

令和 4 年 5 月 17 日現在

機関番号：57101

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2019～2021

課題番号：19K05045

研究課題名(和文) 鋼に対する新しい浸炭現象の発見と実用プロセスへの展開

研究課題名(英文) Novel Carburization Phenomenon for Steel and its Practical Use

研究代表者

森園 靖浩 (MORIZONO, Yasuhiro)

久留米工業高等専門学校・材料システム工学科・教授

研究者番号：70274694

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)：鉄粉とグラファイト粉から成る混合粉の中に純鉄板を埋め込み、大気中で1073-1273 Kの温度域に加熱した。熱処理後の純鉄板は金属光沢が保たれ、その中にはパーライト組織が観察された。これは、グラファイト粉に起因した炭素が純鉄へ拡散したことを意味する。鉄粉が含まれない場合にはこのような現象は起こらず、純鉄の表面には酸化皮膜が形成された。なお、このような浸炭現象の発現には鉄粉の形状や炭素含有量よりも粒径の影響が最も大きいと考えられる。

研究成果の学術的意義や社会的意義

鋼の浸炭は、その表面から炭素を拡散浸透させた後、焼入れ・焼戻しを行うことで表面部を硬化させる技術であり、耐磨耗性や耐疲労性の向上が求められる歯車などの機械部品によく適用される。工業的には、高炭素含有の浸炭用ガスの中で加熱・保持する「ガス浸炭」が主流となっている。我々の研究グループは、この浸炭が鉄粉とグラファイト粉を混ぜた粉末を使えば、大気中で加熱するだけで容易に達成できることを見出した。本研究課題では、新しい浸炭技術としての利用を自指して、その詳細を調査した。

研究成果の概要(英文)：A pure iron plate was embedded in mixtures of iron and graphite powders and then held in the temperature range of 1073-1273 K in the atmosphere. After the heat treatment, the plate had metallic luster and a pearlite structure was observed in the vicinity of the iron surface. This indicates that carbon atoms resulting from the graphite powder diffused into the plate. In this process, the addition of iron powder to graphite powder is indispensable. Therefore, when the plate was heat-treated in only graphite powder, carburization did not occur and an oxide film was formed on the iron surface. In addition, the amount of carbon diffused into the plate was significantly affected by the size of iron powder.

研究分野：材料組織制御学

キーワード：純鉄 鉄粉 グラファイト粉 熱処理 炭素拡散

## 様式 C-19、F-19-1、Z-19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

浸炭は、鉄鋼材料に対する代表的な表面硬化法である。工業的には、メタンやプロパンなどと空気を混合して作られるガスの中で鋼片を加熱し、その表面部の炭素量を増加させる、「ガス浸炭」が主流になっている。この場合、所定の浸炭雰囲気中に高温・長時間保持する必要があるため、効率化の観点から数10個の製品をまとめて処理しなければならない、自動車部品の製造工程では唯一、「1個あるいは小ロットに対応できない工程」として問題視されている。また、浸炭工程の副産物として爆発性のある水素ガスが発生することも問題である。

ところで、我々のグループは、鋼片を鉄粉とグラファイト粉から成る混合粉に埋め込み、大気中で高温域に加熱・保持することで、浸炭現象が発現することを確認している。混合粉の焼結や焼付きを抑えるため、アルミナ粉をそれに適量添加した場合でも浸炭可能である。

粉末に埋め込むという操作は、古くから行われる「固体浸炭」をイメージさせる。「固体浸炭」では、炭素源となる木炭に炭酸バリウムなどの促進剤を加え、さらにこの混合物と鋼片が入った容器を密封しなければならない。しかし、我々が見出した浸炭法は、促進剤も容器の密閉も不要であり、また熱処理操作の簡便さ（坩堝に鋼片と混合粉を入れて、そのまま大気炉で加熱・保持する）は、ガス浸炭では対応が難しいとされる「1個あるいは小ロットに対する浸炭処理」を実現できる可能性がある。しかしながら、鉄・グラファイト混合粉を使うとなぜ炭素が拡散できるようになるのか？といった最も基本的なところは未だ不明である。これが明らかにならない限り、本法を実用技術として安心感を持って使用することは難しいと考える。

### 2. 研究の目的

本研究の目的は、鉄粉とグラファイト粉を基本とする混合粉に鋼片を埋め込み、大気中で加熱することによって起こる、鋼中への炭素の拡散現象を理解し、新しい浸炭技術としての利用を目指すことである。なお、本法には鉄粉の存在が不可欠であるため、「鉄粉浸炭」という名称を付した。具体的な調査項目と目的は、以下の通りである。

