



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113195763 B

(45) 授权公告日 2022.02.18

(21) 申请号 202080006969.3
 (22) 申请日 2020.02.20
 (65) 同一申请的已公布的文献号
 申请公布号 CN 113195763 A
 (43) 申请公布日 2021.07.30
 (30) 优先权数据
 2019-058063 2019.03.26 JP
 (85) PCT国际申请进入国家阶段日
 2021.06.15
 (86) PCT国际申请的申请数据
 PCT/JP2020/006778 2020.02.20
 (87) PCT国际申请的公布数据
 W02020/195405 JA 2020.10.01
 (73) 专利权人 日本铸造株式会社
 地址 日本神奈川县
 (72) 发明人 半田卓雄 刘志民 大山伸幸
 鹭尾胜
 (74) 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所
 11105
 代理人 张涛

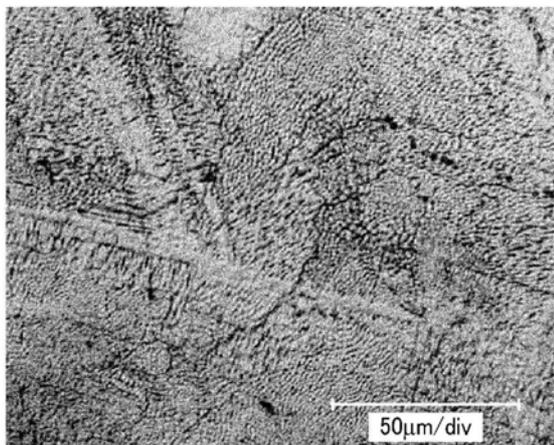
(51) Int.Cl.
G22C 38/00 (2006.01)
B22F 10/20 (2021.01)
B22F 3/16 (2006.01)
B22F 9/08 (2006.01)
B33Y 10/00 (2015.01)
B33Y 70/00 (2020.01)
G22C 38/10 (2006.01)
 (56) 对比文件
 CN 1743490 A, 2006.03.08
 CN 105296844 A, 2016.02.03
 CN 108405872 A, 2018.08.17
 JP 2005207869 A, 2005.08.04
 CN 101495663 A, 2009.07.29
 WO 2019044093 A1, 2019.03.07
 CN 106103767 A, 2016.11.09
 US 5476633 A, 1995.12.19
 JP H0931588 A, 1997.02.04
 审查员 龚道良

权利要求书1页 说明书7页 附图3页

(54) 发明名称
 低温稳定性优异的低热膨胀合金及其制造方法

本发明例编号7
DAS = 1.4 μ m

(57) 摘要
 本发明提供一种低热膨胀合金,其以质量%计而含有,C:0.015%以下、Si:0.10%以下、Mn:0.15%以下、Ni:35.0~37.0%、Co:不足2.0%、以及Ni+0.8Co:35.0~37.0%,残余部分由Fe和不可避免的杂质构成,所述合金具有二次枝晶臂间距为5 μ m以下的凝固组织,100~-70 $^{\circ}$ C的平均热膨胀系数在0 \pm 0.2ppm/ $^{\circ}$ C的范围内,且Ms点在-196 $^{\circ}$ C以下。



1. 一种低热膨胀合金, 其以质量%计而含有:

C: 0.015% 以下、

Si: 0.10% 以下、

Mn: 0.15% 以下、

Ni: 35.0~37.0%、

Co: 不足2.0%、以及

Ni+0.8Co: 35.0~37.0%、

残余部分由Fe和不可避免的杂质构成, 所述合金具有二次枝晶臂间距为5 μ m以下的凝固组织, 所述合金在100~-70 $^{\circ}$ C的平均热膨胀系数在 0 ± 0.2 ppm/ $^{\circ}$ C的范围内, 且Ms点在-196 $^{\circ}$ C以下。

2. 权利要求1所述的低热膨胀合金, 其中,

C、Si、Mn的含有量满足 $C \times 7 + Si \times 1.5 + Mn \leq 0.40$ 。

3. 一种低热膨胀合金的制造方法, 其中,

将具有权利要求1或权利要求2所述的组成的低热膨胀合金素材, 用激光或电子束熔融·凝固, 进行叠层造型, 以制造100~-70 $^{\circ}$ C的平均热膨胀系数在 0 ± 0.2 ppm/ $^{\circ}$ C的范围内并且Ms点为-196 $^{\circ}$ C以下的低热膨胀合金。

4. 权利要求3所述的低热膨胀合金的制造方法, 其中,

所述低热膨胀合金素材是粉末。

低温稳定性优异的低热膨胀合金及其制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及低温稳定性优异的低热膨胀合金及其制造方法。

