

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2017-110262

(P2017-110262A)

(43) 公開日 平成29年6月22日(2017.6.22)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
C 2 2 C 30/02 (2006.01)	C 2 2 C 30/02	4 K O 1 8
B 2 2 F 1/00 (2006.01)	B 2 2 F 1/00 C	
C 2 2 C 21/12 (2006.01)	B 2 2 F 1/00 R	
C 2 2 F 1/04 (2006.01)	C 2 2 C 21/12	
	C 2 2 F 1/04 E	
審査請求 有 請求項の数 6 O L (全 13 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2015-245288 (P2015-245288)	(71) 出願人	000003207
(22) 出願日	平成27年12月16日 (2015.12.16)		トヨタ自動車株式会社
			愛知県豊田市トヨタ町1番地
		(71) 出願人	592032636
			学校法人トヨタ学園
			愛知県名古屋市中区久方2丁目12番地1
		(74) 代理人	100099759
			弁理士 青木 篤
		(74) 代理人	100092624
			弁理士 鶴田 準一
		(74) 代理人	100087413
			弁理士 古賀 哲次
		(74) 代理人	100123593
			弁理士 関根 宣夫
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】断熱材料及びその製造方法

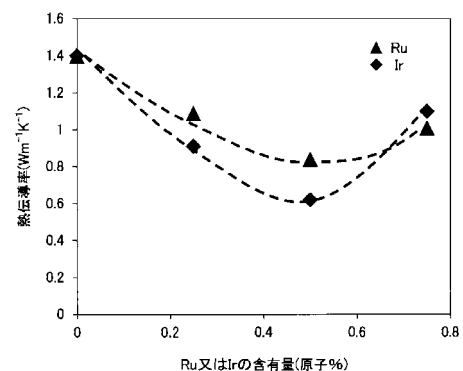
(57) 【要約】

【課題】少なくとも一部が準結晶相である合金を含有している断熱材料であって、その合金の熱伝導率を一層低減した断熱材料及びその製造方法を提供する。

【解決手段】Al-Cu-Fe系合金を含有している断熱材料であって、前記Al-Cu-Fe系合金の少なくとも一部が、準結晶相であり、前記Al-Cu-Fe系合金が、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及びAuからなる群より選ばれる1種以上の遷移元素を含有しており、かつ前記Al-Cu-Fe系合金全体を100原子%としたとき、前記遷移元素の合計が、0.25～0.75原子%である、断熱材料。

【選択図】図2

図2



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

Al - Cu - Fe 系合金を含有している断熱材料であって、
前記 Al - Cu - Fe 系合金の少なくとも一部が、準結晶相であり、
前記 Al - Cu - Fe 系合金が、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及び Au からなる群より選ばれる 1 種以上の遷移元素を含有しており、かつ
前記 Al - Cu - Fe 系合金全体を 100 原子%としたとき、前記遷移元素の合計が、
0.25 ~ 0.75 原子%である、
断熱材料。

【請求項 2】

前記 Al - Cu - Fe 系合金は、 $Al_a Cu_b Fe_c X_d$ (ただし、X は 1 種以上の上記遷移元素、 $20.0 \leq b \leq 28.0$ 、 $10.0 \leq c \leq 14.0$ 、 $0.25 \leq d \leq 0.75$ 、及び $a + b + c + d = 100$) で表される組成を有する、請求項 1 に記載の断熱材料。

【請求項 3】

上記 b が $23.5 \sim 26.0$ 、かつ上記 c が $11.7 \sim 13.0$ である、請求項 2 に記載の断熱材料。

【請求項 4】

請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の断熱材料の製造方法であって、
原材料粉末を秤量し、混合すること、及び、
非酸化性雰囲気中で、混合された前記原材料粉末を加熱して、前記原材料粉末に含まれる元素それぞれを、相互に固相拡散させること、
を有し、

前記原料粉末が、Al、Cu、及び Fe それぞれの金属又は合金粉末、並びに、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及び Au からなる群より選ばれる 1 種以上の遷移元素の金属又は合金粉末を含む、
方法。

【請求項 5】

前記原料粉末が、Al 粉末、Cu 粉末、及び Fe 粉末、並びに、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及び Au からなる群より選ばれる 1 種以上の遷移元素の金属粉末を含む、
請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

前記加熱温度が、 $550 \sim 800$ °C である、請求項 4 又は 5 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、断熱材料、少なくとも一部が準結晶相である合金を含有している断熱材料に関する。

【背景技術】

【0002】

断熱材料として用いることができる合金として、準結晶相を有する合金が注目されている。準結晶相とは、長距離秩序は有しているが、並進対称性はない相をいう。

【0003】

金属及び合金の電気伝導及び熱伝導は、結晶の周期性に由来している。しかし、準結晶相には完全な周期性がないため、準結晶相を有する合金は、電気伝導性及び熱伝導性が低い。

