



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2022-0141820
(43) 공개일자 2022년10월20일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C04B 35/64 (2006.01) C04B 35/117 (2006.01)
(52) CPC특허분류
C04B 35/64 (2013.01)
C04B 35/117 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2022-7029274
(22) 출원일자(국제) 2021년02월17일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2022년08월24일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2021/005908
(87) 국제공개번호 WO 2021/172128
국제공개일자 2021년09월02일
(30) 우선권주장
JP-P-2020-030911 2020년02월26일 일본(JP)

(71) 출원인
스미토모 가가꾸 가부시끼가이샤
일본국 도쿄도 츄오쿠 니혼바시 2쵸메 7반 1고
잇짠자이단호진 화인 세라믹스 센터
일본 아이찌켄 나고야시 아즈따꾸 무쯔노 2쵸메
4방 1고
(72) 발명자
기무라 데이치
일본 아이찌켄 나고야시 아즈따꾸 무쯔노 2쵸메
4방 1고 잇짠자이단호진 화인 세라믹스 센터 나이
스에히로 사토시
일본 아이찌켄 나고야시 아즈따꾸 무쯔노 2쵸메
4방 1고 잇짠자이단호진 화인 세라믹스 센터 나이
나스 도모미치
일본 이바라키켄 츠쿠바시 기타하라 6방 스미토모
가가꾸 가부시끼가이샤 나이
(74) 대리인
특허법인코리아나

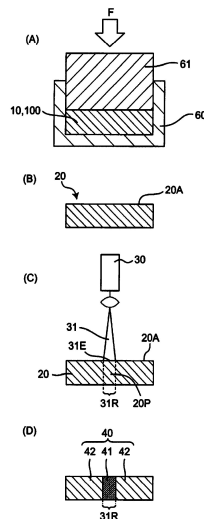
전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 **소결체의 제조 방법**

(57) 요약

레이저 조사에 의해 소결하여 소결체를 제조하는 방법으로서, 세라믹스 분말과, 레이저 파장에 있어서의 흡수율이 상기 세라믹스 분말에 비해 5 % 이상 높은 레이저 흡수 산화물을 포함하는 원료를 준비하는 원료 준비 공정과, 상기 원료로 이루어지는 물품, 또는 상기 원료만으로 구성되는 영역을 일부에 포함하는 물품, 또는 상기 원료로 이루어지고 기재 상에 형성된 물품을 형성하는 물품 형성 공정과, 상기 물품에 레이저를 조사하여 소결부를 형성하는 소결 공정을 포함하는 소결체의 제조 방법.

대표도 - 도1



(52) CPC특허분류

C04B 2235/3206 (2013.01)

C04B 2235/3225 (2013.01)

C04B 2235/658 (2013.01)

C04B 2235/665 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

레이저 조사에 의해 소결하여 소결체를 제조하는 방법으로서,

세라믹스 분말과, 레이저 과장에 있어서의 흡수율이 상기 세라믹스 분말에 비해 5 % 이상 높은 레이저 흡수 산화물을 포함하는 원료를 준비하는 원료 준비 공정과,

상기 원료로 이루어지는 물품, 또는 상기 원료만으로 구성되는 영역을 일부에 포함하는 물품, 또는 상기 원료로 이루어지고 기재 상에 형성된 물품을 형성하는 물품 형성 공정과,

상기 물품에 레이저를 조사하여 소결부를 형성하는 소결 공정을 포함하는 소결체의 제조 방법.

청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 물품 형성 공정에서는, 상기 세라믹스 분말과 상기 레이저 흡수 산화물을 혼합하여, 물품 형상으로 성형함으로써 물품을 형성하는, 소결체의 제조 방법.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

상기 물품 형성 공정에서는, 상기 세라믹스 분말을 물품 형상으로 성형하여 성형품을 얻은 후, 성형품의 표면에, 상기 레이저 흡수 산화물을 배치시킴으로써 물품을 형성하는, 소결체의 제조 방법.

청구항 4

제 1 항 내지 제 3 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 레이저 흡수 산화물은, 산화마그네슘 및 희토류 원소 함유 산화물로 이루어지는 군에서 선택되는 1 이상인, 소결체의 제조 방법.

청구항 5

제 4 항에 있어서,

상기 희토류 원소 함유 산화물은, 산화이트륨인, 소결체의 제조 방법.

청구항 6

제 1 항 내지 제 5 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 원료에서 차지하는,

상기 레이저 흡수 산화물의 비율은, 1 질량% 이상, 65 질량% 이하이며,

상기 세라믹스 분말의 비율은, 35 질량% 이상, 99 질량% 이하인, 소결체의 제조 방법.

청구항 7

제 1 항 내지 제 6 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 레이저는, Nd : YAG 레이저, Nd : YVO 레이저, Nd : YLF 레이저, 티탄 사파이어 레이저, 탄산 가스 레이저 중 어느 것인, 소결체의 제조 방법.

청구항 8

제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 소결 공정에서는, 대기 분위기하에서 레이저 조사에 의한 소결부의 형성을 실시하는, 소결체의 제조 방법.

청구항 9

제 1 항 내지 제 7 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 소결 공정에서, 비산화성 분위기하에서의 레이저 조사에 의한 소결부의 형성을 실시한 후, 추가로, 대기 분위기하에서 상기 소결부의 레이저 조사를 실시하는, 소결체의 제조 방법.

청구항 10

제 1 항 내지 제 9 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 원료 준비 공정에서는, 백색의 산화이트륨에 대해, 비산화성 분위기하에서 레이저를 조사하여, 상기 레이저 흡수 산화물로서 흑색의 산화이트륨을 얻는, 소결체의 제조 방법.

청구항 11

제 1 항 내지 제 10 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 세라믹스 분말은, 산화알루미늄, 질화알루미늄, 및 산질화알루미늄으로 이루어지는 군에서 선택된 적어도 1 종을 포함하는, 소결체의 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 개시는, 소결체의 제조 방법에 관한 것이다. 특히, 레이저 조사에 의해 소결체를 제조하는 방법에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 소결체의 제조 방법에 관해, 이트리아를 소결 보조제로서 사용하여, 예를 들어 알루미늄 등의 세라믹스를 포함하는 소결체를 제조하는 방법이 알려져 있다. 최근에는, 소결체의 제조 방법으로서, 가열로를 사용한 소결 대신에, 레이저 조사에 의해 소결하는 방법이 채용되고 있다. 예를 들어, 특허문헌 1 에는, 세라믹스 분말을 무기 바인더 분말과 혼합함으로써 혼합 분말을 조제하고, 부가 제조 프로세스에 의해 혼합 분말을 물품으로 형성하고, 과도 액상 소결에 의해 물품을 고밀도화하는 것을 포함하는, 부품의 제조 방법이 나타나 있다. 이 특허문헌 1 에는, 상기 세라믹스 분말로서, 예를 들어 이트리아를 포함하는 $Si_3N_4-Y_2O_3-AlN$ 을 사용하는 것이 나타나 있고, 상기 과도 액상 소결을, 레이저를 사용하여 실시하는 것이 나타나 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0003] (특허문헌 0001) 일본 공표특허공보 2016-527161호

발명의 내용

해결하려는 과제

[0004] 그러나, 상기 물품에 대해 레이저를 조사하여도, 소결성이 충분하지 않거나, 소결에 시간을 필요로 한다는 문제가 있다. 본 개시는, 상기 사정을 감안하여 이루어진 것으로, 그 목적은, 세라믹스를 포함하는 물품에 대해 레이저를 조사하여, 소결체를 단시간에 제조하는 방법을 제공하는 것에 있다.