背景技术

[0002] 低热膨胀合金材料适用于抑制各种尖端领域中的精密装置随温度的变化而发生的热变形。当热膨胀系数为0时由于不发生随温度变化的热变形,因此成为理想的材料。

[0003] 航空·宇宙机器或测量机器等的部件中有些在低温区域下运作,有时在-100℃以下使用。需要即使在这样的低温区域中其热膨胀系数也不会随组织变化而急剧变化,并且100℃到-70℃之间的热膨胀系数为实际上可以视为0膨胀的 $0 \pm 0.2 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ 的范围之内的合金材料。

[0004] 现在,以超因瓦合金(SI)为代表的Fe-Ni-Co类低热膨胀合金在工业上被用作低热膨胀材料。SI是将在室温附近的热膨胀系数为 $1 \sim 2 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ 的Fe-36%Ni合金(因瓦合金)中Ni的一部分置换为Co以低膨胀化的Fe-32%Ni-5%Co合金,室温附近的热膨胀系数变为 $1 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ 以下。

[0005] 因此,SI被适用于精密装置部件以抑制热变形引起的精度下降。但是,通过用Co置换Ni,而Ni量降低,奥氏体不稳定化,马氏体开始产生的温度(以下记为 M_s 点)向高温方向移动。SI的 M_s 点虽然因杂质的量而略有变化,但大概会上升到-40℃左右。因此,在此温度以下马氏体组织产生,热膨胀系数急剧增加,失去低热膨胀性,因此在低温区域运作的航空·宇宙机器或测量机器等的部件中的应用会受到制限(专利文献1的段落0003、0034)。当然,无法实现在100℃至-70℃的温度范围内的0膨胀。

[0006] 另一方面,因瓦合金的 M_s 点在-196℃以下,由于即使在-196℃以下,组织也不会变化而保持低热膨胀性,因此也可以适用于暴露温度为低于-100℃的低温的航空·宇宙机器或测量机器等。但是,其热膨胀系数为 $1 \sim 2 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$,比SI大,与0膨胀之间有较大差距,因此热变形抑制效果不足,存在无法应对高要求的问题,其在超精密装置部件中的应用受到制限(专利文献1的段落0024)。

[0007] 另外,在专利文献2中,提出了通过用激光或电子束照射特定组成的合金粉末,使之熔融·急速凝固并叠层造型来将二次枝晶臂间距调整为 $5 \mu\text{m}$ 以下,从而实现 $0.5 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ 以下的热膨胀系数和SI无法获得的低温稳定性两者并存。

[0008] 但是,根据专利文献2的实施例,除了编号7外并未获得热膨胀系数在 $0.4 \text{ ppm}/^\circ\text{C}$ 左右且稳定0膨胀的材料。另外,在低温区域运作的机器,可得到低温稳定性的温度越低越好,具有与因瓦合金同等的稳定性较为理想,在专利文献2的合金的情况下,无法稳定获得与因瓦合金同等的 M_s 点即-196℃以下。

[0009] 现有技术文献

[0010] 专利文献

[0011] 专利文献1:日本特开2011-174854号公报

[0012] 专利文献2:国际公开第2019/044093号

发明内容

[0013] 本发明所要解决的技术问题

[0014] 如上,SI在如-100℃这样的低温下产生马氏体组织,热膨胀系数急剧增加,因瓦合金的热膨胀系数为1~2ppm/℃,热变形抑制效果不足。并且,专利文献2的低热膨胀合金不能认为显示了稳定的0膨胀,且无法获得与因瓦合金同等程度的低温稳定性。因此,尚未获得能在100℃到-70℃之间实现0膨胀,且可得到与因瓦合金同等程度的低温稳定性的材料。

[0015] 本发明的目的是提供一种100℃到-70℃之间的平均热膨胀系数为可以视为0膨胀的 0 ± 0.2 ppm/℃,且可得到与因瓦合金同等程度的低温稳定性的低热膨胀合金及其制造方法。

[0016] 解决技术问题的技术手段

[0017] 根据本发明,提供以下的(1)~(4)。

[0018] (1)一种低热膨胀合金,其以质量%计而含有:

[0019] C:0.015%以下、

[0020] Si:0.10%以下、

[0021] Mn:0.15%以下、

[0022] Ni:35.0~37.0%、

[0023] Co:不足2.0%、以及

[0024] Ni+0.8Co:35.0~37.0%,

[0025] 残余部分由Fe和不可避免的杂质构成,所述合金具有二次枝晶臂间距为5μm以下的凝固组织,所述合金在100~-70℃的平均热膨胀系数在 0 ± 0.2 ppm/℃的范围内,且Ms点在-196℃以下。

[0026] (2)所述项(1)所述的低热膨胀合金,其中,

[0027] C、Si、Mn的含有量满足 $C \times 7 + Si \times 1.5 + Mn \leq 0.40$ 。

[0028] (3)一种低热膨胀合金的制造方法,其中,

[0029] 将具有所述项(1)或(2)记载的组成的低热膨胀合金素材,用激光或电子束熔融·凝固,进行叠层造型,以制造100~-70℃的平均热膨胀系数在 0 ± 0.2 ppm/℃的范围内并且Ms点为-196℃以下的低热膨胀合金。

