



(10) 申请公布号 CN 115812011 A

(43) 申请公布日 2023.03.17

(21) 申请号 202280004772.5

(22) 申请日 2022.04.13

(30) 优先权数据

2021-116133 2021.07.14 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2022.12.01

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2022/017719 2022.04.13

(87) PCT国际申请的公布数据

W02023/286407 JA 2023.01.19

(71) 申请人 先进复合材料株式会社

地址 日本静冈县

(72) 发明人 林睦夫 胜亦修平 落合翔梧

(74) 专利代理机构 北京林达刘知识产权代理事
务所(普通合伙) 11277

专利代理师 刘新宇 李茂家

(51) Int.Cl.

B22D 19/00 (2006.01)

权利要求书2页 说明书17页 附图2页

(54) 发明名称

含高金属粉末的铝复合体的制造方法、预制件的制作方法
及含高金属粉末的铝复合体

(57) 摘要

通过确立得到可以提高金属粉末的填充率、并且内部没有缺陷、均匀的金属粉末的预制件的制作方法,提供使Al合金等高压浸渗或非加压渗透到该预制件、而得到龟裂、缺陷少的金属含有率高的含高金属粉末的铝复合体的技术。提供一种含高金属粉末的铝复合体的制造方法、利用这些制造方法得到的复合体、下述预制件的制作方法,该含高金属粉末的铝复合体的制造方法中,在预制件的制作工序中,从1~200 μm的金属粉末材料选择粒径不同的2种以上的材料,向这些金属原料添加混合有机无机粘结剂,得到材料,由该材料得到成形物,将所得到的成形物在300℃以上的温度下焙烧,得到金属原料的含有率为55v%以上的预制件,使铝合金等的熔液以高压或非加压方式浸渗或渗透到所得到的预制件。

1. 一种含高金属粉末的铝复合体的制造方法,其特征在于,其具有:预制件的制作工序,用于得到金属含有率高的金属粉末成型体即预制件;和铝等的浸渗工序,使熔融了的铝或铝合金浸渗或渗透到所得到的预制件,

在所述预制件的制作工序中,从平均粒径为 $1\mu\text{m}$ 以上且 $200\mu\text{m}$ 以下的金属粉末材料选择平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料作为预制件用的金属原料,向该金属原料添加混合液态的或形成液态的状态的、选自由有机硅树脂、Si醇盐和Al醇盐组成的组中的至少任意一种有机无机粘结剂,得到混合物,使用所得到的混合物成形,并且将所得到的成形物在 300°C 以上且 800°C 以下的温度下焙烧,由此所述成形物中的有机物成分被去除,并且无机物成分作为无机粘结剂发挥功能,得到所述金属原料的含有率(体积率)为55v%以上的金属粉末成型体,

在所述铝等的浸渗工序中,使铝或铝合金的熔液在 $10\text{MPa}\sim 200\text{MPa}$ 的高压下浸渗到通过所述预制件的制作工序得到的金属粉末成型体。

2. 一种含高金属粉末的铝复合体的制造方法,其特征在于,其具有:预制件的制作工序,用于得到金属含有率高的金属粉末成型体即预制件;和铝等的浸渗工序,使熔融了的铝或铝合金浸渗或渗透到所得到的预制件,

在所述预制件的制作工序中,从平均粒径为 $1\mu\text{m}$ 以上且 $200\mu\text{m}$ 以下的金属粉末材料选择平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料作为预制件用的金属原料,其中所述平均粒径为 $1\mu\text{m}$ 以上且 $200\mu\text{m}$ 以下的金属粉末材料除了Mg粉末、AlMg粉末、ZnMg粉末、ZnAl粉末和 Mg_2Si 粉末的各粉末材料之外,相对于该金属原料100质量份,以 $0.2\sim 5$ 质量份的范围内的量添加选自由Mg粉末、AlMg粉末、ZnMg粉末、ZnAl粉末和 Mg_2Si 粉末组成的组中的1种以上粉末,进一步添加混合液态的或形成液态的状态的、选自由有机硅树脂、Si醇盐和Al醇盐组成的组中的至少任意一种有机无机粘结剂,得到混合物,使用所得到的混合物成形,并且将所得到的成形物在 300°C 以上且 500°C 以下的温度下焙烧,由此所述成形物中的有机物成分被去除,并且无机物成分作为无机粘结剂发挥功能,得到所述金属原料的含有率(体积率)为55v%以上的金属粉末成型体,

在所述铝等的浸渗工序中,使铝或铝合金在氮气气氛中非加压渗透到通过所述预制件的制作工序得到的金属粉末成型体。

3. 根据权利要求1或2所述的含高金属粉末的铝复合体的制造方法,其中,所述金属粉末为选自硅粉末或含有硅的硅系合金粉末、钛粉末、铁粉末或含有铁的铁系合金粉末和镍粉末或含有镍的镍系合金粉末中的1种或2种以上。

4. 根据权利要求1~3中任一项所述的含高金属粉末的铝复合体的制造方法,其中,所述含有率(体积率)为55v%以上且85v%以下。

5. 根据权利要求1~4中任一项所述的含高金属粉末的铝复合体的制造方法,其中,所述平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末至少含有平均粒径为 $10\mu\text{m}$ 以下的金属粉末A和平均粒径为 $40\mu\text{m}$ 以上的金属粉末B,以质量基准计,在金属粉末的总量中至少含有3%的所述金属粉末A、并且含有50%以上的所述金属粉末B。

6. 根据权利要求1~5中任一项所述的含高金属粉末的铝复合体的制造方法,其中,所述有机无机粘结剂为选自由Si醇盐和Al醇盐组成的组中的至少任意一种。

7. 一种预制件的制作方法,其特征在于,其用于得到在使熔融了的铝或铝合金在高压

下浸渗而得到含高金属粉末的铝复合体金属时使用的金属粉末的含有率高的金属粉末成型体即预制件，

从平均粒径为 $1\mu\text{m}$ 以上且 $200\mu\text{m}$ 以下的金属粉末材料选择平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料作为预制件用的金属原料，所述平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料至少含有平均粒径为 $10\mu\text{m}$ 以下的金属粉末A和平均粒径为 $40\mu\text{m}$ 以上的金属粉末B，以质量基准计，在金属粉末的总量中至少含有3%的所述金属粉末A、并且含有50%以上的所述金属粉末B，向该金属原料添加混合液态的或形成液态的状态的、选自由有机硅树脂、Si醇盐和Al醇盐组成的组中的至少任意一种有机无机粘结剂，得到混合物，使用所得到的混合物成形，并且将所得到的成形物在 300°C 以上且 800°C 以下的温度下焙烧，由此得到所述金属原料的含有率(体积率)为55v%以上的金属粉末成型体。

8. 一种预制件的制作方法，其特征在于，其用于得到在使熔融了的铝或铝合金在氮气气氛中非加压渗透而得到含高金属粉末的铝复合体金属时使用的金属粉末的含有率高的金属粉末成型体即预制件，

从平均粒径为 $1\mu\text{m}$ 以上且 $200\mu\text{m}$ 以下的金属粉末材料选择平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料作为预制件用的金属原料，其中所述平均粒径为 $1\mu\text{m}$ 以上且 $200\mu\text{m}$ 以下的金属粉末材料除了Mg粉末、AlMg粉末、ZnMg粉末、ZnAl粉末和 Mg_2Si 粉末的各粉末材料之外，所述平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料至少含有平均粒径为 $10\mu\text{m}$ 以下的金属粉末A和平均粒径为 $40\mu\text{m}$ 以上的金属粉末B，以质量基准计，在金属粉末的总量中至少含有3%的所述金属粉末A、并且含有50%以上的所述金属粉末B，相对于该金属原料100质量份，以0.2~5质量份的范围内的量添加选自由Mg粉末、AlMg粉末、ZnMg粉末、ZnAl粉末和 Mg_2Si 粉末组成的组中的1种以上粉末，进一步添加混合液态的或形成液态的状态的、选自由有机硅树脂、Si醇盐和Al醇盐组成的组中的至少任意一种有机无机粘结剂，得到混合物，使用所得到的混合物成形，并且将所得到的成形物在 300°C 以上且 500°C 以下的温度下焙烧，由此得到所述金属原料的含有率(体积率)为55v%以上的金属粉末成型体。

9. 一种含高金属粉末的铝复合体，其特征在于，其为气孔等内部缺陷极少的含高金属粉末的铝复合体，其通过权利要求1、权利要求3~6中任一项所述的利用高压浸渗的含高金属粉末的铝复合体的制造方法得到。

10. 一种含高金属粉末的铝复合体，其特征在于，其为接近于产品形状的近终方式的含高金属粉末的铝复合体，其通过权利要求2~6中任一项所述的在氮气气氛中利用非加压渗透的含高金属粉末的铝复合体的制造方法得到。

含高金属粉末的铝复合体的制造方法、预制件的制作方法及 含高金属粉末的铝复合体

技术领域

[0001] 本发明涉及含高金属粉末的铝复合体的制造方法、预制件的制作方法以及含高金属粉末的铝复合体。具体而言,涉及提供金属铝或铝合金(以下也称为Al合金等)良好地浸渗于包含高的体积填充率的金属粉末的预制件而成的含高金属粉末的铝复合体、并且可以实现该复合材料的生产率和品质的飞跃性的改善的新技术。

背景技术

[0002] 近年,金属和Al合金等复合化而成的材料作为轻量、高强度、高杨氏模量、高导热、低热膨胀的材料,例如作为散热器、散热扩散器、电子部件封装产品等电子材料、或者XY滑块、真空卡盘等半导体装置构件受到关注。这些材料为所谓的金属基复合材料(MMC、Metal Matrix Composite)的一种。以往通常为在金属基质复合化陶瓷粉末而成的MMC,但是近年包含金属粉末和Al合金等的复合体材料受到关注。例如提出了杨氏模量高且热膨胀低的硅和Al合金等的复合原材料、在高强度的钛、铁粉末复合化Al合金等。另外,如下所述那样,金属粉末和Al合金等的复合体也由于加工性优异而受到关注。

