

# レーザー照射条件の最適化による高速浸炭処理技術の開発

大阪産業技術研究所 和泉センター

主任研究員 平田 智丈

(平成 29 年度 一般研究開発助成 AF-2017216)

キーワード：浸炭，レーザー，熱処理

## 1. 研究の目的と背景

鉄鋼材料への浸炭焼入処理は、靱性を損なうことなく疲労強度等の機械的性質を改善できる、古くから利用される熱処理技術である。浸炭処理は、多くの機械部品において採用されているが、工業的にはガス浸炭と真空浸炭の二つの手法が多く用いられる。

ガス浸炭は、搬送ガスに少量の炭化水素ガスを添加した雰囲気中で、所定の温度で適当な時間保持することで行われる。炭化水素ガスの添加量により、簡単に表面の炭素濃度を調節できるが、処理に長時間を要し、多量の余剰ガスも発生する。通常、余剰ガスは燃焼して処理されるため、多量の温暖化ガスが発生し、熱処理業界では大きな課題となっている。

一方、真空浸炭は、高温・減圧下で処理品と炭化水素ガスを分解接触させることにより浸炭させる手法である。真空浸炭は、使用ガス量が少なく、酸化性ガスを含まないことから粒界酸化が生じない。さらに、ガス浸炭よりも高温で処理できるため、浸炭時間を短縮できる。しかしながら、既存の設備では 1100℃以上で処理することは難しく、処理時間の短縮には限りがあるため、省エネ化や高効率化が実現できる新たな技術開発が期待されている。

レーザープロセスは、微細加工や溶接を目的に利用されることが多いが、瞬間的な加熱と冷却を利用した熱処理技術としても注目されている。レーザー照射による加熱は、局所的かつ瞬間的であり、処理品の周囲の物体を著しく加熱することがないため、既存の熱処理設備では実現不可能な高温域まで処理品を加熱することも可能である。したがって、レーザープロセスを浸炭処理に応用展開できれば、浸炭処理技術の省エネ化や高効率化も期待できる。そこで本研究では、浸炭雰囲気制御下でのレーザー照射条件の最適化により、既存の手法よりも大幅に処理時間を短縮させ、環境負荷軽減に大きく貢献できる先駆的浸炭処理技術を確立することを目指した。

## 2. 実験方法

### 2・1 実験装置の考案

本研究では、混合ガスではなく、少量の炭化水素ガスのみを使用した浸炭を目指した。使用する実験装置は、M. Grenier ら<sup>1)</sup>がチタン表面への硬化層形成を試みた実験方法を参考にし、真空浸炭を模擬した装置を考案した。

図 1 に、本研究で作製した実験装置の模式図を示す。浸炭は、雰囲気を制御するための炉（容器）が必要となる。

一方、レーザーは、透明の物体を透過する特徴を有するため、使用する容器が透明であれば、熱源となるレーザー装置を必ずしも容器内に設置する必要はない。また、一般的な浸炭は、炉材の選定や金属組織の熱的安定性に起因して 900～1100℃で処理されることが多いが、処理温度が 1200℃を超えると、理論上は浸炭時間を大幅に短縮できることが予測される。さらに、レーザーが処理品のみを瞬間的に加熱するだけならば、雰囲気制御用の容器には、高価な耐熱材料は必要ないと考えられる。そこで本研究では、雰囲気制御用の容器にはプラスチック材料を使用し、レーザーを外部から照射できるように、一部に石英ガラス製の小窓を設けたものを準備した。

容器には、浸炭処理に要する炭化水素ガスの封入や容器内の排気を目的に、複数のバルブを設けた。また、容器内の炭化水素ガスの濃度を制御するために、真空計を装備した。レーザー照射部の温度は、放射温度計を用いてガラス窓越しに測定した。ただし、放射温度計で金属材料の表面を測定する場合、放射率の違いによる測定誤差が生じる恐れがあるため、本研究では波長の異なる二つの赤外線を利用した二色モードで温度を測定した。

