

直接通電加熱を利用した 金属基複合材の複合化同時成形

牧清二郎*

1. はじめに

セラミック粒子分散金属基複合材は、優れた機械的特性を有しながら、あまり利用されていない。常温において延性に乏しく塑性加工による成形が困難で、切削加工に依らなければならないことが理由の一つに挙げられる。加熱してマトリックスを軟化させれば、塑性加工による成形が可能になるが、これは複合材が一次素形材として供給される場合での選択肢であろう。省エネルギー省プロセスの観点からは、複合化の段階で成形まで行う加工法の開発が望まれる。半熔融加工法¹⁾はこれに応え得る方法である。可能性が高いと期待される他の方法として、抵抗焼結²⁾の応用が考えられる。すなわち、金属粉末にセラミック粒子を混合し、通電加熱によって焼結する、あるいは、混合粉で圧粉ピレットを作製し、通電加熱により焼結すると同時に鍛造して成形する。いずれの方法も入熱を左右する原料混合粉の電気抵抗特性によって焼結の成否が決まるが、後者には圧粉ピレットの成形の難易も関係する。前者の方法については、チタン基複合材を対象にした明智、原による試み³⁾がある。しかし、後者の方法については、そのような試みはない。そこで、抵抗焼結を利用した金属基複合材の複合化同時成形を試み、その可能性を検討した。

2. 抵抗焼結

抵抗焼結は、導電性のある圧粉体に直接電気を流し、電気抵抗によるジュール発熱で焼結を行うものである。この方法はおよそ半世紀前に Lenel によって紹介²⁾されており、本邦では、原らそのユニークな方法に注目し、応用研究が 1980 年代始めまで精力的に行われた。しかし、焼結への単なる応用では、従来法との比較において際立った優位性が見出されず、実用化にまで至らなかった。

直接通電によるジュール発熱を利用する焼結法としては、ここで扱う抵抗焼結以外にも、放電焼結、放電プラズマ焼結といった方法がある。これらには使用する電流形態に違いがあるほか、加熱時間に大きな違いがある。表 1 に、これらの焼結法での電流形態と焼結のための加熱時間を示す。焼結と同時に成形を行う複合化同時成形への応用を考えると、放電焼結では、加熱時間が短過ぎ、プレスと連動させて成形を行うには、プレスが追従できないという問題がある。一方、放電プラズマ焼結では、グラファイト製コンテナに粉末を入れて通電するため、非導電性粉末でもコンテナが加熱して焼結できるという利点があるが、加熱時間が長いので、量産を目的とする製造ラインへの導入には問題がある。これらに対し、抵抗焼結は、加熱時間が数秒で、通電制御に連動してプレスの制御も可能であることから、量産ラインへの導入には最適である。

表 1 通電加熱を利用した焼結法

焼結法	電流形態	加熱時間
放電焼結	単発パルス	< 数10ミリ秒
抵抗焼結	直流, 交流	~ 数秒
放電プラズマ焼結	連続パルス	> 数分

3. 複合化同時成形プロセス

金属基複合材の中には粉末冶金的手法によって製造されるものも多い。最終的に複合材にするためには焼結が必要であるが、原料混合粉末が導電性を有することから、その焼結には抵抗焼結の適用も考えられる。図 1 に、構想するセラミック粒子分散金属基複合材の複合化同時成形プロセスを示す。本プロセスは自動車部品の製造などに広く利用されている焼結鍛造⁴⁾を拡張したものであり、加工対象が金属基複合材ゆえに適用可能な抵抗加熱を、原料混合粉圧粉体の加熱に応用したものである。このプロセスでは、まず、マトリックス材としての金属粉と分散強化材としてのセラミック粉とを混合し、圧粉ピレットを作製する。つぎに、これをコンテナの中で通電加熱し、通電完了と同時にポンチを兼ねた電極で加圧し、焼結と同時に成形を行う。成形したコンテナや電極を用いることで、複合材の成形品が得られる。

