

NACHI
**TECHNICAL
REPORT**
Materials

Vol. **28A1**
October/2014

マテリアル事業

■ 解説

真空浸炭シミュレーター

「EN-CARBO Calc.」

Vacuum Carburizing Simulator
"EN-CARBO Calc."

〈キーワード〉 浸炭・真空浸炭・有限要素法
焼入れ・EN-CARBO

サーモテック事業部／技術部

園部 勝 Masaru Sonobe

要 旨

真空浸炭処理はトランスミッション歯車など、自動車の駆動部品を中心に適用されています。真空浸炭はガスの分布が均一なため、安定した硬度分布を得ることができますが、硬度分布の計算方法は従来のガス浸炭の延長線上にあり、真空浸炭に適した計算方法が採用されていませんでした。このため、顧客から浸炭条件の設定を依頼されても4～5回の試験が必要となり、条件確定まで時間を要していました。

この課題・問題点を解決するため、独自の真空浸炭理論を使った“真空浸炭シミュレーター”を開発し、真空浸炭によって得られる鋼材の硬さ分布を精度良く推定できるようになりました。その結果、試験回数が半減し、顧客満足度が向上しました。

Abstract

Vacuum carburizing process is the process that the surface of low-carbon steel is carburized in the vacuum environment and quenched to achieve the higher surface hardness of the steel. The fatigue strength of a part can be improved in a shorter time compared to the time spent in the general gas carburizing process. Thus, this method is used for the drive parts of an automobile. Vacuum carburizing process provides the even distribution of gas, realizing the stable hardness distribution. However, the method of calculating the hardness distribution is the same as that of the conventional gas carburizing. A proper calculation method of hardness distribution for vacuum carburizing has not been established yet. Because of this, approximately four to five trial heat treatments are needed for the setting of carburization requested by a customer, causing a delay of the required delivery date.

To resolve this issue, NACHI is now developing the Vacuum Carburizing Simulation System for which NACHI's exclusive vacuum carburizing theory is used. In this system, the distribution of the steel hardness from vacuum carburizing is calculated accurately. As a result, the number of trial heat treatments has been reduced to a half, which has made it possible to improve customer satisfaction.

1. 浸炭とは

鋼を焼入れしたときの硬さは、主に炭素の含有量によって決まり、炭素濃度が高い場合には硬く、逆に低い場合にはやわらかくなります。耐摩耗性を要求される部品では、耐摩耗性を得るために硬い表面が望まれますが、芯部はじん性を持たせるためにやわらかく仕上げる必要があります。この目的のために「浸炭」と呼ばれる表面処理が行なわれる場合があります。

「浸炭」は低炭素鋼の表面から炭素を浸透させて、表面の炭素濃度を高くしてから焼入れを行ない、表面付近に硬い層をつくる鋼材の焼入れ方法の一種です。

「浸炭」では処理温度と処理時間に応じて0.1～2mm程度の表面硬化層が得られ、同時に部材内部では低炭素で硬さが低くじん性の高い部材を得ることができます。「浸炭」時に適切な焼入れと焼戻しをすることによって、表面にマルテンサイト変態に起因する圧縮の残留を付与する¹⁾ことができ、疲れ強さを向上させることができます。

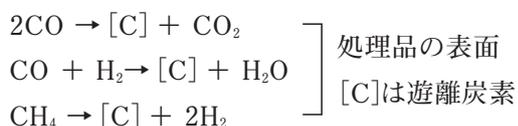


2. ガス浸炭と真空浸炭

「浸炭」方法には、①固体浸炭、②液体浸炭、③ガス浸炭、④真空浸炭、⑤イオン浸炭があります¹⁾が、自動車用部品などの一般の浸炭部品では主に「ガス浸炭」が使われており、高性能浸炭部品で「真空浸炭」が行なわれています。ここでは一般的な「ガス浸炭」と「真空浸炭」の違いについて説明します。

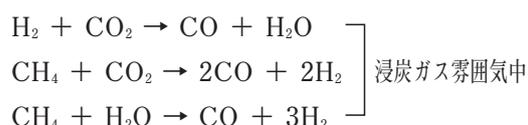
図1に一般的なガス浸炭装置の構造を示します。一般の油焼入れ装置と同様、加熱炉と焼入れ油槽から構成されており、加熱炉に大きめの循環ファンがとり付けられており、炉気を保護するためにフレームカーテンがとり付けられています。また、真空パージ式のフレームレスも広く引用されています。

ワークは自動搬送装置により加熱室（浸炭室）に挿入されます。浸炭室に装填されたワークは所定の浸炭温度に加熱され、炭化水素を含む浸炭ガスにさらされます。ガス浸炭反応は、一般的に鋼材表面で以下の式で表わされます。



鋼中への炭素の浸炭速度は処理品の表面では炭素を含むガスの分解速度に依存することが分かります。この分解速度はガスの濃度と処理温度に大きく依存するため、ガスの濃度と処理温度を制御する必要があります。

