

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4003455号  
(P4003455)

(45) 発行日 平成19年11月7日(2007. 11. 7)

(24) 登録日 平成19年8月31日(2007. 8. 31)

(51) Int. Cl.		F I	
<b>C 2 3 C</b>	<b>8/22</b>	<b>(2006. 01)</b>	C 2 3 C 8/22
<b>C 2 1 D</b>	<b>1/06</b>	<b>(2006. 01)</b>	C 2 1 D 1/06 A
<b>C 2 1 D</b>	<b>1/76</b>	<b>(2006. 01)</b>	C 2 1 D 1/76 F

請求項の数 4 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2001-554496 (P2001-554496)	(73) 特許権者	500120266
(86) (22) 出願日	平成13年1月26日 (2001. 1. 26)		スウエイジロク・カンパニー
(65) 公表番号	特表2003-525348 (P2003-525348A)		アメリカ合衆国オハイオ州44139ソロン・ソロンロード29500
(43) 公表日	平成15年8月26日 (2003. 8. 26)	(74) 代理人	100078282
(86) 国際出願番号	PCT/US2001/002670		弁理士 山本 秀策
(87) 国際公開番号	W02001/055470	(74) 代理人	100062409
(87) 国際公開日	平成13年8月2日 (2001. 8. 2)		弁理士 安村 高明
審査請求日	平成14年10月9日 (2002. 10. 9)	(74) 代理人	100113413
(31) 優先権主張番号	09/494, 093		弁理士 森下 夏樹
(32) 優先日	平成12年1月28日 (2000. 1. 28)	(72) 発明者	ウィリアムズ, ビーター・シー
(33) 優先権主張国	米国 (US)		アメリカ合衆国オハイオ州44121クリーブランドハイツ・エディソンロード3495
前置審査			

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 変更された低温表面硬化方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

炭素を加工物表面内に拡散させる浸炭温度で、加工物が浸炭用ガスと接触され、これにより析出炭化物の形成なしに所定厚さの硬化された表面を形成するガス浸炭による加工物を表面硬化させる方法であって、浸炭の早期の段階中に迅速な浸炭を助長し同時に浸炭の後期段階における析出炭化物の形成を避けるように、浸炭の瞬間的速度が、浸炭中に減らされ、

ここで、該浸炭の瞬間的速度が該浸炭の後期段階において該早期の段階中の浸炭の瞬間的速度に維持されると析出炭化物が形成するほどに該早期の段階中の浸炭の瞬間的速度が高い、方法。

【請求項 2】

品物の表面内への炭素の拡散を支援するに十分であるが品物表面における析出炭化物の形成を促進する温度よりも低い浸炭温度における浸炭用ガスと加工物との接触を含む鉄、ニッケル又は両者を含んだ加工物の低温ガス浸炭のための方法であって、最終浸炭温度のみで行われる浸炭について可能であるよりも迅速な浸炭を達成するために、浸炭温度が初期浸炭温度から最終浸炭温度に下げられ、

ここで、該浸炭温度が浸炭の終わりに該初期浸炭温度に維持されると析出炭化物が形成するほどに該初期浸炭温度が高い、方法。

【請求項 3】

品物の表面内への炭素の拡散を支援するに十分であるが品物表面における析出炭化物の

形成を促進する温度よりも低い浸炭温度における浸炭用ガスと加工物との接触を含む鉄、ニッケル又は両者を含んだ加工物の低温ガス浸炭のための方法であって、最終濃度のみで行われた浸炭について可能であるよりも硬い表面を達成しかつ初期濃度のみで行われた浸炭について可能であるよりも煤の発生が少ないように、浸炭用ガス内の浸炭の種の濃度が、浸炭中に初期濃度から最終濃度に落とされ、  
ここで、該浸炭種の濃度が該浸炭の終わりに初期濃度に維持されると析出炭化物が形成するほどに該浸炭ガス中の該浸炭種の初期濃度が高い、方法。

【請求項 4】

加工物が、炭素を加工物表面内に拡散させる浸炭温度で浸炭用ガスと接触され、これにより析出炭化物の形成なしに所定厚さの硬化された表面を形成するガス浸炭による加工物を表面硬化させる方法であって、浸炭の早期の段階中に瞬間的浸炭速度が高いレベルに維持され、これによって、早期の段階の浸炭が速められ、次いで、浸炭の後の段階において低いレベルに下げられ、析出炭化物を形成することなしに、硬化表面が形成され、  
ここで、該瞬間的浸炭速度が該浸炭の後の段階において該高い瞬間的浸炭速度に維持されると析出炭化物が形成するほどに該高い瞬間的浸炭速度が高い方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の技術分野】

本発明は、鉄ベース製品を実質的に炭化物の形成なしに表面硬化することに関する。

【0002】

【発明の背景】

表面硬化は、金属製品の表面高度を強化するために広く使われる工業的な方法である。典型的な商業的方法においては、加工物を高温の浸炭用ガスと接触させ、これにより炭素原子を製品表面内に拡散させる。硬化は、一般には単純に「炭化物」と呼ばれる炭化物微粒子の形成により生ずる。ガス浸炭は、通常、950 (1700 °F) 又はこれ以上で達成される。これは、大部分の鋼は、その相構造を炭素の拡散に必要なオーステナイトに変換するために、この温度に加熱することが必要であるためである。一般に、Stickles., "Gas Carburizing", pp 312を参照されたい。