【0004】

特許文献 1 には、熱拡散性の低い耐火性酸化物と、80 体積%以上の準結晶相を有する合金とからなる熱障壁が開示されている。また、80 体積%以上の準結晶相を有する合金

10

20

30

40

50

として、 $Al_aCu_bFe_cY_eI_g$ 合金（ただし、 Y は、 V 、 Mo 、 Ti 、 Zr 、 Nb 、 Cr 、 Mn 、 Ru 、 Rh 、 Ni 、 Mg 、 W 、 Si 、及び希土類元素から選ばれる１種以上の元素であり、 I は不可避免的不純物であり、かつ、 $0 < g < 2$ 、 $1 < b < 30$ 、 $7 < c < 20$ 、 $0 < e < 10$ 、 $1 < c + e < 10$ 、及び $a + b + c + e + g = 100$ ）が開示されている。

【0005】

特許文献２には、準結晶合金薄膜が開示されている。また、準結晶合金として、 $Al_aCu_bFe_cX_dY_e$ 合金（ただし、 X は、 B 、 C 、 P 、 S 、 Ge 、及び Si から選ばれる１種以上であり、 Y は、 V 、 Mo 、 Ti 、 Zr 、 Nb 、 Cr 、 Mn 、 Co 、 Ru 、 Rh 、 Pd 、 Ni 、 La 、 Hf 、 Re 、 Y 、 W 、 Os 、 Ir 、 Pt 、 Ta 、及び希土類元素から選ばれる１種以上であり、かつ、 $1 < b < 30$ 、 $0 < c < 20$ 、 $0 < e < 20$ 、 $0 < d < 5$ 、 $2 < b + c + e < 45$ 、及び $a + b + c + d + e = 100$ ）が開示されている。

10

【0006】

非特許文献１には、 0.25 原子%の Re を含有しており、かつ準結晶相を有している、 $Al-Cu-Fe$ 系合金が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献１】特開平 7 - 3359 号公報

20

【特許文献２】特表平 11 - 503106 号公報

【非特許文献】

【0008】

【非特許文献１】竹内恒博、「固体物理の応用：準結晶の異常電子熱伝導度が生み出す巨大な熱整流効果」、固体物理、アグネ技術センター、2015年、Vol. 50、No. 1、p. 33 - 42

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

特許文献１に開示された合金は、熱障壁の材料として用いられており、最も要求される特性は、耐火性能である。

30

【0010】

特許文献２に開示された合金は、電気絶縁材料として用いられており、最も要求される特性は、電気絶縁性能である。

【0011】

非特許文献１に開示された合金は、従来の準結晶相を有する $Al-Cu-Fe$ 系合金と比較して、熱伝導率が低下しているが、その断熱性能は、依然として充分ではなかった。

【0012】

本発明者らは、特許文献１及び２並びに非特許文献１に開示される合金のいずれも、断熱材料として使用する場合には、断熱性能の向上のため、合金の熱伝導率を一層低減する必要がある、という課題を見出した。

40

【0013】

本発明は、上記課題を解決するためになされたものであり、少なくとも一部が準結晶相である合金を含有している断熱材料であって、その合金の熱伝導率を一層低減した断熱材料及びその製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0014】

本発明者らは、上記目的を達成すべく、鋭意検討を重ね、本発明を完成させた。本発明の要旨は、次のとおりである。

１ $Al-Cu-Fe$ 系合金を含有している断熱材料であって、

50

前記 Al - Cu - Fe 系合金の少なくとも一部が、準結晶相であり、

前記 Al - Cu - Fe 系合金が、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及び Au からなる群より選ばれる 1 種以上の遷移元素を含有しており、かつ

前記遷移元素の合計は、Al - Cu - Fe 系合金全体を 100 原子%としたとき、0.25 ~ 0.75 原子%である、

断熱材料。

2 前記 Al - Cu - Fe 系合金は、 $Al_a Cu_b Fe_c X_d$ (ただし、X は 1 種以上の上記遷移元素、 $20.0 \leq b \leq 28.0$ 、 $10.0 \leq c \leq 14.0$ 、 $0.25 \leq d \leq 0.75$ 、及び $a + b + c + d = 100$) で表される組成を有する、1 項に記載の断熱材料。

3 上記 b が 23.5 ~ 26.0、かつ上記 c が 11.7 ~ 13.0 である、2 項に記載の断熱材料。

4 1 ~ 3 項のいずれか一項に記載の断熱材料の製造方法であって、原材料粉末を秤量し、混合すること、及び、

非酸化性雰囲気中で、混合された前記原材料粉末を加熱して、前記原材料粉末に含まれる元素それぞれを、相互に固相拡散させること、を有し、

前記原料粉末が、Al、Cu、及び Fe それぞれの金属又は合金粉末、並びに、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及び Au からなる群より選ばれる 1 種以上の遷移元素の金属又は合金粉末を含む、方法。

