

課程博士

2023年3月

関西大学審査学位論文

共晶温度以上における超高速浸炭の反応
メカニズム解明と実用検討に関する研究

理工学研究科・総合理工学専攻

金属材料プロセス研究領域

20D6011 山本 亮介

《論題》

共晶温度以上における超高速浸炭の反応メカニズム解明と実用検討に関する研究

《概要》

機械部品に対する表面改質技術において、脱炭素社会への適応を見据えた新たな浸炭手法を確立するため、インライン化を可能とする高速浸炭処理の研究として「共晶温度以上における超高速浸炭の反応メカニズム解明と実用検討に関する研究」を推進した。一般的な肌焼鋼に対して 1473 K～1573 K の浸炭温度を用い処理時間や浸炭雰囲気である CH₄ 濃度をパラメーターに実験を行った。その結果、共晶温度以上における浸炭処理についても従来から活用される Harris の実験式が適用できる、すなわち全浸炭硬化層深さは放物線則に従うことを確認した。処理時間の短縮効果は従来ガス浸炭で用いられる 1203 K に対し超高速浸炭における 1573 K では 4%の処理時間に短縮できることがわかり、部品製造工程においてインライン化の可能性が示唆された。また、浸炭中に炭素が一定速度で鋼に侵入していることを明らかにし、固相線に到達しても炭素侵入速度が不変であることを明らかにした。また、炭素の侵入速度は CH₄ ガス濃度に比例することを明らかにした。炭素侵入速度の温度依存性を調査しアレニウスの式に基づき活性化エネルギーを求め、共晶温度以上における浸炭反応がオーステナイトにおける CH₄ ガス分解反応の活性化エネルギーに近いことを突き止めた。これによって、本処理が CH₄ の分解反応に律速し炭素が鋼に侵入することを明らかにした。次に、浸炭時の炭素プロファイル予測モデルの構築として、得られた炭素侵入速度および既知のオーステナイト中の炭素拡散係数および Fick の第 2 法則とを合わせて検討し、浸炭拡散モデルを確立した。さらに工業的活用を見据えて、得られた炭素濃度予測モデルを用いて、浸炭処理条件の効率的な条件を予測し、実験検証によりその有効性を確認した。さらに、熱処理品質への影響として高温処理による結晶粒粗大化に対する検討を通じて、超高速浸炭処理後のマイクロ組織による再焼入れ後における結晶粒への影響を明らかにした。また、超高速浸炭装置の実用的仕様を検討整理し、超高速浸炭の工業的活用についての展望をまとめた。

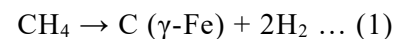
《各章の概要》

本論文は、脱炭素社会や技術者不足の対応などの課題含む今後の市場を鑑み、機械機能部品の熱処理に必要となる浸炭インライン化を実現するための高速浸炭手法として共晶温度以上における浸炭反応に関する基礎研究と実用化に向けた研究成果についてまとめたものである。以下の 7 章で構成され、各章の概要は次のとおりである。

第 1 章では、序論として昨今の環境課題とモビリティに関する世界の動向について述べ、基盤技術である熱処理分野において機械機能部品に対する製造工程に関する包

括的な現状と、表面硬化処理のなかで最も活用されている浸炭処理に着目し基礎的な部分の説明と現状および課題をまとめた。最後に、本研究の目的と新たな浸炭手法として超高速浸炭処理の概略を示した。

第2章では、共晶温度以上における浸炭処理の実現性確認と浸炭反応の浸炭メカニズムに関する解明を目的に浸炭中の炭素侵入挙動に関する基礎的な研究を行った。実験に用いた装置は、加熱および浸炭をする部分と焼入れ部分の2つのモジュールで構成している。加熱は誘導加熱を用い試料を直接急速加熱が出来るようになっており、CH₄ガスとN₂ガスを導入しながら浸炭する。そのあとポリマー水溶液を用いて焼入れができる構造となっている。用いた試料は浸炭に使用される一般的な鋼材として低炭素合金鋼のSCM420を選定した。実験パラメーターとして処理温度は1473 K, 1523 K および 1573 K とし各温度において所定の浸炭時間を設けた。また、浸炭中の雰囲気はCH₄とN₂の混合ガスを用い5 vol%および10 vol%の2水準を基本とした。浸炭処理工程の後、試料はマルテンサイト組織となるようポリマー水溶液を用いて焼入れた。硬さ試験の結果から試料表面から内部にかけて硬さが漸減し、全硬化層深さはHarrisの実験式で知られる放物線則に従った。また、従来の浸炭法と比較した結果、処理時間は1203 K に比べ1573 K はわずか4%の浸炭時間に短縮が可能であった。浸炭前後における試料の炭素の差異から炭素侵入量を調査した結果、浸炭時間に対して比例関係にあることがわかり、炭素は一定の速度で鋼に侵入していることを明らかにし、試料表面が固相線に達しても炭素侵入速度が一定であることを明らかにした。各処理温度において炭素侵入速度を調査し処理温度依存性を確認した結果侵入速度が処理温度に対し指数関数的な挙動であり(1)式で示すCH₄ガスの分解反応の影響が示唆された。



炭素侵入速度についてアレニウスの式を用い活性化エネルギーを求めた結果10% CH₄で230.6 kJ・mol⁻¹であった。Grabkeによる先行研究でオーステナイトにおけるCH₄ガスの分解反応の活性化エネルギーは230.1 kJ・mol⁻¹という報告があり、等価であることを突き止めた。以上の結果から、共晶温度以上における超高速浸炭の浸炭反応はCH₄ガスの分解反応によって律速し炭素が鋼に侵入することを明らかにした。

第3章では、無数に存在する機械機能部品に対して適した浸炭品質を得るためには処理条件の検討が必要である。そこで、超高速浸炭において机上で簡易的な検討を可能にすることを目的に鋼中の炭素濃度分布について予測手法を検討した。

試料表面から侵入する炭素は第2章で得られた炭素侵入速度として(2)式を活用し、鋼中における炭素の拡散については(3)式で表されるFickの第2法則に基づき差分法による計算方法を考案した。

$$F = 4.04 \times 10^{-11} e^{(1.20 \times 10^{-2} \cdot T)} \dots (2)$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} D \frac{\partial C}{\partial x} \dots (3)$$

鋼中の炭素拡散については先行研究において既知となっているオーステナイト中の炭素拡散係数について調査し、炭素濃度の実測値を比較し適切な拡散係数を選定し計算

モデルに組み込んだ。検証として各温度において計算値は実測値と近い結果であることを確認でき、超高速浸炭における鋼中の炭素濃度予測モデルを確立した。

第4章では、第3章で確立した炭素濃度予測モデルを用いて効率的な条件の検討を行った。工業的な活用として環境負荷低減や処理の高速化を狙い条件の検討を実施した。狙いの浸炭熱処理品質として、表面硬さがおおむね最大値をとる炭素濃度として0.6 mass%とし、浸炭深さは硬さが550 HV (使用試料では0.3 mass%)となる表面からの距離である有効硬化層深さを0.8 mmと設定した。計算の範囲は処理温度が1473 K~1573 Kの範囲を10 Kのピッチで、またCH₄ガス濃度は5~15 vol%の範囲で1%のピッチで設定し最短時間で狙いの品質となる条件を計算検討した。

その結果、計算範囲では最大処理時間が616 sで最小処理時間は502 sであった。またCH₄ガスの使用量は約45%の差があった。得られた最も効率的な処理条件で実験検証した結果、炭素濃度プロファイルおよび硬さの結果が計算検討結果と同等であり、実用として有効性があるとわかった。以上より、同様の浸炭品質を得る場合において効率的な条件算出が可能であることを確認し、工業的な活用に向けた検証ができた。

第5章では、共晶温度以上で処理する上で旧オーステナイト結晶粒（以降旧 γ 結晶粒と示す）の粗大化は避けられない現象である。その対策として結晶粒粗大化防止の観点からNbやTiを用いたピンニング効果の先行研究は種々ある。しかし共晶温度以上で浸炭処理する超高速浸炭処理においてはその効果を得ることは困難である。そこで、結晶粒微細化の観点に立った旧 γ 結晶粒粗大化対策を検討するため、超高速浸炭後の冷却方法で得られる組織によって、再焼入れ工程における旧 γ 結晶粒に及ぼす影響について調査しその対策を検討した。実験方法は、1523 Kで超高速浸炭処理後の冷却速度をパラメーターとして処理後の組織がマルテンサイト単相、ベイナイト+フェライトおよびベイナイト+フェライト+パーライトの3パターンの組織を準備し、再焼入れによって得られる旧 γ 結晶粒について調査を行った。

その結果、高温浸炭によって粒度番号が約#3に粗大化し過熱組織となった。浸炭後にフェライト、ベイナイトおよびパーライトの不均一性により再加熱時の初期 γ 結晶粒サイズが不均一になることで再焼入れ後の旧 γ 結晶粒が混粒となった。一方で浸炭後にマルテンサイト単相の場合、再焼入れ時に微細かつ整粒の状態が得られた。また、再焼入れ温度は1223 Kに比べ1123 Kの方がより微細な旧 γ 結晶粒となるとわかった。

第6章では、市場の要求と超高速浸炭焼入れ装置の構造について示した。また実部品への適用検討として本実験で用いた超高速浸炭装置を用いてギヤ形状実処理品を対象にSCM420材の歯先円直径が136 mm モジュール3.5の歯車の評価、およびシャフトへの適用を考慮しSCM415材の長さ700 mmを用いシャフト用装置で適用確認を実施し、いずれも狙いの熱処理品質を満足することができた。

第7章では、本研究で得られた結論について記述し、今後の課題と工業的活用に向けた展望についてまとめた。

以上

- 目次 -

第 1 章 序論	1
1.1 研究背景	1
1.2 従来技術	2
1.3 現状および課題	5
1.3.1 市場における現状	5
1.3.2 浸炭の研究動向と課題	6
1.4 本研究の目的と構成	7
1.4.1 目的	7
1.4.2 課題	7
1.4.3 本研究の構成	10
第 1 章の参考文献	12
第 2 章 共晶温度以上における炭素侵入挙動の解明	15
2.1 緒言	15
2.2 実験方法	16
2.2.1 試料	16
2.2.2 実験設備	17
2.2.3 熱処理方法	21
2.2.4 熱処理条件	22
2.2.5 分析方法	23
2.3 結果および考察	26
2.3.1 熱処理性状の調査	26
2.3.2 表面炭素濃度	47
2.3.3 質量変化量への影響	50
2.3.4 炭素侵入速度について	56
2.3.5 炭素侵入メカニズム	59
2.4 結言	61
第 2 章の参考文献	62

第3章 肌焼鋼を用いた超高速浸炭時の炭素濃度分布予測手法の検討	64
3.1 緒言	64
3.2 炭素の侵入および鋼中の炭素拡散モデルの検討	65
3.2.1 浸炭反応モデル	65
3.2.2 予測モデルの検討	66
3.3 鋼中における炭素拡散係数の検討	67
3.4 炭素濃度予測モデルの検証（実測値との比較）	71
3.4.1 炭素拡散係数の決定	71
3.4.2 炭素濃度予測モデルの検証	73
3.5 結言	75
第3章の参考文献	76
第4章 超高速浸炭における効率的な処理条件の検討	77
4.1 緒言	77
4.2 最適条件の検討	78
4.2.1 検討諸元	78
4.2.2 処理条件の検討	79
4.3 実験検証	81
4.3.1 実験方法	81
4.3.2 分析方法	82
4.3.3 結果	82
4.4 結言	85
第4章の参考文献	86
第5章 旧 γ 結晶粒の粗大化対策に関する検討	87
5.1 緒言	87
5.2 実験方法	87
5.2.1 試料	87
5.2.2 熱処理方法	88
5.2.3 分析方法	89

5.3 結果と考察	91
5.3.1 超高速浸炭後の冷却条件による組織への影響.....	91
5.3.2 再焼入れ後の旧 γ 結晶粒への影響.....	95
5.4 結言	99
第5章の参考文献.....	100
第6章 超高速浸炭装置の開発	101
6.1 市場要求と最適構造の検討.....	101
6.1.1 加熱・浸炭工程.....	101
6.1.2 焼入れ工程.....	103
6.1.3 搬送工程	103
6.2 適用事例	105
6.2.1 リング形状.....	105
6.2.2 ギヤ形状	109
6.2.3 シャフト形状.....	112
6.4 結言	116
第6章の参考文献.....	117
第7章 結論	118
7.1 結論.....	121
7.2 今後の課題と展望.....	122
研究業績	123
謝辞	127

第1章 序論

1.1 研究背景

現在、豊かな生活を享受できるのは、自動車をはじめ鉄道、航空機、情報家電、医療等の多岐にわたる分野における技術の上に構築されている。さらに、これらの各分野において使用される機器や装置を構成する各種部品には資源が豊富なおうえに確立された製鉄技術によって安価に高品質なものが得られることから鉄鋼材料が多く活用されている。その性能を最大限に引き出すために材料技術、熱処理技術、加工技術が重要な位置づけとなっている。とりわけ、熱処理技術は材料自体の強度を向上させることで耐久性や安全性の確保、また熱エネルギーによる組織変化や化学変化によって新しい機能・性能を発揮させる等の大きな役割を果たす。つまり、熱処理なしにモノづくりができないという視点から、熱処理技術はまさに基盤技術といえる。

環境課題に目を向けると、COP21 パリ協定で決められたCO₂削減目標を達成するための活動が活性化し、各国が温室効果ガスの排出量削減に向けての目標を掲げた。さらに、日本についても政府により「2050年カーボンニュートラルに伴うグリーン成長戦略」が策定され世界と足並みをそろえた取り組みの重要度がさらに大きくなってきており、SDGs達成も含めた対応が加速してきている。また、政治的な観点から自国優先主義や国家間の貿易摩擦、さらに新型コロナウイルス感染症の流行などの予期せぬ影響などによって世界情勢は常に不安定さを含んでおり、あらゆる分野における需要変動は激化してきている。特に、近年モビリティにおいてはCASE (Connected, Autonomous, Shared & Services, Electric)と呼ばれる新しい領域において技術革新が起こっている。そのなかで電動化に対する取り組みは重要な位置づけであり、世界的に見ても脱炭素社会に向けた喫緊の課題である。MaaS (Mobility as a Service)の考えも含めると必要とされる機械機能部品の市場は変革期であり、部品の短期間開発が必至である。このような背景から、グローバル市場の動向に対応するために部品メーカーにおいては省エネ技術開発や、生産体制の柔軟化に対応する商品やサービスが求められている。特に基盤技術である熱処理分野においては、部品の製造工程系列の中でも製鋼工程や鍛造工程と肩を並べてエネルギー使用のインパクトが非常に大きくその期待は大きい。よって、熱処理技術だけでなく熱処理装置としても従来にない汎用性、経済性、品質安定性の実現に向けた取り組みが不可欠である⁽¹⁾。

1.2 従来技術

機械機能部品の多くは鉄鋼材料が軸となっており，使用目的や環境に応じて必要な強度を付与するための熱処理が不可欠である。強度付与には表面硬化処理が用いられ，浸炭焼入れ処理，浸炭窒化処理，窒化処理，高周波焼入れ処理，炎焼入れ処理などがあげられる。鉄鋼材料は焼入れによって硬さが増し，硬さは焼入れ性や質量効果による影響はあるが鋼材に含まれる炭素含有量とともに増加する⁽²⁾。浸炭焼入れには低炭素鋼や低炭素合金鋼が用いて表面に炭素を γ 相の状態での周囲の浸炭性雰囲気などから炭素を侵入，拡散させた後に焼入れ（急冷）することで硬化する処理である。鋼中の炭素濃度は浸炭によって表面層のみ高くなるため，焼入れによって表面層は硬くそして内部は靱性を有した複合的な材料を得ることができる。このように浸炭焼入れは耐摩耗性や疲労強度を付与できる代表的な表面硬化処理のひとつであり，Fig. 1-1 に示すような動力伝達部品など多くの機械機能部品に適用されている⁽³⁾⁻⁽⁶⁾。また，浸炭焼入れは工業的な活用がなされて半世紀以上が経ち現在も必要不可欠な技術である¹⁾⁻⁴⁾。浸炭処理方法の種類は多く，ガス浸炭，真空浸炭（減圧浸炭），プラズマ浸炭，固体浸炭，液体浸炭などがある。それぞれの特徴について概要を示す。



Fig. 1-1 Examples of power transmission components for carburizing and quenching.

(a) ガス浸炭

ガス浸炭は現在最も活用されている浸炭方法である。部品に必要な強度を付与するために 1203 K～1223 K の高温で，多量の浸炭性雰囲気を導入しながら長時間の処理が

必要である^{(7),(8)}。Fig. 1-2 に代表的なバッチ型ガス浸炭炉の外観をに示す。処理品は Fig. 1-3 のように搬送するためのトレイの上に置かれたバスケットのなかに、安定した熱処理品質を得るために適切な配置で段積みされロット処理が行われる。浸炭に必要な雰囲気は、変成炉とよばれる炉気発生装置を用いて CO と CO₂ が一定の割合となるよう炉内に導入し浸炭処理する。このままでは肌焼鋼を浸炭することができないため、ブタンなどのエンリッチガスを加えることにより CO₂ の分圧を下げ、カーボンポテンシャルを調整しているこのような調整された雰囲気下で、肌焼鋼を保持して鋼材表面から炭素を侵入させている。主な反応は(1-1)式に示されるブドア反応とよばれる。

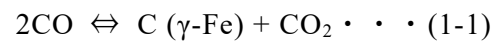


Fig. 1-2 Batch type gas carburizing furnace.



Fig. 1-3 appearance of the parts mounted on the basket jig for batch process.

(b) 真空浸炭(減圧浸炭)

最近では、ガス浸炭に比べてメリットが大きい浸炭手法として真空浸炭（減圧浸炭ともいう）が注目されている。真空浸炭はガス浸炭のような炉気発生装置を必要とせず、減圧状態で直接炉内に炭化水素系ガスを導入し、ガスの分解を経て鋼中に炭素が侵入することによって浸炭する手法である⁽⁹⁾。減圧で処理することで浸炭に必要な原料ガスの使用量が抑えられ、また浸炭雰囲気中に酸素を含まないことから粒界酸化の

懸念が無い。さらに、真空炉構造を適用することで炉壁からの放散熱量の抑制に加えて、高温処理が可能となり処理時間を短縮できる特徴がある⁽¹⁰⁾。

種々の研究によって真空浸炭のメカニズムが明らかになったことで、飽和値調整法⁽¹¹⁾や浸炭計算に関する手法の検討、提案⁽¹²⁾⁻⁽¹⁴⁾などによる品質管理技術の確立に伴って量産導入が増加し、そのメリットの報告⁽¹⁸⁾や、更なる技術革新として真空浸炭と高周波焼入れを用いた2ヒート熱処理による省合金鋼の活用^{(10),(16)}などの提案がある。

(c) プラズマ浸炭

真空容器のなかに処理品を陰極とし、装置側を陽極として 0.1 Pa 以下の圧力中で所定の温度に加熱する。浸炭ガスとして炭化水素ガス（例えば CH_4 ）を導入しながら数 100 V の電圧を印加すると陰極周辺にてグロー放電によって浸炭ガスは C^+ 、 H^+ に電離して処理品表面に高いエネルギーで衝突する。処理品表面から出てきた Fe 原子は C^+ と反応し FeC となり処理品表面に吸着、一部が鋼中に拡散する。ガス浸炭に比べて浸炭時間が約半分に短縮することが可能との報告がある。処理中酸素成分がないため粒界酸化は生じない。設備が高価であることで現在普及には至っていないが、真空浸炭同様に環境課題対応に適している面もあるため利用拡大の可能性はあると考える。

(d) 固体浸炭

固体浸炭は最も古い歴史がある浸炭手法である。浸炭剤として木炭に炭酸バリウムなどの促進剤を添加し行われる。浸炭の深さは処理温度と時間で制御できるが、ガス浸炭のようにカーボンポテンシャルを調節することができない。連続的な処理には向いておらず作業環境もよくないため衰退の傾向にある。

(e) 液体浸炭

液体浸炭は、シアン化ソーダ(NaCN)を主とした熔融塩溶液に浸漬させ NaCN の分解によって生じる炭素や窒素を侵入拡散させる処理である。窒素も同時に侵入させるため浸炭窒化処理とも呼ばれる。有毒物を使用するため排水浄化設備が必要であるなどデメリットも多く普及しているとは言えない。

1.3 現状および課題

1.3.1 市場における現状

種々の浸炭手法があるなかで生産性や品質安定性の観点からガス浸炭が現在の主流となっている。ガス浸炭を用いた部品製造に関する工程系列の概要を Fig. 1-4 に示す。ガス浸炭を行う建屋は消防法により一般危険物取扱所として厳重に特別に管理し運用されている。これは焼入れ油による指定数量の管理や火気を扱うためである。そのため、機械加工工程とは別の建屋になることが多く工程間には物流工程が必要である。特に、部品メーカーが熱処理工程を熱処理外注業者に依頼する場合においては輸送費や輸送リードタイムはさらに大きくなる。次に、加工方式についてみると、浸炭焼入れでは先述のようにロット当たり数 100 kg もの部品を同時に処理する、いわゆるロット処理である、一方で浸炭処理の前後工程では旋削や研削といった機械加工工程があり、一般に品物を 1 個毎に加工する生産方式がとられることが多い。このため、主に大ロット処理を基本とする浸炭焼入れ工程と機械加工を同期生産するために多くの仕掛在庫を有した生産形態をとる必要がある。このことは、部品保管スペースの確保や在庫管理などが必要になるなど生産性向上の阻害要因となっている⁽¹⁷⁾。

一方で熱処理品質面をみると、ガス浸炭では熟練技術者による経験によって品質を担保している現状もある。しかし、いわゆる団塊世代の熟練技術者の退職が加速するなかで少子化問題も抱えるわが国では技術や技能の伝承に課題がある⁽¹⁸⁾。

環境面では、ガス浸炭は多くの浸炭雰囲気ガスを使用し最終的には排気ポートから燃焼により多くの CO₂ を出すことになるため、この後の脱炭素社会への適用には課題が多いことも事実である。

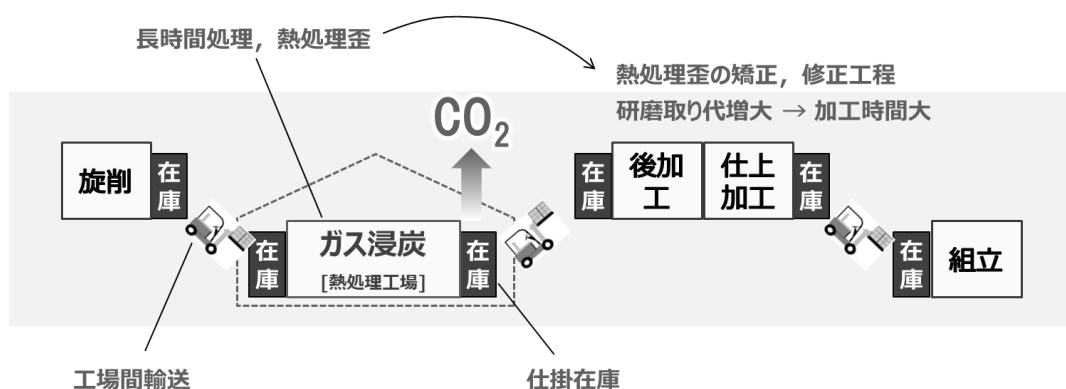


Fig. 1-4 Process sequence for machine parts using gas carburizing.

1.3.2 浸炭の研究動向と課題

現在主流のガス浸炭を例に現状と問題点を述べた。いうまでもなくこの現状に対して市場において種々の対策が検討され導入されている。一般的な浸炭温度である 1203 K では長時間の処理が必要であり⁽¹⁹⁾、炭素の拡散現象である浸炭処理時間の短縮を図るためには、処理温度の高温化が最も効果的な解決策である^{(6),(20)-(25)}。ガス浸炭における高温処理は、経済的な観点などから 1223 K～1253 K 程度が効率がよいとされており⁽²⁶⁾、真空浸炭については高温処理が可能なることから 1303 K～1323 K において浸炭時間が約 60%に削減できるといった報告^{(27),(28)}や、1373 K における研究結果が報告されている⁽²⁹⁾。このように、高温処理は生産性向上に必要な技術として期待されている⁽³⁰⁾。

昨今では高温処理の研究報告もあり電子ビームやレーザーを活用した研究がある。例えば A. Losinskaya らによって、低炭素鋼を用いて炭素源として炭素繊維を巻き付けた円筒とカルボニル鉄粉に対して電子ビーム処理を施した結果、試料表面に炭素リッチな層が形成され最も硬さの大きい部分で 750 HV を得ている⁽³¹⁾。レデブライト組織が晶出していることから共晶温度以上になっていると考えられる。また、T. Hirata らによって、SCM415 を用いてプロパン雰囲気中にレーザー照射し、レーザー出力を調整することで熔融しない条件で 0.1 mm の全浸炭深さを得ている⁽³²⁾。H. Mustafa らによって、ステンレス鋼を用いレーザー照射による浸炭をし、表面炭素含有量を大幅に増加させ浸炭深さは最大 6.5 μm の結果を得ている⁽³³⁾。しかし、残念ながらこれら先行研究において系統的な研究報告はみあたらないため実用の検討までは至っていない。

以上の背景から、将来のあるべき浸炭処理の姿として以下の実現が課題である。

- ① 浸炭処理のインライン化を可能とする高温処理法の検討と高速化浸炭技術の確立
- ② 熟練技術者を必要としない処理条件の検討方法の確立
- ③ 脱炭素社会への適用

このように、浸炭処理を含む工程においては、生産性向上の観点からインライン化が可能な浸炭処理技術の確立が期待されており⁽³⁴⁾、短時間処理への要求が大きい。

1.4 本研究の目的と構成

1.4.1 目的

脱炭素社会への適用や熟練技術者の減少などを見据えた浸炭焼入れのあるべき姿として浸炭工程のインライン化による自動化や条件の検討がスキルフリーとなることである。浸炭工程のインライン化をするためには浸炭の高速化が必須であり、これまでに種々の高速化浸炭手法の開発や実用検討されてきた。例えば高温浸炭が可能である真空浸炭による研究では、浸炭時間を従来ガス浸炭のおおよそ半減できている。しかし、取り組みの多くは共晶温度以下の検討であるため高速化には物理的な限界がある。インライン化を示唆する高速化の検討にはさらなる高温処理が必要であるが、共晶温度以上における研究例は少なく開発途上であるといえる。

そこで本研究は、従来にない浸炭の高速化を図るため共晶温度以上における浸炭手法として超高速浸炭の確立と実用化検討を目的としている。

共晶温度以上において CH_4 を用いた浸炭反応メカニズムの解明を通じ、実用化を見据え鋼中の炭素濃度プロファイル予測手法を確立することで熟練技術者頼りにならない実用性を研究成果として創出する。

1.4.2 課題

浸炭処理の高速化には処理の高温化が必要である。従来のガス浸炭炉や真空浸炭炉を用いて高温処理を実現するためには、その高温に耐えうる炉の構造や構築部材が課題となり実用上限界がある⁽²⁶⁾。また、従来は高温の処理温度に昇温させるために電気抵抗加熱やガス加熱を用いた間接加熱が主流であり、部品を目的の処理温度まで昇温させるために長い加熱時間を要することになる。そのため、短時間処理に対してはデメリットが大きい。浸炭処理の更なる高速化としてインライン化を追求するためには、高速昇温が可能で周囲環境への影響が小さい熱源の適用が課題となる。そこで、本研究では熱源に誘導加熱を用いた超高速浸炭技術を考案した^{(35),(36)}。誘導加熱については、1831年ファラデーの発見によって電磁誘導現象を活用した金属などの伝導性抵抗体を加熱する手段である。原理的には Fig. 1-5 に示すように誘導加熱電源に接続した銅製の加熱コイルの中に処理品をセットし高周波電流を流し交番磁界を発生させると、処理品には渦電流損とヒステリシス損によって発熱する現象である⁽³⁷⁾。Fig. 1-6 に誘導加熱中のギヤを示す。このように処理品に対して大きなエネルギーを与えながら直接加熱

できることにより急速加熱が可能になる。本技術は、表面硬化処理の一つである高周波焼入れや熱間鍛造工程におけるビレットの加熱などの熱源として一般に活用されている。また、処理品を直接加熱するため周辺環境への熱の影響は小さく、装置の耐熱性の検討は容易になる。さらに、使用するエネルギーは電力になるため今後再生可能エネルギー由来の電力を活用することで CO₂ 排出量を削減可能である。このことから高温処理の実現と環境課題への適用が可能となる。超高速浸炭焼入れ装置の詳細については第 2 章で述べる。

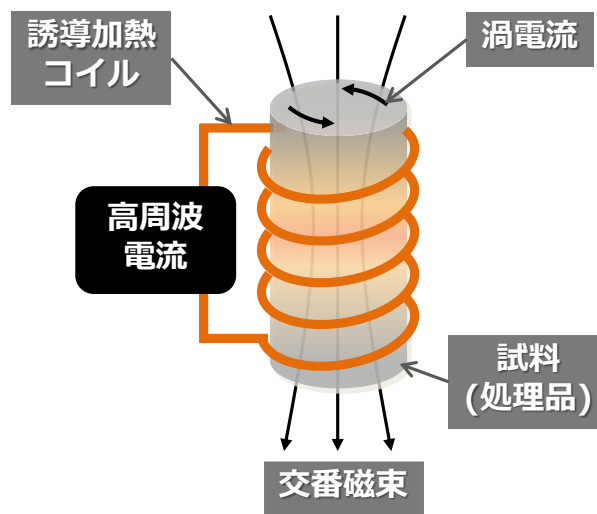


Fig. 1-5 Principle of induction heating.



Fig. 1-6 Appearance of gear during heating using induction heating.

次に，処理温度について超高速浸炭の処理温度域は浸炭の高速化を図るために従来の浸炭処理温度よりもさらに高い，共晶温度(1420 K) 以上である 1473 K~1573 K で行うこととした。Fig. 1-7 に Fe-C 状態図を示す。

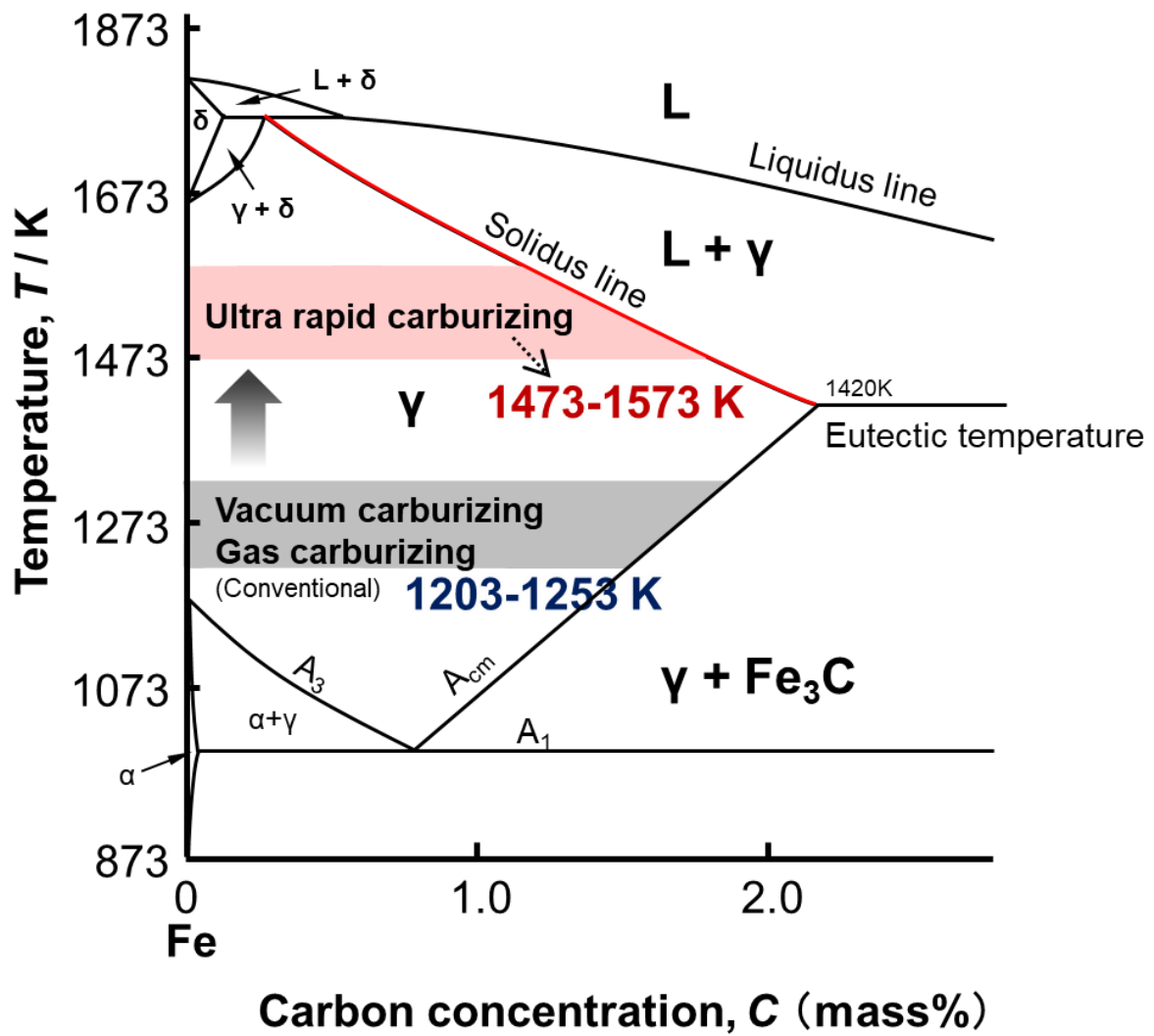


Fig. 1-7 Fe-C phase diagram.

ガス浸炭や真空浸炭で行われる処理温度域においては、浸炭によって鋼中の炭素濃度が高くなると Fe_3C が析出する。一方、超高速浸炭の処理温度域では鋼中の炭素濃度が高くなると固相線に達すると試料の一部が熔融する。熔融すれば処理品形状が損なわれるため機械部品としては使用できない。よって適切な熱処理品質を満足する処理を確保しつつ、熔融しない浸炭処理条件の検討・設定や条件管理が肝要となる。さらに、熱処理条件を簡便に検討するためには予測技術が必要である。そのためには浸炭機構の解明が不可欠である。しかし、種々ある浸炭法においては、その手法が異なれば雰囲気から侵入する炭素の挙動が異なってくると考えられる⁽⁷⁾。

そこで、本研究において共晶温度以上における浸炭処理の可能性を示し、浸炭反応メカニズム解明を通じて明らかにすることが課題となる。

加えて、高温処理に起因する結晶粒の粗大化は宿命的であり、機械的強度の低下をまねくためその対策の検討が必要である。高温処理における結晶粒粗大化の対応として Nb 等の析出粒子を用いたピンニング効果や熱処理前加工の影響に関する報告など多くある⁽³⁸⁾⁻⁽⁴²⁾。しかし共晶温度以上で浸炭処理する本手法においては粒子の固溶温度域であることからその効果を得ることは困難である。そこで、一般的な低炭素合金鋼を用いた結晶粒粗大化への対応策を検討しておくことも重要な課題である。

1.4.3 本研究の構成

本論文は、脱炭素社会や技術者不足など今後の市場動向を鑑み、浸炭のインライン化を実現するための高速浸炭手法の確立として共晶温度以上における浸炭反応に関する基礎研究と実用化に向けた研究成果をまとめたものであり、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、昨今の環境課題とモビリティに関する世界の動向について述べ、基盤技術である熱処理分野において機械機能部品に対する製造工程に関する包括的な現状と、熱処理に関して浸炭処理に着目し基礎的部分を説明したうえで課題をまとめた。最後に、本研究の目的と新たな浸炭手法として超高速浸炭技術の概略を示した。

第 2 章では、本研究で用いた実験設備として超高速浸炭焼入れ装置についての構造や特徴を説明する。さらに、浸炭用として最もよく用いられる低炭素合金鋼として

SCM420 材を用いて、共晶温度以上である 1473 K~1573 K における浸炭処理実験を通じて、硬さ試験により浸炭の実現性の有無を含めて従来の浸炭法と比較評価し高速化について考察する。さらに、浸炭反応のメカニズム解明として、浸炭中の処理品重量の変化や鋼中の炭素元素の濃度分析により炭素の侵入挙動を調査し、アレニウス式を用いて活性化エネルギーの観点から炭素の侵入メカニズムを調査し明らかにする。

第 3 章では、浸炭処理条件の検討を簡便にするために鋼中の炭素濃度の予測について検討する。第 2 章で得られた炭素侵入速度と、先行研究において既知となっているオーステナイト中の炭素拡散係数について調査し、Fick の第 2 法則と合わせた計算モデルの検討を通じて超高速浸炭における鋼中の炭素濃度予測モデルを確立する。

第 4 章では、脱炭素社会に向けた工業的活用として短時間処理および最小ガス使用量となる効率的な処理条件を検討する。検討には第 3 章で確立した予測モデルを活用し浸炭処理条件の検討を行う。さらに、実験検証によりその有効性を調査する。

第 5 章では、共晶温度以上という高温処理によって宿命的に生じる旧 γ 結晶粒の粗大化について、先行研究から粗大化防止の観点と結晶粒の微細化の観点で検討し対策を検討する。

第 6 章では、市場の要求について整理し、超高速浸炭焼入れ装置の構造について示す。また、実部品への提要としてリング部材、ギヤおよびシャフトへの適用事例を示す。

第 7 章では、本研究で得られた結論について記述し、あわせて工業的活用に向けた展望についてまとめる。

第1章の参考文献

- (1) 奥宮正洋: 熱処理, **61** (2021) 224-226.
- (2) 牧 正志: まてりあ, **54** (2015) 557-563.
- (3) T. Mizukoshi, Y. Yokoyama, H. hoshino and I. Ishigami: Journal of the JIME, **46** (2011) 11-15.
- (4) S. C. Cha, S. H. Hong, M. Y. Kim, J. Park, J. H. Shim, W. S. Jung, M. Rath and E. Kozeschnik: CALPHAD, **54** (2016) 172-180.
- (5) Z. K. Qiu, P. Z. Zhang, D. B. Wei, X. F. Wei and X. H. Chen: Surf. Coat. Technol., **278** (2015) 92-98.
- (6) K. Dychton, P. Rokicki, A. Nowotnik, M. Drajewicz and J. Sieniawski: Solid State Phenom., **227** (2015) 425-428.
- (7) 石神逸男, 水越朋之, 横山雄二郎, 星野英光, 三浦健一, 浦谷文博: 大阪府立産業技術総合研究所報告, **21** (2007) 9-16.
- (8) X. X. An, Y. Tian, H. J. Wang, Y. F. Shen and Z. D. Wang: Adv. Eng. Mater., **21** (2019) 1-10.
- (9) 石神逸男, 辻 新次, 浦谷文博, 綱沢栄二: 日本金属学会誌, **50** (1986) 845-851.
- (10) 大林巧治: 特殊鋼, **68** (2019) 19-23.
- (11) J. Wunning, G. Leyens and G. Woelk: H.T.M., **31** (1976) 132-137.
- (12) S. J. Lee, D. K. Matlock and C. J. Van-Tyne: ISIJ Int., **51** (2011) 1903-1911.
- (13) M. Zajusz, K. Tkacz-Śmiech and M. Danielewski: Surf. Coat. Technol., **258** (2014) 646-651.
- (14) 牧野総一郎, 稲垣昌英, 池畑秀哲, 田中浩司, 井上弘之, 稲垣功二: 鉄と鋼, **105** (2019) 30-37.
- (15) 田中辰実: 電気製鋼, **84** (2013) 123-128.
- (16) 岡田一晃, 大林巧治: 熱処理, **56** (2016) 11-15.
- (17) 山本亮介: (一社)日本熱処理技術協会 2022 年度 第 2 回熱処理技術セミナー講演概要集, **9** (2022)1-8.
- (18) 串田裕紀: Journal of the JIME, **50** (2015)18-22.
- (19) K. Loeser and B. Gornicki: Gear Technol., **7** (2009) 67-70.

- (20) 奥宮正洋, 恒川好樹, 新美 格, 浜田政彦, 間部三千広: 日本金属学会誌, **55** (1991) 981-985.
- (21) 横瀬敬二: 特殊鋼, **49** (2000) 26-32.
- (22) M. M. A. Bepari: Comprehensive Materials Finishing 1st, **2**, Elsevier (2017) 71-106.
- (23) Y. Yogo and K. Tanaka: Metall. Mater. Trans. A., **45** (2014) 2834-2841.
- (24) H. Mohrbacher: Adv. Manuf., **4** (2016) 105-114.
- (25) K. Loeser: Innovative heat treating technologies in the automotive industry, Germany (2005) 237-244.
- (26) 足立 彰, 山田 新太郎: 金属表面技術, **13** (1962) 487-490.
- (27) V. Heuer, K. Loeser and G. Schmitt: Improved Materials and Enhanced Fatigue Resistance for Gear Components, AGMA Technical Paper, 15FTM02., (2015) 1-15.
- (28) G. Hiller: Int. Heat Treat. Surf. Eng., **8** (2014) 35-41.
- (29) 平松真一, 稲垣功二, 坂上秀幸, 山本 出, 熱処理, **58** (2018) 54-58.
- (30) Y. H. Yang, M. Q. Wang, J. C. Chen and H. Dong: J. Iron Steel Res. Int., **20** (2013) 140-145.
- (31) A. Losinskaya, D. Golovin and I. Bataev: Mechanics Mater., **698** (2015) 360-363.
- (32) T. Hirata, T. Yamaguchi, Y. Yokoyama and H. Hoshino: Mater. Lett., **280** (2020) 128586.
- (33) H. Mustafa, M. Feinaeugle and G. R. B. E. Römer: Lasers in Manufacturing Conference, (2021) 1-10.
- (34) 杉本 剛: 熱処理, **62** (2022) 4-9.
- (35) 山本亮介, 戸田一寿: 第 84 回日本熱処理技術協会講演大会講演概要集, (2017)51-52.
- (36) 岡本 崇, 松原 周, 戸田一寿: 第 84 回日本熱処理技術協会講演大会講演概要集, (2017)53-54.
- (37) 三阪 佳孝: ぷらとす, **4** (2022) 89-93.
- (38) 久保田 学, 越智達郎: 新日鉄技報, **378** (2003) 72-76.
- (39) 藤松威史, 橋本和弥, 田中高志, 西森 博, 井口 誠: まてりあ, **45** (2006) 141-143.
- (40) 鎌田芳彦, 松嶋一樹, 高橋健壮: 熱処理, **58** (1992) 4-10.
- (41) 今浪裕太, 山下孝子, 富田邦和, 長谷和邦: 鉄と鋼, **103** (2017) 36-44.