浸炭中の炉内雰囲気中では次に示す副反応が起こっています。



このため、ガスの濃度と処理温度が分かれば、おおよその表面炭素濃度を求めることができます（図2²⁾）。

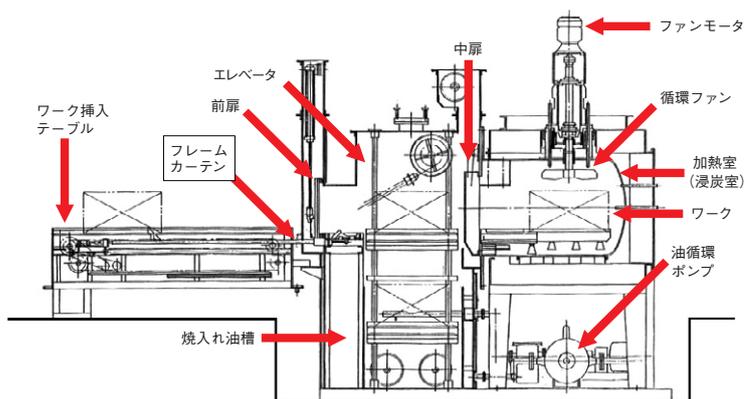
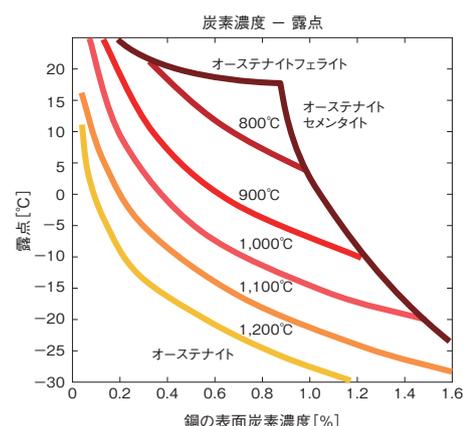
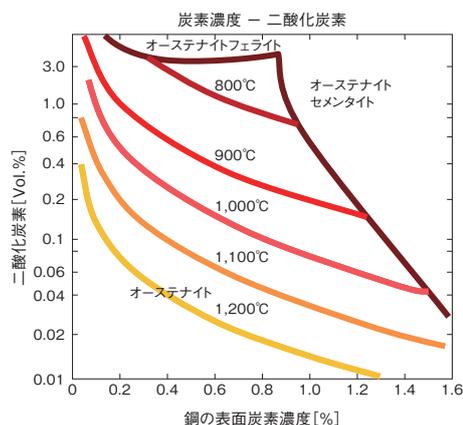
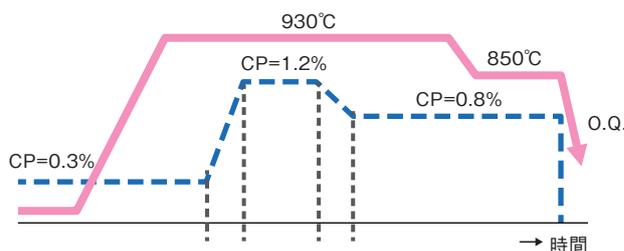


図1 ガス浸炭装置

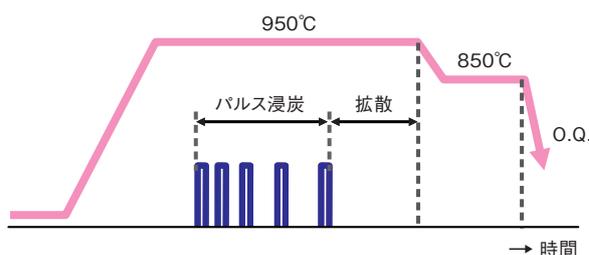
図2 ガス濃度と表面炭素濃度

ガス浸炭では浸炭加熱処理の各熱処理過程における^{※1}カーボンポテンシャル (CP) 値を制御しています (図3(a))。ワーク装填から均熱完了までの間は、母材炭素濃度と表面炭素濃度がほぼ等しくなるCP値になるようにガス雰囲気を制御しています。ワーク全体が均一な温度に達すると、CP値を1.2前後に上げて、表面から炭素を浸透・拡散させます。CP値は大きいほう (過共析の状態) が処理時間を短縮できますが、大きすぎると炭化物 (セメンタイト (Fe₃C)) の析出やすす (黒鉛 Graphite) の生成を引き起こしてしまいます。目的の浸炭深さを得るために十分な量の炭素を浸炭させた後は、表面に炭化物が析出しないように共析点近くのCP値に落ちて、表面の炭素を内部へ拡散させます。

このように、ガス浸炭ではCP値を制御する必要がありますが、雰囲気制御を大気圧下で行なっているため、炉気攪拌の問題が生じやすくなります。また、ガスの分解によって発生する水 (H₂O) や一酸化炭素 (CO)、酸素 (O₂) などによって、粒界表面酸化を生じます。図4 (a) はガス浸炭処理をした歯車 (SCM415鋼) で観察された粒界酸化組織の一例です。



(a) ガス浸炭におけるカーボンポテンシャル (CP) 浸炭処理の例



(b) 真空浸炭におけるパルス浸炭処理の例

図3 浸炭の熱処理パターン

図5に真空浸炭炉の構造を示します。加熱室 (浸炭室)、油槽、エレベータといった基本的な構成は変わりませんが、真空ポンプが接続されていることと、装置全体が真空容器になっていることが特徴になります。

真空浸炭では、ワークが装置に装填されると同時に、1kPa (大気圧の1/100) 以下の真空度になるまで真空排気されます。ワークが加熱によって酸化しない十分な真空度に達するまで、真空排気された後、中扉を通して加熱室 (浸炭室) にワークを装填します。浸炭室では真空状態で所定の浸炭温度に加熱を行ないます。図3 (b) に真空浸炭時の熱処理パターンの一例を示します。