【0003】

炭化物粒子は、表面の硬度を大きくするだけでなく腐食を促進する。このため、ステンレス鋼は、鋼の錆びない特性が損なわれるので、通常ガス浸炭により硬化することは稀である。

【0004】

我々の先の1998年8月12日付け出願SN9/133040号において、我々は、加工物を538 (1000 °F) 以下でガス浸炭するステンレス鋼の表面硬化技術を説明した。この温度において、あまりに長く浸炭を続けないことにより、加工物は、僅かな炭化物粒子しか形成せず、又は形成することなしに浸炭されるであろう。結果として、加工物表面が硬化されただけでなくステンレス鋼の本来の耐食性も維持された。

【0005】

米国特許5,792,282号、EPO0787817号、及び日本特願平9-14019号(特開平9-268364号)参照。

【0006】

低温ガス浸炭方法は優れた耐食性を有し硬化されたステンレス鋼製品を達成できるが、かかる過程をより迅速、より経済的な運転を達成できるように、この方法を改良することが常に望まれる。

【0007】

従って、従来可能であったよりも迅速に浸炭ができ、これによりこの手順の総費用を減らし得るステンレス鋼及びその他の鉄ベース材料の表面硬化のための改良された低温ガス浸炭方法を提供することが本発明の目的である。

【0008】

10

20

30

40

50

## [ 発明の概要 ]

これら及びその他の目的は、低温浸炭方法における加工物の浸炭速度が、析出炭化物の形成を助長させ得る所定の限界に接近するがこれを越えないように、浸炭温度及び／又は浸炭用ガス内の浸炭の種 ( s p e c i e ) の濃度を調整することにより大きくさせ得ることの発見に基づく本発明により達成される。

## 【 0 0 0 9 】

従って、本発明は、品物の表面内への炭素の拡散を支援するに十分であるが品物表面における析出炭化物の実質的な形成を支援するには不十分な高い浸炭温度での浸炭用ガスと加工物との接触を含む鉄、ニッケル又は両者を含んだ加工物の低温ガス浸炭のための方法であって、最終浸炭温度のみで行われる浸炭について可能であるよりも迅速な浸炭を達成するために、浸炭温度が初期浸炭温度から最終浸炭温度に下げられる新しい方法を提供する。

10

## 【 0 0 1 0 】

更に本発明は、品物の表面内への炭素の拡散を支援するに十分であるが品物表面における析出炭化物の実質的な形成を支援するには不十分な高い浸炭温度における浸炭用ガスと加工物との接触を含む、鉄、ニッケル又は両者を含んだ加工物の低温ガス浸炭のための方法であって、最終濃度のみで行われた浸炭について可能であるよりも硬いケースを達成しかつ初期濃度のみで行われた浸炭について可能であるよりも煤の発生が少ないように、浸炭用ガス内の浸炭の種の濃度が、浸炭中に、初期濃度から最終濃度に落とされる新しい方法を提供する。

20

## 【 0 0 1 1 】

更に、本発明は、加工物の表面を炭素原子が浸透するようにするために加工物の表面を活性化し、次いで品物の表面内への炭素の拡散を支援するに十分であるが品物表面における析出炭化物の実質的な形成を支援するには不十分な高い浸炭温度で浸炭用ガスと加工物とを接触させることを含むステンレス鋼加工物の低温ガス浸炭のための方法であって、加工物表面により取り上げられた炭素の量で測定して、浸炭が少なくとも 1 0 % 完了した後でかつ浸炭が 8 0 % 完了するより前に、浸炭が中断されそして加工物が加工物表面内への炭素原子の拡散を強化するように再活性化される新しい方法が提供される。

## 【 0 0 1 2 】

本発明は、なお別の態様により、鉄で電気メッキされた加工物が、加工物表面内に炭素を拡散させるために高い浸炭温度で浸炭用ガスと接触されこれにより所定の厚さの硬化されたケースを形成するガス浸炭により加工物を表面硬化する方法であって、浸炭の開始後であるが浸炭の完了前に、浸炭が中断されそして浸炭の終わりに形成されたケースが、パージ用ガスとの接触なしに形成されたケースよりも硬いように 3 1 6 ( 6 0 0 ° F ) より低いパージ温度で本質的に不活性ガスを構成するパージガスと接触される方法も提供される。

30

## 【 0 0 1 3 】

## [ 詳細な記述 ]

本発明により、鉄を含んだ加工物が低温浸炭により表面硬化され、この間に、浸炭速度の総合値を大きくして、これにより過去において可能であったよりも迅速に浸炭過程を完了させるために、浸炭温度の調整、浸炭ガス中の浸炭の種の濃度の調整、浸炭すべき表面の再活性化、及び浸炭すべき表面の清浄化を含んだ 1 以上の過程が実行される。