以下に、実験用加工装置の紹介を含め、本法の可能性を追究した実験結果について述べる。

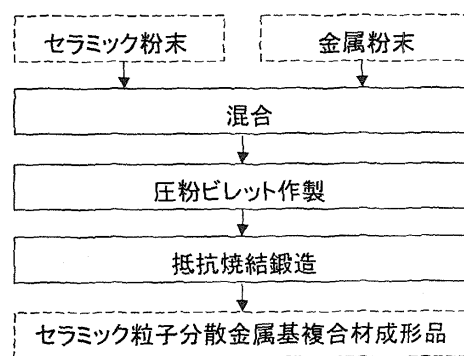


図 1 抵抗加熱を利用したセラミック粒子分散金属基複合材の複合化同時成形プロセス

4. 実験用加工装置

4.1 装置の構成

現在使用中の実験装置（後に述べる実験で用いたものとは少し異なる）の構成を図 2 に示す。加圧を行うための油圧サーボプレスは、図には示されていないが、通電制御

と連動して制御できるようになっている。通電電圧は入力側（交流 200V）での切替えによって、無負荷電圧で 6V、8V、10V の 3 段階に変えられる。焼結では温度の制御が重要になるが、抵抗焼結では、加熱時間が数秒できわめて短いため、熱電対を使った温度制御は難しい。そこで投入電力量による加熱温度の制御を試みている⁵⁾。投入電力量は、通電時間によってもある程度制御が可能であるが、被加熱体の電気抵抗によって発熱量が変化するので、図に示す制御回路を付加し、時間による通電制御とあわせて、投入電力量でも制御できるようにしている。現在使用中の装置では、実験での作業性の面から、圧盤間での検出電圧によって投入電力量を求め、通電制御を行っているが、電極間での電圧が利用できれば、その方がよい。被加熱体の両端にかかる電圧が利用できれば、理想的である。

投入電力量による通電制御について簡単に説明する。圧盤間の電圧と電流検出用抵抗（下部圧盤（銅製）と給電ケーブルの接続部に取付けた 100 nΩ の抵抗）に生じる通電電流に比例した電圧を乗算器に入力し、瞬間電力に比例した電気信号を得る。この電気信号を積分器に入力して、積算電力量に比例した電気信号に変換する。この電気信号と投入電力量を設定する電気信号を比較器で比較し、積算電力量が設定投入電力量を超えた時点で、双方向性サイリスタの ON-OFF を制御するゲート信号を High から Low にして通電を停止する。なお通電の開始は、通電開始のスイッチ（図には示されていない）を投入した瞬間に積分器がリセットされて、ゲート信号が Low から High になることで行われる。

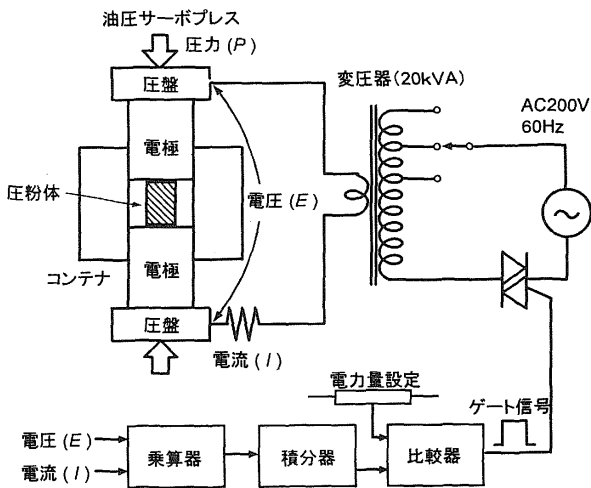


図2 実験装置の構成

4.2 加熱電源の出力特性

直接通電による抵抗加熱では加熱電源の出力特性を知っておく必要がある。図3に、現在使用中の電源での出力電力を圧盤間での負荷抵抗との関係で示す。図では、負荷抵抗の対数を縦軸に、出力電力を横軸にとっている。6V、8V、10V いずれの通電電圧（無負荷電圧）でも、約 1 m

