

アルミニウム粉末の焼結現象におよぼす mixing 処理の影響

Effect of Mixing Treatment on Sintering Phenomena of Aluminium Powder

明智 清明*・原 善四郎*

Kiyoaki AKECHI and Zenshiro HARA

1. はじめに

アルミニウム粉末は、粒子表面の酸化皮膜の存在によって、低融点であるにもかかわらず焼結の困難なものの一つである。そのため最近では“溶結法”と称して、融点以上の温度で焼結を行い、液相によって緻密化を促進させつつ、酸化皮膜のスケルトンによって圧粉体形状を保持させることを利用する方法が開発されている¹⁾。

抵抗焼結法は、粉末に電流を通じその抵抗発熱によって瞬時に焼結を行う方法である。アルミニウム粉末の場合には、酸化皮膜の存在によって思うように通電ができず焼結が困難となる。しかし、このアルミニウム粉末を mixing することによって酸化皮膜を部分的に破壊すると、抵抗焼結が可能となることが報告されている²⁾。

本研究では、アルミニウム粉末の mixing の効果が、通常の焼結法（圧縮成形→焼結）によった場合に、どのように影響するかを検討した。

2. 実験方法

アルミニウム粉末は、市販の -150 メッシュの噴霧粉で、そのままでは抵抗焼結が不可能なことが確認されている²⁾ 購入後約 1 年経過したものを使用した。ミキサーは、家庭用ジュースミキサー（負荷中で回転数約 3,600 rpm）を利用した。mixing time は、6 分以上はすべて抵抗焼結が可能となることがわかっている²⁾ ので、0 分、3 分、6 分の 3 段階を選んだ。mixing 処理した粉末を加圧面積 $4 \times 55 \text{ mm}^2$ のダイスに 6 g を装填し、加圧力 0.42, 1.27, 2.54 ton/cm^2 で圧縮成形した。圧粉体の密度を測定後、 $2 \sim 5 \times 10^{-4} \text{ mmHg}$ 真空中 600°C 1 時間焼結を行った。その後、焼結体の密度、抗折力（支点間距離 20 mm, 試片形状長さ 24 mm, 幅 8 mm, 厚さ 4 mm）を求め、破断面の走査型電子顕微鏡観察を行った。

3. 実験結果

圧粉性

図 1 に、圧粉体密度 ρ_p と mixing time の関係を示す。低加圧力 (0.42 ton/cm^2) では mixing time が長い

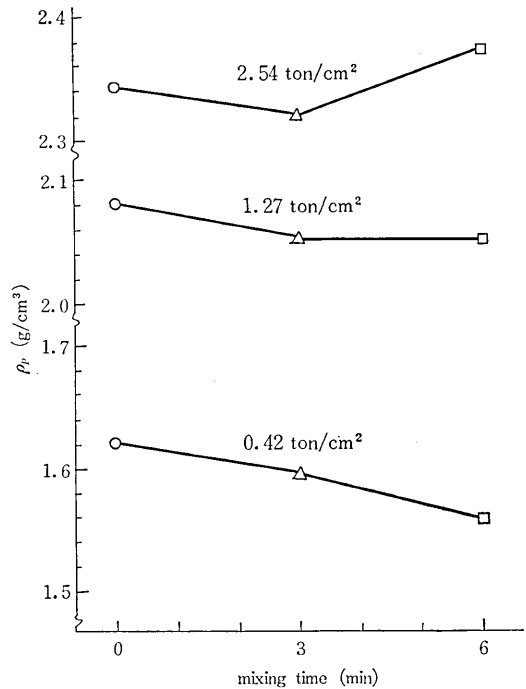


図 1 圧粉体密度と mixing time の関係

表 1 mixing time の粉末特性におよぼす影響

mixing time (分)		0	6
見 掛 密 度 (g/cm^3)		1.03	1.29
流 動 度 ($\text{sec}/50 \text{ g}$)		∞	172
粒 度 分 布	-150+200 メッシュ	4.1	0.0
	-200+250	10.6	4.0
	-250+325	29.0	21.9
	-325	56.3	74.1

