

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4334224号
(P4334224)

(45) 発行日 平成21年9月30日 (2009. 9. 30)

(24) 登録日 平成21年7月3日 (2009. 7. 3)

(51) Int. Cl.

F 1

C 2 2 C 1/08 (2006. 01)**F 2 7 B** 9/04 (2006. 01)**F 2 7 B** 9/12 (2006. 01)**F 2 7 B** 9/20 (2006. 01)**F 2 7 D** 7/02 (2006. 01)

C 2 2 C 1/08 D

F 2 7 B 9/04

F 2 7 B 9/12

F 2 7 B 9/20

F 2 7 D 7/02

請求項の数 11 (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2002-559876 (P2002-559876)
 (86) (22) 出願日 平成14年1月24日 (2002. 1. 24)
 (65) 公表番号 特表2004-523651 (P2004-523651A)
 (43) 公表日 平成16年8月5日 (2004. 8. 5)
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2002/000714
 (87) 国際公開番号 W02002/059396
 (87) 国際公開日 平成14年8月1日 (2002. 8. 1)
 審査請求日 平成16年7月21日 (2004. 7. 21)
 (31) 優先権主張番号 90721
 (32) 優先日 平成13年1月25日 (2001. 1. 25)
 (33) 優先権主張国 ルクセンブルク (LU)

(73) 特許権者 503263872
 エフォーム エス. エイ.
 E F O A M S. A.
 ルクセンブルグ、エルー 2 9 3 0 ルクセ
 ンブルグ、アヴェニュー ド ラ リベルテ
 1 9
 (74) 代理人 100073818
 弁理士 浜本 忠
 (74) 代理人 100096448
 弁理士 佐藤 嘉明
 (72) 発明者 クーン、マルク
 ルクセンブルグ、エルー 4 3 9 7 ポンピ
 エール、アム ボッケルスフェルト

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属フォームを製造するための炉

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

高温ゾーンと；

前記高温ゾーンに隣接した冷却ゾーンと；

金属被覆ポリマー基体、途中から金属構造体、を前記高温ゾーンと前記冷却ゾーンを介して移動させるために前記高温ゾーンと前記冷却ゾーンを介して延びる表面とを備え、

前記高温ゾーンは、該高温ゾーンを少なくとも 6 0 0 の温度まで加熱する加熱手段と、水蒸気を水蒸気濃度が少なくとも 8 0 体積％に維持されるように前記高温ゾーンに噴射する噴射手段と、前記高温ゾーンから気体を引き出す引出手段とからなり、前記冷却ゾーンは中性及び／又は還元気体を該冷却ゾーン内に噴射する噴射手段を備え、前記冷却ゾーンに入っている気体の少なくとも一部が前記高温ゾーンに移され、前記高温ゾーンから該引出手段を介して引出される、金属被覆ポリマー基体から金属構造体を製造するための炉。

【請求項 2】

水蒸気は、9 0 体積％以上の水蒸気濃度の中に維持されるように、高温ゾーンに噴射されることを特徴とする請求項 1 に記載の炉。

【請求項 3】

前記高温ゾーンを前記冷却ゾーンから分離する邪魔板手段を特徴とする請求項 1 又は 2 に記載の炉。

【請求項 4】

前記表面は前記冷却ゾーンに向け下降斜面を構成することを特徴とする請求項 1 , 2 又は 3 に記載の炉。

【請求項 5】

前記金属被覆ポリマー基体、途中から金属構造体、は前記高温ゾーンと前記冷却ゾーンを通して案内する搬送手段を特徴とする請求項 1 ないし請求項 4 のいずれか 1 項に記載の炉。

【請求項 6】

前記搬送手段は移動金属箔であることを特徴とする請求項 5 に記載の炉。

【請求項 7】

前記金属被覆ポリマー基体はコイル形態であることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 6 のいずれか 1 項に記載の炉。 10

【請求項 8】

前記金属被覆ポリマー基体はストリップ形態であることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 6 のいずれか 1 項に記載の炉。

【請求項 9】

前記金属被覆ポリマー基体の金属は、ニッケル、銅、鉄、クロム、亜鉛、アルミニウム、鉛、錫、金、白金あるいは白金族に属する他の金属、及びそれらの合金からなる群から選択されることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 8 のいずれか 1 項に記載の炉。

【請求項 10】

前記金属被覆ポリマー基体は銅被覆ポリマー基体あるいはニッケル被覆ポリマー基体であることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 8 のいずれか 1 項に記載の炉。 20