40

加工物

本発明は、析出物の形成なしに材料の表面内に炭素原子を拡散させることにより表面硬化、又は「ケース」を形成し得る、鉄又はニッケルを含んだ材料の表面硬化に応用できる。かかる材料は公知であり、例えば上述の 1 9 9 8 年 8 月 1 2 日付け出願 S N 9 / 1 3 3 , 0 4 0 号、米国特許 5 , 7 9 2 , 2 8 2 号、E P O 0 7 8 7 8 1 7 号、及び日本特願平 9 - 1 4 0 1 9 号 ( 特開平 9 - 2 6 8 3 6 4 号 ) に説明され、これらの開示は参考文献としてここに組み入れられる。

## 【 0 0 1 4 】

50

本発明は、鋼、特にNiを5から50、好ましくは10から40重量%含んだ鋼の表面硬化について特に応用可能であることが見いだされた。好ましい合金は、Niを10から40重量%及びCrを10から35重量%含む。より好ましくは、ステンレス鋼、特にAISI 300及び400シリーズの鋼である。特に興味あるものは、幾つかの例をあげれば、AISI 316、316L、317、317L、及び304ステンレス鋼、合金600、合金C-276、及び合金20Cbである。

#### 【0015】

本発明は、いかなる形状の製品にも適用できる。例えば、ポンプ構成部品、歯車、弁、スプレーノズル、ミキサー、外科用器具、医用インプラント、腕時計のケース、軸受、連結具、固定具、電子機器用フィルター、電子装置の軸、スプライン、幅木金などが含まれる。

10

#### 【0016】

更に、本発明は、加工物の全表面又は希望のようにこれらの表面のうちの幾つかを表面硬化させるために使うことができる。

#### 活性化

ステンレス鋼、特にオーステナイト系ステンレス鋼は、大気に暴露されると本質的に瞬間的に酸化クロム( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ )のコヒーレントな保護層を形成する。この酸化クロム層は、炭素原子の拡散に対して不浸透性である。このため、本発明により浸炭すべき加工物が、通過する炭素原子の拡散に対して不浸透性の表面層を持っているステンレス鋼又はその他の材料である場合は、表面硬化すべき加工物の表面は、これを浸炭するより前に活性化し、又は「脱不動態化」しなければならない。

20

#### 【0017】

炭素原子の拡散を助長するためにステンレス鋼又はその他の金属製品を活性化させる多くの方法が知られている。例えば、高温(例えば260から516 (500から600 °F))における加工物とHCl又はHFのようなハロゲン化水素ガスとの接触、強塩基との接触、鉄の電気メッキ、液体ナトリウムとの接触、及びシアン化ナトリウムを含んだ熔融塩浴が含まれる。これらの技術は、例えば上述の1998年8月12日付け出願SN 9/133,040号、米国特許5,792,282号、EPO 0787817号、及び日本特願平9-14019号(特開平9-268364号)に説明される。更に、Stickles他, "Heat Treating", pp 312,314, Vol.4, ASM Handbook, copyright 1991, ASM International並びに米国特許4,975,147号、米国特許5,372,655号、及びWO \_\_\_\_\_号(弁理士事務所番号22188/05640号)を参照されたい。これらの開示は参考文献としてここに取り入れられる。

30

#### 【0018】

浸炭すべき加工物が炭素元素の拡散を妨げる保護不活性層を形成するか否かにかかわらず、浸炭の前に(及び活性化が必要な場合にはその前に)石鹼水或いはアセトン又はミネラルスピリッツのようなような有機溶剤との接触により浸炭すべき表面を清浄化することが有益である。

#### 低温浸炭

加工物は、浸炭について準備されると、炭素原子が加工物の表面内に拡散するに十分な時間、高温で浸炭用ガスと接触させられる。

40

#### 【0019】

低温浸炭においては、浸炭用ガスは、製品の表面内への炭素原子の拡散は許すが炭化物粒子は、これをいかなる程度でも形成するほど高くない高い浸炭温度に維持される。

#### 【0020】

これは、図1を参照してより容易に理解することができる。この図は、ある特定の浸炭用ガスを使用して鋼を浸炭するときに、析出炭化物を形成する時間及び温度の条件を示しているAISI 316ステンレス鋼の状態図である。特に図1は、例えば、加工物が曲線Aで定められた範囲内で加熱された場合に、化学式 $\text{M}_{23}\text{C}_6$ の金属炭化物が形成されるであろうことを示す。そこで、加工物が曲線Aの下半分上のどこかにくる時間及び温度の条

50

件下で加熱されると、加工物表面に析出炭化物が形成されるであろうことが認められるであろう。従って、低温浸炭は、析出炭化物が形成されないように曲線 A の下方で行われる。

