

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6405892号
(P6405892)

(45) 発行日 平成30年10月17日 (2018. 10. 17)

(24) 登録日 平成30年9月28日 (2018. 9. 28)

(51) Int. Cl.

F I

B 2 2 F 3/11 (2006. 01)
B 2 2 F 1/00 (2006. 01)
C 2 2 C 1/04 (2006. 01)
C 2 2 C 21/00 (2006. 01)
C 2 2 C 21/02 (2006. 01)

B 2 2 F 3/11 A
 B 2 2 F 3/11 C
 B 2 2 F 1/00 E
 C 2 2 C 1/04 C
 B 2 2 F 1/00 N

請求項の数 7 (全 17 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2014-221244 (P2014-221244)
 (22) 出願日 平成26年10月30日 (2014. 10. 30)
 (65) 公開番号 特開2016-89189 (P2016-89189A)
 (43) 公開日 平成28年5月23日 (2016. 5. 23)
 審査請求日 平成29年9月29日 (2017. 9. 29)

(73) 特許権者 000006264
 三菱マテリアル株式会社
 東京都千代田区大手町一丁目3番2号
 (74) 代理人 100064908
 弁理士 志賀 正武
 (74) 代理人 100175802
 弁理士 寺本 光生
 (74) 代理人 100149548
 弁理士 松沼 泰史
 (74) 代理人 100142424
 弁理士 細川 文広
 (74) 代理人 100140774
 弁理士 大浪 一徳

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 多孔質アルミニウム焼結体及び多孔質アルミニウム焼結体の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

複数のアルミニウム基材が焼結された多孔質アルミニウム焼結体であって、
前記アルミニウム基材が、アルミニウム繊維及びアルミニウム粉末のいずれか一方又は両方であり、

前記アルミニウム基材の外表面には外方に向けて突出する柱状突起が形成され、前記アルミニウム基材同士が前記柱状突起を介して結合した結合部を有し、

この結合部には T i - A l 系化合物が存在し、前記結合部の表層には A l と S i を含有する共晶合金相が存在していることを特徴とする多孔質アルミニウム焼結体。

【請求項 2】

前記共晶合金相がさらに M g を含有していることを特徴とする請求項 1 に記載の多孔質アルミニウム焼結体。

【請求項 3】

複数のアルミニウム基材が焼結された多孔質アルミニウム焼結体の製造方法であって、
前記アルミニウム基材が、アルミニウム繊維及びアルミニウム粉末のいずれか一方又は両方であり、

前記アルミニウム基材の外表面に、T i と S i を含有する T i - S i 粒を固着して焼結用アルミニウム原料を形成する焼結用アルミニウム原料形成工程と、前記焼結用アルミニウム原料を積層する焼結用アルミニウム原料積層工程と、積層された前記焼結用アルミニウム原料を加熱して焼結する焼結工程と、を有し、

10

20

前記アルミニウム基材のうち前記Ti-Si粒が固着された箇所から外方に向けて突出する複数の柱状突起を形成し、この柱状突起を介して複数の前記アルミニウム基材同士を結合することを特徴とする多孔質アルミニウム焼結体の製造方法。

【請求項4】

前記Ti-Si粒がMgを含有していることを特徴とする請求項3に記載の多孔質アルミニウム焼結体の製造方法。

【請求項5】

前記焼結用アルミニウム原料は、アルミニウム基材の他にTiを0.1質量%以上20質量%以下、Siを0.1質量%以上15質量%以下、含み、残部が不可避不純物とされた組成を有していることを特徴とする請求項3に記載の多孔質アルミニウム焼結体の製造方法。

10

【請求項6】

前記焼結用アルミニウム原料は、アルミニウム基材の他にTiを0.1質量%以上20質量%以下、Siを0.1質量%以上15質量%以下、Mgを0.1質量%以上5質量%以下、含み、残部が不可避不純物とされた組成を有していることを特徴とする請求項4に記載の多孔質アルミニウム焼結体の製造方法。

【請求項7】

前記Ti-Si粒は、金属チタン及び水素化チタンのいずれか一方又は両方からなるTi粉末とSi粉末とを含む粉末原料をバインダーとともに混練して造粒することで成形されたものであることを特徴とする請求項3から請求項6のいずれか一項に記載の多孔質アルミニウム焼結体の製造方法。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、複数のアルミニウム基材同士が焼結された多孔質アルミニウム焼結体及び多孔質アルミニウム焼結体の製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

上述の多孔質アルミニウム焼結体は、例えば各種電池における電極及び集電体、熱交換器用部材、消音部材、フィルター、衝撃吸収部材等として使用されている。

30

従来、このような多孔質アルミニウム焼結体は、例えば、特許文献1-5に開示された方法で製造されている。

【0003】

特許文献1においては、アルミニウム粉末とパラフィンワックス粒とバインダーとを混合して形成された混合物をシート状に成形し、これを自然乾燥させた後に有機溶剤に浸漬してワックス粒を除去した後、乾燥、脱脂、焼結を行うことによって、多孔質アルミニウム焼結体を製造している。

また、特許文献2-4においては、アルミニウム粉末とチタンを含む焼結助剤粉末とバインダーと可塑剤と有機溶剤とを混合して粘性組成物を形成し、この粘性組成物を成形して発泡させた後、非酸化雰囲気中で加熱焼結することにより、多孔質アルミニウム焼結体を製造している。

40

【0004】

さらに、特許文献5においては、アルミニウムからなるベース粉末と共晶元素を含む橋絡形成用Al合金粉末などを混合し、これを水素雰囲気あるいは水素と窒素との混合雰囲気中で加熱焼結することにより、多孔質アルミニウム焼結体を製造している。なお、この多孔質アルミニウム焼結体は、アルミニウムからなるベース粉末が過共晶組織からなる橋絡部によって互いに連結された構造とされている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

50

【特許文献1】特開2009-256788号公報

【特許文献2】特開2010-280951号公報

【特許文献3】特開2011-023430号公報

【特許文献4】特開2011-077269号公報

【特許文献5】特開平08-325661号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

ところで、特許文献1に記載された多孔質アルミニウム焼結体及び多孔質アルミニウム焼結体の製造方法においては、気孔率の高いものを得ることが困難であるといった問題があった。さらに、アルミニウム基材同士を焼結する場合、アルミニウム基材の表面に形成された強固な酸化膜によってアルミニウム基材同士の結合が阻害され、十分な強度を有する多孔質アルミニウム焼結体を得ることができないといった問題があった。

10

【0007】

また、特許文献2-4に記載された多孔質アルミニウム焼結体及び多孔質アルミニウム焼結体の製造方法においては、粘性組成物を成形・発泡させていることから、効率的に多孔質アルミニウム焼結体を製造することができないといった問題があった。さらに、粘性組成物は多くのバインダーを含有していることから、脱バインダー処理に多くの時間を要するとともに、焼結時における成形体の収縮率が大きくなり、寸法精度に優れた多孔質アルミニウム焼結体を製造することができないといった問題があった。