[0030] (4)所述项(3)所述的低热膨胀合金的制造方法,其中,

[0031] 所述低热膨胀合金素材是粉末。

[0032] 发明的效果

[0033] 根据本发明,提供在100℃到-70℃之间的平均热膨胀系数为可以视为0膨胀的 0 ± 0.2 ppm/℃,且能获得与因瓦合金同等程度的低温稳定性的低热膨胀合金及其制造方法。

附图说明

[0034] [图1]显示本发明的实施例中使用的雾化装置的概念图。

[0035] [图2]显示通过图1的雾化装置得到的球状粉末的光学显微镜照片。

[0036] [图3]显示DAS与冷却速度的关系的图。

[0037] [图4]显示本发明组成合金的激光叠层造型物的DAS的照片。

[0038] [图5]显示纯铜模具铸造物的DAS的照片。

[0039] [图6]显示纯铜模具的图。

[0040] 本发明的具体实施方式

[0041] 如上所述,决定Fe-Ni-Co类低热膨胀合金的热膨胀系数的最大因素是Co的含有量,但是通过添加Co,而Ni量相对降低,奥氏体不稳定化,Ms上升。最为低热膨胀的32%Ni-5%Co的SI的Ms点为-40℃左右,因此无法适用于低温。因此,只要还是用Co进行低热膨胀化,就很难在室温附近到-70℃的温度范围内将热膨胀系数稳定在 $0 \pm 0.2 \text{ppm}/^\circ\text{C}$ 。

[0042] 本发明人等探讨了不伴随传统Fe-Ni-Co类低热膨胀合金中出现的Co引起的Ms点上升的低热膨胀化技术。其结果发现以Fe-36%Ni的组成作为基本,在减少C、Si、Mn的同时缩小微观组织,将二次枝晶臂间距设为 $5\mu\text{m}$ 以下,从而能够获得在100℃到-70℃之间的热膨胀系数为可以视为0膨胀的 $0 \pm 0.2 \text{ppm}/^\circ\text{C}$,且能获得与因瓦合金同等程度的低温稳定性的合金。

[0043] 基于这些发现完成了本发明。

[0044] 以下,对于本发明的限定理由,分为化学成分和制造条件分别进行说明。

[0045] 需要说明的是,在以下的说明中,若无特别说明,则成分中的%表示质量%, α 为100~-70℃的平均热膨胀系数。

[0046] [化学成分]

[0047] C:0.015%以下

[0048] C是使基于本发明的低热膨胀合金的 α 显著增加的元素,优选含量低。如果含有C超过0.015%,则即使调整后述其他元素的含有量 α 也会超过 $0 \pm 0.2 \text{ppm}/^\circ\text{C}$ 的范围,所以将C含有量设为0.015%以下。

[0049] Si:0.10%以下

[0050] Si是为减少合金中的氧而添加的元素。但是,Si为使基于本发明的低热膨胀合金的 α 显著增加的元素,优选含量低。其含有量超过0.10%时与C同样,对 α 的增加变得无法无视。因此,将Si含有量设为0.10%以下。

[0051] Mn:0.15%以下

[0052] Mn与Si同样,是对脱氧有效的元素。但是,在基于本发明的低热膨胀合金中,Mn为使 α 显著增加的元素,优选含量低。其含有量超过0.15%时与C同样,对 α 的增加变得无法无视。因此,将Mn含有量设为0.15%以下。

[0053] Ni:35.0~37.0%

[0054] Ni是决定合金的基本 α 的元素。为了使得 α 在 $0 \pm 0.2 \text{ppm}/^\circ\text{C}$ 的范围,有必要根据Co量将之调整到后述的范围内。Ni不足35.0%或超过37.0%时,即使根据Co量进行调整以及满足后述制造条件也难以使 α 在 $0 \pm 0.2 \text{ppm}/^\circ\text{C}$ 的范围内。因此,将Ni的含有量范围设为35.0~37.0%。

[0055] Co:不足2.0%

[0056] Co是与Ni一起决定 α 的重要元素,是为了获得比单独添加Ni时更小的 α 而添加的元素。但是,Co为2.0%以上时,基于后述的Ni量和Co量的关系式而得出的Ni量减少,奥氏体不稳定化,因此Ms点变得比-196℃更高。所以,将Co的含有量设为不足2.0%。从不需要劳动安全卫生法特定化学物质危害预防规则所规定的管理・对策的观点出发优选1.0%以下。