과제의 해결 수단

- [0005] 본 발명의 양태 1 은, 레이저 조사에 의해 소결하여 소결체를 제조하는 방법으로서,
- [0006] 세라믹스 분말과, 레이저 파장에 있어서의 흡수율이 상기 세라믹스 분말에 비해 5 % 이상 높은 레이저 흡수 산화물을 포함하는 원료를 준비하는 원료 준비 공정과,
- [0007] 상기 원료로 이루어지는 물품, 또는 상기 원료만으로 구성되는 영역을 일부에 포함하는 물품, 또는 상기 원료로 이루어지고 기재 상에 형성된 물품을 형성하는 물품 형성 공정과,
- [0008] 상기 물품에 레이저를 조사하여 소결부를 형성하는 소결 공정을 포함하는 소결체의 제조 방법이다.
- [0009] 본 발명의 양태 2 는, 상기 물품 형성 공정에서는, 상기 세라믹스 분말과 상기 레이저 흡수 산화물을 혼합하여, 물품 형상으로 성형함으로써 물품을 형성하는, 양태 1 에 기재된 소결체의 제조 방법이다.
- [0010] 본 발명의 양태 3 은, 상기 물품 형성 공정에서는, 상기 세라믹스 분말을 물품 형상으로 성형하여 성형품을 얻은 후, 성형품의 표면에, 상기 레이저 흡수 산화물을 배치시킴으로써 물품을 형성하는, 양태 1 에 기재된 소결체의 제조 방법이다.
- [0011] 본 발명의 양태 4 는, 상기 레이저 흡수 산화물이, 산화마그네슘 및 희토류 원소 함유 산화물로 이루어지는 군에서 선택되는 1 이상인, 양태 1 ~ 3 중 어느 하나에 기재된 소결체의 제조 방법이다.
- [0012] 본 발명의 양태 5 는, 상기 희토류 원소 함유 산화물이, 산화이트륨인, 양태 4 에 기재된 소결체의 제조 방법이다.
- [0013] 본 발명의 양태 6 은, 상기 원료에서 차지하는,
- [0014] 상기 레이저 흡수 산화물의 비율은, 1 질량% 이상, 65 질량% 이하이며,
- [0015] 상기 세라믹스 분말의 비율은, 35 질량% 이상, 99 질량% 이하인, 양태 1 ~ 5 중 어느 하나에 기재된 소결체의 제조 방법이다.
- [0016] 본 발명의 양태 7 은, 상기 레이저가, Nd : YAG 레이저, Nd : YVO 레이저, Nd : YLF 레이저, 티탄 사파이어 레이저, 탄산 가스 레이저 중 어느 것인, 양태 1 ~ 6 중 어느 하나에 기재된 소결체의 제조 방법이다.
- [0017] 본 발명의 양태 8 은, 상기 소결 공정에서는, 대기 분위기하에서 레이저 조사에 의한 소결부의 형성을 실시하는, 양태 1 ~ 7 중 어느 하나에 기재된 소결체의 제조 방법이다.
- [0018] 본 발명의 양태 9 는, 상기 소결 공정에서, 비산화성 분위기하에서의 레이저 조사에 의한 소결부의 형성을 실시한 후, 추가로, 대기 분위기하에서 상기 소결부의 레이저 조사를 실시하는, 양태 1 ~ 7 중 어느 하나에 기재된 소결체의 제조 방법이다.
- [0019] 본 발명의 양태 10 은, 상기 원료 준비 공정에서는, 백색의 산화이트륨에 대해, 비산화성 분위기하에서 레이저를 조사하여, 상기 레이저 흡수 산화물로서 흑색의 산화이트륨을 얻는, 양태 1 ~ 9 중 어느 하나에 기재된 소결체의 제조 방법이다.
- [0020] 본 발명의 양태 11 은, 상기 세라믹스 분말이, 산화알루미늄, 질화알루미늄, 및 산질화알루미늄으로 이루어지는 군에서 선택된 적어도 1 종을 포함하는, 양태 1 ~ 10 중 어느 하나에 기재된 소결체의 제조 방법이다.

발명의 효과

- [0021] 본 개시에 의하면, 세라믹스를 포함하는 물품에 대해 레이저를 조사하여, 소결체를 단시간에 제조하는 방법을 제공할 수 있다.

도면의 간단한 설명

- [0022] 도 1 의 A ~ D 는, 본 발명의 실시형태에 관련된 소결체의 제조 방법의 일례를 나타내는 개략 단면도이다.
- 도 2 의 A ~ D 는, 본 발명의 실시형태에 관련된 소결체의 제조 방법의 다른 일례를 나타내는 개략 단면도이다.
- 도 3 의 A ~ C 는, 본 발명의 실시형태에 관련된 소결체의 제조 방법의 다른 일례를 나타내는 개략 단면도이다.

도 4 는, 실시예에 있어서의, 각 레이저 과장에서 흑색의 산화이트륨과 세라믹스 분말의 각각의 흡수율을 측정한 결과를 나타낸 그래프이다.

도 5 는, 실시예 1 의 소결체의 주사형 전자 현미경 사진이다.

도 6 은, 실시예 2 의 소결체의 주사형 전자 현미경 사진이다.

도 7 은, 도 6 에 있어서의 파선 부분을 확대한 주사형 전자 현미경 사진이다.

도 8A 는, 비교예 1 의 소결체의 주사형 전자 현미경 사진이다.

도 8B 는, 도 8A 의 주사형 전자 현미경 사진의 일부를 확대한 주사형 전자 현미경 사진이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0023] 본 발명자들은, 세라믹스를 포함하는 물품에 대해 레이저를 조사하여, 소결체를 단시간에 제조하는 방법을 실현하기 위하여 예의 연구를 실시하였다. 그 결과, 본 개시에 관련된 레이저 흡수 산화물을 포함하는 물품을, 소결 대상으로 하면 되는 것, 그리고 그 물품을 사용한 본 개시에 관련된 소결체의 제조 방법으로서, 레이저 조사에 의해 소결하여 소결체를 제조하는 방법으로서,
- [0024] [공정 1] 세라믹스 분말과, 레이저 과장에 있어서의 흡수율이 상기 세라믹스 분말에 비해 5 % 이상 높은 레이저 흡수 산화물을 포함하는 원료를 준비하는 원료 준비 공정과,
- [0025] [공정 2] 상기 원료로 이루어지는 물품, 또는 상기 원료만으로 구성되는 영역을 일부에 포함하는 물품, 또는 상기 원료로 이루어지고 기재 상에 형성된 물품을 형성하는 물품 형성 공정과,
- [0026] [공정 3] 상기 물품에 레이저를 조사하여 소결부를 형성하는 소결 공정
- [0027] 을 포함하도록 하면 되는 것을 알아냈다.
- [0028] 이하, 본 개시의 소결체의 제조 방법의 각 공정에 대해 설명한다.
- [0029] [공정 1] 원료 준비 공정
- [0030] 먼저, 세라믹스 분말과, 소결에 사용하는 레이저 과장에 있어서의 흡수율이 상기 세라믹스 분말에 비해 5 % 이상 높은 레이저 흡수 산화물을 포함하는 원료를 준비한다. 원료의 상세한 것에 대하여, 레이저 흡수 산화물, 세라믹스 분말, 그 밖의 포함할 수 있는 재료의 순서로 설명한다.
- [0031] (레이저 흡수 산화물)
- [0032] 레이저 흡수 산화물로서, 전술한 바와 같이, 소결에 사용하는 레이저의 흡수율이 상기 세라믹스 분말에 비해 5 % 이상 높은 것을 준비한다. 상기 레이저로서, 500 nm ~ 11 μm 의 파장의 레이저를 들 수 있다. 상기 레이저로서, 구체적으로 예를 들어, Nd : YAG 레이저, Nd : YVO 레이저, Nd : YLF 레이저, 티탄 사파이어 레이저, 탄산 가스 레이저 등을 사용할 수 있다. 또, 소결에 사용하는 레이저의 흡수율은 상기 세라믹스 분말에 비해 바람직하게는 5 % 이상, 보다 바람직하게는 10 % 이상, 더욱 바람직하게는 15 % 이상, 보다 더욱 바람직하게는 30 % 이상, 특히 바람직하게는 50 % 이상의 범위로 할 수 있다. 또한, 이 흡수율의 차는, 높으면 높을수록 바람직하고, 상한은 특별히 한정되지 않는다. 상기 흡수율의 차의 상한은, 예를 들어 95 % 가 될 수 있다.
- [0033] 레이저 흡수 산화물로서, 예를 들어, 산화마그네슘, 및 희토류 원소 함유 산화물 (희토류 원소로서 Y, La, Ce, Nd, Gd, Eu, Dy 등) 로 이루어지는 군에서 선택되는 1 이상이 바람직하게 사용된다. 이들 중에서도, 보다 바람직하게는 희토류 원소 함유 산화물이며, 더욱 바람직하게는 산화이트륨이다.
- [0034] 레이저 흡수 산화물의 형상은, 한정되지 않고, 예를 들어 입자상, 분말상, 블록상, 시트상, 파이버상, 로드상으로 할 수 있다. 또 레이저 흡수 산화물의 BET 비표면적은, 예를 들어 0.1 ~ 500 m²/g, 바람직하게는 1 ~ 50 m²/g, 보다 바람직하게는 20 ~ 40 m²/g 의 범위 내로 할 수 있다.
- [0035] 상기 레이저 흡수 산화물이, 레이저 조사 공정에서의 소결 반응의 촉진에 기여하는 기구에 대해, 충분히 해명되어 있지 않지만, 다음과 같이 추측된다. 즉, 레이저 흡수 산화물이 레이저의 에너지를 흡수하여, 레이저 흡수 산화물 자체가 발열하고, 이 가열된 레이저 흡수 산화물에 의해 주위의 세라믹스 입자가 가열됨으로써, 세라믹스 입자가 레이저의 에너지를 흡수하기 쉬워져, 소결이 촉진된다고 생각된다. 그 때문에, 상기 물품 내

의 레이저 소결 부분에 있어서, 상기 레이저 흡수 산화물과 상기 세라믹스 분말이 균일 분산되어 있는 것이 바람직하다. 또, 상기 레이저 흡수 산화물을 사용하면, 소결 시에 휘산 등이 생기지 않기 때문에, 표면 성상이 양호한 소결체를 얻을 수 있다.

