

浸炭窒化処理中の未分解 NH₃ 分圧の炉内分布

大木 力*

Investigation of Partial Pressure Distribution of Undecomposed NH₃ in Carbonitriding Atmosphere

Chikara OHKI

Synopsis : We have been investigating the nitrogen penetration mechanism of high carbon chromium bearing steel JIS-SUJ2 (SAE52100 equivalent) in the carbonitriding process. Our previous research results exhibited that partial H₂ pressures and residual NH₃, and carbon activity in an ambient furnace atmosphere were the rate-determining factors of nitrogen penetration. In this study, an atmospheric imbalance of partial NH₃ pressure was experimentally analyzed. In addition, distribution map of the partial NH₃ pressure was calculated by CFD analysis in which the decomposition reaction rate was taken into account. The extrapolated data obtained from CFD analysis corresponds well with the experimental data. Hence, we believe that the CFD analysis is effective in order to control carbonitriding quality and to devise heat treatment furnace structures.

Key words: high carbon steel; heat treatment; JIS-SUJ2; carbonitride; process control; simulation.

1. 緒言

浸炭窒化処理は鋼を A₁ 変態点以上に加熱して炭素と窒素を侵入拡散させた後、焼入れを行う処理を指す。この熱処理技術は、軸受用鋼に対して古くから適用されており、軸受の異物混入潤滑下での寿命向上等の強度向上に効果がある^{1,2)}。前報^{3,4)}までに高炭素クロム軸受鋼2種（以下、SUJ2）への浸炭窒化処理時における窒素侵入には、①炉内の未分解 NH₃ 分圧、②雰囲気中の a_c （炭素の活量）、③炉内の H₂ 分圧の3要素が重要であることを実験的に明らかにし、窒素の侵入メカニズムが炭素の侵入メカニズムと同じであるとの仮定の下、鋼中の窒素濃度分布の予測式を構築した。

この研究によれば、通常の RX ガス雰囲気中で SUJ2 を浸炭窒化する場合、炉内の未分解 NH₃ 分圧を 2×10^{-3} atm 以上（炉内全圧 1.03 atm の時）に保てば、窒素侵入速度をおよそ最大にすることが可能になる。しかし 2×10^{-3} atm は 850°C での NH₃ の平衡分圧⁵⁾ より遙に高い。従って高い未分解 NH₃ 分圧が保たれる原因は、連続的に NH₃ を添加することによって定常状態が得られているためと考えられる。定常状態の場合、炉内雰囲気の流れ分布が大きく変化しなければ炉内の同一位置における未分解 NH₃ 分圧はほぼ一定を保つと考えられる。しかし、NH₃ 導入口からの距離が遠くなるほど、そこに NH₃ が到達するまでの時間が長くなり、未分解 NH₃ 分圧には差が生じる。つまり、炉内は未分解 NH₃ 分圧がばらついている可能性がある。浸

炭雰囲気中の炉内均一化についての研究はなされてきた一方⁶⁾で、浸炭窒化処理に関する研究では、未分解 NH₃ 分圧の炉内分布については考慮されて来なかった⁷⁻¹⁰⁾。

従って本研究では、RX ガス中 850°C での NH₃ の分解反応速度の調査を行って炉内ばらつきの可能性を検討した。また、2箇所の雰囲気採取位置にて未分解 NH₃ 分圧を調査し、実際のばらつき有無を確認した。未分解 NH₃ 分圧にばらつきが生じる場合、特定位置での雰囲気管理を実施しても、必ずしも鋼の材質を管理出来るとは限らない。雰囲気管理を正確に実施するためには、製品近傍の未分解 NH₃ 分圧とほぼ等しくなる位置から雰囲気採取を行うことが望ましいが、炉内の未分解 NH₃ 分圧の分布が分からなければ、適切な位置を特定出来ない。そこで、NH₃ の分解反応速度を考慮した流体解析を実施して、炉内の未分解 NH₃ 分圧の分布計算を試みた。

2. 実験1（RX ガス中の NH₃ の分解反応速度調査）

NH₃ の分解反応速度は公開されている（Ar 中、2200~2800K の範囲¹¹⁾）が、850°C での RX ガス中における NH₃ の分解反応速度定数は実験的に求められていない。そこで、バッチ型熱処理炉を用いて実験を行い、分解反応速度定数の算出を試みた。過去の研究⁵⁾によれば、NH₃ の分解反応速度定数は H₂ 分圧の影響を受ける。従って本実験では、2水準の H₂ 分圧において、反応速度定数を求めるこ

とにした。

2.1 実験方法

NH₃の分解は、鉄を触媒として進行することが知られており¹²⁾、また、窒化に必要な窒素原子が多いほど、一定のNH₃分圧を保つのに必要なNH₃の供給量は多くなるため、窒化される鋼の表面積が変化すれば、見かけ上のNH₃の分解反応速度も変化することが予測される。従って本実験は、炉壁(インコネル600製)とバスケット(SUS310)が共に予め十分に窒化されている状態で行い、且つ、鋼表面が露呈している試験片の表面積を約9000 mm²(φ38×φ30×t10のSUJ2製リング形状試験片3ヶ)と僅かなものにして、可能な限り純粋なNH₃の分解反応速度定数を求める様に努めた。そのため、本研究での実験結果、及び、第4章で述べる計算結果は、窒化に必要な窒素原子に対して供給されるNH₃量が十分に多く、鋼の表面積がNH₃の分解反応に大きな影響を及ぼさない状況を想定したものである。

実験は以下の手順で実施した。本研究^{3,4)}では、未分解NH₃分圧はガスクロマトグラフィーの値を基準としている。しかし、ガスクロマトグラフィーではディテンションタイムが長すぎるため、分解反応の調査には向いていない。そこでここでは、赤外線分析計を用いた。ガスクロマトグラフィーの値には、ある雰囲気下の未分解NH₃分圧をクロスチェックして、その検量線を用いて換算した。

- ①RXガス発生器、および、純ガスのマスフローコントローラー供給³⁾を用いて、2水準のH₂分圧(実際の浸炭窒化処理雰囲気模擬するため0.3, 0.4 atm 狙いとした)における、850°CのRXガス浸炭窒化雰囲気を作成する。
- ②雰囲気採取パイプから採取したガスの未分解NH₃分圧が定常状態になるのを待つ。
- ③RXガスの供給、及び、NH₃ガスの供給を停止し、炉内の系を閉じる(排気バルブは1.03 atm以上の時に排気される機構になっているため、ガス供給が停止して圧力が上がらない状態では閉じている)。ガス供給停止後も雰囲気攪拌用のファンは回転させておく。
- ④雰囲気の変化を赤外線分析計で調査する。
- ⑤②~④を2回実施し、経過時間と未分解NH₃分圧の関係の再現性を確認する。

