

呉工業試験場報告

No.22

October 1979

目 次

抄 録

— 報 文 —

- | | | |
|--|--|----|
| 1. 加振機の試作 | 永山博夫・斯波信雄・大下 巖 | 1 |
| 2. 機械加工における搬送の省力化 | 片岡 豊・山崎隆志・吉池啓祐・平田敏明 | 5 |
| 3. 油剤細胞分離機実用機の試作 | 中塩武之・松垣和生・山崎隆志・南良良治 | 9 |
| 4. 簡単なめっき層が騒音におよぼす影響 | 野地英治・脇 一雄
兼広二郎・南良良治・野地英治・鈴木 寛
酒井隆司 | 13 |
| 5. 旋削による加工精度について | 南良良治・兼広二郎 | 17 |
| 6. 金型鑄造球状黒鉛鑄鉄の組織および機械的性質におよぼす化学成分と熱処理の影響 | 原 信彦・世良時夫・橋本幸則 | 21 |
| 7. 中和処理による再生回収砂について | 小林賢治・中村和清・酒井隆司・丸下清志 | 25 |
| 8. 水溶性焼入剤の腐敗ならびに廃液処理 | 新田 明・丸下清志・土取 功・関 守雄
加城正義 | 29 |
| 9. 熱処理が鋼材の方向性に与える影響 | 芳野光利・菊山信行 | 34 |
| 10. 工具の誘導加熱に関する研究 | 鈴木 寛・土取 功・原 信彦・加城正義 | 38 |
| 11. ジルコニア-アルミナ複合砥粒の配合比とオフセット砥石の研削性 | 藤本宗之・金本 正・浜岡英男 | 42 |
| 12. マグネシアセメント砥石の硬化プロセスにおよぼす砥粒前処理の効果 | 清水加津子 | 46 |
| 13. 原子吸光法におけるアルカリ塩類の干渉について
(その3 ニッケルとコバルトの測定) | 渡部英雄・日色和夫・田中 孝・川原昭宣 | 51 |
| 14. 原子吸光法におけるアルカリ塩類の干渉について
(その4 銀の測定) | 渡部英雄・日色和夫・蔵本範雄 | 55 |
| 15. ステンレス鋼の溶接スケール除去剤について | 清水達磨・田谷征雄・梶岡 秀・蒲田政信 | 59 |
| 16. 加熱によるめっきスラッジ中のシアン挙動 | 梶岡 秀・清水達磨・田谷征雄 | 63 |

加 振 機 の 試 作

加振機は一般にその振動発生機構により機械式、電磁式、電気-油圧式の三つに分類されているが、各種部品、部材の信頼性、耐久性が一層求められている今日、その重要が、さらに増すものと思われる。

試作した加振機は一方電気-油圧式加振機、それを発展させた二方向電気-油圧加振機および反動型の機械式加振機である。

永山博夫、斯波信雄、大下 巖
試作した加振機の加振周波数、加振力は電気-油圧式では5~100Hz、100kgf機械式では5~20Hz、50kgfである。載物重量は50kgf、載物テーブルの大きさは250mm×250mmである。また加速度波形歪が問題となったが今後改良し、各種の防振実験に用いる考えである。

P 1 ~ P 4 表 0, 図11, 写真2, 文献 4

機械加工における搬送の省力化

機械加工の加工能率を向上させるために、ローコストで6自由度の動きをする簡易ロボットについて試作、検討を行い、次の結果を得た。

- 1) 試作ロボットの制御はシーケンスコントローラ(512ステップ)によるとプログラムも容易で、その都度変更も可能であり、利用価値が高い。
- 2) 油圧機器によるロボットの動作は出力も大きく

片岡 豊, 山崎隆志, 吉池啓祐, 平田敏明
確実な動作をするが、特殊な細かい動作、複雑な動作のときは使用部品の機能、精度を十分に習得する必要がある。

- 3) 試作ロボットのシーケンス動作は目的とした機能を全て満足し、各生産工程での普及は大いに期待できる。

P 5 ~ P 8 表 2, 図8, 写真1, 文献 8

油胞細胞分離機、実用機の試作研究

柑橘類果皮を食用化する上では、果皮中の油胞細胞を分離しておくことが望ましい。試作分離機は定められた条件で果皮を破砕するミキサー方式をとる。その後破砕物を一定のフィルターにかければ、油胞を含むフラベドとアルベドに分離することができる。

本装置による稼働試験において次のことがわかった。

- 1) 油胞を含むフラベドは20メッシュ以上の粗いフ

中塚武之, 松垣和生, 山崎隆志
南良良二, 野地英治, 脇 一雄
ィルターに集まり、それ以下にはアルベドが集まる。
2) 破砕の進行は遅いほうが品質がよい、すなわちカッターの周速は低く、給水量も多めのほうが油胞細胞の破壊が少なく分離状態もよい。
3) 果皮の鮮度も分離状態を左右し、新鮮果皮のほうが分離が良好。

P 9 ~ P 12 表 0, 図4, 写真2, 文献 1

歯車のめっき層が騒音におよぼす影響

歯面に電気めっきによるニッケルめっき層、硬質クロムめっき層を付けて歯形誤差、歯スジ方向誤差、歯ミゾの振れ、ピッチ誤差を測定し、騒音、振動試験をおこなった結果、つぎのことがわかった。

- 1) ニッケルめっき、硬質クロムめっきともめっき層が薄い場合、個別誤差はめっき前と較べて良い傾向であった。めっき層が10μm以上になると精度が低下

兼広二郎, 南良良治, 野地英治, 鈴木 寛, 酒井隆司
した。
2) ハブ切り、シェービング加工でめっき層が薄い場合、騒音、振動に効果があった。
3) ニッケルめっきの場合、回転試験をおこなうと歯形コーナー部より剥離するものがあった。

P 13 ~ P 16 表 1, 図8, 写真0, 文献 1

旋削による加工精度について

南良良治, 兼広二郎

JISB4105に指定されている中ぐり用バイトを使用して, 被削材や切削加工条件を種々変え汎用旋盤により中ぐり加工を行い, 加工精度との相関性を追求し, つぎのような結果を得た。

- 1) 内径寸法精度は切削速度や使用する工具形状による影響が大きい。
- 2) 真円度はワークの長さによりかなり変化する。

工具はノーズ半径の大きいものを選ぶ方が真円度・仕上面あらかさは良好となる傾向があるが, びびりが発生しない限度内とする。ワークの支持剛性, 工具剛性が低く, びびりが発生すると加工精度は極端に悪くなるため, びびり現象の防止対策として, 工具材種, 切削形状, 工具剛性は十分配慮する必要がある。

P 17 ~ P 20 表 2, 図 7, 写真 1, 文献 4

金型鑄造球状黒鉛鑄鉄の組織および機械的性質におよぼす化学成分と熱処理の影響

原 信彦, 世良時夫, 橋本幸則

金型球状黒鉛鑄鉄の Si 量を 2.2%, 2.8%, 3.5% と変化させた試料に, 焼なまし, 焼ならし, 焼入, 焼もどしを施し, Si 量と熱処理条件が機械的性質および組織におよぼす影響を検討した。

Si 量および焼なまし温度がセメントタイトの黒鉛化におよぼす影響は大きく, Si 量の多いものおよび処理温度の高いものが黒鉛化時間は短かった。

引張り強さは, 熱処理により同一成分のもので大きく変化させることができ, その組織は, 熱処理によりフェライト地, パーライト地, および焼もどし組織地になり強さと一致した。

衝撃値は, 焼なまし処理を施した場合 Si 量の増加と共に低下し, その他の処理は逆の傾向を示した。

P 21 ~ P 24 表 1, 図 4, 写真 2, 文献 7

中和処理による再生回収砂について

鑄造工場から廃棄される産業廃棄物の約 3% が廃砂でこの内ほとんどが水ガラス系廃砂で占められている。前報では, 水ガラス系廃砂の中和処理実験を行ったが, 本報では, 中和処理砂を再利用する目的で, 乾式再生回収装置を試作し, 実験を行い砂の再生度や, 鑄型としての性質, 鑄込試験等について検討した結果現場等で簡単な処理作業を行い, 再生装置で十分なス

小林賢治, 中村和清, 酒井隆司, 丸下清志
クラビングを行い, 残留中和剤, ケイ酸ソーダ等分の付着物を除去することによって, 鑄型砂として十分使用出来る再生砂を得る見通しがたった。

P 25 ~ P 28 表 2, 図 7, 写真 2, 文献 8

水溶性焼入剤の腐敗ならびに廃液処理について

新田 明, 丸下清志, 関 守雄, 土取 功, 加城正義

袖公害や消防法規制により焼入油から水溶性焼入剤に転換する熱処理工場が増加している。しかしユーザには水溶性焼入剤に関するデータが少なく, その内容も実験条件が統一していないので, その選択に苦慮している。

そこで同一条件で, 本焼入剤の性状, 腐敗のチェッ

ク, および廃液処理に関して二, 三の実験を行い, つぎの結果を得た。

本焼入剤の COD は 5 万 ppm 以上あり, 熱劣化すると腐敗しやすい。廃液処理は, あらかじめ水分を 80% 程度以下に蒸発させてから燃焼するのがよい。

P 29 ~ P 33 表 7, 図 8, 写真 0, 文献 8

熱処理が鋼材の方向性に与える影響

芳野光利, 菊山信行

熱処理が, S45C 極厚鋼板の方向性に与える影響をを検討した結果は次のとおりである。

素材の引張強さ, 及び硬さの方向性はほとんど差がないが, 伸び, 絞り, 衝撃値は圧延に平行, 圧延に直角, 板厚方向の順にわずかであるが悪くなる。

焼なまし, 焼ならしを行うことにより, 絞り, 衝撃

値は著しく上昇する。しかし方向性は大きい。

焼入焼もどし (500~650℃) を行うことにより, 伸び, 絞り, 衝撃値の方向性は焼もどし温度が高くなると小さくなる。引張強さと伸び, 絞りの方向性は引張強さが大きいほど大きい。

P 34 ~ P 37 表 5, 図 4, 写真 5, 文献 2

工具の誘導加熱に関する研究

鈴木 寛, 土取 功, 原 信彦, 加城正義

金属溶解用の誘導加熱装置により, 工具を焼入した場合, つぎのような結果を得た。

1) 焼入硬化層は表面硬化ではなく, やすり全体焼入である。

2) 誘導加熱時間は 60~90 秒と比較的ながいが, 焼入温度に定温保持させることが可能である。

3) やすりの切味は従来の鉛焼入と同程度になって

いる。

4) 加熱源がクリーンな熱エネルギーのため, 公害対策を必要としない。

これらの点から, この方法による誘導加熱も工具の焼入用加熱炉として十分活用できることがわかった。

P 38 ~ P 41 表 0, 図 7, 写真 2, 文献 4

ジルコニア-アルミナ複合砥粒の配合比とオフセット砥石の研削性

藤本宗之, 金本 正, 浜岡英男

ジルコニア-アルミナ複合砥粒はジルコニアの含有率によって砥粒内の微細構造が変り, 40% 多ジルコニア含有率のものはほぼ完全なアルミナ-ジルコニアの共晶組織から成ることが知られている。この砥粒は 24 番のもので数千の微細結晶から成り同じ大きさの A 砥粒が 4~20 個の結晶から成ると大きな相異点を持っている。A, WA 砥粒にジルコニア砥粒を混合してオ

フセット砥石を作り SS41, FCD50, SUS804 を対象に研削試験を行って最適砥粒配合率を求めたところ, 粒度 24 結合度 P~Q の範囲においては FCD50 のばあい AZ:WA=80:20 の時最もよい性能を示したが, SS, SUS についてはジルコニア砥粒の配合による研削性向上は認められなかった。

P 42 ~ P 45 表 2, 図 3, 写真 0, 文献 9

マグネシアセメント砥石の硬化プロセスにおよぼす砥粒前処理の効果

清水加津子

海水製 MgO, MgC₂ 原料と溶融アルミナ質砥粒を混合して, マグネシアセメント砥石を製造する場合, 砥粒を予め MgC₂ 溶液に浸漬処理することにより, 弾性率や表面硬度が比較的短時間のうちに向上し, 80 日後もあまり変化がなく安定している。無処理の場合, 初期の弾性率は低く, その後の長期に徐々に増加していく。原料に含有されるアルカリが, MgC₂ 処理に

より砥石内部に固定され, 無処理の場合, 表面に析出しやすい。MgC₂ 処理したものの弾性率が向上したのは, 砥石内部組織に見られるように, 砥粒がオキシクロライド結晶に被覆され, それが他の結合剤結晶母体との結合を高めたためと考えられる。

P 46 ~ P 50 表 7, 図 4, 写真 1, 文献 7

原子吸光法におけるアルカリ塩類の干渉について (その3 Ni と Co の測定)

試料分解にアルカリ溶融法を用いると、共存する塩類のためいろいろの干渉がある。フレイムの条件を変え、塩類共存下での干渉の有無およびフレイムのプロファイルについて検討した結果次のことがわかった。

少燃料フレイムを用いると、各種原子吸光装置による干渉の様子は同一で、著しい負の干渉があり、またフレイムのプロファイルも変化するので、ニッケルや

渡辺英雄, 日色和夫, 田中 孝, 川原昭宜
コバルトの測定では好ましくなく、比較的多燃料フレイムを用いると、干渉なく測定できる。

P 51 ~ P 54 表 1, 図 7, 写真 0, 文献 2

原子吸光法におけるアルカリ塩類の干渉について (その4 銀の測定)

鉱石、鉱物中の微量の銀の分析を行う場合、試料分解にアルカリ溶融法を用いると、多量のアルカリ塩類共存下で原子吸光測定を行うことがある。空気-アセチレン・フレイムを用いて、アルカリ塩類共存下での干渉機構の解明はできたが、その他のフレイムについては完全には解明できなかつた。しかしアルカリ塩類共存下でも、干渉のない測定条件が得られたので、分

渡部英雄, 日色和夫, 蔵本範雄
離操作を行わず精度よく分析できた。

P 55 ~ P 58 表 0, 図 7, 写真 0, 文献 5

ステンレス鋼の溶接スケール除去剤について

オーステナイト系ステンレス鋼の溶接スケールのベスト状態布型除去剤のうち、最近市販されている低有害性の非フッ化物系 3 種と従来のフッ化物系 4 種類について、スケール除去性能、処理物の表面状態、作業性などを比較実験して、次の結論を得た。

(1) スケール除去性能は、フッ化物系がすぐれているが、作業環境の保全に注意を要する。(2) 非フッ

清水達磨, 田谷征雄, 梶岡 秀, 蒲田政信
化物系には、酸とともに研磨材を含み擦って除去するものや、作業中等に NOx の発生が著しいものがあり、除去性能以外にも改良の余地が多い。(3) フッ化物系洗浄水の処理は、水酸化カルシウムを中和剤とし pH8 以上で容易に処理できる。(4) 市販品は性能等の差が大きいため、その選定は慎重に行う必要がある。

P 59 ~ P 62 表 5, 図 8, 写真 0, 文献 1

加熱によるめっきスラッジ中の CN の挙動

青化亜鉛浴を用いる電気亜鉛めっき専業工場からのスラッジ中の CN は生スラッジではほとんど溶出しませんが、焼却処理すると溶出量は増加する。シアン鉄錯塩が熱分解を受けやすいことは良く知られているので、焼却によりなぜ CN の溶出が増加するのかを明らかにするために、フェロシアン化第 2 鉄を用いて加熱実験し検討した。スラッジとフェロシアン化第 2 鉄中の CN

梶岡 秀, 清水達磨, 田谷征雄
の加熱による挙動はよく一致し、200 ~ 250℃, 30 分加熱で大部分は分解する。しかし 500℃でも CN_u /_g オータは残存する。空気との接触面積比の影響は大きく、その比は小さい場合には 500℃加熱後でも生スラッジからの CN 溶出量より増加する。

P 63 ~ P 66 表 5, 図 10, 写真 0, 文献 4

騒音振動に関する研究(第11報)

加振機の試作

永山 博夫， 斯波 信雄
大下 巖

1. 緒 言

工場内の鍛造機・プレス等また道路交通等により発生する振動公害に対し振動規制法が制定され昭和58年3月1日より実施されている。これらの振動公害の防止技術開発に加振機は、振動波形の再現、機械の振動耐久性の調査等のため不可欠である。

一般に加振機はその振動発生機構により機械式、電磁式、電気-油圧式の三つに分類され、¹⁾今回製作した加振機は機械式と電気-油圧式である。機械式は偏心重量を持つ回転体の遠心力を利用した反動型加振機、また電気-油圧式は一方方向電気-油圧加振機とそれを発展させた二方向電気-油圧加振機である。以下にこれらの加振機の性能試験結果を報告する。

2 一方方向電気-油圧式加振機

一方方向電気-油圧式加振機の構成を図1に、外観を写真1に示す。リミットスイッチによりテーブルの過大変位を防ぎアクチュエータに異常に大きな負荷が加わらないようにした。加振機全体の防振には、防振ゴムを使用しており加振機-防振ゴム系の固有振動数は12Hzである。加振機総重量は約130kgfであった。

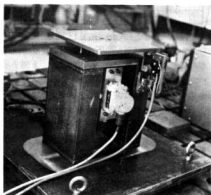


写真1 一方方向電気-油圧式加振機の外観

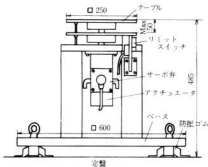


図1 一方方向電気-油圧式加振機の構成



図2 制御ブロック図

図2に本加振機の制御ブロック図を示す。この系はオープンループであり、アクチュエータが片側ロッド形シリンダであるため、サーボアンプ入力が発振器からのみであるとテーブルのドリフトを生じる。これを防ぐため発振器に加えNULL調整器をサーボアンプ前段に取付けた。

図3に本加振機の性能曲線の一例を示す。負荷50kgfの場合10Hzおよび150Hzの位置で曲線がもち上っている。前者はベースの共振、後者は油-負荷系の共振のためと考えられる。ベースの共振については防振ゴムを空気バネに取換え防ぐことができると思われる。

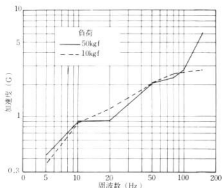


図3 一方向電気一油圧式加振機の性能曲線

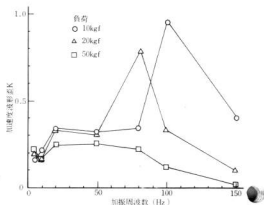


図5 一方向電気一油圧式加振機の加速度波形歪

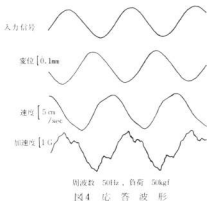


図4 応答波形

加振機の応答波形の一例を図4に示す。変位、速度波形に較べ加速度波形の歪が大きいことがわかる。一般に電気一油圧式加振機はサーボ弁の非線形性により加速度波形歪が大きいと言われている²⁾。本加振機の場合これにさらにアクチュエータ(片側ロッド形シリンダ)の非線形性が加わり歪をさらに大きなものとしている。図5は負荷と加振周波数を変えた時の加速度波形歪の値である。加速度波形歪Kの値は、リアルタイムアナライザによる加速度波形の周波数分析値より次式で求めた。

$$K = \sqrt{\frac{b_1^2 + b_2^2 + b_3^2 + b_4^2 + b_5^2}{a^2}}$$

ここで a : 基本波加速度振幅値

b_i : 高調波加速度振幅値の中でその大きさが i 番目のもの (i = 1 ~ 5)

加速度波形歪は、加振周波数が低くなるに従い、また負荷が増す程小さくなる傾向がある。加速度波形歪の主成分周波数は加振周波数が5 Hzの時は10 Hz、10 ~ 150 Hzの間ではほぼ170 ~ 300 Hzの間にあった。前者はベースの共振、後者は油一負荷系の共振が加速度波形歪の主な原因と考えられる。油一負荷系の共振を低減させるにはアクチュエータにバイパス回路をもうける³⁾、加速度をフィードバックさせる等の方法が有効である。

3. 二方向電気一油圧式加振機

水平垂直二方向の電気一油圧式加振機の構成を図6 外観を写真2に示す。外観から分るように一方向加振

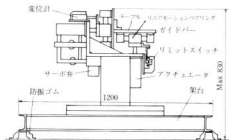


図6 二方向電気一油圧式加振機の構成

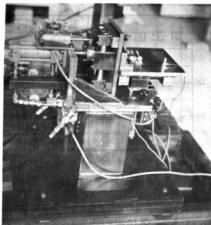


写真2 二方向電気油圧式加振機の外観

機の本体の一部を活用しており、新たに溝形鋼製の架台と二方向の加振部を取付けた。アクチュエータのロッドとテーブルの継手はガイドバーとリニアモーションベアリングを用いてテーブルの水平、垂直方向の加振を可能とした。水平垂直の加振方向の切換えはストップバルブを用いた。過大変位防止機構、加振機全体の防振方法は一方向加振機と同様である。本加振機の総重量は約280 kgfである。

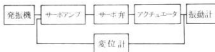


図7 制御ブロック図

制御ブロック図を図7に示す。本制御系はクローズドループを構成しており、加振テーブルの変位は試作した可変インダクタンス型変位計でフィードバックされている。この変位計はインダクタンスの変化を動産計で検出しており、そのゲインは 8.84 V/cm となっている。

図8に本機の性能曲線を示す。これは一方向加振機のそれとはほぼ同様な傾向を持っている。

加振方向と直角方向の振動の発生またテーブル上での振動が一樣でないこと等の問題が生じたが、これら

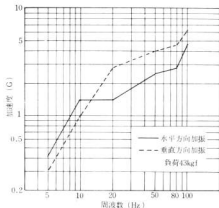


図8 二方向電気油圧式加振機の性能曲線

に対する解決策としては、架台の防振方法の改善、継手剛性の強化等が有効であると考えられる。

4. 機械式加振機

機械式加振機としては偏心重量式のものを試作した。これは偏心重量を回転軸のまわりに回転させた時に生ずる遠心力を利用して振動を発生させるものである。そこで偏心重量を2つ用いて逆方向に回転させると、

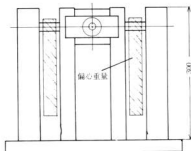
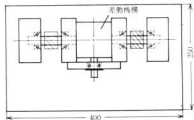


図9 機械式加振機

ある一方方向の加振力のみを得ることが可能となる。⁴⁾ここでは錘の位置関係を適当にとって上下方向の加振力のみを生じさせるようにして加振機の特性を調べた。

試作した加振機の概略を図9に示す。加振機と基礎との間には振動絶縁の為に防振ゴムを挿入したので加振機と防振ゴムの振動系が成立することになる。偏心重量は差動機構を介して逆方向に回転させている。駆動系は、それによって生ずる振動の影響が加振機本来の振動特性に影響を与えない程度であれば、加振機本体に相込む方が振動のみについて見れば良いと思われるが、モータの大きさや製作上の都合から加振機本体から離し、フレキシブルジョイントを介して駆動した。

実験結果を図10, 11に示す。図10は加振させている時加振機ベース上で測定した振動加速度の波形であり、(a)は低い回転数で駆動したとき、(b)は高い回転数で駆動したときの一例である。高速回転数の上限は駆動部の都合上1200 rpmまでである。図からもわかるように低い回転数のときの振動波形がかなり乱れている。周波数分析結果からみると基本周波数と同程度かそれ以上のレベルの第2次高周波を含んでいる。回転数が高くなるにつれ振動波形も正弦波に近づいてくる。低速回転での振動波形の乱れは偏心重量とモータの駆動能力に関係しているようで、錘を持ち上げる動作をする時と、ふり下ろす動作をする時とではそれに要する時間が異なるように見える。

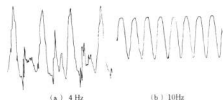


図10 振動波形

図11に偏心荷重が約1.1kgfのときの加振周波数と振動加速度レベルの実測値と計算値を示す。振動加速度レベルを算出するに当たってこの振動系をばね・質量系からなる一自由度の振動系として取扱った。外力は偏心重量によって生ずる $m r \omega^2 \sin \theta$ (m : 偏心質量, r : 偏心量, ω : 角速度) である。このグラフからわかるようにこの振動系の共振周波数は15~16 Hzである。参考として振動変位も測定してみたが、共振点は振動加速度レベルより明確に表われた。図11で

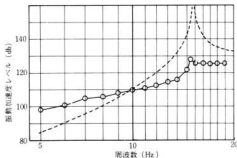


図11 振動特性

10 Hzより低い周波数では計算値より実測値の方が上回っているが、図10(a)で示したように振動波形が乱れているのが一つの原因とも考えられる。また共通点である15.5 Hz付近で計算値と実測値の開きが大きいのはこの振動系をばね・質量系と仮定した為であり、粘性摩擦や内部摩擦のような減衰項を考慮した式で計算するともっと近づくであろう。

5. 結 言

一方電気一油圧式加振機、二方向電気一油圧加振機および反動型の機械式加振機の試作を行ない、電気一油圧式では加振周波数5~100 Hz、加振力100 kgf 機械式では加振周波数5~20 Hz、加振力50 kgfであった。載物テーブルの大きさは250 mm×250 mmであり、50 kgfまでの試料の加振が可能である。

性能試験の結果、電気一油圧式、機械式加振機とも加速度波形歪が問題となった。これらの研究をふまえ、今後さらに高性能の加振機の試作を予定しており、各種の防振実験、輸送試験、耐振試験に使用する考えである。

文 献

- 1) 工業測定便覧, コロナ社(1976) 551
- 2) 森他: 日本機械学会講演論文集, №780-5 (1978) 107
- 3) 国枝他: 石川島播磨技報, Vol.16 №3, 134
- 4) 田治見: 建築振動学, コロナ社, 58

生産設備の簡易自動化に関する研究(第2報)

機械加工における搬送の省力化

1. 緒 言

機械加工における全加工時間を短縮して、加工能率を向上させるための技術¹⁾²⁾は今後もますます要求され、高度なものになっていく。そうしたものの実用化として、工業用ロボットなどがそれぞれの目的に応じて、研究・開発が行われている。

しかしながら、中小企業における生産工程の省力化技術を調査・指導する場合、大企業との格差は技術的にも、資金的にも大きな開きがあり、また製品化された工業用ロボットがそのまま実用に共することもまれであって、多方面に亘って困っていると言わざるを得ない。

一口に省力化設備といっても、油圧・空気圧によるシーケンス制御から機械的なものによる制御および簡単な治具によるものまで、加工能率を向上させる手段として利用されているが、今回油圧機器を応用して試作したロボットは6自由度のもので、シーケンスの基本的な組合せにより、ローコストで容易に作る事ができたので、その内容について述べ、紹介する。

