

セラミックス大型部品用浸透 プロセスの開発

新東Vセラックス㈱ (名前) 鈴木 宏 内村 勝次 藤原 徳仁

鋳造の造型法であるVプロセスをセラミックス成形に応用し、高品質の大型セラミックス製品を簡便な設備で製造できる新しい成形法(浸透Vプロセス)を開発した。

1. はじめに

近年のセラミックス業界はテレビに代表される液晶の大型化に伴い液晶製造装置に用いられる大型のセラミックスへの対応を強く求められてきた。セラミックスは耐食性、耐熱性、剛性に優れることから液晶製造装置においては液晶ガラス基板の搬送用アームやガラス基板上へ薄膜処理を行うチャンバー内の重要な構造部品として広く用いられてきた。しかし液晶の大画面化及び生産効率の向上のためガラス基板の大型化が急速に進展し、例えば2000年には第4世代と呼ばれるガラス基板の大きさが1000mm×1200mmであったが、2002年には第5世代の1500mm×1800mm、2007年には第8世代の2160mm×2460mmのガラス基板を用いた液晶製造設備が稼働を開始し、7年間でガラス基板の大きさは4倍以上に達した。さらに、第10世代と呼ばれるガラス基板の大きさが2850mm×3050mmの製造設備が検討されている。また、腐食性ガスを用いプラズマ処理が行われる製造装置のチャンバー内は腐食性が強くセラミックスの純度も高純度が求められ、ほとんど99.5%以上のアルミナセラミックス素材が用いられてきている。この製造装置に用いられるセラミックスの大きさはガラス基板より大きいサイズが必要であり、また世界的な液晶の普及と量産を受け、大型素材といえどもコストパフォーマンスの高い素材が要求されてきている。

この市場要求に対しセラミックスの製造は一般にCIP(静水圧プレス)と呼ばれる装置を用いて行われてきた。別に製作したゴム型にセラミックススラリーをスプレードライヤー等の装置で造粒した粉を充填し、CIP内の水中に浸漬し1000kg/cm²以上の高圧をかけて圧縮成形し、取り出した後これをフライス盤等を用いて加工し1600以上の温度で焼成して製品を得る方法が一般的であった。しかしながら、こうしたニーズに応えるため、例えば2m長さクラスのセラミックスを成形するには10億円を超える成形設備投資(CIPの設置)が必要であり、また付帯設備として大型のフライス盤、ゴム型等も必要であり、極めて一部の大手セラミックスメーカーのみが参入できる状況となっており製品価格の上昇の大きな要因となっている。さらに、この手法によればゴム型を用いるためニアネットに成形できず製品の製作に必

要な原料は製品重量の約 2 ~ 4 倍となる。

また、従来の陶磁器などの成形に用いられる石膏型を用いた鋳込み成形法も多くの企業で試みられてはいるがその成形原理上大型の製品は得られていない。セラミックスメーカーとしては今後さらに大型化するガラス基板に対しては高額な設備投資が不要で低コストで製造できる手法の模索に精力を注いでいるのが現状である。

一方、当社では従来鋳物業界で広く用いられてきた当社固有の技術である V プロセスをセラミック成形用に発展させ、新しいセラミック成形法として完成させ、液晶製造装置用の大型のセラミックをはじめとする製品の製造販売を開始したので、ここにその技術内容を報告する。

2 . 浸透 プロセス成形法とは

浸透 プロセス成形法は型材として砂等の粉体粒子を用い、これを独自に開発した水だけを通す性質をもつ透水性フィルムで覆い、その内部を真空吸引することにより真空パックされた型を得る。真空パックにより強度が付与されるので型として使用できる。この型を単独または 2 個組み合わせることによりキャビティーを作成する。このキャビティー内にセラミック原料粉、水、分散剤、成形体に強度を付与する有機質バインダー等を混合して調製したスラリーを注入し、真空吸引を駆動力として透水性フィルムを介してスラリーから脱水を行い、一定時間の後キャビティー内部のスラリーがすべて固化した時点で、真空吸引を停止して成形を完了し成形体を得る。真空吸引の停止により型はその保持強度を失い崩壊するため成形体を型から容易に取り出すことができる。成形体は一定期間の乾燥後焼成して製品とする。型材として用いた砂は何度でも再利用が可能である。キャビティーは製品形状に応じて任意に製作が可能であり、ニアネットで成形できることから原料の使用量は製品重量に対し 1 . 2 ~ 1 . 3 倍に抑えることができる。

