

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6901791号
(P6901791)

(45) 発行日 令和3年7月14日 (2021.7.14)

(24) 登録日 令和3年6月22日 (2021.6.22)

(51) Int.Cl.	F I
B 2 1 C 23/00 (2006.01)	B 2 1 C 23/00 A
B 2 1 C 23/01 (2006.01)	B 2 1 C 23/01 B
C 2 2 C 47/00 (2006.01)	C 2 2 C 47/00 Z
C 2 2 C 47/14 (2006.01)	C 2 2 C 47/14
C 2 2 C 21/00 (2006.01)	C 2 2 C 21/00 N
請求項の数 1 (全 13 頁) 最終頁に続く	

(21) 出願番号	特願2019-102894 (P2019-102894)	(73) 特許権者	519199004
(22) 出願日	令和1年5月31日 (2019.5.31)		ブギョン ナショナル ユニバーシティ
(65) 公開番号	特開2020-175439 (P2020-175439A)		インダストリーユニバーシティ コーオ
(43) 公開日	令和2年10月29日 (2020.10.29)		ペレーション ファウンデーション
審査請求日	令和1年5月31日 (2019.5.31)		大韓民国, 48547, プサン, ナムグ
(31) 優先権主張番号	10-2019-0043557		, シンソンロー 365 (ヨンダングード
(32) 優先日	平成31年4月15日 (2019.4.15)		ン, ブギョン ナショナル ユニバーシテ
(33) 優先権主張国・地域又は機関	韓国 (KR)		ィ)
		(74) 代理人	110000338
			特許業務法人HARAKENZO WOR
			LD PATENT & TRADEMA
			RK
		(72) 発明者	クォン ハンサン
			大韓民国, プサン, スヨング, クァンア
			ンヘビョンロー 459-5, 402
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 複合材料の製造のための塑性加工用ビレットの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(A) アルミニウム粉末及びカーボンナノチューブ (CNT) をボールミル (ball mill) してアルミニウム粉末 100 体積部に対してカーボンナノチューブを 0.09 体積部乃至 10 体積部で含む複合粉末及びアルミニウム粉末 100 体積部に対してカーボンナノチューブを 0 体積部超過 0.08 体積部以下で含む複合粉末を製造する複合粉末製造段階と、

(B) 前記複合粉末を含む多層ビレット (billet) を製造するビレット製造段階とを含み、

前記多層ビレットは、

第 2 シェル層としてアルミニウムからなる缶状の第 1 ビレット、

第 1 シェル層として前記第 1 ビレットの内部に配置され、アルミニウム粉末 100 体積部に対してカーボンナノチューブを 0.09 体積部乃至 10 体積部で含む複合粉末からなる第 2 ビレット、及び

コア層として前記第 2 ビレットの内部に配置され、アルミニウム粉末 100 体積部に対してカーボンナノチューブを 0 体積部超過 0.08 体積部以下で含む複合粉末からなる第 3 ビレットからなることを特徴とする、複合材料の製造のための塑性加工用ビレットの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、塑性加工用ビレットの製造方法及びこれにより製造されたビレットに関する。

【背景技術】

【0002】

塑性加工は、機械加工などの切断を含まないながらも、様々な産業用素材を大量に生産することができる工法である。特に、所望の形状を持つ金型または型を用いて、最終製品に近接した形状を溶融なしに固相で簡単に製造することができる。

【0003】

しかし、従来の塑性加工に提供されるビレット (billet) をなす素材は、単一素材に限定されており、塑性加工を用いた複合材料の製造に適したビレット製造技術に対する開発が求められる。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】 韓国登録特許第10-1590181号 (登録日: 2016年1月25日)

【特許文献2】 韓国公開特許第10-2010-0066089号 (公開日: 2010年6月17日)

【発明の概要】

20

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は、押出などの塑性加工工程を介してクラッド材などの複合材料を製造するのに使用できる、塑性加工用ビレットの製造方法及びこれにより製造されたビレットを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明のある態様によれば、(A) 2種以上の異種材料粉末をボールミル (ball mill) して複合粉末を製造する複合粉末製造段階と、(B) 前記複合粉末を含む多層ビレット (billet) を製造するビレット製造段階とを含み、前記多層ビレットは、コア層、及び前記コア層を取り囲む2層以上のシェル層を含んでなり、前記コア層、及び最外郭シェル層を除くシェル層は、前記複合粉末からなり、前記最外郭シェル層は、純金属または合金からなり、前記コア層及びシェル層それぞれに含まれる複合粉末は、組成が互いに異なることを特徴とする、複合材料の製造のための塑性加工用ビレットの製造方法を提供する。

