

等粒径 Cu-Al₂O₃ 複合圧粉体の放電焼結過程における緻密化速度に及ぼす アルミナ粒子体積率の影響

倉本英哲、隠岐貴史、松木一弘*、柳沢 平*

Influence of the alumina particle volume fraction on the densification rate of mono-sized Cu-Al₂O₃ composite powder compact in spark sintering process

Hideaki KURAMOTO, Takashi OKI, Kazuhiro MATSUGI* and Osamu YANAGISAWA*

The densification rate of mono-sized Cu 10~50vol%Al₂O₃ composite powder compact in spark sintering process was measured and analyzed to investigate the influence of the alumina particle volume fraction on the densification rate. Because it was considered that the composite compact densified by densifying of pure copper matrix powder, the following densification rate equation was found in consideration of particle's contact probability.

Keywords: spark sintering, Cu-Al₂O₃ powder composite, densification rate, particle's contact probability

等粒径の銅とアルミナ粉末からなる複合圧粉体を放電焼結した場合に、添加したアルミナ粒子の体積率が緻密化速度に与える影響について調べるために、アルミナの体積率が 10~50vol%の複合圧粉体を放電焼結によって緻密化し、この時の緻密化速度の測定と解析を行った。Cu-Al₂O₃ 複合圧粉体では、母相である純銅粉末が緻密化することで、複合圧粉体の緻密化が進むと考え、粒子接触の確率を考慮することで、緻密化速度式を導いた。

キーワード：放電焼結、Cu Al₂O₃ 複合圧粉体、緻密化速度、粒子接触確率

1. 緒言

複合材料は、金属、セラミックあるいはプラスチックなど特性の異なる材料を人為的に組み合わせ、比強度、比弾性、耐食性、耐摩耗性などの単体材料では得ることのできない諸特性を作り出す材料である。これらの複合材料の作製には、ホットプレス(HP)や熱間静水圧プレス(HIP)などの粉末冶金法がよく用いられる⁽¹⁾
⁽⁴⁾。最近では、放電焼結による複合材料の作製に関する報告⁽⁵⁾ ⁽⁷⁾も多くなってきた。

電気不導体で、塑性変形しないセラミック粒子が金属粉末に混合された場合、緻密化速度がどのような影響を受けるかを明らかにすることは、放電焼結によって金属-セラミックス系複合材料の製造技術を確立する上で重要である。本研究では、最も簡単なモデルとして界面反応が起こりにくく、2種類の粉末の粒径が

等しい球形粉末が入手しやすい Cu Al₂O₃ 複合粉末の型内単軸圧縮・放電焼結を行い、緻密化速度の測定と解析によって、アルミナ粒子の体積率が緻密化速度に及ぼす影響について考察した。

2. 実験方法

実験に用いた純銅粉末(99.8mass%,株福田金属箔粉工業製)およびアルミナ粉末(99.9mass% α-Al₂O₃,株昭和電工製)は、ともに平均粒径が約 50μm のほぼ等粒径球状粉末である。両粉末の SEM 像を Fig.1 に示す。先に銅粉末とアルミナ粉末をアルミナ粒子の体積率(V_p)が、0.1、0.2、0.3 および 0.5 になるように混合および秤量をして、型内に挿入した。1回の焼結に用いる粉末の量は、円柱状の焼結体の相対密度が 100%のときに、直径が 10mm、高さが 10mm になるように、それぞれの

*広島大学大学院工学研究科

V_p について算出した。このとき、純銅およびアルミナの真密度の値としてそれぞれ 8.93Mgm^{-3} および 3.97Mgm^{-3} を用いた。なお、用いた型、パンチおよび基本的な放電焼結を行う手順は前報⁽⁸⁾と同様であるため、ここでは説明を省略する。

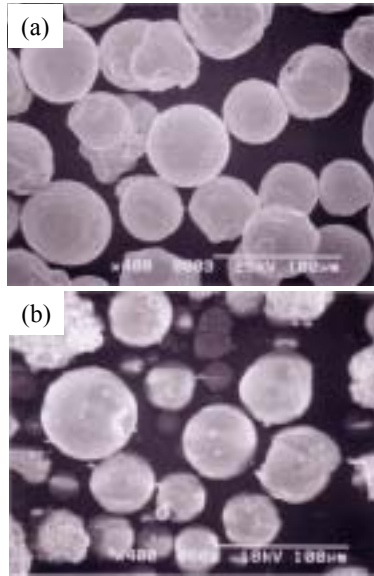


Fig.1 SEM images of as-received (a) pure copper powder and (b) alumina powder.