図 1 に型の構造図、写真 1 に組み立て写真を示す。また、実際に大型セラミックを成形している様子を写真 2 に示す。

図 1、 写真1、 写真2

この手法によれば近年液晶製造装置で必要とされている 2 m を超えるセラミック成形においても必要な設備は真空ポンプと型材を保持する木製または鉄骨製の枠のみの極めて安価なものである。成形できる大きさには特に制限がなく今後需要が見込まれるさらに大型のセラミックについても保持用の枠のみ製作すれば成形が可能である。浸透 プロセス成形法の利点を他の製法と比較して表 1 に示す。

表 1

3 . 開発の概要

技術開発事項としては、第一が型を構成する型材の開発、第二がこの成形方法にマッチング

したセラミックススラリーの開発、第三が透水性を有しセラミックス成形に有効な樹脂フィルムの開発であった。フィルムに関しては樹脂フィルムメーカーと共同開発を行いVプロセス成形に有効なように空気は透過せず水分のみを透過させる材質の開発を行った。空気を透過させないのは真空パッキングをする上で必要であり、水を透過させるのは成形に必要なためである。

3.1 セラミックス成形における欠陥の発生原因

当社のVプロセス成形のようなスラリーを多孔質型に注入して成形を行う方法においては、欠陥の発生はスラリーが多孔質型により水分を奪われてできる着肉層(以下、層と呼ぶ)が成形中に乾燥収縮により離型することに起因していることが多い。欠陥の主なものは成形体または焼結体内部に空洞ができるひげや成形体または焼結体の端部からのクラック(きれ)である。

一般にスラリーから固体を分離する場合、下記の式が用いられる。

$$V = r^4 P t / 8 \eta l$$

ここで、 l : 層の厚さ、 r : 層のもつ毛細管の半径、 η : 水の粘度、 P : 層の両端の圧力差、 V : t 時間に層を通して出てくる水の容積である。また、形成する層の厚さと時間の間には次式の関係がある。 $x = A \sqrt{t}$

ここで、 x : 層の厚み、 A : 装置や操作で決まる定数である。両式から層の形成により、その層の透水率はその時間の平方根に比例して低下する。反面、型の透水率は一定であるので、一定時間の経過後には層の透水率は型の透水率を下回る。特にファインセラミックス原料は粒子径がサブミクロンオーダーであり毛細管半径 r が小さいことから薄い層を形成した時点でこの現象が起こりやすい。この時点を経過すると、型側に位置する層の表面は乾燥収縮を開始し型から遊離する。これが成形体の切れやひげの発生要因となり従来からある石膏型を用いた方法によく見られる。したがって、切れやひげの発生をなくするためには層表面の乾燥収縮を抑えることができれば可能であると考えた。また、上記毛細管径が小さいことは単に成形に留まらず成形の助剤として添加する有機バインダーの焼成時の燃焼ガスの発生においても製品の割れ等の悪影響を及ぼす。これらの解決方法として当社が開発を進めた高純度の原料においては、原料そのものに手を加えることはできず、型の構造とスラリーの性質の制御にその解決策を求めざるを得なかった。

3.2 型の開発

本手法は層の表面に発生する乾燥収縮に着目し、成形に用いる型にどのような機能を付与すればこの乾燥収縮を防止できるかを念頭に開発を進めた。様々な材質、粒径、粒度分布をもつ型材を試験した結果、型材によってできる空隙の大きさと型材粒子がもつ気孔径を適当なものに設定することにより、スラリーから脱水された水分がこの空隙に留まり、着肉層の乾燥収縮を抑制しつつ脱水が可能であることが解った。その結果、きれ及びひげのない成形体を得ることができた。

3.3 スラリーの開発

スラリーに求められる一般的な特性は低水分で粘度が低くその経時変化が少なく、高密度の成形体を得られることである。しかし、高純度アルミナは粒子径が細かいゆえ成形体の強度保持のために、添加した有機バインダーが焼成途中で燃焼し（脱脂）そのガスが製品内部を抜けていくがゆえに製品の割れを発生させやすい。また成形時の時間経過に伴うスラリーの凝集や沈降、着肉層の生成に伴い層の受ける圧力の変動等により成形体の内部と表面の密度差が発生する。この密度差が大きい場合も焼成での割れの発生原因となる。大型で肉厚のセラミックスの場合は特にこのような欠点が発生しやすい。したがって、バインダー燃焼時のガスのぬげがよくかつ密度差を極力小さくした成形体求められる。当社ではスラリーの調製方法の検討で成形体組織の制御を行い、脱脂性がよく且つ成形体内部の密度差の少ない成形体を開発することができた。その結果従来製法のCIPでも困難とされている55mm厚さの焼結体も得ることができた。