30

【0007】

また、前記異種材料は、金属、ポリマー、セラミック及び炭素系ナノ材料よりなる群から選択される2種以上であることを特徴とする。

【0008】

また、前記金属は、Al、Cu、Ti、Mg、K、Ca、Sc、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Zn、Ga、Rb、Sr、Y、Zr、Mo、Ru、Rh、Pd、Ag、Cd、In、Sn、Cs、Ba、La、Ce、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、W、Cd、Sn、Hf、Ir、Pt及びPbよりなる群から選択される1種の金属または2種以上の金属の合金であることを特徴とする。

40

【0009】

また、前記ポリマーは、(i) アクリル系樹脂、オレフィン系樹脂、ビニル系樹脂、スチレン系樹脂、フッ素系樹脂及び繊維素系樹脂から選択される熱可塑性樹脂、または(ii) フェノール樹脂、エポキシ樹脂及びポリイミド樹脂から選択される熱硬化性樹脂であることを特徴とする。

【0010】

50

また、前記セラミックは、(i) 酸化物系セラミック、または(ii) 窒化物、炭化物、ホウ化物及びケイ化物から選択される非酸化物系セラミックであることを特徴とする。

【0011】

また、前記炭素系ナノ材料は、カーボンナノチューブ、カーボンナノファイバー、カーボンナノ粒子、メソ多孔性炭素、カーボンナノシート、カーボンナノロッド及びカーボンナノベルトよりなる群から選択された1種以上であることを特徴とする。

【0012】

また、前記多層ビレットは、コア層、前記コア層を取り囲む第1シェル層、及び前記第1シェル層を取り囲む第2シェル層からなることを特徴とする。

【0013】

また、前記多層ビレットは、前記第2シェル層としての缶状の第1ビレット、前記第1シェル層として前記第1ビレットの内部に配置された第2ビレット、及び前記コア層として前記第2ビレットの内部に配置された第3ビレットからなることを特徴とする。

【0014】

また、前記段階(B)のビレット製造段階は、前記複合粉末を10MPa乃至100MPaの高压で圧着させる工程を含むことを特徴とする。

【0015】

また、前記段階(B)のビレット製造段階は、前記複合粉末を30MPa乃至100MPaの圧力下、280℃乃至600℃の温度で1秒乃至30分間、放電プラズマ焼結(spark plasma sintering)させる工程を含むことを特徴とする。
本発明の他の態様によれば、前記製造方法によって製造された複合材料の製造のための塑性加工用ビレットを提供する。

【発明の効果】

【0016】

本発明に係る塑性加工用ビレットの製造方法によれば、従来の単一素材ビレットが持つ限界を克服し、クラッド材など、特性に合わせた複合素材の製作を可能にする塑性加工用ビレットを作製することができる。

【図面の簡単な説明】

【0017】

【図1】本発明に係る複合材料の製造のための塑性加工用ビレットの製造方法を示す工程フローチャートである。

【図2】ビレット製造過程を模式的に示す図である。

【図3】本発明によって製造される多層ビレットの一例を模式的に示す斜視図である。

【図4】実施例4でアルミニウム系ビレットを押し出して製造した複合材料の写真である。

【図5】比較例2でアルミニウム系ビレットを押し出して製造した複合材料の写真である。

【発明を実施するための形態】

【0018】

本発明を説明するにあたり、関連した公知の機能または構成に対する具体的な説明が本発明の要旨を不明瞭にするおそれがあると判断された場合は、その詳細な説明を省略する。

【0019】

本発明の概念による実施例は、様々な変更を加えることができ、様々な形態を有することができる。よって、特定の実施例を図面に例示し、本明細書または出願に詳細に説明しようとする。ところが、これは本発明の概念による実施例を特定の開示形態について限定しようとするものではなく、本発明の思想及び技術範囲に含まれるあらゆる変更、均等物及び代替物を含むものと理解されるべきである。

【0020】

本明細書で使用した用語は、単に特定の実施例を説明するために使用されたもので、本

10

20

30

40

50

発明を限定するものではない。単数の表現は、文脈上明白に異なる意味ではない限り、複数の表現を含む。本明細書において、「含む」または「有する」などの用語は、説示された特徴、数字、段階、動作、構成要素、部分品またはこれらの組み合わせが存在することを指定しようとするもので、一つまたはそれ以上の他の特徴や数字、段階、動作、構成要素、部分品またはこれらの組み合わせの存在または付加の可能性を予め排除しないと理解されるべきである。

