真 空 イ オ ン 浸 炭 法

高 見 茂*・増 田 行 男*

(昭和51年4月5日受理)

Vacuum Ion Carbarizing

Shigeru TAKAMI and Yukio MASUDA

(ULVAC CORP. 2500, Hagisono, Chigsaki, Japan 253)

(Received April 5, 1976)

1. は じ め に

金属への真空技術の利用は真空溶解、真空ロー付、真空熱処理など、以前から行なわれていたが、最近になり表面硬化熱処理の方面でも、製品の高付加価値化、省資源、省力への要求から、真空技術の利用の研究、開発が盛んになり、イオン窒化法、真空浸炭法等すでに実用化の段階に入っている。今回、鉄鋼の表面硬化に対するプラズマ利用プロセスとして、新たに真空イオン浸炭法を開発したので紹介する。

2. 真空イオン浸炭法の原理

本浸炭法は処理品を真空炉に導入し、炭化水素系ガスの減圧雰囲気中で加熱すると同時に処理品（陰極）と電極の間に直流高電圧を印加してグロー放電を起させ、プラズマを発生させる。これによって活性化された炭素は、イオン化される。これを処理品（陰極）近傍の急激な電位勾配を利用して加速し、処理品表面に衝突させて浸炭を行うものである。浸炭の主役として活性炭炭素を用いている点は他の浸炭法と同様である。すなわち、一般に浸炭は活性化された炭素を鉄鋼表面において反応させ、内部へ拡散させると云うことである。この活性化された炭素を得る方法として、例えばガス浸炭法においてはCOガスの熱分解反応を利用している。

また真空浸炭法ではCH₄ガス、C₃H₈ガスの熱分解反応を利用している。

真空イオン浸炭法においては上記のような作用ガス（CH₄C₃H₈ガスなど）の熱分解反応のみでなく、前述した方法によってグロー放電プラズマを作用させ、高いエネルギーを持たせた炭素イオンを処理品表面に衝撃させ、表面の清浄化と同時に、浸炭を行わせるものである。

2.1 真空イオン浸炭法におけるC₃H₈ガスの挙動について

図1 排気ガスの質量分析結果

* 日本真空技術(株) (茅ヶ崎市萩園 2500)

一般に、 C_3H_8 ガスは高温で不安定となり、容易に低級の炭化水素ガスに熱分解することが知られている。本プロセスでは高温でしかもグロー放電を利用するため、それら低級の炭化水素系ガスあるいは炭素の生成が更に増加し、また、新たにそれら分子・原子のイオンが生成される。したがって、より効果的な浸炭が可能で、浸炭時間の短縮をもたらす。そこで、以下に処理中の排気ガスについて分析した結果を述べてみよう。

図1は、(a)200℃加熱無放電の場合、(b)960℃加熱無放電の場合、(c)960℃加熱グロー放電を起した場合、各々の排気ガスの組成を調べたものである。導入されたガスは何れの場合も C_3H_8 ガスで、流量、雰囲気圧力は同一とし、日本真空技術㈱製、MSQ-150 型質量分析器を使用し測定した。(a)の場合、 C_3H_8 ガスは殆ど分解しない。しかし、(b)の場合(真空浸炭)は、 C_3H_8 ガスが熱分解によって、 CH_4 、 C_2H_2 、及び H_2 ガスになっている。いわゆる真空浸炭では、この熱分解にて生成した炭素を処理品の表面で反応、拡散させて浸炭処理を行っていることがわかる。(c)の場合は、 CH_4 ガスの分圧が減少し、 H_2 ガスの分圧が高くなっている。これは CH_4 ガスがグロー放電のプラズマエネルギーによって水素と炭素に解離、イオン化され炭素が処理品に浸炭し、その結果排ガスに H_2 ガスが多くなったものと考えられる。尚、図1は(a)(b)及び(c)の各条件に対するガス組成の変化を特徴的に表わすために、低質量側の分析感度を上げたものを示している。

3. 真空イオン浸炭法の特徴

本プロセスの特徴の1つは異状グロー放電の領域を利用することにある。この異状グローでは、負グローが処理品(陰極)の全表面に拡がるので処理品の全表面にわ

図2 浸炭鋼のエッチング写

図3 真空イオン浸炭中の部品

図4 表面炭素濃度および硬化層深さのグロー放電電流密度に対する変化

たって均一に、むらなく、速かに浸炭を行うことができる。このことは処理品を浸炭する場合に最も重要なことである。

図2は浸炭用合金鋼(SCM-21)を真空イオン浸炭法で処理した場合と、単に真空浸炭法(放電なし)で処理した場合との各種形状に対する断面状況を比較したもので、 C_3H_8 ガスの流量及び圧力を一定にし、960℃で1時間処理したものである。真空浸炭では外周部は均一に浸炭されているが、1.5 m/m×15 m/mのスリットでは内部にいく程浸炭層が薄くなり、2 m/mφの穴は全く浸炭されていない。真空イオン浸炭ではスリットや穴までも均一に浸炭されている。現段階では1 m/mφ×10 m/m

