

呉工業試験場報告

No.26

October 1983

目 次

抄 錄

一報 文一

1. マイクロコンピュータによる自動検査システムの開発	永山博夫・打田澄雄・馬場祥宏・松垣和生	1
2. 游電遮断器内、被覆リード線と可動接点金具との自動結合への組立ロボット適応制御	片岡 豊・中塩武之・山崎隆志・松野 茂	5
3. マイクロコンピュータによる負荷変動に適応した機械制御システムの開発	村上 孝	
4. 実働疲労試験システムとアルミニウム合金溶接難手の疲労強度	南良良治・酒井陽司・池田哲宏・岡田秀雄	9
5. 有限要素法による轍車の応力解析	馬場祥宏	
6. 非円形轍車製作用プログラムの作成	鷹田政信・畠 藤宣・小池 明	13
7. 硫酸銅めっき外観及び均一電着性に及ぼすパルス電流の影響	兼広二郎・京極秀樹・平田敏明・鈴木 寛	17
8. Fe - 16.5 % Cr フェライト及び Fe - 25 % Cr - 20 % Ni オーステナイト焼結合金の特性	斯波信雄	
9. オーステナイト及び 2 相ステンレス鋼の引張変形挙動に及ぼす試験温度の影響	平田敏明・斯波信雄・加城正義	21
10. NiTi 合金の形状記憶効果に及ぼす熱処理の影響	梶岡 秀・清水達磨	24
11. 5083 アルミニウム合金 MIG 溶接部の応力腐食割れ	土取 功・鳥阪泰憲	29
12. コンパクトド・バーミキュラ黒鉛織鉄の耐熱性	土取 功・筒本隆博・新田 明・野地英治	34
13. コンパクトド・バーミキュラ黒鉛織鉄の炉前試験法	横山宏樹	
14. レジンコンクリートの工作機械ベッドへの応用	筒本隆博・土取 功・新田 明・梶岡 秀	38
15. 氟素織維等のハイブリッド FRP への応用(その 2)	野地英治・横山宏樹	
16. 弾性砥石によるアルミナ基板の研磨効果	野地英治・円城敏男・黒田敏雄	42
17. フレームレス原子吸光法による鉛地金及び硬鉛中の微量スズの定量	世良時夫・原 信彦・中村和清	46
18. 原子吸光法によるインジウムの定量における干渉現象	世良時夫・原 信彦・芳野光利・浜岡英男	50
	小林賛治・田谷征雄・鈴木 寛・斯波信雄	54
	平田敏明	
	好義秀邦・嗣本好計・関 守雄・高崎宗利	58
	藤本宗之	62
	大橋敏彦・渡部英雄	65
	渡部英雄・大橋敏彦・日向和夫	69

BULLETIN
of the
KURE INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE,
HIROSHIMA PREFECTURE

October 1983

Contents

Vol. 26

Scientific Papers

Automatic Parts Inspection System Using Digital Image Processing (1st report)	NAGAYAMA Hiroo, UCHIDA Sumio, BABA Yoshihiro and HIGAKI Kazuo	1
Automation and Labor Saving on Assembly of the Electric Parts by Small Robot	KATAOKA Yutaka, NAKASHIO Takeyuki, YAMASAKI Takashi, MATSUNO Shigeru and MURAKAMI Takashi	5
Development of a Machine Control System with a Microcomputer Adapted for a Fluctuating Load	NARA Ryoji, SAKAI Takashi, IKEDA Tetsuhiro, OKADA Yoshio and BABA Yoshihiro	9
Actual Fatigue Test Systems and Fatigue Strength of Aluminum Alloy Welded Joints	KAMADA Masanobu, HATA Noriyoshi and KOIKE Akira	13
Stress Analysis of Spur Gear by the Finite Element Method	KANEHIRO Jiro, KYOGOKU Hideki, HIRATA Toshiaki, SUZUKI Hiroshi and SHIBA Nobuo	17
Study of Non-circular Spur Gear Making	HIRATA Toshiaki, SHIBA Nobuo and KAJO Masayoshi	21
Influence of Pulse Current on Throwing Power and Appearance in Copper Sulfate Bath	KAJIOKA Hidetoshi and SHIMIZU Tatsuma	24
Studies on Some Properties of Sintering Ferritic Fe-16.5% Cr Powder and Austenitic Fe-25% Cr-20% Ni Powder	TSUCHITORI Isao and TORISAKA Yasunori	29
The Effect of Working Temperature on the Tensile Deformation Behavior of Austenitic and Two Phase Stainless Steels	TSUCHITORI Isao, TSUTSUMOTO Takahiro, NITTA Akira, NOJI Hideharu and YOKOYAMA Hiroki	34
The Effect of Heat Treatment on the Shape Memory Effect of Ni-Ti Alloy	TSUTSUMOTO Takahiro, TSUCHITORI Isao, NITTA Akira, NOJI Hideharu and YOKOYAMA Hiroki	38
Stress Corrosion Cracking of 5083 Aluminum Alloy MIG Welds	NOJI Hideharu, ENJO Toshio and KURODA Toshio	42
Heat Resistace of Compacted Vermicular Graphite Cast Iron	SERA Tokio, HARA Nobuhiko and NAKAMURA Kazukiyo	46
Foundry Test of Compacted Vermicular Graphite Cast Iron	SERA Tokio, HARA Nobuhiko, YOSHINO Mitsutoshi and HAMAOKA Hideo	50
The Application of Resin Concrete for Machine Beds	KOBAYASHI Kenji, TADANI Isao, SUZUKI Hiroshi, SHIBA Nobuo and HIRATA Toshiaki	54
Application of Carbon Fiber and Other New Fiber to Hybrid FRP (2nd report)	YOSHIMITSU Yoshikuni, NABEMOTO Yoshikazu, SEKI Morio and TAKASAKI Munetoshi	58
Abrasive Effect of Alumina Substrate by Elastic Wheels	FUJIMOTO Muneyuki	62
Determination of Tin in Pig Lead and Hard Lead by Flameless Atomic Absorption Spectrometry	OHASHI Toshihiko and WATANABE Hideo	65
Interference in the Determination of Indium by Atomic Absorption Spectrometry	WATANABE Hideo, OHASHI Toshihiko and HIIRO Kazuo	69

