真空熱処理技術の課題

山中 久彦*

(受付1993年8月30日, 掲載決定1993年12月4日)

Recent Problems in Vacuum Heat Treatment

Kyuhiko YAMANAKA

(Nisho Uwai Corporation, 5-8 Imabashi 2-chome, Chuo-ku, Osaka)

(Received August 30, 1993, Accepted December 4, 1993)

1. ま え が き

金属への真空技術の利用としては, かなり以前から真空溶解, 真空脱ガス, 真空蒸着, 真空焼結などが知られている。これらの方法は現在でも広い分野で応用されている。これらの処理はいずれも加熱後の冷却速度をあまり問題にしない分野, すなわち, 大部分は炉内で急冷の必要のない限られた分野で採用されていた。

金属材料の熱処理分野に工業的な真空熱処理炉が開発されて以来約30年になるが, 初期の真空熱処理炉は冷却装置をもたない外熱式真空熱処理炉であったため, 急冷を必要としない真空焼なましに主として使用されてきた。その後, 熱処理工業界の需要によりさまざまな改良, 開発が行われてきた。真空技術の急速な発達に伴って真空容器内に取り付けられた冷却用ファンを回転し, 炉内に導入された N_2 ガスおよびArガスなどの不活性ガスを強制攪拌して処理材の急冷が可能なガス冷却式真空熱処理炉が開発され, 工具鋼, 高速度工具鋼, ステンレス鋼などのガス冷却による焼入れが可能になった。さらに一歩進んで油冷却真空熱処理炉の出現によって油冷鋼まで対象鋼種が広がり, また処理材の大きさ, 処理量などのあらゆる面で適用範囲は一層拡大した。そこで真空熱処理の最近の課題について述べる。

2. 真 空 圧 力

真空技術という真空とは全く気体がないという状態(絶対真空)を指すのではなく, 大気圧よりも低圧になっている容器内の状態を呼んでいる。真空熱処理では一般に90 kPa $\sim$ 1.3×10^{-4} Paの圧力範囲である。表1に真空圧力と相当する不純物量および露点の関係を示した。

一方, 普通使用されている純度のよい不活性ガスは, およそ0.1%の反応性不純物ガスを含有しているものが多く, この純度のガスを標準状態における分圧から換算すると, 表1から大体131 Paの真空圧力に相当している。そのため不活性ガスを市販のままのものを使用すると, 不純物ガスが加熱された金属と反応を起こすので精製する必要がある。しかし, 精製を行っても1 ppm程度の不純物以下にすることは精製に要する費用および純度の維持などの点から考えてかなり困難である。表1から1 ppmの不純物ガスが残存している場合, 真空では 1.3×10^{-2} Paの真空圧力にすぎなく, 今日の真空技術をもってすれば, かなり大型な真空容器でも 1.3×10^{-2} Paの真空を作り出すことは比較的容易である。

また普通の保護雰囲気ガス炉では水分量の多少を示す露点で, そのガスの純度表示を行っているが, 無酸化加熱用雰囲気炉ではその値はせいぜい $-30 \sim -40^\circ\text{C}$ 程度である。この露点に対する真空圧力は13.1 Pa位であり, 真空炉としてはきわめて容易に得られる値である。表1の真空圧力と露点との関係より一般の熱処理において必要な真空圧力は $1.31 \times 10^{-1} \sim 1.31 \times 10^{-2}$ Paであるので, 露点より比べて雰囲気清浄度は真空の方がいかに良好

* 日商岩井株式会社大阪特殊鋼部
(〒541 大阪市中央区今橋 2-5-8)

表1 真空圧力と相当不純物量および露点

真空圧力 Pa	13100	1310	131	13.1	1.31×10^{-1}	1.3×10^{-2}	1.3×10^{-3}
相当不純物量%	13.4	1.34	0.134	0.0134			
相当不純物量 ppm					13.4	1.34	0.134
相当露点 °C		+11	-18	-40	-59	-74	-101

であるかを判断できると思われる。したがって真空を使用することは、よく精製した不活性ガスを雰囲気として用いるよりも非常に簡易で、かつ安価な雰囲気が得られ、脱炭、浸炭のない光輝面が得ることができる。さらに実際には減圧下で加熱することにより金属表面のスケールが除去され、炉壁や材料の表面に吸着しているガスを除去できる。

真空熱処理においてその目的および処理温度により種々の圧力が使い分けられる。例えば、工具鋼の光輝熱処理ではCr, Si, Moなどの脱元素を防止する目的で、70~130 Paの圧力が用いられる。チタンおよびチタン合金の光輝熱処理の場合は 6×10^{-3} Paより高真空が必要となる。またZn, Cdなどの蒸発しやすい元素、すなわち、蒸気圧の高い元素を含む銀ろう材のろう付けなどでは90 kPaの圧力が用いられる。したがって真空熱処理では現在のように発展してきた主な要因は、光輝熱処理が圧力で比較的容易に制御できることにありと推察される。

真空熱処理法では光輝熱処理が容易で、脱脂作用、脱ガス作用があり、熱処理変形が少なく、作業環境がよく、さらに自動化および省力化が容易であるなどの利点があるが、しかし、真空熱処理独自の現象が現われ、脱元素作用、1000°C以上でN₂ガスによるステンレス鋼の窒化現象、炭素粉末による局部的浸炭現象が認められる。また800°C以上の加熱では融着現象、1200°C以上からの油冷却時の浸炭現象が発生するので注意を払わなければならない。

