



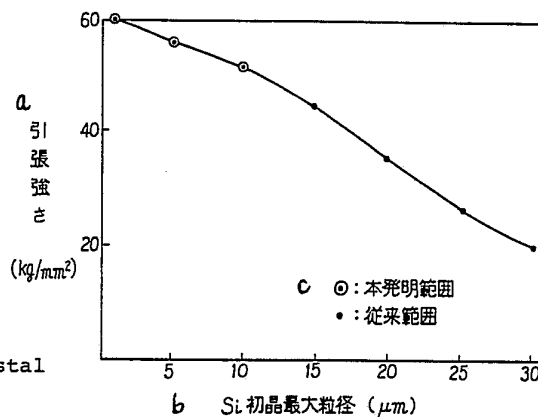
特許協力条約に基づいて公開された国際出願

<p>(51) 国際特許分類 5 B22F 1/00, 9/08</p>	<p>A1</p>	<p>(11) 国際公開番号 WO 92/07676</p> <p>(43) 国際公開日 1992年5月14日 (14.05.1992)</p>
--	-----------	--

<p>(21) 国際出願番号 PCT/JP91/01488</p> <p>(22) 国際出願日 1991年10月31日(31. 10. 91)</p> <p>(30) 優先権データ</p> <table border="0"> <tr> <td>特願平2/295018</td> <td>1990年10月31日(31. 10. 90)</td> <td>JP</td> </tr> <tr> <td>特願平2/295019</td> <td>1990年10月31日(31. 10. 90)</td> <td>JP</td> </tr> <tr> <td>特願平2/295099</td> <td>1990年10月31日(31. 10. 90)</td> <td>JP</td> </tr> </table> <p>(71) 出願人(米国を除くすべての指定国について)</p> <p>住友電気工業株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.)(JP/JP) 〒541 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号 Osaka, (JP)</p> <p>東洋アルミニウム株式会社(TOYO ALUMINIUM K. K.)(JP/JP) 〒541 大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目6番8号 Osaka, (JP)</p> <p>(72) 発明者; および</p> <p>(75) 発明者/出願人(米国についてのみ)</p> <p>武田義信(TAKEDA, Yoshinobu)(JP/JP)</p> <p>林 哲也(HAYASHI, Tetsuya)(JP/JP)</p> <p>鏡治俊彦(KAJI, Toshihiko)(JP/JP)</p> <p>小谷雄介(ODANI, Yusuke)(JP/JP)</p> <p>明智清明(AKECHI, Kiyooki)(JP/JP)</p> <p>〒664 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号</p> <p>住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo, (JP)</p> <p>楠井 潤(KUSUI, Jun)(JP/JP)</p> <p>横手隆昌(YOKOTE, Takamasa)(JP/JP)</p> <p>田中昭衛(TANAKA, Akie i)(JP/JP)</p>	特願平2/295018	1990年10月31日(31. 10. 90)	JP	特願平2/295019	1990年10月31日(31. 10. 90)	JP	特願平2/295099	1990年10月31日(31. 10. 90)	JP	<p>和辻 隆(WATSUJI, Takashi)(JP/JP) 〒541 大阪府大阪市中央区久太郎町三丁目6番8号 東洋アルミニウム株式会社内 Osaka, (JP)</p> <p>(74) 代理人</p> <p>弁理士 深見久郎, 外(FUKAMI, Hisao et al.) 〒530 大阪府大阪市北区南森町2丁目1番29号 住友銀行南森町ビル Osaka, (JP)</p> <p>(81) 指定国</p> <p>AT(欧州特許), BE(欧州特許), CH(欧州特許), DE(欧州特許), DK(欧州特許), ES(欧州特許), FR(欧州特許), GB(欧州特許), GR(欧州特許), IT(欧州特許), LU(欧州特許), NL(欧州特許), SE(欧州特許), US.</p> <p>添付公開書類 国際調査報告書</p>
特願平2/295018	1990年10月31日(31. 10. 90)	JP								
特願平2/295019	1990年10月31日(31. 10. 90)	JP								
特願平2/295099	1990年10月31日(31. 10. 90)	JP								

(54) Title : HYPEREUTECTIC ALUMINUM/SILICON ALLOY POWDER AND PRODUCTION THEREOF

(54) 発明の名称 過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末およびその製造方法



a ... tensile strength

b ... maximum grain diameter of primary crystal of silicon

c ... ⊙ scope of the invention

• scope of prior art

(57) Abstract

A hypereutectic aluminum/silicon alloy powder wherein a primary crystal of silicon has a grain diameter of as minute as 10 μm or less is produced by the atomization process which comprises preparing a melt of a hypereutectic aluminium/silicon alloy containing phosphorus and spraying the melt by means of air or an inactive gas to effect rapid cooling for solidification. The obtained alloy powder contains 12 to 50 wt% of silicon and 0.0005 to 0.1 wt% of phosphorus. This powder can provide a solidified powder with improved mechanical properties in a high yield without any limitation to the grain size.

(57) 要約

初晶シリコンの極めて微細な過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末がアトマイズ法によって製造される。まず、リンを含有する過共晶アルミニウム-シリコン系合金の溶湯が準備される。空気または不活性ガスを用いてこの溶湯を噴霧して急冷凝固させる。初晶シリコンの結晶粒径が10 μm以下のアルミニウム-シリコン系合金粉末が得られる。このアルミニウム-シリコン系合金粉末はシリコンを12重量%以上50重量%以下、リンを0.0005重量%以上0.1重量%以下含有する。この過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末を用いることにより、粉末粒度の制約がなく、高い歩留りで、機械的特性が改善された粉末の固化体を製造することが可能となる。

情報としての用途のみ

PCTに基づいて公開される国際出願のハンフレット第1頁にPCT加盟国を同定するために使用されるコード

AT	オーストリア	ES	スペイン	ML	マリ
AU	オーストラリア	FI	フィンランド	MN	モンゴル
BB	バルバドス	FR	フランス	MR	モーリタニア
BE	ベルギー	GA	ガボン	MW	マラウイ
BF	ブルキナ・ファソ	GI	ギニア	NL	オランダ
BG	ブルガリア	GB	イギリス	NO	ノルウェー
BJ	ベナン	GR	ギリシャ	PL	ポーランド
BR	ブラジル	HU	ハンガリー	RO	ルーマニア
CA	カナダ	IT	イタリア	SD	スーダン
CF	中央アフリカ共和国	JP	日本	SE	スウェーデン
CG	コンゴ	KP	朝鮮民主主義人民共和国	SN	セネガル
CH	スイス	KR	大韓民国	SU ⁺	ソヴィエト連邦
CI	コート・ジボアール	LI	リヒテンシュタイン	TD	チャード
CM	カメルーン	LK	スリランカ	TG	トーゴ
CS	チェコスロバキア	LU	ルクセンブルグ	US	米国
DE	ドイツ	MC	モナコ		
DK	デンマーク	MG	マダガスカル		

