

# 瞬間抵抗焼結法の研究

坂井 徹郎・板橋 正雄・原 善四郎

数秒の処理で高密度の金属粉焼結体を得られる瞬間抵抗焼結法について、焼結過程に起こる諸現象を基礎的に調べ、その処理を連続化して長尺焼結体を得る可能性も検討した。

## 1. は し が き

工業的に実用されている粉末冶金法では、金属粉を常温で圧縮成形して圧粉体をつくり、これを適当なふん囲気の炉で焼結する、という操作を行なうのがふつうである。この方法では融点の高い金属では十分な密度の焼結体を得られない場合が多く、高密度製品を得る目的で金属粉の圧縮成形と加熱を同時に行なうホット・プレス法も一部には採用されている。この方法ではふつう成形用のプレス工具も加熱されるため、工具材料の高温強度の点で圧力および加熱温度に制限があり、また金属粉の酸化防止を考慮に入れた工業的装置の設計が困難であるため、鉄鋼機械部品の生産というところまで一般化されていない。これに対してプレス工具を常温に保ち、加圧中の金属粉だけに直接通電して抵抗発熱による加熱を行なうことも可能で、これがいわゆる抵抗焼結法である。このさい通電電流を大きくとれば、秒単位の時間内で焼結が可能となるから、瞬間抵抗焼結法と呼ぶこともできる<sup>1),2),8)</sup>。

この抵抗焼結法のアイデアは古くから現われていて、1933年には、G. F. Taylor<sup>3)</sup>が、セラミック製絶縁管中に金属粉を満たし、上下パンチから通電焼結して、超硬合金を製造する方法の特許を得ており、1940年には、W. D. Jones<sup>4)</sup>がこの方法に抵抗溶接機を利用することを提案している。その後もいくつかの特許が出ているが<sup>5), 6)</sup>、近年、F. V. Lenel<sup>7)</sup>はアメリカ海軍からの委託研究で、この方法の基本的特徴や工業的応用の可能性について広範な実験を行ない、その結果を1955年に発表した。

著者らは、この方法がプレス工具を加熱しないで済む点でホット・プレス法の制限を解いて高密度焼結体を得る可能性があること、瞬間的短時間の焼結であるため高能率生産が期待でき、かつ焼結体の酸化のおそれが少なく、装置の工業化が容易、などの理由から、この方法がホット・プレス法の工業的実用化の道を開く可能性があるとして評価して、1956年ころからLenelの方法の追試からはじめて研究に着手した。はじめ金属粉としてホット・プレス法が効果をあげることが期待される耐熱合金の一種であるNi-Cr合金をとりあげて若干の実験を行なったが<sup>9),10),11),12)</sup>、抵抗焼結法の諸現象を解明するには単

体の金属粉についての実験を行なう必要があることを感じて鉄粉単体の場合について実験を行ない<sup>13),14),15),16)</sup>、さらにこの方法を拡張して長尺焼結体を得るための半連続化の実験を行なった<sup>17)</sup>。

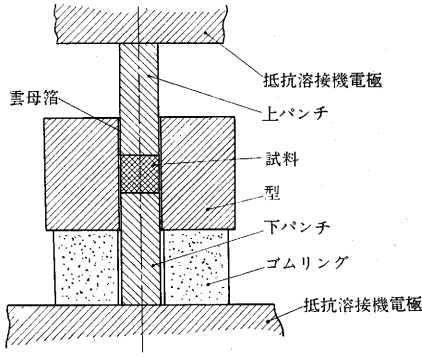
抵抗焼結に伴う諸現象を解明する面でも、その工業的応用の可能性を追求する面でも、研究の進展は不十分であるが、今日まで得られた結果をとりまとめて紹介する。

## 2. 実験装置

著者らがこの方法について研究を開始した当時に使用した装置は、空気加圧式の加圧力1.2 ton、最大電流15,000 A、極間電圧6 Vの抵抗焼結機(第1号機)であった。Ni-Cr合金についての実験はこの装置によって行なったが、焼結体の引張試験片を得るためにはこの装置では、加圧力および電流の容量が不足していることが判明したので、加圧力3 ton、最大電流20,000 Aの装置を試作し、これに通電シーケンス制御回路を付加して、鉄粉の焼結実験に使用した(第2号機)。半連続化の実験においては、この溶接機を基本とし、これにダイス移送装置を付設して実験を行なった。

