

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※ 申請案號： 97109682

※ 申請日期： 97.3.19.

※IPC 分類：B22F 1/00 (2006.01)

H01F 1/04 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

粉末金屬聚合物複合物

POWDER METAL POLYMER COMPOSITES

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

瑞典商好根那公司

HOGANAS AB (PUBL)

代表人：(中文/英文)

艾瑞克 丹尼爾森

DANIELSON, ALRIK

住居所或營業所地址：(中文/英文)

瑞典好根那市

SE-263 83 HOGANAS, SWEDEN

國 籍：(中文/英文)

瑞典 SWEDEN

三、發明人：(共 2 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 龐特斯 柏馬克
BERGMARK, PONTUS
2. 伯瓊 史卡曼
SKARMAN, BJORN

國 籍：(中文/英文)

1. 瑞典 SWEDEN
2. 瑞典 SWEDEN

四、聲明事項：

主張專利法第二十二條第二項 第一款或 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

申請前已向下列國家(地區)申請專利：

【格式請依：受理國家(地區)、申請日、申請案號 順序註記】

有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 丹麥；2007年03月21日；PA200700435

2. 美國；2007年03月21日；60/907,115

無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.

2.

主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

主張專利法第三十條生物材料：

須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於製造複合物零件之新方法。該方法包含將粉末組合物壓縮為壓縮體之步驟，隨後藉以產生連通孔隙系統之熱處理步驟及隨後之浸潤步驟。本發明另外係關於複合物零件。

【先前技術】

軟磁材料可用於以下應用：諸如電感器中之芯材、電機之定子及轉子、致動器、感應器及變壓器芯。傳統上，諸如電機中之轉子及定子的軟磁芯係由堆疊之鋼板層壓物製成。然而，近幾年對所謂軟磁複合物(SMC)材料引起熱切關注。SMC材料係基於軟磁顆粒，通常係基於鐵，在各顆粒上具有電絕緣塗層。使用傳統粉末冶金方法，藉由壓縮絕緣顆粒，視情況連同潤滑劑及/或黏合劑一起，從而獲得SMC零件。藉由使用粉末冶金技術，可能製造在SMC零件設計中具有與使用鋼板層壓物相比較高自由度之材料，因為SMC材料可攜帶三維磁通量且因為三維形狀可以壓縮過程獲得。

由於對SMC材料之關注增加，因此改良SMC材料之軟磁特徵為熱點研究之主題以擴大此等材料之應用。為達成此改良，正不斷開發新粉末及方法。

鐵芯組件之兩個關鍵特徵為其磁導率及芯損特徵。材料之磁導率為其變成磁化之能力或其攜帶磁通量之能力的指示。將磁導率定義為感應磁通量與磁化力或場強度之比。

當磁性材料暴露於諸如交變電場之交變場時，由於滯後損失及渦流損失兩者，因此發生能量損失。滯後損失係由克服鐵芯組件內之保留磁力之必然能量消耗引起且與(例如)交變電場之頻率成比例。渦流損失係由交流電(AC)條件所引起之變動通量造成鐵芯組件中之電流產生而引起且與交變電場之頻率的平方成比例。因而高電阻率為最小化渦流所需且在諸如約60 Hz以上之較高頻率下特別重要。為減小芯組件之滯後損失且增大芯組件之磁導率，一般需要熱處理壓縮零件，藉此減小自壓縮之感應應力。此外，為達成所需磁特性，諸如高磁導率、高感應及低芯損，經常需要壓縮零件具有高密度。本文將高密度定義為對於以鐵為主之壓縮零件而言 7.0 g/cm^3 以上，較佳 7.3 g/cm^3 以上，最佳約 7.5 g/cm^3 之密度。

除軟磁特性之外，足夠機械特性為必需的。高機械強度經常為避免引入裂痕、層壓及中斷(break-out)及達成在壓縮及熱處理之後已經受加工操作之壓縮物之良好磁特性的先決條件。又，浸漬聚合物網路之潤滑特性可顯著增加切割工具之壽命。

為了能夠擴大SMC組件之應用，高溫下之高強度為諸如對於用於以下應用之組件而言的重要特性：諸如汽車中之馬達芯、點火線圈及噴射閥。

藉由在壓縮前將黏合劑混合至SMC粉末中，可獲得壓縮及熱處理組件之改良機械強度。在專利文獻中，報導若干種類之諸如熱塑性塑膠及熱固性樹脂之有機樹脂、諸如矽

酸酯或矽樹酯之無機黏合劑。因為有機材料在約250℃以上之溫度會毀壞，所以有機樹脂黏合組件之熱處理限於相對較低溫度，約250℃以下。經熱處理之有機物黏合組件之機械強度在環境條件下良好但在100℃以上時劣化。無機樹脂可經受較高溫度而不影響機械特性，然而無機黏合劑之使用經常與不良粉末特性、不良壓縮性、不良可加工性相關且經常需要較高量而較高量使較高密度位準難以實現。

