

真空浸炭処理の精密雰囲気制御

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

最近の真空浸炭法は、温度、時間のみを制御し、雰囲気制御を全く行っていないため、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かった。そのため、スレーティングや浸炭ばらつき現象を生じる場合があった。すなわち、従来のガス浸炭法のような品質保証が全くなされていないため、自動車部品等の処理に対しその問題点が指摘されてきている。

最近、真空浸炭炉の普及率が最も高いヨーロッパにおいて真空浸炭炉内の雰囲気ガスを分析し、浸炭特性との関係を調査する動きが活発化してきている。当社は、2000年に世界に先駆けて真空浸炭炉内の雰囲気ガス組成に敏感に反応するセンサーによりカーボンポテンシャルのフィードバック制御を実現した真空浸炭炉を開発した。その雰囲気制御付真空浸炭炉を使った高精度な雰囲気制御の実際について最新データを紹介する。また、最新の量産実績、1050における高温浸炭、高濃度(CD)浸炭についても報告する。さらに、この雰囲気制御付真空浸炭炉を使ったステンレス鋼、工具鋼、チタン合金に対する付加価値の高い表面改質処理についても報告する。

2. 雰囲気制御付真空浸炭炉の設備概要

真空浸炭炉は、グロス(gross)処理重量で200kg, 400kg, 600kg, 1000kgとシリーズ化されているが、図1に現在稼働しているバッチタイプの雰囲気制御付き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：1000kg/グロス、有効処理寸法：W 760 × H 800 × L 1200mmである。最大の特徴は加熱室に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C/Cコンポジット製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・降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・浸炭窒化、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、真空窒化等があり、各種の多目的な用途に適用できる。

3. 雰囲気制御技術

真空浸炭炉内における減圧状態の雰囲気を分析するセンサーの1つは、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を採用した酸素センサーである。図2に示すように酸素センサーはエアリークやスレーティングを検知するため、雰囲気異常監視用として機能している。