の穴に均一に浸炭するところまでは確認されている。

図3は真空イオン浸炭時の放電の状況である。実際には高温で処理されるため周囲は明るいが、放電状況を鮮明にするため周囲を暗くしてある。

本プロセスの特徴の第二は、浸炭濃度と硬化層深さが放電電流密度を制御することによって自由にコントロールできることである。

図4は浸炭用肌焼鋼(S15CK)を一定のガス圧力で960℃、2時間の真空イオン浸炭処理で、放電電流密度を種々に変化させた場合の有効硬化層深さ(表面よりHmv=513までの距離)と、表面炭素濃度の変化を示した図である。本図に示されるように、イオン電流密度の増加に対して硬化層深さ及び濃度は共に増加しており、制御の容易さを示している。

4. 真空イオン浸炭の実際

真空イオン浸炭法は先にも述べた様に、従来のイオン窒化法とは異り、装置は処理品を900℃以上昇温する機能と、均一な異常グロー放電が持続できる機能とが兼ね備えられると同時に、焼入機構が付加されて浸炭後の焼入処理までが、同一装置内に集約されることが必要である。したがって、本プロセスを実用化する装置では、加熱室と油焼入室とを備えた二室型真空熱処理炉に加えて、加熱室に放電機構が付加されている。

図5に本型式の炉構造を示す。加熱室(浸炭室)はカーボンフェルト断熱材、カーボン抵抗体による抵抗加熱

方式の真空熱処理炉で、処理品は輻射熱により加熱される。また、高圧電極(陽極)が均一なグロー放電が持続できるように配置され、試料台(陰極)との間で、グロー放電を起こし、かつ安全に持続し得る機構を備えている。

処理品は均一な放電が持続できるように試料バスケットに適正な配置で装入され、炉内試料台に設置される。続いて炉内は $10^{-2} \sim 10^{-3}$ Torrまで排気して、処理品を900℃以上に加熱し処理品の表面を清浄化する。一定時間の予熱後、炉内に微量の炭化水素ガス(C_3H_8 ガス等)を導入して、炉内圧力を0.1~10 Torr程度に保持すると同時に試料周辺の高圧電極を陽極とし、試料台を陰極として、この両極間に数百ボルトの直流高電圧を印加させる。これにより、雰囲気ガスは異常グロー放電を起こしてプラズマ化し、炭素イオンが発生する。この炭素イオンは処理品(陰極)の数ミリメートルの所に起こる電位の急激な勾配によって高速度に加速され、高運動エネルギーを得て処理品表面へ衝突し、そこで炭素原子の内部へ拡散が行なわれる。このようにして炉内に導入するプロパンガスの流量を調節して圧力を設定し、イオン電流密度を所定値に選定して、一定時間のイオン浸炭を行うことにより、ある予期した炭素濃度と硬化層深さを得ることができる。さらに真空イオン浸炭の後にグロー放電と、導入ガスを停止し、拡散現象のみを利用して、炭素濃度及び硬化層深さの調整が可能である。浸炭処理後は直ちに油焼入が可能であるが、一時適温まで加熱室で

図5 真空イオン浸炭炉構造図

S15CK
960°C × 2 Hr
 $J_b = 0.2 \text{ mA/cm}^2$

図6 真空イオン浸炭組織写真

冷却すること、冷却室で冷却後再び加熱室で調質後焼入れすること、いずれも可能である。

炭化水素系ガスとしては経済性を考えてプロパンガスの採用が順当であろうと考える。加熱室の圧力は加熱室の排気量と加熱室への導入ガス量とのバランスで決定される。プロパンガスは流量計を経てニードルバルブで流量調節され、加熱室内の圧力は一定に保持される。

処理温度の測定は処理品近傍の雰囲気温度を間接的に熱電対で測定する。あらかじめ処理品との温度補正を行っておく必要があるが、同一形状品を同一状態で装入する場合には、この方法で充分である。温度のコントロールは、熱電対又は輻射高温計により温度を測定して加熱電源を制御して行う。放電電力は加熱電力に比較して小さいので、処理物の加熱に対する影響は、炉の均熱幅に

図7 真空イオン浸炭の炉内温度と圧力の関係

おさまる程度である。

図6は浸炭用肌焼鋼(S15CK)を一定のガス圧力の下で、960°C、1時間の真空イオン浸炭処理した断面組織である。浸炭で適当といわれている0.8~0.9%の表面炭素濃度と硬化層深さ0.65 m/mが得られている。

5. 真空イオン浸炭法の利点

真空イオン浸炭法は従来の各種浸炭法に比較してつぎに示すような多くの利点を有する。

(1) 炭素の供給速度が速い。

前述した如く、真空加熱され表面が活性化されている処理品に、大きな運動エネルギーを持った炭素イオンが衝突するので、浸炭処理時間が短縮される。880°Cで1時間の真空イオン浸炭処理で硬化層深さ0.6 m/mの結果を得ている。従来の浸炭法と比較して約50%の時間短縮ができる。

