

技術資料

Technical Data

真空浸炭と大気圧浸窒を組み合わせた浸炭浸窒プロセスの開発

辻井健太^{*1}, 林 幸宏^{*1}, 山崎歩見^{*1}, 林 建太^{*2}

Development of Carbonitriding Processes Combining Vacuum Carburizing and Atmospheric Pressure Nitriding

Kenta TSUJII, Yukihiro HAYASHI, Ayumi YAMAZAKI and Kenta HAYASHI

Synopsis

Regarding surface hardening for structural steel, carbonitriding is carried out to improve wear resistance and rolling fatigue. For the carbonitriding treatment, there have scarcely been any reports on vacuum carburizing-based carbonitriding treatment. The presumed reason for this scarcity is the difficulty of nitrogen intrusion under reduced pressure. Thus in this study, after vacuum carburizing, nitriding under atmospheric pressure was performed in a separate room. In addition, the residual ammonia content inside the furnace was controlled in an attempt to achieve a treating method that would ensure stable distribution of the required nitrogen content. This resulted in the following conclusions: 1) By increasing the nitriding pressure, the nitrogen content in the steel rises even without adjusting the ammonia flow rate. 2) By adjusting the residual ammonia content, the nitrogen content value in the steel can be controlled. 3) In this process, variations in the nitrogen content in the furnace and the nitrogen content among different batches remained within $\pm 0.05\%$, meaning that stable nitrogen content values can be attained. 4) Based on the above, a carbonitriding treatment process enabling mass production was developed. This heat treatment process can achieve a higher surface nitrogen content than nitriding under reduced pressure, and can attain stable quality levels.

1. 緒言

自動車部品に代表される動力伝達部品の表面硬化処理において、浸炭処理よりも耐摩耗性、転動疲労寿命や歯車の歯面疲労強度を高めたい場合、浸炭浸窒処理が行われる。浸炭浸窒処理は、浸炭後に NH_3 ガスにより浸窒を行うもので、これまでガス浸炭をベースとして行われてきた処理がほとんどである。一方で、真空浸炭は処理部材表層部の粒界酸化の発生を抑制することで部材の強

度向上を図れること¹⁾、 CO_2 排出量を削減できることから、近年、採用が拡大している。真空浸炭炉で浸炭浸窒を行うことができれば、真空浸炭のメリットに加え、窒素侵入による耐摩耗性の向上などの効果を得られると期待されるが、真空浸炭をベースとした浸炭浸窒処理については、これまで報告事例がほとんどない。この理由として、減圧下では窒素が鋼材に侵入しにくいことが一因であると推定される²⁾。

また、浸炭浸窒時に単純に一定量の NH_3 を流す処理

2024年9月27日 受付

* 1 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

* 2 大同特殊鋼(株)機械事業部 (Machinery Division, Daido Steel Co., Ltd.)

の場合、処理バッチ間で窒素濃度が変化しやすいという課題もある³⁾。近年、浸炭浸窒時の鋼材の窒素濃度を要求通りに得るため、炉内の残留 NH_3 濃度の制御や、窒化ポテンシャル (K_N) を制御することによる浸炭浸窒プロセス改善の試みが行われている⁴⁾。これは、浸窒時に導入した NH_3 の大部分は炉内で熱分解してしまうが(式(1))、分解せずに残った残留 NH_3 が浸窒反応の供給源となり、式(2)に従って鋼材に窒素が侵入するためである。



従って、浸窒反応は炉内の残留 NH_3 ガス分圧に強く依存すると考えられ、 NH_3 濃度制御のような浸窒プロセスの制御は、鋼材の窒素濃度を精緻に制御するためには必須であると考えられる。

一方、ガス浸炭浸窒処理においても、炉内配置による窒素濃度のばらつきが生じやすいという懸念がある。このばらつきはガス連続浸炭炉において、ゾーンごとに温度や NH_3 分圧が変化するため、特にゾーン間では部品位置により窒素侵入量に差が生じているためと推察される。

そこで本研究では上述した種々の課題を解決するため、処理室がそれぞれ独立したバッチ構造を持ち、搬送による各処理室の行き来が自由な量産型の真空浸炭炉を用い、浸炭と浸窒をそれぞれ別室で実施することで、処理品質の安定化を図った。また、浸炭と浸窒の処理圧力を変化させるとともに、浸窒時の残留 NH_3 濃度をフィードバック制御することで、要求する窒素濃度分布を安定して得られる真空浸炭炉をベースとした処理方法の確立を試みたので報告する。

