多品種少量生産に対応した真空熱処理
真空焼入れ　真空焼なまし　真空固溶化処理
真空ロー付け　プラズマ窒化
DOWA
DOWAサーモテック株式会社
真空熱処理　豊田工場　愛知県豊田市柿本町 1-24-1
TEL 0565-28-8661　FAX 0565-27-7839
プラズマ窒化　㈱セム　愛知県名古屋市瑞穂区浮島町 19-1
TEL 052-693-0181　FAX 052-694-5337

品質、環境面で効果が期待される
真空熱処理技術

北海道科学大学(旧北海道工業大学)
工学部機械工学科　准教授
齋藤　繁

真空熱処理技術は耐酸化性に乏しい金属や合金の表面に対して酸化が生じない保護雰囲気をつくるために不可欠な技術である。高温・高真空状態を維持することは、合金の組織観察や状態図の作成などの基礎的な研究を進める上で非常に重要となる。また、ガスタービンやジェットエンジンなどのエネルギー変換機器の熱効率向上を実現するため、真空熱処理技術は耐熱材料や耐酸化性コーティングの研究開発にも広く利用されている。真空熱処理技術を利用した研究例について紹介する。

真空熱処理炉の仕様

本研究室（材料システム研究室）で使用する真空熱処理炉の仕様を**表**に示す。本研究室の真空熱処理炉は、加熱から冷却まで全てのプロセスをアルミナセラミックス製保護管（直径60ミリ×長さ600ミリメートル）内で行う構造であり、加熱および冷却時に保護管内の合金試料そのものの酸化を防止することができる。真空熱処理炉は**図1**に示すように高温電気炉の前扉からアルミナセラミックス製保護管を炉内へ挿入・固定し、保護管と真空ポンプが接続されているため、この保護管内は真空ポンプによって目的の真空を達成することができる。一般に、高真空状態を達成するためには2台以上の動作の異なる真空ポンプを直列または並列に接続する。真空ポンプには低真空排気用ポンプと高真空排気用ポンプがあり、高真空排気用の油拡散ポンプ（DP）やターボ分子ポンプ（TMP）などを使用するためにあらかじめある程度の圧力まで減圧しておく必要がある。この減圧する操作を粗引きといい、粗引きポンプには主に油回転ポンプ（RP）が用いられる。また、粗引き後、高真空状態を達成するための操作を本引きという。本研究室で行われる真空熱処理では、アルミナセラミックス製保護管内の所定の位置に合金試料を挿入した後、RPで大気圧から0・1パスカル程度まで減圧し、さらにDPを用いて0・0001パスカルの連続真空雰囲気が得られる。

真空熱処理炉には高周波誘導式、外熱式および内熱式による加熱方式がある。本研究室の真空熱処理炉はアルミナセラミックス製保護管の外側を高温電気炉の二ケイ化モリブデンヒーターで加熱する方式を採用し、最高1700度Cの超高温真空雰囲気を実現することが可能である。加熱および冷却時における保護管および電気炉内の温度計測には、白金ロジウム合金と白金を使ったR熱電対を使用し、データ収集装置によってノートパソコンの画面にリアルタイムで表示される。通常の真空熱処理炉は窒素やアルゴンガスを導入することによって急速に冷却するのが標準的な仕様であるが、本研究室の真空熱処理炉は構造上炉冷のみの仕様になっている。そのため、合金試料は高真空状態を維持しつつ、目的の熱処理温度で長時間保持した直後に急冷する手法が必要となってくる。

本研究室で使用する真空熱処理炉の仕様

到達圧力	油回転ポンプ	10^{-1}Pa
	油拡散ポンプ	10^{-4}Pa
加熱系	発熱体	ニケイ化モリブデンヒーター
	最高使用温度	1700℃
	温度精度	1500℃において ±5℃以内
温度制御系	測温体	R熱電対
	制御方式	プログラム温度調節計 温度制御（PID）

