

雰囲気制御式真空浸炭炉の量産実績と表面改質への応用

オリエンタルエンジニアリング株式会社 研究開発部部长  
工学博士 河田 一喜

# 雰囲気制御式真空浸炭炉の量産実績と表面改質への応用

オリエンタルエンジニアリング（株）

研究開発部

河田 一喜

## 1. はじめに

産業構造の変化とグローバル化が進む中で、従来型の技術や手法が必ずしも通用しなくなっている。大幅なコスト削減、地球環境に優しいものづくり、さらに他社にはない独自の技術が求められる時代である。

真空浸炭法は、従来型のガス浸炭法と比べて環境に優しい表面硬化法としてヨーロッパにおいて普及が進んでいるが、国内においても技術的な改善が図られ実用化が進められている。

しかし、最近の真空浸炭法も従来と同様に、雰囲気制御が全くなされておらず、処理品表面積、荷姿、炉内リーク、処理品の酸化状態等に変化があった場合に全く対応できていない。そのために、スレーティングや浸炭ばらつき現象を生じたり、品質を保證するという観点からの未成熟な面が指摘されたりしている。

そこで当社では、独自に開発した雰囲気センサーにより、安定して再現よく浸炭できる雰囲気制御システムを開発したので、その内容を報告する。

同時に、既に当社（新潟工場）で稼動している量産型の真空浸炭炉（最大処理量：600kg／グロス）の処理実績を報告するとともに、真空浸炭法を利用した付加価値の高い表面改質技術についても紹介する。

## 2. 設備概要

図1に現在稼動しているバッチタイプの雰囲気制御システム付き量産型真空浸炭炉の概略図を示す。装置仕様としては、最大処理重量：600kg/グロス、有効寸法：W 600×H 600×L 1200mmである。最大の特徴は、加熱室に直接2種類の雰囲気センサー（熱伝導度センサー、酸素センサー）が装備されていることである。炉の構造としては、浸炭を行う加熱室と冷却（ガス冷、油冷）を行う前室とに分かれている。加熱室には、ファンも装備されており、真空加熱以外に対流加熱もできるようになっている。そのため、昇温時および均熱時におけるロット内温度差を小さくできる。

処理の種類としては、通常の肌焼鋼の共析浸炭、高濃度浸炭（CD浸炭）、金型の焼入れ（ガス冷、油冷）、工具鋼の特殊浸炭焼入れ、ステンレス鋼の浸炭、Ti合金等の非鉄金属の浸炭等があり、各種の多目的な用途に適用できる。

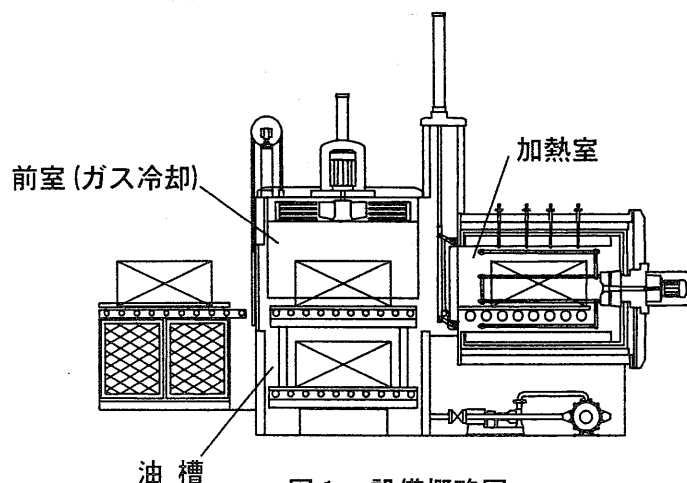
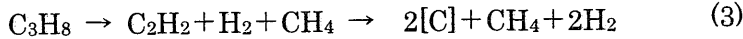
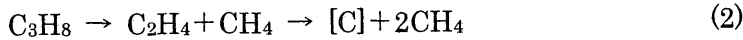


図1 設備概略図

### 3. 雰囲気制御理論

#### 3.1 ガス反応と残留炭化水素ガス

浸炭ガスとしてプロパン(C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>)を使用した場合に、加熱室内では主に次のようなガス反応が起こる。



真空浸炭法においては、これらの反応により鋼への浸炭が促進されることになるが、プロパンが完全に水素(H<sub>2</sub>)やメタン(CH<sub>4</sub>)に分解してしまった状態の雰囲気の中では、浸炭を促進することはできない。分解せずに残留するプロパン、エチレン、アセチレン等が存在することにより浸炭は促進されていくことになる。これはガス窒化法における残留アンモニアの役割と同様である。

残留するプロパン、エチレン、アセチレン等の濃度を適正に調整することが、浸炭ばらつきを抑え、スーティングを防止する決め手となる。

炉内のガス成分を測定するために、減圧容器中、あるいは真空ポンプ排気中のガス成分を測定する方法がしばしば試みられてきた。しかし、炉内ガス成分を低コストで正確に測定することは、現状では難しい課題である。

そこで当社では、別の角度から炉内ガス成分を捉えることにした。

#### 3.2 熱伝導度センサー

ガスの種類によって熱伝導度に差が生じることは以前から知られていた。加熱室内のガスの熱伝導度を測定することで、浸炭ガス（プロパン、ブタン、アセチレン、エチレン等）が加熱室内でどの程度分解しているかを数量化することが可能となった。

浸炭ガスの分解度は、浸炭温度、圧力、浸炭ガス流量により異なるが、同時に、処理品表面積、炉内構築物や処理品の吸着酸素・水分量、炉内エアリーク量等により変化する。

図2にブタンガス添加量と炉内ガス成分および熱伝導度センサー値との関係（浸炭温度：950℃，圧力：600Pa，表面積：3 m<sup>2</sup>）を示す。なお、この場合の炉内ガス成分は、真空ポンプによる排気ガスをガスクロマトグラフィーにより分析した値である。ブタンガス添加量が少ないほど、C<sub>4</sub>H<sub>10</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>は減少し、逆にH<sub>2</sub>、CH<sub>4</sub>は増加している。また、熱伝導度センサー値は、ブタンガス添加量が少ないほど大きくなっていく。