また、上記プロセスを用いて処理した部材の強度特性の評価も実施したので、併せて報告する。

2. 実験方法

2.1 供試材

本研究では、供試材として JIS-SCr420H 相当の材料 (0.20 C - 0.28 Si - 0.82 Mn - 1.1 Cr) を用いた。φ30 mm の圧延材を 900 °C に加熱保持後に空冷し、さらに機械加工にて φ25 mm × 5 mm の形状とした。

2.2 浸炭浸窒条件

本実験に適用した浸炭浸窒条件を Fig. 1 に示す。浸炭浸窒を行う熱処理炉には大同特殊鋼(株)製の真空浸炭炉 ModulTherm[®] を用いた。930 °C の浸炭モジュールにて真空浸炭を行った後、820 °C または 850 °C の浸窒モジュールにて浸窒を行った。浸窒モジュールの圧力は 1.5 kPa または 101.3 kPa とし、圧力の影響を確認した。

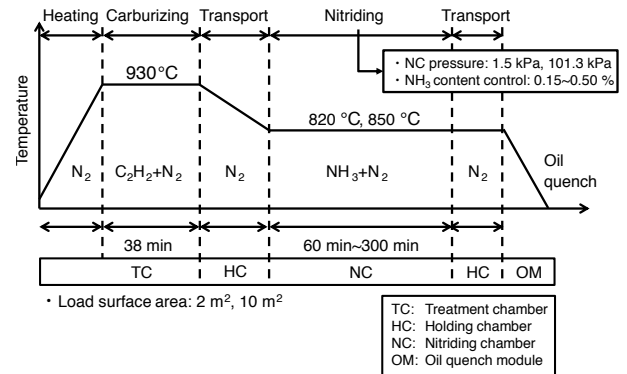


Fig. 1. Carbonitriding conditions.

真空浸炭中の導入ガスには C_2H_2 と N_2 を、浸窒中の導入ガスには NH_3 と N_2 をそれぞれ用い、浸窒処理後に油焼入れを実施した。浸窒中は、炉内の残留 NH_3 濃度を赤外線センサーで測定し、残留 NH_3 濃度を一定値に保つように NH_3 流量を制御した。被処理材の窒素濃度変化を調査するため、残留 NH_3 濃度を 0.05 % ~ 0.5 % まで、時間を 60 ~ 300 min まで変化させた。さらに、JIS-SS300 相当 (0.12 C - 0.16 Si - 0.51 Mn - 0.35 Cr) の 50 mm × 50 mm × 150 mm のダミーアングルを用い、ダミーアングルの積載量を変化させることで、表面積(積載量)を変化させることによる窒素濃度分布の変化についても調査した。また、上記処理のうち、同じ条件で複数回処理を実施し、処理バッチ間のばらつきも確認した。

2.3 炭素濃度、窒素濃度分布測定

本実験では、供試材を炉内の中央に1つ、外周の4隅に1つずつ配置し1バッチ当たり5つの試験片を熱処理した。それぞれの表面の炭素濃度、窒素濃度を高周波誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-OES) により測定し、炉内配置における表面濃度のばらつきを確認した。また、浸炭浸窒処理後の中央のサンプルから供試材断面の炭素濃度分布、窒素濃度分布を Electron Probe Micro Analyzer (EPMA) により分析した。

2. 4 強度特性評価

浸炭浸窒材の強度評価として、歯車のピッチング強度の評価として定評のあるローラーピッチング (RP) 試験を実施した。試験条件は、接触面圧を 3 GPa、すべり率を -80 %、回転数を 3000 rpm とし、潤滑油には ATF (Automatic Transmission Fluid) を用いて試験を行った。2. 1 節に記載の空冷後の供試材を機械加工により $\phi 26.1 \text{ mm} \times 130 \text{ mm}$ に加工した後、浸炭および残留 NH_3 濃度 : 0.5 % で浸炭浸窒処理し、それぞれ $180 \text{ }^\circ\text{C} \times 90 \text{ min}$ の焼戻し処理を実施した。上記試験片に対して表面から 0.05 mm の研削を実施し、表面粗さを揃えた状態で試験を実施した。相手材には SUJ2 の調質材を用いた。

