

# 抵抗焼結による Fe-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金の製造

Preparation of Fe-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Alloy by Resistance Sintering

坂井 徹郎\*・原 善四郎\*

Tetsuo SAKAI and Zenshiro HARA

## 目 的

筆者らは、先に機械的混合法によって Fe-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 系の分散型合金を抵抗焼結する場合に、粉末の混合時間が得られる焼結体の諸性質に顕著な影響をおよぼすことを指摘した<sup>1)</sup>。今回は、上記の影響をさらに詳しく調べるため、二三の実験を行なったので、その結果について報告する。

## 実 験 方 法

粉末の混合時間が焼結条件や得られた焼結体の性質におよぼす影響を調べるため、0.5 $\mu$  の  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> と -350

メッシュの電解鉄粉とを、ボールミル中で1~24時間の混合時間の範囲内で2時間毎に混合時間を变化させて、それぞれ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が8および12wt% になるように両粉末を混合した。また、混合 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 粉の特性による影響を調べるために、平均粒子径 3~4 $\mu$  のカーボニル鉄粉と三種の粒度および二種の結晶形の  $\gamma$ (0.05 $\mu$ )、 $\alpha$ (0.5 $\mu$ )、 $\alpha$ (2 $\mu$ )-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (X線回折写真を図1に示した)とを、それぞれ 4, 6, 8 および 12wt% になるように1時間混合を行なった。上記の混合粉をそれぞれ 500°C, 30分

