

真空浸炭による鉄鋼材料の表面改質に関する研究

2014年 3月

井上 吉弘

真空浸炭による鉄鋼材料の表面改質に関する研究

目 次

第1章	序論	5
1.1	緒言	5
1.2	真空浸炭の概要	6
1.2.1	真空浸炭の特徴	6
1.2.2	真空浸炭の浸炭メカニズム	9
1.3	本研究の目的と構成	12
1.3.1	目的と課題	12
1.3.2	本研究の基本的考え方	13
1.3.3	本研究の構成	13
1.4	本研究に用いた主な用語と概説	15
	第1章の参考文献	16
第2章	真空浸炭炉の構造および試験操業	17
2.1	緒言	17
2.2	工業炉の構造・処理能力および操業要因	18
2.2.1	工業炉の構造と特徴	18
2.2.2	次世代型真空浸炭炉の仕様と性能	20
(a)	炉内温度分布の測定	20
(b)	真空減圧特性	22
2.2.3	試験操業と問題点の抽出	22
2.3	小型実験炉の構造と操作方法	28
2.3.1	小型実験炉の構造と特徴	28
2.3.2	操作方法	29
2.4	結言	30
	第2章の参考文献	30

第3章 SCr420H 鋼の真空浸炭に関する研究	31
3.1 緒言	31
3.2 真空浸炭制御技術に関する研究	31
3.2.1 目的	31
3.2.2 試料および実験方法	32
3.2.3 実験結果および考察	33
(a) 真空浸炭メカニズム	33
(b) 浸炭深さに及ぼす浸炭時間と温度の影響	37
3.3 CD浸炭技術に関する研究	43
3.3.1 目的	43
3.3.2 試料および実験方法	43
3.3.3 実験結果および考察	44
(a) CD浸炭組織の判定基準	44
(b) CD浸炭条件の探索	47
(c) 複合CD浸炭条件の探索	50
(d) 複合CD浸炭組織の γ_R 量に及ぼすNH ₃ 添加量の影響	54
3.4 真空浸炭処理材の性状および機械的性質	56
3.4.1 目的	56
3.4.2 試料および実験方法	56
(a) 試料	56
(b) 実験方法	59
3.4.3 実験結果および考察	63
(a) 浸炭焼入れ試験片の性状	63
(b) ローラーピッチング試験	72
(c) 耐久性支配因子に関する考察	80
(d) 回転曲げ疲労試験	84
(e) 摩耗試験	85
3.5 結言	88
第3章の参考文献	89

第4章 ステンレス鋼の真空浸炭に関する研究	90
4.1 緒言	90
4.2 試料および実験方法	90
(a) 供試材	90
(b) 浸炭処理方法	91
(c) 調査方法	91
4.3 実験結果および考察	92
4.3.1 炭素濃度分布と組織	92
4.3.2 硬さ	98
4.3.3 摩耗特性	101
4.3.4 潤滑摩擦摩耗試験	104
4.4 結言	112
第4章の参考文献	113
第5章 真空浸炭処理の実用部品への適用	114
5.1 緒言	114
5.2 カーエアコン用半球シューへの適用	114
5.2.1 目的	114
5.2.2 熱処理方法	114
5.2.3 結果および考察	115
5.3 摺動部品用ベアリングへの適用	117
5.3.1 目的	117
5.3.2 熱処理方法	117
5.3.3 結果および考察	118
5.4 自動車用ネジ軸への適用	121
5.4.1 目的	121
5.4.2 熱処理方法	121
5.4.3 結果および考察	122
5.5 粉末成形歯車への適用	124
5.5.1 目的	124
5.5.2 熱処理方法	124
5.5.3 結果および考察	125

5. 6	ステンレス鋼製の摺動製品への適用	127
5. 6. 1	目的	127
5. 6. 2	熱処理方法および試験方法	127
5. 6. 3	結果および考察	128
	(a) 摩擦摩耗試験結果	128
	(b) 光学顕微鏡組織	129
5. 7	結言	131
第6章	真空浸炭処理の実用化について	132
6. 1	緒言	132
6. 2	疲労強度に及ぼすセメンタイトの形態	132
6. 3	真空浸炭用鋼の浸炭特性	136
6. 4	浸炭防止剤の有効性の評価	140
6. 5	熱処理治具の寿命向上の取組み	141
6. 6	結言	147
第7章	結論	148
7. 1	結論	148
7. 2	今後の課題と展望	151
	7.2.1 今後の課題	151
	7.2.2 今後の展開	152
	第7章の参考文献	152
謝	辞	153

第 1 章 序 論

1. 1 緒 言

わが国における粗鋼生産量は昭和 39 年、東京オリンピックの年には高炉 5 社で年間およそ 9,000 万トンであったが、昭和 40 年代に入り 1 億トンを超えて工業国の仲間入りを果たした。鉄鋼材料は、資源が豊富で製鉄技術と量産体制が確立されているため安価に入手できる。加えて、鉄に特有の相変態現象と炭素を始めとする合金元素との組み合わせを最適化する各種の熱処理技術により強度に代表される機械的性質等を広範囲に変化させることができる。このため、文明社会を支える材料として、機械装置、輸送機器、さらにはビルや橋梁の構造物等、きわめて多方面にわたり使用されている。

一般に、金属材料は硬さや強さを増加させると靱性は低下するが、機械装置ではこれら両特性を単一部品に要求されることが多い。例えば、歯車では回転初動時には衝撃荷重が負荷されるため衝撃に耐える靱性が、定常回転時には歯面に耐摩耗性と耐ピッチング疲労性などの強さが、それぞれ要求される。鉄鋼材料を焼入れした場合、硬さは炭素量とともに増加するので¹⁾、低炭素鋼の表面に炭素を高温で浸透させた後に焼入れすると表面部は硬く内部は靱性を有する複合的材料が得られる。このように部品用途に適した表面層を付与する処理技術が表面改質と呼ばれているもので、その代表例として浸炭処理が広く知られている。

浸炭処理には固体、液体、ガス浸炭法がある。固体浸炭法は量産性と作業環境の問題、液体浸炭法はシアン化合物を用いるので公害問題のためそれぞれ衰退し、現在はガス浸炭法が主流となっている。ガス浸炭法は O₂ センサーの実用化により炭素濃度の調節が可能となり、自動化が容易なため大量生産向きであるなどの利点がある。しかし浸炭ガスとして C₄H₁₀ 等を分解した変成ガス (RX ガスと呼ばれる) を用いるため、ガス中に含まれる CO₂ や H₂O の酸化成分による粒界酸化が生じる^{2)~4)}。この異常組織は、表層数 μm の深さまで形成され、表面硬さの低下と、表面引張残留応力の生成を引き起こすため耐久性を著しく低下させる⁵⁾。異常組織は金属組織学的切欠として作用するため靱性や疲労強さを低下させる⁶⁾。このようなガス浸炭の諸問題は現在、部品の安全率を大きくとることで対処している。

近年、自動車における燃費向上の取組みに伴ない、駆動系部品の小型軽量化やコスト低減が求められている。一方、宇宙開発やロボット産業の発達に伴ない、より高温下での使用や低潤滑下での使用など過酷な環境に耐える材料に対する改質技術の開発への要求も高まっている。これら諸問題に応えるべく各種の表面改質技術が検討されており^{7) ~11)}、本研究で対象とした真空浸炭技術はその中の有力な手段とされている。真空浸炭法は次項

で詳しく説明するが、その特徴は概略次のようなものである。部品を真空炉内で加熱し、炭化水素ガスを直接炉内に噴射する方式で浸炭されるため炉内に酸化成分がなく粒界酸化や表面不完全焼入れ層が生じない。したがって表面は圧縮残留応力となるため、耐久性を向上させる改質技術として注目されている。しかしながら真空浸炭法は、高速浸炭となるためガス浸炭法で用いられるカーボンポテンシャルによる制御が困難となり、鋼材表層部の炭素濃度が高まりセメンタイトが析出しやすいという欠点がある。この問題を浸炭処理技術の最適化により改善し、耐久性を格段に向上させる技術を確立することが本研究の柱になっている。

1. 2 真空浸炭の概要

1.2.1 真空浸炭の特徴

真空浸炭の特徴を明らかにしておくことは工業炉の実用化を進める上できわめて重要である。これまでの研究・開発から真空浸炭の主な特徴は次の通りである。

(a) 粒界酸化・浸炭異常層の防止

ガス浸炭処理では炭化水素ガス (C_3H_8 、 C_4H_{10}) を変成した RX ガスを用いるため炉内雰囲気中に CO_2 や H_2O などの酸化成分が微量含まれる。このためオーステナイト結晶粒界に沿って優先酸化が進行し、酸素との親和力の強い Si 、 Mn 、 Cr などの粒界酸化物を生成する。結晶粒界の他に、浸炭表面層にも層状に酸化物が生成される。このような酸化物の生成によりマトリックス中の合金元素濃度が低下し焼入性が低下するため、浸炭異常層が形成される (図 1.1(a))。

真空浸炭処理は真空中で加熱した部品に C_3H_8 、 C_2H_4 、 C_2H_2 などを直接噴射して浸炭する。炉内および使用ガス中に酸化成分がないため粒界酸化や浸炭異常層は生じない (図 1.1(b))。

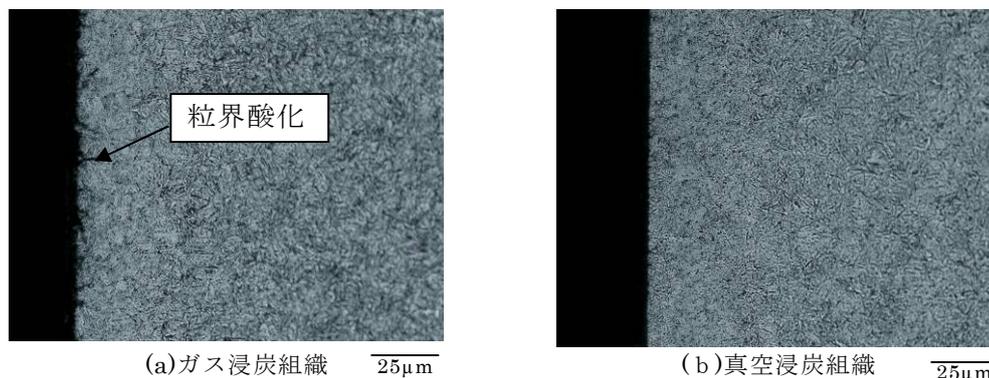


図 1.1 ガス浸炭処理における粒界酸化組織 (井上熱処理工業㈱資料) (腐食液：3%ナイトル)

(b) 浸炭処理品の光輝性

浸炭処理品は、ガス浸炭法では炉内雰囲気中の酸化成分によって表面が酸化し薄い灰色

を呈するが、真空浸炭法では全く酸化されないため光輝状態である。摺動部品ではガス浸炭で生成する酸化皮膜が摺動性を阻害し、かつ酸化膜の剥離は摺動抵抗となるため、研削工程、バレル研磨工程、ラップ工程など必要とする。真空浸炭では、これらの工程が不要で工数低減となる。

(c) ステンレス鋼の浸炭

ステンレス鋼には大量の Cr が含有されている。前述のごとくガス浸炭処理では Cr 酸化物を生成し、この Cr 酸化物が浸炭を阻害するために浸炭が困難となる。これに対して真空浸炭処理では Cr 酸化物が生成されないため図 1.2 および図 1.3 に示すように浸炭が可能となり、ステンレス鋼の耐摩耗性の向上などが期待できる¹²⁾。

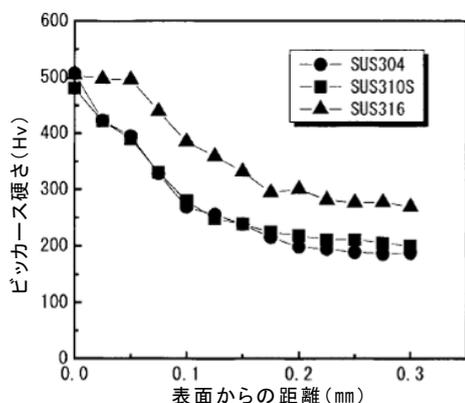


図 1.2 真空浸炭した各種オーステナイト系ステンレス鋼の硬さ分布¹²⁾

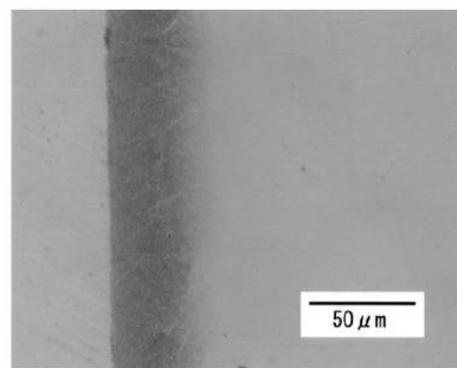


図 1.3 真空浸炭した SUS304 の断面組織¹²⁾
(腐食液：4%ナイトル)

(d) 高濃度浸炭による表面改質

真空浸炭法は高濃度浸炭処理や炭化物を微細球状に分散析出させる CD (Carbide Dispersion の略、炭化物分散を意味する) 浸炭処理に適した浸炭法である。高濃度浸炭とは浸炭層の表面近傍の炭素濃度を高めることにより炭化物を析出させる処理であり、表面近傍の炭化物によって硬さの向上が図れるため、耐摩耗性、耐焼付性、耐カジリ性の改善が期待される。

真空浸炭法は高濃度浸炭であるため突起コーナ部は過剰浸炭となり、網目状セメンタイトが析出して強度低下の原因となる。このような網目状セメンタイトを分断し、球状化して活用する方法が CD 浸炭処理である。図 1.4 に CD 浸炭処理の方法を、図 1.5 にその組織をそれぞれ示す¹³⁾。真空浸炭炉は真空炉の一種であるので、加熱と冷却を交互に繰り返すサイクル浸炭が可能となる。

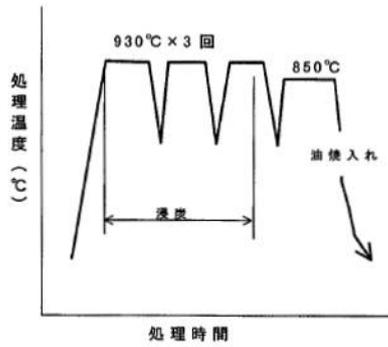


図 1.4 CD 浸炭の処理パターン

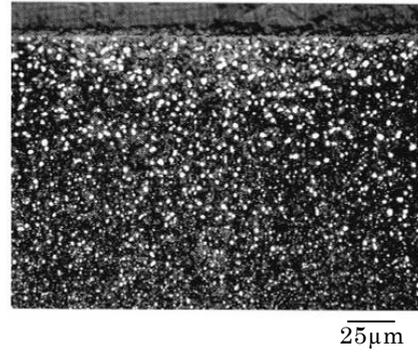


図 1.5 CD 浸炭組織

(e) 細孔・袋孔の内部浸炭

ガス浸炭法では細孔や袋孔に一度進入したガスは容易に置換されないで、袋孔の奥ほど浸炭され難い。これに対して真空浸炭法では浸炭ガスを噴射すると同時に真空排気されるので、細孔や袋孔の内部は常に浸炭ガスが流動している状態であるため、内部までほぼ均一に浸炭される。浸炭ガスとして C_3H_8 を用いた場合には炉内圧力をやや高めに設定する必要があり、この場合は一定圧で浸炭するよりもパルスのように炉内圧力を変動させる方式（パルス浸炭方式）のほうが細孔内外の浸炭均一性は良好であるとの報告がある¹⁴⁾。また、浸炭ガスとして C_2H_2 を用いた場合、パルス浸炭方式を用いることなく細孔内外の均一性が得られる。図 1.6 はパルス浸炭方式の説明図であり、図 1.7 は C_2H_2 による細孔内部の浸炭性を示す¹³⁾。

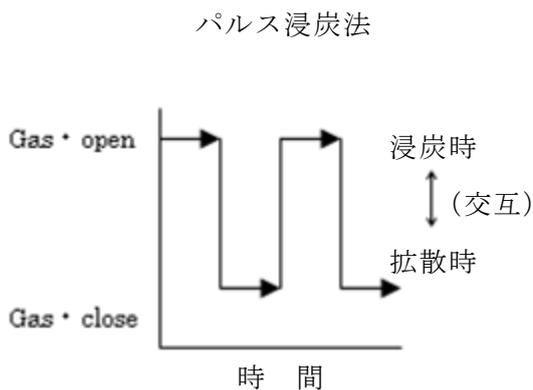


図 1.6 真空浸炭法によるパルス浸炭説明図

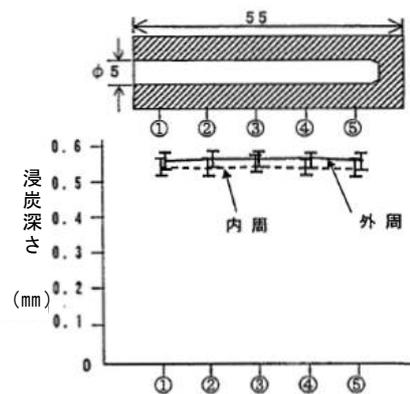


図 1.7 C_2H_2 ガスによる細孔内面の浸炭性

(f) 浸炭品質の高位安定性

ガス浸炭法ではカーボンポテンシャル $0.4\sim 0.5\%C$ の RX ガスを常時流しているため、昇温中にも若干浸炭が進行する。そのため昇温の遅い部分は浸炭が浅くなる。

真空浸炭法では真空中で加熱・昇温され、浸炭期に一齐に浸炭されるので、部品の肉厚

の違いや炉内の部品の配置による昇温遅れの影響を受けることがない。さらに昇温中の真空加熱時に油脂類や有機物は蒸発し、清浄表面となるため浸炭のバラツキが軽減される。ガス浸炭に用いるRXガスは炭化水素ガスに約7倍の空気を混合して変成ガスとしている。多湿期には空気中の水蒸気が増えることがRXガス組成の変動要因となり、結果として浸炭バラツキとなる。真空浸炭では湿度や部品の汚れ等の外乱要因の影響をほとんど受けないので、くり返し再現性が良いとされ、真空浸炭法の浸炭バラツキはガス浸炭法のおよそ1/2との報告がある¹⁵⁾。

(g) 浸炭速度の向上

図1.8はガス浸炭と真空浸炭による浸炭時間と浸炭有効深さの関係を示したものである¹⁶⁾。ガス浸炭では浸炭温度1223Kで1mmの浸炭深さを得るための浸炭時間は4h20minである。

これに対して真空浸炭では2h30minであり、ガス浸炭のおよそ60%の時間で浸炭される。この違いは真空浸炭による表面の清浄度とカーボンポテンシャルの違いによるものと考えられる。また浸炭深さが深くなるほどガス浸炭との差が大きくなることも真空浸炭は高速浸炭と言われる所以である。

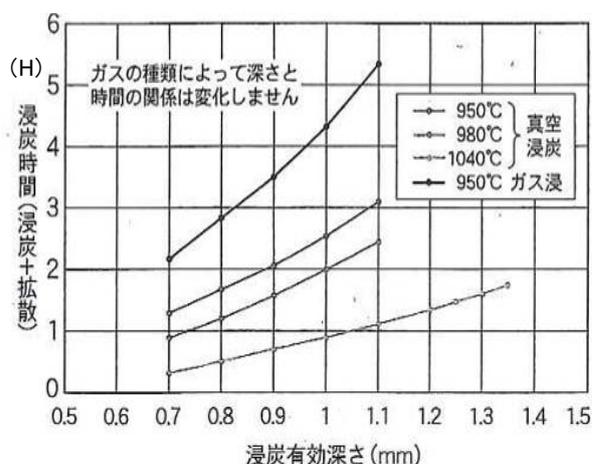
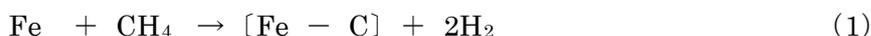


図1.8 浸炭速度の比較 (中外炉提供)

1.2.2 真空浸炭の浸炭メカニズム

真空浸炭に用いられるガスとして当初CH₄が用いられたが、その後わが国ではC₃H₈、C₂H₄やC₂H₂が用いられている。

CH₄による浸炭は



で示され、CH₄の熱分解によって鋼材表面で直接浸炭反応が起こるとされているが実際には下記のような複雑な連鎖反応によって熱分解が進行する¹⁷⁾。



CH₄の場合、式(6)によって浸炭されるが(2)の反応が遅いためこれが浸炭過程を律速している。CH₄による真空浸炭では、熱分解頻度を上げるため炉内への導入ガス量を増やし、50~60 kPaという高いガス圧力にせざるを得ないという問題がある。

C₃H₈の場合は



となり、これに式(5)、式(6)の熱分解が引き続き生じる。C₂H₄とC₂H₂の場合は、それぞれ式(5)と式(6)によって熱分解が起こるため、熱分解頻度を上げるためのガス量の増加操作が不要となる。

奥村らはC₃H₈、C₂H₄およびC₂H₂について1203Kでの熱分解挙動と浸炭時の分解挙動を四重極質量分析計によって調査した¹³⁾。その結果を図1.9~図1.14に示す。C₃H₈とC₂H₄の熱分解挙動と浸炭時の分解挙動は類似しているのに対してC₂H₂の分解挙動は図1.13と図1.14に示すごとく著しく異なっている。すなわちC₂H₂の浸炭時の分解挙動ではC₂H₂の減少とH₂の増加が急激に起こり、C₂H₄とCH_nの成分は検出されない。この結果からC₃H₈とC₂H₄による浸炭はCH_n成分によって浸炭されるが、C₂H₂の場合は鉄表面への吸着による直接の反応によって浸炭されると結論づけた。

山口は同じく四重極質量分析計を用いて各浸炭ガスの分子数の変化を測定することにより真空炉内での反応メカニズムを解析した¹⁸⁾。その結果、炉内でC₂H₄ → [C] + CH₄の分解反応が起きていることを確認した。

各浸炭ガスの結合エネルギーを表1.1に示す¹⁸⁾。二重結合のC₂H₄や三重結合のC₂H₂は飽和炭化水素のCH₄やC₂H₆よりも解離エネルギーが高い。そのためC₂H₄やC₂H₂は未分解の状態ですべて製品表面まで到達し、表面で直接反応によって浸炭されているものと考えられる。真空浸炭をバラツキなく均一に効率よく行うには浸炭ガスとしてC₂H₂が優れている。

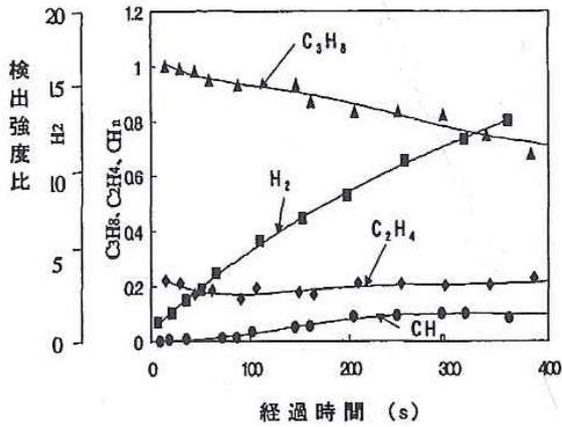


図 1.9 C₃H₈ ガスの熱分解挙動

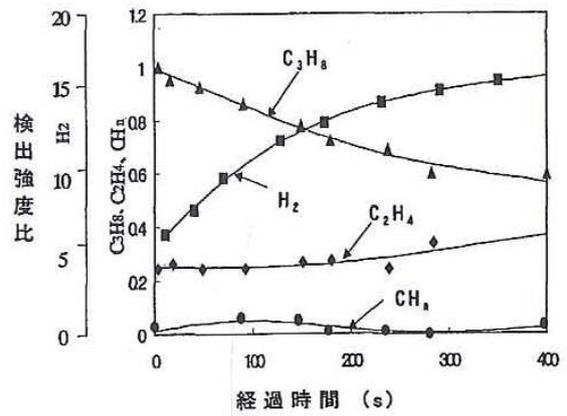


図 1.10 C₃H₈ ガスの浸炭時の分解挙動

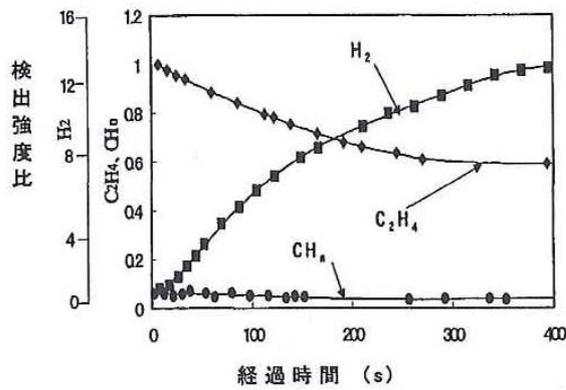


図 1.11 C₂H₄ ガスの熱分解挙動

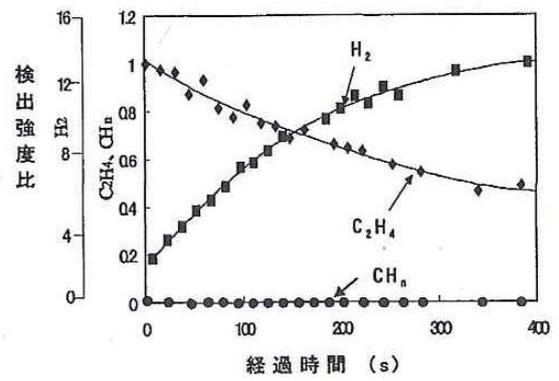


図 1.12 C₂H₄ ガスの浸炭時の分解挙動

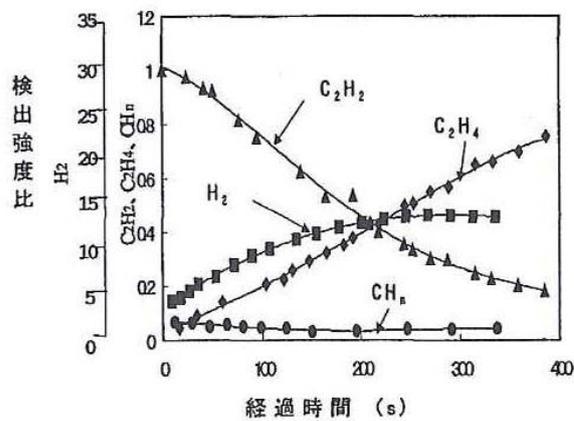


図 1.13 C₂H₂ ガスの熱分解挙動

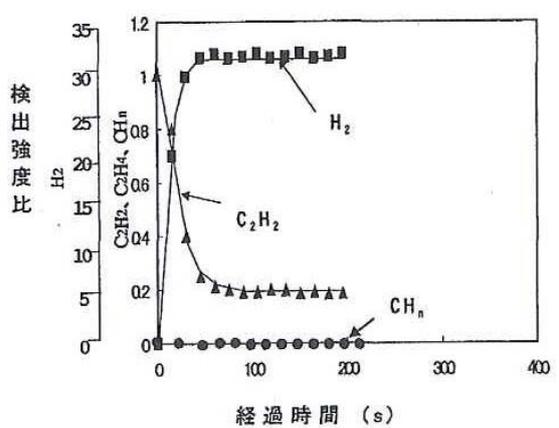


図 1.14 C₂H₂ ガスの浸炭時の分解挙動

表 1.1 単結合と多結合のエンタルピー (kJm⁻¹)

結合		ΔH ⁺
三重結合	HC = CH	962
二重結合	CH ₂ = CH ₂	682
単結合	CH ₃ - CH ₃	368
	CH ₃ - H	435

真空浸炭において前述のごとく鋼材表面では直接浸炭によって浸炭されるが、鋼材の表面炭素濃度や析出炭化物の形成には下記のような説明がなされている^{19), 20)}。

- ① 表面炭素濃度はオーステナイト（以下 γ 相とする）の炭素固溶限である A_{cm} 線上となりセメンタイトは生成していない。
 - ② 表面は浸炭後、完全に炭化物で覆われ、セメンタイトが供給源となって浸炭が進行する。したがって表面炭素濃度は $6.7\text{mass}\%$ となる。
 - ③ ガス浸炭におけるブドア平衡のように、鋼材表面でガスと局所平衡が成立し雰囲気ガスの分圧制御で表面炭素濃度が制御できる。
- などである。

真空浸炭における炭素浸入機構の解明はパルス浸炭処理および CD 浸炭処理にとってきわめて重要であり本研究で明らかにする。

1. 3 本研究の目的と構成

1.3.1 目的と課題

真空浸炭の可能性が示唆されて 50 年が経過した。わが国では村上による真空浸炭の紹介¹⁷⁾、奥村による研究¹⁴⁾ および日本ヘイズ社の¹⁷⁾ 真空浸炭炉の販売開始で第 1 次真空浸炭ブームとなった。その後、煤とタールの問題で一時停滞したが杉山らの継続的研究開発の結果、浸炭ガスとして不飽和炭化水素ガスの使用が煤やタールの対策として有効であるとの報告がなされ¹⁵⁾、第 2 次真空浸炭ブームにつながった。

井上熱処理工業(株)では、2000 年に新技術、新方式の積極的展開の一環としてグロス 1 トン処理の次世代型真空浸炭炉を導入した。導入時においては実用化に必要なデータは少なく、さらに発表の多くはメーカーの開発設備による新技術解説や技術資料など事例報告が主で、体系的な基礎研究は少なかった。

本研究では、小型実験炉を用いて真空浸炭を支配する諸要因を解明することにより操業条件を設定するための基盤データを整備し、真空浸炭の特徴を活かした部品の処理技術を確立することを目指した。具体的には、自動車部品での浸炭処理の中心材料である炭素鋼として SCr420H 鋼および特殊用途鋼の代表であるステンレス鋼の 2 種類を選定し、真空浸炭による表面特性の向上を試みた。SCr420H 鋼では現状のガス浸炭処理よりも耐久性を向上させるべく高耐久処理技術の開発に取り組み、30%の耐久性の向上を目標とする。

1.3.2 本研究の基本的考え方

本研究は、最終目標である真空浸炭による機械装置材料の高耐久化を実現するため、真空浸炭炉の操業技術の確立と、その技術の鉄鋼材料への応用展開に関するものである。

最初に、新規導入した次世代型真空浸炭炉が仕様どおりの性能を具備しているか試験操業を行い確認する。特に浸炭ガスとして C_2H_2 が優れているとの報告⁶⁾があるが、ガス単価と安全性の点で後述のスーパーガスを用いる。試験操業で不具合箇所があれば仕様を満足すべく改善のための改造を行う。

次に、次世代型真空浸炭に関する技術資料は皆無に近い状況であるため、小型実験炉を用いて体系的な基礎研究を行い、実用炉の操業条件の設定に供する。具体的には、真空浸炭における浸炭メカニズムの解明、浸炭深さに及ぼす浸炭温度と浸炭時間の関係の数値化等、基礎的な浸炭挙動の解明を行う。さらに耐久性の向上が期待される CD 浸炭に関して炭化物制御技術および残留オーステナイト（以下 γ_R 相とする）制御技術を確立する。

このような真空浸炭炉の操業因子に関する定量的な調査結果を基礎に鉄鋼材料の高耐久化を試みる。真空浸炭の特徴である無酸化・高速高濃度浸炭を高耐久化に応用展開するため、代表的な炭素鋼 SCr420H とステンレス鋼を対象とする系統的な開発研究を実施する。具体的には、真空浸炭処理材の炭素濃度や金属組織と疲労特性などの機械的性質との関係を調査することにより、耐久性支配因子の定量的な評価と共にそれらの作用機構を明らかにする。これらの基礎データを基に、浸炭処理技術を確立し実用部品の試作ならびに量産化を実現する。

1.3.3 本研究の構成

本論文は、新たに設備導入した次世代型真空浸炭炉の実用化に必要な基礎研究ならびにその特徴を活かした表面改質の試みの研究成果を取り纏めたもので、以下の 7 章で構成される。

各章の概要は次のとおりである。

第 1 章では、浸炭の材料技術としての位置づけおよび歴史について述べ、次いで真空浸炭の概要と特徴および技術の変遷を紹介した²¹⁾。最後に本研究の目的と研究開発の実施方法について述べた。

第 2 章では、代表的な真空浸炭炉の構造と特徴を調査し、ホットウォール方式の真空浸炭炉を採用した経緯について述べる。導入した次世代型真空浸炭炉の仕様と性能を確認するため、代表的な小型部品および大型部品を用い試験操業を行う。試験操業の成績により、仕様を満足しない特性に関しては設備メーカーと共に改良を行う。

真空浸炭の基礎研究には、実験精度の向上とエネルギー費を始めとする運転経費の削減のため小型実験炉を用いる。小型実験炉は3室構造とし、実験を行う中室の温度精度を確保する目的で前室、後室に予熱室を設けた。試験片は1s程度で入・出炉できるよう操作棒を用いる構造とした。小型実験炉の使用により、大型実験炉に比べて実験結果の信頼性は著しく向上する。

第3章では、自動車部品として最も一般的に用いられているSCr420H鋼について検討する。炭化物制御技術では、いまだに諸説がある炭素侵入機構について実験し、真空浸炭における浸炭メカニズムを明らかにする。これはCD浸炭処理条件の探索に不可欠な知見となる。続いて、浸炭深さに及ぼす温度と処理時間の関係を調査し、真空浸炭が高速浸炭とされる根拠を反応速度論を用いて数値的に評価する。

γ_R 相の積極的利用として真空浸炭処理後 NH_3 ガスによる窒化を試みる。 NH_3 存在下でのCD浸炭条件の探索を行い、 γ_R 相を含んだCD浸炭組織を実現する。

以上の知見をもとに試験片を作成し、金属組織、機械的性質およびローラーピッチング試験等の耐久試験を実施し、耐久性に及ぼす諸要因を明らかにする。

第4章では、オーステナイト系、フェライト系、二相系およびマルテンサイト系ステンレス鋼の浸炭挙動を明らかにする。炭化物の形態、炭化物の同定、硬さおよび機械的性質の調査と耐摩耗性を明らかにする。マルテンサイト系ステンレス鋼では現状よりも摩耗量および摩擦係数を改善させた。

第5章では、真空浸炭処理の特徴を活かした部品の試作ならびに量産を実施する。具体的には、①カーエアコン用半球シューではCD浸炭による耐摩耗性の向上と耐焼付性の改善、②摺動部品では浸炭時間の短縮による製造原価低減、③ネジ軸では光輝性の向上に伴う工程の削減、④粉末成形歯車ではCD浸炭組織の実現、および⑤マルテンサイト系ステンレス鋼の摺動製品の試作を行う。これら真空浸炭処理の実用部品への適用により真空浸炭処理の特徴を検証する。

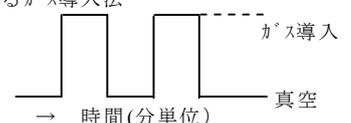
第6章では、真空浸炭処理の実用部品への適用工程で顕在化した品質面およびランニングコスト面の課題について検討する。

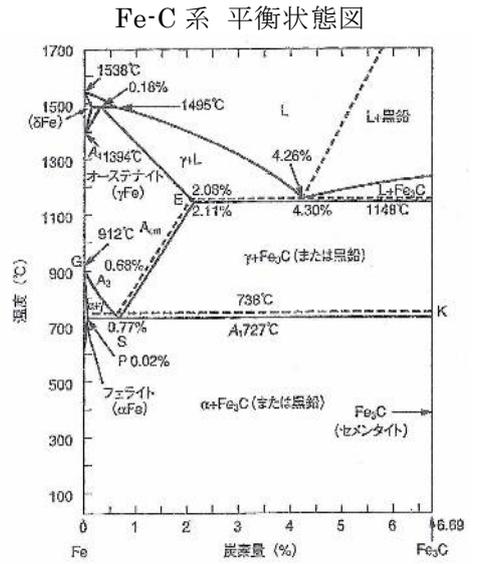
第7章では、本研究で得られた結果を結論として記述する。今後の課題と展望についても言及する。

1. 4 本研究に用いた主な用語と概説

本論文に用いた主な用語とその概説を表 1.2 に示す。専門用語は(社)日本熱処理技術協会編、2002年初版「熱処理用語事典」に従った。

表 1.2 本報告に用いた用語と概説

項目	記号・表示	概 説								
浸炭法	既存浸炭法	<p>低炭素鋼をおよそ1123~1222Kに加熱し炭素源と反応させて鉄中に炭素を浸透させる方法</p> <table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <tr> <td>浸炭法</td> <td>炭素源</td> </tr> <tr> <td>固体</td> <td>木炭</td> </tr> <tr> <td>液体</td> <td>シアン化合物</td> </tr> <tr> <td>ガス</td> <td>変成ガス</td> </tr> </table>	浸炭法	炭素源	固体	木炭	液体	シアン化合物	ガス	変成ガス
	浸炭法	炭素源								
	固体	木炭								
液体	シアン化合物									
ガス	変成ガス									
真空浸炭法	<p>鋼または合金鋼を 1223~1323K に真空中で加熱し、CH₄ C₃H₈、C₂H₄ または C₂H₂ を導入して直接浸炭する方法</p> <p>[定圧浸炭法] 一般的な真空浸炭法</p>  <p>[パルス浸炭法] 浸炭と拡散を短時間くり返し過剰浸炭を防止するガス導入法</p> 									
プラズマ浸炭法	<p>直流グロー放電により発生する低温プラズマを利用し、プラズマ中で発生する活性炭素や炭素イオンによって浸炭する方法である。浸炭速度が速く、処理品の表面清浄度が高い特徴がある。</p>									
ガス雰囲気	変成ガス (RX ガスともいう)	<p>ガス浸炭のベースガスとして用いられる浸炭ガス。キャリアガスともいわれる。例えばプロパンガスと空気を混合して 1323K で Ni 触媒に通すと熱分解する。熱分解によって生じたガスをいう。</p> $C_3H_8 + 3/2(O_2 + 3.76N_2) = CO + 2H_2 + 1.88N_2$ $2CO + Fe \rightarrow [Fe-C] + CO_2$ <p>で浸炭される。</p> <p>変成ガスには微量の CO₂ と H₂O が含まれる。</p>								
	炉気制御	<p>ガス浸炭の炉内では CO-H₂-CO₂-H₂O が平衡状態で存在する。CO₂ (赤外線分析), H₂O (点), O₂ 分析 (O₂ センサ) を測定して炉気を制御する方法。</p>								
	カーボンポテンシャル	<p>浸炭性あるいは浸炭能力。CP 値で表す。CP1.0%とは炭素量 1.0wt%に浸炭することができる浸炭ガスの浸炭能力をいう。</p>								
	エンリッチ	<p>CP 値を上げる行為。変成ガスの CP 値はおよそ炭素量 0.4wt%である。浸炭するためには CO% をさらに増やす必要がある。そのために炉内に直接 C₃H₈ などのガスを入れ CP 値を上げる。</p>								
金属組織	フェライト	純鉄~炭素量 0.02%以下の鉄の組織。								
	パーライト	炭素量 0.80wt を含む鉄で生成するセメンタイトとフェライトの共析組織。								
	セメンタイト	分子式 Fe ₃ C で示される鉄と炭素の化合物。炭化物とも呼ばれる。非常に硬くて脆い性質。								
	γ: オーステナイト	鋼を 996~1766K に加熱した時に存在する組織。ただしステンレスでは常温で安定して存在する。								
	γ _R : 残留オーステナイト	鋼を焼入れして室温まで持ちこたされるオーステナイト組織。不安定な組織である。								
	マルテンサイト	焼入組織: 最も硬い組織。								
	トローサイト	焼入組織: 冷却速度が更に遅く焼入性が悪い時に出現する組織。不完全焼入れ組織。								
	高濃度浸炭組織	過共析浸炭組織である。一般に炭素量 1wt%以上の浸炭組織。								
	CD 浸炭組織	Carbide Dispersion 浸炭の略。高濃度浸炭のうち炭化物を微細球状に分散させた浸炭組織。								
	粒界酸化組織	主に固形浸炭とガス浸炭で生ずる現象。浸炭中に浸炭ガスに含まれる酸化成分すなわち CO ₂ や H ₂ O によるオーステナイト結晶粒界に沿って酸化される現象。焼入性を著しく悪くする。								
Acm 線	オーステナイト相へのセメンタイトの溶解度曲線									



第1章の参考文献

- 1) 中澤崇徳, 小野和正, 星野智史, 井上吉弘, 井上洋介 : 第 57 回日本熱処理技術協会講演大会講演概要集, (2003), 47.
- 2) 市原睦夫 : 熱処理, 7, 5 (1987), 289.
- 3) 市原睦夫 : 熱処理, 9, 3 (1989), 184.
- 4) 石井伸幸 : 熱処理, 30, 5 (1990), 240.
- 5) 磯川憲二, 高田勝典, 加藤哲男 : 熱処理, 22, 3 (1982), 168.
- 6) 西山幸夫, 苧野兵衛, 岡本康治 : 熱処理, 22, 3 (1982), 168.
- 7) 長田幸雄 : 熱処理, 27, 6 (1987), 342.
- 8) 木村利光, 並木邦夫 : 熱処理, 34, 1 (1994), 18.
- 9) 阿久津幸一 : 熱処理, 30, 6 (1990), 327.
- 10) 玉本圭司, 北田智也, 舟木義行 : 熱処理, 45, 3 (2005), 329.
- 11) 米田芳之, 久保田俊夫 : 熱処理, 24, 3 (1984), 164.
- 12) 河田一喜 : 熱処理, 44, 5 (2004), 289.
- 13) 奥村 望, 岩瀬厚司 : 熱処理, 38, 4 (1998), 194.
- 14) 奥村 望 : 熱処理, 24, 5 (1984), 280.
- 15) 杉山道生 : 熱処理, 37, 3 (1997), 154.
- 16) 中外炉工業(株) : 社内報より提供.
- 17) 村上弘二 : 熱処理, 17, 5 (1977), 298.
- 18) 山口和嘉 : 熱処理, 44, 5 (2004), 301.
- 19) 森田敏之 : 熱処理, 49, 5 (2009), 237.
- 20) 井上洋介, 井上吉弘, 小野和正, 中澤崇徳 : 熱処理, 日本熱処理協会講演大会講演概要集, (2004), 1.
- 21) 内藤武志 : 熱処理, 37, 3 (1997), 127.

第 2 章 真空浸炭炉の構造および試験操業

2. 1 緒 言

2000 年以降、設備メーカーは競って真空浸炭炉の開発を行い、各社それぞれ独自の構造の炉を発表してきた^{1)~3)}。構造の大きな違いは、余剰浸炭ガスによる煤発生の問題への対処方法にある。浸炭ガスとして単結合の CH_4 や C_3H_8 から二重結合の C_2H_4 の使用を経て、現在では三重結合の C_2H_2 を採用し、炉内圧力を 1kPa 前後で浸炭処理をすることによって炉内や排気系への煤の問題は解消された。 C_2H_2 の 1kPa 以下での操業は特許⁴⁾ に抵触するため制限を受けている。浸炭技術は 5~10 年ごとに新しい技術が台頭し⁵⁾ 真空浸炭においても従来は 380Torr~500Torr(46.2kPa~66kPa)の減圧下での浸炭であったが、浸炭ガスとして不飽和炭化水素ガスの採用により高真空領域での浸炭が可能となった。この高真空下で稼働させる炉を、従来の真空浸炭炉と区別し、次世代型真空浸炭炉と呼んでいる。

真空浸炭炉において煤が大きな問題となるのは次の理由による。多くの真空炉は鋼板製の外壁を水冷して真空を保持し、内側にチャンバーを設け加熱室としている。このタイプの炉はコールドウォール方式と呼ばれ、熱源は電気を用い、外壁を通して内チャンバーのヒーターに送電している。浸炭ガスは冷えた外壁やチャンバー電極部に煤となって析出し絶縁不良を起こす。あるメーカーではこの対策として外壁にシリカチューブを通し、チューブを真空シールし内側に炭化ケイ素系発熱帯を貫通させる方式を採用している⁶⁾。この方式では、電極部は大気中であるため煤による絶縁不良の問題は解消できるが、シリカチューブの欠損という問題が生じる。別のメーカーでは電気加熱をやめ、外壁を貫通させたガス燃焼のラジアントチューブにて炉内を加熱する方式を採用している。ラジアントチューブは金属管を用いるので、浸炭され難い材質が必要となり Ni 合金のインコネルや相当品を用いるため設備コストが高くなる。

真空炉内で加熱される部品はバスケット内に整列して配置されるため、ほとんど輻射熱で加熱される。このため熱源から直接熱を受けない内側の部品は外側から順次加熱され昇温に長時間を要することになる。この問題に対しては、真空排気後に炉内を N_2 置換することにより対流加熱を利用することが考えられる。しかし、内チャンバー方式では対流によってチャンバー自体も加熱されるため、チャンバーの熱ひずみやヒーター電極部の焼損などの問題を生じる。この対策として考え出された構造が、炉外壁の内張りに直接断熱材を貼り外壁は水冷しない、ホットウォール方式である⁷⁾。この炉は通常的气体浸炭炉とほぼ同じ構造であるが、外壁は真空圧力に耐える構造となる。ホットウォール方式はラジアントチューブによる加熱となり、更に加熱効率を向上させる目的で炉内に攪拌ファンを装

備するのが一般的である。

次世代型真空浸炭炉の導入にあたり、炉の構造はホットウォール方式を採用した。ホットウォール方式を採用した理由は、(1) N_2 ガス置換および攪拌ファンによる加熱効率の向上、(2) 加熱炉内に微量の空気を送ることにより、操業中に蓄積する煤の燃焼除去が可能、(3) 炉の構造が単純で故障が少ない点、などである。

導入した次世代型真空浸炭炉について、まず性能が購入仕様を満足しているか基本的な確認試験を行なった。次いで、浸炭深さや浸炭バラツキ等の品質面については試験操業の品質結果によって評価した。これら一連の確認試験および試験操業で抽出した不具合や改善箇所はメーカーと共に改造した。なお、基礎研究には自社開発の小型実験炉を用いたので、その構造と特徴についても述べる。

2. 2 工業炉の構造・処理能力および操業要因

2.2.1 工業炉の構造と特徴

図 2.1 に本研究に用いた次世代型真空浸炭炉の外観、図 2.2 にその構造を示す。次世代型真空浸炭設備は炉本体、真空排気系および制御盤から構成される。炉本体は左側から搬入-搬出用コンベア、炉体前室（以下ベスチブルとする）、中間フードおよび加熱炉に分けられる。ベスチブルには加熱された処理品を焼入れするためのエレベータが装着され、 10 m^3 の焼入油が入れられている。焼入油を攪拌する目的で 2 基の油攪拌機（以下アジデーターとする）が装備され、プログラムコントローラ（以下プロコンとする）からの指令で回転数は制御される。中間フード内にはベスチブル側に真空扉、加熱炉側に真空断熱扉が収納され、エアシリンダーにてそれぞれの扉が上下に開閉する。

排気系は $450\text{ m}^3/\text{h}$ の油回転ポンプおよび $2070\text{ m}^3/\text{h}$ のメカニカルブースターポンプが装備されている。実測では炉内到達真空度は 24 Pa 程度であるが実操業では 65 Pa にて真空到達信号を発するので、 65 Pa で真空ポンプは停止する。

浸炭ガスの噴射ノズルは当初加熱室天井 2 ヶ所のみであったが、後述するノズル配置の最適化により最終的には炉体左右各 6 ヶ所と炉床 2 ヶ所の計 16 ヶ所とした。噴射方式はシーケンサーとプロコンにより任意に設定可能である。浸炭ガスはプロコンからマスフローメーターにて指令された流量が噴射される。なお、流量は直列配置の面積式流量計でも目視確認できる。

本次世代型真空浸炭炉の特徴は、ホットウォール方式を採用し、炉内に N_2 ガス置換時に使用する炉内攪拌ファン（以下 RC ファンとする）が装備されていることである。加熱はプロパンガスによるラジアントチューブ方式である。



図 2.1 次世代型真空浸炭炉の外観

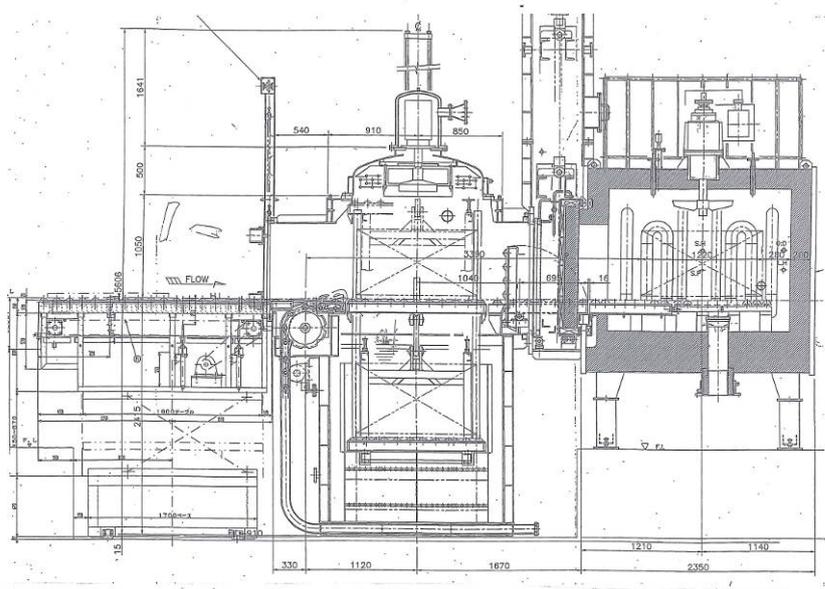


図 2.2 次世代型真空浸炭炉の構造

2.2.2 次世代型真空浸炭炉の仕様と性能

本研究に用いた次世代型真空浸炭炉の主な購入仕様を表 2.1 で示す。基本となる炉内温度分布の精度と減圧特性について仕様を満足しているか検討した。

表 2.1 次世代型真空浸炭炉の性能に係る主な仕様

項目	性能
有効加熱帯	幅 750 mmW×長さ 1200 mmL×高さ 700 mmH
使用温度範囲	1073~1323K
炉内温度分布	設定温度±10K 以内
到達真空度	65 Pa (30 min 以内) ~26 Pa (Max)
処理能力	1123K で 1000kg,1323K で 750kg
浸炭深さのロット内のバラツキ (目標)	浸炭深さ 1 mm 以下で±0.1 mm,浸炭深さ 1.5 mm 以下で±0.2 mm

(a) 炉内温度分布の測定

米国製ファーネストラッカーを用いて 750 mmW×1200 mmL×700 mmH の各隅 No.1~8 および立方容積の中心部 No.9 にφ2mm 熱伝対を配置し、データ収録器 (商品名 DATA.PAQ) に接続して炉内温度分布を測定した。設定温度は 1123K、1203K および 1323K とした。ファーネストラッカーの最大の利点は、DATA.PAQ 全体を断熱容器に収納し、高温の真空炉内に挿入し測定できる点である。図 2.3 はファーネストラッカーの外観であり図 2.4 は炉内温度分布測定状況で、これらが高温炉内に挿入される。図 2.5 は設定温度 1123K での DATA.PAQ の実測データをパソコンで処理したものである。

表 2.2 は炉内温度分布の測定結果である。炉内 9 点の温度分布は $1123\text{K}_{-2.8}^{+2.0}$ 、 $1203\text{K}_{-4.3}^{+3.2}$ および $1323\text{K}_{-4.3}^{+3.2}$ であり購入仕様である設定温度±10K 以内を十分に満足している。



図 2.3 炉内温度分布測定用
ファーンストラッカー



図 2.4 炉内温度分布測定状況

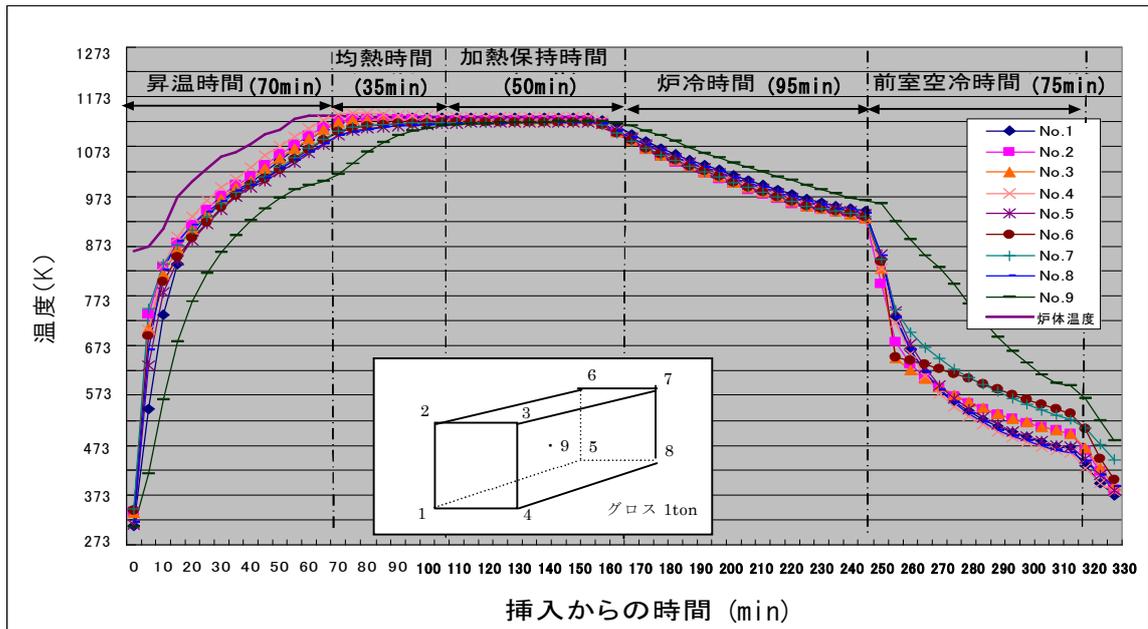


図 2.5 炉内温度分布測定結果の一例

表 2.2 炉内温度分布測定結果

プロコン 設定温度	1123K	1203K	1323K
1	1121.7~1122.0	1202.2~1203.2	1321.2~1322.3
2	1122.3~1122.5	1201.9~1202.9	1323.6~1324.5
3	1122.8~1123.0	1203.6~1204.3	1320.7~1321.6
4	1123.6~1123.9	1204.6~1205.1	1323.7~1324.1
5	1122.8~1123.0	1203.3~1204.0	1322.5~1325.1
6	1123.3~1123.7	1204.1~1204.9	1324.3~1325.6
7	1124.6~1125.0	1205.6~1206.2	1323.8~1325.2
8	1124.5~1124.7	1204.7~1205.6	1323.8~1325.4
9	1120.2~1122.0	1198.7~1199.9	1317.9~1319.1
測定結果	1123 $\begin{smallmatrix} +2.0 \\ -2.8 \end{smallmatrix}$	1203 $\begin{smallmatrix} +3.2 \\ -4.3 \end{smallmatrix}$	1323 $\begin{smallmatrix} +3.2 \\ -4.3 \end{smallmatrix}$

(b)真空減圧特性

450 m³/hの油回転ポンプで真空排気したときの炉内の減圧測定を行った。その結果を図 2.6 に示す。

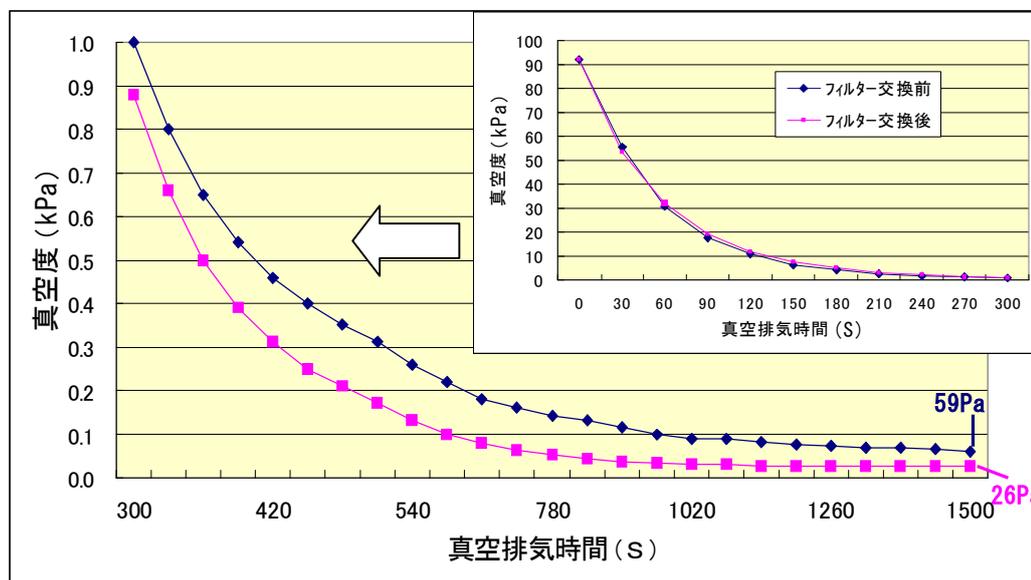


図 2.6 真空浸炭炉の真空排気特性

フィルター交換前は 59 Pa そしてフィルター交換後は 26 Pa に到達し、仕様を満足している。真空排気時間 30 min の時点で 65 Pa より高真空であれば浸炭ガス噴射の工程に進むためフィルター交換前の 59 Pa でも作業上は問題ないが、この排気速度曲線をフィルター交換の目安とする。浸炭ガス排気による煤およびタールの発生によりブースターポンプがロックされることからブースターポンプの使用は中断しているが、所定の到達真空度は確保できるため作業上および品質上の問題は生じない。