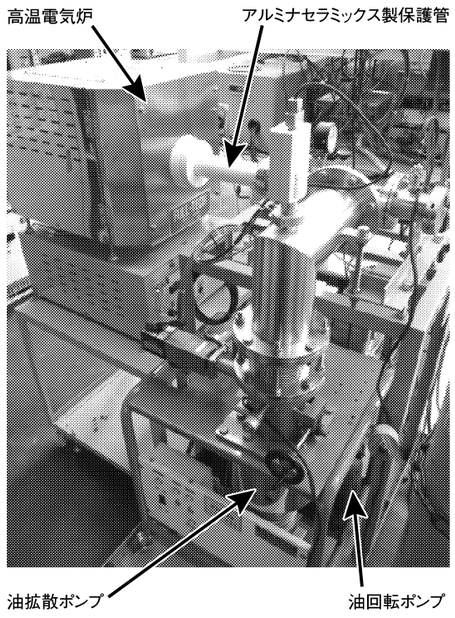

図1　本研究室の真空熱処理炉

真空封入した合金試料の熱処理

本研究室では次のような手順で熱処理に用いる合金試料を作製している。

①目的の合金組成に各金属粉末を秤量・混合し、プレス成形によって加圧してペレット状の圧粉体を作製する。

②ペレット状の圧粉体は、気体を吸収するチタンゲッターを備えたアーク溶解炉で溶解・凝固する。

③溶製した合金試料をタンタル（Ta）箔で包み、直径12ミリメートルの透明石英管に挿入した後、この透明石英管と真空ポンプ（RP、DP）を接続し、0・001パスカル程度まで減圧して真空封入する。

④合金試料を真空封入した直径12ミリメートルの透明石英管は、さらに直径18ミリメートルの透明石英管内に真空封入して二重構造とする。これによって、いずれの透明石英管内も高真空状態が達成されるため、熱処理中の合金試料は石英管との反応ならびに酸化を防止することができる。

真空封入した合金試料の熱処理には、炉内雰囲気は大気、発熱体が炭化ケイ素ヒーターの高速昇温電気炉を使用し、目的の熱処理温度で所定の時間保持した後、合金試料が二重真空封入された透明石英管を氷水中で粉砕し急冷する。熱処理および急冷後の合金試料は、熱硬化性樹脂を用いて熱間埋め込み後、切断・研磨する。合金試料を評価するため、電子プローブ微小分析（EPMA）を用いて断面の組織観察と各元素の濃度分布の測定を行う。

これらの結果によって、目的の熱処理温度における合金組織および構成する合金相の組成が得られる。

状態図と真空熱処理

合金組織の重要な構成要素である合金相が、温度や組成に依存してどのように現れるのかを知るためには、状態図（または平衡状態図）からの情報が不可欠である。

2種類の成分で構成される合金を二元合金、3種類の成分で構成される合金を三元合金といい、これらに対して二元系状態図と三元系状態図がある。状態図は組織観察や濃度分布の測定、熱分析などによって、実験的に決められてきたが、実用的な合金元素（鉄、銅、アルミニウムなど）で考えた場合、二元系の組み合わせでは3000通り、三元系の組み合わせでは9000通りをはるかに超える膨大な数になる。そのため、状態図に関する研究のテーマとしては、興味のある系、あるいはその系のある温度および組成範囲に限られる。

例えば、本研究室ではレニウム（Re）、クロム（Cr）、ニッケル（Ni）からなる三元系合金相を耐酸化性コーティングシステム（耐熱材料／拡散バリアー層／耐酸化アルミニウムリザーバー層／アルミナ皮膜）の拡散バリアー層として採用することを目的に、Re−Cr−Ni三元系状態図の実験的検討に関する研究を行った。合金試料は組成の異なる15種類を作製し、前述のような手順で透明石英管へ二重真空封入して実際の使用温度を想定した1150度Cで最長2750時間（約114日）保持した後、氷水中で急冷した。**図2**は本研究の結果から作成した1150度CにおけるRe−Cr−Ni三元系状態図を示す。これらの結果はこの三元系において形成される相の種類（γ、δ、σおよびα相）と組成、相関係を表している。また、共存する二相の組成の対応関係を知ることができ、状態図中に示される白色丸印を結ぶ実線をタイラインという。タイラインは耐熱材料と耐酸化アルミニウムリザーバー層に挟まれた拡散バリアー層（σ相）の相安定性を理解するための重要な情報となる。