Published by

KURE INDUSTRIAL RESEARCH INSTITUTE, HIROSHIMA PREFECTURE
6-21 Nishichuo 3 chome Kure-shi
Hiroshima 737 Japan

マイクロコンピュータによる自動検査システムの開発

永山博夫, 打田澄雄, 馬場祥宏, 檀垣和生

マイコンを応用した画像処理技術による自動検査システムを開発した。入力用カメラとして 320×244 画素の固体像素子カラーカメラを用いた。ウェザーストリップを対象にしたシステムでは、各部寸法の自動測定、製品の良・不良の自動判定、断面形状の自動作図及び断面積・周囲長の自動計算が可能。プレス加工部品を対象としたシステムでは、部品の穴数、穴径、穴面積及

び部品の2次・3次モーメントの計算の機能を持つ。

P 1 ~ 4 表 0, 図 5, 写真 1, 文献 2

漏電遮断器内、被覆リード線と可動接点金具との自動結合への組立ロボット適応制御

片岡 豊, 中塩武之, 山崎隆志, 松野 茂, 村上 孝

電装部品には、数多くの制御配線と可動接点金具が使用され、これらの結合は高い信頼性が要求されている。また、これら2個の結合は制御配線の自動供給が難かしく、自動化を防たげていた。本装置は可変シーケンス制御機能により、各々の加工ステージにおいて、各種センサを利用し高精度位置決めの修正アクチュエータを設けており、ローコストを目標に基本設計を行

い、試作した。組立ロボットはロール状リード線の被覆取り、固め、引抜き、切断、成形、金具の供給及びスポット結合など、一連の工程から組立てられている。

P 5 ~ 8 表 0, 図 5, 写真 2, 文献 1

マイクロコンピュータによる負荷変動に適応した機械制御システムの開発

南良良治, 酒井隆司, 池田哲宏, 岡田芳雄, 馬場祥宏

直立ボール盤の高性能システム化を推進するため、電力トランジスターシグナル及び回転数検出センサを試作し、マイコンと結合させ、運転状態の監視、機械・工具系の異常検出可能な、ボール盤の負荷変動に適応したインバータによる回転制御システムを開発した。このシステムは、ボール盤の消費電力・回転数をマイコンに取り込み、基準電力と比較し、一定消費電力となるよ

うに制御電圧をインバータに出力し回転制御する。この開発により、任意の初期加工条件の設定及び機械運転中の稼働状況に応じた回転速度や送り速度の連続制御が可能となり、一般の工作機械にも充分適用できる。

P 9 ~ 12 表 1, 図 10, 写真 1, 文献 2

実働疲労試験システムとアルミニウム合金溶接維手の疲労強度

瀬田政信, 畠 德宣, 小池 明

アルミニウム合金製小型船舶の実働応力解析にレンジフロー・アルゴリズムを適用し、実働応力のひん度分布を求め、そのひん度分布にもとづいて構造部材の疲労試験を試みた。その結果変動する応力を試験機で再現する事が可能となり、使用状態にあった疲れ寿命の評価ができるようになった。またアルミニウム合金製小型船舶を対象とした溶接維手の実働疲労試験を行い、小

型船舶設計のデータを得ることができた。

P 13 ~ 16 表 2, 図 7, 写真 0, 文献 5

有限要素法による歯車の応力解析

兼広二郎, 京極秀樹, 平田敏明, 鈴木 寛, 斯波信雄

ミニコンピュータを使った有限要素法で、歯車の応力解析を行った。要素は三角形一次要素で、平面応力場で行った。要素の分割数を多くとることができないため、歯にかかる荷重側の要素を大きくとり、歯元応力部の応力が集中する側の要素を小さくして少ない節点数で行った。有限要素法による歯車の応力値は、実験値と一致する会田・寺内の式の計算値に近かった。

また、フォーファの30接線と歯元すみ内部が接する歯輪断面の近くの歯面上で引張側、圧縮側とも最大値をとり、十分に使用できることがわかった。

P 17 ~ 20 表0, 図10, 写真0, 文献6

非円形歯車製作用プログラムの作成

平田敏明, 斯波信雄, 加城正義

不等速な運動伝達機構としては、カム・リング・ゼネバ機構などが一般的である。非円形歯車も、不等速な運動伝達機構をもっているが、他の方法に比べ機構そのものは簡単であるにもかかわらず設計製作がやっかいである。しかしミニコンピュータ、NC工作機械の発達によって次第に、この問題も解決されつつある。非円形歯車の中でも回転速度が周期的に変わる楕円形

