(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 116648521 A
(43)申请公布日 2023.08.25

(21)申请号 202180086808.4
(22)申请日 2021.12.17
(30)优先权数据
2020-213472 2020.12.23 JP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2023.06.21
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2021/046827 2021.12.17
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2022/138505 JA 2022.06.30
(71)申请人 三菱综合材料株式会社
地址 日本东京
(72)发明人 加藤纯
(74)专利代理机构 北京德琦知识产权代理有限公司 11018
专利代理师 刁兴利 康泉
(51)Int.Cl.
C22C 21/00(2006.01)

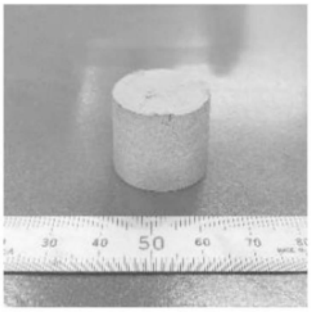
权利要求书2页 说明书11页 附图3页

(54)发明名称

铝粉混合物及铝烧结体的制造方法

(57)摘要

该铝粉混合物为在由纯铝或铝合金构成的起始材料粉末中混合5质量%以上且30质量%以下的熔点比所述纯铝及所述铝合金低的铝合金粉末而获得的铝粉混合物。所述铝合金粉末由具有如下组成的铝合金构成:含有5质量%以上且20质量%以下的Si和Cu中的至少一种或两种、0.2质量%以上且2.0质量%以下的Mg,剩余部分为铝和不可避免的杂质。由此,促进铝粉之间的烧结,从而能够获得铝烧结体的高密度化及高导电性,并可以获得高导热性。



CN 116648521 A

1.一种铝粉混合物,其特征在于,其为在由纯铝或铝合金构成的起始材料粉末中混合5质量%以上且30质量%以下的熔点比所述纯铝和所述铝合金低的铝合金粉末而获得的铝粉混合物,

所述铝合金粉末由具有如下组成的铝合金构成:含有5质量%以上且20质量%以下的Si和Cu中的一种或两种、0.2质量%以上且2.0质量%以下的Mg,剩余部分为铝和不可避免的杂质。

2.根据权利要求1所述的铝粉混合物,其特征在于,

构成所述铝粉混合物的由纯铝或铝合金构成的起始材料粉末与熔点比所述纯铝和所述铝合金低的铝合金粉末的熔点差为40℃以上。

3.根据权利要求1或2所述的铝粉混合物,其特征在于,

在构成所述铝合金粉末的所述铝合金中包含0.1质量%以上且1.0质量%以下的Bi。

4.根据权利要求1至3中任一项所述的铝粉混合物,其特征在于,

所述起始材料粉末和所述铝合金粉末这两者的基于体积的累计频率50%的直径D50为12μm以上且50μm以下。

5.根据权利要求1至4中任一项所述的铝粉混合物,其特征在于,

在由所述纯铝或所述铝合金构成的起始材料粉末及所述铝合金粉末中所包含的氧的浓度为1.0质量%以下。

6.根据权利要求1至5中任一项所述的铝粉混合物,其特征在于,所述铝粉混合物为粉末冶金用原料粉末。

7.根据权利要求1至6中任一项所述的铝粉混合物,其特征在于,所述铝粉混合物为金属层叠造型用原料粉末。

8.一种铝烧结体的制造方法,其特征在于,

将在由纯铝或铝合金构成的起始材料粉末中混合5质量%以上且30质量%以下的熔点比所述纯铝及所述铝合金低的铝合金粉末而获得的铝粉混合物作为原料粉末,

所述铝合金粉末由具有如下组成的铝合金构成:含有5质量%以上且20质量%以下的Si和Cu中的至少一种或两种、0.1质量%以上且2.0质量%以下的Mg,剩余部分为不可避免的杂质和铝,

所述制造方法具有如下工序:将所述原料粉末填充到模具中,在580℃～650℃的温度下,在真空气氛中、还原气氛中或非活性气体气氛中进行烧结。

9.一种铝烧结体的制造方法,其特征在于,

将在由纯铝或铝合金构成的起始材料粉末中混合5质量%以上且30质量%以下的熔点比所述纯铝及所述铝合金低的铝合金粉末而获得的铝粉混合物作为原料粉末,

所述铝合金粉末由具有如下组成的铝合金构成:含有5质量%以上且20质量%以下的Si和Cu中的至少一种或两种、0.1质量%以上且2.0质量%以下的Mg,剩余部分为不可避免的杂质和铝,

所述制造方法包括如下工序:在使用模具对所述原料粉末进行挤压成型之后,在580℃～650℃的温度下,在真空气氛中、还原气氛中或非活性气体气氛中进行烧结。

10.一种铝烧结体的制造方法,其特征在于,

将在由纯铝或铝合金构成的起始材料粉末中混合5质量%以上且30质量%以下的熔点

比所述纯铝及所述铝合金低的铝合金粉末而获得的铝粉混合物作为原料粉末，

所述铝合金粉末由具有如下组成的铝合金构成：含有5质量％以上且20质量％以下的Si和Cu中的至少一种或两种、0.1质量％以上且2.0质量％以下的Mg，剩余部分为铝和不可避免的杂质，

所述制造方法包括如下工序：

由所述原料粉末形成金属粉末层，从打印头向所述金属粉末层选择性地喷雾含有热固性树脂、热塑性树脂或光固化性树脂的粘合剂，并使所述金属粉末层重复层叠，从而获得以所期望的三维形状粘接的金属粉末成型体；及

在进行所述粘合剂的粘接、不需要的粉末的去除及脱脂工序之后，在580℃～650℃的温度下，在真空气氛中、还原气氛中或非活性气体气氛中对所述金属粉末成型体进行烧结。

11.根据权利要求8至10中任一项所述的铝烧结体的制造方法，其特征在于，

获得相对密度85％以上且导热率160W/mK以上的铝合金烧结体。

12.根据权利要求8至11中任一项所述的铝烧结体的制造方法，其特征在于，

在构成所述铝合金粉末的所述铝合金中包含0.1质量％以上且1.0质量％以下的Bi。

铝粉混合物及铝烧结体的制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种铝粉混合物及铝烧结体的制造方法。

[0002] 本申请主张基于2020年12月23日于日本申请的专利申请2020-213472号的优先权,并将其内容援用于此。

背景技术

[0003] 铝部件由于轻型、高导热性等特征而被广泛用作热交换器用的材料,但是为了进一步提高散热特性,要求能够进行更有效的热交换的复杂的形状的设计和制造。

[0004] 另一方面,粉末冶金法由于能够通过模具制造成接近最终形态的形状(近终形),因此能够以低成本赋予形状,但是在对铝适用时,以往存在因在铝表面生成的氧化被膜而难以烧结等问题。