抵抗焼結法では、プレス工具内で金属粉をダイスから絶縁する絶縁材料が重要であり、Lenelは上記の実験にステアタイトを用いているが、このセラミック材料は金属粉に通電して焼結後、焼結体に固着するため、実験のたびにいちいち破壊しなければ試料をとり出すことができない。著者らはこの絶縁材料として雲母箔を使用したところ、好結果が得られた。雲母箔は焼結中の温度上昇によって金属粉と接する層は変質するが、全体としては絶縁性を保ち、焼結後は焼結体から容易に剝離することができ、薄い箔として使用するため価格も安価である。円柱形試料を抵抗焼結するときのプレス工具の構成は、図・1のとおりである。この方法で焼結後、パンチおよび焼結体を容易にダイスから抜きとることができる。角柱形試料のときはダイスを割り型とし、その内面へ雲母箔を接着して用いた。

プレス工具の材料として、ダイスには銅、パンチにはクロム銅を用いた。前者は電流誘導損を少なくするためであり、後者は電流を伝えるとともに焼結体からの熱伝導で一部が高温になることを考慮して用いた。



図・1 円柱形試料抵抗焼結用のプレス工具

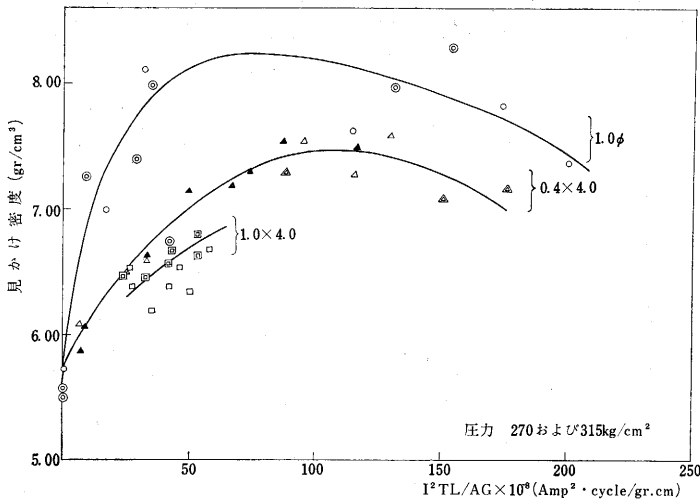
3. Ni 80-Cr 20 合金の抵抗焼結実験

実験のねらいは、第1号機のような抵抗焼結機で果たして金属粉の高密度焼結を行なうことができるか、焼結にはどの程度の圧力、入力が必要か、などのあらましの見当をつけることであった。

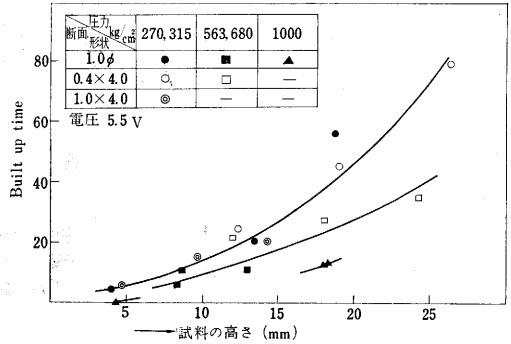
市販の電解 Ni 粉と Cr 粉を混合して予備成型したものを、図・1の工具に挿入し、上下のパンチで加圧しつつ通電してみた。このとき通電波形をペン書きオシロで観察したところ、電圧印加後、10 数サイクルにわたって、電流がほとんど流れず、ついで加速度的に電流が増大し飽和にいたることがみとめられた。電流が増大しないうちに、電流を切った試料では焼結がほとんど進行していないが、電流増大後の試料は焼結がすすみ密度が上昇している。雲母箔の絶縁効果は良好である。それでこの装置によって焼結実験を行なうことが明らかになったので、電流値急増 (built up) の現象、入力と焼結体の密度や組織の関係について調べることとした。

(1) built up の現象

電圧印加後、電流値が急増するまでの時間 (built up time) がどんな因子に支配されるかを明らかにするため、



図・3 抵抗焼結体密度におよぼす入力、圧力の影響 (1)



