

SHINAGAWA TECHNICAL REPORT

AES成形品の機能性向上 (イソライト工業株式会社)

Functional Improvement of AES Molded Products
(Isolite Insulating Products Co., Ltd.)

矢 地 史 幸
Fumiyuki YACHI

白 石 安 生
Yasuo SHIRAISHI

橋 本 敏 昭
Toshiaki HASHIMOTO

品川技報

報文 REPORT

AES成形品の機能性向上 (イソライト工業株式会社)

Functional Improvement of AES Molded Products (Isolite Insulating Products Co., Ltd.)

矢 地 史 幸^{*1}
Fumiyuki YACHI

白 石 安 生^{*2}
Yasuo SHIRAISHI

橋 本 敏 昭^{*3}
Toshiaki HASHIMOTO

要 旨

AES成形品のフィラー添加により機能性向上した事例について紹介する。
フィラーを添加した時のAES成形品のクッション性について検討、更に、ガラス繊維を添加した時の加熱冷却後の保形性向上について検討した。

Abstract

Examples of functional improvement by adding fillers to AES molded products are introduced.
The cushioning property of filler added AES molded products was examined. Furthermore, the improvement of shape retention after heating and cooling by adding glass fiber was studied.

1. 緒言

1960年代に日本で生産が開始され、以来リフラクトリーセラミックファイバー（以下RCF）は1000℃を超える環境下で利用できる高温断熱繊維として鉄鋼、金属、工業用炉などで使用されてきた。しかし、2015年11月に施行された特定化学物質障害予防規則の改定により、RCFの取り扱い時には保護具着用の強化、作業主任者の選任、発塵抑制の強化などが義務づけられた。このことからアルカリアースシリケートウール（以下AESウール）やアルミナファイバー（以下AF）へ切り替えが進み、RCFの代替繊維として同等の機能が要

1. Introduction

Production of refractory ceramic fibers (the same below is RCF) began in Japan from 1960s. Since then, RCF have been used in steel, metals, industrial furnaces, etc. as high-temperature insulation fibers that can be used exceeding in temperatures 1000 °C. However, the revision of the Ordinance on Prevention of Hazards Due to Specified Chemical Substances enforced in November 2015 strengthened the requirement for wearing protective equipment, appointment of a supervisor, and enhancement

*1 イソライト工業株式会社 技術研究所 研究員 Researcher, Research and Development Center, Isolite Insulating Products Co., Ltd.

*2 イソライト工業株式会社 技術研究所 所長 General Manager, Research and Development Center, Isolite Insulating Products Co., Ltd.

*3 イソライト工業株式会社 技術開発本部 取締役 技術開発本部長 Director, Technology Development Division, Isolite Insulating Products Co., Ltd.

求されている。AFは従来から使用実績が豊富にあるが高価である為、AESウールの高機能化が求められている。RCFとAESウールでは結晶化の挙動が異なり、例えば1000℃の温度環境下での長期加熱においてRCFは徐々に結晶化するのに対し、AESウールは速やかに結晶化が進行するため、加熱線収縮率が増大する速度も大きくなる¹⁾。また、AESウールはRCFと比較して低い温度で溶融に至る可能性²⁾が報告されている。従って、AESウールを原料とする成形品は使用環境次第ではRCF同等の品質を実現できないものがある。この課題に対し、AES成形品にシリカ粉末を添加することでシリカ粉末が立体障害として作用することで繊維の軟化に伴う変形を抑制し、RCF成形品同等の耐熱性が得られることが報告されている³⁾。このように、AES成形品にフィラーを添加することで機能性向上が期待される。

本報ではAES成形品にガラス繊維を添加することで新たな機能を付与することが出来たので報告する。

2. 実験

AES成形品は、AESウール、無機バインダー、有機バインダーの3種類の原料を用いた配合をベースに、フィラーを添加した。比較としてフィラー無添加のRCF成形品についても評価した。AESウール及びRCFは1300℃グレード相当のものを使用した。

2.1 クッション性の評価

成形品は一定のクッション性が必要とされる場合がある。クッション性とは柔軟性と復元性のことであり、成形品強度が高いと圧縮などの応力に対して崩壊しやすいといったことから、クッション性を確認した。ここでは圧縮荷重測定による成形品の圧縮強度でクッション性を評価した。フィラーにはシリカ粉末、アルミナシリカ粉末、ガラス繊維を使用した。

