

# 直接通電加熱を利用した金属基複合材の複合化 同時成形に関する基礎研究

豊橋技術科学大学 工学部 生産システム工学系  
 助教授 牧 清二郎  
 (平成9年度奨励研究助成 AF-97029)

キーワード：通電焼結，金属基複合材料，成形加工

## 1. 研究の目的と背景

セラミックス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、ほとんど使用されていない。理由の一つとして、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挙げられる。加熱によっ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、複合材が1次素形材として供給される場合での選択であろう。省エネルギーの観点から、複合化の段階で成形まで行える加工法の開発が望まれる。半熔融加工法<sup>1)</sup>もこれに応え得る方法である。可能性の高い他の方法として、通電焼結<sup>2)</sup>の応用、すなわち、題目に掲げる方法が考えられる。本方法の適用における成否は、マトリックス金属によって変化する圧粉体の成形性や電気抵抗特性により左右されると予想される。

そこで本研究では、典型的な金属をマトリックスとするSiC粒子分散金属基複合材をモデル材として、圧粉体の成形性、電気抵抗特性、通電焼結特性を調べ、複合化同時成形(図1にそのプロセスを示す)の実現性の有無を検討した。

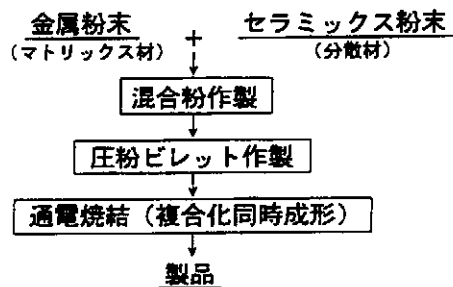


図1 金属基複合材の複合化同時成形プロセス

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材料

マトリックス材としてAl, Cu, Fe, Ni粉末(200mesh), 分散材として研磨用SiC粉末(1000mesh, 密度: 3.12g/cm<sup>3</sup>)を用いた。そして各マトリックスに対してSiC混合率が体積率で50%までの混合粉を10%おきに作製した。表1に実験に用いた金属粉末のバルク状態での密度、ビ

表1 実験に用いた金属粉末

	密度 <sup>*</sup> (g/cm <sup>3</sup> )	ビッカース硬さ(MPa)
Cu	8.94	719
Fe	7.87	1467
Ni	8.90	1214
Al	2.71	206

\* ) バルクの密度

ッカース硬さを示す。なお、ビッカース硬さは、粉末を樹脂に埋め込み、マイクロビッカース試験機を用いて測定した。ビッカース硬さは本来、数値のみで表し単位を付けないが、kgf/mm<sup>2</sup>の単位を有する材料特性値であり、ここでは後述における利便を考え、MPaの単位で表現した。

### 2.2 圧粉体の電気抵抗、密度測定

圧粉体の電気抵抗は、完全圧密状態においてその体積が $\phi 15 \times 5$  mmになる量の粉末を内径15mm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、電極間電圧を測定して求めた。また、圧粉体の密度は、加圧下で電極間距離を測定し、コンテナに装填した粉末の質量を電極に挟まれた空間の体積で除して求めた。以下、密度は焼結密度も含め、すべて相対密度で表す。

### 2.3 通電加熱焼結

所定量の混合粉を絶縁コンテナに入れ、一定の加圧下で通電して単に焼結する単純通電焼結と、圧粉ビレットをコンテナに入れ、この中でビレットを通電加熱して据え込み加工する通電焼結鍛造を行った。

実験に用いた通電焼結装置を図2に示す。電源は出力トランスとスライダックから成り、出力トランスは巻線比が20:1で、入力1次電圧をスライダックにより調整し、通電電圧(無負荷2次電圧)を変化させた。コンテナにはステンレス鋼製のもの(内径15mm)、一部、ステンレス鋼で焼きばめした窒化ケイ素製のもの(内径8mm)を用い、電極にはタングステン銅を用いた。なお、ステンレス鋼製のコンテナの使用に際しては、BN(窒化硼素)をスプレーした紙をスリーブ状にしてコンテナと電極との間に挿入し、絶縁をとった。加圧には、油圧サーボプ

