

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7177592号

(P7177592)

(45)発行日 令和4年11月24日(2022.11.24)

(24)登録日 令和4年11月15日(2022.11.15)

(51)国際特許分類

F I

C 2 3 C 8/34 (2006.01)

C 2 3 C 8/34

C 2 1 D 1/06 (2006.01)

C 2 1 D 1/06

A

F 2 7 D 7/06 (2006.01)

F 2 7 D 7/06

A

F 2 7 D 11/00 (2006.01)

F 2 7 D 7/06

C

F 2 7 D 11/00

請求項の数 13 (全13頁)

(21)出願番号 特願2017-531290(P2017-531290)

(86)(22)出願日 平成27年12月10日(2015.12.10)

(65)公表番号 特表2018-505301(P2018-505301
A)

(43)公表日 平成30年2月22日(2018.2.22)

(86)国際出願番号 PCT/FR2015/053419

(87)国際公開番号 WO2016/092219

(87)国際公開日 平成28年6月16日(2016.6.16)

審査請求日 平成30年11月19日(2018.11.19)

審判番号 不服2021-4079(P2021-4079/J1)

審判請求日 令和3年3月30日(2021.3.30)

(31)優先権主張番号 1462260

(32)優先日 平成26年12月11日(2014.12.11)

(33)優先権主張国・地域又は機関
フランス(FR)

(73)特許権者 514072621

イーシーエム テクノロジーズ

フランス グルノーブル エフ - 3 8 0 0

0 テクニシド, リ ジャン ボジャニ,
4 6

(74)代理人 100114557

弁理士 河野 英仁

(74)代理人 100078868

弁理士 河野 登夫

(72)発明者 ジロー, イヴ

フランス 3 8 5 6 0 ジャリ, ルート

ドゥ ラ コンブ, 5 1 4

(72)発明者 マリン, ユベール

フランス 3 8 1 0 0 グルノーブル, リ

ュ ドゥ シャン エリゼ, 1 7

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 低圧浸炭窒化法及び低圧浸炭窒化炉

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

チャンバ内に配置される鋼部分を浸炭窒化する方法であって、

複数の第 1 の工程及び複数の第 2 の工程を有し、

前記第 1 の工程中のみ浸炭ガスを前記チャンバに注入し、前記第 2 の工程中のみ窒化ガスを前記チャンバに注入し、

前記第 2 の工程の少なくとも 1 つを前記第 1 の工程の 2 つの間に行い、

前記第 2 の工程の少なくとも 1 つを前記複数の第 1 の工程の後に行い、

前記第 1 の工程の 2 つの少なくとも一部の間における前記チャンバ内の圧力を第 1 の値に維持し、前記第 1 の工程の 2 つの間に行う前記第 2 の工程の少なくとも一部の間及び前記複数の第 1 の工程の後に行う前記第 2 の工程の少なくとも一部の間における前記チャンバ内の圧力を、前記第 1 の値より大きい第 2 の値に維持し、

複数の第 3 の工程を更に有し、

各第 3 の工程を前記第 1 の工程の 2 つの間、前記第 2 の工程の 2 つの間、又は前記第 1 の工程の 1 つと前記第 2 の工程の 1 つとの間に行い、

各第 3 の工程中に中性ガスを前記チャンバに注入し、

前記第 2 の工程の 1 つの直前に、前記第 3 の工程の少なくとも 1 つを行い、

前記第 2 の工程の開始前の前記第 3 の工程中に、圧力を前記第 1 の値から前記第 2 の値に上昇させるか、又は、前記第 3 の工程の終了まで圧力を前記第 1 の値に維持して、前記第 2 の工程の開始後に前記第 1 の値から前記第 2 の値に上昇させることを特徴とする方法。

10

20

【請求項 2】

前記第 1 の値は、0.1 hPa ~ 20 hPa の範囲内であることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記第 1 の値は、0.1 hPa ~ 10 hPa の範囲内であることを特徴とする請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記第 2 の値は、10 hPa ~ 250 hPa の範囲内であることを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 5】

前記第 2 の値は、30 hPa ~ 150 hPa の範囲内であることを特徴とする請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

前記浸炭ガスはプロパン又はアセチレンであることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 7】

前記窒化ガスはアンモニアであることを特徴とする請求項 1 乃至 6 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 8】

第 1、第 2 及び第 3 の連続的な段階を更に有し、
前記第 1 の段階では、第 1 の工程を第 3 の工程と交互に行うことのみが実行され、
前記第 2 の段階では、第 2 の工程、第 3 の工程、第 1 の工程及び第 3 の工程を連続的に有するサイクルが連続的に繰り返され、
前記第 3 の段階では、第 2 の工程を第 3 の工程と交互に行うことのみが実行されることを特徴とする請求項 1 乃至 7 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 9】

前記鋼部分を実質的に一定の温度レベルに維持することを特徴とする請求項 1 乃至 8 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 10】

前記温度レベルは、800 ~ 1,050 の範囲内であることを特徴とする請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