[0057] Ni+0.8Co:35.0~37.0%

[0058] 就Fe-Ni-Co合金而言,在所述的Ni量、Co量的范围内,且 $Ni+0.8 \times Co$ 表示的Ni当量(Nieq.)在一定范围内时,可获得显著的低热膨胀性。即使Ni当量不足35.0%或超过37.0%, α 都无法落在 $0 \pm 0.2 \text{ppm}/^\circ\text{C}$ 的范围内。因此,将作为Ni当量的 $Ni+0.8Co$ 的范围设为35.0~37.0%。

[0059] $C \times 7 + Si \times 1.5 + Mn \leq 0.40$

[0060] 在本发明的Fe-Ni-Co合金中,在将C量、Si量以及Mn量规定在所述范围内的基础上,通过将 $C \times 7 + Si \times 1.5 + Mn$ 表示的式的值设为0.40以下,能够获得显著低的热膨胀性。因此,优选使 $C \times 7 + Si \times 1.5 + Mn \leq 0.40$ 。

[0061] 在本发明中,C、Si、Mn、Ni、Co以外的残余部分是Fe和不可避免的杂质。

[0062] [凝固组织]

[0063] 通过将凝固组织微细化能够使 α 变小。其理由如上所述,可以认为是因为通过组织的微细化,Ni的微观偏析减少。就基于本发明的低热膨胀合金而言,将凝固组织微细化,以使枝晶二次臂(DAS)间距变为 $5\mu\text{m}$ 以下。通过将所述组成的合金中的DAS间距设为 $5\mu\text{m}$ 以下,能够使得 α 在 $0 \pm 0.2 \text{ppm}/^\circ\text{C}$ 的范围内。

[0064] [Ms点]

[0065] 就基于本发明的低热膨胀合金而言,Co含有量少,Ni含有量为35%以上,且具有如上述的微细的凝固组织,因此Ms点为与因瓦合金同等程度的 -196°C 以下,能够获得与因瓦合金同等程度的优异的低温稳定性。

[0066] [制造条件]

[0067] 将具有所述组成的低热膨胀合金素材,用激光或电子束熔融·凝固以进行叠层造型。由此可使低热膨胀合金素材被熔融后急速冷却,得到DAS间距 $5\mu\text{m}$ 以下的微细组织。由此可使Ni的微观偏析减少, α 在 $0 \pm 0.2 \text{ppm}/^\circ\text{C}$ 的范围内。但是,只要能实现获得DAS为 $5\mu\text{m}$ 以下的微细凝固组织为的熔融·凝固条件,任何方法都可以适用。

[0068] 具体而言,可以准备作为具有所述范围内的组成的合金素材的合金粉末,通过用激光或电子束使之熔融·凝固进行叠层造型,可得到DAS间距为 $5\mu\text{m}$ 以下的微细凝固组织的合金。

[0069] 在叠层造型中,通过将合金凝固时的冷却速度设为 $3000^\circ\text{C}/\text{sec}$.以上,能够得到DAS间距为 $5\mu\text{m}$ 以下的微细凝固组织。如果是激光或电子束,则满足此冷却速度。

[0070] 另一方面,如下文中的图3所示,在传统的铸造工序中,即使是冷却速度最大的压铸,冷却速度还是不足以使得DAS达到 $5\mu\text{m}$ 以下,更不用说在可铸造如本发明的合金这样的高熔点的铁类合金的铜合金模具的情况,如下文中的图5所示,不可能使得DAS达到 $5\mu\text{m}$ 以下,不可能获得期望的特性。

[0071] 根据本发明,能够得到 100°C 到 -70°C 之间的平均热膨胀系数为可以视为0膨胀的 $0 \pm 0.2 \text{ppm}/^\circ\text{C}$,且能获得与因瓦合金同等程度的低温稳定性的低热膨胀合金。

[0072] 就基于本发明的低热膨胀合金而言,可应用于传统低膨胀合金的应用受到限制的、以航空·宇宙领域为首的在低温区域运作的各种精密装置部件,对该领域的高精度化有巨大贡献。

[0073] 另外,在作为Fe-Ni-Co类低热膨胀合金的SI中,由于含有约5%的Co,因此在材料费变高的同时,符合劳动安全卫生法特定化学物质危害预防规定的含有Co超过1%的物质,

需要准备规定的管理·对策。与之相比,基于本发明的低热膨胀合金的Co含量不足2%,不仅能够抑制材料费高涨,同时当Co为1mass%以下时,其使用时只需标记含有Co即可,不需要劳动安全卫生法特定化学物质危害预防规则所规定的管理·对策。

实施例

[0074] 以下,对本发明的实施例进行说明。

[0075] 通过将表1所示的化学成分和组成的合金进行叠层造型以及通过在纯铜模具的铸造制备了试验材料。

[0076] 就叠层造型的试验材料而言,通过用高频感应炉熔化具有表1所示的化学组成的合金,使用图1所示的雾化装置,滴加熔融的金属,通过从喷嘴喷雾不活泼气体(本例中是氮气)而在分割液滴的同时使之急速凝固获得球状粉末。其后,进行筛分以得到图2所示的粒径10~45 μm 的造型用粉末。使用激光式叠层造型装置,在输出功率300W、激光移动速度1000mm/秒、激光扫描间距0.1mm、粉末叠层厚度0.04mm的条件下用造型用粉末进行叠层造型,制作 $\phi 10 \times L100$ 的试验材料。