20

【0008】

さらに、特許文献5に記載された多孔質アルミニウム焼結体及び多孔質アルミニウム焼結体の製造方法においては、アルミニウムからなるベース粉末を過共晶組織からなる橋絡部によって結合した構造とされている。この橋絡部は、共晶組成の低融点Al合金粉末が溶融して液相を生じ、この液相がベース粉末間で凝固することによって形成されている。このため、気孔率の高いものを得ることが困難であった。

また、特許文献5に記載された多孔質アルミニウム焼結体においては、橋絡部全体が過共晶組織からなることから、橋絡部における電気抵抗や熱抵抗が高くなり、多孔質アルミニウム焼結体の導電性及び熱伝導性が低下してしまうといった問題があった。

【0009】

30

本発明は、以上のような事情を背景としてなされたものであって、気孔率が高く十分な強度を有するとともに導電性及び熱伝導性に優れた多孔質アルミニウム焼結体、及び、多孔質アルミニウム焼結体の製造方法を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【0010】

このような課題を解決して、前記目的を達成するために、本発明の多孔質アルミニウム焼結体は、複数のアルミニウム基材が焼結された多孔質アルミニウム焼結体であって、前記アルミニウム基材が、アルミニウム繊維及びアルミニウム粉末のいずれか一方又は両方であり、前記アルミニウム基材の外表面には外方に向けて突出する柱状突起が形成され、前記アルミニウム基材同士が前記柱状突起を介して結合した結合部を有し、この結合部にはTi-Al系化合物が存在し、前記結合部の表層にはAlとSiを含む共晶合金相が存在していることを特徴としている。

40

【0011】

上述の構成とされた本発明の多孔質アルミニウム焼結体によれば、アルミニウム基材同士の結合部にTi-Al系化合物が存在しているので、アルミニウムの拡散移動が抑制されることになり、アルミニウム基材同士の間の空隙を維持でき、気孔率の高い多孔質アルミニウム焼結体を得ることができる。

また、アルミニウム基材の外表面に形成された柱状突起を介して、アルミニウム基材同士が結合された構造とされているので、別途、発泡工程等を実施することなく、気孔率の高い多孔質アルミニウム焼結体とすることができる。よって、この多孔質アルミニウム焼

50

結体を効率良く、かつ、低コストで製造することが可能となる。

さらに、粘性組成物のようにアルミニウム基材同士の間にはバインダーが多く存在していないことから、焼結時の収縮率が小さく、寸法精度に優れた多孔質アルミニウム焼結体を得ることが可能となる。

【0012】

そして、前記アルミニウム基材同士が結合された結合部にAlとSiを含む共晶合金相が存在しているので、この共晶合金相によって結合部が強化されることになり、多孔質アルミニウム焼結体全体の強度を向上させることができる。

さらに、AlとSiを含む共晶合金相が結合部の表層に存在しているので、結合部の内部は、外層部分よりもSi濃度が低くなっており、結合部の電気抵抗や熱抵抗が低く抑えられており、多孔質アルミニウム焼結体の導電性及び熱伝導性を確保することができる。

また、前記アルミニウム基材が、アルミニウム繊維及びアルミニウム粉末のいずれか一方又は両方である。またアルミニウム基材の合金組成は、純アルミニウムの他、一般的なアルミニウム合金であれば好適に用いることができる。

前記アルミニウム基材としてアルミニウム繊維を用いた場合には、柱状突起を介してアルミニウム繊維同士が結合された際に、空隙が保持されやすく気孔率が高くなる傾向にある。そこで、前記アルミニウム基材としてアルミニウム繊維及びアルミニウム粉末を用いて、これらの混合比を調整することにより、多孔質アルミニウム焼結体の気孔率を制御することが可能となる。また、同じ長さの繊維であっても、直線状のものと、曲げや捻じりなどの形状が付与されているものとは、気孔率や形成される気孔の形状が変わることから、長さを含めた各種の繊維形状因子を変量することにより、多孔質アルミニウム焼結体の気孔率や気孔構造を制御することが可能である。

【0013】

ここで、本発明の多孔質アルミニウム焼結体においては、前記共晶合金相がさらにMgを含有していることが好ましい。

この場合、Mgを含有していない共晶合金相に比べて共晶点が低くなるため、この共晶合金相によってさらに結合部を強化することができ、多孔質アルミニウム焼結体全体の強度をさらに向上させることができる。なお、Mg濃度についても、結合部の外層部分よりも内部の方が低くなっているため、結合部の電気抵抗や熱抵抗が低く、多孔質アルミニウム焼結体の導電性及び熱伝導性を確保することができる。

【0015】

本発明の多孔質アルミニウム焼結体の製造方法は、複数のアルミニウム基材が焼結された多孔質アルミニウム焼結体の製造方法であって、前記アルミニウム基材が、アルミニウム繊維及びアルミニウム粉末のいずれか一方又は両方であり、前記アルミニウム基材の外表面に、TiとSiを含有するTi-Si粒を固着して焼結用アルミニウム原料を形成する焼結用アルミニウム原料形成工程と、前記焼結用アルミニウム原料を積層する焼結用アルミニウム原料積層工程と、積層された前記焼結用アルミニウム原料を加熱して焼結する焼結工程と、を有し、前記アルミニウム基材のうち前記Ti-Si粒が固着された箇所から外方に向けて突出する複数の柱状突起を形成し、この柱状突起を介して複数の前記アルミニウム基材同士を結合することを特徴としている。

【0016】

この構成の多孔質アルミニウム焼結体の製造方法においては、前記アルミニウム基材の外表面に、TiとSiを含有するTi-Si粒を固着した焼結用アルミニウム原料を、焼結することによって多孔質アルミニウム焼結体を製造している。

上述の焼結用アルミニウム原料を、焼結工程においてアルミニウム基材の融点近傍にまで加熱した場合、アルミニウム基材が溶融することになるが、アルミニウム基材の表面には酸化膜が形成されていることから、溶融したアルミニウムが酸化膜によって保持されており、アルミニウム基材の形状が維持される。

【0017】

ここで、アルミニウム基材の外表面のうちTi-Si粒が固着された部分においては、

10

20

30

40

50

SiとAlとの共晶反応によって融点が局所的に低下するとともに、Tiとの反応によって酸化膜が破壊され、内部の溶融アルミニウムが外方へと噴出し、噴出した溶融アルミニウムがチタンとの反応によって融点の高い化合物を生成して固化する。これにより、アルミニウム基材の外表面に、外方に向けて突出する複数の柱状突起が形成される。このとき、AlとTiの包晶反応が吸熱反応であることから、噴出した溶融アルミニウムは短時間で固化するため、柱状突起の内部にまでSiが拡散することが抑制され、柱状突起の表層にAlとSiを含む共晶合金相が形成されることになる。

【0018】

このように、Ti-Al系化合物が存在する結合部を介して複数の前記アルミニウム基材同士を結合されているため、アルミニウムの拡散移動が抑制され、アルミニウム基材同士の間の空隙を維持でき、気孔率の高い多孔質アルミニウム焼結体を製造することができる。