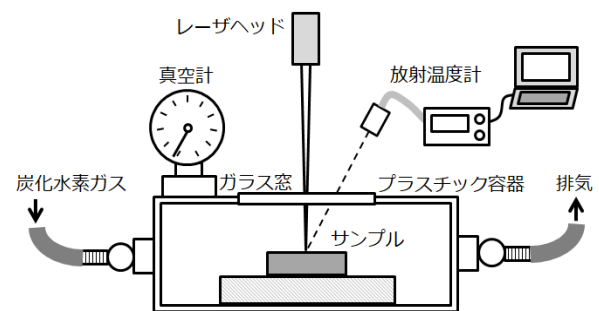


図 1 実験装置模式図

### 2・2 実験条件

浸炭に使用した材料は、SCM415 である。直径 50 mm の棒材を厚さ約 3 mm に切断し、さらに外周の一部を切断後、表裏を研削して 3mm 厚の小判状の試験片を準備した。使用したレーザー装置は、光源は半導体レーザー、波長は 940 nm、照射スポットは約 5 mm×約 5 mm 四方で、レーザー出力を 600～800 W の範囲で変化させた。

試験片は、透明な容器内に設置し、容器内を排気した後、C<sub>3</sub>H<sub>8</sub> ガス（プロパンガス）を封入し、浸炭雰囲気に制御した。その後、容器外からレーザーを試験片に照射し、レーザー

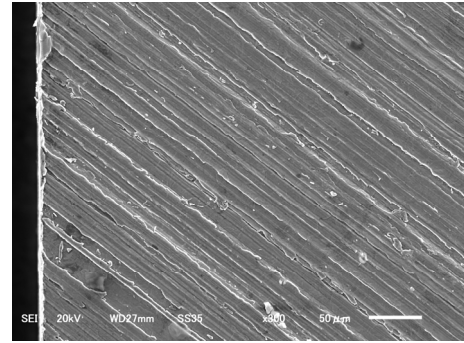
を 0.5 mm/s で走査して、長さ約 20 mm の領域を浸炭した。浸炭処理の効果を確認するために、照射部の断面組織観察および炭素濃度分布測定を行った。

### 3. 実験結果

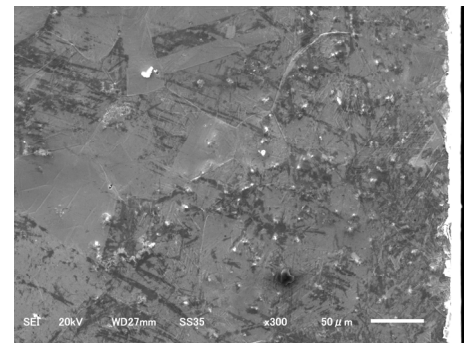
#### 3・1 レーザ照射条件の影響

図 2 に、異なる出力のレーザを照射し、浸炭を試みたサンプルの外観を示す。いずれのサンプルも、レーザ照射部は試料のほぼ中央付近で、写真の左から右に向かってレーザを走査した。600 W のレーザ光を照射したサンプルでは、表面の変色はほとんど認められず、サンプルを十分に加熱できていないことが示唆される。一方、640 W および 700 W のサンプルでは、レーザ照射部は明らかに変色しており、ガラス窓越しでのレーザ照射であっても、サンプルが十分に加熱されていると考えられる。800 W のサンプルでは、レーザ照射部は変色しているが、640 W や 700 W のサンプルと比べて、全体的に金属光沢が認められた。なお、レーザ照射後は、いずれの条件においてもプラスチック容器が溶けることはなかった。

次に、レーザ照射後に表面の変色が認められ、その特徴が異なる 640 W および 800 W のサンプルにおいて、レーザ照射部を拡大し観察した。それぞれのサンプル表面の SEM 写真を図 3 に示す。640 W のサンプルにおいては、表面研削時の加工跡が認められることから、サンプル表面が熔融する温度域までは加熱されていないことがわかる。一方、