[0077] 就铸造的试验材料而言,将高频感应炉熔化的熔融合金约100g在铸造温度1550 $^{\circ}\text{C}$ 下加入图6所示的纯铜模具中进行铸造,从模具底部的尖端部采集试验材料。

[0078] 图3是根据通过光学显微镜组织观察本发明试验材料实测的DAS和以下的文献1中记载的DAS与冷却速度的关系的外推线,推测的试验材料的冷却速度,从以下的文献2~4的信息中获得的各模具的冷却速度并入图3。

$$[0079] \quad R = (\text{DAS}/709)^{1/-0.386} \quad (1)$$

[0080] R:冷却速度($^{\circ}\text{C}/\text{min}$), DAS:二次枝晶臂间距(μm)

[0081] 文献1:“铸钢的生产技术”P378,基本材料中心

[0082] 文献2:“铸物”,第63卷(1991)第11号,P915

[0083] 文献3:“铸造工学”,第68卷(1996)第12号,P1076

[0084] 文献4:“基本材料”,Vol.54(2013)No.1,P13

[0085] 试验材料是从造型用底盘中以放电丝切割进行切分后,机械加工为 $\phi 6 \times 50\text{mm}$ 的热膨胀试验片,使用激光干涉式热膨胀计,以2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度一边升温一边测定热膨胀,从得到的热膨胀曲线中求得 α 。

[0086] 另外,就 M_s 点而言,将所述热膨胀试验片设置在所述热膨胀计,在用液氮以3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度冷却的同时测定热膨胀,求出热膨胀曲线急剧变化的温度。

[0087] 对于在所述的测定中观察到热膨胀曲线急剧变化的试验材料,用液氮浸渍15分钟后,观察微观组织,确认有无马氏体组织。

[0088] 表1的本发明例编号1~8是化学成分和组成在本发明的范围内,且通过粉末叠层造型制造的,任一个在100~-70 $^{\circ}\text{C}$ 之间的平均热膨胀系数 α 都在 $0 \pm 0.2\text{ppm}/^{\circ}\text{C}$ 的范围内且 M_s 点为-196 $^{\circ}\text{C}$ 以下。编号4和编号8组成相似,但编号4的7C+1.5Si+Mn为0.4以下,编号8则超过0.4。对它们进行比较,虽然所有 α 都在 $0 \pm 0.2\text{ppm}/^{\circ}\text{C}$ 的范围内,但是满足7C+1.5Si+Mn为0.4以下的编号4的 α 的值比编号8更小。

[0089] 图4是本发明例编号7的光学显微镜照片,从该光学显微镜照片实测编号7的DAS的

结果为 $1.4\mu\text{m}$ 并且在 $5\mu\text{m}$ 以下。另外,从该DAS的值推测出冷却速度为 $1.5\times 10^5\text{ }^\circ\text{C}/\text{sec.}$ 。

[0090] 从以上的结果,确认了本发明的合金具有符合航空·宇宙领域严格要求的特性。

[0091] 另一方面,比较例A的编号11~17分别与发明例的编号1~7具有相同的化学成分和组成,但是是纯铜模具铸造的,是DAS超过 $5\mu\text{m}$ 的本发明范围外的例子。图5是比较例A的编号17的光学显微镜照片,从该照片实测编号17用纯铜模具铸造时的DAS的结果为 $16\mu\text{m}$ 。因此,编号11~17的所有 α 都在 $0\pm 0.2\text{ppm}/^\circ\text{C}$ 的范围外。

[0092] 另外比较例B的编号18~24的化学成分和组成在本发明范围外,用叠层造型和纯铜模具铸造而制作试验材料而得到的。由于编号18中的C、编号19中的Si、编号20中的Mn、编号22中的Ni以及Ni当量超过上限,因此与制造方法无关,任何一个 α 都为 $0\pm 0.2\text{ppm}/^\circ\text{C}$ 的范围外的值。由于编号23中的Co超过下限,因此与制造方法无关,任何一个 α 都为 $0\pm 0.2\text{ppm}/^\circ\text{C}$ 的范围外的值。由于编号21中的Ni低于下限,因此与制造方法无关,任何一个 α 都为 $0\pm 0.2\text{ppm}/^\circ\text{C}$ 的范围外的值,并且,Ms点比 -196°C 高。比较例B的编号24是传统合金SI,与制造方法无关,Ms点比 -196°C 高。

[0093]

[表1]