Ωの負荷抵抗において、最大の加熱電力が得られている。この出力特性から、この電源の出力抵抗が約 1 mΩであること、加熱電力が通電電圧の2乗に比例すること、負荷の電気抵抗が出力抵抗より1桁大きくなっても、また小さくなくても、加熱電力が最大電力の約 1/3 になることがわかる。このように加熱電力は負荷抵抗によって大きく変化するので、抵抗加熱を行うに際しては、被加熱体の電気抵抗を予め調べておく必要がある。

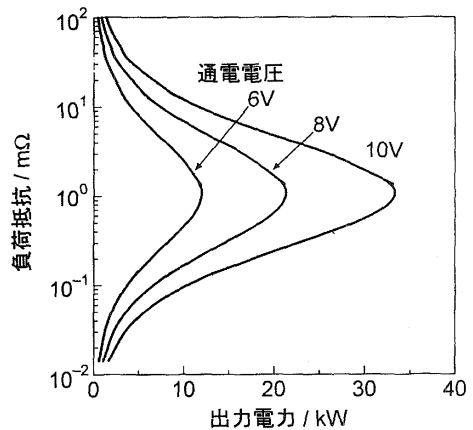


図3 加熱電源の出力特性

5. 実験方法

5.1 供試材料

マトリックス材としてアルミニウム粉末(200メッシュ、密度：2.70Mg/m³)と銅粉末(CE-25、密度：8.93Mg/m³)、分散材として研磨用SiC粉末(1000メッシュ、密度：3.12Mg/m³、以下SiC_pと記す)とアルミナ粉末(サイズ25μm、密度：3.99Mg/m³、以下Al₂O_{3p}と記す)を用い、混合粉を作製して、実験に供した。

5.2 圧粉体の電気抵抗測定

電気抵抗の測定は、粉末を内径 8 mm の絶縁コンテナに入れ、ポンチを兼ねた電極で加圧し、この状態で電流 (0.01 ~ 1 A) を流して電極間の電圧を測定して行った。粉末の装填量は、完全圧密状態において、その高さがコンテナ内径の 1/3 になる量とした。

5.3 抵抗焼結および抵抗加熱すえ込み実験

複合化同時成形実験に先立ち、混合粉の抵抗焼結実験と圧粉ビレットの抵抗加熱すえ込み実験を行った。混合粉の抵抗焼結は、電気抵抗を測定したときと同量の混合粉を絶縁コンテナに入れ、同じ通電形態にて、一定の加圧下で通電して行った。また、圧粉ビレットの抵抗加熱すえ込みは、コンテナ内で圧粉ビレット(φ 6)を通電加熱し、通電完了直後にポンチを兼ねた電極で加圧して行った。これらの実験には、図2に示した装置の前身である電源の容量が一回り小さい通電焼結装置⁶⁾を用いた。なお、コンテナにはステンレス鋼で焼きばめした窒化ケイ素製のものを、電極にはタングステン銅を用い、コンテナの内面および電極にはBN(窒化ホウ素)のスプレーコーティングを施した。

実験後の試料は目視観察により焼結の可否を調べ、焼結できたものについては、焼結密度を求め、縦断面中央部でビッカース硬さを測定した。

5.4 複合化同時接合および同時成形

複合化のための焼結熱の有効利用策として、焼結と同時に他の溶製金属部材に接合を行う複合化同時接合と同時に成形を行う複合化同時成形を試みた。具体的な方法については、結果のところ述べる。

6. 実験結果

6.1 圧粉体の電気抵抗特性

直接通電による抵抗加熱は、被加熱体の電気抵抗に左右される。そこで、実験に先立ち、金属粉のみの圧粉体を含め、混合粉圧粉体の電気抵抗を測定した。図4に、実験に用いたアルミニウム粉末と銅粉末圧粉体の電気抵抗の加圧力による変化を、鉄粉(200メッシュ)とニッケル粉(200メッシュ)での結果とも比較して示す。粉末の製造法、製造後の保管状態などによって、圧粉体の電気抵抗は大きく変化する。したがって、図に示した結果は普遍的なものではない。この結果に関して言えば、銅、ニッケル、鉄、アルミニウムの順で電気抵抗が大きくなっている。電気抵抗が圧力によって大きく変化することから、圧粉体の電気抵抗を圧粉時の圧力で調整できることがわかる。