[0003] 例如硅金属由于热膨胀系数小,作为电子部件、半导体部件使用,但是存在除了非常脆之外、还不能制造复杂、大型的部件这种弱点。因此,正在开发与Al合金等的硅铝复合体。由于上述理由,首先期待含有尽可能多的硅粉末的与铝的复合体,并且寻求保持加工性、并且热膨胀系数小、杨氏模量大的复合体的出现。具体而言,例如若可以制造硅成分为70v%以上、优选80v%左右的硅铝复合体,则预想对装载热膨胀系数小的电子部件的散热器、电子部件封装的应用飞跃性地扩展。

[0004] 钛金属,作为热膨胀系数小、轻量、高刚性的金属,被用作多种多样的机械部件。但是,为硬度高、难加工性材料,在这一点上有用途受限的一面。因此,若可以在钛金属复合化铝金属而使加工性良好,则可以更加扩大应用范围,因此期望并推进钛铝复合体的开发。

[0005] 在此,作为金属粉末和Al合金等的复合体的制造方法,通常为以下例示的方法。

[0006] (高硅铝合金的铸造方法)

[0007] 该方法为将含有硅成分的通称被称为硅铝明合金的含硅的铝合金(也称为硅铝合金)粉末熔化、在砂型、金属模铸造的方法。但是,该方法中,若硅成分升高则合金流动性降低而不能铸造,因此硅成分的含量通常最大为20v%左右。因此,难以制造上述铸造方法中期望那样的金属成分的含有率高的高硅铝复合体。

[0008] (喷射成形法)

[0009] 该方法为制作粉末堆积体的滴管(burette)、通过热挤出而制造硅铝复合体的方法,被称为“喷射成形法”,所述粉末堆积体的滴管为将硅和铝在高的温度下熔化、将熔融物喷射喷雾而得到的。喷射成形法中,在高的温度下将金属熔化,可以制作自由改变硅和铝的比率的复合原料粉末。因此,制造金属成分的含有比率高的含高硅的铝复合体在理论上是可能的。但是为了制造硅的含有比率为50v%以上的复合材料,需要在1000℃以上将材料熔

化。另外,在喷雾冷却过程中,硅先析出,得不到均匀的复合体,被产品化时,只不过是硅成分为约50v%左右的产品,不能得到硅成分的含有比率更高的硅铝复合体。另外,在将熔融物喷射喷雾而制作粉末堆积体的滴管的凝固堆积过程中,产生空隙,因此为了形成产品,需要将所得到的滴管半熔融、高压挤出,或者进行HIP处理而压破空隙。在这一点上,“喷射成形法”也存在制造成本非常高、经济性变差这种工业上的重大问题。

[0010] (铝向硅粉末填充体的非加压渗透法)

[0011] 专利文献1中提出了使熔融了的Al合金等在含有镁蒸气的氮气气氛中的700℃~1000℃的温度下非加压渗透到硅粉末的填充率为50~70体积%的填充体或成形体而成的硅-铝复合金属。专利文献1中公开了通过在氮气气氛中含有镁蒸气,可以使熔融了的Al合金等向填充体的渗透快。另外,其实施例中记载了,向平均粒径为5μm的硅粉末100质量份加入、混合镁粉末2质量份得到混合物,将该混合物填充到容器得到填充体,使用该填充体,硅的填充率为50体积%。对于上述实施例记载了,如果需要的话,设为平均粒径1~100μm的硅粉末。

[0012] 如上所述那样,专利文献1中公开的是,向1种硅粉末加入镁粉末,将其填充到容器,在常压的氮气气氛下(非加压)使熔融了的Al合金等渗透到该填充体,而制作复合金属。但是,根据本发明人等的研究,存在硅粉末的单纯的填充体不均匀、或者内部残留孔的情况。而在非加压下使铝的熔液浸渗到这种填充体的情况下,存在产生龟裂、缺陷,或者不能得到以均匀的状态充分填充有硅粉末的填充体这种问题。因此,利用使用前述的填充体的非加压渗透法时,不能制造产品所要求那样的金属成分的含有比率高、均匀的金属粉体-铝复合体。

[0013] 另外,专利文献2中记载了,向硅粉末等金属粉末加入作为粘结剂的PVA(聚乙烯醇)得到金属粉末的成型体或煅烧体,使熔融了的铝等金属以非加压方式渗透到所得到的金属粉末的成型体或煅烧体。其实施例中记载了,平均粒径20μm的硅粉末使用加入有作为粘结剂的PVA的材料,压制成形得到成型体,利用存在镁的氮气气氛炉使熔融了的Al合金在常压下浸渗到所得到的成型体,得到复合金属,使用2种金属粉末,在金属粉末混合陶瓷粉末等。但是,对于专利文献2中记载的技术,由在金属粉末混合陶瓷粉末可知,并非目的在于将作为使熔融了的金属非加压渗透而复合化的对象的、金属粉末的成型体或煅烧体的金属含有率设定得高的技术。

[0014] 根据本发明人等的研究,例如使Al合金等高压浸渗或非加压渗透到以高含有率填充有硅粉末的填充体的情况下,存在在浸渗过程中在填充体与Al合金等的接触面产生应力、而在Al合金等的熔液的浸渗时在金属粉末成型体产生龟裂等,或者由于龟裂而损害毛细管现象、产生未浸渗的缺陷的情况。对此,上述现有技术即使均对如何得到龟裂等、缺陷极少、金属含有率高的高金属粉末-铝复合体进行了研究,也没有提供这种复合体。例如如上述现有技术那样,即使在非加压下使铝金属渗透到硅粉末填充体、仅进行了压制成形的成型体的情况下,也存在在硅粉末填充体与Al合金等的接触面产生应力、而在Al合金等的熔液的浸渗时产生龟裂等,或者产生未浸渗的缺陷的情况。

[0015] 在此,通过上述现有技术中进行的以非加压渗透方式使Al合金等的熔液浸渗到填充体或成形体实现的优点在于,仍然以将金属粉末压制成形等而得到的成型体(预制件)的形状,使Al合金等的熔液利用毛细管现象安静地浸渗到成型体内,浸渗后可以制造接近于

产品形状的金属粉末-铝复合体。即,若使熔融了的金属浸渗到成型体后可以得到接近于产品形状的复合体,则通常可以减少此后成为必要的机械加工,因此具有降低制造成本的优点。

[0016] 这意味着,在使Al合金等的熔液非加压渗透的情况下,若得到不会产生龟裂、缺陷的牢固的成型体(预制件),则产品价值和成本优势飞跃性地增大。另外,若可以使所得到的金属粉末-铝复合体的硅等金属粉末材料的含量高,则得到进一步低热膨胀且高杨氏模量的金属粉末-铝复合体。例如若可以确立硅超过50v%的硅粉末-铝复合体的制造方法则其用途格外增大。

[0017] 对于上述,将粒径细的金属粉末的成型体在比金属的熔融温度稍低的温度下烧结、利用粉末的预烧结法制造预制件得到广泛进行。但是,根据本发明人等的研究,该方法中,由于利用烧结来制造成型体(预制件),因此存在下述情况:在烧结中,成型体收缩而预制件变形,或者预制件内的空隙形成与外部隔断的闭气孔、在此后进行的Al合金等的浸渗工序中,没有进行良好的浸渗、形成不均匀的金属粉末铝复合体。

[0018] 现有技术文献

[0019] 专利文献

[0020] 专利文献1:日本特开2005-036253号公报

[0021] 专利文献2:日本特开2004-052011号公报

发明内容

[0022] 发明要解决的问题

[0023] 因此,本发明的目的在于,确立制作例如以硅、硅铝合金、铁、钛、铜、镍、硅铁合金等的粉末为代表的金属粉末的牢固的成型体(预制件),制作可以根据目标性能提高金属粉末的填充率、并且内部缺陷极少、均匀的预制件的技术,提供在使Al合金等高压浸渗或非加压渗透到所得到的预制件中的任意一种情况下,均可以得到龟裂、缺陷的产生极少、金属含有率高的含高金属粉末的铝复合体的技术。

[0024] 用于解决问题的方案

[0025] 上述目的通过以下的制造金属含有率高的含高金属粉末的铝复合体的技术达成。即,本发明提供以下的含高金属粉末的铝复合体的制造方法。

[0026] 作为第1发明,提供高压浸渗Al合金等而得到含高金属粉末的铝复合体的下述制造方法。

[0027] [1]一种含高金属粉末的铝复合体的制造方法,其特征在于,其具有:预制件的制作工序,用于得到金属含有率高的金属粉末成型体(预制件);和铝等的浸渗工序,使熔融了的铝或铝合金浸渗或渗透到所得到的预制件,

[0028] 在前述预制件的制作工序中,从平均粒径为1 μ m以上且200 μ m以下的金属粉末材料选择平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料作为预制件用的金属原料,向该金属原料添加混合有机无机粘结剂,得到混合物,使用所得到的混合物成形,并且将所得到的成形物在300 $^{\circ}$ C以上且800 $^{\circ}$ C以下的温度下焙烧,得到前述金属原料的含有率(体积率)为55v%以上的金属粉末成型体,

[0029] 在前述铝等的浸渗工序中,使铝或铝合金的熔液在10MPa~200MPa的高压下浸渗

到通过前述预制件的制作工序得到的金属粉末成型体。

[0030] 特别是上述有机无机粘结剂可以为液态的或形成液态的状态的、选自由有机硅树脂、Si醇盐和Al醇盐组成的组中的至少任意一种。

[0031] 作为第2发明,提供使Al合金等非加压渗透而得到含高金属粉末的铝复合体的下述制造方法。

[0032] [2]一种含高金属粉末的铝复合体的制造方法,其特征在于,其具有:预制件的制作工序,用于得到金属含有率高的金属粉末成型体(预制件);和铝等的浸渗工序,使熔融了的铝或铝合金浸渗或渗透到所得到的预制件,