3. 洗浄工程

真空中で加熱すると、脱脂作用により油脂類が処理物に付着していても、分解温度に達する前に蒸発するので光輝性が得られる。しかし、これらの油脂類は加熱中に急激に蒸発するために真空圧力を高め、圧力回復に作業時間が長くなるなどの悪影響を及ぼす。また蒸発した油脂類は一部排気系に持ち込まれ、油回転ポンプの油を汚してポンプの性能を劣化させる。一部は炉内の水冷している炉壁を汚染し、ほかの高真空を必要とする熱処理を行う場合に問題となる。

したがって真空熱処理前の脱脂、洗浄は十分に行う必

要がある。一般に使用されている洗浄法としてはトリクロロエチレン、トリクロロエタンなどの有機溶剤による洗浄が用いられている。最近ではオゾン公害の問題が発生し、1995年以降地球環境の改善を目指してフロン全廃に対処するため、代替フロンの採用、代替技術の開発などによる対策が不可欠である。

4. 冷却速度

真空熱処理炉ではしばしば冷却速度に問題があった。そのため、ここ10年間はとくに冷却速度の面での向上は目覚ましく、500~600 kPaの加圧状態でのガス冷却ができる加圧型真空熱処理炉が開発され、切削用高速度工具鋼の焼入れおよびステンレス鋼の固溶化処理も可能となった。図1¹⁾に径50 mmの供試材を各ガス圧で冷却した時の冷却曲線を示した。この図から分かるように冷却ガス圧の増加に伴って冷却速度は上昇するが、ガス圧は500 kPaで十分である。それ以上ガス圧を上げるとはガス消費量を増すだけで不経済である。

さらに真空熱処理の冷却ガスとしては、主として今までN₂ガスやArガスが用いられていたが、より急速冷却が必要な時はH₂ガス、Heガスも用いられるようになってきた。これらのガスの熱伝達率の比はN₂ガスを1とすると、H₂: 2.2, He: 1.7, Ar: 0.7となり、HeまたはH₂ガスを使用するのが冷却速度からは有利であるが、H₂ガスは安全性、Heガスは価格の面で問題があった。しかし高速冷却の要求は今後ますます増加するものと考えられる。

図2¹⁾に示すようにHeガス100%よりN₂ガスとの混合ガスの方が熱伝達率が高く、Heガス100%と同等な熱伝達率を示す混合比はHeガス60%とN₂ガス40%である。したがって価格的にも安価で冷却能の大きい混合ガスを使用する方が得策である。これにより油冷却に近い状態で冷却することができ、肉厚部品の熱処理もできるようになってきた。

5. 変形防止

一般に熱処理では変形をいかに少なくするかということは重要な課題である。真空熱処理は他の熱処理法と比較して変形は少ないと報告されている。その理由は処理

図1 各ガス圧の変化によるφ50試料中心の冷却曲線

図2 He-N₂混合ガス比と対流熱伝達率の関係

材の昇温の仕方に原因があるようである。真空熱処理においては常温からの徐加熱と輻射加熱であるため、ほかの加熱方法に比べて処理材の昇温の仕方はかなりゆるやかである。変態点通過時点で処理材の表面と中心における温度差はきわめて小さく、膨張、収縮が比較的均一に起こるので変形が少なくなると考えられる。しかし段取

りが不適切な場合には思わぬ失敗を招くことがある。すなわち、段取りは変形防止の重要なカギを握っている。段取り法にはとくに法則はないが、どのように積み込みをすれば、均一加熱、均一冷却ができ、また自重によるクリープを避けられるかを考慮した段取りが必要となる。

図3 単室加圧ガス冷却横型真空熱処理炉

そこで最近では図3に示すように1~6 kPaまで加圧冷却が自由に選択でき、処理材を移動しないでターボブロワーを使用して均一焼入れの可能な単室加圧ガス冷却式真空熱処理炉が開発されている。

6. 対流加熱

真空中での加熱は輻射加熱であり、全輻射エネルギーは絶対温度の4乗に比例して増加する。そのため800℃以下の低温域では極端に輻射エネルギーが少なく、かつ輻射加熱は直進性のため影の部分の昇温が極端に遅れるので、段取り、ヒートサイクルの決定に注意せねばならない。炉の大きさ、装入方法により多少異なるが、500℃の処理温度では炉の中心部に置かれた部品の昇温が外周部に比べて1~2時間遅れることもある。すなわち真空中での低温域での加熱には時間がかかり、不均一加熱になりやすい欠点がある。これらの欠点を除くため800℃まで対流加熱機能を付加した高速高圧ガス冷却真空熱処理炉が開発されている。図4は対流加熱を行った場合の焼入れ、焼戻し連続サイクルの温度-圧力線図を示した。

この場合炉内を一度1.31 Paより低い真空圧力に排気し、酸素分圧を下げた後にN₂ガスにより増圧して用い

図4 対流加熱における温度-圧力の関係

ている。対流加熱を採用した時のサイクル短縮率は処理温度、処理量、積載方法などにより影響を受けるが、工具鋼の熱処理では短縮率は約30~60%となる。

7. むすび

以上、真空熱処理技術の利点および課題などについて簡単に述べた。真空熱処理は付加価値が高く、かつ高級な特殊鋼にしか利用していない現状であり、無酸化雰囲気炉、塩浴炉の代用として使用されているに過ぎない。しかし、真空熱処理炉を採用することにより、他の熱処理では期待できないような多くのメリットを持っており、コスト面、装置面の課題が解決されるならば今後、機械構造用鋼にも広く利用されるものと考えられる。さらに作業環境も良好で、かつ操作が簡単で自動操作が可能であり、将来、精度および信頼性の高い熱処理に対応するため、明日の熱処理のパイオニアとして今後一層飛躍するものと期待される。

〔文 献〕

- 1) 山崎勝弘：第85回工具鋼技術研究会資料（1990）p. 1.