

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5956419号  
(P5956419)

(45) 発行日 平成28年7月27日 (2016. 7. 27)

(24) 登録日 平成28年6月24日 (2016. 6. 24)

(51) Int. Cl.

F I

B 2 2 F 3/10 (2006. 01)

B 2 2 F 3/10 C

B 2 2 F 3/02 (2006. 01)

B 2 2 F 3/02 S

C 2 2 C 21/06 (2006. 01)

C 2 2 C 21/06

C 2 2 C 21/02 (2006. 01)

C 2 2 C 21/02

C 2 2 C 1/04 (2006. 01)

C 2 2 C 1/04 C

請求項の数 20 (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2013-501556 (P2013-501556)  
 (86) (22) 出願日 平成23年3月31日 (2011. 3. 31)  
 (65) 公表番号 特表2013-524006 (P2013-524006A)  
 (43) 公表日 平成25年6月17日 (2013. 6. 17)  
 (86) 国際出願番号 PCT/AT2011/000157  
 (87) 国際公開番号 W02011/120066  
 (87) 国際公開日 平成23年10月6日 (2011. 10. 6)  
 審査請求日 平成26年2月12日 (2014. 2. 12)  
 (31) 優先権主張番号 A534/2010  
 (32) 優先日 平成22年4月1日 (2010. 4. 1)  
 (33) 優先権主張国 オーストリア (AT)

(73) 特許権者 512254449  
 ビーエーエスエフ エスイー  
 ドイツ連邦共和国 67056 ルートヴ  
 ィヒスハーフェン/ライン  
 (74) 代理人 100080791  
 弁理士 高島 一  
 (74) 代理人 100125070  
 弁理士 土井 京子  
 (74) 代理人 100136629  
 弁理士 鎌田 光宣  
 (74) 代理人 100121212  
 弁理士 田村 弥栄子  
 (74) 代理人 100122688  
 弁理士 山本 健二

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 アルミニウム合金の成形品の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

アルミニウム合金をベースとする成形品を金属射出成形によって製造する方法であって、

a) 所望の前記合金に含まれる金属を、それら金属の各単一金属の粉末を用いて、または、それら金属からなる1以上の合金の粉末を用いて、または、それら金属の各単一金属の粉末とそれら金属からなる1以上の合金の粉末とを組み合わせた粉末を用いて、粉末の形態で、バインダと混合することにより供給原料を製造するステップと、

b) 前記供給原料を射出成形することによりグリーン体を製造するステップと、

c) 触媒脱脂および/または溶剤脱脂および/または熱脱脂によってグリーン体から該バインダを除去することによりブラウン体を製造するステップと、

d) 前記脱脂されたブラウン体を焼結して所望の成形品を得るステップと、  
 を備え、

その特徴が、

前記ステップ c) において、任意にその前に1以上の脱脂ステップを行った後に、純酸素の雰囲気内で500より低い温度にて熱脱脂を行って、前記バインダを除去することで、前記バインダを実質的に完全に除去し、その後、このようにして得られた、実質的に完全に脱脂されたブラウン体を、前記ステップ d) において焼結することである、  
 前記方法。

【請求項 2】

10

20

アルミニウムに加えて、前記アルミニウム合金が、マグネシウム、銅、シリコンおよびマンガンから選択される 1 以上の金属を含むことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

アルミニウムに加えて、前記アルミニウム合金が 1 以上の金属を、それぞれ、0.5 ~ 2.5 重量%のパーセンテージで含むことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記ステップ a ) において、前記金属が、1 以上のマスター合金粉末の形態で、バインダと混合されることを特徴とする請求項 1 から 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

前記バインダとして、ポリアセタールをベースとしたバインダが用いられることを特徴とする請求項 1 から 4 のいずれか 1 項に記載の方法。

10

【請求項 6】

前記ポリアセタールをベースとしたバインダが、ポリオキシメチレン ( P O M ) バインダである、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

前記バインダが、ポリアセタールを 50 ~ 95 % 含有することを特徴とする請求項 5 に記載の方法。

【請求項 8】

前記バインダが、ポリアセタールを 80 ~ 90 % 含有することを特徴とする請求項 5 に記載の方法。

20

【請求項 9】

ステップ c ) は、酸素存在中での熱脱脂のみを含み、該熱脱脂は、1 以上のステップで行われ、前記バインダを除去することを特徴とする請求項 1 から 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 10】

ステップ c ) は、前記バインダの大部分を除去するための溶剤脱脂を含み、その後、前記熱脱脂により残留するバインダを除去することを特徴とする請求項 1 から 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

