

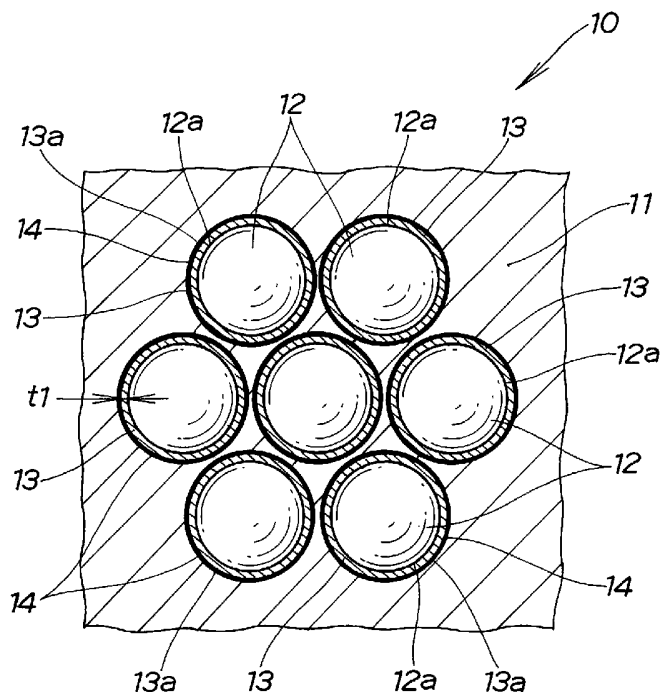


- (51) 国際特許分類:  
C22C 1/10 (2006.01) C22C 47/10 (2006.01)  
C22C 47/04 (2006.01) C22C 49/14 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/020059
- (22) 国際出願日: 2005年10月26日 (26.10.2005)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願2005-008367 2005年1月14日 (14.01.2005) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 本田技研工業株式会社 (HONDA MOTOR CO., LTD.) [JP/JP]; 〒107-8556 東京都港区南青山二丁目1番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 高野 拓樹
- (TAKANO, Hiroki) [JP/JP]; 〒321-3395 栃木県芳賀郡芳賀町芳賀台6番地1 ホンダエンジニアリング株式会社内 Tochigi (JP). 庄子 広人 (SHOJI, Hiroto) [JP/JP]; 〒321-3395 栃木県芳賀郡芳賀町芳賀台6番地1 ホンダエンジニアリング株式会社内 Tochigi (JP). 井手籠 隆 (IDEGOMORI, Takashi) [JP/JP]; 〒321-3395 栃木県芳賀郡芳賀町芳賀台6番地1 ホンダエンジニアリング株式会社内 Tochigi (JP).
- (74) 代理人: 下田 容一郎, 外 (SHIMODA, Yo-ichiro et al.); 〒107-0052 東京都港区赤坂1丁目1番12号 明産溜池ビル Tokyo (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS,

[続葉有]

(54) Title: ALUMINUM BASE COMPOSITE MATERIAL AND METHOD FOR PRODUCTION THEREOF

(54) 発明の名称: アルミニウム基複合材料およびその製造方法



(57) Abstract: An aluminum base composite material (10) having an aluminum alloy (11) as a base material and, incorporated therein, a reinforcing material (12) composed of alumina particles or alumina fibers, wherein a spinel layer (13) is formed on the surface of the reinforcing material and an aluminum nitride layer (14) exhibiting excellent wettability is formed on the surface of said spinel layer.

(57) 要約: アルミニウム合金(11)にアルミナ粒体又はアルミナ繊維からなる強化材料(12)を含むアルミニウム基複合材料(10)が提供される。強化材料の表面に

[続葉有]



LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ,  
NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC,  
SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ,  
UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR),  
OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML,  
MR, NE, SN, TD, TG).

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE,

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

- 1 -

## 明 細 書

## アルミニウム基複合材料およびその製造方法

## 技術分野

本発明は、アルミニウム合金を母材とし、この母材にアルミナ粒体またはアルミナ繊維からなる強化材料を含むアルミニウム基複合材料およびその製造方法に関する。

## 背景技術

金属材料の特性向上を図るために、母材となる金属材料に強化材料を含ませた複合材料が用いられている。この複合材料のなかには、母材をアルミニウム（Al）、強化材料をアルミナ（ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ）粒体とするアルミニウム基複合材料がある。

アルミニウム基複合材料を製造する方法として、多孔質成形体にアルミニウム合金を浸透させる方法が、例えば、日本国特許第2998828号公報において提案されている。

上記公報に開示つれた製造方法によれば、まず、アルミナ（ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ）粒体からなる多孔質成形体を、アルミニウム（Al）ブロック上に載置し、その近傍にマグネシウム（Mg）を配置し、900℃まで加熱する。この加熱で、アルミニウムブロックは溶融し、マグネシウムは昇華する。

次に、窒素ガス（ $\text{N}_2$ ）雰囲気を保ち、窒素ガスとマグネシウムとを反応させて窒化マグネシウム（ $\text{Mg}_3\text{N}_2$ ）を生成する。生成した $\text{Mg}_3\text{N}_2$ で、多孔質成形体表面の $\text{Al}_2\text{O}_3$ を還元して多孔質成形体表面にアルミニウムを露出する。

この多孔質成形体内の空間に、溶融したアルミニウムを浸透させてアルミニウム基複合材料を得る。

このアルミニウム基複合材料などの複合材は、金属材料に含まれた強化材料が、金属材料中の元素と化学反応をおこす虞がある。強化材料が金属材料中の元素と化学反応すると、強化材料の形状が変化して、複合材料としての強さを維持

することが難しい。

この対策として、強化材料の表面にスピネル層を備えた複合材料の製造方法が、例えば、特開 2001-316785 号公報において提案されている。

上記特開 2001-316785 号公報に開示されている製造方法によれば、強化材料としてホウ酸アルミニウムウイスカー (whiker) (四国化成工業社製) を用い、先ず、強化材料の表面に、マグネシウム (Mg) を被覆する。

次に、真空状態において、500~1200℃まで加熱し、この加熱を 0.5~3 時間継続する。

強化材料とマグネシウムとに化学反応が生じ、強化材料の表面にスピネル層が形成された複合材料となる。強化材料の表面にスピネル層を形成することで、金属材料に含まれている強化材料が、金属材料中の元素と化学反応をおこすことを防止する。これにより、化学反応で強化材料の形状が変化することを防ぎ、複合材料としての強さを維持することが可能になる。

ところで、特開 2001-316785 号公報の製造方法は、上述したように、強化材料として前記ホウ酸アルミニウムウイスカーを用いる複合材料について示されている。このホウ酸アルミニウムは、スピネルを形成しやすい材料として知られている。

このため、上記製造方法では、強化材料として、ホウ酸アルミニウムではなくアルミナを用いた場合、強化材料の表面にスピネル層を形成することはできない。したがって、アルミナを強化材料として用いた複合材料においては、強化材料が、金属材料中の元素と接触して化学反応をおこしてしまい、複合材料としての特性を維持することが難しいとされていた。

さらに、特開 2001-316785 号公報に開示の製造方法では、溶融したアルミニウム合金を強化材料間の隙間に浸入 (浸透) させる際に、アルミニウム合金とスピネル層との間に十分濡れ性を確保することができない虞がある。

したがって、アルミニウム基複合材料の内部に欠陥 (すなわち、空隙) が発生し、アルミニウム基複合材料が部分的に脆くなる虞がある。

そこで、アルミナを強化材料として用いた複合材料の特性を高めることができる技術が望まれている。

- 3 -

## 発明の開示

本発明においては、アルミニウム合金を母材とし、この母材にアルミナ粒体またはアルミナ繊維の強化材料を含ませたアルミニウム基複合材料であって、前記強化材料の表面に形成されたスピネル層と、該スピネル層の表面に形成された窒化アルミニウム層と、を含んで成るアルミニウム基複合材料が提供される。

強化材料および窒化マグネシウム ( $Mg_3N_2$ ) から形成されたスピネル層と、このスピネル層の形成時に生じる窒素と、アルミニウム合金の溶湯とが反応して窒化アルミニウムが形成されるので、アルミニウム合金と強化材料との密着性が高くなる。つまり、スピネル層の表面に窒化アルミニウム層を形成することで、強化材料の表面にアルミニウム合金を極めて良好に密着させることができる。

ここで、アルミニウム合金に強化材料を含ませるために、強化材料間の隙間に溶融させたアルミニウム合金 (溶湯) を浸透させる方法が採用される。この際、アルミニウム合金が強化材料と接触して、アルミニウム合金の成分が強化材料と反応する虞がある。

そこで、強化材間の隙間にアルミニウム合金の溶湯を浸透させる前に、強化材料の表面にスピネル層を均一に形成することで、強化材料がアルミニウム合金中の元素と反応することを防ぐようにした。これにより、アルミナを強化材料としてを用いた複合材料の特性を維持することができる。

前記スピネル層は、好ましくは、前記強化材料の表面に予め形成された予備スピネル層を含む。このように、強化材料の表面に予備スピネル層を形成することで、スピネル層全体の厚さを容易に増すことができ、強化材料の表面にアルミニウム合金をより一層良好に密着させることができる。

さらに、本発明においては、アルミニウム合金を母材とし、この母材にアルミナ粒体またはアルミナ繊維の強化材料を含ませるようにしたアルミニウム基複合材料の製造方法であって、前記強化材料とマグネシウムとを混合して混合粉体を形成する工程と、該混合粉体上にアルミニウム合金のビレットを載置する工程と、該ビレットと前記混合粉体とを、窒素雰囲気中においてマグネシウムの昇華温度まで加熱することでもって、前記混合粉体のマグネシウムを昇華する工程と、昇華したマグネシウムと前記窒素とが反応して生成された窒化マグネシウムが前

- 4 -

記強化材料のアルミナと反応して強化材料の表面にスピネル層を形成する工程と、該スピネル層が形成された後、前記ビレットの融点まで加熱して溶融したアルミニウム合金を前記混合粉体内に浸透させながら、前記スピネル層の表面に窒化アルミニウムを形成する工程と、からなるアルミニウム基複合材料の製造方法が提供される。

窒素雰囲気中において強化材料の表面にスピネル層を形成した。このように、窒素雰囲気を採用することで、強化材料としてアルミナを用いても、強化材料の表面にスピネル層を良好に形成することができる。

さらに、強化材料とマグネシウムを混合して混合粉体を形成したので、マグネシウムが昇華した際、昇華したマグネシウムが強化材料の周囲に存在する。このマグネシウムが窒素と反応して窒化マグネシウムを生成する。よって、強化材料の周囲に窒化マグネシウムが多量に生成される。これにより、窒化マグネシウムが強化材料のアルミナと良好に反応して、強化材料の表面にスピネル層を均一に形成する。

このように、混合粉末にアルミニウム合金の溶湯を浸透させる前に、強化材料の表面にスピネル層を均一に形成することで、強化材料がアルミニウム合金中の元素と反応することを防ぐ。したがって、強化材料としてアルミナを用いた複合材料の特性を維持することができる。

さらにまた、スピネル層の表面に窒化アルミニウム層を形成する。窒化アルミニウムは濡れ性に極めて優れている。これにより、アルミニウム基複合材料の内部に欠陥（すなわち、空隙）が発生することを防いで、強化材料の表面にアルミニウム合金を極めて良好に密着させることができる。

前記マグネシウムを昇華する工程において、好ましくは、前記マグネシウムの昇華温度まで加熱した後、この昇華温度に保つ。このため、マグネシウムは徐々に昇華する。これにより、強化材料の表面にマグネシウムを比較的長い時間留めておくことが可能になり、強化材の表面にスピネル層を均一に形成することができ、アルミニウム基複合材料の強さをより一層確実に確保することができる。

前記混合粉体を形成する工程の前に、好ましくは、前記強化材料の表面に予備スピネル層を予め形成する工程を、さらに含む。

このように、強化材料の表面に予備スピネル層を予め形成することで、スピネル層全体の厚さを容易に増すことが可能になる。これにより、強化材料の表面にアルミニウム合金をより一層密着させることができる。スピネル層全体の厚さをコントロールすることができ、所望の材料特性に合わせた複合材料を容易に得られる。

加えて、混合粉体にアルミニウム合金の溶湯を浸透させる前に、強化材料の表面にスピネル層をより一層確実に形成することで、強化材料がアルミニウム合金中の元素と反応することを一層確実に防ぐことができ、アルミニウム基複合材料の特性をより一層好適に維持することができる。

前記マグネシウムとしては、粒径が $50 \sim 500 \mu\text{m}$ の粉末が好ましい。

ここで、マグネシウムはバルク状で添加することや、アルミニウム合金中の成分元素として添加することが考えられる。しかし、マグネシウムをバルク状として添加すると、マグネシウムが昇華温度で昇華しきれず、残留してしまい、材料特性を悪化させる虞がある。また、アルミニウム合金の成分として添加した場合は、アルミニウム合金中のマグネシウムと強化材料との間に量的関係や距離に差異が生じ、均一に分布させることは困難である。

そこで、前述したように本発明においては、マグネシウムとして粒径が $50 \sim 500 \mu\text{m}$ 程度の粉末を用いることにした。粒径が $50 \sim 500 \mu\text{m}$ 程度のマグネシウム粉末は、粒径が小さいことで、マグネシウムの熔融温度以下で昇華しやすくなり、例えば $550^\circ\text{C}$ であっても昇華する。すなわち、マグネシウムの昇華温度を $550^\circ\text{C}$ に抑えることが可能になる。

マグネシウムの粒径が $50 \mu\text{m}$ 未満であると、マグネシウム粉末の反応性が高すぎて、空気と触れるだけで酸化し、酸化マグネシウムを形成してしまい、本発明の反応に十分に寄与することが困難になる。