⁺SUの指定はロシア連邦の指定としての効力を有する。しかし、その指定が旧ソヴィエト連邦のロシア連邦以外の他の国で効力を有するかは不明である。

(1)

明細書

過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末およびその製造方法

技術分野

- 5 この発明は、過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末およびその製造方法に関し、特に微細なシリコン初晶を安定して有する過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末およびその製造方法に関する。

背景技術

- 10 アルミニウム（Al）にシリコン（Si）を添加すると、熱膨張係数の低下、剛性率の向上および耐摩耗性の改善などに顕著な効果がある。この効果を利用したAl－Si系合金がすでに広く使用されている。

- 15 このようなAl－Si系合金のうち、鑄造材はJIS規格でACやADCとして分類され、エンジンプロック等のアルミニウム合金鑄物として多量に使用されている。また、展伸材としてのAl－Si系合金は4000番台に分類され、鑄造ビレットから押出しや鍛造等により各種部品に加工される。

- 20 過共晶Al－Si系合金を鑄造法で製造することは周知である。鑄造法によって得られた過共晶Al－Si系合金鑄物は、低い熱膨脹率、高い剛性率、高い耐摩耗性といった優れた特性を有しており、各種分野での使用が期待されている。しかしながら、過共晶Al－Si系合金鑄物に粗

(2)

大なシリコンの初晶が存在すると、その機械的特性と機械加工時の被削性が悪化する。

過共晶 Al-Si 系合金鑄物のシリコンの初晶を微細化するために、微細化剤、特にリン (P) を添加することも周知である。しかしながら、過共晶 Al-Si 系合金の鑄造時に微細化剤を添加しても、シリコンの初晶の微細化には限度がある。特にシリコンの含有量が 20 重量% を越える Al-Si 系合金の場合には、微細化剤を添加しても粗大なシリコンの初晶が存在するので、その合金の機械的特性と機械加工時の被削性は依然として悪い。

一方、近年ではアトマイズ法等の急冷凝固粉末の製造法により、溶解鑄造法で不可能であった大きな冷却速度で溶湯から粉末を製造することができる。そのため、シリコンの初晶を微細化することができ、共晶組成以上のシリコンを含み、さらには第 3 合金成分として鉄 (Fe)、ニッケル (Ni)、クロム (Cr)、マンガン (Mn) 等の遷移金属元素 X を含む過共晶 Al-Si 系合金粉末の製造が可能となる。これらの粉末を用いた粉末冶金法によって製造される合金として、鑄造合金よりもはるかに優れて特性を有する Al-17Si-X, Al-20Si-X, Al-25Si-X 等の粉末冶金合金が実用化されている。

上記の粉末冶金合金の機械的特性をさらに向上させるためには、シリコンの結晶を一層微細化すると同時にシリコンの結晶粒径を均一化することが必要である。さらに、わ

(3)

ずかな量でも破壊の起点となり、材料強度のばらつきの原因となる粗大なシリコンの結晶を減少させることが極めて重要である。しかも、粉末中のシリコンの初晶は鍛造や押し出し等の熱間固化により細くなる可能性はほとんどなく、むしろオストワルド成長により粗大化する。したがって、
5 合金粉末中のシリコンの初晶の大きさが決定的に重要である。

ところで、シリコンの初晶を微細化するには、粉末を製造する際の冷却速度を大きくすればよいことは知られている。しかし、その冷却速度はアトマイズの方法や装置によ
10 っておおむね決定され、他の工業的方法で冷却速度を大きくすることは経済性や生産性の点で問題があり、実現されていない。

また、従来のアトマイズ法では冷却速度が粉末の粒度に
15 依存するため、得られる粉末が一定幅の粒度分布を有する限り、全粉末中では、存在するシリコンの初晶の粒径に大きなばらつきがある。たとえば、従来、粒径400 μ m程度の粉末中には粒径20 μ m程度の粗大なシリコンの初晶の存在が避けられなかった。

そこで、従来から、粗大なシリコンの初晶を有する粒子
20 を除くために冷却速度の低い粗粒粉末をふるい分けして除去して、微細粉末のみを用いて固化体を製造することが行なわれていた。しかしながら、この方法によれば、材料歩留り低下により経済性が悪化する上、粉末の流動性や成形

(4)

性等のハンドリング性が著しく低下し、さらには粉塵爆発の危険が増大する等の問題があった。

本発明は、上述のような従来の事情に鑑み、アトマイズ法により、シリコンの初晶が微細でかつ均一であり、特に
5 粗大なシリコンの初晶の晶出を抑制することが可能な過共晶 Al-Si 系合金粉末の組成およびその製造方法を提供することを目的とする。

発明の開示

本願発明者らは、上述の従来技術の問題点に鑑みて、種
10 々の実験と研究を重ねた結果、リンを含有する初晶シリコン微細化剤を添加したアルミニウム-シリコン系合金の溶湯、またはリンを含有する初晶シリコン微細化剤を予め含むアルミニウム-シリコン系合金地金を溶解して得られる合金溶湯を空気または不活性ガスを用いてアトマイズすることにより、初晶シリコンの極めて微細な過共晶アルミニ
15 ウム-シリコン系合金粉末が得られることを知見した。

この発明の第1の局面に従った過共晶アルミニウム-シリ
20 ン系合金粉末は、シリコンを12重量%以上50重量%以下、リンを0.0005重量%以上0.1重量%以下含有する。

この発明の過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末中の初晶シリコンの粒径は、従来の鑄造法によって得られる過共晶アルミニウム-シリコン系合金中の初晶シリコンの大きさよりもはるかに小さく、通常10 μ m以下である。

(5)

この発明のアルミニウム－シリコン系合金粉末におけるシリコンの含有量が12重量%以上50重量%以下、好ましくは20重量%以上30重量%以下である。シリコンの含有量が12重量%未満では初晶のシリコンが晶出しない。一方、シリコンの含有量が50重量%を越えると、シリコンの初晶をいくら微細化しても初晶シリコンの量が多すぎ、得られた粉末から作製した固化体の被削性が悪く、その機械的強度も劣る。