前記温度レベルは 900 より高いことを特徴とする請求項 10 に記載の方法。

【請求項 12】

鋼部分をチャンバ内で受けるように構成されている浸炭窒化炉であって、
ガス導入部、ガス抽出部及び制御部を備えており、
該制御部は、複数の第 1 の工程及び複数の第 2 の工程中に、前記第 1 の工程のみ浸炭ガスを前記チャンバに導入して、前記第 2 の工程のみ窒化ガスを前記チャンバに導入するために前記ガス導入部及び前記ガス抽出部を制御することが可能であり、
前記第 2 の工程の少なくとも 1 つを前記第 1 の工程の 2 つの間に行い、
前記第 2 の工程の少なくとも 1 つを前記複数の第 1 の工程の後にいき、
前記制御部は、前記第 1 の工程の 2 つの少なくとも一部の間に前記チャンバ内の圧力を第 1 の値に維持して、前記第 1 の工程の 2 つの間に行われる前記第 2 の工程の少なくとも一部の間に前記チャンバ内の圧力を前記第 1 の値より大きい第 2 の値に維持することが可能であり、
複数の第 3 の工程を前記第 1 の工程の 2 つの間、前記第 2 の工程の 2 つの間、又は前記第 1 の工程の 1 つと前記第 2 の工程の 1 つとの間に夫々いき、
前記制御部は、各第 3 の工程中に中性ガスを前記チャンバに注入するために前記ガス導入部及び前記ガス抽出部を制御することが可能であり、

10

20

30

40

50

前記第 2 の工程の 1 つの直前に、前記第 3 の工程の少なくとも 1 つを行い、
前記制御部は、前記第 2 の工程の開始前の前記第 3 の工程中に、圧力を前記第 1 の値から
前記第 2 の値に上昇させるか、又は、前記第 3 の工程の終了まで圧力を前記第 1 の値に維持して、前記第 2 の工程の開始後に前記第 1 の値から前記第 2 の値に上昇させることが可能であることを特徴とする浸炭窒化炉。

【請求項 13】

加熱素子を更に備えており、

前記制御部は、鋼部分を実質的に一定の温度レベルに維持するために前記加熱素子を制御することが可能であることを特徴とする請求項 12 に記載の浸炭窒化炉。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、鋼部分の処理方法に関し、より具体的には浸炭窒化法、つまり、鋼部分の硬度及び疲労強度を向上させるために鋼部分の表面のレベルに炭素又は窒素を導入する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

炭素及び窒素を鋼部分の表面のレベルに数百マイクロメートルに達し得る深さまで導入し得る、複数のタイプの鋼部分浸炭窒化法がある。

【0003】

第 1 のカテゴリーの浸炭窒化法は、処理される部分を含むチャンバが処理全体に亘って一般に大気圧に近い圧力に維持されるので、いわゆる高圧浸炭窒化法に相当する。このような方法では、例えば、メタノール及びアンモニアで構成されるガス状混合物をチャンバに供給しながら、処理される部分を温度保持ステージ、例えば略 880 に維持する。浸炭窒化工程の後、焼入れ工程、例えば油焼入れ工程、場合によっては処理された部分の歪硬化の工程を行う。

【0004】

第 2 のカテゴリーの浸炭窒化法は、処理される部分を含むチャンバが一般に数百パスカル（数ミリバール）未満の圧力に維持されるので、いわゆる低圧浸炭窒化法に相当する。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【文献】米国特許第 8303731 号明細書

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

米国特許第 8303731 号明細書には、浸炭工程及び窒化工程を交互に行う低圧浸炭窒化法の例が記載されている。この方法は満足 of いく結果を与えるが、特定の用途では、処理された部分の表面での窒素濃縮を更に高めることが望ましい場合がある。

【0007】

実施形態の目的は、上述した低圧浸炭窒化法及び低圧浸炭窒化炉の不利点の全て又は一部を克服することである。

【0008】

実施形態の別の目的は、処理された部分に所望の炭素及び窒素の濃度プロファイルを正確に再現性よく得ることである。

【0009】

実施形態の別の目的は、浸炭窒化法の実施が、製造側での鋼部分の処理と適合可能であるということである。

【0010】

本発明の別の目的は、低圧浸炭窒化炉が単純な構造を有するということである。

10

20

30

40

50

【課題を解決するための手段】**【0011】**

従って、実施形態は、チャンバ内に配置される鋼部分を浸炭窒化する方法であって、複数の第1の工程及び複数の第2の工程を有し、前記第1の工程のみ浸炭ガスを前記チャンバに注入し、前記第2の工程のみ窒化ガスを前記チャンバに注入し、前記第2の工程の少なくとも1つを前記第1の工程の2つの間に行い、前記第1の工程の2つの少なくとも一部の間の前記チャンバ内の圧力を第1の値に維持し、前記第1の工程の2つの間に行う前記第2の工程の少なくとも一部の間の前記チャンバ内の圧力を、前記第1の値より大きい第2の値に維持することを特徴とする方法を提供する。