#### 【0021】

図 1 から、与えられた浸炭ガスに対して、析出炭化物の形成を助長する浸炭温度は、浸炭時間の関数として変化することも見ることができる。例えば、図 1 は、浸炭温度  $732$  ( $1350^{\circ}\text{F}$ ) においては、僅か  $0.1$  時間 ( $6$  分間) 後には析出炭化物の形成が始まることを示す。これに反して、約  $524$  ( $975^{\circ}\text{F}$ ) の浸炭温度においては、析出炭化物は、浸炭がおおよそ  $100$  時間続くまで形成が開始されない。この現象のため、低温浸炭は、浸炭の終わりの析出炭化物形成温度より低い一定の浸炭温度に維持されることが普通である。例えば、図 1 の合金及び浸炭ガスを使って  $100$  時間続くことが予想される低温浸炭方法については、浸炭は、通常、 $496$  ( $925^{\circ}\text{F}$ ) 又はこれ以下の一定温度で行われるであろう。これは、加工物を、浸炭の終わりににおいて析出炭化物形成温度 (即ち  $524$  ( $975^{\circ}\text{F}$ )) 以下に安全に維持するためである。或いは、図 1 に示されるように、浸炭は線 M に沿って行われるであろう。これは加工物を安全に点 Q 以下に保ち、従って析出炭化物は形成されないであろう。

#### 【0022】

典型的な低温浸炭過程は、希望の浸炭量を達成するために  $50$  から  $100$  更に  $1000$  時間又はそれ以上を取ることができる。従って、浸炭が点 Q 以下の安全な一定温度で行われる場合は、浸炭の初期のある任意の瞬間  $t$  における浸炭温度は、曲線 A よりかなり下であろうことが認められるであろう。これも図 1 に示され、この場合、線分 S は曲線 A の温度と浸炭終期における浸炭温度  $496$  ( $925^{\circ}\text{F}$ ) との差を表し、一方、線分 T は、浸炭開始  $1$  時間後におけるこの差を表す。線分 S と T との比較から分かるように、浸炭温度が浸炭終期における点 Q より少なくも  $27.8 \text{ deg} (50^{\circ}\text{F})$  低いように一定温度  $496$  ( $925^{\circ}\text{F}$ ) に維持された場合は、実際の浸炭温度と曲線 A との間には、浸炭開始  $1$  時間後において  $83.3 \text{ deg} (150^{\circ}\text{F})$  ( $635 - 524$  ( $1175^{\circ}\text{F} - 925^{\circ}\text{F}$ )) の差があるであろう。浸炭速度は温度に依存するので、浸炭初期における  $524$  ( $925^{\circ}\text{F}$ ) の比較的低い浸炭温度は、この方法で行われる浸炭の全過程を遅くさせることが分かる。

#### 浸炭温度の調節

本発明の一態様により、従来典型的に使用された温度より高い浸炭温度で浸炭過程を開始し、そしてこの温度を、浸炭の進行とともに浸炭過程の終点における通常の浸炭温度に達するように下げることにより、前記の拘束は大きく無くされる。

#### 【0023】

この方法は、図 2 に曲線 X で示される。これは、浸炭温度を、浸炭曲線上で曲線 X が初期の高い値から低い最終値に下げること示している点を除いて図 1 の曲線 M と同様である。特に、曲線 X は、初期浸炭温度  $607$  ( $1125^{\circ}\text{F}$ ) で浸炭を開始し、この温度は析出炭化物が  $0.5$  時間で浸炭過程中に形成し始める温度 (図 2 の点 W) より約  $27.8 \text{ deg} (50^{\circ}\text{F})$  低く、次いで浸炭の終点における最終浸炭温度  $496$  ( $925^{\circ}\text{F}$ ) に達するように浸炭が進行するように浸炭温度を低下させることを示す。終点温度は、図 1 に示された通常の過程において使用される終点温度と同じである。

#### 【0024】

この特定の実施例においては、浸炭過程中的任意の瞬間  $t$  における浸炭温度は、そのとき炭化物が形成し始める温度から所定の範囲内 (例えば  $27.8 \text{ deg} (50^{\circ}\text{F})$ 、 $41.7 \text{ deg} (75^{\circ}\text{F})$ 、 $55.6 \text{ deg} (100^{\circ}\text{F})$ 、 $83.3 \text{ deg} (150^{\circ}\text{F})$ 、或いは  $111 \text{ deg} (200^{\circ}\text{F})$ ) に保たれる。換言すれば、浸炭速度は、浸炭の全過程を通して曲線 A より所定値だけ下に維持される。この手段により、浸炭温度は通常の実際温度よりかなり高いがしかし析出炭化物の形成が始まる温度以下に保たれる。この方法の正味の効果は、総合浸炭速度を高くすることである。これは、浸炭過程の大部分を通して浸炭温度が他の方法で得られるより高いためである。浸炭中の任意の時間  $t$  における浸炭

10

20

30

40

50

の瞬間速度は温度に依存し、本発明は、この方法において、瞬間的な浸炭温度を上げることによりこの瞬間速度を上げる。正味の効果は、より高い総合浸炭速度であり、これは浸炭過程を完了させるための総時間の短縮をもたらす。