- [0036] 상기 관점에서, 본 발명의 실시형태에서 사용하는 레이저 흡수 산화물은, 소결에 사용하는 레이저의 파장에 있어서의 흡수율이 상기 세라믹스 분말에 비해 5 % 이상 높은 것을 말한다.
- [0037] (레이저 흡수 산화물의 제조)
- [0038] 상기 레이저 흡수 산화물은, 백색 산화물, 예를 들어, 백색의, 산화마그네슘 및 희토류 원소 함유 산화물로 이루어지는 군에서 선택되는 1 이상에 대해, 500 nm ~ 11 μm 의 파장의 레이저를 조사함으로써 얻을 수 있다. 상기 레이저로서, 예를 들어, Nd : YAG 레이저, Nd : YVO 레이저, Nd : YLF 레이저, 티탄 사파이어 레이저, 탄산 가스 레이저 등을 사용할 수 있다. 레이저 출력은, 바람직하게는 50 ~ 2000 W/cm², 보다 바람직하게는 100 ~ 500 W/cm² 이다. 이 레이저 흡수 산화물의 제조 시에 사용하는 레이저는, 소결 시에 사용하는 레이저와 동일해도 되고, 상이해도 된다. 예를 들어, 상기 세라믹스 분말로서 산화알루미늄을 사용하는 경우의 소결 시의 레이저 출력과 마찬가지로, 100 ~ 1000 W 로 할 수 있고, 바람직하게는, 200 ~ 800 W, 보다 바람직하게는, 250 ~ 500 W 로 할 수 있다. 또는, 상기 세라믹스 분말로서 질화알루미늄을 사용하는 경우의 소결 시의 레이저 출력과 마찬가지로, 50 ~ 1000 W 로 할 수 있고, 바람직하게는, 50 ~ 800 W, 보다 바람직하게는, 100 ~ 500 W 로 할 수 있다.
- [0039] 상기 레이저의 조사 시간은, 바람직하게는 1 초간 ~ 60 분간, 보다 바람직하게는 5 초간 ~ 30 분간이다. 레이저 조사 분위기는, 특별히 한정되지 않지만, 레이저 흡수 산화물의 형성을 촉진시키는 관점에서는, 감압 분위기, 진공 분위기, 질소 분위기 또는 아르곤 분위기 등의 비산화성 분위기하인 것이 바람직하다.
- [0040] 레이저 흡수 산화물의 바람직한 양태로서, 흑색의 산화이트륨을 예로 설명한다. 흑색의 산화이트륨 (「흑색 이트리아」라고 하는 경우가 있다) 은, 백색의 산화이트륨 (III) (Y₂O₃, 「백색 이트리아」라고 하는 경우가 있다) 의 산소가 결핍된, Y₂O_{3-x} (X 는 1 미만) 로 나타내는 화합물이다. 이 흑색의 산화이트륨은, 예를 들어, 백색의 산화이트륨을 압분 성형하고, 표면에 카본을 도포하고, 예를 들어 진공, 또는 아르곤, 질소 분위기하 등의 비산화성 분위기하에서, 레이저를 조사하여 얻을 수 있다. 레이저 조사 후, 얻어진 흑색의 산화이트륨을, 필요에 따라 볼 밀, 제트 밀 등으로 분쇄하여, 원하는 사이즈의 레이저 흡수 산화물을 얻을 수 있다.
- [0041] 본 발명의 실시형태에서는, 상기 레이저 흡수 산화물을 특히 레이저 흡수 보조제로서 사용한다. 상기 레이저 흡수 산화물 대신에, 레이저 흡수 물질로서 카본만을 사용한 경우, 카본이 예를 들어 탄산 가스 등으로서 증발할 때에, 소결체 표면 등에 구멍이 형성되기 쉽다. 이에 대하여, 본 발명의 실시형태와 같이 레이저 흡수 산화물을 사용하면, 상기 카본을 사용한 경우의 문제도 생기지 않는다.
- [0042] 상기 서술한 레이저 흡수 산화물의 형성에 의해 레이저 흡수 산화물이 얻어지고 있는지 여부는, 후술하는 실시예에 나타내는 바와 같이, 예를 들어 자외 가시 흡광 분광법 등의 방법으로 확인할 수 있다.
- [0043] 상기 레이저 흡수 산화물은, 극히 소량이어도 전술한 소결 반응의 촉진에 기여한다. 상기 레이저 흡수 산화물에 의한 효과를 보다 충분히 발휘시키는 관점에서는, 원료에서 차지하는 레이저 흡수 산화물의 비율을, 0.1 질량% 이상으로 하는 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 1 질량% 이상, 더욱 바람직하게는 2.0 질량% 이상이다. 한편, 소결체에서 차지하는 세라믹스의 비율을 확보하는 관점에서는, 원료에서 차지하는 레이저 흡수 산화물의 비율을, 65 질량% 이하로 하는 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 40 질량% 이하, 더욱 바람직하게는 20 질량% 이하, 보다 더욱 바람직하게는 10 질량% 이하이다.
- [0044] (세라믹스 분말)
- [0045] 상기 물품을 구성하는 소결용 세라믹스 분말은, 산화알루미늄, 질화알루미늄, 산질화알루미늄으로부터 선택된 적어도 1 종을 포함하는 것이 바람직하다.
- [0046] 상기 세라믹스 분말의 입경은, 예를 들어, 바람직하게는 100 nm (0.1 μm) ~ 100 μm 로 하는 것을 들 수 있다. 또 예를 들어, 입경이 상이한 2 종류 이상의 세라믹스 분말을 혼합하여 사용하는 것도 가능하다.
- [0047] 원료에서 차지하는 상기 세라믹스 분말의 비율은, 소결체에서 차지하는 세라믹스의 비율을 확보하는 관점에서, 35 질량% 이상으로 하는 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 60 질량% 이상, 더욱 바람직하게는 80 질량%

이상, 더욱 바람직하게는 90 질량% 이상이다. 한편, 레이저 흡수 산화물에 의한 전술한 효과를 보다 충분히 발휘시키는 관점에서는, 세라믹스 분말의 비율은, 99 질량% 이하인 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 98.5 질량% 이하, 더욱 바람직하게는 98.0 질량% 이하이다.

[0048] (그 밖의 포함할 수 있는 재료)

[0049] 그 밖의 포함할 수 있는 재료로서, 예를 들어 바인더를 들 수 있다. 바인더로서 예를 들어 고분자 바인더를 들 수 있다. 고분자 바인더로서, 물 및 유기 용제의 적어도 일방으로 이루어지는 매체에 용해 또는 분산하는 것을 들 수 있다. 고분자 바인더로서 구체적으로, 예를 들어, 폴리비닐알코올, 폴리비닐아세탈, 아크릴계 폴리머, 폴리아세트산비닐, 폴리비닐부티랄 등을 들 수 있다. 상기 고분자 바인더를 함유하는 경우, 원료에서 차지하는 비율은, 예를 들어, 5 체적% 이하, 나아가서는 3 체적% 이하, 보다 나아가서는 1 체적% 이하로 할 수 있다.

[0050] [공정 2] 물품 형성 공정

[0051] 공정 2 에서는, 상기 원료를 사용하여, 세라믹스 분말과 레이저 흡수 산화물이 존재하는 물품을 형성한다.