真空浸炭では980 ~ 1050°Cの範囲での高温浸炭が比較的容易にできます。その場合、処理温度が高いほど表面炭素濃度が上がり炭素の拡散速度が速くなるため、より短い時間での浸炭処理が可能となります。また、図4 (a) に見られるような表面での有害な粒界酸化が発生しにくいため、熱処理後の取り代のみで浸炭深さを浅くすることができ、熱処理時間の短縮が見込めます。図4 (b) に真空浸炭部品の表面近傍の組織写真を示します。ガス浸炭部品に認められる有害な粒界酸化物はほとんど認められないことが分かります。



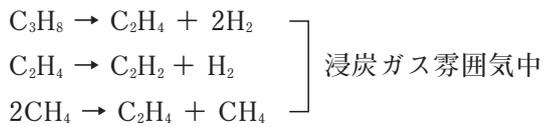
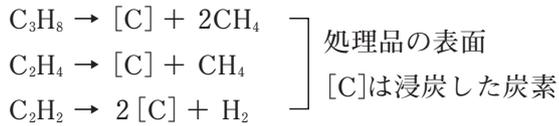
(a) ガス浸炭部品
ECD=0.7mm



(b) 真空浸炭部品
ECD=0.4mm

図4 ガス浸炭と真空浸炭部品の断面

真空浸炭中には次式の反応が鋼材表面や浸炭ガス雰囲気中で起こっていると考えられます。



真空浸炭における炭素はメタンやプロパンからの直接の分解炭素ではなく、加熱によって熱分解・生成したエチレンやアセチレンなどの不飽和炭化水素から供給されていると考えられています。また、真空浸炭時間が30分以下の領域において、^{※2}Acm線炭素濃度と^{※3}共析点炭素濃度の差異の分に相当した炭化物が油没後に析出するため、油没後の炭化物析出量は真空浸炭中の炭化物析出量よりも増加しますが、セメントタイトの炭素含有率(6.7%)と共析炭素濃度(約0.67%)の比からその影響は1割以下であると推測されます。

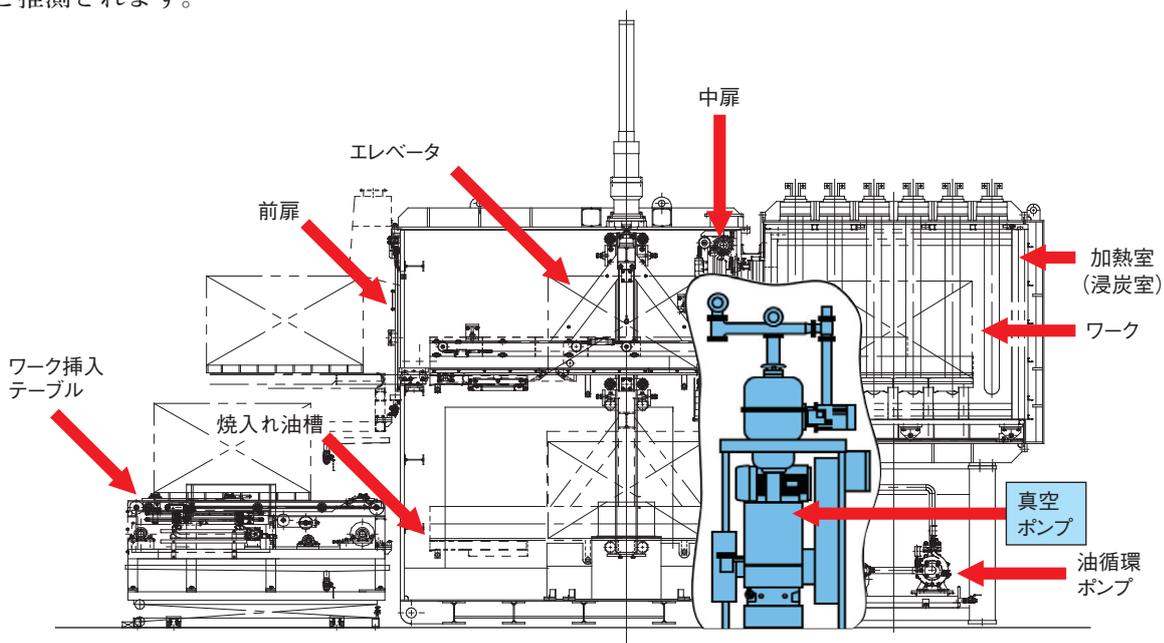


図5 真空浸炭炉

3. 真空浸炭理論

ガス浸炭ではCP値で表面炭素濃度を制御しますが、真空浸炭では表面にセメンタイト (Fe_3C) 層が生成し、セメンタイトを通じて鋼中に炭素が浸透します。このためセメンタイト層直下の炭素濃度はその鋼のその温度に飽和炭素濃度に成ります。つまり、真空浸炭での炭素濃度はその鋼が吸収できる最大の炭素濃度になるため、ガス浸炭よりも短時間で浸炭できます。

