

申請日期	P0, 12, 26
案 號	P013 228 2
類 別	C04B ³⁵ / _{46B} , F-27B ⁹ / ₁₄

(以上各欄由本局填註)

發 明 專 利 說 明 書

新 型

一、發明 名稱	中 文	使用離心力的燒結方法與裝置
	英 文	Sintering Method and Apparatus Using Centrifugal Force
二、發明 創作人	姓 名	(1)渡利 廣司 (4)石黑 裕之 (2)會澤 守 (5)森光 英樹 (3)內村 勝次
	國 籍	日 本
住、居所		(1)日本愛知縣小牧市城山1丁目5番1號 太陽住宅區中央台 F-306 (2)日本北海道千歲市幸町6丁目1番8號 (3)日本愛知縣名古屋市綠區青山2丁目145番地2 (4)日本愛知縣蒲郡市拾石町中屋敷24番地9 (5)日本愛知縣新城市川田字山田平37番地27
	三、申請人	
姓 名 (名稱)		(1)獨立行政法人產業技術綜合研究所 (2)渡利 廣司 (3)新東 V-陶瓷股份有限公司
	國 籍	日 本
住、居所 (事務所)		(1)日本東京都千代田區霞關1丁目3番1號 (2)日本愛知縣小牧市城山1丁目5番1號 太陽住宅區中央台 F-306 (3)日本愛知縣豐川市穗原3丁目1番地
	代 表 人 姓 名	(1)吉川 弘之 (3)松浦 卓也

裝
訂
線

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6
B6

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ， 有 無主張優先權
日本 2000.12.26 2000-394268

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

五、發明說明 ()

發明領域

本發明係有關於一種用於燒結的方法與裝置，藉由此方法可製造出經燒結的陶瓷粉壓胚 (compact) 或是具有緊密結構 (亦即緻密結構) 的陶瓷薄膜。

習知技藝的敘述

傳統上，陶瓷用之微粒材料的粉壓胚 (compact)、金屬粒子的粉壓胚、或是陶瓷前驅薄膜 (precursor film) 的粉壓胚係藉由在各種不同環境氣體中任何一種氣體 (任意的環境氣體) 中，於高溫之下加熱來燒結，其中並無加入額外的壓力於其中。更進一步，欲使得該材料緻密以及欲加強其機械性質、電性質、和光學性質，已研發出一種燒結技術，其中透過了氣體介質施加了一機械力或是一力於該材料之上，以製造出由細微晶粒所組成的燒結產品。舉例來說，熱壓方法 (hot pressing method) 以及燒結鍛造方法 (sinter forging method) 係均為習知的。其燒結一材料則施加了一軸向的機械力於其上。在這些方法當中，當材料被燒結時，藉由推桿 (push rod) 將一壓力以該材料的軸向方向上施加於其上。

然而，在這些方法當中，與推桿或模相接觸之材料的表面會受到污染。所以，在將該材料燒結之後，需要將其拋光或是將該材料的表面切割。因此執行此方法是需要高成本的。

熱均壓製程 (HIP) 係為一習知的方法，其中係透過

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

五、發明說明 ()

了氣體介質而施加了一力。再者，於此製程中有兩個方法，也就是 1) 膠囊 HIP 方法 (capsule HIP method)，其中該材料的粉壓胚被密封在一排空的膠囊中，並接著以 HIP 的方法於高壓氣體中加熱，以及 2) 無膠囊 HIP 方法 (capsule-free method)，其中在高壓氣體中加熱一具有密度等於或高於理論值密度之 90% 的材料。

由於高壓氣體的效應，當在低溫下製造緻密經燒結的產物以及具有細微粒子之經燒結的產物時，該膠囊 HIP 方法具有優勢。然而，該方法的問題在於其需要額外的成本以及時間，來將該材料置入該膠囊中，以及稍後將自該材料移除。再者，雖然膠囊 HIP 方法具有另一項優勢（亦即立刻使大量的材料變得緻密），但是該方法的問題在於其必須使得該材料的密度，藉由額外的製程（也就是說其需要二階段的燒結製程），等於或高於理論值密度之 90%。