アルミナ粉末を 10 ~ 50vol.% 添加した銅圧粉体においても、初期段階(第 1 段階)として矩形波パルス電流を負荷すると、純銅粉末の場合と同様の条件⁽⁹⁾で十分な比抵抗の減少を確認することができた。そこで、本研究では第 1 段階のパルス通電として、焼結圧力(P)が 37.5MPa、パルス電流密度(I_p)が 1.3A/mm^2 、単位パルス通電時間(t_p)が 100ms、パルスの on/off 時間比が 1 : 1 のモード 1 の電源による矩形波パルス通電を 1020s(5000 パルス)行い、その後、P が 37.5 もしくは 62.5MPa で、電流密度(I)が $2.8 \sim 4.6\text{A/mm}^2$ のモード 2 の電源による定電流連続パルス通電を行い、この時の相対密度および圧粉体温度の時間変化を測定した。なお、実験は全て 10^{-2}Pa 下の真空中で行った。

3 . 実験結果および考察

3 . 1 相対密度および圧粉体温度

Fig.2 に $V_p=0.1$ と 0.3 の場合の T_c と D の時間変化の例を示す。 T_c および D はアルミナの添加量に関係なく、その絶対値は異なるものの、前報⁽⁸⁾の等粒径純銅噴霧

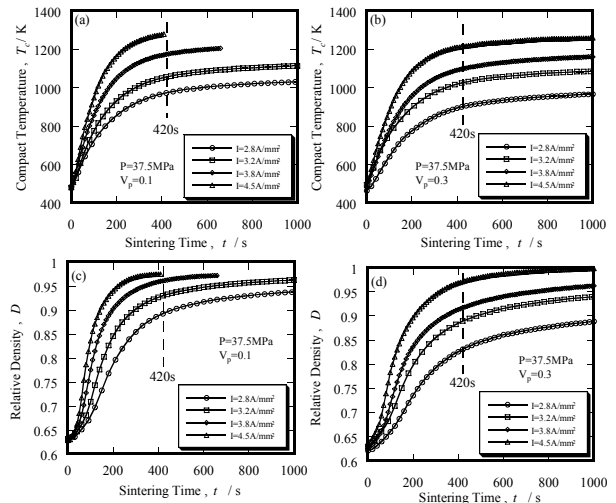


Fig.2 Temperatures, T_c , and relative density, D , of $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$ compact of 10vol% Al_2O_3 (a) and (c) and 30vol% Al_2O_3 (b) and (d) with $P=37.5\text{MPa}$ and various electric currents.

粉末の場合と同様に、焼結開始直後から急激に増加して、I によって決定されるある値に近づき、あとは時間の経過と共にその変化量は減少する。

Fig.3 に焼結時間 420s における T_c および D を示す。この時間における T_c および D はともにその上昇速度を減らし、徐々に定常値に収束しつつある段階の値である。本図(a)より、 $P=37.5\text{MPa}$ の場合、 $V_p=0.1$ 付近で焼結温度の極大値が見られ、 V_p が大きくなるに従って低下して、再び上昇することが認められる。これは、アルミナ粒子が電気絶縁体であるために、 V_p の増加に伴って銅圧粉体母相に電流が集中して発熱量を増加させる効果がある反面、アルミナ粒子の加熱に熱エネルギーを消費するので、両者の効果が相乗して現れた結果と考えられる。また、P が増加すると、同じ電流密度

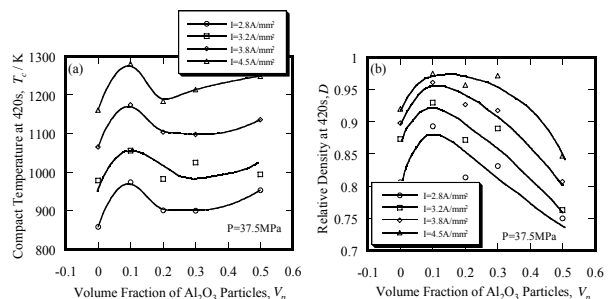


Fig.3 Influence of Al_2O_3 particles volume fraction, V_p , on (a) compact temperature, T_c , and (b) relative density, D , at 420s, with $P=37.5\text{MPa}$ and various electric currents.