【0012】

実施形態によれば、前記第1の値は、0.1 hPa ~ 20 hPaの範囲内であり、好ましくは0.1 hPa ~ 10 hPaの範囲内である。

【0013】

実施形態によれば、前記第2の値は、10 hPa ~ 250 hPa の範囲内であり、好ましくは30 hPa ~ 150 hPa の範囲内である。

【0014】

実施形態によれば、前記浸炭ガスはプロパン又はアセチレンである。

【0015】

実施形態によれば、前記窒化ガスはアンモニアである。

【0016】

実施形態によれば、前記方法は複数の第3の工程を更に有し、各第3の工程を前記第1の工程の2つの間、前記第2の工程の2つの間、又は前記第1の工程の1つと前記第2の工程の1つとの間に行い、各第3の工程中に中性ガスを前記チャンバに注入する。

【0017】

実施形態によれば、前記方法は第1、第2及び第3の連続的な段階を更に有し、前記第1の段階では、第1の工程を第3の工程と交互に行うことのみが実行され、前記第2の段階では、第2の工程、第3の工程、第1の工程及び第3の工程を連続的に有するサイクルが連続的に繰り返され、前記第3の段階では、第2の工程を第3の工程と交互に行うことのみが実行される。

【0018】

実施形態によれば、前記第2の工程の1つの直前に、前記第3の工程の少なくとも1つを行い、前記第3の工程の開始前の前記第1の工程中に、圧力を前記第1の値から前記第2の値に上昇させる。

【0019】

実施形態によれば、前記第2の工程の1つの直前に、前記第3の工程の少なくとも1つを行い、前記第1の工程の終了まで圧力を前記第1の値に維持して、前記第3の工程の開始後に前記第1の値から前記第2の値に上昇させる。

【0020】

実施形態によれば、前記鋼部分を温度保持ステージに維持する。

【0021】

実施形態によれば、前記温度保持ステージは、800 ~ 1,050 の範囲内である。

【0022】

実施形態によれば、前記温度保持ステージは900 より高い。

【0023】

実施形態は、鋼部分を受けるように構成されている浸炭窒化炉であって、ガス導入部、ガス抽出部及び制御部を備えており、該制御部は、複数の第1の工程及び複数の第2の工程中に、前記第1の工程のみ浸炭ガスを前記チャンバに導入して、前記第2の工程のみ窒化ガスを前記チャンバに導入するために前記ガス導入部及び前記ガス抽出部を制御することが可能であり、前記第2の工程の少なくとも1つを前記第1の工程の2つの間に行い、前記制御部は、前記第1の工程の2つの少なくとも一部の間の前記チャンバ内の圧力

10

20

30

40

50

を第 1 の値に維持して、前記第 1 の工程の 2 つの間に行われる前記第 2 の工程の少なくとも一部の間の前記チャンバ内の圧力を前記第 1 の値より大きい第 2 の値に維持することが可能であることを特徴とする浸炭窒化炉を更に提供する。

【 0 0 2 4 】

実施形態によれば、前記浸炭窒化炉は加熱素子を更に備えており、前記制御部は、鋼部分を温度保持ステージに維持するために前記加熱素子を制御することが可能である。

【 0 0 2 5 】

前述及び他の特徴及び利点を、添付図面を参照して本発明を限定するものではない特定の目的のための実施形態について以下に詳細に説明する。

【図面の簡単な説明】

10

【 0 0 2 6 】

【図 1】 低圧浸炭窒化炉の実施形態を概略的に示す図である。

【図 2】 低圧浸炭窒化法の実施形態を示す図である。

【図 3】 窒化工程と拡散工程との間の図 1 に示されている浸炭窒化法の実施形態の実施中の浸炭窒化炉内の圧力変化のより詳細な実施形態を示す図である。

【図 4】 窒化工程と拡散工程との間の図 1 に示されている浸炭窒化法の実施形態の実施中の浸炭窒化炉内の圧力変化のより詳細な実施形態を示す図である。

【図 5】 窒化工程と拡散工程との間の図 1 に示されている浸炭窒化法の実施形態の実施中の浸炭窒化炉内の圧力変化のより詳細な実施形態を示す図である。

【図 6】 窒化工程と拡散工程との間の図 1 に示されている浸炭窒化法の実施形態の実施中の浸炭窒化炉内の圧力変化のより詳細な実施形態を示す図である。

20

【図 7】 図 1 に示されている実施形態に係る浸炭窒化法及び公知の浸炭窒化法の実施によって得られた炭素及び窒素の濃度プロファイルを示す図である。

【図 8】 図 1 に示されている実施形態に係る浸炭窒化法及び公知の浸炭窒化法の実施によって得られた炭素及び窒素の濃度プロファイルを示す図である。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 2 7 】

同一の要素は様々な図面において同一の参照番号で示されており、更に様々な図面は正しい縮尺で示されていない。明瞭化のために、記載された実施形態の理解に有用な要素のみが示され詳述されている。

