

窒化ポテンシャル制御システム付きガス軟窒化炉

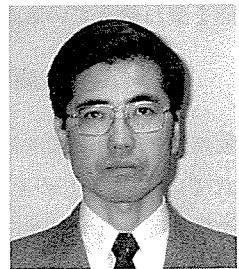
河 田 一 喜

Gas Nitrocarburizing Furnace with Nitriding Potential
Control System

Kazuki KAWATA

窒化ポテンシャル制御システム付きガス軟窒化炉

河田一喜*



Gas Nitrocarburizing Furnace with Nitriding Potential Control System

Kazuki KAWATA

Key words : Nitriding Sensor, Gas Nitrocarburizing, Nitriding Potential, Control System

* オリエンタルエンジニアリング(株), 工博 (Oriental Engineering Co., Ltd.)
住 所 : 〒 350-0833 埼玉県川越市芳野台
2-8-49(2-8-49 Yoshinodai Kawagoe-city
Saitama 350-0833)
連絡方法 : Tel 049-225-5811
Fax 049-225-2325
E-mail
k-kawata@oriental-eg.co.jp

1. はじめに

従来、ガス窒化炉およびガス軟窒化炉の雰囲気管理に関しては、手動ガラス管式アンモニア分析計により不連続に炉内残留アンモニア量をチェックする程度であった。また、連続的に炉内ガスを分析する場合は、サンプリングポンプにより炉内ガスを赤外線アンモニア分析計に導入する方法を探っていた。ただ、この赤外線アンモニア分析計は、ガス軟窒化処理においては、炭酸アンモニウムの析出によりサンプリング径路の詰りが発生しやすい、定期的にフィルター掃除などのメンテナンスの必要がある、分析計が高価であるなどの問題点があり、あまり普及していない。

そこで、当社では炉体に直接装着できる窒化センサによりガス軟窒化炉内の水素濃度を分析し、目的の窒化ポテンシャルに自動制御できる窒化センサ制御システム付きガス軟窒化炉を開発したので、その内容を紹介する。

2. 窒化センサ制御システム

窒化センサは、真空浸炭・窒化炉に採用しているセンサ⁽¹⁾と同様の原理からなり、ガスの熱伝導度の違いにより炉内の水素濃度を測定している。

図1に窒化センサと従来の分析方式との違いを示す。窒化センサは、炉体に直接装着できるため窒化センサ制御システムとしてピット型、バッチ型、連続型に限らずあらゆるタイプのガス窒化・軟窒化炉に適用できる。一例として図2に窒化センサシステムを装備したストレートスルータイプの連続型ガス軟窒化炉の概略図を示す。