で得られる T_c が小さくなる傾向が見られた。P が大きくなると純銅粉末粒子間の接触抵抗が減少することと、圧粉体と型の間の熱伝達係数が大きくなることが原因と考えられる。

同図(b)に示すように、 $V_p \approx 0.1$ で到達相対密度の極大値が見られる。この傾向は上記のように、この V_p の範囲で焼結温度が高くなることと、本研究の温度範囲においてアルミナ粒子同士の焼結が進行するとは考えにくいことから、 V_p と T_c の両者の関係によって $V_p \approx 0.1$ で到達相対密度の極大値を示し、あとは V_p が増加するに従って、アルミナ粒子同士の接触が増えるために(後述)、得られる D は小さくなるものと考えられる。これに対して、P が 62.5MPa の場合には、焼結温度は V_p の増加に伴ってわずかではあるが単調に上昇する傾向が見られ、得られる D は $V_p = 0.3$ まではあまり変化なく、 $V_p = 0.5$ で急激に減少した。

3.2 緻密化速度

緻密化速度(\dot{D})は D の変化量をその変化に要した微小時間(Δt)で除して求めた。Fig.4 に V_p と \dot{D} の関係の例を示す。前報⁽⁸⁾で得られた等粒径純銅噴霧球状粉末の場合と同様に、 D と \dot{D} の関係は焼結開始直後の D が小さい範囲で上昇し、焼結条件によって決まるある相対密度において \dot{D} の極大値(\dot{D}_{max})に達し、その後は徐々にその速度を減らしながら最終的には 0 に近づく。P が 37.5MPa の場合、 \dot{D}_{max} は V_p が 0.1 で最も大きな値を示し、それ以上の V_p になると V_p の増加と共に小さく

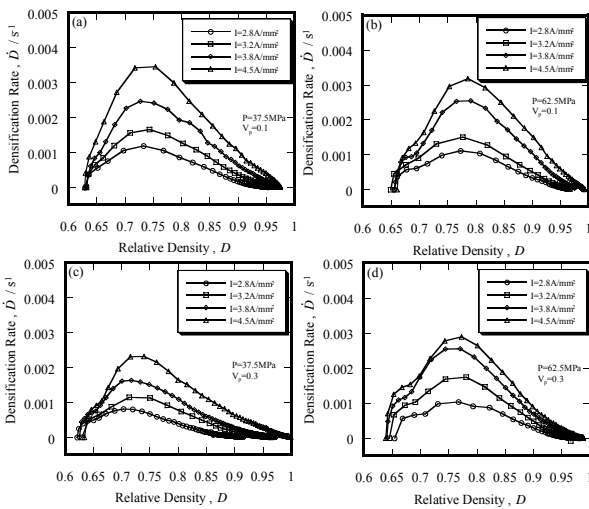


Fig.4 Densification Rate, \dot{D} , during increasing relative density in the composite compact of $V_p = 0.1$ and 0.3.

なる。また、P が 62.5MPa の場合には、 V_p が 0~0.3 の間では D はほとんど変わらず、 V_p が 0.5 になると小さくなる傾向が見られた。この傾向は前述の焼結時間 420s における相対密度(Fig.3(b))に現れた傾向と同じである。

3.3 アルミナ粒子添加の影響

アルミナ粒子を添加した場合、圧粉体中の粒子の接触は Fig.5 に示すように、“銅-銅(c-c)”、“銅-アルミナ(c-al)”、“アルミナ-アルミナ(al-al)”の 3 通りに分類される。それぞれの接触の起こる確率を考慮して、アルミナ粒子を添加した場合の相対密度の増加が、Fig.5 のような粒子同士の接近によって粒子接触部のオーバーラップ部の体積が空隙部を埋める過程^{(10),(11)}とすれば、複合圧粉体の相対密度の増加分($D - D_0$) は式(1)のように表される。ここで、測定により銅粉とアルミナ粉の初期相対密度(かさ密度) $D_{c,0}$ 、 $D_{al,0}$ は $D_{c,0} = D_{al,0} = 0.54$ であったので、接触の種類にかかわらず、初期相対密度を D_0 で表わす。

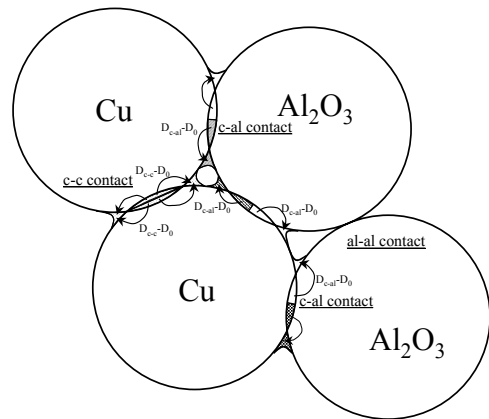


Fig. 5 Schematic illustration showing deformation and the transfer of the material at the contact of the particles.

$$(D - D_0) = \gamma_{c-c}(D_{c-c} - D_0) + \gamma_{c-al}(D_{c-al} - D_0) + \gamma_{al-al}(D_{al-al} - D_0) \quad (1)$$