マグネシウムの粒径が $500 \mu\text{m}$ を超えた場合は、バルク状と同様に、複合材料内に昇華しきれないマグネシウムが残留する虞がある。

そこで、本発明方法では、粒径が $50 \sim 500 \mu\text{m}$ 程度のマグネシウム粉末を用いることにした。これにより、マグネシウム粉末を所望の昇華温度（ $550^\circ\text{C}$ ）で良好に昇華させることができ、スピネル層が均一に形成される。

## 図面の簡単な説明

図 1 は、本発明の第 1 実施例に係るアルミニウム基複合材料の断面図である。

図 2 は、第 1 実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造方法を示すフローチャートである。

図 3 A 及び図 3 B は、第 1 実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造方法において、強化材料とマグネシウム粉末を混合する例を示した図である。

図 4 A ～図 4 C は、第 1 実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造方法において、強化材料の表面にスピネル層を形成する例を示した図である。

図 5 A 及び図 5 B は、第 1 実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造方法において、アルミニウム合金ビレットの融点まで加熱する例を示した図である。

図 6 は、第 1 実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造方法において、溶融したアルミニウム合金が多孔質成形体内の空間に浸透する例を示した図である。

図 7 は、本発明の第 2 実施例に係るアルミニウム基複合材料の断面図である。

図 8 は、第 2 実施例に係るアルミニウム基複合材料の写真による拡大図である。

図 9 は、第 2 実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造方法を示すフローチャートである。

図 10 A 及び図 10 B は、第 2 実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造方法において、強化材料の表面に予備スピネル層を予め形成する例を示した図である。

図 11 A 及び図 11 B は、第 2 実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造方法において、表面に予備スピネル層が形成された強化材料とマグネシウム粉末とを混合する例を示した図である。

図 12 A 及び図 12 B は、第 2 実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造方法において、マグネシウム粉末を昇華する例を示した図である。

図 13 A ～図 13 C は、第 2 実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造方法において、予備スピネル層の表面にスピネル層を形成する例を示した図である。

図 14 A 及び図 14 B は、第 2 実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造

- 7 -

方法において、溶融したアルミニウム合金が多孔質成形体内の空間に浸透する例を示した図である。

図 15 A～図 15 E は、アルミニウム基複合材料の比較例に係る試験片と、実施例 1～4 に係る試験片を示した図である。

図 16 は、図 15 A～図 15 E に示した各試験片の曲げ強さを示したグラフである。

### 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の幾つかの実施例について、添付図に基づいて説明する。

図 1 は、本発明の第 1 実施例に係るアルミニウム基複合材料の形態を示している。

アルミニウム基複合材料 10 は、アルミニウム合金 11 を母材とし、この母材にアルミナ粒体またはアルミナ繊維からなる強化材料 12 を含ませ、各強化材料 12 の表面 12 a にスピネル層 13 を形成し、スピネル層 13 の表面 13 a に窒化アルミニウム層 14 を形成している。

強化材料 12 は、一例として、球状体のアルミナ ( $Al_2O_3$ ) 粒体を示すが、強化材料 12 の形状は球状体に限らないで任意に決めることができる。例えば、アルミナ粒体に代えて、アルミナ繊維を採用しても同様の効果が得られる。

スピネル層 13 は、アルミナ ( $Al_2O_3$ ) と、窒化マグネシウム ( $Mg_3N_2$ ) との反応で生成した酸化物 ( $MgAl_2O_4$ ) の層である。このスピネル層 13 は、強化材料 12 の表面 12 a 全域に、均一の厚さ  $t_1$  で形成することが好ましい。

窒化アルミニウム層 14 は、アルミニウム合金 11 を溶融させて、強化材料 12 間の空間に浸透させる際に、アルミニウム合金 11 のアルミニウム (Al) 成分と、窒素 ( $N_2$ ) が反応して生成された層である。窒化アルミニウムは濡れ性に極めて優れている。

次に、図 1 に示した第 1 実施例のアルミニウム基複合材料 10 の製造方法について、図 2～図 6 に基づいて説明する。

図 2 において、ステップ (以下、ST と略す) 10 : 強化材料と、マグネシウム (Mg) 粉末とを混合して多孔質成形体 (混合粉体) を形成する。

- 8 -

ST11： 上記多孔質成形体上にアルミニウム合金のビレットを載せる。

ST12： このビレットと多孔質成形体とを、窒素雰囲気中においてマグネシウム粉末の昇華温度まで加熱し、多孔質成形体のマグネシウム粉末を昇華する。

ST13： 昇華したマグネシウム粉末が、窒素 ( $N_2$ ) と反応して窒化マグネシウム ( $Mg_3N_2$ ) を生成する。この窒化マグネシウムが強化材料のアルミナ ( $Al_2O_3$ ) と反応して強化材料の表面にスピネル層を形成する。

ST14： スピネル層を形成した後、ビレットの融点まで加熱し、溶融したアルミニウム合金（アルミニウム合金の溶湯）を多孔質成形体内に浸透させるとともに、スピネル層の表面に窒化アルミニウムを形成する。

以上のステップにより、図1に示したアルミニウム基複合材料10を得る。

以下、ST10～ST14の具体的内容について、図3A～図6に基づいて詳しく説明する。

図3Aおよび図3Bは、図2のST10で説明した強化材料とマグネシウム粉末を混合する例を示している。

図3Aに示すように、混合容器20の蓋体21を外して混合容器20の開口部（図示せず）を開ける。この開口部から混合容器20内に、強化材料（アルミナ粒体）12、およびマグネシウムとしてのマグネシウム ( $Mg$ ) 粉末15を投入する。マグネシウム粉末15は、粒径が $50 \sim 500 \mu m$ の粉末である。

混合容器20の開口部を蓋体21で閉じ、混合容器20を攪拌装置（図示せず）に取付ける。該攪拌装置でもって前記混合容器20を矢印Aの如く回転することにより、強化材料12およびマグネシウム粉末15を混合する。

混合した後、混合容器20内から強化材料12およびマグネシウム粉末15を取り出す。

図3Bにおいて、取り出した強化材料12およびマグネシウム粉末15から多孔質成形体（混合粉体）16を得る。多孔質成形体16は、強化材料12の表面12aにマグネシウム粉末15が略均一に付着されている。

図4A～図4Cは、第1実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造方法において強化材料の表面にスピネル層を形成する例を示しており、図4A(a)は

図 2 に示した S T 1 1、S T 1 2 の具体例を示し、図 4 B 及び図 4 C は図 2 に示した S T 1 3 の具体例を示している。

図 4 A において、アルミニウム基複合材料の製造装置 2 5 を構成する雰囲気炉 2 6 内のるつぼ 2 7 の底面 2 7 a に、多孔質成形体 1 6 を配置し、多孔質成形体 1 6 上にアルミニウム合金のビレット 1 7 を載置する。

雰囲気炉 2 6 内の空気を除去するために、真空ポンプ 2 9 で真空引きして一定の真空値に達したとき真空ポンプ 2 9 を止める。次に、アルゴンガス (A r) を雰囲気炉 2 6 内に供給する。雰囲気炉 2 6 内がアルゴンガスの雰囲気になり、アルミニウム合金ビレット 1 7 及びマグネシウム粉末 1 5 の酸化が防止される。

次に、窒素ガス (N<sub>2</sub>) 3 2 を雰囲気炉 2 6 に矢印 B の如く供給する。同時に、雰囲気炉 2 6 の内部を加圧 (例えば、大気圧 + 約 0.5 k g / c m<sup>2</sup>) して、雰囲気炉 2 6 内の雰囲気を窒素ガス 3 2 に置換する。

次いで、加熱コイル 3 4 で雰囲気炉 2 6 を加熱することで、多孔質成形体 1 6 およびアルミニウム合金ビレット 1 7 をマグネシウム粉末 1 5 の昇華温度 (例えば、約 550℃) まで加熱する。雰囲気炉 2 6 内の温度を温度センサ 3 5 で検知し、温度センサ 3 5 からの検知信号に基づいて制御部 3 6 で雰囲気炉 2 6 内の温度を昇華温度 (例えば、約 550℃) に保つ。

なお、マグネシウム粉末 1 5 の昇華時間は、約 3 時間である。

図 4 B において、昇華したマグネシウム 3 8 が、窒素ガス 3 2 と反応して窒化マグネシウム (M g<sub>3</sub>N<sub>2</sub>) 4 1 を生成する。

生成した窒化マグネシウム (M g<sub>3</sub>N<sub>2</sub>) 4 1 は、多孔質成形体 1 6 を構成する強化材料 1 2 のアルミナ (A l<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) と次のように反応する。

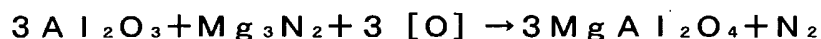


図 4 C において、窒化マグネシウム 4 1 が強化材料 1 2 のアルミナと反応することで、強化材料 1 2 の表面 1 2 a 全域にスピネル (M g A l<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) 層 1 3 が形成される。

上述したように、マグネシウム粉末 1 5 の昇華温度 (例えば、約 550℃) に保つことで、マグネシウム粉末 1 5 が徐々に昇華する。これにより、強化材料 1 2 の表面 1 2 a に、マグネシウム粉末 1 5 を比較的長い時間留めておくことが

可能になり、強化材 12 の表面 12 a 全域にスピネル層 13 を均一に形成することができる。

ここで、強化材料 12 の表面 12 a にスピネル ( $MgAl_2O_4$ ) 層 13 が形成される理由について説明する。

図 3 B に示すように、強化材料 12 とマグネシウム粉末 15 を混合して多孔質成形体 16 を形成した。よって、マグネシウム粉末 15 が昇華した際、昇華したマグネシウム 38 は、図 4 B に示すように、強化材料 12 の周囲に存在する。このマグネシウム 38 が窒素 32 と反応して窒化マグネシウム 41 を生成する。

よって、図 4 B に示すように、強化材料 12 の周囲に窒化マグネシウム 41 が多量に生成する。これにより、窒化マグネシウム 41 が、強化材料 12 のアルミナと反応して、強化材料 12 の表面 12 a 全域にスピネル層 13 を形成する。

図 5 A 及び図 5 B は、第 1 実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造方法においてアルミニウム合金ビレットの融点まで加熱する例を示しており、図 5 A は図 2 の ST 13 の具体例を示し、図 5 B は図 2 の ST 14 の具体例を示している。

多孔質成形体 16 は、図 3 B に示されているように、強化材料 12 の表面 12 a にマグネシウム粉末 15 が略均一に配置されている。よって、スピネル層 13 は、図 5 A に示すように、強化材料 12 の表面 12 a 全域に均一に形成される。

図 5 B において、強化材料 12 の表面 12 a に、スピネル層 13 を均一に形成した後、アルミニウム合金ビレット 17 の融点 ( $850^{\circ}C$ ) まで加熱する。アルミニウム合金ビレット 17 が溶融し、溶融したアルミニウム合金 11 (図 1 参照) が、多孔質成形体 16 内に矢印 C の如く浸透する。

ここで、強化材料 12 の表面 12 a に、スピネル層 13 を均一に形成した後、多孔質成形体 16 内に矢印 C の如く浸透させるので、強化材料 12 は、アルミニウム合金 11 中の元素と反応することを防ぐ。

図 6 は、第 1 実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造方法においてアルミニウム合金ビレットが多孔質成形体内の空間に浸透する例について示しており、図 2 の ST 14 を具体的に示している。

溶融したアルミニウム合金 11 (図 1 参照) が、多孔質成形体 16 内の空間

16aに矢印Dの如く浸透する。

熔融したアルミニウム合金11のアルミニウム(A1)成分が、窒素(N<sub>2</sub>)と反応する。この反応で、スピネル層13の表面13aに、窒化アルミニウム(A1N)層14が形成される。

窒化アルミニウムは濡れ性に極めて優れている。よって、熔融したアルミニウム合金11は多孔質成形体16内の空間16aに良好に充填する。これにより、図1に示すアルミニウム基複合材料10を得る。

図1に戻って、アルミニウム基複合材料10は、強化材料12および窒化マグネシウム41(図4B参照)から形成されたスピネル層13と、このスピネル層13の形成時に生じる窒素およびアルミニウム合金11の溶湯が反応して形成された窒化アルミニウム層14と、有している。

よって、アルミニウム合金11と強化材料12との密着性が高くなり、強化材料12の表面12aに母材、すなわちアルミニウム合金11を極めて良好に密着させることができる。

加えて、多孔質成形体16内の空間16a(図6参照)にアルミニウム合金11の溶湯を浸透させる前に、強化材料12の表面12aにスピネル層13を均一に形成することで、強化材料12が、アルミニウム合金11中の元素と反応することを防ぐ。したがって、第1実施例のアルミニウム基複合材料10によれば、強化材料12としてアルミナを用いたアルミニウム基複合材料10の特性を維持することができる。

さらに、スピネル層13の表面13aに窒化アルミニウム層14を形成する。窒化アルミニウムは濡れ性に極めて優れている。よって、熔融したアルミニウム合金11を強化材料12間の隙間に浸透させる際に、アルミニウム合金11と窒化アルミニウム層14との間に十分濡れ性を確保することができる。これにより、アルミニウム基複合材料10の内部に欠陥(すなわち、空隙)が発生することを防いで、強化材料12にアルミニウム合金11を極めて良好に密着させ、アルミニウム基複合材料10の特性を高めることができる。

