

# 呉工業試験場報告

No. 15

December, 1972

## 目次

### 一般文一

- |                                       |                                    |     |
|---------------------------------------|------------------------------------|-----|
| 1. 水噴式塗装ブース廃水の処理について                  | 丸下清志, 藤本宗之, 山原康男                   | 1   |
| 2. 熱プレス成形法によるFRP製品の成形技術に関する研究         | 高崎宗利, 好満芳邦, 東正十郎, 関 守雄, 浦原敏博       | 6   |
| 3. メッキ廃泥に関する活用化について                   | 木原 博, 金本 正, 浜岡英男                   | 18  |
| 4. メッキ廃泥の赤レンガへの利用について                 | 木原 博, 森田健次, 清水加津子, 浜岡英男            | 21  |
| 5. 赤レンガ原土の熟成効果について                    | 木原 博, 金本 正, 浜岡英男                   | 24  |
| 6. 球状黒鉛銅鉄のかたさと当金の影響について               | 橋本幸則, 世良時夫, 小林賢治, 新田 明             | 29  |
| 7. 生型砂の粘土含管理について                      | 世良時夫                               | 32  |
| 8. 高硬度試料のかたさ換算関係におよぼす炭素量, 組織差の影響      | 新田 明, 石田 節, 今井秀孝                   | 37  |
| 9. 無響室の音響特性について                       | 大下 巖, 斯波信雄                         | 44  |
| 10. 振動測定換算定基準の検討                      | 松垣和生, 大下 巖                         | 49  |
| 11. キュボラの鳴動現象について                     | 世良時夫, 中塩武之, 内藤達也                   | 53  |
| 12. 遮音棚の实效について模型実験の試み                 | 中塩武之, 斯波信雄                         | 59  |
| 13. SUS304オーステナイト系ステンレス鋼の旋削について       | 正岡 忠, 片岡 豊, 南良良治, 山崎隆志, 吉濤晋祐, 兼広二郎 | 66  |
| 14. 還元剤内装ドライボールを用いた小型炉による製鉄実験         | 西川浩成, 田中 稔                         | 104 |
| 15. マイクロウエーブの鋳造への利用その2                | 原 信彦                               | 111 |
| 16. 冷間鍛造品の浸炭におよぼす潤滑用化成皮膜の影響           | 加城正義, 武田英紀                         | 115 |
| 17. 潤滑用リン酸亜鉛皮膜の耐熱性                    | 加城正義, 清水加津子                        | 119 |
| 18. やすりの高周波焼入れについて                    | 横山宏樹, 鈴木 寛, 石田 節                   | 123 |
| 19. 薄鋼板の浸炭焼入性に関する研究                   | 鈴木 寛, 加城正義, 井上中樹                   | 127 |
| 20. 素材の時効硬化処理について                     | 横山宏樹, 加城正義, 石田 節                   | 134 |
| 21. 針型の耐久度について                        | 丸山信行                               | 137 |
| 22. ノーガスアーク溶接の施工法について                 | 野地英治, 瀧田政信, 芳野光利, 片山義孝             | 143 |
| 23. 炭素鋼の曲げ強さにおよぼす熱処理の影響               | 芳野光利, 瀧田政信                         | 149 |
| 24. 溶液中のppbオーダーのカドミの共沈—抽出濃縮による原子吸光定量法 | 広和 尚, 日色和夫, 田中 幸                   | 153 |

広島県立呉工業試験場

# 正誤表

ページ	図番	誤	正
26P	図18	切前抵抗(逆り分力時)	切前抵抗(主分力時)
27P	図22	切前抵抗(逆り分力時)	切前抵抗(背分力時)
27P	図23	切前抵抗(逆り分力時)	切前抵抗(背分力時)
27P	図24	切前抵抗(主分力時)	切前抵抗(背分力時)
28P	図29	切前抵抗(逆り分力時)	切前抵抗(背分力時)
29P	図30	切前抵抗(逆り分力時)	切前抵抗(背分力時)

# 化学的公害に関する研究 (第9報)

## 水膜式塗装ブース廃水の処理について

丸下 清志, 藤本 宗之, 山根 康男

### 1 緒 言

工業製品を大量に製造している工場では、流れ作業で吹付け塗装をおこなっており、乾式水膜式の塗装ブースが必要である。

水膜式の塗装ブースを設置している工場からは、水洗ブース廃水として有機物濃度の著しく高いものが排出される。有機物としては水に不溶性の塗料粒と水溶性の溶剤が含まれており、塗料粒は分離装置により簡単に除去できるが溶剤は分離することができない。

溶剤を含む廃水は、CODやBODが高くなり水質汚濁防止法の規制値以下に稀釈して排出しているのが現状である。水洗ブース排水の処理法として稀釈によるならば容易ではあるが問題が残る。その他の処理法としては焼却処理法と生物処理法が考えられるが、汚泥生成量が少なれば生物処理法が有利である。

そこで、最近プラスチックをろ床に用いた散水床が開発されたので、塗装ブース廃水の処理に活用できないものか、廃水性状の分析と簡単な基礎実験をおこなった。

### 2 実験方法及び試料

#### 2.1 試 料

アミノアルキッド樹脂塗料を溶剤と10:3の割合で配合する、塗装工場の溶剤成分を表1に示す。

被塗物の温度が低い製品にはブタノール、高い製品にはブチルセロソルブを溶剤構成成分として各々10%程度配合している。水に溶解性の大きいものは両者だけであり、水洗ブース廃水の成分は塗装ブース廃水Aではブタノール、Bではブチルセロソルブが原因物質となる。

水洗ブース廃水の性状を表2に示す。

人体に有害な重金属は排水基準以下であるが、COD、BODの規制が必要である。

廃水性状は作業内容により変動する。溶剤の洗浄水への溶解程度を経日変化で調べた結果を表3に示す。

水に対する原因物質の溶解性の差がCOD汚染濃度の最大値にあらわれる。

表1 溶 剤 成 分 の 割 合

	塗装ブース A (%)	塗装ブース B (%)
ナ フ サ	45	45
キ シ ロ ー ル	45	45
ブ タ ノ ー ル	10	
ブ チ ル セ ロ ソ ル ブ		10

表2 廃 水 の 性 状

	塗装ブース A	塗装ブース B
pH	7.4	7.2
色	灰白色	灰白色
透 視 度 (cm)	4.0	4.5
COD (ppm)	510	2100
COD (K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> ) (ppm)	2100	6900
BOD (ppm)	1300	5100
SS (ppm)	5以下	5以下
全蒸発残留物 (ppm)	600	840
全強熱残分 (ppm)	85	73
全N (ppm)	—	—
全P (ppm)	1.3	2.3
Cu (ppm)		0.3以下
Pb (ppm)		0.1以下
Zn (ppm)		0.47
全Cr (ppm)		

表3 水 洗 水 の 経 日 変 化

循環水洗日数 (day)	塗装ブース A COD (ppm)	塗装ブース B COD (ppm)
1	350	500
2	500	1400
3	600	2400
5	630	2150

## 2.2 実験装置

図1に示す内径 46 mmφ 長さ 100cm のポリカーボネート製の円筒に、外径 45 mmφ ポリプロピレン製のテラレットパッキングを70個充てんした装置。

上部より空気圧縮機または90%酸素発生装置で(0.4 l/min)送入しながら、廃水を前導用送液ポンプで(0.5

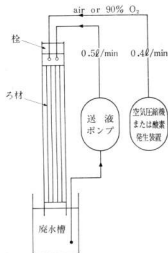


図1 実験装置

表4 処理水の性状

pH	8.1
色	灰白色
透視度 (cm)	10.0
COD (ppm)	52
COD除去率 (%)	90
BOD (ppm)	37
BOD除去率 (%)	97
SS (ppm)	61

l/min) 繰り返しろ床に接触させ23時間毎に全量交換した。

## 2.3 生物被膜

2 l のペプトン-グルコース等量混合液 (BOD, 2000 ppm) を培養液とし、活性汚泥 100 ml を加え23時間ろ床に接触させた。以後23時間毎に 500 ml を残し 2 l の培養液を交換3週間馴養して被膜を着床させた。

## 2.4 分析方法

JIS K-0102 の方法による。ただし処理液の分析は5 A のろ紙でろ過したものについておこなった。

生物被膜の重さは、カーボネート製円筒重量を排水停止30分後秤量して算出した。

## 3 実験結果と考察

### 3.1 塗装ブース廃水Aの処理について

水模式塗装ブースではスプレーガン1個につき、1~2 ml の洗浄水を循環排水するが、作業者の不快感が強いために原則として終業時に全量交換している。

表3より、ブタノールを原因物質とする塗装ブース廃水Aは、COD最大汚染濃度が 600 ppm 程度であるからCOD 510 ppm の廃水を試料として処理実験をおこなった。

廃水Aの処理量は3 l、ろ床容積に対するBOD負荷量を 2.6 kg/m<sup>3</sup>·day とした。水洗ブース廃水は表2より生物処理に必要なNとPを含有しないので、尿素、リン酸第1カリを BOD : N : P = 100 : 5 : 1 の割合になるよう添加した。実験時水温は 18~25°C であった。

COD除去率の経日変化を図2に示す。除去率90%に達するのに10日以上の日数を要したが、初日からSS、透視度はほぼ一定した良好な性状を示した。12日経過23時間処理後の水質の性状を表4に示す。透視度は10に上昇しSS生成量は 60 ppm と非常に少ない。

pH 及びCOD除去率の経時変化を図3に示す。8時間の処理で pH は 7.9~8.1 に上昇し、COD除去率は 85% になり、23時間後には90%の除去ができた。大部分のCODの除去は6~8時間で完了し、以後23時間まで処理効率の伸びは小さい。

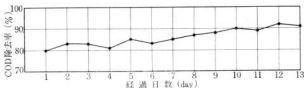


図2 COD除去率の経日変化



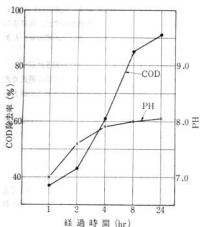


図3 PH及びCOD除去率の経時変化

### 3.2 塗装ブース廃水Bの処理について

#### 3.2.1 窒素、リン添加の効果

N, Pを含有しない汚染濃度がCOD, 520 ppmの塗装ブース廃水B (処理量 3 l, BOD負荷量 2.6 kg/m<sup>3</sup>·day) へ、栄養源として尿素、リン酸第1カリをBOD:N:P=100:5:1の割合で添加, COD除去率, pH, ろ床被膜重量の変化を調べた結果を図4に示す。

N, P無添加ではろ床生物被膜重量は減少, COD除去率60%, pHは4.2まで減少した。

N, Pを添加すると処理水性状は好転, ろ床生物重量は230g, pHは8.1に安定, COD除去率についても90%以上に達した。

この結果より, 塗装ブース廃水の生物処理には適当量の栄養源の添加が必要であることがわかった。

#### 3.2.2 流量の影響と触媒送入の効果

表3から, 塗装ブース廃水Bは1日の作業では汚染濃

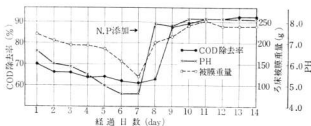


図4 N, P 添加の効果

表5 通脱処理実験の結果

項目	条件	経過日数 (day)								
		1	2	3	4	5	6	7	8	
pH	a	7.9	7.8	8.1	8.0	8.1	8.1	8.1	8.1	8.2
	b	7.6	7.7	7.9	7.9	7.9	8.0	8.1	8.1	8.1
	c	7.7	7.9	8.1	8.1	8.1	8.1	8.1	8.1	8.2
色調	a	淡黄色	〃	〃	黄味灰	〃	〃	〃	〃	〃
	b	黄味灰	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃
	c	黄味灰	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃
生物被膜重量 (g)	a	200	215	240	245	235	235	230	230	
	b	200	250	305	315	325	325	315	300	
	c	165	165	185	185	190	200	194	215	
COD (ppm)	a	193	63	57	48	48	42	40	40	
	b	87	31	32	23	26	21	24	24	
	c	167	140	30	50	56	55	45	52	
COD 除去率 (%)	a	63	88	89	91	91	92	92	92	
	b	67	88	88	91	90	92	91	91	
	c	68	73	94	90	89	89	91	90	

度COD 500ppm 程度であるが、作業内容により 2000 ppm 以上になる可能性がある。処理条件には条件Ⅰとして、COD 520 ppm の場合と、条件Ⅱとして 2100 ppm の場合を検討した。

条件Ⅰでは負荷量 (2.6 kg/m<sup>3</sup>·day) 一定とした、a. (曝水 3 日, 空気送入), b. (曝水 3 日 を水で 6 日に希釈, 空気送入), c. (曝水 3 日, 酸素送入) の場合について、液量の影響と酸素送入の効果と比較した。

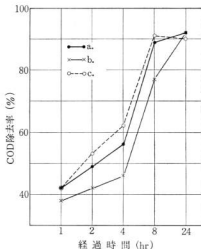


図5 COD除去率の経時変化

連続処理実験の結果を表5に示す。処理水はいずれも3日経過後から安定した良好な性状を示すが、負荷量が同一でもろ床被膜の重量は液量の多い方が増加量が大きく、酸素を送入したものは小さい。

8日経過後COD除去率の経時変化を図5に示す。

8時間の処理では液量の多いものが除去率が最低であり、液量と同じなら空気より酸素を送入する方が除去率が高い。

23時間処理後の水の性状を表6に示す。COD除去率はいずれも90%に達した。酸素を送入した場合には、処理水のSSが非常に少なくなるが透視度は最低となっている。これは図5より、8時間の処理ですでにCOD (BOD) 成分が除去され負荷量が小さくなるため、生物被膜が自己酸化され菌体の分解により着色したものと考えられる。表5からも、ろ床被膜重量増加が小さく最も軽いことより同様のことが考えられる。

条件Ⅱでは負荷量 (10.5 kg/m<sup>3</sup>·day) 一定とした、

表6 処理水の性状

	a	b	c
pH	8.2	8.1	8.2
色調	黄味灰	黄味灰	黄味灰
透視度	8.0	11.5	6.5
SS (ppm)	96	75	5以下
COD (ppm)	40	24	52
COD除去率 (%)	92	92	90
BOD (ppm)	48	36	57
BOD除去率 (%)	96	96	95

表7 連続処理実験の結果

項目	条件	経過日数 (day)							
		1	2	3	4	5	6	7	8
pH	d	8.1	7.9	5.0	5.0	5.4	—	—	—
	e	7.8	7.8	5.1	7.6	7.7	7.9	8.0	7.9
	f	7.8	7.8	4.8	7.8	7.7	7.9	8.0	8.2
色調	d	明るい茶灰	灰白	※	※	※	—	—	—
	e	黄味灰	※	※	※	※	※	※	※
	f	黄味灰	※	※	※	薄黄茶	※	※	※
生物被膜重量 (g)	d	105	105	120	115	105	—	—	—
	e	285	315	340	365	385	335	335	335
	f	215	235	240	240	240	240	240	240
COD (ppm)	d	950	1000	890	1200	1300	—	—	—
	e	390	300	750	550	470	420	450	530
	f	930	990	1300	1400	1300	500	550	630
COD除去率 (%)	d	55	52	58	42	38	—	—	—
	e	63	72	29	48	55	60	57	50
	f	56	53	37	32	40	76	74	70

d. (廃水3ℓ, 空気送入), e. (廃水3ℓを水で6ℓに稀釈, 空気送入), f. (廃水3ℓ, 酸素送入) の場合について, 流量の影響と酸素送入の効果を比較した。

連続処理実験の結果を表7に示す。処理水はいずれも3日経過後には pH 5 程度まで下がり, COD除去率が非常に小さい。

d の場合は, pH が低下し生物被膜が剥落してしまった。

e, f の場合は, 一度低下した pH, 生物被膜重量は条件1の b, c と同程度に回復安定したが, COD除去率が e で50%, f で70%と非常に低い。

空気より酸素を送入する方が処理水の性状が良好であるが, 処理水の色調に濁りを帯びた黄茶色が強く不快を感じさせた。

#### 4 結 言

水洗ブース廃水の処理法として, プラスチック散水ろ床に注目し, 基礎実験をおこなった。

本実験の結果得られた結論をまとめると次のようになる。

1. アミノアルキッド樹脂塗料溶剤構成成分として, プ

タノールを配合した場合 水洗ブース廃水は COD630 ppm, ブチルセロソルフを配合すると 2400 ppm まで汚染される。

- ろ床に対する BOD 負荷量  $2.6 \text{ kg/m}^3 \cdot \text{day}$  で処理をおこなうと, COD90%, BOD95%以上の連続した回分処理が可能であり, 処理水量は  $2 \text{ m}^3/\text{m}^3 \cdot \text{day}$  が適当であった。
- 処理水の性状は滞留時間が長い (23時間で全量交換する回分方式) ので, SSは非常に少ないが色調にはさらに配慮を要する。
- 酸素送入による処理時間の短縮ができる。日間回分回数を増加すれば処理水量の増大も可能である。

終りに本実験に対して酸素発生装置の試供をいただいた弘福開発株式会社にお礼を申し上げる。

#### 文 献

- 平井他: プラスチックス散水ろ床法による産業廃水処理に関する研究(第1報), 工業用水, 12 (1971) 159.

## FRPの成形と物性に関する研究(第7報)

## 熱プレス成形法によるFRP製品の成形技術に関する研究\*

高崎 宗利, 好満 芳邦, 東 正十郎  
関 守雄, 浦原 敏博

## 1. 緒 言

石油化学工業の発展とともにプラスチックの需要は著しく拡大してきたが、中でもFRP(Fiberglass Reinforced Plastic)は機械的性質などの良好なことから、従来よりの材料である金属、木材およびその他の無機材料の分野にまで広く応用されている。

本来、FRPはハンドレイアップ法(手積法ともいう)という前近代的な作業法により、工数が高いため生産性が低く、かつ一品ごとの品質バラツキの大きい欠点も持っている。また、労働力の不足、樹脂およびガラス繊維を取扱う作業環境による作業者の忌避があるが、FRPの用途拡大につれて少品種多量生産が要求される傾向にある。

従来のハンドレイアップ法を一段と合理化した機械成形の一方法である熱プレス成形が、近時、浴槽、浄化槽および自動車部品などに応用されつつある。

本研究では、FRPの熱プレス成形法の採用にあたって、成形原料としてすでにブラブレグされたSMC<sup>1)</sup>(Sheet Molding Compound)を用いて、SMC材料の強度メンバーであるガラス繊維の流れおよび分散の強度におよぼす影響について、写真に示す電気加熱方式による100トン油圧プレスを用いて、浴槽部品である風呂敷板

にて平面状の成形品の成形条件を検討したのも、角型状成形品の成形金型により、熱プレス成形法によるSMC材料の成形条件を把握するものである。

平面的な風呂敷板の成形実験の結果、SMC材料による平面的な成形品は平坦な流れがほとんどであるため、成形は容易であるが、成形に用いるSMC材料の増粘とチャージ方法によって、強度メンバーであるガラス繊維の流れおよび分散が成形品の強度に影響を与えている。曲面を有する角型状の金型による成形実験において、金型の深さを変化させて成形を行なったが、深さの増加は材料の流れ距離が大となり、ガラス繊維の流れおよび方向性に影響している。

また、成形条件の温度、圧力は使用するSMC材料の特性に大きく影響して成形品の寸法精度を左右することが顕著であった。

近時、FRPの成形材料である不飽和ポリエステル樹脂の研究も進展し、多用途のグレードのものがあり、それを基礎にして取扱いやすい材料として注目されているSMC材料も一般グレードから寸法精度の要求されるものとして低収縮グレードまで広範なものが市販されている。熱プレス成形法によるSMC材料の使用は、SMC材料の特性を十分に把握するとともに金型の設計およびプレスの性能を検討して成形条件の設定することが必要である。

## 2. 試料と実験方法

## 2.1 風呂敷板の成形による材料の増粘とチャージ方法の検討

## 2.1.1 風呂敷板の成形実験

平面的形状の成形実験として風呂敷板の金型を採用して、SMC材料の流れ特性を左右する増粘効果を検討することにしたが、SMC材料の増粘度を簡単に測定することが困難であるため、あらかじめ当場で配合した

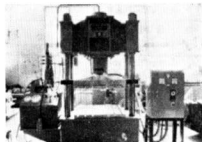


写真 100TON熱プレス成形機

\* 昭和45年度技術開発研究費補助金による研究で、昭和47年3月技術開発研究成果普及講習会にて発表。

SMC 材料（自家製）を用いて、製造日および日数の明確な SMC 材料について検討すれば増粘効果の影響が判断できるものとして、つぎに示す材料について風呂敷板を成形した。

- (1) 自家製 SMC 増粘初期のもの
- (2) 自家製 SMC 増粘 2 週間を経過したもの
- (3) 市販 SMC の一般グレード

なお、自家製 SMC の作製は、不飽和ポリエステル樹脂、炭酸カルシウムその他添加剤および触媒を混練したのも増粘剤として酸化マグネシウムを添加して樹脂コンパウンドを作り、チップドストランドマットへの含浸はプレスの上下面を利用して樹脂コンパウンドを含浸させてシートの内面にはポリエチレンフィルムにて被覆させてスチレンの揮散を防止した。この自家製 SMC の作製はチップドストランドマットの一定面積への含浸法であるが、市販の連続含浸法に準拠するよう樹脂分の配合を考慮したつもりである。

### 2.1.2 風呂敷板の形状と成形条件

風呂敷板の形状は、図 1 に示すもので、その成形条件は図 2 のチャージ方法および表 1 の方法によった。



図 1 風呂敷板の形状



図 2 SMC 材料の風呂敷板へのチャージ方法

表 1 風呂敷板の成形条件

成形温度	130°C
成形圧力	60~65 kg/cm <sup>2</sup>
成形時間	240 秒
チャージ方法	金型底面に対し、SMC 材料を図 2 のように敷貯して底面積に対して、それぞれ 50, 60, 70, 80, 90% のチャージを行った。

### 2.1.3 風呂敷板成形品の試験片切削箇所

図 2 および表 1 の成形条件によって成形した風呂敷板は、図 3 および図 4 に示す箇所にて切削加工して、ガラス繊維含有量、機械的試験に供するとともに SMC 材料の流れを判断するものである。

### 2.2 角型状成形品の流動性と成形条件の検討

風呂敷板による平面状の成形実験は、平面状の形状からみてかなり成形は容易であると考えられ、また、この

風呂敷板は一般グレードの SMC 材料を対象としたため成形条件からみても、かなりラフな条件でも成形が可能であるが、形状の複雑な変化を有する成形品あるいは、寸法精度を問題とするものの成形などにおいては、SMC 材料の特性を十分に把握した成形条件の採用が必要と考えられる。角型状の成形品として深さを変化させた金型について、低収縮と称される市販の SMC 材料を用いて成形実験を行なった。

### 2.2.1 角型状成形品の成形実験

実験に使用した市販の低収縮 SMC 材料は、メーカー

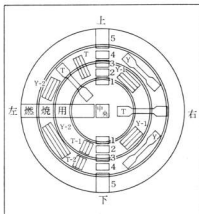


図 3 増粘初期、市販 SMC の切削箇所

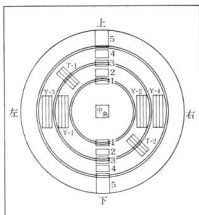


図 4 増粘 2 週間 SMC の切削箇所

資料によれば、成形温度 $135^{\circ}\text{C}$  ( $130\sim 145^{\circ}\text{C}$ )、成形圧力 $50\text{ kg/cm}^2$  ( $40\sim 80\text{ kg/cm}^2$ )、成形時間 $60\text{ 秒/mm}$ 、ホットプレートゲル化タイム $50\sim 60\text{ 秒}/135^{\circ}\text{C}$ と称される増粘特性を有するもので、その標準成形条件による物理定数は、曲げ強さ $17.5\text{ kg/mm}^2$ 、衝撃強さ(アイゾット、フラットワイズ) $68\text{ kg-cm/cm}^2$ である。

角型状成形品の金型は、底面積 $100\times 100\text{ mm}$ のもので、深さが $25, 50, 75, 100\text{ mm}$ の4種類、成形品の肉厚は約 $3\text{ mm}$ を有するものである。また、成形品の SMC 材料の占める容積とチャージ量は表2に示すもので、チャージ量は容積に対して2パーセント程度増加して使用した。

表2 角型状成形品の SMC 材料の占める容積とチャージ量

深さ(mm)	容積(cc)	チャージ量(g)
25	63.7	110
50	96.9	157
75	126.4	212
100	162.9	270

### 2.2.2 成形温度の設定

市販 SMC 材料のメーカー技術資料によれば、標準成形温度の指示があり、成形温度の選定は材料作製時の配合によって決定されるので、成形温度の基本的な設定はメーカー指示の範囲内における $135^{\circ}\text{C}$ を採用した。

### 2.2.3 成形圧力および成形時間の選定

成形圧力は成形品の投影面積から、おのおのの深さの成形品について、実験に使用する100トンプレスのラム面積から算出したプレスゲージ圧によって実験を行なったが、その成形圧力は $40, 70, 100, 130\text{ kg/cm}^2$ を選定した。また、成形時間は成形品肉厚 $1\text{ mm}$ あたり $60\text{ 秒}$ として $180\text{ 秒}$ を標準にして成形圧力と成形時間の影響について実験した。

### 2.2.4 チャージ方法

材料のチャージについては、おのおのの深さの成形品ともに底面のみにチャージする方法を採用したが、これは、あらかじめ、おのおのの深さの成形品について、チャージ方法を变化させてチャージした材料に色付けしたカラーチェックによって試験成形した結果、この角形状の成形品の成形の場合、材料の流れはいずれも良好で顕著な差を認めなかったため、底面のみのチャージ方法を採用したが、底面のみのチャージは材料の裁断方法およびチャージ作業の簡易化において有利である。

このチャージ方法によるおのおのの深さの成形品の成形面積に対するチャージ面積は、底面ではほとんど100

パーセントであるが、深さ $25, 50, 75, 100\text{ mm}$ に対して成形品の展開面積で $50, 33, 25, 20$ パーセントのチャージ面積である。

### 2.3 成形条件の成形品の品質におよぼす影響の検討

SMC 材料は加熱によって硬化が進行するが、適正な成形温度、成形圧力および成形時間を把握するためには本来、プレス性能<sup>3,4)</sup>、金型の構造、成形品の形状、SMC 材料の特性など複雑な要因が多く、トライアルの積み重ねによって把握する経験的な要素を多分にもっている。

しかし、使用する SMC 材料の自家製あるいは市販品にかかわらず、その特性を把握することは、複雑な要因の一つを解決し、成形温度、成形時間の設定を無理なく選定することが可能である。

本研究においては、使用した低収縮 SMC 材料について、メーカー資料の指示する温度範囲を中心に、SMC 材料の硬化特性を図5の方法および高化式フォーメスター<sup>5)</sup>の使用により、硬化時間および成形品の寸法変化について測定した。

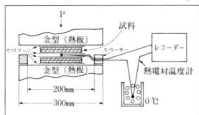


図5 硬化特性実験

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 風呂敷成形品の物性

#### 3.1.1 ガラス繊維の分散

図3および図4から切離した試料より求めたおのおのの成形条件のガラス繊維含有量は、図6, 7, 8, 9に示すので、自家製の増粘初期の丸型チャージのガラス



図6 作製 SMC の増粘初期の丸型チャージの位置とガラス含量



図7 作製 SMC の増粘初期の角型チャージの位置とガラス含量



図8 作製SMCの増粘2週間の丸型チャージの位置とガラス含量



図9 作製SMCの増粘2週間の角型チャージの位置とガラス含量

繊維の分散は、図7に示す角型チャージに比較して良好で成形品全体へのガラス繊維の分散は良好である。しかし、図6および図9の50パーセントチャージにおいて同一配合のSMC材料であるため、ほぼ一定したガラス繊維含有量を与えるべきであるが、含有量のかなり顕著な差を認める。これはSMC材料作製時のガラス繊維、すなわちチョップドストランドマットへの樹脂混合物の添加時および含浸時の管理上の問題である。

チャージ面積の増加は、50パーセントチャージに比較してガラス繊維の分散にバラツキが認められ、増粘の少ない場合は図7にみられるように樹脂分とガラス繊維分との流動差が認められる。このことから、SMC材料は強化メンバーであるガラス繊維の流れを良好にするためにはSMC材料の増粘が重要であり、ガラス繊維の含有量が高くなるほど顕著であると考えられる。すなわち、自家製のSMC材料に比較して高いガラス繊維含有量を有する市販のSMC材料による丸型および角型チャージのガラス繊維の分散状態は図10,11に示す如く、50パ



図10 市販SMCの丸型チャージの位置とガラス含量



図11 市販SMCの角型チャージの位置とガラス含量

ーセントチャージの場合、チャージ方法によってガラス繊維の含有量に大きな差が認められる。これは、自家作製したSMC材料と同じく市販のSMC材料においても原料構成のバラツキがあるものと考えられる。なお、成形条件によってガラス繊維の含有量が相違するとすれば、分散不良の個所が顕著に現われるべきで、ガラス繊維の分散が位置によって大小となって明確に認められるはずである。

また、ガラス繊維の含有量の測定にあたって、風呂敷

板成形品の切削試料の採取は、いずれのSMC材料においても成形品の位置を規定して実験しているため、いずれの実験においても試料を採取しない個所にガラス繊維の分散が偏向しているとは考えられない。

ガラス繊維の分散と流れは、チャージ面積と金型末端へのSMC材料の流れの距離を考慮した場合、丸型チャージにおいてはチャージ面積の大きいものが高いガラス繊維を与え、角型チャージはチャージ面積の小さいものが高いガラス繊維の含有量を与え、チャージ面積による風呂敷板のガラス含有量の分散は角型チャージがバラツキが小さく流れは良好であった。

### 3.1.2 成形品の強度

#### (1) 引張強さ

SMC材料の増粘とチャージ方法による引張強さは、表3に示すように角型チャージの50, 60パーセントが良好で、チャージ方法によってガラス繊維の方向性が顕著に現われており、金型への末端までの距離の長さ、すなわちチャージ面積の大小もガラス繊維の方向性を左右し

表3 風呂敷板のチャージ方法と引張強さ (kg/mm<sup>2</sup>)

チャージ面積 (%)	種類 チャージ方法 方向	市販品							
		自家製増粘初期 丸型チャージ		角型チャージ		丸型チャージ		角型チャージ	
		T	Y	T	Y	T	Y	T	Y
50		2.9	4.8	6.4	5.2	1.4	6.9	7.3	7.9
60		3.8	4.5	4.5	3.5	6.1	8.2	9.9	7.6
70		3.5	4.7	2.0	4.3	4.8	10.5	8.2	11.9
80		3.3	4.6	2.7	5.0	4.5	11.7	3.5	11.0
90		1.8	6.3	4.8	3.9	5.9	13.7	9.8	8.3

表4 増粘初期SMCの曲げ強さおよび弾性率 (kg/mm<sup>2</sup>)

チャージ方法	チャージ面積 (%)	項目 方向	曲げ強さ						弾性率		
			T			Y			T	Y-1	Y-2
			1	2	3	1	2	3	1	2	3
丸型チャージ	50		7.8	11.9	14.7	801	903	1,072			
	60		5.6	14.9	12.7	837	915	880			
	70		7.2	12.0	8.4	890	859	793			
	80		7.1	9.2	14.3	1,092	823	898			
	90		5.9	13.3	—	895	838	883			
角型チャージ	50		4.8	17.1	8.7	774	975	797			
	60		10.0	5.4	20.9	962	730	1,004			
	70		4.4	14.9	19.6	788	976	1,020			
	80		12.9	11.7	5.5	838	897	863			
	90		12.2	5.9	16.9	974	838	1,094			

ている。

(2) 曲げ強さおよび弾性率

SMC 材料の増粘は曲げ試験においても、表 4、5、

表 5 増粘 2 週間 SMC の曲げ強さおよび弾性率 (kg/mm<sup>2</sup>)

項目	方向 チャージ面積	方向						
		T-1	T-2	Y-1	Y-2	Y-3	Y-4	
曲げ強さ	丸型チャージ	50	15.1	4.5	16.1	12.2	8.6	12.2
	60	9.3	9.3	14.9	16.0	15.7	14.8	
	70	7.0	4.3	15.8	16.1	6.7	14.1	
	80	7.1	13.6	16.7	19.2	18.1	19.6	
	90	6.6	8.8	11.1	11.3	16.6	12.3	
弾性率	角型チャージ	50	11.8	14.4	9.5	14.4	7.7	17.2
	60	10.9	13.7	13.6	11.0	14.4	11.3	
	70	8.7	14.9	12.6	9.9	14.9	7.3	
	80	18.7	15.3	17.5	13.9	12.0	17.8	
	90	16.3	7.7	9.8	14.7	9.7	11.3	
弾性率	丸型チャージ	50	1,116	1,459	864	970	920	1,014
	60	979	1,113	910	904	990	928	
	70	1,080	984	998	1,110	894	884	
	80	1,298	1,178	982	1,145	1,011	1,214	
	90	892	1,185	949	903	1,052	995	
弾性率	角型チャージ	50	—	—	—	—	—	—
	60	1,003	984	938	800	912	886	
	70	1,001	1,219	864	863	916	909	
	80	1,143	1,114	867	861	888	871	
	90	1,163	958	967	896	857	959	

表 6 市販 SMC の曲げ強さおよび弾性率 (kg/mm<sup>2</sup>)

項目	方向 チャージ面積	方向					
		曲げ強さ			弾性率		
		T	Y-1	Y-2	T	Y-1	Y-2
丸型チャージ	50	24.0	17.1	17.0	1,356	931	1,095
	60	11.3	20.9	19.5	1,453	1,138	1,143
	70	15.1	20.2	25.2	1,210	1,019	1,296
	80	11.3	21.7	26.4	1,275	1,153	1,352
	90	13.4	23.9	28.3	1,175	1,198	1,325
角型チャージ	50	17.0	23.8	19.1	1,151	1,147	1,057
	60	16.1	17.9	21.6	1,286	851	1,078
	70	18.2	21.4	20.2	1,148	1,033	1,176
	80	23.2	24.6	25.6	1,702	1,109	1,222
	90	18.5	16.7	24.1	1,358	961	1,231

6 に示すように、表 4、5 の自家製 SMC 材料による曲げ試験の結果、増粘の低い材料においてはガラス繊維の流れに統一性がないが、増粘の進んだ場合は角型チャージが良好なガラス繊維の分散を示している。すなわち、角型チャージが位置による強度のパラツキが少なく、図

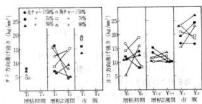


図 12 風呂敷板の方向と位置による曲げ強さ

12 に示すだけ、ヨコ方向の曲げ強さからガラス繊維の分散が良好である。

(3) 衝撃強さ

引張強さおよび曲げ強さの判断からみて、衝撃強さ(アイソット、フラットワイズ、ノンノッチ)は、ガラス繊維含有量の高い市販 SMC 材料による試験の結果、表 7 に示すようにチャージ面積の大きいものが高い衝撃値を示す傾向にある。

表 7 市販 SMC の衝撃強さ

		方向および位置			
		T-1	T-2	Y-1	Y-2
チャージ方法および面積(%)	方向	チャージ面積			
		丸型チャージ	50	42.4	21.0
	60	28.0	32.2	—	53.3
	70	52.1	48.2	60.8	61.0
	80	61.6	40.3	65.5	75.2
	90	72.3	38.8	78.3	74.2
角型チャージ	50	54.0	34.9	41.2	42.9
	60	57.1	74.9	58.3	32.6
	70	53.8	55.0	61.2	59.7
	80	49.2	29.8	57.3	69.8
	90	64.1	35.1	119.3	69.5

3.1.3 SMC 材料の増粘とチャージ方法の成形品の強度におよぼす影響

(1) 角型チャージによるチャージ面積は、50、60および90パーセントの範囲であれば、SMC 材料のもつ特性内の物性が得られるものと考えられる。また、この風呂敷板は裏面にリップを有するが、リップ部のガラス繊維含有



量は平均化しており、チャージ面積の取り方により、リブによる SMC 材料の流れ影響は、ほとんど無視できるようである。

(2) SMC 材料の増粘の低いものは、不安定な物性を与えており、チャージ方法により解決できない。樹脂分とガラス繊維分の均等分散化は、SMC 材料の適正な増粘が要求される。

(3) SMC 材料による成形品の強度は、ガラス繊維の含有量に比例するが、ガラス繊維の方向性が強度を左右するため、SMC 材料の効果的な流動性を与える角型状のチャージ方法を採用することが必要であり、SMC 材料の断面にも対策である。

### 3.2 角型状成形品の物性

#### 3.2.1 成形圧力の影響

40~130 kg/cm<sup>2</sup> の範囲の成形圧力による成形実験の結果、図13に示すような成形品の底面での厚さ変動を認めた。成形圧力は70および 100 kg/cm<sup>2</sup> において、いずれの成形品ともに厚さの変動は落ちついているが、圧力の増加は変動を小さくする傾向にある。

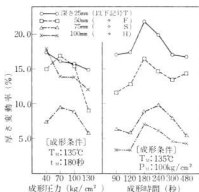


図13 成形品底面の金型寸法による厚さからの変動率

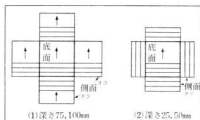


図14 角型状成形品の試験片切削箇所

なお、成形品の物理的性質を検討するため、成形品は図14に示すように展開したのも、JIS-K-6911に準拠した曲げ試験およびアイソット衝撃試験片を切削加工して試験に供した。その切削試料による曲げ強さおよび衝撃強さは、図15、16に示すように成形圧力の増加は深さの大きいものの変動が顕著であるが、厚さの変動を示す図13によれば、70および 100 kg/cm<sup>2</sup> の成形圧力において落ちついた変動を示すものが認められるように、曲げ強さおよび衝撃強さにおいても、底面、側面ともにその強度は安定性があると認められる。しかし、成形品の側面のヨコ方向の強度を考慮した場合、曲げ強さおよび衝撃値ともに物性差がかなり認められるが、これはガラス繊維の方向性によるものである。

SMC 材料の成形において、ガラス繊維の含有量は強度に比例するが、方向性のある場合はガラス繊維の含有量が高くて物性値は、低いという結果が風呂敷敷の成形実験でも認められている。この角型状成形品のガラス

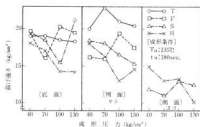


図15 成形圧力の変化と曲げ強さ

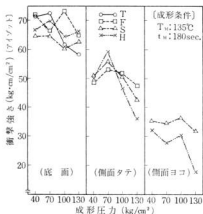


図16 成形圧力の変化と衝撃強さ

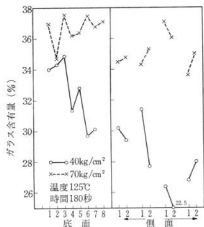


図17 深さ25mm成形品の位置とガラス繊維の分散状態

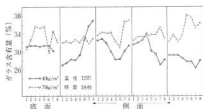


図18 深さ100mm成形品の位置とガラス繊維の分散状態

繊維の分散については、図17および図18に示す深さ25および100mmの成形品が成形圧力の変化によって影響を受けることが明瞭で、成形圧力が低い場合、各面ごとのガラス繊維含有量のバラツキが大きく、底面に対して側面はかなり低いガラス繊維含有量を示している。

成形圧力によるガラス繊維の分散は70 kg/cm<sup>2</sup>が良好であり、図15および図16の物性値からみて70および100 kg/cm<sup>2</sup>の成形圧力は、深さ25~100mmの範囲の成形品の場合、適正に近いものと判断する。

また、成形圧力の成形品の圧縮強度におよぼす影響は図19に示すように、深さの浅い25mmの成形品は成形圧力の増加とともに圧縮強度は低下の傾向にあるが、深さの増加する成形品は成形圧力の増加とともに強度の増大を示している。ただし、成形品自体の試験の場合、成形品の形状を構成する寸法が強度を左右することが、深さ50mmの成形品を最低にして深さの増加が強度の増大となっ

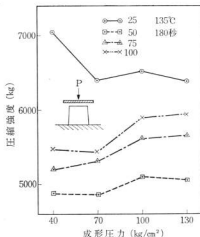


図19 成形品の圧縮強度におよぼす成形圧力の影響

ており、深さ25mmのみ例外的な結果を示すが、これは成形圧力においても、他の深さのものとの影響を与えていることから判断して、深さの25mmから50mmにおいて強度的な分岐があるように考えられる。すなわち、SMC材料による成形品の強度を左右するガラス繊維は、チップドストランドマットとして約50mmのガラス繊維がランダムな方向に分散させて構成されており、約50mmの長さのガラス繊維が成形品に、素直に配列された場合、その成形品はSMC材料の特性を最大限に発揮するときである。深さ25および50mmの成形品においては、成形品の寸法が小さいために約50mmのガラス繊維長が平面的に配列されずに成形品の内部において三次元的な配列をして、ガラス繊維の長さが生かしきれない状態にあるため、低い圧縮強度を与えているものと推定される。

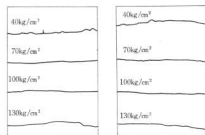


図20 深さ25mm成形品の表面粗さ

図21 深さ100mm成形品の表面粗さ

角型状の成形品の圧縮強度から成形圧力としては、 $100 \text{ kg/cm}^2$  が効果的な成形条件であろうと考えられる。

つぎに、成形圧力による成形品の表面状態を表面アラシ計によって観察した結果、図20、21に示すように成形圧力の低い場合は粗さが顕著であり、表面粗さから判断すれば成形圧力は  $100 \text{ kg/cm}^2$  が良好であった。これは成形圧力が高くなれば表面粗さが変化する傾向がみられることから、成形品の厚さ変動の落ちつく成形圧力に起因しているのではないかと判断される。すなわち、SMC材料の硬化における膨脹、収縮と成形圧力および成形温度の影響として、この成形品の場合、成形圧力  $100 \text{ kg/cm}^2$  は適正なものと判断してよいようである。

### 3.2.2 成形時間の影響

成形圧力の検討において、成形圧力  $100 \text{ kg/cm}^2$  がかなり適正な圧力と判断したので、成形時間の影響については成形圧力を  $100 \text{ kg/cm}^2$  に定めて検討した。

成形時間は SMC 材料の  $3 \text{ mm}$  厚において、硬化限界であろうと推定する90秒を最短時間として最長480秒の範囲について実験した結果、成形品の寸法精度として図22

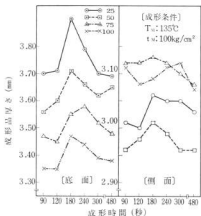


図22 成形時間が成形品厚さにおよぼす影響

に示すように、成形圧力の影響を示した図13と同じように成形条件のファクターの一つである成形時間においても成形品の厚さ変化に影響して、全般的に成形時間の180秒を最大にして時間の増減が厚さの変化に顕著な影響をおよぼしている。

成形時間と強度の関係は、成形圧力の設定において強度が成形圧力の影響を受けたため、その安定する成形圧力  $100 \text{ kg/cm}^2$  でもって時間変化を追跡した結果、図23

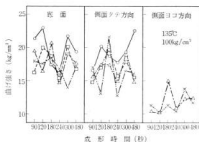


図23 成形時間と成形品の位置と曲げ強度の関係

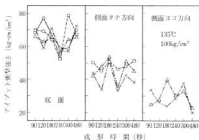


図24 成形時間と成形品の位置と衝撃強度の関係

および図24に示すように各成形時間において強度の変動があり、これが図22に示した厚さ変化との相対関係にあるようである。

成形時間を変化させた成形実験による成形品の物性において、ガラス繊維の方向性が成形品の側面においてみられる。これは、深さの大きいものが方向性を示す傾向にあり、底面にチャージされた SMC 材料が金型の末端まで流れる距離に影響されるために起因するもので、底面から屈曲して流れる SMC 材料は、側面の中央から金型の末端まで、そして中央から側面端までの距離に応じて流動変化を生じ、その両者の接合するところ、すなわち、ウエルドを生じると考えられる個所においては、SMC 材料の乱流を伴って、ガラス繊維の方向性のみによらない強度低下が深さの増加する成形品の場合、成形品の内部において発生するのではないかと考えられ、また着色させた SMC 材料を用いて成形した成形品の外観からも判断することができる。

成形圧力を一定にした成形時間の検討において、成形品の物性および成形サイクルを考慮した結果、成形品肉厚  $1 \text{ mm}$  あたり 60秒、すなわち、 $3 \text{ mm}$  厚であれば 180秒は適当な成形温度として採用できる。

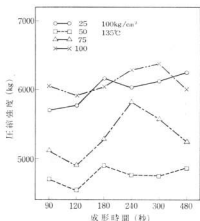


図25 成形品の圧縮強度におよぼす成形時間の影響

また、成形品自体の圧縮強度について、成形時間から判断した場合、図25に示すように成形時間の影響は深さの大きい成形品は浅いものに比較して、若干の時間の延長がみられるが、これは金型末端までの SMC 材料の充填時間の差が時間差となっているのではないかと考えられる。

深さ25mmおよび100mmのものの成形時間の影響として、ほぼ類似した強度傾向を示すことを考えれば、深さの75mm以上のものについては、成形サイクルの遅延になるが、浅いものに比較して60秒程度の時間延長により成形品の強度を高めることが可能である。これは図22の成形品の成形時間による厚さ変化からも傾向がうかがえる。

なお、成形圧力および成形時間の設定にあたっては、成形品の寸法変化を見込んだ金型の設計が必要であり、そのためには使用する SMC 材料の特性を十分に把握することが必要である。成形温度については、市販の SMC 材料を使用する場合、メーカーの資料を十分に活用するとともに成形時の温度管理が重要となる。成形圧力については成形する品種の形状を考慮に入れたトライアルが必要で、SMC 材料をチャージする際、チャージ量の適確な計量管理が成形圧力を一定化するとともに品質バラツキの少ない製品の成形をうながし、金型の損傷防止に結びつく重要なファクターである。

### 3.3 SMC 材料の硬化特性

#### 3.3.1 硬化時間の測定

実験は図5の平板成型<sup>6)</sup>を用いて、SMC 材料を金型に充填して SMC 材料の中間に熱電対をはさんで硬化時の温度を測定した結果、図26の SMC 材料の温度特性を

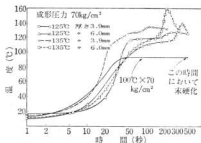


図26 熱電対使用による平板成形品の温度特性

得た。厚さ3.9mmの平板成形において125°Cおよび135°Cの成形温度差10°Cは硬化時間に大きく影響をおよぼしている。同様に6mm厚さにおいても硬化時間の長短が明瞭であり、厚さの増加は硬化時の内部発熱を薄いのそれより高く、また、成形温度の上昇も内部発熱を大きくするが、この程度の発熱による内部の温度上昇は成形品の性質に大きく左右するものではないようである。なお、成形温度を下げた条件による100°Cの成形においては、長時間の成形時間の経過によっても大層な硬化遅延を示した。すなわち、SMC 材料の加熱硬化においては、SMC 材料の配合によって適正な成形温度の存在が明瞭である。

平板成型による成形圧力の負荷は、金型表面から内部への熱伝導を急激なものにしており、同時に SMC 材料の硬化特性（ゲル化タイム、キュアタイム等）を把握することは、プレス締め切り時間の設定と成形サイクルの向上のために有効な資料となり得る。

#### 3.3.2 成形品の寸法変化の測定

角型状成形品の成形において、成形温度、成形圧力および成形時間が成形品の寸法精度におよぼす影響が大であったため、高化式フロッテスターを用いて、昇温および定温実験を行った結果、温度および圧力の変化により成形品の寸法に影響することが認められた。なお、高化式フロッテスターの使用にあたっては、フローのダイスノズルはストッパーにて締め付けて、シリンダー中を上部より押し込むラムにて生じるクリアランス以外は密閉状態にして実験を行なった。

成形圧力を変化させた昇温法による実験の結果、図27に示すように圧力の負荷によって成形品のゲル化タイム、硬化時間の推移および硬化後の寸法に影響しており、100 kg/cm<sup>2</sup>の成形圧力は130 kg/cm<sup>2</sup>に比較して成形収縮は小さいことが認められた。この昇温法による硬化特性を拡大して考慮したものが図28に示す曲線で、これは記号AからBに金型が締めて、BからCは SMC 材

料が軟化によって膨張して金型に対して圧迫の状態であり、C点で硬化が開始され、硬化によって材料の体積収縮が起り、再度金型が締まる状態になってD点で硬化が終了するものであり、並井<sup>2)</sup>、河合<sup>3)</sup>らの実験と同様な

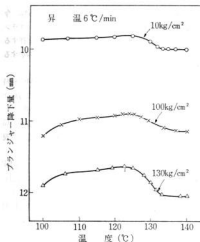


図27 高化式フッロエステル（昇温法）による硬化特性

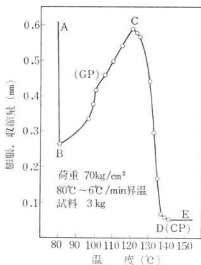


図28 高化式フッロエステル（昇温法）による硬化特性

結果を得た。なお、B点とD点の収縮差の小さい場合において、成形品の寸法変化は小さく、また、BC間の膨脹距離の小さいほど寸法変化は小さいが、実際の成形においては、かなりの膨脹、収縮の挙動が金型内で起っていることが考えられる。

