

中国人留学生研究奨励賞 受賞論文

日中科学技術交流協会から 平成 16 年度 12 月 17 日受賞学会館にて

金属粉末パルス通電焼結体の焼結過程及び界面構造

謝 国 強

Sintering Process and Interfaces Microstructure of Metal Powders by Pulse Electric Current Sintering

by Guoquiang Xie

パルス通電焼結法では、粉末に直接パルス電流を流すため、各種難焼結材料の焼結が比較的、低温度・低加圧力・短時間で可能である。セラミックスや金属間化合物など難焼結材料の緻密化、傾斜材料、複合材料、異種材料の接合体の製造等の分野に応用され、興味ある結果が数多く報告されている。しかしながら、パルス通電焼結機構を直接的に調べることは困難であるため、本方法における緻密化、清浄化などの焼結機構はまだ不明確な点が多い。

本論文では、パルス通電焼結での施工因子（焼結温度、加圧力、電源周波数）と材料因子（粉末の酸化皮膜特性と反応性）に着目して、透過型電子顕微鏡分析、電子線回折、EDS 分析から粉末粒子間の酸化皮膜の破壊状態の解析、機械的特性、電気的特性等の結果から、焼結過程における緻密化と清浄化を考察し、焼結体の性能向上を目的としている。

本論文は第 1 章から第 7 章までの構成となっている。以下に本論文の内容について述べる。

第 1 章では緒論であり、特にパルス通電焼結方法に関連した研究の現状、ならびに本研究の必要性、着眼点、目的、各章の構成とその概要について述べている。

第 2 章では、従来法では焼結が困難である Al 粉末を用いてパルス通電焼結し、焼結過程への温度、加圧力の効果を明らかにすることを目的とした。

その結果、焼結温度、加圧力の増加とともに、Al

粉末焼結体の密度、引張強さ、伸び、絞りが向上し、電気抵抗率が減少した。焼結条件によって、粉末粒子間の接合性が異なった。相対密度が同じなら、高い温度での焼結体では、粉末粒子間の接合性が良いことを示した。

第 3 章では、高い温度での焼結では、粒子間の接合性が優れる原因を明らかにするため、高分解能電子顕微鏡を用いて、Al 粉末粒子間の微細構造を観察し、表面酸化皮膜の破壊挙動と焼結体性能の関係を検討した。その結果、高分解能電子顕微鏡観察、回折パターンと EDS 分析等の解析で、粉末粒子間の接合界面には、金属/金属と金属/酸化皮膜/金属の 2 種類の接合界面が観察された。焼結体の機械的性能は、接合界面での金属/金属界面の割合に依存し、その量の増加とともに向上する。また、接合界面の酸化皮膜は塑性変形によって破壊され、温度が高い程、酸化皮膜と母材との硬さ比が増大し、破壊し易いことを示した。

第 4 章では、Al 粉末パルス通電焼結体のさらなる性能向上を目的として、焼結時のパルス周波数の焼結体への影響を検討した。その結果、焼結体の相対密度、電気抵抗率、引張特性に及ぼす周波数の影響がなかった。また、緻密化の見掛けの活性化エネルギー、焼結体組織と界面構造においても周波数の影響は確認されなかった。パルス通電焼結過程の初期段階では、粒子間温度が粉体平均温度より高いが、

本研究では相対密度が大きく焼結過程の後期段階で、また Al の熱伝導率が高いことから、粉体温度が均一化し、周波数の影響が現れにくいことを示した。

第5章では、焼結金属の酸化皮膜の熱力学安定性に着目して、表面に強固な酸化皮膜がある Al、酸化皮膜が母材に固溶して消失する Cu、酸化皮膜が分解して焼結温度では酸化皮膜がない Ag を選定した。これら金属の焼結体の性能比較から酸化皮膜の特性と焼結体性能との関係を明らかにする事を目的とした。

その結果、Ag 粉末の表面酸化皮膜が焼結温度で分解するので、接触箇所が接合して、焼結性能が良い。Cu 粉末の表面酸化皮膜は低温で、塑性変形によって破壊するが、焼結温度上昇とともに母材へ溶解し、良い焼結性能になった。Al 粉末表面酸化皮膜は安定なため、焼結温度で分解、溶解しないので、焼結性能が良くないことを示した。

第6章では、Al 粉末の焼結性能が向上させるため、冶金反応を利用し、各種 Mg 量を添加した Al-Mg

合金粉末粒子をパルス通電焼結し、Mg 量の焼結体性能への影響と最適な Mg 添加量について明らかにすることを目的とした。

その結果、Mg 添加量、焼結温度の増加とともに、焼結体の引張強さは大きくなり、電気抵抗率が小さくなった。透過型電子顕微鏡観察、回折パターンと EDS 分析結果の解析で、Al-Mg 合金粉末粒子間界面に金属 / 金属の直接的な接合の他、結晶質酸化物粒子が接合界面に観察された。この結晶質酸化物粒子の組成は Mg 量の増加と焼結温度の上昇により MgAl_2O_4 から MgO に変化した。また、Mg 量の増加、焼結温度の上昇とともに、界面の結晶質酸化物粒子の量が増加することが明らかとなった。この結晶質酸化物粒子は Mg による酸化皮膜の還元生成物と考えられ、この還元反応によって酸化皮膜が球状化し、焼結体の機械的性能は向上した。最適な Mg 添加量は 0.3-2.5mass% であることなど、Al 粉末の焼結性能の改善策を示した。

第7章では、本研究で得られた結果の総括を行っている。