2.2.3 試験操業と問題点の抽出

次世代型真空浸炭炉の品質に係る性能の確認および問題点の抽出を目的に試験操業を行った。浸炭ガスは炉メーカーのデモンストレーション炉の実績およびガス単価が低い理由で、当初スーパーガスと呼ばれている炭化水素ガスを用いた。スーパーガスの主成分はプロピレン (C₃H₆) 60 wt%~99 wt%、プロパン (C₃H₈) 40 wt%未満の混合ガスで、一般市販品はおよそ C₃H₆ 70 wt%、C₃H₈ 30 wt%で原料によって一定ではない。対象部品として量産を予定している内の最も小さい部品であるφ15 半球形状部品 (以下半球シューとする) と最も大型部品である摺動部品用ベアリングの 2 種類を選定し、性能を評価した。摺動部品とは X-Y テーブル等に用いられ、レールとスライダーで構成される精密機械部品である。処理数量は、それぞれ半球シューは 35,000 個、ベアリングは 650 kg の最大積載

量とした。部品の整列方法に関する課題は、半球シューでは 12 段のバスケットによる浸炭処理となるため浸炭ガスの均一性の確保、ベアリングは部品同士の配列が密なため浸炭ムラの防止である。浸炭深さのロット内バラツキは、表 2.1 で示した目標に則り、半球シューでは浸炭深さが 1 mm 以下のためバラツキは±0.1 mm、ベアリングでは浸炭深さが 1.5 mm のためバラツキは±0.2 mm を目標とした。浸炭組織は、半球シューでは CD 浸炭組織、ベアリングでは共析浸炭組織を得ることを最終目標とした。両者が問題なく浸炭処理できれば実用炉としての品質に関する性能は十分といえる。

試験操業の実施期間は 2000 年 4 月以降 7 ヶ月間で計 85 回のテストを行い、この間に問題点の抽出と対策を行った。表 2.3 は代表的な試験操業結果であり、主な内容は以下のとおりである。

炉内を真空中で加熱操作した後、空炉にて 4h30 min にわたり浸炭ガスを流し（以下、シーズニングとする）炉内雰囲気浸炭操業可能か否かの判定をした（test No.1）。SCr420H 鋼をテストピースとした試験では表面硬さ 875～900HV、浸炭深さ 0.65 mm でシーズニングは完了と判断した。図 2.10 a)、b) および図 2.11 a)、b) に示すように、半球シュー（test No.3）およびベアリング（test No.12）では上段は浸炭されたが、中段および下段はほとんど浸炭されなかった。ガス浸炭では、浸炭のカーボンポテンシャルが低い場合には、処理ロット全体の表面硬さと浸炭深さが低下するのに対して、今回の真空浸炭ではガスノズルの配置が上部のみのため浸炭ガスが十分に到達しない中段や下段において局部的に浸炭ムラが発生した。特にベアリングでは 1273K×65 min の浸炭にもかかわらず下段では全く浸炭されず、ガス浸炭の浸炭挙動とは全く異なる現象となり、真空浸炭の品質保証のためには浸炭ガスの導入方法やサンプリング手法の見直しが必要であることが判明した。

浸炭バラツキの対策として浸炭ガス量の増量テストや浸炭時間の延長テスト等を実施したが、浸炭バラツキの解消には至らなかった。ガス量の増加は、製品への煤の付着（以下、スチーティングとする）と排気系へのタール物質の付着、メカニカルブースターポンプの故障をそれぞれ引き起こした。メカニカルブースターポンプの分解・点検により、ローターおよびケーシングに黒ペンキを塗布したような固いタール物質の付着によるポンプの固着を確認した。そこで、ロータリーポンプのみによる試験操業を試み 65 Pa 以下の到達真空圧力を実現でき、かつ操業上の問題も生じなかったため、test No.35 以降はロータリーポンプのみの操業とした。

中・下段の浸炭バラツキの解消策として浸炭ガスノズルの増設改造を行った。図 2.7 に 750 mmW×1200 mmL×700 mmH の治具が炉内に挿入されたときのノズル位置を示したように、当初の上部 2 本のみに対し左右計 12 本および下部 2 本を増設し、合わせて 16 本とした。図 2.8 は浸炭ガスノズル追加後の外観である。

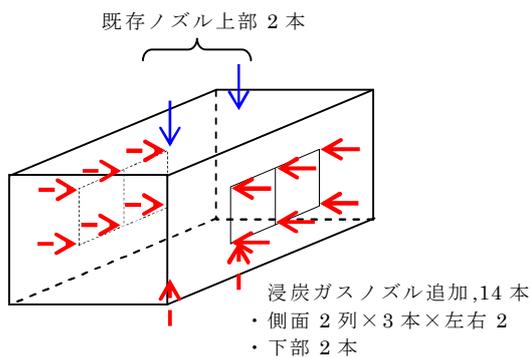


図 2.7 浸炭ガスノズル増設改造(2本→16本)



図 2.8 浸炭ガスノズル追加後の外観

ノズル改造後、ベアリングでは浸炭バラツキは大幅に改善され、表面硬さは焼戻し後 750～800HV、浸炭深さ $d=1.30\sim 1.53\text{ mm}$ 、バラツキ幅 0.23 mm となり、要求品質に対して合格水準に達した (test No.35)。一方、半球シューでは、下部ノズルからの浸炭ガスの噴射によって test No.3 に比べ中段および下段の浸炭バラツキは改善傾向にあるが、なお不十分であった (test No.40)。そこで、ガスの導入方法として、図 2.9 に示す上下噴射／左右噴射の交番方式、上部／下部＋左右の交互噴射や輪番噴射方式を試みたが、抜本的な改善にはつながらなかった。

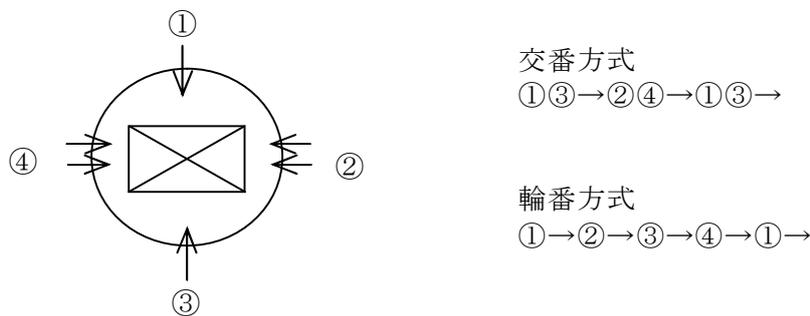


図 2.9 浸炭ガスの噴射方法

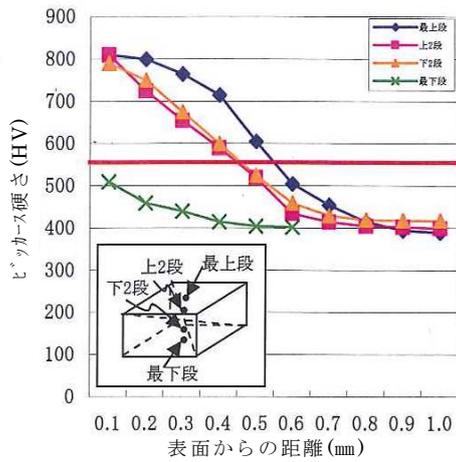
操業上の工夫により、12段バスケット治具を用いた半球シューでは、中心部の浸炭バラツキが解消できないため、スーパーガスから C_2H_2 に変更した。Test No.77 は C_2H_2 によるベアリングの浸炭結果であり、表面硬さは焼戻し後 750～800HV、浸炭深さ $d=1.47\sim 1.66\text{ mm}$ 、バラツキ幅は 0.19 mm で目標とする共析浸炭組織が得られた。半球シューでは $1203\text{ K}\times 36\text{ min}$ の浸炭時間でガス量 140 l/min、上下／左右の交番噴射によって、焼入れ表面硬さ 846～931HV、浸炭深さ $d=0.57\sim 0.65\text{ mm}$ 、バラツキ幅 0.08 mm、組織も全体にわたって CD 浸炭組織が得られた。浸炭ガス量が増加した結果、浸炭処理中の真空度は 1.1～3.5 kPa となり特許の侵害とならない⁶⁾。

以上のごとくガスノズルの増設、ガス噴射方式の最適化および C_2H_2 の採用によって品質要求水準を十分に満足する結果が得られた。

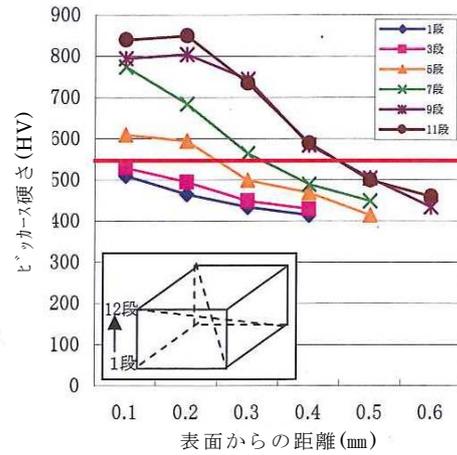
表 2.3 主な試験操業結果

記号内容 C：浸炭条件、D：拡散条件、Q：焼入条件
G：浸炭ガス条件、d：浸炭深さ(mm) HV：ビッカース表面硬さ

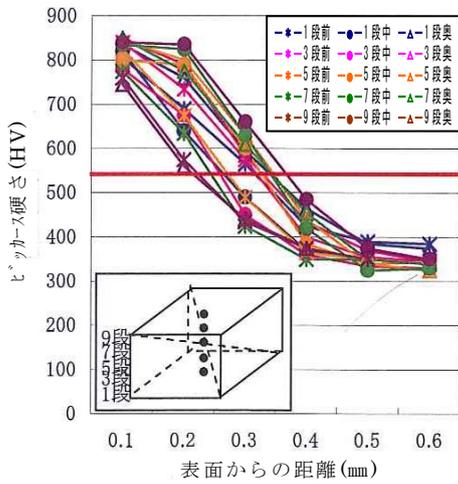
testNo.	部品名	目的	浸炭条件	結果	資料
No.1	テストピース	シズニグ完了確認 スーパーガス使用	C：1253K×30 min D：1253K×20 min Q：1123K×20 min	HV：875～900 d：0.65 シズニグ完了と判断	
No.3	半球シュー	D：0.75→0.5 ぬらい S：セメント微細化 G：C:1min+D:3.5min スーパーガス使用	C：1203K×50 min パルス浸炭 Q：1123K×60 min G：C:1min+D:3.5min	HV：500～820 d：0～0.45 中・下段バラツキ大	図 2-10 a) b)
No.12	ベアリング	浸炭バラツキの解消 シズニグの追加 スーパーガス使用	C：1273K×65 min D：1273K×75 min Q：1123K×20 min G：50ℓ×10 min、300ℓ×45 min	HV：450～870 d：0～1.5 中・下段バラツキ大	図 2-11 a) b)
中・下段の浸炭バラツキ解消不可。浸炭ガスノズルを 2 本→16 本に増設改造 (4/28～5/3)					
No.35	ベアリング	量産試作 スーパーガス使用	C：1223K×210 min D：1223K×210 min Q：1073K×40 min G：30ℓ×20 min、25ℓ×190 min	HV：750～800 (下段) d：1.35～1.53 上・中・下段バラツキは解消	図 2-11 c) d)
No.40	半球シュー	中・下段の浸炭バラツキの解消 スーパーガス使用	C：1203K×22 min パルス浸炭 Q：1123K×60 min G：C:2min+D:3.5min 75ℓ/min	HV：750～850 d：0.21～0.36 中・下段バラツキ大	図 2-10 c)
No.41	半球シュー	中・下段の浸炭バラツキの解消 スーパーガス使用	C,Q,G 条件は同上 浸炭ガスの噴射 上→下→上→下→上→下	HV：780～870 d：0.27～0.42 ガスの交番噴射効果なし	図 2-10 d)
No.74	半球シュー	浸炭バラツキの解消 浸炭時 N ₂ ガスによる希釈テスト スーパーガス使用	C：1203K×36 min 上・下/左右交番パルス Q：1123K×60 min G：スーパーガス 120ℓ/min N ₂ ガス 100ℓ/min	HV：644～938 d：0.25～0.68 N ₂ ガス希釈テスト効果なし	
浸炭ガスの変更：スーパーガス→アセチレンガス (10/1)					
No.75	半球シュー	C ₂ H ₂ による浸炭 バラツキの解消 C ₂ H ₂ 使用	No.74 条件と同じ G：C ₂ H ₂ 122.4ℓ/min	HV：793～883 d：0.44～0.63 浸炭バラツキやや大	
No.77	ベアリング	C ₂ H ₂ による浸炭バラツキの解消 C ₂ H ₂ 使用	C：1223K×193 min D：1223K×230 min Q：1073K×40 min G:50ℓ/min×10 min、25ℓ/min×30 min 12.5ℓ/min×153 min	HV：750～800 (T 後) d：1.47～1.66 浸炭バラツキ 0.19 共析浸炭組織判定：合格	図 2-11 e) f)
No.84	半球シュー	浸炭バラツキの解消 C ₂ H ₂ 使用	C：1203K×36 min 上下/左右交番パルス Q：1123K×60 min G：120ℓ/min	HV：826～880 d：0.54～0.65 浸炭バラツキ 0.11,OK CD 浸炭組織不十分	図 2-10 e)
No.85	半球シュー	CD 組織の改善 C ₂ H ₂ 使用	浸炭条件は No.84 に同じ G：140ℓ/min	HV：846～931 d：0.57～0.65 浸炭バラツキ 0.08,OK CD 浸炭組織,OK	図 2-10 f)



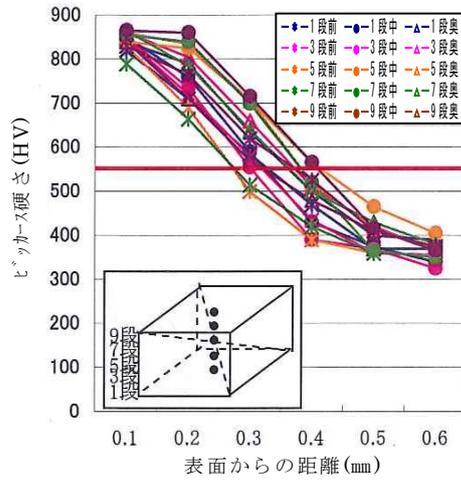
a) test No.3 半球シュー(ノズル改善前)



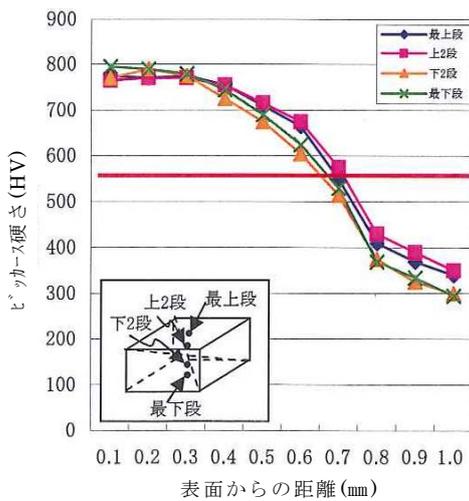
b) test No.3 半球シュー(ノズル改善前)



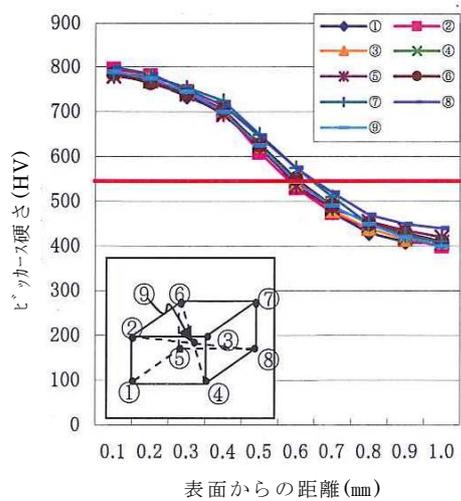
c) test No.40 半球シュー(ノズル改善後)



d) test No.41 半球シュー(ガスを交替で噴射)

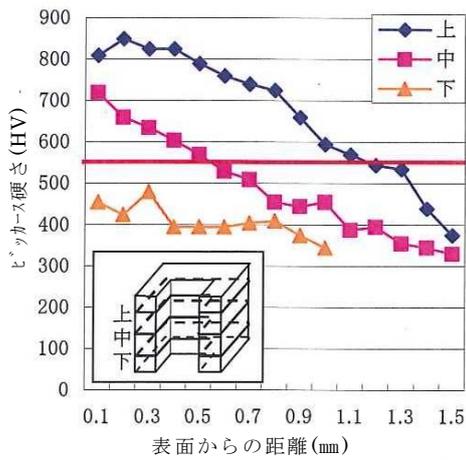


e) test No.84 半球シュー(アセチレンガス変更後)

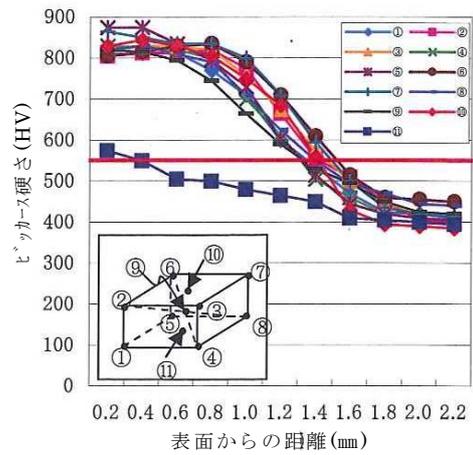


f) test No.85 半球シュー(アセチレンガス変更後)

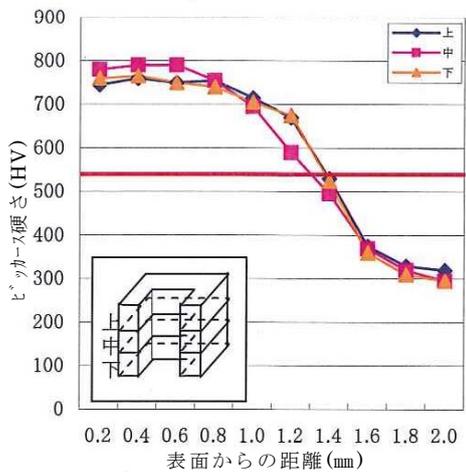
図 2.10 半球シューの硬さ分布曲線



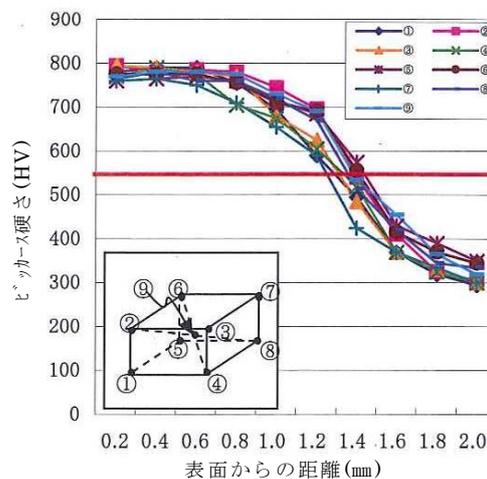
a) test No.12 ベアリング(ガス量不足による浸炭パラツキ)



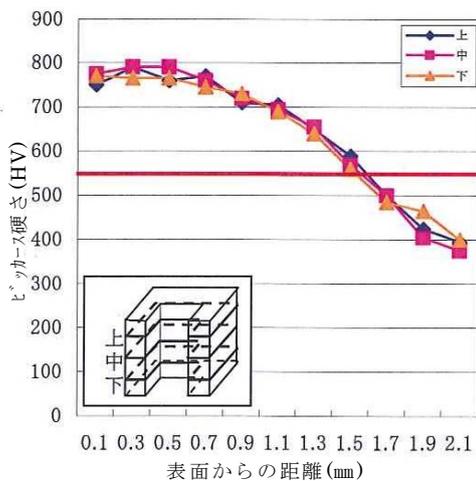
b) test No.12 ベアリング(ノズル改善前)



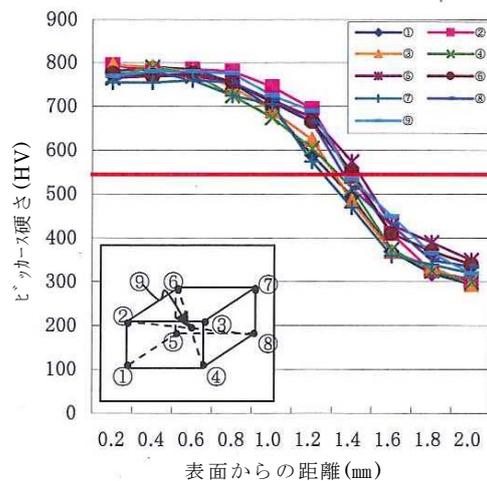
c) test No.35 ベアリング(ノズル改善後)



d) test No.35 ベアリング(ノズル改善後)



e) test No.77 ベアリング(アセチレンガス変更後)



f) test No.77 ベアリング(アセチレンガス変更後)

図 2.11 ベアリングの硬さ分布曲線

2. 3 小型実験炉の構造と操作方法

2.3.1 小型実験炉の構造と特徴

真空浸炭実験では要因解析のため多数の試験片を必要とすることから小型の試験片を使用することになる。小型試験片は、実用炉では構造が大きいため炉内搬送中の試験片温度の維持が困難となる。さらに、エネルギー費を始めとする運転経費が過大となるため小型実験炉を社内製作して研究に供することとした。設計に際し特に配慮した点は、①構造が簡単で操作性の良い横型外熱式管状炉とする、②処理室の温度精度を確保するため3室独立の温度制御とする、③炉体の温度制御とは別にマッフル内に熱電対を配置し試料の正確な温度を測定する、④浸炭処理後速やかに冷却するため入・出炉は操作棒による、などである。

本研究に用いた小型実験炉の外観と構造をそれぞれ図 2.12 および図 2.13 に示す。外熱式横型真空炉の構造は炉体、マッフル、マニホールド、操作棒、真空ポンプおよびガス供給装置で構成される。炉体は箱型形状で 550 mmW×550 mmH×1500 mmL で前室・中室・後室に分けられ、それぞれ独立に温度制御される。ヒーターには炭化ケイ素系発熱体を採用し、1373K までの任意の温度に設定できる。前室および後室は中室の温度分布の精度を高めるための予熱室で実験は中室で行う。炉内にはφ 165.2 mm、肉厚 11 mm、長さ 1700 mm の SUS310S 鋼のマッフルが装着されている。マッフルの後部にφ 21 mm×300 mmL のステンレス管が溶接され、ここから浸炭ガス、N₂、NH₃ 等のガスが導入される。マッフルの前部には水冷マニホールドが設置され試料の出し入れや処理品の冷却を行う。マニホールドには真空排気管が設けられ、1340 l/min の油回転ポンプに接続されている。マニホールド内の到達真空度は 13.2 Pa である。



図 2.12 小型実験炉の外観

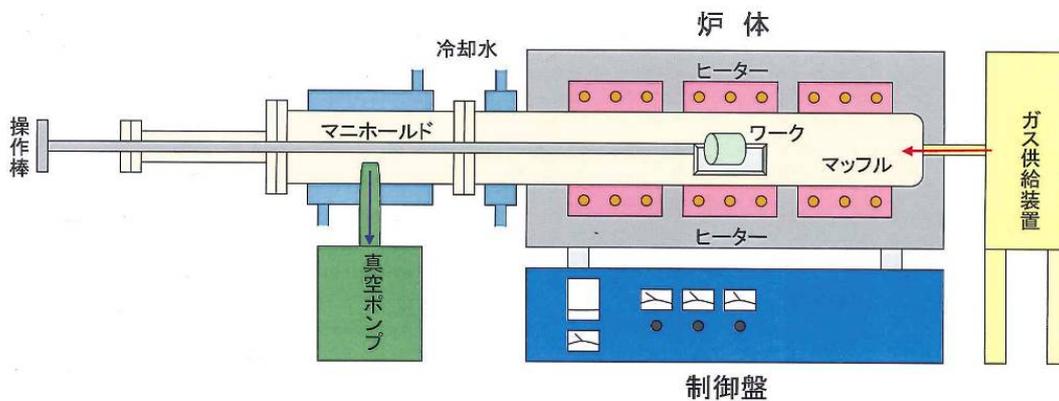


図 2.13 小型実験炉の構造

実験用試料は $\phi 130 \text{ mm} \times 400 \text{ mmL}$ のバスケットに入れ、操作棒にて移動し、加熱およびマニホールドでの冷却を行う。ガス供給装置は流量計、ソレノイドバルブ、タイマーで構成され、3系統で供給される。浸炭ガス、 N_2 、 NH_3 が配管接続されているが他のガスの接続も可能であり、多目的用途の真空炉である。

小型実験炉の特徴は、試験片の入炉と出炉に操作棒を用いることにより 1s 程度で入・出炉が可能となりタイムラグに伴う拡散による金属組織変化を最小限に抑えることができるため、実験精度が高いことである。

2.3.2 操作方法

小型実験炉を下記の方法で操作する。

- ① 炉体の温度をあらかじめ所定の温度に昇温し保持する。
- ② マニホールドのハッチを開け、 $\phi 130 \text{ mm} \times 400 \text{ mmL}$ のバスケット内に試験片をセットする。
- ③ ハッチを閉めて真空排気し、 13.2 Pa 以下の真空に達した後、排気棒でバスケットを炉体中央部まで挿入する。
- ④ 所定の温度に回復した後、浸炭ガスを炉内に導入する。
- ⑤ 処理時間が終了した時点で、操作棒を用いて水冷マニホールド部で試験片を冷却する。
- ⑥ 試験片の冷却完了を待って真空ポンプを止め試験片を取り出し終了する。

2. 4 結 言

新規導入したグロス 1 ton 処理の次世代型真空浸炭炉の実用炉としての性能を試験操業により評価した上で、目標とする製品の製造体制および品質を実現するための改造を行った。検討結果は以下のとおりである。

- (1) 炉内温度分布は 750 mmW×1200 mmL×700 mmH の有効加熱帯内で $1123\text{K}^{+2.0}_{-2.8}$ 、 $1203\text{K}^{+3.2}_{-4.3}$ および $1323\text{K}^{+3.2}_{-4.3}$ であり、購入仕様である設定温度±10K 以内を十分に満足した。
- (2) 到達真空度は 26 Pa～59 Pa で、真空排気時間 30 min の時点で 65 Pa の基準よりも高真空で仕様を満足した。
- (3) 浸炭ガスの種類は当初のスーパーガスでは品質特性を満足できず、 C_2H_2 に変更した結果、浸炭深さ 1 mm 以下および 1.5 mm 以下の場合の浸炭バラツキはそれぞれ±0.1 mm および±0.15 mm となり、目標を達成した。
- (4) C_2H_2 による真空浸炭では炉内圧力 1 kPa 以下での操業は特許⁶⁾ に抵触するが、実用炉での実測では 1.1～3.5 kPa となり特許侵害とならない。
- (5) 浸炭ガス噴射ノズルを当初上部 2 本から上下左右計 16 本に増設し、浸炭バラツキを極小化した。
- (6) 試験操業により操業上の温度、時間、ガス量およびガスの導入方法について検討し、実用炉の操業条件の算出の基礎データを得た。

第 2 章の参考文献

- 1) 杉山道生，内垣内 勝：熱処理，27，6（1987），349.
- 2) 岩田 均：熱処理，45，3（2005），125.
- 3) 河田一喜：熱処理，44，5（2004），289.
- 4) 久保田健：(株)日本ヘイズ，特許公開平 08-325701.
- 5) 内藤武志：熱処理，37，3（1997），127.
- 6) 町 哲司：熱処理，45，2（2005），80.
- 7) 関 忠：熱処理，29，5（1989），302.

第3章 SCr420H 鋼の真空浸炭に関する研究

3.1 緒言

自動車産業における燃費向上の要求と次世代型真空浸炭炉の開発によって真空浸炭処理が注目されたが、画期的な普及に至っていない。その理由として、実績を重んじる自動車産業の慎重体質とカーボンポテンシャルの制御技術が未確立で操業が難しい点があげられる。特に品質の観点から真空浸炭は耐久性の向上が期待される反面、炭化物の析出量や炭化物の形態によって部品寿命を著しく損ねる危険性がある¹⁾。このため炭化物の制御技術の確立が真空浸炭炉の普及の鍵を握ることになる。

本章では、実用炉の試験操業と並行して実施した小型実験炉を用いた真空浸炭挙動の解明などの基礎研究および真空浸炭技術の開発について述べる。第1章で紹介したように、真空浸炭における浸炭メカニズムにはいまだ定説がないため、セメントタイトの析出挙動を解明することによりCD浸炭処理技術の確立を目指す。浸炭深さに及ぼす浸炭温度と浸炭時間の影響を明らかにし、これらを数値化することにより実用炉における浸炭条件の設定データとする。前述のごとく真空浸炭においては炭化物の形態が部品寿命を大きく左右するため、炭化物を球状化し分散させるCD浸炭技術を確立し、得られたCD浸炭処理材の性状を調査し、耐久性支配因子の影響を明らかにする。

3.2 真空浸炭制御技術に関する研究

3.2.1 目的

ガス浸炭では炉内ガス成分と鋼材表面で局所平衡が成立しているため、雰囲気ガスの分圧制御で表面炭素濃度を調整することが可能である^{2), 3)}。したがってO₂センサーやCO₂分析結果に基づいて表面炭素濃度を正確に制御することができ、また表面から鋼中に侵入する炭素量は拡散方程式を使って推定することができる。しかし真空浸炭においては、浸炭メカニズム、短時間での浸炭挙動や拡散方程式に用いる代入すべき拡散係数など、未知の部分が多い。

そこで自社開発の小型実験炉を用いて浸炭実験を行い、真空浸炭における炭素侵入機構を明らかにする。次に、浸炭深さに及ぼす浸炭温度と浸炭時間の影響について調査し、得られた結果に拡散方程式を適用し真空浸炭における拡散係数を算出することにより炭素濃度分布の計算値と実測値を比較検討する。この結果に基づいて真空浸炭深さを算出するための実験式を導き、実用炉の条件設定や条件見直しに供する資料とする。

3.2.2 試料および実験方法

実験に用いた SCr420H 鋼の化学成分を表 3.1 に示す。試料は ϕ 32 mm 棒鋼を ϕ 26 mm \times 30 mmL の寸法に切削加工し、ローラーピッチング試験片と同寸法とした。試料の ϕ 26 mm 端面は # 1200 エメリー紙で研磨後バフ研磨し、浸炭処理後軽くバフ研磨することによって表面組織が観察できるよう鏡面仕上げとした。

表 3.1 供試料の化学成分(mass%)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Al	N	O
0.19	0.25	0.77	0.015	0.024	0.01	0.02	1.14	0.033	0.0061	0.0014

浸炭実験には図 2.12 で示した小型実験炉を用いた。操作手順に従い真空排気後、試料を炉内中室の中央部に挿入した。真空中で設定温度に 15 min 間加熱し、試料が設定温度に均熱されたことを確認した後、マッフル後部のガス導入口より C_2H_2 を 2 l/min 導入した。真空加熱時 13 Pa であった真空度は C_2H_2 2 l/min の導入により 264 Pa に昇圧となった。所定の浸炭処理した試料は操作棒にて直ちに引き出し、水冷マニホールドにて冷却した。

金属組織は光学顕微鏡および電子顕微鏡により観察した。組織の現出には 3% 硝酸アルコール溶液（以下ナイトルとする）を用い、炭化物の観察にはピクリン酸アルコール溶液（以下ピクラルとする）を使用した。顕微鏡組織上の炭化物量の計測にはデジタルマイクロスコープ（KEYENCE、VHX-700F）の画像解析ソフトを用いた。炭素量の測定は発光分光分析装置（島津製作所、PDA-5520 II）を用いた。炭素濃度分布の測定は試料を深さ方向に 0.1 mm ずつ研磨し、研磨面の発光分析を行い、順次くり返して深さと炭素量の間係を測定した。浸炭深さの決定は、光学顕微鏡による組織判定と発光分析による炭素濃度分布測定を併用することにより行った。

3.2.3 実験結果および考察

(a) 真空浸炭メカニズム

図 3.1 は浸炭温度 1223K で 1 min、2 min および 10 min 浸炭した場合の光学顕微鏡組織である。浸炭時間 1 min ですでに表面にセメンタイトが粒状に析出し、深さ 75 μm まで 0.8% C のパーライト組織となっている。2 min の浸炭でセメンタイトはさらに成長し、表面のおよそ 40% を覆い、深さ 125 μm までパーライト組織であり、旧オーステナイト粒界に沿って深さ 25 μm までセメンタイトが析出している。10 min では表面のおよそ 70% までセメンタイトが成長し、表面にセメンタイトの膜が形成される。この時の浸炭深さは 0.26 mm となり、0.1 mm の深さまで結晶粒界に沿ってセメンタイトが析出している。

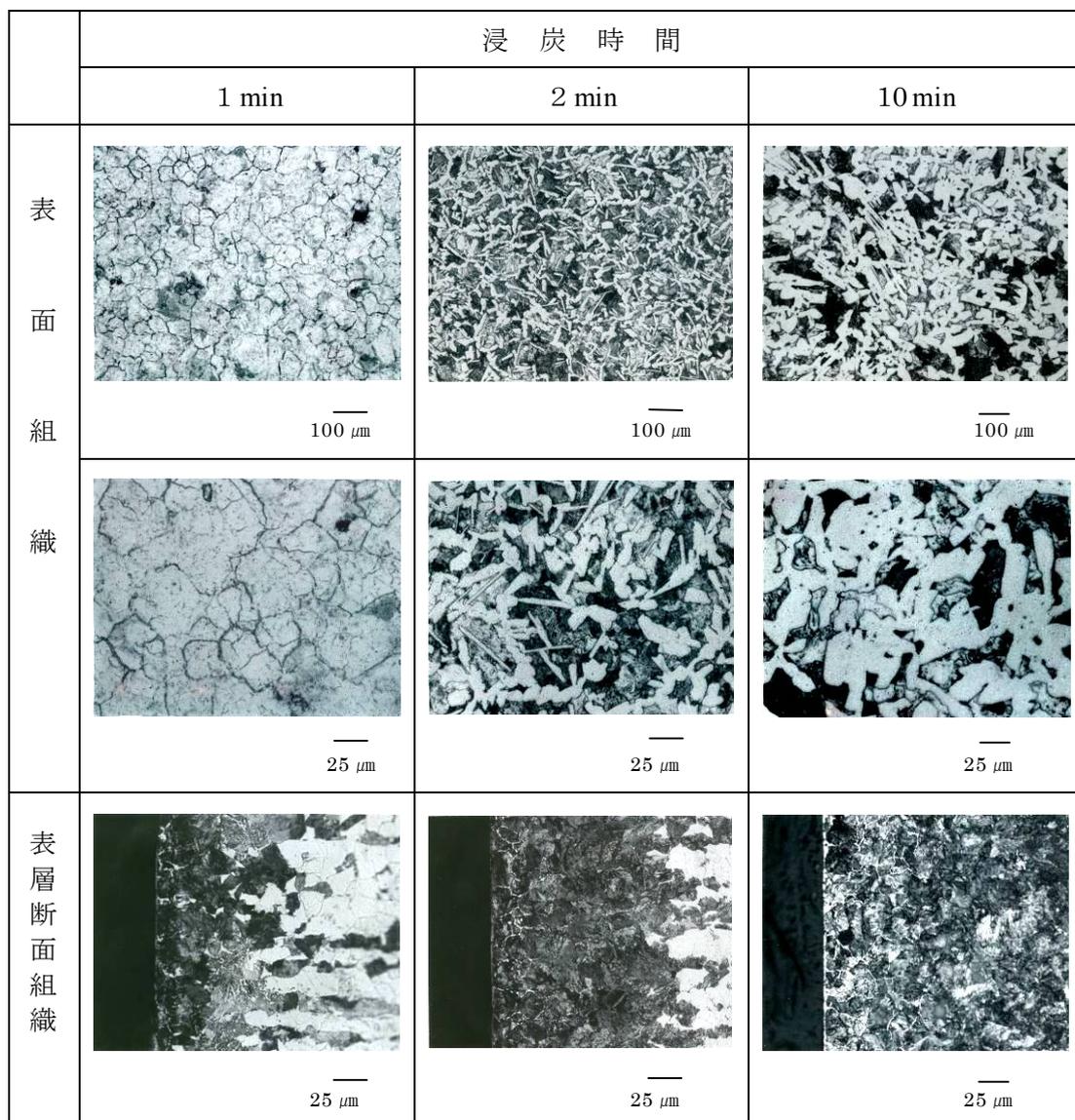


図 3.1 1223K における短時間浸炭の挙動

ガス浸炭ではカーボンポテンシャルの設定は高くても 1.2% C 程度であり、浸炭温度 1203K、カーボンポテンシャル 1.2% C でガス浸炭した場合、表面にセメンタイトが析出するには 3h~4h を要する。これに対して真空浸炭では 1223K、2 min の浸炭ですでに表面にはセメンタイトが析出し、ガス浸炭との浸炭機構の違いが示唆される。

図 3.2 は浸炭温度 1223K、浸炭時間 10 min の表面近傍の断面の電子顕微鏡組織である。表層は厚さ 2~3 μm のセメンタイトの膜で覆われている。

以上の観察結果から真空浸炭では炭素供給量が十分であれば 1 min の浸炭で表面炭素濃度は γ 相の C の溶解度曲線 (A_{cm} 線) まで達し、過飽和炭素はセメンタイトとして析出する。さらに浸炭時間と共にセメンタイトは成長し膜を形成する。

真空浸炭における炭素侵入機構を明らかにする目的で浸炭温度 1223K、浸炭時間 4h および 100h の真空浸炭処理を試みた。図 3.3 はその浸炭組織である。

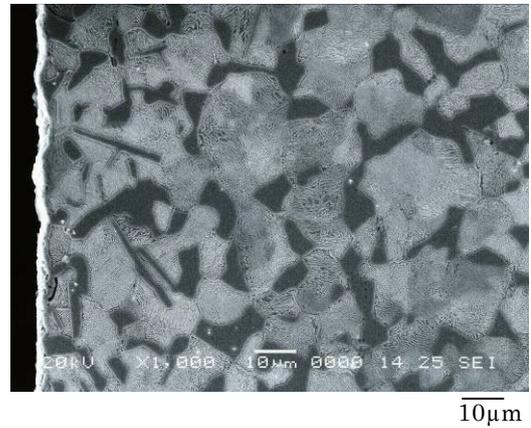
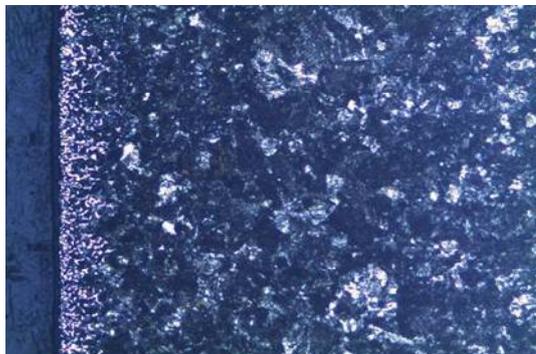
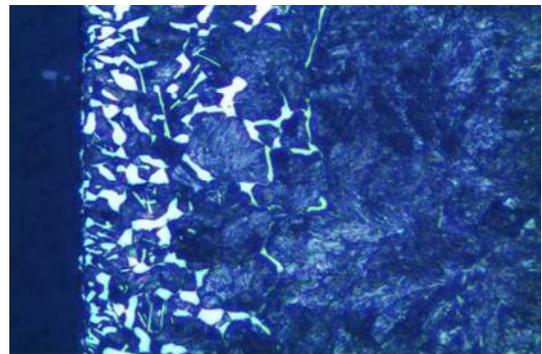


図 3.2 表層セメンタイトの膜
(腐食液：3%ナイトル)



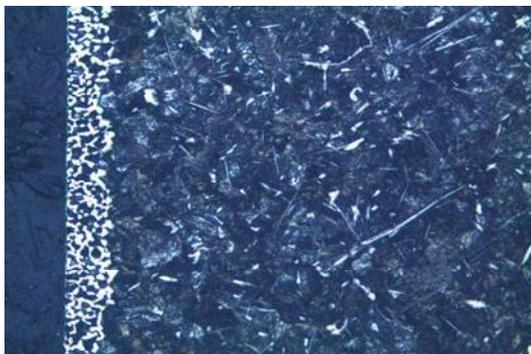
(a) 1223K×4h

50 μm



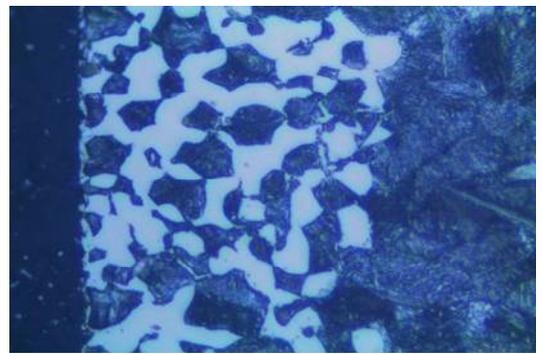
(b) 1223K×4h

10 μm



(c) 1223K×100h

50 μm



(d) 1223K×100h

10 μm

図 3.3 1223K における 4h および 100h の浸炭組織 (腐食液：3%ナイトル)

図 3.3 の(a)および(c)は 1223K でそれぞれ 4h と 100h 浸炭した組織であり、黒く観察される部分はパーライト組織、白色部分はセメンタイトである。4h および 100h とともに表面からおよそ 75 μm の深さまでセメンタイトが集積した組織が認められる。ガス浸炭における単一固相への C の拡散の場合は表面から内部に向かってゆるやかな炭素濃度勾配をとるが、真空浸炭の場合は表面下に層状の組織が観察される。この層状組織は γ 相中にセメンタイトが高密度に析出したものである。デジタルマイクロスコープによるセメンタイトの面積比は 4h では 16%、100h では 51% で浸炭時間と共にセメンタイトは増加する。セメンタイトの形態から層状組織では 1223K の浸炭温度で γ 相とセメンタイトが共存していたと考えられ、その内側は γ 相の単一相となっている。4h の浸炭で形成された層状組織は浸炭時間と共に内部に向かって拡大する。100h の浸炭処理ではセメンタイトの密度は上昇するが層状組織の厚さに変化はない。

笹木⁴⁾ は物理化学的な立場から拡散現象を解説している。図 3.4 は化合物を形成しつつ拡散する場合の化学ポテンシャルと濃度分布を示した模式図で、(a)化学ポテンシャルの分布および(b)元素 X の濃度分布である。化合物皮膜を生成する場合、元素 X がガス→化合物→金属の拡散に伴ない化学ポテンシャルは不連続に低下する。化学ポテンシャルの不連続点では元素 X の濃度は急激に変化する。さらに(b)中の $C_{I,II}$ は金属 A 中 X の飽和濃度となる。

真空浸炭現象を図 3.4 に適用すると、ガスは C_2H_2 、化合物はセメンタイトおよび金属は γ 相に相当することになる。図 3.3 の組織は最表面では C_2H_2 の界面現象に伴うセメンタイトが 2~3 μm 形成される。続いて表面から 75 μm の範囲に γ 相中に炭素濃度勾配に依存した量のセメンタイトを含む層状組織が形成される。 γ 相は単一相拡散であり、図 3.4 の模式図と合致している。 $C_{II,I}$ の濃度は 1223K における γ 相の炭素飽和値(Fe-C 系状態図におけるセメンタイトの溶解度曲線 A_{cm})で 1.25% C となる。

表面近傍の層状組織におけるセメンタイトの面積比は 1223K×4h では 15.8%、1223K×100h では 50.7% とセメンタイト量が増加している。これはセメンタイトから γ 相へ炭素が拡散しているためとも考えられるので、SCr420H 鋼の同一材料を用い、浸炭実験を

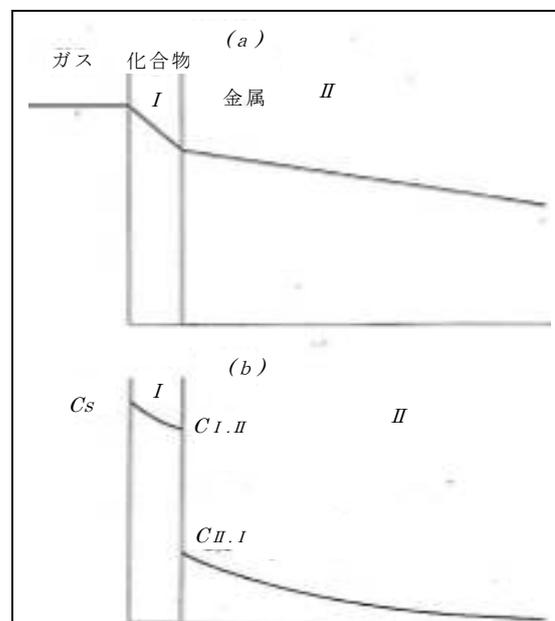


図 3.4 化合物層を形成しつつ拡散する場合の化学ポテンシャルと濃度分布 4)
(a)化学ポテンシャルの分布
(b)X の濃度分布

行った。実験には炭素の拡散距離に比較して十分に薄く、厚さ方向の炭素濃度分布を無視できる試料として板厚 0.5 mm の切断片を用い、1223K×50 h の真空浸炭を行った。

図 3.5 に光学顕微鏡組織を示す。板厚 0.5 mm で 1223K×50 h の浸炭にもかかわらずセメンタイトは 100%に達していない。

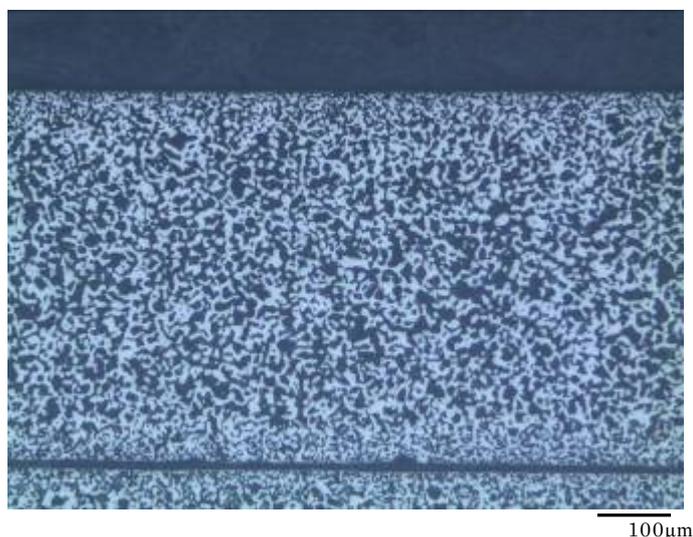
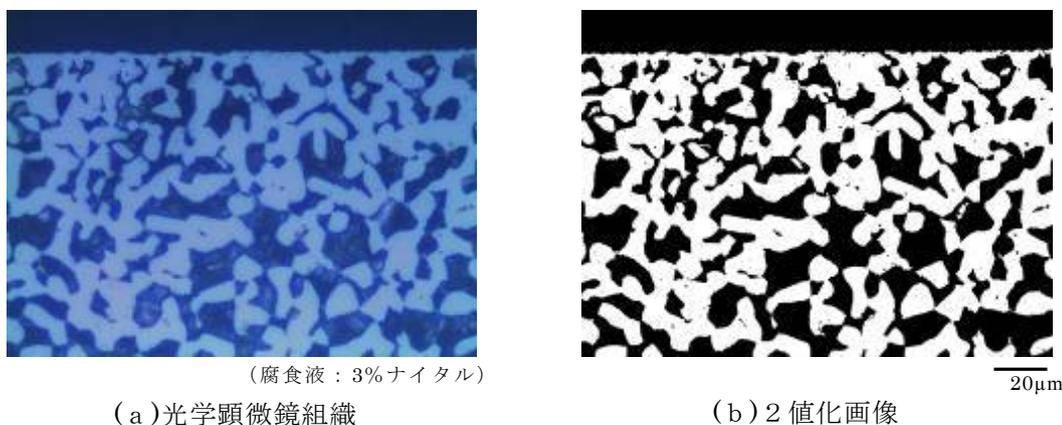


図 3.5 板厚 0.5 mm の光学顕微鏡組織 (腐食液：3%ナイトル)

図 3.6 は同一材料の 500 倍の顕微鏡組織および 2 値化画像である。デジタルマイクロスコープによるセメンタイトの面積測定ではセメンタイトの面積は 49.2%であり、1223K×100 h の 50.7%とほぼ一致した。このことから SCr420H 鋼の層状組織の炭化物量はおよそ 50%が飽和値となる。すなわち鉄-炭素系状態図において γ 相中へのセメンタイトの溶解度曲線である A_{cm} 線と 6.67% C のセメンタイトの間に、鋼中の Si や Cr 等の添加元素と温度によって平衡する相が存在することになり、森田⁵⁾ も SCr420H 鋼でセメンタイトの面積比で 49%の結果を得ている。



(a) 光学顕微鏡組織
(腐食液：3%ナイトル)

(b) 2 値化画像
20μm

図 3.6 板厚 0.5mm の光学顕微鏡組織および 2 値化画像

以上の結果を考察すると SCr420H 鋼の C_2H_2 による真空浸炭機構は次の過程で炭素が γ 相中に侵入するものと考えられる。

- ①真空中で高温の γ 相の鋼に C_2H_2 を噴射すると鉄表面で H を放出し C (黒鉛) が吸着される。
- ②真空浸炭処理材の表面は光輝状態で媒が認められないことから吸着した黒鉛は瞬時に鉄と反応してセメンタイトが生成され、2~3min でセメンタイトの膜を形成する。
- ③膜を介しておよそ $75\mu\text{m}$ の領域にセメンタイト 50%を含む層状組織を形成する。
- ④化合物であるセメンタイトが炭素の供給源となり γ 相中に炭素が侵入して浸炭される。化合物と γ 相の境界では化合物から常に炭素が供給されるために、界面における γ 相の炭素濃度は A_{cm} 線上にあり、浸炭温度における飽和炭素濃度となる。

(b) 浸炭深さに及ぼす浸炭時間と温度の影響

図 3.7 に浸炭温度 1223K で短時間浸炭した場合の浸炭深さに及ぼす浸炭時間の影響を示す。横軸は浸炭時間の平方根で表示し、それぞれ 1 min、2 min、3 min、4 min、5 min、10 min、30 min および 60 min の結果である。浸炭深さ d と浸炭時間 t の間には $d = k_T \sqrt{t}$ の関係が成立することが知られている。ここに k_T は温度に依存する比例定数である。図 3.7 で示すごとく真空浸炭では秒単位の浸炭時間であっても浸炭深さと温度時間の間には平方根則が成立し、 $d(\text{mm}) = 0.65 \sqrt{t(\text{h})}$ であった。この結果は CD 浸炭を実現するための基礎資料となる。

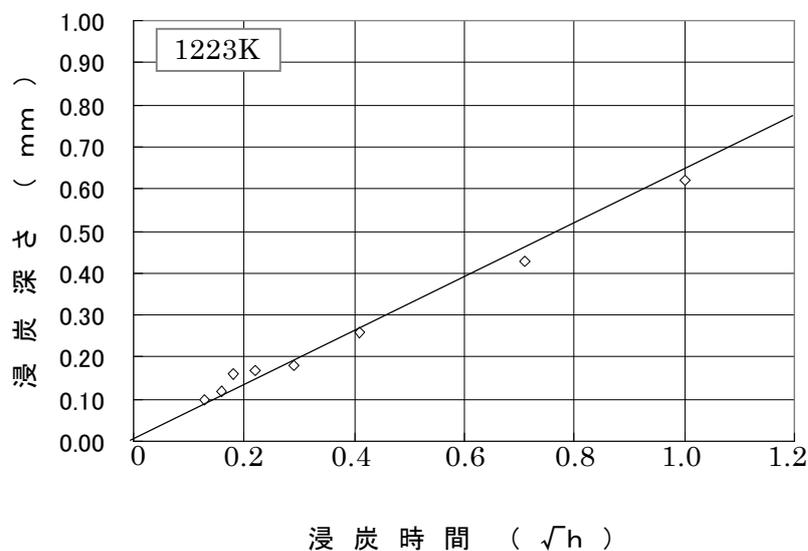


図 3.7 短時間浸炭における浸炭深さと時間の関係

図 3.8 に浸炭温度 1223K で 1h、4h、9h および 16h 浸炭した場合の浸炭深さと炭素含有量の関係を示す。浸炭時間 1h、4h、9h および 16h に対する浸炭深さはそれぞれ

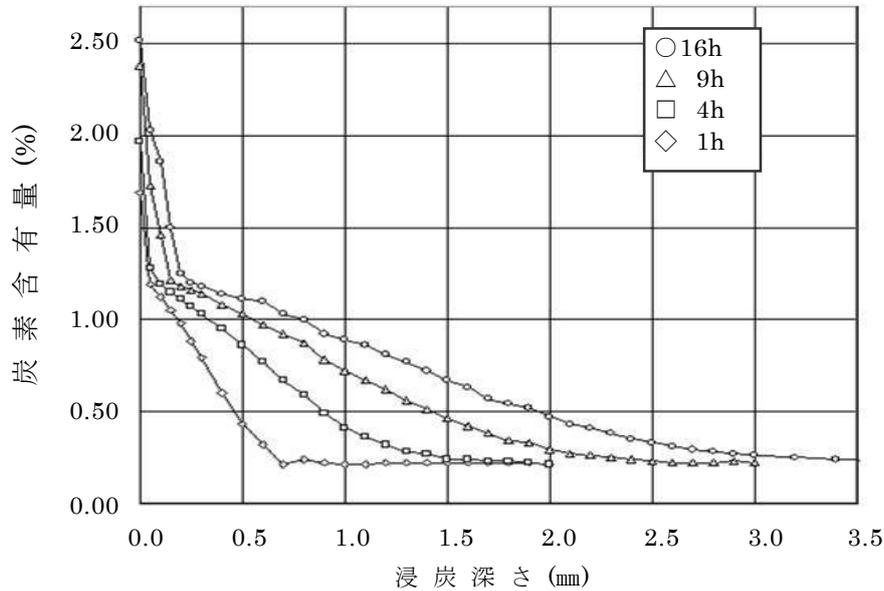


図 3.8 1223K における炭素濃度分布

0.65 mm、1.6 mm、2.3 mm および 3.1 mm である。浸炭時間と共に深くなるが表面近傍の炭素含有量は 1223K の γ 相中の炭素飽和値の 1.25% で一定である。表面近傍の炭素量、すなわち発光分光分析による最表面から放電深さ 40 μm までの平均炭素量は浸炭時間 1h、4h、9h および 16h に対してそれぞれ 1.7% C、2.0% C、2.4% C および 2.5% C で浸炭時間と共に増加し、層状組織の炭素量が浸炭時間と共に増加していることを示している。図 3.8 の結果は (a) 項で述べた C_2H_2 による真空浸炭メカニズムを裏付けるものである。

実用炉への適用を目的に浸炭挙動の数値化を計る。浸炭現象は γ 相中への C の拡散であるから、拡散方程式は Fick の第 2 法則で表される。

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial C}{\partial x} \right) \dots \quad (1)$$

ここに、 C ；炭素濃度、 D ；拡散係数である。

$t=0$ 、 $x \geq 0$ で $C=C_0$ ； C_0 は初期濃度

$t > 0$ 、 $x=0$ で $C=C_s$ ； C_s は表面濃度

の解は下式として広く知られている

$$\frac{C-C_0}{C_s-C_0} = 1 - \operatorname{erf} \left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \dots \quad (2)$$