2 試作したロボットの構造

機械工場で要求される工業用ロボットは加工方法・機械間の搬送方法を十分に調べると、それほど複雑な動きを必要とするものではないように思われる。

しかしながら、何よりも大切なことは第1により正

片岡 豊, 山崎 隆志
吉池 啓祐, 平田 敏明

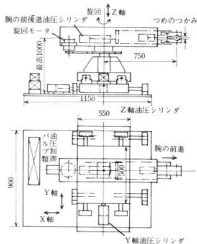


図1 試作ロボットの構造図

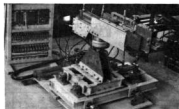


写真1 試作ロボットの全体図

表1 試作ロボットの主要寸法

動作方向	動作範囲	アクチュエータ
前後方向(X軸方向)	0~100mm	50φ×100mm
左右方向(Y軸方向)	0~100mm	63φ×100mm
上下方向(Z軸方向)	0~100mm	50φ×100mm
旋回角度	-60~60°	1.2kgf/cm ² (2φ50)
腕の前進×腕の長さ	0~150mm×750mm	50φ×200mm
つめの幅	55mm±8mm	50φ×50mm

確な動きをしなくてはいけないこと、第2に構造が複雑になればなるほど構造的にも、機能的にも難しくなることである。

そこで、試作したロボットの構造は基本的な動きを考慮して、前後・左右および上下方向、腕の伸縮・腕の旋回および腕先のつめの掴みを行うようにした。

表1には試作ロボットの主要寸法を示し、図1には

その構造の概要を示す。

また、写真1にはそのロボットの全体を示す。

前後・左右方向の動きは x 、 y 平面から構成され、それぞれの軸方向に油圧シリンダを配置した。

これらの油圧シリンダは最下部に置かれたもので、全荷重と上部の慣性質量に対して、十分な出力がでるように油圧シリンダの大きさを決めた。

つぎに、上下方向の動きは z 軸上に油圧シリンダを配置して、 x 、 y 平面上で決められたストローク間を任意の位置で上下に動けるようにした。

z 軸上の油圧シリンダの上部には水平に腕を取付けて、その内部に軸伸縮用油圧シリンダおよびつめの掴み用油圧シリンダを内蔵した。

上部構造となる腕についてはできるだけ全体の荷重分布を均一化して、曲げモーメントが少なくなるよう

に考慮した。

3 試作したロボットの油圧回路

図2に試作ロボットに使用した油圧回路を示す。

最下部用油圧シリンダの前後・左右方向の油圧方向切換弁にはプレッシャポートブロックのものを使用しているが、このときは負荷となる荷重が大きいため停止時間中にリーク量などによって動くことはなかったが、軽負荷のときは油圧方向切換弁に注意しなくてはいけない³⁾。

そのほかの油圧シリンダにはクローズドセンタの油圧方向切換弁を使用したので、停止時間中のリーク量も少なく、目的とするシーケンス制御には問題となることもなく、円滑に動作した。

つめの掴み用油圧シリンダを除いて、全ての回路が

表2. 各アクチュエータとサブプログラム番号との関係

アクチュエータ 動作方向	シリンダ 系1	シリンダ 系2	シリンダ 系3	戻りモータ 系4	シリンダ 系5	シリンダ 系6
前進用	サブプログラム系1	サブプログラム系3	サブプログラム系5	サブプログラム系7(左廻り)	サブプログラム系9	サブプログラム系11
後進用	サブプログラム系2	サブプログラム系4	サブプログラム系6	サブプログラム系8(右廻り)	サブプログラム系10	サブプログラム系12

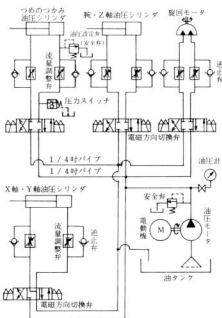


図2 油圧回路図

ストロークの往復においてメータアウト回路で速度調整ができるようにした。

また、つめの油圧シリンダには主回路の油圧では掴み力が大きくなることもあるので、油圧シリンダの油圧が漸次上昇して設定圧力になると、圧力スイッチが切れて中立位置に来るようにした。

4 試作したロボットの制御回路

図3に試作ロボットに使用したシーケンスコントローラの制御方法を示す。

制御プログラムは動作順序を決めるメインプログラムとおのおのの動作を決める12個のサブプログラムからなっている。

たとえば、サブプログラム系1は油圧シリンダ系1の前進用、サブプログラム系2は油圧シリンダ系1の後進用というように順次並べており、この関係を表2に示す。以上のようにして、メインプログラムは動作順序を決めると、ダミー系はすべてOFFにして、それぞれ組込まれた内容が実行されて、順次ONになると制御を終了するようになっていく。

ここで、サブプログラム系1について説明する。

まず、メインプログラムからの制御がサブプログラム系1に入ってくると、ピストンロッドは前進をはじめ

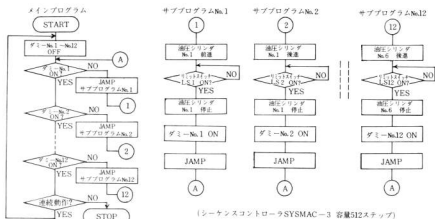


図3 シーケンスコントローラによるプログラム制御の流れ図

める。そして任意の位置に設定したリミットスイッチを踏むと、ピストンロッドは停止する。

ダミー信号系1をONにして、サブプログラム系1の内容が終わったことを示すと、制御がメインプログラムに移る。このときメインプログラムでは①部に命令が入ってくるが、ダミー信号系1はすでにONであるから、通り抜けてダミー信号系2を実行する。

ここではまだOFFであるから、指定したサブプログラムに再び制御が移るわけである。

このようにして順次命令を実行することにより、ロボットがシーケンス動作を行う。

なお、メインプログラム中のダミー系とJAMPサブルーチンの部分は使用者が任意に指定することにより、ロボットの制御の順序を容易に変更することができるようになっている。

以上のようにして、シーケンスコントローラを操作するが、それまでに油圧の電磁弁、リミットスイッチなどと結合するため、有接点としてつぎのような結線を準備しなくてはならない。

その結線図を図4に示す。

この図はシーケンスコントローラの操作で有効な出力として働く、外部接点と連結するための必要最少限の自己保持回路、安全のための確認回路の組合せである。図の中で入力系と出力系とは、シーケンスコントローラから信号をもらって動作するものが入力系であり、シーケンスコントローラへ信号を帰して処理してもらうものを出力系としている。

5. つめの掴み力の測定

図5に示すつめの構造はくきび状の中へ押し込まれて行くようになっており、掴み部分に作用する力は簡単な計算によって求められる。この油圧シリンダからの力は斜面を押し上げて前進する。そのため、掴みレバーは0点のまわりのモーメントが等しくなるような力で部品をつかむようになる。

図6に掴み力を測定するため、ストレインゲージに

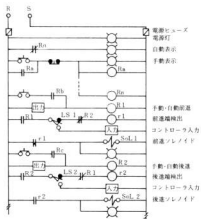


図4 シーケンスコントローラとアクチュエータとの結線図

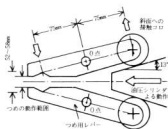


図5 つめの掴みの構造図

よる較正線図を示すが、良好な直線性がある。

図7は動作圧力の変化による掴み力の変化を示しているが、実際に負荷が作用したときは計算値よりもかな

異のあったのは、つめの掴み用油圧シリンダの出力であるが、これはつめの部分の加工・組立精度などが影響したので、一概に油圧シリンダの出力不足のみでないことが、実験中にわかった。

そのため、そのほかのアクチュエータは直接構造物を押し、引いたりしている、それぞれの動作に満足できる油圧シリンダの出力がでており、計算値と大略一致していた。動作の速度調整は流量調整弁で可変でき、満足のいく速度範囲を得ることができた。

なお、制御回路は保護リレーなども入れて、有接点回路とシーケンスコントローラの組合せにより、満足できる制御処理ができた。

7. 結 言

試作したロボットについて、各部の動作精度・動作機能について、検討した結果つぎのことがわかった。

(1) この程度のロボット制御であればシーケンスコントローラは有接点制御に比較してプログラムも容易で、制御の変更も可能であり、操作性も大変良好であった。シーケンスコントローラは多品種で、それぞれ特長のあるものが各メーカから製品化されており、制御の組立てが簡単で、操作性のよい価格面で採算のとれるものが普及している。

(2) 油圧による動作はロボットの構造を単純化すればするほど信頼度の高い制御ができる。

止むをえず複雑な構造または細かい動きを必要とするときには汎用の油圧機器のみでは無理な面があるので、それぞれの目的に応じた特殊な油圧・制御部品を習得して使用することが、大切な要点となる。

(3) 油圧による搬送の自動化は作動油の過度的現象の範囲以外ならば、良好な順序動作をさせることができるので、試作ロボットの目的とした機能は全ての動作・制御において満足のいくものであった。

(4) 中小企業においても、生産設備の自動化を計画するときは、油圧電気制御はもちろん空圧・機械的なものもそれぞれの特長を生かして利用すれば、ローコストの自動化は可能である。

文 献

- 1) 例えば、杉田：自動化機器の設計と製作、日刊工業新聞社、(1969)4
- 2) 例えば、監修沢井：シーケンス自動制御便覧、オーム社、(1976)第6編
- 3) 片岡、他：本報告21(1978)21

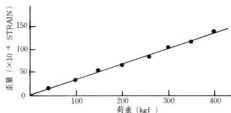


図6 つめの掴み力の較正曲線

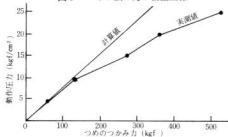


図7 つめの掴み力の変化



図8 つめの掴み力の実験記録

り低くなっている。このことは、各種バルブのリーク量および管路抵抗などの圧力損失によるもので、発生する力が下がったものと思われる。

図8は吐出圧力15kgf/cm²のとき、発生した力のよすを示す実験記録である。

図より、油圧の脈動はほとんどなく、安定した力が働いていることがわかる。

6. 試作したロボットの各部の動作

各種アクチュエータの動きで、計算結果とかなり差

柑橘果皮中の油胞細胞分離方法の改善に関する研究

油胞細胞分離機、実用機の試作研究

中 塩 武 之 ， 檢 垣 和 生
山 崎 隆 志 ， 南 良 良 治
野 地 英 治 ， 協 一 雄

1. 緒 言

柑橘果皮を食用化する上で、利用範囲を広くするためには、予め使用し易い状態に加工しておくことが望ましい。

果皮を大別すると橙色の表皮、それに密着して集中する油胞細胞（以下油胞と称する）、その他の白色部分に区別でき、表皮の部分フラバド、白色部分をアルベドと称している。油胞は半透明の粒をなし、その中に油分を有する。食した時苦味を感じるのはこの油分が原因で、食品に添加する上では油胞を可能な限り分離しておくことが望ましい。そうすることによりそれぞれの長を生かした利用ができるわけである。

分離方法についてはこれまでの研究で、ミキサー方式で物理的に破砕し、追加処理を施せば、油胞を含めたフラバドとアルベドを区別できることを確認している。（以下油胞を含めてフラバドと称する）

本研究はこれらの経緯に基づき、実用を担う分離機を開発しようとするもので、まずは前報で報告している小型実験機で予備実験を進めてきた。その後において処理容量の増大、運転の自動化、さらに機械としての信頼性の向上をめざしたが、はゞ当初の目的を達成する実用機が完成したのでその大要を報告する。

2 装置の概要

本装置は基本的にはミキサー方式をとり、果皮と適当量の水を容器内に入れ回転刃で破砕する形式をとる。破砕液は後述する後処理を経てアルベドとフラバドに分けることができる。本装置は破砕の工程のみ担うわけであるが、この状態が最も品質を左右するところから、この研究の上では分離機と称している。

写真1に本装置を示しているが、生産性並びに省力化を図るべく自動化されており、果皮の投入以後、破砕、取出、容器洗浄まで一連の動作を自動的に行うことができる。次にその概略仕様を示す。

容 器：容量 180 ℓ、材質 SUS304

処理能力：30～40 kgf/サイクル（破砕条件で異なる）

給水方式：減圧弁でポンプ吐出調圧、給水量は電磁弁の開時間制御、流量 50 ℓ/分（最大 2分）

破砕方式：ミキサー方式、破砕設定時間、最大 10分

カッター：切月 4枚、材質 SUS816 刃先部ステライト 56、56 12倍着、SUS440C 焼入の 3種類、周速 25、34、41 m/S、プーリー比可変、動力 10HP3 相誘導電動機

取出方式：容器底を電動開閉、開時間任意設定可能

洗浄方式：給水と兼用、排水量は電磁弁の開時間制御

運転方法：自動（シーケンス制御）または各工程手動



写真1 油胞細胞分離機

処理量は破砕時のオーバーフローに加え、起動時の電動機高負荷を考慮する必要があり、カッター周速並

びに給水量で決ってくる。本装置では水と果皮割合 1:1、カッター周速 34 m/s 程度では 40 kgf まで支障なく処理することができる。

カッターは実験機と同形状としたが、寸法は容器の拡大に照して大きくしてあり、周速も生産性の面から支障のない範囲で上昇させている。

取出しは容器の底部をトルクモーターにより上下に可動する構造とし、底を下げ開口することにより流出する方式をとる。その後の容器内の洗浄は、底が開いた状態で一定時間散水することにより行われる。洗浄が終了すると、底が上昇し密閉されると給水が始まり、定量が入ると停止し一サイクルが終了する。

一連の動作は手動、自動とも可能であるが、自動においては各工程の時間をタイマーで任意に設定することができる。

本装置の試作においては、実験機で習得したことが必ずしも当てはまらず、新しい問題も加わってきた。

品質の面でははた実験機と同条件で破砕しながら、破砕不十分という現象が生じた。この原因は容器は拡大されたが、内容物の粘度が一定のために、破砕時の旋回流速が上るためと思われる。すなわちカッターと内容物の旋回流の相対速度差が小さくなり、カッピングの能率が低下したためである。この問題は容器内のリップを高くして、流体抵抗を増すことで解決された。(リップとは内容物の旋回流を下るため、容器内壁縦方向に設けられた数本の突起、本装置は 6 本有する)

耐久性の面ではカッターの消耗が著しく、硬度不足が原因と思われるため、刃先にステライトを肉盛したもの(硬度 $\text{Hv } 6$ で $\text{Hv } 360$)、さらに熱処理したもの(硬度 $\text{Hv } 545$)を試作しているが、その評価については今後の成行を待たねばならない。

その他には高粘度の内容物をいかに短時間で取出すかは苦慮した点である。底を抜く方法は取出しとともに後の洗浄をも容易にした。さらに衛生上から、破砕物の触れる部分はすべてステンレス材とし、一部に使用しているゴムシールはシリコンゴムを用いている。

3 実用機による破砕分離

3.1 破砕果皮の後処理

破砕された果皮は前述したごとく後処理を経て分離が完了するわけで、実用化においてはこれらを含めた検討が必要である。前報では沈降分離とフィルターによる方法を検討してきたが、いずれも実用に発展できる方法と考えている。

沈降分離は比重差を利用する方法で、破砕液を水で希釈すると油胞を含むフラベドは水に浮き、アルベドは沈降することから双方を分離できる。写真 2 はこの方法で分離したもので、水面上の油胞を示している。

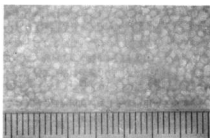


写真 2 分離された油胞細胞

フィルターによる方法は、フラベドがアルベドに比較して硬質のため、破砕の粒子は大きくなり、油胞単体でも粒径 1 mm 程度に揃っていることから、これらを適当粒度のフィルターで分離する方法である。

品質は後処理の違いによりそれぞれ特長がみられる。沈降分離においては破砕不良のフラベドや、破砕した油胞は沈降するため、純度の高い油胞が採集される。フィルター分離は油胞とともにかなりのフラベドが含まれるのが特長である。これは油胞層がフラベドに強く密着するため、破砕がフラベドに付随して進行するためである。なお品質の上では現状ではどちらがよいかは確言できない。しかし当面は破砕過程での油胞破壊を最小限とし、油胞をフラベド側に集め、双方ともに利用しようとの基本に立っている。

生産性からはいずれの方法も高効率な専用機の開発が望まれる。フィルター分離においては、既存の食品機械の中にバルバーと称される分離機械があり、それを流用するののも一つの方法である。

3.2 稼働試験

本装置は当原の一果汁工場にて実際に果皮処理を行う予定であり、前述のバルバーとの組合せで分離ラインを形成する。ここではその際の後処理に対応させて、フィルター法での分離実験の一部を紹介する。

図 1~4 は果皮 30 kgf に対し水 20 l および 80 l を加えての破砕実験の結果である。なお使用した果皮は図 1, 3 は新鮮な果皮、図 2, 4 は冷凍保存していたものを用いている。カッターの周速は $25, 34 \text{ m/s}$ と異なっているが、周速の低下割合に応じて破砕時間を延長し、

単位時間におけるカッティングを一定にしている。(カッター周速×破砕時間を一定にしている)これは一連の実験の中で、41m/sにおける破砕時間を1,2,3分に定めて時間設定したため、それ以下の周速では精度がつか結果となつた。

フィルターは14~40メッシュ(以下粒度をMで示す)の間4種類に定めた。各フィルターの採取試料は14~20Mの順に橙色が濃く、それ以下は白色である。色感では20M以上はフラベド、それ以下はアルベドと言える。油粒粒は14~20Mの順に多く、アルベドに付着した状態で認められる。

図1, 2は各々の試料を乾燥させ、N-ヘキサンによるソックスレー抽出法(JIS-K-0202)で油分濃度を測定したものである。やはり目視観察と同様に20M以上の濃度が高い、さらに新鮮な果皮のほうが冷凍物より高い濃度を示し、粒度別の濃度差も大きい。このことは、破砕条件の検討以前の問題で、新鮮な果皮を用いることがよき分離の条件と言える。

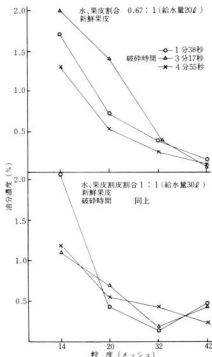


図1 粒度別、油分濃度(カッター周速25m/s) 40M以上のみ対象としており、それ以下の微細なものを

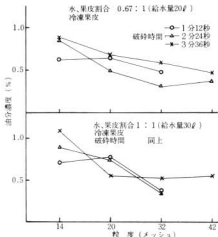


図2 粒度別、油分濃度(カッター周速84m/s)

次に冷凍果皮については予め水分および油分を実測していたので参考値として示す。

含水率、84%、凍果皮全体に対する油分濃度0.63%、凍油粒の油分濃度2.3%。(油分濃度は乾燥重量比)

前述の油粒の油分濃度とは、沈澱分離において単体の油粒のみを採集しての値であり、他のものは全く含まない。本実験のごとく油粒粒とともフラベドが含まれる状態では、まずこの値を越えることはない。

図3, 4は粒度別の乾燥時の試料重量を示す。これは破砕液の中から500grfの原果皮を取出すことにし、果皮と水の割合が1:1については1kgf, 1:0.67については840grfの破砕液を採集し分離、乾燥したものである。運転条件、果皮は前述の油分評価の実験と全く同様である。

当然なことながら破砕時間に応じて微細化するが、特に14Mは破砕当初において減少が著しい。これは軟質のアルベドが破砕の進行とともに20から30Mへと移行するためと思われる。しかし一定時間を経過するとアルベドの離脱が完了するようでこの傾向は鈍くなる。

ここで素材に対する歩止りを検討してみる。データ上に示すカッコンの値は各破砕時間における14~40Mの試料総重量を示す。冷凍果皮については前述の水分84%から500grfにおける乾燥重量は80grfとなり、図4に基く41grfでは約50%となる。この値は

を含めればもっと高い値を示すはずである。冷凍果皮では概ね50~60多の範囲に入るようである。なお新鮮果皮については水分の実測値がなく検討できなかったが、数値上ではかなりの差があり、やはり油分同様歩止りにおいても鮮度の影響がありそうである。

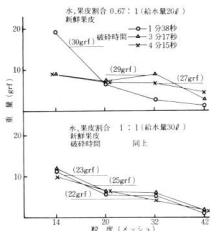


図3 粒度別分離状態(カッター周速25m/s)

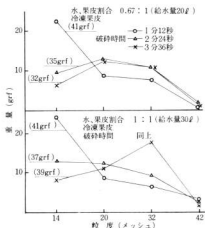


図4 粒度別分離状態(カッター周速84m/s)

4. 結 言

以上装置の概要、一部稼働試験を紹介してきたが、分離状態の評価においては、実験の一部を紹介した

め、提示したデータのみでは判断し難い点があったと思う。

この研究は基礎実験から始まり最終目標は実用機の開発をめざしてきた。期間的なことを考えれば、基礎実験が手薄になりがらで、ともすると製作へと志向し、深い追求なく推定で進んだ部分も多い。これらの点については今後の実用運転において、その都度修正され改善されなければならない。

こゝで実験全般を通して得たことを要約してみる。すでに機械仕様の上で考慮したところもあるが、実用の運転条件を定めた上で、再度確認しておく。

1. フィルター分離においては、フラベドとアルベドはほぼ20Mを境に分離され、油胞はフラベド側に集まる。当然油分濃度もフラベド側が高くなる。
2. 破碎の進行は当初著しく、ある時間を経過すると鈍くなる。油胞破壊を少なくするには破碎が急進に進む範囲で終るべきで、必要以上に長びくと油胞の破壊が進み、フラベドとアルベドの油分濃度差が小さくなる。しかし短時間すぎるとフラベドからのアルベド離脱が不充分となり、結果フラベドの油分濃度を下げしてしまう。
3. 給水量は少ないほうが破碎は早い。しかし減じすぎると攪拌不良となり破碎むらを生じる。特に運転当初カッター周辺の破碎が著しく進み、それだけ油胞の破壊も多くなる。
4. カッター周速を上げて短時間で破碎するより、低回転、長時間のほうが破碎むらが少なく油胞破壊も少ない。このことは水量についても言えることで、カッター周速が一定ならば水量を増して破碎時間を延すほうがよい結果が得られる。

その他果皮の鮮度の影響は前述したとおりである。なお実用運転となると品質面に加えて生産性をも考えねばならず、双方かなり相反するところがあり苦慮するところである。端的に言って破碎の目安は、給水量は攪拌を阻むない範囲とし、目視でフラベドの破碎むらなくなる時点で破碎を終了すれば、一応の分離は行われ、一サイクルの所要時間は5分程度である。

終りに、本研究は鞠日本ターニングとの共同研究で実施した。特に装置設計には種々有益なる助言を頂き、製作をも全面的にお願ひした。こゝに文末をかりて協力頂いた諸氏にお礼申し上げます。

文 献

- 大下, 松垣: 本報告No 21(1978)17

歯車に関する研究(第7報)

歯車のめっき層が騒音におよぼす影響

兼 広 二 郎 , 南 良 良 治
野 地 英 治 , 鈴 木 寛
酒 井 隆 司

1. 結 言

食品機械, 産業機械など伝達用歯車はボブ切りのままで熱処理もしない歯車を使用している場合がある。そのため, 歯車の駆動系からの騒音も大きく, 耐摩耗性も悪い。歯面に高周波焼入れなどの熱処理をして歯車研削加工をおこなえば, 歯車精度も高くなり騒音の低減, 耐久性も良くなるが, これは製造原価が高くなることは免れない。そこで歯面に耐摩耗性のあるめっき層を付けることにより, 騒音が低減するかどうか, また耐久性についてはどうなのかを検討してみることにした。今回の実験はまず, その手始めとして歯車加工の種類, めっきの種類, めっきの厚みを変えて, 歯車の個別誤差を測定し, めっき前とめっき後の関係を調べ, それが騒音にどのような影響を与えるかを調べたのでその結果について報告する。

2. 実験機器及び実験方法

2.1 実験機器

歯車試験機(歯形, 歯スジ) 5LD型 浜井産業機製
歯車試験機(ピッチ, 歯ミゾ) カールツアイス・

イエナ社製

精密騒音計 NA51型 リオン機製
1/3オクターブ分析器 SA57型 リオン機製
振動計 VM02型 リオン機製
歯車騒音試験機 KMS50C型 三菱重工機製

2.2 実験方法

試験歯車の諸元を表1に示す。試験歯車の精度については, ボブ切り(Hの記号)はJIS4級, シュービン

グ(Sの記号)はJIS2級, 歯車研削(Gの記号)はJIS0級の3種類とした。

まず, めっき前の歯車の個別誤差, すなわち, 歯形誤差, 歯スジ方向誤差, 歯ミゾの振れ, 単一ピッチ誤差, 隣接ピッチ誤差, 累計ピッチ誤差を測定し, 歯車騒音試験機で上記歯車を噛み合せて, 歯車の騒音, 振動試験をつきの条件でおこなった。

回転数 1,000rpm {16.6⁻⁸} 2,000rpm {33.2⁻⁸}
制動トルク 0kgf・cm {0N・cm}
14kgf・cm {137N・cm}
28kgf・cm {274N・cm}

バックラッシュ量を0.2mmに設定し, 潤滑油タービンオイル90[#]を1分間25~30cc 滴下して回転試験をおこなった。騒音は歯車の噛み合い中心よりマイクロホン45°傾け, 水平200mmの位置で測定した。振動については試験機の主軸受部に振動計用ピックアップをセットして測定した。つきにこの試験歯車に電気めっきによりニッケルめっきと硬質クロムめっきをめっき厚5 μ m, 10 μ m, 15 μ mと3種類に別けてめっき層を付け, めっき前と同じように個別誤差, 騒音, 振動の測定をおこなった。

3. 実験結果及び考察

3.1 個別誤差の比較

個別誤差のパラツキをできるだけ少なくするため, 加工方法は同時加工をしたが, ボブ切り, シュービングは多少のパラツキがあるため, 図1, 図3, 図5, 図6のめっきの厚さ0(めっき前)における点はそれぞれの歯車の個別誤差の最大値, または最小値で表わ

表1 試験歯車の諸元

モジュール	圧力角	歯数	ネジレ角	歯幅	歯車形	ピッチ円直径	材質	かたさ(HB)	熱処理
2.0mm	20°	40枚	0°	10mm	標準	80mm	S45C	187	なし
		45枚				90mm			

し、各個別誤差のめっき前とめっき厚との関係を比較した。

3.1.1 歯形誤差

図1はめっき厚と歯形誤差の関係を示す。めっき層が厚くなると歯形誤差は悪くなる傾向にある。特に歯車研削が著しく悪くなる。ニッケルめっきも硬質クロムめっきもあまり違いはない。これは図2に示すように電気めっきの特性で歯先にめっきが付きやすいため盛り上がり精度が悪くなっている。シェービングが別の傾向を示しているのは歯先が修正された状態で加工されたため、歯先の盛り上がりの影響が打ち消されたことによる。めっき層が薄い場合はゴブ切り、シェービングは歯形曲線の凹凸が少なくなり、なめらかで歯形が良くなっている。