2.2 実験結果

ガスクロマトグラフィーと赤外線分析計との未分解NH₃分圧測定値のクロスチェック結果をFig. 1に示す。Fig. 1より、赤外線分析計より得られた未分解NH₃分圧の値をガスクロマトグラフィーの値に換算する。

経過時間を横軸にし、未分解NH₃分圧を縦軸とした雰囲気測定結果をFig. 2に示す。測定開始時の未分解NH₃分圧は全て2.5~3×10⁻³ atmであった。前報^{3,4)}によれば、SUJ2の浸炭窒化処理において窒素侵入速度を最大に保つ

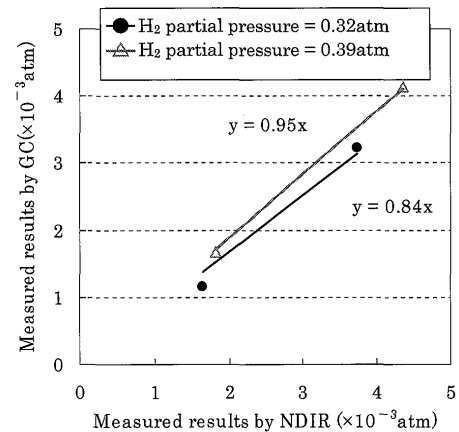


Fig. 1. Measured results of undecomposed NH₃ by Gas Chromatography (GC) and the Non Dispersive Infrared analyzer method (NDIR).

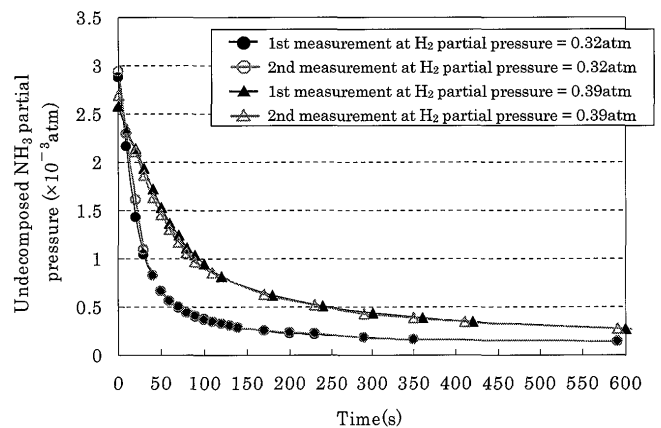
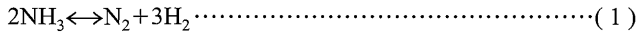


Fig. 2. Undecomposed NH₃ partial pressure as a function of time.

には未分解NH₃分圧を2×10⁻³ atm程度にすれば良いため、炉内のばらつき予測には2.5×10⁻³ atm以下の反応速度定数が分かれば十分である。Fig. 2より分かる通り、それぞれのH₂分圧において、ある経過時間での未分解NH₃分圧は測定1回目、2回目ではほぼ同じ値を示しており、再現性が確認された。なお、本実験は全圧1.03 atmで実施したため、分圧は体積分率に1.03 atmを乗じて算出した。

Fig. 2によれば、未分解NH₃分圧が3×10⁻³ atmから半減するのに要する時間は、H₂分圧0.32 atm下では20 s程度と小さいことが分かった。通常、導入された雰囲気の炉内滞留時間が20 s以下であることは考え難いため、炉内の未分解NH₃分圧にはばらつきが生じる可能性がある。

鉄触媒上でのNH₃の可逆反応((1)式参照)の反応速度式は、過去¹²⁾に提案されている。本研究では可逆反応を考慮せず、NH₃の分解反応の反応次数、反応速度定数を近似的に求めることを試みる。分解反応が1次反応に従う場合、ある時刻におけるNH₃の消失速度は(2)式に従う¹³⁾。



$$-\frac{dC_{\text{NH}_3}}{dt} = kC_{\text{NH}_3} \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 C_{NH_3} : NH_3 の分圧 (atm), t : 経過時間(s), k : 反応速度定数。

この場合、分圧の対数を経過時間に対してプロットすると (3) 式のように線形で表すことができる。

$$\ln C_{\text{NH}_3} = -kt + \ln C_{\text{NH}_3}^0 \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 $C_{\text{NH}_3}^0$: 測定開始時の NH_3 分圧 (atm)。

また、 NH_3 の分解反応が2次の速度式に従う場合、ある時刻における NH_3 の消失速度は (4) 式¹³⁾ に従う。

$$-\frac{dC_{\text{NH}_3}}{dt} = kC_{\text{NH}_3}^2 \dots\dots\dots (4)$$

この場合も、分圧の逆数を経過時間に対してプロットすると (5) 式のように線形で表すことができる。

$$\frac{1}{C_{\text{NH}_3}} - \frac{1}{C_{\text{NH}_3}^0} = kt \dots\dots\dots (5)$$

NH_3 分解の反応次数を推定するため、経過時間と未分解 NH_3 分圧の対数の関係を Fig. 3 に、経過時間と未分解 NH_3 分圧の逆数の関係を Fig. 4 に示した。

Fig. 3, 4 より分かるとおり、未分解 NH_3 分圧の高い間は、対数との関係、逆数との関係ともに直線近似可能であった。しかし未分解 NH_3 分圧が低くなると、直線近似から乖離していくことが分かった。この原因は、未分解 NH_3 分圧が低くなると NH_3 の生成反応の影響が大きくなり、反応速度定数が低下するためと考えられる。直線近似可能な領域の広さから、 NH_3 の分解は1次反応よりも、2次反応として近似の方が妥当であると考えられる。Fig. 4 によれば、2次反応としての近似によって分解速度の誤差が大きくなる範囲は少なくとも 2500 atm^{-1} 以上 (未分解 NH_3 分圧で $4 \times 10^{-4} \text{ atm}$ 以下) の領域である。前報^{3,4)}にある様にSUJ2の浸炭窒化処理で窒素侵入速度を最大に保つには、未分解 NH_3 分圧は $2 \times 10^{-3} \text{ atm}$ 以上にすることが必要であり、2次反応に近似して求めた反応速度定数を用いても、実用的にはそれほど大きな誤差は生じないと考える。Fig. 4 より求まる反応速度定数を Fig. 5 に示す。また、微分法¹⁴⁾によって推定した反応次数は約2.3次であった。