美國專利6 485 579描述藉由在水蒸氣存在下熱處理組件來增大SMC組件機械強度之方法。報導與在空氣中熱處理之組件相比機械強度值較高，然而獲得增大之芯損。在WO2006/135324中描述類似方法，其中若使用不含金屬之潤滑劑，則獲得高機械強度以及改良之磁導率。在使組件經受水蒸氣處理之前，潤滑劑在非還原蒙氣中蒸發。然而，當對組件進行蒸汽處理時，鐵顆粒之氧化亦將增大矯頑磁力且因此增大芯損。

例如藉由有機網路來浸漬、浸潤及密封模鑄物或粉末金屬(P/M)組件為防止表面腐蝕或密封表面氣孔之已知方法。有機網路滲透度將高度依賴於P/M零件之密度及加工條件而改變。低密度位準(<理論密度之89%)及適度燒結條件或熱處理提供容易之滲透及完全浸漬。對於具有高密度及低孔隙度之高效能材料而言，達成完全浸漬之先決條件受限。

例如在專利申請案JP 2004 178 643中展示浸漬SMC組件

以改良製造原型組件之可加工性或以改良耐腐蝕性，其中浸漬液一般由油構成。除此方法之或多或少改良之可加工性外，其產生帶油污且光滑之表面，更不利於處理。油並不極大改良切割工具壽命，因為其不會變成固體。同樣地，未固化或軟密封劑幾乎不具有加工價值。聚合物之可靠固化機制連同複合物零件之高機械強度為可靠加工效能之最好保證。

美國專利 6 331 270 及 US 6 548 012 均描述自未經塗佈之鐵磁粉藉由將粉末連同合適潤滑劑一起壓縮接著熱處理來製造 AC 軟磁組件之方法。亦陳述對於需要較高機械強度之應用而言，組件可(例如)以環氧樹脂浸漬。因為使用未經塗佈之粉末，所以此等方法不太合適，因為若組件用於經受約 60 Hz 以上之較高頻率的應用，則獲得高渦流損失。美國專利 5 993 729 主要涉及未經塗佈之以鐵為主之粉末及藉助於模壁潤滑製造之低密度壓縮物之浸潤。該專利亦提及顆粒個別塗佈有非黏合電絕緣層之粉末，其包含藉由溶膠凝膠法或藉由磷酸鹽化塗覆之氧化物。根據 US 專利 5 993 729 之經壓縮軟磁元件由於不良電阻率而限於在約 60 Hz 以下之低頻率下工作之應用。另外，浸漬製程前粉末或壓縮物之氧化熱處理將限制或完全阻止浸漬液之孔滲透，尤其對於具有約 7.0 g/cm^3 以上且尤其約 7.3 g/cm^3 以上之高密度的壓縮物而言。

【發明內容】

本發明之目標為提供增大經熱處理(SMC)組件之機械強

度的方法，尤其具有理論密度之約89%以上之密度(對於由以鐵為主之粉末製造之組件而言約 7.0 g/m^3 以上)且與已藉由氧化蒙氣中之常規熱處理達成較高機械強度之SMC壓縮物相比具有較低矯頑磁力的組件。

本發明之另一目標為提供製造具有高密度及例如約 150°C 以上之高溫下之高機械強度之浸漬組件的方法。

藉由製造複合物零件之方法來達成本發明之上述目標，該方法包含以下步驟：將包含潤滑劑之粉末組合物壓縮為壓縮體；將壓縮體加熱至潤滑劑汽化溫度以上之溫度使得潤滑劑大體上自壓縮體中移除；使所得經熱處理壓縮體經受包含奈米尺寸及/或微米尺寸增強結構之液體聚合物複合物處理；及藉由乾燥及/或藉由至少一次固化處理來凝固包含液體聚合物複合物之經熱處理壓縮體。

藉由使經熱處理壓縮體經受包含奈米尺寸及/或微米尺寸增強結構之液體聚合物複合物處理，該液體聚合物複合物能夠浸漬及/或浸潤經熱處理之壓縮體，如同壓縮體包含小空腔一般。藉由隨後凝固包含液體聚合物複合物之經熱處理壓縮體提供包含奈米尺寸及/或微米尺寸增強結構之穿插網路，其藉此產生與習知浸漬及/或浸潤法相比具有增大之機械強度及增大之可加工性之經熱處理壓縮體。

與習知浸漬或浸潤法相比，本發明之有機穿插網路除得到改良之機械強度外，亦得到增強之可加工特性。可選擇有機聚合物以賦予浸漬壓縮物以高溫下之高機械強度，約 150°C 下約 100 MPa 以上。

本發明允許成功浸漬具有高達理論密度之98%之壓縮物。又，與習知浸漬及/或浸潤法相比，將可能具有潤滑特性之穿插網路引入壓縮體中可顯著增加用以加工經熱處理壓縮體之切割工具及機械之壽命時間。