在製造薄膜的方法上，其被粗掠地分類成兩種方法，也就是液相方法以及氣相方法，其係典型地取決於初始材料。具代表性的液相方法為溶膠凝膠方法 (sol-gel method)。在此方法中，烷氧化物液體等被混合成一預先決定的組成物，混合結果的溶液被運用（塗佈）在諸如 Si、SrTiO₃ 等等的單晶基材之上，而該經塗佈的單晶基材在電爐中被加熱，以形成一陶瓷薄膜。諸如此溶膠凝膠方法等的液相方法所具有的優點在於，加熱階段以前其可精密地控制前驅薄膜材料的化學組成。然而，由於該液相方法需要一於高溫下的加熱製程，以使得陶瓷薄膜緻密，所以會

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂
線

五、發明說明()

有偶爾導致陶瓷薄膜的化學組成改變（其係由於前驅薄膜中化學物種的蒸發所導致）的問題。因此，研發出可使得諸如前驅薄膜的薄膜在較低溫下緻密的燒結方法係為希冀的。

再者，報告顯示除了這個問題以外，當加熱時其亦會導致薄膜中之裂隙等的缺陷，此取決於製造完成之薄膜材料的組成以及基材（材料的種類和基材表面的粗糙度）的種類。於加熱過程中在薄膜理所產生的這些缺陷，被認為係由於在加熱期間，藉由材料體積的壓縮使得該基材表面（X-Y 平面）產生的巨大應力所導致產生的。因此，本發明研究試圖藉由控制加熱速率等來製造出緻密（緊密）的薄膜。雖然在此例子當中捨運用以上所提及之熱壓方法以及 HIP 方法，使得該薄膜緻密，但是由於其涉及了許多諸如材料表面相的預處理和移除的問題，使其無法成為使得該薄膜緻密之適當的方法。

於是，研發出燒結方法以及可輕易製造（且不具有該問題）經燒結之陶瓷粉壓胚和陶瓷薄膜（兩者均具有緊密（緻密）結構）的裝置，為所希冀的。

發明概述

本案發明人考慮到該問題，且認定研發出在燒結陶瓷用之微粒材料的粉壓胚、金屬粒子的粉壓胚、或是陶瓷前驅薄膜之粉壓胚時，將一應力以預先決定的方向施加於一材料上而沒有碰觸它的燒結方法係為一重要的目標。在一

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂
線

五、發明說明(4)

艱困的檢閱及研究之後，發明人發現，可藉由加熱及烘烤 (bake) 一工件，同時藉由高速旋轉而施加一離心力於其上，可製造出緊密經燒結之陶瓷粉壓胚、緊密經燒結的金屬粉壓胚、或是緊密陶瓷薄膜，因此而構想出本發明。

被設定成用來解決該問題的本發明，係為一種藉由加熱及烘烤，並同時施加一離心力來燒結由陶瓷或金屬之微粒材料所製成的粉壓胚或是陶瓷前驅薄膜的方法。本發明亦包含了一種用於燒結的裝置，其包括一種熔爐；一種可旋轉地裝置於該熔爐內之工件支撐部份，以支撐預燒結的材料；以及連接於該工件支撐部份的旋轉裝置，用於旋轉以致於將離心力施加於其支撐的材料上。

因此，當該工件於加熱裝置中高速旋轉時即會產生離心力。當加熱並烘烤依附在工件支撐部份上的材料時，此離心力被施加於該材料上。所以，工件支撐部份所支托的材料被施加了應力，當進行燒結時，藉此具有最適當之壓實緊密度的粒子。再者，本發明之裝置可包括一真空及磁遮蔽的軸承，以旋轉地接收工件支撐部份。該真空及磁遮蔽之軸承的運用使得材料可於各種不同的環境氣體（諸如真空或是隨意增壓的環境氣體中）中被燒結。

圖式簡單說明

圖 1 為本發明之使用離心力的燒結裝置，其具體實施例的示意圖。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂
線

五、發明說明(續)

較佳具體實施例的敘述

本發明之具體實施例解釋如下。

本發明係貢獻一種使陶瓷用之微粒材料的粉壓胚、金屬粒子的粉壓胚、或是陶瓷前驅薄膜的粉壓胚變得緻密的方法。本發明可被運用在燒結氧化物、氮化物、和碳化物，以及任何其他陶瓷材料的粉壓胚或是薄膜上。其亦被運用於任何金屬的材料，無論其是否為鐵或是非鐵金屬。

