

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4979156号
(P4979156)

(45) 発行日 平成24年7月18日(2012.7.18)

(24) 登録日 平成24年4月27日(2012.4.27)

(51) Int.Cl.

B01D 39/20 (2006.01)
B22F 3/11 (2006.01)

F 1

B01D 39/20
B22F 3/11Z
A

請求項の数 7 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2000-548067 (P2000-548067)	(73) 特許権者	500013898 モット・コーポレーション アメリカ合衆国コネチカット州O 6 0 3 2 - 3 1 5 9, ファーミントン, スプリング ・レイン 8 4
(86) (22) 出願日	平成11年5月10日(1999.5.10)	(74) 代理人	110001243 特許業務法人 谷・阿部特許事務所
(65) 公表番号	特表2002-514493 (P2002-514493A)	(74) 復代理人	100133721 弁理士 主代 静義
(43) 公表日	平成14年5月21日(2002.5.21)	(74) 復代理人	100161344 弁理士 深町 美音子
(86) 國際出願番号	PCT/US1999/010095	(72) 発明者	ジャスニル シー. アメリカ合衆国 O 6 0 8 9 コネチカッ ト州 シムスペリー トレイナー ドライ ブ 1 7
(87) 國際公開番号	W01999/058223		
(87) 國際公開日	平成11年11月18日(1999.11.18)		
審査請求日	平成18年5月2日(2006.5.2)		
審判番号	不服2010-23910 (P2010-23910/J1)		
審判請求日	平成22年10月22日(2010.10.22)		
(31) 優先権主張番号	09/074, 957		
(32) 優先日	平成10年5月8日(1998.5.8)		
(33) 優先権主張国	米国(US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】複合多孔性媒質

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

複合多孔性媒質を作成する方法であって、相互接続された多数の孔がその中を貫通しているフォームを設ける工程と、フォームの孔を金属粉で含浸して複合物を得る工程と、その孔が金属粉で含浸されているフォームが圧縮されて、前記複合物を焼結する前のその密度を高める工程と、前記複合物を焼結して理論密度の20%から60%の範囲内の密度を有する前記媒質を形成する工程と、を含み、

前記フォームが金属フォームであり、前記焼結の前に前記フォームの表面上に金属粉が与えられ、前記圧縮により、フォームの厚さが、前記圧縮の前のその厚さの1/3から2/3の範囲内の厚さまで縮小され、前記複合物が、複合物の表面を規定する焼結金属の層を含むことを特徴とする方法。

【請求項 2】

前記フォームが、理論密度の5パーセントから30パーセントの範囲内の密度を有することを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

前記フォームが、5パーセントから15パーセントの範囲内の密度を有する延性金属フォームであることを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項 4】

前記層が、前記複合物の全体的厚さの25%から75%の範囲内の厚さを有することを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項 5】

前記複合物が円筒形管を含み、前記複合物が、その円筒形表面のうちの1つを形成する粉末化焼結金属の層を含むことを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項 6】

前記層が前記複合物の前記外部円筒形表面を規定し、かつ前記管の全壁厚さの25%から75%の範囲内の厚さを有することを特徴とする請求項5に記載の方法。

【請求項 7】

前記厚さが50%から70%の範囲内であることを特徴とする請求項6に記載の方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

10

(発明の分野)

本発明は複合多孔性媒質に関し、より詳細には、気体および液体をろ過するための複合多孔性媒質に関する。

【0002】

20

(発明の背景)

多孔性媒質は、気体および液体をろ過し分散させるための広い範囲の工業用途に使用される。そのような用途の代表的な例としては、粒子捕獲、流れ制限、音減衰、気体／液体収縮、灯心、多孔分散管、および噴霧器がある。電子工業では、様々なプロセスストリームから小さい粒子を除去するために高効率フィルタが広く使用される。この目的に有用であり、かつプロセス気体流れから、最も浸透する粒子サイズ、たとえば約0.1マイクロメートルを有する99.999999%を越える粒子を除去することができる（すなわち9よりも大きいログ減少値または「LRV」を有する）焼結金属フィルタが、すべて参照により本明細書の一部となる米国特許出願第5114447号および第5487771号、および同時係属出願第08/895604号および第08/895605号に示されている。電子工業用の高効率フィルタを含めて、これらの様々な分野および用途において使用する広い範囲の焼結金属媒質は、この特許の譲受人であるMotet社から販売されている。焼結多孔性セラミック媒質および高分子膜フィルタも販売されている。

【0003】

上記で言及した特許および出願に記載されているように、また当技術分野においてよく知られているように、多孔性金属媒質は一般に、指定された特性の金属または金属合金粉をプレスまたは成形して、所望の形状、たとえばシート、管、カップにすることによって作成される。次いで、成形された本体を高温で焼結すると多孔性要素または媒質が得られる。焼結多孔性セラミック媒質は同様の知られている手順によって作成される。

30

【0004】

多孔性金属または媒質の正確な特性は、使用する特定の粉、圧粉密度、使用する焼結条件、および媒質の構成を含めて、いくつかのファクタに大きく依存する。用途に応じて、媒質の重要な物理的特性としては、（たとえば、広い範囲のプロセス気体または液体との反応による）腐食に対するその耐性、機械的強度、および高温に耐えられる能力がある。たとえば、フィルタは、最小の圧力低下で比較的高い流体流量を与えるべきであり、また下流製造プロセスにおいて汚染を引き起こすこともある粒子状物質を除去することができなければならない。

40

【0005】

当技術分野において知られているように、焼結粉金属媒質は一般に所望の耐食性および耐高温性を与えることができる。しかしながら、同じくよく知られているように、低い圧力低下で所望の流れを得るためにには比較的高い多孔性が必要であるが、しばしば機械的強度の低下および効率の低下を招来する。従来の多孔性媒質の強度がないことは「圧粉」形態において最も重大である。「圧粉」多孔性構造の扱い易さが不十分なことは、特に大寸法管およびシート用の製造手順における主要な問題である。