[0033] 在前述预制件的制作工序中,从平均粒径为 $1\mu\text{m}$ 以上且 $200\mu\text{m}$ 以下的金属粉末材料(其中除了Mg粉末、AlMg粉末、ZnMg粉末、ZnAl粉末和 Mg_2Si 粉末的各粉末材料之外)选择平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料作为预制件用的金属原料,相对于该金属原料100质量份,以 $0.2\sim 5$ 质量份的范围内的量添加选自由Mg粉末、AlMg粉末、ZnMg粉末、ZnAl粉末和 Mg_2Si 粉末组成的组中的1种以上粉末,进一步添加混合有机无机粘结剂,得到混合物,使用所得到的混合物成形,并且将所得到的成形物在 500°C 以下的温度下焙烧,得到前述金属原料的含有率(体积率)为 $55\text{v}\%$ 以上的金属粉末成型体,

[0034] 在前述铝等的浸渗工序中,使铝或铝合金以非加压方式渗透到通过前述预制件的制作工序得到的金属粉末成型体。

[0035] 特别是上述有机无机粘结剂可以为液态的或形成液态的状态的、选自由有机硅树脂、Si醇盐和Al醇盐组成的组中的至少任意一种。

[0036] 作为上述的本发明的含高金属粉末的铝复合体的制造方法的优选方式,可列举出下述。

[0037] [3]根据上述[1]或[2]所述的含高金属粉末的铝复合体的制造方法,其中,前述金属粉末选自硅粉末或含有硅的硅系合金粉末、钛粉末、铁粉末或含有铁的铁系合金粉末和镍粉末或含有镍的镍系合金粉末。

[0038] [4]根据上述[1]~[3]中任一项所述的含高金属粉末的铝复合体的制造方法,其中,含高金属粉末的铝复合体的金属粉末的体积含有率为 $55\text{v}\%$ 以上且 $85\text{v}\%$ 以下。

[0039] [5]根据上述[1]~[4]中任一项所述的含高金属粉末的铝复合体的制造方法,其中,前述平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末至少含有平均粒径为 $10\mu\text{m}$ 以下的金属粉末A和平均粒径为 $40\mu\text{m}$ 以上的金属粉末B,以质量基准计,在金属粉末的总量中至少含有 3% 的前述金属粉末A、并且含有 50% 以上的前述金属粉末B。

[0040] [6]根据上述[1]~[5]中任一项所述的含高金属粉末的铝复合体的制造方法,其中,前述有机无机粘结剂为选自由Si醇盐和Al醇盐组成的组中的至少任意一种。

[0041] 另外,本发明作为其他实施方式,提供合适地用于前述第1发明的含高金属粉末的铝复合体的制造方法的下述的预制件的制作方法。

[0042] [7]一种预制件的制作方法,其特征在于,其用于得到在使熔融了的铝或铝合金在高压下浸渗而得到含高金属粉末的铝复合体金属时使用的金属粉末的含有率高的金属粉末成型体(预制件),

[0043] 从平均粒径为 $1\mu\text{m}$ 以上且 $200\mu\text{m}$ 以下的金属粉末材料选择平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料作为预制件用的金属原料,所述平均粒径互不相同的2种以上的金属

粉末材料至少含有平均粒径为 $10\mu\text{m}$ 以下的金属粉末A和平均粒径为 $40\mu\text{m}$ 以上的金属粉末B,以质量基准计,在金属粉末的总量中至少含有3%的前述金属粉末A、并且含有50%以上的前述金属粉末B,向该金属原料添加混合有机无机粘结剂,得到混合物,使用所得到的混合物成形,并且将所得到的成形物在 300°C 以上且 800°C 以下的温度下焙烧,得到前述金属原料的含有率(体积率)为 $55\text{v}\%$ 以上的金属粉末成型体。

[0044] 特别是上述有机无机粘结剂可以为液态的或形成液态的状态的、选自由有机硅树脂、Si醇盐和Al醇盐组成的组中的至少任意一种。

[0045] 另外,本发明作为其他的实施方式,提供合适地用于前述第2发明的含高金属粉末的铝复合体的制造方法的下述预制件的制作方法。

[0046] [8]一种预制件的制作方法,其特征在于,其用于得到在使熔融了的铝或铝合金以非加压方式渗透而得到含高金属粉末的铝复合体金属时使用的金属粉末的含有率高的金属粉末成型体(预制件),

[0047] 从平均粒径为 $1\mu\text{m}$ 以上且 $200\mu\text{m}$ 以下的金属粉末材料(其中除了Mg粉末、AlMg粉末、ZnMg粉末、ZnAl粉末和 Mg_2Si 粉末的各粉末材料之外)选择平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料作为预制件用的金属原料,所述平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料至少含有平均粒径为 $10\mu\text{m}$ 以下的金属粉末A和平均粒径为 $40\mu\text{m}$ 以上的金属粉末B,以质量基准计,在金属粉末的总量中至少含有3%的前述金属粉末A、并且含有50%以上的前述金属粉末B,相对于该金属原料100质量份,以 $0.2\sim 5$ 质量份的范围内的量添加选自由Mg粉末、AlMg粉末、ZnMg粉末、ZnAl粉末和 Mg_2Si 粉末组成的组中的1种以上粉末,进一步添加混合有机无机粘结剂,得到混合物,使用所得到的混合物成形,并且将所得到的成形物在 500°C 以下的温度下焙烧,得到前述金属原料的含有率(体积率)为 $55\text{v}\%$ 以上的金属粉末成型体。

[0048] 特别是上述有机无机粘结剂可以为液态的或形成液态的状态的、选自由有机硅树脂、Si醇盐和Al醇盐组成的组中的至少任意一种。

[0049] 另外,本发明,作为其他的实施方式,提供下述的含高金属粉末的铝复合体。

[0050] [9]一种含高金属粉末的铝复合体,其特征在于,其为气孔等内部缺陷极少的含高金属粉末的铝复合体,其通过上述[1]、[3]~[6]中任一项所述的利用高压浸渗的含高金属粉末的铝复合体的制造方法得到。

[0051] [10]一种含高金属粉末的铝复合体,其特征在于,其为接近于产品形状的近终方式的含高金属粉末的铝复合体,其通过上述[2]~[6]中任一项所述的利用非加压渗透的含高金属粉末的铝复合体的制造方法得到。

[0052] 发明的效果

[0053] 根据本发明,例如在以硅、硅铝合金、铁、钛、铜、镍和硅铁合金等粉末为代表的金属粉末的成型体(预制件)的制作中,可以根据目标性能将金属粉末的体积填充率提高到 $55\text{v}\%$ 以上,并且可以实现使所得到的预制件内部缺陷极少、均匀。其结果,根据本发明,提供使Al合金等高压浸渗或非加压渗透到该预制件的情况下,均可以得到龟裂、缺陷的产生降低、金属的体积含有率高、高品质的含高金属粉末的铝复合体的优异的含高金属粉末的铝复合体的制造方法。另外,根据本发明,气孔等内部缺陷极少的高品质的含高金属粉末的铝复合体的提供得到实现。这些复合体例如可以作为半导体、液晶制造装置、电子显微镜、光通信用封装等中的真空部件利用。另外,根据本发明,也能够制造接近于产品形状的近终

方式的含高金属粉末的铝复合体,因此能够实现此后成为必要的机械加工工序和该工序所花费的成本的降低、进而复合体大型化,所以例如作为机械臂、形状测定装置基座、XY工作台等大型结构部件的使用值得期待。

附图说明

[0054] 图1(A)为用于说明第1本发明的含高金属粉末的铝复合体的制造方法中利用的使A1合金等的熔液加压渗透到预制件的加压渗透法的步骤的示意图。为表示向装填有预制件1的高压浸渗用压力机的框型·金属模3内浇注A1合金等2的熔液的样子示意图。

[0055] 图1(B)为说明在通过图1(A)的操作得到的装填有预制件1和A1合金等2的熔液的状态的框型·金属模3的开口设置了冲压冲头的状态的示意图。

[0056] 图1(C)为表示对图1(B)的状态的框型·金属模3内的熔液施加载荷(高压)、使A1合金等2的熔液浸渗到预制件1的样子示意图。

[0057] 图2(A)为用于说明第2本发明的含高金属粉末的铝复合体的制造方法中进行的利用非加压渗透法、使A1合金等的熔液利用毛细现象渗透、浸渗到预制件的样子示意图。为表示装填到碳制的容器5内的预制件1和A1合金等2的配置状态的示意图。

[0058] 图2(B)为表示碳制的容器5内的A1合金等2形成熔液、该熔液以非加压方式渗透到支承预制件1的渗透道4的样子示意图。

[0059] 图2(C)为表示A1合金等2的熔液借由支承预制件1的渗透道4以非加压方式渗透到碳制的容器5内的预制件1的样子示意图。

[0060] 图2(D)为表示A1合金等2的熔液以非加压方式渗透到碳制的容器5内的预制件1整体之后的样子示意图。

具体实施方式

[0061] 以下列举出优选实施方式对本发明进行说明。本发明不被这些实施方式限定。

[0062] [金属粉末成型体(预制件)的制作]

[0063] 鉴于上述现有技术,本发明人等对金属的体积含有率高、内部缺陷少的均匀的可以期待用于各种用途的含高金属粉末的铝复合体的制造方法进行了深入研究。其结果得到确立可以简便地制作金属的体积含有率高、并且内部空隙少的金属粉末成型体(预制件)的方法是重要的结论。并且本发明人等首先发现了,为了得到成为最终得到的复合体材料的缺陷的原因的空隙少的金属制的预制件,使用平均粒径互不相同的金属粉末2种或3种以上组合混合而成的材料是有效的,而并非将粒径相同的组的金属粉体作为材料。即,若如此构成则在平均粒径大的颗粒之间进入平均粒径小的细的颗粒,其结果可知得到本发明的效果。本发明中,选定平均粒径互不相同的金属粉末2种以上,使用将它们混合而成的混合物作为预制件用的金属原料。

[0064] (金属粉末材料)

[0065] 本发明中,作为用于制作预制件的金属粉体材料,使用平均粒径为 $1\mu\text{m}$ 以上且 $200\mu\text{m}$ 以下的范围内的材料。优选使用 $3\mu\text{m}$ 以上且 $180\mu\text{m}$ 以下的范围内、更优选 $3\mu\text{m}$ 以上且 $100\mu\text{m}$ 以下的范围内的金属粉末。构成本发明的预制件需要通过从具有这种范围内的平均粒径的金属粉末之中选择平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末来混合而成的混合物制作。仅