3. 実験2 (未分解 NH_3 分圧のばらつき実測)

実験1の結果より、炉内の未分解 NH_3 分圧はばらついている可能性がある。そこで2箇所の雰囲気採取位置にて未分解 NH_3 分圧を実測し、実際のばらつき有無を調査した。調査対象はこれまでの実験^{3,4)}に用いてきたバッチ型熱処

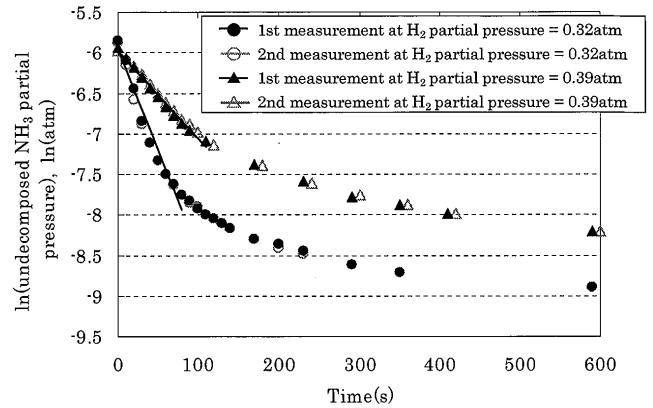


Fig. 3. Logarithm of undecomposed NH_3 partial pressure as a function of time.

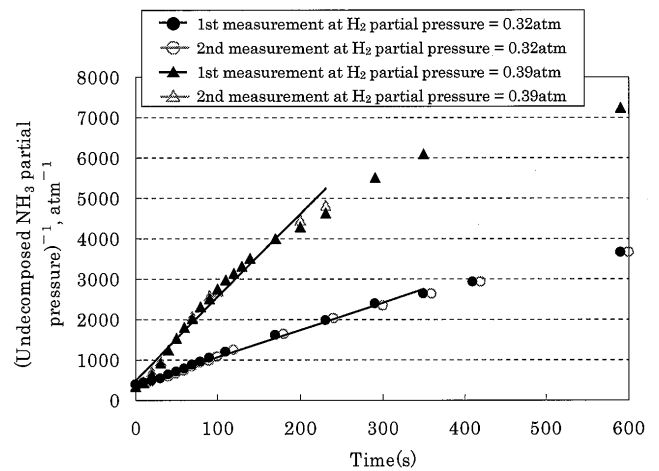


Fig. 4. Inverse of undecomposed NH_3 partial pressure as a function of time.

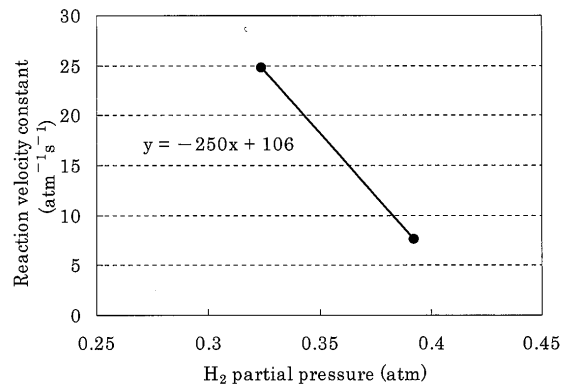


Fig. 5. Relationship between H_2 partial pressure and Reaction velocity constant.

理炉、および、量産用連続炉の2種類とした。なお、未分解 NH_3 分圧はガスクロマトグラフィーで測定した。

3・1 実験方法

バッチ型熱処理炉の概略寸法を Fig. 6 に示す。雰囲気攪拌用のファンは6枚羽で1680rpmの回転速度とし、加熱温度は 850°C とした。雰囲気採取は、 NH_3 の添加量2水準について炉内天井近傍 (炉内天井との距離50mm) と、

炉の高さ方向中央付近（炉内天井との距離300mm）の2箇所で行った。実験条件を Table 1 に示す。なお、本実験中は3段バスケットの各バスケット中央に $\phi 38 \times \phi 30 \times t 10$ のSUJ2 製リング形状試験片を3ヶ設置した。

量産用連続炉の概略寸法を Fig. 7 に示す。雰囲気攪拌用のファンは4枚羽で300rpmの回転速度とし、加熱温度は850°Cとした。雰囲気採取は、NH₃の添加量2水準について第2ゾーン、第3ゾーンに設置された雰囲気採取パイプ

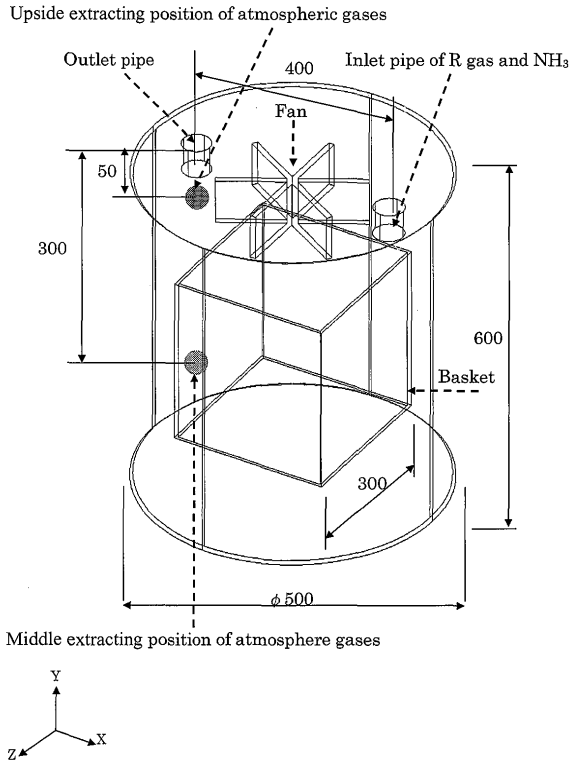


Fig. 6. Schematic drawing of batch type heat treatment furnace.