#### 【0025】

言うまでもなく、上述のように高い浸炭温度で運転する場合には、浸炭中に、高物粒子をいささかも形成しないことを保証することが必要である。従って、浸炭温度は、これを上述のように任意の時間  $t$  における所定最低値以下に落とさないように設定するだけでなく、曲線 A に非常に近い最小値を越すことがないように設定される。換言すれば、浸炭温度は、任意の時間  $t$  において析出炭化物が形成されないように、曲線 A の下方で十分な大きさ（例えば  $13.9 \text{ deg} (25^\circ \text{ F})$  又は  $27.8 \text{ deg} (50^\circ \text{ F})$ ）に維持されねばならない。実際には、これは、浸炭温度が曲線 A の下方のある範囲内に設定され、そしてその最大は曲線 A の下方の十分な距離（例えば  $13.9 \text{ deg} (25^\circ \text{ F})$  又は  $27.8 \text{ deg} (50^\circ \text{ F})$ ）であり、その最小は上述の所定の大きさ（即ち、例えば  $27.8 \text{ deg} (50^\circ \text{ F})$ 、 $41.7 \text{ deg} (75^\circ \text{ F})$ 、 $55.6 \text{ deg} (100^\circ \text{ F})$ 、 $83.3 \text{ deg} (150^\circ \text{ F})$ 、或いは  $111 \text{ deg} (200^\circ \text{ F})$ ）だけ曲線 A から更に下方である。従って、浸炭温度は、典型的には、曲線 A の下方のある適切な範囲内（例えば  $13.9 \text{ deg} (25^\circ \text{ F})$  から  $111 \text{ deg} (200^\circ \text{ F})$  或いは  $27.8 \text{ deg} (50^\circ \text{ F})$  から  $55.6 \text{ deg} (100^\circ \text{ F})$ ）にあるように設定されるであろう。

#### 【0026】

本発明のこの態様の別の実施例が図 3 において曲線 Y により示される。この実施例は、浸炭温度が連続的ではなくて段階的に下げられることを除いて上述と同じ方法で実行される。遞減分は、特に設備の点から、多くの場合、より単純にすることができる。浸炭過程は幾らか多くの時間を取るため、遞減の回数は 3 から 5 更に 10、15、25、25 或いはそれ以上に変わることができる。

#### 【0027】

本発明の利点は、たとえ、浸炭のごく初期の段階において初期浸炭温度が曲線 A の近くに維持できない場合でも実現できることも理解すべきである。図 1 から 3 は、浸炭のごく初期の段階、例えば最初の 1 時間は、析出炭化物が急速に析出物を形成し始める温度であり、曲線 A の傾斜が比較的急であることを示す。従って、浸炭の全過程を通して曲線 A に近い瞬間的浸炭温度を保つことにより最も迅速な浸炭を達成することができるが、設備の限定を含んだ実際の考察により、曲線 A の初めの部分は、浸炭の初期段階中の、初期浸炭温度の設定とは無関係であることを述べることができる。これは図 2 及び 3 にも示され、曲線 X 及び Y の初期浸炭温度は、0.5 時間の位置において曲線 A の少なくとも  $27.8 \text{ deg} (50^\circ \text{ F})$  下において出発するように設定され、曲線 A の下の最初の 0.5 時間の運転と無関係であったことを意味している。同じ方法で、初期作動の最初の 1、2、3、5、或いは 10、15 又は 20 時間を、本発明のこの態様による初期浸炭温度の設定に無関係とすることができる。いずれの場合も、本発明により、より高い瞬間的浸炭速度を達成しかつ浸炭過程を通しての炭化物の析出を防ぎ続けるために、浸炭の全工程にわたって浸炭温度を下げるように、従来使用されていたより高い浸炭温度で出発することによりより迅速な総合浸炭速度を達成し得たことが認められるであろう。

#### 【0028】

本発明のこの態様に関する更に別の特徴により、本発明の精神及び範囲から離れることなく、浸炭中のある期間、瞬間的浸炭温度を上述の温度範囲の下方に落とすことができる。例えば、浸炭の生ずる期間の 5、10、又は 20 % の間、瞬間的浸炭温度がこの範囲以下に落ちたとしても、本発明の利点は現実化されるであろう。言うまでもなく、浸炭がこれら低温度で行われたならば、総合浸炭速度は低下するであろう。それにも拘わらず、浸炭が生じている時間のかなりの部分の間、より早い総合浸炭速度の利点はなお達成されるであろう。浸炭温度は、上述の方法における終点の浸炭温度より高く維持される。

#### 浸炭用ガス

通常的气体浸炭において浸炭される加工物に炭素を供給するために、種々の多くの炭素化

10

20

30

40

50

合物を使うことができる。例は、メタン、エタン及びプロパンのような炭化水素ガス、一酸化炭素、二酸化炭素のような酸素含有化合物、並びに合成ガスのようなこれらガスの混合物である。