図5に、SiC_p-銅混合粉およびSiC_p-アルミニウム混合粉圧粉体での電気抵抗の加圧力による変化を示す。SiCが非導電性に近いため、その混合率の増加によって、電気抵抗の値が大きくなっているが、加圧力による指数関数的な変化は、金属粉末のみの場合と同様である。セラミック粉末の混合による電気抵抗の増加傾向は、金属粉末とセラミック粉末の粒度や粒度分布によって大きく左右される。したがって、この結果に見られる混合率による電気抵抗の変化も、普遍的なものではない。したがって、対象とする混合粉末に対して、その電気抵抗特性を予め調べておくことは重要である。図5(b)のSiC_p-アルミニウム混合粉圧粉体の電気抵抗は、図5(a)のSiC_p-銅混合粉に比べ、桁違いに大きいのが、これはアルミニウム粉末表面の酸化膜に

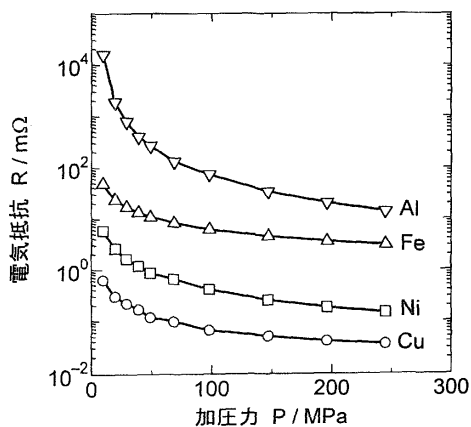
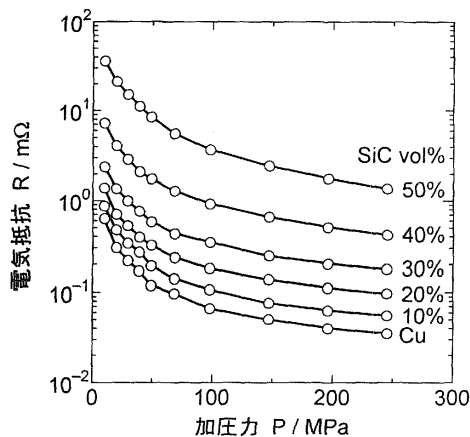
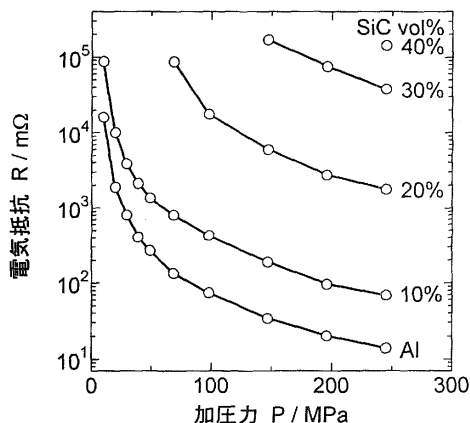


図4 金属粉末圧粉体での加圧力による電気抵抗変化



(a) SiC_p-銅混合粉



(b) SiC_p-アルミニウム混合粉

図5 混合粉圧粉体での加圧力による電気抵抗変化

よる。このように電気抵抗が高いと、後述べるが、抵抗加熱そのものが不可能になる。しかし、このような粉末も、機械的な攪拌処理によって酸化膜を破壊すると、電気抵抗を大幅に低下できる⁷⁾。

6.2 抵抗焼結の可否と電気抵抗の関係

銅基およびアルミニウム基混合粉における抵抗焼結(通電電圧(E):7V, 予備圧粉なし, 通電時加圧力(P_E):49MPaおよび196MPa, 通電時間(T):1.5s)の可否を金属粉のみの結果も含め、表2に示す。○印は可, ×印は否を表す。