図3に窒化センサ制御システム構成図を示す。本制

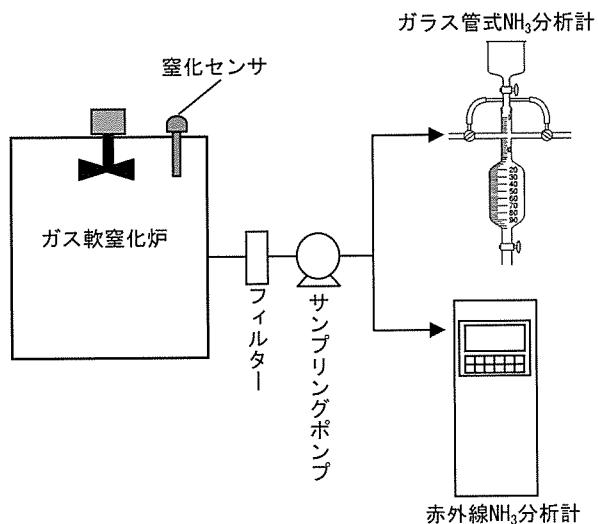


図1 窒化センサと従来の分析方式との違い

御システムは以下の特徴がある。

- ① 窒化センサが炉体に直接装着されているため、赤外線アンモニア分析計方式に比べて分析応答速度が速く、制御性に優れる。
- ② センサ寿命が長く、ノーメンテナンスである。
- ③ 炭酸アンモニウム析出の問題がないため、窒化、軟窒化、酸窒化などの各種処理に適用できる。
- ④ 窒化ポテンシャル制御の精度と再現性に優れる。
- ⑤ 従来炉に比べて使用ガス量を大幅に削減できるため、ランニングコストの低減の可能性もある。そのことにより、CO₂排出量が削減でき環境にも優しい。
- ⑥ 窒化センサ値を記録管理できるため処理の品質保証ができる。
- ⑦ 窒化ポテンシャルを制御することにより目的の相組成の窒化層を形成できる。また、工具、金型に対して脆弱な化合物層（白層）を形成させず、韌性のある拡散層のみを

