マテリアル先端リサーチインフラ利用報告書
ARIM User's Report

【Release：2025.06.26】　【Update：2025.06.26】

課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	23NM0084
利用課題名 Title	高温での焼結鉄の金属組織(α ： γ)割合調査
利用した実施機関 Support Institute	物質・材料研究機構 / NIMS
機関外・機関内の利用 External or Internal Use	外部利用/External Use
ARIM半導体基盤PF 関連課題 Related to ARIM-SETI	指定なし / No Designation
横断技術領域 Cross-Technology Area	計測・分析/Advanced Characterization
重要技術領域 Important Technology Area	マルチマテリアル化技術・次世代高分子マテリアル/Multi-material technologies / Next-generation high-molecular materials
キーワード Keywords	粉末冶金,焼結,鉄鋼材料,熱処理,拡散,高密度,圧縮,X線回折/ X-ray diffraction

利用者と利用形態 / User and Support Type

利用者名（課題申請者） User Name (Project Applicant)	鎌腰 雄一郎
所属名 Affiliation	群馬県立産業技術センター
共同利用者氏名 Names of Collaborators Excluding Supporters in the Hub and Spoke Institutes	
ARIM実施機関支援担当者 Names of Supporters in the Hub and Spoke Institutes	廣戸孝信
利用形態 Support Type	技術代行/Technology Substitution

利用した主な設備 / Equipment Used in This Project

利用した主な設備 Equipment ID & Name	NM-204：多目的X線回折装置_Cu_SSL

報告書データ / Report

<table>
<tr><th>概要（目的・用途・実施内容）
Abstract (Aim, Use Applications and Contents)</th><td>1 目的
Mo系部分拡散合金鉄粉での焼結冷間鍛造工法および熱処理による高機能化，すなわち高強度化，長寿命化，靭性向上，耐摩耗性向上などを狙う研究開発の中で，Moの有効性を実証することを目的とした．</td></tr>
<tr><th>実験
Experimental</th><td>2 実験方法
2. 1 焼結冷間鍛造材(角棒)の作製 Table 2.1.1に供試鋼粉の化学成分を示す．アトマイズ純鉄粉表面に0.4 mass% Moを拡散付着させた合金鋼粉に黒鉛粉(Gr)を0.3 mass%，ワックス系潤滑剤を0.5 mass%添加したものを供した． Fig. 2.1.1に本調査における試験片作製工程概要を示す．図に示すとおり，工程として圧粉体成形，一次焼結 (Primary sintering: PS)，後方押出し式冷間鍛造 (Cold forging: CF)し，角棒形状の試験片を作製した．最後に余肉除去および試料切断を行い，XRD測定用試験片とした．
（１）一次焼結(PS)材の作製 フローティングダイ法で密度(ρc: 圧粉体の密度)約7.4 Mg/m3の成形体を作製した．一次焼結(PS) は，真空炉を用いて焼結温度1100℃，保持時間60 minにて実施した.試験片形状は，ISOに基づくシャルピー衝撃試験片に関する日本粉末冶金工業会規格1）を参考に，ノッチなしハーフタイプ角棒（幅9.8×高さ6×長さ54 mm）とした．
（２）焼結冷間鍛造(CF)材の作製 一次焼結(PS)材を鍛造用金型内に設置し，油圧プレス機により試料外周に1 mm幅の余肉を出す後方押出し式冷間鍛造(CF)を行った．鍛造荷重は1200 kNとし，同組成の溶製材の理論密度(7.835 Mg/m3)に対する密度比で真密度すなわち100%に近い状態に高密度化した．また機械的特性試験用に，上に張り出した余肉を余肉高さの測定後にフライスで切断除去した後，およそ幅10×高さ5×長さ55 mmの角棒試験片とした．さらにこれを水平に1/2に切断し，中央部分を含む15×8×1mm形状の測定面をエメリー紙#800で平滑に機械研磨することでのXRD用試験片(Fig. 2.1.1参照)に整えた．