つぎに、定温法による温度の影響は、図29に示すよう

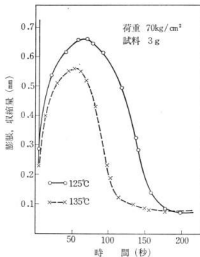


図29 高化式フッロエステル（定温法）による硬化特性

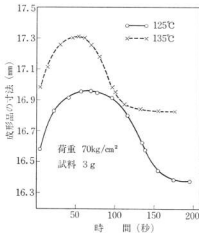


図30 成形温度差と寸法との関係

に硬化時間の差が顕著に認められ、図26に示した平板金型による内部温度の測定と同じような結果が得られた。図29によれば硬化時間の差は認められるが、硬化終了後、すなわち、図28のE点において寸法の変化がないように考えられるが、図27、28において認められたようにC点の硬化開始時の膨張量の差が寸法変化量を表わしており、硬化終了後の成形品の実寸法から求めた硬化経過を追跡した結果、図30のように成形温度が寸法精度に影響をおよぼしていることが明瞭である。

また、成形圧力の成形品厚さと寸法精度におよぼす影響を検討した結果、図31に示すように容積の増加は図26

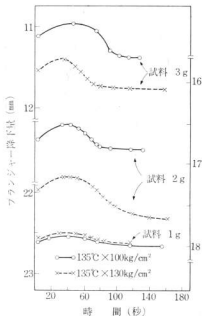


図31 成形品の厚さ変化と硬化特性

における3.9mmおよび6mm厚の平板実験と同じように内部発熱を伴うとともに膨張、収縮は顕著であるが、容積によって成形圧力の材料への影響は、かなり複雑であり、SMC材料の成形において成形圧力は成形条件の要素として大きな影響を占めることが明らかである。

#### 4 結 言

平面状および角型状成形品について、SMC材料を用いた熱プレス法によるFRPの成形実験の結果、つぎの

知見を得た。

(1) 平面状の成形品の成形については、チャージ方法によってガラス繊維の分数が強度に影響するが、円形状の成形品であっても角型状の材料断断によるチャージが有効である。

(2) SMC材料の増粘は、自家製材料、すなわち、今後各メーカーによって計画されるであろうインプラントにあたっては、材料の熟成による増粘効果を発揮する配合を必要とするが、適確なゲル化タイムの把握をすることが必要である。

(3) 角型状成形品において、深さの変化はSMC材料の流動性に影響を与えたとともに、ガラス繊維の方向性をもたらすが、成形品全体の強度への影響はSMCという物性の優れた特性から影響は少ないようであるが、局部的に集中荷重を受ける可能性のある製品の場合は無視できないことを考慮すべきである。

(4) ガラス繊維マットの繊維長は約50mmであり、FRPの強度メンバーであるガラス繊維の特性を十分に活用した製品の成形を行なうためには、少なくとも50mm以上の長さを有する寸法の製品を成形すべきであり、FRP材料はガラス繊維の強度を最大限に生かした少品種にして大量生産型の材料であり、大型化に適していることが明瞭である。

(5) 成形温度の選定は、市販のSMC材料を使用する場合はSMC材料メーカーの指示する成形温度を採用することが無難な製品を得ることであり、成形時の温度管理を適確に行う必要がある。

(6) 成形圧力の選定は、成形品の寸法精度、硬化時間に大きく影響する。

(7) 成形時間は3mm厚の成形品においては、成形温度135°Cの場合は少なくとも100秒、125°Cの場合は200秒は必要で、成形サイクルの短縮はゲル化タイムを考慮して成形温度を高くして、成形圧力は100kg/cm<sup>2</sup>程度が望ましい。

(8) 成形中の膨張、収縮を少なくするような、成形圧力、成形温度の選定と硬化特性を考慮した成形時間の把握は、品質の良好な製品の成形に結びつく重要な要素であり、生産性向上のための成形温度、成形圧力の増大試行はゲル化タイムの急速な短縮による作業の複雑化のみならず、金型の損傷促進をまねくなど、適正な成形条件の選択による成形が、SMC材料を原料とするFRPの熱プレス成形法の採用にあたっては強く要望される。

#### 文 献

- 1) 後藤：強化プラスチック，14 (1968)，214
- 2) 宮田：ibid, 17 (1971)，145

- 3) 盤井: *ibid*, **16** (1970), 198
- 4) 瀬川: *工業材料*, **19** (10) (1971), 16
- 5) T. Arai: *A Guide to the testing of Rheological Properties with Koka Flow tester* (1968), Maruzen.
- 6) 奥戸他: 第16回 FRP 総合講演会講演要旨 (1971), 大阪
- 7) 河合: *ibid*,

## メッキ工場廃水処理スラッジについて (その2)

(メッキ廃泥に関する活用化について)

木原 博, 金本 正, 浜岡 英男

## 1. 緒 言

メッキ廃泥の活用化については、その化学組成がメッキの種類、廃水処理の方法等により千差万別であり、画一的な方法を探究することが困難なので、ここではさきに行なった実験<sup>1)</sup>の試料のうちクロム含有量の大きなものを対象として、活用の可否につき予備実験を行なった。

## 2. 試料と実験方法

## 2.1 試 料

メッキ廃泥のうち、クロム含有量の大きな廃泥を当該実験の対象とした。なお、この試料の湿潤状態(廃水処理後脱水した状態)における化学組成は表1のとおり。

表1 湿潤廃泥の化学組成

水分	不溶分	強熱	Cu	Ni	Cr	Zn	Fe	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	CN
%	%	%	%	%	%	%	%	%	ppm
91.0	6.2	25.4	3.9	0.8	21.0	16.5	0.9	9.0	396

## 2.2 赤レンガへの活用化

脱水廃泥の含水量が大であり、乾燥に相当な熱量、時間を要するので、この欠陥を補うため、赤レンガ用軽質赤土(赤レンガ用原土のうちいわゆる“はね土”として廃棄されている真砂土)の乾燥物にこの廃泥を加え、混合することにより廃泥中の水分を乾燥土に吸収、適度の粘力を生じさせ、石膏型による押型成形、乾燥の過程を経た素地をセラマ電気炉<sup>2)</sup>にて1000°Cならびに1100°Cに焼成(各焼成温度でそれぞれ1時間保持)し、これら焼成物に対し、焼成収縮率、吸水率を測定、焼縮り状態、色調を観察した。

ちなみに試験に供した赤土の化学組成および耐火度は表2のとおり。

表2 軽質赤土の化学組成ならびに耐火度

Ig. loss	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	耐火度
%	%	%	%	%	%	%	%	°C
7.02	60.57	23.63	4.98	0.22	1.04	2.10	0.06	SK18(1500°C)

なお、前述したように脱水廃泥を特別に乾燥することなく、乾燥赤土を加えることにより坯土として適度の粘力を生じさせ得る配合割合は重量比率にして湿潤廃泥:乾燥赤土=2:3である。

## 2.3 耐火物への活用化

まず、この廃泥の耐火度を明らかにするため、JIS-R2204—1955により酸素—プロパン耐火度試験器を用い測定を行なったところ、昇温中供試体が崩壊し、測定不能となったので、この原因を究明するため乾燥廃泥の示差分析を行なった。その結果を図1に示す。すなわち

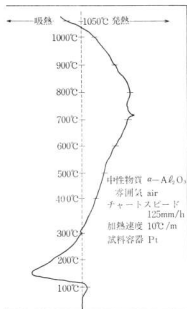


図1 乾燥廃泥の示差熱分析

300°Cから700°C程度で緩慢ではあるが、発熱反応を示しており、この温度範囲である種の熱分解反応が起り、気体の



発生、膨脹により供試体が崩壊したものと推定し、改めて乾燥廃泥を予め700°C~750°Cに仮焼したものを試料として前述の方法により測定した結果、S K 35(1750°C)以上の測定値を得た。この事実にもつき乾燥廃泥を予め電気炉にて約750°Cに仮焼したものを基材として表3に記載の素地4種を成形圧150kg/cm<sup>2</sup>で角柱状にプレス成形、乾燥のちエレキ電気炉にてS K 10 (1,300°C)に焼成した。

表3 供試体としての素地配合表

原料素地	750°C仮焼廃泥	酸化マグネシウム
No. 1	30メッシュふるい通過分 100	0
No. 2	50メッシュふるい通過分 100	0
No. 3	90	10
No. 4	80	20

以上の4種の焼成物に対し、収縮率、かさ比重、見掛気孔率、X線回折分析を行なった。

### 3. 実験結果と考察

#### 3.1 赤レンガへの活用化

実験結果を表4に示す。

表4 赤レンガ素地の収縮率、吸水率および色調

試験区分 供試体	乾燥収縮率 (%)	焼成収縮率 (%)	吸水率 (%)	色調
1000°C焼成物	7.4	1.3	32.7	うす赤茶色
1100°C焼成物	7.8	3.0	29.1	同じ

ここで通常生産されている赤レンガ製品と比較し異なる点は吸水率が少し大であること、色調がやや暗色化の

傾向にあることである。吸水率が大きいのは、さきにも述べたとおり加熱途次廃泥の熱分解にもつづき気体の発生、膨脹により、粒子間の結合が弱められ、開孔気孔の増加、生長等による結果と思われる。また暗色化の傾向にあるのは廃泥中の金属化合物に起因するものと解される。

#### 3.2 耐火物への活用

焼成物のX線回折分析結果については図2に示す。

なお、結晶の成長過程、相違を究明するため、750°C仮焼物、1,300°C焼成による各種配合物 (No. 1およびNo. 2はその回折線がほとんど同じであったので1試料とした。)につきそれぞれ回折分析を行なったが、焼成温度の上昇に伴い、結晶の成長が認められる。しかしながら、Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>とMgCr<sub>2</sub>O<sub>4</sub>の回折線が近接しているの、生成あるいは成長した結晶の本質が判然としなかったの、向後さらに再検討を要する。

表5 仮焼廃泥を基材とした各種焼成物の焼成収縮率、かさ比重、見掛気孔率

試験区分 供試体	焼成収縮率 (%)	かさ比重	見掛気孔率 (%)
No. 1	21.3	4.3	10.8
No. 2	21.3	4.1	12.1
No. 3	24.7	3.8	9.7
No. 4	24.2	3.5	24.3

焼成収縮率については意味よりマグネシア添加物の方が大であり、かさ比重については添加量を増すに従い小さくなっている。見掛気孔率については、実験方法が適正でなかったのか、測定上の誤りか、かなり不規則な結果に終っている。

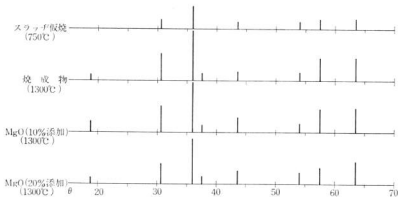


図2 スラッジ焼成物のX線回折図

水に対するクロムの溶出が問題になっているが、本実験においてもかなりの量の溶出が認められたので、焼成雰囲気ならびに添加物の選定、適正な添加量の探索、クロムと添加物との熱反応の機序など向後の研究に織り込みたい。

#### 4. 結 言

メッキ廃泥の活用化の目的で 1) 赤レンガへの活用化、2) 耐火物への活用化の 2 途につきその可否を検討した結果

- 1) 赤レンガ用軽質赤土に廃泥を加え 1000°C~1100°C で焼成した場合、吸水率がやや大きく、焼成呈色

が暗色化の傾向にある。

- 2) 廃泥の耐火度はかなり高く、電気炉のように中性ないしは酸化性雰囲気で焼成した場合、問題となるクロムが還元され 6 価のクロムに変化する傾向があり、焼成に際してその雰囲気を変えとか、添加物を加える等の処理が必要である。

なお廃泥を主に用いる場合、仮焼することが必要である。

以上のことを確認した。

#### 文 献

- 1) 田谷, 清水, 金本, 苅和: 本報告, 13 (1971) 120

の  
う  
に  
し  
の  
は  
  
し  
た  
  
た  
率  
よ  
る  
10  
11  
加  
75  
75  
に  
ま  
率  
焼  
曲  
ロ  
  
入  
い  
メ  
セ

# メッキ工場廃水処理スラッジについて (その3)

(メッキ廃泥の赤レンガへの利用について)

木原 博, 森田 健次, 清水加津子, 浜岡 英男

## 1. 緒 言

前報<sup>1)</sup>において1)赤レンガへの活用化2)耐火物への活用化の2途につき予備的な実験を行なったが、このうち赤レンガへの活用は、県下に所在する赤レンガ工場における生産量が相当大であること、当該企業が建材としてレンガの暗色化を希求していることなどメッキ廃泥の実用化が比較的容易である環境にあるので、本研究では赤レンガへの利用の一点にしぼり考査した。

## 2. 試料と実験方法

### 2.1 試 料

メッキ廃泥は前報の実験において用いたものを使用し、また赤レンガ原土は前回に使用したものを対象とした。これら化学組成等は省略する。

### 2.2 実験方法

前回行なった実験では廃泥の配合率(乾重重量比)はただか5%程度であったので、本実験では廃泥の配合率を増し、また焼成温度域も拡げ、配合率、焼成温度により焼成収縮率、吸水率、曲げ強度がどのように変移するかを把握するためメッキ廃泥の乾態配合率を7.5, 10.0, 12.5, 15.0%とし、焼成温度は1000, 1050, 1100, 1150, 1200°Cとした。各配合物はこれに適量の水を注加、混練のち、板状石骨型(吸水率測定試料用として75×35×20mm、焼成収縮率、曲げ強度測定試料用として75×37×10mm)により押型成形し、乾燥後ニモ電気がにより所定の各温度に加熱、1時間同温度に保持、室温まで放冷した。これら各焼成物につき焼成収縮率、吸水率、曲げ強度を測定し、さらに配合率、焼成温度により焼成体のクロム溶出量が如何に変動するかを究めるため曲げ強度測定により生じた半切片の一つを試料としてクロム溶出試験を行なった。

なお、クロム溶出試験は、試料を100ml ビーカーに入れ、これに50mlの蒸留水を注加、時計面にておおい、温浴(約90°C)に1時間温浸し、浸出液を100ml メスフラスコにろ過し、温浴で3~4回洗浄し、洗液も合せて約80mlとしたものを試料液として JIS-K-0102-

1971により全クロムの定量を行なった。これらの結果は表1、表2に示す。

表1 メッキ廃泥添加の赤レンガ素地焼成物の焼成収縮率、吸水率、曲げ強度

試 料	焼成温度 (°C)	焼成収縮率 (%)	吸 水 率 (%)	曲げ強サ (kg/cm <sup>2</sup> )
No. 1	1000	1.3	28.4	29
No. 2	1000	1.6	31.2	31
No. 3	1000	1.5	31.1	29
No. 4	1000	2.1	33.2	27
No. 1	1050	2.3	26.6	49
No. 2	1050	2.2	30.0	45
No. 3	1050	2.5	29.9	41
No. 4	1050	2.7	31.6	36
No. 1	1100	3.5	24.2	58
No. 2	1100	3.2	26.4	64
No. 3	1100	3.6	27.5	58
No. 4	1100	3.8	29.7	49
No. 1	1150	4.2	24.1	75
No. 2	1150	4.4	25.0	75
No. 3	1150	4.8	25.8	67
No. 4	1150	4.6	26.3	67
No. 1	1200	6.1	20.6	103
No. 2	1200	5.7	21.2	114
No. 3	1200	5.7	21.8	105
No. 4	1200	6.1	23.5	101

ただし試料No. 1, No. 2, No. 3, No. 4は廃泥添加率(内割り)としてそれぞれ7.5, 10.0, 12.5, 15.0%配合物を示す。

表2 メッキ廃泥添加の赤レンガ素地焼成物のクロム溶出量

試 料	溶出クロム (ppm)	試 料	溶出クロム (ppm)
No. 1 (1000°C)	5.57	No. 3 (1100°C)	3.14
No. 2 (1000°C)	4.74	No. 4 (1100°C)	3.10
No. 3 (1000°C)	4.14	No. 1 (1150°C)	1.42
No. 4 (1000°C)	6.01	No. 2 (1150°C)	1.30
No. 1 (1050°C)	2.98	No. 3 (1150°C)	1.88
No. 2 (1050°C)	2.44	No. 4 (1150°C)	1.64
No. 3 (1050°C)	2.50	No. 1 (1200°C)	0.47
No. 4 (1050°C)	3.44	No. 2 (1200°C)	0.50
No. 1 (1100°C)	1.85	No. 3 (1200°C)	0.93
No. 2 (1100°C)	2.75	No. 4 (1200°C)	0.76

ただし試料欄のカッコ内は焼成温度を示す。

### 3. 実験結果と考察

#### 3.1 焼成収縮率

概括的にいえば、各焼成温度を通じて廃泥配合率が増加するに伴い焼成収縮率が大きくなっている。

なお、\*赤シガ原土の焼成効果<sup>2)</sup>で測定した赤土単味(本試験に使用した赤土と同一物)の焼成収縮率と比較すれば1000°C～1150°Cの間では廃泥添加焼成物の方が大きい、1200°Cにおけるそれはむしろ小さい。

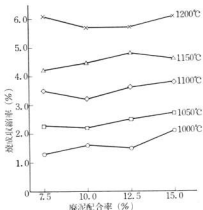


図1 配合率の変移による各焼成温度における焼成収縮率

#### 3.2 吸水率

各焼成温度を通じ廃泥配合率が増すに伴い吸水率は増加している。これは前報にもふれたように昇温過程中、廃泥の熱分解による気体の発生にかかる閉孔気孔の増加に起因するものと思われる。これは赤土単味の各焼成温度における吸水率28.1, 26.9, 24.6, 22.0, 17.3%<sup>2)</sup>と比較すれば高温になるに従い吸水率が大きくなっていることからもうなずける。

#### 3.3 曲げ強度

各焼成温度(1050°Cを除いて)を通じて、廃泥配合率10%焼成物の曲げ強度を最高として配合率の増加とともに強度は低下している。各配合物を通じて1150°Cから1200°Cにかけて強度がかなり増進されることが認められた。

#### 3.4 クロム溶出量

クロム溶出量は低温度(1000°C～1050°C)域では10.0%ないし12.5%配合焼成物において少なく、1100°Cにおいてはこれら2つの配合物は1050°Cの場合よりも

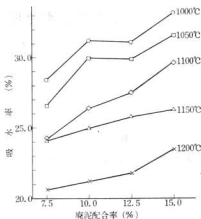


図2 配合率の変移による各焼成温度における吸水率

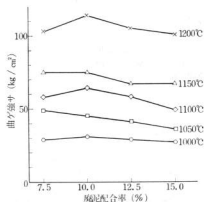


図3 配合率の変移による各焼成温度における曲げ強度

多い。1150°C～1200°Cの高温部では12.5%配合物が最も大である。高温になるとともにクロム溶出量(1050°C～1100°Cは例外)が減少し、また配合率に伴う溶出量の差は小さくなっている。

なお、5%配合物の1250°C、1300°Cにおけるクロム溶出量はそれぞれ0.04、0.03 ppmであることを付言しておく。

この実験範囲内では概して10%配合焼成物が各温度を通じて良好な結果を得ている。

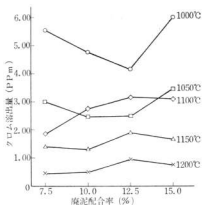


図4 配合率の変移による各焼成温度における  
クロム溶出量

クロム化合物と珪酸塩との高熱反応生成物をX線回折分析により求めたが、判然とした結果が得られなかった

のでさらにこのことにつき考究する予定である。

#### 4. 結 言

赤レンガ原土にメッキ廃泥を添加し、配合率、焼成温度をかえることにより焼成物の物理的機械的性状がどのように変移するか、また問題となっているクロム溶出量がどのように移行するかを検討した結果

- 1) 焼成収縮率、吸水率においては総じて廃泥配合率が増すとともに劣化の傾向にある。すなわち焼成収縮率は大きくなり、吸水率も増大する。
- 2) 曲げ強度においては総じて10.0%配合物が優れている。
- 3) クロム溶出量については、焼成温度を上げることにより減少の傾向にあり、高温になるに従い配合率の変移による差異が小さくなっている。

以上の傾向を見出した。

#### 文 献

- 1) 木原、金本、浜岡：本報告 15 (1972)
- 2), 3) 木原、金本、浜岡：本報告 15 (1972)

## 赤レンガ原土の熟成効果について

木原 博, 金本 正, 浜岡 英男

## 1. 緒 言

県産赤レンガは原土の賦存量が多いこと、工場がすべて海辺に接するところがあり海上よりの製品搬出が便利なことなど恵まれた立地条件により現在まで県の特産品として生産を伸ばしてきた。最近になってその利用途は建材としてよりもむしろろ材としての需要が大勢を占めるに至り、建材を主とした過去の小口需要から大口需要へと移行しており、この需要を充足するため、製造設備の近代化がはかられ、省力化され生産能力も増加されている。このため原料使用量も増大しているが、反面、原料採掘箇所をとりまく環境は過去におけるそれとはいちじるしく変換している。すなわち過去においては工場ならびに原料採掘箇所近辺は人家も殆んどなかったが現在ではこのところへ住宅がつつぎと建築され、地域住民の環境保全意識の高揚と相まって原料採掘の条件がはなはだしく制約されてきた。さらにこれに加え良質の原土がその量をいじめるしく減少させているので、赤レンガ製出に当って従前のように良質の原土のみで依存することがしだいに難しくなりつつあるのが実状である。このため現在まであまり用いられていない原土に何等かの前処理を施し単味あるいは良質のものとの混用をはかるなど、原土需要に即応し、品質の低下を極力避け得るよう適切な処置を講ずることが必要である。

本研究はこれらの実状に立脚し、すでにいい古されている原料の成熟、いわゆる“ねかし”の効果がどのような面にどのような形で現われるかを把握するため、従来使用されている原土と余りかえりみられなかった原土の2種を対象として行なった。

## 2. 資料と実験方法

## 2.1 試 料

赤レンガ原土は現在使用されている“青マサ”とはお土として殆んどかえりみられず廃棄されている“軽質赤マサ”を用い、これに適量の水をうち、室内で熟成を行ない、熟成期間を各原土毎に0日から100日まで10日間隔としたものを原料とし、板状の石骨型（吸水率測定試料用として75×35×20mm、焼成収縮率、曲げ強度測定用として75×37×10mmの石骨型）により押型成形とし、乾燥後、エレベータ電気がにて焼成温度1000°C、1050°C、

1100°C、1150°C、1200°Cとし昇温後所定各温度に1時間保持したのち室温まで放冷した焼成物を供試体とした。

## 2.2 実験方法

上述の条件で焼成した各供試体につき焼成収縮率、吸水率および曲げ強度を測定した。

焼成収縮率は成形乾燥試料面上に50mmの間隔に点を刻み各所定温度に焼成のち、2点間の距離をはかり次式により焼成収縮率を求めた。

$$\text{焼成収縮率}(\%) = \frac{\text{焼成試料における二点間の距離}}{\text{乾燥試料における二点間の距離}} \times 100$$

吸水率はJIS R-1250-1951(1969確認)を準用し測定した。

曲げ強度は200kg曲げ強さ試験機を用い1点荷重の方法でスパンの長さ50mmとし測定した。

これらの方法により測定した結果は表1—1—1—5に示す。

表1—1 焼成物の物理的性質（焼成温度 1000°C）

試 料	焼成収縮率 (%)	吸水率 (%)	曲げ強さ (kg/cm <sup>2</sup> )
赤マサ焼成物(熟成 0日)	1.06	28.06	24
〃 (〃 10日)	1.06	27.67	24
〃 (〃 20日)	1.68	27.89	20
〃 (〃 30日)	0.85	27.61	22
〃 (〃 40日)	1.16	27.84	20
〃 (〃 50日)	0.63	27.87	22
〃 (〃 60日)	0.21	27.94	22
〃 (〃 70日)	0.84	27.36	26
〃 (〃 80日)	1.26	27.45	26
〃 (〃 90日)	1.05	27.51	28
〃 (〃 100日)	1.16	27.40	30
青マサ焼成物(〃 0日)	0.41	23.35	18
〃 (〃 10日)	0.83	23.55	21
〃 (〃 20日)	1.03	22.78	21
〃 (〃 30日)	0.61	22.92	25
〃 (〃 40日)	0.62	23.39	27
〃 (〃 50日)	0.51	22.46	27
〃 (〃 60日)	0.92	21.09	34
〃 (〃 70日)	1.03	21.46	32
〃 (〃 80日)	0.61	22.07	30
〃 (〃 90日)	1.03	21.93	32
〃 (〃 100日)	1.03	22.05	35

表1-2 焼成物の物理的性質(焼成温度 1050°C)

試料	焼成収縮率(%)	吸水率(%)	曲げ強さ(kg/cm <sup>2</sup> )
赤マサ焼成物(熟成 0日)	1.48	26.88	28
〃 (〃 10日)	1.27	25.46	28
〃 (〃 20日)	1.68	26.21	35
〃 (〃 30日)	1.49	25.95	29
〃 (〃 40日)	1.69	26.41	37
〃 (〃 50日)	1.38	25.78	28
〃 (〃 60日)	1.26	26.47	29
〃 (〃 70日)	1.26	25.60	26
〃 (〃 80日)	2.30	24.68	37
〃 (〃 90日)	1.89	25.82	37
〃 (〃 100日)	2.12	24.57	39
青マサ焼成物(〃 0日)	1.34	21.53	39
〃 (〃 10日)	1.86	21.47	50
〃 (〃 20日)	2.07	20.12	60
〃 (〃 30日)	1.65	21.31	50
〃 (〃 40日)	1.65	20.66	48
〃 (〃 50日)	2.68	18.53	50
〃 (〃 60日)	2.26	19.68	44
〃 (〃 70日)	2.48	18.77	58
〃 (〃 80日)	2.26	18.08	53
〃 (〃 90日)	2.79	18.28	62
〃 (〃 100日)	2.89	18.56	67

表1-4 焼成物の物理的性質(焼成温度 1150°C)

試料	焼成収縮率(%)	吸水率(%)	曲げ強さ(kg/cm <sup>2</sup> )
赤マサ焼成物(熟成 0日)	4.21	21.95	78
〃 (〃 10日)	3.60	21.25	66
〃 (〃 20日)	4.11	21.98	70
〃 (〃 30日)	3.40	21.17	74
〃 (〃 40日)	3.60	22.33	56
〃 (〃 50日)	3.92	20.94	68
〃 (〃 60日)	3.79	21.81	80
〃 (〃 70日)	3.71	20.76	58
〃 (〃 80日)	4.43	21.27	78
〃 (〃 90日)	4.86	21.66	80
〃 (〃 100日)	4.64	20.28	92
青マサ焼成物(〃 0日)	5.55	13.89	132
〃 (〃 10日)	5.82	12.54	132
〃 (〃 20日)	5.19	12.51	136
〃 (〃 30日)	5.97	12.22	133
〃 (〃 40日)	5.99	12.62	156
〃 (〃 50日)	6.02	10.13	134
〃 (〃 60日)	6.80	8.52	156
〃 (〃 70日)	6.41	10.63	140
〃 (〃 80日)	6.80	9.01	164
〃 (〃 90日)	6.80	10.13	152
〃 (〃 100日)	6.95	9.01	158

表1-3 焼成物の物理的性質(焼成温度 1100°C)

試料	焼成収縮率(%)	吸水率(%)	曲げ強さ(kg/cm <sup>2</sup> )
赤マサ焼成物(熟成 0日)	2.86	24.64	46
〃 (〃 10日)	2.33	23.95	40
〃 (〃 20日)	3.15	23.93	50
〃 (〃 30日)	2.97	23.78	57
〃 (〃 40日)	2.73	24.32	40
〃 (〃 50日)	2.75	23.57	50
〃 (〃 60日)	2.54	23.58	48
〃 (〃 70日)	2.54	24.22	45
〃 (〃 80日)	3.15	23.33	52
〃 (〃 90日)	2.96	23.37	50
〃 (〃 100日)	2.85	23.38	59
青マサ焼成物(〃 0日)	3.09	18.16	93
〃 (〃 10日)	4.13	17.56	94
〃 (〃 20日)	3.22	16.33	81
〃 (〃 30日)	3.63	17.48	95
〃 (〃 40日)	3.63	16.52	101
〃 (〃 50日)	4.37	14.51	102
〃 (〃 60日)	3.91	13.60	112
〃 (〃 70日)	3.75	15.15	112
〃 (〃 80日)	3.43	14.45	97
〃 (〃 90日)	3.95	16.20	95
〃 (〃 100日)	3.42	15.47	104

表1-5 焼成物の物理的性質(焼成温度 1200°C)

試料	焼成収縮率(%)	吸水率(%)	曲げ強さ(kg/cm <sup>2</sup> )
赤マサ焼成物(熟成 0日)	6.23	17.30	125
〃 (〃 10日)	5.52	17.31	106
〃 (〃 20日)	5.52	16.78	85
〃 (〃 30日)	5.52	17.83	110
〃 (〃 40日)	5.25	16.71	98
〃 (〃 50日)	5.53	16.73	83
〃 (〃 60日)	5.90	15.96	98
〃 (〃 70日)	5.61	17.78	106
〃 (〃 80日)	6.34	17.04	104
〃 (〃 90日)	6.73	17.36	102
〃 (〃 100日)	6.04	15.98	119
青マサ焼成物(〃 0日)	8.84	5.84	178
〃 (〃 10日)	8.07	4.67	142
〃 (〃 20日)	7.88	4.34	166
〃 (〃 30日)	9.48	4.15	171
〃 (〃 40日)	9.12	5.08	209
〃 (〃 50日)	8.73	2.47	171
〃 (〃 60日)	9.24	3.42	175
〃 (〃 70日)	8.92	2.19	169
〃 (〃 80日)	8.92	2.93	173
〃 (〃 90日)	10.04	1.44	199
〃 (〃 100日)	9.66	4.40	193

なお、赤マサ、青マサの大きな差異は焼成温度にか  
 かりの差があること、すなわち赤マサは青マサに比しか

なりその温度が高いことである。

### 3. 実験結果および考察

赤レンガ原土は2種ともかなりの量の砂粒を含んでおり、生産現場では原土のままの状態で使用しており、また成形方法がぬき出し方式なので、当該実験でも砂粒を含んだ原土の状態で使用、さらに成形に際してはプレス成形の方法をとらず石膏型による押形成形に拠った。このため成形物における組織上の均質化が得られなかった節みがあり、3物性の測定値にはかなりのバラツキが認められるが、傾向だけは把握できたので、この主旨にそって考察した。

#### 3.1 焼成収縮率に与える熟成の影響

2種の原土使用供試体とも低火度(1000°C~1100°C)では熟成日数と焼成収縮率との間にはほとんど相関性が認められないが、青マサにおいては1150°C以上で熟成日数に応じ焼成収縮率が大きくなっている。赤マサにもこの傾向がやや認められるもののはなほだ微弱である。概括的にいえば赤レンガ焼成温度域(1050°C~1100°C)では熟成は焼成収縮率に影響を及ぼさない。

#### 3.2 吸水率に与える熟成効果

両種とも熟成により吸水率は減少の傾向にあるが、この傾向は焼成温度の低い青マサの方が顕著である。赤マサについては1150°Cまでは成熟日数の増加とともに吸水率減少の傾向が認められるが、1200°Cでは各熟成日数に対応する測定値の振幅が大でこの傾向は必ずしも認めがたい。青マサについては1000°C~1200°Cにおいて一様に上記の傾向が認められ、1150°Cまでこの傾向は顕著である。これは熟成によって粒子間の焼結反応が促進されるものと思料する。

#### 3.3 曲げ強度に与える熟成効果

吸水率の場合と同じ傾向にある。すなわち赤マサにおいては1150°Cまでは熟成日数に応じおおむね強度の増進が認められ青マサにあっては1000°C~1200°Cで熟成日数とともにその傾向は顕著であるが、高温になるに従い測定値のバラツキが大となっている。これは成形物中に砂粒がかなりの量混在し、各試料毎の砂粒の粒度分布、偏在性等にも差異があり、組織的にも均質を欠くため、焼成温度が高くなれば局部的に内部歪(例えば砂粒の熱膨脹)を生じ、その生ずる状態も試料により区々であるためバラツキが大きくなるものと解される。

#### 3.4 総合的考察

以上3物性に与える熟成の影響または効果を総合すると、大体において高温、熟成日数の増加に伴い焼成収縮率はわずかながらも大きくなり、吸水率は減少、曲げ強度はしだいに大となる傾向にある。吸水率、曲げ強度の増進に比し、焼成収縮率は余り大きくは変化しない。

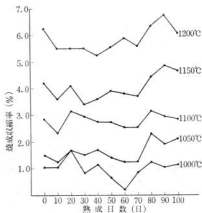


図1-1 焼成収縮率に及ぼす熟成の影響 (赤マサ)

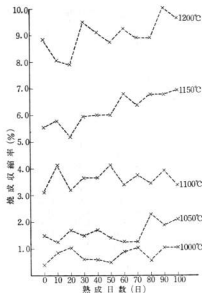


図1-2 焼成収縮率に及ぼす熟成の影響 (青マサ)



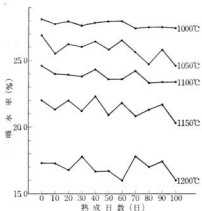


図2-1 吸水率に与える熟成効果  
(赤マサ)

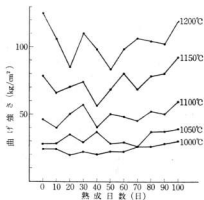


図3-1 曲げ強度に与える熟成効果  
(赤マサ)

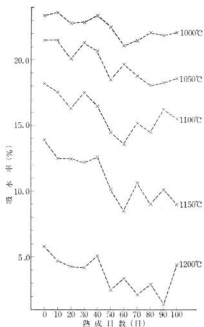


図2-2 吸水率に与える熟成効果  
(青マサ)

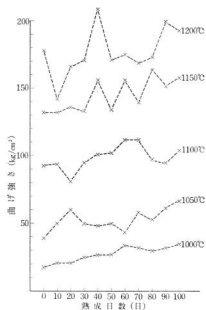


図3-2 曲げ強度に与える熟成効果  
(青マサ)

赤マサ、青マサを比較した場合青マサの方が成熟による効果が大きいことが認められた。

#### 4. 結 言

良質の原土の埋蔵量が減少していること、採掘の条件がかなり規制されていることなど原料採取にはきわめて不利な条件がかさなり、一方レンガの需要量は増加することが予想される現状に照し、比較的簡単な方法で良質原土使用の製品に近い品質のものが得られることを目標として散水による熟成が焼成物性に及ぼす効果の有無を検討した結果、つぎの事項を認めた。

- 1) 焼成収縮率においては低火度の場合は熟成による影響はないが、高温になると若干大きくなる傾向がある。この傾向は焼成温度の低い青マサに比較的

明瞭に現われている。

- 2) 吸水率においては低温度から高温に至るまで(1000°C~1200°C) 熟成日数に応じ吸水性を減じている。青マサは赤マサに比しこの効果(傾向)が大である。

- 3) 曲げ強度においては吸水率の場合と同様の傾向が見られる。焼成温度が高くなれば測定値のバラツキが大となっている。

- 4) 熟成の影響は焼成収縮率には余り現われないが、吸水率、曲げ強度には増進の効果が認められた。

以上のことから今後の原料対策として良質原土と未利用原土を混合使用し、しかも散水による熟成を実施することが得策と考える。

良  
か  
つ  
れ  
る。  
ま  
が  
は、  
の  
き  
ま  
さ  
さ  
に、  
成  
品  
製  
品  
肉  
質  
質  
り  
て  
1.4  
当  
使  
用  
乾  
燥  
質  
後、  
黒  
皮  
か  
隔  
で  
ル  
で  
も

# 球状黒鉛鑄鉄に関する研究 (第5報)

## 球状黒鉛鑄鉄のかたさと当て金の影響について

橋本 幸則, 世良 時夫  
小林 賢治, 新田 明

### 1. 緒 言

鑄造品の材質の向上と、その均質化については、従来から関心がよせられており、鑄造技術者も、このことについては、たえず努力をはらってきている。

しかし鑄造技術については、まだ多くの問題点が残されており、そのなかでかたさの不均一も取上げられている。

かたさの不均一の原因としては、鑄物の冷却速度の差が考えられるが、工場で生産されるほとんどの鑄造品は、形状、肉厚などに異なるため、鑄物を製作するのに好ましい冷却速度を確保できるとはかぎらない。ときには、そのための欠陥を発生することもある。

本研究は、実際に工場の球状黒鉛鑄鉄品において、せき前の、しかも肉厚部で、冷却速度がおそい部分のかたさが、他の部分よりも高くなる、という現象が生じた際に、その対策として、当て金を用いてかたさの均一化に成功したので、その状況を報告するものである。

### 2. 試料と実験方法

試料の形状、寸法は、工場で実際に問題となっている製品に似せるため、図1に示すとおりとした。

試料は、当て金を使用しないもの、および、当て金の肉厚を10mm、15mm、20mmと変えた4種類である。

鑄型は、合成砂を使用し、鑄造方案は図2に示すとおりである。湯口比は、1:2.1:0.8とした。鑄込温度は、1,400°Cとし、化学成分は表1に示すとおりである。

当て金の材質、および寸法は、表2に示すとおりで、使用に際しては、表面にアルコール塗型を施し、充分乾燥したものである。

鑄造した試料は、下型面を7mm切削し、切削面を研削後、エメリーパーペーで表面仕上げを施し、反対面は黒皮を除く程度に研削して試験片とした。

かたさは、試験片の仕上面について、5および10mm間隔でその分布状況を、ロックウェル硬度計の、Bスケールで測定した。また内部欠陥、および顕微鏡組織についても調べた。

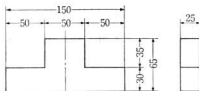


図1 試験片の寸法

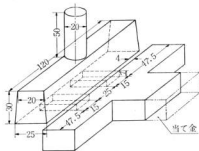


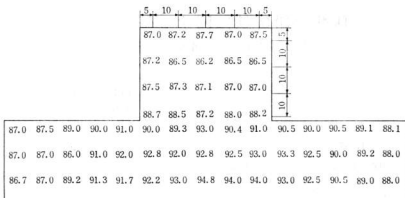
図2 試験片の鑄造方案

表1 化 学 成 分 (%)

C	Si	Mn	P	S
3.50	3.24	0.14	0.016	0.022

表2 当て金の材質および寸法

材 質	寸 法 (mm)
SS 41	50 × 25 × 10
〃	50 × 25 × 15
〃	50 × 25 × 20

図3 かたさ (H<sub>B</sub>) の分布

### 3. 実験結果および考察

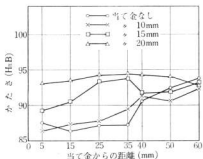
#### 3.1 当て金を使用しない場合の、かたさの分布

当て金を使用しない場合の、かたさの分布は、図3に示すとおりである。

製品と同様、この試験片においても、そのかたさ分布をみると、硬固がおせいせき前が高くなり、せきから遠くなるにしたがい、低い値を示した。かたさの平均値は HxB 89.5、最高が HxB 94.8、最低は HxB 86.2 となり、8.6の範囲でバラツキがあった。

#### 3.2 当て金の影響

当て金を使用しないもの、および当て金の肉厚10mm、15mm、20mmについての、平均かたさは、それぞれ HxB 89.5、HxB 91.7、HxB 92.3、および HxB 93.3 となり、当て金の肉厚が、厚くなるにしたがい、平均かたさも高くなった。また当て金の肉厚と、当て金側からの距離別

図4 当て金の厚さと、かたさ (H<sub>B</sub>) との関係

の、かたさの分布を平均値で示すと、図4のとおりである。当て金を使用しないもの、および当て金10mmのものでは、当て金面より35mm以上の範囲に比べ、それより当て金面に近い範囲のかたさが低くなっているが、当て金15mm、20mmのものは、後者の範囲のかたさが上昇して、両者の差が少なくなり、とくに20mmのものでは、全長にわたり、ほぼ均一なかたさを得ている。

つぎに、当て金を使用しないもの、および当て金の肉厚10mm、15mm、20mmのものを、それぞれA、B、C、Dのブロック別に仕切り、ブロック別のかたさの平均値を

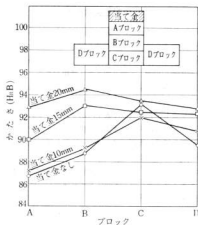
図5 当て金の厚さとブロック別のかたさ (H<sub>B</sub>) との関係

図5に示した。当て金を使用しないもの、および当て金10mmのものは、当て金15mm、20mmのものに比べ、ブロックごとのかたさのパラツキが多い。とりわけ、当て金20mmについては、他のものに比べ、かたさは高くなっているが、全長にわたり、ほぼ均一なかたさを得ている。

当て金15mm、20mmのかたさのピークは、Bブロックであったが、当て金を使用しないもの、および当て金10mmのものについては、Cブロックにピークがあった。すなわち、前者では当て金の影響が現われた、後者については製品と同じようであった。

### 3.3 当て金と内部欠陥との関係

試験片を、当て面に直角に中央部で切断し、欠陥の有無を調べたところ、ヒケ巣が発生していた。当て金の肉厚と欠陥との関係を、図6に示す。当て金を使用しないものについては、当て面より、18~32mmの間に、欠陥が発生しており、当て金の厚さが増すにしたがい、欠陥の発生範囲が小さくなり、当て金30mmのものは、痕跡程度のものであった。また欠陥の発生位置も、当て金の厚さが増すにつれ、当て面より遠くなっている。

### 3.4 当て金と顕微鏡組織との関係

顕微鏡組織は、当て金を使用しないものと、当て金20mmの2種を写真1に示す。写真の1は当て金を使用しないもの、2は、当て金20mmのものである。a、bは当て面からの距離で、それぞれ5mm、および40mmである。

写真の1-bは、1-aに比べ、若干パーライト地が多いようである。2-aは、球状黒鉛が小さく折出しているが、基底はほとんど、フェライトとなっている。これが、かたさの均一化をまわっているのであるが、フェライト化の理由については、今後さらに追究したい。

## 4. 結 言

#### (1) 当て金を使用しない場合のかたさの分布

かたさの分布は、せき前が高く、せきから遠くなるにしたがい低くなった。

#### (2) 当て金の影響

肉厚10mmの当て金は、かたさの分布には影響しないが、肉厚20mmの当て金については、平均かたさは若干高くなるが、ほぼ均一な分布となる。

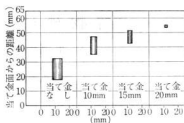
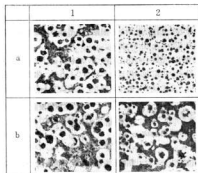


図6 当て金の厚さと欠陥との関係



1—当て金を使用しないもの 2—当て金20mmのもの  
a—当て金面から5mm b—当て金面から40mm

写真1 当て金なし、および当て金20mmの  
顕微鏡組織 (×100)

#### (3) 当て金と内部欠陥との関係

当て金を使用しない場合、欠陥は中心部に大きな範囲で発生していたが、当て金の肉厚が厚くなるにしたがい、欠陥の範囲が小さくなり、また当て金面から遠くなる。

おわりに、本研究に際し、福山専修職業訓練校、門田鋳工株式会社、株式会社五光鋳工所の援助を受けたので厚くお礼を申し上げます。

# 鋳物砂に関する研究(第20報)

## 生型砂の粘土分管理にいて\*

世 良 時 夫

### 1. 結 言

生型砂の管理については、いろいろな方法が今日まで検討されている。生型砂はすぐれた造型法であることはいうまでもない。しかし自動造型機に安定した生型砂を供給することは、なかなか困難で生型砂の複雑性から管理項目も多くなりつつある。

筆者は生型砂中の粘土分について検討を行なった。JIS粘土分の定義は周知のとおりであるが、強さなどを考えるうえでは不十分な点が多い。そこでJIS粘土分を分類して考えてみるつもりになる。

JIS粘土分	$\left\{ \begin{array}{l} \text{活性粘土分} \\ \text{不活性粘土分} \end{array} \right.$	有効粘土分
		潜在粘土分
		デッドクレイ
		20 $\mu$ 以下の微粒子

活性粘土分とは、粘結性を持っている粘土をいい、さらに分けると生型砂の強さに実際に寄与している有効粘土分と、粘結性は持っているが実際に役だっていない潜在粘土分とに分けて考えられる。不活性粘土分とは、粘結性を持たない粘土分で、さらに分けると活性粘土が粘結性を消失したデッドクレイと添加物などの微粒子に分けられる。

ここで述べる粘土分とは、活性粘土分で試験法もいろいろ報告されている。本実験ではメチレンブルー点滴法<sup>1)</sup>と電気伝導度法<sup>2)</sup>について検討した。さらにコンパクトビリティー—圧縮強さ—水分量の関係から粘土分を求めるグラフ<sup>3)</sup>を作成した。本報告では工場管理への応用には不備な点もあるが、今後の生型砂管理の参考となれば幸いである。

### 2. 試料と実験方法

#### 2.1 メチレンブルー点滴法<sup>1)</sup>

この方法は「活性粘土分と色素の吸着能力とは比例関係にある」という原理によるものである。

試料は造型砂を乾燥(105°C×3h)させて5gを化学天秤で秤量し、300cc容量の三角フラスコに移す。これにメスシリンダーで蒸留水50ccを加え、フラスコの口には時計皿をのせてサンドバス等で加熱する。沸騰開始後、約20分位砂粒に着いた粘結材を十分に溶液に分散

させる。煮沸が終わったら時計皿、フラスコの付着物を先端をゴム管でカバーしたガラス棒でこすり蒸留水でフラスコ中に直し落とし常温まで冷却する。

これにメスビペットで0.5規定硫酸溶液2ccを加えて十分かくはんする。つぎに3.74gのメチレンブルーを1,000ccの蒸留水に溶かした。メチレンブルー溶液を予想される消費量の9/10までを一度に添加し、30秒振とう、かくはん後先端をゴム管でカバーしたガラス棒で溶液の一滴をろ紙(東洋ろ紙No.5)上に落とす。活性粘土分がメチレンブルー吸着能力に余裕があれば、ろ紙上のはん点は黒褐色のはん点の輪郭のはっきりした円形となる。もしメチレンブルー溶液の添加量が活性粘土分の色素吸着能力をこえれば、黒褐色のはん点の周囲に淡い青緑色のコロナ状ハローがあらわれる。このハローがあらわれないうちはメチレンブルー溶液1ccを添加し、30秒振とう、かくはんしてその一滴をろ紙に落とし、ハローのあらわれるまで操作をくり返す。ハローがあらわれたら、さらに1分以上振とう、かくはんを行ないもろ一滴をろ紙に落とし、ハロー状態を調べる。もしハローが消えればさらに1ccを加えて同じ操作をくり返して、ハローがあらわれる点のメチレンブルー溶液の消費量を求める。ハローは少なくとも1mm以上あらわれる点をもって飽和点とした。あらかじめ求めた検量線からメチレンブルー溶液の消費量で活性粘土分を求めた。

#### 2.2 電気伝導度法<sup>2)</sup>

この方法は「一定液中の活性粘土分と電気伝導度とは比例関係にある」という原理によるものである。

試料は造型砂を乾燥(105°C×3h)させて100gをはかり300cc容量のトーオール・ビーカーに入れる。メス・シリンダーで蒸留水300ccを加え、かくはん機で15~20分かくはん、分散を行なう。かくはん後25°Cの恒温水槽に移し30分以上放置する。その後ガラス棒で十分かくはんを行ない測定溶液をつくる。測定には電導度計(東亜電機工業製、CM-2A型)を使用しデブスセルを測定液にひたし測定した。

\* 昭和46年12月、日本鋳物協会中国四国支部研究発表会に発表

## 2.3 コンパクトビリティ——圧縮強さ——水分量から粘土分を求める方法<sup>3), 4)</sup>

### 2.3.1 供試砂

粒度指数 104 の三栄銀砂 15kg に水および乾燥したベントナイト（豊順 H ベントナイト, 105°C × 3 h）を所定量加えてミックスマシーナでマルダウン<sup>5)</sup>し、さらに実験室用シン普森ミルで水分調整を行なったものを供試砂とした。マルダウンは混合物を水・粘土率 0.45 以上に湿らせ、その比率が 0.20 以下になるまで重複し、改めて 0.45 以上に湿らす方法で 3 回くり返した。この供試砂はほぼ完全混練された砂とみなして実験した。

### 2.3.2 実験方法

コンパクトビリティ試験法<sup>5), 6)</sup>は前報<sup>3)</sup>に準じて実験を行なった。

さらに圧縮強さは、電動式鈎物砂万能試験機で DRY COMP 目盛で測定した。水分測定は J I S 試験法に準じて行なった。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 メチレンブルー点滴法

ベントナイト 2 種類（豊順 H ベントナイト、日炭 A ベントナイト）についての検量線を求めた。105°C で 6 時間乾燥したベントナイトを 0.1g から 0.1g おきに 0.7g までを化学天びんで秤量し測定した。これは試料砂 5g 中の 2% から 14% までのベントナイト量に相当する。

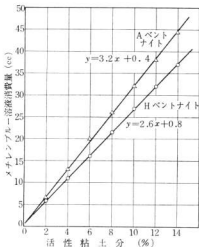


図1 活性粘土分とメチレンブルー溶液消費量との関係

の結果は図 1 に示すとおりである。

ベントナイト量とメチレンブルー溶液の消費量との関係は一次式で示される。ベントナイトの種類によってメチレンブルー溶液の消費量が異なるため、各工場であらかじめ検量線は求める必要がある。さらには入荷ロットによる多少の変動も予想されるため、チェックすることが望ましい。この試験方法でメチレンブルー溶液 1 cc 刻みの滴加で粘土分は約 0.3~0.4% 刻みの測定が行なえる。

つぎに加熱温度によるベントナイトの影響を調べるため、100, 300, 500, 700, 900°C の各温度で 6 時間加熱、冷却したベントナイトを試料とした。ベントナイト 8% の試料重量 0.4g を基準として比較した結果は図 2 に示すとおりである。