在本發明之一實施例中，粉末組合物另外包含軟磁粉末，較佳以鐵為主之軟磁顆粒，其中該等顆粒另外包含電絕緣塗層。

因此，該方法亦可製造軟磁零件/組件且藉此組合經熱處理壓縮體之增大之機械強度與改良之軟磁特性。

更進一步，該方法可改良SMC組件之可加工特性，該SMC組件在機器加工操作之後可保持良好磁特性。

另外，該方法能夠製造具有高密度及高機械強度之浸漬軟磁組件。增大之密度及機械強度亦可在例如約150°C以上之高溫下呈現。

另外，本發明因此提供製造軟磁複合物組件之方法，該軟磁複合物組件對於(例如)由諸如磁致伸縮力之動力引起之雜訊具有雜訊減小或聲波阻尼特性。

在本發明之一實施例中，增強結構包含碳奈米管，較佳單壁奈米管。

碳奈米管向經熱處理壓縮體提供增大之強度。增強結構可經化學官能化。

在本發明之一實施例中，該方法另外包含在熱處理壓縮體之後燒結熱處理體的步驟。

以此方式，本發明之方法可應用於(例如)燒結零件。因

此，亦可藉由該方法製造經受發生燒結之加熱溫度之組件。在燒結之情況下，不需塗佈粉末顆粒。

在下文實施方式連同附屬項及圖中描述方法之其他實施例。

另外，本發明進一步描述複合物零件。

【實施方式】

與已知浸漬或浸潤法相反，本發明使聚合物複合物液體能夠充分滲透由以鐵為主之粉末製造之壓縮物的甚至具有 7.70 g/cm^3 高密度之主體。本發明之浸漬 SMC 壓縮物可因此的低溫至高溫(例如約 150°C 以上)之寬間隔內仍展現高得出乎意料之機械強度、改良之加工特性及改良之耐腐蝕性。

聚合物浸漬 SMC 壓縮物之另一態樣為在高感應及高頻應用下具有明顯之聲波阻尼特性(亦即雜訊減小)。與未經浸漬之壓縮物相比，由如(例如)磁致伸縮或其他機械負荷之動力引起之雜訊可經浸漬法來減小。雜訊減小程度隨浸漬劑之體積分數(亦即較低壓縮密度)而提高。

根據本發明使用之軟磁粉末可為電絕緣之以鐵為主之粉末，諸如純鐵粉末或包含鐵與諸如 Ni、Co、Si 或 Al 之其他元素之合金的粉末。舉例而言，軟磁粉末可大體上由純鐵組成或可至少為以鐵為主之。舉例而言，此粉末可為例如市售之水霧化或氣霧化鐵粉或還原鐵粉末，諸如海綿鐵粉。

可根據本發明使用之電絕緣層可為包含美國專利案 6

348 265中所述類型之層及/或障壁及/或塗層的薄磷，該專利案已以引用的方式併入本文中。亦可使用其他類型之絕緣層且揭示於例如美國專利案6 562 458及6 419 877中。具有絕緣顆粒且可用作本發明之起始材料的粉末為例如可自瑞典Höganäs AB公司獲得之Somaloy[®]500及Somaloy[®]700。

用於金屬粉末組合物中之潤滑劑類型可為重要的且可(例如)選自在約200°C以上及(若適用)電絕緣塗層或層之分解溫度以下之溫度汽化之有機潤滑物質。

潤滑劑可選擇為汽化而不留下任何會阻塞孔隙且藉此阻止後續浸漬發生之殘餘物。例如通常用於鐵或以鐵為主之粉末之模壓縮的金屬皂在組件中留下金屬氧化物殘餘物。然而，在密度小於7.5 g/cm³之情況下，此等殘餘物之負面影響較不顯著，允許在此條件下使用含金屬之潤滑劑。

潤滑劑之另一實例為脂肪醇、脂肪酸、脂肪酸之衍生物及蠟。脂肪醇之實例為十八烷醇、二十二烷醇及其組合。亦可使用飽和或不飽和脂肪酸之一級及二級醯胺，例如硬脂醯胺、芥子基硬脂醯胺(erucyl stearamide)及其組合。蠟可(例如)選自聚伸烷基蠟，諸如伸乙基雙硬脂醯胺。

所用潤滑劑之量可改變且可(例如)為待壓縮之組合物之0.05-1.5重量%，或者0.05-1.0重量%，或者0.1-0.6重量%。

小於組合物之0.05重量%之潤滑劑量可能得到不良潤滑效能，其可導致頂出組件之刮痕表面，其轉而可阻塞表面孔隙且使後續汽化及浸漬製程複雜化。主要由於不良內部及外部潤滑所引起之劣化絕緣層，可能負面地影響由塗佈

粉末製造之壓縮組件之電阻率。

大於組合物之1.5重量%之潤滑劑量可改良頂出特性但一般導致壓縮組件之生坯密度過低，因此得到低磁感應及磁導率。

壓縮可在環境溫度或高溫下進行。在壓縮之前可預熱粉末及/或模。舉例而言，可將模溫度調節至不超過所用潤滑物質之熔融溫度以下 60°C 之溫度。舉例而言，對於硬脂醯胺而言，模溫度可為 $40\text{-}100^{\circ}\text{C}$ ，因為硬脂醯胺在約 100°C 熔融。

