研究

鉄粉の抵抗焼結過程の解析*

明智 清明**, 原 善四郎**
坂井 徹郎***, 板橋 正雄**

Kiyoaki Akechi, Zenshiro Hara, Tetsuo Sakai and Masao Itabashi: Analysis of the Resistance-Sintering Process of Iron Powder.

The sintering process of iron powder during flash resistance-sintering was analyzed on the basis of temperature and electric-resistance changes of the compacts. The temperature change for very short time was estimated from the power input value at every moment. The estimated temperature was compared to the compact surface temperature measured by an infrascopes, and it was confirmed that the difference between both the temperatures was rather small, and decreased with an increase of set-up current level. From the analysis, it was shown that in the resistance-sintering of metal powder, heat generated at an early stage is mostly due to the contact resistance, between particles, and its fraction decreases as the sintering time proceeds. The rate of decrease depends upon the properties of the metal powder and resistance-sintering conditions.

(Received February 3, 1978)

I 緒 言

加圧下の金属粉末に直接通電して瞬間的に焼結を行なわせる抵抗焼結法における焼結過程の実態については、通電時間が10秒前後の場合¹⁾や2分以上の場合²⁾については若干の解析例があるが、通電時間が1秒前後のように短時間の場合は温度測定が困難³⁾なこともあってくわしい検討はされていない。

筆者はさきにチタン粉の抵抗焼結の際の電流・電圧波形から求められる焼結体の抵抗値変化、および入力値から推定される焼結体の温度変化にもとづいてチタン粉の抵抗焼結における焼結過程を解析した⁴⁾⁵⁾。

本報では、坂井、原⁶⁾が以前にインフラスコープ・シンクロスコープ方式で実測した抵抗焼結中の鉄粉焼結体表面温度を入力値から焼結体温度と比較することにより、その妥当性を検討し、前報⁴⁾⁵⁾と同手法で鉄粉の抵抗焼結中の焼結過程の解析を行なった。

II 方 法

使用粉末および抵抗焼結条件は既報⁶⁾と同様である。その概略を述べると、使用粉末は500°Cで30分間水素還元した市販の電解鉄粉(−325メッシュ)(Photo. 1)であり、その粉末27gを雲母箔で内張りした型穴寸法4×56mmのダイス内に装入して、抵抗焼結機にかけ、加圧力0.9t/cm²、電圧一定(極間電圧3~4.5V)、設定電流実効値71%および80%(通電時間2秒のときの最大流量はそれぞれ約9000, 11000A)、通電時間2秒間(100サイクル)

Photo. 1 Used electrolytic iron powder.

という条件で各2回ずつ通電焼結した。また抵抗焼結過程解析のために設定電流実効値67%(通電時間2秒のときの最大電流量5200A)および通電時間を若干変化させた条件でも補足的に抵抗焼結を行なった。

抵抗焼結中の電流および電圧波形をオシログラフで記録し、両波形を直線と正弦波で近似して0.02秒毎(1サイクル毎)の抵抗値および入力値を算出⁷⁾した。この入力値から概算された鉄粉焼結体の到達温度および既報⁶⁾の焼結体表面温度の実測値(金型のシリカ窓を通して焼結体表面温度をインフラスコープで検出し、その出力をシンクロスコープ画像として測定した)を、通電時間が2秒で最大電流量9000Aと11000Aの場合について比較した。

さらに得られた焼結体について、見かけ密度を測定し、

* 昭和53年2月3日受理

** 東京大学生産技術研究所, 〒106港区六本木7-22-1

*** 東海大学工学部, 〒259-12平塚市北金目1117

Fig. 1 Relation between power input and temperature during resistance-sintering.

また引張り試験(歪速度 2.5 mm/min, JIS 7 号試験片)によって引張り強さと伸びを求め, 抵抗焼結過程検討の資料とした。

III 結果と考察

III-1 入力値から推定された焼結体の温度上昇過程と実測表面温度との比較

鉄 1g をある温度まで加熱するのに要するエネルギーは, 比熱⁹⁾および変態熱⁹⁾の既存のデータから算出することができる (Fig. 1)。

抵抗焼結中にパンチやダイスからの熱放散がなく, 各瞬間までの入力エネルギーがすべて粉末およびパンチの加熱に消費されると仮定すると, 抵抗焼結中の電流・電圧値から求めた瞬間の入力値からパンチ部分 (抵抗 13.5

(a) 11000 A, 2 sec

(b) 9000 A, 2 sec

Fig. 3 Surface temperature (°C) measured on being sintered compact.