と ρ_p は小さく、高加圧力では、mixing time 6 分の ρ_p は大きい。圧粉性と mixing time の関係は、酸化皮膜破壊の度合ではなく、加圧力と、表 1 に示されるような粒径の大小あるいは粒度分布の相異との関連によって、粉末粒子相互間の力の伝達の程度や粒子自体の塑性変形の割合が変化し、粉末粒子の緻密化に影響をおよぼすことによって規定されると考えられる。

抗折力

抗折力と焼結体密度 ρ_s との関係を図 2 に示す。mix-

* 東京大学生産技術研究所 第 4 部

研究速報

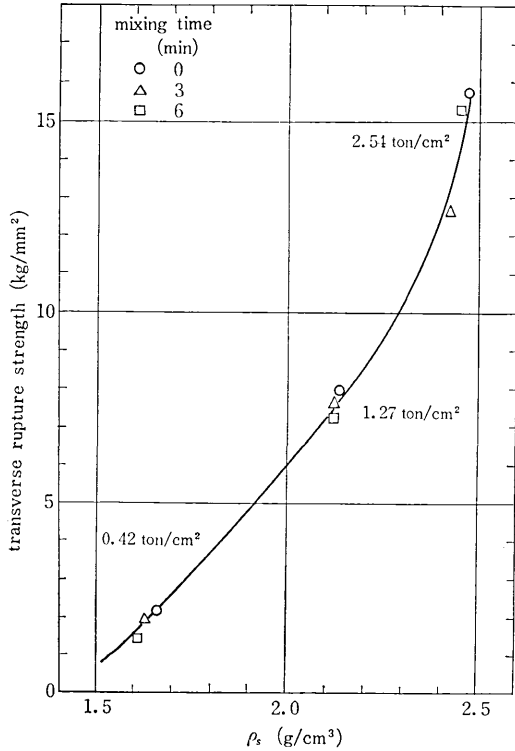


図2 抗折力と焼結体密度の関係

ing の効果は、表1のような粉末の特性に変化をもたらすにもかかわらず、抗折力には反映されず、通常の焼結体の場合と同様、抗折力は焼結体密度によって決まる。

焼結による緻密化現象

焼結による緻密化を検討するために、密度上昇率 $\Delta\rho/\rho_P = (\rho_s - \rho_P)/\rho_P$ 、緻密化係数 (焼結体気孔率/圧粉体気孔率 $= v_s/v_P = \rho_P(\rho_b - \rho_s)/\rho_s(\rho_b - \rho_P)$ 、ただし ρ_b は理論密度) と、 ρ_P との関係を図3にプロットする。図3からわかることを列記すると次のようになる。

1) 本研究の加圧力、即ち、 ρ_P の範囲では焼結によって緻密化が進行し、膨張は起らない。

2) ρ_P が増大するほど v_s/v_P は低下する。これは他の金属粉末に比して著しく異っている。普通の焼結の場合には、焼結進行につれて v_s/v_P は低下し、同一焼結時間で比較すると ρ_P がある臨界の値より低い場合には、 v_s/v_P は ρ_P に関係なく一定になり、臨界値より大きな ρ_P に対しては閉気孔中のガスの膨張等で、 v_s/v_P は一定値より大きくなり、そして、温度が高いほど臨界値の ρ_P は低くなるといわれている²⁾。アルミニウム粉が通常の場合と著しく異っている理由として考えられることは、アルミニウム粉末の場合、粒子が接しているだけでは粒子表面の酸化皮膜が接しており Al-Al 金属結合にもとづく焼結現象とはならないが、加圧力が増大す

