(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第4276558号
(P4276558)

(45)発行日　平成21年6月10日(2009.6.10)　(24)登録日　平成21年3月13日(2009.3.13)

(51)Int.Cl.		F I		
H01B 5/00	(2006.01)	H01B	5/00	D
B22F 3/10	(2006.01)	B22F	3/10	M
C23C 4/10	(2006.01)	C23C	4/10	
C23C 24/10	(2006.01)	C23C	24/10	C
F27D 3/12	(2006.01)	F27D	3/12	Z

請求項の数 13　(全 25 頁)

(21)出願番号　特願2004-49276(P2004-49276)
(22)出願日　平成16年2月25日(2004.2.25)
(65)公開番号　特開2004-281392(P2004-281392A)
(43)公開日　平成16年10月7日(2004.10.7)
審査請求日　平成17年12月6日(2005.12.6)
(31)優先権主張番号　特願2003-47980(P2003-47980)
(32)優先日　平成15年2月25日(2003.2.25)
(33)優先権主張国　日本国(JP)

(73)特許権者　000220103
株式会社アライドマテリアル
東京都港区芝一丁目１１番１１号
(74)代理人　100077838
弁理士　池田　憲保
(72)発明者　深谷　芳竹
富山県富山市岩瀬古志町２番地　株式会社アライドマテリアル富山製作所内
(72)発明者　吉田　泰
富山県富山市岩瀬古志町２番地　株式会社アライドマテリアル富山製作所内
(72)発明者　加藤　昌宏
富山県富山市岩瀬古志町２番地　株式会社アライドマテリアル富山製作所内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料とその製造方法とそれを用いた焼結用板

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

モリブデン、タングステン、モリブデン基及びタングステン基合金の内から選ばれた高融点金属からなる板材の、少なくとも一つの面にアルミナ、シリカ、ジルコニア、イットリア、チタニア、マグネシア、及びカルシアの内の一種の酸化物粉末、または２種以上の酸化物粉末を混合したものが溶着されている酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料であって、

前記酸化物皮膜層による前記高融点金属材料の露出が単位面積の１％以下で、且つポーラス状であることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【請求項２】

請求項１に記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、

前記酸化物皮膜層の厚さが１０～３００μｍであることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【請求項３】

請求項１又は２に記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記酸化物皮膜層のポーラス状の表面粗さがＲａ２０μｍ以下、Ｒｍａｘ１５０μｍ以下に研磨が施されていることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【請求項４】

請求項１乃至３に記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記高融点金属材料の表面粗さがＲａ２０μｍ以下、Ｒｍａｘ１５０μｍ以下であることを特徴とする

酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。
【請求項５】
少なくとも一つの面にアルミナ、シリカ、ジルコニア、イットリア、チタニア、マグネシア、及びカルシアの内これらの少なくとも一種または２種以上の酸化物を混合したものが溶着されている板材であって、前記板材の組成が純度９９．９％以上の耐高温変形特性を有するモリブデン板で、当該モリブデン板の内部に含まれる円板状結晶粒の大きさが円板面の短径に対する長径の比が４以下で、その円板面の大きさが直径１５～１５０ｍｍであり、且つ厚さ方向の大きさが材料厚さの１／５以上の結晶粒により形成され、前記酸化物皮膜層による前記板材の少なくとも一面の露出が単位面積の１％以下であることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。
【請求項６】
少なくとも一つの面以上にアルミナ、シリカ、ジルコニア、イットリア、チタニア、マグネシア、及びカルシアのうちこれらの少なくとも一種または２種以上の酸化物を混合したものが溶着されている板材であって、前記板材の組成が、重量比で０．１～１．０％未満のランタン又はランタン酸化物と残部がモリブデンからなり、実質的に一定方向に伸長してなる組織を有し、高温における変形量の少なく、前記酸化物皮膜層による前記板材の少なくとも一面の露出が単位面積の１％以下であることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。
【請求項７】
請求項６に記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記板材の組織が、一定方向に伸長して再結晶化しているインターロッキング構造を呈する結晶粒子を有し、加工性及び耐高温変形性に優れていることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。
【請求項８】
請求項５乃至７の内のいずれか一つに記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記高融点金属材料は焼結に用いられることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた焼結用板。
【請求項９】
請求項１乃至４記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料を製造する方法であって、前記酸化物粉末の内の少なくとも１種の酸化物粉末の粒度が１０μｍ以下であり、当該粉末の粒度に依存した温度で熱処理することにより得られたことを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法。
【請求項１０】
請求項９に記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法において、前記溶着する酸化物をスラリー状にし塗布またはスプレー乾燥後、溶着する酸化物の粒度に依存した温度で焼き付け溶融処理を施すことにより、板材表面に酸化物皮膜層を形成することを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法。
【請求項１１】
請求項９に記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法において、前記酸化物皮膜層をプラズマ溶射により形成することを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法。
【請求項１２】
請求項９に記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法において、耐高温接着剤により酸化物皮膜を形成し、熱処理を施すことで溶着させて前記酸化物皮膜層を形成することを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法。
【請求項１３】
請求項９乃至１２の内のいずれか一つに記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法において、前記酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が焼結に用いられることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた焼結用板の製造方法。
【発明の詳細な説明】

【技術分野】
【０００１】
本発明は、部品を焼結する際に用いる酸化物皮膜層を備えた焼結用板とその製造方法及び酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料とその製造方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
近年、金属射出成形（Ｍｅｔａｌ　Ｉｎｊｅｃｔｉｏｎ　Ｍｏｌｄｉｎｇ、以下、ＭＩＭと呼ぶ）による鉄系、銅系、タングステン系の焼結材料及び部品の生産が実用化され、それに伴い焼結用板への機能要求が高まってきた。
【０００３】
従来では、焼結用板はアルミナ、シリカなどの耐火物を使用される場合が多い。
【０００４】
しかし、アルミナ、シリカなどの耐火物では熱衝撃や被処理物による重量変形に耐えるために板厚さを、例えば、１０～１５ｍｍにしなければならない。また、この厚い耐火物を使用すると焼結物の積載、焼結量が限定される上に焼結時の炉の昇温に膨大なエネルギーを必要とし、また、板の小さな熱伝導により降温するために長時間要した。ここで、本明細書において、被処理物とは、焼結もしくは熱処理されるものを呼ぶ。
【０００５】
これらを解決する為に、板厚さが薄く被処理物の積載量体積を増量出来、且つ従来の耐火物の特性を維持している焼結用板が要求されてきた。
【０００６】
モリブデン、タングステン等の高融点金属材料からなる板材は、耐火物としての特性には優れている。
【０００７】
従来、耐熱性を備えた板材としては、特許文献１、特許文献２、及び特許文献３に提案されたモリブデン板がある。ここで、特許文献１においては、ドープ剤を添加しない純モリブデン材料であって、円板面の大きさが１５ｍｍ～１５０ｍｍで、厚さ方向に厚さの１／５以上を占める結晶粒を備えたモリブデン板が開示されている。
【０００８】
また、特許文献２及び３においては、板厚方向と実質的に垂直方向に配列したランタン酸化物を含むＭｏ板が開示され、特に、特許文献３には、結晶粒子がインターロッキング構造を呈しているものが開示されている。
【０００９】
しかしながら、モリブデン板材をＭＩＭ等の焼結用にＭＩＭ成形品と接触させて用いたときには、モリブデン板材表面に被処理物が溶融付着してしまい、焼結部品として歩留まりが極めて悪いものであった。
【００１０】
そのために、モリブデン表面に接着防止層を備えたモリブデン板が提案されている（例えば、特許文献４及び５、参照）。ここで、特許文献４には、ランタン又はランタン酸化物をドープしたＭｏ板材料をＡｌ、Ｃｒ、Ｔｉの内の少なくとも一種とアルミナとの混合粉末中に埋め込んで還元熱処理を行うことで、Ｍｏ板材料の表面に金属元素を拡散させた後、酸化雰囲気中で熱処理することで、表面に接着防止層としての酸化物層を形成したものが開示されている。
【００１１】
また、特許文献５には、純Ｍｏ板表面に、アルミナ等のセラミックスのプラズマ溶射法によって、モリブデン粉末と、これに続くアルミナ粉末の溶射によって、モリブデン表面に、モリブデンとアルミナの複合層を介してアルミナ層を形成することが開示されている。
【００１２】
また、特許文献６には、高融点金属からなる基体に、シリサイドまたはアルミナイドか