2. 2 Moの焼結促進効果確認実験 物質・材料研究機構(NIMS)の高輝度・高感度型粉末X線回折装置 (XRD: SmartLab (9kW))を用いて，昇温による高密度焼結体におけるMoの焼結促進効果を検証した． 本研究で重要な添加元素Moの焼結促進効果について温度状態図および概念をFig. 2.2.1に示す．図a)から，C無添加の純鉄の場合，Mo量が増すにつれてFeの自己拡散が高速なα-Fe(BCC)域が出現し，焼結を促進することがわかる2）．図b)は1%MoでのFe-C状態図をThermo-Calc Software社製Thermo-Calc 2017aで計算した結果で，図c)はFeのミクロ組織の自己拡散概念図である3)．図b)から，1%Moの場合，Fe中にCが入ることで，Mo起因の高速なα-Fe(BCC)拡散はおよそ950℃以下の極低炭素領域に限られることになる．しかし，実際は図c)に示したように，ミクロ組織で考える必要があると考える．各粒子間接触面においてBCC域を広げるMoリッチ部とγ-Fe(FCC)域を広げるCリッチ部が混在する不均質(ヘテロ)組織を呈する，すなわち焼結を促進する部位とそうでない部位があると考えられる．よって，浸炭前にMoリッチ部を利用した焼結促進を図るには，Cなしの真空雰囲気での高温加熱工程を追加することが望ましい．ただ，上記解釈はEPMAによる面分析，金属組織観察および状態図等に基づく推定であるので，本調査で粒子間真実接触面積の多いMo系高密度材ゆえの急速な焼結促進状態，すなわち二次焼結(2nd Sintering)状態での金属組織を構成するα-Feとγ-Feの変化を追跡し，実際のMoの効果の確認を試みた． Fig.2.2.2に使用したXRD装置を示す．温度条件：(往復) 30 → 100 → 300 → 500 → 700 → 900 → 1000 → 1100℃，TPサイズ15×10×t1 mm，昇温/降温速度10℃/min，温度到達後10min保持，XRD測定12minとした．</td></tr>
</table>

結果と考察
Results and Discussion

3 実験結果および考察
3．1 焼結冷間鍛造材(角棒)の作製（１）一次焼結(PS)材の作製 幅9.8×高さ6×長さ54 mmで圧粉体成形し，ρ_{PS}≒7.4 Mg/m^{3}の一次焼結体を作製した．（２）焼結冷間鍛造(CF)材の作製
Fig.3.1.1のとおり，作製した高密度焼結冷間鍛造試験片の外観を示す．
3. 2 Moの焼結促進効果確認実験結果 Fig.3.2.1～3.2.8に高温XRD測定結果を示す．30～700℃までα-Feのみ検出されており，900℃では殆どがγ-Feに変態（α:3.7%，γ:96.3%），1000℃以上でγ-Feのみとなっていることがわかる．また，昇温時に加え降温時もXRDスペクトルを取得した．その際の格子定数の変化をFig.3.2.9に示す．グラフ中の灰色線は，文献4)に記載されている計算値である．

4 まとめ高温XRDによるMo系焼結鉄の加熱実験結果について，以下にまとめる．
（１） 組成変化一般的な低炭素鋼の挙動と変わらず，900℃からγ-Feが出現した．XRDによる半定量計算によるとα-Feは約3.7%である．今回は試験片の水平半割状態の中心部を測定したため，主に低炭素Fe粒の断面情報(粒界のみMoが分布)となったと考えられる．
（２） 格子定数往・復共に文献の計算値とほぼ一致した．中心部ではMoの影響すなわち焼結促進効果は確認できず，通常のγ-Fe状態での焼結が起きていると考えられる．
（３） 改善策 余肉を除去し，表面研磨せず「表面にMoが多い鍛造面」で再測定する．現在NIMSの装置が故障し修理手続き中のため，来年度に実験再開予定である．

図・表・数式 1
Figures, Tables and Equations 1

[mass%]

C	Si	Mn	P	S	Mo	O
0.003	0.02	0.06	0.007	0.003	0.4	0.10

Table 2.1.1 Chemical compositions of alloyed steel powder.

図・表・数式 2
Figures, Tables and Equations 2

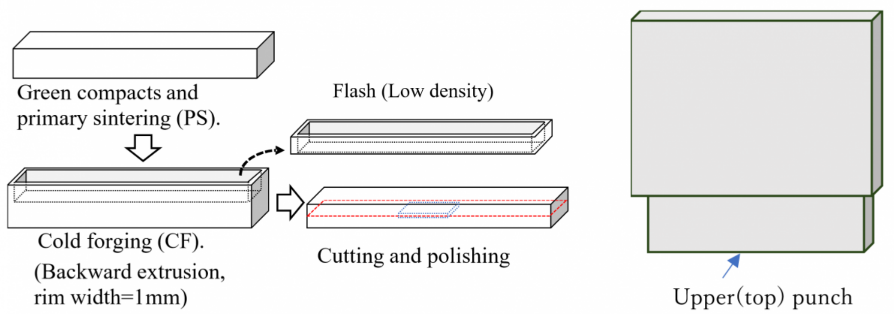


Fig. 2.1.1 Schematic of the fabrication process of specimen.