可在 400 MPa 與 1400 MPa 之間進行壓縮。或者可在 600 MPa 與 1200 MPa 之間的壓力下進行壓縮。

隨後可對壓縮體進行熱處理以在非氧化蒙氣中在潤滑劑汽化溫度以上之溫度下移除潤滑劑。在粉末塗有絕緣層之情況下，熱處理溫度可在無機電絕緣層分解溫度之溫度以下。

舉例而言，對於許多潤滑劑及絕緣層而言，此意謂汽化溫度應在 650°C 以下，例如在 500°C 以下，諸如在 200°C 與 450°C 之間。然而，本發明之方法不特定限於此等溫度。熱處理可在惰性蒙氣中，尤其在諸如氮或氫之非氧化蒙氣中進行。

若熱處理在氧化蒙氣中進行，則鐵或以鐵為主之顆粒之表面氧化可發生且可限制或阻止浸漬劑(亦即浸漬液)流入壓縮體之多孔網路中。氧化程度視蒙氣之溫度及氧電位而定。舉例而言，若空氣中溫度低於約 400°C ，則可發生浸

漬劑之充分滲透。此可賦予浸漬壓縮物以可接受之機械強度，但可能產生不可接受之應力鬆弛以及因此之不良磁特性。

隨後可將去潤滑體浸漬於例如在浸漬容器中之浸漬劑中。隨後，可降低浸漬容器中之壓力。在浸漬容器之壓力已達至約0.1毫巴以下後，壓力回至大氣壓，藉此迫使浸漬劑流入壓縮體之孔隙中直至壓力均衡。視浸漬劑之黏度、壓縮物之密度及壓縮物之尺寸而定，充分浸漬壓縮物所需之時間及壓力可改變。

浸漬可在高溫(例如高達50°C)下進行以降低液體黏度且改良浸漬劑至壓縮體中之滲透，且縮短製程所需之時間。

此外，在將壓縮物浸漬於浸漬劑中之前，可使其經受減壓及/或高溫。藉此，可移除存在於壓縮物內部之陷入空氣及/或冷凝氣體且因此可較快地進行後續浸漬。若在低壓中進行浸漬處理之後將壓力升高至環境壓力位準以上，則滲透亦可進行得更快及/或更完全。

然而，必須注意真空過程中揮發性物質之損失不改變浸漬劑之化學計量。因此，熟習此項技術者可鑒於組件密度、熱處理組件之溫度及/或蒙氣以及所需強度、滲透深度及浸漬劑類型來決定浸漬時間、壓力及溫度。

浸漬製程係在壓縮體之表面起始且向主體中心向裏滲透。在一些情況下，可實現局部浸漬且因此根據本發明之一實施例，在壓縮體之所有顆粒之表面均已經受浸漬液處理之前終止浸漬製程。在此情況下，浸漬外殼可包圍未浸

漬芯。因此，倘若滲透度已賦予組件以可接受程度之機械強度及加工特性，則可在已發生完全滲透至整個壓縮體中之前終止浸漬製程。

在壓縮體之金屬網路與浸漬劑之間的化學相容性並非有利之情況下，可以表面改質劑、交聯劑、偶合及/或可濕劑(諸如有機官能矽烷或矽氮烷、鈦酸鹽、鋁酸鹽或銻酸鹽)處理壓縮體之具有滲透空隙的表面，隨後進行本發明之浸漬處理。亦可使用其他金屬醇鹽以及無機矽烷、矽氮烷、矽氧烷及矽酸酯。

在液體聚合物複合物特別難以滲透至壓縮體中之一些情況下，浸漬製程可藉助於磁致伸縮力來改良。在浸漬製程中，零件、壓縮體及浸漬流體可藉此暴露於外部交變磁場。

在高溫及/或缺氧蒙氣下固化浸漬壓縮物之前可移除多餘浸漬劑。可例如藉由離心力及/或加壓空氣及/或藉由浸入合適溶劑中來移除多餘浸漬劑。可應用浸漬程序，諸如 SoundSeal AB, Sweden 及 P.A. System srl, Italy 所採用之方法。移除多餘浸漬劑之製程可(例如)在市售真空室及/或真空爐中分批進行。

用於本發明之浸漬之聚合物系統可(例如)為在熔融溫度以下凝固為熱塑性材料之可固化有機樹脂、熱固性樹脂及/或可熔聚合物。

該聚合物系統可為適當允許與奈米尺寸結構由諸如凡得瓦爾力(Van der Waals forces)、氫鍵及共價鍵之物理及/或

化學力來整合之任何系統或系統組合。

為簡化處理且以連續操作使用樹脂，聚合物系統可(例如)選自在高溫(例如約40°C以上)及/或在缺氧環境中固化之樹脂群。此等用於浸漬之聚合物系統之實例可(例如)為展示在室溫下之低黏度且具有良好熱穩定性之環氧樹脂或丙烯酸型樹脂。

本發明之熱固性樹脂可(例如)為交聯聚合物物質，諸如聚丙烯酸酯、氰酸酯、聚醯亞胺及環氧樹脂。實例為環氧樹脂之熱固性樹脂可為在包含環氧基團之環氧樹脂物質與組成用於交聯之相應官能基的固化劑之間發生交聯的樹脂。將過程交聯稱為"固化"。