図・2 built up time に及ぼす試料の高さの影響

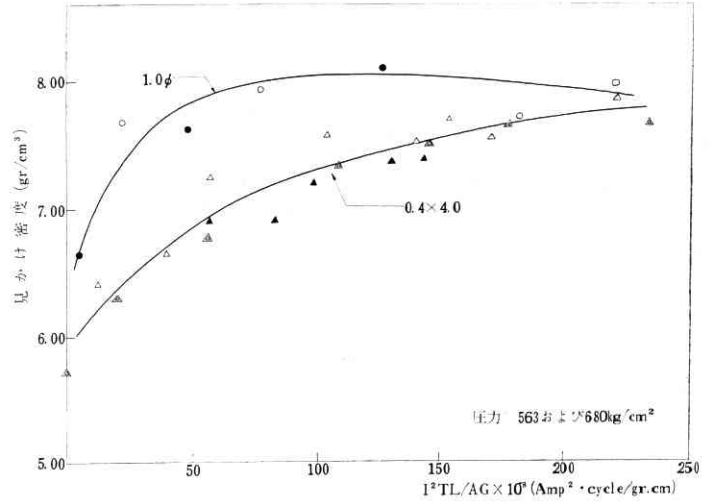
円柱形、角柱形などの各種形状の場合について、粉末重量、印加電圧、加圧力などの条件をいろいろに変えて通電実験を行なった。その結果、built up time は試料の断面の形状や面積には依存せず、その高さに支配され、試料高さが大きいほど長くなる。また極間電圧、および圧力が大きいほど、短いことが明らかになった(図・2)。予備成形体を水素中で仮焼結(300°C,あるいは600°C,30分)した試料に通電すると、電圧印加と同時に相当量の電流が流れ、built up time は短い。このように built up time が試料の高さによって支配されることから、通電開始後、試料の電極に接する上下面から試料内に電導層がしだいに成長してゆき、その両層が試料中央部で合着したとき電流が急増するという機構が想定され、そのさい印加電圧が大きく、圧力が大きいほど電導層の成長速度が大きいと考えれば合理的である。Ni-Cr 混合粉でこの現象が表われ、予備還元によって built up time が短縮することは、Cr 粒子表面の酸化膜が電導性を害しているためと考えられる。加圧と印加電圧によって、この酸化膜の絶縁破壊が生じて、電導層が成長するのであろう。

(2) 焼結体の密度上昇

円柱状、角柱状など各種形状の試料について、試料、通電時間をいろいろ変えて通電焼結を行ない、得られた焼結体の密度を測定して、焼結体密度に及ぼす因子を検討した。焼結体を密度と試料焼結体あたりの入力との関係にまとめてみると\*、プロットは試料の重量にかかわらず、各試料断面についてそれぞれ一定の曲線となる(図・3,図・4)。入力値の小さいときは、圧力の大小は密度の変化にあまり影響しないが、入力値が大きくなると、圧力が小さいとき密度低下が見られるのに反して(図・3)、圧力が大きいときは密度低下があまりみとめられない(図・4)。また試料断面が大きいほど、密度は低い。(\* 通電中に試料の比抵抗および電流値は変動するが、これらを