(42) 藤松威史, 中崎盛彦, 福本信次, 山本厚之: 鉄と鋼, **95** (2009) 59-66.

第 2 章 共晶温度以上における炭素侵入挙動の解明

2.1 緒言

浸炭焼入れ処理は動力伝達部品などに対し疲労強度や耐摩耗性の付与を目的としてこれまでに産業分野で多岐にわたる活用がなされている。浸炭手法のなかでもガス浸炭は長時間処理を必要とするが、安定した熱処理品質でロット処理による大量生産が可能であることから一般的である。昨今、環境負荷低減の観点から真空浸炭（減圧浸炭）についても主流になってきており、それを活用したプロセスや材料に関する種々の取組みがなされている⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾。

グローバルトレンドとして SDGs やカーボンニュートラルをキーワードに持続化および環境対応技術に対する重要性⁽⁵⁾がますます大きくなってきている。また、自動車産業を軸とした電動化によるモビリティ部品の変革が起こっている。今後対象となる機械部品の変化に伴って機械的特性・性能や生産体制・手法に対する要求の変化が考えられるが、機械部品への強度付与は必要であり浸炭は必要不可欠な技術のひとつである。このような背景から劇的な市場動向変化に対応してフレキシブルな生産体制や効率的熱処理が求められてきている⁽⁶⁾。先行研究として電子ビームを用いた高速浸炭に関する報告⁽⁷⁾や、レーザーを用いた 1500 K 以上での浸炭処理に関する研究など報告⁽⁸⁾⁻⁽¹⁰⁾など、新たな浸炭手法の提案がなされている。このように、カーボンニュートラル社会においても浸炭処理を活用していくためには新たな浸炭手法の提案、確立が重要となる。そこで、著者らは、浸炭処理のインライン化や生産形態のフレキシブル性に寄与できる新しい浸炭手法として共晶温度以上で処理する超高速浸炭技術を開発した⁽¹¹⁾。種々ある機械部品へ超高速浸炭処理を適用するには、ガス浸炭や真空浸炭とは異なる浸炭機構の解明が必要である。著者らによって、浸炭温度が 1523 K 一定で CH₄ ガスを用いた超高速浸炭処理時における炭素侵入特性として、浸炭処理中は一定の速度で炭素が侵入し、炭素の侵入量はガス濃度に比例すること、また一般的な 1203 K における浸炭よりも大幅な処理時間短縮が可能であることを報告している⁽¹²⁾。浸炭熱処理品質を制御するためには炭素侵入特性に対する詳細な影響を明らかにする必要がある。しかし、炭素の侵入特性に関する温度の影響についてはこれまで明らかになっていない。そこで本章では、炭素侵入特性に関して浸炭処理の影響について調査し浸炭機構を検討した。

2.2 実験方法

2.2.1 試料

特別な鋼材を使用することを避け、流通量の多い一般的な材料への適用は市場において活用していく上で望ましい。よって、実験に用いた材料は、浸炭焼入れ処理に最も多く用いられる低炭素合金鋼 SCM420 材を選定した。材料の化学組成を Table 2-1 に示す。試料は、直径 150 mm の棒材を Fig. 2-1 に示す外径 139 mm，内径 89 mm，幅 25 mm のリング形状に表面粗さを $Ra=6.4 \mu\text{m}$ を狙い機械加工した。熱処理実験に用いる際には、加工時の切削油や汚染の影響を除くためにエタノールを用いて事前に脱脂洗浄した。

Table 2-1 Chemical composition of SCM420 (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0.20	0.25	0.78	0.019	0.004	1.10	0.22

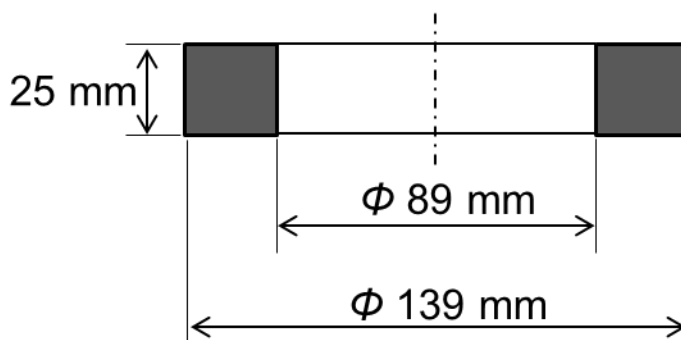


Fig. 2-1 Shape and size of sample.

2.2.2 実験設備

本実験には、試料 1 個ずつに対して誘導加熱を用いた共晶温度(1420 K)以上における浸炭処理と焼入れが可能な設備として超高速浸炭焼入れ装置（㈱ジェイテクトサーモシステム製）を用いた。装置の概略構造を Fig. 2-2 に示す。装置は 2 つのモジュールで構成されている。右側部の加熱浸炭モジュールと、左側部の焼入れモジュールから構成されている。

加熱浸炭モジュールでは、誘導加熱によって試料のみが直接加熱されるため周囲への熱影響が小さい。真空シール部において一部水冷ジャケット構造を備えているが、断熱材構造や耐熱部材の使用はほとんどない簡素な構造であることが特徴である。また、誘導加熱を用いるため影響を受けにくいステンレス鋼を用いた構造を基本としている。

焼入れモジュールでは、試料 1 個を冷却できる構造としている。また、試料を焼入れられるための冷媒としてポリマー水溶液を用いている。これは一般的なガス浸炭で活用されている消防法の制約を受け特別管理を必要とする焼入れ油に代わり、浸炭のインライン化を容易にするためである。さらに、冷媒の流れはポンプなどによってコントロールが可能である。

浸炭焼入れ動作に関する主なステップは以下①～⑥である。

■主な処理ステップ

- ① トレイに試料を 1 個搭載し、右側より加熱室へ挿入
- ② 加熱モジュール内の大気を真空引きにより排気
- ③ 減圧状態で誘導加熱により急速昇温
- ④ 共晶温度以上で保持、浸炭性ガスで満たし浸炭
- ⑤ 浸炭完了後焼入れモジュールへ移動、ポリマー水溶液で焼入れ
(焼入れモジュール内の大気を真空引きにより排気、窒素腹圧済)
- ⑥ 液切りした後左側より排出

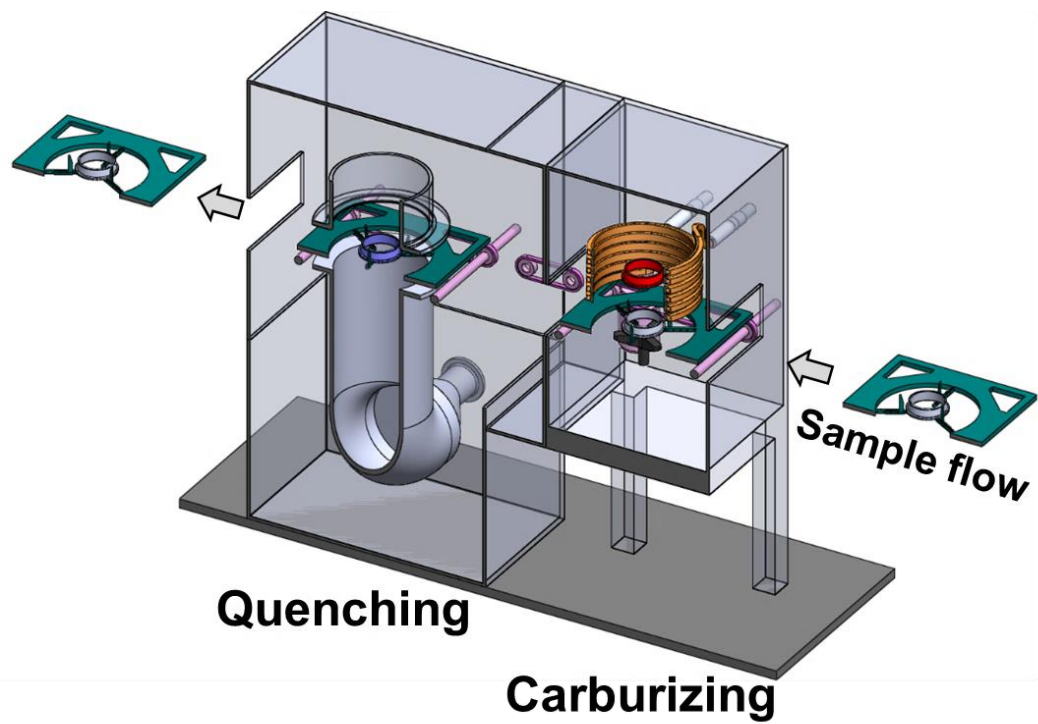


Fig. 2-2 Structure diagram of apparatus for carburizing and quenching.

次に、加熱浸炭モジュールについて Fig. 2-3 に詳細を示す。

加熱チャンバー内には試料を加熱するために必要となる誘導加熱コイルがある。加熱コイルは試料の形状によって種々の形状がある、本研究ではリング部材を対象としているため円筒形状のソレノイド型の加熱コイルを用いた。

加熱コイルの中央にはカーボン製の回転テーブルがあり、試料は回転テーブルの上にセットする。この時、試料は絶縁物を介してカーボン製ジグと接触させている。また、加熱室には空気を排気するため、排気装置としてロータリーポンプを備えている。

次に温度制御方法について示す。一般的な高周波焼入れでは、試料表面のみオーステナイト化させて焼入れすることで必要な焼入れ深さを得る。そのためには誘導加熱周波数と出力×加熱時間を管理することが重要であり、試料の温度測定ではなく、加熱出力のパターン制御によって熱処理が行われる。一方、超高速浸炭では浸炭処理であるため浸炭温度が重要なパラメータであり、試料の温度を把握し制御することが安定した熱処理品質を得るために重要となる。本装置では放射温度計を用いて試料表面温度を測定し、目的の浸炭温度となるように誘導加熱電源の出力を制御するフィードバック制御方式を採用した。放射温度計による測定には測定対象となる試料の放射率が影響する。装置では浸炭中の加熱室内は無酸化雰囲気であるため、Fig. 2-4 に示すように、試料表面は光輝状態を保つため放射率の変化がほとんどなく安定した温度計測が可能である。

浸炭性雰囲気ガスは CH_4 と N_2 をガスボンベから供給し、それぞれマスフローコントローラーによって流量を制御し、 CH_4 と N_2 の導入割合を変化させることによって浸炭中の雰囲気 CH_4 ガス濃度を任意に設定できる。

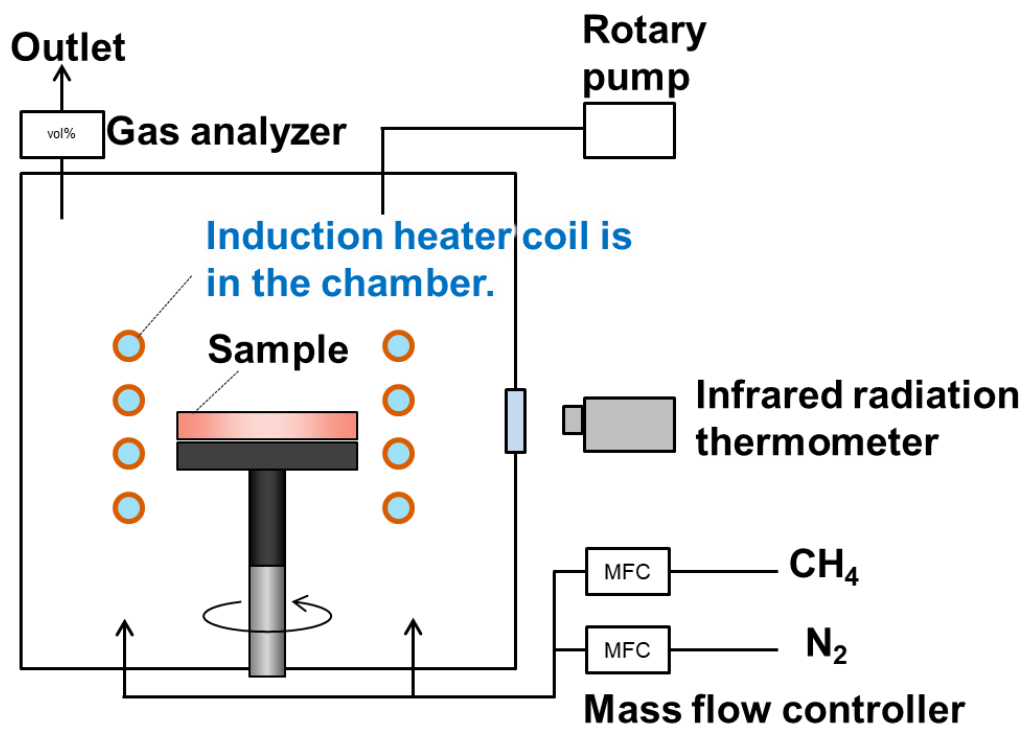


Fig. 2-3 Schematic diagram of carburizing module.



Fig. 2-4 Appearance of sample cooled in nitrogen atmosphere after carburizing.

2.2.3 熱処理方法

熱処理は、超高速浸炭焼入れ装置を用い浸炭焼入れ処理を行い、後述する種々評価を行った。熱処理方法の詳細を示す。エタノールで脱脂した試料を加熱室内の回転テーブル上にセットし、ロータリーポンプを用いて加熱室内を真空排気した。その後、放電しない減圧状態とし、目的の処理温度に到達するまで誘導加熱した。本実験における誘導加熱の発振周波数は 1 kHz を用いた。昇温が完了した後、浸炭中は処理品温度を ± 7.5 K となるように保持した。実験に際し事前に、試料へ取り付けた熱電対の温度を基準として放射温度計の放射率を調整している。浸炭処理中は CH_4 と N_2 の混合ガスを導入および排気しながら大気圧にて浸炭処理を行った。浸炭完了 1223 K まで放冷し焼入れ室へと搬送、273 K のポリマー水溶液を用いて焼入れした。なお、本処理において Fig. 2-5 に示すように高温処理によって引き起こされる旧オーステナイト結晶粒の粗大化^{(13),(14)}は、靱性や疲労特性といった機械的強度が低下する^{(15),(16)}ため再焼入れなどの処置が必要であるが、本章では炭素侵入メカニズムの調査を目的としているため再焼入れは実施していない。

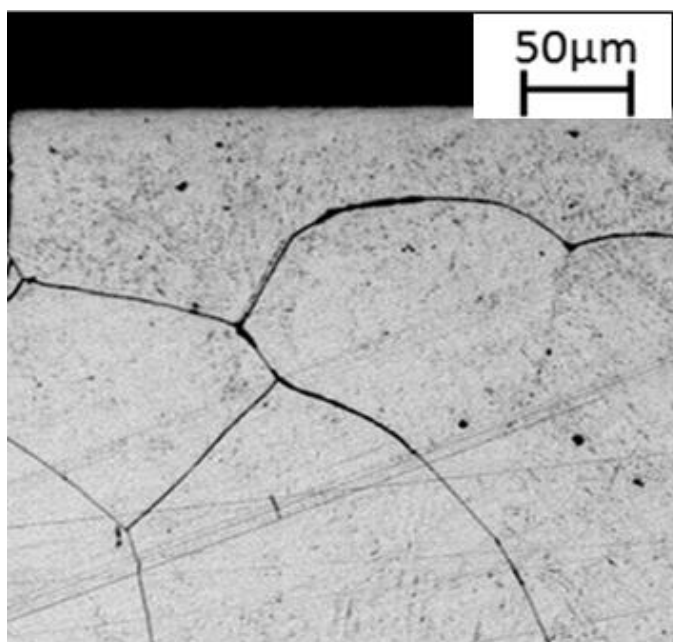


Fig. 2-5 γ grains after ultra rapid carburizing and quenching.

2.2.4 熱処理条件

熱処理パターンを Fig. 2-6 に、熱処理条件を Table 2-2 に示す。浸炭温度は 1473 K, 1523 K および 1573 K とした。また、浸炭雰囲気は CH₄ と N₂ の混合ガスを用い、CH₄ ガスの濃度は 5 vol% CH₄ と 10 vol% CH₄ の 2 条件とし大気圧下で処理を行った。

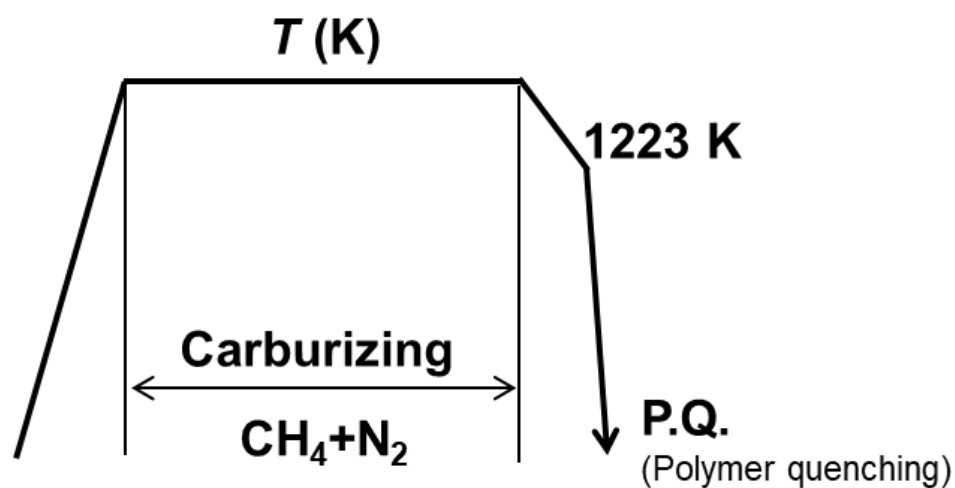


Fig. 2-6 Thermal cycle diagram for carburizing and quenching process.

Table 2-2 Carburizing conditions.

Carburizing temperature, T / K	Carburizing time, t / s	CH ₄ concentration (vol%)
1473	720, 1440, 2520, 3600	5, 10
1523	180, 360, 720, 1080, 1440	
1573	90, 180, 270, 360	

2.2.5 分析方法

得られた試験片に対して次の分析を行った。

(a) 外観観察

浸炭焼入れ後の試料をエタノールで脱脂し、試料表面状態を目視観察した。また、デジタルスチルカメラにより記録した。

(b) 表面の形状測定

外観観察した後、試料表面形状測定として、(株)小坂研究所製表面粗さ測定機(型式:SE300)を用いて測定した。測定は、機械加工による形状を確認するために、Fig. 2-7 に示す試料の外径側の円筒側面における中央部について軸方向にプローブを約 5 mm 走査させ測定した。測定結果より測定形状および算術平均粗さ Ra (μm)を求めた。

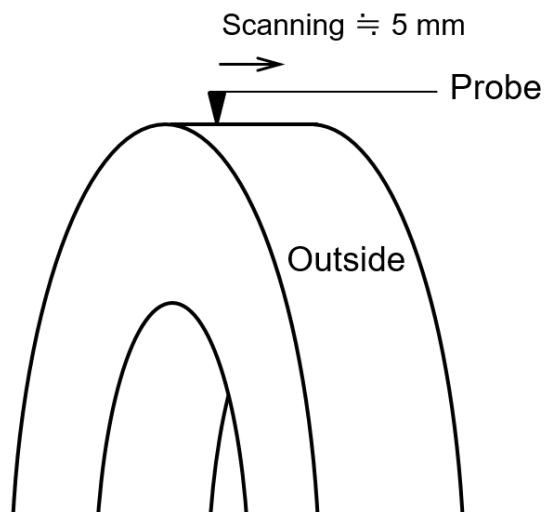


Fig. 2-7 Roughness measurement position.

(c) 硬さ試験

浸炭焼入れ後の熱処理性状を確認するため、試料断面において(株)ミットヨ製マイクロビッカース硬さ試験機(型式:HM-200)を用いて硬さ試験を実施した。Fig. 2-8 に示すようにリング状の試験片から切断により断面を採取し樹脂に埋め込み、#2000 耐水エメリー紙まで研磨後バフ研磨し鏡面に仕上げた。試料断面について外径幅中央部の表面から内部にかけて硬さ試験を行った。測定荷重は 0.3 kgf (2.94 N)とした。

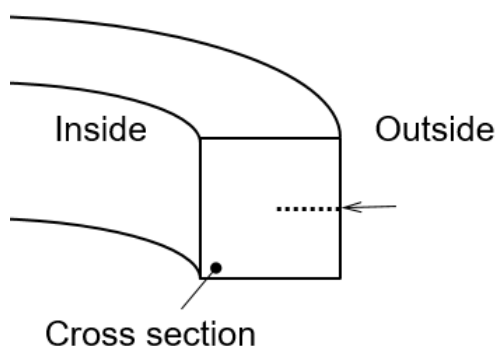


Fig. 2-8 Hardness test position.

(d) ミクロ組織観察

浸炭焼入れ後の熱処理性状を確認するため、オリンパス(株)製デジタルマイクロスコープ(型式:DSX510)によるミクロ組織観察を実施した。

試料は#2000 耐水エメリー紙まで研磨後バフ研磨し鏡面に仕上げ、径幅中央部における表面および内部(表面から 12.5 mm の位置)について、エッチング液には 3% ナイタルを用い腐食させ組織を観察した。

(e) 重量測定

浸炭中に炭素が試料表面から侵入する量を測定するために、A&D 製電子天秤(型式：GX6100)を用いて熱処理前後における試料の質量を測定し、その差分により侵入した炭素量を評価した。測定の際はエタノールによる脱脂洗浄を行い、外乱を排除した。

(f) 表面炭素濃度測定

試料表面の炭素濃度を評価するために(株)堀場製作所製マークス型高周波グロー放電発光表面分析装置(型式：GD-Profiler2)を用いてグロー放電発光分光(GD-OES)分析による試料表面の炭素濃度を測定した。測定の際はエタノールによる脱脂洗浄を行い、外乱を排除した。

(g) 炭素濃度測定

浸炭による炭素の拡散状態を確認すること、および炭素が鋼表面から侵入する量を測定するために、日本電子(株)製電子プローブマイクロアナライザ(EPMA)(型式：JXA-8230)を用いて試料断面における炭素原子定量分析した。試料は#2000 耐水エメリー紙まで研磨後バフ研磨し鏡面に仕上げ、外径幅中央部において試料表面からライン分析を実施した。試料の表面から侵入した単位面積あたりの炭素侵入量 M ($\text{mol} \cdot \text{m}^{-2}$) と表面近傍の炭素濃度および炭素侵入速度 F ($\text{mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$) を求めた⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾。

2.3 結果および考察

2.3.1 熱処理性状の調査

(1) 硬さ試験

超高速浸炭処理における熱処理性状を調査することを目的に、試料外径における幅中央位置にて断面の硬さ試験を実施した。各条件における結果を Fig. 2-9, 2-10 および 2-11 に示す。

浸炭温度が 1473 K, 1523 K および 1573 K のいずれにおいても、表面から内部にかけて硬さが漸減しており、また浸炭時間の経過とともに浸炭層が成長することが確認できた。浸炭層の成長は CH₄ ガス濃度が 5% CH₄ よりも 10% CH₄ の方がその程度が大きかった。このように、共晶温度以上である 1473 K~1573 K の温度域においても、従来ガス浸炭同様に浸炭時間の経過にともなって硬化層深さが成長することが明らかとなった。

なお、試料中央にあたる位置の内部の硬さは SCM420 材における素地の炭素濃度である 0.2 mass%における完全焼入れした際の硬さと同程度であり、焼入れが適切に行われたことを確認した。

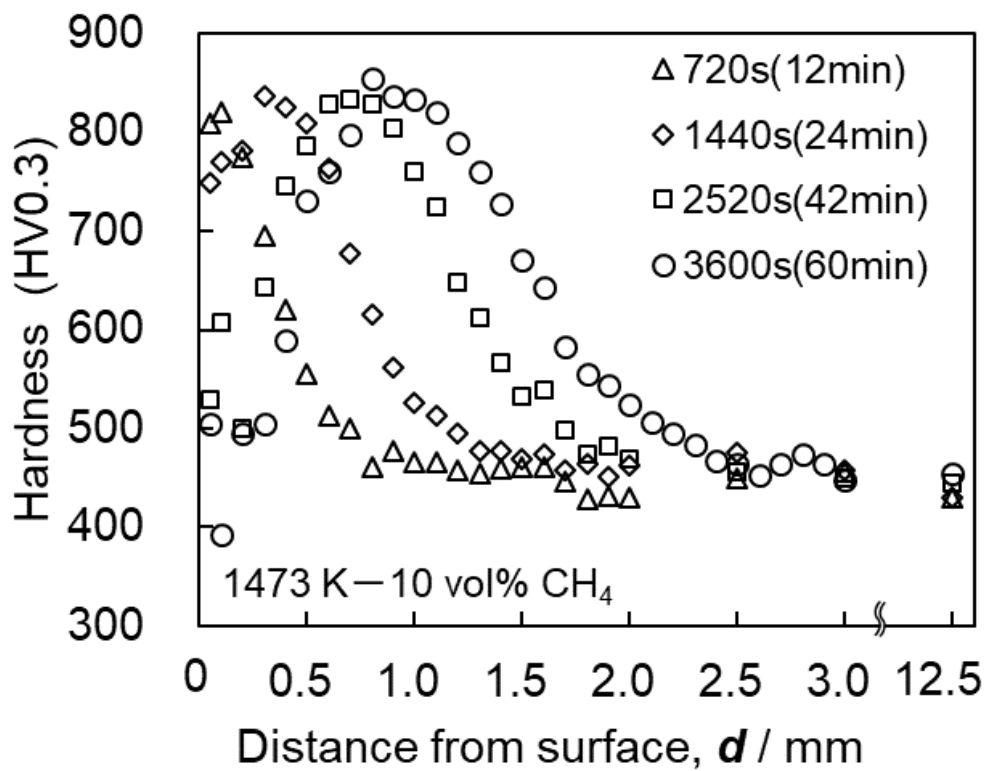
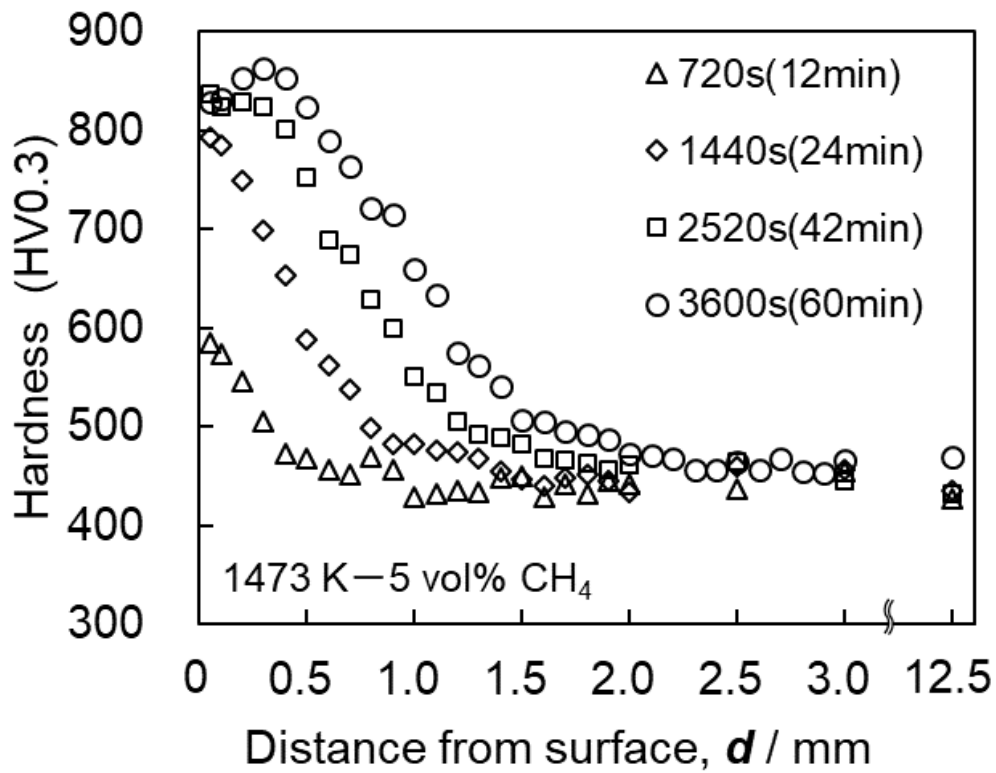


Fig. 2-9 Hardness profiles after carburizing at 1473 K.

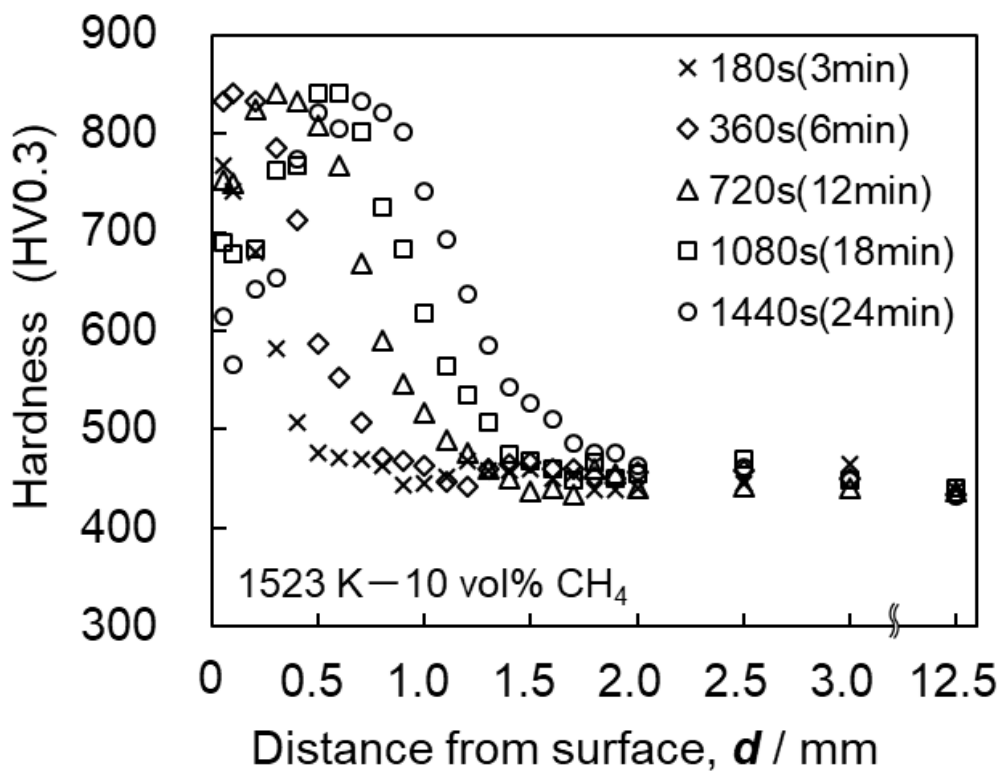
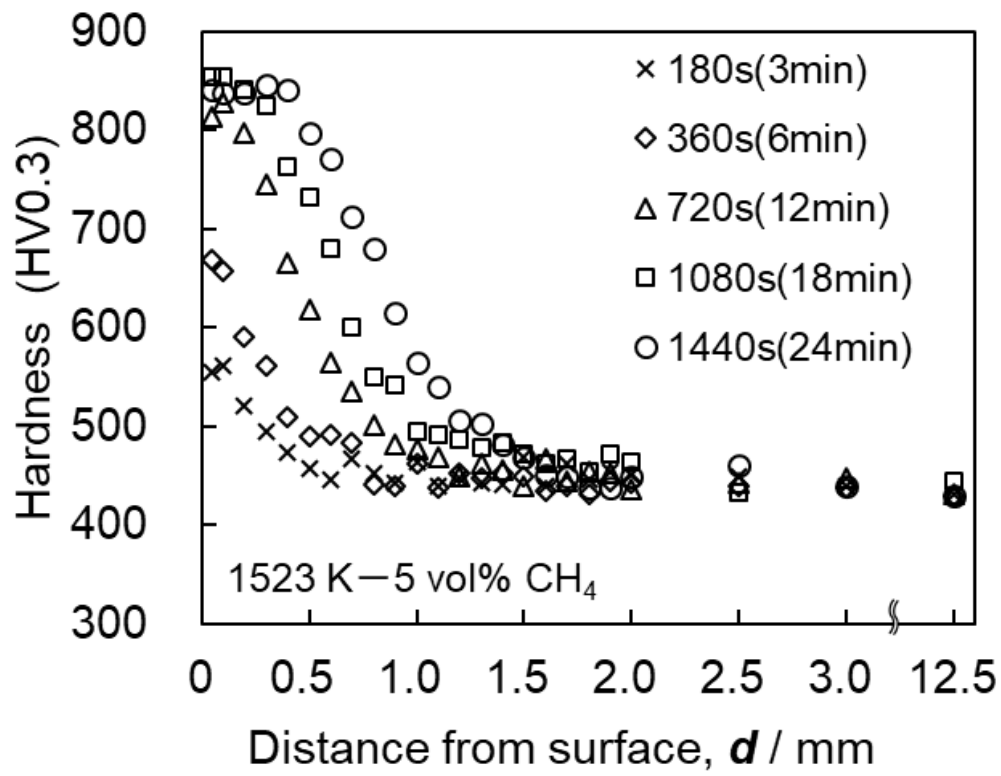


Fig. 2-10 Hardness profiles after carburizing at 1523 K.

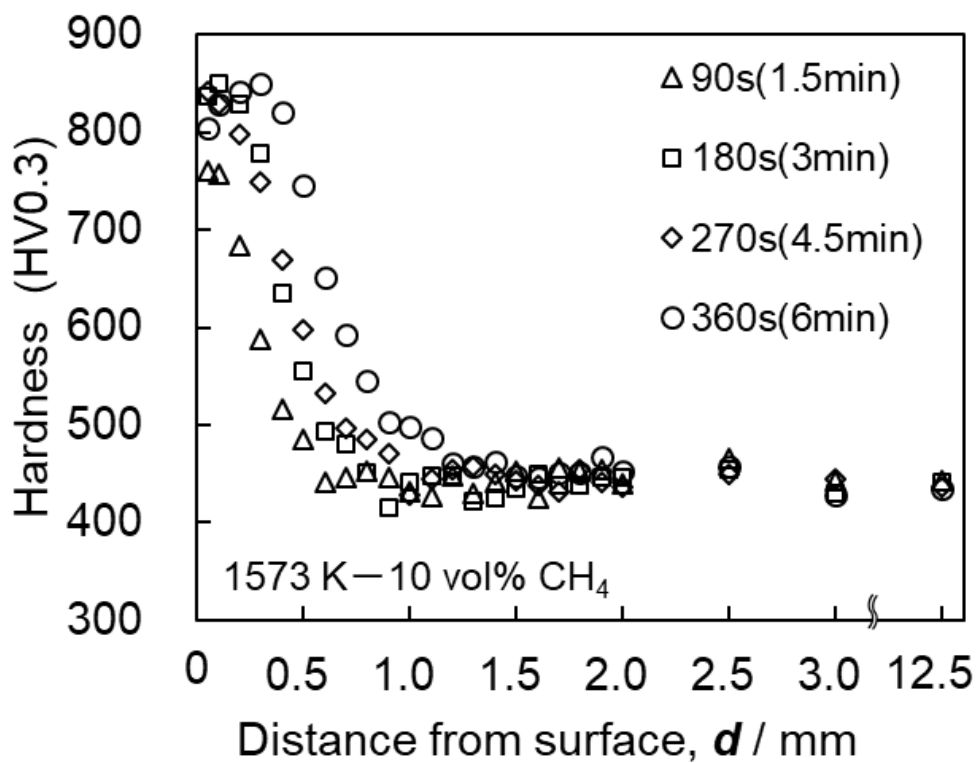
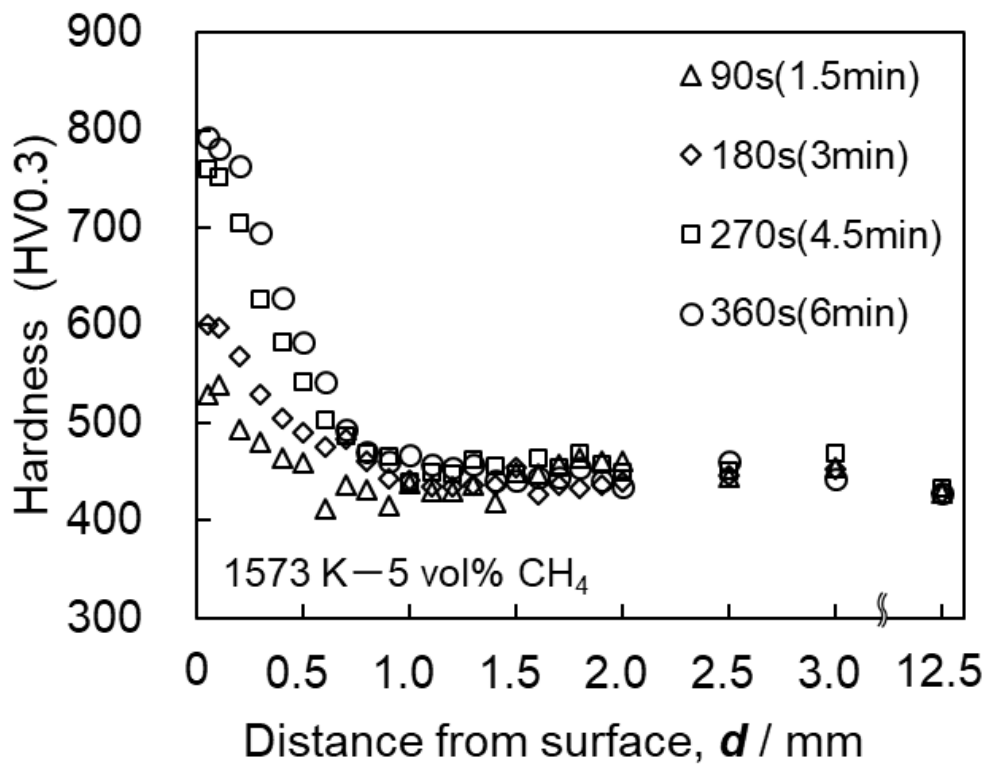


Fig. 2-11 Hardness profiles after carburizing at 1573 K.