次に、第2実施例のアルミニウム基複合材料、およびその製造方法について、図7～図14Aに基づいて説明する。なお、第2実施例のアルミニウム基複合材

料において、第 1 実施例のアルミニウム基複合材料 10 と同一または類似の材料乃至は部材については同一の符号を付してその説明を省略する。

まず、第 2 実施例のアルミニウム基複合材料について、図 7 および図 8 に基づいて説明する。

アルミニウム基複合材料 50 は、アルミニウム合金 11 を母材とし、この母材にアルミナ粒体またはアルミナ繊維の強化材料 12 を含ませ、強化材料 12 の表面 12a に予備スピネル層 51 をそれぞれ形成し、予備スピネル層 51 の表面 51a にスピネル層 13 を形成し、スピネル層 13 の表面 13a に窒化アルミニウム層 14 を形成したものである。

予備スピネル層 51 は、スピネル層 13 と同様に、アルミナ ( $Al_2O_3$ ) と、窒化マグネシウム ( $Mg_3N_2$ ) との反応で生成した酸化物 ( $MgAl_2O_4$ ) の層である。この予備スピネル層 51 は、強化材料 12 の表面 12a 全域に、均一の厚さ  $t_2$  で形成することが好ましい。

次に、第 2 実施例アルミニウム基複合材料 50 の製造方法について、図 9 ～ 図 14B に基づいて説明する。図 9 は第 2 実施例に係るアルミニウム基複合材料の製造方法を示すフローチャートである。

ST20 : 強化材料の表面に予備スピネル層を予め形成する。

ST21 : 予備スピネル層を予め形成した強化材料と、マグネシウム (Mg) 粉末とを混合して多孔質成形体 (混合粉体) を形成する。

ST22 : この多孔質成形体の上方にアルミニウム合金のビレットを載せる。

ST23 : このビレットと多孔質成形体とを、窒素雰囲気中においてマグネシウム粉末の昇華温度まで加熱し、多孔質成形体のマグネシウム粉末を昇華する。

ST24 : 昇華したマグネシウム粉末が、窒素 ( $N_2$ ) と反応して窒化マグネシウム ( $Mg_3N_2$ ) を生成する。この窒化マグネシウムが強化材料のアルミナ ( $Al_2O_3$ ) と反応して強化材料の表面にスピネル層を形成する。

ST25 : スピネル層を形成した後、ビレットの融点まで加熱し、溶融したアルミニウム合金を多孔質成形体内に浸透させるとともに、スピネル層の表面

に窒化アルミニウムを形成する。

これにより、図 7 に示されたアルミニウム基複合材料 50 を得る。

以下、ST20～ST24 の内容について、図 10A～図 14B に基づいて詳しく説明する。

図 10A 及び図 10B は、強化材料の表面に予備スピネル層を予め形成する例を示しており、図 9 の ST20 を具体的に示している。

図 10A において、強化材料 12 および水酸化マグネシウム ( $Mg(OH)_2$ ) 52 を混合する。これにより、強化材料 12 の表面 12a に、水酸化マグネシウム 52 が略均一に配置される。

図 10B において、大気雰囲気、不活性雰囲気、あるいは真空中において、スピネル層反応温度 ( $1000 \sim 1500^\circ C$ ) で 5 時間加熱する。

水酸化マグネシウム ( $Mg(OH)_2$ ) 52 が、強化材料 12 のアルミナ ( $Al_2O_3$ ) と反応する。この反応で、強化材料 12 の表面 12a 全域に予備スピネル ( $MgAl_2O_4$ ) 層 51 を、均一の厚さ  $t_2$  で予め形成する。

図 11A 及び図 11B は、強化材料とマグネシウム粉末を混合する例を示しており、図 9 の ST21 の一部を示している。

図 11A において、強化材料 12 の表面 12a 全域に、予備スピネル層 51 を均一に形成する。

図 11B において、混合容器 20 の蓋体 21 を外して混合容器 20 の開口部 (図示せず) を開ける。この開口部から混合容器 20 内に、予備スピネル層 51 が形成された強化材料 (アルミナ粒体) 12 と、マグネシウム ( $Mg$ ) 粉末 15 を入れる。

混合容器 20 の開口部を蓋体 21 で閉じ、混合容器 20 を攪拌装置 (図示せず) に取付ける。混合容器 20 を矢印 E の如く回転することにより、予備スピネル層 51 が形成された強化材料 (アルミナ粒体) 12 と、マグネシウム ( $Mg$ ) 粉末 15 とを混合する。

混合容器 20 内から、予備スピネル層 51 が形成された強化材料 12 と、マグネシウム粉末 15 とを取り出す。

図 12A 及び図 12B は、マグネシウム粉末を昇華する例を示しており、図

12Aは図9のST21の一部を具体的に示し、図12BはST22、ST23を具体的に示している。

図12Aにおいて、取り出した強化材料12およびマグネシウム粉末15を、粉体状に形成して多孔質成形体（混合粉体）54を得る。多孔質成形体54は、予備スピネル層51の表面51aに、マグネシウム粉末15が略均一に配置されている。

図12Bにおいて、アルミニウム基複合材料の製造装置25を構成する雰囲気気炉26内のるつぼ27の底面27aに、多孔質成形体54を配置し、多孔質成形体54上にアルミニウム合金ビレット17を載置する。

雰囲気気炉26内の空気を除去するために、真空ポンプ29で真空引きして一定の真空値に達したとき真空ポンプ29を止める。次に、アルゴンガス（Ar）を雰囲気気炉26内に供給する。雰囲気気炉26がアルゴンガスの雰囲気になり、アルミニウム合金ビレット17およびマグネシウム粉末15の酸化を防ぐ。

次に、窒素ガス（N<sub>2</sub>）32を雰囲気気炉26に矢印Fの如く供給する。同時に、雰囲気気炉26の内部を加圧（例えば、大気圧＋約0.5kg/cm<sup>2</sup>）して、雰囲気気炉26内の雰囲気を窒素ガス32に置換する。

次いで、加熱コイル34で雰囲気気炉26を加熱することで、多孔質成形体54およびアルミニウム合金ビレット17をマグネシウム粉末15の昇華温度（例えば、約550℃）まで加熱する。雰囲気気炉26内の温度を温度センサ35で検知し、温度センサ35からの検知信号に基づいて制御部36で雰囲気気炉26内の温度を昇華温度（例えば、約550℃）に保つ。

図13A～図13Cは、予備スピネル層の表面にスピネル層を形成する例を示しており、図9のST24を具体的に示している。

図13Aにおいて、昇華したマグネシウム38が、窒素ガス32と反応して窒化マグネシウム（Mg<sub>3</sub>N<sub>2</sub>）41を生成する。生成した窒化マグネシウム（Mg<sub>3</sub>N<sub>2</sub>）41は、予備スピネル（MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>）層51のアルミナ（Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）成分と次のように反応する。

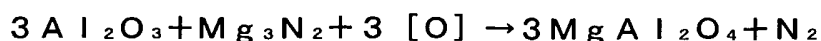


図13Bにおいて、窒化マグネシウム41が、予備スピネル層51…のアル

ミナ成分と反応することで、予備スピネル層 5 1 の表面 5 1 a 全域にスピネル ( $MgAl_2O_4$ ) 層 1 3 が形成される。

上述したように、マグネシウム粉末 1 5 の昇華温度 (例えば、約 550°C) に保つことで、マグネシウム粉末 1 5 が徐々に昇華する。これにより、予備スピネル層 5 1 の表面 5 1 a に、マグネシウム粉末 1 5 …を比較的長い時間留めておくことが可能になり、図 1 3 C で示すように、該表面 5 1 a 全域にスピネル層 1 3 を均一に形成することができる。

ここで、予備スピネル層 5 1 の表面 5 1 a にスピネル ( $MgAl_2O_4$ ) 層が形成される理由について説明する。

図 1 2 A に示すように、予備スピネル層 5 1 が形成された強化材料 1 2 と、マグネシウム粉末 1 5 とを混合して多孔質成形体 5 4 を形成した。よって、マグネシウム粉末 1 5 が昇華した際、昇華したマグネシウム 3 8 は、図 1 3 A に示すように、予備スピネル層 5 1 の周囲に存在する。このマグネシウム 3 8 が窒素 3 2 と反応して窒化マグネシウム 4 1 を生成する。図 1 3 A に示すように、予備スピネル層 5 1 の周囲に窒化マグネシウム 4 1 が多量に生成する。窒化マグネシウム 4 1 は、予備スピネル層 5 1 のアルミナ成分と反応して、予備スピネル層 5 1 の表面 5 1 a 全域にスピネル層 1 3 を形成する。

図 1 3 C に示すように、予備スピネル層 5 1 の表面 5 1 a 全域に、スピネル層 1 3 が均一に形成される。

図 1 4 A 及び図 1 4 B は、アルミニウム合金ビレットが多孔質成形体内の空間に浸透する例を示しており、図 9 の S T 2 5 の内容を具体的に示している。

図 1 4 A において、予備スピネル層 5 1 の表面 5 1 a に、スピネル層 1 3 を均一に形成した後、アルミニウム合金ビレット 1 7 の融点 (850°C) まで加熱する。アルミニウム合金ビレット 1 7 が溶融し、溶融したアルミニウム合金 1 1 (図 7 参照) は、多孔質成形体 5 4 内に矢印 G の如く浸透する。従って、強化材料 1 2 は、アルミニウム合金 1 1 中の元素と反応することが防止される。

図 1 4 B において、溶融したアルミニウム合金 1 1 (図 7 参照) が、多孔質成形体 5 4 内の空間 5 4 a に矢印 H の如く浸透する。溶融したアルミニウム合金 1 1 のアルミニウム (Al) 成分が、窒素 ( $N_2$ ) と反応する。この反応で、ス

スピネル層 13 の表面 13 a に、窒化アルミニウム (AlN) 層 14 が形成される。

窒化アルミニウムは濡れ性に極めて優れている。よって、熔融したアルミニウム合金 11 は多孔質成形体 54 内の空間 54 a に良好に充填され、図 7 に示したアルミニウム基複合材料 50 が得られる。

図 7 および図 8 に戻って、アルミニウム基複合材料 50 は、窒化マグネシウム 41 (図 13 A 参照) が、予備スピネル層 51 のアルミナ成分と反応して、予備スピネル層 51 の表面 51 a にスピネル層 13 が形成される。よって、強化材料 12 の表面 12 a に、予備スピネル層 51 およびスピネル層 13 を形成し、図 13 B に示すように、スピネル層 51, 13 の厚さを ( $t_2 + t_1$ ) と厚くすることができる。これにより、強化部材 12 の表面 12 a に、母材としてのアルミニウム合金 11 をより一層良好に密着させることができる。

このように、多孔質成形体 54 内の空間 54 a に熔融したアルミニウム合金 11 を浸透する前に、スピネル層 51, 13 の厚さ ( $t_2 + t_1$ ) をより一層厚く形成することで、強化材料 12 が、アルミニウム合金 11 中の元素と反応することをより一層良好に確実に防ぐことができる。

したがって、第 2 実施例のアルミニウム基複合材料 50 によれば、アルミニウム基複合材料 50 の特性をより一層好適に維持することができる。

さらに、予備スピネル層 51 を予め形成することで、スピネル層 51, 13 の厚さをコントロールして、所望の材料特性に合わせた複合材料を容易に得ることができる。

また、図 1 に示した第 1 実施例のアルミニウム基複合材料 10 と同様に、スピネル層 13 の表面 13 a に窒化アルミニウム層 14 を形成することで、アルミニウム基複合材料 50 の内部に欠陥 (すなわち、空隙) が発生することを防ぐことができる。これにより、強化材料 12 にアルミニウム合金 11 を極めて良好に密着させ、アルミニウム基複合材料 50 の特性を高めることができる。

次に、第 1 および第 2 実施例のアルミニウム基複合材料 10, 50 の特性 (特に、曲げ強さ) について説明する。

図 15 A ~ 図 15 E は、アルミニウム基複合材料の試験片を示し、図 15 A は比較例を示し、図 15 B ~ 図 15 E は実施例 1 ~ 4 を示している。

図 1 5 A に示した比較例は、アルミナ粒体の強化材料 1 2 にスピネル層を形成しない状態で、アルミニウム合金 1 1 に強化材料 1 2 を含ませたアルミニウム基複合材料である。あるいは、アルミニウム合金 1 1 中の元素成分としてマグネシウムが含まれているものをアルミナ粒体の強化材料 1 2 間の隙間に浸透させたもので、アルミナ粒体の強化材料 1 2 にスピネル層が均一に形成されない状態で、アルミニウム合金 1 1 に含ませたアルミニウム基複合材料である。

すなわち、比較例は、スピネル層が形成されていないもの、あるいは、スピネル層が均一に形成されていないものである。

ここで、スピネル層が均一に形成されていないものは、スピネル層に不十分な厚さの部位が生じる。強化材料 1 2 の半径  $R$  は  $3\ \mu\text{m}$  である。

図 1 5 B に示した実施例 1 は、アルミナ粒体の強化材料 1 2 にスピネル層 1 3 を均一に形成し、スピネル層 1 3 に窒化アルミニウム層 1 4 を形成し、このアルミナ粒体の強化材料 1 2 をアルミニウム合金 1 1 に含ませたアルミニウム基複合材料である。

図 1 5 C に示した実施例 2 は、アルミナ粒体の強化材料 1 2 に予備スピネル層 5 1 およびスピネル層 1 3 を均一に形成し、スピネル層 1 3 に窒化アルミニウム層 1 4 を形成し、このアルミナ粒体の強化材料 1 2 をアルミニウム合金 1 1 に含ませたアルミニウム基複合材料である。強化材料 1 2 の半径  $R$  は  $3\ \mu\text{m}$ 、予備スピネル層 5 1 の厚さ  $t_2$  は  $25\ \text{nm}$  である。半径  $R$  ( $3\ \mu\text{m}$ ) の強化材料 1 2 に対する予備スピネル層 5 1 の体積割合は、 $5\ \text{vol}\%$  である。