【請求項 11】

前記ポリマー基体は、網状連続気泡フォーム構造体、独立気泡フォーム構造体、フェルト、織又は不織構造体あるいは同様の構造体、及びそれらの組み合わせからなる群から選択される材料から作られることを特徴とする請求項 1 ないし請求項 10 のいずれか 1 項に記載の炉。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、一般に、金属被覆高分子構造から金属フォーム（発泡体）を製造するための炉に関する。 30

【従来の技術】

【0002】

電池製造用金属発泡体の製造は現在重要な課題である。特に、ニッケルフォームは電池製造にかなり使用されている。

従来ニッケルフォームは、ポリマーフォーム基体、例えばポリウレタンフォームにニッケルを先ず配置し、次にそのニッケル被覆ポリマー基体を熱処理にかけることで製造される。そのような熱処理は一般的に 3 つのゾーンを有する連続ベルト炉で実施される。コンベヤベルトに置かれたニッケル被覆ポリマー基体は、先ず、高温と遊離酸素にさらされる酸化ゾーンを移動して該ポリマーが焼かれる。このようにしてこのポリマー基体が除去されて酸化ニッケルフォーム構造が残る。酸化ゾーンに隣接して、酸化ニッケルフォーム構造体が還元雰囲気、一般に純粋水素と、高温にさらされる還元、アニールゾーンがある。この還元、アニールゾーンで酸化ニッケルフォーム構造体を処理すると、第 1 ゾーンで生成した酸化ニッケルが金属状態に戻り、アニール工程は機械的特性、すなわちニッケルフォーム構造体の延性を増大させる。最後に、延性のニッケルフォーム構造体が窒素と水素の制御雰囲気中で冷却される冷却ゾーンに入る。 40

【0003】

そのような熱処理は欠点が多い。先ず、遊離酸素中でポリマーを焼くと、ポリマー基体が除去されるが、その燃焼はあいにく金属ニッケルの酸化も引き起こす。そのため、ポリマーを除去した後、酸化ニッケル組織を還元雰囲気中で還元しなければならず、これは熱処 50

理を複雑にする。さらに、酸化ニッケル組織は非常に脆く、弱い。従って、脆い酸化ニッケル構造体は炉内でコンベヤベルトでの支持が必要である。これらのコンベヤベルトはニッケル構造体と比べて非常に重く、普通、特殊超耐熱鋼から製造される。加熱と冷却を繰り返すため、コンベヤベルトの交換が頻繁に必要である。コンベヤベルトは、比較的軽いニッケル構造体の加熱、冷却が必要であるのみならず、比較的重いコンベヤベルト構造体もそれが必要であるため、該プロセスのエネルギーバランスにマイナスの影響を与える。このプロセスの別の欠点は、製造コストが増大し、扱いが危険な純粋水素を使用する点である。

J P 1 0 - 0 6 4 2 6 8 A は、多孔質の N i - C r 合金を製造する方法を開示している。N i 及び C r の金属粉を含んだスラリーが発泡樹脂上に被覆される。できあがった製品は、水蒸気又は二酸化炭素ガスを含む還元ガス雰囲気中で、7 0 0 ~ 9 0 0 の温度で加熱され、それによって発泡体は分解され、炭素成分が除去される。できあがった製品は、次に 1 1 0 0 ~ 1 3 0 0 の加熱焼結され、多孔質の N i - C r 合金となる。前記の水蒸気又は二酸化炭素成分は 2 . 5 ~ 3 0 体積 % であり、3 0 体積 % を越えると金属の過酸化を生じてしまう。還元ガスは水素又はアンモニア分解ガスである。

U S 3 6 9 5 8 6 9 は、繊維状金属材料を製造する一つの方法を記載しており、ここでは導電性炭素骨格が用意され、この炭素骨格上に化学的又は電解的手法により金属又は合金が沈積される。できあがった製品は、適量の水蒸気を含んだ水素雰囲気、又は空气中で高温での酸化作用下におかれ、骨格が消去される。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0 0 0 4】

本発明の目的は、金属被覆ポリマー基体から金属構造体を製造するための炉を提供することである。この目的は請求項 1 に請求された炉によって達成される。

【課題を解決するための手段】

【0 0 0 5】

始めに、本発明の金属構造体を製造するための炉に関する参考例としての方法を説明する。この金属構造体を製造する方法は、少なくとも 6 0 0 の温度が支配し、そして、水蒸気から、あるいは水蒸気と、窒素、アルゴンなどの中性ガスとの混合物から実質的になる雰囲気が支配する高温ゾーンで金属被覆ポリマーを処理することを提供する。水蒸気を噴射し、維持する。該高温ゾーンでは、ポリマー基体を熱分解し、水蒸気と反応させる。介在する酸化反応は、 $C + H_2O = CO + H_2$ で示される「水性ガス」反応として公知の吸熱反応である。この式によれば、ポリマーの炭素は水蒸気と反応して一酸化炭素と水素を生成する。特に、遊離酸素を使用してポリマーを燃焼させる従来法に対して、ポリマーを除去するために使用される酸化剤は水蒸気であり、金属被覆ポリマー基体は遊離酸素にさらされない。高温ゾーンは少なくとも 8 0 ~ 8 5 体積 %、より好ましくは約 9 0 体積 %、最も好ましくは約 1 0 0 体積 % の水蒸気を含有する。