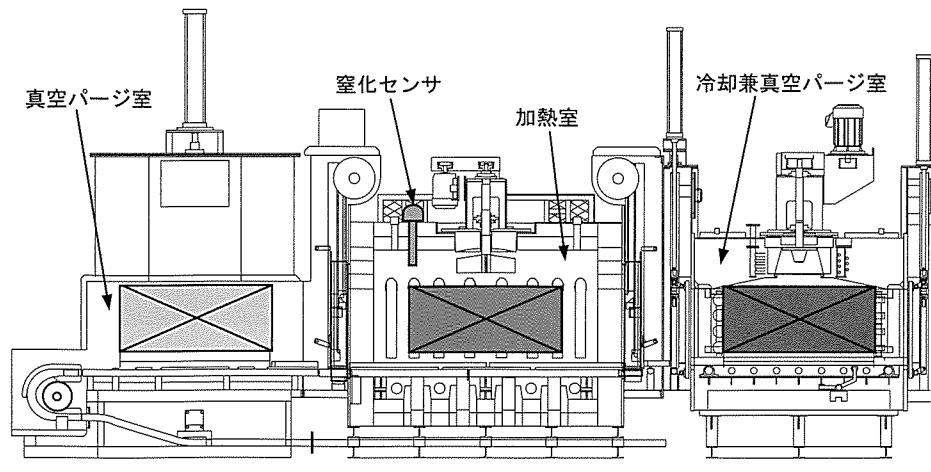


図2 連続型ガス軟窒化炉の概略図

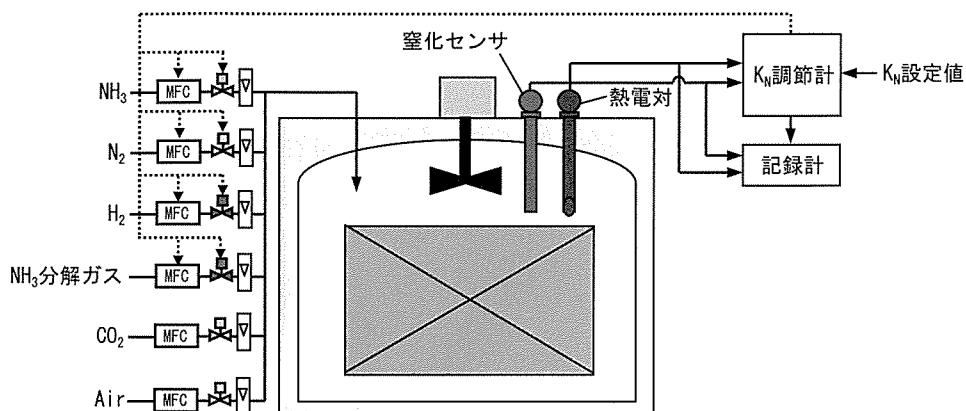


図3 窒化センサ制御システム構成図

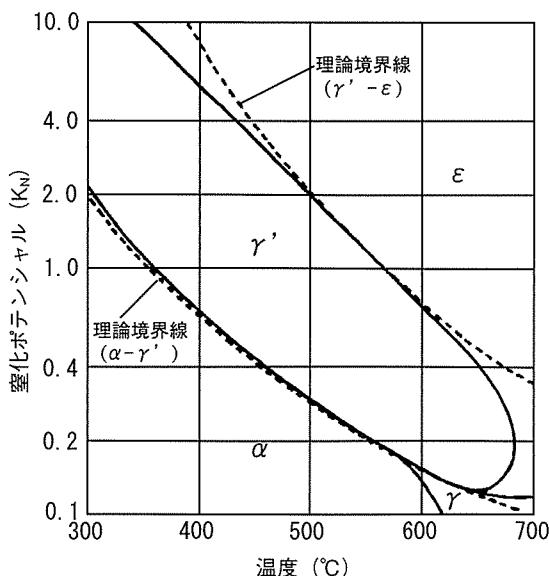


図4 レーラー状態図⁽²⁾

形成させる特殊窒化処理が安定してできる。

3. 窒化ポテンシャル

窒化炉内における窒化反応は(1)式のように表され、

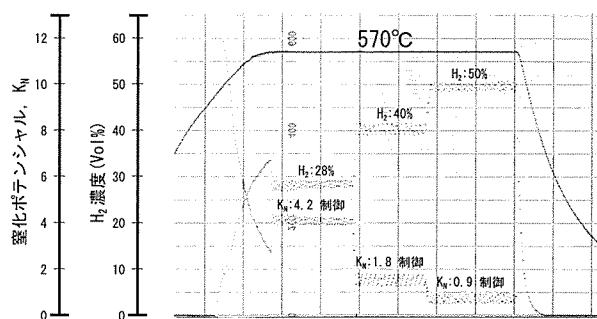


図5 窒化ポテンシャルの制御性（使用炉：ピット型ガス軟窒化炉、窒化温度：570°C、使用ガス： $\text{NH}_3 + \text{N}_2$ ）

また、そのときの窒化ポテンシャル K_N は(2)式のように表される。



$$K_N = P_{\text{NH}_3} / P_{\text{H}_2}^{3/2} \quad (2)$$

K_N : 窒化ポテンシャル

P_{NH_3} : NH_3 の分圧

P_{H_2} : H_2 の分圧

このような窒化ポテンシャル、窒化温度、相組成の間の関係は図4に示すようなレーラー状態図⁽²⁾として報告