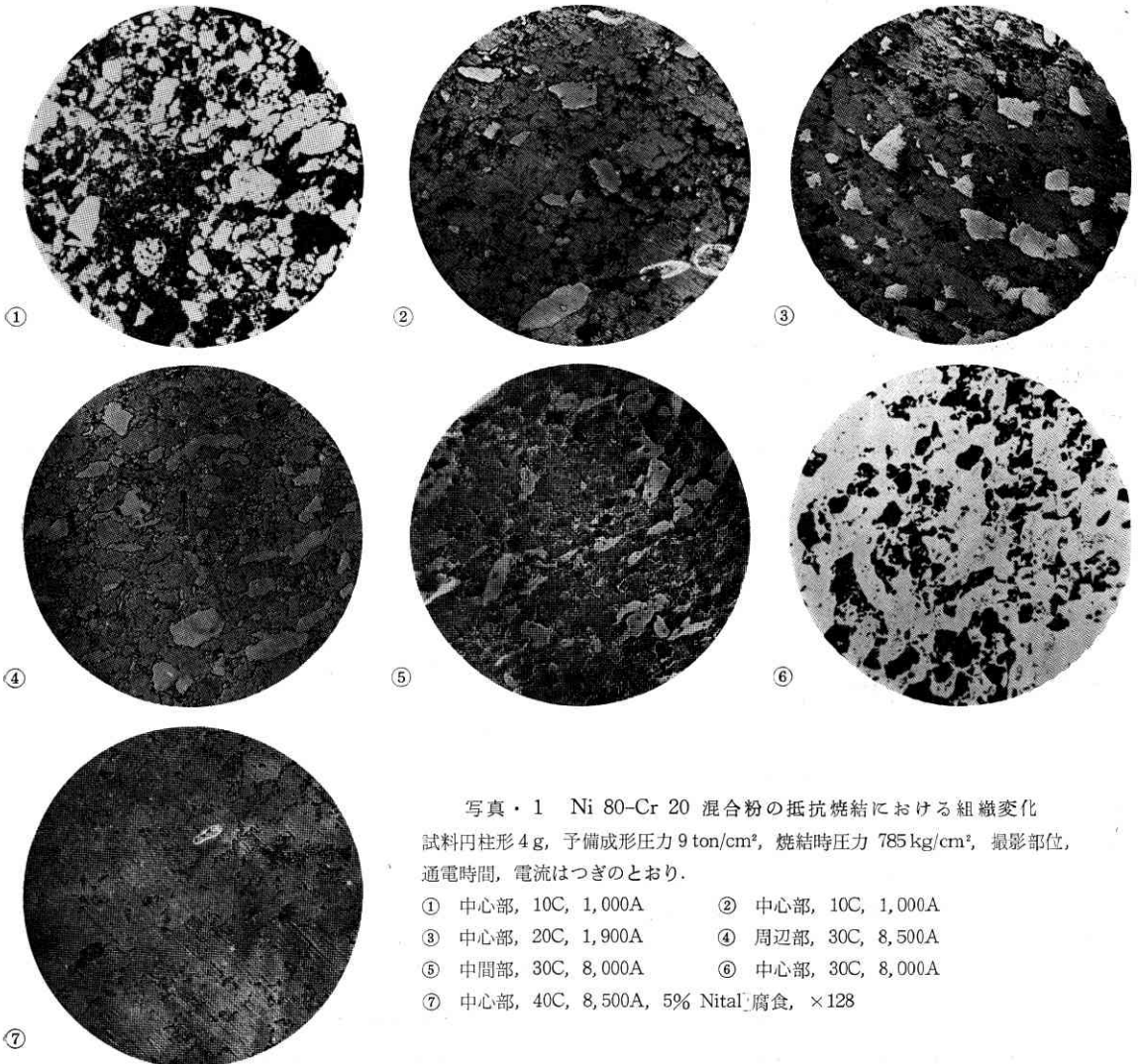
一定と仮定すれば、単位重量あたりの入力を  $I^2TL/AG$  で比較できる。ここで  $I$ : 有効電流,  $T$ : 通電サイクル数,  $L$ : 試料高さ,  $A$ : 試料断面積,  $G$ : 試料重量.  $I$  は電流, サイクルの積分値を有効サイクル数で除した概略値).

このように焼結体の密度が試料単位重量あたりの入力に支配されることは、入力が大きいほど試料温度が上がり、焼結の進行が早くなることから当然期待される場所である。試料断面積が大きいときは、パンチへの伝熱量が増し、温度上昇が十分でないため密度が上がらないのであろう。圧力の影響については組織の観察結果とも対照して、圧力が低いときは焼結体の抵抗分布が不均一で局部的に溶融およびそれともなう収縮孔発生があるため、入力の大きいとき密度低下



図・4 抵抗焼結体密度に及ぼす入力、圧力の影響 (2)

を生ずるものと考えられる。



写真・1 Ni 80-Cr 20 混合粉の抵抗焼結における組織変化  
試料円柱形 4 g, 予備成形圧力 9 ton/cm<sup>2</sup>, 焼結時圧力 785 kg/cm<sup>2</sup>, 撮影部位, 通電時間, 電流はつぎのとおり.

- ① 中心部, 10C, 1,000A
- ② 中心部, 10C, 1,000A
- ③ 中心部, 20C, 1,900A
- ④ 周辺部, 30C, 8,500A
- ⑤ 中間部, 30C, 8,000A
- ⑥ 中心部, 30C, 8,000A
- ⑦ 中心部, 40C, 8,500A, 5% Nital 腐食, ×128

(3) 焼結体の組織

焼結体の密度と同様に組織も入力（電圧・電流）の大小に左右される。入力（電圧・電流）が大きい試料は、中心に溶融部、その周囲に焼結層が、さらにその外層に未焼結層が観察される。顕微鏡組織は、通電時間の増加とともに、(1) 2種粒子混合物からの気孔の消失、(2) Cr 粒子周辺における共晶液相の生成と、その粒子間への含浸、(3) Cr-Ni 粒子間の相互拡散、(4) 溶融と均一合金化、という段階で変化する（写真・1）。この組織変化を支配するおもな因子は試料重量あたりの入力であるが、予備成形加圧、予備焼結、焼結時の加圧はそれぞれ組織変化を促進する。