ポリマーを除去した後、金属構造体が残る。水蒸気は使用条件下で炭素に対して酸性性があるだけで、金属は酸化されないことは注目すべきである。金属はポリマーの除去時に酸化されないため、特定の還元剤を必要としない。特に、金属構造体は高濃度の水素を含有する雰囲気にはさらされない。これは従来の純粋な又は高濃度水素での還元工程を必要としないことを意味している。実際、この方法では、水素の使用を全く必要としない。従って、製造コストが低下し、純粋又は高濃度水素の使用に伴う危険がなくなる。

【0 0 0 6】

高温ゾーンの後、金属構造体は、非酸化性雰囲気を好適に有する冷却ゾーンの制御条件下で冷却される。既に述べたように、本方法は水素の使用を必要としないが、工業的製造状態では冷却ゾーンで水素を非常に低濃度で使用してエア漏れに対処してもよいことが分かるだろう。

高温ゾーンでの金属被覆ポリマー基体の処理により、当初に支持された金属を酸化しないで該ポリマー基体の除去が可能になる。

なお、高温ゾーンの高温は金属構造体に熱処理またはアニール処理の効果がある。その効果により金属構造体の強度が上昇し、該金属構造体に良好な延性を与える。

この方法の別の利点は、金属が酸化されないため、脆くならない点である。高温ゾーンに形成された金属フォーム構造体は自己支持型であり、取り扱いが容易である。

【 0 0 0 7 】

従って、この方法は金属構造体を金属被覆ポリマーから製造するのに、より簡単な方法である。この金属コーティングは、ニッケル、銅、鉄、クロム、亜鉛、アルミニウム、鉛、錫、金、白金又は白金族に属する他の金属及びそれらの合金、また高温で水蒸気中で十分酸化に耐える不活性のその他の金属及び合金などの種々の金属から構成することができる。

10

この方法は銅フォーム構造体を銅被覆ポリマー基体から、あるいはニッケルフォーム構造体をニッケル被覆ポリマー基体から製造するために特に適している。実際、この方法の実施は、使用されるガスが安く、危険が少ないため経済的で容易であることが分かる。実際、この発明の方法により、一工程で水蒸気により延性金属構造体を得ることが可能になる。特に、本方法では金属がポリマー分解時に酸化されないため、水素雰囲気での還元工程を必要とせず、金属構造体を還元する。

【 0 0 0 8 】

なお、高温ゾーンで遊離酸素を使用しておらず、また仮に水素が冷却ゾーンにあったにしても、低濃度でしか存在しないので、冷却ゾーンで含有される気体を高温ゾーン内に有利に導入することができる。そのため、冷却ゾーンの気体に含まれたエネルギーを高温ゾーンで使用できる。このことは、水素含有量が工業炉で適用される規格による爆発限界以下にある5体積%未満であれば、特に当てはまる。従来の方法では、酸化ゾーンが酸素を有し、還元ゾーンが水素を有するため、1つのゾーンからの気体が別のゾーンへ流入することが勿論不可能であった。

20

取り扱いを単純化し、生産性を上げるため、この発明の方法は、金属被覆ポリマー基体、金属構造体がそれぞれ高温ゾーンと低温ゾーンを連続的に案内されるように構成される炉アセンブリで有利に行われる。

高温ゾーンの温度は少なくとも650 であるのが好ましく、約750 ~ 950 がより好ましく、約900 ~ 950 が最も好ましい。アニール温度は必要な金属構造体の延性の関数として選択される。

30

【 0 0 0 9 】

冷却ゾーンの不活性又は僅かに還元性の雰囲気を維持すると、冷却時、金属構造体の酸化が防止される。適切な不活性の気体は窒素である。しかし、実質的に窒素と水素とからなる雰囲気が冷却ゾーンで維持されることが好ましい。既に述べたが、冷却ゾーン内を低水素含有量としエア漏れに対処することは有利である。水素含有量が約5体積%以下であることが最も好ましい。そのような水素含有量により保護性の僅かに還元性雰囲気を得ることができ、安全性について問題を生じない。

