

粉末冶金プロセスによる導電性アルミニウム合金の作製とその特性

日大生産工(院) ○水口 賢人 日大生産工 久保田 正広
日大生産工(研究員) 塩田 正彦

1. 緒言

自動車の軽量化のため、電線やバスバー等の導電材も銅からアルミニウムへの材料置換が進んでいる。その材料としては、アルミニウム合金の中でも導電率の高い 1000 系アルミニウム合金や Al-Fe 系合金が使用されているが、銅合金と比較すると強度が低く、適用部位が限定されている。そのため、高強度と高導電性を両立したアルミニウム合金の創製が求められている¹⁾²⁾。

本研究では、高硬度と高導電性を併せ持つアルミニウム合金の作製を目標とした。機械的性質の向上を達成するために粉末冶金法の 1 つであるメカニカルミリング (Mechanical Milling : MM)を行った。メカニカルミリングとは一種の粉末をボールミルに封入し、ボールの衝撃によるひずみの導入、結晶粒の微細化、酸化被膜の破壊、酸化粒子が均一に分散することによる分散強化等により、機械的性の向上を図る粉末加工プロセスの一種である³⁾。その後、放電プラズマ焼結 (Spark Plasma Sintering : SPS)装置を用いて MM 処理で作製した粉末を固化成形し、バルク材を作製した。放電プラズマ焼結とは、粉末を装入した型を加圧しながら電流、電圧をかけて発生する火花放電により低温かつ短時間での焼結を可能とした加工技術である。また、粉末の組織の粒成長の抑制や粉末表面に形成する酸化被膜を放電により破壊しながら焼結できる等の利点もある⁴⁾。

まず純アルミニウム(以下 Pure Al 粉末)に対して MM-SPS プロセスで作製したバルク材に対して硬さ試験と導電率の測定を行い、高硬度と高導電性を両立できているか調査した。次に、Al-Fe 系の Al-2.0Fe 合金粉末に対しても同様に MM-SPS プロセスを適用して、バルク材を作製し、硬さと導電率の測定を行い、MM-SPS プロセスが Al-Fe 系合金バルク材の硬さと導電性にどのような影響をおよぼしているかについて調査した。

2. 実験方法

供試材として、純度99.7mass%のPure Al粉末と Al-2.0mass%Fe合金粉末を用いた。工具鋼製の容器に各粉末10g, 工具鋼製ボール70個(70g), 潤滑助剤としてステアリン酸 ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$)をアルゴンガス雰囲気中で装入した。その後、振動型ボールミルを用いて MMを6h, 12h, 18h, 24hを実施した。

MMで得られた粉末を固化成形するために SPS装置を用いて $\phi 20 \times$ 高さ5mmのバルク材を作製した。焼結温度は773K, 823K, 873Kの3条件、加圧力は49MPaで一定、焼結保持時間は3min, 30minとして、10Paの真空中で焼結した。

作製した各バルク材に対して、マイクロビッカース硬度計(荷重1kg, 保持時間15秒)で硬さを12点測定し、その最大値と最小値を除いた10個のデータから硬さの平均値を求めた。各バルク材の導電率は渦電流法を用いて導電率を測定し、%IACSで評価した。

3. 実験結果および考察

Fig. 1にPure Al粉末からMM時間と焼結温度を変化させて作製したバルク材の導電率を示す。MM前のPure Al粉末から作製したバルク材では焼結温度が773K, 823Kの場合は導電率が0%IACSを示し、焼結温度が873Kの場合は導電率は39.5%IACSを示した。溶解鋳造法で製造されているA1050の導電率は62%IACSを示すことが知られているが、Pure Al粉末から作製したバルク材はいずれの焼結温度でもそれよりも低い値を示した。焼結中にアルミニウムとステアリン酸の固相反応によって、電気抵抗を高める Al_4C_3 および $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ が生成することがわかっており⁵⁾、それらの生成によって、導電率が低下したと考えられる。また、焼結温度が上昇するといずれのMM時間で作製したバルク材でも導電率は増加した。これは焼結温度が低いほどバルク材の内部に空隙が多く生成され、それが電子の移動を阻害するため、導電率は低い値を示したと考えられる。