5 前記原料粉末が、Al 粉末、Cu 粉末、及び Fe 粉末、並びに、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及び Au からなる群より選ばれる 1 種以上の遷移元素の金属粉末を含む、

4 に記載の方法。

6 前記加熱温度が、550 ~ 800 である、4 又は 5 項に記載の方法。

【発明の効果】

【0015】

本発明によれば、少なくとも一部が準結晶相である合金を含有している断熱材料であって、その合金の熱伝導率を一層低減した断熱材料及びその製造方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0016】

【図 1】Al - Cu - Fe の擬二元系状態図である。

【図 2】Al - Cu - Fe 系合金について、Ru 又は Ir の含有量と熱伝導率の関係を示すグラフである。

【図 3】実施例 1 ~ 3 及び参考例 1 の各試料の X 線回折結果を示す図である。

【図 4】図 3 における、回折角 2θ が $42.6 \sim 43.1$ 度の範囲を拡大した図である。

【図 5】図 4 で示した試料との比較のため、 $Al_{61.5} Cu_{26.5} Fe_{12}$ 及び $Al_{61.5} Cu_{26.5} Fe_{12-x} Re_x$ (ただし、x は、0.25、0.5、及び 0.75) の組成を有する合金の X 線回折結果を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0017】

以下、本発明に係る断熱材料及びその製造方法の実施形態を詳細に説明する。なお、以下に示す実施形態は、本発明を限定するものではない。

【0018】

先ず、本発明の断熱材料について説明する。

【0019】

本発明の断熱材料は、Al - Cu - Fe 系合金を含有している。本発明の断熱材料は、本発明の効果を損なわない範囲で、Al - Cu - Fe 系合金以外の断熱材料を含有しても

10

20

30

40

50

よい。

【0020】

(Al - Cu - Fe系合金)

Al - Cu - Fe系合金については、その少なくとも一部が準結晶相であれば、Al、Cu、及びFeそれぞれの含有量は特に限定されない。また、Al - Cu - Fe系合金は、不可避的不純物の他に、本発明の効果を損なわない範囲で、Al、Cu、及びFe、並びに、後述する遷移元素以外の付属元素を含有してもよい。このような付属元素としては、W、Re、及びTaが挙げられる。

【0021】

Al、Cu、及びFeの含有量は、状態図を参考にして決定してもよい。状態図は、平衡時における相の状態を示す。Al - Cu - Fe系合金は、非平衡時に発現する相を有してもよい。状態図によって決定した、Al、Cu、及びFeの含有量に拘束されることはない。

【0022】

図1は、Al - Cu - Feの擬二元系状態図である。図1は、Materials Science and Engineering, Volume 133, 15 March 1991, Pages 383 - 387から引用した。i相は準結晶相であり、相、相、及び相は結晶相であり、そして、L相及びLi_q相は液相である。

【0023】

図1を参考にすると、Al - Cu - Fe系合金は、 $Al_aCu_bFe_cX_d$ (ただし、 $20.0 \leq b \leq 28.0$ 、 $10.0 \leq c \leq 14.0$ 、 $0.25 \leq d \leq 0.75$ 、及び $a + b + c + d = 100$)で表される組成であってもよい。a、b、c及びdは、それぞれ、 $Al_aCu_bFe_cX_d$ を100としたときの原子%に相当する。Xは後述する遷移元素である。なお、 $Al_aCu_bFe_cX_d$ の純度は、 $Al_aCu_bFe_cX_d$ を100質量%としたとき、97.0質量%以上が好ましく、98.0質量%以上がより好ましく、99.5質量%以上がさらに好ましい。

【0024】

図1を参考にすると、 $20.0 \leq b \leq 28.0$ かつ $10.0 \leq c \leq 14.0$ のとき、Al - Cu - Fe系合金は、少なくとも一部にi相(準結晶相)を含有する。 $23.5 \leq b \leq 26.0$ かつ $11.7 \leq c \leq 13.0$ のとき、より多くのi相を含有する。

【0025】

(Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及びAuからなる群より選ばれる1種以上の遷移元素)

Al - Cu - Fe系合金は、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及びAuからなる群より選ばれる1種以上の遷移元素を含有する。そして、Al - Cu - Fe系合金全体を100原子%としたとき、これらの遷移元素の合計は、0.25 ~ 0.75原子%である。

【0026】

Al - Cu - Fe系合金の組成を、 $Al_aCu_bFe_cX_d$ で表したときには、Xを、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及びAuからなる群より選ばれる1種以上の遷移元素とする。