ステップ c ) は、前記バインダの大部分を除去するための触媒脱脂を含み、その後、前記熱脱脂により残留するバインダを除去することを特徴とする請求項 1 から 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

30

【請求項 12】

前記触媒脱脂は、硝酸、シュウ酸、ギ酸および酢酸から選択される少なくとも 1 つの酸の存在中で行われることを特徴とする請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

前記酸として、昇華されたシュウ酸が用いられることを特徴とする請求項 12 に記載の方法。

【請求項 14】

前記バインダを実質的に完全に除去するための前記熱脱脂が、100 と 420 の間の範囲にある特定の温度プロフィールを適用して行われることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

40

【請求項 15】

前記バインダを実質的に完全に除去するための前記熱脱脂の処理中の加熱速度が、5 K / 分を超えないことを特徴とする請求項 1 から 14 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 16】

前記加熱速度が、2 K / 分を超えないことを特徴とする請求項 15 に記載の方法。

【請求項 17】

前記加熱速度が、1 K / 分を超えないことを特徴とする請求項 15 に記載の方法。

【請求項 18】

50

ステップd)において、前記実質的に完全に脱脂されたブラウン体が、液相を形成している間に焼結されることを特徴とする請求項1から17のいずれか1項に記載の方法。

【請求項19】

焼結は、各アルミニウム合金の固相線温度と液相線温度の間の温度で行われることを特徴とする請求項18に記載の方法。

【請求項20】

前記熱脱脂ステップの後の前記焼結の温度に達するための加熱速度が、4～20K/分の範囲であることを特徴とする請求項1から19のいずれか1項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

10

【0001】

金属射出成形技術は近年急成長を遂げ、小型複雑部品を製造する確立した技術となっており、全世界での年間売上高は約10億ユーロにのぼる。プラスチックの射出成形に適用される成形技術と粉末工学において用いられる各種材料との組合せは、多くの材料に興味深い新市場を開いている。

【0002】

製造方法は基本的に以下の処理ステップを備えている。最初に、金属粉末と、少なくとも2つの完全に混合されたポリマー成分を含むプラスチック成分とからなる、射出可能な粒状体の形で供給原料が製造される。その後、この供給原料は、プラスチックの射出成形機械によって成形され、成形品が得られる。これらのいわゆる「グリーン体」は通常、プラスチックのバインダを約40体積%含んでおり、バインダの大半は、その後のいわゆる脱脂（または「脱バインダ」）ステップで除去される。残りのバインダ成分（いわゆる「バックボーン」）は残存して、脱脂後の製品の残留強度を保証する。脱脂は、様々な方法で（例えば、熱的に、溶剤を用いて、触媒的に、等）、達成されうる。選択された処理は、粒状体に用いられるプラスチックのバインダに対して注意深く適合される。脱脂後、製品（いわゆる「ブラウン体」）は、焼結処置が施され、その最初のステップで、残留する「バックボーン」バインダは、通常、熱的に除去され、その後、製品は、焼結され、縮小して、ほとんど緻密な金属部品を形成する。この技術は、現在、高および低合金鋼、貴金属、硬質金属のほか、セラミックにも適用されている。

20

【0003】

30

アルミニウム材料の金属射出成形は、この技術に関する特許は存在するが、工業上まだ十分に確立されていない。これは、アルミニウム合金の焼結機構が上記の材料のそれとは完全に異なっているという事実のためである。アルミニウム粉末の表面の非還元性の酸化物は、焼結に対する大きな障害となっている。この理由のために、刊行物は、無酸素雰囲気について記載するのみである。

【0004】

アルミニウムの上述の処理に伴う特別な困難さは、アルミニウムの融点（660）が相対的に低いことに関係している。アルミニウムの融点は、スズなどの合金化要素がそこに付加されるとさらに低くなる。この結果として、プラスチック成分の脱脂を非常に低温で行わなければならない、適切な処理時間枠を、プラスチック成分の完全な除去を保証するためにはしばしば短すぎるものとしてしまう、という問題が生じる。プラスチック成分が完全に除去されないと、有機残留成分と金属成分との望ましくない反応が起こりうる。そのことが、焼結処理を妨げ、そのため、その方法によって取得可能な機械特性を損なう。

40

【0005】

Powder Metallurgy 51, 78-83 (2008)においてLiuらは、スズ（合金化金属として）およびマグネシウムのブロックを加える方法について記載している。マグネシウムは、「犠牲金属」として（即ち、酸素および湿気のトラップとして）機能するものである。

