アトマイズ鑄鉄粗粉末のパルス通電加圧焼結の 初期過程におけるネック成長†

南口 誠* 丸山俊夫* 富野寿和**

*東京工業大学工学部金属工学科

**香川県工業技術センター

J. Japan Inst. Metals, Vol. 63, No. 7 (1999), pp. 917-923

Neck Growth on Initial Stage of Pulse Current Pressure Sintering for Coarse Atomized Powder Made of Cast-Iron

Makoto Nanko*, Toshio Maruyama* and Hisakazu Tomino**

*Department of Metallurgical Engineering, Faculty of Engineering, Tokyo Institute of Technology,
Tokyo 152-8552

**Kagawa Industrial Technology Center, Takamatsu 761-8031

Sample temperature and neck growth were investigated on pulse-current pressure sintering of coarse cast-iron powder (diameter: 200 μm) produced by a gas atomizing technique. At 873 K of die temperature, the temperatures of sample inside and its surface were 950 K and 910 K, respectively. Microstructure observation of the sintered cast-iron revealed that there were no melting and remarkable deformation around the grain interface. Neck growth was governed by plastic deformation during the initial stage of the process. A model calculation of neck growth by assuming the plastic deformation of particles is in good agreement with the experimental results. The results indicate that the initial stage on pulse current pressure sintering is similar to conventional hot-press sintering for coarse cast-iron powder.

(Received December, 11, 1998; In Final Form March 29, 1999)

Keywords: pulse-current pressure sintering, spark plasma sintering (SPS), neck growth, plastic deformation, cast-iron powder, sample temperature

I. 緒 言

最近、プラズマ活性化焼結(PAS)や放電プラズマ焼結(SPS)が急速焼結法として、様々な分野で注目されている⁽¹⁾⁻⁽⁶⁾。これらの方法は試料を入れた導電性の型を通電加熱し、加圧焼結を行うものである。これらの焼結方法は従来の通電焼結とは異なり、低電圧、高電流のもとで行われ、投入される電力量も小さい。また、PAS法ではプロセスの初期に直流パルス電流を、SPS法では全プロセスにわたって直流パルス電流を印加することより通電焼結を行うため、総称してパルス通電焼結法と呼ばれている⁽⁷⁾。ここでは一軸加圧の下で焼結が行われることが重要であると考えて、パルス通電加圧焼結と呼ぶこととする。

パルス通電加圧焼結中に起きる現象については様々な議論がなされている。これまでは、パルス通電によるネック付近での放電や著しいジュール発熱のため、粒子接合部(ネック)

近傍での局所的な融解や気化が起き、急速に焼結が進行すると説明されている⁽¹⁾。しかし、このような焼結機構は実験的に確認されていない。最近、その焼結機構の解明を目的として、通電による金属粒子成形体の電気抵抗⁽⁸⁾や型および試料の温度分布⁽⁹⁾⁻⁽¹¹⁾、あるいは金属粒子の接合形態⁽¹²⁾⁻⁽¹⁴⁾やアモルファス Ti-Al 微粉末の焼結速度⁽¹⁵⁾について報告されている。

パルス通電加圧焼結では粉末を成形する型の表面温度によって焼結プロセスを制御する。そのため、パルス通電加圧焼結の焼結現象を議論するためには、試料内部の温度を正確に知る必要がある。富野ら⁽⁹⁾は外径 70 mm、内径 20 mm の黒鉛型および試料内部に熱電対を挿入し、銅とアルミナに関して SPS 焼結中の試料内部の温度を測定した。その結果、銅を試料とした場合は型表面温度 950 K に対して試料中央の温度は 180 K 高い 1130 K に達しており、また、型/試料界面は型表面よりも 110 K 高い 1060 K としている。一方、試料がアルミナの場合は、型表面が 970 K において試料中央部は 1070 K、型/試料界面は 1030 K に達する。また、阿部ら⁽¹⁰⁾はパルス通電加圧焼結した鉄焼結体の超音波映像の結