μΩ) における消費電力を差引いて正味の粉末の加熱に要するエネルギー値を求めることができるから, この値を用い Fig. 1 から抵抗焼結中の到達温度を求めることができる。焼結時間 2 秒のときの電流が 5200 A, 9000 A, 11000 A の場合について, このようにして求めた推定温度を Fig. 2 に実線で示した。

一方, 同条件で抵抗焼結された焼結体表面のインフラスコープによる実測温度を Fig. 3 に示す。また焼結体表面の一測定点 (Fig. 3 中 A 点および B 点) についてインフラスコープ・シンクロスコープ方式で実測した表面温度の時間的变化を Fig. 2 に破線で示した。

入力値計算から推定した焼結体の平均温度 (通電時間 2 秒のとき 9000 A で 1050 °C, 11000 A で 1350 °C) と, 焼結体表面の実測温度 (Fig. 3) の平均値 (通電時間 2 秒のとき 9000 A で 950 °C, 11000 A で 1240 °C) とを比べると, 実測表面温度は低い。ダイスやパンチによる冷却を無視するならば, このことは焼結体の表面部分にくらべて中心部分が重点的に加熱されていることを示していると考えられる。またそのことは 11000 A, 2 秒という条件で抵抗焼結した試片の引張り面中心部に熔融組織が見られる (Photo. 2(c)) ことから確認できる。設定電流実効値 71% での焼結では 2 秒 (9000 A) のときは熔融組織が現われていないが (Photo. 2(a)), 2.6 秒では中心部分に熔融組織が現われている (Photo. 2(b))。

また設定電流実効値が高い場合は実測表面温度も高く, しかも入力値から推定した平均温度との差が小さい。これは設定電流実効値を高くすると急速に加熱されるため

Fig. 2 Changes of temperature calculated from power input and temperature measured during resistance sintering.

Photo. 2 Fracture surfaces obtained by tensile test (① set up current level, ② sintering time, ③ power input).

ダイスやパンチによる抵抗焼結中の冷却が少ないためと考えられる。

Ⅲ-2 抵抗焼結中の電気抵抗と密度変化、および焼結体の引張試験の結果

設定電流実効値 80% (2 秒のときは電流 11000 A) のときの焼結体の密度、電気抵抗値、および接触抵抗による発熱と固有抵抗による発熱との比率、の各々の焼結時間による変化を Fig. 4 に示す。

Fig. 4 中の固有抵抗値はつぎのようにして求めた。ある焼結時間 t 秒のときの温度 T_i °C (入力値計算から推定された平均到達温度を用いた) は、Fig. 2 からわかる。 T_i °C のときの鉄の固有電気抵抗率 ρ_T $\mu\Omega \cdot \text{cm}$ は文献^{8,9)} から求められる。一方、簡単な計算から密度比 x_i % のときの固有抵抗値を補正する式はつぎようになる。焼結体試片の寸法が測定できる場合には、抵抗値 R_i $\mu\Omega$ こ

Fig. 4 Changes of density ratio, electric resistance and the fraction of heat generated at contact areas between particles and heat generated inside of particles during resistance sintering.

は通電長さ L cm を用いて、

$$R_i = L^2 \rho_T d_0 (x_i/100)/W \quad (1)$$

一方、 L の実測データがない場合には

$$R_i = \rho_T W (100/x_i)/(d_0 S^2) \quad (2)$$

ここで d_0 は理論密度 (g/cm^3) であり、鉄では $d_0 = 7.9$, W は焼結体の質量 (g) であり本研究の場合 $W \approx 26.4$, S は焼結体の通電面積 (cm^2) で実測平均値は $S \approx 2.4$ である。したがって(1)式を用いるときには ρ_T , x_i , L を使ってまた(2)式を用いる場合には、 ρ_T , x_i を使って、各焼結時間における R_i を求めることができる。それらの値をプロットすると Fig. 4 の中段の図のようになる。

Fig. 4 からつぎのことがわかる。本研究の場合には焼

Fig. 5 Electric resistance during resistance sintering of iron powder at various set-up current level.