高温ゾーンでの熱処理時に得られた金属構造体自己支持型であるので、金属被覆ポリマー基体をコイル形態に処理することができることは注目される。さらに、得られた金属構造体が延性であるため、冷却後、巻きつけを解すことができる。

40

【 0 0 1 0 】

この金属構造体の強度に基づく別の利点は、該金属構造体が極端な取り扱い上の注意を要しないことである。金属被覆ポリマー基体がストリップ形態であれば、コンベヤベルト上で支持される必要がない。実際には、好ましい実施形態では、ストリップ形態の金属被覆ポリマー構造体は、高温ゾーンと冷却ゾーンに亘って延びる摺動面で摺動する。該金属被覆ポリマー基体は、例えば該金属構造体に何ら損傷を起さずに僅かな牽引力を受けることができる。摺動面上での金属被覆ポリマー基体の進行を容易にするため、該摺動面は冷却ゾーンに向かって有利に傾斜している。

勿論、例えば低質量面密度の金属被覆ポリマー基体を処理する場合、該金属被覆ポリマー基体を支持するために必要なら、搬送手段を使用することができる。そのような搬送手

50

段は従来のように、コンベヤベルトとすることができる。しかし、好ましい別の搬送手段は金属箔である。この金属箔はコンベヤベルトより非常に軽いため、その熱慣性が非常に低く、そのため金属箔は非常に素早く加熱される。従って加熱損失が小さくできる。銅フォームを銅被覆ポリマー構造体から製造する場合、該銅被覆ポリマー構造体は、従来の銅箔製造の産物としての銅箔上で支持されることが好ましい。そのような支持銅箔は炉を1回あるいは多数回通過させた後、低コストでリサイクルすることができる。

【0011】

本発明によれば、金属構造体を金属被覆ポリマー基体から製造するための炉が提供される。この炉は、

- 高温ゾーン

10

- 前記高温ゾーンに隣接した冷却ゾーン、及び

- 金属被覆ポリマー基体、途中から金属構造体、を前記高温ゾーンと冷却を移動させるために該高温ゾーンと冷却ゾーンを通して延びる表面とから構成されている。

高温ゾーンは、少なくとも600の温度で高温ゾーンを加熱する加熱手段と、水蒸気を高温ゾーンにその濃度が約80体積%に維持されるよう噴射する噴射手段と、高温ゾーンから気体を引き出す引出手段とから構成されている。また、冷却ゾーンは、中性及び/又は還元ガスを該冷却ゾーンに噴射する噴射手段を備え、又、冷却ゾーンに含有する気体の少なくとも一部が高温ゾーンに移され、高温ゾーンから前記引出手段によって引き出される。

【0012】

20

炉は金属被覆ポリマー基体、途中から金属構造体、を高温ゾーンと冷却ゾーンを通して案内する案内手段をさらに備えている。

そのような炉により、2つのゾーンだけで金属被覆ポリマー基体から金属フォームを製造することが可能となり、それにより、それぞれ酸化ゾーン、還元/アニールゾーン及び冷却ゾーンという3つのゾーンを備えた従来の炉よりコンパクトである。さらに、本発明炉は、遊離酸素を含有するゾーンが純粋水素を含有するゾーンに隣接して設けられている従来の3つのゾーン炉よりかなり安全である。実際、本発明炉では、2種類の雰囲気ガスを爆発を起さずに混合することができる。これは、気密の分離が不要のため、炉の構造、そして特に高温ゾーンと冷却ゾーンとの間の分離構造をも単純化する。高温ゾーンと冷却ゾーンとの間の有利な分離は気体の流れを一方のゾーンから他方のゾーンへ可能にする邪魔板手段で行われる。

30

従って、本発明炉は金属被覆ポリマー構造体から金属フォームの製造を可能にするより単純で、安全でしかもよりコンパクトな炉である。金属コーティングはニッケル、銅及びそれらの合金、あるいは高温で、水蒸気中で耐酸化性のある他の金属合金でよい。

この炉は銅被覆ポリマー基体から銅フォームを製造するのに特に適している。

【0013】

金属被覆ポリマー基体がコイル形態かストリップ形態で処理されるかにより、案内手段が別のタイプになることは明らかである。

既に説明したように、該炉の高温ゾーンで得られた金属構造体は延性があり、自己支持型である。従って、金属被覆ポリマー基体はコンベヤベルトによる支持が不要で、これが炉の構造を単純化する。