銅基については、49MPaと196MPa, いずれの加圧力でも

表2 銅基およびアルミニウム基混合粉における抵抗焼結の可否と加圧力の関係

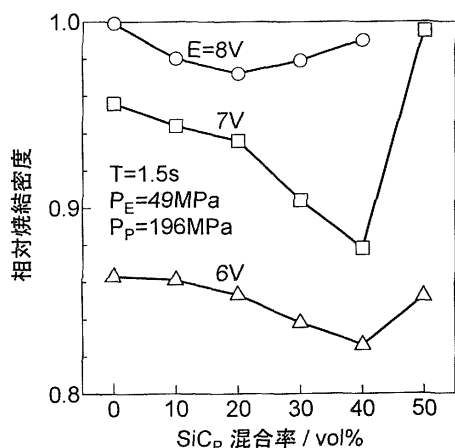
	加圧力 P _E / MPa	SiC _p 混合率 / vol%					
		0	10	20	30	40	50
銅基	49	○	○	○	○	○	○
	196	○	○	○	○	○	○
アルミニウム基	49	×	×	×	×	×	×
	196	○	○	×	×	×	×

○:可 ×:否 通電電圧(E):7V, 通電時間(T):1.5s

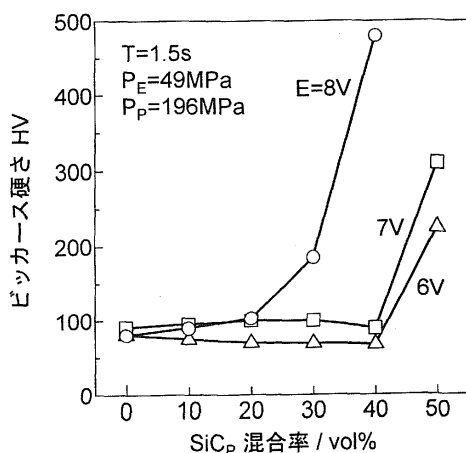
SiC_p体積率が50%まで焼結が可能であった。しかし、アルミニウム基については、49MPaでは金属粉のみでも焼結が不可能であり、196MPaで漸く10%までが可能になった。焼結の可否は発熱量を左右する混合粉の電気抵抗によって支配されており、実験に用いた電源で焼結体を得るには、電気抵抗を100mΩ以下にし、粉末1gあたり約500W以上の初期投入電力を必要とした⁶⁾。

抵抗焼結で高い焼結密度を得るには、銅電極への熱の放散を抑え、加熱効率を高めることが有効である。裸銅電極による抵抗加熱では、電極への熱の放散が著しい。そこで、熱伝導率の低いオーステナイト系ステンレス鋼ディスク(厚さ2mm)を焼結粉末と電極との間に挿入し、通電時の加圧力(P_E)を49MPa、通電完了後の加圧力(P_P)を196MPa、通電時間(T)を1.5sに固定し、通電電圧(E)を変化させて抵抗焼結を試みた。なお、焼結粉末と接するディスク面には離型剤としてBNのスプレーコーティングを施した。

図6に、得られた焼結体の相対焼結密度とビッカース硬さを示す。通電電圧の増加、すなわち投入電力の増加によって、焼結密度(図6(a))、ビッカース硬さ(図6(b))とも増加している。ビッカース硬さが急激に高くなった焼



(a) 相対焼結密度



(b) ビッカース硬さ

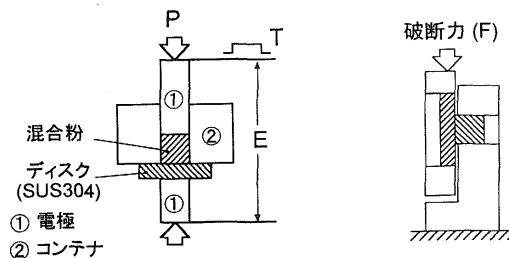
図6 SiC_p-銅混合粉での抵抗焼結状態

結体の組織には、マトリックスである銅に溶融の跡が認められた。マトリックス金属を溶融域にまで加熱し、半溶融状態にすることが、焼結密度と強度の向上に対して大変有効であることがわかった。しかし、マトリックス金属を半溶融状態にすると、焼結体の電極への溶着が生じやすくなるので、その実現の一方で、溶着防止策を講じる必要がある。