Fig. 2にPure Al粉末からMM時間と焼結温度を変化させて作製したバルク材の硬さを示す。

Fabrication of conductive aluminum alloy produced by powder metallurgy process and its properties

Kento MIZUGUCHI, Masahiro KUBOTA and Masahiko SHIODA

Pure Al粉末から作製したバルク材の硬さはMM前と比較すると、MM後はいずれの焼結温度でも硬さは大きく増加した。焼結時の加熱によってMMでPure Al粉末内に導入されたひずみは回復し硬さは低下したが、その低下量より焼結中にアルミニウムとステアリン酸の固相反応によって生成した Al_4C_3 および $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ の分散強化が硬さにおよぼす増加量の方が大きかったため、高い硬さを示したと考えられる。また、焼結温度が773Kの場合、焼結温度が823Kおよび873Kの場合と比較していずれのMM時間でも硬さは低い値を示した。これは焼結温度が低い場合、バルク材の内部に空隙が生成されてしまい、それが硬さに影響をおよぼしたことが考えられる。また、焼結温度773Kで作製した際は焼結温度が低く、焼結中にアルミニウムとステアリン酸の固相反応によって生成される Al_4C_3 および $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ による分散強化による硬さへの効果が、焼結温度823Kおよび873Kで作製したバルク材と比較して小さかったことも硬さが低くなった原因と考えられる。

Fig. 3にAl-2.0Fe合金粉末からMM時間と焼結温度を変化させて作製したバルク材の導電率を示す。MM前のAl-2.0Fe合金粉末から作製したバルク材では焼結温度が773K、823Kおよび873Kの導電率はそれぞれ29.8%IACS、41.1%IACSおよび55.9%IACSを示した。これはPure Al粉末同様、いずれのMM時間でも焼結温度が上昇するにつれ、バルク材内部の空隙が少なくなり、それが電子の移動を阻害しなくなったため、導電率は高い値を示したと考えられる。また、MM後はMM時間が増加するにつれ導電率は低下した。これはMMによってAl-2.0Fe合金粉末内にひずみが導入され、それらが電気抵抗を上昇させる原因となったため、MM時間が増加するにつれ導電率が低下したと考えられる。

Fig. 4にAl-2.0Fe合金粉末からMM時間と焼結温度を変化させて作製したバルク材の硬さの関係を示す。MM時間が増加するにつれ各バルク材の硬さは徐々に上昇した。これは焼結時の加熱によってひずみが回復し、硬さが低下することにより、焼結中に誘起されるアルミニウムとステアリン酸の固相反応によって生成した Al_4C_3 および $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ の分散強化、そしてMMによるAl-Fe系金属間化合物の分散強化によって硬化する方の影響が大きかったと考えられる。

Pure Al粉末からMM-SPSプロセスで作製したバルク材の導電率および硬さにはバルク材

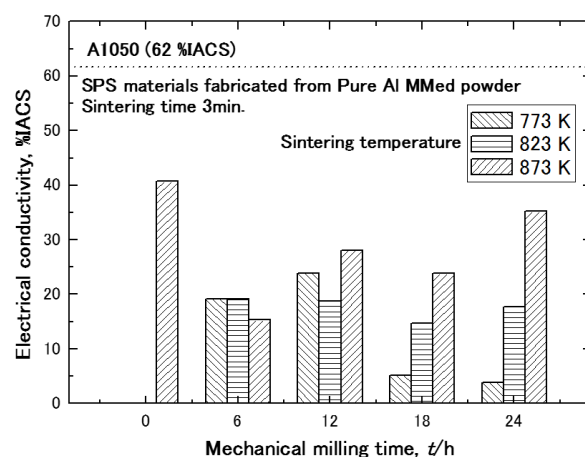


Fig. 1 Electrical conductivity of SPS materials fabricated from Pure Al MMed powder as a function of sintering temperature and mechanical milling time.