図・表・数式 3
Figures, Tables and Equations 3

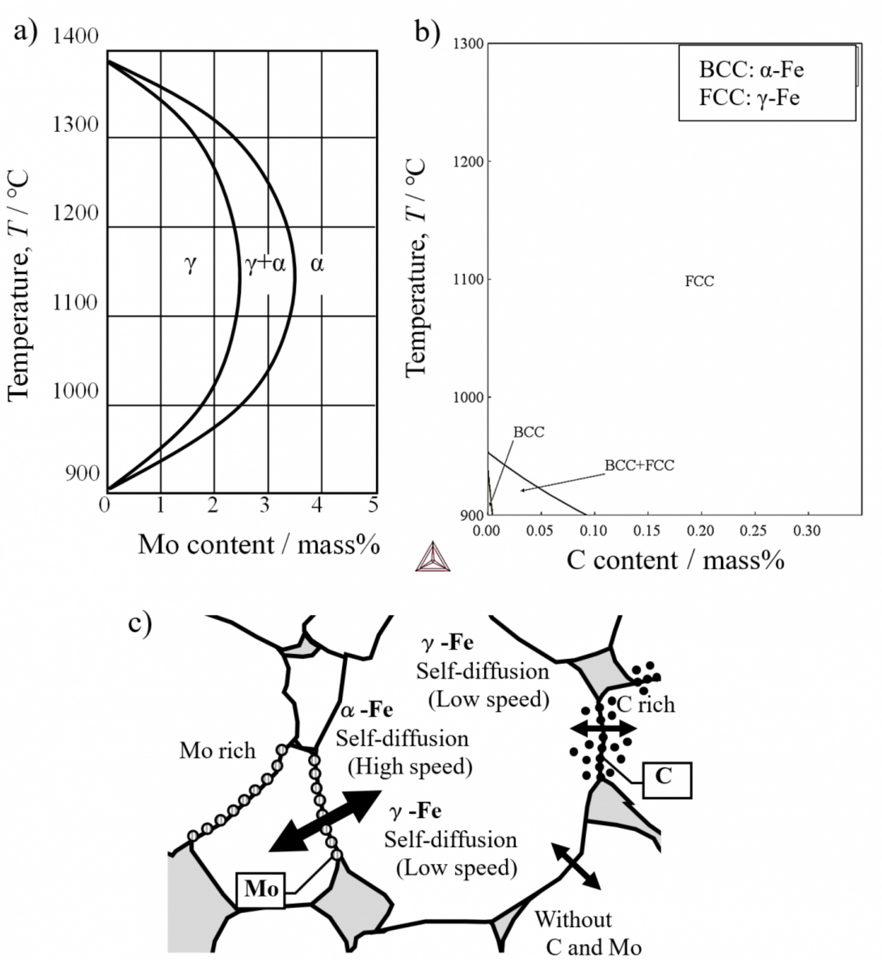


Fig. 2.2.1 Equilibrium diagrams: a) Fe-Mo(without C)2）, b) Fe-C at 1mass%Mo3）and c) Schematic of the self-diffusion of Fe at grain boundaries.