6.3 複合化同時接合⁸⁾

複合化同時成形とは目的が異なるが、焼結時の熱の有効利用として、複合材の金属溶製部材への複合化同時接合を試みた。複合材といえども、単体で使用されることはまれで、他の部品と組み立てられて使用される。接合による組み立てが許されれば、焼結時の熱を利用した接合も考えられる。そこで、図7(a)に示す方法⁹⁾で焼結と同時に接合を試み、せん断試験(図7(b))で接合強度を調べた。接合強度は最大破断力を接合面積で除して求めた。

図8に、30mass% Al₂O_{3p}分散銅基複合材のステンレス鋼ディスクへの接合例を示す。図9は、その複合材における粉末装填量1.5g、通電時間(T)1sでの通電電圧による接合強度の変化である。通電完了後に196MPaの加圧(P_P)を行っているが、通電時の加圧力(P_E)が低い49MPaの方が、高い196MPaの場合より、高い接合強度が得られている。通電時の加圧力が低い方が、加熱温度が高くなっていると考えられる。事実、鉄粉での実験¹⁰⁾では、通電時の加圧力が低い方が高い加熱温度が得られる。加圧条件を含めた適当な通電条件の設定によって、このような複合化同時接合も可能であることがわかった。



(a) 接合方法

(b) 接合強度の測定方法

図7 複合化同時接合

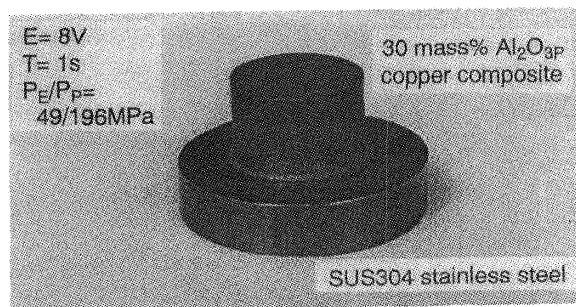


図8 複合化同時接合による接合例: 30mass% Al₂O_{3p}分散銅基複合材/ステンレス鋼(SUS304)ディスク

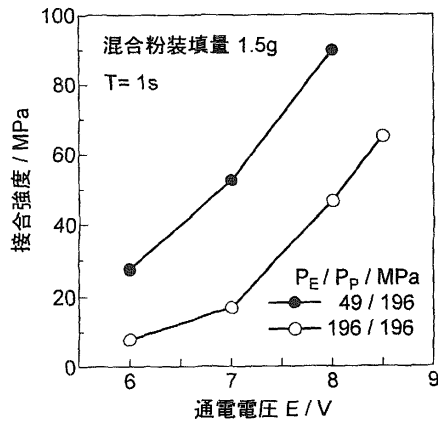


図9 通電電圧による接合強度の変化：30mass% Al_2O_3P 分散銅基複合材／ステンレス鋼(SUS304)ディスク

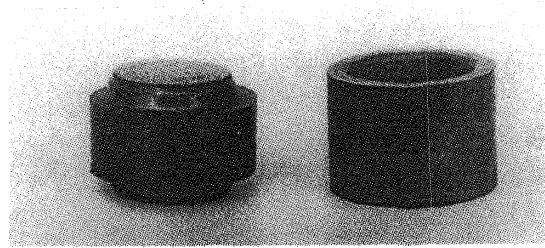
6.4 複合化同時成形⁸⁾

図1に示すプロセスでは、圧粉ビレットが得られることが前提になる。セラミックス粒子の混合率が高くなると圧粉ビレットの作製が困難になるが、セラミックス粒子の混合率が体積率で30%以下ではビレットの作製は比較的容易である。平坦電極を用いたコンテナ内でのビレットの抵抗加熱すえ込みでは、入熱が不十分であると、ビレットに割れが生じたり、コンテナ空洞部への充満が不完全になった。コンテナ空洞部への充満促進には、低い圧力下で通電し、通電完了直後に高い圧力を作用させるような条件が有効である。特に、投入電力量を大きくすると、マトリックスを半熔融状態にでき、半熔融成形が実現できる。