試験片は円筒形状とし、円筒形状の試料を立てた状態で上部から $2\text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ のストロークスピードで荷重をかけ、圧縮強度を測定した。

of dust control when handling RCF. For this reason, switching to alkaline earth silicate wool (here in after referred to as AES wool) and alumina fiber (here in after referred to as AF) is progressing, and the equivalent function is required as an alternative fiber for RCF. AF has been used abundantly for a long time, but it is expensive, therefore, higher functionality AES wool was demanded. RCF and AES have different crystallization behaviors. For example, RCF gradually crystallizes during long-term heating at 1000 °C, whereas the crystallization speed of AES wool is fast, therefore, the linear shrinkage rate of AES wool is larger¹⁾. AES wool has been reported to melt at a lower temperature than RCF²⁾. Therefore, some molded products made by AES wool cannot achieve the same quality as RCF in cases of some specific usage environments. To solve this problem, it has been reported that when silica powder is added to AES molded products, it acts as a steric hindrance to suppress deformation due to fiber softening. This enables the same heat resistance as RCF molded products to be obtained³⁾. Thus, functional improvement is expected to be achieved by the adding fillers to AES molded products.

Increased AES molded product functionality by the addition of glass fiber is reported on in this paper.

2. Experiment

AES molded product development was based on a blend using three types of raw materials such as AES wool, inorganic binder, organic binder. And a filler was added. As a comparison, RCF molded products without filler were also evaluated. AES wool and RCF were both 1300 °C grade.

2.1 Evaluation of cushioning property

Sometimes, a certain cushioning property is

2. 2 加熱冷却後の保形性の評価

成形品は高温下で使用后、有機バインダーの焼失、繊維の脆化により粉化する。また、クッション材等の用途で 사용되는場合、荷重により粉化するなど、用途によって、使用後に粉化している場合がある。これを抑制するため、ガラス繊維を添加し加熱冷却後の保形性を確認した。

圧縮後の粉化したサンプルを $1000^{\circ}\text{C} \times 8\text{h}$ 加熱した後、ハンドリング可能かどうかで加熱冷却後の保形性を評価。更に、加熱前後のフィラーの様子を走査型電子顕微鏡（SEM）で微細構造観察した。

3. 結果および考察

3. 1 ガラス繊維添加による影響

3. 1. 1 クッション性

変位量と圧縮荷重の関係をFig.1に示す。Fig.1における最大荷重を圧縮強度とした。AES成形品にアルミナシリカ粉末を添加したものはRCFの約2倍の圧縮強度となり、クッション性は低下した。シリカ粉末を添加したもの、ガラス繊維を添加したものはRCF成形品と同等の圧縮強度となり、RCF成形品と同等のクッション性が得られた。

RCF同等のクッション性を得られたシリカ粉末とガラス繊維について添加量と圧縮強度の関係をFig.2, 3に示す。シリカ粉末を添加したもの、

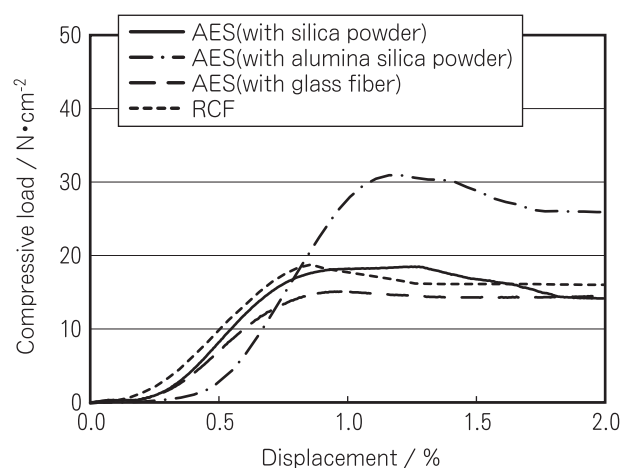


Fig. 1 Relationship between displacement and compressive load.

required of molded products. Cushioning refers to flexibility and resilience. Thus, the cushioning property was evaluated because the molded products are easily collapsed by stress, such as compression, when the strength of the molded products is high. The cushioning property was evaluated by measuring the compressive strength of the molded products by compression load measurement. Silica powder, alumina silica powder, and glass fiber were used for the filler.

The test piece was cylindrical, and a load was applied at a stroke speed of $2\text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ from the top of a standing cylindrical sample, and the compressive strength was measured.