らなる酸化保護層を形成し、酸化保護層との間に酸化物からなる反応遮断層をプラズマジェットにより形成することが開示されている。

【００１３】

従来では、ＭＩＭなどによる鉄系、銅系、タングステン系の材料及び部品は焼結する際に使用する板として、アルミナ、シリカなどの耐火物が使用される場合とモリブデン、タングステンなどの耐高温材料が使用される場合とがある。

【００１４】

前者のアルミナ、シリカなどの耐火物が使用される場合は、熱衝撃や被処理物による重量変形に耐えるために板厚さを、例えば、１０～１５ｍｍにしなければならなかった。そのため、板厚が厚いと被処理物のチャージ量が減少するのと、焼結時の昇温には多大なエネルギーを要するのに加え、その小さな熱伝導と大きな比熱のために、冷め難く冷却に長時間要するという問題があった。

【００１５】

後者では、焼結時に被処理物と板が接着するため、アルミナなどの粉末やシート状のものを介在し使用していたが、アルミナ粉などが、被処理物に焼き着いたりして作業前後の処置に多大な労力を要していた。

【００１６】

また、モリブデン板は大気中で５００℃以上に加熱されるとその酸化が著しく、大気中での焼結に使用できなかった。

【００１７】

また、被処理物の溶融付着の防止のために、上記特許文献４及び５に示されるように、夫々モリブデン板材表面に、被処理物の溶融付着を防止を目的としたセラミック層もしくは酸化物層を形成したものも提案されているが、その工程が複雑で手間がかかるものであった。

【００１８】

また、複数の表面層の最上層にＭｏがある場合は、ＭＩＭ製品と溶融付着してしまう。更に下地にＭｏを含む層を溶射している為、最上層にＭｏが無い層を作製しても、Ｍｏが拡散などにより最表面に出易く、ＭＩＭ製品との溶融付着防止の効果が得られない場合がある。

【００１９】

【特許文献１】特開昭６１－１４３５４８号公報
【特許文献２】特開昭６３－１５７８３２号公報
【特許文献３】特開昭６３－１９２８５０号公報
【特許文献４】特開２００２－４７５８１号公報
【特許文献５】特開平２－２００７６６号公報
【特許文献６】特表２０００－５１６６６６号公報
【非特許文献１】ＪＩＳ　Ｈ４４８３－１９８４「３．３平たん度」

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【００２０】

本発明の一技術的課題は、ＭＩＭ製品焼結時に被処理物の溶融付着を防止する機能を有し板厚さを薄くすることで、加熱及び冷却に使われるエネルギーを大幅に節約することが可能で経済的効果が大きい高融点金属材料を提供することにある。

【００２１】

また、本発明のもう一つの技術的課題は、酸化物皮膜層をポーラスで且つ平滑にすることで脱バインダー性と焼結性の両方の機能を持たせることが出来る高融点金属材料を提供することにある。ここで、優れた焼結性を有するとは、焼結体がスムーズで平坦で、焼結密度が高いことをいう。焼結密度が低い要因としては、焼結収縮の際の摩擦抵抗が大きいという要因がある。

【００２２】

また、本発明の更にもう一つの技術的課題は、前記高融点金属材料を製造する方法を提供することにある。

【００２３】

また、本発明の別の一つの技術的課題は、アルミナ等の粉末状の接着防止剤が製品に付着することがなく、後処理が不要となり経済的効果がある焼結用板を提供することにある。

【００２４】

また、本発明の別のもう一つの技術的課題は、下地素材が鉄系材料を焼結する際に、それに含まれるＮｉなどの成分と反応することがなく、板材の性能を劣化させることがない焼結用板を提供することにある。

【００２５】

また、本発明の他の一つの技術的課題は、大気中でも使用可能となるモリブデン等の板材を用いた高融点金属材料を提供することにある。

【００２６】

また、本発明の他のもう一つの技術的課題は、前記高融点金属材料を製造する方法を提供することにある。

【００２７】

さらに、本発明の他のさらにもう一つの技術的課題は、前記高融点金属材料を用いた焼結用板を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【００２８】

上記課題を解決するために、本発明の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料では、モリブデン、タングステン、モリブデン基及びタングステン基合金の内から選ばれた高融点金属からなる板材の、少なくとも一つの面にアルミナ、シリカ、ジルコニア、イットリア、チタニア、マグネシア、及びカルシアの内の一種の酸化物粉末、または２種以上の酸化物粉末を混合したものが溶着されている酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料であって、前記酸化物皮膜層による前記高融点金属材料の露出が単位面積の１％以下で、且つポーラス状であることを特徴としている。

【００２９】

また、本発明によれば、前記酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、
前記酸化物皮膜層の厚さが１０～３００μｍであることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【００３０】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記酸化物皮膜層のポーラス状の表面粗さがＲａ２０μｍ以下、Ｒｍａｘ１５０μｍ以下に研磨が施されていることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料。

【００３２】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの記載の酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記高融点金属材料の表面粗さがＲａ２０μｍ以下、Ｒｍａｘ１５０μｍ以下であることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【００３４】

また、本発明によれば、少なくとも一つの面にアルミナ、シリカ、ジルコニア、イットリア、チタニア、マグネシア、及びカルシアの内これらの少なくとも一種または２種以上の酸化物を混合したものが溶着されている板材であって、前記板材の組成が純度９９．９％以上の耐高温変形特性を有するモリブデン板で、当該モリブデン板の内部に含まれる円板状結晶粒の大きさが円板面の短径に対する長径の比が４以下で、その円板面の大きさが直径１５～１５０ｍｍであり、且つ厚さ方向の大きさが材料厚さの１／５以上の結晶粒により形成され、前記酸化物皮膜層による前記板材の少なくとも一面の露出が単位面積の１％以下であることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【００３５】

また、本発明によれば、少なくとも一つの面以上にアルミナ、シリカ、ジルコニア、イットリア、チタニア、マグネシア、及びカルシアのうちこれらの少なくとも一種または２種以上の酸化物を混合したものが溶着されている板材であって、前記板材の組成が、重量比で０．１～１．０％未満のランタン又はランタン酸化物と残部がモリブデンからなり、実質的に一定方向に伸長してなる組織を有し、高温における変形量の少なく、前記酸化物皮膜層による前記板材の少なくとも一面の露出が単位面積の１％以下であることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【００３６】

また、本発明によれば、前記酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記板材の組織が、一定方向に伸長して再結晶化しているインターロッキング構造を呈する結晶粒子を有し、加工性及び耐高温変形性に優れていることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が得られる。

【００３７】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料において、前記高融点金属材料は焼結に用いられることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた焼結用板が得られる。

【００４０】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料を製造する方法であって、前記酸化物粉末の内の少なくとも１種の酸化物粉末の粒度が１０μｍ以下であり、当該粉末の粒度に依存した温度で熱処理することにより得られたことを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法が得られる。

【００４１】

また、本発明によれば、前記酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法において、前記溶着する酸化物をスラリー状にし塗布またはスプレー乾燥後、溶着する酸化物の粒度に依存した温度で焼き付け溶融処理を施すことにより、板材表面に酸化物皮膜層を形成することを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法が得られる。

【００４２】

また、本発明によれば、前記酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法において、前記酸化物皮膜層をプラズマ溶射により形成することを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法が得られる。

【００４３】

また、本発明によれば、前記酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法において、耐高温接着剤により酸化物皮膜を形成し、熱処理を施すことで溶着させて前記酸化物皮膜層を形成することを特徴とする酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法が得られる。

【００４５】

また、本発明によれば、前記いずれか一つの酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料の製造方法において、前記酸化物皮膜層を備えた高融点金属材料が焼結に用いられることを特徴とする酸化物皮膜層を備えた焼結用板の製造方法が得られる。

【発明の効果】

【００４６】

本発明によれば、ＭＩＭ製品焼結時に被処理物の溶融付着を防止する機能を有し板厚さを薄くすることで、加熱及び冷却に使われるエネルギーを大幅に節約することが可能で経済的効果が大きい高融点金属材料を提供することができる。