ここで、一般に浸炭は炭素の拡散現象によって成立し、浸炭の手法にかかわらず全硬化層深さは、(2-1)式で表される Harris の実験式⁽¹⁹⁾によって求まることが知られている⁽²⁰⁾。ここで D は全硬化層深さ(in)、 t は浸炭時間(h)、 T は浸炭温度($^{\circ}\text{F}+460$)を示す。

$$D = \{31.6/10^{(6700/T)}\} \cdot \sqrt{t} \quad (2-1)$$

(2-1)式の距離 D の単位を(mm)に、時間 t の単位を(s)に、温度 T の単位を(K)に変換すると(2-2)式になる。

$$D = \left\{13.4/10^{\left(\frac{6700}{1.8T+0.3}\right)}\right\} \cdot \sqrt{t} \quad (2-2)$$

本実験における全硬化層深さ D は、Fig. 2-9, 2-10 および 2-11 に示す試料断面の硬さ推移曲線をもとに、素地硬さとして試料表面から 12.5 mm (試料中央部の位置) の硬さを基準として、そこから 30HV 高くなる硬さの位置と定義した。

全硬化層深さ D と浸炭時間 t の関係を Fig. 2-12 に示す。図中の直線は、(2-2)式に示す Harris の実験式⁽¹⁹⁾に基づいた計算結果である。参考として、従来のガス浸炭で最もよく用いられる浸炭温度である 1203 K における計算値も図中に挿入した。

測定結果から浸炭温度である 1473 K、1523 K および 1573 K のいずれの条件においても CH_4 ガス濃度によらず全硬化層深さは時間の平方根に比例しており、計算結果と同様の放物線則に従うことがわかった。このことから超高速浸炭の温度域においても実験式を用いた全硬化層深さの推測が可能であることがわかった。ただし、測定結果をみると全硬化層深さは比較的 CH_4 ガス濃度が高いほうが若干大きい傾向があるようにもみえる。これは、 CH_4 ガス濃度によっては炭素侵入量に違いがあると考えられるため同じ処理時間においても固溶炭素濃度による影響⁽²¹⁾⁻⁽²³⁾が考えられる。しかし、本実験の条件範囲における結果においては、拡散律速ではないが浸炭深さを概ね見積もることが可能といえる。

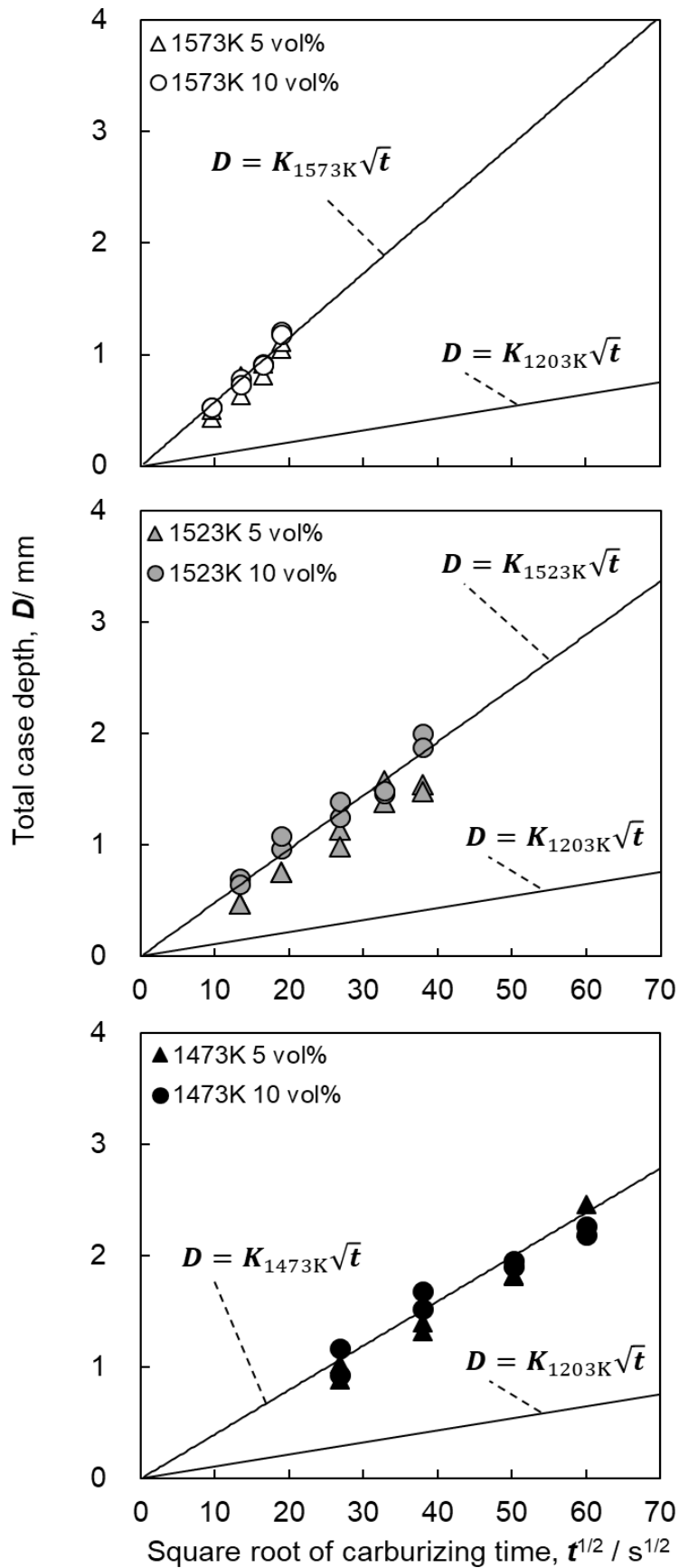


Fig. 2-12 Relation among total case depth, carburizing time and CH_4 concentration at 1473 K, 1523 K and 1573 K.

次に、浸炭時間の短縮効果に関して検討した。Table 2-2 に示す各処理条件で得た全硬化層深さとなる処理時間について、一般的なガス浸炭で用いられる 1203 K における浸炭時間を Harris の実験式⁽¹⁹⁾を用いて求めこの値を 1 として比較した結果を Fig. 2-13 に示す。その結果、処理時間がおおよそ 10%程度に短縮され、効果が大きいことがわかる。具体的には、今回の条件中で最も低い処理温度である 1473 K においては約 8%に短縮でき、最も高い 1573 K においては約 4%の処理時間に短縮できることが確認できた。これは、浸炭処理において長時間処理がネックとなり熱処理のインライン化が困難であったことに対し、インライン化の可能性を示唆する結果である。

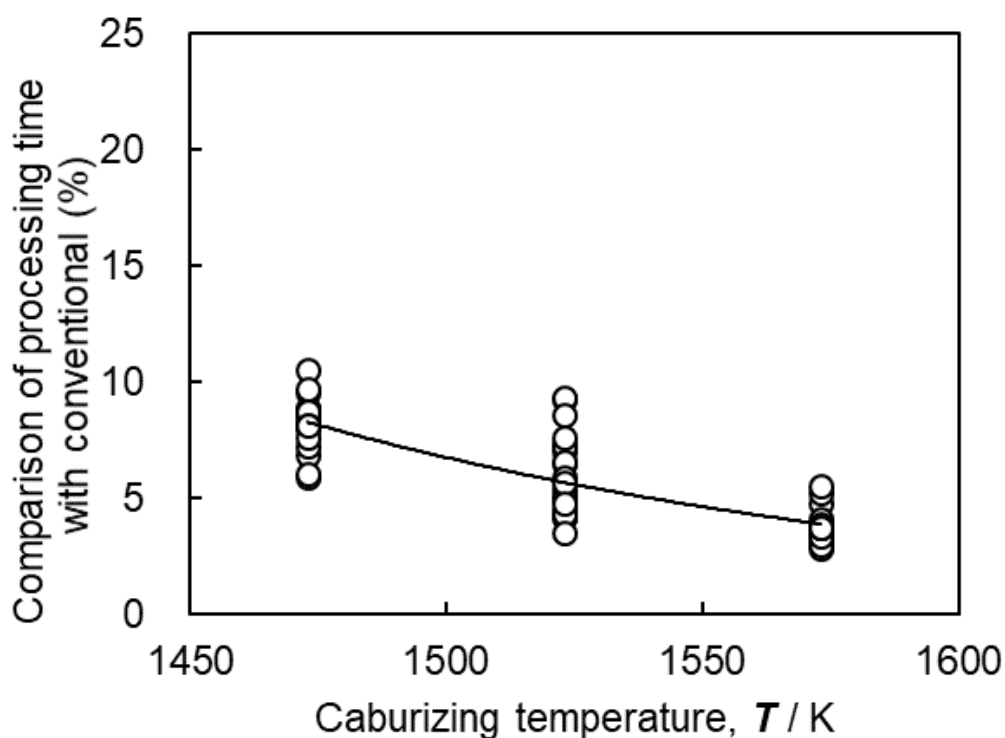


Fig. 2-13 Effect of reducing carburizing time.

(2) 試料外観および表面性状への影響

試料の外観を調査した結果、試料表面部で溶融した試料と、溶融していない試料が確認できた。外観観察の結果溶融の認められた条件を Table 2-3 に示す。溶融した条件部には melt, 溶融していない条件には○と示した。溶融した浸炭処理条件は 1473 K においては 10% CH₄-3600 s, 1523 K においては 10% CH₄-1080 s および 1440 s, 1573 K においては 10% CH₄-360 s であり, 10% CH₄ の条件における処理時間が長い条件であった。試料の一部が溶融した理由として, 浸炭によって鋼中に固溶する炭素濃度が高くなることによって固相線に到達したことが考えられる。CH₄ ガス濃度が高く処理時間が長くなることによって試料表面の炭素濃度が高くなったと考えられる。試料表面の炭素濃度については後述する。

Table 2-3 Surface observation results.

		720 s	1440 s	2520 s	3600 s
1473 K	5 % CH ₄	○	○	○	○
	10 % CH ₄	○	○	○	melt

		180 s	360 s	720 s	1080 s	1440 s
1523 K	5 % CH ₄	○	○	○	○	○
	10 % CH ₄	○	○	○	melt	melt

		90 s	180 s	270 s	360 s
1573 K	5 % CH ₄	○	○	○	○
	10 % CH ₄	○	○	○	melt

外観観察した試料について熔融状態の詳細を調査した。熔融の有無は機械加工の痕跡状態の変化として表面粗さ測定によって評価を行った。試料外観および表面粗さ測定結果を Fig. 2-14 に示す。

例えば，1523 K において熔融していない 5% CH₄-1440 s の試料では $Ra=6.96 \mu\text{m}$ であり，粗さ測定プロファイルを見るとツールマークがあり加工による凹凸形状が残存していた。一方で，熔融した 10% CH₄-1440 s の試料では $Ra=2.01 \mu\text{m}$ であり，粗さ測定プロファイルを見てもツールマークがなくなっており凹凸が確認できなかった。特に 1573 K-10% CH₄ では $Ra=1.34 \mu\text{m}$ で熔融状態が激しかった。このように熔融によって機械加工の凹凸が平滑化されたと考えられる。熔融しなかった 5% CH₄ では $Ra=6.92 \mu\text{m}$ であり加工形状を維持していた。また，試料における熔融は，特に角部の熔融が激しくなっていた。この原因として試料形状の影響が考えられ，平滑面に比べ角部先端において体積当たりの炭素侵入量が大きくなったことや内部への炭素原子の拡散領域の干渉などが考えられる⁽²⁴⁾⁻⁽²⁶⁾。あるいは誘導加熱によって試料に発生する渦電流の密度が，表面やエッジ部に対して高くなる表皮効果⁽²⁷⁾で，角部の部分的な異常過熱の影響で固相線炭素濃度が低濃度側シフトしたことなどが考えられる。

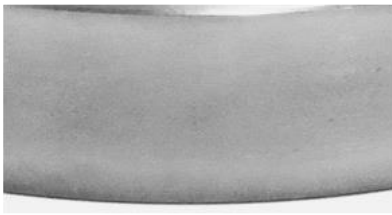
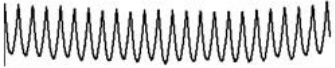



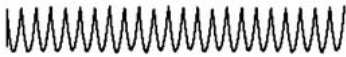

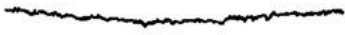

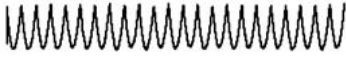


		Surface	Roughness
1473 K—3600 s	5 vol% CH ₄		 $Ra = 7.05 \mu\text{m}$
	10 vol% CH ₄		 $Ra = 4.57 \mu\text{m}$
1523 K—1440 s	5 vol% CH ₄		 $Ra = 6.96 \mu\text{m}$
	10 vol% CH ₄		 $Ra = 2.01 \mu\text{m}$
1573 K—360 s	5 vol% CH ₄		 $Ra = 6.92 \mu\text{m}$
	10 vol% CH ₄		 $Ra = 1.34 \mu\text{m}$

Fig. 2-14 Surface observation and surface roughness profiles after carburizing at 1473 K, 1523 K and 1573 K.

(c) ミクロ組織への影響

各処理条件が組織に与える影響を調査することを目的に、バフ研磨した試料の表面近傍と試料中央部についてナイタルによる腐食組織を調査した。結果を Fig. 2-15~2-20 に示す。

Fig. 2-18 の 1523 K-10 vol%をみると、表面は総じてマルテンサイトとなっており高温処理により粗い焼入れ組織であった。浸炭時間の経過とともにマルテンサイト組織の形態が変化し、720 s 以降は残留オーステナイトが明瞭に観察された。これは、時間の経過とともに表面近傍の固溶炭素の量が増えたことによると考えられ、後述の表面炭素濃度測定結果からも裏付けられる。また、1440 s においては試料表面が熔融していたが凝固組織は確認できなかった。さらに、粒界酸化については確認できなかった、これは本処理における浸炭中の雰囲気には酸化成分が含まれないためと考える。一般的なガス浸炭では雰囲気ガス中に酸化成分を含むため粒界酸化が発生する⁽²⁸⁾。一方、内部においても高温処理による粗いマルテンサイト組織であり、処理時間が経過しても組織状態は変化がなかった。先述の硬さ試験の結果から、試料の炭素濃度である 0.2 mass%における完全焼入れ硬さであったためマルテンサイト単相であると考えられる。1473 K および 1573 K においても同様の傾向であり、処理温度が高くなっても組織の粗さについて明確な差は認められなかった。

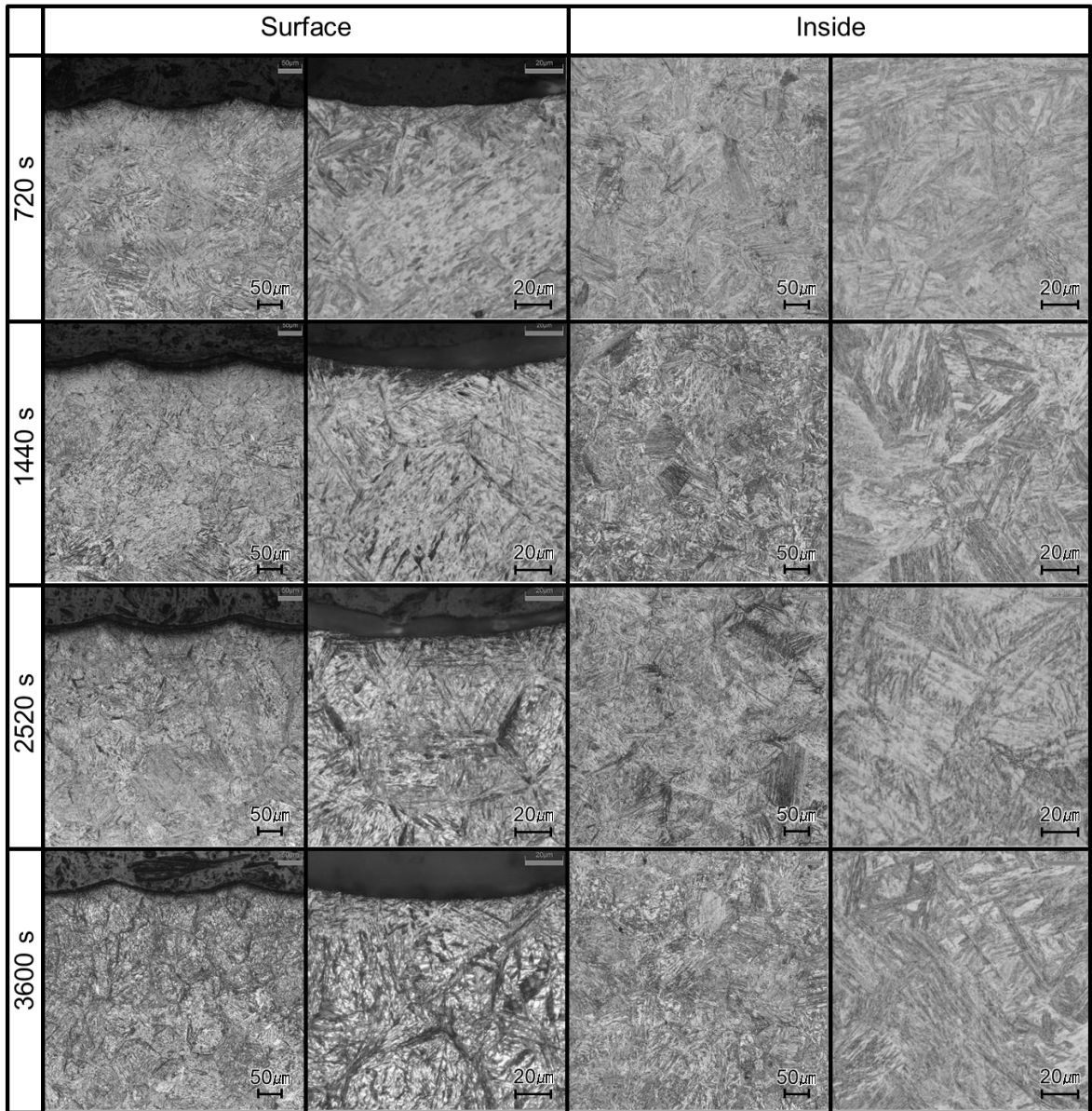


Fig. 2-15 Microstructure of carburized at 1473 K 5 vol% CH₄.

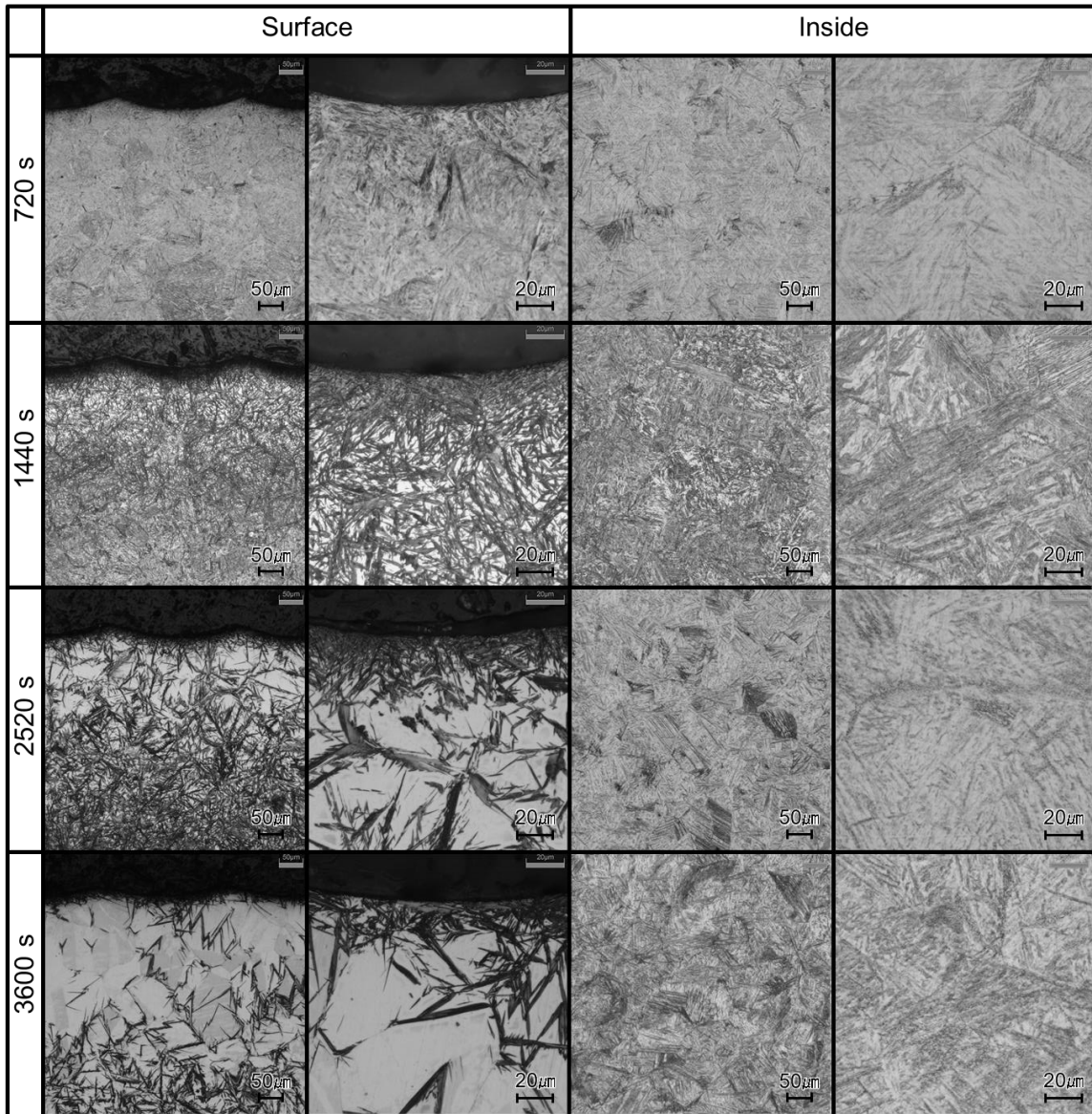


Fig. 2-16 Microstructure of carburized at 1473 K 10 vol% CH₄.

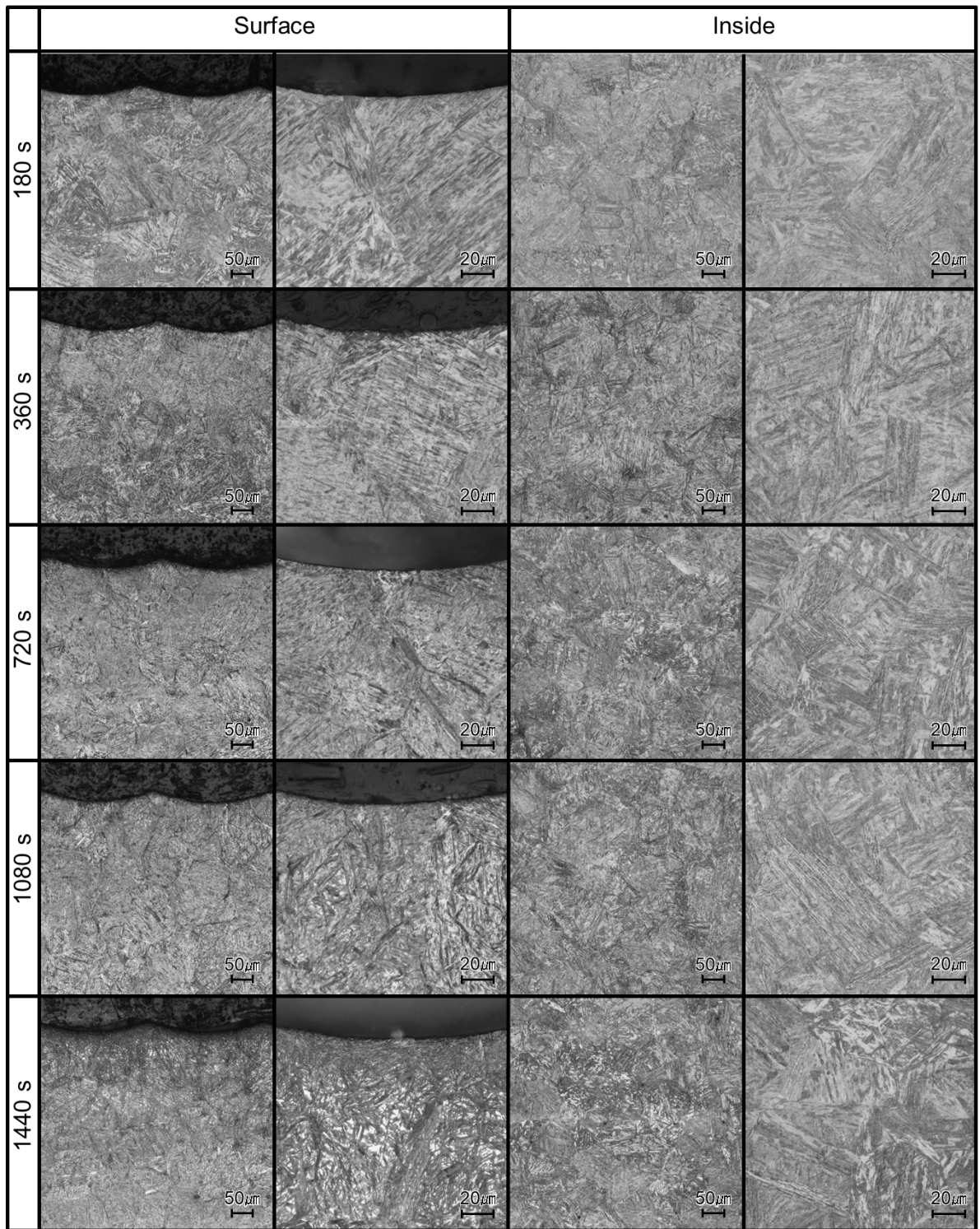


Fig. 2-17 Microstructure of carburized at 1523 K 5 vol% CH₄.

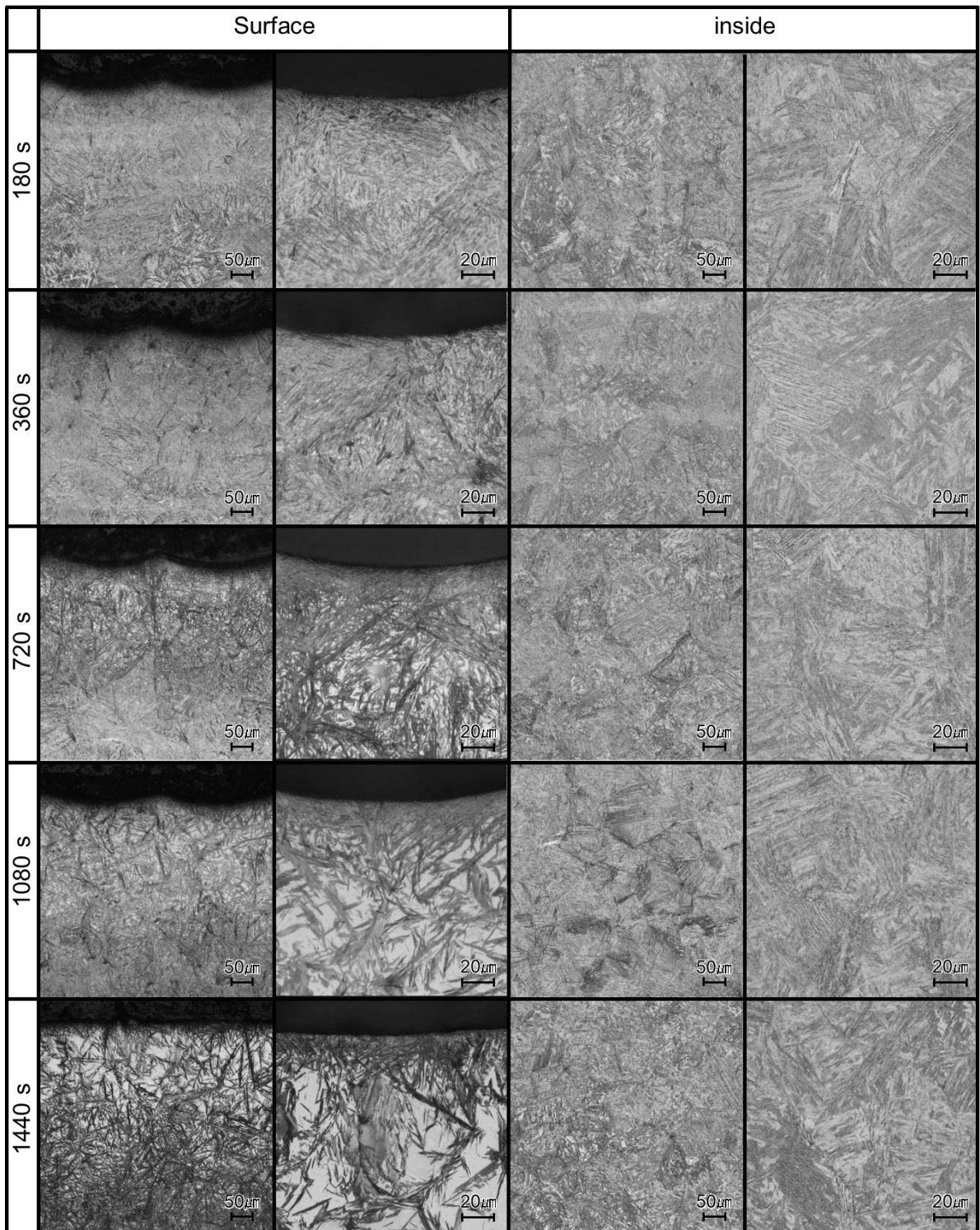


Fig. 2-18 Microstructure of carburized at 1523 K 10 vol% CH₄.

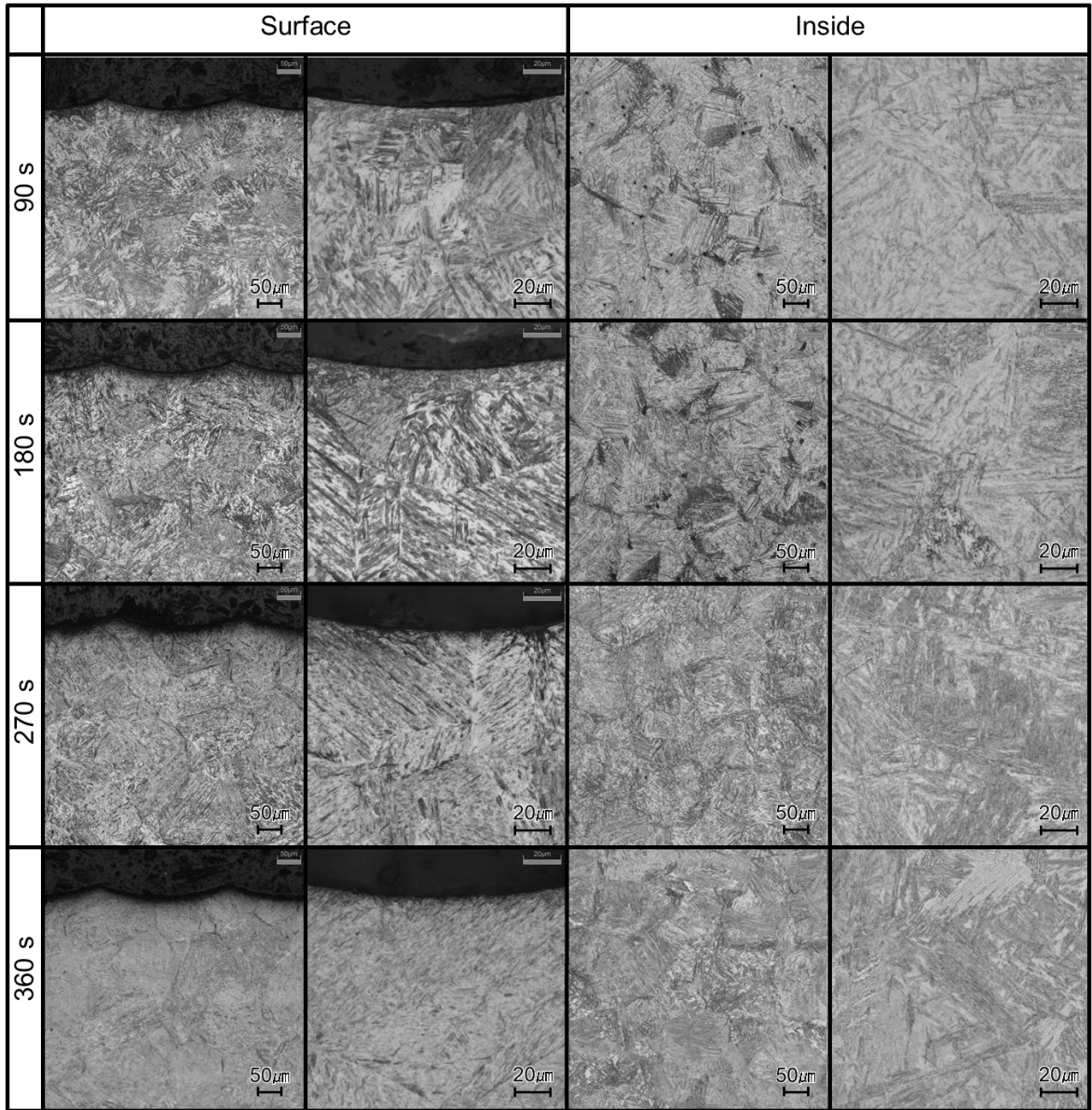


Fig. 2-19 Microstructure of carburized at 1573 K 5 vol% CH₄.

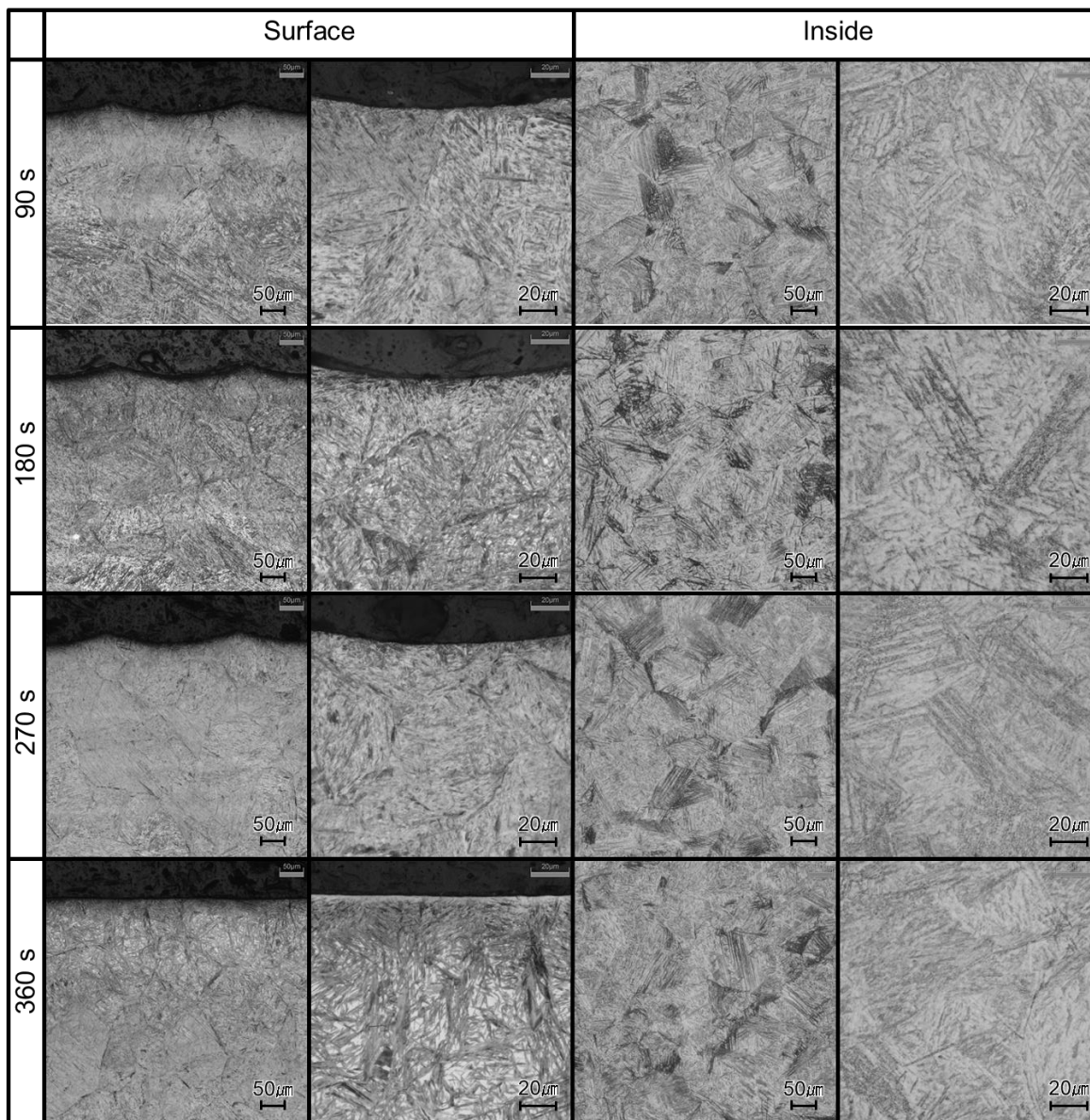


Fig. 2-20 Microstructure of carburized at 1573 K 10 vol% CH₄.

ここで、試料断面におけるナイトル腐食組織と硬さ推移曲線を比較した。1473 K を Fig. 2-21, 1523 K を Fig. 2-22 および 1573 K を Fig. 2-23 にそれぞれ示す。

Fig. 2-21 の 1473 K において 5% CH₄ の表面はマルテンサイト組織とごくわずかに残留オーステナイトが認められ、10% CH₄ では表面に多くの残留オーステナイトが観察された。また、硬さ推移曲線の表面付近において残留オーステナイトの影響である硬さの低下がみられ⁽²⁹⁾、特に 10% CH₄ では組織との相関が顕著であった。

一方、Fig. 2-23 に示す 1573 K では Fig. 21 に示す 1473 K に比べて同様の傾向はあるが残留オーステナイト量が小さかった。これは、後述する炭素濃度測定結果に示すように 1573 K の試料の方が 1473 K の試料より炭素濃度が低くマルテンサイト変態完了温度(M_f点)が高いためである⁽³⁰⁾。なお、焼入れ時の冷媒温度は 293 K であり、焼入れ後の試料温度が 293 K 以下とならないよう管理したためマルテンサイト変態の進行はほぼない。

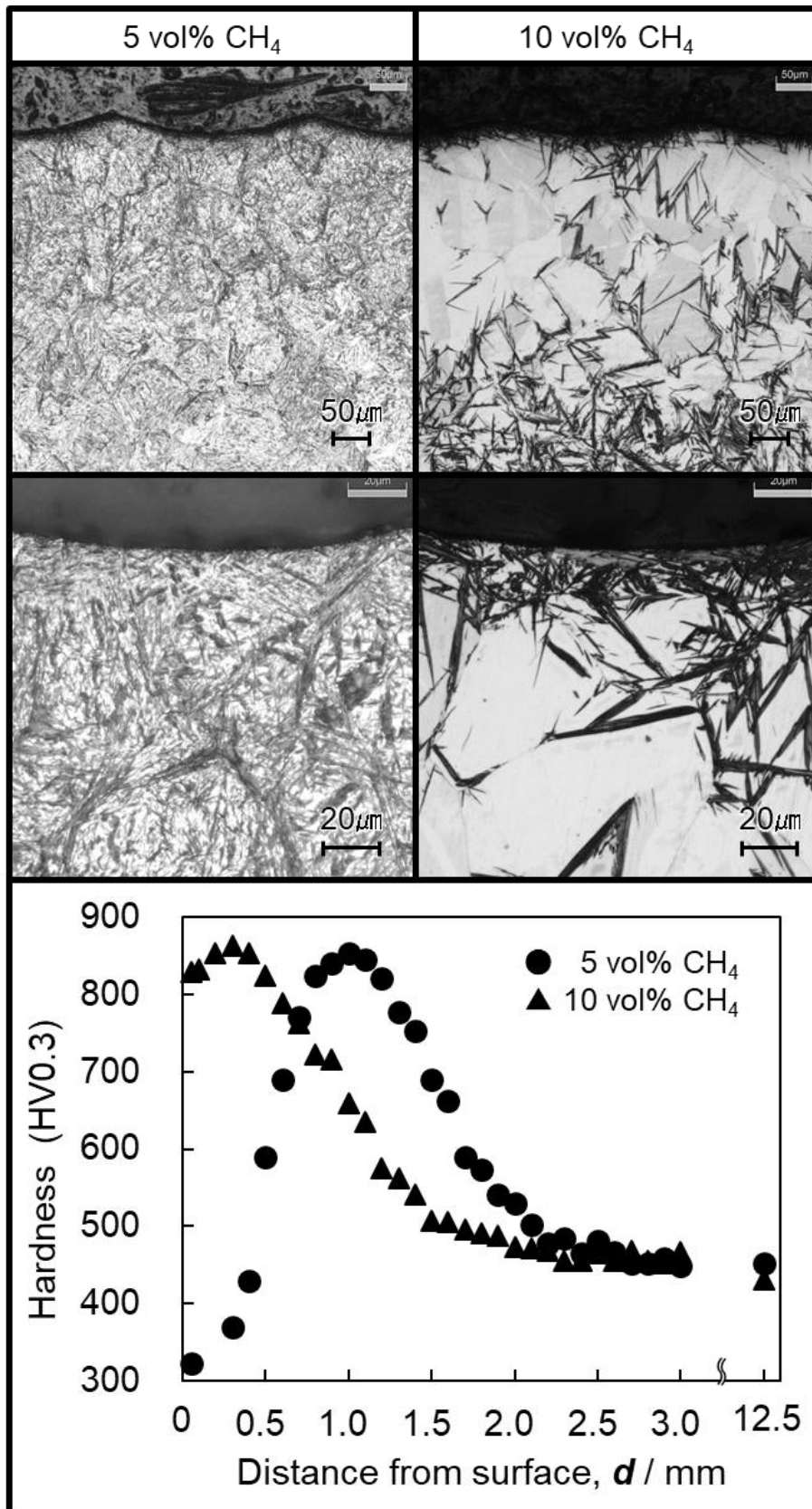


Fig. 2-21 Cross-sectional microstructure and hardness profiles after carburizing at 1473 K for 3600 s quenching.

