

7. 雰囲気制御付真空浸炭炉による 各種材料の表面改質

オリエンタルエンジニアリング 株式会社

河 田 一 喜

雰囲気制御付真空浸炭炉による各種材料の表面改質

オリエンタルエンジニアリング (株) 河田 一喜

1. はじめに

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、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付真空浸炭炉を開発した¹⁾ので、その量産実績、1050℃における高温浸炭、高濃度浸炭(CD 浸炭)について報告する。また、この雰囲気制御付真空浸炭炉を使った付加価値の高い表面改質処理として各種ステンレス鋼、工具鋼、チタン合金への応用についても報告する。

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付量産型真空浸炭炉の概略図を示す。装置仕様としては、最大処理量：600kg/グロス、有効寸法：W600mm×H600mm×L1200mm 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。酸素センサーは、通常ガス浸炭に使用されているジルコニア固体電解質よりなるセンサーを、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を使用した。また、炭化水素ガスが浸炭炉内で分解し各種のガス成分になったときに、減圧状態でそのままその熱伝導度を測定できる独自開発した熱伝導度センサーを使用した。

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、治具セット位置、処理量の多少等による温度均一性が確保しやすくなっている。

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、浸炭窒化、窒化等があり、各種の多目的な用途に適用できる。

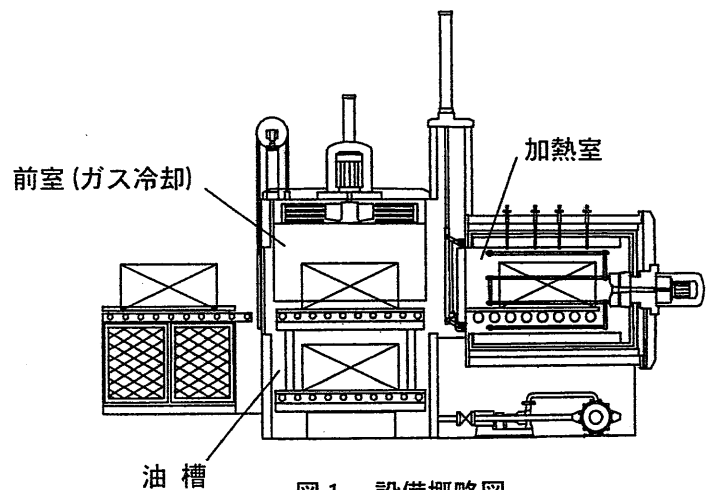


図 1 設備概略図

3. 雰囲気制御

ガスは、その種類によってそれぞれ特有の熱伝導度がある。そこで、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できる。

浸炭ガスの分解度は、浸炭温度、圧力、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っても変化する。

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 m²）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、C₄H₁₀、C₂H₄、C₂H₂は減少し、逆にH₂、CH₄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H₂、CH₄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。熱伝導度センサーにより表面炭素濃度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