【0021】

以下、本発明を詳細に説明する。

【0022】

図1は本発明の一実施例に係る複合材料の製造のための塑性加工用ビレットの製造方法を示す工程フローチャートである。

10

【0023】

まず、図1を参照して、前記複合材料の製造のための塑性加工用ビレットの製造方法を説明する。

【0024】

図1を参照すると、前記複合材料の製造のための塑性加工用ビレットの製造方法は、2種以上の異種材料粉末をボールミル (ball mill) して複合粉末を製造する複合粉末製造段階 (S10) と、前記複合粉末を含む多層ビレット (billet) を製造するビレット製造段階 (S20) とを含む。

20

【0025】

まず、2種以上の異種材料粉末をボールミル (ball mill) して複合粉末を製造する (S10)。

【0026】

この時、前記2種以上の異種材料は、金属、ポリマー、セラミック及び炭素系ナノ材料よりなる群から選択できる。

【0027】

前記金属は、Al、Cu、Ti、Mg、K、Ca、Sc、V、Cr、Mn、Fe、Co、Ni、Zn、Ga、Rb、Sr、Y、Zr、Mo、Ru、Rh、Pd、Ag、Cd、In、Sn、Cs、Ba、La、Ce、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、W、Cd、Sn、Hf、Ir、Pt及びPbよりなる群から選択される1種の金属、またはこれらの金属の合金から選択される少なくとも一つであり得るが、これらに限定されるものではない。

30

【0028】

また、前記ポリマーは、(i) アクリル系樹脂、オレフィン系樹脂、ビニル系樹脂、スチレン系樹脂、フッ素系樹脂及び繊維素系樹脂から選択される熱可塑性樹脂、または(ii) フェノール樹脂、エポキシ樹脂及びポリイミド樹脂から選択される熱硬化性樹脂を例として挙げることができるが、ポリマーも前述したポリマーであって、その種類が限定されるものではない。

【0029】

前記セラミックは、(i) 酸化物系セラミック、または(ii) 窒化物、炭化物、ホウ化物及びケイ化物から選択される非酸化物系セラミックを例として挙げることができるが、これらに限定されるものではない。

40

【0030】

前記炭素系ナノ材料は、カーボンナノチューブ、カーボンナノファイバー、カーボンナノ粒子、メソ多孔性炭素、カーボンナノシート、カーボンナノロッド及びカーボンナノペルトよりなる群から選択された1種以上であり得るが、これらに限定されるものではない。

【0031】

一方、前記2種以上の異種材料粉末としてリサイクル粉末 (recycled powder) を使用することができる。

【0032】

50

一例として、本段階でアルミニウムまたはアルミニウム合金粉末及びカーボンナノチューブ（CNT）をボールミル（ball mill）して複合粉末を製造することができる。

【0033】

前記アルミニウム合金粉末は、1000番台系、2000番台系、3000番台系、4000番台系、5000番台系、6000番台系、7000番台系及び8000番台系よりなる群から選択されるいずれか一つであり得る。

【0034】

前記複合粉末は前記カーボンナノチューブを含むことにより、これを用いて製造されるビレットを用いて押出、圧延、鍛造などの塑性加工を介してクラッド材などの複合材料を製造する場合、該当複合材料は、高熱伝導性、高強度、軽量化特性を持つので、様々な電子部品及び照明器具などの放熱用素材などとして非常に有用に活用できる。

10

【0035】

一方、マイクロサイズの前記アルミニウムまたはアルミニウム合金粒子は、ナノサイズの前記カーボンナノチューブとのサイズ差が大きくて分散が難しく、前記カーボンナノチューブは、強いファンデルワールス力によって凝集しやすく、前記カーボンナノチューブを前記アルミニウムまたはアルミニウム合金粉末と均一に分散させるために分散誘導剤がさらに添加できる。

【0036】

前記分散誘導剤としては、ナノSiC、ナノSiO₂、ナノAl₂O₃、ナノTiO₂、ナノFe₃O₄、ナノMgO、ナノZrO₂、及びこれらの混合物よりなる群から選択されるいずれか一つのナノサイズのセラミックを使用することができる。