#### (1) 鉄／グラファイト混合割合と加熱雰囲気の影響

炭素をほとんど含まない鉄粉とグラファイト粉から成る混合粉を使って、純鉄板に鉄粉浸炭を行い、炭素拡散に及ぼす鉄／グラファイト混合割合ならびに加熱雰囲気の影響を調査した。

#### (2) 鉄粉の影響

粒径・形状・炭素量の観点から6種類の鉄粉を準備し、それぞれを添加したグラファイト粉を使って純鉄板を鉄粉浸炭し、炭素拡散に及ぼす鉄粉の影響を調べた。

#### (3) 鉄粉フリー領域の導入効果

鉄粉浸炭の問題点の一つとして、鉄・グラファイト混合粉が焼き固まり、被処理材の取り出しに時間を要することが挙げられる。グラファイト粉のみを加熱した場合にはそのようなことが起きないため、この問題は被処理材の周りに鉄粉を含まない領域（以下、鉄粉フリー領域）を設けることによって改善できる。しかしながら、鉄粉フリー領域の導入に伴って、炭素の拡散量が減少することが危惧される。そこで本研究では、複数枚の紙を積層して所定の厚さにした鉄粉フリー領域を純鉄板の表面に設けた後、これを鉄・グラファイト混合粉に埋め込んで大気中で浸炭し、純鉄中に形成されるパーライトへの影響を調査した。さらに、積層した紙の代わりにグラファイトシートを使用した場合についても検討した。

### 3. 研究の方法

#### (1) 鉄／グラファイト混合割合と加熱雰囲気の影響

供試材として10 mm×10 mm×3 mmの大きさの純鉄板(0.003 mass% C)を用いた。試料全面に対して浸炭防止効果のあるCuめっきを施した後、10 mm×10 mmの1面のみを耐水研磨紙で#2000まで研磨してめっき皮膜を除去し、浸炭される面を一つに限定した。図1(a)に示すように、これをアルミナ製の坩堝の底に置き、その上から市販のカーボニル鉄粉(表1の鉄粉A)とグラファイト粉を混ぜ合わせた粉末約10 mLを覆いかぶせて蓋をした。なお、鉄粉とグラファイト粉の割合は、体積比で0:10, 1:9, 2:8, 3:7, 4:6, 5:5, 6:4, 7:3の8通りとした。電気炉に坩堝をセットしてから昇温を開始し、1273 Kに3.6 ks保持した後、室温まで炉冷した。この時の加熱雰囲気として、大気中、窒素(N<sub>2</sub>)フロー中、合成空気(80%N<sub>2</sub>+20%O<sub>2</sub>)フロー中、90%N<sub>2</sub>+10%O<sub>2</sub>ガスフロー中、真空中の5種類を選択した。得られた試料を光学顕微鏡観察、SEM観察、EPMA分析、XRD測定に供した。

#### (2) 鉄粉の影響

供試材として10 mm×10 mm×3 mmの大きさの純鉄板(0.003 mass% C)を用いた。図1(b)に示すように、熱処理に伴う粉末の焼付きを防ぐために純鉄板を紙で包んだ後、アルミナ坩堝の

表 1 本研究で使用した鉄粉

	A	B	C	D	E	F
Grain size ( $\mu\text{m}$ )	<10	<10	<70	100-200	<50	<150
Shape	Spherical			Flaky		
C content (mass%)	<0.03	0.75-0.90	1.00		-	-

底に置き、その上から鉄粉 15 g とグラファイト粉 1.5 g から成る混合粉 16.5 g をタップしながらかぶせ、坩堝に蓋をした。なお、表 1 に示すように、鉄粉には粒径 10  $\mu\text{m}$  以下で球状のカーボン鉄粉を 2 種類 (A, B)、ショットピーニング用の高炭素球状鉄粉を 2 種類 (C, D)、片状の純鉄粉と電解鉄粉 (E, F) の計 6 種類を用いた。純鉄板と混合粉が入った坩堝を電気炉にセットしてから昇温を開始し、大気中、1073 K または 1173 K に 3.6 ks 保持した後、室温まで炉冷した。得られた試料を外観観察、光学顕微鏡観察、SEM 観察、EPMA 分析に供した。また、熱処理前後の鉄粉についても同様に評価した。