10

また、柱状突起の表層にAlとSiを含む共晶合金相が形成されているので、柱状突起を介して結合した結合部を強化することができ、強度の高い多孔質アルミニウム焼結体を製造することができる。

さらに、柱状突起の内部へのSiの拡散が抑制されているので、柱状突起を介して結合した結合部における電気抵抗や熱抵抗を低く抑えることができ、導電性及び熱伝導性に優れた多孔質アルミニウム焼結体を製造することができる。

【0019】

ここで、本発明の多孔質アルミニウム焼結体の製造方法においては、前記Ti-Si粒がMgを含有していることが好ましい。

20

この場合、柱状突起の表層に存在する共晶合金相がAlとSiに加えてMgを含有することになり、さらに柱状突起を強化することができ、さらに強度の高い多孔質アルミニウム焼結体を製造することができる。また、Mgについても、柱状突起の内部への拡散が抑制されているので、柱状突起を介して結合した結合部の電気抵抗や熱抵抗を低く抑えることができ、導電性及び熱伝導性に優れた多孔質アルミニウム焼結体を製造することができる。

【0020】

また、本発明の多孔質アルミニウム焼結体の製造方法においては、前記焼結用アルミニウム原料は、アルミニウム基材の他にTiを0.1質量%以上20質量%以下、Siを0.1質量%以上15質量%以下、含み、残部が不可避不純物とされた組成を有していてもよい。

30

この場合、Tiを0.1質量%以上、Siを0.1質量%以上、含んでいるので、柱状突起を形成してアルミニウム基材同士を確実に結合することができるとともに、共晶合金相を確実に形成することができ、十分な強度を有する多孔質アルミニウム焼結体を得ることができる。また、Tiの含有量が20質量%以下、Siの含有量が15質量%以下に制限されているので、過剰な液相が生じることが抑制され、アルミニウム基材同士の間の空隙に溶融アルミニウムが充填されることを防止でき、高い気孔率の多孔質アルミニウム焼結体を得ることができる。また、電気抵抗や熱抵抗が上昇することを抑制でき、導電性及び熱伝導性に優れた多孔質アルミニウム焼結体を製造することができる。

40

【0021】

さらに、本発明の多孔質アルミニウム焼結体の製造方法においては、前記焼結用アルミニウム原料は、アルミニウム基材の他にTiを0.1質量%以上20質量%以下、Siを0.1質量%以上15質量%以下、Mgを0.1質量%以上5質量%以下、含み、残部が不可避不純物とされた組成を有していてもよい。

この場合、Tiを0.1質量%以上、Siを0.1質量%以上、Mgを0.1質量%以上、含んでいるので、柱状突起を形成してアルミニウム基材同士を確実に結合することができるとともに、共晶合金相を確実に形成することができ、十分な強度を有する多孔質アルミニウム焼結体を得ることができる。また、Tiの含有量が20質量%以下、Siの含有量が15質量%以下、Mgの含有量が5質量%以下に制限されているので、過剰な液相

50

が生じることが抑制され、アルミニウム基材同士の間の空隙に溶融アルミニウムが充填されることを防止でき、高い気孔率の多孔質アルミニウム焼結体を得ることができる。また、電気抵抗や熱抵抗が上昇することを抑制でき、導電性及び熱伝導性に優れた多孔質アルミニウム焼結体を製造することができる。

【0022】

また、本発明の多孔質アルミニウム焼結体の製造方法においては、前記Ti-Si粒は、金属チタン及び水素化チタンのいずれか一方又は両方からなるTi粉末とSi粉末とを含む粉末原料をバインダーとともに混練して造粒することで成形されたものであることが好ましい。

この場合、金属チタン及び水素化チタンのいずれか一方又は両方からなるTi粉末とSi粉末とを含む粉末原料をバインダーとともに混練して造粒することで成形された前記Ti-Si粒を用いているので、アルミニウム基材の外表面の同じ箇所にTiとSiを確実に固着することができ、前述の多孔質アルミニウム焼結体を得ることができる。

【発明の効果】

【0023】

本発明によれば、気孔率が高く十分な強度を有するとともに導電性及び熱伝導性に優れた多孔質アルミニウム焼結体、及び、多孔質アルミニウム焼結体の製造方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0024】

【図1】本発明の実施形態である多孔質アルミニウム焼結体の拡大模式図である。

【図2】図1に示す多孔質アルミニウム焼結体におけるアルミニウム基材同士の接合部のSEM観察及び組成分析結果を示す図である。

【図3】図1に示す多孔質アルミニウム焼結体の製造方法の一例を示すフロー図である。

【図4】アルミニウム基材の外表面にTi-Si粒を固着した焼結用アルミニウム原料の説明図である。

【図5】シート状の多孔質アルミニウム焼結体を製造する連続焼結装置の概略説明図である。

【図6】焼結工程においてアルミニウム基材の外表面に柱状突起が形成される状態を示す説明図である。

【図7】バルク形状の多孔質アルミニウム焼結体を製造する製造工程を示す説明図である。

【図8】本発明の他の実施形態である多孔質アルミニウム焼結体におけるアルミニウム基材同士の接合部のSEM観察及び組成分析結果を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0025】

以下に、本発明の一実施形態である多孔質アルミニウム焼結体10について、添付した図面を参照して説明する。

図1に、本実施形態である多孔質アルミニウム焼結体10を示す。図1に示すように、本実施形態である多孔質アルミニウム焼結体10は、複数のアルミニウム基材11が焼結されて一体化されたものであり、本実施形態では、その気孔率が30%以上90%以下の範囲内に設定されたものとされている。

【0026】

本実施形態においては、図1に示すように、アルミニウム基材11として、アルミニウム繊維11aとアルミニウム粉末11bとが用いられている。

そして、このアルミニウム基材11（アルミニウム繊維11a及びアルミニウム粉末11b）の外表面には、外方に向けて突出する複数の柱状突起12が形成されており、複数のアルミニウム基材11（アルミニウム繊維11a及びアルミニウム粉末11b）同士が、この柱状突起12を介して結合した結合部15を有している。なお、図1に示すように、アルミニウム基材11、11同士は、柱状突起12、12同士が結合した部分や柱状突

起 1 2 とアルミニウム基材 1 1 の側面とが接合した部分、さらにはアルミニウム基材 1 1、1 1 の側面同士が接合した部分がある。

【0027】

ここで、図 2 に示すように、柱状突起 1 2 を介して結合されたアルミニウム基材 1 1、1 1 同士の結合部 1 5 には、Ti-Al 系化合物 1 6 が存在している。

本実施形態では、図 2 の分析結果に示すように、Ti-Al 系化合物 1 6 は、Ti と Al の化合物とされており、より具体的には、 Al_3Ti 金属間化合物とされている。すなわち、本実施形態では、Ti-Al 系化合物 1 6 が存在している部分において、アルミニウム基材 1 1、1 1 同士が結合しているのである。

【0028】

そして、この結合部 1 5 の表層部分には、図 2 に示すように、Al と Si を含有する共晶合金相 1 7 が形成されている。また、結合部 1 5 の内部は、Si がほとんど分布しておらず、共晶合金相 1 7 が存在する結合部 1 5 の表層部分に比べて Si 濃度が低くなっている。