【0027】

図2は、Al - Cu - Fe系合金について、Ru又はIrの含有量と熱伝導率の関係を示すグラフである。

【0028】

一般的に、準結晶相を有する合金において、準結晶相の熱伝導率が、結晶相の熱伝導率よりも小さいことはよく知られている。例えば、Al - Cu - Fe系合金に関しては、室温において、i相(準結晶相)の熱伝導率は1.4 W/mKであり、相(結晶相)の熱伝導率は2.5 W/mKである。

【0029】

10

20

30

40

50

図2から分かるように、Al-Cu-Fe系合金中のIrの含有量が0.25%以上になると、Al-Cu-Fe系合金の熱伝導率は、i相の熱伝導率よりも低くなり始める。したがって、本発明の断熱材料におけるAl-Cu-Fe系合金中のIrの含有量は、0.25原子%以上とする。0.35原子%以上が、より好ましい。

【0030】

Irの含有量が約0.50原子%であると、Al-Cu-Fe系合金の熱伝導率は極小値を示す。この極小値を過ぎると、Irの含有量の増加に伴って、Al-Cu-Fe系合金の熱伝導率は増加する。そして、Irの含有量が0.75原子%になると、Al-Cu-Fe系合金の熱伝導率は、i相の熱伝導率と同等になる。したがって、本発明の断熱材料におけるAl-Cu-Fe系合金のIrの含有量は、0.75原子%以下とする。0.65原子%以下が、より好ましい。

10

【0031】

図2から分かるように、Ruについても、Irと同様である。理論に拘束されないが、このように熱伝導率が変化する理由については、次のことが考えられる。

【0032】

熱伝導にはフォノン（格子振動）の輸送が関与する。フォノンの輸送が多いほど、熱は伝わり易い。準結晶相は、結晶相と比べて、フォノンの輸送が少ないため、準結晶相を有する合金は、熱伝導率が小さい。

【0033】

Al-Cu-Fe系合金にIrが含有するようになると、Al-Cu-Fe系合金の結晶格子が収縮する。そして、結晶格子が収縮すると、低周波数のフォノンの輸送が抑制される。熱伝導に関与するフォノンの周波数は幅広いことが知られている。結晶格子が収縮することによって、低周波数のフォノンの輸送が抑制される分だけ、熱伝導に関与するフォノンの輸送が抑制されて、熱伝導が一層抑制される。すなわち、熱伝導率が低下する。一方、Al-Cu-Fe系合金中のIrが増加すると、Al-Cu-Fe系合金中で、準結晶相の維持が難しくなるため、熱伝導率が上昇する。

20

【0034】

このことを、図2で示した現象にあてはめると、次のようになる。Al-Cu-Fe系合金中のIrの含有量が0.25%になると、結晶格子の収縮が顕著になり、低周波数のフォノンの輸送が一層抑制される。その結果、Al-Cu-Fe系合金の熱伝導率の低下が、顕著に認められるようになる。

30

【0035】

Irの含有量が約0.50原子%になるまでは、結晶格子を収縮させることによる効果（熱伝導率を低下させる効果）の増加の方が、準結晶相の維持が難しくなることによる効果（熱伝導率を上昇させる効果）の増加よりも大きい。すなわち、Irの含有量が約0.50原子%になるまでは、結晶格子を収縮させることによる効果（熱伝導率を低下させる効果）と、準結晶相の維持が難しくなることによる効果（熱伝導率を上昇させる効果）との差は増加し続ける。そして、Irの含有量が約0.50原子%であるとき、この差は極大となる。

【0036】

40

さらにIrの含有量が増加すると、準結晶の維持が難しくなることによる効果（熱伝導率を上昇させる効果）が大きくなり、単結晶の維持が難しくなることによる効果（熱伝導率を上昇させる効果）と、結晶格子を収縮させる効果（熱伝導率を低下させる効果）との差が減少に転じる。そして、Irの含有量が0.75原子%になると、Irの含有量が0.25原子%のときと、熱伝導率が同等になる。すなわち、Irの含有量が0.75原子%以下であれば、準結晶の維持が難しくなることによる効果（熱伝導率を上昇させる効果）を打ち消して、結晶格子の収縮によって得られる顕著な効果（熱伝導率を低下させる効果）を享受できる。

【0037】

このような現象は、Irだけでなく、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Pt、及びAu

50

からなる群より選ばれる１種以上の遷移元素でも認められる。理論に拘束されないが、その理由については、次のことが考えられる。

【００３８】

Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及びAuは、いずれも、Feより、総電子数が多く、かつ重元素（原子量が大きい）である。各原子の原子量の合計が大きいほど、そして、各原子の総電子数の合計が多いほど、その原子間結合力は一層強固となる。また、Rh、Pd、Ag、Ir、Pt、及びAuは、最外殻電子の数がFeより多く、原子間結合力は、特に大きくなる。原子間結合力が一層強固になると、その原子間結合力によって、それらの原子で構成される結晶格子は収縮し易くなる。