【0006】

カルボニルニッケルプロセスによって製造されかつINC0によって販売されているも

50

のなど微細纖維状ニッケル粉が微細多孔性媒質を形成するために商業的に使用されている。しかしながら、これらの微細粉から製造された「圧粉」形状は比較的弱く、これは、粉の形状が纖維状よりも球形であるときに特にそうである。さらに、微細粉は高い表面積を有し、また焼結プロセス中に高度に活性になる。したがって、成形された「圧粉」形状の10%から15%の収縮は、普通、それらが（水素など）保護環境中かまたは真空中で華氏1300～1700度（704.4～926.7）で焼結されたときに起こる。さらに、高度の多孔率を維持するためにこれらの粉は一般に低い温度（たとえば華氏1300度（704.4）で、比較的短い時間（たとえば10から15分）で焼結されるので、微細焼結構造であっても、時間と温度の両方が強い焼結結合を形成するための所要量よりも少ないので比較的弱くなる。したがって、そのような多孔性媒質は比較的小さい構造用には充分であるが、多孔性焼結金属構造の処理および機械的特性における厳しい制限があるため、大きいシート、かなりの直径または長さの連続ストリップまたは管など、より大きい構造を製造することが困難になる。焼結金属粉フィルタのものと同じ桁の孔サイズを有する多孔性セラミック媒質は、たとえば1～5マイクロメートルサイズの微細酸化物粒子を使用して製造されているが、これらのセラミック要素はかなりより密になり、たとえば55%から75%の理論密度を有する傾向がある。

【0007】

高度に望ましい流れ、最も良い焼結粉末化金属またはセラミック媒質の耐熱および耐食特性を有するが、より強く、より大きい構造に形成でき、また低い圧力低下でより大きい全体的流れを得ることができる多孔性媒質が必要である。特に、製造プロセス中の扱いおよび転送を容易にするために高い「圧粉強度」を有する構造が必要である。

【0008】

（発明の概要）

本発明は、気体または液体の流れ用に使用することができ、（その最終的な形態と圧粉形態の両方において）強くかつ効率的であり、また広い範囲の種々の形状および構成に容易に形成することができる複合多孔性媒質を提供する。特に、本発明は、金属、セラミック、または他の開放孔フォーム（すなわち内部セルが相互接続されて構造のボリュームを通過する多数の孔を与える網状セル間構造であって、セル自体の壁がほぼ連続的かつ非多孔性であり、セル壁を形成する材料のボリュームに対するセルのボリュームは、網状セル構造の全体的密度が約30～35パーセントの理論密度よりも小さくなるようなボリュームである）およびフォームの孔内の焼結粉の複合物である多孔性媒質を特徴とする。最終的な複合多孔性媒質の厚さ、密度、多孔率およびろ過特性は意図した用途に必要なものに一致するように変更することができる。一般にフォームによって形成される孔のサイズは数百から数千マイクロメートルの範囲内であるが、フォーム孔内の焼結粉は、フォームの孔よりもはるかに小さく、はるかに微細な（たとえば、少なくとも1桁、しばしば2または3桁小さい）孔構造を形成する。一般に粉寸法は1から50マイクロメートルの範囲内である。

【0009】

いくつかの好ましい実施形態では、約5%から約15%理論密度の範囲内の密度、および直線インチ当たり約10個から約150個の孔を有するフォームの孔には、フォーム自身の孔よりも小さい桁であり、かつ少なくともフォームのものに等しい耐食特性を有する粉が含浸される。一般に0.020インチ（0.508mm）から約0.250インチ（6.350mm）の範囲内の厚さを有するフォームは、シートの形にできることがあり、あるいは管または技術関連の他の一定の形状に製造することができる。ニッケルの耐食特性のため、ニッケル（またはニッケル合金）フォームおよび粉がしばしば好ましく、ニッケル粉は一般に纖維状である。複合媒質は一般に約20～70%の理論密度の密度を有し、粉によって形成される孔のサイズは1マイクロメートル程度またはそれよりも小さい。高効率ろ過の場合、複合媒質は、フォーム（フォームの孔内に粉がある）コアの上にある焼結粉の層を含むことができ、また、延性（たとえば金属）フォームを使用するとき、フォームはその元の厚さの整数分の1に圧縮され、得られた複合媒質がフォーム自体の元の厚さ

とほぼ同じ（またはそれよりも薄い）全厚さを有するようにする。液体ろ過の場合には、より薄い、たとえば約0.010インチ（0.254mm）の、より多孔性の複合媒質がしばしば望ましい。

【0010】

好ましい実施例では、複合媒質は、乾燥粉または粉スラリーを用いてフォームシートの孔を充填し、フォームが延性（たとえば金属）であれば、充填された構造を冷間圧縮または圧延して所要の「圧粉」密度の「圧粉」形態を生成し、次いで焼結することによって作成される。第2の実施例では、円筒形延性金属フォームシートをマンドレルの周りに同軸に置き、次いでエラストマーモールドで覆い（あるいは円筒形フォームシートを中空円筒形エラストマーモールドの周り置き、次いで円筒形外部マンドレルで覆い）、（i）マンドレルとフォーム円筒の間および/または（ii）フォーム円筒とモールドの間の環状空間を粉で充填してフォームの孔を含浸させ、モールドに圧力を加えて粉およびフォームを圧縮し密度を高め、次いで圧縮された「圧粉」粉充填フォームを焼結する。いずれの実施例でも、複合媒質の全体的厚さのかなりの割合（たとえば約70%）を占める厚さを有する焼結粉の層または「表皮」をフォームの少なくとも1つの表面上に設けることができる。どちらも実施例でも、形成/プレスにより延性フォームの厚さ（たとえば壁厚さ）が圧縮され、圧粉構造の密度が高くなる。