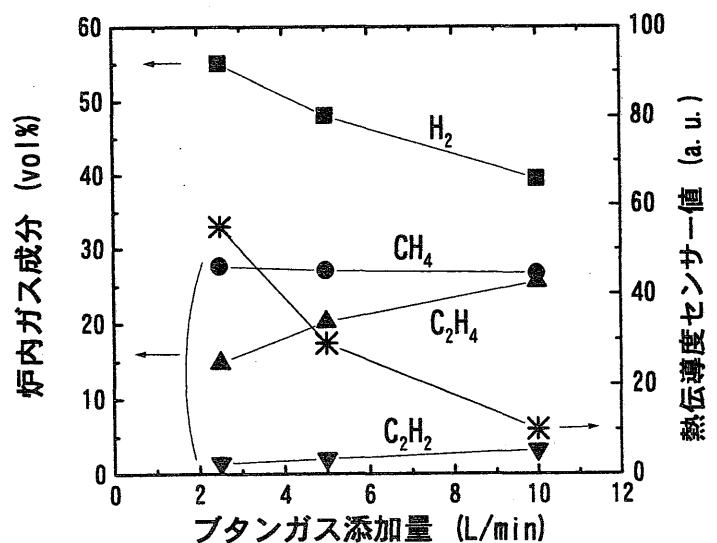


図2 ブタンガス添加量と炉内ガス成分および熱伝導度センサー値との関係（浸炭温度：950℃，圧力：600 Pa，表面積：3 m<sup>2</sup>）

る。これは、ブタンガス添加量が少ないほど一定の圧力を保つために、添加したブタンガスが炉内での滞留時間が長くなり、分解が進んだためである。その結果、熱伝導度の大きい  $H_2$ ,  $CH_4$  が多くなり、熱伝導度センサー値が大きくなった。このように、熱伝導度センサー値は、炉内ガス成分と密接な関係があることがわかる。

図3にブタンガス添加量と純鉄箔炭素量、SCM415 表面炭素濃度および熱伝導度センサー値との関係（浸炭温度：950℃，圧力：600Pa，浸炭時間：20 min，表面積：3 m<sup>2</sup>）を示す。ブタンガス添加量が多いほど、純鉄箔炭素量および SCM415 表面炭素濃度は増加している。また、熱伝導度センサー値は、ブタンガス添加量が多いほど小さくなっている。このように、熱伝導度センサー値は、カーボンポテンシャルおよび処理品表面炭素濃度と密接な関係があることがわかる。

以上のように、熱伝導度センサーは炉内ガス成分の変化を捉えカーボンポテンシャルの制御に使えることがわかる。

図4に温度、圧力、処理品表面積一定という条件下で、ブタンガス添加量のみを変化させた場合の表面炭素濃度と熱伝導度センサー値との関係を示す。また、図5に炭素流入量と熱伝導度センサー値との関係を示す。熱伝導度センサー値と表面炭素濃度や流入炭素量とは密接な相関関係があることがわかる。すなわち、熱伝導度センサーにより表面炭素濃度や流入炭素量を制御できることがわかる。熱伝導度センサーは、ブタンのみならず、プロパン、エチレン、アセチレン等の各種の炭化水素ガスに適用できることが確かめられた。

次に、図6に処理品表面積と熱伝導度センサー値との関係（浸炭温度：950℃，圧力：560Pa，浸炭ガス：プロパン）を調べた結果を示す。処理品表面積が増加するほど熱伝導度センサー値が大きくなっている。これは、処理品表面積が増加するほど、添加したプロパンガスが反応する表面積が増加し、より多くプロパンガスが分解したことを示している。そのことにより、炉内に熱伝導度の大きい  $H_2$ ,  $CH_4$  が多くなり、熱伝導度センサー値が大きくなった。このように、熱伝導度センサー値と処理品表面積とは相関関係

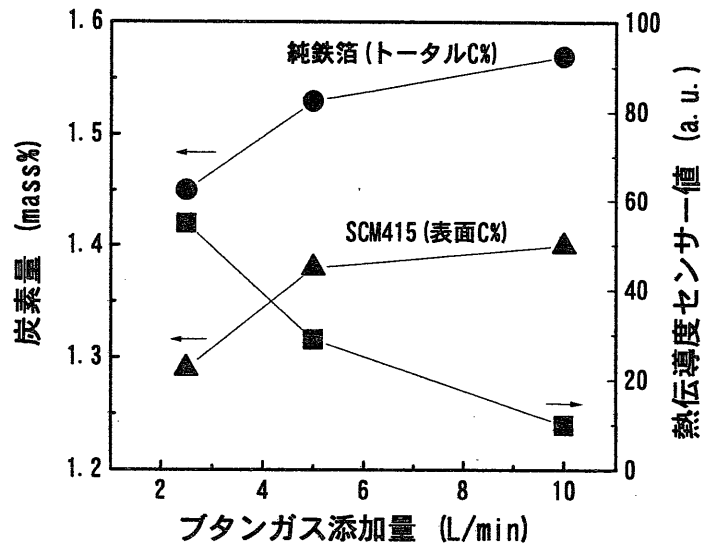


図3 ブタンガス添加量と純鉄箔炭素量、SCM415 表面炭素濃度および熱伝導度センサー値との関係（浸炭温度：950℃，圧力：600 Pa，浸炭時間：20 min，表面積：3 m<sup>2</sup>）

