

新しい真空浸炭

(EN-CARBO プロセス)

New Vacuum Carburizing System

(EN-CARBO Process)

キーワード

浸炭, 真空, 高温浸炭, 高濃度浸炭, パルス浸炭, 粒界酸化, 省エネ, 安全,
クリーン, 環境

クリーン・サーモ部

原井 哲

村上 茂

■ 摘要

浸炭は代表的な表面硬化技術として古くから用いられている。現在行われているのはほとんどが「ガス浸炭」と呼ばれているものである。「ガス浸炭」は約 50 年余にわたって浸炭の主流を占め、多くの分野で利用され研究されている。設備もソフトも完熟した技術であり、世界中で広く実施されている方法である。

浸炭処理は機械産業を中心に広く利用されており、鋼の熱処理の内、素材の熱処理を除けば残りのおおよその半分は浸炭処理と言っても過言ではない。

今世紀の後半は量を確保すること、品質を向上することに重点が置かれてきた。21 世紀はこれらに加えて限られた資源、エネルギーをより有効に活用し、人と地球に優しく高機能な設備でなければならない。この理念にもとづき、鋼の熱処理では最も広く使用されている浸炭処理を、真空技術と組み合わせて 21 世紀にむけた新しい真空浸炭システムを開発したので紹介する。

■ Abstract

The carburizing process has been used as a representative surface hardening technology.

So-called gas carburizing is mostly used at present.

Gas carburizing has been in the mainstream of carburizing for the last 50 years or so, and it is being used and researched in many steel parts. It is most popularly used in the world and its equipment and software are fully prepared.

The carburizing process is widely used mainly in the machine industry and it may be safely said that almost half of steel heat treatment is the carburizing process except raw material heat treatment.

In the latter of this century, priority has been given to secure quantities and improve quality. For the 21st century, we must use limited resources and energy sources to develop high function facilities which are gentle to human being and the earth in addition to the above. On the basis of this ideology, we have developed the new vacuum carburizing system for the 21st century by combining the vacuum technology with the carburizing process mostly popularly used in heat treatment, and details of this system will be introduced below.

1. はじめに

真空浸炭は 1972 年にアメリカで発表された技術で、メタンガスを使用し 10kPa 以下で浸炭していた。数年後日本に導入されたが、当時はメタンガスの市場性が少なく、代替としてプロパンガスを用いていた。しかし、プロパンガスの場合この付近の圧力で

はガス導入部近くは浸炭するが、導入部から遠ざかるに従い浸炭不足となり、浸炭ムラが発生した。このため、ガス導入量を増加するとともに浸炭圧力を 20~30kPa 程度まで上昇し、さらにファンで攪拌することで浸炭むらを防止した。しかし、浸炭ガスの量を増加させたため多量のススが発生し、ワークの清掃や炉内の除煤メンテナンスが大変であり、また、

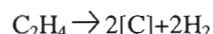
設備費が比較的高価であることから普及しなかった経緯がある。ここで得られた粒界酸化がない、浸炭時間を短縮できる、深さの管理が容易である等の真空浸炭の優れた特長が認められ、最初は国内で期待されて稼働したプロパンガスを浸炭原料とした真空浸炭炉だが、現在ではこの多量に発生するススのために浸炭には使用されず、単なる真空油焼入炉として使用されている炉がほとんどであろう。

既存のガス浸炭は処理品を加熱し、炭素を浸透させると言う目的のみから見れば、処理の際の熱エネルギー・処理用ガス等の資源の消費量が多く、また、耐火炉材の損耗が比較的早く、メンテナンスコストが高い。新しい真空浸炭プロセスは熱効率の優れた真空タイプの炉を使用し、使用する浸炭ガスは不飽和炭化水素のエチレンガス (C₂H₄) を使用している。エチレンガスは非常に活性であるが、取り扱いがプロパンガスと殆ど同じで安全性が高く安価で供給も安定している。

一般的にエチレンガスは、ポリエチレン等の化学繊維の原料として国内では多くのエチレン製造プラントで生産されている。

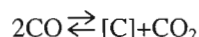
2. エチレンを使った新しい真空浸炭

この真空浸炭の方法は、エチレンガスを理論的に必要な時間だけ、一定の圧力下で必要量だけ投入して浸炭し、次にガスを止めて所定の表面炭素量になるまで真空中で拡散処理するものである。真空浸炭は浸炭の原料であるエチレンガスが直接分解し、分解した炭素が鋼に侵入すると考えており、次式で示される。



上記の反応はガス浸炭のような化学平衡状態でなく、非平衡状態で不可逆反応である。

一方、ガス浸炭は、



で示され、ブドア反応と呼ばれている。鋼の表面においては、浸炭もするが脱炭もする可逆反応である。

エチレンガスによる浸炭のメカニズムは、単なるガスの熱分解によって出来る炭素でなく、処理温度とある圧力域で[Fe]を触媒として分解生成すると考えられる発生期の炭素[C]によるものと推定される。この炭素で短時間に鋼の表面に炭素が侵入して、化合物形成される鉄の炭化物[Fe_nC]からの[C]が供給されて鋼に侵入、拡散して行くものと考えられる。既存