30

【 0 0 2 8 】

以下の記載では、「略」、「実質的に」及び「程度」という表現は、特に指定されていない場合、10%の範囲内、好ましくは5%の範囲内を意味する。更に、工程 A 及び工程 B を交互に行うことは、一連の工程 A 及び工程 B であって、各工程 B を、一連の最後の工程を除いて 2 つの工程 A の間に行い、各工程 A を、一連の最初の工程を除いて 2 つの工程 B の間に行うことを意味する。

【 0 0 2 9 】

実施形態によれば、浸炭工程とも称される炭素濃縮工程及び窒化工程とも称される窒素濃縮工程は、少なくとも浸炭窒化法の一部の間に実質的に一定の温度に維持されて処理される鋼部分を含むチャンバ内で交互に行われ、浸炭工程中に第 1 の低圧に維持されているチャンバに浸炭ガスを注入し、窒化工程中に第 1 の圧力より高い第 2 の圧力に維持されているチャンバに窒化ガスを注入する。各浸炭工程中、窒化ガスはチャンバに注入されず、各窒化工程中、浸炭ガスはチャンバに注入されない。

40

【 0 0 3 0 】

このため、窒化ガスの注入が浸炭ガスの注入とは別に行われるので、処理された部分に得られる炭素及び窒素の濃度プロファイルを正確に再現性よく制御し得ることが有利である。更に、チャンバが浸炭ガスの注入中のチャンバ内の圧力より高い圧力で維持されている間に窒化ガスがチャンバ内に注入されるので、浸炭ガスの注入中及び窒化ガスの注入中に同一の圧力がチャンバ内で維持される方法に対して、処理された部分の窒素濃縮が高まる。

50

【 0 0 3 1 】

浸炭ガスのチャンバ内への注入及び窒化ガスのチャンバ内への注入が中断される拡散工程を、少なくとも1つの浸炭工程と次の窒化工程との間に行ってもよい。同様に、浸炭ガスのチャンバ内への注入及び窒化ガスのチャンバ内への注入が中断される拡散工程を、少なくとも1つの窒化工程と次の浸炭工程との間に行ってもよい。

【 0 0 3 2 】

図1は、低圧浸炭窒化炉10の実施形態を概略的に示している。低圧浸炭窒化炉10は、内部のチャンバ14を画定している密な壁12を備えており、処理される供給原料16がチャンバ14内に配置され、一般に多数の部分が適切な支持体上に配置される。数ヘクトパスカル（数ミリバール）から数百ヘクトパスカル（数百ミリバール）の範囲内の圧力での真空が、真空ポンプ20に連結された抽出パイプ18によってチャンバ14内に維持されてもよい。注入器22によって、チャンバ14内にガスを分散するように導入し得る。バルブ30, 32, 34, 36によって夫々制御されるガス入口22, 24, 26, 28が、例として示されている。加熱素子38がチャンバ14内に配置されている。制御部40が、バルブ30, 32, 34, 36、真空ポンプ20、場合によっては加熱素子38に連結されている。制御部40は、各バルブ30, 32, 34, 36の閉鎖及び開放を制御することが可能である。圧力センサ42及び温度センサ44が、チャンバ14内に設けられて制御部40に連結されてもよい。温度センサ44によって与えられる信号に基づき、制御部40は、加熱素子38を制御して、チャンバ14内の温度を実質的に一定の値に維持することが可能である。圧力センサ42によって与えられる信号に基づき、制御部40は、真空ポンプ20の吸引力を制御して、チャンバ14内の圧力を設定値に維持することが可能である。制御部40は、マイクロプロセッサ又はマイクロコントローラを有してもよい。制御部40は、専用回路に完全に若しくは部分的に相当してもよく、又は、メモリに記憶されたコンピュータプログラムの指示を実行することが可能なプロセッサを有してもよい。

【 0 0 3 3 】

図2は、浸炭窒化法の実施形態に係る浸炭窒化サイクル中の、図1の浸炭窒化炉10のチャンバ14内の温度変化の曲線 C_{Temp} 及び圧力変化の曲線 C_{Pres} を示している。

【 0 0 3 4 】

本方法は、供給原料16を含むチャンバ14内の温度の温度保持ステージ52までの上昇50に対応する最初の工程Hを有し、温度保持ステージ52は、本例では略800 ~ 略1,050の範囲内の温度、好ましくは略880 ~ 略960の範囲内の温度、例えば930程度の温度に相当してもよい。工程Hの後、供給原料16を形成する部分の温度を温度保持ステージ52と同一にする工程PHが続く。工程H及び工程PHを、場合によっては還元ガスが追加される中性ガスの存在下で行ってもよい。中性ガスは例えば窒素(N_2)である。還元ガス、例えば水素(H_2)を、中性ガスの1容量% ~ 5容量%の範囲内の割合で加えてもよい。安全上の理由から、水素が周囲大気と偶発的に接した場合に爆発するあらゆる危険性を防ぐために、水素含有量を略5%未満の割合に制限することが望ましい場合がある。工程PHの後、一連の3つの段階PI, PII, PIIIが続く。チャンバ14内の温度を温度保持ステージ52に維持しながら、段階PI, PII, PIIIを行う。供給原料16を焼入れする、例えばガス焼入れする工程Qで温度低下54と共に浸炭窒化するサイクルが終了する。第1の段階PIが省略されてもよい。同様に第3の段階PIIIが省略されてもよい。