40

好ましい実施形態では、炉は高温ゾーンと冷却ゾーンを介して延びる摺動面を備えており、該摺動面で金属被覆ポリマー基体が摺動する。炉の外側及び/又は内側に設けられた案内手段は例えば高温ゾーンの前に配置された第1ロールと、冷却ゾーンの出口周囲に配置された第2ロールからなっている。このロールが回転すると、金属被覆ポリマー基体が該摺動面を摺動することによって炉内を進む。この摺動面は、高温ゾーンと冷却ゾーンを介して延びる摺動プレートの上面で形成することができる。この摺動面は、水蒸気がストリップに容易にアクセスし、また反応生成物が十分排出できるように穴が開けられていることが好ましい。

【0014】

50

好ましくは炉は、高温ゾーンが冷却ゾーンより高い場所にあり、それによって冷却ゾーンから高温ゾーンへの気体の一部が高温ゾーンの気体と共に引き出されるように構成されている。この引出気体は、水蒸気、しかしまた、少量の炭素酸化物や、フォーム酸化の結果としてその場で形成された水素、冷却ゾーンからの窒素及びおそらく水素、及び有機フォームの熱分解生成物を主に含有している。これらの気体は加熱目的で燃焼したり、あるいはプロパンフレアチップから排出したりすることができる。

ここで本発明を、添付図面を参照して実施例により説明する。

【発明の実施形態】

【0015】

本発明の参考例としての方法は、ポリマー基体を除去し、延性金属フォーム構造体を製造するように制御水蒸気雰囲気中で金属被覆ポリマー構造体を高温にさらして加熱する。

金属フォームを製造するこの金属被覆ポリマー構造体は、導電性ポリマーフォームに金属を電気めっきすることで一般に得られる。例えば、ニッケル、銅、鉄、クロム、亜鉛、アルミニウム、鉛、錫、金、白金、あるいは白金族に属する他の金属及びそれらの合金などの種々の金属を、対応する金属フォームを得る本方法によりそれら进行处理するため、そのようなポリマーフォームに、フィルム、積層フィルムとして、あるいは混合した相又は構造として電気めっきすることができる。しかし、本方法は、銅被覆あるいはニッケル被覆ポリマー構造体から延性銅あるいはニッケルをそれぞれ製造するために特に適する。

【0016】

ポリマー基体は、網状連続気泡フォーム構造体、独立気泡フォーム構造体、フェルト、繊維又は不織構造体あるいは同様の構造体又はそれら全ての組み合わせからなることができる。許容し得るポリマー構造体にはポリエステル、ポリウレタン、ポリスチレン、ポリ塩化ビニル、ポリエチレン、ポリイソシアヌレート、ポリフェノール及びポリプロピレン、紙あるいは他のセルロース材料（炭素ベースの天然又は合成ポリマー）がある。これらのポリマーは全て熱分解し、高温ゾーンで水蒸気と反応して酸化される。特に、好ましいフォームは、例えば、Caligen Europe B.V.（オランダ）及びCrest Foam社（米国）などの英国Vitaグループカンパニー（英国をベースとした）から、あるいはRectice International（ベルギーを本拠地とした）から入手できるストリップ形態になっている工業的用途の網状フォームである。

【0017】

なお、フォームの重量は本明細書ではその「表面質量密度」を基準にして表される。この用語はここではフォームの見掛けの質量ストリップとして理解される。例えば、フォームが 600 g/m^2 の表面質量密度を有していれば、 $1\text{ m} \times 2\text{ m}$ の見掛けの外形寸法と 1200 g の質量がある一つのフォームを意味する。

実際、フォームの真の表面（孔の表面を含む）はその多孔率に依存している。例えば、 1 m^2 （すなわち、 $1\text{ m} \times 1\text{ m}$ の見掛けの外形寸法を有する）の見掛けの面積と1インチ当たり90個の孔の多孔率を有するフォームストリップは約 $200 \sim 300\text{ m}^2$ の特定の表面を有するだろう。多孔率の測定は直線的である。すなわち、その測定は長さが1インチのラインに沿って数えられる孔の数に相当する。

この方法により処理される金属被覆ポリマー構造体を形成するために使用されるフォームは1インチ当たり30～120個の孔の多孔率あるいはそれ以上を有することが好ましい。殆どの用途の場合、フォームの厚さが $0.2 \sim 2\text{ mm}$ の範囲にあるようにするのが好ましい。

【0018】

例えば、この方法を、電池のチャージコレクタとして使用される金属被覆ポリマー構造体を製造するために使用する場合、厚さが 1.6 mm のフォームが二次アルカリ電池に使用され、より薄いフォームはリチウムイオン電池に使用される。