また、 NH_3 濃度の焼戻し軟化抵抗への影響を調査するため、浸炭および種々の NH_3 濃度で浸炭浸窒処理を実施し、種々の温度で焼戻しを実施した。上記焼戻し後の試験片の表層硬さは、それぞれ表層から 0.05 mm の位置を、マイクロビッカース硬さ試験機を用い、荷重 2.94 N にて測定した。

3. 結果および考察

3. 1 浸窒圧力の影響

Fig. 2 に浸窒処理時の炉内圧力を変化させたときの表層窒素濃度の変化を示す。処理圧力の上昇に伴い、 NH_3 流量は同等であっても、鋼材表面窒素濃度が増加する傾向が確認された。これは炉内圧力を 101.3 kPa にすることで、同じ流量であっても炉内の NH_3 分圧が増加し、式 (2) で表される浸窒反応の反応速度が増加したことが要因であると推察される。

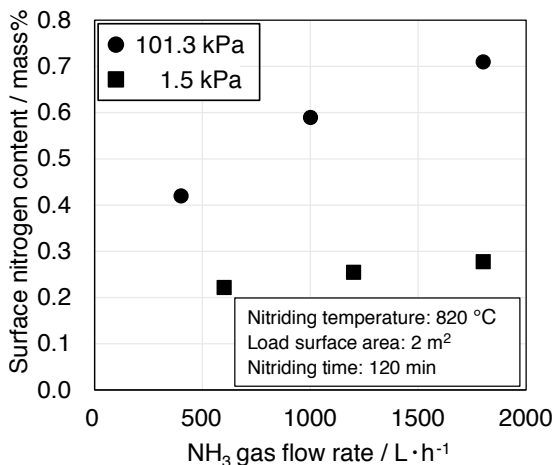


Fig. 2. The effects of nitriding pressure on surface nitrogen content.

3. 2 残留 NH_3 濃度, 浸窒時間の影響

Fig. 3(a), (b) に残留 NH_3 濃度を変化させたときの炭素濃度, 窒素濃度分布の変化を示す。残留 NH_3 濃度が高くなるほど表面窒素濃度が高く、浸窒深さが深くなる傾向が認められた。この結果は Wang⁵⁾ らのガス浸炭浸窒処理の結果と同様であり、 NH_3 濃度の制御により鋼材窒素濃度が増加することを確認した。また、炭素濃度はほとんど変わらないことも確認できる。

同条件での炉内配置における表面炭素濃度, 窒素濃度のばらつきを Fig. 3(c), (d) に残留 NH_3 濃度ごとにエラーバーで示す。窒素濃度のばらつきは平均値 $\pm 0.05 \text{ %}$ 以内となっており、ばらつきの少ない安定した処理を行うことができていることを確認した。

また、Fig. 4(a), (b) に浸窒時間を変更した際の炭素濃度, 窒素濃度分布の変化を示す。浸窒時間を長くするほど表面窒素濃度が高く、浸窒深さが深くなる傾向が認められた。炭素濃度は浸窒時間が長くなることで内部へ拡散するといった変化が確認できる。これらについても炉内のばらつきを Fig. 4(c), (d) に浸窒時間ごとにエラーバーで示す。表面窒素濃度のばらつきは平均値 $\pm 0.05 \text{ mass\%}$ 以内となっており、炉内外側と炉内中央で濃度差は少なく、安定した処理であることを確認した。