[0005] 并且,近年来,作为使用了金属粉末的层叠造型技术之一,粘合剂喷射方式受到关注。粘合剂喷射方式为如下手法:从打印头向金属粉末层选择性地喷雾含有热固性树脂、热塑性树脂或光固化性树脂的粘合剂,并使金属粉末层重复层叠,从而获得以所期望的三维形状粘接的金属粉末成型体之后,经过粘合剂的粘接、不需要的粉末的去除、脱脂、烧结工序而获得三维的金属造型物。

[0006] 与现存的PBF(Powder Bed Fusion:粉末床熔融)方式或DED(Directed Energy Deposition:定向能沉积)方式相比,该粘合剂喷射方式具有高精度、高生产率、原料粉末的高再循环性等优点。

[0007] 另一方面,即使在该手法中,为了获得最终造型物也需要经过烧结工序,因此与粉末冶金法同样地,在对铝适用时,存在烧结性差的问题。并且,由于在粉末冶金法中伴随可能的塑性变形的成型困难,因此要求比粉末冶金法更高的烧结性。

[0008] 作为用于解决铝的氧化被膜的问题的技术,例如公开有如以下专利文献1中所记载的使用基于加压成型的预制的技术、或如专利文献2中所记载的通过金属注射成型在烧结之前的成型工序中致密化的技术。并且,公开有如专利文献3中所记载的适用烧结性优异的几微米左右的微细粉末的技术等用于改善烧结性的技术。

[0009] 另一方面,作为使用了粘合剂的金属注射成型方式的以往技术,在专利文献2或专利文献3中公开有使用粘合剂进行金属层叠造型的技术。

[0010] 专利文献1:日本特开平01-294833号公报

[0011] 专利文献2:日本特表2013-524006号公报

[0012] 专利文献3:日本特开2004-308004号公报

[0013] 但是,根据专利文献1或专利文献2中所记载的技术,需要填充到模具中的加压,因此在生产率方面存在课题。并且,在专利文献3中所记载的利用微粉的技术中,若使用比重轻的铝微粉,则可以考虑因填充时的飞散而引起的品质降低或安全性的问题。

[0014] 并且,在上述粘合剂喷射方式中,在粉末层叠时难以施加如伴随塑性变形的高压力,因此难以直接适用在以往的模具成型或金属注射成型中所使用的烧结手法。并且,由于

重复进行粉末层叠,因此要求原料粉末具有稳定的流动性和填充性,因此也难以适用凝集或飞散的影响大的微细粉末。

[0015] 因此,本发明人等对使用铝粉的烧结技术进行研究,发现了将在具有规定粒度的铝粉中以规定的质量比率混合低熔点的铝合金粉末而获得的粉末用作原料粉末。发现了通过使用该原料粉末,能够改善烧结性,即使在无加压的状态下也能够实现高密度化,从而完成了本发明。

发明内容

[0016] 本发明是鉴于所述情况而发明的,其目的在于提供一种如下技术:能够进一步促进铝粉之间的烧结,从而能够获得铝烧结体的高密度化及高导电性,并且可以获得高导热性。

[0017] (1)本发明所涉及的一方式的铝粉混合物为在由纯铝或铝合金构成的起始材料粉末中混合5质量%以上且30质量%以下的熔点比所述纯铝和所述铝合金低的铝合金粉末而获得的铝粉混合物,所述铝合金粉末由具有如下组成的铝合金构成:含有5质量%以上且20质量%以下的Si和Cu中的一种或两种、0.2质量%以上且2.0质量%以下的Mg,剩余部分为铝和不可避免的杂质。

[0018] 若为在所述起始材料粉末中适量添加熔点比起始材料粉末低的铝合金粉末而获得的铝粉混合物,则在烧结时从低熔点的铝合金粉末中先产生液相,液相向起始材料粉末润湿扩展。低熔点的铝合金粉末通过适量包含Si和Cu,可靠地成为熔点比起始材料粉末低的粉末。熔点比起始材料粉末低的铝合金粉末通过适量包含Mg,提高烧结性。

[0019] (2)在本发明的一方式所涉及的铝粉混合物中,优选构成所述铝粉混合物的由纯铝或铝合金构成的起始材料粉末与熔点比所述纯铝和所述铝合金低的铝合金粉末的熔点差为40℃以上。

[0020] 通过使熔点差为40℃以上,在烧结时从低熔点的铝合金粉末中先产生液相,液相向起始材料粉末可靠地润湿扩展。因此,提高烧结性。

[0021] (3)在本发明的一方式所涉及的铝粉混合物中,优选在构成所述铝合金粉末的所述铝合金中包含0.1质量%以上且1.0质量%以下的Bi。

[0022] 通过在构成熔点比起始材料粉末低的铝合金粉末的铝合金中适量包含Bi,能够进一步促进如上所述那样适量包含Mg而提高烧结性的效果。

[0023] (4)在本发明的一方式所涉及的铝粉混合物中,优选所述起始材料粉末和所述铝合金粉末这两者的基于体积的累计频率50%的直径(D50)为12μm以上且50μm以下。

[0024] 若起始材料粉末和铝合金粉末具有上述范围的粒径,则不易产生粒子的偏析,能够提高粉末的填充密度。并且,能够提供一种铝粉混合物,所述铝粉混合物能够使烧结时的收缩均匀化,抑制烧结收缩的不均匀,在通过加快烧结时的进行速度来制成烧结体的情况下,能够保持目标形状。

[0025] (5)在本发明的一方式所涉及的铝粉混合物中,优选在由所述纯铝或所述铝合金构成的起始材料粉末及所述铝合金粉末中所包含的氧的浓度为1.0质量%以下。

[0026] 若为该程度的氧浓度,则即使在由所述铝合金构成的起始材料粉末的表面及所述铝合金粉末的表面上具有氧化被膜,氧化被膜的影响也变少,其结果,能够提供烧结性良好

的铝粉混合物。

[0027] (6)本发明的一方式所涉及的铝粉混合物优选为粉末冶金用原料粉末。

[0028] (7)本发明的一方式所涉及的铝粉混合物优选为金属层叠造型用原料粉末。

[0029] 若上述铝粉混合物为粉末冶金用原料粉末,则在用作粉末冶金用的情况下,能够在烧结时从低熔点的铝合金粉末中先可靠地产生液相,液相在高熔点的起始材料粉末之间润湿扩展,从而能够获得相对密度高且形状整齐的烧结体。