ここで、共晶合金相 1 7 の厚さは、例えば $1\mu m$ 以上 $50\mu m$ 以下の範囲内とされている。

【0029】

次に、本実施形態である多孔質アルミニウム焼結体 1 0 の原料となる焼結用アルミニウム原料 2 0 について説明する。この焼結用アルミニウム原料 2 0 は、図 4 に示すように、アルミニウム基材 1 1 と、このアルミニウム基材 1 1 の外表面に固着された複数の Ti-Si 粒 2 2 と、を備えている。この Ti-Si 粒 2 2 は、Ti と Si とを含有するものとされている。なお、アルミニウム基材は一般的なアルミニウム合金であれば、いずれも好適に用いることが可能であるが、ここでは例示的に純アルミニウムを用いた場合を想定して説明する。

【0030】

ここで、焼結用アルミニウム原料 2 0 においては、アルミニウム基材の他に Ti を 0.1 質量%以上 2.0 質量%以下、Si を 0.1 質量%以上 1.5 質量%以下、含み、残部が不可避不純物とされた組成を有している。なお、本実施形態では、アルミニウム基材として純アルミニウムを用いていることから、焼結用アルミニウム原料 2 0 の組成は、Ti の含有量が 0.1 質量%以上 2.0 質量%以下、Si の含有量が 0.1 質量%以上 1.5 質量%以下、残部が不可避不純物となる。

Ti-Si 粒 2 2 の粒径は、 $5\mu m$ 以上 $250\mu m$ 以下の範囲内とされており、好ましくは $10\mu m$ 以上 $100\mu m$ 以下の範囲内とされている。

さらに、アルミニウム基材 1 1 の外表面に固着された複数の Ti-Si 粒 2 2 同士の間隔は $5\mu m$ 以上 $100\mu m$ 以下の範囲内とすることが好ましい。

【0031】

また、アルミニウム基材 1 1 としては、上述したように、アルミニウム繊維 1 1 a とアルミニウム粉末 1 1 b とが用いられている。なお、アルミニウム粉末 1 1 b としては、アトマイズ粉末を用いることができる。

ここで、アルミニウム繊維 1 1 a の繊維径は $20\mu m$ 以上 $1000\mu m$ 以下の範囲内とされており、好ましくは $50\mu m$ 以上 $500\mu m$ 以下の範囲内とされている。また、アルミニウム繊維 1 1 a の繊維長さは 0.2 mm 以上 100 mm 以下の範囲内、好ましくは 1 mm 以上 50 mm 以下の範囲内とされている。

また、アルミニウム粉末 1 1 b の粒径は $5\mu m$ 以上 $500\mu m$ 以下の範囲内とされており、好ましくは $20\mu m$ 以上 $200\mu m$ 以下の範囲内とされている。

【0032】

さらに、アルミニウム繊維 1 1 a とアルミニウム粉末 1 1 b との混合比率を調整することで気孔率を調整することが可能となる。すなわち、アルミニウム繊維 1 1 a の比率を増やすことにより多孔質アルミニウム焼結体 1 0 の気孔率を向上させることが可能となるのである。このため、アルミニウム基材 1 1 としては、アルミニウム繊維 1 1 a を用いるこ

10

20

30

40

50

とが好ましく、アルミニウム粉末 1 1 b を混合する場合にはアルミニウム基材 1 1 におけるアルミニウム粉末 1 1 b の比率を 1 5 質量%以下とすることが好ましい。

【0033】

次に、本実施形態である多孔質アルミニウム焼結体 1 0 を製造する方法について、図 3 のフロー図等を参照して説明する。

【0034】

本実施形態では、まず、図 3 に示すように、T i - S i 粒 2 2 を造粒する（造粒工程 S 0 1）。

T i 粉末と S i 粉末とをバインダー溶液とともに密閉容器内に投入し、シェーカーミキサー等の混合装置によって混合し、その後乾燥することにより、T i - S i 粒 2 2 を造粒する。

10

【0035】

ここで、T i 粉末としては、金属チタン粉末又は水素化チタン粉末を用いることができる。T i 粉末の粒径は 1 μ m 以上 1 0 0 μ m 以下の範囲内とすることが好ましい。また、S i 粉末の粒径は 5 μ m 以上 2 0 0 μ m 以下の範囲内とすることが好ましい。

さらに、密閉容器内に投入される T i 粉末と S i 粉末の質量比 T i : S i は、T i : S i = 1 ~ 5 : 0 . 1 ~ 1 0 の範囲内とすることが好ましい。

【0036】

バインダー溶液としては、大気中で 5 0 0 $^{\circ}$ C に加熱した際に燃焼・分解されるものが好ましく、例えばアクリル系樹脂やセルロース系高分子体を溶媒（水系、アルコール系、有機溶剤系の各種溶剤）で希釈したバインダー溶液を用いることができる。

20

【0037】

そして、本実施形態においては、T i 粉末及び S i 粉末の粒径、T i 粉末と S i 粉末の質量比、バインダー溶液の濃度、投入量等を調整することにより、造粒される T i - S i 粒 2 2 の平均粒径を、5 μ m 以上 2 5 0 μ m 以下の範囲内としている。例えば、粒径 5 μ m の T i H₂ 粉末と粒径 5 μ m の S i 粉末とを重量比 T i H₂ : S i = 1 : 1 . 5 として造粒した場合には、平均粒径約 2 0 μ m の T i - S i 粒 2 2 が製造される。

【0038】

次に、造粒された T i - S i 粒 2 2 とアルミニウム基材 1 1 を用いて焼結用アルミニウム原料 2 0 を製造する。

30

まず、常温にて、アルミニウム基材 1 1 と T i - S i 粒 2 2 を混合する（混合工程 S 0 2）。このとき、バインダー溶液を噴霧する。なお、バインダーとしては、大気中で 5 0 0 $^{\circ}$ C に加熱した際に燃焼・分解されるものが好ましく、具体的には、アクリル系樹脂、セルロース系高分子体を用いることが好ましい。また、バインダーの溶剤としては、水系、アルコール系、有機溶剤系の各種溶剤を用いることができる。

この混合工程 S 0 2 においては、例えば、自動乳鉢、パン型転動造粒機、シェーカーミキサー、ポットミル、ハイスピードミキサー、V 型ミキサー等の各種混合機を用いて、アルミニウム基材 1 1 と T i - S i 粒 2 2 とを流動させながら混合する。

【0039】

次に、混合工程 S 0 2 で得られた混合体を乾燥する（乾燥工程 S 0 3）。

40

この混合工程 S 0 2 及び乾燥工程 S 0 3 により、図 4 に示すように、アルミニウム基材 1 1 の外表面に T i - S i 粒 2 2 が分散されて固着されることになり、本実施形態である焼結用アルミニウム原料 2 0 が製造される。なお、アルミニウム基材 1 1 の外表面に固着された複数の T i - S i 粒 2 2 同士の間隔が 5 μ m 以上 1 0 0 μ m 以下の範囲内となるように T i - S i 粒 2 2 を分散させることが好ましい。