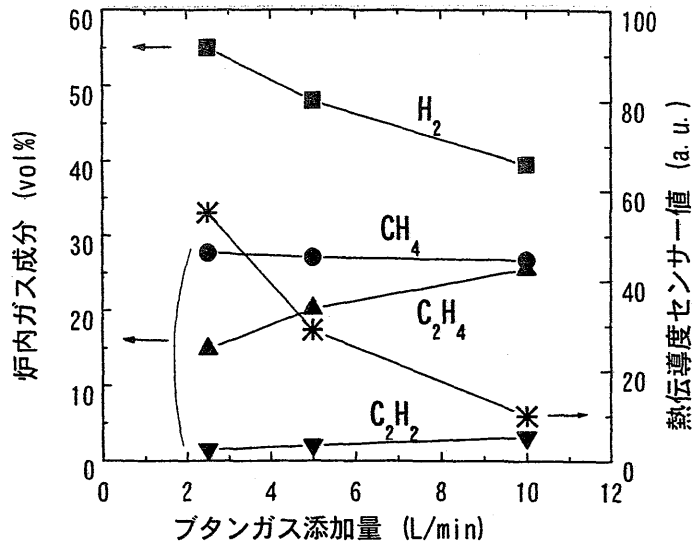


図2 ブタンガス添加量と炉内ガス成分および熱伝導度センサー値との関係（浸炭温度：950℃，圧力：600 Pa，表面積：3 m²）

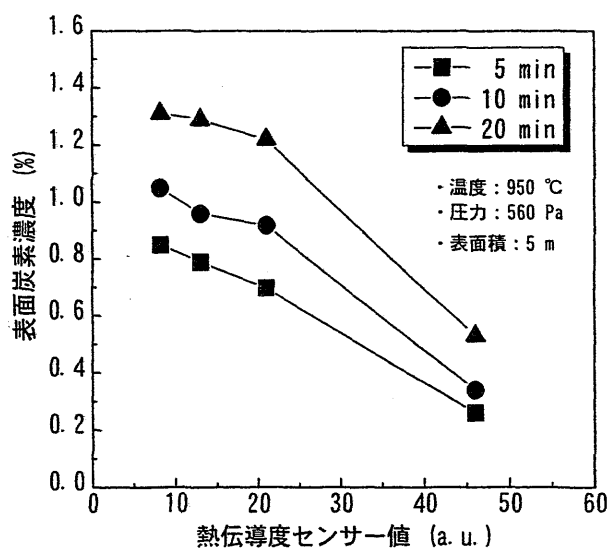


図3 表面炭素濃度と熱伝導度センサー値との関係（材質：SCM415）

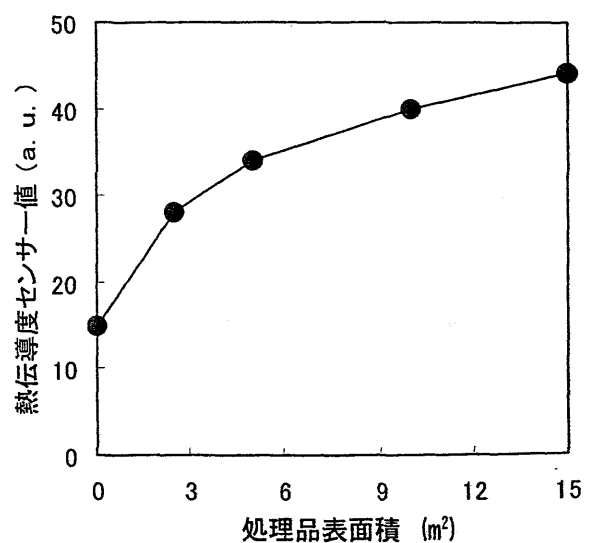


図4 処理品表面積と熱伝導度センサー値との関係（浸炭温度：950℃，圧力：560 Pa，浸炭ガス：プロパン）

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4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。

酸素センサーは、通常のガス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、真空中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_2)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5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。