3.1.2 歯スジ方向誤差

図3はめっき厚と歯スジ方向誤差の関係を示す。やはり歯形誤差と同じようにめっき層が厚くなると歯スジ方向誤差も悪くなる傾向にあり、めっきの種類を変

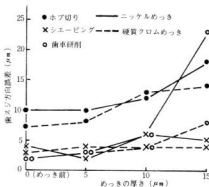


図3 めっき厚と歯スジ方向誤差の関係 (歯数40枚)

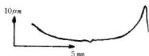


図4 歯スジ方向曲線 (歯数40枚, 歯車研削)
ニッケルめっき・めっき厚15 μm

えても同じである。これは図4に示すように歯形コーナー部にめっきが付きやすく盛り上がったためである。

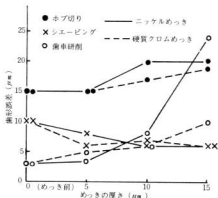


図1 めっき厚と歯形誤差の関係 (歯数40枚)

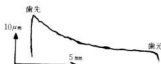


図2 歯形曲線 (歯数40枚, 歯車研削)
ニッケルめっき・めっき厚15 μm

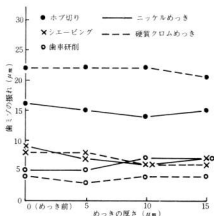


図5 めっき厚と歯ミゾの振れの関係 (歯数40枚)

3.1.3 歯ミゾの振れ

図5はめっき厚と歯ミゾの振れの関係を示す。めっき層が厚くなっても歯ミゾの振れはあまり変わらない。これはめっきの種類を変えても同じである。歯車のピッチ円付近では、めっきが均等に付いていると考えられる。

3.1.4 ピッチ誤差

図6はめっき厚とピッチ誤差の関係を示す。単一ピ

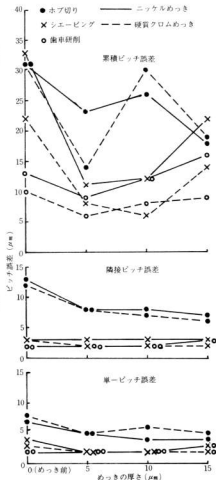


図6 めっき厚とピッチ誤差の関係(歯数40枚)

ッチ誤差と隣接ピッチ誤差については、ホブ切りはめっき層が厚くなると精度が高くなる傾向にあるが、シェーピング、歯車研削ではほとんど変わらない。累積ピッチ誤差はめっき層が薄いとめっき前に比べて誤差が

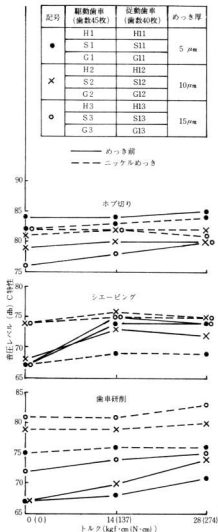


図7 ニッケルめっきの厚さと騒音の関係
(回転数1,000rpm { 16.6^{-8} })

少ない。しかしめっき層が厚くなると精度が悪くなっているがめっき前よりは良い。これらの傾向はニッケルめっきも硬質クロムめっきもあまり変らない。やはり歯車のピッチ円付近ではめっき層がある程度均一に

付いていると考えられる。

3.2 騒音、振動の比較

騒音と振動はあまり違いがないので騒音について説明する。図7、図8は回転試験によるニッケルめっき相互と硬質クロムめっき相互の噛み合せでのめっき厚と騒音の関係を示す。ニッケルめっきの噛み合いはホブ切りとシュービングのめっき層が薄い場合に騒音は3~5ホン低減しているが歯車研削は効果がない。めっき層が厚くなるとホブ切り、シュービング、歯車研削ともめっき前よりも音が高く悪くなっている。これはめっき層が厚くなると歯形誤差、歯スジ方向誤差が悪くなっているためと考えられる。硬質クロムめっきの噛み合いはホブ切り、シュービング、歯車研削ともめっき層が薄い場合ニッケルめっきと同じように騒音は低減しているが、めっき層が厚くなるとホブ切り、歯車研削は音が高く悪くなっている。これも歯形誤差、歯スジ方向誤差の影響による。シュービングはめっき層が厚くなっても音が高くなっていない。これは硬いもの相互間でなじみ運転をしたかっことで、歯形コーナ部の盛り上がりを取り除かれ精度が良くなったためと思われる。ニッケルめっきも硬質クロムめっきも制動トルク、回転数を増せば騒音が高くなる。これはめっき前と同じ傾向で変わらない。ニッケルめっきの噛み合いでホブ切り、シュービングは歯形コーナ部より剥離が起ったものがあった。

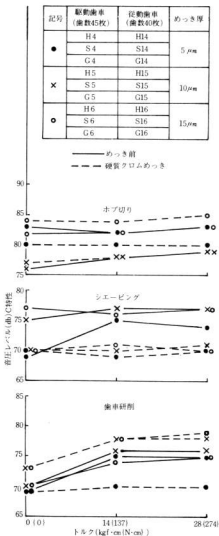


図8 硬質クロムめっきの厚さと騒音の関係
(回転数1,000rpm{ 16.6^{-8} })

4. 結 言

以上のことからつぎのことが言える。

- 1) ニッケルめっき、硬質クロムめっきともめっき層が薄い場合、個別誤差はめっき前と較べて少ない傾向にあった。めっき層が10 μm 以上になると精度が低下した。
- 2) ホブ切り、シュービングでめっき層が薄い場合、騒音、振動に効果があった。
- 3) ニッケルめっきの場合、回転試験をおこなうと歯形コーナ部より剥離をおこすものがあった。

この実験条件は非常に狭い範囲でおこなっているが、めっき層が薄い場合はその効果が判明したが電気めっきは問題があるので今後めっきの種類を変えて耐摩耗性について実験を続けていく必要がある。

文 献

- 1) 金属表面技術協会編：金属表面技術便覧
P 315

加工精度に関する研究(第2報)

旋削による加工精度について

南良良治, 兼広二郎

1. 緒言

最近では製品の多様化や高精度化にともない、各種形状部品の精密加工が要求されている。なかでも円筒形状部品は数多く見受けられ精密中ぐり加工を必要とするものは、各種機械や製品の主要構成部として重要な役割を占めているものが多く、加工精度が製品の付加価値を左右する大きな因子となっている。

精密中ぐり加工には専用機と汎用機によるものとに大別される。本報では後者による加工方法を取り上げ、一般の企業で採用しやすくするために、普通旋盤によりJIS標準工具を使用して、被削材・切削加工条件を変えて旋削実験を行い、これらの諸条件が加工精度にどのような影響を与えるかを調査し、加工精度の向上対策について検討した。

2 実験方法

普通旋盤をJISB6202の精度検査内に調整し実験に際して機械を1時間ならし運転した後、図1に示す被削材を表1にかかげる切削加工条件により所定の中ぐり加工を行った。

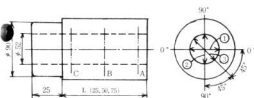


図1 被削材の形状および寸法と測定点

加工精度については、被削材をチャックから取りはずし、一定時間恒温室に入れた後、表2に示す測定機により、図1に示す位置の内径寸法、真円度、仕上面あらしの測定を行った。なお真円度は半径法により測定を行い、シリンダーゲージによる内径測定については、シリンダーゲージの傾れによる測定誤差を最小限にするため、あらかじめ定盤上に測定機を固定し、ワ

ークを上下させて、内径寸法の測定を行った。

表1 切削加工条件

工 具	超硬バイト: JISB4105 工具 材質 P20 47-1, 2, 3, 4, 39-3, 45-3 高速鋼刃バイト: JISB4152 42-4 バイト	
切刃形状	超硬バイトは上記JISB4105の規定どおりに工具研削盤(ダイヤモンド砥石220番)により再研削	
切削条件	切削速度 (m/min)	12 ~ 132
	送り速度 (mm/rev)	0.06 ~ 0.5
	切込み (mm)	0.1 ~ 0.5
	穴加工深さ (mm)	30, 55, 80
機 械	普通旋盤 型 号: 500 mm (心間距離: 800 mm)	
被 削 材	S25C, FC25, BC8	

表2 形状寸法の測定

測定項目	測定機	測定箇所
真 円 度	真円度測定機	図1に示すA, B, C3ヶ所 断面0°, 45°, 90° 方向
表面あらし	仕上面あらし検査機	被削材の穴入口, 中央, 奥 の3ヶ所
内径寸法	シリンダーゲージ	真円度と同じ位置

3 実験結果と考察

3.1 内径寸法精度

切削加工条件が内径寸法精度におよぼす影響を図2図3に示す。図は加工穴の最大寸法と最小寸法を表示し、寸法精度の0基準点は加工穴の深さ8 mmの位置で図1に示す①の0°方向の寸法を基準とし、円周方向および軸方向の最大、最小寸法精度をあらわしている。円周方向の寸法精度についてはワークの突出し量(工

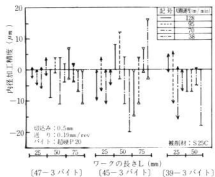


図2 切削加工条件が寸法精度におよぼす影響

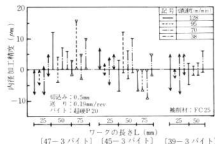


図3 切削加工条件が寸法精度におよぼす影響

作物の長さ)の増大に比例して寸法のバラツキが大きくなっており、被削材の取付剛性の影響が生じている。切削加工条件については、切削速度の増加とともに寸法精度のバラツキが大きくなる傾向がある。

工具切刃形状による影響については一定性がなかった。つぎに軸方向の寸法精度は、旋盤そのものの特性の影響を受けるが、切削加工条件では被削材の影響が大きく、S25Cでは總体的に穴加工の進行とともに内径は小さくなる傾向を示すが、FC材やBC材では内径寸法は穴加工の進行とともに内径が大きくなる傾向を示した。この原因としては被削材の相違によるものと、工具切刃形状(特にすくい角)の被削材に対する適否などが考えられる。その他、切込量を増大させると工作物が長い場合には、円周方向の寸法精度のバラツキが非常に大きくなる。

寸法精度を向上させるためにはバイトの選定が大切であり、切刃形状により切削抵抗の三分力の方向性と大きさが異なり、寸法精度にもその影響が現れている

BC材やPC材については、すくい角の調整が必要である。高速度鋼バイトでは円周・軸方向とも寸法精度のバラツキが小さく安定した加工精度が得られた。

その他では被削材の取付剛性が低い場合、取付け時の心出しに留意し、アンバランスはできるだけ小さく抑さえ、工具形状はできるだけ切削抵抗を小さくするような形状のものを選定する必要がある。

3.2 真円度

図4に切削加工条件と真円度の関係を示す。真円度の良否は使用する工作機械の主軸回転精度や被削材の切削時の回転振れ、切削加工条件、材料の被削性などの諸条件の影響が考えられる。図4に示すように工作物の長さにより真円度はかなり変化することがわかる。被削材S25CとFC材ではS25Cのほうが真円度は總体的にすぐれた結果を得た。また工具の切刃形状の影響も大きく、ノーズ半径を大きくすることによって真円度は良好になる。

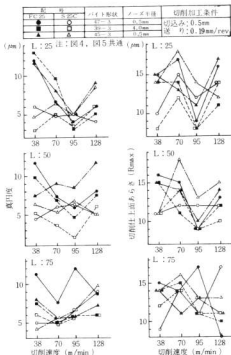


図4 切削加工条件が真円度におよぼす影響

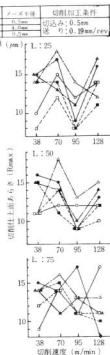


図5 切削条件が仕上面あらさにおよぼす影響

同じ切刃形状のもでもシャンクの大きさによりたわみの影響がでており、穴径に左右されるできるだけ大きなシャンクを使用する方が得策である。ワークの長さや切削速度との組合せによっても真円度は改善できる。その他、作業上の問題点として図1に示す工作物をスクロールチャックで締めつけた場合、図1のC点では、真円度はむすび状の形状となり、締めつけ力の影響があらわれ、また低速回転による磨削加工では、主軸の回転精度の影響などにより、真円度は不規則な輪郭形状となることがあるので注意する必要がある。逆に高速回転での切削では、早期にビビリ現象が発生しやすく、加工精度を害する大きな要因となっている。

3.3 仕上面あらさ

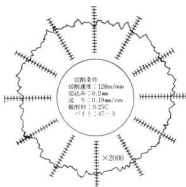
外周切削では一般に切削速度が増大すると仕上面あらさは良好となる傾向があるが、内径加工については図5にかかげるように切削速度の影響が違ったパターンとなっている。この実験条件下では構成刃先の擾乱をうける領域での切削範囲のため、仕上面あらさの変動が大きくなっているものと考えられる。工具の影響としては、ノーズ半径が大きい方が得策ではあるが外周磨削で示す理論式は当てはまらない。

BC材については上記の影響を受けず、また工具切刃形状にあまり左右されず $3\sim 5\mu\text{m}$ の良好な仕上面あらさが得られた。送り速度の影響については被削材S25Cで送り速度を $0.06\text{mm}/\text{rev}\sim 0.11\text{mm}/\text{rev}$ で切削し、 $R_{\text{max}} 4\sim 7\mu\text{m}$ の仕上面あらさを得ることができ、送り速度を小さくすることにより仕上面あらさはかなり改善できることがわかった。

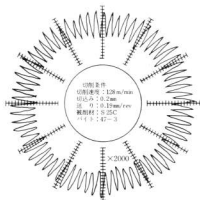
3.4 ビビリ現象について

中ぐり加工の場合、被削材の取付剛性や工具剛性が小さいなどビビリが発生しやすい状態におかれている。ビビリマークを発生させると図6、図7に示すように、正常切削と比較して加工精度が極端に悪くなる。ビビリ現象発生の原因としては、外部からの強制力と切削作用によるものがある。切削作用が形状精度に与える大きな要因として工具摩耗が挙げられる。工具摩耗が少ない場合は図6、図7にかかげるように正常な切削状態の形状精度となるが、写真1に示すように工具摩耗が進行すると切削力に変動が生じ、振動を誘起する原因となりビビリが生じる。

本実験で工具剛性が加工精度にどのように影響をおよぼすか47型1～4番バイトを使用して図2にかかげる同一切削加工条件のもとに切削したが、47-1

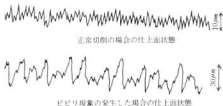


正常切削時の真円度



ビビリが発生した場合の真円度

図6 正常切削とビビリ現象(真円度)



正常切削の場合の仕上面状態



ビビリ現象の発生した場合の仕上面状態

図7 正常切削とビビリ現象による仕上面状態におよぼす影響

バイトでは工具剛性が小さいため、切削加工時のたわみの変動によりビビリ現象が発生した。

ビビリの発生を防止するためには、工具材質を耐摩

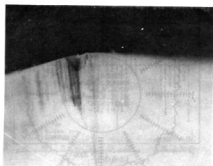


写真1 ビビリが発生した場合の工具摩耗(倍率×30)

耗性の大きいグレードのものを選定するとともに、工具剛性を大きくするため許せる限り大きなシャンクのものを使用し、中ぐり加工で工作物の剛性の低い場合には、ノーズ半径はあまり大きいものを選ばず、切削抵抗が低くなるような切刃形状とし、高速切削はできるだけさける方が得策である。

4. 結 言

旋削による中ぐり加工で工具、被削材、切削加工条件などが加工精度におよぼす影響について探索試験を行い、つぎの結果を得た。

1. 内径寸法精度

内径寸法精度は切削速度で使用するバイト形状による影響が大きく、高速度潤滑上バイトによる中ぐり加工では安定した寸法精度が得られた。

軸方向の寸法精度の傾向としては、被削材の影響が大きく、S25Cでは軸体的に穴加工の進行とともに内

径は小さくなる傾向にあるが、FC材やBC材では穴加工の進行とともに内径は大きくなる傾向を示す。

2. 真 円 度

真円度はワークの長さによりかなり変化する。工具の選定としては、ノーズ半径を大きいものを選びシャンクも穴加工上許せる限り大きいものを選定する方が得策である。ワークの長さや切削速度との組合せ方によっても真円度は改善が可能である。

3. 仕上面あらし

切削速度と仕上面あらしの関係は、この実験条件下では構成刃先の擾乱をうける領域での切削範囲のため仕上面あらしの変動が大きくなっているものと考えられる。仕上面あらしの精度向上対策も真円度と同様でノーズ半径の大きいものを選ぶとあらしは良好となる傾向を示すが、ビビリが発生しやすいため、その他の対策としてノーズ半径の小さいバイトを使用しても送り速度を小さくすることにより仕上面あらしはかなり改善できる。

4. ビビリ現象

ビビリマークを発生させると加工精度は極端に悪くなる。ビビリ現象を防止するためには、工具剛性をできるだけ高くし、切刃形状は切削抵抗を小さくするような形状とし、耐摩耗性の高い工具を選定する必要がある。

文 献

- 1) 渡辺: 応用機械工学 4(1970)100
- 2) 沢辺: 精密機械 11(1975)43
- 3) 大野: 旋削条件による仕上面あらしの変化
機械技術研究所報告 第91号
- 4) 切削加工技術便覧 日刊工業新聞社 501

金型鑄造に関する研究 (第 5 報)

金型鑄造球状黒鉛鑄鉄の組織および機械的性質におよぼす化学成分と熱処理の影響

原 信 彦 , 世 良 時 夫
橋 本 幸 則

1. 緒 言

金型球状黒鉛鑄鉄は、鑄放しのままと焼なまし処理をおこなう場合とに大別されるが、球状黒鉛鑄鉄溶湯はチル化しやすい¹⁾ため、鑄放しのままでチルのないものを得ることは片状黒鉛鑄鉄よりも困難である。

そのため、肉厚物以外は、品質の安定化のために焼なまし処理をおこなって用いられるようになって来ている。

焼なまし処理についての報告はあるが²⁾、焼ならし、焼入、焼もどし処理についての報告は少なく、これらの処理によって機械的性質がどの程度まで変えうるかについて、次の条件で実験した。

成分は前報告³⁾を参考にして、C量を3.5%とはほぼ一定にし、Si量を2.2, 2.8, 3.5% (目標値)と変化した試料に、焼なまし、焼ならし、焼入、焼もどしを施しSi量および熱処理条件のちがいが機械的性質ならびに顕微鏡組織におよぼす影響について検討した。

2 試料と実験方法

試料は表1に示すようにSi量をかえた3種類の成分のもので、鋳物用鉄3種1号B 85%, 冷間圧延鋼板1種15%およびSi調整にFe-Si (75% Si)を0.58~2.38%配合し、高周波誘導炉を用いて溶製した。

試験片作製用金型は、鋳鉄製でφ25×250mmと

表1 供試材の化学成分 (%)

試料系	C	Si	Mn	P	S	Mg
1	3.58	2.20	0.19	0.055	0.014	0.046
2	3.55	2.84	0.19	0.056	0.013	0.039
3	3.47	3.56	0.18	0.056	0.013	0.034

口12×220mmの試験片が採取できる2種類を用い、前者は2本取りで金型比は10、後者は3本取りで金型比は14 (重量比)のものを、5組づつショウプロセスで作製し、17kgの溶湯 (1回の処理量)を同時に鑄込めるようにした。

塗型は、基礎塗型にリン酸塩系のものを、作業塗型にススを用いた。

また、金型の予熱温度は120~140℃とした。

球状化処理は、十分予熱した処理トリベに市販の球状化剤 (KC1号)を1.3%セットし溶解温度1550℃の溶湯を注湯後、コンバート式に回転させて処理し、直ちにFe-Si (75% Si)を0.4%接種した。

鑄込温度は、1320~1330℃とし、試料の温度が700℃以下になってから離型した。

熱処理工程を図1に示す。

フェライト化処理 (図1A) は口12×220mmの試料を鑄放しのままで口12×15mmに切断して用い、熱処理温度は800℃および900℃で保持時間を5, 15, 30, 60, 120分。

引張り試験にはφ25mm×250mmの試料を用い、焼なまし処理 (900℃で60分保持)をおこなったのち、試料の下端から180mmを4号試験片に加工し、焼なら

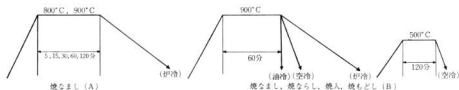


図1 熱処理工程

しおよび焼入、焼もどし(図1B)を施した。

衝撃試験は、口 12×220 mmの試料を用い、その下端から170 mmを3等分して4号衝撃試験片(Vノッチ)を3本作製し、引張り試験片と同様の熱処理をおこない 5 kgf-cm のシャルピー衝撃試験機を用いて常温でおこなった。

硬さの測定および組織の観察は、鑄放しのものについては引張り試験試料の上部(下端より210 mm)熱処理後のものは、引張り試験後そのチャック部(下端より160 mm)でおこなった。

なお、硬さはロックエル値をピッカース値に換算したものである。

3. 実験結果と考察

3.1 フェライト化熱処理

Si量および焼なまし温度、時間がフェライト化におよぼす影響は次のようであった。

鑄造組織は、いずれもレデブライト組織があらわれSi量が多くなるにしたがってパーライトおよび球状の黒鉛が多くなった。

焼なまし組織の1部(Si 2.2%)を写真1に示す。

熱処理組織は、800℃で焼なましした場合、Si 2.2%のものは30分保持までかなりのセメントイトが見られるが、60分保持したもには見られず、Si 2.84%は15分、Si 3.56%は5分でセメントイトはわずかに認められたが、それ以上保持した場合には認められなかった。

900℃の場合は、Si 2.2%は5分保持ではかなりのセメントイトが見られたが15分ではほとんど見られず30分保持には認められなかった。

Si 2.84%は15分、Si 3.56%は5分間の保持でセメントイトは認められず完全に黒鉛化した。

以上の結果から金型球状黒鉛鑄鉄のフェライト化は、処理温度が同一の場合はSi量が多いほどまた、Si量が等しい場合は、処理温度の高い方が容易なことがわかった。

また、Si 2.84%のものとはほぼ同成分の砂型鑄鉄を850℃で120分間保持した場合でもセメントイトは残留したとの報告とくらべて金型球状黒鉛鑄鉄の黒鉛化はきわめて容易であるといえる。

これは、金型鑄造の場合は砂型にくらべて白鉄組織が細かく、細かい白鉄組織はど分解しやすいこと、またMgとCeはセメントイトの黒鉛化に対して複合作用があるとの報告もあり、本実験に使用した球化剤もMg、Ceがあることによるためと思われる。

フェライト化熱処理をおこなった場合の硬さを図2に示す。

いずれのSi量でも5分間保持すると通常の切削ができる硬さまで低下し、その後は加熱温度が高くSi量の多いものの硬さは、ほとんど変わらないが、Si量が少なく、加熱温度が低い試料は保持時間30分までは軟化が進み、以後は変わらない。

また、フェライト化した試料は、Siの固溶による影響があらわれ、Si量の多いものほど硬くなっている。

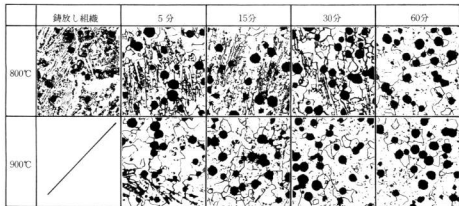


写真1 焼なまし温度および保持時間が黒鉛化におよぼす影響(Si 2.2%) $\times 200$

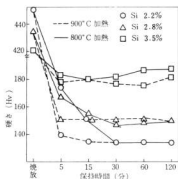


図2 焼なまし時間、温度および Si 量が硬さにおよぼす影響

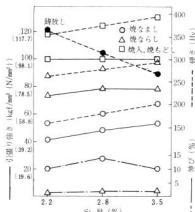


図3 Si 量および熱処理条件が 機械的性質におよぼす影響

3.2 機械的性質

Si 量および熱処理条件が引張り強さ、伸びおよび硬さにおよぼす影響を図3に、衝撃値を図4に示す。

引張り強さは、焼入れ、焼もどしを行なった場合、どの Si 量でもほとんど等しい値を示し、Si 量の相違による影響は見られなかった。

しかし、焼なましした場合は Si 量が多くなるにしたがって、引張り強さは多少増加の傾向を示し、焼なましした場合、その傾向がはっきりする。これは Si の固溶による基地の強化の影響と考えられる。

伸びは、焼入れ、焼もどしをおこなった場合はほとんどなく、焼なましも 1~2% とその値は小さいが焼なましした場合は 10~13% となった。また、いずれの場合も Si 量による影響は認められなかった。

硬さは、 $\phi 25 \times 250$ mm の試料では、焼放しの場合、Si 量が増すにしたがって低下したが、これは、Si 量が多くなるとフェライトの折出が増すためと思われる。

熱処理を施した場合は、どの処理についても Si 量が増すと硬さの増加が見られた。これは、焼なまし、焼なましの場合 Si の固溶による影響で、焼入れ、焼もどしの場合は、Si による焼もどし抵抗の大小によるものではないかと思われる。

衝撃値は、焼なましした場合 Si 量が増すとともに低下し、とくに Si 3.5% の低下の度合いが大きい。

焼なまし、焼入れ、焼もどしの場合は逆に Si 量が増加すると、わずかにあがる傾向を示したが、衝撃値は焼なまししたものより小さい。

3.3 組織

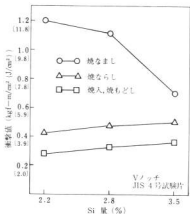
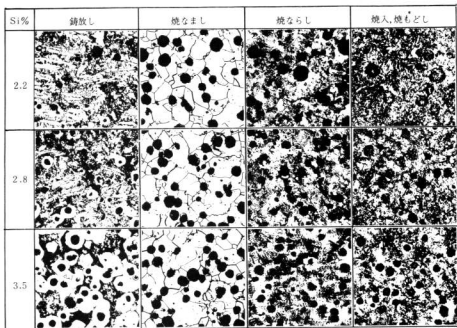


図4 Si 量および熱処理条件が 衝撃値におよぼす影響

$\phi 25 \times 250$ mm の試料に、図2のBの熱処理を施した場合、Si 量が熱処理組織におよぼす影響を写真2に示す。

焼なましした場合、Si 量の差による組織の変化は見当らなかった。焼なましでは、黒鉛+パーライト組織となるが、Si 2.2% のものは、2.8%、3.5% Si にくらべ、黒鉛は大きく粒数が少ない。