【0011】

他の目的、特徴および利点は、添付の図面とともに行う本発明の実施形態についての以下の詳細な説明から明らかになろう。

【0012】

（詳細な説明）

次に図1を参照すると、一般には10として示される複合物多孔質管状要素は、開放孔フォーム（たとえば、INC0社によりINC0FOAMの商品名で販売されているタイプの柔軟性または延性のニッケルフォーム）を含む。このフォームは、（たとえば、管の周りにフォームシートを折り畳むことによって、あるいはらせん管を作製するために管の心棒にストリップを巻き付けることによって）円筒の中に包み込まれており、フォームの隣接する端は、突き合わせ、重ね合わせまたは溶着によって所定の位置に固定されている。示されているように、管状要素10の円筒壁は、焼結粉がその開放孔に充填されているフォーム円筒を含む内部部分、一般には12として示される、および焼結粉の円筒外層14を含む。図1の要素において、フォーム孔を充填するために、そして層14を形成させるために使用される粉末は、INC0社によりT255の商品名で販売されているタイプの纖維状粉である。明らかであるように、広範囲の他のフォーム（たとえば、他の金属フォーム、セラミックフォームおよびエーロゲルフォーム）および粉末（たとえば、纖維状粉または球状粉末、INC0社のT210などの他のニッケル粉末、ステンレス鋼粉末、チタン粉末、ジルコニウム粉末または他の金属粉末、およびセラミック粉末）もまた用いることができる。焼結粉によって形成される孔構造は、主として、粉末自体のサイズに依存し（典型的には、粉末自体のサイズに類似し）、複合物要素10を作製する際に使用される粉末は、典型的には、フォーム自体の最初の孔サイズ（すなわち、粉末を充填する前または他の処理を行う前のサイズ）よりも小さい程度のサイズを有する。

【0013】

図2は、別の管状ろ過要素210を含む一般には200として示されるフィルタを例示する。ろ過要素210は、本発明に従って作製され、実質的には図1の要素10に類似し、一般には212として示されるハウジングの中に取り付けられている。ろ過要素210の一端は、入口214に接するハウジング212の端に溶着されている。ろ過要素210の反対側の端は、出口216に接するハウジング212の端から間隔を置いて配置され、エンドキャップ218によって閉じられている。環状の空洞220が、ハウジング212の円筒壁222内において、ろ過要素212を取り囲み、出口216とつながっている。図2に例示されているように、流れは、入口214を通ってフィルタに入り、管状要素210の孔に導入され、一般には放射状に管状要素の円筒壁222を通って環状の空洞220

10

20

30

40

50

に流れ、その後、出口 216 を通ってフィルタから流出する。流れる方向を逆にできることもまた明らかである。要素 10 に関して上記に議論されているように、要素 210 は、孔が焼結金属粉末で充填された金属フォームを含む。

【0014】

図 3 は、一般には 300 として示されるフィルタを例示する。この場合、ろ過要素 310 は、管状というよりもむしろ、実質的には平坦である。本発明に従って同様に作製されるろ過要素 310 は、孔がセラミック粉末で充填され、次いでアセンブリが焼結されたセラミックフォームディスクを含む。ろ過要素 310 は、円筒ハウジング 312 の内部に、ハウジング軸に対して実質的に直角に取り付けられ、ろ過要素の外縁でハウジングの円筒内壁に封じられている。示されているように、ハウジングの一端にある入口 314 は、ガスをハウジングに流入させ、ろ過要素 310 を通り、次いで、出口 316 を通ってハウジングから流出させる。ろ過要素 310 は全体がセラミックであるが、その構成成分のいずれか、すなわち、フォームまたは粉末のいずれかは金属またはエーロゲルであり得ることが理解される。たとえば、大きな孔のエーロゲルをフォーム成分として使用することができ、一方で、小さな孔のエーロゲル（サイズが 10 ナノメートルから 100 ナノメートルの孔）を、セラミックフィルタまたは金属フィルタの孔を充填するために使用することができる。

【0015】

図 4 は、418a から 418d として示される合計で 4 つのろ過アセンブリをハウジング 412 内に含む一般には 410 として示されるフィルタを例示する。ハウジング 412 は、フィルタへの入口およびフィルタからの出口を、それぞれ、提供するエンドキャップ 414、416 によって、その両端が閉じられている。それぞれのろ過アセンブリ 418（図 5 にはより詳しく示されている）は、420 および 422 によってそれぞれが示される 1 対の同心円状の多孔性ろ過管、内側のより小さな直径のろ過管 420 の一端（下記で議論される出口端）を閉じる円形エンドキャップ 424、および管 420 および 422 の間にある環帯の反対側（下記で議論される入口端）を閉じる環状キャップ 426 を含む。ろ過アセンブリ 418 の内部端は入口プレート 430 で支えられ、出口端は出口プレート 432 で支えられている。

【0016】

入口プレート 430 は、入口キャップ 414 から流入した流れが、（i）アセンブリ 418 のより小さな直径のろ過管 420 の円筒孔に流れ、かつ（ii）直径がより大きなろ過管 422 の円筒外面の外側にあるハウジング 412 内の領域に流れることができるよう組み立てられている。入口プレート 430 もまた閉じられており、したがって、これにより、流入した流れが各アセンブリの内管 420 および外管 422 の間にある環帯 428 に入ることを妨げている。その一方で、出口プレート 432 は、環帯 428 からの流れが、出口プレート 431 および出口エンドキャップ 416 を通ってフィルタ 410 から流れ出るように、そしてそれと同時に、管 420 の円筒孔および管 422 の円筒外面の外側領域に流れること、ならびにそれらから流れ出ることを阻止するように組み立てられている。したがって、フィルタ 410 を通る流れは、入口から、軸方向に、アセンブリ 418 の内管 420 の円筒壁を通って外側に向かって流れ、アセンブリ 418 の外管 422 の円筒壁を通って内側に流れ、その後、フィルタの出口に流れる。

【0017】

各アセンブリ 418 のそれぞれのろ過管 420、422 は、円筒の中に包み込まれた多孔性のニッケルフォーム（たとえば、INC0社により INC0FOAM の商品名で販売されているタイプの柔軟なフォーム）を含む。例示されているフィルタにおいて、管 420、422 のそれぞれの円筒壁の全体的な厚さは約 0.115 インチ（約 0.3 cm）である。図 5 の拡大部において最も良く示されているように（要素 10 に関する図 1 においても）、各ろ過管 420 の円筒壁は、半径方向に内側フォーム（または粉末で含浸されたフォーム）のコア 423、およびその円筒外面に焼結されたニッケル粉末の層または「表皮」425 を含む。各管の円筒壁のフォーム部分における孔は、焼結されたニッケル纖維状