図6にSCM420を950℃で5時間連続真空浸炭し、油没急冷したときに得られた表面組織観察結果を示します。連続真空浸炭により、表面に厚さ数ミクロンのほぼ均一な表層炭化物 (セメンタイト) 層が形成されていることが分かります。森田³⁾らは真空浸炭中の炭素侵入機構を調べ、図7 (a) に示す浸炭モデルを提唱しています。すなわち、真空浸炭の炭素侵入機構は、鋼材表面で浸炭ガスの分解により黒鉛 (Graphite) が生成し、黒鉛が鋼材に吸収されることであり、鋼材表面は黒鉛と平衡していると推察しています。

アセチレンを主成分とした真空浸炭では重合反応により容易にベンゼン環を生じるため、容易に表層グラファイトを生成しますが、エチレンを主成分とした場合は表層でのエチレンの分解反応が主反応となり、吸着炭素としてセメンタイトに吸収されるため、表層グラファイトはあまり生成しません。

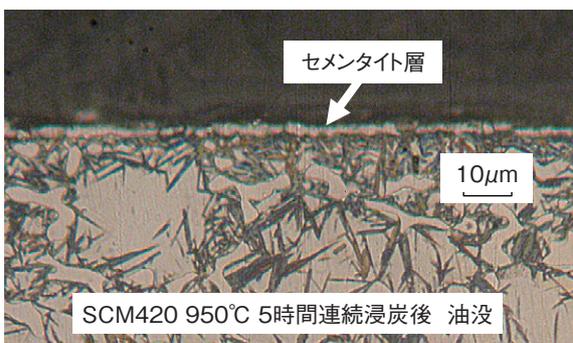


図6 真空浸炭中に油没、急冷した鋼



エチレンを主成分とした真空浸炭処理において、表層からセメンタイトが析出・成長するような鋼種では図7 (b) に示す真空浸炭モデルが適用できると考えられます。すなわち、表面はエチレンの分解による吸着炭素によって覆われてセメンタイトを形成・成長し、そのセメンタイトが炭素の供給源となる。セメンタイトー鋼界面では A_{cm} 線に対応した炭素濃度となり、鋼材内部に向かって濃度勾配に応じて浸透・拡散するというモデルです。

炭化物が生成する鋼種 (SCM420) において、炭化物の生成量を定量的にとり扱うために、真空浸炭時間と真空浸炭油没後の炭化物生成量との関係を調べました。図8にSCM420のエチレンガスによる連続真空浸炭後の油没組織で観察された炭化物厚さと真空浸炭時間との関係を示します。⁴⁾測定は母材とセメンタイト (Fe_3C) の理想X線吸収強度とX線透過率から計算により求めた炭化物厚さ (図中●印) と断面SEM観察により測定した炭化物厚さ (図中■印) を併記しました。

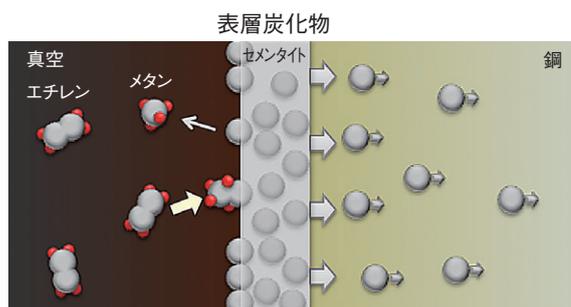
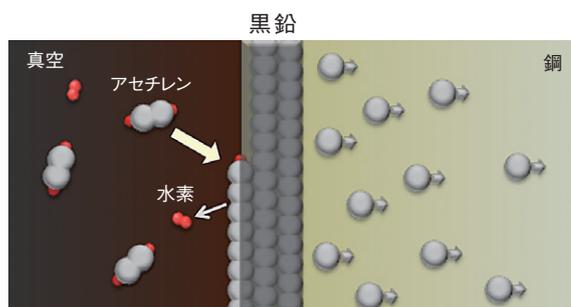


図7 浸炭モデル

田中ら⁵⁾は、SCr420H鋼の粒界セメンタイトの体積率が時間の平方根と良い直線関係にあることを報告していますが、本報の5分を越える長時間の真空浸炭の結果では炭化物層の厚さが真空浸炭時間の1 / 4乗に比例していました。これはセメンタイト層が層状に生成した場合に、通常の濃度勾配による拡散現象に加えて、固体表面からセメンタイト層を通じてセメンタイト-オーステナイト界面に炭素が移動するための時間が余分に必要になるためと考えられますが、詳細なメカニズムは分かりません。

連続的な真空浸炭時間を長くしても炭素供給源であるセメンタイトの膜厚があまり厚くならないということは、浸炭ガスを長時間供給するよりも、短時間のパルスで供給したほうがより効率的に炭素を浸透させることができるということになります。浸炭パルスの長さとその間隔は各真空浸炭装置メーカーで異なりますが、より短時間で深くまで浸炭する場合には図9に示すようにパルス間の拡散時間を徐々に長くしていくと、最も効率がよくなります。

一般にガス浸炭における浸炭深さはHarris⁶⁾の実験式を元に浸炭期の処理温度とカーボンポテンシャルに応じたK値を代入することで求められています。

$$D = K\sqrt{T} \cdots (1)$$

D : 0.3%C有効浸炭深さ [mm] K : 浸炭温度係数
T : 浸炭処理時間 (浸炭時間 (Tc) + 拡散時間 (Td)) [h]