### (3) 鉄粉フリー領域の導入効果

供試材として 10 mm $\times$ 10 mm $\times$ 3 mm の大きさの純鉄板 (0.003 mass% C) を用いた。10 mm $\times$ 10 mm の 2 つの面に紙を複数枚糊付けし、十分に乾燥させた後にその厚さを測定した。そして、この値より純鉄板の厚さを差し引いた値の半分を「鉄粉フリー領域の厚さ」とした。また、積層した紙の代わりに、所定の厚さのグラファイトシートも使用した。図 1(c)に坩堝内の様子を模式的に示す。カーボン鉄粉 (表 1 の鉄粉 A) とグラファイト粉を 5 : 5 の体積比で混ぜ合わせ、その約 1 mL を坩堝の底に敷いた。その上に紙やグラファイトシートで覆った純鉄板を置き、さらに約 7 mL の混合粉を載せ、坩堝に蓋をした。これを電気炉にセットしてから昇温を開始し、大気中、1073 K または 1173 K に 3.6 ks 保持した後、室温まで炉冷した。得られた試料を光学顕微鏡観察、SEM 観察、EPMA 分析、XRD 測定に供した。

## 4. 研究成果

### (1) 鉄/グラファイト混合割合と加熱雰囲気の影響

鉄粉とグラファイト粉を 5 : 5 で混ぜ合わせた粉末を使って、大気中、1273 K、3.6 ks の熱処理を施した純鉄板の断面組織を図 2(a)に示す。なお、組織観察については板表面の混合粉を除去しないまま行った。表面付近の黒い領域は、グラファイト粉から炭素が拡散することで生じたパーライトであった。またその中には、線状のセメンタイトとそれを取り囲むフェライトから成る領域 (浸炭異常組織) も観察された。一方、図 2(b)は  $\text{N}_2$  フロー中で同様に熱処理した場合であり、パーライト組織のみならず、その最表面には脱炭により生じたと思われる層状のフェライトも認められた。両者を比較すると、パーライトは大気中の場合に多く生じているようであった。この面積を試料表面から深さ 1000  $\mu\text{m}$ 、幅 1890  $\mu\text{m}$  の領域で評価し、鉄/グラファイト混合割合で整理した結果を図 3 に示す。大気中で加熱した場合、グラファイト粉のみ (0 : 10) では浸炭されず、表面には酸化皮膜が形成された。しかし、鉄粉の比率が増すにつれてパーライトの面積割合が増加した。 $\text{N}_2$  フローにおいても面積割合の増加が見られたが、その値は大気中の場合よりも小さかった。

加熱雰囲気の影響をさらに調査するため、真空中でも熱処理を行った。この場合にもパーライト組織が形成され、その面積割合は  $\text{N}_2$  フローの場合に近かった。このことは、グラファイト粉から純鉄への炭素の拡散が固相状態で行われたことを示唆する。一方、合成空気 (80% $\text{N}_2$ +20% $\text{O}_2$ ) をフローしながら加熱した場合には、大気中の場合と同様