図10は、凹凸を付けた電極による複合化同時成形で得た Al_2O_3P 分散銅基複合材の成形品である。電極の形状がよく転写されている。しかし、複雑形状になると、まだ型への充満が難しい。マトリックス金属を積極的に半熔融状態にして、成形を行えば改善できる。また半熔融状態にすることで、分散材とマトリックスとの結合強度の向上も期待できる。半熔融状態の安定実現のためには、投入電力量による通電制御がきわめて有効である⁵⁾。

7. おわりに

直接通電による抵抗加熱を利用した金属基複合材の複合化同時成形の可能性を追究した研究の一端を述べた。抵抗加熱は古くから知られる加熱方法であるが、加熱時間が短く、急速加熱が可能という利点があり、しかも通電制御と連動させたプレス制御が可能で、加圧の効果を十分に発揮させる。したがって、対象がここで述べたような金属基複合材でなくても、加熱を必要とする金属部品の製造や組立てに応用が可能な加熱法であると言える。具体的な導入には、詳細な検討が個々に必要であるが、そこには未知の可能性もあり、予想外の発展も期待される。本報が、些かでも何かのお役に立てば幸いである。



20mass% Al_2O_3P 分散銅基複合材

図10 成形電極(凹形,凸形)による複合化同時成形加工例(通電電圧(E):8.5V,通電時間(T):2s,通電時加圧力(PE):49MPa,通電完了後加圧力(PP):196MPa)

最後に、本研究の一部は財団法人天田金属加工機械技術振興財団からの助成によってなされたことを付記し、謝意を表します。

参考文献

- 1) 木内 学：半熔融加工法による金属基複合材料の製造および加工，生産研究，42-8(1990)，480-488.
- 2) Lenel, F.V. : Resistance Sintering under Pressure, Trans. AIME, 203(1955),158-167.
- 3) 明智清明・原善四郎：アルミナあるいは炭化物粒子添加チタン粉の通電抵抗焼結，粉体および粉末冶金，27-7(1980)，223-228.
- 4) 積木千明・永礼一郎：焼結鍛造のコンロッドへの適用，塑性と加工，24-271(1983)，809-815.
- 5) 牧清二郎・京増泰範・原田泰典・森謙一郎：通電加熱を利用した金属ベース圧粉体の半熔融加工，51 回塑加工連講論(2000)，429-430.
- 6) 牧清二郎・青山直樹・原田泰典・森謙一郎：通電加熱を利用したセラミック粒子分散金属基複合材の焼結成形，塑性と加工，42-480(2000)，43-47.
- 7) 明智清明・原善四郎：アルミニウム粉の抵抗焼結—攪拌摩砕の効果—，粉体および粉末冶金，27-1(1980)，28-31.
- 8) S. Maki, Y. Harada, K. Mori : Application of Resistance Sintering Technique to Fabrication of Metal Matrix Composite, Proceedings of the Inter. Conf. on Advances in Materials and Processing Technologies, AMPT'99, Vol.2 (1999),1293-1302.
- 9) 牧清二郎・羽根田修・原田泰典・中村雅勇：鉄粉通電焼結体の異種金属部材への焼結同時接合，塑性と加工，41-469(2000)，131-135.
- 10) 牧清二郎・原田泰典・中村雅勇：低圧力下での鉄粉の通電焼結特性，塑性と加工，40-466(1999)，1101-1105.

* 豊橋技術科学大学 工学部生産システム工学系 助教授