【0040】

次に、上述のようにして得られた焼結用アルミニウム原料 2 0 を用いて多孔質アルミニウム焼結体 1 0 を製造する。

ここで、本実施形態では、図 5 に示す連続焼結装置 3 0 を用いて、例えば幅：3 0 0 mm × 厚さ：1 ~ 5 mm × 長さ：2 0 m の長尺のシート状多孔質アルミニウム焼結体 1 0 を

50

製造する。

この連続焼結装置 30 は、焼結用アルミニウム原料 20 を均一に散布する原料散布機 31 と、原料散布機 31 から供給された焼結用アルミニウム原料 20 を保持するカーボンシート 32 と、このカーボンシート 32 を駆動する搬送ローラ 33 と、カーボンシート 32 とともに搬送される焼結用アルミニウム原料 20 を加熱してバインダーを除去する脱脂炉 34 と、バインダーが除去された焼結用アルミニウム原料 20 を加熱して焼結する焼成炉 35 と、を備えている。

【0041】

まず、原料散布機 31 から、カーボンシート 32 上に向けて、焼結用アルミニウム原料 20 を散布し、焼結用アルミニウム原料 20 を積層配置する（原料積層工程 S04）。 10

カーボンシート 32 上に積層された焼結用アルミニウム原料 20 は、進行方向 F に向けて移動する際に、カーボンシート 32 の幅方向に広がって厚さが均一化され、シート状に成形される。このとき、荷重を加えていないことから、焼結用アルミニウム原料 20 中のアルミニウム基材 11、11 同士の間には空隙が形成される。

【0042】

次に、カーボンシート 32 上においてシート状に成形された焼結用アルミニウム原料 20 は、カーボンシート 32 とともに脱脂炉 34 内に装入され、所定温度に加熱されることによってバインダーが除去される（脱バインダー工程 S05）。 20

ここで、脱バインダー工程 S05 においては、大気雰囲気中で、350～500℃の温度範囲で 0.5～5 分間保持し、焼結用アルミニウム原料 20 中のバインダーを除去する。なお、本実施形態では、上述のように、アルミニウム基材 11 の外表面に Ti-Si 粒 22 を固着する目的でのみバインダーを用いていることから、粘性組成物に比べてバインダーの含有量が極めて少なく、短時間でバインダーを十分に除去することが可能である。

【0043】

次に、バインダーが除去された焼結用アルミニウム原料 20 は、カーボンシート 32 とともに焼成炉 35 内に装入され、所定温度に加熱されることによって焼結される（焼結工程 S06）。 30

この焼結工程 S06 においては、不活性ガス雰囲気中で、600～655℃の温度範囲で 0.5～60 分間保持することにより実施される。なお、保持時間は 1～20 分間とすることが好ましい。なお、アルミニウム基材に融点が Tm℃のアルミニウム合金を用いた場合は、Ti-Si 粒中の Ti と Si の比率を調整し、保持温度を Tm-60～Tm℃の範囲で適宜調整するものとする。

【0044】

この焼結工程 S06 においては、焼結用アルミニウム原料 20 中のアルミニウム基材 11 は溶融することになるが、アルミニウム基材 11 の表面には酸化膜が形成されていることから、溶融したアルミニウムが酸化膜によって保持され、アルミニウム基材 11 の形状が維持される。

【0045】

そして、アルミニウム基材 11 の外表面のうち Ti-Si 粒 22 が固着された部分においては、Ti-Si 粒 22 の Ti との反応によって酸化膜が破壊され、内部の溶融アルミニウムが外方へと噴出する。噴出された溶融アルミニウムはチタンとの反応によって融点の高い化合物を生成して固化することになる。これにより、図 6 に示すように、アルミニウム基材 11 の外表面に、外方に向けて突出する複数の柱状突起 12 が形成される。ここで、柱状突起 12 の先端には、Ti-Al 系化合物 16 が存在しており、この Ti-Al 系化合物 16 によって柱状突起 12 の成長が抑制されているのである。 40

なお、Ti-Si 粒 22 の原料として水素化チタン (TiH₂) を用いた場合には、300～400℃付近で水素化チタンが分解し、生成したチタンがアルミニウム基材 11 の表面の酸化膜と反応することになる。

【0046】

また、本実施形態では、Ti-Si 粒 22 の Si と Al との反応によって共晶合金相 1 50

7が形成される。なお、上述のように、噴出された溶融アルミニウムがチタンとの反応によって融点の高い化合物を生成して固化することから、S iは柱状突起12の内部にまで拡散することが抑制される。これにより、柱状突起12の表層に共晶合金相17が存在し柱状突起12の内部は、柱状突起12の表層部分よりもS i濃度が低くなる。

【0047】

このとき、隣接するアルミニウム基材11、11同士が、互いの柱状突起12を介して溶融状態で一体化あるいは固相焼結することによって結合され、図1に示すように、柱状突起12を介して複数のアルミニウム基材11、11同士が結合された多孔質アルミニウム焼結体10が製造されることになる。そして、柱状突起12を介してアルミニウム基材11、11同士が結合された結合部15には、Ti-A1系化合物16（本実施形態では、Al₃Ti金属間化合物）が存在し、この結合部15の表層に共晶合金相17が存在することになる。

10

【0048】

以上のような構成とされた本実施形態である多孔質アルミニウム焼結体10においては、アルミニウム基材11、11同士の結合部15にTi-A1系化合物16が存在しているので、このTi-A1系化合物16によってアルミニウム基材11の表面に形成された酸化膜が除去されており、アルミニウム基材11、11同士が良好に結合している。よって、強度が十分な高品質の多孔質アルミニウム焼結体10を得ることができる。

また、このTi-A1系化合物16によって柱状突起12の成長が抑制されることから、溶融アルミニウムがアルミニウム基材11、11同士の間の空隙に噴出することを抑制でき、高い気孔率の多孔質アルミニウム焼結体10を得ることができる。

20

さらに、本実施形態では、アルミニウム基材11、11同士の結合部15にTi-A1系化合物16としてAl₃Tiが存在しているので、アルミニウム基材11の表面に形成された酸化膜が確実に除去され、アルミニウム基材11、11同士が良好に結合しており、多孔質アルミニウム焼結体10の強度を確保することができる。

【0049】

そして、本実施形態では、アルミニウム基材11同士が結合された結合部15に、AlとS iを含む共晶合金相17が存在しているので、この共晶合金相17によって結合部15が強化されることになり、多孔質アルミニウム焼結体10全体の強度を向上させることができる。

30

さらに、AlとS iを含む共晶合金相17が結合部15の表層に存在しており、結合部15の内部は表層部分よりもS i濃度が低くなっているため、結合部15における電気抵抗及び熱抵抗が低くなり、多孔質アルミニウム焼結体10の導電性及び熱伝導性を確保することができる。

【0050】

また、アルミニウム基材11の外表面に形成された柱状突起12を介して、アルミニウム基材11、11同士が結合されている構造とされているので、別途、発泡工程等を実施することなく、気孔率の高い多孔質アルミニウム焼結体10を得ることができる。よって、本実施形態である多孔質アルミニウム焼結体10を効率良く、かつ、低コストで製造することが可能となる。