両ベントナイトとも 500°C をこえると急激にメチレンブルー溶液の消費率は低下する。しかしベントナイトの種類により多少異なる。この傾向は前報<sup>3)</sup>の加熱温度と圧縮強さの関係とはほぼ一致している。

### 3.2 電気伝導度法

メチレンブルー点滴法と同じ試料を使用して検量線を求めた。ベントナイト 2g から 2g おきに 14g までを化学天びんで秤量し測定した。これは試料砂 100g 中の 2% から 14% までのベントナイト量に相当する。この結果は図 3 に示すとおりである。

ベントナイト量と電気伝導度との関係はゆるやかな曲

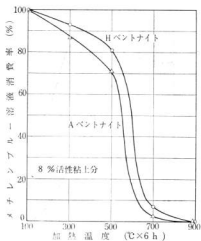


図2 加熱温度とメチレンブルー溶液消費率との関係

線を示す。メチレンブルー点滴法と同様にベントナイトの種類によって異なり、Hベントナイトはかくはん後測定までの時間で測定値に多少変化があることが認められた。

つぎに加熱温度による影響を調べるため、メチレンブルー点滴試験の同一試料で試験した結果は図4に示すとおりである。

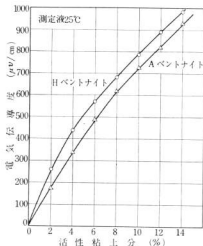


図3 活性粘土分と電気伝導度との関係

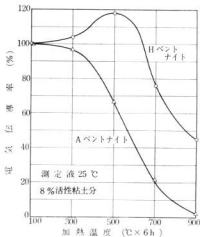


図4 加熱温度と電気伝導率との関係

Aベントナイトはメチレンブルー点滴法と同じ傾向を示しているが、Hベントナイトは加熱温度が500°Cでピークとなり700、900°Cと低下しているが、900°Cでも100°Cの45%の電気伝導率を示している。この結果についてはX線回折・化学分析等で調べたが明らかではなかった。Hベントナイトを使用している工場砂は粘土分が多めの値を示すことが考えられる。

つぎに実験室砂と工場砂を両試験法で比較を行なった結果は表1、2に示すとおりである。

表1 実験室砂の試験法による比較

内割計算値	試験法		電気伝導度法
	メチレンブルー点滴法	電気伝導度法	
%	%	%	%
4.76	5	5.3	5.1
5.66	6	6.25	5.7
6.54	7	7.25	6.4
7.40	8	8.2	7.5
9.09	10	10.9	9.0

表2 工場砂(Hベントナイト)の試験法による比較

	試験法		
	くりかえし数	電気伝導度法	
	メチレンブルー点滴法	%	
	%	%	
工場砂	1	6.5	8.8
	2	6.3	8.7
	3	6.5	8.7
	4	6.3	8.7
	5	6.3	8.6
平均	6.4	8.7	

表1は実験室砂について比較した結果である。乾燥したベントナイト添加量(内割)を内割添加量に換算して比較すると電気伝導度がほぼ一致しているといえる。

表2はHベントナイトを使用している工場砂について比較した結果である。両試験法による粘土分には平均で2.3%も違っている。この結果は図5で示されたように電気伝導法では粘土分が多めに測定されたものと考えられる。両試験法ともくりかえしによるバラツキは少なかった。

以上の結果を総合すると絶対値については不十分な点もあるが、メチレンブルー点滴法は管理として適当と考えられる。

### 3.3 コンパクトビリティ—圧縮強さ—水分量から粘土分を求める方法

コンパクトビリティ試験は混練状態や成型性を知るこ



とができる。コンパクトビリティ、圧縮強さおよび水分量との相互関係から有効粘土分と活性粘土分が決定されると報告<sup>21, 22)</sup>されている。これらの考えにもとづいて作製したグラフは図5、6に示すとおりである。

図5はコンパクトビリティと圧縮強さとの関係から砂粒の結核性に寄与している有効粘土分を求めをことができる。コンパクトビリティと圧縮強さの関係は直線関係で示され、ここでいうベントナイト添加量は乾燥したベントナイトを外割りに添加したもので、この値が有効粘土分として求められる。たとえばコンパクトビリティ45%で圧縮強さ1.10kg/cm<sup>2</sup>であれば、図5から有効粘土分は7%である。

図6は圧縮強さと水分量との関係から活性粘土分を求めることができる。圧縮強さと水分量の関係は曲線で示され、ある圧縮強さを得るには水分量によって粘土分が大きく異なる。たとえば圧縮強さ1.10kg/cm<sup>2</sup>で水分量が

4.1%および2.6%と異なれば、図6から活性粘土分は10%および7%と違ってくる。

つぎに工場砂について試験した結果は表3に示すとおりである。

コンパクトビリティ、圧縮強さおよび水分量を試験して、図5、6のグラフから有効・活性粘土分を求めた。この結果はコンパクトビリティ、圧縮強さ、水分量とも良く管理されているので、有効・活性粘土分のバラツキも少なかった。しかし、今後この試験で生型砂の混練度、ベントナイト添加量等の適正について管理されることが大切である。さらには有効粘土分と活性粘土分の比率と寸法精度等の関係について検討される必要がある。しかし、実際の工場砂はベントナイトの種類が異なり、各種添加物が配合されているため、圧縮強さ、必要水分量等が変化することが考えられる。そこでこのグラフを基礎として修正すれば、工場砂の生型砂管理として

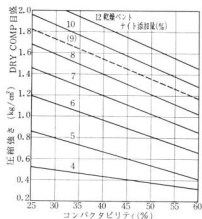


図5 コンパクトビリティと圧縮強さから有効粘土分を求める管理図

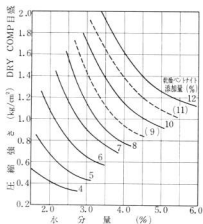


図6 水分量と圧縮強さから活性粘土分を求める管理図

表3 工場砂の試験例

試験項目 時間PM	コンパクト ビリティ (%)	水分量 (%)	圧縮強さ (kg/cm <sup>2</sup> )	試料重量 (g)	有効粘土分 (%)	活性粘土分 (%)	有効粘土分 活性粘土分 ×100
1.35	41	4.6	1.00	143	6.2	10.0	62
2.10	42	4.7	1.03	〃	6.3	10.2	62
3.00	41	4.5	1.02	〃	6.3	10.0	63
3.30	42	4.5	1.02	〃	6.4	10.0	64
3.40	38	4.4	1.02	〃	6.1	9.9	62
平均	41	4.5	1.02	〃	6.3	10.0	63

十分可能であると考えられる。

#### 4. 結 言

生型砂の粘土分管理として、メチレンブルー点滴法、電気伝導度法およびコンパクトビリティ——圧縮強さ——水分量から求める粘土分について検討した結果をまとめるとつぎのとおりである。

1. メチレンブルー点滴法、電気伝導度法について比較すると、新しい配合砂では電気伝導度法がすぐれているが、工場砂の場合ベントナイトの種類によっては実際の粘土量より多めに測定される。したがって一般にはメチレンブルー点滴法で活性粘土分の管理するのがよいと思う。

2. コンパクトビリティ——圧縮強さ——水分量の関係グラフは基本配合について求めたが、現場管理として十分可能である。しかし各種添加物等の影響については各工場で修正する必要がある。

おわりに本実験に対して供試砂の提供をいただいたコシワ工業株式会社第一製造部長にお礼を申し上げます。

#### 文 献

- 1) 市村：鈎物，43 (1971) 8, 689.
- 2) L. A. Soderling: *modern castings*, 49 (1966) 2, 95.
- 3) C. E. Wenninger, A. P. Volkmar: *modern castings*, 57 (1970) 2, 17.
- 4) A. P. Volkmar: *modern castings*, 58 (1970) 1, 93.
- 5) C. E. Troy: 日本鈎物協会第78回講演大会講演要旨 (1970) 新聞.
- 6) F. Hofmann, H. W. Diertert, A. L. Graham: *modern castings*, 56 (1969) 1, 134.
- 7) 世良：本報告，14 (1971), 26.
- 8) 世良，内藤，木原：本報告，12 (1969), 115.

## 高硬度試料のかたさ換算関係に及ぼす、 炭素量、組織差の影響\* (その2\*\*)

新田 明, 石田 節, 今井 秀孝\*\*\*

### 1. 緒 言

かたさ試験は金属材料の性質を知る簡便な試験法として、今日では広く機械金属工業に普及しており、我々はいかにかたさを測定することにより金属材料の耐摩耗性、ひっかきに対する抵抗、弾性係数、降伏点、破断強さ、粘着と脆さ、展延性などに関連した性質を大略ではあるが知ることができる。また幸いなことにかたさ試験機は比較的、安価であり、測定が迅速に行なえるばかりでなく測定時に生じるクボミは実用にさしつかえない場合が多いため近似的に非破壊試験として高取引上の検査とか、あるいは製品の品質管理に多用されている。

ところで押込みかたさ試験法の一つであるビッカースかたさ試験法は1925年イギリスの R・Smith および G・Standland によって発表されたもので、対面角136°のダイヤモンド四角錐圧子を用い、試験面にピラミッド形のクボミをつけた時の荷重を、永久クボミの対角線の長さから求めた表面積で除した高で言いつぎのような式で示される<sup>1)</sup>。

$$H_V = \frac{2P}{d^2} \sin \frac{\alpha}{2}$$

$H_V$ : ビッカースかたさ,  $P$ : 荷重(kg)

$d$ : クボミ対角線の長さ(mm)

この試験法の特長は均質な材料に対しては、加えられる荷重の大小に無関係に一定の値のかたさがえられること、また最も軟かい材料から最も硬い材料にいたるまでを連続して同一尺度でかたさが測れることであるが、しかし最精度がえられると考えられていたビッカースかたさ試験法はクボミ測定時に生じる個人誤差が意外に大きいことが最近の計量研究所などの調査で明確となった。またロックウェルかたさ試験 ( $H_{RC}$ ) は頂角130°先端半径0.2mmのダイヤモンド円錐圧子を、まず基準荷重 (10kg) を加えて押し、つぎに試験荷重 (150kg) となし、再び基準荷重 (10kg) にもどしたとき、前後2回の基準荷重におけるクボミの深さの差  $h$  から求められると JIS に規定されている。したがってロックウェルかたさは

$$H_R = 100 - 500h$$

となる。ロックウェルかたさの大きな誤差原因に挙げられていたダイヤモンド圧子とか測定法の問題も近年の研究により大きい進歩を示し非常に安定した測定が可能となってきたが試験機の構造上、その測定が小物部品に限定されているのが現状である。

一方ショアかたさは動のかたさの代表的な試験法であり、1906年 A・F・Shore によって発明された方法である。試験機の目盛は重さ約2.4gのハンマを254mmの高さから落下したときに、最高度に突入れた高炭素鋼を平均して100を、軟かい黄銅が10を示すように定められたとのことであり、詳しい定義は示されていない、その後ショアかたさ ( $H_S$ ) はハンマの落下の高さを  $h_0$ 、またはねり高さ  $h$  とすれば概略つぎのような式で示されると言われていた。

$$H_S = \frac{10000}{65} \times \frac{h}{h_0}$$

上記の式は現在では削除されているとのことであり、ハンマ先端の形状や反発高さとかたさの関係は不明な点が多い状態で現在に至っている。そのため、かたさの定義がはっきりしている、他のかたさ目盛と比べて信頼度が小さい原因となっている。しかしショアかたさ試験機はかたさ試験機の中でも特に小形かつ軽量で安価であり、手軽に持ち運びができる。また品物が試験機の試料受台の上におさまらないような大きさや形状である場合は測定される品物の移動を必要とせず計測筒のみを取り外して使用できるため生産現場ではすてがたい特長を持っている。

ところで本研究は、昭和44年度技術開発研究費補助事業による共同研究「硬さ測定および換算に関する研究」の継続研究であり、前回の研究ではロックウェルかたさ ( $H_{RC}$ ) を基準とする、かたさ換算を行なったところ表1のような結果が得られた。

\* 1972年第15回日本金属学会中国四国講演大会に発表

\*\* 具工試報告No.13—14, 15

\*\*\* 計量研究所, 第3部力学計測課

表1 分散分析表 ( $H_R C$ 基準)

要因	$H_R A$	15-N	$H_V$
R (反復)	**	**	**
A (炭素量)	**	**	**
B (かたさの段階)			**
A × B		**	**
R (反復)	**		
A (組織差)		**	
B (かたさの段階)			**
A × B			**

そこで本研究では、従来のビッカースかたさ基準に加え、ロツクウェルかたさを基準とするショアかたさとの関係を求め、ロツクウェルかたさ ( $H_R C$ ) 50以上の比較的高硬度でのかたさ換算関係を求めるためつぎのような研究を行なった。

- 1) 含有炭素量のちがいかたさ換算の関係
- 2) 高炭素鋼の熱処理組織差とかたさ換算の関係

## 2. 含有炭素量のちがいかたさ換算の関係

### 2.1 目的

耐摩耗性が要求される機械構成品、工具、刃物などは一般に0.5~1.5%の広範囲な炭素量を含むする種々な鋼種が使用され、これら製品のかたさは製品の大きさ、形状、厚さ、表面状態などの条件によりビッカースとかロツクウェルなど高精度の試験機によるかたさ測定が不可能なため、ショアかたさ試験機などの簡便な試験機を使用してかたさ測定が行なわれることも多い<sup>1)</sup>。そこでかたさ測定の条件を一定にしてロツクウェルかたさ ( $H_R C$ ) 50~65までのかたさ範囲でビッカースかたさおよびロツクウェルかたさ ( $H_R C$ ) を基準として動的かたさ試験法のショアかたさとの換算を行ない、含有炭素量の差がかたさ換算にどのような影響をおよぼすかを調べるため本研究を行なった。

### 2.2 実験

#### 2.2.1 測定機

ビッカースかたさ ( $H_V$ ) の測定には AVK 型 (明石製ビッカース) を使用し、ロツクウェルかたさ ( $H_R C$ ) の測定には計量研型万能基準かたさ試験機<sup>2)</sup> を使用し、ショアかたさ ( $H_S$ ) の測定には計量研究所の校正用標準かたさ試験機<sup>3)</sup> を使用した。このショアかたさ試験機は下記のような考えにもとづいて開発された試験機である。すなわち、ショアかたさの目盛は前記のように現在ではビッカースかたさからの換算で定められている。しか

しその精度は事実上±2目盛程度であり、性質の異なる試験機間の換算に頼る点で問題が少なくない。そこで反発かたさ試験本来の定義を基礎とした目盛定めが要求されるのは当然である。元来、反発かたさは一定形状のハンマーを一定高さから試料に落下させたときのね上がり高さに比例する数でなければならぬ。そこで計量研究所ではまず市販のショアかたさ試験機の寸法を調査し、かたさ ( $H_S$ ) の定義をつぎのような式とした。

$$H_S = 140 \times \frac{h_2}{h_1}$$

$h_1$ : ハンマー落下高さ (mm)  $h_2$ : ハンマーね上がり高さ (mm)

つぎにかたさに影響するすべての要因効果を調べ誤差変動のもっとも少ない「標準反発かたさ試験機」を試作した。同時にハンマー先端の形状を半径 1mm の球面に標準化した。本研究に使用した「校正用標準ショアかたさ試験機」は標準ショアかたさ試験機の普及形として試作された装置でほとんど同程度の安定性を有する上、操作が一回簡便にできるよう設計されている。その主な用途は、名称の示す通り、かたさ基準片の値付け (校正) であり、各種形状寸法の実用試料の正確なショアかたさ測定にも便利に使用できる構造となっている。本装置での具体的なかたさ測定はハンマーが落下し試料に衝突した時

表2 計量研形校正用標準ショアかたさ試験機の主要諸元

形式	D形に準拠
受台平面度	3 μm
電正振動子出力	10m V <sub>r-r</sub> ( $H_S$ 90 に対して)
測時精度	10 μs
ハンマー設定精度	±20 μm
反発高さ決定精度	±30 μm (0.25 $H_S$ 相当)
ショアかたさ指示値の精度	±0.8 $H_S$ (正確さ)
指示の安定度 (3σ 限界)	0.5~0.6 $H_S$ ( $n=6$ )

点からハンマーが上がり、再度試料に衝突するまでの合計時間がデジタル表示されるようになっており、その測定時間からかたさが決定される構造になっている。従来のショアかたさ試験機はハンマーのね上がり高さ (長さ) を計測していたが本装置はハンマーのね上がりにかかる時間を計測するため、現在の計測技術において高さ (長さ) 測定より有利な時間測定を利用することにより、より一層正確な反発かたさの測定を可能としている。

#### 2.2.2 測定方法と試料

測定に先だち AVK 型 (明石製ビッカース) 計量研型万

能基準かたさ試験機（ロックウェル）および校正用標準  
ショアかたさ試験機をX-R管理図により管理を行ない  
試験機の安定性を確認した上で試験片の測定に入った。  
そしてかたさ試験機の管理はかたさ測定が終了するまで  
行なった。

かたさ測定の規模は表3に示すごとく  $H_{RC}$  50~65と  
比較的高硬度の範囲の実験を行なった。かたさ測定は図

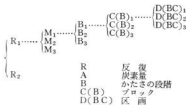


図1 実験のわりつけ

1に示すような分割実験で行ない、各試験片をランダム  
な順序で、また1試験片内の3区画の測定順序もランダム  
な順序で測定した。ピッカースおよびロックウェルか  
たさは第一回測定より2日の後に第2回の測定を行なっ  
た。ショアかたさは第1回測定より18日の後に第2回の  
測定を第1回と同様にランダムな順序で行なった。

表3 かたさ測定の規模

試料の 材質	かたさの段階 $H_{RC}$	試料の個数	試料の反復		かたさの 種類
			区画	回数	
SKS 8	50, 55, 60, 65 52.5, 57.5, 62.5	各段階 3個 各段階 1個	3	2	$H_V$ $H_{RC}$ $H_S$
SK 6	#	#	3	2	
S50C	50, 55, 60 52.5, 57.5	各段階 3個 各段階 1個			

表4 試料の化学成分(%)

鋼	種	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu
合金工具鋼	S 8種	1.40	0.14	0.23	0.012	0.023	0.03	0.48	0.10
炭素工具鋼	6種	0.74	0.27	0.37	0.012	0.011	0.03	0.00	0.04
機械構造用炭素鋼鋼材	S50C	0.47	0.23	0.70	0.015	0.019	0.02	0.00	0.05

かたさ試験片の素材は表4に示す化学成分をもつ、J  
I S規格のS50C, SK 6, SKS 8の3種の鋼材を使用  
した。これらの材料はCrを含有しているSKS 8の  
ほかは焼入性が悪いので、表5に示すような厚さの薄い  
試験片とし、各素材を適性な焼入温度より5%食塩水

表5 試料の形状

鋼	種	SKS 8	SK 6	S50C
試料寸法(mm)		48×20×3.9	48×20×4.7	48×20×4.2

(22~27°C)中で完全に焼入を行ない、マルテンサイト  
組織にした後、各所定のかたさの段階にするため、低温  
ゾルトバスにより各温度に1時間加熱を行なって焼もど  
しを行ない希望する試験片を得ることができた。

### 2.3 実験結果

前節で行なったかたさ測定により、反復2回のかたさ  
測定値(同一条件  $H_V$  6点,  $H_{RC}$  6点,  $H_S$  12点)の  
平均値をプロットしてピッカースかたさとショアかたさ  
の関係およびロックウェルCスケールかたさとショアか  
たさの関係を求めたものが図2、図3である。両図によ  
れば、炭素量(鋼種)のちがいでによる換算関係は異なる  
ようにみられるが明確でない。なお参考のためJ I  
Sハンドブックに記載されている換算曲線を実線で記入

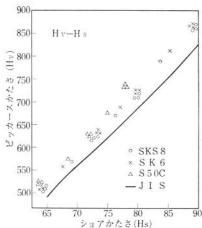
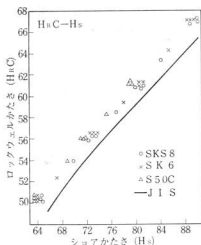


図2  $H_V$ かたさと  $H_S$ かたさの関係(炭素量)

した。

### 2.4 解析と考察

前節のように実測値のプロットのみでは炭素量(鋼種)  
によるかたさ換算関係は明確でない。そこでかたさ  
 $H_{RC}$  50, 55, 60の範囲の全実測値から仮の換算式を直

図3 H<sub>g</sub>CかたさきとH<sub>s</sub>かたさきの関係(炭素量)

交多項式による回帰分析から求めると、

$$H_s = 71.991 + 0.078 (H_{gC} - 630.775)$$

$$H_s = -10.32 + 1.469 H_{gC}$$

上記二つの仮の換算式が求めたところで各かたさの段階(H<sub>g</sub>C 50, 55, 60)での炭素量とショアかたさの関係(H<sub>s</sub>-H<sub>g</sub>C)の仮の換算式より求めた)を前記の仮の換算式による計算値と実測値の差について単回帰分析を行なったところ、ロックウェルかたさ(H<sub>g</sub>C)50レベルでは炭素量とショアかたさは直線関係が成立することが、ま

表6 炭素量の影響についての分散分析表

要因	自由度(φ)	不随分散(V)	
		H <sub>v</sub> -H <sub>s</sub> 換算	H <sub>g</sub> C-H <sub>s</sub> 換算
R(反復)	1	5.9642**	0.0652
A(炭素量)	2	68.1311**	42.0409**
B(かたさの段階)	2	8.9361**	0.0275
A × B	4	3.7483**	4.9796**
C(B)(プロット)	6	0.5867	0.5162
A × C(B)	12	0.4829	0.5585
e <sub>1</sub> (一次誤差)	26	0.6274**	0.6237**
D(BC)(区画)	16	0.0779	0.0623
e <sub>2</sub> (二次誤差)	92	0.0840	0.0643

たロックウェルかたさ(H<sub>g</sub>C)55および60レベルでは2次曲線あるいはそれ以上の高次の曲線関係が成立することが知れた。

また仮の換算式による計算値と実測値の差をもとに分散分析を行なったところ表6のように炭素量(A)の主効果と炭素量とかたさの段階の交互作用(A × B)が有意となり炭素量別(鋼種別)の換算式が必要であることが確認できたので、炭素量間を主体として回帰分析を行ない各種の換算式を求めたのが表7である。なお各式の次数決定はyの誤差分散V<sub>e</sub>から求まる標準偏差σ<sub>e</sub>=√V<sub>e</sub>がビッカースの場合5H<sub>v</sub>、ロックウェルの場合0.3 H<sub>g</sub>C程度の段階で決めた。

表7 かたさ換算式(炭素量)

H <sub>v</sub> -H <sub>s</sub>	SKS 8	SK 6	S 50 C
	$y = -132400 + 7704x - 167.1x^2 + 1.607x^3 - 0.005769x^4$	$y = -109500 + 6418x - 140.1x^2 + 1.355x^3 - 0.004887x^4$	$y = -136800 + 8203x - 183.2x^2 + 1.810x^3 - 0.006671x^4$
H <sub>g</sub> C-H <sub>s</sub>	SKS 8	SK 6	S 50 C
	$y = 1562 - 64.44x + 0.9052x^2 - 0.004178x^3$	$y = 1297 - 53.10x + 0.7443x^2 - 0.003420x^3$	$y = 1031 - 42.87x + 0.6147x^2 - 0.002879x^3$

換算式中のyの値はビッカースかたさあるいはロックウェルかたさ(H<sub>g</sub>C)、xの値はショアかたさである。なお図2、図3においてJ I Sの換算と本実験の実測値にロックウェルかたさ(H<sub>g</sub>C)で1.5~2程度の差が認められるが、これは材質の違い、試験片表面のそりの影響などが原因していると考えられる。

## 2.5 まとめ

本研究によりつぎのことがわかった。

- 1) SKS 8, SK 6のロックウェルかたさ(H<sub>g</sub>C)50~65, S 50Cのロックウェルかたさ(H<sub>g</sub>C)50~60のかたさ範囲内では、その炭素含有量(鋼種)の差により、かたさ換算関係はやや変化する。しかしロックウェルかたさ(H<sub>g</sub>C)1程度(炭素量の差で0.93%)の差が問題にならない場合にはこれらの差を無視できる。
- 2) ビッカースかたさとショアかたさおよびロックウェ

ルかたさ ( $H_R C$ ) とショアかたさの換算関係で低炭素量と高炭素量のものと比較すると、ビッカースかたさあるいはロクウェルかたさ ( $H_R C$ ) に近いものでもショアかたさでは後者が高い。しかしながら炭素量がある一定以上になるとかたさ上昇は認められないので、炭素量を10段階程度にとった実験により上記の詳細な関係を求める研究が望まれる。

- 3) 本実験結果は J I S ハンドブックの換算関係と異なるが、その原因として材質の違い、試験表面のその影響などが考えられるのでさらに吟味された試験片による汎用性のあるビッカースかたさとショアかたさおよびロクウェルかたさ ( $H_R C$ ) とショアかたさの換算関係を求める研究が望まれる。

本研究で求めた換算式は製品のショアかたさの実測値よりビッカースかたさあるいはロクウェルかたさ ( $H_R C$ ) を推算する場合に適し、また一般にかたさ測定はかたさ試験の精度、測定条件によりかたさは相当変化し、換算関係も変化すると思われるので、本研究で求めた回帰式を実用するにあたってはこれらのことに充分留意する必要がある。

### 3. 高炭素鋼の熱処理組織差と かたさ換算の関係

#### 3.1 目的

とくに耐摩耗性が要求される工具および刃物などは、一般に高炭素鋼が使用されていて、その焼入組織はマルテンサイト地に微細な炭化物が均一に分布しているものが良いといわれているが、中小企業においては熱処理の不完全なことにより、マルテンサイト地に網状炭化物の痕跡のあるもの、また高温焼入により荒いマルテンサイト地に残留オーステナイトのある不良組織をもつ製品が

しばしば見受けられるので、これらの組織差がビッカースかたさとショアかたさおよびロクウェルかたさ ( $H_R C$ ) とショアかたさ換算の関係にいかの影響をおよぼすかを調べるため本研究を行なった。

#### 3.2 実験

##### 3.2.1 測定機

前章と同様、ビッカースかたさの測定には AV K 型 (明石製) を、ロクウェルかたさ ( $H_R C$ ) の測定には計量研型万能基準かたさ試験機を使用し、ショアかたさの測定には計量研究所の校正用標準ショアかたさ試験機を使用した。

##### 3.2.2 測定方式と試料

前章と同様、測定に先だち各かたさ試験機を  $\bar{y}-R$  管理図により管理を行なった。

表8 かたさ測定の規模

組織の種類	かたさの段階 $H_R C$	試料の個数	試料の区画回数	反復回数	かたさの種類
3	50, 55, 60	各段階3個	3	2	$H_R C, H_S$
	52.5, 57.5	〃 1個			

かたさ測定の規模は表8に示すごとくロクウェルかたさ ( $H_R C$ ) 50~60と比較的高硬度の範囲の実験を行なった。かたさ測定は分割実験を行ない、各試験片をランダムな順序で、また1試験片内の3区画の測定順序もランダムに測定した。ビッカースかたさおよびロクウェルかたさ ( $H_R C$ ) の測定は第1回測定より2日の後に第2回の測定を行なった。ショアかたさは第1回測定より30日の後に第2回の測定を第1回と同様にランダムな順序がかたさ測定を行なった。

表9 試料の化学成分 (%)

鋼種	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu
炭素工具鋼 2種 SK 2	1.26	0.21	0.50	0.024	0.023	0.04	0.00	0.08

かたさ試験片の素材は表9に示す化学成分をもつ、J I S 規格の SK 2 に相当する鋼材を使用した。試験片の形状は、外径35mm内径9mm厚さ10mmのリング状のものと

表10 素材の調質条件

素材番号	焼入前の処理	組織
No. 1	900°C 20 min 保持→水冷	球状炭化物
	700°C 90 min 保持→水冷	
No. 2	950°C 20 min 保持→水冷	網状炭化物+パーライト

表11 試料の焼入条件

組織番号	使用素材	焼入条件	焼入後の組織
1	No. 1	780°C 3 min 保持→水冷	マルテンサイト+残留球状炭化物
2	No. 2	〃	マルテンサイト+残留網状炭化物
3	No. 1	950°C 3 min 保持→水冷	マルテンサイト+残留オーステナイト

した。この素材を使用して、焼入組織が異なるかたさ試験片を作製するため、表10に示す熱処理により鋼状および球状炭化物の2種類の組織に調質し、つぎにこれらの試料をソルトバス加熱で表11に示す焼入条件により、焼入組織に差のある3種類の試料を作製した。そしてこの焼入した試料をソルトバスで各温度に1時間焼もどしを行なってロックウェルかたさ ( $H_{RC}$ ) で50~60の範囲で計33個のかたさ試験片を作製した。

### 3.3 実験結果

前節で行なった測定により、同一条件のかたさ測定値

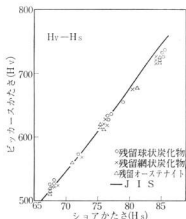


図4  $H_V$ かたさと $H_S$ かたさの関係(組織)

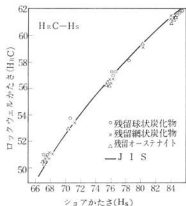


図5  $H_{RC}$ かたさと $H_S$ かたさの関係(組織)

( $H_V$  6点,  $H_{RC}$  6点,  $H_S$  12点)の平均値をプロットしてピッカースかたさとショアかたさの関係を求めたものが図4で、ロックウェルかたさ ( $H_{RC}$ ) とショアかたさの関係を求めたものが図5である。両図によれば組織のちがいがよる換算関係は明確でない。なお参考のためJISハンドブックに記載されているかたさ換算を実験で記入した。

### 3.4 解析と考察

前節のように実測値のプロットのみでは組織差によるかたさ換算関係が明確でない、そこでかたさ  $H_{RC}$  50, 55, 60の範囲の全実測値から仮の換算式を直交多項式による回帰分析から求めると、

$$H_S = 75.685 + 0.084 (H_V - 620.730)$$

$$H_S = -14.51 + 1.606 H_{RC}$$

上記二つの仮の換算式がまったので、この仮の換算式による計算式と実測値の差をともに分散分析を行なったところ表12のように組織差の主効果は換算関係に影響

表12 組織差の影響についての分散分析表

要 因	自由度 ( $\phi$ )	不 偏 分 散 (V)	
		$H_V-H_S$ 換算	$H_{RC}-H_S$ 換算
R (反 復)	1	3.9179**	4.4223**
A (組 織)	2	0.1194	0.6971
B (かたさの段階)	2	1.1653**	5.4449**
A × B	4	0.6266**	0.8648*
C (B)(ブロック)	6	0.1183	0.0796
A × C (B)	12	0.2175	0.2920
$e_1$ (一次誤差)	26	0.1519	0.1820**
D (B C)(区画)	16	0.1057	0.0706
$e_2$ (二次誤差)	92	0.1116	0.0472

を与えないが、組織とかたさの段階の交互作用 (A × B) に有意な差が認められるので、組織別に換算式を決める必要があることが確認できたので、組織別に回帰分析を行ない各種の換算式を求めたのが表13である。なお各式の次数決定は $\gamma$ の誤差分  $V_E$  から求まる標準偏差  $\sigma_E = \sqrt{V_E}$  がピッカースの場合  $5H_V$ 、ロックウェルの場合  $0.3 H_{RC}$  程度の段階で決めた。

換算式中の $\gamma$ の値はピッカースかたさあるいはロックウェルかたさ ( $H_{RC}$ )、 $x$ の値はショアかたさである。



表13 か た さ 換 算 式 (組織差)

$H_V-H_S$	残留球状炭化物	$y=16930-672.0x+9.018x^2-0.03947x^3$
	残留網状	$y=24210-965.4x+12.94x^2-0.05690x^3$
	残留オーステナイト	$y=23880-951.5x+12.75x^2-0.05598x^3$
$H_R C-H_S$	残留球状炭化物	$y=1272-50.04x+0.6745x^2-0.002981x^3$
	残留網状	$y=1531-60.39x+0.1824x^2-0.003592x^3$
	残留オーステナイト	$y=979.3-38.70x+0.5289x^2-0.002361x^3$

## 3.5 まとめ

本研究によりつぎのことがわかった。

- 1) SK 2 のロックウェルかたさ ( $H_R C$ ) 50~60 のかたさ範囲では、その焼入組織が異なるとかたさ換算関係はやや変化する。
- 2) J I S ハンドブックの換算式とはやや異なっており、また焼入組織により異なるがロックウェルかたさ ( $H_R C$ ) 0.5 程度の差が問題にならない場合には実用上これらの差を無視してもかまわない。

本研究で求めた換算式は SK 2 のショアかたさの実測値よりピッカースかたさあるいはロックウェルかたさ ( $H_R C$ ) を推算する場合に適し、また換算式を実用する場合には前章の終りに述べたような注意が必要である。

## 4. 結 言

高硬度試料におけるかたさの換算関係について研究を行ない以上のような結果を得た。これらの研究結果をもととして関連中小企業のかたさ試験機の管理技術、かたさ測定技術、かたさ換算技術の向上をはかり、製品の品質向上に役立てたい。

終りに本研究を行なうにあたり終始懇切な御指導を賜った計量研究所の飯塚幸三課長、矢野宏課長ならびにかたさ研究室の皆様へ深く感謝します。

## 文 献

- 1) 吉沢; かたさ試験法とその応用 実業房 (1967)
- 2) 石田; 本報告 13 March, (1971), 60
- 3) 矢野, 山本, 鴨下, 石田; 精機学会学術講演秋期大会 (1969)
- 4) 飯塚, 今井; 日本機械学会第50期全国大会 (1972)

# 騒音振動に関する研究(第4報)

## 無響室の音響特性について

大下 巖, 斯波 信雄

### 1. 結 言

機械騒音の測定・遮音材料の音響特性の測定・騒音計の校正等を目的とした無響室が完成したのでその音響特性について測定し、室内の遮二梁剛の成り立つ範囲・外部騒音に対する遮音度および振動遮断度についての検討を行った。

### 2. 無響室の仕様および実験方法

#### 2.1 無響室の概要

無響室は新築された恒温恒湿精密測定研究棟(225㎡)の一隅に設置されており、外部から伝わる空気音を防ぐために外壁は20cm厚のコンクリート造りとし、無響室と他の室との間は二層のコンクリートブロックモルタル仕上壁の間に空気層を作りその中に無響室を浮かす二重壁構造とした。無響室の有効寸法は(2.0m×2.8m×2.4m(高さ))であり天井、床、側壁とも60cm吸音くさびを取り付け、床はグレーチング床とした。また固体音を防ぐために室全体は建屋の基礎の上に防振ゴムを置き、その上に鉄骨の土台・柱・梁を据え、梁の上にはプレキャストのコンクリートスラブを敷き、天井および壁にはパーチクルボードを張って音の遮断を計りこれらの内部に吸音くさびを取り付けた。無響室全体は建物本体と絶縁された浮き構造である。出入口は廊下側に二重の防音扉を取り付け、内部には吸音くさびのついた回転扉を設けた。この扉には遮音性を良くするためにカップヒンジを取り付けた。室内に取り付けられた設備は照明、マイク・ホーン、スピーカー等のコンセント、マイクの位置の遠方操作のための移動装置および器材吊り金具類である。

無響室の換気および空調は外部からの騒音を完全に除去する意味で特に無響室換気口は作らず、使用前にあらかじめ可搬型空調機で空調して後に空調機を取り出す方式とし無響室には試験用器材・測定器を入れるだけで測定は凡て別室において遠隔操作で行うものとした。なお無響室内の温度度は自動記録装置によって外部から監視できる。

図1に無響室の概要を示す。

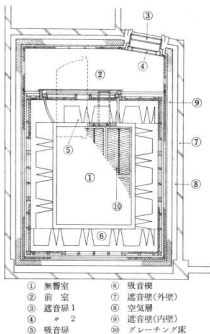


図1 無響室の概要



写真1 無響室内部

## 無響室の主たる仕様

- (1) 外室寸法 4.7m(巾)×6.5m(奥行)×5.4m(高さ)  
(測定前室を含む) コンクリート壁厚 20cm
- (2) 内室有効寸法 2.0m(巾)×2.8m(奥行)×2.4m(高さ)  
床面積 5.6㎡ 容積 13.5㎡
- (3) 外部吸音層 耐熱保温板(岩綿) 厚さ 5.0cm  
吸音板 5.0cm  
空気層 15.0cm
- (4) 内部吸音層 3μ ガラス繊維  
岩綿
- (5) 楔型吸音層 楔長さ 60cm(傾斜部長さ50cm)  
基底 40cm×40cm
- (6) 床 鉄製グレーチング四分割
- (7) 扉 吸音層 2.0m(巾)×2.0m(高さ)  
内部吸音層および楔形吸音層  
主扉 1.4m(巾)×1.8m(高さ)  
遮音構造  
前室扉(1)1.0m(巾)×1.8m(高さ)  
遮音構造  
(2)1.0m(巾)×1.8m(高さ)  
遮音構造
- (8) 前室床……………ダンレイマット  
前室の壁・天井……………吸音テックス

## 2.2 実験方法および測定計器

## 2.2.1 騒音レベルおよび騒音スペクトルの測定

騒音レベルおよびスペクトルの測定は通常騒音と、ランダムノイズゼネレーターを用いて音を放射した場合に行なった。測定点はマイクロフォンの位置を測定位置図2に示す。マイクロフォンの高さは凡て床上1mとした。

## 2.2.2 逆二乗特性の測定

測定位置図に示すとおり、スピーカを無響室の対角線方向および長辺方向について各々室(吸音楔の先端から先端までの)中心軸上に配置し、ビートフリクウェンシ

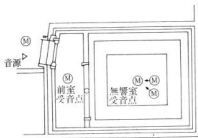


図2 測定位置図

ーオシレーターから各周波数(50Hz~20000Hz, プロット周波数1/3オクターブ)の純音を放射させて、スピーカ-の同軸上の前方50cmの位置からマイクロフォンをだんだん遠ざけて各周波数毎に音圧レベルを測定した。

## 2.2.3 遮音度の測定

各室の開口部の遮音度は1/3オクターブバンドノイズを音源として音を放射させ、各々の扉の閉閉状態別に測定を行い両室間の騒音レベルの差から求めた。なお受音点のマイクロフォンの位置はそれぞれ室の中央とした。

## 2.2.4 振動遮断度の測定

隣接する電報電話局の新築工事の杭打ち作業によって生ずる地盤振動の発生を利用し、振動源の振幅と振動の距離減衰および無響室の防振の相関を求めた。

## 2.2.5 使用測定器

- 音響 コンデンサーマイクロフォン  
精密騒音計  
1/3オクターブ分析器  
ランダムノイズゼネレーター  
レベルレコーダー  
バンドパスフィルター  
スピーカーシステム  
パワーアンプリファイア
- 振動 動電型振動計  
データレコーダー  
電磁オンシグラフ

## 3. 実験結果および考察

## 3.1 計算による音響特性

## 3.1.1 逆二乗則成立の範囲

音源を点音源と仮定すれば、球面波の強さは逆二乗則に従って減衰する。直接音の強さを  $E_d$  とすれば

$$E_d = \frac{1}{4\pi r^2} P$$

ここで  $r$  = 音源からの距離,  $P$  = 音源の出力  
壁面からの反射を  $E_r$  とすれば

$$E_r = \frac{4\pi(1-\bar{\alpha})}{\bar{S}} P$$

ここで  $\bar{\alpha}$  = 室の平均吸音率,  $\bar{S}$  = 室の表面積  
直接音と反射音との比をとれば

$$\frac{E_d}{E_r} = \frac{\bar{S}}{16\pi^2 r^2 (1-\bar{\alpha})}$$

この  $E_d/E_r$  をいくらにするかによって測定可能範囲が違ってくるが、通常  $E_d/E_r > 5$  にすることが多く、従ってここでも  $E_d/E_r > 5$  として計算する。

$$\frac{E_d}{E_r} = \frac{\bar{S}}{16\pi^2 r^2 (1-\bar{\alpha})} > 5$$

$$\therefore r^2 < \frac{\bar{S}}{5 \times 16\pi^2 (1-\bar{\alpha})}$$

これより各周波数ごとに逆二乗則が成立する距離を計算すると表1のようになる。

表1 逆二乗則の成立範囲 (計算値)

周波数 (Hz)	偏差 1dB の距離 (cm)
80	38.4
100	52.6
160	75.0
250	100.2
500	132.8
1000	202.1

### 3.1.2 遮音特性

一重の構造の壁が圧縮されないので全体が質量制御で運動するものとすれば、この構造体の垂直入射する音に対する透過損失  $TL_0$  は

$$TL_0 = 10 \log \frac{1}{|t|^2} = 10 \log \left| \frac{z - \rho c}{z + \rho c} \right|^2$$

$$TL_0 = 10 \log \left( \frac{4\rho^2 c^2 + \omega^2 m^2}{4\rho^2 c^2} \right)$$

ここで  $|t|^2$  = 透過率

$z$  = 構造体の音響インピーダンス

$\rho c$  = 空気の特徴インピーダンス

$m$  = 構造体の単位面積当りの質量

$$m = \rho_w d \omega$$

$$z = j \omega m$$

$\rho_w$  = 構造体の密度

$d$  = 構造体の厚さ

一般に  $\omega^2 m^2 / 4\rho^2 c^2 \gg 1$  であるから、 $1$  を  $\omega^2 m^2 / 4\rho^2 c^2$  に比較して省略すれば

$$TL_0 \approx 10 \log \left( \frac{\omega m}{2\rho c} \right)^2 = 20 \log_{10} \frac{\omega m}{2\rho c}$$

$$= 20 \log_{10} \frac{2\pi f m}{2\rho c}$$

総合透過損失  $TL$  は

$$TL = 10 \log \frac{A}{\sum S_i t_i}$$

ここで  $S_i$  = 各壁面の面積、 $t_i$  = 各壁面の透過損失

$A$  = 室の吸音力

となり、これより各周波数ごとの各壁面・扉等に対する平均透過損失を求めると表2のようになる。しかしながら実際の場合の透過損失は低音域においては構造体の抵抗により計算値より大きく、中音域以上においてはコインシデンス効果により減少することが明らかになっている。

表2 無響室の総合透過損失 (計算値)

周波数 (Hz)	透過損失 (dB)
80	47.4
160	56.3
250	59.6
500	66.2
1000	75.4
2000	80.2
4000	82.4

## 3.2 実験結果と考察

### 3.2.1 構内の暗騒音

無響室の設置された周辺の騒音レベルについて測定した結果を表3に示す。測定法は JIS Z-8731 騒音レベル測定法に準拠した。試験場は比較的静かな場所であり騒音レベルの大きい値は自動車等の交通騒音であるが最大値が研究棟内で70ホン(A)をこえることはない。

表3 無響室周辺の騒音

	騒音レベル, ホン(A)		
	中央値	90%レンジ	
		上	下
試験場構内	66	78	49
研究棟(廊下)	54	69	42

### 3.2.2 逆二乗特性

図3に逆二乗特性の測定結果を示す。図中の測定数値

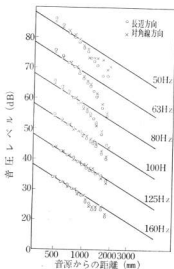


図3-1 逆二乗特性

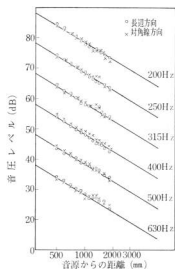


図3-2 逆二乗特性

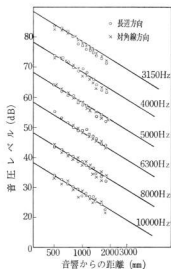


図3-4 逆二乗特性

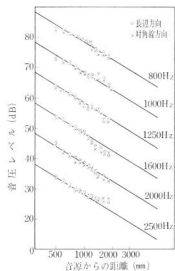


図3-3 逆二乗特性

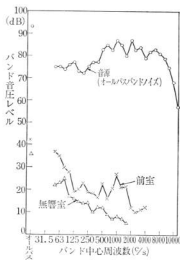


図4 各室の遮音値

は全て測定回数3回の平均値である。グラフの斜めの直線は反射の影響を受けない逆二乗則の相対音圧レベルで、横軸はスピーカーからマイクフォンまでの距離を示す。

スピーカーからの距離80cmの点の音圧レベルを逆二乗則の直線にとると、直線からの偏差が $\pm 1$ dB以内におさまる距離は80Hz以下では1.0m、100Hzでは1.3m、125Hz以上では吸音機の真前でもほとんど反射の影響

を受けていないことが解る。このことは長辺および対角線いずれの方向においても同様である。なお音源からの距離について、周波数によっては音源中心移動の補正を行わなければならないが複雑なため、これを省略して実測通りのデータを処理したので、周波数によって逆二乗則の相対音圧レベルの直線と実測値が上下に移動しているものがある。

### 3.2.3 遮音特性

図4に外部(廊下)に音源(スピーカーからバスバンドノイズを放射)を置いて測定した遮音スペクトルを示す。鉄製扉の遮音値は、33dB(A)木製扉は25.5dB(A)で二枚閉めた時は52.5dB(A)で、この時の廊下と前室の騒音レベルの差は約60dB(A)であった。無響室吸音扉の遮音値は23dB(A)で全ての扉を閉めた時の遮音値は無響室側の暗騒音の影響で測定不能であったが、この時の廊下と無響室の騒音レベルの差は約70dB(A)であった。

### 3.2.4 無響室の耐振度

図5に隣接工事現場と試験場構内に伝播する地盤振動および無響室グレーチング床における振動振幅を示す。振源からの距離は約60mで、約6 $\mu$ の振動が建屋本体に伝わるが無響室内では1.5~2 $\mu$ の振動となり、室の浮き構造の効果がでている。

## 4. 結 言

以上、完成した無響室の音響特性測定の結果

- (1) 逆二乗則の直線からの偏差が $\pm 1$ dB以内におさまる距離は80Hzでは約1.0m、100Hzでは1.3m、125

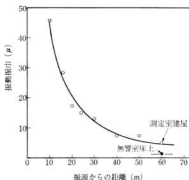


図5 無響室の耐振度

Hz以上の周波数ではほとんど吸音楔の間隙まで反射の影響はないものとみてよく、室の長辺方向および対角線方向とも同じであり、比較的低周波域の実験まで可能であるとと思われる。

- (2) 廊下、前室、無響室のレベル差から求めた無響室の遮音度は約70dB(A)以上であり、本無響室の使用目的(使用時暗騒音25dB(A)以下)から言えば外部騒音にかなりの変動が生じても使用に差支えはないものと思われる。

- (3) 地盤振動による無響室の振動は1 $\mu$ 程度であり音響実験には影響はないが、グレーチング床上に設置する実験供試体が金属性で軽量の場合は共振に留意する必要がある。

# 騒音・振動に関する研究(第5報)

—振動測定機選定基準の検討—

松垣和生, 大下 敏

## 1. 緒 言

防振の立場から、周波数の測定は重要なポイントの一つであるが、振動の評価として振幅および波形観察も行う必要がある。そのためには、振動計の指示のパラッキが重要な問題となってくる。

受振器はその機能により、おのずから使用目的が決定される。すなわち

$$y/y_0 = (\omega/\omega_0)^2 / [1 - (\omega/\omega_0)^2]$$

ここで  $y_0, a_0$  はそれぞれ相対変位, 絶対変位を表わし  $\omega, \omega_0$  は振動数, 固有振動数を表わす。

上式において  $|y_0/a_0| \gg 1$  であれば  $y_0 = a_0$  となり、変位計として、また  $|y_0/a_0| \ll 1$  であれば  $y_0 = a_0(\omega/\omega_0)^2$  すなわち  $y = y_0 \sin \omega t \equiv \frac{d^2}{dt^2}(a_0 \sin \omega t)$  となり加速度計として使用されることになる。

この場合、変位検出受振器でその共振周波数は 10 Hz あるいはそれ以下に、また加速度検出受振器では 20 KHz あるいはそれ以上に高い共振周波数をもっている。そのため変位検出受振器で周波数の低い振動を測定することは、共振点の近傍で不安定な状態で測定していることになる。一方、加速度検出受振器では高い共振周波数をもっているために安定した状態で測定することが出来る。

変位および加速度振幅それぞれへの換算は振動を単振動とみなせば簡単であるが、実際の振動に対しては適用出来ない場合が多い。したがってこの両者を測定しておく必要がある。

受振器としては動電型、電磁型、圧電型、可変抵抗型のほか、種々の受振器が使用されているが、それらの間の測定結果のパラッキは大きい<sup>1)</sup>。そのため現在、市販されている振動計(圧電型受振器、動電型受振器、抵抗線ひずみゲージ受振器)について相互の比較を行ったので報告する。

## 2. 測定方法および供試振動計

### 2.1 連続振動の測定

#### 2.1.1 加振器による振動

加振器の仕様を表1に示す。また図1に測定ブロック

表1 加振器性能諸元

加振力	1 kg
振速	50 G
振幅	5 m/m 全振幅
使用周波数範囲	DC~20 KHz
励磁方式	永久磁石
振動台支持バネ強度	150 gr/mm
外形寸法	巾76×高75×奥76(mm/m)
重量	1.3kg



図1 測定ブロックダイアグラム

ダイアグラムを示す。

加振位置の違いによる測定値への影響が考えられるがこれは、前もって同一受振器により加振台の振動モードを把握し校正を行った。

振動測定における受振器の振動体への取付け条件は、測定値にバラッキをもつ大きな要因であるので<sup>2)</sup>取付け条件を統一するため、すべて加振台にネジ止めすることによって固定した。