(4) Ni-Cr 混合粉焼結実験のまとめ

以上の実験で、直径 10 mm の円柱形試料では加圧力 1.2 ton の溶接機でも Ni-Cr 合金の理論密度に近い焼結体を得られたが、焼結体の機械的性質、とくに引張強さを調べるに足りる寸法の試料では十分な密度の焼結体を得られなかった。一方、Ni-Cr 混合粉では電流の built up という特異な現象もあり、条件をさらに単純化した実験を行なう必要があると考えられた。そこで加圧力の大きい抵抗焼結機（第2号機）を試作し、鉄粉を用いて抵抗焼結の基礎的諸問題を検討することとした。

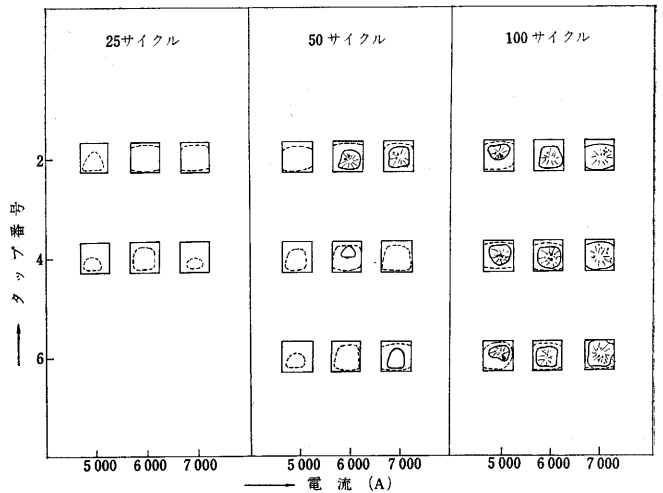
4. 鉄粉の抵抗焼結実験

実験はまず鉄粉の場合について built up 現象の有無および入力（電圧・電流）の大小による密度、組織変化の一般的傾向を調べ、ついでこれに及ぼす鉄粉の種類、粒度、粒度分布などの原料条件の影響、また電圧、圧力、パンチ速度などの焼結条件の影響を調べることによって焼結機構を解明する手掛りを求めた。また実用的見地から各種要因の焼結体の機械的性質、とくに引張強さに及ぼす影響を調べた。

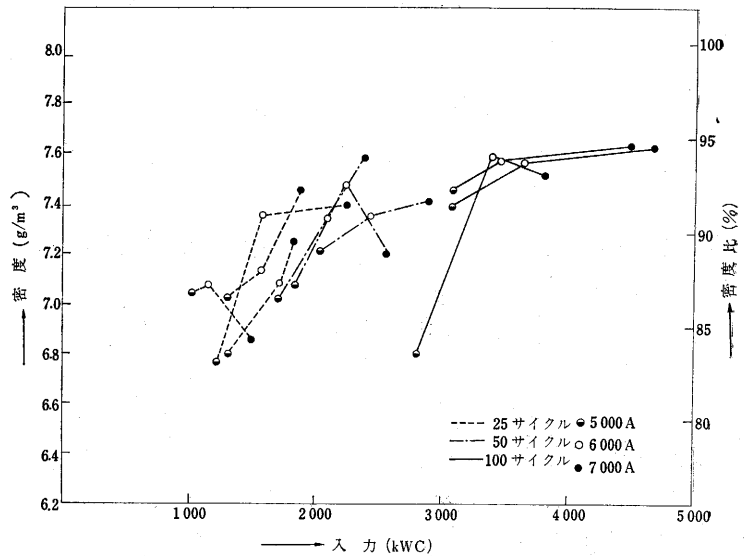
(1) 入力と密度、組織変化の関係

粒度 -100+150 メッシュの電解鉄粉 7g を、圧力 2 ton/cm<sup>2</sup> の下で印加電圧、電流、通電時間をいろいろに変えて円柱形に焼結した場合の焼結体のマクロ組織と焼結条件との関係、および焼結体密度と入力（電圧・電流）の関係をそれぞれ図・5、図・6に示した。鉄粉の焼結では Ni-Cr 混合粉の場合とことなり、電流の built up 現象は認められない。