の真空浸炭は浸炭ガス量を増やし処理圧力を高くして浸炭むらを防止してきたが、われわれは反対に処理圧力を低くすることで浸炭むらを防止することに成功した。その理由は、減圧すればするほど気体の平均自由行程が大きくなるからであり、同じ時間で浸炭ガスは遠くまで移動することができ、熱分解してススを発生しないうちにワークと均一に接触し浸炭するからである。しかし減圧しすぎると、ガスの受け取る熱エネルギーも減少し鋼材表面に到達する浸炭ガスが希薄となり、浸炭の目的を達しなくなる。このことからガスの種類と圧力範囲を探せばススの発生を抑制しながら均一に浸炭できる領域があると推定し調査した。

浸炭の原料ガスとしてエチレンを用い、従来の真空浸炭より低い圧力でススが発生しない浸炭を行うことができた。1998年11月より当社内にバッチ型真空浸炭炉 NVC-3 形を設置し、お客様からの試験依頼や開発試験に稼働させている。当社ではガスの種類および圧力範囲を実験的に見だし、この浸炭プロセスを EN-CARBO (エン・カーボ) と名付けた (特許出願中)。また EN-CARBO プロセスを搭載したバッチ形真空浸炭炉 3 型番 (ワーク積載量 300kg, 600kg, 1000kg) を NVC シリーズの名称で 1999 年 2 月に発表し販売を開始した。

3. 真空浸炭での浸炭速度

浸炭処理の場合、一般には浸炭深さと温度、時間を表す式として

$$D = k\sqrt{T}$$

D : 浸炭深さ (mm)

k : 拡散を律する温度係数

T : 処理時間 (浸炭 + 拡散) (hr)

で表している。図 1 に本浸炭法で 980°C で浸炭を 1 時間した場合、その後さらに 2.2 時間拡散した場合の炭素濃度分布を示す。また表 1 に各温度でのガス浸炭と真空浸炭の温度係数を示す。久保田¹⁾ がアセチレンで浸炭開始後ごく短時間で表面に Fe₃C の発生を報告しているが、筆者らもエチレンで同様な結果を得ている。その例を図 2 に示す。これは 980°C で均熱完了したテストピースにエチレンガス供給開始から各々 15, 30, 60, 240, 600 秒後、焼入油槽に自由落下させて直接焼入したテストピースの表面を X 線回折分析を行った結果である。浸炭開始後 30 秒で Fe₃C の回折線が認められる。

真空浸炭ではオーステナイト相の A_{cm} 飽和 C% 以上になると、オーステナイト相に平衡する Fe_3C (セメントナイト・炭素量 6.67wt%) が直接現れるようになる。表面の Fe_3C 層の成長速度を調査したのが図3である。実験方法は 1040°C で均熱完了したテストピースに 2, 10, 30, 60, 300 秒エチレンを供給したときの Fe_3C 層の厚さを薄膜厚測定器で測定した。薄膜厚測定器の測定例を写真1に示す。写真1で同心円の直径を測定すれば剛球の径は解っているので膜の厚さが計算で近似算出できる。図4に膜厚の測定方法を示す。浸炭速度は鋼内の炭素の拡散律則であるが、 Fe_3C 膜直下の炭素濃度はその温度での飽和炭素量であり、内部への拡散速度は浸炭中において常に飽和濃度からの濃度勾配に基づく速度である。これは石神²⁾の実験値とも合致する。このため表1に見るようにガス浸炭と比較し表面付近の炭素濃度勾配が大きくなり浸炭速度(温度係数)が増加するのである。新しい真空浸炭プロセスでの浸炭後の表面炭素濃度の調整は極めて容易であり、処理温度ごとに浸炭深さとは無関係に、浸炭ガスを投入する時間と拡散する時間の比でそ

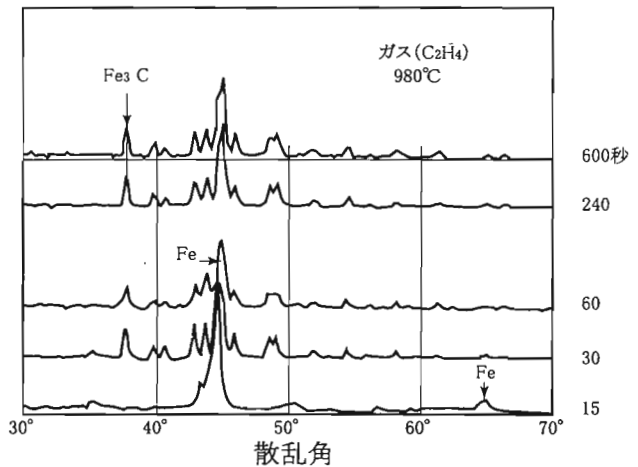


図2 浸炭直後の表面分析 (X線回折)