振動源としては加振器により正弦波振動を 10 Hz から 1000 Hz の範囲で任意に周波数を選択した。

測定結果はオシロスコープにより波形観察をし、数値の読み取りは電磁シンシログラフと指示計直視によった。

#### 2.1.2 除湿機の振動および内燃式発電機の振動

除湿機の振動測定は 400 (縦) × 100 (横) × 100 (高さ) mm の鋼材に受振器をネジ止めにより固定し、この鋼材を除湿機により加振した。

また内燃式発電機の振動についても除湿機と同様の方法で行った。

### 2.2 供試振動計の性能諸元

表2にそれぞれ動電型(変位)受振器、圧電型(加速

表2 振動計の概略仕様

振動計	A	B	C 公害用振動計	D	E	F
受振器型式	動電型	動電型	動電型	圧電型	圧電型	抵抗線 ひずみゲージ型
周波数範囲	8~1,000 Hz	10~1,000 Hz	加速度レベル 1~100 Hz 振動速度 5~100 Hz	8~10,000 Hz	10~8,000 Hz	0~120 Hz
測定範囲	0.1~3,000 $\mu$	0.2~3,000 $\mu$	加速度レベル 0~60dB 振動速度 0.01~10cm/sec	0.005~30G	0.002~30G	0~5 G
測定値表示	指示計	指示計	指示計	指示計	指示計	波形記録
電源	AC100V	内蔵電池	内蔵電池	AC100V	内蔵電池	AC100V

度)受振器、公害用振動計、抵抗線ひずみゲージ受振器の性能諸元を示す。

### 2.3 使用測定器

動的歪測定器

データレコーダ

電磁オシログラフ

オシロスコープ

### 3. 測定結果と考察

#### 3.1 加振器による振動特性

動電型(変位)受振器Aの測定値に対する動電型受振器Bの測定値のバラツキを周波数ごとに相対的に比率で表わしたものを図2に、また圧電型受振器Dに対する圧電型受振器Eのバラツキを同様に図3に、圧電型受振器Dに対する公害用振動計Cのバラツキを図4に示す。

動電型受振器におけるバラツキはプラス側で最大19%

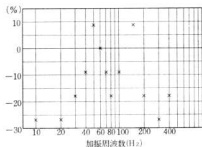


図2 動電型(変位)受振器Aに対する  
動電型(変位)受振器Bのバラツキ

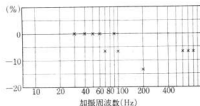


図3 圧電型(加速度)受振器Dに対する  
圧電型(加速度)受振器Eのバラツキ

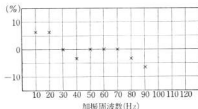


図4 圧電型(加速度)受振器Dに対する  
公害用振動計(加速度)Cのバラツキ

マイナス側で27%と大きく測定結果が非常に不安定である。

また圧電型受振器では60 HzまではD、Eともに同一の測定結果を示したが、70 Hz以上になるとバラツキを生じている。しかしながらマイナス側で最大14%と動電型受振器に比較すると、その程度は小さい。また周波数特性も圧電型受振器の方が良好な結果を示している。

さらに公害用振動計Cとの比較ではプラス側で7%、マイナス側で7%と3者の比較では、もっとも良好な結



果を示した。なお公害用振動計は加速度型受振器で、使用周波数範囲は 5~100 Hz であるが、140 Hz 以上になると急に測定結果は悪くなる。

抵抗線ひずみゲージ受振器 F (加速度検出受振器) との比較では、そのバラツキは非常に大きく、校正が必要である。

100 Hz および 1000 Hz における加振器出力と圧電型受振器出力との関係を 図 5-1、図 5-2 に、また、10 Hz、100 Hz における加振器出力と動電型受振器出力との関係を 図 6-1、図 6-2 に示す。

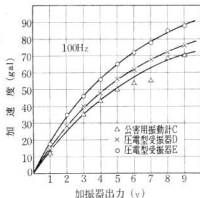


図 5-1 100 Hz における加振器出力と圧電型受振器出力の関係

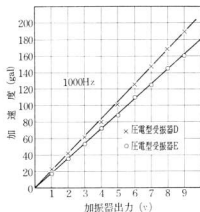


図 5-2 1000 Hz における加振器出力と圧電型受振器出力の関係

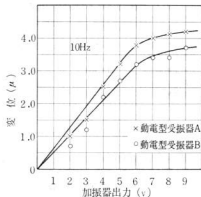


図 6-1 10 Hz における加振器出力と動電型受振器出力の関係

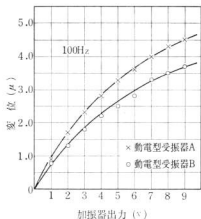


図 6-2 100 Hz における加振器出力と動電型受振器出力の関係

バラツキはそれぞれ加振器出力に対して、ほぼ一定の割合であり、大きい振幅を測定する場合その絶対的なバラツキは大きくなる。

### 3.2 除湿機および内燃式発電機の振動

表 3 に除湿機および内燃式発電機の振動測定結果を示す。

内燃式発電機の振動数は 50 Hz で、除湿機、内燃式発電機ともに波形はひずんでおり、正弦波振動に対する受振器の応答と比較して、そのバラツキの程度は大きい。

周波数特性は一般に圧電型受振器の方が動電型受振器に比較して良好であり、機械インピーダンスの共振時に

表3 各種受振器による振動測定結果

受振器	除湿機の振動	内燃式発電機の振動
動電型受振器A	5.0 $\mu$	4.5 $\mu$
動電型受振器B	4.0 $\mu$	4.7 $\mu$
公害用振動計C	18 gal	20 gal
圧電型振動計D	14 gal	16 gal
圧電型振動計E	11 gal	24 gal

おける微小振動の測定などには圧電型受振器を使用すべきである<sup>3)</sup>。

振動計増幅器の周波数特性は使用周波数範囲では、ほぼ平坦な特性をもっているが、衝撃的な入力信号に対して、遅延時間が短くなれば指示計の応答が低下してくるので、指示計直視による結果と電磁オシログラフに記録して結果を読む場合とでは差が生ずる。したがって入力信号に対する追従性を考慮すると電磁オシログラフに記録させることが望ましい。

動電型受振器は圧電型受振器と比較して一般に重量も大きく、重心位置が異なることにより水平方向の測定に対して測定値のバラツキを大きくする原因となるので<sup>4)</sup>取付けには十分な配慮が必要である。

#### 4. 結 言

各種振動計の測定結果のバラツキについて、加振器による正弦波振動に対する応答、および除湿機、内燃式発電機の振動について比較した結果を総括すると次のごとくである。

1. この実験で使用した振動計については、バラツキの程度は圧電型受振器の方が動電型受振器に比較して、小さい。
2. 振幅が大きくなるにつれて、相対的なバラツキの比率には変化が無く、絶対的なバラツキは大きくなる傾向をもつ。
3. 正弦波振動に比較して、不規則な波形の振動におけるバラツキは大きい。
4. 入力信号によっては、指示計の応答が低下する場合がある。

#### 参 考 文 献

- 1) 栗山, 五反田: 日本機械学会関西支部第223回講演会論文集 (1969.11) 7
- 2) 五反田, 栗山: 日本機械学会第47期通常総会講演論文集 No.700-4 (1969.4) 9
- 3) 吉川: 振動および衝撃測定 誠文堂新光社(1966), 23
- 4) 五反田: 日本機械学会第48期全国大会講演論文集 No.700-17 (1969.10) 161

# 騒音振動に関する研究 (第6報)

(キ ュ ボラの鳴動現象について)

世良 時夫, 中庭 武之, 内藤 達也

## 1. 緒 言

鋳造工場の公害は、騒音、振動、ばい煙、水質汚濁など全般におよんでいるが、防止対策についていまだ不十分な点が多く、なかでもキ ュ ボラ操業時の異状騒音(キ ュ ボラの鳴動)は、その原因が明らかでなく、対策も困難視されている。

キ ュ ボラ操業時の鳴動は、作業者の不快感はもとより、工場周辺住民にも影響がおよび、操業停止を余儀なくされる場合もある。

このようなキ ュ ボラ鳴動現象の原因に関しては、送風機能力、キ ュ ボラ容量および各部寸法、操業条件など多くの要因があり、決定的究明はなされていない。

筆者らは、それらの原因、防止対策究明の指針を得るため、鳴動現象の発生している二工場のキ ュ ボラと、正常キ ュ ボラの諸元を比較検討し、鳴動時の騒音、本体内圧、振動を測定し、それらをもとに考察を試みた。

## 2. 実験方法

### 2.1 キ ュ ボラの諸元

鳴動の発生するA, B二工場のキ ュ ボラと、正常操業にあるC工場キ ュ ボラについての諸元は表1に示すとおりである。

### 2.2 実験方法

実験はA, B, C工場のキ ュ ボラ操業時の騒音、羽口部と一部の工場においては送風管部の圧力、さらにキ ュ

表 1 キ ュ ボラ の 諸 元

		A 工場 (鳴動)	B 工場 (鳴動)	C 工場 (正常)
キ ュ ボ ラ	形 式	冷風, 水冷(ジャケット)	冷風, 非水冷	熱風, 水冷(シャワー)
	能 力 (t/h)	2.5	1.5	2.5
	羽 口 面 内 径 (mm)	740	560	720
	有 効 高 さ (mm)	3500	3000	3300
	有 効 高 さ 比	4.7	5.4	4.4
ラ	羽口寸法 (mm), 数	90φ, 6	60×100, 4	70φ, 6
	羽 口 比	11.2	10.3	17.6
送 風 機	形 式	タ ー ボ	タ ー ボ	タ ー ボ
	電 気 容 量 (kw)	15	7.5	22
	最 大 風 量 (m <sup>3</sup> /min)	55	45	75
	最 高 風 圧 (mmAq)	850	520	1100
	回 転 数 (r.p.m.)	3480	3450	3500
ダンパーの位置 設置状態		吐出側 鉄骨中二階	吐出側 地上コンクリート	吸気側 地上コンクリート
操 業	初込コークス高さ (mm)	1300	1000	1300
	1チャージ地金重量 (kg)	300	100	300
	タコークス量 (kg)	34	14	29
	コークス比 (%)	17	14	14.5
	風 量 (m <sup>3</sup> /min)	—	22~28	40
業	風 圧 (mmAq)	760~800	520	600~700
	溶 解 速 度 (t/h)	2.5	1.6	2.6

ボラ脚柱の振動を測定した。測定の際、騒音計マイクホンはキューボラ本体より4~5 mに設置し、羽根部、送風管部の圧力検出はフレンジを設け、検出器をキジ固定した。A、C工場においてはキューボラ脚柱とともに、送風機取付台をささえている鉄骨部の振動を測定した。

図1に測定機器系統図および測定機一覧を示す。測定においては現場作業を容易にするため、現場では騒音、振動、圧力ともデータレコーダに記録するまでの作業にとどめ、当場実験室に持ち帰り、再生解析を行った。データレコーダの使用は、作業の容易さとともに、同時帯の騒音、振動、圧力を比較検討するのに有利であった。騒音分析は写オクターブ分析、およびヘテロダイン分析器で行い、高速度レベルレコーダで記録した。振動、圧力に関しては、電磁オシログラフで波形記録し、圧力変動周波数の分析はヘテロダイン分析器で行ない、波彩観測はシンタロスコープを使用した。

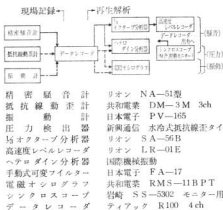


図1 測定機器系統図、測定機一覧

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 騒音分析

A、B工場のキューボラ操業における非鳴動時と鳴動時、さらにC工場の正常キューボラについて、写オクターブ分析を試みた。図2~5にその結果を示す。

図2、3にA工場操業初期の非鳴動時と鳴動時の結果を示しており、両者を相対的にみると、鳴動時は250Hz以下の比較的低い帯域の音圧レベル変動が著しく、特に31.5Hzにおいて59dBから89dBと30dBの上昇がある。しかしオーバーオール音圧レベルは88dBから90dBと2dBの上昇しかなく、鳴動時騒音レベルは31.5~40Hz

の周波数成分が支配的となっている。

図4、5はB工場の結果であるが、鳴動時の結果は操業開始35分後のものである。鳴動時を非鳴動時と比べると、全周波域にレベルの変動がみられ、40Hzにおいて23dBのレベル上昇があり、ほかは低下している。やはりA工場同様40Hzの単一周波数が、騒音レベルとして支配的になっている。

図6はC工場における正常キューボラの結果である。B工場の非鳴動時の特性と似ており、鳴動キューボラの周波数的特長である、低域の単一周波数が支配的という点は認められない。

分析結果から推定すると、鳴動しているキューボラは、いずれのものも100Hz以下の単一周波数が騒音レベルとして支配的であり、すなわち分析曲線において低域に単一周波数の大きなピークを有していると思われる。

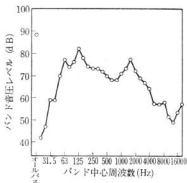


図2 A工場のキューボラ騒音（非鳴動時）

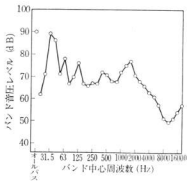


図3 A工場のキューボラ騒音（鳴動時）

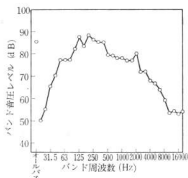


図4 B工場のキューボラ騒音(非鳴動時)

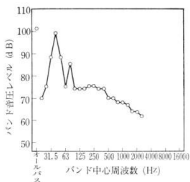


図5 B工場のキューボラ騒音(鳴動時)

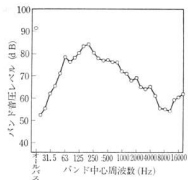


図6 C工場キューボラ騒音(正常)

つぎにA工場の非鳴動時から鳴動状態までの、31.5Hzの音圧レベルを図7に示す。これはバンドパスフィルターを31.5Hzに定め、高速度レベルレコーダに連続記録させたものである。鳴動が始まるとレベルが徐々に上昇し、最大時のレベル上昇は30dBほどとなり、それ以後安定状態となる。鳴動中において材料投入時、わずかの時間であるがレベルの低下がみられる。操業33分後40Hzのバンドレベルが上昇してきて、ピークが31.5Hzから40Hzに移る傾向を認めた。図8にその状態を示しており、これは分析器のフィルターを順次31.5Hzから40Hzに切替え記録したものである。図3のとおり31.5Hzと40Hzのレベル差はわずかであり、数分後に40Hzにピークが移った。

B工場のピーク周波数は40Hzであり、操業後鳴動が生じるまでの過程を図9に示す。A工場に比べてB工場では、鳴動が始まる当初レベルの変動が大きく、安定状態に入っても、時間がたてばレベルが変化することを認めた。ピーク周波数もA工場同様移動することが認められ、操業88分後に40Hzから31.5Hzに移った。

これらよりみて、キューボラ鳴動騒音の周波数(ピーク周波数)は操業条件、時間によって変ることが明らかとなった。

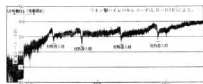
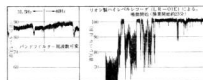
図7 A工場鳴動始めの音圧レベル  
(周波数 31.5Hz)図8 ピーク周波数の変化  
図9 B工場鳴動始めの音圧レベル(周波数 40Hz)

図10~13はヘテロダイン分析器によりスペクトル分析を試みたものである。それぞれ鳴動時と非鳴動時を示しているが、傾向は3/5オクターブ分析とよく似ており、A工場の鳴動時では、100Hz以上の比較的高域のレベル変化はなく、B工場では全域に変化がみられる。このこと

はフオクターブ分析でもみられたが、こちらのほうが顕著である。特にB工場では高調波のピークが明確に見われている。A工場における騒音ピークが37.5Hz~40Hz、B工場では40Hzと、相対的にみてB工場は単一周波数が支配的で、ピークレベルも高いことによってこの点はうなづける。なお実験途中の不手ぎわにより、分析曲線は周波数目盛に対し右寄りに記録されており、A工場ではピークを37.5Hzに、B工場では40Hzに移動させ修正し読まねばならない。

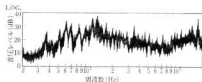


図10 A工場騒音(非鳴動時)

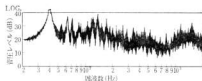


図11 A工場騒音(鳴動時)

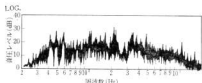


図12 B工場騒音(非鳴動時)

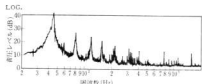


図13 B工場騒音(鳴動時)

### 3.2 圧力変動周波数の測定

騒音分析の結果から、鳴動しているキャボラは、なんらかの原因で、本体内に騒音ピーク周波数と同様な圧力の振動が起っていると推定し、羽根部、送風管部の圧力

測定を試みた。

図14はA工場の羽根部での結果である。図において(a)は操業2分後の非鳴動時で、圧力は0.075kg/cm<sup>2</sup>であった。しかし圧力の振動はなく、小さな振動らしきのみがみられるが明らかでない。(b)は操業6分後の鳴動初期で圧力の振動がみられる。振動周波数は31Hzで変動幅は0.018kg/cm<sup>2</sup>であった。(c)は操業31分後で振動も大きくなり、平均圧力0.07kg/cm<sup>2</sup>、周波数36.5Hz、変動幅は0.036kg/cm<sup>2</sup>であった。羽根部の振動している最高圧力は0.09~0.10kg/cm<sup>2</sup>におよび送風機能力を上まわっている。

図15はB工場の羽根部、送風管部の結果である。(a)は操業3分後の非鳴動時で、羽根部では振動していないが、送風管部では300Hz前後の振動がみられ、平均圧力は送風機最高風圧と同程度になっている。(b)は操業24分後の鳴動初期で、羽根部で振動しており、平均圧力0.048kg/cm<sup>2</sup>、周波数45Hzである。(c)は完全な鳴動時で、変動幅0.036kg/cm<sup>2</sup>で送風管部でも35Hzの振動が生じていた。羽根部の振動最高圧力は0.075kg/cm<sup>2</sup>にもなり、送風機の最高風圧よりはるかに高くなっていた。

C工場の結果は提示していないが、A工場の(a)と同様振動も発生せず、圧力も最高0.10kg/cm<sup>2</sup>であり送風機能力より低いことを確認している。

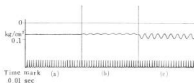


図14 A工場圧力変動(羽根部)

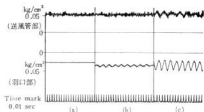


図15 B工場圧力変動

つぎにB工場の操業時間と、羽根部および送風管部の圧力、変動幅をプロットして、送風機の最高風圧と比較したものを図16に示す。

図より送風管部の平均圧力は、操業初期から送風機の

最高風圧をこえていることがわかる。羽根部の圧力は操業初期には低いが徐々に上昇し、鳴動の発生する23~24分では、振動時の最高風圧と送風機の最高風圧が同程度になっており、注目すべき点である。それ以後の最高風圧は送風機能力をこえており、送風機の最高風圧とキューボラの鳴動はなんらかの関係があると思われる。

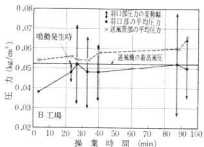


図16 送風機の最高風圧と操業時間による平均風圧、変動幅の関係

さらに羽根部の圧力振動をヘテロダイナ分析器で分析したものを図17に示す。

(a)はA工場の操業10分後の鳴動時で、34Hzの振動周波数が見られる。(b)はB工場の操業27分後のもので、43Hzの振動周波数とともに高調波が現れており、騒音分析結果と傾向が似ている。

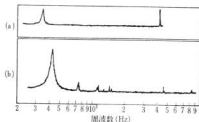


図17 羽根部、圧力振動周波数の分析

### 3.3 振動測定

キューボラの脚柱の振動をA、C工場で測定、さらにA工場では中二階に送風機が設けてあり、それを支持する鉄骨部の振動を測定した。図18にその結果を示す。

(a)は操業17分後、鳴動時のA工場のキューボラ脚柱振動を検出したもので、変位振幅20 $\mu$ ほどのランダム振動であり、周波数も正確に読みとれない。(b)は60分後のもの

で、送風機下の支持鉄骨部の振動である。変位振幅245 $\mu$ 、周波数60Hzで、その周波数が終始定常的であることから、送風機運転にもともなう機械的振動と思われる。送風機の中二階設置（鉄骨等による支持）は黒瀬氏の報告によれば、鳴動を生じさす一原因と考えられている。(c)はC工場におけるキューボラの脚柱振動で、変位振幅7 $\mu$ 、周波数20Hzほどのランダム振動である。

以上の結果よりみて、振動と鳴動現象の相関を明らかにすることができなかった。

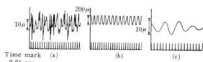


図18 キューボラにもともなう振動

## 4. 結 言

鳴動キューボラの調査結果および総合考察として要約すると次のようになる。

(1) 鳴動キューボラの騒音は、低域(100Hz以下)の単一周波数音圧レベルが支配的で、すなわち分析曲線において低域に大きなピークを有する特性を示す。なお操業中なんらかの原因でピーク周波数が変わるのが認められる。

(2) 鳴動時にはキューボラに内圧変動が生じており、操業中において内圧、変動幅、振動周波数の変化がみられ、騒音レベルおよび分析曲線におけるピーク周波数とはほぼ一致する傾向を示す。

(3) 周波数よりみて、振動と圧力変動および騒音との相関は認められない。

(4) 送風機の最高風圧がキューボラ内圧に対して低い場合、鳴動の一原因となりうると思われる。

(1)、(2)においては三橋氏の報告とはほぼ一致している。なおキューボラ鳴動は気柱振動とした報告があり、筆者らもこれらの結果よりみて同感である。しかし気柱振動とした場合、それをおこさせる原因が不明であるが、(4)で示すとおり送風機能力となんらかの関係があると思われる。A、B工場は第一回調査対策をたてており、後の調査でA工場は5~10dBの騒音低減(鳴動も下っている)、B工場では完全に鳴動が停止していることを確認している。A工場では風量調節を吐出側から吸入側に変更しており、送風機にかかる全圧が下るため効果がでていると思われる。B工場は送風機の能力増大で成功している。これらの事実と調査結果から推定したものであるが、ほかに送風機能力が充分あるにもかかわらず鳴

動しているものもあり、すべてこのように単純に考えられないようである。

今までのデータでは不完全であり、先走ったところもあると思う。まだまだ考えねばならぬ原因があり、一方向的な究明となったが、これからの実験を進めるにあたり足がかりをえたと思う。不十分な点を反省し今後さら

に実験を進め折りをみて報告するつもりである。

#### 参 考 文 献

- 1) 黒瀬：大阪府工業奨励館報告，32 (1964) 77
- 2) 三橋，小松，上田：徳島工試報告 (1970) 104

真  
分  
る  
の  
に  
に  
に  
一  
一  
感  
音  
の  
前  
に  
て  
れ  
く  
、  
、  
衰  
N  
れ  
減  
論  
論  
、  
よ  
壁  
、  
し  
、  
見  
の  
位



# 騒音, 振動に関する研究 (第7報)

## 遮音壁の実効について模型実験の試み

中塚 武之, 新波 信雄

### 1. 緒 言

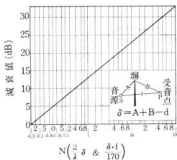
騒音防止の方法として、音源と受音点の間に壁を設け遮音する方法があるが、その効果は壁の高さ、設置場所、音源の性質など多くの条件に左右され予測しにくい。壁の遮音をそこなう主因は音波回折によるもので、それは前述の諸条件により大きく変る。

現在、遮音壁に関する資料はいろいろあるが、主として光学的回折論を流用し、単純化し考査されている。これは理想状態を想定して行なわれており、実際とは大きくかけ離れたものである。

図1に現在広く設計の基準資料として使われている減衰値算出表を示す。図中横軸のNは、 $N > 1$ では対数、 $N < 1$ では実験曲線が一直線となるようスケール調整され不規則目盛となっている。この表では地面反射による減衰値の低下は考慮されておらず、反射の影響は別理論に基づいて計算し、それだけ差引いたものを壁の理論上の減衰値としている。

計算値と実際が一致しない原因を考えてみると、図1より求めた値は自由空間、無指向性音源、半無限障壁と、現実になされた条件の上に成立つものである。

筆者らはこれらの問題点を認め、実際の壁設置に相応した縮小模型を用い、より实际的に遮音壁の効果を実明



λ: 波長(m), f: 周波数(Hz), Nの正負: SとPが見通せないとき正, 壁が低くSとPが見通せるときは負の値とする。N < 0.3 の場合は減衰値0とする。

図1 自由空間の半無限障壁による減衰値

しようを実験を試みた。

### 2. 実験方法および装置

基本的には図2のとおりで、スピーカーから音を発生し、壁を隔てた位置の音圧レベルを測定した。なお実験にあたって、マイクおよびスピーカーの壁との相対位置、音源の指向方向を変えその影響をみた。

図3に実験機器の系統図および測定機器一覧を示す。実験は1/10の縮尺模型で行なっており、模型実験と実際とを相似させるため、音源周波数を10倍(波長は1/10)

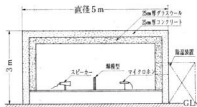
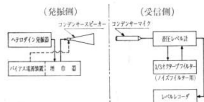


図2 模型実験用無響室および実験装置



- |               |                                   |
|---------------|-----------------------------------|
| ヘテロダイナ発振器     | B & K製1013型                       |
| バイアス電源装置      | 特製 バイアス用電源200V(DC)                |
| コンデンサスピーカー    | 増音器 出力120V(入力1V)                  |
| コンデンサマイク      | 特製 リオン製, 1インチコンデンサマイク改造(開口部ホーン付き) |
| 音圧レベル計        | B & K製2604型                       |
| 1/2オクターブフィルター | B & K製1614型                       |
| レベルレコーダ       | B & K製2305型                       |
| コンデンサマイク      | B & K製1/2インチ                      |

図3 実験機器系統図, 測定機器一覧

とした。

当初は可聴帯域を 20Hz~10kHz とし、200Hz~100kHz の 1/3 オクターブバンドノイズで実験を進めるつもりであったが、バンドノイズではコンデンサースピーカーの再生能率が下り、S/N比が著しく低下するため、ヘテロダイン発振器による純音で行なった。周波数帯域も低、高周波域においてスピーカー能率が下り、マイク感度を合せ考えれば 1~40kHz が限度であった。

実験に用いたスピーカーは、高周波再生を目的とした 1 インチコンデンサーマイク改造の特製品で、高域の再生利得の低下を補うため、長さ 15cm、開口部直径 6cm の

ホーンをとりつけている。なおパイプ電源装置も合せ製作したものである。

本実験の場合、音源とするスピーカーの指向性が大きく影響すると考え、あらかじめ実験より指向特性を求めた。結果は図 4 のとおりで、これはスピーカーとマイク間距離を 20cm に定め求めたものである。スピーカー形状から予測したとおり、指向性が強く現れており、周波数が高くなるほど顕著である。

ノイズフィルターは騒音分析用の 1/3 オクターブバンドフィルターを利用したため、実験においてはフィルター中心周波数と同じ周波数音を用いた。

実験を行なった無響室は模型実験用に設計したもので、図 2 に示すとおり吸音処理はグラスウール張りの筒素な方法であるが、音源周波数が高いため充分効果があると思われる。なお高周波になると、湿度が影響して距離減衰が大きくなり、それを防ぐため除湿装置が設けられている。

### 3. 実験結果

#### 3.1 屏の遮音効果 (実験 1)

図 5 のごとく屏の高さ、屏とスピーカー距離を一定とし、屏を隔てた 10~80cm の位置の音圧レベルを測定、そ

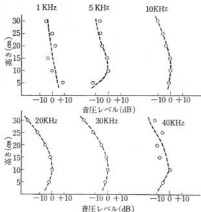


図4 スピーカー指向性

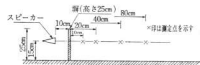


図5 実験 1

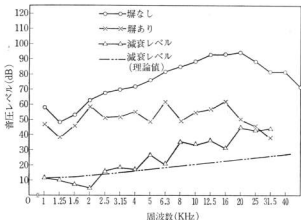


図6 屏より10cmの位置における減衰レベル

それぞれの位置における周波数別の減衰値を求めた。結果を図6～9に示す。なお図中二点鎖線で示している、理論値による減衰レベル曲線は、図1によるもので地面反射は無視している。

結果よりみて壁なしの状態でも、周波数に対する音圧レベルが一定しておらず、コンデンサスピーカークの周波数特性がそのまま現われていると思われる。実験ではスピーカークのバイアス電圧および再生増幅器の入力ほどの周波数においても一定にしている。

理論上では壁に近い位置ほど音響経路差(図1参照以下で示す)が大きくとれ減衰値も高くなる。実験結果においても同じ傾向が認められ、壁より10cmの位置を最高に、離れるにしたがって徐々にレベルが下がっている。理論値と実験値を比べると、壁に近い10～20cmにおいては実験値が高くでており、離れるにしたがって一致するようである。特に10～20cmでは周波数上昇に応じて理論値との差がひらき、理論上の減衰曲線より急勾配の特性を示す。理論上は図1から $N > 1$ の範囲では、周波数が

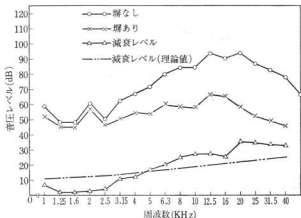


図7 壁より20cmの位置における減衰レベル

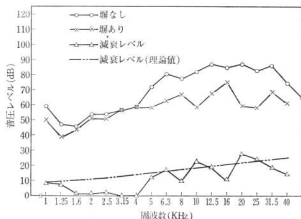


図8 壁より40cmの位置における減衰レベル

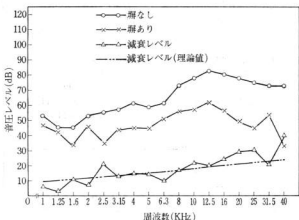


図9 柵より80cmにおける減衰レベル

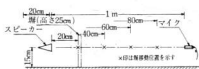


図10 実験 2

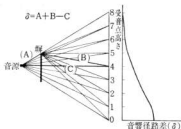


図11 柵高さとのθの変化

オクターブ上ごとに 3dB の勾配を示す。

データの各周波数におけるレベル変化が大きく、傾向を把握しにくい、実験においてバンドノイズを音源とすれば、この点は避けられたと思う。

### 3.2 柵の位置による影響 (実験 2)

図10のごとく柵の高さ、マイクとスピーカー間の距離を一定とし、それぞれの位置に柵を設けた時、マイク位置における高さ方向の減衰レベルを周波数別に求めた。

その結果を図12～15に示す。

理論上では柵の高さ、音源と受音点の距離を一定とすれば、 $\theta$  は音源か受音点の近くに柵を設けるほど大きくなり、中間位置がもっとも小さい。すなわち音源か受音点いづれかに柵を設ければ効果的で、中間がもっとも効果がない。

つぎに受音点の高さに対する  $\theta$  の変化を図11に示す。図において受音点が 0～8 に移動すると、それに伴って

柵の有効高さ変わり、 $\theta$  が変化する状態を示している。

実験結果において破線は理論上の減衰レベルを表しており、丸印は実験値を示している。全体的にみて実験値が破線より高くなる傾向を示し、20～40cmに柵を設けた場合それが顕著である。反面、比較的スピーカーから離れた60～80cmでは、一致する傾向があり、実験値の分布も破線の傾向と似ている。なお柵の位置はスピーカー側に近いほうが、マイク側より効果も大きいようである。

### 3.3 音源指向性による影響 (実験 3)

図16のごとく、スピーカーとマイクの柵との相対位置を20cmとし、スピーカーの向きを上下30度変え、それぞれの状態における、柵を隔てた位置の音圧レベルを測定した。その結果を図17に示す。

実験結果は音圧レベルで示しているため、減衰レベルで表わした場合と逆の傾きの曲線となっている。どの周波数においても、スピーカーが上向きの場合レベルがも

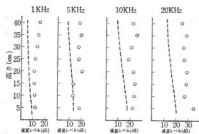


図12 上下方向減衰レベル  
(スピーカーより20cmに設置)

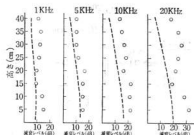


図13 上下方向減衰レベル  
(スピーカーより40cmに設置)

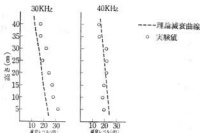


図14 上下方向減衰レベル  
(スピーカーより60cmに設置)

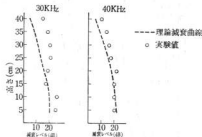


図15 上下方向減衰レベル  
(スピーカーより80cmに設置)

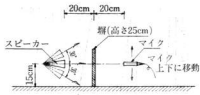


図16 実験 3

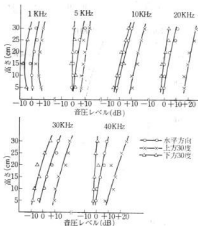


図17 スピーカー方向に対する音圧レベル

とも高く、上下方向を水平方向と比べると、下向きとのレベル差は小さく上向きのは大きい。周波数からみると1~5 KHzにおいて各方向のレベル差は小さく、周波数の上昇にしたがって大きくなるようで、特に上向きの場合顕著である。

音源指向性の遮音効果に与える影響は大きく、実験において相互のひらきが最大 30dB にもなっている。

#### 4. 総合考察

実験3においてスピーカーが上向きの場合、図17からみて、スピーカーの指向軸は屏の頂点より上になっている。屏位置における高さ方向の音圧分布を推定すると、スピーカーの指向特性と合せ考えれば、音圧の最高点は屏の高さより上にあると考えられる。遮音屏を音響エネルギーの遮断と考えれば、充分な効果を生じておらず、屏の効果が低いのはこれらのことが原因しているであろう。なお周波数からみれば、スピーカーの特性上(図4参照)周波数が高くなるほど指向性が強くなり、上向きにおいては相互が作用し屏の効果をそこなうと考えら

れ、実験結果の上でもその点はうなずける。

音源指向性の影響は前川氏<sup>1)</sup>の報告でも実験実明されており、理論上の値よりはるかに屏の効果が下ることが報告されている。

一般にはこれらの点を認め、指向性の強い音源の場合、屏の頂点の音圧レベルを予測し、屏を隔てた位置の減衰値は距離減衰の計算で求められているようである。

前述は音源の向きによる指向性の変化を問題としており、指向軸が屏の高さ内であっても、音源個々の指向性の強弱によって、遮音効果が変わるのではないかと思われる。

音響エネルギーの遮断を考えるなら、指向性の強いほうが遮断効率がよく、理論上の球面波など拡散波は不利である。

実験2において音源の近くに屏を設けた時、理論上の値より実験値が高くてはいるが、音場としてスピーカーの指向性が比較的強いところで、効果的な遮音がはかれると考えられる。なお音源から離れるにしたがって指向性が弱まり、音場として理論上の想定に近くなり、相方が一致する傾向を示すのであろう。

実験1においては、屏を隔てた近くで減衰レベルが大きく効果的であるが、屏のない状態を推定すると、スピーカーに近い範囲では、音場としてかなりの指向性があると考えられ、効果的な遮音がはかれるのであろう。周波数からみても、高周波になるほど理論値との差が大きくなり、スピーカーの特性からみればうなずけるのである。

本実験では球面の反射を無視しているにもかかわらず、実験値が理論値より高めにでる傾向であった。これは音源の指向性の影響が支配的であったためと考えられる。

#### 5. 結 言

実験結果より推定すると次のようになる。

- (1) 遮音屏は音源近くに設けるほうが有利であり、特に音源と受音点が近い場合、効果的な防音対策となる。
- (2) 遮音屏の効果を左右する主因は、音源の指向性であり、対応の仕方で有利にも不利にもなる。

実際、屏による遮音をはかる場合、開放的音源は少く、多くが工場建屋からの漏出音で、指向性の強い音と思われるため注意を要する。

本実験は模型により試みたので、希望する実験条件を創るのが容易であった。模型化で問題となるのは、高周波音を用いるため、それに対するいろいろの配慮である。特に音源のスピーカー、受音側のマイクの高域特性の優れたものがなく、今後改良されれば、遮音にかぎらず音響実験の模型化は容易となろう。

なずける。  
報告でも実験実明され  
の効果が下ることが

性の強い音源の場合、  
を隔てた位置の減衰  
るようである。

変化を問題としてお  
音源固有の指向性  
ではないかと思われ

ら、指向性の強いほ  
波など拡散波は不利

設けた時、理論上の  
場としてスピーカー  
果的な遮音がはかれ  
るにしたがって指向  
定に近くなり、相方

くで減衰レベルが大  
を推定すると、スピ  
かなりの指向性があ  
れるのであろう。周  
差理論値との差が大き  
なずける点である。

いるにもかかわらず  
傾向であった。これ  
ったためと考えられ

言  
なる。

有利であり、特に  
防音対策となる。  
音源の指向性であ  
なる。

開放的音源は少  
指向性の強い音と

備する実験条件を  
となるのは、高周  
ろいろの配慮であ  
マイクの高域特性  
ば、遮音室にかぎ

実験においては模型化した無理もあって、データとし  
て随所に矛盾した点があり、考察においても先走りした  
感がある。これらの点を反省し、今後さらに実験を進め  
るつもりである。

最後に、本実験は工業技術院機械技術研究所（東村山  
分室）において、模型実験用無響室および測定機器一式

を借用して行なった。実験途上において、いろいろ指導  
下さった藤本騒音振動課長にお礼申し上げます。

#### 参 考 文 献

- 1) 前川純一：日本音響学会誌18 (1962) 187.
- 2) H. F. OLSON：音響工学（上巻）（1959）
- 3) 道路調査委員会：日本音響学会誌26 (1970) 85.

難削材の被削性に関する研究

# 難削材の被削性に関する研究

SUS304 (オーステナイト系ステンレス鋼) の旋削について

1981 (2001) 昭和56年7月1日 第1000号

(581) (巻1) 第1000号 昭和56年7月1日

1981 (2001) 昭和56年7月1日 第1000号

正岡 忠, 片岡 豊, 南良 良治, 山崎 隆志, 吉池 啓佑, 兼広 二郎

## 1. 緒 言

金属材料の任意加工法において、切削加工法は加工形状、精度の確保、工具の成形の容易さなどにおいてその効果は他の加工法の比ではない。しかし一方工具の切削特性と被加工材料の被削性の対応による加工の難易はさげがたい。

一般に難削材と総称せられるものにステンレス鋼、耐熱合金、タタン合金、硬質鉬鉄などが挙げられるが、いずれも被削性指数が低く、工具寿命が極めて短い。また一見軟質材料で削り易いようでも実際には加工精度の出し難いものは難削材として扱う。

近年難削材中ステンレス鋼材の工業材料としての進出は著しく特にSUS304 (Cr-Ni, オーステナイト系)の耐熱性、耐蝕性、耐錆性、機械的強度、非磁性、展延性などの優れた特性による一般の需要は一層増大の傾向にある。

近年切削加工においては①切削抵抗、②切削処理、③仕上面あらさ、④工具寿命などが被削性の標準として考慮されるが、ステンレス鋼材の切削においては、材料の特性上一層これらが強調され、問題となる次第である。即ち①高靱性、低熱伝導率による切削温度の工具刃先集中や熱衝撃に起因するチッピング、②切削の着着による刃先のだけ現象、③顕著な加工硬化層による一層の被削

表1 実験項目における切削諸元

項目	諸元	切削条件			切削工具			工具刃部形状					
		切削速度 m/min	送り mm/rev	切込み mm	材質	大きさ mm×mm	突出量 mm	工具分類	形状	刃部形状	ノーズ形状 切刃 角度	切刃 幅	
1	工具寿命	1	71~253	0.19 0.30	1.0	P30 M20	19×19	18	W-付け 工具	33	(0, 10, 8, 8, 10, 0, 0.7)	40	0.70
		2	100	0.05~ 0.50	1.0	P20 M10	19×19	25	W-付け 工具	31 33	(0, $\theta$ , 8, 8, 15, 15, 0.70) (0, $\theta$ , 8, 8, 10, 0, 0.70)	45 40	0.70 0.70
2	切削抵抗	7~170	0.05~ 0.50	1.0	P20	19×19	25	W-付け 工具	31 33	(0, $\theta$ , 8, 8, 15, 15, 0.70) (0, $\theta$ , 8, 8, 10, 0, 0.70)	45 40	0.70 0.70	
3	切削厚さ	60~260	0.19 0.30	1.0	P30 M20	19×19	25	W-付け 工具	33	(0, 10, 8, 8, 10, 0, 0.70)	40	0.70	
4	切削温度	20~150	0.10~ 0.50	1.0	P20	19×19	25	W-付け 工具	33	(0, $\theta$ , 8, 8, 10, 0, 0.70)	40	0.70	
5	加工硬化層	100	0.05~ 0.50	2.0	P20	19×19	25	W-付け 工具	31 33	(0, 0, 8, 8, 15, 15, 0.70) (0, $\theta$ , 8, 8, 10, 0, 0.70)	45 40	0.70 0.70	
6	仕上面 あらさ	1	7~140	0.05~ 0.50	1.0	P20	19×19	25	W-付け 工具	31 33	(0, $\theta$ , 8, 8, 15, 15, 0.70) (0, $\theta$ , 8, 8, 10, 0, 0.70)	45 40	0.70 0.70
		2	30~310	0.05~ 0.59	1.0 2.0	M20	19×19	18	W-付け 工具	33	(0, 10, 8, 8, 10, 0, 0.90)	—	—

注) 1. 横すくい角  $\theta=6^\circ, 10^\circ, 15^\circ$   
 2. 切削諸元の単位はmm, 度である  
 3. 刃部形状はJIS B4011による



性の低下と工具摩耗の促進や切削抵抗の増加、④切屑発生流出形態による工具の具状摩耗など、難削材と呼称せられる現象を呈する。

本実験はSUS 304の切削加工における現場的トラブル解消と加工効率向上を目的として表1に示す各種試元による切削を行ったのでその結果を報告する。

## 2. 試 料

供試材は2.5tインゴットの原材料を120φに庄造り固溶化処理(1100°C, 25min/25mm 保持後水冷)したものを110φに外周旋削し、表層をロール仕上げしたものである。

また快削性添加物は含まれていない。

供試材はD=110φ、L=400mmのものをD=60φに至るまで表1に示す項目について旋削し実験を行った。なお供試材の外周表層を旋削して既存加工層を除去して使用した。

表2、表3に供試材の化学成分、機械的性質を、写真1に供試材の金属組織を示す。

表2 被削材の化学成分(%)

試料	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
SUS 304	0.065	0.67	1.95	0.01	0.0095	8.07	18.20

表3 被削材の機械的性質

試料	降伏点 kg/mm <sup>2</sup>	引張り強 kg/mm <sup>2</sup>	伸び %	絞り %	かさ 試験 H <sub>y</sub>
SUS 304	—	62.5	62	22.6	147

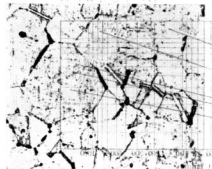


写真1 供試材の組織(引張り試験機から取り出した試料からのロード線引出しには水銀接点を使用し

## 3. 実験方法

使用工作機械は実験項目No.1~4はNo.3, No.5, No.6については北川工業製高速精密旋盤KSP-800型(心筒800mm 最大ダイヤル上の振り460mm, 主電動機S-5kW), No.4, No.2, No.4, No.4, No.6については池貝鉄工製D(A)形高速精密旋盤(心筒1000mm)ダイヤル上の振り500mm, 主電動機11kW)で表1に示す項目毎の切削試元形より供試材を外周旋削し実験を行った。

切削工具研削は昭和精密工業製G-T-J-4型超硬工具研削盤(砥石軸回転数: 3000rpm, 6000rpm)ダイヤモンド砥石径150φ)により研削を行った。また工具刃先は実験結果の磨損を期するため0.7mmのチャンファートした。

### 3.1 工具寿命

フランク摩耗幅(V<sub>fl</sub>)の目標値を0.3mmと表1 No.1~1については切削時間の経過による工具摩耗状態を、表1 No.1~2については一定切削時間における工具材、すくい角の異なる工具の摩耗状態を切削時間90秒, 120秒, 以下300秒毎に測定し、寿命に至るまでの各材種別経過時間を測定した。

摩耗幅測定は表1 No.1~1についてはPIKA製大型工具顕微鏡を、表1 No.1~2については東独カール・ツァイス・イェナ社製万能工具顕微鏡により工具すくい面刃先のだけ、フランク摩耗(V<sub>fl</sub>)境界摩耗についてミクロン単位で測定した。

またそれぞれの測定時期においてすくい面に、および刃先正面の顕微鏡写真を撮影した。

### 3.2 切削抵抗

切削抵抗の測定は切削動力計(機械試験所式品運工作所・3分力測定用)に動定測定器(共和電業DM-N型)データ・レコーダ(ティアックR-100型)および電磁オシログラフ(共和電業RMV-33G型)を組合せて行い、工具摩耗が問題とならない範囲で行った。

また工具材種による変化はないものと見なした。

### 3.3 切屑厚さ

切屑厚さは切削初期のものをポイントマイクロメータを使用し、測定誤差をさけるため10点測定平均切屑厚さとした。

### 3.4 温度測定

工具と被削材をサーモカップルとして、切削時に生ずる熱起電力により温度測定を行なった。

被削材はチェック面、テールストック側端面をベークライト板で絶縁し、工具も刃物台に接する三面を硬質塩化ビニール板でおおひ機械本体と絶縁している。

た。

得られた熱起電力は切換スイッチを經て直流アンプに入れ、これの出力を熱ペンレコーダーにより記録した。

### 3.5 加工硬化層

試料は供試材を直径54mm、厚さ20mmの円板状とし表1 No.5に示す諸元より外周旋削後、図1に示す位置より水冷式切筋機を用いて採取した。なお、測定用試料の採取は顕微鏡試料作成要領に準じて行なっている。

これをマイクロピッカースかたさ計(荷重500g)で切削面から0.03mmの位置より0.06mmまでを0.01mmとびに、これ以後を0.05mmとびに硬度分布測定した。加

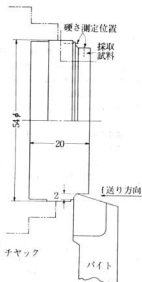


図1 試料採取法

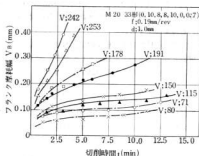


図2 フランク摩耗幅と切削時間の関係

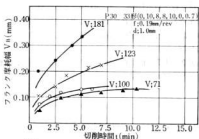


図3 フランク摩耗幅と切削時間の関係

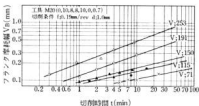


図4 予想寿命線図

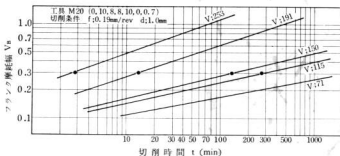


図5 予想寿命線図

工硬化層の金属組織はかたさ測定後、10%高クロム酸溶液で電解研磨を施し、倒立万能顕微鏡で検鏡し写真撮影した。

なお、試料採取に当っては試料表面の加工硬化層発生を極力防ぐため、切削工具や試料の成形、表面仕上げなどに細心の注意を払った。

### 3.6 仕上面あらさ

仕上面あらさの測定については表1 No.6-1は表面検査機(小坂研究所製SE-3型)で $R_a$ を、表1 No.6-2は東京精密特製SURFCOM3B型で $R_{max}$ を測定した。

また表1 No.6-1は刃先はチャンファー(0.7mm)、表1 No.6-2はノーズ(0.9R)で実験を行った。

チャンファー0.7mmは横切刃が仕上面あらさに影響しない範囲とした。

## 4. 実験結果と考察

### 4.1 工具寿命

#### 4.1.1

##### 4.1.1.1 探索試験

切削時間の経過によるフランク摩耗の様子を図2、図3に示す。

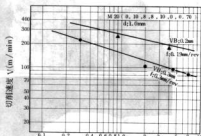
図2はM20を、図3はP30を使用しているが、工具材種としてはM20が安定していた。

P30は約5分以上切削したときに摩耗進行はゆるやかになっているが、後述の写真からも解るように切削不能になって工具寿命となる。

図4～図7は工具刃先角が $72^\circ$ で長時間切削するにはやや条件がきびしくなっているが、両対数グラフにおい

表4 工具寿命方程式

切削工具	$V_0$ (mm)	寿命方程式	$V_{60}$ (m/min)
M20	0.3	$VT^{0.37} = 310$	148
M20	0.5	$VT^{0.37} = 400$	200
P30	0.3	$VT^{0.35} = 250$	88
P30	0.5	$VT^{0.35} = 315$	123



工具寿命特性図

図8 工具寿命特性図

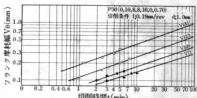


図6 予想寿命線図

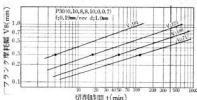


図7 予想寿命線図

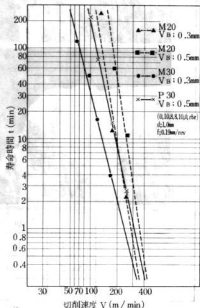


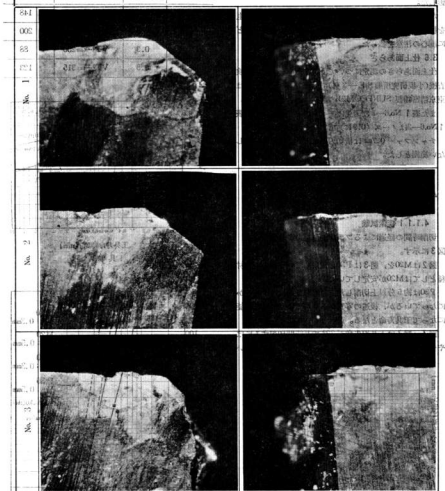
図9 工具寿命特性図(予想)