【００３９】

また、準結晶相の維持も、原子間結合力と関係があると考えられる。これらのことから、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Pt、及びAuについても、Irと同様の効果を奏する。

【００４０】

原子間結合力は、Al - Cu - Fe系合金中におけるRu、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及びAuの含有量（原子％）に依存すると考えられる。Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及びAuからなる群より選ばれる遷移元素が２種以上の場合には、それらの原子の合計含有量（原子％）を、Ru単独の場合のRuの含有量（原子％）と同様にすればよい。

【００４１】

（製造方法）

次に、本発明の断熱材料の製造方法について説明する。

【００４２】

本発明の断熱材料の製造方法は、原材料粉末を秤量し、混合すること、及び、その混合された原材料粉末を加熱して、原材料粉末に含まれる元素それぞれを、相互に固相拡散させること、を有する。

【００４３】

（原材料粉末の秤量及び混合）

原材料粉末として、Al、Cu、及びFeそれぞれの金属又は合金の粉末、並びに、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及びAuからなる群より選ばれる１種以上の遷移元素の金属又は合金の粉末を準備する。

【００４４】

例えば、Al粉末、Cu粉末、及びFe粉末、並びに、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及びAuからなる群より選ばれる１種以上の遷移元素の金属粉末を準備する。

【００４５】

金属粉末に代えて合金粉末を準備する場合としては、例えば、Al粉末とCu粉末に代えて、Al - Cu合金粉末を準備する場合等がある。

【００４６】

原材料粉末の粒径は、原材料粉末に含まれる元素それぞれを、相互に固相拡散するのに支障がなければ、特に限定はされない。これらの原材料粉末の粒径は、例えば、 $0.5 \sim 100 \mu\text{m}$ であってよい。以下、特に断りがない限りは、粒径は、メジアン径の50％平均値とする。

【００４７】

原材料粉末が、Al粉末、Cu粉末、及びFe粉末、並びに、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及びAuからなる群より選ばれる遷移元素の金属粉末である場合、これらの粉末の粒径は、次のとおりであることが好ましい。

【００４８】

Al粉末の粒径は $1 \sim 5 \mu\text{m}$ であることが好ましい。Al粉末の粒径が $1 \mu\text{m}$ 以上であれば、僅かな酸素でAl粉末が酸化されることはない。 $2 \mu\text{m}$ 以上が、より好ましい。一

10

20

30

40

50

方、A l 粉末の粒径が 5 μ m 以下であれば、原材料粉末の加熱時に、A l が他の元素と速やかに相互に固相拡散し易い。4 μ m 以下が、より好ましい。固相拡散のための原材料粉末の加熱については、後述する。

【0049】

C u 粉末の粒径は 0.5 ~ 3 μ m であることが好ましい。C u 粉末の粒径が 0.5 μ m 以上であれば、僅かな酸素で C u 粉末が酸化されることはない。1 μ m 以上が、より好ましい。一方、C u 粉末の粒径が 3 μ m 以下であれば、原材料粉末の加熱時に、C u が他の元素と速やかに相互に固相拡散し易い。2 μ m 以下が、より好ましい。

【0050】

F e 粉末の粒径は 3 ~ 7 μ m とすることが好ましい。F e 粉末の粒径が 3 μ m 以上であれば、僅かな酸素で F e 粉末が酸化されることはない。4 μ m 以上が、より好ましい。一方、F e 粉末の粒径が 7 μ m 以下であれば、原材料粉末の加熱時に、F e が他の元素と相互に拡散しやすい。6 μ m 以下が、より好ましい。

10

【0051】

R u、R h、P d、A g、O s、I r、P t、及び A u からなる群より選ばれる遷移元素の金属粉末の粒径は、F e 粉末の粒径に準拠する。

【0052】

原材料粉末が合金粉末である場合、合金粉末の粒径は、その合金を構成する各元素の比率と、その各元素の金属粉末の粒径を参考にして、適宜決定すればよい。

【0053】

金属粉末を準備する場合、合金粉末を準備する場合、あるいは、金属粉末と合金粉末を組み合わせる準備する場合のいずれにおいても、A l - C u - F e 系合金が所望の組成になるように、各原材料粉末を秤量する。

20

【0054】

A l - C u - F e 系合金が、本発明の効果を損なわない範囲で、A l、C u、F e、R u、R h、P d、A g、O s、I r、P t、及び A u 以外の付属元素を含有する場合には、付属元素の原材料粉末を準備し、所定量を秤量する。付属元素の原材料粉末の粒径は、その酸化性と固体拡散のし易さで、適宜決めればよい。