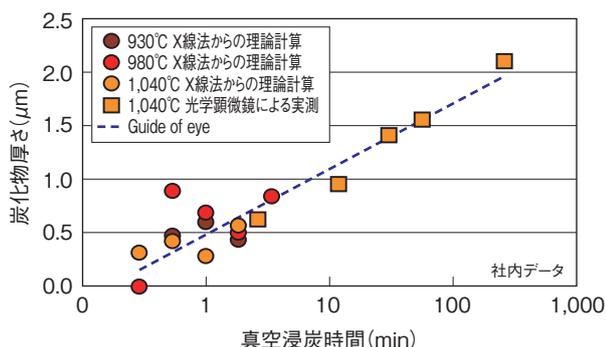


図8 真空浸炭時間と炭化物厚さ

真空浸炭においても、以下の実験事実が広く信じられてきました。たとえば¹⁾

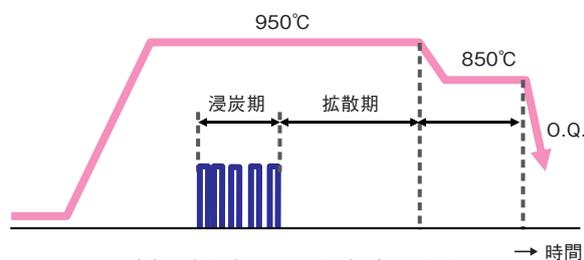
(1) 同一温度では、浸炭時間 (Tc) と拡散時間 (Td) の比が一定なら、表面の炭素濃度 (Cs) は常に同じである。

(浸炭処理時間 $T = Tc + Td$)

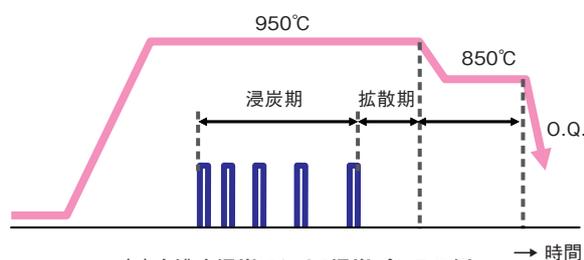
(2) TcとTdの比が一定であれば、全浸炭深さおよび有効浸炭深さと \sqrt{T} の間には比例関係が成り立つ。

現在、これらの式が成り立つのは図9 (a) に示すような比較的ガス浸炭に近い通常浸炭のみであり、図9 (b) に示すような高濃度浸炭には適用できないことが分かっています。これは、浸炭時間 (Tc : 各パルス浸炭時間 × パルス回数) と拡散時間 (Td : 各パルス後の拡散時間の総和 + 拡散期) が同一であっても、最終パルスで浸透させた炭素が拡散するための時間が大幅に違い、拡散期が長いほど有効浸炭深さは深くなり、逆に拡散期が短いほど表面炭素濃度が濃くなるからです。

このため、パルスを多用する真空浸炭において高精度な浸炭深さ推定を行なうためには、有限要素法を用いたコンピューターシミュレーションなどの手法を用いる必要があることが分かります。



(a) 通常浸炭における浸炭パルスの例



(b) 高濃度浸炭における浸炭パルスの例

図9 通常浸炭と高濃度浸炭の例

4. 浸炭深さシミュレーション

従来の浸炭シミュレーションは表面炭素濃度を含む炭素濃度分布を求めるものが一般的でした。ところが、炭素濃度分布の測定は高価な分析装置が必要であり、分析にも時間がかかることから、所望の浸炭条件を設定するには分析と浸炭を繰り返す必要がありました。さらに、実際の浸炭処理は表面硬度や有効硬化層深さ^{※4}で生産管理を行なう場合が多く、最終的には熱処理技術者が焼入れ性や形状効果を判断する必要がありました。

上述の問題点を解決するため、真空浸炭シミュレーター「EN-CARBO Calc.」は炭素濃度分布に加え、焼入れ性を考慮した硬度分布の計算機能を追加しました。

ガス浸炭の浸炭シミュレーションでは各浸炭工程におけるCP値を元に表面炭素濃度を計算して拡散方程式を解くのが一般的です。前述のように真空浸炭では真空浸炭中にセメントイトが形成される場合があるため、セメントイト層形成による侵入炭素の蓄積を考慮する必要があります。図10に計算のフローチャートを示します。

計算の単位深さを $25\mu\text{m}$ とした際に、セメントイトの厚さは数 μm 程度であり、炭化物層の厚さを求めることが目的ではないため、セメントイト厚さに相当する蓄積炭素量としてとり扱い、セメントイト層の厚さは便宜上0とし、界面は動かない物として界面以深の各セルについて濃度勾配に基づく固体内拡散を計算しています。

表面に浸炭ガスがある場合、図8に例示した関係式から蓄積炭素量を増やします。浸炭ガスが無くても、蓄積炭素量がある場合、界面直下の炭素の拡散移動量に従って蓄積炭素量を減らします。いずれの場合にも界面の炭素濃度はその温度、鋼種におけるAcm線炭素濃度とします。浸炭ガスも蓄積炭素量も無い場合、界面（この場合表面）炭素濃度は内部拡散により減少させます。鋼材内部では有本⁷⁾の求めた炭素濃度依存の拡散係数を使った円筒または平面の拡散方程式に従って、単位時間分、浸透・拡散させます。真空浸炭および拡散が完了した後、炭素濃度と硬さの関係式からビッカース硬度を算出します。

