

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2006年4月20日 (20.04.2006)

PCT

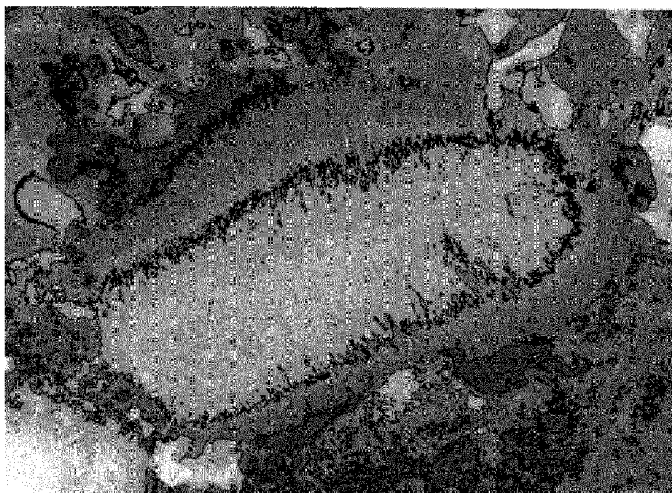
(10) 国際公開番号
WO 2006/040938 A1

- (51) 国際特許分類:
C22C 21/00 (2006.01) B22F 3/20 (2006.01)
B22F 3/115 (2006.01) C22C 1/04 (2006.01)
B22F 3/17 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/018007
- (22) 国際出願日: 2005年9月29日 (29.09.2005)
- (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2004-296345 2004年10月8日 (08.10.2004) JP
特願2004-296346 2004年10月8日 (08.10.2004) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社神戸製鋼所 (KABUSHIKI KAISHA KOBE SEIKO SHO) [JP/JP]; 〒6518585 兵庫県神戸市中央区脇浜町二丁目10番26号 Hyogo (JP).
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 高木 敏晃 (TAK-AGI, Toshiaki) [JP/JP]; 〒6512271 兵庫県神戸市西区高塚台1丁目5番5号 株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内 Hyogo (JP). 梶原 桂 (KAJIHARA, Katsura) [JP/JP]; 〒6512271 兵庫県神戸市西区高塚台1丁目

[続葉有]

(54) Title: HEAT RESISTANT Al BASE ALLOY EXCELLING IN HIGH-TEMPERATURE FATIGUE PROPERTY, DUMPING PROPERTY, ABRASION RESISTANCE AND WORKABILITY

(54) 発明の名称: 高温疲労特性、制振性、耐摩耗性、及び加工性に優れた耐熱性Al基合金



1 μm

(57) Abstract: A heat resistant Al base alloy that is lightweight and excels in not only high-temperature toughness and abrasion resistance but also high-temperature fatigue property, workability and dumping property. There is provided a heat resistant Al base alloy comprising an Al base alloy structure composed of 50 to 90 vol.% of intermetallic compound phase and the balance of metallic Al matrix, wherein the intermetallic compound constituting the intermetallic compound phase has an average size of $\leq 7 \mu\text{m}$, preferably $\leq 5 \mu\text{m}$, and wherein $\geq 50\%$ of intermetallic compound of $\geq 0.5 \mu\text{m}$ particle diameter present in the visual field consists of an intermetallic compound with surface rugged configuration satisfying the relationship $L^2/S \geq 13$ in which S represents the area of intermetallic compound and L the peripheral length of intermetallic compound. Further, there is provided a

heat resistant Al base alloy wherein when the structure is observed through a 500-magnification scanning electron microscope, the average of maximum length of metallic Al pool partitioned by the intermetallic compound phase is $\leq 40 \mu\text{m}$, or wherein further solid dissolution of Cr, Fe and Ti in the metallic Al is effected in a total amount of 0.02 to 10%. Still further, there is provided a heat resistant Al base alloy wherein the ratio between total Al quantity in residue and total Al content in constituent composition, total Al quantity/total Al content, is ≤ 0.75 , restricting the proportion of intermetallic compound of $\geq 0.1 \mu\text{m}$ size in the intermetallic compound phase.

(57) 要約: 軽量であり、高温強靱性や耐摩耗性ととも、更に、高温疲労特性、加工性及び制振性にも優れた耐熱性Al基合金を提供することを目的とする。上記目的を達成するため、Al基合金組織が、体積分率で50～90%の金属間化合物相と、残部が金属Alマトリックスとで構成され、前記金属間化合物相を構成する金属間化合物の平均サイズが7 μm 好ましくは5

[続葉有]

WO 2006/040938 A1



5 番 5 号 株式会社神戸製鋼所神戸総合技術研究所内
Hyogo (JP). 畠 英雄 (HATA, Hideo) [JP/JP]; 〒6512271
兵庫県神戸市西区高塚台 1 丁目 5 番 5 号 株式会社
神戸製鋼所神戸総合技術研究所内 Hyogo (JP).

(74) 代理人: 河宮 治, 外(KAWAMIYA, Osamu et al.); 〒
5400001 大阪府大阪市中央区城見 1 丁目 3 番 7 号
I M P ビル 青山特許事務所 Osaka (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,
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.

(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,
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).

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。

μm 以下であるとともに、視野内に存在する $0.5\mu\text{m}$ 以上の粒径を有する金属間化合物の内、金属間化合物面積 S と金属間化合物の周長 L との関係 L^2/S が 13 以上の表面凹凸形状を有する金属間化合物を 50% 以上存在させる。また、上記目的を達成するため、500 倍の走査型電子顕微鏡にて組織観察された際の、前記金属間化合物相にて区切られた前記金属 A1 のプールの最大長さの平均を $40\mu\text{m}$ 以下とするか、さらに、金属 A1 中に、Cr、Fe、Ti を、これらの総和で 0.02 ~ 10% 固溶させる。さらにまた、残査中の総 A1 量と、前記成分組成の内の全 A1 含有量との比、総 A1 量 / 全 A1 含有量を 0.75 以下として、前記金属間化合物相の内 $0.1\mu\text{m}$ 以上のサイズを有する金属間化合物の割合を規制する。

明 細 書

高温疲労特性、制振性、耐摩耗性、及び加工性に優れた耐熱性Al合金

技術分野

[0001] 本発明は、高温強靱性(耐熱性)や耐摩耗性ととも、更に、疲労特性にも優れた耐熱性Al合金であって、自動車や航空機などのエンジン部品(ピストン、コンロッド)などのような、耐熱強度と軽量性を要求される機械部品に用いて好適なAl合金に関するものである。

背景技術

[0002] 自動車や航空機などのエンジン部品では、300～400℃程度までの高温強靱性(耐熱性)や耐摩耗性、更には、このような高温領域での疲労特性も要求される。

[0003] 先ず、耐熱性について、従来の溶解鑄造合金では、Al-Cu系合金(2618などの2000系Al合金)を始め、種々の耐熱合金が開発されているが、使用温度が150℃を超える高温下では、十分な高温強度を得ることができなかった。Al-Cu系合金では時効硬化による微細析出物で強度を確保しているため、使用温度が150℃を超えると、この析出物相が粗大化し、著しく強度が低下するからである。

[0004] そこで、従来から、急冷凝固法を適用したAl合金が開発されてきた。急冷凝固法の一つである急冷粉末冶金法によれば、Fe、Cr、Mn、Ni、Ti、Zrなどの合金元素の添加量を、前記溶解鑄造Al合金よりも増すことができる。したがって、これら合金元素を多量に添加したAl合金を急冷凝固によって粉末化し、これを固化成型することで、使用温度が150℃を超える高温下でも、高温強度に優れたAl合金を得ようとするものである(特許文献1、2参照)。これは、前記合金元素によって、高温でも安定なAlとの金属間化合物を組織中に分散させて、高温強度を高くしている。

[0005] 更に、前記金属間化合物の微細化により、金属間化合物の分率を増加させ、高強度化を図る技術も提案されている(特許文献3参照)。また、急冷凝固法の一つであるスプレーフォーミング法による、Fe、V、Mo、Zr、Tiなどの合金元素を添加し、これら合金元素とAlとの金属間化合物を微細化させた、軽量化耐熱Al合金も開発さ

れており、過剰のSiを添加し、初晶のSiを微細化させて、耐摩耗性を兼備させた高強度Al基合金も提案されている(特許文献4参照)。

[0006] 次ぎに、Al基合金の疲労特性について、前記した自動車や航空機などのエンジン部品用に、マトリックスを構成するAl結晶粒の平均粒径を微細化させて、疲労特性を向上させることが知られている。例えば、Si;4~12重量%、Cu;0~7重量%、Mg;0~0.5重量%、Ti;0.15~0.5重量%、Fe;0~0.7重量%、Mn;0~0.7重量%、残部Al及び不純物からなり、基地相と該基地相より弾性率が高い晶出物または硬質粒子とからなる亜共晶組織を有する合金であって、上記合金の結晶粒度は、上記晶出物または硬質粒子によって取り囲まれた基地相の単位セルサイズの24倍以下であることを特徴とする耐疲労特性に優れたAl基合金が提案されている(特許文献5参照)。

[0007] また、合金元素としてFe、TiおよびSiを含有し、残部がAlよりなるAl合金であって、Fe、TiおよびSiの含有量がそれぞれ $4\text{原子}\% \leq \text{Fe} \leq 6.8\text{原子}\%$ 、 $0.5\text{原子}\% \leq \text{Ti} \leq 1.2\text{原子}\%$ 、 $1.5\text{原子}\% \leq \text{Si} \leq 2.5\text{原子}\%$ であり、マトリックスを構成するAl結晶粒(面心立方構造)の平均粒径D1が $D1 \leq 1\text{ }\mu\text{m}$ であり、さらに金属間化合物の平均粒径D2が $D2 \leq 0.5\text{ }\mu\text{m}$ であるAl基合金が提案されている(特許文献6参照)。

特許文献1:特許2911708号公報

特許文献2:特公平7-62189号公報

特許文献3:特開平5-195130号公報

特許文献4:特開平9-125180号公報

特許文献5:特開平11-199960号公報

特許文献6:特許3151590号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0008] 前記特許文献1、2などの急冷粉末冶金法によれば、合金元素の添加量を増せば、Al基合金の高温強度を高くできる。しかし、合金元素の添加量を増加し過ぎると、金属間化合物の粗大化を招くため、300℃で300MPa程度の高温強度しか得られていない。

- [0009] これは、金属間化合物の微細化により、金属間化合物の分率を増加させた、前記特許文献3でも同様である。更に、前記特許文献4などのスプレーフォーミング法によるAl基合金でも、同様の高温強度しか得られていない。
- [0010] 更に、前記した特許文献5、6の疲労特性は、300～400℃程度での高温疲労特性は低くならざるを得ない。例えば、特許文献5における熱疲労試験は、40～260℃程度の温度でしかなく、また、高サイクル疲労試験(試験片に一定の引張り-圧縮繰返し応力を付与)も室温における評価であり、しかも、応力繰返し数 10^7 回の疲労強度は、80MPaレベル程度と低い。
- [0011] また、特許文献6でも、200℃程度の比較的低温における、高サイクル疲労試験での応力繰返し数 10^7 回の疲労強度は、180MPaレベル程度と低い。したがって、Al基合金のマトリックスを構成するAl結晶粒の平均粒径を微細化させて、疲労特性を向上させることには限界がある。
- [0012] したがって、本発明は、かかる問題に鑑みなされたもので、自動車や航空機などのエンジン部品の要求特性を満足する、高温強靱性や耐摩耗性ととも、更に、高温疲労特性にも優れた耐熱性Al基合金を提供することを第1の目的とする。
- [0013] また、耐熱性Al基合金は、軟らかい金属Alマトリックス中に、硬い金属間化合物相が分散した、分散強化型組織となっている。
- [0014] このような組織において、金属間化合物の種類によっては、Al基合金の加工性が低下する。例えば、Al-Ti系であるTiAl、 Al_3Ti などや、 Si_3N_4 を含んだ場合、これらの金属間化合物は、500℃を超えても硬いために、Al基合金の熱間加工性を低下させる問題がある。
- [0015] 更に、このような分散強化型組織においては、金属Alマトリックスが軟らかく、強度が比較的低いために、耐熱強度と軽量性を要求される機械部品に使用された場合、硬い金属間化合物相を表面に保持できず、耐摩耗性が低下するという問題もある。
- [0016] そこで、本発明は、第2に、かかる問題に鑑みなされたもので、より高温強度(耐熱性)が高く、耐摩耗性と加工性にも優れている耐熱性Al基合金を提供することを第2の目的とする。
- [0017] 更に、このような分散強化型組織のAl基合金は、用途によっては、エンジンなどの

機械的な振動を吸収する減衰性能(制振性)が要求される場合もある。

- [0018] そこで、本発明は、かかる要求にも鑑みなされたもので、自動車や航空機などのエンジン部品の要求特性を満足する、高温強靱性や耐摩耗性ととも、更に、高温疲労特性や制振性にも優れた耐熱性Al基合金を提供することを第3の目的とする。

課題を解決するための手段

- [0019] この第1の目的を達成するために、第1発明の高温疲労特性に優れた耐熱性Al基合金の要旨は、Al基合金組織が、体積分率で50～90%の金属化合物相と、残部が金属Alマトリックスとで構成され、前記金属間化合物相を構成する $0.5\mu\text{m}$ 以上の粒径を有する金属間化合物の内、金属間化合物面積 S と金属間化合物の周長 L との関係 L^2/S が13以上の表面凹凸形状を有する金属間化合物が40%以上存在することを特徴とする。

金属間化合物の表面が凹凸形状を有するほど上記比率が高くなり、平滑であるほど低くなるが、金属間化合物の表面が凹凸形状を有することによって、金属間化合物の金属Alマトリックスとの界面強度が高まり、高温で応力が負荷された場合でも、金属間化合物が金属Alマトリックスから剥離しにくく、破壊の起点となりにくく、Al基合金の高温疲労特性を高めることができる。

- [0020] 上記耐熱性Al基合金において、前記金属間化合物相を構成する金属間化合物の平均サイズが $7\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $5\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

金属間化合物の平均サイズを $7\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $5\mu\text{m}$ 以下とすると、Al基合金の靱性の低下を防止することができる。

- [0021] また、第1の目的は、観点をかえ、金属Alのプールとの関連で見ると、前記Al基合金組織が、前記金属間化合物相にて区切られた前記金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ 以下である第2の発明によっても達成することができる。

前記金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ 以下であることにより、強度の低い金属Alのプール部分に応力が集中することを抑制することができ、高温疲労特性を維持することができる。また、前記金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ 以下であることにより、Al基合金組織における金属Alのプールと金属間化合物相の分散状態が不均一とならず、Al基合金組織において、金属間化合物相が集中する部

分と、金属間化合物相が無い、あるいは疎となる部分とが殆ど生じず、その結果製品Al基合金に、引張り－圧縮の繰り返し応力が高温で付与された場合でも、疲労強度の著しい低下を抑制することができ、耐熱性及び耐摩耗性を維持することができる。

[0022] 本発明に係る耐熱性Al基合金において、前記金属間化合物相を形成する元素として、Cr、Fe、Ti、Mn、V、Siから選択される元素を三種、これら三種の元素の総和で15～50質量%含む組成を有するのが好ましい。

これらの元素の総和が15質量%以上では、金属間化合物相(体積分率)が各々不足せず、Al基合金の耐熱性と耐摩耗性、また高温疲労強度を向上させることができるからである。一方、これら元素の総和が50質量%以下では、靱性が低下して脆くなることがないからである。

[0023] また、本発明に係る耐熱性Al基合金は、前記金属間化合物相を形成する元素として、質量%で、Cr:5～30%、Fe:1～20%、Ti:1～15%、を各々含む組成を有するのが好ましい。

このような組成において、スプレーフォーミング法などによる急冷凝固法によってプリフォーム体を制作すれば、最終的にAl基合金組成の、体積分率で50～90%の金属間化合物相を、Al－Cr系、Al－Fe系、Al－Ti系の二元系を主相とする金属間化合物相から構成でき、高温疲労特性を一層向上させることができるからである。

[0024] 特に、本発明に係る耐熱性Al基合金において、前記金属間化合物相がAl－Cr系、Al－Fe系、Al－Ti系の金属間化合物相からなるのが好ましい。

Al－Cr系、Al－Fe系、Al－Ti系では、高温疲労特性を向上させることができるからである。

[0025] また、本発明に係る耐熱性Al基合金において、前記Al基合金組織が、前記金属Al中に、Cr、Fe、Tiが、これらの総和で0.02～10質量%固溶しているものであるのが好ましい。

Cr、Fe、Tiの固溶量が、これらの総和で0.02質量%以上では、金属Alマトリックスの強度が、耐熱機械部品に使用された場合に、硬い金属間化合物相を表面に保持できる程度に上昇する。一方、10質量%以下では、金属Alマトリックスが脆くならず、即ち靱性が低下することがないからである。

[0026] 本発明に係る耐熱性Al基合金において、前記Al基合金組織が、前記金属間化合物相の中で $0.1\mu\text{m}$ 以上のサイズを有する金属間化合物相中の総Al量を、熱フェノールによる抽出残査法によってAl基合金から分離抽出された $0.1\mu\text{m}$ 以上のサイズを有する固体残査中の総Al量と、前記成分組成の内の全Al含有量との比、総Al量／全Al含有量を 0.75 以下として、前記金属間化合物相の中で $0.1\mu\text{m}$ 以上のサイズを有する金属間化合物の割合を規制したものである。

合金元素の添加量が多くなり、金属間化合物相が多くなると、Al基金属間化合物粒子の内、大きなサイズのAl基金属間化合物粒子が大きくなるほど、即ち総Al量／全Al含有量が 0.75 を超えた場合、高温疲労特性と制振性が低下する。

[0027] なお、本発明に係る耐熱性Al基合金において、前記Al基合金が、急冷凝固法により得られたものである。

[0028] 本発明は、上記第2の目的を達成するために、合金組成面から検討したもので、第3の発明は、質量％で、Cr:5～30%、Fe:1～20%、Ti:1～15%を含み、残部がAl及び不可避免的不純物からなる、急冷凝固法により得られたAl基合金であって、Al基合金組織が、体積分率で50～90%の金属間化合物相と、残部が金属Alマトリックスとで構成され、前記金属Al中に、Cr、Fe、Tiが、これらの総和で $0.02\sim 10$ 質量％固溶していることを特徴とする。

Cr、Fe、Tiの固溶量が、これらの総和で 0.02 質量％未満では、金属Alマトリックスの強度が、耐熱機械部品に使用された場合に、硬い金属間化合物相を表面に保持できる程度に上昇しない。一方、 10 質量％を超えた場合、金属Alマトリックスが脆くなって、靱性が低下し、耐熱機械部品として使用できなくなる。

