

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2007-153645

(P2007-153645A)

(43) 公開日 平成19年6月21日(2007.6.21)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 0 4 B 35/645 (2006.01)	C 0 4 B 35/64 N	4 K O 1 8
B 2 2 F 3/14 (2006.01)	B 2 2 F 3/14 1 O 1 C	
B 2 2 F 7/00 (2006.01)	B 2 2 F 7/00 Z	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2005-348390 (P2005-348390)	(71) 出願人 301023238 独立行政法人物質・材料研究機構 茨城県つくば市千現一丁目2番地1
(22) 出願日 平成17年12月1日 (2005.12.1)	(72) 発明者 垣澤 英樹 茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立 行政法人物質・材料研究機構内
特許法第30条第1項適用申請有り 平成17年6月1 日から3日 粉体粉末冶金協会主催の「粉体粉末冶金協 会 平成17年度春季大会」において文書をもって発表	(72) 発明者 皆川 和己 茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立 行政法人物質・材料研究機構内
	(72) 発明者 高森 晋 茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立 行政法人物質・材料研究機構内
	(72) 発明者 大澤 嘉昭 茨城県つくば市千現一丁目2番1号 独立 行政法人物質・材料研究機構内 最終頁に続く

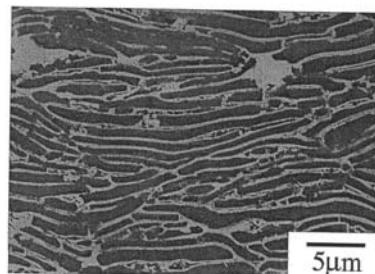
(54) 【発明の名称】 フレーク状粉末を用いて成形したナノテク用の積層体とその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 ナノテク用の基板材料や保護材料およびマイクロマシン用の構造材料として好適な優れた力学特性と高い信頼性を持つ積層体を安価にしかも短時間に製造する。

【解決手段】 バインダが塗布された、扁平面が一方向配向したフレーク状粉末を基板上に塗布し、仮焼結した後、基板から剥離して扁平塗布面に対しに垂直方向から加圧して焼成もしくは焼結する。

【選択図】 図3



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

バインダが塗布され、扁平面が配向されたフレーク状粉末の扁平塗布面に対して垂直方向から加圧して焼成ないし焼結することを特徴とする積層体の製造方法。

【請求項 2】

フレーク状粉末として、金属、セラミックス、ガラス、有機物、および無機層状物質から選択される少なくとも 1 種を使用することを特徴とする請求項 1 に記載された積層体の製造方法。

【請求項 3】

バインダとして、金属、ガラス、および有機物から選択される少なくとも 1 種を使用することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載された積層体の製造方法。

【請求項 4】

焼成もしくは焼結温度をフレーク状粉末およびバインダが凝集せず、かつバインダの接合温度領域で行うことを特徴とする請求項 1 ないし 3 のいずれかの積層体の製造方法。

【請求項 5】

焼成もしくは焼結を減圧および高温の環境下で行うことを特徴とする請求項 1 ないし 4 のいずれかに記載された積層体の製造方法。

【請求項 6】

上記請求項 1 ないし 5 のいずれかの製造方法で作製されたことを特徴とするナノテク用の積層体。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

この出願の発明はフレーク状粉末を用いて作製した積層体とその製造方法に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明はフレーク状粉末を用いて作製したナノテク用の基板材料や保護材料、マイクロマシン用の構造材料として有用な積層体とその製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

マイクロマシン用構造材料やナノテク用基板材料、保護材料として、数～数百ミクロンのディメンジョン（寸法）で、かつ、高い信頼性を持つ複合材料が求められている。

【0003】

このようなサイズでは、従来の数～数十ミクロンオーダーの構成素材を用いた複合材料では材料の不均一性が無視できなくなる。そのため、信頼性を確保するにはより小さな構成素材を用い、サブミクロン以下のオーダーで複合化することが必要である。また、微細な複合構造にすることで、高信頼性に加え、高靱化や高強度化が達成される可能性もある。特に、単純な構造では大きな複合効果が得られる積層材料では、この効果が顕著に期待できる。