の非円形歯車の設計は、比較的容易におこなえる。本報では楕円形の非円形歯車製作用のプログラムの作成をおこない、ブランク加工、歯切加工時の工具の中心座標を、プリントアウトするようにした。

P 21 ~ 24 表0, 図5, 写真0, 文献2

硫酸銅めっき外観及び電着性に及ぼすパルス電流の影響

梶岡 秀, 清水達磨

スルホールめっきに用いられている低濃度硫酸銅めっき浴を対象とし、ハルセルを用いてパルス電流が外観及びめっき厚分布に及ぼす影響を調べ均一電着性向上を検討した。高濃度浴でハルセル板のめっき厚分布と均一電着性の関係を確かめた。パルス電流は直流に比べ高電流密度部に粉状めっきを析出しやすく、かくはん浴では均一電着性も低下した。しかしPC1/1,

$I_m = 0.5 A$, $I_p = 1 A$, TON 100ms の限られた条件下では粉状めっきを析出せず、均一電着性は向上する。又めっき厚分布に及ぼす総電流および空気かくはんの影響が大きいこともわかった。

P 24 ~ 28 表1, 図7, 写真0, 文献6

Fe-16.5%Crフェライト及びFe-25%Cr-20%Niオーステナイト焼結合金の特性

土取 功, 鳥阪泰憲

焼結合金の減衰能に与える影響を調べるために、SUS 430及びSUS 310焼結体を取り上げ、これらに40%, 60%, 80%の圧延並びに種々の温度で1時間の焼なまし処理を施した際における室温での減衰能、硬さ及び引張試験による機能的性質を測定した。その結果、SUS 310焼結体の80%圧延-820°C 焼なまし材のみは内部摩擦が $Q^{-1} = 1.0 \times 10^{-2}$ と非常に大きく、

又引張り強さは $69 kgf/cm^2$ と高強力鋼なみで、全伸びは焼結体にもかかわらず、18.7%にも達した。

P 29 ~ 33 表2, 図8, 写真5, 文献8

オーステナイト及び2相ステンレス鋼の引張変形挙動に及ぼす試験温度の影響

土取 功, 筒本隆博, 新田 明, 野地英治, 横山宏樹

オーステナイトステンレス鋼を加工誘起変態により強化するだけではなく、温度制御を加えて伸びの向上を図ることを試み、これを2相ステンレス鋼に適用することを検討した。その結果、温度2段引張試験により、SUS 304では106.3%, SUS 329 JIでは61.2%の全伸びが得られ、室温試験に比べてそれぞれ20~30%, 15~20%の伸びの向上が認められた。ま

たSUS 304は室温で約5%のひずみを与える、これを400°Cに加熱し再び室温で5%のひずみを与えるという方法を繰り返すことによって、101.3%の全伸びが得られた。

P 34 ~ 37 表1, 図8, 写真4, 文献4

NiTi合金の形状記憶効果に及ぼす熱処理の影響

筒本隆博, 土取 功

NiTi合金は、形状記憶効果を示す合金としてよく知られている。この合金をうまく使うためにはその熱処理をうまく行わねばならない。普通、冷間加工をうけた素材を熱処理するには焼純を行い軟化させた後に形状記憶熱処理を行っているようであるが、実際に700~800°Cで焼純を行うと形状記憶効果を害するようなので、今回は200~600°Cの温度に1回加熱保

持したものについて、ねじり変形による形状回復効果を調べた結果、昇温中に形状回復の起こる温度(A_s, A_f点)は、熱処理温度の上昇に伴い上昇し熱処理温度が550°Cをこえると形状回復率が極端に低下することが分った。

P 38 ~ 41 表0, 図8, 写真1, 文献

5083アルミニウム合金MIG溶接部の応力腐食割れ

野地英治, 國城敏男, 黒田敏雄

A_l-Mg耐食アルミニウム合金の、通常ミグ溶接部の優先腐食挙動を金属組織学的に検討し、腐食挙動と β 相(Mg_2Al_3)との関係を調べた。溶接入熱と低温時効の影響について検討した結果、応力腐食は、溶接ボンド部で最も著しく、ついで熱影響部、母材部の順で、溶接金属部が最も腐食されにくい。また溶接入熱の増加に伴い、応力腐食速度は増加し、溶接後低温時

効を行うと、腐食速度及び腐食幅ともさらに増加する。応力腐食環境下における局部優先腐食の主原因の一つに、 β 相の粒界への優先的析出があげられる。

P 42 ~ 45 表2, 図6, 写真3, 文献6

コンパクテド・バーミキュラ黒鉛鉄の耐熱性

世良時夫, 原 信彦, 中村和清

コンパクテド・バーミキュラ黒鉛鉄(以下PCVといふ)の耐熱性を調べるために熱衝撃試験装置の試作、クラックの判定法について検討し、FC及びFCD材と比較した。試験片は熱処理してフェライト基底とし150°Cと700°Cを高周波加熱でくり返した。クラックの大きさは耐圧試験装置を使用して比較した。その結果FCD, PCV, FCの順に圧力もれは大きくなつた。

又試験片直徑の膨張率も圧力もれと同様の傾向を示した。この結果、耐熱性はFCとFCDの中間であることわかった。

P 46 ~ 49 表2, 図7, 写真2, 文献10

コンパクテド・バーミキュラー黒鉛鉄の炉前試験法

世良時夫, 原信彦, 芳野光利, 浜岡英男

コンパクテド・バーミキュラー黒鉛鉄(以下FCVという)の炉前試験をCa-Re系合金とTi-Mg系合金の2種類の処理剤について強制板チル試験と熱分析試験で検討した。強制板チル試験のチル深さだけでは判定しにくく、破面の状況を参考にする必要がある。FCVの破面は白・暗灰色のマダラ模様となる。熱分析試験は共晶最高温度によって判定でき、本実験では