[0052] 본 발명의 실시형태에 관련된 물품은, 상기 레이저 흡수 산화물이, 물품의 적어도 어느 것에 존재하고 있으면 된다. 따라서, 상기 레이저 흡수 산화물의 존재 형태로서, 레이저 흡수 산화물이, 표면과 물품 내부의 양방에 존재하는 경우와, 표면에만 존재하는 경우와, 표면에 존재하지 않고 물품 내부에만 존재하는 경우를 들 수 있다.

[0053] 또 상기 물품으로서, 상기 원료로 이루어지는 물품, 또는, 상기 원료만으로 구성되는 영역을 일부에 포함하는 물품, 또는, 상기 원료로 이루어지고 기재 상에 형성된 물품을 들 수 있다.

[0054] 본 발명의 실시형태에서는, 상기 원료를 사용하여, 세라믹스 분말과 레이저 흡수 산화물을 포함하는 물품을 형성하면 되고, 그 구체적인 방법에 대해서는 한정되지 않는다. 물품의 형성 방법으로서, 예를 들어 하기 (공정 A), (공정 B) 중 어느 방법, 또는 이들 방법의 조합을 들 수 있다. 또한, 본 명세서에 있어서, 「물품」이란, 상기 세라믹스 분말과 상기 레이저 흡수 산화물을 포함하는 것을 말하고, 하기 (공정 B) 의 도중에 있어서 얻어지는, 상기 세라믹스 분말을 물품 형상으로 성형하여 얻어진 것이고, 레이저 흡수 산화물을 배치 전의 「성형품」과는 구별된다.

[0055] (공정 A) 상기 세라믹스 분말과 상기 레이저 흡수 산화물을 혼합하여, 물품 형상으로 성형함으로써 물품을 형성하는 방법

[0056] (공정 B) 상기 세라믹스 분말을 물품 형상으로 성형하여 성형품을 얻은 후, 그 성형품의 표면에, 레이저 흡수 산화물을 배치시킴으로써 물품을 형성하는 방법

[0057] 이하, (공정 A) 에 대해 도 1A 및 도 1B, (공정 B) 에 대해 도 2A 및 도 2B 를 이용하여 설명한다.

[0058] 먼저 (공정 A) 에 있어서, 세라믹스 분말 (100) 과 레이저 흡수 산화물 (10) 을 혼합하여 혼합물을 얻는다. 혼합하는 방법은 특별히 한정되지 않고, 예를 들어 혼합기 (더블 콘 블렌더) 등에 의해 확산 혼합하는 것, 및, 볼 밀, 제트 밀 등으로 분쇄하면서 혼합하는 것 등을 들 수 있다.

[0059] 상기 세라믹스 분말 (100) 로서 복수의 사이즈의 세라믹스 분말을 사용하는 경우, 레이저 흡수 산화물과 혼합하기 전에, 이들을 사전에 예비 혼합하여, 세라믹스 분말의 혼합물을 얻어도 된다.

[0060] 상기 세라믹스 분말과 레이저 흡수 산화물의 혼합물을 사용하여 물품을 형성한다. 예를 들어 도 1A 와 같이, 성형용의 금형 (60) 에 세라믹스 분말 (100) 과 레이저 흡수 산화물 (10) 의 혼합물을 투입하고, 가압 지그 (61) 를 화살표 F 방향으로 가압하여, 가압 성형한다. 이로써, 도 1B 에 나타내는 바와 같이, 소정의 형상의 물품 (20) 이 얻어진다. 상기 가압 성형에서는, 압력 10 MPa ~ 30 MPa 로 할 수 있다. 그 밖의 방법으로서, 상기 세라믹스 분말 (100) 과 레이저 흡수 산화물 (10) 을, 사출 성형, 압출 성형, 스크린 인쇄 등에 제공하여, 물품을 얻어도 된다.

[0061] (공정 A) 에 의해 얻어지는 물품 (20) 은, 반드시, 상기 세라믹스 분말과 상기 레이저 흡수 산화물이 균일하게 혼합·분산된 것일 필요는 없다. 물품 (20) 에 있어서의 레이저 흡수 산화물의 존재 형태로서, 예를 들어, 물품 (20) 의 내부보다 표면 (20A) (예를 들어 레이저 조사 예정의 최표면) 이 레이저 흡수 산화물의 농도가 높은 형태, 예를 들어, 물품 (20) 의 내부로부터 표면 (20A) 을 향하여, 단계적으로 레이저 흡수 산화물의 농도가 높아지는 형태 등을 들 수 있다.

- [0062] 레이저는 물품 표면에 그치지 않고 물품 내부에도 도달하는 점에서, 레이저 흡수 산화물의 존재 형태로서, 전술한 바와 같이, 표면 (20A) 과 물품 내부의 양방에 존재하는 경우 외, 레이저 흡수 산화물이 표면 (20A) 에만 존재하는 경우와, 레이저 흡수 산화물이 표면 (20A) 에 존재하지 않고 물품 내부에만 존재하는 경우도 포함할 수 있다.
- [0063] 다음으로 (공정 B) 에 대해 설명한다. 공정 B 에서는 먼저 세라믹스 분말을 포함하는 원료를 물품 형상으로 성형하여 성형품을 얻는다.
- [0064] 예를 들어 도 2A 와 같이, 성형용의 금형 (60) 에 세라믹스 분말 (100) 을 투입하고, 가압 지그 (61) 를 화살표 F 방향으로 가압하여, 가압 성형 (프레스 성형) 한다. 이로써, 도 2B 에 나타내는 바와 같이, 소정의 형상의 성형품 (21) 이 얻어진다. 상기 가압 성형에서는, 압력 10 MPa ~ 30 MPa 로 할 수 있다. 그 밖의 방법으로서, 상기 세라믹스 분말을, 사출 성형, 압출 성형, 스크린 인쇄 등에 제공하여, 성형품을 얻어도 된다.
- [0065] 상기 세라믹스 분말 (100) 이 상기 대입경과 소입경과 같이 복수의 사이즈의 세라믹스 분말을 사용하는 경우, 이들을 사전에 예비 혼합하고, 세라믹스 분말의 혼합물을 가압 성형에 제공해도 된다.
- [0066] 이어서, 성형품 (21) 의 표면 (21a) 에 레이저 흡수 산화물층 (22) 을 배치한다. 이로써, 성형품 (21) 및 레이저 흡수 산화물층 (22) 이 배치된 물품 (23) 이 얻어진다. 또한, 도 2 에서는, 레이저 흡수 산화물층 (22) 으로서 나타내고 있지만, 레이저 흡수 산화물의 배치는 이것으로 한정되지 않는다. 즉, 레이저 흡수 산화물의 배치 방법으로는, 예를 들어, 레이저 흡수 산화물만, 또는, 레이저 흡수 산화물과, 바인더를 함유하는 조성물, 또는, 레이저 흡수 산화물과, 유기 용제를 함유하는 조성물을 사용하고, 스프레이 등에 의한 산포법, 스크린 인쇄 등의 인쇄법, 닥터 블레이드법, 스핀 코트법, 커튼 코터법 등의 도포법 등을 들 수 있다. 레이저 흡수 산화물은, 도 2C 에 나타내는 바와 같이, 성형품 (21) 의 표면 (21a) 의 전체면에 형성해도 되고, 또는 도시하고 있지 않지만 표면 (21a) 의 소정 위치에만 부분적으로 형성해도 된다. 예를 들어, 레이저 흡수 산화물은 도트 패턴 등의 배치어도 된다.
- [0067] 상기 (공정 B) 에 있어서, 레이저 흡수 산화물을 포함하는 조성물을 물품 표면 (21a) 에 형성하는 경우, 그 조성물에 포함되는 레이저 흡수 산화물의 비율은, 레이저의 흡수능을 높이는 관점에서, 바람직하게는 50 질량% 이상, 보다 바람직하게는 80 질량% 이상이다. 레이저 흡수 산화물을 배치할 때의 두께는, 레이저의 흡수능을 높이는 관점에서, 바람직하게는 5 nm ~ 30 μm, 보다 바람직하게는 100 nm ~ 10 μm 이다.
- [0068] 상기 물품의 형상은, 도 1, 도 2 에 나타낸 것으로 한정되지 않는다. 즉 평판상 외, 곡판상, 봉상, 통상, 괴상, 시트상, 또는, 이들의 조합 혹은 이들의 변형 형상으로 할 수 있다.
- [0069] [공정 3] 소결 공정
- [0070] 공정 3 에서는, 상기 물품의 표면에 레이저를 조사하여 소결부를 형성한다. (공정 A) 에서 형성된 물품을 소결하는 경우에는 도 1C 및 도 1D, (공정 B) 에서 형성된 물품을 소결하는 경우에는 도 2C 및 도 2D 를 예로 소결 공정에 대해 설명한다.
- [0071] 도 1C 또는 도 2C 에 나타내는 바와 같이, 레이저 장치 (30) 로부터의 레이저 (31) 를 물품 (20) 의 표면 (20A) 또는 물품 (23) 에 있어서의 레이저 흡수 산화물층 (22) 의 표면 (22a) 의 소정의 위치에 조사한다. 이 레이저의 조사에 의해, 물품에 있어서의 레이저 흡수 산화물이 레이저의 에너지를 흡수하여 발열한다. 그리고 그것에 의해, 레이저 흡수 산화물의 주위의 영역이 예열된다. 물품 (20) 의 부분 (20P), 또는 물품 (23) 의 부분 (21P) 에, 추가로 레이저가 조사됨으로써 온도 상승이 진행된다. 그 결과, 부분 (20P) 또는 부분 (21P) 내에 있는 세라믹스 분말이 소결되어, 소결부 (41 또는 44) 가 형성된다고 생각된다 (도 1D, 도 2D). 이로써, 물품 (20 또는 23) 의 원하는 위치 (부분 (20P 또는 21P)) 에 국소적으로 소결부 (41 또는 44) 를 형성할 수 있다. 또한 (공정 B) 의 경우, 물품 표면의 레이저 흡수 산화물층 (22) 의 레이저 조사 부분은, 도 2D 에 나타내는 바와 같이, 레이저 흡수 산화물이 레이저 조사에 의해 반응하여 얻어지는 백색의 산화물을 주체로 하는 소결부 (45) 가 될 수 있다.
- [0072] 또한, 물품 (20) 또는 물품 (23) 에 있어서, 조사 위치 (31E) 의 바로 아래 영역 (31R) 의 범위 외의 부분은 소결되지 않고, 비소결부 (42 또는 46) 가 된다. 비소결부 (42 또는 46) 는, 필요에 따라 제거해도 되고, 또한 추가의 레이저 조사를 실시하여 비소결부 (42 또는 46) 를 소결하여, 소결부 (41, 또는 44 및 45) 를 확대해도 된다.
- [0073] 레이저 (31) 는, 도 1C, 도 2C 에 나타내는 바와 같이 표면 (20A) 또는 표면 (22a) 의 일부 (소정 위치) 에만