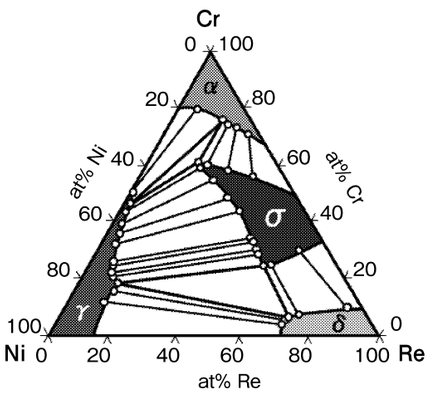

図2　1150℃における
Re−Cr−Ni三元系状態図

コーティングした試料の真空熱処理

高温の燃焼ガス雰囲気に曝される耐熱材料は、高温強度や高温クリープ特性だけではなく、耐酸化性が非常に重要である。そのため、最も優れた耐熱材料として現在実用化されているNi基超合金にはCrやアルミニウム（Al）が添加され、耐酸化性を付与する合金成分となっている。一般に、Ni基超合金はガスタービンやジェットエンジンのタービン動翼材として使用されている。また、高温の燃焼ガスからNi基超合金を保護するため、遮熱コーティングが施されるとともに、空気・蒸気冷却によって基材の温度上昇を抑制している。しかし、燃焼ガス温度はますます上昇する傾向にあり、熱効率の大幅な向上を実現するには冷却そのものを不要とし、Ni基超合金を超える耐熱性を備えた新たな超高温材料の開発が不可欠である。

例えば、高融点金属のニオブ（Nb）は、融点が2477度Cであり、Niの密度に近いため、Ni基超合金に替わる次世代の耐熱材料として注目されているが、耐酸化性は高温で極めて乏しい。したがって、Nbを主成分とする超高温材料には、耐酸化性を有するコーティングを施して使用することが不可欠である。

筆者はカナダ国立研究機構（NRC）で1年間研究する機会があり、現地の研究グループが進めている物理気相成長（PVD）装置を用いたNiCrAlY合金のコーティング技術を純Nbに適用し、真空熱処理における純NbとNiCrAlYコーティング間の相互拡散挙動に関する研究を現在進めている。NiCrAlY合金は、遮熱コーティングのボンドコートと呼ばれる耐酸化金属コーティングに用いられ、一般的に優れた耐酸化性を有することが知られている。

本研究では純Nb表面にNiCrAlY合金を約10マイクロメートルの厚さでコーティングした試料を0・01パスカルの連続真空雰囲気中で真空熱処理を施した。なお、純Nbには片面のみコーティングされているため、大気中で熱処理した際に激しく酸化され粉化した。真空熱処理温度は800、900および1000度Cでそれぞれ2時間保持した後、炉冷した。**図3**は各真空熱処理温度における純NbとNiCrAlYコーティング界面近傍の断面組織を示す。白く見える部分が純Nbであり、純NbとNiCrAlYコーティング間にはいずれの熱処理温度においても相互拡散層が形成していることが分かる。相互拡散層は熱処理温度の上昇に伴い、厚く形成される。特に、800度Cで2時間の真空熱処理後では相互拡散層が単層構造を有しているのに対して、900度Cおよび1000度Cでは3層構造からなっている。このような層構造を構成する相を同定するためには、EPMAによる組織観察と元素分析、二元系および三元系の状態図、X線回折装置（XRD）による構造解析など総合的に評価することが必要となる。