の2箇所で行った。実験条件を Table 2 に示す。

3.2 実験結果

バッチ型熱処理炉での実験結果を Table 3 に示す。炉の高さ方向中央付近（Fig. 6 参照）での未分解 NH₃ 分圧は、炉内天井近傍の値と比較して若干低濃度であり、ばらつきが認められた。参考のため、この実験での H₂ 分圧実測値

Table 1. Experimental conditions to examine atmosphere imbalance (batch-type furnace).

Experimental Number	Inflow rate of NH ₃ (L/min) ¹⁾	Extracting position of the atmospheric gases (mm) ²⁾
1	0.45	50
	0.45	300
2	0.08	50
	0.08	300

1) Measured values at 273K and 1 atm
2) Distance from upper inwall

Table 2. Experimental conditions to examine atmosphere imbalance (continuous furnace).

Experimental Number	Inflow rate of NH ₃ (m ³ /h) ¹⁾	Inflow rate of R gas (m ³ /h) ¹⁾	
		1st zone	2nd zone
3	1.5	10	9
4	0.4	10	9

1) Measured values at 298K and 1 atm

Table 3. Measured results of partial pressures of atmospheric gases (batch-type furnace).

Experimental Number	Extracting position of the atmospheric gases (mm) ¹⁾	Partial pressure ²⁾	
		Undecomposed NH ₃ ($\times 10^{-3}$ atm)	H ₂ (atm)
1	50	2.30	0.343
	300	2.00	0.344
		1.89	0.342
2	50	1.05	0.310
		0.84	0.312
	300	0.63	0.317
		0.63	0.323

1) Distance from upper inwall
2) Measured values at 298K and 1 atm

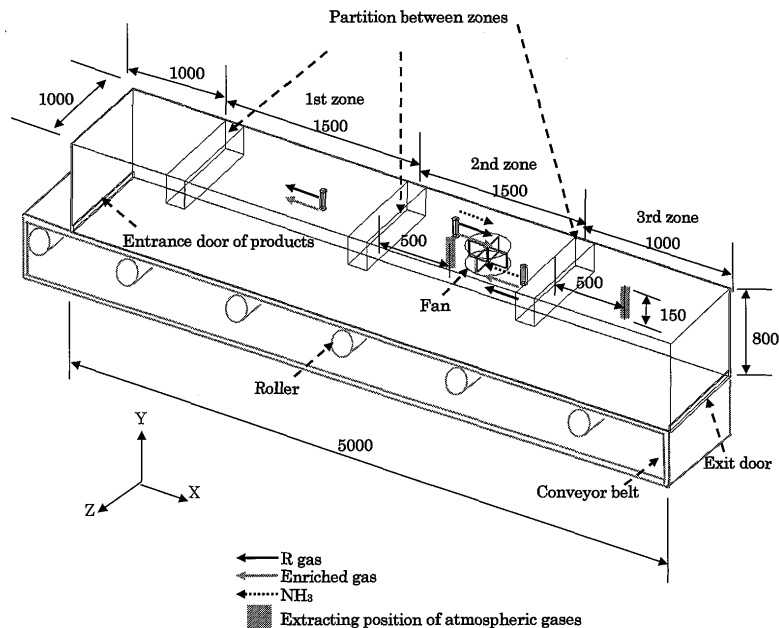


Fig. 7. Schematic drawing of continuous furnace.

Table 4. Measured results of undecomposed NH₃ partial pressure (continuous furnace).

Experimental Number	Extracting position of atmospheric gases	Partial pressure of undecomposed NH ₃ ($\times 10^{-3}$ atm) ¹⁾
3	2nd zone	2.31
	3rd zone	2.00
	2nd zone	2.63
	3rd zone	2.10
4	2nd zone	0.74
	3rd zone	0.74
	2nd zone	0.84
	3rd zone	0.74
	2nd zone	0.84
	3rd zone	0.74

1) Measured values at 298K and 1 atm

を Table 3 に併記した。

量産用連続炉での実験結果を Table 4 に示す。第3ゾーンの雰囲気採取パイプから採取した雰囲気の未分解 NH₃ 分圧は、第2ゾーンから採取した場合より若干低濃度であり、ばらつきが認められた。

バッチ型熱処理炉、量産用連続炉の双方において、雰囲気採取位置によって未分解 NH₃ 分圧に違いが生じることが確認された。従って、雰囲気管理を正確に実施するためには、その雰囲気採取位置に注意しなければならないと考えられる。

4. 流体解析 (未分解 NH₃ 分圧の分布計算)

未分解 NH₃ 分圧は炉内にばらつきを持つことが明らかになったため、雰囲気管理を正確に実施するためには、製品近傍の未分解 NH₃ 分圧とほぼ等しくなる位置から雰囲気採取を行うことが望ましい。しかし、炉内の未分解 NH₃ 分圧の分布が分からなければ、その適切な位置は特定されない。そこで、NH₃ の分解反応速度を考慮した流体解析を実施し、炉内の未分解 NH₃ 分圧分布の計算を試みた。

また、本研究の流体解析では、炉内に設置される製品を解析モデルに含めていない。前報^{3,4)}、及び、第2,3章の実験に用いた試験片は、バッチ型熱処理炉のバスケット中央部に単独で設置され、流体の流れを全く妨げない状況で処理されており、それを模擬したかったためである。従って本解析は、流体の流れを妨げない程度に、製品が疎に設置されている状況を想定したものである。密に設置した場合、流体の流れは変化することが予測されるが、浸炭窒化は炭素と窒素を雰囲気から侵入させる熱処理であるため、製品同士が接触する様な設置や、流体の流れを大きく妨げるほど過密な設置は、その侵入量を正確に管理するには適していないものとする。

4.1 解析方法

本解析では、化学反応モデルの取り扱いが可能な市販の流体解析ソフトにて未分解 NH₃ 分圧分布を求めた。炉内に存在する実際の未分解 NH₃ 分圧は少なく、N₂ や H₂ に分

Table 5. Boundary conditions for computational fluid dynamics analyses.