조사하여도 되는데, 표면 (20A) 또는 표면 (22a) 의 전체면에 조사하여도 된다. 레이저 (31) 를 상기 표면의 전체면에 조사하는 방법으로는, 스폿 직경이 큰 레이저 (31) 를 사용하여 동시에 전체면 조사하는 방법 (일제 조사) 과, 스폿 직경이 작은 레이저 (31) 의 조사 위치를 상대적으로 이동시킴으로써 상기 표면의 전체면에 조사하는 방법 (주사 조사) 이 있다. 주사 조사로는, 예를 들어, 물품 (20, 23) 을 고정된 상태에서 레이저를 스캔시키는 방법, 팽 확산 렌즈를 통하여 레이저의 광로를 변화시키면서 조사하는 방법, 또는, 레이저의 광로를 고정하고, 물품 (20, 23) 을 이동시키면서 레이저를 조사하는 방법을 들 수 있다.

[0074] 사용하는 레이저의 종류는 특별히 한정되지 않지만, 레이저의 흡수능을 높이는 관점에서, 레이저 흡수 산화물에 의한 흡수율이 높은 파장역 (500 nm ~ 11 μm) 의 레이저를 사용하는 것이 바람직하다. 예를 들어, Nd : YAG 레이저, Nd : YVO 레이저, Nd : YLF 레이저, 티탄 사파이어 레이저, 탄산 가스 레이저 중 어느 것이 바람직하다.

[0075] 레이저의 조사 조건은, 소결용 세라믹스의 종류, 소결 면적, 소결 깊이 등에 따라, 적절히, 선택된다. 레이저 출력은, 소결을 적절히 진행시키는 관점에서, 바람직하게는 50 ~ 2000 W/cm², 보다 바람직하게는 100 ~ 500 W/cm² 이다. 상기 세라믹스 분말이 산화알루미늄인 경우의 레이저 출력은, 100 ~ 1000 W 이며, 바람직하게는, 200 ~ 800 W, 보다 바람직하게는, 250 ~ 500 W 이다. 상기 세라믹스 분말이 질화알루미늄인 경우의 레이저 출력은, 50 ~ 1000 W 이며, 바람직하게는, 50 ~ 800 W, 보다 바람직하게는, 100 ~ 500 W 이다. 또, 레이저의 조사 시간은, 바람직하게는 1 초간 ~ 60 분간, 보다 바람직하게는 5 초간 ~ 30 분간이다.

[0076] 또, 레이저를 조사하기 전에, 물품 (20, 23) 을 예열해도 된다. 예열 온도는, 바람직하게는 300 °C 이상, 보다 바람직하게는 400 °C 이상이며, 예열 온도의 상한은, 통상, 소결용 세라믹스의 용점보다 200 °C 이상 낮은 온도이다. 예열은, 예를 들어, 적외선 램프, 할로겐 램프, 저항 가열, 고주파 유도 가열, 마이크로파 가열 등으로 실시할 수 있다.

[0077] 소결체는, 미려한 외관 확보 등의 관점에서, 제조에 사용한 레이저 흡수 산화물을 백색으로 변화시킨 것이어도 된다. 레이저 흡수 산화물 (예를 들어 흑색의 산화이트륨) 은, 산소 함유 분위기에서 레이저 조사, 가열로 등에 의한 열처리에 의해, 백색 산화물 (예를 들어 백색의 산화이트륨) 로 변화시킬 수 있다.

[0078] 공정 3 에 있어서, 소결을 실시함과 함께, 상기 레이저 흡수 산화물을 백색으로 변화시키려면, 산소 함유 분위기 (예를 들어 대기 분위기) 하에서 레이저 조사에 의한 소결부의 형성을 실시하면 된다.

[0079] 또는, 공정 3 에서 소결을 실시한 후, 추가로 상기 레이저 흡수 산화물을 백색으로 변화시키는 공정을 설치해도 된다. 이 경우, 상기 공정 3 (소결 공정) 에서, 예를 들어, 질소, 아르곤, 헬륨 등의 비산화성 분위기하에서, 레이저 조사에 의한 소결부의 형성을 실시한 후, 또한 추가의 공정으로서, 산소 함유 분위기 (예를 들어 대기 분위기) 하에서 상기 소결부의 레이저 조사를 실시하는 것을 들 수 있다. 상기 레이저 흡수 산화물을 백색 산화물로 변화시킬 때의 레이저 조사의 조건은, 분위기 이외의 조건이, 소결 시의 레이저 조사와 동일해도 되고, 또는 상이해도 된다.

[0080] 공정 3 에 있어서의 소결 공정에 있어서, 복수의 조건으로 레이저 조사를 실시할 수도 있다. 예를 들어, 혐기 분위기하에서 레이저 조사한 후, 대기 분위기하에서 레이저 조사하는 것 등을 들 수 있다.

[0081] 상기 물품은, 기재 상에 형성된 것이어도 된다. 예를 들어 상기 공정 A 에 있어서 물품을 기재 상에 형성하는 경우에 대해, 도 3 을 예로 설명한다. 먼저, 기재 (24) 상에서, 세라믹스 분말 (100) 과 레이저 흡수 산화물 (10) 의 혼합물을 성형하여, 도 3A 에 나타내는 바와 같이, 기재 (24) 상에 물품 (20) 을 제작한다.

[0082] 기재 (24) 는, 금속, 합금 및 세라믹스로부터 선택된 적어도 1 종으로 이루어지는 것이 바람직하다. 기재 (24) 상에 물품 (20) 을 형성하는 방법으로는, 용사법, 전자빔 물리 증착법, 레이저 화학 증착법, 콜드 스프레이법, 소결용 세라믹스 입자, 분산매 및 필요에 따라 사용되는 고분자 바인더를 포함하는 슬러리를 도포한 후, 건조를 실시하고, 추가로 탈지하는 방법 등의, 종래, 공지된 방법으로 형성할 수 있다. 기재 (24) 및 물품 (20) 은, 접합되어 있어도 되고, 접합되지 않고, 물품 (20) 이 기재 (24) 상에 재치되어 있어도 된다.