【発明の概要】

【0006】

この背景に対して、本発明の目的は、簡単で再現性のある方法で、良好な機械特性を有

50

するアルミニウム材料の成形品を製造する金属射出成形法の開発にある。

【 0 0 0 7 】

発明の開示

本発明者らはこの目的を、金属射出成形によるアルミニウム合金をベースとする成形品の製造方法を提供することにより達成した。この方法は、以下のステップを含んでいる。

a) 金属粉末および/または1以上の金属合金粉末の形態の所望の合金に含まれる金属を、バインダと混合させることにより供給原料を製造し、

b) 前記供給原料を射出成形することによりグリーン体を製造し、

c) 触媒脱脂および/または溶剤脱脂および/または熱脱脂によってグリーン体から少なくとも部分的にバインダを除去することによりブラウン体を製造し、

d) 前記少なくとも部分的に脱脂されたブラウン体を焼結して所望の成形品を得る。

ここで本発明の方法は、ステップc)で、任意にその前に1以上の脱脂ステップが行われた後に、(残留)バインダを除去するために熱脱脂が少なくとも酸素を0.5体積%含む雰囲気内で行われ、バインダが完全に除去され、その後、このようにして得られた、完全に脱脂されたブラウン体を焼結することを特徴としている。

【 0 0 0 8 】

本方法は、アルミニウム合金の高純度の成形品を産生する。ステップc)においてバインダを完全に除去するため、合金化金属とプラスチック材料との望ましくない反応が生じないためである。雰囲気中に存在する酸素のため、比較的低い温度であっても、バインダの完全な除去が達成される。酸素の存在は完全に防ぐべきとする現在の教示に反して、本発明者らは、少量の酸素(少なくとも0.5体積%)はアルミニウムの酸化を大幅には増加させず、より早い、完全な脱脂に寄与することを見出した。粉末混合物の組成および温度条件に応じて、例えば20~100体積%の酸素含有量が適用される。これは、純O<sub>2</sub>ガスを使用することさえ可能であることを意味している。

【 0 0 0 9 】

アルミニウム合金は、アルミニウムに加えて1以上の他の金属を含み、該金属としては、いかなる特定の制限も受けるものではない。合金の相手は、好ましくは、マグネシウム、銅、シリコンおよびマンガンからなる群から選択され、所望の特性を有する成形品を得るために、特に、0.5~25重量%の割合で含まれることが好ましい。際立って低い融点を有しており、時には、溶融を開始する温度を下げる焼結補助剤として機能しうる、ビスマス、スズ、鉛、インジウム、もしくは亜鉛などの金属、またはウッドメタルなどの合金は、本発明では必要ない。しかし、必要であれば、それぞれの合金の焼結体を得るために、合金化の相手として添加されてもよい。特に、アルミニウムを有する合金の形態で他の金属を(つまり、いわゆるマスター合金粉末として)用いることが有利である。

【 0 0 1 0 】

本発明によれば、低温で除去可能であると知られているバインダを使用することが好ましく、特にポリアセタールをベースとしたバインダ、例えば、ポリ(オキシメチレン)(POM)バインダが好ましく、それらは、例えば、BASFが、EP413231、WO94/25205および特にEP446708において開示しており、商標Catamold(登録商標)として市販されている。バインダは、高いパーセンテージでポリアセタールを含んでおり、ポリアセタールを好ましくは50~95%、さらに好ましくは、80~90%含有し、低温で酸素の存在中で迅速かつ完全な除去を促進することが望ましい。あるいは、ワックスおよびポリマーをベースとするバインダ系が用いられてもよく、主成分であるワックスがその前に行われる溶剤脱脂によって除去される(つまり、本発明に従って酸素の存在中で熱脱脂が行われる前)。

【 0 0 1 1 】

本発明の方法のステップc)での脱脂は、バインダが完全に除去される酸素の存在中の1つの熱脱脂ステップを備えても良い。代替的に、1以上の先行する脱脂ステップが行われてバインダの大部分を除去し、その後、本発明の熱脱脂ステップを行い、酸素の存在中で残りのバインダを除去するようにしてもよい。先行する脱脂ステップもまた、熱脱

10

20

30

40

50

脂ステップ（酸素の非存在下または同様に酸素の存在下）であってもよい。これは、脱脂のための様々な処理パラメータ（例えば、異なる温度で、または異なる雰囲気中（例えば、酸素の有無、空気または純酸素、等）で）を用いて複数のステップの熱脱脂処理を行うことも可能であることを意味している。