Analytic model	Boundary condition No.	Contents
Batch type furnace	1	Volume inflow : 11.5L/min ¹⁾
	2	Spiral stream : 1680rpm
	3	Natural outflow
	Others	Flow speed of wall surface : 0m/s Turbulent model : Standard k-ε
Continuous furnace	4	Forced outflow : 2m ³ /h ¹⁾
	5	Volume inflow : 4.5m ³ /h ¹⁾
	6	Spiral stream : 300rpm
	7	Volume inflow : 4.5m ³ /h ¹⁾
	8	Volume inflow : 10m ³ /h ¹⁾
	9	Natural outflow
Others	Flow speed of wall surface : 0m/s Turbulent model : Standard k-ε	

1) Values at 298K and 1 atm

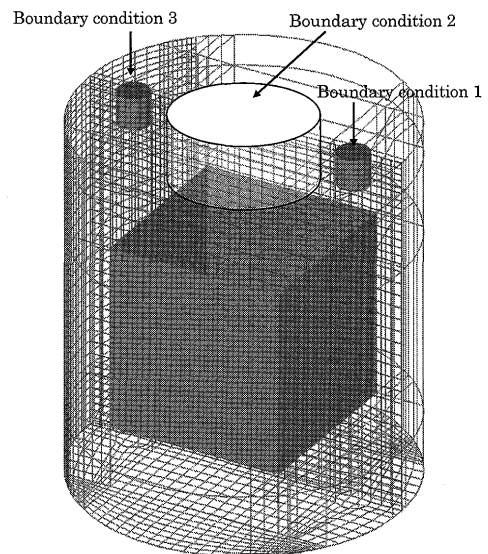


Fig. 8. CFD analysis model of batch type heat treatment furnace.

解してもRXガスの物性値には大きな影響を及ぼさない。従って複雑な化学反応モデルは用いず、NH₃ は決まった流れ場に対して移流拡散し、NH₃ の分解による濃度変化は流れ場に対して影響を与えないものと仮定して解いた。

4.1.1 解析諸元

解析対象は、前述のバッチ型熱処理炉、量産用連続炉の2種類とした。RXガスの流入速度、気体攪拌用ファンの回転速度等は、通常処理条件 (Table 5 参照) に合わせた。また、量産用連続炉の搬送ベルトはメッシュベルトであるが、編みが非常に細かいため、本解析では壁面と仮定して計算することにした。Fig. 8, 9 に解析モデルの模式図、Table 5 に境界条件の一覧を示す。また、本解析は等温、非圧縮、乱流として扱う。そのため、解くべき基礎式は、連続の式¹⁵⁾、運動量保存式¹⁵⁾、NH₃ 量の保存式、k, εの保存式 (乱流は k-ε モデルで表している)¹⁶⁾ である。NH₃ 量の保存式を (6) 式に示す。本解析は非定常計算であるが、圧力や流速、NH₃ 分圧が炉内でほぼ定常状態になるまでの計算を行った。

$$\frac{\partial \rho Y}{\partial t} + \nabla \cdot \rho u Y = \nabla \cdot \frac{\mu_t}{Sc_t} \nabla Y - m \cdot Y^2 \dots\dots\dots (6)$$

ここで、 ρ ：密度 (kg/m³)、 Y ：NH₃の質量分率、 μ_t ：乱流粘性係数、 Sc_t ：シュミット数（ここでは0.9を用いた）、 m ：NH₃の分解反応速度定数 (1/s)。

4・1・2 流体の物性値

RXガスの密度と粘性率は、組成が³CO：20%、N₂：50%、H₂：30%の850℃における混合気体のものを用いた。密度は理想気体として扱い、文献¹⁷⁾より0.2193 kg/m³とした。粘性率は、合成粘性率の計算に Sutherland の式¹⁷⁾と Wilke の経験式¹⁷⁾を用いて求め、43.8 μPa・sとした。NH₃の分解は、それぞれの H₂分圧に対応する反応速度定数を Fig. 5 より求めて用いた。

4・1・3 NH₃導入口での未分解 NH₃分圧

NH₃導入口での未分解 NH₃分圧が未知の場合、NH₃の濃度分布を求めることは出来ない。しかし実際の浸炭窒化においては導入配管も高温になっているため、NH₃導入口直下の NH₃分圧は不明である。既知の値は、雰囲気採取位置での NH₃分圧である。そこで本解析の導入口での未分解 NH₃分圧は、特定位置（バッチ型熱処理炉は炉内天井近傍、量産型連続炉は第2ゾーン）での未分解 NH₃分圧

が実測値と等しくなるよう、試行錯誤的に決定した。第3章の実験にて、バッチ型熱処理炉、量産用連続炉ともに各2箇所の雰囲気採取位置で NH₃分圧を調査しているため、実験結果と解析結果を比較することが可能であり、計算結果の正しさを検証することが出来る。

4・2 解析結果

4・2・1 バッチ型熱処理炉

炉内天井近傍の値 (Fig. 6参照) での未分解 NH₃分圧が、2.3×10⁻³ atm になるようにした分布 (実験番号1を模擬) を Fig.10 に示した。炉の高さ方向中央付近での未分解 NH₃分圧は2.1×10⁻³ atm 程度であった。炉内において未分解 NH₃分圧が最も低い領域は炉内底面近傍周辺にあり、1.8×10⁻³ atm 程度であった。既報^{3,4)} で用いた試験片の設置位置付近の未分解 NH₃分圧を Y 方向断面図より調べると 1.95×10⁻³ atm 程度であった。なお、本計算は H₂分圧を 0.34 atm に仮定している。

炉内天井近傍の未分解 NH₃分圧が、9.5×10⁻⁴ atm になるようにした分布 (実験番号2を模擬) を Fig.11 に示した。炉の高さ方向中央付近での未分解 NH₃分圧は、8.0×10⁻⁴ atm 程度であった。上述の結果と同様に、炉内において未分解 NH₃分圧の最も低い領域は炉内底面近傍であり分布形状もほぼ同じである。但し分圧が少ないため、そのばらつきは絶対幅は上述の結果よりも少なくなった。なお、本計算は H₂分圧を 0.32 atm に仮定している。

バッチ型熱処理炉では、製品をバスケット内に配置し、バスケットを含めて熱処理を施すため、雰囲気採取位置を製品のごく近傍に設置することは困難である。しかし、バスケットの上方空間は、製品の設置されるバスケットの内部とほぼ同じ未分解 NH₃分圧を示すことが、Fig.10, 11 により明らかになった。従って、バッチ型熱処理炉で、少なくとも本論文とほぼ同形状の場合、雰囲気採取位置をバスケットの上方空間にすれば、浸炭窒化処理の雰囲気管理をより正確に実施することが出来ると思われる。

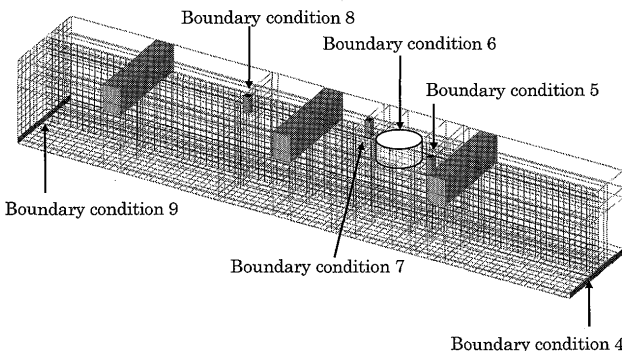


Fig. 9. CFD analysis model of continuous furnace.