聚合物系統可為適當允許與奈米尺寸結構由如凡得瓦爾力、氫鍵及共價鍵之物理及/或化學力來整合之任何系統或系統組合。

環氧樹脂之實例包括(但不限於)雙酚A二縮水甘油醚(DGBA)、雙酚F類型、四縮水甘油基亞甲基二苯胺(tetraglycidyl methylene dianiline, TGDDM)、酚醛環氧樹脂、環脂族環氧樹脂、溴化環氧樹脂。

相應固化劑之實例包含(但不限於)胺、酸酐及醯胺等。固化劑之種類可進一步例示為胺；諸如雙對胺基環己基甲烷(PACM)之環脂族胺，諸如三乙烯四胺(TETA)及二乙烯三胺(DETA)之脂族胺，諸如二乙基-甲苯-二胺之芳族胺及其他。

厭氧樹脂可選自在氧移除後交聯之任何聚合物或寡聚物

基質，實例為丙烯酸系物，如丙烯酸胺基甲酸酯、甲基丙烯酸胺基甲酸酯、甲基丙烯酸甲酯、甲基丙烯酸酯、聚乙二醇二丙烯酸酯或聚乙二醇單丙烯酸酯、甲基丙烯酸烯丙酯、甲基丙烯酸四氫呋喃甲酯及更複雜分子，如羥乙基甲基丙烯酸酯-N-N-二甲基-對-甲苯胺-N-氧化物，及其組合。

本發明之熱塑性塑膠可為亦可加熱以浸漬之可熔材料。用於浸漬之材料的實例包含諸如聚乙烯(PE)、聚丙烯(PP)、乙烯乙酸乙烯酯之低溫聚合物至諸如聚醚醯亞胺(PEI)、聚醯亞胺(PI)、氟化乙烯丙烯(FEP)及聚苯硫醚(PPS)、聚醚砜(PES)等高溫材料。聚合物系統可另外包含添加劑，諸如(但不限於)增塑劑、如抗氧化劑之抗降解劑、稀釋劑、韌化劑、合成橡膠及其組合。

聚合物系統設計使達成浸漬壓縮體之所需特性(諸如改良之機械強度、耐溫性、聲學特性及/或可加工性)成為可能。

本發明藉由將諸如顆粒、片晶、鬚晶、纖維及/或管(如功能性填料)之奈米尺寸及/或微米尺寸增強結構併入聚合物系統中而允許多種聚合物相之設計及工程化以用於多種應用。此處之術語"奈米尺寸"意謂三維結構中至少二維係在1 nm至200 nm範圍內之尺寸。又，例如當(例如)壓縮體中之穿插網路空隙較大時，可使用在200 nm至5 μm範圍內之微米尺寸材料，諸如纖維、鬚晶及顆粒。

此等結構可向聚合物系統/浸漬劑之穿插網路提供改良

特性。為使聚合物相達到所需膠液化，可使奈米尺寸結構進行化學官能化。藉由與相容溶劑一起添加、以熱處理、以真空處理、攪拌、壓延或超音波處理，使官能化奈米尺寸及/或微米尺寸結構進一步分散於聚合物相中，從而形成本文指示之液體聚合物複合物。

碳奈米管 (CNT)，亦即單壁或多壁奈米管 (SWNT、MWNT) 及/或其他奈米尺寸材料可(例如)用作聚合物系統中之增強結構。

功能性填料及/或增強結構之每一個別成份之至少二維可(例如)小於 200 nm，或者(例如)小於 50 nm，及或者小於 10 nm。

功能性填料及/或增強成份之形狀可(例如)為細長的，諸如管及/或纖維及/或鬚晶，例如長度在 0.2 μm 至 1 mm 之間。

功能性填料及/或增強成份之表面可(例如)經化學官能化，以與所選聚合物系統相容。藉此，功能性填料及/或增強成份可變得大體上完全分散於聚合物系統中，以避免聚集。可(例如)使用表面改質劑、交聯劑、偶合劑及/或可濕劑(其可為多種類型之有機官能矽烷或矽氮烷、鈦酸鹽、鋁酸鹽或鋇酸鹽)來進行此等官能化。亦可使用其他金屬醇鹽以及無機矽烷、矽氮烷、矽氧烷及矽酸酯。

諸如碳奈米管及奈米顆粒之奈米尺寸結構可自許多且逐漸增多之供應商獲得。以 CNT 增強之聚合物樹脂可自(例如) Amroy Europe, Inc (Hybtonite[®]) 或 Arkema/Zyvex Ltd

(NanoSolve[®])購得。

一般而言，任何技術特徵及/或實施例可組合為一實施例。其他或另外，上述及/或下述之任何技術特徵及/或實施例可呈獨立實施例形式。或者或另外，上述及/或下述之任何技術特徵及/或實施例可與上述及/或下述之許多其他技術特徵及/或實施例組合以產生許多實施例。

儘管已詳細描述且展示一些實施例，但本發明不侷限於此，但亦可以在以下申請專利範圍中所定義之標的物範疇內的其他方式來體現。詳言之，應瞭解在不脫離本發明之範疇的情況下可利用其他實施例且可作出結構性及功能性修改。

在列舉若干構件之裝置請求項中，此等構件中之若干者可藉由硬體之同一個物品來體現。相互不同之附屬項中陳述或不同實施例中描述某些量測的純粹事實並不表示此等量測之組合不能有效地加以使用。