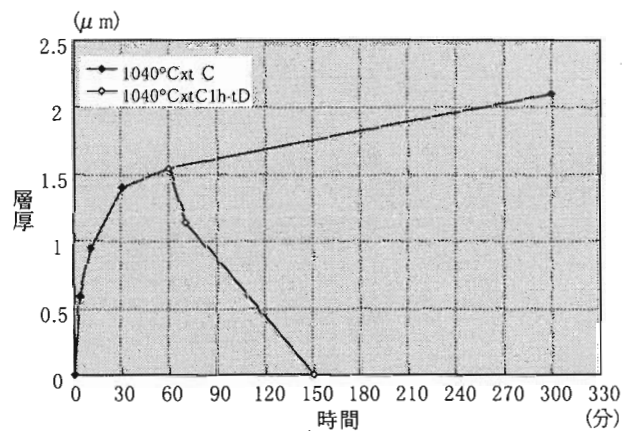


図3 浸炭時間と Fe_3C 層の厚さ

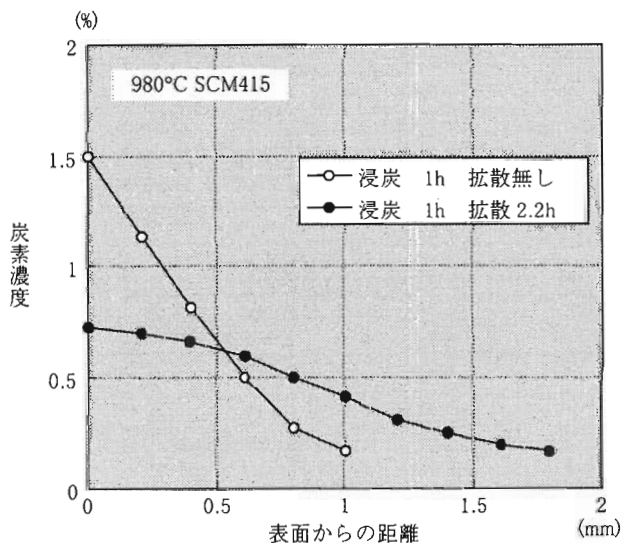


図1 炭素濃度分布の調整

表1 各温度における有効浸炭深さの温度係数

(C% = 0.3 の位置を有効浸炭深さとした)

温度 (°C)		温度係数 (k)
ガス浸炭	930	0.45*
	980	0.53
真空浸炭	930	0.53
	980	0.78
	1040	1.05

* ガス浸炭の場合の k は一般によく使用される値であり当然ながら浸炭期の CP によって決まる値である。

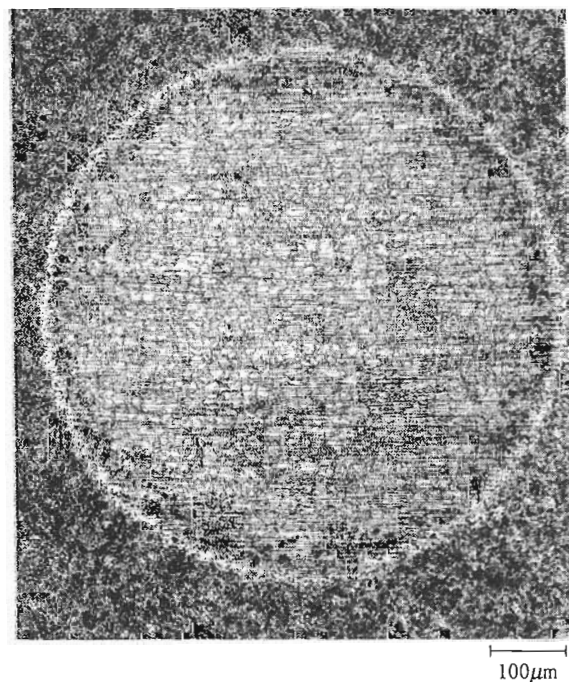
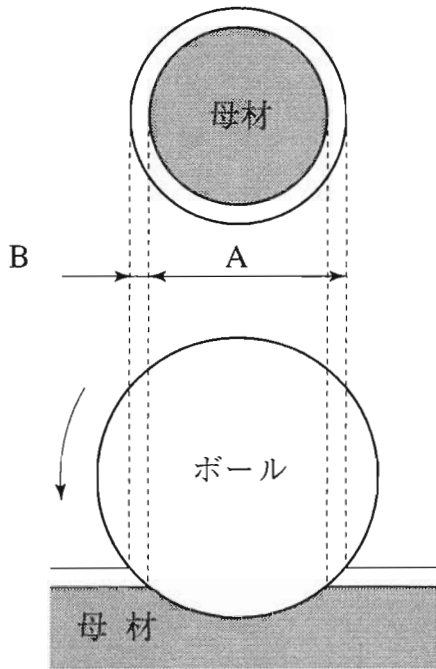