4. 物性と実際の製品例

上記で製作した型とスラリーを用いてアルミナ純度99.8%の成形体を得た。これをガス炉にて1570℃で3時間の焼成を行った。従来の成形法では困難とされていた1m角の製品も問題なく成形及び焼成することができた。とりわけ特筆すべきは、様々な大きさ、厚さの製品を製作し、それらを切断、切削した結果、スラリーを用いる成形法では多く発生しがちなひげについては皆無であり、この成形法の特長が確認された。得られた物性値、焼結体表面の化学分析値を表2、3に示す。物性値は一般市販品以上の値を示した。特に強度は一般市販品が300~350MPa程度に対し430MPaと大きく、これは成形体の密度が関係していると思われる。一般市販品のほとんどはCIP成形品であり、その成形体の密度は2.2~2.3程度である。この手法に対し当成形法では2.5~2.6と成形体の密度が大きく、従って焼成温度を低く抑えることができるため、焼成中の結晶粒成長を抑制できたことが原因と思われる。焼結体化学分析値については、ほぼ使用した原料純度と一致しており、型からの異物の混入がないことが確認された。この点もCaなどの異物で汚染される石膏型を用いた鑄込み成形法に比較して優れた点である。

また、成形体と製品例を写真3、4に示す。本プロセスでできる成形体の大きさには制限はなく、現在最大で3200mm×1300mm×60mmの大きさの成形を行っている。

表2、表3、写真3、写真4

5. まとめ

鑄造で用いられているVプロセス法をセラミックスの成形に応用し、大型でなおかつ高品質のセラミックスを製作できる新しい技術を開発した。この製法により、とりわけ液晶装置業界で必要とされている2mを超える大型セラミックスの製造が安価に、しかも高品質で可能とな

った。

本製法は特別な設備、型が不要でかつ得られる製品は機械的な物性に優れるものである。また、原材料のロスが少なく製造工程においても焼成温度が低く優れたセラミックスの成形法であると確信している。今後液晶、半導体業界のみに留まらず広くその他の産業分野に貢献できればと考えている。