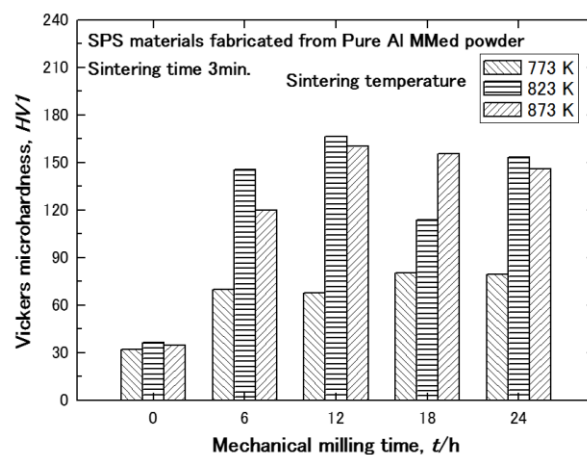


Fig. 2 Vickers microhardness of SPS materials fabricated from Pure Al MMed powder as a function of sintering temperature and mechanical milling time.

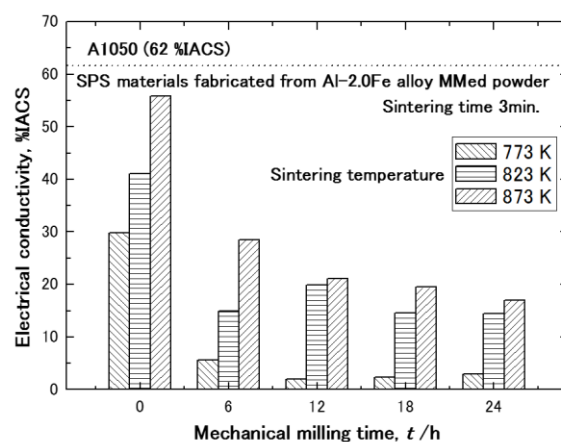


Fig. 3 Electrical conductivity of SPS materials fabricated from Al-2.0Fe alloy MMed powder as a function of sintering temperature and mechanical milling time.

内部に生成した空隙が影響していると考えられる。したがって、焼結時の焼結保持時間を 3min. から 30min. に変更し、空隙を減らしたバルク材の作製を試みた。Fig. 5 に Pure Al 粉末から MM 時間と焼結保持時間を変化させて作製したバルク材の導電率を示す。焼結保持時間を長くしたことで MM0h では導電率が 39.5%IACS から 43.3%IACS に上昇した。MM0h の時点では Pure Al 粉末にはひずみが導入されていないことから、この導電率の改善はひずみの回復によるものではなく、バルク材内部の電気抵抗を上昇させる原因である空隙が減少したことによると考えられる。

Fig. 6 に Pure Al 粉末から MM 時間と焼結保持時間を変化させて作製したバルク材の硬さを示す。焼結保持時間を 3min. から 30min. に変更した結果、MM0h 時の硬さは焼結保持時間の変更前と比べ、ほぼ変化しなかった。このことから、Pure Al 粉末から作製したバルク材の硬さにおよぼす空隙の影響は小さいと考えられる。また、焼結保持時間 30min. の方が 3min. よりも硬さが高い傾向が認められた。これは焼結保持時間を長くしたことでアルミニウムとステアリン酸の固相反応による Al_4C_3 および $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ が多く生成され、分散強化による硬さへの影響が大きくなったためと考えられる。

Fig. 7 に Al-2.0Fe 合金粉末から MM 時間と焼結保持時間を変化させて作製したバルク材の導電率を示す。焼結保持時間を長くした結果、バルク材の導電率は高くなる傾向を示した。これは Pure Al 同様、焼結保持時間を長くしたことで、電気抵抗を上昇させる原因となるバルク材内部の空隙が減少したためと考えられる。

Fig. 8 に Al-2.0Fe 合金粉末から MM 時間と焼結保持時間を変化させて作製したバルク材の硬さを示す。焼結保持時間を 3min. から 30min. に変更した結果、いずれの MM 時間で作製したバルク材でも硬さは低下した。焼結保持時間を長くしたことで、MM 時に Al-2.0Fe 合金粉末内に導入されたひずみが回復したためと考えられる。

最後に、溶解鋳造法で製造されている A1050 の導電率と粉末冶金プロセスの 1 つである MM-SPS プロセスで作製した Pure Al 粉末および Al-2.0Fe 合金粉末から作製したバルク材の導電率を比較する。A1050 の導電率 62%IACS に対して、Pure Al 粉末から作製したバルク材の導電率が最も高い値を示したプロセス条件