[0030] 若上述铝粉混合物为金属层叠造型用原料粉末,则在用作层叠造型用的情况下,能够在烧结时从低熔点的铝合金粉末中先可靠地产生液相,液相在高熔点的起始材料粉末之间润湿扩展,从而能够获得作为相对密度高且形状整齐的烧结体的金属层叠造型物。

[0031] (8)在本发明的一方式所涉及的铝烧结体的制造方法中,将在由纯铝或铝合金构成的起始材料粉末中混合5质量%以上且30质量%以下的熔点比所述纯铝及所述铝合金低的铝合金粉末而获得的铝粉混合物用作原料粉末。

[0032] 所述铝合金粉末由具有如下组成的铝合金构成:含有5质量%以上且20质量%以下的Si和Cu中的至少一种或两种、0.2质量%以上且2.0质量%以下的Mg,剩余部分为铝和不可避免的杂质。

[0033] 在该制造方法中,将所述铝粉混合物作为原料粉末,在不对所述原料粉末进行伴随所述原料粉末的塑性变形的加压的情况下将所述原料粉末填充到模具中,并在580℃～650℃的温度下,在真空气氛中、还原气氛中或非活性气体气氛中进行烧结。

[0034] 在580℃～650℃对原料粉末进行烧结的情况下,若为在起始材料粉末中适量添加低熔点的铝合金粉末而获得的铝粉混合物,则从低熔点的铝合金粉末中先产生液相,液相向起始材料粉末润湿扩展。低熔点的铝合金粉末通过适量包含Si和Cu,可靠地成为比起始材料粉末更低的熔点。熔点比起始材料粉末低的铝合金粉末通过适量包含Mg,提高烧结性。因此,能够获得形状整齐、相对密度高且致密的烧结体。

[0035] (9)在本发明的另一方式所涉及的铝烧结体的制造方法中,将在由纯铝或铝合金构成的起始材料粉末中混合5质量%以上且30质量%以下的熔点比所述纯铝及所述铝合金低的铝合金粉末而获得的铝粉混合物用作原料粉末。

[0036] 所述铝合金粉末由具有如下组成的铝合金构成:含有5质量%以上且20质量%以下的Si和Cu中的至少一种或两种、0.1质量%以上且2.0质量%以下的Mg,剩余部分为铝和不可避免的杂质。

[0037] 在该制造方法中,将所述铝粉混合物作为原料粉末,在使用模具对所述原料粉末进行挤压成型之后,在580℃～650℃的温度下,在真空气氛中、还原气氛中或非活性气体气氛中进行烧结。

[0038] 在580℃～650℃对原料粉末进行烧结的情况下,若为在起始材料粉末中适量添加低熔点的铝合金粉末而获得的铝粉混合物,则从低熔点的铝合金粉末中先产生液相,液相向起始材料粉末润湿扩展。低熔点的铝合金粉末通过适量包含Si和Cu,可靠地成为比起始材料粉末更低的熔点。熔点比起始材料粉末低的铝合金粉末通过适量包含Mg,提高挤压成型后的烧结性。因此,能够通过挤压成型来获得形状整齐、相对密度高且致密的烧结体。

[0039] (10)在本发明的又一方式所涉及的铝烧结体的制造方法中,将在由纯铝或铝合金构成的起始材料粉末中混合5质量%以上且30质量%以下的熔点比所述纯铝及所述铝合金

低的铝合金粉末而获得的铝粉混合物用作原料粉末。

[0040] 所述铝合金粉末由具有如下组成的铝合金构成:含有5质量%以上且20质量%以下的Si和Cu中的至少一种或两种、0.1质量%以上且2.0质量%以下的Mg,剩余部分为不可避免的杂质和铝。

[0041] 在该制造方法中,将所述铝粉混合物作为原料粉末,从打印头向金属粉末层选择性地喷雾含有热固性树脂、热塑性树脂或光固化性树脂的粘合剂,并使包含粘合剂的金属粉末层重复层叠,从而获得以所期望的三维形状粘接的金属粉末成型体之后,进行粘合剂的粘接、不需要的粉末的去除、脱脂工序之后,在580℃～650℃的温度下,在真空气氛中、还原气氛中或非活性气体气氛中对金属粉末成型体进行烧结。

[0042] 在580℃～650℃对原料粉末进行烧结的情况下,若为在起始材料粉末中适量添加低熔点的铝合金粉末而获得的铝粉混合物,则从低熔点的铝合金粉末中先产生液相,液相向起始材料粉末润湿扩展。低熔点的铝合金粉末通过适量包含Si和Cu,可靠地成为比起始材料粉末更低的熔点。熔点比起始材料粉末低的铝合金粉末通过适量包含Mg,提高以所期望的三维形状粘接的金属粉末成型体的烧结性。因此,能够获得由以所期望的三维形状粘接的金属粉末成型体形成的形状整齐、相对密度高且致密的烧结体。

[0043] (11)在本发明的所述各方式所涉及的铝烧结体的制造方法中,优选获得相对密度85%以上且导热率160W/mK以上的铝合金烧结体。若在上述温度范围内对由上述成分构成的铝粉混合物进行烧结,则能够获得相对密度85%以上且导热率160W/mK以上的铝合金烧结体。

[0044] (12)在本发明的所述各方式所涉及的铝烧结体的制造方法中,优选在构成所述铝合金粉末的所述铝合金中包含0.1质量%以上且1.0质量%以下的Bi。

[0045] 通过在构成熔点比起始材料粉末低的铝合金粉末的铝合金中适量包含Bi,能够进一步促进如上所述那样适量包含Mg而提高烧结性的效果。

[0046] 根据本发明的所述各方式所涉及的铝粉混合物,能够从低熔点的铝合金粉末中先生成液相并将所述液相供给至起始材料粉末之间,并且能够以向起始材料粉末润湿扩展的方式生成液相。低熔点的铝合金粉末通过适量包含Si和Cu,能够可靠地成为比起始材料粉末更低的熔点,从而能够可靠地表现液相的润湿扩展效果。并且,熔点比起始材料粉末低的铝合金粉末通过适量包含Mg,提高烧结性。

[0047] 根据以上,能够进一步促进粉末之间的烧结,从而作为铝烧结体能够实现高密度化,并且能够获得显示高导电性和高导热性的烧结体。

附图说明

[0048] 图1是表示第1实施方式所涉及的铝粉混合物和其烧结过程的一例的图,图1的(a)是表示铝粉混合物的层叠物的局部放大剖视图,图1的(b)是表示用加热炉对同一层叠物进行烧结的状态的说明图,图1的(c)是表示所获得的烧结体的概要的说明图,图1的(d)是表示对烧结体进行最终加工的状态的说明图。