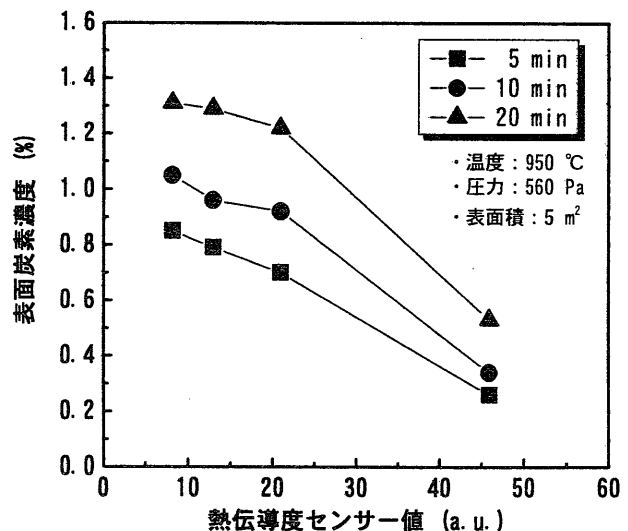


図4 表面炭素濃度と熱伝導度センサー値との関係（材質：SCM415）

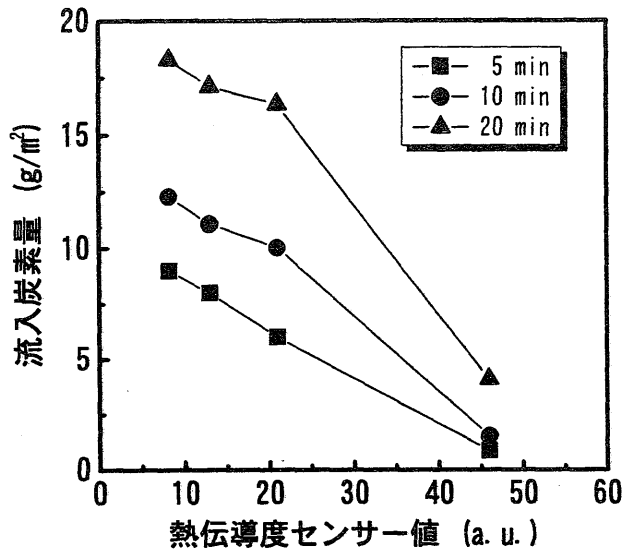


図 5 流入炭素量と熱伝導度センサー値との関係 (材質: SCM415)

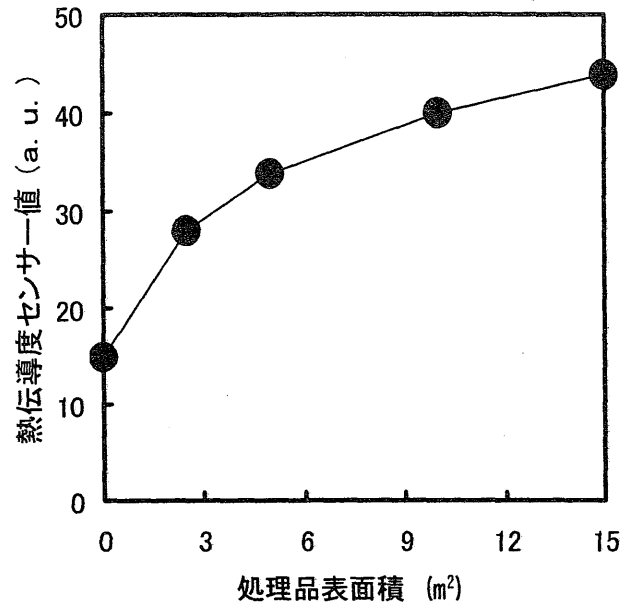


図 6 処理品表面積と熱伝導度センサー値との関係 (浸炭温度: 950°C, 圧力: 560 Pa, 浸炭ガス: プロパン)

係があることがわかる。すなわち、熱伝導度センサーにより、処理品表面積を測定できる。

また、プロパンガスだけでなく他の炭化水素ガスでも同様に処理品表面積を測定できることが確認されている。

以上のように、熱伝導度センサーは、浸炭炉内に入った処理品表面積を瞬時に把握し、過不足のない浸炭ガス流量を自動設定できる。

### 3.3 酸素センサー

酸素センサーは、通常的气体浸炭に使用されているジルコニア固体電解質からなるセンサーを、真空に耐えられる気密構造と炭化水素ガスの触媒作用を受けない電極材料に改造したものである。

加熱室内の酸素(O<sub>2</sub>)は、主にワークといっしょに炉内に持ち込まれるが、通常であればその量はある範囲内で推移し再現性が得られる。ところが、炉内にエアリークやスーティングが生じたり、浸炭ガスが適正に流れなかったりしたときに、酸素センサー値は異常値を示すことになる。

図7に浸炭ガス添加時間と酸素センサー起電力値との関係を示す。正常に浸炭しているときの酸素センサー起電力値に比べて炉内にエアリークが生じた場合には、酸素センサー起電力値が低くなる。また、炉内