† 1998年3月日本金属学会春期大会において発表

果から、試料の焼結温度は表面より内部が 50 K ほど高いことを見出した。驚見ら⁽¹¹⁾は外径 50 mm, 内径 30 mm の黒鉛型に SUS304, 黒鉛, アルミナの緻密体を試料として挿入し, 制御温度を表面から 3 mm の深さの型壁内部の温度とし, 型および試料の内部温度を熱電対により測定した。制御温度 1025 K において SUS304 では型/試料界面で 1090 K, 試料中央で 1175 K であった。黒鉛では制御温度 1029 K において型/試料界面で 1110 K, 試料中央で 1200 K となった。またアルミナの場合は制御温度 1022 K において型/試料界面では 1180 K に達したが, 試料中央部は 980 K となり制御温度を下回っていた。また, 驚見ら⁽¹¹⁾は実験結果と熱伝導の解析から導電性試料では試料内部と型の内側表面が, 絶縁性試料では型の内側表面のみが発熱源であると報告している。このように, 型と試料内部の温度がかなり異なり, その違いは型の寸法や試料の材質, 焼結温度などに大きく左右される。パルス通電焼結加圧焼結の焼結挙動の検討には試料温度の実測が必要不可欠である。

パルス通電加圧焼結の焼結挙動に関してはいくつかの検討がなされている。木村と小林⁽¹⁵⁾は試料内部の温度を測定した上で Ti-Al 系のアモルファス微粉末の焼結速度を測定した。彼らは, 焼結速度から計算した粘性流動の見かけの活性化エネルギーが投入電圧量の増加によって減少したと報告している。横田ら⁽¹²⁾と長柄ら⁽¹³⁾は SPS 法によりガスアトマイズ Al-Si 合金を焼結し, その組織観察を行った。ネック付近の粒子表面に部分的な融解の痕跡が認められた⁽¹²⁾。また, 粒子の接合界面の組織からネックの形成が粒子の塑性変形であることを示唆している⁽¹³⁾。さらに, 富野ら⁽¹⁴⁾はガスアトマイズ法で作製した鑄鉄粉末を SPS 法により焼結した。彼らは, 試料から 1 mm の深さまで型内に熱電対を挿入し, 焼結用の制御温度とした。ネック表面の曲率半径が極めて小さく, 制御温度 973 K 以下ではネック部に粒子間の境界が確認された。また, その際, 粒子内部と境界付近での組織は明確な違いが観察されなかった。以上のことから, パルス通電加圧焼結による鑄鉄粒子のネック成長は粒子の塑性変形によると結論している。

金属粉末のパルス通電加圧焼結は, 組織観察の結果から粒子の塑性変形が支配的な要因であると考えられる。しかし, 焼結挙動の速度論的な考察はほとんど行われていない。パルス通電加圧焼結の焼結機構を明らかにするためには定量的な焼結速度の解析が非常に有効である。

パルス通電加圧焼結においてネック近傍での放電や局所的なジュール発熱が起きるとすれば, 粒子の接触時からネックがある程度の大きさになるまでの焼結の初期過程が最も影響されると考えられる。したがって, パルス通電加圧の下で粒径が大きい粉末を焼結した場合, ネック部近傍とそれ以外のところでは組織が大きく異なると考えられる。

白鑄鉄は高機能ダイヤモンド研削砥石のボンド材として注目されており⁽¹⁴⁾⁽¹⁶⁾⁻⁽¹⁹⁾, その焼結方法として, SPS 法が検討されている⁽¹⁴⁾⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾。そこで本研究は試料の内部温度を

測定した上で, ガスアトマイズ法で作製した鑄鉄粗粉末のパルス通電加圧焼結の初期過程におけるネック部の微細組織を観察し, ネック成長速度を定量的に検討した。鑄鉄アトマイズ粉末は融体から急激に冷却されて粉末になるので, 粒子は球形であり, Fe-C 系共晶組織を有する白鑄鉄から構成される。この粉末を用いることで, 粒子の変形やネックの大きさ, 接合形態を容易に観察できる。また, 焼結による微細組織の変化から焼結時の試料温度の推定が可能である。

II. 実験方法

鑄鉄粉末はガスアトマイズ法により作製されたもので, 炭素量は 4 mass% である。その粉末をふるい #70/#83 により分級し, 試料粉末とした。Fig. 1 に実験に用いたアトマイズ鑄鉄粉末の走査型電子顕微鏡(SEM)写真を示す。粉末粒子は球状であり, 粒径が 200 μm 程度で均一であった。試料粉末は共晶組成に非常に近い亜共晶領域にあるので, 微細組織はほとんどが Fe-C 系共晶系特有のレデライト組織($\gamma\text{-Fe}$ と Fe_3C)からなっており, 一部, $\gamma\text{-Fe}$ の初晶によるデン

Fig. 1 SEM images of atomized cast-iron. (a) particle surface, and (b) cross-section after etching.