新東Vセラックス株式会社

<http://vcerax.sinto.co.jp>

〒442-8505 愛知県豊川市穂ノ原3丁目1番

TEL 0533-86-8648 FAX 0533-84-5687



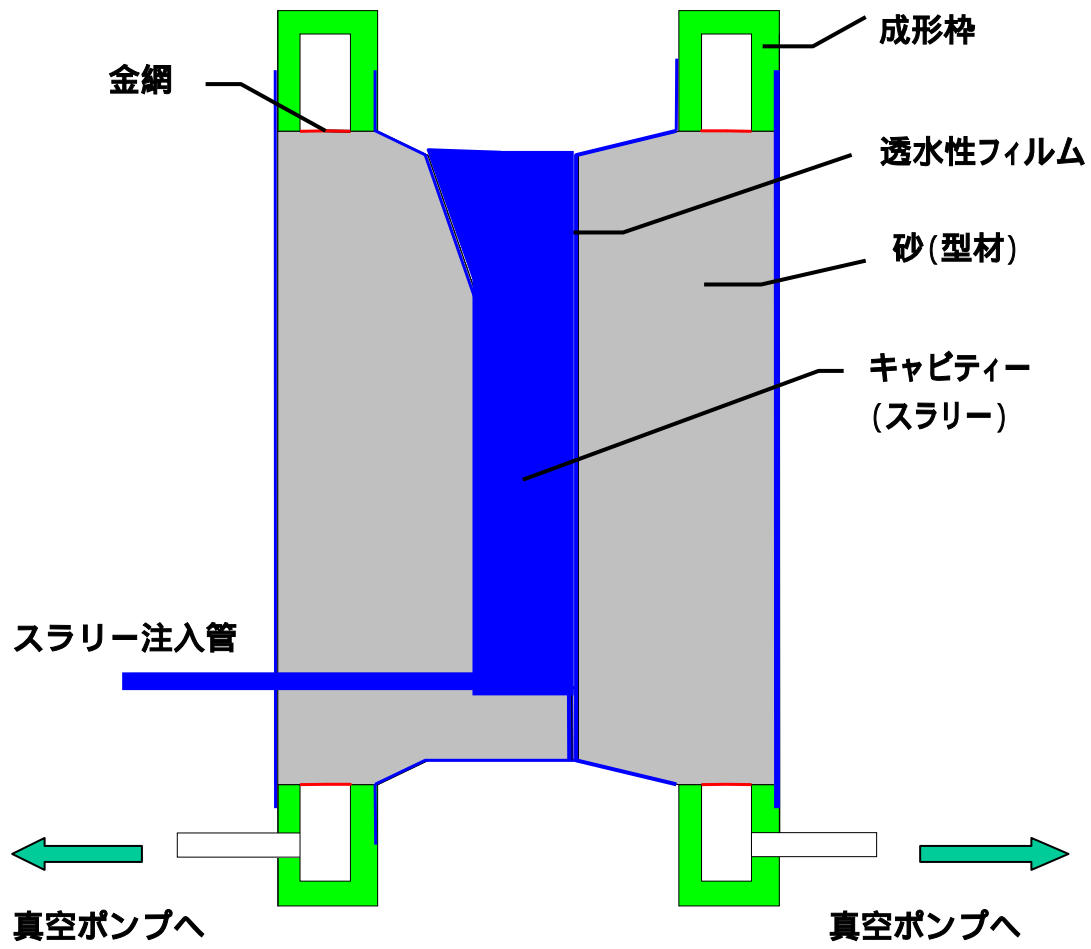
(写真2) 大型セラミックス成形状況



(写真3) 成形体例 3200mm × 1200mm × 50mm



写真4 セラミックス製品例

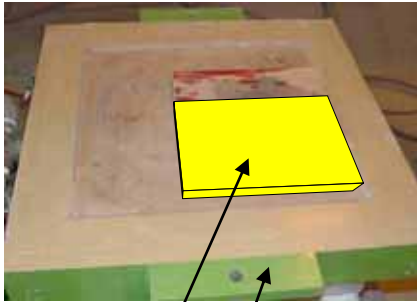


(図1) 浸透Vプロセス型構造図

1. 真空吸着が可能なプレート上に製作したい形状の模型を置きフィルムをかぶせて真空吸引する。

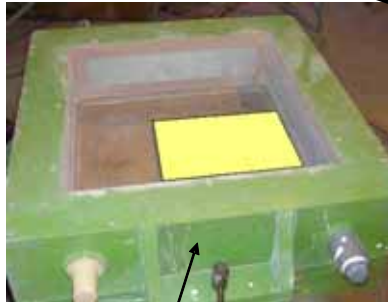
2. 内部が中空の成形枠をおく。

3. 砂(型材)を入れる。充填したら上からフィルムをかぶせて成形枠から真空吸引を行う。



模型

真空吸着プレート



成形枠



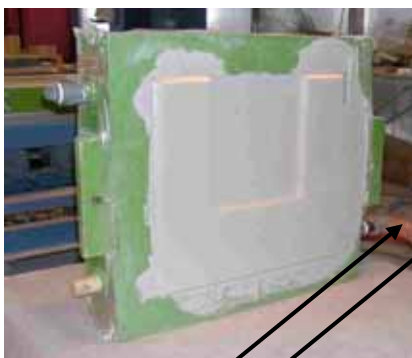
砂(型材)

真空ホース

4. 真空吸着プレートからはずして片側の型が完成。

5. 同様にもう一方の型を製作。両側を合わせてキャビティーができる。

6. キャビティー内にスラリーを注入。固化したら成形枠の真空吸引を停止して完成。



真空吸引



成形体

(写真1) Vプロセス型の組み方

	大型形状	量産性	型費	設備
CIP成形			×	×
石膏型鑄込み成形				
浸透 プロセス				

表1. セラミック製造プロセス特徴比較

見かけ密度	3.93	$\times 10^3 \text{ kg/m}^3$
平均曲げ強度	430	MPa
ヤング率	390	GPa
ビッカース硬度	16	GPa
ワイブル係数	14.4	

表2 焼結体物性値

成分名	含有成分 (mass%)
SiO ₂	0.06
Na ₂ O	0.01
MgO	0.04
K ₂ O	0.01
Fe ₂ O ₃	0.02
Al ₂ O ₃	99.84

表3 焼結体表面 化