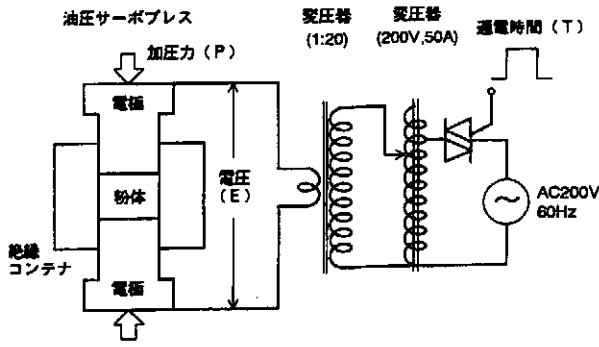


図2 通電焼結装置の構成

レスを用いた。実験では、通電電圧を6~8.5V、通電時間を1~2s、加圧力を196MPa(20kgf/mm<sup>2</sup>)までの範囲で変化させた。

通電焼結に用いた電源の出力特性を、縦軸に電極間の抵抗(負荷抵抗)、横軸に加熱出力をとり、通電電圧をパラメータとして図3に示す。いずれの通電電圧でも約1mΩの負荷において最大の加熱出力が得られている。

#### 2.4 焼結体の評価

焼結体の外観を目視観察し、通電焼結の可否を判断した。そして、焼結が可であったものに対して、焼結密度を求め、縦断面での組織観察とビッカース硬さの測定を行った。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 粉体の圧密特性

マトリックス金属粉末のみでの相対密度RDの加圧力Pによる変化を図4に示す。硬さの低いAlでは、低い加圧力でも高い相対密度が得られており、圧密特性に粉末粒子の変形抵抗が大きく影響しているのがわかる。図5はCuをマトリックス金属とするSiC混合粉での相対密度の加圧力による変化である。SiC体積率の増加とともに相対密度が低下しており、圧密が困難になっている様子がわかる。図4、図5、いずれにおいても相対密度は加圧力に対して指数関数的に変化している。それらの変化の様子は、陰関数表示であるが、次式で比較的良好に表現できる。

$$RD = (1 - RD_0) \left( 1 - \exp\left(-\frac{P}{C \cdot H_M \cdot RD}\right) \right) + RD_0 \quad (1)$$

ここで、H<sub>M</sub>はマトリックス金属粉末の硬さ、RD<sub>0</sub>およびCはそれぞれ粉体の素性に関する定数である。図4および図5の図中の曲線は、各圧粉体に対して最小自乗法で求めたRD<sub>0</sub>およびCの値を用いた式(1)によるものである。加圧力による圧粉体の密度の変化がよく表現されている。RD<sub>0</sub>は概ね0.5前後の値をとっている。図5を見ると、SiCの体積率の増加とともに定数Cが増加しており、圧粉体の圧密抵抗(C・H<sub>M</sub>・RD)が高くなっていく様子がわかる。