[0029] 上記構成の耐熱性Al基合金において、前記金属間化合物相を構成する金属間化合物の平均サイズが $7\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

金属間化合物の平均サイズが $7\mu\text{m}$ を超えて大きくなった場合には、Al基合金の加工性や靱性が大幅に低下する可能性があるからである。

[0030] さらにまた、本発明は、上記耐熱性Al基合金に対し、上記第3の目的を達成するために、第4発明は、本発明に係る耐熱性Al基合金において、質量％で、Cr:5～30%、Fe:1～20%、Ti:1～15%を含み、残部がAl及び不可避免的不純物からなる、急

冷凝固法により得られたAl基合金であって、Al基合金組織が、体積分率で50～90%の金属間化合物相と、残部が金属Alマトリックスとで構成され、前記金属間化合物相の中で0.1 μm 以上のサイズを有する金属間化合物相中の総Al量を、熱フェノールによる抽出残査法によってAl基合金から分離抽出された0.1 μm 以上のサイズを有する固体残査中の総Al量と見なし、この残査中の総Al量と、前記成分組成の内の全Al含有量との比、総Al量／全Al含有量を0.75以下として、前記金属間化合物相の中で0.1 μm 以上のサイズを有する金属間化合物の割合を規定したことを特徴とする。

合金元素の添加量が多くなり、金属間化合物相が多くなると、Al基金属間化合物粒子の内、大きなサイズのAl基金属間化合物粒子が大きくなるほど、即ち総Al量／全Al含有量が0.75を超えた場合、高温疲労特性と制振性が低下するからである。

発明の効果

[0031] 以上の説明から明らかなように、上記第1の発明によれば、以下の効果を得ることができる。

従来の耐熱Al基合金は、高温疲労特性を向上させるために、Al基合金のマトリックスを構成するAl結晶粒の平均粒径を微細化させている。これに対して、本発明に係るAl基合金は、400℃レベルのさらに高温での耐熱性を向上させるために、金属間化合物相の体積分率を50～90%と大きくした上で、前記金属間化合物相を構成する金属間化合物の表面形状を、高温疲労特性向上効果を有する形状に制御する。

[0032] 金属Alマトリックスと金属間化合物相とで構成されているAl基合金において、金属Alマトリックスは軟らかく、金属間化合物相は硬く、軟らかい金属Alマトリックス中に、硬い金属間化合物相が分散した組織となっている。このようなAl基合金組織に、耐熱機械部品としての使用中に、応力が負荷された場合に、Al基合金の変形によって、軟らかい金属Alマトリックスから硬い金属間化合物が剥離し、硬い金属間化合物が破壊の起点となりやすい。この傾向は、耐熱性向上のために、多量の金属間化合物相を有している場合には、特に顕著となる。このように、硬い金属間化合物が破壊の起点となりやすい場合、高温疲労特性は当然低下してしまう。

- [0033] 即ち、合金元素の添加量が多くなり、金属間化合物相が多くなると、Al基合金の高温疲労特性は、Alマトリックスと金属間化合物相の界面の強度が律速するようになる。そして、この界面強度が弱いと、弾性変形域で破断し、高温疲労特性が低下するという問題が新たに生じる。
- [0034] したがって、Al基合金において、高温疲労特性を高めるためには、硬い金属間化合物が、軟らかい金属Alマトリックスから剥離しにくい界面強度(金属間化合物の金属Alマトリックスとの界面強度)を有することが必要となる。
- [0035] このため、本第1発明では、Al基合金において、前記金属間化合物相を構成する金属間化合物の表面が凹凸形状を有するように制御する。この金属間化合物の界面強度は、後述する通り、金属間化合物の表面が凹凸形状を有する(金属間化合物の表面がデコボコ、あるいはギザギザである)ほど高くなり、金属間化合物の表面が平滑(金属間化合物の表面が平坦)であるほど低くなる。
- [0036] 金属間化合物の表面が凹凸形状を有することによって、金属間化合物の金属Alマトリックスとの界面強度が高まり、高温で応力が負荷された場合でも、金属間化合物が金属Alマトリックスから剥離しにくく、破壊の起点となりにくくし、Al基合金の高温疲労特性を高めることができる。
- [0037] スプレーフォーミング法など急冷凝固法により得られたままのAl基合金組織における金属Alのプールと金属間化合物相の分散状態では、金属間化合物の表面は平滑になりやすい。また、急冷凝固法により得られたままのAl基合金を、更にHIP(熱間静水圧プレス)で固化成型した場合も、金属間化合物の表面は平滑になりやすい。常法により、HIP処理した場合、後述する通り、加熱時間を含めた高温保持時間が長くなり、組織自体は緻密化されるものの、金属間化合物の表面が平滑になりやすいからである。また、HIP処理した場合、上記高温保持時間が長くなることで、金属間化合物のサイズが粗大化する可能性が高いという問題もある。
- [0038] 金属間化合物の表面が平滑な場合、合金元素の添加量が多くなり、金属間化合物相が多くなると、前記した、Alマトリックスと金属間化合物相との界面強度は弱くなる。このため、高温疲労特性が低下し、弾性変形域で破断してしまう可能性が高くなる。前記した特許文献5の高温疲労強度が低いのはこのためである。また、これら従来の

耐熱Al基合金のように、Al基合金のマトリックスを構成するAl結晶粒の平均粒径を微細化させても、金属間化合物の表面が凹凸になるわけではなく、表面が平滑な状態はそのまま維持される。

[0039] これに対して、前記した特許文献6では、エアアトマイズした粉末をCIPにてビレットに成形して、このビレットを熱間押出加工している。但し、後述する通り、常法により、熱間押出加工した場合、加熱時間を含めた高温保持時間が長くなり、金属間化合物の表面が平滑になりやすい。また、特許文献6では、Fe、TiおよびSiの含有量が少なく、前記金属間化合物相が、体積分率で50%を超える大きな割合とはならない。このため、金属Alの体積分率が大きくなり、金属間化合物によって仕切られる金属プールの大きさが必然的に大きくなる。金属間化合物相が少なく、前記金属Alのプールの大きさが大きくなるほど、耐熱機械部品としてのAl基合金使用中に、強度の低い金属Alのプール部分に応力が集中する。このように、強度の低い金属Alのプール部分に高温で応力が集中した場合、疲労特性は当然低下してしまう。

[0040] また、第2の発明によれば以下のような効果を得ることができる。

従来の耐熱Al基合金は、高温疲労特性を向上させるために、Al基合金のマトリックスを構成するAl結晶粒の平均粒径を微細化させている。これに対して、本第2発明に係るAl基合金は、金属間化合物相の体積分率を50～90%と大きくした上で、言い換えると、前記金属Alの体積分率を小さくした上で、前記金属間化合物相にて区切られた(囲まれた)、前記金属Alのプール(Al基地相)を微細化させて、高温疲労特性を向上させる。

[0041] 金属Alマトリックスと金属間化合物相とで構成されているAl基合金において、金属Alマトリックスは軟らかく、金属間化合物相は硬い。このような、軟らかい金属Alマトリックス中に、硬い金属間化合物相が分散した組織となっていると、前記金属Alのプールの大きさが大きくなるほど、耐熱機械部品としてのAl基合金使用中に、強度の低い金属Alのプール部分に応力が集中する。このように、強度の低い金属Alのプール部分に高温で応力が集中した場合、疲労特性は当然低下してしまう。

[0042] また、前記金属Alのプールの大きさが大きくなるほど、Al基合金組織における金属Alのプールと金属間化合物相の分散状態は、どうしても不均一とならざるを得ない。

このように、硬い金属間化合物相と軟らかい金属Alのプールとが不均一に分散した場合、高サイクルの疲労など、製品Al基合金に、引張り-圧縮の繰返し応力が高温で付与された場合には、疲労強度は著しく低くならざるを得ない。

[0043] 特に、スプレーフォーミング法など急冷凝固法により得られたままのAl基合金組織における金属Alのプールと金属間化合物相の分散状態では、金属Alのプールの大きさが大きくなりやすい。これに対して、急冷凝固法により得られたままのAl基合金を、更にCIP(冷間静水圧プレス)やHIP(熱間静水圧プレス)で固化成型した場合は、組織自体は緻密化される。しかし、金属Alのプールの大きさが大きい組織状態は、そのまま維持される。前記した特許文献5の高温疲労強度が低いのはこのためである。また、これら従来の耐熱Al基合金のように、Al基合金のマトリックスを構成するAl結晶粒の平均粒径を微細化させても、金属Alのプール自体が微細化されるわけではない。

[0044] これに対して、前記した特許文献6では、エアアトマイズした粉末をCIPにてビレットに成形して、このビレットを熱間押出加工している。したがって、特許文献5に比較すれば、金属Alのプールの大きさは微細化される方向に進み、疲労強度は高くなっている。しかし、特許文献6では、Fe、TiおよびSiの含有量が少なく、前記金属間化合物相が、体積分率で50%を超える大きな割合とはならない。このため、金属Alの体積分率が大きくなり、金属プールの大きさが必然的に大きくなる。この結果、前記金属間化合物相にて区切られた前記金属Alのプールの最大長さの平均も、必然的に40 μ m を超えて大きくなり、高温疲労強度が低くなる。特許文献6での熱間押出加工は、絶対的に大きな金属プールをこれとの比較で相対的に微細化しているのみである。また、このように、金属間化合物相の量が少ないときには、金属間化合物は個々に単独で存在しているものが多くなり、これも高温疲労強度が低くなる一因となる。

[0045] 一方、本第2発明のAl基合金のように、先ず、金属間化合物の量を多くすると、複数の金属間化合物が、金属Al(マトリックス)を介在することなく互いに隣接して集合体(連続体)を形成しやすくなる。この結果、前記金属間化合物相にて区切られた前記金属Alのプールの最大長さの平均を小さくできる。

[0046] 言い換えると、本発明における前記金属間化合物相にて区切られた前記金属Alの

プールの最大長さの平均を $40\mu\text{m}$ 以下としようとするれば、前提として、Al基合金組織が、体積分率で50～90%の金属間化合物相を有する必要がある。

[0047] ただ、このように金属間化合物相を多くするだけでは、前提的な条件を確保するだけで、前記金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ を超える可能性もある。このため、本発明のように、前記金属Alのプールの最大長さの平均を $40\mu\text{m}$ 以下と確実にするためには、後述する通り、Al基合金を更に、熱間加工することが好ましい。

[0048] また、第3の発明によれば、以下の効果を得ることができる。

本発明者らは、金属Alマトリックス中に、添加合金元素を固溶させることによって、金属Alマトリックスの強度が上昇し、Al基合金の耐摩耗性を向上させうることを知見した。

[0049] 即ち、本第3の発明では、金属間化合物形成用添加元素である、Cr、Fe、Tiを、金属Alマトリックス中に一定量固溶させることによって、金属Alマトリックス強度を上昇させる。そして、これによって、耐熱機械部品などの使用環境下においても、金属間化合物相を表面に保持できるだけの、金属Alマトリックス強度を確保して、Al基合金の耐摩耗性を向上させる。

[0050] 更に、本第3の発明では、金属間化合物相の内でも、比較的加工しやすいAl-Cr系金属間化合物を、他のAl-Fe系、Al-Ti系の金属間化合物とともに析出させて、熱間加工性を向上乃至確保する。この結果、 400°C 以上の温度での熱間加工性を向上させるとともに、 $300\sim 400^{\circ}\text{C}$ 程度での使用環境下では、優れた耐熱強度を発揮するAl基合金を提供できる。

[0051] さらに、第4の発明によれば、以下のような効果を得ることができる。

本発明に係るAl基合金は、金属Alマトリックスと上記特定の金属間化合物相とで構成されている。本発明のように、合金元素の添加量が多くなり、金属間化合物相が多くなると、Al基合金の高温疲労特性と制振性とは、上記特定の金属間化合物相の中でも、特に、大きなサイズの金属間化合物のサイズ分布(割合)に大きく影響される。

[0052] 即ち、前記金属間化合物相の内、大きなサイズの金属間化合物相が多くなるほど、高温疲労特性と制振性が低下する傾向がある。このため、本第4発明では、前記Al-Cr系金属間化合物の内、 $0.1\mu\text{m}$ 以上の大きなサイズを有する金属間化合物の

割合を規制する。

上記のように規制することにより、本第4発明によれば、前記Al基の金属間化合物相の内、大きなサイズのAl基金属間化合物相を少なくしたので、耐熱性Al基合金を、高温強靱性や耐摩耗性ととも、更に、高温疲労特性や制振性にも優れたものとすることができる。

図面の簡単な説明

- [0053] [図1]第1発明耐熱性Al基合金の組成を示す、図面代用写真である。
[図2]図1の金属間化合物を示す模式図である。
[図3]比較例の耐熱性Al基合金の組織を示す、図面代用写真である。
[図4]第1発明の耐熱性Al基合金の組織を示す、図面代用写真である。
[図5]第2発明の耐熱性Al基合金の組成を示す、図面代用写真である。
[図6]比較例の耐熱性Al基合金の組織を示す、図面代用写真である。
[図7]Al基合金中の金属間化合物の粒度分布を模式的に示す説明図である。

発明を実施するための最良の形態

- [0054] (Al基合金組成)

先ず、本発明のAl基合金の好ましい化学成分組成(単位:質量%)について、各元素の限定理由を含めて、以下に説明する。

- [0055] 本発明では、400℃レベルのさらに高温での耐熱性を向上させるために、合金元素量を多く、金属間化合物量を体積分率で50～90%と大きくした、分散粒子強化型とする必要がある。このような、高温疲労特性に優れた耐熱性Al基合金の好ましい組成としては、前記金属間化合物相を形成する元素として、Cr、Fe、Ti、Mn、V、Siから選択される元素を、これら元素の総和で15～50質量%含み、残部がAl及び不可避免的不純物からなることが好ましい。
- [0056] これら、Cr、Fe、Ti、Mn、V、Siから選択される元素が、これら元素の総和が15質量%の下限未満では、金属間化合物相(体積分率)が各々不足する。このため、Al基合金の耐熱性と耐摩耗性、また高温疲労強度を向上させることができない。一方、これら元素の総和が50質量%の上限を超えた場合、靱性が低下して脆くなり、耐熱機械部品に用いることができない。

- [0057] そして、これらの金属間化合物相を形成する元素の内から選択される、疲労特性をより向上させる組み合わせとしては、特に、質量%で、Cr:5~30%、Fe:1~20%、Ti:1~15%、を各々含む組成が好ましい。このような組成において、後述する通り、スプレーフォーミング法による急冷凝固法によって、プリフォーム体を制作すれば、このプリフォーム体組織の前記体積分率で50~90%の金属間化合物相が、Al-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系の二元系を主相とする金属間化合物から構成され、高温疲労特性を一層向上できる。
- [0058] また、これらCr、Fe、Tiは、スプレーフォーミング法による急冷凝固法によって、Al-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系などの金属間化合物相のいずれかに、当該金属間化合物を構成する元素以外のいずれかの元素が更に固溶して、Al基合金の耐熱性と耐摩耗性とを向上させることができる。
- [0059] Al-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系などの二元系の金属間化合物相のいずれかに、当該金属間化合物を構成する元素以外のCr、Fe、Tiいずれかが固溶した場合、当該金属間化合物およびAl基合金の強度、靱性、硬さ(耐熱強度、耐摩耗性)を向上させることができる。より具体的な例としては、Al-Cr系金属間化合物相に、Fe、Tiのいずれか、また両方が固溶していることを言う。
- [0060] これら当該金属間化合物を構成する元素以外のCr、Fe、Tiいずれかが固溶した金属間化合物は、例えば、Al-Cr金属間化合物にFe、Tiの元素が固溶されないような場合に比して、耐熱強度と耐摩耗性とのバランスに優れている。このため、Al基合金の強度、靱性、硬さを一層向上させることができる。
- [0061] Cr、Fe、Tiの上記各含有量の下限未満、およびCr、Fe、Tiの含有量総和が、上記15質量%の下限未満では、Al-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系などの金属間化合物相(体積分率)と、これら各金属間化合物に、当該金属間化合物を構成する元素以外のいずれかの元素の固溶量が各々不足する。このため、Al基合金の耐熱性と耐摩耗性、また高温疲労強度を向上させることができない。
- [0062] 一方、Cr、Fe、Tiの上記各含有量の上限を超えた場合、およびCr、Fe、Tiの含有量総和が、上記50質量%の上限を超えた場合、上記金属間化合物相と、これら各金属間化合物に、当該金属間化合物を構成する元素以外のいずれかの元素が固

溶した組織が得られたとしても、靱性が低下して、脆くなる。このため、耐熱機械部品に用いることができない。

[0063] したがって、Cr、Fe、Tiを各々含む組成において、Crは5～30%、Feは1～20%、Tiは1～15%の各含有量範囲とし、Cr、Fe、Tiの含有量の総和も15～50%の範囲とする。

[0064] この他、Mn:5～30%、Fe:1～20%、Si:1～10%を各々含む組成か、Fe:1～20%、V:0.5～5%、Si:1～10%を各々含む組成、とすることもできる。このような組成では、後述する通り、スプレーフォーミング法による急冷凝固法によって、プリフォーム体を制作すれば、このプリフォーム体組織の前記体積分率で50～90%の金属間化合物相が、Al-Mn-Fe-Si系、あるいはAl-Fe-V-Si系などの四元系を主相とする金属間化合物相から構成され、高温疲労特性を一層向上できる。

[0065] これら、Mn、Fe、Si、Vの上記各含有量の下限未満、およびMn、Fe、Si、Vの含有量総和が、上記15質量%の下限未満では、四元系の金属間化合物相(体積分率)が各々不足する。このため、Al基合金の耐熱性と耐摩耗性、また高温疲労強度を向上させることができない。一方、Mn、Fe、Si、Vの上記各含有量の上限を超えた場合、およびMn、Fe、Si、Vの含有量総和が、上記50質量%の上限を超えた場合、靱性が低下して、脆くなる。このため、耐熱機械部品に用いることができない。

[0066] (金属間化合物相)

本発明Al基合金組織は、体積分率で50～90%の前記金属間化合物相と、残部が金属Alマトリックスとで構成される。Cr、Fe、Tiを各々を含む前記組成では、Al-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系の二元系を主相とする金属間化合物相が体積分率で50～90%を占めるようにする。また、Mn、Fe、Siを各々含む前記組成では、Al-Mn-Fe-Si系の四元系を主相とする金属間化合物相が体積分率で50～90%を占めるようにする。更に、Fe、V、Siを各々含む前記組成では、Al-Fe-V-Si系などの四元系を主相とする金属間化合物相が体積分率で50～90%を占めるようにする。なお、本発明Al基合金組織において、これら主相に対して、これら主相以外の金属間化合物相を含むことも、Al基合金の特性を阻害しない範囲で許容する。