【0004】

サブミクロンオーダー以下の積層構造を作製する方法としては、従来からバイオミメティック（生物を模倣した）なプロセスを応用した自己組織形成、蒸着法（特許文献 1）、スピコート法（特許文献 2）、スパッタリング法（特許文献 3）および CVD 法（特許文献 4）等の製法が知られている。このような製法はいずれも非常に薄い層を均一に作製することが可能であり十数層程度の積層構造体を作製することも知られている。

【特許文献 1】： 特開 2002 - 1863 号公報

【特許文献 2】： 特開 2005 - 146308 号公報

【特許文献 3】： 特開 2001 - 328198 号公報

【特許文献 4】： 特開 2001 - 332749 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

10

20

30

40

50

【0005】

しかしながら、従来から知られているナノテク用の積層構造体の製法は本来「薄膜」を作製するための技術であり、ナノテク用の基板材料や保護材料、あるいはマイクロマシン用の構造材料のように、より厚みのある多層積層を要するバルクの積層体を製造することは技術的に非常に困難である。また、従来の製法はコスト、プロセス時間の面でも大きな問題があるため事実上利用することは不可能である。

【0006】

そこで、以上のとおりの事情に鑑みて、この出願の発明はこのような課題を解決するものとして、ナノテクノロジーを支える技術として多くの応用が期待できる積層体を、粉末の固化成形というシンプルな方法を用いて厚さ数 μm ～数百 nm のフレーク状の粉末を用いて微細な積層構造を持つバルクのナノ複合構造特有の力学特性を発現し、かつ機能性も付与できる積層体を提供することを課題とする。

10

【課題を解決するための手段】

【0007】

この出願の発明は上記の課題を解決するものとして、第1には、バインダを被覆したフレーク状粉末を扁平面が配向させた状態で扁平面に対して垂直方向から加圧して焼成ないし焼結するナノテク用積層体の製造方法を提供する。

【0008】

第2には、好適なフレーク状粉末として金属、セラミックス、ガラス、有機物、あるいは無機層状物質である上記方法を提供する。

20

【0009】

第3には、フレーク状粉末の被覆に好適なバインダとして金属、ガラス、あるいは有機物である上記方法を提供する。

【0010】

第4および第5には、この出願の発明に好適な処理条件を提供する。

【0011】

第6には、上記の製造方法で得られるサブミクロンオーダー以下の微細なサイズ調整が可能なナノテク用として好適な積層体を提供する。

【発明の効果】

【0012】

上記第1の積層体の製造方法によれば、フレーク状の粉末を固化成形するという簡単な方法で微細なナノテク用に有用な積層構造を持ったバルクの積層体の製造方法を提供することができる。

30

【0013】

上記第2の積層体の製造方法の発明によれば、好適なフレーク状粉末を使用することができる。

【0014】

上記第3の積層体の製造方法の発明によれば、フレーク状粉末の被覆に好適なバインダを使用することができる。

【0015】

上記第4および第5の積層体の製造方法の発明によれば、固化成形に好適な処理条件の範囲を特定することができる。

40

【0016】

上記第6の積層体の発明によれば、サブミクロンオーダー以下の微細な調整が可能なナノテク用として好適な積層体を得ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0017】

この出願の発明は、アルミナ粉末、ガラス粉末、アルミニウム粉末等の金属やセラミックス、ガラス、有機物、あるいは無機層状物質、もしくはこれらの複合物のフレーク状粉末の表面にバインダとなる材料をコーティングした後に加圧および加熱して焼成もしくは