ただし、 $\gamma_{c-c} + \gamma_{c-al} + \gamma_{al-al} = 1$

ここで、 γ_{c-c} 、 γ_{c-al} および γ_{al-al} は、それぞれ Cu-Al₂O₃ 複合圧粉体における銅-銅(c-c)、銅-アルミナ(c-al)およびアルミナ-アルミナ(al-al)接触の起こる確率である。 D_{c-c} と D_{al-al} はそれぞれ与えられた温度(T_c)と P で達成される銅圧粉体($\gamma_{c-c} = 1$ 、 $\gamma_{c-al} = 0$ 、 $\gamma_{al-al} = 0$) とアルミナ圧粉体($\gamma_{c-c} = 0$ 、 $\gamma_{c-al} = 0$ 、 $\gamma_{al-al} = 1$)の相対密度であり、 D_{c-c} は式(3)を満足する銅粉末の相対密度に相当する。また、

($D_{c-c}-D_0$), ($D_{c-al}-D_0$)および($D_{al-al}-D_0$)は、それぞれの接触部における相対密度の増加分を示す。ここで、圧粉体中のアルミナ粒子の分布をランダムとすれば、両粒子は球形・等粒径であるので、c-c接触、c-al接触およびal-al接触の確率、 γ_{c-c} 、 γ_{c-al} および γ_{al-al} は次のように導かれる。単位体積中の圧粉体中の全粒子数を N 、銅粒子数を N_{cu} 、アルミナ粒子数を N_{al} とし、配位数を Z とする。単位体積中の全接触点数は $NZ/2$ であり、1つの銅粒子に隣接するアルミナ粒子の数は $V_p Z$ であるから、単位体積中の銅-アルミナ接触点数は $V_p Z N_{cu}$ となる。よって、c-al接触の確率は $\gamma_{c-al} = (V_p Z N_{cu}) / (NZ/2) = 2V_p(N_{cu}/N) = 2V_p(1-V_p)$ と表される。同様にして γ_{c-c} と γ_{al-al} を求めると式(2)が得られる。

$$\begin{aligned} \gamma_{c-c} &= (1-V_p)N_{cu}Z / (NZ) = (1-V_p)^2 \\ \gamma_{c-al} &= 2(1-V_p)N_{al}Z / (NZ) = 2V_p(1-V_p) \\ \gamma_{al-al} &= V_p N_{al}Z / (NZ) = V_p^2 \end{aligned} \quad (2)$$

Fig.6 に式(2)によって表されるそれぞれの粒子接触の確率(γ_{c-c} 、 γ_{c-al} および γ_{al-al})と V_p の関係を示す。本図からも分かるように、 V_p が0.5まで増加すると、c-c接触の確率は1/4まで低下する。

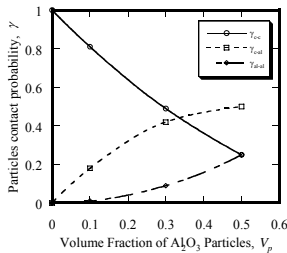


Fig. 6 Relation between volume fraction of alumina particles and particles contact probability. γ_{c-c} , γ_{c-al} and γ_{al-al} are the contact probability of Cu-Cu, Cu- Al_2O_3 and Al_2O_3 - Al_2O_3 respectively.

ここで、Cu- Al_2O_3 複合圧粉体では、母相である純銅の変形によって、緻密化が起こると仮定すれば、Fig. 5にも示すとおり D_{c-c} および D_{c-al} のどちらの場合も、粒子中心間距離にのみ依存し、同じになることが予想される。しかし、放電焼結において粒子接触面の垂直方向に流れる電流による局所ジュール発熱は c-c 接触では起こり得るが、c-al 接触では期待されない。これ

より、c-al 接触部での温度は、c-c 接触部に比較して低くなると考えられる。このため、c-al 接触部における相対密度の増加分は c-c 接触部に比較して小さくなることが予想され、 $D_{c-al}-D_0 = \eta(D_{c-c}-D_0)$ (ただし、 $\eta < 1$) と仮定することができる。そこで、この式と式(2)を用いて、式(1)から式(3)が導かれる。なお、上記のように温度の不均一がある場合、熱電対によって測定された温度(T_c)は、ほぼ圧粉体の平均温度を意味するものと考えられる。

$$(D_{c-c}-D_0) = \{(D-D_0)-V_p^2(D_{al-al}-D_0)\} / \{(1-V_p)^2 + 2\eta V_p(1-V_p)\} \quad (3)$$

3.4 塑性変形機構による第2段階

Fig.7にそれぞれの V_p における T_c と D の関係を示す。 V_p および P が一定のとき、昇温速度が大きく、相対密度が小さい範囲で、 D は温度のみによって決定される。