利用平均粒径小于 $1\mu\text{m}$ 的材料时,颗粒过细而金属粉末的表面氧化相增多,作为金属粉末的性能有可能降低。另一方面,若所使用的金属粉末仅超过 $200\mu\text{m}$ 则粒径过大而用于进行压制成形、CIP成形、沉降成形等的颗粒填充性变差,不优选。

[0066] 本发明中,选择用于制作预制件的平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料的情况下,优选使用大的粒径的金属粉末和小的粒径的金属粉末组合而成的混合物。例如优选至少含有平均粒径为 $10\mu\text{m}$ 以下的金属粉末A和平均粒径为 $40\mu\text{m}$ 以上的金属粉末B,以质量基准计,在金属粉末的总量中至少含有3%的前述金属粉末A、并且含有50%以上的前述金属粉末B。

[0067] 例如将平均粒径互不相同的 $45\mu\text{m}$ 、 $5\mu\text{m}$ 的硅粉末分别单独压制成形的情况下,其体积填充率($v\%:V_f$)分别为47%、52%。根据本发明人等的研究,将 $45\mu\text{m}$ 、 $5\mu\text{m}$ 的各硅粉末以质量基准计70:30的比率混合,使用该混合物进行压制成形等,由此最终可以得到 $V_f=73v\%$ 的成形体。同样地将 $70\mu\text{m}$ 、 $25\mu\text{m}$ 、 $5\mu\text{m}$ 的硅粉末以质量基准计70:25:5的比率混合,使用该混合物进行压制成形等,由此可以得到 $V_f=78v\%$ (体积%)的硅成形体。

[0068] 硅粉末等金属粉末由于根据其平均粒径、颗粒形状、粒度分布等而填充率变化,因此作为得到所希望的高的体积填充率($v\%$)的方法,例如也存在以加入到碳制容器等、尽可能形成高填充率的方式,以精心施加振动、尽可能没有空隙的方式形成所装入的填充物的方法。但是,根据本发明人等的研究可知,使用这种利用振动的方法时,不易得到金属粉末原料的含有率为 $55v\%$ 以上的填充物,另外即使得到,在此后使Al合金等的熔液高压浸渗到填充物的情况下,也会产生龟裂或者产生条纹状的缺陷,而不能得到高品质的含高金属粉末的铝复合体。

[0069] 本发明人等由上述发现进行深入研究,结果发现以下内容。使用平均粒径互不相同的金属粉末材料2种以上配混得到混合粉末,采用压制成形、CIP成形、沉降法等成形方法,尽可能没有间隙地装入金属粉末来将所得到的混合粉末成形,由此能够制作金属原料的含有率为 $55v\%$ 以上的更高填充率、且即使高压浸渗Al合金等的熔液的情况下也能够耐受的牢固的预制件。进而发现,由于预制件的强度进一步提高,向如上所述构成的金属粉末的混合物添加混合有机无机粘结剂得到混合物、将由所得到的混合物形成的成形物在 300°C 以上且 800°C 以下的温度下焙烧是有效的。对于这些点的详细内容如后文所述。

[0070] 另外,本发明人等对能够在非加压下使Al合金等的熔液渗透的金属粉末原料的含有率为 $55v\%$ 以上的预制件的制作进行了深入研究。其结果可知,使用以质量基准计,相对于金属粉末材料100质量份添加选自金属Mg粉末、Al-Mg系合金粉末、Zn-Mg系合金粉末和Zn-Al系合金粉末等镁系合金、镁的含量高的 Mg_2Si 粉末等化合物中的1种以上粉末(也将它们称为含Mg成分的金属粉末等,另外也有时作为Mg成分进行说明)0.2~5质量份而成的混合物是有效的。并且发现,向该混合物添加特有的有机无机粘结剂、将由它们的混合物形成的成形物在 500°C 以下的温度下焙烧得到预制件、使用该预制件,由此可以使Al合金等的熔液以非加压方式、良好的状态渗透,得到高品质的含高金属粉末的铝复合体。即,例如存在于预制件中的Mg成分在后述的进行非加压渗透时的氮气气氛内生成 Mg_3N_2 ,另外通过Mg的铝热剂反应将金属粉末表面的金属氧化物还原金属化,改善金属粉末与Al合金等的熔液的润湿性。认为通过构成本发明的这些Mg成分的功能,可以实现在非加压下以良好的状态使Al合金等的熔液渗透到所制作的预制件内。

[0071] 上述列举出的含Mg成分的金属粉末等优选使用平均粒径为 $0.5\mu\text{m}$ 以上且 $150\mu\text{m}$ 以下的粉末。对于超过 $150\mu\text{m}$ 的粉末而言,过粗而有可能不能与先前所述的金属粉末材料均匀混合,因此不优选。进而,若粒径粗则Mg成分的表面积减小,预制件内含有的Mg与气氛内的氮气反应而被氮化后的 Mg_3N_2 的生成量减少。在此若 Mg_3N_2 的生成量少则Al合金等向预制件的渗透速度变慢,因此不优选。另一方面,Mg成分越细则表面积越大,容易被空气中的氧氧化而形成 MgO ,Mg量减少,因此不优选。因此,优选使用平均粒径为 $0.5\mu\text{m}$ 以上的含Mg成分的金属粉末等。另外,平均粒径超过 $150\mu\text{m}$ 时,整体的表面积减小,如先前所述那样 Mg_3N_2 的生成量减少,因此不优选。

[0072] 作为含Mg成分的金属粉末等的添加混合量,以质量基准计,相对于金属粉末100质量份,按Mg换算,在 $0.2\sim 5$ 质量份的范围内使用。更优选在 $0.5\sim 5$ 质量份的范围内使用。若含Mg成分的金属粉末等的量少、小于 0.2 质量份,则 Mg_3N_2 的生成量减少,不能充分促进Al合金等的熔液的渗透速度,因此不优选。另一方面,若含Mg成分的金属粉末等的量超过 5 质量份则利用这些原料制作的预制件中的Mg成分的分布状态局部增多,起因于此而所渗透的Al合金等的量有可能变得不均匀,因此不优选。使用先前列举出那样的Mg系合金、含Mg的化合物的情况下,若换算为它们之中含有的Mg来确定混合量即可。

[0073] 作为本发明中使用的金属粉末,没有特别限定,可列举出例如以硅粉末、硅铝合金粉末、硅铁合金粉末、铁或铁系粉末、钛粉末、镍或镍系粉末等作为代表的金属粉末。如先前所述那样,为了在非加压下以良好的状态使Al合金等的熔液浸渗到预制件内,优选在预制件内存在Mg成分。因此,制作非加压渗透中使用的预制件时的混合物,除了上述列举出的金属粉末之外,还需要以 $0.2\sim 5$ 质量份的范围内的量添加1种以上的含Mg成分的金属粉末等,进而将成形物在 500°C 以下的温度下焙烧。因此制作非加压渗透中使用的预制件时,作为平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料,需要不使用含Mg成分的金属粉末等中的任意一种。

[0074] 相对于上述,预制件用于高压浸渗的情况下,作为制作预制件时的平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料,可以使用含Mg成分的金属粉末等。需要说明的是,这种情况下,将混合物成形而成的成形物在 300°C 以上且 800°C 以下的温度下焙烧而制作预制件,因此在超过 500°C 的温度下焙烧的情况下,含Mg成分的金属粉末等中的例如Mg被氧化而形成 MgO ,在预制件内不存在在非加压渗透时重要的Mg成分。另外,在超过 800°C 的温度下,产生金属粉末被氧化、损害金属本来的性质。

[0075] (有机无机粘结剂)

[0076] 由于使Al合金等的熔液在高压下浸渗或以非加压方式渗透到预制件内,所使用的预制件需要用于耐受由于Al合金等的熔液的浸渗/渗透所产生的应力的强度。本发明的第1发明中,需要高压浸渗Al合金等的熔液,具体而言,以数十MPa浸渗熔融Al合金等,因此特别是对于此时使用的预制件,能够耐受高压的更高的强度成为必要。另外,即使以非加压渗透方式使熔融Al合金等渗透到本发明的第2的发明的预制件的情况下,也会在Al合金等的熔液与预制件接触的面产生应力。根据本发明人等的研究,若Al合金等的熔液在高压下或以非加压方式渗透到单纯利用振动等方法填充的金属粉末的填充相,则产生龟裂、缺陷。因此,使Al合金等的熔液利用任意一种方法浸渗/渗透的情况下,均希望以制作更牢固的预制件、使Al合金等浸渗到该预制件的方式构成。

[0077] 通常为了由陶瓷粉末等制作强度高的预制件、而得到陶瓷-A1合金等的复合体,需要向陶瓷添加混合胶态二氧化硅等无机粘结剂并成形、将所得到的成形体在约1000℃以上的温度下焙烧、而制作预制件。但是,本发明的复合体为金属粉末与A1合金等的复合体,不能利用上述现有技术。即,为了得到强度高的预制件,若将向金属粉末添加混合无机粘结剂而得到的成形体在1000℃的温度下焙烧,则金属粉末被氧化、损害作为金属的性能,因此不能采用以往方法。与此相对地,本发明中,通过如本发明中规定那样,向金属粉末添加混合有机无机粘结剂而得到成形体,由此利用300℃~800℃的低温度范围的焙烧就可以制作牢固的以高含有率含有金属粉末的预制件,其结果,得到本发明的显著效果。

[0078] 对于上述期望,本发明人等进行锐意开发,结果发现,使用向先前所述的平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料添加混合有机无机粘结剂而成的混合物,作为用于得到更牢固的预制件的手段是有效的。对其原委进行说明。