したがって、コーティングは材料と雰囲気に挟まれた構造を有しており、新たな高温材料とコーティング間で生じる相互拡散挙動を明らかにするために真空熱処理技術を利用した研究が今後も行われることを期待している。

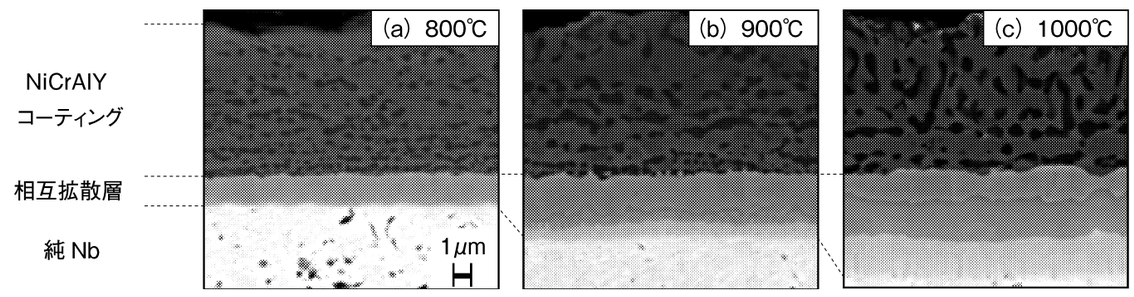

図3　各真空熱処理温度における純NbとNiCrAlYコーティング界面近傍の断面組織

真空熱処理の全ての機能をこの1台に!
最適な熱処理条件による
品質向上
小型真空熱処理炉 NVF-30P
炉内温度:1,300℃ MAX
電気容量:25KW
処理量:30kg/グロス
炉内寸法:
200巾×200高×300長
※熱処理炉試作・テストに応じます。
差別化を実現!
熱処理の内製化により
短納期対応
最高の金型には、最適な熱処理を。
抜群の密着度で金属の寿命をUP!
TiC、CVDコーティング、金型・金属部品の真空熱処理
自社製CVDコーティング装置、真空熱処理炉にて
受託加工、承ります。
中日本炉工業株式会社　0120-38-5141
本社・工場　〒490-1203　愛知県あま市木折　TEL〈052〉444-5141　FAX〈052〉444-1917
熱処理事業部　TEL〈052〉444-7561
http://www.nakanihon-ro.co.jp　info@nakanihon-ro.co.jp
ISO 9001 REGISTERED FIRM

新しい熱処理スタイルを提案して… インライン量産設備実績No.1
ECM TECHNOLOGIES
ICBP
低圧浸炭熱処理装置
CO2排出削減、温暖化防止に貢献します。
弊社東松山工場デモ機
■適用部品
◎変速機各種ギア　◎各種シャフト
◎動力伝達機構部品　◎エンジン部品
◎CVT部品
パーカー熱処理工業株式会社
PARKER NETSUSHORI KOGYO CO.,LTD.
本社／東京都中央区日本橋1-15-1　〒103-0027　☎03-3278-4550㈹　http://www.pnk.co.jp
営業部／☎044-276-1671　大阪営業所／☎06-6339-5088
名古屋営業所／☎0561-53-5265　浜松出張所／☎053-442-3505
宇都宮出張所／☎028-660-2105　東松山工場／☎0493-56-4341

真空熱処理炉
増設稼働中!!
営業品目
●ガス軟窒化　●アルミT2~T6
●浸炭焼入、浸炭窒化　●焼入焼戻
●真空熱処理　●光輝焼鈍、焼準
株式会社 中遠熱処理技研
〒436-0083　静岡県掛川市薗ヶ谷840-1
TEL(0537)24-5566(代表)
FAX(0537)24-5567
URL http://www.chuen-ht.jp
E-mail takada@chuen-ht.jp