本発明のアルミニウム－シリコン系合金粉末におけるリンの含有量は0.0005重量%以上0.1重量%以下、好ましくは0.0005重量%以上0.05重量%以下である。リンの含有量が0.0005重量%未満では微細化効果が得られず、機械的強度の改善も見られない。一方、リンの含有量が0.1重量%を越えても微細化効果がより向上することはない。特にリンの含有量が0.02重量%以上0.1重量%以下であるアルミニウム－シリコン系合金粉末は機械加工時の被削性に優れている。

本発明のより好ましく、具体的なアルミニウム－シリコン系合金粉末は、シリコンを12重量%以上50重量%以下、銅を2.0重量%以上3.0重量%以下、マグネシウムを0.5重量%以上1.5重量%以下、マンガンをも0.2重量%以上0.8重量%以下、リンを0.0005重量%以上0.05重量%以下含有し、残部がアルミニウムと不可避不純物である。銅、マグネシウム、マンガンの各元

(6)

素を含有するアルミニウム－シリコン系合金粉末は、より高い機械的強度を有する。

この発明の第2の局面に従った過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末の製造方法によれば、まず、リンを含有する過共晶アルミニウム－シリコン系合金の溶湯が準備される。空気または不活性ガスを用いて、その溶湯を噴霧して急冷凝固させる。

リンを含有する過共晶アルミニウム－シリコン系合金の溶湯は、リンを含有する初晶シリコン微細化剤を添加したアルミニウム－シリコン系合金の溶湯、またはリンを含有する初晶シリコン微細化剤を予め含むアルミニウム－シリコン系合金地金を溶解して得られる合金溶湯であればよい。

本発明の製造方法においてリンを含有する初晶シリコン微細化剤としては、従来の鑄造法において使用されている初晶シリコン微細化剤、たとえばCu－8重量%P、Cu－15重量%P、PCl₅、赤リンを主体とした混合塩等あるいはAl－Cu－P微細化剤が使用される。

初晶シリコン微細化剤は通常、0.0005重量%以上0.1重量%以下、好ましくは0.002重量%以上0.05重量%以下の量で使用される。初晶シリコン微細化剤の量が0.0005重量%未満のときには、初晶シリコン微細化剤添加の効果が十分でない。また、初晶シリコン微細化剤を0.1重量%を越える量で添加しても効果のさらなる向上は見られない。

(7)

本発明の製造方法においてアルミニウム－シリコン系合金溶湯は公知の方法に従ってアトマイズ処理される。

この発明の製造方法において、合金溶湯をアルミニウム－シリコン系合金の液相線温度より100℃高い温度以上
5 1300℃以下の温度に保持された状態でアトマイズ処理することが好ましい。アルミニウム－シリコン系合金に初晶シリコン微細化剤を添加する際にも、その合金を上記の温度に保持しておくことが好ましい。

ここで、液相線温度とは、その組成の合金が完全に溶解
10 し終わる温度を意味する。たとえば、シリコンを25重量%含有するアルミニウム－シリコン系合金の液相線温度は約780℃である。

合金溶湯をアルミニウム－シリコン系合金の（液相線温度+100）℃の温度より低い温度で保持した場合には、
15 リンの溶解が不十分となり、添加されたリンの量に対して合金中に含有するリンの量が少なくなり、正確なリンの量を含有する合金粉末を得ることが困難である。また、合金溶湯を1300℃を越える温度で保持した場合には、ルツボと炉材の損傷が甚しく、含まれる合金元素によっては一部蒸発し、
20 所望通りの組成を有する合金が得られないことがあり得る。

より好ましくは、合金溶湯をアルミニウム－シリコン系合金の液相線温度より100℃高い温度以上1300℃以下の温度に少なくとも30分間保持した後、アトマイズ処

(8)

理する。保持時間が30分よりも短い場合においても、リンの溶解が不十分となり、添加されたリンの量に対して合金中に含有するリンの量が少なくなり、正確なリンの量を含有する合金粉末を得ることが困難である。しかし、Al-Cu-P接種剤を使用する際は、その限りでない（保持時間を30分より短くできる場合がある。）。

本発明の方法が適用されるアルミニウム-シリコン系合金は特に限定されず、アルミニウム、シリコン以外の他の元素、たとえば銅、マグネシウム、マンガン、鉄、ニッケル、亜鉛等を含有する一般的なアルミニウム-シリコン系合金も包含され得る。本発明の製造方法は、高いシリコンの含有量（20重量%以上40重量%以下）のアルミニウム-シリコン系合金に対して特に有用である。

以上、本発明によれば、極めて微細な初晶シリコンが均一に分散した過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末が得られる。また、上記の好ましい条件下で製造したときには、所望の組成を有する過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末が得られる。

本発明の過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末から作製した固化体は、極めて優れた被削性と機械的特性を有する。

この発明の第3の局面に従った過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末の製造方法によれば、まず、リンを含有する過共晶アルミニウム-シリコン系合金の溶湯が準備さ

(9)

れる。空気を用いて、この溶湯を噴霧して急冷凝固させることによって過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末が作製される。粒径400 μ m以下の合金粉末のみが選別される。

- 5 本発明の製造方法では、溶解鑄造法において用いられていた接種法を応用し、まず、アトマイズ用の過共晶アルミニウム-シリコン系合金溶湯にリンを接種する。

- 均一に溶融した合金溶湯にリンを接種して分散させることにより、凝固の際の核を予め準備し、過冷却による不均
10 一な核生成を抑制することができる。接種されたリンは噴霧温度において固体微粒子として溶湯中に均一に分散していることが必要である。同時に溶湯中にはリン以外の未溶解成分が存在すると容易に粗大な晶出物となるので、これをなくす必要がある。なお、接種された溶湯は、一旦、冷
15 却凝固させた後、再度溶解して元の接種溶湯の状態に復帰することが可能である。

- 次に、接種溶湯を空気アトマイズ法により噴霧し、急冷凝固させる。急冷凝固して粉末を製造する方法として空気アトマイズ法を採用する理由は、他の方法よりも経済的
20 ある点と、適度な酸化により粉末の表面が安定化するため、取扱いが容易になる等の利点があるからである。

急冷凝固の条件として、冷却速度が大きいほど組織が微細化することは知られている。しかし、本発明の製造方法においては、シリコンの初晶の晶出核を予め多数溶湯中に

(10)