50

焼結して固化することを特徴とするものであるが、この出願の発明におけるフレーク状粉末とは、粉末の断面形状のアスペクト比が1ではない、いわゆる扁平な平面形状を持つ粉末を意味するものであり、アスペクト比の範囲が限定されているわけではない。また、フレーク状粉末の素材としては、金属、セラミックス、ガラス、あるいは有機物、さらにはマイカやグラファイト等の無機層状物質等のフレーク状粉末が好適であるが、特にその種類は限定されるものではない。バインダについても各種であってよく、金属、ガラス、有機物等のうちから選択することができる。またフレーク状粉末の積層体の形成に際し、この出願の発明では、フレーク状粉末の扁平面に対して垂直方向（略垂直方向を含む）より加圧して焼成もしくは焼結する。

【0018】

たとえば、バインダがコーティングされた粉末をスラリー状にして平板上に平ヘラで塗布した後乾燥させて仮焼結体を作り、それを扁平塗布面に垂直な一軸プレスをかけながら焼成を行う方法等も好ましい形態として例示することができる。いずれにしても成形時において図1の概要図に示されているようにフレーク状の粉末(1)の平面、すなわち扁平面が配向方向(2)に向かって垂直(略垂直)になるように配向されていればよい。すなわち、フレーク状粉末(2)は、図1のように扁平面が相互に平行、あるいは略平行な状態にあればよい。ただ、固化成形時における雰囲気温度はフレーク状の粉末材料およびコーティング材料が気化しない温度に制御することが必要である。また、固化成形中に、フレーク状の粉末材料またはコーティング材料と雰囲気的气体をその場で反応させることによって、最終的に積層体を得ることも可能である。なお、バインダの塗布方法については各種であってよく、たとえばバインダが、銀、銅、アルミニウム、スズ、亜鉛等の金属や合金である場合には、メッキ、無電解メッキ、蒸着、スプレー等の方法が、また、バインダが、樹脂や硬化性化合物等の有機物である場合には、これらの溶融物のスプレー、混合、浸漬、もしくは蒸着等の方法がその例として考慮される。

【0019】

そこで以下に、実施例を示し、さらに詳しくこの発明を説明する。もちろん、この出願の発明は以下の例によって限定されるものではない。

【実施例】

【0020】

フレーク状の粉末として表1で示されているアルミノケイ酸ガラスフレークのうち、厚さ0.7 μ m、平均粒径(扁平面最大径の平均)20 μ mのアルミノケイ酸ガラスフレークを用いて無電解めっき法により厚さ約50~100nmの銀コーティングを施した。なお、図2はアルミノケイ酸ガラスフレークの概観の形状を示した写真である。

【0021】

【表1】

平均粒径(μ m)	20~40
厚さ(μ m)	0.7~2.0
ガラス転移点(K)	961
ガラス軟化点(K)	1113

このアルミノケイ酸ガラスフレークをポリビニルアルコール(PVA)水溶液と混合したスラリー(重量混合比 ガラスフレーク:水:PVA=100:130:4)を作製した。このスラリーを金属製の平ヘラでせん断力を与えながらモリブデン箔上に100回程度重ね塗りを行い、厚さ約1.2cmの成形体を得た。この成形体を直径約30mmの円板状に切り出した後、モリブデン箔を取り除き、直径30mmの黒鉛ダイスに入れ、真空(10Pa)中、943Kで上下方向のプレス(21.2kN)で押圧しながら900sパルス通電焼結を行った。以上の方法で製造された材料の断面図を図3に示す。

10

20

30

40

50

【0022】

作製されたガラスフレークは積層面に沿って配向しており、焼結された積層体は完全に緻密化されていた。ガラスフレーク間には金属（銀）が存在しておりガラスフレークを接着していた。焼結した積層体の破壊抵抗（靱性）をピッカースインデーション法により簡易的に評価した。通常、ガラス単体材料にピッカース圧子を打ち込むと圧痕の四隅（頂点）から亀裂が発生するのに対して、この出願の発明の方法で製造した積層体は積層面に対して垂直な方向にはまったく亀裂が観察されず、大きな破壊抵抗を持つことが確認された（図4）。