20

【0037】

前記ナノサイズのセラミックは、前記カーボンナノチューブを前記アルミニウムまたはアルミニウム合金粒子の間に均一に分散させる作用をし、特に、前記ナノSiC（ナノシリコンカーバイド、nano Silicon carbide）は、引張強度が高く、鋭く、一定の電気伝導性及び熱伝導性を持っており、高硬度及び高耐火性を有し、熱衝撃に強く、高温性質及び化学的安定性に優れて研磨材、耐火材として使用される。また、前記アルミニウムまたはアルミニウム合金粒子の表面に存在する前記ナノSiC粒子は、前記カーボンナノチューブと前記アルミニウムまたはアルミニウム合金粒子との直接接触を抑制して、一般に知られている前記カーボンナノチューブと前記アルミニウムまたはアルミニウム合金との反応によって生成できる不健全相のアルミニウムカーバイドの生成を抑制する役割も果たす。

30

【0038】

また、前記複合粉末は、前記アルミニウム粉末またはアルミニウム合金粉末100体積部、及び前記カーボンナノチューブ0.01体積部乃至10体積部を含むことができる。前記カーボンナノチューブの含有量が前記アルミニウムまたはアルミニウム合金粉末100体積部に対して0.01体積部未満である場合、前記アルミニウム系クラッド材の強度は純アルミニウムまたはアルミニウム合金と同様に示されるので、強化材として十分な役割を果たすことができないおそれがあり、前記カーボンナノチューブの含有量が10体積部を超える場合、強度は純アルミニウムまたはアルミニウム合金に比べて増加するものの、延伸率が低下するおそれがある。また、前記カーボンナノチューブの含有量が非常に多くなると、むしろ分散が難しくなり、欠陥として作用して機械的・物理的特性を低下させるおそれもある。

40

【0039】

また、前記複合粉末が前記分散誘導剤をさらに含む場合、前記複合粉末は、前記アルミニウム粉末100体積部に対して前記分散誘導剤0.1体積部乃至10体積部をさらに含むことができる。

【0040】

前記分散誘導剤の含有量が前記アルミニウム粉末100体積部に対して0.1体積部未

50

満である場合には、分散誘導効果が微々たるものであり、10体積部を超える場合には、カーボンナノチューブの凝集により分散が難しくてもむしろ欠陥として作用するおそれがある。

【0041】

一方、前記ボールミルは、具体的には大気、不活性雰囲気、例えば窒素またはアルゴン雰囲気中、150 r/min乃至300 r/minの低速または300 r/min以上の高速で12時間乃至48時間の間、ボールミル機、例えば水平型またはプラネタリーボールミル機を用いて行われ得る。

【0042】

このとき、前記ボールミルは、ステンレス容器で、ステンレスボール（直径20φのボールと直径10φのボールを1：1で混合）を前記複合粉末100体積部に対して100体積部乃至1500体積部で装入して行われ得る。

10

【0043】

また、摩擦係数を減少させるために、工程制御剤として、ヘプタン、ヘキサン及びアルコールよりなる群から選択されるいずれか一つの有機溶剤を前記複合粉末100体積部に対して10体積部乃至50体積部で使用することができる。前記有機溶剤は、ボールミル後の容器をオープンして前記混合粉末の回収の際にフードからすべて蒸発し、回収される混合粉末には、前記アルミニウム粉末と前記カーボンナノチューブのみが残る。

【0044】

この時、前記ナノサイズのセラミックである分散誘導剤は、前記ボールミル工程時に発生する回転力によって前記ナノサイズのミリングボールのような役割を果たし、物理的に凝集した前記カーボンナノチューブを分離し、流動性を促進させて前記カーボンナノチューブを前記アルミニウム粒子の表面にさらに均一に分散させることができる。

20

【0045】

次に、前記得られた複合粉末を含む多層ビレット（billet）を製造する（S20）。

【0046】

本段階で製造される前記多層ビレットは、コア層、及び前記コア層を取り囲む2層以上のシェル層を含んでなり、前記コア層、及び最外郭シェル層を除くシェル層は、前記複合粉末からなり、前記最外郭シェル層は、純金属または合金からなり、前記コア層及びシェル層それぞれに含まれる複合粉末は、組成（複合粉末に含まれる異種材料の種類及び／または各異種材料の含有量）が互いに異なることを特徴とする。

30

【0047】

前記複合粉末に含まれる異種材料がアルミニウム（またはアルミニウム合金）粉末及びカーボンナノチューブ（CNT）である場合を例として挙げると、本段階で製造される多層ビレットは、コア層、及び前記コア層を取り囲む2層以上のシェル層を含んでなり、前記コア層、及び最外郭シェル層を除くシェル層は、前記複合粉末からなり、前記最外郭シェル層は、（i）アルミニウムまたはアルミニウム合金粉末、または（ii）前記複合粉末からなり、前記コア層及びシェル層それぞれに含まれる複合粉末は、アルミニウムまたはアルミニウム合金粉末に対するカーボンナノチューブの体積分率が互いに異なることを特徴とする。