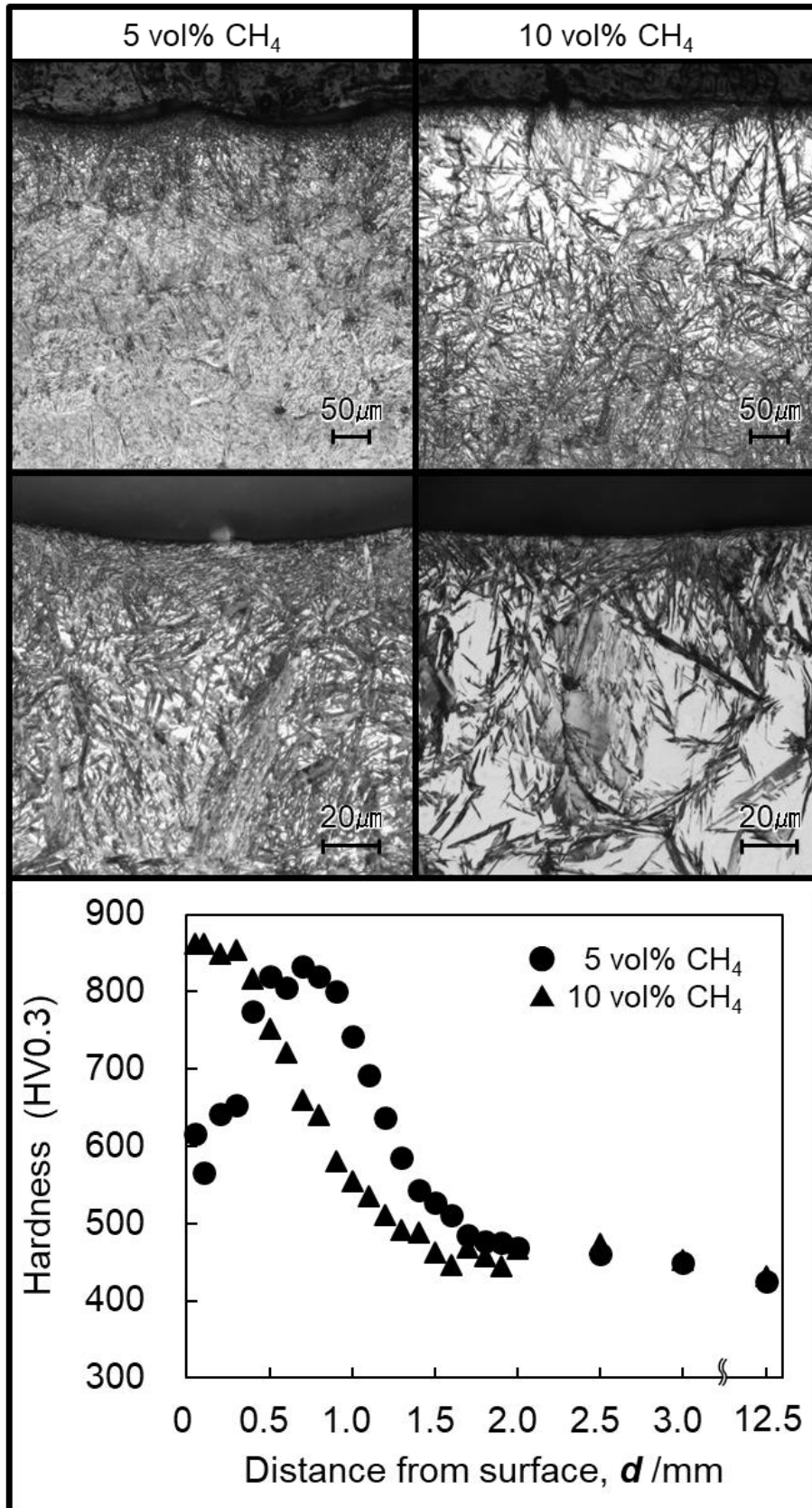


Fig. 2-22 Cross-sectional microstructure and hardness profiles after carburizing at 1523 K for 1440 s and quenching.

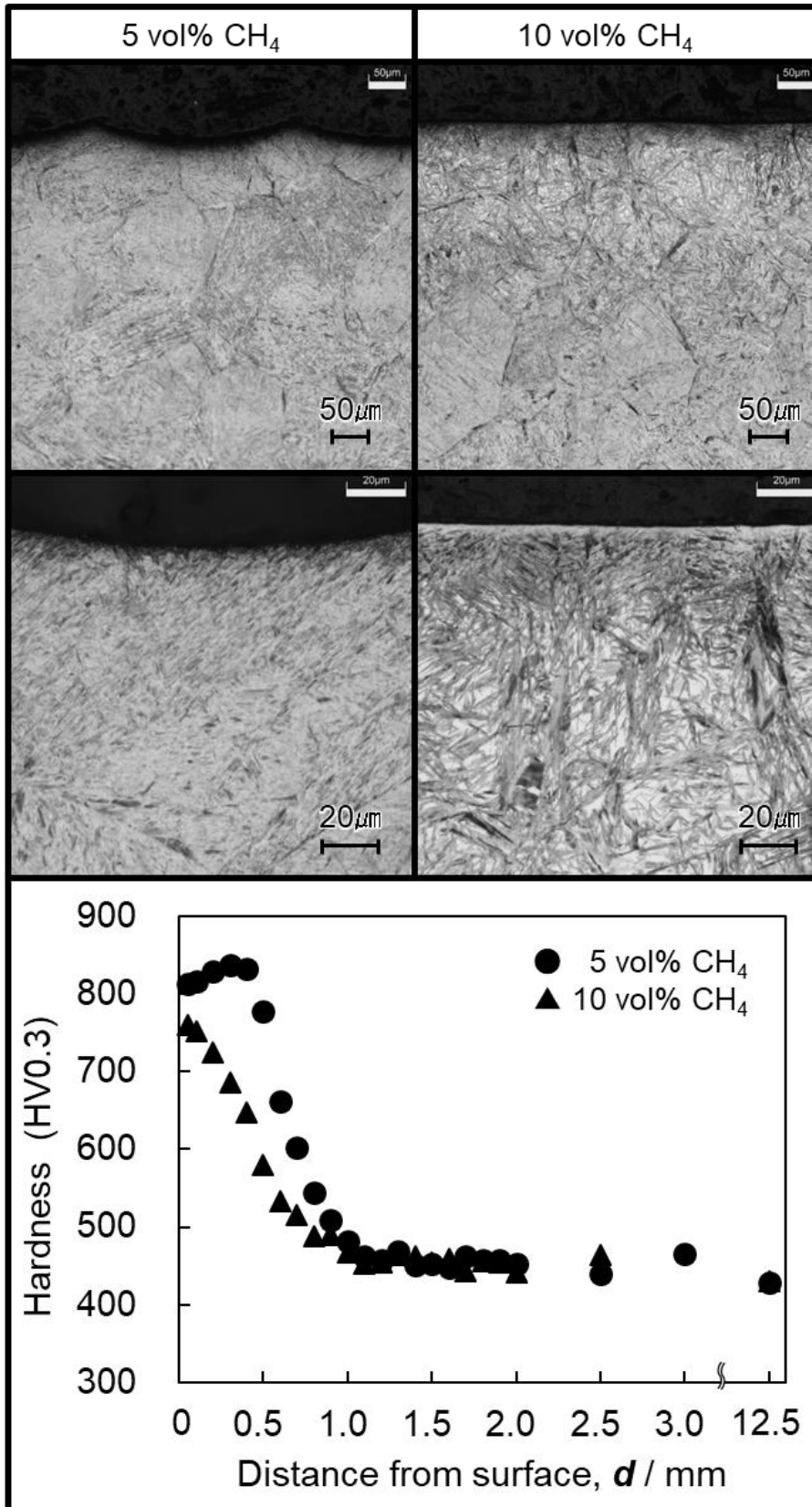


Fig. 2-23 Cross-sectional microstructure and hardness profiles after carburizing at 1573 K for 360 s and quenching.

2.3.2 表面炭素濃度

2.3.1 熱処理性状の調査で、表面付近において残留オーステナイトの影響と考えられる硬さの低下がみられた⁽²⁹⁾。このことから、熔融した試料表面の炭素濃度が高くなっていることが考えられる。本実験では 1523 K の高温処理であるため、試料表面の炭素濃度が高くなることで、第 1 章 Fig. 1-7 に示す Fe-C 平衡状態図に示される固相線に到達した結果、試料の一部が熔融したと考えられる。ここで、Fe-C 系平衡状態図で、固相線炭素濃度 C_s (mass%) と温度 T (K) の関係について、(2-3)式で表されることが知られている⁽³¹⁾。

$$T = 1528.4 - 177.9 \times C_s \quad (2-3)$$

(2-3)式より本実験の浸炭温度である 1523 K における固相線炭素濃度を計算すると 1.56 mass% となった。そこで、浸炭時間の経過に伴う試料の表面炭素濃度変化を確かめるために、試料表面の炭素濃度を GD-OES 分析により求めた。Fig. 2-24 に表面炭素濃度と浸炭時間の関係を示す。その結果、5% CH₄ と 10% CH₄ の両条件において、表面炭素濃度は浸炭時間の経過とともに上昇していることがわかり、熔融していた 10% CH₄ の条件における表面炭素濃度は、1080 s 試料では 1.07 mass%、1440 s 試料では 1.21 mass% であった。この結果をみると、少なくとも 1.07 mass% で固相線に相当する濃度に到達していたことになるが、実験で得られた熔融した試料の表面炭素濃度は、計算で得られた固相線炭素濃度に比べて低い値を示した。この差の原因として、所定時間の浸炭が完了した後、焼入れを実施するまでの放冷している際に、鋼中の炭素が内部へ拡散することによって表面炭素濃度が低下したことが考えられる。また、今回試料に用いた SCM420 の材料に含まれる合金元素による影響として、フェライト形成元素である Cr や Mo によって固相線が低炭素濃度側にシフトすることなどがあげられる⁽³²⁾。

このように、外乱要因はあるものの、表面炭素濃度が時間の経過とともに増加していることから、完全に拡散律速となっていないことがわかる。このことは、表面における化学反応として、CH₄ の分解反応が寄与していることを示唆する。石神らの CH₄ を用いた真空浸炭の研究⁽¹⁷⁾においても、表面炭素濃度が飽和するまでの浸炭初期の段階では、表面炭素濃度が上昇する実験結果が得られており、鋼表面での化学反応の影響としている。また、鋼中における炭素の拡散については濃度依存性を有し、浸炭の程度

を計算する際には、濃度が高くなるほど拡散係数が大きくなることを考慮する必要性があると結論づけている。ここで、あらためて Fig. 2-12 の全硬化層深さと時間の関係をみると、全硬化層深さは、同じ浸炭時間において表面炭素濃度が高くなる 10% CH₄の方が高くなっており、これは炭素の拡散において濃度依存の影響によって炭素の拡散距離が大きくなっていると考えられる。ただし、本研究の条件範囲において、便宜上の浸炭深さを見積もる際には、Harris の実験式⁽¹⁹⁾に基づいた予測が可能であると考えられる。

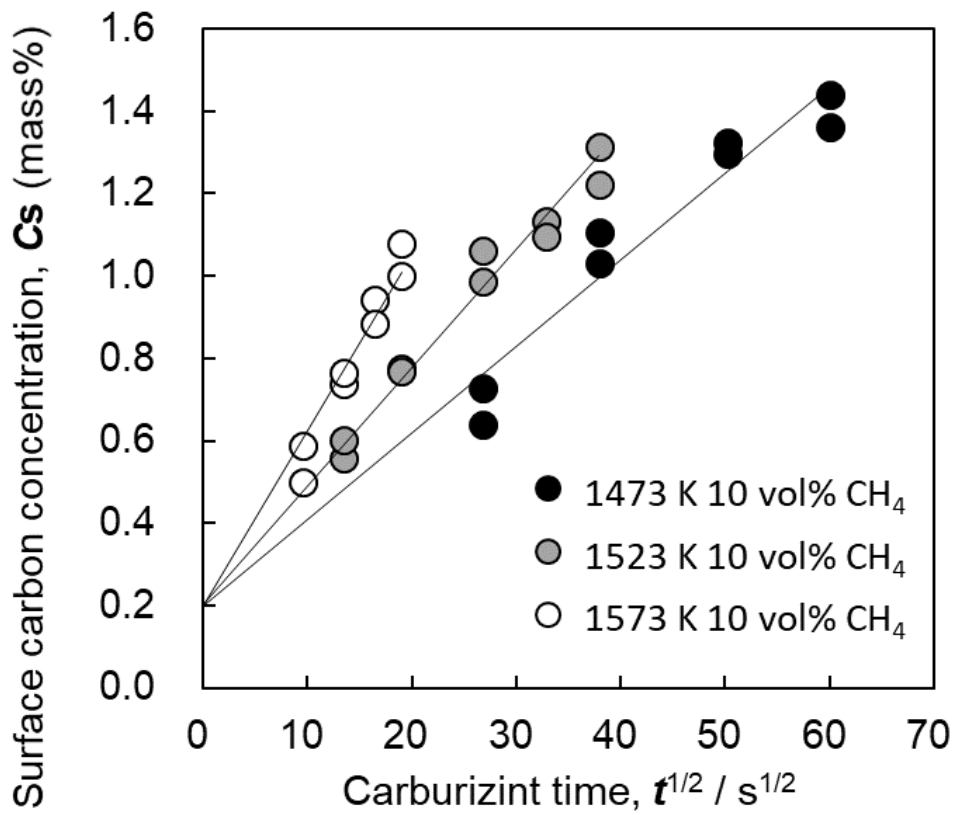
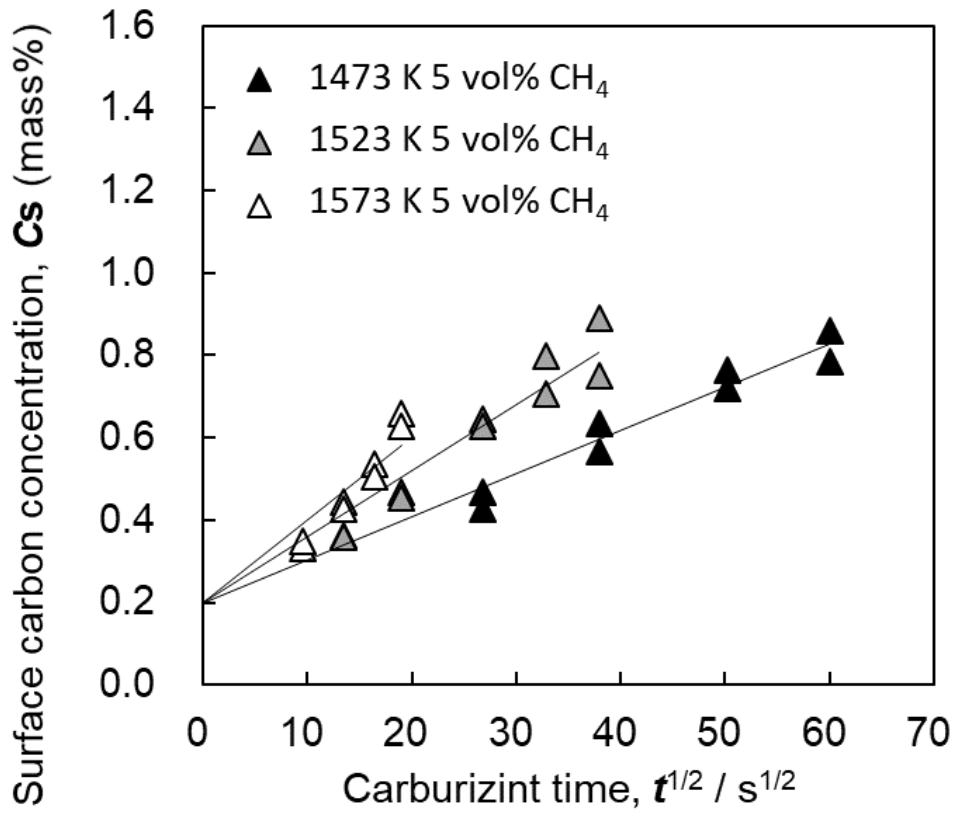


Fig. 2-24 Relationship between surface carbon concentration and carburizing time.

2.3.3 質量変化量への影響

(1) 重量変化量による評価

浸炭によって試料表面からの炭素が侵入する量に関して調査を行った。熱処理の前後における試料 1 個の重量について電子天秤を用いて測定し、その差分である重量の変化量より簡易的に求めた。重量の変化量によって評価するため、浸炭中のスーティングによる煤の付着がある場合や、焼入れ時のポリマー水溶液の付着などの影響が考えられるが、処理前後においてエタノールによる脱脂洗浄を実施することで、その外乱を排除し評価した。

炭素侵入量の浸炭時間による変化を Fig. 2-25 に示す。いずれの処理温度およびガス濃度においても両者の間には原点を通る直線関係が認められた。共晶温度以上における浸炭によって炭素は浸炭時間の経過にともない、一定の速度で試料表面から侵入していることがわかった。また、10 vol% CH₄ では各温度の長時間条件において、特に 1523 K-10 vol% CH₄ においては 1080 s および 1440 s で試料の一部が溶融していたが、炭素侵入量の時間変化傾向はみられなかった。上記手法により傾向は確認できた。しかし、試料 1 個全体に対する重量変化で見ているため試料内のばらつきも含んでいることが考えられ、浸炭の程度を知るための簡便な手法としての活用は可能であるが詳細な検討には懸念が残ることになる。

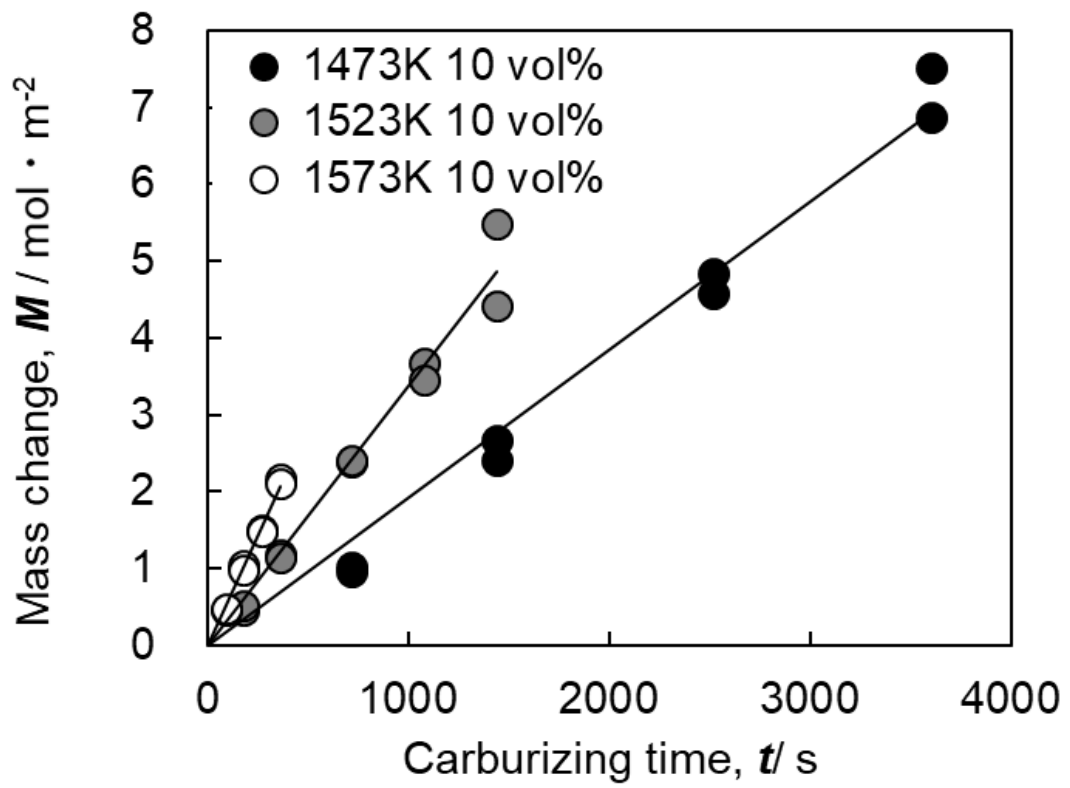
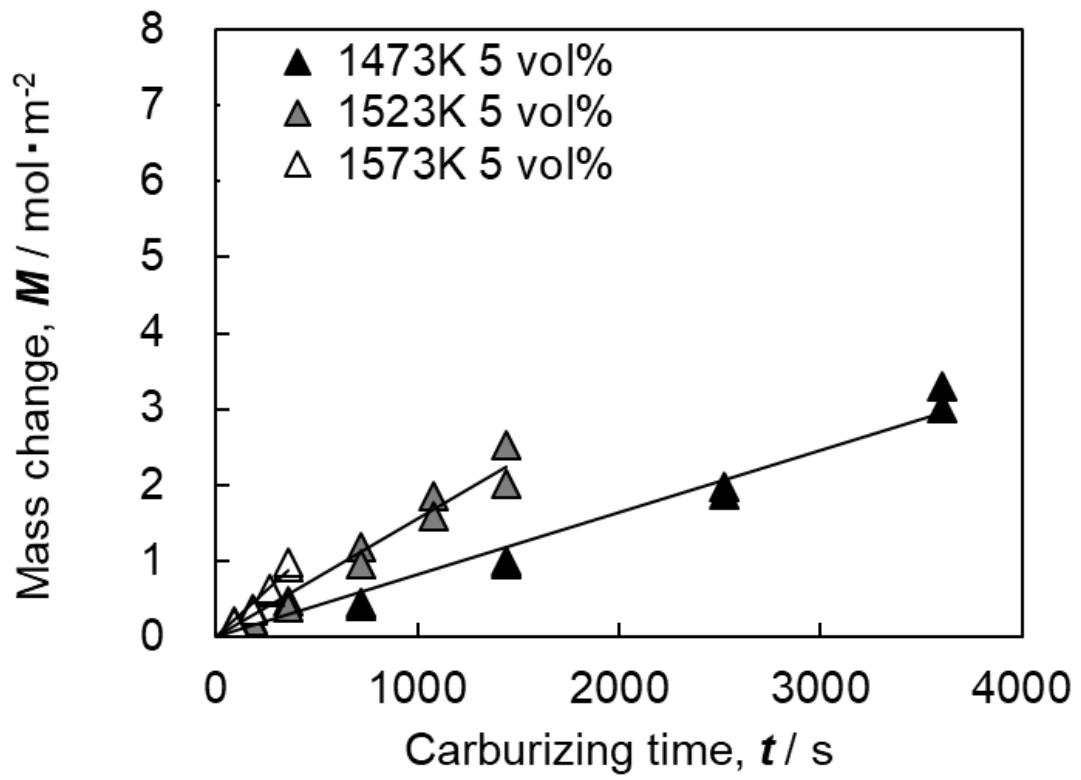


Fig. 2-25 Time change of carbon penetration amount obtained from mass change.

(2) 炭素元素分析による評価

ここで、あらためてミクロ的な視点に立ち浸炭による炭素侵入量の詳細な分析を目的に、試料断面において EPMA を用いた炭素元素の線分析を実施した。分析にあたっては試料断面をアセトンにて脱脂洗浄し分析の外乱を除去した。各処理条件における試料表面から内部にかけて炭素元素の定量分析をした結果として、5% CH₄ について Fig. 2-26 および 10% CH₄ について Fig. 2-27 に示す。

先述の硬さ推移曲線と同様に処理時間の経過に従って浸炭層が成長している、また試料表面付近の炭素濃度は時間の経過にともなって増加していることが確認できた。

線分析結果を用いて Table 2-1 で示した試料母材の炭素濃度である 0.20 mass%からの増加分を求めることで、単位面積当たりの炭素侵入量 M (mol・m⁻²)を各条件について調べた。結果を Fig. 2-28 に示す。Fig. 2-25 に示す重量による評価と同様の結果が得られ、各処理温度における炭素侵入量 M は、原点を通り浸炭時間に比例して増加しており、炭素が一定の速度で侵入していることが確認できた。また、炭素侵入量は、浸炭温度が高いほど、CH₄ ガス濃度が高いほど多くなることがわかった。共晶温度以下において、例えば真空浸炭では固溶炭素濃度が A_{cm} 線に到達するとセメンタイトが析出し鋼中の炭素拡散が律速となり炭素の侵入が小さくなる⁽³³⁾が、本研究では溶融した 10% CH₄ の試料においても炭素侵入量 M の時間依存性に変化はなかった。

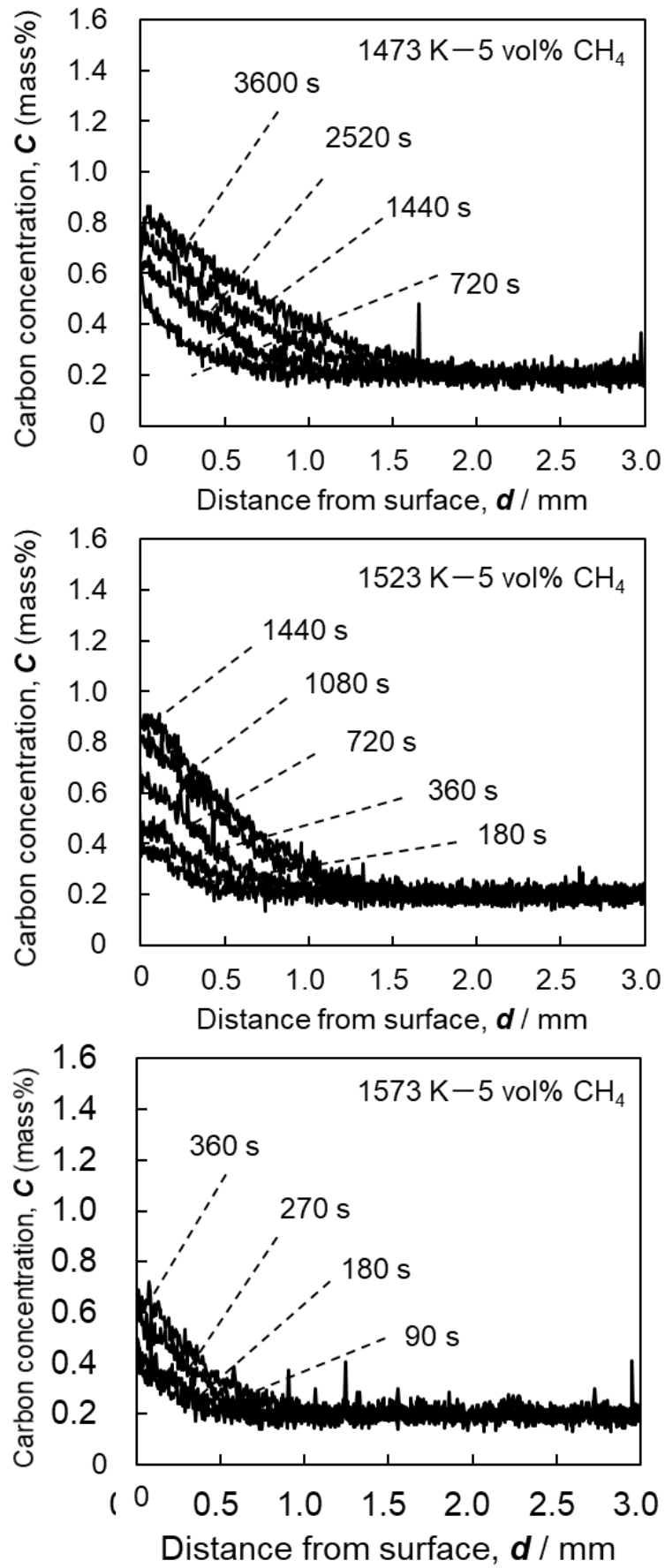


Fig. 2-26 Carbon concentration profile at 5 vol%CH₄.

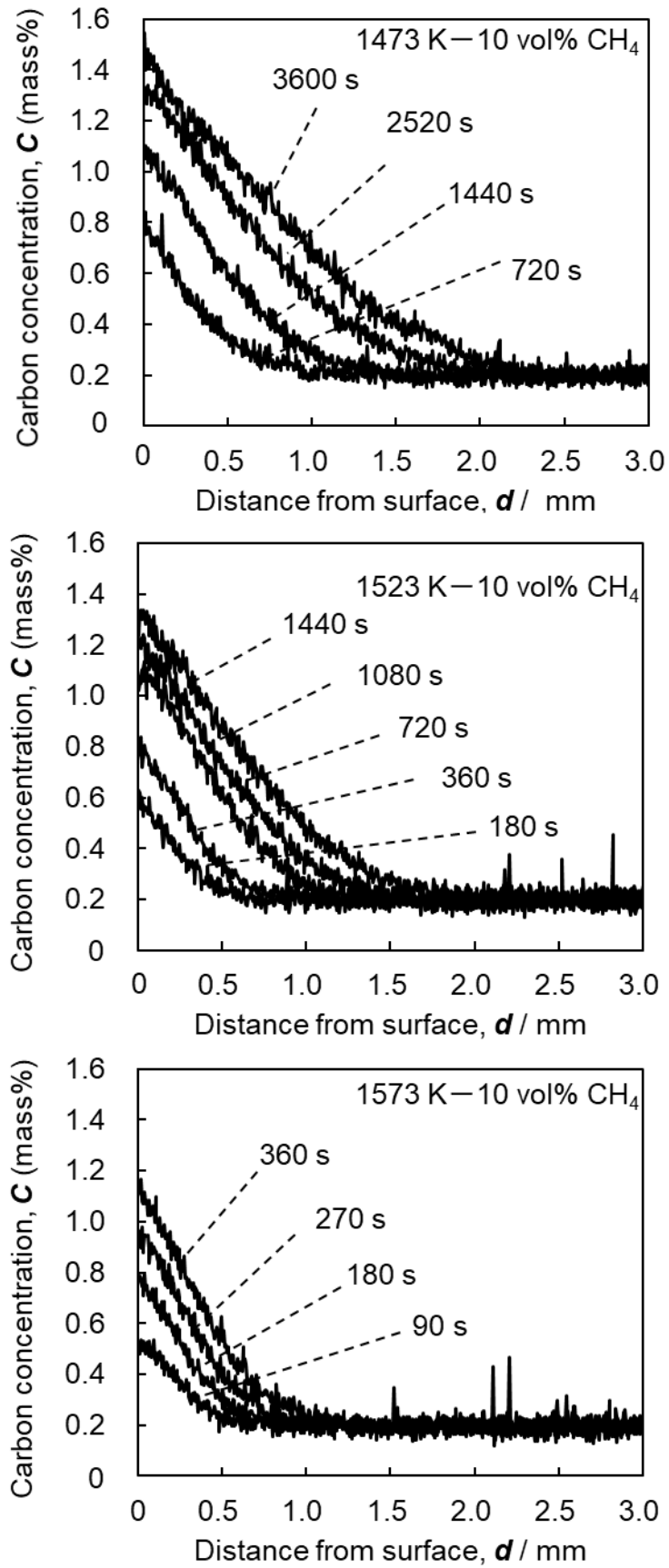


Fig. 2-27 Carbon concentration profile at 10 vol%CH₄.

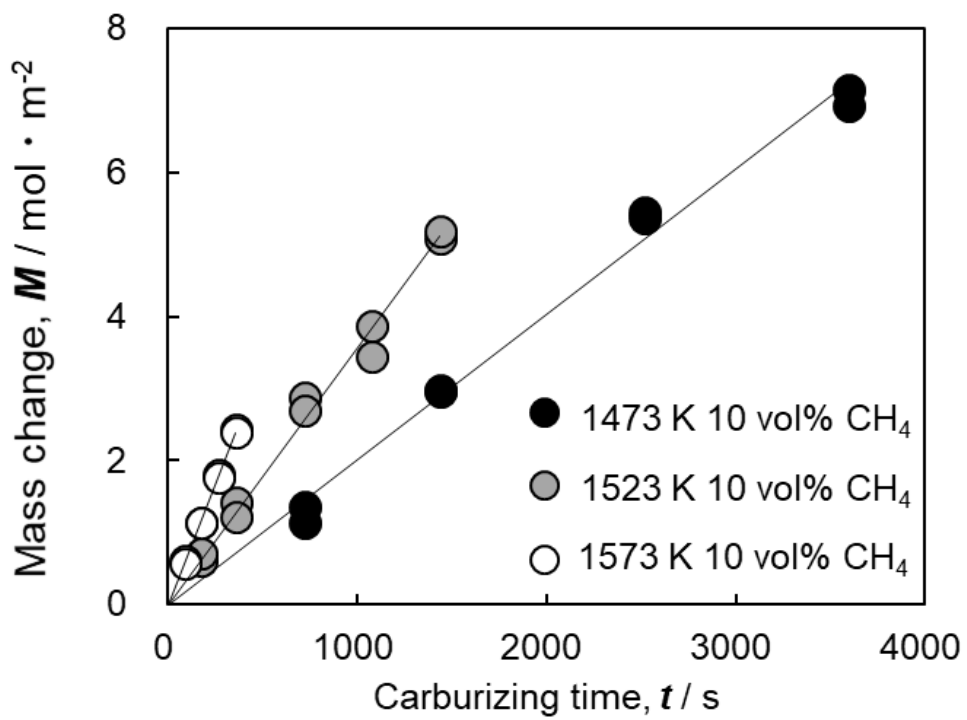
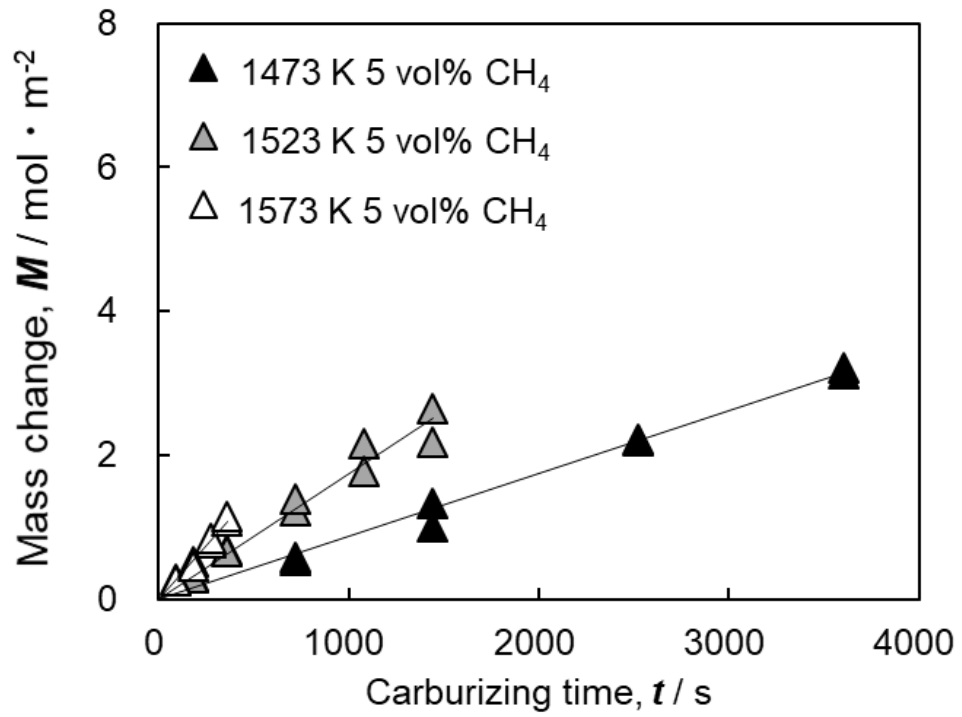


Fig. 2-28 Time change of carbon penetration obtained from carbon concentration profile.

2.3.4 炭素侵入速度について

前項で使用した炭素侵入量の値を用いて、各処理条件における単位時間当たりの炭素侵入量として炭素侵入速度を求めその時間変化をみた。その結果を Fig. 2-29 に示す。各温度条件における炭素侵入速度は時間に対して一定であった。

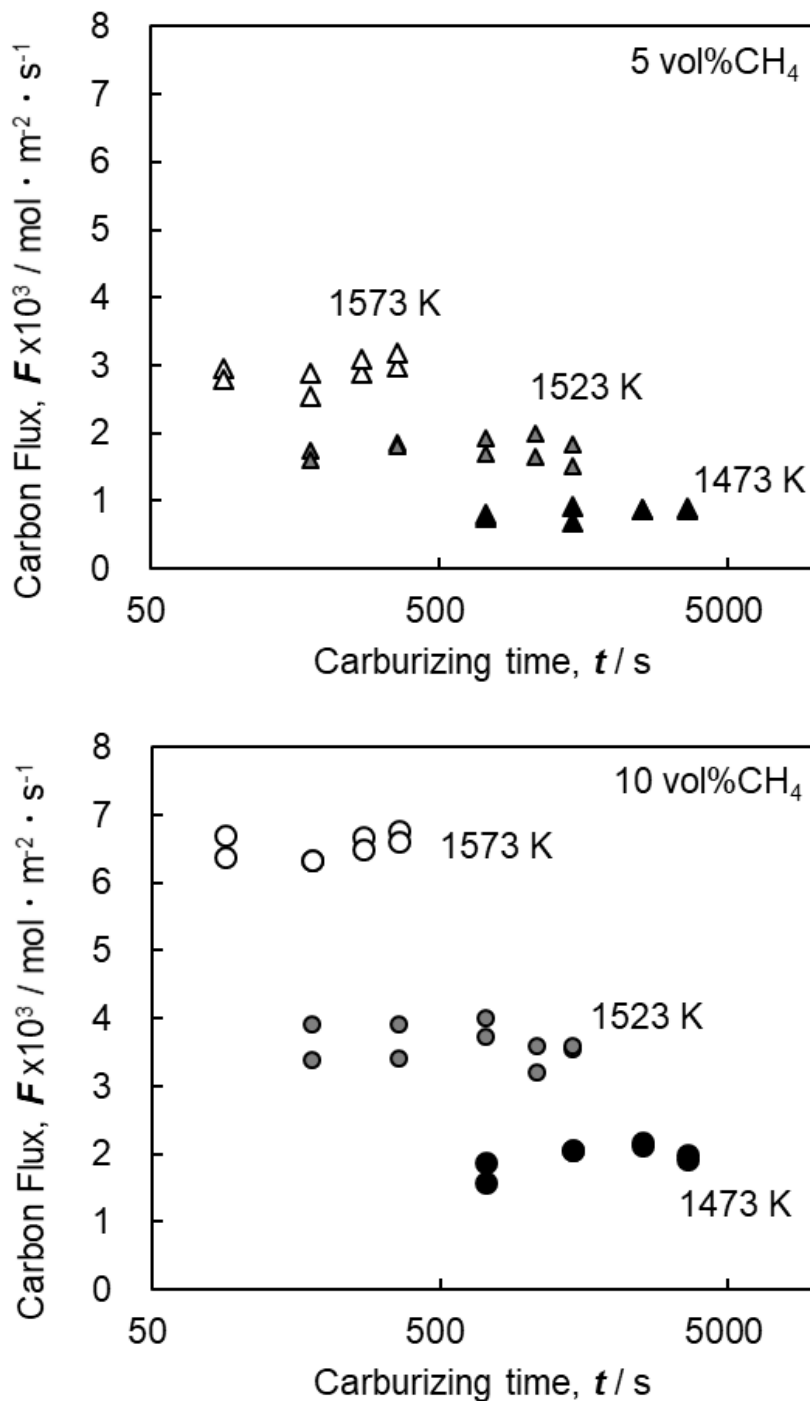


Fig. 2-29 Relationship between carbon flux and carburizing time under each conditions.

つぎに、炭素侵入速度の温度依存性を調査した。Fig. 2-30 に炭素侵入速度 F と浸炭時間の関係を示す。その結果、炭素侵入速度は処理温度に対し指数関数的な増加傾向であり、炭素侵入速度は CH_4 ガス濃度の大きい方が高かった。各温度と CH_4 ガス濃度毎の炭素侵入速度の平均値を Table 2-4 に示す。5% CH_4 の場合、1473 K は $0.84 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 、1523 K は $1.77 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 、1573 K は $2.92 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ であった。また 10% CH_4 の場合、1473 K は $1.97 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 、1523 K は $3.63 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 、1573 K は $6.54 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ となった。炭素侵入速度 F は各浸炭温度において外乱の影響はあるが CH_4 ガス濃度に対しておよそ比例していることがわかった。これは、浸炭処理中の試料表面近傍における、浸炭に寄与する CH_4 の分圧による影響である⁽³⁴⁾。これらの結果から、炭素侵入速度は鋼中における炭素の拡散には律速されず、鋼表面近傍における化学反応に影響されている可能性が高いと考えられる⁽³³⁾。

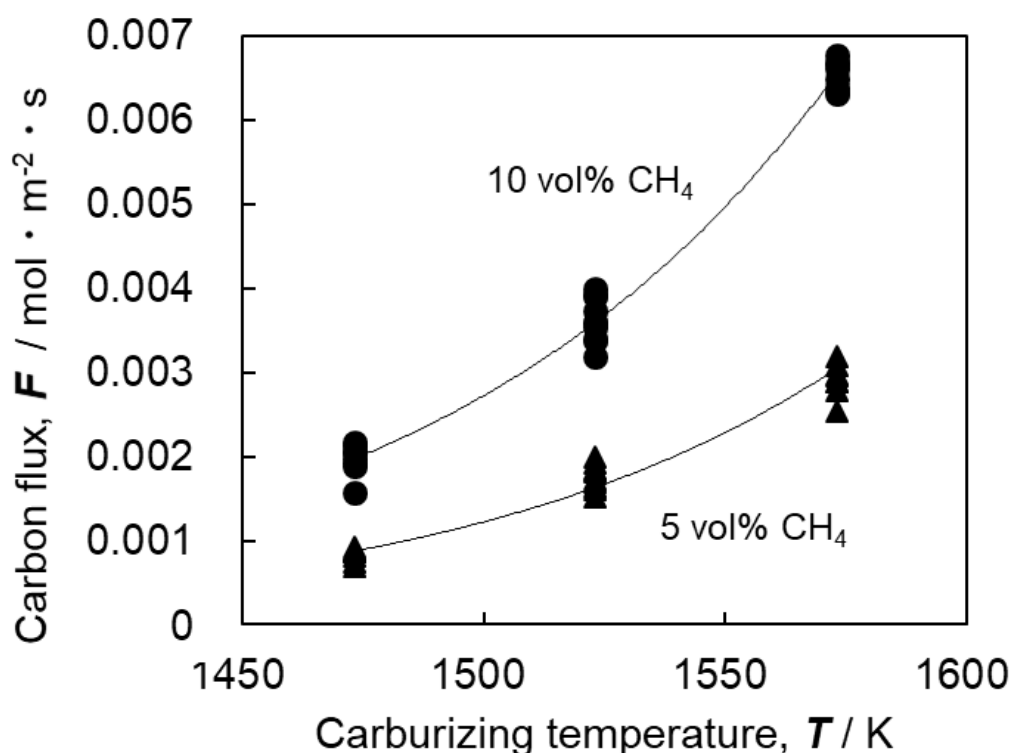


Fig. 2-30 Relationship among carbon flux, carburizing temperature and CH_4 concentration carburized at 1473 K, 1523 K and 1573 K.

Table 2-4 Carbon flux at each carburizing temperatures.

