



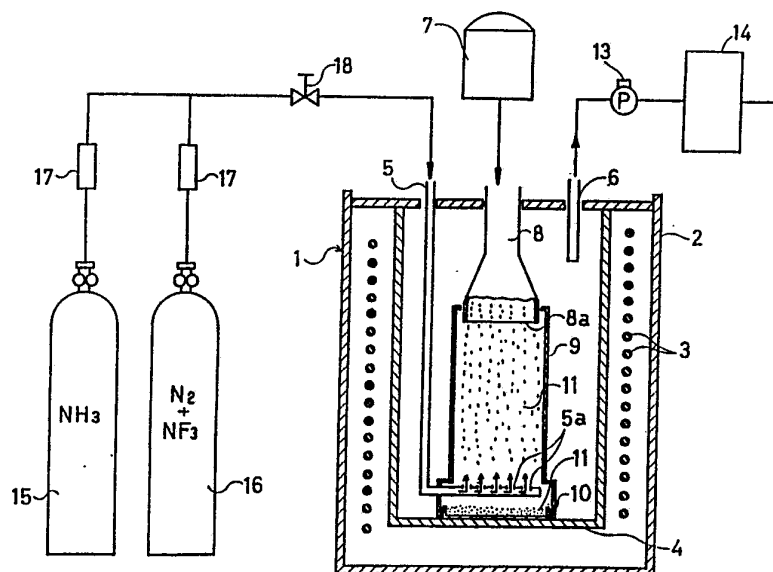
特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(51) 国際特許分類 5 B22F 1/02, 3/14	A1	(11) 国際公開番号 WO 92/08561 (43) 国際公開日 1992年5月29日 (29. 05. 1992)
(21) 国際出願番号 PCT/JP91/01600 (22) 国際出願日 1991年11月20日 (20. 11. 91) (30) 優先権データ 特願平 2/316564 1990年11月20日 (20. 11. 90) JP (71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 大同酸素株式会社 (DAIDOUSANSO CO., LTD) [JP/JP] 〒542 大阪府大阪市中央区東心斎橋1丁目20番16号 Osaka, (JP) (72) 発明者: および (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ) 吉野 明 (YOSHINO, Akira) [JP/JP] 〒589 大阪府大阪狭山市西山台2丁目30-13 Osaka, (JP) 仙北谷春男 (SENBOKUYA, Haruo) [JP/JP] 〒584 大阪府富田林市藤沢台1丁目3-306-404 Osaka, (JP) 田原正昭 (TAHARA, Masaaki) [JP/JP] 〒569 大阪府高槻市宮之川原5丁目35-4 Osaka, (JP) (74) 代理人 弁理士 西藤征彦 (SAITOH, Yukihiro) 〒530 大阪府大阪市北区南森町2丁目2番7号 シテイ・コーポ南森町802 Osaka, (JP)		(81) 指定国 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), KR, LU (欧州特許), NL (欧州特許), SE (欧州特許), US. 添付公開書類 国際調査報告書

(54) Title : MAKING OF PRESSURE-MOLDED PRODUCT FROM ALUMINUM POWDER

 (54) 発明の名称 アルミニウム粉末加圧成形品の製法
 (57) Abstract

A method of making a pressure-molded product from aluminum powder through the process that aluminum powder is brought into contact with fluorine gas while heated so as to form a fluoridized film on the surface of said aluminum powder and then subjected to pressure molding immediately after removal of the fluoridized film on said surface. Thus, a passive film such as an oxide film on the surface of aluminum powder turns into a fluoridized film to protect said surface. Even with the lapse of time between formation and removal of a fluoridized film, the fluoridized film formed on the surface of aluminum powder protects said surface and consequently prevents an oxide film from being formed on said surface again. Since the fluoridized film is decomposed and removed immediately before pressure-molding, it is not necessary to heat aluminum powder containing a mixture of various kinds of powder materials before pressure-molding.