【 0 0 3 5 】

第1の段階PIでは、浸炭ガスをチャンバ14に注入する炭素濃縮工程 C_I と、浸炭ガスをチャンバ14に注入しない炭素拡散工程 D_I とを交互に行う。第1の段階PIは、少なくとも連続的に浸炭工程、拡散工程、浸炭工程及び拡散工程を有することが好ましい。例として図2では、第1の段階PIで2つの浸炭工程 C_I 及び2つの拡散工程 D_I を交互に行う。浸炭ガスは、例えばプロパン(C_3H_8)又はアセチレン(C_2H_2)である。浸炭ガスは更に、処理される部分の表面を浸炭するためにチャンバ内の温度で解離し得るあらゆる他の炭化水素(C_xH_y)であってもよい。

【 0 0 3 6 】

10

20

30

40

50

第2の段階PIIでは、窒化ガスをチャンバ14に注入する窒素濃縮工程N_{II}と、浸炭ガスをチャンバ14に注入する炭素濃縮工程C_{II}とを交互に行う。窒化工程N_{II}中、浸炭ガスはチャンバ14内に注入されず、浸炭工程C_{II}中、窒化ガスはチャンバ14内に注入されない。実施形態によれば、窒化工程N_{II}の直後に浸炭工程C_{II}が続く。実施形態によれば、第2の段階PIIの最後の浸炭工程C_{II}を除いて、浸炭工程C_{II}の直後に窒化工程N_{II}が続く。

【0037】

実施形態によれば、拡散工程D_{II}を各窒化工程N_{II}と次の浸炭工程C_{II}との間に行ってもよい。実施形態によれば、拡散工程D_{II}を各浸炭工程C_{II}と次の窒化工程N_{II}との間に行ってもよい。第2の段階PIIは、少なくとも連続的に窒化工程、拡散工程、浸炭工程及び拡散工程を有することが好ましい。例として図2では、第2の段階PIIは、窒化工程N_{II}、拡散工程D_{II}、浸炭工程C_{II}及び拡散工程D_{II}を夫々有する2つの連続的なサイクルを有する。窒化ガスは、例えばアンモニア(NH₃)である。

10

【0038】

第3の段階PIIIでは、窒化ガスをチャンバ14に注入する窒素濃縮工程N_{III}と、窒化ガスをチャンバ14に注入しない拡散工程D_{III}とを交互に行う。第3の段階PIIIは、少なくとも連続的に1つの窒化工程、1つの拡散工程、1つの窒化工程及び1つの拡散工程を有することが好ましい。例として図2では、第3の段階PIIIで2つの窒化工程N_{III}及び2つの拡散工程D_{III}を交互に行う。

【0039】

図1を参照すると、バルブ30のガス入口22に炭化水素(C_xH_y)が達するようにしてもよく、バルブ32のガス入口24に窒素が達するようにしてもよく、バルブ34のガス入口26に水素が達するようにしてもよく、バルブ36のガス入口28にアンモニアが達するようにしてもよい。

20

【0040】

制御部40により制御される真空ポンプ20によってチャンバ14内の圧力を設定値に維持する。実施形態によれば、浸炭工程C_I及び浸炭工程C_{II}の少なくとも幾つかの間、チャンバ内の圧力を少なくともこのような浸炭工程の一部の間に第1の値に実質的に一定に維持する。実施形態によれば、圧力の第1の値は0.1 hPa ~ 20 hPaの範囲内、好ましくは0.1 hPa ~ 10 hPaの範囲内である。第1の段階PIの各浸炭工程C_Iの少なくとも一部の間、チャンバ14内の圧力を第1の値に実質的に一定に維持することが好ましい。第2の段階PIIの各浸炭工程C_{II}の少なくとも一部の間、チャンバ14内の圧力を第1の値に実質的に一定に維持することが好ましい。

30

【0041】

実施形態によれば、窒化工程N_{II}及び窒化工程N_{III}の少なくとも幾つかの間、チャンバ内の圧力を少なくともこのような窒化工程の一部の間に第1の値より大きい第2の値に実質的に一定に維持する。実施形態によれば、第2の値は10 hPa ~ 250 hPaの範囲内、好ましくは30 hPa ~ 150 hPaの範囲内である。第3の段階PIIIの各窒化工程N_{III}の間、チャンバ14内の圧力を第2の値に実質的に一定に維持することが好ましい。第2の段階PIIの各窒化工程N_{II}の少なくとも一部の間、チャンバ14内の圧力を第2の値に実質的に一定に維持することが好ましい。