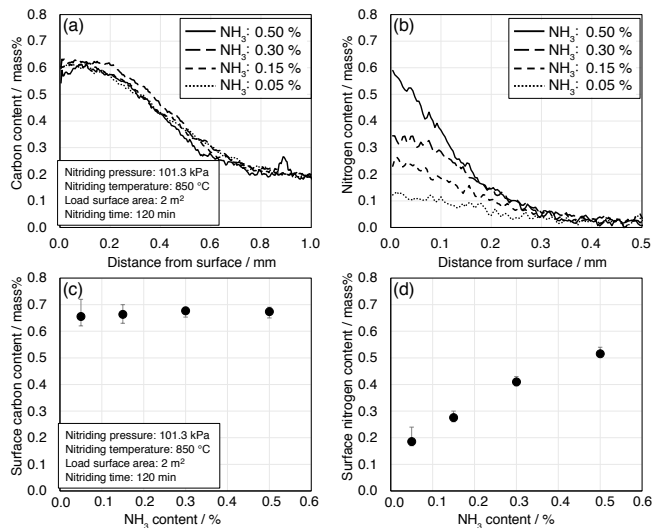


Fig. 3. The effects of the residual ammonia content: (a) Carbon content distribution; (b) Nitrogen content distribution; (c) Variations in the surface carbon content inside the furnace; (d) Variations in the surface nitrogen content inside the furnace (n=5, center=1, circumference=4).

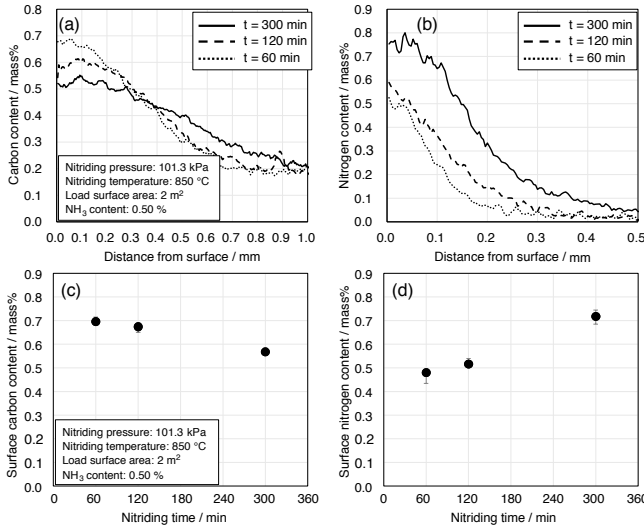


Fig. 4. The effects of the nitriding times: (a) Carbon content distribution; (b) Nitrogen content distribution; (c) Variations in the surface carbon content inside the furnace; (d) Variations in the surface nitrogen content inside the furnace (n=5; center=1, circumference=4).

3. 3 表面積(積載量)の影響

量産処理のように処理積載量が多くなると、NH₃分圧の炉内均一性が悪くなり、炉内での窒素濃度のばらつきは大きくなると推定される。そこで、量産相当のガス流れおよびNH₃の分解を模擬するため、表面積を2 m²から10 m²へと増加させ、窒素濃度のばらつきが変化するか確認した結果をFig. 5に示す。表面積を2 m²から10 m²へと大幅に変化させても窒素濃度分布はほとんど変化せず、安定した結果が得られることを確認した。10 m²における窒素濃度のばらつきは2 m²に比べると大きくなっているものの、±0.05 mass%以内であった。これは10 m²にしても炉内NH₃分圧が均一であったためと考えられ、安定した処理を行うことができていることを確認した。

3. 4 処理バッチ間における炭素濃度、窒素濃度ばらつき

従来、NH₃流量制御では処理バッチ間での窒素濃度ばらつきが大きいとされているため³⁾、NH₃濃度制御を実施した本プロセスにおいて、バッチ間の処理ばらつきの程度を確認した。Fig. 6に残留NH₃濃度:0.5%, 浸窒時間120 minの条件で3回同じ処理を行ったときの炭素濃度、窒素濃度のばらつきを示す。3バッチの処理の間

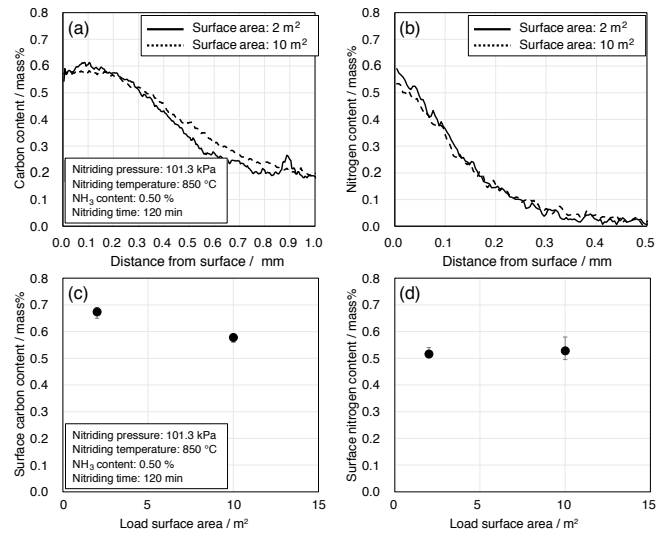


Fig. 5. The effects of the surface area for treatment: (a) Carbon content distribution; (b) Nitrogen content distribution; (c) Variations in the surface carbon content inside the furnace; (d) Variations in the surface nitrogen content inside the furnace (n=5, center=1, circumference=4).