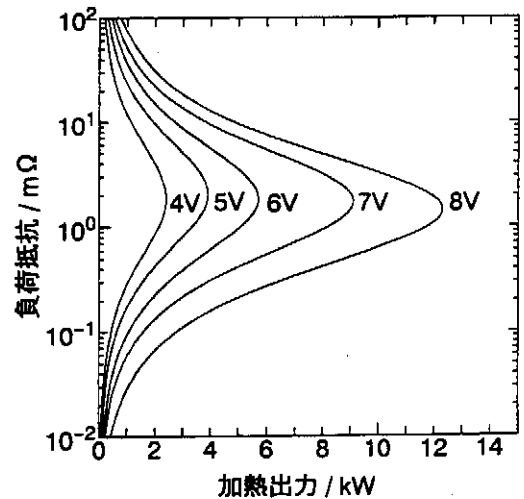


図3 電源の出力特性

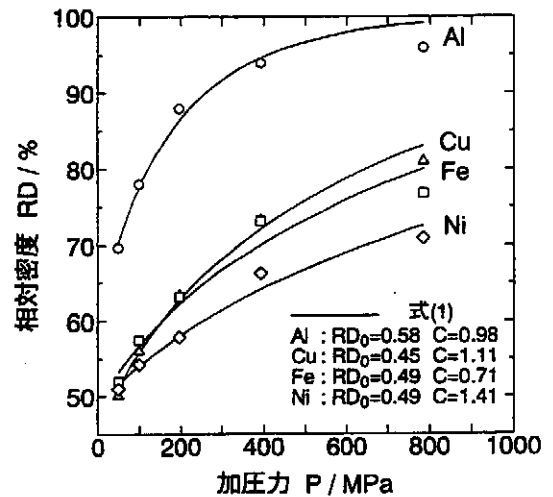


図4 金属粉末単体での加圧力と相対密度の関係

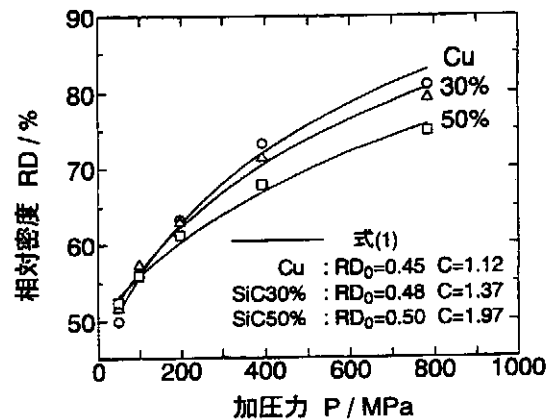


図5 Cu基混合粉末での加圧力と相対密度の関係

図1に示したプロセスでは、圧粉ビレットの作製が可能であるか否かによって、まずその適用の可否が決定される。そこで、圧粉ビレットの作製が可能か調べた。マトリックス金属がAl, Cu, Niに対しては392MPa(40kgf/mm<sup>2</sup>)の加圧でビレットを容易に作製できたが、Feでは、粉末の圧着性が悪く、784MPa(80kgf/mm<sup>2</sup>)でも欠けが生じ、ビレットの作製は困難であった。

### 3.2 圧粉体の電気抵抗特性

電気抵抗特性は比抵抗で考えるのが望ましいが、ここでは抵抗そのもので考える。

図6に、マトリックス金属粉末のみでの加圧力Pによる電気抵抗Rの変化を示す。粉末の装填量は実験方法のところで述べた条件による。抵抗の対数値が加圧力の増加に対して指数関数的に減少しているのがわかる。電気抵抗Rと加圧力Pの関係は次式によって比較的良好に表現できる。

$$\log R = A \exp\left(-\left(\frac{P}{H_M}\right)^{1/E}\right) + B \quad (2)$$

ここで、抵抗Rは単位がmΩでの値であり、加圧力PはMPaでの値である。図中の曲線は、各圧粉体に対して最小自乗法で求めたA, BおよびEの値を用いた式(2)によるものである。加圧力による圧粉体の電気抵抗の変化がよく表現されている。

図7は、Cuをマトリックス金属とするSiC混合粉での加圧力による電気抵抗の変化である。混合粉においても指数関数的な変化が見られるが、SiCの混合率による抵抗変化の様子はマトリックス金属によって異なった。以下に、その様子を簡単に述べる。CuやFeでは、SiCの体積率の増加に対してほぼ一定の比率で抵抗が増加した。Niでは、SiC体積率10%のものはマトリックス金属のみでの抵抗とあまり違いがなかったが、体積率が20%を超えると急に増加した。また、Alでは大きな比率で抵抗が増加した。金属粉末には一定の粒子サイズのものを用いているので、その形状や表面性状が大きく影響しているといえる。このことは、マトリックス金属が同じでも粉末の製造方法が異なると、マトリックス金属のみでの抵抗を含め、混合粉末の電気抵抗特性が大きく変化することを示唆している。

### 3.3 通電焼結特性

表2は、各混合粉を一定加圧の条件で単に通電焼結した単純通電焼結での結果をまとめたものである。加圧力は49MPaと196MPaである。焼結が可能であった範囲は、Cuについては、いずれの加圧力でもSiC体積率が50%までのすべてに対して可能であり、Feについては、49MPaでは30%、196MPaでは40%まで、Niについては、49MPaでは40%、196MPaでは50%まで可能であった。Alについては、49MPaではマトリックスだけでも焼結できず、196MPaにおいて漸く10%まで焼結できるようになった。この結果から、加圧力を高くすると焼結可能な範囲が広がること