図・5で太線は試料外形、点線から内部は焼結部、実線で囲んだ部分は溶融部を示している。極端電圧が高く、通電時間が長い場合は、試料中央に溶融が生じている。



図・5 鉄粉抵抗焼結体のマクロ組織  
試料円柱形 7g, 圧力 2 ton/cm<sup>2</sup>



図・6 鉄粉抵抗焼結体の密度と入力（電圧）の関係  
試料円柱形 7g, 圧力 2 ton/cm<sup>2</sup>

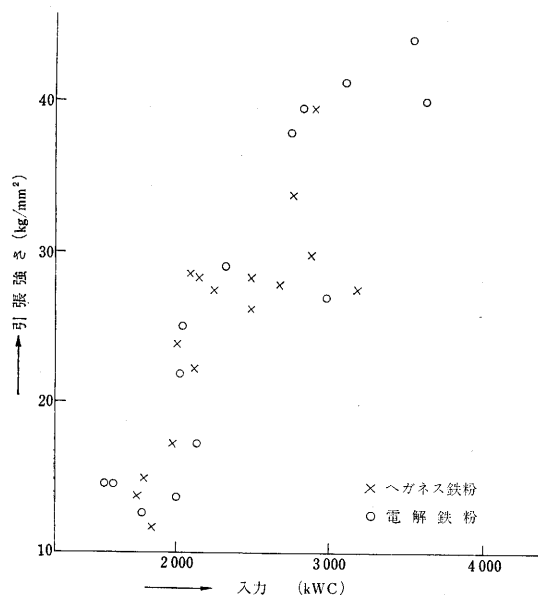
図・5でタップ番号が小さいほど電圧が高い。たとえば25サイクルのとき、タップ番号2, 4, 6の順に電圧はそれぞれ10, 8, 7V。この溶融部（ナゲット）の中には金属鉄とマグネタイトの共析組織からなる黒色斑点も観察された。ナゲットの部分は放射状の柱状晶からなり、焼結部は複雑な多結晶組織、未焼結部は気孔の多い組織である。密度が入力の大小によって左右されることはNi-Cr混合粉の場合と同様である。最高密度比が95%程度であることは、溶融にともなって発生する試料中央部の収縮孔が加圧によってもつぶれないで残存するためと考えられる。

(2) 原料条件の影響

鉄粉の粒度および粒度分布の影響：焼結条件を一定と

し各種粒度の電解鉄粉を焼結した結果、粒度が細かいほどナゲットが小さく、顕微鏡組織も緻密であることがみとめられた。また粗粉に対して細粉を配合した試料を焼結すると、粗粉に対して細粉をほぼ等量配合した場合が最大密度を示した。これらの結果は、細粉ないし粗細粉配合の場合は粒子間の接点が多く、焼結が全面にわたって均一に進行するが、粗粉では局部的発熱があって溶解を生じ組織も粗になるものと考えられる。

**鉄粉の種類の影響：**市販鉄粉の焼結体の強度がどの程度になるかは抵抗焼結法の実用的見地から重要である。そこで市販電解鉄粉およびヘガネス鉄粉の2種類について（粒度 -100+150 メッシュ）、圧力 2 ton/cm<sup>2</sup> で長方形試料（加圧方向断面積 4×40 mm、重量 14 g）を焼結し、JIS 7 号試験片を切り出して引張試験を行なった。焼結体の引張強さと焼結入力との関係を図・7 に示した。焼結体強度は最高 40 kg/mm<sup>2</sup> に達している。この値はふっの純鉄の強度よりもかなり高いが、これは焼結体に通電完了後も圧力がかかるため冷間加工の効果があつたためと考えられる。



図・7 鉄粉抵抗焼結体の引張強さ

ヘガネス鉄粉と電解鉄粉の強度の差はあまりいじむしくないが、電解鉄のほうがやや高い。これは冷間圧縮成形焼結法の場合にも認められる現象である。

### (3) 焼結条件の影響

**圧力の影響：**原料、焼結条件を一定とし、圧力だけをいろいろに変えて組織変化に及ぼす圧力の影響を調べた結果、圧力が小さいときは溶解を生じ、圧力が大きいほど溶解範囲が減少し、気孔も減少している。圧力が低いときは粗粉の場合と同様に局部的溶解を生ずることがこの原因と考えられる。圧力の小さいときは電流のバラツ