図 1 5 D に示した実施例 3 は、アルミナ粒体の強化材料 1 2 に予備スピネル層 5 1 およびスピネル層 1 3 を均一に形成し、スピネル層 1 3 に窒化アルミニウム層 1 4 を形成し、このアルミナ粒体の強化材料 1 2 をアルミニウム合金 1 1 に含ませたアルミニウム基複合材料である。強化材料 1 2 の半径  $R$  は  $3\ \mu\text{m}$ 、予備スピネル層 5 1 の厚さ  $t_2$  は  $52\ \text{nm}$  である。半径  $R$  ( $3\ \mu\text{m}$ ) の強化材料 1 2 に対する予備スピネル層 5 1 の体積割合は、 $10\ \text{vol}\%$  である。

図 1 5 E に示した実施例 4 は、アルミナ粒体の強化材料 1 2 に予備スピネル層 5 1 およびスピネル層 1 3 を均一に形成し、スピネル層 1 3 に窒化アルミニウム層 1 4 を形成し、このアルミナ粒体の強化材料 1 2 をアルミニウム合金 1 1 に

含ませたアルミニウム基複合材料である。強化材料 12 の半径  $R$  は  $3\ \mu\text{m}$ 、予備スピネル層 51 の厚さ  $t_2$  は  $168\ \text{nm}$  である。半径  $R$  ( $3\ \mu\text{m}$ ) の強化材料 12 に対する予備スピネル層 51 の体積割合は、 $30\ \text{vol}\%$  である。

比較例および実施例 1～4 の各試験片を曲げ試験で曲げることで、各試験片の荷重とたわみを測定し、曲げ強さ  $\sigma$  を求める。

曲げ強さ  $\sigma$  は、次の計算式から求める。

$$\sigma = M / Z$$

但し、

$M$  : 曲げモーメント

$Z$  : 断面係数

加えて、比較例および実施例 1～4 の各試験片のヤング係数  $E$  を求める。

ヤング係数  $E$  は、次の計算式から求める。

$$E = (P \times L) / (\lambda \times A)$$

但し、

$P$  : 試験片に加わる軸荷重

$L$  : 試験片の元の長さ

$\lambda$  : 試験片の伸びまたは縮み

$A$  : 試験片の横断面積

各試験片を試験した結果を、図 16 のグラフに示す。該グラフにおいて、縦軸は曲げ強さ  $\sigma$  (MPa) を示し、横軸はヤング係数  $E$  (GPa) を示す。

図 16 のグラフにおいて、比較例を×、実施例 1 を○、実施例 2 を\*、実施例 3 を△、実施例 4 を□で示す。

比較例においては、曲げ強さ  $\sigma$  が平均で  $220$  (MPa)、ヤング係数  $E$  が平均で  $92$  (GPa) であった。

実施例 1 においては、曲げ強さ  $\sigma$  が平均で  $330$  (MPa)、ヤング係数  $E$  が平均で  $98$  (GPa) であった。

実施例 2 においては、曲げ強さ  $\sigma$  が平均で  $350$  (MPa)、ヤング係数  $E$  が平均で  $118$  (GPa) であった。

実施例 3 は、曲げ強さ  $\sigma$  が平均で  $370$  (MPa)、ヤング係数  $E$  が平均で

114 (GPa)であった。

実施例4は、曲げ強さ $\sigma$ が平均で400 (MPa)、ヤング係数Eが平均で112 (GPa)であった。

比較例は、曲げ強さ $\sigma$ が平均で220 (MPa)、ヤング係数Eが平均で92 (GPa)であったが、実施例1～実施例4は、曲げ強さ $\sigma$ が220 (MPa)以上で、かつヤング係数Eが92 (GPa)以上であった。

これにより、強化材料12の表面12aにスピネル層13、51、窒化アルミニウム層14を形成することで、アルミニウム基複合材料の特性を高めることができることが分かる。

なお、比較例は、グラフに示すように曲げ強さ $\sigma$ およびヤング係数Eにバラつきが生じたが、その理由は次の通りである。

比較例は、アルミナ粒体の強化材料12にスピネル層を形成しないもの、あるいは、スピネル層に不十分な厚さの部位が生じたものである。

スピネル層を形成しないものは破断がし易くなる可能性があり、スピネル層の厚さが不十分なものは、不十分な厚さの部位が破断の基点となりやすい。

このため、複合材料の強度がバラつくものと考えられる。

また、実施例1に対する実施例2～実施例4の曲げ強さ $\sigma$ およびヤング係数Eは大きい。強化材料12に予備スピネル層51を備えることで、スピネル層全体の厚さを( $t_1 + t_2$ )と厚くすることで、アルミニウム基複合材料の特性を高めることができることが分かる。

さらに、実施例2～実施例4から、予備スピネル層51の厚さ $t_2$ を厚くして、スピネル層全体の厚さ( $t_1 + t_2$ )を厚くすることで、アルミニウム基複合材料の特性を高めることができることが分かる。

ここで、強化材料12に対する予備スピネル層51の体積割合は、5 vol %以上、30 vol %以下とすることが好ましい。

予備スピネル層51の体積割合が、5 vol %未満では、予備スピネル層51を形成しても、その効果を十分に引き出すことが難しいからである。

一方、予備スピネル層51の体積割合が、30 vol %を超えると、予備スピネル層51の形成に時間がかかりすぎて、生産性を維持することが難しいからで

ある。

前記第 1 及び第 2 の実施例では、混合粉体として多孔質成形体 1 6、5 4 を用いた例について説明したが、本発明においてはこれに限らず、強化材料 1 2 とマグネシウム粉体 1 5 とを混合させた粉体をそのままの状態ですつぽ 2 7 内に敷き詰めるだけでも同様の効果を得ることができる。

また、第 2 の実施例では、強化材料 1 2 に予備スピネル層 5 1 を予め形成するために、強化材料 1 2 に水酸化マグネシウム 5 2 を配置し、スピネル層反応温度（1 0 0 0 ～ 1 5 0 0 °C）で 5 時間熱処理するという方法を採用したが、これに限らず、例えば第 1 実施例のように、水酸化マグネシウム 5 2 に代えてマグネシウムを用いることも可能である。

さらに、第 2 の実施例では、強化材料 1 2 に予備スピネル層 5 1 とスピネル層 1 3 とを 2 層に分けて形成することで、スピネル層を厚くした例について説明したが、これに限らず、第 1 実施例の図 2 に示した S T 1 3 の工程時間を長く確保することや、マグネシウム粉末 1 5 の添加量を増すことでスピネル層を厚くすることも可能である。

#### 産業上の利用可能性

以上説明したように、本発明によれば、アルミニウム合金を母材とし、この母材にアルミナ粒体またはアルミナ繊維の強化材料を含ませたアルミニウム基複合材料およびアルミニウム基複合材料の製造方法に好適である。

- 21 -

## 請 求 の 範 囲

1. アルミニウム合金を母材とし、この母材にアルミナ粒体またはアルミナ繊維の強化材料を含ませたアルミニウム基複合材料であって、

前記強化材料の表面に形成されたスピネル層と、

該スピネル層の表面に形成された窒化アルミニウム層と、

を含んで成るアルミニウム基複合材料。

2. 前記スピネル層は、前記強化材料の表面に予め形成された予備スピネル層を含むことを特徴とする請求項1に記載のアルミニウム基複合材料。

3. アルミニウム合金を母材とし、この母材にアルミナ粒体またはアルミナ繊維の強化材料を含ませるようにしたアルミニウム基複合材料の製造方法であって、

前記強化材料とマグネシウムとを混合して混合粉体を形成する工程と、

該混合粉体上にアルミニウム合金のビレットを載置する工程と、

該ビレットと前記混合粉体とを、窒素雰囲気中においてマグネシウムの昇華温度まで加熱することでもって、前記混合粉体のマグネシウムを昇華する工程と、

昇華したマグネシウムと前記窒素とが反応して生成された窒化マグネシウムが前記強化材料のアルミナと反応して強化材料の表面にスピネル層を形成する工程と、

該スピネル層が形成された後、前記ビレットの融点まで加熱して熔融したアルミニウム合金を前記混合粉体内に浸透させながら、前記スピネル層の表面に窒化アルミニウムを形成する工程と、

からなるアルミニウム基複合材料の製造方法。

4. 前記マグネシウムを昇華する工程において、前記マグネシウムの昇華温度まで加熱した後、この昇華温度に保つことを特徴とする請求項3に記載のアルミニウム基複合材料の製造方法。

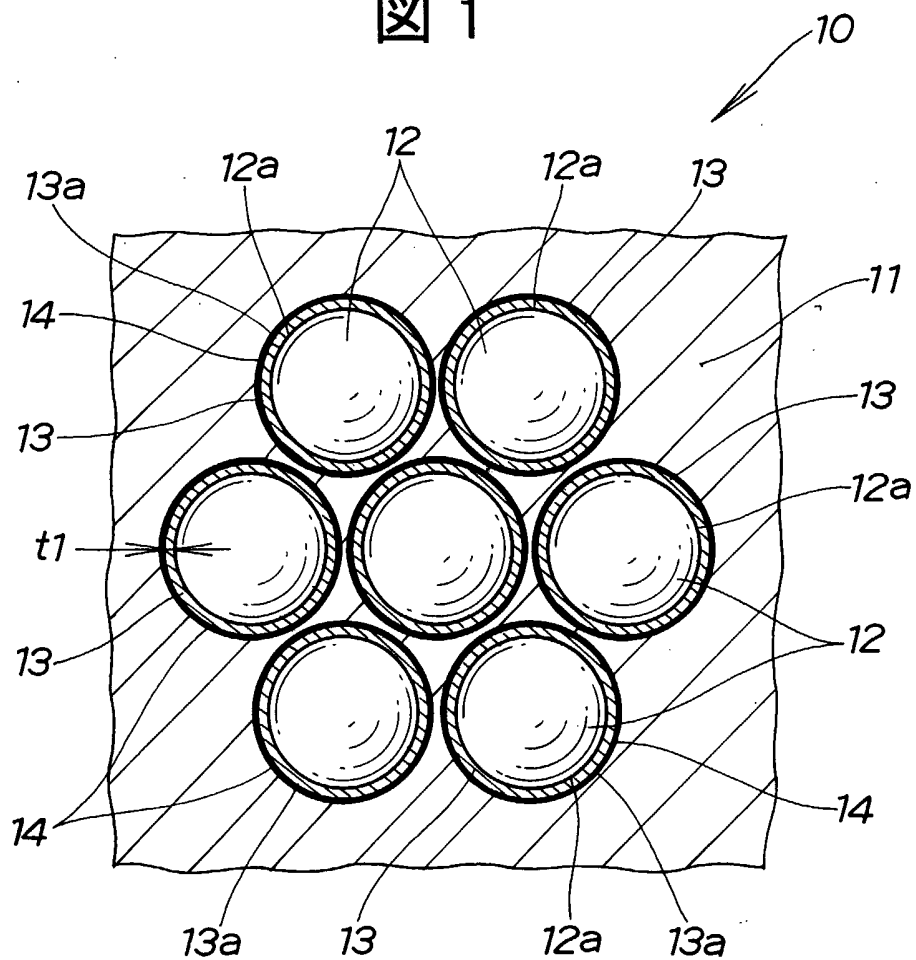
- 22 -

5. 前記混合粉体を形成する工程の前に、前記強化材料の表面に予備スピネル層を予め形成する工程を、さらに含むことを特徴とする請求項3に記載のアルミニウム基複合材料の製造方法。

6. 前記マグネシウムは、粒径が $50 \sim 500 \mu\text{m}$ の粉末であることを特徴とする請求項3に記載のアルミニウム基複合材料の製造方法。