存在させることによって、直接的管理が困難な冷却速度に強く依存することなく、得られる粉末の粒径に対して初晶シリコンの最大結晶粒径が常に微細かつ狭い範囲に制御され得る。すなわち、従来のアトマイズ法と比較して小さな冷却速度（得られる粉末の粒径が比較的大きい）の場合であって、微細で比較的均一なシリコンの初晶が得られる。

得られる合金粉末の粒径を $400\ \mu\text{m}$ 以下に選別すると、初晶シリコンの最大結晶粒径は $10\ \mu\text{m}$ 以下に制御され得る。好ましくは、得られる合金粉末の粒径を $200\ \mu\text{m}$ 以下に選別すると、初晶シリコンの最大結晶粒径が $7\ \mu\text{m}$ 以下に制御され得る。さらに好ましくは、得られる合金粉末の粒径を $100\ \mu\text{m}$ 以下に選別すると、初晶シリコンの最大結晶粒径を $5\ \mu\text{m}$ 以下に制御することができる。さらに得られる合金粉末の粒径を $50\ \mu\text{m}$ 以下に選別すると、初晶シリコンの最大結晶粒径を $3\ \mu\text{m}$ 以下に制御することができる。

なお、上記のような作用効果を安定して得るためには、接種するリンの濃度を 0.005 重量%以上 0.02 重量%以下の範囲にすることが好ましい。

以上のように、この発明の第3の局面によれば、アトマイズ法により製造した過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末の初晶シリコンを微細化かつ均一化させ、合金粉末の粒度に対する初晶シリコンの粒径の依存性を従来よりも著しく低下させることができる。その結果、得られた過共

(11)

晶アルミニウム－シリコン系合金粉末を用いることにより、粉末粒度の制約がなく、高い歩留りで従来よりも機械的特性が改善された粉末の固化体を製造することが可能となる。

図面の簡単な説明

5 第1図は、実施例1で得られた合金粉末中の初晶シリコンの構造を示す光学顕微鏡による結晶の構造の写真である（倍率×400）。

第2図は、比較例1で得られた合金粉末中の初晶シリコンの構造を示す光学顕微鏡による結晶の構造の写真である
10 （倍率×400）。

第3図は、鑄造合金中の初晶シリコンの構造を示す光学顕微鏡による結晶の構造の写真である（倍率×400）。

第4図は、実施例3で得られ、リンを接種した過共晶アルミニウム－25重量%シリコン合金粉末の金属組織を示す光学顕微鏡写真である（倍率×400）。
15

第5図は、実施例3で得られ、リンを接種しない過共晶アルミニウム－25重量%シリコン合金粉末の金属組織を示す光学顕微鏡写真である（倍率×400）。

第6図は、実施例3において、過共晶アルミニウム－25重量%シリコン合金粉末におけるシリコン初晶の最大粒径と、その粉末から得られた固化体の常温での引張り強度との関係を示すグラフである。
20

発明を実施するための最良の形態

実施例1

(12)

第1表に示す組成を有するアルミニウム合金の溶湯を温度950℃に保持し、第1表に示されるリンの含有量になるようにCu-8重量%Pをその溶湯に添加した。溶湯を温度950℃で1時間保持した後、この溶湯をエア・アトマイズ法により粉末化した(第1表の合金粉末No. 1~No. 4参照)。

このようにして得られた合金粉末を-42~-80メッシュ(175~350μmの粒径)に分級した後、粉末中の初晶シリコンの大きさを光学顕微鏡で組織観察することにより、測定した。その結果は第1表に示される。また、合金粉末No. 1の光学顕微鏡による組織写真は第1図に示される。

比較例1

合金粉末No. 1と同一条件下で合金粉末No. 5を製作した。ただし、この場合、Cu-8重量%Pはアルミニウム合金の溶湯に添加されなかった。

このようにして得られた合金粉末を-42~-80メッシュ(175~350μmの粒径)に分級した後、粉末中の初晶シリコンの大きさを光学顕微鏡で組織観察することにより測定した。その結果は第1表に示される。また、合金粉末No. 5の光学顕微鏡による組織写真は第2図に示される。

比較例1A

合金粉末No. 1と同一組成を有するアルミニウム合金

(13)

の溶湯を温度950℃に保持し、第1表に示されるリンの含有量になるようにCu-8重量%Pを添加した。温度950℃で1時間保持した後、この溶湯を直径30mm×高さ80mmの金型に鋳込み、合金鋳物(No. 6)を作製した。

このようにして得られた合金鋳物中の初晶シリコンの大きさを光学顕微鏡を用いて組織観察することにより測定した。その結果は第1表に示される。また、合金鋳物の光学顕微鏡による組織写真は第3図に示される。

第1図～第3図に示された光学顕微鏡による組織写真の比較から、本発明の方法で得られた合金粉末中の初晶シリコンの大きさは、比較例1で得られたリンを含まない同一組成の合金粉末中の初晶シリコンの大きさに比べて微細かつ均一に分散していることが明らかである。

(以下余白)

(14)

第1表

5	合金 No.	組成 (重量%)					Si初晶 粒径 (μm)	
		Si	Cu	Mg	Mn	P		
5	実施例 1	1	25	2.5	1.0	0.5	0.0240	1 ~ 5
		2	25	3.5	0.5	0.5	0.0055	1 ~ 6
		3	25	3.5	1.0	0.0	0.0545	1 ~ 5
		4	25	2.5	1.5	0.5	0.0125	1 ~ 5
10	比較例 1	5	25	2.5	1.0	0.5	<0.0005	3 ~ 20
	比較例 1A	6	25	2.5	1.0	0.5	0.0240	5 ~ 80

次に、上記実施例と比較例で得られた合金粉末と合金鋳物から作製された成形体の被削性を試験した。

15 実施例 1 と比較例 1 で得られた合金粉末 No. 1 ~ No. 5 を -42 メッシュ (350 μm 以下の粒径) に分級した後、圧力 3 トン / cm^2 で直径 30 mm \times 高さ 80 mm の大きさに冷間予備成形した。その後、これらの成形体を押し出し温度 450 $^{\circ}\text{C}$ 、押し出し比 10 で直径 10 mm の丸棒に熱間押し出した。また、比較例 1A で得られた合金鋳物 No. 20 6 も同様にして直径 10 mm の丸棒に押し出した。

このようにして得られた丸棒押し出材を、超硬合金工具を用いて切削速度 100 m / 分、乾式で切削加工し、10 分間切削後の工具の摩耗量を測定した。その結果は第 2 表に

(15)