ドライトが観察される。X線回折の結果、試料粉末は主に α -Feと Fe_3C からなり、微量の残留オーステナイト(γ -Fe)とFeOが確認された。

焼結装置は住友石炭鉱業(株)製放電プラズマ焼結機(Dr. Sinter Lab. Model: SPS-510A)を用いた。外径30 mm、内径15.4 mm、高さ40 mmの黒鉛製型の内面にカーボンペーパーを巻き、その中に鋳鉄粉末を入れた。また、パンチと試料の間にもカーボンペーパーを挿入した。焼結実験に先立ち、黒鉛型内の試料温度を測定した。Fig. 2にその模式図を示す。K熱電対(アルメルクロメル)を、ムライト保護管とアルミナセメントにより絶縁し、パンチ中に埋め込んだ。試料温度測定用の試料として、鋳鉄粉末とその焼結体(相対密度84%)を用い、印加圧力13 MPa、型表面温度823 Kから1023 Kにおいて試料/パンチ界面と試料表面から約3 mmの深さの試料内部の温度を測定した。さらに、粉末試料を用いて、試料表面もしくは試料内部の温度のみを測定し、熱電対を挿入したパンチを用いた影響を検討した。

焼結実験は型表面温度873 K真空下で行った。印加圧力は13 MPaと34 MPaとし、保持時間は0から1.8 ksとした。昇温開始前に粉末を加圧し、823 Kまで480 s、その後、873 Kまで120 sで昇温させた。温度保持終了後、速やかに印加圧力を除去し、真空のまま冷却した。

焼結後の試料に対して、トルエンを用いてJIS-R2205に準拠したアルキメデス法によりかさ密度を測定した。さらに、X線回折による相の同定、SEMによる研磨面と破断面の微細組織の観察を行った。なお、研磨面の組織観察においてはナイトル液による腐食を行った。ネック直径は破断面からSEMにより求めた。50ないし55個のネックにつき縦横2点の測定を行い、その平均をネック直径とした。

Fig. 2 Schematic drawing of the graphite die for measuring sample temperature during the pulse-current pressure sintering.

III. 結 果

Fig. 3に型内粉末の試料温度を示す。実験温度全域にわたり、型表面温度に比べて試料/パンチ界面、試料内部の順に温度が高い。型表面温度が823 Kにおいては、パンチ界面は850 K、試料内部は895 Kであり、型表面温度が1023 Kではパンチ界面で1076 K、試料内部で1111 Kである。内部温度測定用パンチもしくは界面温度測定用パンチのみで試料の温度を測定した結果は両方の温度測定用パンチを同時に使用した場合と差は見られなかった。試料に密度85%の焼結体を用いた場合、試料の内部と表面の温度差は粉末を試料とした場合と比較して最大で5 Kほどであった。また、Fig. 3から、焼結実験の型温度873 Kでは試料温度を950 Kとした。

Fig. 4に試料温度950 K(型表面873 K)、保持時間1.8 ks、圧力13 MPaで焼結した試料の研磨面SEM像を示す。加圧方向に関係なく一様にネックが成長している。Fig. 4(a)に示すように、ネック部に亀裂や気孔は認められない。Fig. 4(b)はネック部断面の拡大写真である。ネック表面の曲率半径は極めて小さい。Fig. 4(c)は粒子の接合界面を示すが、ネック部に融解や再結晶の痕跡は観察されない。粒子同士は接合しているが、境界は互いの組織を保ったままである。またネック部近傍が著しく変形した形跡や再結晶化は観察されない。XRDによる相同定の結果、焼結体は α -Feと Fe_3C から成り、原料粉末で検出された残留 γ -Feは認められなかった。また、型表面温度873 K、保持時間1.8 ksにおいても、微量のFeOが存在した。

Fig. 5に試料温度950 K(型表面873 K)の焼結体における破断面のSEM像を示す。Fig. 5(a)は圧力13 MPa、保持時間0 ks、Fig. 5(b)は圧力34 MPa、保持時間1.8 ksである。どちらの場合もネック部で破断している。本実験で最も

Fig. 3 Sample temperature, T , as a function of die temperature, T_{die} , during the pulse-current pressure sintering with the atomized cast-iron powder.