[0067] 金属Alマトリックスと金属間化合物相とで構成されているAl基合金において、金属

Alマトリックスは軟らかく、金属間化合物相は硬い。Al基合金では、このような、軟らかい金属Alマトリックス中に、硬い金属間化合物相が分散した組織となっている。そして、この硬い金属間化合物相が、Al基合金に、耐熱性と耐磨耗性、また、高温疲労強度を持たせる主相となる。一方、軟らかい金属Alマトリックスは、これら硬い金属間化合物相のバインダー、あるいは、これら硬い金属間化合物相の土台となって、金属間化合物相の機能を発揮させる役割を担う。

[0068] 金属間化合物の量が少ないときには、金属間化合物は単独で存在しているものが多いが、本発明Al基合金のように、体積分率を50%以上と、金属間化合物の量を多くすると、複数の金属間化合物が互いに隣接して集合体(連続体:金属間化合物相)を形成しやすくなる。このため、Al基合金に、耐熱性と耐磨耗性、また、高温疲労強度を持たせる主相としての機能をより発揮しやすくなり、特に、高温疲労強度が向上する。

[0069] また、体積分率を50%以上と金属間化合物の量を多くして、上記金属間化合物相を形成すると、これら金属間化合物相にて区切られた前記金属Alのプールの最大長さの平均を小さくできる。

[0070] 前記金属間化合物相の体積分率が50%未満では、Al基合金に、耐熱性と耐磨耗性、また、高温疲労強度を持たせる主相となる金属間化合物相が不足し、これらの特性が低下する。また、金属間化合物相の量が少なくなる一方で、金属Alの体積分率が大きくなり、金属間化合物相にて区切られた金属プールの大きさが必然的に大きくなる。この結果、前記金属間化合物相にて区切られた前記金属Alのプールの最大長さの平均も、必然的に40 μ m を超えて大きくなる。このため、耐熱性と耐磨耗性、また、特に高温疲労強度が低くなる。

[0071] 一方、前記金属間化合物相の体積分率が90%を超えた場合、金属Alの量が少なくなりすぎ、Al基合金の靱性が低下して、脆くなる。このため、耐熱Al基合金として使用できなくなる。

[0072] (金属間化合物の平均サイズ)

本発明Al基合金においても、金属間化合物相を形成する個々の金属間化合物(金属間化合物粒子)の平均サイズは小さいほど好ましい。本発明のように、金属間化

化合物の量を多くしたAl基合金では、金属間化合物量が少ないAl基合金に比して、高温強度や耐摩耗性は大きく向上するものの、金属間化合物の平均サイズの靱性への影響が大きくなる。この点、金属間化合物の平均サイズが $7\mu\text{m}$ を超えて大きくなった場合には、Al基合金の靱性が大幅に低下する。したがって、本発明では、金属間化合物相を形成する金属間化合物(粒子)の平均サイズを $7\mu\text{m}$ 以下と規定する。好ましくは、 $5\mu\text{m}$ 以下と規定する。金属間化合物相を形成する金属間化合物(粒子)の平均サイズを $5\mu\text{m}$ 以下とすることにより、靱性をさらに向上させることができる。本発明では、これら金属間化合物粒子の集合体乃至連続体を、金属間化合物相と総称し、これら金属間化合物粒子の平均サイズを上記のように規定する。金属間化合物の平均サイズの測定は、後述する通り、5000～15000倍の透過型電子顕微鏡(TEM)にてAl基合金組織を観察して行なう。

[0073] (0.1 μm 以上のAl基金属間化合物の規制)

本発明では、更に、前記した通り、Al基金属間化合物の内で0.1 μm 以上のサイズを有する金属間化合物中の総Al量を、熱フェノールによる抽出残査法によってAl基合金から分離抽出された0.1 μm 以上のサイズを有する固体残査中の総Al量と見なし、この残査中の総Al量と前記全Al含有量との比、総Al量/全Al含有量を0.75以下として、前記Al基金属間化合物の内で0.1 μm 以上のサイズを有する金属間化合物の割合を小さく規制する。

[0074] 前記した通り、本発明のように、合金元素の添加量が多くなり、金属間化合物相が多くなると、Al基金属間化合物粒子の内、大きなサイズのAl基金属間化合物粒子が多くなるほど、高温疲労特性と制振性が低下する。このため、本発明では、Al基金属間化合物相の内で0.1 μm 以上の大きなサイズを有するAl基金属間化合物の割合を規制する。

[0075] この際、前記Al基金属間化合物粒子の内で、0.1 μm 以上の大きなサイズを有する金属間化合物粒子の割合を少なくする(規制する)ことは可能であるが、その割合を定量的に規定するのは難しい。SEMやTEMによって測定された前記Al基金属間化合物の平均サイズがたとえ同じであっても、0.1 μm 以上の大きなサイズを有するAl基金属間化合物の量的な割合が異なる場合は、当然起こりうる。

- [0076] 例えば、図7に、Al基金属間化合物のサイズと量との分布関係を模式的に示すように、Al基金属のA(実線で示す曲線)とB(点線で示す曲線)とは平均粒径サイズが同じ $0.1\mu\text{m}$ である。しかし、両者は、 $0.1\mu\text{m}$ 以上の大きなサイズのAl基金属間化合物の量的な割合が異なる。即ち、Al基金属Bの方が、 $0.1\mu\text{m}$ 以上の大きなサイズのAl基金属間化合物の量が、Al基金属Aよりも多い。この結果、Al基金属Bの方が、Al基金属Aよりも、高温疲労特性と制振性が低くなる。
- [0077] このため、本発明では、比較的測定しやすいAl量によって、 $0.1\mu\text{m}$ 以上の大きなサイズを有するAl基金属間化合物の割合を規定する。即ち、 $0.1\mu\text{m}$ 以上の大きなサイズを有するAl基金属間化合物の総Al量を測定し、この総Al量をAl基金属に含有される全Al含有量との関係で規定する。
- [0078] より具体的には、Al基金属間化合物の中で $0.1\mu\text{m}$ 以上のサイズを有するAl基金属間化合物中の総Al量を、熱フェノールによる抽出残査法によって、Al基金属から分離抽出された、 $0.1\mu\text{m}$ 以上のサイズを有する固体残査中の総Al量と見なす。
- [0079] 熱フェノールによる抽出残査法は、通常は、合金(Al基金属)を熱フェノール処理して、金属(Al)を液相として、析出している金属間化合物を固相として分離し、金属Al中の合金元素固溶量や、析出している金属間化合物量や金属間化合物組成を、定性的、定量的に測定するものである。試験試料の重さは約 0.5g 程度、分解温度は、試料の形状にもよるが、約 180°C で時間は15分程度、ろ過時間は15分から2時間程度とする。
- [0080] 本発明では、この熱フェノールによる抽出残査法を利用して、金属Alと金属Alに固溶しているCr、Fe、Tiなどの金属とを、ともに熱フェノール溶液に溶解させる。その一方で、Al基金属間化合物は、固体状態として、熱フェノール溶液に存在させ、両者を先ず分離する。
- [0081] ここで、この熱フェノール溶液を $0.1\mu\text{m}$ のメッシュサイズを有するフィルターでろ過すれば、 $0.1\mu\text{m}$ 以上のサイズを有するAl基金属間化合物は、固体残査として、フィルター上に残留する。そして、 $0.1\mu\text{m}$ 未満のサイズのAl基金属間化合物は、上記金属分が溶解した熱フェノール溶液とともに、前記フィルターを透過し、 $0.1\mu\text{m}$ のサイズを境に、 $0.1\mu\text{m}$ 以上と、 $0.1\mu\text{m}$ 未満のサイズのAl基金属間化合物

とを分離できる。

[0082] このフィルター上に残留した固体残渣(0.1 μm 以上のサイズを有するAl基金属間化合物)の中の総Al量を計測すれば、この総Al量は、前記Al基金属間化合物の内で0.1 μm 以上のサイズを有するAl基金属間化合物中の総Al量と見なすことができる。このフィルター上に残留した固体残渣中の総Al量の計測は、ICP発光分析やX線分析により、適宜行なうことができる。

[0083] したがって、前記Al基金属間化合物の内で0.1 μm 以上のサイズを有する金属間化合物を、前記残渣中の総Al量と、前記全Al含有量との比、総Al量／全Al含有量で、0.75以下として、高温疲労特性と制振性とを向上乃至確保する。この総Al量／全Al含有量が0.75を超えた場合、高温疲労特性と制振性が低下する。

[0084] (Al-Cr金属間化合物)

本発明Al基金属組織において、AlとCrは、例えば、 $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ 、 $\text{Al}_{45}\text{Cr}_7$ 、 $\text{Al}_{112.3}\text{Cr}_2$ 、 $\text{Al}_{8.6}\text{Cr}_{11}$ 、 $\text{Al}_{11}\text{Cr}_2$ 、 Al_8Cr_5 、 $\text{Al}_{16}\text{Cr}_{9.5}$ 、 Al_2Cr などの金属間化合物を形成している。

[0085] これらAl-Cr金属間化合物相は、熱間加工性を向上乃至確保するために必須である。Al-Cr金属間化合物相は、前記金属間化合物相の内でも、比較的加工しやすい。このため、Al-Cr系金属間化合物を、他のAl-Fe系、Al-Ti系の金属間化合物とともに析出させると、熱間加工性を向上乃至確保できる。この結果、400℃以上の温度での熱間加工性を向上させるとともに、300～400℃程度での使用環境下では、優れた耐熱強度を発揮できる。

[0086] また、Al-Cr金属間化合物相は、耐熱強度と耐磨耗性とのバランスに優れている。但し、Alの価数が高い金属間化合物相の方が低密度であり、軽量化の点では好ましい。更に、これらAl-Cr金属間化合物相に、Cr以外のFeとTiのいずれか、あるいは両方を、FeとTiとの総和で1質量%以上の量を固溶させることで、固溶強化により、Al-Cr金属間化合物の強度、靱性、硬さを向上させることができる。

[0087] (Al-Fe金属間化合物)

また、AlとFeは、例えば、 $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ 、 Al_3Fe 、 $\text{Al}_{2.8}\text{Fe}$ 、 Al_5Fe_2 、 Al_2Fe 、AlFeなどの金属間化合物を形成している。

[0088] これらAl-Fe金属間化合物相は、硬いため耐磨耗性に優れており、Al基金属の耐

磨耗性を向上させる。但し、Alの価数が高い金属間化合物相の方が低密度であり、軽量化の点では好ましい。更に、これらAl-Fe金属間化合物相に、Fe以外のCrとTiのいずれか、あるいは両方を、CrとTiとの総和で1質量%以上の量を固溶させることで、固溶強化により、Al-Fe金属間化合物の強度、靱性、硬さを向上させることができる。

[0089] (Al-Ti金属間化合物)

更に、AlとTiは、例えば、 Al_3Ti 、 Al_2Ti 、 TiAl 、 Ti_3Al などの金属間化合物を形成している。

[0090] これらAl-Ti金属間化合物相は、金属間化合物相自体を微細化し、金属間化合物相乃至Al基合金の強度と靱性を向上させる。したがって、後述する、溶解条件との組み合わせで、上記金属間化合物相の微細化のための効果をより発揮する。但し、Alの価数が高い金属間化合物相の方が低密度であり、軽量化の点では好ましい。更に、これらAl-Ti金属間化合物相に、Ti以外のFeとCrのいずれか、あるいは両方を、FeとCrとの総和で1質量%以上の量を固溶させることで、固溶強化により、Al-Ti金属間化合物の強度、靱性、硬さを向上させることができる。

[0091] (金属間化合物の表面形状)

本発明では、高温疲労特性を向上させるために、金属間化合物相を構成する金属間化合物(粒子)の表面が凹凸形状を有するように制御する。具体的には、金属間化合物の大きさに応じて、5000～15000倍の透過型電子顕微鏡(TEM)にてAl基合金組織を観察した際の、視野内に存在する $0.5\mu\text{m}$ 以上の粒径を有する各金属間化合物の内、金属間化合物面積 S と金属間化合物の周長 L との関係 L^2/S が13以上の表面凹凸形状を有する金属間化合物が40%以上存在するように制御する。

[0092] 本発明Al基合金では、体積分率が50%以上の多量の金属間化合物を形成するために、Al中に多量の合金元素を添加している。このため、金属Alマトリックスに過飽和に固溶した合金元素は、金属間化合物を形成して(析出して)平衡状態になろうとする傾向が強い。一旦形成された金属間化合物と金属Alマトリックスとの界面でも、金属Alマトリックス中から合金元素が金属間化合物に析出(移行)して、平衡状態になろうとする傾向が強い。

- [0093] 金属間化合物と金属Alマトリックスとの界面において、合金元素が金属Alマトリックス側から金属間化合物側に移行、析出して、平衡状態に達した場合、金属Alマトリックスとの界面である、金属間化合物の表面は平滑(平坦)となる。前記した通常のAl基合金の金属間化合物の表面が平滑であるのは、このためである。このように、前記界面が平衡状態になると、Alマトリックスと金属間化合物相との界面強度が弱くなり、弾性変形域で破断しやすくなり、高温疲労特性は低下する。
- [0094] この表面が平滑な金属間化合物の、Al基合金組織を15000倍のTEMで観察した際の組織写真を図3に示す。図3において、点在する球状物が金属間化合物であり、例えば、図3の中央部にある黒い金属間化合物の表面は、凹凸があまり無い平滑であることが分かる。
- [0095] これに対して、本発明のような、金属間化合物の表面が凹凸形状を有する(金属間化合物の表面がデコボコ、あるいはギザギザである)場合は、金属間化合物と金属Alマトリックスとの界面において、前記平衡状態に達してはいない、界面拡散の過渡期で止まった状態となっている。即ち、この界面(金属間化合物の表面)では、金属Alマトリックスから金属間化合物にかけて、金属間化合物に移行(析出)しようとする合金元素の濃度が連続的に変化する、濃度勾配がついた非平衡状態になっているものと推考される。
- [0096] したがって、金属間化合物の表面が凹凸形状を有するか否かは、単に物理的なアンカー効果などの凹凸形状効果ではなく、上記したような、冶金的な非平衡状態効果を示している。即ち、この非平衡状態における合金元素の濃度勾配によって、高温での変形によっても、硬い金属間化合物が、軟らかい金属Alマトリックスから剥離しにくい界面強度が保持されているものと推考される。したがって、金属間化合物の界面強度は、金属間化合物の表面が凹凸形状を有するほど、非平衡状態となって高くなる。一方、金属間化合物の界面強度は、金属間化合物の表面が平滑であるほど、平衡状態となって低くなる。
- [0097] この表面が凹凸形状を有する金属間化合物の、Al基合金組織を15000倍のTEMで観察した際の組織写真を図1に示す。図1において、前記図3と同様に、図の中央にある大きな球状物が金属間化合物であるが、これらの金属間化合物の表面は、

前記図3の金属間化合物表面のように平滑ではなく、表面が凹凸形状を有することが分かる。

[0098] 但し、金属間化合物のサイズの大きさには種々有り、サブミクロン単位のサイズの極端に小さいものは表面の形状の判別が難しい。また、これらサイズの小さなものは、サイズの大きなものに比して、より剥離しにくく、破壊の起点になりにくい。更に、サイズの大きい金属間化合物表面が凹凸形状を有するように制御すれば、サイズの小さな金属間化合物表面も凹凸形状を有する方向にいき、高温疲労特性向上の方向に向かう。したがって、本発明では、より破壊の起点になりやすく、高温疲労特性により影響度が大きな、サイズの大きな金属間化合物表面が凹凸形状を有するように制御する。このため、本発明では、このサイズの比較的大きな金属間化合物として、 $0.5\ \mu\text{m}$ 以上の粒径を有する金属間化合物を選択する。

[0099] そして、これら $0.5\ \mu\text{m}$ 以上の比較的大きな粒径を有する金属間化合物の表面の凹凸形状を、金属間化合物面積 S と金属間化合物の周長 L との関係 L^2/S が13以上の形状と規定する。

[0100] 前記図1の金属間化合物を模式化して示す図2において、個々の金属間化合物の周長 L が、金属間化合物表面の凹凸形状を形成している。したがって、金属間化合物の周長 L は、金属間化合物表面の凹凸長さを表す。これらの金属間化合物面積 S に対して、周長 L が長いほど、凹凸の長さが長く、金属間化合物表面の凹凸が大きいことを示している。金属間化合物の断面が真円の場合、 $(2\pi r)^2$ で表される金属間化合物の周長 L の2乗と πr^2 で表される面積 S との比 L^2/S は、 $(2\pi r)^2/\pi r^2 = 4\pi$ (約13)となる。したがって、金属間化合物面積 S に対して周長 L が長い、表面が凹凸の状態とは、 L^2/S が $4\pi = \text{約}13$ 以上のことを言う。この金属間化合物の表面の凹凸形状に関わる L^2/S が13未満では、凹凸の長さが短くなって(凹凸が小さくなって)、金属間化合物の外周が円に近づき、従来の表面が平滑な金属間化合物と大差なくなる。このため、界面強度が低いなり、高温疲労特性を向上できない。

[0101] 本発明では、更に、 L^2/S が13以上の表面凹凸形状を有する金属間化合物の数を保障して、高温疲労特性向上を保障するために、前記TEM視野内に存在する $0.5\ \mu\text{m}$ 以上の金属間化合物の内、 L^2/S が13以上の表面凹凸形状を有する金属間

化合物が40%以上存在するように規定する。

[0102] この L^2/S が13以上である $0.5\mu\text{m}$ 以上の金属間化合物の数は多いほど好ましく、前記TEM視野内に存在する $0.5\mu\text{m}$ 以上の金属間化合物が全て L^2/S が13以上であれば良い。但し、表面凹凸形状を有する金属間化合物を制御するための、製造の限界や製造コストの問題もあり、 L^2/S が13以上である $0.5\mu\text{m}$ 以上の金属間化合物の数は高温疲労特性を向上させるに足る量であれば良い。この点、 L^2/S が13以上の表面凹凸形状を有する金属間化合物の割合は、好ましくは45%以上、より好ましくは50%以上である。

[0103] 例えば、前記図1において、TEM視野内に存在する $0.5\mu\text{m}$ 以上の金属間化合物が20個とすれば、このうちの好ましくは9個以上、より好ましくは10個以上の L^2/S が13以上とする。一方、 L^2/S が13以上の表面凹凸形状を有する金属間化合物が40%未満では、界面強度が低い従来の表面が平滑な金属間化合物(破壊の起点となる金属間化合物)が多過ぎ、高温疲労特性向上を保障できない。