10

20

40

50

粉（たとえば、INCO社のT 255）で含浸される。例示されている実施形態において、表皮425の厚さは、管420、422の円筒壁の全体的な壁厚の約70%である。他の実施形態の場合、表皮425は、厚さが、（特に、剛性フォーム、たとえば、圧縮されやすい、たとえば、金属フォームではなく、セラミックフォームが用いられる場合、あるいは低密度複合物が所望される場合における）0.010インチ（約0.25mm）以下の薄さから、複合物フォーム／粉末媒体の全体的な厚さの約80%もの大きさまで変化する。この点に関して、管420、422を作製する際に使用される金属フォームの最初の厚さは、圧粉粉末フォーム複合物が焼結前に圧縮された場合には（たとえば、約50%と）大きく低下したことに注意しなければならない。

【0018】

10

フォームの重要な特徴は、比較的低い密度であり、たとえば、典型的には理論的密度の5%から15%までの範囲であり、ほぼすべての状況において約35%以下であること、および（多孔性の焼結構造と比較して）比較的大きな相互連結した孔、強度であり、金属フォームの場合には比較的大きな延性があることが認識される。比較として、焼結された金属粉末またはセラミック粉末によって作製された従来の多孔性フィルタまたは類似する構造は、理論的密度の少なくとも約30%から35%の密度（たとえば、粉末自体の充填密度と同じくらい大きな密度）を必然的に有し、孔自体のサイズは、典型的には、粉末のサイズよりも小さく、かつ多孔構造は比較的弱い。フォームの低い密度および大きな孔サイズはともに下記の事実に由来する。フォームは、相互連結して通り抜ける孔を形成する開放セルが、実質的な固体の非多孔性セルの壁厚（たとえば、0.001インチ（約0.025mm）に対して相対的に大きい（たとえば、1インチ（約2.5cm）あたり、10個から150個の孔、典型的には約50個～110個の孔が存在し、それぞれが0.01インチ（約0.25mm）程度の直径である）網目化されたセル内構造であるという事実、およびセルの容積が、セル壁によって占有される容積よりもかなり大きいという事実である。たとえば、INCO社（Sudbury、Ontario、カナダ）により作製され、INCO社によりINCOFOAMの商品名で販売されているフォームは、典型的には、約90%～95%の多孔率を有し、1インチ（約2.5cm）あたり約80個～110個の孔を有する（セルサイズは90ppiで650ミクロンである）。Retec Porous Metals社（Chardon、Ohio）は、1インチ（約2.5cm）あたりの孔が60個から110個の範囲にある多孔率の類似するニッケルフォーム製品を販売している；チタンおよびジルコニウムのフォームをUltimate Corp.社（Pasadena、California）から入手することができる；Seleee Corp.社（Hendersonville、NC）は、アルミナ、ジルコニウムおよびキン青石のセラミックフォームを製造している。INCOFOAMを使用する先に記載した実施形態において、ろ過管が作製されるフォームは約5%から10%の密度であり、フォームにおける孔は、典型的には、サイズが約100ミクロンから200ミクロンである。

【0019】

フォームを作製するいくつかの手法が知られている。たとえば、1つの従来的な手法により、ニッケルフォームのセル壁が粉末（たとえば、カルボニルニッケルガスによって作製される微細なニッケル沈降物）から作製され、次いで粉末は十分に焼結される。その結果、壁は、十分な密度（たとえば、理論的密度の約85%以上）になり、実質的に連続的（すなわち、非多孔性）になり、同じ大きさの鋳造金属の強度に非常に近い強度を有する。フォームはまた、吹き込みポリマーフォームの孔壁を電解メッキまたは無電解メッキし、次いで、ポリマーを焼き剥ぐことによって作製される。1931年にSteven Kislter（the College of the Pacific）によって最初に作製されたエーロゲルは、アルコキシ基を作製する超臨界乾燥法を利用して、あるいはヒドロキシル基を作製する二酸化炭素乾燥法を利用して調製することができる；エーロゲルは様々なサイズの孔構造を作製することができる。TAAS研究所（Columbus、Ohio）のYosry Attia博士から得られる「ガス状汚染物を現場で捕捉す

40

50

るための改良型エーロゲル物質」、および「水中のシアン化物廃棄物を光触媒によって解毒するためのエーロゲル物質」(Journal of Non-Crystalline Solids, 186 (1995) 402~107)、およびそれらの引用参考文献を参照のこと。焼結後、多孔性物質のような剛性構造が得られる。

【0020】

主としてフォーム孔における焼結粉のために、本発明の複合物多孔性媒体は、それを作製するために使用されたフォームが有するよりもかなり大きな密度およびはるかに細かい孔構造を有することには注目される。任意の特定の複合物媒体の実密度はいくつかの事柄に依存している。たとえば、フォームの孔サイズ、孔を充填するために用いられる粉末のサイズおよび形態、圧縮および/または焼結する前の孔の充填度、焼結前の圧縮量、および焼結条件に依存する。球状粉末は、纖維状粉よりも大きな充填密度を有し、したがって、典型的には、稠密化する前にフォームの孔がより大きな割合で充填されることは明らかである。本発明による代表的な複合物媒体は、理論的密度の約20%から約30%までの範囲の密度を有し、さらにフォームの孔を充填する焼結粉（いくつかの実施形態においてはフォームの表面に表皮を形成する）によって形成された孔構造は、少なくとも1_桁または2_桁小さい孔を規定する。たとえば、典型的には、孔サイズは、ガス流操作を目的とする複合物媒体の場合には約2ミクロン以下から10ミクロンまでであり、好ましくは約2ミクロンであり、液体流に適用される場合には約1ミクロン以下から100ミクロンまでであり、好ましくは約1ミクロンから20ミクロンまでである。