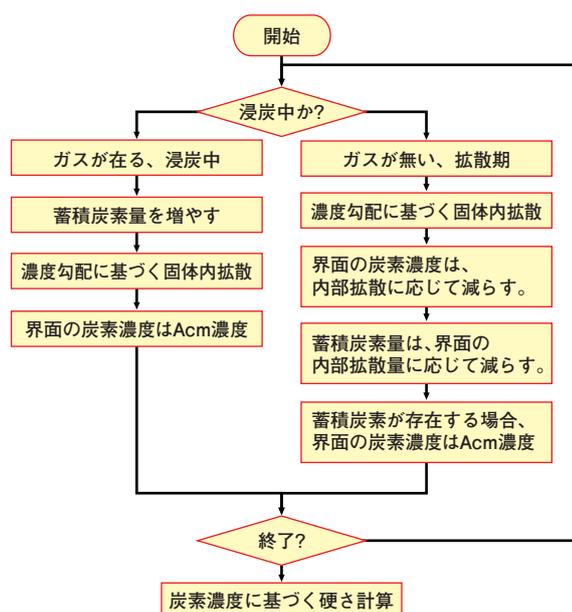


図10 計算のフローチャート

5. 炭素濃度と硬さの関係

図11に本シミュレーターで採用している炭素濃度と硬さの関係を示します。マルテンサイト硬さ(図中の破線)は相当炭素濃度の増加に従って増加し、0.8%を超えるとほぼ一定の値となります。マルテンサイト開始温度(図中の二点鎖線)は炭素濃度の増加に伴って単調に減少していきます。焼入れ中の焼入油の温度は60℃～100℃の温度に達するため、炭素濃度が高い表面では残留オーステナイトが生成し、図中の①に示すように表面硬度の低下が発生します。一方、材料の内部では焼遅れ時間にもよりますが、合金成分に応じた連続冷却(CCT)曲線のノーズを通過するため、マルテンサイト化率が低下し、②に示すような母材硬度の低下を引き起こします。

本シミュレーターでは合金成分に応じたマルテンサイト開始温度(Ms)線と連続冷却(CCT)曲線の近似式およびワークの重量、形状、曲率半径等を元に実験的に求めた冷却速度から図11の硬度曲線を求め、前項で求めた炭素濃度分布に適用し、最終的な硬度分布曲線を得ます。

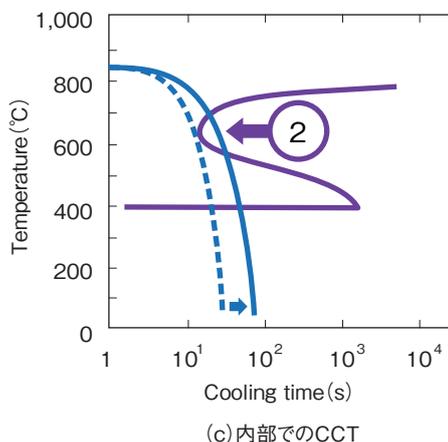
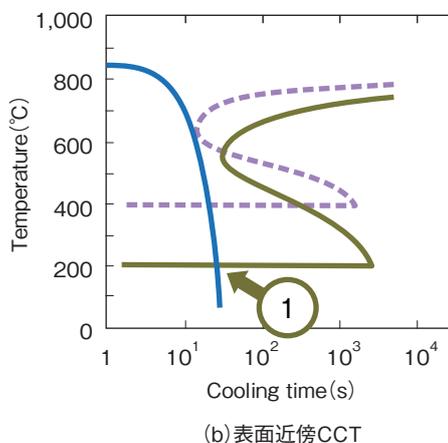
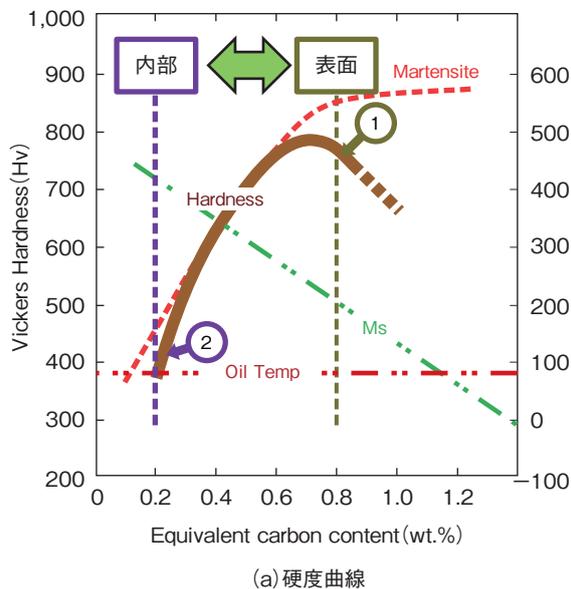