【００４７】

また、本発明によれば、酸化物皮膜層をポーラスで且つ平滑にすることで脱バインダー性と焼結性の両方の機能を持たせることが出来る高融点金属材料を提供することができる。ここで、優れた焼結性を有するとは、焼結体がスムーズで平坦で、焼結密度が高いことをいう。焼結密度が低い要因としては、焼結収縮の際の摩擦抵抗が大きいという要因がある。

【００４８】
また、本発明によれば、前記高融点金属材料を製造する方法を提供することができる。
【００４９】
また、本発明によれば、アルミナ等の粉末状の接着防止剤が製品に付着することがなく、後処理が不要となり経済的効果がある焼結用板を提供することができる。
【００５０】
また、本発明によれば、下地素材が鉄系材料を焼結する際に、それに含まれるＮｉなどの成分と反応することがなく、板材の性能を劣化させることがない焼結用板を提供することができる。
【００５１】
また、本発明によれば、大気中でも使用可能となるモリブデン等の板材を用いた高融点金属材料を提供することができる。
【００５２】
また、本発明によれば、前記高融点金属材料を製造する方法を提供することができる。
【００５３】
さらに、本発明によれば、前記高融点金属材料を用いた焼結用板を提供することができる。
【発明を実施するための最良の形態】
【００５４】
まず、本発明を更に詳しく説明する。
【００５５】
本発明では、高融点金属材料として、耐高温材料であるモリブデン、タングステン及びそれらの合金にアルミナ、シリカ、ジルコニア、イットリア、チタニア、マグネシア、カルシアのうち、これらの少なくとも一種または２種以上を混合した酸化物粉末が溶着されて酸化物皮膜層が形成されており、また、その溶着面は下地素材であるモリブデン（Ｍｏ）、タングステン（Ｗ）、及びそれらの合金が完全に被覆されている構成である。高融点金属材料は、本願明細書においては焼結に用いられる高融点金属部材として述べられているが、高融点金属部材はトレー、箱、コンテナ、床板等の形態で用いられても良い。また、本願明細書において、焼結とは、一般に呼ばれる焼成も含む。
【００５６】
この溶着方法としては、高温処理による焼き付け、溶射または耐高温接着剤による付着方法がある。これにより、耐高温変形材料を使用することで板厚は、従来のアルミナ、シリカなどの耐火物では１０～１５ｍｍであったのに対し、本発明では、１～２ｍｍ程度で可能となり被処理物との接触部分には、前記酸化物がＭｏ板上に強固に付着しているものである。この際使用する酸化物のうち少なくとも１種の酸化物粉末の粒度を１０μｍ以下にすることで、酸化物の焼結性が向上し、融点以下の温度でもＭｏ板に酸化物層を緻密に密着させることが出来る。
【００５７】
尚、本明細書において、粒度１０μｍ以下を微粒粉、１０μｍよりおおきな粉末を粗粒粉と夫々呼ぶ。
【００５８】
次に、本発明の実施の形態について、図面を参照しながら高融点金属材料としてＭｏ焼結用板を例示するが、本発明はこれに限定されるものではないことは勿論である。
【００５９】
また、本発明の実施の形態においては、酸化物はアルミナ（Al_2O_3）、ジルコニア（ZrO_2）、イットリア（Y_2O_3）、チタニア（TiO_2）、マグネシア（ＭｇＯ）、カルシア（ＣａＯ）を例示しているが、本発明はこれに限定されるものではなく、被処理物との反応による溶融付着物を考慮して低級酸化物（例えば、チタニア（TiO_2等）や、複合酸化物（例えば、アルミナ－チタニア（Al_2TiO_5）の形態をとっても良い。

【００６０】
図１乃至図３に示すように、付着している前記酸化物の表面はポーラス状または被処理物との接触部にガスが侵入できる程度の隙間を形成することができる。
【００６１】
図４及び図５に示すように、固着している前記酸化物の表面は平滑度を呈していることが必要となる。
【００６２】
図６及び図７に示すように、皮膜層を研磨することで、更に良好なＭＩＭ焼結体を得ることができる。
【００６３】
ここで、図７（ａ）に示すように、表面を研磨した本発明の試料８（後に説明）とは異なり、図７（ｂ）に示す参考例に係る試料１７（後に詳しく説明）の場合、大きな凹凸があるため、ＭＩＭ焼結体に表面粗さが転写してしまい、製品として使用できないことがある。
【００６４】
また、本発明では、温度が１０００℃～１８５０℃以下の高温領域で使用できる。また、これらの酸化物の表面は平滑で且つポーラスな状態を呈しており、平滑度は焼結時の収縮の抵抗を最小減に留め、ポーラスな状態は脱バインダー時のガス抜け効率を良くすることで、焼結性が向上する。
【００６５】
また、前述したように、酸化物からなる酸化物皮膜層の溶着面は下地素材であるモリブデン、タングステン、モリブデン基及びタングステン基合金による金属材料を被覆している。
【００６６】
ここで、本発明において、下地金属が露出していない被覆とは、下地となる高融点金属からなる板材の露出が酸化物被覆層の単位面積の１％以下であることを示している。
【００６７】
従って、従来では鉄系材料の焼結においては、それに含まれるＮｉなどの成分が、焼結板を構成するＭｏと反応し、Ｍｏ板の性能を著しく劣化させていたが本発明では、Ｍｏ板等の素材の露出がないために、Ｍｏ板の性能劣化がなく使用可能とするものである。
【００６８】
前述した特許文献５の「モリブデントレイおよびその製法」として示されている方法では、モリブデントレイに耐熱性セラミックスからなるコーティング層が形成されている構成を備えているが、その内容では、コーティング層はモリブデントレイや敷板などの部品同士の接着防止を目的としており、基板の全表面に形成する必要はなく、少なくとも使用時に他のトレイその他の物品に接触する部分に形成しておけばよいと記載されている。従って、被処理物の溶融付着を防止を目的としたものではない。
【００６９】
これに対して、本発明では、接着防止は目的であり効果の一つでもあるが、さらに微粒の酸化物を用いることでその溶着面は下地素材であるモリブデン、タングステン、及びそれらの合金が完全に被覆され、基板と被処理物との反応を防止する機能が加わる。
【００７０】
又、前述した従来技術である特許文献５には、Ｍｏ板上へＭｏ粉末とセラミック粉末を混合した溶射膜を作製し、最上層部が実質的に耐熱性セラミックスの層となっていることが望ましく、これにより被処理物や治具同士の接着防止を狙っている。このように複数層もしくは濃度勾配のついたコーティング層を作製する為にはコストがかさんでしまうという欠点を備えていた。
【００７１】
これに対して、本発明では、使用する酸化物の少なくとも一つは酸化物粉末の粒度を１０μｍ以下にする事で、酸化物の焼結性が向上し複数層重ねなくとも、特許文献５で示さ

れるコーティング層の剥離強度１５～２０ｋｇ／ｍｍ^{2}と同等で、且つ、表面にＭｏが露出が無く、被処理物が接着しないコーティング層を得ることが出来る。

【００７２】

又、前述した従来技術である特許文献５では、溶射したコーティング層を１５００℃以上で熱処理すると記載されているが、モリブデン基板とコーティング層の熱膨張差で、溶射コーティング層に亀裂が入り下地が露出することがある。この亀裂により露出したＭｏと被処理物が反応してしまい、板への接着または板材の性能が劣化することがあるという欠点を有した。特に、特許文献５中では原子炉用燃料の二酸化ウランや二酸化プルトニウムなどの酸化物ペレットの焼結に着目した発明であり、露出したＭｏへの影響は少ない。しかし、ＭＩＭなど金属製品の焼結や、金属及び酸化性雰囲気などＭｏ板材に影響を及ぼすような雰囲気中での長期間繰り返し使用は出来ない。

【００７３】

これに対して、本発明では、この基板の露出を防止し、幅広い材質の被処理物、例えば、ＮｉなどＭｏと反応しやすい成分を含む物も焼結出来、且つ経済的な焼結用板を提供することができるものである。