【0055】

秤量された原材料粉末を、十分に混合する。この混合によって、得られる A l - C u - F e 系合金の組織が均一になる。合金粉末を用いる場合には、あらかじめ溶体化処理をしておくことが好ましい。これによって、合金粉末に偏析があった場合でも、得られる A l - C u - F e 系合金の組織を均一にすることができる。

30

【0056】

(原材料粉末の加熱)

非酸化性雰囲気中で、混合された原材料粉末を加熱し、原材料粉末に含まれる元素それぞれを、相互に固相拡散させる。

【0057】

加熱温度は、原材料粉末に含まれる元素それぞれを、相互に固相拡散できる温度であれば、特に限定されない。A l、C u、及び F e の融点が、それぞれ、660、1085、及び 1538 であることを参考にして、加熱温度を適宜決定すればよい。

40

【0058】

加熱温度は、550 ~ 800 であることが好ましい。加熱温度が 550 以上であれば、A l 粉末に C u が速やかに拡散して、A l - C u 合金粉末となるため、A l 粉末が溶融することはない。650 以上が、より好ましい。一方、加熱温度が 800 以下であれば、A l 粉末に C u が速やかに拡散して、A l - C u 合金粉末になる前に、A l 粉末が溶融することはない。750 以下が、より好ましい。

【0059】

原材料粉末の加熱は、非酸化雰囲気で行う。原材料粉末は、表面が酸化してしまうと、原材料粉末に含まれる元素それぞれを、相互に固相拡散させることができない。原材料粉

50

末のうち、A l 粉末は、特に酸化しやすい。A l 粉末の酸化を防止するためには、加熱雰囲気中の酸素濃度を、非常に低くしなければならない。そこで、加熱雰囲気は、還元性雰囲気であってもよい。

【0060】

非酸化性雰囲気としては、不活性ガス雰囲気、窒素ガス雰囲気、水素ガス雰囲気が挙げられる。不活性ガス及び/又は窒素ガスに、水素ガスを加えた混合ガス雰囲気でもよい。

【0061】

雰囲気圧力は、原材料粉末に含まれる元素それぞれを、相互に固相拡散させることができれば、特に限定はされないが、0.9～1.1気圧であることが好ましい。0.9気圧以上であれば、加熱容器中に空気が多量に侵入して、A l 粉末、C u 粉末、及びF e 粉末が酸化することはない。一方、1.1気圧以下であれば、加熱容器を耐圧容器とすることなく、原材料粉末を加熱することができる。

10

【0062】

加熱時間は、0.5～24時間であることが好ましい。各原材料粉末の粒径が上述したとおりであると、加熱時間が0.5～24時間であれば、原材料粉末に含まれる元素それぞれを、相互に固相拡散できる。

【0063】

(付加工程)

原材料粉末に含まれる元素それぞれを、相互に固相拡散すると、塊状の断熱材料が得られる。塊状の断熱材料は、そのまま使用されてもよい。あるいは、塊状の断熱材料を粉碎して断熱材料粉末にし、これを、金属板等に溶射してもよい。

20

【実施例】

【0064】

以下、本発明を実施例により、さらに具体的に説明する。なお、本発明は、以下の実施例で用いた条件に限定されるものではない。

【0065】

(試料の製作)

所望の組成になるように、A l 粉末、C u 粉末、F e 粉末、及びI r 粉末を秤量して混合し、容器に収納した。また、A l 粉末、C u 粉末、F e 粉末、及びR u 粉末を秤量して秤量し、別の容器に収納した。

30

【0066】

A l 粉末、C u 粉末、及びF e 粉末は、株式会社高純度化学研究所製を用いた。A l 粉末の粒径は3 μ m、C u 粉末の粒径は1 μ m、F e 粉末の粒径は5 μ mであった。A l 粉末、C u 粉末、及びF e 粉末の粒子の粒径は、メジアン径の50%平均値である。I r 粉末及びR u 粉末は、株式会社フルヤ金属製を用いた。I r 粉末及びR u 粉末は、目開きが100 μ mのふるいを用いて選別した。

【0067】

それぞれの容器の内部を、1気圧の水素雰囲気にし、原材料粉末を700℃で2時間にわたり加熱して、塊状の断熱材料とした。この塊状の断熱材料を粉碎し、断熱材料粉末を得た。

40

【0068】

(試料の評価)

作製した断熱材料粉末を、X線回折(XRD:X Ray Diffraction)分析した。また、断熱材料粉末を放電プラズマ焼結によってペレットを作製し、このペレットの熱伝導率測定した。放電プラズマ焼結の温度は、約700℃であった。