図・表・数式 4
Figures, Tables and Equations 4

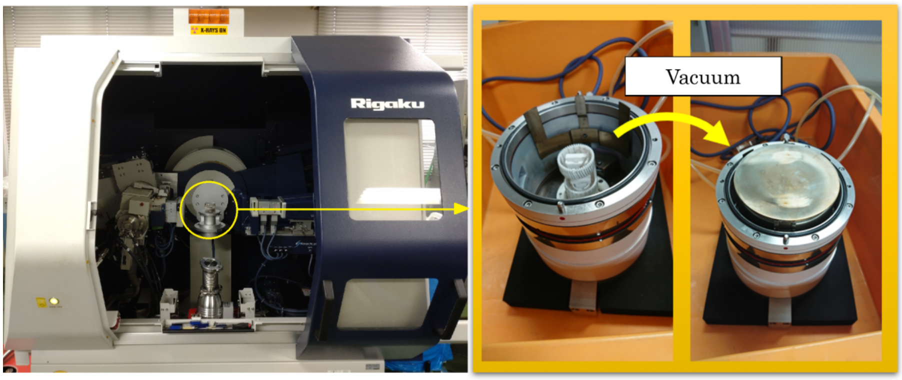
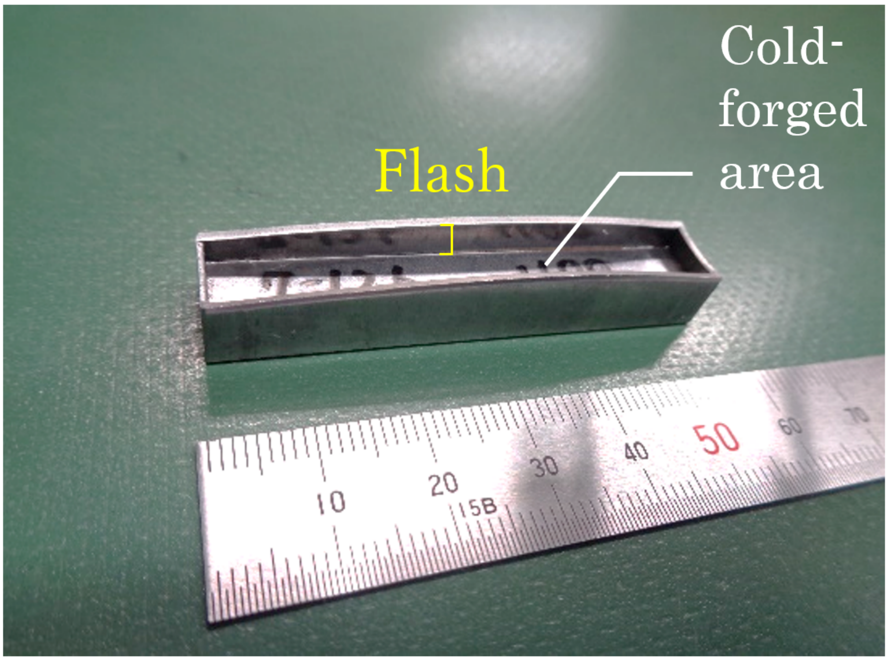
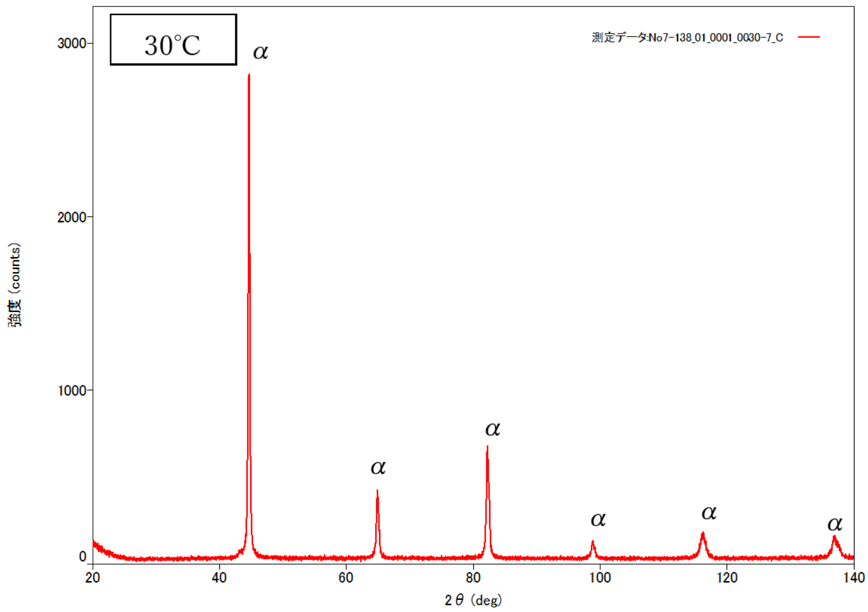


Fig.2.2.2 Schematic of High-temperature X-ray diffractometer.

図・表・数式 5 Figures, Tables and Equations 5	 Fig.3.1.1 Schematic of cold-forged specimens.
図・表・数式 6 Figures, Tables and Equations 6	 Fig. 3.2.1 XRD spectrum of cold-forged specimen at 30℃.