隔がそれぞれ半年以上離れているにもかかわらず炭素濃度、窒素濃度はともに平均値で0.05 mass%以内の差であった。

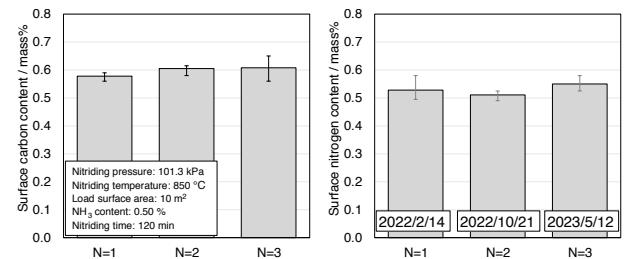


Fig. 6. Variations in each treatment: (a) Variations in the surface carbon content inside the furnace; (b) Variations in surface nitrogen content inside the furnace (n=5, center=1, circumference=4).

これは、残留NH₃濃度を一定に制御したことにより、処理バッチによる浸窒能が変化しないことに加え、浸窒専用のモジュールを用いたことで炉内が浸炭ガスなどで汚染されず、炉内雰囲気安定しやすいことも要因として考えられる。

4. 浸炭浸窒処理材の強度特性

4. 1 NH₃濃度の焼戻し軟化抵抗への影響

Fig. 7に今回のプロセスをJIS-SCr420Hに適用した場合の部品の焼戻し軟化抵抗への影響を示す。Fig. 7より浸炭材の硬さは高温で焼戻しを行うほど低下していくことが分かる。

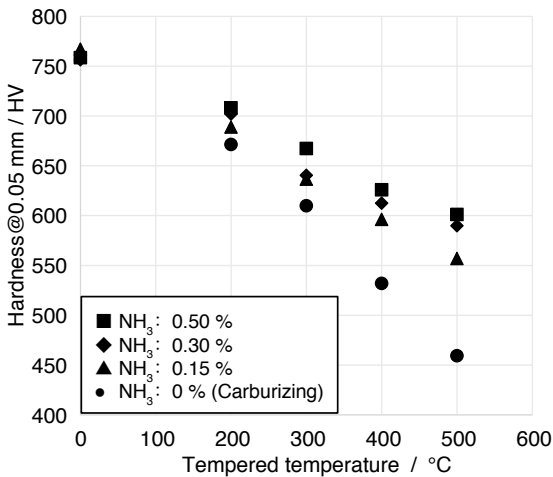


Fig. 7. Effects of residual ammonia content on surface hardness of tempered martensite in carbonitrided SCR420.

一方で、浸窒時のNH₃濃度が上昇していくにつれて軟化しにくくなっていることが確認でき、この傾向はより高温で焼戻しを実施するほど顕著であることが確認できる。浸炭浸窒による軟化抵抗の向上について、300℃付近の焼戻しについては、固溶Nからγが析出することに起因する強化によるもの、また、500℃付近の焼戻しについては、CrNなどの微細なクラスタの析出に起因する強化によるものと考えられる⁶⁾。

4. 2 ローラーピッチング試験結果

Fig. 8に浸炭およびNH₃濃度：0.5%にて浸炭浸窒処理を行い作製した試験片を用い、ローラーピッチング試験を実施した結果を示す。なお、どちらの試験片も試験後の表面の破損形態から、ピッチングにより破損したことを確認している。Fig. 8より、浸炭浸窒処理を施すことにより8.5倍の寿命向上効果があることが確認できる。ピッチング寿命については、従来より300℃付近での焼戻し軟化抵抗の向上が有効とされてきており⁷⁾、Fig. 7で示したように浸炭浸窒処理により焼戻し軟化抵抗が向上したことが、ピッチング寿命向上に寄与したものと考えられる。上記より、本プロセスを用いて浸炭浸窒を実