[0049] 图2是表示对铝粉混合物进行烧结的过程的一例的图,图2的(a)是表示烧结之前的铝粉混合物的说明图,图2的(b)是表示在烧结过程中液相润湿扩展的状态的说明图,图2的(c)是表示在烧结之后各粉末一体化而成为烧结体的状态的说明图。

[0050] 图3是表示用于预测在烧结时产生的液相量的平衡状态图的一例的图。

[0051] 图4是表示在实施例中外径收缩差小的试样的一例的照片。

[0052] 图5是表示在实施例中外径收缩差大的试样的一例的照片。

具体实施方式

[0053] 以下,对本发明的实施方式进行详细地说明,但是本发明并不限定于以下所说明的实施方式。

[0054] 本实施方式所涉及的铝粉混合物为在由纯铝或铝合金构成的起始材料粉末中混合5质量%以上且30质量%以下的熔点由比所述纯铝和所述铝合金低的铝合金构成的铝合金粉末而获得的铝粉混合物。并且,所述铝合金粉末由具有如下组成的铝合金构成:含有5质量%以上且20质量%以下的Si和Cu中的一种或两种、0.2质量%以上且2.0质量%以下的Mg,剩余部分为不可避免的杂质和铝。

[0055] 在该铝合金中,除了所述含量的Si和Cu中的一种或两种及Mg以外,还可以含有0.1质量%以上且1.0质量%以下的Bi。

[0056] 以下,对构成本方式的铝合金粉末的铝合金的成分进行说明。

[0057] “Si和Cu中的一种或两种:5质量%～20质量%”

[0058] 在构成铝合金粉末的铝合金中,Si和Cu中的一种或两种的含量优选为5质量%以上且20质量%以下。若Si和Cu中的一种或两种的含量小于5质量%,则对纯铝无法获得充分的熔点降低作用,在烧结时即使升温至规定温度也无法充分地产生液相,从而有可能无法获得充分的烧结性。

[0059] 另一方面,若Si和Cu中的一种或两种的含量超过20质量%,则这些元素的添加量比平衡状态图上的低共熔点多,因此熔点上升,在烧结时即使升温至规定温度也无法充分地产生液相,从而有可能无法获得充分的烧结性。

[0060] “Mg:0.2质量%以上且2.0质量%以下”

[0061] 在构成铝合金粉末的铝合金中,优选含有0.2质量%以上且2.0质量%以下的Mg。

[0062] 若Mg的含量小于0.2质量%,则纯铝粉末表面或铝合金粉末表面的氧化被膜的破坏效果不充分,从而有可能无法获得起始材料粉末的充分的烧结性。若Mg的含量超过2.0质量%,则观察不到烧结性相对于Mg的添加量的改善效果。另一方面,相对于氧化被膜的破坏,过量的Mg固溶于铝中。其结果,作为铝合金的熔点降低,因此在用作层叠造型用时所包含的粘合剂成分的脱脂分解温度与熔点之差变小。此时,粘合剂成分的未分解的残渣容易残留在起始材料粉末的表面上,可能成为阻碍烧结的主要原因,因此有可能无法获得充分的烧结。

[0063] “Bi含量:0.1质量%以上且1.0质量%以下”

[0064] 在构成铝合金粉末的铝合金中,优选含有0.1质量%以上且1.0质量%以下的Bi。

[0065] 若Bi的含量小于0.1质量%,则铝合金粉末表面的氧化被膜的破坏效果不充分,并且所产生的熔液的润湿性也不充分,因此有可能无法获得起始材料粉末的充分的烧结。若Bi的含量超过1.0质量%,则无法预计相对于添加量的增加的作用效果的提高,导致成本升高,因此不优选。

[0066] “粉末粒度分布;基于体积的累计频率50%的直径(D50):12μm以上且50μm以下”

[0067] 在本实施方式中用作起始材料粉末的铝粉和添加到起始材料粉末中的铝合金粉末优选具有基于体积的累计频率50％的直径(D50)为12μm以上且50μm以下的粒度分布。

[0068] 若这些粉末的基于体积的累计频率50％的直径(D50)小于12μm，则容易产生粒子的偏析，并且容易产生填充密度的降低或烧结收缩的不均匀、烧结收缩的凹凸不平，从而有可能作为烧结体无法保持所期望的形状。若基于体积的累计频率50％的直径(D50)超过50μm，则粒子之间的接触面积相对于粒子体积变小，因此烧结的进行速度变慢，从而有可能无法获得作为充分的烧结体的密度。

[0069] 前述的铝合金粉末中所包含的氧浓度优选为1.0质量％以下。通过使氧浓度为1.0质量％以下，假设在粉末表面上形成有氧化被膜，该氧化被膜为较薄地形成于粉末表面上的程度，因此不会对烧结时液相的生成带来不良影响。若氧浓度超过1.0质量％，则氧化被膜变得过厚，有可能对烧结时的液相生成造成阻碍。

[0070] “相对于由纯铝或铝合金构成的起始材料粉末，5质量％以上且30质量％以下的熔点比所述纯铝及所述铝合金低的铝合金粉末”

[0071] 优选相对于由纯铝或铝合金构成的起始材料粉末含有5质量％以上且30质量％以下的熔点比所述纯铝及所述铝合金低的铝合金粉末。

[0072] 若低熔点的铝合金粉末含量小于5质量％，则在烧结时用于生成液相的铝合金粉末变少，因此液相产生量变少，从而有可能烧结不充分。若低熔点的铝合金粉末含量超过30质量％，则存在如下问题：烧结时的液相量变得过大，烧结之后的形状维持率变差，从而无法获得目标形状的烧结制品。

[0073] 在起始材料粉末中，除了纯铝的粉末以外，还可以包含铝合金粉末。其中，为了获得与低熔点的铝合金粉末的熔点差，起始材料粉末中所包含的铝合金粉末优选熔点为650℃以上。

[0074] 在除了纯铝粉末以外还使用铝合金粉末作为起始材料粉末的情况下，为了不生成不需要的厚的氧化被膜，优选降低氧浓度，假设生成了氧化被膜，为了抑制对烧结的不良影响，优选含有Mg和Bi。

[0075] 例如，在作为起始材料粉末的铝合金粉末中，优选含有0.2质量％以上且2.0质量％以下的Mg。在作为起始材料粉末的铝合金粉末中，优选除了Mg以外，还含有0.1质量％以上且1.0质量％以下的Bi。关于含有Mg和Bi时的有效性，如前面在铝合金粉末中含有Mg和Bi的情况下所说明那样。