写真1 薄膜厚測定結果



測定原理

ダイヤモンドペーストを塗布したφ20mmの鋼球を回転することでコーティング膜を研磨し、その研磨痕の寸法を光学顕微鏡にて測定し、計算式により求めます。

$$T = A \times B / 20000$$

T : 膜厚 (μm)
 A : 測定寸法 (μm)
 B : 測定寸法 (μm)
 ボール径 : 20000 (μm)

図4 薄膜厚測定方法

の濃度が決まることはよく知られている。

4. 真空浸炭の実施例

真空浸炭の特長を生かした実施例を述べる。

1) 粒界酸化層の無発生

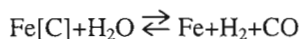
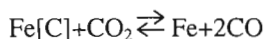
変成炉式や滴下式等のガス浸炭炉に使用する浸炭ガス中には微量のO₂が含まれ、絶えず存在している。このためSi, Mn, Cr等のFeよりも酸素との親和力の強い成分を多く含む鋼は酸化され易い。

ガス浸炭は、先に述べたように $2CO \rightleftharpoons [C] + CO_2$ のブドア反応で平衡関係が成立している。同時に浸炭原料ガスと混合する空気から生成するCO₂, H₂O, CO, H₂のガス混合体は高温において炉内ガス反応として $CO_2 + H_2 \rightleftharpoons CO + H_2O$ で示すような平衡関係も成立し水性ガス反応と呼ばれている。

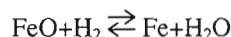
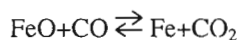
さらに、 $2CO \rightleftharpoons 2[C] + O_2$ の平衡関係も成立する。

この他、浸炭ガス中にはN₂, 未分解CH₄も共存している。

Feに対する浸炭・脱炭反応として



Feに対する酸化・還元反応として



等がある。

これらは、可逆反応で鋼表面で浸炭・脱炭、酸化・還元が生じており、そのため酸化層を形成する。

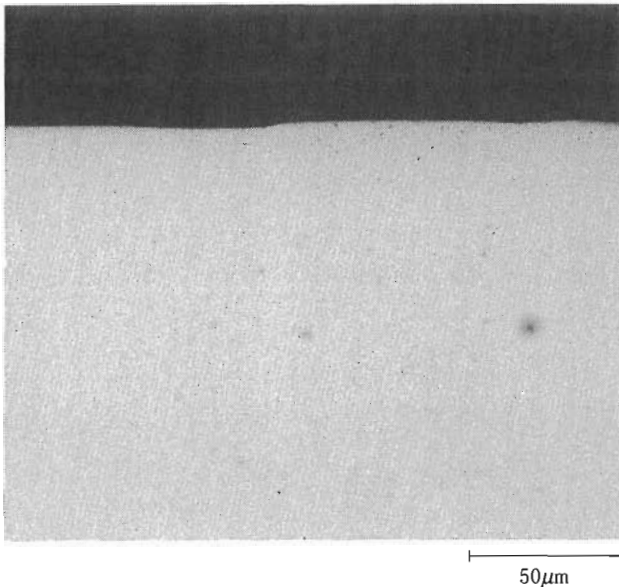
また、鋼の粒界にSi, Mn, Cr等が集まり易く、浸炭ガス中のO₂成分と結びついて酸化物となり、粒界酸化層を生成し酸素の侵入が進行していく。粒界酸化の深さは、浸炭時間が長いほど深く、その深さはほぼ5~50μmである。粒界酸化層は焼入性を劣化させ、機械的性質も低下させる。歯車においては耐ピッチング性を失う要因となる。一方、真空浸炭においてはガス浸炭のように酸素が常時存在しないので粒界酸化の現象は起きないので観察されない。