40

【0042】

チャンバ14内の圧力が手順の間ずっと500 mbar (500 hPa) 未満であるので、浸炭窒化法は低圧浸炭窒化法のままである。

【0043】

実施形態によれば、第1の段階PIの各拡散工程D_Iの少なくとも一部、第2の段階PIIの各拡散工程D_{II}の少なくとも一部、及び/又は第3の段階PIIIの各拡散工程D_{III}の少なくとも一部で、チャンバ14内の圧力を第1の値に実質的に一定に更に維持する。実施形態によれば、工程H及び工程PHの間、チャンバ14内の圧力を第1の値に実質的に一定に更に維持する。工程H及び工程PHの間、並びに浸炭工程C_I、C_{II}、窒化工程N_{II}、N_{III}及び拡散工程D_I、D_{II}、D_{III}の間に中性ガス、例えば窒素(N₂)を更に注入してもよい。変形例とし

50

て、中性ガスを拡散工程 D_{I} 、 D_{II} 、 D_{III} の間のみ注入して、浸炭工程 C_I 、 C_{II} 及び窒化工程 N_{II} 、 N_{III} の間に注入しなくてもよい。

【0044】

チャンバ14内の圧力の第1の値から第1の値より大きい第2の値への移行を、真空ポンプ20の吸引を一時的に低下させるか、又は停止することにより行ってもよい。好ましくは、チャンバ14内の圧力の第1の値から第2の値への上昇を2分未満で、好ましくは1分未満で行ってもよい。

【0045】

チャンバ14内の圧力の第2の値から第2の値より小さい第1の値への移行を、チャンバ14内の圧力を低下させるべく真空ポンプ20の吸引を一時的に増加させて、その後、チャンバ14内の圧力を第2の値に維持し得るレベルまで真空ポンプ20の吸引力を減少させることにより行ってもよい。好ましくは、チャンバ14内の圧力の第2の値から第1の値への低下を2分未満で、好ましくは1分未満で行ってもよい。

【0046】

実施形態によれば、浸炭窒化炉10のチャンバ14内に注入されるガスの全て又はこれらのガスの幾つかを、チャンバ14内に注入する前に混合してもよい。このような変形例によって、例えば温度上昇の工程H及び温度同一化の工程PHの間に5容量%未満の水素含有量を有するタイプの窒素及び水素の混合物をチャンバ14に直接注入することが可能になり、このような水素含有量は爆発のあらゆる危険性を排除する。

【0047】

図3～6はチャンバ14内の圧力変化の曲線 C_1 、 C_2 、 C_3 、 C_4 を夫々示し、一連の、上述した拡散工程 D_{II} 又は拡散工程 D_{III} に相当してもよい第1の拡散工程 D_1 、上述した窒化工程 N_{II} 又は窒化工程 N_{III} に相当してもよい窒化工程N及び第2の拡散工程 D_2 中の様々な圧力変化の形状を示している。窒化工程Nで窒化ガスをチャンバ14内に注入する。拡散工程 D_1 及び拡散工程 D_2 夫々の間に中性ガスをチャンバ14内に注入する。チャンバ14内への中性ガスの注入を窒化工程N中に更に行ってもよい。圧力変化は、真空ポンプ20の吸引力を変更することによりもたらされる。曲線 C_1 、 C_2 、 C_3 、 C_4 は夫々、拡散工程 D_1 及び拡散工程 D_2 夫々での第1の値の実質的に一定の第1の圧力保持ステージLP1、窒化工程Nでの第2の値の実質的に一定の第2の圧力保持ステージLP2、第1の圧力保持ステージLP1と第2の圧力保持ステージLP2との間の上昇段階PUP、及び第2の圧力保持ステージLP2と第1の圧力保持ステージLP1との間の低下段階PDOWNを有している。

【0048】

図3に示されている実施形態では、上昇段階PUPは窒化工程Nでもたらされ、低下段階PDOWNは拡散工程 D_2 でもたらされる。図4に示されている実施形態では、上昇段階PUPは窒化工程Nでもたらされ、低下段階PDOWNは窒化工程Nでもたらされる。図5に示されている実施形態では、上昇段階PUPは拡散工程 D_1 でもたらされ、低下段階PDOWNは窒化工程Nでもたらされる。図6に示されている実施形態では、上昇段階PUPは拡散工程 D_1 でもたらされ、低下段階PDOWNは拡散工程 D_2 でもたらされる。そのため、窒化工程Nを実質的に一定の圧力で行うことが有利である。

【0049】

図7は、チャンバ14内の圧力が低圧で実質的に一定のままである第1の浸炭窒化法を行った際の、処理された部分の表面から測定された深さに応じた、処理された部分で拡散した炭素成分の重量濃度プロファイル P_C の例及び窒素成分の重量濃度プロファイル P_N の例を示す。

【0050】

図8は、圧力が窒化工程中に上昇している図2に関連して上述された実施形態に係る第2の浸炭窒化法を行った際の、処理された部分の表面から測定された深さに応じた、処理された部分で拡散した炭素成分の重量濃度プロファイル P_C' の例及び窒素成分の重量濃度プロファイル P_N' の例を示す。