[0079] 为了使预制件牢固,希望利用先前说明的压制、CIP、沉降法等把金属粉末装得尽可能紧密并施加压力成形,并且向原料的金属混合粉末添加粘结剂。通常,作为陶瓷等的成形中使用的粘结剂,使用以聚乙烯醇(PVA)、聚乙烯醇缩丁醛(PVB)作为代表的有机物。但是,若使熔融了的A1合金等高压下浸渗或以非加压方式渗透到使用这些有机粘结剂制作的预制件,则产生气体,有可能阻碍A1合金等的浸渗。为了防止该问题,必须预先将预制件焙烧、将成为气体产生源的有机物焙烧去除。这意味着,PVA、PVB等有机粘结剂不能作为用于使焙烧后的预制件牢固的粘结剂发挥功能,因此不能使用。另一方面认为,向金属粉末材料添加胶态二氧化硅、胶体氧化铝等无机粘结剂,利用压制、CIP等成形后,进行焙烧而使预制件牢固。并且为了得到利用这些无机粘结剂表现出强度的预制件,需要将预制件在1000℃以上焙烧。但是,在该温度下焙烧的情况下,作为主要原料的金属粉末被氧化而损害作为金属的功能。因此,不能使用胶态二氧化硅、胶体氧化铝等通常的无机粘结剂。

[0080] 与上述相对地,本发明人等深入研究,结果发现,使用向2种以上的金属粉末材料添加混合有机无机粘结剂而成的混合物成形、将所得到的成形物根据熔融了的A1合金等的浸渗方法在特定的温度下焙烧、而制作预制件,由此可以得到A1合金等的熔液的加压或非加压方式的浸渗均能够以良好的状态实现的牢固的预制件。

[0081] 作为本发明中使用的有机无机粘结剂,可以使用有机硅树脂、具有Si-O-R(R:有机物)的化学结构的Si醇盐等硅有机衍生物、或具有Al-O-R(R:有机物)的化学结构的铝醇盐等铝有机衍生物。根据本发明人等的研究,首先通过使用添加上述列举出的有机无机化合物作为粘结剂而成的金属粉体的混合物,可以在常温下制作牢固的成形物。接着,根据本发明人等的研究可知,然后将所得到的成形物在金属粉末不会被氧化的800℃以下的300℃以上且800℃以下的温度下焙烧而制作预制件,由此尽管前述成形物中的有机物成分被焙烧去除,焙烧后也得到牢固的金属粉末成型体(预制件)。本发明人等对于得到这种效果的理由,认为如下所述。首先,上述列举那样的有机无机化合物,若添加到金属粉末来成形,则常温下与通常的有机粘结剂同样地作为所谓的糊剂发挥强度。进而,若在300℃以上加热则有机无机化合物的有机物成分被燃烧去除,有机无机化合物的结构中的无机物成分作为无机粘结剂发挥功能,因此使焙烧后得到的预制件牢固。即,通过在300℃以上的温度下焙烧,将前述成形物中的有机物成分去除,并且无机物成分作为无机粘结剂发挥功能,其结果,可以得到金属原料的含有率(体积率)为55v%以上的金属粉末成型体。以下对通过使用有机无

机粘结剂而得到的效果进行更具体说明。

[0082] 如先前所述那样,通常的胶态二氧化硅、胶体氧化铝等无机粘结剂若在1000℃以上的温度下不会焙烧,则不能对预制件的强度的表现做出贡献。另一方面,本发明中使用的有机无机粘结剂在经过焙烧的情况下,在300℃以上的焙烧温度下将有机物成分焙烧去除,焙烧后残留的SiO₂成分、Al₂O₃成分等仍然以无定形(amorphous)状态与金属粉末结合。因此,例如即使在300℃左右的低的温度下,焙烧后的预制件也表现出强度。另外,根据本发明人等的研究,即使在800℃以下的高的温度下焙烧的情况下,金属粉末也不会被氧化,因此可以制造充分牢固的预制件。另外,上述列举那样的有机无机粘结剂由于在300℃的温度下将有机物成分分解去除,因此在Al合金等的熔液的浸渗时,没有由于有机物所导致的有机气体的产生也为优点。得到上述效果的理由认为如下所述。即认为,本发明中使用的有机无机粘结剂的、例如Si醇盐等由于其分子结构为Si-O-R(R:有机物),因此与通常的有机粘结剂相比,即使在300~800℃的温度下,有机物成分也不易碳化残留,有机物成分容易被燃烧去除,因此在焙烧后的成形体中作为SiO₂的无机粘结剂发挥功能,其结果,所得到的预制件发挥强度。另外,需要在本发明中使用的无机有机粘结剂由于可以在乙醇、IPA、甲苯等有机性溶剂中使用,因此也具有由于金属粉末与水的反应所导致的劣化得到抑制这种优点。

[0083] 如上所述那样,本发明的第1发明和第2发明中的任意一种情况下,均在比较低的温度下将有机物成分分解去除、而得到牢固的预制件。如下所述那样,这成为对于在高压或非加压下使Al合金等的熔液以良好的状态浸渗到所得到的预制件而言重要的要素。本发明的第1发明中进行的高压浸渗的情况下,具体而言,将预制件在800℃以下的温度下预热后,使700℃~800℃的温度的Al合金等的熔液在高压下浸渗到该预制件。构成本发明的预制件即使对于这种高的温度的熔液也可以发挥充分的强度。进而使用特有的预制件的本发明中,由于没有不易由预制件内部去除的产生气体,因此Al合金等的熔液可以浸渗至内部。

[0084] 另一方面,本发明的第2发明中进行的非加压渗透的情况下,使用如下所述制作的预制件。如先前所述那样,第2发明中,以将含Mg成分的金属粉末等规定量混合到预制件内的方式构成。这些含Mg成分的金属粉末等例如若为金属Mg粉末、含Mg的合金粉末则超过500℃时被氧化为MgO,因此需要将预制件在500℃以下的温度下焙烧。另外,根据本发明人等的研究,除了将预制件在500℃以下的低的温度下焙烧之外,还在将金属粉末材料混合而得到成形物时添加先前说明的有机无机粘结剂所希望的数量,由此可以制造将成形物焙烧的情况下含Mg成分的金属粉末等不会被氧化、并且使Al合金等的熔液非加压渗透时不会走样的牢固的预制件。

[0085] 本发明中使用的有机无机粘结剂为固体状的情况下,可以溶解于乙醇、IPA等有机溶剂来添加。另外,液态的情况下,可以直接或利用乙醇、IPA等有机溶剂稀释来添加。可以容易将金属粉末原料和有机无机粘结剂混合的方式适量添加乙醇、IPA等有机溶剂来混合。本发明中使用的有机无机粘结剂,优选将其添加量换算为SiO₂、Al₂O₃,以相对于金属粉末原料100质量份、例如成为0.3~5.0质量份左右的范围添加、混合。若为少于上述范围的添加量则有可能过少而不能充分得到所希望的预制件的强度。多于上述范围内的添加量的情况下,最终得到的铝复合体的SiO₂、Al₂O₃等无机物量多,有可能得不到本发明目标的金属含有率高的含高金属粉末的铝复合体,产品的性能降低,因此不优选。

[0086] (成形物的制造方法)

[0087] 本发明中,选择平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料作为预制件用的金属原料,向该金属原料添加混合上述列举那样的有机无机粘结剂得到混合物,使用所得到的混合物成形而得到成形物,将所得到的成形物在特定的温度下焙烧,由此制作强度高的预制件。具体而言,将在平均粒径互不相同的2种以上的金属粉末材料混合上述那样的有机无机粘结剂而成的金属粉末混合物成形而得到成形物。

[0088] 成形物的成形方法没有特别限定,可列举出例如下述方法。可列举出将金属粉末混合物干燥,进行压制成形、CIP等干式成形而得到成形体的方法;使用有机溶剂将金属粉末混合物形成浆料状,进行振动沉降成形、利用石膏模进行浇铸成形而得到成形体的方法等。将金属粉末混合物形成浆料状的情况下,优选降低水的用量、利用有机溶剂制成浆料。这是由于,若水分多则有可能金属粉末与水反应、金属粉末变化为氢氧化物等而劣化。例如金属粉末为硅粉末的情况下,进行下述反应,硅有可能劣化。



[0090] 另外,金属粉末为钛粉末的情况下,也进行下述反应,钛有可能劣化。即,由于 $\text{Ti} + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{TiO}_2 + 2\text{H}_2$ 的反应而钛形成氧化物。其他金属粉末的情况下也与水反应而形成氧化物,因此基本上不优选使用水。为了抑制这种问题,使用醇等有机溶剂、或使用水和醇等亲水性的有机溶剂的混合溶剂。这种情况下,为了抑制上述反应,也优选减少混合溶剂中的水分量。根据本发明人等的研究,若相对于有机溶剂100质量份、水分为30质量份以下则不会产生上述那样的反应。

[0091] 将金属粉末混合物干燥,进行压制成形、CIP等干式成形,由此得到成形物的情况下,不会产生上述那样的问题。通过利用作为得到粉末材料的成形物的方法通用的压制成形,可以容易地得到本发明中所希望的成形物。另外,通过利用CIP成形,可以使所得到的成形体的密度均匀化,因此也优选利用CIP成形得到成形物。例如利用压制成形进行预成形、然后进行CIP成形也为优选的方法。

[0092] (成形物的焙烧)

[0093] 本发明中,将如上所述得到的成形物焙烧(煅烧)、得到金属含有率高的金属粉末成型体(预制件)。这种情况下,使Al合金等的熔液在10MPa~200MPa的高压下浸渗到预制件时,在300℃以上且800℃以下的温度下焙烧。另外,使Al合金等的熔液以非加压方式渗透到预制件时,在500℃以下的温度、例如300℃以上且500℃以下的温度下焙烧。首先通过将成形物在上述温度下焙烧,将源自成形物中含有的有机无机粘结剂等有机物成分去除。若在成形物残留有机物成分,则使Al合金等渗透到成形物时,高温的Al合金等的熔液与有机物成分接触而产生气体,Al合金等的渗透有可能受到阻碍,因此需要通过焙烧将有机物成分去除。