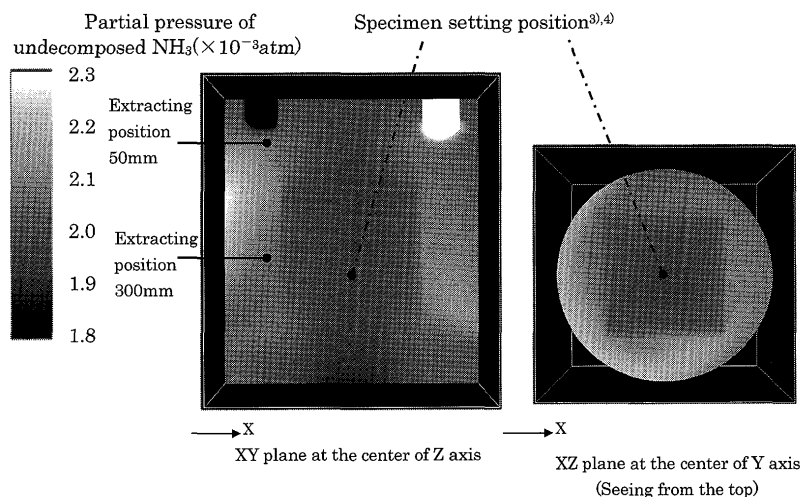


Fig. 10. Undecomposed NH₃ Distribution (Experimental No. 1).

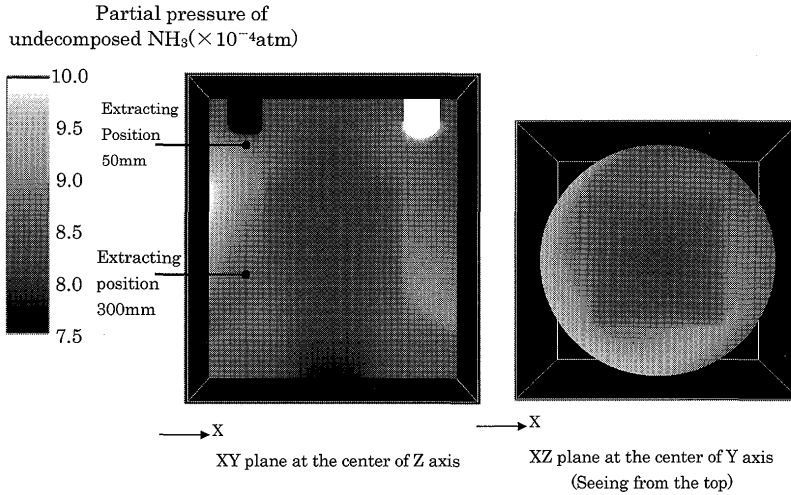


Fig. 11. Undecomposed NH₃ Distribution (Experimental No. 2).

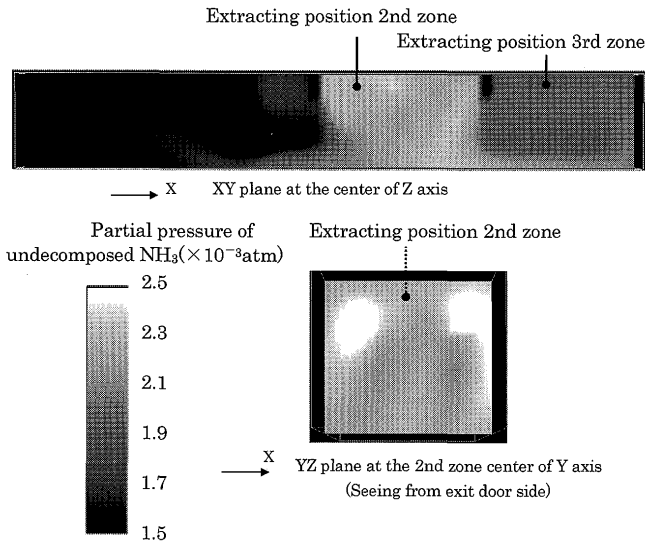


Fig. 12. Undecomposed NH₃ distribution (Experimental No. 3).

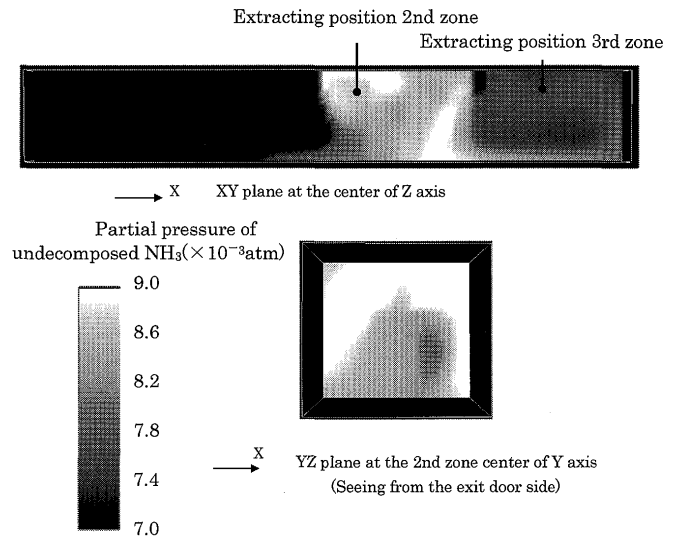


Fig. 13. Undecomposed NH₃ distribution (Experimental No. 4).