上述のSticklerの文献を参照。

#### 【0029】

通常ガス浸炭において、浸炭用ガス混合物内に希釈ガスを含むこともよく知られる。希釈ガスは、浸炭用ガス内の炭素含有種の濃度を下げようとして働き、これにより加工物表面における基本的な炭素の過剰な体積を防いでいる。かかる希釈ガスの例は、窒素、水素、及びアルゴンのような不活性ガスである。

#### 【0030】

本発明により、通常ガス浸炭における浸炭用ガスの調合に使用されるこれら化合物及び希釈剤は、いずれも本発明において使用される浸炭用ガスの製造にも使うことができ。本発明における特別な用途を有するガス混合物は二酸化炭素含量が0.5から60%、より典型的には1から50%、或いは更に10から40%の間で変動する窒素と一酸化炭素の混合物より構成される。本発明により特に有用な別のガス混合物は、0.5-60体積%の一酸化炭素、10-15体積%の水素、残部窒素より構成される。これら気体は、典型的に約1気圧で使用される。ただし、希望すれば、より高い圧力又はより低い圧力を使うことができる。

#### 浸炭用ガスの調整

本発明の別の態様により、低温浸炭過程の総合浸炭速度は、浸炭用ガス内の炭素を含む種の濃度の調整によっても強化することができる。温度と同様に、通常低温ガス浸炭における炭素濃度は、浸炭の後段における炭素及び煤の過剰な生産を確実に避けるために、一定に維持されることが普通である。このため、本発明のこの態様により、浸炭用ガス内の炭素含有化合物又は種の濃度は、浸炭中、初期の高い値から低い最終値に調整される。

#### 【0031】

低温ガス浸炭方法における浸炭の瞬間的速度は、飽和限度まで、浸炭用ガスの炭素の種の濃度に依存する。従って、本発明のこの態様は、浸炭初期において、より高い炭素濃度を使用し、続いて浸炭過程に炭素濃度を下げる。炭素のより大きい要求に答えるに十分な炭素の種を有する浸炭の初期段階において、この手段によって、より迅速な浸炭が達成される。次いで、過程の後段においては、浸炭は、低濃度の炭素の種により達成され、このため、過剰な炭素及び煤の形成が避けられる。総合結果は、浸炭過程を通して炭素濃度をその初期値に維持した場合よりも生産中における煤の形成が少なく、更に、炭素濃度を、浸炭過程を通してその最終値に維持した場合よりもより硬くかつより均一な表面硬化が得られることである。

#### 【0032】

従って、本発明は低温浸炭方法も意図し、これにおいては、浸炭用ガス内の浸炭用の種の濃度は、最終濃度のみにより行われた浸炭について可能であるよりもより早い浸炭を達成するために、浸炭中に、初期濃度から最終濃度に下げられる。

#### 【0033】

本発明のこの態様の実施の際に低下させられる浸炭用ガス内の浸炭用の種の濃度の値は広範囲に変えることができ、更に、基本的に、無意味な値より大きいいかなる減少も本発明の利点を達成するであろう。典型的に、浸炭用の種の濃度は、その初期値の約75%から減られるであろう。最終濃度は、初期値の約50%より小さい値、普通には25%以下又は10%以下が実際のである。

#### 【0034】

浸炭用ガス内の炭素を含んだ種の濃度を減らす方法も、かなり変えることができる。温度低下の場合におけると同様に、濃度の減少は、浸炭の真の開始時に出発し、又は処理の初期期間の経過後（例えば、0.5、1、5、又は10時間後）に出発して、炭素浸炭の過程を通して連続して行うことができる。より典型的には、炭素濃度の減少は、浸炭用の種の濃度が、初期濃度から最終濃度に、少なくとも2、5、又は10回で段階的に下げられる

10

20

30

40

50

ような方法で行われるであろう。この場合も、炭素濃度の減少は、浸炭の開始後、間もなく、又は適切な遅延時間、例えば 0.5、5、5 又は 10 時間の後に始めることができる。

#### 【0035】

温度の低下の場合と同様に、炭素濃度の減少により行われる低温浸炭は、炭素濃度の大きい初期作業と炭素濃度の低い浸炭の後段との間の中間段階において中断し得ることも認めるべきである。特に、全浸炭過程中、浸炭用ガス内の炭素濃度をあるレベル以上に保持することは、本発明の長所の達成には本質的なことでなく、浸炭の初めから終わりまでの時間の大部分にわたり、炭素の濃度が上述の方法で減少することで十分である。しかし、温度低下の場合と同様に、炭素濃度が浸炭過程中の大きな時間の間、十分に低下させられるならば、総合浸炭速度は低下するであろう。

10

#### 【0036】

温度低下の場合と同様に、浸炭用ガスの炭素濃度が、浸炭の初期の高い値から終期の低い値に低下すると、総合浸炭過程を強化する。浸炭温度を下げた場合は、この強化は、より迅速な浸炭時間として反映される。浸炭用ガス内の炭素濃度が下がった場合は、強化は、より硬いケース及び/又は最終製品内の少ない煤として反映される。いずれの場合も、浸炭条件の適切な制御により改良された結果が達成される。