図・表・数式 7
Figures, Tables and Equations 7

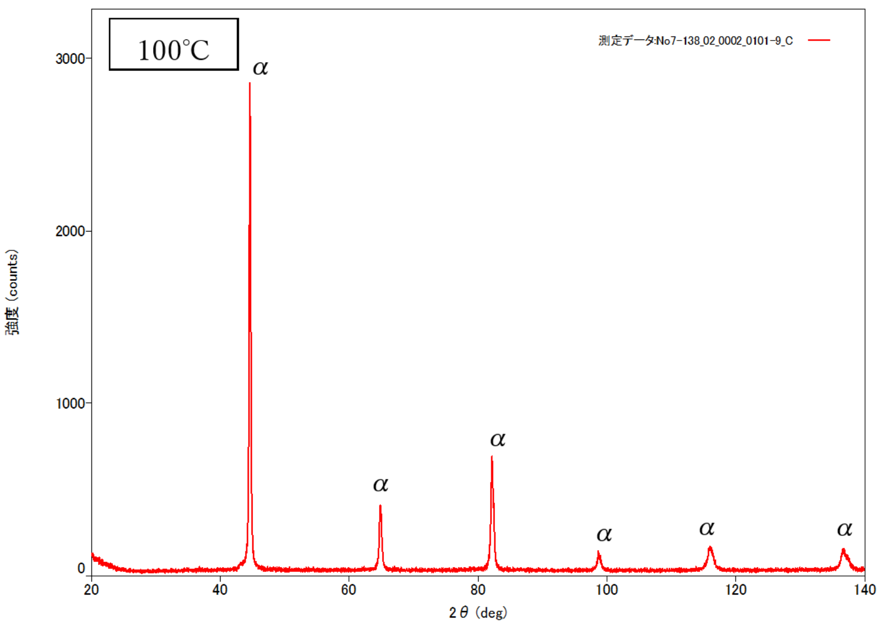


Fig.3.2.2 XRD spectrum of cold-forged specimen at 100℃.

図・表・数式 8
Figures, Tables and Equations 8

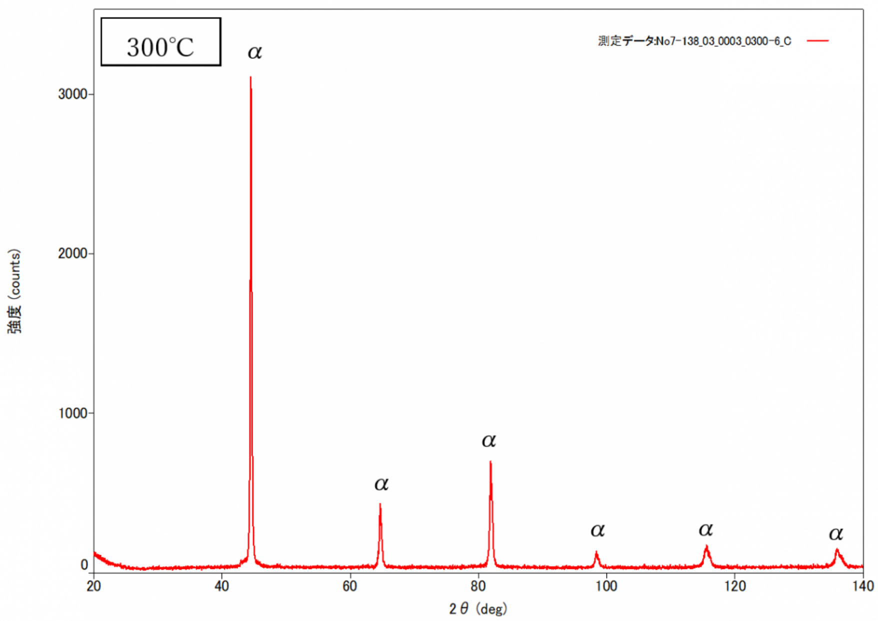


Fig.3.2.3 XRD spectrum of cold-forged specimen at 300℃.