2040°F以上がFCVと判定された。しかしCa-Re系合金処理では共晶最高温度と共晶過冷最低温度の差が10°F以上である場合確実であることがわかった。

P 50 ~ 53 表0, 図6, 写真2, 文献8

レジンコンクリートの工作機械ベットへの応用

小林賢治, 田谷征雄, 鈴木寛, 斯波信雄, 平田敏明

強力重切削及び高速切削を指向する工作機械、精密機械の主要構造に、各種コンクリートを利用する試みが報告されている。実用のコンクリート工作機械としては、エポキシ系レジンを使用したスチューダー社が有名であり、各社エポキシ系レジンコンクリートの応用研究が報告されている。本報では、ポリエスチル系レジンコンクリートについて、骨材、補助材を選択し、

配合方法を検討した結果、強度及び価格の点で、エポキシ系レジンコンクリートを上回り、新たな複合素材、構造材料としての知見を得た。

P 54 ~ 57 表6, 図2, 写真0, 文献6

炭素繊維・ケブラー繊維等を用いたFRPの構造部分へのアプローチ

好瀬芳邦, 鍋本好計, 関守雄, 高崎宗利

炭素繊維布及びケブラー繊維布を用いたハイブリッドFRP(樹脂: 不飽和ポリエスチル樹脂)により、代表的構造部分である、アル品(R品)及びコナ-品(C品)をハンドレイアップ成形法を用いて成形した。これらの試料についてひずみゲージ法によりハイブリッド効果を検討した。その結果、1) ハイブリッド化により幅広い特性が得られる。2) C品とR品

では効果が異なる。剛性の高い構造に有効である。3) 基材構成と配置がキーポイントである。4) 繊維基材ごとに独立的に動くため、異種基材との層間に応力が集中する。等が明らかとなった。

P 58 ~ 61 表4, 図1, 写真2, 文献8

弾性砥石によるアルミナ基板の研磨効果

藤本宗之

ポリエスチル樹脂を結合剤とするGC砥石を試作し、前年度に試作したPVA・フェノール樹脂結合砥石と共に吸水による弾性率の変化を求めた。次いで試作した砥石を平面研削盤に取付け、厚膜用アルミナ基板、透光性アルミナ・ステンレスの研磨実験をした。結果は、吸水による弾性率低下が、ポリエスチル砥石で約25%, PVA・フェノール砥石では約65%であった。

アルミナ基板の研磨効果は双方の砥石で $R_{max} 1\mu m$ 、ステンレスでは $< 0.1\mu m$ であった。平面度、角ダレについては問題が残った。

P 62 ~ 64 表1, 図4, 写真1, 文献3

フレームレス原子吸光法による鉛地金及び硬船中の微量スズの定量

大橋俊彦、渡部英雄

鉛地金及び硬船中に不純物として存在するスズを管
理するため、フレームレス原子吸光法による分析法を
検討し、以下のような結果を得た。

試料溶液の酸性は硝酸酸性(アンチモンが多量に存
在する場合は酒石酸を少量添加する。)が最適である。
また、L-アスコルビン酸を添加することにより増感
効果が現われ、共存塩類の妨害も除去できる。本研究

によって確立した分析法は、実試料についてJIS法
による分析値とよく一致した結果を与え、再現性も良
好であり、十分利用できることがわかった。

P 65 ~ 68 表3, 図5, 写真0, 文献7

原子吸光法によるインジウムの定量における干渉現象

渡部英雄、大橋俊彦、日色和夫

インジウムの定量を行う場合の、酸及びアルカリ塩
類の干渉現象について検討した。酸は空気-アセチレン
・フレームの場合、塩酸及び硫酸は負の干渉を示す
が、硝酸は干渉を示さない。亜酸化窒素-アセチレン
・フレームでは、これらの酸の干渉が認められない。
またアルカリ塩類については、多燃料フレームでは干
渉を示さないが、少燃料フレームでは正の干渉を示す。

この干渉は亜酸化窒素-アセチレン・フレームでも認められ、高溫フレームのほうが著しい。

P 69 ~ 71 表0, 図4, 写真0, 文献7

マイクロコンピュータによる自動検査システムの開発（第1報）

永山博夫, 打田澄雄, 馬場洋宏, 檀畠和生

Automatic Parts Inspection System Using Digital Image Processing (1st report)

NAGAYAMA Hiroo, UCHIDA Sumio, BABA Yoshihiro and HIGAKI Kazuo

In this paper we present automatic parts inspection system using digital image analysis and its application. Solid-state camera (320×244 pixels) is used for an input device. As application, inspection of weatherstrips and punched parts are described.

This system processes following shape features:

- (1) Area and perimeter length of parts.
- (2) Count and area of holes.
- (3) 2nd and 3rd moments of area.
- (4) Extraction of perimeter.