40

【0048】

前記多層ビレットに含まれるシェル層の数は、特に限定されないが、経済性などを考慮すると、5層以下であることが好ましい。

【0049】

図2は上述したような多層ビレット製造過程の一例を模式的に示す図である。図2を参照すると、前記ビレットは、前記複合粉末10をガイドーGを介して金属缶20に装入し（S20-1）、キャップCで封入または圧着して粉末が流れないようにして製造することができる（S20-4）。

【0050】

50

前記金属缶 20 は、電気伝導性及び熱伝導性のある金属からなるものであれば、いずれも使用可能であり、アルミニウムまたはアルミニウム合金缶、銅缶、マグネシウム缶を好ましく使用することができる。前記金属缶 20 の厚さは、6 インチのビレットを仮定する場合に 0.5 mm 乃至 150 mm であり得るが、これは、ビレットの大きさに応じて様々な厚さ比率を持つことができる。

【0051】

図 3 は本段階で製造できる多層ビレットの一例であって、コア層と、これを取り囲む 2 層シェル層を含む多層ビレット、すなわち、コア層、前記コア層を取り囲む第 1 シェル層、及び前記第 1 シェル層を取り囲む第 2 シェル層からなる多層ビレットを模式的に示す斜視図である。

10

【0052】

図 3 を参照すると、まず、第 2 シェル層としての中空円筒状の第 1 ビレット 11 の内部に、第 1 シェル層として前記第 1 ビレット 11 とは成分が異なる第 2 ビレット 12 を配置し、前記第 2 ビレット 12 の内部にコア層として前記第 2 ビレット 12 とは成分が異なる第 3 ビレット 13 をさらに配置して多層ビレットを製造することができる。

【0053】

この時、前記第 1 ビレット 11 は、中空円筒状であって、一方の入口が閉じた缶 (can) 状、または両方の入口が開いた中空円筒状であり得る。前記第 1 ビレット 11 は、アルミニウム、銅、マグネシウムなどからなり得る。前記第 1 ビレット 11 は、前記金属母材を溶融させた後、鋳型に注入して中空円筒状に製造するか、或いは機械加工して製造することができる。

20

【0058】

この時、前記第 2 ビレット 12 と第 3 ビレット 13 が含む複合粉末は、その組成が互いに異なる。前記複合粉末に含まれる異種材料がアルミニウム (またはアルミニウム合金) 粉末及びカーボンナノチューブ (CNT) である場合を例として挙げると、前記第 2 ビレット 12 は、前記アルミニウムまたはアルミニウム合金 100 体積部に対して前記カーボンナノチューブを 0.09 体積部乃至 10 体積部で含み、前記第 3 ビレット 13 は、前記アルミニウムまたはアルミニウム合金粉末 100 体積部に対して前記カーボンナノチューブを 0 体積部超過 0.08 体積部以下で含むことができる。

【0060】

30

前記多層ビレットは、前記多層ビレットの全体積に対して、前記第 2 ビレット 12 を 0.01 体積%乃至 10 体積%、及び前記第 3 ビレット 13 を 0.01 体積%乃至 10 体積%で含むことができ、前記第 1 ビレット 11 を残りの体積で含むことができる。

【0061】

一方、前記多層ビレットが、前記複合粉末を含む前記第 2 ビレット 12 又は前記第 3 ビレット 13 を含むことにより、前記多層ビレットは、前記封入する前に、10 MPa 乃至 100 MPa の高圧で圧着させる工程を含むことができる (S20-2)。

【0062】

前記多層ビレットを圧着することにより、以後、前記多層ビレットを押出ダイスを用いて押出するなど、塑性加工を行うことが可能となる。前記複合粉末を圧着する条件が 10 MPa 未満である場合には、製造された塑性加工複合材料に気孔が発生することができ、前記複合粉末が流下することができ、前記複合粉末を圧着する条件が 100 MPa を超える場合には、高圧力により前記第 2 ビレット (2 番目以上のビレットを意味する) が膨張することができる。

40

【0063】

また、前記多層ビレットが、前記複合粉末を含む前記第 2 ビレット及び／または前記第 3 ビレットを含むことにより、以後、前記多層ビレットを押出などの塑性加工工程に提供するために、前記多層ビレットを焼結させる工程をさらに含むことができる (S20-3)。