【0012】

本発明の好ましい実施形態では、ステップc)において酸素の存在中で残りのバインダを除去する熱脱脂の前に触媒脱脂および/または溶剤脱脂が行われる。これらの先行する脱脂ステップにおいて、バインダの大部分は既にその組成から除去されるため、「バックボーン」成分だけが残っていて続く熱脱脂によって除去される。

【0013】

触媒脱脂は、硝酸、シュウ酸、ギ酸および酢酸から選択される少なくとも1つの酸の存在下で行われることが好ましく、これらの酸によって、合金成分との望ましくない副反応に繋がることなく、酸分解によって望ましいポリアセタールバインダの完全な除去が加速される。溶剤脱脂の場合、バインダの大部分は、適切な溶剤または混合溶剤（例えば、アセトン、n-ヘプタン、水など）を用いる抽出によって除去される。本発明に従って、昇華されたシュウ酸を用いて触媒脱脂を適用することが特に好ましい。

【0014】

前述したように、ステップc)における残留バインダを除去するための熱脱脂処理は、特に粉末混合物に含まれるアルミニウムの酸化反応を避けるために比較的低温で行われる。本明細書において比較的低温とは、アルミニウムの融点よりも大幅に低い温度であり、好ましくは、500以下、さらに好ましくは、100~420の間の温度である。各粉末混合物について最適化された温度プロファイルを設定することが特に好ましく、加熱速度を、5K/分以下、さらに好ましくは、1~2K/分以下にすることが特に望まれる。このように、脱脂される混合物は徐々に均一的に加熱される。

【0015】

本発明の方法の焼結ステップd)は、バインダが、事前に完全に除去されていなければならないことを除いて、特に制限されるものではない。しかし、以下にさらに詳細に記載されるように、液相を形成した状態で焼結ステップを行うことが望ましい。

【0016】

粉末冶金圧縮成形法によるアルミニウム合金の成形品の製造の既知の技術は、圧縮処理によって母体中のアルミナ被覆アルミニウム粒子の表面に機械的に傷をつけ、その傷が冶金反応を可能とする、という理論的仮定に基づいている。しかし、射出成形によって得られた（完全に）脱脂されたブラウン体は、事実上は、金属粉末の充填層であり、金属の酸化物膜はいかなる機械的な負荷を施されず、そのためこの既知のメカニズムに依存しない。このことは、粉末粒子間の金属-金属の直接接触がないことを意味している。それにもかかわらず、焼結条件を適切に選択することによって、本発明の方法は、焼結体の圧縮が顕在化する所要の縮小を達成することに成功し、従って、可能な最大程度まで圧縮された成形部品を得ることに成功している。

【0017】

それゆえに、本発明に従って、ステップd)において、完全に脱脂されたブラウン体が、液相を形成している間に焼結される実施形態が好ましい。いかなる理論に縛られることも望まないが、本発明者らは、液相（部分的には中間物であるが、主には静止している、つまり、固体A1相と熱力学的平衡状態にある）が、金属粉末粒子の酸化物膜における微細な裂け目、微細な孔、または同様の「開口」を介して、および、酸化物膜の下のクリープによって、粉末混合物内で金属間の所要の接触を確立し、こうして、完全に脱脂されたブラウン体からの高圧縮焼結体の形成を促進すると考えている。ステップd)における焼結は、各アルミニウム合金の固相線と液相線の温度の間の温度で行われることが特に好ましく、それにより、焼結処理の間のあらゆる時点で、合金化金属の一部（適切な温度プロファイルを選択することによって制御されうる）が液体状態にあり、寸法の安定化の喪失を効果的に防ぐ。

10

20

30

40

50

## 【 0 0 1 8 】

本発明の方法の個々のステップにおける各雰囲気の組成は、ステップ c ) の熱脱脂のために酸素が存在することを除いて、いかなる特定の制限も受けるものではなく、当業者は、各ステップの各粉末混合物に最適な雰囲気を選択することができ、真空も選択肢である。しかし、焼結ステップ d ) は、極端に乾燥した、窒素含有雰囲気（つまり純窒素）内で、標準圧または減圧下（「分圧焼結」）で、または、窒素と純不活性ガス（ヘリウム、アルゴン）の、好ましくは、 $-40$  より下の露点を有する、混合気中で、行われることが好ましい。窒素の存在が、生じている金属融解物との粉末粒子の濡れ性を著しく促進するためである。