この発明は、アルミニウム粉末をフツ素系ガスに加熱状態で接触させてアルミニウム粉末の表面にフツ化膜を形成したのち、加圧成形直前にアルミニウム粉末の表面に生成されたフツ化膜を除去してから、アルミニウム粉末を加圧成形して加圧成形品にする。

これにより、この発明のアルミニウム粉末加圧成形品の製法は、アルミニウム粉末を加圧成形するに先立って、アルミニウム粉末をフツ素系ガスに加熱状態で接触させる。これにより、アルミニウム粉末の表面の酸化皮膜等の不働態皮膜がフツ化膜に変化し、アルミニウム粉末の表面の保護が行われる。したがって、フツ化膜の形成からその除去までの間に時間的な経過があつても、アルミニウム粉末の表面に形成されたフツ化膜はアルミニウム粉末の表面の保護を行う結果、アルミニウム粉末の表面に対する再度の酸化皮膜の形成が防止される。そして、このフツ化膜は加圧成形の直前に分解除去されるため、加圧成形前に、各種粉末を混合したアルミニウム粉末を加熱する必要がなくなる。

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

アルミニウム粉末加圧成形品の製法

技 術 分 野

この発明は、アルミニウム粉末加圧成形品の製法に関するものである。

背 景 技 術

最近、自動車部品のシャーシ等には、その強度、靱性等を高めるため、アルミニウム粉末を熱間静水圧成形法により成形したものが用いられている。この熱間静水圧成形法は、第2図に概念図として示されるヒツプ(H.I.P.)装置20を用いて行われる。すなわち、その炉本体21内に所望の形状(例えば、自動車部品のシャーシ等の形状)をした薄い金属容器26を配装する。上記金属容器26には、チタン粉末、マグネシウム粉末等を混合したアルミニウム粉末11が真空封入されている。ついで、上記金属容器26に対して、ヒータ25による1000℃以上の温度下で、アルゴンガス等の不活性ガスを圧入することにより100MPa以上の圧力をかけ、内部のアルミニウム粉末11を金属容器26と同形状に加圧成形し、アルミニウム合金製品を得ることが行われている。22は上側蓋、23は下側蓋である。

しかしながら、上記金属容器26に、各種粉末を混合したアルミニウム粉末11を真空封入する前に、アルミニウム粉末11の表面に生成された酸化皮膜を除去する必要がある、このため各種粉末を混合したアルミニウム粉末11を加熱することが行われている。ところが、上記アルミニウム粉末11に混合する粉末として、熔融温度の低い粉末を用いる場合には、上記加熱により熔融温度の低い粉末が熔融して、アルミニウム粉末11の表面に付着し、酸化皮膜を除去することができなくなり、上記H.I.P.装置20にかけて得られ

2

たアルミニウム合金製品は強度、靱性等において劣るという問題がある。

この発明は、このような事情に鑑みなされたもので、強度、靱性に優れたアルミニウム合金製品を得ることができるアルミニウム粉末加圧成形品の製法の提供をその目的とする。

発 明 の 開 示

上記の目的を達成するため、この発明のアルミニウム粉末加圧成形品の製法は、アルミニウム粉末をフッ素系ガスに加熱状態で接触させてアルミニウム粉末の表面にフッ化膜を形成したのち、加圧成形直前にアルミニウム粉末の表面に生成されたフッ化膜を除去してから、アルミニウム粉末を加圧成形して加圧成形品にするという構成をとる。

すなわち、この発明のアルミニウム粉末加圧成形品の製法は、アルミニウム粉末を加圧成形する前に、アルミニウム粉末をフッ素系ガスに加熱状態で接触させる。これにより、空気中の酸素との反応により形成されたアルミニウム粉末の表面の酸化皮膜が、フッ素系ガスで除去されアルミニウム粉末の表面が清浄化されると同時に、アルミニウム粉末の表面にフッ化膜が形成される。このフッ化膜は安定であつて、後続の除去工程までの間、アルミニウム粉末の生地への酸化皮膜の形成や O_2 の吸着が防止される。そののち、加圧成形の直前にアルミニウム粉末の表面のフッ化膜を分解除去しアルミニウム粉末の生地を露呈させるようにする。このようにすると、加圧成形時にはアルミニウム粉末の表面に酸化皮膜が形成されておらず、加圧成形品は強度、靱性に優れたものになる。