Fig. 4 SEM images of cross-section of sintered cast-iron by the pulse-current pressure sintering ($T=950\text{ K}$ ($T_{\text{die}}=873\text{ K}$)/13 MPa/1.8 ks. (a) cross-sectional view of the sintered body, (b) a neck area, and (c) an interface between particles.

緻密化が進行した圧力 34 MPa、保持時間 1.8 ks の試料のネック平均直径は $90\text{ }\mu\text{m}$ であり、初期平均直径 $200\text{ }\mu\text{m}$ の約半分となった。この条件では、ほとんどのネックは他のネックと接触・合体を起こしていない。

Fig. 6 に試料温度 950 K (型表面 873 K) で焼結した鑄鉄のかさ密度(ρ)の焼結時間(t)依存性を示す。圧力 13 MPa では密度の増加は小さいが、34 MPa では緻密化が進行している。鑄鉄の密度は構成する相により変化するが、本実験の試料では $\alpha\text{-Fe}$ と Fe_3C から構成されているので、その理論的な体積分率から $7.8\text{ Mg}\cdot\text{m}^{-3}$ とした。焼結体密度は圧力 13 MPa、保持時間 0 ks の条件で相対密度が 67% であり、最も緻密化が進行した圧力 34 MPa で保持時間 1.8 ks の試料でも 73% である。したがって、焼結体密度の観点からも、焼結段階が初期から中期に位置していることがわかる。また、密度変化に対する圧力の影響が大きいことがわかる。

Fig. 5 Fractured neck surface of the sintered body produced by the pulse-current pressure sintering at $T=950\text{ K}$ ($T_{\text{die}}=873\text{ K}$). (a) applied pressure: 13 MPa, sintering time: 0 ks, and (b) applied pressure: 34 MPa, sintering time: 1.8 ks.

Fig. 6 Change of bulk density, ρ , of sintered body during the pulse-current pressure sintering process at $T=950\text{ K}$ ($T_{\text{die}}=873\text{ K}$).

IV. 考 察

試料の内部温度を測定した結果、型表面温度 873 K においては型表面温度よりも試料/パンチ界面の温度は約 30 K、試料内部は 70 K 程度高かった。また、試料の内部温度はその表面よりも 40 K 程度高い。このことは、鋳鉄粉末を使った場合は試料自身がジュール発熱しているためであると考えられる。また、試料を相対密度 85% の焼結体とした場合、粉末に比べて最大で 5 K ほどの試料の温度低下が認められた。この結果から、本実験での密度範囲での緻密化による温度変化は無視できるものと考えられる。

富野らの銅を試料とした結果⁽⁹⁾では、型表面温度 950 K で試料中央が 1130 K であり、その温度差は 180 K と、本実験よりも 100 K も高い。また、鷲見らの SUS304 の結果⁽¹¹⁾では、型表面温度 1025 K で、試料中央温度が 1175 K となっており、その差は 150 K になる。いずれの結果も本実験に比較して 100 K 前後、高いことになる。この理由は、型の肉厚の違いが挙げられる。本実験では型の肉厚が 7.5 mm であるのに対し、富野らの型の肉厚は 20 mm、鷲見らは 15 mm である。彼らの型内部温度の測定結果によると、試料/型界面から 7.5 mm のところでは富野らの場合が 1020 K、鷲見らの場合は 1050 K となっており、試料中央との温度差はそれぞれ 110 K、125 K となる。試料/型界面から 7.5 mm の温度を型表面温度として Fig. 2 から本実験での試料温度を推定すれば、型表面温度が 1020 K と 1050 K では、それぞれ 1106 K と 1139 K となる。その温度差はそれぞれ 86 K と 89 K である。型の形状と試料が異なることを考えれば、本実験での試料の温度と型表面温度との差はいずれの実験とも同程度にあるといえる。試料内部の温度と型表面の温度差は型の寸法の影響が極めて大きいことが示唆される。また、本実験では銅や SUS304 に比べて抵抗の大きい鋳鉄を用いている。試料の抵抗が高い場合、相対的に型の電流が大きくなり、試料の電流が小さくなるので、試料のジュール発熱は減少する。したがって、同じ型温度であっても、試料の抵抗の大きいものでは試料と型の温度差が小さくなるものと考えられる。