【図面の簡単な説明】

【0023】

10

【図1】配向したフレーク粉末を模式的に示した図である。

【図2】アルミノケイ酸ガラスフレークの概観を示した写真である。

【図3】この発明の方法によって作製されたガラス／銀からなる積層体の断面の走査型電子顕微鏡写真である。

【図4】本願発明のガラス／銀積層体（A）とガラス単体材料（B）の破壊抵抗をインデーション法により比較したものである。

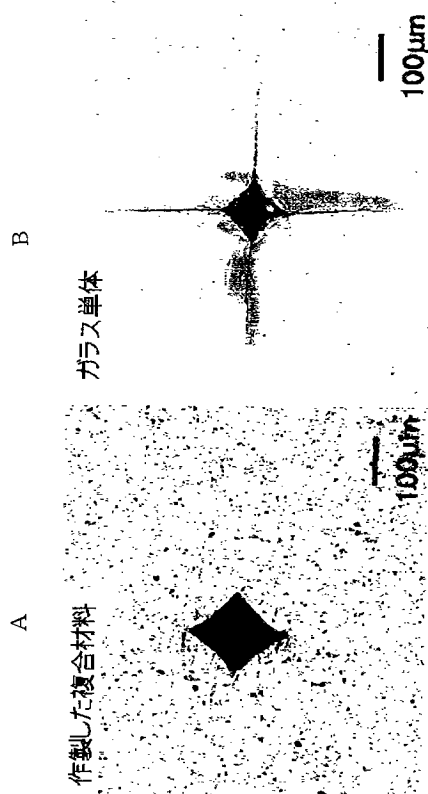
【符号の説明】

