実験フロー図

の電磁調理器（出力 1.5KW）を用いて加熱を行い、その表面温度の変化、消費電力などを調べることで評価した。電気抵抗率は、4 端子法により測定した。

3. 結果と考察

3.1 炭素系材料の種類と誘導加熱

炭素系材料 50wt% と - ユークリプタイト 50wt% を混合し、1200 °C でホットプレスを行ったものについて、誘導加熱の可否と電気抵抗率を調べた結果を表 1 に示す。

これから、炭素系材料として、りん状黒鉛を用いたものだけが誘導加熱が可能であり、その電気抵抗率は $2.77 \times 10^{-3} \text{ cm}$ で、他の 1/8 以下であった。誘導加熱を可能にするには、電気抵抗率を 10^{-2} cm 以下程度にする必要があると考えられる。

図 1 に炭素系材料として、りん状黒鉛を用いたホットプレス体、図 2 に人造黒鉛を用いたホットプレス体における破断面の SEM 画像を示す（写真の上下方向がホットプレスの加圧方向）。

表 1 炭素系材料の種類による誘導加熱と電気抵抗率

炭素系材料の種類	誘導加熱	電気抵抗率 (cm)
りん状黒鉛		2.77×10^{-3}
土状黒鉛	×	66.8×10^{-3}
人造黒鉛	×	25.5×10^{-3}
導電性カーボンブラック	×	62.8×10^{-3}

注) ○ : 誘導加熱可 × : 誘導加熱不可

炭素系材料として、りん状黒鉛を用いたものだけが誘導加熱が可能であり、その電気抵抗率は、他の 1/8 以下である。

図1から、ホットプレスの加圧方向と垂直に粒子が配向している様子がわかるが、図2では配向しているようには見えない。

つまり、りん状黒鉛は鱗片状の結晶粒子であり、これがホットプレスにより加圧方向と垂直に粒子の長手方向が配向したために導電性が高くなり、誘導加熱が可能になったと考えられる。これに対し、人造黒鉛は、粒子形状が塊状の多結晶体であるため、配向しにくく、導電性もりん状黒鉛を用いた場合に比べて低くなっていると推測される。

また、土壌黒鉛、導電性カーボンブラックを用いたものは焼成体が非常に軟らかく、焼結が不十分であった。土状黒鉛は、粒子形状が塊状で微粒であること、導電性カーボンブラックは、一次粒子径が40nmで非常に細かいことが原因で、あまり焼結が進まず、誘導加熱が可能になるには至らなかったと思われる。

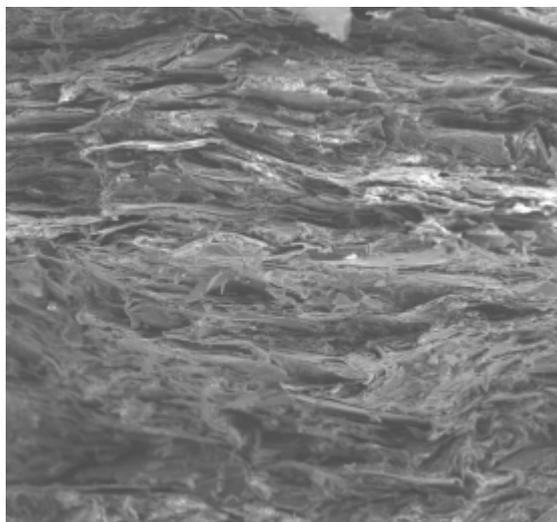


図1 破断面のSEM画像
(りん状黒鉛使用)

注) ホットプレスの加圧方向と垂直にりん状黒鉛粒子が配向している。

3.2 りん状黒鉛の量と誘導加熱

りん状黒鉛 - - ユークリプタイト組成の1200ホットプレス体において、りん状黒鉛の量による誘導加熱の可否を調べた結果を表2に示す。

これから、誘導加熱が可能になるには、りん状黒鉛量として30wt%以上必要であることがわかる。りん状黒鉛量が80wt%を越えると、焼結が不十分になり、かなり軟らかく、破壊しやすい焼成体になる。

これらの焼成体の電気抵抗率を測定した結果を図3に示す。これから、誘導加熱が可能になる電気抵抗率は、 10^{-2} cm以下である。

3.3 ホットプレス焼成温度と誘導加熱特性

りん状黒鉛50wt% - - ユークリプタイト50wt%組成でホットプレス焼成温度を800～1400とした焼成体について、電磁調理器で加熱したときの最大の消費電力を調べた結果を表3に示す。

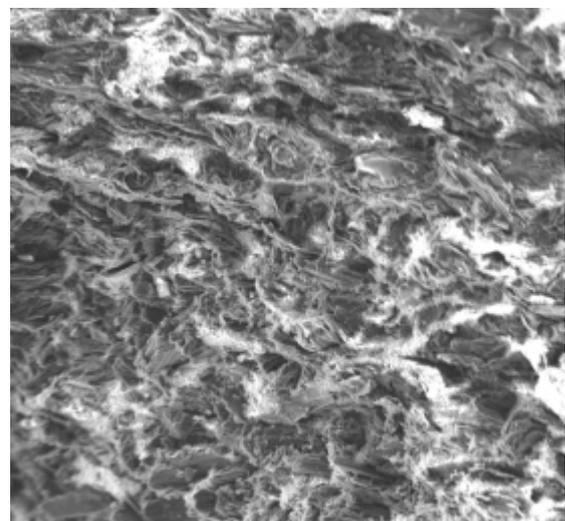


図2 破断面のSEM画像
(人造黒鉛使用)