ここで $\operatorname{erf}(x/2\sqrt{Dt})$ は Gauss の誤差関数と呼ばれ、数表として公表されている。(2) 式

で $(C - C_0) / (C_s - C_0)$ は $X / 2\sqrt{Dt}$ のみの関数であるから、 x 、 t が異なっても x / \sqrt{t} が同じならば同じ $(C - C_0) / (C_s - C_0)$ を与える。いかえれば C 一定の位置 d は時間の平方根に比例する。すなわち浸炭深さ d は

$$d = k_T \sqrt{t} \quad \dots (3)$$

の平方根則となり、Harrisの式⁶⁾となる。

(2) 式を用いて図3.8の結果を速度論的に検証する。SCr420H鋼を浸炭焼入れした場合、550HVを示す点の炭素量はおよそ0.4%である。 $C_0 = 0.19\%$ 、 $C_s = 1.25\%$ 、550HVの点として $C = 0.4\%$ をとれば $(C - C_0) / (C_s - C_0) = 0.198$ となり、Gaussの誤差関数表から $x / 2\sqrt{Dt} = 0.91$ が得られる。図3.8に示したように浸炭時間1hにおける0.4%Cの点の深さは $x = 0.55$ mmであるから、この値を代入して D を求めると $D = 2.54 \times 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{s}$ となる。拡散係数 D は温度に関して一定であるので、この D を用いて図3.8に計算値を記入した結果が図3.9である。図3.9では実測値と計算値は若干のバラツキはあるが実用可能なレベルで合致している。

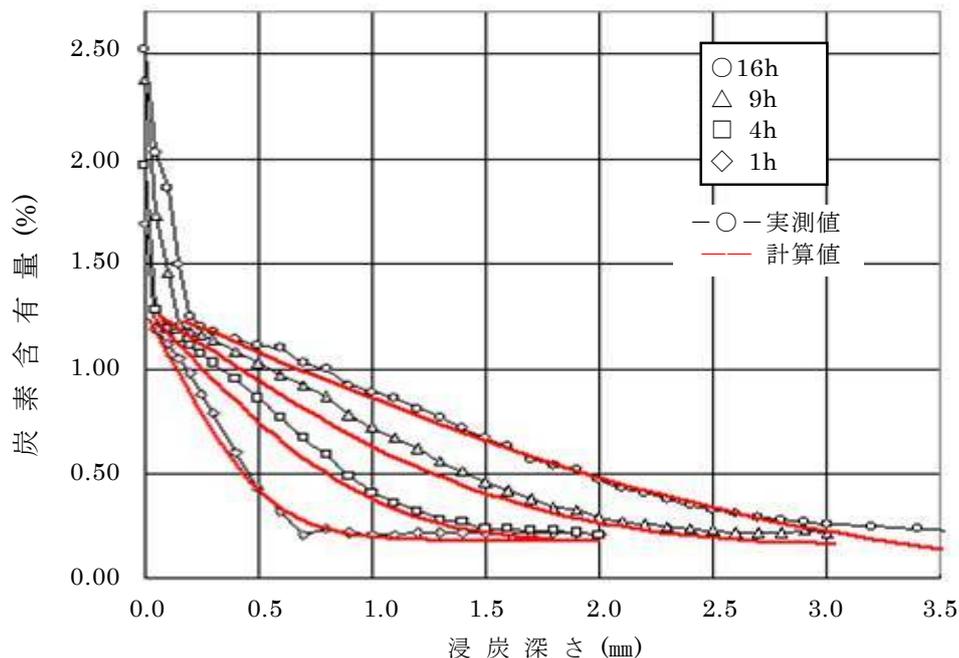


図 3.9 1223K における炭素濃度分布の実測値・計算値

同様な手法で浸炭温度ごとの拡散係数を算出することにより真空浸炭における炭素濃度の分布曲線を得ることができる。各浸炭温度での炭素濃度曲線に炭素量と硬さの関係⁷⁾を挿入することにより、浸炭層の硬さ分布曲線が推測できる。推測結果は実用炉における操業条件の事前検討の参考となるもので、電子式卓上計算機による簡便な計算によって炭

素濃度分布や硬さ分布の推測を可能にしたことに意義がある。炭素分布の予測化について、計算値と実測値が極めて良く合致したとの報告^{8)~10)}があるがいずれも独自の解析ソフトが必要なため生産現場では広く普及していない。

図 3.10 に浸炭温度ごとの浸炭深さと浸炭時間の関係を示す。この結果を平方根則に基づき評価した結果が図 3.11 である

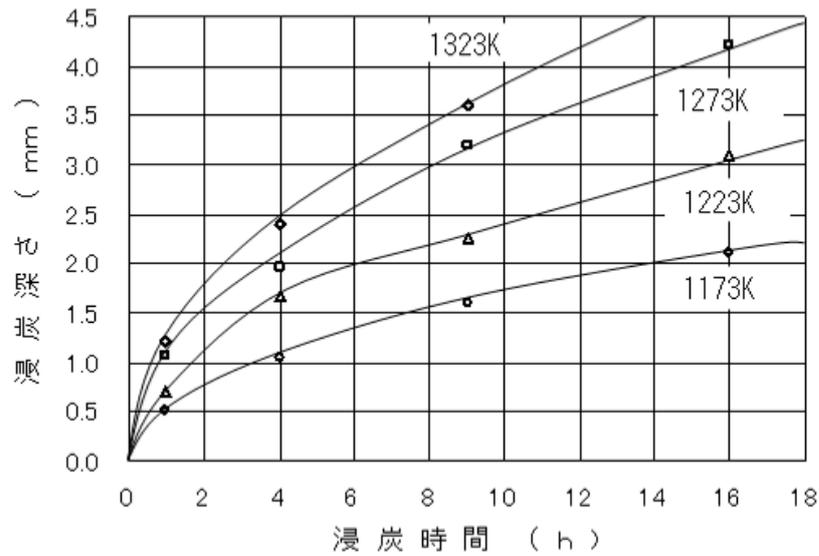


図 3.10 浸炭深さと浸炭温度・時間の関係

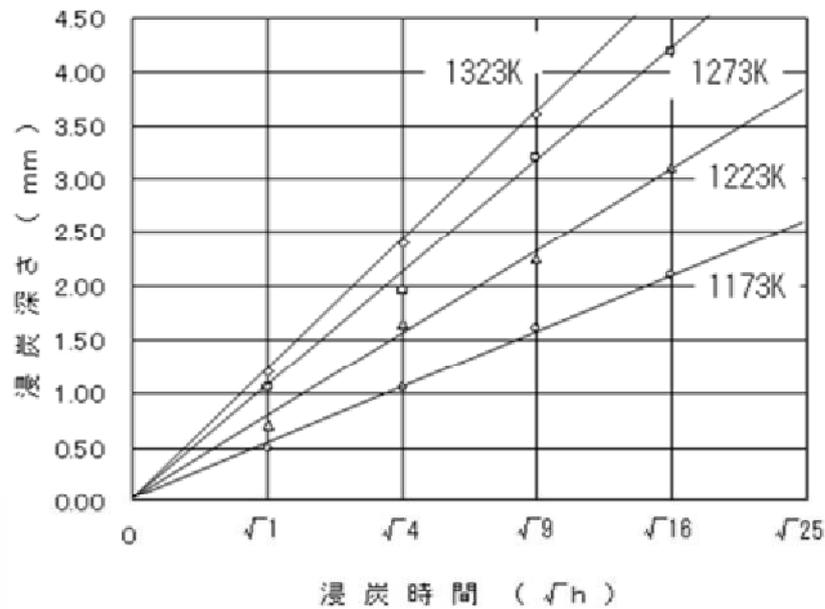


図 3.11 浸炭深さと浸炭温度・時間(平方根)の関係

(3) 式の k_T は温度に依存する定数であり炭素浸透率と呼ばれている。浸炭における拡散現象の温度依存性は Arrhenius の反応速度論にしたがうことが知られているので、

$$k_T = \alpha \exp\left(\frac{-\beta}{T}\right) \quad \dots \quad (4)$$

と書き換えられる。ここに α は頻度係数に関する比例定数、 β は拡散の活性化エネルギーに関する数値および T は絶対温度である。

図 3.11 の結果を (4) 式に基づき示した結果が図 3.12 である。この結果 C_2H_2 による真空浸炭深さ d mm の実験式として

$$d = 936 \exp\left(-\frac{8750}{T}\right) \cdot \sqrt{t} \quad \dots \quad (5)$$

を得た。ここに T は浸炭温度の絶対温度 (K) および t は浸炭時間 h である。(4) 式の β の値として関根ら¹¹⁾ はガス浸炭で 8339.9 の値を得た。本研究の真空浸炭では 8750 でありガス浸炭と大差がなかった。 β の値は活性化エネルギーに関係し熱力学的な定数に近い数値である。したがってガス浸炭法や真空浸炭法など処理方法による差がなかったものと考えられる。

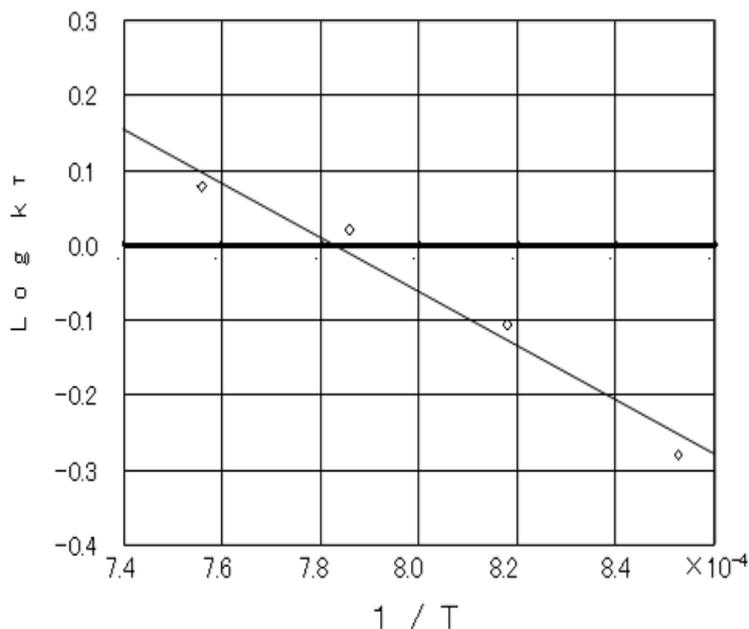


図 3.12 浸炭浸透率の温度依存性

(4) 式の α および β の値を調査した結果は表 3.2 のとおりであり、処理方法により異なる。

表 3.2 α 値および β 値

熱処理方法	α 値	β 値	文 献
真空浸炭法	936	8750	本研究
ガス浸炭法	331	7675	参考文献 12)

α 値は浸炭深さ d と一次関係にあり、ガス浸炭に比べて真空浸炭ではおよそ 3 倍となっている。このように α 値は浸炭時のカーボンポテンシャルと密接な関係があり、真空浸炭はカーボンポテンシャルが高く、ガス浸炭に比べておよそ 3 倍の高速浸炭といえる。

以上の考察から、浸炭温度と浸炭時間を与えることによって実験式から浸炭深さを求めることができ、さらに前項の炭素濃度曲線と硬さの関係より浸炭層の硬さ分布曲線の推測が可能となる。これらの資料を用いた操業条件の事前検討により、実用炉における試作開発の時間と経費の大幅な削減が可能となった。

3. 3 CD 浸炭技術に関する研究

3.3.1 目的

前項、図 3.1 で示したとおり真空浸炭において 1223K で 2min 間浸炭することにより、表面にセメンタイトの膜が生成し、表面下にはオーステナイト粒界に析出したセメンタイトが網目状に分布する。後者は高硬度・低延性のセメンタイトが連続的に分布するため金属組織学的な切欠となって機械的性質を著しく損ねる。この解決策として、一般的には真空中で拡散処理し、共析組織としている。

一方、セメンタイトを積極的に活用する方法が CD 浸炭法である。この処理は、浸炭処理材を一旦室温または 996K (Fe-C 系状態図の A1 変態点) 以下に冷却した後、焼入温度に再加熱し保持するものである。高温保持により網目状セメンタイトは、界面エネルギーを小さくする方向に界面移動が生じるため分断され球状化する。この熱処理操作によって、金属組織学的な切欠作用の緩和、再加熱によるマルテンサイトの微細化等により、耐久性が向上する。球状炭化物組織の代表とされる鋼種は軸受鋼 (例えば SUJ2 鋼) であり、軸受やベアリングとして過酷な条件下で使用されている。CD 浸炭処理により、このような軸受鋼の炭化物組織を浸炭層に形成できれば、耐久性を向上させる可能性がある。

鋼を浸炭焼入れした場合、浸炭層は高炭素となるため、Ms 点 (マルテンサイト変態開始温度) および Mf 点 (マルテンサイト変態終了温度) が低下し、Mf 点が焼入れ冷却剤温度以下になると γ 相の一部が γ_R 相となる。この γ_R 量が多くなると焼入れ硬さの低下により耐摩耗性が劣化し、さらに部品の経時寸法変化が大きくなることが知られている¹³⁾。一方、 γ_R 相は延性・韌性に富む組織であるため疲労き裂の伝播を抑制する効果があり、疲労強度を向上させるとの研究がある¹⁴⁾¹⁵⁾。従来、浸炭焼入れ組織ではセメンタイトおよび γ_R は好ましくない組織として存在しないことが求められてきた。しかし近年 CD 浸炭を始めこれらの組織を再評価する研究があり、それぞれの組織の単独評価が報告されている¹⁶⁾¹⁷⁾。本研究ではセメンタイトと γ_R の積極的な利用の可能性を検討するための準備として、SUJ2 鋼に類似した CD 浸炭組織および γ_R 20%~50% を含有する CD 浸炭組織を実現するための処理条件を明らかにする。

3.3.2 試料および実験方法

実験に用いた SCr420H 鋼の化学成分を表 3.1 に示す。試料は ϕ 32mm 丸鋼の素材をローラーピッチング試験片と同径の ϕ 26mm に旋削加工した。

真空浸炭処理は図 2.12 で示した小型実験炉を用い、真空排気後試料を炉内中室に挿入した。真空中で設定温度に 15min 間加熱し、試料を設定温度に均熱した後、真空浸炭処理を

実施した。CD 浸炭組織の実現には、2.2.3 項に記述した試験操業において優れた結果を示したパルス浸炭法を採用し、 C_2H_2 流量は先行実験において最も炭化物の球状化に適した 1 l/min に設定した。球状化のための熱処理条件として、浸炭温度は 1223K 、再加熱は $1123\text{K} \times 2\text{h}$ の一定条件とした。 γ_R を導入するための浸炭窒化処理には図 3.13 に示すガス浸炭窒化炉を用いた。焼入油は出光興産㈱のダフニークエンチ NS とし、油温 343K で使用した。

金属組織の現出には 3%ナイトルを用い、光学顕微鏡および電子顕微鏡により観察した。発光分析と平面研削を繰り返すことにより深さ方向の炭素濃度および窒素濃度を測定し、それぞれの分布曲線を作成した。深さ方向の

γ_R 量は、 $\phi 26\text{ mm}$ 円筒部の $5\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ 部分をマスキングし、電解研磨にて掘り下げながらリガク PSPC-RSF を用いて測定した。測定条件は X 線管球電圧 40KV 、管球電流 20 mA 、コリメータ径 $\phi 1\text{ mm}$ で行った。浸炭層の炭化物の分布状態の解析には画像解析ソフト Image Pro Plus および前項で使用したデジタルマイクロスコープの画像解析ソフトを用いた。画像解析は 1000 倍の写真倍率にて 0.5 mm 、すなわち $0.5\mu\text{m}$ のセメンタイトを着色し、2 値化を行なった。計数バラツキの極小化のために同一測定者とした。



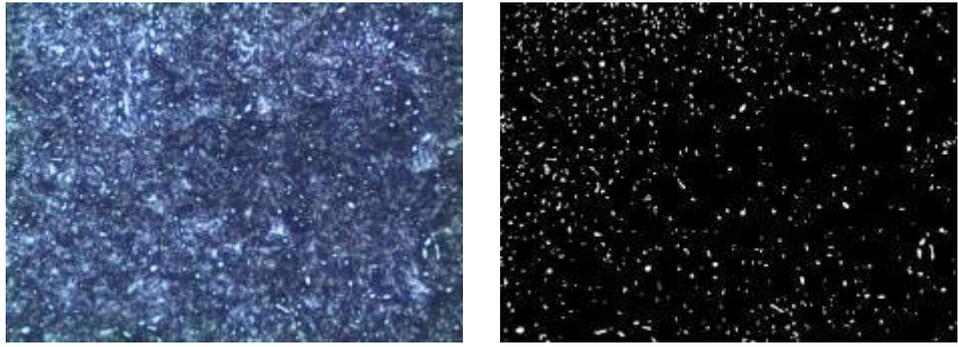
図 3.13 ガス浸炭窒化炉 Gross 1 ton

3.3.3 実験結果および考察

(a) CD 浸炭組織の判定基準

浸炭層に SUJ2 鋼に類似した CD 浸炭組織を形成することにより、耐久性を向上させ、実用部品へ展開することが本研究の目的である。そこで、CD 浸炭条件の探索に先行して、CD 浸炭組織における球状炭化物の目標を明らかにするため、SUJ2 鋼における炭化物の形状・大きさ・分布状態について調査した。

図 3.14 は $\phi 25\text{ mm} \times 100\text{ mmL}$ の SUJ2 鋼を加熱温度 1123K 、加熱時間 2h で油焼入れしたときの光学顕微鏡組織である。図中 (a) は焼入組織であり、マトリックスはマルテンサイト組織、白い粒状組織は球状セメンタイトである。図中 (b) は (a) の焼入組織をデジタルマイクロスコープにて 2 値化した解析画像であり、白い粒子は球状セメンタイトである。解析結果より $90\mu\text{m} \times 65\mu\text{m} = 5850\mu\text{m}^2$ の面積中に炭化物数は 1086 個であった。



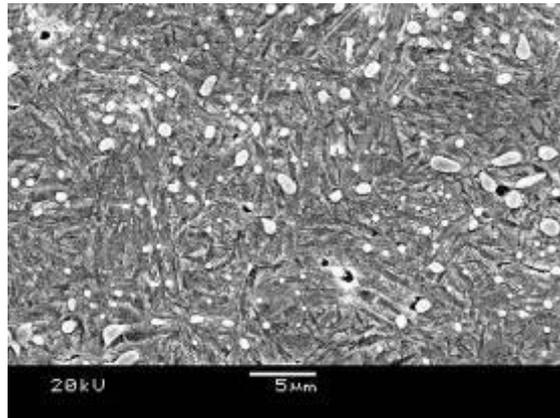
(a) 焼入組織

(b) (a)の2値化画像

10 μm

図 3.14 SUJ2 鋼の油焼入組織 (腐食液：3%ナイトル)

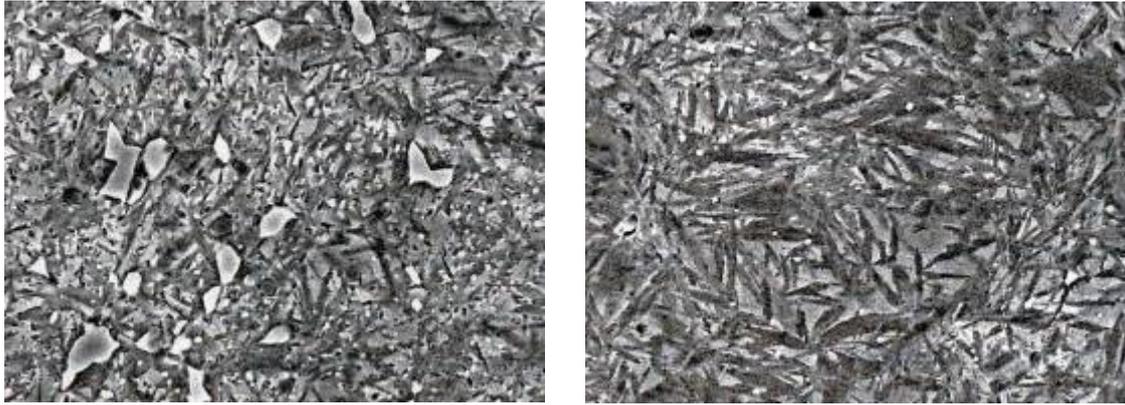
図 3.15 は同じ試料の電子顕微鏡組織である。炭化物の粒径は $0.5\mu\text{m}$ から $2.5\mu\text{m}$ の範囲にあり、最も多い炭化物は $1\mu\text{m}$ 程度と観察された。マトリックスは微細なマルテンサイト組織である。



5 μm

図 3.15 SUJ2 鋼の油焼入組織 (腐食液：3%ナイトル)

図 3.16 は同一試料において球状セメンタイトの大きさと分布状況を調査した結果である。図中 (a) は球状セメンタイト粒径が $1\sim 2\mu\text{m}$ であり分布数も多く、マルテンサイトは微細である。一方、図中 (b) は球状セメンタイト粒径が $0.1\sim 0.3\mu\text{m}$ で分布数が極めて少なく、マルテンサイトは粗大である。



(a) 球状セメンタイト粒径 1~2 μm

(b) 球状セメンタイト粒径 0.1~0.3 μm

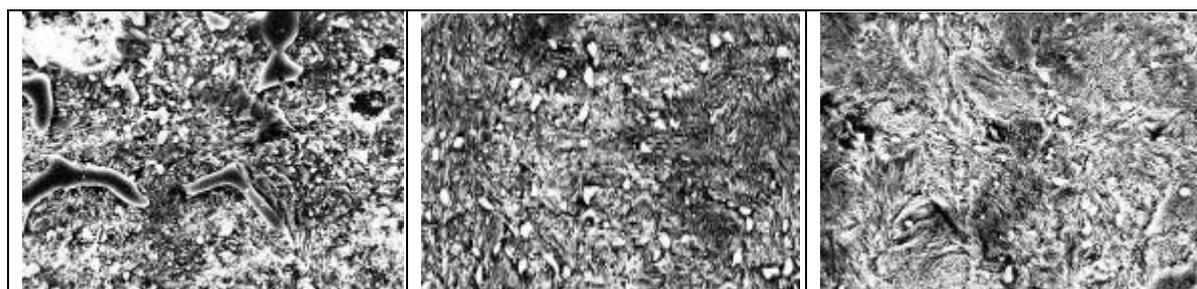
図 3.16 マルテンサイトの形態

金属は結晶構造を有し、結晶格子のうち原子密度の高い格子面を転位が移動することにより変形する。マルテンサイトの場合は体心正方晶ですべり面は(110)、すべり方向は $\langle 111 \rangle$ である。外力の方向に対してすべり面やすべり方向が合致している結晶は変形を起こし、直角方向の結晶はほとんど変形しない。その結果、結晶粒が粗大化すると変形に対する異方性が顕著となる。微細結晶粒は異方性が緩和されるため、硬くても比較的靱性を有する組織となる。したがって、マルテンサイトの微細化の観点からも CD 浸炭組織における球状セメンタイトは部品の耐久性に影響を与えることになる。

図 3.14 および図 3.15 に示した SUJ2 鋼の焼入組織を参考に CD 浸炭組織における球状セメンタイトとして具備すべき条件として下記を得た。

- ①金属組織学上の切欠対策として、セメンタイトは鋭角形状部分がなく限りなく球状である。
- ②球状セメンタイトの粒径は 0.5~2.5 μm を目標とする。
- ③セメンタイトの分布は均一で、分布密度として 5850 μm^2 中の炭化物数は 1000 個程度が目標である。
- ④全浸炭組織に対して CD 浸炭組織は 0.2mm 以上が求められる。これは部品の研磨代 0.1mm を考慮した深さである。

次に CD 浸炭組織の判定基準について検討する。パルス浸炭によってオーステナイト粒界に析出した網目状セメンタイトは、1123K×2h の再加熱処理により球状化すると同時に、一部はオーステナイト中に溶け込む。図 3.17 中の (a), (b) および (c) は、浸炭温度 1223K、パルス浸炭時間 1 min に対して、拡散時間 5 min、10 min および 13 min で浸炭後、1123K×2h 再加熱処理した組織であり、CD 浸炭組織におけるセメンタイトの析出状況を示す。拡散時間が短く網目状セメンタイト量が多い場合は (a) で示す「溶け込み不足」となって巨大セメンタイトが残留する。一方、拡散時間が長い場合は (c) で示す「溶け込み過ぎ」となり、球状セメンタイトの数と大きさが減少し、マルテンサイトも粗大である。両者の中間にあつて、前述の球状セメンタイトの具備すべき条件をほぼ満足する CD 浸炭組織を (b) で示し、「適合」と表現する。図 3.17 (b) の「適合」組織の炭化物は球状であり、炭化物の粒径は 0.5~2.5 μm 、炭化物の分布密度は 5850 μm^2 中 1192 個で SUJ2 鋼の 1086 個よりも密であるが「適合」と判定する。



(a) 溶け込み不足

(b) 適合

(c) 溶け込み過ぎ 5 μm

図 3.17 CD 浸炭組織における球状セメンタイトの析出状況 (腐食液：3%ナイタル)

(b) CD 浸炭条件の探索

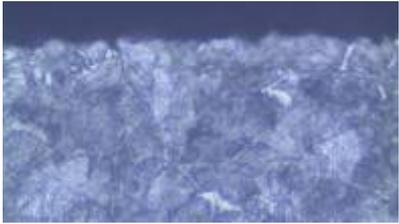
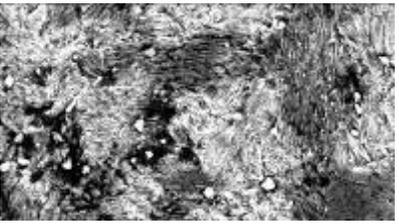
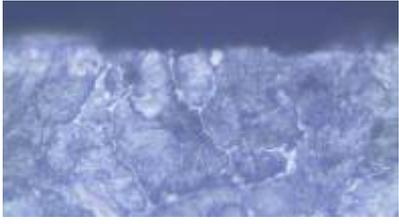
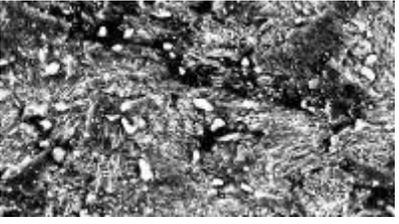
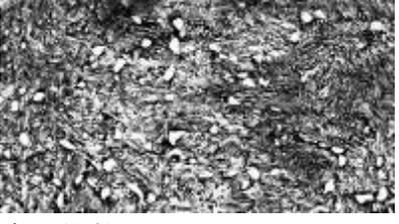
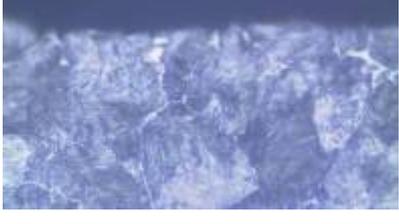
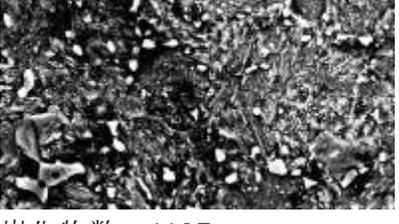
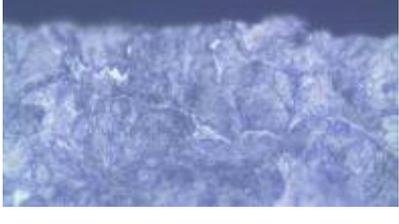
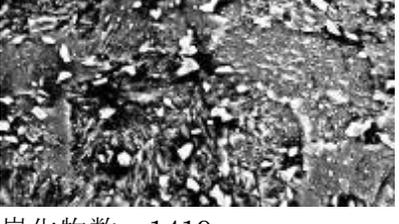
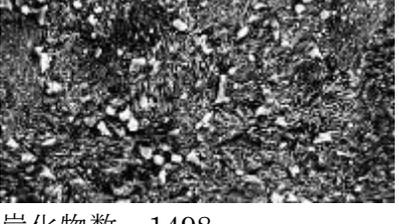
CD 浸炭組織として「適合」と判定される CD 浸炭条件の探索を行った。深い CD 浸炭組織を得るためには長時間の浸炭が必要となり、必然的に表面付近は過剰浸炭となる。深い CD 浸炭組織を実現するためには、網目状セメンタイトを粗大化させず、深く析出させることがポイントとなる。この点を考慮し、CD 浸炭条件として浸炭時間とともにパルス浸炭における拡散時間を延長した条件で CD 浸炭条件を探索した。

表 3.3 に CD 浸炭条件の探索結果を示す。浸炭時間 1h~6h に対し顕微鏡組織判定により「適合」条件を決定した。

表 3.3 CD 浸炭における適合条件の検索結果

浸炭条件 (1223K)			再加熱条件 (1123K×2h)			
時間 (h)	パルス (min) (浸炭→拡散)	浸炭深さ (mm)	球状セメンタイト		粒状セメンタイト 深さ(mm)	5850 μm^2 中の 炭化物の数
			判定			
1	1→4	0.56	×	溶け込み不足		
	1→5	0.28	○	適合	0.15	843
	1→6	0.16	×	溶け込み過ぎ		
2	1→4	0.82	×	溶け込み不足		
	1→8	0.58	○	適合	0.23	1375
3	1→5	1.00	×	溶け込み不足		
	1→7	1.00	×	溶け込み不足		
	1→8	0.94	×	溶け込み不足		
	1→10	0.60	○	適合	0.26	1192
4	1→12	0.86	○	適合	0.32	1197
5	1→13	1.00	×	溶け込み過ぎ		
	1→14	0.94	○	適合	0.35	1419
6	1→14	1.14	×	溶け込み過ぎ		
	1→16	1.08	○	適合	0.38	1498

図 3.18 に「適合」条件におけるパルス浸炭組織および再加熱後の表面より 0.1mm 付近の CD 浸炭組織を示す。各条件とも球状セメンタイト粒径は 0.5 μm ～2.5 μm の間にあり球状化している。球状セメンタイトの分布密度は表 3.3 に記載したが、浸炭時間 1h の分布密度は目標よりもやや少ない。それ以外は炭化物数 1100～1500 個/ $5850 \mu\text{m}^2$ の範囲であった。

浸炭時間(h) パルス(min)(浸炭+拡散)	パルス浸炭組織	再加熱によるCD浸炭組織 5850 μm^2 中の炭化物数
1 h (1min-5min)		 炭化物数 843
2 h (1min-8min)		 炭化物数 1375
3 h (1min-10min)		 炭化物数 1192
4 h (1min-12min)		 炭化物数 1197
5 h (1min-14min)		 炭化物数 1419
6 h (1min-16min)		 炭化物数 1498

15 μm

5 μm

図 3.18 適合条件におけるパルス浸炭組織および CD 浸炭組織 (腐食液: 3%ナイタル)

図 3.19 は、表 3.3 の結果を基に作成した球状セメンタイト「適合」時の浸炭深さと浸炭時間の関係図である。図中の () 内は浸炭時間 (min) と拡散時間 (min) である。

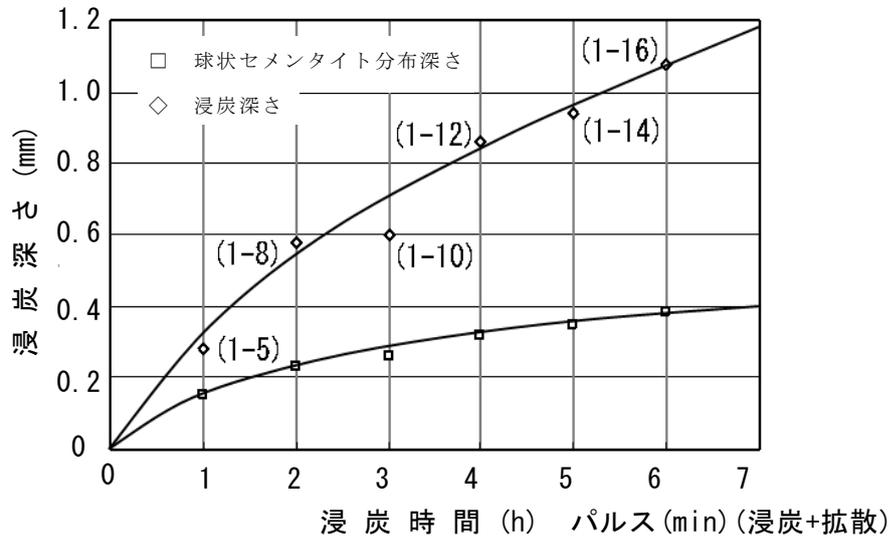


図 3.19 球状セメンタイト適合時の浸炭深さと浸炭時間の関係

浸炭時間と共に浸炭深さと球状セメンタイト分布深さは増加するが、後者の増加率は次第に低下し飽和傾向を示す。このため、深い球状セメンタイト分布深さ、すなわち CD 浸炭領域を形成することは困難となる。しかし、耐摩耗性の向上に寄与する CD 浸炭深さとして必要な 0.2 mm の値を 2 h の浸炭時間で達成できるため実生産上の問題はない。

(c) 複合 CD 浸炭条件の探索

γ_R 相を 20~50% を含んだ CD 浸炭組織を本研究では複合 CD 浸炭と名付けた。浸炭層に γ_R 相を生成する方法として、一般的には NH_3 を使用することにより NH_3 中の N を 1073~1123K の高温保持中に鉄鋼中へ浸透させる処理がある。N は γ 相領域を拡大し¹⁷⁾、C と共にマルテンサイト変態開始温度 (M_s 点) を下げる効果があるため、 γ_R 相の生成を促進する。浸炭後に NH_3 による窒化処理を行った場合、C と N は共に侵入型固溶体を形成し、原子半径が近いため、既に浸炭されている C 原子を内部に追い込む作用¹⁸⁾がある。その結果、表面付近の炭素量が減少するため、窒化処理は「適合」の CD 浸炭組織の形成条件に影響を及ぼす可能性がある。

このため真空浸炭後の再加熱時に NH_3 を添加した場合の CD 浸炭条件、すなわち複合 CD 浸炭条件の探索を行った。後述する機械的性質の試験を目的として、浸炭深さが各条件で 1 mm となるよう浸炭条件を調整した。 γ_R 量を変化させるための NH_3 の添加量はガス浸炭における実績値、すなわち NH_3 添加量 0.35 m³/h の場合、 γ_R 量およそ 30% を参考

に 0.17 m³/h、0.35 m³/h および 0.50 m³/h の 3 水準とした。浸炭温度は 1223K、C₂H₂ 流量は 1 l/min、パルス浸炭における浸炭時のパルス時間は 1 min、NH₃ 添加時の再加熱条件は 1123K×2h とした。

図 3.20 は NH₃ 添加時の複合 CD 浸炭組織の判定基準となるもので、表 3.4 の「溶け込み不足」「適合」「溶け込み過ぎ」と判定した組織である。溶け込み不足では、旧オーステナイト粒界に粗大なセメンタイトが残留し、炭化物数は 306個/5850μm²である。一方、溶け込み過ぎの組織では炭化物数は 285個/5850μm²であり数が少ない。適合組織では炭化物の粒径は 0.5~2.5μm、炭化物密度は 5850μm²中に 1123 個で球状炭化物としての具備すべき条件をほぼ満たしている。

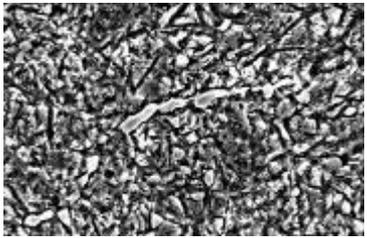
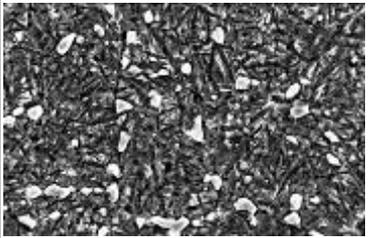
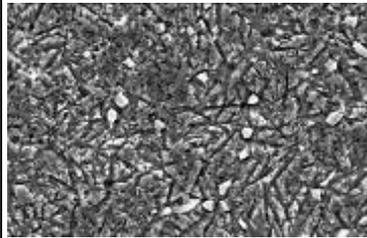
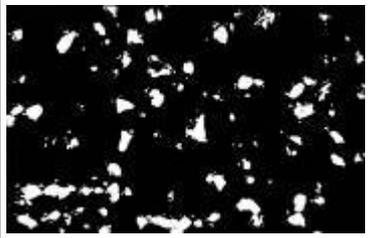
	溶け込み不足	適合	溶け込み過ぎ
電子顕微鏡組織	 5 μm	 5 μm	 5 μm
二値化画像	 炭化物数 306/5850μm ² 5 μm	 炭化物数 1123/5850μm ² 5 μm	 炭化物数 285/5850μm ² 5 μm

図 3.20 NH₃ 添加時の複合 CD 浸炭組織の判定組織 (腐食液：3%ナイタル)

図 3.21 は、図 3.20 を画像解析することにより求めた NH₃ 添加時のそれぞれの球状セメンタイトの粒径分布である。測定範囲は幅 90μm、深さは表面から 65μm の 5850μm²範囲とし、画像解析ソフト Image Pro Plus を用いた。この範囲における「適合」組織の炭化物数は 1123 個、平均粒径は 1.08μm および標準偏差は 0.48μm である。この組織での炭化物の粒径は 0.5μm~2.5μm の範囲であり、ほぼ正規分布を示す。「溶け込み不足」では炭化物数が少なく粗粒化している。「溶け込み過ぎ」では最多粒径はおおよそ 1μm であるが、炭化物数は「適合」の 1/4 程度と少ない。

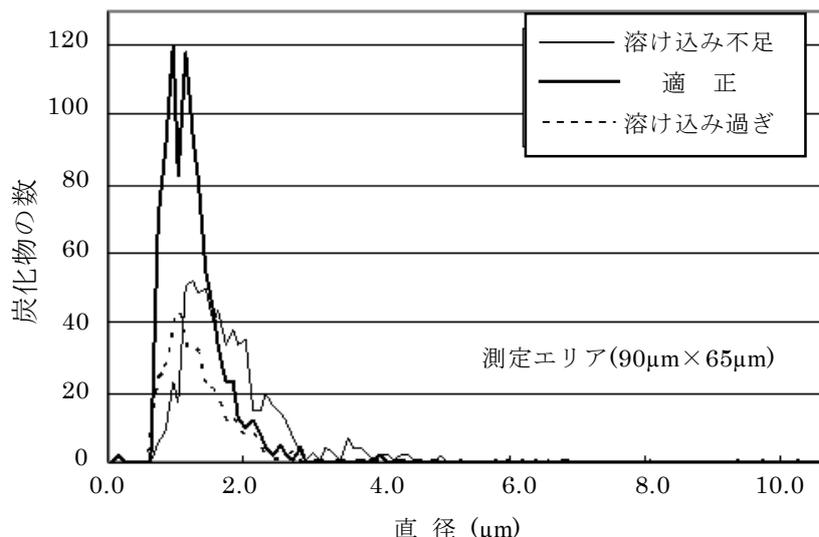


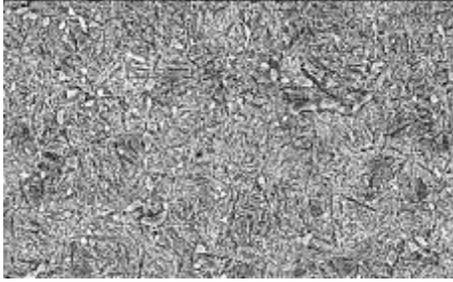
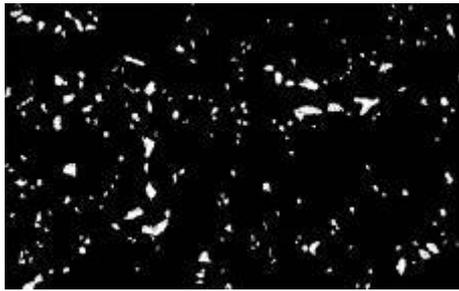
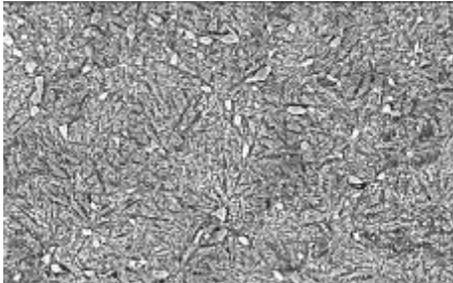
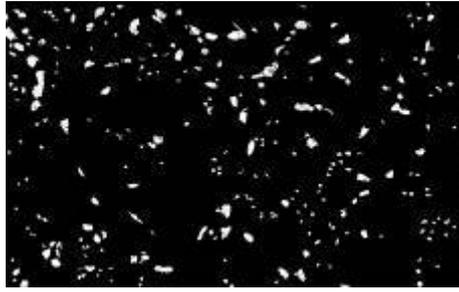
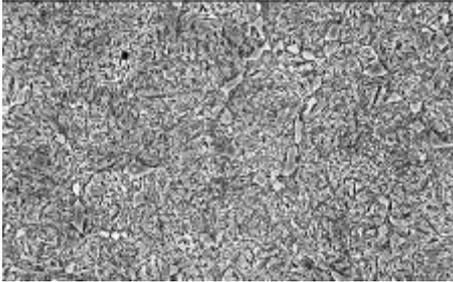
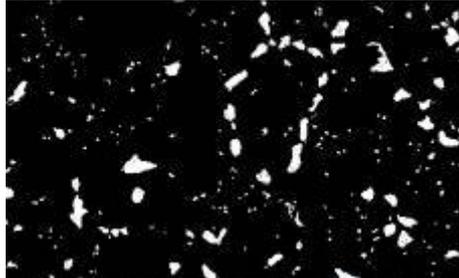
図 3.21 表面近傍の球状セメンタイトの粒径分布

表 3.4 に NH₃ 添加時の複合 CD 浸炭結果を示す。浸炭深さ 1mm の複合 CD 浸炭組織を得るために、NH₃ 添加量ごとに浸炭時間とパルス条件を検討した。NH₃ 添加量を 0.17 m³/h、0.35 m³/h および 0.50 m³/h と増加するに伴ない、「適合」組織を得るための浸炭時間は 3h、1.75h および 1.25h と短時間側に推移した。また、パルス浸炭における拡散時間は NH₃ 添加量と共に短時間側に推移した。これは、前述の NH₃ による C の内部への追い込み作用¹⁸⁾ によるものと考えられる。

表 3.4 NH₃ 添加時の複合 CD 浸炭条件

浸炭条件 1223K C ₂ H ₂ 流量 1 l/min		浸炭窒化条件 1123K×2h NH ₃ ガス流量 (m ³ /h)	球状セメンタイト の状態	90 μm×65 μm 中の 炭化物数
パルス(浸炭-拡散)min	浸炭時間(h)			
1-3	2	0.17	溶け込み不足	
1-4	1.75		溶け込み不足	
1-5	3		適合	1128
1-3	2	0.35	溶け込み不足	
1-4	1.75		適合	1455
1-5	3		溶け込み過ぎ	
1-1	1.25	0.50	適合	1270
1-2	2		溶け込み過ぎ	
1-3	2		溶け込み過ぎ	

図 3.22 は表 3.4 で示した NH₃ 添加量 0.17 m³/h、0.35 m³/h および 0.50 m³/h の「適合」判定の電子顕微鏡写真である。「適合」判定の 5850 μm²中の炭化物数はそれぞれ 1128 個、1455 個および 1270 個であり、球状炭化物の具備すべき条件をほぼ満足する。

NH ₃ 流量	電子顕微鏡組織	2 値化画像
0.17 m ³ /h		
	5 μm	5850 μm ² 中の炭化物数 1128 個
0.35 m ³ /h		
	5 μm	5850 μm ² 中の炭化物数 1455 個
0.50 m ³ /h		
	5 μm	5850 μm ² 中の炭化物数 1270 個

(腐食液：3%ナイタル)

図 3.22 NH₃ 添加時の「適合」判定の複合 CD 浸炭組織および 2 値化画像

(d) 複合 CD 浸炭組織の γ_R 量に及ぼす NH_3 添加量の影響

NH_3 の添加量を増やした場合、炉内の残留 NH_3 量が増え、窒化が促進される。前項において NH_3 を添加した条件下での複合 CD 浸炭組織の「適合」試料を作成した。

この試料を用いて γ_R 量を測定した結果を図 3.23 に示す。 NH_3 無添加の CD 浸炭組織の γ_R 量も付記した。 γ_R 量は深さ 0.02 mm で最大値を示し、その値は NH_3 添加量 0.17 m^3/h 、0.35 m^3/h および 0.50 m^3/h に対して、それぞれ 40%、45% および 50% であった。最表面近傍における γ_R 量低下の原因としては、最表面で不完全焼入層が発生することおよび内部の方が冷却速度が遅いことが 19) 考えられる。 γ_R 量は内部に向かってそれぞれ減少し、 NH_3 0.17 m^3/h の添加量では深さ 0.2 mm で γ_R 20%、 NH_3 0.35 m^3/h では深さ 0.35 mm で γ_R 20%、 NH_3 0.50 m^3/h では深さ 0.4 mm で γ_R 20% となる。一方、 NH_3 無添加の CD 浸炭では深さ 0.2 mm まで γ_R 20% 前後で一定となる。

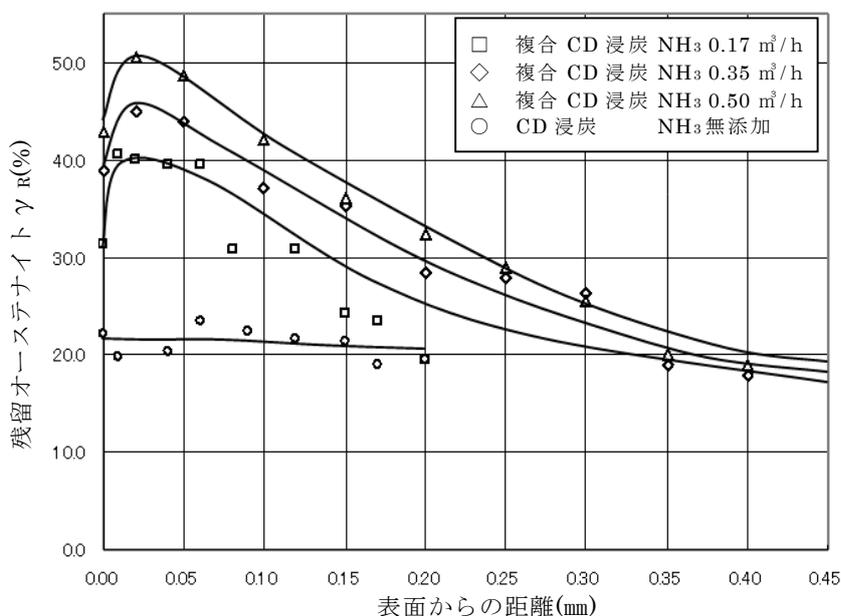


図 3.23 γ_R 量におよぼす NH_3 添加量の影響

図 3.24 および図 3.25 に「適合」組織の炭素濃度分布および窒素濃度分布を示す。図 3.24 および図 3.25 から求めた (C+N) 量と、図 3.23 の γ_R 量との関係を整理した結果が図 3.26 である。 γ_R は、C 量、N 量その他、Mn、Cr、Ni などの合金元素や焼入油の種類・油温・攪拌の強さに関係する焼入れ強烈度 (H 値) によっても左右されるが、当社実用炉で、実用範囲内に限定すれば図 3.26 から $\gamma_R = 27 (C+N)$ の実験式が得られた。三原ら 17) によれば本研究と同様に γ_R と (C+N) は一次関係にあり、本研究の $\gamma_R / (C+N)$ の勾配は三原らの結果と若干異なるがほぼ同じ傾向であると判断できる。

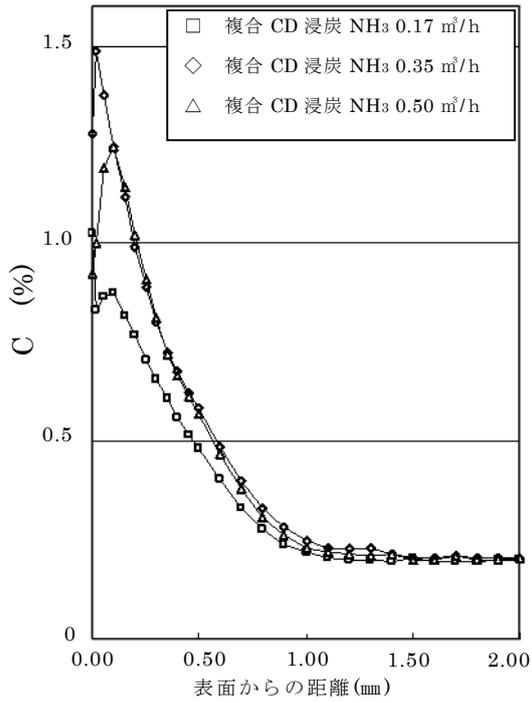


図 3.24 炭素濃度分布

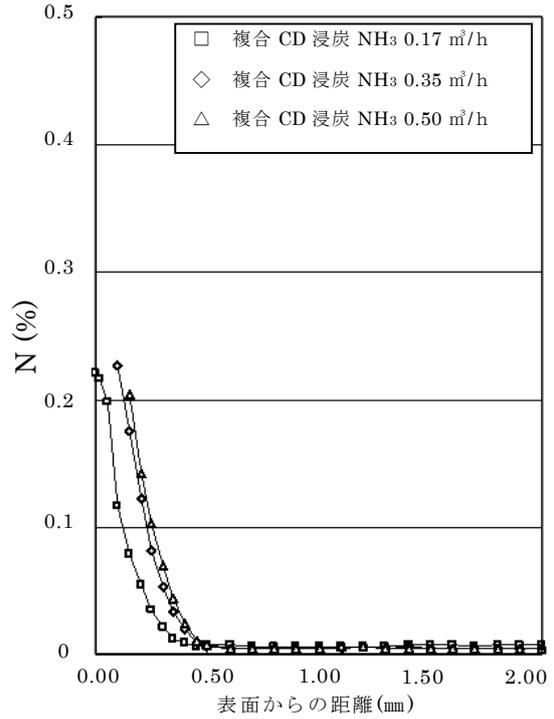


図 3.25 窒素濃度分布

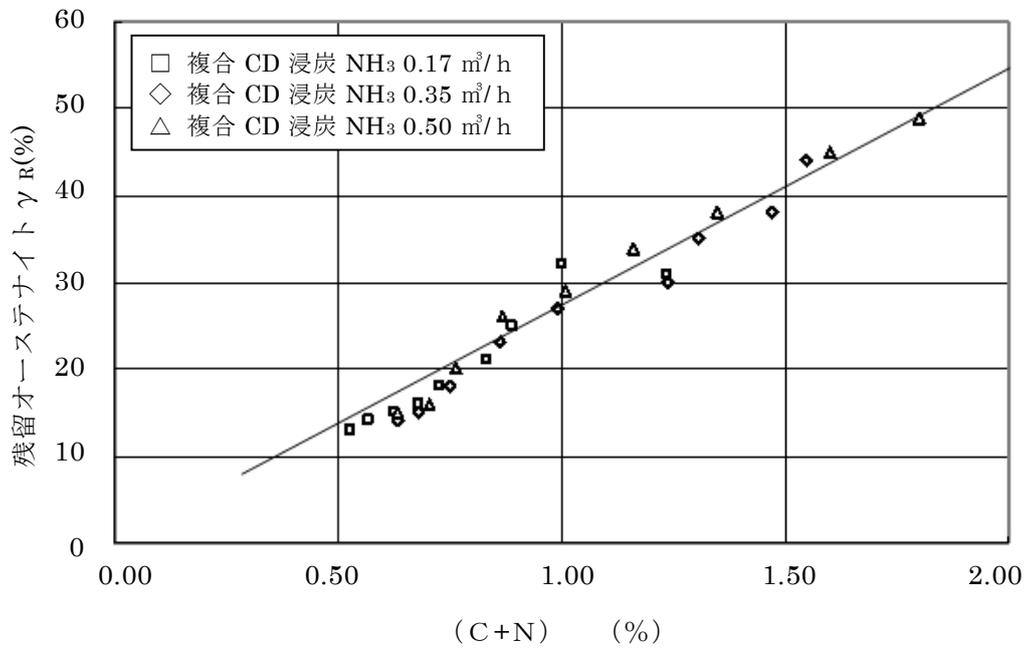


図 3.26 γ_R と (C+N) % の関係

3. 4 真空浸炭処理材の性状および機械的性質

3.4.1 目的

浸炭処理された部品の耐久性に影響する因子として

- ① 浸炭層における炭素・窒素濃度
- ② 結晶粒の大きさ、組織の緻密さ、炭化物の形状および分布状態、 γ_R 量、等の金属組織
- ③ 硬さで代表される機械的性質
- ④ 残留応力の大きさ

が挙げられる。これらが単独または相互作用として耐久性に影響を及ぼす。金属組織のうち耐久性に特に関係する因子はセメントタイトの形態と γ_R 相であり、前者については、前項において球状化技術として CD 浸炭技術を確立した。 γ_R 相に関しては、時効変形や時効割れのような時間の経過に伴う変化と焼入れ品の硬さ不足の問題がある。一方、 γ_R 相は、疲労による損傷の発生を遅らせ、疲労き裂の伝播を抑制するとの説が支配的¹⁴⁾であるが、疲労強度を低下させるという見解が従来からあり、 γ_R 相の効果については必ずしも定説がない¹⁵⁾。

浸炭焼入れにおいて、表面と芯部の炭素量の違いにより、表面にはマルテンサイト変態による圧縮残留応力が生じる。この変態応力はおおよそ 200~300MPa の程度であり、損傷発生が遅延や疲労き裂の伝播を抑制する効果は小さい²⁰⁾。損傷の遅延や抑制効果としては、 γ_R の加工誘起マルテンサイト変態に伴う圧縮残留応力が支配的となるため、ショットピーニングによる寿命の向上が行われている²¹⁾。

以上の観点から、ここでは金属組織等の諸因子が耐久性に及ぼす影響を調査する。具体的には、真空共析浸炭組織、CD 浸炭組織および複合 CD 浸炭組織の試験片を製作し、その性状を調査する。ローラーピッチング試験を始めとする疲労試験を行い、真空浸炭における耐久性の支配因子を明らかにし、30%の耐久性の向上を目的とする。

3.4.2 試料および実験方法

(a) 試料

試料は SCr420H 鋼の $\phi 32$ mm 棒鋼を使用し、その化学成分を表 3.1 に示す。浸炭焼入れ性状の調査にはローラーピッチング試験片と同径の $\phi 26$ mm $\times 30$ mmL を用いた。耐久性評価用の試験片形状および寸法はそれぞれの実験方法の項で述べる。

試料の真空浸炭処理条件を表 3.5 に示す。比較データを得る目的で実施した現時点で主流となっているガス浸炭の条件も併記した。浸炭処理には、熱処理方法ごとに図 2.1 で示

した次世代型真空浸炭炉、図 2.12 で示した小型実験炉およびガス浸炭窒化炉を用い、使用炉を表中に記載した。表 3.5 の浸炭条件は試料の浸炭深さが 1 mm、CD 浸炭組織および複合 CD 浸炭組織が「適合」組織となるよう、表 3.3 および表 3.4 の結果から選定した。浸炭焼入れ後の焼戻しは、流気式箱型電気炉を用い、全て 443K×90 min で処理した。

表 3.5 熱処理方法と熱処理条件

No	方法	条件
1	ガス共析 浸炭	<p>ガス浸炭炉 1173K</p> <p>均熱 30min 浸炭 160min 拡散 60min 1113K 30min 443K 90min 大気中冷却</p> <p>CP1.05% CP0.80% 油焼入</p>
2	真空共析 浸炭	<p>真空浸炭炉 1203K</p> <p>均熱 95min 浸炭 48min 拡散 84min 1123K 30min 443K 90min 大気中冷却</p> <p>C₂H₂ 1ℓ/min 5min→30ℓ/min 11min→15ℓ/min 32min→10ℓ/min 油焼入</p>
3	CD 浸炭	<p>実験炉 1223K 真空浸炭炉 1123K</p> <p>均熱 95min パルス 浸炭 (1+12)240min 1123K 均熱 30min 120min 443K 90min 大気中冷却</p> <p>C₂H₂ 1ℓ/min 前室 N₂ 油焼入</p>
4	複合 CD 浸炭 NH ₃ 0.17 m ³ /h	<p>実験炉 1223K ガス浸炭炉 1123K</p> <p>均熱 15min パルス 浸炭 (1+5)180min 1123K 均熱 30min 120min 443K 90min 大気中冷却</p> <p>C₂H₂ 1ℓ/min 前室 N₂ NH₃0.17 m³/h 油焼入</p>
5	複合 CD 浸炭 NH ₃ 0.35 m ³ /h	<p>実験炉 1223K ガス浸炭炉 1123K</p> <p>均熱 15min パルス 浸炭 (1+4)105min 1123K 均熱 30min 120min 443K 90min 大気中冷却</p> <p>C₂H₂ 1ℓ/min 前室 N₂ NH₃0.35 m³/h 油焼入</p>
6	複合 CD 浸炭 NH ₃ 0.50 m ³ /h	<p>実験炉 1223K ガス浸炭炉 1123K</p> <p>均熱 15min パルス 浸炭 (1+1)75min 1123K 均熱 30min 120min 443K 90min 大気中冷却</p> <p>C₂H₂ 1ℓ/min 前室 N₂ NH₃0.50 m³/h 油焼入</p>