本發明中陶瓷的主要材料或金屬微粒的粉壓胚，包括了一種在模中塑造並隨即藉由 CIP 成形法成形的材料、一種由刮刀成形 (tape-casting) 或網板印染 (screen-printing) 而來的薄板材料，以及就由層合此種薄板材料而製成的材料。於熔爐中旋轉並加熱那些固定於高速旋轉碟盤上的材料中之任一種，可製造出緻密經燒結的粉壓胚。以此方式，本發明係藉由將來自於離心力的應力加諸於該材料上並將其加熱，而製造出緻密薄膜或是緻密經燒結的粉壓胚。因此本發明並不會被材料的種類、尺寸、以及厚度和基材的種類所限制。

再者，關於製造本發明中主要之陶瓷前驅薄膜的方法並不受限制。當藉由溶膠凝膠方法製造該薄膜時，此方法可為浸塗製程、旋轉塗佈製程等中的一種，其中浸塗製程係為一特定基材被浸沒至一製造出的溶膠凝膠溶液中，而旋轉塗佈製程係為將溶膠凝膠溶液塗佈在安置於旋轉碟盤上的基材。

雖然陶瓷前驅薄膜的厚度，可藉由調整黏度或者是溶

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂
線

五、發明說明(續)

膠溶液塗層的數目來加以控制，但是其較佳係位於幾微米至幾十微米的範圍之間。在塗佈之後，該基材於室溫下或是在一低溫下（等於或小於 200°C）進行乾燥，隨即將其附著至熔爐中高速旋轉的碟盤上。因此，再加熱一基材時藉由施加一 10-700,000G（由高速旋轉該碟盤所產生的離心力）的力於其上，可製造出一緻密的陶瓷薄膜。

本發明之基本的原則係為製造出一種緻密經燒結的薄膜或粉壓胚，以藉由將安置於工件支撐部份之預燒結的材料加熱，並同時高速旋轉該工件支撐部份的方式來完成，藉此施加一離心力於該材料的表面上。該離心力較佳係為 10-700,000G，更佳為 1,000-10,000G。當該碟盤的直徑為 8 公分，而該材料被安置在碟盤的周圍時，且假使該碟盤以 500 rpm 的轉速旋轉，所施加於該材料上的力則為 22G；若為 1000 rpm，則為 89 G；若為 1500 rpm，則為 201 G；若為 2000 rpm，則為 357 G；若為 3000 rpm，則為 804 G；若為 5000 rpm，則為 2236 G；若為 10000 rpm，則為 8944 G；若為 20000 rpm，則為 35776 G；若為 50000 rpm，則為 223600 G。

藉由熱壓的方法，這些力均大於正常於燒結中所使用的力。更進一步，理論上亦可發現，這些力對於使陶瓷用材料、或是金屬微粒的材料所製成的粉壓胚變得緻密是很有趣的。當液相存在時，該離心力增加了粒子的較佳緊密度、藉由在燒結時增加其擴散以增加其塑性變形、增加了材料的黏滯流動（viscous flow）、以及增強使得材料緻密

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

訂
線

五、發明說明（ 1 ）

的機制，諸如溶解/萃取等。因此，該離心力增加了陶瓷用之微粒材料及金屬的密度，並使得該材料可於低溫下被燒結。

雖然該加熱溫度不特別限定於本發明，但其較佳為 300-1800°C，更佳為 500-1500°C。其原因是由於若其低於 500°C，該材料之擴散會變得困難，但若其超過了 1500°C，其擴散速率極速地增加，則要達到該離心力所預期的效果也將變得困難。

本發明用於燒結的裝置將於此加以說明。

圖 1 為本發明之使用離心力的燒結裝置，其具體實施例的示意圖。於圖 1 中，數字 10 代表著具有加熱部份 1 之不漏氣熔爐，以用於將熔爐中的空氣或氣體極材料加熱，以及蓋子 6 使有一通道進入熔爐內部，當其開啓或是不漏氣地關閉。數字 2 係代表控制加熱部份 1 之溫度的第一控制器。數字 7 代表旋轉碟盤 8 的工件支撐部份，而該旋轉碟盤 8 則安置在熔爐 10 的內部。數字 5 代表一真空及磁遮蔽的軸承，其係以旋轉地接收旋轉碟盤 8，並與配置在熔爐外之旋轉裝置 3 相連接。旋轉裝置 3 包括了用於旋轉旋轉碟盤 8 的馬達（未顯示）。數字 4 代表了用於控制旋轉裝置（馬達）運轉數之第二控制器。