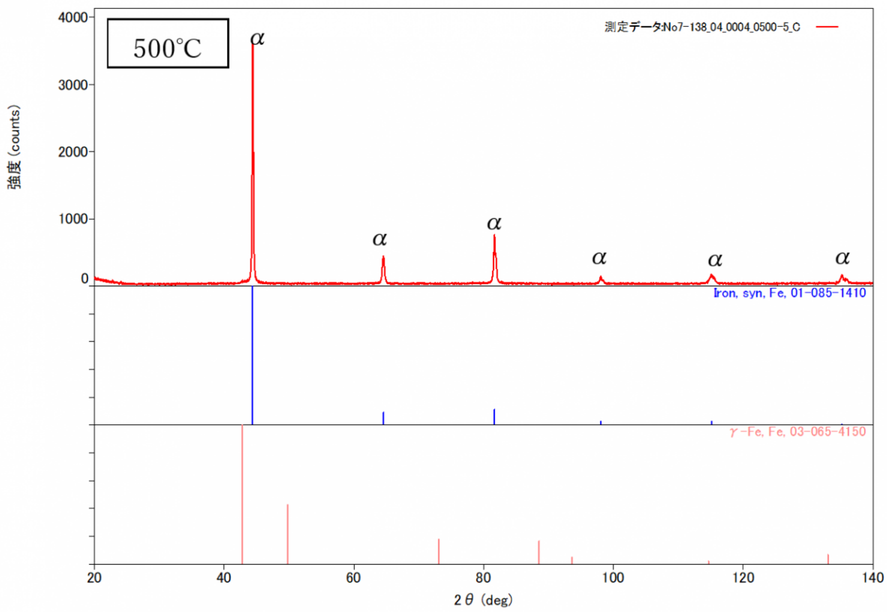
<table>
<tr>
<td>図・表・数式 9
Figures, Tables and Equations 9</td>
<td>


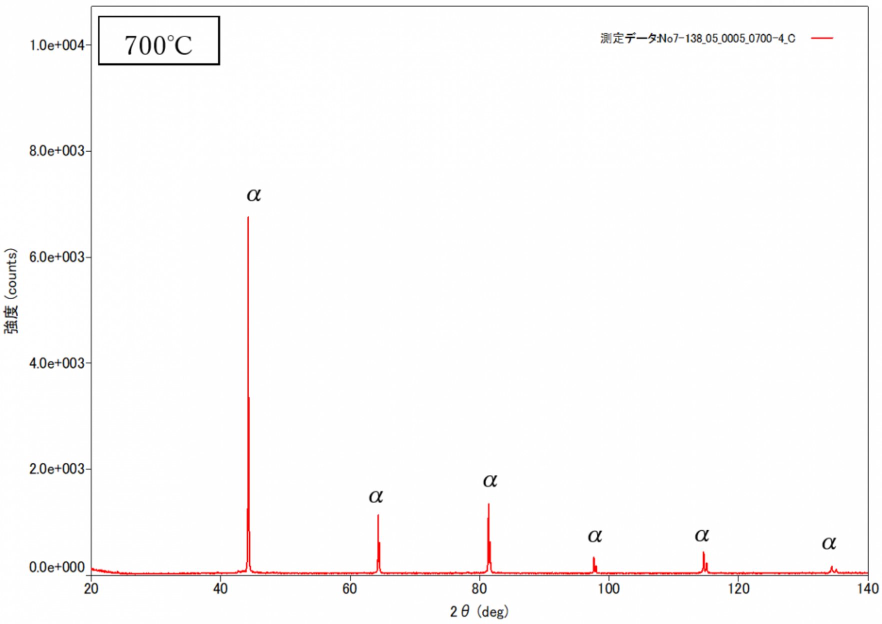
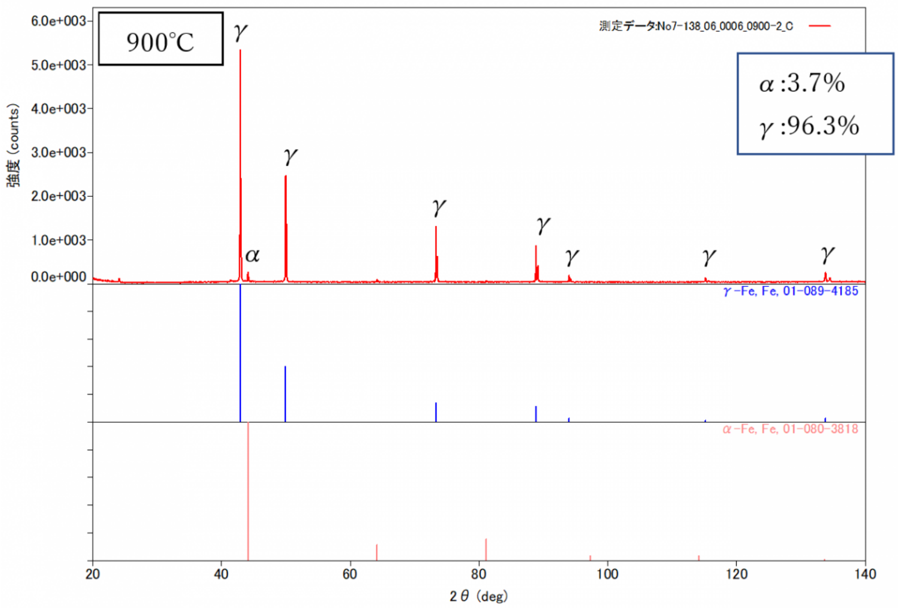