Carburizing temperature, T /K	Carbon flux, $F \times 10^{-3} / \text{mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$	
	5 vol% CH_4	10 vol% CH_4
1473	0.84	1.97
1523	1.77	3.63
1573	2.92	6.54

ここで、あらためて試料表面の溶融現象と固溶炭素濃度の関係について検討した。溶融は、浸炭時間の経過とともに試料表面の炭素濃度が上昇し、固相線に到達した試料の一部が溶融したと考えられる。また、Fig. 1-7 に示した Fe-C 系状態図より共晶温度以上の範囲では処理温度が高くなるほど固相線炭素濃度が小さくなり、オーステナイト相に溶融なく固溶できる炭素濃度が低くなる⁽³⁵⁾ことから、処理温度が高いほど溶融した表面炭素濃度 C_s が低くなる傾向について結果に矛盾はない。

2.3.5 炭素侵入メカニズム

(1) アレニウスの式

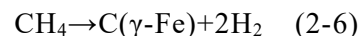
超高速浸炭における浸炭反応として炭素侵入速度 F が浸炭温度 T と CH_4 ガス濃度に影響されることがわかった。工業的活用をするためにはそのパラメータの影響を検討する必要がある。そこで、反応速度定数を炭素侵入速度 F として活性化エネルギー $E_a(\text{J} \cdot \text{mol}^{-1})$ 、温度 $T(\text{K})$ 、気体定数 $R(\text{J} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{mol}^{-1})$ 、頻度因子 A とするとアレニウスの(2-4)式を用いて示すことができ、対数を取ると(2-5)式となる。

$$F = A \cdot e^{\left(-\frac{E_a}{RT}\right)} \quad (2-4)$$

$$\ln F = -\frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T} + \ln A \quad (2-5)$$

(2) 活性化エネルギー

(2-5)式を用いて炭素侵入速度と温度の関係を示すと Fig. 2-31 となる。各 CH_4 ガス濃度における直線の傾きから求めた活性化エネルギーは、5% CH_4 では $241.2 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ 、10% CH_4 では $230.6 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ と見積もられた。超高速浸炭処理は誘導加熱による試料直接加熱で、導入ガスは窒素と CH_4 の混合ガスである。浸炭反応に寄与し得る化学反応は CH_4 ガスの分解反応⁽³⁶⁾である(2-6)式である。



Grabke による表面反応の速度論に関する鉄箔を用いた先行研究によって $\gamma\text{-Fe}$ における CH_4 ガスの分解反応に対する活性化エネルギーは $230.1 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ ⁽³⁷⁾との報告があり、本研究で得られた超高速浸炭処理の炭素侵入速度における活性化エネルギーと良い一致が認められた。このことから、超高速浸炭処理は CH_4 のガス分解反応における律速段階に支配され炭素が鋼中に侵入し、鋼中で拡散していくことが明らかとなった。すなわち、工業的活用を検討する際に CH_4 ガスの分解反応に着目することが重要であることがわかった。

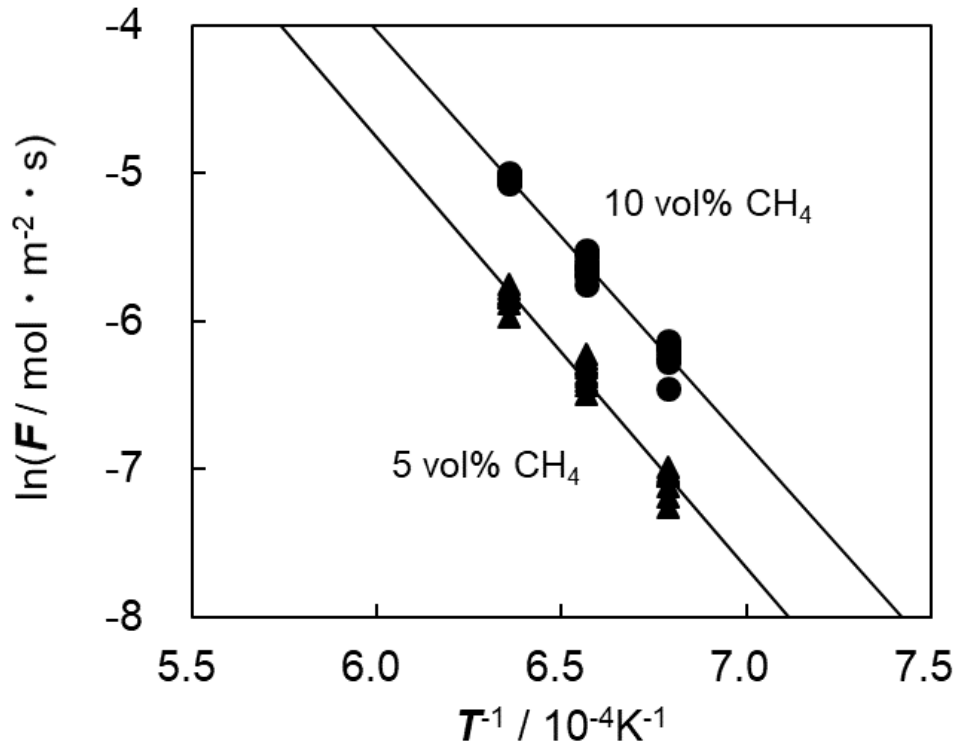


Fig. 2-31 Dependence of carbon flux on carburizing temperature.

以上の結果から，共晶温度以上の超高速浸炭処理を用いた処理時間の短縮効果は，従来の一般的な浸炭温度である 1203 K に比べて 1573 K の処理時間が 4%程度に短縮可能であると示された。これにより，製造時において熱処理前後に配置される加工工程にもよるがインライン化の可能性が示唆された。また，炭素侵入特性の処理温度依存性から，超高速浸炭処理は CH_4 ガスの分解反応に律速され炭素が侵入するメカニズムが明らかとなった。

2.4 結言

共晶温度以上における超高速浸炭を用いた炭素侵入特性に対する処理温度の影響として 1473 K~1573 K の範囲を調べた結果、以下のことがわかった。

- (1) 硬さ試験により全硬化層深さを評価した結果、Harris の実験式にもとづく放物線則に従い、CH₄ ガス濃度による炭素侵入量に違いがあり、また固溶炭素濃度による影響で拡散律速ではないが、本実験条件範囲においては浸炭深さの見積もりが可能である。
- (2) 浸炭処理時間について従来ガス浸炭で一般に用いる 1203 K の処理に対して、本実験で最も低い処理温度である 1473 K において約 8%に短縮でき、最も高い 1573 K においては約 4%の処理時間に短縮できることを確認した。これは、浸炭処理において長時間処理がネックとなり熱処理のインライン化が困難であったことに対し、インライン化の可能性を示唆した。
- (3) EPMA による炭素元素の線分析結果から、炭素侵入量 M は時間に比例し増加、処理温度および CH₄ ガス濃度が高いほど増加し、ガス濃度に比例する。
- (4) 炭素侵入速度 F は浸炭温度 T に対して指数関数的な増加傾向を示し、試料の一部が溶融する場合であっても炭素侵入速度は変化しない。炭素侵入速度 F は 1473 K で $0.84 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 、1523 K で $1.77 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 、1573 K で $2.92 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ であった。また、10% CH₄ の場合、1473 K は $1.97 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 、1523 K は $3.63 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 、1573 K は $6.54 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ となり、CH₄ ガス濃度におおよそ比例する。
- (5) 炭素侵入速度 F を用い活性化エネルギーを見積もった結果、5% CH₄ のとき 241.2 kJ · mol⁻¹、10% CH₄ では 230.6 kJ · mol⁻¹ と見積られ、CH₄ のガス分解の活性化エネルギーが 230.1 kJ · mol⁻¹ であることから、超高速浸炭の浸炭反応は CH₄ ガスの分解反応に律速され炭素が鋼中に侵入することがわかった。

第 2 章の参考文献

- (1) 田中辰実：電気製鋼, **84** (2013) 123-128.
- (2) 井上圭介：電気製鋼, **90** (2019) 79-86.
- (3) 大林巧治：特殊鋼, **68** (2019) 19-23.
- (4) 岡田一晃, 大林巧治, 戸高義一, 足立 望：鉄と鋼, **105** (2019) 837-846.
- (5) 奥宮正洋：熱処理, **61** (2021) 224-226.
- (6) 杉本 剛：熱処理, **62** (2022) 4-9.
- (7) A. Losinskaya, D. Golovin and I. Bataev : Mechanics Mater., **698** (2015) 360-363.
- (8) T. Hirata, T. Yamaguchi, Y. Yokoyama and H. Hoshino : Mater. Lett., **280** (2020) 128586.
- (9) T. Yamaguchi and H. Hagino : JLMN-Journal of Laser Micro/Nanoengineering, **12** (2017) 184-188 .
- (10) H. Mustafa, M. Feinaeugle and G. R. B. E. Römer : Lasers in Manufacturing Conference, (2021) 1-10.
- (11) 山本亮介, 戸田一寿：第 84 回日本熱処理技術協会講演大会講演概要集, (2017)51-52.
- (12) 岡本 崇, 松原 周, 戸田一寿：第 84 回日本熱処理技術協会講演大会講演概要集, (2017)53-54.
- (13) H. Mohrbacher : Adv. Manuf., **4** (2016) 105-114.
- (14) K.A. Alogab, D.K. Matlock, J.G. Speer and H.J. Kleebe : ISIJ Int., **47** (2007) 1034-1041.
- (15) 西川元裕, 平岡和彦：山陽特殊製鋼技報, **14** (2007) 42-49.
- (16) 瓜田龍実, 並木邦夫, 飲久保知人：電気製鋼, **59** (1988) 33-41.
- (17) 石神逸男, 辻 新次, 浦谷文博, 綱沢栄二：日本金属学会誌, **50** (1986) 845-851.
- (18) 牧野総一郎, 稲垣昌英, 池畑秀哲, 田中浩司, 井上弘之, 稲垣功二：鉄と鋼, **105** (2019) 30-37.
- (19) E. F. Harris: Metal Progr., **44** (1943)265.
- (20) (社) 日本熱処理技術協会 編：熱処理技術便覧, 日刊工業新聞社 (2000) 142
- (21) S. J. Lee, D. K. Matlock and C. J. Van-Tyne : Scr. Mater., **64** (2011) 805-808.
- (22) J. Ågren : Scr. Metall., **20** (1986)1507-1510.
- (23) G. G. Tibbetts: J. Appl. Phys., **51** (1980) 4813-4816.

- (24) K. D. Jones and G. Krauss : Heat Treatment '79, (1980) 188-193.
- (25) C. Wells, W. Batz and R. F. Mehl : Trans. AIME, **188** (1950) 533-560.
- (26) 藤堂尚二, 末野秀和, 今高秀樹 : 新日鉄住金技報, **406** (2016) 13-18
- (27) 福谷がず彦, 梅津健司, 伊藤健郎, 磯部高範, 北原忠幸, 島田隆一 : 電気学会論文誌 D, **130** (2010) 1131-1138.
- (28) 内藤武志: 浸炭焼入れの実際 第2版, 日刊工業新聞社, (1999) 94.
- (29) X. X. An, Y. Tian, H. J. Wang and Z. D. Wang : Mater. Technology, **54** (2020) 551-558.
- (30) 牧 正志 : まてりあ, **54** (2015) 557-563.
- (31) 田中 良平 : 鉄と鋼, **53** (1967) 1586-1604.
- (32) (社)日本熱処理技術協会: 熱処理技術便覧, 日刊工業新聞社, (2000) 63-65.
- (33) 石神逸男, 辻 新次, 浦谷文博, 綱沢栄二 : 熱処理, **28** (1988) 171-176.
- (34) J. H. Kaspersma and R. H. Shay : Metall. Trans., **13B** (1982) 267-273.
- (35) (社)日本熱処理技術協会, 日本金属熱処理工業会 編 : 熱処理技術入門, 大河出版 (2004) 3.
- (36) 奥宮正洋, 恒川好樹, 新美 格, 浜田政彦 : 日本金属学会誌, **55** (1991) 981-985.
- (37) H. J. Grabke : Arch. Eisenhuettenwes, **46** (1975) 75-81.

第3章 肌焼鋼を用いた超高速浸炭時の炭素濃度分布予測手法の検討

3.1 緒言

動力伝達部品に不可欠な浸炭焼入れ処理は、電動化によるモビリティや部品の変革はあっても必要不可欠な表面改質処理の1つである。また、カーボンニュートラル社会にむけた新しい処理方法の提案が必要である。そこで種々ある機械部品への適用も見据え、浸炭のインライン化をねらい共晶温度以上で処理する超高速浸炭技術について検討した。新たな浸炭手法を確立するためには、浸炭の手法により異なる浸炭機構の解明が必要であり、第2章において炭素侵入特性に関して処理雰囲気や処理温度の影響について調査し超高速浸炭における浸炭反応メカニズムを解明した。

昨今の我が国においては少子高齢化の影響により労働者人口が減少しており、高齢者や女性の活躍さらには外国人労働者への期待が高まっている。しかし、熱処理加工や熱処理装置をよく知る熟練技術者・作業者の引退によって技能・技術の伝承が困難となってきており、これを解決することは熱処理分野にとって大きな課題である。熱処理装置を工場へ導入するにあたり、熱処理の生産準備が実施され、「熱処理条件の設定」が行われる。この工程は機械機能部品の品質規格を満足できるように実施され管理する上で非常に重要な項目であり、スキルを持った熟練の熱処理担当者により成り立っている。熱処理現場において手順や要領が標準化されていることも重要なファクターであるが、熟練技術者・作業者がカギを握っているのが現状である⁽¹⁾。

熟練者不足の背景と熱処理条件設定の重要性の背景から、今後実用的かつ効率的な浸炭処理条件を検討するにあたって、浸炭品質の予測手法の提案は重要な課題である。しかし、超高速浸炭技術においては前例がない処理のためこれまでの経験やノウハウがほとんどない。試行錯誤の上に成り立つ熱処理条件のデータベース化では膨大な手間と時間を要するため予測手法の確立は必須である。ガス浸炭⁽²⁾や真空浸炭(減圧浸炭)についての種々報告がある⁽³⁾⁻⁽⁵⁾。しかし、超高速浸炭技術は前例がない処理のためこれまでの経験やノウハウがほとんどない。そこで、超高速浸炭メカニズムをもとにした鋼中の炭素濃度分布の予測手法について検討する。

3.2 炭素の侵入および鋼中の炭素拡散モデルの検討

3.2.1 浸炭反応モデル

ガス浸炭と超高速浸炭に関して概要を比較したものを Fig. 3-1 に示す。ガス浸炭と超高速浸炭とでは浸炭のメカニズムが異なる。ガス浸炭ではキャリアガスとして CO が主反応となる Fig. 3-1 中に示すブードア反応によって炭素が鋼に侵入する平衡反応である。雰囲気ガスと平衡になった時の鋼表面における炭素濃度をカーボンポテンシャルとよび、浸炭焼入れ時の重要な設定パラメーターである。任意に設定したカーボンポテンシャルによって鋼表面の炭素濃度が決定され、鋼中で炭素が内部へ拡散する⁽⁶⁾。一方、超高速浸炭では Fig. 3-1 中に示す CH₄ ガスの分解反応に律速され炭素が鋼に侵入することを第 2 章で明らかにした。浸炭による鋼に対する炭素侵入速度は CH₄ ガス濃度に比例し、処理温度により指数関数的挙動を示す。鋼表面から侵入した炭素は内部へ拡散する。

	Gas carburizing	Ultra rapid carburizing
Carburizing gas	CO	CH ₄
Control	Carbon potential control	Gas flow control
Reaction	$\text{Fe} + 2\text{CO} \rightleftharpoons \text{C}(\gamma\text{-Fe}) + \text{CO}_2$	$\text{CH}_4 \rightarrow \text{C}(\gamma\text{-Fe}) + 2\text{H}_2$
model figure		

Fig. 3-1 Comparison of gas carburizing and ultra rapid carburizing.

3.2.2 予測モデルの検討

鋼中の炭素濃度の予測をするためには、浸炭によって起こる鋼表面および鋼中における炭素原子の挙動について定量的に扱う必要がある。今回の場合、鋼表面から侵入する炭素の侵入量および鋼中の炭素拡散を検討しモデルを検討した。

第2章において、試料断面のEPMAによる炭素元素の定量分析結果から求めた炭素侵入速度 F ($\text{mol} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$) は、浸炭温度 T (K) を関数とする(3-1)式で与えられる。また、鋼中の炭素の拡散については(3-2)式のFickの第2法則に従い内部へ拡散していくと考えられる。ここで、炭素濃度 C (mass%)、時間 t (s)、表面からの距離 x (m)、炭素拡散係数 D_c ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) である。

$$F = 4.04 \times 10^{-11} e^{(1.20 \times 10^{-2} \cdot T)} \quad \dots \quad (3-1)$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} D_c \frac{\partial C}{\partial x} \quad \dots \quad (3-2)$$

上記の考えに基づいて炭素濃度の予測計算方法として差分法を用いた検討を行った。Fig. 3-2 は計算方法について図式化したものである。鋼表面から内部にかけて 0.05 mm の間隔で計算のセルを設けている。鋼中の炭素拡散については任意の位置 n において(3-2)式を用いその前後から入出する炭素の量を計算にて求めた。最表面における炭素の入力側は、炭素侵入速度 F とした。

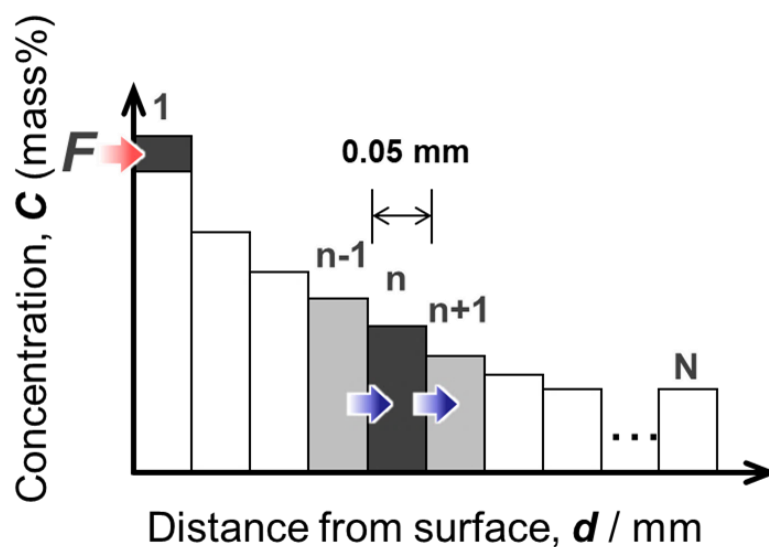


Fig. 3-2 Schematic diagram of composition grid for distribution of carbon concentration using finite difference method.

3.3 鋼中における炭素拡散係数の検討

鋼中の炭素拡散については種々の炭素拡散係数が報告されており、炭素拡散係数には炭素濃度に依存する拡散係数と依存しない拡散係数の報告例がある。

炭素濃度依存のある拡散係数については、例えば Ågren によって 1023 K~1573 K において(3-3)式⁽⁷⁾に、Tibbetts によって 1223 K において(3-4)式⁽⁸⁾に示す式の報告がある。一方、炭素濃度依存のない拡散係数については、例えば Zhang らによって 1073 K~1423 K において(3-5)式⁽⁹⁾に示す式、Murakami らによって 1486 K~1664 K において(3-6)式⁽¹⁰⁾に示す式が報告されている。このように種々ある拡散係数が報告されている。炭素拡散係数を D_c として炭素拡散係数式を示す。ここで、炭素拡散係数 D_c ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$)、温度 T (K)、気体定数 R ($\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)である。

$$D_c(T, C) = 4.53 \cdot 10^{-7} \left\{ 1 + y_c(1 - y_c) \frac{8339.9}{T} \right\} e^{\left\{ -\left(\frac{1}{T} - 2.221 \cdot 10^{-4} \right) (17767 - y_c \cdot 26436) \right\}} \dots (3-3)^{(7)}$$

ここで、侵入型格子内の炭素濃度を y_c とすると $y_c = \frac{x_c}{(1-x_c)}$ で表され、この時 x_c はモル分率を表す。

$$D_c(T, C) = 0.47 \cdot 10^4 e^{(-1.6 \cdot C)} \cdot e^{\left\{ -\left((37000 - 6600 \cdot C) \cdot \frac{1}{RT} \right) \right\}} \dots (3-4)^{(8)}$$

$$D_c(T) = 7.7 \cdot 10^{-4} \cdot e^{\left\{ -\frac{107.4}{RT} \right\}} \dots (3-5)^{(9)}$$

$$D_c(T) = 2.0 \cdot 10^{-6} \cdot e^{\left\{ -\frac{(112.0 \cdot 10^3)}{RT} \right\}} \dots (3-6)^{(10)}$$

これらの報告データについて本研究で対象となる超高速浸炭における主な処理温度として 1473 K, 1523 K および 1573 K に対して検討する。炭素拡散係数と炭素濃度について Fig. 3-3 に示す。(3-5)式および(3-6)式で示される炭素濃度依存がない拡散係数について、拡散係数は一定値となるが報告例によつての違いがみられる。また、温度が上昇するにつれその程度は大きくなる。一方、(3-3)式および(3-4)式で示される炭素濃度依存がある場合の拡散係数についても報告例により違いがみられた。特に温度が高くなるにつれ低濃度側および高濃度側で違いが大きくなることがわかつた。また、炭素拡散係数が炭素濃度の依存有無によつて約 0.5 mass%以上で乖離が大きくなることがわかつた。このことは炭素濃度の予測精度に大きく影響することを意味する。

つぎに、炭素拡散係数の炭素濃度予測値への影響を確認した。炭素侵入速度は(3-1)式を用い、(3-3)式～(3-6)式で示される各炭素拡散係数を用いた。また、表面から内部における炭素濃度の分布について(3-2)式に基づき差分法にて計算した。計算する際の熱処理条件は 1523 K – 1080 s – 10 vol% CH₄ と想定した。

計算結果を Fig. 3-4 に示す。4 つの炭素拡散係数のいずれを用いてもおおよその炭素濃度のプロファイルは同傾向を示し、(3-3)式および(3-4)式から求められる炭素濃度プロファイルはほぼ一致した。しかし、表面近傍および 0.5 mm~1.0 mm 付近において炭素濃度プロファイルには差が生じており、これが先述の炭素拡散係数における違いによるものである。

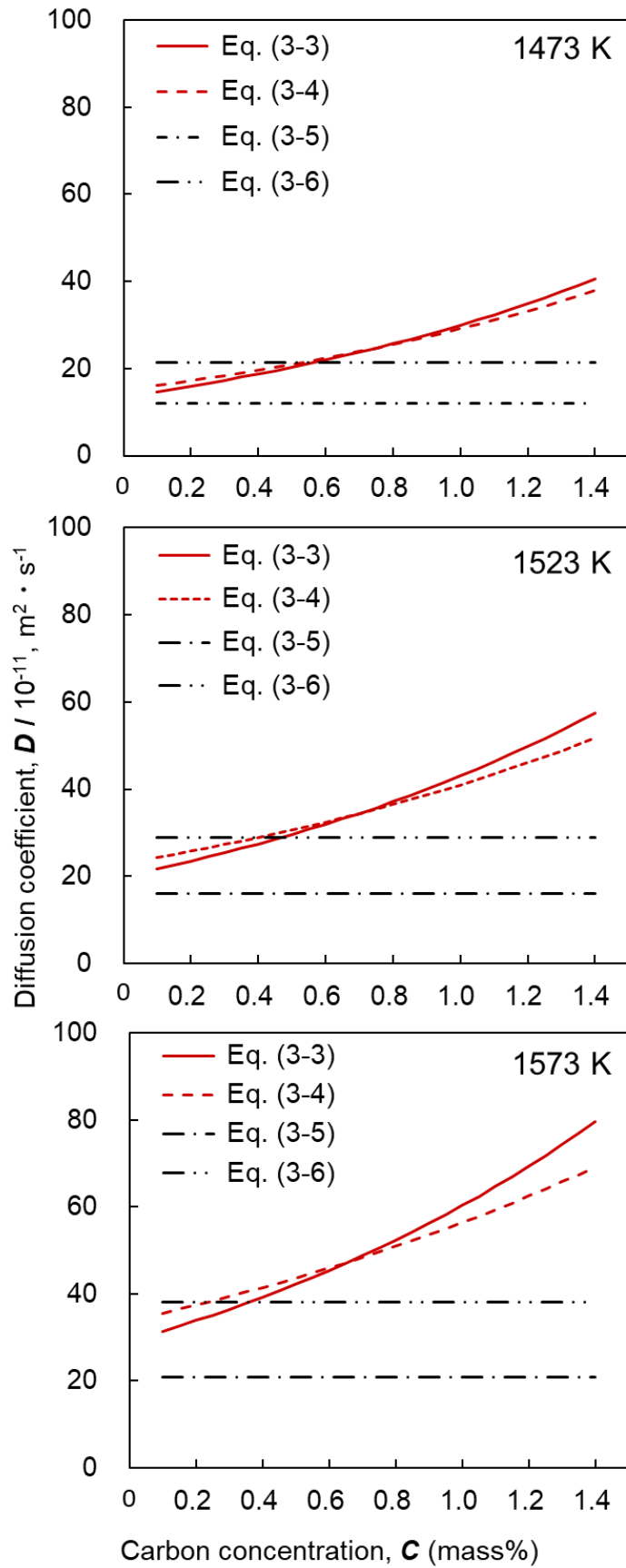


Fig. 3-3 Relationship between carbon concentration and carbon diffusion coefficients in references.

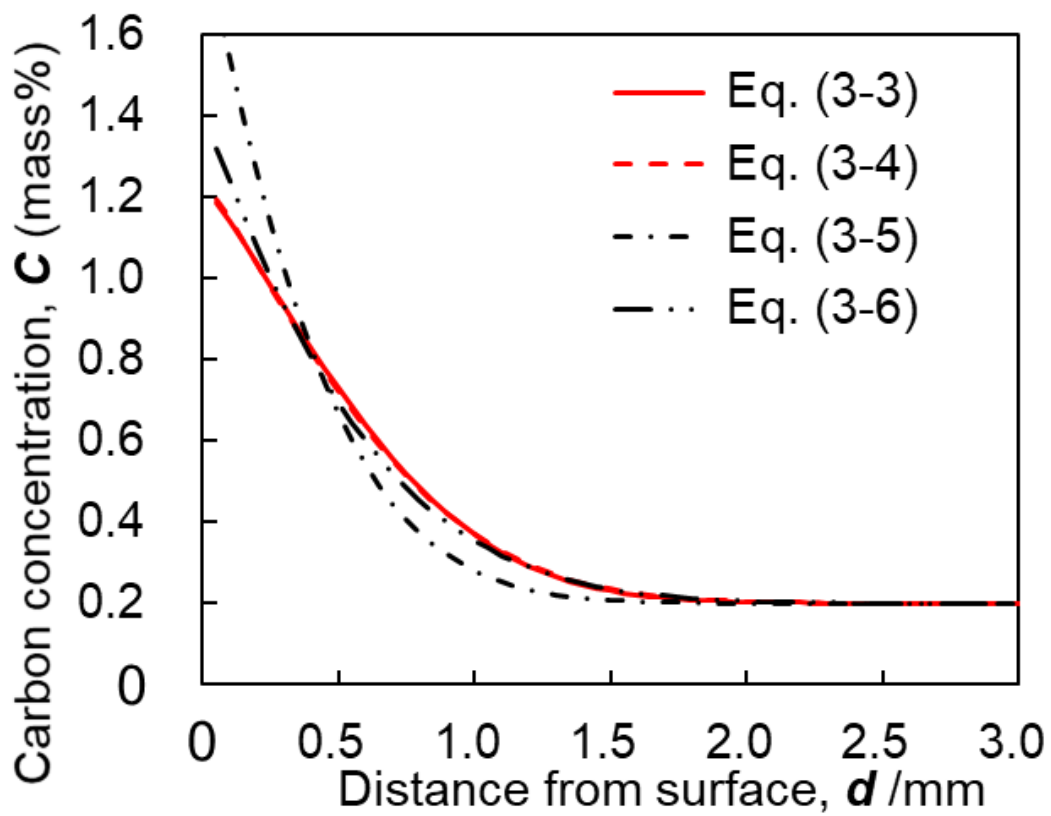


Fig. 3-4 Profiles of carbon concentration calculated using various carbon diffusion coefficients.

3.4 炭素濃度予測モデルの検証（実測値との比較）

3.4.1 炭素拡散係数の決定

炭素濃度の予測精度が良くなる炭素拡散係数について、3.3項において検討した炭素拡散係数を用いた炭素濃度の予測計算値と実測結果とのフィッティングにより決定する。試料は、第2章で用いた Fig. 2-1 に示す SCM420 のリング部品を用いた。熱処理条件は 1523 K-1080 s-10 vol% CH₄ とした。炭素濃度プロファイルを得るために、上記の熱処理条件で処理した試料について、断面をバフ研磨で鏡面仕上げを行った。その後、アセトンにて脱脂洗浄を行い、EPMA を用いて炭素元素の定量線分析を行った。これを比較する実測データとして使用した。

炭素濃度予測値と炭素元素の線分析結果との比較を Fig. 3-5 に示す。その結果、炭素濃度依存のある (3-3) および (3-4) 式の拡散係数を用いた場合に、予測計算値と実測値との間でよい一致を示した。一方、炭素濃度依存のない拡散係数である (3-5) および (3-6) 式を用いた場合、表面近傍の炭素濃度や 0.3~0.4 mass% 付近において著しく一致しない結果であった。これは、炭素濃度依存のない拡散係数を用いた予測によるものであると考えられる。Fig. 3-2 で示したように、炭素拡散係数は鋼中の炭素濃度によって変化し、炭素濃度依存のあるものと比較し、おおよそ 0.6 mass% 以上の濃度となった際に乖離が大きくなる。これによって炭素濃度依存がない場合、実際よりも炭素拡散が抑えられる形となったと考えられ、炭素濃度依存を考慮することは重要であることがわかった。また、炭素濃度依存のある場合の予測結果は同等であったことからどちらを採用してもよいと考えられる。ただし、(3-3) 式は 1023 K~1573 K における検討であり、(3-4) 式では 1223 K における検討であり、超高速浸炭の処理温度域とより近しい拡散係数としては (3-3) 式であると考えられる。これらの考察から、炭素濃度予測モデルに使用する炭素拡散係数として (3-3) 式を活用することに決定した。

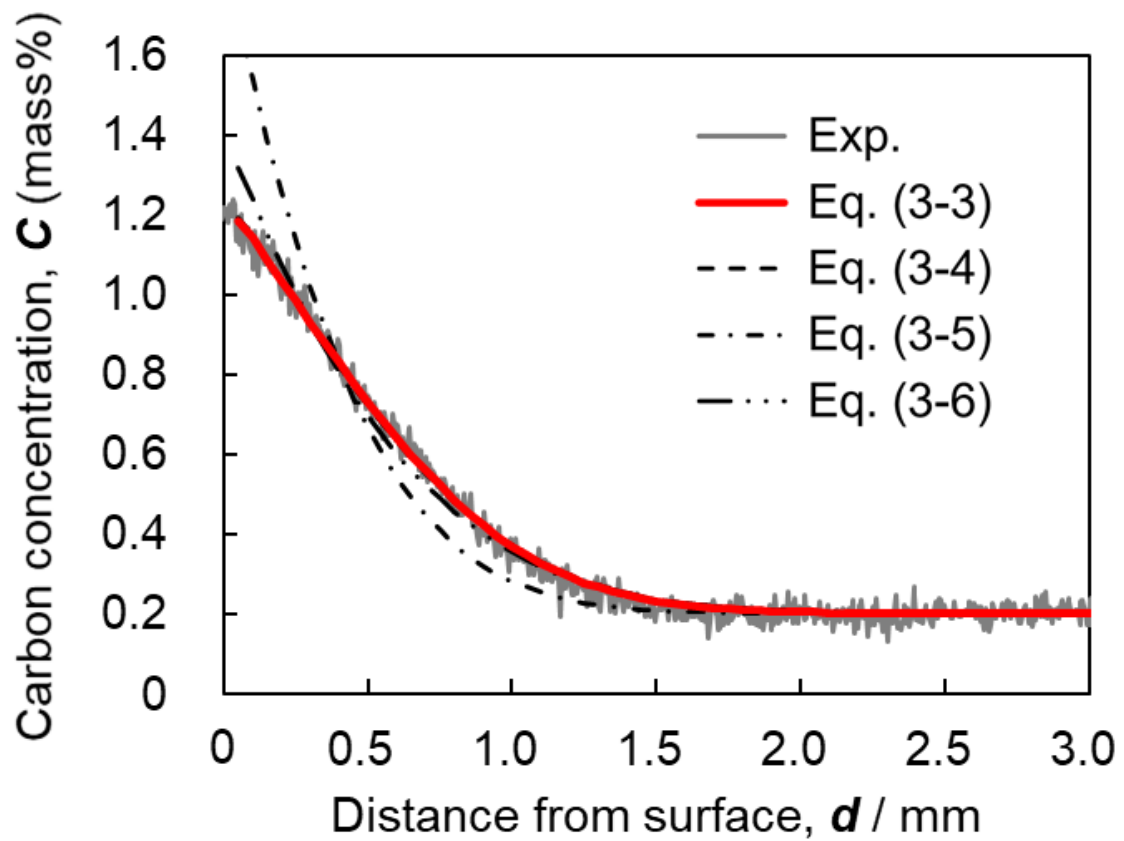


Fig. 3-5 Profiles of carbon concentration calculated using various carbon diffusion coefficients and experimental profile at 1523 K – 1080 s – 10 vol% CH₄.

3.4.2 炭素濃度予測モデルの検証

(1) 検証方法および実験条件

検証方法は、前項で確認できた(3-3)式の炭素拡散係数⁽⁷⁾を用いた炭素濃度予測モデルを用いた計算結果と合わせて比較評価を実施した。評価には浸炭処理後に焼入れした試料を用いた。処理試料に対して炭素濃度プロファイルを得るために、試料断面をバフ研磨で鏡面仕上げを行った後、EPMA を用いて炭素元素の定量線分析結果を用いた。モデルの妥当性検証に使用した浸炭処理条件は、超高速浸炭の主な処理温度である 1473 K, 1523 K および 1573 K とし、浸炭性雰囲気は 10 vol% CH₄ とした。処理条件は Table 3-1 に示す。

Table 3-1 Carburizing conditions.

Carburizing temperature, T / K	Carburizing time, t / s	CH ₄ concentration (vol%)
1473	2520, 3600	
1523	360, 1080, 1440	10
1573	180, 270	

(2) 検証結果

Fig. 3-6 に炭素元素の分析結果と、(3-3)式の拡散係数⁽⁷⁾を用いて計算した比較結果を示す。1473 K, 1523 K および 1573 K のいずれの浸炭処理温度においても表面炭素濃度および漸減状態ともに再現性がみられた。よって、本実験の処理条件範囲内において予測モデルとして十分な精度であることがわかった。浸炭処理条件を検討する場合、試行錯誤による困難な条件検討の問題に対し、解決する可能性を示唆した。

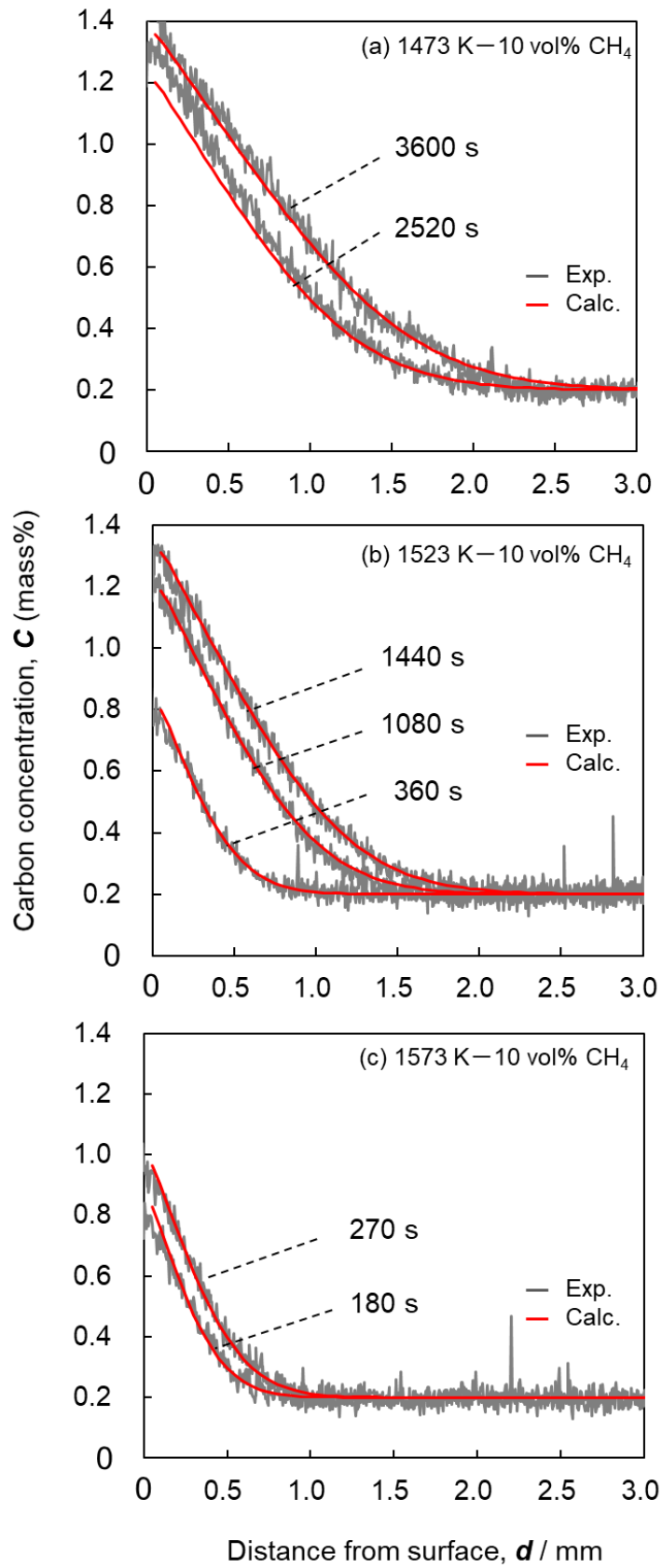


Fig. 3-6 Comparison of actual measurement and calculation of carbon concentration profile using diffusion coefficient of eq. (3-3): (a) 1473 K, (b) 1523 K and (c) 1573 K.

3.5 結言

超高速浸炭メカニズムをもとにした鋼中の炭素濃度分布の予測手法について検討した結果、以下のことがわかった。

- (1) 鋼中の炭素濃度予測をするために必要な炭素の拡散係数について種々の報告があり、炭素濃度依存の有無によって2種に分けられる。報告結果や炭素濃度依存の有無により炭素濃度予測の結果が異なる。
- (2) EPMAによる鋼中の炭素濃度プロファイル実測値との比較評価によって、Ågrenの報告にあった(3-3)式の拡散係数⁽⁷⁾を用いるとよい一致を示し、鋼中の炭素の拡散は、炭素濃度依存がある拡散係数を用いることが望ましい。

$$D_c(T, C) = 4.53 \cdot 10^{-7} \left\{ 1 + y_c (1 - y_c) \frac{8339.9}{T} \right\} e^{\left\{ -\left(\frac{1}{T} - 2.221 \cdot 10^{-4} \right) (17767 - y_c \cdot 26436) \right\}} \dots \quad (3-3)^{(7)}$$

- (3) 1473～1573 Kの浸炭処理温度範囲において、処理中の炭素侵入速度と鋼中の炭素拡散係数を考慮し、差分法を用いて計算することで炭素濃度の予測が可能である。
- (4) 浸炭処理条件を検討する場合、試行錯誤による困難な条件検討の問題に対し、解決する可能性を示唆した。

第3章の参考文献

- (1) 杉本 剛 : 熱処理, **62** (2022) 4-9.
- (2) 室賀 啓, 新美 格, 恒川好樹, 奥宮正洋: 日本金属学会誌, **52** (1988) 495-501.
- (3) S.J. Lee, D.K. Matlock and C.J. Van Tyne: ISIJ Int., **51** (2011) 1903-1911.
- (4) M. Zajusz, K. Tkacz-Śmiech and M. Danielewski: Surf. Coat. Technol., **258** (2014) 646651.
- (5) 牧野 総一郎, 稲垣昌英, 池畑秀哲, 田中浩司, 井上弘之, 稲垣 功: 鉄と鋼, **105** (2019) 30-37.
- (6) (社)日本熱処理技術協会, 日本金属熱処理工業会 編: 熱処理技術入門, 大河出版 (2004) 216-227.
- (7) J. Ågren: Scr. Metall., **20** (1986)1507-1510.
- (8) G. G. Tibbetts: J. Appl. Phys., **51** (1980) 4813-4816.
- (9) 張 興和, 高橋 礼二郎, 秋山友宏, 八木 順一郎: 鉄と鋼: **83** (1997)299-304.
- (10) T. Murakami, H. Fukuyama and K. Nagata: ISIJ Int., **41** (2001) 416-421.