横田ら⁽¹²⁾は Al 合金の粉末を SPS 焼結した際にネック部近傍の粒子表面に融解の痕跡を確認したと報告している。彼らの実験の場合、型表面温度と合金と液相生成温度が 150 K 程度の差しかない。型内部の温度が型表面温度より 100 K 前後高いことを考えれば、温度が焼結温度が融点に近い場合は通電による局所的な発熱がわずかでも、部分的に融解する可能性がある。しかし、本実験の鋳鉄の場合、焼結温度が液相生成温度より 470 K 低いので、融解は起きないと考えられる。

アトマイズ鋳鉄粉末の真空焼結⁽²⁰⁾では、1323 K から微細構造が変化し始めたと報告されている。パルス通電加圧焼結により型表面温度 873 K で焼結した試料ではネック部近傍

でも微細構造の変化が観察されないため、少なくとも、1323 K には達していないと考えられる。

Fig. 4 に示すように、鋳鉄粒子はよく接合しているが、明確な粒子の境界が観察される。粒子の接合界面では融解や再結晶の痕跡は見られない。このことから、パルス通電加圧焼結中にネック成長はネック部近傍での融解や蒸発により起きているものではないと考えられる。融解や蒸発により接合した場合、ネック表面に移動した融体や蒸気が固化した組織が観察されなくてはならないが、本実験ではそのようなものは確認できなかった。また、粒子界面から原子が移動しネックを成長させる場合、ネック部は出発粒子と異なる組織により形成されることが考えられる。しかし、ネック部近傍においても組織は均質であった。したがって、鋳鉄粒子が圧力により塑性変形したことでネックが形成したと考えられる。また、ネック近傍で共晶組織に認識できるような変形がないことから、ネック部近傍の温度のみが高くなり、選択的に変形したのではなく、均一な温度の下で粒子全体が塑性変形したのと考えられる。以上の観察結果は富野らの結果⁽¹⁴⁾とよく一致している。

金属粒子のパルス通電加圧焼結によるネック成長が均一温度下における粒子の塑性変形であることを定量的に評価するために、ネック成長速度を以下の粒子の塑性変形モデルから推算する。(1)焼結はごく初期段階である。個々のネックは独立しており、ネック同士の接触・合体は起きない。(2)粒子の自由表面は常に球形であり、直径の変化は無視できるほど小さく、200 μm で一定である。(3)ネック成長は鋳鉄粒子の定常クリープ変形により起きる。クリープ変形速度は、指数則：

$$\dot{\epsilon} = K\sigma^n \quad (1)$$

に従う。ここで、 $\dot{\epsilon}$ はクリープ歪み速度、 K と n は定数、 σ は応力を示す。本実験では、測定温度と微細構造が類似していることから、Caligiuri ら⁽²¹⁾の 923 K における 2.6 mass% 白鋳鉄のクリープ変形速度：

$$\dot{\epsilon}/\text{s}^{-1} = 8.8 \times 10^{-11} (\sigma/\text{MPa})^{3.32} \quad (2)$$

を採用した。

以上の仮定をもとに粒子の塑性変形によるネックの成長速度は以下のように表される。焼結の進行に伴い、Fig. 7 に示すように、粒子が自由表面は球形を維持したまま鼓状に変形すると仮定すると、粒子の微小部分 dh の変形速度 ($d\dot{\lambda}$) は以下のように表される。

$$d\dot{\lambda} = \dot{\epsilon} dh = K\sigma^n dh = K \left(\frac{f}{\pi a^2} \right)^n dh \quad (3)$$

ここで、 r は鋳鉄粒子の半径を示す。 f は 1 つのネック部に印加される力であるが、組織観察の結果から加圧方向によらず均質であると仮定し、Coble⁽²²⁾が求めた、

$$f = \frac{4\pi r^2 \sigma_p}{N_c} \quad (4)$$

に従うものとした。ここで σ_p はパンチによる印加圧力、 N_c は平均配位数を示す。Jernot ら⁽²³⁾は粉末成形体の平均配位

Fig. 7 Schematic illustration on a model of the initial stage of sintering governed by plastic deformation.

Fig. 8 Change of neck diameter, $2a'$, during the pulse-current pressure sintering of atomized cast-iron at $T=950\text{ K}$ ($T_{\text{die}}=873\text{ K}$). (a) applied pressure: 13 MPa, and (b) applied pressure: 34 MPa.