4・2・2 量産用連続炉

雰囲気採取位置第2ゾーン (Fig. 7 参照) での未分解 NH₃ 分圧が 2.4×10^{-3} atm になる様にした分布 (実験番号3 を模擬) を Fig.12 に示した。雰囲気採取位置第3ゾーンでの未分解 NH₃ 分圧は、 2.1×10^{-3} atm 程度であった。Fig.12 より未分解 NH₃ は炉壁に阻まれて第1,3ゾーンには拡散し難い。しかし、第3ゾーンでもメッシュベルト付近では高い値を示すことが分かった。また、第1ゾーンの未分解 NH₃ 分圧は第2,3ゾーンに比較してかなり低い未分解 NH₃ 分圧であるが、対象の連続炉は製品排出口側から炉気を引く構造にあることが原因と考えられる。なお、本計算は H₂ 分圧を 0.36 atm に仮定している。

雰囲気採取位置第2ゾーンでの未分解 NH₃ 分圧が 8.0×10^{-4} atm になる様にした分布 (実験番号4 を模擬) を Fig.13 に示した。雰囲気採取位置第3ゾーンでの未分解 NH₃ 分圧は 7.0×10^{-4} atm 程度であった。未分解 NH₃ 分圧

の分布形状は上述とほぼ同じであるが、分圧が少ないため、そのばらつきの絶対幅は上述の結果より少なくなっている。なお、本計算は H₂ 分圧を 0.33 atm に仮定している。

下側壁面 (メッシュベルト) 付近を除き、第3ゾーンの未分解 NH₃ 分圧は、第2ゾーンに比較して低い。しかし、下側壁面付近では第2ゾーンとほぼ同じ値を示しているため、実際の浸炭窒化は第2,3ゾーンで進行するものと考えられる。従って、第3ゾーンの雰囲気採取位置が下側壁面から離れていると、雰囲気管理を実施しても実製品は予測通りに処理されないことが考えられる。連続炉では、雰囲気採取位置をメッシュベルト付近に設置した方が、浸炭窒化処理の雰囲気管理をより正確に実施することが出来ると考えられる。

4・3 実測値との比較

解析結果の確からしさを検証するため、Table 3, 4 に示した雰囲気ばらつき調査結果と解析結果を Table 6 にて比

Table 6. Comparison of experimental and calculation results.

The type of furnace	Experimental No.	Extracting position of the atmospheric gases	Partial pressure of undecomposed NH ₃ (×10 ⁻³ atm)	
			Average measured value	Calculation value
Batch type furnace	1	50	2.30	2.30
		300	2.00	2.10
		Specimen setting position ¹⁾	—	1.95
	2	50	0.95	0.95
		300	0.63	0.80
Continuous furnace	3	2nd zone	2.47	2.40
		3rd zone	2.00	2.00
	4	2nd zone	0.81	0.80
		3rd zone	0.74	0.70

1)See ref. 2)

較した。炉の形状2水準×未分解 NH₃ 分圧2水準の計4条件において、解析結果は実測値とよく合致している。従って本解析は、炉内の未分解 NH₃ 分圧の分布を予測するのに有効であると考えられる。また、前報^{3,4)} で用いた試験片の設置位置付近における未分解 NH₃ 分圧を Table 6 に併記した。前報までの実験で調査した未分解 NH₃ 分圧と試験片周辺の未分解 NH₃ 分圧の差が大きい場合、得られた窒素濃度分布予測式⁴⁾ の信頼性は低いと言える。しかし、今回の流体解析結果によれば、雰囲気採取位置での未分解 NH₃ 分圧が 2.3×10⁻³ atm の時、試験片設置位置での未分解 NH₃ 分圧は 1.95×10⁻³ atm であり、その差は小さいことが確認出来た。従って、前報⁴⁾ の窒素濃度分布予測式には、大きな誤差は生じないものと考えられる。

5. 考察

現在、SUJ2の浸炭窒化処理は多くの熱処理炉で実施されているが、雰囲気を攪拌するためのファンの回転速度は様々であり、また、ファンそのものが設置されていない場合もある。しかし、上述した結果によれば、NH₃ はその分解反応により炉内に不均一な分布を形成し易く、浸炭窒化処理の品質安定へのファンの役割は大きいものと推測される。そこで、未分解 NH₃ 分圧分布に及ぼすファンの回転速度の影響を流体解析を用いて考察する。

バッチ型熱処理炉のファンの回転速度を 60, 300, 3000 rpm に変更して計算した結果を Fig.14 に、量産用連続炉のファンの回転速度を 1500, 3000 rpm に変更して計算した結果を Fig.15 に示す。但し、他の境界条件はバッチ型熱処理炉の場合、第3章の実験番号1を模擬し、量産用連続炉の計算の場合、実験番号3を模擬している。

ファンの回転速度が変化しても、未分解 NH₃ 分圧の分布形状そのものは、バッチ型熱処理炉、量産用連続炉ともに大きな変化は生じていない。しかし、ファンの回転速度が大きいほど、未分解 NH₃ 分圧の最大値と最小値の差は

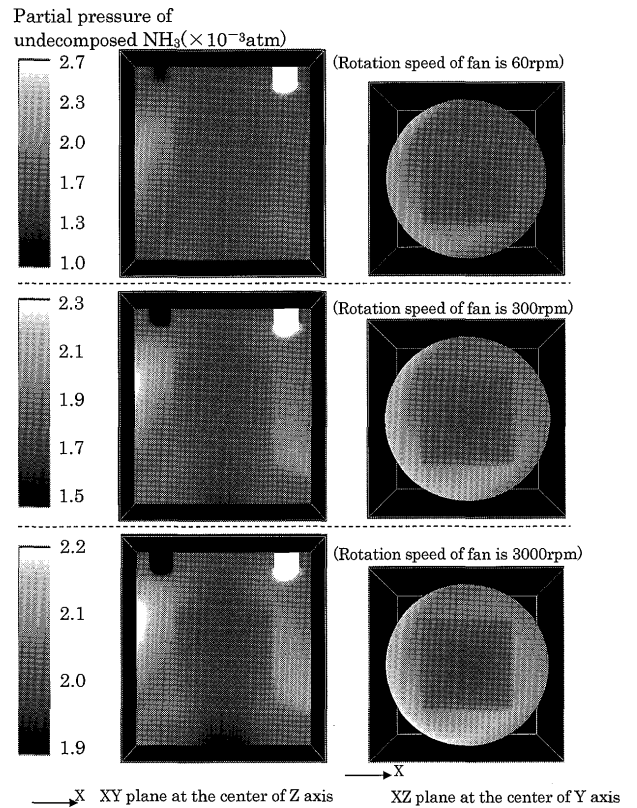


Fig. 14. Undecomposed NH₃ distribution (batch type furnace).