つぎに、この発明について詳しく説明する。

この発明の製法に使用するフッ素系ガスとは、 NF_3 、 BF_3 、 CF_4 、 HF 、 SF_6 、 F_2 から選ばれた少なくとも一つのフッ素

3

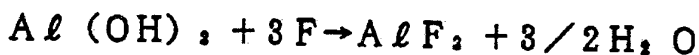
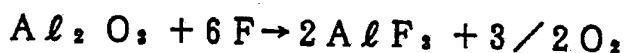
源成分をN₂等の不活性ガス中に含有させたもののことをいう。これらフツ素源成分の中でも、反応性、取扱い性等の面でNF₃が最も優れており実用的である。

この発明の製法は、先に述べたように、上記フツ素系ガスに、アルミニウム粉末（アルミニウム単独もしくはこれにチタン粉末、マグネシウム粉末等の他の金属粉末を混合したもの）を、例えばNF₃の場合、250～400℃の温度で接触させてアルミニウム粉末の表面をフツ化処理する。そして、この処理後、加圧成形の直前にH₂ガス等を吹き付けてアルミニウム粉末の表面からフツ化膜を除去しアルミニウム粉末の生素地を露呈させてから、加圧成形して加圧成形品を得る。このようなフツ素系ガスにおけるNF₃等のフツ素源成分の濃度は、例えば1000～100000ppmであり、好ましくは20000～70000ppm、より好ましいのは30000～50000ppmである。このようなフツ素系ガスとの接触時間は、アルミニウム粉末の種類、アルミニウム粉末に混合される粉末の種類、加熱温度等に応じて適当な時間を選べばよく、通常は数分ないし数十分である。

この発明の製法をより具体的に説明すると、アルミニウム粉末を、例えば第1図に示す熱処理炉1内に設けたガス処理室9内に導入して、フツ素系ガスに接触させる。上記炉1は、外殻2内に設けたヒータ3の内側に内容器4を入れたピット炉で、炉1外から排気管6が内容器4内に挿入されるとともに、ガス導入管5が内容器4内を通つてガス処理室9の下側から室内に、粉末出口管8が内容器4内を通つてガス処理室9の上側から室内にそれぞれ挿入されている。また、上記ガス導入管5にはポンベ15、16から流量計17、バルブ18等を経由してガスが供給される。図中、13は真空ポンプ、14は除害装置である。

4

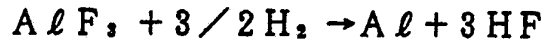
このような構成において、上記ガス処理室 9 内を所定の反応温度に加熱し、上記ガス導入管 5 の先端にあけたガス出口 5 a からフッ素系ガス、例えば NF₃ と N₂ ガスの混合ガスを吹き上げる。また、粉末貯槽 7 に設けた開閉弁（図示せず）を開弁して、粉末貯槽 7 内のアルミニウム粉末 11 を粉末出口管 8 に供給して、その下端の粉末出口 8 a からガス処理室 9 内に落下させる。上記 NF₃ は 250～400℃の温度で活性基のフッ素を発生し、アルミニウム粉末 11 との衝突時にアルミニウム粉末 11 の表面の有機、無機系の汚染を除去すると同時に、このフッ素がアルミニウム粉末 11 の表面の Al₂O₃、Al(OH)₃ 等の酸化物と次式に示すように反応し、アルミニウム粉末 11 の表面にごく薄いフッ化膜 AlF₃ を形成する。