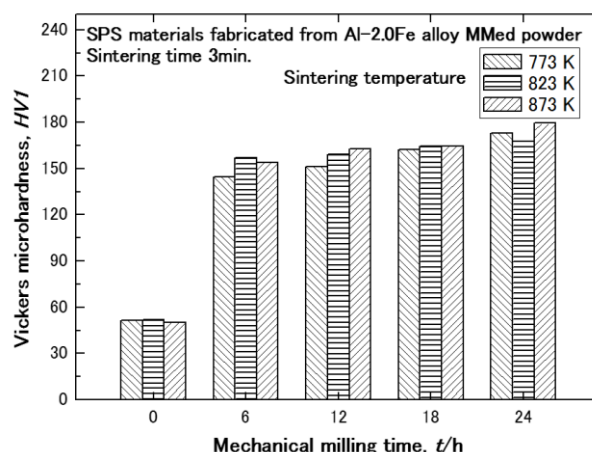


Fig. 4 Vickers microhardness of SPS materials fabricated from Al-2.0Fe alloy MMed powder as a function of sintering temperature and mechanical milling time.

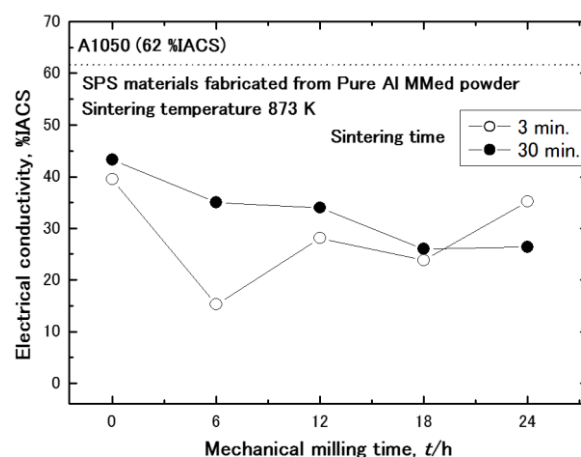


Fig. 5 Electrical conductivity of SPS materials fabricated at 873K from Pure Al MMed powder as a function of sintering time and mechanical milling time.

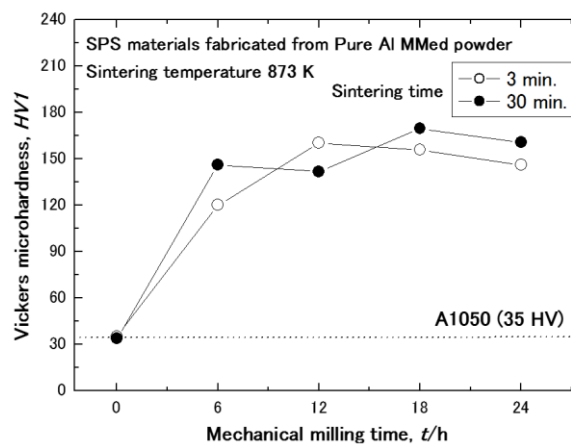


Fig. 6 Vickers microhardness of SPS materials fabricated at 873K from Pure Al MMed powder as a function of sintering time and mechanical milling time.

は MM0h, 焼結温度 873K, 焼結保持時間 30min で 43.5%IACS だった一方, Al-2.0Fe 合金粉末から作製したバルク材は MM0h, 焼結温度 873K, 焼結保持時間 30min. で作製時に 55.4%IACS を示した. 焼結保持時間を長くしても導電率が大きく上昇しなかったことから, 各バルク材の導電率が低下している原因はバルク材内部の空隙以外にも考えられる. MM-SPS プロセスで作製したバルク材の導電率を低下させる原因として, MM プロセスで潤滑助剤として使用したステアリン酸の影響が考えられる. SPS プロセスで作製したバルク材は固化成形中の加熱によってステアリン酸を構成している炭素および酸素とアルミニウムが固相状態で反応し, それぞれ電気抵抗を増加させる原因となる Al_4C_3 および $\gamma-Al_2O_3$ を生成することが明らかになっている. したがって, これらの生成がバルク材の導電率の低下に大きく影響していることが考えられる. 今後は潤滑助剤として添加しているステアリン酸を使用せず, 粉末冶金プロセスである MM-SPS プロセスを適用して高硬度と高導電性を両立したアルミニウム合金を作製する予定である.