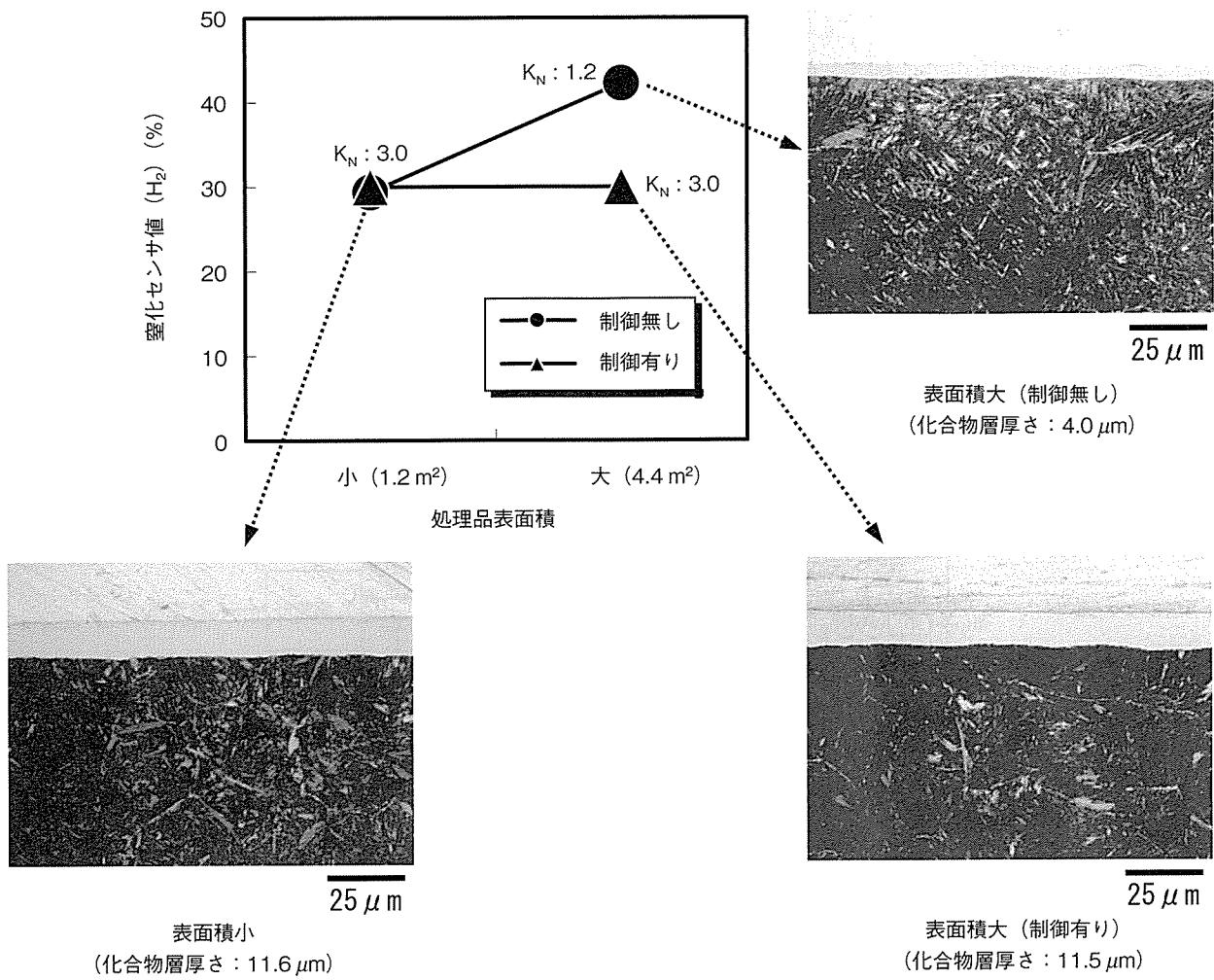


図6 化合物層厚さに及ぼす表面積と窒化ポテンシャルの影響（使用炉：ピット型ガス軟窒化炉、窒化条件： $570^{\circ}\text{C} \times 3\text{h}$, $\text{NH}_3 + \text{N}_2$ 、処理品材質：SCM440）

されている。

そのため、窒化炉内の水素濃度を窒化センサにより分析すれば、窒化ポテンシャルを知ることができる。また、希望する窒化ポテンシャルに炉内ガスを調整するには、導入ガス量、ガス種をマスフローコントローラへ設定信号を送ればよい。

4. 実際の窒化ポテンシャル制御

図5は、ピット型ガス軟窒化炉（処理重量：50 kg/gross）を用い、窒化温度 570°C にて NH_3 と N_2 の流量を変化させることにより窒化ポテンシャルを高い値から低い値まで自在に制御できることを示した記録チャートである。また、図6は SCM440 材で、処理品表面積の大小のものをピット型ガス軟窒化炉（処理重量：50 kg/gross）にて窒化処理した場合、窒化ポテンシャル制御を行わなかった場合は、表面積が多いときは少ないときに比べて炉内の水素濃度が高い、すなわち窒化ポテンシャルが低いためそれに伴って化合物層も薄くなっている。一方、表面積が変わっても窒化ポテンシャルが