种类 编号	化学成分(质量%)										-70~100℃平均热膨胀系数 (ppm/℃)			Ms点(℃)	
	C	Si	Mn	Ni	Co	7C+1.5Si+Mn	Ni+0.8Co	纯铜模具 DAS:16 μm	叠层造型法 DAS:1.4 μm	纯铜模具 DAS:16 μm	叠层造型法 DAS:1.4 μm	纯铜模具 DAS:16 μm	叠层造型法 DAS:1.4 μm		
本发明例	1	0.006	0.07	0.11	35.2	0.04	35.0/37.0	35.2	0.19	<-196	<-196	<-196			
	2	0.005	0.04	0.12	36.8	0.10	36.9	0.17	<-196	<-196	<-196	<-196			
	3	0.003	0.04	0.09	35.8	0.35	36.1	-0.05	<-196	<-196	<-196	<-196			
	4	0.014	0.09	0.13	35.4	1.15	36.3	0.15	<-196	<-196	<-196	<-196			
	5	0.010	0.08	0.10	35.5	1.53	36.7	0.14	<-196	<-196	<-196	<-196			
	6	0.013	0.08	0.12	35.3	1.71	36.7	0.16	<-196	<-196	<-196	<-196			
	7	0.014	0.09	0.14	35.1	1.95	36.7	0.19	<-196	<-196	<-196	<-196			
	8	0.015	0.10	0.15	35.4	1.20	36.4	0.19	<-196	<-196	<-196	<-196			
比较例 A	11	0.006	0.07	0.11	35.2	0.04	35.2	1.06	<-196	<-196	<-196	<-196			
	12	0.005	0.04	0.12	36.8	0.10	36.9	1.05	<-196	<-196	<-196	<-196			
	13	0.003	0.04	0.09	35.8	0.35	36.1	0.63	<-196	<-196	<-196	<-196			
	14	0.014	0.09	0.13	35.4	1.15	36.3	0.76	<-196	<-196	<-196	<-196			
	15	0.010	0.08	0.10	35.5	1.53	36.7	0.77	<-196	<-196	<-196	<-196			
	16	0.013	0.08	0.12	35.3	1.71	36.7	0.76	<-196	<-196	<-196	<-196			
	17	0.014	0.09	0.14	35.1	1.95	36.7	0.75	<-196	<-196	<-196	<-196			
	18	0.018	0.08	0.12	35.2	0.40	35.5	0.98	0.24	<-196	<-196	<-196			
比较例 B	19	0.012	0.13	0.11	35.3	1.92	36.8	0.84	0.26	<-196	<-196	<-196			
	20	0.011	0.07	0.22	35.4	1.70	36.8	0.87	0.27	<-196	<-196	<-196			
	21	0.009	0.09	0.13	34.6	0.75	35.2	1.00	0.25	-55	-183	-183			
	22	0.008	0.06	0.11	37.2	0.01	37.2	1.24	0.30	<-196	<-196	<-196			
	23	0.012	0.08	0.13	35.1	2.40	37.0	0.76	0.22	<-196	<-196	<-196			
	24	0.005	0.15	0.27	32.1	5.09	36.2	0.08	0.11	-36	-78	-78			