ガス浸炭法を用いる限り粒界酸化物は必ず発生する。これを防止するには真空浸炭法を用いることで回避できる。

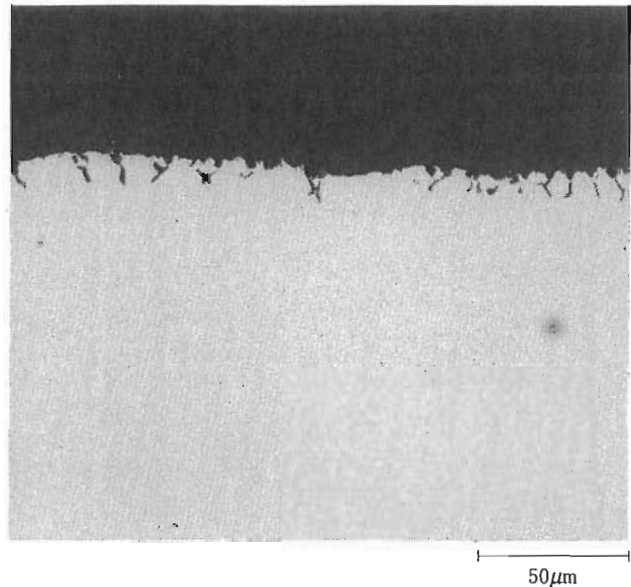
写真2に粒界酸化の例を示す。

2) パルス浸炭

先に述べたように、真空浸炭は浸炭のみを行うと表面の炭素濃度が極端に高濃度になるが、その後拡散を行い炭素を表面から内部に移動させることで、表面の炭素濃度を0.8%等の希望値に下げ浸炭方法である。平面部が目的の炭素濃度になる条件で浸炭を行っても、凸コーナー部は平面部に比べ拡散しにくいいため、炭素濃度が濃くなり、過剰浸炭になり易い。これを解消するにあたり、浸炭と拡散を何回か繰り返し行う処理があり、シ

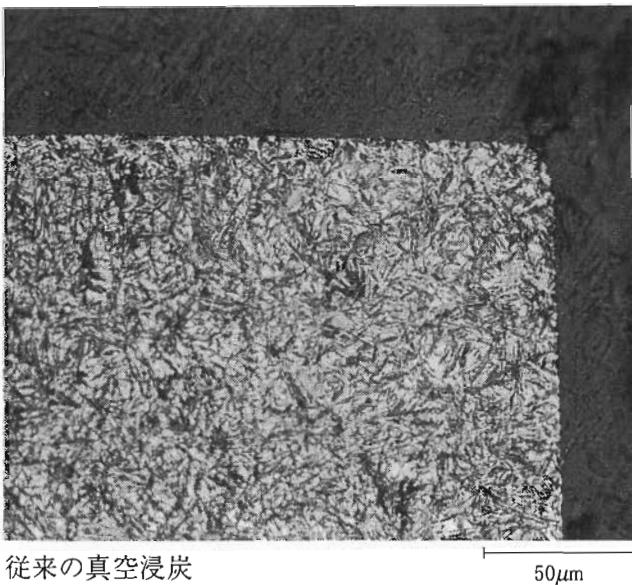


正常な組織（真空浸炭）



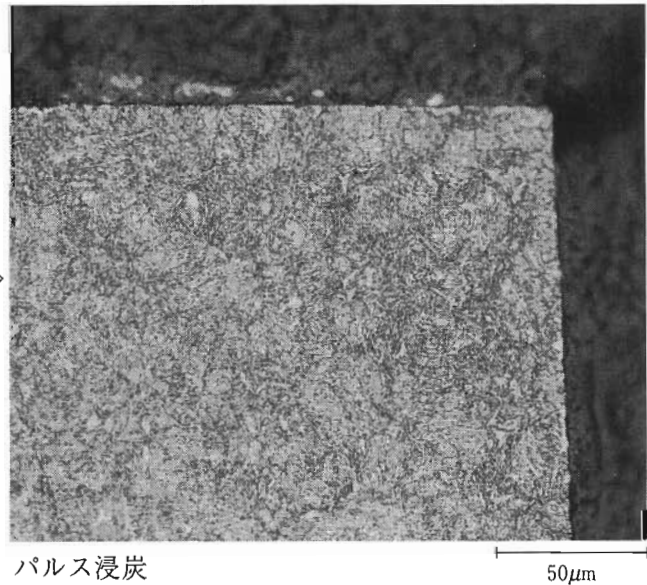
粒界酸化の例（ガス浸炭）

写真2 粒界酸化



従来の真空浸炭

シャープ・コーナー部の過剰浸炭例



パルス浸炭

パルス浸炭による改善効果

写真3 パルス浸炭の例（有効浸炭深さ0.7mmの表面）

ャープエッジであっても過剰浸炭になりにくい方法を見いだした。われわれはこれをパルス浸炭と呼んでいる。これによればパルスの方法を工夫することで、連続浸炭炉のように同一条件で多数回繰り返して所要の深さ・炭素濃度を得ることも可能である。

さらに、分割して浸炭することにより浸炭ガスの消費の無駄をより少なくすることが出来る。

写真3にパルス浸炭の実施例を示す。

3) 高速浸炭

生産性の向上と設備費の低減から高速浸炭のニ

ーズがある。真空浸炭での浸炭速度について先に述べたが、浸炭処理時間の短縮には真空浸炭のように表面付近の浸入部の炭素濃度を高くして濃度勾配を強くすることと固体内拡散を速くする為に高温浸炭つまり浸炭温度を高くすることが有効である。

しかし、加熱温度の上昇は、オーステナイト結晶粒の粗大化を生じ機械的性質劣化の原因となる。このため高温浸炭する場合には浸炭後一度 A1 変態点以下に冷却し、再度焼入温度まで加熱し結晶粒を微細化するリファイニング工程が必要となり、