この反応により、アルミニウム粉末 11 の表面の酸化皮膜はフッ化膜に変換され、表面に吸着されていた O₂ も除去される。そして、このようなフッ化膜は、O₂、H₂、H₂O が存在しない場合、600℃以下の温度で安定であつて、後続の除去工程までの間におけるアルミニウム粉末 11 の生地への酸化皮膜の形成や O₂ の吸着を防止する。また、このようなフッ化処理では、その第 1 段階で炉材表面に対してフッ化膜が形成されることとなることから、その膜によつて、以後の炉材表面に対するフッ素系ガスに基づく損傷が防止されるようになる。これらフッ化処理されたアルミニウム粉末 11 はガス処理室 9 の底部に配置された粉末収容箱 10 に溜められる。

そののち、上記粉末収容箱 10 に溜めたアルミニウム粉末 11 を公知の H. I. P. 装置にかける直前に（各種粉末を混合したアルミニウム粉末 11 を薄い金属容器内に真空封入する直前に）、上記ガス処

理室 9 とは別室においてアルミニウム粉末 11 に H_2 ガスを吹き付ける。これにより、上記フツ化膜が H_2 ガスによつて例えば次式のように還元あるいは破壊され、それによつて活性な金属素地が露呈形成される。



この状態で、直ちにアルミニウム粉末 11 を各種粉末と混合し、加熱することなく、上記金属容器内に真空封入し、公知の H. I. P. 装置 20 を用いて、加圧成形し、所望形状のアルミニウム合金製品を得る。

このように、この発明の製法は、H. I. P. 装置 20 にかける前に、アルミニウム粉末 11 の表面の酸化皮膜を除去していることから、各種粉末を混合したアルミニウム粉末 11 を加熱する必要がなく、アルミニウム粉末 11 に混合する粉末として熔融温度の低い粉末を用いる場合にも、得られる加圧成形品は強度、靱性等の機械的性質に優れたものになる。

以上のように、この発明のアルミニウム粉末加圧成形品の製法は、アルミニウム粉末を加圧成形するに先立つて、アルミニウム粉末をフツ素系ガスに加熱状態で接触させる。これにより、アルミニウム粉末の表面の酸化皮膜等の不働態皮膜がフツ化膜に変化し、アルミニウム粉末の表面の保護が行われる。したがつて、フツ化膜の形成からその除去までの間に時間的な経過があつても、アルミニウム粉末の表面に形成されたフツ化膜は良好な状態でアルミニウム粉末の表面の保護を行う結果、アルミニウム粉末の表面に対する再度の酸化皮膜の形成が防止される。このフツ化膜は加圧成形の直前に分解除去され、それによつてアルミニウム粉末の表面が露呈する。したがつて、加圧成形前に、各種粉末を混合したアルミニウム粉末を加熱する必要がなく、アルミニウム粉末に混合する粉末として熔融