施することにより、安定した窒素濃度品質で歯車のピッチング強度を向上させることが可能となると考える。

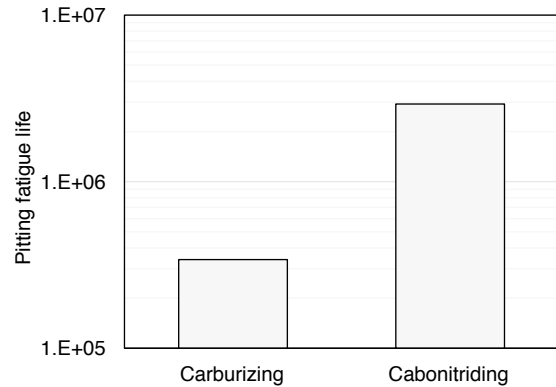


Fig. 8. Effects of carbonitriding on roller pitting fatigue life (SCR420, carburizing or carbonitriding).

5. 結 言

本研究では、真空浸炭後に大気圧浸窒を別室で実施し、炉内の残留NH₃濃度制御を行うことにより、要求する窒素濃度分布を安定して得られる処理方法の確立を試みた。以下にその結果を示す。

- (1) 圧力を 1.5 kPaから 101.3 kPaに上昇させることで、同じNH₃流量でも表層窒素濃度が上昇することを確認した。
- (2) 残留NH₃濃度を 0.05%～0.50%に変化させることで窒素濃度分布における表面窒素濃度が約0.3 mass%上昇すること、浸窒時間を 60 minから 300 minまで変化させることにより、窒素濃度分布における表層窒素濃度が約 0.25 mass%上昇することも確認した。
- (3) 被処理材の表面積が 2 m²の場合、炉内位置における表層窒素濃度のばらつきは±0.05 mass%以内であることを確認した。被処理材の表面積を 10 m²へと大幅に増加させた場合の調査も実施したが、こちらでも安定した結果が得られることを確認した。また、処理を n=3で実施しても同じ範囲内に収まり、安定した結果が得られることを確認した。
- (4) 上記浸炭浸窒処理プロセスにより処理された部材のピッチング疲労強度を調査した結果、浸炭材と対比し、大幅に寿命が向上することを確認した。
- (5) ModulTherm[®]を用いた真空浸炭と大気圧浸窒を組み合わせた本プロセスは、真空浸窒に比べ、半分以下の時間で同等以上の表層窒素濃度を得ることができ、品質の安定化も可能な熱処理プロセスである。

※ ModulThermは ALD Vacuum Technologies GmbHの登録商標です。

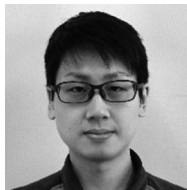
(文 献)

- 1) 大林巧治: 電気製鋼, 79(2008), 53.
- 2) 河田一喜: 熱処理, 50(2010), 6, 601.
- 3) S. Bischoff, H. Klümper-Westkamp, F. Hoffmann and H.-W. Zoch: HTM J. Heat Treat. Mater., 67(2012), 3, 217.
- 4) K. Tsujii, M. G. Skalecki, M. Steinbacher and H.-W. Zoch: ISIJ International, 60(2020), 9, 2051.
- 5) B. Wang, B. Liu, J. Gu and M. A. J. Somers: Surface & Coatings Technology, 438(2022), 128408.
- 6) 林幸宏, 田中優樹, 山崎歩見, 辻井健太, 佐藤充孝, 宮本五郎, 古原忠: 日本鉄鋼協会講演概要, 182(2021), 470.
- 7) 羽生田智紀, 中村貞行: 電気製鋼, 71(2000), 59.

本論文は, 28th IFHTSE で発表された “Development of Carbonitriding Processes Combining Vacuum Carburizing and Atmospheric Pressure Nitriding” の内容を翻訳し, 加筆修正したものである。



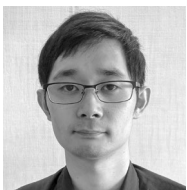
辻井健太



林 幸宏



山崎歩見



林 建太