そのために処理時間が延びている。結晶粒粗大化を抑制し、通常浸炭のように浸炭後リファイニングなしに直接焼入する高温浸炭用鋼が開発された。この鋼は結晶粒粗大化防止法として分散粒子による結晶粒界のピン止め効果を利用するもので Nb や Ti 等の結晶粒調整元素を適量添加している。これらは 1000°C 前後の温度域でも安定な炭窒化物を生成してピン止めの効果を発揮する。高温浸炭用鋼は高速での深い浸炭（重浸炭）の歯車、軸受、シャフト、カム等に利用出来ると期待されている。

図 5 に浸炭温度と浸炭時間の例を示す。

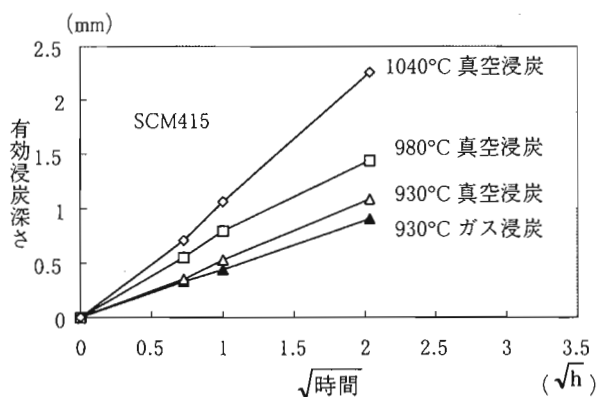
4) 高濃度浸炭

近年、自動車のミッションギアをはじめ、カム・高速回転スピンドル等多くの機械部品に高強度化・軽量化が求められており、面圧強度、耐摩耗性の向上が要求されている。従来の普通浸炭では表面炭素量を 0.8%程度にして最高硬さを得る方法である。これに対し、高濃度浸炭法は表面に有害とされている網状炭化物ではなく、微細な球状炭化物を析出させ表面炭素量 2~3%程度にして処理品質を向上させる方法である。

効用としては

- ・表面硬さが向上し、HV900~HV1000 が得られる
- ・焼戻し抵抗が向上する
- ・耐摩耗性が向上する
- ・耐ピッチング性が向上する
- ・耐疲労曲げ強さが向上する
- ・耐焼付性が向上する

等の利点があり、その他の適用用途としても建設



浸炭時間 (1mm 有効浸炭) の例



図 5 浸炭速度

機械の大形ギア、エンジンタペット、コンロッド、ボールジョイント、バルブリフタ、カム、ベアリング等に利用されている。材料的な特長として Cr を 2~3%以上含み炭化物生成元素としている。当社においても、高濃度浸炭用鋼として ICS6, ICS22, 高性能軸受鋼 MT21 を量産化している。

真空浸炭は、浸炭時の表面炭素濃度が高いので高濃度浸炭にも有利に対応できる。今後は、この面の処理技術がより強力に開発されると思われる。高濃度浸炭で球状炭化物を析出させた例を写真 4 に示す。

5) その他

・細穴浸炭

パルス浸炭に伴う浸炭ガスの出入りと、減圧下で気体の平均自由行程が大きく浸炭ガスの拡散が速く均一となる理由からガス浸炭で不可能な細穴浸炭が可能である。

燃料噴射ノズル孔内に均一に浸炭した例もある。

細穴浸炭例を写真 5 に示す。

・精密浸炭

減圧下で温度分布精度も高く、雰囲気分布精度も高い。さらに処理品の形状やセッティング位置による昇温ばらつきの影響がでないように

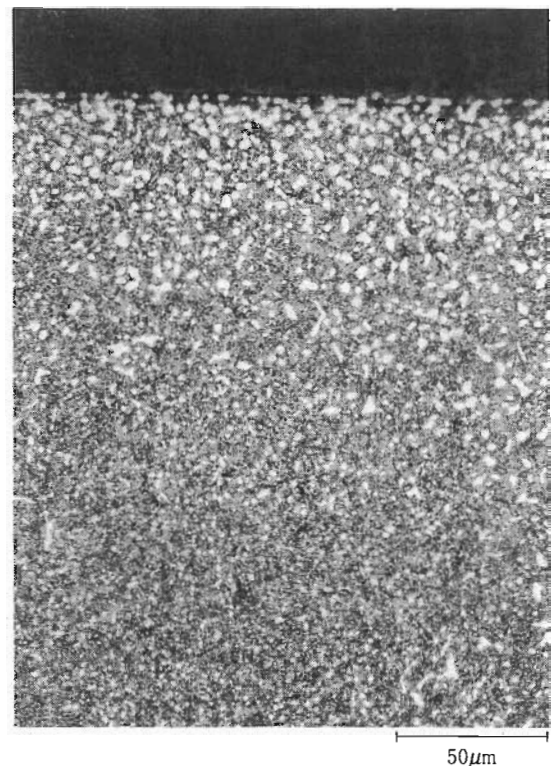
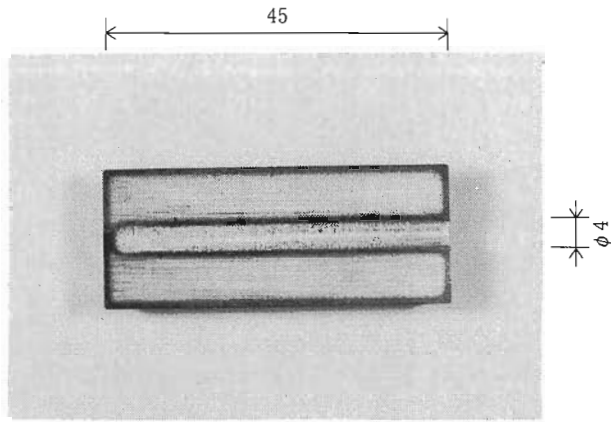