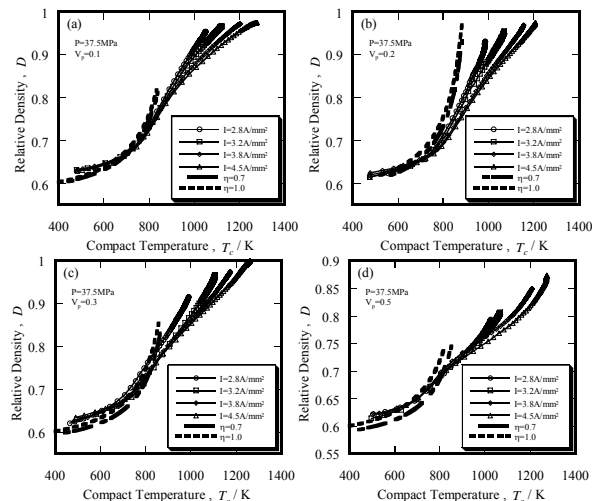


Fig.7 Relation between compact temperature and relative density of Cu- Al_2O_3 compact at various volume fractions of alumina particles during spark sintering under the pressure of 37.5MPa. The dashed lines show the relation between the relative density of the Cu- Al_2O_3 compact obtained by substituting D_{c-c} from eq. (3) for the eq. (5) and compact temperature.

前報⁽⁸⁾において、純銅の放電焼結過程における第1段階以降の緻密化機構は、大まかに塑性変形機構による第2段階と累乗則クリープ(高温変形による第3段階)の2つに分けられることを報告したが、Fig.7の結果は、同様に、この範囲における圧密機構として、 V_p によらず降伏応力の温度依存性のみ依存する塑性変形によ

るものと考えられる(第2段階)。

前報⁸⁾で述べたように、金属圧粉体の型内単軸圧縮・放電焼結の第2段階において、DとPの関係は式(4)の Von Mises 型圧密構成式より、式(5)のように導かれ、さらに、降伏応力(0.2%耐力： $\sigma_{0.2} = \sigma_{\text{yield}} = \sigma_{\text{eq}}$)と温度(T)との関係を用いることで、Dと $T_c(=T)$ の関係を求めることができる。

$$\alpha(D) J_2 + \beta(D) J_1^2 = \sigma_{\text{eq}}^2 \quad (4)$$

$$\sigma_{\text{eq}} = \sigma_{\text{yield}} = \kappa(D) P \quad (5)$$

ただし、 $\kappa(D) = [9\alpha(D)\beta(D) / \{\alpha(D)+12\beta(D)\}]^{1/2}$

$$\alpha(D) = 3 / \{1 - \exp(-V_{\text{ex}}) + \exp(-sV_{\text{ex}}) V_{\text{ex}}\}$$

$$\beta(D) = 1 / (9 V_{\text{ex}}), \quad s = 1/500,$$

$$V_{\text{ex}} = [(3/4)k(D/D_0)^{1/3} \{(D-D_0)/(1-D)\}]^2$$

ここで、 σ_{eq} は圧粉体のみかけの相当応力⁽¹²⁾、 σ_{eq} は粉末材料の相当応力で、0.2%耐力あるいはそれに近い値である。また、kは粉末粒子間の相対滑りによる再配列の起こりやすさによって変わる係数であり、純銅粉末の場合、k=3.5となることが分かっている。

ここで、式(3)の $(D_{c-c}-D_0)$ は、複合圧粉体のDを得るために必要なc-c接触部とc-al接触部の銅粉の再配列と変形による相対密度増分を表し、これは、al-al接触部の相対密度増分 $(D_{\text{al-al}}-D_0)$ と η が分かれば、右辺中の変数から求められる。再配列だけによって決定されと考えられる $D_{\text{al-al}}$ は、室温におけるPが37.5MPaおよび62.5MPaのときの $D_{\text{al-al}}$ に等しいと考え、実験によって求めたところ、それぞれ0.59および0.61であった。この結果より、式(3)において $D_{\text{al-al}}$ の値は、温度に関係なく一定値(P=37.5MPaの場合 $D_{\text{al-al}}=0.59$ 、P=62.5MPaの場合 $D_{\text{al-al}}=0.61$)とした。式(3)とこれらの値を用いて、0.7と1.0の η を仮定し、複合圧粉体のDを得るために必要な銅粉の再配列と変形による D_{c-c} を求めた。この D_{c-c} を用いて式(5)より $\kappa(D) (= \kappa(D_{c-c}) : \kappa_{\text{Cu}}$ と表す)が求められる。さらに、式(5)より、この κ_{Cu} が得られるような σ_{yield}/P を求めて、純銅の0.2%耐力の実験結果から、 $\sigma_{\text{yield}}/P = \sigma_{0.2}/P$ が得られる温度を複合圧粉体のDが得られる温度 T_c とした。得られた結果をFig.7中の破線で示す。