示される。

第2表

5		工具摩耗量 (mm)
	実施例1 (合金No. 1)	0.03
	比較例1 (合金No. 5)	0.12
	比較例1A (鑄造No. 6)	1.01

10 第2表に示す結果から、本発明の合金粉末から作製した成形体の被削性は非常に優れていることが明らかである。

実施例2

15 第3表に示されるようにリンを含有するアルミニウム合金地金を溶解して得られた溶湯を950℃の温度で1時間保持した。その後、この溶湯をエア・アトマイズ法により粉末化した(第3表の合金粉末No. 11~No. 15参照)。

20 このようにして得られた合金粉末を-100メッシュ(147μm以下の粒径)に分級した後、粉末中の初晶シリコンの大きさを光学顕微鏡を用いて組織観察することにより測定した。その結果は第3表に示される。

比較例2

合金粉末No. 11~No. 15と同一条件下で合金粉末No. 16~No. 18を作製した。ただし、この場合、

(16)

リンを含有しないアルミニウム合金地金を使用した。

このようにして得られた合金粉末を-100メッシュ
(147 μ m以下の粒径)に分級した後、粉末中の初晶シリコンの大きさを光学顕微鏡を用いて組織観察することにより測定した。その結果は第3表に示される。

第3表

	合金 No.	組成 (重量%)					Si初晶 粒径 (μ m)	
		Si	Cu	Mg	Mn	P		
10 15	実施例 2	1 1	25	2.5	1.0	0.5	0.0041	1 ~ 10
		1 2	25	2.5	1.0	0.5	0.0116	1 ~ 10
		1 3	25	2.5	1.0	0.5	0.0395	1 ~ 5
		1 4	25	3.5	2.0	0.5	0.0075	1 ~ 10
		1 5	25	2.5	1.0	0.0	0.0152	1 ~ 10
20	比較例 2	1 6	25	2.5	1.0	0.5	<0.0005	1 ~ 20
		1 7	25	3.5	2.0	0.5	<0.0005	1 ~ 20
		1 8	25	2.5	1.0	0.0	<0.0005	1 ~ 20

次に、上記実施例と比較例で得られた合金粉末の抗折強度を試験した。

実施例2と比較例2で得られた合金粉末No. 11~No. 18を-100メッシュ(147 μ m以下の粒径)に

(17)

分級した後、圧力3トン/cm²で直径30mm×高さ80mmの大きさに冷間予備成形した。その後、これらの成形体を押し出し温度450℃、押し出し比10で幅20mm×厚み4mmの平板に熱間押し出した。このようにして得られた平板押し出材をT6処理した後、JISZ2203に基づき標点間距離30mmにて抗折強度を測定した。その結果は第4表に示される。

第4表

	合金粉末	抗折強度 (kg/mm ²)
実施例	No. 11	79.9
	12	80.3
	13	67.0
	14	73.1
	15	71.6
比較例	16	72.2
	17	66.9
	18	65.0

第4表に示す結果から、本発明のリンを含有する合金粉末の抗折強度はリンを含有しない合金粉末よりも約10%高いことが明らかである。また、リンの含有量が0.02重量%を越えるNo. 13の発明の合金粉末は、比較例の

(18)

合金粉末の No. 16 に比べて抗折強度が若干低下するが、十分使用され得るものである。

実施例 3

5 以下の過共晶アルミニウム-シリコン合金を地金より調製した。

A-17 : 2024 地金 + 17 wt. % Si

A-20 : 2024 地金 + 20 wt. % Si

A-25 : 2024 地金 + 25 wt. % Si

B-25 : 2024 地金 + 25 wt. % Si + 5 wt.

10 % Fe

C-25 : 2024 地金 + 25 wt. % Si + 5 wt.

% Fe + 2 wt. % Ni

D-25 : Al + 25 wt. % Si + 2.5 wt. % Cu

+ 1 wt. % Mg + 0.5 wt. % Fe +

15 0.5 wt. % Mn

E-25 : 99.9% 純度 Al 地金 + 25 wt. % Si

上記の各合金溶湯中に第 5 表に示す割合でリンを接種し、
または接種せずに、解放式空気アトマイズ法により空気圧
5 ~ 10 kg/mm² の条件で噴霧して各合金溶湯を急冷
20 凝固させた。

得られた合金粉末を連続的に捕集し、空気で分級した後、さらにふるいにより分級した。これらの合金粉末のシリコン初晶の粒径を定量画像分析顕微鏡により決定した結果として、粉末粒径 D_p と Si 初晶の最大粒径 D_{Si} の関係を第

(19)

5 表に示す。

第 5 表

粉末粒径 D_p (μm)		Si 初晶最大粒径 D_{Si} (μm)			
		$200 < D_p$ ≤ 400	$100 < D_p$ ≤ 200	$50 < D_p$ ≤ 100	D_p ≤ 50
合金	P 接種				
A-17	0.008 wt. %	5	4	3	2
A-17	なし	15	8	7	5
A-20	0.008 wt. %	6	5	3	2
A-20	なし	20	8	7	6
A-25	0.008 wt. %	8	5	3	2
A-25	なし	20	12	6	5
B-25	0.012 wt. %	7	4	3	2
B-25	なし	18	8	8	4
C-25	0.007 wt. %	7	4	2	2
D-25	0.010 wt. %	8	5	2	2
E-25	0.015 wt. %	9	7	5	3

上記の A-25 合金でリンを接種することにより得られた過共晶アルミニウム-シリコン合金粉末の金属組織は、400 倍の光学顕微鏡写真により第 4 図に示される。また、上記の A-25 合金でリンを接種しないで得られた過共晶

(20)

アルミニウム-シリコン合金粉末の金属組織は同様に第5図に示される。第4図と第5図において、濃い灰色の部分がシリコン初晶、薄い灰色の部分がマトリックスであり、黒い部分は空孔や埋込樹脂の部分である。

- 5 次に、上記のA-25合金でリン接種の有無による2種類の粉末を得られたまま、分級することなく、冷間加圧成形した。これらの成形体を温度450℃で30分間、脱ガス加熱処理した。そして、同じ温度でこれらの成形体を予備加熱した後、面圧6トン/cm²で鍛造成形し、T6熱
- 10 処理を施した。

得られた各粉末の固化体の機械的特性を測定した。その測定結果は第6表に示される。

第6表

15

P接種の有無	引張強さ (MPa)	伸び (%)
なし	400	0.5
あり	500	2.0

- 20 また、上記のA-25合金について得られた過共晶アルミニウム-シリコン合金粉末をシリコン初晶の最大粒径により分級した。分級した粉末ごとに上記と同一条件で製造した各粉末の固化体の常温での引張り強さを測定した。これらの測定結果は第6図に示される。