[0083] 이어서, 도 3B 에 나타내는 바와 같이, 물품 (20) 의 표면 (20A) 에 레이저를 조사하여, 도 3C 에 나타내는 바와 같이, 물품 (20) 중에 소결부 (41) 를 형성한다. 이로써, 기재 (24) 상에, 소결부 (41) 와 비소결부 (42) 를 포함하는 소결체 (40) 가 형성된다.

[0084] (소결체)

[0085] 본 발명의 실시형태에 관련된 소결체는, 전술한 바와 같이, 전체가 소결되어 있는 경우 외, 원하는 부분이 소결

부, 즉, 소결부가 일부이며 잔부가 비소결부인 경우를 포함한다. 소결체는, 소결부만으로 이루어지는 것이 바람직하다.

[0086] 본 발명의 실시형태에 관련된 소결체는, 세라믹스가 50 질량% 이상을 차지한다. 상기 세라믹스로서, 산화알루미늄, 질화알루미늄, 및 산질화알루미늄으로 이루어지는 군에서 선택된 적어도 1 종을 포함하는 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는, 상기 세라믹스가, 산화알루미늄, 질화알루미늄, 산질화알루미늄 중 어느 것이다.

[0087] 본 개시의 방법에 의해 얻어진 소결체는, 소결부에 있어서, 레이저 흡수 산화물 또는 이 레이저 흡수 산화물의 산화에 의해 얻어지는 백색 산화물이 존재할 수 있다. 그 존재 형태로서, 예를 들어, 상기 산화물과, 상기 세라믹스의, 복합 산화물, 고용체, 공정체 등으로서 존재할 수 있다. 상기 소결부는, 구상, 타원체상, 또는, 다각형상의 구조를 가지고 있어도 되고, 예를 들어 결정의 입경은 0.01 μm ~ 50 μm , 보다 바람직하게는, 0.1 μm ~ 20 μm 의 범위 내에 있을 수 있다.

[0088] 상기 (공정 B) 에 의해 얻어진 소결부 (45) 에 있어서, 레이저 흡수 산화물층 (22) 이, 백색 산화물층으로 변화하고, 또한 백색 산화물층과 소결부 (44) 의 계면에는, 백색 산화물과 세라믹스의 복합 산화물, 고용체, 공정체 등이 존재할 수 있다.

[0089] 예를 들어, 세라믹스로서 질화알루미늄을 사용함과 함께, 레이저 흡수 산화물로서 흑색의 산화이트륨을 사용하여 소결체를 얻은 경우, 소결부에서는, 질화알루미늄, 산화알루미늄, 흑색의 산화이트륨, 및, 흑색의 산화이트륨의 산화에 의해 얻어지는 백색의 산화이트륨과의, 복합 산화물, 또는, 공정체가 얻어질 수 있다.

[0090] 본 발명의 실시형태에 관련된 소결체의 하나의 양태로서, 치밀체이고, 예를 들어 공극률이 10 % 이하인 것을 들 수 있다. 또, 본 발명의 실시형태에 관련된 소결체의 다른 양태로서, 다공질체이고, 예를 들어 공극률이 10 % 초과, 80 % 이하인 것을 들 수 있다.

[0091] 상기 치밀체로서, 질화알루미늄과, 레이저 흡수 산화물로서, 흑색의 산화이트륨을 사용하여 얻어진 소결체를 들 수 있다. 예를 들어 후술하는 실시예에 나타내는 실시예 2 의 소결체를 들 수 있다. 또 상기 다공질체로서, 산화알루미늄과, 레이저 흡수 산화물로서, 흑색의 산화이트륨을 사용하여 얻어진 소결체를 들 수 있다. 예를 들어 후술하는 실시예에 나타내는 실시예 1 의 소결체를 들 수 있다.

[0092] 실시예

[0093] 이하, 실시예를 들어 본 발명의 실시형태를 보다 구체적으로 설명한다. 본 개시는 이하의 실시예에 의해 제한을 받는 것이 아니고, 전술 및 후술하는 취지에 합치할 수 있는 범위에서, 적절히 변경을 가하여 실시하는 것도 가능하고, 그것들은 모두 본 개시의 기술적 범위에 포함된다.

[0094] [실시예 1]

[0095] (흑색 이트리아 분말의 준비)

[0096] 백색 이트리아 (입경 1 μm) 를 펠릿 성형용의 금형 (내경 10 mm 의 원통형) 에 장전하고, 1 축 프레스기로 10 MPa 로 30 초 가압하여, 백색 이트리아의 펠릿을 얻었다. 백색 이트리아의 펠릿의 표면에, 일본 선박 공구 유한회사 제조의 에어졸 건성 흑연 피막 형성 윤활제 「DGF 스프레이」(상품명) 의 분사를 약 1 초간 실시하였다. 그 후, 이것을 30 초간 방치하여, 두께가 약 5 μm 인 탄소 분말 함유층을 구비하는 적층물 시료를 얻었다. 적층물 시료의 표면에 파장 1064 nm, 출력 300 W 의 레이저를 1 분간 조사함으로써, 흑색 이트리아 소결체 (BET 3.8 m^2/g) 를 얻었다. 얻어진 흑색 이트리아 소결체를 건식 불 밀 분쇄함으로써, 흑색 이트리아 분말 (BET 33.0 m^2/g) 을 얻었다.

[0097] 이어서, 어느 레이저 파장에 있어서, 상기 흑색 이트리아 분말의 흡수율이, 세라믹스 분말의 흡수율보다 어느 정도 높은지를 구하기 위한 측정을 실시하였다. 상세하게는, 어느 레이저 파장에 있어서의, 세라믹스 분말의 흡수율과 흑색 이트리아 분말의 흡수율을, 하기에 나타내는 방법으로 측정된 파장 400 nm ~ 1500 nm 의 범위의 자외 가시 흡광 분광 스펙트럼에 기초하여, 각각 구하였다. 상기 세라믹스 분말로서, 산화알루미늄 또는 질화알루미늄의 분말을 사용하였다.

[0098] (자외 가시 흡광 분광 스펙트럼의 측정 방법)

[0099] 분체 시료를 프레스 성형에 의해 2 mm 정도의 두께의 펠릿으로 성형한 후, 자외 가시 흡광 분광 장치를 사용하여 투과 스펙트럼과 반사 스펙트럼을 측정하고, 투과율 (T %) 과 반사율 (R %) 을 구하고, 다음의 식에 따름

으로써 흡수율 (A %) 을 얻었다.

[0100]

$$A (\%) = 100 (\%) - T (\%) - R (\%)$$

[0101]

상기 측정에 의해 얻어진 결과를 도 4 에 나타낸다. 도 4 에는 참고로, 백색 이트리아의 흡수율도 아울러 나타낸다. 도 4 에 나타내는 바와 같이, (각 파장에 있어서의 상기 흑색 이트리아 분말의 흡수율) - (각 파장에 있어서의 세라믹스 분말의 흡수율) 로부터 구해지는 흡수율의 차는, 400 nm ~ 1500 nm 의 범위의 어느 파장에 있어서도, 또한, 세라믹스 분말이 산화알루미늄과 질화알루미늄의 어느 경우에 있어서도, 5 % 이상이었다. 특히, 세라믹스 분말로서, 질화알루미늄의 분말을 사용한 경우에는, 상기 어느 파장에 있어서도 상기 흡수율의 차는 10 % 이상, 특히 파장이 600 nm 이상에서는 상기 흡수율의 차는 20 % 이상이었다. 또 세라믹스 분말로서, 산화알루미늄의 분말을 사용한 경우에는, 상기 어느 파장에 있어서도, 상기 흡수율의 차는 70 % 이상이며, 흑색 이트리아는 세라믹스 분말에 비해 충분히 높은 흡수율을 나타냈다.

[0102]

(물품의 형성)

[0103]

세라믹스 분말로서, 산화알루미늄 분말 (입경 0.15 μm) 과, 상기 흑색 이트리아 분말을, 표 1 에 나타내는 비율로, 습식 볼 밀로 분쇄하면서 균일하게 분산하여 혼합시키고, 또한 건조시킴으로써 혼합 분말 시료를 얻었다. 얻어진 혼합 분말 시료를, 펠릿 성형용의 금형 (내경 10 mm 의 원통형) 에 장전하고, 1 축 프레스기로 10 MPa 로 30 초 가압하여, 물품으로서 소결용 펠릿을 얻었다.