## 【 0 0 1 9 】

10

焼結ステップの後には、任意に、仕上げられた成形部品が所望の形状を維持するのに適した追加の処理が行われてもよい。例えば、それは、成形品の所望の最終的な密度を達成するために既知の熱間等方圧加圧（HIP）法を適用することも可能である。この方法では、焼結ステップの後に依然として存在している残留孔が、外部気体圧力と高温の影響下で密封される。

## 【図面の簡単な説明】

## 【 0 0 2 0 】

図面の簡単な説明

【図 1】図 1 は、実施例 9 における、グリーン体（上）およびそれから得られる焼結体（下）の写真である。

20

【図 2】図 2 は、実施例 10 における、グリーン体（左）およびそれから得られる焼結体（右）の写真である。

## 【発明を実施するための形態】

## 【 0 0 2 1 】

以下、非限定的な特定の例示的实施形態を参照して、本発明をさらに詳細に説明する。

## 【 0 0 2 2 】

実施例

以下の実施例において製造された供給原料のすべては、 $190$  に加熱された実験室のコンパウンド内で均質化された。引張試験用の棒または中空シリンダは、それぞれ、後述するように本発明の方法を適用し、ISO 2740 に従って射出成形されることによりこれらの供給原料から形成された。PIM 装置付き油圧射出成形機（Battenfeld HM 600/130）が、グリーン体の製造に用いられた。

30

## 【 0 0 2 3 】

最初のステップで、供給原料を最初に、射出成形機のじょうごに充填した。グリーン体を製造する射出成形処理は、次のステップを含んでいた。回転スクリーを内部に有する加熱された射出シリンダを用いて、前処理装填材料がプラスチック化され、予め設定されたパラメータ（例えば、回転速度、投入容量、背圧など）に従って、一回分が投入される。その後、予め投入された量を適切に予熱された機器内に射出した。その中で使用される供給原料とバインダに依存して、射出シリンダ内のプラスチック化温度は $120 \sim 220$

の間の範囲であり、その機器内の温度は $25 \sim 140$  の間であった。十分に長い冷却時間の後、射出成形機器が開かれ、グリーン体が取扱装置を用いてその機器から排出され取り出された。

40

## 【 0 0 2 4 】

実施例 1 - 引張試験棒：溶媒脱脂 / 熱脱脂

商業的に入手可能な金属粉末混合物（Alumix（登録商標）231（Eck a 社製））（アルミニウム他、シリコン 14 重量％、銅 2.5 重量％、マグネシウム 0.6 重量％を含む）を、ワックス / 熱可塑性物質からなる溶剤バインダと完全に混合し、供給原料を得た。

## 【 0 0 2 5 】

## 【表 1】

## 供給原料成分

## パーセンテージ (重量%)

|                  |       |
|------------------|-------|
| Alumix 231 粉末*   | 74.8  |
| 溶剤バインダ：ワックスの割合   | 14.8  |
| 溶剤バインダ：熱可塑性物質の割合 | 8.2   |
| ステアリン酸           | 2.2   |
|                  | 100.0 |

10

\* 商業的に入手可能な金属粉末混合物（アルミニウムその他、シリコン 14 重量%、銅 2.5 重量%、マグネシウム 0.6 重量%を含む（Eck a 社製））

## 【0026】

## 引張試験棒の脱脂と焼結

最初、601 のオープン内で、45、12 時間、アセトンを用いた溶剤抽出により供給原料を脱脂した。

このようにして得られたブラウン体は、残留バインダを約 14.5 重量%含んでおり、次に、この残留バインダを、純酸素を含む大気中での本発明に従う熱脱脂により、150 ~ 320 で 1 時間、その後 320 ~ 420 で 1.5 時間の範囲の温度プロファイルを適用して、除去した。こうして完全に脱脂されたブラウン体は、その後、純窒素（露点：-50）中、560、1 時間以内で焼結された。

20

## 結果

長さの収縮：11.6 %

棒直径の収縮：12.25 %

焼結密度：2.36 g / cm<sup>3</sup>

## 【0027】

## 実施例 2 - 引張試験棒：一回の熱脱脂

## 【0028】

30

## 【表 2】

## 供給原料成分

## パーセンテージ (重量%)

|              |       |
|--------------|-------|
| アルミニウム粉末     | 67.1  |
| マスター合金粉末*    | 4.3   |
| POM バインダ     | 25.8  |
| Lucryl G55** | 2.8   |
|              | 100.0 |