## 六角式命巻具丁上刃

鋼S-Cr-V201 鋼と鋼を切削する切削条件の組合せ

(mm/min) $\times V$  六角式命巻具  $\phi 20$  具 33 形 (0, 10, 8, 8, 10, 0, 0, 7)

鋼 S-Cr-V201 鋼と鋼を切削する切削条件の組合せ



切削条件

001 002 003 004

写真2  
(拡大) 六角式命巻具丁上刃

工具刃先の摩耗形態について

六角式命巻具丁上刃

(mm/min)  $\times V$  (mm/min)  $\times V$

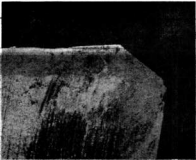
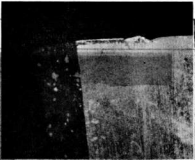




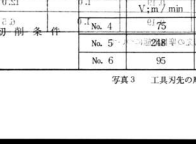
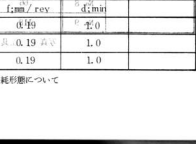
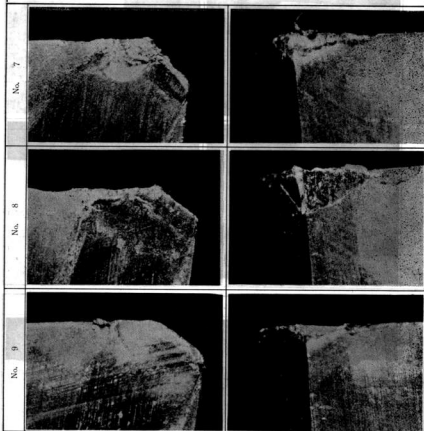
M20, 33形 (0, 10, 8, 8, 10, 0, 0.70)					
No. 4					
					
M20, 33形 (0, 10, 8, 8, 10, 0, 0.70)					
No. 5					
					
M20, 33形 (0, 10, 8, 8, 10, 0, 0.70)					
No. 6					
0.21	0.1	$V: \text{m/min}$	$f: \text{mm/rev}$	$d: \text{mm}$	
切削条件	No. 4	75	0.19	1.0	
	No. 5	95	0.19	1.0	
	No. 6	95	0.19	1.0	

写真3 工具刃先の摩耗形態について

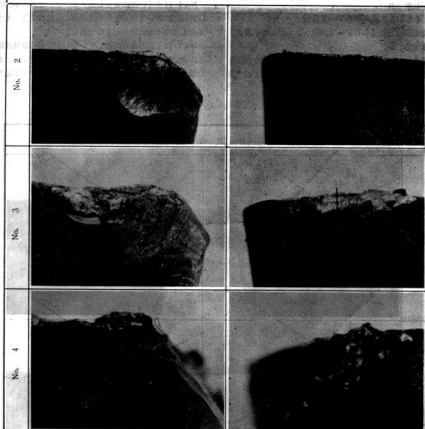
P30. 33形 (0, 10, 8, 8, 10, 0, 0.7)



切削条件		V; m/min	f; mm/rev	d; mm	t; min
	No. 7	176	0.19	1.0	4.0
	No. 8	66	0.19	1.0	12.0
	No. 9	118	0.19	1.0	6.5

写真4 工具刃先の摩耗形態について

M20. 33形 (0, 10, 8, 8, 10, 0, 0.7)



切削条件		$V_m / \text{min}$	$f_m / \text{rev}$	$d; \text{mm}$	$t; \text{min}$
	No. 2		237	0.19	1.0
No. 3		173	0.19	1.0	10.0
No. 4		146	0.19	1.0	4.0

写真5 代表的な工具刃先の摩耗形態について

て実験結果を延長し60分寿命、240分寿命および480分寿命などを推定できる。

刃先に切削熱が集中し、また構成刃先および溶着物がたい積し易く、それが周期的な発生、成長、脱落を繰り返すので刃先の摩耗形態には大きなだれ現象を起しているのが観察された。

#### 4.1.1.2 工具寿命のV-T線図

探索試験の結果からV-T線図を求めたものが図8、図9である。

図8はM40で送りを変えたときのV-T線図を、図9は切削工具の差異によるV-T線図を示したものである。

表4は図9より求めた工具寿命方程式および60分寿命における切削速度を求めたものである。

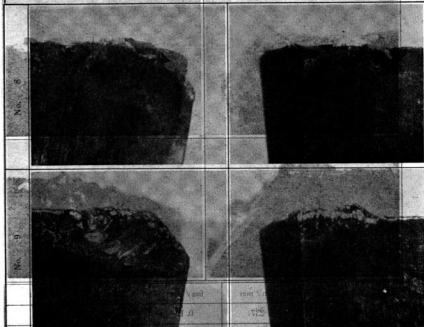
#### 4.1.1.3 工具刃先の摩耗形態について

写真2から写真4までにおのおのの切削条件における工具刃先の摩耗形態を示した。

No.1はすくい面に安定したクレーターはあるが、切削終端部において切刃後から逃げ面にかけて大きな欠けが生じ切削不能になったものである。

No.2は工具寿命点に達していないが切刃の接触終端部においてすくい面から逃げ面にかけて欠けを生じ、また微小なピンポイントの発生によって切刃のダブルスが見受けられる。

P30, 33形 (0, 10, 8, 8, 10, 0, 0.7)



		$V; \text{m/min}$	$f; \text{mm/rev}$	$d; \text{mm}$	$t; \text{min}$
切削条件	No. 8	158	0.19	1.0	3.5
	No. 9	198	0.19	1.0	2.5

写真6 代表的な工具刃先の摩耗形態



No. 3 は前切刃からチャンファー部にかけて大きくえぐられた状態と横切刃上に着着金属の堆積層がある。

No. 4 は安定した摩耗形態を示しており、切込終端のチップングを抑え、相当寿命は延びるものと推定される。

No. 5 は寿命が短くなって大きく欠けを生じた例であり、切削速度が高いためにすくい面摩耗がかなり進行していたものと推定される。

No. 6 ~ No. 9 は P30 の工具であるが、いずれも局部的な欠けが早い時期に起り、それを足場として横断的な激しいアブレーションを呈している。

P30 を使用に当ってはこのような損傷形態について対策を考慮しなければならない。

写真 5. 写真 5 はそれぞれ代表的なものであり、No. 2 はきれいなクレータ摩耗が見受けられるが、切削熱による三角状摩耗とダムネスも認められる。

No. 3 は刃先のだれが生じており、切刃後のダムネスもかなりあり、工具刃先の塑性変形といわれている。

No. 4 は前切刃からチャンファーにかけて大きくかけ落ちており、切屑カールの連続的なたつきげけによって逃げ面に欠けも見受けられる。

No. 8, No. 9 は P30 であり、とくに No. 9 はフランジ摩耗クレータ摩耗が出来たあとに着着金属の堆積層が微細についているのが見受けられる。

以上のように、オーステナイト系合金鋼が加工される場合、Ni が含まれていること、切削温度が高いことなどにより、工具刃先への着着が強く、チップング、境界摩耗を起こし易い。またこれが急激に進行して一般摩耗を大きくし、工具寿命点に至るものと思われる。

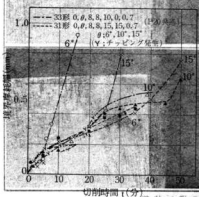


図10 工具形状と境界摩耗の関係

SUS304 は被削性が悪く、酸化層の発生し易い材料であるため、刃先刃先のすくい角を小さくし、送り量を必要とし、また機械、工具の剛性も要求される。

工具の刃部形状は、切削温度の上昇を抑え、ワークへの咬付きをなくし、切削量を少なくして酸化層を出るだけ切ぐ目的で傾斜角を小さくし、大きくとる方がよい。本実験では10°が良好な結果を示した。

また工具研削もダイヤモンド砥石による十分な研削を行ない、刃先の鋭利を確保することが好ましい。

#### 4.1.2

SUS304 の切削加工における工具の摩耗進行状況は、一般鋼材における正常摩耗に対して、工具の境界部の異状摩耗、刃先のだれ現象など、いかなる摩耗形態も基た異なる。

切削初期におけるアブレーションは、切削速度と送り量であるが、送り量は切刃長に依り、切屑の通過に依り摩耗が進行する。その成長方向は前切刃角によっても異なるとされる。

摩耗部は切削角に相当する角域において顕著に現われ、横切刃、前切刃の切削境界部を中心とする境界摩耗や、刃先のだれ、レーナーなどに移行する。また着着物の堆積、剥落、フランジ摩耗なども関連してチップング、へたりなどを誘発し、ついに切削不能に至る。

写真 7. 写真 8 に M 種 31 形工具による切削時間 25 分における工具摩耗の状況を示す。切削速度は 100 m/min、送り量は 0.1 mm/rev、切削角は 10°、15°、10°、15°、10°、15° の順で切削された。

この順番ではすでに着着物の生じ、剥落、境界摩耗痕への増大が反復せられ、以後に於て、すくい面にくさび

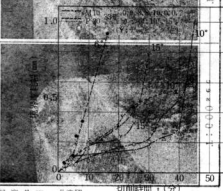


図11 工具材種と境界摩耗の関係

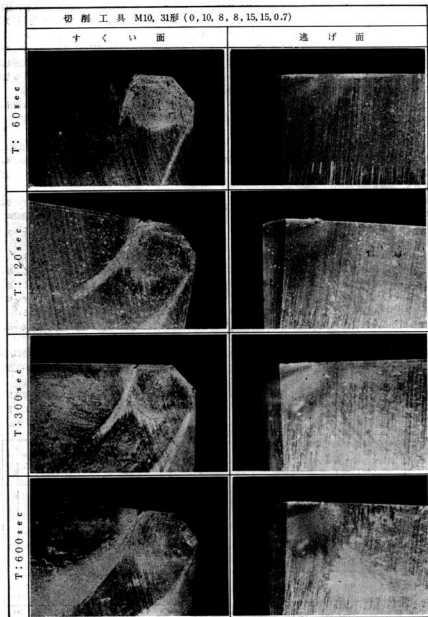


写真7 工具摩耗の進行状態

状に進行する。この現象は前切刃にもしだいに現われるようになるが、前者に比較して小規模である。

境界摩耗は工具接触部に生ずるワークの弾性変形や、切屑の硬化化などにより始まり、この結果刃先の鈍化、硬化層の増大などを招き、以下これを反復することによって摩耗を一層促進させる。これはSUS 304の被削指数の低いことや、強靱性の影響も加わって一層顕著に現われるものと思われる。またこれが大きくなると、時としては第二切刃の作用を行なってワーク外周辺を切削し、二次的な切屑を排出する<sup>2)</sup>。

図10に工具形状と境界摩耗幅の関係を、図11に工具材種及び横すくい角と境界摩耗幅との関係を示す。

工具形状では31形がすぐれ、工具材種はM種が有効な結果を示した。これは切屑厚さによる熱衝撃、剪断応力などの相違によるものと思われる。

横すくい角は中間値である $10^\circ$ が結果的には良好であった。これは横すくい角による刃先強度が問題になることや、過少すくい角においては切削抵抗、切刃面圧も強大となり、切屑接触面積も増大し、切屑の影響も大となるためと思われる。

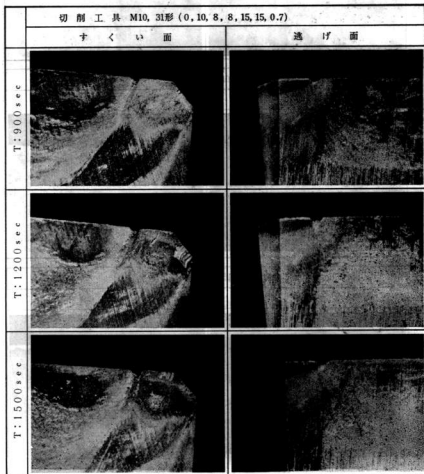
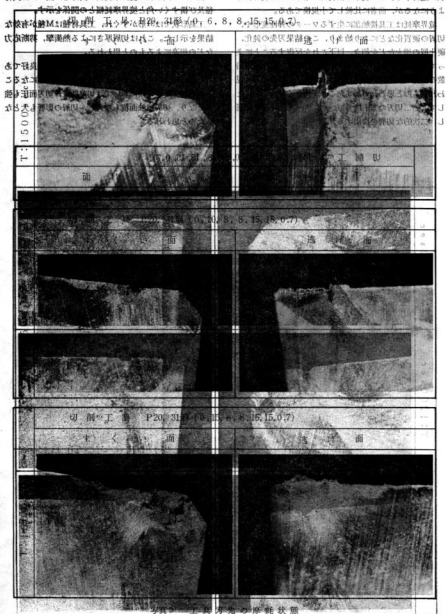


写真8 工具摩耗の進行状態

林具工の断面、その断面の断面状態をその断面の断面

その断面の断面の断面状態をその断面の断面



その断面の断面の断面状態をその断面の断面

断面の断面の断面状態をその断面の断面

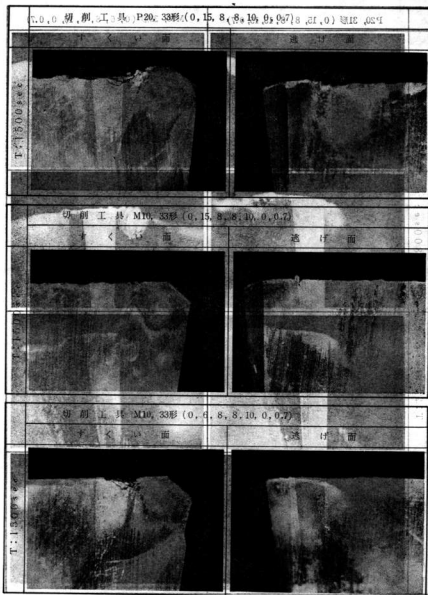


写真10 切削工具刃先の摩耗状態

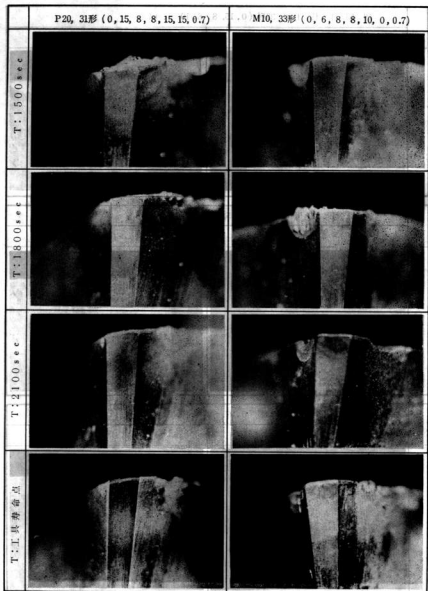


写真11 工具刃先の摩耗状態

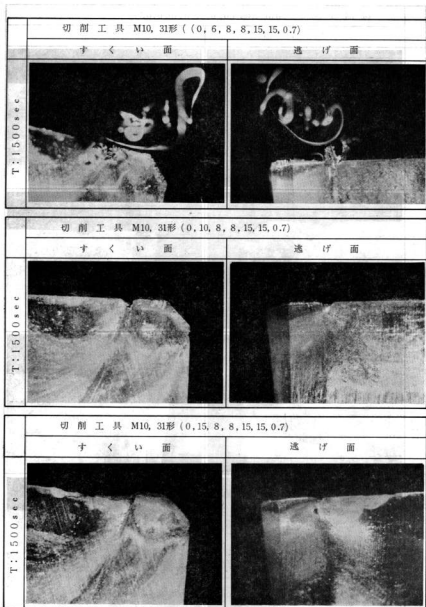


写真12 チャンファー部摩耗状態

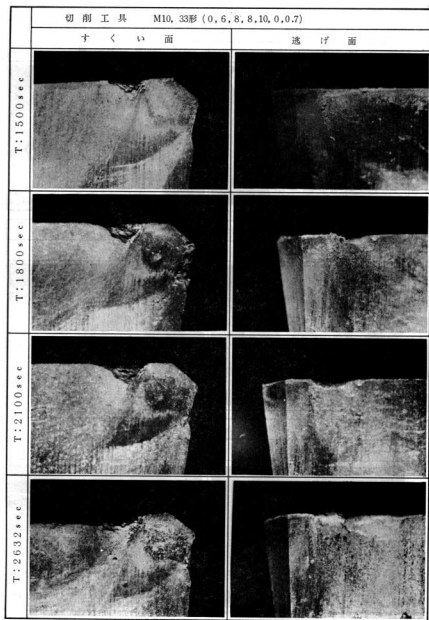


写真13 工具刃先の摩耗状態



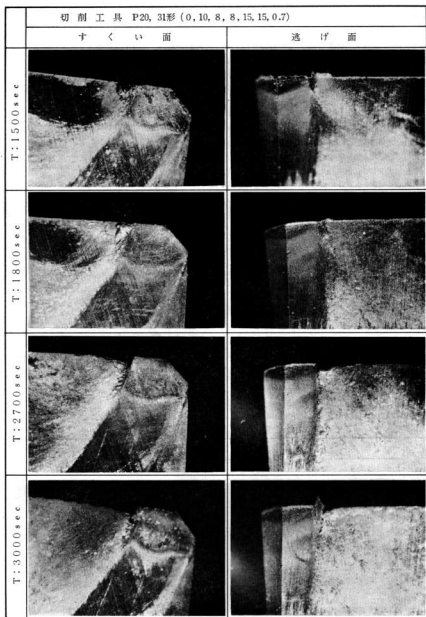


写真14 工具刃先の摩耗状態

チップングの発生、成長は33形が大きき、またP種が早期に発生する傾向を示した。

本実験では切削工具にチップブレーカーをつけていないので切屑は直線流れ形に流出した。切削時間5分経過頃より赤銅色粉末状切屑の排出が見られる。これは切刃の鈍化によるものと考えられる。20分～30分経過頃より長さ10mm程度の極めて細い螺旋状の切屑が現われ、やがて主切屑の外側にむかでの足状の付随物の発生を観察した。これが工具の摩耗進行にもなってしだいに成長し、おじれた紐状の付随切屑となって生成脱落を反復する。これは境界摩耗部に埋没した溶着物が切屑の流出の際に高温、高圧により切屑に圧着し、よじり出されてこの現象を呈するものと推察した。この時期に至ると切削効率が著しく低下し、付随切屑のワークへの巻きつきが甚だしく、作業困難になるので一応実験上の寿命点とした。

図12に工具材種、形状とだれの関係を示す。

工具材種はM種が良好であり、横くい角は6°が良い結果を示した。

工具刃先のだれ現象はSUS 304の被削性の悪いことや、靱性などによる切屑抵抗が大であること、高温高圧が刃先に集中することなどが挙げられる<sup>1)</sup>。

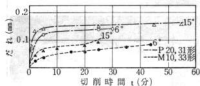


図12 工具材種、形状と刃先だれの関係

切削速度が180m/min附近以上では切削時間4～6分程度でクレーターを発生し、著しく寿命を短縮する。

写真9～写真11に切削経過時間25分時点における工具刃先の摩耗進行状態の比較を示す。

各刃先とも横切刃部の境界摩耗は相当に進行し、溶着物の影響も大きい。この現象は横すくい角の増大によって顕著となる。また境界部よりジャンク側に沿って切屑によるはげしい損傷が認められる。

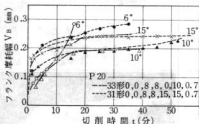


図13 工具形状とフランク摩耗の関係

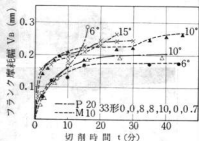


図14 工具材種とフランク摩耗の関係

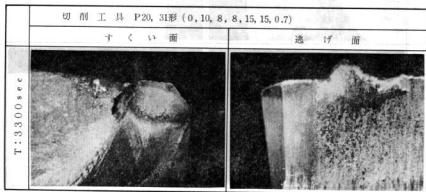


写真15 工具刃先の摩耗状態

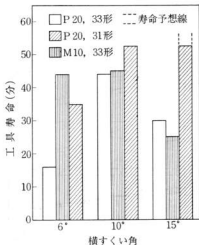


図15 工具材種による寿命の比較

写真12にチャンファー部の摩耗状態を示す。

チャンファー部に比較して横切刃、前切刃の損傷は極めてはげしい。

図13に工具形状とフランク摩耗幅の関係を、図14に工具材種とフランク摩耗幅の関係を、また写真13～写真15に材種、形状の異なる工具の摩耗と、その進行状態を示す。

切削時間の経過とともに摩耗は急速に進行し、溶着物の堆積、脱落も反復する。

以上これらの材種による寿命を比較した総合結果を図15に示す。

#### 4.2 切削抵抗

図16～図24に送り量の変化に対する工具形状(31形, 33形)の変化による切削抵抗(主分力, 送り分力, 背分力)の影響を示す。

各送り量とも切削速度の低下ともなって切削抵抗は増大し、送り量の増加にしたがってその傾向は著しい。

また  $f:0.5\text{mm/rev}$ ,  $V:8\text{m/min}$  において主分力は約300kg以上となってS55C相当材の約2倍の値となり、SU S304の難削性を示す。

工具形状については主分力において33形が31形に対して比較的好結果を示すが、送り分力、背分力については顕著な差は認められなかった。

図25～図30に横すくい角の変化による切削抵抗の影響を示す。低送り域においては大差がなく切削速度の影響もわずかである。

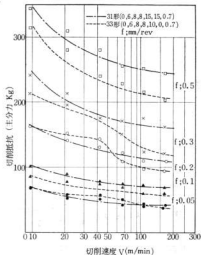


図16 送り・工具形状と切削抵抗の関係

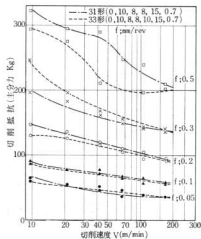


図17 送り・工具形状と切削抵抗の関係

送り量の増加に比例して15°, 10°, 6°の順に増大し、特に15°において良好な結果を示した。これはすくい角の増大で刃先角が鋭敏になり工具刃先の噴き付きが良く切屑流れも良好となる結果と推察せられる。

図31, 図32に工具形状による切削速度と切削抵抗(主分力)の関係を示す。

各切削速度とも送り量の増加に比例して切削抵抗は増

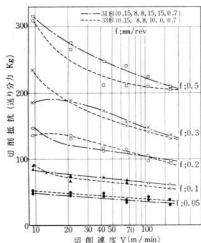


図18 送り・工具形状切削抵抗の関係

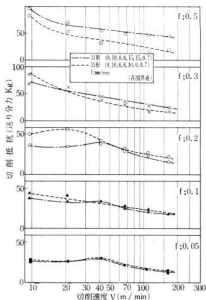


図20 送り・工具形状と切削抵抗の関係

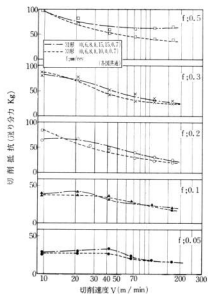


図19 送り・工具形状と切削抵抗の関係

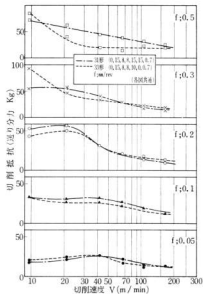


図21 送り・工具形状と切削抵抗の関係

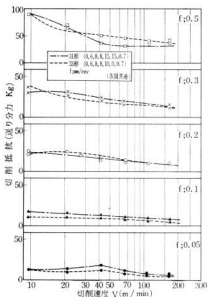


図22 送り・工具形状と切削抵抗の関係

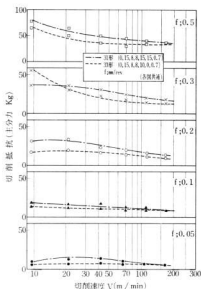


図24 送り・工具形状と切削抵抗の関係

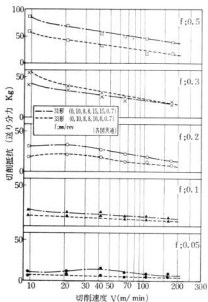


図23 送り・工具形状と切削抵抗の関係

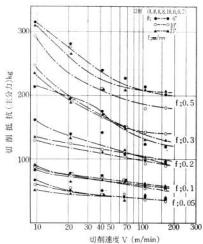


図25 横すくい角と切削抵抗の関係

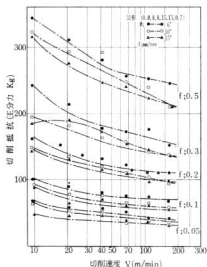


図26 横すくい角と切削抵抗の関係

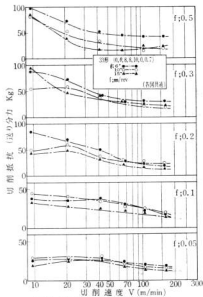


図28 横すくい角と切削抵抗の関係

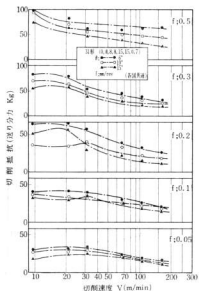


図27 横すくい角と切削抵抗の関係

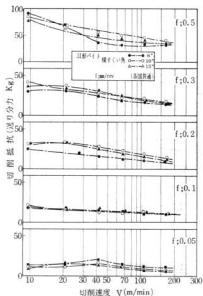


図29 横すくい角と切削抵抗の関係

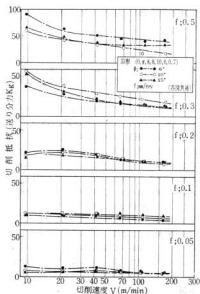


図30 横すくい角と切削抵抗の関係

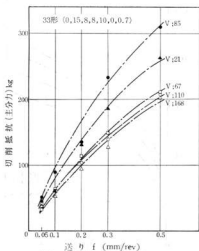


図31 切削速度と切削抵抗の関係

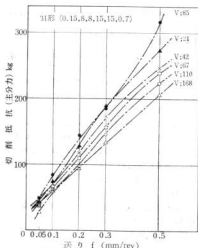


図32 切削速度と切削抵抗の関係

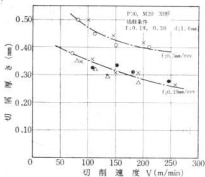


図33 切屑厚さと切削速度の関係

大する。33形バイトについては低速度域においてその傾向は大きく不安定であるが、 $V:40\text{m/min}$ 以上になると大体安定し、その増加割合も低い結果を示した。

31形バイトにおいても33形バイトと大体同様であるが、総体に33形バイトより安定の傾向を示した。

#### 4.3 切屑厚さ

切削速度の変化による切屑厚さの影響を図33に示す。切削速度の上昇にともない、しだいに切屑厚さが減少していることは理論的にもうなづけるが、切削速度がSUS 304の適正切削条件以上になっても切屑比は減少せず、

送りを0.30mm/revにしても切削比にいちぢるしい減少がないので難削材といわれる一因がある。

#### 4.4 切削温度

切削温度は切削機構のあらゆる面と関連をもち、特に工具寿命に及ぼす影響は大であるとしており、又最近自動化、省力化が計られるにつれて適応制御等が話題となるようになり切削温度も問題点としてあらためて取り上げられる機会も多くなった。

切削温度の測定方法は種々のものが知られているが、熱電対によるのが簡便であり、多く利用されているようである。しかし当場の設備では熱電対の取付が不可能であり、又筆者らが試作した温度検出用パイプも刃先強度が低く、高い切削抵抗値を示すSUS材の切削には不安があった。

このような点から結局切削工具—被削材を熱電対として利用することにした。

一般に切削温度は切削機構すなわちせん断角、切削抵抗、工具すくい面と切屑接触面などによって左右されると言われているが、切削条件そのものによっても大きく変動し、中でも切削速度の影響が最も大きい。

これは切削速度（被削材回転数）を上げるためには当然より大きなエネルギーを必要とし、切削に要するエネルギーの大部分が切削熱として排出されていることから理解されよう。

図34および図35に切削速度と切削温度の関係について示す。

切削温度は切削速度が高くなるにつれて増大するがその増加率は一律ではなく、低速域ほどその立上り傾向が大きくなる。又、これらの関係を対数方眼上にプロットした場合良く直線上にのるところから指数関数的関係にあるものと思われる。

この研究ではすくい角度が切削温度に及ぼす影響についての実験は行っていないが 図34に示すすくい角度 $10^\circ$ に比較して図35すくい角 $15^\circ$ の場合、約20%も低い値を示している事が注目される。これはすくい角が大きくなることによるせん断角の増大、切屑とすくい面との接触面積の変化などが重なって生じた現象と思われる。

なお、せん断角については $25^\circ\sim 30^\circ$ という情報があるが、これはS50C材などに対応する値であるにもかかわらず切削温度はこれより相当高い値を示している。

又、S C材などと比較して温度曲線の立上り角度が非常に大きく、したがって切削速度に対して極めて敏感であり、一般に高温であることにも難削性の一因を示している。

図36および図37に工具送り量と切削温度の関係について示す。送り量の増加に伴い切削温度が上昇すること、両者が指数関数的関係を持っていることなど、前出、切削速度の場合とよく似た傾向を持っている。このことに

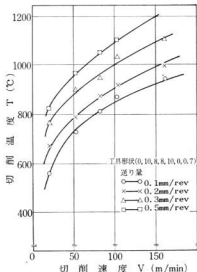


図34 切削速度と切削温度の関係

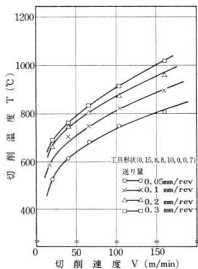


図35 切削速度と切削温度の関係



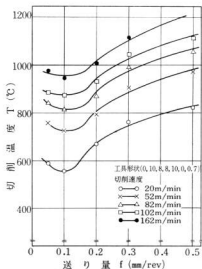


図36 工具送り量と切削温度の関係

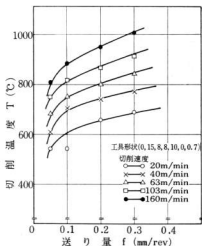


図37 工具送り量と切削温度の関係

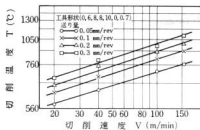


図38 切削速度と切削温度の関係

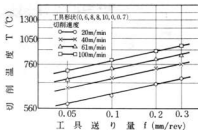


図39 工具送り量と切削温度の関係

ついて以下、簡単に説明を加える。

図38および図39にすくい角 $6^\circ$ の場合の切削速度、送り量と切削温度の関係について示す。

図38および一回転当りの工具送り量 $f$ をパラメーターとしてまとめたものであり、各直線とも勾配はほぼ一定であるので実験式として

$$T \propto V^p \rightarrow T \propto V^{0.33} \quad \text{.....(1)}$$

が成立する。

同様に図39に切削速度 $V$ をパラメーターとしてまとめたものを示す。この場合の勾配もほぼ一定であり(1)式と同じく

$$T \propto f^q \rightarrow T \propto f^{0.21} \quad \text{.....(2)}$$

となる。図38および図39は同一条件下で得られたデータであり

$$T = KV^p f^q \quad \text{.....(3)}$$

が成立し、式(3)は

$$T = KV^{0.33} f^{0.21} \quad \text{.....(4)}$$

となる。S55C材をベースとしたTe添加鋼の $q$ 値が $p=0.17 \sim 0.20$   $q=0.14 \sim 0.16$ であるのに比較すればこれが非常に大きな値であることがわかる。

また、(3)式には当然影響を持つと思われるすくい角 $\phi$ の項が入っていないがこれは今回の実験のみではどのような関係にあるのか不明であるためである。なお $K$ は被削材種により定まる定数である。

図36に示したすくい角 $10^\circ$ の場合、 $0.1\text{mm/rev}$ 以下で切削温度が上昇する傾向を見ているがこれは切削速度の低いもの程顕著に表れている事、この切削条件下で発生する加工硬化層が $0.2\text{mm}$ 前後であるためこの硬化層を削り取る形になる事などにより生じた現象と思われる。

図40に工具切込量と切削温度の関係について示す。

一般に切込量は切削温度には影響を与えないとされているがこの図からも同様のことが言える。

$1\text{mm}$ 以上の切込量の場合にわずか高くなる傾向があるがこれは切屑流出方向の変動に伴う接触面積の変化などが原因であると思われる。

一般にSUS材を旋削する際、工具摩耗、特に切刃の

ダレ、境界摩耗などが急速に進行する傾向をもってい

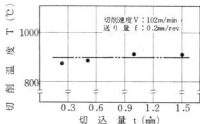


図40 切込量と切削温度の関係

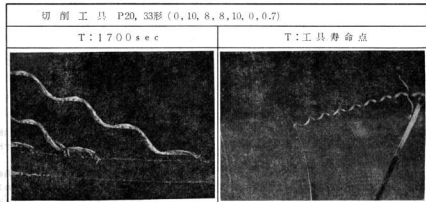
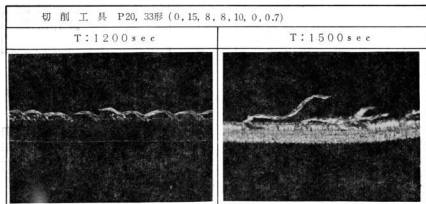


写真16 切 屑 形 状

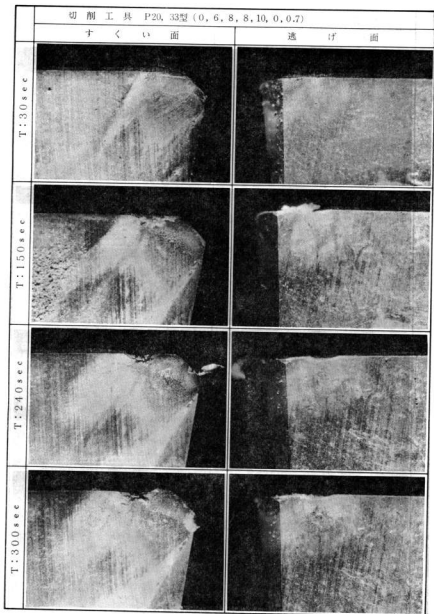


写真17 工具摩耗と切削温度

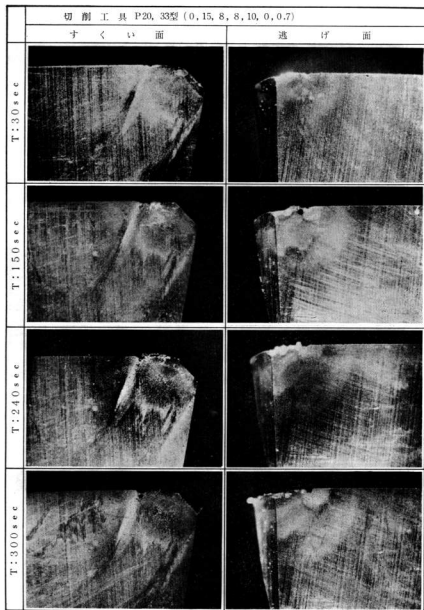


写真18 工具摩耗と切削温度

る。又、工具摩耗について詳細に検討した結果構成刃先の成長、脱落が繰り返されていることもわかった。

これらの影響を受ける切削機構も当然変化するはずであり、これらが切削温度に影響を及ぼすことが予想された。

図41に切削時間と切削温度の関係を、写真17および18に、その時の工具摩耗状況を示す。

写真17~18に示すように、これらは工具摩耗初期の状態で実験を打ち切ったため構成刃先の附着、切削の破損といった現象は見られず、切削温度に関してもほぼ順調な増加傾向のみを示すとどまった。

しかし360秒の切削による変化が4%~5%にも達するという事は工具寿命限界付近の熱発生の大きいことを

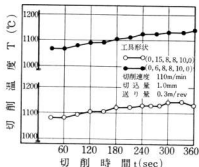


図41 切削時間と切削温度の関係

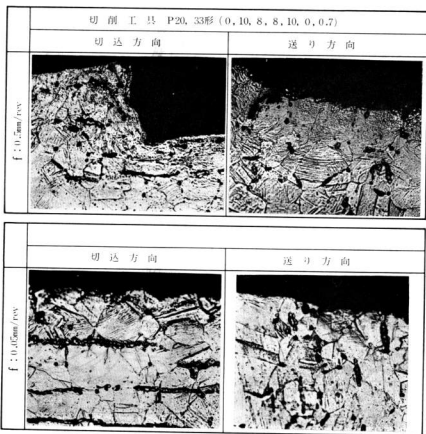


写真19 加工硬化層

想像させ、これの測定によって工具寿命点を決定することも可能かと思われる。

#### 4.5 加工硬化層

オーステナイト鋼の冷間加工における表面硬化層は工具諸元、切削条件によって変化するものと考えられる。

本実験は加工硬化層の発生状態を観察して加工条件の適正をはかる目的で行った。

写真1は伊試材SUS304の金属組織(素地)である。一般に素材組織としてはオーステナイト一相であることを示す。

写真20は送り量を変化させた場合のもので切削抵抗によりオーステナイト粒内に加工双晶が発生し、また表面にはオーステナイト結晶粒が破壊されていることが認められる。このことから送り量の増加により切込み、送り両方ともに急激な硬化現象とその増大がうかがえる。かたさ分布については図42～図46に送り量を0.05mm/rev～0.5mm/revとして工具形状の変化による切込み方向の硬化層の状態を示す。

横切方向角について31形、33形を比較した場合、31形の

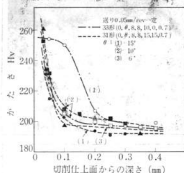


図42 送りと切込方向かたさの関係

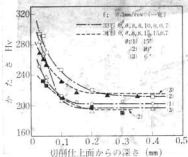


図43 送りと切込方向かたさの関係

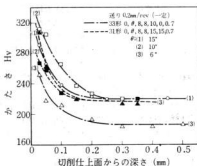


図44 送りと切込方向かたさの関係

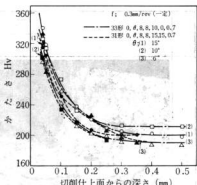


図45 送りと切込方向かたさの関係

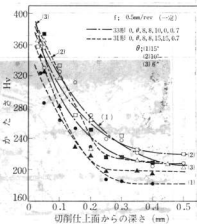


図46 送りと切込方向かたさの関係

方が硬化層の硬度は低く現われ、送り量が変化しても同様の結果を示した。

横すくい角の影響については総体にばらつきが多く、一定性の把握が困難であったが比較的に $10^\circ$ が良好と思われる。

また形状についても31形が良い結果を示した。

図47～図51に送り方向の加工硬化層の状態を示す。

工具形状31形は33形とくらべて送り量の増大に対してかたさの増加割合は少なく、 $0.5\text{mm/rev}$ においては明らかにそれを示した。

横すくい角の影響は切込み方向の場合と同様である。

図52～図54に横すくい角を一定とした場合の工具形状送り量の変化による切込み方向かたさの影響を示した。これもばらつきが多く、一定性の把握は困難であったが横すくい角、送り量の大きな場合は比較的にその差が現われることを示した。

図55～図57に前項による送り方向かたさの変化を示し

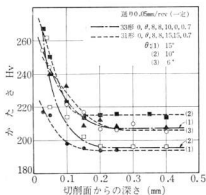


図47 送りと送り方向かたさの関係

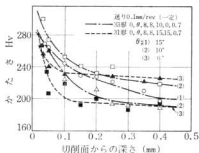


図48 送りと送り方向かたさの関係

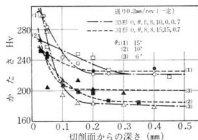


図49 送りと送り方向かたさの関係

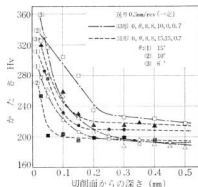


図50 送りと送り方向かたさの関係

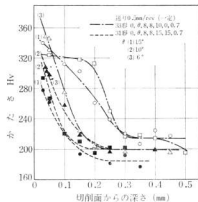


図51 送りと送り方向かたさの関係

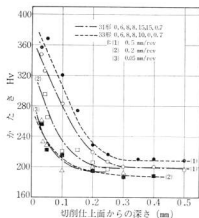


図52 工具形状と切込方向かたさの関係

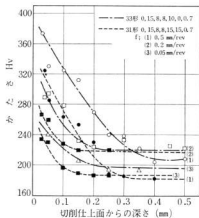


図54 工具形状と切込方向かたさの関係

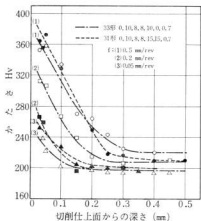


図53 工具形状と切込方向かたさの関係

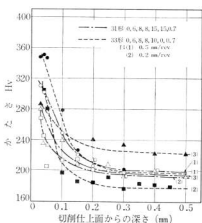


図55 工具形状と送り方向かたさの関係



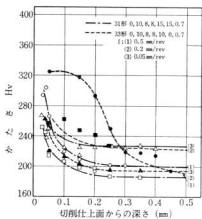


図56 工具形状と送り方向かたさの関係

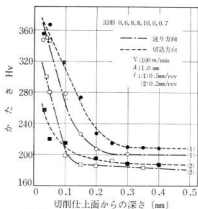


図58 切込方向かたさと送り方向かたさの関係

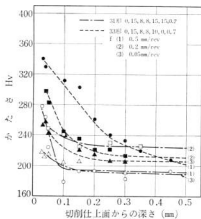


図57 工具形状と送り方向かたさの関係

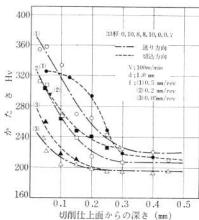


図59 切込方向かたさと送り方向かたさの関係

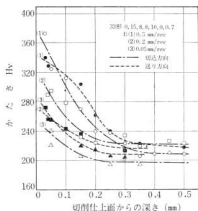


図60 切込方向かたさと送り方向かたさの関係

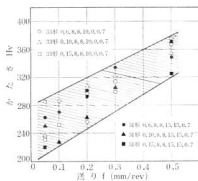


図61 切込方向の最大かたさと送り関係

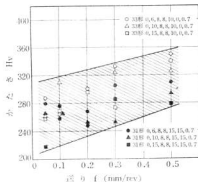


図62 送り方向の最大かたさと送りの関係

た。

図58～図60に33形バイトによる横すくい角の変化が切込み方向、送り方向に及ぼす影響を示す。

各送り量共体的的に0.2 mm附近より低送り量域に向けてそのかたさは急激に上昇する傾向にある。

図61、図62に各種の工具形状による最大かたさの傾向について示す。

切込み方向、送り方向共に送り量の増加ともにかたさは増大するがその傾向は切込み方向に高く現われる。

加工硬化層の深さは急送りにおいては送り方向に増大し、大体送り量0.2 mm/revを境界として減少する。

図63に送り量と加工硬化層厚さの関係について示す。送り量の増加に伴い硬化層の厚さも増大するが、この影響は切込方向により大きく現れる。

#### 4.6 仕上面のあらさ

##### 4.6.1

全切削速度域において刃先に附着物が着着堆積して実

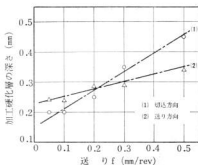


図63 送り量と加工硬化層の深さの関係

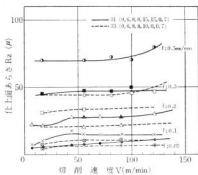


図64 送り量と工具形状と仕上面のあらさの関係

験結果はかなりのバラツキを示した。

図64、図65、図66に送り量、切削速度と仕上面あらしさの関係を示す。

図に見られるように切削速度に関しては極めてその差は少ない。また送り量との関係は図67にも示すとおり、送り量の増加につれて仕上面のあらしさは増大するが高送り量においてその割合は大きい。

次に工具形状の差による理論あらしさ

$$R_{max} = \frac{\tan \gamma \cdot \cot \beta}{\tan \gamma + \cot \beta} \times 10^3 (\mu)$$

と比較した場合ほとんどその差は認められなかった。

図68、図69に横すくい角と仕上面あらしさの関係を示す。

低送り量においては大きな差は認められないが高送り量の場合は横すくい角の大きくなるほど仕上面あらしさが大きくなる傾向を示した。このことは横すくい角が大きくなるほど附着物堆積の成長によるものと思われる。

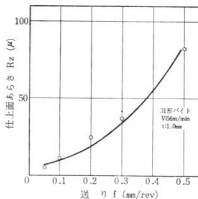


図67 送り量と仕上面あらしさの関係

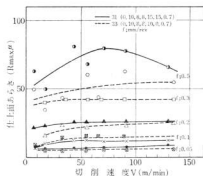


図65 送り・工具形状と仕上面あらしさの関係

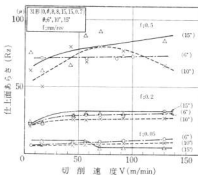


図68 横すくい角と仕上面あらしさの関係

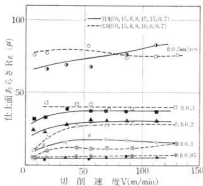


図66 送り・工具形状と仕上面あらしさの関係

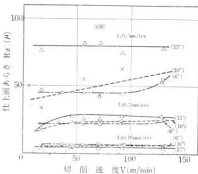


図69 横すくい角と仕上面あらしさの関係

## 4.6.2

切削仕上面あらさと切削速度の関係を図70に、送り速度を変化させたものを図71に示す。

切削速度が120m/min程度になると仕上面あらさには差異がなくなってくる。

また送りの変化によって仕上面あらさは  $R_{max} = f^2 / 8R \times 10^{-3} (\mu)^2$  の理論あらさと比較してとくに目立った特長はなく、まずは妥当な転写曲線である。

図72～図74にそれぞれの切削条件下におけるあらさ曲線を示す。いずれも横切刃、ノーズ、前切刃にかけて微細なビビリがあり、実用切削条件において消えることがなかった。これは工具の剛性が十分でないために生じたものと思われる。

また、送りを小さくすると工具の形状ははっきり出ない。このことは加工硬化層に近い部分を切削するために工作機械の確実な positive feed が出ないことが影響しているためでもある。

図71に送り速度とあらさの関係について示す。

図に示すように切削速度が大きく違っても適当な送り速度にしておけば、あらさ曲線の差異はほとんどみ

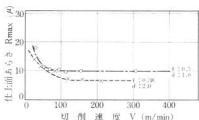


図70 切削速度と仕上面あらさの関係

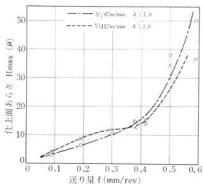


図71 送り量と仕上面あらさの関係

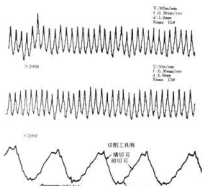


図72 切削速度の相違、境界摩耗による切削仕上面あらさ

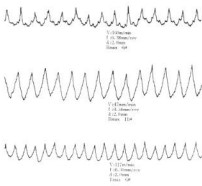


図73 各種切削条件下における切削仕上面あらさ

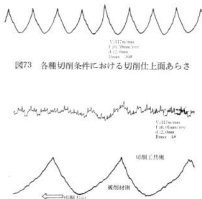


図74 各種切削条件下における切削仕上面あらさ

られなかった。また境界摩耗の生じた切削工具においては、やはり形状的にくづれており加工硬化した切削面になっていた。

## 5. 結 言

### 5.1 工具寿命

- (1) 工具の摩耗は、SUS 304の被削性、切屑の作用、微小なチップング、ビビリなどを原因とする急激に成長した機械的アブレーション損傷が先行する複雑な摩耗形態であり、境界部の具状摩耗、急激な刃のだれ現象となる。前切刃の摩耗も一般材料より顕著であった。
- (2) 工具刃先の鈍化は溶着物の付着を一層増加させ、加工層を厚くし、摩耗の進行を促進し、付随切屑の発生も多くなる。工具寿命を早める結果となるので再研削の時期は早期の方が良い。
- (3) 切削条件はS50~55C程度とするが、切削速度は低目とし、送り量は硬化層の影響をさけるため、仕上面あらさの許す限り高目とする方が良い。
- (4) 工具材種は靱性の高いものを使用する、また一般的な寿命は形状においては31形が、横すくい角は $10^\circ$ 前後が比較的安定している。
- (5) 本実験結果による工具の寿命方程式は、従来のものと大体同様であったが、実際的にはこれだけで工具寿命を推測することは注意を要する。

### 5.2 切削抵抗

- (1) 切削抵抗は普通鋼材に比較してかなり高い値を示した。
- (2) 工具形状は33形バイトが結果的に良好であった。
- (3) 横すくい角( $6^\circ$ ,  $10^\circ$ ,  $15^\circ$ )の増大とともに抵抗は減少し、特に $15^\circ$ において顕著であった。

### 5.3 切屑厚さ

切屑厚さは切削速度の上昇とともに減少するが、切屑比の減少は少ない。

### 5.4 切削温度

- (1) 切削速度:  $V$ 、送り:  $F$ 、切削温度:  $T$ は、 $T = KV^p F^q$  の関係にある。ステンレス鋼の炭素加工における $p$ 値、 $q$ 値は共に非常に大である。
- (2) 切削温度は工具寿命の指標として使用できると思わ