【0024】

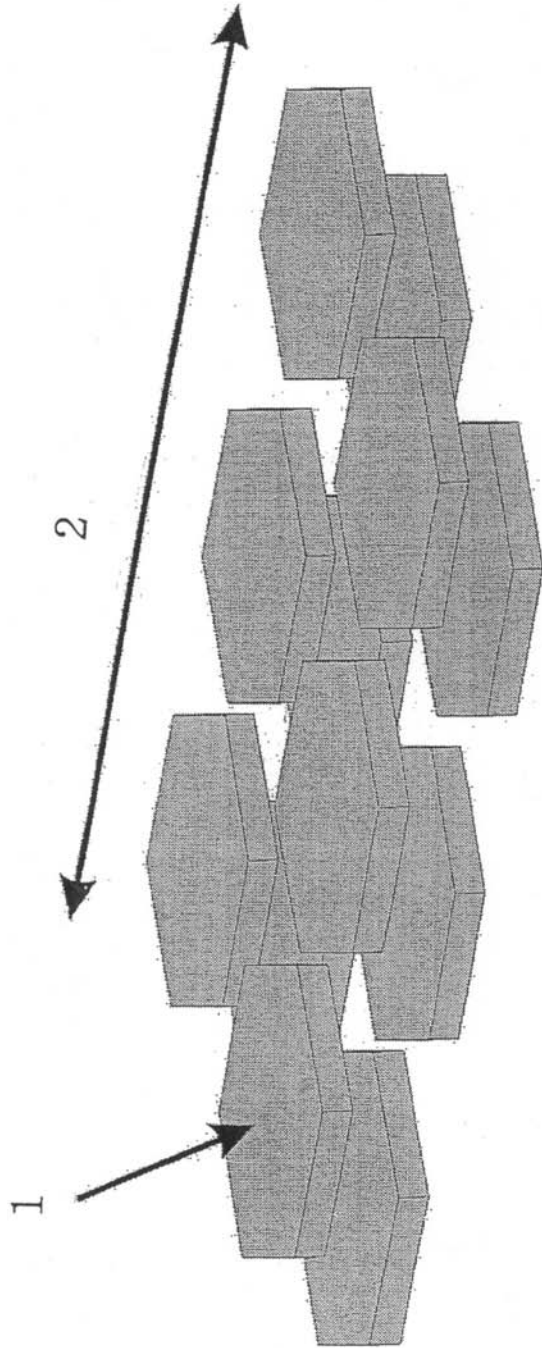
- 1： フレーク粉末
- 2： 配向方向

20

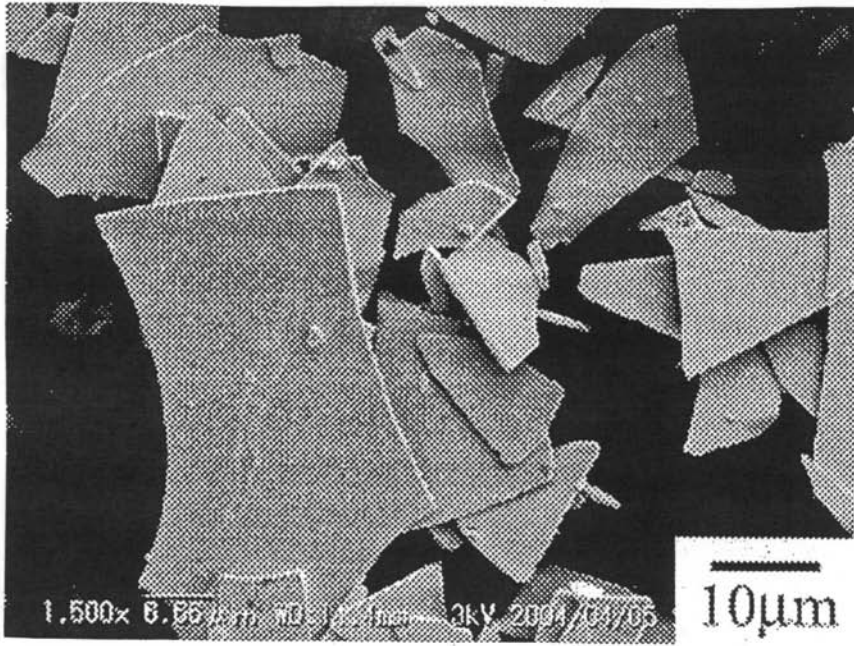
【図4】



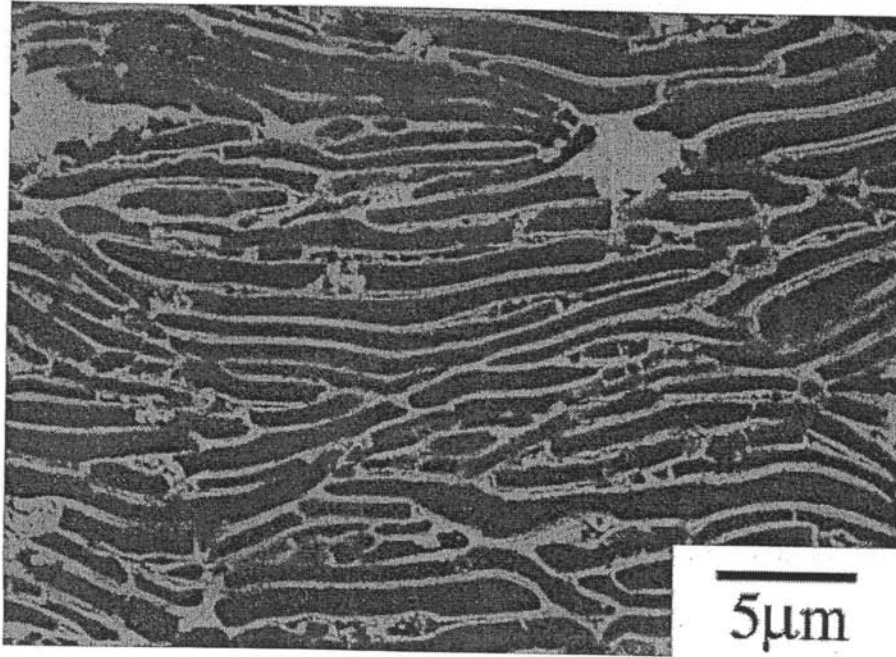
【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4K018 BA08 BB01 BC21 EA22 JA07 KA01