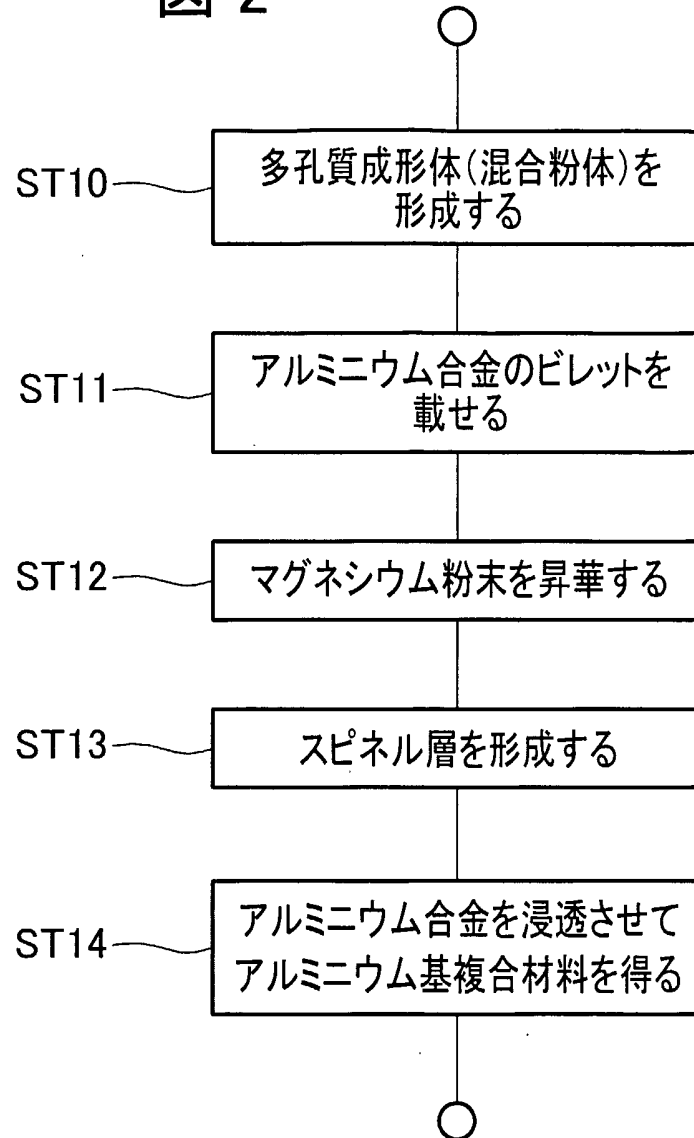
1/15

図 1



2/15

図 2



3/15

図 3A

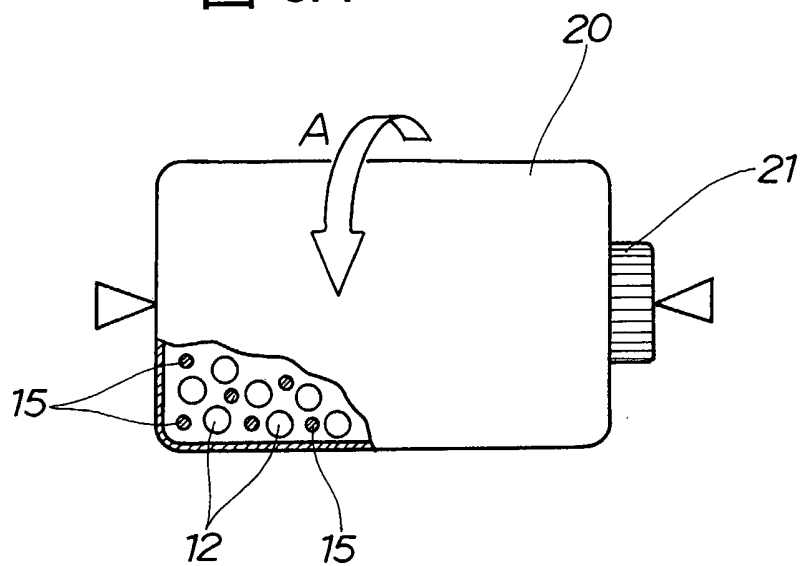
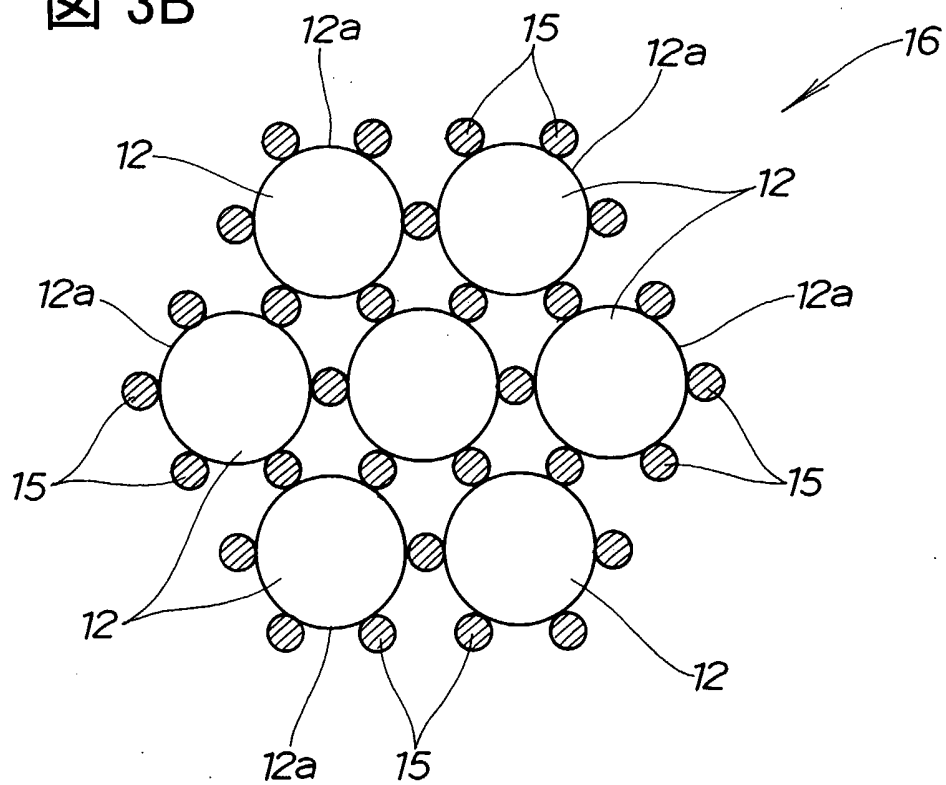


図 3B



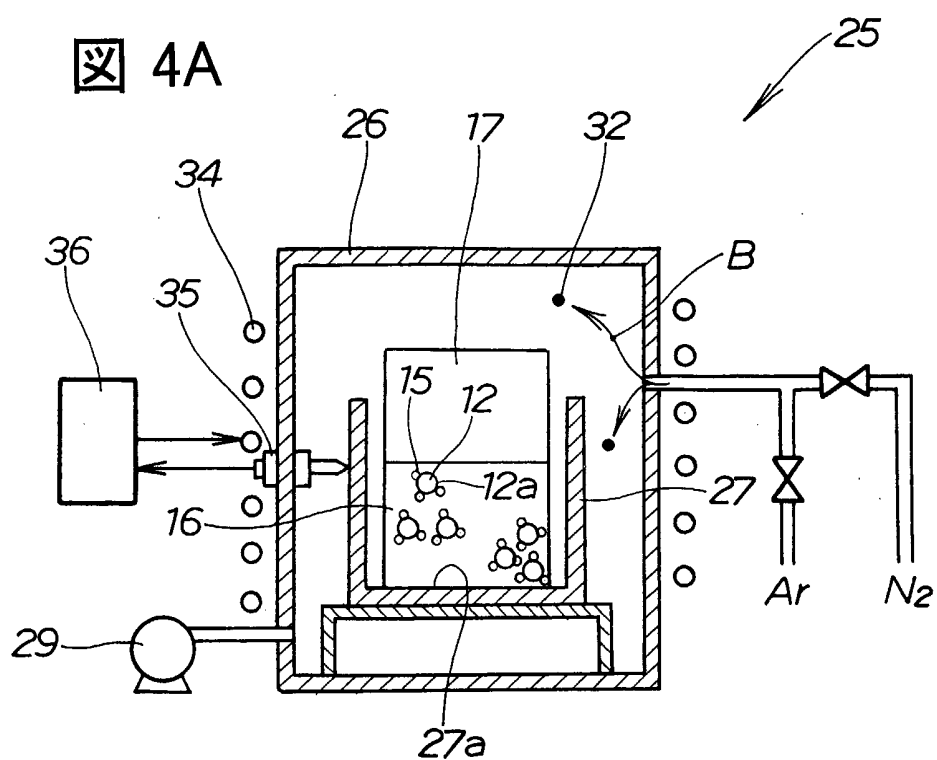


図 4B

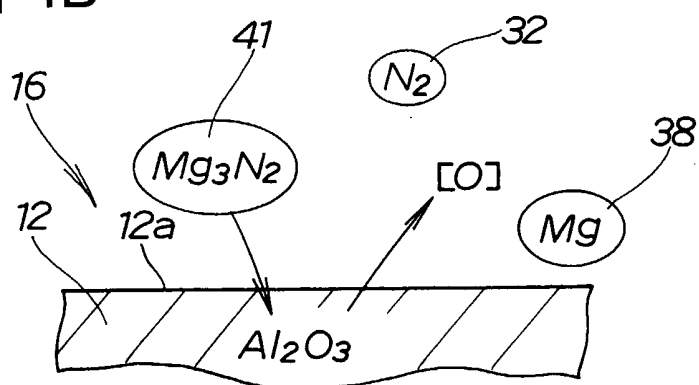
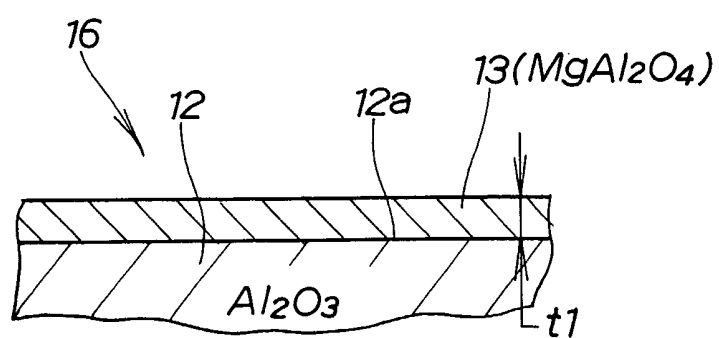


図 4C



5/15

図 5A

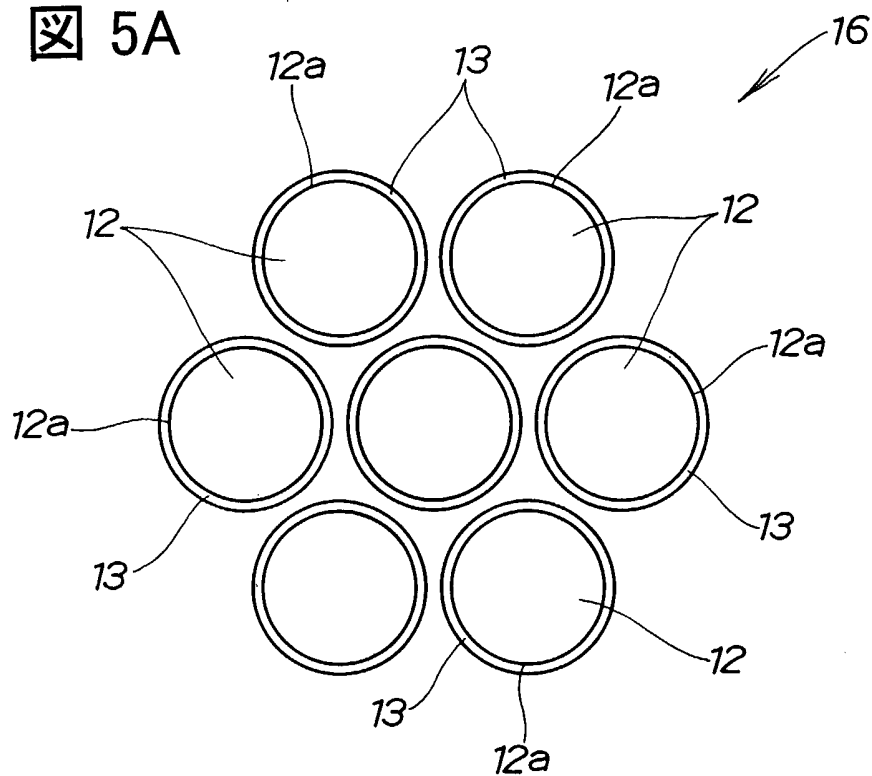
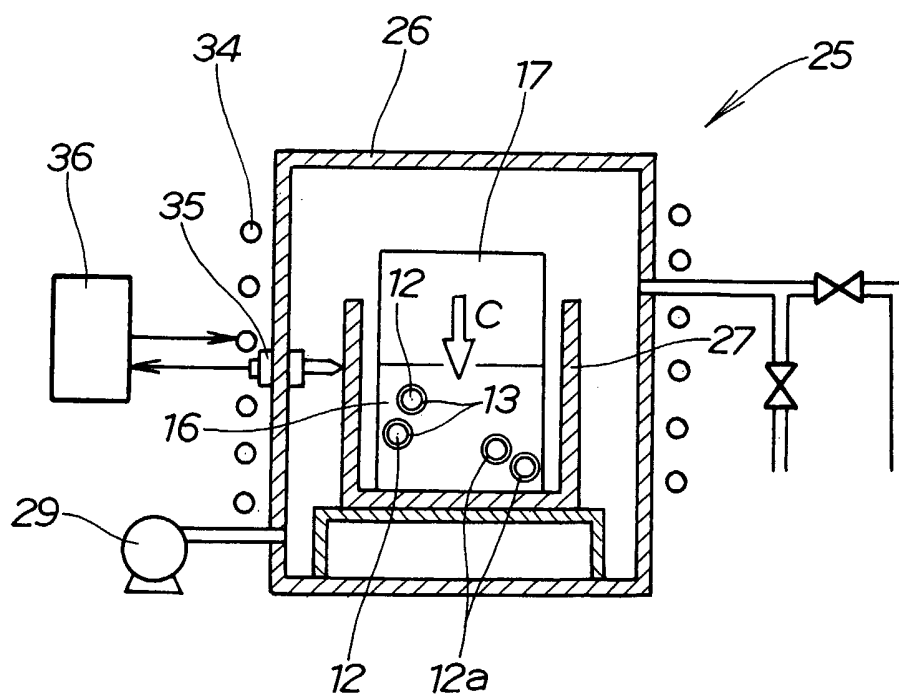