【００７４】

前述した従来技術である特許文献６の「高融点金属用酸化保護層」として示されている方法では、２～３５％のモリブデンなどの金属材料が配合されているシリサイドまたはアルミナイドからなる酸化保護層と、高融点金属からなる基体の中間にプラズマジェットにより反応遮断層を形成することが開示されているが、その内容ではあくまで、基体の酸化防止と、その酸化防止層と基体との反応防止を目的としており、被処理物との融着防止を目的としたものではない。

【００７５】

これに対して、本発明では、最表面層は酸化物層であり、被処理物に合わせ任意に選ぶことで、被処理物と下地素材の付着防止機能を有している。さらに、下地素材の露出が酸化物被覆層の単位面積の１％以下であることで、酸化やＭｏと反応するＮｉ等のガス成分によるＭｏ板の性能劣化が無く使用可能となる。

【００７６】

次に本発明の焼結用板の製造の具体例について図８（ａ）及び図８（ｂ）を参照しながら説明する。なお、図８（ａ）及び図８（ｂ）は酸化物（Al_2O_3）の粉末粒度における熱処理後の表面状態の比較写真である。

【００７７】

まず、本発明の試料１～１２について説明する。

【００７８】

耐高温変形特性を有する高融点金属材料、例えばモリブデン板（板厚み１．５ｍｍ×巾１５０ｍｍ×長さ３００ｍｍ）を表面の活性化と溶着物の密着性を向上させるためホーニングなどの方法で表面粗さを粗くし、ここではその表面粗さがＲａ４μｍ、Ｒｍａｘ５０μｍとした。

【００７９】

溶着する酸化物の粉末を下記表１及び表２に示した組成で計量し、シェーカーミキサーまたはヘンシェルミキサーにより充分に混合した。ここで使用する酸化物粉末は図８（ａ）及び図８（ｂ）に示すように同一熱処理温度でも、酸化物の粒度により溶融状態が異なることが明らかになった。もし、酸化物粉末が微粒であるならば、低温で溶融することができるようになる。ここでは、使用する酸化物粉末のうち少なくとも１種類は１０μｍ以下の微粉末を使用した。またここでの組成は使用温度等を考慮し任意に選ぶことが出来る。

【００８０】

次に、これらの粉末をエタノール中へ分散しスラリー状にして目的とするモリブデン板に吹付けなどにより均一に塗布した。

【００８１】

また、本発明の例における板反りの判定は、非特許文献１の「３．３平たん度」に基づき判定を行った。

【００８２】

本発明の酸化物皮膜層において、種々の酸化物粉末に応じて、組成、熱処理条件を変えることができる。

【００８３】

例えば、表面層の組成がジルコニア２０ｗｔ％（質量％）から５０ｗｔ％（試料２では４３％）で残部が実質的にアルミナからなり、１５００℃以上の熱処理を経て表面層を溶着した酸化物皮膜層を備えた焼結用Ｍｏ板を得ることができる。

【００８４】

また、表面層の組成がチタニア１ｗｔ％から４０ｗｔ％（試料３では２．５％）で残部が実質的にアルミナからなり、１５００℃以上の熱処理を経て表面層を溶着した酸化物皮膜層を備えた焼結用Ｍｏ板を得ることができる。

【００８５】

また、表面層の組成がシリカ２０ｗｔ％から３０ｗｔ％（試料４では２２％）で残部が実質的にアルミナからなり、１５００℃以上の熱処理を経て表面層を溶着した酸化物皮膜層を備えた焼結用Ｍｏ板を得ることができる。

【００８６】

また、表面層の組成がイットリア５ｗｔ％から２０ｗｔ％（試料５では６％）で残部が実質的にジルコニアからなり、１８００℃以上の熱処理を経て表面層を溶着した酸化物皮膜層を備えた焼結用Ｍｏ板を得ることができる。

【００８７】

表面層の組成がマグネシア２５ｗｔ％から３５ｗｔ％（試料６では２９％）で残部が実質的にアルミナからなり、１８００℃以上の熱処理を経て表面層を溶着した酸化物皮膜層を備えた焼結用Ｍｏ板を得ることができる。

【００８８】

また、表面層の組成がカルシア４ｗｔ％から３０ｗｔ％（試料７では２９％）で残部が実質的にアルミナからなり、１８００℃以上の熱処理を経て表面層を溶着した酸化物皮膜層を備えた焼結用Ｍｏ板を得ることができる。

【００８９】

また、試料１２では、それぞれ別のスラリー状の酸化物を１層ずつ重ねて塗布、乾燥し２層の皮膜層とした。この場合、密着性を向上させるため、第１層目は母材となる板の熱膨張率に、より近い酸化物を選択するのが好ましく、最上層は被処理物との反応による溶着を考慮して選択するのが好ましい。

【００９０】

本発明においては、例えばＭｏ板では、第１層目はＭｏの熱膨張率約５．０（ｘ１０$^{-6}$／℃）に近いAl_2O_3－２．５％TiO_2（熱膨張率約５．３（ｘ１０$^{-6}$／℃）とした。

【００９１】

塗布後は、溶着する酸化物の粒度に依存した温度、ここでは、１５００℃で２時間以上焼き付け処理を施すことで板表面の凹凸に食い込み、溶着させた。溶着した表面特性は、下記表１、２及び図８（ａ）及び図８（ｂ）に示す写真に示すとおり平滑度とポーラス状の両方を兼ね備えている板が作製できた。なお、表２と後で述べる表３及び表４においては、被焼結物は、本明細書で述べている被処理物に相当する。

【００９２】

また、さらに酸化物皮膜層の表面に研磨を施すことで、より平滑且つポーラス状の酸化物皮膜層を得ることが出来た。

【００９３】

次に、参考例の試料１３－１９について説明する。

【００９４】

試料１３として本発明例と同様なＭｏ板にAl_2O_3－４３％ZrO_2の皮膜層を８μｍ塗布し、本発明例と同様に焼付け処理を施したものを作製した。

【００９５】

試料１４として、本発明例と同様なＭｏ板にAl_2O_3－４３％ZrO_2の皮膜層を３５０μｍ塗布、本発明例と同様に焼付け処理を施したものを作製した。しかし、Ｍｏ板から皮膜層が剥離するとともに、数ｍｍ以上の反りが発生し、焼結用板として使用できなかった。

【００９６】

試料１５として、本発明例と同様なＭｏ板に３０μｍのAl_2O_3を使用しAl_2O_3－４３％ZrO_2の皮膜層を１００μｍ塗布し、本発明例と同様に焼付け処理を施したものを作製した。

【００９７】

試料１６として本発明例と同様なＭｏ板に３０μｍのAl_2O_3のみを使用した皮膜層を１００μｍ塗布し、本発明例と同様に焼付け処理を施したものを作製した。

【００９８】

試料１７としてＭｏ板の表面を更に粗し表面粗さをＲａ２１μｍ、Ｒｍａｘが１６０μｍとし、その表面にAl_2O_3－４３％ZrO_2の皮膜層を１００μｍ塗布したものを作製した。

【００９９】

試料１８として本発明の例と同様なＭｏ板に皮膜層を塗布しないものを作製した。

【０１００】

試料１９として本発明例と同様なＭｏ板に３０μｍのAl_2O_3と３．５μｍのＭｏ粉末を使用しAl_2O_3－５０％Ｍｏの皮膜層を１００μｍ塗布し、本発明例と同様に焼付け処理を施したものを作製した。

【０１０１】

次に、比較試料２０－２１について説明する。

【０１０２】

比較例に係る試料２０として、現状使用している厚さ１０ｍｍのAl_2O_3板を用意した。

【０１０３】

比較例に係る試料２１として、組織制御していないＭｏ板に３０μｍのAl_2O_3のみを使用した皮膜層を１００μｍ溶射により作製した。

【０１０４】

図９（ａ）に示す本発明の例では、１枚の板（Ｔ１．５ｍｍ×１５０ｍｍ×３００ｍｍ）１３の上に直径２０ｍｍ、高さ１０ｍｍのＦｅ系ＭＩＭ成型体１１を５０ヶ並べ、板外周囲に直径１０ｍｍ、高さ１５ｍｍのスペーサー１５を並べ、同様の射出成型体の載ったＭｏ板を６段重ねた。その６段重ねたＭｏ板を、炉開口部１７が開口幅１７０ｍｍ、高さ１００ｍｍであるメッシュベルト炉に挿入し、水素雰囲気中１３５０℃で、２時間の焼結処理を行い、ＭＩＭ焼結体を得た。