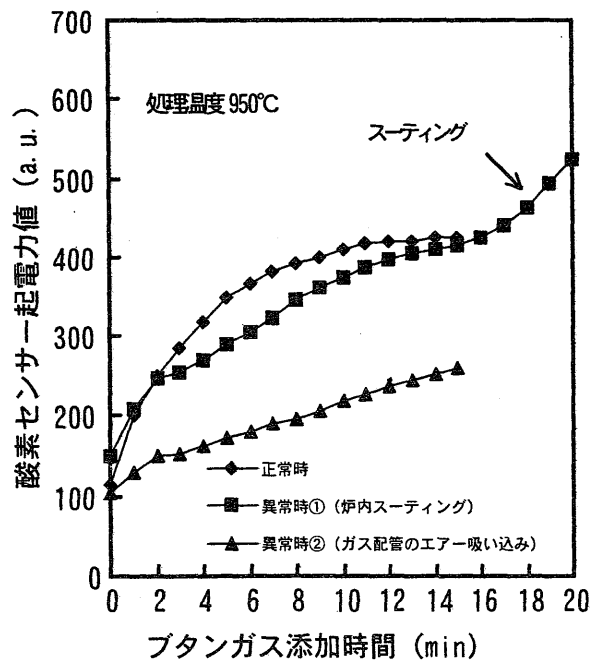


図 7 ブタンガス添加時間と酸素センサー起電力値の関係

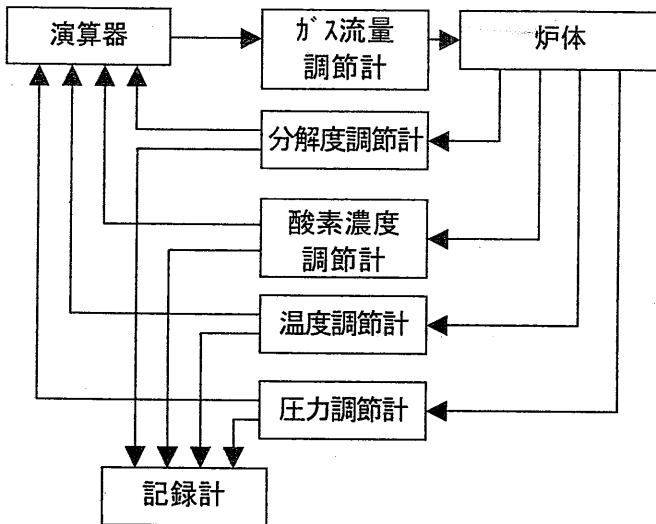


図8 システムブロックダイアグラム

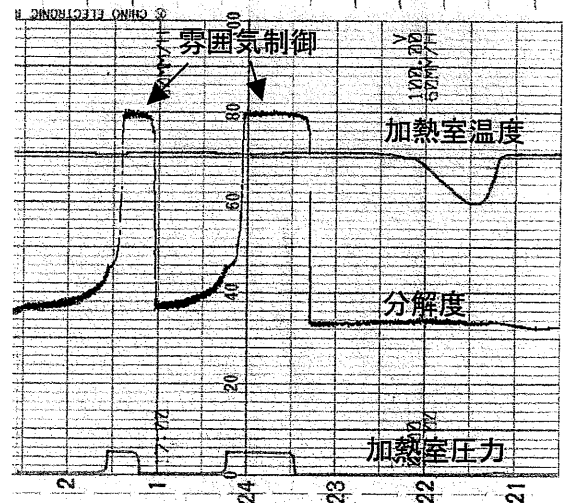


図9 真空浸炭炉における実際の記録チャート

にスーティングが生じてくると、正常時の酸素センサー起電力値よりその酸素センサー起電力値は高くなる。また、何かのトラブルにより浸炭ガスが流れなかったときは、その値はほとんど上昇しない。

このように、酸素センサーは、浸炭処理が正常に行われているのかどうかの監視役として機能しており、その値が基準値から外れた場合には、雰囲気異常警報を発信するシステムになっている。

万が一、雰囲気やその他の異常があったときには、生産を中止し不良を拡大しないことが重要であると同時に、できるだけ速やかに不具合の原因を特定し改善する必要がある。酸素センサー起電力値は、記録計に印字され、常に雰囲気を監視し、異常が起きたときに、不具合原因を推定する判断材料を提示する。

### 3.3 雰囲気制御システム

図8に雰囲気制御システムのブロックダイアグラムを示す。

熱伝導度センサーにより測定された浸炭ガスの分解度と、酸素センサーにより測定された起電力値が記録計に印字されると同時に、それらの測定値に基づいて適正な浸炭ガス流量が流れるシステムになっている。従って、浸炭中は適正な分解度になるように浸炭ガスがエンリッチされ、分解度は適正に自動制御される。

図9にプロパンを使用して実際に量産処理した場合におけるプロパンの分解度（炉内ガス熱伝導度）の自動制御を行っている記録チャートを示す。

## 4. 量産浸炭処理結果

### 4.1 浸炭均一性

図10に示すヒートパターンで、ダミー品（材料：STPG, 表面積：10.4 m<sup>2</sup>）と炉内9点の位置にセットしたテストピース（SCM415, φ16×20 mm）を浸炭焼入れし、有効硬化層深さのバラツキを測定した結果を表1に示す。従来、量産型の真空浸炭炉で問題になっていた、表面積の大きいワークのロット内の浸炭ばらつきは、ガス導入方法と雰囲気の制御により解決することができた。

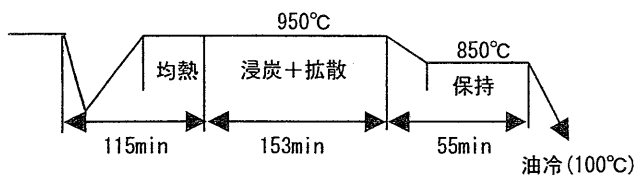


図 10 真空浸炭処理におけるヒートパターン

#### 4.2 量産品への適用

従来、ガス浸炭処理を行っていた比較的表面積の大きい自動車用エンジン関連部品（材料：SCM415、処理重量：448 kg/グロス、表面積：15.8 m<sup>2</sup>）について量産処理（950°C×115 min）を行った。従来のガス浸炭（930°C×250 min）と同等の有効硬化層深さ（0.75 mm）を確保した上で、硬化層の9点ばらつき幅を0.09 mm以内に抑えることができた。

図 11 に部品を治具セットしたときの荷姿写真を示す。

#### 4.3 歯車への浸炭と歪み低減

平歯車（材料：SCM415、モジュール：2.5、歯数：48、外径：125 mm）とヘリカルギヤ（材料：SCM420、モジュール：2.5、歯数：64、外径：200 mm）の量産処理（処理重量：540 kg/グロス、930°C×101 min）を行った。比較のために同部品をガス浸炭（滴注式：930°C×120 min）で処理をした。両方ともに、860°Cからセミホット系の焼入油（100°C）に焼入れした。

表 2 に真空浸炭とガス浸炭した各歯車のピッチ円および歯底の有効硬化層深さをまとめた。

表 2 真空浸炭とガス浸炭した各歯車のピッチ円および歯底の有効硬化層深さ

処理方式	平歯車		ヘリカルギヤ	
	ピッチ円	歯底	ピッチ円	歯底
真空浸炭	0.51 mm	0.47 mm	0.81 mm	0.70 mm
ガス浸炭	0.44 mm	0.38 mm	0.77 mm	0.55 mm

真空浸炭品は、ガス浸炭品と比べてピッチ円部と歯底の有効硬化層深さの差が小さく、浸炭層の単体均一性に優れていることがわかる。したがって、真空浸炭法は、要求される硬化層深さの規格幅に対して、より浅めの硬化層を狙い、寸法変化を小さくすることができる。

浸炭前後における平歯車の歯形および歯筋の変形量を測定した結果、真空浸炭品はガス浸炭品に比べ

表 1 有効硬化層深さのバラツキ結果

セット位置	硬化層 (mm)	最大	0.86
①	0.82	最小	0.79
②	0.79	平均	0.83
③	0.82	幅	0.07
④	0.80		
⑤	0.83		
⑥	0.85		
⑦	0.85		
⑧	0.80		
⑨	0.86		