【0069】

熱伝導率測定の結果を表1に示す。表1には、A l - C u - F e 系合金の目標組成と、各原材料組成の配合割合(原子%)を併記した。

【0070】

【表 1】

表 1

	目標組成	原材料粉末配合量 (原子%)					熱伝導率 ($\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$)
		Al	Cu	Fe	Ru	Ir	
実施例 1	Al63Cu24.5Fe12.25Ir0.25	63.00	24.50	12.25	—	0.25	0.91
実施例 2	Al63Cu24.5Fe12Ir0.5	63.00	24.50	12.00	—	0.50	0.62
実施例 3	Al63Cu24.5Fe11.75Ir0.75	63.00	24.50	11.75	—	0.75	1.10
実施例 4	Al63Cu24.5Fe12.25Ru0.25	63.00	24.50	12.25	0.25	—	1.09
実施例 5	Al63Cu24.5Fe12Ru0.5	63.00	24.50	12.00	0.50	—	0.84
実施例 6	Al63Cu24.5Fe11.75Ru0.75	63.00	24.50	11.75	0.75	—	1.01
参考例 1	Al63Cu24.5Fe12.5	63.00	24.50	12.50	—	—	1.40

10

20

30

【0071】

40

図 2 は、表 1 における各試料について、Ru 又は Ir の含有量と熱伝導率の関係を示す図である。図 3 は、実施例 1～3 及び参考例 1 の各試料の X 線回折結果を示す図である。図 4 は、図 3 における、回折角 2θ が $42.6 \sim 43.1$ 度の範囲を拡大した図である。図 5 は、図 4 で示した試料との比較のため、 $\text{Al}_{61.5}\text{Cu}_{26.5}\text{Fe}_{12}$ 及び $\text{Al}_{61.5}\text{Cu}_{26.5}\text{Fe}_{12-x}\text{Re}_x$ (ただし、 x は、 0.25 、 0.5 、及び 0.75) の組成を有する合金の X 線回折結果を示す図である。

【0072】

表 1 及び図 2 から分かるように、Ru 又は Ir の含有量が $0.25 \sim 0.75$ 原子%である、実施例 1～6 の断熱材料については、熱伝導率が低減されている。これに対し、Ru、Rh、Pd、Ag、Os、Ir、Pt、及び Au のいずれも含有していない参考例 1

50

の断熱材料は、熱伝導率が高く、断熱性能に劣る。

【0073】

図4から分かるように、実施例1～3の試料のピークは、参考例1のピークよりも広角側（図4において右側）に移動している。このことから、実施例1～3の試料については、Irを0.25～0.75原子%含有することにより、結晶格子が収縮していることが確認できた。また、実施例3のAl-Cu-Fe系合金のピークは、非常に緩やかになっており、準結晶相の維持が困難になりつつあることが確認できた。実施例4～6についても、図4と同様の傾向であった。

【0074】

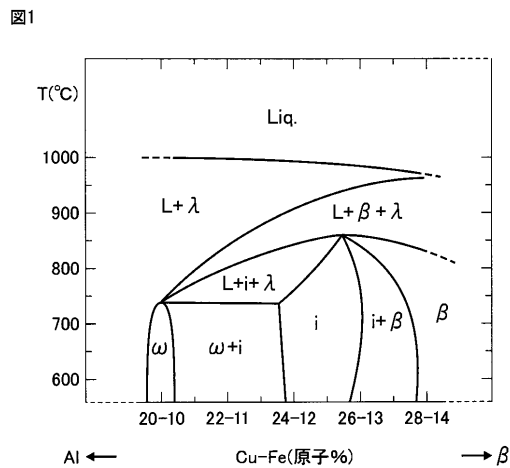
一方、図5に示した $\text{Al}_{61.5}\text{Cu}_{26.5}\text{Fe}_{12-x}\text{Re}_x$ （ただし、 x は、0.25、0.5、及び0.75）のピークは、 $\text{Al}_{61.5}\text{Cu}_{26.5}\text{Fe}_{12}$ のピークよりも狭角側（図5において左側）に移動している。このことから、Al-Cu-Fe系合金に、0.25～0.75原子%のReを添加すると、結晶格子が拡大することが確認できた。これにより、非特許文献1で開示される、0.25原子%のReを含有するAl-Cu-Fe系合金において、熱伝導率の低下が充分でないのは、非特許文献1の合金においては、本発明のように、Al-Cu-Fe系合金の結晶格子が収縮しないためと考えられる。