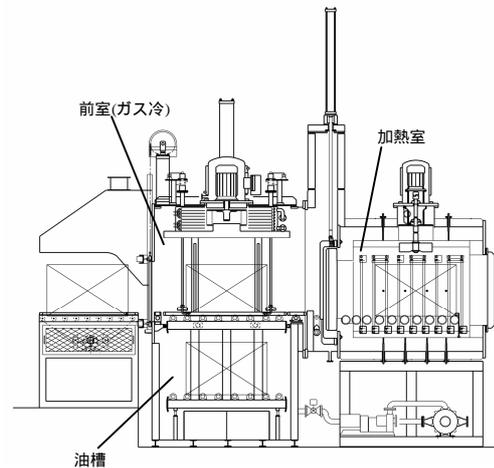


図1 雰囲気制御付真空浸炭炉概略図

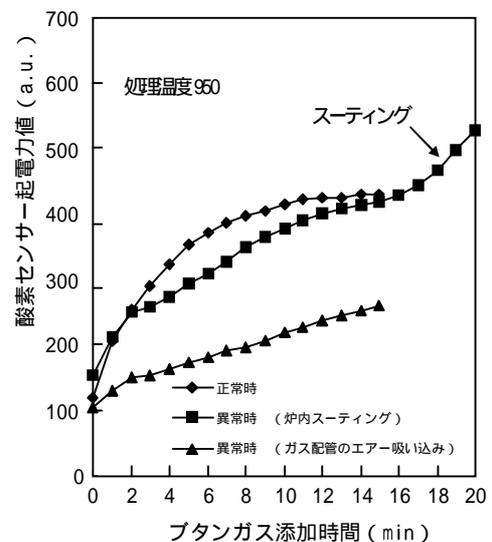


図2 ブタンガス添加時間と酸素センサー起電力値との関係

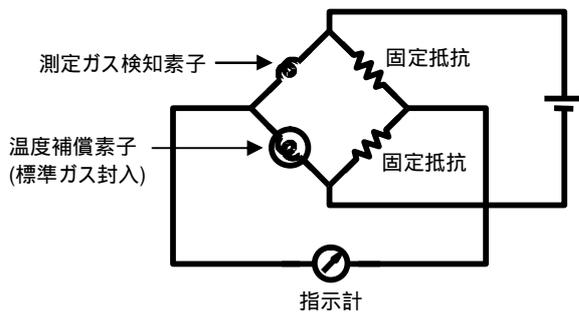


図3 熱伝導度センサー原理図

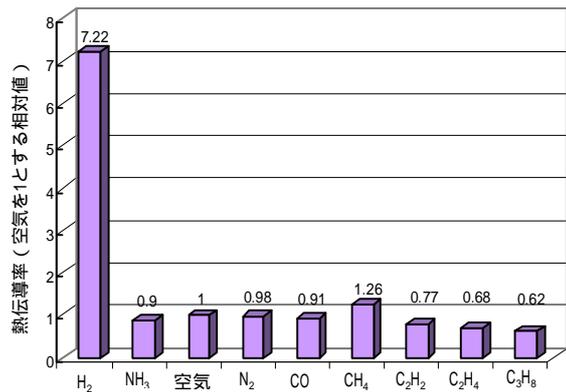


図4 各種ガスの熱伝導率

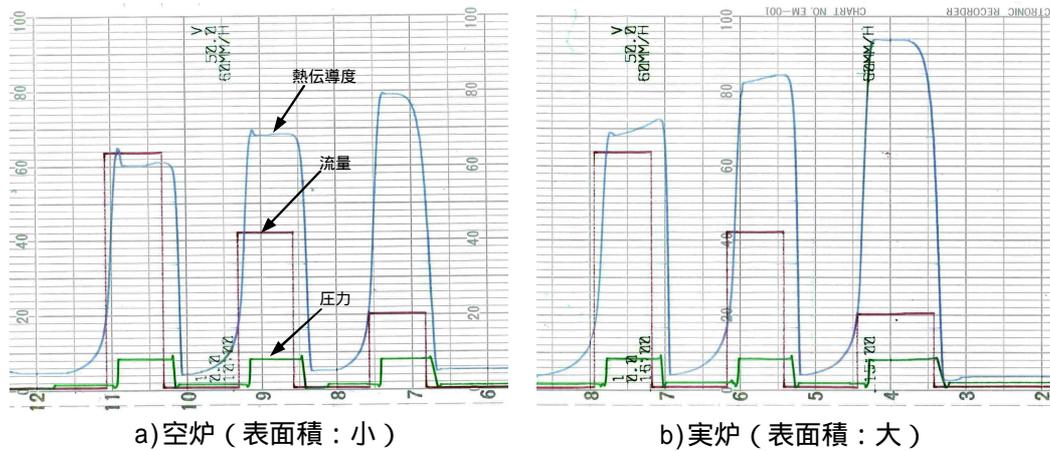


図5 熱伝導度センサー値に及ぼすC₂H₂ガス流量と表面積の影響 (浸炭温度: 950, 圧力: 1067Pa一定)

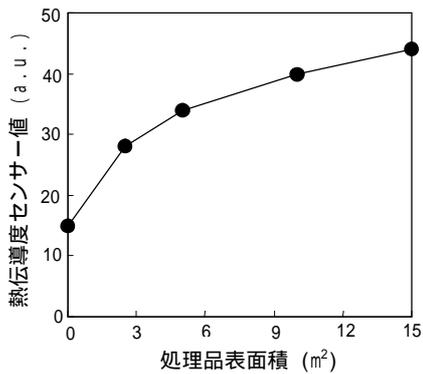


図6 処理品表面積と熱伝導度センサー値との関係 (浸炭温度: 950, 圧力: 560 Pa, 浸炭ガス: C₃H₈)