図 5B



6/15

図 6

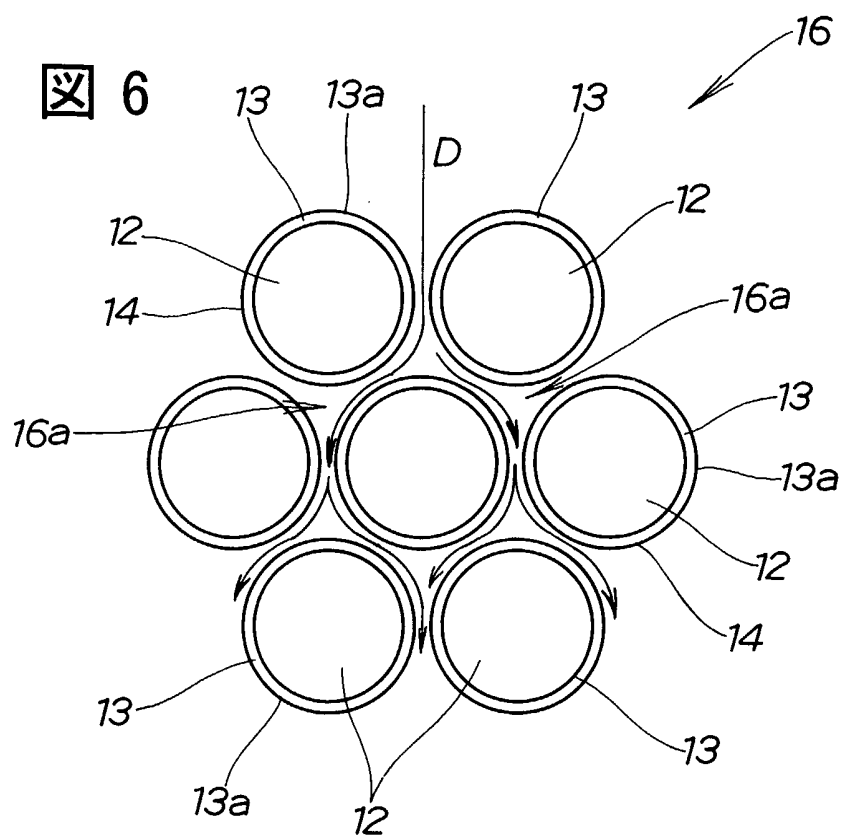
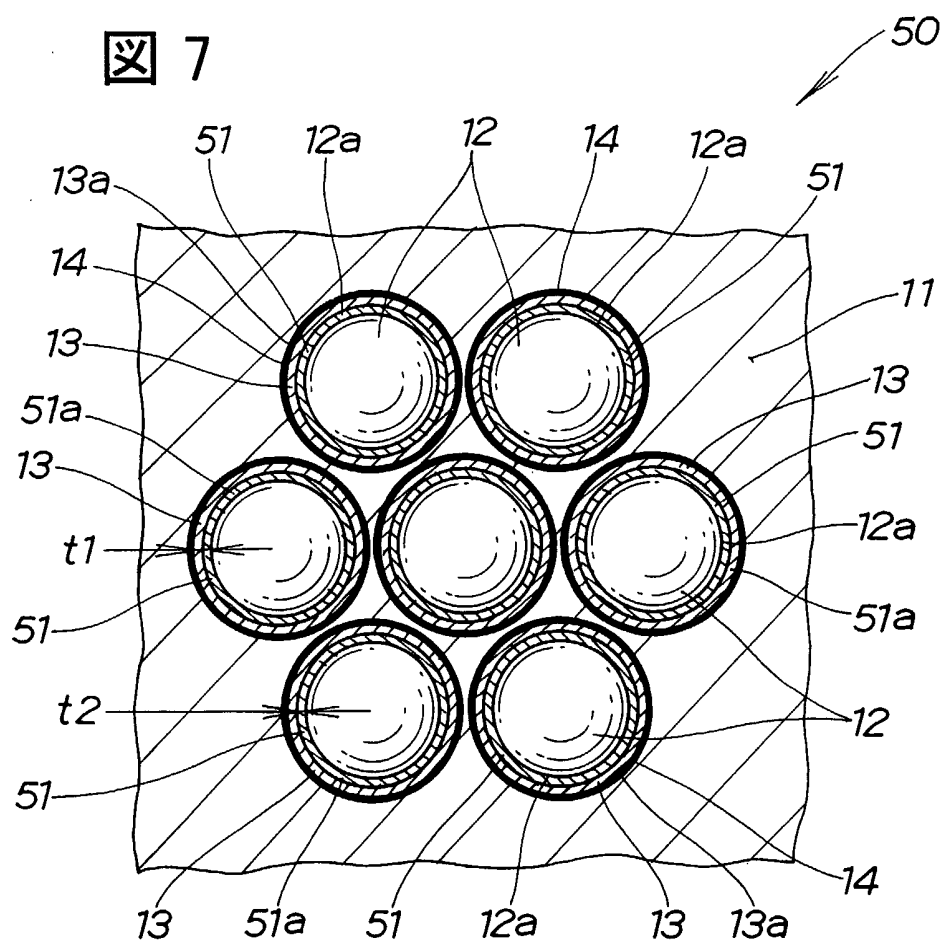
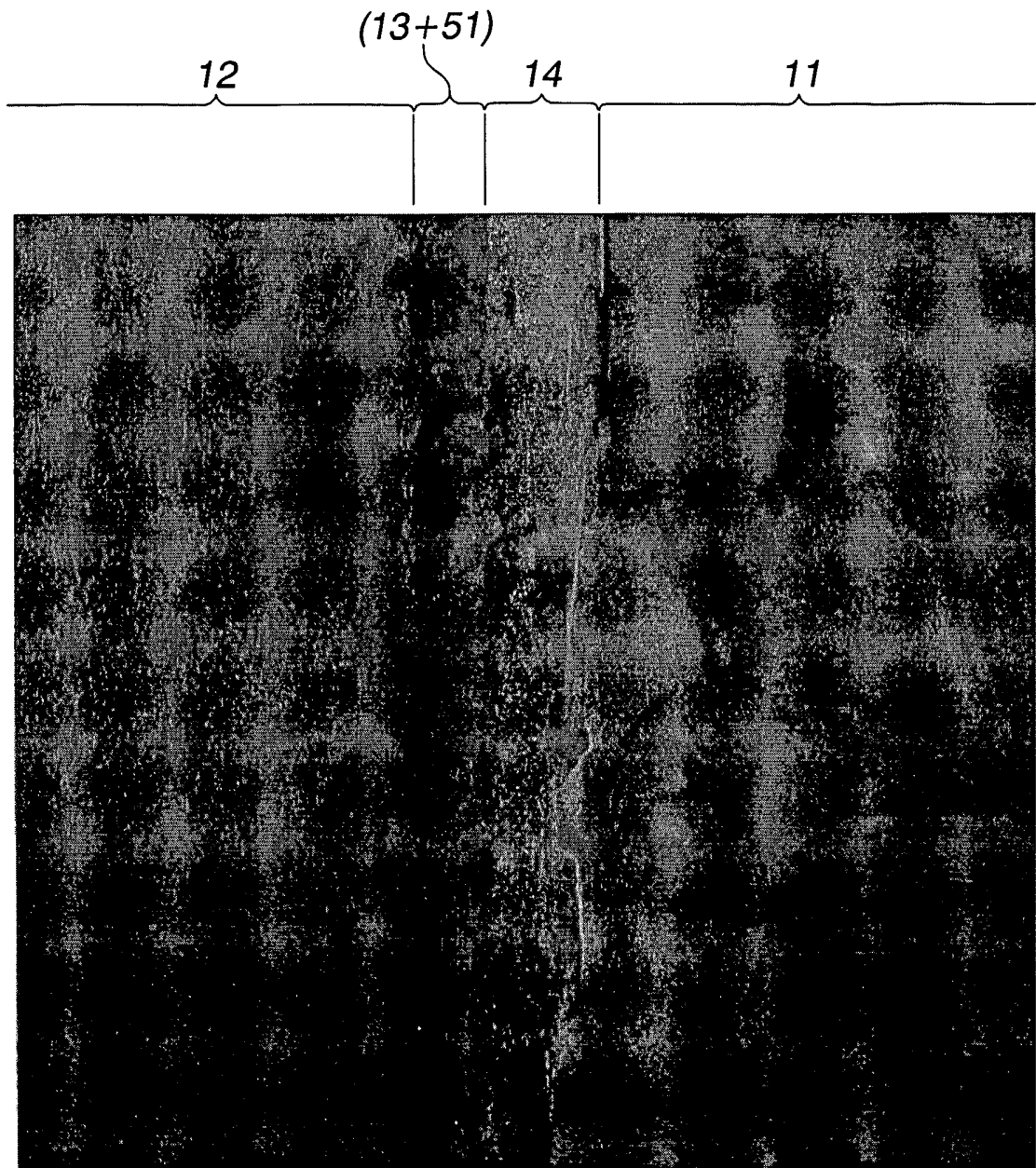


図 7



7/15

図 8



8/15

図 9

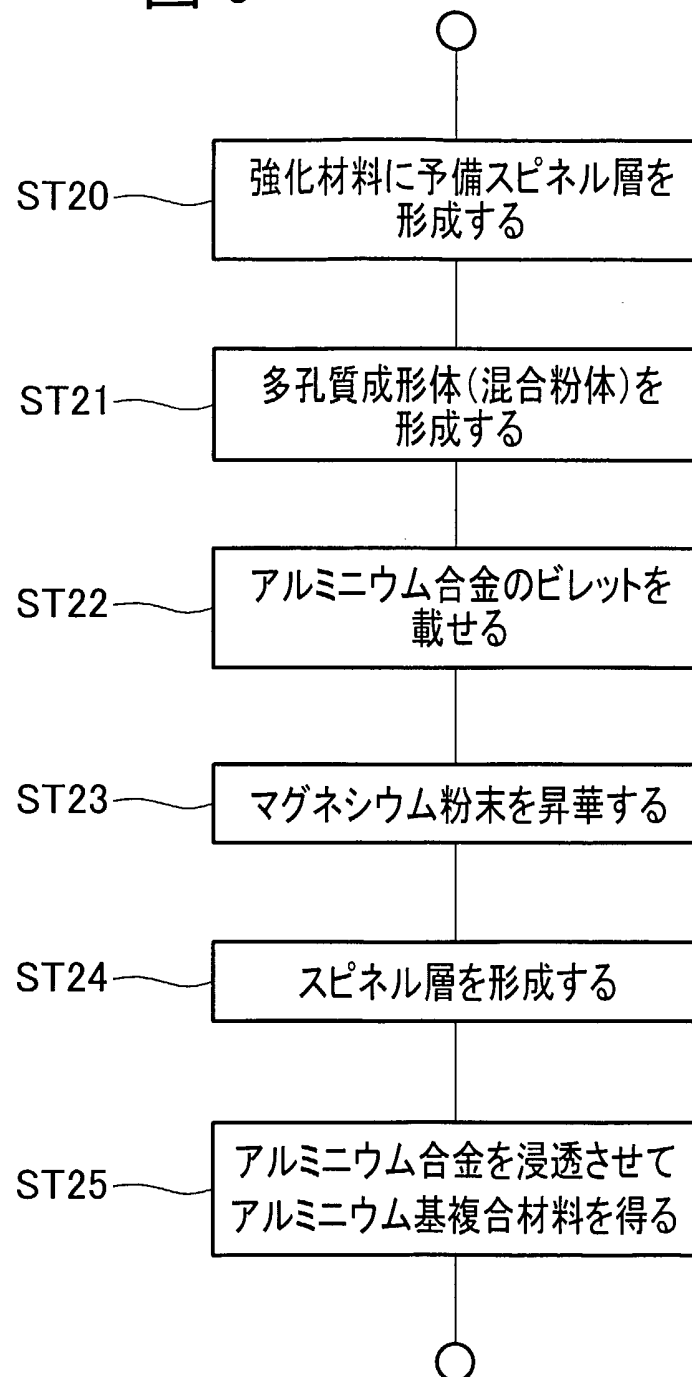


図 10A

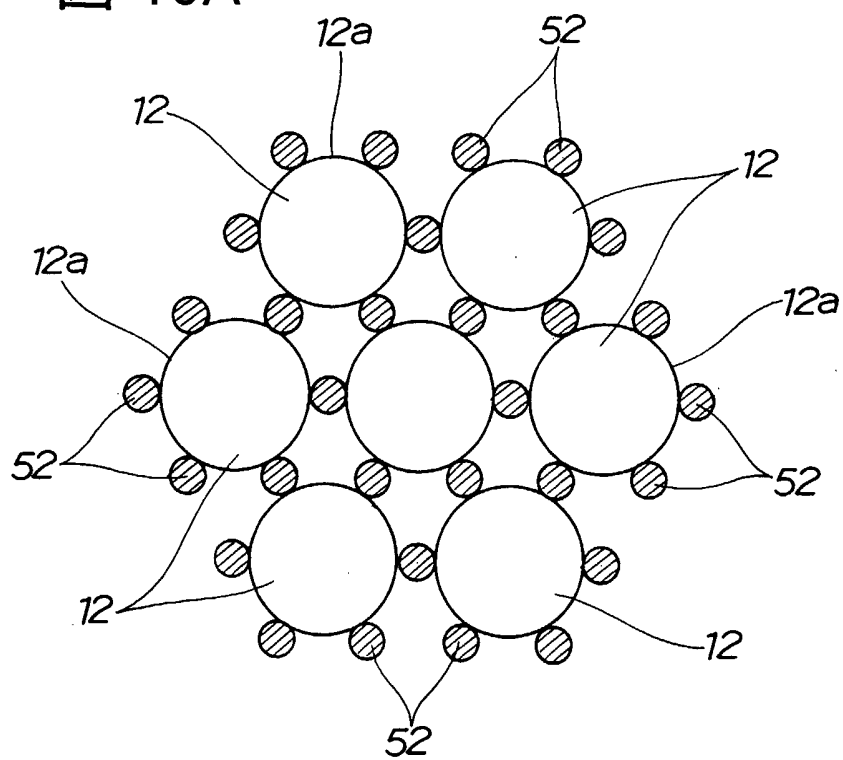
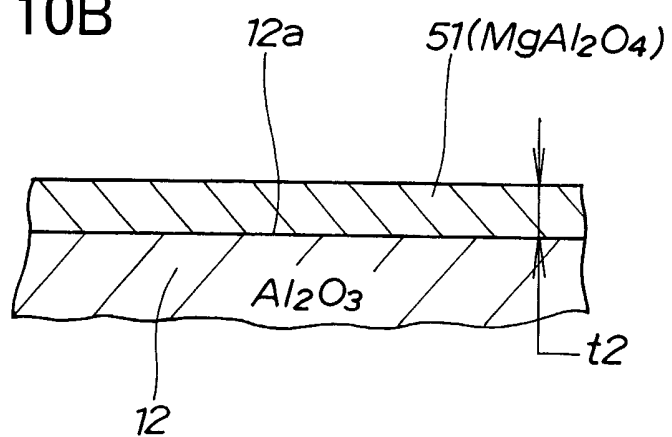