#### 【0037】

上述の本発明の両態様 - 温度低下及び炭素濃度減少は、同じ方法で同じ時間で実行することも認めるべきである。本発明の同じ目的を達成する両技術は、総合浸炭速度を大きくし、同時に浸炭初期段階における高い浸炭速度の助長による析出炭化物形成の危険を最小にすると共に浸炭の後半段階における析出物の形成を促進する状態を避ける。従って、両者は、通常の低温浸炭を速める特に効果的な手段を提供するために一緒に使用することができる。

20

#### 再活性化

本発明のなお別の態様により、浸炭の完了前に加工物に追加の活性化段階を適用することにより、ステンレス鋼製品の低温浸炭速度を更に増加し得ることが見いだされた。上に示されるように、ステンレス鋼及び酸化クロムのコヒーレントな被覆を形成するその他の合金は、炭化物被覆がこれを通して炭素原子が拡散するために浸透するようにするために、浸炭前に活性化することが必要である。通常の低温ガス浸炭方法を含んだ通常のガス浸炭方法においては、活性化は、加工物が浸炭炉内に置かれた後に 1 回行われるだけであり、加工物は、活性化後、これが炉から取り出されるとコヒーレントな炭化物被覆が再形成されるので、炉内に残されたままである。

30

#### 【0038】

しかし、本発明のこの態様により、低温浸炭方法の総合浸炭速度は、加工物が初期運転後、浸炭完了より前で大気と接触しないときに、別の活性化手順を受けることにより更にこれを強化し得ることが見いだされた。この再活性化は、初期活性化よりもなお完全であるべきと思われる。これは、ある量の炭素が既に加工物の表面内に拡散しているという事実のためである。いかなる場合も、再活性化は、再活性化なしに得られるよりもより均一でかつより硬い硬化された表面又はケースの形成を生ずる。

40

#### 【0039】

本発明のこの態様による加工物の再活性化は、上述の適宜の活性化技術の使用により行うことができる。ハロゲン化水素ガス、特に HCl を使った活性化が、特に効果的であることが見いだされた。また、活性化用のガス混合物には、HCl 又はその他の活性化用ガスの濃度が約 5 から 50、より特別には 10 から 35、そして特別には 15 から 30% であるように、窒素、アルゴン、水素、アルゴン、又はその他の不活性ガスのような希釈ガスを含むことが望ましい。また、再活性化は、加工物の温度を、浸炭が大きくは生じない温度、例えば 93.3 (200 °F) から 371 (700 °F)、より典型的には 149 (300 °F) から 343 (650 °F)、そして特に 260 (500 °F) から 316 (600 °F) に下げることにより最も容易に行われる。更に、浸炭

50



中に加工物への炭素を含んだ種の流れを、廃棄防止のために一時停止することも望ましい。希望するならば、その他の活性化条件を使うことができる。

#### 中間パーズ

本発明の更に別の態様により、鉄の電気メッキにより活性化された加工物をガス浸炭することにより作られた表面硬化の品質は、浸炭過程の中間段階において、316 (600 °F) で不活性ガスと加工物とを接触させることにより改良することができる。

#### 【0040】

この方法には、部分的に形成された硬化ケースを含む加工物に不活性な適宜のガスを使うことができる。例は、窒素、アルゴン、水素、アルゴン又はその他の不活性ガスである。

#### 【0041】

上述され本発明の方法を含む多くのガス浸炭方法は、大気が炉に入ることを防ぐために浸炭用ガスを浸炭炉に連続的に供給することにより、本質的に大気圧において容易に行うことができる。ここで考えられる中間パーズは、浸炭用ガス内の希釈ガスの流れを継続し同時に浸炭用の種の流れを止めることにより最も容易に実行される。或いは、炉を不活性ガスで満たした後ですべてのガスの流れを止めることができる。いずれの場合も、本発明のこの態様により強化された表面硬化を得るために、加工物の温度は、浸炭過程の中間段階中、316 (600 °F) に下げ、そして加工物と接触している大気を不活性ガスに変えるべきである。即ちこれにより、浸炭用に使用される炭素の種を含み加工物表面と反応し得る成分が無くされる。この方法を進めることにより、浸炭方法により作られた硬化された表面又はケースは、より硬くかつより均一になるであろう。

#### 【0042】

このパーズ手順は、前述の再活性化手順と同様に、浸炭過程のいつでも行うことができる。ただし、通常は、加工物表面により取り上げられた炭素の量で計って浸炭が少なくとも10%完了した後でかつ浸炭が80%完了するより前に行われるであろう。浸炭が35ないし65%完了したときのパーズが最も典型的である。パーズは、通常、149 (300 °F) から316 (600 °F)、より典型的には204 (400 °F) から316 (500 °F) において、10分間から1時間、より典型的には20から40分間、行われるであろう。