れる。

### 5.5 加工硬化層

- (1) 加工硬化層のかたさは、切削面からの深さ $t$ 、かたさ $H$ とした場合、送り量の増大とともに大きくなり、 $H/t$ の値は $t$ の増加とともに双曲線に変化する。
- (2) 同一切削条件における送り方向かたさは、31形バイトと33形バイトを比較した場合、31形バイトの方が加工硬化率が低い。
- (3) 被削材表面のかたさは送り量に比例して増大する。
- (4) 加工硬化層の組織とかたさ分布は比較的よく一致しており、結晶粒の破かいされた部分はかたさが特に硬く、工具寿命におよぼす影響は大きいものと考えられる。
- (5) 送り方向かたさは切込方向かたさと比較して、送り $0.2\text{mm/rev}$  以上の場合、全般的にかたさの分布が高くなっている。
- (6) 横すくい角が加工硬化に与える影響については一定性がなかった。

### 5.6 仕上面あらさ

仕上面あらさは工具刃先がチャンファーの場合、切削速度の変化にはほとんど影響されないが、ノーズの場合は低速度域で増加する。

工具形状(31形、33形)による差は認められないが、横すくい角の増大とともにあらさは増加する。

- (3) SUS 304は被削性が悪いのでビビリが発生し易く工具刃先の付着物によるあらさの低下も見がせない。

## 文 献

- 1) 竹山: 18—8ステンレス鋼炭素加工における超硬工具の摩耗解析(第2報)機械試験所報 Vol. 15(1966)
- 2) 竹山, 他: 鋳削材(ステンレス鋼)の炭素加工 Vol. : Na. g(1968), 11, 256
- 3) 倉田: ステンレス鋼の切削加工(1968)75
- 4) 吉池: 本報告13号(1971)27
- 5) 正岡, 他: 本報告14号(1971)65
- 6) 切削加工技術 研究編集委員会: 切削加工技術 便覧(1962)491
- 7) 精密工作便覧編集委員会: 精密工作便覧(1958)77

## 還元剤内装ドライボールを用いた 小型炉による製鉄実験

西川 浩成, 田中 稔\*

### 1. 緒 言

還元ペレットを製鉄原料として用い、コークス比の低下と生産性の向上をはかるため試験高炉、工業炉、キューボクによる実験が行なわれ多くの報告がなされている。

還元ペレットの製造において重要なことは、安価な還元剤の使用が可能であり、生産性が高く大量生産ができなければならない。

固体還元剤を用いるプロセスは、ガス化と還元を同時に行なわせることが可能であることが特徴である。固体還元剤を用いるプロセスには、外装法と内装法とがある。

外装法の代表的プロセスは回転炉を使用するS-L-RN法で、還元剤に含有される不純物が還元ペレット中に入らないために、Fe品位が高く製鋼原料に適する。シャフト炉による外装法の還元工程と、製鉄工程を同一炉で能率的に行なわせているのが高炉である。

内装法の代表的プロセスは、移動床を使用するD-LM法、Heat-Fast法であるが、還元剤中の不純物が還元ペレット中に入るため、Fe品位が低く製鉄原料に適すると思われる。

この移動床がの代りに、シャフト炉による内装法の還元工程と、製鉄工程を同一炉で能率的に行なわせている

のが、1952年頃 Demag, A. G. で検討された D. H. N. 法である。D. H. N. 法は内装法の特徴を利用した方法であり、粘結炭を必要としないが、シャフト部において石炭の乾溜も同時に行なわせること、また内装法における還元は、実質的には間接還元であるが、見かけ上は直接還元であるために吸熱反応であること、また炉頂ガス中にCO濃度が高いためにコークス比が大である欠点を有する。またシャフト部の温度が低いために、炉腹部における原料の還元率は10~45%と低い欠点がある。

ここにおいて石炭の代りに、チャーを内装して乾溜による吸熱をさけると共に、シャフト部に空気あるいは高温燃焼ガスを吹き込み、ボッシュガス中のCOの燃焼熱と燃焼ガスの顕熱によって、シャフト部の温度を上昇させ、還元帯を長くして内装ドライボールの還元を促進すると共に、炉頂ガス中のCOを低下させ、コークス比を低下させることを考えて小型炉を用いて実験したので、これらの結果について報告する。

### 2. 試料と実験方法

#### 2.1 試料

実験に使用した還元ペレット、ハマースレイ鉱石、チャー、セメントおよびコークスの化学組成を表1、表2、表3および表4に示した。

表1 還元ペレットおよびハマースレイ鉱石の化学組成(%)

実験No.	T. Fe	M. Fe	FeO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO	Mn	S	P
19	82.77	81.68	—	5.23	2.72	0.23	7.69	0.094	0.080	—
34,35	63.40	—	0.50	3.10	2.80	—	0.05	—	0.021	0.052

表2 内装チャーの化学組成(%)

固定炭素	灰分	揮発分	S	水分	成分				
					SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO
77.5	9.2	5.8	1.03	5.7	15.2	16.9	12.9	3.8	25.8

\* 金属材料技術研究所 工博

表3 セメントの化学組成(%)

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO
23.29	5.72	3.00	1.16	65.11

表4 コークスの化学組成(%)

固定炭素	灰分	揮発分	水分	灰 分 中			
				SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C
90.1	7.4	2.5	2.2	48.0	27.0	6.0	6.7

表1のNo.19に示す還元ペレットは自溶性の還元ペレットである。これは還元剤内装ドライボールを原料とした製鉄実験と、還元率の高い還元ペレットを用いた製鉄実験とを比較するために使用した。

この還元ペレットは、ハマースレイ鉱石にバインダーとしてセメントを添加し、チャーを還元剤として回転炉で、還元温度最高1100°Cで還元して製造した。

還元剤内装ドライボールの製造法は、ハマースレイ鉱石およびチャーをローラーミルで325メッシュ以下が65%程度になるよう粉砕し、またセメントはこれらによく混合して使用した。これらの原料はハマースレイ鉱石、チャーおよびセメントを、78.7、13.9、7.4%の比率で配合し、ディスクペレタイザー(直径1m)により、水を加えながら15~20mmφで造粒した。

ドライボールは炉に装入されたさい破壊しないだけの強度が必要であるが、たとえばNo.34に使用したペレットの強度を例にとれば下記のような結果であった。

造粒後ただちに試験	2.1kg
造粒後1日経過して試験	11.1kg
造粒後3日経過して試験	25.7kg
造粒後7日経過して試験	47.6kg
造粒後7日経過して24時間乾燥機試験	63.3kg

No.19、35についてもほぼ同様な強度上昇があり、どのドライボールについても装入のさいの破壊はないものと思われる。

製鉄時の配合材料としての75%Fe-Si(No.19だけに使用)、コークスおよび顎石は、それぞれ10~20mmφ、20~30mmφおよび10~20mmφに整粒し、使用した。

## 2.2 実験方法

実験には、羽口面の内径230mm、有効高さ2350mm、湯溜深さ300mm、羽口比(20mmφ×3)33で上部に燃焼室をもうけ(ただしNo.19は内径、有効高さ、湯溜深さおよび羽口比は同じだが上部の燃焼室がない)また炉の正面(タップホールのある方向)を中心に、左右60°の角度で所定の高さに測温口、測圧口およびガスベレット採

取口が設置しており、裏張りにはテーパ付マグネシアレンガを、湯溜りにはマグネシアレンガを用いた実験用小型製鉄炉である。その概略の形状と寸法を図1に示した。

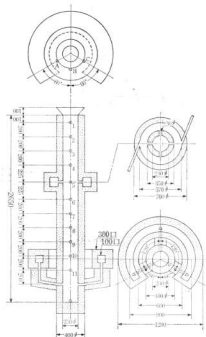


図1 製鉄炉の形状と寸法

実験炉は熱損失が著しく大きいため湯溜の保温のために、湯溜部にはレンガの外周を電熱加熱した。

実験炉と制御機器、測温口、測圧口およびガス、ベレット採取口の関係を図2に示した。

送風は電熱ヒーターを通過するさい800°C(風箱での温度)に予熱し、更にO<sub>2</sub>を0.08m<sup>3</sup>/min添加し、炉内に吹込んだ。

No.34、35では、還元促進を目的としてプロパン:空気を1.5m<sup>3</sup>/hr:0.9m<sup>3</sup>/minの比率で燃焼室に送入燃焼させ、燃焼室温度1060~1180°Cの温度(送風開始後約1時間経過した正常操業状態)で操業をおこなった。

1回の装入材料の配合量および炉内ガス組成、炉内温度、炉内圧、操業記録、チャー記録などの測定箇所を表5に示した。

表5においてA、B、Cの記号は測定口の横の位置関係を示している。タップホールと同じ方向にある測定口

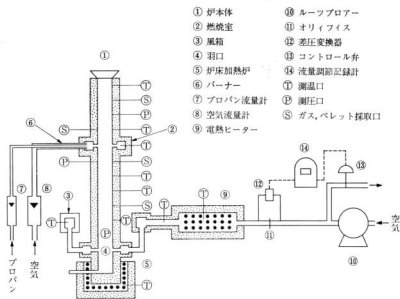


図2 実験装置配置図

表5 装入材料の1回の配合量および各試験の測定箇所

実験 No.	19		34		35	
	kg	%	kg	%	kg	%
ドライボール	5.0	73.0	5.0	69.4	6.0	73.2
75% Fe-Si	0.2	2.9	—	—	—	—
コークス	1.5	21.9	2.0	27.8	2.0	24.4
螢石	0.15	2.2	0.2	2.8	0.2	2.4
炉内温度	No.19, B <sub>1</sub> , B <sub>2</sub> , B <sub>3</sub> , B <sub>4</sub> , B <sub>5</sub> , No.34, 35共通 B <sub>1</sub> , C <sub>4</sub> , C <sub>7</sub> , B <sub>8</sub> , B <sub>10</sub>					
炉内ガス組成	No.19, 34, 35共通 B <sub>2</sub> , B <sub>4</sub> , B <sub>6</sub> , B <sub>9</sub>					
炉内圧	No.19, 34, 35共通 B <sub>3</sub> , B <sub>7</sub> , B <sub>11</sub>					
操業記録	10分毎, タップ毎, 異状現象のとき					
チャージ記録	地金チャージ毎					

をBとし、実験炉に向い左に角度60°の位置にある測定口をA、右に角度60°の位置にある測定口をCとした。また附随した1~11の数字は炉頂からのレベルを示した。(図1参照)

炉内ガス組成は、製鉄炉内ガス赤外分析装置によりCO、CO<sub>2</sub>の分析をおこない、炉内温度および風温は6点式レコーダーに、燃焼室温度は2ペンレコーダーによ

り自動的に記録し、炉内圧は四塩化炭素の圧力計で測定をおこなった。

本操業に入るまえにNo.19で32山(48kg)、No.34で27山(54kg)およびNo.35で26山(52kg)のコークスを装入し、予備送風をおこない、炉の手熱と目的のベットコークス高さの調整をした。

No.19で8チャージ、No.34、35で9チャージの装入



材料を灯頂まで装入した後、本送風を開始した。

鉄粒による炉内の予熱と定常化をはかる目的で、最初の3~6山(No.19で3山, No.34, 35で6山)はドライボールのかわりに鉄鉄を使用した。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 操業経過

各実験とも全操業時間は2~3時間で、送風開始後約1時間経過して正常な操業ができた。

正常な操業に入った以後、約連続1時間の経過操業諸元値の平均を表6に示した。

表6 正常時の操業諸元の平均値

実験 No.	19	34	35	
コークス比(Coke/ore)(%)	30	40	33	
ペレットコークス高さ(mm)	No.19, 34, 35共通1000			
羽口比(20mmφ×3)	No.19, 34, 35共通33			
送風量(m <sup>3</sup> /min)	1.7	1.4	1.3	
添加O <sub>2</sub> 量(m <sup>3</sup> /min)	No.19, 34, 35共通0.08			
風圧(mmAg)	870	765	890	
熱風温度(°C)	No.19, 34, 35共通800			
出湯温度(°C)	1483	1473	1445	
絶対湿度(gr/m <sup>3</sup> )	6.8	17.7	11.0	
炉頂ガスの 化学組成(%)	CO	33.5	25.0	28.0
	CO <sub>2</sub>	2.2	12.0	11.0
羽口ガスの 化学組成(%)	CO	32.5	39.0	39.0
	CO <sub>2</sub>	2.5	2.3	2.3

また、その時刻に相当する溶鉄およびスラグの化学組成を表7および表8に示した。

表7 溶鉄の化学組成(%)

実験No.	C	Si	Mn	P	S	Fe
19	4.41	2.85	0.07	0.069	0.017	92.58
34	4.89	0.38	0.028	0.11	0.11	94.48
35	4.76	0.02	0.01	0.07	0.16	94.98

表8 スラグの化学組成(%)

実験 No.	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	FeO	S	塩基度	S分配率
19	25.48	10.85	26.14	31.68	1.72	0.48	1.59	28.2
34	27.10	11.57	25.87	29.84	1.79	1.80	1.44	16.4
35	17.30	8.18	17.14	40.60	14.89	0.99	2.27	6.2

$$\text{塩基度} = \frac{\text{CaO} + \text{MgO}}{\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3} \quad \text{S分配率} = \frac{\text{スラグ中のS}}{\text{溶鉄中のS}}$$

表6からわかるごとく、No.19は高還元率の自溶性還元ペレットを原料としているので、コークス配合量は低くなっている。

No.35はNo.34の実験結果が良好であったので、コークス量を低下させる目的で低くして実験した。

出湯温度は1445~1483°Cとはほぼ満足すべきものであった。

炉頂ガスの化学組成についてNo.34, 35においては、上部燃焼室から過剰空気の送入によりボッシュガス中のCOの燃焼が行なわれ、CO<sub>2</sub>が増大している。

表7においてNo.19のSiが高いのはFe-Siを装入原料に添加しているためである。

また、No.34, 35のSがNo.19に比べて高いのは還元剤内装ドライボールを使用しているために還元剤中のSが溶鉄に入ったものである。

No.35のSがさらに高くなっているのは、表8のスラグの化学組成からみてもわかるごとくFeOが14.89%と高くなり、スラグのO<sub>2</sub>ポテンシャルが高いためである。これはNo.35の塩基度(CaO+MgO/SiO<sub>2</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)が2.27と一番高いにもかかわらず、Sの分配率(スラグ中のS/溶鉄中のS)が一番低いことから、うなづくことができる。(塩基度が高くなれば、Sの分配率も高くなるのが普通で、試験高炉の場合Sの分配率は約50程度である。)

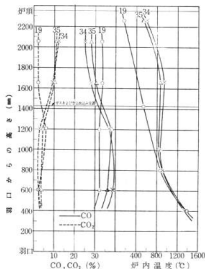


図3 製鉄高さと炉内ガス組成および炉内温度との関係

自動記録した測定値から羽口面より炉頂までの各高さ  
と、炉内温度および炉内ガス組成との関係を図3に示し  
た。

図3において炉内ガス組成は、上部燃焼室から過剰空  
気を送入したために、COガスが燃焼してNo.34, 35は  
CO<sub>2</sub>ガスが多くなっている。これに比べNo.19は空気の  
送入がないからCO<sub>2</sub>ガスは、それほど多くはない。これ  
は炉内温度のグラフからもあきらかなようにNo.19の炉  
内温度が炉頂にいくにしたがって低下しているのに対し  
No.34, 35はCOの燃焼により、シャフト部の温度が上  
昇しているのがわかる。

送風停止後、ただちにC<sub>2</sub>, C<sub>4</sub>, C<sub>6</sub> および C<sub>9</sub> から炉  
内ペレットを採取し、化学分析により T.Fe, M.Fe を  
求め、金属化率 (M.Fe/T.Fe×100) を算出した。(た  
だし、No.19 では炉内ペレットの採取はおこなわなかつ  
た。)

その結果を表9に示した。

表9 炉内ペレットの化学組成 (%)

試料採 取位置	T.Fe	M.Fe	金 化 率	S	C
C <sub>2</sub>	34 51.32	0.28	0.55	0.24	10.43
	35 53.00	0.27	0.51	0.20	10.20
C <sub>4</sub>	34 60.26	13.22	21.94	0.24	6.84
	35 57.20	1.03	1.80	0.22	8.34
C <sub>6</sub>	34 71.35	58.37	81.81	0.41	2.26
	35 70.70	50.40	71.30	0.38	1.42
C <sub>9</sub>	34 73.53	70.08	95.31	0.56	0.85
	35 70.30	53.79	71.50	0.47	3.63

表9において、No.34のC<sub>2</sub> レベルの金属化率は95.31  
%に達し、ほとんど還元は終了し操業はきわめて順調で  
あったが、No.35においてはコークス配合比を低下した  
ため炉内滞留時間が短くなり、C<sub>9</sub> レベルにおいて金属  
化率 71.50%にすぎなかった。したがって前述のごとく  
スラグ中の FeO が多くなったと思われる。

S は炉頂から降下するにつれて、しだいに高くなる傾  
向を示す。この傾向は一般高炉と同じである。

ドライボール中のCは降下するにしたがって、還元に  
使用され低下している。C<sub>4</sub>~C<sub>6</sub> レベルでCが非常に低  
下し、還元反応が促進されていることを示している。

しかし、ドライボールは炉頂より装入してから軟化帯  
(羽口上600mm付近) までの滞留時間が20~25分で炉内  
温度とそれに見合う滞留時間がとれなく、炉内還元は直  
接還元 (直接還元率はNo.34で68.3%、No.35で76.4%)

が多かった。

### 3.2 鉄原料の歩留<sup>1)</sup>

装入材料中の CaO 分はすべてスラグに入るとみなせ  
ば、装入材料 1,000kg に対し、No.34 の装入される CaO  
量は

$$\begin{aligned} & \text{ドライボールから} \dots\dots\dots 36.0\text{kg} \\ & \text{鉱石 } 694 \times 0.787 \times 0.0005 = 0.3\text{kg} \\ & \text{チャー } 694 \times 0.139 \times 0.092 \times 0.258 = 2.3\text{kg} \\ & \text{セメント } 694 \times 0.074 \times 0.6511 = 33.4\text{kg} \\ & \text{コークスから } 278 \times 0.074 \times 0.067 = \dots 1.4\text{kg} \\ & \text{螢石から} \dots\dots\dots 16.1\text{kg} \\ & \text{CaF}_2 \text{ Ca} = 40 \div (40 + 38) = 51.3\% \\ & \text{1回の装入量 (0.2kg) の有効 CaF}_2 \\ & \text{CaF}_2 = 0.2 \times 0.8 = 0.16\text{kg} \\ & 0.16 \times 40 \div 78 = 0.082\text{kg (Ca分)} \\ & \text{Ca} \Rightarrow \text{CaO} \\ & \text{CaO} = (\text{Ca} \times 40) \div (16 + 40) = 0.115\text{kg} \\ & 28 \div 0.2 \times 0.115 = 16.1\text{kg} \\ & \text{スラグ量 } (36.0 + 1.4 + 16.1) \end{aligned}$$

$$+ 0.2587 = \dots 206.8\text{kg}$$

$$\begin{aligned} & \text{スラグ中の Fe 量 } 206.8 \times 0.0179 \\ & \times 0.778 = \dots\dots\dots 2.9\text{kg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{鉄原料より装入される T.Fe 量} \\ & 694 \times 0.787 \times 0.634 = 346.3\text{kg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} & \text{したがって Fe 分の溶解損失は} \\ & 2.9 \div 346.3 = 0.8\% \end{aligned}$$

$$\text{Fe 分の歩留 } 100 - 0.8 = \dots\dots\dots 99.2\%$$

### 3.3 生産性

No.34 ではチャーシ量は平均 14.8 回/hr であるからペ  
レットの溶解速度  $14.8 \times 5 = 74\text{kg/hr}$

$$\text{溶解の溶解速度 } 74 \times 0.787 \times 0.634 = 36.9\text{kg/hr}$$

$$\text{1日中操業したとすれば } 36.9 \times 24 = 886\text{kg/day}$$

$$\text{実験炉体積 } 3.14 \times (0.115)^2 = 0.0976\text{m}^3$$

$$\text{生産性 } 0.886 \div 0.0976 = 9.08\text{t/m}^3\text{day}$$

### 3.4 溶鉄 t 当りの装入材料の所要量

No.34 では鉄原料の Fe 分の歩留は 99.2% であるから

$$\text{鉄原料 } 1,000\text{kg 当りの溶鉄量は}$$

$$(694 \times 0.787 \times 0.634 \times 0.992) \div 0.9448 = 363.6\text{kg}$$

$$\text{ゆえに溶鉄 t 当りの原材料の所要量は}$$

$$\text{ドライボール } 694 \div 0.3636 = 1909\text{kg}$$

これから溶鉄が 1,000kg できる。

$$\text{鉱石 } 1909 \times 0.787 = 1503\text{kg}$$

$$\text{チャー } 1909 \times 0.139 = 265\text{kg}$$

$$\text{セメント } 1909 \times 0.074 = 141\text{kg}$$

同様に、コークス 765kg、螢石 77kg となり、溶鉄  
t 当りのスラグ量は 568.9kg となる。

### 3.5 溶鉄t当り鉱石中の酸化鉄の還元に必要なC量 No.34では

表1から鉱石中の  $Fe_2O_3$  の Fe 分 63.0%  
 鉱石中の FeO の Fe 分 0.4%  
 $Fe_2O_3 + 3CO = 2Fe + 3CO_2$  に相当する C 量  
 $1000 \times 0.9448 \times \frac{63.0}{63.4} \times \frac{12 \times 3}{56 \times 2} = 301.7 \text{kg}$   
 $FeO + CO = Fe + CO_2$  に相当する C 量  
 $1000 \times 0.9448 \times \frac{0.4}{63.4} \times \frac{12}{56} = 1.3 \text{kg}$   
 $301.7 + 1.3 = 303 \text{kg}$

### 3.6 直接還元率

製鉄炉に入る各物質の入量と出量は全く等しいとして No.34の溶鉄t当りのCの物質バランスを求め表10に示した。

溶鉄t当りの溶解に必要な時間

$$1000 \div 36.9 = 27 \text{hr}$$

溶鉄t当りのプロパン使用量

$$\text{プロパン使用量 } 1.5 \text{m}^3/\text{hr} \text{ から } 1.5 \times 2.7 = 40.5 \text{mf}$$

表10 製鉄炉の物質バランス (溶鉄t当り)

出入物質	入 量(kg)	出 量(kg)
C	ロータス $765 \times 0.9 = 688.5$	溶鉄 $1000 \times 0.0489 = 48.9$
	チャー $-265 \times 0.775 = 205.4$	炉頂ガス(差引) $910.1$
	プロパン 65.1	
	計 959	計 959

プロパンのC量

$$\frac{40.5}{22.4} \times 44 \times \frac{9}{11} = 65.1 \text{kg}$$

実験炉の炉頂からにげだすダスト量は少量のため無視すれば、炉頂ガスとして排出されるC量は溶鉄t当り910.1kgとなる。したがって炉頂ガスの化学組成から、溶鉄t当りの炉頂ガス量が計算できる。

$$\text{炉頂ガス量 } 910.1 \times \frac{22.4}{12} \div (0.12 + 0.25) = 4591 \text{Nm}^3$$

溶鉄t当りの送風量および添加  $O_2$  量

表11 各 実 験 結 果

		No.19	No.34	No.35
装入材料 1 ton のスラグ量(kg)		267.8	206.8	309.2
Fe 分の溶解損失(%)		0.6	0.8	9.8
Fe 分の歩留(%)		99.4	99.2	90.2
ペレットの溶解速度 (kg/hr)		122	74	76
溶鉄の溶解速度 (kg/hr)		101.0	36.9	37.9
生産性 (t/m <sup>3</sup> day)		25.79	9.08	9.32
溶 鉄 t 当 り	装入材料(kg)			
	鉱石		1503	1661
	チャー		265	294
	セメント		141	156
	ドライボール	1125	1909	2111
	75% Fe-Si	45	—	—
	ヨークス	338	765	704
	螢石	34	77	69
	計	1542	2751	2884
	スラグ量(kg)	412.9	568.9	891.7
	溶解所要時間 (hr)	9.9	27.0	26.4
	還元に必要なC量(kg)	2.6	303.0	304.7
	炉頂ガスとして排出されるC量(kg)	260.1	910.1	879.0
	送風量(m <sup>3</sup> )	1009.8	2268.0	2059.2
添加 $O_2$ 量(m <sup>3</sup> )	47.5	129.6	126.7	
$H_2O + C = H_2 + CO$ に消費するC量(kg)	4.6	26.8	15.1	
羽口上で燃えるC量(kg)	257.6	611.6	566.0	
還元率(%)	直接還元率	0	68.3	76.4
	間接還元率	0	31.7	23.6

送風量  $1.4 \times 60 \times 27 = 2268 \text{ m}^3$

添加 $\text{O}_2$ 量  $0.08 \times 60 \times 27 = 129.6 \text{ m}^3$

燃焼式  $2\text{C} + \text{O}_2 = 2\text{CO}$ ,  $\text{C} + \text{O}_2 = \text{CO}_2$  において

送風中の $\text{O}_2$ 量は、39:2.3の比で $\text{CO}$ と $\text{CO}_2$ に分配されるから

羽口上で $\text{CO}$ に燃えるC量

$$\left[ (2268 \times 0.209 + 129.6) \div 22.4 \right] \\ \times \frac{39}{39 + 4.6} \times 2 \times 12 = 577.2 \text{ kg}$$

羽口上で $\text{CO}_2$ に燃えるC量

$$\left[ (2268 \times 0.209 + 129.6) \div 22.4 \right] \\ \times \frac{4.6}{39 + 4.6} \times 12 = 34.2 \text{ kg}$$

$\text{H}_2\text{O} + \text{C} = \text{H}_2 + \text{CO}$  の反応により消費するC量

$$2268 \times 0.0177 \times \frac{12}{18} = 26.8 \text{ kg}$$

$\text{SiO}_2$ ,  $\text{MnO}$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$  の還元を要するC量は極少量のため無視する。

炉頂ガスには910, 1kgのCが存在しているから

$$910.1 - (65.1 + 577.2 + 34.2 + 26.8) = 206.8 \text{ kg}$$

ここで、ドライボールの間接還元は557.2+26.8=604 kgのCに相当する $\text{CO}$ ガスの一部が反応し、直接還元はすべて $\text{Fischer-Tropsch}$ 反応を通じて起るものと考え、さしつかえないから、この余分の206.8kgのC量は直接還元によって、ガス化されて消費されたものとみなすことができる。

ゆえに、直接還元率  $\frac{206.8}{303} \times 100 = 68.3\%$

間接還元率  $100 - 68.3 = 31.7\%$

**No.34**について3.2(鉄原料の歩留)~3.6(直接還元率)まで検討を加えたが、同様な方法で**No.19**, **35**も検討し、その結果を表11にまとめて示した。

表11において、Feの歩留は**No.35**が前述のごとく未還元のまままで溶解したために、スラグ中のFeOが高く歩留が低い。

生産性は**No.19**は高還元率のペレットを使用したために非常に高く、**No.34**, **35**は約  $9 \text{ t/m}^3\text{day}$  と低い。しかし現在の高炉の生産性は約  $2 \text{ t/m}^3\text{day}$  で、これと比較すれば約4.5倍で生産性は高い。

#### 4. 結 言

還元剤内装ドライボールを原料とする小型製鉄炉による製鉄実験を行ない、シャフト部に燃焼室をもうけることにより、シャフト部において還元を有効に行なわせ、生産率よく製鉄操作を行なわせることができることが明らかとなった。

- (1) 鉄歩留りは約99%であった。
- (2) 生産性は約  $9 \text{ t/m}^3\text{day}$  で現行高炉の約4.5倍であった。
- (3) 直接還元率は約70%となり、現行高炉の約30%より高い、これは還元剤を内装させたためである。
- (4) コークス比はかなり高いが、これは小型炉のために熱損失が大きいことによると思われる。
- (5) 溶鉄のSを低下させるには、内装還元剤のSの低いものを使用する必要がある。
- (6) 内装ドライボールの還元には、約 $900^\circ\text{C}$ で15~20分間で充分である。

本実験は科学技術庁金属材料技術研究所で行なったものであり、終始熱心な訓指導をいただいた当所製鉄研究部製鉄第2研究室の皆様にお礼を申し上げます。

#### 文 献

- 1) 田中, 牧口, 他: 鋼物, **39** (1967), 206

前報<sup>1)</sup>  
よび熱  
射によ  
果短時  
%添加  
本報  
ウェー  
性につ  
法の異  
生ずる  
な  
表面安  
ールの

2.1  
本  
であ  
けい  
用い  
助粘  
使用  
加  
MH  
KW  
な  
止  
上  
コ  
2  
法  
法  
%  
0.  
万

# 鋳物砂に関する研究(第19報)

## マイクロウェーブの鋳型への利用(その2)

原 信 彦

### 1. 緒 言

前報<sup>1)</sup>において、粘結剤に粉末リグニン、水ガラスおよび熱硬化性樹脂を使用した場合のマイクロウェーブ照射による、加熱速度および圧縮強さについて検討した結果短時間に大きな強さが得られ、水ガラスの場合2、3%添加でかなりの強さを示すことを知った。

本報においては、粘結剤に水ガラスを使用しマイクロウェーブによって急速加熱した場合の表面安定性、崩壊性について検討すると同時に、これらの諸性質が加熱方法の異なる乾燥炉を用いて加熱した場合どのような差を生ずるかを経済性を含めて検討した。

なお崩壊性を改善する目的で水ガラスを減した場合の表面安定性の低下を防止する目的でポリビニールアルコールの使用も検討したので、あわせて報告する。

### 2. 試料と実験方法

#### 2.1. 試料および装置

本実験に使用した試料および装置は次のとおりのものである。

けい砂は三栄銀砂6号(65メッシュピーク)のものをいい粘結剤には水ガラス(トクセツ、モル比2.3)と補助粘結剤としてポリビニールアルコール(粘度2,000)を使用した。

加熱装置にはマイクロウェーブ発生装置(周波数2,450 MHz、高周波出力560W)と循環式均熱乾燥器(1.3 KW)を使用した。

なおマイクロウェーブ発生装置は試料の加熱むらを防止する目的で試料受けは回転するように改良した。

以後、マイクロウェーブをUHF、ポリビニールアルコールをPVAと言う。

#### 2.2. 実験方法

試験片の作製は次のようにして行なった。

試料砂の配合は、けい砂に水ガラスを2、3、4、5%添加した4種類と、水ガラス2%のものにPVAを0.1、0.2、0.3、0.4%加えた4種類の合計8種類とし、万能混合攪拌機を用いて3分間混練した。

なおPVAは10%水溶液にし水ガラスと同時に添加した。

試験片は50φ×50mmのものをいいUHF加熱の場合はUHF発生装置のオープンに試験片を3個入れ回転させながら所定の時間加熱した。

乾燥器による加熱の場合は、あらかじめ炉内の温度を200°Cに保持し試験片を入れて所定の時間加熱した。

圧縮強さ、表面安定性、残留強度の測定は次の方法で行なった。

圧縮強さは試験片を所定の時間加熱後、常温まで冷し2.5tの油圧式圧縮試験機で測定した。

表面安定性は上記と同様常温まで冷した試験片を6メッシュのふるい上でロータップふるい機を用い1分間振とうし前後の重量比(%)で示した。

残留強度は、UHF加熱のものは2分、乾燥器加熱のものは15分間加熱した試験片を200~1000°Cまで200°Cおきに60分間加熱し冷却後の圧縮強さを測定した。

### 3. 実験結果と考察

#### 3.1. UHF照射による加熱

圧縮強さは、図1に示すようにUHF1分間照射では加熱不足のため残留水分が多く低い値を示すが2分間照射するといずれも大きな強度を示し、水ガラス4%、5%添加したものは100kg/cm<sup>2</sup>以上(スケールアウト)になり2%のものでも50kg/cm<sup>2</sup>の強度に達した。

これらの値は、ガス型が通常20kg/cm<sup>2</sup>前後であるのに比べ格段に高いものである。

水ガラス2%の場合3分照射での強度の伸びがないのは、水分が少ないため2分照射で十分乾燥し最高強度に達したためである。

水ガラス2%のものにPVAを加えた場合の強さは図2に示すようにPVA0.1%では無添加のものより若干高い強度を示すが0.2%以上になると低下する。

なおUHFを2分間照射したものの強度の低下が大きいのは、PVAを10%水溶液にして添加したためPVAを4%添加すると、水ガラスの水分と合わせて5%近くの水分となり乾燥しにくくなるためである。

表面安定性は図3に示すように2分間照射で、ほとんどが最高値に達し水ガラス4%、5%は97%以上の良好な値を示したが2%のものは悪く強度は高くても実用上不十分であるが、PVAを加えることにより95%以上に大きく改良できた。

なおPVAの添加量による差はほとんどなく、いずれも95.0%~95.7%とバラツキ範囲内であった。

残留強度の結果は図4に示すようにいずれの温度でも

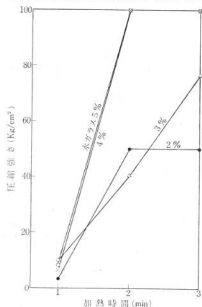


図1 UHF照射による加熱時間と圧縮強さの関係

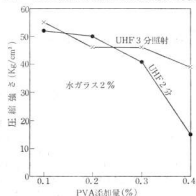


図2 PVA添加量と圧縮強さとの関係

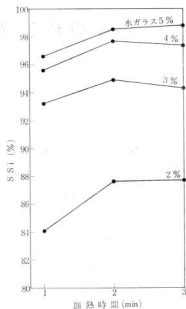


図3 UHF照射による加熱時間と表面安定性の関係

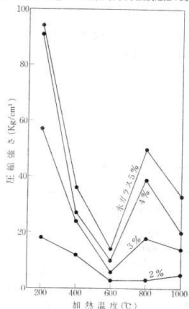


図4 UHFを照射した場合の残留強度

水ガラスの添加量が少なくなるほど低い値を示すがとくに2%のものはすべての温度で低く崩壊性の向上に有効であることが、うかがえる。

PVAが残留強度におよぼす影響を図5に示す。

水ガラス2%のものにPVAを添加した場合の残留強度は無添加のものと比較して各温度とも同等か若干高い程度でPVAは残留強度にあまり影響しなかった。

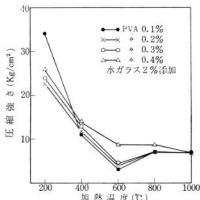


図5 PVAが残留強度におよぼす影響

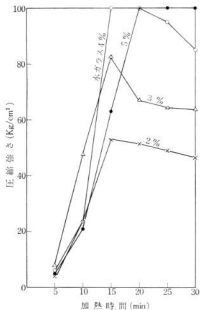


図6 乾燥器による加熱時間と圧縮強さの関係

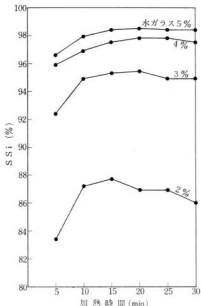


図7 乾燥器による加熱時間と表面安定性の関係

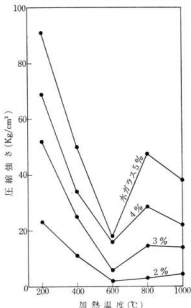


図8 乾燥器で加熱した場合の残留強度

### 3.2. 乾燥器による加熱

水ガラスを粘結剤に使用した場合、加熱方法のちがいが鉤型の諸性質にどの様に影響するかを調べるため乾燥器を用い200°Cで加熱した結果は次の通りである。

乾燥器による加熱時間と圧縮強さの関係は図6に示すように加熱時間15分で水ガラス2%、3%はピークを示し4%は100kg/cm以上、5%は乾燥不十分のため低く、20分加熱で100kg/cm以上に達した。

なお4%のものも15分から20分にピークがあることがわかる。

表面安定性は図7に示すように水ガラス2%のものは15分で、その他は20分で最高値を示し、それ以上加熱すると低下する。

以上の結果より、圧縮強さおよび表面安定性は乾燥しすぎると低下する傾向があるため、鉤型の大きさによって適当な加熱時間を選ぶ必要がある。

圧縮強さおよび表面安定性をUHF照射による加熱と比較すると、その最高値には大きな差は認められず加熱方法のちがいによる差はなかった。

残留強度の結果は図8に示すようにUHFによる加熱と傾向的にも数値的にも、とり上げるほどの差はなかった。

### 3.3. 経済性

UHF照射による加熱と乾燥器による加熱の経済性を比較すると次のようになる。

UHFの場合2分間で必要な表面安定性と圧縮強さを得ることができるのに対し乾燥器では、それと同程度の値を得るのに15分間必要である。

この差は模型やドライヤーの回転に大きく影響する。

また電力量を比較すると次式の様に乾燥器加熱は約2倍の電力を必要とし、UHFの方が経済的である。

$$\text{UHFでは } 1250\text{W} \times \frac{2}{60} = 42\text{WH}$$

$$\text{乾燥器では } 400\text{W} \times \frac{15}{60} = 100\text{WH}$$

この結果は鉤型の大きさ形状で多少は異なると思われるが、内部から同時に加熱できるUHFの方が有利と思われる。

## 4. 結 言

水ガラスを粘結剤に使用した鉤型をマイクロウェーブおよび乾燥器によって加熱乾燥した場合の鉤型の諸性質は次の通りである。

1. 乾燥方法のちがいは鉤型の諸性質にあまり影響しないが、経済性にはかなりの差がありUHFの方が有利である。
2. 圧縮強さはガス型と比較して4～5倍の値を示し水ガラス2%添加でも50kg/cm以上であった。
3. 表面安定性は強度のわりには良くないが、水ガラス5%、4%は良好であり2%のものは実用上不十分であったがPVAを0.1%添加することにより圧縮強さ、残留強度を害することなく95%以上に大きく改善することができた。
4. 残留強度は水ガラス2%のものは低く耐摩性の改善に有効である。

## 文 献

- 1) 原, 内藤: 本報告, 13 (1971) 106



# 塑性加工に関する研究 (第5報)

## 冷間鍛造品の浸炭におよぼす潤滑用化成皮膜の影響\*

加 城 正 義, 武 田 英 紀\*\*

### 1 緒 言

近年, 伸管, 伸線あるいは自動車部品の冷間鍛造加工に従来の油剤潤滑にかわって, リン酸亜鉛皮膜を利用することにより, 切削加工, 熱間鍛造で生産されていたものを, 冷間鍛造により多量生産, 加工品の精度向上, 最小材料歩留りなど生産性の高い加工が盛んに行なわれている。

しかし化成皮膜処理による冷間鍛造部品の後加工の浸炭焼入れに対して浸炭深さの不良や硬さ不足等浸炭焼入れ事故が多い。

これらの事故に対して潤滑油の化成皮膜が浸炭を防止しているのか, また防止的な影響があるならばどの程度防止しているのか, これらに関する文献は全く見当らないので本研究を計画した。

潤滑用化成皮膜処理法, その特性, 有効性ならびに利用法については多くの文献がある。<sup>1)~11)</sup>

化成皮膜の耐熱性限度も400°C近辺であるといわれており, 各温度によりその主成分や併用潤滑剤等の複雑な変化が起っているといわれており, この点についてもX線解析法で検討を加えることにした。

潤滑用化成皮膜による冷間鍛造の実際の工程では焼なまし皮膜処理→加工を2~3回繰返して加工し, 最終で表面に残存する皮膜またはその他の附着物を除去するパレル研磨→浸炭焼入れの工程で製造される。これらの鍛造品現物および皮膜処理→圧縮加工→皮膜処理→圧縮加工した軟鋼試験片により浸炭に対する化成皮膜の影響を調査すると同時に皮膜の耐熱性について明らかにした結果を報告する。

### 2 試料と実験方法

#### 2.1 試 料

実験に用いた 供試材はS25C (18#) 軟鋼棒および, S25C製冷間鍛造品の現物で, その化学成分を表1に示す。

軟鋼試験片については焼なましを850°C×30minの条件で行ない, 14φ×9mmに仕上げ, また冷間鍛造品の現

物は表2の成型工程における工程19以後の工程を表3のような加工処理をしたものを試験片とした。

表1 試験片の化学成分 (%)

	C	Si	Mn	P	S
14φ 試験片	0.24	0.19	0.37	0.02	0.92
冷間鍛造品	0.25	0.28	0.42	0.01	0.03

表2 冷間鍛造品の成型工程

1	焼なまし素材加工	12	ショットブラスト
2	ショットブラスト	13	皮 膜 処 理
3	皮 膜 処 理	14	プ レ ス 成 形
4	プレスプレホーム	15	パ レ リ 取 り
5	全 長 洗 め	16	皮 膜 処 理
6	焼 な ま し	17	プ レ ス 成 形
7	ショットブラスト	18	ス リ 割 り
8	皮 膜 処 理	19	ス リ 割 り 仕 上
9	プ レ ス 成 形	20	パ レ ル 研 磨
10	パ レ リ 取 り	21	浸 炭 焼 入 れ
11	焼 な ま し	22	メ ッ キ

#### 2.2 実験方法

##### 2.2.1 冷間鍛造品

表2における冷間鍛造成型工程における工程19プレス成形, すなわちパレル研磨工程なしで, ガス浸炭した部品, 同様にパレル工程なしでガス浸炭→高周波焼入れ

表3 冷間鍛造品試験片の後処理

試料	後加工および浸炭処理
1	パレル工程なし→ガス浸炭
2	パレル工程なし→ガス浸炭焼入れ
3	パレル工程→ガス浸炭

\* 日本熱処理技術協会「熱処理」に投稿中

\*\* 有信精器工業株式会社工場生産技術係長

部品およびパレル工程後に浸炭した鍛造試料について、浸炭深度と潤滑皮膜の関係を顕微鏡組織で検討した。

ガス浸炭法はオリエンタルエン지니어リング (P-50120型) 滴注式ガス浸炭炉で図1のような浸炭処理線図により浸炭した。

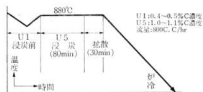


図1 ガス浸炭サイクル図

## 2.2.2 圧縮加工試験片

S25C試験片には市販の潤滑用リン酸亜鉛皮膜剤 (ボンダリュールベ235およびボンダライト181X) により表4の工程で処理した。

表4 潤滑用化成皮膜処理工程

1	完全脱脂
2	酸洗
3	水洗
4	リン酸塩皮膜処理
5	水洗
6	乾燥
7	潤滑層生成処理
8	乾燥

ボンダライト181Xは鉄鋼の表面に塑性加工の際の潤滑に役立つリン酸塩皮膜を生成させ、ボンダリュールベ235はボンダライト181Xでリン酸塩皮膜を施した品物の表面に浸漬法で処理する処理剤であり、加工により皮膜と反応して多量の金属せっけん (カセイソーダ、ソーダ灰成分) を生成させるものである。

いずれもその建浴および全酸度 (ポイント30~35) 等規定により処理し、処理温度はリン酸塩皮膜処理、潤滑層生成処理とも80°C一定で処理した。

リン酸塩皮膜の表面状態の例を写真1に示すように灰色で緻密なリン酸亜鉛の結晶であることがわかる。生成過程はリン酸により試験片表面がエッチングされ、これにより試験片と溶液との境界面でリン酸が減少し、次式のような反応により第一リン酸亜鉛は不溶性の第三リン酸亜鉛と遊離のリン酸となり、第一リン酸亜鉛が試験片  $3Zn_2(H_2PO_4)_2 + Fe \rightarrow Zn_3(PO_4)_2 + 3Fe(H_2PO_4)_2 + 2H_2O \uparrow$

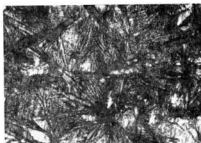


写真1 リン酸亜鉛皮膜の表面 (×200)

に沈着し、これが成長して  $Zn_3(PO_4)_2$  の結晶皮膜が生成される<sup>4)</sup>。

これらの化成皮膜処理を施した試験片に10~40TONの圧縮加重を加え、再び化成皮膜処理を行ない、さらに圧縮加重を加えた試験片に浸炭を行ない、その浸炭状態について調査した。

浸炭は市販のKB10 固形浸炭剤を用い、浸炭ケースに密閉し、900°C×2hr および 4hr の条件で浸炭処理を行なった。

## 3 実験結果および考察

### 3.1 冷間鍛造品の後処理と浸炭

生産工場における表1のような冷間鍛造工程によって製造された部品について、潤滑成形後の後処理と浸炭量におよぼす影響を見た結果を写真2に示す。

写真2(a)は表1の工程における4回目の潤滑皮膜処理を行ない、最終成形加工 (工程17) のままでガス浸炭した断面における浸炭状況を示し、平均0.2mmの浸炭深さ、0.6~0.7% C程度のC濃度と推定される。写真2(b)は写真2(a)を高周波加熱によって焼入れした試料で表面の白い組織はマルテンサイトで、表面から約0.2mm焼入れ硬化している。また写真2(c)は表1における現物を1時間パレル研磨 (工程30) を行ない、同ような条件でガス浸炭した断面における浸炭部の顕微鏡組織である。浸炭深さは0.25~0.3mmを示し、パレル研磨工程なしの試験片にくらべて0.05~0.1mm程度浸炭深さが深く、しかも浸炭量は共析以上の浸炭が行なわれている。

すなわち、実際の生産工程における化成潤滑皮膜処理→プレス加工成形したままの試料は表面に存在する皮膜やその他の不純物を除去するパレル工程を施した試料に比べて、あきらかに浸炭を阻止していることがわかる。

また図2は冷間鍛造品の一部を切断したもので、パレル研磨なしで、900°C×4hr で固体浸炭を行ない、化成皮膜および全く皮膜層のない浸炭部断面の顕微鏡組織を

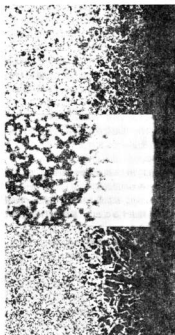


写真2 冷間鍛造品の後処理工程と浸炭組織(×100)

- (a) パレル工程なし—ガス浸炭  
 (b) パレル工程なし—ガス浸炭—高周波焼入れ  
 (c) パレル工程後ガス浸炭



図2 冷間鍛造品の試片形状

写真3に示す。この実験においてもあらかじめ潤滑化成皮膜層および化成皮膜層除去部の浸炭量に差があることがわかった。

### 3.2 化成皮膜—圧縮加工と浸炭

S25C (15φ×9mm) 試験片に市販の潤滑化成皮膜処理剤で処理し、端面潤滑にグリセリンを併用し、100 Ton 万能試験機で10~40 Tonの圧縮荷重を加え、圧

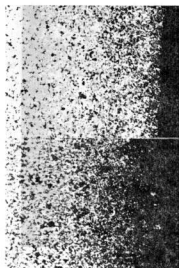


写真3 冷間鍛造品の固体浸炭組織(×100)

- (a) 図2①における化成皮膜層の浸炭部断面  
 (b) 図2②における化成皮膜層除去部の浸炭部断面

縮ひずみと断面かたさの関係を表5に示す。

これらの圧縮試験片を900°C×2hrで固体浸炭を行なった。圧縮面浸炭層の顕微鏡組織を写真4に示す。

圧縮ひずみ62%試料の浸炭深さは写真4(a)のように0.12mmで、表面C濃度0.5~0.6%と推定され、写真4(b)は圧縮ひずみ13.7%試料で、浸炭深さ約0.15mm、表面C濃度は0.7~共析程度の浸炭が行なわれている。

したがって、化成潤滑皮膜処理—圧縮加工品は浸炭に対する防止的な役割を果たしていることがいえ、また強圧縮加工するに従い、その影響も大きい傾向にある。

これらの浸炭阻止現象はどのような機構で行なわれるかはわからず、今後の研究が必要である。

プレス鍛造成形時のリン酸亜鉛皮膜と併用している他の潤滑剤などが高温における複雑な反応で生成する皮膜

表5 圧縮ひずみと断面かたさの関係

試料	圧縮	圧縮ひずみ(%)	断面かたさ(HV)
0	0	0	191
1	10	13.7	202
2	20	33.2	231
3	30	55.8	240
4	40	62.8	249

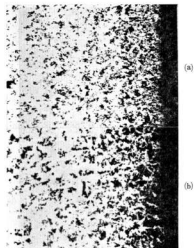


写真4 皮膜処理試験片の圧縮加工と浸炭量(×100)

- (a) 圧縮ひずみ62%  
 (b) 圧縮ひずみ13%

が浸炭時に被浸炭品の表面で何らかの防止現象が起っているのか、あるいは強圧縮加工で被浸炭品の地鉄に防止するような化学反応生成物が生じることにより防止されているのではないと思われる。

#### 4. 結 言

冷間鍛造部品の生産工程における潤滑用化成皮膜がのちの浸炭処理における影響について実験した結果を要約するとつぎようになる。

(1) 一般に潤滑用化成皮膜を用いて、冷間鍛造—浸炭の工程で生産される製品は最終鍛造成形後、製品表面に残存する皮膜や、その他の附着物を除去するパレル研磨を行ない、つぎの浸炭が行なわれる。このパレル工程が不十分な場合あるいは表面除去が全くされなかった場合

は、完全に表面層を除去して浸炭した場合にくらべて、浸炭深さおよび浸炭量とも影響され、本実験では皮膜が存在する場合、ガス浸炭においては浸炭深さ0.05~0.1mm、浸炭量も約0.01~0.2%程度低下している。

(2) 潤滑用化成皮膜層が残存する場合この層を完全に除去し、同一試料、同条件固体浸炭した場合は同様に皮膜が残存している鍛造品は浸炭状態が明らかに悪くガス浸炭よりも阻止活用が大きい傾向がある。

また市販化成皮膜処理を行ない、圧縮荷重を加えて、固体浸炭した場合、圧縮荷重に比例して、すなわち強圧縮加工するにしたがって、浸炭深さおよび浸炭量も低下する傾向がある。

(3) 冷間加工における潤滑性や耐熱性として優秀なリン酸塩皮膜は、のちの浸炭処理に対して、防止的な作用をすることがわかり、浸炭焼入れの前工程として残留する皮膜を完全に除去することは、最終品質特性を満足する一つの要因である。

おわりに本研究に協力と指導をいただいた轉日本パークライジング広島工場、成生課長にお礼申し上げます。

#### 文 献

- 1) 森重: 金属材料 No. 12 (1966) 97
- 2) 田宮: \* No. 10 (1966) 87
- 3) 小沢: \* No. 9 (1966) 58
- 4) 大岩: 金属6—15 (1968) 77
- 5) 金属材料表面技術現場パンフレット: 金属表面技術協会 (1966) 10
- 6) 金属表面技術便覧: 日刊工業新聞 (1967) 760
- 7) 佐藤: 防錆技術 No. 5 (1966) 12
- 8) 鉄鋼材料便覧: 丸善株式会社 (1967) 257
- 9) H. A. Holden: Sheet Metal Industry, June (1953) 502
- 10) Hubert Hauttmann: The Iron Age Vol. 3 (1951) 91
- 11) 栗山: 塑性と加工 No. 6 (1961) 51

# 塑性加工に関する研究 (第6報)

## 潤滑用リン酸亜鉛の耐熱性\*

加 城 正義, 清 水 加津子

### 1. 緒 言

冷間鍛造は化成皮膜による潤滑法が利用されることによって現在の発展に至ったといっても過言ではない。

国内でも多くの自動車部品など多量生産され、また従来丸棒から切削加工で作っていた高圧ガスポンペのガス出口ソケット等押出加工により、大きくコストダウンを図っている。

しかし、潤滑用化成皮膜による加工品は浸炭に際して防止的な作用をする<sup>1)</sup>ことがわかり、またこの現象に関しての資料として加熱温度に対して皮膜主成分がどのような変化をするかを明らかにするため本研究を計画した。

化成皮膜の耐熱性に関しては400°C附近であろう<sup>2)</sup>という報告があり、冷間加工による発熱が潤滑能を低下させることはない。一方浸炭防止作用における影響についてはわかっておらず、浸炭温度は880~900°Cで行なわれ、浸炭処理では全消滅することも考えられる。

一般に鋼の押出、鍛造にはリン酸塩皮膜と金属石けんの組合せによる潤滑が行なわれることが多い。これが加工時の高圧高圧で鋼の表面で化学反応を起し、防止的な生成物が生じているものとも考えられる。

### 2. 試料と実験方法

#### 2.1 熱重量分析

潤滑用リン酸亜鉛皮膜の温度における主成分の化学組成変化あるいは減量等の耐熱性およびこの結果を使用してX線回折の同定資料とするため、市販のリン酸亜鉛試薬 ( $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$ ) を表1のような条件で、島津製熱天びん附加装置 (T.B-2型) を用いて熱重量分析を行なった。

#### 2.2 皮膜のX線回折

冷間鍛造品の3回目の皮膜処理を行ない最終成形工程のまま現物を第1の試料とした。

第2の試料として軟鋼片に市販のリン酸塩皮膜処理剤 (ボンダリューベ235およびボンデライト181X) により、表2の工程で処理した皮膜を測定した。皮膜処理に

表1 熱重量分析条件

試料重量	0.455 g
雰囲気	空 気
感度	±100mg (±100μ)
チャートスピード	4 min/division
加熱速度	1.5°C/min.