温度の低い粉末を用いる場合にも、得られる加圧成形品は強度、靱性等の機械的性質に優れたものになる。

図面の簡単な説明

第1図はこの発明の一実施例に用いる熱処理炉の断面図、第2図はH. I. P. 装置の概念図である。

発明を実施するための最良の形態

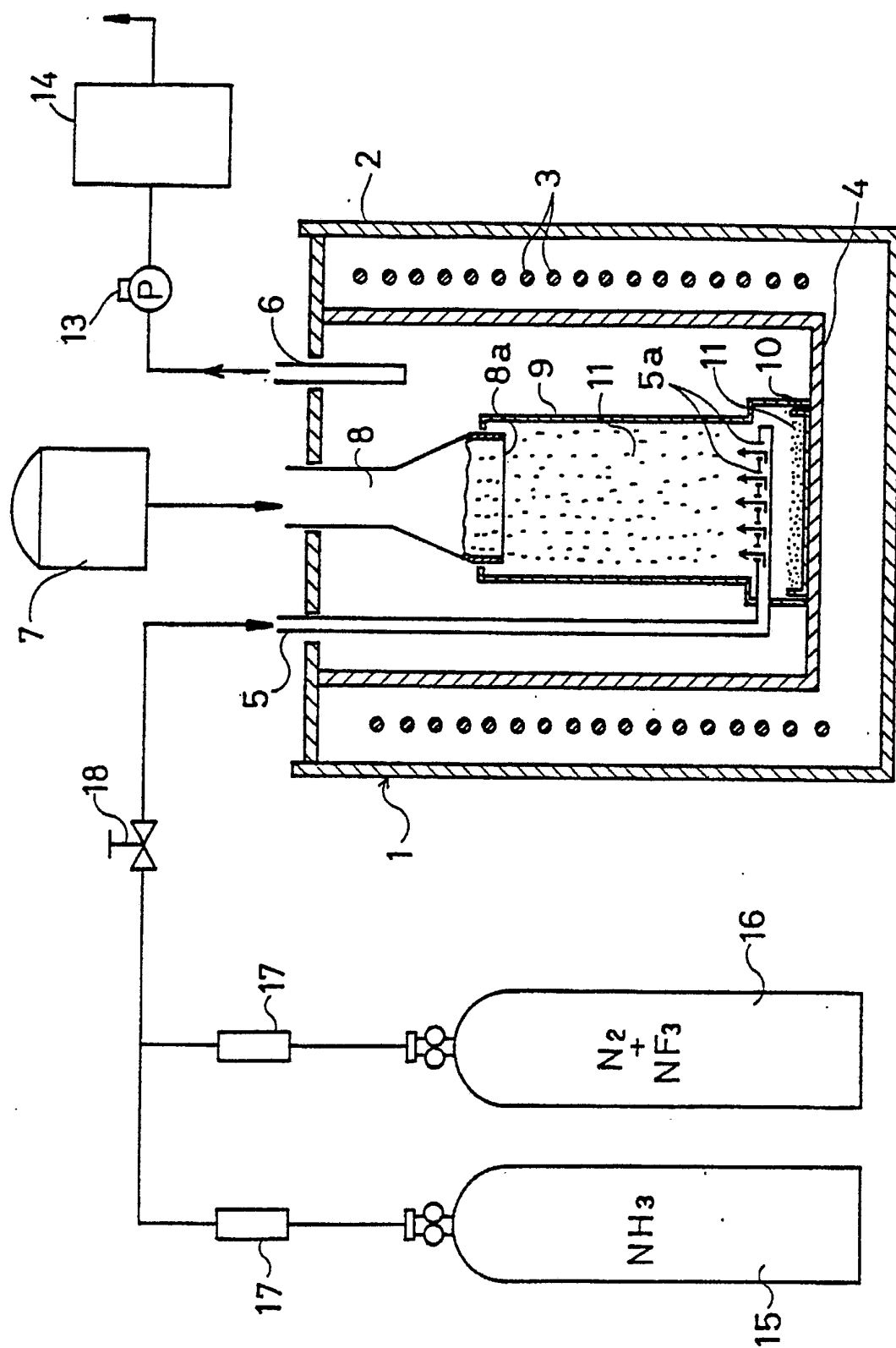
つぎに、この発明を実施例にもとづいて説明する。

〔実施例〕

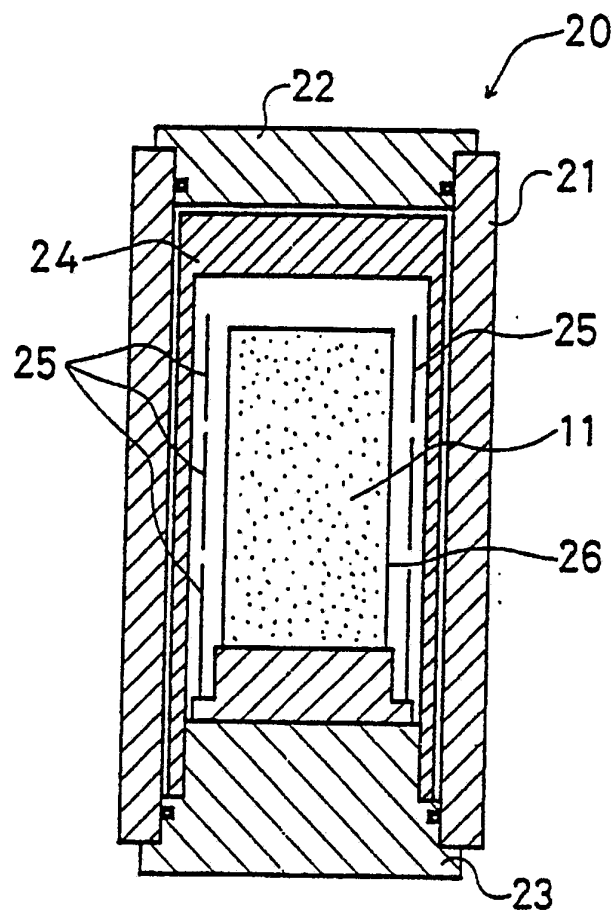
アルミニウム粉末をトリクロロエタン洗浄した後、第1図に示すような熱処理炉1でNF₃を5000ppm含有するN₂ガス雰囲気中で300℃で3分間接触させる。その後、加圧成形の直前にH₂ガスを均一に吹き付けてから、チタン粉末、マグネシウム粉末と混合して金属容器に真空封入し、公知のH. I. P. 装置を用いて所望形状のアルミニウム合金製品にした。このアルミニウム合金製品は従来例のアルミニウム合金製品よりもはるかに強度、靱性に優れていた。

請 求 の 範 囲

1. アルミニウム粉末をフッ素系ガスに加熱状態で接触させてアルミニウム粉末の表面にフッ化膜を形成したのち、加圧成形直前にアルミニウム粉末の表面に生成されたフッ化膜を除去してから、アルミニウム粉末を加圧成形して加圧成形品にすることを特徴とするアルミニウム粉末加圧成形品の製法。



第 1 図



第 2 図

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/JP91/01600

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 B22F1/02, 3/14		
II. FIELDS SEARCHED		
Minimum Documentation Searched ⁷		
Classification System	Classification Symbols	
IPC	B22F1/00, 1/02, 3/14	
Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched ⁸		
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
A	JP, B1, 36-11221 (General Electric Co.), July 21, 1961 (21. 07. 61), (Family: none)	1
A	JP, A, 62-83404 (The Furukawa Electric Co., Ltd.), April 16, 1987 (16. 04. 87), (Family: none)	1
A	JP, A, 61-186433 (Honda Motor Co., Ltd.), August 20, 1986 (20. 08. 86), (Family: none)	1