キも大きく、安定な焼結を行なうためには、1 ton/cm<sup>2</sup> 以上の圧力をかける必要がある。

**パンチの降下速度の影響：**パンチに圧力を伝える焼結機電極の降下速度を、空気圧力弁の開きを加減して調節することにより、パンチ速度の焼結体密度に及ぼす影響を調べてみたところ、パンチ速度がおそいほど高密度となる。これはパンチ速度がおそいほど鉄粉の充填度が良好となり、高圧力を使用したと同じ効果を生じたものと考えられる。

**ウエハーの影響：**4. (1) で述べたように鉄粉の抵抗焼結体は組織が均一でなく、とくに上下パンチに接する部分はパンチによる冷却効果のため未焼結層が残るので、その部分の焼結を早める目的でクロム銅製パンチと金属粉の間にクロム銅よりも高い抵抗をもった薄板（ウエハー）をはさみ、その部分に発熱を生じさせることを試みた。ウエハーの材料として 18-8 ステンレス鋼を選び、厚さが 0.5 および 1 mm のものを使用して焼結を行なったところ、厚さ 1 mm のものを用いた場合焼結体の密度がいじむしく向上した。

### (4) 鉄粉の焼結実験のまとめ

現在までのところ鉄粉の抵抗焼結について、安定な焼結を行なわせるための原料鉄粉、圧力、入力、パンチ速度などの条件が明らかになりつつあるが、焼結過程の解明や実用化の面でもまだ多くの問題が残されている。現在焼結中の温度変化測定法、通電シーケンス制御の密度均一化への効果、焼結ふん囲気の影響、複雑形状試料の焼結、長尺試料体の焼結などについて検討を進めている。長尺試料の焼結については若干の結果が得られているので、それについて次項で説明する。

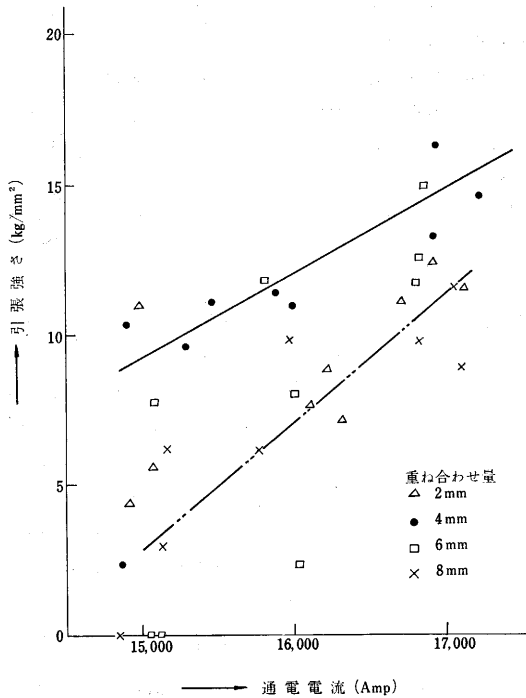
## 5. 抵抗焼結の連続化

近年、金属粉から金属板を直接に製造する直接圧延法の開発が進み、金属粉から薄板への直接圧延が可能であることが明らかになったが、成形板の焼結に長時間を要すること、厚板の圧延は困難であること、圧延速度がおそいことなどの点で問題を残している。そこで焼結時間の短い抵抗焼結法をこの面に応用できないかという考えから、その基礎条件を明らかにする目的で長尺試料の焼結を試みた。その第1段階として、金属粉を充填した両端開放型のダイスにパンチを挿入して、抵抗焼結を行ない、ついでダイスを送って抵抗焼結をくりかえしてゆくという半連続的方法で実験を行なった。

まず、加圧中に金属粉の長手方向への移動がないようなパンチの形状を模型実験によって決定した。模型として厚肉ガラス製の長尺透明ダイスをつくり、これに鉄粉とアルミナを層状（縦あるいは横方向）に装入し、これに対して各種形状のパンチを用いて加圧するときの粉末の移動状況を映画に撮影して観察した。その結果、斜面角度 15° の場合が粉末の長手方向への移動がなく、つき

つぎに加圧成形をくりかえすことができることが明らかになった。

抵抗焼結実験では、内面を雲母箔で絶縁した両端開放ダイスに鉄粉を装入し、上記の模型実験で決定した斜面角度のパンチを用いて、くりかえし加圧-通電を行なった。この場合、焼結部位の重ね合せの程度が成形体の性状に大きく影響することが予想されたので、重ね合せ量をいろいろに変えて実験を行なった（ダイス型穴幅 10 mm, 長さ 200 mm, 鉄粉装入量ダイス底面 1 cm<sup>2</sup> あたり 4 g, パンチ底面 10×20 mm, 圧力 1.2 ton/cm<sup>2</sup>, 通電時間 50C)。