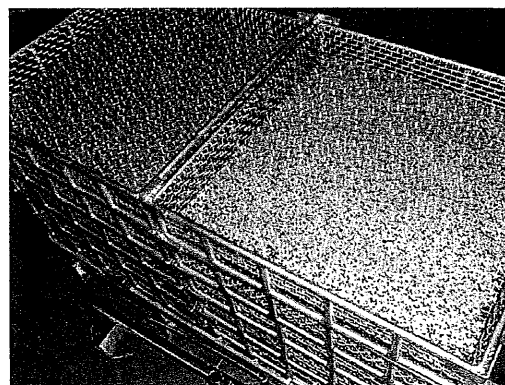
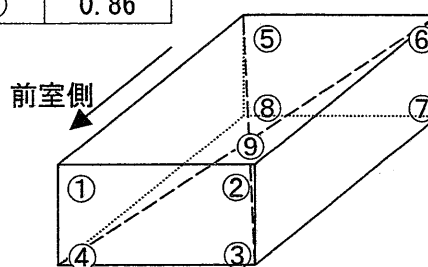


図 11 自動車用エンジン関連部品の荷姿外観写真

て歯形および歯筋ともに変形量が少なかった。図 12 に平歯車の歯筋の歪み測定結果を示す。真空浸炭品はガス浸炭品よりも硬化層が深かったために、硬化層を浅めに浸炭すれば、さらに大きな効果が期待できる。

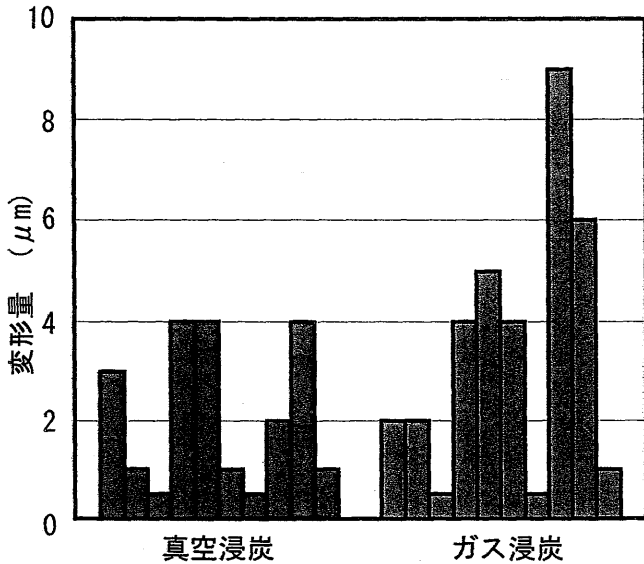


図 12 平歯車の浸炭後における歯筋の変化

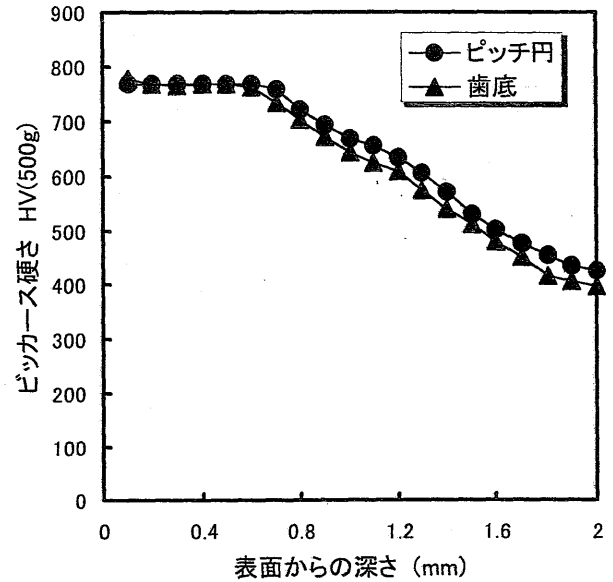
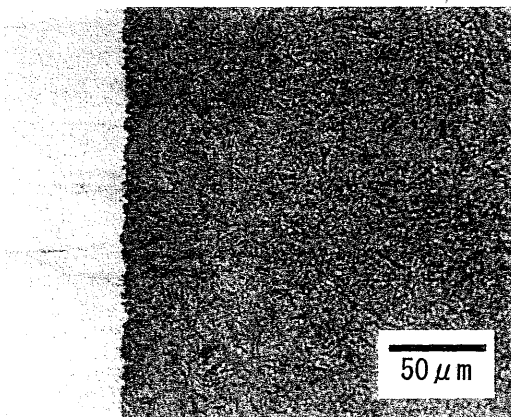
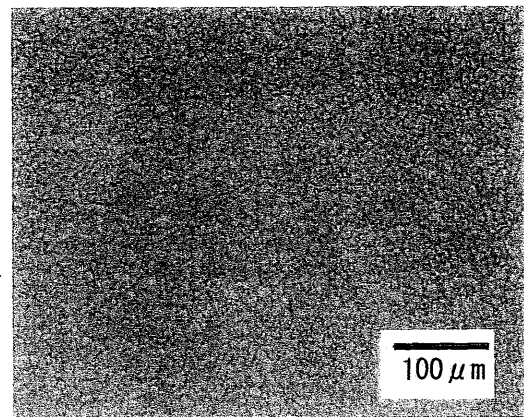


図 13 ピニオンギヤのピッチ円部と歯底の硬さ分布



(断面組織)



(オーステナイト結晶粒, 粒度番号: 10)

図 14 ピニオンギヤのピッチ円部における断面及び結晶粒写真

#### 4.4 高温浸炭と処理時間短縮

産業機械のピニオンギヤ (材料: SCM420, モジュール: 5.4, 歯数: 24, 外径: 140 mm, 処理重量: 510 kg/グロス) の量産処理 (1000℃×174 min) を行った。従来のガス浸炭 (930℃処理) で行えば、同等の有効硬化層深さを得るために約 600 min の浸炭時間を要するもので、大幅な処理時間短縮が可能となった。

図 13 にピッチ円部と歯底の硬さ分布を示し、図 14 にピッチ円部の断面組織とオーステナイト結晶粒写真を示す。本テストでは 1000℃浸炭後、前室でガス冷却 (20 min) を行い、再び加熱室に搬入して



二次焼入れ（850℃）を行うことで結晶粒微細化（粒度番号 10）と微細球状炭化物析出が達成できた。これにより、従来品と比較して、靱性と耐摩耗性の向上が期待できる。

