研 究

温度制御半固形モールド粉体成形法によるセラミックス微小複雑構造体の作製

津守不二夫, 池内 駿介

京都大学大学院工学研究科マイクロエンジニアリング専攻, 〒606-8501 京都市左京区吉田本町.

Fabrication of Micro Structure with Complicated Shape by Temperature Controlled Semi-solid Mold Isostatic Powder Compaction

Fujio Tsumori and Syunsuke Ikeuchi

Department of Micro Engineering, Faculty of Engineering, Kyoto University, Yoshida-Honmachi, Sakyo-ku, Kyoto 606-8501, Japan.

Received July 24, 2006

SYNOPSIS

New powder compaction process using a Bingham semi-solid/fluid mold was developed to fabricate micro parts. In the present work, a powder material was filled as slurry in a solid wax mold, dried and compressed by conventional pressing methods, such as isostatic pressing or die compaction. It is important to use slurry for filling because dry powder is hard to fill in the micro cavity. It is also essential to control the process temperature to treat micro parts. The wax mold was heated during compaction and became semi-solid state, which could acts as a pressurized medium for isostatic compaction. Since the compacted micro parts were very fragile, the mold's temperature was controlled to higher than its melting point during unloading, to avoid breakage of the compacts. To demonstrate effectiveness of the present process, some micro compacts of alumina are shown as examples.

KEY WORDS

isostatic pressing, semi-solid material, micro structure

1 緒 言

機械システムの高度化, 複雑化, 回路の高集積化, 高速化に伴い, 機械部品やデバイスのさらなる小型化, 高密度化が要求されている. このような背景の下, 微小微細構造体を作製するためのマイクロマシニング技術が注目され, これまでにさまざまな微細加工技術が提案されている. 同時に微細構造を粉末材料より作製するプロセスの提案が行われている. 本研究では複雑な成形体を割れなく得るため, 半固形状材料を型および圧力媒体として利用する新たなプロセス^{1,2)}を利用することを試みた. この方法は除荷時のモールドのスプリングバックによる成形体のダメージを防ぐ方法であり, 凹凸の激しい形状へも応用が可能である. さらにプロセス中の温度制御を行うことにより, スプリングバックの影響はほぼゼロにまで下げることが可能であり³⁾, 脆弱なマイクロ部品においても粉体加圧成形が可能となると考えられる. この温度制御プロセスとソフトMEMS (Micro Electro Mechanical Systems) 技術を応用した微細型を用い, 基板から独立した微細な構造体を, 割れや欠損なく作製することを試みた. 微細な型キャ

ピティ内部に乾式の粉末を充填することは困難であるため, ここでは粉末の充填にスラリーを用いることとした. スラリーの充填から, 成形, 焼結までの一連のプロセスの開発を行い, 従来の方法では作製困難な形状のセラミックス微小複雑構造体を加圧成形および焼結により作製した. 従来の微細構造の作製例では粉体を型から取り出すことが困難となるため, 基板上に微細な凹凸パターンを作製することが多かった^{4,5)}. 本研究での手法では型を熔融することにより, 取り出しの問題はなくなるため基板から独立した構造を作製することが可能であり, 本論文ではこのような独立したパターンを作製することを考えた.

2 微細構造作製プロセス

本研究では微細な型を固形ワックスにより作製し, 粉末を充填後, 圧縮固化し, 成形体を作製した. その後, 成形体は焼結され最終的な製品を得る. 本研究においては型をソフトMEMS技術を利用して作製した. Fig.1に型の作製法を示す. ガラス基板上にスピンコートされた感光性硬化樹脂である

SU-8を所望形状のマスクを通し露光・現像し、凹凸パターンを得る。得られたSU-8のパターンを母型とし、シリコン樹脂であるPDMS (polydimethylsiloxane)を流しこみ固化させる。このPDMSに加熱溶融したワックスを同様に流しこみ転写し、固形ワックスの型を作製する。PDMSはワックスとの離型性が良好なため、このような多段階の処理を採用した。

この後スラリーを利用してキャビティにのみ粉末を充填した。スラリーは溶媒を水としアルミナ粉末(TM-DAR: 大明化学工業)を分散させて作製した。さらに分散材としてポリアクリル酸ソーダ(PAS), 可塑剤および成形時の潤滑材としてポリエチレングリコール(PEG)を添加した。Fig.2には充填プロセスの流れを示す。まず、ワックス型はエタノールに浸けられ、その後表面部を乾燥することによりキャビティ部のみエタノールを残した状態とする。この型上にスラリーを滴下するとFig.2内写真に示すようにキャビティの溝を通じて全体に充填が進む。表面に残ったスラリーの余剰分を除去し乾燥することにより粉末の充填は完了する。予備実験では充填はスラリーのワックスへの濡れ性に大きく依存することが確認されていたが、エタノールを用いることにより濡れ性に関係なく充填を行うことが可能となった。

Fig.1 Flowchart of soft-MEMS process to fabricate wax mold.

Fig.2 Filling process with slurry.