[0076] “铝烧结体的制造方法”

[0077] 为了使用上述铝粉混合物来制造铝烧结体，能够使用如下手法：将上述铝粉混合物用作原料粉末并将其填充到具有规定形状的模具中；或向该原料粉末选择性地喷雾含有热固性树脂、热塑性树脂或光固化性树脂的粘合剂并重复进行层叠等。

[0078] 作为一例，用于构成铝粉混合物的纯铝粉末能够通过氮气雾化法等方法来制造。作为一例，用于构成铝粉混合物的铝合金粉末能够通过氮气雾化法来制造。

[0079] 作为一例，在将粉末层叠而获得形状的情况下，能够通过使用选择性的粘合剂喷雾将原料粉末重复层叠来实现。通过重复层叠来粘接原料粉末，以成为与所期望的三维形状一致的形状。在粘接原料粉末之后，根据需要进行不需要的粉末的去除或脱脂等，从而获得例如图1的(a)所示的立方体形状的坯体1。

[0080] 若获得坯体1，则将坯体1如图1的(b)所示那样收纳于加热炉2中，在无加压的状态下，在真空气氛中、还原气氛中或非活性气体气氛中加热至580℃～650℃左右的温度，并进行烧结。

[0081] 通过加热至该范围内的温度，从添加并混合到起始材料粉末中并以5～30质量％的范围含有的低熔点的铝合金粉末中生成液相，液相润湿扩展以填埋起始材料粉末之间的间隙，从而能够获得各向同性的收缩。

[0082] 此时，关于升温速度，为了抑制液相的急剧生成，优选在液相的生成开始的500℃以上的温度区域中以10℃/min以下的升温速度进行加热。

[0083] 为了使液相的润湿扩展更稳定，可以实施以促进基于在液相的生成温度以下的温度保持的固相烧结并使粒子之间的间隙稳定为目的的两个阶段以上的加热工序。

[0084] 图2是在铝粉混合物3为由纯铝粉末构成的起始材料粉末4和熔点比所述起始材料粉末4低的铝合金粉末5的混合物的情况下，用于将该铝粉混合物3加热至580℃～650℃左右的温度的状态模型化并示出的说明图。纯铝的熔点为约660℃。在将铝粉混合物3加热至上述温度的情况下，从低熔点的铝合金粉末5中生成液相6，液相6润湿扩展到其周围存在的起始材料粉末4之间的间隙中。

[0085] 纯铝粉末4的熔点为约660℃，因此在前述温度范围内纯铝粉末4的全部不会完全熔融，但是由于纯铝粉末4彼此的界面部分且液相6润湿扩展的部分中的一部分相互熔融而熔接，因此若加热规定时间之后进行冷却，则最终如图2的(c)所示那样能够获得全部大致熔融一体化而成的致密的烧结体7。将在加热炉2中生成的烧结体7的状态示于图1的(c)中。所获得的烧结体7根据需要如图1的(d)所示那样通过用切削工具8进行的加工或表面抛光等进行精加工，能够获得产品烧结体9。

[0086] 烧结体7或产品烧结体9是通过对在起始材料粉末4中混合5质量％以上且30质量％以下的低熔点的铝合金粉末而获得的铝粉混合物3进行烧结而制造的，因此具有液相有效地填埋了起始材料粉末4之间的间隙的致密的结构。

[0087] 因此，能够获得接近目标形状、形状整齐且相对密度高的烧结体7或产品烧结体9。例如，能够获得具有相对密度85％以上且导热率160W/mK以上的特性的铝制的烧结体7或产品烧结体9。

[0088] 若为相对于铝含有上述范围的Si或Cu的铝合金粉末5，则熔点相对于纯铝在适当的范围内降低，因此在加热至上述温度范围并进行烧结的情况下，能够有效地以优选量产生液相6。在相对于纯铝粉末等起始材料粉末4降低铝合金粉末5的熔点的情况下，作为熔点差，优选确保30℃左右。

[0089] 若在铝合金粉末5中以上述范围含有Mg，则能够充分获得破坏起始材料粉末表面的氧化被膜的效果，能够通过润湿扩展的液相6将起始材料粉末4彼此牢固地接合，其结果，能够获得良好的烧结性。而且，若在铝合金粉末5中以上述范围含有Bi，则能够更有效地获得破坏起始材料粉末表面的氧化被膜的效果，从而能够获得良好的烧结性。

[0090] 例如，若在起始材料粉末4的外表面生成厚的氧化被膜，则该氧化被膜阻碍基于起始材料粉末4的液相的生成的接合，从而有可能阻碍良好的烧结性。

[0091] 液相的生成量并不是越多越好，优选能够确保适当的量。作为一例，优选选择如从所适用的构成铝合金粉末5的铝合金的平衡状态图能够推算出的液相量和从铝合金粉末5

的含量推算出的液相量成为铝粉混合物全部的10％～30％左右的组成和烧结条件的组合。

[0092] 作为一例，在使用纯铝粉末和作为$Al_{89.7}Si_{10}Mg_{0.3}$的组成的铝合金粉末的情况下，在根据图3所示的平衡状态图的解释中，在纵轴的温度600℃、620℃、640℃各自的位置上与横轴平行地绘制辅助线A、B、C(在图3中为点划线)，并将横轴设为$Al_{89.7}Si_{10}Mg_{0.3}/(Al_{100}+Al_{89.7}Si_{10}Mg_{0.3})$:(g/g)。在所述组成的铝合金粉末量与纯铝量之比为10质量％的位置和所述组成的铝合金粉末量与纯铝量之比为20质量％的位置上也与纵轴平行地绘制辅助线D、E(在图3中为点划线)。

[0093] 根据图3所示的状态图的解释，若在上述质量比为10％的情况下选择640℃，则液相量成为约22.9％，若选择620℃，则液相量成为约5.5质量％，若选择600℃，则液相量成为约0％。

[0094] 同样地，若在上述质量比为20％的情况下选择640℃，则液相量成为约57.5％，若选择620℃，则液相量成为约22.7质量％，若选择600℃，则液相量成为约11.2％。

[0095] 如此，根据表示纯铝粉末与特定组成的铝合金粉末的质量比和温度的关系的状态图，能够推算出所生成的液相量。

[0096] 如上所述，优选选择如能够推算出的液相量和从铝合金粉末的含量推算出的液相量成为铝粉混合物全部的10～30％左右的组成和烧结条件的组合。

[0097] 并且，能够通过使用上述范围的粒度分布的粉末作为起始材料粉末4和铝合金粉末5来消除粒子的偏析，其结果，能够防止填充密度的降低，能够确保烧结收缩的均匀性，从而能够防止烧结收缩的不均匀。