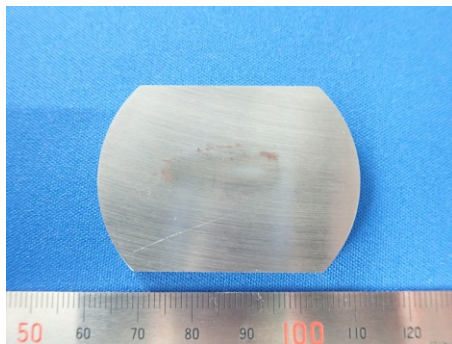


(a) 640 W

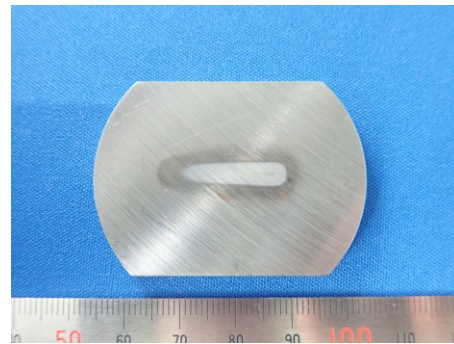


(b) 800 W

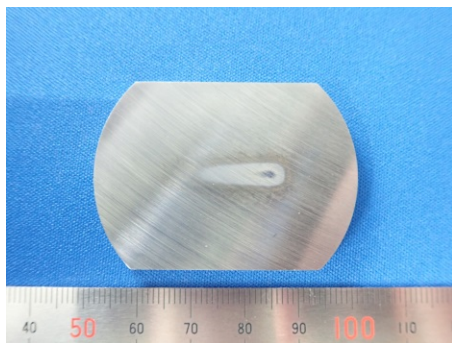
図 3 レーザ照射後のサンプル表面拡大写真



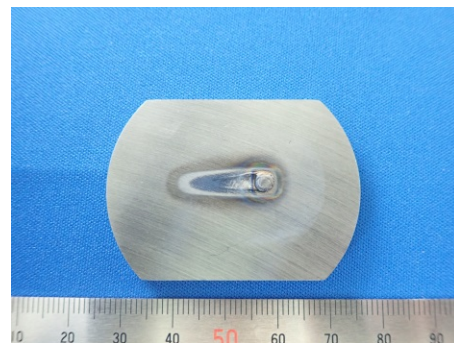
(a) 600 W



(b) 640 W



(c) 700 W



(d) 800 W

図 2 レーザ照射後のサンプル外観

800 Wのサンプルでは、表面が熔融し、研削痕が認められない。すなわち、レーザーの出力が大き過ぎるため、固液共存域以上に加熱されたことが示唆される。

液相の有無は浸炭速度に影響し、液相が存在するほうが炭素の拡散は促進されるため、より浸炭されやすいことが予想される。しかしながら、金属材料は一度熔融すると、一般的にはそれ以前の特徴が消失するため、通常の熱処理では材料の熔融は好ましくない。したがって、本研究においても、サンプルへの浸炭が可能であれば、より出力の小さい640 Wのレーザー照射条件のほうが、浸炭条件としてはより好ましいと考えられる。

### 3・2 レーザ照射による浸炭状態

640 Wおよび800 Wのサンプルにおいて、表面状態に差異が認められたため、それらの浸炭状態を確認するために、炭素濃度分布を測定した。図4に、両サンプルの表面から内部への炭素濃度分布を示す。測定箇所は、レーザーの走査部の中央付近である。いずれのサンプルも、表面炭素濃度の上昇が認められ、レーザー照射により浸炭できていることがわかる。炭素濃度は、内部に向かって緩やかに減少しており、この傾向は通常の浸炭処理材においても認められることから、炭素は拡散により内部に侵入していると考えられる。表面の炭素濃度は、800 Wのサンプルのほうが高い値を示しているが、これは加熱温度が高く、かつ表面が熔融していたことから、炭素が固溶・溶解しやすい状態であったことが要因と考えられる。

小野ら<sup>2)</sup>は、本研究と同様に、炭化水素ガスを供給しながらレーザーを照射し、鋼中への浸炭を試みている。ただし、本研究のような真空浸炭を模擬した手法とは異なり、密閉型の容器は用いず大気圧下で鋼を熔融域まで加熱し、浸炭を試みている。その手法では、浸炭と同時に酸化も懸念され、さらに炭化水素ガスを大気中で使用するため、その取扱いにも注意が必要となる。一方、本研究で用いた手法では、酸化が生じることもなく、炭化水素ガスの取扱いも容易なことから、処理品の品質面や、設備の安全面において