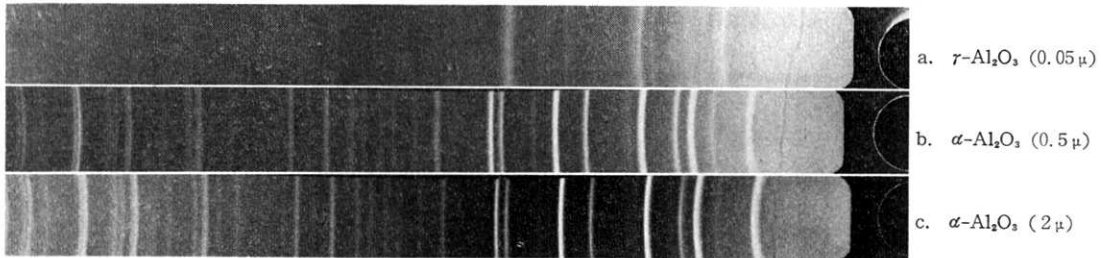


図1 試料アルミナ粉のX線回折写真

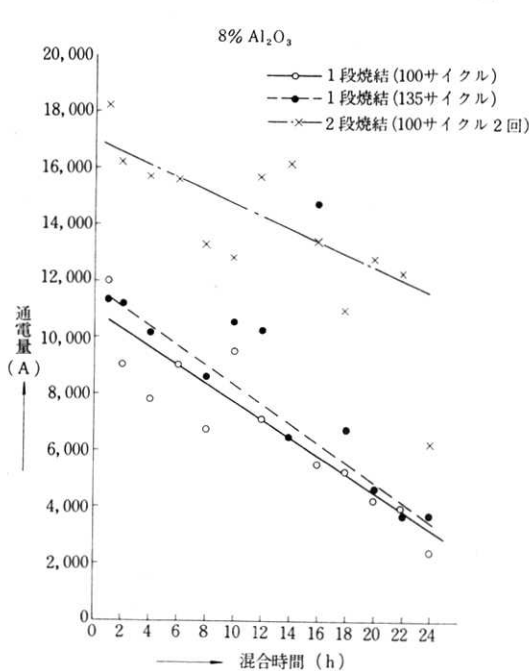


図2 混合時間が通電性におよぼす影響 (8wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

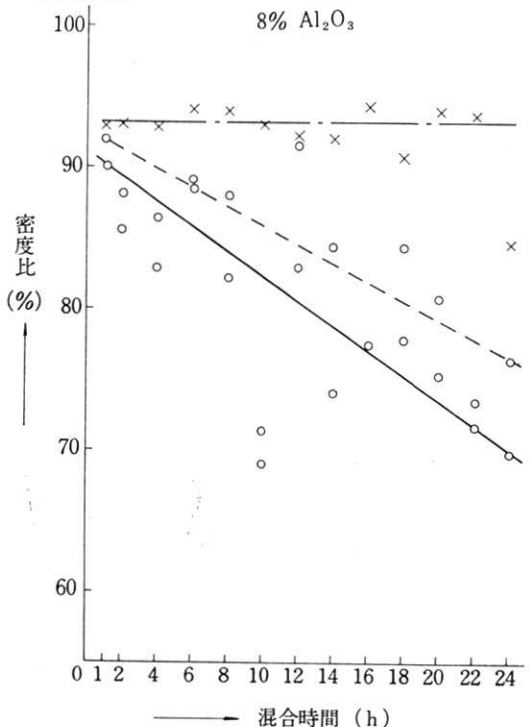


図3 混合時間が焼結体の密度比におよぼす影響(8wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

\* 東京大学生産技術研究所 第4部

水素還元を行なったのち、その 26 g を雲母箔を内張りしたダイス(型穴寸法 55×4 mm)内に装入し、これを抵抗焼結機にかけた。電解鉄粉のときは、加圧力 1.6 t/cm<sup>2</sup> の下で通電時間 100, 135 サイクルの一段焼結および各 100 サイクルの二段焼結の場合とについて、各種混合時間の混合粉に対して通電量および得られた焼結体の密度比を求めた。カーボニル鉄粉のときは、加圧力 1.6 t/cm<sup>2</sup> の下で通電時間を 130 サイクルとして一段焼結し、三種の粒度および二種の結晶形の Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> との混合粉について、抵抗焼結の可能性を判定した。

実 験 結 果

(A) 混合時間による影響

電解鉄粉とアルミナ粉の混合時間が、抵抗焼結時の通電量と得られた焼結体の密度比におよぼす影響を調べた結果を図 2~3 に示した。これらの図によれば、8 wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> では、一段および二段焼結法ともに、粉末の混合時間が長くなるに従って、通電量と焼結体の密度比は減少している。図 4 の 12 wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> でも上記と同様の傾向を示すが、この場合には混合時間が 10 時間以上になると、通電が困難となる。

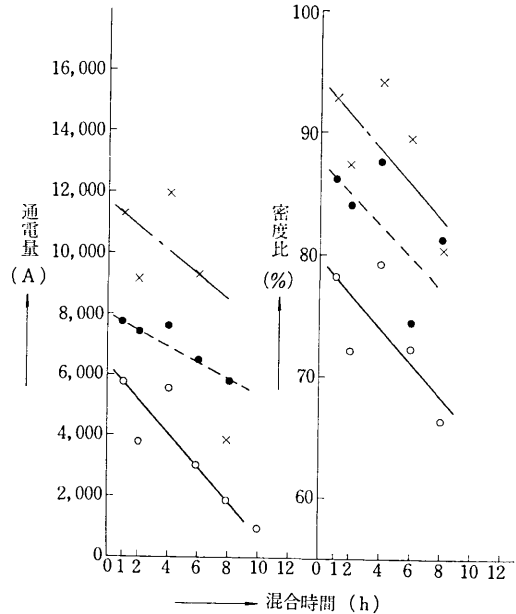
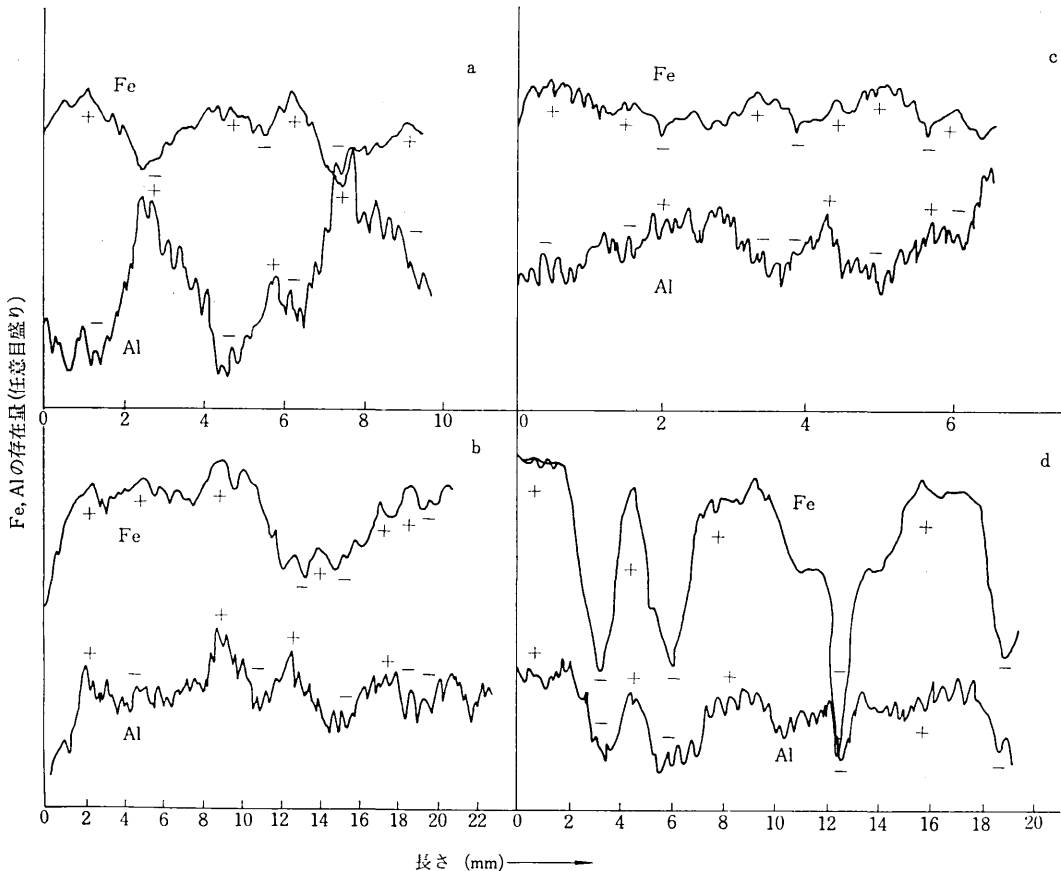