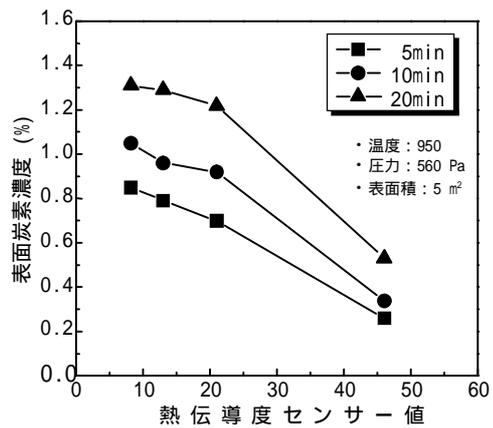


図7 表面炭素濃度と熱伝導度センサー値との関係 (材質: SCM415)

また、もう1つのセンサーはガス組成に敏感に反応する熱伝導度センサーである。このセンサーの原理は以下になる。すなわち、標準ガスと測定ガスとの熱伝導度の違いを利用したもので、あらかじめ電氣的に加熱した白金線コイルに測定ガスが触れると、その気体の熱伝導度によって熱が奪われ、白金線コイルの温度が変化する。この変化はガスの濃度にほぼ比例するので、白金線の抵抗値変化をホイートストーンブリッジ回路の偏差電圧として取り出すのがその原理である。図3に熱伝導度センサー原理図を示す。また、図4に各種ガスの熱伝導率を示す。この図より水素ガスが最も熱伝