ここで、 η を0.7~1.0の間で変えても、計算結果にそれほど大きな差はなく、本結果より、 η の値を決定

することはできなかった。ただし、計算によるDと T_c の関係は、 η の値に関係なく実験結果のばらつきを考慮すると、おおむね実験結果をよく表した。すなわち、この第2段階における緻密化は、基本的に粒子全体の再配列とc-c接触およびc-al接触における純銅だけの塑性変形によると結論される。

3.5 累乗則クリープ(高温)変形機構による第3段階

3.5.1 緻密化速度式

アルミナ粒子を添加した場合の緻密化速度式としては、式(3)を時間で微分して式(6)が得られる。

$$\dot{D} = \{(1-V_p)^2 + 2\eta V_p(1-V_p)\} \dot{D}_{c-c} \quad (6)$$

ここで、 \dot{D}_{c-c} は複合圧粉体中の純銅部分のみの緻密化速度である。前報において、純銅の第3段階における緻密化速度は報告⁸⁾したが、これに拡張体積率(V_{ex})を考慮して、発展させた式を式(7)に示す

$$\dot{D}_{c-c} = A V_{\text{ex}}^m D_{c-c} \kappa_{\text{Cu}}^{n+1} \exp\{-Q_{\text{Cu}}/(R T_c)\} P^n \quad (7)$$

ただし、A、R、 Q_{Cu} およびnはクリープ定数、気体定数、純銅のクリープの活性化エネルギー($Q_{\text{Cu}}=197\text{kJ/mol}$)⁽¹³⁾および応力指数である。mの値については、応力が有効的に使われる度合いを示す乗数であり、粒径が50 μm の純銅粉末の放電焼結の場合には、m=0.3の値を与えることで、実験結果とよく一致する。

式(6)は式(7)を代入し、両辺の対数をとることで、式(8)のように変形される。

$$\begin{aligned} \ln[D/(D_{c-c} \kappa_{\text{Cu}})] + Q_{\text{Cu}}/(R T_c) - m \ln(V_{\text{ex}}) \\ = n \ln(\kappa_{\text{Cu}} P) + \ln A + \ln\{(1-V_p)^2 + 2\eta V_p(1-V_p)\} \end{aligned} \quad (8)$$

η について、第3段階においては相対密度が大きくなって、昇温速度が小さくなり、圧粉体中の温度が均一に近づくので、c-cとc-al接触部における温度差は小さくなり、ほぼ1に近い値になるものと考え、式(6)中の η を1とした。

式(8)の左辺と右辺の $\ln(\kappa_{\text{Cu}} P)$ の関係を求めたところ、Fig.8が得られた。

図から、それぞれの V_p について $\ln(\kappa_{\text{Cu}} P)$ が約3.0~3.5以下の部分ではほぼ直線関係(図中に破線で示す)を示すことが確認される。この直線の傾きは式(8)からも分かるように、緻密化速度の応力指数(n)を表す。これよ

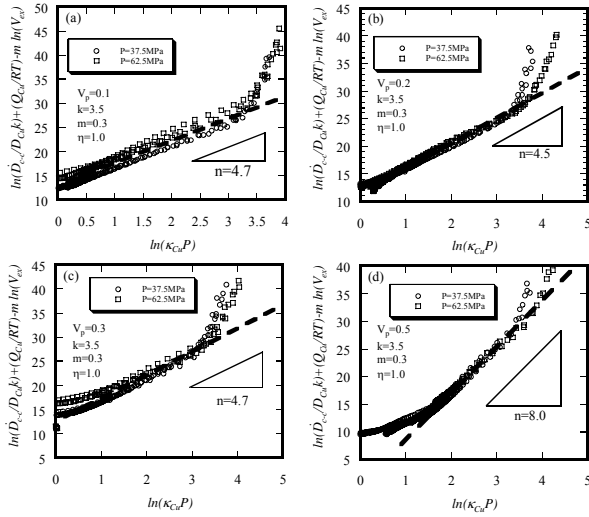


Fig.8 Relation between $\ln(K_{Cu} P)$ and $\ln\{D_{c-c}/D_0\} + Q_c/(RT) - m \ln(V_{ex})$ at various alumina volume fractions. K_{Cu} is the function of relative density of pure copper matrix compact, D_{c-c} . n is the stress exponent of copper-alumina composites for each alumina volume fraction obtained from eq.(8).