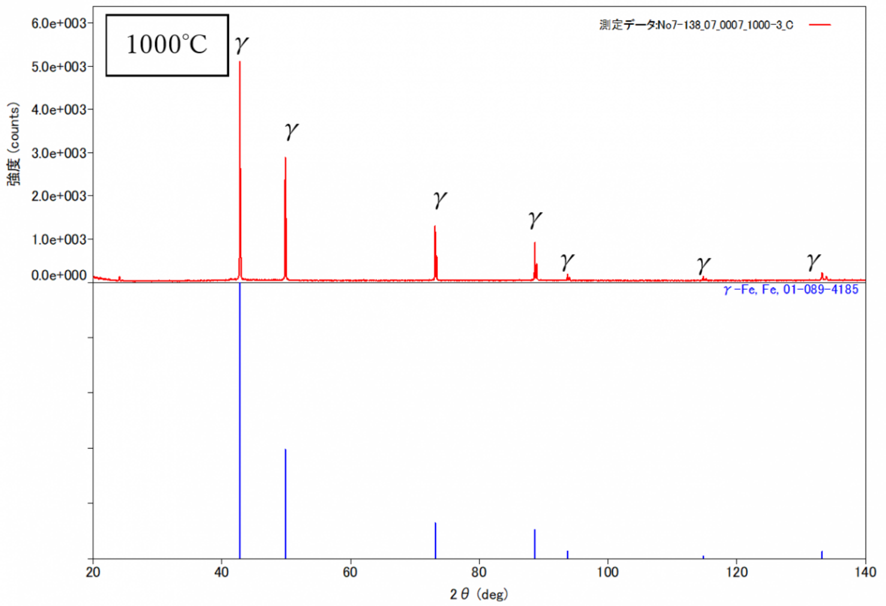
Fig.3.2.4 XRD spectrum of cold-forged specimen at 500℃.
</td>
</tr>
<tr>
<td>図・表・数式 10
Figures, Tables and Equations 10</td>
<td>