40

特に本実施形態では、図5に示す連続焼結装置30を用いていることから、シート状の多孔質アルミニウム焼結体10を連続して製造することができ、生産効率が大幅に向上することになる。

【0051】

さらに、本実施形態では、粘性組成物に比べてバインダーの含有量が極めて少ないことから、脱バインダー工程S05を短時間で実施することができる。また、焼結時の収縮率が例えば1%程度と小さくなり、寸法精度に優れた多孔質アルミニウム焼結体10を得ることが可能となる。

また、本実施形態においては、アルミニウム基材11としてアルミニウム繊維11a及びアルミニウム粉末11bを用いているので、これらの混合比や基材そのものの粒径やア

50

スペクト比、曲げ・捻じれなど各種形状因子を調整する、成形工程において必要に応じてプレス成形を行うことにより、多孔質アルミニウム焼結体10の気孔率を制御することが可能となる。

【0052】

また、本実施形態においては、焼結用アルミニウム原料20が、アルミニウム基材の他にTiを0.1質量%以上20質量%以下、Siを0.1質量%以上15質量%以下、含み、残部が不可避不純物とされた組成を有しているので、柱状突起12を形成してアルミニウム基材11同士を確実に結合することができるとともに、共晶合金相17を確実に形成することができ、十分な強度を有する多孔質アルミニウム焼結体10を得ることができる。また、焼結工程S06において、過剰な液相が生じることが抑制され、アルミニウム

10

【0053】

また、本実施形態では、Ti-Si粒22は、金属チタン及び水素化チタンのいずれか一方又は両方からなるTi粉末とSi粉末をバインダーとともに混練して造粒することで成形されたものであるので、アルミニウム基材11の外表面の同じ箇所にTiとSiを確実に固着することができ、前述の多孔質アルミニウム焼結体10を得ることができる。

さらに、本実施形態では、造粒されるTi-Si粒22の平均粒径を、5μm以上250μm以下の範囲内とし、アルミニウム基材11の外表面に固着された複数のTi-Si粒22同士の間隔を5μm以上100μm以下の範囲内としているので、複数の柱状突起12が適正な間隔で形成され、気孔率が高く、かつ、強度の高い多孔質アルミニウム焼結体10を得ることができる。

20

【0054】

さらに、本実施形態では、アルミニウム基材11としてアルミニウム繊維11aとアルミニウム粉末11bとを用いており、アルミニウム基材11におけるアルミニウム粉末11bの比率を15質量%以下としているので、気孔率の高い多孔質アルミニウム焼結体10を得ることができる。

【0055】

以上、本発明の実施形態について説明したが、本発明はこれに限定されることはなく、その発明の技術的思想を逸脱しない範囲で適宜変更可能である。

30

例えば、図5に示す連続焼結装置を用いて多孔質アルミニウム焼結体を連続的に製造するものとして説明したが、これに限定されることはなく、他の製造装置によって多孔質アルミニウム焼結体を製造してもよい。

【0056】

また、本実施形態では、シート状の多孔質アルミニウム焼結体として説明したが、これに限定されることはなく、例えば図7で示す製造工程によって製造されるバルク形状の多孔質アルミニウム焼結体であってもよい。

図7に示すように、焼結用アルミニウム原料20を散布する原料散布機131から、カーボン製容器132内に向けて焼結用アルミニウム原料20を散布してかさ充填し、必要に応じてプレス成形する(原料散布工程)。これを、脱脂炉134内に装入して、大気雰囲気

40

で加熱してバインダーを除去する(脱バインダー工程)。その後、焼成炉135内に装入して、Ar雰囲気

【0057】

で600~655℃に加熱保持することにより、バルク形状の多孔質アルミニウム焼結体110が得られる。なお、焼結用アルミニウム原料20のアルミニウム基材に融点Tm℃のアルミニウム合金を用いた場合は、Ti-Si粒中のTiとSiの比率を調整し、保持温度をTm-60~Tm℃の範囲で適宜調整するものとする。

50

たが、これに限定されることはなく、Ti及びSiに加えてMgを含有していてもよい。この場合、焼結用アルミニウム原料は、アルミニウム基材の他にTiを0.1質量%以上20質量%以下、Siを0.1質量%以上15質量%以下、Mgを0.1質量%以上5質量%以下、含み、残部が不可避不純物とされた組成を有していることが好ましい。

このようにMgを含有するTi-Si粒（すなわち、Ti-Si-Mg粒）は、Ti粉末とSi粉末とMg粉末とをバインダー溶液とともに密閉容器内に投入し、シェーカーミキサー等の混合装置によって混合し、その後乾燥することにより造粒される。

【0058】

ここで、Mg粉末の粒径は20 μ m以上500 μ m以下の範囲内とすることが好ましい。また、Ti粉末とSi粉末とMg粉末の質量比Ti:Si:Mgは、0.1~2:0.1~10:0.1~5の範囲内とすることが好ましい。なお、バインダー溶液については上述の実施形態で用いたものを適用することができる。このようにTi粉末、Si粉末及びMg粉末の粒径、Ti粉末とSi粉末とMg粉末の質量比、バインダー溶液の濃度、投入量等を調整することにより、造粒されるTi-Si粒（Ti-Si-Mg粒）の平均粒径を、20 μ m以上550 μ m以下の範囲内とすることができる。例えば、粒径5 μ mのTiH₂粉末と粒径5 μ mのSi粉末と粒径30 μ mのMg粉末とを重量比TiH₂:Si:Mg=1:1.5:1として造粒した場合には、平均粒径約40 μ mのTi-Si粒（Ti-Si-Mg粒）が製造される。

【0059】

このようにMgを含有したTi-Si粒を用いた場合、図8に示すように、柱状突起12を介して結合されたアルミニウム基材11、11同士の結合部15には、Ti-Al系化合物16が存在するとともに、結合部15の表層部分にAlとSiとMgを含有する共晶合金相117が存在することになる。また、結合部15の内部は、Si及びMgがほとんど分布しておらず、共晶合金相117が存在する結合部15の表層部分に比べてSi濃度及びMg濃度が低くなっている。ここで、共晶合金相117の厚さは、実施形態で説明したAlとSiとからなる共晶合金相17よりも厚く形成されており、具体的には2 μ m以上100 μ m以下の範囲内とされており、さらに結合部15の強度が向上することになり、より強度の高い多孔質アルミニウム焼結体を得ることができる。

【0060】

また、本実施形態では、純アルミニウムからなるアルミニウム基材を用いるものとして説明したが、これに限定されることはなく、一般的なアルミニウム合金からなるアルミニウム基材を用いてもよい。