り、 V_p が0.1、0.2および0.3のときに n はそれぞれ4.7(4.5~5.1)、4.5(4.0~5.0)および4.7(4.3~5.3)となった。 V_p が0.3までは V_p の増加に伴って n は若干小さくなる傾向はあるものの、純銅の n 値(=4.8)とほぼ同値であった。このことから、 V_p が0.3までは、式(6)に式(7)を代入することによって緻密化速度を表すことができる、つまり、純銅のみの累乗則クリープ(高温)変形によって緻密化が進行すると考えられる。しかし、 V_p が0.5のときには、 $n=8.0(7.7\sim 9.2)$ となり、純銅の n 値と比較して大きな値を示した。これには他の要因があるものと考えられる(後述)。

3.5.2 しきい応力

粒子分散型複合材料において、第2相粒子を添加することによって、 n_c 値は母相のそれよりも大きくなり、応力依存性は強くなるのが多数報告⁽¹⁴⁾⁽¹⁷⁾されている。他方、複合材料のクリープのひずみ速度はしきい応力(σ_{th})を考慮することによって、母相材の n_c 値を用いて式(9)のように表すことができるとするいくつかの報告⁽¹⁸⁾⁽²⁰⁾がある。

$$\dot{\epsilon}_c = A(\sigma_{eq} - \sigma_{th})^n \exp\{-Q_c/(RT)\} \quad (9)$$

そこで、式(9)を考慮して式(6)に対応する緻密化速度式を求めると式(10)が得られる。

$$D = \{(1-V_p)^2 + 2\eta V_p(1-V_p)\} A V_{ex}^m D_{c-c} K_{Cu} \exp\{-Q_{Cu}/(RT_c)\} \{K_{Cu} P - \sigma_{th}\}^n \quad (10)$$

本研究において、 V_p が0.5の場合について n 値が大きな値を示したが、式(10)において σ_{th} に約5.0MPaを与えると、 n 値は純銅の値とほぼ等しくなる。このときの $\ln\{D/(D_{c-c} K_{Cu})\} + Q_c/(RT_c) - m \ln(V_{ex})$ と $\ln(K_{Cu} P - \sigma_{th})$ の関係をFig. 9に示す。

このように $V_p=0.5$ の場合には、式(10)に従って、圧粉体の変形に最低限必要な応力として、 σ_{th} を仮定することによって、純銅の場合の n 値(=4.8)と同値で実験データを整理することができた。一般に σ_{th} は添加粒子が可動転位を拘束することによって生まれる応力である。しかし、本研究における添加粒子であるアルミナ粒子

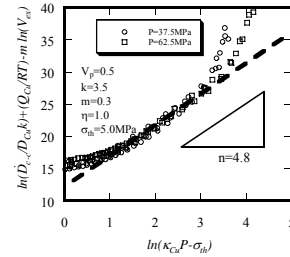


Fig.9 Relation between $\ln(K_{Cu} P - \sigma_{th})$ and $\ln\{D_{c-c}/D_0\} + Q_c/(RT) - m \ln(V_{ex})$ at $V_p=0.5$. n in this figure is the stress exponent of copper-alumina composites obtained from eq.(10) by using threshold stress, σ_{th} .

の粒径は約50 μ mで、オロワン応力が働く粒子径よりもはるかに大きいことから、転位移動の拘束による応力とは考えにくい。Fig. 6に示されるように、 $V_p=0.5$ になると、クリープ(高温)変形がより起こりにくいと思われる c al接触部と、クリープ(高温)変形が全く期待できない l al接触部が合わせて0.75にもなるために、これらの接触部が圧粉体全体のクリープ(高温)変形を拘束するためと考えられる。

3.6 緻密化速度式の適合性

Al_2O_3 複合圧粉体の第2段階の緻密化速度については、式(3)を用いて D と D_{c-c} の関係を求め、この D_{c-c} を式(5)を時間で微分することで求めた緻密化速度式の D に置き換えることで、下式のように表される。

$$D = [(d\sigma_{eq}/dT) / \{dK(D_{c-c})/dD\}] \{K(D_{c-c})/\sigma_{eq}\} T_c \quad (11)$$

この式と式(10)によって \dot{D} に対する D を計算し、実験結果と比較した例を Fig.10 に示す。

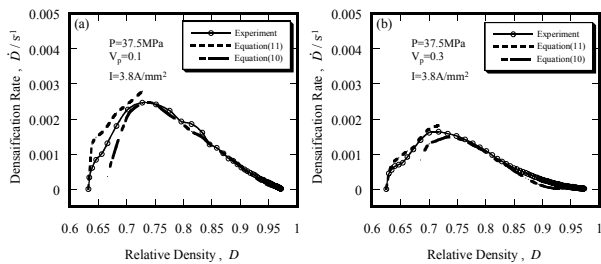


Fig.10 The comparison between the experimental results and the calculation results obtained from eq. (11) and eq. (10).