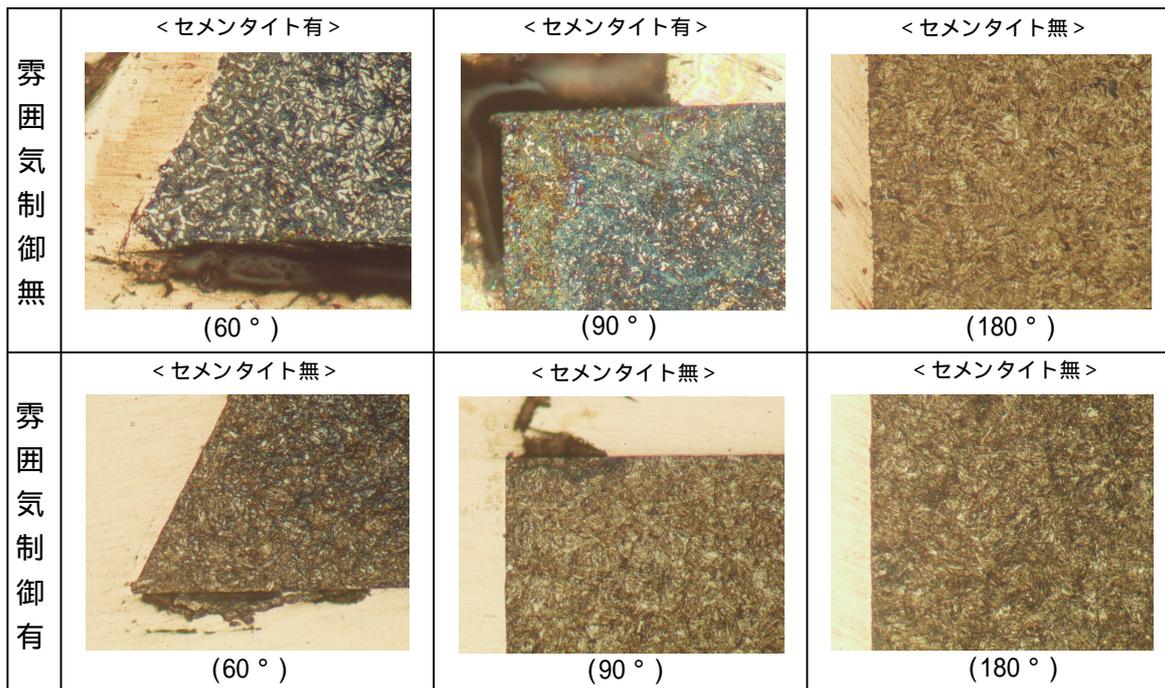


図8 雰囲気制御有無によるエッジ部のセメントイト析出の比較（浸炭温度：930 ，浸炭ガス：C₃H₈）

導率が高いことがわかる。真空浸炭は、炭化水素を原料として使うため、その炭化水素が分解して大量の水素が発生するため、熱伝導度センサーを使用すると敏感に反応する。さらに、熱伝導度センサーは水素濃度計としても使用できる。図5に熱伝導度センサー値に及ぼすC₂H₂ガス流量と表面積の影響に関する実際のチャートを示す。熱伝導センサーを使えば、流量の変化に伴う炉内ガス組成の変化を明確に捉えていることがわかる。また、表面積の変化に伴う炉内ガス組成の変化についても同様に明確に捉えていることがわかる。このように、熱伝導度センサーは浸炭炉内に入った3次元立体形状の処理品表面積を瞬時に把握できるため、処理品表面積に適した添加炭化水素量を決定できる。このことは、真空浸炭法の最大の欠点である荷姿、処理品表面積により浸炭品質が一定しないという問題を解決できたことになる。図6に処理品表面積と熱伝導度センサー値との関係を示す。さらに、図7に示すように、熱伝導度センサー値と処理品表面炭素濃度とは密接な相関関係があるため、浸炭期にCP(カーボンポテンシャル)のフィードバック制御ができることがわかる。以上のように、熱伝導度センサーを使えば浸炭炉内にはいった処理品表面積を瞬時に把握することによりベースの添加炭化水素量を決定し、浸炭期にはいったからはCPを精密にフィードバック制御することにより安定して再現性のいい浸炭品が得られる。

4. エッジ部のセメントイト析出防止技術

真空浸炭法の欠点の1つに、パルス浸炭してもその原理からいって平坦部よりエッジ部の炭素濃度が高くなりセメントイトが析出しやすいということがある。特にアセチレンガス(C₂H₂)を使うとその傾向が顕著になると言われている。そこで、当社では、上記のセンサーによる雰囲気制御を駆使し、エッジ部のセメントイトの析出を防止できる技術を確立した。図8に示すように、雰囲気制御することによりエッジ部と平坦部の炭素濃度の差を小さくでき、エッジ部のセメントイ