【0051】

10

20

30

40

50

第 1 及び第 2 の浸炭窒化法では、浸炭ガスがアセチレンであり、窒化ガスがアンモニアであり、中性ガスが窒素であった。第 1 及び第 2 の浸炭窒化法では、浸炭窒化を 920 の温度保持ステージで行った。焼入れ工程 Q はガス焼入れであった。

【 0 0 5 2 】

第 1 及び第 2 の浸炭窒化法は、

全体として 70 分の工程 H 及び工程 PH、

(夫々 128 秒、60 秒、56 秒及び 55 秒の) 4 つの浸炭工程 C_I と (夫々 185 秒、302 秒、420 秒及び 60 秒の) 4 つの拡散工程 D_I とを交互に行う段階 PI、

(夫々 394 秒、424 秒及び 402 秒の) 3 つの窒化工程 N_{II} と (夫々 93 秒、120 秒、130 秒、180 秒、227 秒及び 120 秒の) 6 つの拡散工程 D_{II} と (夫々 54 秒の) 3 つの浸炭工程 C_{II} とを交互に行う段階 PII、並びに

(夫々 300 秒の) 3 つの窒化工程 N_{III} と (夫々 120 秒、120 秒及び 862 秒の) 3 つの拡散工程 D_{III} とを交互に行う段階 PIII

の工程を有した。

【 0 0 5 3 】

工程 H、工程 PH、浸炭工程 C_I、拡散工程 D_I、浸炭工程 C_{II}、拡散工程 D_{II} 及び拡散工程 D_{III} の全ての間、チャンバ 14 内の圧力を実質的に 8 mbar (8 hPa) に維持し、8 mbar (8 hPa) の圧力で行った最初の窒化工程 N_{II} を除いて窒化工程 N_{II} 及び窒化工程 N_{III} の間、チャンバ 14 内の圧力を実質的に 45 mbar (45 hPa) に維持した。

【 0 0 5 4 】

本発明者らは、少なくとも特定の窒化工程 N_{II} 及び / 又は窒化工程 N_{III} 中の圧力上昇によって、処理された部分の窒素濃縮が高められ得ることを示した。特に第 1 の方法では、窒素濃度が 25 μm で 0.1 重量 %、100 μm で 0.09 重量 %、200 μm で 0.045 重量 %、300 μm で 0.025 重量 % であった。第 2 の方法では、窒素濃度が 25 μm で 0.4 重量 %、100 μm で 0.29 重量 %、200 μm で 0.14 重量 %、300 μm で 0.06 重量 % であった。

【 0 0 5 5 】

本発明者らは、少なくとも特定の窒化工程 N_{II} 及び / 又は窒化工程 N_{III} 中の圧力上昇によって更に、処理された部分の炭素濃縮が高められ得ることを示した。特に第 1 の方法では、炭素濃度が 50 μm で 0.725 重量 %、100 μm で 0.71 重量 %、200 μm で 0.675 重量 %、300 μm で 0.6 重量 % であった。第 2 の方法では、炭素濃度が 50 μm で 0.8 重量 %、100 μm で 0.8 重量 %、200 μm で 0.775 重量 %、300 μm で 0.68 重量 % であった。

【 0 0 5 6 】

本発明の変形例によれば、温度上昇の工程 H 中、チャンバ 14 内の温度が所与の温度を超え次第、及び / 又は温度同一化の工程 PH 中に窒化ガスを注入してもよい。例として、窒化ガスがアンモニアである場合、チャンバ 14 内の温度が略 800 を超え次第、注入を行ってもよい。

【 0 0 5 7 】

浸炭ガス及び窒化ガスを同時的に注入しないことにより、窒化工程 N_{II} 及び / 又は窒化工程 N_{III} の少なくとも幾つかの間、チャンバ 14 内の圧力を上昇させることが可能になる。このため、処理された部分の窒素濃縮及び炭素濃縮が高められる。

【 0 0 5 8 】

更に、浸炭ガス及び窒化ガスを同時的に注入しないことにより、所望の炭素濃度プロファイル及び窒素濃度プロファイルを正確に再現性よく得ることが可能になる。確かに、窒化ガスを浸炭ガスと同時に注入すると、浸炭ガス及び窒化ガスの希釈が生じる。これは、処理される部分との浸炭ガス由来の炭素の反応又は窒化ガス由来の窒素の反応に有利な要因ではなく、処理される部分の窒素濃縮及び炭素濃縮を遅らせる。更に、浸炭ガス及び窒化ガスを混合すると、チャンバ 14 内のガス環境を正確に制御するのは困難であり、このため、処理された部分の所望の窒素濃度プロファイル及び炭素濃度プロファイルを正確に再現性よく得ることが更に困難になる。