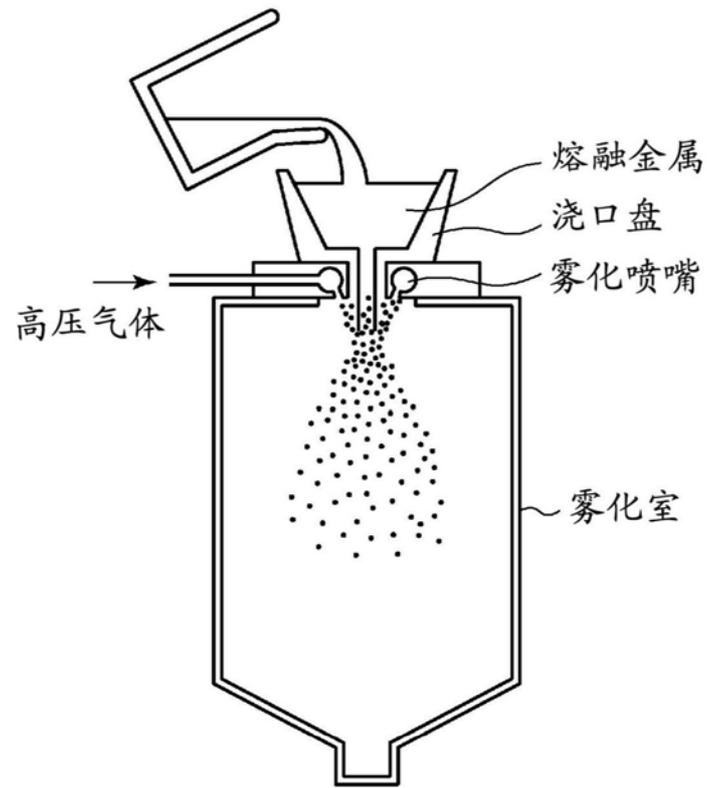


图1

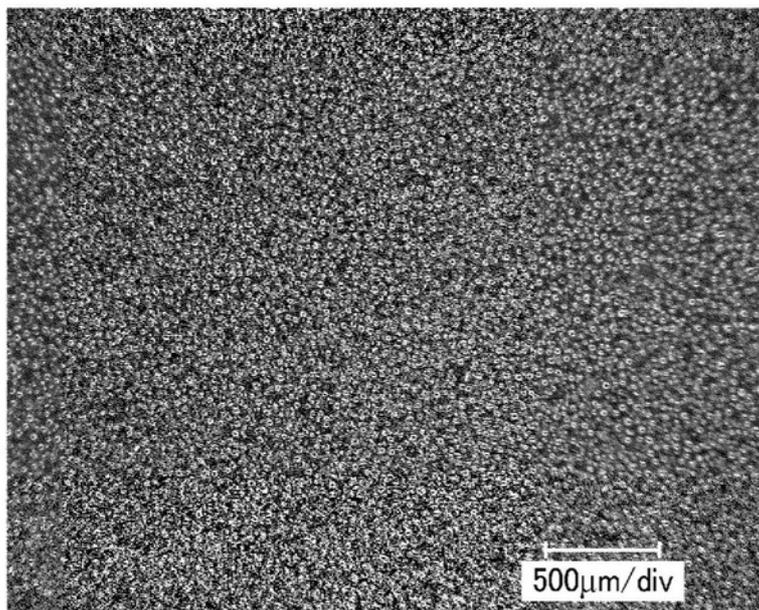


图2

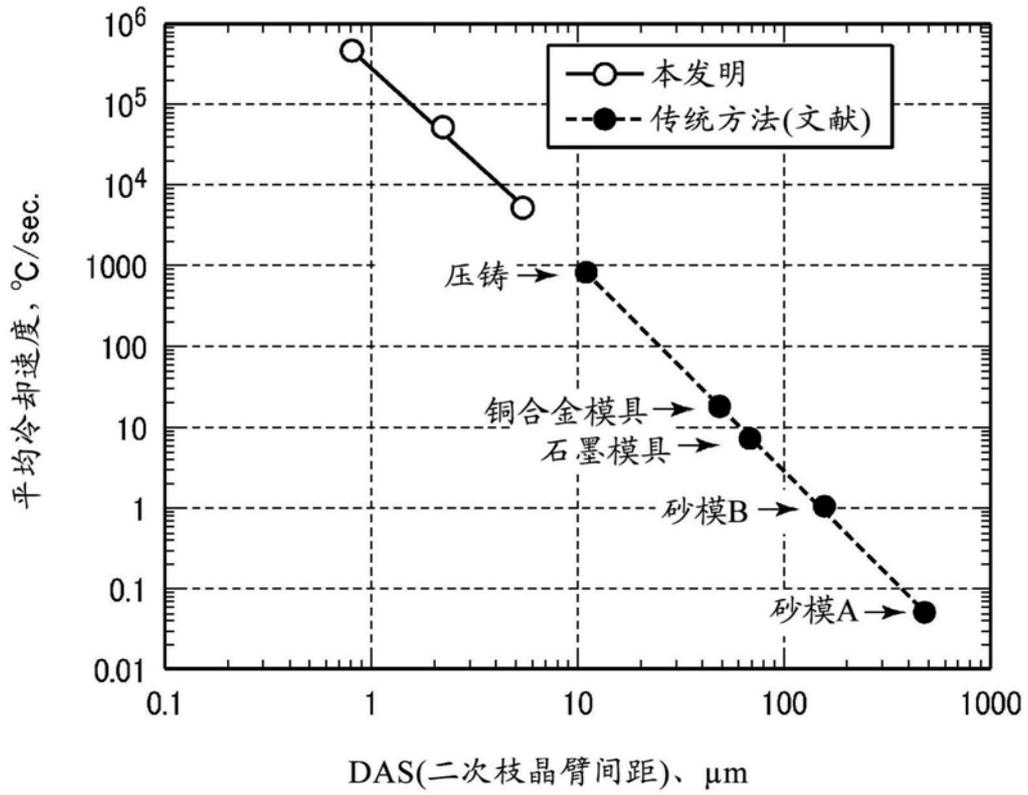


图3

本发明例编号7
DAS = 1.4 μm