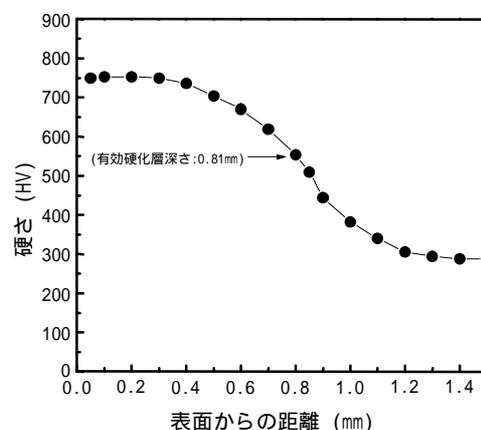


図9 高温浸炭(1050)した SCM415の硬さ分布

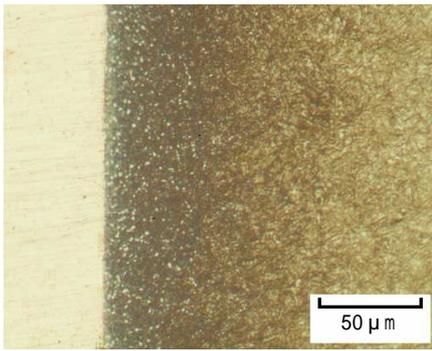


図 10 CD 浸炭した SCM420 の断面組織

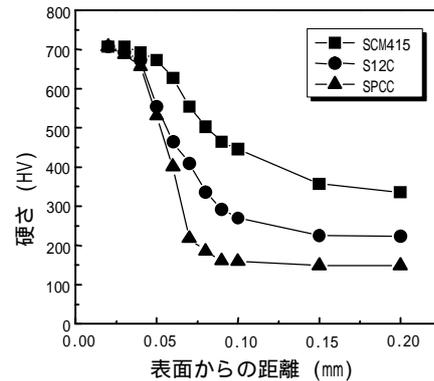


図 12 低温浸炭した各鋼種の硬さ分布

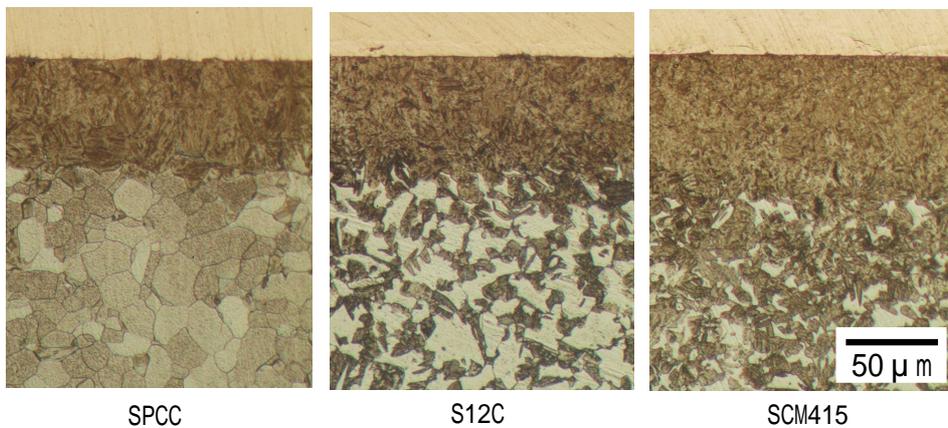


図 11 低温浸炭した各鋼種の断面組織 (820 × 7min 浸炭, 60 油焼入れ, 160 × 90min 焼戻し)

ト析出を防止できていることがわかる。

5. 高温浸炭

最近、浸炭時間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 での浸炭が特に重要になってきている。図 9 に材料 SCM415 に対し C_3H_8 ガスを使って 1050 × 45min 真空浸炭し、ガス冷却後 850 まで再加熱焼入れした場合の硬さ分布を示す。この場合、有効硬化層深さ(HV550)は 0.81mm あり、通常のガス浸炭でこの深さを得るには 930 で約 205min かかる。また、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) も細かくなっていた。

6. 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 10 に CD 浸炭した SCM420 の断面組織を示す。

7. 低温浸炭

真空浸炭法は、どちらかというと有効硬化層深さが 1mm 以上の深浸炭品に対してガス浸炭法に比べてランニングコストが安くなり、その特長が活かされると言われている。ただ、真空浸炭法は、ロット内の温度が不均一な昇温・均熱中に浸炭が進むガス浸炭法と違って、昇温・均熱中は全く浸炭がされず、ロット内温度が均一になった時点から浸炭が進むため、ロット内浸炭バラツキの少ない浅浸炭品