1. 緒 言

IC, LSI の発展に伴うメカトロニクスの進展により、製造・組立工程へのロギットの導入、ラインの FMS 化が進み、製造現場での省力・自動化が図られる一方、検査工程は従来通り人手に頼ることが多く、省力・自動化のネックとなっている。

本研究では、マイクロコンピュータ（以下マイコンという。）を用いた画像処理技術を応用して、検査工程の自動化を試みた。画像処理技術は、パターン認識（手書き文字、郵便番号認識等）、ランドサットによる資源探査、CT スキャナ等、社会の多方面にわたって応用されており、今後さらに、その応用分野は拡大するものと考えられる。

57 年度の研究では、検査対象として、自動車用窓シールに用いられるウェザーストリップ及び弱電関係のプレス加工部品の二つを選び、その自動検査システムを開発した。

2. ウェザーストリップの自動検査

ウェザーストリップは、自動車のドアあるいは窓等に使用されるシール材で、複雑な断面形状を有している。このため、寸法検査は、サンプリングした試料を人の手で投影機により拡大・トレースして行っており、労力と時間を要し、又個人誤差を伴うものとなっている。

供試ウェザーストリップの切断面を写真 1 に示す。

ウェザーストリップの材質は、発泡ゴムであり、外力により変形しやすいものとなっている。

図 1 にウェザーストリップ自動検査システムのプロック図を示す。画像入力部のカメラは、320×244 画素の固体素子から構成されており、小型軽量で、長寿命、ひずみが少ない等の特徴を持っている。カメラからの画像データは、カメラコントローラを介し、2 値

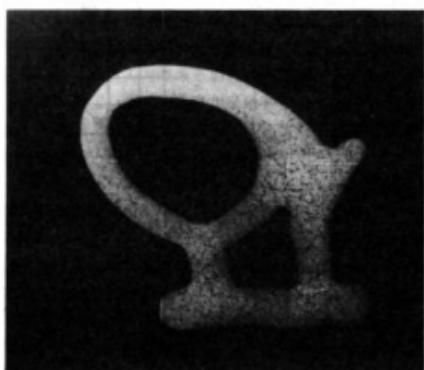


写真 1 ウェザーストリップ切断面 (×2.5)

化されマイコンに取り込まれ、後の検査処理に用いられる。マイコンに送られたカメラからの画像は、同時にモニタに表示され、入力画像の監視が可能である。

プロッタWX4636RはA3判までの图形を描くことが可能である。

図2に自動検査システムフローチャート及び輪郭線抽出方法を示す。外部機器初期設定では、XYプロッタ、カメラコントローラの初期設定を行う。カメラから取り込まれた画像データ(320×244画素)は輪郭線抽出によりデータ圧縮を行い、周長、面積の計算

をする。次に、試料の回転補正により位置決めを行い、座標の原点の設定を行った後、各部の特徴点を検出し、各点の計測を行う。

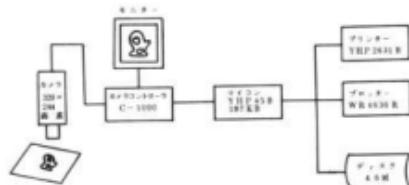


図1 ウエザーストリップ自動検査システムの構成
ブロック図

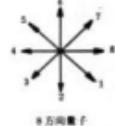
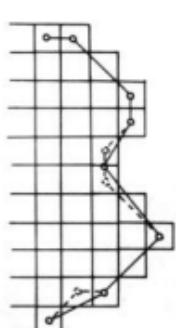


図2 ウエザーストリップ自動検査システムフローチャート及び輪郭線抽出方法



例1 ウエザーストリップ検査結果例

検査結果は、45 B 内蔵感熱プリンタ、外部プリンタ及びプロッタに出力される。例 1 は、輪郭線及び各測定点の計測値を内蔵感熱プリンタに出力したものである。

図 2 の輪郭線抽出アルゴリズムでは、境界の線分を 8 方向量子で量子化し、外側に凸の画素はすべて取り出し、凹の画素については孤立点の場合は無視し、2 点以上連続して凹の場合その中間点を取り出す。このように抽出した点により輪郭線を構成する。図 2 の例

では、実線の部分が抽出した輪郭線となる。

本システムのプログラムは、主にベーシック言語で組んでおり、一部カメラ入力部は機械語で作成した。プログラムステップ数は約 2 千行で、試料の良否判定、寸法計測、断面積、周長の計算に要する時間は約 1 分であるが、プログラムのベーシック語の部分を機械語に変換することで、数分の 1 に短縮することができる。

3. プレス加工部品の自動検査

自動車・弱電関係部品は、プレス加工により成型され、複雑形状を有しているものが多い。これらの部品は、最近は全品検査を求める場合もあり、これに要する労力は多大なものとなっている。

図 3 にプレス加工部品自動検査システムの構成を示す。このシステムでは、プレス加工部分の良否の自動判定及び不良品の自動排出が可能である。部品はコンベア上を流れ、カメラの下に来ると、部品画像がカメラから取り込まれる。カメラ入力部は、前述のウェザーストリップの場合と同様であるが、マイコンは PC 8001 を使用している。排出制御装置は、マイコンからの良否信号及び部品の通過を検出する近接センサからの信号により、アクチュエータへの制御信号を出力する。アクチュエータは、エアにより駆動されている。

プレス加工部品自動検査システムメインフローチャートを図 4 に示す。機能説明では、CRT 画面上にシステム構成図を表示する。変数初期設定では、画像データの雜音除去レベル、画像サンプリングアドレス、基準穴数及び統計処理用のヒストグラム区間の幅の設定を行う。次に以下のフローでは、キーボードからのキー入力がなければ、部品の計測を行い、排出制御装置への良否信号出力及び計測結果の CRT への表示を行う。又、キー入力がある場合、作業選択へ飛び、プログラム終了、入力画像表示又は変数設定値変更の内の 1 つを選ぶ。入力画像表示又は変数設定値変更を選択した場合、再び部品の計測処理へ戻る。