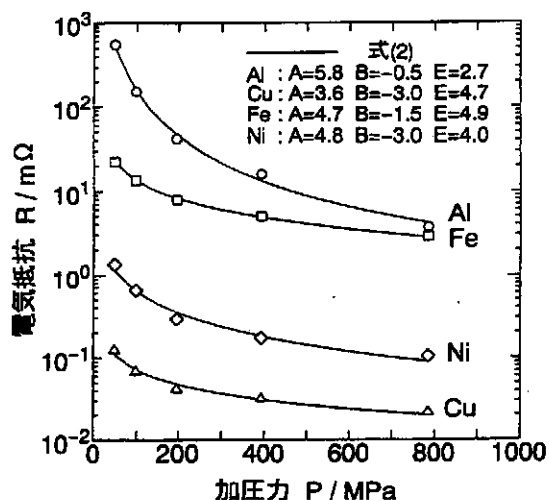


図6 金属粉末単体での加圧力と電気抵抗の関係

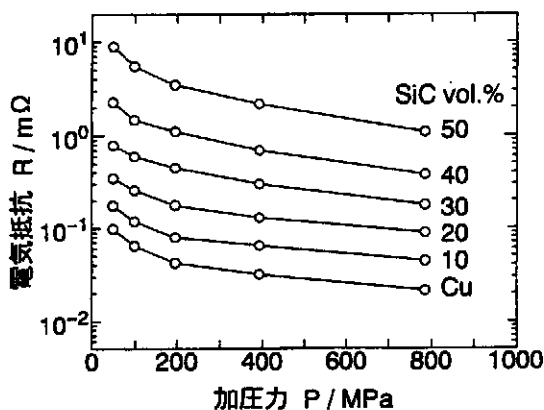


図7 Cu基混合粉末での加圧力と電気抵抗の関係

表2 SiC混合粉末の通電焼結結果  
(電圧: 6, 7, 8 V, 通電時間: 1.5 s)

	加圧力 (MPa)	SiC vol%					
		0	10	20	30	40	50
Cu	49	○	○	○	○	○	○
	196	○	○	○	○	○	○
Fe	49	○	○	○	○	×	×
	196	○	○	○	○	○	×
Ni	49	○	○	○	○	○	×
	196	○	○	○	○	○	○
Al	49	×	×	×	×	×	×
	196	○	○	×	×	×	×

○: 焼結可 ×: 焼結不可

わかる。

焼結できなかったものは加熱不足が原因である。そこで、各加圧力での圧粉体の電気抵抗の値と焼結可否の結果を比較してみた。その結果、ほぼ100mΩを境に、これより圧粉体の抵抗が大きいと焼結が否で、小さいと焼結が可であることがわかった。先に示した電源の出力特性(図3)は、通電電圧7Vでは電極間抵抗100mΩに対して約500Wの加熱能力があることを示している。したがって、1秒前後の通電によって焼結を起こさせるには、通電初期の段階で粉体1g当たり少なくとも500W前後の電気入力が必要であることを示唆している。

### 3.4 複合化同時成形

#### (a) 平坦電極による据え込み鍛造

表3にマトリックス金属がCuとAlでの通電加熱を利用した据え込み鍛造後の成形体の外観観察結果を示す。実験には392MPaの圧力で作製した圧粉ビレット(φ6)を用い、コンテナとして窒化ケイ素製のものを用いた。まず、Cuについてみると、一定の加圧下(49MPa)での加熱による軟化を利用した据え込みでは、SiC体積率10%、20%とも割れが見られ、型内への充填は不十分であった。圧粉体の抵抗が低過ぎることによる加熱不足と熱伝導率が高いことによる電極への熱の散逸が原因と考えられる。30%では圧粉ビレットの抵抗が高くなったことで、発熱量が増加し、ほぼ型内に充填した。49MPaで通電し、通電直後に196MPaに加圧する通電後加圧(49→196MPa)では、発熱量は一定加圧の場合と同じであるが、通電後に高い圧力をかけることで型内への充填が促進されている(SiC体積率30%)。また、通電後加圧でも通電時の圧力を9.8MPaに下げると、熱伝導による電極への熱の散逸が減少して圧粉体の温度が上昇し、SiC混合率の低い、電気抵抗の低かった圧粉体においても型内への充填が可能になっている(SiC体積率20%)。しかし抵抗の大きい30%では、逆に、過熱状態になって電極への溶着を生じている。型内に完全充填させるには適当な加圧、通電条件の選択が必要である。

表3 据え込み鍛造成形体の外観観察結果  
(通電時間: 1.5 s, 後加圧時間: 2 s)