【0064】

50

前記焼結には、放電プラズマ焼結 (spark plasma sintering) または熱間加圧焼結装置を使用することができるが、同じ目的を達成することができる限り、いかなる焼結装置を使用してもよい。ただし、短時間で高精度に焼結することが必要な場合、放電プラズマ焼結を用いることが好ましく、この時、30 MPa乃至100 MPaの圧力下、280℃乃至600℃の温度で1秒乃至30分間、放電プラズマ焼結を行うことができる。

【0065】

以下、本発明を実施例を挙げて詳細に説明する。

【0066】

本発明に係る実施例は、様々な他の形態に変形でき、本発明の範囲を限定するものではない。本発明の実施例は、当業分野における通常の知識を有する者に本発明をより完全に説明するために提供されるものである。

10

【0067】

[実施例及び比較例：アルミニウム及びカーボンナノチューブを含む多層ビレット及びその押出材]

<実施例1>

カーボンナノチューブは、純度99.5%、直径10 nm以下及び長さ30 μm以下を有し（ルクセンブルク、(株) OCSiAl社製）、アルミニウム粉末は、平均粒径45 μm、純度99.8%（韓国、Metal Player製）のものを使用した。

【0068】

20

一方、前記第1ビレットである金属缶の中央に円柱状の第3ビレットが位置し、前記第1ビレットと第3ビレットとの間に第2ビレット（複合粉末）が位置するように、多層ビレットを製造した。

【0069】

前記第2ビレットは、前記アルミニウム粉末100体積部に対してカーボンナノチューブを0.1体積部で含むアルミニウム-CNT複合粉末を含み、前記第1ビレットは、アルミニウム6063からなり、前記第3ビレットは、アルミニウム3003合金からなっている。

【0070】

前記第2ビレットは、具体的には次の方法で製造された。アルミニウム粉末100体積部、前記カーボンナノチューブ0.1体積部の割合でステンレス容器に30体積%で充填し、前記容器にステンレスボール（直径20φのボールと直径10φのボールとを混合）を容器の内部に30体積%まで充填し、ヘプタンを50 ml添加した後、これを水平型ボールミル機を用いて250 rpmで24時間低速ボールミルさせた。その後、前記容器をオープンして前記ヘプタンをフードからすべて蒸発させ、アルミニウム-CNT複合粉末を回収した。

30

【0071】

前記製造されたアルミニウム-CNT複合粉末を前記第1ビレットと前記第3ビレットとの間の隙間2.5 tに装入させ、100 MPaの圧力で圧着させることにより、前記多層ビレットを製造した。

40

【0072】

<実施例2>

実施例1と同様の方法で、前記カーボンナノチューブの含有量が1体積部であるアルミニウム-CNT複合粉末を製造し、多層ビレットを製造した。

【0073】

<実施例3>

実施例1と同様の方法で、前記カーボンナノチューブの含有量が3体積部であるアルミニウム-CNT複合粉末を製造し、多層ビレットを製造した。

【0074】

<実施例4>

50

実施例 1 で製造した多層ビレットを直接押出機を用いて押出比 1 0 0、押出速度 5 mm / s、押出圧力 2 0 0 k g / c m²、ビレット温度 4 6 0 °C の条件で直接押し出してアルミニウム系クラッド材を製造した (図 4)。

【0075】

<実施例 5>

実施例 2 で製造した多層ビレットを直接押出機を用いて押出比 1 0 0、押出速度 5 mm / s、押出圧力 2 0 0 k g / c m²、ビレット温度 4 6 0 °C の条件で直接押し出してアルミニウム系クラッド材を製造した。

【0076】

<実施例 6>

実施例 3 で製造した多層ビレットを直接押出機を用いて押出比 1 0 0、押出速度 5 mm / s、押出圧力 2 0 0 k g / c m²、ビレット温度 4 6 0 °C の条件で直接押し出してアルミニウム系クラッド材を製造した。

【0077】

<比較例 1>

CNT 10 重量%とアルミニウム粉末 80 重量%とを混合したアルミニウム-CNT 混合物を分散誘導剤 (溶媒と天然ゴム液を 1 : 1 で混合した溶液) と 1 : 1 で混合し、超音波を 12 分間照射して分散混合物を製造した後、分散混合物を管状炉で不活性雰囲気、500 °C で 1.5 時間熱処理して分散誘導剤成分を完全に除去することにより、アルミニウム-CNT 混合物を製造した。前記製造されたアルミニウム-CNT 複合粉末を直径 12 mm、厚さ 1.5 mm のアルミニウム缶に投入し、封入してビレットを製造した。