Fig.6 Influence of power input and temperature estimated from power input on density, tensile strength and elongation of the sintered compact.

結時間増大とともにほぼ直線的に密度が上昇している。チタン粉の場合⁹⁾にくらべて加圧力も低く粉末粒度も細かく、かつ固有抵抗率も低いこともあって、粒子間接触抵抗の寄与が大きく、かつ長時間におよんでいる。

Fig. 5 に設定電流実効値を変化させた場合の焼結時間経過による抵抗値低下の様子を示す。概して、設定電流実効値が小さいほど抵抗値が大きく、抵抗値低下が遅れる傾向がある。

入力値、あるいは入力値から推定した焼結体の到達温度と、密度、引張強さ、伸びの関係を Fig. 6 に示す。入力値とともに焼結体の密度は増大するが、引張り強さと伸びは、入力値が 95 kVAC/g までは増大するが、液相が生じる温度に到達する入力値 120 kVAC/g になるとかえって低下する。その場合、焼結体の引張り破面全体が鑄造組織になっていて溶融したことを示している (Photo. 2 (d))。すなわち、加圧力が低いため、入力値が大きくな

って中心部が溶融しても緻密化が十分に進まず気孔を含んだ密度の低い鑄造組織となっており、また、酸化の進行のために欠陥の多い組織になっている。そのため引張り強さと伸びが低下したものと考えられる。なお破断はいずれも試片中心部で生じた。

IV 結 言

抵抗焼結中に測定した電流、電圧波形から求めた入力値から推定された鉄粉焼結体の到達温度は、焼結体表面の実測温度と比較的よい相関関係を示した。実測表面温度 950°C, 1240°C のとき入力値から推定された温度 (焼結体の平均温度に相当すると考えられる) は、それぞれ 1050°C, 1360°C であった。また設定電流実効値が大きいほど実測表面温度と入力値から推定された平均温度との差は小さい。このことは焼結体の中心部分が優先的に加熱されることによるものと考えられる。

本研究は前報のチタン粉の場合にくらべて、低加圧力、細粒、低固有抵抗率のため、粒子間の接触抵抗による発熱の寄与が大きく、かつ長時間であった。

入力値増大とともに焼結体の密度、引張り強さ、伸びは上昇するが、入力値が過大であると引張り強さと伸びは低下した。これは溶融により気孔等の欠陥を含んだ鑄造組織が形成することに原因があると考えられた。

文 献

- 1) 斎藤, 沢岡: 日本金属学会会報, **10** (1971), 241.
- 2) L. A. Shepard and W. J. Croft: Powder Metallurgy International, **7** [1], (1975), 33.
- 3) L. V. Lenel: Trans. AIME, J. of Metals, **6** (Jan. 1955), 158.
- 4) 明智, 原: 粉体および粉末冶金, **25** (1978), 193.
- 5) 明智, 原: 粉体および粉末冶金, **25** (1978), 198.
- 6) 坂井, 原: 生産研究, **23** (1971), 248.
- 7) 明智, 原: 生産研究, **28** (1976), 279.
- 8) 金属データ・ブック, 日本金属学会編, 丸善 (1974), 12, 13, 14.
- 9) 鉄鋼便覧, 日本鉄鋼協会編, 丸善 (1962), 78, 85, 1772.

会 告

これからの生産技術

——非切削加工の趨勢を採る——

日 時: 昭和53年12月4日 (月)~6日 (水)
会 場: 大阪科学技術センター 8階小ホール
大阪市西区靱本町1丁目8番4号
TEL 06-443-5321
主 催: 精機学会
協 賛: 粉体粉末冶金協会

聴講申込締切: 昭和53年11月30日 (木)

定 員: 100名, 先着順により満員になり次第締切ります。

聴 講 料: 主催協賛会員 25,000円 (学生 7,000円),
会員外 30,000円

申 込 方 法: ハガキ大の用紙に「これからの生産技術」と題記し, (1)勤務先, (2)部課名, 所在地 (3)氏名, 会員資格を記入し, 聴講料を添えて当支部宛ご送付下さい。

送 り 先: 吹田市山田上 (〒565) 大阪大学工学部精密工学科内精機学会関西支部