(21)

以上の結果から、本発明の製造方法によれば、粉末中のシリコン初晶の大きさが小さく、かつ極めて狭い範囲内に制御できるため、粗大なシリコン結晶を起点として起こる破壊が大幅に減少し、粉末の固化体の機械的強度が向上する。また、得られる固化体の切削時においても切削工具のチッピングや摩耗が安定しかつ制御され得る等の効果が得られる。

産業上の利用可能性

以上のように、本発明による過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末から作製される成形体は、極めて優れた被削性と機械的強度を有している。そのため、各種の機械構造用部品として有用である。また、この発明の過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末の製造方法によれば、過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末の初晶シリコンを微細化かつ均一化することができ、粉末粒度に対する初晶シリコンの粒径の依存性を従来よりも著しく低下させることができる。その結果、高い歩留りで従来よりも機械的特性が改善された粉末の固化体を製造することが可能となる。

(22)

請求の範囲

1. シリコンを12重量%以上50重量%以下、リンを0.0005重量%以上0.1重量%以下含有する、過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末。
- 5 2. リンを0.0005重量%以上0.05重量%含有する、請求の範囲第1項に記載の過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末。
3. リンを0.02重量%以上0.1重量%以下含有する、請求の範囲第1項に記載の過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末。
- 10 4. 当該合金粉末中で初晶シリコンの結晶粒径が $10\mu\text{m}$ 以下である、請求の範囲第1項に記載の過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末。
5. 銅を2.0重量%以上3.0重量%以下、マグネシウムを0.5重量%以上1.5重量%以下、マンガンを0.2重量%以上0.8重量%以下、リンを0.0005重量%以上0.05重量%以下含有し、残部がアルミニウムと不可避不純物である、請求の範囲第1項に記載の過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末。
- 15 6. リンを含有する過共晶アルミニウム-シリコン系合金の溶湯を準備する工程と、
空気または不活性ガスを用いて前記溶湯を噴霧して急冷凝固させる工程と、
20 を備えた、過共晶アルミニウム-シリコン系合金粉末の製

造方法。

7. 前記アルミニウム－シリコン系合金の溶湯を準備する工程は、アルミニウム－シリコン系合金の溶湯にリンを含有する初晶シリコン微細化剤を添加することを含む、請求の範囲第6項に記載のアルミニウム－シリコン系合金粉末の製造方法。

8. 前記アルミニウム－シリコン系合金の溶湯を準備する工程は、リンを含有する初晶シリコン微細化剤を予め含むアルミニウム－シリコン系合金の固体を熔融することを含む、請求の範囲第6項に記載の過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末の製造方法。

9. 前記溶湯を噴霧して急冷凝固させる工程は、アルミニウム－シリコン系合金の液相線温度より100℃高い温度以上1300℃以下の温度に保持された状態で前記溶湯を噴霧することを含む、請求の範囲第6項に記載の過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末の製造方法。

10. 前記溶湯を噴霧して急冷凝固させる工程は、アルミニウム－シリコン系合金の液相線温度より100℃高い温度以上1300℃以下の温度に少なくとも30分間保持した後、前記溶湯を噴霧することを含む、請求の範囲第9項に記載の過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末の製造方法。

11. リンを含有する過共晶アルミニウム－シリコン系合金の溶湯を準備する工程と、

(24)

空気を用いて前記溶湯を噴霧して急冷凝固させることによつて過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末を作製する工程と、

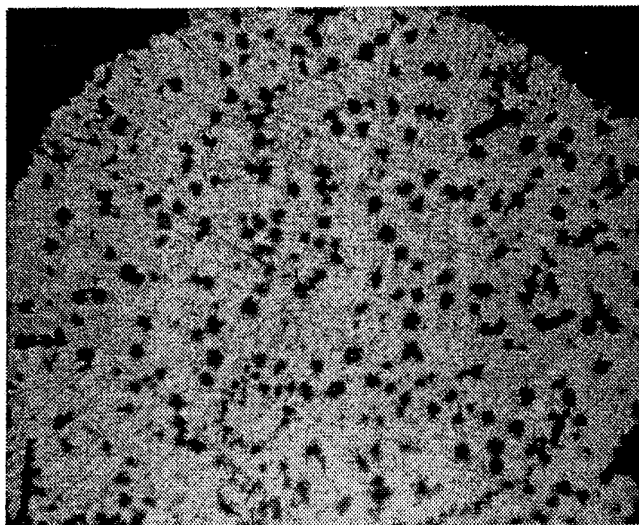
5 粒径400 μ m以下の前記合金粉末を選別する工程と、
を備えた、過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末の製造方法。

10 12. 前記合金粉末を選別する工程は、粒径200 μ m以下の前記合金粉末を選別することを含む、請求の範囲第11項に記載の過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末の製造方法。

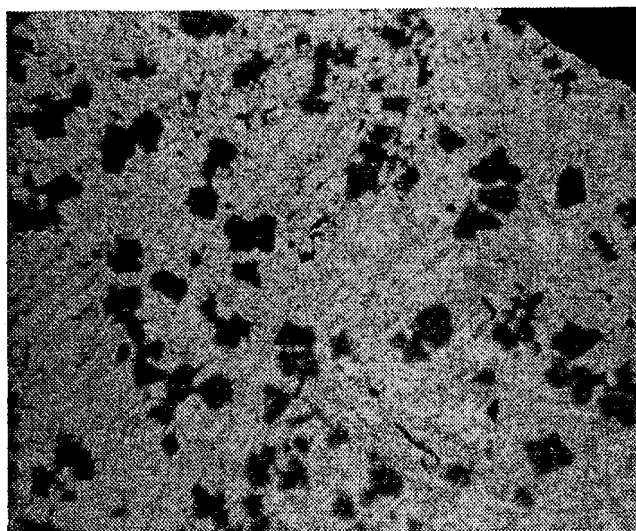
13. 前記合金粉末を選別する工程は、粒径100 μ m以下の前記合金粉末を選別することを含む、請求の範囲第11項に記載の過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末の製造方法。

15 14. 前記合金粉末を選別する工程は、粒径50 μ m以下の前記合金粉末を選別することを含む、請求の範囲第11項に記載の過共晶アルミニウム－シリコン系合金粉末の製造方法。