		SiC vol%			
		10	20	30	
Cu (8.5V)	一定加圧	49MPa	▲	▲	○
	通電後 加圧	49 → 196	▲	△	◎
		9.8 → 196	△	◎	●
Al (7V)	一定加圧	49MPa	◎	◎	◎
	通電後 加圧	49 → 196	◎	◎	◎
		9.8 → 196	●	●	●

◎: 完全充填 ○: ほぼ充填 △: 不完全充填  
▲: 不完全充填 + 割れ ●: 溶着

一方、Alについては、圧粉体とすることで逆に高過ぎた抵抗が低くなり、表2において焼結できなかったSiC体積率20%、30%に対しても通電による加熱が可能になり、型内への完全充填が見られた。しかし電極への熱の散逸が減少する低い加圧(9.8MPa)での通電では、いずれのSiC体積率でも過熱状態になり、電極への溶着を生じた。電極への溶着は通電電圧を下げることで回避できる。表3の結果は、加圧力による電極への熱の散逸の変化とSiC体積率による抵抗変化にともなう発熱量の変化によって、ほぼ解釈できる。

#### (b) 成形電極による複合化同時成形

図8に成形電極(凹型および凸型)を用いて複合化同時成形を試みたSiC粒子分散Al基複合材の成形体の写真を示す。電極の形がよく転写されている。適切な加圧条件、通電条件を選択することで、金属基複合材の複合化同時成形が可能であることが確認された。なお、このようなプロセスで得られる複合材の密度を高くするには、積極的に電気入力を高くしてマトリックス金属を溶融あるいは半溶融状態にして、通電直後に高い加圧力をかけて成形するような方法が有効である。マトリックス金属を溶融あるいは半溶融状態にすることで、分散材とマトリックスとの接合強度の向上も期待できる。

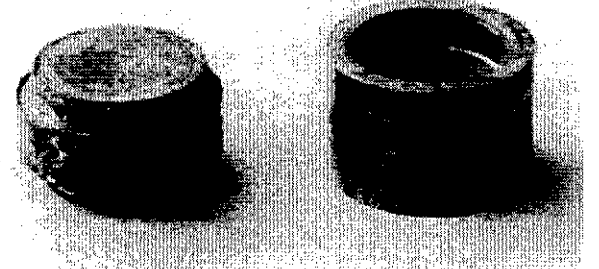


図8 成形電極(凹型および凸型)を用いた複合化同時成形で得られたAl基複合材の例

溶融あるいは半溶融状態での通電焼結に関連して、図9に、表3に示した通電後加圧(49→196MPa)の条件で、圧粉ビレットを用いない方法で通電焼結を行ったSiC体積率50%のCu基複合材での焼結密度とビッカース硬さの通電電圧による変化を示す。電極には平坦電極を用いた。通電電圧の増加とともに焼結密度、ビッカース硬さも増加しているが、その増加は7Vあたりを境に顕著になっている。組織を観察したところ、7Vより高い通電電圧ではマトリックスが溶けている形跡が認められた。マトリックス金属を溶融あるいは半溶融状態にすることが密度の向上と強度の向上に対して有効であることが確認された。しかし、マトリックス金属を溶融あるいは半溶融状態にするために、投入電力を高くすると、電極との溶着が生じ易くなるので、難溶着性の電極を用いるなど、電極への溶着防止策を講じる必要がある。