図4 混合時間が通電性および焼結体の密度比におよぼす影響 (12 wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)



a. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 12wt%, 混合1時間 b. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 12wt%, 混合8時間 c. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 8wt%, 混合1時間 d. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 8wt%, 混合12時間  
 図5 Fe-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 合金中の Fe, Al の分布 (X 線マイクロアナライザによる)



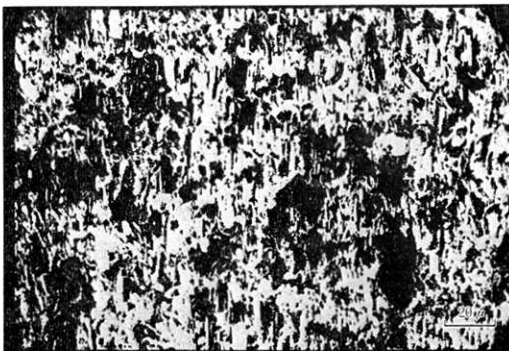
(a)



(b)

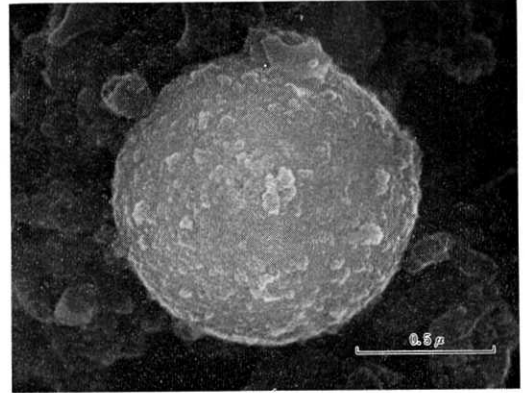


(c)

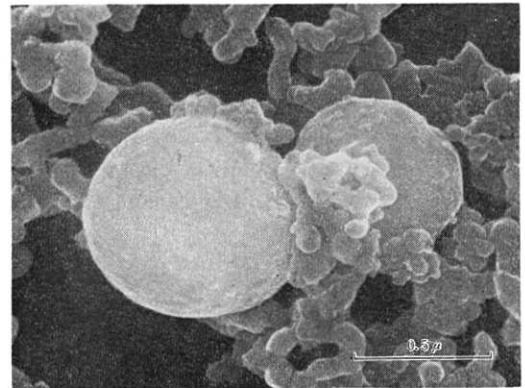


(d)

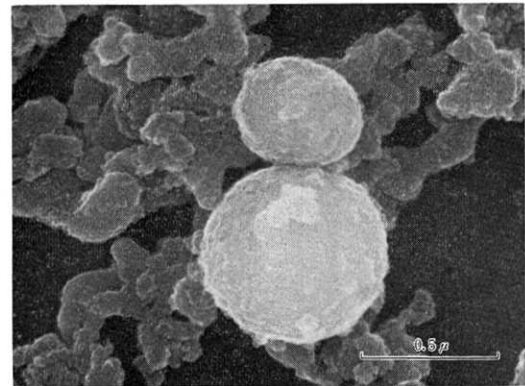
写真1 焼結体の光学顕微鏡写真  
(a, b, c, d の各試料は図5の場合と同じ)



a.  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 0.05 $\mu$



b,  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 0.5 $\mu$



c,  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , 2 $\mu$

写真2 カーボニル鉄粉 (球形粒子), アルミナ粉 (8 wt%)  
混合試料 (混合時間 1 時間) の走査電顕写真

混合中の鉄粉, アルミナ粉の存在状態の変化を検討するため, 焼結体についてX線マイクロアナライザによる元素分析を行ない, その結果を図5に示した. 混合時間1時間の場合,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  含量 8 wt%, 12 wt% の両者とも, Fe と Al の存在ピークが互に反対の傾向を示している. 混合時間8時間では, Fe と Al の存在ピークの中に一致の傾向を示すものがあり, 混合時間 12 時間の場

