マイクロ・メカニカル・プロセッシングを用いたオーダード・ストラクチャーの作製

加藤善二・植松敬三

長岡技術科学大学材料開発工学科, 940-21 新潟県長岡市上富岡 1603-1

Micro Mechanical Processing for Ordered Structure

Zenji KATO and Keizo UEMATSU

Department of Material Science and Technology, Nagaoka University of Technology, 1603-1, Kamitomioka, Nagaoka-shi 940-21

[Received June 25, 1991; Accepted August 22, 1991]

A novel method for controlling the microstructure of a ceramic green body has been proposed. In this method, spherical granules with uniform size were placed mechanically in a regular array on a mesh, and then moved to a substrate (Micro mechanical processing). To demonstrate the potential of this method, alumina granules with size range 77-85 μm were used as a model, and a hexagonal close packed structure was made. Uni-axial pressing of this array can create a uniform and orderly structured green body (Ordered structure).

Key-words : Regular array, Granule, Microstructure, Green body, Optical microscope, Mesh

1. 緒 言

欠陥はセラミックスの様々な特性を支配する。高性能セラミックスの作製における基本的条件は欠陥の少ない成形体を得ることである。著者らはセラミックプロセッシング、特にプレス成形に注目し、顆粒や成形体中の欠陥の評価¹⁾や顆粒の密度を正確に実測するための方法の開発²⁾を行ってきた。本研究ではいままでに得られた知見を基礎として、成形体の構造を制御する新しい方法を提案する。

本報で提案するプロセッシングでは、顆粒を機械的手法を用いて並べることにより数十ミクロンのオーダーで規則的な配列をもつ構造を得る。このプロセッシングを、微視的機械的に構造を制御するという意味から“マイクロ・メカニカル・プロセッシング”と呼ぶこととする。この方法は従来単分散粒子を物理化学的に規則配列させる方法³⁾に対応するものであるが、原理的に大型の成形体の作製が可能である。また成形体中に含まれる欠陥も小型となる。例えば、粒径を揃えた数十 μm の顆粒を単位粒子として規則的に並べて作製した成形体（オーダード・ストラクチャー）は、原理的に数 μm の大きさの欠陥構造しかとりえない。

本方法はまた数十 μm 単位で規則的に複合化した材料の作製も可能とする。なお、本提案による成形体の作製において障害となることは、粒子を規則的に並べる際の配列の精度とそれに要する時間である。その解決には高い精度と効率をもつ配列方法の開発が必要である。本研究ではその

開発の第一段階として、最密充填した2次元配列粒子の作製法について報告する。

すなわち、適切なパターンをもつメッシュを用い、顆粒をのせて最密充填配列をとらせる。ついでこれを固定し、更に一軸成形を行うことにより成形体とする。

2. 実 験

配列試料にはスプレードライヤーで乾燥造粒したアルミナ顆粒を77 μm と85 μm のふりいで分級した物を用いた。顆粒を規則的に配列させるには微細な穴を有する金属メッシュを用いた。メッシュは銅製で穴の形は六角形で、穴のパターンは六方最密充填で、各穴の内接径は46 μm 、隣り合う穴の中心間の距離は83 μm であった。

図1に顆粒を配列させるための方法を示す。六配位の穴をもつメッシュ上に顆粒を一つずつおくと、最密充填に近い顆粒の配列が得られる。図2に顆粒の配列に用いた装置を模式的に示す。装置は上部に実体顕微鏡（ニコン、SMZ-2B）を、下部に金属顕微鏡試料台を組み合わせ自作した。試料の配列のためのメッシュはガラス管の上に固定し、このガラス管を減圧してメッシュの穴から空気を吸い込ませる。実体顕微鏡で観察しながら、ふり分けした顆粒をメッシュの穴の中に注意深く置く。この際、メッシュ上の各穴には一個の顆粒のみが固定されていることを確認後、減圧を止める。メッシュ上に配列された顆粒を、半透明の接着剤を約40 μm の厚さに均一に塗ったスライドガ

Fig. 1. Principle of granule array by a mesh.

Fig. 2. Schematic diagram of apparatus to array granules.