[0104] 本発明では、このように、金属間化合物の表面凹凸形状の制御によって、金属間化合物の金属Alマトリックスとの界面強度を高めて、高温で応力が負荷された場合でも、金属間化合物が金属Alマトリックスから剥離しにくくし、金属間化合物を破壊の起点となりにくくしている。この結果、Al基合金の高温疲労特性を高めることができる。

[0105] このように、金属間化合物の表面凹凸形状を制御するためには、後述する通り、スプレーフォーミング法により得られるAl基合金のプリフォーム体を、 $400\sim 550^\circ\text{C}$ の温度範囲で、但し、加工前の加熱を含めた熱間加工における、その温度範囲での保持が30分～3時間以内として、HIP、鍛造、押出、圧延から選択される熱間加工を行なう。

[0106] (金属Alのプールの最大長さ)

本発明耐熱性Al基合金では、特に、高温疲労特性を向上させるために、前記金属間化合物相にて区切られた前記金属Alのプールの最大長さの平均を $40\mu\text{m}$ 以下とすることが好ましい。

[0107] 金属Alマトリックス中に金属間化合物相が分散した組織となっているAl基合金の場合

合に、前記金属間化合物相にて区切られた金属Alのプールの大きさが大きくなるほど、前記した通り、耐熱機械部品としてのAl基合金使用中に、強度の低い金属Alのプール部分に応力が集中する。このように、強度の低い金属Alのプール部分に高温で応力が集中した場合、疲労特性は当然低下してしまう。

[0108] また、前記金属Alのプールの大きさが大きくなるほど、前記した通り、Al基合金組織における金属Alのプールと金属間化合物相の分散状態も、どうしても不均一とならざるを得ない。このため、Al基合金組織において、金属間化合物相が集中する部分と、金属間化合物相が無い、あるいは疎となる部分とが多く生じる。このように、硬い金属間化合物相と軟らかい金属Alのプールとが不均一に分散する結果、高サイクルの疲労など、製品Al基合金に、引張り-圧縮の繰返し応力が高温で付与された場合には、疲労強度は著しく低くならざるを得ない。また、耐熱性や耐磨耗性も低くならざるを得ない。

[0109] この傾向は、前記金属Alのプールの大きさが大きくなって、この金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ を超えた場合に顕著となる。このため、前記金属Alのプールの大きさが大きくなると、前記した金属間化合物の表面凹凸形状制御による高温疲労特性向上効果を減らす可能性がある。したがって、本発明では、前記金属間化合物相にて区切られた前記金属Alのプールの最大長さの平均を $40\mu\text{m}$ 以下とすることが好ましく、より好ましくは $30\mu\text{m}$ 以下とする。

[0110] 金属間化合物相の体積分率が少なすぎるか、金属Alの体積分率が大きくなりすぎる場合に、前記金属間化合物相にて区切られた軟らかい金属Alのプールの大きさは、最大長さの平均 $40\mu\text{m}$ を超えて大きくなりやすい。

[0111] また、たとえ金属間化合物相の体積分率が多くても、スプレーフォーミング法など急冷凝固法により得られたままの、プリフォーム体などのAl基合金組織では、金属Alのプールの大きさが最大長さの平均 $40\mu\text{m}$ を超えて大きくなりやすい。これは、急冷凝固法により得られたプリフォーム体などのAl基合金を、更にCIPやHIPで固化成型した場合でも同様である。

[0112] このため、金属間化合物相の体積分率を多くした上で、前記金属間化合物相にて区切られた前記金属Alのプールの最大長さの平均を $40\mu\text{m}$ 以下とするためには、

急冷凝固法により得られたAl基合金を、熱間にて、鍛造、押出、圧延から選択される熱間加工を行なうことが好ましい。これらの熱間加工(塑性加工)によって、Al基合金組織における、金属Alのプールの大きさが微細化されるとともに、金属Alのプールと金属間化合物相とが、微細均一に分散される。なお、前記HIPあるいはCIPでは、このような金属Alのプールの微細化効果は無い。

[0113] (金属Alのプールの最大長さ測定)

本発明では、測定誤差を少なくして再現性あるものとするために、前記金属間化合物相にて区切られた前記金属Alのプールの最大長さを、目安として、最大長さが20 μm 以上のレベルにある場合には、500倍の走査型電子顕微鏡(SEM)にて、また、最大長さが20 μm 以下のレベルにある場合には、1000倍の走査型電子顕微鏡(SEM)にて、後述する実施例にて詳細を記載する通り、測定する。このSEMの倍率は、金属Alのプールの最大長さに応じて決めており、倍率が大き過ぎると、視野の大きさが前記金属Alのプールの最大長さよりも小さくなり、倍率が小さ過ぎると、金属Alのプール自体の識別が不明瞭となる。

[0114] 図4は、耐熱Al基合金の1000倍のSEMによる組織写真である。図4は、金属Alのプールの最大長さの平均が40 μm 以下である、本発明耐熱Al基合金(後述する実施例表3における発明例1)である。

[0115] 図4において、多数の白い点々が金属間化合物(粒子)であり、黒い筋状の模様が、金属Alのプール部分(Alマトリックス部分)である。本発明耐熱Al基合金では、この視野内にある黒い筋状の模様である、個々の(各)金属Alのプール部分の最も長い部分を、後述する通り計測して平均化する。

[0116] 図4の通り、本発明Al基合金では、金属間化合物相を、体積分率を50%以上と多くしているので、複数の金属間化合物が互いに隣接して集合体(金属間化合物相)を形成しているのが分かる。言い換えると、金属Alのプール部分が、細かく、金属間化合物相によって区切られている(仕切られている)ことが分かる。そして、このような金属間化合物相が多く、金属Alのプール部分が細かい組織状態が、Al基合金の耐熱性と耐磨耗性、また、高温疲労強度を保障する。

[0117] (製造方法)

以下に、本発明Al基合金の製造方法を説明する。本発明Al基合金は、合金元素量が多いために、金属間化合物相を多く析出させるために、通常の溶解鑄造方法ではなく、急冷凝固法によって、プリフォーム体を制作することが好ましい。また、急冷凝固法のうち、急冷粉末冶金法によっても製造可能であるが、好適にはスプレーフォーミング法で製造される。

- [0118] 急冷凝固法の一つである急冷粉末冶金法によって、本発明Al基合金を製造する場合、上記本発明成分組成のAl合金のアトマイズ粉末の内、平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以下、好ましくは $10\mu\text{m}$ 以下の微粒粉を分級して使用する。平均粒径が $20\mu\text{m}$ 以下の微粒粉のみをCIPやHIPで固化成型する。平均粒径が $20\mu\text{m}$ を越えるアトマイズ粉末は、冷却速度が遅いため、金属間化合物相が粗大化する可能性がある。
- [0119] スプレーフォーミング法は、通常の溶解鑄造法(インゴットメイキング)よりも、格段に速い冷却・凝固速度を有するために、晶出核生成頻度が高く、各金属間化合物相を多量に、かつ微細に、組織中に析出させることができる。また、個々の金属間化合物粒子の成長速度が相対的に小さいために、隣接粒と接触する頻度も小さくなり、金属間化合物相である金属間化合物の連続体の寸法も小さくなる。
- [0120] この際、Cr、Fe、Tiを各々含む組成では、Al-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系などの金属間化合物相のいずれかに、当該金属間化合物を構成する元素以外のいずれかの元素を強制固溶させて、Al基合金の耐熱性と耐磨耗性とをより向上させることができる。
- [0121] 但し、スプレーフォーミング法でも、その冷却・凝固速度の最適化は必要である。スプレーフォーミング法による好ましい態様は、上記本発明成分組成のAl合金を、溶解温度 $1100\sim 1600^{\circ}\text{C}$ で溶製した後、溶湯のスプレーを開始して、スプレーフォーミング法によりプリフォームを作製する。
- [0122] 溶解温度を 1100°C 以上としたのは、上記本発明成分組成のAl合金において、各金属間化合物相を完全に溶解させるためである。また、各合金元素の含有量が多いほど、各金属間化合物相を完全に溶解させるためには、溶解温度を 1100°C 以上のより高い温度とすることが好ましいが、 1600°C を超える温度とする必要は無い。
- [0123] 溶湯のスプレーを開始する際、好ましくは、前記溶湯を、スプレー開始温度まで 10

0℃/h 以上の冷却速度で冷却し、その後900～1200℃で、この溶湯のスプレーを開始する。前記高温で溶解するのは、金属間化合物相を完全に溶解させるためであるが、ここで一旦溶湯を冷却してからスプレーを開始するのは、金属間化合物をある程度晶出させ、晶出した金属間化合物を核として、スプレーフォーミング中に、他の金属間化合物を微細に晶出させる効果があるためである。また、低温からスプレーを開始すると、スプレーの冷却速度を上げ、晶出する金属間化合物が更に微細化される効果がある。

[0124] このように、一旦溶湯を冷却する際に、溶湯のスプレー開始温度までの前記冷却速度が100℃/h 未満では、上記した、スプレー開始までに、金属間化合物をある程度晶出させ、晶出した金属間化合物を核として、スプレーフォーミング中に、他の金属間化合物を微細に晶出させることができず、晶出する金属間化合物を微細化できない可能性が高い。

[0125] 溶湯のスプレー開始温度は、スプレー過程(スプレーフォーミング過程)における、冷却・晶出速度に影響する。即ち、溶湯のスプレー開始温度は、低温の方が冷却速度を速くしやすい。しかし、スプレー開始温度が900℃未満では、スプレー過程前に、溶湯中に金属間化合物が晶出してしまい、ノズルが閉塞しやすくなる。一方、スプレー開始温度が1200℃を超えると、スプレー過程中的の冷却速度が遅くなり、スプレーフォーミング法により作製されたプリフォームの金属間化合物を微細化できない可能性が高い。

[0126] スプレー過程(スプレーフォーミング過程)では、冷却速度を十分に速くすることが重要となる。冷却速度を十分に速くすると、金属間化合物の晶出核生成頻度が多くなるために金属間化合物粒子の粗大化を防止でき、金属間化合物相を微細化できる。また、金属間化合物粒子が微細化されるために、隣接粒と接触する頻度も小さくなり、金属間化合物相の外郭寸法も小さくできる。

[0127] スプレーフォーミングにおける(スプレー過程中的)冷却速度は、例えば、ガス/メタル比(G/M比:単位質量あたりの溶湯に吹き付けるガスの量)によって制御できる。本発明では、G/M比が高いほど、冷却速度を速くでき、本発明で規定するような微細な金属間化合物相が得られ、後述する熱間加工によって、最終的にAl基合金組

織における、金属Alのプールの最大長さを小さくできる。また、金属間化合物相に、前記した金属間化合物を構成する以外の元素を強制固溶させられる。

- [0128] これらの条件を満足するG/M比の下限は、例えば、 $3\text{Nm}^3/\text{kg}$ 以上、好ましくは $5\text{Nm}^3/\text{kg}$ 以上、さらに好ましくは $6\text{Nm}^3/\text{kg}$ 以上であり、G/M比の上限は、例えば、 $20\text{Nm}^3/\text{kg}$ 以下、好ましくは $15\text{Nm}^3/\text{kg}$ 以下とすることが推奨される。これよりG/M比が小さい（冷却速度が遅い）と、金属間化合物が粗大化しやすく、また、後述する熱間加工によっても、Al基合金組織における、金属Alのプールの最大長さを小さくできない可能性が高い。
- [0129] このようなスプレーフォーミング法より得られたAl基合金は、このAl基合金プリフォーム体を一旦真空容器中に密封した状態でCIPやHIP処理を行なうか、あるいは、そのままのプリフォーム体の状態で、熱間にて、鍛造、押出、圧延のいずれかで加工する。また、前記急冷粉末冶金法によって得られた粉末も、CIPやHIPで一旦固化成型したAl基合金（プリフォーム体）を、上記熱間加工することが好ましい。但し、HIP処理は、高温に3時間以上の長時間Al基合金（プリフォーム体）を曝すことになるので、金属間化合物が粗大化しやすく、平均サイズが $5\mu\text{m}$ を超えやすくなる。このため、本発明では、HIP処理はしない方が好ましい。
- [0130] 前記鍛造、押出、圧延のいずれかの熱間加工を行なう場合、前記した通り、金属間化合物の表面が凹凸形状を有するように制御するためには、熱間加工における、温度範囲と保持時間とを制御する必要がある。
- [0131] 即ち、金属間化合物の表面凹凸形状を本発明のように制御するためには、前記スプレーフォーミング法などにより得られたAl基合金のプリフォーム体を、 $400\sim 550^\circ\text{C}$ の温度範囲で熱間加工する必要がある。但し、この際、加工前の加熱を含めた熱間加工における、その温度範囲での保持を30分～3時間以内として、HIP、鍛造、押出、圧延などの熱間加工を行なう必要もある。これらの保持時間とは、厳密には、熱間加工前の加熱処理における加熱温度到達時から、熱間加工時間を含め、熱間加工後に 400°C 未満の温度まで冷却される合計時間である。
- [0132] これらの鍛造、押出、圧延の熱間加工温度が 400°C 未満では、熱間加工が困難となるとともに、熱間加工による、金属間化合物の表面凹凸形状制御効果が得られな

い。また、金属Alのプールの大きさの微細化効果や、金属Alのプールと金属間化合物相との微細均一分散効果も得られない。

[0133] 一方、熱間加工温度が550℃を超えた場合も、熱間加工による、金属間化合物の表面凹凸形状制御効果が得られない。また、金属Alのプールの大きさが粗大化する。金属Alのプールの粗大化防止の観点からは、熱間加工温度が450℃以下であることが好ましい。

[0134] また、熱間加工に際しての、Al基合金のプリフォーム体の前記高温での保持時間は重要で、金属間化合物と金属Alマトリックスとの界面において、非平衡状態（界面拡散の過渡期）で止め、金属間化合物の表面を本発明のような凹凸形状とするためには、熱間加工前の加熱処理時間を含めて、前記した通り、400～550℃の温度範囲での保持を30分～3時間とする必要がある。このため、熱間加工前の加熱処理時間や熱間加工時間を短くするとともに、熱間加工後に急冷することが好ましい。

[0135] この高温での保持時間が、3時間を超えて保持した場合には、本発明のように、金属間化合物相の体積分率が多い場合（合金元素量が多い場合）、金属間化合物と金属Alマトリックスとの界面において、金属Alマトリックス中から金属間化合物への合金元素の析出が進み過ぎて、平衡状態に達してしまう。因みに、通常のHIP、鍛造、押出、圧延などの熱間加工では、高温での保持時間は、熱間加工前の加熱処理時間を含めると、3時間を超えることが普通である。このため、前記界面において、金属Alマトリックス中から金属間化合物への合金元素の析出が進み過ぎて、平衡状態に達してしまい、金属Alマトリックスとの界面である金属間化合物の表面は平滑（平坦）となってしまふ。この結果、Alマトリックスと金属間化合物相との界面強度が弱くなり、律速し、弾性変形域で破断しやすくなる。

[0136] 一方、その温度範囲での保持が30分未満では、その温度範囲への均一加熱や熱間加工自体が困難となる。この結果、実質的に、熱間加工による、金属間化合物の表面凹凸形状制御効果が得られなくなる。

[0137] また、HIPを除く、これらの条件範囲の、鍛造、押出、圧延などの熱間加工によって、Al基合金組織における、金属Alのプールの大きさが微細化されるとともに、金属Alのプールと金属間化合物相とが、微細均一に分散される。また、Alマトリックス中に固

溶する前記添加元素の固溶量が確保され、析出している金属間化合物粒子の粗大化を防止できる。

[0138] このように熱間加工されたAl基合金は、そのまま、あるいは、機械加工など適宜の処理が施されて、製品Al基合金とされる。

[0139] (Cr、Fe、Tiの金属Alへの固溶量)

金属Al中に、Cr、Fe、Tiが、これらの総和で0.02～10質量%固溶することによって、金属Alマトリックスの強度が上昇し、耐熱機械部品に使用された場合でも、金属Alマトリックスが硬い金属間化合物相を表面に保持でき、Al基合金の耐摩耗性を向上させることができる。

[0140] Cr、Fe、Tiの固溶量が、これらの総和で0.02%質量未満では、金属Alマトリックスの強度が、耐熱機械部品に使用された場合に、硬い金属間化合物相を表面に保持できる程度に上昇しない。

[0141] 一方、Cr、Fe、Tiの固溶量が、これらの総和で10質量%を超えた場合、金属Alマトリックスが脆くなって、靱性が低下し、耐熱機械部品として使用できなくなる。

[0142] 金属AlマトリックスへのCr、Fe、Tiの固溶量は、元素の固溶量測定は、5000～15000倍のTEM(透過型電子顕微鏡)および、このTEMに付随の45000倍のEDX(Keve社製、Sigmaエネルギー分散型X線検出器:energydispersive X-ray spectrometer)により、前記TEM視野内の金属Alマトリックスを各々10点測定し、平均化する。

実施例 1

[0143] 下記表1に示すA-1～J-1の成分組成のAl合金の溶湯を、表2に示す溶解温度で溶解し、この溶湯をスプレー開始温度まで100℃/h以上の冷却速度で冷却し、その後表2に示す温度で溶湯のスプレーを開始して、表2に示すG/M比でスプレーフォーミング(使用ガス:N₂)し、種々のプリフォームを作製した。表1において、A-1～E-1およびI-1、J-1はCr-Fe-Ti系組成、F-1はMn-Fe-Si系組成、G-1はFe-V-Si系組成、H-1はCr-Fe-Ti-Mn-Si-V系組成である。

[0144] 得られた各プリフォーム(表2に示す発明例1～9、比較例10～16)を、表2に示す、加熱温度、保持時間(加熱+熱間加工)の条件で、発明例はそのまま熱間鍛造、

比較例はHIPあるいは熱間鍛造加工した。なお、高温での保持時間は、熱間加工前の400℃以上の温度での加熱保持時間、熱間加工時間、熱間加工後に400℃未満の温度まで冷却される時間とし、この高温での保持時間を各々調節した。各例とも、熱間鍛造の歪み速度は $10^{-4}/s$ 、圧下率80%と同じにした。

[0145] 表2に示すHIP処理は、各プリフォーム体をSUS製の缶に装填し、13kPa(100Torr)以下に減圧した状態で、575℃の加熱温度で2時間保持して脱気し、缶を密封してカプセルを形成した。得られたカプセルを550℃に再加熱して、HIP処理[圧力:100MPa(1000気圧)、保持時間:2時間]して、Al基合金を得た。これら一連のHIP処理における400℃以上の温度での保持時間は約5時間である。

[0146] これら熱間加工後のAl基合金およびHIP処理後の試験材の特性を以下のようにして評価した。これらの結果を各々表3に示す。

[0147] (金属間化合物の L^2/S の評価解析方法)