前室 N₂ : 炉前室にて N₂ ガス冷却

NH₃ : 浸炭室化用アンモニア添加

(b) 実験方法

表 3.6 に各熱処理方法の性状調査項目および耐久性評価項目を示す。

表 3.6 性状調査項目および耐久性評価項目

熱処理方法	性状調査	耐久性評価
ガス共析浸炭 真空共析浸炭 真空 CD 浸炭 複合 CD 浸炭 ・ NH ₃ ; 0.17 m ³ /h ・ NH ₃ ; 0.35 m ³ /h ・ NH ₃ ; 0.50 m ³ /h	浸炭組織 硬さ分布 焼戻し軟化抵抗 炭素・窒素濃度分布 γ R 分布 残留応力分布	ローラーピッチング試験 回転曲げ試験 摩耗試験

(i) 浸炭組織観察

試験片を観察目的に合わせ切断し、樹脂に埋め # 1200 エメリー紙で研磨後バフ研磨した。組織の観察には 3% ナイタルおよびピクルルを用いた。浸炭焼入れ組織の調査には光学顕微鏡（オリンパス工業、PMG3）を用い、400 倍で観察した。炭化物の大きさおよび形状の調査は電子顕微鏡（日本電子、JMS-5510）を用い、3000 倍で観察した。

(ii) 硬さ分布測定

表面および断面の硬さ測定はマイクロビッカース硬さ計（アカシ製、HV-K-H1）を用い 0.3kgf の荷重にて測定した。硬さ分布曲線は、表面より 0.1mm 間隔で硬さを測定することにより作成した。

(iii) 焼戻し軟化抵抗調査

攪動部品においては接触面が高温になる場合があり、特性変化が懸念される。このため、焼戻し温度を 443K~873K まで変化させて表面硬さの低下を調査した。表面硬さの測定は、マイクロビッカース硬さ計を用い、0.3kgf の荷重にて測定した。

(iv) 炭素および窒素濃度分布

炭素および窒素濃度分布の測定は、発光分析装置（島津製作所、PDA-5520 II）を用いた。試料を深さ方向に 0.1mm ずつ研磨し、研磨面の発光分析を行い、これを順次繰り返すことにより各深さにおける C% および N% を測定した。

(v) 残留オーステナイト (γ_R) 量の測定

γ_R 量は、図 3.27 に示す微小部 X 線応力測定装置 (リガク、PSPC-RSF) を用い、CrK α 線、管球電圧 40kV、管球電流 20mA、コリメータ計 $\phi 1\text{mm}$ の条件で測定した。なお、ローラーピッチング試験時の試料ローラーの γ_R 量の測定は、所定の繰返し数毎に試験を中断し、試験ローラーを取り外し、 γ_R 量を測定した後、再び装着し試験を継続する方法で行った。



図 3.27 微小部 X 線応力測定装置

(vi) 残留応力測定

残留応力の測定は、図 3.27 で示した微小部 X 線応力測定装置を用い、 γ_R 量の測定と同一条件で実施した。試験片の 0.2mm までの深さ方向の残留応力分布の調査は図 3.28 で示す要領で実施した。ローラーピッチング試験における繰返し数と試験ローラーの表面残留応力の推移グラフは、 γ_R 量の測定方法と同様、試験中に一旦試験ローラーを取り外す方法で測定し、作成した。

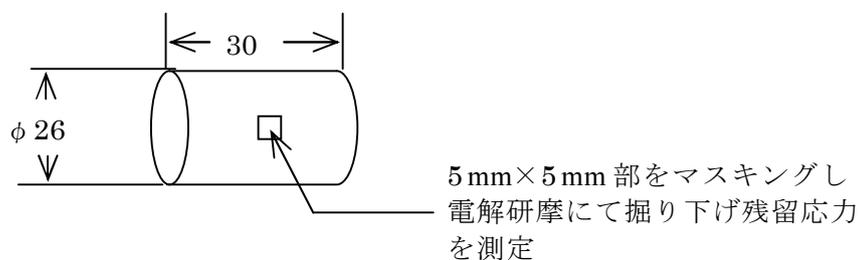


図 3.28 試験片の深さ方向の残留応力分布の測定方法

(vii) ローラーピッチング試験方法

ローラーピッチング試験には図 3.29 に示す 2 円筒式ローラーピッチング試験機（コマツ、RP201 型）を使用した。試験ローラーと加圧ローラーの構成を図 3.30 に示す。

加圧ローラーは SUJ2 鋼を使用し、外径 $\phi 130\text{mm}$ 、厚さ 18mm に加工した後、焼入れ焼戻しを行い硬さ 60HRC とした。試験ローラーと接触する外径は $R300$ の円弧となるように 0.5S で研削加工した。



図 3.29 ローラーピッチング試験機

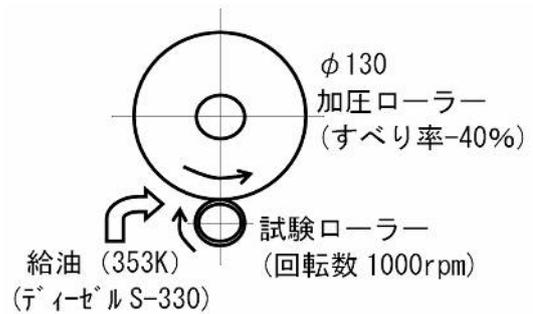


図 3.30 ローラーピッチング試験のローラーの構成

図 3.31 に試験ローラーの形状を示す。試験ローラーは表 3.5 で示した熱処理条件で処理し、試験に供した。浸炭焼入れ時、試験ローラーは熱処理に伴う曲がり変形を起こすため、軸部は $\phi 24.2\text{mm}$ に製作し、浸炭焼入れ後 $\phi 26\text{mm}$ 部と同芯となるよう研削加工し、 $\phi 24\text{mm}$ に仕上げた。

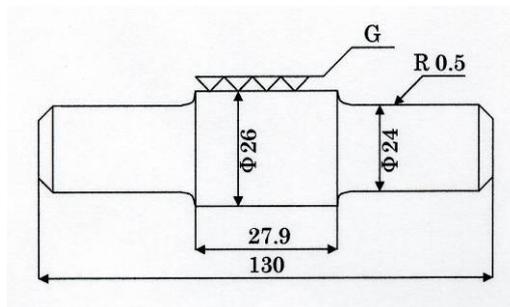


図 3.31 試験ローラーの形状

試験条件は、潤滑油ディーゼル S-330、油温 353K 、吸込側給油（図 3.30 参照）、油量 1.4 l/min 、主軸回転数 1000rpm 、すべり率 -40% 、とした。すべり率 -40% とは $\phi 26$ 試験ローラーの周速度に対して $\phi 130$ の加圧ローラーの周速度が 40% 遅いことを意味する。

試験は各試験荷重でピッチングが発生するまで行い、 1×10^7 回転を耐久限とした。

試験途中で試験ローラーを取り外し、表面き裂の発生状況を図 3.32 に示すアセチルセルローズ膜に転写するレプリカ法より観察した。

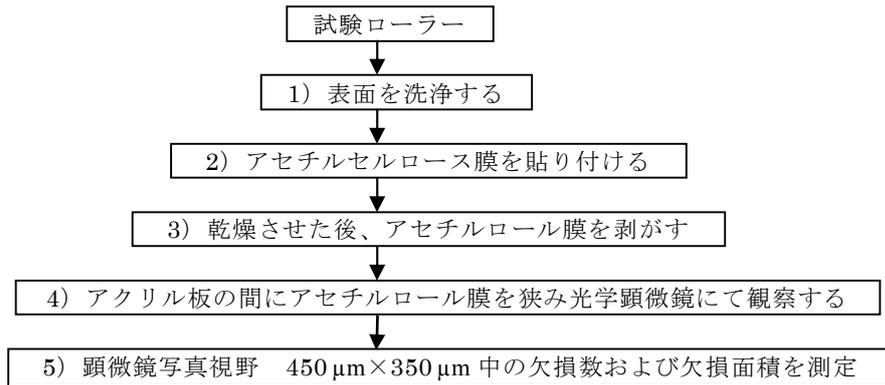


図 3.32 レプリカ観察手順および測定方法

(viii) 回転曲げ疲労試験方法

能力 100N·m の島津小野式回転曲げ疲労試験機 H7 形を用いて回転曲げ疲労試験を行った。その外観を図 3.33 に示す。

図 3.34 に回転曲げ試験片の寸法を示す。φ 18mm×80mm のシャンク部はチャックのすべり防止のため浸炭防止剤を塗布した後、表 3.5 で示す浸炭条件で浸炭焼入れ焼戻しを施した。

試験は室温 (291~296K)、回転数 3000rpm で行い、 1×10^7 回をもって耐久限とした。試験結果は S-N 線図にまとめ、熱処理条件との関係を調査した。



図 3.33 回転曲げ疲労試験機

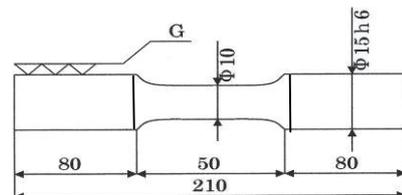


図 3.34 回転曲げ試験片

(ix) 摩耗試験方法

摩耗試験には図 3.35 に示す新東化学(株)製の H HS-2000 型の試験機を使用した。幅 15mm×長さ 40mm×厚さ 6mm の試験片を用い、試験面を # 1200 エメリー紙で研磨後バフ研磨した後、表 3.5 で示す浸炭条件で浸炭焼入れ焼戻しを行った。

摩耗試験は室温で接触子はサファイア針を使用し、垂直荷重 0.02~1kgf の各種荷重を負荷した。試験結果は摩擦係数と摩擦抵抗の測定値により評価した。



図 3.35 摩耗試験機

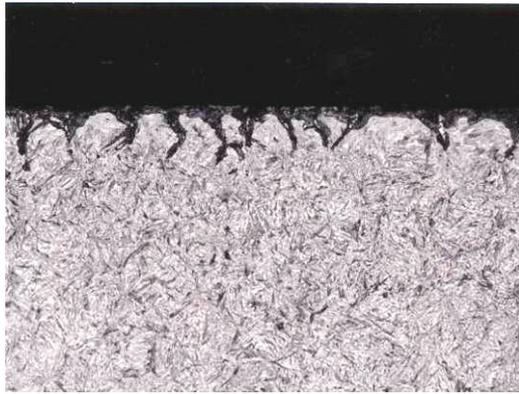
3.4.3 実験結果および考察

(a) 浸炭焼入れ試験片の性状

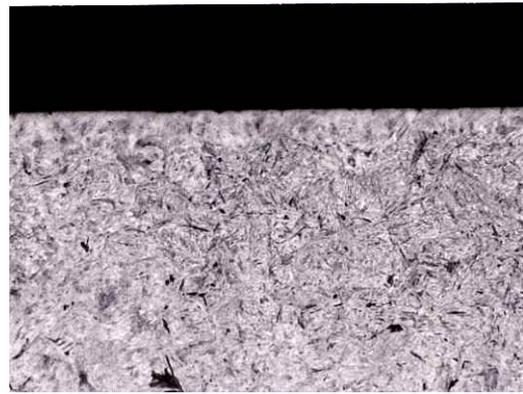
(i) 浸炭組織

表 3.5 に示す条件で熱処理した試験片の光学顕微鏡組織を図 3.36 に示す。(a) ガス共析浸炭では、表面より 15 μm の深さまでガス浸炭特有の粒界酸化による浸炭異常層が出現している。これに対して、(b) ~ (f) に示す真空浸炭処理においては雰囲気中に酸化成分がないため浸炭異常層は認められない。(a) ガス共析浸炭および (b) 真空共析浸炭では浸炭処理後、1123K の焼入れ温度まで炉中冷却し、直接焼入れしているため、マルテンサイトの結晶は標準的²²⁾ な大きさである。これに対して (c) ~ (f) に示す CD 浸炭および複合 CD 浸炭組織のマルテンサイトは非常に微細化されている。この原因としては、炭化物の球状化のための再加熱に伴うオーステナイト結晶粒の微細化、焼入れ前の固溶 C 量の違いおよび炭化物の生成に伴う界面の増加が考えられる。

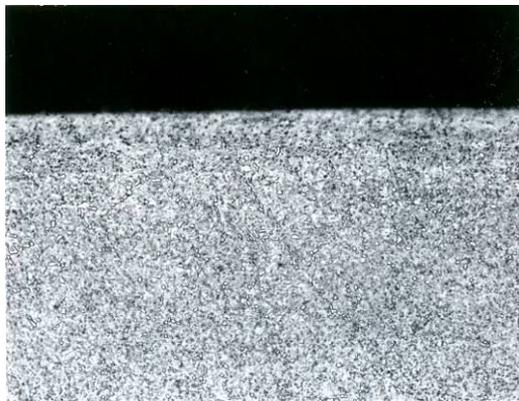
図 3.37 は、試験片の表面からの深さおよそ 100 μm における電子顕微鏡組織である。(a) に示すガス共析浸炭と (b) に示す真空共析浸炭とではマルテンサイト組織に違いは認められない。(c) ~ (f) に示す CD 浸炭および複合 CD 浸炭のマルテンサイト組織は極めて微細で (a) および (b) に示した共析浸炭とは顕著な違いがある。球状炭化物はいずれも直径 0.5~2.5 μm 程度であり、図 3.15 および図 3.18 で示した「適合」組織である。



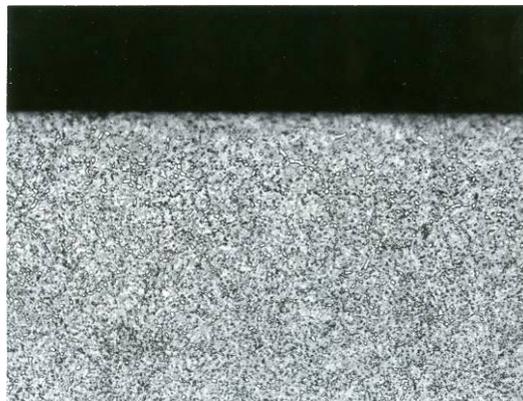
(a) ガス共析浸炭
(腐食液：3%ナイトル)



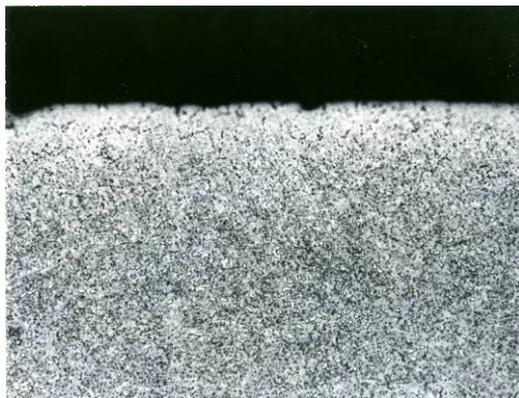
(b) 真空共析浸炭
(腐食液：3%ナイトル)



(c) CD 浸炭
(腐食液：ピ°クラム)



(d) 複合 CD 浸炭 NH_3 0.17 m³/h
(腐食液：ピ°クラム)



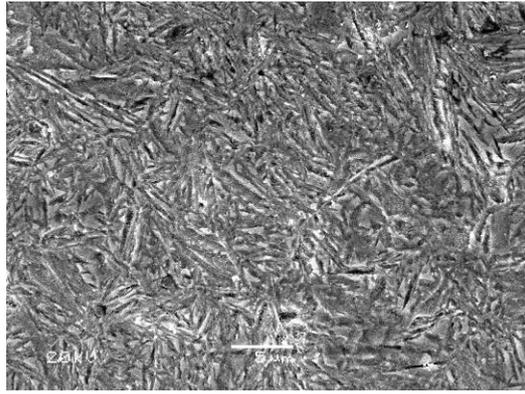
(e) 複合 CD 浸炭 NH_3 0.35 m³/h
(腐食液：ピ°クラム)



(f) 複合 CD 浸炭 NH_3 0.50 m³/h
(腐食液：ピ°クラム)

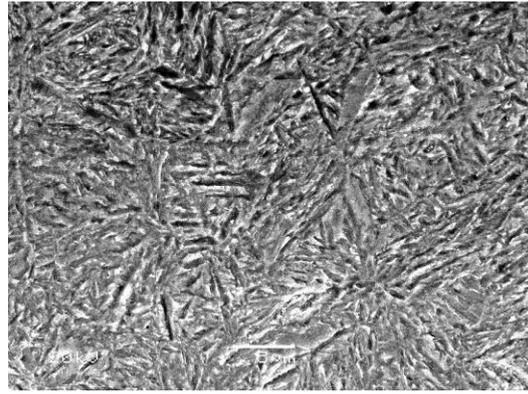
25 μm

図 3.36 浸炭焼入れ試験片の光学顕微鏡組織



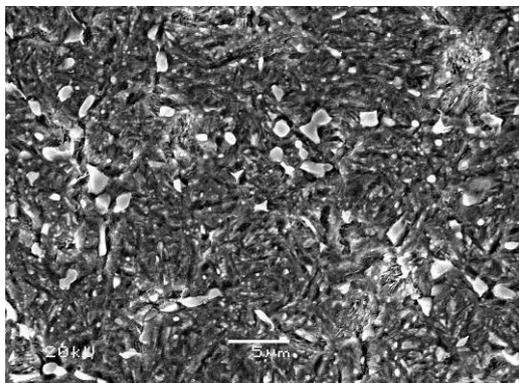
(a) ガス共析浸炭

(腐食液：3%ナイトル)



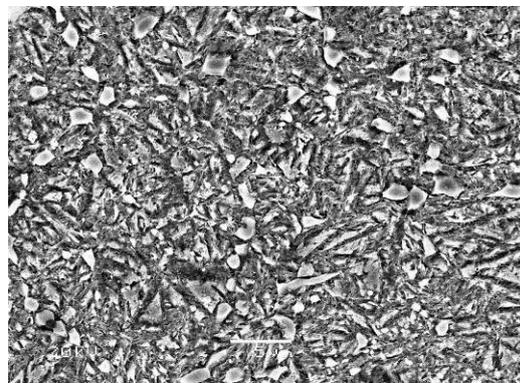
(b) 真空共析浸炭

(腐食液：3%ナイトル)



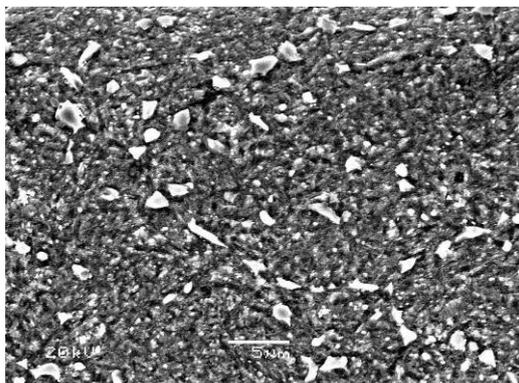
(c) CD 浸炭

(腐食液：3%ナイトル)



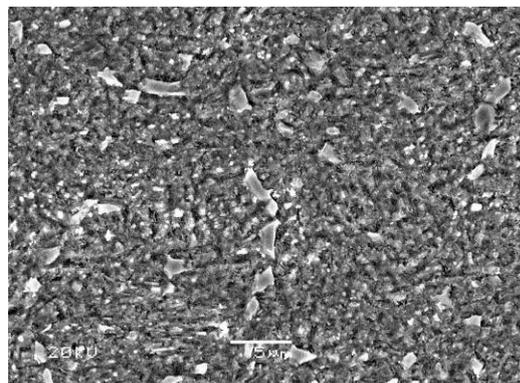
(d) 複合 CD 浸炭 NH_3 0.17 m³/h

(腐食液：3%ナイトル)



(e) 複合 CD 浸炭 NH_3 0.35 m³/h

(腐食液：3%ナイトル)



(f) 複合 CD 浸炭 NH_3 0.50 m³/h

(腐食液：3%ナイトル)

5 μm

図 3.37 浸炭焼入れ試験片の表面近傍の電子顕微鏡組織

(ii) 硬さ分布

図 3.38 は表 3.5 に示す熱処理条件で処理した試験片の硬さ分布である。浸炭深さは全ての試験片で目標の 1mm 程度であり、550HV で規定される有効浸炭深さは 0.55~0.65 mm である。

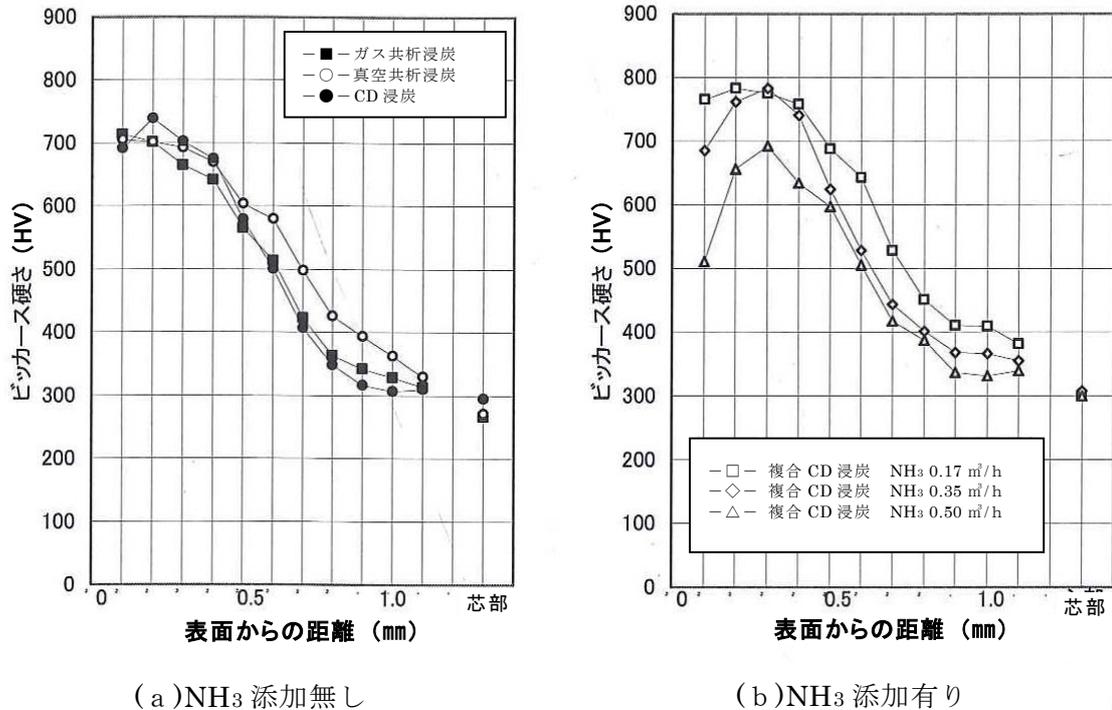


図 3.38 各熱処理条件での硬さ分布

(a) に示す NH₃ 添加無しの硬さは、深さが増すに伴ない 700HV から単調に低下し、一般的な浸炭の硬さ分布を示している。これに対し、(b) NH₃ 添加有りでは、硬さは表面部から内部に向けて上昇した後、低下に転じている。表面部の硬さは NH₃ 添加量と相関しており、NH₃ 0.50 m³/h の試験片では 510HV にまで低下している。NH₃ 量と γ_R 量が相関することから、軟質な γ_R の存在が低下原因であると考えられる。NH₃ 添加量 0.17 m³/h および 0.35 m³/h では、深さ 0.3mm のピーク位置で 780HV の高い値となり、NH₃ の添加により焼戻し軟化抵抗が高くなることがうかがえる。NH₃ 添加量 0.50 m³/h においてもピークが観察されるが、 γ_R 量が多いため硬さの上昇は抑えられている。

(iii) 焼戻し軟化抵抗

部品は使用中の摩擦熱や使用環境によって規定外に昇温し、表面硬さが低下することがある。一般的に焼入れ品は焼戻し温度が高くなるに伴ない硬さが低下するが、浸炭における炭素量や窒素量によって低下の割合が抑えられる場合があり、これを焼戻し軟化抵抗と

呼んでいる。

図 3.39 は、各浸炭条件で処理した試験片の焼戻し特性である。ガス共析浸炭および真空共析浸炭では同じ焼戻し特性を示し、焼戻し温度の上昇に伴ない硬さは単調に低下する。CD 浸炭についてもほぼ同じ傾向で硬さは低下するが、前 2 者よりも各温度で硬さの低下は抑えられており、高濃度の炭素により焼戻し軟化抵抗は高くなる。

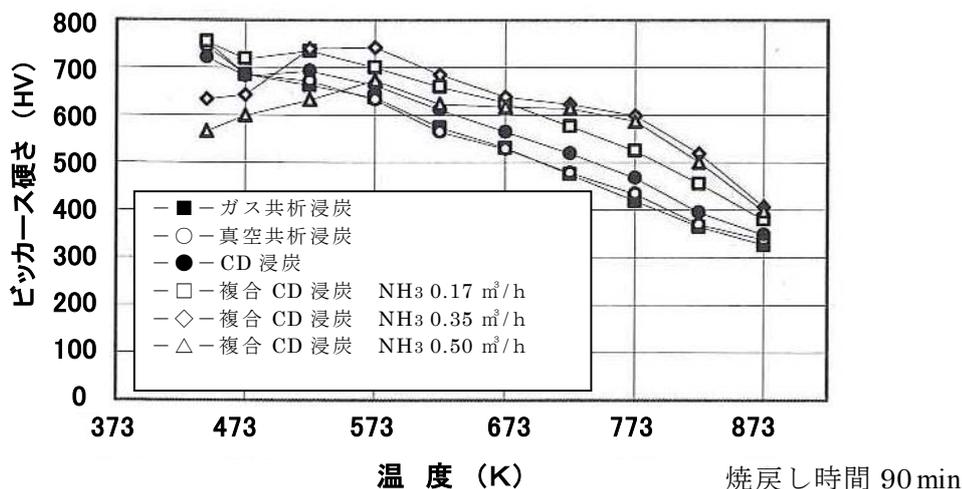


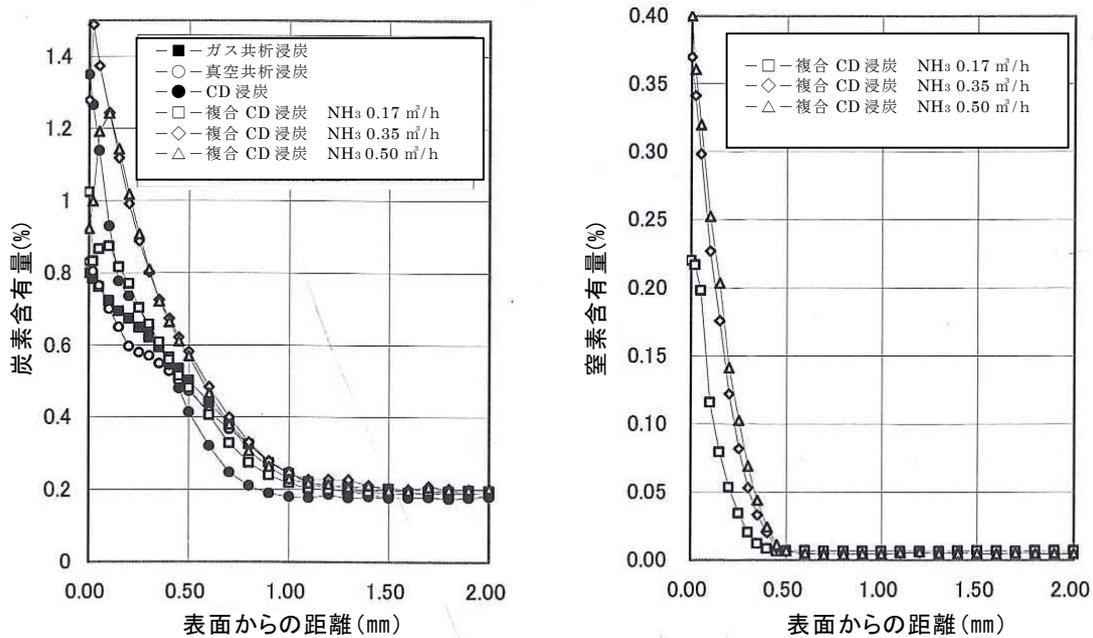
図 3.39 浸炭条件による焼戻し軟化抵抗

γ_R 相を含む複合 CD 浸炭の焼戻し特性は、前 3 者と異なる挙動を示す。443K×90 min の焼戻しでは γ_R 相の影響で硬さは低くなるが、焼戻し温度 573K に上昇するに伴ない徐々に硬さが高くなる。これは焼戻しにより γ_R 相がマルテンサイト変態を起こすことによる硬さの上昇と考えられる。また、 γ_R 相からの Fe_4N の析出による析出硬化^{23) 24)} の寄与も考えられる。

ガス共析浸炭と真空共析浸炭に比べ CD 浸炭は焼戻し軟化抵抗が高く、NH₃ を添加した複合 CD 浸炭ではさらに硬さが高くなる。鋼中の炭素および窒素は焼戻し軟化抵抗を高める元素といえる。

(iv) 炭素および窒素濃度分布

表 3.5 の条件で処理した試験片の炭素および窒素濃度分布を図 3.40 に示す。ガス共析浸炭と真空共析浸炭では炭素濃度勾配はほぼ同じ傾向を示す。一般に真空浸炭ではガス浸炭に比べて濃度勾配は大きくなるが、本研究では表 3.5 で示したように真空共析浸炭では拡散時間を十分長くしているため、ガス共析浸炭と同程度の濃度勾配となるものと考えられる。CD 浸炭および複合 CD 浸炭では球状セメンタイトを析出する処理条件としているため、炭素含有量は共析浸炭よりも高くなる。



(a) 炭素濃度分布

(b) 窒素濃度分布

図 3.40 各種熱処理条件での炭素・窒素濃度分布

ガス共析浸炭および真空共析浸炭の表面近傍の炭素量は 0.8~0.85% で共析成分である。これに対し、球状炭化物を析出させた CD 浸炭では 1.35% C となっている。複合 CD 浸炭の NH₃ 0.17 m³/h 添加材では 1% C、NH₃ 0.35 m³/h では 1.3% C、NH₃ 0.50 m³/h では炭素量は 1.5% に達している。NH₃ の添加により γ 相中の炭素の固溶限が拡大することや、窒素による炭素の内部への拡散促進作用のため、複合 CD 浸炭材の炭素含有量は表面および内部ともに高くなっていると考えられる。

NH₃ 添加した試験片では深さ 0.45 mm まで窒素が進入している。最表面の窒素量は NH₃ 0.50 m³/h で 0.4% となる。窒素量が 0.6% を超えると表面近傍にボイドが発生する²⁵⁾との報告があるが、図 3.36 の (d) ~ (f) に示す複合 CD 浸炭組織ではボイドの生成は確認されなかった。

(v) γ_R 分布

複合 CD 浸炭における NH₃ の添加量 0.17 m³/h、0.35 m³/h および 0.50 m³/h に比例して γ_R 量もそれぞれ 40%、45% および 50% と増加する。深さ 0.45 mm では NH₃ 添加の影響はなくなり γ_R 20% となる。(3.3 項参照)

(vi) 残留応力分布

材料の破壊のメカニズムは複雑で、形状・応力の方向および応力の形態といった力学的因子や、組織的切欠・結晶の大きさ・応力方向とすべり面やすべり方向などの結晶学的因子によって大きく左右される。特に、破壊と応力の関係は密接で、静的荷重の場合は材料の引張強さを越えた外力によって破断する。また、引張応力の 1/2 程度の低い応力であっても、繰返し負荷されると疲労破壊を起こすことは周知である。ガス浸炭焼入れ部品では、粒界酸化や異常層により表面に引張応力が残留するため、疲労強度が低下する。一方、真空浸炭では粒界酸化がないので表面に圧縮応力が残留するため耐久性が向上するものと考えられている。このように熱処理方法や条件によって表面応力が変化するため、表面に大きな圧縮応力を残留させることができれば外力による引張応力が緩和され、疲労強度の向上が期待される。ここでは、表 3.5 に示す浸炭条件で熱処理した試験片の残留応力分布を測定し、浸炭処理条件が残留応力に及ぼす影響について考察する。

図 3.41～図 3.46 に各浸炭条件における残留応力と表面からの深さとの関係を示す。図 3.41 のガス共析浸炭では表面は引張応力となるが、内部は圧縮応力となる。表面の引張応力は軸方向より円周方向の方が大きい。ガス共析浸炭における表面の引張応力は粒界酸化に伴う浸炭異常層によるものと考えられる。マルテンサイト変態は膨張変態であるため、浸炭層は圧縮応力となるが、表面の粒界酸化により表面付近の焼入性が低下する結果、引張応力となったものと考えられる。例えば、歯車では歯元に引張応力が加わるため歯元に粒界酸化がある場合は、外力による引張応力に引張残留応力が加わるため、疲労強度が低下する。

図 3.42 は真空共析浸炭の残留応力分布である。図 3.36 (b) の顕微鏡組織に示したように、表面には粒界酸化が存在しない。したがって表面の応力は 180～200 MPa の圧縮残留応力となり、耐久性の向上が期待できる。

図 3.43 は CD 浸炭の残留応力分布である。顕微鏡組織は、図 3.36 (c) に示したように球状セメンタイトと微細マルテンサイトの混合組織であり、真空浸炭のため粒界酸化層は存在しない。210～230 MPa の圧縮応力は浸炭 6 条件のうち最も高い。

図 3.44～図 3.46 は複合 CD 浸炭の残留応力分布である。圧縮残留応力は真空共析や CD 浸炭より小さい。表面直下の残留応力は NH₃ 添加量の増加と共に減少する。圧縮応力が小さいことおよび NH₃ 量依存性を示す原因として、 γ_R 相の存在が考えられる。

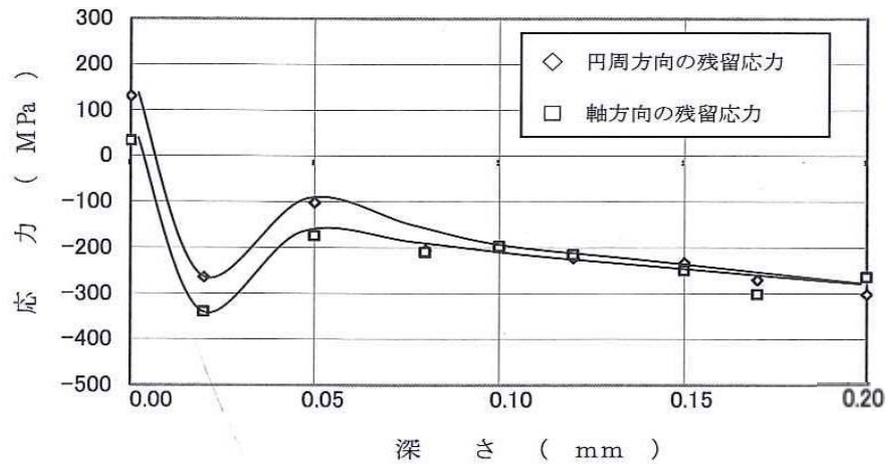


図 3.41 ガス共析浸炭の残留応力分析

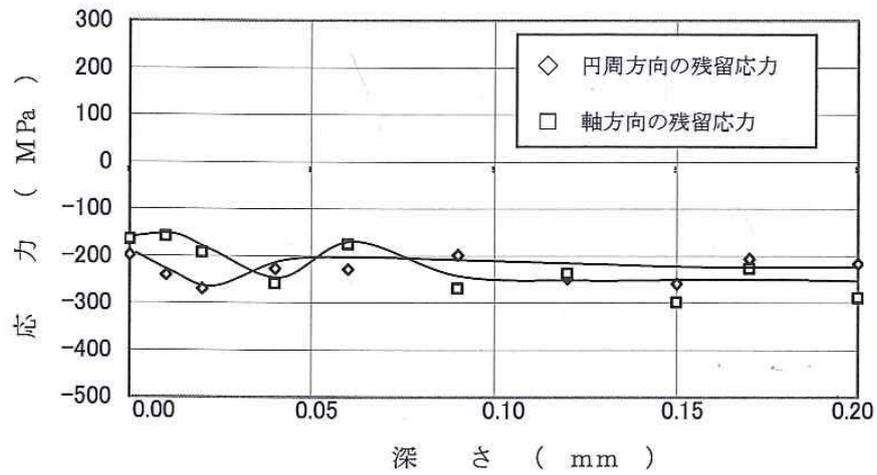


図 3.42 真空共析浸炭の残留応力分布

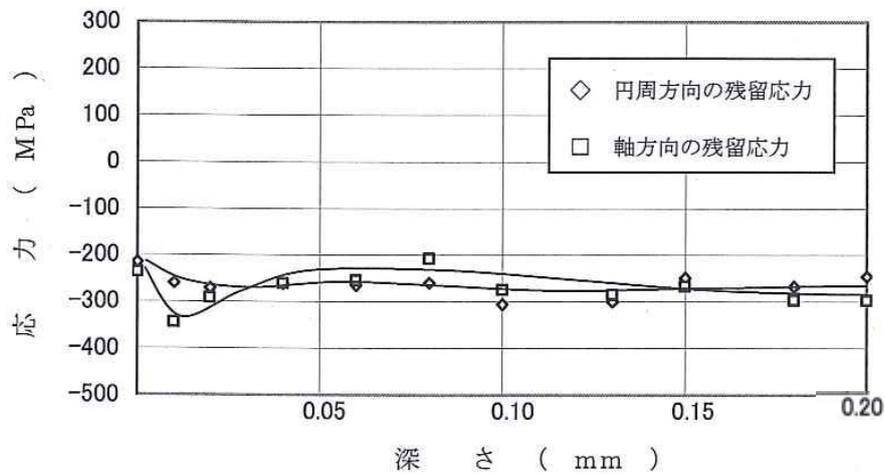


図 3.43 CD 浸炭の残留応力分布

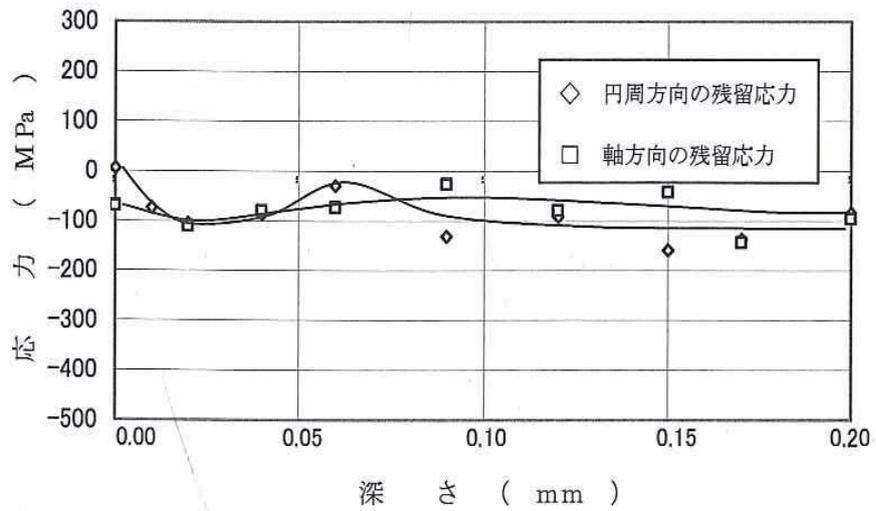


図 3.44 複合 CD 浸炭、 NH_3 0.17 m³/h の残留応力分布

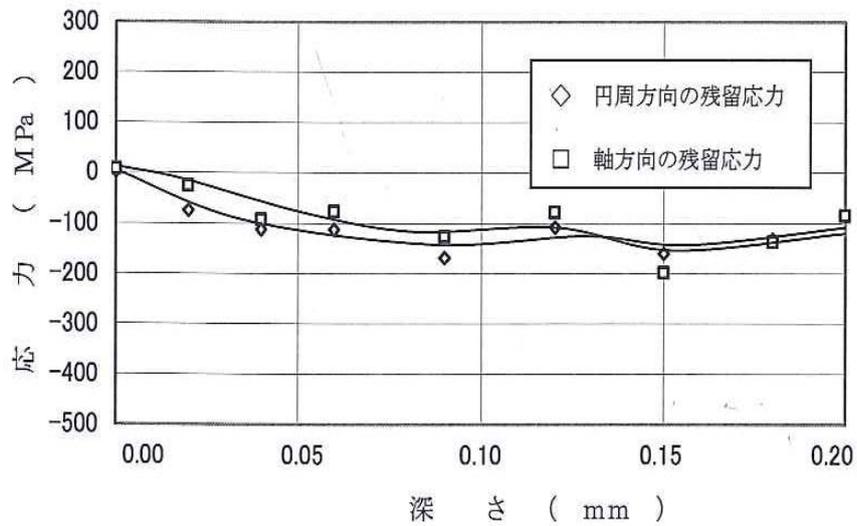


図 3.45 複合 CD 浸炭、 NH_3 0.35 m³/h の残留応力分布

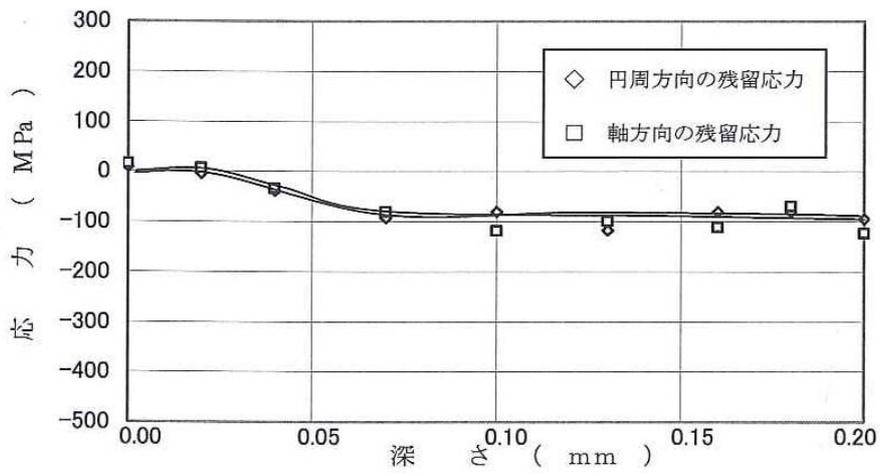


図 3.46 複合 CD 浸炭、 NH_3 0.50 m³/h の残留応力分布

(b) ローラーピッチング試験

高耐久性を目指す処理技術の開発における耐久性評価の核心となる試験がローラーピッチング試験であり、表 3.5 に示した 6 条件の浸炭処理材について評価した。

(i) 面圧(MPa)－繰返し数(cycles)特性

ローラーピッチング試験結果を S-N 線図として図 3.47 に示す。なお、ガス共析浸炭における異常層の影響を調べるため、φ26 試験面の外周を 0.1mm 研磨し、異常層を除去した試験片をガス共析浸炭研磨品として試験に加えた。試験は、試験ローラーの表面にピッチングによる破損が起こるまで行ない、 1×10^7 繰返し数をもって耐久限とし、試験を中止した。

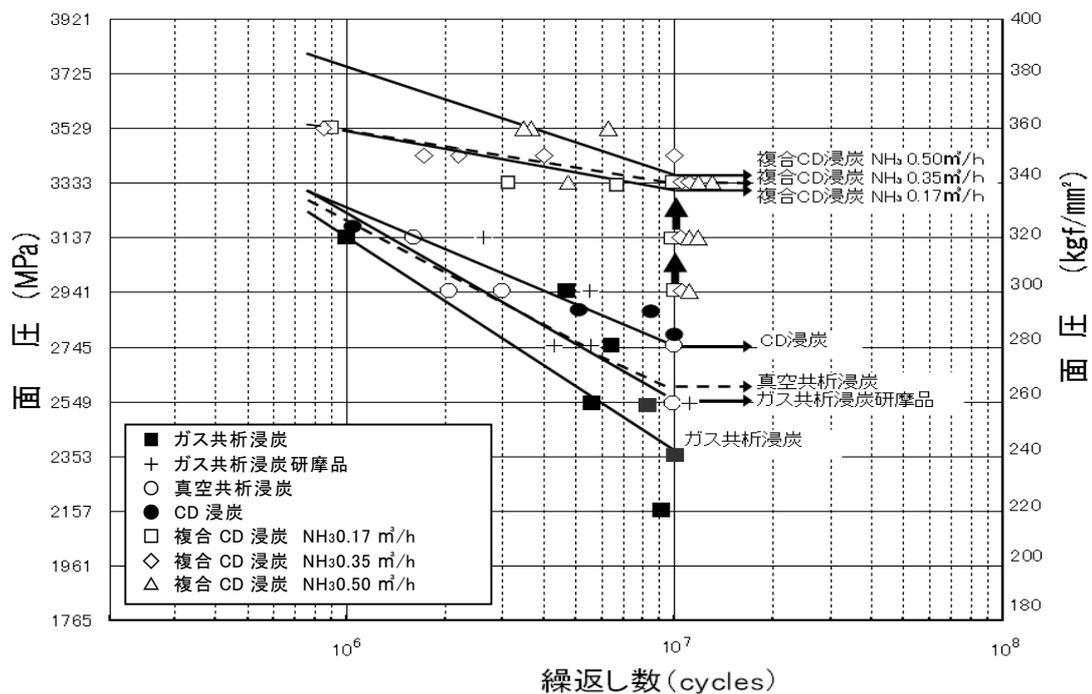


図 3.47 ローラーピッチング試験結果

ガス共析浸炭の破損繰返し数が最も少なく、2157MPa の面圧でも耐久限に達していない。S-N 線図における勾配も最大で、破損繰返し数の面圧依存性が大きい。表面を 0.1mm 研削したガス共析浸炭研磨品では面圧 2549MPa で繰返し数 1×10^7 回の耐久限に達し、耐久性が向上している。これは、最表面の粒界酸化による切欠きや引張残留応力層が除去されたためと考えられる。CD 浸炭は真空共析浸炭よりも耐久性に優れている。これは、高い圧縮残留応力や炭化物を球状化するための再加熱によりマルテンサイトが微細化されたためと考えられる。

複合 CD 浸炭の NH₃ 添加 3 条件ではいずれも面圧 3336MPa 繰返し数 1×10^7 回の耐久限に達し、他の浸炭方法よりも顕著に耐久性が向上した。S-N 線図の勾配も小さく、ピッ

チング損傷の面圧依存性が小さい。ガス浸炭の 1×10^7 回耐久限の面圧は 2353 MPa であるのに対して、複合 CD 浸炭処理では 3333 MPa と向上した。これは面圧の比較で 42% の耐久性の向上となる。NH₃ 添加の複合 CD 浸炭における 3 条件の高耐久性は、後述するごとく γ_R の効果によるものと考えられる。

(ii) ローラーピッチング試験に伴う性状の変化

金属組織学的に不安定な γ_R 相は、高負荷ですべりを伴うローラーピッチング試験中に加工誘起マルテンサイト変態を起こすことが予想される。この性状変化がピッチング損傷の抑制にどのようなメカニズムで寄与するかを調査する。

ローラーピッチング試験の途中で試験ローラーを取り外し、試験部位の残留応力および γ_R 量を測定し、その結果を図 3.48 および図 3.49 に示す。

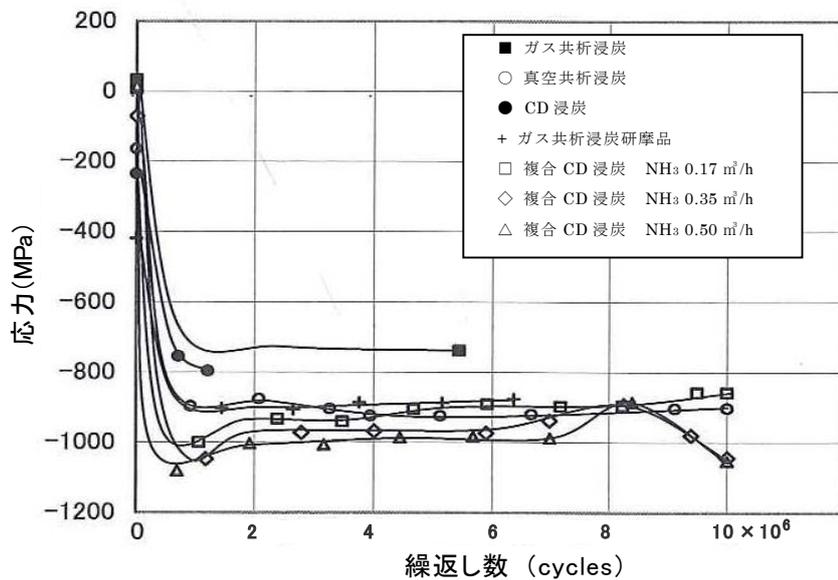


図 3.48 ローラーピッチング試験片の残留応力の変化

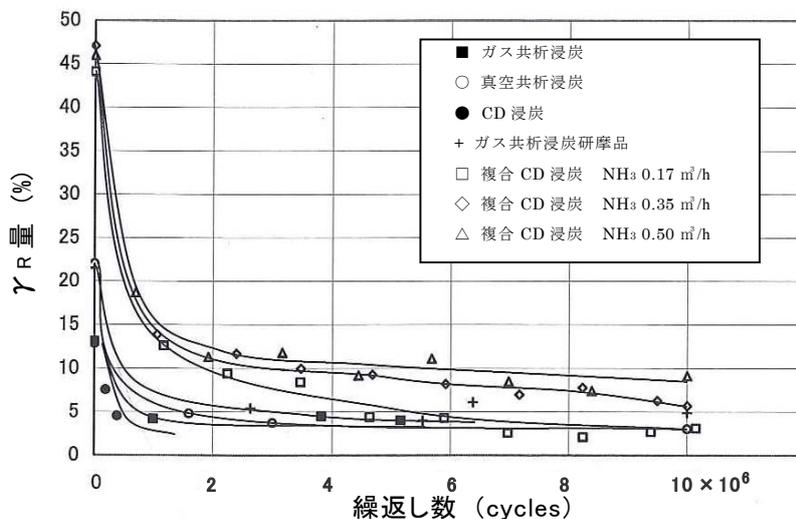


図 3.49 ローラーピッチング試験片の γ_R 量の変化

図 3.48 に示すように、試験開始後、繰返し数 100 万回の早い段階で急激に高い圧縮応力が発生する。圧縮残留応力の最大値は、ガス共析浸炭で -750MPa 、CD 浸炭で -800MPa 、真空共析浸炭およびガス共析浸炭研磨品は共に -900MPa 、複合 CD 浸炭 $\text{NH}_3\ 0.17\text{m}^3/\text{h}$ で -1030MPa 、複合 CD 浸炭 $\text{NH}_3\ 0.35\text{m}^3/\text{h}$ で -1060MPa 、複合 CD 浸炭 $\text{NH}_3\ 0.50\text{m}^3/\text{h}$ で -1100MPa である。これらの値と図 3.47 に示したローラーピッチング試験結果を比較すると、圧縮残留応力の大きいものほど疲労強度が高くなっている。 NH_3 添加の複合 CD 浸炭は最大の圧縮残留応力値に達した後、繰返し数 200 万回の間でそれぞれおよそ 100MPa の残留応力の回復が起きている。

図 3.49 に γ_R 量に及ぼす繰返し数の影響を示す。 γ_R 量は残留応力の変化と同様に繰返し数 100 万回までの間で急激に減少している。 NH_3 無添加の試験ローラーの γ_R は繰返し数 200 万回の早い段階で γ_R 5% 前後とほぼ一定となっているのに対して、試験前に γ_R 量の多い複合 CD 浸炭では繰返し数 200 万回転以降もゆるやかに減少している。

図 3.48 および図 3.49 ではローラーピッチング中のそれぞれの変化量測定を繰返し数およそ 100 万回から開始したが、100 万回以下の変化量が著しいので、複合 CD 浸炭 $\text{NH}_3\ 0.50\text{m}^3/\text{h}$ を用いてさらに詳しく調査した。図 3.50 は複合 CD 浸炭 $\text{NH}_3\ 0.50\text{m}^3/\text{h}$ の繰返し数 10 万回ごとの残留応力、 γ_R 量および硬さを測定した結果である。試験開始 10 万回後、圧縮残留応力は -1300MPa に達し、 γ_R 量は 50% から 20% に著しく変化している。これらの変化により試験ローラーの表面硬さは 550HV から 700HV に上昇しているため、 γ_R はローラーピッチング試験中に加工誘起マルテンサイト変態を起こしている。

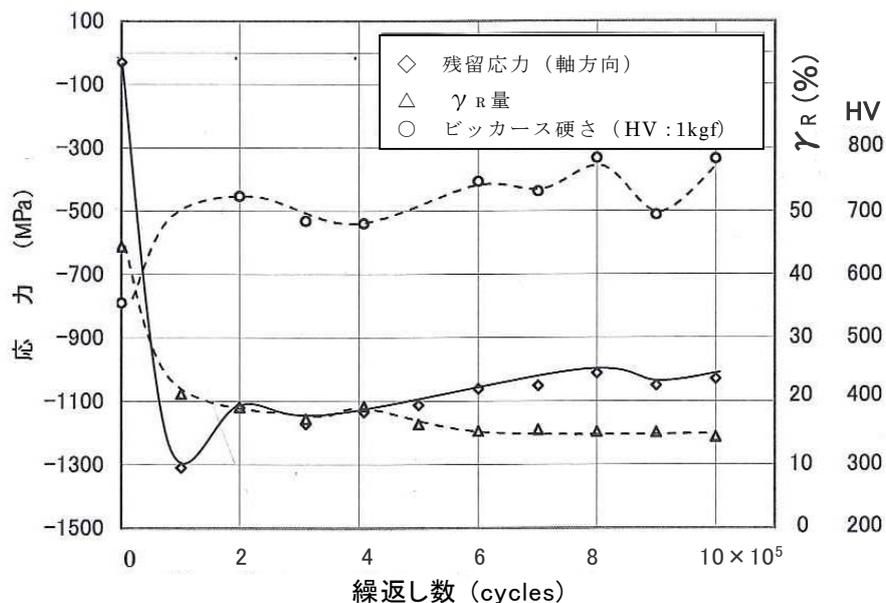
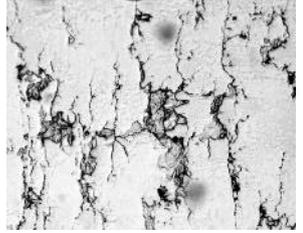
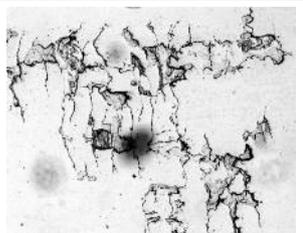
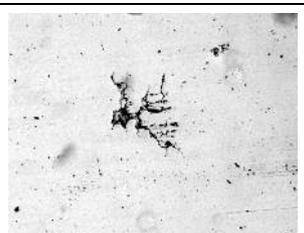
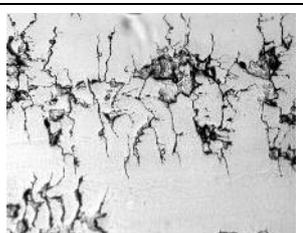
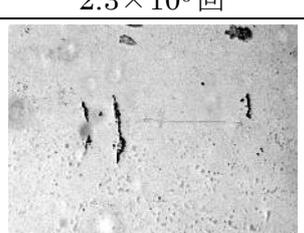
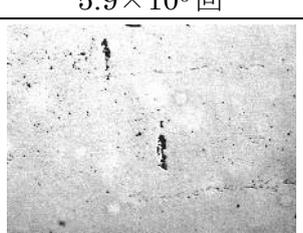
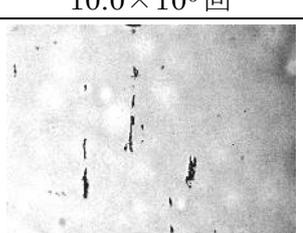
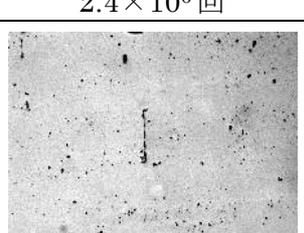
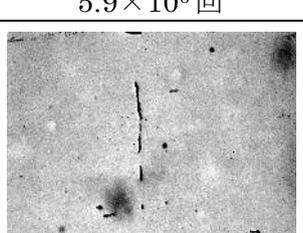
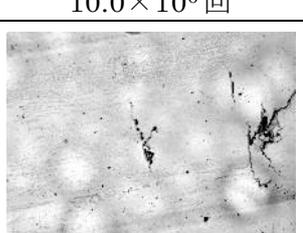