40

\* 50 / 50 のアルミニウムとマグネシウムとからなるマスター合金。

\*\* 商業的に入手可能なポリ（メタクリル酸メチル）（PMMA（BASF 社製））

## 【0029】

## 引張試験棒の脱脂と焼結

完全な熱脱脂が、401 のオープン内で、以下の脱脂プロファイルに従って、純酸素の 2001 / 時の存在中で行われた。

- 2 K / 分の加熱速度で 130 まで加熱

- 温度を 4 時間 130 に維持

50

- 2 K / 分の加熱速度で 2 0 0 に加熱
- 温度を 5 時間 2 0 0 に維持
- 2 K / 分の加熱速度で 4 2 0 まで加熱
- 温度を 4 時間 4 2 0 に維持

熱脱脂期間に失われた重量は 2 4 . 2 % であった。

その後、棒は、純窒素中 1 時間で焼結された。オープン温度は 6 6 5 に設定され、オープン内の温度は約 6 3 0 であった。

#### 結果

長さの収縮 : 1 2 . 2 7 %

棒直径の収縮 : 1 4 . 5 2 %

焼結密度 : 2 . 4 6 g / c m <sup>3</sup>

10

#### 【 0 0 3 0 】

実施例 3 - 引張試験棒 : 二回の熱脱脂

#### 【 0 0 3 1 】

#### 【表 3】

| 供給原料成分   | パーセンテージ (重量%) |
|----------|---------------|
| アルミニウム粉末 | 70.1          |
| マグネシウム粉末 | 2.2           |
| POM バインダ | 24.0          |
| 界面活性剤*   | 3.7           |
|          | 100.0         |

20

\* 7 EO 単位を有するエトキシ化 C<sub>13</sub>-C<sub>15</sub> オキシアルコール

#### 【 0 0 3 2 】

#### 引張試験棒の脱脂と焼結

最初に、第 1 の熱脱脂が、5 0 1 のオープン内で、空気 ( 5 0 0 l / 時 ) 中、1 8 0 、1 4 時間、行われた。重量損失は 2 7 . 0 % であった。

30

その後、第 2 の熱脱脂が、純酸素中で 1 時間以内、4 2 0 までの温度で行われ、その後、再度、6 6 5 に設定されたオープン温度で 1 時間焼結された。

#### 結果

長さの収縮 : 9 . 5 %

棒直径の収縮 : 1 1 . 4 %

焼結密度 : 2 . 1 3 g / c m <sup>3</sup>

#### 【 0 0 3 3 】

実施例 4 - 引張試験棒 : 触媒 / 熱脱脂

#### 【 0 0 3 4 】

40



## 【表 4】

| 供給原料成分   | パーセンテージ (重量%) |
|----------|---------------|
| アルミニウム粉末 | 70.1          |
| マグネシウム粉末 | 2.2           |
| POMバインダ  | 24.0          |
| 界面活性剤*   | 3.7           |
|          | 100.0         |

10

\* 7EO単位を有するエトキシ化 $C_{13}$ - $C_{15}$ オキシアルコール

## 【0035】

## 引張試験棒の脱脂と焼結

最初に、触媒脱脂が、501のオープン内で、窒素(5001/時)中2体積%の $HNO_3$ (工業グレード)を用いて、140、10時間、行われた。重量損失は22.1%であった。その後、ビーズ状の外部成長が表面上に観察された。それは、 $HNO_3$ とのMgの反応によって形成されたと考えられた。

その後、熱脱脂が、実施例3に記載のように、純酸素中で1時間以内、420までの温度で行われ、その後、再度、665に設定されたオープン温度で1時間焼結された。

20

## 結果

長さの収縮：10.7%

棒直径の収縮：14.65%

焼結密度：2.36 g/cm<sup>3</sup>

## 【0036】

## 実施例5 - 引張試験棒：触媒/熱脱脂

## 【0037】

## 【表 5】

| 供給原料成分   | パーセンテージ (重量%) |
|----------|---------------|
| アルミニウム粉末 | 70.1          |
| マグネシウム粉末 | 2.2           |
| POMバインダ  | 24.0          |
| 界面活性剤*   | 3.7           |
|          | 100.0         |

30

40

\* 7EO単位を有するエトキシ化 $C_{13}$ - $C_{15}$ オキシアルコール

## 【0038】

## 引張試験棒の脱脂と焼結

最初に、実施例4に従う触媒脱脂が、140、24時間、 $HNO_3$ のかわりに昇華皿に80gの無水シュウ酸を載せて、行われた。重量損失は23.0%であった。シュウ酸を用いたとき、表面上に外部成長は現れなかった。その後、熱脱脂と焼結がまた、実施例4に従って行われた。