15000倍の組織のFE-TEM(日立製作所製、HF-2000電界放射型透過電子顕微鏡)の観察像より、画像解析のソフトウェアとして、MEDIACYBERNETICS社製Image-ProPlusを用い、金属間化合物の面積と周長を画像解析により求めた。即ち、視野内に存在する $0.5\mu m$ 以上の粒径を有する個々の金属間化合物粒子像の面積(S)とその周囲長(L)を画像解析し、金属間化合物相の L^2/S を各々求めた。そして、視野内に存在する $0.5\mu m$ 以上の粒径を有する各金属間化合物(個数)の内、 L^2/S が13以上の表面凹凸形状を有する金属間化合物の(個数)を求めて、割合(%)を求めた。なお、視野数は5として、この平均を求めた。

[0148] (金属間化合物相の同定)

前記視野内の各金属間化合物相を、X線回折およびTEMの電子線回折パターンから、金属間化合物相の結晶構造を解析した。その結果、表2の発明例1~6、比較例10~12、15、16のCr-Fe-Ti系Al合金組成を用いた例では、金属間化合物相は、Al-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系の二元系を主相とする金属間化合物と金属Alマトリックスで構成されていることを確認した。

[0149] また、表2の発明例7、比較例13のMn-Fe-Si系Al合金組成を用いた例では、金属間化合物相は、Al-Mn-Fe-Si系の四元系を主相とする金属間化合物相と金属A

Alマトリックスとで構成されていた。更に、表2の発明例8、比較例14のFe-V-Si系Al合金組成を用いた例では、金属間化合物相は、Al-Fe-V-Si系などの四元系を主相とする金属間化合物相と金属Alマトリックスとで構成されていた。また、表2の発明例9のCr-Fe-Ti-Mn-Si-V系Al合金組成を用いた例では、金属間化合物相は、Al-Cr-Fe-Ti-Mn-Si-V系などの多元系を主相とする金属間化合物相と金属Alマトリックスとで構成されていた。

[0150] したがって、表3に示す金属間化合物相の体積分率は、上記Al合金組成に応じた各主相の体積分率の総和を表す。例えば、Cr-Fe-Ti系Al合金組成を用いた例では、Al-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系の二元系の各金属間化合物の体積分率の総和を表す。また、Mn-Fe-Si系Al合金組成を用いた例では、Al-Mn-Fe-Si系の四元系の金属間化合物相の体積分率を表す。更に、Fe-V-Si系Al合金組成を用いた例では、Al-Fe-V-Si系などの四元系の金属間化合物相の体積分率を表す。また、Cr-Fe-Ti-Mn-Si-V系Al合金組成を用いた例では、金属間化合物相は、Al-Cr-Fe-Ti-Mn-Si-V系などの多元系の金属間化合物相の体積分率を表す。

[0151] (金属間化合物相の体積分率)

Al基合金組織の金属間化合物相の体積分率は、前記金属Alのプールの最大長さの測定方法と同様に、500倍または1000倍のSEMにより、約 $500\mu\text{m} \times$ 約 $500\mu\text{m}$ 程度の各10視野のAl基合金の組織観察および画像処理した視野内の組織の、金属Al相と金属間化合物相との区別を、EDX (Kevex社製、Sigmaエネルギー分散型X線検出器: energy dispersive X-ray spectrometer) によって行った上で、視野内の金属間化合物相の体積分率を測定した。また、金属Alプールの最大長さが $1\mu\text{m}$ 未満のものは測定対象から外して足切りした。

[0152] (金属Alのプールの最大長さ)

金属Alのプールの最大長さ(μm)の測定は、試験材を鏡面研磨し、研磨面の組織を、前記した通り、最大長さレベルに応じて、500倍または1000倍のSEM (日立製作所製: S4500型電界放出型走査電子顕微鏡FE-SEM: Field Emission Scanning Electron Microscopy) により、約 $200\mu\text{m} \times$ 約 $150\mu\text{m}$ 程度の大きさの各10視野のAl基合金の組織を観察した。この反射電子像の観察により、金属Alプール(金

属Al相)は、前記図4のように、黒い像として観察される。

- [0153] そして、視野内のこれら黒い像の領域をトレースし、画像解析のソフトウェアとして、MEDIACYBERNETICS社製のImage-ProPlus を用いて、各金属Alのプール(黒い像)の最大長さ(重心直径の最大値)を画像解析により求めた。測定対象とする、視野内の金属Alプールの最大長さは $1\mu\text{m}$ 以上とし、この $1\mu\text{m}$ 以上の全ての金属Alプールの最大長さを各々求めて、視野内の金属Alプールの最大長さとして平均化した。なお、金属Alプールの最大長さが $1\mu\text{m}$ 未満のものは測定が困難であり、却って誤差を生じるために、測定対象から外して足切りした。そして、この観察を10視野で行い、更に平均化した。なお、組織観察においては、SEM写真における金属Al相と金属間化合物相との区別をEDXによって行った。また、金属間化合物相を明瞭に観察するため、上記反射電子により観察した。

- [0154] (金属間化合物相の平均サイズ)

金属間化合物(金属間化合物粒子)の平均サイズの測定は、5000～15000倍のTEM(透過型電子顕微鏡)により行なった。即ち、TEMの視野内の観察組織像から、金属間化合物をトレースし、画像解析のソフトウェアとして、MEDIACYBERNETICS社製のImage-ProPlus を用いて、各金属間化合物の重心直径を求め、平均化して求めた。測定対象視野数は10とし、各視野の平均サイズを更に平均化して、金属間化合物の平均サイズとした。ただ、あまり観察倍率が高倍率になり過ぎると、観察箇所による金属間化合物相の疎密の差が大きく、試料全体の状態を表さなくなる。一方、低倍率になり過ぎると、サブ μm レベルの金属間化合物相の存在状態を検知できなくなる。このため、更に、EDXを併用して金属間化合物相と金属Al相との区別を容易とした。

- [0155] (金属間化合物相への元素の固溶量)

因みに、表2の発明例1～9、比較例10～16のCr-Fe-Ti系Al合金組成を用いた例において、Al-Cr系金属間化合物相に固溶したFe、Tiなどの元素の固溶量を測定したところ、程度差はあるが、Fe、Ti含有量の内の、5～10%程度のFe、Tiが固溶していた。元素の固溶量測定は、上記TEMおよび、このTEMに付随の、45000倍のEDX(Kevex社製、Sigmaエネルギー分散型X線検出器:energy dispersive

X-ray spectrometer)により、前記視野内のAl-Cr系金属間化合物相を各々10点測定し、平均化した。

[0156] (高温強度)

これらAl基合金の高温強度を測定した。平行部 $\Phi 4 \times 15\text{mmL}$ とした各Al基合金の試験片を 400°C に加熱して15分この温度に保持後、試験片をこの温度で高温引張試験を行なった。引張速度は $0.5\text{mm}/\text{min}$ とし、歪み速度 $5 \times 10^{-4} (1/\text{s})$ とした。高温引張強度は 250MPa 以上のものを高温強度乃至耐熱性が合格として評価した。

[0157] (耐摩耗性)

高温での耐摩耗性試験は、ピンオンディスク磨耗試験で行なった。ピン材($\Phi 7\text{mm} \times 15\text{mm}$ 長さ、約 1g)に各試験材をセットし、磨耗相手側である試験ディスク材はFC200(鋳鉄)とした。試験温度は 400°C とし、荷重 10kgf 、ピンの回転半径 0.02m で、回転する前記試験ディスク材に、試験材を、潤滑無しで10分間接触させた。この際の各試験材の摩耗による質量減少率、 $(\text{試験前質量}-\text{試験後質量})/\text{試験材の試験前質量}$ で評価した。この質量の摩耗減少率が 0.2g 以下のものを高温での耐摩耗性が合格として評価した。

[0158] (高温疲労強度)

高温疲労特性は、小野式回転曲げ疲労試験機を用い、平行部 $\Phi 8 \times 30\text{mmL}$ 、全長 90mmL とした各Al基合金の試験片を 400°C に加熱して15分この温度に保持後、高温試験片を回転数 3000rpm 、繰り返し数 10^7 回で高温回転曲げ疲労試験を行ない、疲労強度を求めた。高温疲労強度は 135MPa 以上のものを高温疲労特性が合格として評価した。

[0159] 表3から明らかなように、発明例1～9は、各製造条件が前記した好ましい範囲内であり、Al基合金組織が、本発明で規定する、体積分率で $50 \sim 90\%$ の金属間化合物相と、残部が金属Alマトリックスとで構成されている。また、これら金属間化合物相を構成する金属間化合物の平均サイズが $5\mu\text{m}$ 以下である。更に、表2から明らかなように、発明例1～9は、熱間鍛造加工における高温での保持時間が3時間以内である。このため、表3に示すように、 $0.5\mu\text{m}$ 以上の粒径を有する各金属間化合物の内、

L^2/S が13以上の表面凹凸形状を有する金属間化合物の割合が40%以上である。

[0160] この結果、発明例1～9は、表3から明らかなように、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度に優れている。

[0161] ただ、同じ合金A-1を用いたもの同士である発明例1と2との比較において、金属間化合物相にて区切られた金属Alのプールの最大長さの平均が、発明例1は40 μ m 以下であるのに対して、発明例2は40 μ m を超える。このため、金属Alのプールの最大長さの平均が小さい発明例1の方が高温疲労強度がより優れている。

[0162] これに対して、比較例10、12～15は、表2から明らかなように、熱間鍛造にせよ、HIPにせよ、高温での保持時間が3時間を超えて長過ぎる。このため、表3から明らかなように、0.5 μ m 以上の粒径を有する各金属間化合物の内、 L^2/S が13以上の表面凹凸形状を有する金属間化合物の割合が40%未満である。この結果、高温強度や耐摩耗性、そして、特に高温疲労強度が発明例に比して、著しく劣っている。

[0163] これら比較例の中でも、同じ合金例A-1を用いた比較例10～12は、Al基合金組織が、本発明で規定する体積分率で50～90%の金属間化合物相を有するものの、0.5 μ m 以上の粒径を有する各金属間化合物の内、 L^2/S が13以上の表面凹凸形状を有する金属間化合物の割合が40%未満である。この結果、高温強度や耐摩耗性、そして、特に高温疲労強度が発明例に比して、著しく劣っている。

[0164] これら比較例10～12の中でも、金属Alのプールの最大長さの平均が40 μ m 以下である比較例11、12は、金属Alのプールの最大長さの平均が50 μ m を超える比較例10に比べれば、特に高温疲労強度の低下が比較的抑えられている。

[0165] また、熱間鍛造せずにHIP処理のみを行なった比較例10、13、14は、高温での保持時間が長過ぎることもあり、熱間鍛造材のように、金属間化合物が表面凹凸形状を有さない。このため、他の比較例に比較しても、 L^2/S が13以上の表面凹凸形状を有する金属間化合物の割合が著しく少ない。

[0166] 比較例15は、合金量が好ましい範囲を外れて少な過ぎる合金例I-1を用いており、金属間化合物相の体積分率が50%未満と少な過ぎる。このため、高温強度や耐摩耗性、特に高温疲労強度が発明例に比して、著しく劣っている。

[0167] 比較例16は、合金量が好ましい範囲を外れて多過ぎる合金例J-1を用いており、

金属間化合物相の体積分率が90%を超えて高過ぎる。このため、熱間鍛造時に割れを生じており、高温強度や高温疲労強度が発明例に比して、著しく劣っている。

[0168] 以上の結果から、本発明の各要件、金属間化合物相の体積分率、金属間化合物の平均サイズ、 L^2/S が13以上の表面凹凸形状を有する金属間化合物の割合、金属Alのプールの最大長さなどの、高温疲労強度を向上させるための臨界的な意義が分かる。

[0169] [表1]

No.	Al 基合金の化学成分 (質量%、残部はAl)						
	Cr	Fe	Ti	Mn	Si	V	合計量
A-1	8	9	3	—	—	—	20
B-1	24	9	9	—	—	—	42
C-1	9	4	3	—	—	—	16
D-1	5	5	12	—	—	—	22
E-1	12	18	2	—	—	—	32
F-1	—	8	—	14	6	—	28
G-1	—	17	—	—	4	2	23
H-1	6	4	2	4	2	2	20
I-1	5	5	3	—	—	—	13
J-1	25	15	13	—	—	—	53

[0170] [表2]

区分	N o.	合金 No.	スプレーフォーミング条件			熱間鍛造条件		
			溶解 温度 (°C)	スプレー 開始温度 (°C)	平均 G/M 比	加熱 加工 温度 (°C)	高温 保持 総時間 (h r)	備考
発 明 例	1	A-1	1300	1150	11	450	2.0	
	2	A-1	1300	1150	12	500	0.7	
	3	B-1	1500	1200	6	550	1.0	
	4	C-1	1200	900	15	450	1.0	
	5	D-1	1300	1200	9	500	3.0	
	6	E-1	1500	1200	9	550	1.0	
	7	F-1	1300	1100	10	500	2.0	
	8	G-1	1300	1100	10	500	2.0	
	9	H-1	1300	1100	10	450	2.0	
比 較 例	10	A-1	1300	1150	11	450	5.0	HIP
	11	A-1	1200	1100	6	600	3.0	
	12	A-1	1300	1150	11	500	5.0	
	13	F-1	1300	1100	10	560	5.0	HIP
	14	G-1	1300	1100	10	450	5.0	HIP
	15	I-1	1200	900	10	450	5.0	
	16	J-1	1500	1200	6	550	3.0	割れ発生

[0171] [表3]

区分	N o.	合金 No.	Al 基合金組織				Al 基合金の特性			
			Al プー ルの 長さ μm	金属間化合物相			高温強 度 40 0°C MPa	耐摩耗 性 40 0°C g	高温疲 労強度 40 0°C MPa	総 合 評 価
				体積 分率 %	平均サ イズ μm	$L^2/S \geq$ 13の 割合%				
発 明 例	1	A-1	10	70	2.0	70	310	0.07	160	○
	2	A-1	45	70	2.1	66	297	0.08	154	○
	3	B-1	5	88	4.5	45	290	0.01	146	○
	4	C-1	25	59	1.5	50	256	0.09	145	○
	5	D-1	11	75	3.0	45	280	0.05	140	○
	6	E-1	11	80	4.0	50	275	0.03	138	○
	7	F-1	15	80	4.0	52	270	0.02	135	○
	8	G-1	18	67	1.8	55	280	0.01	137	○
	9	H-1	20	65	1.2	64	303	0.05	147	○
比 較 例	10	A-1	53	70	5.0	10	200	0.22	82	×
	11	A-1	20	70	4.0	30	280	0.08	120	△
	12	A-1	17	70	3.0	30	300	0.07	126	△
	13	F-1	55	80	6.0	6	180	0.15	85	×
	14	G-1	56	67	5.0	5	176	0.10	92	×
	15	I-1	15	40	2.0	20	170	0.25	75	×
	16	J-1	30	93	6.0	35	150	0.01	80	×

実施例 2

[0172] 下記表4に示すA-2～G-2の成分組成のAl合金の溶湯を、表5に示す溶解温度で溶解し、この溶湯をスプレー開始温度まで100℃/h以上の冷却速度で冷却し、その後表5に示す温度で溶湯のスプレーを開始して、表5に示すG/M比でスプレーフォーミング(使用ガス: N_2)し、種々のプリフォームを作製した。

表4において、A-2～E-2はCr-Fe-Ti系組成、F-2はMn-Fe-Si系組成、G-2はFe-V-Si系組成である。

[0173] 得られた各プリフォーム(表5に示す例101～107、例110～115)を、HIP処理後に、表5に示す、加熱温度条件、歪み速度、加工率条件で、丸棒に熱間鍛造加工した。この際の、前記した高温保持時間は、加熱時間を含めて5時間以上であった。なお、表5に示す比較例108、109は、熱間鍛造加工せず、HIP処理のままとした。これら一連の熱間鍛造加工における400℃以上の温度での保持時間は約5時間である。

[0174] HIP処理は、各プリフォームをSUS製の缶に装填し、13kPa(100Torr)以下に減圧した状態で、温度575℃で2時間保持して脱気し、缶を密封してカプセルを形成した。得られたカプセルをHIP処理[温度:550℃、圧力:100MPa(1000気圧)、保持時間:2時間]した。なお、これら一連のHIP処理における500℃以上の温度での保持時間は約5時間である。

[0175] これら熱間鍛造加工後のAl基合金およびHIP処理後の試験材の特性を実施例1(金属間化合物相の体積分率、金属Alのプールの最大長さ、金属間化合物相の平均サイズ、金属間化合物相への元素の固溶量、高温強度、耐磨耗性、高温疲労強度等)及び以下のようにして評価した。これらの結果を各々表6に示す。

[0176] (金属間化合物相の同定)

前記視野内の各金属間化合物相を、X線回折およびTEMの電子線回折パターンから、金属間化合物相の結晶構造を解析した。その結果、表5の発明例101～105、比較例108～112の、Cr-Fe-Ti系Al合金組成を用いた例では、金属間化合物相は、Al-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系の二元系を主相とする金属間化合物と金属Alマトリックスで構成されていることを確認した。

[0177] また、表5の発明例106のMn-Fe-Si系Al合金組成を用いた例では、金属間化合物相は、Al-Mn-Fe-Si系の四元系を主相とする金属間化合物相と金属Alマトリックスとで構成されていた。更に、表5の発明例107のFe-V-Si系Al合金組成を用いた例では、金属間化合物相は、Al-Fe-V-Si系などの四元系を主相とする金属間化合物相と金属Alマトリックスとで構成されていた。

[0178] したがって、表6に示す金属間化合物相の体積分率は、Cr-Fe-Ti系Al合金組成を用いた例では、Al-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系の二元系の各金属間化合物の体積分率の総和を表す。また、表5の発明例106のMn-Fe-Si系Al合金組成を用いた例では、Al-Mn-Fe-Si系の四元系の金属間化合物相の体積分率を表す。更に、表5の発明例107のFe-V-Si系Al合金組成を用いた例では、Al-Fe-V-Si系などの四元系の金属間化合物相の体積分率を表す。

[0179] (金属間化合物相への元素の固溶量)

因みに、表5の発明例101～105、比較例108～112のCr-Fe-Ti系Al合金組成を用いた例において、Al-Cr系金属間化合物相に固溶したFe、Tiなどの元素の固溶量を測定したところ、程度差はあるが、Fe、Ti含有量の内の、5～10%程度のFe、Tiが固溶していることを確認した。

[0180] (高温疲労強度)