図 3.50 複合 CD 浸炭 $\text{NH}_3\ 0.50\text{m}^3/\text{h}$ の残留応力、 γ_R 、硬さの変化

(iii) 試験ローラーの損傷調査

図 3.51 に試験ローラーの損傷のレプリカによる観察結果を示す。ガス共析浸炭では、面圧 2750MPa、繰返し数 1.2×10^6 回ですでに各所に発生した割れは、繰返し数の増加と共に合体し、割れ面積を増やし繰返し数 6.4×10^6 回で破損した。ガス共析浸炭研磨品および真空共析浸炭においては、ともに面圧 2550MPa で繰返し数の増加に伴ない割れの発生、合体・成長が認められるが、 10×10^6 回の耐久限まで耐久寿命は維持された。これに対して NH_3 を添加した複合 CD 浸炭では 3333MPa の高い面圧にもかかわらず 10^7 耐久限まで顕著な損傷は認められない。これは S-N 線図における耐久特性が格段に優れていることを裏付けている。

ガス 共析浸炭 (研磨無) 2750 MPa			
	1.2 × 10 ⁶ 回	5.3 × 10 ⁶ 回	6.4 × 10 ⁶ 回
ガス 共析浸炭 (研磨品) 2550 MPa			
	1.5 × 10 ⁶ 回	5.2 × 10 ⁶ 回	10.0 × 10 ⁶ 回
真空 共析浸炭 2550 MPa			
	2.1 × 10 ⁶ 回	6.7 × 10 ⁶ 回	10.0 × 10 ⁶ 回
複合 CD 浸炭 NH ₃ 0.17 m ³ /h 3333 MPa			
	2.3 × 10 ⁶ 回	5.9 × 10 ⁶ 回	10.0 × 10 ⁶ 回
複合 CD 浸炭 NH ₃ 0.35 m ³ /h 3333 MPa			
	2.4 × 10 ⁶ 回	5.9 × 10 ⁶ 回	10.0 × 10 ⁶ 回
複合 CD 浸炭 NH ₃ 0.50 m ³ /h 3333 MPa			
	3.2 × 10 ⁶ 回	6.9 × 10 ⁶ 回	10.0 × 10 ⁶ 回

50 μm

図 3.51 試験ローラー表面に生じたレプリカ観察

図 3.52 はガス共析浸炭、ガス共析浸炭研磨品および真空共析浸炭を施した試験ローラーから採取したレプリカ試料の観察より求めた損傷数とその損傷面積を示す。損傷数は光学顕微鏡視野 $450\mu\text{m} \times 350\mu\text{m}$ 中の損傷の数である。損傷面積は同面積中の画像解析した損傷面積の合計である。ローラーピッチング試験の面圧は 2744MPa である。

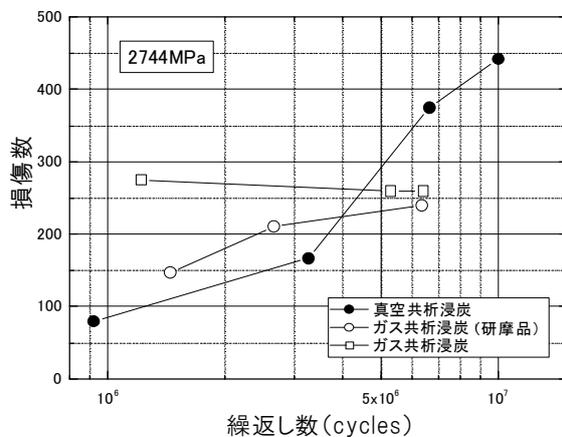
図 3.52 (a) においてガス共析浸炭では 1.2×10^6 回転の損傷数は 273 箇所であり、 10^6 代の初期の繰返し数では 3 者の中で極めて損傷数が多い。図 3.51 で示す損傷模様および図 3.36 (a) で示す光学顕微鏡組織からガス共析浸炭では粒界酸化部分より損傷が始まるために、初期の繰返し数で損傷が多発している。粒界酸化部分は金属組織学的に切欠であると同時に硬さも 550HV のトルースタイト組織である。繰返し数の増加に伴ない反って損傷数は 258 箇所に減少している。これは隣同士の損傷が合体して損傷数として少なくカウントされた結果である。合体を繰返し最終的に一部分が欠落し破損に至る。

ガス共析浸炭研磨品では 1.5×10^6 回で損傷数は 146 箇所であり繰返し数と共に損傷は緩慢に増加し 6.4×10^6 回ではガス共析浸炭品とほぼ同じ損傷数となる。

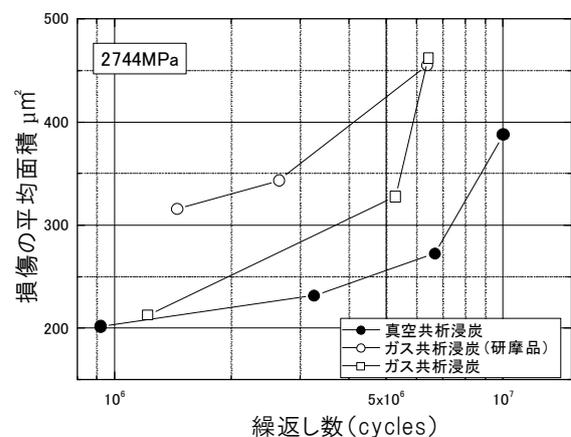
真空共析浸炭では 9.2×10^5 回で損傷数は 3 者中最も少なく 77 箇所である。繰返し数が 5×10^6 を超えると急激に損傷数が増加している。これは微細な割れが数多く発生したものである。

図 3.52 (b) において損傷面積は 5×10^6 回まではガス共析浸炭研磨品が最も多く、粒界酸化を伴うガス共析浸炭品とは逆転しているが 6.4×10^6 回ではほぼ同じ損傷面積となっている。これに比べて真空共析浸炭では損傷の面積は 3 者中最も少ない。

図 3.52 (a) (b) から総合的に判断すると真空共析浸炭ではガス共析浸炭およびガス共析浸炭研磨品に比べ、微細な割れは多数発生するが大きな損傷につながらず、結果として 10^7 回の耐久現に到達した。



(a) 繰返し数と損傷数の関係



(b) 繰返し数と損傷の平均面積の関係

図 3.52 試験ローラーの損傷経過

図 3.53 はガス共析浸炭研磨品と真空共析浸炭の 10^7 回のローラーピッチング試験後の損傷のレプリカ観察結果である。真空浸炭材の方がガス共析浸炭材より損傷数が少なく、その損傷面積も小さいことから、接触疲れ抵抗が大きいことがうかがえるが、S-N 線図上、顕著な違いはなかった。

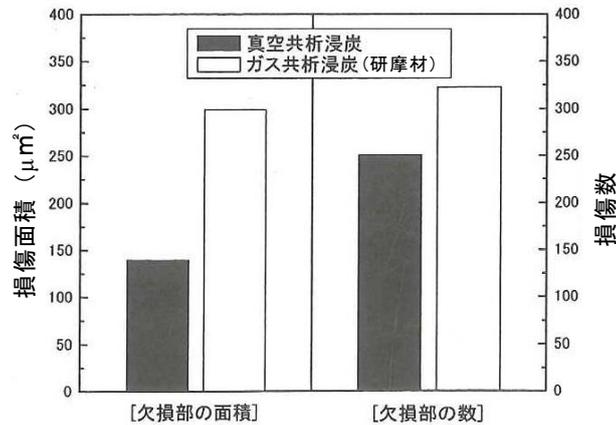


図 3.53 10^7 ローラーピッチング試験後の損傷

図 3.54 にローラーピッチング破損した浸炭 6 条件の試験ローラーの代表的な外観を示す。ローラーピッチング試験における破損には損傷の比較的小さいピッチング (pitting) および浸炭層と非浸炭部 (芯部) との境界から大きく損傷するスポーリング (spalling) がある。図 3.54 (a) ガス共析浸炭、(b) 真空共析浸炭および (c) CD 浸炭では損傷の深さの違いがあるが、いずれも浸炭層で破損され、ピッチング破損である。これに対して複合 CD 浸炭の 3 条件では、いずれも破損は浸炭層と芯部の境界に達し、スポーリング破損となっている。スポーリング破損については γ_R の加工誘起マルテンサイト変態に伴なう圧縮残留応力によるものと考えられる²⁶⁾。浸炭層の疲労破壊に関しては結城²⁷⁾ および本間ら²⁸⁾ により力学的な解析が行われている。



面圧 2550MPa , 繰返し数 5621×10^3 回

(a)ガス共析浸炭



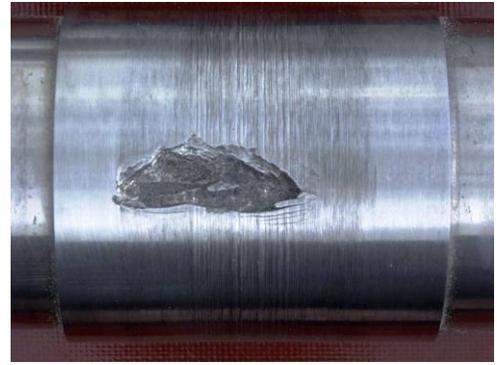
面圧 2942MPa , 繰返し数 2995×10^3 回

(b)真空共析浸炭



面圧 2942MPa , 繰返し数 5068×10^3 回

(c)CD 浸炭



面圧 3530MPa , 繰返し数 859×10^3 回

(d)複合 CD 浸炭, NH_3 0.17 m³/h



面圧 3334MPa , 繰返し数 118×10^3 回

(e)複合 CD 浸炭, NH_3 0.35 m³/h



面圧 3530MPa , 繰返し数 3665×10^3 回

(f)複合 CD 浸炭, NH_3 0.50 m³/h

図 3.54 ローラーピッチング試験における試験ローラーの破損

(c) 耐久性支配因子に関する考察

機械要素として広く用いられている軸受や歯車では単純なころがりだけでなくすべりを伴なうことが多い。すべりを伴なうころがり疲れ強さを調べる代表的な試験方法がローラーピッチング試験であり、単純化された試験方法であるため、耐久性の支配因子の把握が容易である。

耐久性支配因子として、浸炭層の硬さや浸炭深さに起因する、いわゆる浸炭層の強さ、マルテンサイトの大きさ、炭化物の形態、粒界酸化に伴なう表面異常層の有無など多くの要因があるが、とりわけ残留応力の影響が大きいと考えられている(14),(27),(28),(29)。耐久性の支配因子は相互に影響を及ぼし合っているため、単独評価は難しいが、図 3.47 の結果から粒界酸化に伴なう表面異常層の影響は予想外に少なく、菊地(15)の結果と定性的に類似している。ガス共析浸炭と真空共析浸炭の耐久性の違いも山田ら(20) 矢島ら(30)の結果と同様に顕著な差はなかった。その理由として γ_R 相の存在を指摘している。本研究においても γ_R 相に注目し、 NH_3 添加による複合 CD 浸炭のテストを実施した。

γ_R 相がローラーピッチング疲労に与える影響を調べる目的で図 3.47~図 3.49 の結果を整理し、表 3.7 にまとめた。ここに加工誘起マルテンサイトは焼入れ時の γ_R 量と試験後の γ_R 量の差とした。

表 3.7 熱処理方法別の 10^7 回耐久限の面圧、加工誘起マルテンサイトおよび圧縮残留応力

熱処理方法	S-N 線図の 10^7 回耐久限の 面圧(MPa)	焼入時 の γ_R (%)	ローラーピッチング 後の γ_R (%)	加工誘起 マルテンサイト (%)	ローラーピッチング後の 圧縮残留応力 (MPa)
ガス共析浸炭	2353	13	4	9	-750
ガス共析浸炭 研磨品	2548	22	4	18	-900
真空共析浸炭	2548	22	3	19	-800
CD 浸炭	2745	22	4	18	-900
複合 CD 浸炭 NH_3 0.17m ³ /h	3333	44	3	41	-1000
複合 CD 浸炭 NH_3 0.35m ³ /h	3333	46	6	40	-1050
複合 CD 浸炭 NH_3 0.50m ³ /h	3333	47	8	39	-1100

図 3.55 に加工誘起マルテンサイト量と S-N 線図の 10^7 回耐久限の面圧の関係を示す。両者はほぼ一次関係となり、適量の γ_R は疲労強度を向上させるとの菊地¹⁵⁾の結果と現象的に一致する。

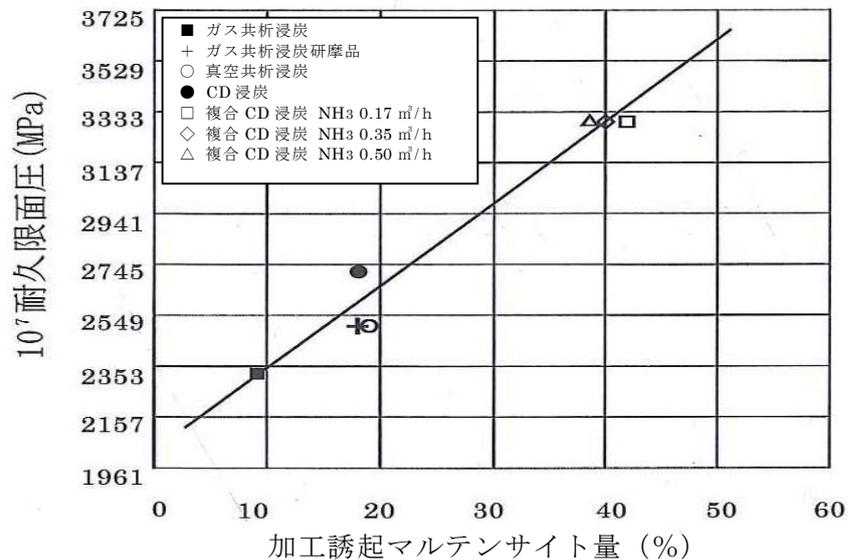


図 3.55 加工誘起マルテンサイトと 10^7 回耐久限の面圧の関係

ローラーピッチング試験においては、すべりを伴う高い面圧負荷によって常温で不安定な γ_R 相はマルテンサイト変態を起こす。マルテンサイト変態は膨張変態であり、すでに常温で剛性の高い部分に膨張が起こるため、大きな圧縮残留応力が発生する。

図 3.56 に加工誘起マルテンサイト量と圧縮残留応力の関係を示す。40%の γ_R がマルテンサイト変態を起こすことによって新たに 1000~1100MPa もの圧縮残留応力が発生する。

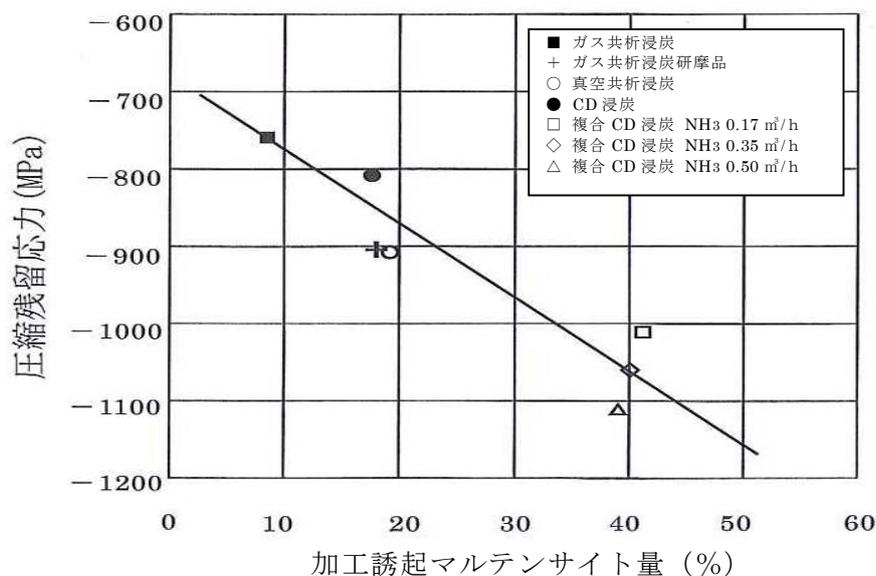


図 3.56 加工誘起マルテンサイトと圧縮残留応力の関係

表 3.7 より γ_R の加工誘起マルテンサイト変態によって発生した圧縮残留応力と 10^7 回耐久限の面圧の関係を図 3.57 に示す。圧縮残留応力と 10^7 耐久限の面圧とはほぼ一次関係となり、耐久限における面圧は圧縮残留応力の大きさに強く依存していることがうかがえる。

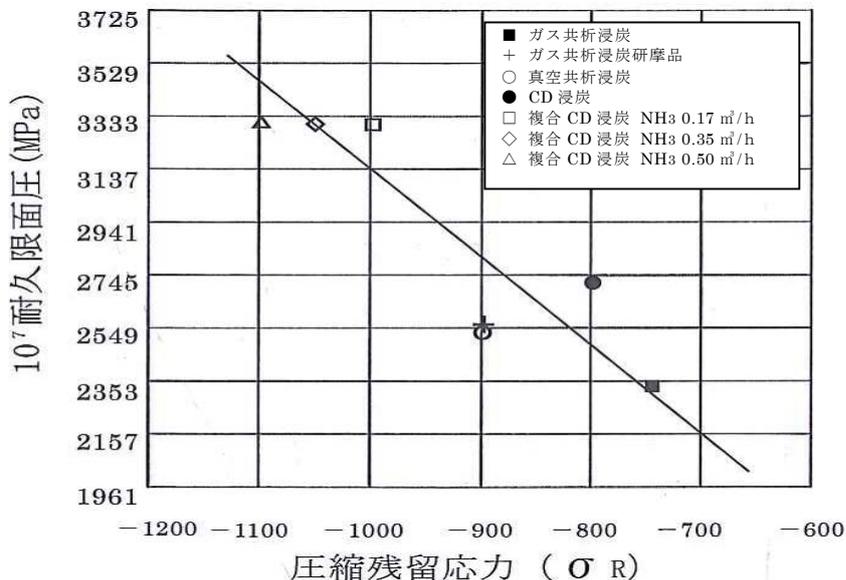


図 3.57 圧縮残留応力と 10^7 回耐久限の面圧の関係

残留応力が加わった場合の疲れ強さを検討した。図 3.58 の下段はガス共析浸炭および複合 CD 浸炭で熱処理し、 10^7 回耐久限に達した試験ローラーの残留応力を測定した結果である。残留応力は試験ローラーの試験面を図 3.28 に記した方法で深さ 1.5mm まで電解研磨し深さと応力の関係を求めた。残留応力は複合 CD 浸炭では最表面は -1100 MPa の残留応力であり、表面から 0.2mm の深さでは、一旦、 -100 MPa まで回復するが再び -400 MPa まで増加する。一方、ガス共析浸炭では最表面はおよそ -750 MPa であり、表面から 0.2mm の深さでは $+200$ MPa となっている。

図 3.58 の上段の図は硬さから部材の疲れ強さをプロットし、残留応力の値を加えて真の疲れ強さを求めた。本間ら 28) の概念図を参考にピッチング試験における損傷の発生状況および破損状況からローラーピッチング試験の実応力を想定した。実応力と真の疲れ強さの交点である P 点では表面から割れが発生するピッチング破損となり、S 点では内部から割れるスポーリング破損となる。

図 3.58 を用いることにより、加工誘起マルテンサイト変態に伴う圧縮残留応力はローラーピッチング強度を高め、表面クラックの発生状況および抑制効果、ピッチング損傷とスポーリング破損の発生現象を合理的に説明できる。

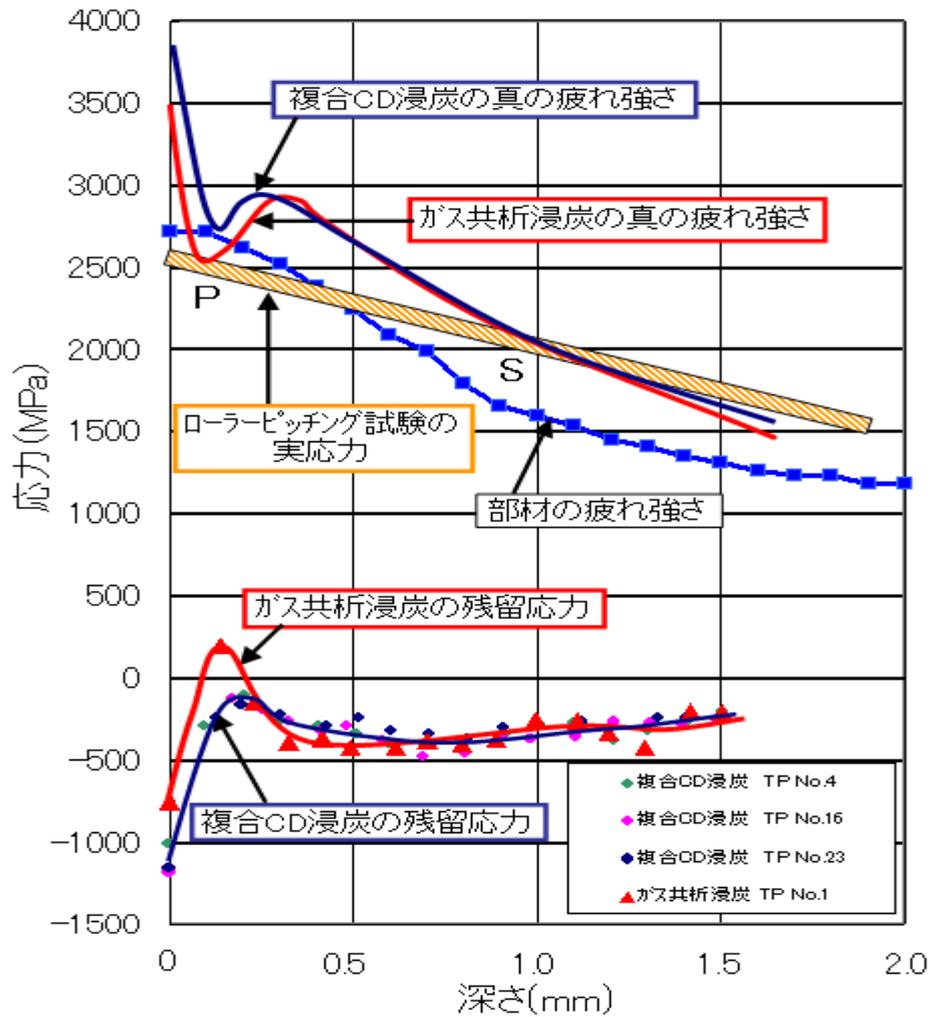


図 3.58 残留応力を考慮した疲れ強さと実応力の関係

以上の考察から、複合 CD 浸炭における耐久性は以下のメカニズムによって著しく向上するものと考えられる。

- ①NH₃の添加によって窒化され、 γ_R 量が増加する。
- ②常温で不安定な γ_R 相はローラーピッチング試験によって加工誘起マルテンサイト変態を起こす。
- ③マルテンサイト変態は膨張変態のため浸炭層に圧縮残留応力が誘起される。
- ④圧縮残留応力は真の強さを向上させるため圧縮残留応力の高いものほど耐久性が向上する。

(d) 回転曲げ疲労試験

表 3.5 に示す熱処理条件のうち代表的な条件である真空共析浸炭および複合 CD 浸炭 NH_3 $0.17 \text{ m}^3/\text{h}$ について回転曲げ疲労試験を行い、比較のため実施したガス共析浸炭結果と併せて、S-N 線図として図 3.59 に示す。ローラーピッチング試験結果と同様、ガス共析浸炭では S-N 線図の勾配は真空浸炭処理よりも大きく、 10^7 回の疲労強さが最も低い。これは粒界酸化による金属組織学的切欠によるものと考えられる。真空共析浸炭と複合 CD 浸炭 NH_3 $0.17 \text{ m}^3/\text{h}$ の両者の勾配はほぼ同じであり、複合 CD 浸炭の方が応力で 100MPa 程度、率にして 13%疲労強さが高い。この原因はローラーピッチング試験と同様に γ_R 量に起因しているものと考えられるが、曲げ負荷のためローラーピッチング試験ほど γ_R 量による影響が顕著でない。

ローラーピッチング特性に比べ回転曲げ疲労試験では熱処理条件による疲労特性の相違が小さい。この理由としては、ローラーピッチング試験では大ローラーの加圧により加工誘起マルテンサイト変態が促進され圧縮残留応力が高くなったことが挙げられる。回転曲げ試験における γ_R 量の寄与を調べるため破断面近傍の γ_R 量を測定した結果、ガス共析浸炭では 14.4%、真空共析浸炭では 20.0%、複合 CD 浸炭 NH_3 $0.17 \text{ m}^3/\text{h}$ では 39.6%であった。回転曲げ試験前後で、ガス共析浸炭および真空共析浸炭では γ_R 量の変化はほとんどなく、複合 CD 浸炭では 4%の減少にとどまり、ローラーピッチング試験に比べ減少量は小さい。この結果から、回転曲げ試験では γ_R 量の耐久性への寄与が小さいため熱処理方法による耐久性の違いはローラーピッチング試験ほど顕著でなかったと考えられる。

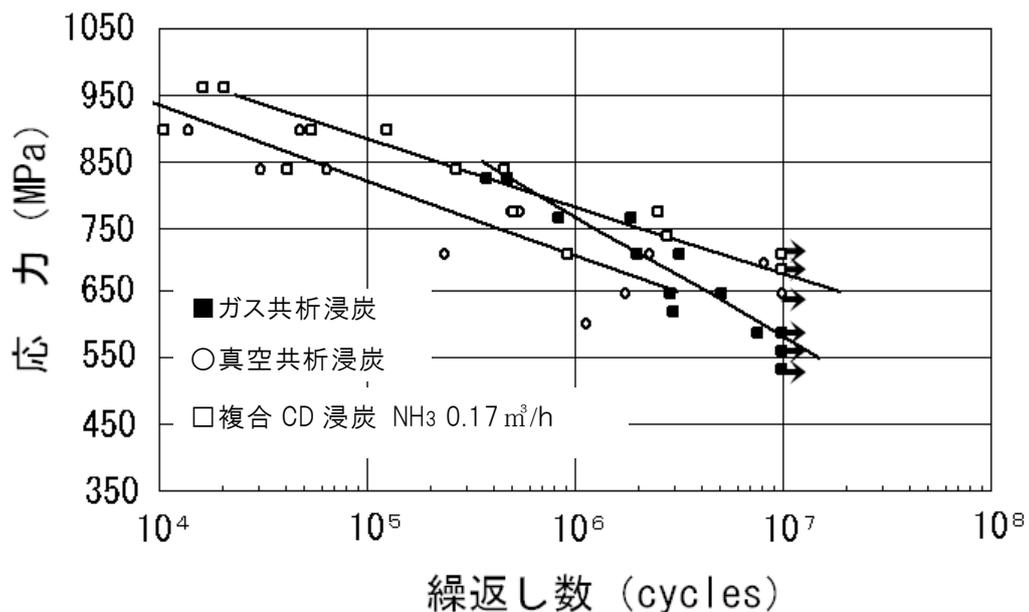


図 3.59 回転曲げ疲労試験結果

(e) 摩耗試験

浸炭処理は、ベアリングのようなころがり部品の耐摩耗性向上や、歯車の歯面のすべり摩耗改善のための技術である。次章で詳述するカーエアコン用半球シューは斜板と半球シューを撓動させることによりピストンの上下運動を生み出している。このように工業部品として摩耗は重要な現象である。

図 3.60 に、HHS-2000 型の試験機を用い垂直荷重 0.02~1kgf の各荷重で負荷し、繰返し 50 回試験したときの摩擦係数と抵抗力の変化を示す。処理の影響を比較するため、低荷重 0.2kgf と高荷重 1kgf における摩擦係数の変化を取り出し、まとめた結果を図 3.61 および図 3.62 に示す。

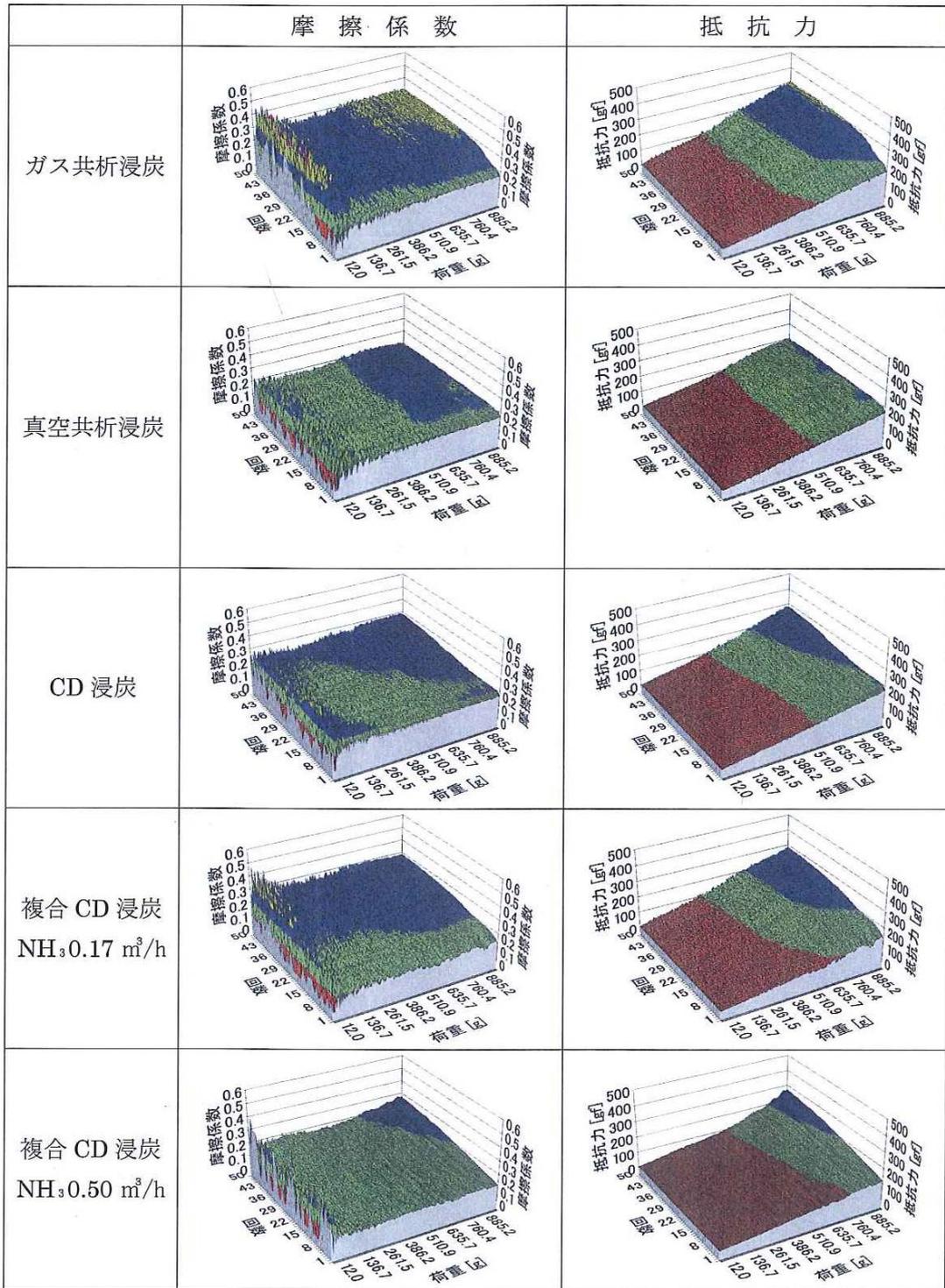


図 3.60 摩耗試験結果

図 3.61 において摩擦係数の最も高いものは CD 浸炭である。CD 浸炭組織の表面には、球状セメントイトが露出しているため、サファイヤ針の先端が炭化物に接触し摩擦係数が大きくなったものと考えられる。

図 3.62 の高荷重条件ではガス共析浸炭の摩擦係数が著しく大きく、測定回数 10 回までの間で摩擦係数の上昇が著しい。ガス共析浸炭の表面には粒界酸化に伴う軟らかいトルースタイト組織があるため、摩擦係数の増大となったものと考えられる。摩擦係数が最も低く、測定回数の影響を受け難いものは真空共析浸炭である。これは表面に粒界酸化や球状セメントイトがなく、組織的に均質であるためである。

CD 浸炭および複合 CD 浸炭では測定回数と共に摩擦係数が上昇している。測定回数が増すにしたがい、硬い炭化物が次第に露出する結果、摩擦係数が上昇したのと考えられる。

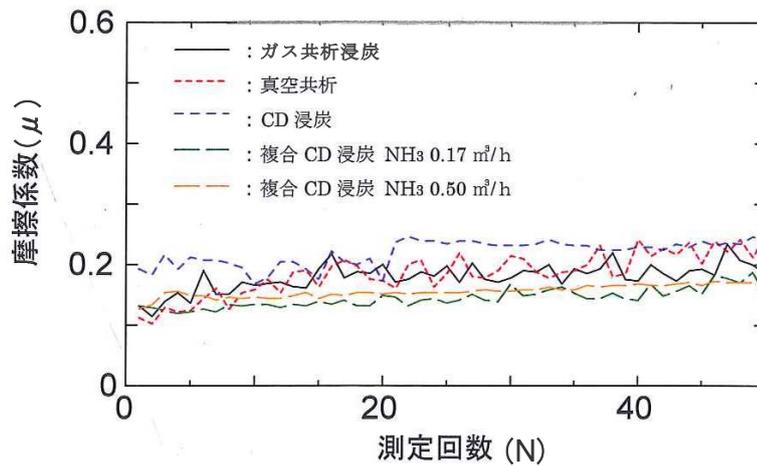


図 3.61 荷重 0.2kgf における摩擦係数

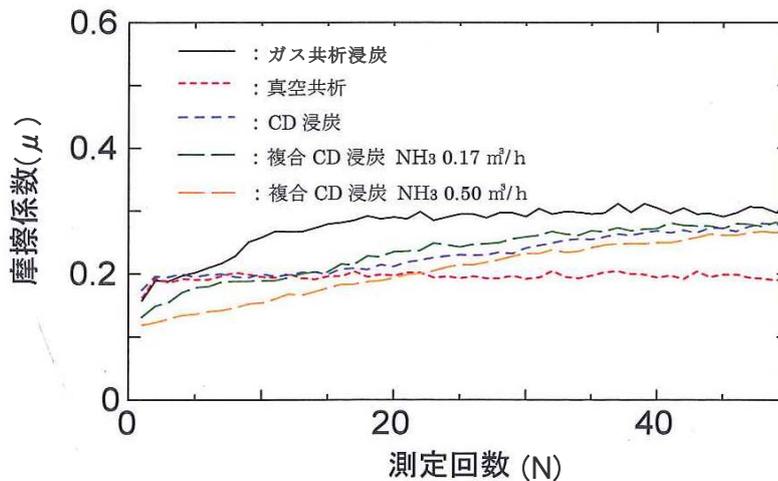


図 3.62 荷重 1kgf における摩擦係数

3. 5 結 言

小型実験炉ならびに次世代型真空浸炭炉を用いて、SCr420H 鋼の真空浸炭に関する研究を行い、下記の結果を得た。

(1) 浸炭における浸炭メカニズムを明らかにした。浸炭温度 1223K、浸炭時間 1 min で表面にセメンタイトの核が生成され、2 min で表面のおよそ 30%、10 min でおよそ 70% がセメンタイトの膜で覆われる。セメンタイトの膜の厚さは 2~3 μm である。セメンタイト膜の直下およそ 70 μm にセメンタイトに富んだ化合物層が形成され、この化合物層が炭素の供給源となり、浸炭が進行する。

(2) 真空浸炭における浸炭挙動を反応速度論的に検証し、真空浸炭における炭素濃度分布曲線の計算値と実測値がほぼ一致することを確認した。併せて、浸炭深さ d (mm) に及ぼす温度 T (K) と浸炭時間 t (h) の影響を記述する実験式 $d=936\exp(-8750/T) \cdot \sqrt{t}$ を得た。実験式を他の熱処理法と比較し、真空浸炭が高速浸炭といわれる根拠を数値 (ガス浸炭の 3 倍) で明らかにした。

(3) 浸炭層に球状セメンタイトを分散させた、いわゆる CD 浸炭組織を形成するための熱処理条件の探索を行い、浸炭温度 1223K における浸炭時間 1~6h の間で、時間ごとの浸炭条件を明らかにした。

(4) γ_R 相を含有する CD 浸炭 (本研究では複合 CD 浸炭と名付けた。) 組織を NH_3 添加により実現した。 γ_R 量は浸炭層中の C% および N% に 1 次関係で比例することを明らかにし、制御技術を確認した。ローラーピッチング試験用として γ_R 量 40%、 γ_R 量 45% および γ_R 量 50% を含む試験ローラーを試作した。

(5) ガス共析浸炭、真空共析浸炭、CD 浸炭、および NH_3 添加量 3 水準の複合 CD 浸炭、計 6 条件でローラーピッチング試験を行い、ガス共析浸炭 < CD 浸炭 < 複合 CD 浸炭の順に耐久性が向上することを確認した。複合 CD 浸炭では従来のガス共析浸炭よりも面圧で 42% 耐久性を向上させることができた。

(6) 浸炭層の γ_R は、ローラーピッチング試験中に加工誘起マルテンサイト変態を起こして、-1300 MPa に達する圧縮残留応力が発生する。この圧縮残留応力が耐久寿命を著しく向上させる原因と考えられる。ローラーピッチング寿命は、圧縮残留応力の大きさに比例するため、耐久性向上には大きな圧縮残留応力を発生させることがポイントとなる。

(7) 回転曲げ疲労試験では複合 CD 浸炭材はガス共析浸炭および真空共析浸炭より負荷、応力で 13% 耐久性が向上した。

(8) 摩耗試験における 1kgf の高負荷試験の結果より従来のガス共析浸炭 < 複合 CD 浸炭 < 真空共析浸炭の順に耐摩耗性が向上する。

第3章の参考文献

- 1) 大林功治：熱処理，**48**，**3**（2008），160.
- 2) 小川三郎：熱処理，**37**，**6**（1997），336.
- 3) 内田荘祐：熱処理，**18**，**1**（1978），2.
- 4) 笛木和雄：日本金属学会会報，**14**，**2**（1975），125.
- 5) 森田敏之：熱処理，**49**，**5**（2009），237.
- 6) F. E. Harris：Metal Progress，**44**，Aug（1943），265.
- 7) 中澤崇徳，小野和正，星野智史，井上吉弘，井上洋介：第57回日本熱処理技術協会講演大会概要集，（2003-11），47.
- 8) 森田鴻司，平田耕一，出羽昭夫，佐原康信：熱処理，**22**，**4**（1982），222.
- 9) 神原 進，坂本雅紀，家永吉行，大谷泰夫，藤村侯夫：熱処理，**23**，**6**（1983），337.
- 10) 石神逸男，辻 新次，浦谷文博，綱沢栄二：熱処理，**28**，**3**（1988），171.
- 11) 岡根利光，住田雅樹，藤木 榮：熱処理，**49**，**4**（2009），210.
- 12) 井上吉弘：金属材料，**14**，**3**（1974），41.
- 13) 江上 登，加賀谷忠治，藤井賢二，竹下弘秋，天野 智：熱処理，**42**，**4**（2002），276.
- 14) 家口 浩，稻田 淳：熱処理，**37**，**6**（1997），351.
- 15) 菊池雅男：熱処理，**32**，**1**（1992），48.
- 16) 内藤武志，木村靖忠，中村浩三：熱処理，**26**，**2**（1986），157.
- 17) 三原健治，木林靖忠，内藤武志：熱処理，**16**，**6**（1976），342.
- 18) 岩野利彦：熱処理，**24**，**3**（1984），137.
- 19) 大友清光，赤澤正久：熱処理，**19**，**4**（1979），210.
- 20) 山田俊宏，波多野和好：熱処理，**22**，**3**（1982），141.
- 21) 金沢 孝：熱処理，**32**，**1**（1992），27.
- 22) 山本化学工具研究社編：標準顕微鏡組織，第1類炭素鋼.
- 23) 渡辺陽一，荒田 晃，鈴木信一，川島良直：熱処理，**39**，**2**（1999），98.
- 24) 渡辺陽一，成田直樹，三島良直：熱処理，**40**，**1**（2000），18.
- 25) 新美 格，恒川好樹，日比野義博，星野 薫：熱処理，**24**，**1**（1984），14.
- 26) 松井勝幸：熱処理，**48**，**3**（2008），152.
- 27) 結城 晋：熱処理，**11**，**3**（1971），174.
- 28) 本間八郎，重松道弘：熱処理，**10**，**6**（1970），388.
- 29) 石川信行，白神哲夫，石黒守幸：熱処理，**34**，**4**（1994），235.
- 30) 矢島悦次郎，宮崎 亨，杉山敏彦，寺島博夫：日本金属学会誌，**36**，**7**（1972），711.

第4章 ステンレス鋼の真空浸炭に関する研究

4.1 緒言

耐食鋼であるステンレス鋼は Cr を多量に含有することから、高温浸炭処理中に Cr 酸化物を形成することがあるため難浸炭材とされている¹⁾。従来のガス浸炭法では酸化を避けることが困難であるが、真空浸炭法では酸化を抑制できるためステンレス鋼の浸炭が可能とされている²⁾。

真空浸炭処理は高速浸炭であるため従来のガス浸炭処理よりも鋼材表層部の炭素濃度が高くなることから、表層部への薄膜状炭素や繊維状炭素の析出が問題とされている³⁾。一方、このような高速浸炭の特徴を活かした試みとして、真空浸炭処理を炭化物形成傾向の強い合金元素を添加した鋼種に適用し、合金炭化物を微細に分散析出させる CD (Carbide Dispersion) 浸炭処理が報告されている⁴⁾。

本研究では、炭化物形成傾向の強い Cr を多量に含有するステンレス鋼に真空浸炭処理を施し、高密度に Cr 炭化物を表層部に形成することを試みた。Cr 炭化物はセメンタイトよりも硬さが高いことから⁵⁾、耐摩耗性などの機械的性質の向上が期待される。ステンレス鋼は合金元素 Cr により耐食性を高めた鋼種であるため、Cr 炭化物の析出は耐食性を損なうことからステンレス鋼の浸炭は有害な現象とされているが、本研究では耐摩耗性などの新たな特性の付与の観点から検討した。具体的には、オーステナイト系、フェライト系および二相系の代表的なステンレス鋼について温度を変化させた真空浸炭処理を行い、炭素濃度・組織・硬さ・耐摩耗性に及ぼす処理温度やステンレス鋼の組織・組成の影響を明らかにした。これらの結果を基に、炭化物析出を初めとする組織変化と硬さや耐摩耗性との関係についても評価した。

4.2 試料および実験方法

(a) 供試材

供試材は表 4.1 の化学成分を有するステンレス鋼である。SUS304 鋼はオーステナイト系の代表鋼種であり、SUS444 鋼は極低炭素・窒素型のフェライト系および SUS329J3L 鋼はほぼ同量のオーステナイト相とフェライト相から構成される二相系ステンレス鋼である。いずれの供試材も工業規模で製造された熱間圧延および熱処理された鋼板である。各素材から試験片を採取し、表面を鏡面研磨後、真空浸炭処理した。

表 4.1 供試料の化学成分 (mass%)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Nb	N
SUS304	0.05	0.38	0.84	0.027	0.002	8.1	18.2	-	-	-
SUS444	0.003	0.07	0.06	0.023	0.001	-	18.8	1.78	0.0157	0.01
SUS329J3L	0.01	0.53	1.80	0.024	0.001	5.9	22.6	3.09	-	0.17

(b) 浸炭処理方法

浸炭処理には炭化ケイ素系発熱体による小型実験炉を用いた。実験は炉内を実用炉での排気レベルである 0.1Torr に真空排気した後、浸炭温度まで加熱した。アセチレンガス流量は 0.2~2 l/min の間で浸炭硬化曲線に差が認められないことを確認の上 2 l/min とした。浸炭ガスの導入により炉内圧力は 13 Pa から 132 Pa まで上昇する。処理時間 4h、処理温度を 1173K、1223K、1273K、1323K と変化させ浸炭処理を施した。浸炭処理後は窒素ガス中で 373K まで冷却した後、大気中に取り出した。

(c) 調査方法

浸炭処理材の炭素濃度は発光分光分析装置(島津製 PDA-5500 II)を用い、平面研削を繰返すことにより表面から 0.1 mm 間隔で深さ 1.5 mm まで測定した。測定値の定量化は、浸炭処理した SUS304 鋼の表面から深さ方向に 0.1 mm 間隔で採取した標準試料の燃焼赤外線吸収法による分析値から求めた検量線を用いた。

浸炭処理材の表面および断面組織を王水腐食後、光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡 (SEM) により観察した。SEM 観察像を用い、表面および断面について炭化物の占有する面積率 (以下、炭化物面積率とする) を画像解析ソフト (Image Pro Plus) により求めた。X線回折装置 (リガク製 MiniFlex II) により表層部の炭化物等の同定を行った。用いた X線は CuK α 線で管電圧出力 30 kV、管電流出力 15 mA、走査速度 2°/min の条件にて測定した。

未処理材および浸炭処理材の表面と断面についてビッカース硬さ測定を荷重 2.96N で実施した。Block on disk 摩耗試験⁶⁾により耐摩耗性を評価した。摩耗試験面を 15×14 mm とし、荷重 27.5N、回転速度 60 rpm、エメリー紙 #320 の条件で試験した。回転中心から試験片中心までの距離を 32 mm とし、20 min ごとに試験片の質量と厚さの測定およびエメ

リー紙の交換を4回繰返した。

潤滑摩擦摩耗試験にはパウデンレーベン (Bogem Höhle Leben) 型摩擦摩耗試験機を用い、試験は出光興産(株)営業研究所において実施した。試料は幅 30 mm×長さ 100 mm×厚さ 5 mm を使用した。試験条件は摺動距離 50 mm、摺動速度 20 mm/s、接触荷重 2 kg および 5 kg、摺動回数 100 回、潤滑油 VG32 基油 (動粘度 32 mm²/s のベースオイル) で行った。給油方法は塗布で行った。

4. 3 実験結果および考察

4.3.1 炭素濃度分布と組織

真空浸炭処理を施した試験片の炭素濃度と表面からの距離との関係を図 4.1 に示す。いずれの鋼種とも表面近傍の炭素濃度はきわめて高く、本研究の真空浸炭処理においてもそれぞれ高炭素濃度域にまで浸炭できることが確認された。炭素濃度は表層から内部に向けて低下するが、その傾向は処理温度や鋼種により変化する。処理温度の影響についてはオーステナイト系の SUS304 鋼とフェライト系の SUS444 鋼は 1173K から 1323K の温度範囲、二相系の SUS329J3L 鋼は 1173K と 1323K の結果を示した。温度の上昇と共に表層部の炭素濃度が高くなり浸炭深さが増加する。温度上昇に伴う炭素濃度の増加傾向は表面からの距離の増加に伴ない大きくなる。温度上昇に伴う浸炭深さの増加傾向は SUS304 鋼よりも SUS444 鋼の方が大きく、SUS329J3L 鋼は最も小さい。SUS329J3L は表層部の炭素濃度は最も高いが、表面からの距離の増加に伴う濃度低下傾向が大きいいため浸炭深さは最小となる。フェライト系の SUS444 鋼は表層部の炭素濃度はやや低い、内部に向けての濃度低下傾向が小さいため浸炭深さは最も大きくなる。

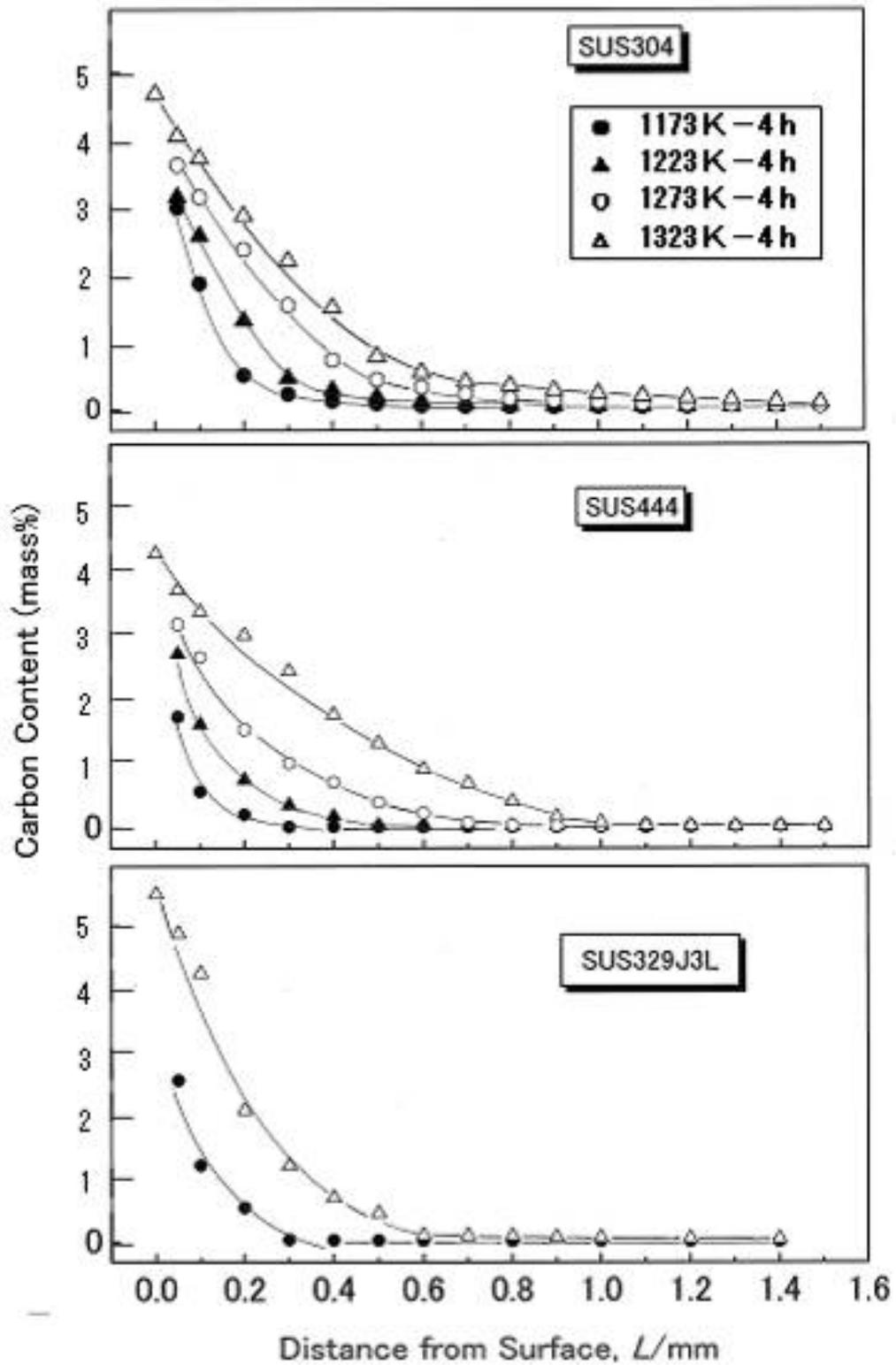


図 4.1 浸炭処理材の炭素濃度分布

光学顕微鏡により断面組織を観察し、図 4.1 に示した浸炭域に対応する析出を伴う組織変化領域を確認した。一例として SUS304 鋼を 1323K で 4h 浸炭処理した組織を図 4.2 に示す。これら析出物を SEM により表面から内部に向けて観察した。浸炭部はいずれの鋼種とも析出物が多量に析出した組織であり、低温側の 1173K では結晶粒界に沿った析出物が観察されるが、温度の上昇と共に著しく凝集・粗大化する。最も温度の高い 1323K 処理材について表面および断面の組織観察結果を図 4.3 に示す。各鋼種とも表面は凝集・粗大化した大量の析出物で覆われており、その傾向は SUS329J3L で最も顕著であり、次いで SUS304 鋼となり、SUS444 鋼の析出物はやや微細である。断面組織は、表面から 80, 200, 300 μm の各位置について示すように、いずれの鋼種においても析出物量は表面からの距離の増加に伴ない減少し、析出形態は連続型から分離型に変化する。SUS444 鋼の結晶粒内にはラメラ状の析出物が観察される。

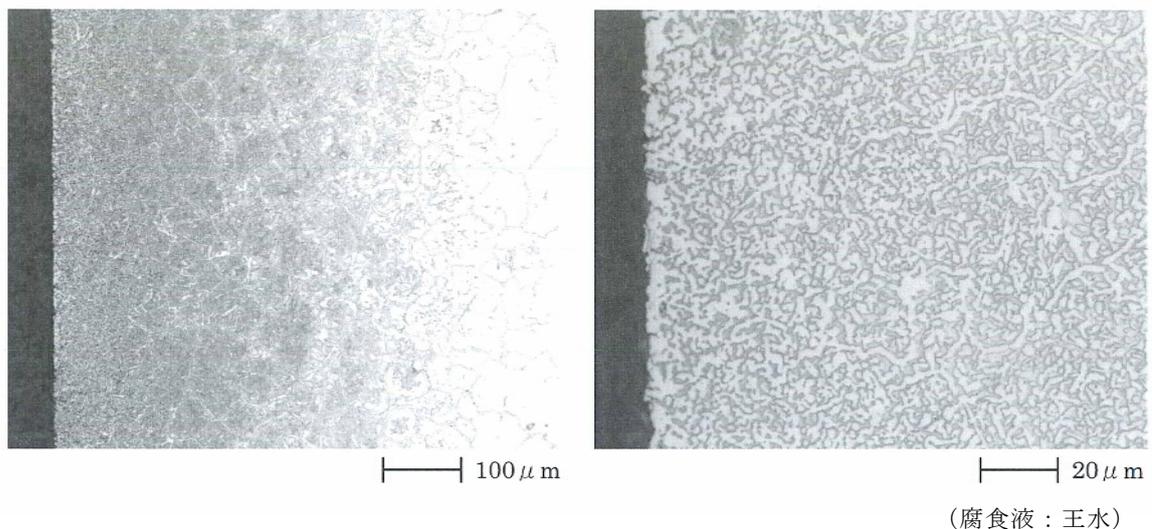


図 4.2 浸炭処理した SUS304 鋼の光学顕微鏡組織 (1323K-4h)