焼入れ、焼もどしを施した場合、地はいずれも焼もどし組織になり、黒鉛は Si 量の多いものが小さくなっ



×200

写真2 Siおよび熱処理条件が組織におよぼす影響

ている。

4. 結 言

Si量の異なる、金型球状黒鉛鋳鉄に、焼なまし、焼ならし、焼入、焼もどし処理を施し、その諸性質を調べた結果は次のとおりであった。

Si量および焼なまし温度が、セメントタイトの黒鉛化におよぼす影響は大きく、Si量の多いものおよび処理温度の高いものの黒鉛化時間が短かった。

引張り強さは、熱処理により、同一成分のものでも大きく変える ($41 \sim 100 \text{ kg/mm}^2$ [$402 \sim 981 \text{ N/mm}^2$]) ことができたが、伸びは、焼なまし10～13%、焼ならし1～2%、焼入、焼もどしをおこなったものには認められず、伸びを重視する場合、熱処理法を検討する必要があるように思われる。

また、Siの影響は焼なまし処理を施した場合の引張り強さのみに認められた。

硬さは、焼ならしの場合はSi量が増すと共に低下するが、熱処理したものは、いずれも上昇しSi量

の多少は硬さに影響する。

衝撃値は、焼なましの場合にはSi量の増加と共に低下しSi 3.56%のもの低下がとくに大きかった。

また、焼ならし、焼入、焼もどしをおこなったものはSi量が増すと衝撃値は増加する傾向を示した。

組織は、焼なましをおこなったものはフェライト地、焼ならしはパーライト地、焼入、焼もどしを施したものは焼もどし組織となった。

文 献

- 1) 日本鋳物協会：鋳鉄の金型鋳造 (1976) 91
- 2) 川野、沢本：鋳物、44 (1972) 802
- 3) 世良、原：本報告 21 (1978) 89
- 4) 岡田：熱処理、7 (1967) 339
- 5) 有本：金属、臨時増刊号4 (1979) 62
- 6) 池田、上田：本報告、11 (1967) 38
- 7) 日本金属学会鋳造分科会：球状黒鉛鋳鉄の理論と実際、(1966) 296

自硬性鑄型に関する研究(第13報)

中和処理による再生回収砂について

小林 賢治, 中村 和清
酒井 隆司, 丸下 清志

1. 結 言

前報¹⁾で水ガラス系鋳物廃砂の中和処理方法を報告したが、筆者等は、中和処理砂が鋳型として再利用できないかと考え再生回収実験をおこなった。

再生方法には大きく分けて乾式法と湿式法があり、前者は空気圧か、機械的に衝撃を与えて再生しているものが多く、後者は、超音波洗浄、ハイドロブラスト等が報告されている。本実験では乾式再生装置を試作し一連の再生回収工程を繰返して再生砂を作製し、鋳型として満足できる性質を持っているかを検討した。又鋳込み実験を行い、良好な結果を得たので報告する。

2 実験方法

2.1 試 料

試料は前報で述べた鋳物工場のNVKプロセス(ダイカル法)鋳型砂の廃砂700kgにスラッジ(硫酸第1鉄を主成分とする産業廃棄物)4%を混合して6ヶ月間屋外に放置後、120℃で乾燥した。次に実験室での再生回収は予備実験を参考にして図1に示す方法で行った。

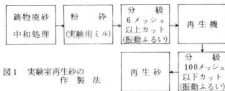


図1 実験室再生砂の作製法

乾燥砂をシンプソンミルで粉砕し6メッシュ以上をふるいでカットした(以下中和処理砂と呼ぶ)。次に再生装置で処理し、排砂口下に取付けた振動ふるいで100メッシュ以下をカットした。再生装置の通過回数が2, 4, 6回の再生砂を採取し各種の試験を行った。6回通過後再生砂を使用し、新砂との配合割合を変えて鋳型としての性質を調べた。

2.2 乾式再生回収装置

図2に示したように、²⁾本実験に使用した装置は砂を送風機によって空気流に乗せ、これを装置本体下部のノズルから噴出し、硬質塩ビ製の導管を伝って上昇させ、衝撃板に衝突させるようにした。衝突した砂は本体内の分離隔板によって装入砂と区別されて装置外に採り出される。一方、本体上部より導管によって集塵装置に連結され、衝突によって生じた微粉分を分離除去するものである。

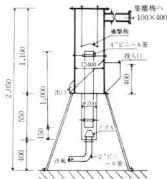


図2. 乾式再生回収装置

2.3 PH, Na量の測定

乾燥試料50gを300mlビーカーにとり、これに純水200mlを加えて1時間攪拌し、24時間放置後上澄液を採って測定した。

2.4 鉄分の測定

乾燥試料5gをビーカーにとり、塩酸(1+1)20mlを加えて反応終了まで攪拌し、静置後上澄液を取って測定した。

2.5 放置強度

2.1の再生砂を使用して、表2に示す配合(以下2.6から2.10の鋳込試験の中子まで同一配合とした)で

表2 各試験片の配合比

材料	新砂	再生砂	水ガラス(23モル)	パウダー
①	100	0	6	3
②	10	90	6	3
③	30	70	6	3
④	50	50	6	3

泥練(中山式混合機で120 rpmの回転で1分+1分の泥練)した $\phi 50 \times 50$ mmの標準試験片を使用し、所定時間放置後の圧縮強さを測定した。

2.6 表面安定度

2.5の試験片作製後24時間放置したものをロータリ型ふるい機を使用し、6メッシュふるい上で1分間振とうし、前後の重量比をパーセントで示した。

2.7 熱間強度試験

$\phi 28.6 \times 50$ mmの試験片を作製し48時間以上放置した後、高温鋳物砂試験機を用いて、200、400、600、800、1000℃の各温度で15分間保持後、その圧縮強度を測定した。

2.8 残留強度

2.7の試験片を、200、400、600、800、1000℃で1時間エレマ電気炉で加熱後室温まで冷却して、圧縮強度を測定した。

2.9 熱膨張試験

2.7の試験片を使用し、熱膨張試験機を用いて1100℃で急熱膨張量を測定しパーセントで示した。

2.10 鋳込試験片

図3に示す試験片を使用した。試験用鋳型は中子の部分で、造型後48時間放置し、黒鉛系塗型を塗布し、外型には新砂を使用した。鋳込みはFC20相当の溶湯を鋳込温度1400℃でおこなった。

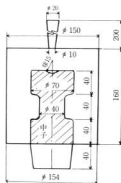


図3 鋳込試験片

2.11 その他の試験

粒度試験、耐火度試験はJISに準じて測定した。又砂粒表面を走査型電子顕微鏡で観察した。

3. 実験結果と考察

3.1 再生度

本実験で使用した乾式再生回収装置で得られた再生砂の粒度分布等の結果を表1、写真1に示す。写真1より顕微鏡観察は、砂粒表面の付着状態はわかるが、量の判断はできない。表1より粒度試験は新砂、廃砂、中和処理砂、再生砂の分布の比較および変化を知るうえで有効であるが、再生度の試験法としては十分でない。PH値と耐火度の測定では、ある程度の判断はできるが、適当とは言えない。Na、Fe量の測定は砂粒の付着物を測定するので砂の再生度を知るうえで有効である。

表1 新砂、廃砂及び再生砂の各種試験結果

試験項目 メッシュ	粒度分布(重量%)											Na (ppm)	PH	Fe (ppm)	耐火度 (℃)
	20	28	35	48	65	100	150	200	270	PAN					
新砂	2.1	9.3	29.5	39.2	14.3	3.5	1.2	0.5	tr	0.4	< 20	6.8	340	1710	
廃砂	2.6	24.8	42.4	22.4	4.4	1.8	0.6	0.4	tr	0.6	1710	11.3	340	1530	
中和処理砂	0.8	11.8	32.2	31.6	15.4	4.8	2.2	tr	0.4	0.8	630	8.15	2300	—	
再生2回	0.4	12.6	38.4	33.4	12.0	2.4	0.6	tr	tr	0.2	310	8.20	1300	—	
再生4回	0.6	14.7	38.6	31.3	11.8	2.4	0.6	tr	tr	tr	310	8.35	1200	—	
再生6回	1.0	15.6	37.8	31.2	11.2	2.6	0.6	tr	tr	tr	310	8.35	1100	1670	

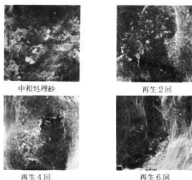


写真1 砂粒表面の走査型電子顕微鏡写真(×300)

3.2 放置強度と表面安定性

表2に示す配合で混合した試験片の放置強度、表面安定性を図4に示す。再生砂の配合割合が大である系2, 3試験片について立上がり強度が系1, 4に比べて大である。これは水ガラスと鉄酸化物の反応が強度発現に影響したと思われる。最終強度は、新砂を多く配合したもの程良い結果となっている。表面安定性については、顕著な変化は見られなかった。

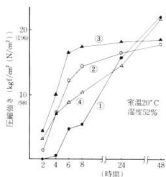


図4 各種配合砂が放置強度、表面安定性に及ぼす影響

3.3 再生砂の高温性質

各種配合砂による試験片の残留強度、熱間強度、熱膨張量の結果を図5, 6, 7に示す。高温、残留強度ともに、再生砂配合のものは新砂の値に比べて低い。

これは再生砂粒表面の凹部に残留ソーダ分、鉄分等が充填された状態で存在し、これに混練時、新たに加えられた水ガラスと反応して、熱間強度の低下に影響したと考えられる。熱膨張量については、再生回収砂の方が新砂に比べて小さいのが普通であるが、この原因も上記の理由によるものと考えられる。

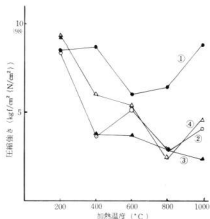


図5 各種配合砂の残留強度

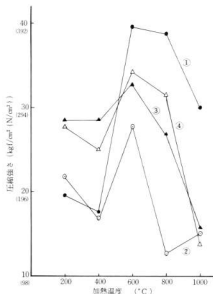


図6 各種配合砂の熱間強度

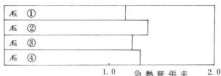


図7 各種配合砂の急熱膨張率

3.4 鑄込試験

焼着程度を観察するために、鑄込試験片を後処理後

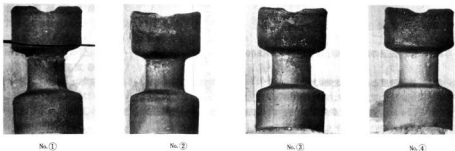


写真2 鑄込試験片の切断面写真

4. 結 言

水ガラス系鋳物廃砂中和処理砂の再生回収実験を行った結果、自硬性再生回収装置を使用し、砂粒を十分スクラビングすることで、鑄型砂として再利用出来る見通しがあった。

中和処理から再生砂を得るまでの一連の作業工程は容易で、工場、作業現場においても実施が可能であり、廃砂の減量化、省資源対策に役立つことと思う。

終りに本実験に対して御協力をいただいた福山地方

縦方向に切断したものを写2に示す。鑄込試験片重量は17.5kgfで、枠あたりの鑄型砂は14.5kgf(中子を含む)である。

配合砂①、②の中子は、鉄棒でつく程度で完全に砂落しができ、焼着状態は見られなかった。又③、④については、湯口付近にペネトレーションが一部観察されたが、いずれも中子の砂落しが困難な状況ではなかった。総合的に判断すると、本実験での再生砂を多量に配合しても焼着の影響は少なく、むしろ崩壊剤のような作用があると考えられる。

鑄造協同組合、柳池田機械製作所、柳坂本合金鑄造所、柳中国機械製作所各位に謝意を表します。

文 献

- 1) 小林、他：本報告No.21(1978), 45
- 2) 日本総合鋳物センター：鋳物砂の回収に関する研究No.2(1964), 10
- 3) 世良、他：本報告No.20(1977), 81

水溶性焼入剤に関する研究 (第3報)

水溶性焼入剤の腐敗ならびに廃液処理

新田 明, 丸下 清志
土取 功, 関 守雄
加城 正義

1. 緒 言

近年、油公害や消防法規制などの対策として、焼入油にかえて水溶性焼入剤を使用する熱処理工場がわが国でも増加の傾向がある。

焼入油の問題点は、主成分が鉱油であるため、少量の焼入油流出によっても水質汚濁防止法の一般基準、ノルマルヘキササン抽出物質含有量 5 ppm の規制を受け公害問題をおこしたり、さらに危険物 (第4類, 第3石油類) に属し 2000 ℓ 以上保有の場合は特定消防施設の対象となる点である。

水溶性焼入剤の性能実態¹⁾ および熱劣化²⁾ についてはすでに詳述したが、水溶性焼入剤使用のメリットは、油公害や消防規制の解消および熱処理材料のグレードダウンなどである。デメリットは、熱処理安定性 (焼入れむずみ) が大きく、焼割れしやすい、硬さのばらつきが大きい) に欠ける点があげられる。

一方、水溶性焼入剤の主成分は PEG, PAG, PVP, PVA など水溶性高分子物質であるが、現場において腐敗し、それが原因で使用不能になった事例もある。この場合、水溶性焼入剤は高分子物質が主成分であるため使用状態で COD が 1 万 ppm を超えているという報告もあり、³⁾ そのままでは河川に排水できず、なんらかの方法で処理する必要がある。

そこで水溶性焼入剤の性状、腐敗条件および廃液処理について二、三の実験と検討を行ったので報告する。

2. 試料と実験方法

わが国で市販されている水溶性焼入剤は、30 種類以上あるが、各メーカーが一般焼入れ用に販売している製品中、焼入油の冷却特性に近い 10 種類を選定し実験試料とした。

水溶性焼入剤を熱劣化させるための焼入実験は、実作業に則して 2 ℓ 入りのポリ製容器 (φ120 × 190mm) に 20% 濃度の各試料を 1.5 ℓ 採取し、丸棒 (SUS

304材, φ30 × 61mm, 344g) を電気炉で 850℃ に加熱して、各試料中に投入し劣化させた。加熱した丸棒を各試料中に投入すると、水溶性焼入剤は丸棒に付着して持出されたりして、初期の 1.5 ℓ からいくらか減少し、濃度も変化する。したがって焼入回数 50 回ごとに 20% 濃度に再調整し、1.5 ℓ に満たない量は未使用の水溶性焼入剤で補充した。焼入回数は各試料について合計 500 回の焼入れを行った (略して熱劣化剤という)。

未使用の水溶性焼入剤の性状の試験、未使用の焼入剤と熱劣化剤の腐敗について検討した。また、未使用の本焼入剤の廃液処理の方法としては、化学処理、膜処理による処理、生物処理、燃焼による処理などについて実験を行った。

3. 実験結果と考察

3.1 水溶性焼入剤の性状

表 1 に水溶性焼入剤原液の性状を示す。COD-Mn は水溶性焼入剤原液で 48000 ~ 520000 ppm と高い値を示した。したがって、たとえば瀬戸内海流入水域の金属製品製造業で最大排水量が 1 日当り 500 m³ 未満 50 m³ 以上の企業では COD-Mn 30 (日間平均 20) ppm の基準があり、水溶性焼入剤 20 ℓ を 50 m³ に希釈して排水を行っても問題となる。また高濃度で水溶性焼入剤を使用する場合、焼入れ後、熱処理部分の湯洗いと水洗いを行うことがあるが、この洗浄水についても同様の問題を含んでいるので、完全なクロードシステムを採用する必要がある。

COD-Cr も高く Z を例外とすると 150000 ppm 以上あり、各試料の COD-Mn の 2 倍程度を示す試料が多い。Z は逆に COD-Cr の方が低い値を示している。この理由は COD-Cr の測定に使用する硫酸を Z の検水に加えた時点で樹脂化し、試験終了後もその樹脂は未分解であり、したがって樹脂化した部分が COD-Cr の値に寄与していないため逆に COD-Mn

表1 水溶性焼入剤の性状(原液)

記号	COD-Mn $\times 10^4$ (ppm)	COD-Cr $\times 10^4$ (ppm)	BOD (ppm)	PH (20%)	主成分
E	42	92	3700	8.90	—
K	14	28	不能	8.12	重合アルコール系
P	35	55	不能	10.46	高分子量多価アルコール
S	47	97	不能	9.22	ポリアミド誘導体
SE	32	62	不能	8.39	—
T	4.8	15	不能	8.21	アニオン系ポリソープ
U	49	102	不能	8.22	ポリアルキレングリコール
Y	42	85	1600	8.75	—
Z	5.4	(3.4)	不能	13.17	無水マレイン酸との共重合体
HT	52	103	不能	8.13	ポリアルキレングリコール

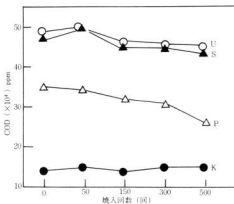


図1 水溶性焼入剤のCODの変化

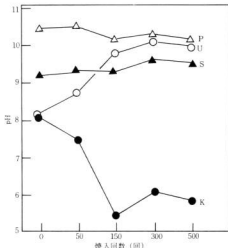


図2 水溶性焼入剤のPHの変化(20%)

より低下したと考えられ、現行のJISによる方法で水溶性焼入剤のCODを求めるのは若干問題がある。

BODをウインクラージ化ナトリウム変法によって求めたところ試料Yは1600 (IDOD 380) ppm、試料Eは3700 (IDOD 12) ppmである。他の試料は測定不能であった。その原因は、水溶性焼入剤を800倍程度に希釈しても焼入剤が着色している。あるいは灰素消費量が焼入剤原液で160~2120 ppmのように高いためである。800倍以上に希釈すると溶存酸素の変化が小さくBODが測定できない。

PHは、水溶性焼入剤を20%濃度に調整し測定した場合、8~9を示す試料が多かったが、試料Pは10.46、Zは13.17と非常に高い値を示すものもある。他の項目として、水溶性焼入剤(20%濃度)の重金属について原子吸光分析を行った結果、Cd 0.1

ppm以下、Pb 1.0 ppm以下、全Cr 0.5 ppm以下、Mn 0.5 ppm以下、Cu 1.0 ppm以下であり、Znは2.5 ppm以下と水溶性焼入剤の重金属含有量は問題にする必要はないと思われるが、試料TのZnは11.8 ppmで、わずかに高い値を示した。

図1は各試料を鋼材の焼入れに使用した場合、COD-Mnがどのように変化するかをみたものである。試料Uは初期に490000 ppmあったものが、500回の焼入れ後は450000 ppmとわずかに低下し、他の焼入剤についても同じような変化を示すものが多い。しかし試料Pは、初期に350000 ppmあったものが500回の焼入れ後は260000 ppmとかなり低下してい

る。この理由は、Pが熱劣化すると変質により屈折率が大きくなる。この場合、水溶性焼入剤の濃度管理は屈折率で管理することが多いので、一定の屈折率にするためにはさらに水で希釈する。これにより実質の主成分濃度が低下するためCOD-Mn低下となって現われたものと考えられる。

図2は、図1と同一条件で各試料のPHの変化をみたもので、多くの試料はSのように初期のPH 9.22が、熱劣化させるとPH 9.52といくらか高くなるものが多い。これに対して試料Kのように初期にPH 8.12 あったものが熱劣化させるとPH 5.84と大きく低下しており、熱劣化した焼入剤は弱酸性であるため、焼入鋼材の発錆原因となる可能性が考えられる。

3.2 水溶性焼入剤の腐敗

現場で水溶性焼入剤を使用する場合、腐敗して使用不能となることがあり、その対策に苦慮している。そのため水溶性焼入剤の更新は、熱による劣化よりも嫌気性細菌の汚染による場合が多く、焼入剤の寿命は防錆性にあるという報告もある⁴⁾。しかし一般の焼入れに水溶性焼入剤を使用する場合、10～30%の高濃度で使用することが多いので、耐腐敗に関しては高濃度焼入れ使用などに比較して有利と思われる。しかし一度腐敗すると水溶性焼入剤の処理コストと、高濃度使用のためのコスト高の両面から、その影響は無視できないので各試料間の比較検討を行った。

表2 腐敗試験

測定日	試料	E	K	P	S	SE	T	U	E	S	U
	名	名	名	名	名	名	名	名	新	新	新
9日後	A	B	B	A	A	A	A	A	A	A	A
18日後	A'	A'	A'	A	A'	A	A'	A	A	A	A
41日後	B	B	A	A	A	A	A'	A	A	A	A

A:臭気なし B:悪臭あり

各試料100mlをふ卵びんに採取、濃度10%、36℃に連続保持

表2は熱劣化液と未使用の水溶性焼入剤を10%濃度に調整し、100ml入りふ卵びんに90ml採取を行って腐敗の進行度を観察した結果である。

ふ卵びんはガラスで密封し嫌気性とした。腐敗に関する微生物の大部分は中温菌に属し、その最適温度は20～40℃である⁵⁾ことから、本実験では恒温槽

中で35～37℃連続的に保持を行い腐敗の進行度を観察した。表中のE劣は、試料Eの熱劣化液で、E新は、試料Eの未使用液であり、以下同様である。

41日間の試験結果は、熱劣化液E、K、Pは悪臭が発生し、熱劣化液S、Tと未使用の焼入剤E、S、Uのすべてについては悪臭は認められなかった。しかし67日以後は、これまで悪臭が認められた試料E劣、K劣など全試料について臭気が認められなくなった。今回割愛したが、未使用の水溶性焼入剤100ml(濃度20%)中にトウモロコシ粉末0.2gを添加すると各試料とも11日～49日の間で悪臭が認められた。

以上、水溶性焼入剤の性状と腐敗試験の結果を総合すると、生分解性の指標となるBOD/COD-Cr値は試料Eで0.004を示している。この値は容易な生分解性を示すには、0.2～0.6以上が必要であるの対しかなり低い値である。したがって水溶性焼入剤が未使用の場合は、腐敗菌の栄養源となる他の有機物の混入がなければ腐敗の可能性はない。しかし熱劣化すること、主成分の高分子物質の一部が低分子に変化することがあり、低分子のものほど生分解性が高くなり、さらに現場では油、切くずなどの混入はきげられず腐敗が促進すると推定される。

3.3 水溶性焼入剤の廃液処理

水溶性焼入剤には、高温被膜生成型のものがある。高温被膜生成型は高温で鋼材の表面に薄膜が生成して、焼入れ鋼材の冷却速度を遅くし、温度が下がると薄膜は水に再溶解するタイプであり、この現象を逆溶解という。

表3 分離液の性状(20%)

記号	E	S	SE	U	Y	HT
分離前のCOD×10 ³	84	94	64	98	84	105
分離温度(℃)	79	84	79	73	65	90
分離量(%)	25	24	12	20	6	30
PH(上層)	8.62	8.98	8.50	8.11	7.92	8.47
分離後のCOD×10 ³ (上層)	26	20	21	8.9	49	15
分離後のBOD(上層)	840	530	260	不能	—	不能

逆溶解の性質を利用して、簡単に水溶性焼入剤の主成分と水を分離させようという試みで行った実験結果を表3に示す。

逆溶解の性質がある未使用の各試料を20%濃度に調整し、100ml入り比色管に採取した。その全体を

水浴中で徐加熱すると、種類によって多少の差はあるが65～90℃の温度で分離する。分離した上層の液に高分子物質が全くないか、水質汚濁防止法による基準値以下であれば河川に排水できる。しかし、表3の結果からCOD-Mnは8900～26000 ppmのようにかなり高いので、逆溶解を利用して簡単に水溶性焼入剤を処理することは困難のようである。

水溶液に他の物質を加えて、先に落けていた物質を析出させる塩析法を利用して、各試料を50多塩化カルシウム水溶液、濃硫酸、硝酸の3種類の試薬で塩析効果の有無を試験したところ、試料E、P、U、Y、HTは上記試薬では塩析しないが、試料T、Zは比較的良好に塩析した。そこで試料T、Zについて塩化カルシウムによる塩析試験を行った結果が表4である。

表4 水溶性焼入剤の塩析試験(20%)

記号	T		Z	
	前処理	凝沈	前処理	凝沈
COD-Mn(前)	9600		11000	
透視度(cm)	2	30～	30	30～
COD-Mn(後)	9400	300	8000	7300
スラッジ(%)	82	9	61	4
熱量(cal/%)	2660	—	3120	—

この処理方法は特許になっており、前処理として、試料500 ml(20%濃度)に対し2多塩化カルシウム(CaCl₂ 10% + H₂O 20 ml)を滴下しながらジャーテスタで毎分200回転で10分間攪拌し、その後5 Aの濾紙で吸引濾過(16 ml/%)を行った。凝沈処理は上記濾過水500 mlに対し塩化第一鉄を0.1(10% FC 5 ml)を滴下しながらジャーテスタで毎分120回転で10分間攪拌、その後、毎分50回転で5分間攪拌を行い、つぎに5 Aの濾紙で吸引濾過を行った。

試料Tは、処理前COD-Mn 9600 ppmが凝沈処理完了後は300 ppmに低下し、かなり効果がある。しかし試料Zは、11000 ppmが7300 ppmであり、あまり有効でない。

液中に分散または溶解している有機物を、そのまま酸化分解する湿式酸化(燃焼)法²⁾によって各試料を処理した結果を表5に示す。

処理前のCOD-Crは約30000 ppmに調整を行った。処理後のCOD-Crは試料P、S、SEなど40～50%程度しか認められない。最もよく低下した試料UにおいてもCOD-Cr 3300 ppmであり、これも効

表5 湿式酸化によるCODの変化

記号	処理前のCOD -Cr × 10 ³	処理後のCOD -Cr × 10 ³	処理後の PH
E	3.5	6.1	4.60
K	3.1	8.8	4.47
P	9.0	12.0	4.73
S	3.1	13.0	4.17
SE	2.7	14.0	4.13
T	3.0	6.1	8.33
U	2.8	3.3	4.10

果があるとはいえない。

超濾過装置(Ultra filtration)は、10～100 Å程度の穴を有し、無機イオンは通過させるが、分子量の大きい有機物は、ある値の阻止率がある。³⁾この装置を利用して試料T、Uの処理実験を行った結果が図3であり、()内の数字はTOC(全有機体炭素)による排除率(%)である。同図は未使用の各試料の原液を7.5倍に希釈し、試水とした。

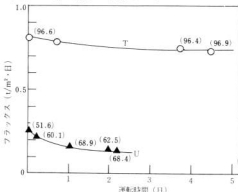


図3 水溶性焼入剤の超濾過装置によるテスト

試料Tは排除率96%以上でフลักスも0.7 t/m²日とかなり良い結果が得られ、透過水のCOD-Mnが220 ppmに低下した。試料Uについては排除率、フลักスともに低く、他の試料K、Eも同様であった。超濾過装置による処理のランニングコストは、トン当たり10000円程度必要であることから、試料T以外は有効でないと考えられる。

このように水溶性焼入剤の廃液処理の完全な方法がないため、燃焼による方法につき検討した。

未使用の各試料を磁製皿に10%程度採取し、乾燥

表6 強熱減量(原液)