應強調術語"包含"當用於此說明書中時係用以指定存在所述特徵、整體、步驟或組件，但並不排除存在或增加一或多種其他特徵、整體、步驟、組件或其群。

如自以下實例可見，藉由本發明之方法可獲得新型軟磁複合物組件。**實例**

藉由以下非限制性實例來進一步說明本發明。

實例 1

使用可自 Höganäs AB 獲得之 Somaloy[®] 700 作為起始材料。將一組合物(試樣 A)與 0.3 重量%有機潤滑劑硬脂醯胺

混合，且將第二組合物(試樣B)與0.6重量%有機潤滑劑黏合劑聚醯胺Orgasol® 3501混合。

在800 MPa下將組合物壓縮為具有45 mm之內徑、55 mm之外徑及5 mm之高度的環形試樣，且壓縮為橫向斷裂強度(Transverse Rupture Strength)試樣(TRS試樣)至表1中指定之密度。將模溫度控制為80°C之溫度。

在壓縮之後，將試樣自模中頂出且進行熱處理。將試樣A之三個壓縮物在530°C下分別在空氣(A1)及氮(A2、A3)蒙氣中處理15分鐘。使用以CNT增強之環氧樹脂使試樣A2進一步經受本發明之浸漬。根據WO2006/135324中所述之方法，使在氮中處理之試樣A的第三壓縮物在520°C下進一步經受蒸汽處理(A3)。將試樣B之壓縮物在225°C下在空氣中處理60分鐘。

根據ISO 3995對TRS試樣量測橫向斷裂強度。使用自Brockhaus之滯後圖對具有100個驅動及100個感應圈之環形試樣量測磁特性。在10 kA/m下量測矯頑磁力，且在1T及400 Hz下量測芯損。

表 1

試樣	添加劑	熱處理	蒙氣	密度 [g/cm ³]	TRS [MPa]	TS [MPa]	矯頑磁 力， H _c [A/m]
A1(參照)	0.30重量% 硬脂醯胺	530°C, 15 min	N ₂	7.54	43	8	200
A2			N ₂ +浸漬	7.54	120	62	180
A3			N ₂ +蒸汽	7.54	130	66	220
B	0.60重量% 聚醯胺	225°C, 60 min	空氣	7.40	105	40	300

如自表 1 可見，藉由本發明之方法 (A2)、藉由內部氧化 (A3) 或藉由添加有機黏合劑至粉末組合物中 (B) 可達成試樣之高機械強度。然而，使用有機黏合劑將熱處理溫度限制於 225°C，得到不良磁特性。與浸漬試樣 (A2) 相比，蒸汽處理試樣 (A3) 展示高強度，但展示高矯頑磁性 (H_c)。根據本發明製造之試樣 (A2) 顯示高機械強度及低矯頑磁力。

實例 2

將可自 Höganäs AB 獲得之電絕緣軟磁粉末 Somaloy® 700 分別與 0.5 重量%硬脂醯胺 (C)、伸乙基雙硬脂醯胺蠟 (EBS 蠟) (D) 及硬脂酸鋅 (E) 混合，且壓縮至 7.35 g/cm³。使試樣在空氣中在 350°C 下或在氮蒙氣中在 530°C 下進一步經受熱處理歷時 45 分鐘。將一含有硬脂醯胺之試樣 (C2) 在空氣中在 530°C 下去潤滑。

其後，使用以 CNT 增強之環氧樹脂使所有去潤滑之組件經受本發明之浸漬。

根據實例 1 來量測磁特性及機械特性且將其概括於下表 2 中。

表 2

試樣	汽化處理	TRS [MPa]	電阻率 [微歐姆*米]	芯損 [W/kg]	總效能
C(硬脂醯胺)	1. 350°C 空氣	100	500	70	差
	2. 530°C 空氣	50	200	50	差
	3. 530°C N ₂	120	150	55	良好
D(EBS 蠟*)	1. 350°C N ₂	40	450	73	差
	2. 530°C N ₂	120	120	58	可接受
E(硬脂酸鋅)	1. 350°C N ₂	40	400	76	差
	2. 530°C N ₂	90	100	73	可接受

*伸乙基雙硬脂醯胺(Acrawax®)

如自表3可見，進行汽化之蒙氣及溫度極其重要。

使硬脂醯胺(試樣C)在惰性氣體蒙氣及在空氣中在300°C以上完全汽化。若汽化係在空氣中在過高溫度下進行，則表面孔隙阻塞且阻止後續浸漬取得成功，得到低TRS(C2)。若熱處理係在氧化蒙氣中在低溫下進行，則浸漬可取得成功，但得到不可接受之磁特性(C1)。

EBS蠟(試樣D)不能在350°C下汽化，但在400°C以上自壓縮物中移除。若汽化溫度過低，則殘餘有機潤滑劑將阻塞孔隙。硬脂酸鋅在480°C以上汽化，但留下ZnO，其產生具有低強度之不良浸漬之壓縮物。最高之可能汽化溫度為較佳的，因為此得到所需張力鬆弛且因此降低矯頑磁力及芯損。