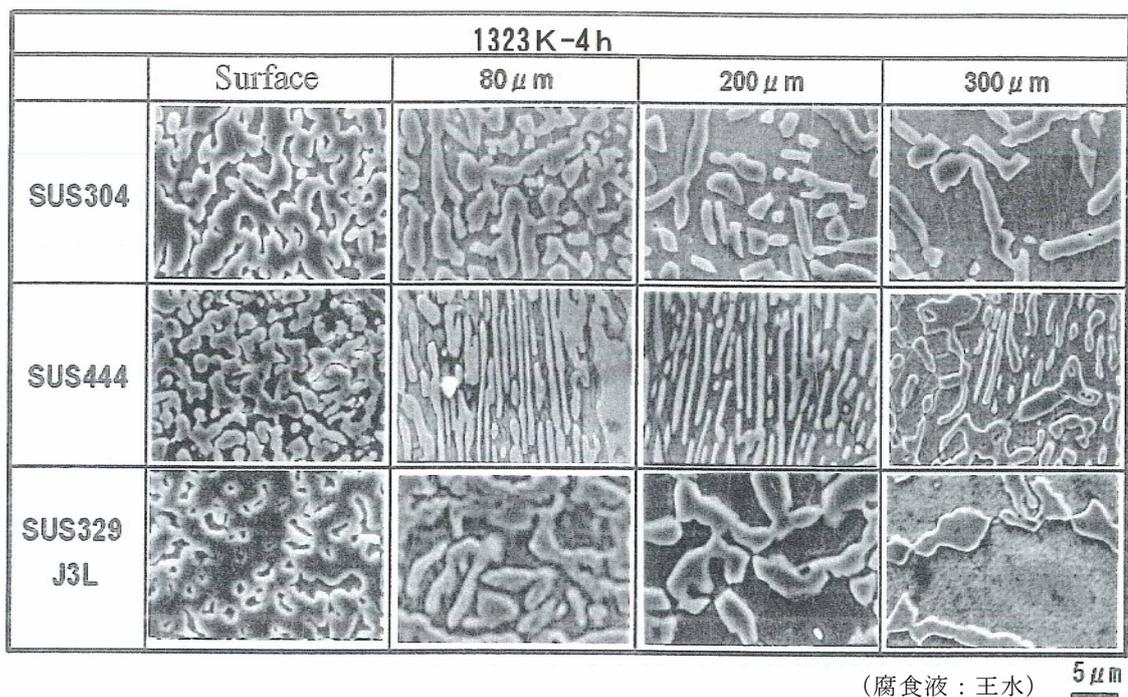


図 4.3 浸炭材の走査型電子顕微鏡組織

析出物同定のため X 線回折を行った。図 4.4 は回折図形の一例として SUS304 鋼について示したもので、 Cr_7C_3 と同定できる。その他の鋼種についても Cr_7C_3 と同定され、浸炭処理により導入された炭素は Cr_7C_3 型炭化物として析出する。これらステンレス鋼に析出する炭化物は Cr_{23}C_6 型⁷⁾とされているが、炭素量の増加により Cr_7C_3 型炭化物の析出に変化したことが Fe-C-Cr 系等温図⁶⁾から推定される。一方、SUS444 鋼の Nb は Nb 系の析出物として存在するとされているが⁸⁾、量的にわずかであるため X 線回折では検出できなかったものと考えられる。

析出した炭化物の量的変化を評価するため画像解析により炭化物面積率を求めた結果を図 4.5 に示す。いずれの鋼種とも、炭化物面積率は表面部から内部に向けてほぼ一様に減少する。SUS329J3L 鋼は表面部で約 90%の最高値を示すが、内部に向けての減少率が最も大きいため、300 μm の位置では最小となる。表面部の炭化物面積率が最低となる SUS444 鋼は表面からの距離の増加に伴う低下傾向が最も小さいため、300 μm の位置では SUS304 鋼と同程度となる。

炭化物面積率と炭素濃度との関係を図 4.6 に示す。各鋼種のデータは鋼種によらず同一傾向にあり、炭素濃度の上昇と共にほぼ線形に炭化物面積率が増加する。浸炭処理後の炭素は Cr 炭化物としての析出および γ 相やフェライト相へ固溶する。炭素の溶解度は γ 相とフェライト相で異なるにもかかわらず、各鋼種のデータは同一傾向にある。これは浸炭処理後の冷却速度が遅いため冷却中に炭素の析出が進行することにより固溶炭素が減少したためと考えられる。この図における炭素濃度と炭化物析出量との関係からも、炭素の大半は Cr_7C_3 型炭化物として析出するものと判断できる。

表面近傍の炭素濃度は図 4.1 に示したように、SUS329J3L 鋼が最も高く、ついで SUS304 鋼であり、SUS444 鋼が最も低い。炭素の内部への浸入深さは逆の傾向となり、フェライト系が最も深くなる。これら 3 鋼種の浸炭挙動の相違はそれぞれの化学組成や組織と次のように関係するものと考えられる。表面近傍で最も高い炭素濃度を示した SUS329J3L 鋼は Cr 含有量が高いため、形成される Cr 炭化物量が多いことから表面近傍の炭素濃度が高くなるものと考えられる。炭素濃度が Cr 量に依存することは 12%Cr 鋼の炭素濃度⁸⁾が SUS304 鋼や SUS444 鋼よりも低いことから裏付けられる。SUS329J3L 鋼では表面近傍に高密度に析出した炭化物が炭素の内部への拡散を抑制するため浸炭深さが浅くなるものと考えられる。フェライト系の SUS444 鋼は拡散が速いため浸炭深さが大きくなると考えられる。

浸炭は、固溶 C 量の増加と Cr 炭化物の析出に伴う固溶 Cr 量の減少により、マトリックス相に影響を与えることが考えられる。浸炭処理材の X 線回折においては、それぞれの鋼種で新たなマトリックス相は検出されなかった。すなわち、SUS304 鋼の γ 相は安定であり、組織変化は炭化物析出のみである。SUS444 鋼では γ_R 相は検出されなかったが、浸炭処理中に γ 相が生成し、冷却中にマルテンサイト変態が生じた可能性が残る。

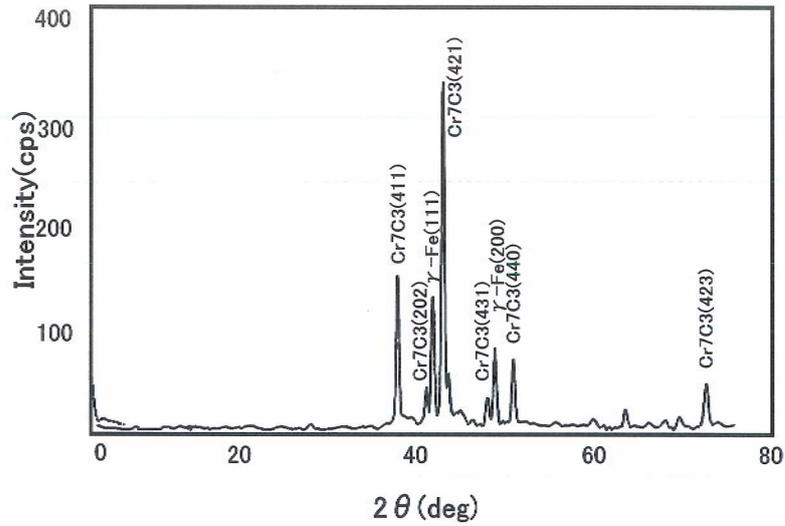


図 4.4 浸炭処理した SUS304 鋼の X 線回折図 (1323K-4h)

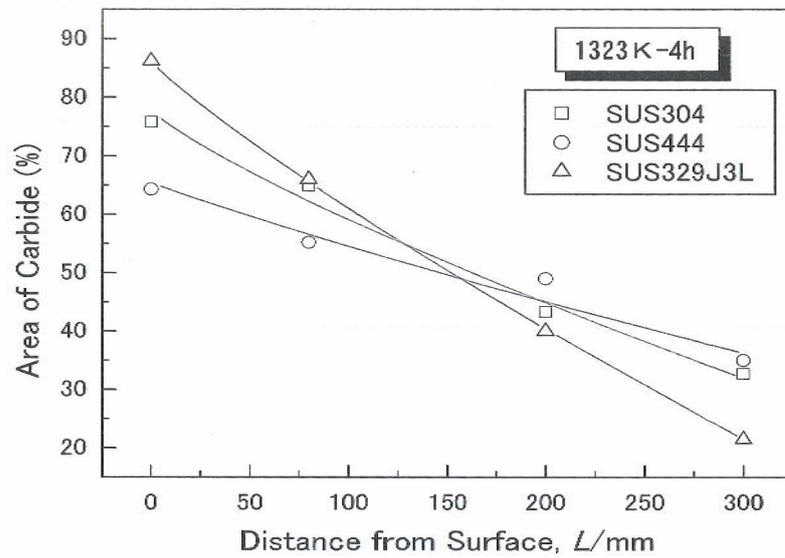


図 4.5 炭化物面積率と表面からの距離の関係

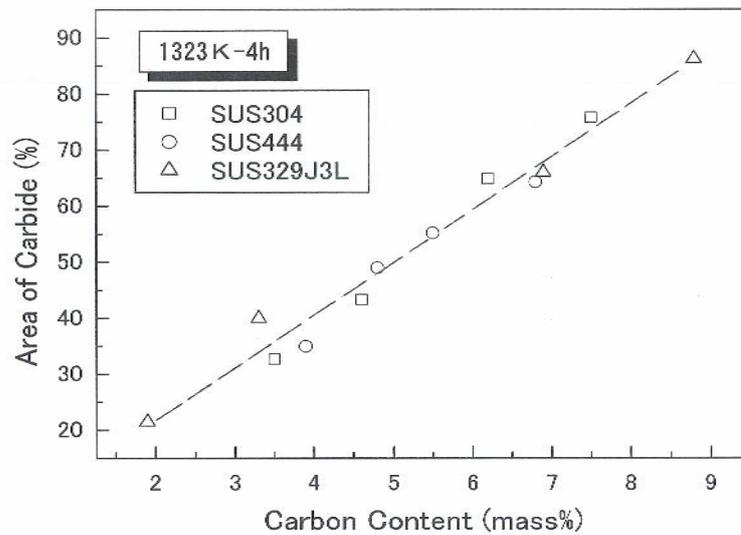


図 4.6 炭化物面積率と炭素濃度との関係

4.3.2 硬さ

表面硬さに及ぼす浸炭温度の影響を図 4.7 に示す。各鋼種ともに 1173K 浸炭により顕著な硬化が生じ、1323K まで温度の上昇と共に緩やかに硬さは増加する。SUS304 鋼はいずれの温度においても硬さが最も低い。SUS444 鋼は 1173K では SUS329J3L 鋼よりも硬さが低いが、1223K 処理で著しく硬化するため 1223K 以上では 1000HV 程度を示し最高値となる。

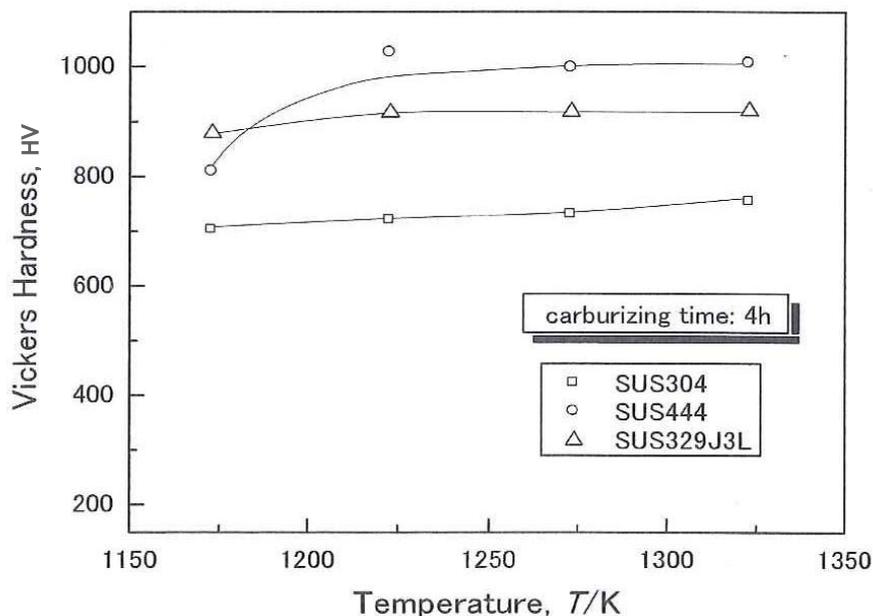


図 4.7 表面硬さに及ぼす浸炭温度の影響

硬さと表面からの距離との関係を各鋼種について図 4.8 に示す。各鋼種とも浸炭表面で最高の硬さを示し、表面からの距離の増加と共に硬さは低下し、飽和値に到達する。浸炭温度が高いほど飽和値となる深さが増加する。表面からの距離の増加に伴う硬さの低下傾向は SUS304 鋼と SUS329J3L 鋼はほぼ同じであるが、SUS444 鋼は特異な挙動を示す。すなわち、表面からの距離の増加と共に漸減的な硬さ低下となる前 2 者に対し、SUS444 鋼の硬さは高い硬さを保持した後、急激に飽和値まで低下する。この硬さの高い領域は 1223K 以上で観察され温度の上昇と共に拡大し、1323K では 0.7 mm の深さにまで達する。

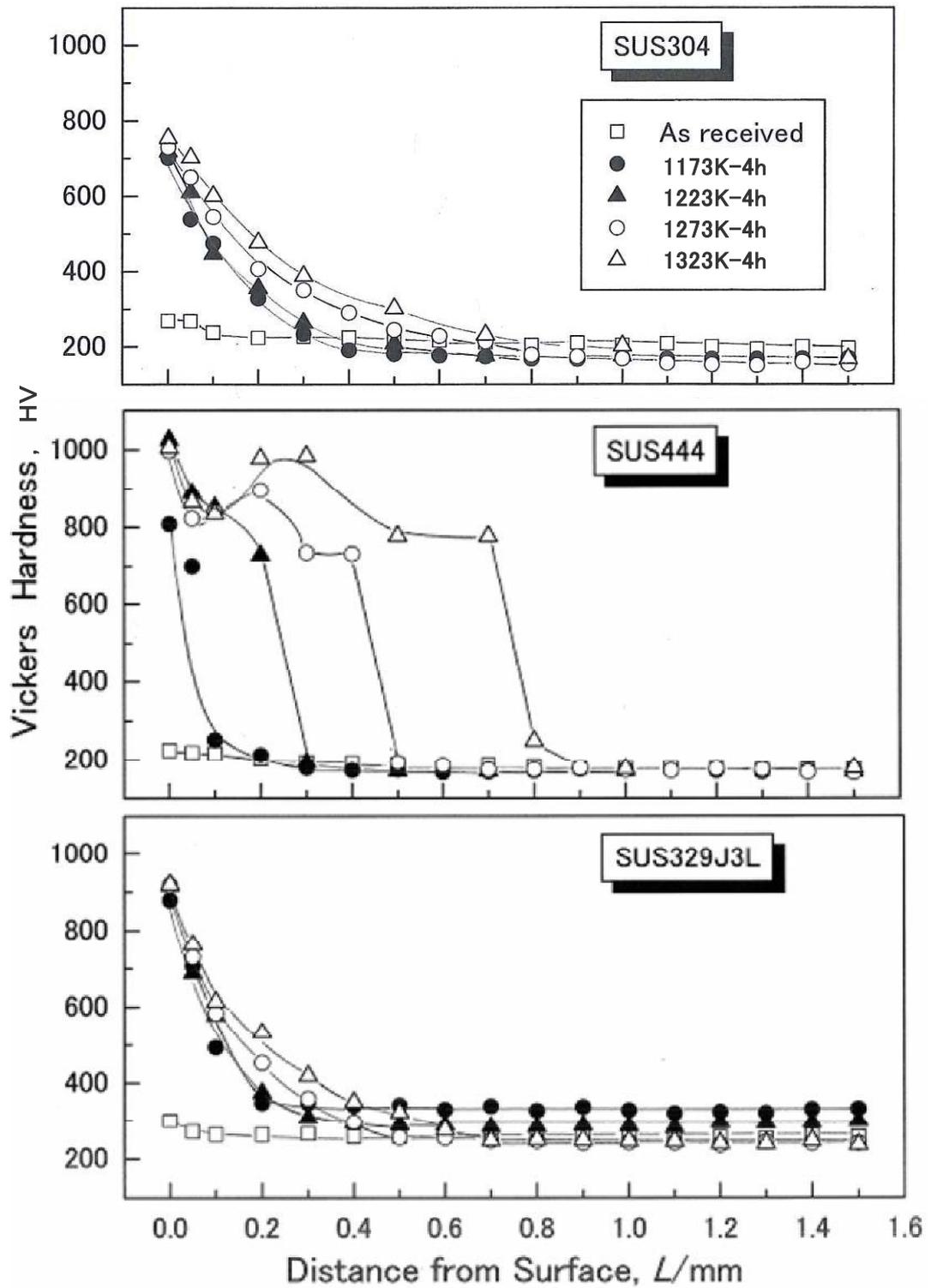


図 4.8 浸炭処理材の硬さ分布曲線

浸炭処理による硬さの増加挙動を検討するため、硬さと炭化物面積率との関係を図 4.9 に示す。炭化物面積率と炭素濃度との間には図 4.6 に示した線形の関係があるため、硬さと炭素量との関係も同様の傾向となる。硬さの炭化物面積率の増加に伴う変化挙動は鋼種間で異なる。SUS304 鋼と SUS329J3L 鋼の硬さは炭化物面積率に対しほぼ一様な増加を示し、炭化物面積率の低い領域では後者の方がやや高硬さ側となる。これに対し、SUS444 鋼の硬さは前 2 者の傾向から高硬さ側に位置し、炭化物面積率による変化は小さい。このような前 2 者と SUS444 鋼との相違は硬化機構の違いによるものと考えられる。前 2 者の硬さは炭化物量に対しほぼ線形に増加することから両鋼の浸炭による硬化は主として硬質な Cr 炭化物の析出によるものと考えられる。SUS444 鋼では浸炭処理により Cr 炭化物が多量に析出する結果、マトリックス中の固溶 Cr 濃度の低下と同時に浸炭処理によりオーステナイト形成元素である炭素の濃度が上昇するため、浸炭処理中にフェライト相から γ 相に変態するものと考えられる。この γ 相が冷却中にマルテンサイト変態し、炭化物そのものによる硬化に加えて、高炭素マルテンサイトによる硬化が付加されるため著しく硬さが高くなるものと考えられる。このようなマルテンサイト相による硬化機構が SUS329J3L 鋼の約 50%を占めるフェライト相で生じた可能性があり、炭化物量の少ない領域で SUS304 鋼より SUS329J3L 鋼の硬さがわずかながら高かった原因として考えられる。

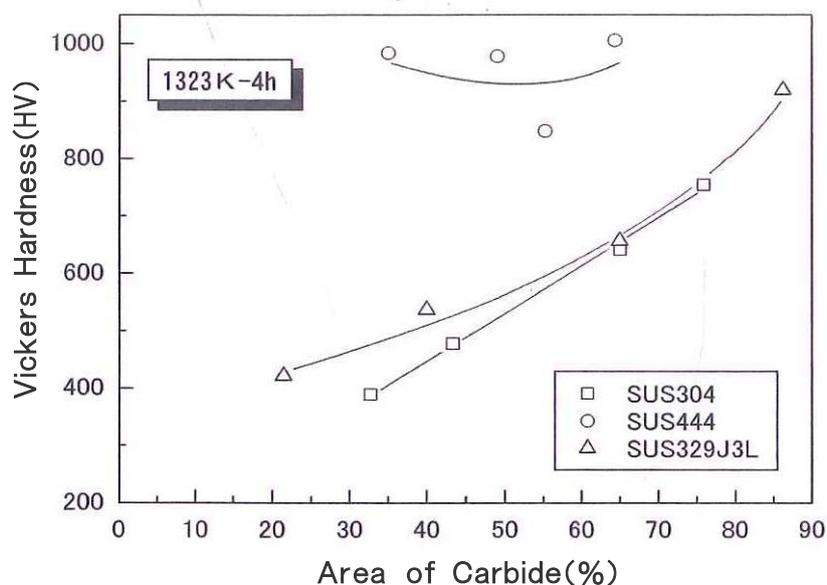


図 4.9 硬さと炭化物面積率との関係

オーステナイト系 SUS316L 鋼の高温プラズマ浸炭処理による硬化⁹⁾と、本研究の SUS304 鋼の結果を比較すると、硬化深さはほぼ同じであるが、最高硬さは高温プラズマ浸炭処理の 450HV に対して真空浸炭処理では 750HV とかなり高い。炭化物の析出量は今回の真空浸炭処理材の方が多く、このため最高硬さに差が生じたと考えられる。

4.3.3 摩耗特性

各鋼種の Block on disk 摩耗試験による摩耗量と摩耗距離との関係に及ぼす浸炭処理の影響について図 4.10 に示す。いずれの鋼種においても浸炭処理により摩耗量は減少し、浸炭温度が高い方が摩耗量は小さい。浸炭処理材の摩耗量は SUS329J3L 鋼が最も少なく、ついで SUS304 鋼であり SUS444 鋼が最も多い。なお、SUS329J3L 鋼の未処理状態での摩耗量は SUS304 鋼や SUS444 鋼に比べ少ない。しかし、その差は約 10%であることから SUS329J3L 鋼の浸炭処理による摩耗量の減少傾向が最も大きいとえる。摩耗量と摩耗距離との関係については、未処理材では線形関係であるが、浸炭処理材では摩耗距離の増加と共に線形関係から高摩耗量側に推移する。この推移幅は摩耗距離の増加と共に拡大し、温度の低い方が大きい。

摩耗特性に及ぼす炭化物やマトリックス組織の影響を検討するため摩耗量と摩耗距離（摩耗時間）との関係から各深さ位置における摩耗速度を求め、炭化物面積率や硬さとの関係を調査した。

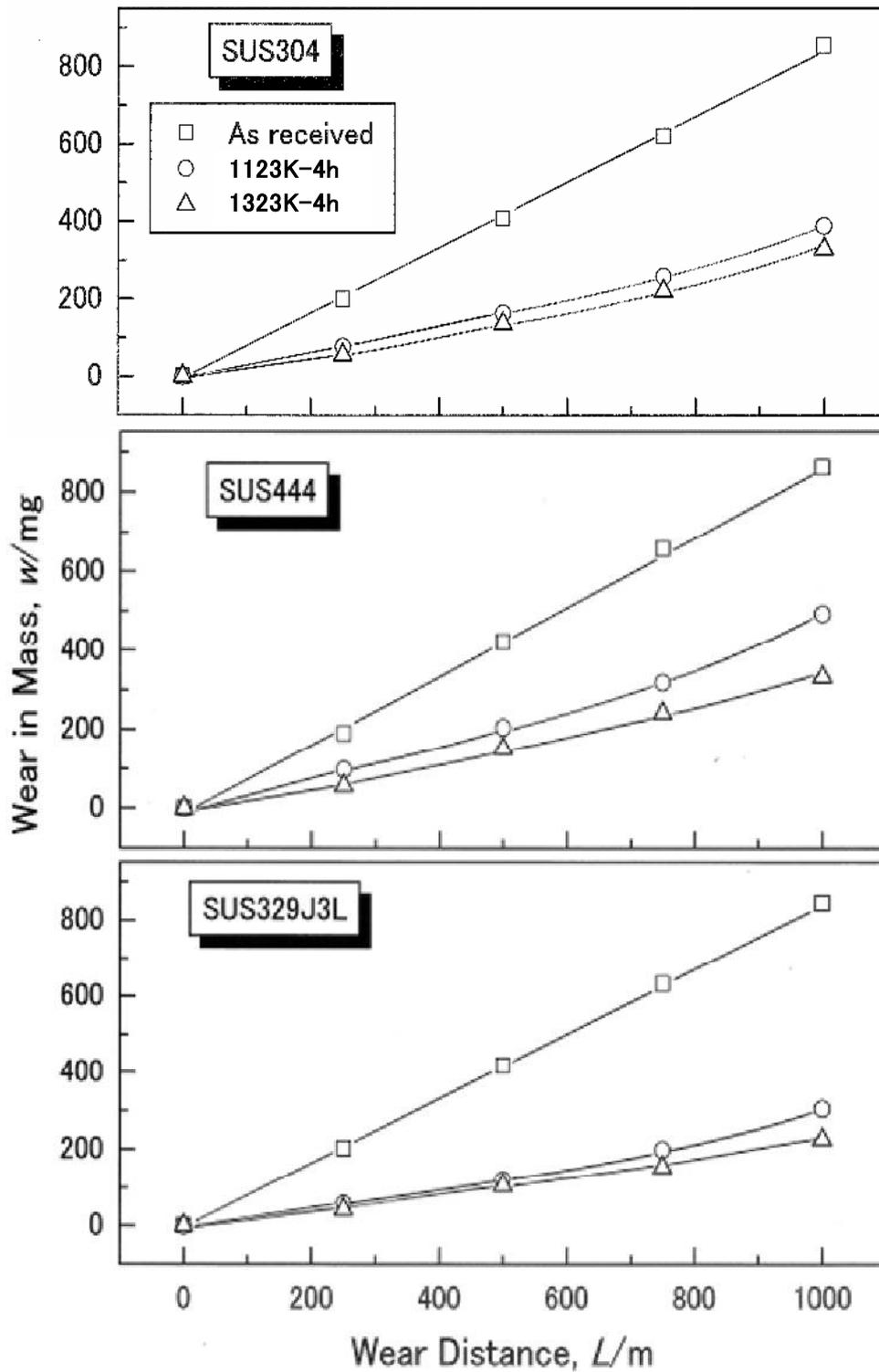


図 4.10 Block on disk 摩耗試験における摩耗量と摩耗距離の関係

炭化物面積率と摩耗速度との関係を図 4.11 に示す。各鋼種ならびに各処理温度いずれにおいてもその摩耗速度は炭化物面積率すなわち炭化物量の増加と共に低下しており、硬質な Cr 炭化物により耐摩耗性が改善されることがうかがえる。炭化物面積率の低い領域では鋼種間に差が認められ、SUS444 鋼の摩耗速度が最も大きく、SUS329J3L 鋼が最小となる。しかし、炭化物量の増加と共に鋼種間変動は縮小し、摩耗速度と炭化物面積率の相関は良くなる。この点については、図 4.3 に示すように各鋼種の炭化物の析出形態に相違があることとの関係が考えられる。炭化物量の少ない領域で、摩耗速度が最も低い SUS329J3L 鋼の炭化物が最も粗大であり、摩耗速度の高い SUS444 鋼の炭化物が最も小さい。すなわち、耐摩耗性と炭化物の大きさとの間に相関があり、粗大の方が耐摩耗性への寄与が大きいことになる。このような析出形態の耐摩耗性への影響が炭化物量の少ない領域で強く現れた可能性が考えられる。炭化物量が少ない領域では相対的にマトリックスの影響が大きくなると考えられるが、二相系が最も摩耗量が少ないことからマトリックスの寄与は考え難い。

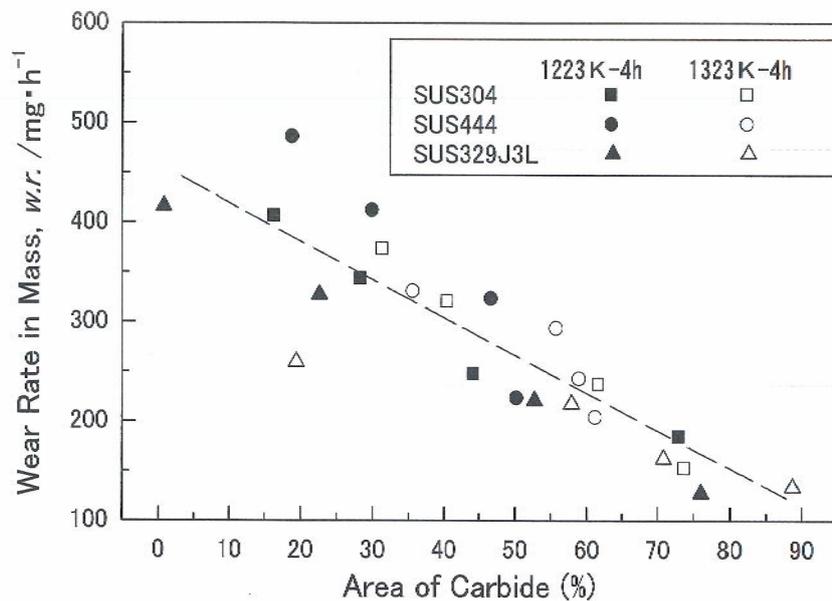


図 4.11 浸炭処理材の炭化物面積率と摩耗速度の関係

硬さと摩耗速度との関係を図 4.12 に示す。各鋼種共に硬さの増加に伴ない摩耗速度は低下し、SUS304 鋼と SUS329J3L 鋼はほぼ同一の線上にある。しかし、SUS444 鋼は前 2 者の傾向より高硬さ側となる。このような SUS444 鋼の高硬さ側への推移は、浸炭処理中に γ 相に変態した領域がマルテンサイト変態したことに関係するものと考えられる。この図を先に示した炭化物面積率に関する図 4.11 と比較すると、SUS444 鋼におけるマルテンサイト硬化は浸炭処理材の耐摩耗性の改善に寄与しないことになる。すなわち、耐摩耗性を改善する主要因子は炭化物であり、マトリックスの影響は小さいと結論できる。

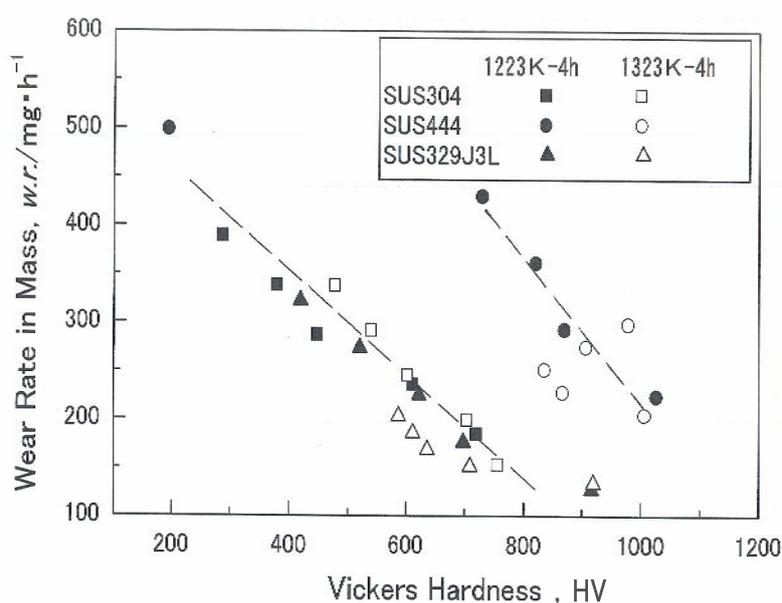


図 4.12 浸炭処理材の硬さと摩耗速度の関係

4.3.4 潤滑摩擦摩耗試験

表 4.2、表 4.3 および図 4.13～図 4.16 に潤滑摩擦摩耗試験結果を示す。未処理品において摩擦係数 μ は不規則に大きく変動し、荷重 2kg では SUS430 鋼、荷重 5kg では SUS304 鋼および SUS430 鋼でそれぞれ焼付が発生した。これに対して 1323K-4h の浸炭処理材の μ は安定し、いずれの鋼種においても焼付は発生しない。また浸炭処理材では図 4.15、図 4.16 に示すように摩擦係数の平均値は初期 μ よりも小さくなっている。これは「馴染み効果」と認められ、高密度に分散した炭化物の隙間が潤滑油溜まりとして機能しているものと考えられる。図 4.17 に SUS304 鋼および SUS444 鋼の表層および深さ 80 μm の SEM 像を示す。両者の炭化物形態を比較すると、SUS444 鋼は 80 μm の深さで炭化物形態が変化して、ラメラ状の組織となっている。図 4.5 に示したように、炭化物面積率は SUS304

鋼では 76%、SUS444 鋼では 64%であり、潤滑油溜まりの面積は SUS444 鋼の方が大きい。その結果 SUS444 鋼の方は摩擦係数が小さく「馴染み効果」が強いと考えられる。

次に潤滑摩擦摩耗試験後の表面の SEM 像を図 4.18～図 4.19 に示す。未処理材ではいずれの鋼種でも摩擦痕が確認でき、荷重 5kg の方が摩擦痕は大きい。浸炭処理材では摩耗痕は確認できず、浸炭に伴う炭化物の形成により耐摩耗性は著しく向上する。

表 4.2 潤滑摩擦摩耗試驗結果 (荷重 2kg)

	SUS304 未处理材	SUS304 浸炭处理材	SUS430 未处理材	SUS444 浸炭处理材
初期 μ	0.160	0.140	0.110	0.170
平均 μ	0.200	0.140	30 回焼付	0.125

表 4.3 潤滑摩擦摩耗試驗結果 (荷重 5kg)

	SUS304 未处理材	SUS304 浸炭处理材	SUS430 未处理材	SUS444 浸炭处理材
初期 μ	0.156	0.176	0.112	0.176
平均 μ	40 回焼付	0.156	20 回焼付	0.128

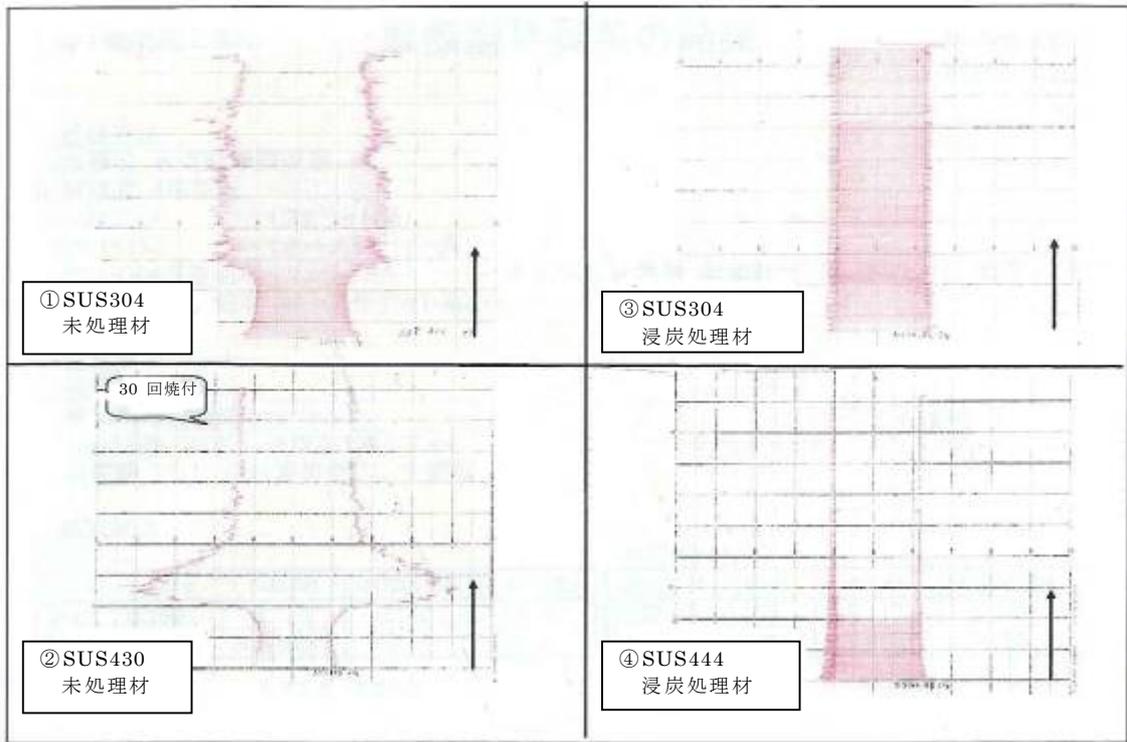


図 4.13 潤滑摩擦摩耗試験中の摩擦力の変化挙動 (荷重 2kg)

0.2kgf

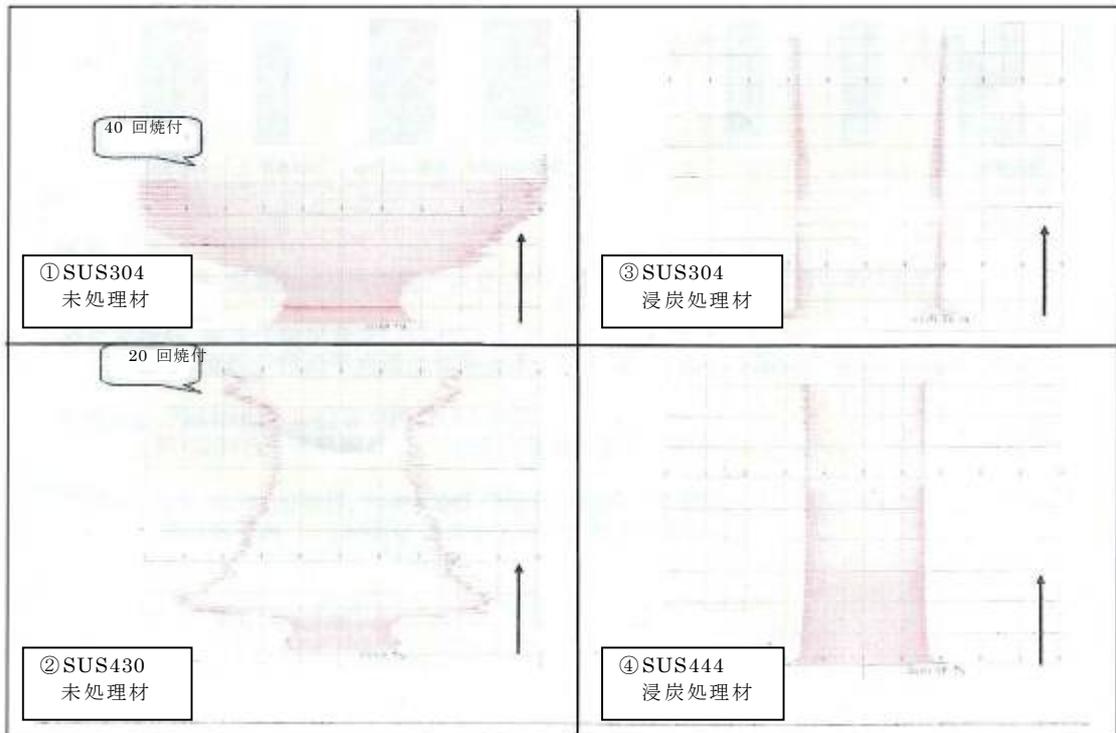


図 4.14 潤滑摩擦摩耗試験中の摩擦力の変化挙動 (荷重 5kg)

0.2kgf

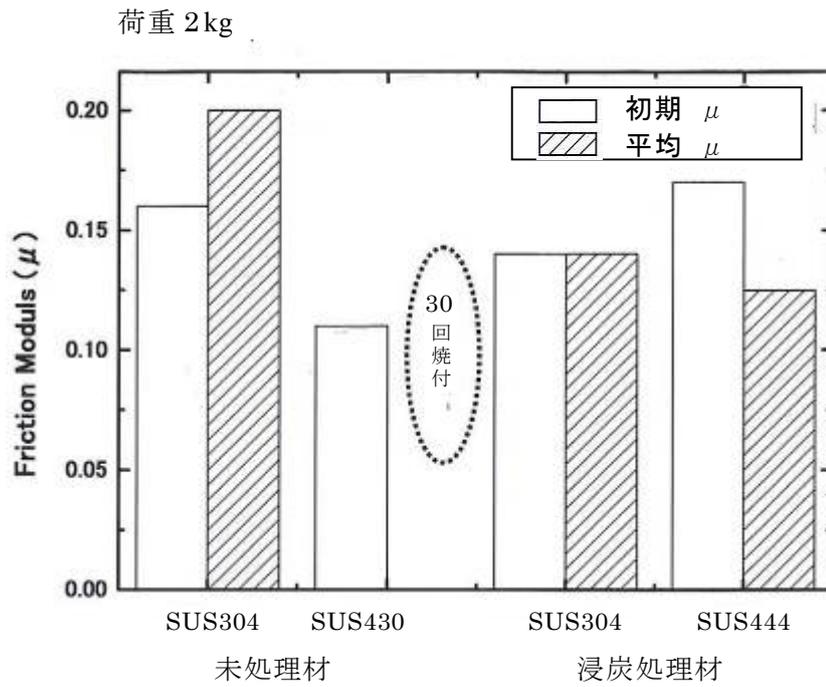


図 4.15 潤滑摩擦摩耗試験結果 (荷重 2kg)

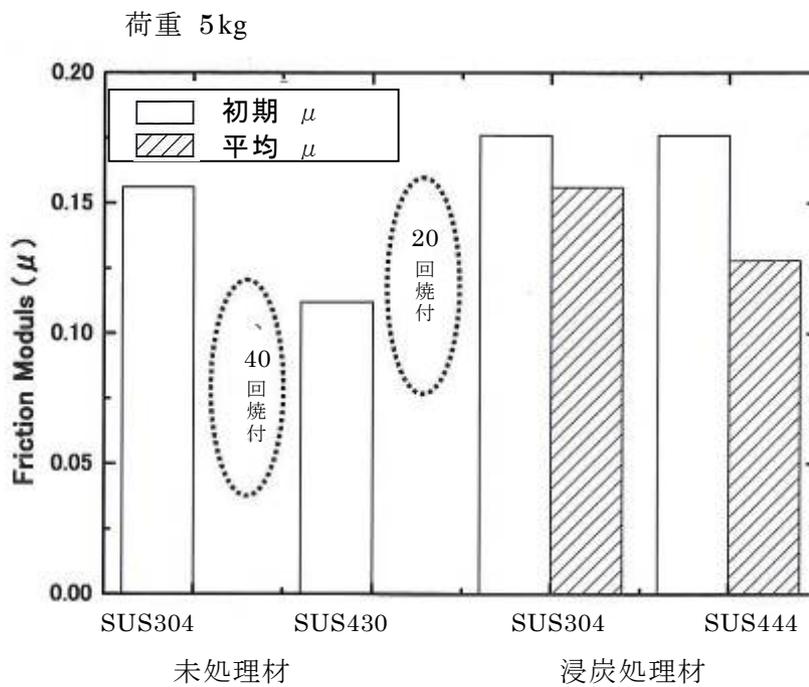
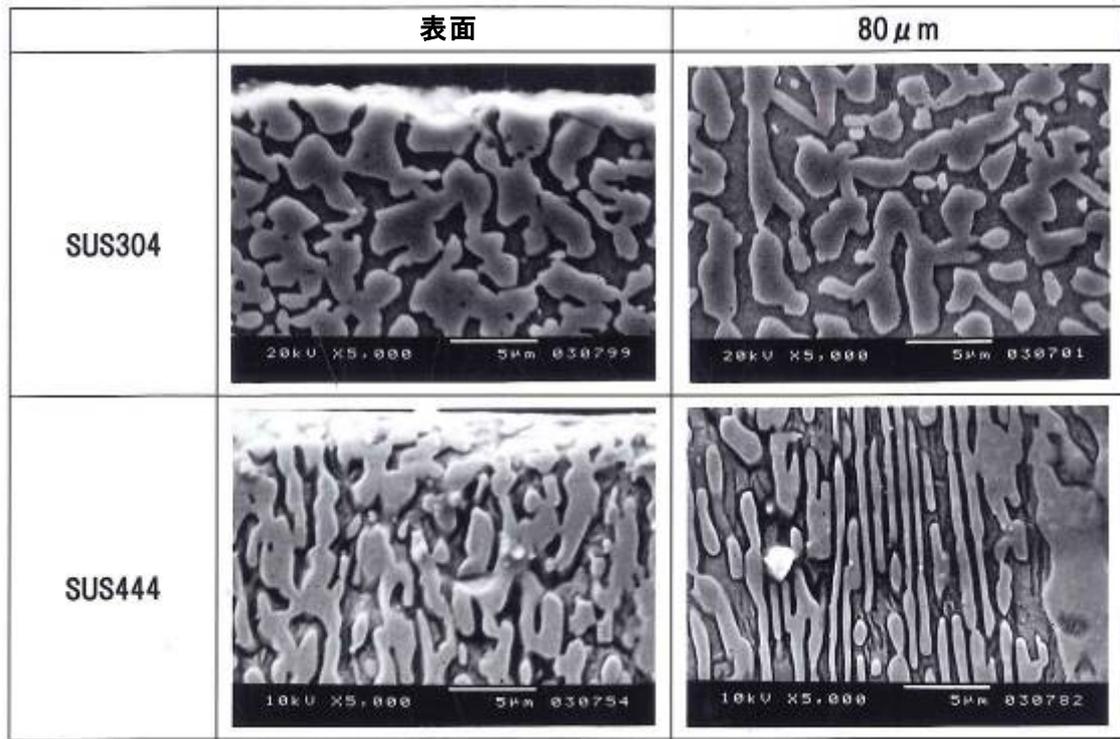


図 4.16 潤滑摩擦摩耗試験結果 (荷重 5kg)



5 μm

図 4.17 SUS304 鋼と SUS444 鋼の走査電子顕微鏡組織 (腐食液：王水)

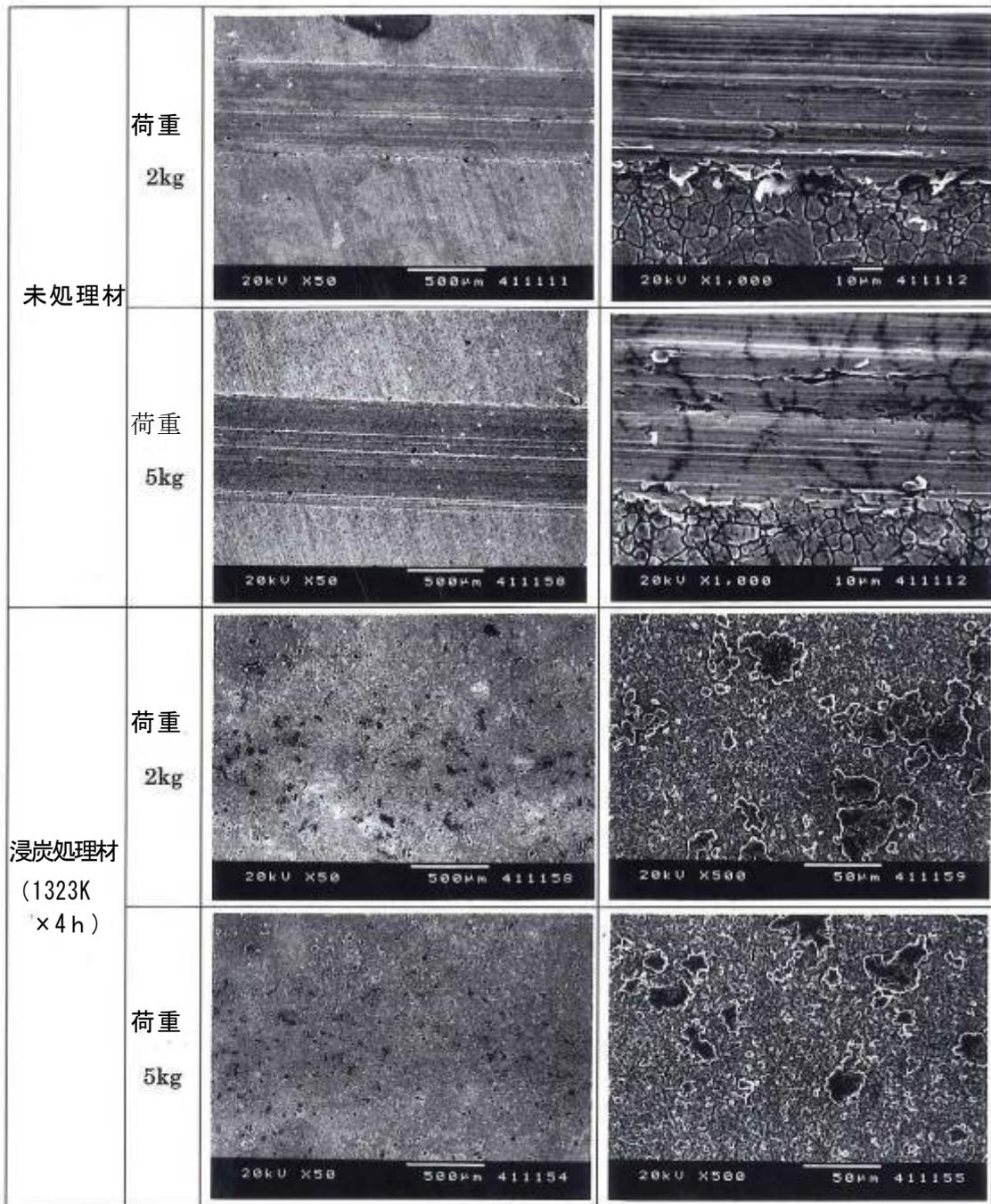


図 4.18 SUS304 鋼の潤滑摩擦摩耗試験表面の走査型電子顕微鏡像

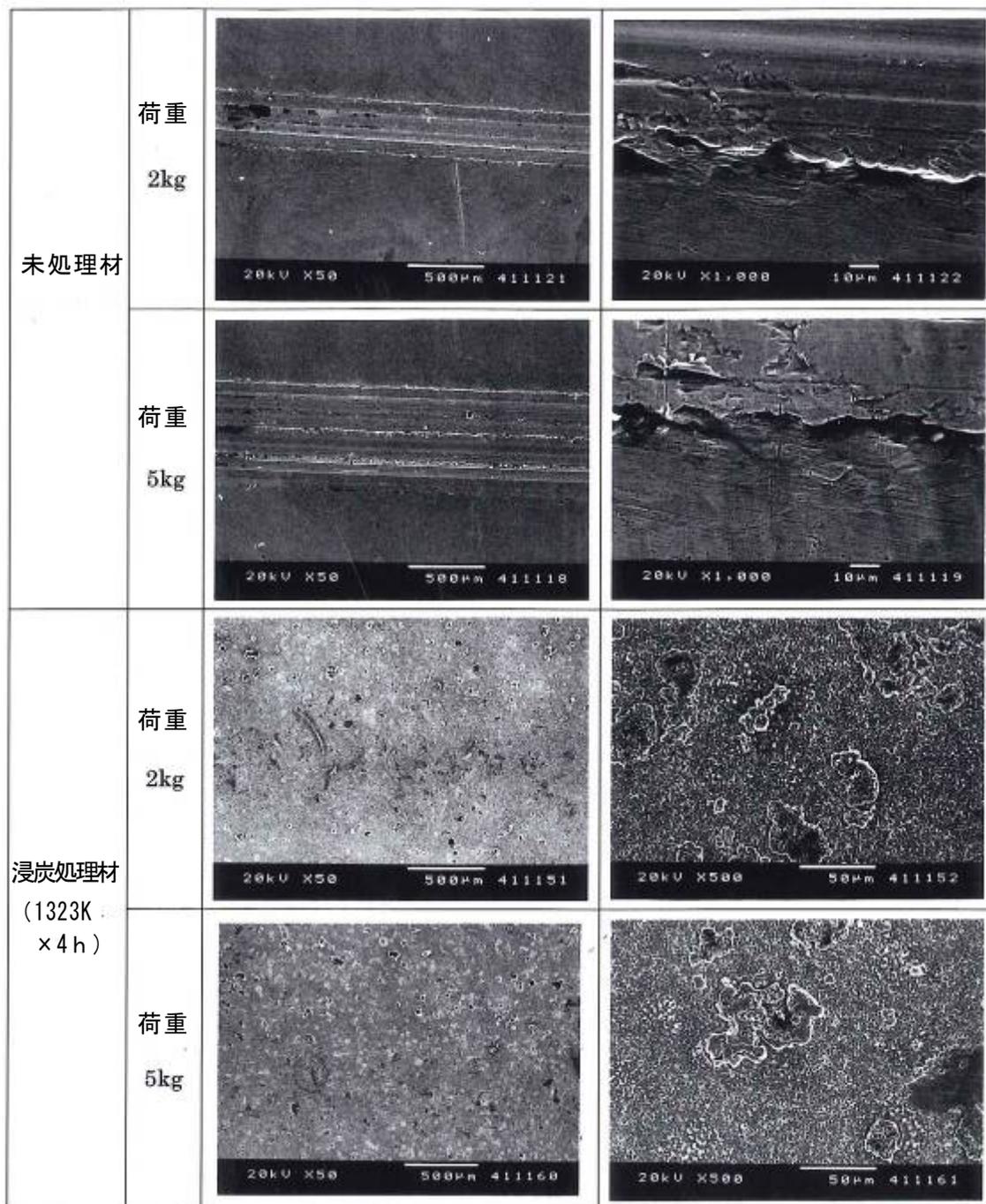


図 4.19 SUS444 鋼の潤滑摩擦摩耗試験表面の走査型電子顕微鏡像

4. 4 結 言

高速浸炭である真空浸炭処理をオーステナイト系 SUS304 鋼、フェライト系 SUS444 鋼および二相系 SUS329J3L 鋼に適用し、表層部の炭素濃度、組織、硬さおよび耐摩耗性を調査し次の結果を得た。

(1) 表層部の炭素濃度は Cr 量の高い SUS329J3L 鋼が最も高く、約 9mass%まで浸炭する。浸炭深さは SUS444 鋼が最も深く、SUS329J3L 鋼が最も浅い。

(2) いずれの鋼種にも Cr_7C_3 型炭化物が多量に析出し、浸炭処理により導入された炭素の大半は炭化物として存在する。SUS329J3L 鋼の炭化物析出が最も顕著であり、表面部で約 90%の面積率となる。

(3) 浸炭処理により硬さが上昇する。SUS304 鋼および SUS329J3L 鋼では炭化物量の増加と共に硬さが上昇する。SUS444 鋼では Cr 炭化物の析出硬化に加えてマトリックスのマルテンサイト化による硬化が付加されるため、著しく硬さが増加すると同時に硬化域も深くなる。

(4) 浸炭処理により耐摩耗性は向上する。耐摩耗性は浸炭温度の高い方が、また、3 鋼種の中では SUS329J3L 鋼が最も優れる。耐摩耗性は主として炭化物量と相関し、炭化物量の少ない領域では炭化物形態の影響も認められる。SUS444 鋼のマルテンサイト硬化は耐摩耗性に寄与しない。

(5) 浸炭処理により潤滑摩擦摩耗試験特性は向上する。これは浸炭処理により形成された炭化物の硬さによる摩耗特性の向上および炭化物間の油溜まり効果によるものである。

第4章の参考文献

- 1) Sun Y., Li X., and Bell T. : Thermochemical Surface Engineering of Stainless Steel, 51 (2000).
- 2) 岩田均 : 石川島播磨技術, 45-1, 15 (2005).
- 3) 安藤 繁, 中山泰宏, 下尾聰夫, 木村 弘 : 日本金属学会誌, 50, 979 (1986).
- 4) 千葉 昂, 藤田敬太郎, 桜木彰彦 : 日本金属学会誌, 45, 1151 (1981).
- 5) 佐藤知雄, 西沢泰二, 石原 襄 : 日本金属学会誌, 23, 403 (1959).
- 6) 郝士明, 高山武盛, 西沢泰二 : 日本金属学会誌, 45, 1195 (1981).
- 7) Ando Y., Tobe S., Tahara H., and Yoshikawa T. : ISIJ International, 42, 1371 (2002).
- 8) Nakazawa T., Suzuki S., Sunami T., and Sogo Y. : ASTM STP 706, 99 (1979).
- 9) 植田 優, 金山信幸, 市井一男, 大石敏雄, 三宅秀和 : 熱処理, 46, 67 (2006).