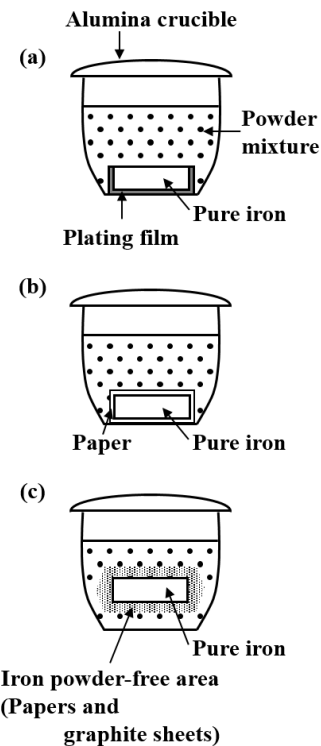


図 1 坩堝内の様子

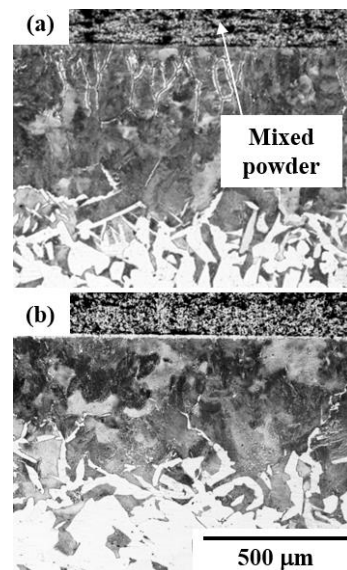


図 2 (a)大気中または(b) $\text{N}_2$  フロー中で鉄粉浸炭した純鉄板の断面組織

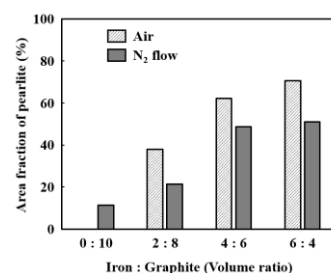


図 3 純鉄中に生じたパーライトの面積と鉄/グラファイト混合割合の関係

な結果が得られた。しかしながら、90%N<sub>2</sub>+10%O<sub>2</sub>ガスを使用した場合にはパーライトの面積割合が大気中の場合よりも減少することを確認した。これらの結果を勘案すると、酸素を含む雰囲気の場合には、一酸化炭素のような気相を介した炭素拡散も行われたため、図3のような加熱雰囲気による差が生じたと考えられる。

## (2) 鉄粉の影響

図4(a)と(b)は、鉄粉A(粒径小・球状・低炭素)と鉄粉C(粒径中・球状・高炭素)のSEM写真である。粒径は鉄粉Cが大きい、その中には細かな粉末も混ざっており、粒径にばらつきが見られた。これらを使用して大気中、1173 K、3.6 ksの条件で熱処理した場合の純鉄板の断面組織を図4(c)と(d)に示す。いずれの場合にも表面付近にパーライトが形成された。すなわち、グラファイト粉に起因した炭素が純鉄中に拡散したことになる。しかし、表面から500 μmの範囲におけるパーライトの面積割合を評価した結果、鉄粉Cを使った場合は鉄粉Aの場合の約2/3にとどまった。一方、鉄粉Cと鉄粉E(粒径中・片状)の場合を比較したところ、パーライトの生成に著しい差は見られなかった。

ふるいを使って鉄粉Cを分粒し、50 μm程度の粒径をもつ鉄粉で浸炭を試みた。その結果、純鉄中のパーライト量は図4(d)に比べてさらに減少した。この鉄粉Cは、同一工程で製造された同一組成の粉末である。このため、鉄粉浸炭においては鉄粉の形状や炭素量よりも粒径の影響が大きいと考えられる。

## (3) 鉄粉フリー領域の導入効果

図5(a)は、鉄・グラファイト混合粉を使って大気中、1073 K、3.6 ksの熱処理を施した後の純鉄板の断面組織である。写真上部に注目すると、混合粉の焼き付が見られる。一方、図5(b)は積層した紙(鉄粉フリー領域)の厚さを3 mmとして同様に熱処理した場合であり、試料の取り出しが容易であった。いずれの場合においても、混合粉に含まれる炭素が純鉄中へ拡散したことによって、表面付近にはパーライトが観察された。そこで、試料表面から500 μm×500 μmの範囲内におけるパーライトの面積割合を測定した。その結果、図5(a)では約19%、図5(b)では約13%と差が生じた。これは、混合粉からの炭素の移動が鉄粉フリー領域によって阻害されたことが原因と考えられる。このようなパーライトの面積割合の低下は、加熱温度を1173 Kとした場合や鉄粉フリー領域としてグラファイトシートを使用した場合にも確認された。

鉄粉浸炭における混合粉から純鉄への炭素の拡散には、上記の研究成果(1)に示すように、一酸化炭素のような気相を介して行われる経路と、固相状態で直接的に行われる経路の2つが考えられる。特に後者を想定して、積層した紙の特定の場所に鉄粉(表1の鉄粉A)を挟み込み、これまでと同様に熱処理した結果、純鉄板に生じたパーライトの面積割合が増加することを確認した。すなわち、熱処理によって焼き固まらない程度の鉄粉をグラファイト粉に添加し、図1(c)の鉄粉フリー領域の位置に挿入すれば、浸炭能力の十分な確保と試料のスムーズな取り出しが両立できる。

## (4) その他の研究成果

上記の研究成果(1)に示すように、鉄粉浸炭においては鉄・グラファイト混合粉からの直接的な炭素拡散も生じるため、真空中でも浸炭が可能になる。これを利用すれば、浸炭時の二酸化炭素の発生を抑えることができ、カーボンニュートラルの観点からも重要な技術になる。また、研究成果(3)に関連して、粉末の焼結防止に役立つアルミナ粉を鉄・グラファイト混合粉に所定量添加してから鉄粉浸炭を試みた。その結果、混合粉内部の雰囲気は“浸炭”から“脱炭”に変化することを突き止めた。すなわち、鉄粉・グラファイト粉・アルミナ粉の混合割合を変化させることで、浸炭現象・脱炭現象を意図的に発現させられるようになる。