10

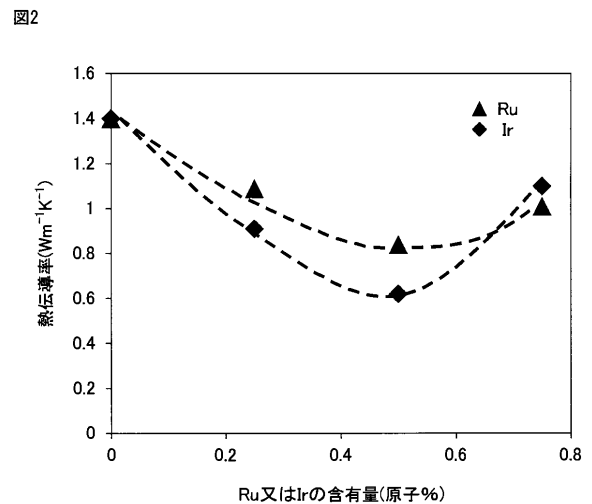
【0075】

以上の結果から、本発明が顕著な効果を奏することを、その理由とともに確認できた。

【図1】

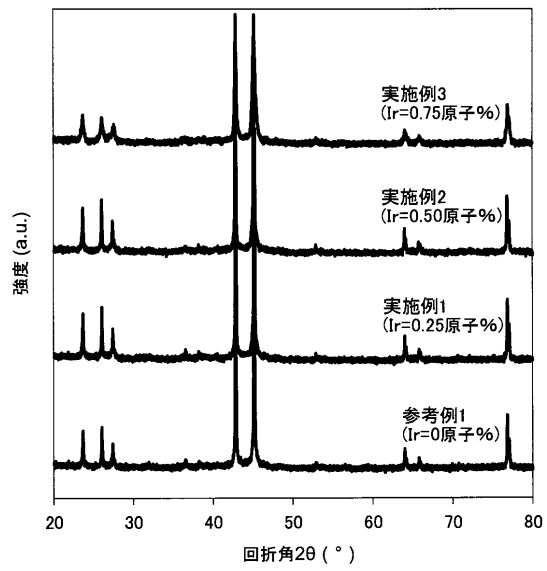


【図2】



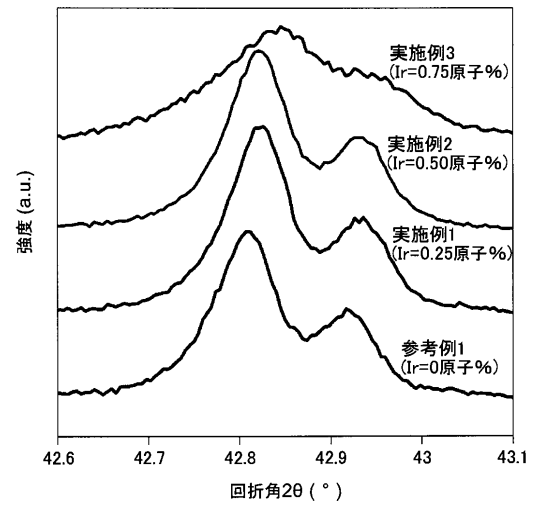
【 図 3 】

図3



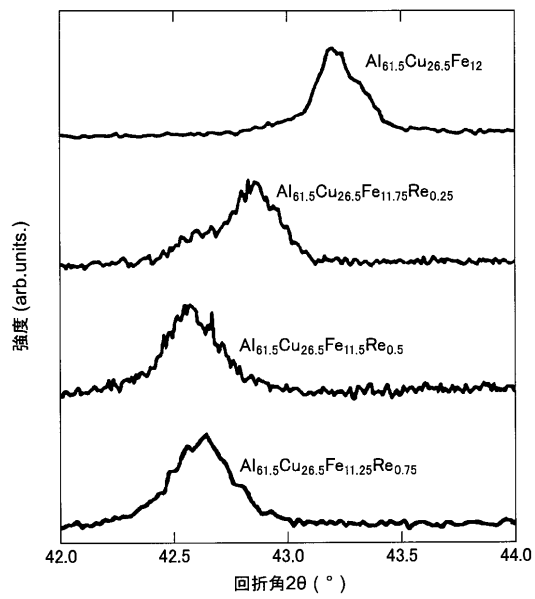
【 図 4 】

図4



【 図 5 】

図5



フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I	テーマコード(参考)
	C 2 2 F 1/04	C
	B 2 2 F 1/00	G

(74)代理人 100160543

弁理士 河野上 正晴

(72)発明者 吉永 泰三

愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動車株式会社内

(72)発明者 前川 諒介

愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動車株式会社内

(72)発明者 木下 洋平

愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動車株式会社内

(72)発明者 山口 剛生

愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動車株式会社内

(72)発明者 山下 英男

愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動車株式会社内

(72)発明者 竹内 恒博

愛知県名古屋市天白区久方 2 丁目 1 2 番地 1 学校法人トヨタ学園 豊田工業大学内

F ターム(参考) 4K018 AA15 AA40 BA01 BA02 BA08 BA14 BA20 BB04 BB06 BC01

BC19 BD10 KA07 KA70