数と密度の関係を調査した。Fig. 6の結果から、粉末粒子が点接触した状態では相対密度がおおよそ60%程度であると考えられるので、彼らの結果から平均配位数は6とした。

幾何学的に $a^2 = r^2 - h^2$ であるから、式(3)は

$$d\dot{\lambda} = K \left(\frac{f}{\pi(r^2 - h^2)} \right)^n dh \quad (5)$$

となる。したがって、粒子全体の変形速度は式(5)を $h=0$ から h' まで積分することにより得られる。

$$\dot{\lambda} = K \int_0^{h'} \left(\frac{f}{\pi(r^2 - h^2)} \right)^n dh \quad (6)$$

そして、保持開始($t=0$)のときに測定したネック直径から h' の値を計算し、式(6)で求められた $\dot{\lambda}$ を $t=0$ から $t=t'$ まで積分することにより、 $t=t'$ での h' を求めることができる。

$$h' = h'_{t=0} - \int_0^{t'} \dot{\lambda} dt \quad (7)$$

ネック直径 $2a'$ は、式(7)から求めた h' をもとに時間の関数として求めることができる。

Fig. 8は試料温度950 K(型表面873 K)でパルス通電加圧焼結されたアトマイズ鉄粒子のネック直径($2a'$)の時間変化を示す。(a)は圧力13 MPa、(b)は34 MPaである。ここで $t=0$ ksは保持開始を示す。図中の記号はネック直径の測定結果の平均値で、エラーバーは標準偏差を示す。ネック直径は時間とともに増加している。また、圧力13 MPaに比べて圧力34 MPaではその成長が著しく速い。

塑性変形によるネック成長のモデル計算結果は平均ネック直径とよく一致している。このことは本実験で適用したモデルが妥当であることを示唆している。また、Fig. 8にはCobleとEllisによる加圧時の体積拡散によるネック成長モ

デル⁽²⁴⁾：

$$\frac{da'}{dt} = \frac{16}{\pi} \frac{r D_v f \Omega}{x^4 k_B T} \quad (8)$$

をもとに、保持時間 $t=0$ におけるネック半径 a_0 を初期条件として積分した式：

$$\left(\frac{a' - a_0}{r} \right)^5 = \frac{80}{\pi} \frac{D_v f \Omega}{r^4 k_B T} t \quad (9)$$

を用いて体積拡散についても検討した。ここで、 Ω は原子体積 ($1.2 \times 10^{-29} \text{ m}^3$)、 k_B はボルツマン定数を示す。体積拡散係数 (D_v) は純粋な $\alpha\text{-Fe}$ の値 ($4 \times 10^{-18} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$)⁽²⁵⁾ を用いた。白鉄中では $\alpha\text{-Fe}$ 相が最も拡散が速いと考えられる。しかし、 Fe_3C により拡散面積は減少すると考えれば、純粋な $\alpha\text{-Fe}$ の D_v を用いた計算結果は大きめに見積もられたネック直径といえる。Fig. 8 に示すように、体積拡散ではネックがほとんど成長しないことがわかる。したがって、白鉄のバルス通電加圧焼結では、通常のホットプレス⁽²²⁾と同様に白鉄粒子の塑性変形により進行すると考えられる。

バルス通電加圧焼結では、Al や Ti のような強固な酸化皮膜を有する金属粉末においても容易に焼結が進行すると報告されている⁽¹⁾⁽¹²⁾。その場合、松木ら⁽⁸⁾が述べているように、バルス通電加圧焼結の開始時に、放電やネックでの局部発熱により皮膜が破壊され、ネックの形成を促進する可能性がある。しかし、本実験の結果から、バルス通電加圧焼結における初期段階のネック成長過程は、比較的粒径が大きい金属粗粉末の場合、均一温度のもとで粒子が塑性変形してネックが成長すると考えられる。

V. 結 論

試料内部の温度を測定して、粒径 $200 \mu\text{m}$ の鉄粉のバルス通電加圧焼結を行い、そのネック成長過程を検討した。外形 30 mm 、内径 15.4 mm の黒鉛型を使った場合、型表面温度 873 K において、試料内部の温度は型表面より 70 K ほど高く、試料/パンチ界面より、 40 K ほど高かった。