注) 粒子が配向している様子は見られない。

表 2 りん状黒鉛量と誘導加熱

りん状黒鉛量 (wt%)	20	25	30	40	50	60	70	80
誘導加熱の可否	×	×						

注) ○ : 誘導加熱可 × : 誘導加熱不可

誘導加熱が可能になるには、りん状黒鉛量が 30wt% 以上必要である。

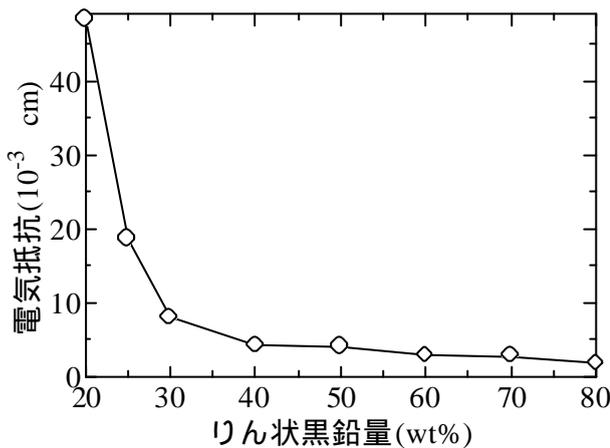


図 3 りん状黒鉛量と電気抵抗

注) 誘導加熱が可能な範囲は、りん状黒鉛量 30 wt% 以上であり、電気抵抗率は、 10^{-2} cm 以下である。

これから、消費電力が最大になるのは、1200 ~ 1300 であり、1400 になると、消費電力が低下する。X線回折などにより、焼成温度が 1400 以上になると、りん状黒鉛と - ユークリプタイトが

反応するのが確認されたことから、1400 以上の焼成は不適當であり、1200 ~ 1300 程度の焼成温度が適當と考えられる。

3.4 焼成体の熱膨張と耐酸化性

りん状黒鉛 - - ユークリプタイト組成の 1200 ホットプレス焼成体について、熱膨張測定結果を表 4 に示す。これから、熱膨張は非常に低く、一般の土鍋素地の熱膨張係数である $1.5 \sim 3 \times 10^{-6}$ (/) よりもさらに低熱膨張性であることがわかる。

この熱膨張は、ジルコン、アルミナなどの添加により、土鍋素地と同等にすることも可能と思われる。

また、りん状黒鉛 50wt% - - ユークリプタイト 50wt% 組成の 1200 ホットプレス焼成体熱分析結果を図 4 に示す。これから、600 までは少し重量増加が見られるが、ほとんど大きな変化はなく、りん状黒鉛の酸化は起きていないようである。しかし、600 以上になると、急激に重量減少が起こり、りん状黒鉛の酸化が進むことを示している。従って、耐酸化性は、600 までである。

表 3 消費電力測定結果

焼成温度 ()	800	900	1000	1100	1200	1300	1400
最大消費電力 (KW)	0.60	0.90	1.00	1.05	1.10	1.10	1.00

注) 1200 ~ 1300 で消費電力が最大であり、この程度の焼成温度が適當と考えられる。

表4 熱膨張測定結果

組成 (wt%)		熱膨張係数 × 10 ⁻⁶ (/)
りん状黒鉛	ユークリブタイト	
30	70	0.45
50	50	0.25
70	40	0.17

注) 熱膨張係数は室温 ~ 600 で測定.

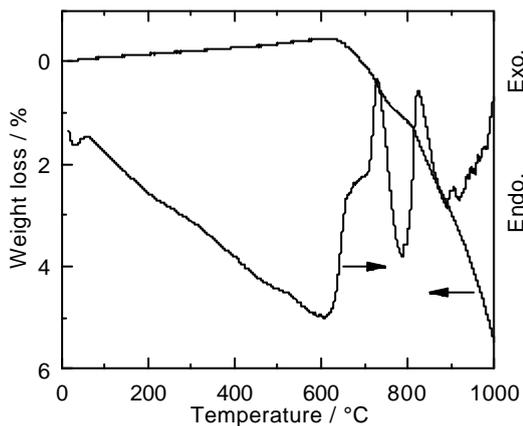


図4 りん状黒鉛 50wt% - ユークリブタイト 50wt%1200 ホットプレス焼成体の熱分析結果

4. まとめ

誘導加熱用セラミックス製発熱体として、炭素系材料とリチア系セラミックスとの複合体をアルゴン雰囲気、圧力 5MPa のホットプレスにより作製する方法について検討した結果、以下のことがわかった。

(1) 誘導加熱には、炭素系材料として、りん状黒鉛を用いるのが良く、りん状黒鉛の量は、30wt%以上必要である。このときの電気抵抗率は、 10^{-2} cm 以下である。

(2) りん状黒鉛は、りん片状結晶であるため、ホットプレスを行うと、圧力と垂直方向に粒子の長手方向が配向し、導電性が高くなると考えられる。

(3) ホットプレス焼成温度は、1200 ~ 1300 が最適である。

(4) 誘導加熱が可能なりん状黒鉛 - ユークリブタイト複合体の熱膨張は、一般の耐熱陶器素地よりも低く、 0.5×10^{-6} (/) 以下である。耐酸化性は 600 までである。

参考文献

1) 稲垣順一ほか：“ナノコンポジット化による機能性セラミックスの開発研究”. 平成 11 年度 三重県工業技術総合研究所研究報告,24,p84-88 (2000)

2) 伊藤隆ほか：“酸化物セラミックスの品質向上に関する研究”. 昭和 62 年度技術開発研究費補助事業成果普及講習会テキスト,p15-26 (1988)