4. 結言

MM-SPSプロセスを適用してPure Al粉末およびAl-2.0Fe合金粉末からバルク材を作製し, それらの導電率および硬さを測定した結果, 以下の知見を得た.

- 1) MM-SPSプロセスで作製した各バルク材の導電率および硬さは焼結温度を上昇させると増加することが示された.
- 2) 焼結保持時間を長くするとバルク材の導電率は上昇することから, バルク材の内部の空隙が導電率に影響をおよぼしていたことが示された.

参考文献

- 1) 水口賢人, 塩田正彦, 久保田正広, 急冷凝固Al-Fe粉末合金製導電材の押出条件による特性への影響, 軽金属学会第134回春期大会講演概要集, No.97, (2018), pp.193-194.
- 2) 水口賢人, 久保田正広, 塩田正彦, メカニカルミリングプロセスで作製したアルミニウム合金粉末の硬さと半価幅の関係, 軽金属学会第136回春期大会講演概要集, No.93. (2019), pp.185-186.

- 3) 渡辺唯, 久保田正広, メカニカルアロイング法と放電プラズマ焼結法によるアルミニウム基蓄光材料の作製とその特性, 軽金属第62巻第4号, (2012), pp.139-145.
- 4) 青木翔, 久保田正広, メカニカルアロイング法と放電プラズマ焼結法で作製したアルミニウム基磁性材料の特性, 軽金属第59巻第12号, (2009), pp.666-671.
- 5) 久保田正広, MM-SPSプロセスで作製した純アルミニウムの特性, 軽金属第62巻第11号, (2012), pp.424-428.

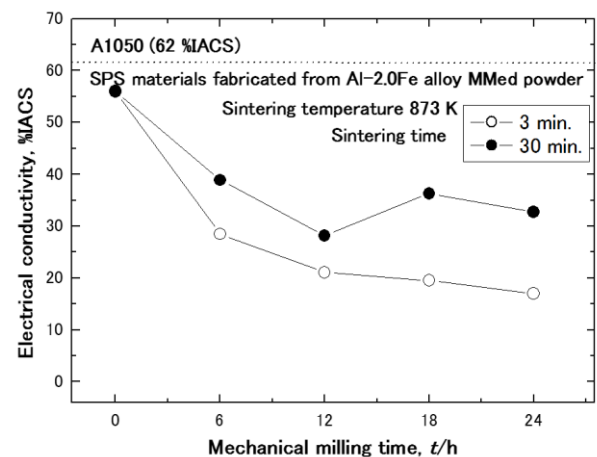


Fig. 7 Electrical conductivity of SPS materials fabricated at 873K from Al-2.0Fe alloy MMed powder as a function of sintering time and mechanical milling time.

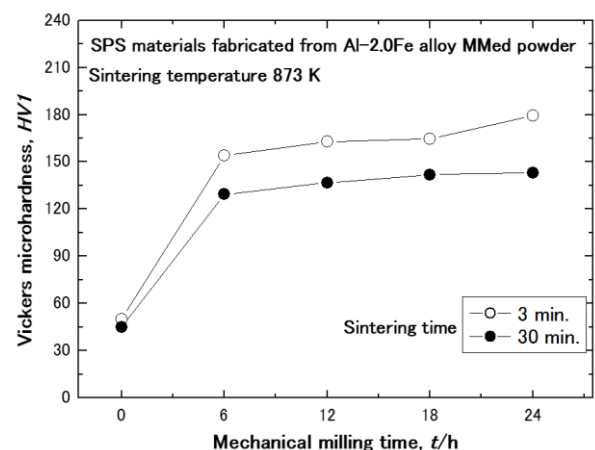


Fig. 8 Vickers microhardness of SPS materials fabricated at 873K from Al-2.0Fe alloy MMed powder as a function of sintering time and mechanical milling time.