通常、厚さが約 1.6 mm のフォームが二次アルカリ電池のチャージコレクタとして使用される金属被覆ポリマー構造体を製造するために使用されるが、薄いフォームはリチウムイオン電池に使用される。

10

20

30

40

50

そのようなフォームが電気めっきの前提条件としての導電性を有することは理解されよう。フォームストリップの表面を導電性にする種々の技術を使用することができる。この課題を達成する好ましい第1の方法は導電性ポリマーの使用である。つまり、フォームのストリップの表面を以下の方法で導電性にする。例えば、先ず、フォームのストリップに重合形態で導電性のモノマーを配置し、次に該モノマーを重合して導電性ポリマーにする。そのようなポリマーは、酸化ドーブにより重合され導電性ポリピロールになれるピロールでよい。

【0019】

フォームのストリップを導電性にする別の好ましい方法は真空蒸着（所謂、「物理的蒸着」（PVD））である。この方法にはマグネトロンスパッタリングや、加熱するつばに入れられた金属の直接蒸発がある。そのような直接蒸発は金属の結合にも利用できる。真空蒸着はフォームのストリップ面に付着性の良い薄い金属予備コーティングを形成することができる。実際の真空蒸着技術によりフォームのストリップ面に改善された導電性を有する薄い金属予備コーティングが形成され、また得られた複合ストリップは化学処理で導電性にされたフォームのストリップより引裂抵抗が良好である。銅フォームの製造の場合、フォームのストリップは例えば液体銅を入れた加熱するつばから $1 \sim 10 \text{ g/m}^2$ 、好ましくは 5 g/m^2 未満の銅の非常に薄い層で好適に真空蒸着によって予備コーティングされる。

炉の2つの好ましい実施形態を図1及び図2に示した炉を参照して説明する。双方の実施形態では、銅被覆ポリマー構造体が銅フォームを製造するのに使用される。この銅被覆ポリマー構造体は、通常 $100 \sim 2500 \text{ g/m}^2$ の質量表面密度を有することができる。より重いあるいは軽いコーティング重量を特定のフォーム基体に得ることもできる。ポリマーフォーム構造体上の銅めっきの厚さについては、 $1 \sim 50 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $2 \sim 15 \mu\text{m}$ 、最も好ましくは約 $8 \mu\text{m}$ の厚さが好適である。

【0020】

図1を参照すると、2ゾーン雰囲気制御炉10が概略的に示されている。炉10は高温ゾーン12と隣接冷却ゾーン14から構成されている。高温ゾーン12には中を少なくとも 600 の温度にするのに適した加熱手段（図示せず）が設けられている。高温ゾーン12の雰囲気は少なくとも約 80 体積%の水蒸気からなりそして窒素のような中性ガスと混合されても良い。高温ゾーンの雰囲気は約 90 体積%より好ましくは約 100 体積%の水蒸気からなっている。水蒸気又は混合物は矢印18で概略的に示された噴射手段で導入される。冷却ゾーン14の雰囲気も制御され、 N_2 と最大 5 体積%の H_2 との気体混合物から有利になっている。この混合気体は矢印20で概略的に示された噴射手段を介して炉内に導入される。なお、水素が冷却ゾーンに存在することは本方法の実施には必要ないが、水素は工業的規模でエア漏れの補償を行う。高温ゾーン12と冷却ゾーン14は一連の邪魔板16によって互いに分離されている。その邪魔板は簡単な分離を可能にし、2つのゾーン間の気体の流れを制御可能にする。実際、2つのゾーン12と14の気体は、気密分離が必要ない時には、危険がなく互いに混合することが可能であることが注目される。周囲空気が高温ゾーンと冷却ゾーンにできるだけ入らないようにするため、冷却ゾーンは僅かに過圧状態で作動するのが好ましい。

【0021】

さらに、低温での仕上げ金属フォームの酸化を防ぐため、冷却ゾーンへの水蒸気の再循環を、冷却ゾーンの圧力を上げることによって、及び/又は、炉を傾斜して冷却ゾーンより高い場所に高温ゾーンを配置した場合、高温ゾーンで「煙突効果」を有利に働かせることによって、防止することが可能である。

参照符号22は炉10内で処理されるストリップ形態の銅被覆ポリマー基体を示す。この銅被覆ポリマー基体22は高温ゾーン12内に導入され、次に両方のゾーンを走行するように炉10を連続的に案内される。高温ゾーン12では、ポリマー基体が、好ましくは約 $900 \sim 950$ である高温と水蒸気の存在により熱分解される。ポリマーからの炭素と水蒸気が反応して酸化炭素と水素が形成される。