図 10B



10/15

図 11A

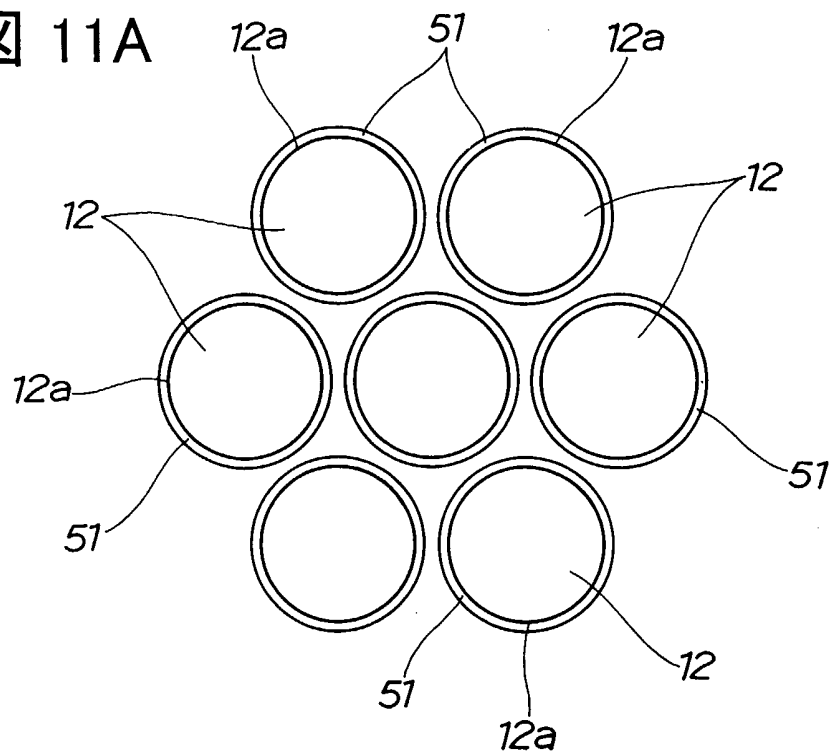


図 11B

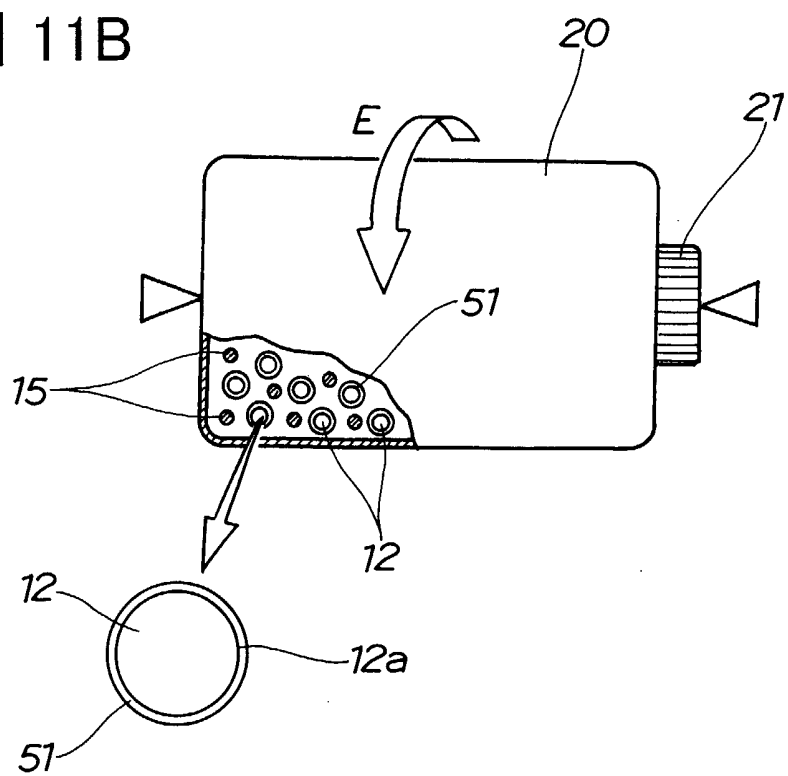


図 12A

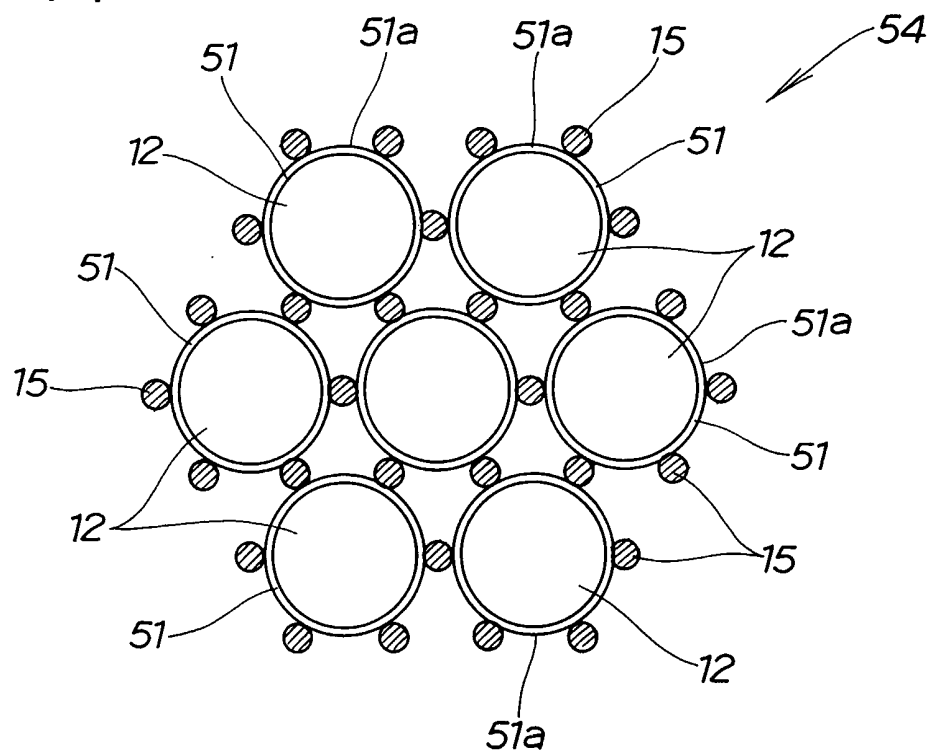
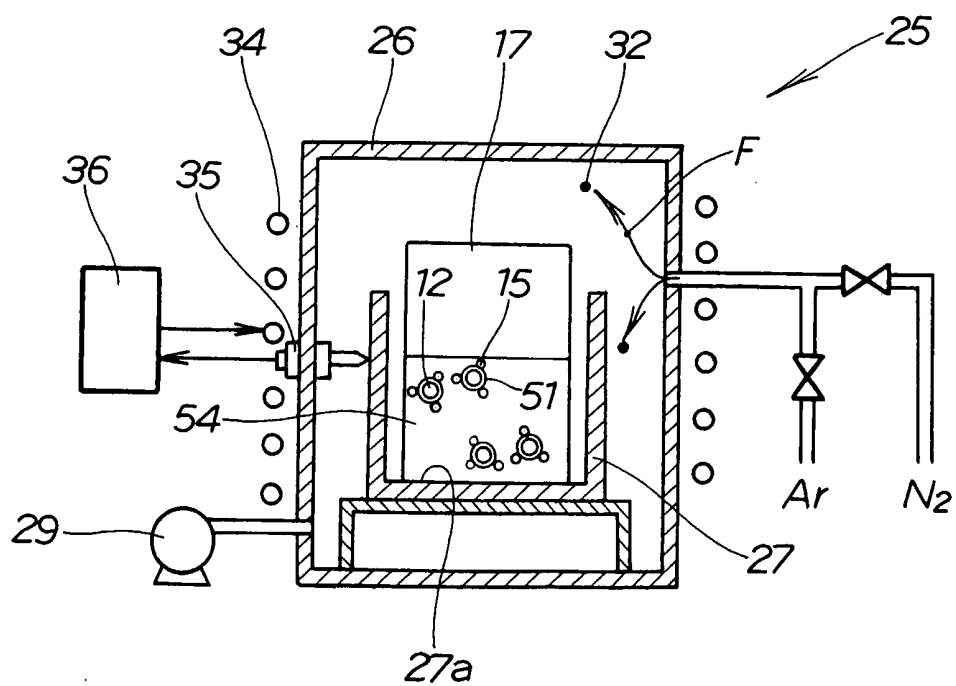
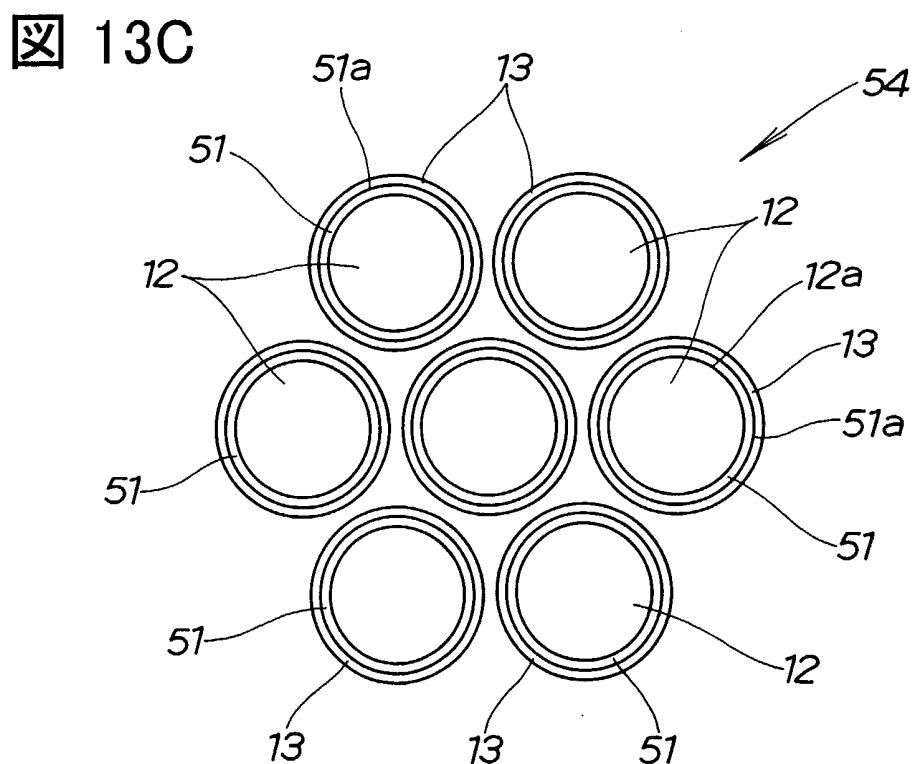
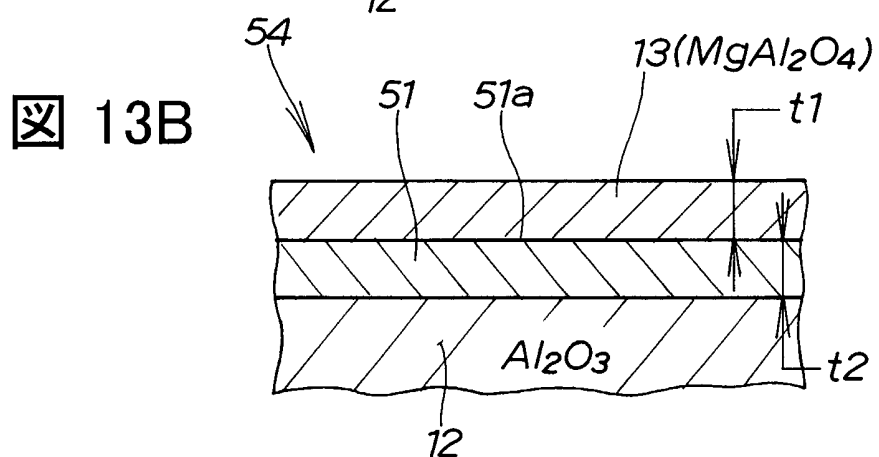
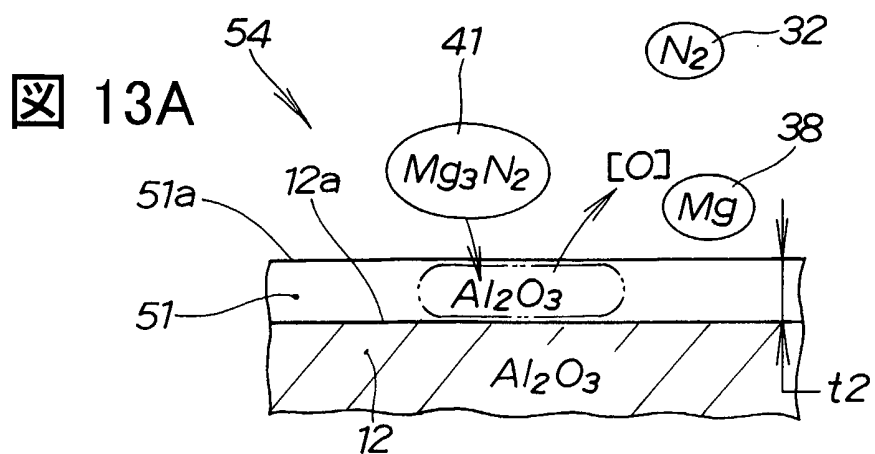