【0078】

<比較例 2>

比較例 1 で製造したビレットを熱間押出機 (日本、島津製作所製、モデル UH-500 kN) で押出温度 450 °C、押出比 20 の条件で熱間粉末押出することにより、アルミニウム系クラッド材を製造した (図 5)。

【0079】

[実験例 1 : アルミニウム系クラッド材の機械的物性の測定]

実施例及び比較例で製造されたアルミニウム系クラッド材の引張強度、延伸率及びビッカース硬さを測定し、その結果を下記表 1 に示した。

【0080】

前記引張強度及び延伸率は、引張速度 2 mm / s の引張テスト条件及び引張試験片 KS 規格 4 号の方法で測定し、前記ビッカース硬さは、300 g、15 秒の条件及び方法で測定した。

【0081】

【表 1】

	引張強度 (MPa)	延伸率 (%)	ビッカース硬さ (HV)
実施例 4	165	21	38
実施例 5	203	18	68
実施例 6	195	15	60
比較例 2	190	10	100
A16063 ¹⁾	120	28	30
A13003 ²⁾	100	31	28

【0082】

1) A16063 : アルミニウム 6063

2) A13003 : アルミニウム 3003

前記表 1 を参照すると、実施例 4 乃至 6 で製造されたアルミニウム系クラッド材は、強い材質 (A16063) とソフトな材質 (A13003) の材料を用いて押し出したアルミニウム系クラッド材に比べて強度と延性を同時に持っていることが分かる。

また、比較例 2 で製造されたアルミニウム系クラッド材は、ビッカース硬さが高いものの

、延伸率が非常に低いことが分かる。

【0083】

[実験例2：アルミニウム系クラッド材の耐食性の測定]

実施例及び比較例で製造されたアルミニウム系クラッド材の耐食性の特性を測定し、その結果を下記表2に示した。

【0084】

前記特性は、海水噴霧試験法でサイズ10×10と厚さ2mmのサンプルをCASS規格で測定した。

【0085】

【表2】

	CASS耐食性	熱伝導 ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)
実施例5	400以上	268
比較例2	320	210
A16063 ¹⁾	200	194
A13003 ²⁾	300	190

【0086】

1) A16063：アルミニウム6063

2) A13003：アルミニウム3003

前記表2を参照すると、実施例5で製造されたアルミニウム系クラッド材は、強い材質(A16063)と耐食性に優れた材質(A13003)の材料を用いて少量のCNTの添加でも押し出したアルミニウム系クラッド材に比べて耐食性が非常に向上することを確認することができる。また、比較例2で製造されたアルミニウム系クラッド材は、純合金よりは高い値を示すが、実施例5で製造されたアルミニウム系クラッド材よりは低いことが分かる。

【0087】

[実験例3：アルミニウム系クラッド材の熱伝導度の測定]

実施例及び比較例で製造されたアルミニウム系クラッド材の密度(density)、熱容量(heat capacity)、熱拡散性(diffusivity)、熱伝導度(thermal conductivity)を測定し、その結果を下記表3に示す。

【0088】

前記密度は、アルキメデスの原理でISO規格に基づいて前記アルミニウム系クラッド材の密度を測定し、前記熱容量と熱拡散性は、レーザーフラッシュ方法でサイズ10×10と厚さ2mmのサンプルで測定し、前記熱伝導度は、測定された密度×熱容量×熱拡散度の積で得られた。

【0089】

【表3】

	密度 (g/cm^3)	熱容量 ($J/g \cdot K$)	熱拡散性 (mm^2/s)	熱伝導 ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$)
実施例6	2.69	0.788	148	294
比較例2	2.7	1.1	84	250
A16063 ¹⁾	2.7	0.9	80	194
A11005 ²⁾	2.7	0.9	95	230
SWCNT ³⁾	~1.8	0.7	460	~5500