高温疲労特性は、小野式回転曲げ疲労試験機を用い、平行部 $\Phi 8 \times 30\text{mmL}$ 、全長 90mmL とした各Al基合金の試験片を 400°C に加熱して15分この温度に保持後、高温試験片を回転数 3000rpm 、繰り返し数 10^7 回で高温回転曲げ疲労試験を行ない、疲労強度を求めた。高温疲労強度は 110MPa 以上のものを高温疲労特性が合格として評価した。

[0181] 表6から明らかなように、発明例101～107は、Al基合金組織が、本発明で規定する、体積分率で50～90%の金属間化合物相と、残部が金属Alマトリックスとで構成されている。そして、金属間化合物相を構成する金属間化合物(粒子)の平均サイズは $10\mu\text{m}$ 以下である。また、金属間化合物相にて区切られた金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ 以下である。

[0182] この結果、発明例101～107は、表6から明らかなように、 400°C の高温での、高温

強度、耐摩耗性、高温疲労強度に優れている。

- [0183] これに対して、比較例108、109は、HIP処理によって緻密化はされているものの、熱間鍛造加工していない。このため、金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ を超えて粗大である。この結果、同じ合金を用いた発明例102、103と比較して、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度の内、特に、高温強度と高温疲労強度とが劣っている。
- [0184] 比較例110は、熱間鍛造加工における加工温度が低過ぎ、加工率も低過ぎる。このため、金属間化合物相にて区切られた金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ を超えて粗大である。この結果、同じ合金を用いた発明例102と比較して、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度の内、特に、高温強度と高温疲労強度とが劣っている。
- [0185] 比較例111は、熱間鍛造加工における加工温度が高過ぎる。このため、金属間化合物相にて区切られた金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ を超えて粗大である。この結果、同じ合金を用いた発明例102と比較して、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度の内、特に、高温強度と高温疲労強度とが劣っている。
- [0186] 比較例112は、熱間鍛造加工における歪み速度が小さ過ぎる。このため、金属間化合物相にて区切られた金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ を超えて粗大である。この結果、同じ合金を用いた発明例102と比較して、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度の内、特に、高温強度と高温疲労強度とが劣っている。
- [0187] 比較例113は、スプレーフォーミングの際のスプレー開始温度が低過ぎ、金属間化合物が比較的大きい。また、金属間化合物相にて区切られた金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ を超えている。この結果、同じ合金を用いた発明例102と比較して、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度の内、特に、高温強度と高温疲労強度とが劣っている。
- [0188] 比較例114は、スプレーフォーミングの際のG/M比が低過ぎ、冷却速度が不足し、金属間化合物相が比較的大きい。また、金属間化合物相にて区切られた金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ を超えている。この結果、同じ合金を用いた発明例102と比較して、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度の内、特に、高温強度と

高温疲労強度とが劣っている。

[0189] 比較例115は、熱間鍛造の際の加工率が低過ぎる。このため、金属間化合物相にて区切られた金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ を超えている。この結果、同じ合金を用いた発明例2と比較して、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度の内、特に、高温強度と高温疲労強度とが劣っている。

[0190] 以上の結果から、本発明の各要件の臨界的な意義が分かる。

[0191] [表4]

No.	Al 基合金の化学成分 (質量%、残部はAl)						
	Cr	Fe	Ti	Mn	Si	V	合計量
A-2	25	10	10	—	—	—	45
B-2	8	10	3	—	—	—	21
C-2	7	10	7	—	—	—	24
D-2	10	5	2	—	—	—	17
E-2	15	17	3	—	—	—	35
F-2	—	10	—	15	6	—	31
G-2	—	18	—	—	4	2	24

[0192] [表5]

区分	No.	合金 No.	スプレーフォーミング条件			熱間鍛造条件		
			溶解 温度 (°C)	スプレー 開始温度 (°C)	平均 G/M 比	加熱 温度 (°C)	歪み 速度 (1/s)	加工率 (%)
発 明 例	101	A-2	1400	1200	6	550	10^{-3}	85
	102	B-2	1150	1000	12	500	10^{-3}	80
	103	C-2	1150	1000	12	450	10^{-3}	75
	104	D-2	1150	1000	12	450	10^{-1}	75
	105	E-2	1170	1050	10	500	10^{-3}	80
	106	F-2	1300	1100	8	450	10^{-4}	75
	107	G-2	1300	1100	9	550	10^{-2}	80
比 較 例	108	B-2	1150	1000	12	—	—	—
	109	C-2	1150	1000	12	—	—	—
	110	B-2	1150	1000	12	380	10^{-4}	50
	111	B-2	1150	1000	12	600	10^{-4}	75
	112	B-2	1150	1000	12	450	10^{-6}	75
	113	B-2	1400	1250	12	450	10^{-3}	75
	114	B-2	1150	1000	2	450	10^{-3}	75
	115	B-2	1150	1000	12	450	10^{-3}	50

[0193] [表6]

区分	No.	合金 No.	Al 基合金組織			Al 基合金の特性			
			Al プー ルの 長さ μm	金属間化合物		高温 強度 400°C MPa	耐摩耗性 400°C g	高温 疲労 強度 400°C MPa	総 合 評 価
				体積分 率 %	平均 サイ ズ μm				
発 明 例	101	A-2	20	85	2	298	0.16	127	○
	102	B-2	15	70	2	306	0.15	131	○
	103	C-2	20	65	2	301	0.16	129	○
	104	D-2	10	55	3	255	0.17	111	○
	105	E-2	15	75	3	280	0.17	120	○
	106	F-2	30	60	6	270	0.18	115	○
	107	G-2	30	70	7	260	0.21	111	○
比 較 例	108	B-2	50	70	9	188	0.16	80	×
	109	C-2	50	78	9	160	0.21	68	×
	110	B-2	45	70	7	220	0.17	112	×
	111	B-2	45	70	9	275	0.15	108	×
	112	B-2	45	70	8	210	0.17	90	×
	113	B-2	60	70	8	200	0.17	85	×
	114	B-2	60	70	8	190	0.18	81	×
	115	B-2	70	70	6	210	0.16	107	×

実施例 3

[0194] 下記表7に示す、A-3~J-3までの各成分組成(A-3~F-3が発明例組成、G-3~J-3が比較例組成)のAl合金の溶湯を、1100~1600°Cの溶解温度で溶解し、この溶湯をスプレー開始温度まで100°C/h以上の冷却速度で冷却し、その後900~1400°Cでこの溶湯のスプレーを開始して、G/M比2~10でスプレーフォーミング(使用ガス: N_2)し、種々のプリフォームを作製した。発明例、比較例の各例における、これらスプレーフォーミング条件も表8に示す。

[0195] 得られたプリフォームをそのまま、更に、表8に示す加熱温度条件、歪み速度条件で、丸棒に熱間鍛造加工し、各Al基合金(試験材)を得た。

[0196] 但し、表8に示す比較例211のみは、上記プリフォームをHIP処理し、熱間鍛造加工しなかった。具体的には、上記得られたプリフォームをSUS製の缶に装填し、13kPa(100Torr)以下に減圧した状態で、温度575°Cで2時間保持して脱気し、缶を密封してカプセルを形成した。得られたカプセルをHIP処理[温度:550°C、圧力:100

MPa(1000気圧)、保持時間:2時間]して、緻密なAl基合金(試験材)を得た。

[0197] これら熱間鍛造加工後のAl基合金および比較例211のHIP処理のままのAl基合金などの試験材の特性を実施例1と同様に、及び以下のようにして評価した。これらの結果を各々表9に示す。

[0198] (金属Alへの固溶量)

前記したTEM-EDXによる固溶量測定方法により、各例とも、金属Al中への、Cr、Fe、Tiの固溶量の総和を求めた。

[0199] (金属間化合物相の同定)

前記視野内の各金属間化合物相を、X線回折およびTEMの電子線回折パターンから、金属間化合物相の結晶構造を解析した。その結果、表9の発明例201~206と比較例207~214では、金属間化合物相は、Al-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系の二元系を主相とする金属間化合物と金属Alマトリックスで構成されていることを確認した。

[0200] (金属間化合物相への元素の固溶量)

因みに、表9の発明例201~206、比較例207~214のAl-Cr系金属間化合物相に固溶したFe、Tiなどの元素の固溶量を測定したところ、程度差はあるが、Fe、Ti含有量の内の5~10%程度のFe、Tiが固溶していた。

[0201] (加工性)

これらAl基合金の加工性は、上記各熱間鍛造加工の際に、歪み速度 10^{-4} 以上の比較的速い速度で、表面に割れが発生せずに、正常に鍛造できたものを加工性が○として評価した。一方、歪み速度 10^{-4} 以上の比較的速い速度で、表面に割れが発生したものを加工性が×として評価した。

[0202] 表7~8から明らかなように、発明例201~206(発明組成A-3~F-3)は、本発明で規定する、Cr、Fe、Tiの各成分範囲と、好ましいCr、Fe、Ti含有量の総和の範囲をともに満足する。更に、Al基合金組織中に、Al-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系の金属間化合物相を各々有し、これら各金属間化合物相の平均サイズが $7\mu\text{m}$ 以下であるとともに、金属Al中に固溶したCr、Fe、Tiの総和が0.02~10質量%の範囲内である。

- [0203] この結果、発明例201～206は、表9から明らかなように、高温強度、耐摩耗性、加工性に優れている。
- [0204] これに対して、比較例207～215は、本発明で規定する、Cr、Fe、Tiの各成分範囲、金属間化合物相の体積分率、金属間化合物の平均サイズ、金属Al中に固溶したCr、Fe、Tiの総和、のいずれかが範囲から外れている。この結果、比較例207～215は、表9から明らかなように、高温強度、耐摩耗性、加工性のいずれかが発明例に比して著しく劣っている。
- [0205] 例えば、比較例207は、Cr含有量が3%と下限の5%を下回る、表7の合金Gを用いている。このため、本発明で規定する組織要件を満足しているものの、高温強度、耐摩耗性が発明例に比して劣る。
- [0206] 比較例208は、Cr含有量が32%と上限の30%を越える、表7の合金H-3を用いている。このため、本発明で規定する組織要件を満足しているものの、高温強度、耐摩耗性、そして加工性が発明例に比して劣る。
- [0207] 比較例209は、Feを含有しない、表7の合金I-3を用いている。このため、本発明で規定する組織要件を満足しているものの、高温強度、耐摩耗性が発明例に比して劣る。
- [0208] 比較例210は、Tiを含有しない、表7の合金J-3を用いている。このため、本発明で規定する組織要件を満足しているものの、高温強度、耐摩耗性が発明例に比して劣る。
- [0209] 比較例211は、本発明組成の表7のB-3合金を用い、HIP処理によって緻密化はされているものの、熱間鍛造加工していない。この結果、金属Al中に固溶している、Cr、Fe、Tiの総和が低く、金属間化合物も粗大化している。このため、高温強度、耐摩耗性が発明例に比して劣る。
- [0210] 比較例212は、本発明組成の表7のB-3合金を用いているが、熱間鍛造加工における加工温度が低過ぎる。この結果、金属間化合物相の体積分率が不足し、高温強度、耐摩耗性が発明例に比して劣る。
- [0211] 比較例213は、本発明組成の表7のB-3合金を用いているが、熱間鍛造加工における加工温度が高過ぎる。この結果、金属間化合物が粗大化しており、発明例と

比較して、高温強度、耐摩耗性が劣っている。

[0212] 比較例214は、本発明で規定する成分組成を満足するものの、スプレーフォーミングの際のG/M比が低過ぎ、冷却速度が不足し、金属Al中に固溶したCr、Fe、Tiの総和が低い。また、金属間化合物も粗大となっている。この結果、発明例と比較して、高温強度、耐摩耗性、加工性が著しく劣っている。

[0213] 以上の結果から、本発明の各要件の臨界的な意義が分かる。

[0214] [表7]

区分	No.	Al 基合金の化学成分 (質量%、残部はAl)			
		Cr	Fe	Ti	Cr、Fe、Tiの合計量
発 明 例	A-3	8	9	3	20
	B-3	8	6	2	16
	C-3	23	1	1	25
	D-3	5	8	12	25
	E-3	5	18	3	26
	F-3	25	10	10	45
比 較 例	G-3	3	10	4	17
	H-3	32	9	3	46
	I-3	20	—	9	29
	J-3	20	9	—	29

[0215] [表8]

区分	No.	合金 No.	スプレーフォーミング条件			熱間鍛造加工条件	
			溶解 温度 (°C)	スプレー開 始温度 (°C)	平均 G/M 比	加熱 温度 (°C)	歪み 速度 (1/s)
発 明 例	201	A-3	1300	1100	6	440	10^{-3}
	202	B-3	1300	1200	10	440	10^{-3}
	203	C-3	1350	900	6	420	10^{-3}
	204	D-3	1350	1100	8	440	10^{-3}
	205	E-3	1350	1200	3	440	10^{-3}
	206	F-3	1400	1200	5	440	10^{-3}
比 較 例	207	G-3	1300	1100	6	440	10^{-3}
	208	H-3	1300	1100	6	440	10^{-3}
	209	I-3	1300	1100	6	440	10^{-3}
	210	J-3	1300	1100	6	440	10^{-3}
	211	B-3	1300	1200	10	HIP処理	
	212	B-3	1300	1200	10	380	10^{-4}
	213	B-3	1300	1200	10	550	10^{-4}
	214	B-3	1300	1200	2	440	10^{-3}

[0216] [表9]

区分	No.	合金 No.	Al 基合金組織			Al 基合金の特性			
			Cr、Fe、Ti の固溶量 質量%	金属間化合物		高温 強度 400°C MPa	耐摩耗性 400°C g	熱間 加工 性	総合 評価
				体積 分率 %	平均 サイ ズ μm				
発 明 例	201	A-3	5	65	4	260	0.05	○	○
	202	B-3	5	60	3	265	0.12	○	○
	203	C-3	7	70	2	260	0.11	○	○
	204	D-3	6	70	3	255	0.09	○	○
	205	E-3	6	70	3	260	0.09	○	○
	206	F-3	9.6	85	10	255	0.18	○	○
比 較 例	207	G-3	0.04	55	3	240	0.25	○	○
	208	H-3	9.5	85	16	245	0.18	×	×
	209	I-3	9.0	60	7	270	0.22	○	×
	210	J-3	5.0	60	7	271	0.22	○	×
	211	B-3	0.01	65	40	150	0.24	○	×
	212	B-3	0.03	45	5	160	0.23	○	×
	213	B-3	0.01	55	15	210	0.20	○	×
	214	B-3	0.01	55	30	180	0.27	×	×

実施例 4

- [0217] 下記表10に示す、A-4~J-4までの各成分組成(A-4~F-4が発明例組成、G-4~J-4が比較例組成)のAl合金の溶湯を、1300~1600℃の溶解温度で溶解し、この溶湯をスプレー開始温度まで100℃/h以上の冷却速度で冷却し、その後900~1400℃でこの溶湯のスプレーを開始して、G/M比2~10でスプレーフォーミング(使用ガス: N_2)し、種々のプリフォームを作製した。発明例、比較例の各例における、これらスプレーフォーミング条件も表11に示す。
- [0218] 比較例308のみは、得られたプリフォームをHIP処理し、このHIP処理のままのAl基合金(試験材)の特性を評価した。HIP処理条件は、得られたプリフォームをSUS製の缶に装填し、13kPa(100Torr)以下に減圧した状態で、温度575℃で2時間保持して脱気し、缶を密封してカプセルを形成した。得られたカプセルをHIP処理[温度:550℃、圧力:100MPa(1000気圧)、保持時間:2時間]した。
- [0219] その他の例は、得られた各プリフォームを、表11に示す、加熱温度(加熱から押出加工における温度)条件、押出比条件で、丸棒に熱間押出加工して、Al基合金(試験材)を得た。
- [0220] これら熱間押出加工後のAl基合金およびHIP処理後のAl基合金などの試験材の特性を実施例1と同様に、及び以下のようにして評価した。これらの結果を各々表12に示す。
- [0221] (総Al量/全Al含有量)
- 前記した総Al量/全Al含有量は、前記熱フェノールによる抽出残査法により行い、フィルター上に残留した固体残査中の総Al量は、ICP発光分析により求めた。そして、これらの各総Al測定量と、各Al基合金の表10に示す各全Al含有量との比、総Al量/全Al含有量を求めた。
- [0222] (金属間化合物の同定)
- 前記視野内の各金属間化合物を、X線回折およびTEMの電子線回折パターンから、金属間化合物の結晶構造を解析した。その結果、表12の発明例301~307と比較例308~314では、金属間化合物相は、Al-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系の二元系を主相とするAl基金属間化合物と金属Alマトリックスとで構成されていることを確認した。

[0223] (金属間化合物相への元素の固溶量)

因みに、表12の発明例301～307、比較例308～314のAl-Cr系金属間化合物に固溶したFe、Tiなどの元素の固溶量を測定したところ、程度差はあるが、Fe、Ti含有量の内の5～10%程度のFe、Tiが固溶していた。

[0224] (高温疲労強度)

高温疲労特性は、小野式回転曲げ疲労試験機を用い、平行部 $\Phi 8 \times 30\text{mmL}$ 、全長 90mmL とした各Al基合金の試験片を 400°C に加熱して15分この温度に保持後、高温試験片を回転数 3000rpm 、繰り返し数 10^7 回で高温回転曲げ疲労試験を行ない、疲労強度を求めた。高温疲労強度は 110MPa 以上のものを高温疲労特性が合格として評価した。

[0225] (制振性)

制振性、振動減衰性能試験法(インピーダンス法)を用い、全長 $100\text{mm} \times$ 幅 $5\text{mm} \times$ 厚さ 1mm とした各Al基合金の試験片中央部にひずみゲージを取り付け、試験片中央部に加振した際の、固有減衰能SDCを求めた。半値幅法により、SDCは、 $2\pi\eta \times 100\%$ で表され、 $\eta = \Delta(f_0/f)$ [但し、 f_0 :試験片の共振周波数、 f :加振周波数]で表される損失係数 η と、 $\delta = \pi\eta$ で表される対数減衰率とから算出した。

[0226] 表10～11から明らかなように、発明例301～307(発明組成A-4～F-4)は、本発明で規定する、Cr、Fe、Tiの各成分範囲と、好ましいCr、Fe、Ti含有量の総和の範囲をともに満足する。また、スプレーフォーミングの際のスプレー時間を含め、各製造条件が前記した好ましい範囲内である。この結果、Al基合金組織中に、Al-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系などのAl基金属間化合物を主相として有し、これら金属間化合物相の体積分率が50～90%であるとともに、Al基金属間化合物の平均サイズが $5\mu\text{m}$ 以下である。更に、総Al量/全Al含有量が0.75以下であり、 $0.1\mu\text{m}$ を超える大きなサイズのAl基金属間化合物が少ない。

[0227] この結果、発明例301～307は、表12から明らかなように、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度や制振性に優れている。