工件支撐部份 7 包括了一個預壓實及預燒結之材料固定於其上的附加裝置。安裝了該附加裝置使得該材料被施加了一來自於高速旋轉之碟盤 8 的放射狀離心力。

由於該軸承 5 亦為一具有真空及磁遮蔽的軸承，使得

五、發明說明（8）

該材料可於一真空或者是任意種類氣體中被燒結。欲抵抗任意的高溫，該碟盤 8 可以陶瓷製成，且可包含陶瓷旋轉爐頸（shaft），而該軸承 5 可為一水冷式的真空及磁遮蔽的軸承。然而，其並不侷限於該材料或系統。

加熱部份 1 可為一種由電阻材料所製成的加熱元件，但不僅限於電阻材料。

用於控制加熱部份 1 之溫度的該第一控制器 2，可包含（舉例來說）可精確控制加熱之控制電源的矽控整流器（power-controlling thyristor）、和一種可直接量測試片溫度之無接觸型的紅外線溫度計。

用於控制旋轉裝置運轉數之第二控制器 4，可包括（舉例來說）一種會改變頻率之驅動反用換流器的驅動器（inverter-driving driver，當該馬達為一感應馬達時），或者是包括一種伺服驅動器（servo-driver，當該馬達為一伺服電動機（servomotor）時），但不侷限於此。

實施例

以下將解釋本發明之實施例，但不侷限於這些實施例。

實施例 1

氧化鋁的細微粒子（平均直徑為 0.1 微米）係形成供應預備以離心燒結（centrifugally sintered）之材料的小球。於該小球的粉壓胚被固定於碟盤 8 的工件支撐部份 7 上

五、發明說明（ 9 ）

之後，該碟盤 8 即以 10,000 rpm 的速度旋轉，同時該粉壓胚係以 10°C/分鐘的增溫速度下被加熱至 900°C。900°C 的溫度被保持了 5 分鐘，而該熔爐的溫度接著被降低。執行了一個比較試驗，其中相同的粉壓胚於相同的加熱條件，而碟盤不旋轉的條件下於熔爐中被燒結。被離心燒結之經燒結的粉壓胚，其相對密度（外觀密度/理論密度[3990 kg/m³]) 為 95%，而未經離心燒結之經燒結的粉壓胚，其相對密度則為 75%。從這些結果可以發現，材料在加熱時施加了一離心力會增加該經燒結材料的密度。

實施例 2

現在解釋第二實施例，其中以極精細粒子所塗佈的基材被離心燒結。TiO₂（該比表面積為約 50m²/g）之極精細粒子被置於一溶劑（其基底為聚乙烯乙二醇）中，而其黏度被調整成一漿糊。最終的漿糊被置於一網板（screen）上，並於二氧化矽玻璃之基材上進行網板印刷（screen-printing）。於網板印刷之後，該基材於一乾燥爐中以 150°C 的溫度被加熱。為增加該塗層的厚度，所以重複著網板印刷與 150°C 之溫度的烘烤製程各十次。之後將該基材附著於離心燒結熔爐之工件支撐部份 7 上，並以 10,000 rpm 的速度旋轉，同時以 10°C/分鐘的增溫速度下被加熱至 800°C。該 800°C 的溫度被保持 5 分鐘，隨即被冷卻。執行了一個比較試驗，其中相同的基材於相同的加熱條件，而不施加離心力於基材上的條件下於相同的熔爐中被烘烤。雖

五、發明說明 ()

然在未經離心燒結的最終燒結 TiO_2 薄膜中可由肉眼察覺許多的裂隙，但在經離心燒結的最終燒結 TiO_2 薄膜中卻看不見任何裂隙。從這些結果亦可發現的是，在烘烤時施加一離心力於該塗層上對於預防裂隙是有效的，而於其烘烤時如果其未施加離心力，則可能產生該裂隙。