4. 高温浸炭

最近、浸炭時間の短縮の目的で高温浸炭が注目されている。高温といっても 1050℃での浸炭が特に

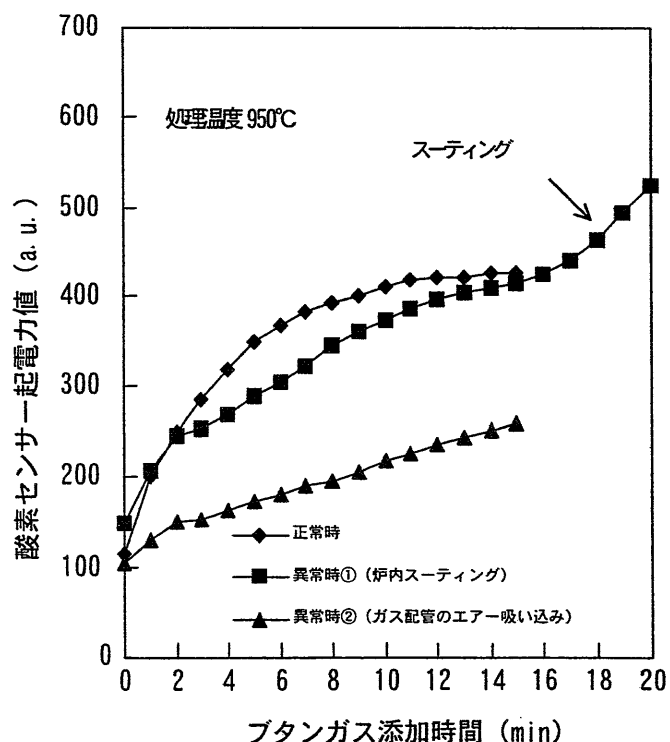


図5 ブタンガス添加時間と酸素センサー起電力値の関係

重要になってきている。図6に材料SCM415に対し C_3H_8 ガスを使って $1050^{\circ}C \times 45min$ 真空浸炭し、ガス冷却後 $850^{\circ}C$ まで再加熱焼入れした場合の硬さ分布を示す。この場合、真空浸炭は $930^{\circ}C$ のガス浸炭で行った場合の約1/5以下の浸炭時間になっている。図7に $1050^{\circ}C$ で真空浸炭した場合のオーステナイト結晶粒の写真を示す。浸炭後ガス冷却し、再加熱焼入れすることにより結晶粒（結晶粒度番号：10）も細かくなっている。

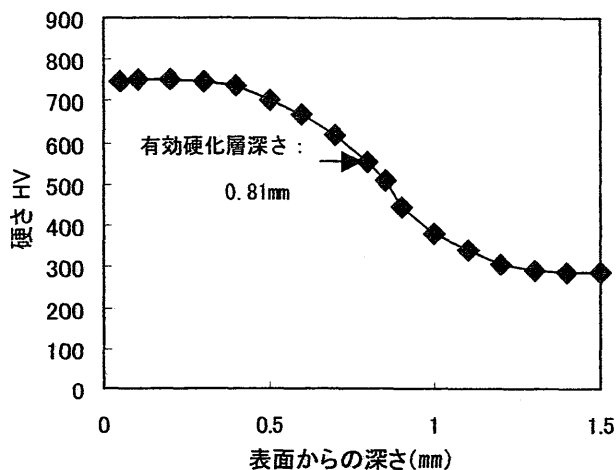


図6 真空浸炭($1050^{\circ}C$)したSCM415の硬さ分布

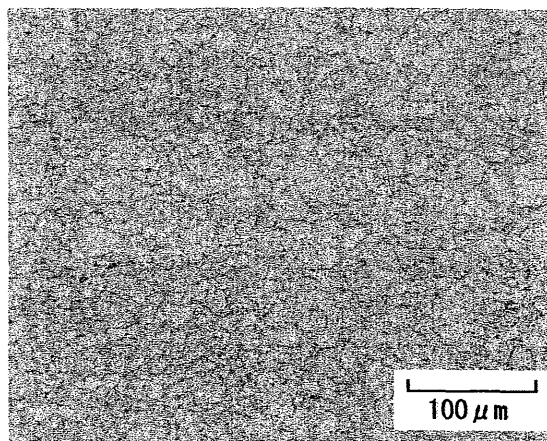


図7 真空浸炭($1050^{\circ}C$)したSCM415のオーステナイト結晶粒(結晶粒度番号:10)

5. 高濃度浸炭(CD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8にCD浸炭したSCM420の断面組織を示す。

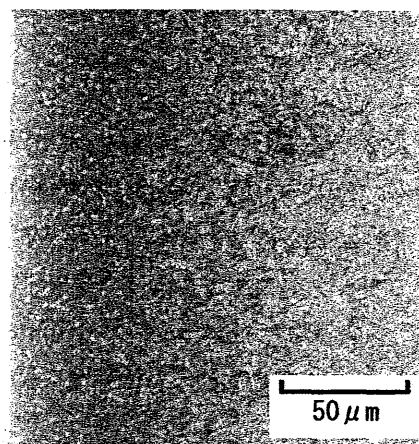


図8 CD浸炭したSCM420の断面組織

6. 表面改質

雰囲気制御式真空浸炭法は、従来の真空浸炭法と違って、減圧状態の雰囲気を2つの雰囲気センサー(熱伝導度センサー、酸素センサー)により制御しているため、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。そのため、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。また、工具鋼およびマルテンサイト系ステンレス鋼の焼入れ保持時に浸炭ガスを流すことにより表面を内部より硬化させることができる。すなわち、1回の処理で表面硬化と焼入れを同時に行うことができる。そのことにより、材料の耐摩耗性を大幅に改善できる。