【 0 0 5 9 】

言うまでもなく、本発明は、当業者に想到される様々な変更及び修正がなされ得る。例として、上述したガス焼入れ工程を油焼入れ工程と置き換えてもよい。

【 0 0 6 0 】

本特許出願は、参照により本明細書に組み込まれている仏国特許出願第14/62260号明細書の優先権を主張している。

10

20

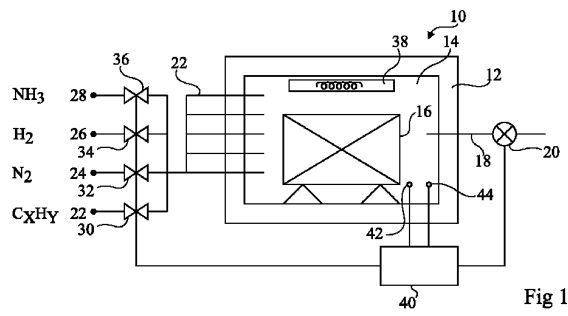
30

40

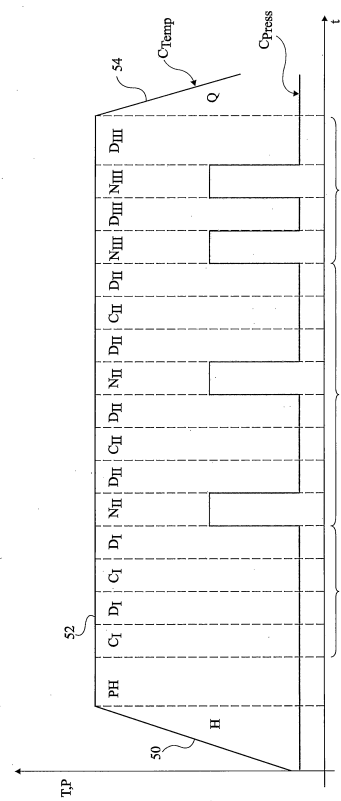
50

【図面】

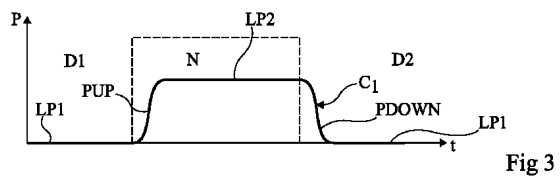
【 図 1 】



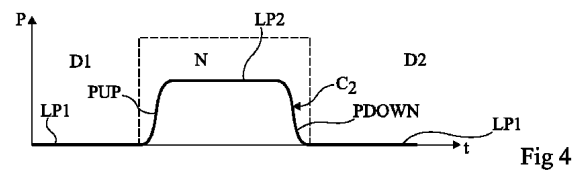
【 図 2 】



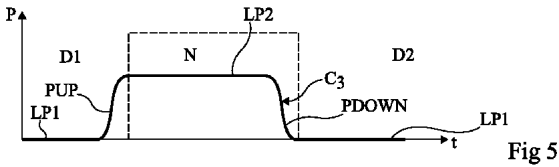
【 図 3 】



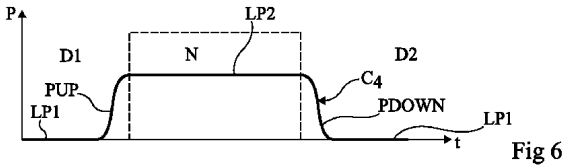
【 図 4 】



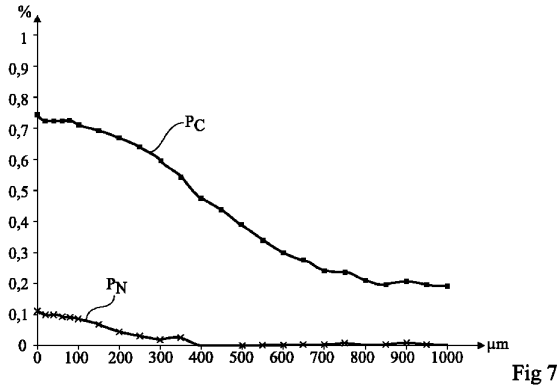
【図 5】



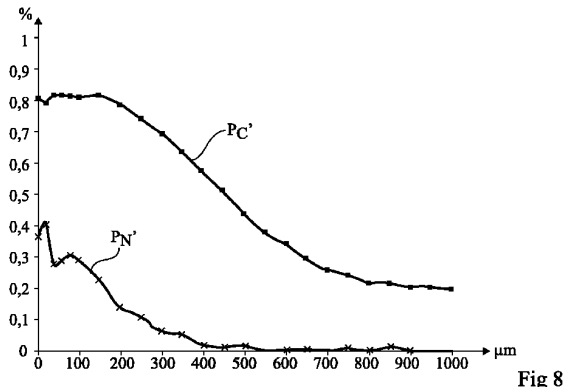
【図 6】



【図 7】



【図 8】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

合議体

審判長 井上 猛

審判官 土屋 知久

審判官 太田 一平

(56)参考文献 特表 2 0 1 3 - 5 2 8 7 0 2 (J P , A)

独国特許出願公開第 1 9 9 0 9 6 9 4 (D E , A 1)

(58)調査した分野 (Int.Cl. , D B 名)

C23C8/00-12/02