【0021】

次に図5を参照すると、本発明によるろ過要素を作製する1つの手法において、開放孔の金属フォームのシート500が振動台502に載せられ、フォームシート500の上部表面が細かい金属粉末504で覆われ、シート500は、その上部の粉末504とともに、シートの孔が粉末で実質的に充填されるまで振動される。孔が充填されたフォームシート501は、その上面の緩やかな粉末層506とともに、次に、1対のカレンダーロール507による冷間圧縮あるいは（示されているように）冷間圧延によって圧縮され、それにより、圧縮された粉末充填フォーム512の上面に粉末化金属層510を有する「圧粉」粉末フォーム複合物508が形成される。所望する場合には、孔が充填されたシート501および粉末層506を圧縮前に軽く予備焼結することができる。いずれの場合においても、加えられた圧力によって、粉末は稠密化され（そのとき、フォームが圧縮され）、複合物構造が得られ、所望する圧粉密度にされる。圧縮された粉末フォーム複合物508は、次いで、適切な環境中（たとえば、真空中、あるいは水素、窒素またはアルゴンを含有する保護的環境中）、十分に高い温度で十分に長い期間（たとえば、華氏1200~1900度（約650~1040）で10分間~60分間）にわたって焼結され、シート上面の粉末粒子間に、さらには孔内およびフォーム表面との粉末粒子間に拡散帯が形成される。

【0022】

冷間圧延または冷間圧縮のときに使用される圧力の値によって、冷間圧縮/冷間圧延された「圧粉」複合物508および最終的なろ過要素/媒体の両方の密度（典型的には、約20%から約30%までの範囲にある）および多孔率が決定されることには留意する。類似する密度の「圧粉」粉末構造体とは異なり、複合物508は、実質的に剛性であり（剛性はフォーム成分によってもたらされる）、加工処理中における取り扱いを容易にことができる。焼結中において、複合物508は、限られた（典型的には、5%未満の）収縮を受けるだけであることもまた留意しなければならない。これは、微細な纖維状粒子または樹枝状粒子の粉末構造体を焼結しているときに生じる10%~15%以上の収縮と対比される。

【0023】

図5の手法において、フォームシート500の孔は乾燥粉末で充填される。そのような無バインダー手法は、多くの場合、複合物の多孔性要素が、高純度適用のために、特に、極めて大きなろ過効率および化学的純度を有するデバイスを半導体産業に提供するために使

10

20

30

40

50

用される場合に好ましい。高純度用に適用されない複合物多孔性構造体を作製するときには、スラリーの一部として粉末を加えることによって、フォームシート 500 の孔を充填することができ、フォームの上面において任意の必要とされる層 510 を施すことができる。スラリー法が使用される場合、スラリーは、典型的には、約 20 重量% が粉末であり、約 80 重量% が液体（たとえば、解こう剤を含む水）である。スラリー法では、多くの場合、フォームが載っている台 502 の部分に穴をあけ、粉末スラリーをフォーム孔に引き入れることを助けるために下部に吸引／真空を提供することは望ましい。

【 0024 】

図 6 は、図 1 の管状要素 10 などの管状多孔性要素、図 2 のフィルタ 200 の管状要素 210、および図 4 のろ過管 420、422 を作製するために使用される手法を概略的に例示する。先に示されているように、それぞれの管は、環状のすき間 603 が心棒の円筒外面とフォーム円筒の円筒内面との間にもたらされるような様式で、フォーム円筒 602（たとえば、INC OF OAM の柔軟なニッケルフォームから作製され、厚さが約 0.070 インチ（約 1.7 mm）であり、密度が理論的密度の約 5 ~ 10 % の範囲にあるニッケルフォーム円筒）を垂直に配向した心棒 604 の周りに同心円状に置くことによって作製される。次に、円筒状のエラストマー（たとえば、ポリウレタン）鋳型 606 が、はるかに小さな環状のすき間 605 が鋳型 606 と円筒 602 の円筒外面との間にもたらされるような様式で円筒 602 の周りに同心円状に置かれる。底部キャップ 608 によって、アセンブリの下端が閉じられ、心棒 604、フォーム円筒 602 およびエラストマー鋳型 606 がそれぞれに対して同心円状に固定される。

10

20

【 0025 】

上部が開いているこのアセンブリを振動台 610 に載せ、フォーム円筒 602 の孔および 2 つの環帯がともに粉末で充填されるように台およびアセンブリを振動させながら、金属粉末（たとえば、INC O 社の T 255 ニッケル粉末または T 210 ニッケル粉末）を環帯 603、605 に注ぐ。孔および環帯が充填されると、アセンブリは、その上部が、底部キャップ 608 と実質的に同一である上部キャップ 611（点線で示される）で閉じられる。次いで、封じたアセンブリを従来の静水圧圧縮機の流体タンク内に置く。次いで、圧縮機の流体を、たとえば、500 ~ 20,000 psi（約 35 ~ 1400 気圧）の範囲の圧力に、INC O 社のニッケル T 255 粉末の場合、好ましくは約 1000 psi（約 70 気圧）に、約 30 秒間から 5 分間にわたって加圧して、フォーム管／粉末アセンブリを「圧粉」形態に圧縮する。明らかであるように、さらに図 4 に概略的に示されているように、水圧力 F が半径方向に内側にかかる。加えられた圧力は環帯 605 の粉末を圧縮して、圧縮された粉末層をその円筒外面に形成し、さらにフォーム円筒 602 の（壁厚および内直径の両方を減少させ、密度を増大させるように）半径方向に圧縮する。フォーム円筒 602 の半径方向の圧縮は、次に、環帯 603 の何らかの粉末を圧縮し、したがって、粉末層が円筒内面にも形成される。そのように形成された圧縮複合物は、次いで、真空中、華氏 1330 度（約 720 °C）で 30 分間焼結される。