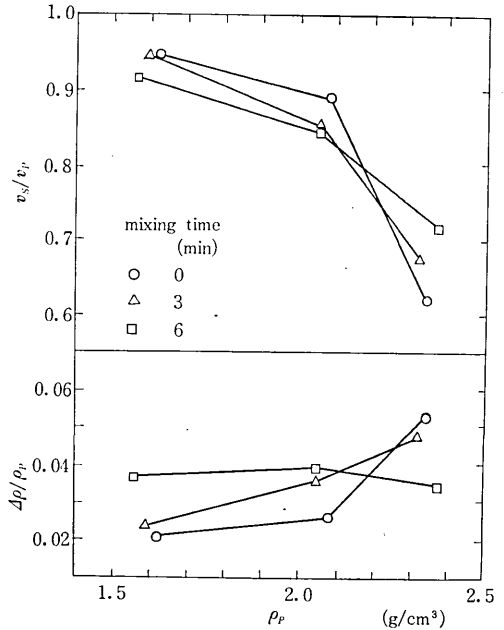


図3 $\Delta\rho/\rho_P, v_s/v_P$ と ρ_P との関係

るにつれ、酸化皮膜の破壊される部分が増大し Al-Al 接触部が増大するために、高加圧力すなわち高 ρ_P ほど焼結による緻密化が大きくなるということである。

3) ρ_P の低い、すなわち加圧力 0.42 ton/cm² の場合には、mixing time の長いものほど緻密化の度合いが大きい。これは、アルミニウム粉末の抵抗焼結現象で確認されている²⁾し、また後述の走査電顕観察 (Photo 3) でも明らかのように、mixing によってすでに粒子表面の酸化皮膜が部分的に破壊され、その部分の接触によって Al-Al 金属結合が低加圧力であっても可能となったために焼結による緻密化が生じたと考えられる。すなわち mixing time 0 分のは加圧力による圧縮過程で生じた酸化皮膜の破壊の程度をあらわしており、mixing time 増大ともなう緻密化の上昇は、mixing 過程での酸化皮膜の破壊の度合をあらわし、緻密化に果す役割が低加圧力の場合には、後者の方が大きいことを示している。

4) ρ_P 増大、すなわち加圧力増大による焼結緻密化の程度は、mixing time の短いものほど大きい。つまり、高加圧力 2.54 ton/cm² では、緻密化の大きさの順は、0.42 ton/cm² とは逆に、mixing time 0 分が最大である。これは、圧縮過程での酸化皮膜の破壊の度合いが、mixing 過程での、それよりも著しく大きいことを示していると考えられる。mixing time 0 分の粉末は、表1に示されるように相対的に粒度が大きいために、同圧粉体密度で比較して、接触面積が大きく、従って酸化皮膜

が破壊される割合も大きいために、焼結緻密化が大きくなると思われる。

走査型電子顕微鏡による観察

mixing による粒子形状変化を Photo 1 に示す。mixing によって粒子の尖端部が丸みを帯び粒子が球状化し、mixing 前に見られる粒子表面のうろこ状の酸化皮膜がなめらかになっている。

Photo 2 に焼結前の圧粉体の破面を示す。

Photo 3 に、低加圧力 (0.42 ton/cm²) で成形された焼結体の破面の mixing による変化を示す。白く光っている部分が Al-Al 結合をしていた焼結部分と思われる。mixing によって、白く光っている部分が増加していることが確認できる。これは、低加圧力で成形された場合の焼結緻密化が、mixing によって影響を受けるという先の記述の裏付けとなる。