[0098] 根据以上，能够获得高密度、与目标形状一致且形状整齐的显示高导热性的铝烧结体。

[0099] 实施例

[0100] 使用表1所示的组成及平均粒径的粉末1和粉末2，并将它们以表1所示的比率(质量比率)进行混合，从而制作了实施例1～实施例14和比较例1～比较例6的铝混合粉末。

[0101] 在将这些铝混合粉末分别轻敲填充到内尺寸为$\varphi 20mm \times H20mm$的石墨模具中之后，如表2所示，在真空气氛中、还原气氛中或非活性气体气氛中，在580℃～650℃加热120分钟，从而获得了实施例1～实施例14和比较例1～比较例6的烧结体。分别测定了所获得的各烧结体的物理参数(烧结体的相对密度、尺寸、导热率)。各物理参数的测定方法如下所示。

[0102] “粒度分布的测定”

[0103] 关于铝混合粉末的粒度分布的测定，使用MicrotracBEL Corp.制“MT3300EX II”(产品名称)，进行基于湿式的粒径分布的测定，根据所获得的结果算出基于体积的累计频率直径(D50)作为平均粒径。

[0104] “烧结体相对密度”

[0105] 关于所获得的烧结体的密度，基于JIS标准编号“JIS Z 8807”中所规定的固体的密度及比重的测定方法进行了测定。通过将所获得的烧结体密度除以具有粉末混合物组成的铝合金的真密度来获得烧结体的总密度。

[0106] “合金元素的添加量”

[0107] 使用电感耦合等离子体发射光谱装置，测定了构成铝粉混合物的粉末1和粉末2各

自的硅(Si)、铜(Cu)、镁(Mg)及铋(Bi)的各浓度。

[0108] “氧浓度”

[0109] 使用非活性气体熔化-红外线吸收法，测定了构成铝粉混合物的粉末1和粉末2各自的氧浓度。

[0110] “导热率”

[0111] 关于导热率的测定，在将所获得的烧结体加工成φ10mm×t2mm的圆板状之后，使用NETZSCH公司制“Xe flash analyzer LFA467 HyperFlash”(产品名称)，并通过激光闪光法实施了测定。

[0112] “外径收缩差”

[0113] 关于所获得的烧结体，在液相的生成量过多等情况下，成为烧结体的上部或下部的一部分向外方鼓出的形状。在所获得的烧结体中，使用千分尺，在高度方向上成为均等宽度的3个点上测定直径，3个点的直径测定值的成型体基准的烧结收缩率的差异超过2％的试样评价为“×”，1～2％以下的试样评价为“○”，小于1％的试样评价为“◎”。

[0114] “熔点差”

[0115] 使用差示扫描量热计(DSC)，算出通过铝粉混合物在氩气气氛下从室温加热至700℃时的熔化而产生的吸热峰的顶点作为熔点，并算出粉末1的熔点M1(℃)与粉末2的熔点M2(℃)之差M1-M2(℃)作为熔点差。

[0116] 将以上项目中粉末1的组成及平均粒径、粉末2的组成及平均粒径以及粉末1和粉末2的质量混合比率记载于表1中。并且，将烧结气氛、烧结温度、烧结体密度、导热率、外径收缩差示于表2中。

[0117] [表1]

[0118]

	No.	粉末1					粉末2							粉末1:粉末2质量混合比率	粉末1:粉末2熔点差
		Mg	Bi	O	Al	平均粒径 /μm	Si	Cu	Mg	Bi	O	Al	平均粒径 /μm	95:5～70:30	
实施例	1	0	0	0.2	剩余部分	20	10	-	0.5	0	0.2	剩余部分	30	90:10	92
	2	0	0	0.1	剩余部分	50	10	-	0.5	0	0.2	剩余部分	30	80:20	92
	3	0	0	0.5	剩余部分	15	10	-	0.5	0	0.2	剩余部分	30	70:30	92
	4	0	0	0.2	剩余部分	20	10	-	0.5	0	0.2	剩余部分	30	95:5	92
	5	0	0	0.2	剩余部分	20	5	-	1.0	0.2	0.2	剩余部分	20	80:20	54
	6	0	0	0.2	剩余部分	20	-	5	1.0	0.1	0.3	剩余部分	15	70:30	44
	7	0	0	0.2	剩余部分	20	10	10	1.0	0.5	0.5	剩余部分	50	95:5	110
	8	0	0	0.2	剩余部分	30	8	-	2.0	1.0	0.1	剩余部分	25	90:10	59
	9	0.5	0	0.6	剩余部分	20	12	-	0.2	0.0	0.2	剩余部分	25	80:20	70
	10	0.5	0	0.6	剩余部分	20	12	-	0.2	0.0	0.2	剩余部分	25	95:5	71
	11	0.5	0.1	0.7	剩余部分	30	10	-	0.5	0.2	0.3	剩余部分	25	90:10	84
	12	0.5	0.2	0.8	剩余部分	30	8	-	0.5	0.2	0.3	剩余部分	25	90:10	85
	13	0.3	0.1	0.3	剩余部分	20	10	-	0.5	0.2	0.3	剩余部分	20	90:10	86
	14	0	0	1.0	剩余部分	12	10	-	0.5	0	0.2	剩余部分	30	80:20	92
比较例	1	0	0	0.2	剩余部分	20	4	-	0.5	0	0.3	剩余部分	20	80:20	39
	2	0	0	0.2	剩余部分	20	15	10	0.5	0	0.6	剩余部分	40	90:10	129
	3	0	0	0.2	剩余部分	20	10	-	3.0	0	0.2	剩余部分	40	70:30	98
	4	0	0	0.2	剩余部分	20	10	-	0.1	0	0.4	剩余部分	20	90:10	89
	5	0	0	0.2	剩余部分	20	10	-	0.5	0	0.2	剩余部分	20	97:3	92
	6	0	0	0.2	剩余部分	20	10	-	0.5	0	0.2	剩余部分	20	65:35	92

[0119] [表2]

[0120]