【０１０５】

図９（ｂ）に示す比較例に係る試料２０では、Ｔ１０ｍｍ×１５０ｍｍ×３００ｍｍのAl_2O_3板１９上に、同様に並べ、４段重ねとした。

【０１０６】

通常のAl_2O_3板を使用した比較例に係る試料２０と比べ製品のチャージ量がｌ．５倍となりまた、炉の電力使用量も約７０％に低減することが出来た。

【０１０７】

焼結後得られたＭＩＭ焼結体はＭｏ板への被処理物の溶融付着無く、表面状態も良好であった。また、Ｍｏ板も新たな反りは発生せず、皮膜層の剥離も無く繰り返し使用が可能であった。

【０１０８】

上記参考例に係る試料１３、１５－１９および比較例に係る試料２０、２１も同様に製品をのせ焼結処理を行った。ただし比較例に係る試料２０はAl_2O_3の板厚が厚い為、４段重ねとした。

【０１０９】

その結果、参考試料１３においては皮膜層の膜厚が薄いため、Ｍｏが露出している部分がありＭＩＭ焼結体がＭｏ板に被処理物が溶融付着する部分が発生し、製品として使用できなかった。この試料を１５０倍のマイクロスコープで観察し、その画像を画像解析した結果、Ｍｏ板の露出部分は単位面積の約２％であった。

【０１１０】

また、参考試料１５、１６においては皮膜層に粗い粉末をのみ使用したため、Ｍｏ板への密着性が悪く剥離しやすくなり、焼結体表面に皮膜層が付着してしまい製品として使用できなかった。

【０１１１】

また、試料１７においてはＭＩＭ焼結体表面に皮膜層表面の粗さが転写してしまい製品として使用することが出来なかった。

【０１１２】

また、比較例に係る試料１８においては皮膜層が無い為、ＭｏとＭＩＭ焼結体が溶融付着してしまい製品として使用できなかった。

【０１１３】

また、試料１９においては皮膜層中及び表面にＭｏが露出している為ＭＩＭ焼結体が溶着してしまい製品として使用できなかった。

【０１１４】

また、比較例に係る試料２０においては得られるＭＩＭ焼結体は良好であるが、炉へのチャージ量が少なくまた電気使用量も多い為、コストアップとなってしまった。

【０１１５】

また、比較例に係る試料２１においてはＭｏの組織を制御しておらず、更に粗い粉末のみを使用しているため、ＭＩＭ焼結中に新たな反りが発生すると共に、皮膜層が剥離しＭＩＭ焼結体に付着してしまうため、繰り返し使用することが出来なかった。

【０１１６】

なお、参考試料及び、比較例に係る試料においてはＭｏ板への被処理物の溶融付着の発生、Ｍｏ板の新たな反り発生、皮膜層の剥離などにより、繰り返し使用することが出来なかった。

【０１１７】

例えば、図７（ａ）及び図７（ｂ）に示すように、本発明の試料８は、皮膜層を研磨したものであるが、参考例にかかわる試料１７の場合、大きな凹凸があるため、ＭＩＭ焼結体に表面粗さが転写してしまい、製品として使用できない。

【０１１８】

次に、本発明の例と同様に粒径約１μｍのアルミナ（Al_2O_3）と３０μｍのチタニア（TiO_2）を混合した粉末を使用し、溶射により皮膜層を作製し１５００℃で２時間熱処理したところ下地の露出のない皮膜層が得られ、これを使用してＭＩＭ焼結体を作製したところ、本発明の例と同様に良好なＭＩＭ焼結体を得ることができた。また、前記の他の酸化物も同様であった。

【０１１９】

また、本発明例と同様に５０μｍの皮膜層を作製した後、更に粒径約３μｍのジルコニア（ZrO_2）と３０μｍのイットリア（Y_2O_3）を混合した粉末を使用し、溶射により５０μｍの皮膜層を作製し１５００℃で２時間熱処理することで、トータル１００μｍの皮膜層を作製した。この板を使用してＭＩＭ焼結体を作製したところ、本発明例と同様に良好なＭＩＭ焼結体を得ることができた。また、更に前記の他酸化物の組み合わせでも同様であった。さらに、前記とは逆に本発明の溶射による皮膜層を先に作製した場合でも同様の結果であった。

【０１２０】
また、本発明の例と同様に粒径約１μｍのアルミナ（Al_2O_3）と３０μｍジルコニア（ZrO_2）を混合した粉末を使用し、これに耐高温接着剤を混ぜてＭｏ板に塗布したのち１５００℃で２時間熱処理したところ、上記同様に下地の露出のない皮膜層が得られ、これを使用してＭＩＭ焼結体を作製したところ、本発明の例と同様に良好なＭＩＭ焼結体を得ることができた。また、前記の他酸化物も同様であった。ここで、本発明においては、上記耐高温接着剤として、耐火性セラミックと無機ポリマーを主成分として物を使用したが、これに限ったものではなく、高温での接着性を有するものであれば、他のものも使用できることは勿論である。

【０１２１】
本発明例に係る試料２における１μｍのアルミナ（Al_2O_3）と３０μｍジルコニア（ZrO_2）４３％を溶着したＭｏ板を用いて大気中での耐酸化テストを行った。酸化テストは、被覆品は全面被覆とし、脱バインダーが行われる条件６００℃大気中５時間で行い、その時のＭｏ板重量減量を消耗率とした。結果、コーティングを施さない９９．９％Ｍｏ板ではＭｏの昇華が進み消耗率は２０～２５％に達した。また、従来の溶射方法で作製したＭｏ板では消耗率は５～１０％に達した。

【０１２２】
これに対し、上記本発明の試料２における１μｍのアルミナ（Al_2O_3）と３０μｍジルコニア（ZrO_2）４３％を溶着したＭｏ板では消耗率は１％未満であった。

【０１２３】
上記実施の形態から明らかなように、少なくとも一種の粉末の粒度が１０μｍ以下であることで、下地の露出のない皮膜層が得られ耐酸化特性の優れる焼結用板を得ることができた。

【０１２４】
次に、本発明の焼結用板の金属材料として、モリブデンの代わりにタングステンを用いて同様に検討した。その結果、下記表３、４に示すように、タングステンにおいてもモリブデンと同様の特性が得られた。なお、表中において、本発明例は試料２２－３３、参考例に係る試料は、試料３４－４０である。また、被焼結物は、被処理物と同等である。

【０１２５】

【表１】

		板			皮膜層		
		材質、厚み	Ra/Rmax（μm）	厚み（mm）	組成	膜厚（μm）	Ra/Rmax
本発明	1	Moの組織を制御した板	4/50	1.5	(1μm)Al_2O_3	100	6/75
	2				(1μm)Al_2O_3－43%(30μm)ZrO_2	100	4/50
	3				(1μm)Al_2O_3－2.5%TiO_2	100	4/50
	4				(1μm)Al_2O_3－22%SiO_2	100	5/60
	5				(3μm)ZrO_2－6%Y_2O_3	100	8/100
	6				(1μm)Al_2O_3－29%MgO	100	7/85
	7				(3μm)ZrO_2－29%CaO	100	5/60
	8				(1μm)Al_2O_3－43%(30μm)ZrO_2研磨品	100	4/40
	9				(1μm)Al_2O_3－43%(30μm)ZrO_2	10	4/50
	10					300	4/50
	11				微粒粗粒混合 Al_2O_3－43%(30μm)ZrO_2	100	20/150
	12				下層：(1μm)Al_2O_3－2.5%TiO_2	50	4/50
					上層：(3μm)ZrO_2－6%Y_2O_3	50	
参考例	13	Moの組織を制御した板	4/50	1.5	(1μm)Al_2O_3－43%(30μm)ZrO_2	8	4/50
	14					350	4/50
	15				(30μm)Al_2O_3－43%(30μm)ZrO_2	100	18/130
	16				(30μm)Al_2O_3	100	18/130
	17		21/160		(1μm)Al_2O_3－43%ZrO_2	100	21/160
	18		4/50		－	－	－
	19				Mo粉末－50%(30μm)Al_2O_3	100	18/130
比較例	20	Al_2O_3	2/15	10	－	－	－
	21	Moの組織を制御していない板	4/50	1.5	(30μm)Al_2O_3	100	18/130