第 4 章 超高速浸炭における効率的な処理条件の検討

4.1 緒言

熱処理条件設定の重要性に加えて、熟練技術者・作業者が不足となってきた背景から効率的な浸炭処理条件について実用的活用が可能になることは有意義である。これまでに、室賀らによってガス浸炭焼入れにおける炭素濃度予測に関する報告⁽¹⁾をはじめ真空浸炭においても種々の提案がなされ⁽²⁾⁻⁽⁴⁾、たとえば平松らによって 1323 K の高温処理における炭素濃度の予測手法に関する報告⁽⁵⁾があり、効率的な時間で最適な熱処理設計について検討可能とする取組みがある。

仮に超高速浸炭において最適条件の検討に関して実用性が確認・検証ができれば、例えば、熱処理中の状態をセンシングすることで熱処理品質の状態を予測の可能性や非破壊検査による品質管理の自動化の可能性を示唆することができるが、共晶温度以上で処理する超高速浸炭についての最適化検討の前例は見当たらない。

そこで、さらなる実用的な活用を見据え、実際の部品を用いた熱処理実験によって条件を検討する手法に寄らない、計算による効率化した処理条件の検討方法の確立として第 3 章で検証した炭素濃度予測モデルを用いて処理条件の最適化検討および実験による検証を行った。

4.2 最適条件の検討

4.2.1 検討諸元

最適化とは同じ浸炭品質（硬さ、有効硬化層深さ）を得るための浸炭時間が最小になることと定義した。浸炭時間は浸炭工程と拡散工程に分け、浸炭工程を t_c (s)、拡散工程を t_d (s)、処理時間の合計を t_t (s)としてこの目的変数が最小となる浸炭温度 T と CH_4 ガス濃度を求めた。計算の詳細として、浸炭工程は処理温度とガス濃度を固定とし浸炭による表面炭素濃度の上昇で固溶限に達した後に、拡散工程として表面からの炭素供給が無い設定で表面炭素濃度が目的の炭素濃度になるよう計算した。熱処理プロフィールを Fig. 4-1 に示す。

第 3 章で得られた炭素濃度予測モデルとして、(4-1)~(4-3)式を用いて目標とする熱処理品質が得られる処理条件を計算し最適解を求める。

$$F = 4.04 \times 10^{-8} e^{(1.2 \times 10^{-2} \cdot T)} \quad \dots \quad (4-1)$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} D \frac{\partial C}{\partial x} \quad \dots \quad (4-2)$$

$$D_c(T, C) = 4.53 \cdot 10^{-7} \left\{ 1 + y_c (1 - y_c) \frac{8339.9}{T} \right\} e^{\left\{ -\left(\frac{1}{T} - 2.221 \cdot 10^{-4} \right) (17767 - y_c \cdot 26436) \right\}} \quad \dots \quad (4-3)^{(6)}$$

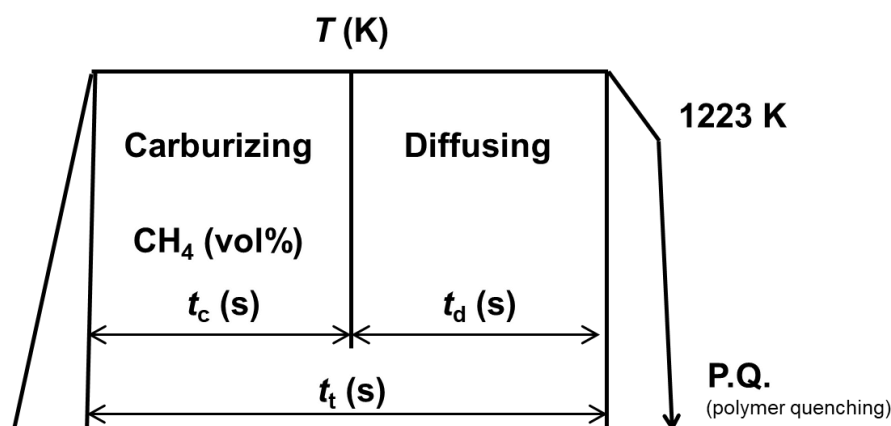


Fig. 4-1 Heat treating diagram for carburizing, diffusing and quenching.

4.2.2 処理条件の検討

試料は、第2章で用いた Fig. 2-1 に示す SCM420 のリング部品を用いた。目標とする熱処理品質について表面炭素濃度は 0.6 mass%とし、0.3 mass%となる表面からの距離を 0.8 mm とした。なお、表面炭素濃度の 0.6 mass%は鋼材が焼入れによって最高硬さが得られる炭素濃度である。また 0.3 mass% C は本実験の検証に使用する Fig. 2-1 に示す試料において第2章で評価した硬さ試験および EPMA による炭素元素の大量分析結果から有効硬化層深さの判定に用いる 550 HV となる炭素濃度であることを確認している。

計算条件は、処理温度 T については 1473 K ~1573 K の範囲で計算分解能は 10 K, CH_4 ガス濃度は 5 vol% ~15 vol%として計算分解能は 1 vol% CH_4 として計算、処理時間が最短となる処理条件を検討した。その結果を Table 4-1 に示す。各 CH_4 ガス濃度において t_c が最小となる処理温度となっている。最右列は 5 vol% CH_4 の処理条件で浸炭焼入れした際に使用する CH_4 ガス量の比を示している。Fig. 4-2 にて図式化する。

Table 4-1 Results of examination of optimum condition.

vol% CH_4	T / K	t_c / s	t_d / s	t_t / s	Ratio
5	1573	391	225	616	1
6	1573	285	278	563	0.87
7	1573	211	319	530	0.76
8	1573	156	352	508	0.64
9	1573	118	384	502	0.54
10	1563	114	402	516	0.58
11	1553	116	427	543	0.65
12	1543	122	451	573	0.75
13	1543	96	468	564	0.64
14	1533	106	490	596	0.76
15	1533	87	504	591	0.67

結果から、1573 K-9 vol% CH₄の条件において処理時間 t_t が最小となり、この時の浸炭時間 t_c は 118 s、拡散時間を t_d は 384 s、処理時間の合計 t_t は 502 s であった。また、CH₄ ガスの使用量については計算範囲に限るが 1573 K-5 vol% CH₄ に比べて、今回最適とした条件では 54 % の使用量で同じ品質が得られることがわかった。このように、処理時間の短縮化検討だけでなく省ガス効果の予測検討においても活用が可能である。以上のように、机上計算で最適な条件検討が可能であることが示された。

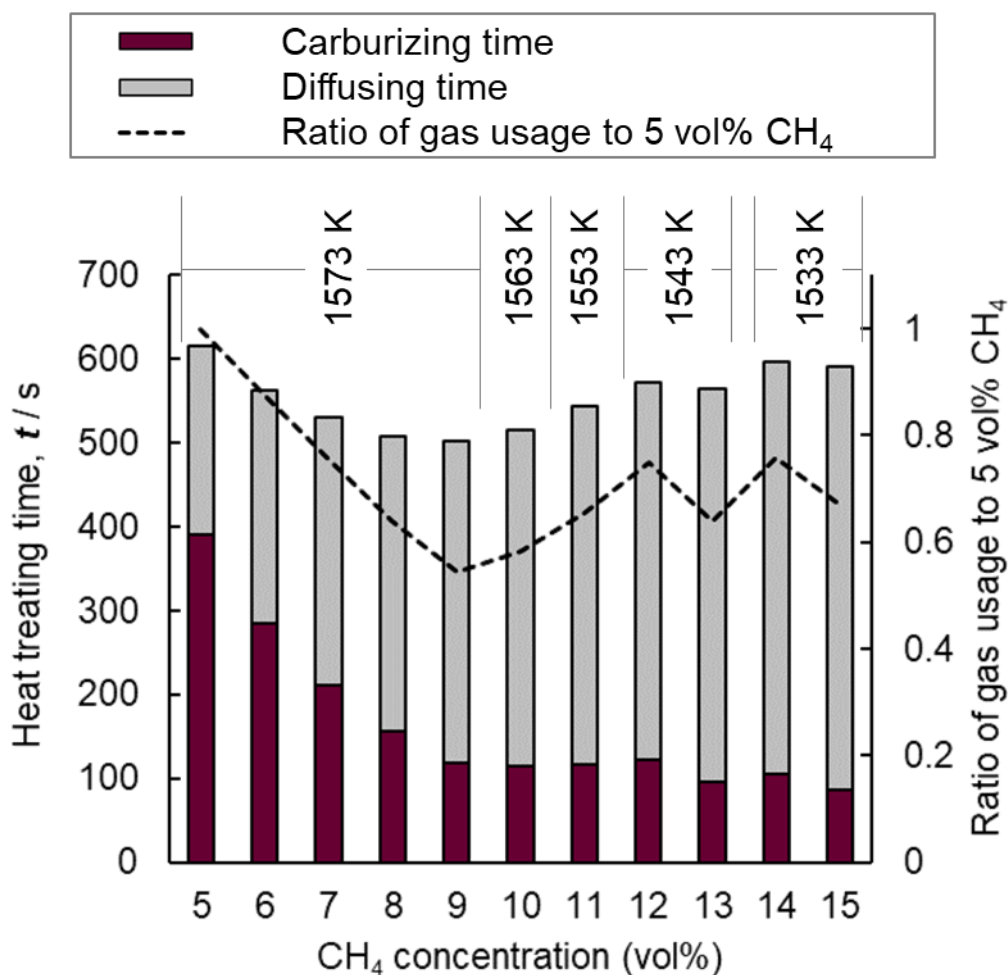


Fig. 4-2 Results of examination of optimum condition.

4.3 実験検証

つぎに、机上検討した最適条件に対する実験検証を行った。

4.3.1 実験方法

実験に用いた材料は、低炭素合金鋼 SCM420 材であり第 2 章で使用した試料と同じ外径 139 mm, 内径 89 mm, 幅 25 mm のリング形状部品であり, 表面粗さを $Ra=6.4 \mu\text{m}$ を狙い機械加工したものである。熱処理実験に用いる際には, 加工時の切削油や汚染の影響を除くためにエタノールを用いて事前に脱脂洗浄した。

熱処理は超高速浸炭焼入れ装置を用い, 熱処理条件は Fig. 4-3 に示すように試算した最適条件を与えた。冷却はポリマー水溶液を用いて焼入れた。各分析により炭素濃度予測モデルによる試算結果と比較評価により検証した。

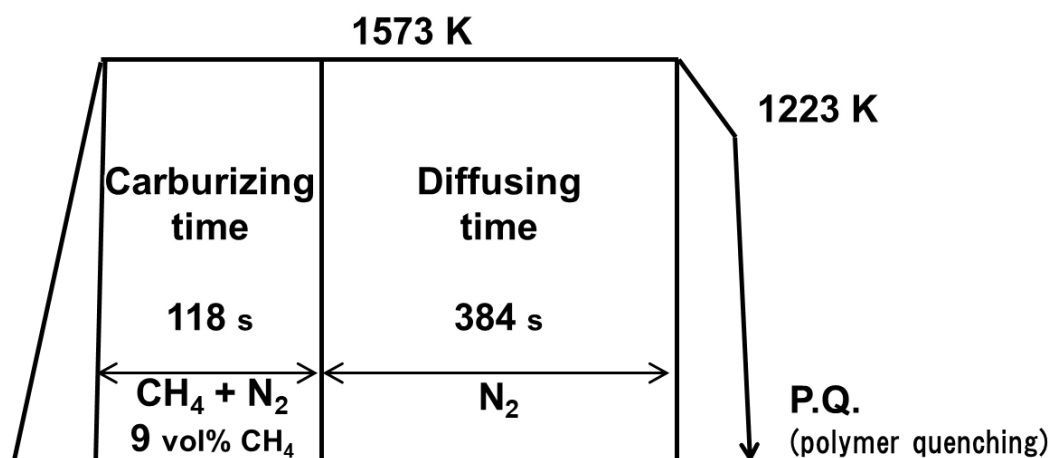


Fig. 4-3 Heat treating diagram for optimal condition.

4.3.2 分析方法

炭素濃度予測モデルによる試算結果の検証として炭素濃度プロファイルを得るために、試料断面をバフ研磨で鏡面仕上げを行い、その後アセトンにて脱脂洗浄して Fig. 2-8 に示す外径幅中央部の表面から内部にかけて EPMA を用いて炭素元素の定量線分析を行った。

また、熱処理性状の調査として、有効硬化層深さを調査するために、マイクロビッカース硬さ試験機を用いて試料断面について外径幅中央部の表面から内部にかけて硬さ試験を行った。測定荷重は 2.94 N とした。また、デジタルマイクロスコープによるマイクロ組織観察を実施した。試料は鏡面に仕上げた後、径幅中央部における表面および内部として表面から 12.5 mm の位置について、エッチング液には 3 % ナイタルを用い腐食させ組織を観察した。

4.3.3 結果

Fig. 4-4 に炭素濃度予測モデルによる試算結果と EPMA による炭素元素の定量分析結果を示す。炭素濃度プロファイルと表面および 0.8 mm 深さにおける炭素濃度において両者はほぼ一致しており炭素濃度の予測精度は良かった。また、Fig. 4-5 に示す硬さ推移曲線をみると炭素濃度プロファイルに従った硬さの傾向となった。表面から 0.05 mm 位置の硬さが 825 HV(換算値で約 65 HRC)であり、一般的なマルテンサイト組織の最高硬さが得られた。また、有効硬化層深さである 550 HV の硬さを示す表面からの距離(ECD)は 0.87 mm であり、硬さについても焼入れ性を考慮することで予測できることを示唆した。

得られた試料のマイクロ組織観察の結果を Fig. 4-6 に示す。(b)は表面部(a)の、また(d)は内部(c)の高倍率観察結果である。表面および内部においてマルテンサイト単相となっており、硬さ試験結果と合わせるとおおよそ完全焼入れされていると考えられる。

以上のように、新たな手法である超高速浸炭焼入れにおいて、炭素濃度予測モデルを活用することで最適処理条件の検討が可能であることを示した。これによって、一般的な熱処理現場において熱処理品質を担保するために労力を割き試行錯誤によって条件検討することに対して、事前の机上計算によって最適条件を導くことで検討時間の短縮と、さらに熟練技術者・作業員への依存度も抑制しながら熱処理操業を運用できることに期待ができる。ただし、検討手法の仕組化については改善の余地がある。

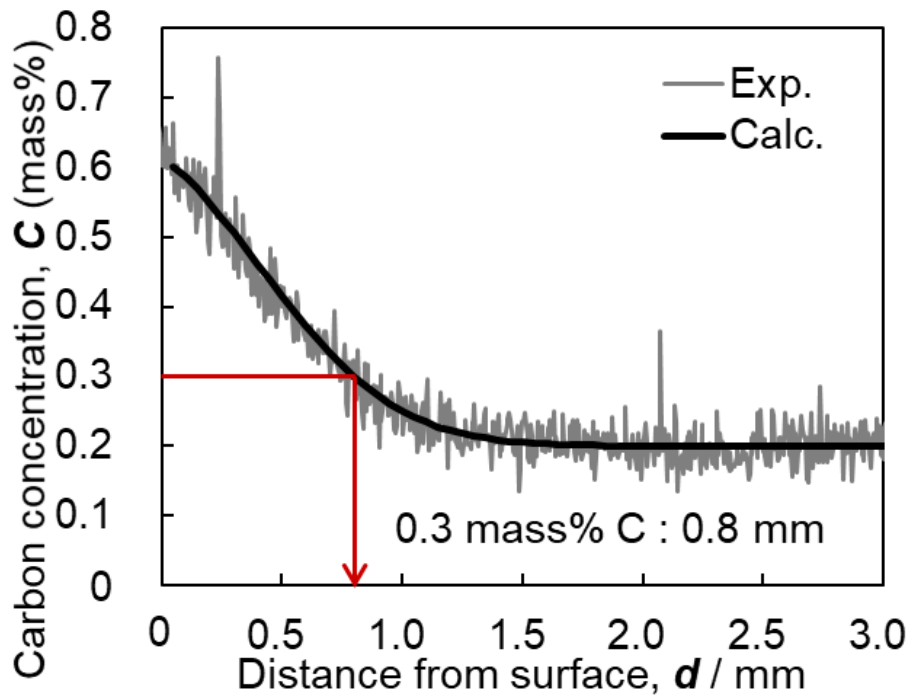


Fig. 4-4 Carbon concentration profile for optimal condition at 1523 K – t_c :118 s, t_d :384 s – 10 vol% CH₄.

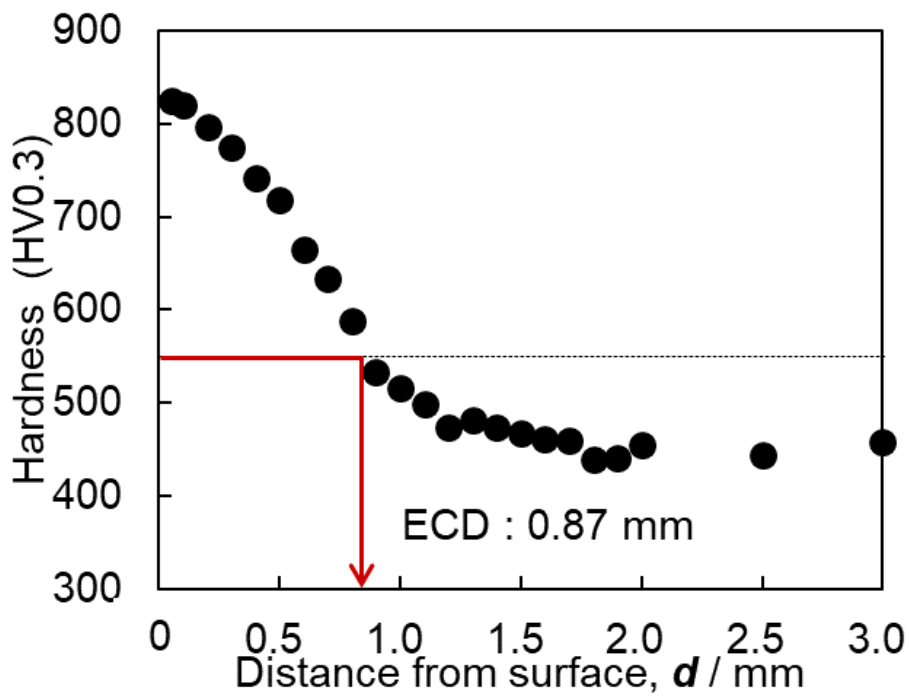


Fig. 4-5 Hardness profile for optimal condition at 1523 K – t_c :118 s, t_d :384 s – 10 vol% CH₄.

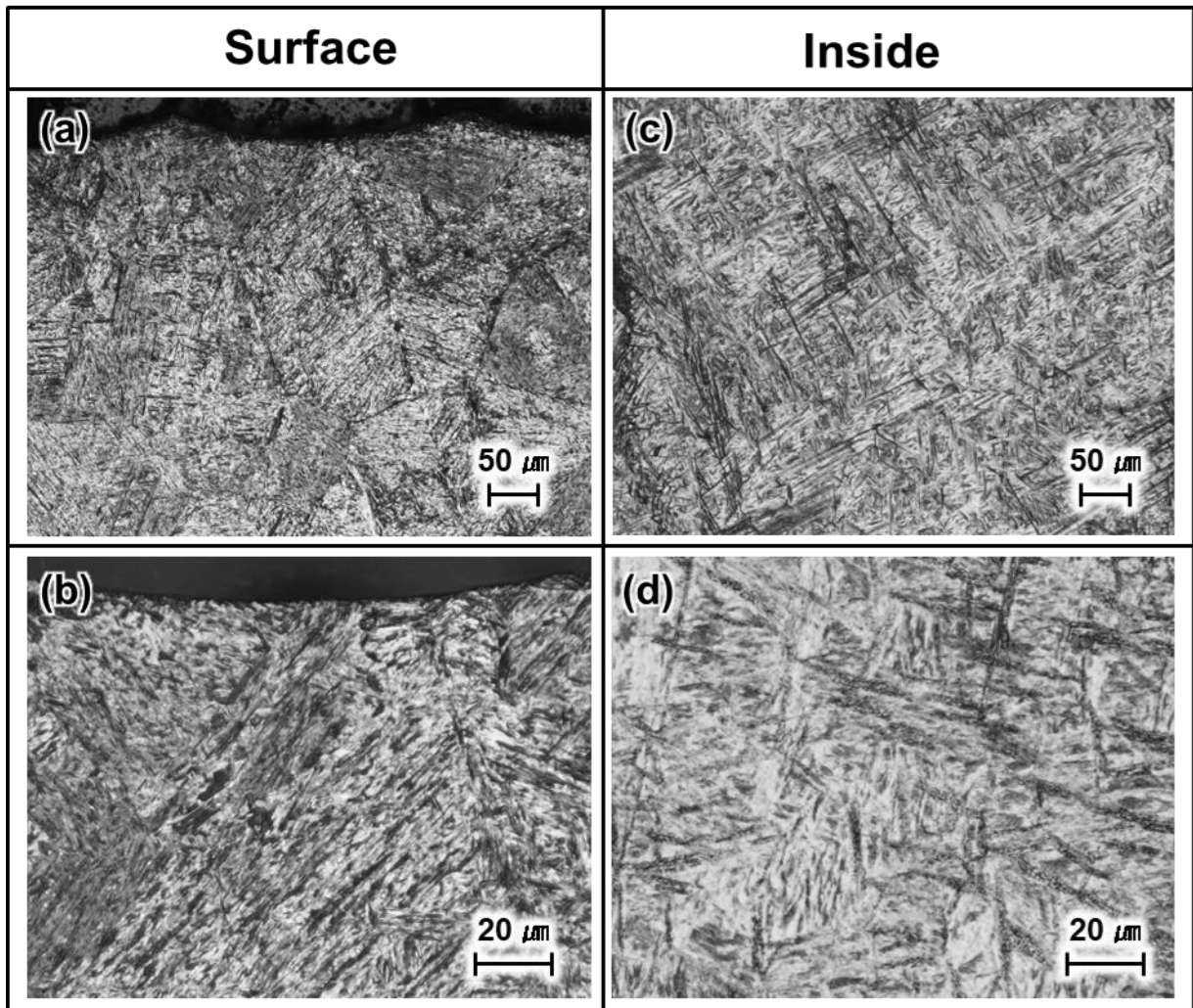


Fig. 4-6 Surface and inside microstructures for optimal condition at 1573 K—9 vol % CH_4 . (b) and (d) are high-magnification images of (a) and (c).

4.4 結言

新たな手法である超高速浸炭焼入れにおいて炭素濃度予測モデルを活用し最適処理条件の検討と実験による検証を行った結果以下のことが明らかとなった。

- (1) 浸炭処理時間が最短となる条件の検討により，時間短縮効果と使用する浸炭の原料ガス削減効果の試算が可能である。
- (2) 予測した処理条件で熱処理実験を行った結果，炭素濃度プロファイルが良い一致を示した。
- (3) 熱処理に用いられる試料に関して焼入れ性を考慮すると，有効硬化層深さの予測が可能であることを示唆した。
- (4) 事前の机上計算によって最適条件を導くことで検討時間の短縮と，さらに熟練技術者・作業員への依存度も抑制しながら熱処理操業を運用できることに期待ができる。

第4章の参考文献

- (1) 室賀 啓, 新美 格, 恒川好樹, 奥宮正洋: 日本金属学会誌, **52** (1988) 495-501.
- (2) S.J. Lee, D.K. Matlock and C.J. Van Tyne: ISIJ Int., **51** (2011) 1903-1911.
- (3) M. Zajusz, K. Tkacz-Śmiech and M. Danielewski: Surf. Coat. Technol., **258** (2014) 646-651.
- (4) 牧野 総一郎, 稲垣昌英, 池畑秀哲, 田中浩司, 井上弘之, 稲垣 功: 鉄と鋼, **105** (2019) 30-37.
- (5) 平松真一, 稲垣功二, 坂上秀幸, 山本 出: 熱処理, **58** (2018)54-58.
- (6) Ågren J.: Scr. Metall., **20** (1986)1507-1510.

第 5 章 旧 γ 結晶粒の粗大化対策に関する検討

5.1 緒言

モビリティにおいてカーボンニュートラル社会の実現に向け、自動車や輸送機器に対し電動化や CASE といった切り口で世界の地域ごとに適合するためのラインナップが必要とされており⁽¹⁾、これにともなって構成部品も変化やフレキシブルな生産体制が必要となってきた。また、機械部品には強度付与のため表面改質処理の 1 つである浸炭焼入れが活用されており、生産形態に柔軟に対応する新たな技術が必要である。この問題を解決する手段として浸炭のインライン化が一つの解決策になり、長時間処理である浸炭のデメリットを最小限にするためには高温で処理することが効果的である。誘導加熱を用いた共晶温度以上で処理する超高速浸炭技術は、従来の共晶温度以下で処理するガス浸炭や真空浸炭で報告例のある 1373 K⁽²⁾に比べはるかに高い温度で処理するため、インライン化を実現するための高速化が可能である。しかし高温処理に起因する旧オーステナイト結晶粒（以降旧 γ 結晶粒）の粗大化は宿命であり、機械的強度の低下^{(3),(4)}をまねきデメリットとなる。その対策として大きく 2 つの観点がある。旧 γ 結晶粒の微細化と旧 γ 結晶粒の粗大化防止である。前者は再焼入れが有効である⁽⁵⁾。一方後者では、高温処理における旧 γ 結晶粒の粗大化の対応として Nb や Ti 等を用いたピンニング効果に関する報告が多くある⁽⁶⁾。しかし共晶温度以上で処理する超高速浸炭においてはその効果を得ることは困難である。よって、旧 γ 結晶粒の微細化手法を検討しておくことは重要である。

そこで、一般的な低炭素合金鋼を用いた旧 γ 結晶粒粗大化への対策を検討するため、超高速浸炭における種々の冷却条件で得られる組織が、再焼入れ工程における旧 γ 結晶粒に及ぼす影響について調査し、その対策を検討した。

5.2 実験方法

5.2.1 試料

特別な鋼材を使用することを避け、流通量の多い一般的な材料への適用は市場において活用していく上で望ましい。よって、実験に用いた材料は、浸炭焼入れ処理に最も多く用いられる低炭素合金鋼 SCM420 材を使用した。

材料の化学組成を Table 5-1 に示す。試料は、直径 150 mm の棒材を Fig. 5-1 に示す

外径 139 mm, 内径 89 mm, 幅 25 mm のリング形状に表面粗さを $Ra=6.4 \mu\text{m}$ を狙い機械加工により作製した。熱処理実験に用いる際には, 加工油の影響を除くためにエタノールを用いて事前に脱脂洗浄した。

Table 5-1 Chemical composition of SCM420 (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0.20	0.25	0.78	0.019	0.004	1.10	0.22

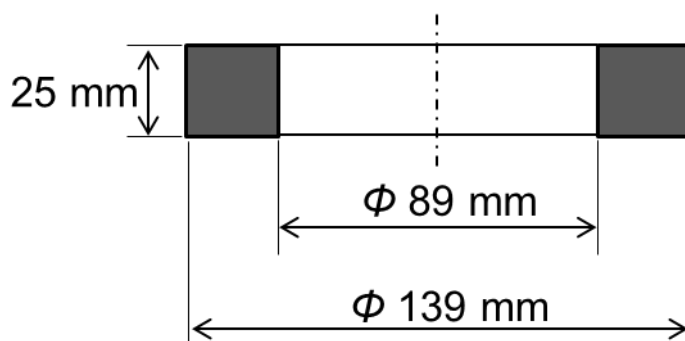


Fig. 5-1 Shape and size of sample.

5.2.2 熱処理方法

熱処理装置は Fig. 2-2 および Fig. 2-3 に示した超高速浸炭焼入れ装置を用いた。第 2 章の結果を参考に超高速浸炭の処理条件として試料最表面部において共析組成となるように浸炭温度を 1523 K とし, CH_4 ガス濃度 10 vol% で 720 s 保持し浸炭処理を行い, その後オーステナイト単相を維持すると考えられる 1223 K まで放冷した。その後の冷却方法は, 再焼入れ後の旧 γ 結晶粒性状への影響を調査するために冷却速度を種々変化させた。

冷却条件の検討として，超高速浸炭冷却後の組織状態についてマルテンサイト変態を伴うようポリマー水溶液による急冷と，フェライト+パーライト変態を伴う組織を狙い，冷却時に誘導加熱出力をかけながら緩慢冷却(Fast)と N₂ ガス吹付けによる強制冷却(Slow)を行った。超高速浸炭装置にて本実験で使用する試料を用い加熱および冷却試験を行い，1123 Kからの冷却速度を放射温度計により測定した。測定評価範囲は A₁，A₃ および A_{cm} 線を通過する温度を考慮し 1123 K から 723 K とした。結果を Fig. 5-2 に示す。Slow 条件では緩慢冷却として 0.25 K/s であり，Fast 条件は強制冷却として 1.5 K/s であった。なお，ポリマー水溶液による冷却速度は同試料を用いた実験データ⁽⁷⁾を基にして 130 K/s (参考値)とした。

Fig. 5-3(a) に 3 水準の熱処理条件を示す。超高速浸炭後の冷却が完了した試料について Fig. 5-3(b)に示す再加熱およびポリマー水溶液を用い焼入れた。再加熱時の加熱温度は 1123 K および 1223 K の 2 水準とした。

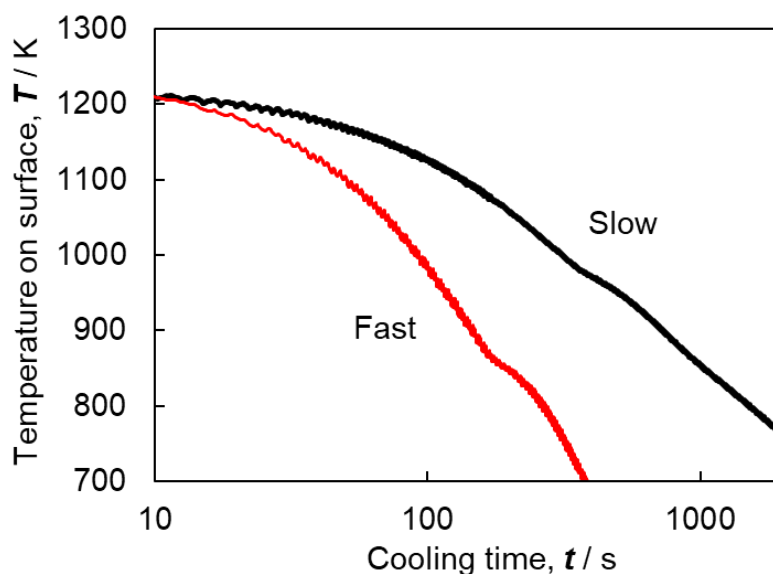
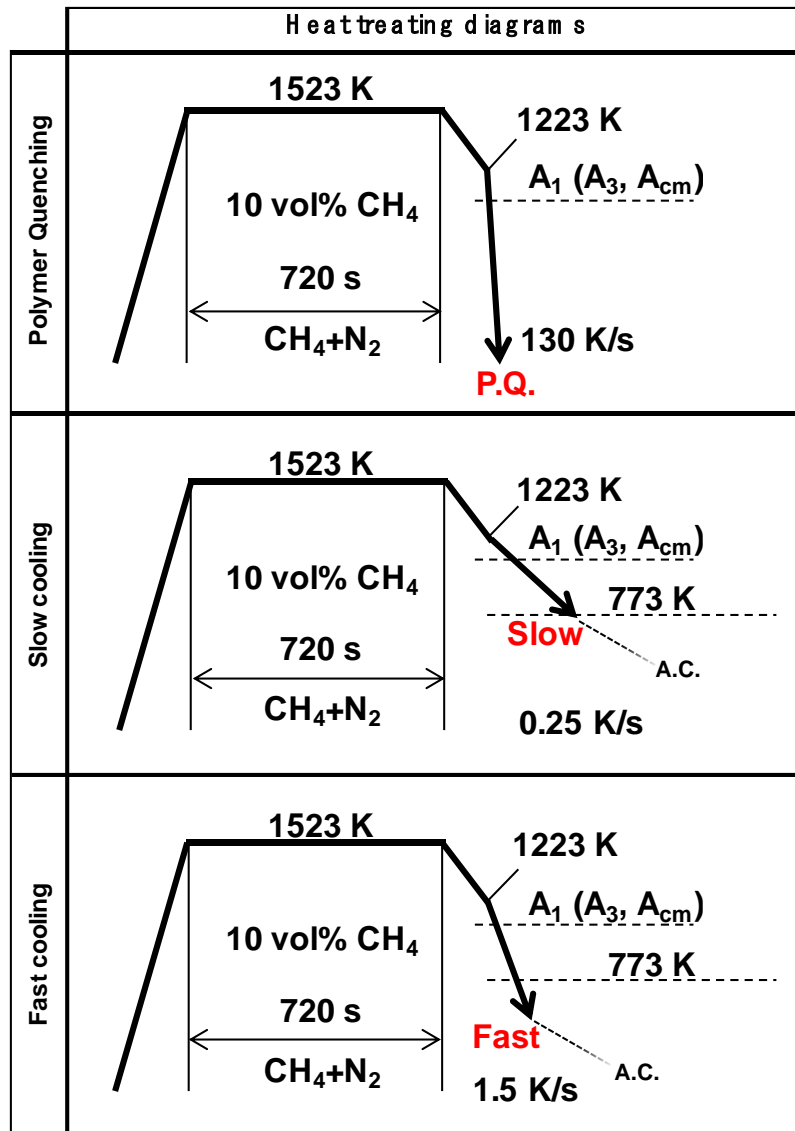


Fig. 5-2 Cooling curves for low and fast conditions.

5.2.3 分析方法

試料断面におけるマイクロビッカース硬さ試験，ナイトル腐食によるマイクロ組織観察およびピクリン酸をベースとした腐食液を用いて旧 γ 結晶粒の観察を行った。

(a) Ultra rapid carburizing



(b) Re-heating and quenching

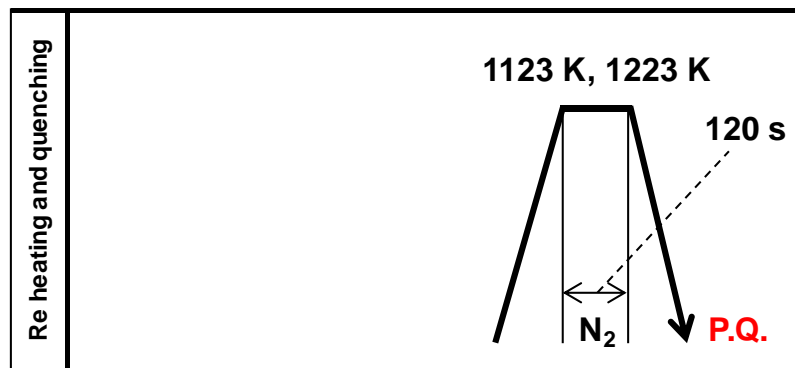


Fig 5-3 Heat treating diagrams.

5.3 結果と考察

5.3.1 超高速浸炭後の冷却条件による組織への影響

Fig. 5-4 に 1523 K で浸炭後 1223 K まで放冷後 130 K/s (P.Q.) にて冷却した試料の旧 γ 結晶粒を示す。旧 γ 結晶粒は高温処理に伴い粗大化しており表面および内部ともに結晶粒度番号が#3 程度となった。

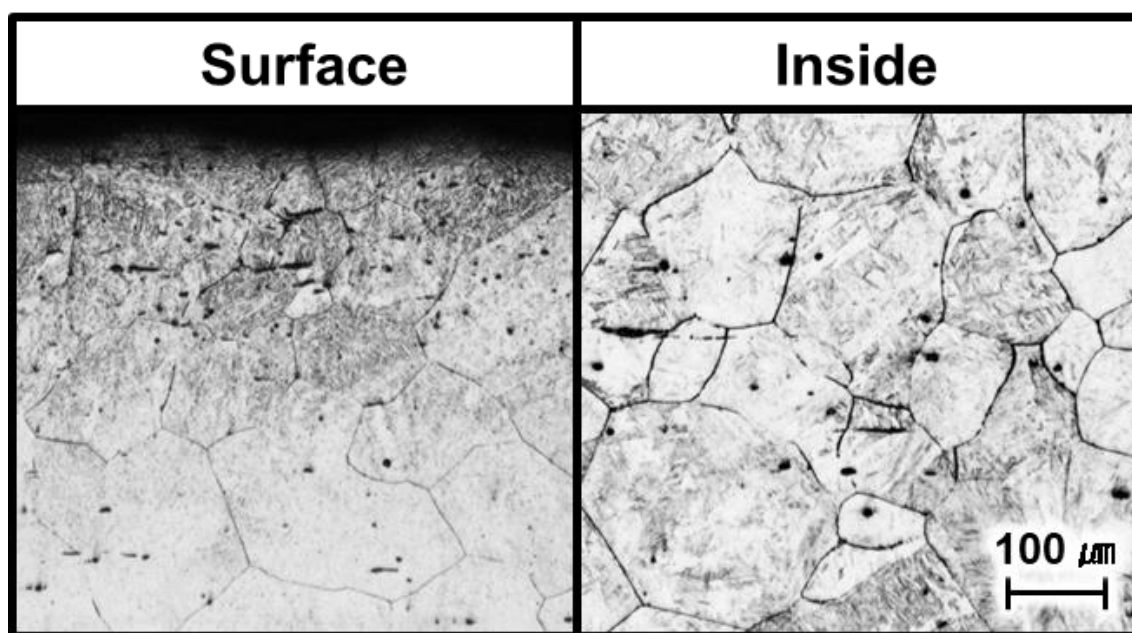


Fig. 5-4 γ -grain of surface and inside quenched using polymer quenchant.

Fig. 5-5 に浸炭後の試料断面におけるナイトル腐食組織を， Fig. 5-6 に硬さ試験結果を示す。浸炭後 P.Q. (130 K/s) 冷却においては表面および内部共に粗いマルテンサイト組織であった，最表面においてはわずかに残留オーステナイトがみられた。硬さ試験の結果から表面においてその影響と考えられる硬さ低下がみられた。浸炭後 Slow(0.25 K/s)の冷却条件では表面，内部いずれも拡散変態をともなって生じた過熱

組織であった。表面付近は浸炭によって炭素濃度が高くなり、おおよそ共析組織となった。内部はフェライトとベイナイトであり、十分に小さい冷却速度を与えたがベイナイト相がみられた。その理由として、結晶粒粗大化によるフェライト析出位置の減少と炭素の拡散距離の増大が考えられる。Fig. 5-6 に示した硬さ試験の結果から、マルテンサイト変態は伴わないが浸炭することで炭素が侵入し、表面近傍においてパーライト組織となったことにより硬さが上昇したと考える。また、浸炭後 Fast(1.5 K/s)の冷却条件では、Slow 条件に比べ冷却速度が大きいことから、表面近傍においては一部マルテンサイト変態しており硬さ試験の結果から Slow 条件よりも表面硬さが大きくなった。また、内部については炭素拡散時間が小さいことによりベイナイト単相に近い組織となった。超高速浸炭後の各冷却条件によって得られた試料を用いて再加熱焼入れし、その後に旧 γ 結晶粒を調査し前組織の影響と再加熱温度の影響を調査した。

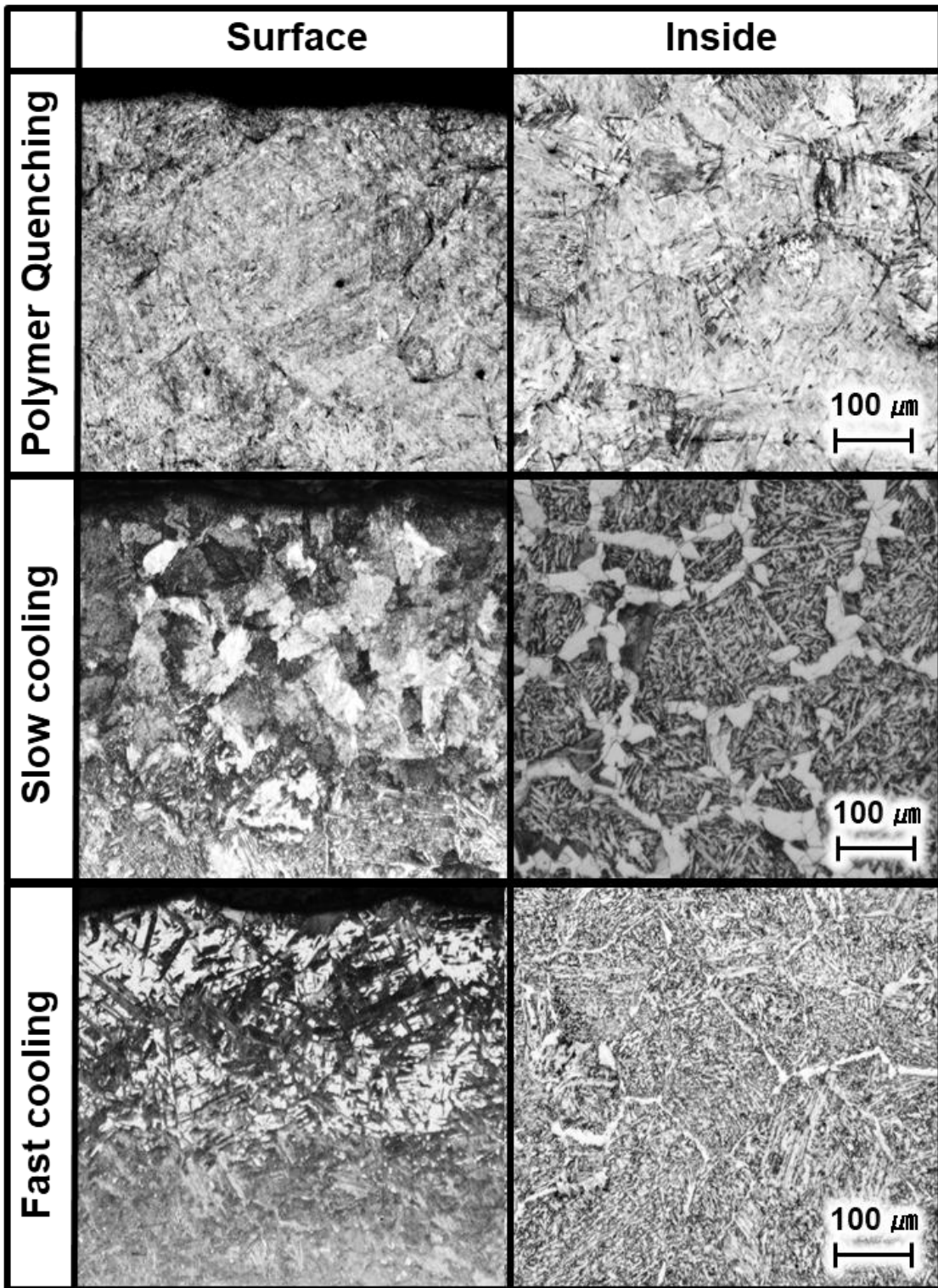


Fig. 5-5 Microstructure of surface and inside cooled at several conditions.