	No.	烧结条件		烧结体评价		
		烧结气氛	烧结温度	烧结体密度	导热率	外径收缩差
		Ar 或 Vac.	580-650	85%以上	140 >	2%以下
实施例	1	氩气	640	92.5%	203.2	◎
	2	真空	630	93.6%	195.8	○
	3	氩气	580	95.3%	195.1	○
	4	真空	650	90.7%	196.8	◎
	5	氩气	630	91.4%	187.2	◎
	6	氩气	640	89.3%	179.7	○
	7	氩气	590	91.1%	198.5	○
	8	氩气	610	92.1%	195.9	◎
	9	氩气	610	93.2%	171.0	○
	10	氩气	640	92.5%	188.1	◎
	11	氩气	620	94.3%	197.0	◎
	12	氩气	620	92.5%	184.6	◎
	13	氩气	630	95.3%	215.1	◎
	14	氩气	600	90.7%	172.3	◎
比较例	1	氩气	640	79.3%	98.8	◎
	2	氩气	620	95.8%	187.9	×
	3	真空	590	95.8%	136.7	○
	4	真空	620	81.6%	134.5	○
	5	氩气	620	75.9%	92.3	◎
	6	氩气	620	88.1%	115.0	×

[0121] 实施例1～实施例8表示将纯铝粉末用作粉末1且将铝合金粉末用作粉末2的例,其中,所述铝合金粉末为由具有含有5质量%以上且20质量%以下的Si和Cu中的一种或两种、0.2质量%以上且2.0质量%以下的Mg以及剩余部分为铝和不可避免的杂质的组成的铝合

金构成的铝合金粉末、或在上述组成中还含有0.1质量％～1.0质量％的Bi的铝合金粉末。

[0122] 实施例9～实施例14为将在铝中添加Mg:0.3质量％～0.5质量％和Bi:0.1质量％～0.2质量％中的至少一者而获得的铝合金粉末用作粉末1且将上述粉末2用作粉末2的例。粉末1的平均粒径为12μm～50μm,粉末2的平均粒径为15μm～50μm。

[0123] 这些实施例1～实施例14为如下优异的烧结体:烧结体密度为2.30以上,导热率为超过140的值,外径收缩率为2％以下。

[0124] 因此,若为使用了将上述粉末1和粉末2设为上述质量混合比率的铝粉混合物的烧结体,则能够获得密度高、导热性优异且形状没有变形的与目标形状一致的形状的烧结体。

[0125] 相对于这些实施例,比较例1的Si含量少,无法获得充分的烧结促进效果。比较例2的Si量、Cu量多,液相量过多,其结果,外径收缩差变大。

[0126] 比较例3为Mg含量过多的试样,但是由于Mg固溶量在铝中的增加的影响和由作为烧结体的密度降低引起的影响而导热率降低。

[0127] 比较例4为Mg含量过少的试样,但是烧结体密度降低。

[0128] 在比较例5中,粉末2相对于粉末1的添加量少,因此没有发生充分的烧结。

[0129] 比较例6为如下试样:粉末2相对于粉末1的添加量过多,因此在烧结时产生了必要以上的液相,外径收缩差大,难以保持形状。

[0130] 根据以上对比可知,如上述实施例那样,在将粉末1+粉末2的配合比率、平均粒径调整在特定范围内的同时,调节粉末1和粉末2的组成,并在适当的温度范围内进行烧结,从而可以获得优异的烧结体。

[0131] 将拍摄实施例1的外观而获得的照片示于图4中。并且,将拍摄比较例4的外观而获得的照片示于图5中。图4所示的试样为形状整齐的圆柱形状,从上部到下部几乎未观察到直径的变化。另一方面,在图5所示的试样中,虽然上部侧为圆柱状,但是下部侧成为遍及全周鼓出的形状,其结果,外径收缩差变大。根据这些对比,认为为了保持作为烧结体的形状,需要控制液相量,在以最小限度的液相使其致密化的同时制造烧结体是有利的。

[0132] 产业上的可利用性

[0133] 根据本发明的铝粉混合物,能够进一步促进粉末(粒子)之间的烧结,作为铝烧结体能够实现高密度化,并且能够获得显示高导电性和高导热性的烧结体,因此能够在产业上利用。