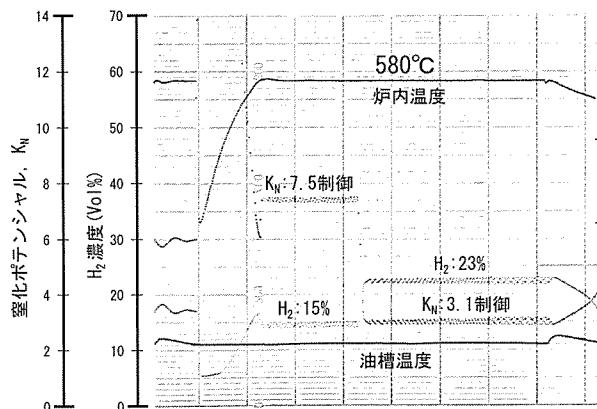


図7 窒化ポテンシャル制御によりアンモニアガス使用量を削減したときの記録チャート（ $580^{\circ}\text{C} \times 3\text{h}$, $\text{NH}_3 + \text{N}_2 + \text{CO}_2$ ）

同じになるように制御を行った場合、化合物層厚さにはほとんど差がないことがわかる。図7には、バッチ型ガス軟窒化炉（処理重量：600 kg/gross）において、窒化初期は窒化ポテンシャルを高くし、後期には窒化ポテンシャルをある値に低く制御して処理することによりア

表1 窒化ポテンシャル制御によるガス使用量削減効果と窒化性能結果
(バッチ型ガス軟窒化炉, 580°C × 3h, NH₃+N₂+CO₂)

制御無し	制御有り
<処理品搬入から搬出までのガス使用量>	<処理品搬入から搬出までのガス使用量>
・トータル使用ガス量 : 51.8 m ³	・トータル使用ガス量 : 32.9 m ³ (制御無しの 36.5% 削減)
・NH ₃ ガス使用量 : 29.6 m ³	・NH ₃ ガス使用量 : 18.8 m ³ (制御無しの 36.5% 削減)
<処理結果>	<処理結果>
・S45C 化合物層厚さ : 26.3 μm	・S45C 化合物層厚さ : 26.1 μm
・SCM440 化合物層厚さ : 20.2 μm	・SCM440 化合物層厚さ : 20.3 μm

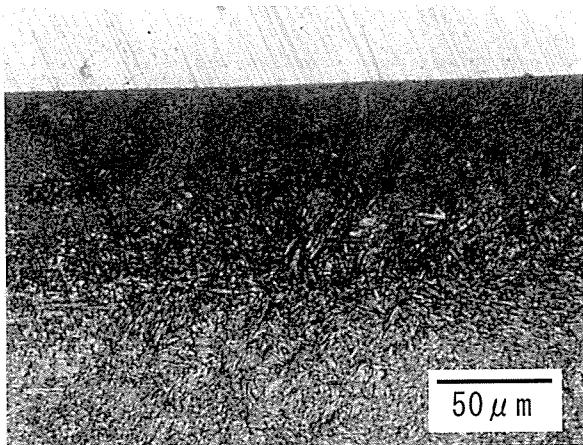


図8 窒化拡散層のみを形成させた SKD61 の断面組織
(530°C × 5h, NH₃+N₂, K_N: 0.24, H₂: 43%)