粉末が充填された型は、同じく固形ワックスで作製された平らな蓋を重ねられFig.3に示す金型内に装填され加圧される。金型にはバンドヒーターが設置され温度制御が行われる。ワックスの漏れを防ぐため、ワックスモールドの上下にはシリコンゴムで作製したシールが設置されている。圧力および温度はFig.4に示す条件で制御した。加圧前、ワックスは43℃に加熱され十分に軟化させた。その後最高圧100 MPaまで加圧し60 s保持した。除荷時には圧力30 MPaで保持し温度を上昇させ80℃としワックスを溶解させ、常圧にて成形体を液化したワックスより取り出した。その後成形体を1400℃において焼結した。

3 成形実験結果

Fig.5に本研究で用いたガラスマスクパターンを示す。Fig.5 (a)は線幅100μm, 線間隔4 mmの7×7の格子状のパターンである。Fig.5 (b)の中央部は線幅250μm, 線間隔2.5 mmの格子状パターン, 上部はリングを連ねたパターン, 下部は円孔を配置したパターンである。このマスクを用い、前述のプロセスによりマスクの黒色部形状がキャビティとなったワックスモールドを得た。充填に用いるスラリーとしてはアルミナ,

Fig.3 Schematic view of experimental apparatus.

Fig.4 Process conditions.

Fig.5 Glass mask patterns, (a) lattice pattern and (b) connected rings, lattice and square with nine-holes patterns.

Table 1 Relative proportion of slurries in weight.

Slurry	Al ₂ O ₃	Water	PAS	PEG
A	4	4	3	1
B	6	4	3	1
C	8	4	3	1
D	10	4	3	1
E	11	4	3	1

Fig.6 Histogram of length of broken parts of the compact.

水, PAS, PEG, の重量比率を 4:4:3:1 ~ 11:4:3:1 の範囲でアルミナの量を変化させたものを 5 種用意し, Table 1 に示すように, それぞれをスラリー A, B, C, D, E と呼ぶ。

まず, Fig.5(a) の格子形状での成形実験結果を示す。この場合, 成形体はすべて破壊され破片となった。破片のサイズを

Fig.7 Compacted samples.

ヒストグラムで表示した結果を Fig.6 に示す。スラリー中のアルミナ粉末量の違いにより破片サイズの分布は変化している。アルミナ量が増加するにつれ, 破片サイズはより大きな破片を含み, 粉末成分の増加が良好な成形性へとつながっている。

続いて Fig.5(b) のマスクパターンを利用して作製された型による成形結果を示す。Fig.5(b) の型は Fig.5(a) の型と比較し線幅が広く, パターン自体は小さいものである。Fig.7 にスラリー A および E より作製した成形体の写真を示し, Table 2 に成形結果を示す。その結果, アルミナ量の最も多いスラリーを用いたもの以外は概ね良好な成形体を得ることができた。この結果は前述の成形実験とはまったく反対の結果である。本研究の充填プロセスは最終的にスラリーが乾燥した状態で終了する。すなわち, 粉末自体の密度は低下し成形後の線幅も減少するということである。Fig.5(a) の格子型は (b) と

Table 2 Results of compaction experiments.

	A (4:4:3:1)	B (6:4:3:1)	C (8:4:3:1)	D (10:4:3:1)	E (11:4:3:1)
Lattice	○	○	△	○	○
Rings	○	○	○	○	×
Plate with circular holes	○	○	○	○	×

○: completed, △: partially broken, ×: broken

Fig.8 Sintered samples.

比較し大型で溝幅も小さく、このような厳しい条件下では粉末成分の増大が良好な成形性につながる。線幅がより大きな(b)の型の場合、粉末成分が少ないスラリーの方がPEG等の添加剤による潤滑や可塑性の影響が出ることにより、成形性が向上すると考えられる。

4 焼 結

前節で得られた成形体は1400℃において焼結される。焼結例をFig.8に示す。比較的小型の格子状パターン以外(連結リングおよび円孔付平板)は、どのスラリーから作製した成形体も良好な焼結体を得ることができた。しかし、格子状パターンにおいては写真に示されるようにスラリー中の粉末量が少ないスラリーAの場合には大きな歪みが生じた。また、スラリーC,Dにおいては割れが発生した。スラリーBにおいてのみ概ね良好な焼結体を得ることができた。粉末分の少ないスラリーAの場合、相対的にPASやPEGが多く含まれることとなり、加熱時にこれらが除去される際に大きな歪みを伴ったものと考えられる。スラリーC以上に粉末分の多い材料の場合の割れは、バインダ分が不足がちになるため、成形時に成形体内部に既に欠陥が生じていたことが原因と考えられる。この結果よりスラリー調整時の樹脂分が焼結の成否に影響していることが示唆される。

5 結 言

新たに開発した温度制御を用いた半固形粉体成形法を用い、微細構造体を作製した。ソフトMEMS技術を応用して固形

ワックス型を作製し、粉末の充填にはスラリーを利用した。スラリーの組成が成形および焼結の成否に大きく影響することが示された。スラリーの調整を検討することにより、さらに微細な構造体を作製することも可能と考えられる。

謝 辞

本研究の遂行に当たって、京都大学大学院工学研究科マイクロエンジニアリング専攻の故島進教授より多大な御指導をいただきました。ここに深く感謝の意を表します。

文 献

- 1) F.Tsumori, H.Kume, A.Kakitsuji, H.Miyamoto and S.Shima: "Semi-solid Mold Isostatic Compaction", International Journal of Powder Metallurgy, 39-8(2003)46-51.
- 2) F.Tsumori: "Development of Bingham semi-solid/fluid Isostatic Pressing Powder Compaction Process", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, 52(2005)442-445.
- 3) F.Tsumori: "Development of Temperature Controlled Bingham Semi-solid/fluid Isostatic Pressing (BIP) Method", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, 53(2006)880-884.
- 4) S.Matsuzaki, S.Tanaka and K.Nishiyabu: "Fabrication Method of Micro Structured Parts by Metal Injection Molding with LIGA process", J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, 53(2005) 55-59.
- 5) R.Zauner: "Micro powder injection moulding", Microelectronic Engineering, 83-4-9(2005)1442-1444.