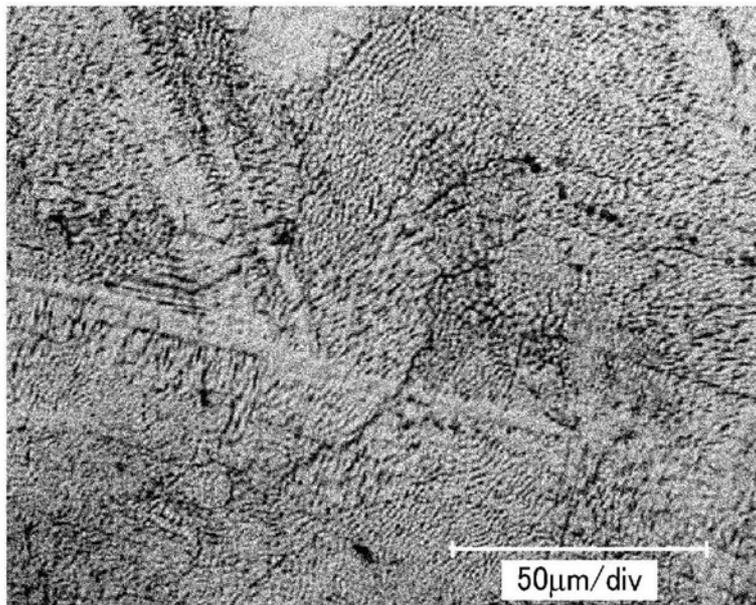


图4

比较例A编号17

DAS = 16 μ m

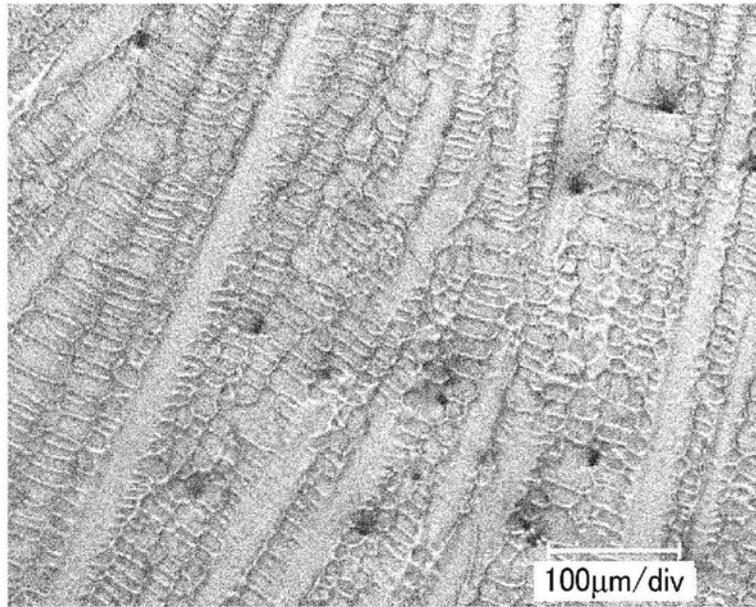


图5

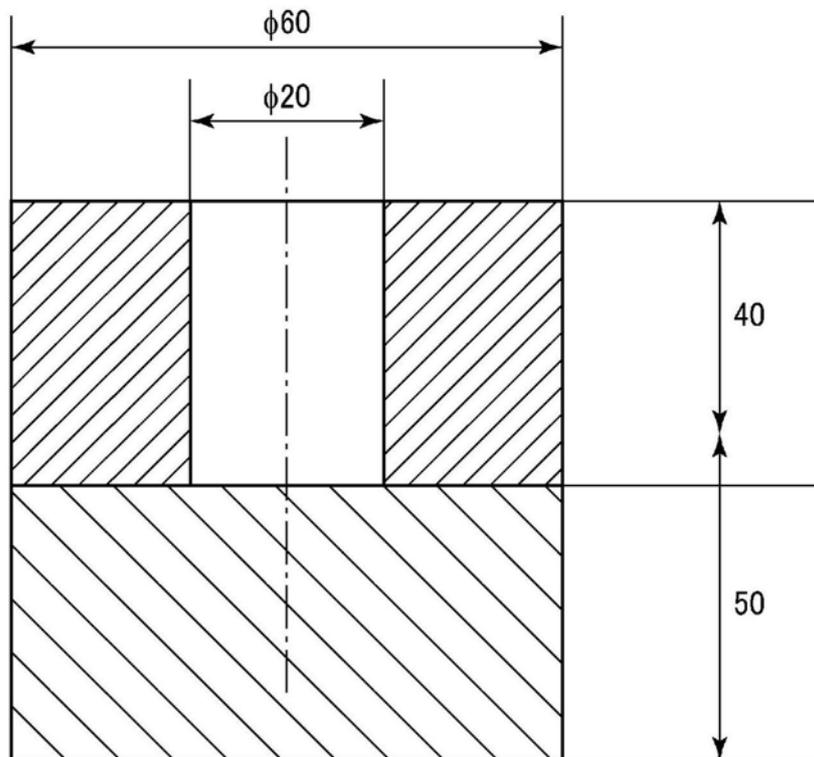


图6