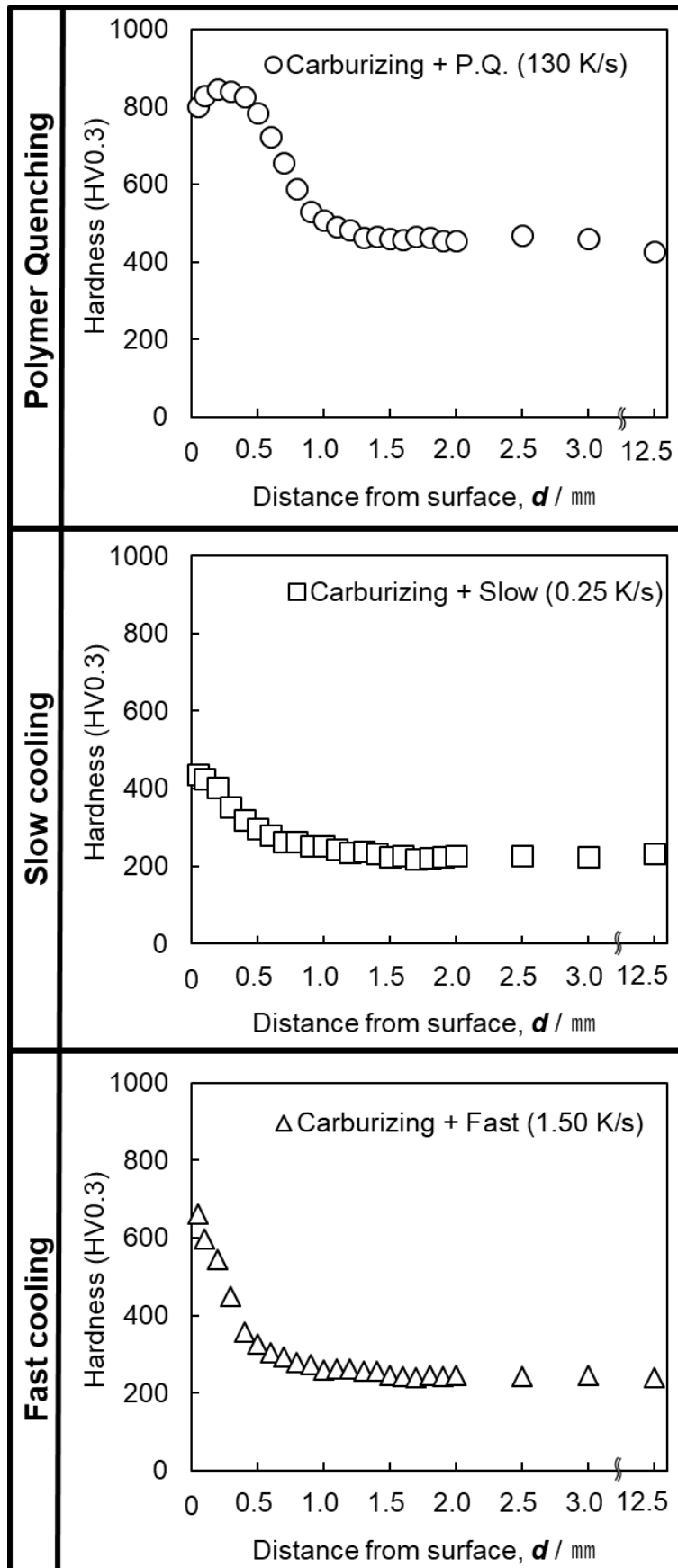


Fig. 5-6 Microstructure of surface and inside cooled at several conditions.

5.3.2 再焼入れ後の旧 γ 結晶粒への影響

再加熱焼入れ後の旧 γ 結晶粒について調査した, 再加熱温度が 1123 K を Fig. 5-7 に, 1223 K を Fig. 5-8 に示す。再加熱焼入れによって得られた結晶粒はいずれの加熱条件においても微細化されていた。ただし, 再焼入れ時の加熱温度が 1123 K に比べて 1223 K の方が粒度番号が #6.5 から #8.5 と総じて結晶粒が大きくなる結果となった。これは, 加熱温度が高くなることにより結晶の粒成長が影響したと考えられる。よって Fig. 5-4 で示したように超高速浸炭焼入れ後の旧 γ 結晶粒は粗大化しており, また Fig. 5-5 では各冷却条件によって拡散変態後の組織に関しても粗大化した過熱組織となっていたが再加熱焼入れにより旧 γ 結晶粒微細の効果を確認できた。

より詳細を確認するため超高速浸炭後の冷却条件として P.Q., Slow および Fast 別に旧 γ 結晶粒の状態を確認する。再加熱温度が 1123 K の Fig. 5-7 についてみると, P.Q. の場合表面内部ともに微細で整粒された旧 γ 結晶粒となっており, 結晶粒度番号は #8.5~9.5 であった。一般的なガス浸炭焼入れでは粒度番号が #7~#8 程度であるため, 結晶粒微細化強化が望める。これは誘導加熱による短時間処理によるもの⁽⁸⁾と考えられる。また, Fast については P.Q. 同等であった。しかし Slow の内部においては, 混粒ではないものの比較的大きい旧 γ 結晶粒と小さい旧 γ 結晶粒が存在していた。これは, 再加熱前, つまり超高速浸炭後の冷却で得られた前組織において, 粗いフェライトやベイナイトの混合組織となっており, 不均質な組織が影響した⁽⁹⁾と考えられる。つぎに, 再加熱温度が 1223 K の Fig. 5-8 をみる。P.Q. では結晶粒度番号が #7.5~8.5 と 1123 K よりも旧 γ 結晶粒が成長しており理由は先述のとおりである。Slow における内部の旧 γ 結晶粒の粒径差が 1123 K に比べてより顕著になり, 粒度番号は #7.5 と #8.5 であった。多結晶体における結晶粒を微細化することで結晶粒微細化強化によって材料の降伏強度が増大する。また, その際に降伏強度が結晶粒径の平方根に比例し増加, いわゆる (5-1) 式に示す Hall-Pech の関係^{(10),(11)}が成り立つことが知られている。ここで, d は平均の結晶粒径, σ_y は降伏応力, σ_0 は転位がすべり面上を運動するときの摩擦応力, k_y は比例定数である。

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y \cdot d^{-1/2} \quad \dots \quad (5-1)$$

的場らの報告⁽¹²⁾では, 結晶粒度を種々変化させ整粒や混粒の試料を用いて降伏強度

への影響を調べ、整粒組織と混粒組織に関わらず降伏強度と公称粒径の間に良好な Hall-Pech の関係が成立するとしている。したがって、降伏強度低下の懸念はなくなる。本実験で得られた結晶粒は混粒の定義には当てはまらないが、材料によっては混粒の程度が大きくなることが懸念され、降伏応力以外に対する機械的強度への影響を確認することは今後の課題である。

つぎに硬さ試験の結果を Fig. 5-9 に示す。超高速浸炭焼入れ後と再焼入れ温度が 1123 K および 1223 K における P.Q.後の硬さである。表面付近の硬さ推移は同等であるが表面からの距離が 2.0, 2.5, 3.0 mm および中央部である 12.5 mm の位置において異なる硬さを示した。また、超高速浸炭焼入れ後と再焼入れ温度が 1123 K および 1223 K で焼入れ後の結晶粒度番号は Fig. 5-4, 5-7 および 5-8 に示したように、それぞれ #3, #7.5-8.5, #9 である。すなわち、結晶粒度番号が小さくなる(旧 γ 結晶粒が大きい)ほど硬さが増える傾向となった。これは、結晶粒径に依存する焼入れ性の影響⁽¹³⁾と考えられる。

以上の結果から、高温処理である超高速浸炭において旧 γ 結晶粒が粗大化するが、適切に再加熱焼入れを行うことで正常な旧 γ 結晶粒を得ることが可能であり、一般的な浸炭焼入れ後の結晶粒と比較して微細結晶粒を得られ、結晶粒微細化強化が望めることが明らかとなった。

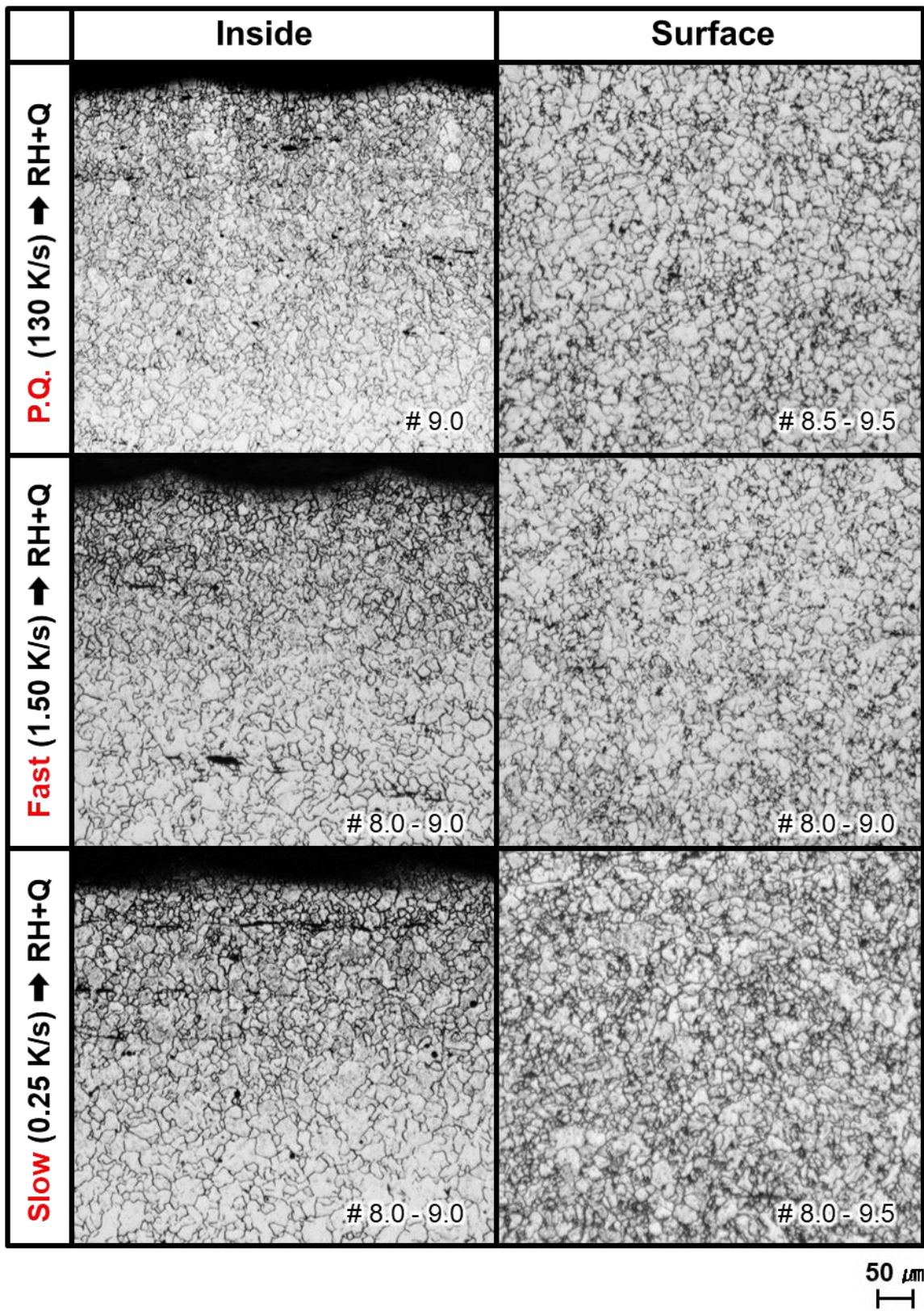
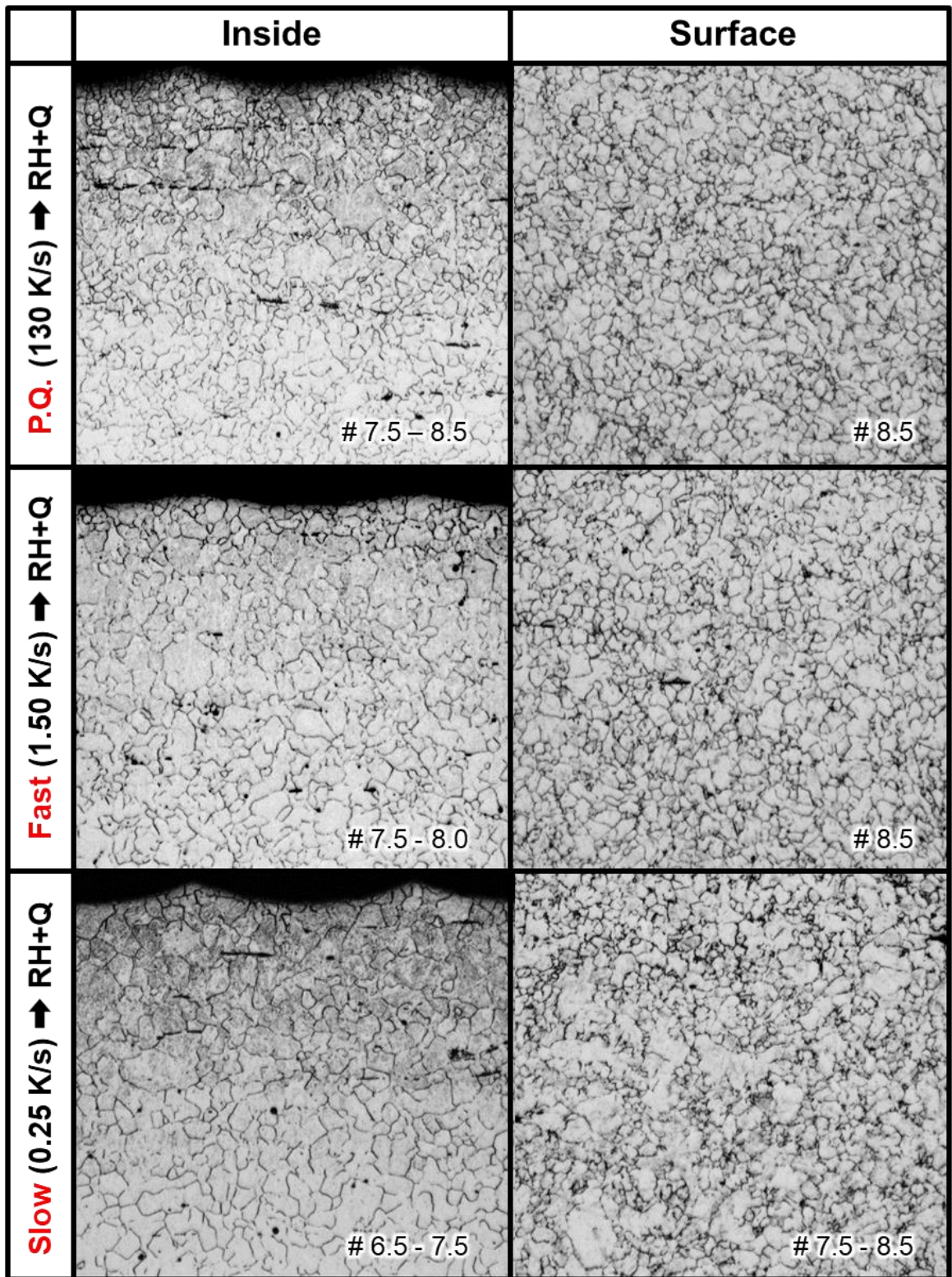


Fig. 5-7 γ grain boundary of surface and inside reheated at 1123 K.



50 μm


Fig. 5-8 γ grain boundary of surface and inside reheated at 1223 K.

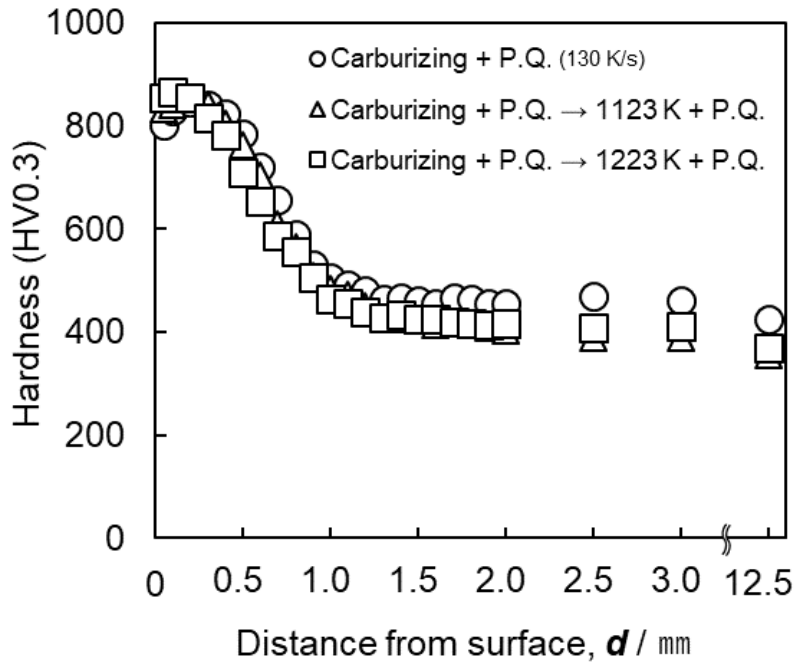


Fig. 5-9 Hardness profiles of surface and inside cooled at several conditions.

5.4 結言

超高速浸炭後の各冷却条件で得られる組織が、再焼入れ後の旧 γ 結晶粒への影響について調査した結果、以下が得られた。

- (1) SCM420 を 1523 K で高温処理することで結晶粒が#3 程度に粗大化し過熱組織となるが、高温浸炭後にマルテンサイト単相とすることで再焼入れ時に微細結晶粒を得ることが可能である。
- (2) 再焼入れ温度は 1223 K に比べ 1123 K の方がより微細な結晶粒を得ることが可能である。
- (3) 誘導加熱による短時間処理により、一般的な浸炭焼入れより結晶粒の微細化が可能であることから、結晶粒微細化強化が望める。

第 5 章の参考文献

- (1) 杉本 剛：熱処理, **62** (2022) 4-9.
- (2) 平松真一, 稲垣功二, 坂上秀幸, 山本 出：熱処理, **58**, (2018)54-58.
- (3) 西川元裕, 平岡和彦：山陽特殊製鋼技報 **14** (2007) 42-49.
- (4) 瓜田龍実, 並木邦夫, 飲久保知人：電気製鋼 **59** (1988) 33-41.
- (5) 西山幸夫, 苧野兵衛, 岡本康治：熱処理, **22** (1982) 168-174.
- (6) 鎌田芳彦, 松蔦一樹, 高橋健壯：熱処理, **58** (1992) 4-10.
- (7) 山本亮介, 戸田一寿：第 86 回日本熱処理技術協会講演大会講演概要集 (2018) 39-40.
- (8) 福田忠生, 中島大剛, 江田潤一, 黒島義人, 三阪佳孝, 川寄一博：日本機械学会論文集, **73A** (2007) 105-111.
- (9) 久保田 学, 越智達郎：新日鉄技報, **378** (2003) 72-76.
- (10) E. O. Hall: Proc. Phys. Soc. London **64B** (1951) 747-753.
- (11) N. J. Petch: J. Iron Steel Inst. **174** (1953) 25-28.
- (12) 的場 理一郎, 中田伸生, 二村裕一, 土山聡宏, 高木節雄：鉄と鋼, **93** (2007) 513-517.
- (13) 梅本 実, 小松原 望, 田村今男：鉄と鋼, **3** (1980) 94-103.

第 6 章 超高速浸炭装置の開発

6.1 市場要求と最適構造の検討

機械機能部品の特性を左右する熱処理は、部品製造工程においてエネルギー使用量が最も大きい工程の 1 つである。なかでも浸炭焼入れは活用頻度が非常に高い。現在カーボンニュートラル実現が世界的な喫緊の課題であり、最も優先高い項目として脱炭素社会への適用があげられる。加えてわが国では労働人口の減少および熟練技術者の引退などにより、熱処理現場の技術継承も課題となっている。一方で、現在主流であるガス浸炭は、危険物を扱うことから特別な管理が必要であることや、長時間のロット処理による過剰な在庫や、機械加工とのインターフェース部分に課題がある。これらを解決することが必要であり市場の要求と置き換えられる。

そこで、超高速浸炭技術を活用することで Fig. 6-1 に示すように熱処理前後工程を直結する浸炭のインライン化を狙い、共晶温度以上の新たな技術を確立した。市場に導入するにあたり主として 2 つの課題がある。熱処理設備の最適構造の検討と実部品による実証である。そこで、本技術を活用する上で必要な装置の構造について検討する。検討にあたって、プロセス・品質管理・搬送・人などの考慮が必要になる。

超高速浸炭焼入れ装置は、加熱・浸炭工程と焼入れ工程および搬送工程を装置化したものである。そこで装置構成に影響する事柄について整理していく。

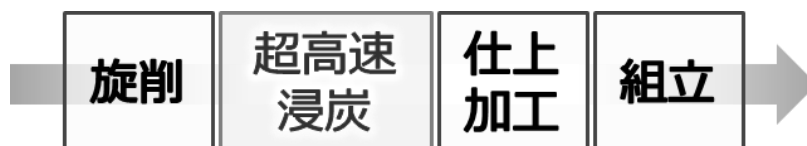


Fig. 6-1 Image of in-line processes.

6.1.1 加熱・浸炭工程

浸炭の良否を決定づける重要な工程である。第 2 章で明らかとなった浸炭メカニズムを再現させるためには外乱が入ってはいけない。必要な炭素濃度を得るためには炭素侵入速度と処理時間の管理が必要であり、以下の配慮が必要になる。

(1) 浸炭を阻害する酸素混入および残存の排除

処理品が加熱室に挿入された後、真空パージや窒素パージあるいは前室を設けたパージ方式により大気中の残存を抑制することが必要になる。また、加熱室のエアリークによる浸炭阻害がないように真空シールについても配慮が必要となる。

(2) 炭素侵入速度に影響する CH₄ ガス濃度の制御性

第2章で明らかにしたように、炭素侵入速度は CH₄ ガス濃度に比例することがわかっている。そのため、CH₄ ガス濃度をモニターあるいは制御する必要がある。本研究では浸炭中のガス流量は一定として処理し評価したが、処理品の表面積が大きくなり浸炭中の炭素侵入量が多くなる場合には、一定流量コントロールの場合は総流量をあげて対策とする、または CH₄ ガスの濃度制御を行うと効率的な処理ができる⁽¹⁾。また、浸炭中の試料とジグとの接触については接触部の未浸炭を防ぐため点または線接触が必要であり、例えば絶縁材料を用いた球体による受け方がある⁽²⁾。さらに、後述 6.1.2 の焼入れ工程において、冷却開始時に処理品において部分的な温度低下があると熱処理歪が発生する場合が大きくなる⁽³⁾ため、点または線接触は温度低下を防止することが可能である。

(3) 誘導加熱仕様の決定

第2章で示したように、処理品温度は炭素侵入速度に対する影響が大きい。よって誘導加熱仕様の決定は重要である。浸炭中に処理品は誘導加熱により均熱をとっている。均熱は誘導加熱による入力と放散熱量とのバランスである。バランスをとるためには形状に応じた誘導加熱によるエネルギーの入力状態と放熱状態を決める必要がある。特に加熱による部分については加熱コイル形状が重要であり、最適なコイルを検討するためには解析技術などを用いた予測手法によりコイル形状や発振周波数を決定する。最近では実際の状態想定が進み、処理品温度の制御状態を考慮しながら解析予測し表面と内部の温度差が小さくなるための周波数や昇温時間の試算手法や大規模化する解析モデルにおいてもクラウド活用による計算時間の短縮化などデジタル技術が身近になってきたことで熟練技術者に頼らずとも良策が創出できるようになってきている⁽⁴⁾⁻⁽⁶⁾。

(4) 処理品の温度制御

誘導加熱を用いた加熱温度の制御は一般にパターン制御を用いる。しかし、超高速浸炭では浸炭中に処理品温度を保持するために温度制御する。処理品単体を処理するため熱電対を用いた温度測定は困難なため放射温度計を用いている。これは無酸化処理によって処理品の表面状態に変化がないことで活用できる測定方法である。超高速浸炭装置では短波長(1 μm 程度)の放射温度計を用いてガラス窓を通した温度測定により処理品温度を検知している。窓の汚れに対応するには 2 色式の放射温度計などの対応が有効である。

6.1.2 焼入れ工程

焼入れ工程は従来ガス浸炭では焼入れ油を用いるのが一般的でありインライン化は消防法による制約もあり困難であった。本手法では高周波焼入れでよく用いられるポリマー水溶液を使用することでその課題を解決している。つぎに、焼入れ工程においては硬さへの影響に加えて熱処理起因で発生する歪への影響が大きい。そのため冷却層内の冷媒の流れが重要となる。本装置では処理品は単体で処理するため、ロット処理に比べて発生する歪やそのばらつきは小さくなる。また、冷却層内を流れる流速やタイミングを制御できるようにしており必要に応じて冷却に対して強弱の制御が可能とした。最適な流れの検討には加熱と同様に解析を活用した熱処理歪への影響を考慮した取り組みが主流になってきている^{(7),(8)}。

6.1.3 搬送工程

リング部材に対する装置は、前後に配置される機械加工工程とのインターフェースには、人作業あるいはロボットにする必要がある。導入する工場にもよるが極力省人化するためにはロボットを活用した工程間搬送の構築が必要である。

Fig. 6-2 は前工程から自動搬送により処理品がトレイにセットされ排出口から処理品を自動取り出しする装置である。これにより熱処理のインライン化を実現した。

このような項目を考慮した設計により処理品質を確保できると考えた。本研究で用いた装置は主にリング部材に対応した装置であるため軸受などのリング，リング形状のギヤが処理可能である。しかし，動力伝達部品としてはシャフトも多くその対応はできない。シャフト形状に対応するためには別の装置形状が必要になるが，上述の項目は網羅しておく必要があることに変わりはないと考える。

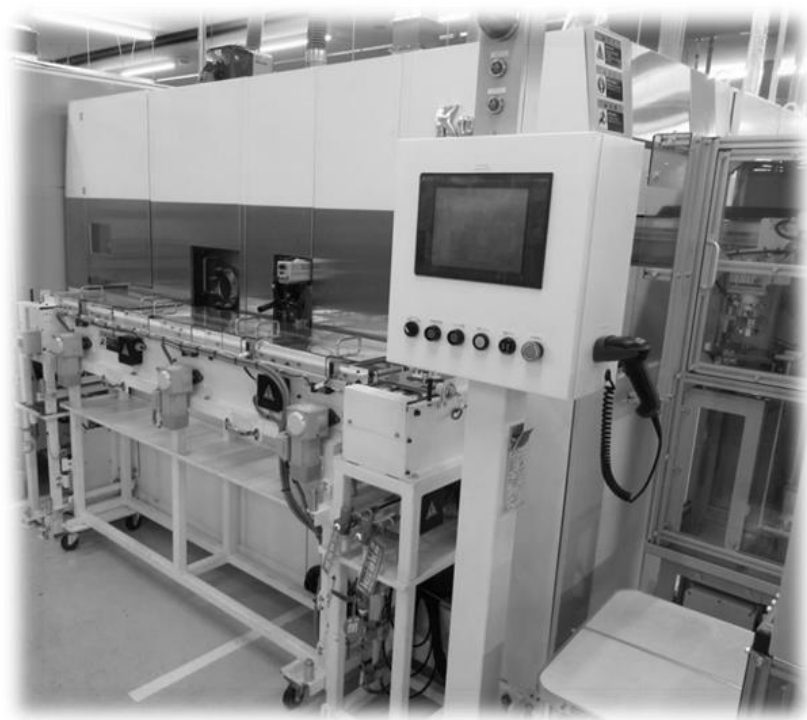


Fig. 6-2 Appearance of the in-lined equipment.

6.2 適用事例

超高速浸炭の市場導入・提案することを見据えて実部品を用いた検証を実施した。市場に出回る機械部品として代表的な形状はリング形状，ギヤ形状およびシャフト形状があげられ種々の形状が存在する。そこで代表形状の実部品を用いた適用の事例について示す。

6.2.1 リング形状

(1) 目的

リング形状の代表的な位置づけの一つに軸受がある。軸受は回転を支える機械部品であり浸炭焼入れ焼戻しにより必要な特性を付与し活用されている。そこで，市場で多く活用される軸受に対して超高速浸炭の適用を検討する。また，超高速浸炭処理の後，炉加熱による再加熱焼入れによりロット処理の可能性を検討した。

(2) 試料

産業機械に多く用いられる Fig. 6-3 に示す軸受の外輪および内輪を選定した。

サイズ：外輪外径 150 mm 幅 24 mm，内輪内径 100 mm 幅 32 mm

材質：SCr425 相当品

目標熱処理品質：有効硬化層深さ 1.5 ± 0.2 mm，従来ガス浸炭焼入れ同等品質

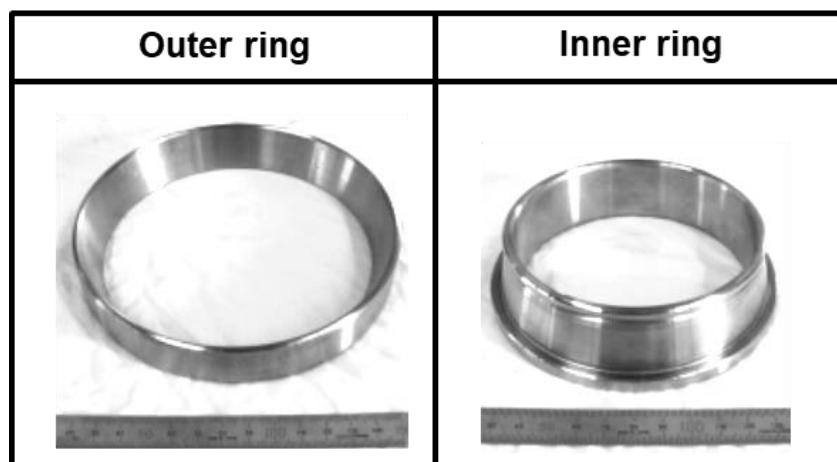


Fig. 6-3 Shape and size of sample.

(3) 熱処理条件および調査方法

超高速浸炭処理について Fig. 6-4 に示す。詳細として外輪について、処理温度 T は 1523 K-3.5 vol% CH₄、処理時間 T_c および T_d はそれぞれ 1980 s および 840 s、内輪については処理温度 T が 1493 K-4 vol% CH₄、処理時間 T_c および T_d はそれぞれ 2400 s および 600 s とし、処理後は放冷にて室温まで冷却した。その後、バッチ炉にて 1113 K-60 min にて再加熱焼入れおよび焼戻しを行った。試料は軸受転動面である軌道中央部における断面に対して EPMA による炭素元素の定量分析と硬さ試験により評価した。なお、比較としてガス浸炭焼入れ焼戻し試料も準備した。

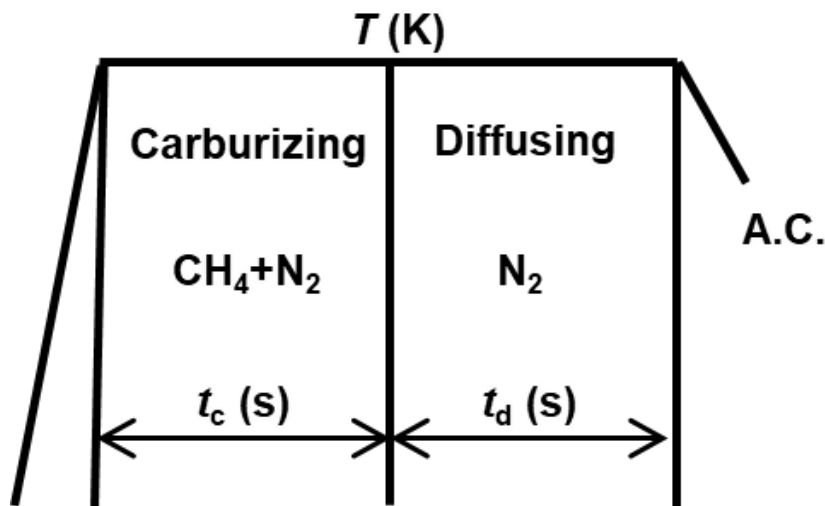


Fig. 6-4 Heat treating diagram.

(4) 結果および考察

Fig. 6-5 に外輪の、Fig. 6-6 に内輪の炭素濃度および硬さ試験結果を示す。炭素濃度および硬さ試験結果はガス浸炭同等の品質を得ることができている。また、550 HV となる表面からの距離である有効硬化層深さは外輪で 1.5 mm、内輪で 1.7 mm となっており目標値を満足することができている。

熱処理条件において外輪と内輪とで異なるのは、試料形状による条件調整をしたためである。例えば、内輪においては最大外径となる部分において突起形状があるためその部分について過剰な浸炭とならないよう処理温度を下げ比較的長い処理時間を設けることによって対応した。このような対応についてもシミュレーションベースの条件確認を可能にすることが課題の一つになる。

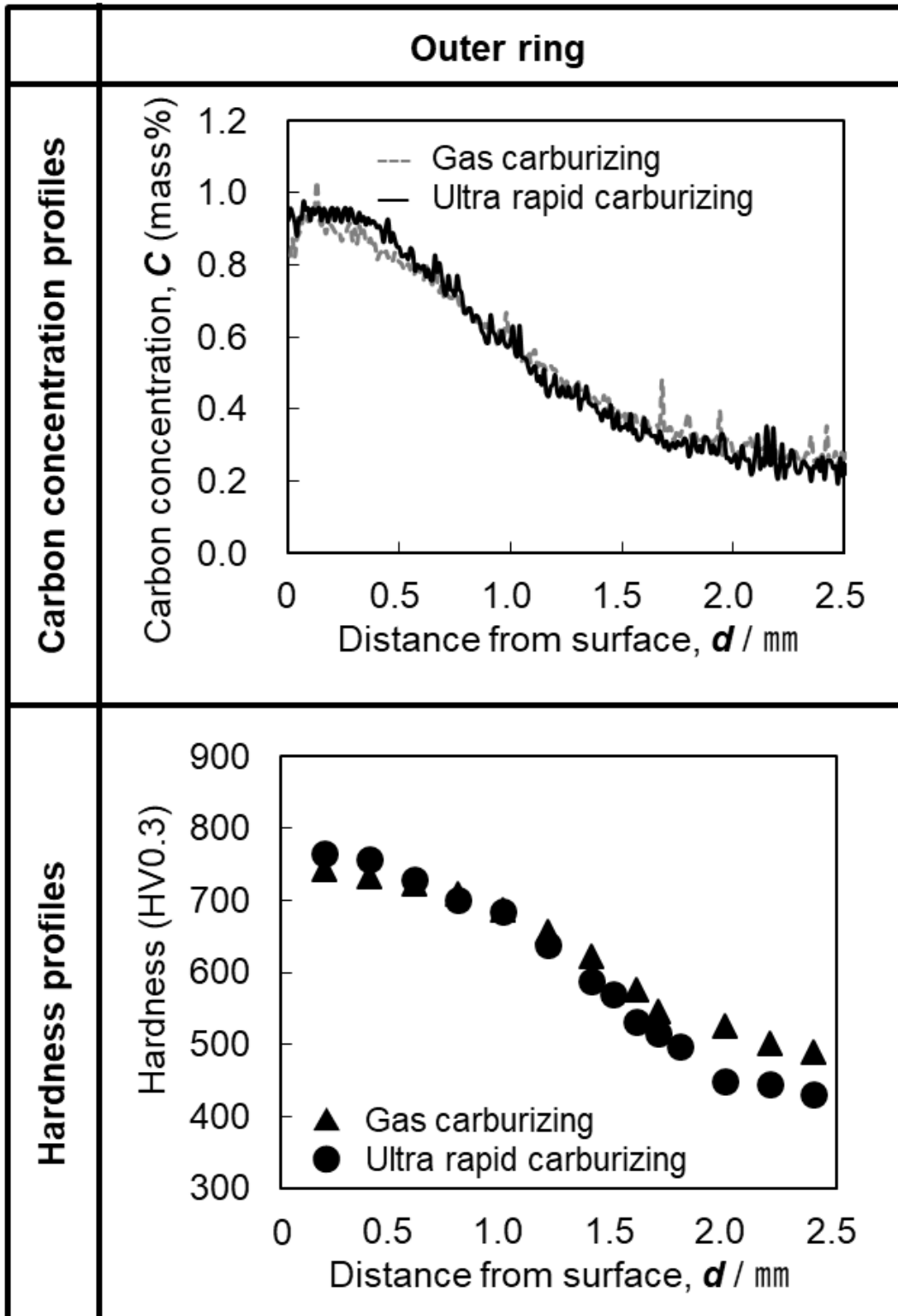


Fig. 6-5 Carbon concentration profiles and Hardness profiles of outer ring.

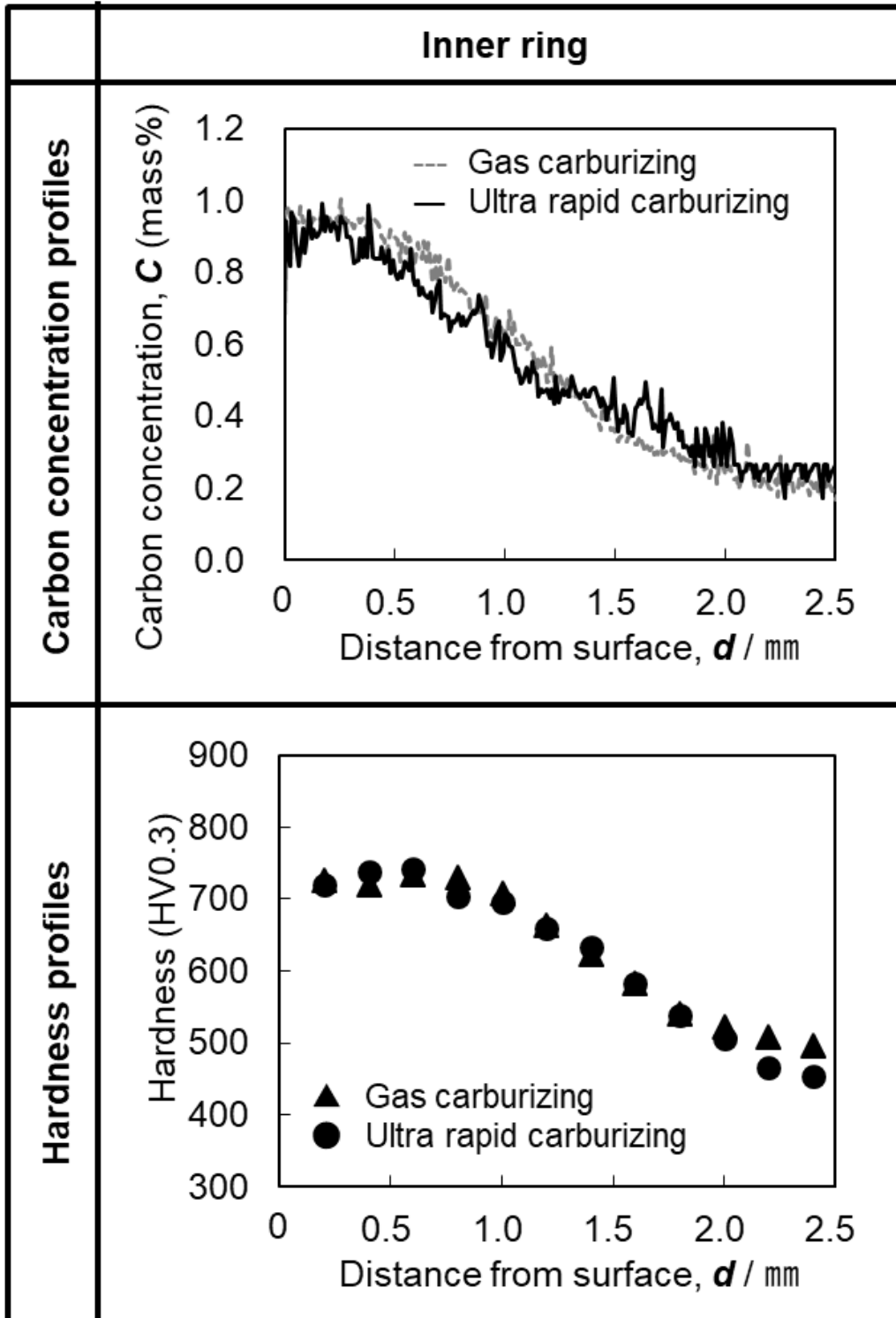


Fig. 6-6 Carbon concentration profiles and Hardness profiles of inner ring.

6.2.2 ギヤ形状

(1) 目的

動力伝達部品として用いられるギヤは浸炭焼入れが適用される代表的な機械機能部品である。そこで、ギヤ形状に対する超高速浸炭の適用を検討、評価した。

(2) 試料

ギヤ形状として Fig. 6-7 に示す平歯車を用い評価した。

サイズ：最大外径 136 mm，歯元径 122 mm 幅 24 mm

モジュール 3.5

材質：SCM420

目標熱処理品質：513HV 深さ 1.0 ± 0.2 mm



Fig. 6-7 Shape and size of sample.