試料	E	K	P	S	SE	T	U	Y	Z	HT
蒸発残残	48	11	31	51	34	17	56	41	25	54
Ash(%)	0.1	0.1	1.1	0.5	1.9	7.3	1.5	0.1	10.7	1.7

表7 発熱量(原液)

記号	原液 (cal/g)		蒸発残 (cal/g)	
	総発熱量	真発熱量	総発熱量	真発熱量
K	3270	2500	6560	6160
E	960	—	6010	5190
P	2490	1610	5970	5500
S	3390	2590	6480	5970
SE	1980	1290	5980	5690
T	~500	—	2980	2710
U	3510	2810	6290	5860
Y	2800	—	6370	—
Z	~500	—	2980	—
HT	4080	3310	5880	5390

器で乾燥後の蒸発残と、電気炉で加熱燃焼後のAshを求めたものが表6である。

表6から、Ashは1.9%以下の試料が多く、これは燃焼によって処分すれば問題ない。Ashの高い試料Tは、Ashがガラス化するなどして磁製皿に付着したので、工業的に処理する場合は焼却炉を損傷する恐れがある。

表7は燃研式断熱熱量計で各試料の発熱量を測定した結果である。

原液の総発熱量が3000 cal/g以上の高い値を示した試料E, S, U, UTは燃焼を行う際は有利であり、500 cal/g以下の試料T, Zは他と比較して不利である。さらに蒸発残の発熱量を求めると、6000 cal/g前後の試料が多く、燃焼による処理法は自燃性があるって有利である。

他の廃液処理として、散水汙床を利用した生物処理についても試みた。この実験ではCOD-Mn 500に試水を調整し、24 h経過でCOD-Mn 400程度とあまり低下せず効果がないことがわかった。

4. 結 言

市販の水溶性焼入剤について、統一した条件で性状と腐敗性の試験、および廃液処理について二、三の実験と検討を行った結果は、つぎのようになる。

(1) 水溶性焼入剤原液のCODは5万ppm、20%濃度でもPH8以上と高いので無処理では河川などに排水できない。

(2) 未使用の水溶性焼入剤は腐敗の可能性はない。しかし他の有機物が混入したり、あるいは熱劣化すると腐敗の可能性はある。

(3) 水溶性焼入剤の廃液処理として逆溶解、湿式酸化、散水汙床の利用は効果がない。塩析、超濾過装置の利用は種類Tについては好結果が得られたので実用化の可能性はある。他の種類については、あらかじめ水分を30%以下まで蒸発させてから発熱量を高め燃焼によって処分するのが良い。

市販の水溶性焼入剤の腐敗ならびに廃液処理に関しては、以上のように種類による差はいくらかあり、また若干の問題をもっているが、本焼入剤使用をクローズシステムにすれば問題がないと思われる。

付 記

筆者らの試算で焼入油から水溶性焼入剤に転換した場合のコストは、水溶性焼入剤の方が0.8円/kg有利である。ところがわが国の熱処理業者は、多種少量生産が多く、わずかの熱処理不良を出しても、その弁償のため水溶性焼入剤使用の経済的メリットがなくなるので積極的な採用は困難かと思われる。しかし他の熱処理業者が本焼入剤の利用技術をマスターした場合、依頼者側に材料のグレードダウンによって大きな利益を得るので、一部の優秀な熱処理業者に仕事の受注が集中する可能性がある。特に量産とか大物の熱処理加工が主体の熱処理業者は、今後、早急に水溶性焼入剤の利用技術をマスターすべきであろう。

最後に、本研究に協力頂いた積水化学工業㈱の山田都一氏に感謝の意を表します。

文 献

- 1) 新田、加城：熱処理，17(1977)，106。
- 2) 新田、加城：熱処理，18(1978)，186。
- 3) 信枝、湯浅：熱処理，15(1975)，236。
- 4) 山西、仲矢：金属，44(1974)，68。
- 5) 岡ら：化学大辞典7，P.915，共立出版(1969)。
- 6) 大和久：無公害熱処理技術，46，工業調査会(1973)。
- 7) 制沢ら：公害防止の技術と法規「水質編」，P.190，産業公害防止協会(1974)。
- 8) 兼松：塗装技術，8(1974)，114。

熱処理が鋼材の方向性に与える影響

芳野光利， 荻山信行

1. 結 言

機械構造用炭素鋼のなかで、S45Cは加工が容易なこと、適当な強度もえられるので、機械部品として多く使用されているが、機械設備の大型化にともない、極厚鋼板を切断し、部品材料として加工されているケースがみうけられる。極厚鋼板は、熱間圧延された状態のものであるから、機械的性質が試験片の採取位置、方向によって差がでることは、よく知られている。したがって極厚鋼板をそのまま使う場合には、使用上、力がどのように働くかをよく検討して採取、加工しなければならない。しかし現場では、このことを十分考慮されずに実施しているケースがあり、時にはトラブルの原因となっている。そこで通常S45Cに施されている熱処理条件を適用し、引張強さ、硬さ及び衝撃値を調べ、方向性がどの程度改善されるかを検討し、指導上のデータとする目的で実験を行った。

2. 試料と実験方法

試料はS45Cの巾400mm、高さ300mmの極厚鋼板で、その化学成分は表1のとおりである。試験片は鋼板の

表1 化学成分(%)

C	S	Mn	P	S
0.44	0.20	0.72	0.016	0.022

各表面の4分の個所から圧延方向に平行(平行方向とする)、圧延方向に直角(直角方向とする)及び板厚方向の3方向から切りだした。

引張、及び衝撃試験片は27mm角とし、表2に示す条件で熱処理後、表3に示す試験片に仕上げた。試験片は素材を含め各条件で3本ずつ製作し、試験結果は平均値で示した。

表2 熱処理条件

焼なまし	810℃×2Hr 水冷
焼ならし	850℃×2Hr 空冷
焼入焼もどし	850℃×2Hr 水冷→500~650℃×2Hr 水冷

※焼もどし温度は50℃間隔

表3 試験の種類と試験片

試験の種類	試験片
引張試験	JIS 4号
衝撃試験	JIS 3号
硬さ試験	衝撃試験後の試料より

3. 実験結果及び考察

3.1 素 材

素材の採取位置による機械的性質を図1に示す。

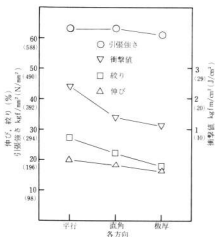


図1 素材の採取位置と機械的性質

引張強さについては、採取位置による違いはほとんどない。この傾向は図に記入しなかったが、硬さもほぼ同じである。伸び、絞り、衝撃値は平行、直角、板厚方向の順に減少している。素材の顕微鏡組織は写真1に示すように結晶粒は粗大で、方向性があり、フェライトバンドがでている。またクイドマンステッテン組織もみられる。引張試験での破断はぜい性破断で、写真2は走査型電子顕微鏡で観察したリバーパターンである。



写真1 素材の組織(×50)

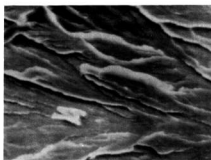


写真2 素材の破面(×1000)

3.2 熱処理材

3.2.1 焼なまし, 焼ならし材

図2に焼なまし, 焼ならしと各方向の機械的性質を示す。

引張, 硬さは, いずれも焼なましをしたものは素材に比べ減少するが, 焼ならしではほとんど変わらない。しかし伸び, 絞り, 衝撃値は焼なまし, 焼ならし処理で増加し, 特に絞り, 衝撃値の増加は著しい。

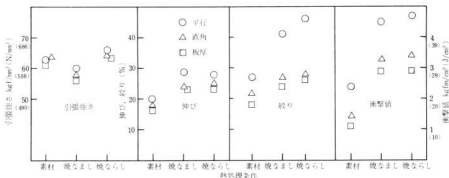


図2 焼なまし, 焼ならしと各方向の機械的性質

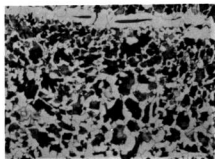


写真3 焼なまし組織(×100)

これは写真3の焼なまし組織でわかるとおり結晶粒が微細化されたため, 靱性が向上したものである。しかしいずれもフェライトバンドのしま状組織である。表4は平行方向の強さを100とした場合の他の方向の

表4 焼なまし, 焼ならしにおける方向性(%)

条件	方向	引張強さ	伸び	絞り	衝撃値
素材	直角/平行	100	90.0	81.5	58.3
	板厚/平行	96.8	80.0	66.7	45.8
	直角/平行	96.7	82.8	65.9	73.3
なまし	板厚/平行	93.3	79.3	58.5	64.4
	直角/平行	97.0	89.3	60.9	72.3
	板厚/平行	95.5	82.1	56.5	61.7

強さ(%)を示したものである。引張強さと伸びの方向性は小さいが、絞り、衝撃値の方向性は大きい。この理由として平行方向の試験片では、破壊の伝ばはしま状になった層を交互に切断するため大きなエネルギーを必要とする。一方他の方向の試験片では破壊がしま状の方向と同じ方向になり、小さなエネルギーで破壊が進行するためと考えられる。さらに非金属介在物が平行方向に長く延ばされることも割れを助長するだろうと考えられる。

3.2.2 焼入焼もどし

ソルバイト組織の中央付近に帯状の方向性をもった組織があり、その組織に沿って非金属介在物が存在すること、その周辺にわずかにフェライトがみられるためである。このわずかなフェライトは、オーステナイト化の時にフェライトバンド部への炭素の拡散が不十分ため残ったものと思われる。確認のため同試験片を $810^{\circ}\text{C} \times 2\text{Hr}$ で焼冷すると、写真5に示すように非金属介在物に沿ってフェライトバンドのみられるしま状組織が現われた。

図4に伸び、絞りの方向性と引張強さの関係を示す。

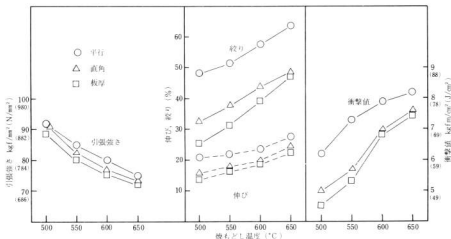


図3 焼入焼もどしと各方向の機械的性質

図3に焼入焼もどしと各方向の機械的性質を、表5に平行方向の強さを100とした時の他の方向の強さ(%)を示す。焼もどし温度が高くなると絞り、衝撃値の増加は著しい。しかしJIS規格の下限值よりも低い。これは写真4(650°C焼もどし)からわかるように、

図中の縦軸の方向性の程度²⁾は(平行方向の延性値) - (直角方向の延性値)あるいは(平行方向の延性

表5 焼入れ、焼もどしにおける方向性(%)

条件(°C)	方向	引張強さ	伸び	絞り	衝撃値
500	直角/平行	98.9	76.3	67.6	80.6
	板厚/平行	96.7	64.7	52.5	72.6
550	直角/平行	96.5	82.7	71.7	78.1
	板厚/平行	94.1	73.6	60.5	72.6
600	直角/平行	96.2	85.9	75.5	88.6
	板厚/平行	93.8	77.0	67.9	86.1
650	直角/平行	97.3	87.0	76.3	92.7
	板厚/平行	96.0	79.7	73.9	90.2

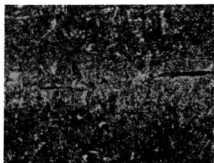


写真4 焼入焼もどし(650°C)組織(×200)

値) - (板厚方向の延性値) を平行方向の延性値で除し、 ϕ で示したものであり、横軸は平行方向の引張強さを示したものである。

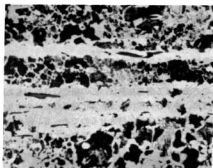


写真5 焼入焼もどし後再なまし組織 ($\times 100$)

伸び、絞りとも引張強さの大きいほど、方向性は大きくなり、平行方向-板厚方向の方が、平行方向-直角方向よりも方向性は大きい。

4. 結 言

本実験で、S45C厚さ300mmの極厚鋼板での機械的性質を調査した結果は次のとおりである。

1) 素材の引張強さ及び硬さの方向性は、ほとんど差がないが、伸び、絞り、衝撃値は圧延に平行、圧延に直角、板厚方向の順にわずかであるが悪くなる。

2) 焼なまし、焼ならしを行うことにより、絞り、衝撃値は著しく上昇する。しかし絞り、衝撃値の方向性は大きい。

性は大きい。

3) 焼入焼もどし (500~650°C) を行うことにより、伸び、絞り、衝撃値の方向性は焼もどし温度が高

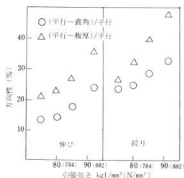


図4 伸び、絞りの方向性と引張強さ

くなると小さくなる。引張強さと伸び、絞りの方向性は、引張強さが大きいほど大きい。

以上の結果、極厚鋼板の採取方向によって、機械的性質が相当異なり、また熱処理によっても改善が困難なので、製品を作る場合、採取方向を十分考慮に入れて製作しなければならない。今後このデータをもとに中小企業の指導に役立てたい。

文 献

- 1) ティエリ：クルザティエ，中島：鋳物46(1978)84
- 2) 西山外：鍛造ハンドブック，日刊工業新聞社

工具の誘導加熱に関する研究

鈴木 寛，土取 功
原 信彦，加城 正義

1. 緒 言

工具は、一般的に高炭素合金鋼を主体としているため、熱処理作業における工具の酸化・脱炭には注意しなければならない。このことから、工具の焼入は、溶融塩類、溶融金属に工具を直接浸漬させて、大気との接触を遮断することにより、酸化・脱炭を防止している。しかし、公害問題が大きくクローズアップされてきた今日、省エネルギー、無公害熱処理が重要な課題となってきた。この点から、最近注目されている工具の無公害焼入炉の一つに、微粒子粉末流動加熱炉がある。この炉の特徴は、加熱曲線が鉛炉などと類似して、急速加熱であること、酸化・脱炭が少ないなどの点で、工具の焼入炉として今後大いに活用されることと思われる。省エネルギー、無公害熱処理として、当試験場では、過去、やすりの高周波焼入について¹⁾研究を行っている。この研究から、一部のやすりについては、高周波焼入ができることがわかった。しかし、多品種少量生産で形状が複雑なすべてのやすりについて、高周波焼入することは技術的に解決しなければならない点が1, 2残った。この問題点は、第1に加熱コイルとやすり形状との関係で、第2は焼入温度のコントロールである。

このため、この研究は、上述の問題点を解決することを目的としてやすりの実用実験を進めることにした。

2. 試料と実験方法

この実験に用いた試料は、写真1に示す各種のやすりで、鉄工やすり、両刃やすりおよび粗やすりなどである。材質は、高炭素工具鋼（SK1相当）で、球状化焼なまし後、各種のやすりに成形している。

この実験に用いた誘導加熱装置は、金属溶解用の加熱装置で、周波数8 KHz、最大出力50 KWとなっており、図1に加熱炉を示す。加熱炉は、直径300 mm、長さ250 mmの相当大きな円筒形状のため、やすりのように、直径がせいぜい15 mm程度のもものでは、焼入温度まで誘導加熱させることはできない²⁾。このため、

加熱炉の内部を図3のように改良を加えることによって、やすりを焼入温度まで誘導加熱させることにした。この方法による誘導加熱は、この研究の目的でもあるように、やすりの形状や大きさに関係なく、やすり全体を焼入温度に定温保持させるのであって、従来の高周波焼入の表面硬化法とは大きく違っている。

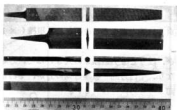


写真1 やすりの種類とその断面形状

この誘導加熱方法は、以下順に説明していく。図2・Aは、CO₂ガス型により、炉内の最適な位置に各種のやすりを定置保持して、誘導加熱させる方法である。この方法では、各種のやすりは、A₂変態点（760℃）までは誘導加熱されるが、先に述べたように、やすり全体の質量が小さいため、焼入温度（誘導加熱の場合）

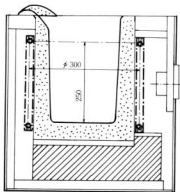


図1 低周波誘導加熱炉の炉体

合、オーステナイト化温度が高温側に移行して A_2 変態点ではオーステナイト化しないことがある⁵⁾まで昇温させることができない。このため、図2・Bに示すように、炉内部に直径120mm、長さ250mmの鋼材を挿入して、この質量の大きな鋼材をまず誘導加熱する。この場合の加熱温度の測定は、鋼材の中間に取り

係なく中心部まで焼入硬化している。しかし、この方法では、鋼材の上端と下端との焼入温度の差が30℃以上も生じるため、やすりを均一温度にできる長さは、せいぜい70mm程度までである。このため、図2・Cのように、鋼材のかわりに黒鉛電極棒を使用し、さらに、この周りを断熱性のよい Al_2O_3 で囲んで誘導加

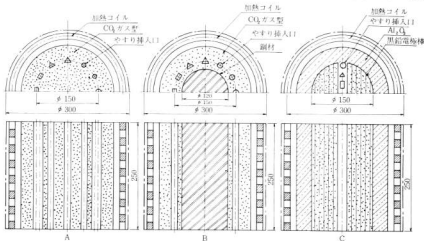


図2 金属溶解用加熱炉の炉体内部構造

付けた熱電対により測定することができる。鋼材は焼入温度(820℃)まで、およそ15分で全体がほぼ均一に誘導加熱される。この温度に定温保持させながら、つぎに、鋼材の周辺に各種のやすりを同時に挿入させる。このようにすると図3が示すような加熱曲線を示しながら、およそ60~90秒間でやすりは焼入温度に達する。この場合各種のやすりは、形状や大きさに関

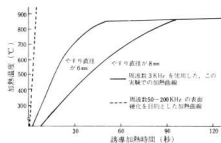


図3 やすりの誘導加熱時間と温度との関係

熱した場合、やすりは比較的良好な温度分布を示した。この加熱曲線を図4に示す。この図では、A, B, お

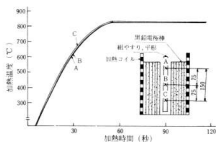


図4 黒鉛電極棒を使用して誘導加熱した場合の組やすりの各位置の加熱曲線

よびCの位置における温度差が小さいことから、やすりの長さが150mm程度のものであれば、均一温度に誘導加熱できることがわかった。

3. 結果と考察

この実験での誘導加熱焼入法は、まず、うず電流により、やすり自体を A_2 変態点付近まで誘導加熱させる。つぎに、焼入温度まで加熱する方法として、最初に誘導加熱した鋼材や鋸歯電極棒から熱エネルギーをやすりに供給させることにより、焼入温度まで加熱させることができる。このように、2段方式によってやすりを焼入温度まで加熱する新しいタイプの誘導加熱方式である。また、この方法によれば、加熱コイルはやすりの形状に全く関係なく、大きな円筒形状のコイルのみでよく、さらに、焼入温度にやすりを定温保持させることが比較的簡単である。また炉内に相当数のやすりを同時に挿入した場合でも、加熱時の熱エネルギーが大部分誘導加熱によるため、他の加熱炉とは違って炉内温度の低下について心配する必要がなく、同時に高生産性が期待できる。このように、工具の無公害焼入炉として、この方法の誘導加熱は大きな特色を持っているが、この実験では、下記のことについてそれぞれ検討を行なった。

- 1) 誘導加熱時間と温度との関係
- 2) やすりの酸化、脱炭
- 3) やすりの形状、大きさと加熱コイルについて
- 4) 焼入組織とかたきについて
- 5) やすりの切れ味について
- 6) 生産性と作業環境などについて

1) やすりの加熱時間は、低い周波数（8 KHz）を使用しているため、表面硬化法（周波数50～200 KHz）とは大きく異なり、加熱時間が図3のように、60～90秒必要とし、やすり硬化層もやすり全体におよんで全体焼入となっている。しかし、この誘導加熱法は、加熱装置の出力を調整することにより、やすりを自由な温度に定温保持できることが大きな特色である。焼入温度にやすりを保持させることは、品質の点からも大切なことである。

2) 各種のやすりを60秒、90秒、120秒、および180秒と加熱時間を変化させて、脱炭の有無を顕微鏡により検査したが、どの条件でも脱炭層は見られなかった。この理由としては、やすりを加熱する炉内を小さくしているため、大気との接触が少なく、また、加熱時間が、鋸歯や塩浴炉と同じで、電気炉と比較すれば昇温時間が早いことなどが考えられる。酸化は、ブルードパス、塩浴炉などと同様、やすりの表面にごく薄い酸化皮膜を形成しているが、全く問題にはならな

い。

3) 従来の高周波焼入は、一般に被熱材の形状と加熱コイルとは切っても切れない関係があったが、この実験では、被熱材の形状が丸、三角そして菱形であっても、形状に関係なく加熱コイルは直径300 mm、長さ250 mmの大きな円筒形状を使用した。この加熱コイル内を図2のように改良することにより、多品種で複雑な形状のやすりを誘導焼入できたが、焼入硬化層はやすりの種類や加熱位置に関係なく芯部まで硬化している。また加熱コイルの關係から、同一条件で焼入できるやすりの長さは、150 mm前後が限度と思われる。

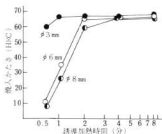


図5 やすりの直径の違いが焼入かたきに与える影響

また図5に示すように、やすりの直径が大きくなると、最高焼入かたきを得るためには、長時間の誘導加熱を必要とする。

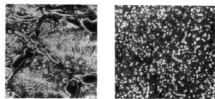


写真2 素材と焼なまし材の焼入組織(×1000)

4) 焼入組織は、写真2が示すように、球状化焼なまし材では、マルテンサイト（焼入組織）に球状セメントライト（鉄と炭素の化合物で、これが適度に存在すれば耐摩耗性が向上する）が多く存在している。球状化焼なましを行っていない素材を焼入した場合は、マルテンサイトが、パーライト組織に似た組織¹⁾を示しており、この隅りを大きな初析のセメントライトが取り囲んでいる。また焼入かたきは、鋸歯などと同様に

HRC67が最高かたさとなっている。

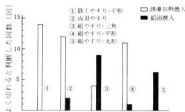


図6 やすりの切れ味の官能検査
(HRC60のやすりテスト棒で2本の比較検査)

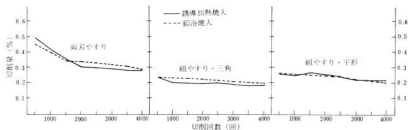


図7 各種のやすりの切削回数と切削量との関係について

5) 同一の加工条件で成形したやすりを、鋸焼と誘導焼とでそれぞれ焼入した場合の切れ味の比較を図6、図7に示す。図6は、7人の場員に鋸焼と誘導焼とで焼入した各種のやすりを、やすりテスト棒(HRC60)により切れ味の比較検査を2回行った結果を示す。この図から、鉄工、両刃および組やすりの平形については、誘導焼入が切れ味が良く、組やすりの丸、三角については逆に鋸焼で焼入した場合が切れ味が良くなっている。図7は、当場のやすり切削性能試験機により、鋸焼と誘導焼で焼入したやすりの切れ味を示している。この図から、切れ味は両刃やすりが最もよく、また誘導焼よりも鋸焼の場合が多少切れ味が良い結果を示している。これらを総合すれば、誘導焼入と鋸焼入とは、やすりの切れ味はほとんど変わらないと言える。

6) 誘導焼は他の加熱炉とは違って、スイッチを入れればただちに熱処理できる大きな特徴を持っており、この実験の場合でも15分程度の加熱時間で焼入状態にすることができた。このように熱効率が非常に高いため、最も省エネルギー型の加熱炉として将来とも期待が持てる。また、この加熱法だと鋸焼などと同等量

のやすりの生産が可能で、とくに公害発生源となる鉛や塩類を使用しないため、公害対策を必要とせず、作業環境も非常に良い。

4. 結 言

従来の表面硬化法から、低周波によりやすりの全体硬化を行った、今回の実験結果をまとめると下記の通りとなる。

1) 加熱コイルや使用周波数の関係から、やすりを焼入温度まで加熱するためには、鋼材や黒鉛電極棒などをまず焼入温度に加熱しておき、つぎに、これらの

図りにやすりを挿入すれば、やすりを焼入温度まで加熱することができる。

2) この方法だと、やすりが焼入温度まで加熱するには、少なくとも60～90秒必要とするが、焼入温度に定温保持させることは比較的簡単で、このことにより誘導焼入でも高品質品のやすり生産が可能となった。

3) この誘導加熱法により、やすりを焼入した場合、やすり全体が均一硬化していることから、加熱コイルとやすりの形状については無視できることがわかった。

4) やすりの切れ味は、従来の鋸焼で焼入したやすりと比較して、鉄工、両刃関係のやすりは切れ味が良い結果を得た。

文 献

- 1) 横山他：本報告，15(1972)
- 2), 3) ゲーエフ・ゴロヴィン：高周波熱処理 (1970)
- 4) 須藤他：構成金属材料とその熱処理，(1977)

レジノイド砥石の研究(第3報)

ジルコニア-アルミナ複合砥粒の
配合比とオフセット砥石の研削性藤本 宗之, 金本 正
浜岡 英男

1. 緒 言

ジルコニア-アルミナ複合砥粒は研削材として利用され始めてから比較的历史が浅く、現在も各方面から効果的な利用について研究が続けられており成果も数多く発表されている。¹⁻³この砥粒はジルコニアの含有率によってその微細構造が変わり、⁴各種含有率のものが検討されたようであるが、^{5,6}現在では25%と40%の二種類の含有率のものが、主に生産されている。ジルコニア-アルミナ複合砥粒は他の砥粒と比較してじん性が非常に大きくチップング破壊が起こり難いので25%ジルコニア砥粒はスナッキングなどの重研削用に⁷また40%のものはオフセット砥石や切断砥石のような比較的研削荷重が小さくて不安定な作業に使われ、特に動物の加工分野で大きな成果をあげている。⁴

ジルコニア-アルミナ複合砥粒の短所としては、従来のアルミナ砥粒と比べ比重の大きい割に単位重量当りの値段が高く、また砥粒の脱落を少なくするため砥石結合度を高くして使う傾向が見られ、ポータブルグラインダーに使用したばあい手に伝わる振動が大きく使いよいとは言えない。

この欠点を補う目的で作業者の体に伝わる振動をできる限り小さくするよう砥石結合度は低めにして、またジルコニア-アルミナ複合砥粒のみでは研削量が少ないので、WA砥粒と混合して広範な鋼種に適するように砥粒の配合比率を変えたオフセット砥石を作り研削試験を行ったので次に報告する。

2. 試料と実験方法

2.1 試 料

砥粒：オフセット砥石に多く用いられる粒度として24番の砥粒を使用した。表1に砥粒の性状を示す。

樹脂：粗研削砥石用殺状および粉末フェノール樹脂を使用した。

表1 供試砥粒の性状

砥 粒	記 号	粒 度	比 重	色
A 砥 粒	A	# 24	3.91	褐色
WA 砥 粒	WA	# 24	3.90	白色
40%ジルコニア砥粒	AZ	# 24	4.47	灰色