實例3

在此實例中，使用可自Höganäs AB獲得之平均粒度小於Somaloy®700之平均粒度的Somaloy® 500粉末。將Somaloy®500與0.5重量%硬脂醯胺混合且使用80°C之工具模溫度在800 MPa下壓縮。使兩個壓縮試樣在惰性氣體中在500°C下進一步經受熱處理歷時15分鐘(試樣F及G)。使用以CNT增強之厭氧丙烯酸樹脂使試樣G進一步經受本發明之浸漬。

根據實例1來量測磁特性及機械特性。

表 3

試樣	密度 [g/cm ³]	TRS [MPa]	電阻率[微歐姆* 米]	芯 損 [W/kg]
F(硬脂醯胺)	7.36	45	200	65
G(硬脂醯胺)	7.36	130	200	65

表 3 清楚地展示本發明可用於製造基於具有較細粒度之電絕緣粉末的組件。

實例 4

使用可自 Höganäs AB 獲得之 Somaloy®700 作為起始材料。將所有粉末試樣與 0.3 重量有機潤滑劑硬脂醯胺混合。在 1100 MPa 下將組合物壓縮為具有密度 7.58 g/cm³ 之 TRS 條 (30×12×6 mm)。將模溫度控制為 80°C 之溫度。根據實例 1 來量測機械特性且將其概括於下表 4 中。

在壓縮之後，使試樣在惰性蒙氣中在 550°C 下經受熱處理歷時 15 分鐘。其後根據本發明使用多種類型之浸漬劑，亦即增強之可固化聚合物系統浸漬壓縮物之多孔網路。所有液體聚合物複合物在環境溫度下均展示低黏度。使用每重量聚合物 1.0% 之 SWNT 作為增強物。

表 4

試樣	聚合物樹脂	硬化劑	增強物	室溫下之 TRS [MPa]	150°C 下之 TRS [MPa]
H(參照)	無	無	無	40	40
I	環氧型聚合物 (Amroy G4)	Amroy CA 25	無	70	50
			CNT	130	110
J	環氧型聚合物 (TGDDM)	異佛爾酮-二 胺 (Isoforon- diamine)	無	65	60
			CNT	120	110
K	丙烯酸型聚合物 (Omnifit 230M)	厭氧	無	60	45
			CNT	120	105
L	熱塑性聚合物 (PP)	無	無	70	65
			CNT	120	110

如自表4可見，對於所有類型而言，TRS均得以顯著改良，但經增強時，機械強度(例如TRS)之改良為優良的。藉由謹慎選擇聚合物系統(亦即浸漬劑)，在150°C或150°C以上之溫度下機械強度可得以保持。

實例5

使用可自Höganäs AB獲得之Somaloy®700作為起始材料。將所有粉末試樣與0.3重量%有機潤滑劑硬脂醯基芥子醯胺(SE)混合。在800 MPa或1100 MPa下使用60°C之模溫度將組合物壓縮至7.54 g/cm³之密度，例外為試樣M3，使用0.2重量% SE將M3壓縮至7.63 g/cm³。

在壓縮之後，使試樣在惰性蒙氣中在550°C下經受熱處理歷時15分鐘。其後使用多種類型之浸漬劑，諸如可固化聚合物系統或非可固化油類(增強或未增強)來填充壓縮物之多孔網路。所有浸漬劑在環境溫度下均展示低黏度且列於表6中。

加工之後藉由圈繞成OD64/ID35×H14.5 mm環形物(100個驅動及50個感應)對OD64×H20 mm圓柱體量測磁特性。

表5

浸漬劑	增強物	室溫下之TRS [MPa]	矯頑磁力 [A/m]	最大磁導率	可加工性
M.環氧樹脂	1.無	70	180	500	可接受
	2. CNT	120	175	550	優良
	3. CNT*	100	170	570	良好
N.丙烯酸樹脂 (Loctite® 290)	1.無	80	182	350	可接受
	2. CNT	130	178	450	良好
O.熱塑性塑膠 (LDPE)	1.無	60	184	450	可接受
	2. CNT	120	180	550	優良
P.油	無	45	185	280	差

(Nimbus® 410)					
Q. Loctite® 樹脂醇RTC	無	65	180	360	可接受
R. 參照1經蒸汽處理**	--	120	225	250	極差
S. 參照2習知***	--	55	210	230	差

* 壓製密度 7.63 g/cm^3

** 蒸汽處理之後加工

*** 經綠色加工且隨後在空氣中在 530°C 下熱處理

低磁導率可表明存在源自加工操作期間之研磨力及振動之裂痕及層合。又，若加工特性減小，則矯頑磁力可能增大。不良加工之跡象為經塗汙之表面飾層、中斷、裂痕及工具磨損。合併試樣P至S以作比較。

經綠色加工(S)及經氧化以達成改良強度(R)之零件不僅展示高矯頑磁性，而且展示不良加工特性及因此不良磁特性。當浸漬機展示良好加工特性以及高機械強度時，加工後可獲得優良磁特性，尤其試樣M-2、N-2及O-2。