[0134] 符号说明

[0135] 1-坯体,2-加热炉,3-铝粉混合物,4-起始材料粉末,5-铝合金粉末,6-液相,7-烧结体,9-产品烧结体。

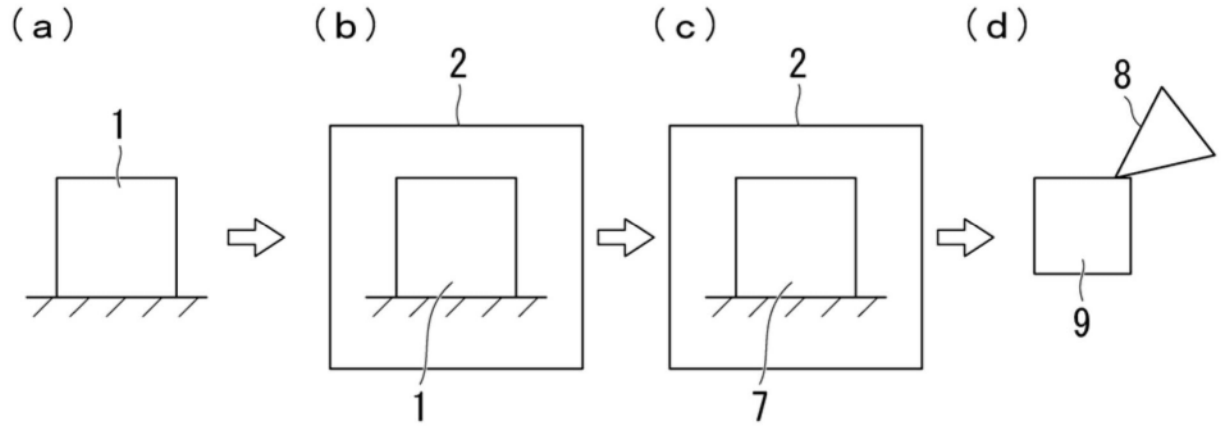


图1

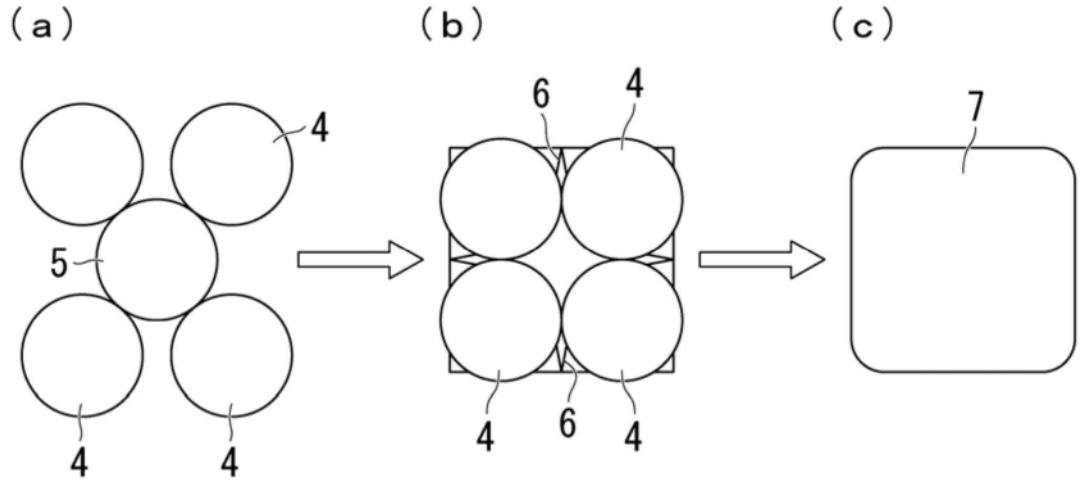


图2

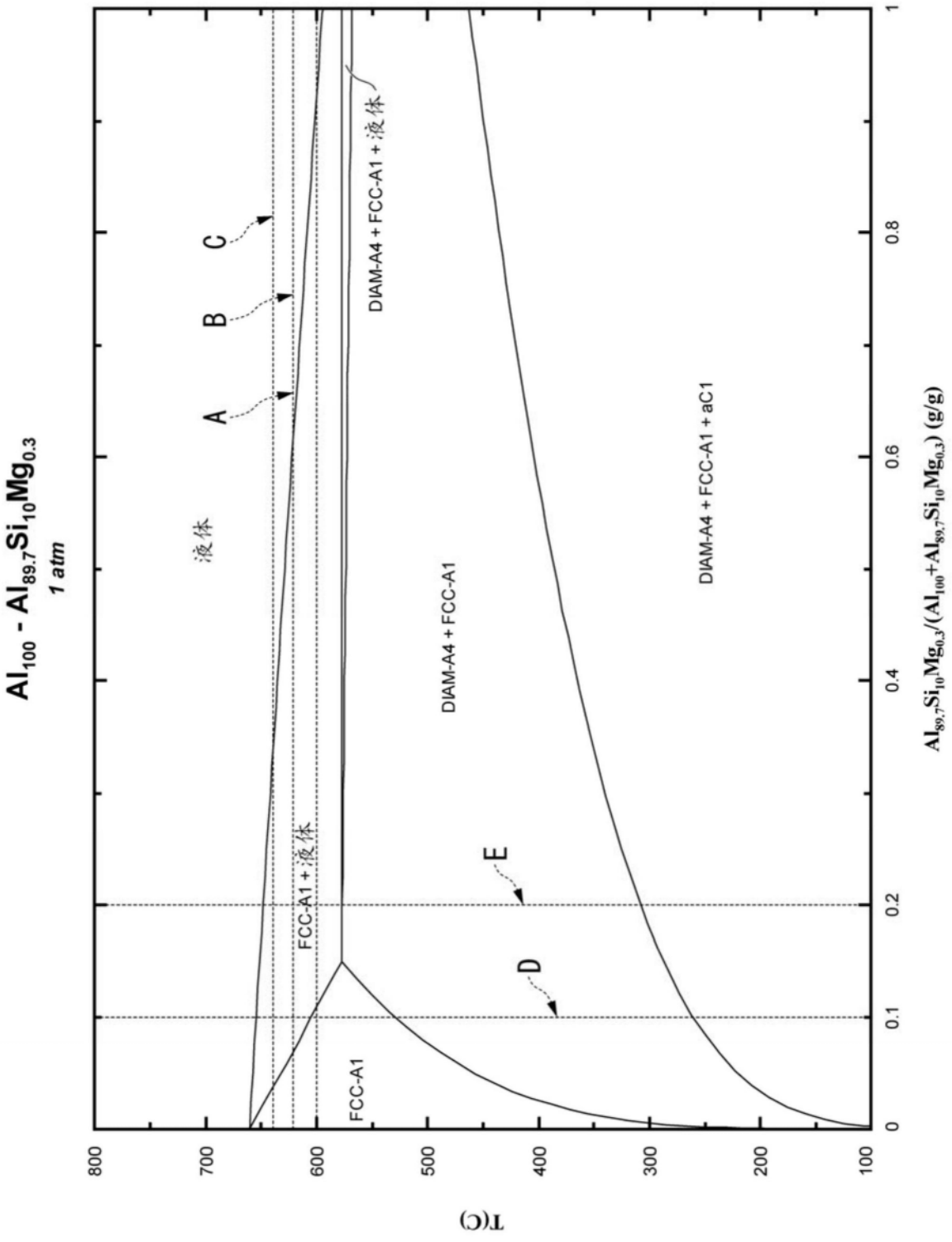

Al100 - Al89.7Si10Mg0.3
1 atm
液体
A
B
C
DIAM-A4 + FCC-A1 + 液体
FCC-A1 + 液体
DIAM-A4 + FCC-A1
DIAM-A4 + FCC-A1 + aC1
FCC-A1
D
E
T(C)
800
700
600
500
400
300
200
100
0
0.1
0.2
0.4
0.6
0.8
1
Al89.7Si10Mg0.3/(Al100+Al89.7Si10Mg0.3) (g/g)

图3

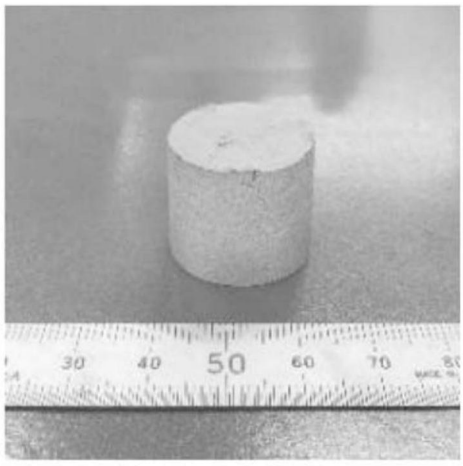


图4

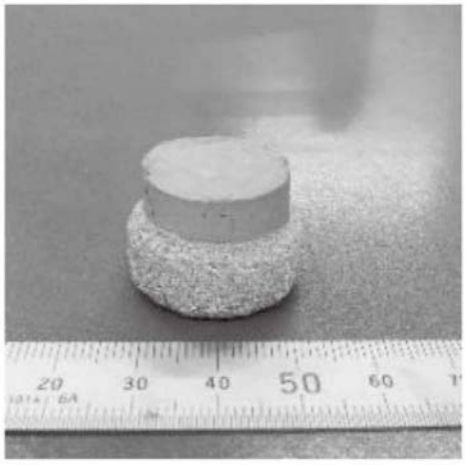


图5