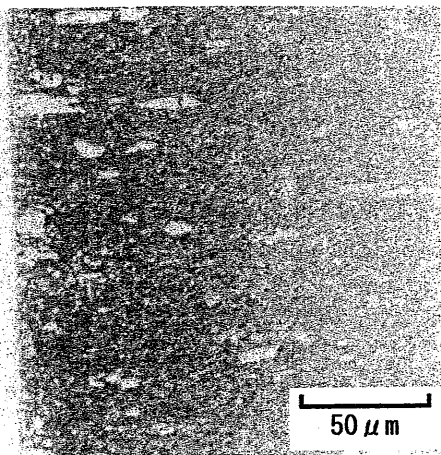


図9 真空浸炭したSKD11の断面組織

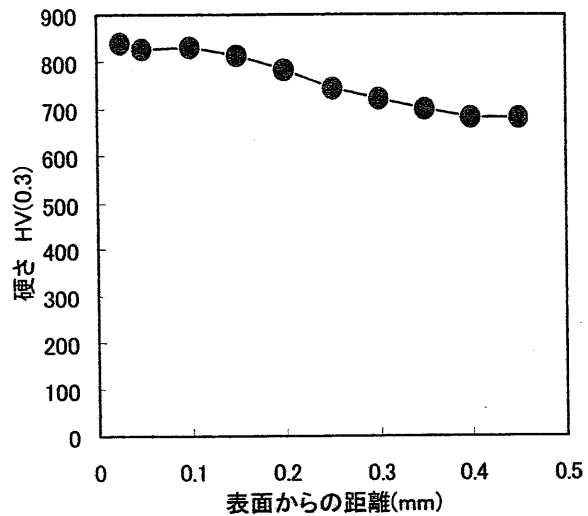


図10 真空浸炭したSKD11の硬さ分布

図9に真空浸炭したSKD11の断面組織を、図10に硬さ分布をそれぞれ示す。また、図11に真空浸炭したマルテンサイト系ステンレス鋼であるSUS420J2およびSUS440Cの硬さ分布を、図12に真空浸炭したSUS420J2の断面組織をそれぞれ示す。

図13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14に真空浸炭したSU304の断面組織を示す。次に、図15に真空浸炭窒化したTi合金の断面組織を示す。また、図16に真空浸炭窒化したTi合金の硬さ分布を示す。Ti合金に関しては、表面硬さが1000Hv以上になるためTi合金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ら捉え直されてきている。