五、中文發明摘要：

本發明係關於製造複合物零件之方法。該方法包含將包含潤滑劑之粉末組合物壓縮為壓縮體；將該壓縮體加熱至潤滑劑汽化溫度以上之溫度，使得潤滑劑大體上自壓縮體中移除；使所得經熱處理之壓縮體經過包含奈米尺寸及/或微米尺寸增強結構之液體聚合物複合物處理；及藉由乾燥及/或藉由至少一次固化處理來凝固包含液體聚合物複合物之經熱處理壓縮體。

六、英文發明摘要：

A method for producing a composite part. The method comprises compacting a powder composition comprising a lubricant into a compacted body; heating the compacted body to a temperature above the vaporisation temperature of the lubricant such that the lubricant is substantially removed from the compacted body; subjecting the obtained heat treated compacted body to a liquid polymer composite comprising nanometer-sized and/or micrometer-sized reinforcement structures; and solidifying the heat treated compacted body comprising liquid polymer composite by drying and/or by at least one curing treatment.

十、申請專利範圍：

1. 一種製造複合物零件之方法，該方法包括：
 - 將包含潤滑劑之粉末組合物壓縮為壓縮體；
 - 將該壓縮體加熱至該潤滑劑之汽化溫度以上之溫度，使得該潤滑劑大體上自該壓縮體中移除；
 - 使所得經熱處理壓縮體經過包含奈米尺寸及/或微米尺寸增強結構之液體聚合物複合物處理；及
 - 藉由乾燥及/或藉由至少一次固化處理來凝固該包含液體聚合物複合物之經熱處理壓縮體。
2. 如請求項1之方法，其中該粉末組合物另外包含軟磁粉末。
3. 如請求項1或2之方法，其中該粉末組合物另外包含以鐵為主之粉末。
4. 如請求項1或2之方法，其中該粉末組合物中之顆粒包含電絕緣無機塗層。
5. 如請求項4之方法，其中該潤滑劑具有在該電絕緣無機塗層之分解溫度以下之汽化溫度。
6. 如請求項1或2之方法，其中將該壓縮體加熱至該潤滑劑之汽化溫度以上之溫度的步驟係在非氧化蒙氣中進行。
7. 如請求項1或2之方法，其中該方法另外包括降低接受液體聚合物複合物處理一段時間之經熱處理壓縮體之壓力的步驟。
8. 如請求項1或2之方法，其中該方法另外包括升高接受液體聚合物複合物處理之經熱處理壓縮體之溫度的步驟。

9. 如請求項7之方法，其中該方法另外包括在已降低壓力後將該壓力增加至大氣壓或更高之步驟。
10. 如請求項1或2之方法，其中該方法另外包含自過量液體聚合物複合物沖洗及/或清潔該經熱處理壓縮體之步驟。
11. 如請求項1或2之方法，其中該等增強結構包含以下各物中之一或多者：
 - 顆粒，
 - 片晶，
 - 纖維，
 - 鬚晶，及
 - 管。
12. 如請求項1或2之方法，其中該等增強結構之至少二維係在5 μm 以下，諸如在1 μm 以下，例如在200 nm以下。
13. 如請求項1或2之方法，其中該等增強結構包含碳奈米管，較佳為單壁奈米管。
14. 如請求項1或2之方法，其中該液體聚合物複合物包含選自以下各物所組成之群中之可固化有機樹脂：
 - 熱固性樹脂，
 - 熱塑性塑膠，及
 - 厭氧丙烯酸系物。
15. 如請求項1或2之方法，其中該潤滑劑係選自以下各物所組成之群中：
 - 一級醯胺；
 - 飽和或不飽和脂肪酸之二級醯胺；

飽和或不飽和脂肪醇；

醯胺蠟，諸如伸乙基雙硬脂醯胺，

及其組合。

16. 如請求項1或2之方法，其中壓縮該粉末組合物之步驟係在高溫下進行。

17. 如請求項1或2之方法，其中加熱該壓縮體之步驟另外包含該壓縮體之燒結步驟。

18. 一種複合物零件，其包含粉末組合物及包含奈米尺寸及/或微米尺寸增強結構之聚合物複合物，其中該複合物零件在該粉末組合物與該聚合物複合物之間形成穿插網路且其中該等增強結構包含以下各物中之一或多者：

顆粒，

片晶，

纖維，

鬚晶，及

管。

19. 如請求項18之複合物零件，其中該等增強結構之至少二維係在5 μm 以下，諸如在1 μm 以下，例如在200 nm以下。

20. 如請求項18或19之複合物零件，其中該等增強結構包含碳奈米管，較佳單壁奈米管。

21. 如請求項18或19之複合物零件，其中該粉末組合物另外包含軟磁粉末。

22. 如請求項18或19之複合物零件，其中該粉末組合物另外

包含以鐵為主之粉末。

23. 如請求項18或19之複合物零件，其中該複合物零件展示在150°C以上大於100 MPa之機械強度。
24. 如請求項18或19之複合物零件，其中該複合物零件具有7.0 g/cm³以上之密度及在150°C下100 MPa以上之TRS。
25. 一種複合物零件，其係根據請求項1至17中任一項之方法製造。

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：(無)

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)