[0094] 进而,通过将成形物在上述温度下焙烧而制作预制件,在本发明本来的目标的使熔解了的Al合金等在高压或非加压中的任意一种条件下浸渗到预制件的情况下,均能够提供充分的强度。另外,如先前所述那样,若通过本发明、可以制造接近于产品形状的近终方式的含高金属粉末的铝复合体,则可以大幅降低加工成本,是非常有用的。为了达成这种目的,在使熔解了的Al合金等浸渗之前,需要使预制件具有能够进行机械加工的强度,为了实现这种目的,将成形物焙烧而制作预制件也是重要的。

[0095] 得到金属含有率高的金属粉末成型体(预制件)时的温度条件根据作为此后的工

序中的使熔融了的Al合金等浸渗到预制件时的方法、进行高压浸渗或进行非加压渗透而不同。得到供于高压浸渗的预制件的情况下，使Al合金等的熔液在10MPa~100MPa左右的比较大的压力下浸渗，因此所使用的预制件需要耐受此的强度。但是，根据本发明人等的研究，若焙烧温度过高则作为预制件的原料的金属粉末氧化，因此为了抑制氧化，需要在800℃以下的温度下焙烧。另外，为了将源自添加到金属粉末的有机无机粘结剂等的有机物成分充分去除，需要在300℃以上的温度下焙烧。根据本发明人等的研究，得到供于高压浸渗的预制件的情况下，优选在超过500℃且800℃以下的温度下焙烧。更优选可以在700℃以上且800℃以下的温度下焙烧。

[0096] 根据本发明人等的研究，得到供于非加压渗透的预制件的情况下，由于非加压渗透而在预制件与Al合金等的熔液接触的部分产生应力，因此需要能够耐受此的预制件强度。因此，与供于高压浸渗的预制件同样地通过进行焙烧，去除成形物中的有机物成分、改善所得到的预制件强度。但是，非加压渗透的情况下，如先前说明那样，为了在非加压下使Al合金等的熔液以良好的状态渗透，需要供于渗透的预制件为添加有先前说明的Mg金属粉末等含Mg成分的金属粉末等的状态。与此相对地，例如Mg金属粉末若超过500℃则与空气中的氧反应、形成MgO，非加压渗透所需要的Mg成分不足。因此，需要在焙烧温度500℃以下实施。根据本发明人等的研究，供于非加压渗透的情况下，通过300℃以上且450℃以下的温度下的焙烧，可以将有机物成分充分焙烧去除，并且能够使金属含有率高的预制件牢固到能够耐受非加压渗透。

[0097] [含高金属粉末的铝复合体的制作]

[0098] 接着对得到本发明的含高金属粉末的铝复合体时进行的铝等的浸渗工序进行说明。该工序中，使熔融了的Al合金等浸渗或渗透到通过上述说明的构成得到的金属含有率高、强度优异的预制件。以下分别对利用高压浸渗的方法和利用非加压渗透的方法进行说明。

[0099] (Al合金等向预制件的高压浸渗方法)

[0100] 图1(A)~图1(C)示意性地表示高压浸渗的概念图。如图1(A)所示那样，将金属含有率高的预制件1加热到300℃~800℃并装填到经过预热的压力机的框型·金属模3。使预制件1形成预热的状态来装填的理由在于，使Al合金等2的熔液高压浸渗到预制件1的情况下，若预制件1的温度低则在高压浸渗的中途，有可能产生Al合金等2冷却固化而不能浸渗至预制件1的内部，因此防止此问题。框型·金属模3同样地为了Al合金等2不会在浸渗中途冷却固化，可以利用燃烧器等加温(预热)到200~400℃。

[0101] 向如上所述装填有预制件1的框型·金属模3浇注以600℃~800℃熔融了的Al合金等2，如图1(B)及图1(C)所示那样，利用上冲头施加载荷进行冲压，各向同性地使Al合金等2的熔液浸渗到预制件1内。在冲压压力10MPa~200MPa下进行。小于10MPa时压力过低，而Al合金等2的熔液有可能没有浸渗到预制件1，因此不优选。可以在超过200MPa的更高压下浸渗，但是作为用于得到本发明的复合体的装置的能力，若得到上述范围的冲压压力则是充分的。将如此得到的冲压浸渗体冷却、将预制件周围的铝去除、而形成本发明目标的含高金属粉末的铝复合体。

[0102] (Al合金等向预制件的非加压渗透方法)

[0103] 图2(A)~图2(D)示意性地表示非加压渗透的阶段的概念图。首先如下述说明那样

配置含有Mg金属粉末等含Mg成分的金属粉末等的金属含有率高的预制件1、装填于可以确保氮气气氛的电炉(没有图示)。在预制件1的下部优选配置材料与预制件1相同的小片作为渗透道4。另外,将供于渗透的固体的Al合金等2不与预制件1接触地设置于附近。预制件1和Al合金等2以不与电炉内部的构件反应的方式、如图2(A)所示那样、在装入到碳制的容器5内的状态下装填于电炉内。

[0104] 将预制件1和固体的Al合金等2如上所述配置、装填于电炉内后,保持电炉内部的氮气气氛的同时缓慢升温,在700~900℃下保持2小时~5小时。期间,如图2(B)~图2(D)的示意图阶段性地所示那样,融化了的Al合金等2借由渗透道4以非加压方式渗透到预制件1,得到含高金属粉末的铝复合体。

[0105] 以下将含Mg成分的金属粉末等为Mg粉末的情况作为例子进行说明。通过上述构成的非加压渗透而得到优异的含高金属粉末的铝复合体的原理认为如下所述。认为是由于,Mg与氮气反应、生成 Mg_3N_2 、在预制件内析出,与Al合金等的润湿性改善,或者Mg产生铝热剂反应、将构成预制件的金属粉末的表面氧化物还原、而金属粉末与Al合金等的润湿性改善。如先前说明那样,现有技术中,进行下述方法:将压制成形等而得到的成形物不焙烧而用于非加压渗透,另外,使Al合金等非加压渗透的情况下,使用不含有Mg粉末的成形物,将其放置于含有镁蒸气的氮气气氛,使Al金属渗透。但是,根据本发明人等的研究,若为该方法则气氛中的Mg蒸气与氮气反应而在预制件的表面生成 Mg_3N_2 ,在该状态下Al合金等渗透,因此使铝浸渗到预制件整体需要长时间。另外,由于在预制件的表面没有均匀地生成 Mg_3N_2 ,因此Al合金等不均匀地渗透,有可能产生不会均匀地浸渗到预制件整体。

[0106] 根据本发明的技术,与上述的现有技术的情况不同,可以在预制件内均匀地混合Mg粉末,因此 Mg_3N_2 生成于预制件整体。因此,Al合金等的浸渗速度飞跃性变快的同时,可以均匀地浸渗到预制件整体。另外,利用非加压渗透的情况下,可以直接以预制件的形状使Al合金等渗透,因此具有可以以接近于产品形状的近终方式制造含高金属粉末的铝复合体这种可以降低二次加工的大的优点。

[0107] [实施例]

[0108] 以下列举出实施例和比较例对前述的一实施方式的具体例进行说明,但是本发明不被以下的实施例限定。文中,w%是指质量基准,v%是指体积基准。本说明书中的平均粒径为利用激光衍射式粒度分布测定器测定得到的值。

[0109] [实施例1](利用高压浸渗法)

[0110] 首先通过下述步骤制作金属含有率高的金属粉末成型体(预制件)。本实施例中,为了制作预制件,以下述配混将平均粒径不同的3种硅(silicon)粉末组合、搅拌混合来使用。具体而言,使用平均粒径为45 μ m的硅粉末1820g、平均粒径为25 μ m的硅粉末780g、和平均粒径为5 μ m的硅粉末100g配混而成的总计2700g的平均粒径互不相同的3种硅粉末的混合物。向该混合物添加按 SiO_2 换算含有硅成分(硅)40w%的作为有机无机粘结剂的硅酸乙酯130g,进一步利用搅拌机搅拌混合15分钟,得到本实施例中使用的混合粉体。

[0111] 将上述得到的混合粉末总量加入到内尺寸为200mm×200mm×150mm(深度)的压制金属模,以300kg/cm²总压120t进行压制成形。接着将所得到的压制成形品装入到电炉内,以升温速度50℃/hr升温至700℃,在该温度下保持3小时,然后冷却至室温,制作硅金属的预制件。测定该预制件的重量和外形尺寸,算出体积密度,结果为体积填充率(Vf)77%的

硅预制件。

[0112] 将上述得到的预制件利用电炉预热到500℃,将经过预热的预制件装填到用于进行高压浸渗的高压浸渗用压力机的利用燃烧器加热到250℃的300mmΦ×250mm深度的框型·金属模。向该框型·金属模加入以750℃熔解了的铝合金(AC4C)至该金属模之上20mm左右,从上侧将冲压冲头挤进到框型·金属模,在100MPa的压力下保持10分钟,使熔解了的铝高压浸渗到先前得到的硅预制件(参照图1(A)~图1(C))。

[0113] 冷却后,将前述预制件的周围的铝加工去除,取出硅-铝复合体的产品部。该产品部为没有小的孔(气孔)、龟裂,均匀地浸渗有铝的硅-铝复合体(以下也称为硅铝复合体)。由重量测定和外形尺寸测定算出体积密度,结果为硅78v%、铝合金22v%的硅铝复合体。

[0114] [实施例2](利用非加压渗透法)

[0115] 通过以下的步骤制作本实施例中使用的金属含有率高的金属粉末成型体(预制件)。向以成为与实施例1中使用的配混相同的配混的方式称取的平均粒径互不相同的3种硅粉末的总计2700g加入平均粒径为80μm的Mg粉末50g。进而向该混合物与实施例1同样地添加硅酸乙酯130g,利用搅拌机混合10分钟。

[0116] 将上述得到的混合粉末总量加入到内尺寸为200mm×200mm×150mm(深度)的压制金属模,以150kg/cm²总压60t进行压制成形。将其从金属模取下,将所得到的压制品装入到通常的空气气氛电炉,以升温速度50℃/hr升温至450℃,在该温度下保持3小时,然后冷却而制作预制件。与实施例1同样地算出体积密度,结果体积填充率(Vf)为73%。