図・8 鉄粉の半連続抵抗焼結体の引張強さ

得られた長尺焼結体の引張強さと重ね合せ量の関係を図・8に示した。焼結体の密度は重ね合せ量 2 mm のときが最高で、引張強さは重ね合せ量 4 mm のときが最高である。これは重ね合せ量が大きいときは電流が既焼結部に流れて新加圧部の焼結が不十分となり、重ね合せ量が少ないときは焼結部の連続性が悪くなるので強度が落ちるものと考えられる。

いずれにしても、両端開放の抵抗焼結で得られる焼結体の密度、強度は、閉鎖型の場合にくらべて低く、そのままでは製品となり得ない。そこで加工による密度、強度の向上の可能性を検討するため、焼結体の圧延加工試験を行なったところ、重ね合せ量 4 mm の試料は、中間

焼鈍なしで圧下率 80% まで圧延加工できるという結果を示した。

以上の半連続的抵抗焼結実験の結果は、長尺ダイスによるくりかえし抵抗焼結で圧延加工に耐える長尺焼結体の製造が可能であることを示している。現在、ダイスの移送と加圧焼結操作を連動した装置によって実験を進めている。将来は圧延機との組合せによる連続化の方向に研究を進めたいと考えている。

## 6. む す び

粉末冶金法におけるホット・プレス法の意義に着目し、その実用化の一段として抵抗焼結法について研究を行なった。簡単な絶縁方法の採用で容易に実験を行なって、Ni-Cr 混合粉や鉄粉の場合高密度焼結体を得る可能性を明らかにした。しかし、焼結体内の組織や密度の不均一性に問題が残されている。一方、長尺焼結体を得る可能性と条件も明らかにされつつある。

この方法の工業的応用は、大電流を要する点で小型部品や棒材に制限されるが、瞬間的に高密度製品が得られる特色は各方面に活用できよう。たとえばダイヤモンドを金属素地に埋めこんだ研削工具を製造する場合、ふつうの焼結法によれば高温長時間を要しダイヤモンドが黒鉛に変態するおそれがあるが、この瞬間抵抗焼結法ではダイヤモンドの変質をまねくことなく高密度製品の焼結を行なうことができる。超硬工具や耐熱合金において分散硬質相の結晶成長を防止する可能性も考えられる。

(1965 年 12 月 23 日受理)

## 文 献

- 1) 斎藤進六：窯業協会誌, 66 [8] 1958, p. 24 (C 305)
- 2) 同上：同上, 68 [11] 1960, p. 80~81 (270~271)
- 3) G.F. Taylor: U.S. Patent No. 1, 896, 854 (1933)
- 4) W.D. Jones: The Metal Industry (January 1940) p. 69; (March 1940) p. 225
- 5) G.D. Cremer: U.S. Patent No. 2,355,954 (1944)
- 6) W.F. Ross: U.S. Patent No. 2,372,605 (1945)
- 7) L.V. Lenel: Transaction of AIME, J. of Metals, 6 (Jan. 1955), p. 158
- 8) 増田良道：金属ハンドブック p. 502
- 9) 原善四郎, 島崎俊治：生産研究, 11 (1959), p. 67~68
- 10) 同上：生産研究, 11 (1959), p. 581~582
- 11) 同上：金属学会第 44 回講演概要集 (1959), p. 32
- 12) 同上：金属学会第 45 回講演概要集 (1959), p. 39
- 13) 原善四郎, 坂井徹郎：生産研究, 15 (1963), p. 91~92
- 14) 同上：金属学会第 49 回講演概要集 (1961), p. 39
- 15) 同上：昭和 37 年度粉末冶金協会 (春季) 講演会発表
- 16) 原善四郎, 板橋正雄, 坂井徹郎：昭和 40 年度粉末冶金協会 (秋季) 講演概要集, p. 6~7
- 17) 同上：昭和 40 年度粉末冶金協会 (春季) 講演概要集 p. 5~6

## 正 誤 表 (1月号)

ページ	段	行	種 別	正	誤
10	右	下10	参考文献	くことにする).	くことにする.
13	〃			1) 今井, ……(1959)	1) 今井, ……(1950)