表2 化成潤滑皮膜工程

1	完 全 脱 脂
2	酸 洗
3	水 洗
4	リン酸塩皮膜処理
5	水 洗, 湯 洗
6	乾 燥
7	潤滑層生成処理
8	乾 燥

における建浴と全酸度はポイント30~35の規定で処理し、温度はリン酸塩皮膜 (ボンダリューベ)、潤滑層生成処理 (ボンデライト) とも80°C一定で行なった。

第3の試料として、市販のリン酸亜鉛試薬 ( $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$ ) を用いた。

これらの試料を各加熱温度による皮膜の主成分の組織変化を東芝製 (ADX-103型) 自記X線回折装置により入射角60~5°で回折した。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 熱重量分析

試薬 ( $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$ ) の熱重量分析結果を図1に示した。約50~60°Cで急激に減量しはじめ、100~120°Cでは緩慢な減量を示し、ついで200°Cまでわずかの減量を示し、225°C附近より再び急激な減量が行なわれ、280°C以上500°Cまでは減量していない。

すなわち、試薬における各温度の減量状態から  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  は 58~100°C の間で漸次結晶水を放出

\* 日本熱処理技術協会「熱処理」に投稿中

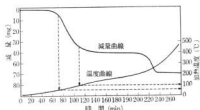


図1 リン酸亜鉛試薬の熱重量分析曲線

し、200°C附近で  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$  になり、200°C～820°Cで残りの結晶水を放出して  $Zn_3(PO_4)_2$  の無水物になる。280°Cから500°Cまでは減量しないことから結晶水のない  $Zn_3(PO_4)_2$  の化学組成を保っていることが判明した。

### 3.2 X線回析

$Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  の試薬を熱重量分析により、その結晶化学組成がある温度で変化することがわかった。そこで市販リン酸亜鉛試薬、市販冷間加工用リン酸亜鉛皮膜処理剤でS25試験片に処理した皮膜および実態に工場で冷間成形部品の皮膜について、各温度における結晶化学組成の変化を検討するためX線回析を行ない文献値(ASTM法)物質の判定を行なった。

#### 3.2.1 リン酸亜鉛試薬

リン酸亜鉛試薬をそのままの状態および100～400°C

に各30 min加熱処理した試料を入射角  $5 \sim 60^\circ$  でX線回析し、これらの結果を表3に示す。

常温においては面間隔  $d = 9.04, 4.57$  に2本の強い回析線から Hopeite 結晶系の  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  として現われ、100°C、30 min および 200°C、30 min 加熱処理した試料は面間隔  $d = 7.83, 3.91$  に  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$  として回析線が現われている。さらに 400°C、30 min 処理では  $Zn_3(PO_4)_2$  が現われ、この回析線は非常に弱いので確認しにくい、試薬の熱重量分析によっても500°Cまでの加温では  $Zn_3(PO_4)_2$  の重量を保持していることが明らかである。

したがって、この結果からは熱重量分析と同様に試薬  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  は常温では Hopeite 系の  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  で、100°C および 200°C、30 min 加熱処理すると  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$  の組成に変わり、400°C では  $Zn_3(PO_4)_2$  の化学組成に変ることが判明した。

一般に第一リン酸、第二リン酸は加熱するとそれぞれメタリン酸塩、ピロリン酸塩に変化するが、第三リン酸塩である  $Zn_3(PO_4)_2$  は加熱によって変化しない性質からして、 $Zn_3(PO_4)_2$  の存在は確実である。

X線回析の記録例を、図2に示し、試薬の200°Cにおける記録例で面間隔  $d = 9.04, 4.57$  に2本の強い回析線が  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$  を示している。

#### 3.2.2 皮膜のX線回析

圧縮試験片に市販のリン酸亜鉛皮膜処理を行ない、常

表3 試薬のX線回析分析結果

加温処理	面間隔 dÅ	比強 較度	化学組成	結晶形	判定方法
常 温	9.04	100	$Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$	Zinc ortho Phosphate Tetra hydrate (Hopeite)	ASTM 値および熱重量 分析値より同定
	4.57	100			
	3.47	15			
	5.03	15			
	2.28	30			
2.85	10				
100°C 30 min	7.83	100	$Zn_3(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$	Zinc ortho Phosphate Dihydrate	同 上
	3.91	90			
	3.20	10			
	1.96	15			
	1.56	10			
200°C 30 min	7.83	100	$Zn_3(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$	Zinc ortho Phosphate Dihydrate	同 上
	3.91	90			
	3.20	10			
	1.96	15			
	1.56	10			
400°C 30 min	3.60	5	$Zn_3(PO_4)_2$	Zinc hosphphate	同 上
	3.07	10			
	3.24	5			
	3.14	5			
	2.52	5			
2.41	5				

温から 400°C、30 min 加熱処理した試料およびプレス

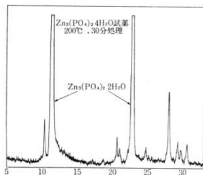
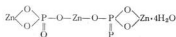


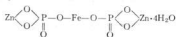
図2 試薬の200°C 処理したX線回折記録例

成形品の皮膜をX線回折した結果を表4に示した。

表からわかるように常温では鋼表面に Hopeite 系の  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  と  $Zn_2Fe(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  がほぼ同じ強度の回折線を示しており、両者がつぎのような示性式の混合物として鋼表面に付着していることがわかる。



および



この皮膜の二主成分は第三リン酸亜鉛であるため加熱によって結晶水の脱出があるが、それ以上の変化はなく、また加熱によるX線回折線の強度低下および消去は

表4 潤滑用リン酸亜鉛皮膜のX線回折分析結果

加熱処理	面間隔 dÅ	比較 強度	化学組成	結晶形	判定方法
皮膜なし 常温	2.02	100	Fe	$\alpha$ -Iron	ASTM値より同定
皮膜常温	9.04	100	$Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$	Zinc ortho Phosphate Tetra hydrate (Hopeite)	ASTM 値および試薬の X線回折図より同定
	4.52	100			
	3.46	5			
	2.85	10			
	2.28	20			
皮膜 100°C 30 min	8.84	100	$Zn_2Fe(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$	Zinc Iron Phosphate Hydrate	ASTM 値および文献4) より推定
	4.43	90			
	2.02	90			
皮膜 200°C 30 min	9.04	40	$Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$	Tetra hydrate (Hopeite)	試薬のX線回折図より同 定
	4.57	50			
	8.84	100			
4.43	90				
皮膜 400°C 30 min	2.02	80	Fe	$\alpha$ -Iron	ASTM 値より同定
	7.83	100	$Zn_3(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$	Zinc ortho Phosphate Di hydrate	ASTM 値、熱重量分析 値、試薬の熱気相物のX 線回折図より同定
	3.92	70			
	3.20	10			
	1.96	10			
2.02	80	Fe			
皮膜 400°C 30 min	3.60	3	$Zn_3(PO_4)_2$	Zinc Phosphate	弱強度で判定が困難であ るが、熱重量分析と合わ せて推定
	3.07	5			
	2.52	3			
プレス成 形の皮膜	2.02	70	Fe	$\alpha$ -Iron	ASTM 値より同定
	3.60	3	$Zn_3(PO_4)_2$	Zinc	プレス時の昇温および熱 重量分析により推定
	3.07	2			
	2.02	70	Fe	$\alpha$ -Iron	ASTM 値より同定

結晶水の少ない物質への移行を示していると考えられる。

常温時と 100°C、30 min 処理皮膜の回析の記録例を図 3 に示し、これを比べると常温では二成分ともほぼ同強度を示しているが、100°C 処理皮膜では  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  がさきに脱水をはじめ、強度を弱めていることがわかる。

300°C 処理皮膜では  $Zn_3(PO_4)_2$  の結晶水が 4 分子から完全に 2 分子に減少し、二水物特有の回析線も強度を回復している。 $Zn_2Fe(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  については 2 分子結晶水の回析線は ASTM 値およびその他の方法でも得ていないため確認できないが、 $Zn_2Fe(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$  は存在していると推定される。

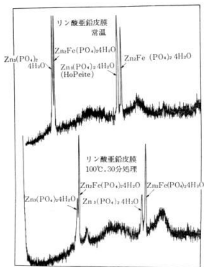


図3 化成皮膜の常温および300°C 処理した X線回析記録例

400°C、30 min 処理した試料については回析線が著るしく弱いため確認困難であるが、リン酸亜鉛系皮膜の耐熱試験を行ない<sup>1)</sup> 100°C から 300°C までは一定量減量した後は 500°C まで減量が認められなかったことから、加熱に強い無水  $Zn_3(PO_4)_2$  および  $Zn_2Fe(PO_4)_2$  は 400°C ~ 500°C においてもいぜんとして存在していると考えられる。

#### 4. 結 言

冷間鍛造における潤滑用化成皮膜はのちの浸炭処理に対して、深さや表面硬さ不良となる原因であることがわかり、この原因を解明する目的で、皮膜の耐熱性について検討した。

主成分のリン酸亜鉛は加熱温度が上昇するに従い、脱水が行なわれて減量し、300°C から 500°C までは減量しないことから、結晶水のない  $Zn_3(PO_4)_2$  の化学組成を保っていることがわかった。

また皮膜を加熱していくと、300°C でなお  $Zn_2Fe(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$  が存在し、400°C ~ 500°C においても加熱に強い無水  $Zn_3(PO_4)_2$  および  $Zn_2Fe(PO_4)_2 \cdot 2H_2O$  がいぜんとして存在していることが判明した。

これが浸炭処理時の高温ではどのように分解され、反応を起し、浸炭を防止しているかはわかっていない。さらに研究を続けを必要があると考えられる。

#### 文 献

- 1) 清水, 加藤: 本報告, No. 15 (1972)
- 2) 田宮: 金属材料, No. 10 (1966) 87



# やすりに関する研究 (第37報)

## やすりの高周波焼入れについて

横山 宏樹, 鈴木 寛, 石田 節

### 1. 緒 言

やすりの焼入れは一般に重油、ガス、電熱による外部加熱方式の鉛溶が用いられ、相当古い時代から行なわれている。鉛溶が鉛の比重が大きいことから、焼入の際のやすりの保持が容易であること、加熱時間が短かく均一加熱が行なえることなど、これ特有の優れた性質をもっていることから、業界は他の装置へ転換するのあまり積極的でない。今後の問題として、焼入れ熟練者の不足、鉛害、高温度下の作業ともなる環境改善、将来に対する焼入作業の自動化など考慮するうえにおいて、他の設備も考慮する必要がある。他の設備としては塩溶<sup>1)</sup>、高周波焼入れ装置<sup>2)</sup>があり、みそ付(表面塗布剤)不用で工程の削減がなされることから一時は塩溶も考慮された。しかし脱炭防止のためC<sub>N</sub>基が入り、公害発生源ともなりかねない面もあって現在では問題のある設備となった。高周波焼入れ装置によれば重油加熱方式ほど騒音、煤塵などの発生もなく、出力および保持時間または送り速度の設定を十分検討しておけば、作業および製品の管理が容易で熟練した作業者を必要としない。またこのほか鉛溶が比べ 1.始動が簡単である。2.作業環境がよい。3.人件費が少なくてすむ。4.自動化が容易である。5.みそ付不用などの特長を有しているが、反面設備費は高くつく。これらのことから高周波焼入れが技術的に可能かどうか実験を行ない検討するとともに、原価

比較法によって高周波焼入れ装置と重油加熱方式による鉛溶の経済的效果を比較した。

### 2. やすりの高周波焼入れ

#### 2.1 試料と実験方法

試料として 250mm 平中目やすりを使用し、焼入れまでの通常の製作工程を施したものを、日本電子株式会社製 85kW 高周波焼入れ装置で焼入れた。方法はやすりの先から柄の方向にワーキングコイルの中を降下させ、送り速度を 13mm/sec, 15mm/sec, 18mm/sec の 3段階とした。周波数は 100 KHz, 電圧 15KVA とした。冷却はワーキングコイルの下に噴射装置を設け、加熱と同時に漸次水冷却が行なわれるようにしたものである。試料の化学成分は表 1 に示す。認りのかたさ分布は明石製マイトビッカースかたさ試験機、荷重 300g で測定した。鋸切部試験については島津製鋸切部試験機で荷重 2kg, 切削ストロークを 100mm とした。

#### 2.2 実験結果と考察

##### (1) ひずみおよびかたさ分布

高周波焼入れは一般にひずみの少ない焼入れ方法として

表 1 化 学 成 分

	C	Si	Mn	P	S	Cr
S K S 8	1.30	0.26	0.20	0.007	0.008	0.55

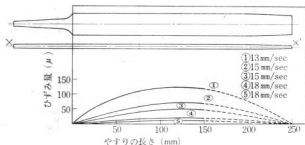


図 1 やすりの高周波焼入れによるひずみ (X-X'面のひずみ量)

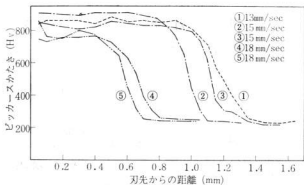


図2 刃先からの距離とかたさの関係について

推しよされているが、今回の実験においては相当のひずみが生じた。図1にひずみの程度をあらわす。送り速度が遅く、焼入深度が深くなるほどひずみ量は多い。ひずみ原因として加熱冷却の不均一、目切工程で残留する応力などが考えられるが今回の実験では両者のいずれであるか断定をくだすことはできなかった。今回は、やすりの高周波焼入れが可能かどうかの簡単な実験なので原因および防止対策については、コイルと試料の間隙、周波数、出力など今後十分に検討する必要がある。

硬化深度は送り速度が遅くなるほど深くになっている。かたさ分布曲線を図2に示す。表面かたさは送り速度18 mm/secの早い速度がいくぶん低くなっている。これは加熱においてオーステナイト中の炭素拡散が時間的に不十分なため低炭素マルテンサイトになっているものと思われる。各送り速度のマクロ組織を写真1に示す。焼入組織は写真2に示すようにセメントライト残留量から各速度とも鉛溶によるものと差はあまり認められない。写真3は刃先形状を表わしたものだが高周波焼入れによる刃先の異状は認められなかった。

#### (2) 切削試験

今回の実験においてひずみが大きかったことは上記に述べた。鉋切削試験機にかける前にひずみのきょう正を

行なったが、炭素量が高いため、ひずみの残留はまぬがれず、とくに13mm/secは固脆であった。切削試験機の構造から、このひずみが切削性を悪くしているように思える。図3はやすりの一面を1万回切削試験を行ない、そ

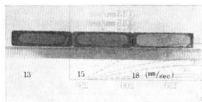


写真1 高周波焼入れの各送り速度によるマクロ組織

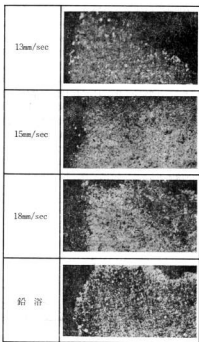


写真2 高周波焼入れ、鉛溶焼入れの刃先組織(×40)

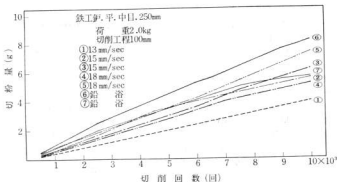
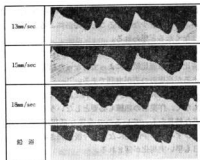


図3 切削性能線図



写3 高周波焼入、鉛溶焼入の刃先の形状 (×10)

の切味を切粉の量で表わしたものである。高周波によるものが多少悪く、特に13mm/secの送り速度における切味の悪い原因としては、ひずみが大いいためと思われる。したがって今回のデータで具体的な判定はくたせない。しかし高周波焼入したやすりの切削性能の中には鉛溶で焼入した切削性能に近いものもあり、今後引き続き実験を行なうと、高周波によるヤスリ製作も可能と考えられる。

### 3. やすり焼入れに用いる高周波焼入装置と重油加熱による鉛溶炉との経済比較<sup>2)</sup>

#### 3.1 前提条件

- (1)両設備とも経済耐用年数は5年とし、残存価値率は0%とする。
- (2)資本に対する期待収益率は10%とする。
- (3)両設備の操業劣性は比例的に増加するものとする。
- (4)両設備の生産能力は等しいものとする。
- (5)両設備とも1時間あたり150本の生産能力を有する

ものとする。

#### 3.2 方法

経済性比較の手法は原価比較法を採用し、両設備の初年度の原価(負担額)を比較する方法による。

#### 3.3 比較結果

表2に示す通り高周波焼入装置の方が鉛溶がいくらべ初年度負担額はわずかに安くなる。金額的にわずかであるが将来における無処理技術者の不足、作業環境の改善、ならびに自動化の容易さなどを考慮すれば高周波焼入装置がよるかに有利なように思える。

#### 3.4 経済性計算内容

- 1) 設備費 重油加熱方式による鉛溶炉(予熱炉を含む) 200千円  
高周波誘導加熱装置40kW 7,000千円
- 2) 設備装置費 設備(投資の年間負担額) = 投資額 × 資本回収係数資本に対する期待収益率10%とし  
資本回収係数 =  $\frac{i(1+i)^n}{(1+i)^n - 1} = 0.26$

表2 経済比較表(単位千円( )は赤字)

No	項目	初年度負担額		A-B
		A. 重油加熱方式による鉛溶炉	B. 高周波焼入装置	
1	設備装置費	52	1,820	(1,768)
2	加熱費	14	403	(389)
3	作業人件費	2,062	469	1,593
4	經常保修維持費	348		348
5	起動停止に伴う費用	186		186
6	環境に伴う費用	69		69
	合計	2,731	2,692	39

$i$  : 期待収益率

18千円

$n$  : 経済耐用年数

A. 200千円  $\times 0.26 = 52$ 千円

B. 7,000千円  $\times 0.26 = 1,820$ 千円

3) 加熱費

A. 重油使用量 30L/1日  $\times 300$ 日 = 9,000L/年

重油価格 15円/L 9,000  $\times 15 = 135$ 千円

モーター容量 4円20銭  $\times 300$ 日 = 1.26千円

B. 一日電力量 4kW  $\times 8$ hr = 320KWH

年間電力量 320KWH  $\times 300$ 日 =

96,000KWH

96,000  $\times 4$ 円20銭 = 403.2千円

4) 作業人件費

A. 3,500円/1日  $\times 1$ 人 = 3,500円

2,000円/1日  $\times 1$ 人 = 2,000円

3,500円 + 2,000円 = 5,500円/1日

5,500円/1日  $\times 25$ 日  $\times 15$ ヶ月 = 2,062.5千円

B. 2,000円/1日  $\times 5/8$   $\times 25$ 日  $\times 15$ ヶ月 =

468.75千円

$\therefore 5/8$ は高周波焼入の場合 240本/1時間の能力があるものとし 150/240から求めたもの

5) 経常補修維持費

A. 鉛(加熱による酸化が行なわれ、時々補充が必要である)

100kg/月  $\times 12$ ヶ月 = 1,200kg/年

1,200kg  $\times 105$ 円/kg = 120千円

炭(鉛の酸化防止のため表面をおおうためのもの)

年間12俵 12  $\times 1,000$ 円/俵 = 12千円

6) 起動停止に伴う費用

常温から所定の温度にあげるために1時間を要するとし

重油 4L/1時間  $\times 15$ 円/L  $\times 25$ 日  $\times 12$ ヶ月 =

焼入終了後の放熱を損失と考え両者を加えると

18千円  $\times 2 = 36$ 千円

作業者を早く出勤させるため

500円/時間  $\times 25$ 日  $\times 12$ ヶ月 = 150千円

36千円 + 150千円 = 186千円

7) 環境に伴う費用

7月と8月に作業者の出勤率が低下し1ヶ月 0.25人の増員を要すると考えると

0.25人  $\times 5,500$ 円/1日  $\times 25$ 日  $\times 2$ ヶ月 =

68.75千円

#### 4. 結 言

1. やすりの高周波焼入れはかたさおよび組織、刃の形状とも異状は認められなかった。切削性能についてはひずみが影響して十分なデータはのぞめなかったが、ひずみを少なくすることで鉛浴によるものとの差はなくなると思われる。

2. 高周波焼入装置と従来の重油加熱方式に鉛浴の経済比較を原価比較法によって行なった結果わずかではあるが高周波の方が有利である。

高周波焼入装置は経済的に有利な設備であり、また公害もなく、作業者の熟練も必要としないうえ、自動化も容易な特長をもっているので今後の活用が期待されるが、ひずみが多少問題になる。今後引き続き研究を重ねて1日も早い実用化が望まれる。

終りに本調査および本実験を行なうにあたり、資料および試料の提供をいただいた壹若新製作所および日本電子工業株式会社に心からの礼申し上げます。

#### 文 献

- 1) 岸本：特殊鋼 18 (1969) 1, 114
- 2) 三菱電機株式会社型録

## 薄鋼板の浸炭焼入性に関する研究

鈴木 寛, 加減 正義, 井上 申樹\*

### 1. 結 言

薄鋼板にプレス成形,あるいは絞り加工などを行なったのち,耐摩耗性を付与するため,表面硬化処理を施す部品が多い。これらはロックレバー,ドアピーニオンなど,ほとんどが小物自動車部品で,用いられる素材鋼板は冷間圧延鋼板(JIS記号SPCC)がおもに使用されている。最近,大型部品または複雑な形状の成形品が生産されるに従って,従来の薄鋼板に代って絞り性や成形性のよいAlキルド鋼板が利用される傾向にある。Alキルド鋼板により従来と同条件の滴注式ガス浸炭をしたところ,Alキルド鋼板は最終品質特性である「指定硬さ」の不良現象が生じ,Alキルド鋼板の浸炭焼入性の関係を検討する事となったが,これらに関する文献は全くない。

これらの事故に関して考えられる原因はつぎのような事項があると考えた。

- (1) Alキルド鋼板が浸炭におよぼす影響
- (2) Alキルド鋼板の微細結晶粒による焼入性低下
- (3) 表面脱炭
- (4) 浸炭方法による焼入性の差

そこでこれらの原因を明らかにする目的で,素材鋼板と浸炭焼入性,浸炭方法による浸炭焼入性の差異について研究を行ない,その結果を報告する。

### 2. 試料と実験方法

#### 2.1 素材鋼板と浸炭焼入性

試料は表1のような3種類を用い,大きさ10×10mm,厚さが3~4mmである。実験方法としては各試料とも図1によって浸炭焼入れを行ない,焼入れは各試料を10°C水焼入れ,60°C水焼入れならびに180°C油焼入れを行ない,浸炭断面の顕微鏡組織と,浸炭層断面硬さ分布をマイクロピッカースカタラ試験機(荷重300g)で測定し検討した。

#### 2.2 浸炭方法による浸炭焼入性

試料は表1の試料記号A(30×15×3t)および記号B(30×15×4t)を用い,その化学成分を表2に示す。浸炭方法としては液体浸炭880°C×90minで空冷,ガス

表1 素材鋼板の種類

試料記号	鋼 板	JIS記号
A	冷間圧延鋼板	SPCC
B	Alキルド鋼板	—
C	熱間圧延鋼板	SS39相当

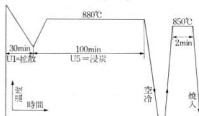


図1 滴注式ガス浸炭—焼入サイクル図

表2 試料A(冷間圧延鋼板),B(Alキルド鋼板)の化学成分(%)

	C	Si	Mn	P	S	Al	Ni	Cu
試料A	0.04	0.01	0.33	0.016	0.022	—	—	—
試料B	0.08	0.05	0.39	0.01	0.021	0.06	0.04	0.02

浸炭は900°C×120minで炉冷し,滴注ガス浸炭は図1の条件で浸炭した。焼入れ方法は850°C×2min塩浴炉を使用し,10°C,60°Cの水冷および180°Cのソルトケンチを行なった。浸炭断面を顕微鏡組織と硬さ分布について検討した。

### 3. 実験結果と考察

#### 3.1 素材鋼板と浸炭焼入性

試料A(冷間圧延鋼板)B(Alキルド鋼板)とC(熱間圧延鋼板)の素材,滴注式ガス浸炭および浸炭後10°CWQの断面組織を写真1に示す。

素材組織から試料Aの結晶粒度番号がNo.7で,試料B

\*デルタ工業株式会社 生産技術課

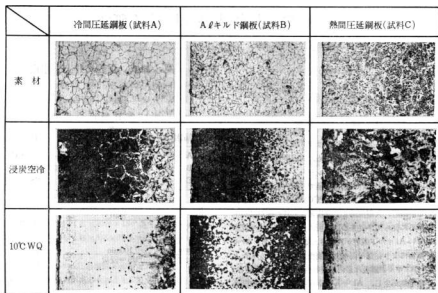


写真1 各鋼板の素材、浸炭後空冷および10°C WQ断面組織(×100)

およびCの結晶粒度番号はNo.8以上でありきわめて小さく、試料Bの脱炭層は0.25mm程度である。

滴注式ガス浸炭処理試料の浸炭層は3試料とも約0.3mm程度で、浸炭部浸炭量は0.8% (共析組織)を示し、試料Cの結晶粒度番号はNo.6と大きくなっている。

850°C×3minで10°C WQ処理したB試料は表面から0.05mm程の微細パーライト組織(黒い組織)が現われ、その内側は白い組織のマルテンサイト組織に微細パーライトが結晶粒界に見われている混合組織であることがわかる。試料Aおよび試料Cでは微細パーライト組織の出現はなく浸炭層はマルテンサイト組織であった。

60°C WQの組織から試料Bは10°C WQ処理と同様の組織を示し、試料Aおよび試料Cは微細パーライト組織が結晶粒界にそってわずかに現われ、マルテンサイト組織と混合している。

180°C OQは試料A、BおよびCとも焼入れ性が悪く浸炭部は微細パーライト組織を示す。

滴注式ガス浸炭後および浸炭焼入れ後の断面かたさを図2に示した。滴注式ガス浸炭後の断面かたさでは3試料とも表面附近のかたさがH<sub>v</sub> 320~350で、中心部は試料AおよびBはH<sub>v</sub> 120~140、試料CはH<sub>v</sub> 180であることがわかった。10°C WQでは、試料Aの表面か

たさはH<sub>v</sub> 870で、表面からの距離に比例してかたさはさがっている。試料Bの表面かたさは、H<sub>v</sub> 480、0.05mmではH<sub>v</sub> 580、0.2mmで最高かたさH<sub>v</sub> 830を示す。試料Cは表面から0.2mmまでかたさの変化が少なくH<sub>v</sub> 870程度であり、中心部はH<sub>v</sub> 500と試料AおよびBに比べかたい。このことから試料Bのかたさ低下は表面の微細パーライト組織が原因で、試料Cの中心部硬化は素材カーボン量によるものと考えられる。60°C WQでは、10°C WQと同ようなかたさ曲線を示すが、10°C WQに比べわずかにかたさは低い。180°C OQでは、試料A、BおよびCの表面かたさは浸炭ままだりH<sub>v</sub> 100程度硬く、H<sub>v</sub> 430~480である。

以上より試料A、BおよびCの焼入れ性の比較では焼入れ方法にかかわらず試料Bに微細パーライト組織が現われ、試料AおよびCに比べ焼入れ性が悪い。試料Bの表面に微細パーライトが出現したことは、微細結晶粒、表面脱炭および異状組織などが考えられるが断面組織からフェライト組織、網状セメントタイトなどの出現はなく、パーライト組織であった。このことから微細パーライトの出現原因は脱炭とは考えにくく、異状組織についても同様に考えられる。微細パーライトが現われる現象については、微細結晶粒に焼入れ性を低下させる要因が加わっ

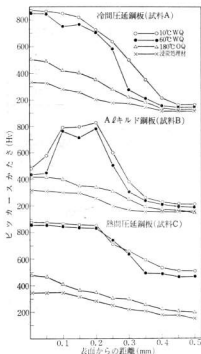


図2 各鋼板の表面からの距離と断面かたさの関係

たものと考えられるが、このことについてはつぎの浸炭方法による浸炭侵入性の実験で検討したい。

### 3.2 浸炭方法及び浸炭焼入性

試料Bの液体浸炭および浸炭焼入組織を図3に示す。浸炭表面組織は、白い網状のセメンタイトが析出し、過共析組織である。浸炭断面組織は表面に白い線状の窒化物を形成し、過共析組織は表面から0.03mmであり、これより中間は共析組織を示している。10°C CWQは、浸炭部の白い組織のマルテンサイト組織に黒い組織の微細パーライト組織が網状に現われている。180°C SQは10°C WQに比べ白い組織のマルテンサイト組織が少なく、微細パーライト組織が多くなっている。

試料Aの液体浸炭および焼入組織を図3に示す。浸炭表面組織は、結晶粒度が試料Bに比べて大きく、網状セメンタイトは一部現われている程度でほとんどパーライト組織である。浸炭断面組織は、試料Bと同様浸炭表面に窒化物を形成するが、試料Bのように網状セメンタイトは見られず、パーライト組織であった。10°C WQおよ

び180°C SQは、焼入性がよく均一なマルテンサイト組織であった。

試料Bのガス浸炭組織および焼入組織を図4に示す。浸炭表面組織は、パーライト組織(黒い組織)にフェライト組織(白い組織)が一部観察できる。浸炭断面組織は、フェライト組織が試料表面まで現われ、液体浸炭に比べ炭素量勾配が緩慢である。10°C WQは、マルテンサイト組織に黒い線状の微細パーライトが結晶粒界に現われている。180°C SQは、全面が微細パーライト組織でマルテンサイト組織は現われていない。

試料Aのガス浸炭および焼入組織を図3から、浸炭表面組織は試料Bと同様黒い組織のパーライト組織に一部フェライト組織が観察できる。浸炭断面組織は、結晶粒が試料Bに比べて大きく、フェライト組織が試料表面に現われている。10°C CWQおよび180°C SQは、浸炭部のマルテンサイト組織に微細パーライトが網状に現われている。

試料Bの油注式ガス浸炭および焼入組織を図4に示す。浸炭表面組織は、パーライト組織に太い線状のセメンタイトが現われ、またセメンタイトのまわりをフェライト組織が囲んだ異状組織と考えられる。浸炭断面組織は、表面組織のようなフェライト組織およびセメンタイトがなく、パーライト組織を示す。10°C WQは、表面組織の微細パーライト組織につき、わずかながら白い組織のマルテンサイト組織が現われている。180°C SQは、10°C CWQと同様の組織であるが、マルテンサイト組織が少なく微細パーライト組織が多く現われている。

図5に試料Aの油注式ガス浸炭組織および焼入組織を示す。浸炭表面組織は、試料Bとおなじく異状組織であり、結晶粒も大きい。浸炭断面組織は、浸炭部が共析組織である。10°C WQ、180°C SQは、マルテンサイト組織に表面近く一部微細パーライト組織が現われている。

また60°C CWQの焼入性は10°C CWQと180°C SQとのあいだであることが焼入組織から判別できた。

以上の結果、微細パーライト組織が現われる原因を考えれば、液体浸炭の場合(試料Bの10°C CWQ、180°C SQ)は微細結晶粒および網状セメンタイトによる焼入性低下等が考えられる。網状セメンタイトの析出はクロムなど炭化物形成元素を含有すれば、浸炭表面濃度が過共析以上となりやすく、逆にアルミなどを添加すれば網状セメンタイトを形成しにくいと言われているが、試料BはCr、Al量は微かなので添加元素の影響は少ないと考えられる。結晶粒の大小によるカーボン拡散速度は幾分相違すると考えられるが、網状セメンタイト形成につ

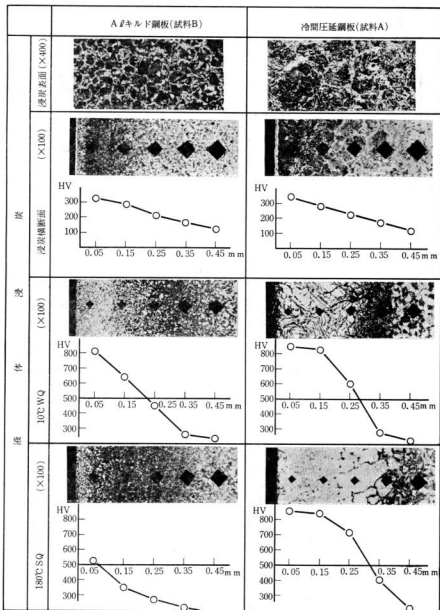


図 3 AIノキルド鋼板と冷間圧延鋼板の液体浸炭組織



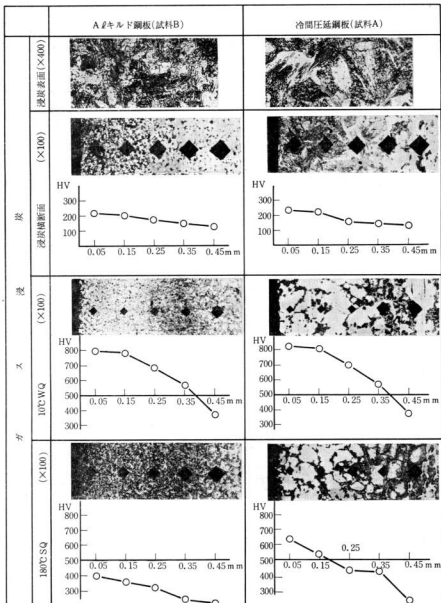


図 4 Al キルド鋼板と冷間圧延鋼板のガス浸炭組織

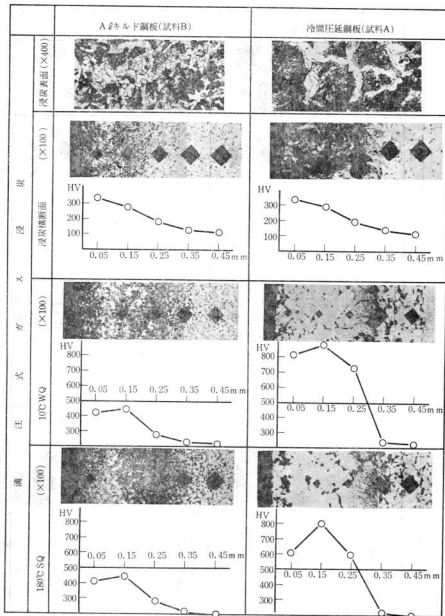


図 5 A1 キルド鋼板と冷間圧延鋼板の滴注式ガス浸漬組織

いては判断しにくい。このことから試料Bの割状セメント析出原因を知ることは困難である。一般に結晶粒が小さいと焼入性が低下するのは、パーライト変態が結晶粒界から変態するのでオーステナイト結晶粒が小さいほど焼入性は悪くなる。試料Bを1000°C、1100°Cおよび1200°Cで各5min加熱したところ、1000°Cは素材結晶粒よりわずかに大きく、粒度番号はNo. 8、1100°Cは粒度番号No. 6、および1200°CではNo. 4であった。このことより浸炭温度880°C~950°Cでは結晶粒粗大化はわずかでであると考えられ、またこの微細結晶粒はAl添加によるものである。

ガス浸炭の場合(試料A、Bの10°C CWQ、180°C S Q)はフェライト組織による焼入性低下と考える。フェライト組織の析出は浸炭ガスのカーボンポテンシャルおよび浸炭拡散処理の影響と考えられる。試料AおよびBを長時間ガス浸炭(浸炭温度930°C、浸炭時間2.5H、拡散時間1.5H)することにより浸炭表面をパーライト組織にして、油噴射浸炭した場合微細パーライト組織は見られずマルテンサイト組織のみであった。

滴注式ガス浸炭の場合(試料A、Bの10°C CWQ、180°C S Q)は表面異状組織と微細結晶粒により微細パーライト組織が現われたと考えられる。(C-H-O系有機化合物を直接炉内に滴注し、熱分解により浸炭を行なう方法なので、有機化合物の種類、滴注量および浸炭温度、また滴注剤の滴注方式により炉内挿入量および試料位置などにより炉内雰囲気の変化する結果、ある条件によっては異状組織を形成したとも考えられる。試料AおよびBを固体浸炭(浸炭温度930°C、保持時間90分)後冷却することにより、試料Bには表面から0.1mmほど異状組織が現われ、試料Aについては表面にだけ現われている程度であった。この異状組織は不純物を含まない純粋な鋼板ほど、また冷却速度が遅いほど形成しやすく、他の要因としては微細結晶粒およびAl添加などが異状組織出現に都合がよいと言われており、このことから試料Bにより多く現われたものと考えられる。ところが滴注式ガス浸炭の場合は寒冷で異状組織が現われ、また表面炭素量、炭化物の大きさおよび異状組織の深さも固体浸炭と相違していた。このことから滴注式ガス浸炭の異状組織については浸炭雰囲気などを十分検討する必要がある。浸炭後の試料Bを850°C、950°Cおよび1100°Cで各々2min、15min、30min加熱保持後180°Cの塩浴焼入したところ、加熱温度が高くなれば焼入性は向上し、保持時間を長くすれば焼入性はよくなった。1100°Cで2min加熱保持後焼入すれば試料A(850°Cで180°C S Q)とどうの焼入組織であったが、850°Cで2min、15min、30minおよび950°Cで2min、15minについては微細パーライト組織が多く現われていた。また950°Cで、30min、1100°Cで15min、30minについては炭素

が試料内側に拡散した結果、試料表面にフェライト組織が現われていた。このことから微細結晶粒に異状組織が現われるときわめて焼入性が悪くなることがわかったが異状組織生成原因については知ることができなかったのので今後検討したい。

組織とかたさの関係について、ガス浸炭組織のように浸炭表面部にフェライトが現われず Hv 220 で、液体浸炭、滴注式ガス浸炭のかたさに比べ Hv 100 程度低い。マルテンサイト組織中に焼入微細パーライトが現われると、かたさは微細パーライト量に比例して急激に低下する。表面と表面から中心寄りではカーボンポテンシャルが異なるため、同じマルテンサイト組織であってもかたさ値に差が生じていた。

#### 4. 結 言

薄鋼板の浸炭焼入性について素材鋼板、浸炭方法を変化させて実験を行なった結果、Alキルド鋼板が冷間圧延鋼板および熱間圧延鋼板に比べて特に焼入性が悪いことがわかった。

またこれらの浸炭事故として考えられる原因はつぎのようにまとめられる。

- (1) Alキルド鋼板が浸炭に及ぼす影響については、微細結晶粒のAlキルド鋼板は炭素拡散が早いので浸炭境界層が冷間圧延鋼板に比べて明確でない程度で、Al添加による浸炭組織の変化は現われなかった。
  - (2) Alキルド鋼板の微細結晶粒による焼入性低下は、微細結晶粒のAlキルド鋼板は各浸炭温度(980°C~950°C)では結晶粒粗大化がおこなわれておらず、これが焼入性を悪くしているものと考えられる。
  - (3) 表面浸炭については、本実験では浸炭組織は見られなかったが、浸炭があれば焼入性は低下し、微細パーライト組織が現われると考えられる。
  - (4) 浸炭方法による焼入性の差については、Alキルド鋼板では液体浸炭の割状セメント、ガス浸炭のフェライト組織および滴注式ガス浸炭の異状組織と微細結晶粒が微細パーライト組織出現の原因となっているので、これらの組織が見られると、浸炭方法に関係なく微細パーライト組織が現われた。これらの組織が現われない浸炭組織であれば、浸炭方法による焼入性の差はないと考えられる。
- 最後に本実験を行なうにあたりガス浸炭、滴注式ガス浸炭および液体浸炭などの熱処理をしていただいた長門金属工業株式会社、長門金属工業株式会社からお礼申し上げます。

#### 文 献

- (1) 木間正雄 日本金属学会誌 2 (1938) 474, 650, 731

# レーズ針の研究(第1報)

## 素材の時効硬化処理について

横山 宏樹, 加城 正義, 石田 節

### 1 緒 言

県内の製針業は手縫針およびミシン針が主として生産されているが、最近、特殊針として毛糸用針、医療用針、特殊魚釣針等の生産比重が高くなっている。

これらの特殊針のうち、毛糸カゲ針の素材は加工容易、耐防錆あるいは軽量である点から、Cu-Al系高力アルミニウム線に相当する材料を採用する傾向にある。

この材料に対して問題になるのが強さであり、熱処理と強度の関係をこの材料について知る必要がある。

そこでこの材料について、熱処理と時効硬化による強度の変化を求め、業界指導の資料とするため、本研究を計画し、その結果を報告する。

### 2 試料と実験方法

供試料は一般にジュラルミンといわれる材料で、JIS記号として2017日記号17S(普通級高力アルミ合金線)相当の線材で、常温時効型に属している。

直径2.5mmφ×長さ150mmに切断して試験片とし、その化学成分を表1に示した。

表1 試料の化学成分(%)

Cu	Si	Fe	Mg	Zn	Cr	Al	Mn
2.46	0.14	0.16	0.31	0.005	0.01	残部	痕跡

実験は溶体化加熱温度を520°Cに一定とし、20°C水中に急冷した。常温時効を2hr~35日、人工時効を170°Cで2~24hrで行ない、引張強度、伸びおよびかたさ等の機械的性質について調査した。溶体化温度、時効条件については各文献によって定めた。<sup>1)~6)</sup>

引張試験機はオートグラフI S 5000で試験荷重500kg、引張速度2.5mm/min、チャート送り20mm/minの条件で測定した。かたさはマイクロピッカースカタサ計で試料横断面を5点測定し、その平均を測定値とした。

### 3 実験結果および考察

溶体化処理後、常温時効硬化における伸び、引張強度およびカタサの関係を図1に示すように、溶体化後時間とともに引張強さおよびカタサは上昇している。12hr附近から急激に上昇し、伸びは時効時間とともに低下している。

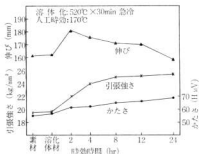


図1 機械的性質におよぼす常温時効時間

素材を線引機なましした顕微鏡組織を写真1(a)に、溶体化処理のままの組織を写真1(b)に、つぎにこの溶体化試験片を7日常温時効させた組織を写真1(c)に示した。

素材組織はAlのα相および黒い組織がAl-Fe-Siの3元化合物の2相が観察できる。溶体化処理によってこの化合物はかなり固溶され、常温時効における組織は地がAlのα相で、黒く点在しているのが2元または3元の析出物である。また結晶粒は溶体化処理のため大きく成長している。

一般に常温時効の機構としていわれているのは、<sup>7),8)</sup>まず溶体化処理を行なうと過飽和固溶体の状態となるが、この状態は非常に不安定であるため、結晶格子面(100)に溶質原子が局部的に集合してきて、厚さ2~3原子層、直径10Å程度の溶質原子濃度の高い小板状の領域を形成する。この現象はまた析出という状態ではなく、ギニユ・プレストゾーン(G.Pゾーン)といわれるものである。これがさらに進行し、この領域は拡大さ

れ、規則格子的な様相を呈して、厚さ150Å、直径1500Åの小板状領域に成長すると、これがG.P.2 ( $\theta'$ 相)とい

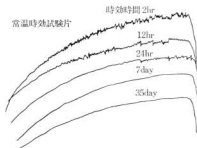
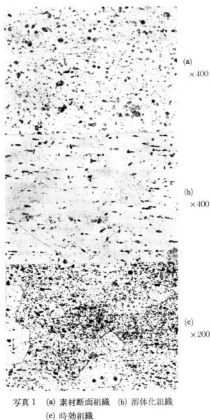


図2 常温時効引張試験の記録例における荷重変動

い、初期のG.P.ゾーンと区別している。

さらに時効硬化が進むとG.P.2は $\theta'$ 相になり、これは最終安定のCuAl<sub>2</sub>と同形で母相Alと不整合(coherent)であり、 $\theta'$ の形成は周辺の歪を軽減する。

本実験においても、この3段階を経過し、時効時間24~84hrの間でG.P.2が終了し、以後はやや安定状態になっているものと考えられる。図2は常温時効における引張強さの記録例で、これからもわかるように時効時間24~84hrでは応力に対する荷重変動が消滅している。

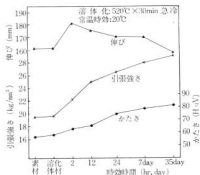


図3 機械的性質および人工時効時間

機械的性質および人工時効時間の影響をみたのが図3であり、人工時効時間とともに引張強度、カタサは上昇し、常温時効と同ような傾向を示している。また析出硬化過程においては2~24hrとも引張荷重に対する荷重変動現象があり、完全に時効を終了していないことがわかる。常温で24hr時効の引張強さは26.8 kg/mm<sup>2</sup>に対して人工時効の24hrでは25.4 kg/mm<sup>2</sup>の強さを示すことから、この材料は常温時効型で、固溶化処理後は常温時効により強度の上昇を行なうことが有効であることがわかった。

#### 4 結 言

毛糸用カギ針の素材として、Cu-Al合金を用いる場合、時効処理と強度の関係を過去の適正条件により実験を行ない、本研究による材料を用いるには成形加工-常温時効処理が有効であることがわかった。

またAl合金の過飽和固溶体の分解過程は本実験の場合もG.P.ゾーン(G.P.Ⅰ, G.P.Ⅱ, G.P.Ⅲ)や中間析出相の形成など、いくつかの硬化段階から成立していることもわかり、これらの技術および有効なデータを業界に指導していくことができた。

おわりに試料を提供していただいた万国製針株式会社技術課長にお礼を申し上げます。

文 献

- 1) 小村：金属，**27** (1957) 278
- 2) 河内：金属，**29** (1959) 747
- 3) 池村：金属，**35** (1965) 72
- 4) 塩田：熱処理，**2** (1962) 282
- 5) 森永：熱処理，**6** (1966) 124
- 6) 高橋：金属材料，**7**, No. 4, (1967) 29
- 7) 浅野：日本金属学会誌，**11**, No. 8 (1972) 589
- 8) 金属組織委員会編：標準顕微鏡組織，(1970) 5

# レース針の研究(第2報)

## 針型の耐久度について

菊山 信行

### 1. 緒言

最近の冷間金型鋼にはいろいろな種類がある。型を選定する場合、加工数量、被加工材の種類、かたさ、熱処理の難易、経済性などを考慮する必要がある。

本県特産の針の加工にも金型を必要とし、いまだに数多くの研究が発表されている<sup>1)2)</sup>。これらの研究はいずれも Hv120~130の軟鋼線材を対象として最適条件を求めたものである。針型はSK2, SUJ2, SKD1を100~200°C(H<sub>2</sub>C 63~67)の焼もどしで使用している。しかし金型の寿命は周囲の条件がかわれば異なった結果がでることはよく知られている。