[0117] 将上述得到的预制件以成为图2(A)~图2(D)中示意性地示出的“非加压渗透原理图”的方式配置于碳制的容器5内。具体而言,在上述预制件1之下以接地的状态放置4个利用与上述得到的预制件1相同的材质制造而成的30mm×30mm×30mm的尺寸的渗透道4,进而在预制件1的旁边配置2500g的固体的铝合金(AC4A)2。接着,将如上所述配置有预制件1等的碳制的容器5整体装入到氮气气氛炉,以50℃/hr升温,800℃下保持5小时后,进行冷却。

[0118] 冷却后,取下渗透道4,对浸渗后的预制件6的表面和内部进行加工、观察,结果确认为铝完全浸渗到预制件内的状态的硅铝复合体。通过由所得到的硅铝复合体的重量和外形的测定值算出的体积密度,该复合体为硅73v%、铝合金26v%且没有孔、龟裂的硅铝复合体。

[0119] [实施例3](利用高压浸渗法)

[0120] 通过以下的步骤制作本实施例中使用的金属含有率高的金属粉末成型体(预制件)。使用平均粒径为80μm的硅粉末1820g、平均粒径为25μm的硅粉末780g、和平均粒径为3μm的硅粉末100g配混而成的总计2700g的平均粒径互不相同的3种硅粉末的混合物。向该混合物加入以成为30w%的方式溶解有有机硅树脂(信越化学社制、商品名:KR-220L)的异丙醇溶液180g,利用搅拌机搅拌15分钟后,与实施例1同样地将总量装填到压制金属模,在与实施例1相同的条件下进行压制成形。接着将所得到的压制成形品装入到电炉内,以升温速度70℃/hr升温至750℃,在该温度下焙烧,得到体积填充率为78v%的预制件。需要说明的是,体积填充率与实施例1同样地得到。

[0121] 通过与实施例1中进行的条件和步骤相同的条件和步骤,利用高压浸渗用压力机向上述得到的预制件进行熔解了的铝合金的浸渗。冷却后,将周围的铝加工去除,取出产品部,进行其重量和外形测定,算出体积密度。其结果确认了所得到的复合体为硅78v%、铝合

金22v%且没有孔(气孔)、龟裂的硅铝复合体。

[0122] [实施例4] (利用非加压渗透法)

[0123] 通过以下的步骤制作本实施例中使用的金属含有率高的金属粉末成型体(预制件)。对通过与实施例2中进行的步骤相同的步骤制作的含有Mg粉末的形状为200mm×200mm×40mm的预制件,利用铣刀进行机械加工。具体而言,得到在上述得到的预制件均等配置有4个75mm×75mm×25mm(深度)的空腔的肋状结构的预制件。所得到的预制件为具有能够进行机械加工的强度的牢固的预制件。

[0124] 使用上述得到的预制件,与实施例2同样地由配置于碳制的容器内的预制件之下的渗透道进行铝合金(AC4A)的非加压渗透。接着与实施例2同样地进行,将渗透道去除,测定体积密度,结果确认了得到硅73v%、铝合金27v%且没有孔、龟裂的硅铝复合体。另外,在空腔内部没有铝合金的渗出,可以以仍然以预制件的形状以近终方式制造硅铝复合体。

[0125] [实施例5] (利用高压浸渗法)

[0126] 通过以下的步骤制作本实施例中使用的金属含有率高的金属粉末成型体(预制件)。向平均粒径为80 μ m的铁粉1400g和10 μ m的铁粉600g添加按SiO₂换算含有硅成分(硅)40w%的硅酸乙酯80g,搅拌混合15分钟。将该混合粉末加入到内尺寸为200mm×200mm×150mm(深度)的压制金属模,以150kg/cm²总压60t进行压制成形。接着将该压制成形品装入到电炉内,以升温速度50 $^{\circ}$ C/hr升温至700 $^{\circ}$ C,保持该温度3小时,然后冷却至室温,制作铁金属制的预制件。测定所得到的预制件的重量和外形尺寸,算出体积密度,结果为体积填充率(Vf)73%的铁粉末预制件。

[0127] 将上述得到的预制件利用电炉预热到500 $^{\circ}$ C,为了进行高压浸渗而装填到高压浸渗用压力机的利用燃烧器加热到250 $^{\circ}$ C的300mm Φ ×250mm深度的框型·金属模。向该框型·金属模加入以750 $^{\circ}$ C溶解了的铝合金(AC4C)至框型·金属模之上20mm左右,从上侧将冲压冲头挤进到框型·金属模,在100MPa的压力下保持10分钟,进行高压浸渗。

[0128] 冷却后,将周围的铝加工去除,取出铁铝合金复合体(以下也称为铁铝复合体)的产品部。该产品部为没有小的孔(气孔)、龟裂,铝均匀地浸渗到铁粉末制的预制件而成的铁铝复合体。由重量测定和外形尺寸测定算出体积密度,结果为铁73v%、铝合金27v%的铁铝复合体。

[0129] [比较例1] (不使用粘结剂、利用高压浸渗法)

[0130] 将与实施例1相同的配混和重量的硅混合粉末,不添加有机硅树脂、硅酸乙酯等粘结剂,而仍然以粉末方式加入到200mm×200mm×100mm的铁箱,将箱整体载置于振动机,施加20分钟振动进行填充。接着连该箱一起与实施例1同样地进行铝的高压浸渗,冷却后切出复合体。

[0131] 对所切出的复合体的加工面进行观察,结果发现很多条纹状的铝缺陷。认为这是由于,在高压浸渗中途,在金属粉末填充体产生龟裂,铝合金侵入到该龟裂。将没有龟裂的部分切出,算出体积密度,结果硅的填充率为62v%,与制作实施例1的预制件的情况相比硅的填充率低。上述结果示出,仅直接填充硅粉末的颗粒时,硅的填充率低,另外硅填充相的强度不充分,在高压浸渗铝熔液的中途,填充相破裂,产生铝侵入的缺陷。

[0132] [比较例2] (不使用粘结剂、通过压制成形而制作预制件)

[0133] 没有向与实施例1相同的配混和重量的硅混合粉末添加硅酸乙酯,使用该混合粉

未通过相同的步骤进行压制成形。但是,所得到的成形体的强度不足,从金属模取下时走样,不能制作能够用于复合体制造的预制件。由上述结果可知,使用硅混合粉末材料进行压制成形,必须向粉体材料中添加粘结剂。

[0134] [比较例3] (不使用粘结剂、通过沉降成形而制作预制件)

[0135] 使用与实施例3相同的配混和重量的硅混合粉末,不添加有机硅树脂、硅酸乙酯等粘结剂来制造浆料,使用该浆料进行沉降成型。将其干燥,结果所得到的成型体的强度不足,为若用手触摸则立即走样这样的脆弱的成型体。另外,将成型体的一部分与实施例1同样地升温加热到700℃,结果几乎没有强度,脆弱到立即走样的程度,当然不能用于高压浸渗、非加压渗透。

[0136] [比较例4] (使用有机物的粘结剂、通过压制成形和煅烧而制作预制件)

[0137] 对于实施例1的配混和重量的硅混合粉末,使用固体成分20w%的聚乙烯醇缩丁醛(以下简称为PVB)的乙醇溶液,相对于硅混合粉末,以PVB形成2w%的比率的方式添加后,利用与实施例1中进行的操作相同的操作,通过压制成形而制作成形体。将所得到的成形体在750℃下煅烧,结果脆弱到若触摸则走样的程度。认为其理由在于,PVB在常温下作为硅混合粉末的粘结剂发挥功能,但是由于煅烧而烧掉。由上述结果确认了,有机物的粘结剂可以用于压制成形品的形状保持,但是由于此后的工序的焙烧而不能保持预制件的强度。

[0138] [比较例5] (使用有机无机粘结剂、850℃下煅烧而制作预制件)

[0139] 向实施例1中使用的平均粒径互不相同的3种硅粉末的混合物添加相同量的有机无机粘结剂的硅酸乙酯,搅拌混合而制造硅混合粉末,使用相同量的硅混合粉末,利用与实施例1相同的方法进行压制成形。将所得到的压制成形品装入到电炉内,以升温速度50℃/hr升温至850℃,在该温度下保持3小时进行焙烧,然后冷却至室温而制作硅预制件。

[0140] 观察上述得到的焙烧体的表面,结果硅被氧化而形成SiO₂,变色得发白。另外,硅形成SiO₂、体积增加,因此在表面产生应力而生成微小的裂纹,不能得到没有缺陷的预制件。

[0141] [比较例6] (使用Mg粉末和有机无机粘结剂、在570℃下煅烧而制作预制件、利用非加压渗透法)

[0142] 向与实施例2中使用情况相同的平均粒径互不相同的3种硅粉末加入平均粒径为80μm的Mg粉末,向该混合物添加硅酸乙酯,利用搅拌机混合而得到混合物,使用所得到的混合物,与实施例2同样地进行压制成形,而得到压制品。接着将上述得到的压制成形品在570℃下焙烧脱脂3小时,制作预制件(焙烧体)。

[0143] 对上述得到的预制件(焙烧体),利用与实施例2相同的方法,通过铝合金的熔液尝试非加压渗透。但是,铝合金没有以非加压方式渗透到预制件(焙烧体)。认为其理由在于,由于570℃下的焙烧而添加到压制品内的Mg氧化、形成MgO,不能对非加压渗透做出贡献。

[0144] [比较例7~9] (单独使用各平均粒径的硅粉末制作预制件)

[0145] 分别单独使用实施例1中硅粉末的混合物中使用的平均粒径45μm、25μm、5μm的各硅粉末2700g,除此之外通过与实施例1相同的步骤进行压制成形,将压制成形品焙烧而制作预制件。接着对于所得到的单独使用45μm、25μm、5μm的各平均粒径的硅粉末而得到的预制件,与实施例1同样地算出体积填充率(Vf)。其结果,对于使用45μm的硅粉末时的预制件而言,填充率为50v%,对于使用25μm的硅粉末时的预制件而言,填充率为52v%,对于使用5

μm 的硅粉末时的预制件而言,填充率为53v%。如此单独使用各平均粒径的硅粉末而得到的任意一种预制件的情况下,与实施例的预制件的情况相比,确认了填充率均降低,可知为了制作高含有率的预制件,需要将平均粒径互不相同的硅等金属粉末混合来使用。