#### 4.5 一般肌焼鋼への高濃度浸炭

自動車部品の小型軽量化および強度アップの目的で、最近、高濃度浸炭(CD 浸炭)が多く適用されるようになってきている。特に、高級鋼を使って 2%以上の炭素濃度にする従来の CD 浸炭ではなく、SCM 材等の通常の肌焼鋼を使って 1.4~2%の範囲の炭素濃度にする CD 浸炭および CD 浸炭窒化が主流になっている。

自動車のミッションギヤ(材料: SCM420, モジュール: 2.5, 処理重量: 530 kg/グロス) の高濃度浸炭を行った。

図 15 に CD 浸炭した SCM420 の断面組織を示す。

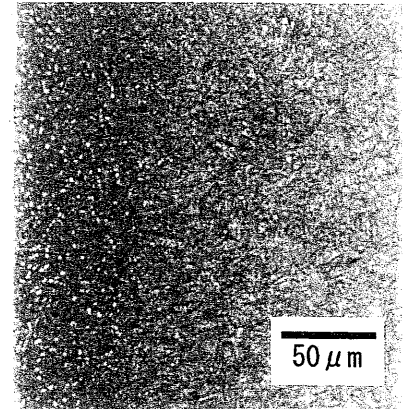


図 15 CD 浸炭した SCM420 の断面組織

#### 4.6 難硬化材への浸炭

雰囲気制御式真空浸炭法はプラズマ浸炭法より浸炭層均一性等の品質向上が図れ、しかも、処理コストを大幅に下げることができる。オーステナイト系ステンレス鋼や Ti 合金等の難硬化材も安定して再現良く浸炭することができる。しかも、治具に処理品を密にセットでき、治具との接触部や穴等も均一に浸炭できる。

図 16 に各種オーステナイト系ステンレス鋼を真空浸炭処理した場合の硬さ分布を示す。真空浸炭処理は、窒化処理に比べて硬さはやや低いが、短時間で深い硬化層を得ることができる。また、窒化と違って傾斜硬さ分布を示すことがわかる。図 17 に真空浸炭した SUS304 の断面組織を示す。

次に、オーステナイト系ステンレス鋼の新しい表面硬化処理法について述べる。オーステナイト系ステンレス鋼は、表面に不働態皮膜が存在するため、通常的气体窒化法では酸洗等の前処理なしでは窒化処理ができない。そのため、この鋼種に対しては、塩浴軟窒化法やプラズマ窒化法が主に採用されてい

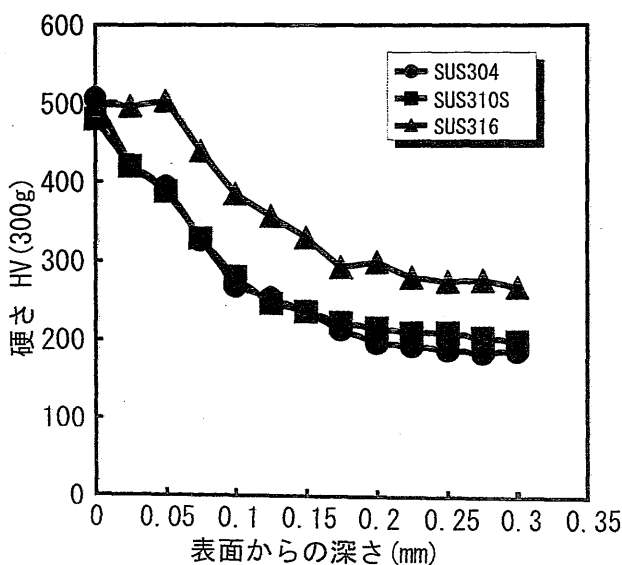


図 16 各種ステンレス鋼の硬さ分布

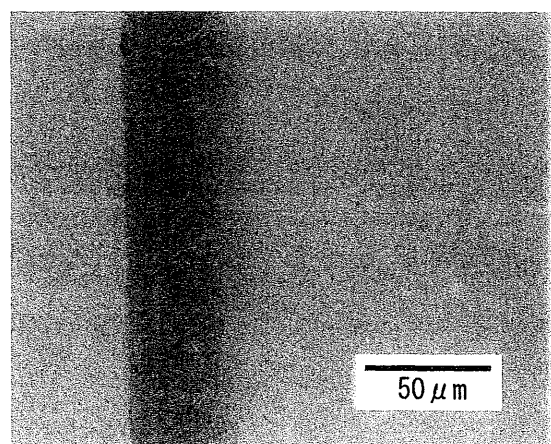


図 17 真空浸炭した SUS304 の断面組織  
(4%ナイトル腐食)

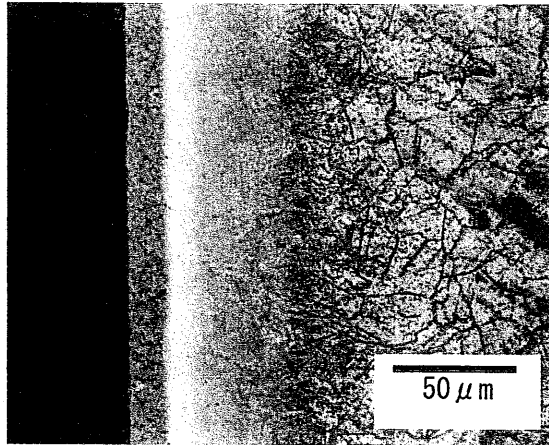


図 18 真空浸炭+ガス窒化した SUS304 の断面組織  
(マーブル試薬腐食)

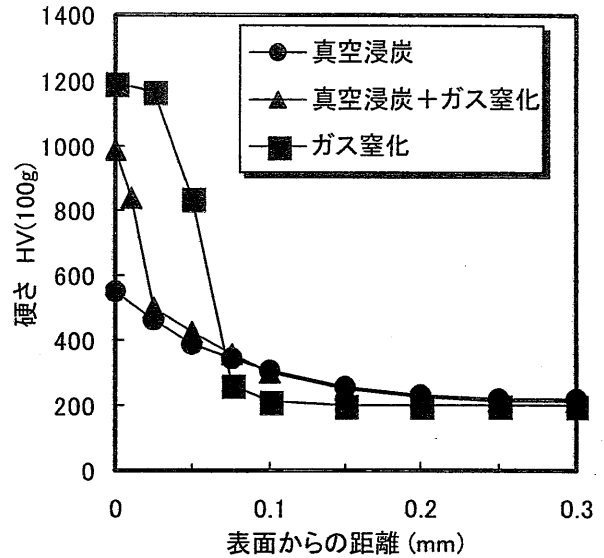


図 19 各処理を施した SUS304 の硬さ分布

る。近年、ガス窒化法に塩素系、弗素系および硫黄系活性剤を添加してこのオーステナイト系ステンレス鋼を安定して処理できる方式も開発されてきている。ただ、このような方式は、排ガス処理が必要で、通常ガス窒化炉より構築材に耐食性に優れた材料を使う必要がある。