10

20

30

40

50

特に、ポリマーの除去が基本的に分子酸素が無い雰囲気で実施されることに注目する必要がある。このように、ポリマーが分離され、無ポリマー銅構造体を得られる。高温ゾーンの水蒸気は銅に対して酸化性がなく、そのため銅は金属状態のままである。100%水蒸気雰囲気の使用は銅被覆ポリマー構造体を処理するために特に好ましいことが分かるだろう。

【0022】

高温は金属に対しアニール効果があり、再結晶化を誘発し、その延性を改良する。その結果として、高温ゾーンの末端で無ポリマー延性銅フォーム構造体を得られる。銅構造体23は、その後、冷却ゾーン14に入り、そこで制御されて20~75の温度まで冷却される。

10

本実施形態では、邪魔板16の高さで冷却ゾーン14の温度が高温ゾーン12の温度に近づき、冷却ゾーン14の末端で温度が約50となる。冷却ゾーン14に維持された僅かな還元雰囲気により銅構造体23の酸化が防止され、微量の銅酸化物も還元される。

【0023】

銅被覆ポリマー基体22は炉10内でコンベヤベルトに必ずしも支持される必要が無いことが分かるだろう。これは、既に説明したように銅が酸化されず、従って自己支持のままのため、可能である。この好ましい実施形態では、銅被覆ポリマー基体22は、炉フロアで形成される炉10の摺動面24で摺動する。図示はしないが、炉10は一般に円筒内部形状を有することができ、その炉フロアは円筒炉内で1/2の高さに配置された穴開きプレートで形成することができる。該摺動面24に対する銅被覆ポリマー基体22の摩擦力を減らすために、炉フロアを比較的滑らかにする必要がある。銅被覆ポリマー基体22が軽量で、摺動面24が滑らかなため、銅被覆ポリマー基体22を容易に摺動させることができる。図1では、2つのロール26, 28が炉10を介して銅被覆ポリマー基体22を案内するために設けられている。第1のロール26は銅被覆ポリマー基体22をそれが高温ゾーン12に入る前に支持し、第2ロール28は製造された銅フォーム構造体を集めるために冷却ゾーン14の出口辺りに配置される。この2つのロールの回転は、炉の傾斜に依存して第1ロール26が第2ロール28が銅被覆ポリマー基体22に僅かな牽引力が作用するように同期がとられている。その結果として、銅被覆ポリマー基体22は損傷を受けずに炉10内で進行する。高温ゾーンの通過時に、金属フォームは3次元全てで30%まで収縮でき、この現象は上の第1ロールと下の第2ロールを同期させるため有利に考慮される。

20

30

【0024】

図1で分かるように、炉10は、高温ゾーン12が冷却ゾーン14より高い場所にあるように有利に傾斜している。従って、摺動面24は冷却ゾーン14に向け下降斜面を構成して、炉10内で銅被覆ポリマー基体22の進行を容易にする。摺動面のそれぞれ炉の斜面度により、銅被覆ポリマー基体は重力の作用を受けて炉を摺動する。その場合、第1ロール26は、炉を走行する銅被覆ポリマー基体22の速度を制御するために使用される。

この形態は炉内の気体の流れにもインパクトを与える。図1から分かるように、 N_2 と H_2 との混合気体を冷却ゾーン14の末端部の炉内に送り込む。それから、この混合気体が銅被覆ポリマー基体22とは反対方向に冷却ゾーンを移動して該銅被覆ポリマー基体22の冷却を確実にする。分離用邪魔板16は、冷却ゾーン14からの混合気体の少なくとも一部が高温ゾーン12へ流れるように高温ゾーンと冷却ゾーンとの間に配置されている。この高温ゾーン12からの気体、すなわち、実質的には水蒸気と少量の炭素酸化物(CO 及び CO_2)及び内部で生成された H_2 また冷却ゾーン14からの N_2 と H_2 が炉の高い部分、矢印30の場所で抽出され、プロパンフレアチップで燃焼される。

40

【0025】

ここで図2を参照すると、図1の炉に相当する炉110が示されている。同様に、炉110は、900~950の温度になっており実質的に水蒸気からなる雰囲気が維持される高温ゾーン12を備えている。水蒸気は矢印118の高さから高温ゾーン内に導入される。この高温ゾーン112に隣接して水素を5体積%含有した窒素から実質的になる制御