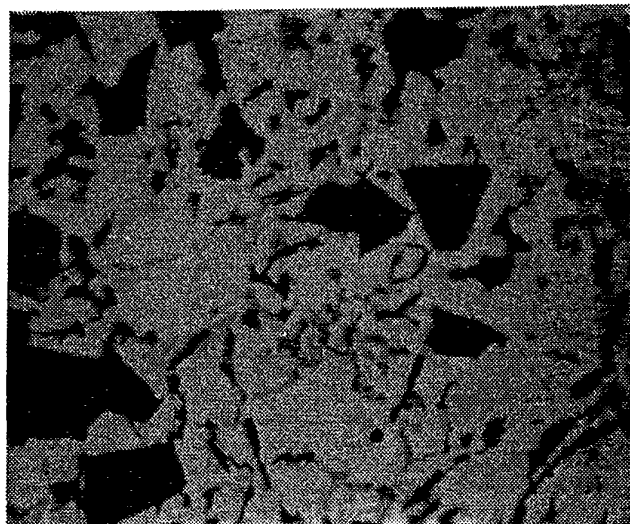
第 1 図



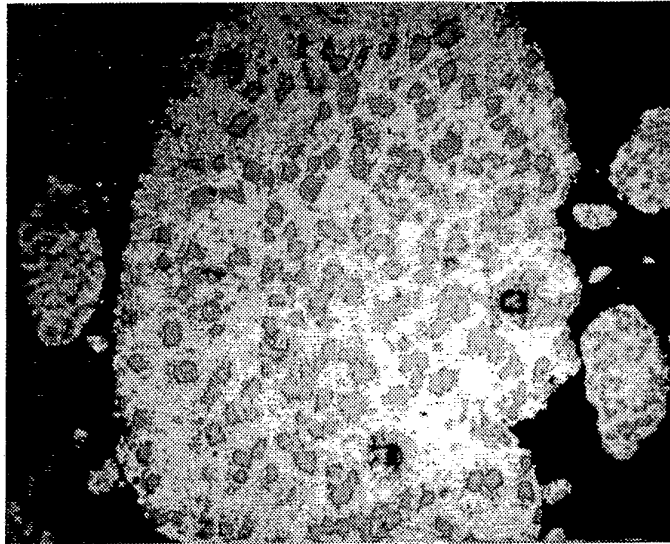
第 2 図



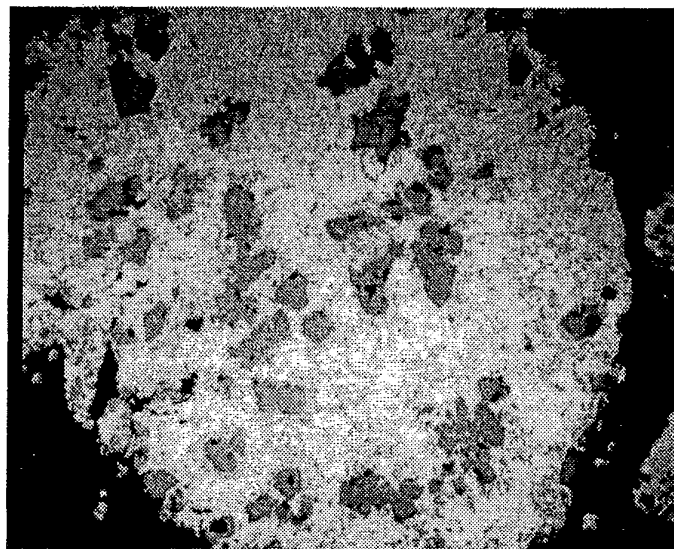
第 3 図



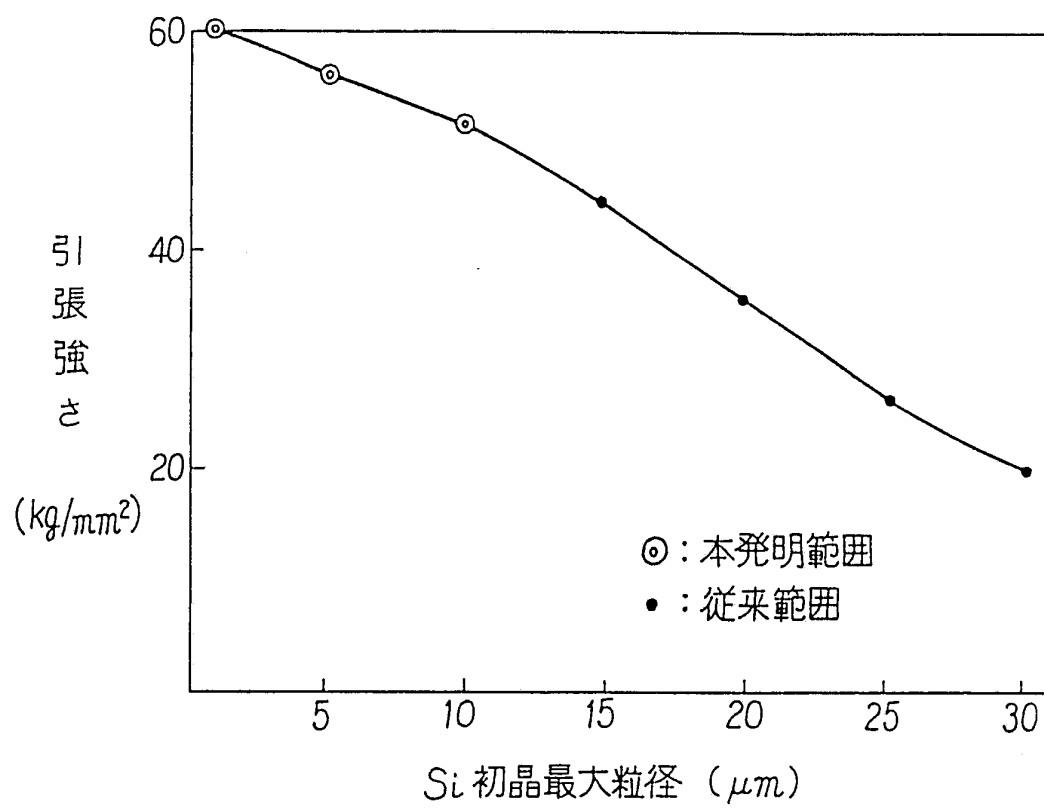
第 4 図



第 5 図



第 6 図



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/JP91/01488

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (if several classification symbols apply, indicate all) ⁶				
According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC				
Int. Cl ⁵ B22F1/00, 9/08				
II. FIELDS SEARCHED				
Minimum Documentation Searched ⁷				
Classification System	Classification Symbols			
IPC	B22F1/00, 9/08			
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched ⁸				
Jitsuyo Shinan Koho	1926 - 1991			
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971 - 1991			
III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT ⁹				
Category [*]	Citation of Document, ¹¹ with indication, where appropriate, of the relevant passages ¹²	Relevant to Claim No. ¹³		
X	JP, B2, 59-37339 (Showa Denko K.K.), September 8, 1984 (08. 09. 84), Lines 11 to 35, column 2, line 41, column 4 to line 13, column 5, lines 29 to 38, column 8 (Family: none)	1-14		
Y	JP, B1, 45-1538 (Daihatsu Motor Co., Ltd.), January 19, 1970 (19. 01. 70), Lines 23 to 26, column 2 (Family: none)	1-14		
Y	JP, A, 02-213401 (Toyota Motor Corp.), August 24, 1990 (24. 08. 90), Line 5, lower left column to line 7, lower right column, page 1 (Family: none)	1-5		
Y	JP, A, 63-266004 (Showa Denko K.K.), November 2, 1988 (02. 11. 88), Lines 5 to 15, lower left column, page 1 & EP, A2, 100470	1, 5		
<p>[*] Special categories of cited documents: ¹⁰</p> <table style="width: 100%; border: none;"> <tr> <td style="width: 50%; border: none;"> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"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)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </td> <td style="width: 50%; border: none;"> <p>"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</p> <p>"X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"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</p> <p>"&" document member of the same patent family</p> </td> </tr> </table>			<p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"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)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"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</p> <p>"X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"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</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>
<p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier document but published on or after the international filing date</p> <p>"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)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>	<p>"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</p> <p>"X" document of particular relevance: the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step</p> <p>"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</p> <p>"&" document member of the same patent family</p>			
IV. CERTIFICATION				
Date of the Actual Completion of the International Search	Date of Mailing of this International Search Report			
January 10, 1992 (10. 01. 92)	February 4, 1992 (04. 02. 92)			
International Searching Authority	Signature of Authorized Officer			
Japanese Patent Office				

FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM THE SECOND SHEET