そこで、オーステナイト系ステンレス鋼を予め真空浸炭炉にて浸炭処理することにより不動態皮膜の元である Cr を C で固定することにより不動態皮膜の形成を防止し、その後通常ガス窒化炉にて窒化処理するという方式を開発した。図 18 に示すように真空浸炭+ガス窒化品の断面組織は、真空浸炭処理とガス窒化処理が複合された多層の硬化層より構成されていることが確認される。次に、X 線回折を行った結果、真空浸炭+ガス窒化品はガス窒化品と同様に  $Fe_3N$ ,  $Fe_4N$ ,  $Fe_2N$ ,  $CrN$  が検出された。図 19 に各試料の硬さ分布を示す。真空浸炭+ガス窒化品は、表面近傍は窒化の影響で硬さが高く、その内側は浸炭の影響で深くまで硬化されている。すなわち、浸炭と窒化が複合された硬さ分布を示している。図 20 に摩擦摩耗試験結果を示す。真空浸炭+ガス窒化品は、ガス窒化品と同等の摩耗量で未処理品に比べて大幅に耐摩耗性が向上していることがわかる。

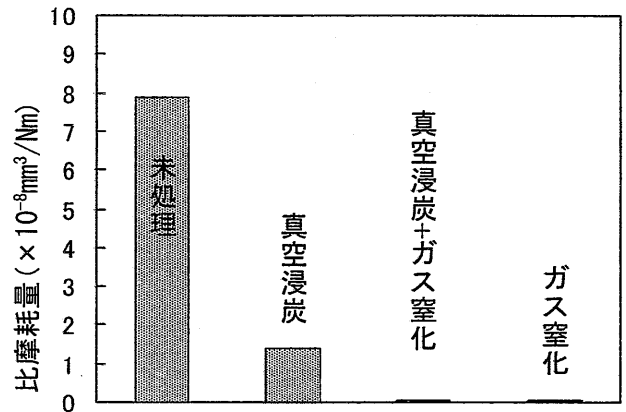


図 20 摩擦摩耗試験後の各試料(ディスク)の比摩耗量(荷重: 10N, 摩擦速度: 400mm/sec, 摩擦距離: 5000m, ボール: SiC, エンジン油中)

次に、図 21 に真空浸炭した純 Ti の断面組織を示す。また、図 22 に真空浸炭した純 Ti の硬さ分布を示す。Ti に関しては、表面硬さが 900HV 以上になるため Ti 材の難点であった耐摩耗性と耐焼付き性向上が期待できる。

このようなオーステナイト系ステンレス鋼や Ti 合金の浸炭硬化品は、次世代の自動車部品や各種機械部品として既に応用が進みつつある。このように、雰囲気制御式真空浸炭法は、従来、ガス浸炭法で行っていた肌焼鋼の浸炭処理の代替として適用するだけでなく、各種材料の新しい表面改質という観点か

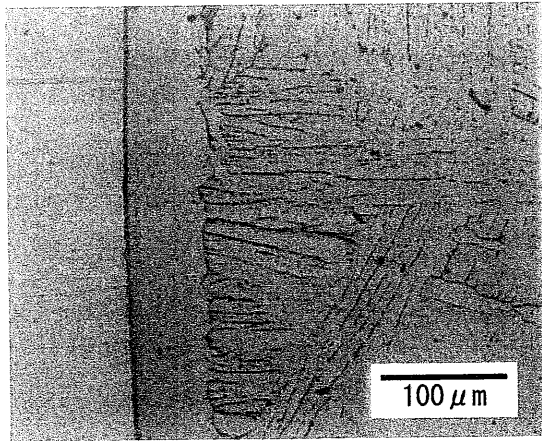


図 21 真空浸炭した純Tiの断面組織

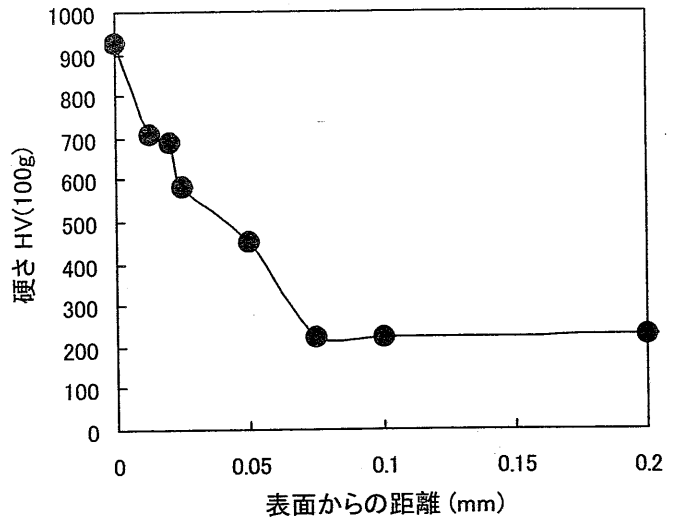


図 22 真空浸炭した純Tiの硬さ分布

ら捉え直されてきている。

#### 4.7 特殊材料への浸炭

さらに、この雰囲気制御式真空浸炭法は、工具鋼、各種非鉄金属材料の特殊浸炭処理用としても用途が拡大しつつある。工具鋼に関しては、SKD11, SKD61, SKH51等の冷間金型用鋼および熱間金型用鋼の各種の材料に処理可能である。

一例として図 23 に真空浸炭した SKD11 の断面組織を示す。このような金型用鋼の浸炭処理品は、単に焼入れ処理したものに比べて、耐摩耗性を向上させることができる。