融解や再結晶の痕跡は確認されず、ネック表面の曲率半径が非常に小さかったことから、アトマイズ鉄粒子のバルス通電加圧焼結におけるネック成長は塑性変形によると考え、均一温度の下、粒子全体が塑性変形してネックが成長する焼結モデルを仮定した。このモデルにより計算したネック成長速度と実験結果がよく一致しており、バルス通電加圧焼結によるアトマイズ鉄粉のネック成長が粉末粒子の塑性変形で行進していることがわかった。また、本実験では、従来、バルス通電加圧焼結の焼結機構として説明されているような

ネック部近傍の放電による融解や気化による急速な粒子接合やネック部の局所的なジュール加熱による急速なネック成長がおきていないことを指摘した。

本研究の結果から、粒径の大きい鉄粉のバルス通電加圧焼結においては通常のホットプレスと同様に粒子全体の塑性変形がネック成長の支配過程であることがわかった。バルス通電加圧焼結の焼結挙動を検討する場合、試料内部の温度を十分に把握し、印加される圧力による塑性変形の影響を考慮することが非常に重要である。

文 献

- (1) M. Tokita: J. Soc. Powder Technol. Jpn., **30**(1993), 790-804.
- (2) O. Yanagisawa, T. Hatayama and K. Matsuki: Materia Jpn., **33**(1994), 1489-1496.
- (3) M. Oomori and T. Hirai: New Ceramics, 1994 (7), 27-31.
- (4) K. Ishizaki and M. Nanko: New Ceramics, 1994 (7), 47-50.
- (5) H. Onishi, Y. Ikarashi, M. Nanko, A. Kondo, T. Nagai and K. Ishizaki: New Materials, **7**(1996), 34-37.
- (6) M. Nanko, H. Onishi and K. Ishizaki: Ceramic Industry, **145**(1996), 31-37.
- (7) N. Murayama: Ceram. Jpn., **32**(1997), 445-449.
- (8) K. Matsuki, T. Hatayama and O. Yanagisawa: J. Jpn. Inst. Metals, **59**(1995), 740-745.
- (9) H. Tomino, H. Watanabe and Y. Kondo: J. Jpn. Powder Powder Metal., **44**(1997), 974-979.
- (10) T. Abe, S. Sumi, H. Hasimoto and T. Kuriyama: Materia Jpn., **35**(1996), 804-809.
- (11) S. Sumi, Y. Mizutani and M. Yoneya: J. Jpn. Powder Powder Metal., **45**(1998), 153-157.
- (12) M. Yokota, M. Nose and T. Nagase: Proc. 1997 Fall Meeting of Jpn. Powder Powder Metal., (1997), p. 186.
- (13) T. Nagae, M. Yokota and M. Nose: J. Jpn. Powder Powder Metal., **44**(1997), 945-950.
- (14) H. Tomino, Y. Kondo, M. Katamura and T. Tojo: J. Jpn. Powder Powder Metal., **45**(1998), 703-708.
- (15) H. Kimura and S. Kobayashi: J. Jpn. Inst. Metal., **58**(1994), 201-207.
- (16) H. Onishi, Y. Kondo, S. Yamamoto, A. Tsukuda and K. Ishizaki: J. Ceram. Soc. Jpn., **104**(1996), 610-613.
- (17) Y. Hagiuda, K. Karikomi and T. Nakagawa: J. Soc. Precise Eng., **53**(1987), 1562-1568.
- (18) H. Tomino, Y. Kondo, M. Katamura and T. Tojo: J. Jpn. Powder Powder Metal., **45**(1998), 709-714.
- (19) H. Tomino, Y. Kondo, M. Katamura and T. Tojo: J. Jpn. Powder Powder Metal., **45**(1998), 715-720.
- (20) H. Tomino, Y. Kondo and M. Katamura: J. Jpn. Powder Powder Metal., **44**(1997), 590-595.
- (21) R. D. Caliguri, R. T. Whalen and O. D. Sherby: Intl. J. Powder Metall. Powder Tech., **12**(1976), 9-16.
- (22) R. L. Coble: J. Appl. Phys., **41**(1970), 4798-4807.
- (23) J. P. Jernot, M. Coster and J. L. Chermant: Powder Technol., **30**(1981), 21-29.
- (24) R. L. Coble and J. S. Ellis: J. Am. Ceram. Soc., **46**(1963), 438-441.
- (25) R. J. Borg and C. E. Birchenall: Trans. Metal. Soc. AIME, **218**(1960), 980-984.