30

【 0026 】

ろ過管 420 および 422 は直径が異なるために、それらが組み立てられるフォーム円筒もまた直径が異なることは明らかである。また、円筒の壁厚は同じであり得るので、システムの大きさ、たとえば、図 6 のシステムで使用される心棒 604 およびエラストマー鋳型 606 は、必要に応じて必然的に変化する。環帯 503、505 の幅、ならびに圧力および焼結条件は、特に、用いられる粉末のタイプ、ならびに最終的な複合物媒体の密度および孔構造に依存して変化することにも留意しなければならない。例として、ろ過管 420 を製造する際、ろ過管を作製するために使用されるフォーム円筒（約 0.070 インチ（約 1.8 mm）の厚さ）は、心棒 604 の周りにきっちり収まり（たとえば、環帯 503 の幅は約 0.005 インチ（約 0.12 mm）以下であり）、フォーム円筒の外径は、環帯 605 がエラストマー鋳型 606 の内径よりもかなり小さくなるようにされ、その結果、環帯 605 は一層より広くなり、たとえば約 0.17 インチ（約 4.3 mm）である。粉末およびフォームを圧縮した後、すなわち、複合物がその圧粉形態にある場合、複合

40

50

物の全体的な壁厚は約 0.140 インチ (約 3.5 mm) (すなわち、未圧縮フォームの最初の壁厚の約 2 倍) であり、複合物の円筒外面を形成する圧縮された粉末「表皮」は厚さが約 0.100 インチ (約 2.5 mm) であり、複合物の内側フォーム「コア」は、その最初の厚さの約半分に減少している。

【0027】

複合物媒体が意図される適用に依存して、非常に異なる厚さの「表皮」が、複合物の内面または外面のいずれか (またはその両方) に提供され得る。たとえば、表皮が管の円筒内面に施され得る場合、内側に円筒状ブラダを使用して円筒状の心棒を外側に置き、圧力を内側に加えることは通常便利である。同様に、粉末が充填されたフォームおよび任意の表皮のフォームの両方の密度 (および密度が圧縮時に増大する程度) を、たとえば、使用される粉末のタイプおよび「圧粉構造」を得るために加えられる圧力を変化させることによって所望するように変化させることができる。たとえば、球状粉末は、典型的には、何らかの圧縮の前にフォームの孔をより十分に充填し、その結果、フォームはより稠密になり、最終的な複合物媒体の全体的な厚さの割合がより大きくなる。

10

【0028】

よく知られているように、フィルタの示されるろ過効率は、効率が測定される流束 (単位面積あたりの流量) に依存する。図 4 の実施形態において、ろ過管 420、422 は、8 psi (約 0.5 気圧) から 12 psi (約 0.8 気圧) までの範囲の差圧で 15 s 1 pm / 平方インチの流量をもたらす。差圧は低いほど好ましい。さらに、ろ過管 420、422 は、9 LRV のろ過効率 (すなわち、大部分の侵入粒子サイズで 99.999999% 以上) の粒状物の除去) が得られる。流量が大きいほど、低い効率 (たとえば、6 LRV) になる。当業者は認識しているように、より大きな効率またはより低い効率のいずれかが、任意の所与の流れにおいて、複合物媒体ろ過管の壁厚または多孔性構造を変化させることによって達成され得る。

20

【0029】

下記の実施例は本発明の様々な局面を例示する。

【0030】

(実施例 I)

従来の粉末化焼結金属粉要素と比較して、本発明による複合ろ過要素を焼結中の収縮の減少を決定するために、両タイプの管は作成され、圧粉形態で測定され、同一条件下で焼結され、次いで焼結後に測定された。どちらの管のセットでも、使用された金属粉は、INC0 から得たニッケル T 255 の粉であった。本発明の複合物は、やはり INC0 から得られた直線 1 インチ (約 2.54 センチ) あたり 90 の孔と厚さ 0.070 インチ (約 0.178 センチ) を有するニッケルフォームを使用して作成された。どちらの管も、直径 0.42 インチ (約 1.067 センチ) を有する中央マンドレル、およびそれを囲む 0.690 インチ (約 1.753 センチ) の内直径を有するエラストマモールドを使用して作成された。従来の焼結金属要素は、中央マンドレルの間の環帯を粉で満たし、600 psi で圧縮し、次いで得られた圧粉円筒を真空中で 30 分間、華氏 1330 度 (約 721.1) で焼結して形成された。本発明の複合管は、フォームニッケル円筒を環帯中に置き、上記のようにフォームの孔を粉で含浸し、得られた圧粉構造を同じ方法で圧縮および焼結して形成された。得られた構造の内直径および外直径は、どちらも圧粉形態で焼結後のものであり、2 つの構造の質量と共に下に示す。

30

【0031】

40

孔管	O. D. (インチ)		I. D. (インチ)		質量 (gm)
	圧粉	焼結したもの	圧粉	焼結したもの	
フォーム有	0.565	0.550	0.416	0.416	24.3
フォーム無	0.585	0.501	0.420	0.354	25.9

【 0 0 3 2 】

10

表から明らかなように、本発明のニッケルフォーム／粉複合物の内直径および外直径は、それぞれ3%未満および1%未満収縮しており、一方従来の粉構造のものは、15%強収縮している。本発明の複合物では、全体の収縮のほとんどは、粉層またはフォームの核を囲む「表皮」の程度であったことに留意されたい。全体の収縮の減少は、かなりの程度まで、厳密な形態で提供された制限の結果である。焼結中、「圧粉」構造にある粉粒子は、フォームの壁と、および粒子間で固体状態の結合を形成し、その結果フォームによって強化された多孔率の高い構造となるのである。

【 0 0 3 3 】

(実施例 I I)

本発明による複合ニッケルフォーム／粉管状複合物は、圧粉構造を形成するために使用された圧力が1000 psiである以外は、例 I の通りであった。各管状複合物は、下記のような長さ、OD(外直径)および壁の厚さを有していた。明らかなように、各複合物は、9.6から11.5 psiの範囲の圧力低下で、9.8またはそれ以上のLRVを提供了。

20

【 0 0 3 4 】

壁厚さ (インチ)	OD(インチ)	L(インチ)	流れ (SLPM)	フラックス (SLPM/sq.in.)	デルタ P (Psi)	LRV
0.1	0.6	2	50	13.4	10.5	>9.95
0.1	0.6	2	52	14.6	9.6	>9.89
0.1	0.6	2	55	14.8	11.5	9.8

30

【 0 0 3 5 】

(実施例 I I I)