例えば、JISに規定されるA3003合金(Al-0.6質量%Si-0.7質量%Fe-0.1質量%Cu-1.5質量%Mn-0.1質量%Zn合金)やA5052合金(Al-0.25質量%Si-0.40質量%Fe-0.10質量%Cu-0.10質量%Mn-2.5質量%Mg合金-0.2質量%Cr-0.1質量%Zn合金)などからなるアルミニウム基材を用いた場合には、合金成分にSiやMgを含有しているが、焼結用アルミニウム原料には、これとは別にTi-Si粒（Ti-Si-Mg粒）が添加されており、アルミニウム原料全体での組成は、アルミニウム基材に含有されるSiやMg等の合金元素に加えてさらにTiを0.1質量%以上20質量%以下、Siを0.1質量%以上15質量%以下、含み、残部がAl及び不可避不純物とした組成、あるいは、アルミニウム基材に含有されるSiやMg等の合金元素に加えてさらにTiを0.1質量%以上20質量%以下、Siを0.1質量%以上15質量%以下、Mgを0.1質量%以上5質量%以下M含有し、残部がAl及び不可避不純物とした組成とされている。

また、アルミニウム基材も1種類の組成に限定されることなく、例えば、純アルミニウムからなる繊維とJIS A3003合金からなる粉末の混合物とするなど、目的に応じて適宜調整することができる。

【実施例】

【0061】

以下に、本発明の効果を確認すべく行った確認実験の結果について説明する。

上述の実施形態で示した方法により、表1に示す原料を用いて、焼結用アルミニウム原料を作製した。なお、アルミニウム基材として、A1070（純アルミニウム）からなり、繊維径が20 μm以上1000 μm以下のアルミニウム繊維、及び、粒径が5 μm以上500 μm以下のアルミニウム粉末を用いた。

【0062】

本発明例1～8においては、TiH₂粉末、Si粉末、Mg粉末を用いて上述の実施形態で示した方法によってTi-Si粒（Ti-Si-Mg粒）を造粒した。そして、このTi-Si粒（Ti-Si-Mg粒）とアルミニウム基材とを用いて、上述の実施形態で示した方法によって焼結用アルミニウム原料を製造した。

一方、比較例1, 2においては、TiH₂粉末、Si粉末、Mg粉末をそのままアルミニウム基材と混合し、焼結用アルミニウム原料を製造した。

10

【0063】

上述の焼結用アルミニウム原料を用いて、上述の実施形態で示した製造方法により、幅30 mm×長さ200 mm×厚さ5 mmの多孔質アルミニウム焼結体を製造した。なお、焼結工程の条件は、焼結温度：630℃、焼結温度保持時間：15分とした。

得られた多孔質アルミニウム焼結体について、見掛気孔率、引張強度、電気抵抗率を、以下に示す方法で評価した。評価結果を表1に示す。

【0064】

（見掛気孔率）

得られた多孔質アルミニウム焼結体の質量m（g）、体積V（cm³）、真密度d（g/cm³）を測定し、以下の式で見掛気孔率を算出した。

20

$$\text{見掛気孔率}(\%) = (1 - (m \div (V \times d))) \times 100$$

なお、真密度（g/cm³）は、精密天秤を用いて、水中法によって測定した。

【0065】

（引張強度）

得られた多孔質アルミニウム焼結体は、幅10 mm×長さ100 mm×厚さ5 mmの試験片に加工した後、インストロン型引張試験機を用いた引張試験法によって測定した。

【0066】

（電気抵抗率）

デジタルマルチメータを使用し、断面積A（cm²）、長さL（cm）の試験片の電気抵抗Rを測定し、以下の式から電気抵抗率を算出した。

30

$$\text{電気抵抗率} \rho (\text{m}\Omega \cdot \text{cm}) = R (\text{m}\Omega) \times A (\text{cm}^2) \div L (\text{cm})$$

【0067】

【表 1】

		焼結用アルミニウム原料(質量%)				見掛気孔率 (%)	引張強度 (N/mm ²)	電気抵抗率 (mΩ/cm)
		T i H ₂	S i	M g	A l			
本 発 明 例	1	1.0	1.5	—	残	70.9	2.1	0.053
	2	5.0	1.5	—	残	70.3	3.9	0.091
	3	1.0	0.5	—	残	70.4	1.8	0.192
	4	1.0	10.0	—	残	69.5	4.4	0.128
	5	1.0	1.5	1.0	残	70.9	6.1	0.047
	6	5.0	1.5	1.0	残	70.6	5.9	0.083
	7	1.0	0.1	1.0	残	70.3	3.1	0.172
	8	1.0	10.0	1.0	残	69.5	8.2	0.102
比較例 1		1.0	1.5	—	残	71.0	2.4	0.248
比較例 2		1.0	1.5	1.0	残	69.8	6.4	0.253

10

20

【0068】

表1に示すように、Ti-Si粒(Ti-Si-Mg粒)を用いた本発明例1-8においては、TiH₂粉末、Si粉末、Mg粉末をそのまま用いた比較例1、2に比べて、電気抵抗率が低くなっており、導電性に優れていることが確認された。また、本発明例1-8においては、気孔率及び強度に優れていることが確認された。

以上のことから、本発明によれば、高い気孔率及び十分な強度を有するとともに導電性に優れた高品質の多孔質アルミニウム焼結体を提供可能であることが確認された。

【符号の説明】

【0069】

- 10, 110 多孔質アルミニウム焼結体
- 11 アルミニウム基材
- 11a アルミニウム繊維
- 11b アルミニウム粉末
- 12 柱状突起
- 15 結合部
- 16 Ti-Al系化合物
- 17, 117 共晶合金相
- 20 焼結用アルミニウム原料
- 22 Ti-Si粒