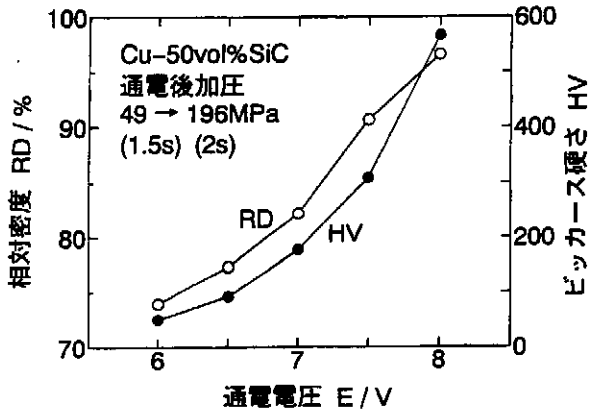


図9 Cu基複合材 (SiC50vol%) の焼結密度とビッカース硬さの通電電圧による変化

### 3.5 原料混合粉の前処理

表2に示したように、Al基混合粉の単純通電焼結では、SiC体積率が10%までしか焼結できなかった。これは混合粉の抵抗が高過ぎるためであり、アルミニウム粉末表面の酸化膜が原因である。酸化膜を破壊すれば、抵抗が下げられると考えられる。そこで、酸化膜を機械的に破壊するため、それぞれの混合粉に対して15分間モルター・グラインディング処理を施してみた。図10に処理後の混合粉の電気抵抗の加圧力による変化を示す。単に混合したものよりも著しく抵抗が低くなった。この結果を図3の出力特性と対照してみると、SiC体積率40%および50%についてはまだ抵抗が高いが、30%以下は焼結が可能な範囲に入っている。実際に単純通電焼結を試みたところ、マトリックスのみでも焼結できなかった加圧力49MPaにおいても、SiC体積率が30%まで焼結できた。このことからわかるように、粉末表面の酸化膜によって混合粉の抵抗が高く、適用範囲が狭められているような場合には、酸化膜を機械的に破壊する、このようなグラインデ

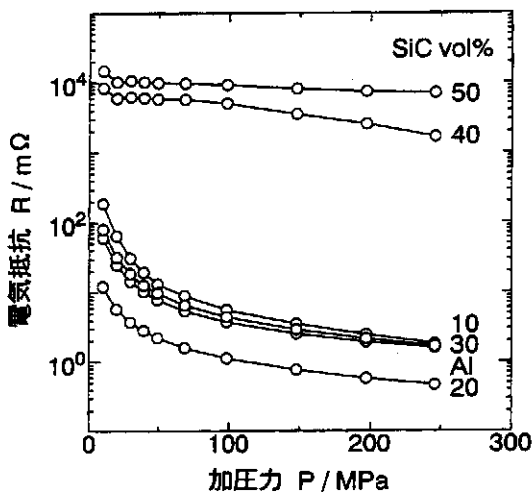


図10 グラインディング処理Al基混合粉末での加圧力と電気抵抗の関係

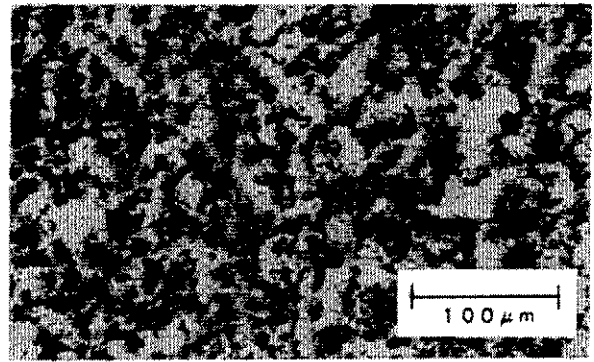


図11 グラインディング処理混合粉末によるAl基複合材 (SiC20vol%) の組織

ィング処理やミリング処理を前処理として施すことが有効である。これらの処理には、強化セラミックス粒子をマトリックス中に均一に分散させる効果も期待できる。最後に、グラインディング処理混合粉を用いて得た焼結体の組織写真の一例を図11に示す。SiC粒子がマトリックス中にほぼ均一に分散しているのがわかる。

### 4. まとめ

圧粉ビレットの直接通電加熱による金属基複合材の複合化同時成形の可能性を、SiC粒子分散複合材をモデル材として検討し、以下の結果を得た。

- (1) 圧粉体の電気抵抗に応じて加圧、通電条件を選択すれば、通電焼結によって金属基複合材の複合化同時成形が可能である。
- (2) 投入電力を大きくして、熔融あるいは半熔融焼結を行うことで、焼結密度の高い複合材を得ることができる。しかし、これを実施するにあたっては、焼結体の電極への溶着防止策を講じる必要がある。高い密度を得るには加圧力を積極的に制御することも有効である。
- (3) Al粉末のように粉末表面の酸化膜によって圧粉体の電気抵抗が高い場合には、通電加熱が可能な範囲にまで抵抗を下げる必要があるが、これには酸化膜を機械的に破壊するミリング処理やグラインディング処理を前処理として施すことが有効である。また、このような処理には、強化粒子をマトリックス中に均一に分散させる効果もある。

### 謝辞

本研究の実施にあたり、天田金属加工機械技術振興財団より研究助成(平成9年度:AF-97029)を頂きました。記して感謝の意を表します。

### 参考文献

- 1) 木内 学:生産研究, 42-8 (1990), 480-488.
- 2) 明智清明・原善四郎:粉体および粉末冶金, 27-1 (1980), 28-31.