2. 2 Evaluation of shape retention after heating and cooling

Molded products are pulverized after use at high temperatures due to burning of organic binders and embrittlement of fibers. In addition, when molded products are used as cushioning materials, they may be pulverized after being used depending on application, such as pulverization by load. Due to this situation, glass fiber was added to the samples and shape retention after heating and cooling was evaluated.

The compressed powdered samples were heated at $1000^{\circ}\text{C} \times 8\text{ h}$, and then, the shape retention after heating and cooling was evaluated by whether it could be handled. Furthermore, the microstructure of the filler (before and after heating) was observed with a scanning electron microscope (SEM).

3. Results and Discussion

3. 1 Effect of glass fiber addition

3. 1. 1 Cushioning property

The relationship between displacement and compressive load is shown in Fig.1. The compressive strength was defined by the maximum load of the curve. Alumina silica

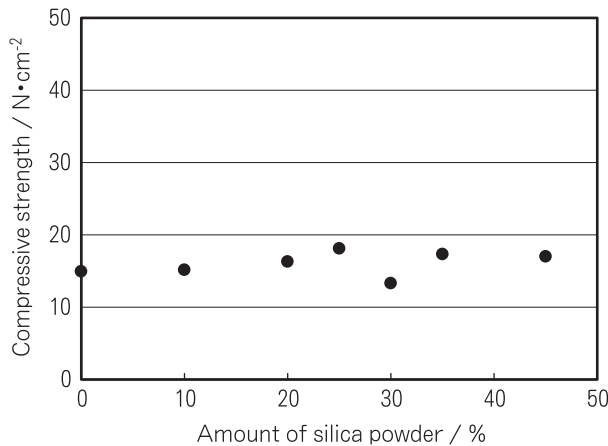


Fig. 2 Relationship between amount of silica powder and compressive strength.

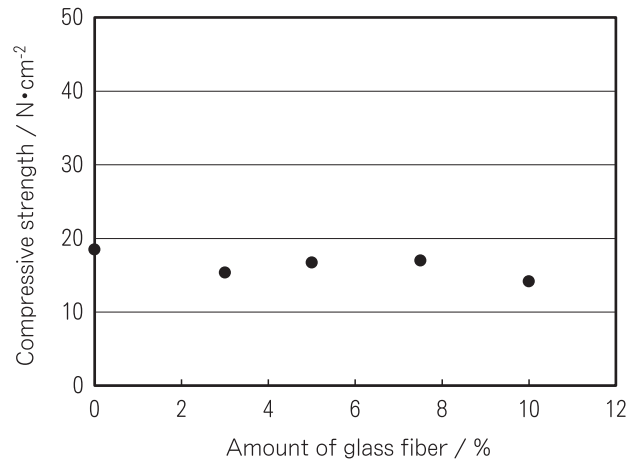


Fig. 3 Relationship between amount of glass fiber and compressive strength.

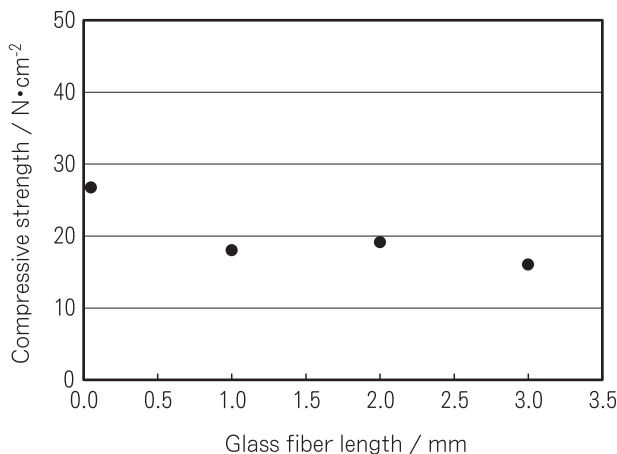


Fig. 4 Relationship between glass fiber length and compressive strength.

ガラス繊維を添加したもの共に添加量を増やしてもほとんど圧縮強度は変化しなかった。

ガラス繊維を添加したAES成形品についてガラス繊維の繊維長の影響を調査した。ガラス繊維の繊維長と圧縮強度の関係をFig.4に示す。ガラス繊維は繊維長が長いほど圧縮強度は低下し、クッション性は高いことを確認した。

3. 1. 2 加熱冷却後の保形性向上

ガラス繊維の繊維長と加熱冷却後の保形性の関係をTable 1に示す。一定以上の繊維長においては長くなるほど保形性が高かったが、最もアスペクト比の小さいガラス繊維を使用したものの保形性が最も高かった。

3. 1. 3 微細構造観察

AESウールはRCFと比べて平均繊維径が太い

powder-added AES wool molded products had a compressive strength about two time higher than RCF, but the cushioning property was poor. It was confirmed that silica powder or glass fiber-added molded products had the same compressive strength as the RCF molded products, and the cushioning property was same as the RCF molded products.