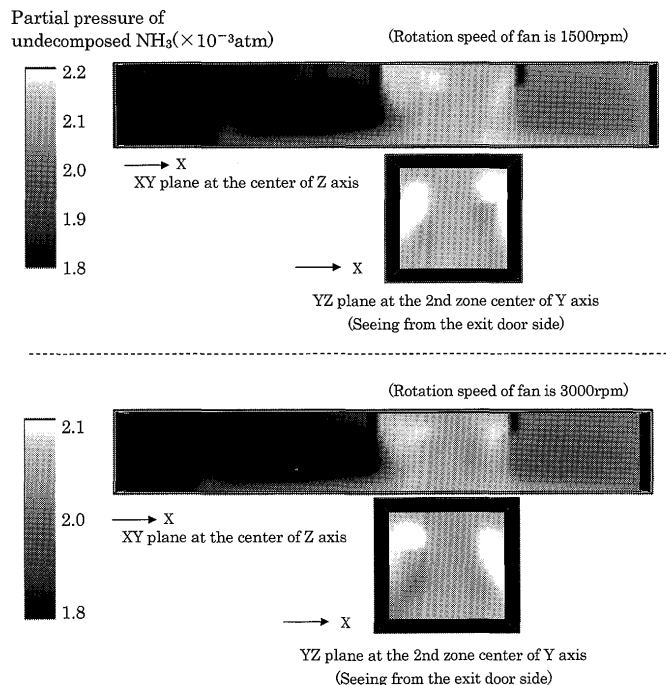


Fig. 15. Undecomposed NH₃ distribution (continuous furnace).

小さくなることが確認された (Fig.14, 15 中のスケール参照)。バッチ型熱処理炉では、ファン回転速度 60 rpm の未分解 NH₃ の分圧差が 1.5×10⁻³ atm 程度であるのに対し、ファン回転速度を 3000 rpm に上げると 3×10⁻⁴ atm 程度に

減少する。量産用連続炉では、ファン回転速度 300 rpm の場合における第 2, 3ゾーンの未分解 NH_3 分圧差が 7×10^{-4} atm 程度 (Fig.12 参照) であるのに対し、ファン回転速度を 3000 rpm に上げると 2×10^{-4} atm 程度に減少する。

従って、浸炭窒化処理の雰囲気管理をより正確に実施するためには炉内ファンが必要であり、炉内ファンの回転速度は可能な限り速くするべきであると考えられる。

6. 結言

炉内に未分解 NH_3 分圧のばらつきが生じている場合、浸炭窒化処理中の雰囲気管理を実施しても予測通りの品質になるとは限らない。本研究では、実験によってそのばらつきの程度を確認した。また、炉内の未分解 NH_3 分圧の分布を把握するため、 NH_3 の分解反応を考慮した流体解析を実施した。以下にその結果をまとめる。但し、解析による計算結果は、窒化に必要な窒素原子に対して供給される NH_3 量が十分に多く、且つ、製品は流体の流れを妨げない程度に疎に設置されている理想的な状況において適用されるものである。

(1) 850°C での RX ガス中における NH_3 の分解反応を調査した。分解反応は 2 次反応として近似可能であり、反応速度定数は H_2 分率の違いによって大きく変化することを確認した。

(2) NH_3 の分解反応速度定数は、 H_2 分圧 0.32 atm の時 $26 (\text{atm}^{-1} \text{s}^{-1})$ 、 H_2 分圧 0.39 atm の時 $8.5 (\text{atm}^{-1} \text{s}^{-1})$ と算出された。

(3) 実験的に、浸炭窒化処理中の未分解 NH_3 分圧の炉内ばらつきを確認した。

(4) NH_3 の分解反応速度を考慮した流体解析を行って未分解 NH_3 分圧分布を計算したところ、実測値とよく合

致した。

(5) 流体解析結果により、浸炭窒化処理の雰囲気管理をより正確に実施するための方法として以下を提案出来る。

- ・バッチ型熱処理炉で、少なくとも本論文と同形状の場合、雰囲気採取位置はバスケット直上に設置した方が良い。
- ・連続炉では、雰囲気採取位置をメッシュベルト付近に近づけた方が良い。
- ・浸炭窒化処理には炉内ファンが必要であり、ファンの回転速度は、可能な限り速くした方が良い。

文 献

- 1) N.Tsushima: SAE Technical Paperseries, (1986), 860725.
- 2) C.France et al.: *Acta Mater.*, **45** (1997), 2789.
- 3) C.Ohki: *Tetsu-to-Hagané*, **93** (2007), 44.
- 4) C.Ohki: *Tetsu-to-Hagané*, **93** (2007), 220.
- 5) 金澤孝文ら: 無機工業化学 現状と展望, 講談社サイエンスティフィク, 東京, (1994), 57.
- 6) 原 泰三: 熱処理炉の設計と実際 改訂第 2 版, 新日本鑄鍛造出版会, 大阪, (2005), 165.
- 7) S.Narita and K.Yokose: Proc. 61th Cong., JSHT, Tokyo, (2005), 5.
- 8) E.J.Mitteijer and J.T.Slycke: *Sur. Eng.*, **12** (1996), 152.
- 9) E.J.Mitteijer and M.A.J.Somers: *Sur. Eng.*, **13** (1997), 483.
- 10) M.-J.Hu et al.: *Mater. Sci. Technol.*, **16** (2000), 547.
- 11) 日本化学会編: 化学便覧 基礎編 改訂第 5 版, 丸善, 東京, (2005), II-390.
- 12) M.Temkin and V.Pyzhev: *Acta Physicochimica U.R.S.S.*, **12** (1940), 327.
- 13) 杉原ら: 化学熱力学中心の基礎物理化学 改訂第 2 版, 学術図書出版社, 東京, (2003), 234.
- 14) 橋本健治: 反応工学 改訂版, 培風館, 東京, (1993), 67.
- 15) 矢川元基: 流れと熱伝導の有限要素法入門, 培風館, 東京, (1983), 10.
- 16) 荒川忠一: 数値流体工学, 東京大学出版会, 東京, (1994), 98.
- 17) 日本機械学会編: 伝熱工学資料 改訂第 4 版, 丸善, 東京, (1986), 362.