写真 4 高濃度浸炭の例 (SCM420)

表2 従来の浸炭処理方法との比較

		EN-CARBO プロセス	ガス浸炭	従来の真 空浸炭	プラズマ 浸炭
処理品質	均一性	○	△	×	△
	光輝性	○	×	○	○
	歪み	○	△	○	○
	深穴品	○	×	△	×
作業性	粒界酸化	○	×	○	○
	処理時間	○	△	○	○
	立ち上がり	○	△	○	○
	メンテナンス性	○	△	×	×
経済性	炉気制御	○	△	○	○
	ランニングコスト	○	×	△	△
	設置場所	○	×	○	○
	設備費	△	○	△	×
環境負荷	生産性	○	△	×	×
	メンテナンス	○	△	×	×
	安全性	○	×	△	○
	作業環境	○	×	△	○
	CO ₂ 排出	○	×	△	○
	エネルギー	○	×	△	○

○：優れている △：普通 ×：劣る



穴径 4mm 穴深さ 45mm

写真5 細穴浸炭の例

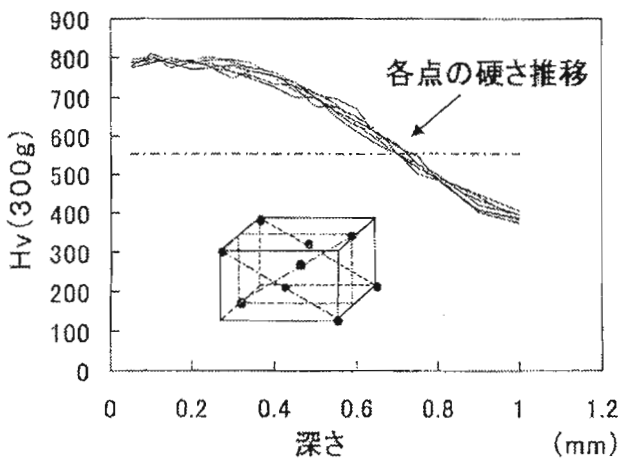


図6 位置別硬度分布 (NVC-3)

全処理品の昇温が均一になってから浸炭を開始している。このためロット内、ロット間の浸炭バラツキがガス浸炭では普通±0.2mm程度であるが、真空浸炭では±0.05mmにおさえることができる。均一な浸炭及び有効浸炭深さ0.1mm程度の薄い浸炭も可能であり、実施例もある。

図6に均一浸炭例として、位置別硬度分布を示す。

5. 真空浸炭炉 NVC シリーズの特長

本装置の特長をまとめるとつぎのようになる。

- 1) コストダウンにつながる
 - ・高温浸炭でサイクル短縮ができ生産性がアップする。
 - ・シーズニングが不要で、稼働率が上がる。
 - ・無人運転ができ省人化ができる。
 - ・使用する浸炭ガスの量が少なく、炉の熱効率も

高く、加熱室の損耗が極端に低いので、ユーティリティコスト、メンテナンスコストが安い。

- 2) 環境に優しい浸炭である。

- ・真空下の操業であり火災・爆発の危険がない。
- ・炎、煤、熱排ガスがなくクリーンな環境で作業ができる。
- ・CO₂の放出が皆無で地球環境の保護ができる。

- 3) 操作・管理が簡単である

- ・処理温度と、浸炭深さを指定するだけであり、CP管理のための機器操作が不要である。
- ・プログラム化されたパターン操作方式なので熟練度の高い技能者が不要である。

- 4) 高機能・高品質な浸炭ができる

- ・粒界酸化がなく、圧縮応力の高い強い浸炭ができる。
- ・高濃度浸炭、パルス浸炭等の応用範囲の広い熱処理ができる。
- ・ガス浸炭で不可能な細穴浸炭ができる。
- ・ギアの歯先と歯元等でもばらつきの少ない浸炭ができる。
- ・処理品のロット間、ロット内での浸炭深さのばらつきが小さい。

EN-CARBO プロセスと従来の浸炭処理方法との比較を表2にしめす。

図7に真空浸炭炉 NVC-10 によるコストメリットの一例を示す。写真6に NVC-3 の外観を示す。配置例を図8に示す。表3に NVC シリーズの標準仕様を示す。