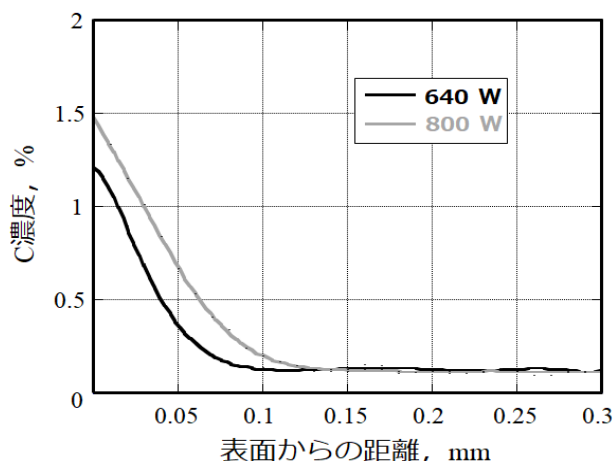


図4 レーザ照射したサンプルの炭素濃度分布

も優位と考えられる。特に、本手法では処理品が固相状態であっても浸炭することが可能であるので、品質においては特に良好であることが示唆される。

次に、640 Wでレーザーを照射したサンプルにおいて、照射部の温度を放射温度計にて測定した結果を図5に示す。レーザー照射部は、10秒程度ではあるが、既存の熱処理設備では実現不可能な1200°C以上の温度域に到達していることがわかる。石神ら<sup>3)</sup>は、プロパンガスを使用した真空浸炭において、炭素流入速度の定量的な解析を行っている。その報告では、1040°Cまでの炭素流入速度を解析しているが、さらに高温域においても解析結果が成立する場合、1200°C以上で数十秒加熱すれば、内部への浸炭が期待できる。本研究で得られた結果は、その予測の妥当性を証明するものであり、浸炭雰囲気には置かれたサンプルを、レーザーにより瞬間的に超高温域に加熱することができれば、極短時間であっても十分に浸炭できることがわかった。石神らは、ガス濃度によって炭素流入速度が変化することも報告しているが、本研究ではガス濃度の依存性は調査しておらず、それは今後の課題である。なお、800 Wのサンプルにおいて、同様の手法で温度測定を行ったところ、最高到達温度は約1500°Cであった。

最後に、レーザー照射により浸炭処理したサンプルの断面組織観察結果を示す。写真はレーザー出力640 Wのサンプルのもので、図6(a)はマクロ写真、図6(b)は照射部の表面中央付近をやや拡大した写真、図6(c)は表面中央付近をさらに拡大した写真である。マクロ写真では、レーザー照射による熱影響部がお椀型状に広がっていることがわかる。中心付近は板厚の約半分である1.5 mm程度の深さまで熱影響部が認められるが、それよりも深い裏面側は大きな変化は認められない。すなわち、レーザー照射部は1200°C以上に加熱されるが、そのときの熱は瞬時に周囲に逃げていくことがわかる。そのため、プラスチック容器であっても、熔融することなく浸炭できたと考えられる。次に図6(b)に注目すると、表面から極浅い箇所では組織変化が認められるが、それより深い箇所では顕著な組織変化は認められない。これは、レーザーによる加熱領域と、浸炭された領域とは一致しないため、浸炭された領域だけ焼入れ組織に変化したためと考えられる。さらに表面部分を拡大した図6(c)では、組織変化の範囲は表面から0.1 mm弱であることがわかる。

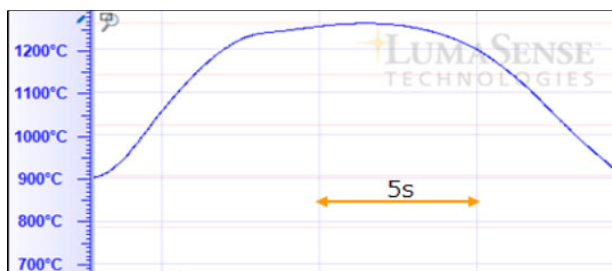
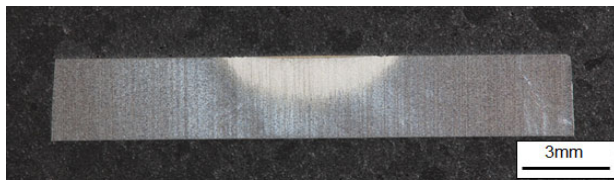


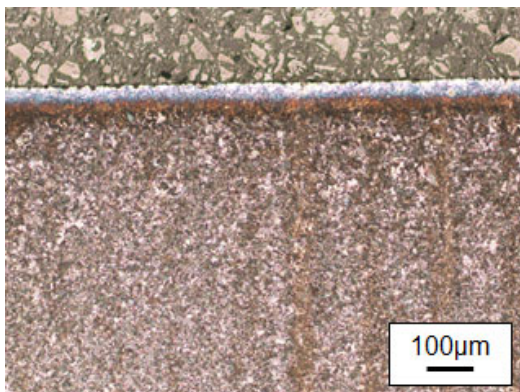
図5 640 Wのレーザー照射時における温度測定結果

この結果は、図4で示した炭素濃度分布の結果と良い一致を示しており、浸炭が認められる領域のみ組織が変化していることがわかる。ただし、表面から30 μm以上深い箇所ではマルテンサイト組織が認められるが、それよりも浅い箇所には残留オーステナイトが認められる。これは、表面付近は炭素濃度が高いため、このままでは高い硬度は得られないが、サブゼロ処理などを施せばマルテンサイト変態が起こり、十分な硬さが得られると考えられる。