第5章 真空浸炭処理の実用部品への適用

5.1 緒言

次世代型真空浸炭炉による生産技術の確立を目指して、以下の4点について検討した。

- 1) 次世代型真空浸炭炉の性能の検証と改善
- 2) 小型実験炉を用いた真空浸炭メカニズムの解明
- 3) 真空浸炭の特徴を活かした改質技術の確立
- 4) 改質材の耐久性を主とした機械的性質の向上

試験操業および実験から、真空浸炭の多くの利点を抽出し、浸炭メカニズムを基礎とした熱処理条件設定やCD浸炭条件の探索、厳密な条件管理による品質安定化などの難しさが明らかとなった。真空浸炭の操業の難しさを克服し、その長所を最大限に引き出せる浸炭技術としての真空浸炭処理を実現するためには実用部品への改善事例を積み上げ、真空浸炭の利点をユーザーに実感してもらうことが重要となる。

本章では、真空浸炭処理の実用部品への適用を行い、1.2.1で述べた真空浸炭の代表的な特徴がどのように活かされ、効果に結びついたか検証する。同時に量産することにより現出する問題点を抽出し、次章の実用化への課題に繋げる。

5.2 カーエアコン用半球シューへの適用

5.2.1 目的

本適用は真空浸炭の特徴である改質技術を活用した改善事例である。

カーエアコン用コンプレッサーの主軸はエンジンからの駆動力により回転する。主軸に固定された斜板が回転することによって半球シューを介してピストンが往復運動し、冷媒が圧縮される。半球シューと斜板は高速で摺動するため、半球シューには耐摩耗性と耐カジリ性が要求される。半球シューの材質としてSCM415H鋼を用いる場合には浸炭焼入れ処理を施し使用するが、カジリの問題が解決できないものがあつた。表面に球状セメントサイトを分布することにより耐カジリ性を改善する方法、すなわち真空浸炭によるCD浸炭処理を検討する。

5.2.2 熱処理方法

熱処理条件はCD浸炭組織を得るためパルス浸炭法を採用し、表2.3 test No.84の条件で真空浸炭焼入れを実施した。

5.2.3 結果および考察

光学顕微鏡組織を図 5.1 に示す。0.5~2.5 μm の球状炭化物が表面付近では密に分布し、深さ 0.2mm まで微細球状セメンタイトが認められる。球状セメンタイトの析出状況は図 3.17 で示した「適合」組織である。



25 μm

図 5.1 半球シューの光学顕微鏡組織（腐食液：3%ニッケル）

図 5.2 は半球シューフルチャージ処理における浸炭硬さのロット内バラツキである。炉内 11 点におけるロット内バラツキは表面硬さ $800 \pm 15\text{HV}$ であり、 550HV で規定される有効硬化深さ $0.6 \pm 0.025\text{mm}$ であった。

図 5.3 は同じく半球シューフルチャージ 30 回処理の浸炭硬さのロット間バラツキである。表面硬さは $800 \pm 25\text{HV}$ 、有効硬化深さ $0.53 \sim 0.63\text{mm}$ でバラツキ幅 0.1mm であった。ロット内バラツキおよびロット間バラツキは、ガス浸炭におけるバラツキのおよそ $1/2$ である。真空浸炭炉では、ガス浸炭における空気中の湿度、原料ガスの成分および製品の汚染具合等の外部要因が少ないためである。

この熱処理では実車装着 1 年間の実績を通して、その間焼付や摩耗など熱処理に起因するトラブルは皆無であったが、前工程の煩雑さおよびプレス品質の問題が残された。

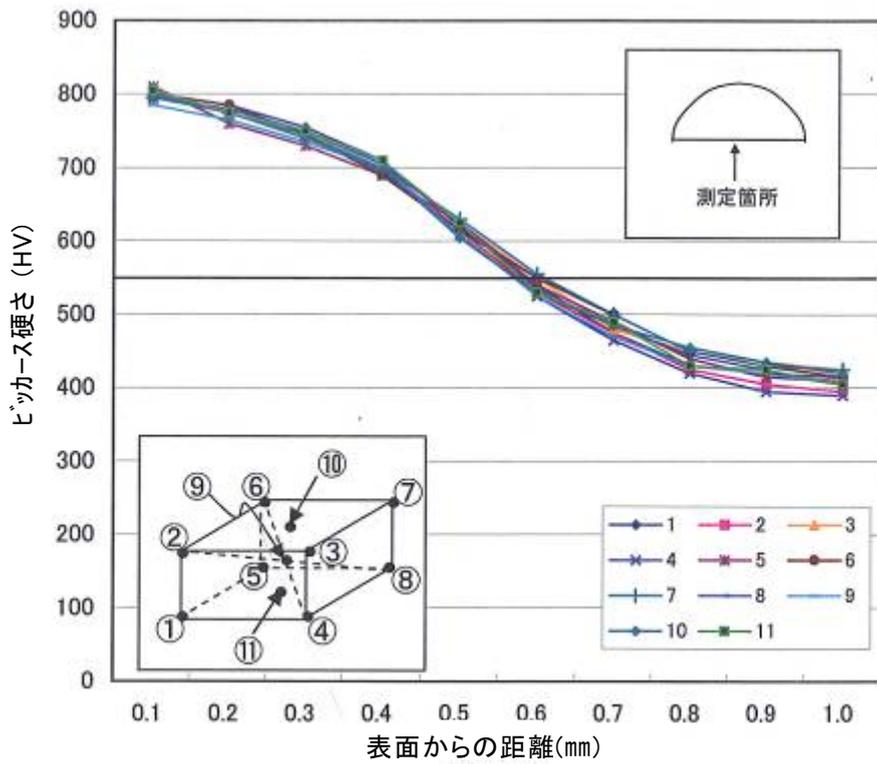


図 5.2 半球シューの浸炭硬さのロット内バラツキ

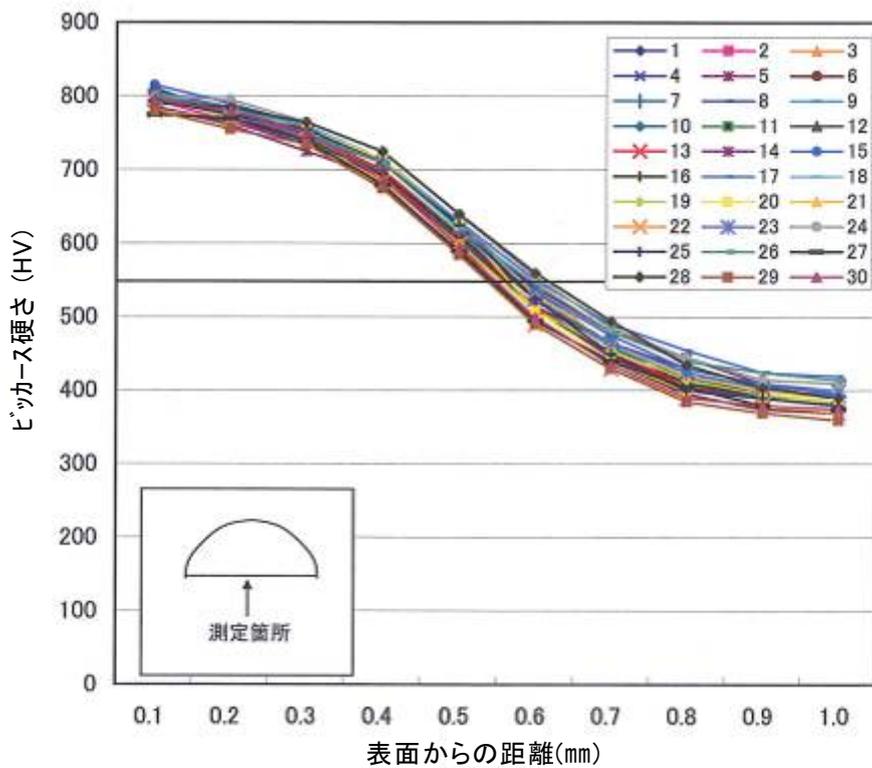


図 5.3 半球シューの浸炭硬さのロット間バラツキ (n=30 ロット)

5. 3 摺動部品用ベアリングへの適用

5.3.1 目的

本適用は、真空浸炭の特徴である高速浸炭および深孔内部への浸炭の2つの長所を活かした事例である。

摺動部品は長尺レール、球状転動体（ボール）およびベアリングで構成される精密機械部品である。長尺レールのボール溝とベアリングのボール溝の間に転動体が配列され、レール上をベアリングが摺動する際にボールが回転移動する。ボールはエンドキャップの循環孔を通して元に戻りエンドレスに循環する。摺動部品のボール溝にはボールの高速回転と高い面圧が負荷されるため SCM415H 鋼を浸炭焼入れして使用する。

摺動部品のうち、小型製品は例えば半導体産業におけるウェハーのハンドリングに用いられ、中型製品は工作機械や NC プレスの X-Y テーブルなどに使用されている。大型製品は大型工作機械や大型液晶製造装置の露光装置などに使用されている。大型製品のベアリングには大きい荷重が負荷されるため、浸炭深さが浅いと浸炭層が陥没し変形のため機能不全となる。このため大型のベアリングには 1.5mm 程度の深い浸炭層が要求される。ガス浸炭では深い浸炭層を得るには浸炭深さと浸炭時間の関係は平方根則が成り立つため、長時間を要する。真空浸炭は高速浸炭であり浸炭時間の大幅な短縮が期待できる。循環孔については負荷される荷重が小さいため、ボール溝ほどの耐摩耗性は必要としないが、長期間の使用に対しては浸炭されている方が耐摩耗性の点で有利となる。

5.3.2 熱処理方法

摺動部品用ベアリングの熱処理条件を図 5.4 に示す。真空浸炭では、ガス浸炭に比べおよそ 3 倍の高速浸炭であることから、浸炭時間を大幅に短縮した条件設定とした。ガス共析浸炭から真空共析浸炭に変更した結果、浸炭時間は 8h 短縮となった。

(a) ガス共析浸炭

(b) 真空共析浸炭

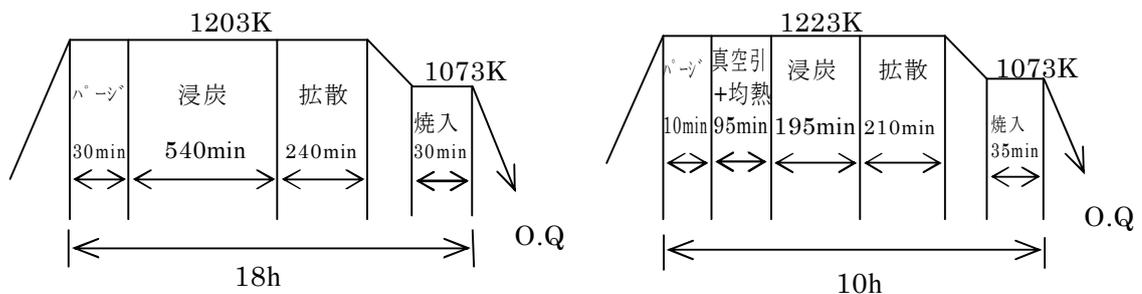


図 5.4 摺動部品用ベアリングの熱処理条件

5.3.3 結果および考察

図 5.5 はベアリング断面の浸炭マクロパターンを示したものであり、外周部、ボール溝部および循環孔の内部も均等に浸炭されていることが確認できる。



図 5.5 ベアリングの浸炭マクロパターン

図 5.6 は外周部、ボール溝部および循環孔部の硬さ分布を示す。浸炭ガスの流気性の良好な外周部は他に比べて有効浸炭深さが 0.2mm 深くなっている。循環孔は深孔にもかかわらずボール溝部と同種の硬さ分布である。ガス浸炭における中央部深孔の浸炭深さはおよそ 0.8mm に対して真空浸炭では 1.6mm であり、真空浸炭の特徴である深孔の浸炭が実現している。

図 5.7 は熱処理ロット 30 回の硬さ分布を示す。有効浸炭深さは 1.45mm~1.70mm でバラツキ幅は 0.25mm であった。半球シューの場合と同様にバラツキ幅はガス浸炭におけるバラツキ 1.10mm~1.65mm に対してのおよそ 1/2 である。

真空浸炭法に移行する前のガス共析浸炭における熱処理条件 1203K×13h に対して、真空浸炭では 1223K×7h で同じ浸炭深さが得られた。高速浸炭可能な真空浸炭により浸炭時間が 5h 短縮できる。

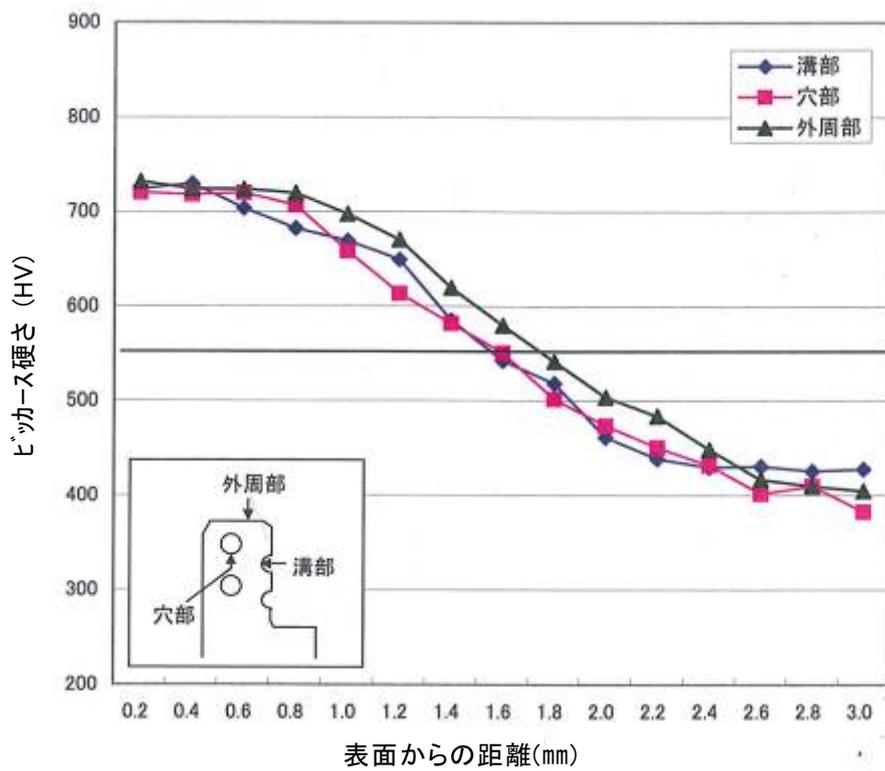


図 5.6 ベアリングの各部位における硬さ分布曲線

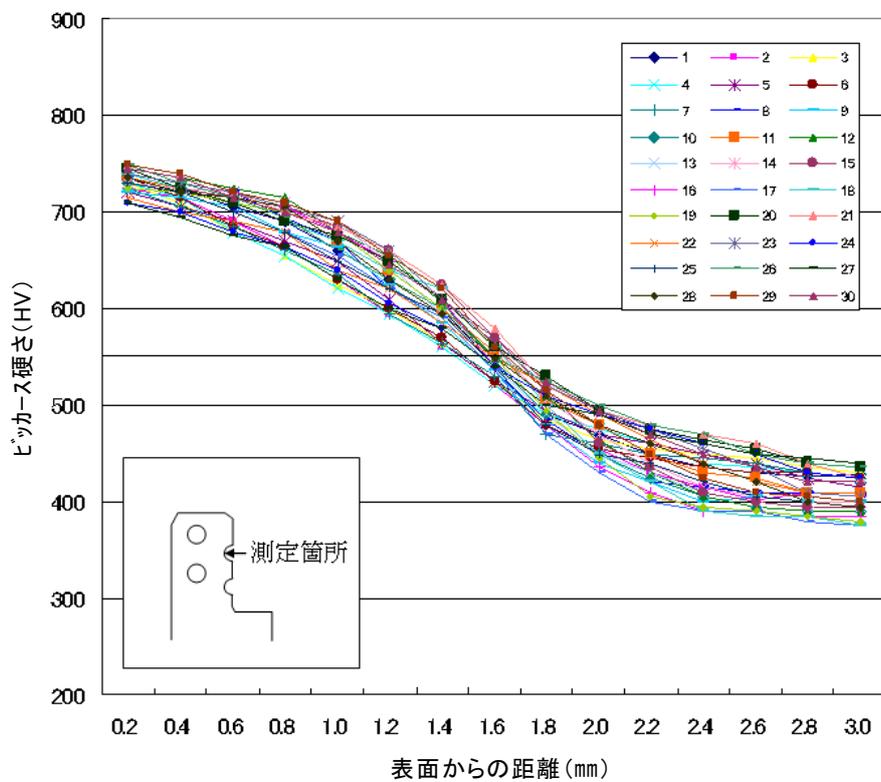


図 5.7 ベアリングの硬さ分布曲線の $n=30$ 、ロット間バラツキ

図 5.8 はベアリングの各部位の光学顕微組織を示す。各部位とも表面には粒界酸化による異常組織は認められない。浸炭ガスの流気性の良好な外周部の最表面には、マルテンサイト組織の中に微細な球状セメンタイトがわずかに認められるが、 $1\mu\text{m}$ 以下の粒状のため問題とはならない。ボール溝部および循環孔部の表面では初析セメンタイトは確認されないが、外周部と同じ硬さであることから焼入れ温度 1073K の A_{cm} に近い炭素量のマルテンサイト組織と考えられる。非浸炭部の芯部組織は数パーセントの初析フェライトを含む低炭素マルテンサイト組織であり、良好な芯部組織である。

前記のように、ガス共析浸炭から真空共析浸炭への移行により、浸炭時間を 5h 短縮でき、さらに深孔である循環孔の内部にもボール溝部と同じ浸炭深さを得ることができる。前者は生産性の向上、後者は耐久性の改善に寄与することから、真空浸炭による量産体制を構築できる。

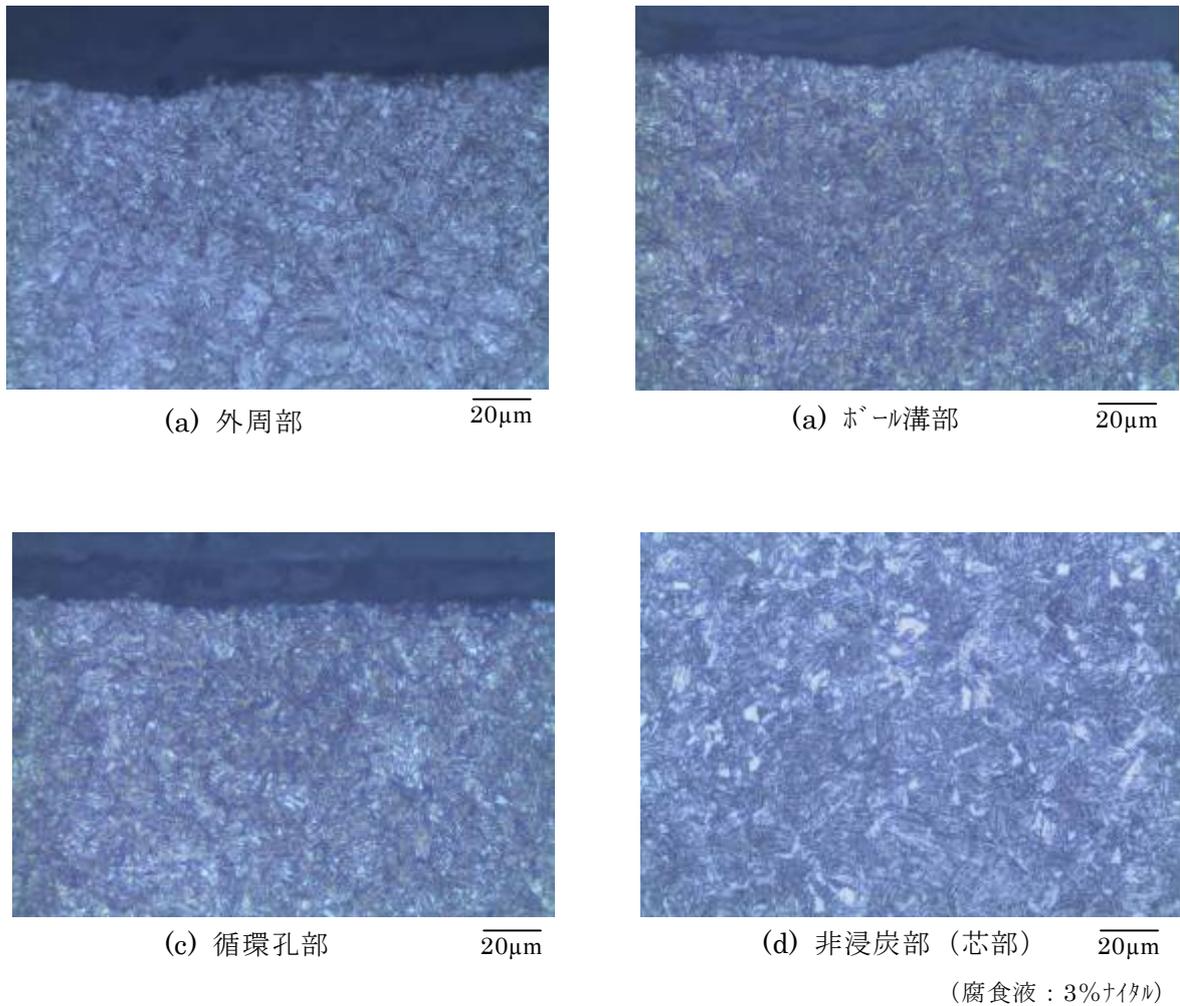


図 5.8 摺動部品用ベアリングの真空浸炭組織

5. 4 自動車用ネジ軸への適用

5.4.1 目的

真空浸炭の特徴である光輝性外観に着目した改善事例である。

ボールネジはネジ軸と球状転動体（ボール）およびナットで構成される精密機械部品である。ネジ軸およびナットにはそれぞれボール溝が加工され、両者の間にボールが配列された構造である。ネジ軸が回転することによりナットが左右に移動する。ネジ軸の溝部に酸化スケールがある場合には使用中に剥がれ落ち、カジリや異常摩耗等不具合の要因となるため、酸化スケールの除去が必要となる。ガス浸炭焼入れでは表面に粒界酸化に伴う酸化皮膜が形成されるため、研削工程やラップ工程により酸化皮膜の除去が必要である。工数低減の目的で真空共析浸炭処理を検討する。

5.4.2 熱処理方法

図 5.9 に真空浸炭焼入れ、焼戻しのヒートサイクルを示す。ネジ軸の鋼種は主に SCM415H 鋼が用いられる。真空共析浸炭組織を得るため、浸炭時間 90 min に対して拡散時間 158 min と長く設定した。焼戻しは図面規格を満足すべく 463K×90 min とした。

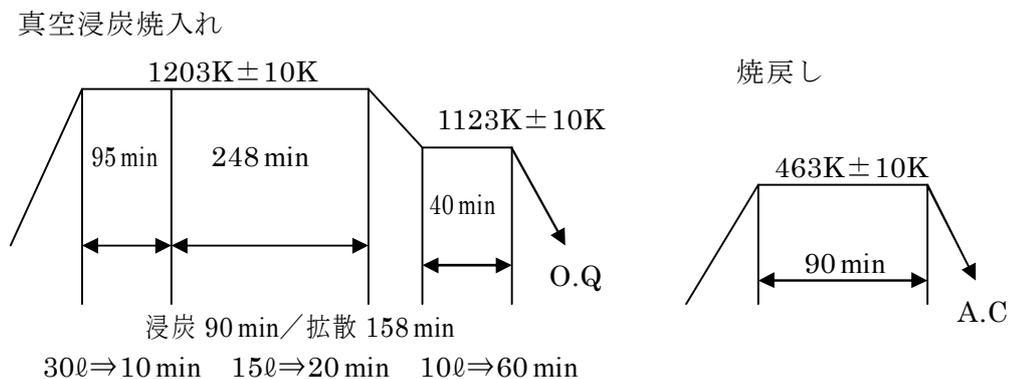


図 5.9 ネジ軸の真空浸炭焼入れ焼戻しのヒートサイクル

5.4.3 結果および考察

図 5.10 にボールネジの浸炭焼入れおよび焼戻し後の外観を示す。(a) はガス共析浸炭の外観であり、焼入れ時は光沢のない灰色である。463K の焼戻しにより一般に言われるテンパーカラーによって淡黄色に変色している。焼入れ時の灰色の外観は最表面の粒界酸化により形成された酸化皮膜によるものである。(b) で示される真空共析浸炭では炉内に酸化成分がないため光輝肌であり、テンパーカラーによって若干黄色となっている。



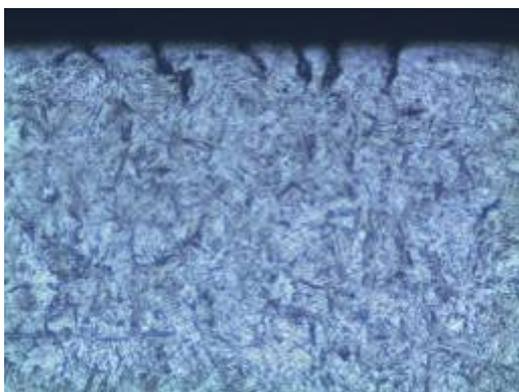
(a) ガス共析浸炭



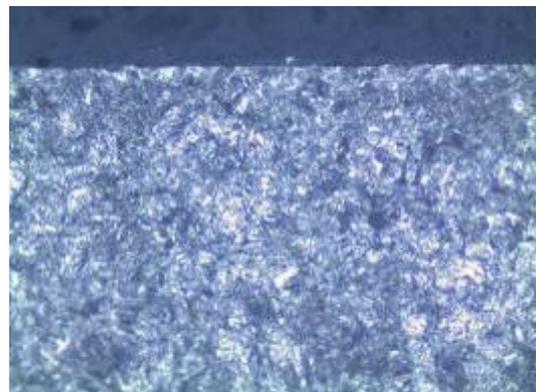
(b) 真空共析浸炭

図 5.10 ボールネジの外観

図 5.11 にネジ軸の浸炭組織を示す。(a) はガス共析浸炭組織であり、表面より深さ 10 μm まで粒界酸化が生じている。真空共析浸炭では粒界酸化現象は認められず微細なマルテンサイト組織である。



(a) ネジ軸のガス共析浸炭組織



(b) ネジ軸の真空共析浸炭組織

20 μm

図 5.11 ネジ軸の浸炭組織 (腐食液：3%ナイタル)

図 5.12 は 1500 本フルチャージで 30 回処理したときの硬さ分布を示す。550HV で規定される有効浸炭深さは 0.9mm~1.0mm の範囲でロット間のバラツキ幅は 0.1mm であった。これはガス浸炭焼入れにおけるバラツキ 0.85mm~1.10mm のおよそ 1/2 である。

従来、ネジ軸はガス共析浸炭で処理されてきた。ガス浸炭の場合、図 5.11 (a) で示すように表面は粒界酸化を起こし、極めて薄い酸化皮膜を形成している。この酸化皮膜は使用中に粉状に剥がれるためボール溝に異物として挟まり動作不良の原因となる。対策として大型ネジの場合にはネジ溝を機械研削するが、本報告のような小型ネジの場合には、回転盤と人手によるラップ仕上げにて酸化皮膜を除去するため多くの工数を費やす。結論として真空浸炭では光輝外観であることから研削工程やラップ工程が不要となり大幅な工数低減となる。

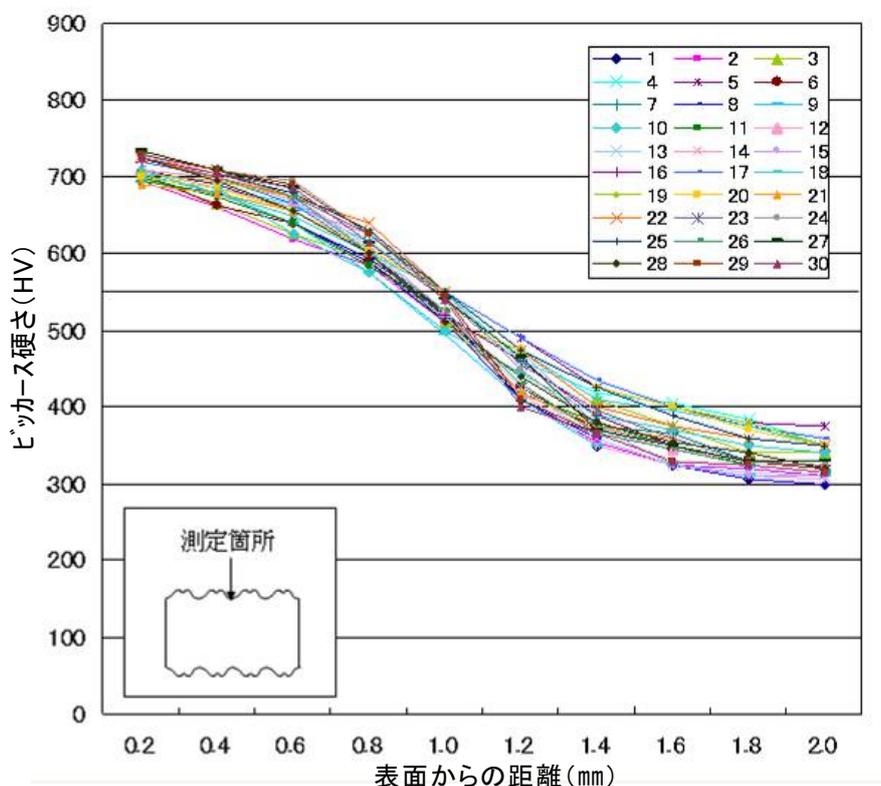


図 5.12 ネジ軸の浸炭硬さ分布 (n=30)

5. 5 粉末成形歯車への適用

5.5.1 目的

真空浸炭を粉末成形製品に適用し、その特徴である高速浸炭による熱処理時間の短縮および CD 浸炭による特性改善の可能性を検討した。後者については、耐摩耗性の改善を目的としてガス浸炭による高濃度浸炭を行い、表面にセメンタイトを析出させる。しかし、下記のような問題があり、真空浸炭による改善の可能性を検討した。

粉末成形は、粉体を成形し、焼結して製品化するため、切削工数の削減、粉体の組成、例えば含有炭素量や Cr、Ni、Mo 等の合金成分を容易に制御できる点が優れている。しかしながら、微粒粉を焼結しているため、粉体同士の粒界は鋼の結晶粒界と同じ挙動を示し不規則な結晶構造となる。粉末成形材では、結晶粒界が著しく多いため浸炭中に炭素が内部へ拡散しやすく高濃度浸炭処理が難しい。焼入性や強度を向上させる目的で Cr を添加した場合、ガス浸炭雰囲気中の酸化成分が粒界深く侵入し、Cr 酸化物を形成するため、強度が低下する。

真空浸炭の CD 浸炭処理を実施した場合には、高速浸炭であるため粉末成形材の高速拡散以上の速さで浸炭される結果、高濃度浸炭が可能となる。また真空浸炭では酸化成分がないため Cr 等も選択酸化せずに材料設計どおりの強度を出すことができる。

5.5.2 熱処理方法

耐摩耗性の向上を目的としガス浸炭において高濃度浸炭を実施している。粉末成形品の場合、炭素の内部への拡散速度が速いため、高濃度浸炭を実現するのに 11h を要す。

改善策として図 5.13 に示すヒートサイクルで真空浸炭処理を実施した。改善は粗大セメンタイトの球状化と熱処理時間の短縮を目的に試作した。

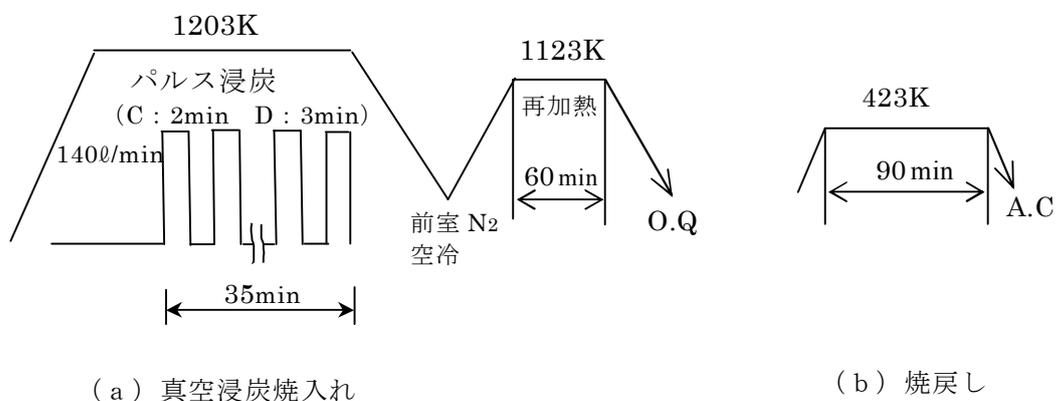


図 5.13 粉末成形歯車の真空浸炭ヒートサイクル

5.5.3 結果および考察

通常ガス浸炭焼入れの浸炭処理時間は 11h であるが、試作した真空浸炭における処理時間は 7h であり、4h の時間短縮となる。

図 5.14 はガス高濃度浸炭および真空 CD 浸炭の硬さ分布を示す。前述のごとく、粉末成形品は炭素の内部拡散速度が極めて高いため、表層にセメンタイトを析出させると浸炭深さは 4mm となる。本研究の小型歯車では全面浸炭となるため衝撃負荷に対して強度が低下する。真空 CD 浸炭では浸炭深さは 1mm で歯面部には非浸炭部が存在し、溶鋼材と同様な浸炭硬さ分布である。

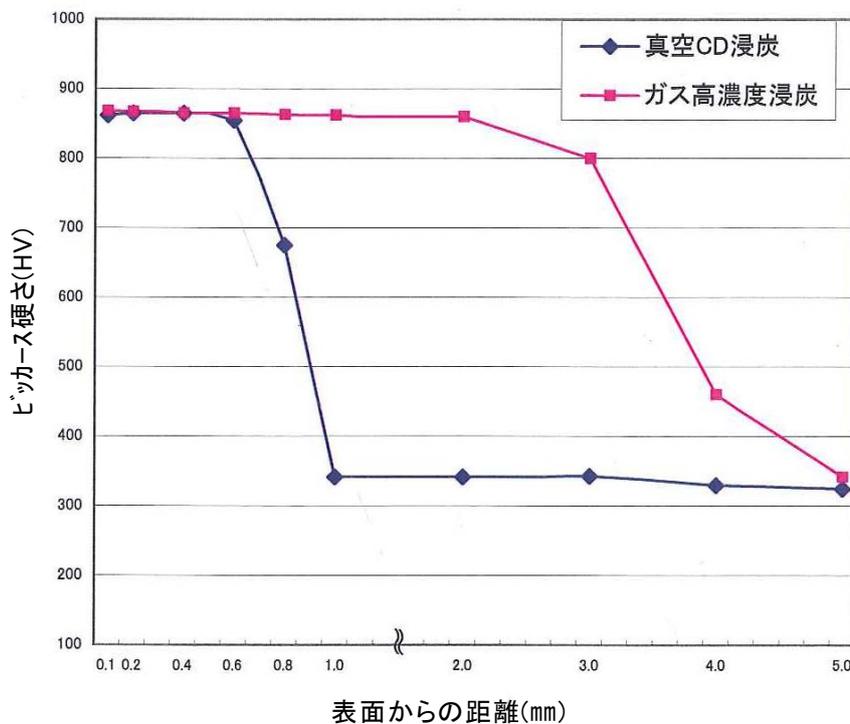
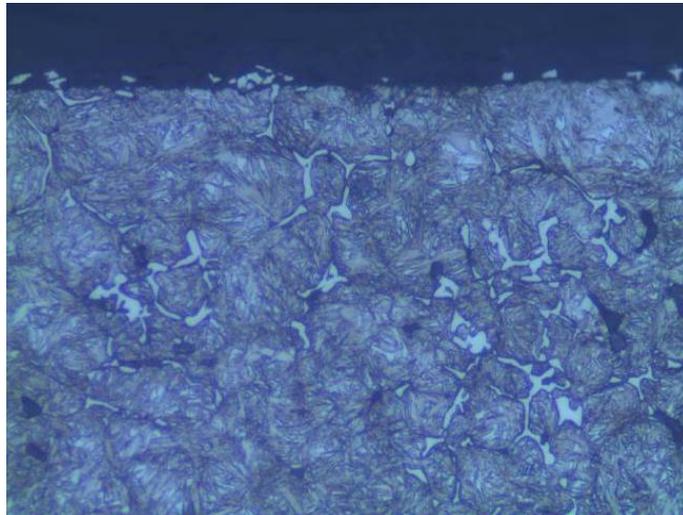


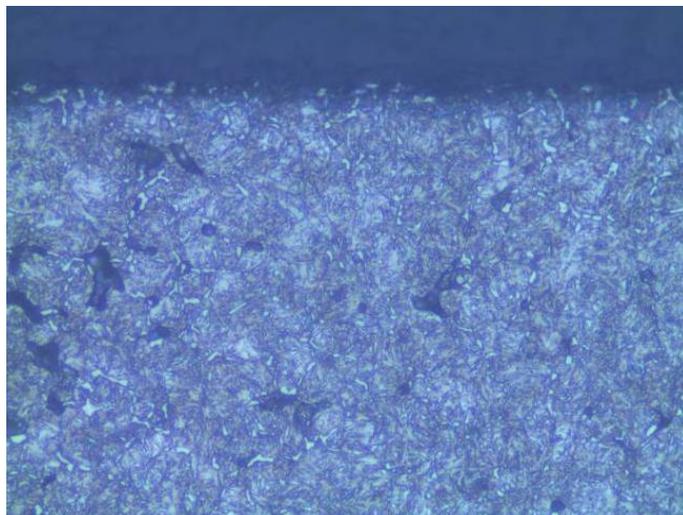
図 5.14 粉末成形歯車の浸炭硬さ分布

図 5.15 に粉末成形歯車の光学顕微鏡組織を示す。(a) に示すガス浸炭における高濃度浸炭組織は旧オーステナイト粒界にセメンタイトが析出し、最大 20 μ m の長さとなり、部分的に網目状セメンタイトを形成している。網目状セメンタイトは金属組織学上の切欠となり耐衝撃性や耐ピッチング寿命を著しく低下させる。(b) に示す真空 CD 浸炭では 0.5 ~ 2.5 μ m の微細な球状セメンタイトが均一に分布しているため、耐久性の向上が期待できる。



20μm

(a) ガス浸炭における高濃度浸炭組織 (腐食液：3%ナイトル)



20μm

(b) 真空 CD 浸炭処理の組織 (腐食液：3%ナイトル)

図 5.15 粉末成形歯車の光学顕微鏡組織

5. 6 ステンレス鋼製の摺動製品への適用

5.6.1 目的

本適用は、マルテンサイト系ステンレス鋼製の摺動製品の耐摩耗性を真空浸炭処理により向上させることを目的とする。

中型および大型の摺動部品用ベアリングは、5.3 項で述べたように SCM415H 鋼を浸炭焼入れ処理して用いられる場合がほとんどである。半導体製造設備やプリント基板部品の製造装置に用いられる小型の摺動製品には、粉塵等の異物の混入を防止するため鋼より錆発生が少ないマルテンサイト系ステンレス鋼が使われる。最も広く採用されているマルテンサイト系ステンレス鋼は SUS440C 鋼である。SUS440C 鋼は、0.95~1.20% C、16.0~18.0% Cr を含有するため焼入性が良好で空冷で 60HRC の十分な硬さが得られることに加え、素地にクロム炭化物が分散することから耐摩耗性も良好である。電子部品の組立て現場では高速化が進むに伴ない、耐摩耗性の更なる向上が求められている。

真空浸炭ではステンレス鋼への浸炭処理が可能であることを活用し、真空浸炭処理により表面近傍の炭素含有量を増やし耐摩耗性向上の可能性を検討する。具体的には、SUS440C 鋼製の摺動製品を真空浸炭し、熱処理条件と耐摩耗性の関係を調査する。

5.6.2 熱処理方法および試験方法

図 2.12 で示した小型実験炉を用い、図 5.16 の熱処理条件を採用した。事前の検討では、連続浸炭法にて試作したが、浸炭することによって固溶 Cr 量が炭化物を形成し、その結果マトリックス中の Cr 量が減少しトルースタイト組織となることが判明した。浸炭はパルス浸炭を採用し、C₂H₂ 流量 0.5 l/min、浸炭条件 1323K×4h、パルス浸炭における拡散時間は 5 min 一定とし、パルス浸炭時間を変数として熱処理を行った。試験片は SUS440C 鋼、幅 24 mm×厚さ 9 mm の商品形状を長さ 50 mm に切断、浸炭処理後 N₂ ガス冷却して試験に用いた。

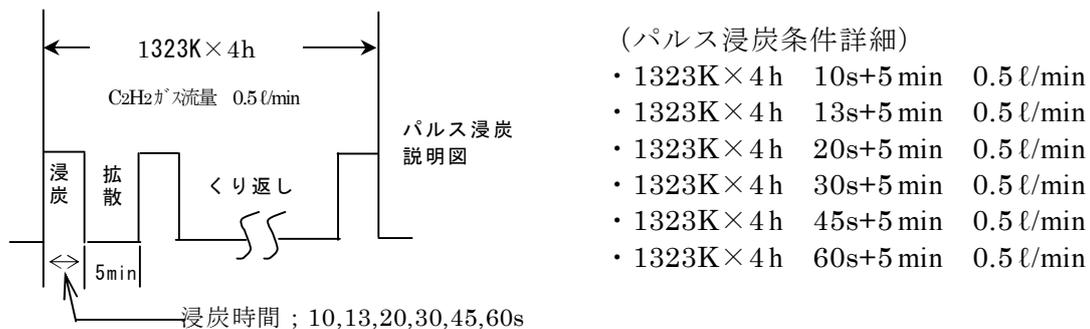


図 5.16 SUS440C 鋼試験片の熱処理条件

耐摩耗試験はスガ式耐摩耗試験機を用いた。試験条件は#180 エメリー紙を用い、往復速度 40 回/min、摩耗面圧 30N、室温で繰返し数 2000 回まで試験した。摩耗量は試験前後の重量変化で測定した。

摩擦摩耗試験はトライボギア HHS-2000（新東化学㈱）にて下記条件で実施した。

(試験条件)

- ・ 移動距離 20 mm
- ・ 移動速度 2 mm/s
- ・ 荷重 0.2kgf および 1kgf の 2 条件
- ・ 往復回数 50 回
- ・ サンプルレート 50Hz

(引掻針の仕様)

- ・ 新東科学㈱製
- ・ 材質 サファイア
- ・ 先端角 60°
- ・ 先端半径 1.0 mm

5.6.3 結果および考察

(a) 摩擦摩耗試験結果

図 5.17 にスガ式摩耗試験機による繰返し数と摩耗量の結果を示す。摩耗量の最も少ない熱処理条件はパルス条件で浸炭 13s、拡散 5 min であり、繰返し数 2000 回での摩耗量は現行の真空焼入材の 115 mg に対して 90 mg で、およそ 30% 耐摩耗性が改善した。

組織観察の結果、パルス浸炭時間が長くなると炭化物の析出量が多くなり、マトリックス中の Cr 量が減少するため、不完全焼入組織であるトルースタイトが析出し、耐摩耗性は反って悪くなる。すなわち、耐摩耗性の向上のためには、適量浸炭することが重要となる。

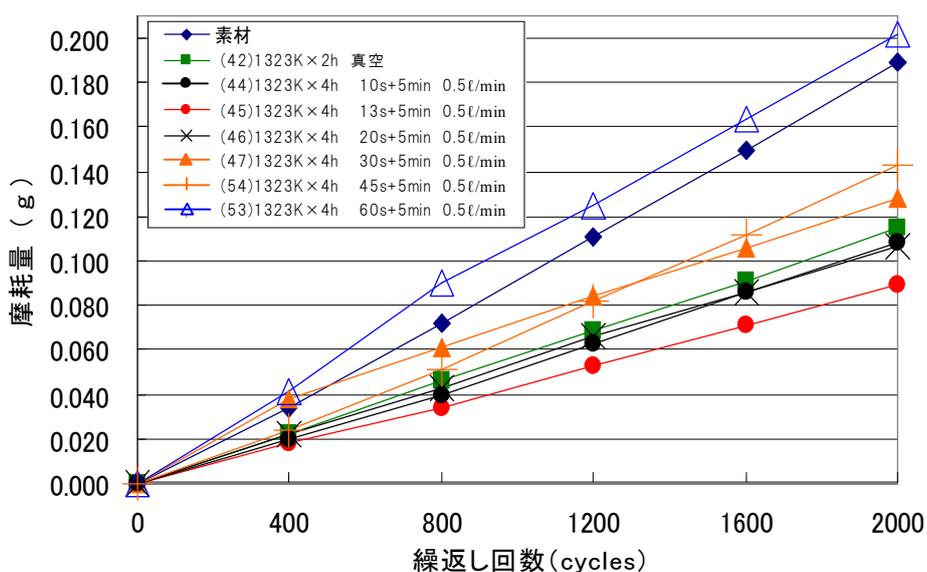


図 5.17 SUS440C 鋼の摩耗量に及ぼすパルス浸炭条件の影響

図 5.18 にトライボギア試験機による測定回数と SUS440C 鋼荷重 1kgf における摩擦係数の関係を示す。

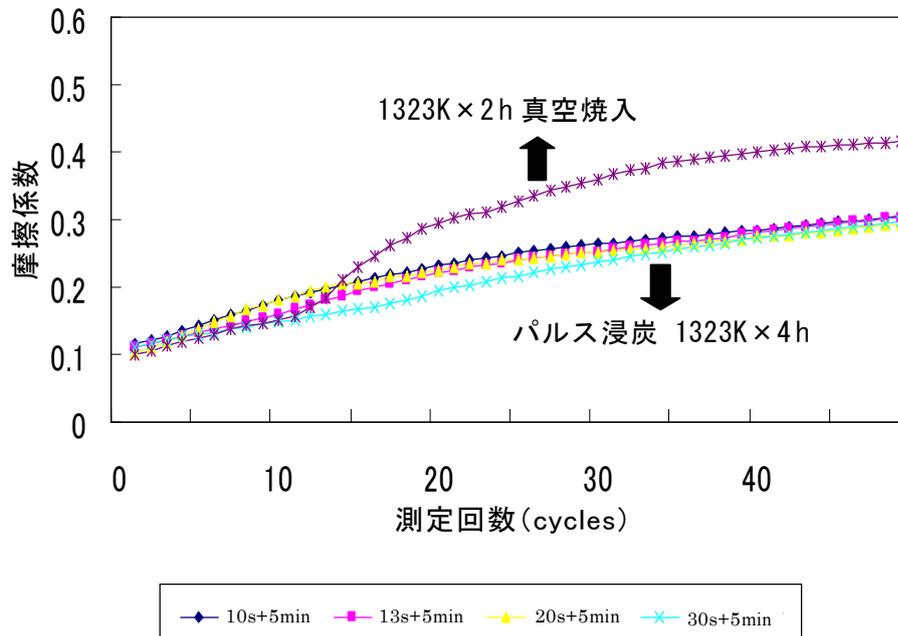
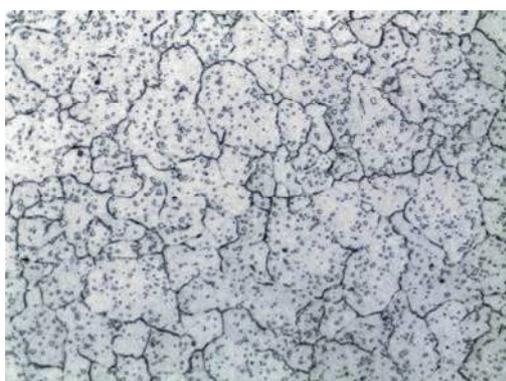


図 5.18 トライボギア試験機による摩擦摩耗試験

真空焼入材に対してパルス浸炭処理材はいずれも摩擦係数は低く、27%の改善が認められた。

(b) 光学顕微鏡組織

真空焼入材よりも摩耗量で 30%、摩擦係数で 27%改善できる真空浸炭条件は、



(腐食液：ピレラ溶液) 20 μm

図 5.19 真空焼入材の顕微鏡組織

真空浸炭として 1323K×4h、パルス浸炭は浸炭時間 13s、拡散時間 5min となる。

図 5.19 および図 5.20 に腐食液としてピレラ溶液（アルコール+塩酸+ピクリン酸）を用いた真空焼入材とパルス浸炭処理材の光学顕微鏡組織を示す。パルス浸炭処理材の表面近傍の炭化物量は真空焼入材のおよそ 2 倍で、このことが耐摩耗性の向上と摩擦係数の低下につながっていると考えられる。

硬さは現行の真空焼入材の 778HV に対し、パルス浸炭処理材では 843HV に向上した。硬さの上昇には浸炭による炭素量の増加および炭化物の寄与が考えられる。

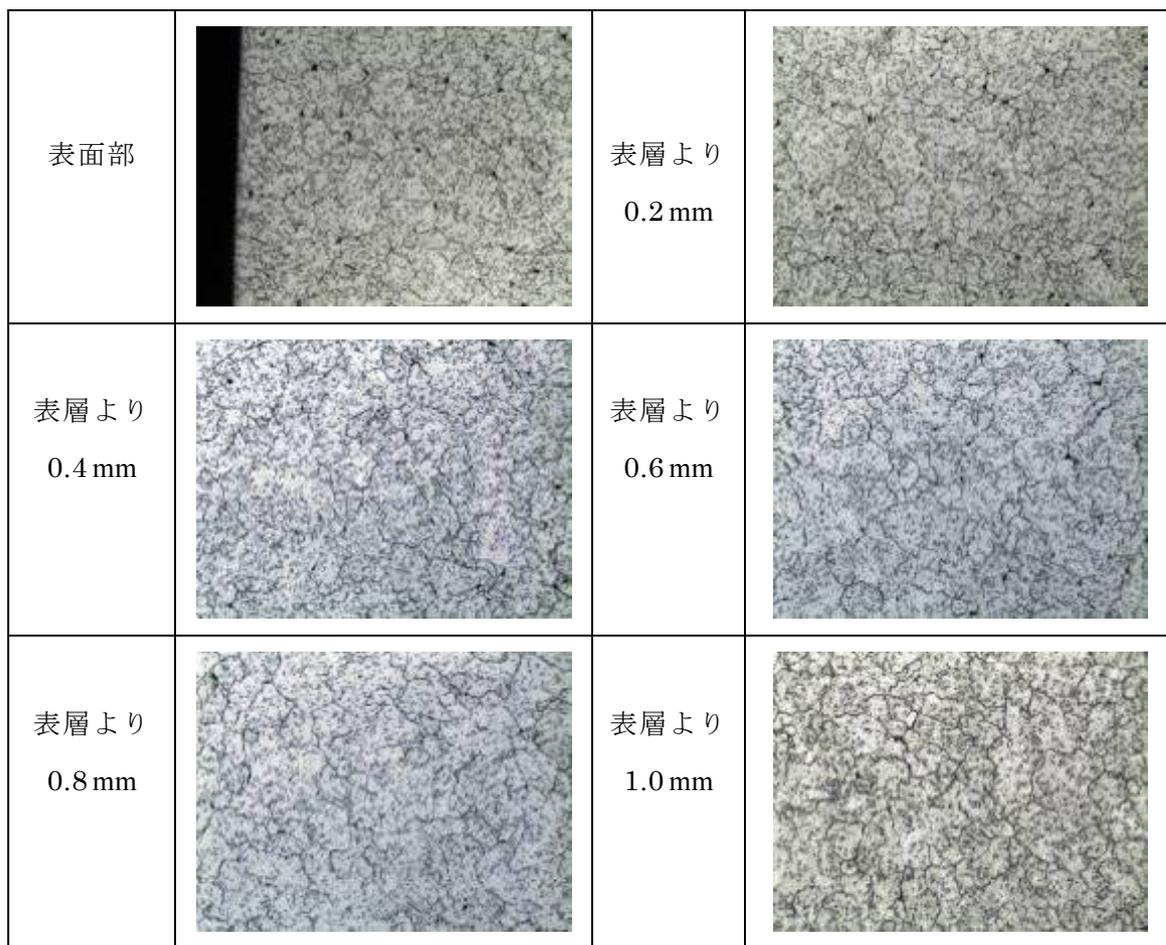


図 5.20 パルス浸炭処理材開発の顕微鏡組織 (腐食液：ピレラ溶液)

20 μm

5. 7 結 言

次世代型真空浸炭炉を用い、実用部品の試作開発および量産を実施し、真空浸炭の利点の具体的効果を確認した。

実用部品への適用により以下の結果を得た。

(1) カーエアコン用半球シューへの適用では、CD 浸炭処理を施すことにより耐カジリ性が改善され、焼付や摩耗などの熱処理に起因する問題はない。

(2) 摺動部品用ベアリングへの適用では、ガス浸炭時間 18h を真空浸炭時間 10h に 8h 短縮でき、真空浸炭が高速度浸炭といわれる所以を検証した。さらに $\phi 5$ の深孔内部も外周部と同様に均等に浸炭されている。

(3) 自動車用ネジ軸への適用では真空浸炭の特徴である光輝性により、ガス浸炭におけるラップ工程の省略による工数低減を実現できる。

(4) 粉末成形歯車の適用では、CD 浸炭による浸炭層の改質を粉末成形品に施し、品質面の向上と処理時間短縮 4h を達成できる。

(5) ステンレス鋼製摺動製品への適用ではマルテンサイト系ステンレス鋼へ真空浸炭処理を施し、耐摩耗性をおよそ 30% 向上し、摩擦係数を 27% 改善できる。

以上、真空浸炭の代表的な特徴である、①CD 浸炭を代表する表面改質に優れている、②浸炭バラツキが少ない、③浸炭速度が速い、④深孔内部まで浸炭できる、⑤光輝性がよい、⑥粒界酸化・異常層がない、⑦ステンレス鋼にも浸炭可能、の 7 項目について実用炉で検証できた。一方、炉内部品である炉内耐熱部品およびステンレス製熱処理治具も浸炭されるため寿命が著しく低下する問題も明らかになった。これらの問題点に対する対応策は第 6 章で述べる。

第6章 真空浸炭処理の実用化について

6.1 緒言

基礎研究を経て真空浸炭処理の実用部品への適用を3年間実施した。長期間の操業により真空浸炭炉による安定生産に向けて以下の検証すべき点および解決すべき課題が明らかとなった。

浸炭層に析出する過剰浸炭組織であるセメンタイトは金属組織学上の切欠となり機械的性質を低下する。セメンタイトを微細球状化したCD浸炭の「適合」組織では真空共析浸炭よりも疲労強度が向上するが、「溶け込み不足」に伴う粗大セメンタイトが耐久性に与える影響は明らかでない。

真空浸炭は高速浸炭であるため、短時間の浸炭処理でセメンタイトが析出し、強度低下を起こす。最近、セメンタイトの析出を抑制した真空浸炭用鋼が開発されたが、データはメーカーによる資料のみである。浸炭焼入れ部品では使用目的や用途によって、部品の一部分を浸炭防止する場合がある。ガス浸炭で使用される浸炭防止剤が真空中で蒸発、気化して浸炭防止機能が失われる可能性がある。

真空浸炭のランニングコストも普及の重要な要素である。真空浸炭炉は断熱性が良好で、使用するガス量が少なく環境保全の点でも有効性が認められている。しかし、操業を重ねた結果、耐熱治具や炉内耐熱部品で予想以上に浸炭が進行するためそれら部品の寿命低下となり、ランニングコストを圧迫することが明らかとなった。

本章ではこれらの課題について検討する。

6.2 疲労強度に及ぼすセメンタイトの形態

3.4.3項(b)で述べたローラーピッチング試験では、表3.3に示したCD浸炭の「適合」組織についてのみ、ガス共析浸炭より疲労強度が向上していることを確認している。CD浸炭において不適合とした「溶け込み過ぎ」および「溶け込み不足」の組織での疲労強度については不明である。真空浸炭炉の実用化に際して、不適合のCD浸炭組織の耐久性を知っておくことは、品質管理や安全性の観点から極めて重要である。

不適合CD浸炭組織のうち、「溶け込み過ぎ」に関しては、真空共析浸炭組織に近づくため、不適合であってもガス共析浸炭よりも耐久性が良好であることは容易に想定される。「溶け込み不足」では、図3.17(a)で示す粗大なセメンタイトが析出するため、耐久性を低下させることが懸念される。

ここではセメンタイトの形態がローラーピッチング疲労に及ぼす影響について検討する。

(i) CD 浸炭条件

実験に供したローラーピッチング試験ローラーの熱処理方法と熱処理条件を表 6.1 に示す。真空共析浸炭および CD 浸炭 4 は表 3.5 における真空共析浸炭および CD 浸炭条件と同一条件である。

表 6.1 熱処理方法と熱処理条件

No	方法	条件
1	真空共析浸炭	<p>真空浸炭炉 1203K</p> <p>均熱 95min 浸炭 48min 拡散 84min 1123K 30min 443K 90min 大気中冷却</p> <p>C₂H₂ 30ℓ/min → 15ℓ/min → 10ℓ/min 油焼入</p>
2	CD 浸炭 1	<p>1203K 均熱 95min ※パルス浸炭 (2.5+3.5) 72min 1123K 80min 443K 90min 大気中冷却</p> <p>アセチレンガス 140ℓ/min 油焼入</p>
3	CD 浸炭 2	<p>1203K 均熱 95min ※パルス浸炭 (2.5×3.5) 36min 1123K 80min 443K 90min 大気中冷却</p> <p>アセチレンガス 140ℓ/min 油焼入</p>
4	CD 浸炭 3	<p>1223K 均熱 15min ※パルス浸炭 (1+7) 90min 1123K 120min 443K 90min 大気中冷却</p> <p>アセチレンガス 1ℓ/min 油焼入</p>
5	CD 浸炭 4	<p>1203K 均熱 95min ※パルス浸炭 (1+12) 240min 1123K 均熱 30min 1123K 120min 443K 90min 大気中冷却</p> <p>C₂H₂ 1ℓ/min 前室 N₂ 油焼入</p>

※パルス浸炭 (浸炭 (min) + 拡散 (min)) · 浸炭時間

(ii) 浸炭組織

表 6.1 の条件で熱処理を施した試験片の光学顕微鏡組織を図 6.1 に示す。CD 浸炭 1 ではセメンタイトの分散が不十分であり、表面付近に粗大セメンタイトが析出している。CD 浸炭 2 においてもセメンタイトの分散がやや不十分で所々に大きなセメンタイトが存在する。CD 浸炭 1 および 2 はいずれも「溶け込み不足」の組織である。CD 浸炭 3 および 4 ではセメンタイトは球状化され、分散・分布も「適合」組織である。