表 3 NVC の標準仕様

仕様 形式	炉内有効寸法(mm) WxLxH	処理能力 グロス(Kg)	ヒータ容量 (KW)	設置寸法(mm) 幅 X 奥行 X 高さ	油量 (ℓ)	油槽ヒータ 容量(KW)
NVC-3	460X620X550	300	45	2,700X4,300X2,900	3,000	18
NVC-6	610X950X610	600	80	2,800X4,900X3,100	5,500	36
NVC-10	760X1,220X760	1,000	160	3,000X5,300X3,400	10,000	48

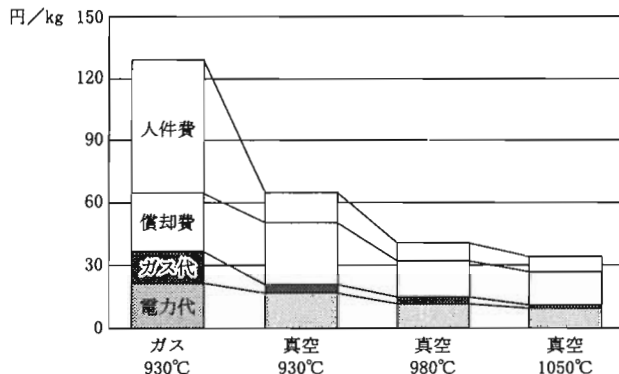


図 7 真空浸炭のコストメリット (例)
NVC-10 による夜間無人運転,
稼働時間 120 時間/週
1.5mm 有効浸炭 1000kg グロスチャージでの比較

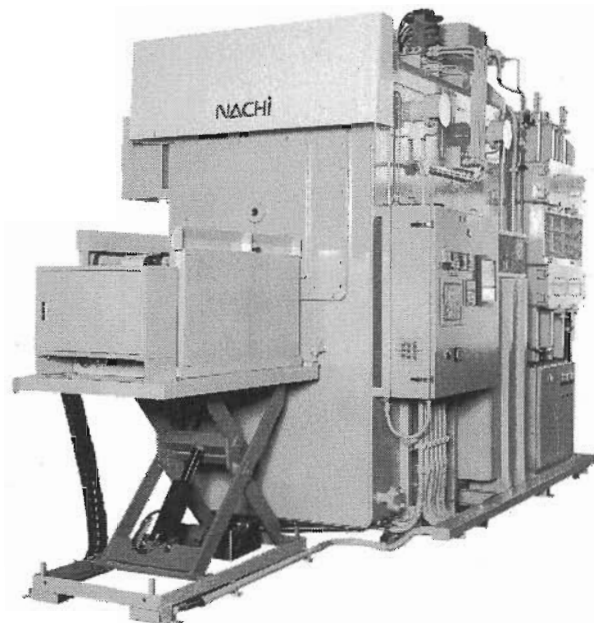


写真 6 NVC-3 の外観

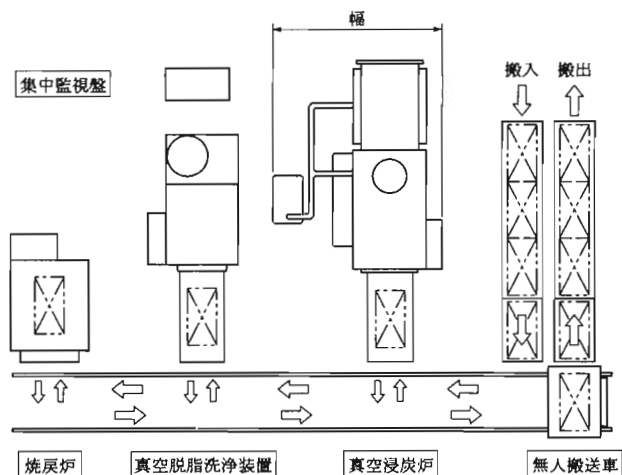


図 8 全自動ラインのレイアウト例

6. まとめ

前述のように EN-CARBO プロセスを用いた NVC シリーズは、省資源、省エネルギー、省人、クリーン、安全、環境対応を満足するすぐれた特長を持ち、現在のガス浸炭技術および浸炭炉に替わり次世代の浸炭炉になり得ると考えている。この技術は始まったばかりの技術であるが、ユーザの要望に答えながら改良を続け広く展開していくつもりである。

参考文献

- 1) 久保田 健; 工業加熱, vol34, No.6 (1997) p.48
- 2) 石神 逸男; 第 48 回日本熱処理技術協会講演大会 (1999 春) p.23-24



原井 哲
1980 年 入社
コーティング・真空浸炭の技術開発に従事
1999 年 8 月よりクリーン・サーモ部 TEC プロジェクトに所属



村上 茂
1972 年 入社
工業炉の設計、製作、サービス、営業等に従事。
1999 年 8 月よりクリーン・サーモ部 開発グループに所属