Photo 4 に高加圧力 (2.54 ton/cm²) で成形された破

面の一例を示すが、走査電顕による破面観察からは、Photo 3 のような mixing による相違は、1.27, 2.54

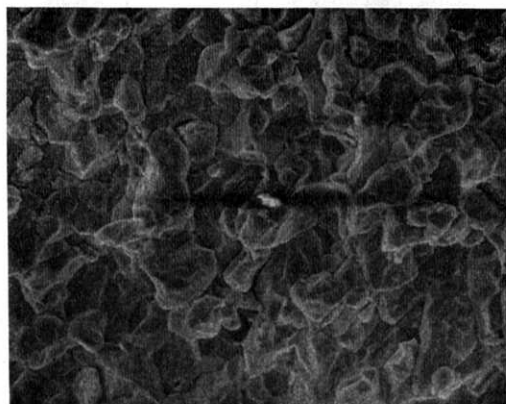
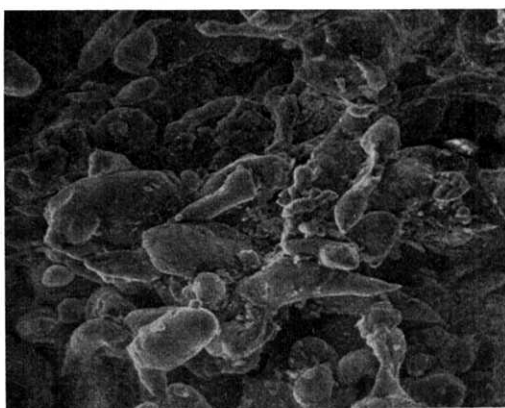
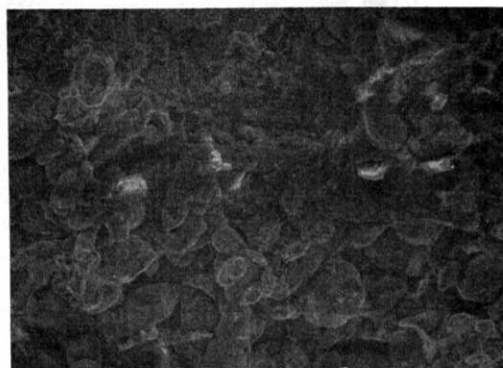


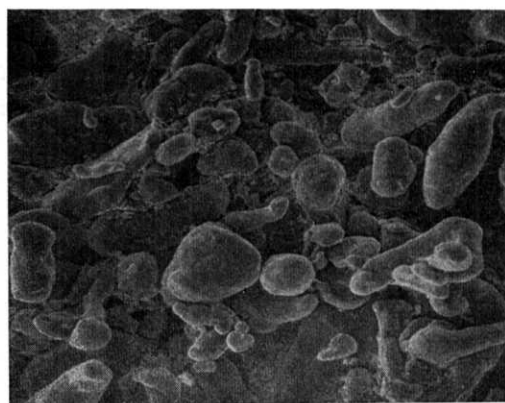
Photo 2 圧粉体の破面 (mixing time 6 分の粉末を 1.27 ton/cm² で加圧成形)



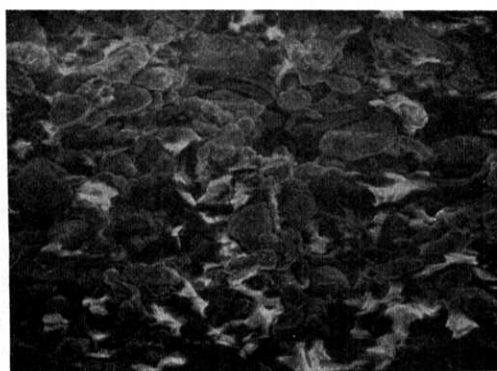
(a) 100 μm



(a) 100 μm



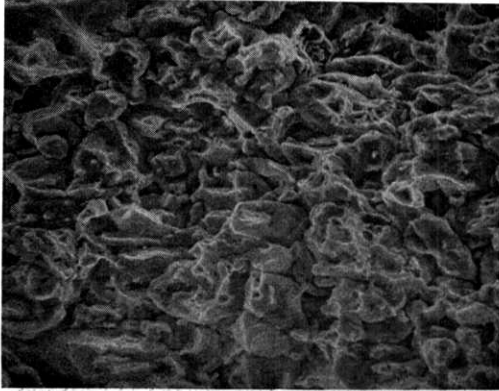
(b) 100 μm



(b) 100 μm

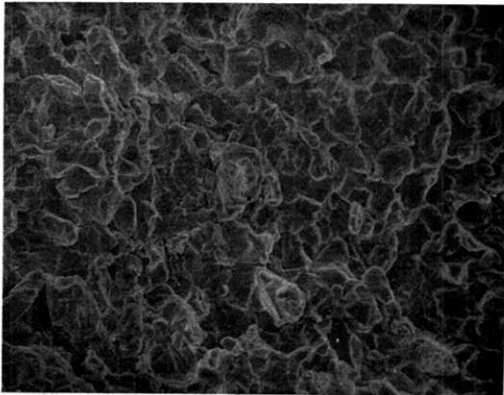
Photo 1 mixing による粒子形状の変化
mixing time: (a) 0 分, (b) 6 分