研究速報

合は Fe と Al の存在ピークはほとんどすべて一致している。このことは混合中にアルミナ粒子が粉碎されて、鉄粒子の周囲に付着することを想像させる。

前項と同じ目的で焼結体の光学顕微鏡組織を調べた。写真 1 にその写真を示した。いずれも試料の幅方向中央断面である。これらの写真によれば、混合時間が長いほど、電解鉄粉の粒度が微細化し、電解鉄粉粒子の周囲に黒色部が増加し、かつ粗大化している。黒色部は  $Al_2O_3$  および空孔であり、これらの存在が抵抗焼結のさいの通電を妨げるものと考えられる。

(B)  $Al_2O_3$  粉末の特性による影響

$Al_2O_3$  粉末の結晶形、粒度、含量の抵抗焼結の可能性に与える影響を調べた結果を表 1 に示した。これによれば、焼結可能な  $Al_2O_3$  含量は、実施した焼結条件(極間電圧 3~4.5 V)の下では、 $\alpha-Al_2O_3$  (0.5 $\mu$ ) が 6 wt % のときであった。この場合における良好な導電性の原因を調べるために、カーボニル鉄粉と、前述の三種の  $Al_2O_3$  粉をそれぞれ 8 wt % づつ混合した試料(混合時間 1 時間)について、走査形電顕観察を行なった。その結果を写真 2 に示した。写真中の白色球形粒子はカーボニル鉄粉である。写真 b では、カーボニル鉄粉粒子の表面は平滑で、写真 a、c では表面に  $Al_2O_3$  粒子が付着していることが観察される。表 1 に示したように、カーボニル鉄粉に対して  $\alpha-Al_2O_3$  (0.5 $\mu$ ) を混合したときが、 $\gamma-Al_2O_3$  (0.05 $\mu$ ) および  $\alpha-Al_2O_3$  (2 $\mu$ ) を混合したときにくらべて導電性がよいことは、カーボニル鉄粉表面へのアルミナ粒子の付着の有無によって説明ができていそうである。

$Al_2O_3$  の分散性に影響をおよぼす因子としては、多くの因子が考えられる。Schmid<sup>23)</sup>らは、 $Al_2O_3$  粉末の粒度が微細化すれば、 $Al_2O_3$  粉末の付着凝集力が増大すると報告しているが、これ以外に本法の如き機械的混合法では、使用する混合機の種類、粉体の混合時間による帯

表 1 カーボニル鉄粉と  $Al_2O_3$  粉の結晶形、粒度および含量による通電性

$Al_2O_3$ の結晶形と粒度 $Al_2O_3$ 含量 wt(%)	$\gamma-Al_2O_3$ (0.05 $\mu$ )	$\alpha-Al_2O_3$ (0.5 $\mu$ )	$\alpha-Al_2O_3$ (2 $\mu$ )
12	×	△	×
8	×	△	×
6	×	○	×
4	×		△

○: 焼結可能。  
△: 電流わずか流れる。  
×: 通電せず。

電量や発熱量の増大<sup>4)</sup>、粉体の混合時間による粒形や粒度の変化、粉末の混合ふん囲気および混合速度、微粉  $Al_2O_3$  の結晶形による粒形、表面活性<sup>5)</sup>、脆性および誘電率などの相違、混合する相対的金属粉の種類、微粉  $Al_2O_3$  の粉碎による結晶形の変化などの多くの要因が、微粉  $Al_2O_3$  粉末の付着や凝集に寄与しているものと考えられる。

謝 意

本研究の遂行に当り、本研究所の本間研究室、日本電子(株)並びに島津製作所(株)の方々のご協力を得た。ここに記して深甚なる謝意を表するものであります。

(1971 年 12 月 24 日受理)

参 考 文 献

- 1) 坂井, 原: 抵抗焼結による Fe- $Al_2O_3$  合金の特性, 粉体および粉末冶金協会, 昭和 45 年度秋季大会講演概要集, p. 52
- 2) Patat, F., W. Schmid: Chemie. Ing. Techn., 32, 8 (1960)
- 3) 粉体工学ハンドブック: p. 135
- 4) L. J. Bonis, N. J. Grant, Trans. AIME, (1960), 218, 877
- 5) 斎藤, 品田, 永洞: ガスクロマトグラフィーによる  $Al_2O_3$  微粉体の表面活性, 粉体および粉末冶金協会, 昭和 46 年度春季大会講演概要集, p. 100
- 6) 坂井, 原: 抵抗焼結法による分散型合金の製造, 粉体および粉末冶金協会, 昭和 46 年度春季大会講演概要集, p. 12