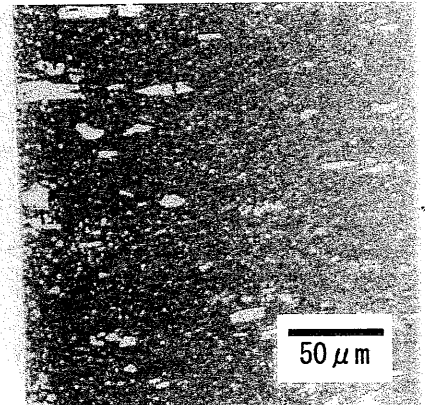


図 23 真空浸炭処理したSKD11の断面組織

#### 5. 浸炭効率

浸炭炉に供給した浸炭ガスが有効に品物に吸収され、効率の良い浸炭処理をすることは、省資源、低コストの観点から重要なことである。そこで、一例として、ブタンガスを使って真空浸炭した場合の浸炭効率を求めてみた。

処理品としては、表 3 のようなパイプ材 (STKM13A) を 330 個と浸炭深さ測定用テストピース (SCM415) 1 個を真空浸炭炉により、図 24 のようなヒートパターンにて浸炭した。

その場合、浸炭後のテストピース(SCM415)の炭素濃度分布を発光分光分析計により測定し、そのテストピースと同様にパイプ材も浸炭されていると仮定して浸炭効率を計算した。

その結果は以下ようになった。

- ・テストピースの全硬化層深さ：0.52 mm
- ・処理品に浸入した炭素質量：87.72 g
- ・供給したブタンガス中の炭素質量：214.27 g
- ・浸炭効率 =  $(87.72 \div 214.27) \times 100\% \approx 41\%$

通常、変成炉式ガス浸炭において、0.8mm の浸炭深さ (有効硬化層深さ) を得る場合、その浸炭効率

は約 10%といわれている。浸炭深さの違いはあるにしても、今回の真空浸炭によって得られた浸炭効率は、変成炉式ガス浸炭に比べてかなり高いことが判明した。

表 3 処理品とテストピース

処理品 (パイプ材)	<ul style="list-style-type: none"> <li>・材質：STKM13A</li> <li>・寸法：外径 48.6 mm×内径 41.6 mm×高さ 50 mm</li> <li>・処理数量：330 個</li> <li>・質量：64317 g (194.9 g/個)</li> <li>・表面積：50160 cm<sup>2</sup> (152 cm<sup>2</sup>/個)</li> </ul>
テストピース	<ul style="list-style-type: none"> <li>・材質：SCM415</li> <li>・寸法：直径 30 mm×高さ 10 mm</li> </ul>

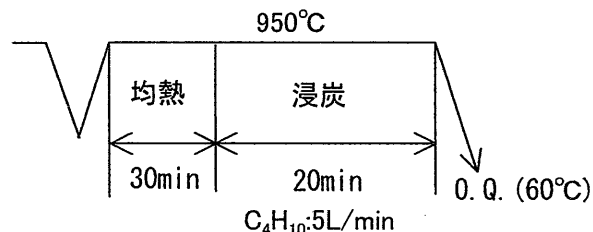


図 24 真空浸炭ヒートパターン

## 6. 治具の寿命対策

図 25 にトレーの材料として使用されている SCH13 材と、それに特殊表面処理を施した材料の断面組織を示す。ともに積算 120 時間の真空浸炭処理を行った場合の組織である。特殊表面処理を施したものは浸炭層が全く形成されていないが、特殊表面処理をしていないものは深くまで浸炭されていることがわかる。このように特殊表面処理により真空浸炭用のトレーの寿命を延ばすことが期待できる。

この特殊表面処理は、SCH13 だけでなく各種ステンレス鋼に適用できるため、トレーや治具に幅広く応用できる。

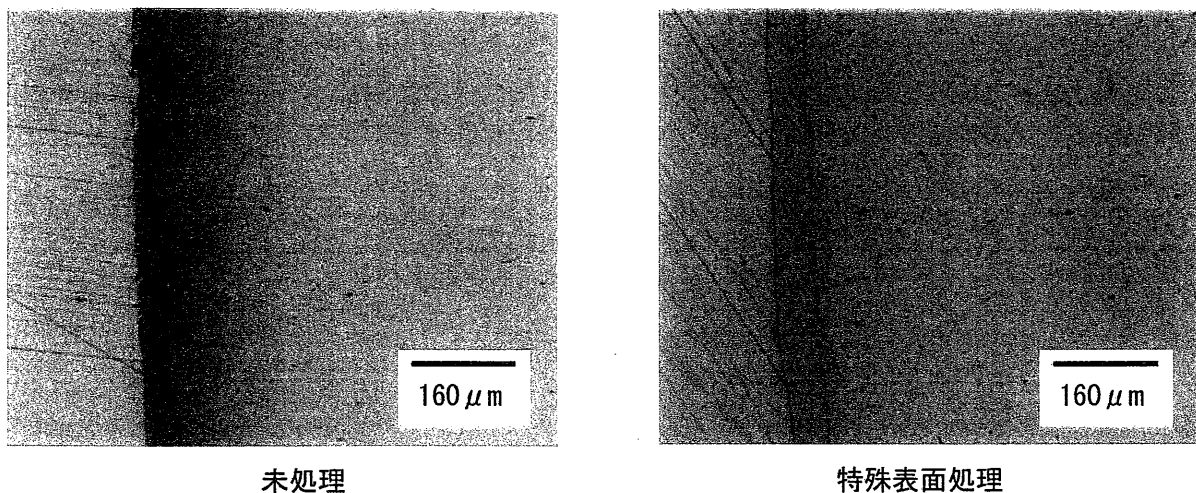


図 25 特殊表面処理を施したトレー材の断面組織

## 7. おわりに

雰囲気制御システムを装備した本格的な量産タイプの真空浸炭炉により、各種の処理テストを行った結果、従来の真空浸炭炉の問題点を全て解決できることが確認された。このような、品質保証ができる雰囲気制御システム付き真空浸炭炉により、ガス浸炭に対して性能が良く、大幅なコスト削減に寄与できる浸炭処理が、安定してなおかつ再現良く実行できるようになった。また、雰囲気制御システム付き真空浸炭炉は、肌焼鋼の浸炭処理だけでなく、難硬化材のような各種材料の表面改質処理としても用途が拡大していくものと思われる。