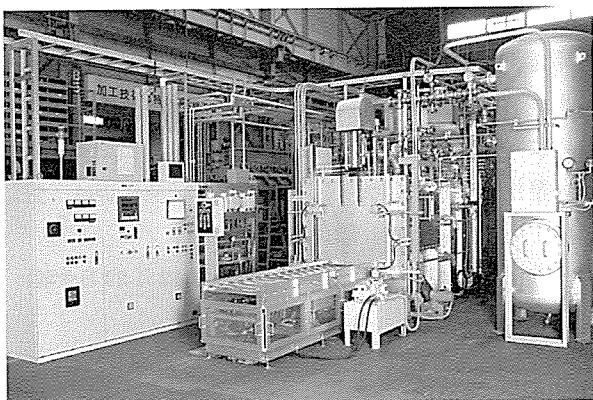


図9 レトルト型多目的炉の外観

ンモニアガス量およびトータル使用ガス量を大幅に削減できたときの記録チャートを示す。また、そのときの具体的な窒化ポテンシャル制御によるガス使用量削減効果と窒化性能結果を表1に示す。工具、金型の窒化処理としては、脆弱な化合物層（白層）を形成させないで韌性のある拡散層のみを形成させる処理を望む場合がある。特にアルミダイカスト金型には、適切な深さの拡散硬化層のみを形成させれば、ヒートチェックに効果が發揮できる。図8に窒化拡散層のみを形成させた SKD61

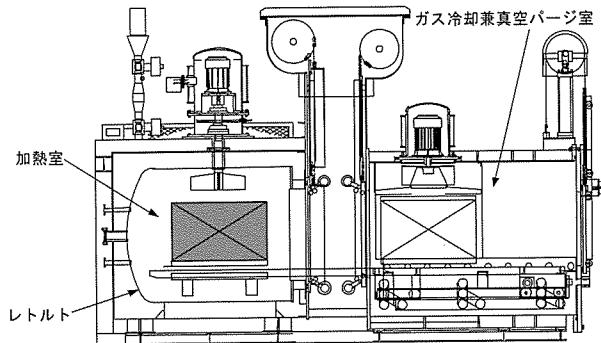


図10 レトルト型多目的炉の概略図⁽³⁾

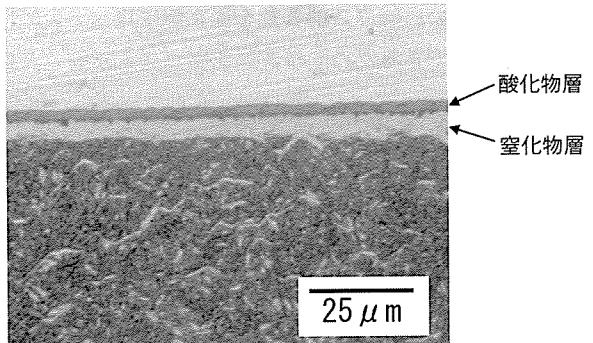


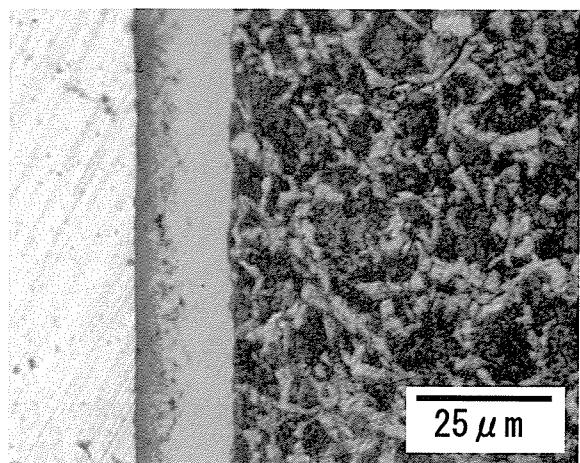
図11 (窒化+酸化) 複合処理した SKD61 の断面組織

の断面組織を示す。

5. レトルト型多目的炉への応用

加熱室にレンガやセラミックファイバーなどの構築材を使用した従来のガス軟窒化炉と違って、加熱室に金属レトルトを使用し、しかも真空バージ室を備えるレトルト型多目的炉の外観を図9に、概略図⁽³⁾を図10に示す。このような装置は以下のようないくつかの特徴がある。