本発明による複合ニッケルフォーム／粉管状複合物は、圧粉構造を形成するために使用された圧力が異なる以外は、実施例 I に示した通りであった。密度、および泡立ち点によって示された孔サイズについて得られた変化は、次表に示す通りであった。

40

【 0 0 3 6 】

プレス 圧力 (Psi)	o.d. (インチ)	I.d. (インチ)	壁厚さ (インチ)	密度 (g/cc)	% 密度	泡立ち点 (Hg の インチ)	流れ (SLPM)	フラックス (SLPM /sq.in.)	デルタ P(Psi)
1000	0.985	0.785	0.100	2.8	32%	3.8	100	3.2	2
2500	0.943	0.78	0.082	3.3	38%	6.3	63	2.0	2
5000	0.925	0.785	0.070	3.9	44%	7.6	40.6	1.3	2
10000	0.905	0.78	0.063	4.8	54%	7.3	23	0.7	2
20000	0.9	0.78	0.060	5.0	56%	12.9	9.5	0.4	2

【0037】

この方法でよくわかるることは、泡立ち点圧力は通常、試験されている材料について最大孔を示し、水銀柱 12.9 インチ（約 32.8 センチ）の泡立ち点は通常、約 0.5 マイクロメートルの最大孔サイズを示すということである。

【0038】

(実施例 IV)

セラミックフォーム円筒は、水平穴あきマンドレルの周りに同軸状に置かれている。質量で 20% のステンレス鋼（一般に球状で、直径が 1 マイクロメートル未満）粉、および 80% の水溶性結合剤を含むスラリをマンドレルの上に滴らせ、その間マンドレル（その上にフォームを有する）を水平軸の回りにゆっくり回転させる。長手方向に延びるドクターブレードは、スラリが加えられている領域よりもわずかに早く、フォームの円筒の外表面をぬぐう。吸引がマンドレルの内部に提供される。フォームの孔が（質量の増加で決定されるように）粉で満たされた後、フォームと粉は結合剤を取り除くために焼かれ、焼結される。得られた複合構造は、フォーム自体の密度の数倍の密度を有するようになり、フォームの孔内の粉は、平均孔サイズがフォームの孔より 2 桁 以上小さい多孔構造を規定することになる。

【0039】

(実施例 V)

金属フォームシートの孔（たとえば、1 インチ（約 2.54 センチ）あたり 80 の孔を有するレテック多孔性材料から得られるフォームのシート）は、エーロゲルで満たされている。金属アルコキシドのアルコール溶液がまず加水分解されてゾルを形成し、次いで重合してゲルを形成するゾル・ゲルプロセスを用いて金属フォームの孔内で形成されるので、エーロゲルは非常に多孔質になる（たとえば、約 5% の密度を有し、約 20 ナノメートルの平均粒径を形成する）。アルコールは、収縮とクラッキングを最小にするために、超臨界乾燥、たとえば温度約華氏 240 度（約 115.6）、圧力約 6.36 バールでゲルの孔から除去される。

【0040】

(実施例 VI)

超臨界乾燥後、エーロゲルシート内の孔が 1 の 桁 の平均粒径を有するようになることを除いて、エーロゲルは一般に、例 V に説明したプロセスによって形成される。したがって、生成されたエーロゲルシートの孔は、複合多孔要素を生成するために、非常に微細な、たとえば 0.1 マイクロメートル以下の金属粉で満たし、低温で焼結することができる。

【0041】

(その他の実施形態)

上記の好ましい実施形態から、本発明の複合多孔性媒質を形成するために使用されるフォ

10

20

30

40

50

ームおよび粉は、様々な多くの材料から作成することが可能であることは明らかであろう。ニッケル、ステンレス鋼、またはセラミックフォーム、およびニッケル、ステンレス鋼、またはセラミック粉は、幅広く応用に使用できるためによく好まれるが、たとえば、ニッケル合金（たとえば、ニッケル80%でクロム20%、またはニッケル-クロム-アルミニウム）のフォームおよび粉（Sumitomo Metal Products Co.から入手可能なものなど）を腐食性の高い環境で使用するために用いることは望ましいことである可能性があり、チタンまたはジルコニウムのフォーム粉構造は、熱ポンプの高効率フィルタまたは芯として特に有用である。

【0042】

同様に、フォームは形成可能であり、複合物に高い圧粉強度および破壊強度を与えるので、本発明の複合多孔性媒質を、幅広い工学形態で提供することが可能である。 10

【0043】

また本発明の媒質は、上記の他に、ある範囲のプロセスを用いて形成することが可能である。たとえば、円筒の内側表面を形成する主要焼結金属「表皮」を有する円筒多孔管は、エラストマモールドをフォーム管の外側ではなく、内側に置くことによって形成することが可能である。二重密度ろ過媒質は、第1焼結金属表皮をシート上に形成し、次いでそのシートを圧延して円筒管にし、第2焼結表皮を第1、または管の反対側の円筒表面上に形成する手順、または、第1「圧粉」構造が形成された後で、平らなシートまたは円筒構造に第2層を加える手順など、様々な手順を用いて作成することが可能である。 20

【0044】

上記のようにフォームシート上に乾燥金属粉を置くことによって作成した平坦ろ過要素、またはフォームシート上に金属スラリを置き、たとえば振動またはシートの反対面に加えられた真空によって、スラリをシートの孔に含浸させて作成した平坦ろ過要素などは、平坦でディスクとしての使用、波状またはひだ状の形状への加工、または圧延して円筒または円錐（またはフラスト円錐）の形態にすることが可能である。要素は、上記のようにそれぞれのフォームシートから作成することが可能である。または、長いフォーム細片が一連の成功ステーション、たとえば乾燥粉またはフォーム孔を満たすスラリを含む室、次いでカレンダ圧延、焼却炉、予備焼結炉、さらに必要なカレンダ圧延、最終焼結炉、および連続細片として焼結複合多孔媒質が巻き取られる巻取りマンドレルなどを進んでいく連続手順で作成することが可能である。 30