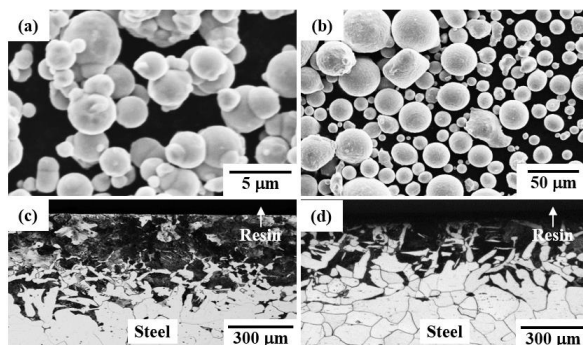


図4 (a), (b) 鉄粉Aと鉄粉CのSEM写真  
(c), (d) 鉄粉Aと鉄粉Cをそれぞれ用いた場合の純鉄板の断面組織

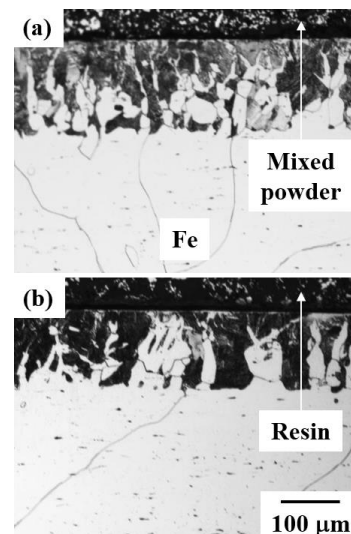


図5 1073 Kに3.6 ks保持した後の純鉄板の断面組織  
積層した紙の厚さ  
(a) 0 mm, (b) 3 mm

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計5件（うち査読付論文 5件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 3件）

1. 著者名 Y. Morizono, T. Yamamuro and S. Tsurekawa	4. 巻 61
2. 論文標題 Novel Solid Carburizing Method for Steel Using a Mixture of Iron and Graphite Powders	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 2798-2804
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-196	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

1. 著者名 Y. Morizono, T. Yamamuro and S. Tsurekawa	4. 巻 60
2. 論文標題 Surface Modification of Ferritic Stainless Steel by Heating in Iron, Graphite and Alumina Powders.	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 2044-2050
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2019-772	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

1. 著者名 Y. Morizono, T. Yamamuro and S. Tsurekawa	4. 巻 61
2. 論文標題 Surface Modification of Molybdenum by Iron-Powder Pack Treatment	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Materials Transactions	6. 最初と最後の頁 2002-2007
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2320/matertrans.MT-M2020177	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 -

〔学会発表〕 計10件（うち招待講演 0件/うち国際学会 0件）

1. 発表者名 森園靖浩, 木村愛凜, 連川貞弘, 山室賢輝
2. 発表標題 鉄粉浸炭した低炭素鋼中でのパーライト組織形成に及ぼす加熱温度の影響
3. 学会等名 日本金属学会2021年（第169回）秋期講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 松永啓吾, 森園靖浩, 連川貞弘, 山室賢輝
2. 発表標題 大気中で加熱した浸炭用鉄・グラファイト・アルミナ混合粉の質量変化
3. 学会等名 日本金属学会2021年(第168回)春期講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 松田和己, 森園靖浩, 連川貞弘, 山室賢輝
2. 発表標題 各種鉄粉を混合したグラファイト粉による純鉄の浸炭
3. 学会等名 日本金属学会2021年(第168回)春期講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 森園靖浩, 連川貞弘, 山室賢輝
2. 発表標題 鋼の浸炭技術の新展開 - 鉄・炭素混合粉が発揮する不思議な力 -
3. 学会等名 イノベーションジャパン2019
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 大久保昇輝, 森園靖浩, 山室賢輝, 連川貞弘
2. 発表標題 鉄粉浸炭した純鉄の微細組織に及ぼす加熱雰囲気の影響
3. 学会等名 日本金属学会2019年(第165回)秋期講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 松尾誠也, 森園靖浩, 山室賢輝, 連川貞弘
2. 発表標題 鉄・グラファイト混合粉中で加熱した酸化鉄の微細組織変化
3. 学会等名 日本金属学会2020年春期(第166回)講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 豊福朋也, 森園靖浩, 山室賢輝, 連川貞弘
2. 発表標題 鉄粉浸炭プロセスにおける鉄粉フリー領域の導入効果
3. 学会等名 日本金属学会2020年春期(第166回)講演大会
4. 発表年 2020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

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