【０１２６】

【表２】

		被焼成体	製品焼成後				耐久性試験
			板への溶着	皮膜層の状態	板反り	製品状態	良好焼結回数
本発明	1	○：300ヶ	○	○	○	○	50
	2	○：300ヶ	○	○	○	○	100
	3	○：300ヶ	○	○	○	○	80
	4	○：300ヶ	○	○	○	○	75
	5	○：300ヶ	○	○	○	○	100
	6	○：300ヶ	○	○	○	○	75
	7	○：300ヶ	○	○	○	○	70
	8	○：300ヶ	○	○	○	○	100
	9	○：300ヶ	○	○	○	○	100
	10	○：300ヶ	○	○	○	○	100
	11	○：300ヶ	○	○	○	○	100
	12	○：300ヶ	○	○	○	○	100
参考例	13	○：300ヶ	×	○	○	×	3
	14	○：300ヶ	○	×（剥離）	×	－	0
	15	○：300ヶ	○	×（剥離）	○	×（皮膜付着）	0
	16	○：300ヶ	○	×（剥離）	○	×（皮膜付着）	0
	17	○：300ヶ	○	○	○	×（表面粗い）	0
	18	○：300ヶ	×	－	○	×	0
	19	○：300ヶ	×	×	○	×	0
比較例	20	△：200ヶ	○	○	○	○	100
	21	○：300ヶ	○	×（剥離）	×	×（皮膜付着）	5

○：良好、△:不良、×：不良（全く使用できず）

【０１２７】

【表３】

		板			皮膜層		
		材質、厚み	Ra/Rmax（μm）	厚み（mm）	組成	膜厚（μm）	Ra/Rmax
本発明	22	W板	4/50	1.5	(1μm)Al_2O_3	100	7/85
	23				(1μm)Al_2O_3－43%(30μm)ZrO_2	100	5/60
	24				(1μm)Al_2O_3－2.5%TiO_2	100	5/60
	25				(1μm)Al_2O_3－22%SiO_2	100	6/70
	26				(3μm)ZrO_2－6%Y_2O_3	100	9/110
	27				(1μm)Al_2O_3－29%MgO	100	8/95
	28				(3μm)ZrO_2－29%CaO	100	6/70
	29				(1μm)Al_2O_3－43%(30μm)ZrO_2研磨品	100	4/40
	30				(1μm)Al_2O_3－43%(30μm)ZrO_2	10	5/60
	31					300	5/60
	32				微粒粗粒混合 Al_2O_3－43%(30μm)ZrO_2	100	20/150
	33				下層：(1μm)Al_2O_3－2.5%TiO_2	50	4/50
					上層：(3μm)ZrO_2－6%Y_2O_3	50	
参考例	34	W板	4/50	1.5	(1μm)Al_2O_3－43%(30μm)ZrO_2	8	4/50
	35					350	4/50
	36				(30μm)Al_2O_3－43%(30μm)ZrO_2	100	20/150
	37				(30μm)Al_2O_3	100	20/150
	38		21/160		(1μm)Al_2O_3－43%ZrO_2	100	21/160
	39		4/50		－	－	－
	40				Mo粉末－50%(30μm)Al_2O_3	100	18/130

【０１２８】

【表４】

		被焼成物	製品焼成後				耐久性試験
			板への溶着	皮膜層の状態	板反り	製品状態	良好焼結回数
本発明	22	○:300ヶ	○	○	○	○	55
	23	○:300ヶ	○	○	○	○	100
	24	○:300ヶ	○	○	○	○	85
	25	○:300ヶ	○	○	○	○	80
	26	○:300ヶ	○	○	○	○	100
	27	○:300ヶ	○	○	○	○	80
	28	○:300ヶ	○	○	○	○	75
	29	○:300ヶ	○	○	○	○	100
	30	○:300ヶ	○	○	○	○	100
	31	○:300ヶ	○	○	○	○	100
	32	○:300ヶ	○	○	○	○	100
	33	○:300ヶ	○	○	○	○	100
参考例	34	○:300ヶ	×	○	○	×	3
	35	○:300ヶ	○	×(剥離)	×	―	0
	36	○:300ヶ	○	×(剥離)	○	×(皮膜付着)	0
	37	○:300ヶ	○	×(剥離)	○	×(皮膜付着)	0
	38	○:300ヶ	○	○	○	×(表面粗い)	0
	39	○:300ヶ	×	―	○	×	0
	40	○:300ヶ	×	×	○	×	0

○；良好、×不良

【０１２９】

以上、説明したように、本発明によれば、従来においては焼結用板としてアルミナ、シリカなどの耐火物を使用した場合は、板厚さが１０～１５ｍｍ程度必要とされていたが、例えばモリブデン板に酸化物を溶着した場合、１～２ｍｍ程度の板厚さで被処理物を焼結するという目的を達成することが出来、且つ、加熱及び冷却に使われるエネルギーを大幅に節約することが可能で経済的効果が大きい焼結用板を得ることができる。

【０１３０】

また、本発明によれば、酸化物皮膜層をポーラスで且つ平滑にすることで脱バインダー性と焼結性の両方の機能を持たせることが出来る高融点金属材料と、その製造方法と、それを用いた焼結用板を得ることができる。

【０１３１】

また、本発明によれば、酸化物が溶着されているため製品にアルミナなどが付着することがなく、後処理が不要となりまた焼結製品の品質も向上し経済的効果がある高融点金属材料とその製造方法とそれを用いた焼結用板を提供することができる。

【０１３２】

また、本発明によれば、溶着面は下地素材であるモリブデン、タングステン、及びそれらの合金が露出していないで、従来では鉄系材料ではそれに含まれるＮｉなどの成分がＭｏと反応し、Ｍｏ板の性能を著しく劣化させていたが、本発明では前記構成によりＭｏ板の性能劣化がなく使用できる高融点金属材料と、その製造方法と、それを用いた焼結用板を提供することができる。

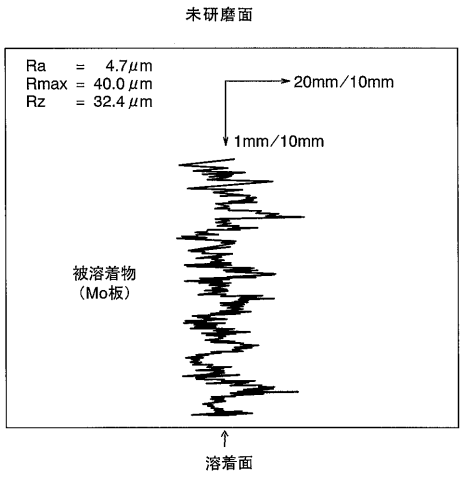
【０１３３】

また、本発明によれば、モリブデン板の場合、大気中では５００℃以上で酸化が著しく使用できなかったが、全面に酸化物皮膜層を溶着することで大気中でも使用可能となる高融点金属材料とその製造方法と、それを用いた焼結用板を得ることができる。この場合、好ましくは皮膜層は５０μｍから３００μｍと厚いことが有効である。