本図より、実験結果と計算結果はよく一致し、 Al_2O_3 複合圧粉体においては複合圧粉体中の母相(純銅)部分のみが塑性変形もしくはクリープ(高温)変形するとして、緻密化速度を表すことが出来ると言える。また、本図より、3.2 節において述べた D_{max} は、第 2 段階から第 3 段階に遷移する相対密度において表われる。

4 . 結言

平均粒径 $50\mu m$ で等粒径の純銅粉末とアルミナ粒子によって構成される $Cu-Al_2O_3$ 複合圧粉体(アルミナ体積率 $V_p=0.1, 0.2, 0.3, 0.5$)の定電流条件下での型内単軸圧縮・放電焼結の緻密化速度の測定および解析を行った。結果として、アルミナ粒子体積率(V_p)の複合圧粉体の緻密化速度(\dot{D})に及ぼす影響は、粒子接触の確率を考慮することで、以下の式によって整理された。

$$\dot{D} = \{(1-V_p)^2 + 2\eta V_p(1-V_p)\} \dot{D}_{c-c}$$

ただし、 η は銅 アルミナ粒子接触部と銅 銅粒子接触部における相対密度の増加量の比を表す係数($\eta < 1$)であり、また、 \dot{D}_{c-c} は複合圧粉体中の母相である純銅部分の緻密化速度である。ここで、 \dot{D}_{c-c} は純銅の緻密化速度式と等しく、つまり、上式においては、純銅の緻密化速度式と V_p が明らかな場合において、複合圧粉体の緻密化速度を求めることができる。

おわりに本研究を実施するに際して、NC 旋盤、放電焼結機およびオートグラフを使用しました。使用した NC 旋盤は、日本自転車振興会競輪機械工業資金補助に

より整備したものであり、また、放電焼結機およびオートグラフは、経済産業省地域産業集積活性化対策補助により整備したものであることを記し、関係各位に深く感謝致します。

参考文献

- (1)A.B.Pandey, R.S.Mishra and Y.R.Mahajan: Acta Metall. mater. **40**(1992) 2045.
- (2)V.C.Nardone and J.R.Strife: Metal. Trans. **A18**(1987) 109.
- (3)E.P.Barth, J.T.Morton and J.K.Tien: The Minerals, Metal and Mater. Soc. (1990) 839.
- (4)隠岐貴史, 松木一弘, 清水功史, 柳沢 平: 軽金属 **52**(2002) 243.
- (5)M-J.Suk, K.H.Min, Y.D.Kim and I-H.Moon: Adv. Powder Metall. Part Mater. (2001) 9.42.
- (6)大迫和久, 戸田裕之, 小林俊郎: 鉄と鋼 **87**(2001) 619.
- (7)高橋勝彦, 清水 満, 川上正博: 日本金属学会誌 **65**(2001) 122.
- (8)倉本英哲, 隠岐貴史, 松木一弘, 柳沢 平: 広島市工業技術センター年報 **16**(2002) 46.
- (9)松木一弘, 畑山東明, 柳沢 平: 日本金属学会誌 **59**(1995) 740.
- (10)E.Arzt: Acta Metall. **30**(1982) 1883.
- (11)H.Fishmeister and E.Arzt: Powder Metall. **26**(1983) 82.
- (12)S.J.Park, H.N.Han, K.H.Oh and D.N.Lee: Int. J. Mech. Sci. **41**(1999) 121.
- (13)A.S.Helle, K.E.Eastering and M.F.Ashby: Acta Metall. **33**(1985) 2163.
- (14)松浦圭助, 松田則男: 日本金属学会誌 **63**(1999) 535.
- (15)T.G.Nieh, K.Xia and T.G.Langdon: J. Eng. Mater. Tech. **110**(1988) 77.
- (16)F.Carreno and O.A.Rauno: Acta Mater. **46**(1997) 159.
- (17)Y.Li and T.G.Langdon: Acta Mater. **46**(1998) 1143.
- (18)S.Ranganath and R.S.Mishra: Acta Mater. **44**(1996) 927.
- (19)Y.Li and T.G.Langdon: Acta Mater. **45**(1997) 4797.
- (20)Z.Y.Ma and S.C.Tjong: Compos. Sci. Technol. **61**(2001) 771.