【0045】

フォームを一面からのみ含浸させ、フォームの他方の面は空のままにすることが可能である。これはたとえば、部分的にフォームの一部を一面からワックスで満たし、他方の面から乾燥またはスラリを用いて粉を含浸させ、次いでワックスの融点以上に熱してワックスを除去することによって達成することができる。続いて、複合物をスラリ結合剤を除去する温度よりも高温に熱し、最後に焼結する。複合物をカレンダにかけ、再焼結することによって、より高い強度を実現することができる。 40

【0046】

これらおよび他の実施形態は、前述の特許請求の範囲内にある。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明を実施する管状多孔性要素の縦断面図である。

【図2】 図1の要素のものと同様の要素を含むフィルタの断面図である。

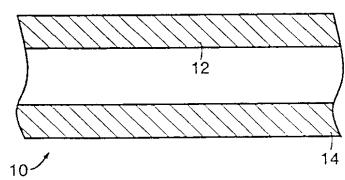
【図3】 本発明を実施する概して平坦な要素を含むフィルタの断面図である。

【図4】 本発明によって製造した複数のろ過要素を含む高ボリュームフィルタの縦断面図である。

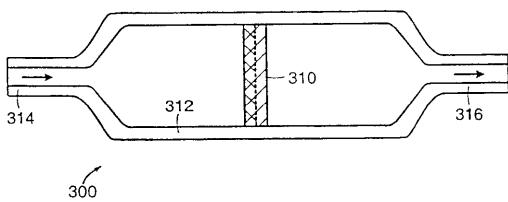
【図5】 本発明を実施する平坦ろ過要素を製造するための振動システムおよびカレンダまたは圧延方法の概略図である。

【図6】 本発明を実施する管状ろ過要素を製造するために有用なシステムの概略部分断面図である。

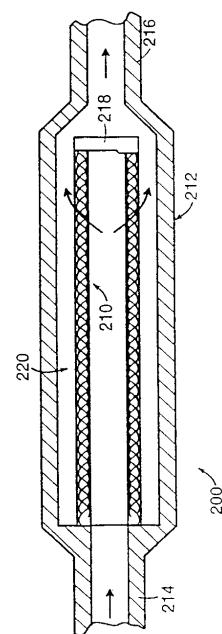
【図1】



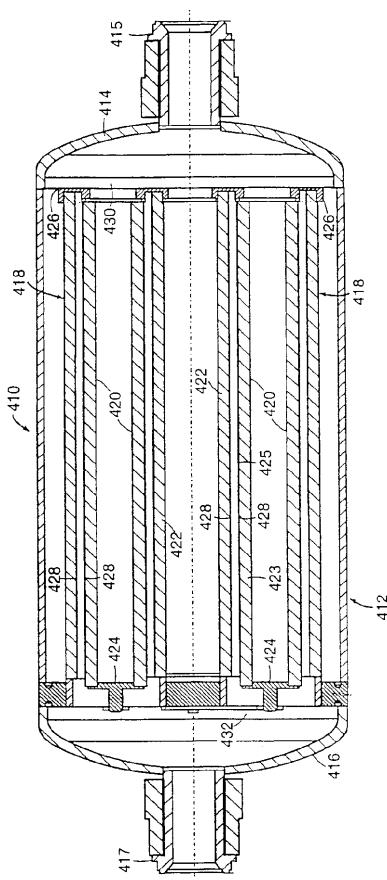
【図3】



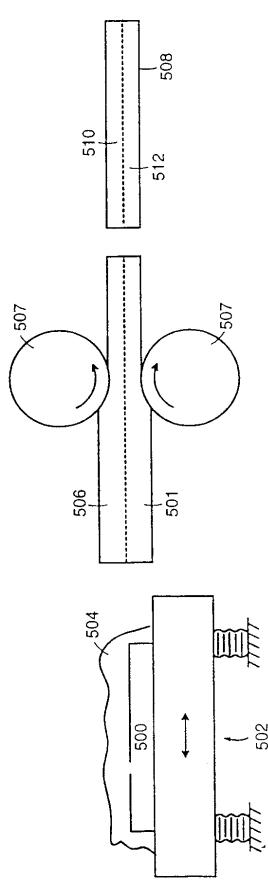
【図2】



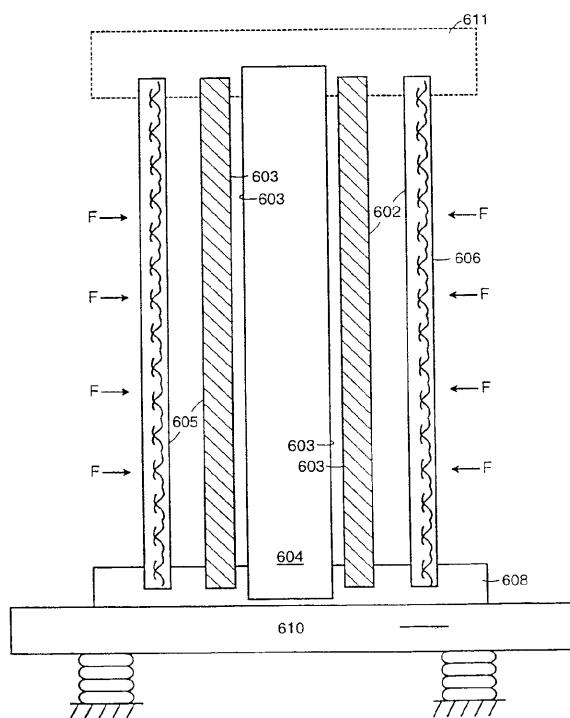
【図4】



【図5】



【図6】



フロントページの続き

(72)発明者 ルボウ ケネス エル.

アメリカ合衆国 06032 コネチカット州 ファーミントン ポーテージ クロッシング 6
0

(72)発明者 カーワン キャシー エル.

アメリカ合衆国 06022 コネチカット州 キャントン ロビン ドライブ 160

(72)発明者 エイセンマン マーク アール.

アメリカ合衆国 06013 コネチカット州 バーリントン ミラー ロード 80

合議体

審判長 鈴木 正紀

審判官 川端 修

審判官 田中 永一

(56)参考文献 特開平2-233117(JP,A)

特開平8-133847(JP,A)

特開昭50-77410(JP,A)