

令和 4 年 6 月 15 日現在

機関番号：84431

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2018～2021

課題番号：18K04742

研究課題名(和文) 摩擦攪拌緻密化プロセスによるダイヤモンド分散Fe合金の創製と界面構造の解明

研究課題名(英文) Clarification of interfacial structure and fabrication of diamond dispersed Fe based alloy via friction stir densification processing

研究代表者

長岡 亨 (Nagaoka, Toru)

地方独立行政法人大阪産業技術研究所・森之宮センター・主任研究員

研究者番号：90416347

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円

研究成果の概要(和文)：Fe粉末と銅被覆ダイヤモンド粉末を混合して、パルス通電焼結を行った。ダイヤモンド粒子の含有量が5 wt%および10 wt%の場合に摩擦攪拌プロセスを行うことができた。銅被覆ダイヤモンドの形状は摩擦攪拌プロセスにより変化しなかった。ダイヤモンドの周囲には厚さ5 μmから10 μmのCu層が存在した。CuとFeの界面に空隙等の欠陥や化合物相は観察されなかった。結晶方位解析の結果から、Feマトリックスの結晶粒径は焼結後で7.8 μm、摩擦攪拌プロセス後で5.7 μmであった。摩擦攪拌プロセス中に動的再結晶が生じることで微細化したものと考えられた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

ダイヤモンドは高い熱伝導率(2000 W/mK)を有するため、ダイヤモンド粒子分散Fe合金を創製できれば、高い熱伝導率と優れた機械的性質を兼ね備えたFe合金を作製することが可能となる。しかし、ダイヤモンドはFeと非常に反応しやすく、特にA1変態点(約727℃)以上では、冷却過程でFe₃C相が析出する。本研究成果により、パルス通電焼結とその後の摩擦攪拌プロセスを組み合わせ、A1変態点未満での焼結・緻密化を図ることで、ダイヤモンドとFeの反応を抑制したダイヤモンド粒子分散Fe合金を作製することができた。

研究成果の概要(英文)：Pulsed current sintering was performed on a mixture of Fe powder and copper-coated diamond powder. The friction stir processing could be performed with diamond particles at 5 wt% and 10 wt% content. The shape of the copper-coated diamond was not changed by the friction stir processing. A Cu layer with a thickness of 5 μm to 10 μm surrounded the diamonds, and no compound phases were observed at the interface. No defects or compound phases were observed at the interface between the Cu and Fe as well. The results of EBSD analysis showed that the grain size of the Fe matrix was 7.8 μm after sintering and 5.7 μm after the friction stir processing. The grain size has been refined by dynamic recrystallization during the friction stir processing.

研究分野：接合

キーワード：パルス通電焼結 摩擦攪拌プロセス

様式 C-19、F-19-1、Z-19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

ダイヤモンドは高い熱伝導率 (2000 W/mK) を有するため、ダイヤモンド粒子分散 Fe 基合金を創製できれば、高い熱伝導率と優れた機械的性質を兼ね備えた Fe 基合金を作製することが可能となる。しかし、ダイヤモンドは Fe と非常に反応しやすく、特に A₁ 変態点 (約 727°C) 以上では、ダイヤモンドからの炭素拡散が急速に進行し、冷却過程で Fe₃C 相が析出する (例えば、Duwell et al., *Wear* 4 (1961) 372-383.)。ダイヤモンド粒子と Fe 基合金粉末を混合して、A₁ 変態点未満で通常のホットプレス法による焼結を行うと、ポア (空隙) が多量に残存し、高い熱伝導率を得ることは困難である。そのため、ダイヤモンドと Fe 基合金の複合材料の作製においては、A₁ 変態点未満での焼結・緻密化が必要となる。

2. 研究の目的

本研究の目的は、摩擦攪拌プロセス (FSP) による材料流動を変化させたときのダイヤモンド粒子/Fe の界面構造の変化を明らかにすることである。FSP 前の仮焼結体を得るために利用するパルス通電焼結 (SPS) では、加圧を行いながらパルス通電によりステップ昇温を行う。従来の焼結法と比較して低温度域で相対密度を高めることができる。また、原料粉末に第三元素を添加し、Fe とダイヤモンド粒子の反応抑制を図る。

3. 研究の方法

原料粉末には、Fe 粉末を用い、に粒径約 200 μm のダイヤモンド粒子を 5 wt%, 10 wt%, 20 wt%, 30 wt% 混合する。真空中にて 600°C~800°C の温度範囲で SPS による焼結を行う。得られた焼結体に FSP を施す。焼結体の底面に熱電対を取り付けて温度測定を行い、ツールの回転速度、送り速度、荷重を制御することで、温度制御を行う。また、原料粉末+Cu 被覆ダイヤモンド粒子を混合し、ダイヤモンド粒子と Fe 基合金の界面近傍に Cu を局所的に分布させ、SPS+FSP を行う。