Figures 2 and 3 show the relationship between the amount of silica powder or glass fiber addition and the compressive strength that obtained a cushioning property equivalent to RCF. There was almost no susceptibility of compression strength to the amount of the silica powder or glass fiber added to the molded products.

The effect of glass fiber length in AES molded products was investigated. Figure 4 shows the relationship between the fiber length of the glass fiber and the compressive strength. It was confirmed that the longer the fiber length of the glass fiber becomes, the lower the compressive strength and the higher the cushioning property becomes.

3. 1. 2 Improvement of shape retention after heating and cooling

Table 1 shows the relationship between glass fiber length and shape retention after heating and cooling. When the fiber length exceeds a

Table 1 Relationship between glass fiber length and shape retention after heating and cooling

Glass fiber length (mm)	3.0	2.0	1.0	0.05
Shape retention after heating and cooling	○	○	△	◎

傾向があり、成形品内での繊維数が少なく、繊維同士の絡まりが少ないと考えられる。従って、加熱後に有機バインダーが焼失すると、形状が維持されにくく、結晶化した繊維が粉化し易いと考えられる。一方、ガラス繊維を添加した時の加熱前後での成形品内のガラス繊維の様子を確認すると、ガラス繊維の繊維長が1 mm以上ではガラス繊維は溶融して球状になり、この球にAESウールを取り込む、もしくはAESウール間で球を形成していた (Fig.5)。この現象はAESウール同士を固着することで、局所的にバインダーの作用をしていると考えられる。また、ガラス繊維の繊維長が0.05mmではガラスの球を形成していなかった (Fig.6)。アスペクト比が小さいガラス繊維の場合、膜を形成していると推測する。これはアスペクト比が小さいと空隙にガラス繊維が充填されるためと考える。そのため、アスペクト比が小さいものの方が、バインド効果が大きく、保形性が高くなると考える。

certain value, the longer fiber length results in higher shape retention, but the molded products using the glass fiber with the smallest aspect ratio had the highest shape retention.

3. 1. 3 Observation of microstructure

AES wool tends to have a larger average fiber diameter than RCF, thus, it is thought that the number of fibers in the molded products is small so that there is a little entanglement between fibers. Therefore, if the organic binder burns out after heating, it is thought that the shape is difficult maintain and the crystallized fibers are easily pulverized. On the other hand, according to observation of the glass fiber-added molded products before and after heating, the following were confirmed. If the fiber length of the glass fiber exceeds 1 mm, the glass fiber melts and becomes spherical among the AES wool and the AES wool penetrates into the bigger sphere (Fig. 5). This phenomenon is considered to be a local binding mechanism that fixes AES wool together. When the length of the glass fiber was as short as 0.05 mm, no glass sphere was formed (Fig. 6). It is speculated that when the aspect ratio of the glass fiber is small, a film is formed. This is considered attributable to the molded structure of which the voids in the wool