Photo 3 低加圧力 (0.42 ton/cm²) で成形された焼結の破面
mixing time: (a) 0 分, (b) 6 分



100 μ

Photo 4 高加圧力 (2.54 ton/cm²) で成形された焼結体の破面 (mixing time: 6分)



100 μ

Photo 5 抵抗焼結体の破面の一例 (mixing time 6分, 加圧力 1.27 ton/cm², 通電入力 4,000 kW)

ton/cm² のいずれの場合にも確認できなかった。これは、加圧力が增大すると加圧成形過程での酸化皮膜の破壊が mixing 過程でのそれを上まわるために mixing の影響はなくなるという前述の考察を支持するものである。

抵抗焼結体との比較

抵抗焼結体の破面の一例を Photo 5 に示す。抵抗焼結法は hot press と類似した方法であり、加熱中に圧力を加え、しかも短時間 (数秒) で全過程が行われる。そのために、抵抗焼結体の場合には、普通の焼結体のような局部的接触部のネック成長 (Photo 4) はおこらず、通

電加熱中にアルミニウム粒子が塑性変形しそれによって粒子界面で接合し密度が上昇するものと考えられる。従って Photo 5 の例のような入力 ($\sim 4,000$ kW) では、粒子表面の酸化皮膜の絶縁破壊はそれほどおこらず、粒子表面に酸化皮膜を有したままで、mixing によって生じている若干の酸化皮膜破壊部分に沿って通電が可能となって抵抗焼結が進行し、それによって個々の粒子温度が上昇し、加えられている圧力によって塑性変形するといえよう。この場合には、抵抗焼結体破面 (Photo 5) は、圧粉体破面 (Photo 2) と似ており、粒子界面に沿って破断しているが、粒子界面がどの程度 Al-Al 金属結合しているかは、破面観察からは確定できない。

抵抗焼結は、通常の焼結とその焼結機構が全く異なるために、焼結体の性質を比較することは簡単にはいれないが、参考として挙げておくと、同じ mixing time 6 分間処理された粉末で、同加圧力 (1.27 ton/cm²) では、抵抗焼結体の密度は 2.6 \sim 2.7 g/cm³、抗折力は ~ 14 kg/mm² であり、通常焼結は 2.1 g/cm³、7.3 kg/mm² であった。密度が高い割に抗折力がそれほど良好でないことが注目される (図 2 参照)。

4. おわりに

mixing 処理したアルミニウム粉末を圧縮成形後真空焼結した時の、焼結現象におよぼす mixing 処理の影響について検討した。実験結果から次のことがいえる。

(1) 通常の焼結においても mixing 処理の影響があらわれる。低加圧力の場合には、mixing 処理による酸化皮膜破壊部分の存在のために、mixing time の長いものが焼結緻密化は大きい。高加圧力では、mixing 処理の影響はうすれ、加圧成形過程での酸化皮膜破壊の影響が顕著になり、かえって mixing 処理していないものの方が焼結緻密化が大きい。

(2) 粉末粒子表面に酸化皮膜が存在しているために、アルミニウムの場合、他の金属の焼結過程と異なり、加圧力増大によって緻密化が促進され v_s/v_p は低下する。(以上)

(1974年9月3日受理)

参考文献

- 1) 平井, 高橋, 有田, 浅田: 粉体粉末冶金協会昭和 48 年度秋季大会講演概要集, 35, (1973)
- 2) 原, 坂井: 粉体粉末冶金協会昭和 49 年度春季大会講演概要集, 48, (1974)
- 3) Ivensen: Poroshkovaya Metallurgiya, No. 4, 20, (1970)