計測サブルーチン及びデータ解析方法を図 5 に示す。変数初期設定の後部品がカメラ下に来ると、画像取り込み待ちをし、カメラ下に部品が来ると、1 ラインづつ画像データを取り込む。雜音消去では、メインループで設定した雜音レベル以下のデータはゴミとみなされ、取り除く。データ圧縮では 1 ラインデータを "1" 及び "0" の領域に分割し、その先頭及び終端番地を求める、これらの番地で各領域を代表させる。次のデータ解析では、上記の様にデータ圧縮された前 1 ライン

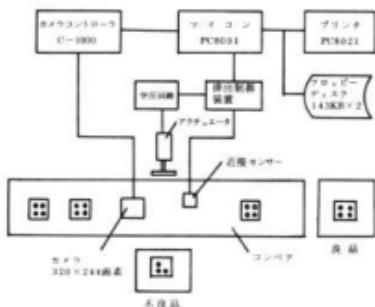


図 3 プレス加工部品自動検査システムの構成

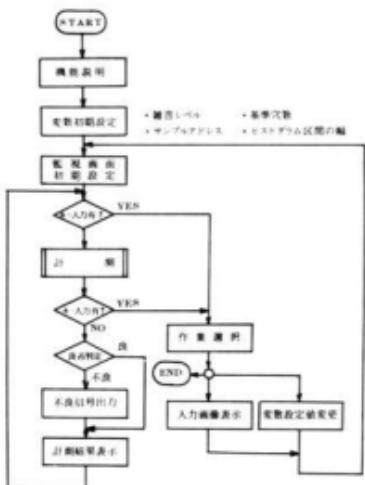


図 4 プレス加工部品自動検査システム メインフローチャート

データと現ラインデータの各領域の連結を調べ、現ラインデータの領域の番号付けを行う。データ圧縮、解析の過程を図5の右側に示す。このようにして、部品全体について解析を行った後、後処理で領域の計算、良否判定及び穴径の統計処理を行う。

本システムの処理速度は140ms／ラインであり、リアルタイム処理を行っているため、部品がカメラを通過した時点ですべての処理が終了している。コンベアの移動速度は、部品穴径が5mmの場合、35mm/secとなっている。今後、システムの小型化、専用化を図り、処理速度を短縮すべく引続いて研究を行う。

4. 結 言

画像処理技術によるマイコン応用自動検査システムの開発により、以下のことが可能となった。

(1) ウェザーストリップ自動検査システム

- ア. 各寸法の自動測定及び良否の自動判定
- イ. 断面積、周長の自動算出
- ウ. 断面形状の自動作画
- エ. 検査自動化による個人誤差の除去

(2) プレス加工部品自動検査システム

- ア. 部品の穴径、穴数及び穴面積の計算
- イ. 部品の2次・3次モーメントの計算
- ウ. 不良部品の統計処理

本システムは、ソフトウェアを変更するだけで、多方面に適用が可能であり、今後その応用分野の開発を進めていく考えである。

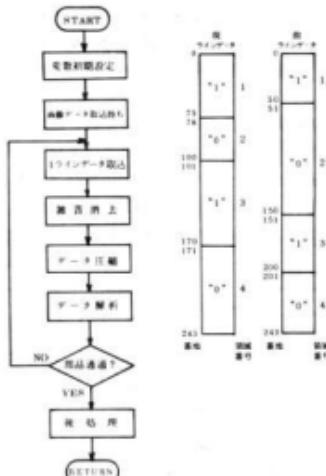


図5 計測サブルーチン及びデータ解析方法

終りに、ウェザーストリップ試料の提供をいたいたい西川ゴム工業㈱に感謝の意を表します。

5. 文 献

- 1) 安田院猛：コンピュータ画像処理 広報出版
- 2) ローゼンフェルト：ディジタル画像処理 近代科学社

小型ロボットによる電装部品組立の自動化・省力化

漏電遮断器内、被覆リード線と可動接点金具との自動結合への組立ロボット適応制御

片岡 豊、中塙武之、山崎隆志、松野 茂、* 村上 孝*

Automation and Labor Saving on Assembly of the Electric Parts by Small Robot

KATAOKA Yutaka, NAKASHIO Takeyuki, YAMASAKI Takashi, MATSUNO Shigeru
and MURAKAMI Takashi

In the industry robots, it is necessary for assembly robot to take a special design in accordance with lack assembly. This paper describes experimental studies on the assembly robot to has done auto-combine a covered electric wire and movable fixture metal.

The results obtained from this study are as follows.

It is required to use of the assembly robot in the manufacture lines that designer has learned research of the assembly method, effective use of the fundamental actuation and use of manufacture parts of high precision for the robot. It is one of the method that the design and manufacture of the industry robot is practiced on simplicity itself by using the sense function and action function.