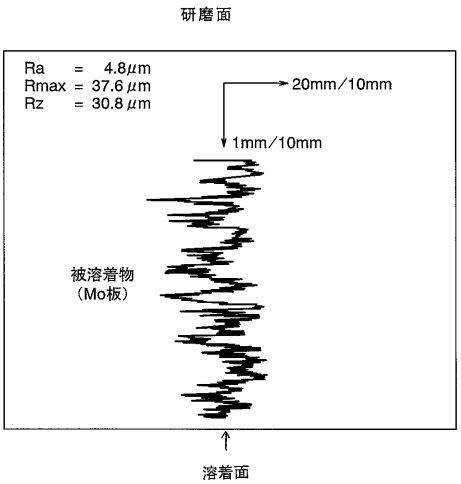
【産業上の利用可能性】

【０１３４】
以上説明した通り、本発明に係る高融点金属材料及びそれを用いた焼結用板は、ＭＩＭ焼結体等の製造に用いる焼結用板に最適である。
【０１３５】
また、本発明に係る高融点金属材料の製造方法は、前記した焼結用板として用いる高融点金属材料の製造に最適である。
【図面の簡単な説明】
【０１３６】
【図１】本発明の焼結用板の酸化物皮膜層の溶着面の一例の組織を示す顕微鏡写真（１５０倍）で、粗粒粉酸化物（Al_2O_3－４３ｗｔ％ZrO_2）による溶着面の状態を示す図である。
【図２】本発明の焼結用板の酸化物皮膜層の溶着面の一例の組織を示す顕微鏡写真（１５０倍）で、微粒粉酸化物（Al_2O_3－４３ｗｔ％ZrO_2）による溶着面の状態を示す図である。
【図３】本発明の焼結用板の酸化物皮膜層の溶着面の一例の組織を示す顕微鏡写真（１５０倍）で、微粒粗粒混合酸化物（Al_2O_3－４３ｗｔ％ZrO_2）による溶着面の状態を示す図である。
【図４】溶着面の未研磨面の表面粗さ（Al_2O_3）を示す図である。
【図５】溶着面の研磨面の表面粗さ（Al_2O_3）を示す図である。
【図６】図５の溶着面の状態を示す写真である。
【図７】（ａ）は本発明の試料８におけるＭＩＭ焼結体への皮膜層表面粗さの影響を模式的に示す図で、（ｂ）は参考試料１７におけるＭＩＭ焼結体への皮膜層表面粗さの影響を模式的に示す図である。
【図８】（ａ）は酸化物（Al_2O_3）の粉末粒度が７５μｍの熱処理温度１８００℃の場合における熱処理後の表面の組織の状態を示す比較顕微鏡写真（１５０倍）で、（ｂ）は酸化物（Al_2O_3）の粉末粒度が１μｍの熱処理温度１８００℃の場合における熱処理後の表面の組織の状態を示す顕微鏡写真（１５０倍）である。
【図９】（ａ）は本発明によるＭＩＭ焼結体の炉への挿入例を示す図、（ｂ）は比較例に係る試料２０の炉への挿入例を示す図である。
【符号の説明】
【０１３７】
１１　ＭＩＭ成型体
１５　スペーサー
１７　炉開口部
１９　Al_2O_3板

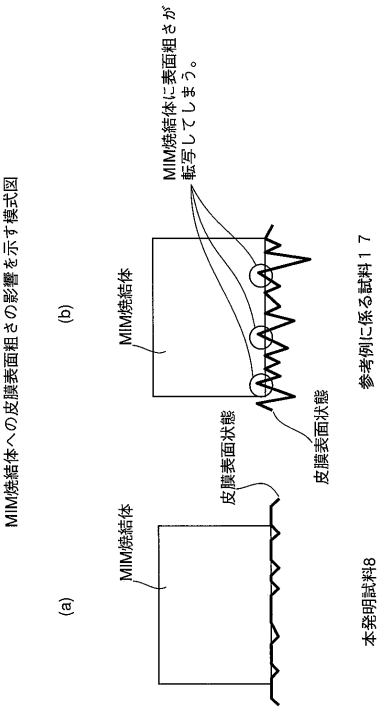
【図４】


未研磨面
Ra = 4.7μm
Rmax = 40.0μm
Rz = 32.4μm
20mm/10mm
1mm/10mm
被溶着物
（Mo板）
溶着面

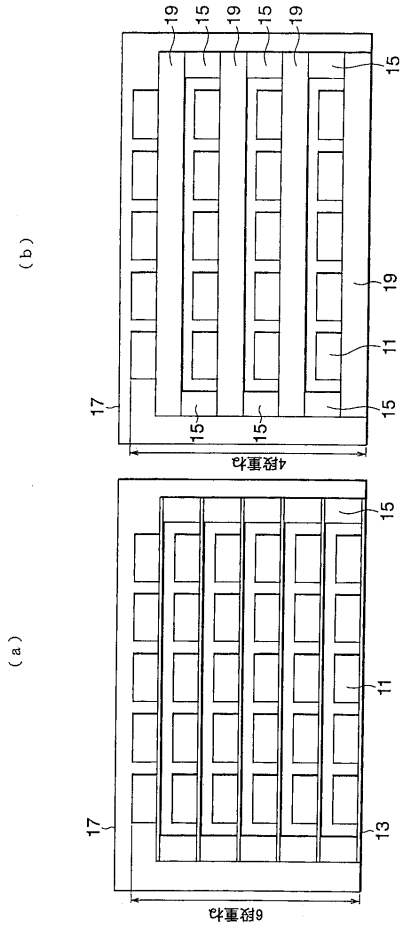
【図５】


研磨面
Ra = 4.8μm
Rmax = 37.6μm
Rz = 30.8μm
20mm/10mm
1mm/10mm
被溶着物
（Mo板）
溶着面

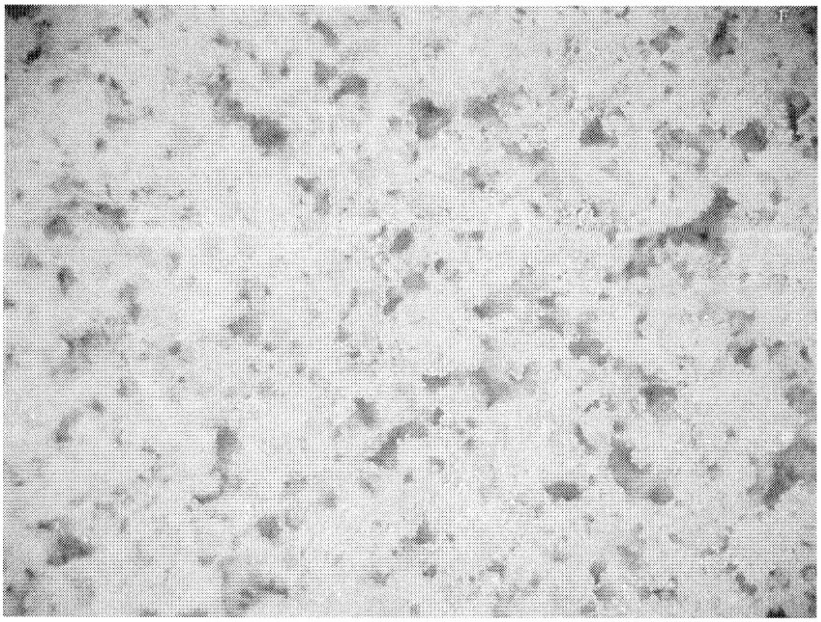
【図７】


MIM焼結体への皮膜表面粗さの影響を示す模式図
(a)
MIM焼結体
皮膜表面状態
本発明試料8
(b)
MIM焼結体
MIM焼結体に表面粗さが転写してしまう。
皮膜表面状態
参考例に係る試料17