30

40

【図 1】

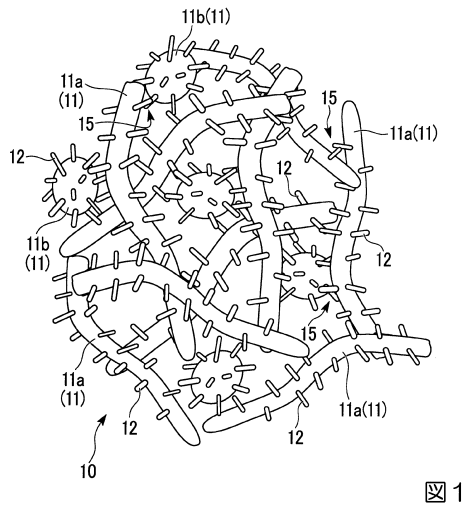


図 1

【図 2】

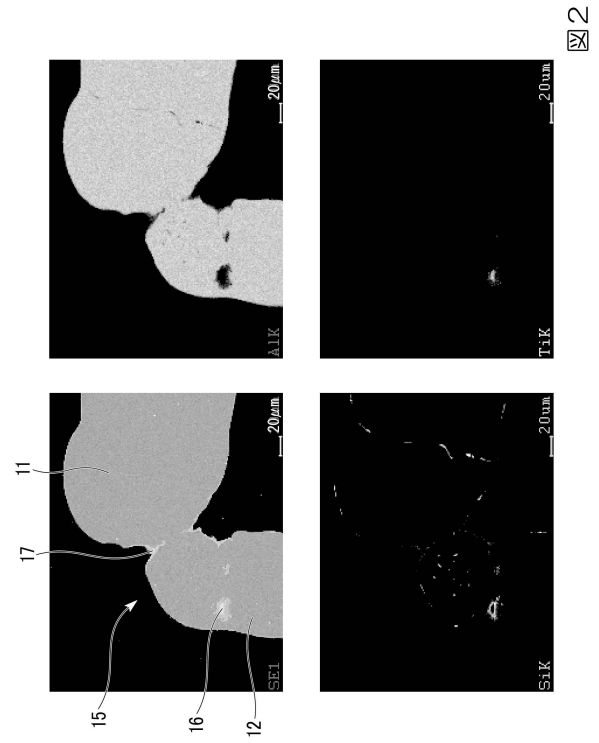


図 2

【図 3】

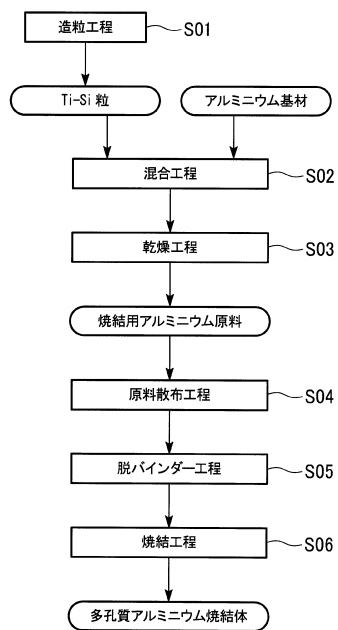


図 3

【図 4】

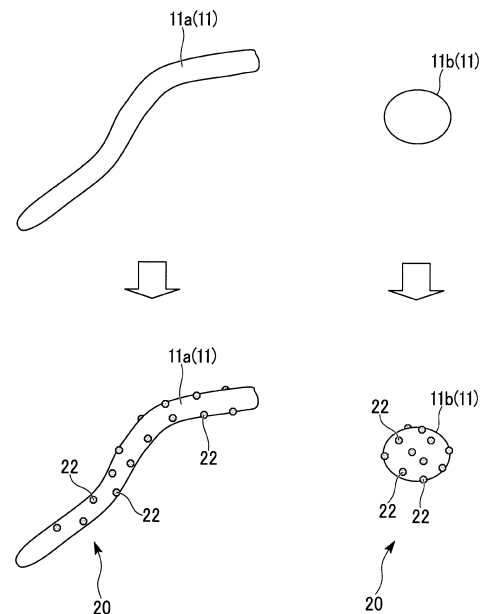


図 4

【図 5】

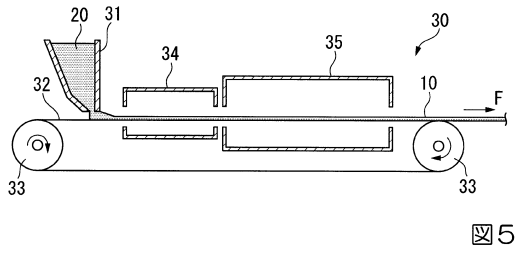


図 5

【図 6】

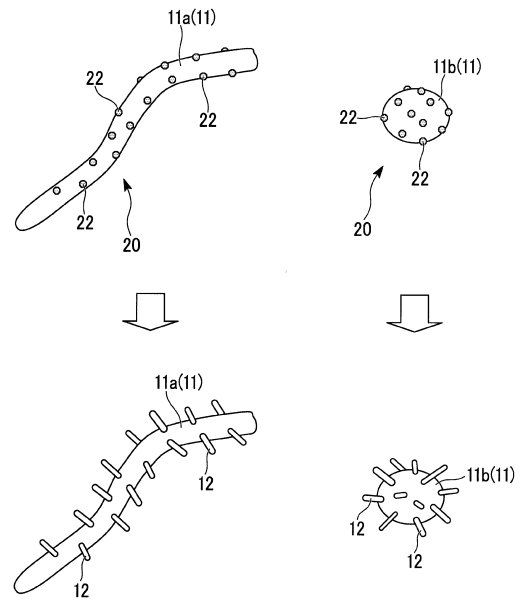


図 6

【図 7】

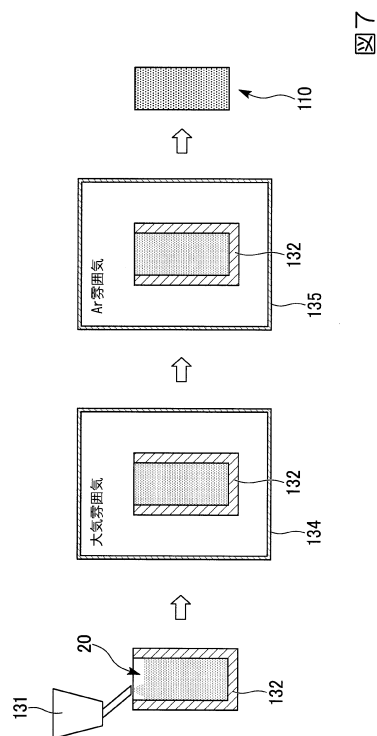


図 7

【図 8】

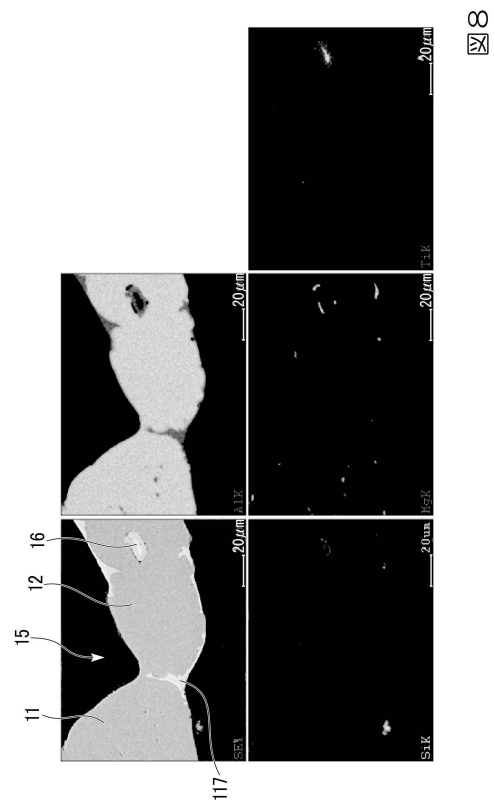


図 8

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 2 2 C 21/00 N
C 2 2 C 21/02

(72)発明者 幸 俊彦
埼玉県北本市下石戸上1975-2 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内
(72)発明者 楊 積彬
埼玉県北本市下石戸上1975-2 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内
(72)発明者 喜多 晃一
埼玉県北本市下石戸上1975-2 三菱マテリアル株式会社 中央研究所内

審査官 河口 展明

(56)参考文献 特開2014-141733 (JP, A)
特開2014-194074 (JP, A)
特開2014-194075 (JP, A)
特開昭56-149363 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
B 2 2 F 1/00-8/00
C 2 2 C 1/04
C 2 2 C 21/00-21/02