【0090】

1) A16063：アルミニウム6063

2) A11005：アルミニウム1005

3) SWCNT：単一壁カーボンナノチューブ

前記表3を参照すると、実施例6で製造されたアルミニウム系クラッド材は、強い材質(A16063)と軟質の優れた熱伝導性を有する純Al系(A11005)の材料を用

いて少量のCNTの添加でも押し出したアルミニウム系クラッド材に比べて熱伝導度が非常に向上することを確認することができる。

【0091】

また、比較例2で製造されたアルミニウム系クラッド材は、純合金よりは高い値を示すが、実施例6で製造されたアルミニウム系クラッド材よりは低いことが分かる。

【0092】

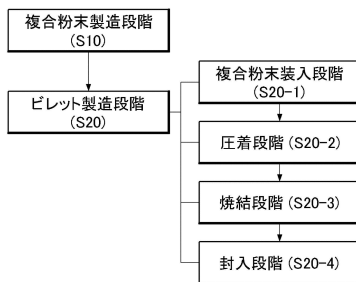
以上、本発明の好適な実施例について詳細に説明したが、前述した実施例は、本発明の特定の一例として提示されるものであり、これによって本発明が限定されるのではなく、後述する特許請求の範囲で定義している本発明の基本概念を利用した当業者の様々な変形及び改良形態も本発明の権利範囲に属するのである。

【符号の説明】

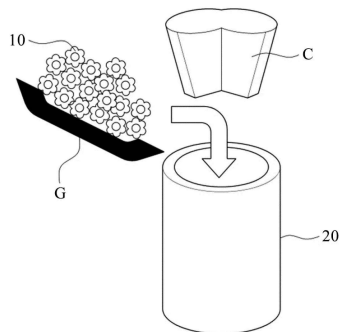
【0093】

- 10 複合粉末
- 11 第1ビレット
- 12 第2ビレット
- 13 第3ビレット
- 20 金属缶
- G ガイダー
- C キャップ

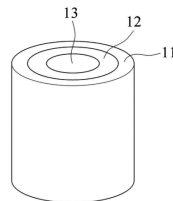
【図1】



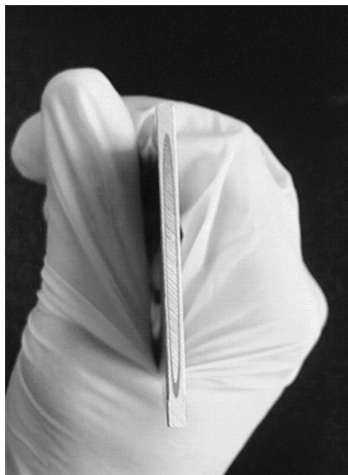
【図2】



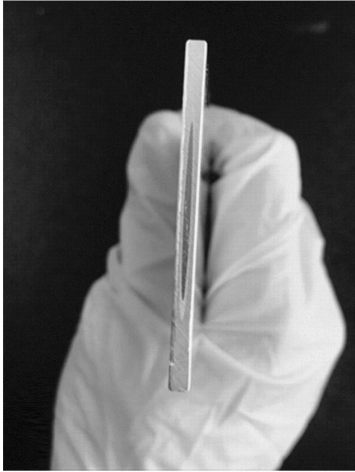
【図3】



【図4】



【図 5】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.			F I		
B 2 2 F	1/00	(2006.01)	B 2 2 F	1/00	N
B 2 2 F	3/14	(2006.01)	B 2 2 F	3/14	1 0 1 C
C 2 2 C	1/05	(2006.01)	C 2 2 C	1/05	C
B 2 2 F	7/06	(2006.01)	B 2 2 F	7/06	D
B 2 2 F	7/04	(2006.01)	B 2 2 F	7/06	C
C 0 1 B	32/168	(2017.01)	B 2 2 F	7/04	Z
C 2 2 C	49/06	(2006.01)	C 0 1 B	32/168	
C 2 2 C	49/11	(2006.01)	C 2 2 C	49/06	
C 2 2 C	49/10	(2006.01)	C 2 2 C	49/11	
C 2 2 C	49/08	(2006.01)	C 2 2 C	49/10	
			C 2 2 C	49/08	

審査官 瀧口 博史

- (56)参考文献 中国特許出願公開第1 0 5 6 4 8 2 4 9 (CN, A)
 中国特許出願公開第1 0 5 7 3 4 3 2 2 (CN, A)
 特開平0 2－1 7 9 8 0 2 (JP, A)
 特表2 0 0 4－5 3 6 2 3 2 (JP, A)
 特開2 0 1 1－1 7 1 2 9 1 (JP, A)
 特開2 0 1 5－1 9 9 9 8 2 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
 C 2 2 C 1/1 0, 4 7/0 0－4 9/1 4
 C 2 2 C 1/0 4－ 1/0 5, 1/1 0
 C 2 2 C 2 1/0 0－2 1/1 8
 B 2 2 F 1/0 0－ 8/0 0