ラス板に、顆粒との接着面を観察しながら下方からゆっくり動かして固定する。固定された配列顆粒は、内部を鏡面仕上げを行った超硬ダイス（内径1 cm）を用いて一軸成形した。組織は走査型電子顕微鏡（SEM; 日本電子, STM-T100）で評価した。

3. 結果

図3に配列させた最密充填層のSEM写真を示す。球状の顆粒が最密充填に近い形で正六面体状に極めて規則的に配列している。写真では見掛け上配列の中心部では、帯電防止のための金及び炭素の蒸着が不十分なため顆粒の輪郭が不明瞭であったが、実体光学顕微鏡による観察では、顆粒の充填状態は外側のそれと同じように極めて緻密ではほとんど接触している。また写真では十分にふり分けられなかった非球形の顆粒を若干個含んでいるが、その防止は将来的には装置の改善で対応可能である。

図4に一軸成形した顆粒のSEM写真を示す。顆粒は全体的に均一につぶれ、顆粒の最密充填構造に対応して正六面体構造に近づく。また個々の顆粒は均一には変形せず、周りの一部が裂けるようにして変形していることが分かる。更に中心がへこんだそれは、中空の顆粒が変形したものと思われる。

Fig. 3. SEM micrograph of regular arrayed granules.

Fig. 4. (a), (b) SEM micrograph of uni-axially pressed structure of regular arrayed granules.

4. 考察

高性能セラミックスのための規則的な構造を作製するプロセッシングについては、Ulrich⁴⁾により微細な構造についての化学的観点からの取り扱いが報告されている。本研究のように比較的大きな構造についてははじめてである。

本研究の方法では図4に示したとおり、顆粒間の隙間は十分に埋められている。従来の加圧成形プロセスでは、加圧前の顆粒のパッキング状態が局所的に変動している場合、成形後に密度変化が生じ、局所的に大きな気孔が残ると考えられる。本方法では顆粒間の界面に生じると考えられる欠陥は小さくかつ規則的に並ぶ。このように本方法では均一な成形体を得ることができる。

強度材料では欠陥の少ないことが必要であるが、本研究の方法をもってしても従来のセラミックプロセッシング（スリップキャスト、射出成形、粉体圧縮など）と同様、完全に欠陥のない材料を作ることは非常に困難である。しかしながら、本研究の方法ではたとえ欠陥が存在しても、それが制御された形で存在するため材料の信頼性は向上すると考えられる。

本方法は以下に示すとおり多くの優れた特徴をもち新しいセラミックスの作製概念の一つのモデルとなる。

(1) メッシュのパターンを変えれば、異なった充填構造が作製できる。

(2) 異なったパターンのメッシュの組み合わせで、材料の精密な複合化が行える。

(3) 多層化により規則構造をもつバルク材料も作製できる。例えば、直径100 μmの顆粒を用いる時、100回程度重ねることで1 cmの厚さの成形体が作製できる。

この方法の実用化に際しては、当面次の二つの問題点を

克服しなくてはならない。まず従来のセラミックプロセス以上の高精度の制御技術を必要とすることである。メッシュ-顆粒の位置合わせやメッシュパターンの作製に対しては最近の半導体作製の技術が利用できる。配列用のメッシュはエッチング技術により容易に作製することができる。適切な機械によりメッシュを $1\mu\text{m}$ の精度で動かすことは容易である。

次に粒径の揃った均一で緻密な顆粒の作製がある。しかし、またこの点も最近の進歩した粉体作製技術、例えば、マイクロカプセル作製の技術⁵⁾などを用いれば、容易に克

服されることが考えられる。

文 献

- 1) 植松敬三, 粉体工学会誌, **28**, 251-56 (1991); 植松敬三, *FC Report*, **9**, 187-93 (1991).
- 2) Z. Kato, J. Y. Kim, K. Saito and K. Uematsu, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **70**, 129-31 (1991).
- 3) E. A. Barringer and H. K. Bowen, *Comm. Am. Ceram. Soc.*, **65**, C199-201 (1982).
- 4) D. R. Ulrich, "Ultrastructure Processing of Ceramic, Glass and Composites", Ed. by L. L. Hench and D. R. Ulrich, Wiley-Interscience, New York (1984) pp. 6-11.
- 5) 小石真純編, "微粒子設計", 工業調査会 (1987) pp. 73-125.