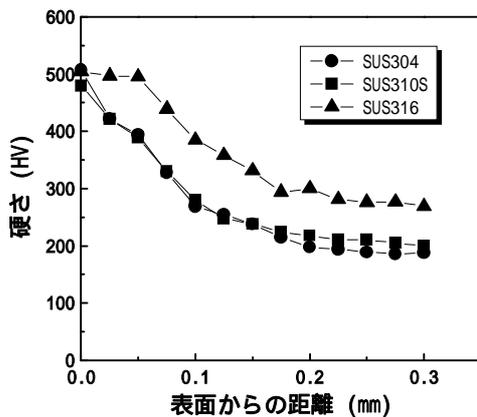


図 13 真空浸炭した各種オーステナイト系ステンレス鋼の硬さ分布

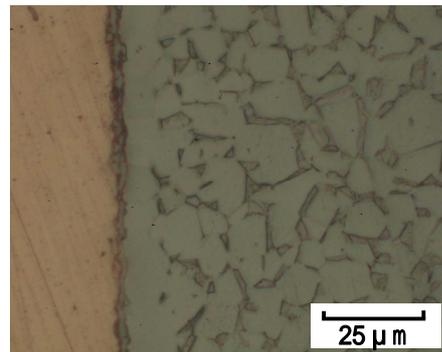


図 14 真空浸炭窒化した Ti 合金の断面組織

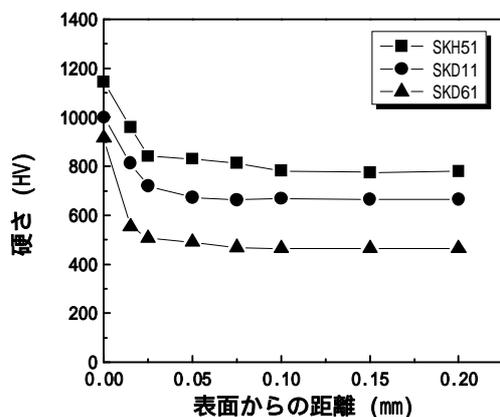


図 15 真空窒化した各種工具鋼の硬さ分布 (530 × 180min, 560Pa)

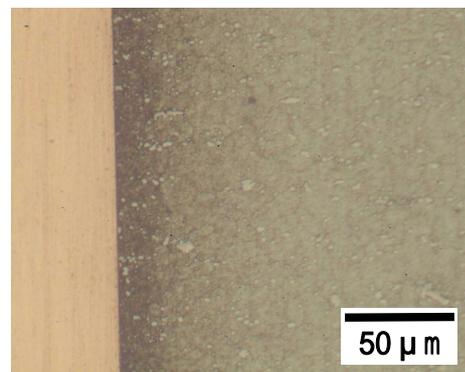


図 16 真空窒化した SKH51 の断面組織 (530 × 180min, 560Pa)

の処理ができる。たとえば、820 という低温で数分間の浸炭時間で 0.1mm 以下の超浅浸炭も可能である。図 11 に低温浸炭した各鋼種の断面組織を示す。また、図 12 に硬さ分布を示す。この場合のロット内浸炭深さのバラツキは 10 μm 以下と極めて少なかった。また、鋼の A₁ 変態点以下の 700 においても安定して SPCC 材等を浸炭窒化できることを確認している。このような、低温域での浸炭、浸炭窒化、窒化処理は歪みの少ない処理として今後応用が期待できるものと思われる。

8. 各種材料の表面改質

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。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。

次に、真空浸炭窒化した Ti 合金(Ti-6Al-4V)の断面組織を図 14 に示す。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。さらに、この雰囲気制御付き真空浸炭炉は、SKD11, SKD61, SKH51 等の工具鋼、マルテンサイト系ステンレス鋼、各種非鉄金属材料の浸炭、浸炭窒化、窒化処理用としても用途が拡大している。

9. 真空窒化

真空浸炭炉に減圧下でアンモニアガスを添加すれば、700 以上の高温だけでなく 600 以下でもいわゆる「真空窒化」処理が可能である。従来、工具鋼に対し脆弱な化合物層（白層）を形成させないで拡散層のみを形成させる処理を安定してできるのはプラズマ窒化法しかなかったが、真空窒化法でも同じような処理ができることがわかった。図 15 に真空浸炭炉を使って 530 で真空窒化した場合の各種工具鋼の硬さ分布を示す。全ての鋼種において、化合物層は全く形成されず、拡散層のみが形成されていた。図 16 に真空窒化した SKH51 の断面組織を示す。このように、真空窒化法を使えば、プラズマ窒化法に比べて、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窒化できるため、窒化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、このような真空浸炭炉を使えば、金型の真空焼入れ+真空窒化（焼戻し兼用も可能）という処理を 1 台で真空を破らずに一連で行うこともできる。

10. おわりに

真空浸炭における雰囲気制御は、世界的にも重要性が高まってきている。特にヨーロッパにおいては、真空浸炭メカニズム解明や雰囲気分析の試みが活発化してきている。そのような状況において、弊社で世界に先駆けて開発した真空浸炭における雰囲気制御技術が品質保証の観点から今後世界的に大きく注目されてくるものと思われる。