図11 焼入れ硬さの模式図

6. 計算事例紹介

図12にアセチレンガスによるリングの真空浸炭硬度分布曲線の計算事例を示します。アセチレンガスによる真空浸炭では、鋼中への炭素の浸入量以上にアセチレンガスを流すと鋼材表面でスーチングが発生します。このため、各浸炭パルスのアセチレンガス流量は浸入炭素量に応じて調整する必要があります。各パルス終了時の炭素濃度分布を積分して炭素の浸入量を求め、浸炭ワークの表面積を掛けることで、各パルスに必要な最低ガス流量が求められます。これにガスの反応率と安全係数を掛けることで図12上に示したアセチレンガスのフローパターンが設定できます。硬度分布の計算結果(図中の赤色実線)と実測値(図中の赤点)は非常に良い対応を示しています。なお、実測値の浸炭深さが計算値よりも若干深めになっていること、および表面近傍で実測結果が低いのは、前述の浸炭ガスの安全係数が大きかったため、浸入炭素量が増えたためと考えられます。将来的には真空浸炭シミュレーションによるフィードフォワード制御とガスセンサーによるフィードバック制御を組み合わせることでさらなる精度向上が図れると考えています。

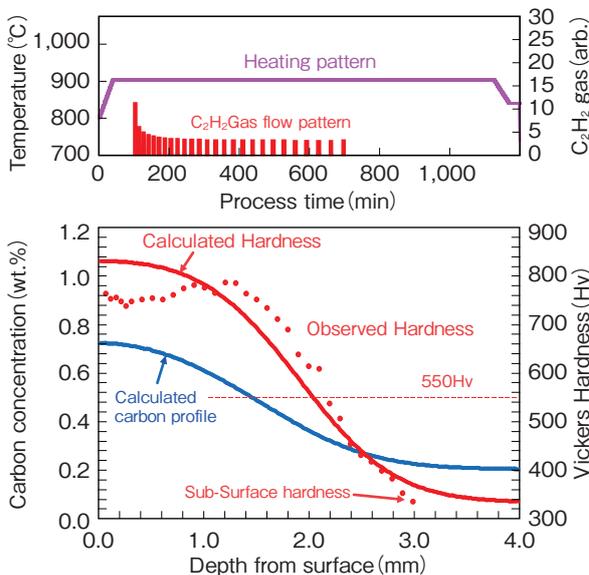


図12 計算事例 その1 リングのアセチレン浸炭

図13はエチレンガスによる歯車(歯先)の真空浸炭硬度分布曲線の計算事例です。エチレンガスによる真空浸炭では、ワーク表面でのスーチングがアセチレンに比べて発生しにくいいため、各パルスにおけるガス流量の厳密な計算は必要ありません。また、実測値は計算結果と非常に良い対応を示し、ガスの流れの影響が少ないため、ワークの設置場所による浸炭深さのばらつきもほとんど発生しません。

図14に本シミュレーターによる浸炭深さの計算結果と実測値の比較を示します。浅い(加熱温度が低く拡散時間の短い)浸炭の場合に計算結果と実測値がずれる場合がありますが、深い(加熱温度が高く、各三時間が長い)浸炭の場合には非常に良い対応を示しています。これは炭化物が炭化物層を形成するのに十分な量の炭素が供給された場合には拡散が律速となるために精度良く計算できることを示していますが、逆に浸炭初期において炭化物が層を形成していない状態の浸入炭素量の計算精度が不十分なことを示しています。

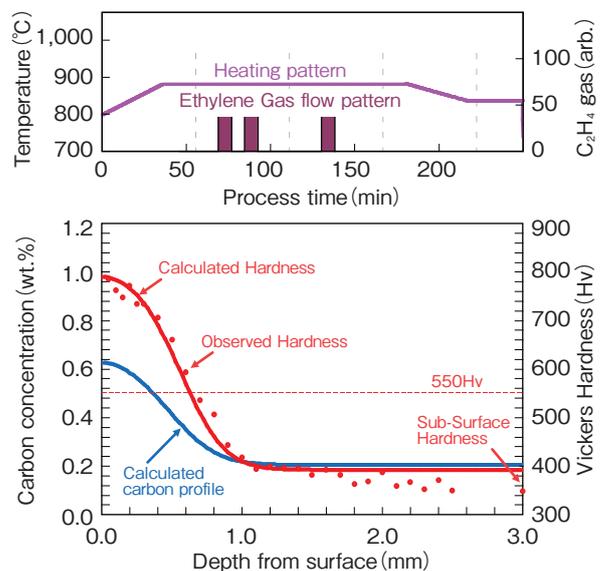


図13 計算事例 その2 歯車のエチレン浸炭

図15は表面近傍（表面から2～3mm深さの）硬度の計算結果と実測値の比較を示します。低炭素鋼から高炭素鋼まで円筒近似によって実用的な精度が得られていることが分かります。本シミュレーターで使用している硬度近似は800℃から400℃への冷却時間 t_c からマルテンサイト化率を求め、焼入れ硬度を推定しています。冷却時間 t_c にはNACHIの真空浸炭装置固有の値（焼遅れ時間や油種等の焼入れ条件）を含むため汎用性はありませんが、表面近傍硬度から冷却時間 t_c を逆算することによって異なる焼入れ条件についても硬度分布曲線を推定することができます。

図16に表面硬度の計算結果と実測値の比較結果を示します。高濃度浸炭窒化の結果を含んでいないため、図14、15と比べて測定点数は少なくなりますが、ほぼ±10%以内の精度で計算できることが分かります。