A	JP, A, 62-199703 (Sumitomo Light Metal Industries, Ltd.), September 3, 1987 (03. 09. 87), (Family: none)	1
¹⁰ 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 document 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 "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 "G" document member of the same patent family		
IV. CERTIFICATION		
Date of the Actual Completion of the International Search		Date of Mailing of this International Search Report
February 14, 1992 (14. 02. 92)		March 3, 1992 (03. 03. 92)
International Searching Authority		Signature of Authorized Officer
Japanese Patent Office		

国 際 調 査 報 告

国際出願番号PCT/JP 91/ 01600

I. 発明の属する分野の分類			
国際特許分類 (IPC) Int. Cl ⁵ B22F1/02, 3/14			
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	B22F1/00, 1/02, 3/14		
最小限資料以外の資料で調査を行ったもの			
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
A	JP, B1, 36-11221 (ゼネラル、エレクトリック、 コムパニー), 21. 7月. 1961 (21. 07. 61), (ファミリーなし)		1
A	JP, A, 62-83404 (古河電気工業株式会社), 16. 4月. 1987 (16. 04. 87), (ファミリーなし)		1
A	JP, A, 61-186433 (本田技研工業株式会社), 20. 8月. 1986 (20. 08. 86), (ファミリーなし)		1
A	JP, A, 62-199703 (住友軽金属工業株式会社), 3. 9月. 1987 (03. 09. 87), (ファミリーなし)		1
※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 14. 02. 92		国際調査報告の発送日 03.03.92	
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 大 屋 晴 男	4 K 6 8 1 3