充填材：水晶石(工業用合成品)

酸化鉄(工業用 Fe_2O_3)

ガラスクロスは樹脂処理済みのものを使用した。

2.2 実験方法

2.2.1 砥石の作製

オフセット形砥石は平形のものと比較して砥石全面を均等に加圧成形することが困難で加圧のムラが出やすく、同じ配合量成形圧でプレスしても同一砥石内の各点で、あるいは同一ロット内の砥石相互間で異なる組織の砥石ができやすい。この点を避けるため砥石の形状は平形とした。砥石寸法は $180 \times 6 \times 22$ mm とし前報⁸の手順に従い作製した。

配合：砥石結合度がP~Qに納まるような割合で砥粒・樹脂・充填材を混合し一夜(15~16時間)放置した。砥粒はA, WA, AZの三種類を重量で各20%ずつ混合割合を変え合計100%となるようにして全部で21種類の砥粒配合を作った。

成形：砥石1個あたり2枚の補強用ガラスクロスを入れプレス温度70℃で5分間予熱した後50 kgf/cm²の圧力で1分間プレスした。

硬化：前報⁸と同じ温度条件であるので概略だけ述べて、空気循環式加熱炉を使い最高温度185℃全加熱時間20時間で樹脂の硬化を行った。

2.2.2 研削性能試験

オフセット砥石の研削性能試験についてはJIS R 6212~15(解説)に試験条件が示されており、この実験においてもこれを参考にして表2に示すような条件を設定した。JISでは研削時間が15分となっているがこの実験で使用した砥粒は24番で研削量が大き

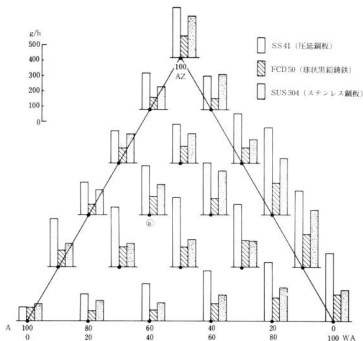


図1 砥石損耗量

い上に平形砥石をオフセット砥石用フランジに取り付けたため研削開始後約5分で砥石フランジが工作物に接触するようになるので適当な時間として4分を選んだ。

表2 研削性能試験条件

使用機械	電気スラックグラインダー 200 V 1.2 KW 無負荷回転数 6500 rpm
被削材	材質 SS41 FCD50 SUS304 寸法 幅10mm 長さ200mm
研削条件	研削荷重 5kgf 研削時間 4分間 研削角度 最大30° 最小20° 送り速度 4m/分

3. 実験結果と考察

砥粒配合量と研削性能の関係を被削材別図1～3に示す。図では三角座標の各頂点がそれぞれA, WA, AZ砥粒100%で、座標内の点は各頂点から遠ざかるに従って砥粒配合率が20%ずつ減少していくことを

示している。たとえば図1のⒶ点の砥粒構成は重量比でA:WA:AZ=40:20:40である。各点の上記その砥粒配合で作った砥石による研削試験結果を示している。

3.1 SS41の研削性

レジノイド砥石によるSS材の自由研削には、一般にA24Pが最適とされている。⁹⁾この実験でもA砥粒100%のとき、砥石損耗量が最も少なく、研削量もWA砥石には劣るものの、研削比ではWA砥石の3倍以上でこれを実証している。AZ砥粒の配合効果としては、他の報告⁷⁾とは一致してはいない。AZ砥粒の多い砥石ほど損耗量が大きいが、これはAZ砥粒のじん性が強すぎ、部分損耗より単粒のまま結合剤から脱落するのが原因と思われる。また結合度が硬いほど研削性がよいとも言えず、単粒による摩耗実験³⁾でも研削条件により、A砥粒よりAZ砥粒の方が摩耗が大きいが、必ずしも結合度のみが原因とは断定できない。AZ砥粒を配合しないA-WA 2種類の砥粒構成のほかに、WA砥粒の増加とともに砥石損耗量、

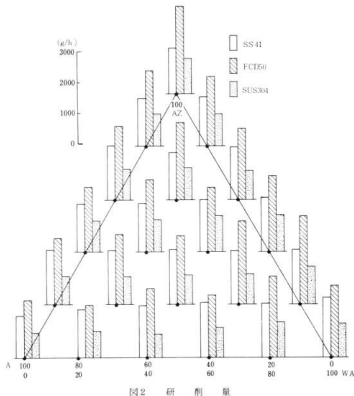


図2 研 削 量

研削量ともに増加する点は一般のビトリファイド砥石などと同様である。

3.2 FCD50の研削性

鋳鉄は均質なテストピースを数多く得ることが難しく研削試験の結果もSSのばあい比べてバラつきが大きくなっていると思われる。砥石消耗量はAZ砥粒が増加すると共に減少する傾向が見られAZ砥粒が80多の時最低となった。研削量はAの頂点からWA→AZへ向かって増加の傾向を示しており研削量を優先的に考えればWA:AZ=80:20の配合が最高となった。しかし研削量の増加と同時にデータのバラつきも大きくなっている。砥粒の脱落・目づまりが主な原因と思われるが定量的に把握していないのでこの点については後の機会に検討したい。

実験では鋳物に本来付随する黒皮やチル層などの研削に障害となる部分がテストピースから取り除かれて

いる点もあってFCD50の研削性は他の二つの材料に比べて良好であるが、実際に鋳物工場の現場で使用される場合にはこれらの障害に加えて工作物に鋳物砂が付着しており研削性は大幅に低下するはずである。しかし砥石の方から見れば、そのような悪条件下でこそジルコニア砥石の優秀性が発揮されるわけで、ある鋳物工場において従来から使用していたアルミナ砥石をジルコニア砥石に切り換えたところ砥石寿命が数倍になった実例を筆者ならば経験している。

3.3 SUS304の研削性

ステンレス鋼のなかでも生産量が多く広く一般に使用されているオーステナイト系の304を被削材に選んだが、難研削材の部類に属するステンレス鋼のうちオーステナイト系のものは加工硬化等により特に研削性の悪いことが指摘されている。この実験においても他の二つの材料に比べ研削性は劣る結果が得られた。ス

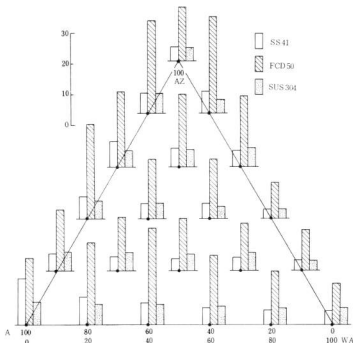


図3 研 削 比

テンレス鋼の研削には通常WA砥石が使われるが、WA砥粒にAZ砥粒の配合率を増加してゆくとAZ砥粒が20～40多で研削量は増加したが同時に砥石損耗量も大きくなるため研削比はむしろ低くなる結果となりAZ砥粒配合のメリットはなかった。

4. 結 言

40多ジルコニア-アルミナ複合砥粒と従来から使用されているA,WA砥粒の三種類の配合比率を変えたオフセット砥石を作製し研削性能を比較した。非常に狭い範囲内での実験であるので全体的な結論を出すことは不可能であるが、一応粒度24結合度P～Qに限定したばあいFCD50に対してジルコニア砥粒は優れた性能を示したが、SS41、SUS304については優秀性は認められなかった。SS材に対しては砥石結合度を上げることにより研削性の向上が期待できるものと思う。

文 献

- 1) 伊藤：窯業協会誌，72，144（1966）
- 2) 関川：砥粒加工研報，21（3），1（1977）
- 3) N. Claussen：J. Am. Cer. Soc.，59，49（1976）
- 4) P. A. Henderson：Int. Tech. Conf. Exhib. Abrasive Eng. Soc.，14，68（1976）
- 5) 松尾：精密機械，41（2），34（1975）
- 6) N. Claussen：Am. Cer. Soc. Bull.，56，559（1977）
- 7) 松尾他：精密機械，43（7），56（1977）
- 8) 藤本他：本報告，巻21，48（1978）
- 9) 竹中：研削砥石の使用法と選択，155（1971）

マグネシアセメント砥石の製造に関する研究(第2報)

マグネシアセメント砥石の硬化プロセスにおよぼす砥粒前処理の効果

清水 加津子

1. 緒言

マグネシアセメント砥石の製造は、ビトリファイド砥石やレジノイド砥石に比べて生産量も少ないが、特殊な作用を有するために、地道ではあるが、水結の生産の分野となっている。ビトリファイド砥石やレジノイド砥石の製造技術がほぼ確立されているのに比べ、未確立の点が多く残っている。マグネシアセメントのみの報告も出ているが、砥粒と複合させた材料に関する報告はあまり見られない。製造現場では、良質な製品となる原料の物性と是何かを把握することから始めなければならない。マグネシアセメントの報告は、酸化マグネシウムの物性および酸化マグネシウム、塩化マグネシウムと水との混合割合が、反応生成物¹⁾²⁾や強度³⁾⁴⁾を左右することを明確にしている。

そこで、酸化マグネシウムの原料受入れに際して、その物性の指針を確立しなければならないが、その前に一定の製造プロセスを定める必要がある。工業用のマグネシアセメント原料と、研削材溶融アルミナ質砥粒を配合して常温で凝結硬化する過程を調べ、成形体表面に塩化カリウムと塩化ナトリウムを多量検出した。それは、成形体の強度発現にも影響があると予想されたので、その対策として、砥粒を前処理して、強度の発現状況、内部の反応生成物を調べた。

2. 実験方法

2.1 試料

酸化マグネシウムは、富田製薬社製DIA(海水製)を用いた。その性状(富田製薬社の試験による)を表1に示した。熱分析によると350°C付近に $Mg(OH)_2$ による吸熱ピークが認められる。

表1 MgOの性状

MgO	90.56%	加熱減量	4.19%
CaO	1.35%	CFとして	1.53%
B ₂ O ₃	0.59%	SO ₃ として	1.56%
酸不溶解分	0.47%	活性値 ⁵⁾ (クエン酸反応時間)	2分43秒
乾燥減量	0.33%		

塩化マグネシウムは、富田製薬社製フレーク状の物を用い、 $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ として97.85%含有している。

白色溶融アルミナ質砥粒は、日本研磨材社製WA#220, ロット高6100041を用いた。X線回折分析により、 $\alpha-Al_2O_3$ の他に少量の $\beta-Al_2O_3$ を認め、電子顕微鏡観察で、扁平粒子の配入を確認した。

2.2 砥石試験片作成

砥石試験片は、WA砥粒200 μ 、MgO粉末114 μ 、33°Be(比重1.296)MgCl₂溶液186 μ を用いて、表2の順序で作成した。水洗処理したものは、廃水のpHも併記した。

表2 砥粒の前処理法と試験片作成

試片番号	一次水洗	二次水洗	MgCl ₂ 溶液	混合・圧縮	15分混合	30分混合	焼成条件
1	/	/	/	MgO 114 μ	MgCl ₂ 溶液 186 μ		300°C 1時間
2	pH 8.80	pH 8.85	/	MgO 114 μ	MgCl ₂ 溶液 186 μ		
3	/	/	MgCl ₂ 溶液 81 μ	/	MgO MgCl ₂ 溶液 114 μ 105 μ		
4	pH 8.80	pH 8.75	MgCl ₂ 溶液 81 μ	/	MgO MgCl ₂ 溶液 114 μ 105 μ		

水洗処理は、砥粒200 μ にイオン交換水(pH5.65)300ccを加え、1時間湯浴上加温攪拌、上澄液を傾斜除去後、再度イオン交換水を加え、常温で攪拌傾斜した。105°Cで乾燥し、以後の操作を行った。

MgCl₂浸漬処理は、砥粒とMgO等の付着を良好にするため、MgCl₂全量のうち一部を用いて予め砥粒を浸漬して一時間湯浴上加温し、時々発生する気泡を攪拌脱気する。室温まで冷却し、石川式攪拌播種機の磁製乳鉢に移し、MgOと残りのMgCl₂溶液を添加し混練した。MgCl₂浸漬処理しない場合は、砥粒とMgO粉末をガラス製円筒容器に入れ振盪混合後、磁製乳鉢に移し、MgCl₂溶液を添加して混練した。

鋳込用の型には、弾性率、硬度測定用として、36×21×98mmの長方形二連型枠(密封素付)、表面のX線回折測定用として、 ϕ 24×26mm円柱形型枠、砥

石内部の化合物の試験用として、 $\phi 50 \times 75$ mm カップを用いた。いずれもプラスチック製である。二連型枠には難型用白色ワセリンを薄く塗布し、試験片は凝結直後に脱型、表面の盛り上がり部分を削り取って調整し、一コは密封型枠容器に戻し、一コは $20 \sim 25^\circ\text{C}$ の大気中に放置した。密封容器保管のものは測定は、短時間ではあるが開封し容器外に取り出して行った。その他の型枠のものは、1週間位まで型枠と他の容器に密封保管し、以後は大気中に取り出した。

2.3 測定

X線回折分析は、理学電機製 KG-X型を用い、30 KV-15 mA, Cu-K α 線, 2θ $2^\circ/\text{min}$ の速度で $5^\circ \sim 60^\circ$ を走査した。物質は、ASTMカードで検索し、よく一致したものを同定した。生成物質の経時変化はASTMカードの $I/I_0 = 100$ のピークあるいは、安定した、より高いピークが得られる面間隔の強度で示した。物質と面間隔とASTMカード系を次に示した。MgO 2.106 Å (4-829), 5-1-8形オキシクロライド (5Mg(OH) $_2$ ·MgCl $_2$ ·8H $_2$ O) 4.13 Å (7-420), 3-1-8形オキシクロライド (3Mg(OH) $_2$ ·MgCl $_2$ ·8H $_2$ O) 3.87 Å (7-412), KC ℓ 3.146 Å (4-587), NaCl 2.821 Å (5-628), KMgCl $_3$ ·6H $_2$ O 2.93 Å (24-869)。

弾性率は、ベルギー、レーメンス・エレクトロニカ社製グリンド・ソニック測定器を用いた。

硬度は、ロックウェル硬さ試験機で、スケールLを用いて行った。

熱分析は、理学電機製サーモフレックスを用い、試料 20 mg, $10^\circ\text{C}/\text{min}$ の昇温速度で、常温 \sim 900 $^\circ\text{C}$ を走査し、加熱減量曲線および示差熱曲線を求めた。

内部組織の観察は、日本電子製走査電子顕微鏡 JSM-U3型を用い、長方形試験片に加圧して中央部の曲げ破断した個所から削り取った試料について、また、

靱粒周辺の観察は、靱石破片の粉砕物について、300 \sim 1000の倍率で行った。

アルカリの定量は、ジャーレル・アッシュ社製 AA-1型原子吸光・蛍光併用機を用い、ナトリウムは 5891 Å, カリウムは 7666 Å の波長で蛍光強度を測定した。

3. 結果と考察

3.1 弾性率と硬度

一般の研削砥石は、研削材靱粒、靱粒相互を結合する無機質又は有機質の結合剤と気孔の三要素から構成されているが、マグネシアセメント砥石は、研削材靱粒がマグネシアセメント結合剤の中に分散して硬化した一般構造体の複合材料に近い。研削材靱粒とマグネシアセメントの複合化を考慮する時、MgCl $_2$ が、MgOを溶解し、ゲル化を経て結晶化していく懸濁液と靱粒固体との界面を急須においた。酸化物表面が、pH一定の溶液中でZn $^{++}$ イオンやNH $_4^+$ イオンを吸着し、H $^+$ イオンを放出する事例⁵⁾を応用すれば、化学的に比較的安定な溶融アルミナ表面とマグネシアセメントの結合力を向上出来るのではないかと考えて、4種の処理方法(表2)で試験片を作成し、弾性率、硬度を測定して比較し、図1に示した。以後の図中表示および考察は全て処理方法の№で行った。3のように、アルミナ質靱粒をMgCl $_2$ 溶液に浸漬加熱処理したものは、弾性率が10日で40 KN/cm 2 近くになり、80日後でも変化が見られない。しかし、密封容器中に保管した場合、大気中に放置したものよりも多少低い傾向がある。4のように、靱粒を予め水洗してからMgCl $_2$ 溶液に浸漬加熱処理したものは、無処理の1、水洗処理だけの2よりは高くなり、15日で87 KN/cm 2 になり、80日後でもあまり変化がないし、保管方法による差も見られない。弾性率は1より2の方が多少高くなる

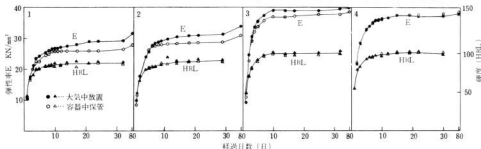


図1 砥石の弾性率と硬度の変化

とはいえ、1、2とも $MgCl_2$ 処理したものに比べて低く、30日後に30 KN/cm²前後になり、その後の長期間にわたって徐々に増加する傾向を示している。 $MgCl_2$ 浸漬加熱処理の際に多少の水分の蒸発があり、試験片密度に多少の差が出て、1~4の密度は各々2.13、2.13、2.18、2.21となったが弾性率への影響は小さい。

試験片表面の硬度は、保管方法による差は見られず、1、2は20日前後で $R_{H1.90}$ であるのに比べて3、4とも10~15日で $R_{H1.100}$ に到達し、以後安定している。

3.2 砥石試験片表面の析出物質

試験片表面での化合物の変化を図2に示した。 $MgCl_2$ 溶液が MgO を溶解しオキシクロライド化合物を生成するので、 MgO の減少が見られるが、1では他よりも急速なのは、他の化合物の急増による隠蔽作用とも考えられる。各種オキシクロライドの回折強度と

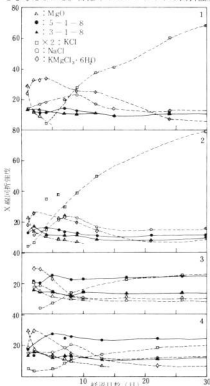


図2 砥石表面の化合物の変化

同程度かそれ以上に検出される物質の存在は、内部の未凝結物質が凝結し与らなかつた水と共に表面に浮上して順次析出し、その一部は変化することを示している。反応の進行につれ、 MgO は消失し、 $KMgCl_2 \cdot 6H_2O$ が出現し、数日で減少の傾向を呈すると同時に、 KCl は増加するが、1、2はこれが顕著で、3、4は少ない点が大なる差異である。 $NaCl$ は始めから存在し、1、2に多く3、4では少ない。オキシクロライド化合物は5-1-8形と3-1-8形が共存し、1、2ではほぼ同量で、3、4では5-1-8形が多いことが認められる。4ヶ月経過した表面のX線回折分析図を図3に示した。1、2では KCl 、 $NaCl$ が顕著に認められ、3、4では5-1-8形、3-1-8形と $NaCl$ が認められる。マグネシアセメントの表面に $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ の析出を観察した例¹⁾からすると、 KCl や $NaCl$ の多量な析出は意外であった。

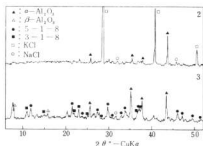


図3 砥石(4ヶ月経過後)表面のX線回折図

3.3 砥石中のアルカリの存在状態

砥石表面に移行するアルカリの量が、1~4で大差があるので、内部の残存量を調べた。

粉末化試料に水を10倍量、あるいは塩酸(1+1)を5倍量加え、1時間加熱溶解し、溶液中のアルカリを定量した結果を表3および表4に示した。

砥石試料は、1~4とも水不溶残分72~78%、水可溶分27~28%、塩酸不溶残分(砥粒)約42%、塩酸可溶分(結合剤)約58%で、ほぼ等しいが、可溶分中のアルカリ量は極めて興味深い値を示している。カリウム量は、1、2と3、4はそれぞれほぼ等しく、1、2より3、4が多い。砥粒水洗の影響はなく、 $MgCl_2$ 処理の影響を受け、内部のカリウム量が高まる。ナトリウム量は、1より2、3より4がそれぞれ少なく、水洗による減少を示し、1、2より3、4が多いのは、 $MgCl_2$ 処理による増加を示している。そ

表3 砥石(3ヶ月経過物)の水への溶解量とアルカリ溶出量

処理方法	砥石内部試料の重さg	不溶成分		可溶分		
		重さg	成分	重さg	Na, mg	K, mg
1	100	72.1	α-Al ₂ O ₃ β-Al ₂ O ₃ Mg(OH) ₂ 未知物質	27.9	477	392
2	100	73.1		26.9	282	413
3	100	72.8		27.2	833	438
4	100	72.3		27.7	516	434

表4 砥石(3ヶ月経過物)の塩酸への溶解量とアルカリ溶出量

処理方法	砥石内部試料の重さg	不溶成分		可溶分		
		重さg	成分	重さg	Na, mg	K, mg
1	100	42.6	α-Al ₂ O ₃ β-Al ₂ O ₃	57.4	502	400
2	100	42.1		57.9	257	388
3	100	42.3		57.7	838	444
4	100	41.8		58.2	527	445

してカリウムもナトリウムも共に、表面ではほぼ逆の傾向を示している。即ち、MgCl₂ 処理は、アルカリを内部に固定し、表面への移行を阻止する作用をなしている。それは、弾性率、硬度の向上と一致するが、これらは他の現象によるもので、それに付随してアルカリが増加したとするのが妥当と考えられる。

即ちNa₂Oを含むガラス繊維を塩酸性溶液中で塩化カルシウム溶液に浸漬処理すると、溶出するアルカリがCa⁺⁺と一部交換反応をし、これに亜硫酸ナトリウム溶液を添加して反応させると、ガラス繊維表面に亜硫酸カルシウムの強固な結晶膜が形成されるという事例⁷⁾と共通すると思われるからである。4種の処理方法を計測した時点では、砥粒をα-Al₂O₃として念頭に置いたが、β-Al₂O₃即ちNa₂O·11Al₂O₃の存在も考慮する必要がある。しかし、結合剤中の多量のアルカリは、アルミナ質砥粒から発生した量としては高すぎる。実際、砥粒を1.5倍量の水で1時間加熱した溶出量は、表5に示したように微量である。砥粒を試薬で1時間加熱した溶出量を表6に示した。塩酸へは絶対量は少ないが水に対するよりも溶出量が多い。MgCl₂ 溶液へのアルカリ溶出量は、

表5 アルミナ質砥粒の表6 アルミナ質砥粒の試薬への溶出アルカリ

アルミナ質砥粒の試薬	溶出量		砥粒の試薬	溶出量			
	Na, mg	K, mg		Na, mg	K, mg		
供試品	42	2.76	0	42	HCl(1+1) 100cc	3.89	痕跡
他のロットの品	42	2.18	痕跡	42	MgCl ₂ ·6H ₂ O 22.4g, 水100cc	78.0	448

表7 原料のアルカリ含有量

原料, g	Na, mg	K, mg
MgCl ₂ ·6H ₂ O 22.4	79.4	444
MgO 24	498	19.6
WA 砥粒 42	49.2	痕跡

表7に示したMgCl₂

・6H₂Oのアルカリ含有量に他ならない。原料のアルカリ含有量を表7に示したように、MgOはナトリウムを2多、MgCl₂・6H₂Oはカリウムを2多含有している。

砥石試料内部の多量のアルカリの出所はほぼ説明がつくが、それだけでは内部のナトリウム量の差は説明しつけない。

3.4 砥石の内部組織

砥石試料では、前処理の差によるオキシクロライド類の生成量や結晶構造に差が認められた。試料内部のX線回折を行うと、1~4ともその差は不明瞭で、結合剤部分は5-1-8形が占めており、NaClの存在も認められたが、3-1-8形は検出出来なかった。しかし熱分析を行うと、図4に示したように明瞭な差があり、アルミナ質砥粒42%含有試料の加熱減量性状は、100℃以上は1~4ともほぼ等しく、100~200℃間約10.4%減量、200~450℃間、約12%減量であるが、100℃以下の加熱減量が異なり、1, 2が3, 4より多い。未反応の水の存在を、1, 2は示差熱分析

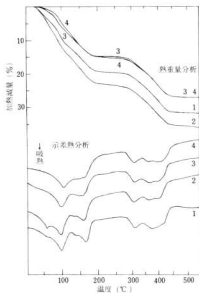


図4 砥石(80日経過後)の熱分析

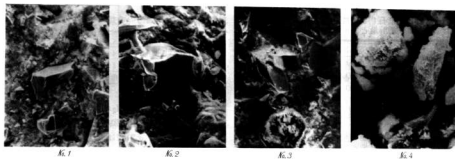


写真1 砥石破断面(1~3)と粉砕物(4)の電顕写真(約4ヶ月経過物)

曲線の60℃付近の吸熱ピークで示している。300℃、370℃、420℃の吸熱ピークは1~4ともほぼ同じで、240℃、1.5時間加熱処理しても殆ど変化しないが、100℃、150℃付近の吸熱ピークは1、2が3、4よりシャープで、100℃、1時間加熱処理すると先に平坦になる。240℃での加熱処理後は1~4とも200℃以下のピークは消失し、同時に5-1-8形も熱分解した。

約4ヶ月経過後の試験片の破断面を、破断直後に導電性被膜加工して観察した場合、生成した針状結晶が1、2では短かく微細だったが、3では長くて明瞭であった。写真1に示した電顕写真は、破断後半日以上経過して被膜加工したもので、結晶形の明瞭な差は確認出来ないが、破断面の砥粒の突出状態の差が確認出来る。1、2では破断時、砥粒が結合剤結晶と容易に剝離して元の姿で露出しているが、3では引張力に抵抗した形跡も見られ、露出した無傷な砥粒は結晶に全面被われている。砥粒表面の結晶膜が、結合剤母体との結合を高めていると見られるが、所々の砥粒の脱落した窪みは、結晶膜に被覆されない砥粒の存在を物語っている。4を個々の砥粒に粉砕した写真では、オキシクロライド結晶に取囲まれた砥粒の他に、裸の砥粒の存在が認められる。結晶膜に被覆されているものは熱水処理しても砥粒表面の結晶は、 $Mg(OH)_2$ その他に変わるだけで、依然強固に結合している。3の写真の下端中央に、長い針状結晶に取囲まれた球状の穴に全く異種不定形の結晶の物質が見られるが、アルカリかどうか確認はしていない。