50

雰囲気具备了冷却ゾーン114がある。窒素と水素の混合気体が矢印120の高さから炉110内に導入される。2つのゾーン112と114は邪魔板116によって分離される。図1の場合のように、炉110は冷却ゾーン114に向け傾斜しており、冷却ゾーン114からの気体の一部が高温ゾーンに流れ、そこでその気体は他の気体と共に矢印121の高さで取り出され、プロパンフレアチップで燃焼される。

【0026】

参照符号122は炉110内で処理される銅被覆ポリマー基体122を示している。この第2の好ましい実施形態によれば、銅被覆ポリマー基体122は炉110内で銅箔124に支持される。支持銅箔124の使用は、 450 g/m^2 以下、典型的には $100\sim300\text{ g/m}^2$ の質量表面密度を有する脆くて軽量の銅被覆ポリマー基体122を処理する

10

図2に示したように、供給ロール126に巻かれた銅箔124はアセンブリロール128に案内される。銅被覆ポリマー基体122も、銅箔124の上面に載るようにアセンブリロールに案内される。それから、この銅被覆ポリマー基体122は銅箔124に載って炉110に入る。銅被覆ポリマー基体122が連続的に炉110を通過すると、ポリマー基体が除去され、得られた銅構造体123が冷却される。冷却ゾーン114の末端で、銅箔124に支持された銅構造体123は分離ロール130に集められ、そこでそれらが分離される。

【0027】

第1実施形態の場合のように、銅被覆ポリマー基体122は2つのロール128と130の回転により炉110内へ送られる。しかし、牽引力が銅被覆ポリマー基体122にはなく、銅箔124に作用することが注目される。銅被覆ポリマー基体122は、銅箔124に載っているため、炉フロアに接触していないことも明らかである。従って、銅被覆ポリマー基体122は炉110内の走行時、損傷、裂け、あるいは変形から保護される。

20

熱の観点から銅箔はコンベヤベルトより興味がある。実際、コンベヤベルトは通常 $10\sim15\text{ kg/m}^2$ の表面質量密度を有するが、適切な銅箔の表面質量密度は通常 $100\sim200\text{ g/m}^2$ とすることができる。従って、銅はコンベヤベルトより熱慣性が非常に低く、非常に早く加熱され、熱損失が低下する。さらに、銅箔は金属被覆ポリマー基体の製造で使用了後、リサイクル可能である。

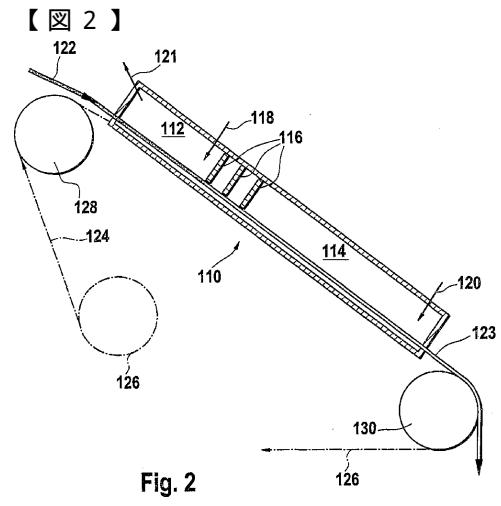
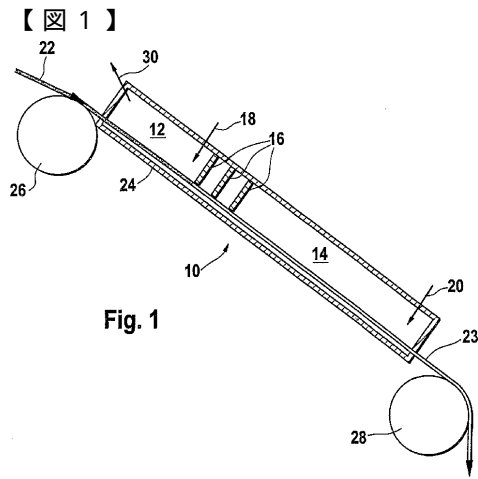
【図面の簡単な説明】

30

【0028】

【図1】本発明の第1実施形態の2ゾーン制御雰囲気炉の概略図である。

【図2】本発明の第2実施形態の2ゾーン制御雰囲気炉の概略図である。



フロントページの続き

(72)発明者 ミシェール、ダミヤン

カナダ、ジェイ２エル、２エス１ プロモント、リュ ド ラ クロンヌ １６１

審査官 河野 一夫

(56)参考文献 特開平０８－１９３２３２（ＪＰ，Ａ）

特開平０８－２２２２２６（ＪＰ，Ａ）

特開平１０－０４６２６８（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)

C22C 1/00 - 49/14

F27B 9/04

F27B 9/12

F27B 9/20

F27D 7/02