[0228] これに対して、比較例308～314は、本発明で規定する、Cr、Fe、Tiの各成分範囲、金属間化合物相の体積分率、金属間化合物の平均サイズ、総Al量/全Al含有

量、のいずれかが範囲から外れている。この結果、比較例308～314は、表12から明らかなように、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度や制振性のいずれかが発明例に比して著しく劣っている。

[0229] 例えば、熱間押出加工せずにHIP処理のみを行なった比較例308は、金属間化合物相の体積分率、金属間化合物の平均サイズを満足しているものの、総Al量／全Al含有量が高めに外れる。このため、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度や制振性が発明例に比して劣る。

[0230] 比較例309、310は、発明例合金A-4を用いているものの、スプレーフォーミングの際のスプレー時間が40分を超える。このため、金属間化合物相の体積分率、金属間化合物の平均サイズを満足しているものの、総Al量／全Al含有量が高めに外れる。このため、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度や制振性が発明例に比して劣る。

[0231] 比較例311は、Crが下限に外れる表10の合金G-4を用いている。このため、このため、本発明で規定する他の要件を満足しているものの、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度や制振性が発明例に比して劣る。

[0232] 比較例312は、Crが上限に外れる表10の合金H-4を用いている。このため、このため、本発明で規定する他の要件を満足しているものの、総Al量／全Al含有量が高めに外れる。この結果、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度が発明例に比して劣る。

[0233] 比較例313は、Cr、Fe、Ti含有量の総和が少な過ぎる表10のI-4合金を用いている。このため、金属間化合物相の体積分率が低めに外れる。この結果、高温強度、耐摩耗性、高温疲労強度が発明例に比して劣る。

[0234] 比較例314は、Cr、Fe、Ti含有量の総和が多過ぎる表10のJ-4合金を用いている。このため、金属間化合物相の体積分率が高めに外れる。この結果、押出加工において割れが発生し、押出が不可能となり、特性も評価できなかった。

[0235] 以上の結果から、本発明の各要件の臨界的な意義が分かる。

[0236] [表10]

区分	No.	Al 基合金の化学成分 (質量%)				
		Cr	Fe	Ti	Cr、Fe、Tiの合計量	Al
発 明 例	A-4	8	9	3	20	80
	B-4	24	9	9	42	58
	C-4	9	4	3	16	84
	D-4	23	1	1	25	75
	E-4	5	5	12	22	78
	F-4	12	18	2	32	68
比 較 例	G-4	3	10	4	17	83
	H-4	32	9	3	44	56
	I-4	5	5	3	13	87
	J-4	25	15	13	53	47

[0237] [表11]

区分	No.	合金 No.	スプレーフォーミング条件				熱間押出加工条件	
			溶解 温度 (°C)	スプレー 開始温度 (°C)	平均 G/M 比	スプレ ー時間 (分)	加熱 温度 (°C)	押出比
発 明 例	301	A-4	1300	1150	11	29	550	11.0
	302	A-4	1300	1150	12	35	550	11.0
	303	B-4	1500	1200	6	33	550	6.0
	304	C-4	1200	900	15	25	450	15.0
	305	D-4	1300	1200	9	20	550	10.0
	306	E-4	1500	1200	9	23	550	10.0
	307	F-4	1500	1200	9	30	550	10.0
比 較 例	308	A-4	1300	1150	11	35	—	—
	309	A-4	1200	1000	6	50	550	11.0
	310	A-4	1300	1150	11	61	600	6.0
	311	G-4	1300	1150	10	35	550	11.0
	312	H-4	1500	1200	6	35	550	11.0
	313	I-4	1200	900	10	35	550	11.0
	314	J-4	1500	1200	6	35	割れ発生押出不可	

[0238] [表12]

区 分	No.	合金 No.	A l 基合金組織			A l 基合金の特性				総 合 評 価
			総A l 量 ／全A l 含有量	金属間化合物		高温 強度 4 0 0℃ MP a	耐摩耗 性 4 0 0℃ g	高温 疲労 強度 4 0 0℃ MP a	制振 性 SD C %	
				体積 分率 %	平均 サイ ズ μ m					
発 明 例	3 0 1	A-4	0. 6 2	7 0	1. 9	3 1 2	0. 0 6	1 5 8	2. 1	○
	3 0 2	A-4	0. 6 8	7 0	2. 1	3 0 0	0. 0 7	1 5 4	1. 9	○
	3 0 3	B-4	0. 7 4	8 8	4. 4	2 9 1	0. 0 1	1 4 7	1. 8	○
	3 0 4	C-4	0. 5 0	5 9	1. 4	2 5 0	0. 0 8	1 4 2	2. 2	○
	3 0 5	D-4	0. 7 1	7 6	2. 9	2 7 9	0. 0 5	1 4 1	1. 8	○
	3 0 6	E-4	0. 7 0	7 5	2. 5	2 7 5	0. 0 3	1 3 8	1. 9	○
	3 0 7	F-4	0. 7 3	8 0	4. 1	2 6 5	0. 0 2	1 3 5	2. 0	○
比 較 例	3 0 8	A-4	0. 7 7	7 0	3. 0	1 9 8	0. 2 2	8 5	1. 2	×
	3 0 9	A-4	0. 8 0	7 0	3. 2	2 7 5	0. 0 7	1 1 8	1. 4	△
	3 1 0	A-4	0. 8 1	7 0	4. 1	2 5 5	0. 0 6	1 0 5	1. 1	△
	3 1 1	G-4	0. 5 5	5 5	1. 8	2 2 0	0. 1 2	9 0	1. 3	△
	3 1 2	H-4	0. 7 7	8 7	3. 5	2 5 2	0. 0 6	1 3 0	1. 1	△
	3 1 3	I-4	0. 3 5	4 0	1. 8	1 6 5	0. 2 5	7 7	1. 7	×
	3 1 4	J-4	0. 9 3	9 3	6. 3	—	—	—	—	×

産業上の利用可能性

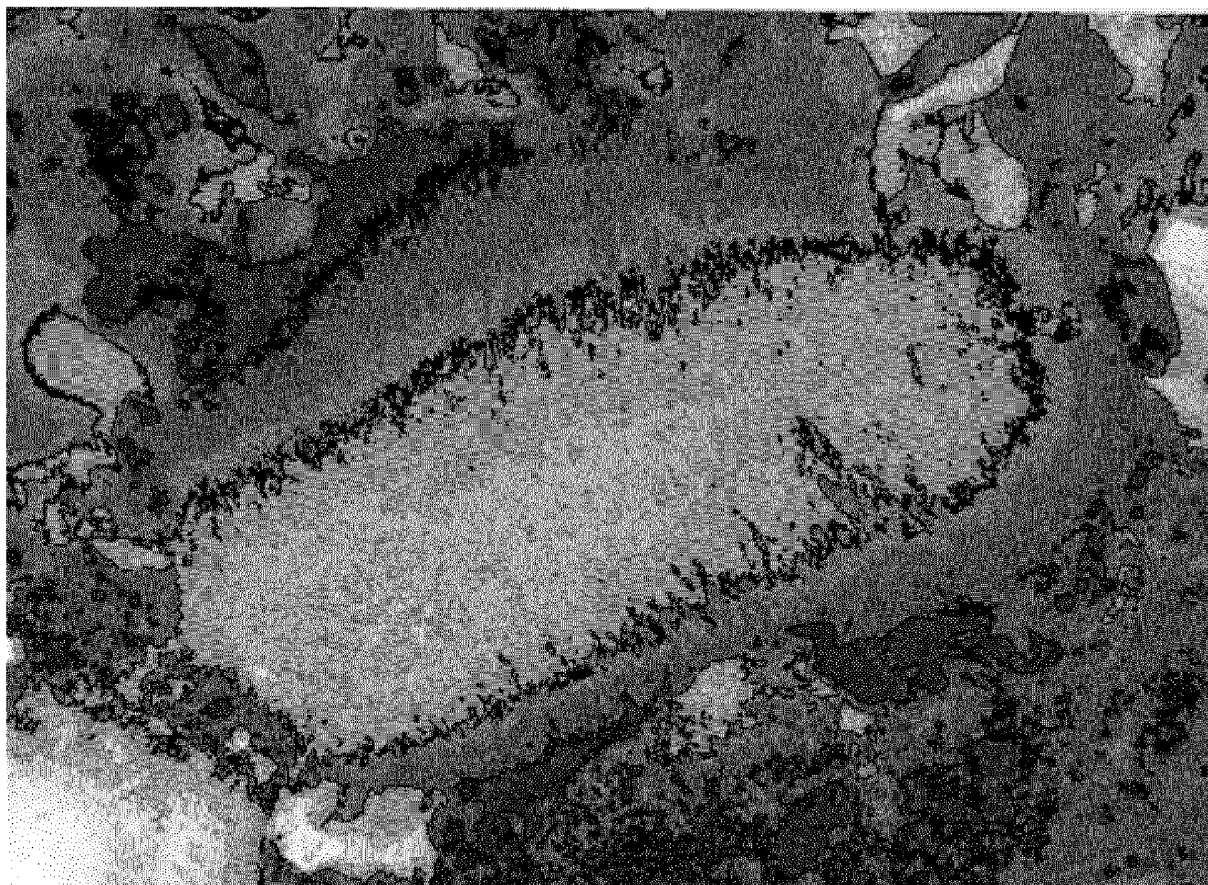
[0239] 以上説明したように、本発明は、軽量であり、より高温強度(耐熱性)が高く、耐摩耗性、加工性及び制振性にも優れている耐熱性Al基合金を提供できる。したがって、自動車や航空機などの、ピストン、コンロッドなどの耐熱特性が求められる種々の部品に適用することができる。

請求の範囲

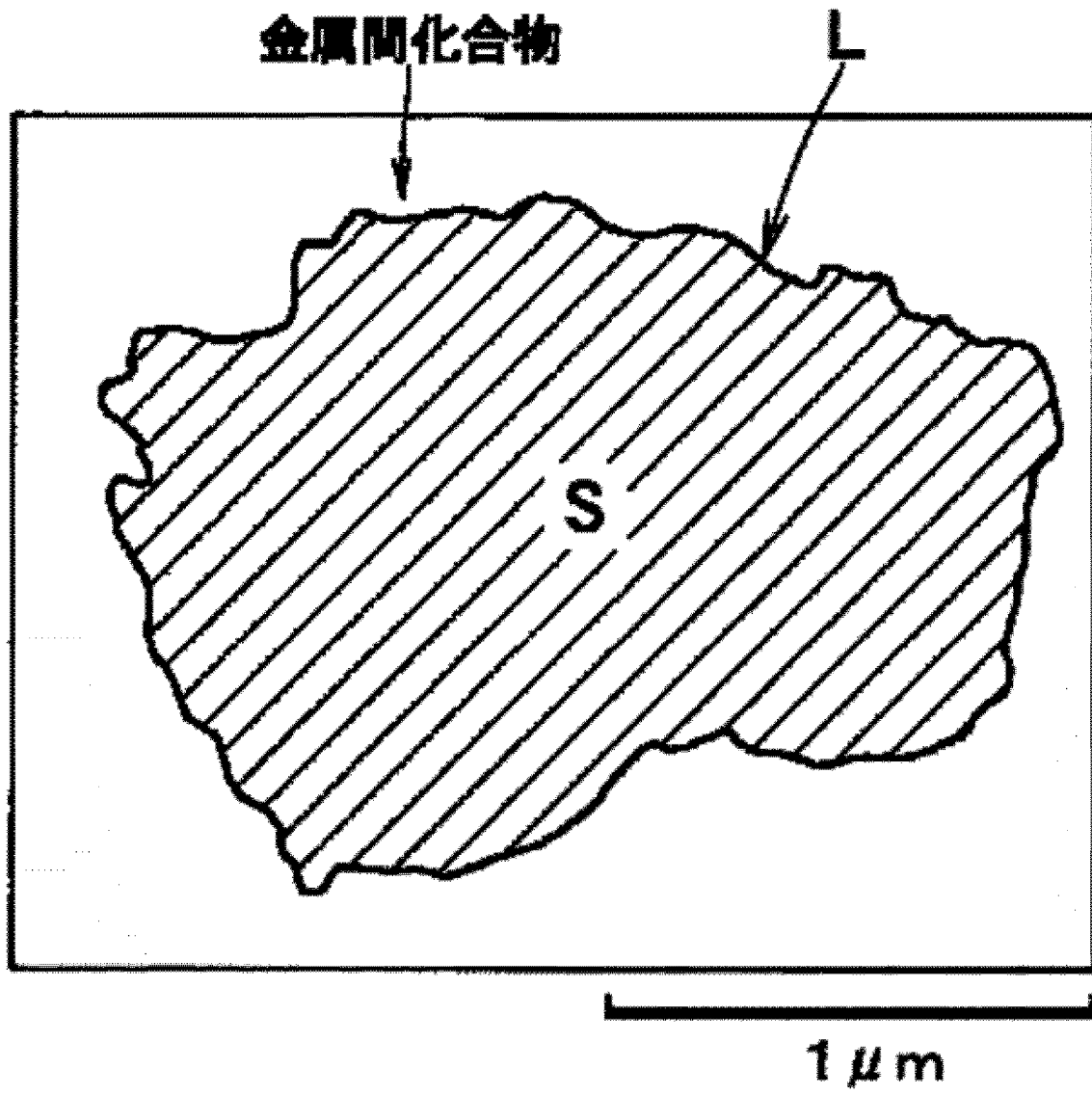
- [1] Al基合金組織が、体積分率で50～90%の金属化合物相と、残部が金属Alマトリックスとで構成され、前記金属間化合物相を構成する $0.5\mu\text{m}$ 以上の粒径を有する金属間化合物の内、金属間化合物面積 S と金属間化合物の周長 L との関係 L^2/S が13以上の表面凹凸形状を有する金属間化合物が40%以上存在することを特徴とする耐熱性Al基合金。
- [2] 前記金属間化合物相を構成する金属間化合物の平均サイズが $7\mu\text{m}$ 以下である請求項1記載の耐熱性Al基合金。
- [3] 前記Al基合金組織が、前記金属間化合物相にて区切られた前記金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ 以下である請求項1又は2記載の耐熱性Al基合金。
- [4] 前記金属間化合物相を形成する元素として、Cr、Fe、Ti、Mn、V、Siから選択される元素を三種、これら三種の元素の総和で15～50質量%含む組成を有する請求項1～3の何れかに記載の耐熱性Al基合金。
- [5] 前記金属間化合物相を形成する元素として、質量%で、Cr:5～30%、Fe:1～20%、Ti:1～15%、を各々含む組成を有する請求項1～3の何れかに記載の耐熱性Al基合金。
- [6] 前記金属間化合物相がAl-Cr系、Al-Fe系、Al-Ti系の金属間化合物相からなる請求項5記載の耐熱性Al基合金。
- [7] 前記Al基合金組織が、前記金属Al中に、Cr、Fe、Tiが、これらの総和で0.02～10質量%固溶しているものである請求項5に記載の耐熱性Al基合金。
- [8] 前記Al基合金組織が、前記金属間化合物相の中で $0.1\mu\text{m}$ 以上のサイズを有する金属間化合物相中の総Al量を、熱フェノールによる抽出残査法によってAl基合金から分離抽出された $0.1\mu\text{m}$ 以上のサイズを有する固体残査中の総Al量と、前記成分組成の内の全Al含有量との比、総Al量/全Al含有量を0.75以下として、前記金属間化合物相の中で $0.1\mu\text{m}$ 以上のサイズを有する金属間化合物の割合を規制したものである請求項5記載の耐熱性Al基合金。
- [9] 前記Al基合金が、急冷凝固法により得られたものである請求項7又は8記載の耐熱性Al基合金。

- [10] 質量%で、Cr:5～30%、Fe:1～20%、Ti:1～15%を含み、残部がAl及び不可避免的不純物からなる、急冷凝固法により得られたAl基合金であって、Al基合金組織が、体積分率で50～90%の金属間化合物相と、残部が金属Alマトリックスとで構成され、前記金属Al中に、Cr、Fe、Tiが、これらの総和で0.02～10質量%固溶していることを特徴とする耐熱性Al基合金。
- [11] 前記金属間化合物相を構成する金属間化合物の平均サイズが $7\mu\text{m}$ 以下である請求項10記載の耐熱性Al基合金。
- [12] 質量%で、Cr:5～30%、Fe:1～20%、Ti:1～15%を含み、残部がAl及び不可避免的不純物からなる、急冷凝固法により得られたAl基合金であって、Al基合金組織が、体積分率で50～90%の金属間化合物相と、残部が金属Alマトリックスとで構成され、前記金属間化合物相の中で $0.1\mu\text{m}$ 以上のサイズを有する金属間化合物相中の総Al量を、熱フェノールによる抽出残査法によってAl基合金から分離抽出された $0.1\mu\text{m}$ 以上のサイズを有する固体残査中の総Al量と見なし、この残査中の総Al量と、前記成分組成の内の全Al含有量との比、総Al量/全Al含有量を0.75以下として、前記金属間化合物相の中で $0.1\mu\text{m}$ 以上のサイズを有する金属間化合物の割合を規定したことを特徴とする耐熱性Al基合金。
- [13] Al基合金組織が、体積分率で50～90%の金属間化合物相と、残部が金属Alマトリックスとで構成され、前記金属間化合物相にて区切られた前記金属Alのプールの最大長さの平均が $40\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする耐熱性Al基合金。
- [14] 前記金属間化合物相を形成する元素として、Cr、Fe、Ti、Mn、V、Siから選択される元素を三種、これら三種の元素の総和で15～50質量%含む組成を有する請求項13記載の耐熱性Al基合金。

[図1]