[0146] 表1中汇总示出实施例和比较例中进行的预制件的制造条件、和Al合金等的浸渗方法以及所得到的含高金属粉末的铝复合体的性状等。

[0147] 表1:实施例和比较例的制造条件和所得到的复合体材料的性状

[0148]

	混合粉体 粒径:量	成形 方法	粘结剂	预制件焙烧温 度和填充率	Al合金 浸渗法	复合体的性状
实施例 1	45:1820g 25: 780g 5: 100g	压制 120 t	硅酸乙酯	700°C 3 小时 Vf=77%	AC4C 750°C 100Mpa	Si=78%、Al=22% 没有孔、龟裂 硅铝复合体
实施例 2	45:1820g 25: 780g 5: 100g 80:Mg50g	压制 60 t	硅酸乙酯	450°C 3 小时 Vf=73%	AC4A 800°C 5 小时	Si=73%、Al=26% 没有孔、龟裂 硅铝复合体
实施例 3	80:1820g 25: 780g 3: 100g	压制 120 t	有机硅树脂 异丙醇溶液	750°C 3 小时 Vf=78%	AC4C 750°C 100Mpa	Si=78%、Al=22% 没有孔、龟裂 硅铝复合体
实施例 4	45:1820g 25: 780g 5: 100g 80:Mg50g	压制 60 t	硅酸乙酯	450°C 3 小时 通过机械加工 形成肋状结构	AC4A 800°C 5 小时	Si=73%、Al=27% 没有孔、龟裂 能够以近终方式制造 硅铝复合体
实施例 5	使用铁粉 80:1400g 10: 600g	压制 60 t	硅酸乙酯	700°C 3 小时	AC4C 750°C 100Mpa	Fe=73%、Al=27% 没有孔、龟裂 铁铝复合体
比较例 1	45:1820g 25: 780g 5: 100g	振动 填充	无	无	AC4C 750°C 100Mpa	Si=62% 存在龟裂 条纹状的 Al 缺陷
比较例 2	45:1820g 25: 780g 5: 100g	压制 120 t	无	不能制作	不可	不能制造
比较例 3	80:1820g 25: 780g 3: 100g	沉降 成形	无	脆弱且不能使 用的成形体	不可	不能制造
比较例 4	45:1820g 25: 780g 5: 100g	压制 120 t	添加 20%PVB 乙 醇溶液 2%	750°C下煨烧 脆弱走样	不可	不能制造
比较例 5	45:1820g 25: 780g 5: 100g	压制 120 t	硅酸乙酯	850°C 3 小时 变白 微细裂纹	预制件为缺陷 品	不能制造
比较例 6	45:1820g 25: 780g 5: 100g 80:Mg50g	压制 60 t	硅酸乙酯	570°C 3 小时	AC4A 800°C 5 小时	不能非加工渗透 Al 合金
比较例 7	45:2700g	压制 120 t	硅酸乙酯	700°C、3hr Vf=50%	不能制造	
比较例 8	25:2700g	压制 120 t	硅酸乙酯	700°C、3hr Vf=52%	不能制造	
比较例 9	5:2700g	压制 120 t	硅酸乙酯	700°C、3hr Vf=53%	不能制造	

[0149] 附图标记说明

[0150] 1:预制件

[0151] 2:Al合金等

[0152] 3:框型·金属模

[0153] 4:渗透道

[0154] 5:碳制的容器

[0155] 6:浸渗后的预制件

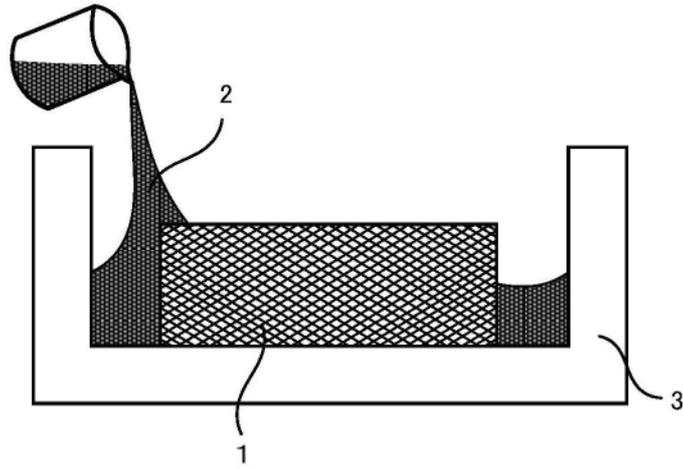


图1 (A)

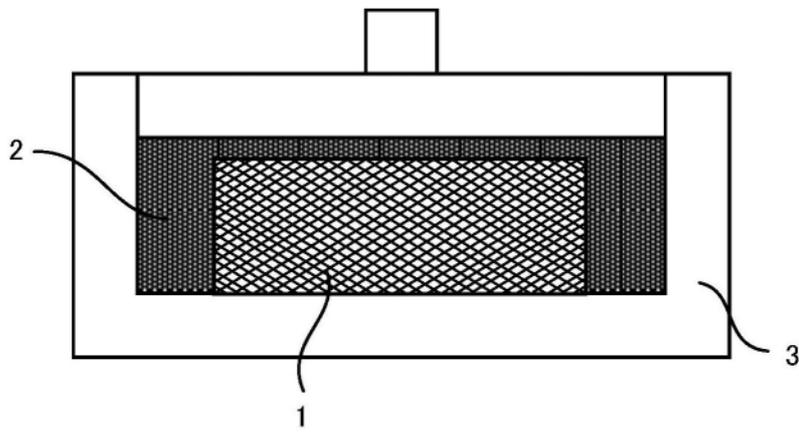


图1 (B)

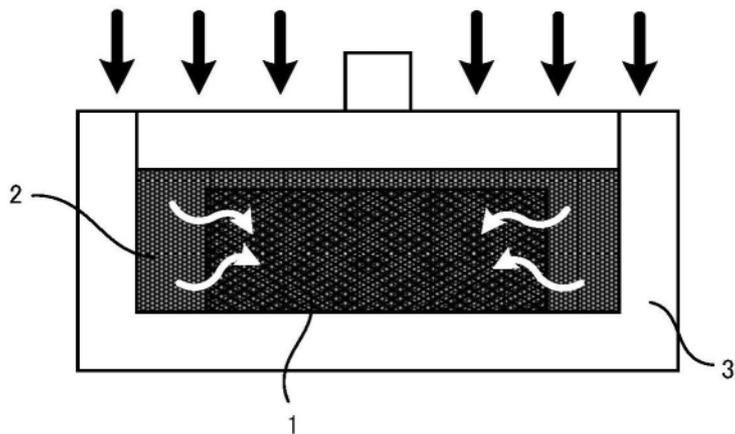


图1 (C)

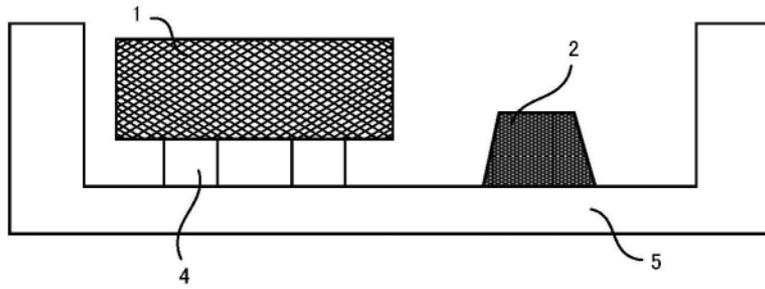


图2 (A)

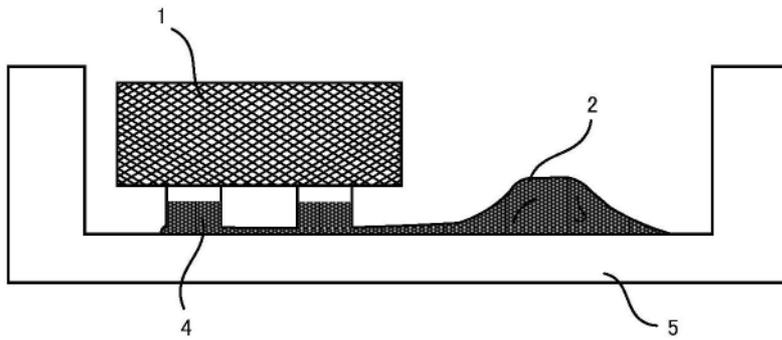


图2 (B)

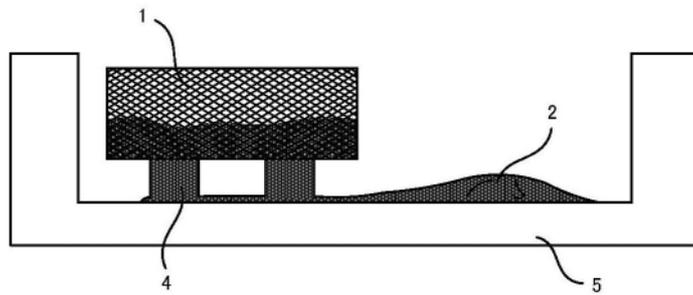


图2 (C)

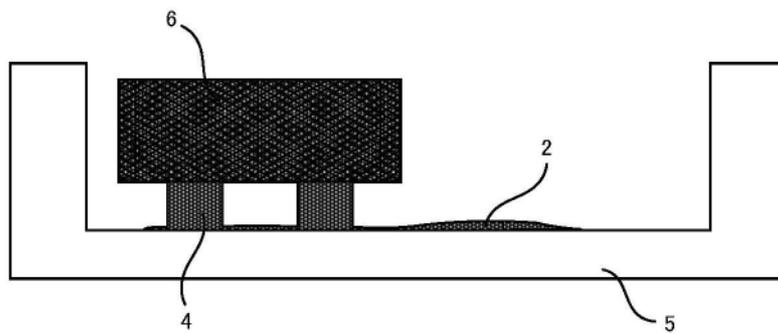


图2 (D)