Fig.3.2.5 XRD spectrum of cold-forged specimen at 700℃.
</td>
</tr>
</table>

図・表・数式 11 Figures, Tables and Equations 11	 Fig.3.2.6 XRD spectrum of cold-forged specimen at 900℃.
図・表・数式 12 Figures, Tables and Equations 12	 Fig.3.2.7 XRD spectrum of cold-forged specimen at 1000℃.

図・表・数式 13
Figures, Tables and Equations 13

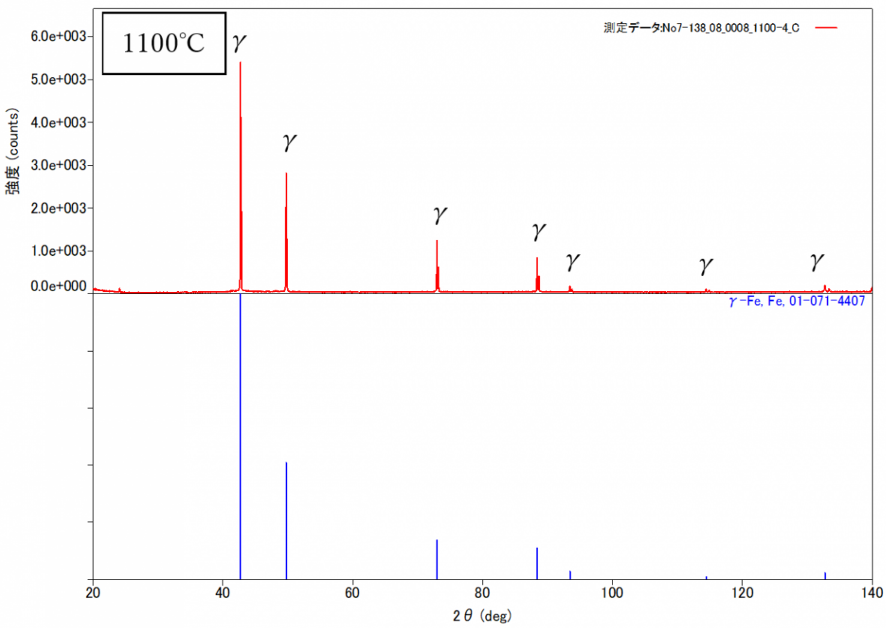
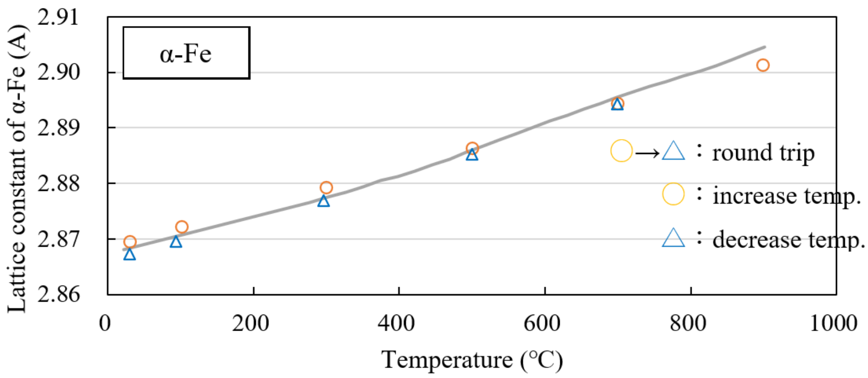
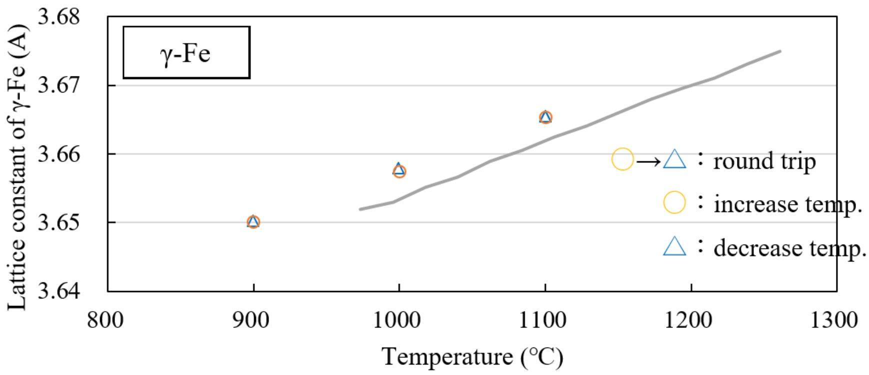


Fig.3.2.8 XRD spectrum of cold-forged specimen at 1100℃.

図・表・数式 14
Figures, Tables and Equations 14



a) Ferrite (α-Fe)



b) Austenite (γ-Fe)

Fig.3.2.9 Lattice constants of cold-forged specimen at high temperature.

その他・特記事項（参考文献・謝辞等） Remarks(References and Acknowledgements)	参考文献 1) Japan Powder Metallurgy Association: JPMA M 05 (1992) 1-4. 2) H. Kuroki and Y. Tokunaga: J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy, 20 (1973)43-48. 3) Y. Kamakoshi: Doctoral dissertation of Gunma University (2019). 4) Ichiro Seki and Kazuhiro Nagata: Lattice constant of Iron and austeniteIncluding its supersaturation phase of carbon, ISIJ International, vol.45 (2005),No.12, pp. 1789-1794. 5） https://doi.org/10.2497/jjspm.70.77「拡散付着型Mo系合金鋼粉の焼結冷間鍛造および真空浸炭窒化熱処理による疲労強度および耐摩耗性の向上」鎌腰 雄一郎, 芦塚 康佑, 宇波 繁, 井上 吉弘, 井上 紀子, 阿部 竜一, 中村 哲也, 荘司郁夫 粉体および粉末冶金 2023 年 70 巻 2 号 p. 77-86

成果発表・成果利用 / Publication and Patents

DOI（論文・プロシーディング） DOI (Publication and Proceedings)	
口頭発表、ポスター発表および、その他の論文 Oral Presentations etc.	
特許出願件数 Number of Patent Applications	0件
特許登録件数 Number of Registered Patents	0件