 $1\ \mu\text{m}$

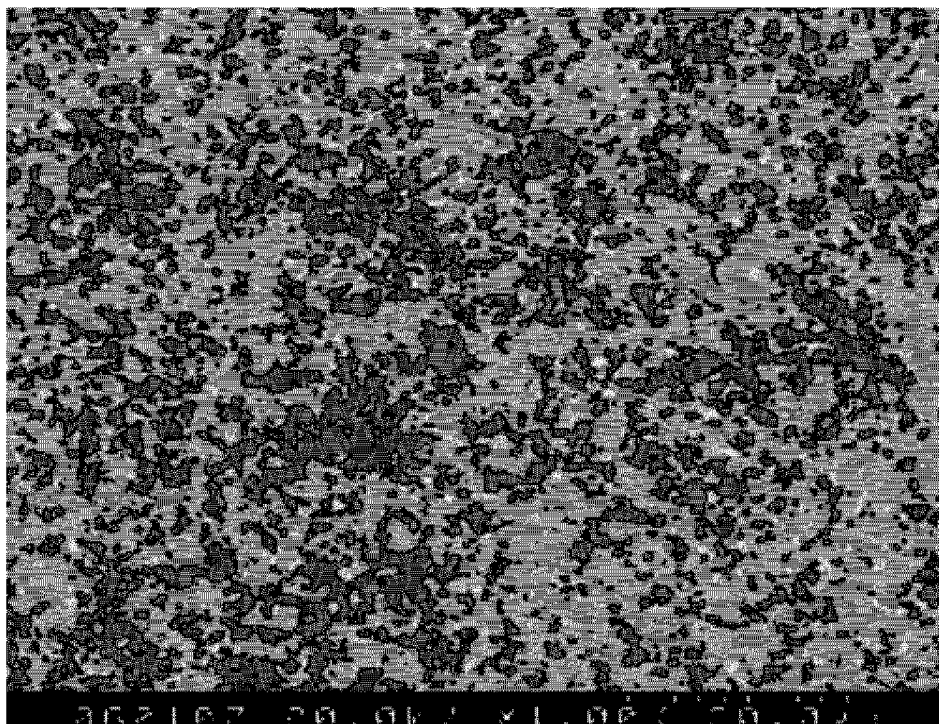
[図2]



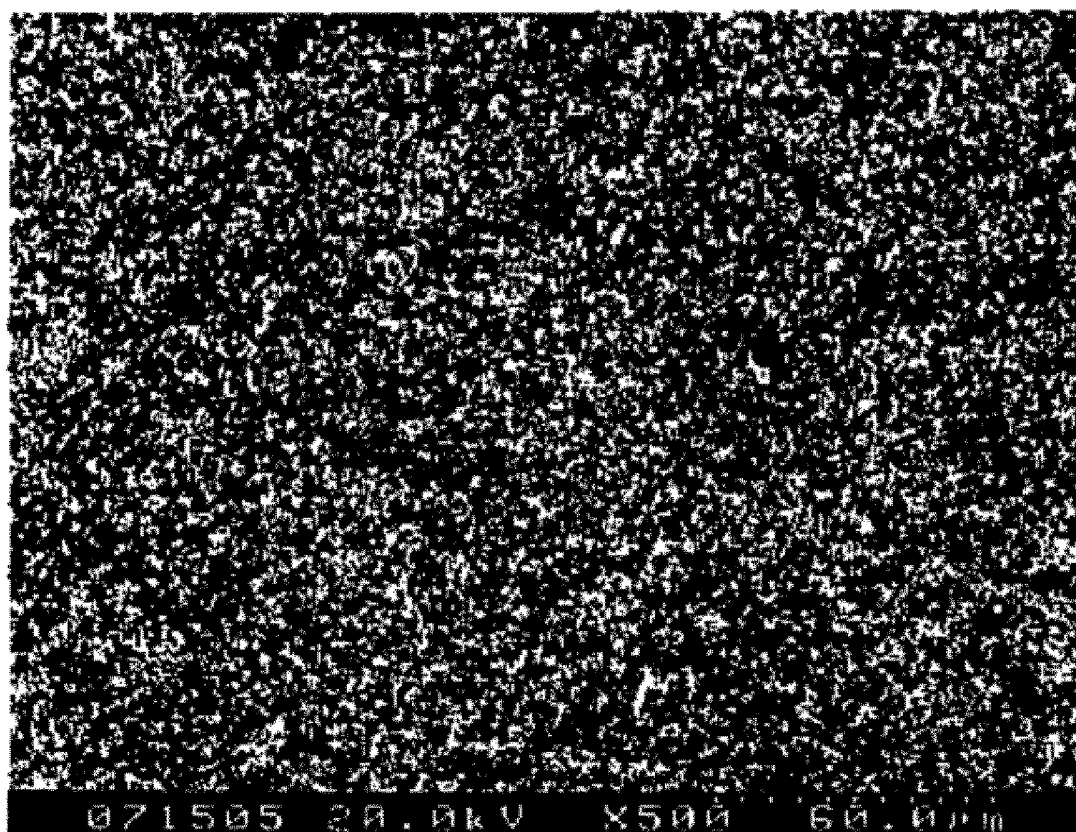
[図3]

 $1\ \mu\text{m}$

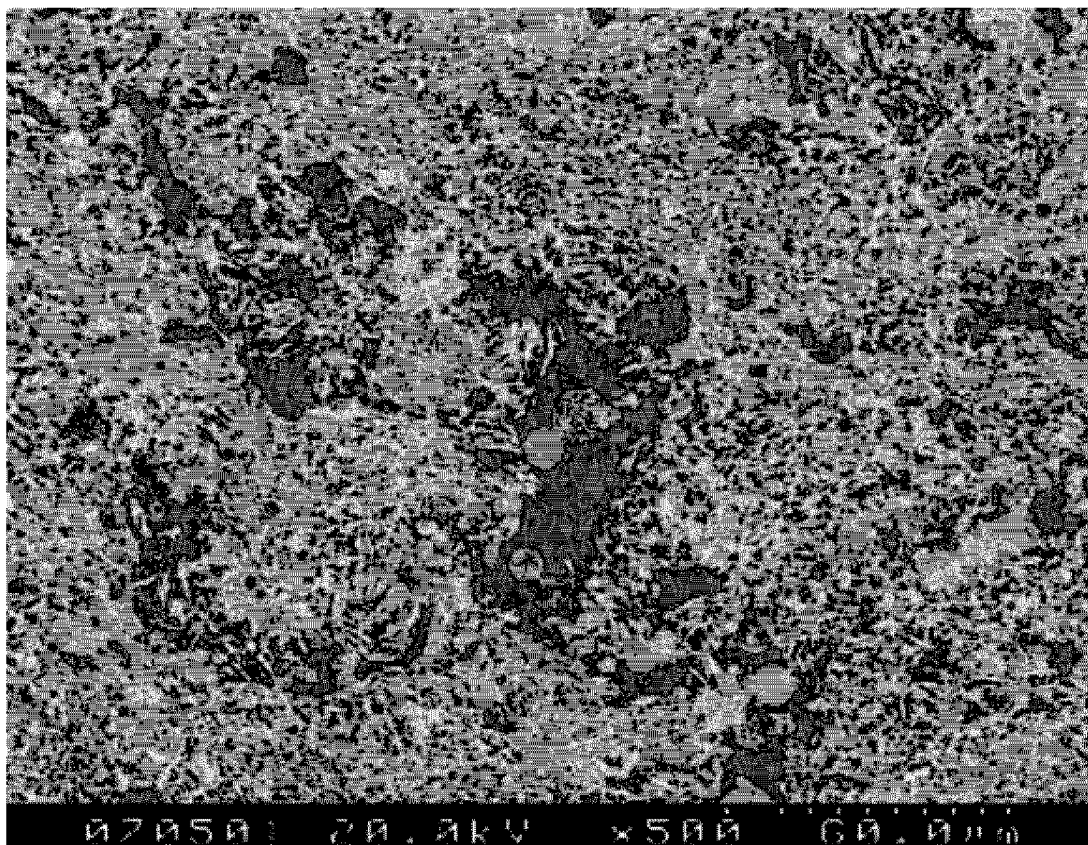
[図4]



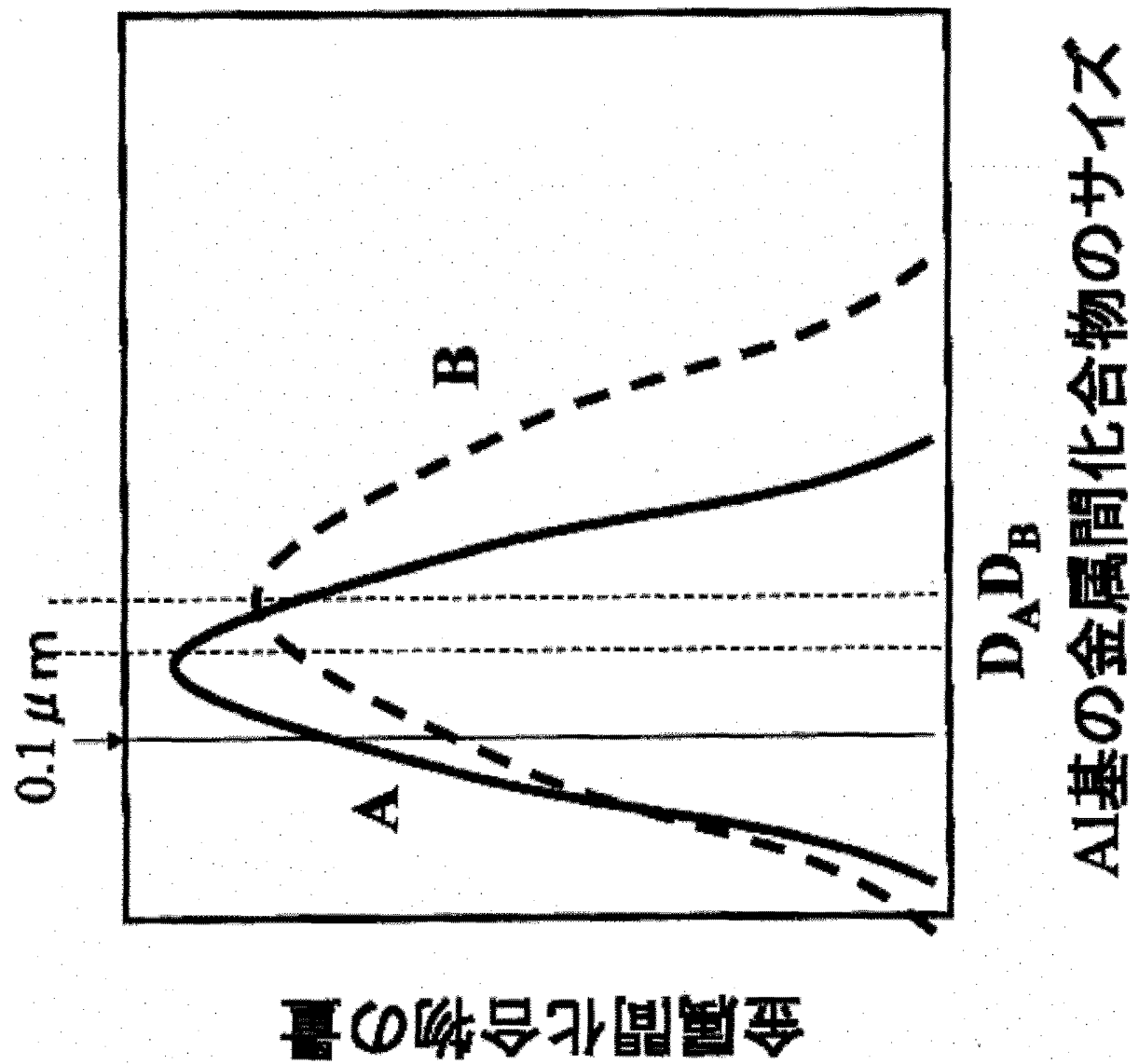
[図5]



[図6]



[図7]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/018007

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C22C21/00(2006.01), **B22F3/115**(2006.01), **B22F3/17**(2006.01), **B22F3/20**(2006.01), **C22C1/04**(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)

C22C21/00(2006.01), **B22F3/115**(2006.01), **B22F3/17**(2006.01), **B22F3/20**(2006.01), **C22C1/04**(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	1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005

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	JP 63-277738 A (Kobe Steel, Ltd.), 15 November, 1988 (15.11.88), Claims; page 2, lower right column, line 17 to page 3, upper left column, line 6; page 3, upper left column, line 20 to lower left column, line 1; examples (Family: none)	1-14
X	JP 1-149936 A (Honda Motor Co., Ltd.), 13 June, 1989 (13.06.89), Claims; page 2, lower left column, lines 14 to 20; page 3, upper left column, line 7 to page 5, upper left column, line 3; tables 1 to 3 & EP 319295 A1	1-14

☒ 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
09 December, 2005 (09.12.05)

Date of mailing of the international search report
20 December, 2005 (20.12.05)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/018007

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 6-235040 A (Yoshida Kogyo Kabushiki Kaisha), 23 August, 1994 (23.08.94), Claims 4 to 5; examples & EP 606572 A1	10-14
X	JP 5-195130 A (Honda Motor Co., Ltd.), 03 August, 1993 (03.08.93), Claims; Par. Nos. [0017] to [0024]; examples (Family: none)	13

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/018007

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

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

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. ☐ Claims Nos.:
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. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

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

(See extra sheet.)

1. ☒ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☐ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. ☐ 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 claims Nos.:

Remark on Protest

- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee..
- ☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- ☒ No protest accompanied the payment of additional search fees.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/018007

Continuation of Box No.III of continuation of first sheet (2)

In order for a group of inventions claimed in claims to satisfy the requirement of unity of invention, there must be special technical features for linking the group of inventions so as to form a single general inventive concept. In this connection, it appears that the group of inventions claimed in claims 1-14 are linked with each other only in the matter "Al base alloy structure composed of 50 to 90 vol.% of intermetallic compound phase and the balance of metallic Al matrix".

However, this matter is publicly known as described in, for example, JP 5-195130 A (Honda Motor Co., Ltd.), JP 6-235040 A (Yoshida Kogyo Kabushiki Kaisha), JP 1-149936 A (Honda Motor Co., Ltd.) and JP 63-277738 A (Kobe Steel, Ltd.).

Consequently, there exist no special technical features as mentioned above among the group of inventions claimed in claims 1-14. Therefore, the group of inventions claimed in claims 1-14 do not satisfy the requirement of unity of invention.

Now, the number of inventions will be studied. From the viewpoint of particular aspects of inventions claimed in independent claims, the claims involve four inventions consisting of those of claims 1-9, 10-11, 12 and 13-14.

With respect to claims 10-11 and 12 among these, the inventions thereof are linked with each other in the matter "Al base alloy comprising, by mass, 5 to 30% Cr, 1 to 20% Fe, 1 to 15% Ti and the balance of Al and unavoidable impurities produced by rapid solidification, which Al base alloy has a structure composed of 50 to 90 vol.% of intermetallic compound phase and the balance of metallic Al matrix". However, this matter is also publicly known as described in, for example, JP 6-235040 A (Yoshida Kogyo Kabushiki Kaisha), JP 1-149936 A (Honda Motor Co., Ltd.) and JP 63-277738 A (Kobe Steel, Ltd.).

Consequently, there exist no special technical features as mentioned above among claims 10-11 and 12 as well.

Therefore, it appears that the claims involve four inventions consisting of those of claims 1-9, 10-11, 12 and 13-14.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. **C22C21/00** (2006.01), **B22F3/115** (2006.01), **B22F3/17** (2006.01), **B22F 3/20** (2006.01), **C22C1/04** (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. **C22C21/00** (2006.01), **B22F3/115** (2006.01), **B22F3/17** (2006.01), **B22F3/20** (2006.01), **C22C1/04** (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	1971-2005年
日本国実用新案登録公報	1996-2005年
日本国登録実用新案公報	1994-2005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 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 請求の範囲の番号
X	J P 63-277738 A (株式会社神戸製鋼所) 1988. 11. 15, 特許請求の範囲, 第2頁右下欄第17行-第3頁左上欄第6行, 第3頁左上欄第20行-左下欄第1行, 実施例 (ファミリーなし)	1-14
X	J P 1-149936 A (本田技研工業株式会社) 1989. 06. 13, 特許請求の範囲, 第2頁左下欄第14-20行, 第3頁左上欄第7行-第5頁左上欄第3行, 表1~3 & E P 3 19295 A 1	1-14

☒ 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

09. 12. 2005

国際調査報告の発送日

20. 12. 2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
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

4K

9269

C (続き). 関連すると認められる文献		
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	関連する 請求の範囲の番号
X	J P 6-235040 A (吉田工業株式会社) 1994.08.23, 請求項4-5, 実施例 & E P 606572 A1	10-14
X	J P 5-195130 A (本田技研工業株式会社) 1993.08.03, 特許請求の範囲, 【0017】-【0024】, 実施例 (ファミリーなし)	13

第Ⅱ欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見（第1ページの2の続き）

法第8条第3項（PCT17条(2)(a)）の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. ☐ 請求の範囲_____は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。つまり、
2. ☐ 請求の範囲_____は、有意義な国際調査をすることができる程度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。つまり、
3. ☐ 請求の範囲_____は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

第Ⅲ欄 発明の単一性が欠如しているときの意見（第1ページの3の続き）

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるとこの国際調査機関は認めた。
（特別ページ参照）

1. ☒ 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求の範囲について作成した。
2. ☐ 追加調査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ので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求の範囲のみについて作成した。
4. ☐ 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求の範囲について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- ☐ 追加調査手数料及び、該当する場合には、異議申立手数料の納付と共に、出願人から異議申立てがあった。
- ☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあったが、異議申立手数料が納付命令書に示した期間内に支払われなかった。
- ☒ 追加調査手数料の納付を伴う異議申立てがなかった。

請求の範囲に記載されている一群の発明が単一性の要件を満たすには、その一群の発明を単一の一般的発明概念を形成するように連関させるための特別な技術的特徴の存在が必要であるところ、請求の範囲1-14に記載されている一群の発明は、「A1基合金組織が、体積分率で50～90%の金属間化合物相と、残部が金属A1マトリックスとで構成され」という事項でのみ連関しているものと認められる。

しかしながら、当該事項は、例えば、JP 5-195130 A (本田技研工業株式会社)、JP 6-235040 A (吉田工業株式会社)、JP 1-149936 A (本田技研工業株式会社)、JP 63-277738 A (株式会社神戸製鋼所) 等にも記載されるように周知のものである。

そうすると、請求の範囲1-14に記載されている一群の発明の間には、上記でいう特別な技術的特徴は存在しないことになるから、請求の範囲1-14に記載されている一群の発明は、単一性の要件を満たしていない。

次に、発明の数について検討すると、独立請求の範囲に記載されている発明の特定の態様からすると、請求の範囲には、1～9、10～11、12、13～14に区分される4個の発明が記載されている。

このうち、10～11と12については、「質量%で、Cr:5～30%、Fe:1～20%、Ti:1～15%を含み、残部がA1及び不可避免の不純物からなる、急冷凝固法により得られたA1基合金であって、A1基合金組織が、体積分率で50～90%の金属間化合物相と、残部が金属A1マトリックスとで構成され」という事項で連関しているが、当該事項も、例えば、JP 6-235040 A (吉田工業株式会社)、JP 1-149936 A (本田技研工業株式会社)、JP 63-277738 A (株式会社神戸製鋼所) 等に記載されるように周知のものである。

そうすると、10～11と12との間にも、上記でいう特別な技術的特徴は存在しないことになる。

したがって、請求の範囲には、1～9、10～11、12、13～14に区分される4個の発明が記載されているものと認められる。