實施例 3

此第三實施例為顯示對一種藉由使用溶膠凝膠方法 (BaTiO_3) 所製造出的薄膜加以離心燒結的一實施例。為製造 BaTiO_3 的薄膜，首先製造一塗佈溶液 (coating solution)。用於製造所使用的材料其混合的總量為金屬的鋇 0.03、異丙氧化鈦 0.03、乙醯丙酮 7.0×10^3 、醋酸 1.21、以及異丙醇 100 (均為莫耳)。混合是在一排空後的手套箱 (glove box) 中進行，同時將乾燥的氮氣吹入其中。異丙醇被置入一燒瓶中，接著再將金屬的鋇置入於該燒瓶中。該燒瓶隨即被加熱以製造出異丙氧化鋇的異丙醇溶液。首先加入一異丙氧化鈦溶液，其次將乙醯丙酮加入至異丙醇溶液中，並將其於該手套箱中以 80°C 的溫度混合 3 小時。混合以後，滴入醋酸的異丙醇溶液以及水於其中。因而製成了該塗佈溶液。將一矽基材浸沒於製成的塗佈溶液中，然後將其以 0.1mm/s 的速度提起。該基材隨即以 100°C 的溫度被乾燥。而該基材經過了該塗佈製程五次以及該乾燥製程 (亦即加熱製程) 五次。將結果的基材則被提供作為預離心燒結的材料。在該塗佈了一薄膜的基材附著於離心燒

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂
線

五、發明說明（II）

結熔爐的工件支撐部份上以後，其係以 10,000 rpm 的速度被旋轉，同時以 10°C/min 的增溫速度被加熱至 600°C。而該 600°C 的溫度被保持了 5 分鐘。執行了一個比較試驗，其中相同的基材（未以薄膜塗佈）於相同的加熱條件，而不施加離心力於基材上的條件下於熔爐中被燒結。利用 X-光分析來檢測該二個將燒結的基材，其每一個最終薄膜之晶相。可於經離心燒結之薄膜中見到 BaTiO₃ 晶體的一明顯峰值，但是在未施加離心力於其上之該薄膜則以非晶形相所構成。從這些結果亦可發現的是，施加一離心力於藉由使用溶膠凝膠方法所製造的陶瓷前驅薄膜上，當其被燒結時，對於預防裂隙其剝落的發生以及係為有效的，對於其結晶亦為有效的。

應該了解的是，以上所敘述之具體實施例僅為示範性，其係可作多種變化。因此，本發明包括了此變化，且本發明的範疇則定義於申請專利範圍中。

元件符號說明

- | | |
|----|--------|
| 1. | 加熱部份 |
| 2. | 第一控制器 |
| 3. | 旋轉裝置 |
| 4. | 第二控制器 |
| 5. | 遮蔽的軸承 |
| 6. | 蓋子 |
| 7. | 工件支撐部份 |

五、發明說明 (17)

- 8. 旋轉碟盤
- 10. 不漏氣熔爐

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

線

四、中文發明摘要（發明之名稱：）

使用離心力的燒結方法與裝置

一種用於燒結陶瓷用之微粒材料的粉壓胚（compact）、或是金屬粒子的粉壓胚、抑或是陶瓷前驅薄膜（precursor film）之粉壓胚的方法與裝置，其中的燒結係藉由將粉壓胚或是陶瓷前驅薄膜加熱並燃燒，同時施加一離心力於粉壓胚或是陶瓷前驅薄膜之上。

英文發明摘要（發明之名稱：）

Sintering Method and Apparatus Using Centrifugal Force

A method and an apparatus for sintering a compact of particulate material for a ceramic or of particles of metal, or a ceramic precursor film, wherein the sintering is performed by heating and burning the compact or the ceramic precursor film while applying centrifugal force to the compact or the ceramic precursor film.