①シーソニング時間が全く必要なく、断続操業にも適している。②炉内ガスの切替りが速く、窒化、軟窒化、酸化、酸窒化、浸硫窒化、光輝焼戻しなどの単独処理あるいは複合処理に迅速に対応できる。③各種活性剤添加によりオーステナイト系ステンレス鋼、マルテンサイト系ステンレス鋼、マルエージング鋼の窒化処理やばね鋼



a) 断面組織

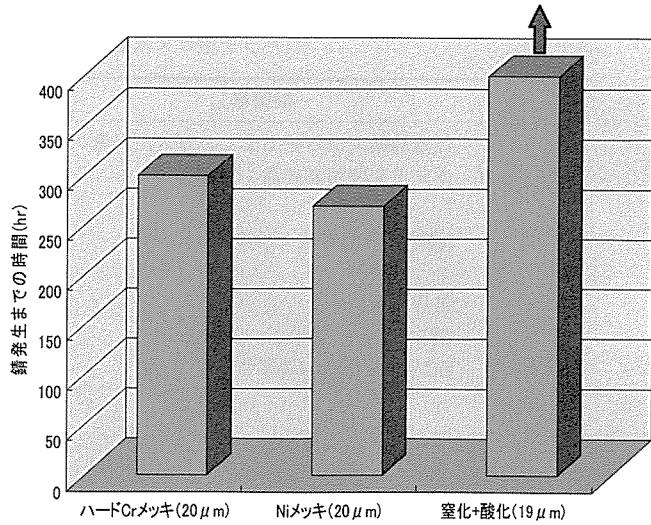


図 12 (窒化+酸化) 複合処理した S45C の断面組織および塩水噴霧試験結果

の低温窒化処理が安定してできる。④炉内ガスの切替りが速いため、窒化センサによる窒化ポテンシャルの制御性に優れており、目的の相組成の窒化層を形成できる。⑤フレームカーテンがないため安全性が高く、無人操業化もやりやすい。⑥ガス消費量を従来炉に比べて大幅に抑えることができるため、ランニングコストが安く、環境にも優しい。

図 11 に (窒化+酸化) 複合処理した SKD61 材の断面組織を示す。このような処理をアルミダイカスト金型へ応用することで窒化処理だけよりも耐焼付き性、耐かじり性、耐溶損性を向上させている。図 12 に (窒化+酸化) 複合処理した S45C の断面組織と塩水噴霧試験結果を示す。S45C 材等にこのような (窒化+酸化) 複合処理を施せば、500 時間以上の塩水噴霧試験に耐えられる耐食性を発揮できるため、クロムメッキの代替として自動車部品等に適用されている。

その他、硫黄系活性剤添加による浸硫窒化処理は、ガス浸炭処理やガス軟窒化処理品よりも耐焼付き性を向上させることができる。また、塩素系活性剤添加により自動車用弁ばねを 400°C という低温で窒化し、化合物層厚さを 1 μm 以下に抑えて 850HV 以上の表面硬さを確保している。さらに、オーステナイト系ステンレス鋼を 400 ~ 450°C 程度の低温で窒化することにより得られる

耐食性と耐摩耗性を兼ね備える S 相（拡張オーステナイト）⁽⁴⁾も安定して形成できる。

6. おわりに

炉体にダイレクトに装着された窒化センサは、応答性が速く、ノーメンテナンスで精度、再現性に優れている。このような窒化センサ制御システムは、高機能なタイプの炉体と組み合わせることにより、さらに付加価値を増すことができる。窒化ポテンシャルを制御することにより希望する相組成の窒化層を形成でき、しかも、大幅に使用ガス量および CO₂ 排出量削減を達成できる。今後、このような品質保証ができ、省エネルギーで環境にも優しい窒化センサ制御システム付きガス軟窒化炉は、窒化炉の主流になるものと思われる。

(2008 年 12 月 22 日受付)

参考文献

- (1) 河田一喜：(社)日本熱処理技術協会サーモ・スタディ 2006 講演概要集, 4-2 (2006).
- (2) E. Lehrer : Z. Für Elektrochemie, 36, S.383 (1930).
- (3) 河田一喜：機械設計, 51, 7, p.54 (2007).
- (4) 市井一男, 藤村侯夫, 高瀬孝夫：熱処理, 25, 4, p.191 (1985).