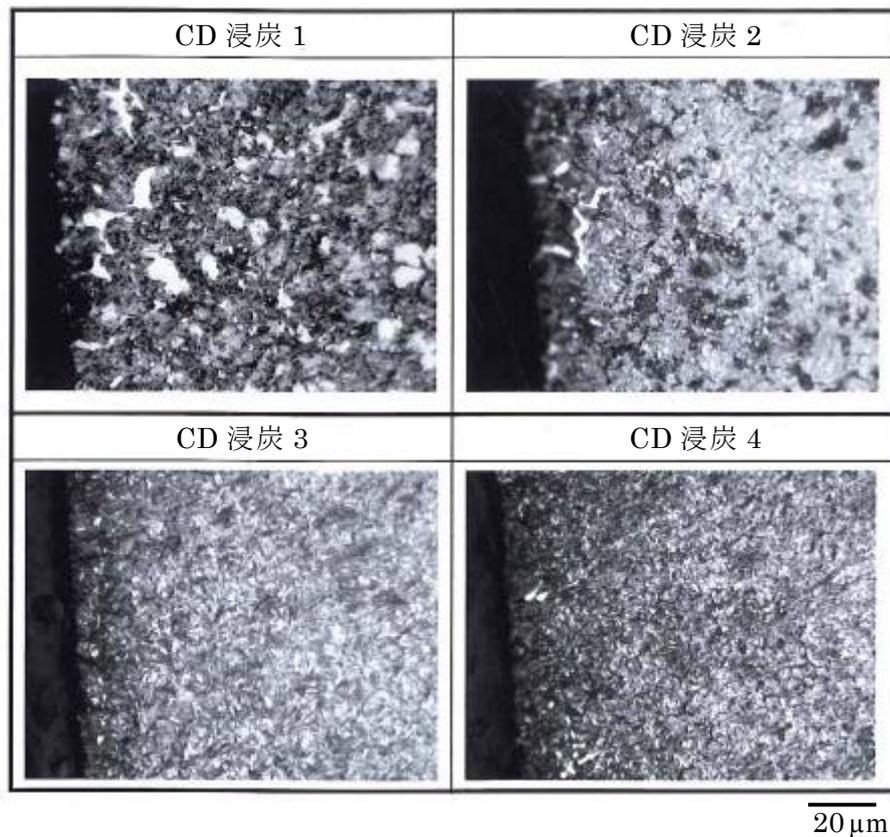


図 6.1 表 6.1 の熱処理条件における CD 浸炭組織 (腐食液: 3%ニトル)

(iii) ローラーピッチング試験結果

表 6.1 の熱処理条件で浸炭したローラーピッチング試験結果を図 6.2 に示す。ガス共析浸炭の S-N 線図も付記する。

粗大セメンタイトが析出している CD 浸炭 1 では面圧 1862MPa にもかかわらず繰返し数 39 万回で破損した。CD 浸炭 2 でもやや大きいセメンタイトが析出しているため面圧 1960MPa、繰返し数 529 万回で破損し、 10^7 の耐久限には達しなかった。破損は全てスポーリングによる破損である。

CD 浸炭 3 および CD 浸炭 4 ではいずれもセメンタイトは球状化されているが、「適合」組織である CD 浸炭 4 に比べて CD 浸炭 3 ではセメンタイトの粒径が若干大きい。CD 浸炭 3 および CD 浸炭 4 の 10^7 回耐久限の面圧はそれぞれ 2548 MPa および 2744 MPa である。両者の耐久限の面圧はガス共析浸炭よりも高いが、CD 浸炭 3 は CD 浸炭 4 よりもおよそ 200 MPa 低下している。

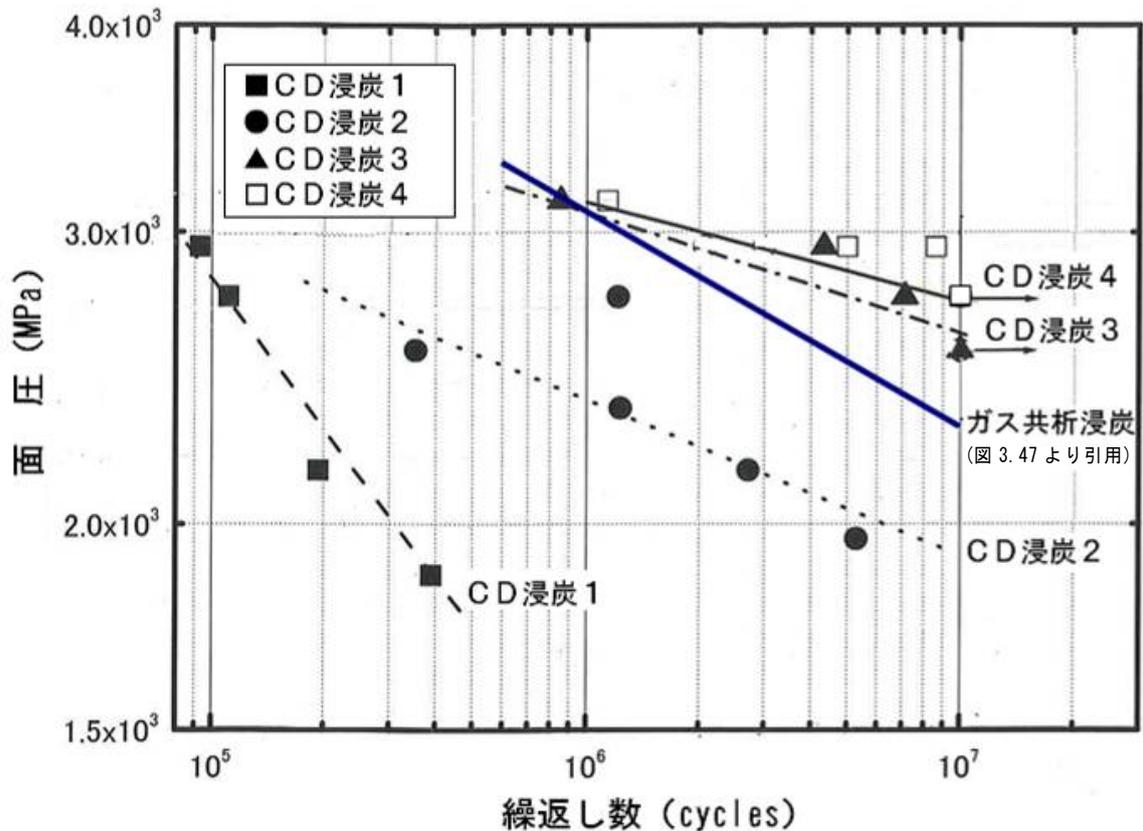


図 6.2 ローラーピッチング試験結果

ローラーピッチング疲労強度は構造敏感性 (Structure sensitivity) が顕著でセメンタイト形態の影響が大きい。CD 浸炭 1 および CD 浸炭 2 に存在する粗大セメンタイトにより、ガス共析浸炭よりも耐久性が著しく低下する。短時間の浸炭によって初析セメンタイトが析出しやすい真空浸炭処理においては、ガス浸炭における熱処理条件設定よりも一層精緻な熱処理条件の選定が必要である。

6. 3 真空浸炭用鋼の浸炭特性

前項において、浸炭層に析出する粗大セメンタイトは耐久性を著しく低下させることを明らかにした。ガス浸炭では雰囲気ガスと浸炭層表面とは可逆反応で浸炭されるため、浸炭時の過剰炭素は拡散によって共析成分に調整できる。真空浸炭では高速浸炭であるため早い段階で初析セメンタイトが析出し、一度析出したセメンタイトは真空中に放出されず、内部への拡散によってのみセメンタイトが解消される。真空浸炭処理の場合、3次元方向から浸炭されるシャープエッジは過剰浸炭となり、このエッジ部を共析成分になるよう浸炭条件を緩和すると平面部は低炭素浸炭となる。

CD浸炭により炭化物が制御され、有害な粗大炭化物の発生が抑制される。炭化物を1 μ m程度の微細かつ球状化することにより、炭化物特有の切欠効果を緩和すると共に、き裂伝播を抑制する効果も期待できる。

炭化物の形成を抑制した真空浸炭用鋼も上記の問題に対し有効である。ガス浸炭用として多用されるSCr420H鋼の化学成分は、表3.1に示した0.19%C、0.25%Si、1.14%Crである。Crは炭化物形成の促進元素であり、Siは抑制元素である。Cr1.14%含有するSCr420H鋼は、図3.5で示したように面積率で約50%の炭化物を形成する。真空浸炭用鋼は炭化物の形成を抑えるためにCr添加量を減らし、Siを増量する。Crの減少は焼入性の低下となり、Siの増量は被削性と工具寿命を低下させる。Crの減量に伴う焼入性低下を補うために、炭化物を形成し難く焼入性を向上させる元素のMoを微量添加しているものと推測される。

真空浸炭用鋼（大同特殊鋼，商品名DEG鋼）の真空浸炭挙動を組織観察や硬さ測定により調査する。SCr420H鋼の代替鋼種にはDEG30-R鋼およびDEG80-R鋼の2種類があり、DEG30-R鋼の方が一層炭化物の形成を制御した鋼種である。これらの浸炭特性をSCr420H鋼と比較、評価する。

図6.3は、DEG30-R鋼、DEG80-R鋼およびSCr420H鋼の約0.5mm板状試料と約30°のクサビ状試料を1223K×50h小型実験炉にて真空浸炭した光学顕微鏡組織である。クサビ状試料は炭化物が析出しやすいシャープエッジの先端部を観察するために用いる。SCr420H鋼は、板状試料およびクサビ状試料ともマトリックス中に面積率およそ50%の炭化物で構成される化合物層を形成している。これに対し、DEG鋼ではマトリックスにセメンタイトは析出していない。このことからDEG鋼は鉄-炭素系状態図におけるAcm線を越えて浸炭されず、粗大セメンタイトを形成し難い鋼種である。ただし、表面および粒界の拡散速度は著しく大きいため結晶粒界に初析セメンタイトが析出することから、DEG鋼においても過剰浸炭への配慮が必要である。

図 6.4 は DEG30-R 鋼、DEG80-R 鋼および SCr420H 鋼の硬さ分布であり、図 6.5 はそれぞれの光学顕微鏡組織である。浸炭焼入れ焼戻し条件は図 6.5 に示す。図 6.4 において、深さ 0.6~1.4 mm の炭素濃度が低下する領域では SCr420H 鋼よりも DEG 鋼の方が硬さが高くなっている。これは Mo 添加に伴ない焼入性が向上したためと考えられる。550HV で規定される有効硬化深さで評価した場合、SCr420H 鋼では 0.7 mm に対して DEG30-R 鋼では 0.85 mm となり、浸炭性は良好である。

光学顕微鏡組織では SCr420H 鋼では表面より 30 μm の深さまで粒状の初析セメンタイトが認められる。DEG 鋼 2 者はいずれも初析セメンタイトは認められず良好なマルテンサイト組織である。表面の炭素量は、発光分光分析によると、DEG30-R 鋼は 0.646%C、DEG80-R 鋼は 0.691%C、SCr420H 鋼は 1.046%C であり、SCr420H 鋼は過共析であるのに対して DEG 鋼は亜共析であった。

以上の検討結果から、真空浸炭用鋼である DEG 鋼は真空浸炭処理においても初析セメンタイトの析出は抑制され、浸炭深さには SCr420H 鋼との差はなく、有効浸炭深さによる評価では浸炭性は良好であった。

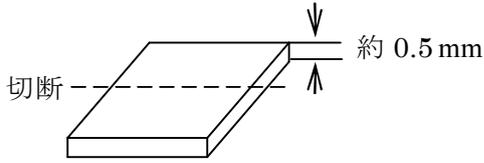
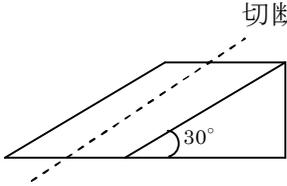
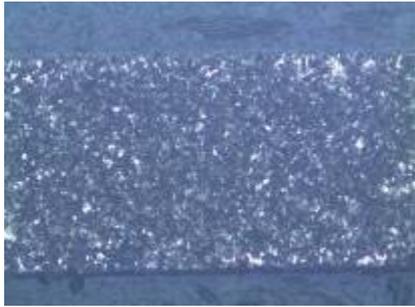
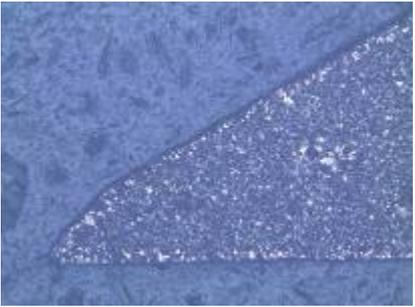
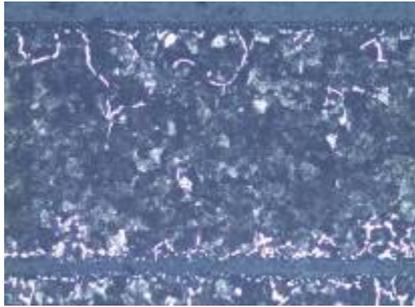
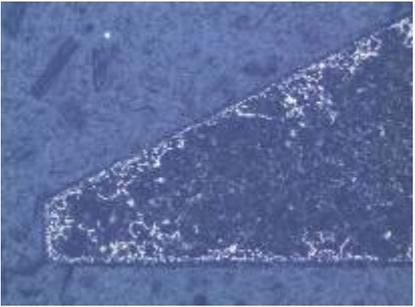
鋼種	 <p>約 0.5 mm</p> <p>板状試料</p>	 <p>切断</p> <p>30°</p> <p>クサビ状試料</p>
DEG30-R		
DEG80-R		
SCr420H		
倍率	 <p>100 μm</p>	 <p>200 μm</p>

図 6.3 板状試料およびクサビ状試料の光学顕微鏡組織 (腐食液：3%ナイトル)

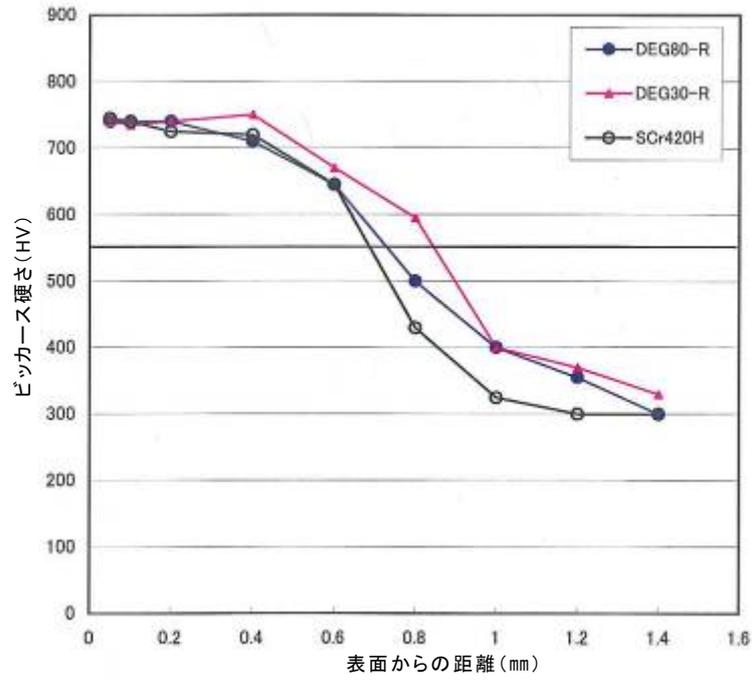


図 6.4 DEG 鋼の浸炭硬さ分布

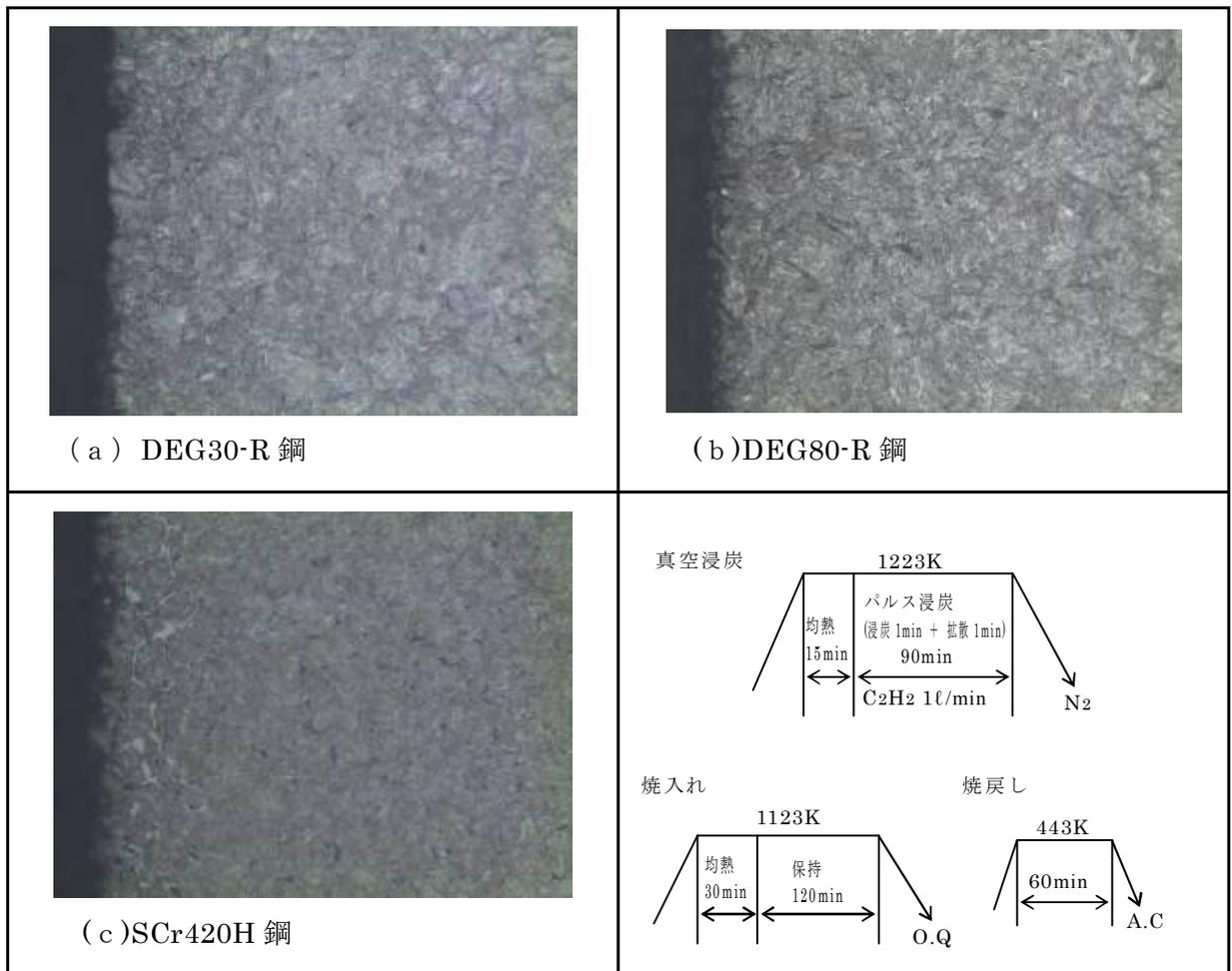


図 6.5 DEG 鋼の真空浸炭組織 (腐食液: 3%ナイタル) $\overline{20\mu\text{m}}$

6. 4 浸炭防止剤の有効性の評価

浸炭焼入れ部品では、使用目的や用途によって部品の一部分を浸炭防止する必要がある。浸炭層は 700~800HV と非常に硬いため切削加工が困難となることから、追加工部分を浸炭防止する必要がある。ガス浸炭焼入れでは水系および溶剤系の浸炭防止剤が一般に使用される。しかしながら、真空浸炭ではガス浸炭に比較して浸炭温度が高く真空中であるため、浸炭防止剤が蒸発気化し浸炭防止効果が損なわれることが懸念される。そこで浸炭防止剤の有効性を検討する。

図 6.6 に、SUS304 鋼を用い浸炭防止剤を塗布し 1323K×1h および 1323K×16h 真空浸炭した後の光学顕微鏡組織を示す。浸炭防止剤は溶剤系として三水化学㈱のアンチカーボン 800 および水系としてアンチカーボン 700 の 2 種を選び、2 回塗布した。C₂H₂ 流量は 2 l/min とした。

図 6.6 の組織観察結果から、1323K×16h の真空浸炭であっても溶剤系および水系浸炭防止剤の防炭効果は十分と判断できる。したがって、ガス浸炭用として用いられている浸炭防止剤は真空浸炭用として使用できる。

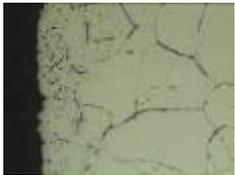
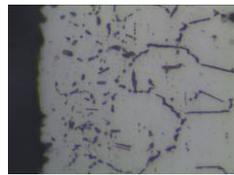
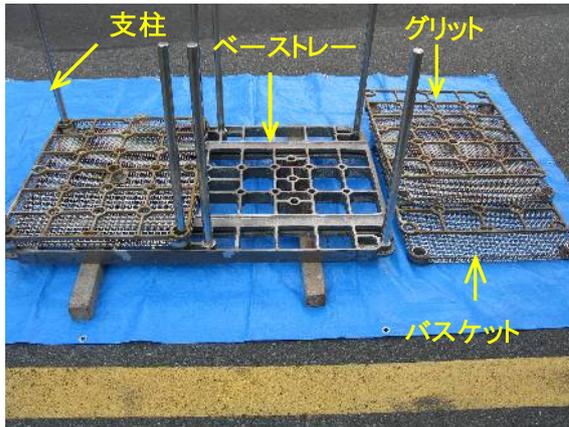
浸炭防止 条件	1323K×1h		1323K×16h	
	H0.1mm	H20μm	H0.1mm	H20μm
溶剤系 浸炭防止剤 2回塗				
水系 浸炭防止剤 2回塗				

図 6.6 浸炭防止剤を塗布した SUS304 鋼の光学顕微鏡組織 (腐食液：王水)

6. 5 熱処理治具の寿命向上の取組み

熱処理治具とは浸炭処理の際、部品を整列し浸炭炉に挿入するための容器等の総称で、一般的には図 6.7 (a) で示すごとくベーストレイ、支柱、グリッド、バスケット等で構成されている。(b) のように熱処理治具を用いて実際に部品をセットした状態で浸炭処理される。



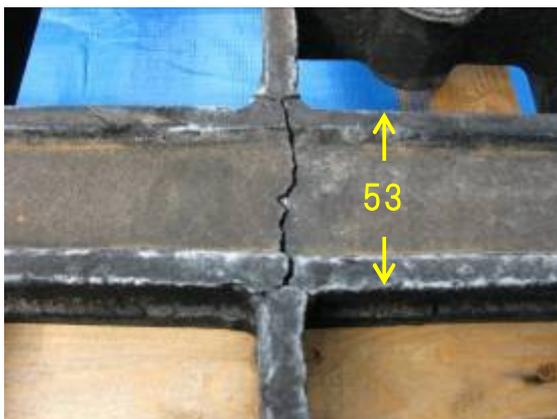
(a)熱処理治具の構成



(b)熱処理治具に部品を整列したセット状態

図 6.7 熱処理治具およびセット状態

熱処理治具としてステンレス鋼が使用されているが、ステンレス鋼であっても長期間の浸炭と繰返しの焼入れ、すなわち加熱と急冷を繰り返すことによりき裂が発生し、き裂がつながることによって大きな欠陥となって使用不能となる。図 6.8 はベーストレイに発生したき裂と破損により使用不能となったベーストレイの外観である。



(a)ベーストレイに発生したき裂



(b)破損により不能となったベーストレイ

図 6.8 ベーストレイの破損状況

図 6.9 は使用不能となったベーストレイを切断し内部組織を観察した光学顕微鏡組織写真である。(a) は表面で開口したき裂である。加熱と冷却の繰返しに伴う熱衝撃によって発生するき裂は一般には表面に開口したき裂となる。(b) は内部に無数に発生したき裂であり、(c) で示すごとく内部き裂は結晶粒界に沿って伝播している。(d) は結晶粒界に析出した化合物である。(d) で示す化合物を電子顕微鏡による EDS 分析を行ったところ、質量%で 5.97% C、26.63% O、32.01% Cr、4.54% Mn、24.69% Fe および 3.77% Ni であった。化合物は同定できないが、マッピング画像で結晶粒界に Cr が偏析していた。酸素および炭素との親和力の強い Cr が結晶粒界に偏析し、粒界で炭化物および酸化物を形成する。その結果、結晶粒界が炭化物および酸化物の析出によって脆化することによりき裂が発生するものと考えられる。

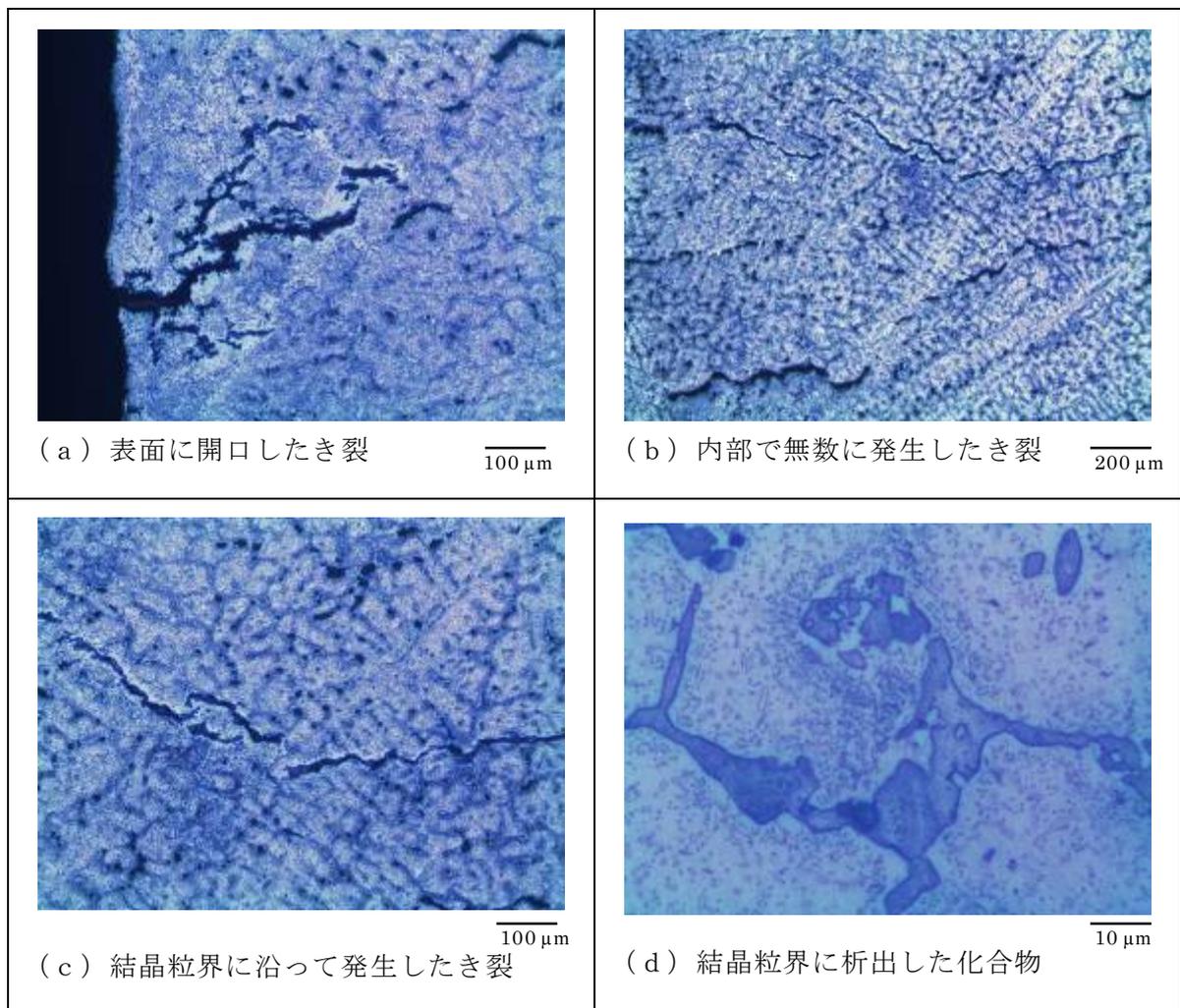


図 6.9 割れ発生により使用不可となったベーストレイの光学顕微鏡組織
(腐食液：3%ナイトル)

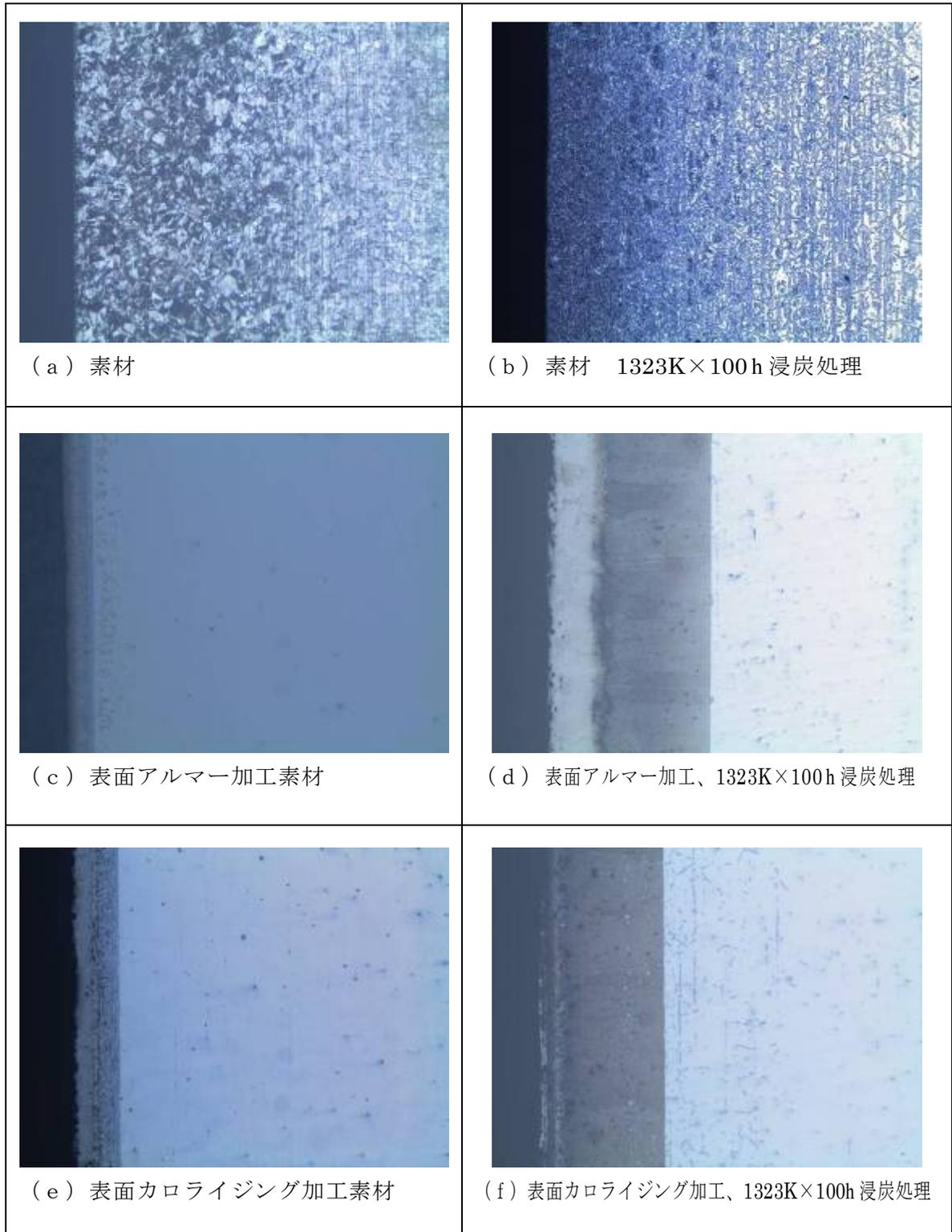
治具寿命を延伸させる目的と経済的理由により使用する部材に応じて各種ステンレス鋼を使用している。表 6.2 に治具部材と鋼種および主な成分を示す。

表 6.2 治具部材、鋼種および主な成分

治具部材	ステンレス鋼種	主な成分 (%)						
		C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni
ベーストレイ	耐熱鋼SCH13	0.20 ~0.50	2 ≦	2 ≦	0.04 ≦	0.04 ≦	24.0 ~28.0	11.0 ~14.0
グリッド	耐熱鋼SCH13	0.20 ~0.50	2 ≦	2 ≦	0.04 ≦	0.04 ≦	24.0 ~28.0	11.0 ~14.0
バスケット	ステンレス鋼 SUS309S	0.08 ≦	1 ≦	2 ≦	0.045 ≦	0.03 ≦	22.0 ~24.0	12.0 ~15.0
支柱	ステンレス鋼 SUS304	0.08 ≦	1 ≦	2 ≦	0.045 ≦	0.03 ≦	18.0 ~20.0	8.0 ~10.5

高温強度を必要とするベーストレイおよびグリッドは C%と Cr%の多い耐熱鋼鋳鋼品である。バスケットはφ3 のステンレス製金網を用いることから細線による浸炭の影響度が大きくなるため、Ni 含有量の多い SUS309S 鋼を用いる。支柱には荷重負荷が小さいため比較的安価な SUS304 鋼を用いている。肉厚 12mm の格子状のグリッドは製造時の湯廻りが悪いために、SCH13 鋼のロストワックス鋳物である。治具寿命を延伸するには Ni 含有量を高める必要があるが、Ni は高価なために寿命と価格との兼ね合いにより表 6.2 のようになっている。

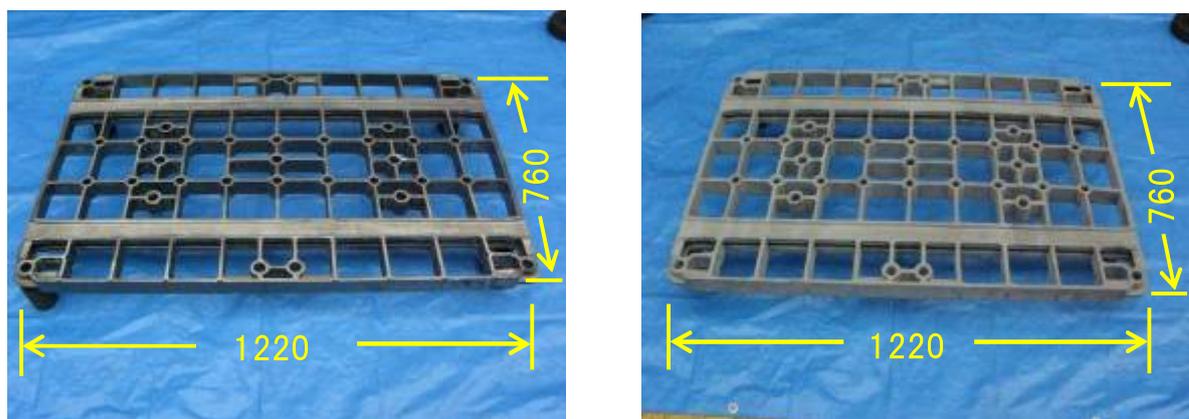
真空浸炭では第 4 章で述べたようにステンレス鋼であっても浸炭される。実績では、ベーストレイの寿命はガス浸炭でのおよそ 4800h に対して、真空浸炭ではおよそ 2400h である。特に φ3 のステンレス金網製のバスケットの寿命はおよそ 1200h と短い。真空浸炭においてはランニングコストに占める熱処理治具費はガス浸炭の 2 倍強となるため、熱処理治具の長寿命化を検討した。図 6.9 の観察結果から、治具の長寿命化のためにはき裂の発生と伝播の原因となる浸炭および酸化をともに抑制する必要がある。そのための有力な手段として Al 被覆がある。Al 被覆の工業的な手法としてカロライジング処理と浴融 Al 浸漬メッキ（アルマー加工と呼ばれる）の方法がある。耐熱鋼 SCH13 に類似組成の SUS309S 鋼を用いて、カロライジング処理およびアルマー加工を施し 1323K×100h 真空浸炭処理した結果を図 6.10 に示す。素材は 1323K×100h の浸炭により浸炭の影響深さは 3mm であるが、カロライジングおよびアルマー加工材では母材への浸炭は認められない。



(腐食液：王水) 200 μm

図 6.10 表面処理した SUS309S 鋼の光学顕微鏡組織

図 6.11 にカロライジング処理したベーストレーの外観を示す。カロライジング処理とは鉄鋼材料の表面に Al を浸透拡散させ、耐酸化性、耐熱性および耐食性などを向上させる方法で、容器に処理品を入れ容器内にフェロアルミを充満させて処理する。処理条件は一般的に 973~1273K でおおよそ 50h である。大型容器では内部への熱伝導に時間がかかるため昇温に 2 日、保持に 2 日および炉中冷却に 3 日と合わせて 1 サイクルに 1 週間程度を要する。真空浸炭でのベーストレーの寿命実績は、表面処理を施さない現行品はおおよそ 2400h に対して、カロライジング処理品は 4800h 欠損せずに使用可能であった。



(a) 表面処理なし（現行品）

(b) カロライジング処理品

図 6.11 カロライジング処理したベーストレーの外観

カロライジング工程には長時間を要するため処理費は高価となり、処理なしの現行品のコストに対してカロライジング処理品は 1.5 倍となるが、寿命は 2 倍となるため十分なメリットがある。ただし容器に入れて処理するため処理品の大きさには限界があり、本ベーストレーは上限に近い大きさである。

図 6.10 (d) に示すようにアルマー加工でも浸炭防止効果は十分であり、カロライジング処理をアルマー加工に変更できるならば大幅な処理コストの低減となる。アルマー加工槽は大型なために大きさの制限が緩和される。そこで化合物層の特性を調査するために、図 6.10 における (d) アルマー加工品および (f) カロライジング処理品について電子顕微鏡による EDS 分析を行った。

図 6.12 はアルマー加工およびカロライジング処理した SUS309S 鋼について 1323K×100h 真空浸炭処理した後の EDS 分析結果を Al でマッピングした画像である。第 1 層は主に FeAl の η 相であり、アルマー加工では 0.25mm、カロライジングでは 0.1mm であった。第 2 層は内部に向かって Al が減少する拡散層でありアルマー加工およびカロライジングとも 0.4mm である。第 2 層より内側は素材の SUS309S 鋼である。以上の結果から、浸炭防止に役立つ η 相はアルマー加工の方が厚いため、カロライジング処理からアルマー加工への置換が可能であると考えられる。

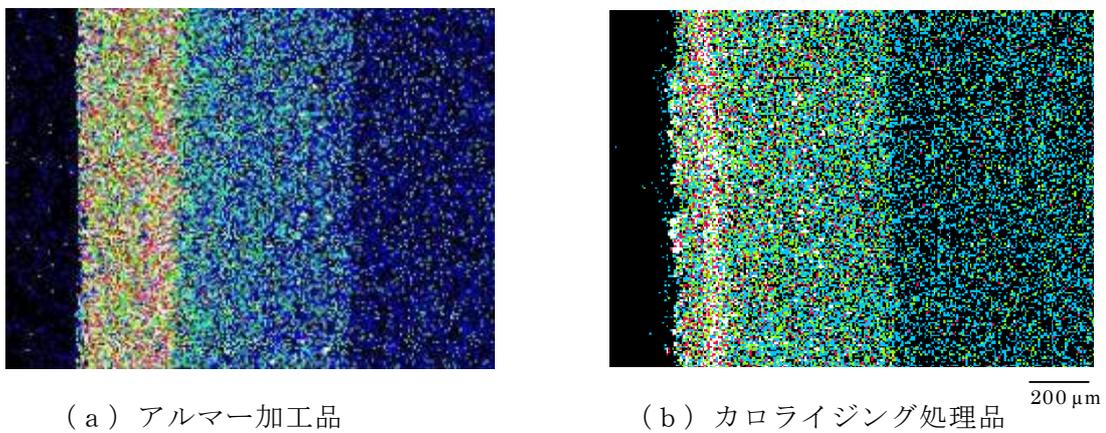


図 6.12 SUS309S 鋼の表面処理後の EDS 分析

6. 6 結 言

第 5 章において次世代型真空浸炭炉を用いて試作ならびに量産試験を実施した。量産の実用化への懸念事項や課題を検討した。顕在化した懸念や課題について、本章では大きく品質面への課題、ランニングコストへの課題に分けて検討した。

主な懸念や課題とその対応策をまとめると下記のとおりである。

(1) 第 3 章において CD 浸炭組織および複合 CD 浸炭組織はローラーピッチング疲労強度を向上させるが、いわゆる「溶け込み不足」の組織では、ガス浸炭よりも疲労強度が低い。

(2) 粗大セメンタイトの防止の材質面からの検討として真空浸炭用鋼である DEG 鋼の浸炭性を調査した。DEG 鋼では、SCr420H 鋼に比べ初析セメンタイトの析出は改善され、浸炭深さおよび硬さ分布曲線は同等かやや良好な結果が得られた。

(3) 真空浸炭処理における浸炭防止剤の有効性を評価し、ガス浸炭で用いられている浸炭防止剤は真空浸炭においても十分効果を発揮することを確認した。

(4) ランニングコストに影響を及ぼす熱処理治具の寿命について検討した。熱処理治具は長期間の使用で浸炭および粒界酸化が起こり、外周部はもとより内部からもき裂が入り破損に至る。この対策として、カロライジング処理やアルマー加工が有効であり、性能およびコスト面ともアルマー加工が優れていることを明らかにした。

第7章 結 論

Ipsen Industries において真空浸炭の可能性が示唆されて以降¹⁾、約 40 年が経過した。当初は、浸炭ガスとして CH_4 を用いたため浸炭反応が遅く 350Torr 程度の減圧浸炭であった。一方、 C_3H_8 による浸炭では浸炭反応速度は数千倍となるが、煤発生問題のため低迷が続いた。2000 年代に入り、浸炭ガスとして不飽和炭化水素の C_2H_2 を用いることにより、高真空下での真空浸炭が可能となった。真空浸炭処理は高真空下での次世代型真空浸炭炉の開発により実用期に入った。しかしながら、実用炉の実績が少ないため資料は設備メーカーによる技術解説にとどまり、浸炭挙動に関する基礎データや実用炉の操作に関する具体的な知見は少ない。

本研究では、このような状況のもと小型実験炉を用いて真空浸炭に関する基礎データ、すなわち①真空浸炭制御技術、②CD 浸炭技術および③ステンレス鋼の浸炭挙動等を収集し、これらの知見を実用炉に適用し、製品への実用化を実現した。また、長期間の操作による炉内耐熱鋼の寿命を含め、ランニングコストに係る諸問題についても明らかにした。本章においては、得られた結果を各章毎にまとめると共に、今後の課題と展望についても述べる。

7. 1 結 論

第 1 章「序論」では、真空浸炭の特徴ならびに研究の現状について展望し、本研究の目的と基本的考え方を述べた。

第 2 章「真空浸炭炉の構造および試験操作」では、設備導入した次世代型真空浸炭炉の構造と主な仕様について説明し、試験操作によって仕様を満たしているか検証した。試験操作では浸炭バラツキを軽減すべく、浸炭ガスをスーパーガスから C_2H_2 に変更、ガスノズルを 2 本から 16 本に増設、ガス噴射方法を交番方式および輪番方式の検討を行い、仕様を満足する設備に改造した。真空浸炭の挙動に関する基礎研究に用いた小型実験炉についても構造と特徴を述べた。

第 3 章「SCr420H 鋼の真空浸炭に関する研究」では、小型実験炉ならびに次世代型真空浸炭炉を用いて真空浸炭挙動と真空浸炭処理材の機械的性質を調査し、下記の結果を得た。

(1) 真空浸炭における浸炭メカニズムを明らかにした。浸炭温度 1223K、浸炭時間 1min で表面にセメントタイトの核が生成され、2min で表面のおよそ 30%、10min でおよそ 70%

がセメンタイトの膜で覆われる。セメンタイトの膜の厚さは2~3 μm である。セメンタイト膜の直下およそ70 μm にセメンタイトに富んだ化合物層が形成され、この化合物層が炭素の供給源となり、浸炭が進行する。

(2) 真空浸炭における浸炭挙動を反応速度論的に検証し、真空浸炭における炭素濃度分布曲線の計算値と実測値がほぼ一致することを確認した。併せて、浸炭深さ d (mm) に及ぼす温度 T (K) と浸炭時間 t (h)の影響を記述する実験式

$$d=936\exp(-8750/T) \cdot \sqrt{t}$$

を得た。実験式を他の熱処理法と比較し、真空浸炭が高速浸炭といわれる根拠を数値により明らかにした。上記実験式の比例定数936はガス浸炭の331に対しておよそ3倍である。

(3) 浸炭層に球状セメンタイトを分散させた、いわゆるCD浸炭組織を形成するための熱処理条件の検討を行い、浸炭温度1223Kにおける浸炭時間1hから6hの間で、時間毎の浸炭条件を明らかにした。その結果、浸炭深さに応じたパルス浸炭条件の選定が容易となった。

(4) γ_R 相を含有するCD浸炭(本研究では複合CD浸炭と名付けた。)組織を NH_3 添加により実現した。 γ_R 量は浸炭層中のC%およびN%に1次関係で比例することを明らかにし、制御技術を確認した。ローラーピッチング試験用として γ_R 量40%、 γ_R 量45%および γ_R 量50%を含む試験ローラーを試作した。

(5) ガス共析浸炭、真空共析浸炭、CD浸炭、および NH_3 添加量3水準の複合CD浸炭、計6条件についてローラーピッチング試験を行い、複合CD浸炭 > CD浸炭 > 真空共析浸炭 > ガス共析浸炭 の順に耐久性が向上することを確認した。複合CD浸炭では従来のガス共析浸炭よりも面圧で42%耐久性を向上させることができた。

(6) 浸炭層の γ_R は、ローラーピッチング試験中に加工誘起マルテンサイト変態を起こして、-1300MPaに達する圧縮残留応力が発生する。この圧縮残留応力が耐久寿命を著しく向上させる原因と考えられる。ローラーピッチング寿命は、圧縮残留応力の大きさに比例するため、耐久性向上には大きな圧縮残留応力を発生させることが重要となる。

(7) 回転曲げ疲労試験では複合CD浸炭材はガス共析浸炭および真空共析浸炭より負荷応力で耐久性が13%向上した。

(8) 摩耗試験における1kgfの高負荷試験ではガス共析浸炭が最も劣り、次いで複合CD浸炭であり、真空共析浸炭が最も優れている。

第4章「ステンレス鋼の真空浸炭に関する研究」では、真空浸炭によりステンレス鋼への浸炭が可能となる特徴を活かすべく、オーステナイト系、フェライト系、二相系および

マルテンサイト系ステンレス鋼の浸炭挙動について研究し、下記の結果を得た。

(1) 表層部の炭素濃度は Cr 量の高い SUS329J3L 鋼が最も高く、約 9mass%まで浸炭する。浸炭深さは SUS444 鋼が最も深く、SUS329J3L 鋼が最も浅い。

(2) いずれの鋼種にも Cr₇C₃型炭化物が多量に析出し、浸炭処理により導入された炭素の大半は炭化物として存在する。SUS329J3L 鋼の炭化物析出が最も顕著であり、表面部で約 90%の面積率となる。

(3) 浸炭処理により硬さが上昇する。SUS304 鋼および SUS329J3L 鋼では炭化物量の増加と共に硬さが上昇する。SUS444 鋼では Cr 炭化物の析出硬化に加えてマトリックスのマルテンサイト化による硬化が付加されるため、著しく硬さが増加すると同時に表面からの硬化域も深くなる。

(4) 浸炭処理により耐摩耗性は向上する。耐摩耗性は浸炭温度の高いほうが優れ、3 鋼種の中では SUS329J3L 鋼が最も優れる。耐摩耗性は主として炭化物量と相関し、炭化物量の少ない領域では炭化物形態の影響も認められる。SUS444 鋼のマルテンサイト硬化は耐摩耗性に寄与しない。

(5) 浸炭処理により潤滑摩擦摩耗試験における焼付は発生しない。これは浸炭処理により形成された炭化物の硬さによる摩耗特性の向上および炭化物間の油溜まり効果によるものである。

第 5 章「真空浸炭処理の実用部品への適用」では、次世代型真空浸炭炉を用い、実用部品の開発・試作および量産試験を実施し、真空浸炭の利点の具体的効果を確認した。実用部品への適用により以下の結果を得た。

(1) カーエアコン用半球シューへの適用では、CD 浸炭処理を施すことにより耐カジリ性が改善され、焼付や摩耗などの熱処理に起因する問題は皆無となった。

(2) 摺動部品用ベアリングへの適用では、ガス浸炭時間 18h を真空浸炭時間 10h に浸炭時間を 8h 短縮でき、真空浸炭が高速度浸炭といわれる所以を検証した。さらに φ5 の深孔内部も外周部と同様に均等に浸炭されていることを確認した。

(3) 自動車用ネジ軸への適用では、真空浸炭の特徴である光輝性により、ガス浸炭では必要なラップ工程が省略できた。

(4) 粉末成形歯車の適用では、CD 浸炭による浸炭層の改質を粉末成形品に施し、CD 浸炭組織の実現と処理時間短縮 4h を達成した。

(5) ステンレス鋼製摺動製品への適用では、マルテンサイト系ステンレス鋼へ真空浸炭処理を施し、耐摩耗性をおよそ 30%向上し、摩擦係数を 27%改善できた。

第6章「真空浸炭処理の実用化について」では、これまでの試作試験や量産化試験により抽出された課題について下記のような結果を得た。

(1) 浸炭層に粗大セメンタイトが存在した場合、ローラーピッチング疲労強度を著しく低下させる。

(2) 真空浸炭用鋼である DEG 鋼では、SCr420H 鋼に比べ初析セメンタイトの析出は抑制され、550HV で規定される有効硬化深さは SCr420H 鋼の 0.7mm に対して DEG30-R 鋼では 0.85mm となり、DEG 鋼の浸炭性は SCr420H 鋼よりも良好である。

(3) 真空浸炭処理における浸炭防止剤の有効性を評価し、ガス浸炭で一般に用いられている浸炭防止剤は真空浸炭においても有効であることを明らかにした。

(4) 熱処理用治具は長期間の使用で浸炭および粒界酸化が起り、外周部はもとより内部からもき裂が入り破損する。この対策としてカロライジング処理やアルマー加工が有効であり、カロライジング処理によって治具寿命は 2 倍となった。

7. 2 今後の課題と展望

7.2.1 今後の課題

真空浸炭では浸炭工程の条件を一定に管理することによって品質を維持し安定させている。3.2.3 (a) 項で述べたように真空浸炭では鋼材表面への C_2H_2 の吸着現象によって浸炭されるため、品質の安定には浸炭品の表面積を一定にすることが重要である。しかしながら、実際の熱処理現場では多品種・少量生産への対応が求められる場合が多いため、真空浸炭において、ガス浸炭の炉気制御に相当する制御プロセスが実現できれば普及の大きな前進となる。

ガス浸炭では、炉内雰囲気ガスおよび鋼材表面でのガスとの反応はそれぞれ水性ガス平衡およびブドア平衡を利用し、炉気制御を行っている。これに対し、真空浸炭では平衡すべきガスが存在せず不可逆反応であるため、カーボンポテンシャルの制御は困難である。しかし、最近全く新しい方法で真空浸炭のカーボンポテンシャルを制御する試みが行われている^{2)~4)}。その中の一つである熱伝導度センサーを用いる方法³⁾が有力視されている。

H_2 はあらゆるガスの中で最も熱伝導度が高く、 He はそれに次ぐように、ガスの種類に応じて固有の熱伝導度がある。真空浸炭の減圧状態のガスの熱伝導度を測定するセンサー C_4H_4 および C_3H_8 等の浸炭ガスが炉内でどの程度分解し、どのような組成になっているかを数値化することが可能となる。熱伝導度センサー値と表面炭素濃度とは密接な関係があ

り、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になる。

熱伝導度センサーは真空浸炭におけるカーボンポテンシャル制御の有力な手段と考えられる。今後、多くの実績を積み上げ、ガス浸炭における O₂ センサーのような制御システムの構築に繋がるならば真空浸炭炉が飛躍的に普及するものと考えられる。

7.2.2 今後の展開

次世代型真空浸炭炉が開発されて以降 15 年が経過したが実用炉の普及は十分とは言えない。その主な理由はイニシャルコストが高いこと、および実績を重んじる産業界の慎重体質がある。

真空浸炭炉の設計および試作炉の開発費がイニシャルコストに反映され、現在真空浸炭炉はガス浸炭炉に比べて大幅に高価となっている。設備費の低減のために油槽および焼入れ保持炉を共用することによって浸炭炉の増設費用を抑えた設備（商品名 modul Therm⁵⁾）の市場投入も行われている。真空浸炭炉が普及することにより開発費は分散され、相乗的に普及が進むものと考えられる。

真空浸炭処理に関する産業界の慎重体質の要因として、カーボンポテンシャルの制御システムが構築されていないこと、および熱処理条件を作成するための基礎データやソフトウェアが充実していない点が挙げられる。カーボンポテンシャル制御は前述のように開発が進み実用化は近いと思われる。熱処理条件作成ソフトウェアの開発⁵⁾も行われ、浸炭層にセメントサイトを析出させない条件設定も可能となっている。

セメントサイトの析出を制御した真空浸炭用鋼（DEG 鋼）の開発が行われ、現在多用されている SCr420H 鋼と比較して硬さや浸炭深さ等の浸炭特性も同等である。

真空浸炭炉は炉体からの放熱量が少なく省エネ設備であり、排ガス量はガス浸炭炉の 1/100 程度と少なく環境にやさしい浸炭法であり、今後普及が加速するものと考えられる。

第 7 章の参考文献

- 1) Herbert W.Westeren : Metal Progress, 102, Oct (1972), 101.
- 2) 濱崎大介, 恒川好樹, 奥宮正洋, 羽木 敏, 梅田良人 : 日本熱処理技術協会第 57 回講演大会概要集, p.3 (2003).
- 3) 河田一喜 : 熱処理, 44, 5 (2004), 289.
- 4) 河田一喜 : 出光興産株式会社「第 26 回熱処理研究会」講演概要集, 2-1 (2003).
- 5) 森田敏之 : 熱処理, 49, 5 (2009), 237.

謝 辞

本論文は産・学・官連携による研究事業で実施した研究結果を礎に補充実験を行い、学位論文としてまとめたものである。

群馬大学理工学研究院知能機械創製部門の松原雅昭教授には、社会人として博士課程入学以降現在に至るまで指導教官として懇切丁寧なご指導をいただき心から感謝の意を表します。

本論文の主査をお引き受けいただいた荘司郁夫教授ならびに副査の中澤崇徳名誉教授、渡利久規教授、半谷禎彦准教授の各先生方には実験結果の検討や論文の構成など貴重な助言を賜り心より感謝申し上げます。

中澤崇徳名誉教授には、奉職中の共同研究では大変お世話になりました。それ以降も大学院への入学、論文執筆に関する助言などをいただき衷心より感謝致します。共同研究においては大学院工学研究科の小野和正（現 帝国ピストンリング㈱）ならびに川中子睦（現 富士フィルム㈱）の両氏には実験に協力をいただき感謝致します。

摩耗試験および回転曲げ試験は群馬県立群馬産業技術センターに委託した。荻野雄一郎氏、須田高史氏ならびに鎌腰雄一郎氏、他職員の方々に感謝致します。

潤滑摩擦摩耗試験では出光興産㈱営業研究所の職員の方々に大変お世話になり感謝申し上げます。

大同特殊鋼㈱殿には真空浸炭用鋼（DEG 鋼）の提供を受け、基盤技術研究室長の井上圭介氏ならびに主任研究員の森田敏行博士とは真空浸炭に関する貴重な討議をいただいた。心より感謝の意を表します。

熱処理技術協会編集委員であり恩師でもある吉田薫博士には、公私にわたりご指導をいただき感謝申し上げます。

本研究の実施にあたっては、井上熱処理工業㈱井上健太郎社長には人的・資金的な経営資源の提供をいただいた。実験にあたっては井上洋介、井上紀子、篠原奈美、各氏に協力していただいた。論文の作成および作図などワープロ作業において鹿沼啓美、村上陽子の両氏に助力をいただいた。なお、妻の秀子には傍らにて励ましの声掛けをもらった。この方々に心より感謝致します。

産・学・官連携の研究事業にあたっては補助金事業を採択し、援助をいただいた関東経済産業局に対して心から感謝を申し上げます。