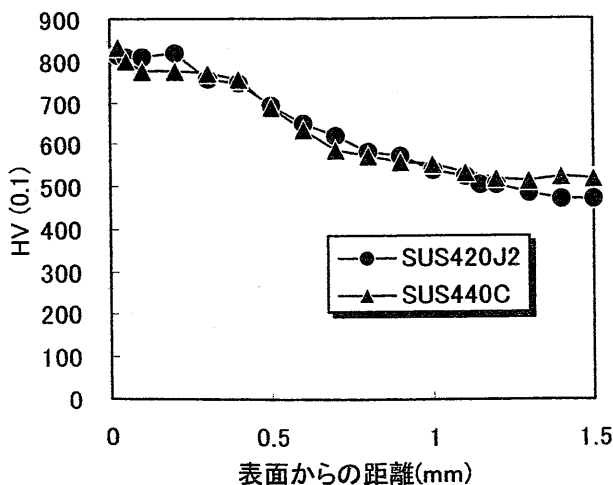


図11 真空浸炭したSUS420J2およびSUS440Cの硬さ分布

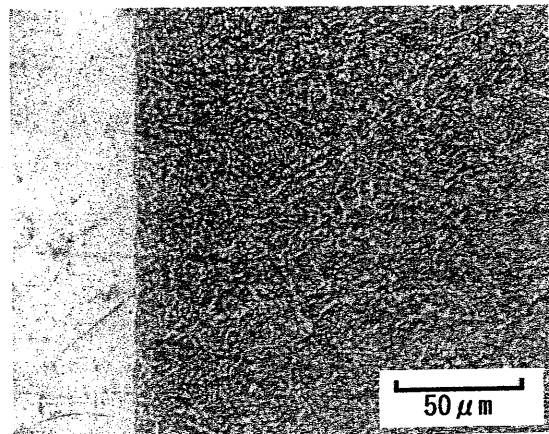


図12 真空浸炭したSUS420J2の断面組織

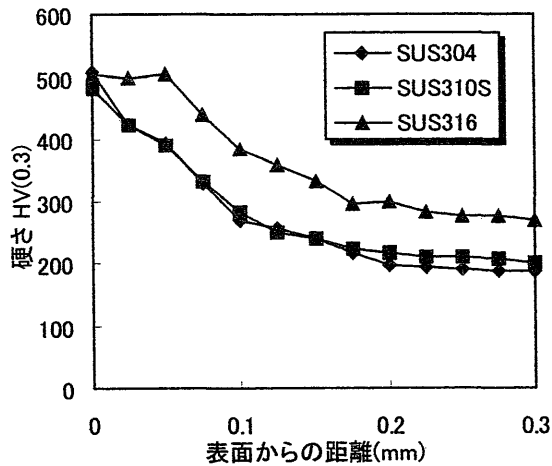


図 13 各種オーステナイト系ステンレス鋼の硬さ分布

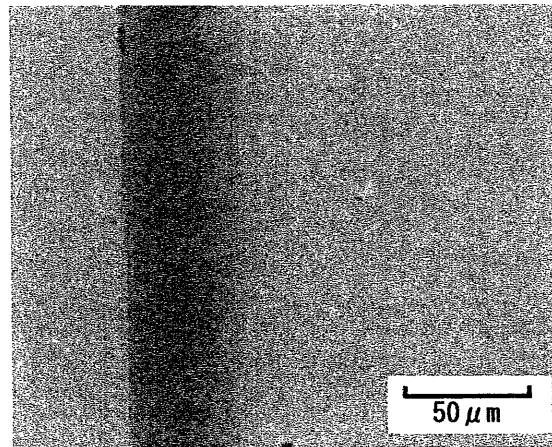


図 14 真空浸炭した SUS304 の断面組織

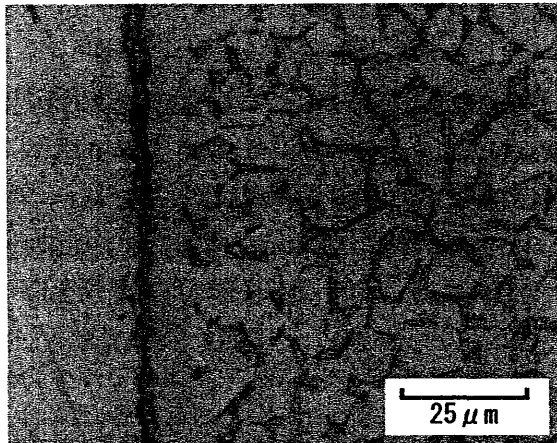


図 15 真空浸炭窒化した Ti 合金の断面組織

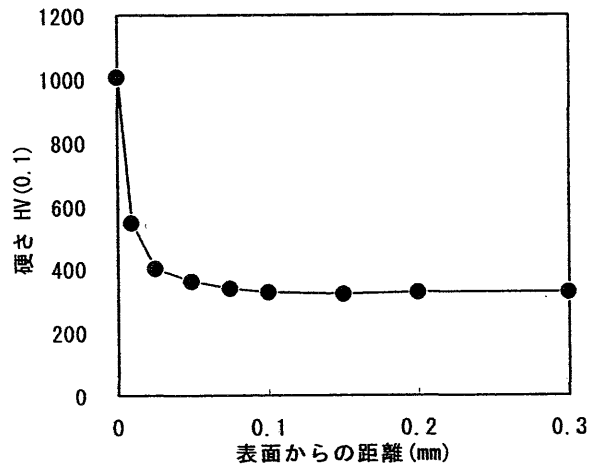


図 16 真空浸炭窒化した Ti 合金の硬さ分布

7. おわりに

雰囲気制御システムおよび対流加熱機構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付真空浸炭炉により、ガス浸炭に対して性能が良く、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、雰囲気制御付真空浸炭炉は、肌焼鋼の浸炭処理だけでなく、工具鋼、ステンレス鋼、Ti 合金等の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。

参考文献

- 1) 河田一喜：工業加熱, 39, 1 (2002) 37.