一般に金型の寿命は摩耗と圧縮圧力によって型がくぼむこと、およびき裂つを生ずることにより左右される。

今回の実験は冷間金型鋼, SKD11の熱処理条件を求め、実際に現場で使用しているSKD11, SKS2, SK2の針型をH<sub>2</sub>C 60~64のかたさに調質して実用耐久寿命試験を行なった。耐久寿命試験はレース針の圧印加工を行ない、3種類の中から最も適した鋼種およびかたさを検討した。圧縮強度試験もあわせて行なった。

### 2. 試料と実験方法

#### 2.1 試料

##### 2.1.1 熱処理試料

試料の化学成分は表1(a)に示すJISのSKD11であり、フェライト地に球状炭化物の組織を写真1(a)に示す。試料形状は8×8×12である。

#### 2.1.2 針型および圧縮試験片

針型はJISのSKD11, SKS2, SK2の3種類で化学成分を表1(a)(b)(c)に、形状は図1に示す。組織はすべてフェライトと球状炭化物である。

熱処理は図2に示すサイクルで行なった。予熱はSKD11, SKS2を電気炉で行ない、本熱は3鋼種ともソルトバスで加熱し、SKD11, SKS2は60~80°Cの油中へ、SK2は22~25°Cの水中へ焼入れした。なおSKD11については1030°C焼入れ→ナブゼロ(-70°C, ドライアイス+メチルアルコール)焼もどしと1030°C焼入れ→焼もどしの2種類の処理を行なった。ナブゼロは図2(a)に示すように-30°C, -70°Cの2段階冷却を採用した。針型の熱処理かたさをH<sub>2</sub>C 60~64に調質するための焼もどし温度とかたさの関係を図3に示す。同かたさにするためにはSKS2, SKD11(焼入れのまま), SK2, SKD11(ナブゼロ)の順に焼もどし温度を高くしなければならない。SKD11(焼入れのまま)の焼もどし軟化抵抗の低いのは残留オーステナイトの影響と思われる。



図1 針型の形状

表1 試料の化学成分(%)

鋼種	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	W	V
(a) SKD 11	1.48	0.32	0.43	0.014	0.019	12.14	1.02	—	0.47
(b) SKS 2	1.04	0.27	0.68	0.012	0.023	0.75	—	1.18	—
(c) SK 2	1.14	0.26	0.37	0.011	0.024	0.11	—	—	—
(d) S 4 3 C	0.43	0.18	0.56	0.019	0.016	0.09	—	—	—

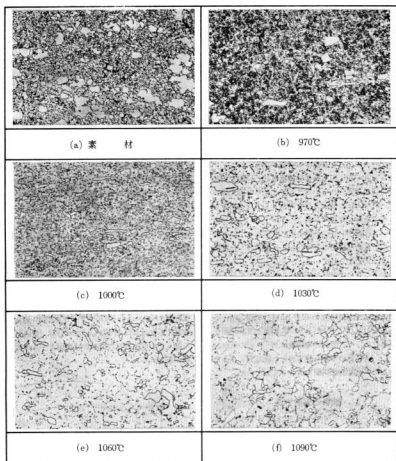


写真1 SKD11の焼入温度による組織差 (×400)



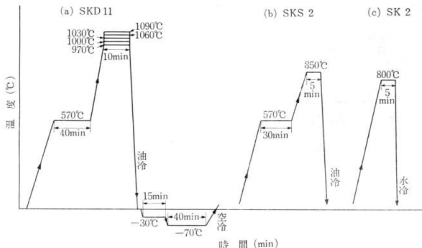


図2 熱処理(焼入れ, サブゼロ)サイクル

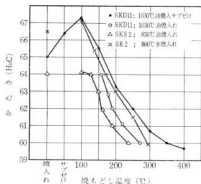


図3 焼もどし温度とかたさの関係

圧縮試験片は耐久寿命試験後金型から放電加工により10φに成形し、センタレスグラインダーで8φに仕上げた。8φ×12の試験片の端面はエメリーペーパー#600で仕上げた。

## 2.2 実験方法

### 2.2.1 熱処理

8×8×12の試料を図2(a)の熱処理サイクルで行なった。電気がけで予熱を行ない、焼入れはソルトバスで各温度に10分間加熱後60~80°Cの油中へ急冷した。サブゼ

ロはドライアイスとメチルアルコールで2段階の冷却を行なった。100°Cの焼もどしは湯だきを行ない、200~500°Cの範囲は低温用ソルトバスで、600°Cは電気がけで行なった。焼もどし時間は1時間である。

### 2.2.2 耐久寿命

H<sub>RC</sub>60~64に調整した3鋼種各5個と、H<sub>RC</sub>65のSKD11およびSKD11(焼入れのまま)60, 62, 64の計19個の型をランダムに35ton パワープレスでレース針の型打ち(毎分230本)を行なった。

レース針の化学成分は表1(a)に、組織は写真2に示す

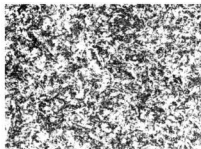


写真2 レース針の素材組織(×400)

ようなS43Cの引抜線材である。針の機械的性質は引張強さ $\sigma_n=130.9\text{kg/mm}^2$ 、かたさHv 347である。

耐久寿命の測定は型の摩耗が約0.1mmになるまでの型打ち本数で表わした。

### 2.2.3 圧縮試験

100 ton 万能試験機で  $\phi 8 \times 12$  mm の試料に毎分13mm の速度で 20 ton 加圧し、試料の高さと直径の増加をデジタルマイクロメーターで測定した。

## 3. 実験結果と考察

### 3.1 熱処理かたさおよび組織

SKD11の各焼入温度によるかたさとサブゼロ後のかたさの関係を図4に示す。焼入かたさは温度があがるに従って高くなり、1030°Cで最高を示し、それ以上では

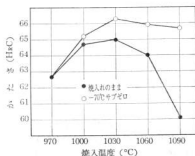


図4 焼入れとサブゼロ後のかたさの関係

低くなっている。かたさの低下は焼入温度の上昇による残留オーステナイトの影響であり、970~1030°Cの範囲で10~50%を残留するといわれている<sup>3)</sup>。ほかに残留炭化物の減少、マルテンサイト粒子の粗大化などが考えられる。

焼入後サブゼロを行なったものは970°Cで変化はなく、1030°Cで最高になる。1090°CではHRC5.5の増加となっている。かたさの増加は焼入温度が高いほど大きく、これはサブゼロによる残留オーステナイトのマルテンサイト化である。

写真1は各焼入温度による組織の差を示す。温度が高

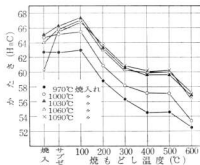


図5 焼入、焼もどしとかたさの関係

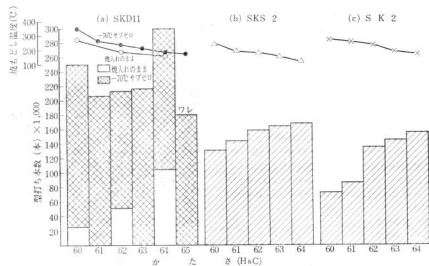
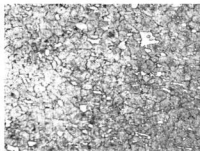


図6 かたさと型打ち本数の関係



(a) HgC 64



(b) HgC 60

写真3 SKD11サブゼロ型の組織 (×400)

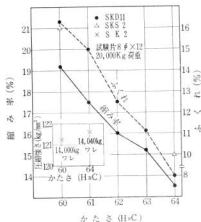


図7 かたさと圧縮強さの関係

くなると残留炭化物 (Cr, Fe, Mo)<sub>7</sub>C<sub>3</sub><sup>4)</sup> は少なくなり、オーステナイト結晶粒度は1030°Cで9.5、1060°Cで9、1090°Cで7.5と大きくなっている。結晶粒度の測定はJIS G0551に従った。

図5に焼入れ焼もどしかたさの関係を示す。焼もどし温度100°Cで炭化物の析出が起こり、かたさは増加する。それ以上400°Cまでは徐々に軟化するが、400°Cを越えると未変態の残留オーステナイトが焼もどし後の冷却途中にわずかであるが2次硬化現象を示す。焼入れ温度の低い970~1000°Cの焼もどし軟化抵抗は弱い。

### 3.2 耐久寿命

耐久寿命試験の結果を図6に示す。SKS 2、SK 2

の型打ち本数はかたさの高いものほど多い。SK 2にくらべSKS 2は焼もどしマルテンサイト + (Fe, W, Cr)<sub>2</sub>C<sub>6</sub>に炭化物が析出しているため寿命が伸びたものと思われる。図6(a)はSKD11のサブゼロの型と焼入れのままの型を試験した結果である。サブゼロ処理型のHgC 65は18万本で2つに割れ、HgC 64が最も多く、HgC 60がこれにつき多い。この結果については追加実験で検討するつもりである。また焼入れのままの型は残留オーステナイトの影響で型打ち本数は全般的に低い。サブゼロ型にくらべ同かたさにおいて1/2.5~1/10の型打ち本数である。写真3にサブゼロ型 HgC60, 64の組織を示す。かたさの差は写真から判別できない。

### 3.3 圧縮強度

圧縮強さを表すには試験片の元の長さを $l$ とし、20 tonの荷重を加え圧縮された時の長さを $l'$ とした場合

$$\frac{l-l'}{l} \times 100 (\%)$$

上式で求めた値を縮み率とした。圧縮加重で試験片はたる形にふくれるので直径の増加の割合もあわせて求めた。直径の増加分を $\Delta d$ とし、元の直径で除した値をパーセントで表わしこれをふくれとした。圧縮強さとかたさの関係を図7に示す。SK 2はきれつが入った時の荷重を元の断面積で除した値を圧縮強さとし、荷重もあわせて記入した。かたさと強度はほぼ直線関係にあり、かたいものほど変形は困難である。SK 2についてはかたさの差による強度差はほとんどない。

## 4. 結 言

SKD11の熱処理試験、S43Cのレース針の圧印加工にSKD11、SKS 2、SK 2の型 (HgC 60~64) を使用した耐久寿命試験および圧縮試験の結果つぎの結果

を得た。

(1)SKD11の焼入かたさは1030°Cで最高を示す。

(2)レース針の加工にはSKD11が適し、SKS2、SK2の型にくらべ約2倍の寿命を得た。

(3)SKD11の型の使用はサブゼロ処理を行ない、型のかたさはHRC 64（焼もどし温度約300°C）必要である。

(4)圧縮強度はかたさにはば比例し、かたいものほど強い。

以上の結果を得たが、機会があればSKD11（サブゼロ型）のHRC 60前後の型の検討と、最近の傾向であ

る超硬合金の利用もあわせて検討するつもりである。

おわりに本実験にあたり圧縮試験片の作成は機械部一同に協力をいただき、耐久寿命試験は生産上の支障も意とせずご協力をいただきました、チューリップ練房尾常務に深く感謝します。

#### 文 献

- 1) 佐久間, 内藤: 本報告2 (1952) 24
- 2) 池田, 石田, 表前: 本報告9 (1963) 7~
- 3) 4) 佐藤, 相沢: プレス型材料と熱処理 日刊工業新聞社(1972), 215

# 半自動溶接に関する研究 (第3報)

## ノーガスアーク溶接の施工法について

野地 英治, 蒲田 政信  
 芳野 光利, 片山 義孝

### 1. 緒 言

完全な溶接部を得るための因子に関先条件がある。とくに自動, 半自動アーク溶接を行なう上でこのことが強く要求されている。

そのため, 半自動溶接に関する研究 (第2報) で得た実験データを参考にして, これが関先内部の溶接に際してどのような結果をもたらすか, また各種関先条件に対する溶接条件の関係などを解明して, 中小企業の半自動化の推進および技術指導を行うための資料を作製する。

### 2. 実験方法

#### 2.1 実験装置および試験方法

本実験は, ノーガスアーク半自動溶接機, 適用電源は300A交流アーク溶接機を用い, ワイヤは市販の径2.4mm φノーガスアーク溶接用複合ワイヤを使用した。

ワイヤは吸湿による悪影響をさけるため, 使用前に所定の乾燥条件により完全乾燥を行なった。

被溶接材料はS S 41材で板厚9mm, 幅150mm, 長さ125mmの鋼板2枚を1組とし, 開先角度は60°でJIS Z 3801 (溶接技量検定における試験方法ならびにその判定基準) に定められた裏あて金ありの試験材を使用した。なお被溶接材料の開先加工はすべて機械加工後, ヤスリ仕上げして実験前にトリクロルエチレンにより, 充分な清浄を行なった。

#### 2.2 溶接条件および溶接方法

今回の実験では溶接姿勢は下向のみとし, 溶接方法は溶接速度300mm/min, 突出し長さ40mm, トーナ保持角度80°をねらって手動で溶接を行なった。

溶接条件として溶接電流値, ルート開路, ルート面をとりあげ, 事前の調査<sup>1)</sup>により溶接電流値は250A, 270A, 290A, ルート開路4mm, 3mm, 2mm, ルート面0mm, 1mm, 1.5mmの3種類の組合せで実験を行ない実験

回数は同一条件で2回ずつとした。

なお, 本実験は一層目の溶込み状況の観察を主体としているため, すべて一層溶接とし, 曲げ試験片についてはイルミナイト系溶接棒で充満溶接を行なった。

#### 2.3 試験方法

実験の結果はJIS Z 3104 (鋼溶接部の放射線透過試験方法および透過写真の等級分類方法) と, JIS Z 3124 (突合せ溶接継手のローラー曲げ試験方法) による裏曲げ試験および溶接断面のマクロ組織から総合的な判断を行なった。

試験材の裏曲げ試験片および断面マクロ組織試験片の採取個所を図1に示した。

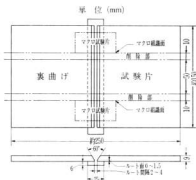


図1 溶接試験片および裏曲げ試験片, マクロ組織採取位置

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 X線透過試験結果と考察

X線透過試験結果を第1種の欠陥 (ブローホールおよびこれに類する丸みを帯びた欠陥) と第2種の欠陥 (細長いスラグ巻込みおよびこれに類する欠陥) に分けて図2

図3に示した。



図2 各種溶接条件によるX線判定結果  
(1種の欠陥)



図3 各種溶接条件によるX線判定結果  
(2種の欠陥)

第1種の欠陥については各種溶接条件および開先条件の違いによる傾向は認められなかったが、すべて1級もしくは2級の範囲に入り、その大半は1級である。このことは前報<sup>2)</sup>で報告した平板上に置いたビードに、プロホールが発生しなかった溶接条件がそのまま突合せ継手にもあてはまるものと考えられる。

プロホールのない健全な溶接継手を得るためには、適正な電圧値、突出し長さに注意を払う必要がある。

また、今回の実験でX線判定の範囲外ではあるが、アークスタート部およびクレータ部にプロホールが相当量発生した。クレータ部のプロホールは適当なクレータ処理をほどこさなければいけないと思われるが、垂下特性の交流電源によるノーガスアーク半自動溶接では、特にアークスタートの作業性が悪くプロホールも発生しやすい。

このスタート部のスティックアウトの防止、プロホールの低減のためには相当の技量なり慣れが必要と思われる。安易に電圧を上げないことが大切である。

図3の第2種の欠陥については、ルート面を1.5mmとした場合に発生しておりすべてが4級であった。

また、ルート間隔を2mmとした場合溶込み不足が目立った。

データには多少のバラツキがあるが、ルート間隔4mmと3mm、ルート面0と1mmの開先条件で4級となったものは、うすいスラッグの巻き込みと考えられ、その位置、形状から判断してさほど問題になる欠陥とは思われない。

その欠陥の代表例を写真1に示した。



写真1 ルート部の小欠陥

この欠陥は母材と裏当金との間のわずかな隙間が原因で発生したものと考えられ、今後その点の追求も行なうつもりである。

### 3.2 裏曲げ試験結果と考察

溶接電流とルート間隔およびルート面の関係が裏曲げ試験結果におよぼす影響を調べ、JIS判定基準に基づいて合否の判定を行なった結果を図4に示した。



図4 JISZ3801による裏曲げ試験結果

これからみるとルート間隔の良好な範囲は3mmまでであり、2mmになるとほとんどが不合格であった。しかし2mmであってもルート面を0mmとして電流を高くすればある程度良好な結果も得られるようである。

曲げ試験の結果現われた欠陥の合計長を図5、図6に示した。長さ表示はJIS判定を基準とした。すなわち1個の欠陥長さが3mm以下の欠陥はその合計長とし、1個の欠陥長さが3mmを超える欠陥は判定で不合格となるため、4mmを加算し合計長を求めた。ルート面別に見るとルート面0mmの場合、各電流値とも間隔4mm、3mmは良好な結果を得たが、間隔2mmでは電流290Aを除いて他はいずれも20mm程度の合計長さの欠陥を生じた。ルート面1mmでは間隔4mm、3mmは良好であったが、2mmは全部50mmの欠陥を生じた。ルート面1.5mmでも1mmと同

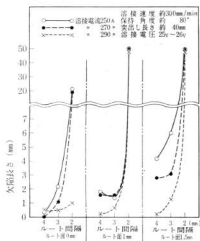


図5 ルート間隔の違いによる裏曲げ試験結果

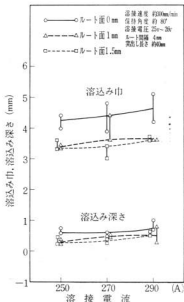


図7 各種溶接条件と溶込み (ルート間隔4mmの場合)

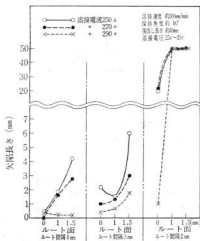


図6 ルート面の違いによる裏曲げ試験結果

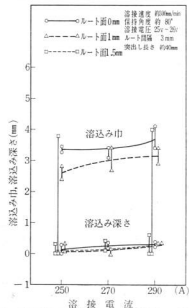


図8 各種溶接条件と溶込み (ルート間隔3mmの場合)

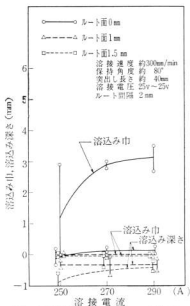


図9 各種溶接条件と溶込み(ルート間隔2mmの場合)

様に、間隔4mm、3mmでJIS合格圏内にあるが、電流を増大させるとともにその欠陥数は減少している。

以上曲げ試験結果を総合すると、溶接電流は270A以上を必要とし、ルート面は1mm以下、ルート間隔4mm程度が良好な条件と考えられる。

### 3.3 断面測定による結果および考察

突合せ溶接において第1層目のルート部が完全に溶けているか否かは継手性能の良否を判定する上に大きな要素となる。そのためルート部の溶込み幅、溶込み深さを測定した結果を図7、図8、図9に示した。ここで言う溶込み幅とは溶接金属が裏当て金まで溶け込んでいる幅を言う。それ故溶込み幅がルート間隔よりも小さいものはルート部又はルート部附近に何らかの欠陥(溶込み不足、融合不良、スラグの巻き込み等)が存在していると考えてよい。図7、8、9から判断出来るように溶込み幅がルート間隔以上にあるのは、ルート面を取らずルート間隔を4mm、3mm(および2mmの場合は高電流域)にした場合である。ルート面を1mm、1.5mm取った場合、溶込み幅はルート間隔よりも小さい。このことはルート面を1mm以上取るとルート部の完全な溶込みを得るのは難しいことを意味している。ルート面をとらない場合、ルート間隔が4mm、および3mmであれば溶込み深さ、溶

込み幅ともはば十分であるが確実に溶込みするためにはルート間隔4mmの方が良い。またルート間隔を2mmとした場合、溶接電流が270A以上であれば溶込み深さは浅いがルート部は十分溶け込んだ。

溶接のスタート側とクレーター側を比較すると、スタート側の収縮量はほとんどなかったが、クレーター側は0.2~0.3mmの収縮量があった。図7、8、9はスタート側の測定結果を表示したものであるが、クレーター側も含めて今回の実験でとりあげた要因(ルート間隔、ルート面、溶接電流)が溶込み深さに及ぼす影響を分散分析した。その結果を表1に示す。この実験はくりかえし

表1 各種溶接条件の分散分析表

要因	変動S	自由度φ	不偏分散S/φ	F <sub>0</sub>	F(0.05)	F(0.01)
ルート間隔(A)	2.4936	2	1.2468	69.508**	4.457	8.649
ルート面(φ)	0.6872	2	0.3436	19.155**	〃	〃
電流(C)	0.1331	2	0.0666	3.710	〃	〃
交互作用(A×B)	03.207	4	0.0802	4.470*	3.838	7.006
交互作用(A×C)	0.0673	4	0.0168	0.938	〃	〃
交互作用(B×C)	0.0466	4	0.0162	0.900	〃	〃
誤差	0.1435	8	0.0179			
計	3.9100					

2回、1試料で2箇所計4箇所の溶込み深さ測定をしたのでくりかえしのある三元配置法で分散分析すべきであるが、各条件でのデータの平均値をだし、くりかえしのない三元配置法として分散分析した。これによると、ルート間隔(A)、ルート面(φ)の主効果は危険率1%で、ルート間隔とルート面(A×B)の交互作用は危険率5%で有意となり、したがって優先条件が溶込み深さに及ぼす影響は大きい。最大の溶込みを得る条件はルート間隔4mm、ルート面0mmのときで、この組合せでの母平均(溶込み深さ)の推定値は0.6mmで、信頼区間(バラツキの範囲)は±0.2mm(信頼率95%)となる。また溶込みが0mmにならない条件は、信頼区間を0.2mm(信頼率95%)とすれば、ルート間隔3mmでルート面0mm、ルート間隔4mmでルート面0mm、1mm、1.5mmとなる。

以上の結果を総合判定すると溶接電流は270A以上、優先条件はルート間隔4mm、ルート面0mmが安全であるが、ルート間隔3mmの場合でも、ルート面を0mmにすればほぼ完全な溶接部が得られる。総合判定結果の代表例を写真2に示した。



開先条件		X線写真	曲げ試験	マクロ組織
ル ー ト 間 隔 4 mm	ル ー ト 面 0 mm			
	ル ー ト 面 1 mm			
	ル ー ト 面 1.5 mm			
ル ー ト 間 隔 3 mm	ル ー ト 面 0 mm			
	ル ー ト 面 1 mm			
	ル ー ト 面 1.5 mm			
ル ー ト 間 隔 2 mm	ル ー ト 面 0 mm			
	ル ー ト 面 1 mm			
	ル ー ト 面 1.5 mm			

写真2 開先条件と試験結果の代表例

#### 4. 結 言

ノーガスアーク半自動溶接による下向突合せ溶接の施工方法を解明するため、溶接電流値、ルート間隔、ルート面等の溶接条件を変えて実験を行なった。本実験の結果得られた結論は次のとおりである。

(1) 突合せ溶接においてブローホールの発生しない溶接は前報<sup>2)</sup>で報告した適正範囲である。

(2) 裏当て金のある突合せ溶接では裏当て金と母材との隙間をなるべく小さくした方がよい。

(3) 特にアークスタート部はブローホールが発生しやすいので注意を払う必要がある。

(4) 裏曲げ試験において WES 121 (半自動アーク溶接技術検定における試験方法ならびにその判定基準) に合格する範囲は、ほぼ溶接電流 250A 以上、ルート間隔 4mm から 3mm、ルート面 0mm から 1mm であるが、安定な溶接部を得るためには溶接電流は 270A 以上でルート面はとらない方がよい。

(5) 断面測定の結果でも、ルート部まで完全に溶け込ますためには、ルート間隔は 4mm から 3mm 必要であり、ルート面はとらない条件が良い。

(6) JIS Z3801 規格の試験片においてクレーター側は 0.2mm から 0.3mm 収縮する傾向にある。

(7) 最大の溶込み深さを得る開先条件は本実験の範囲内で、ルート間隔 4mm、ルート面 0mm の場合であり、その溶込み深さの値は  $0.6\text{mm} \pm 0.2\text{mm}$  である。

(8) 溶込み深さが 0mm にならない開先条件はルート間隔 3mm でルート面 0mm、またルート間隔を 4mm にするとルート面が 0mm から 1.5mm である。

(9) 高電流 (290A 以上) にすると開先断面積をさらに減少させることができる可能性がある。

04 総合評価すると、溶接電流は 270A 以上、開先条件はルート間隔 4mm、ルート面 0mm が最良の溶接条件である。

#### 文 献

- 1) 例 鈴木：炭酸ガスおよびノーガスアーク溶接，産報 (1970)  
八種溶接棒集：全安勢ノーガスアーク半自動溶接マニュアル，研A277 (1969) 4
- 2) 片山他：本報告12 (1971) 1

# 炭素鋼の曲げ強さにおよぼす熱処理の影響

芳野 光利, 蒲田 政信

## 1 緒 言

中小企業で品物の整形、ロール用に比較的径の小さい丸棒がその部品として使用されていることが多い。

その材料として曲げ強さの大きいニッケルクロム、タロムモリブデン鋼などを使っていることもあるが、安価な炭素鋼でも熱処理条件によっては前者に近い曲げ強さが得られよう。これらのデータは比較的少なく、設計資料を得るために本実験を行ない、あわせてその他の機械的性質、組織の考察も行なった。

## 2 試料と実験方法

### 2.1 試料

試料はS45C-D、径10mmの丸棒を長さ350mmとし、その化学成分は表1のとおりである。

表1 化学成分%

C	Si	Mn	P	S
0.48	0.29	0.75	0.023	0.020

### 2.2 熱処理条件

熱処理条件を表2に示す。

表2 試料の熱処理条件

試料番号	焼入温度(°C)	焼もどし温度(°C)	備 考
1			素材のまま
2			焼ならし850°C空冷
3			焼なまし850°C炉冷
4	850×30分水冷	700×50分水冷	
5	"	600 "	
6	"	500 "	
7	"	400 "	
8	"	300 "	
9	"	200 "	
10	"	100 "	
11	"		焼入れのまま

### 2.3 引張試験

引張試験は50トン万能試験機で行ない引張速度10mm/min、標点距離を50mmとした。

### 2.4 曲げ強さの試験

両端自由支持で支点間距離150mm、内側半径10mm、負荷速度3mm/minで行なった。

### 2.5 組織およびかたさ試験

顕微鏡組織、かたさ試験(H<sub>RC</sub>)は曲げ強さの試験の試料より採取して行なった。

## 3 実験結果と考察

### 3.1 機械的性質におよぼす熱処理の影響

熱処理条件と引張強さ、破断応力、伸び、かたさの関係を図1に示す。

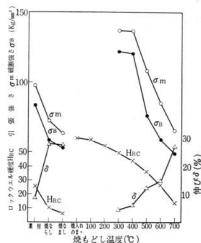


図1 熱処理条件による機械的性質の変化

引張強さ、破断応力は焼もどし温度が高くなると低下し伸びは増加する。その割合は400°C以上で急激となった。焼もどし温度200°C以下はかたさでチャック部分ですべり、引張試験を行なうことができなかった。かたさは焼もどし温度が高くなるとともに低下している。

## 3.2 曲げ強さ

熱処理条件と曲げ強さの試験における弾性限および最大荷重の関係を図2に示す。弾性限は焼もどし温度 200°Cまでは上昇し、200°C以上は減少している。これは焼もどし温度200°Cまでは試料が破断したことによるものと思われる。最大荷重は焼もどし温度300°Cで最大となった。これより弾性限、最大荷重は200°C~300°Cで焼もどしすれば大きな値を得ることができる。

しかし、この温度は焼もどしぜい性のあらわれ範囲ともいわれているので弾性限の最大値、最大荷重のみで焼もどし条件を決定するのは危険である。

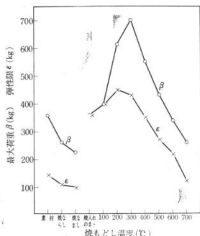


図2 熱処理条件による曲げ試験の弾性限および最大荷重の変化

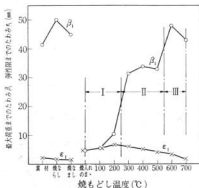


図3 熱処理条件による曲げ試験のたわみ

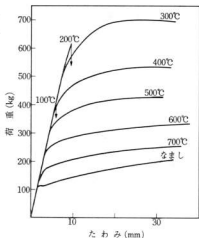


図4 熱処理条件と曲げ試験のたわみ曲線

熱処理条件と曲げ試験の最大荷重に達するまでのたわみ量との関係を図3に示す。その荷重たわみ曲線の例を図4に示す。

焼もどし温度の最大荷重の関係は図3で、Ⅰ、Ⅱ、Ⅲの3つの領域に分けられる。これを図4の曲線と関連させて考察すると、Ⅰ(焼入のままから焼もどし温度200°Cまでは曲げている途中で破断した領域、Ⅱ(焼もどし温度300°Cから500°Cまでは破断せず最大荷重までのたわみ量は焼なまし材ほどないが弾性限までの荷重と最大荷重が比較的大きい領域、Ⅲ(焼もどし温度600°C、700°C)は素材、焼なまし材と同程度のたわみ量、最大荷重の領域となる。

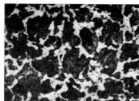
Ⅰの領域のものは弾性限、最大荷重は大きいがたわみが大きくなると破断し、Ⅱの領域では弾性限が低く、塑性変形しやすい。

このことからⅡの領域で焼もどしを行なうのが適切であることがうかがえる。

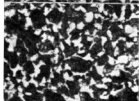
## 3.3 熱処理による組織の変化

熱処理条件による組織の変化を写真1に示す。焼入のままの組織は針状マルテンサイトで焼もどし温度100°C、200°Cは焼入のままの時のマルテンサイトに炭化物の析出が認められた。焼もどし温度400°Cではマルテンサイトの針状組織が消え典型的な焼もどしトルースタイトの組織になり、さらに焼もどし温度が高くなるにつれセメントタイトの球状化が次第に進行し、トルースタイトからソルバイト組織になった。

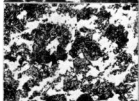
素 材  
( $\times 400$ )



焼ならし  
( $\times 400$ )



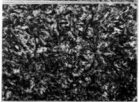
焼なまし  
( $\times 400$ )



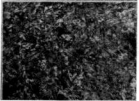
焼入のまま  
( $\times 400$ )



焼もどし  
100°C  
( $\times 400$ )



焼もどし  
200°C  
( $\times 400$ )



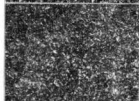
焼もどし  
300°C  
( $\times 400$ )



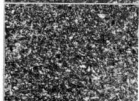
焼もどし  
400°C  
( $\times 400$ )



焼もどし  
500°C  
( $\times 400$ )



焼もどし  
600°C  
( $\times 400$ )



焼もどし  
700°C  
( $\times 400$ )

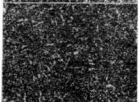


写真 1 S 4 5 C の顕微鏡組織

#### 4 結 言

本実験で引張強さは焼もどし温度300°C、400°Cが比較的高く、伸びも少しあることがわかった。

曲げ強さの試験では焼もどし温度200°C、300°Cで荷重は大きな値を示していた。顕微鏡組織では焼もどし温度が400°Cのとき焼もどしトルースタイトがみられた。この結果より焼もどし温度300°C~400°C附近で焼もどしを行なえばよいことになるが300°C前後では低温焼も

どしぜい性があらわれるといわれているので曲げ強さはある程度犠牲にして400°C附近で焼もどしを行なうことが望ましい。尚この附近の温度をさらに細分化し、今回できなかった等温状態、衝撃試験なども行なって最適値をみつけ、他の合金鋼との比較検討を今後行なうつもりである。

#### 文 献

- 1) 河上外：熱処理の基礎(1) (1970), 128

# 海水中の PPb オーダーのカドミウムの 共沈-抽出濃縮による原子吸光定量法

応 和 尙, 日 色 和 夫\*, 田 中 孝\*

## 1. 緒 言

最近、沿岸海域の魚介類中にカドミウムが多量に見いだされており、これは海水中の微量カドミウムが取り入れられ濃縮されたためと考えられる。そのため、海水中の PPb オーダーのカドミウムの分析法の確立が望まれている。しかし、海水中のカドミウム量はきわめて微量のため、原子吸光による直接定量は困難であり、したがって各種の濃縮法が必要となる。すでにこの目的で、水中の微量カドミウム、亜鉛、銅の溶媒抽出-原子吸光定量法が山本らによる広島県山保安監部水質分析委員会によって提案され<sup>1)2)</sup>、また山本らによるトリス-(1,10-フェナントロリン)-カドミウム-過塩素酸イオン対抽出による定量法も発表された<sup>3)</sup>。

著者らは、海水中の PPb オーダーのカドミウムを濃縮し原子吸光法で定量するためには、大量の試料からカドミウムを集める必要があること、原子吸光定量には有機溶媒効果のため溶媒抽出法が有利であること、などの観点から、第1段階には共沈濃縮法を、第2段階には溶媒抽出濃縮法を採用することにした。

カドミウムの共沈現象に関する報告では、澁山らによる鉛の硫化物や炭酸塩との共沈<sup>4)</sup>、炭酸カルシウムへの吸着<sup>5)</sup>、の研究が発表され、その共沈吸着機構が考案された。著者らは鉄、アルミニウム、マンガン、鉛、アルカリ土類金属元素の水酸化物や炭酸塩による共沈を検討し、アルカリ土類金属元素の炭酸塩による共沈が最も効果的であることを認めた。

カドミウムの溶媒抽出法では、ジエチルジチオカルバミン酸塩-メチルイソブチルケトン (DDTC-MIBK) 法が、ピロリジンジチオカルバミン酸塩法とともに最も広く利用されている<sup>6)</sup>。DDTC が酸性領域で不安定であるという欠点があるとはいえ、すぐれた抽出能と安価のために応用範囲が広く、その適用条件もじゅうぶん研究されている<sup>7)</sup>。そこで著者らは本抽出法を採用することにし、抽出条件などについては特に検討しなかった。

カドミウムの原子吸光定量法に関する研究はきわめて多く<sup>8)~10)</sup>、海水や工業かん水<sup>11)</sup>、生物体試料<sup>12)</sup>、尿<sup>13)</sup>、飲料水<sup>14)</sup>、金属や鉱石<sup>15)~17)</sup>、放射性試料<sup>18)</sup>などに応用

されている。一般に直接定量法や溶媒抽出-原子吸光定量法は多いが、共沈濃縮を応用した例はまだない。

本研究では、共沈、抽出の2段階濃縮法を採用し、特に共沈濃縮法を中心に分析法確立のための検討を行い、最適な操作法を提案した。本法により2 μlの大量の海水試料中の 10 PPb 以下の微量カドミウムを濃縮し、原子吸光法で定量することが出来る。以下これらの検討結果について報告する。

## 2. 実 験

### 2.1 装置

原子吸光分析装置は日本ジャーレル・アッシュ社製 A-A-1型を使用し、バーナーは0.6×100mmの予備混合型、空気-アセチレンフレームを用いて実験した。光源はウエスティングハウス社製カドミウム単元素のホーローカソードランプ、測定には記録計を使用し、必要に応じて目盛拡大装置を用いた。pHメーターは日立-堀場製 M-5型を、振り混ぜ器はイワナ製 KM型を使用した。

### 2.2 試 薬

カドミウム標準溶液は、キシダ化学の99.999%の純金属カドミウム1.000gを硝酸(1+2) 20 mlに溶解し、放冷して水で正しく1 lに希釈して 1000 ppm 溶液とした。これをさらに水で希釈して 10 ppm および 2 ppm 溶液を調製した。

DDTC 溶液は試薬特級のナトリウム塩を水に溶解し 2%溶液とした。

緩衝溶液は試薬特級品から調整した 0.1M ジェチルパルピツール酸ナトリウムと 0.1M 塩酸を 54:46の割合で混合して使用した。本緩衝溶液を 5ml/100mlの濃度で混合した場合、溶液の pH は約 7 に保たれる。

その他の試薬類はいずれも試薬特級品を使用した。

### 2.3 海水中のカドミウムの定量操作法

カドミウムの共沈濃縮：海水試料 2 μl を容量 3 μl のピーカーにとり加熱する。液が沸騰しはじめたならば 30% の塩化ストロンチウム (SrCl<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O) 溶液 20 ml を添加したのち、ただちに炭酸アンモニウム溶液 100 μl

\* 大阪工業技術試験所：大阪府池田市緑ヶ丘

を加えて炭酸ストロンチウムの沈澱を生成させる。さらに約15分間ゆるく煮沸してこの沈澱を熟成させる。沈澱は伊別後、温水で3回洗浄する。

カドミウムの抽出濃縮：炭酸ストロンチウムの沈澱を保持した伊紙を容量 200ml のビーカーの内壁に広げ少量の塩酸 (1+100) で沈澱を洗い落とし、塩酸 (1+1) 20ml を加えて沈澱を溶解させる。水を加えて全量 50~60 ml とし、アンモニア水を滴下して大部分の酸を中和し緩衝溶液 5 ml を添加したのち、さらにアンモニア水を加えて pH を 7 に調節する。DDTC 溶液 1 ml を加え、容量 100 ml の分液漏斗に移し、全量 100 ml とする。MIBK 15 ml を加え振り混ぜ器で約 5 分間振り混ぜて抽出する。

カドミウムの原子吸光定量：抽出後の水相を捨て、有機相を乾燥伊紙で伊過後、原子吸光測定する。測定条件は次のとおりである。2288Å, ランプ電流 8mA, 空気流量 8l/min, アセチレン流量 2l/min。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 各種アルカリ土類金属元素の炭酸塩によるカドミウムの共沈

カドミウムの共沈に最適なアルカリ土類金属元素の炭酸塩を決定するため、カドミウム 50 $\mu$ g と各種アルカリ土類金属元素の塩化物を含有する水溶液 100 ml に、煮沸しながら 20% 炭酸アンモニウム溶液 10 ml を加えて沈澱を生成させる。沈澱は伊別、洗浄後、塩酸に溶解し容量 50 ml のメスフラスコに入れ標線までうすめて原子吸光測定を行う。比較のため、共沈操作をせずに、同量のカドミウム、アルカリ土類金属元素の塩化物、および塩酸を 50 ml に混合した溶液の吸光度も測定した。これらの結果は図 1~3 に示す。

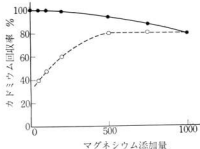


図1 マグネシウムによるカドミウムの回収

Cd: 50 $\mu$ g; 液量: 100ml  
 共沈操作をしないもの : —●—  
 共沈操作をしたもの : -○-

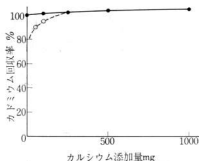


図2 カルシウムによるカドミウムの回収

Cd: 50 $\mu$ g; 液量: 100ml

共沈操作をしないもの : —●—  
 共沈操作をしたもの : -○-

図 1 からわかるように、炭酸マグネシウムに対するカドミウムの共沈量は、マグネシウム量が増加するにしたがって増大する。しかしマグネシウム量が 1000 mg の場合でも、カドミウムの回収率は 84% であり、これは共沈操作をしない場合のカドミウムの回収率とほぼ一致する。つまり 1000 mg のマグネシウムによってカドミウムはほぼ完全に共沈捕集されるが、カドミウムの原子吸光測定の際に、共沈するマグネシウムが約 16% の負の誤差を与えているということが理解される。図 2 は炭酸カルシウムについての結果であり、250mg のカルシウム量でカドミウムの回収率は約 100% であるが、カドミウムの測定にカルシウムが正誤差を示すことがわかる。図 3 は炭酸ストロンチウムを用いた実験結果で、わずか 100 mg のストロンチウムでカドミウムは完全に回収され、カドミウムの測定に対するストロンチウムの妨害

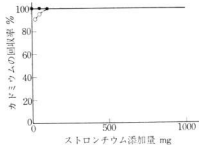


図3 ストロンチウムによるカドミウムの回収

Cd: 50 $\mu$ g; 液量: 100ml  
 共沈操作をしないもの : —●—  
 共沈操作をしたもの : -○-



もほとんどない。また図には示さなかったが炭酸バリウムでは 1000 mg でもカドミウムの完全な回収は得られなかった。以上の結果から、カドミウムの共沈には炭酸ストロンチウムが最もよく、使用量は 100 mg/100 ml のストロンチウム (約 30%  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  液 20 ml) でよいことが判明した。溶液量 2 ml についての実験でも、2 g/2 ml のストロンチウムでじゅうぶんであった。

### 3.2 炭酸アンモニウム使用量

50  $\mu\text{g}$  のカドミウムと 100 mg のストロンチウムの混合水溶液 100 ml に、種々異なる量の 20% 炭酸アンモニウム溶液を加えてカドミウムを共沈させ、沈澱を個別に塩酸に溶かして 50 ml とし、カドミウム量を測定してその回収率を求めた。また沈澱時の溶液の pH も測定した。その結果、図 4 に示すように、溶液 100 ml につき 20% 炭酸アンモニウム溶液 1~10 ml でカドミウムの回収率は一定で 100% である。pH の変化から、炭酸アンモニウム溶液は 5 ml 使用することにした。

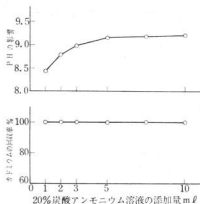


図4 炭酸アンモニウム使用量

### 3.3 炭酸ストロンチウム沈澱の洗浄と溶解法

100 ml 中に 50  $\mu\text{g}$  のカドミウムと 100 mg のストロンチウムを含む溶液、および 2 ml 中に 50  $\mu\text{g}$  のカドミウムと 2 g のストロンチウムを含む溶液から、20% 炭酸アンモニウム溶液それぞれ 5 ml と 100 ml でカドミウムを共沈させて沈澱を個別に、温水または 1% 炭酸アンモニウム溶液でそれぞれ 3、5 および 10 回洗浄した。その結果、いずれの洗浄法でもカドミウムの回収率は 100% であった。そこで沈澱の洗浄は温水で 3 回とした。

沈澱の溶解法について種々検討した結果、2.3 の定量操作法で示したように、沈澱を保持したビーカー内壁に広げ、少量の塩酸 (1+100) で沈澱を洗い落と

し、塩酸 (1+1) で溶解する方法が迅速簡単で、液量が少なく済み、最良の方法であった。

### 3.4 カドミウムの共沈濃縮による検査線

カドミウムを濃度 100 PPb 以下の溶液 2 ml から 2.3 の操作法に従ってカドミウムを共沈させて、沈澱を個別に洗浄後塩酸に溶かして容量 100 ml のメスフラスコに入れ、標線までうすめてカドミウム濃度を測定した。その結果、原点を通る直線の検査線が得られた。この検査線は、共沈操作をせずに、同量のカドミウム、ストロンチウムおよび塩酸の混合溶液についての検査線と一致した。つまり共沈によるカドミウムの回収率は 100% であった。また 100 g までの塩化ナトリウムの共存はまったく影響を与えなかった。

### 3.5 カドミウムの共沈濃縮-抽出濃縮による検査線

カドミウム濃度 10 PPb 以下の溶液 2 ml から 2.3 の操作に従ってカドミウムを共沈させたのち沈澱を溶解させ DDTC-MIBK 法で抽出して原子吸光測定を行なった。得られた検査線は原点を通る直線で、検査線から計算した吸光率 1% あたりの感度は約 0.1 PPb である。また海水 2 ml 相当量の塩化ナトリウム (60 g) が共存した場合もまったく同じ検査線が得られた。

### 3.6 マグネシウムの影響

海水実試料を分析する場合、炭酸ストロンチウムの沈澱を塩酸に溶かしてアンモニア水で中和するとき、溶液の pH が約 8 以上になると白沈が生じカドミウムの回収率が低下する。この白沈は海水中のマグネシウムの炭酸塩か水酸化物、あるいは両者の混合物であろうと思われる。そこでカドミウム 5 PPb 含有の溶液 2 ml に海水相当量のマグネシウム (3 g) を塩化物として加え、2.3 の定量操作法に従って操作し、沈澱溶解後の溶液の pH の影響を調べたところ、図 5 のような結果が得られた。

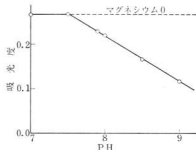


図5 マグネシウムの与えるカドミウム抽出時の pH の影響

カドミウム濃度: 5 ppb  
マグネシウム濃度: 1500ppm

図5からわかるように、アンモニア中和時のPHが約8以上ではカドミウムの回収率が急激に低下し、これは生成白沈にカドミウムが吸着されるためと考えられる。したがって中和はPH7前後にする必要があり、このため2.3の操作法に示したように緩衝溶液を使用した。なおPH9付近でも大量の塩化アンモニウムを添加するとカドミウムの回収率が向上するが、飽和に近い添加量でない効果はない。

### 3.7 模擬海水中のカドミウムの定量

塩化ナトリウム、塩化マグネシウム、硫酸マグネシウム、硫酸カルシウム、硫酸カリウム、炭酸カルシウム、臭化マグネシウムなどを混合し、これに各種量のカドミウムを添加して模擬海水をつくった。この中のカドミウムを2.3の定量操作法に従って標準添加法で定量した結果は表1のとおりである。

表1からわかるように、模擬海水中のカドミウム含有量が0.5~8.0 PPbの範囲内で、その回収率はほぼ100%であることがわかった。

表1 模擬海水中のカドミウムの定量

	Cd 添加量 (PPb)	Cd 測定値 (PPb)	回収率 (%)
1	0.5	0.5	100
2	2.0	1.9	95
3	4.0	4.0	100
4	8.0	7.8	98

### 3.8 海水実試料中のカドミウムの定量

瀬戸内海および日本海の数箇所の地点で海水を採取し2.3の定量操作法に従って標準添加法でカドミウムを定量した。その結果を表2に示す。表2から明らかのように本定量法で PPb オーダーのカドミウムの定量がじゅ

表2 海水実試料中のカドミウムの定量

	試料名	Cd 添加量 (PPb)	Cd 測定値 (PPb)
1	A	—	0.7
2	〃	—	0.7
3	B	—	0.8
4	〃	—	0.7
5	C	—	0.6
6	〃	—	0.6
7	D	—	0.8
8	〃	1.0	1.9
9	E	—	0.1
10	〃	1.0	1.2
11	F	—	0.1

うぶん可能であり、一定量のカドミウムを添加した海水試料でも正しい定量値が得られた。

なお、海水試料の分析の際、炭酸ストロンチウムの沈澱を塩酸に溶解するとき不溶解分が残ることがあるがこれはX線分析法で硫酸ストロンチウムであることが確認された。この沈澱中にはカドミウムは含まれていないことが実験でわかった。この沈澱は海水試料にストロンチウムを加えてただちに炭酸アンモニウムを添加して炭酸ストロンチウムを沈澱させれば、わずかしか生成しない。

## 4. 結 言

海水中の PPb オーダーの微量カドミウムを、炭酸ストロンチウムと共に共沈し、沈澱を溶解後 DDTC-MIB K 法で抽出し、有機相を吸着して原子吸光測定を行なうことにより、定量する方法を提案した。

本法の特徴は共沈と抽出の2段階濃縮操作を採用したことで、大量の海水試料中の微量カドミウムを効果的に短時間内に濃縮することができ、1%吸収で示される感度は0.1 PPb である。

終わりに、本研究において種々ご指導をいただいた広島大学理学部山本勇雄教授に深謝します。

(分析化学誌 1972年7月号に発表のものと同文)

## 文 献

- 1) 広島県山保安監部水質分析委員会：原子吸光法による水中の微量カドミウム、亜鉛、銅の分析法 (1970)
- 2) 山本勇雄, 熊丸尚宏, 林 康久, 菅家 淳：分析化学, **20**, (1971) 349
- 3) 山本勇雄, 熊丸尚宏, 林 康久, 大谷 謙：日化誌 **92**, (1971) 345
- 4) 滝山一善, 山田ニキエ, 沢田美穂子, 大塚嘉代子：分化誌, **19**, (1970) 801
- 5) 滝山一善, 大塚嘉代子：第33回分析化学討論会, (1971)
- 6) 梅崎芳美：産業公害, **5**, (1969) 415
- 7) 山根 登：分化誌, **19**, (1970) 877
- 8) R. M. Dagnoll, T. S. West, P. Young: *Talanta*, **13**, (1966) 803.
- 9) T. Takeuchi, M. Suzuki, M. Yanagisawa: *Anal. Chim. Acta*, **36**, (1966) 258.
- 10) 桑田一弘, 久富啓次, 長谷川利雄：日本化学会第23回講演要旨集, **II**, P. (1970) 709
- 11) S. Spengler, W. Slavin: *Atomic Absorption Newsletter*, **3**, (1964) 37.

- 12) P. Pulido, K. Fuwa, B. L. Vallee: *Anal. Biochem.*, **14**, (1966) 393.
- 13) J. B. Willis: *Anal. Chem.*, **34**, (1962) 614.
- 14) T. V. Ramakrishna, J. W. Robinson, P. W. West: *Anal. Chim. Acta*, **37**, (1967) 20.
- 15) N. S. Poluektov, R. A. Vitkin: *Zh. Analit. Khim.*, **17**, (1962) 935.
- 16) T. P. Taskaeva, E. E. Vainshtein: *ibid.*, **22**, (1967) 852.
- 17) 水野知己, 原田明彦, 工藤 豊, 長谷川信弘: *分化誌*, **19**, (1970) 251
- 18) B. V. Lvov, D. Khartsyzov: *Zh. Analit. Khim.*, **23**, (1968) 936.

昭和47年12月1日印刷

昭和47年12月10日発行

編集兼  
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) 643899

支場 〒720 福山市山手町砂畑  
TEL 福山局(0849) 2732

印刷所 中本総合印刷株式会社

広島市大州5丁目1番1号  
TEL 08 4 2 2 1 94