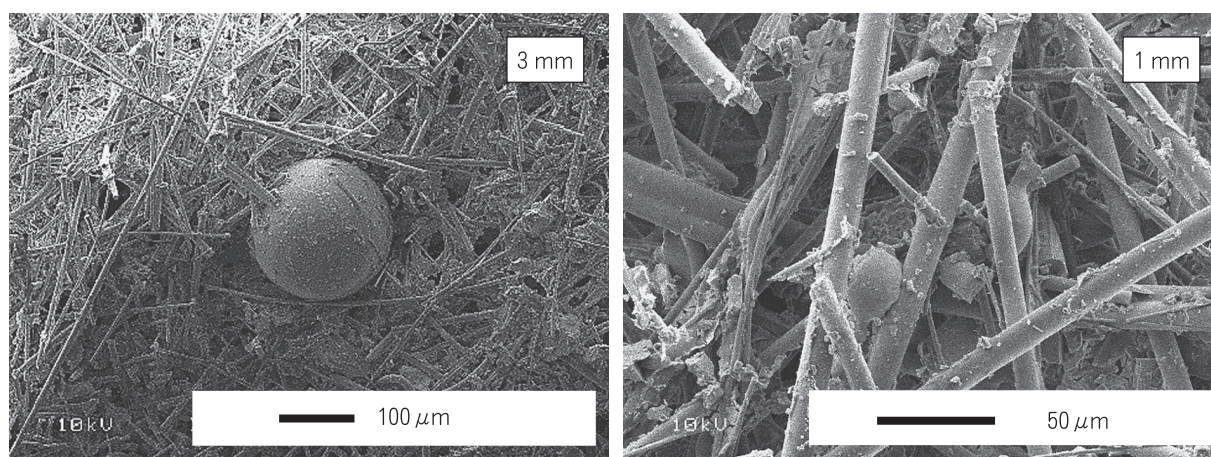


Fig. 5 SEM image of AES molded parts using over 1 mm glass fiber heated at 1000 °C.

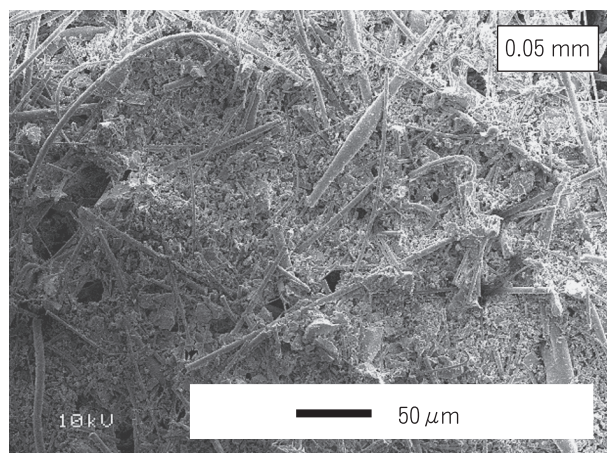


Fig. 6 SEM image of AES molded products using 0.05 mm glass fiber heated at 1000 °C.

このことから適切なアスペクト比及び長さのガラス繊維を添加することで有機バインダー焼失後の形状維持性を改善することに期待できる。

4. まとめ

2015年11月に施行されたRCF規制への対応策として、RCF成形品同等の特性を示すAES成形品を開発した。AES成形品にフィラーとしてガラス繊維を添加することで新たな機能性付与の可能性を確認した。

ガラス繊維を添加したAES成形品では、RCF成形品同等のクッション性が得られた。また、加熱後の有機バインダー焼失による成形品の脆化、粉化が抑制され、加熱冷却後の保形性が向上することが確認された。

クッション性はガラス繊維の繊維長が長いほど高く、添加量の影響は小さいことを確認した。加熱冷却後の保形性はアスペクト比が小さいガラス繊維の方が向上することを確認した。

AES成形品においても、適切な種類、量のフィラーを添加することにより新たな機能の付与、または機能性の向上が可能であることが確認された。

were filled by the smaller aspect ratio glass fibers. For this reason, the binding effect and shape retention of the glass fibers with smaller aspect ratio is superior to the long one.

From this, it is expected that the shape maintaining property after burning out the organic binder can be improved by adding glass fibers with an appropriate aspect ratio and length.

4. Summary

As a countermeasure for the RCF regulations enforced in November 2015, AES molded products were developed as an alternative to RCF molded products. In order to add new functions to AES molded products, adding glass fiber as a filler is a promising technology. It was confirmed that glass fiber-added AES molded products possess the same cushioning property as RCF molded products. In addition, the glass fiber-added AES molded products were evaluated to have suppressed the embrittlement and pulverization of the molded products due to the burning out of the organic binder after heating. Shape retention after heating and cooling was also improved.

It was also confirmed that although the longer length of the glass fiber provides a higher cushioning property, the effect of the added amount was small. The shape retention of the molded products after heating and cooling was improved further by adding small aspect ratio glass fibers.

It was clarified that the new functions could be developed and the functions could be improved by adding appropriate types and amounts of fillers to AES molded products.

References

- 1) K. Uemichi, H. Horiba, N. Sumimura : Taikabutsu, **68** [5] 192-197 (2016).
- 2) K. Uemichi, R. Maeda, O. Kawasaki : Kougyoukanetsu, **53** [4] 6-11 (2016).
- 3) F. Yachi, H. Matsui, T. Hashimoto : Taikabutsu, **71** [5] 211-214 (2019).