4. 研究成果

Fe 粉末と粒径約 200 μm の Cu 被覆ダイヤモンド粉末を混合して、パルス通電焼結を行った。Cu 被覆ダイヤモンド粒子の含有量は 5 wt%, 10 wt%, 20 wt%, 30 wt% と変化させた。得られた焼結体はその後摩擦攪拌プロセスに供した。底面がフラットである回転ツールを用いて、回転数 1000 rpm、ツール押し込み量 0.8 mm で摩擦攪拌プロセスを施した。ダイヤモンド粒子の含有量が 5 wt%, 10 wt% の場合に、回転ツールによって焼結体を破壊することなく、緻密化することができた。

断面観察の結果、Fe マトリックスは回転ツールの影響で動的再結晶により微細化したが、Cu 被覆ダイヤモンドの形状は焼結前と比較して大きな変化は認められなかった。ダイヤモンドの周囲には厚さ 5 μm から 10 μm の Cu 層が存在し、その界面には化合物相は認められなかった (図 1)。Cu と Fe マトリックスの界面に空隙等の欠陥や化合物相は観察されなかった。パルス通電焼結後の Fe マトリックス内には、酸素濃度の高い領域がネットワーク状に形成されたが、摩擦攪拌プロセス後は微細に分散した。EBSD による結晶方位解析の結果から、Fe マトリックスの結晶粒径は焼結後で 7.8 μm、摩擦攪拌プロセス後で 5.7 μm であり、結晶粒はわずかに微細化した。

(図2)。摩擦攪拌プロセス中に動的再結晶が生じることで微細化したものと考えられた。

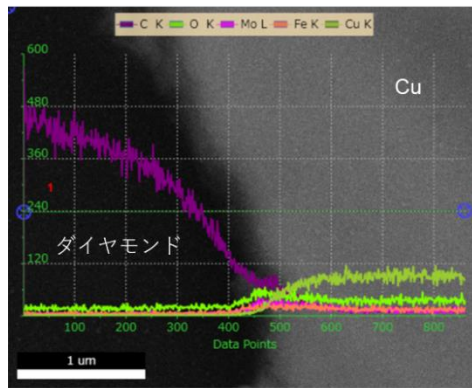


図1 ダイヤモンド粒子とCu界面の線分析結果

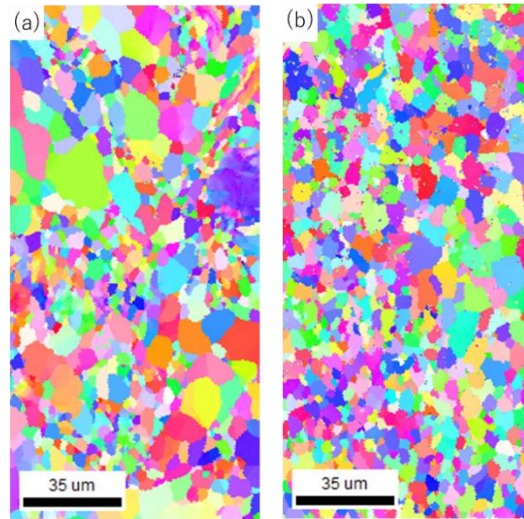


図2 Fe相の結晶方位解析結果：(a) SPS後, (b) SPS+FSP後

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件/うち国際共著 1件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 M.N. Avettand Fenoel, T. Nagaoka, H. Fujii, R. Taillard	4. 巻 40
2. 論文標題 Effect of a Ni interlayer on microstructure and mechanical properties of WC-12Co cermet / SC45 steel friction stir welds	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Journal of Manufacturing Processes	6. 最初と最後の頁 1-15
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.jmapro.2019.02.032	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

〔学会発表〕 計2件（うち招待講演 0件/うち国際学会 2件）

1. 発表者名 T. Nagaoka, M.N. Avettand Fenoel, H. Fujii, R. Taillard
2. 発表標題 Friction stir lap welding of WC-12Co cermet and medium carbon steel by using a Ni interlayer
3. 学会等名 The 10th Pacific Rim International Conference on Advanced Materials (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 M.N. Avettand Fenoel, T. Nagaoka, H. Fujii, R. Taillard
2. 発表標題 Dissimilar lap friction stir welding of steel - WC/Co cermet
3. 学会等名 12th International Symposium on Friction Stir Welding (国際学会)
4. 発表年 2018年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	水内 潔 (Mizuuchi Kiyoshi) (60416344)	地方独立行政法人大阪産業技術研究所・森之宮センター・研究フェロー (84431)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関			
フランス	The University of Lille			