## 結果

50

長さの収縮：14.28%  
 棒直径の収縮：15.68%  
 焼結密度：2.42 g/cm<sup>3</sup>

## 【0039】

実施例6 - 引張試験棒：触媒 / 熱脱脂

## 【0040】

## 【表6】

| <u>供給原料成分</u> | <u>パーセンテージ (重量%)</u> |    |
|---------------|----------------------|----|
| Alumix 231粉末* | 70.8                 | 10 |
| POMバイнда*     | 25.6                 |    |
| 界面活性剤**       | 3.6                  |    |
|               | 100.0                |    |

\* 商業的に入手可能な金属粉末混合物（アルミニウムその他、シリコン14重量%、銅2.5重量%、マグネシウム0.6重量%を含む（Eck a社製））

\*\* 7EO単位を有するエトキシ化C<sub>13</sub>-C<sub>15</sub>オキソアルコール 20

## 【0041】

引張試験棒の脱脂と焼結

最初に、触媒脱脂が実施例5に従って行われた。重量損失は25.2%であった。その後、熱脱脂と焼結が実施例4に従って行われた。オープン温度は560に設定された。

結果

長さの収縮：11.2%  
 棒直径の収縮：13.2%  
 焼結密度：2.45 g/cm<sup>3</sup>

## 【0042】

実施例7 - 引張試験棒：触媒 / 熱脱脂

30

## 【0043】

## 【表7】

| <u>供給原料成分</u> | <u>パーセンテージ (重量%)</u> |    |
|---------------|----------------------|----|
| アルミニウム粉末      | 68.0                 |    |
| マスター合金粉末*     | 4.3                  |    |
| POMバイнда      | 24.0                 |    |
| 界面活性剤**       | 3.7                  | 40 |
|               | 100.0                |    |

\* 50/50のアルミニウムとマグネシウムとからなるマスター合金。

\*\* 7EO単位を有するエトキシ化C<sub>13</sub>-C<sub>15</sub>オキソアルコール

## 【0044】

引張試験棒の脱脂と焼結

最初に、触媒脱脂が実施例5に従って行われた。重量損失は23.2%であった。その後、熱脱脂と焼結が実施例4に従って行われた。

50

結果

長さの収縮：12.6%

棒直径の収縮：13.25%

焼結密度：2.56 g/cm<sup>3</sup>

## 【0045】

実施例 8 - 中空シリンダ：触媒 / 熱脱脂

## 【0046】

## 【表 8】

| <u>供給原料成分</u> | <u>パーセンテージ (重量%)</u> |    |
|---------------|----------------------|----|
| アルミニウム粉末      | 68.0                 | 10 |
| マスター合金粉末*     | 4.3                  |    |
| POMバイнда      | 24.0                 |    |
| 界面活性剤**       | <u>3.7</u>           |    |
|               | 100.0                |    |

\* 50/50のアルミニウムとマグネシウムとからなるマスター合金。

20

\*\* 7EO単位を有するエトキシ化C<sub>13</sub>-C<sub>15</sub>オキソアルコール

## 【0047】

中空シリンダの脱脂と焼結

最初に、触媒脱脂が、実施例 5 に従って行われた。重量損失は23.7%であった。その後、熱脱脂と焼結が、実施例 4 に従って行われた。

結果

高さの収縮：17.24%

外径の収縮：14.48%

焼結密度：2.59 g/cm<sup>3</sup>

30

## 【0048】

実施例 9 - 引張試験棒：触媒 / 熱脱脂

## 【0049】

## 【表 9】

| <u>供給原料成分</u> | <u>パーセンテージ (重量%)</u> |    |
|---------------|----------------------|----|
| アルミニウム粉末      | 67.1                 |    |
| マスター合金粉末*     | 4.3                  |    |
| POMバイнда*     | 25.8                 | 40 |
| Lucryl G55**  | <u>2.8</u>           |    |
|               | 100.0                |    |

\* 50/50のアルミニウムとマグネシウムとからなるマスター合金。

\*\* 商業的に入手可能なポリ (メタクリル酸メチル) (PMMA (BASF社製))