1. 緒 言

国内における産業用ロボットは、メカトロニクスの波に乗って、開花期に入りつつある。

自動車関連企業、電気・電子関連企業及び工作機械関連企業の大企業は、ファクトリオートメーション・工場無人化指向を目標に生産工場が変化しており、その中心的役割を産業用ロボットに期待しているのが、現在の産業活動の姿である。

このような状況における中小企業の事情は、ロボット生産に適合する加工品が少ない。また、ロボットを充分に活用するだけの技術が不足している。

産業用ロボットの中で、溶接・塗装ロボットのように、単に加工の軌跡を制御するのみで、ハンドリングや相手部品と接触することのない作業、あるいはマテリアルハンドリングのように位置決め精度の粗いハンドリングでよいものは、産業用ロボットとして数量的にも多く使用されている。

組立ロボットは、最終部品の総合組立をする見地から、それぞれの作業分析をすると、組立ロボットは多機能で、細部に高精度の位置決めをする性能を必要としている。

また、各々の製品に特徴をもつ中小企業の組立工程へ、単に産業用ロボットを導入しただけでの成功例は少ない。この原因の一つには、中小企業の生産工程の中に、多くの固有技術上の問題が存在しているためである。

以上のように、組立ロボットを効率よく、実用機として導入するには、それぞれの組立に適したロボットの設計・製作に関するソフト技術が、利用者側にも要求されているように思われる。

このような状況を踏まえ、被覆リード線と可動接点金具との自動結合を行う組立ロボットの設計・実用化研究を実施したので、その要旨を報告する。

2. 組立ロボットの設計手法

2.1 基 本 構 成

被覆リード線と可動接点金具の形状・寸法を図1に示す。また、自動結合したときの組立製品を図2に示す。被覆リード線は500 m, 1000 m 単位ごとに、回転ローラ外周に巻かれた巻線であり、組立ロボットで加工中、図1-(1)のような寸法に加工して、図1-(2)に示す可動接点金具の取付位置に、スポット溶接で自動結合し、図2のような組立製品にして搬出する。

この1個の組立製品が6秒±0.2秒という生産能力

* テンバール工業株式会社

を維持することを基本にして、組立ロボットの組立工程を設計した。

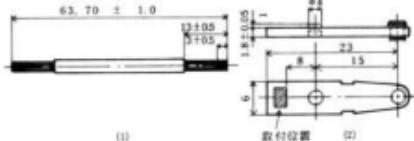


図1 被覆リード線と可動接点金具の形状・寸法

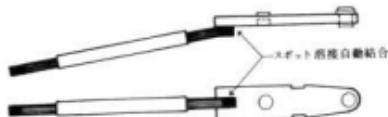


図2 組立ロボットによる組立製品

次に組立ロボットのフローチャートを図3に、組立ロボットの平面概要図を図4に示す。

図3、図4は、製品が1個/6秒で組立てられるように、間欠回転テーブルが270°回転したときに、1個組み立てられて完了するようにしている。

組立ロボットは、間欠回転テーブルが90°間欠的に回転する毎に、つぎつぎと加工された被覆リード線と可動接点金具が、この間欠回転テーブル内へ供給され、組み立てられる。

そして、最もサイクルタイムのかかるスポット溶接の結合部分で、全体が可変シーケンス制御をして、組立ロボットの生産能力が決められる。

2.2 組立ロボットの性能に及ぼす加工工程の設計

2.2.1 各工程に使用したエアシリンダの出力・作動性能

組立ロボットに使用する機構は、機械的、空気、油圧、電気アクチュエータ等種々あり、これらの特徴を充分に考慮しエア方式を採用した。

空気は、軽重量、低コスト、動力源の小型化、使用が簡便、高速作動が可能な反面、圧力の変動が大きい。

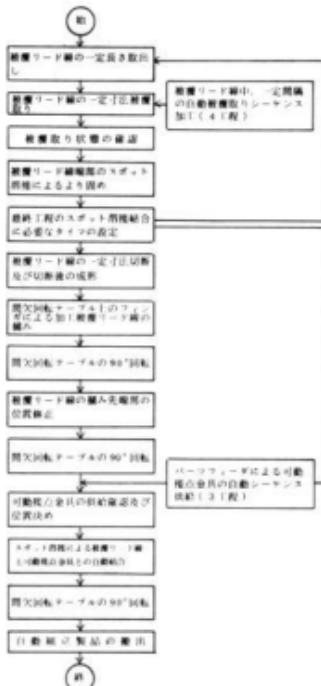


図3 組立ロボットの加工・組立手順フローチャート

位置決めの精度が不安定、シーケンスの複雑なクローズドループが組み難い、低出力、瞬時動作の応答性が悪いなど、長短がある。

(1) 定格出力の5~10倍のエアシリンダを使用した工程は、加工リード線の一定寸法取り出し工程、リード線の切削及び切断後の成形工程、間欠回転テーブル上のフィンガによる加工リード線のつかみ工程は、出力と加工後の位置保持が特に必要なアクチュエータであることから、供給圧力を高くして、大径エアシリンダを使用した。

(2) 高速作動が必要とされる工程は、リード線の被覆取り工程のうちエアシリンダが高速作動する4工程と、バーフィードによる可動接点金具自動供給工程中のエアシリンダのストロークエンドで確実に停止し、高速作動する3工程であるから、これらは、一定圧力で供給圧力を高くして小径シリンダを使用した。