[0104]

(레이저 조사에 의한 소결)

[0105]

소결용 펠릿의 표면에, 파장 1064 nm, 출력 300 W 의 레이저를 30 초 조사하였다. 레이저 조사 시의 분위기는 대기로 하였다. 이때, 빔 직경을 10 mm 로 하고, 소결용 펠릿 (직경 10 mm) 의 전체를 레이저 소결할 수 있도록, 레이저의 위치를 조절하였다. 이로써, 소결용 펠릿의 전체가 소결되어, 비소결부를 포함하지 않는 (요컨대, 전체가 소결부로 이루어진다) 소결체 시료를 얻었다.

[0106]

[실시예 2]

[0107]

상기 실시예 1 에 있어서의 산화알루미늄 분말을, 질화알루미늄 분말 (입경 0.10 μm) 로 변경하고, 또한 레이저 출력을 250 W 로 변경한 것 이외에는 상기 실시예 1 과 마찬가지로 하여, 소결체 시료를 얻었다.

[0108]

[실시예 3]

[0109]

상기 실시예 1 에 있어서의 레이저 출력을 400 W 로 변경한 것 이외에는 상기 실시예 1 과 마찬가지로 하여, 소결체 시료를 얻었다.

[0110]

[실시예 4]

[0111]

상기 실시예 2 에 있어서의 레이저 출력을 150 W 로 변경한 것 이외에는 상기 실시예 2 와 마찬가지로 하여, 소결체 시료를 얻었다.

[0112]

[실시예 5]

[0113]

상기 실시예 1 에 있어서의 레이저 출력을 200 W 로 변경한 것 이외에는 상기 실시예 1 과 마찬가지로 하여, 소결체 시료를 얻었다.

[0114]

[비교예 1]

[0115]

상기 실시예 1 에 있어서의 흑색 이트리아 분말을, 백색 이트리아 분말 (입경 1 μm) 로 변경한 것 이외에는 상기 실시예 1 과 마찬가지로 하여, 소결체 시료를 얻었다.

[0116]

[비교예 2]

[0117]

상기 실시예 2 에 있어서의 흑색 이트리아 분말을, 백색 이트리아 분말 (입경 1 μm) 로 변경한 것 이외에는, 상기 실시예 2 와 마찬가지로 하여, 소결체 시료를 얻었다.

[0118]

(소결성과 소결체의 형상의 평가)

[0119]

소결성은, 주사형 전자 현미경 사진으로부터 판단하였다. 상세하게는, 5000 배 이상의 주사형 전자 현미경 사진을 촬영하고, 그 사진으로부터, 입자끼리의 연결이 촬영 영역의 전체에 걸쳐서 관찰되는 경우, 또는, 입자끼리의 연결이 더욱 진행되어 입자를 판별할 수 없는 정도의 치밀한 미세 조직이 관찰되는 경우를 「양호」로

하여 ○, 입자끼리의 연결이 촬영 영역의 일부에 관찰되는 경우를 「가능」으로 하여 △, 입자끼리의 연결이 관찰되지 않는 경우를 「불가」로 하여 × 로 평가하였다. 그리고 평가 결과가 △ 또는 ○ 인 경우를 「소결성이 높다」고 판단하였다.

표 1

	소결용 세라믹스		레이저 흡수 산화물		레이저 소결		소결성	소결체 형상
	종류	비율 (wt%)	종류	비율 (wt%)	레이저 출력 (W)	레이저 조사 시간 (sec)		
실시에 1	산화알루미늄	97	흑색 산화이트륨	3	300	30	○	다공질체
실시에 2	질화알루미늄	97	흑색 산화이트륨	3	250	30	○	치밀체
실시에 3	산화알루미늄	97	흑색 산화이트륨	3	400	30	○	다공질체
실시에 4	질화알루미늄	97	흑색 산화이트륨	3	150	30	○	다공질체
실시에 5	산화알루미늄	97	흑색 산화이트륨	3	200	30	△	다공질체
비교예 1	산화알루미늄	97	백색 산화이트륨	3	300	30	×	다공질체
비교예 2	질화알루미늄	97	백색 산화이트륨	3	250	30	×	다공질체

[0120]

[0121]

실시에 1 의 소결체의 주사형 전자 현미경 사진을 도 5 에 나타낸다. 실시예 2 의 소결체의 주사형 전자 현미경 사진을 도 6 에 나타낸다. 또, 도 6 에 있어서의 파선 부분을 확대한 주사형 전자 현미경 사진을 도 7 에 나타낸다. 또한, 비교예 1 의 소결체의 주사형 전자 현미경 사진을 도 8A 와 도 8B 에 나타낸다. 도 8B 는, 도 8A 의 주사형 전자 현미경 사진의 일부를 확대한 주사형 전자 현미경 사진이다.

[0122]

표 1 의 결과 및 도 5 ~ 도 8A 및 도 8B 의 주사형 전자 현미경 사진으로부터, 비교예에서는 세라믹스가 소결되어 있지 않고, 입자상인 채 잔존하고 있는 것에 대해, 본 발명의 실시형태와 같이, 레이저 흡수 산화물과 세라믹스를 포함하는 물품에 대해 레이저를 조사한 경우에는, 세라믹스가 충분히 소결되어, 소결체를 단시간에 제조할 수 있는 것을 알 수 있다.

[0123]

본 출원은, 일본 특허출원인 일본 특허출원 2020-030911호를 기초 출원으로 하는 우선권 주장을 수반한다. 일본 특허출원 2020-030911호는 참조함으로써 본 명세서에 받아들여진다.

부호의 설명

[0124]

- 10 : 레이저 흡수 산화물
- 100 : 세라믹스 분말
- 20, 23 : 물품
- 20A : 물품의 표면
- 20P, 21P : 레이저 조사 위치의 바로 아래 영역 내에 존재하는 부분
- 21 : 성형품
- 21a : 성형품의 표면
- 22 : 레이저 흡수 산화물층
- 22a : 레이저 흡수 산화물층의 표면
- 24 : 기재
- 30 : 레이저 조사 수단
- 31 : 레이저
- 31E : 레이저 조사 위치
- 31R : 레이저 조사 위치의 바로 아래 영역
- 40, 43 : 소결체