※高濃度浸炭窒化では表面に炭化物が析出し、窒化物も生成するため、本シミュレーターで使用しているマルテンサイト分率による硬度近似が成立しません。

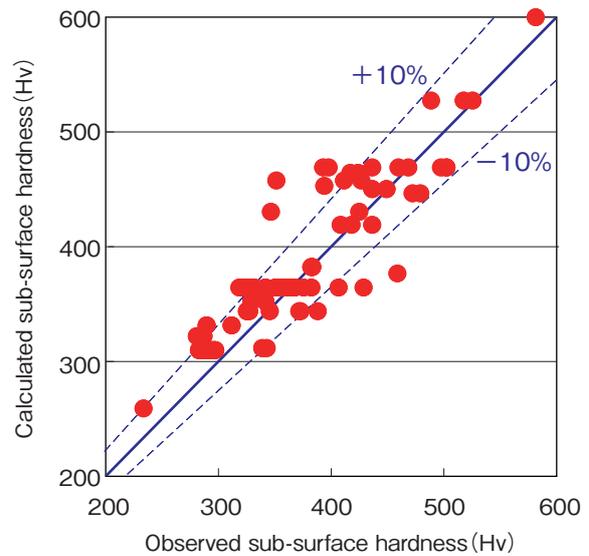


図15 表面近傍硬度 計算結果と実測値の比較

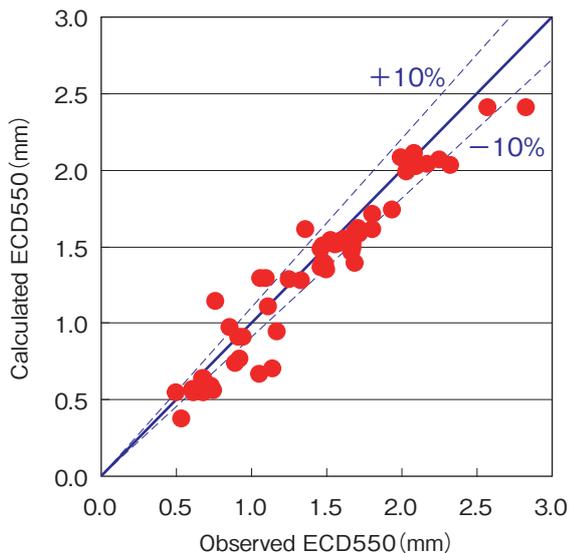


図14 ECD深さ 計算結果と実測値の比較

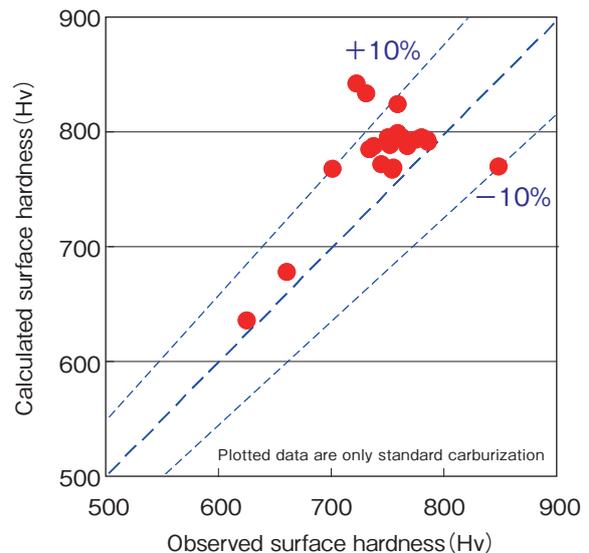


図16 表面硬度 計算結果と実測値の比較

7. おわりに

ガス浸炭に比べて真空浸炭はガスの流れの影響が少なく、適切な拡散方程式と実効的な硬度計算式を利用することで精度良く深さ分布を計算できることが分かりました。今後は高濃度浸炭窒化のような複雑な熱処理が増え、浸炭深さの推定がより一層困難になっていくと考え

られます。それらの時代の変化に対応するため、窒化や結晶粒度、組織などについても知見・適用例を増やし、実用的な真空熱処理シミュレーターに発展させていきたいと思っています。

用語解説

- ※1 カーボンポテンシャル (CP) 値とは
浸炭ガスの濃度と処理温度によって決まる鋼材の表面炭素濃度
- ※2 Acm線
鋼の状態図において、オーステナイトからセメンタイトが析出する炭素濃度を表した線。
- ※3 共析点
鋼の状態図において、オーステナイトからフェライトとセメンタイトが同時に析出する炭素濃度で、Fe-C状態図では0.77%
- ※4 有効硬化層深さ (ECD)
浸炭焼入れにおいて、焼入れのまま、または200℃を超えない温度で焼戻した硬化層の表面から、ビッカース硬さ (550HV) の位置までの距離。
JIS G0557:2006

参考文献

- 1) NACHI TECHNICAL REPORT Vol.9 (2005) D1 P.1
- 2) 新・知りたい熱処理 不二越熱処理研究会著 P.197
- 3) 森田敏之・井上幸一郎・羽生田智紀 電気製鋼77 (2006) 5
- 4) 原井 哲・村上 茂 不二越技報 Vol.55 (1999) No.2、P.17
- 5) 田中浩司・池畑秀哲・高宮宏之・水野浩行 鉄と鋼97 (2011) P.32
- 6) F. E. Harris: Metal Progress, 44, pp.265-272 (1943)
- 7) 有本亨三 熱処理変形と残留応力© (2011) P.98
<http://www.arimotech.com>