4. 結 言

MgO 、 $MgC\ell_2$ 原料と溶融アルミナ質砥粒を混練してマグネシアセメント砥石を製造する場合、砥粒を予

め $MgC\ell_2$ 溶液に浸漬加熱処理することにより、弾性率は10日で40KN/ cm^2 近くまでなり、80日後もあまり変化がなく安定している。無処理の場合、初期の弾性率は低く、80日後に約80KN/ cm^2 になり、その後徐々に増加していく。砥粒を $MgC\ell_2$ で予め処理することにより、結合剤中に生成するオキシクロライドの結晶形が多少異なり、また MgO 、 $MgC\ell_2$ 原料が含有していたアルカリを砥石内部に固定する。無処理の場合は、砥石表面に塩化カルウムや塩化ナトリウムとして析出しやすい。 $MgC\ell_2$ 処理すると砥粒の一部がオキシクロライド結晶に被覆され、それが他の結合剤結晶母体との結合を高め、砥石の強度が向上したと考えられる。

謝辞 貴重な助言を頂いた名古屋工業技術試験所、松野外男、寺田召二両主任研究官に、走査電顕撮影に協力頂いた當場・土取功研究員に、工業原料を提供頂いた富田製薬株式会社に深謝いたします。

文 献

- 1) C. A. Sorrell, C. R. Armstrong, J. Amer. Ceram. Soc., **59**, 51(1976)
- 2) B. Matković, et al., J. Amer. Ceram. Soc., **60**, 504(1977)
- 3) J. J. Beaudoin, V. S. Ramachandran, Cem. & Conc. Res., **5**, 617(1975)
- 4) ŠKVÁRA F, FIALKOVÁ M: Silikaty, **19**(4), 339(1975)
- 5) 清水加津子, 興工試報告, **No 21**, 50(1978)
- 6) 小沢昭弥, 電気化学, **43**(11), 618(1975)
- 7) 清水紀夫, 柳田博明, 橋本甲四郎, 石膏と石灰, **No 158**, 17(1979)

金属分析法に関する研究(第7報)

原子吸光法におけるアルカリ塩類の干渉について(その3 ニッケルとコバルトの定量)

渡部 英雄[◎], 日色 和夫[◎]
 田中 孝[◎], 川原 昭宣[◎]

1. 緒 言

従来から鉄鉱石やケイ酸塩を分析する場合、試料の分解にアルカリ溶融法を用いると、大量のアルカリ塩類が試料分解溶液中に溶解しており、このアルカリ塩類の共存のもとで、原子吸光測定することが多い。

筆者らは、空気-アセチレン・フレームで、ニッケルやコバルトを測定するとき、少燃料フレームで測定すると、アルカリ塩類が共存する場合、著しい負の干渉のあることを見出した。

本報告では、この負の干渉現象について詳細に検討した結果をのべる。干渉の機構についてはまだ不明であるが、ニッケルやコバルトの定量に少燃料フレームは、アルカリ塩類の干渉があるため好ましくないという結論が得られた。

2. 実験方法

2.1 装 置

日本ジャーレル・アッシュ社製 AA-1 型, AA-8500 型および日立製作所製 518 型を使用し、バーナーは水冷式魚尾型バーナー及びスリットバーナー(スリットの長さ 10 cm)を使用した。ホローカソードランプは浜松テレビ社製のものを使用した。

2.2 試 薬

ニッケル標準溶液: 試薬特級塩化ニッケルを純水に溶解し、1000 ppm 溶液を調整した。塩酸を添加して、塩酸濃度を $1 \times 10^{-2} M$ とした。

コバルト標準溶液: 試薬特級硫酸コバルトを純水に溶解し、1000 ppm 溶液を調整した。硫酸を添加して、硫酸濃度を $1 \times 10^{-5} M$ とした。使用に際しては、この原液を適当に希釈して測定溶液を作成した。なお干渉現象を測定するため使用した試薬は、全て試薬特級品を用い、純水に溶解して使用した。

2.3 試験方法

容器 25 ml メスフラスコに、ニッケルまたはコバルト
 ◎ 日本分析化学会第 24 年會にて発表
 ◎ 工業技術院 大阪工業技術試験所

ト濃度が 5 ppm になるようにニッケル、コバルト標準溶液をとり、これにアルカリ塩類を添加し、純水で標線まで希釈する。空気流量は AA-1 型の場合は $7.0 \ell / \text{min}$ AA-8500 型, 518 型の場合は $13.0 \ell / \text{min}$ とし、アセチレン流量及びバーナー先端と光束中心間の距離(以下 B・H と略記)を変え、吸光度を測定した。電流値は 10 mA、測定波長はニッケルについては 232.0 nm、コバルトは 240.7 nm、なお各種添加塩類の分子吸収は全て補正した。

3. 実験結果と考察

アセチレン流量 $0.7 \ell / \text{min}$ とし、B・H および塩化ナトリウムの添加量を変えて、ニッケルに対する塩化ナトリウムの干渉を調べた結果を図 1 に示す。図 1 より次のような結果が得られた。ニッケル単独の場合、B・H の短い位置程吸光度は高く、B・H がどの位置で

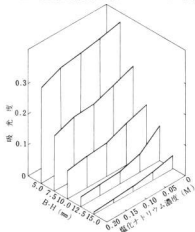


図1 塩化ナトリウムの影響
 AA-1型, Ni: 5ppm, 空気流量 $7.0 \ell / \text{min}$,
 アセチレン流量 $0.7 \ell / \text{min}$

も塩化ナトリウムの共存量が增大する程、吸光度は減少する。次にアセチレン流量を1.5, 2.0 ℓ/minとした場合には、塩類濃度が増大しても吸光度の低下は認められない。つきに各種アルカリ塩化物について検討した結果を図2に示す。図2はニッケルに対するアルカリ塩化物の干渉の様子を調べたもので、アセチレン流量0.7 ℓ/min, B・H 6 mmとした場合である。図2

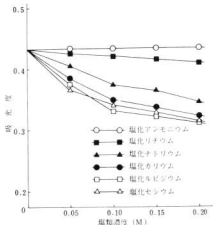


図2 アルカリ塩化物の影響

AA-1型, Ni: 5 ppm, 空気流量7.0 ℓ/min, アセチレン流量0.7 ℓ/min, B・H 6 mm

からわかるように、塩化アンモニウムは全く干渉を示さないが、アルカリ塩化物は共存濃度が0.05 M以上になると、著しい負の干渉を示し、その度合も塩化セシウム>塩化ルビジウム>塩化カリウム>塩化ナトリウム>塩化リチウムとなる。すなわち周期表の上から下に干渉の程度が大きくなっている。前報のニッケルの測定では、アルカリ塩化物の共存量が0.1 M以上にならないと、干渉は現れなかったが、アセチレン流量を少なくすることで、塩類の共存量が0.05 Mでも干渉が現れる。アセチレン流量を1.5, 2.0 ℓ/minと多燃料フレームにすると、この傾向はなくなる。

同様の実験をコバルトについて検討した結果を図3に示す。コバルトの場合は一例として、アルカリ塩類に硫酸塩を選び、塩類添加量を0.05 M, B・Hを種々に変化させて測定した結果である。図3より次のような結果が得られた。コバルト単独の場合は、ニッケルと同様B・Hの短い位置程吸光度は高く、B・Hがどの

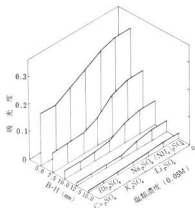


図3 アルカリ硫酸塩の影響

AA-1型, Co: 5 ppm, 空気流量7.0 ℓ/min
アセチレン流量0.7 ℓ/min

位置でも硫酸アンモニウムは全く干渉を示さないが、アルカリ硫酸塩は全て負の干渉を示し、その度合も硫酸セシウム>硫酸ルビジウム>硫酸カリウム>硫酸ナトリウム>硫酸リチウムとなり、アンチモン、²⁾ニッケルと同様、周期表の順に干渉の程度が大きくなることが理解される。またアルカリ硫酸塩と塩化物の干渉の度合を比較すると、前者の方が干渉が大きかった。

一方アセチレン流量1.5 ℓ/minと多燃料フレームでの、アルカリ塩類の干渉について検討した結果を図4に示す。図4は各種塩類添加量を0.05 Mとし、B・Hを種々変化させて吸光度を測定した結果である。図4より次のような結果が得られた。少燃料フレームに比べ、吸光度も高く、アルカリ塩類が共存しても、全く干渉が現れないので、アルカリ塩類共存下でのコバルトの測定には、アセチレン流量1.5 ℓ/minが最適である。

以上の干渉現象を確認するため、別の装置を用いて、塩化ナトリウムの添加量を種々変化させたコバルトの検量線を図5に示す。図5はB・H 8 mm, アセチレン流量2.0 ℓ/min, 空気流量13 ℓ/minと少燃料フレームの場合であるが、塩化ナトリウムの共存しない場合には検量線の傾斜は大きく、また塩化ナトリウム0.2 M共存のときには明らかに吸光度は低くなっている。アセチレン流量を3.0, 4.0 ℓ/minと増大させた場合はこのような変化は認められない。またB・Hを11.14,

17 mmとした時の傾向も全く同様である。

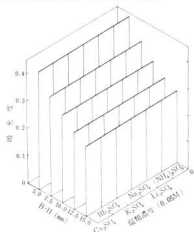


図4 アルカリ炭酸塩の影響

AA-1型, Co: 5 ppm, 空気流量 7.0 ℓ/min
アセチレン流量 1.5 ℓ/min

次にアルカリ塩類の共存と不存におけるフレイムのプロファイルの変化を調べるために、光源とフレイムの間に直径 2 mm の孔のあいた銅板をおき、フレイムの各部分の放射度を測定し、その値を中心線からの巾で表示した結果を図 6, 7 に表す。図 6 はアセチレン流量 0.7 ℓ/min と少燃料フレイム、図 7 はアセチレン流量 1.3 ℓ/min と比較的多燃料フレイムとした場合である。図 5, 6 より次のような結果が得られた。少燃料フレイムで塩類が共存しない場合、コバルト原子は中

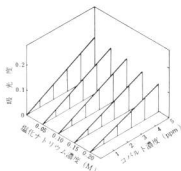


図5 コバルトの検量線

518 型, 空気流量 13.0 ℓ/min,
アセチレン流量 2.0 ℓ/min, B・H 8 mm

心部に集まり、塩類が共存すると巾がせまくなっていることがわかる。しかし比較的多燃料フレイムになると、フレイム中の原子は中心部では下部に、周辺部では上部に多く分布しているが、塩類の共存する場合としない場合について、フレイムのプロファイルの変化は認められない。

以上のように各種アルカリ塩類の干渉の様子を調べたが、さらに数多くの塩類について干渉の有無を検討し、これを一括して表 1 に示す。表 1 より各種アンモニウム塩、無機酸、セドラジン及び銅、カドミウム、亜鉛、アルミニウム塩類は干渉を示さないが、各種アルカリ塩化物、硫酸塩およびすべてのアルカリ塩類は一律に負の干渉を示す。さらにアルカリ土類金属塩、

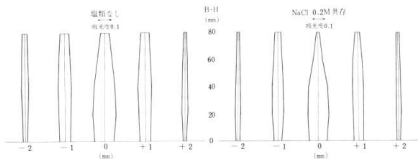


図6 コバルトのプロファイル

AA-1型, Co: 5 ppm, 空気流量 7.0 ℓ/min, アセチレン流量 0.7 ℓ/min

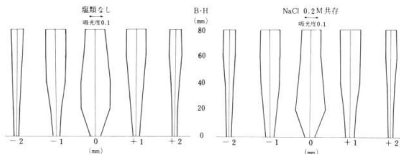


図7 コバルトのプロファイル

AA-1型, Co : 5 ppm, 空気流量 7.0 ℓ/min, アセチレン流量 0.7 ℓ/min

表1 各種塩類による干渉の有無

干渉なし	干渉あり
$MgCl_2, (NH_4)_2SO_4$	$LiCl, NaCl, KCl, HCl, CsCl$
CH_3COONH_4, NH_4NO_3	$Li_2SO_4, Na_2SO_4, K_2SO_4, Pb_2SO_4, Cr_2SO_4$
$(NH_4)_2CO_3$	$KF, KBr, KI, KClO_3, KClO_4, KIO_4$
HCl, H_2SO_4	$KNO_3, KNO_2, K_2CO_3, KH_2PO_4, K_2HPO_4$
$NH_4NH_2 \cdot HCl, NH_4OH \cdot HCl$	$KH-Tartrate, KH-Phthalate$
$ZrCl_2, GaCl_3, CuCl_2$	$MgCl_2, CaCl_2, SrCl_2, BaCl_2$
$AlCl_3$	$FeCl_3, MnCl_2$

鉄、マンガン塩類も類似の干渉を示す。この干渉の傾向は、どの原子吸光装置でも同様である。

なお陰イオンの干渉を調べるために、各種カリウム塩について調べた結果、フッ化カリウム、塩化カリウムの干渉は比較的小さいが、ヨウ化カリウム、ヨウ素酸カリウム、硝酸カリウム、硫酸水素カリウム、リン酸一カリウム、酒石酸カリウムナトリウム、重フタル酸カリウムなどは干渉が大きい。しかし陰イオンの干渉の様子には系統性はみられず、明瞭な傾向は見い出せなかった。

さらにこの種の干渉を防ぐため、各種の塩類を加えてその抑制効果を検討した。すなわちニッケル 0.5 ppm

に塩化ナトリウム 0.2 M を共存させ、これに各種干渉抑制剤を加えて、吸光度がもともにもどるかどうかが調べた。塩化ランタン、SDS、EDTA、ジメチルグリオキシム、オキシシ、硝酸アンモニウム、フッ化アンモニウム、過塩素酸アンモニウムなどの干渉抑制効果については、わずかにジメチルグリオキシムで吸光度の改善効果が認められたが、ほとんど抑制効果はなかった。

4. 結 言

以上の結果を要約すると次のとおりである。干渉のメカニズムについての結論は得られなかったが、一応少燃料フレイムの条件で負の干渉のあることが明らかとなった。この干渉は、各種の原子吸光装置で一樣に認められた。したがって、ニッケルとコバルトの測定では、各種塩類の干渉もなく吸光度も高い比較的多燃料フレイムを用いることが良いと考えられる。

文 献

- 1) 渡部他：本報告 №21 (1978), 54
- 2) 渡部：本報告 №19 (1977), 69

金属分析法に関する研究(第8報)

原子吸光法におけるアルカリ塩類の干渉について
(その4 銀の測定)

渡部 英雄, 日色 和夫^{*}
蔵本 範雄

328.07nm, 各種酸及びアルカリ塩類の分子吸収は全て補正した。

1. 緒 言

原子吸光法による銀の定量は, 銅, アルミニウム合金及び鉛合金中の微量の銀の測定が行われている。原子吸光法で銀を測定する場合のフレームとしては, 空気-アセチレン・フレーム, 空気-プロパン・フレーム, 空気-石炭ガス・フレームが用いられる。

銀はフレーム中で原子化温度が低いため, ほとんど干渉がないといわれているが, 空気-アセチレン・フレームだけでなく, 空気-水素・フレーム, アルゴン-水素・フレームを用いて酸及びアルカリ塩類の干渉について検討した結果, 酸及びアルカリ塩類の干渉機構については, 完全に解明できなかったが, 干渉のない酸濃度及び測定条件が得られたので報告する。

2 実験方法

2.1 装 置

日本ジャーレルアッシュ社製 AA-8500 型を使用し, バーナーは水冷式魚尾型バーナー(スリットの長さ10cm)を使用した。ホローカソードランプは浜松テレビ社製のものを使用した。

2.2 試 薬

銀標準溶液: 試薬特級硝酸銀を純水に溶解し, 1000 ppm溶液を調整した。使用に際しては, この原液を適当に希釈して測定溶液を作成した。なお干渉現象を測定するために使用した試薬は, 全て試薬特級品を用い, 純水に溶解して使用した。

2 試 験 方 法

容量100mlメスフラスコに, 銀濃度が4 ppmになるように銀標準溶液をとり, これに酸及びアルカリ塩類を添加し, 純水で標線まで希釈する。空気流量18.0 ℓ/minとし, アセチレン流量又は水素流量及びB・Hを変え, 吸光度を測定した。また同様にしてアルゴン流量18.0 ℓ/minとし, 水素流量及びB・Hを変えて吸光度を測定した。電流値は10 mA, 測定波長は

3. 実験結果と考察

3.1 酸濃度の影響

酢酸, 酒石酸の増感効果のあることは知られているので, 他の有機酸である乳酸, 酪酸, コハク酸, L-アスコルビン酸について検討したところ, これらの有機酸についても, 同様の効果が認められた。そこで無機酸である硝酸, 硫酸, 過塩素酸の影響について検討した結果を図1に示す。図1より次のような結果が得られた。酸濃度0.01M添加することにより, 各種酸は

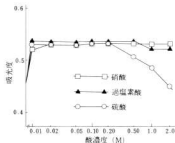


図1 各種酸濃度の影響

空気流量 18.0 ℓ/min, アセチレン流量 4.0 ℓ/min
B・H 10 mm

正の干渉を示し, 酸濃度0.2 Mまでほとんど同じ吸光度を示す。さらに酸濃度が高くなっても硝酸および過塩素酸は, ほとんど同じ吸光度を示す。硫酸については, 0.5 M以上になると吸光度は減少し, 2.0 Mでは酸を添加しない吸光度とほとんど同じ吸光度を示す。図1はB・H 10 mm, アセチレン流量 4.0 ℓ/minの場合であるが, アセチレン流量 3.0, 2.0, 1.5 ℓ/minとした場合も全く同じ傾向を示し, B・H 15 mmとして

も同様の傾向を示す。

硝酸濃度が0.5 M以上になると吸光度が減少しはじめるのは、フレイム中で銀の原子の一部が酸化銀となるために吸光度が減少するためと思われる。銀はニッケルやコバルトとは異なり、空気-アセチレン・フレイムでも酸の影響がある。アルゴ-水素・フレイムでの硝酸の影響については、空気-アセチレン・フレイムとは異なり、酸濃度が増すにしたがって吸光度は減少するが、酸濃度が0.2 M以上になるとほとんど変化しなくなる。以下の実験では、酸の影響を考慮して硝酸を添加し、硝酸濃度0.2 Mとした。

3.2 アルカリ塩類の影響

アルカリ硝酸塩の中で最も一般的な硝酸ナトリウムの影響について検討した。すなわち硝酸ナトリウムの添加量及びB・Hを変えて測定した結果を図2に示す。

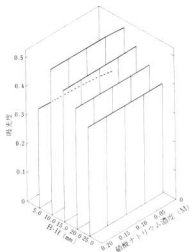


図2 硝酸ナトリウムの影響

空気流量 13.0 ℓ/min, アセチレン流量 4.0 ℓ/min

図2より次のような結果が得られた。銀単独の場合B・H 5mmの位置では最も吸光度が低く、B・H 10mmの位置では最も吸光度が高い。さらにB・Hが長くなれば吸光度は減少する。硝酸ナトリウムが共存することにより、B・H 5mmの位置でのみわずかに正の干渉を示すが、10mm以上ではほとんど影響はない。

B・H 5mmの位置で吸光度が低いのは、アセチレン流量 4.0 ℓ/minと多燃料フレイムであるため、フレイム

に入った直後では温度が低すぎて銀が完全に原子化されないためであろう。そこで干渉のあるB・Hを5mmと固定し、アセチレン流量及び硝酸ナトリウムの添加量を変えて検討した結果を図3に示す。図3より次のような結果が得られた。銀の吸光度は、アセチレン流量 2.0 ℓ/minの場合が一番高く、アセチレン流量が多くなるにしたがって、吸光度は減少する。硝酸ナトリ

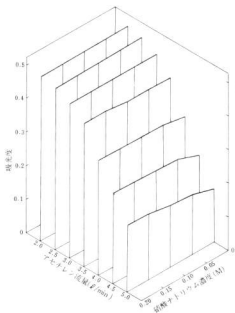


図3 硝酸ナトリウムの影響
空気流量 13.0 ℓ/min, B・H 5mm

ウムが共存すると、アセチレン流量が3.0 ℓ/min以下では全く干渉を示さないが、3.5 ℓ/min以上の場合には吸光度が増加する。これは硝酸ナトリウムが共存することにより、銀の原子化が促進するためと思われる。

そこで各種アルカリ塩類の影響について検討した結果を図4に示す。図4は塩類添加量を0.05 Mとし、アセチレン流量を種々変化させて吸光度を測定した結果である。図4より次のような結果が得られた。アセチレン流量がどの流量でも、硝酸アンモニウムは全く干渉を示さないが、各種アルカリ塩類が共存すると、アセチレン流量が3.0 ℓ/minでは全く干渉を示さないが、さらにアセチレン流量が増加するにしたがって、正の干渉が現われ、アセチレン流量 5.0 ℓ/minでもっとも

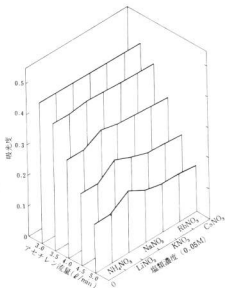


図4 各種アルカリ塩類の影響
空気流量 13.0 ℓ/min, B・H 5mm

では塩類の干渉は全くない。

アルゴン-水素・フレームでは、空気-アセチレン・フレームとは異り、B・Hの長い位置銀線の吸光度は

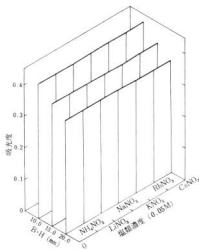


図5 各種アルカリ塩類の影響
空気流量 13.0 ℓ/min, 水素流量 6.0 ℓ/min

干渉が大きい。また干渉の度合も硝酸リチウム>硝酸ナトリウム>硝酸カリウム>硝酸ルビジウム>硝酸セシウムと周期表の順に従って、干渉が小さくなる。これはアルカリ金属酸化物の生成熱によるもので、フレーム中で生成した酸化銀が、アルカリ金属と反応して銀の原子化が促進するものと考えられ、鉄と同じようにアルカリ金属酸化物の生成熱が最も小さなりチウム塩が、最も干渉が大きいくことで理解できる。図4はB・H 5mmで測定したものであるが、B・H 10mm以上になるとアルカリ塩類の干渉は全くなくなる。銀の測定の場合多燃料フレームになる程アルカリ塩類の干渉が大きくなるということは、フレームの温度が低い程干渉が大きくなると思われる。そこで空気-アセチレン・フレームより温度の低い空気-水素・フレーム及びアルゴン-水素・フレームについて検討した結果を図5、6、7に示す。図5、6、7は各種添加塩類を0.05Mとし、B・Hを種々変化させて吸光度を測定した結果である。図5、6、7より次のような結果が得られた。

空気-水素・フレームでは、空気-アセチレン・フレームにくらべ銀の吸光度は低い、B・H 10mm以上

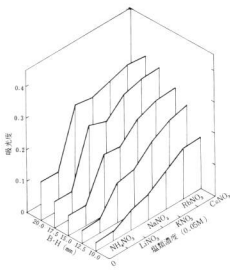


図6 各種アルカリ塩類の影響
アルゴン流量 13.0 ℓ/min, 水素流量 6.0 ℓ/min

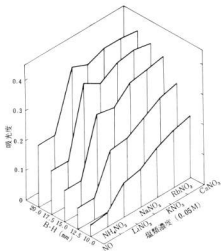


図7 各種アルカリ塩類の影響
アルゴン流量 13.0ℓ/min, 水素流量 4.0ℓ/min

高い。またB・Hのどの位置でも、水素流量 4.0ℓ/minのほうが6.0ℓ/minより吸光度は高い。硝酸アンモニウムの共存は、B・Hのどの位置でも全く干渉を示さない。アルカリ塩類が共存すると、B・H 10, 12.5 mmの位置では正の干渉を示し、干渉の度合は硝酸セシウム>硝酸ルビジウム>硝酸カリウム>硝酸ナトリウム>硝酸リチウムとなり、周期表の順に干渉が強くなり、空気-アセチレン・フレームとは逆となる。さらにB・Hの長い位置では正の干渉を示すが、各種アルカリ塩類の系統性は現れなくなる。

B・Hが長くなると吸光度が高くなるのは、アルゴン-水素・フレームは低温のため、B・Hの短い位置では銀の大部分が原子化をおこなないため、B・Hが長くなるにしたがって温度上昇をとめない、銀の原子化の

割合が多くなるためと推察される。つぎにアルカリ塩類が共存すると吸光度が増加し、硝酸セシウムが一番干渉が大きくなるのは、フレームの温度が低いためにイオン化干渉を起すとは考えられず、アルゴン-水素・フレームでの干渉機構の解明はできなかった。

アルゴン-水素・フレームで銀の測定は、吸光度も低く、また塩類共存下では、空気-アセチレン・フレームにくらべ干渉も大きいので、フレームとしては適当でない。

4 結 言

以上の結果を要約すると次のとおりである。

1. 銀の測定では、無機酸、有機酸の増感効果があるため、酸濃度の調整が必要であり、硫酸はフレーム中で硫化銀となるので好ましくない。
2. 銀単独の場合、アセチレン流量 2.0ℓ/min, B・H 5 mmの位置が最も吸光度は高い。
3. アルカリ塩類共存下では、アルゴン-水素・フレームは吸光度も低く、塩類の干渉も大きいので、フレームとしては適当でない。
4. B・H 5 mm, 多燃料フレームでは、アルカリ塩類の生成熱による正の干渉がある。
5. B・H 10 mm以上位置で測定すれば、空気-アセチレン・フレーム、空気-水素・フレームとも、どのような流量であっても干渉なく測定できるが、銀の吸光度を考慮すれば、空気-アセチレン・フレームを用いるのが良いと考える。

文 献

- 1) 高久他：分析化学 20 (1971), 188
- 2) JIS H 1121
- 3) 長谷川他：原子吸光分析 154
- 4) 渡部他：日本分析化学会第24年会講演要旨集 (1977), 311
- 5) 日色他：分析化学 4 (1975), 275

ステンレス鋼の溶接スケール除去剤について

清水 達磨，田谷 征雄
梶 岡 秀，蒲田 政信

1. 緒 言

近時、県内においてもステンレス鋼の特性を生かした用途の荷物溶接加工が増加している。溶接スケールは外観の低下とともに、ステンレス鋼本来の耐食性を損なう原因にもなるので、その除去が必要である。従来からオステナイト系は、硝酸-フッ化水素系、硝酸-塩酸系のペースト状塗布型の溶接スケール除去剤（以下、除去剤と記す。）が用いられているが、最近、蒸発しやすく、とくに人体に有害なフッ化物を含まない低有害性の除去剤が市販されている。そこで、従来のフッ化物系市販品4種類と非フッ化物系市販品3種類をとりあげ、溶接スケール除去性能、酸食減量、除去処理面の光沢度、表面あらさなどを比較するとともに、フッ化物系2種類の処理品洗浄廃水の中和による排水処理実験を行ったので、その結果を報告する。

2 実験方法

2.1 試 料

被処理材であるステンレス溶接試験片は、すべて、SUS304の厚さ1~2mmの板材を突き合わせ、TIG溶接したものを必要に応じ、切断して供試した。なお、溶接条件は、溶接電流120A、溶接速度150mm/min、溶加棒2mmφを用いた。