41, 44, 45 : 소결부

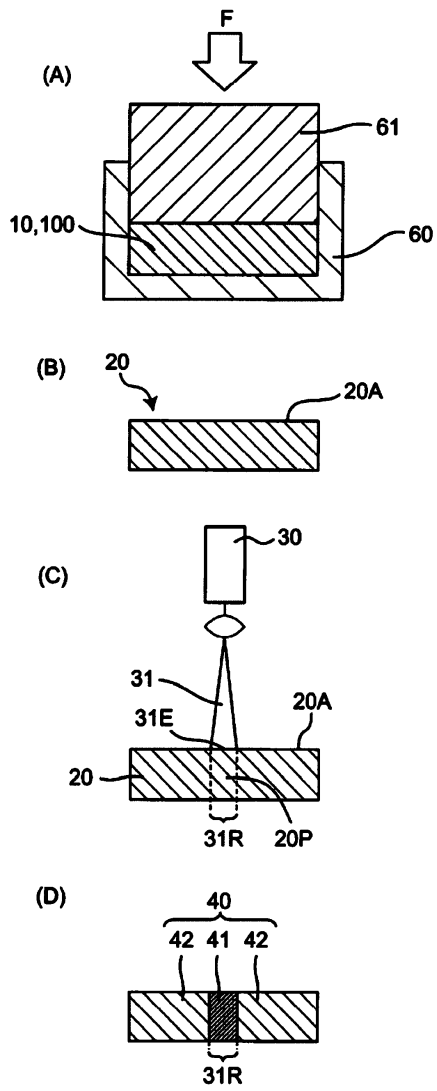
42, 46 : 비소결부

60 : 금형

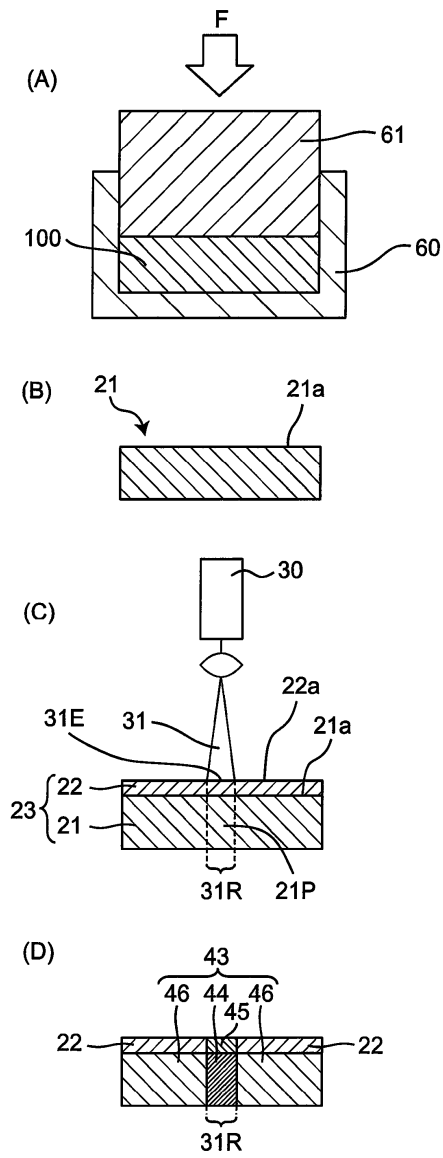
61 : 가압 지그

도면

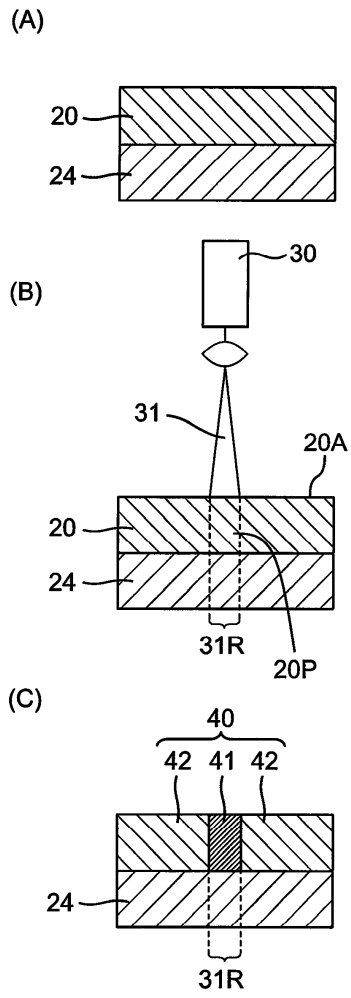
도면1



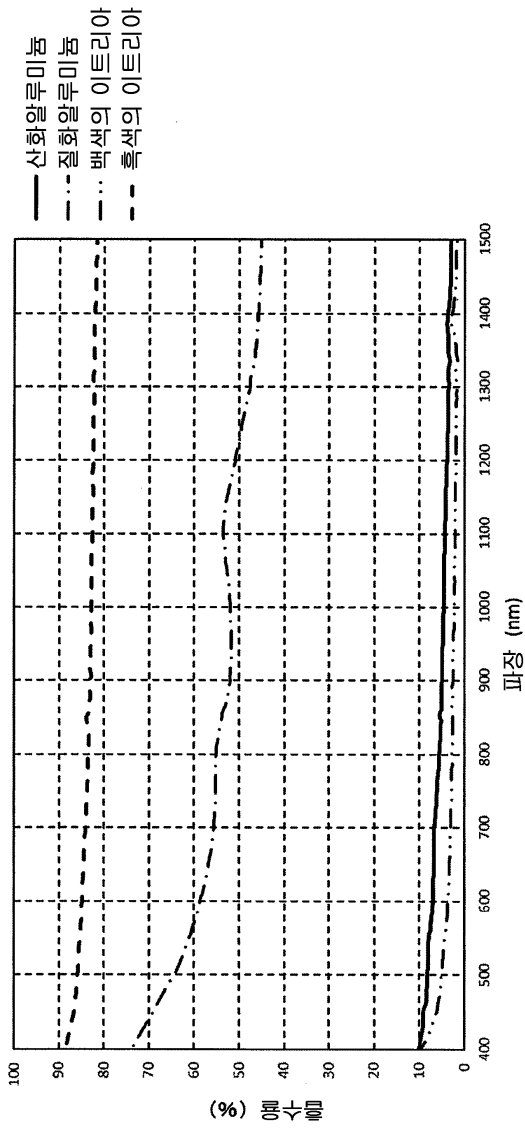
도면2



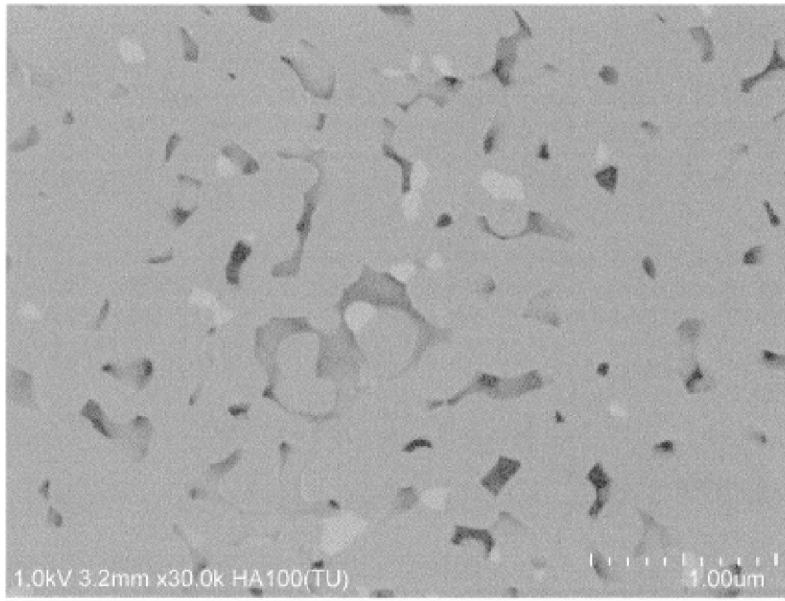
도면3



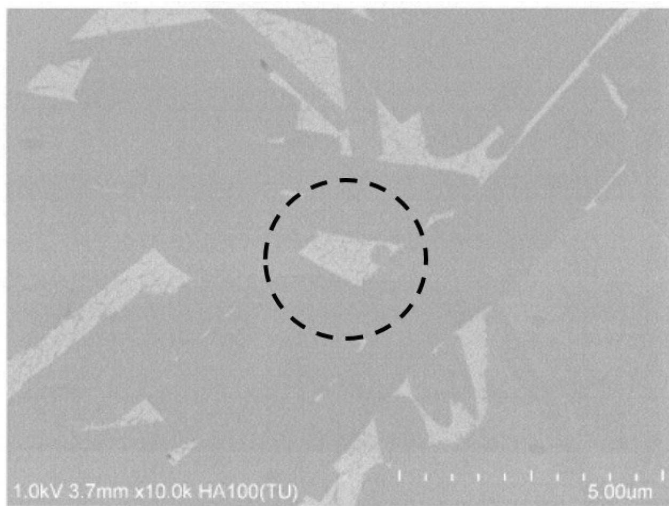
도면4



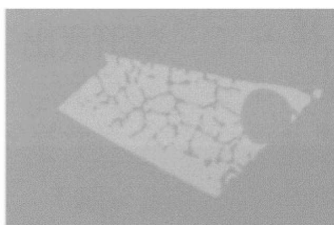
도면5



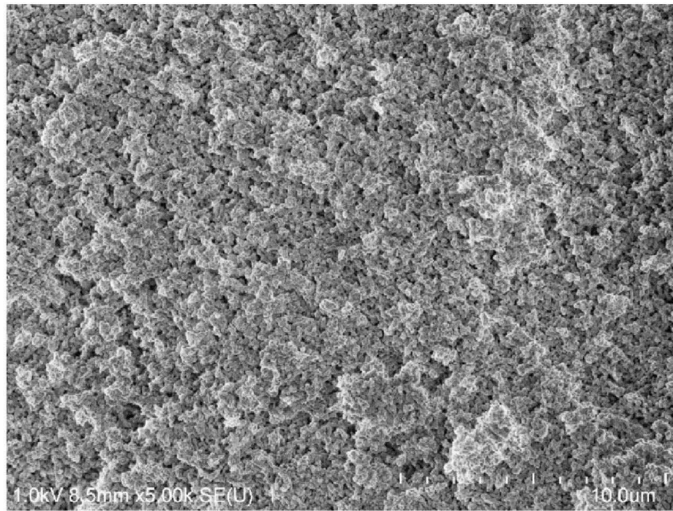
도면6



도면7



도면8a



도면8b