**図 12B**



12/15



13/15

図 14A

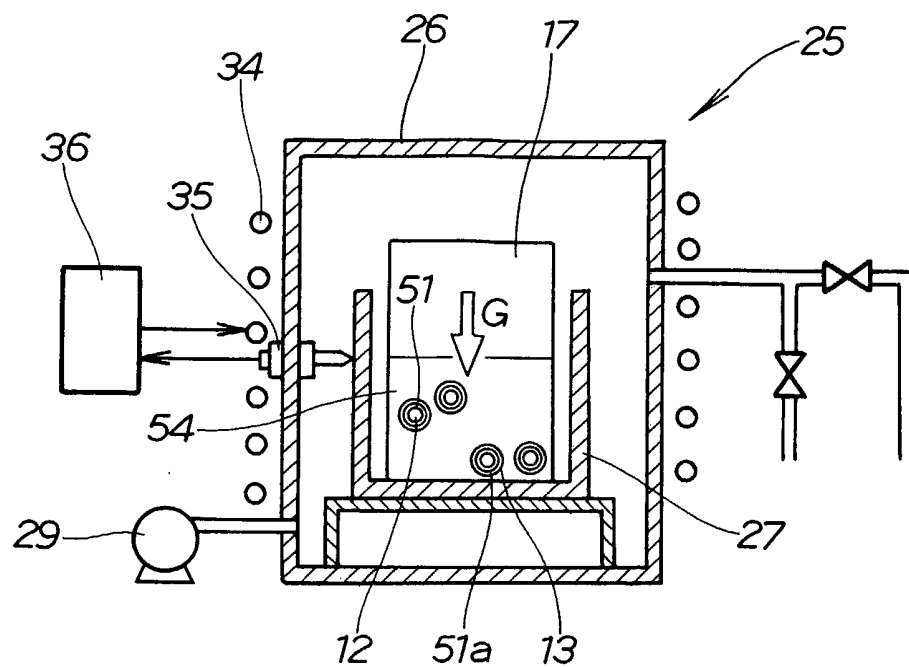
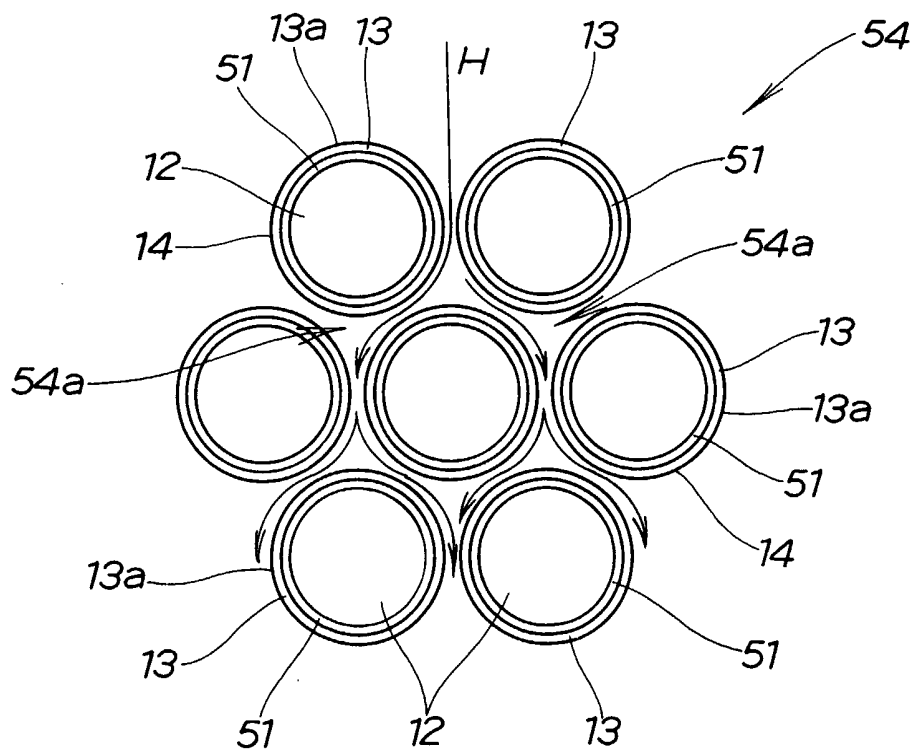


図 14B



14/15

図 15A

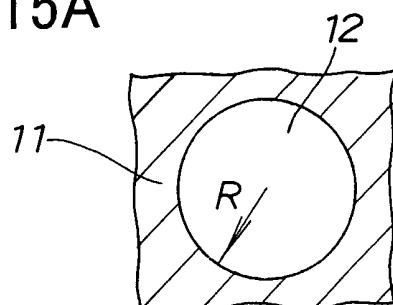


図 15B

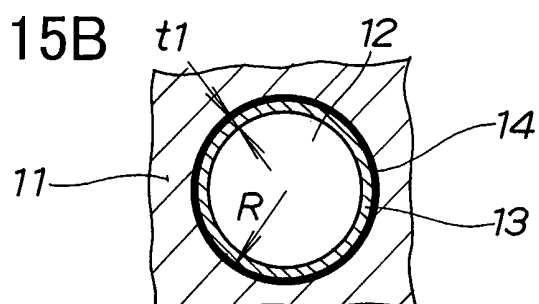


図 15C

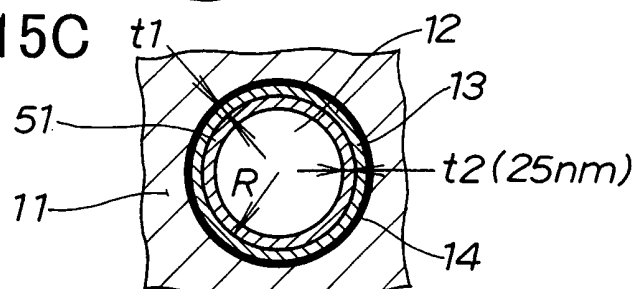


図 15D

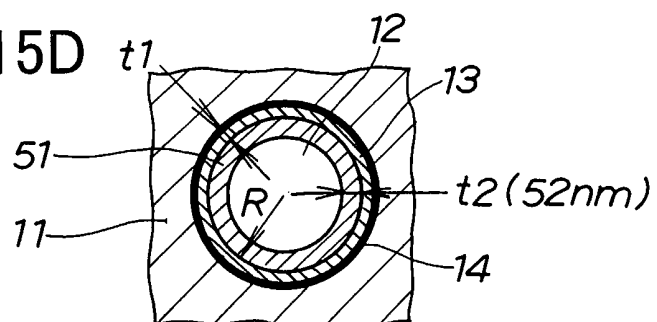
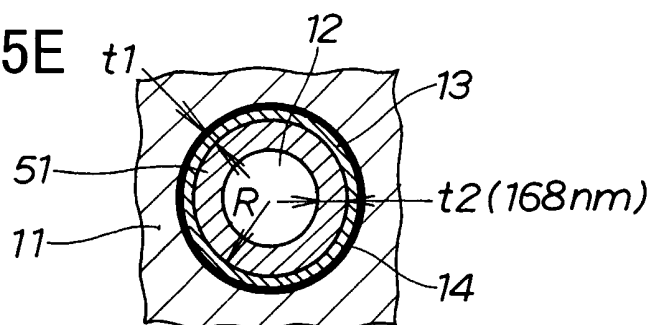
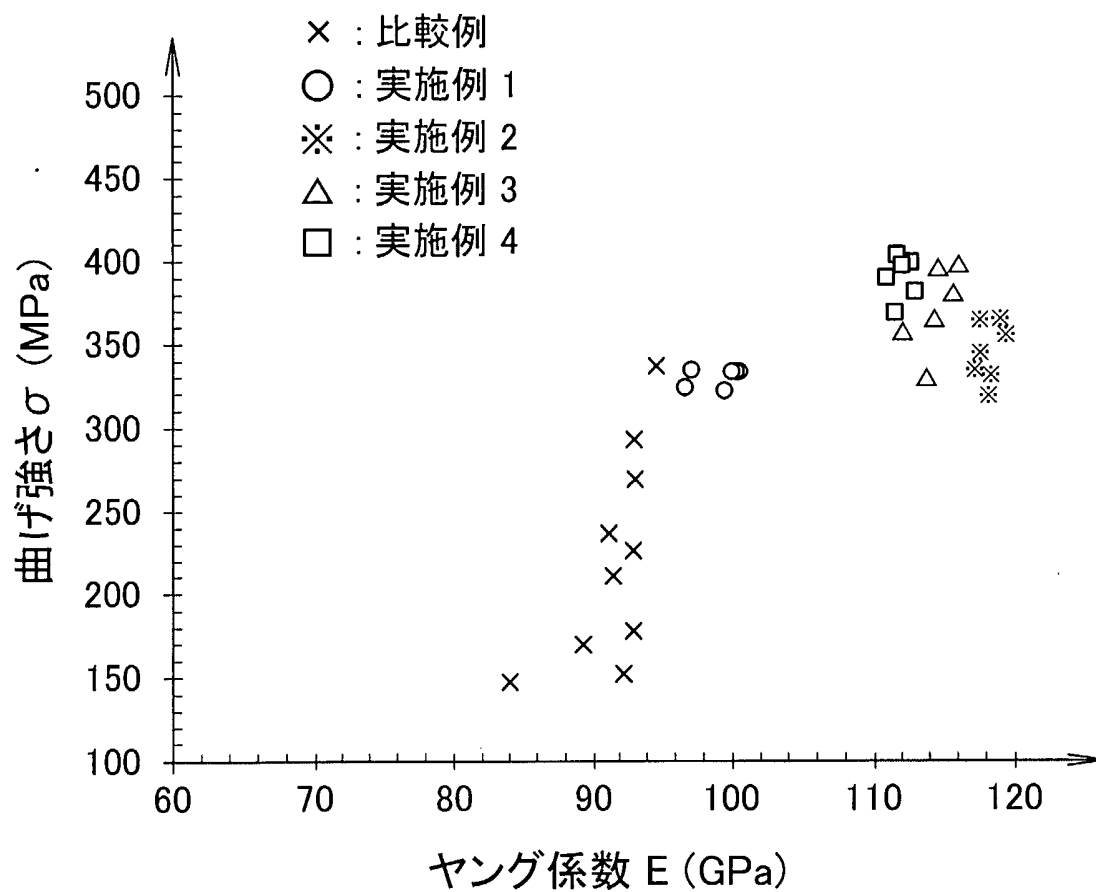


図 15E



15/15

図 16



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/020059

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

**C22C1/10** (2006.01), **C22C47/04** (2006.01), **C22C47/10** (2006.01), **C22C49/14** (2006.01)

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

**C22C1/10** (2006.01), **C22C47/04** (2006.01), **C22C47/10** (2006.01), **C22C49/14** (2006.01)

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

|                           |           |                            |           |
|---------------------------|-----------|----------------------------|-----------|
| Jitsuyo Shinan Koho       | 1922-1996 | Jitsuyo Shinan Toroku Koho | 1996-2006 |
| Kokai Jitsuyo Shinan Koho | 1971-2006 | Toroku Jitsuyo Shinan Koho | 1994-2006 |

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | Relevant to claim No. |
|-----------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| X<br>Y    | JP 2-236244 A (Lanxide Technology Co., LP),<br>19 September, 1990 (19.09.90),<br>Claim 2; page 6, lower right column,<br>lines 11 to 19; page 7, upper right column,<br>lines 12 to 13; page 8, lower right column,<br>line 18 to page 9, upper left column,<br>line 12; page 11, upper left column,<br>lines 1 to 8; page 14, lower left column,<br>lines 1 to 8, lower right column, lines 11 to 17;<br>page 15, upper left column, lines 5 to 11;<br>examples 1, 5<br>& EP 375588 A1 | 1-4, 6<br>5           |

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
23 January, 2006 (23.01.06)

Date of mailing of the international search report  
31 January, 2006 (31.01.06)

Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2005/020059

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages                                                   | Relevant to claim No. |
|-----------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| Y         | JP 2001-316785 A (President of Hiroshima University),<br>16 November, 2001 (16.11.01),<br>Claims; Par. No. [0029]<br>& US 6521061 B1 | 5                     |

## A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C22C1/10(2006.01), C22C47/04(2006.01), C22C47/10(2006.01), C22C49/14(2006.01)

## B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C22C1/10(2006.01), C22C47/04(2006.01), C22C47/10(2006.01), C22C49/14(2006.01)

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

|             |            |
|-------------|------------|
| 日本国実用新案公報   | 1922-1996年 |
| 日本国公開実用新案公報 | 1971-2006年 |
| 日本国実用新案登録公報 | 1996-2006年 |
| 日本国登録実用新案公報 | 1994-2006年 |

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

## C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の<br>カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示                                                                                                                                                                             | 関連する<br>請求の範囲の番号 |
|-----------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------|
| X<br>Y          | J P 2-236244 A (ランキサイド テクノロジー カンパニー, リミテッド パートナシップ) 1990.09.19, 請求項2, 第6頁右下欄第11-19行, 第7頁右上欄第12-13行, 第8頁右下欄第18行-第9頁左上欄第12行, 第11頁左上欄第1-8行, 第14頁左下欄第1-8行, 第14頁右下欄第11-17行, 第15頁左上欄第5-11行, 実施例1, 5 & E P 375588 A1 | 1-4, 6<br>5      |
| Y               | J P 2001-316785 A (広島大学長) 2001.11.16, 特許請求の範囲, 【0029】& US 6521061 B1                                                                                                                                          | 5                |

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

## \* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの  
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの  
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)  
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献  
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの  
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの  
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの  
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

23.01.2006

国際調査報告の発送日

31.01.2006

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)  
郵便番号100-8915  
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

井上 猛

電話番号 03-3581-1101 内線 3435