供試した市販除去剤の性状等とフッ素含有量、及びCOD負荷量を表1に示す。F、Gは粉末+液体又は白色結晶であるが、使用説明書に従ってペースト状塗布剤を調製して供試した。非フッ素系除去剤はフッ素系に比べ多いものでも300~500分の1のフッ素量しか検出されず、カタログどおり非フッ素系と言える。

除去剤の使用方法等は、特に記さないかぎり、使用説明書にしたがい、室温で処理した。

2.2 実験方法

2.2.1 溶接スケール除去性能

板厚1~2mmの溶接試験片を用い、スケール除去処理、水洗、乾燥後表面状態を目視観察した。

2.2.2 酸食減量、光沢度及び表面あらさ

SUS304の38×47×2mmの母材（原板）を鏡面研磨し、試験片とした。除去剤を塗布後、室温で所定の時間放置後、水洗、乾燥して各時間毎に1㎡当りの酸食減量、光沢度及び表面あらさを測定した。

光沢度：東洋理化製CH-1型測色色差計を使用し、鏡面研磨品を100多とし、45°鏡面光沢度を求めた。

表面あらさ：TAYLOR-HOBSON社製 TALY-SURF4型を使用し、縦×10000、横×20で測定、記録した。

2.2.3 除去処理品の耐食性

50×200×1mmの板2枚を突き合わせ、溶接した試

表1 供試溶接スケール除去剤の性状等とフッ素含有量及びCOD負荷量測定値

試料	性 状	塗布方法及び塗布量	塗 布 時 間	フッ素 (F ⁻)	COD負荷
非フッ化物系	A 緑色ペースト状	ヘラ、刷毛、3 m ² /kg	10~30分、気温で異なる。	0.13 g/kg	0.6 g/kg
	B 黄色ペースト状	刷毛、プラスチック、ナイフ	20~30秒後に吸湿性の布でふきとる。		
	C 乳白色ペースト状	懐かいたスポンジ、布でよく	3~10分後、布でふきとる。	0.05	8.5
フッ化物系	D 乳白色ペースト状	刷毛 7~10 m ² /kg	30~120分	67	16
	E 乳白色ペースト状	刷毛	20~60分	43	3.0
	F 白色粉末+液体+水 → ペースト調製	刷毛、スプレー	2~5分 (うすめ液 10~20分)	40	65
	G 白色粉末+白色結晶 +HNO ₃ +水→ペースト調製	刷毛	5~20分	46	26

試験片の溶接スケールを除去剤で処理、水洗、乾燥したものを、JIS Z 2371塩水噴霧試験方法に準じ、 $5 \pm 1\%$ NaCl、 $35^\circ \pm 1^\circ \text{C}$ で24時間噴霧し、サビ発生状況を観察した。

なお、処理品に対する不働態化処理の効果を調べるため、C、Eの二つについて、 $\text{HNO}_3(1+4)$ に、 $45 \sim 55^\circ \text{C}$ 、20分間浸漬¹⁾したものを同時に試験した。

2.2.4 刺戟臭、塗布性、保存性

これらは、官能検査で行った。保存性は、ペースト保管中のガス発生、粘性低下などで判断した。

2.2.5 排水処理実験

スケール除去にともない母材等の金属成分が溶解し、廃水は、低pHで、フッ化物、全クロム、鉄、ニッケル、COD成分などが含まれるので、水量が少なくても排水処理が必要である。

非フッ化物系に比べ問題の多いフッ化物系除去剤のE、G 2種類をとりあげ、表4に示す条件で、溶接スケールを除去し、少量の水道水で水洗し、全水量を10ℓとして供試した。廃水1ℓをピーカーにとり、中和剤に10% Ca(OH)₂懸濁液を用い、ガラス電極pH計でpHを7~11に設定し、20時間後に、上澄液を濾紙No.5Cで濾過した。濾液をJIS K 0102に準じ、試験した。金属成分は、日本ジャーレルアッシュ製A-8500原子吸光光度計を使用し、分析した。

3. 実験結果と考察

3.1 溶接スケール除去性能

スケール除去作用を単に化学的溶解力に求めるものと、非フッ素系のB、Cのように、除去剤中に酸類と研摩材を加え、化学作用と物理作用の双方でスケール

除去を期すものとあり、使用方法、塗布時間も表1のように異なる。

表2は、板厚1及び2mmの溶接片のスケール除去試験結果で、太線内は、使用説明書で指示された塗布時間を示す。板厚1mmであれば、完全にスケール除去できるものも板厚が2mmになると加熱される温度が高く、時間も長くなるためか、スケールも厚く、指示時間内では、完全除去がむずかしくなる。非フッ化物系に比べ、フッ化物系は良好であった。

3.2 酸食減量と処理品の表面状態

塗布型溶接スケール除去剤の主成分が酸類であることから、ステンレス鋼の酸食が生じる。これが大きいと、塗布面と塗布していない面の間に光沢、表面あらさなどに大きな差を生じ、外観が低下し、その補修が再研摩等工数の増加につながり好ましくない。

図1は、塗布時間と表面積1m²当りの酸食減量(%)を示し、図2、図3は、それぞれ、塗布時間と光沢度、表面あらさの変化を示す。

酸食減量は、Cの0.2%/m²・hからAの160%/m²・hと大きな差がみられ、これと、光沢度の低下、表面あらさの増大は密接な関係がある。

光沢は、塗布後10分間で急激に低下し、20分以後は大きな変化はない。

表面あらさも、酸食減量の大きいA、G、D、Fなどが粗く、B、C、Eは、試験前の表面あらさと大差なく、良好である。

これらからみて、塗布型の溶接スケール除去剤においても、性能の良い酸食抑制剤の使用が良好な表面状態を得るために大きな効果があると考えられる。

表2 溶接スケール除去性能の比較(上段 板厚1mm、下段 板厚2mm)

試料	塗布時間(分)						
	3	5	10	20	30	60	120
A	○	○	○	○	○	○	○
B	×	△	△	△	△	○	○
C	×	△	△	△	△	△	○
D	×	×	△	△	△	△	○
E			×	○	○	○	○
F				△	△	△	○
G			△	△	△	△	○

○:完全除去 △:四角等にわずかに残る ×:かなり残る

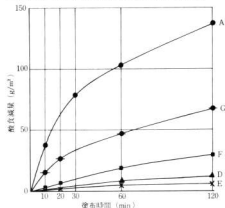


図1 溶接スケール除去剤による酸食減量(SUS304)

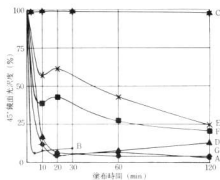


図2 溶接スケール除去剤による光沢の低下
(SUS 304 鏡面研摩品を100%とした)

3.3 溶接スケール除去品の耐発錆性

ステンレス鋼は、一般に、スケール除去酸洗により活性化され、サビが発生しやすくなるといわれる。除去剤の影響をみるため、処理、水洗、乾燥品及びC、EをHNO₃(1+4)に45~55℃で20分間浸漬し、不働態化したものを同時に2.4時間の塩水噴霧を行った。その結果、A及びBの熱影響部にわずかに赤さびを生じたが、良好なビード面には全く発錆はしなかった。しかし、不働態化処理の有無にかかわらず、除去剤が十分に水洗除去できない突き合わせ部の間隙、ビード欠陥部から発錆するものが多くみられた。

3.4 作業性について

スケール除去作業工程は、塗布面の溶剤脱脂などの予備洗浄、除去剤の塗布、擦り落し、水洗、乾燥などがある。このうち、最も問題となるのは、NO_x及びフッ化水素酸の蒸気のような有害ガスの発生で、Cを除き全般にかなり刺激臭が強い、とくに非フッ化物系のAは、褐色のNO_xの発生が著しく、ガス発生のため、仕上がり面がばたいた状態に酸食されているほどである。D

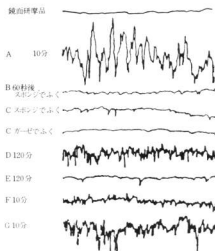


図3 溶接スケール除去による表面あらさの変化
(縦×10000、横×20)

E、などもフッ化物の刺激臭がかなり強い。

除去剤の塗布性は、C、Dを除き良好であるが、塗布後、反応の進行とともに発生ガスなどの力で剥落するものもある。

B、Cは、布、スポンジ等で溶接スケール部を擦る必要がある。Cは酸食減量も少なく、有害ガスの発生も少なく良いが、スケール除去に手間を要するので、小物で加工量が少ないものに適している。

以上の結果を、簡明にまとめ、表3に示す。現時点では、フッ化物の有害ガスを生じるもの、総合的には、Eが溶接スケール除去性能がよく、酸食減量が少なく仕上がり良好な点で、使用しやすいものといえる。

表3 オーステナイト系ステンレス鋼溶接スケール除去剤の評価(塗布時間は表1参照)

試料	溶接スケール除去性能		酸食減量 g/m ²	光沢度 (原板100%)	表面あらさ (R max)	塩水噴霧 (24時間)	刺激臭	塗布性	保存性
	軽度の変色	濃い変色							
A	○	△	37~79	20~30	2	△	×	○	×
B	△	×	<1	15~30	0.2	△	△	○	×
C	△	△	<0.2	95~100	<0.2	○	○	△	○
D	○	△	5~13	15	0.6	△	×	△	○
E	○	△	2~5	35~45	<0.2	○	×	○	○
F	○	△	6~10	20~30	0.3	○	△	○	×
G	△	△	9~27	20~30	1.0	○	×	○	×

注) ○:良い △:やや改良を要する ×:大いに改良すべき

3.5 排水処理方法

供試廃水を表4の条件で作り、廃水Eも10ℓに希釈して用いた。廃水量は、塗布面積1m²当たり約20ℓ、ビード長さ1m当たり1.5～2.1ℓと比較的少ないが、廃水Eでは、pH1.8、フッ素イオン850mg/ℓ、Fe109mg/ℓ、全クロム54mg/ℓ等含むので、排水処理が必要となる。

フッ素イオン除去を目的に、10%Ca(OH)₂懸濁液を用い、中和沈殿、濾過した結果を表5に示す。

Ca(OH)₂を中和剤とし、かつ、フッ素イオンを含有するため、短時間でpH調整したため、設定pH値と20時間後のpH値に大きな差を生じたが、T-CrはpH7で0.4mg/ℓ以下、T-FeはpH8で0.2mg/ℓ以下になり、フッ素イオンもpH7～11の全域で10～15mg/ℓまで処理できた。

排水処理施設は、回分式中和沈殿方式とし、pH調節は、小規模であれば、pH試験紙、連続式であれば、アンチモン電極をつけたpH計が必要である。攪拌装置、スラッジ脱水設備も規模に応じたものを設置する必要がある。

4. 結 言

オーステナイト系ステンレス鋼SUS304の薄板(厚さ1～2mm)のTIG溶接試験片を用い、低有害性の非フッ化物系3種類、フッ化物系4種類の塗布型溶接スケール除去剤の比較試験を行い、次の結果を得た。

- (1) 作業中、フッ化物の刺激臭があり、作業環境の保全に注意を要するが、スケール除去性能は非フッ化物系に比べフッ化物系がすぐれている。
- (2) 非フッ化物系には、酸とともに研磨材を含み、スケール除去に、布、スポンジ等で磨る工程が要求されるものや、保管中や、作業中に多量のNO_xガスを発生するものがあり、除去性能の向上とともに、改良すべき点も多い。
- (3) スケール除去剤の表面状態は、酸食減量と密接な関係にあり、すぐれた酸食抑制剤の添加が効果的と考えられる。
- (4) フッ化物系除去剤を使用した場合の洗浄廃水は水酸化カルシウムを用いpH8以上で中和凝集沈殿すれば、F、T-Cr、T-Feは容易に除去できる。

表4 廃水調整条件

試料	廃水 E	廃水 G
塗布時間	30分	20分
塗布面積	0.485 m ²	0.484 m ²
ビード長さ	4.76 m	4.78 m
塗布量	1299(3.76m ² /kg)	1569(3.10m ² /kg)
水洗水量	7.3 ℓ	10 ℓ

表5 排水処理実験結果

廃水	pH		分析値 mg/ℓ				
	設定	20時間後	COD	F ⁻	T-Fe	T-Cr	Ni
E	原水	1.8	35	850	109	54	15
	7	7.8	25	10	0.2以下	0.4以下	5.6
	8	8.0	24	10	〃	〃	1.9
	9	8.8	24	10	〃	〃	0.25以下
	10	9.4	26	15	〃	〃	〃
	11	9.8	25	13	〃	〃	〃
G	原水	2.4	258	600	430	208	50
	7	6.8	12	11	2.2	0.4以下	15
	8	8.4	15	11	0.2以下	〃	3.1
	9	9.0	15	10	〃	〃	0.25以下
	10	9.9	14	9.5	〃	〃	〃
	11	10.4	15	10	〃	〃	〃

- (5) 塗布型スケール除去剤は、フッ化物、非フッ化物系にかかわらず市販品毎の性能差が大きいのので、その選定は、慎重に行う必要がある。

終りにあたり、供試品を心良く提供していただいた奥野製業工業㈱、ディップソール㈱、真田商店㈱および、表面あらし測定にご協力いただいた当場中塩武之研究員に感謝の意を表します。

文 献

- 1) Metal Finishing Guide Book & Directory, 152 (1977)

加熱によるめっきスラッジ中のCNの挙動

梶岡 秀，清水達磨
田谷 征雄

1. 緒 言

青化亜鉛浴を使用する電気亜鉛めっき専業工場からのスラッジ中のシアンは、そのほとんどがシアン鉄錯塩（フェロシアン、フェリシアン）として存在している。¹⁾ 排水処理過程でクロム還元反応を経るとフェリシアンは還元されてフェロシアンになると考えられる。²⁾ いずれにしてもシアン鉄錯塩は熱的に不安定であることはよく知られており、焼却炉で加熱処理（約500℃）すれば分解してしまうと考えるのは妥当である。しかし、溶出シアン量は、生スラッジでは0.1 mg/ℓ以下であるが、焼却スラッジは規制値1 mg/ℓに近い値を示し問題となりはしている。

そこで、焼却スラッジの溶出シアン量がなぜ増大するのかを明らかにするために、スラッジと合成フェロシアン化第2鉄を用い、加熱によるスラッジ中のシアン錯塩の挙動を検討した。

2 実験方法

2.1 試料の調整

スラッジは脱水後約5kg採取し、機械攪拌してさらに約2kgをビニール袋に分取し、手で十分混練し均一化をはかった。完全な均一化のために、80℃以下で恒量化後乳鉢でパウダー状にした。（生スラッジと記さぬ場合、このスラッジのことを示す）。

フェロシアン化第2鉄は20% フェロシアン化カリ水溶液に飽和塩化第2鉄水溶液を加えて合成した。⁴⁾ 塩化第2鉄を10%過剰に加え攪拌後、濃紺色生成物をろ紙5Aでろ過し、約5倍量の水に混じりろ過した。風乾後80℃以下で恒量化した。含有CN量は理論量の84.4%である。

両者とも、熱分析の結果からは100℃以下での分解は見られず、150℃に加熱した時でも発生CNガスは2%以下であった。各試料の分析値を表1に示す。

2.2 加熱装置

試料の加熱及び発生CNガスの捕集装置を図1に、試料入れ磁製ボートの位置と電気炉内温度分布の関係を図2に示す。炉内温度は熱電対AとBで±10℃内

表1 試料のCN分析値

項目	含水率 (%)	T-CN (mg/g)	F-CN (μg/g)	溶出CN (μg/ml)
生スラッジ	79.2	0.95	16.3	0.07
(乾量換算)	0	4.78	96.5	0.45
焼却スラッジ	1.71	0.15	48.8	0.7
恒量化スラッジ	0	7.55	136	3.9
フェロシアン化第2鉄	0	395	2700	7.9

に定温を保ち、試料は磁製ボートの中心に置き、即座に管内のセンター定位位置に入れると同時に約0.5 ℓ/分の吸引速度で吸引した。一定時間後に磁製ボートをすぐに取り出し、デシケーターで放冷した。CN溶出用試料の作成は、図1と同型の装置（磁製管φ8.5cm L100cm）を用い、80分加熱した。

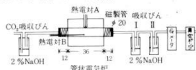


図1 スラッジの加熱装置

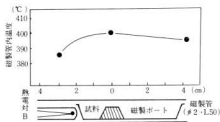


図2 試料位置と磁製管内温度分布

2.3 CN回収と分析法

フェロシアン化第2鉄を含むスラッジから蒸留法（JISK0102法）でCN回収する時は、その分取量の影響が大きく、14mg以下にする必要がある。⁴⁾ フェロシアン化第2鉄は酸性では溶解度が低いことがその原因と考えられる。秤量による試料の分取が困難な

表2 加熱及びシアン蒸留回収時の試料分取量

試料	分取量	加熱時(mg)	蒸留回収時(mg)
生スラッジ		1,000	全量
恒量化スラッジ		200	250℃以下では100
フェロシアン化第2鉄		200	250℃以下では10
CN蒸留回収試料	10～15g	F-CNの時	500

め、フェロシアン化第2鉄はアルカリ側で加水分解して溶解し、かつCNは安定に存在するという性質を考慮して次の分取法を用いた。

フェロシアン化第2鉄1.00gを2% NaOH 20mlで完全に加水分解後、水で500mlに定容後分取してCNを蒸留回収した。結果を図3に示す。りん酸、EDTA添加量の影響はほとんどなく、りん酸20ml、10% EDTA 20mlを加えた。なお、フェロシアン化第2鉄100mg秤量分取によるCN回収率は、加水分解定容後の回収率の約70%である。また、各試料の分取量は表2に示すが、すべての分取量はフェロシアン化第2鉄量の影響を無視できる範囲内である。

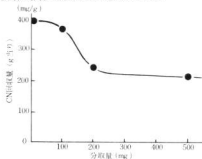


図3 CN回収に及ぼすフェロシアン化第2鉄分取量

CN分析にはJIS K0102法のピリジン-ピラゾロン法と硝酸銀滴定法を用いた。2% NaOHに吸収させた発生CNガスは蒸留回収をせずに分析した。CN蒸出法は環境庁告示13(昭和48年)に準じた。F-CN分析もJIS K0102法に準じた。

2.4 分析機器

熱分析は理学電機社製の示差走査熱量天秤を用い、10℃/分で走査した。X線回折分析も同社製のX線回折装置KG-X型を用い、Cu K α 線、30Kv-15mA励起、2 θ 4°/分の速度で走査した。

3. 実験結果と考察

3.1 熱分析及X線回折分析

フェロシアン化第2鉄と生スラッジの示差熱分析の結果を図4、図5に示す。図4のTG曲線から、フェロシアン化第2鉄は100℃までと220℃付近で重量の急激な減少がみられる。加熱による重量減の測定結果からは150℃までに10%、250℃までに37%の減少がみられた。さらに800℃に加熱しても約5%減少するのみでは一定である。DTA曲線は220℃付近で急激な発熱反応を示し、T曲線も約75℃余分に上昇する。この急激な発熱反応はフェロシアン化第2鉄の燃焼によるものと考えられる。

生スラッジの場合、150℃までに80%重量が減少し、220℃付近での減少はみられず800℃に加熱しても約5%減少するのみである。図5のDTA曲線から100℃付近で吸熱現象がみられるが、これは水の気化熱によるもので、約300℃での急激な発熱現象はスラッジ中の油分、光沢剤などの有機物の分解燃焼によるものと考えられる。220℃付近で発熱反応がみられないのは、シアン化鉄錯塩(フェロシアン化第2鉄)の含有量が少ないためである。

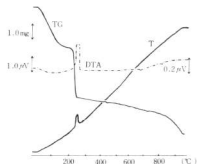


図4 フェロシアン化第2鉄の熱分析

フェロシアン化第2鉄のX線回折分析の結果から、100℃加熱ではフェロシアン化第2鉄のピークに全く変化はみられないが、800℃加熱ではフェロシアン化第2鉄ピークは完全に消失し、かわりに α -Fe $_2$ O $_3$ が生成する。400℃加熱では α -Fe $_2$ O $_3$ およびFe $_3$ O $_4$ に変化する。スラッジのX線回折分析では、フェロシアン化第2鉄のピークは全く認められない。

3.2 発生CNガス量に及ぼす試料分取量の影響

30分加熱した場合の発生CNガス量に及ぼす試料分

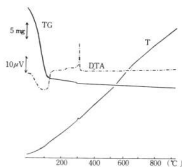


図5 生スラッジの熱分析

取量の影響の結果を表3に示す。坩製ボートは同じ大きさのものを用いた。2g分取した場合、200℃の低温加熱時に特に顕著であるが、表面付近は赤く変色するが内部は濃紺色が残ったままである。表3からも試料の単位重量当り空気との接触面積が大きいほど発生CNガス量が大きいことは明らかである。

フェロシアン化第2鉄の加熱分解は加熱温度とともに試料の空気接触表面積の影響が大きい。加熱時の試料の形状、試料を入れるための容器の大きさ・形状、さらに分取量の影響を充分に考慮する必要がある。

表3 発生CNガス量に及ぼす分取量の影響 (CNmg/g)

温度(℃)	試料分取量		スラッジ	
	0.2g	2.0g	0.2g	2.0g
200	36	15	0.62	0.43
250	34	23	0.81	0.48
300	34	23	1.4	0.67

3.3 発生CNガス量と残存CN量に及ぼす加熱時間及び温度の影響

フェロシアン化第2鉄が加熱分解すると最終的には図6に示すように、発生CNガス、CN酸化物、残存CNとなる。そこで、発生CNガス量と残存CN量を測定することによって、フェロシアン化第2鉄の熱分解に



図6 フェロシアン化第2鉄の熱分解過程

及ぼす加熱時間、加熱温度の影響をしらべた。その結果を図7、図8に示す。発生CNガス量は200℃で30分後で平衡に達し、250℃以上では10分加熱で平衡

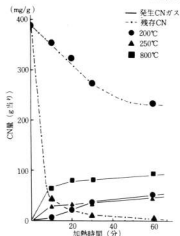


図7 フェロシアン化第2鉄の発生CNガス量と残存CN量に及ぼす加熱時間の影響

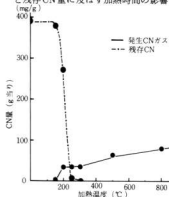


図8 フェロシアン化第2鉄の発生CNガス量と残存CN量に及ぼす加熱温度の影響

表4 フェロシアン化第2鉄の加熱分解量の割合(%)

項目	200℃		250℃		300℃	
	10	30	10	30	10	30
発生CNガス	2	9	7	9	17	20
残存CN	90	70	13	4	ND	ND
CN酸化(計算値)	8	21	80	87	83	80

に達し、その後はわずかに増加するのみである。図7は加熱時間30分のものであるが、150～200℃間で発生CNガスは急激に生成し、高温になるほど増加する。残存CNは200℃付近で急激に減少し、250℃で残存CNはほとんど分解してしまう。表4にそれらの割合を示す。250℃以上に加熱すると発生CNガス量は10%～20%、残りはCNが燃焼したと考えられる。

図9にスラッジの場合の加熱温度の影響を示すが、フェロシアン化第2鉄とはほぼ同様な挙動を示す。加熱時間の影響もよく似た挙動を示す。

なお高温加熱時の残存CN量を表5に示す。300℃加熱では60分加熱後でも両試料ともCN100 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以上が残存する。800℃加熱では10分後にCN2.5 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下になり、すべてのCNが溶出した場合でも0.25 mg/g 以下となる。

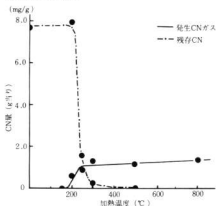


図9 スラッジの発生CNガス量と残存CN量に及ぼす加熱温度の影響

3.4 溶出CN量に及ぼす加熱温度の影響

試料分取量、試料入れ容器(ルツボφ10、高さ10)の違いにより、3.3の結果と同一に論じられない点もあるが、CN溶出に及ぼす加熱温度の影響の結果を図10に示す。CN溶出量は200～300℃間でピークとなる。500℃ではフェロシアン化第2鉄は0.76 mg/g 、スラッジは1.20 mg/g 、800℃では0.25 mg/g 、0.04 mg/g となる。また残存CN量に対する溶出CN量の比は高温加熱するほど大きくなる。またF-CN生成量に及ぼす加熱温度の影響は図10とはほぼ同様なパターンを示した。

これらのことは、フェロシアン化第2鉄は完全に分

表5 高温加熱時の残存CN量(CN $\mu\text{g}/\text{g}$)

試料	加熱温度(°C)	時間(分)	10	20	30	60
フェロシアン化第2鉄	300	1700	1000	850	310	
	500	55	15	5	2.5以下	
	800	2.5以下	2.5以下	2.5以下	2.5以下	
スラッジ	300	900	822	188	128	
	500	3.9	4.0	5.5	3.5	
	800	2.5以下	2.5以下	2.5以下	2.5以下	

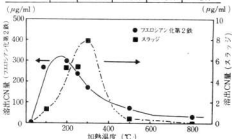


図10 溶出CN量に及ぼす加熱温度の影響

解しないまでもなんらかの熱変化をうけ、残存CNは溶出しやすいものに変化していると考えられる。

4. 結 言

以上のことをまとめると、(1)めつきスラッジと合成フェロシアン化第2鉄中のCNの加熱による挙動はよく一致した。(2)両者とも200～250℃で急激に分解し、一部はCNガスとなり、一部はCO₂、NO_xに燃焼すると考えられる。500℃では残存CNは $\mu\text{g}/\text{g}$ オーダーまで減少する。(3)試料の形状、大きさなどの分解速度に及ぼす影響は無視できない。空気との接触面積が大きいほど分解は速くなる。(4)加熱すると完全に分解しないまでも熱変化をうけてCNは溶出しやすくなる。200～300℃で溶出CN量はピークに達する。(5)高温加熱時の残存CNはその大部分が溶出する。

含有シアンスラッジを焼却して、溶出CN量を規制値以下にするためには、加熱条件としては600℃、30分以上で加熱分解することが最低必要である。

文 献

- 1) 大坪: PPM, 72, (1966)144
- 2) 酒井: 興工業試験場報告, 17, (1974)78
- 3) 鳥居: 化学大辞典, 8, (1969)256
- 4) 永上: 工業用水, 174, (1972)85

昭和54年10月5日印刷

昭和54年10月15日発行

編集発行 広島県立呉工業試験場

〒737 呉市西中央3丁目6-21

TEL 呉局(0823)④6438㊦

支場 〒720 福山市山手町砂畑

TEL 福山局(0849)④2732

印刷所 松広印刷株式会社

呉市東中央3丁目4-4

TEL ②2175・③0989