【図９】


(a)
(b)
19
15
17
13
11
4段重ね
6段重ね

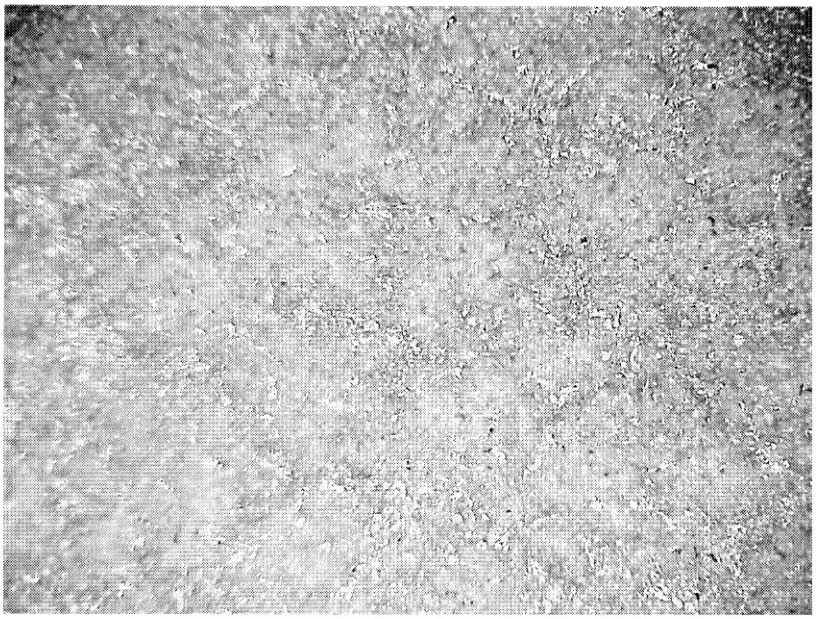
【図１】



（×１５０）

粗粒粉酸化物による溶着面の状態
（Al_2O_3－４３ｗｔ％ZrO_2）

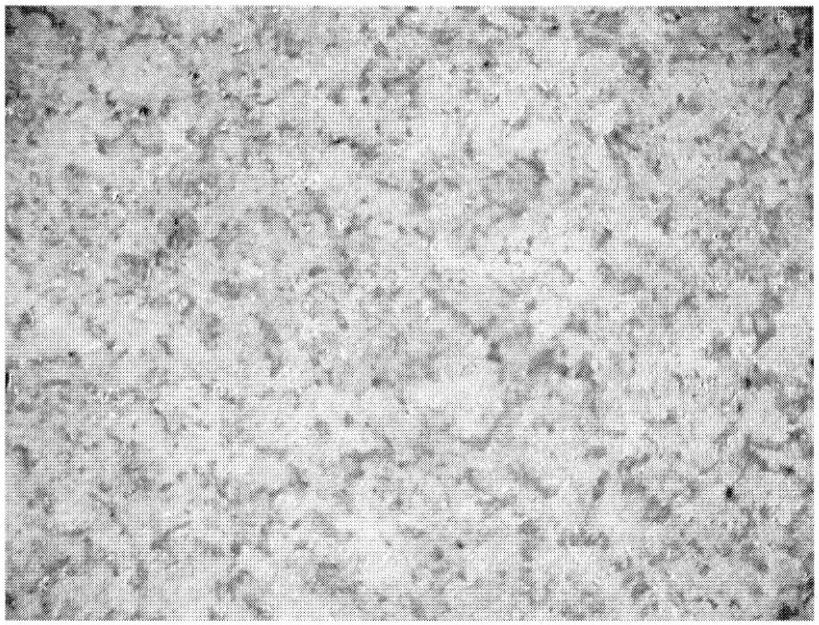
【図２】



（×１５０）

微粒粉酸化物による溶着面の状態
（Al_2O_3－４３ｗｔ％ZrO_2）

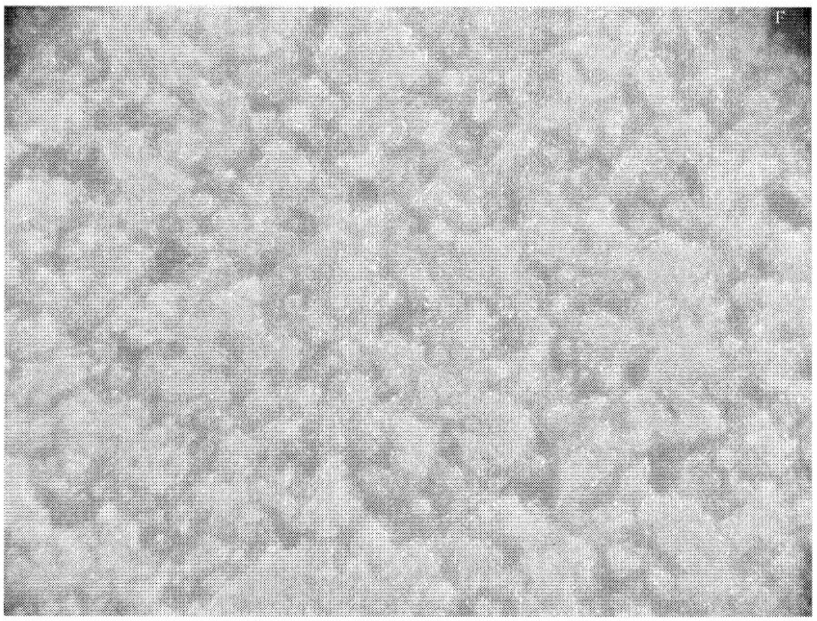
【図３】



（×１５０）

微粒粗粒粉混合酸化物による溶着面の状態
（Al_2O_3－４３ｗｔ％ZrO_2）

【図６】

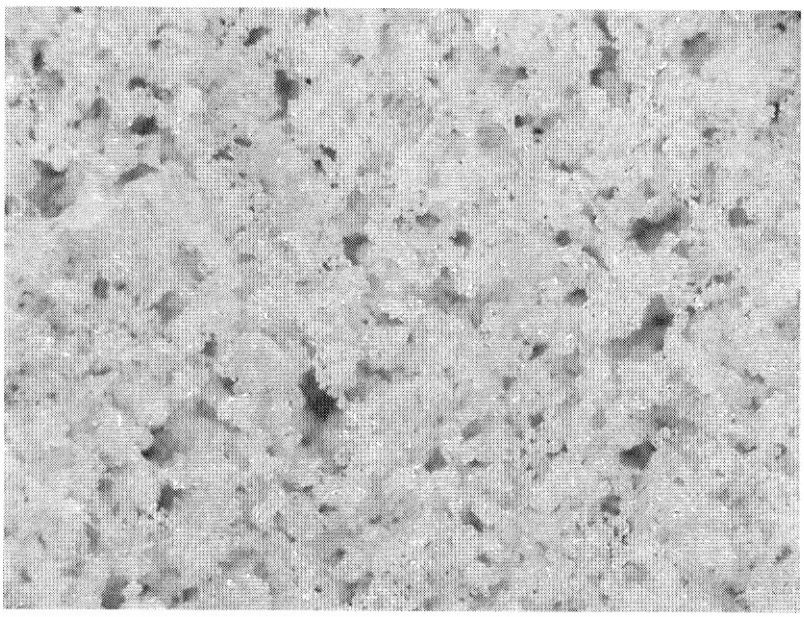


（×１５０）

【図８】

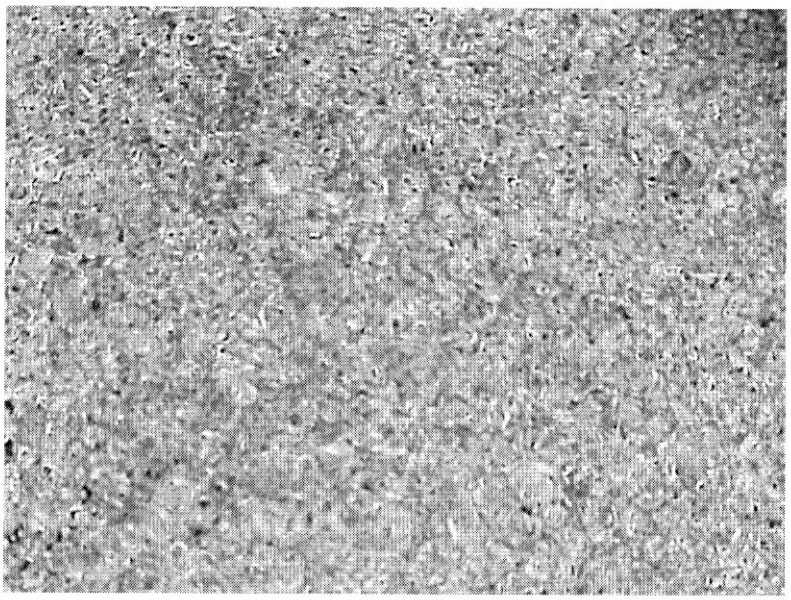
酸化物Al_2O_3における熱処理後の表面状態の比較

（ａ）



Al_2O_3　７５μｍの熱処理温度１８００℃の表面状態
（×１５０）

（ｂ）



Al_2O_3　１μｍ熱処理温度１８００℃の表面状態
（×１５０）

フロントページの続き

審査官　冨士　美香

(56)参考文献　特開２００２－０４７５８１（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)

Ｈ０１Ｂ	５／００
Ｂ２２Ｆ	３／１０
Ｃ２３Ｃ	４／１０
Ｃ２３Ｃ	２４／１０
Ｆ２７Ｄ	３／１２