#### 例

本発明をより全体として説明するために、以下の作業例が提供される。

#### 例1

AISI 316 ステンレス鋼が、有機残留物を除去するために洗浄された後、薄い鉄の層で電気メッキにより活性化された。

#### 【0043】

活性化された加工物は乾燥され、次いで、527 (980 °F) から471 (880 °F) の間の温度で、CO及びN<sub>2</sub>の混合連続流よりなる浸炭用ガスとの接触により浸炭された。浸炭過程は約168時間継続した。この期間中に、浸炭温度は527 (980 °F) 及び471 (880 °F) から下げられ、一方、COの濃度は次に表1のスケジュールに従って50%から1.0%に減らされた。

#### 【0044】

#### 【表1】

表1

運転時間 hrs.	½	1	2	4	7	12	18	42	66	114	168
炉温 T°F	980.0	980.0	963.3	946.7	934.1	924.9	917.3	902.5	895.6	887.1	880.0
CO%	50.0	34.1	19.4	11.5	7.7	5.5	4.2	2.4	1.8	1.3	1.0

#### 【0045】

このように浸炭された加工物は、次いで室温まで冷却され、洗浄され、厚さ約0.076

10

20

30

40

50

2 mm ( 0 . 0 0 3 インチ ) の硬化された表面 ( ケース ) を有する製品が作られ、このケースには、本質的に析出炭化物がない。

#### 例 2

析出炭化物なしでかつ厚さが約 0 . 0 7 6 2 mm ( 0 . 0 0 3 インチ ) の硬化ケースが作られるまで、浸炭温度が一定温度 4 7 1 ( 8 8 0 ° F ) に維持されことを除いて例 1 が繰り返された。更に、浸炭用ガス内の CO 濃度は、1 6 8 から 2 4 0 時間の間、1 . 0 % に維持された。これらの条件下で、この厚さのケースを得るには 2 4 0 時間の運転を要した。

#### 例 3

A I S I 3 1 6 ステンレス鋼の加工物が、有機残留物除去のための洗浄後、2 8 8 ( 10 5 5 0 ° F ) において、N<sub>2</sub>内の 2 0 % H C l と 6 0 分間の接触により活性化された。

#### 【 0 0 4 6 】

活性化された加工物は乾燥され、次いで CO、H<sub>2</sub>、及び N<sub>2</sub> の混合物よりなる浸炭用ガスの連続流との接触により 4 7 1 ( 8 8 0 ° F ) に加熱された。浸炭は、ほぼ 2 4 時間継続し、この間にわたる H<sub>2</sub> の濃度は一定で、浸炭用ガス内の CO の濃度は、次の表 1 のスケジュールに従って 5 0 % から 1 . 0 % に減らされた。

#### 【 0 0 4 7 】

#### 【表 2】

表 2

	½	1	2	4	7	12	18	24
CO%	50.0	35.4	25.0	17.7	13.4	10.2	8.3	7.2

#### 【 0 0 4 8 】

このように浸炭された加工物は、次いで室温まで冷却され、洗浄され、深さ約 0 . 0 2 4 1 mm ( 0 . 0 0 0 9 5 インチ ) の硬化された表面 ( 即ち、ケース ) を有する製品が作られ、このケースは、本質的に析出炭化物がなく、かつ煤の生産は最小である。

#### 例 4

浸炭の 2 時間後、CO の流れを止め、N<sub>2</sub> の継続流により加工物を 1 4 9 ( 3 0 0 ° F ) に冷却することを除いて、例 3 が繰り返された。次いで、加工物表面を再活性化するために、2 0 % H C l が流れているガスに加えられ、そして加工物温度が 2 8 8 ( 5 5 0 ° F ) に上げられた。この状態で 6 0 分後に、浸炭が再開された。同じ時間内にほぼ 0 . 0 2 6 7 mm ( 0 . 0 0 1 0 5 インチ ) 厚のケースが形成されたこと、及び形成されたケースが例 3 で形成されたケースよりも一様な深さであることが見いだされた。

#### 【 0 0 4 9 】

以上、本発明の僅かな実施例しか説明されなかったが、本発明の精神及び範囲から離れることなく多くの変更をなし得ることを認めるべきである。かかる変更のすべては、特許請求の範囲によってのみ限定される本発明の範囲内に含まれることが意図される。

#### 【図面の簡単な説明】

【図 1】 A I S I 3 1 6 ステンレス鋼が析出炭化物を形成する時間及び温度の条件を示している状態図であり、この図は通常低温浸炭がいかに行われるも示している。

【図 2】 本発明の一態様により、低温浸炭がいかに行われるかを示している図 1 と同様な状態図である。

【図 3】 本発明による低温浸炭を行うための別の技術を示している図 2 と同様な図である。



---

フロントページの続き

(72)発明者 マークス, スチーブン・ブイ  
アメリカ合衆国オハイオ州44118ユニバーシティハイツ・サウスベルボアブルバード243  
9

審査官 瀧口 博史

(56)参考文献 特開平09-071853(JP, A)  
特開平06-017189(JP, A)  
特開平02-101154(JP, A)  
内藤武志, 浸炭焼入れの実際 第2版 -ガス浸炭と材料強化法-, 日本, 日刊工業新聞社, 199  
9年 2月26日, 初2版, p. 48-49

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C23C 8/20

C21D 1/00