(2) 浸炭層のコントロールが容易である。

浸炭層の性質を決定する因子として、温度、時間、雰囲気ガスの炭素濃度、および処理材の材質等が考えられ

図8 イオン窒化処理鋼の硬さ分布曲線

図9 イオン窒化処理鋼のX線回折結果

る。従来の浸炭法の場合には雰囲気ガスの選定、および炭素濃度の調節と言う面で非常に複雑化する傾向にあった。また、処理品を昇温中から浸炭性ガスを導入せねばならなかったので浸炭のバラツキが生じやすく制御が難しかった。しかし、真空イオン浸炭では、先に述べたように処理量に合ったガス量で所定のガス圧力を設定すれば、放電電流密度をコントロールすることにより、硬化層深さ、および表面炭素濃度の制御が容易になった。かつ、浸炭性ガスの導入、およびグロー放電を起こさせるのは、処理品全体が均一温度に達した後の必要な時間だけなので浸炭層の制御が正確になった。

(3) 浸炭効率が良い。

消費した雰囲気ガスの炭素量と鉄鋼中へ拡散浸透した炭素量との比を浸炭効率 n 、すなわち、

$$n = \frac{\text{鋼中へ拡散浸透した炭素量 (g)}}{\text{消費したガスの炭素量 (g)}} \times 100 (\%)$$

で表わせば、従来の変成炉方式や滴注式などにおいては数%~20%であるが、真空イオン浸炭法では55%にも達する結果が得られている。

(4) 変成ガスを必要としない。

従来の浸炭法では変成炉の複雑な管理によって生成される変成ガスが必要であったが、真空イオン浸炭では生ガスを直接炉内に導入するだけで良く、変成炉の必要もない。

(5) 表面が清浄である。

真空中で加熱されるので処理品表面の酸化物が取除かれ、脱ガスが行われて、処理品の表面が清浄化され、そのまま真空中で焼入れまで行われる。

(6) 脱炭層が生じない。

浸炭焼入品の表面に脱炭層が生成されると、耐摩耗性、耐疲れ性などに劣化を及ぼす。脱炭層の生成を防ぐには、酸素を含まない雰囲気中で浸炭を行えばよいと考えられるが、従来のガス浸炭法においては、酸素を含まないガスを使用することは工業的に難しいが、真空イオン浸炭では、酸素がない真空中で処理を行うので、脱炭層が生成されることがない。

(7) 占積率が高い。

グロー放電を利用している従来のイオン窒化法では、

窒化のパラツキを防ぐために、放射線状一列で処理を行い、従来のガス窒化に比較して占積率は悪かった。真空イオン浸炭法では、約5 m/mの間隙で密にセットした状態で処理を行ってもパラツキのない浸炭結果が得られ、従来のガス浸炭法と占積率はほとんど同じである。

(8) 前処理が簡単である。

ガス浸炭において、前処理を簡単に行って処理品に油脂や酸化物等が付着したまま炉に装入すると、それらの不純物のために雰囲気ガスの組成が変化して、浸炭層の制御ができなくなる。しかし、真空イオン浸炭では、簡単な脱脂程度の前処理でも、浸炭には影響がない。

(9) 装置の簡素化および環境の改善ができる。

浸炭及び焼入等の一連のプロセスが同一装置内で集約して行うことができ、連続化、自動化への応用が極めて容易となる。更に内熱式真空炉であることから外壁は水冷され、熱の周囲への放散がなく、ガス等の漏洩の心配もなくなり、作業環境は従来の浸炭法に比し非常に良くなる。

(10) 省エネルギー、無公害熱処理である。

真空イオン浸炭では炉内のガス圧は大気圧の数百分の一以下の程度で、かつ必要な時間流すことで事足りるのでガスの消費量は極めて少なく、さらに処理時間も短縮されるので、使用電力も少なく、省エネルギー化される

真空イオン浸炭では排気されるガスは、前述のようにほとんどが水素ガスとなっており無公害であり、その水素ガス量も微少であるため安全性にも問題はない。

6. 真空イオン浸炭炉の多様性

真空イオン浸炭法と同じ方法でイオン窒化を行うことも可能である。本方式により、560℃、5時間のイオン窒化を行ったテスト結果を図8および図9に示す。

図8はイオン窒化を行った鉄鋼の硬さ分布曲線、図9はそのX線回折結果で、処理表面に好ましいと言われる γ' -Fe₄Nが生成され、窒化層も得られているのがわかる。

これらより、上記真空イオン浸炭とイオン窒化をミックスしたプロセス、すなわち、真空イオン浸炭窒化法を行うことも可能である。

7. むすび

以上、真空イオン浸炭法について、そのプロセスの概要および特徴について簡単に説明した。このプロセスの持つ有用性は斯界に多大の利益をもたらすであろう。また、従来のプロセスの持っている経済的な諸問題や公害問題も、本プロセスの採用により解決することができるものと思われる。