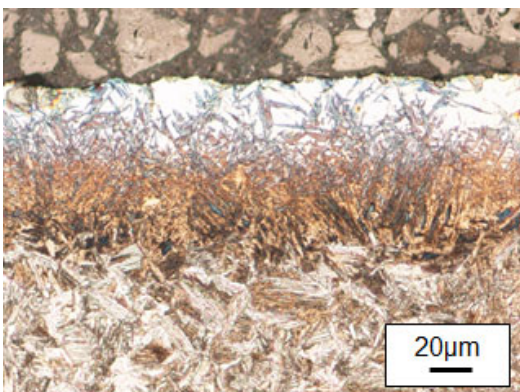
ところで、本技術の特長は、処理時間の大幅な短縮だけでなく、それにともない少量のサンプルにも柔軟に対応でき、また局所的な表面硬化にも適している点である。すなわち、既存のガス浸炭や真空浸炭用の設備は、処理に長時間を要するため、一度の処理で多くのサンプルを処理できるよう大型の設備であることが多い。そのため、処理量に依らず多くのガスやエネルギーを消費するため、少量生産



(a)マクロ写真



(b)表面部やや拡大写真



(c)表面部拡大写真

図6 640 Wで照射したサンプルの断面組織写真

には適さない。また、サンプルを浸炭炉に入れば、サンプルは全体的に高温に加熱されることになるため、製品によっては熱処理歪みが問題になることも想定される。近年は、物の付加価値を高めるがゆえに、いわゆる一点物に近い製品の需要が高まる傾向にある。このように、多品種少量生産が求められる状況においては、既存の浸炭処理設備では対応が難しいことも多く、本開発技術は、世の中のニーズに弾力的に対応することができる。

本研究のような浸炭処理の超高速化あるいは多品種少量生産への対応に注目した研究開発は、国内外共に非常に少ないが、国内においては高周波加熱を利用した高速浸炭に関する報告がある<sup>4)</sup>。その報告によれば、不活性ガスと炭化水素ガスの混合ガス雰囲気下において、高周波加熱により1200℃程度まで加熱すれば、大幅に処理時間を短縮化することが可能となる。

高周波やレーザーを利用した高速浸炭は、浸炭のメカニズムは基本的に同様と考えられるが、高周波加熱の強みは、一度に比較的広い範囲を浸炭できることである。しかしながら、高周波ではコイルを近付けにくい箇所は浸炭されにくい。疲労特性の向上は、浸炭処理の目的の一つであるが、疲労破壊は窪み部等の応力集中しやすい箇所から始まることが多い。つまり、高周波加熱では、疲労き裂が発生しやすい箇所は浸炭しにくいことも想定される。一方、レーザーであれば、窪み部等の微細領域も照射でき、問題なく浸炭できることが予想される。このように、お互いの利点を活かせるよう適用分野によって両技術を使い分け、熱処理業界が抱える課題解決の一助となれることを期待する。

#### 4. 結論

本研究では、容器内にサンプルを置き、容器を密閉して浸炭雰囲気制御し、容器外からレーザーを照射して、容器内のサンプルの浸炭を試みた。レーザー照射条件の最適化により、処理速度を著しく高速化できる浸炭技術の礎を確立することができた。今後は、この技術をさらに高度化し、より実用的なレベルへと発展させ、環境負荷軽減に大きく貢献できる浸炭技術の構築を目指す。

#### 謝辞

本研究は公益財団法人天田財団からの一般研究開発助成(AF-2017216)によって実施されました。ここに深く感謝の意を表します。

#### 参考文献

- 1) M. Grenier, D. Dubé, A. Adnot, M. Fiset : Wear, 210 (1997) 127.
- 2) 小野守章, 海津享, 真保幸雄, 樺澤真事, 佐藤章仁, 戸塚和弘, 中村真一郎, 玉田健二 : 溶接学会論文集, 14, 4 (1996) 660.
- 3) 石神逸男, 横山雄二郎, 三浦健一, 浦谷文博, 星野英光 : 材料, 49 (2000) 1235.
- 4) 戸田一寿, Mech. Surface Tech., 6 (2018) 32.