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄）

裝

訂

公告本

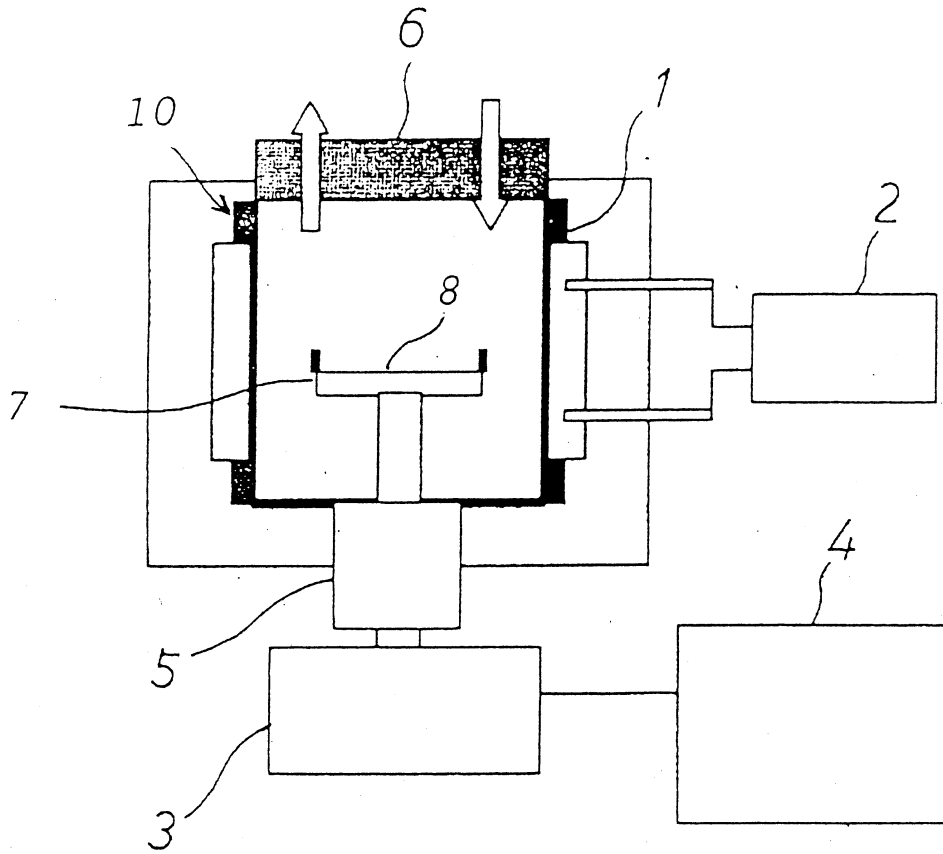


圖 1

六、申請專利範圍

1. 一種用於燒結陶瓷用之微粒材料的粉壓胚、或是金屬粒子的粉壓胚、抑或是陶瓷前驅薄膜之粉壓胚的方法，其中該燒結方法係藉由將粉壓胚或是陶瓷前驅薄膜加熱並燃燒，同時施加一離心力於粉壓胚或是陶瓷前驅物上。

2. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該施加的離心力為 10-700,000G。

3. 根據申請專利範圍第 1 或 2 項之方法，其中該加熱及燃燒係於 300-1800°C 之任意溫度下所進行。

4. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該加熱及燃燒係於一真空中或是一任意的環境氣體中來進行。

5. 一種用於燒結的裝置，其包括：一熔爐（10）；一可旋轉地裝置於該熔爐內之工件支撐部份（7）以支撐預燒結的材料；以及連接於該工件支撐部份的旋轉裝置（3），用於旋轉該工件支撐部份以致於將離心力施加於該工件支撐部份所支撐的材料上。

6. 根據申請專利範圍第 5 項之裝置，其更進一步包括一種用於控制熔爐（10）之溫度的第一控制器（2）以及用於控制旋轉裝置（3）之運轉數的第二控制器。

7. 根據申請專利範圍第 5 項之裝置，其中該旋轉裝置（3）被裝置於熔爐的外部，且該工件支撐部份（7）以可旋轉的方式通過一真空及磁遮蔽軸承（5）而與旋轉裝置相連接。

8. 根據申請專利範圍第 5 或 7 項之裝置，其中該熔爐（10）為不漏氣的且具有一提供通道進入熔爐內部且可不漏氣地關閉該熔爐的蓋子（6）。

六、申請專利範圍

9. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其包括利用陶瓷之微粒材料的粉壓胚、金屬微粒的粉壓胚、或者是陶瓷前驅薄膜三者中的一種材料，塗佈於一基板上，以提供一種經塗佈的基板，然後再將該經塗佈的基板進行加熱及烘烤，並同時施加離心力於該經塗佈的基板上。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂

備