## 【0050】

引張試験棒の脱脂と焼結

最初に、触媒脱脂が、実施例 5 に従って行われた。重量損失は25.7%であった。そ

50

の後、熱脱脂と焼結が、実施例 4 に従って行われた。

結果

長さの収縮：13.57%

棒直径の収縮：19.55%

焼結密度：2.59 g/cm<sup>3</sup>

【0051】

実施例 10 - 中空シリンダ：触媒 / 熱脱脂

【0052】

【表 10】

| 供給原料成分       | パーセンテージ (重量%) | 10 |
|--------------|---------------|----|
| アルミニウム粉末     | 67.1          |    |
| マスター合金粉末*    | 4.3           |    |
| POMバインダ      | 25.8          |    |
| Lucryl G55** | 2.8           |    |
|              | 100.0         |    |

\* 50/50のアルミニウムとマグネシウムとからなるマスター合金。 20

\*\* 商業的に入手可能なポリ (メタクリル酸メチル) (PMMA (BASF社製))

【0053】

中空シリンダの脱脂と焼結

最初に、触媒脱脂が、実施例 5 に従って行われた。重量損失は25.6%であった。その後、熱脱脂と焼結が、実施例 4 に従って行われた。

結果

高さの収縮：16.52%

外径の収縮：14.48%

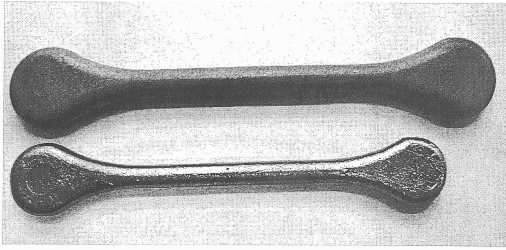
焼結密度：2.56 g/cm<sup>3</sup>

30

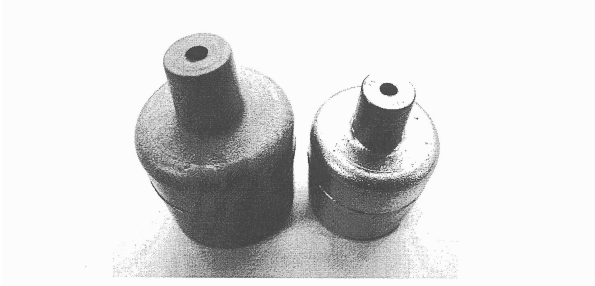
【0054】

本発明の方法は、このように、アルミニウム合金の焼結体を射出成形によって提供することができる。この焼結体は、輸送、建設、機械工学、包装産業、鉄鋼業、電子工学、家庭用器具などの分野を含む様々な分野において、例えば、電子機器のヒートシンクとして熱放散用に、またはエアコンディショニングシステムの部品として、実用化に適している。

【図 1】



【図 2】



## フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
 B 2 2 F 3/02 M  
 B 2 2 F 3/10 F

(74)代理人 100117743  
 弁理士 村田 美由紀

(74)代理人 100163658  
 弁理士 小池 順造

(74)代理人 100174296  
 弁理士 當麻 博文

(72)発明者 ダニングー、ハーベルト  
 オーストリア国、ウィーン アー - 1 1 4 0、ザルツビーゼンガッセ 4 6 / 7

(72)発明者 ギール、クリスチャン  
 オーストリア国、ウィーン アー - 1 1 0 0、ファヴォリテンストラッセ 1 0 8 / 1 5

(72)発明者 ザラツコフ、ブラニスラフ  
 オーストリア国、ヴィナー ノイシュタット アー - 2 7 0 0、カイザーシュタインガッセ 5

(72)発明者 ターマット、ヨハン  
 ドイツ連邦共和国、マンハイム 6 8 1 6 3、デューラーストラッセ 1 0 1

審査官 静野 朋季

(56)参考文献 特開平 0 6 - 1 9 2 7 0 6 ( J P , A )  
 特表 2 0 1 0 - 5 0 0 4 6 9 ( J P , A )  
 特開平 0 8 - 0 2 0 8 0 3 ( J P , A )  
 特開 2 0 0 0 - 0 6 3 9 0 3 ( J P , A )  
 特開平 0 8 - 0 8 1 7 0 1 ( J P , A )  
 特開 2 0 0 0 - 0 1 7 3 0 4 ( J P , A )  
 加藤清隆、園田勉、渡津章、山田康雄、朝比奈正、M I M手法を利用した純アルミニウム焼結体の作製、粉体および粉末冶金、日本、社団法人粉体粉末冶金協会、2 0 0 4 年 7 月 1 5 日、Vo l . 51, No. 7, p. 492-498

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)  
 B 2 2 F 1 / 0 0 - 8 / 0 0