(3) 熱処理条件および調査方法

超高速浸炭処理条件について Fig. 6-8 に示す。処理温度 T は 1473 K-10 vol% CH_4 ，処理時間 T_c および T_d はそれぞれ 1200 s および 600 s とし 1123 K まで放冷後ポリマー水溶液にて焼入れた。その後，超高速浸炭焼入れ装置を用いて窒素雰囲気下で 1173 K で再加熱しポリマー水溶液にて焼入れした。焼戻しを行ったのち熱処理品質について分析評価した。

分析は，試料外径のギヤ部において幅中央部の断面について分析，歯面および歯元に対して硬さ試験および組織観察としてナイトル腐食組織および旧 γ 結晶粒について評価した。

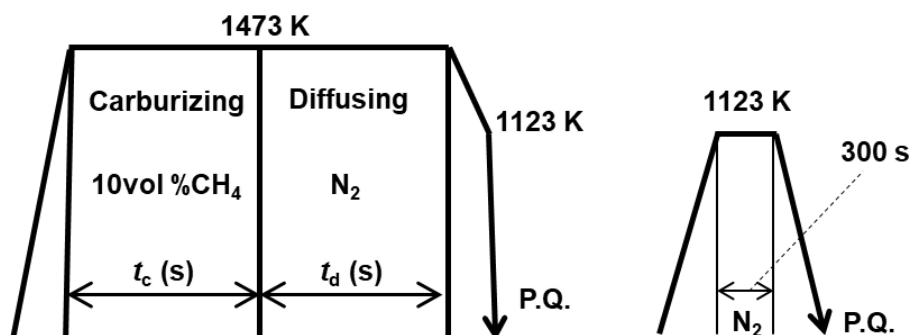


Fig. 6-8 Heat treating diagram.

(4) 結果および考察

Fig. 6-9 に歯面および歯底における硬さプロファイルを示す。目標とした 513HV 硬さとなる表面からの距離は歯面で 1.2 mm，歯元で 1.1 mm であり目標値の硬化層深さが得られた。内部の硬さに差が生じているのは質量効果によるものである。また，Fig. 6-10 の組織観察の結果，表面近傍はマルテンサイトとなっており硬さと合わせて良好な結果である。また旧 γ 結晶粒について粒度番号が#8~#9 の細粒かつ整粒されており良好な結果である。

ここで，一般にガス浸炭では歯面よりも歯底の方が浸炭の深さが小さくなるが，しかし本結果には大きな違いがない。これは，超高速浸炭が誘導加熱であり浸炭時に歯先および歯面側の温度が低くなるような誘導加熱周波数を選定することで得られる結果であると考えられる。より詳細な検討をするためには誘導加熱解析を用いた処理品温度の予測技術が重要になると考える。

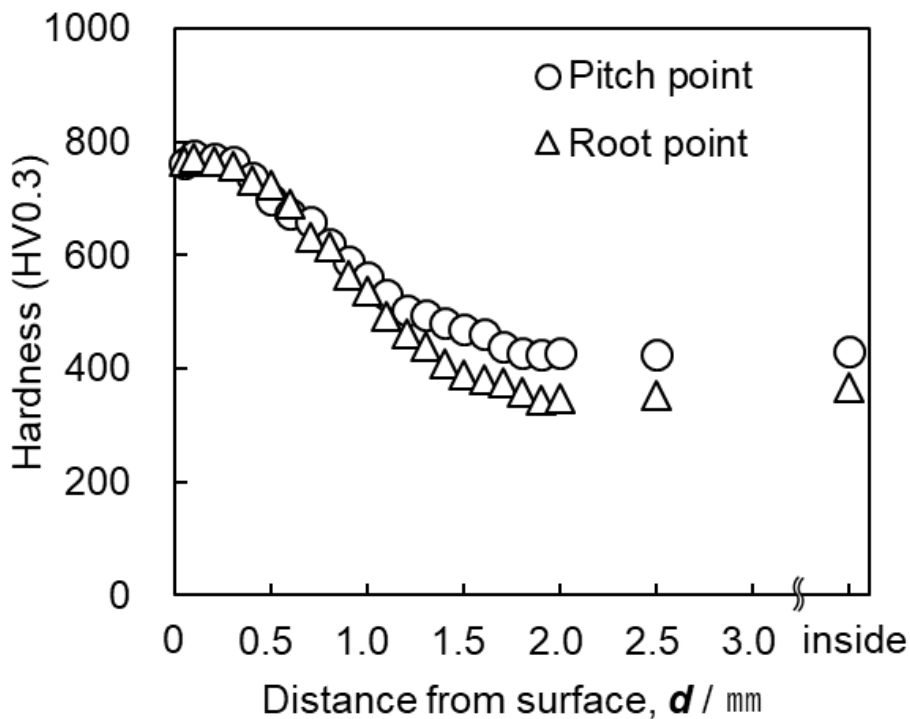


Fig. 6-9 Hardness profiles of carburized gear sample of SCM420.

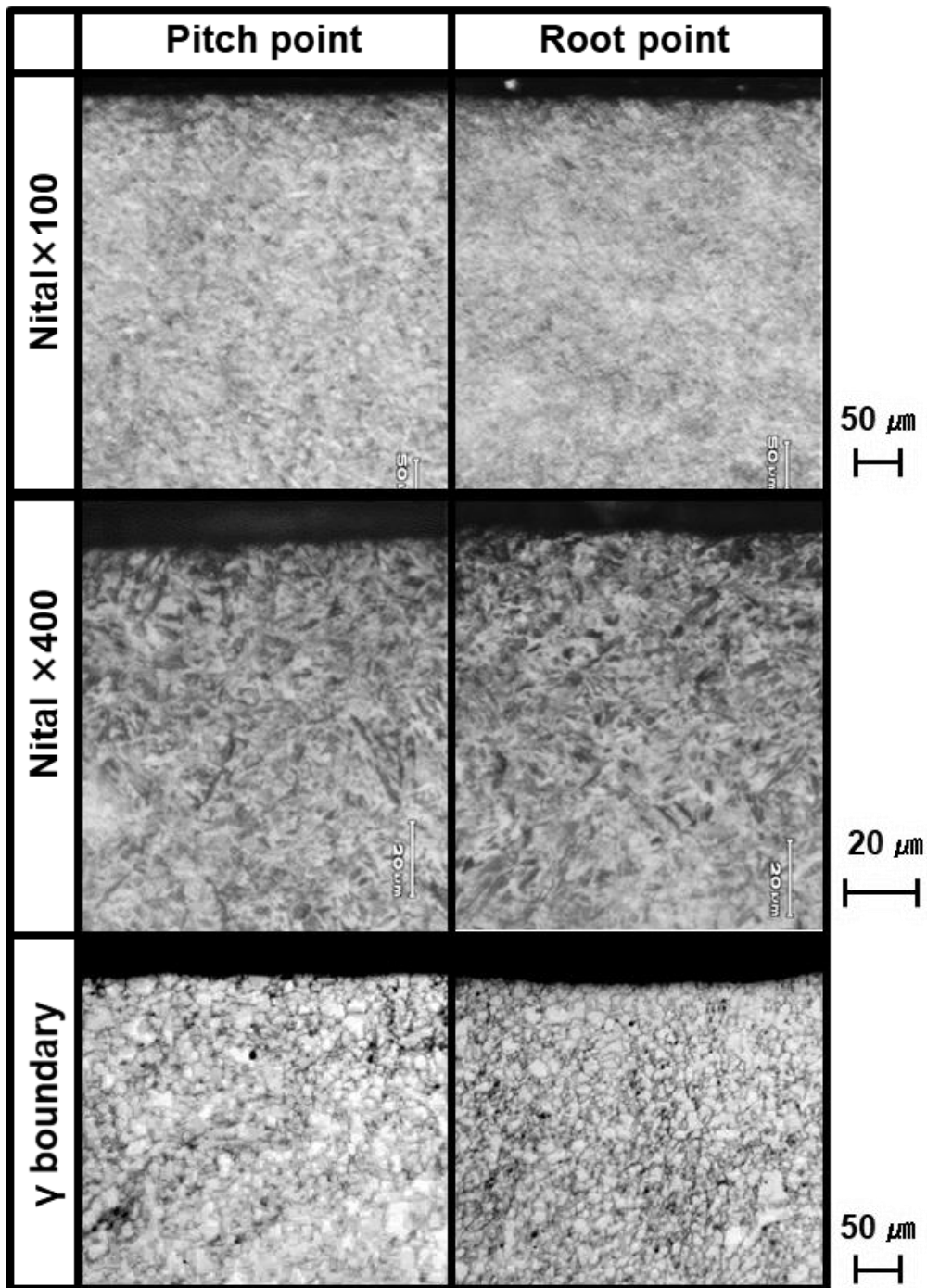


Fig. 6-10 Microstructures of carburized gear sample of SCM420.

6.2.3 シャフト形状

(1) 目的

機械機能部品の中に軸受やギヤに次ぐ重要な形状としてシャフトがある。自動車から工作機械にわたる産業機械の中心的な位置づけであり超高速浸炭の適用可否は重要な意味を持つ。そこで、シャフト形状に対する超高速浸炭技術の適用を検討、評価した。

(2) 試料

Fig. 6-11 に示す大小 2 種のシャフトを用いた。

シャフト長さ : A ; 520 mm, B ; 700 mm

最大径 : A ; 95 mm, B ; 135 mm

材質 : SCM415

目標熱処理品質 : 有効硬化層深さ 0.8 mm 以上

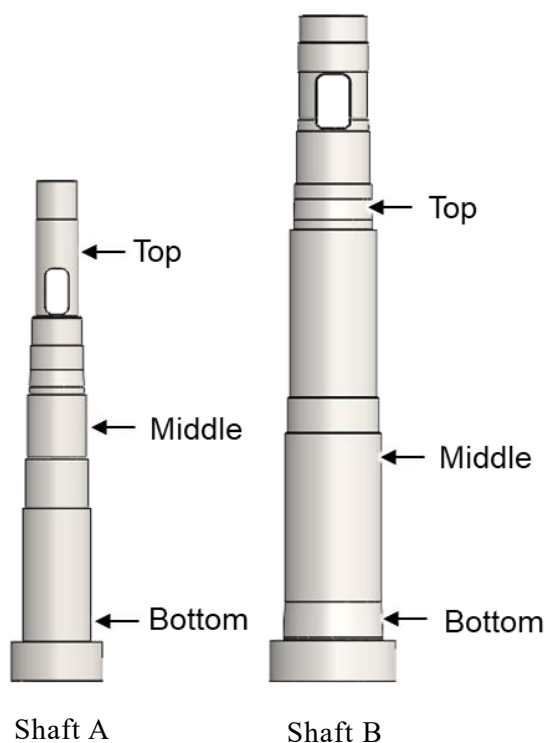


Fig. 6-11 Shape of samples.

(3) 熱処理条件

超高速浸炭処理条件について Fig. 6-12 に示す。処理温度 T は 1473 K-10 vol% CH₄, 処理時間 T_c および T_d はそれぞれ 1440 s および 840 s とし 1223 K まで放冷後ポリマー水溶液にて焼入れた。その後、超高速浸炭焼入れ装置を用いて窒素雰囲気下で 1273 K で再加熱しポリマー水溶液にて焼入れした。熱処理品質について浸炭後焼入れままにて分析評価した。分析は、Fig. 6-11 に示す 3 か所に対して試料外径側断面について硬さ試験および組織観察としてナイトル腐食組織について評価した。

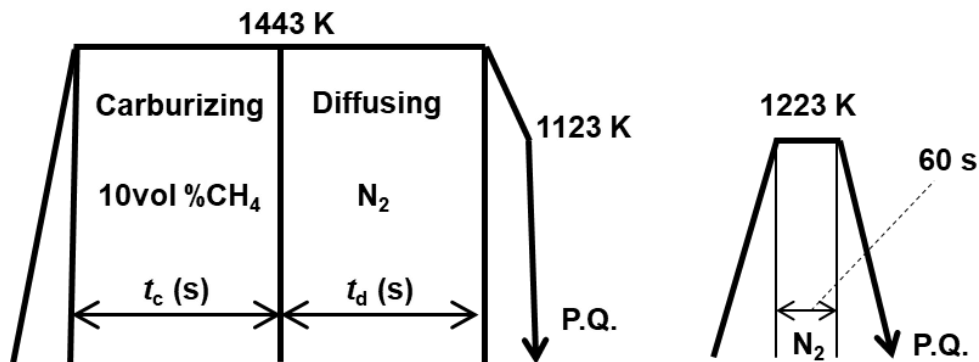


Fig. 6-12 Heat treating diagram.

(4) 結果および考察

Fig. 6-13 にシャフト A およびシャフト B の硬さ試験の結果を示す。シャフト A について、3 か所の有効硬化層深さはそれぞれ、Top が 1.0 mm, Middle が 1.0 mm, Bottom が 1.0 mm であり狙いの品質が確保できた。Top における硬さ推移において 1.0 mm より深い位置で硬さが他の 2 つと異なるのは、測定位置の質量効果による影響である。また、シャフト B については Top が 0.9 mm, Middle が 1.1 mm, Bottom が 1.0 mm でありこちらも狙いを満足する結果を得た。つぎに、Fig. 6-14 にマイクロ組織観察結果を示す。いずれにおいても表面はマルテンサイトとわずかな残留オーステナイトが観察された。

以上から 700 mm の長尺シャフトであっても、硬さ試験結果を合わせて良好な品質を得ることが可能であることを示した。

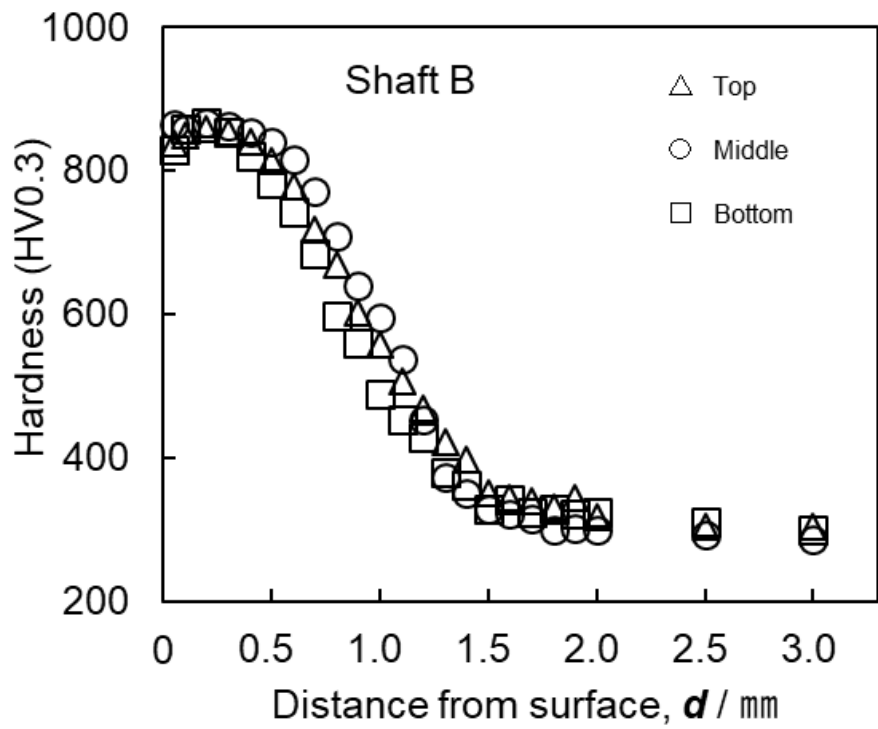
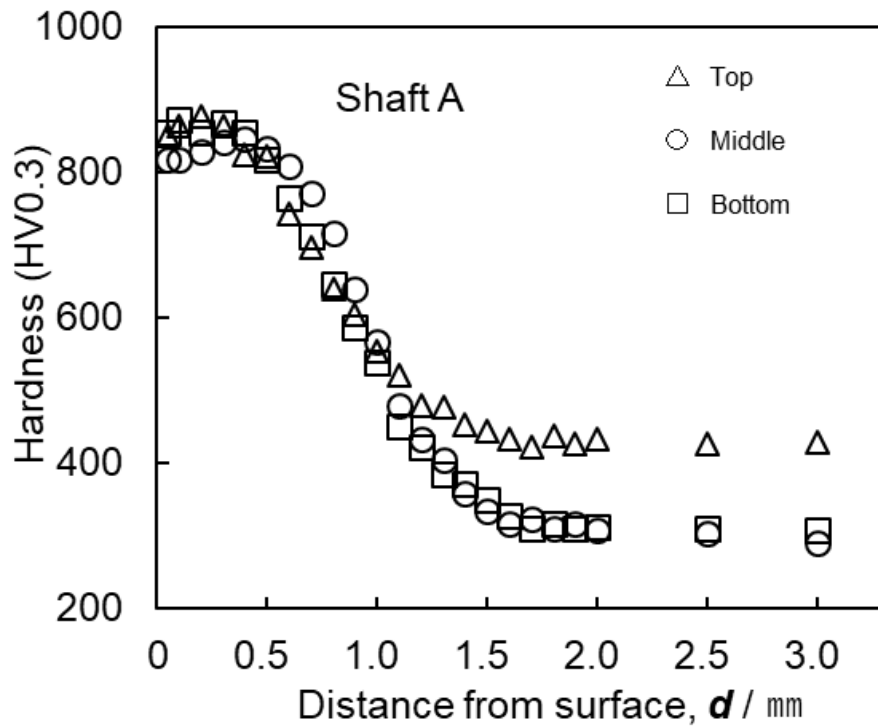


Fig. 6-13 Hardness profiles of carburized shaft sample of SCM415.

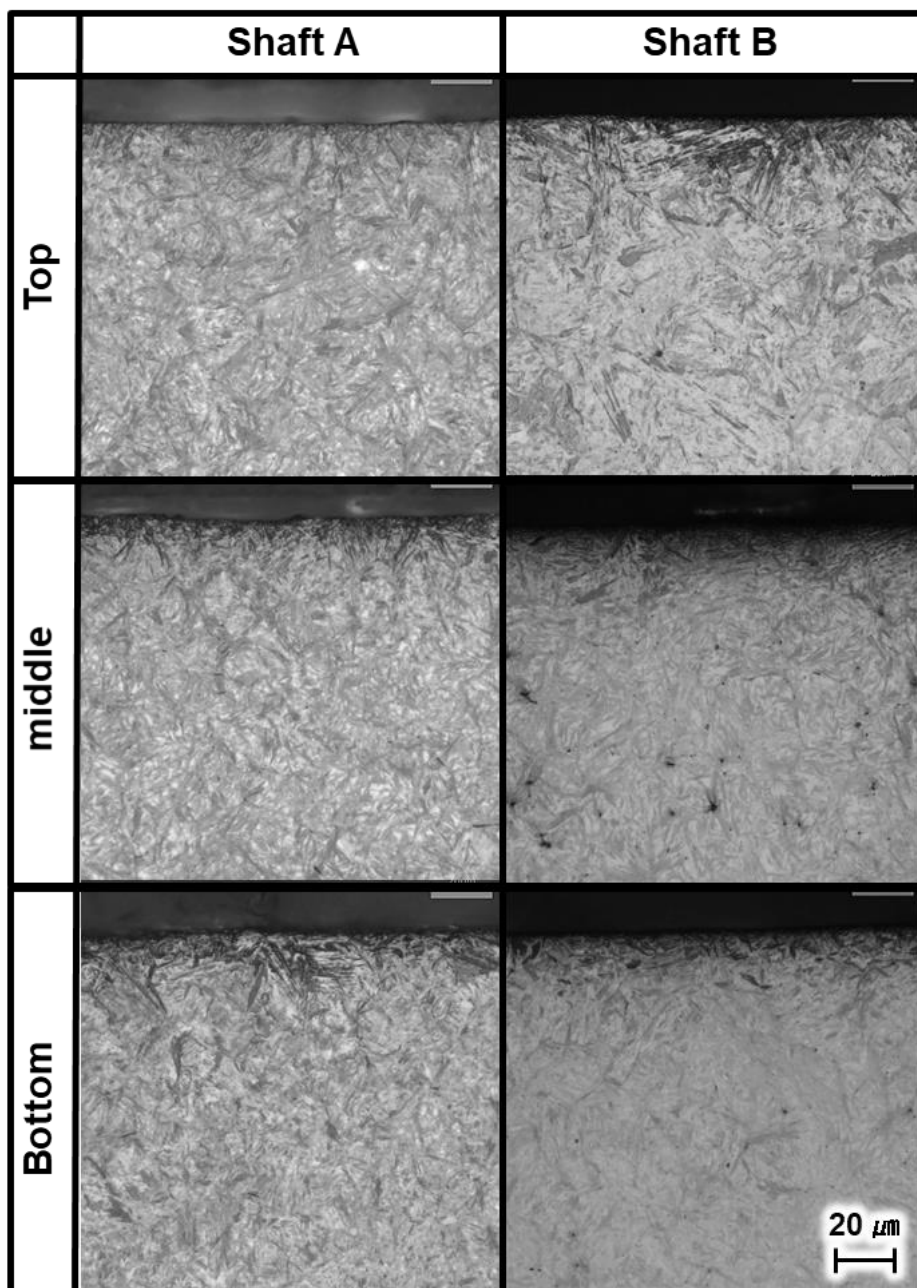


Fig. 6-14 Microstructure of carburized shaft sample of SCM415.

6.3 結言

超高速浸炭装置の開発として、市場の要求と最適構造を検討した上で適用拡大に向けた実部品の適用検証について実施した結果、以下の整理ができた。

- (1) 市場の要求として、浸炭のインライン化による省人化や製品品質管理の脱ロット化および自動化、熱処理歪の低減があり超高速浸炭は重要な位置づけとなる。
- (2) 超高速浸炭焼入れ装置として押さえるべき項目は以下となる。
 - ①加熱浸炭工程において、浸炭阻害要因として処理中の酸素混入を防ぐ構造が必要である。また、炭素侵入速度に影響する、 CH_4 ガス濃度の制御用として流量制御機構が重要である。さらに、処理品の加熱状態を決定づける誘導加熱仕様として、加熱コイル形状と発振周波数が重要となり、解析技術を用いると効率的な検討が可能。温度制御については、放射温度計を用いた計測には窓材を透過する測定波長を選定する必要がある。
 - ②焼入れ工程において、ポリマー水溶液を用いるため現時点で消防法を回避でき、機械加工ラインに導入しやすい。また、熱処理歪への影響が大きいですが、冷却層ない流れの制御機構を設けることで冷却状態を変化できる。
 - ③搬送工程について、ロボットなどの自動機を用いて搬送できるようなインターフェース構造を設けることが必要である。
- (3) 適用部品の検証について、リング形状として軸受、ギヤ形状として平歯車およびシャフト形状として動力伝達部品に対して良好な熱処理品質を得られることが明らかとなった。

第 6 章の参考文献

- (1) 山本亮介, 辻 莊平 : ガス浸炭処理装置およびガス浸炭方法, 特許第 5550276, 2011 年 2 月 10 日
- (2) 山本亮介, 石橋智行 : 誘導加熱式浸炭処理装置のワーク支持具, 特許第 4544537, 2010 年 7 月 9 日
- (3) 山本亮介, 戸田一寿 : 第 88 回日本熱処理技術協会講演大会概要集 (2019) 29-30.
- (4) 中田綾香 : JMAG Users Conference 講演論文集, **9** (2017) 1-17.
- (5) 中田綾香 : JMAG Users Conference 講演論文集, **15** (2018) 1-6.
- (6) 中田綾香 : JMAG Users Conference 講演論文集, **16** (2020) 1-14.
- (7) 奈良崎 道治 : 塑性と加工 **57** (2016) 606-621.
- (8) 賀数広海, 藤山周秀 : 第 86 回日本熱処理技術協会講演大会概要集 (2018) 37-38.

第 7 章 結論

7.1 結論

人々の生活を支える機械機能部品の熱処理市場は脱炭素社会や技術者不足の対応などの山積する課題がある。機械特性を飛躍的に向上できる浸炭焼入れについては、電動化が進むモビリティ市場で部品形態の変化があっても処理の活用ニーズが大きい。このような背景から、種々の取り組みがなされてきており、環境にやさしいとされる真空浸炭（減圧浸炭）についてもシェア拡大傾向にあるが、依然ガス浸炭がそのほとんどを占める。時々刻々変化する世界情勢も鑑みると様々なアイテムに適合する熱処理の選択肢を増やすことは重要である。

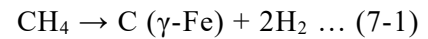
本研究では、機械機能部品の熱処理において浸炭インライン化を実現するための前例のない高速浸炭手法として共晶温度以上における浸炭反応に関する基礎研究としてそのメカニズムを解明し、実用化に向け適用部品の拡大を含めた研究成果について以下の結論が得られた。

第 1 章では、序論として昨今の環境課題とモビリティに関する世界の動向について述べ、基盤技術である熱処理分野において機械機能部品に対する製造工程に関する包括的な現状と、表面硬化処理のなかで最も活用されている浸炭処理に着目し現状および課題をまとめた。最後に、本研究の目的と新たな浸炭手法として超高速浸炭処理の概略を示した。

第 2 章では、共晶温度以上における浸炭処理の実現性として硬さ試験の結果から試料表面から内部にかけて硬さが漸減し、全硬化層深さは Harris の実験式⁽¹⁾で知られる放物線則に従うことを明らかにした。また、処理時間短縮効果は従来浸炭の 1203 K に比べ 1573 K でわずか 4%の処理時間にできることがわかった。

浸炭反応メカニズムに関する解明を目的に浸炭中の炭素侵入挙動に関する基礎的な研究として、一般的な鋼材として低炭素合金鋼の SCM420 を用いて 1473 K, 1523 K および 1573 K の温度域において各実験を行った。浸炭前後における試料の炭素量の差異から炭素侵入量を調査した結果、炭素侵入量は浸炭時間に対して比例関係であるわかり、超高速浸炭処理では炭素が一定の速度で鋼に侵入していることを明らかにした。

さらに，試料表面が固相線温度に達しても炭素侵入速度が一定であることも明らかとなった。各処理温度において炭素侵入速度を調査し処理温度依存性を確認しアレニウスの式を用い活性化エネルギーを求めた結果 10% CH₄ で 230.6 kJ・mol⁻¹であった。Grabke による表面反応の速度論に関する鉄箔を用いた先行研究で，オーステナイトにおける CH₄ ガスの分解反応の活性化エネルギーは 230.1 kJ・mol⁻¹ という報告⁽²⁾があり，等価であることを突き止めた。以上の結果から，共晶温度以上における超高速浸炭の浸炭反応は(7-1)式に示す CH₄ ガスの分解反応によって律速し炭素が鋼に侵入することを明らかにした。



第 3 章では，無数に存在する機械機能部品に対して効率的な処理条件の検討が必要であることから鋼中の炭素濃度分布について予測手法を検討した。

第 2 章で得られた炭素侵入速度から(7-2)式を導き，鋼中の炭素の拡散については(7-3)式で表される Fick の第 2 法則に基づき差分法による計算方法を考案した。鋼中の炭素拡散については先行研究において既知となっているオーステナイト中の炭素拡散係数について調査し，炭素濃度の実測値を比較し最もよい一致を示した Ågren が報告した拡散係数⁽³⁾を選定し計算モデルに組み込んだ。

$$F = 4.04 \times 10^{-11} e^{(1.20 \times 10^{-2} \cdot T)} \dots (7-2)$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} D \frac{\partial C}{\partial x} \dots (7-3)$$

$$D_c(T, C) = 4.53 \cdot 10^{-7} \left\{ 1 + y_c (1 - y_c) \frac{8339.9}{T} \right\} e^{\left\{ -\left(\frac{1}{T} - 2.221 \cdot 10^{-4} \right) (17767 - y_c \cdot 26436) \right\}} \dots (7-4)^{(3)}$$

検証として各温度において計算値と実測値が近い結果であることを確認し，超高速浸炭における鋼中の炭素濃度予測モデルを確立した。

第 4 章では，第 3 章で確立した炭素濃度予測モデルを用いて効率的な条件の検討を行った。工業的な活用として環境負荷低減や処理の高速化を狙った条件検討を目的と

した。狙いの浸炭熱処理品質を 0.6 mass%とし、浸炭深さは有効硬化層深さが 0.8 mm(使用試料では 0.3 mass%位置)と設定し、処理温度が 1473 K~1573 K、CH₄ ガス濃度が 5~15 vol%の範囲で試算し最短時間で狙いの品質となる条件を計算検討した。

その結果、今回の計算範囲では最大処理時間が 616 s で最小処理時間は 502 s であり、CH₄ ガスの使用量は約 45%の差があることが実験することなく明らかとなった。さらに、実験検証した結果実測との整合がとれていたため実用の有効性を示した。

第 5 章では、共晶温度以上で処理する上で旧 γ 結晶粒の粗大化は避けられない現象である。しかし、結晶粒粗大化防止の観点から Nb や Ti を用いたピンニング効果の活用は見込めないため、旧 γ 結晶粒微細化の観点に立った粗大化対策の検討を行った。そこで、超高速浸炭後の冷却方法で得られる種々組織によって、再焼入れ工程における結晶粒に及ぼす影響を調査しその対策を検討した。具体的には、超高速浸炭処理後の冷却速度を変化させマルテンサイト単相、ベイナイト+フェライトおよびベイナイト+フェライト+パーライトの 3 パターンの組織を準備し、再焼入れによって得られる旧 γ 結晶粒を調査した。

その結果、高温浸炭によって粒度番号が約#3 に粗大化し過熱組織となることを確認した。浸炭後においてフェライト、ベイナイトおよびパーライトの不均一性により再加熱時の初期 γ 結晶粒サイズが不均一になることで再焼入れ後の結晶粒が混粒⁽⁴⁾となった。一方、浸炭後にマルテンサイト単相の場合、再焼入れ時に微細かつ整粒の状態が得られ、再焼入れ温度が比較的低い 1123 K にて微細結晶粒が得られるとわかった。

第 6 章では、市場に導入するにあたり課題となる熱処理設備の最適構造の検討と実部品による実証について示した。市場の要求と装置構造について、加熱浸炭工程と焼入れ工程および搬送工程について浸炭品質の確保の観点で重要項目を挙げた。また実部品への適用検討では本実験で用いた超高速浸炭装置を用いてギヤ形状実処理品を対象に SCM420 材の歯先円直径が 136 mm モジュール 3.5 の歯車の評価、およびシャフトへの適用を考慮し SCM415 材の長さ 520 mm および 700 mm を用いシャフト用装置で適用確認を実施し、良好な浸炭品質を示し実部品への適用について実証した。

7.2 今後の課題と展望

エネルギーを大量に消費する熱処理において環境対応が重要視されるようになって久しく、ガス浸炭に加えて環境にやさしい真空浸炭が普及し始めている。しかし、次世代型表面熱処理・表面改質・装置開発には届いていないのが現状である⁽⁵⁾。そこで、新たな浸炭手法として、インライン化を狙った共晶温度以上における超高速浸炭について本論でその反応メカニズムと実用性について示した。

ただし、適用部品の拡大や処理コストを考慮した際に課題があると考えられる。その一つは最適な加熱コイルや発振周波数の選択や、処理工程に合わせたインライン化するためのインターフェースの確立があげられる。現時点では市場で使用される装置は限定的であり、この後さらなる生産技術的な面での取り組みが必要である。今後の環境課題対応の加速と熟練技術者不足の対応、さらに DX 化などのトレンドに熱処理市場が活気つければ、周辺技術とあわせて普及速度が増すと考えられる。超高速浸炭技術がその波に乗るためには、メタネーション技術、二酸化炭素回収・貯蔵技術や再生可能エネルギーの活用、さらにデジタル化技術と合わせた自動化技術など合わせた複合的な開発が必要となる。

超高速浸炭では熱源に誘導加熱を活用していること、そして浸炭の原料ガスに CH_4 を用いていることから、周辺技術の成熟によりカーボンニュートラルな浸炭への期待が大きい。今後さらなる効率化策を検討し普及に向けた開発を進める考えである。

第 7 章の参考文献

- (1) E.F. Harris: Met. Prog. **44** (1943) 265-272.
- (2) H. J. Grabke : Arch. Eisenhuettenwes **46** (1975) 75-81.
- (3) Ågren J.: Scr. Metall. **20** (1986)1507-1510.
- (4) 久保田 学, 越智達郎: 新日鉄技報, **378** (2003) 72-76.
- (5) 奥宮正洋: 熱処理, **61** (2022) 224-226.

〈研究業績〉

〔学術論文（審査あり）〕

- (1) 超高速浸炭処理の炭素侵入特性における熱処理雰囲気の影響, 共著, 山本亮介, 西本明生, 戸田一寿, 熱処理, Vol.61, No.4, pp.183-190. 2021年8月, Effect of the Atmosphere for Heat Treatment on Carbon Flux in Ultra-rapid Carburizing, 共著, Ryosuke YAMAMOTO, Akio NISHIMOTO and Kazutoshi TODA, Materials Transactions, Vol.64 No.1, pp.272-279. 2023年1月, ○ 第2章
- (2) 共晶温度以上における超高速浸炭を用いた炭素侵入特性に対する処理温度の影響, 共著, 山本亮介, 西本明生, 熱処理, Vol.62 No.3, pp.95-101. 2022年6月, ○ 第2章
- (3) 共晶温度以上における超高速浸炭処理による鋼中の炭素濃度予測, 共著, 山本亮介, 西本明生, 日本金属学会誌, vol.87 No. 5 (2023年1月19日アクセプト), ○ 第3,4章

〔国際会議〕

- (1) Ultra-rapid Carburizing Using Induction Heating and Investigation of Carbon Penetration Characteristics, Ryosuke YAMAMOTO and Akio NISHIMOTO The 15th International Symposium in Science and Technology 2021 (15th ISST 2021), 2021年8月5日, Online, Kansai University, Japan, (口頭発表)
- (2) Carbon Penetration Behavior of Cr-Mo Steel Specimen in Carburizing above Eutectic Temperature, Ryosuke YAMAMOTO and Akio NISHIMOTO, 27th IFHTSE CONGRESS & EUROPEAN CONFERENCE ON HEAT TREATMENT 2022, 2022年9月6日, Salzburg, Austria, (口頭発表)

〔学会発表〕

- (1) 超高速浸炭処理によるリング状部材の熱処理変形の抑制, 共著, 戸田一寿, 山本亮介, トライボロジー会議 2017 秋, 高松, 2017年11月15日
- (2) 超高速浸炭処理による熱処理変形の抑制, 共著, 山本亮介, 戸田一寿, (一社)日本熱処理技術協会第84回 講演大会 講演概要集, pp. 51~52 2017年12月1日, 東北大学
- (3) 超高速浸炭処理によるリング状部材の熱処理変形への抑制 (第2報), 共著, 山本亮介, 戸田一寿, (一社)日本熱処理技術協会第86回 講演大会 講演概要集, pp. 39~40

2018年12月14日, 大阪大学

- (4) 誘導加熱焼入れ工程における温度変化が歪に与える影響, 共著, 山本亮介, 戸田一寿, (一社)日本熱処理技術協会第88回講演大会講演概要集, pp. 29~30 2019年11月29日, 名古屋市工業研究所
- (5) 超高速浸炭処理の炭素侵入特性における熱処理雰囲気の影響, 共著, 山本亮介, 西本明生, 戸田一寿, (一社)日本熱処理技術協会第90回講演大会講演概要集, pp. 41~42 2020年11月27日, 九州工業大学
- (6) 超高速浸炭処理における処理温度が炭素侵入特性に及ぼす影響, 共著, 山本亮介, 西本明生, 戸田一寿, (一社)日本熱処理技術協会第91回講演大会講演概要集, pp. 33~34 2021年6月8日, オンライン
- (7) 超高速浸炭処理における炭素予測手法の検討, 共著, 山本亮介, 西本明生, (一社)日本熱処理技術協会第92回講演大会講演概要集 pp. 53~54 2021年11月26日, 島根県松江市くにびきメッセ
- (8) 超高速浸炭プロセスの熱処理性状に及ぼす冷却条件の検討, 共著, 山本亮介, 西本明生, (一社)日本熱処理技術協会第93回講演大会講演概要集 pp. 29~30 2022年5月20日, 東京工業大学
- (9) 共晶温度以上における浸炭処理の反応と熱処理性状 共著 山本亮介, 西本明生, (公社)日本金属学会 2022年秋期(第171回)講演大会 pp. 220 2022年9月22日, 福岡工業大学

〔講演〕

- (1) 工業用熱処理装置の紹介, 山本亮介, (一財)岡山セラミックス技術振興財団第5回焼結技術セミナー, 2017年5月12日
- (2) 浸炭熱処理の課題と今後の展望, 山本亮介, (一社)日本熱処理技術協会西部支部 2018年度第31回特定テーマ講習会-最近の表面硬化・表面改質技術の課題と展望II-, 2019年2月8日
- (3) 次世代に適用する浸炭焼入れ技術, 山本亮介, (一社)日本熱処理技術協会西部支部 2019年度20回熱処理中堅技術者講習会, 2019年12月5日
- (4) 脱炭素社会に向けた超高速浸炭焼入れ技術について, 山本亮介, (一社)日本熱処理技術協会西部支部 2022年度第31回特定テーマ講習会-カーボンニュートラルの

実現に向けた取り組み- 2022 年 2 月 14 日

- (5) ゼロカーボン・循環型の熱処理を見据えた超高速浸炭技術の紹介, 山本亮介, (一社) 日本熱処理技術協会 2022 年度 第 2 回熱処理技術セミナー-熱処理応用講座-, 2022 年 10 月 15 日
- (6) 脱炭素社会にむけた熱処理装置の動向と活用, 山本亮介, (一社) 日本熱処理技術協会 第 94 回(2022 年秋季)講演大会 シンポジウム 2022 年 11 月 25 日

[解説]

- (1) 超高速浸炭処理を用いた熱処理歪の抑制技術, 共著, MECHANICAL SURFACE TECH, 山本亮介, 戸田一寿, 2019 年 4 月号, pp.42~44
- (2) カーボンニュートラル達成に向けた超高速浸炭焼入れ技術, 共著, MECHANICAL SURFACE TECH, 山本亮介, 戸田一寿, 2022 年 4 月号, pp.37~39
- (3) 浸炭焼入れにおける最近の動向と超高速浸炭技術の紹介, 山本亮介, 機械設計, 2023 年 1 月号, pp.22~26

[特許]

- (1) 特許第 4255815, 立里暁華, 山本亮介, ガス浸炭方法, 2005 年 6 月 23 日
- (2) 特許第 5114270, 山本亮介, 石橋智行, 浸炭装置および浸炭方法, 2009 年 10 月 22 日
- (3) 特許第 4544537, 立里暁華, 山本亮介, 誘導加熱式浸炭処理装置のワーク支持具, 2010 年 7 月 9 日
- (4) 特許第 5550276, 山本亮介, 辻 莊平, ガス浸炭処理装置およびガス浸炭方法, 2011 年 2 月 10 日
- (5) 特許第 5647776, 長嶋 靖, 山本亮介, ガス浸炭処理装置, 2011 年 2 月 17 日
- (6) 特許第 5663186, 長嶋 靖, 山本亮介, 浸炭処理装置, 2011 年 10 月 27 日
- (7) 特許第 5658934, 山本亮介, 浸炭焼入方法, 2012 年 2 月 9 日
- (8) 特許第 5464611, 山本亮介, 黒松節夫, 浸炭処理用の誘導加熱コイル及び浸炭処理装置, 2014 年 1 月 31 日
- (9) 特許第 5808469, 長嶋 靖, 山本亮介, 浸炭処理装置, 2015 年 1 月 29 日
- (10) 特許第 6271096, 山本亮介, 佐藤 学, 中田綾香, 熱処理装置, 2018 年 1 月 12 日
- (11) 特許第 6271095, 山本亮介, 佐藤 学, 熱処理装置, 2018 年 1 月 12 日

- (12) 特許第 6776214, 山本亮介, 佐藤 学 熱処理装置, 2018 年 4 月 12 日
- (13) 特許第 6691088, 山本亮介, 佐藤 学, 中田綾香, 熱処理装置, 2018 年 4 月 12 日
- (14) 特許第 6689292, 山本亮介, 誘導加熱コイルの支持構造、および、誘導加熱装置,
2020 年 4 月 9 日
- (15) 特許第 6853399, 山本亮介, 誘導加熱コイルの支持構造、および、誘導加熱装置,
2020 年 7 月 30 日

以上

謝辞

本論文をまとめるにあたり，社会人として博士課程後期課程への入学から指導教員および主査として熱心に丁寧なご指導を賜りました関西大学化学生命工学部化学・物質工学科の西本明生教授に心から感謝の意を表します。

本論文の副査をお引き受けいただいた関西大学化学生命工学部化学・物質工学科の丸山徹教授ならびに竹中俊英教授には論文の構成など貴重なご助言・ご指導を賜り心より感謝申し上げます。

また，分析装置に関して熱心に指導を賜った関西大学化学生命工学部化学・物質工学科の近藤亮太准教授に感謝申し上げます。

本研究において炭素元素の線分析方法について丁寧なご指導，また熱処理に関する有益なご助言を賜りました㈱ジェイテクトの服部清幸様，中島力様に感謝いたします。

本研究内容に関する講演の機会をいただき，また貴重なご意見を多く賜りました(一社)日本熱処理技術協会の皆様には厚く御礼申し上げます。

また，本研究の推進するにあたり激励を賜るとともに多くの便宜を図っていただいた㈱ジェイテクトサーモシステムの竹岡伸高社長，仲西明史常務，藤山周秀理事に深く感謝申し上げます。

社会人博士課程後期課程への入学にあたり多くの激励と熱心な指導および助言をいただいた㈱ジェイテクトサーモシステムの西村圭介上席参与，戸田一寿博士に深く感謝申し上げます。

研究推進にあたって，実験のサポートを頂いた㈱ジェイテクトサーモシステム商品開発部の皆様ならびに工業加熱装置部の皆様に感謝いたします。

本研究の分析評価にあたり多くのアドバイスとサポートをいただきました関西大学化学生命工学部化学・物質工学科機能材料研究室の皆様には感謝いたします。

最後に，本研究に多大な理解をいただいた妻彰子に感謝の意を表し謝辞の締めくくりとさせていただきます。