Y	JP, A, 01-147038 (Honda Motor Co., Ltd.), June 8, 1989 (08. 06. 89), Lines 1 to 18, lower right column, page 1 (Family: none)	6-10
---	--	------

V. OBSERVATIONS WHERE CERTAIN CLAIMS WERE FOUND UNSEARCHABLE ¹

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2) (a) for the following reasons:

1. Claim numbers _____, because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
2. Claim numbers _____, because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:
3. Claim numbers _____, because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of PCT Rule 6.4(a).

VI. OBSERVATIONS WHERE UNITY OF INVENTION IS LACKING ²

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application as follows:

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims of the international application.
2. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims of the international application for which fees were paid, specifically claims:
3. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claim numbers:
4. As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, the International Searching Authority did not invite payment of any additional fee.

Remark on Protest

- The additional search fees were accompanied by applicant's protest.
- No protest accompanied the payment of additional search fees.

国際調査報告

国際出願番号PCT/JP 91/01488

I. 発明の属する分野の分類		
国際特許分類 (IPC) Int. Cl ⁵ B 2 2 F 1 / 0 0 , 9 / 0 8		
II. 国際調査を行った分野		
調査を行った最小限資料		
分類体系	分類記号	
IPC	B 2 2 F 1 / 0 0 , 9 / 0 8	
最小限資料以外の資料で調査を行ったもの		
日本国実用新案公報 1926-1991年		
日本国公開実用新案公報 1971-1991年		
III. 関連する技術に関する文献		
引用文献の 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	請求の範囲の番号
X	JP, B2, 59-37339 (昭和電工株式会社), 8. 9月. 1984 (08. 09. 84), 第2欄, 第11-35行, 第4欄, 第41行-第5欄, 第13行, 第8欄, 第29-38行 (ファミリーなし)	1-14
Y	JP, B1, 45-1538 (ダイハツ工業株式会社), 19. 1月. 1970 (19. 01. 70), 第2欄, 第23-26行 (ファミリーなし)	1-14
Y	JP, A, 02-213401 (トヨタ自動車株式会社), 24. 8月. 1990 (24. 08. 90), 第1頁, 左下欄, 第5行-右下欄, 第7行 (ファミリーなし)	1-5
Y	JP, A, 63-266004 (昭和電工株式会社), 2. 11月. 1988 (02. 11. 88),	1, 5
※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」 先行文献ではあるが、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の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の文献		
IV. 認 証		
国際調査を完了した日 10. 01. 92	国際調査報告の発送日 04.02.92	
国際調査機関 日本国特許庁 (ISA/JP)	権限のある職員 特許庁審査官 嶋 井 義 夫	4 K 9 1 5 7

第2ページから続く情報

<p>Y</p>	<p>(III欄の続き)</p> <p>第1頁, 左下欄, 第5-15行 & EP, A2, 100470</p> <p>JP, A.01-147038 (本田技研工業株式会社), 8. 6月. 1989 (08. 06. 89), 第1頁, 右下欄, 第1-18行 (ファミリーなし)</p>	<p>6-10</p>
----------	---	-------------

V. 一部の請求の範囲について国際調査を行わないときの意見

次の請求の範囲については特許協力条約に基づく国際出願等に関する法律第8条第3項の規定によりこの国際調査報告を作成しない。その理由は、次のとおりである。

1. 請求の範囲 _____ は、国際調査をすることを要しない事項を内容とするものである。
2. 請求の範囲 _____ は、有効な国際調査をすることができる程度にまで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。
3. 請求の範囲 _____ は、従属請求の範囲でありかつPCT規則6.4(a)第2文の規定に従って起草されていない。

VI. 発明の単一性の要件を満たしていないときの意見

次に述べるようにこの国際出願には二以上の発明が含まれている。

1. 追加して納付すべき手数料が指定した期間内に納付されたので、この国際調査報告は、国際出願のすべての調査可能な請求の範囲について作成した。
2. 追加して納付すべき手数料が指定した期間内に一部分しか納付されなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付があった発明に係る次の請求の範囲について作成した。
請求の範囲 _____
3. 追加して納付すべき手数料が指定した期間内に納付されなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲に最初に記載された発明に係る次の請求の範囲について作成した。
請求の範囲 _____
4. 追加して納付すべき手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求の範囲について調査することができたため、追加して納付すべき手数料の納付を命じなかった。

追加手数料異議の申立てに関する注意

- 追加して納付すべき手数料の納付と同時に、追加手数料異議の申立てがされた。
- 追加して納付すべき手数料の納付に際し、追加手数料異議の申立てがされなかった。