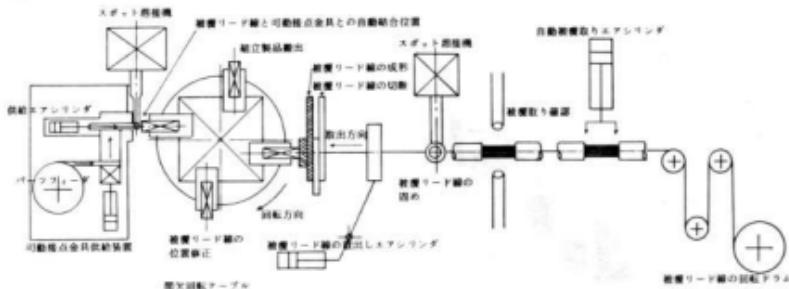


図4 組立ロボットの平面概要図

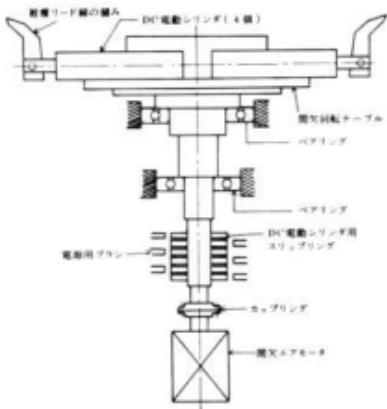


図5 間欠回転テーブルの各アクチュエータ

2.2.2 間欠回転テーブルの性能 間欠回転テーブルは、図5に示すように、各アクチュエータ、回転軸及び接点スリッピング、カッピング等から構成され、テーブルの直徑は400mm、全重量は50kgfである。

このため、駆動エアモータの GD^2_A （慣性）以上に、負荷側の GD^2_L が大きいと、回転不能になるばかりか、設計時に要求した作動時間内に、定格速度にならないため、作動がくり返し、間欠的に確実な作動が不可能となる。従って、作動条件を充分満足するように形状寸法を次のように検討した。

負荷側の GD^2_L と始動時間 ta は、次式により検討した。

$$GD^2_L = \frac{1}{8g} \cdot \sum_{i=1}^n w_i \cdot d_i^2 + \frac{1}{3g} \cdot \sum_{k=1}^m w_k \cdot l_k^2$$

$$(kgf \cdot cm \cdot sec^2)$$

$$g : 980 \text{ cm/sec}^2$$

$$w_i : それぞれの円柱断面部分重量 (kgf)$$

$$d_i : それぞれの円柱直径 (cm)$$

$$W_k : テーブル上面で回転軸上に重心のないそれ$$

$$そのアクチュエータの重量 (kgf)$$

$$l_k : W_k と回転軸心との距離 (cm)$$

注) GD^2_A は使用するエアクチュエータの能力により既知である。

$$ta = \frac{GD^2_L}{T} \cdot \frac{2\pi}{60} \cdot N (\text{sec})$$

$$T : 負荷トルク (kgf \cdot cm)$$

$$N : 毎分の回転数 (rpm)$$

3. 実験結果と考察

試作したロボットの外観を写真1に示す。被覆リード線は写真1の右端の回転ドラムに巻かれており、リード線の被覆取り、被覆取りの確認、スポット溶接による固めのあと、所要の寸法だけリード線を取り出した後、切断・形成に入る。

次いで、間欠回転テーブル上のフィンガーでつかみ、回転テーブルが $90^\circ \times 2$ 回の 180° 回転すると、左端から自動供給された可動接点金具の下側に入り、相互に上下の電極間で圧接される。

以上のように、本組立ロボットは、被覆リード線の加工、被覆リード線と可動接点金具との自動組立、加工及び供給装置が複雑に組み合わされている。

さらに、スポット溶接機2台と全体のシーケンス作動が、容易に可変できるプログラム機能及び各々のア

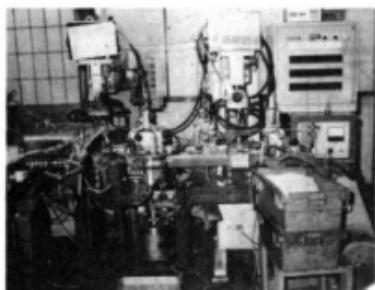


写真1 試作した組立ロボットの外観

クチュエータが単体で制御できる機能を持っている。従って、多機能可変シーケンス制御組立用ロボットの構成となっている。

間欠テーブル附近の外観を写真2に示す。

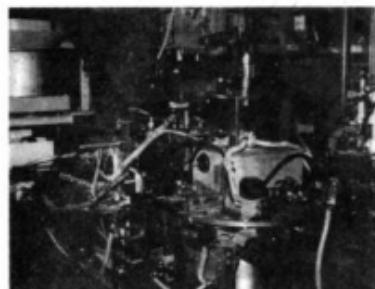


写真2 間欠テーブル附近の外観

間欠回転テーブルの中心からは、ロータリバルブを介して、エア圧力がフィンガのより線つかみ用エアシリンドラに供給されている。

実験実験は、設計時に要求されたタイムサイクルと、作動状態及び位置決め精度について調査したが、初期の目的どおり、すべて正常な作動をしていることがわかった。

組み立てられた製品の性能を調査すると、被覆リード線と可動接点金具との結合強度は、スポット溶接の状態から、 180° 折り曲げて使用するため、結合部

引張り強さが、 70 kgf 以上ないと、製品の信頼性が保証できない、という製品基準がある。

実験実験の初期は、可動接点金具への結合位置、溶接強度とも、やや不良を含めて $10 \sim 15\%$ 程度あったが、調整をくり返し改善を加えた結果、不良率が 0.5% 以下に減少した。

改善を加えたところは次のとおりである。

- (1) すべてもエアシリンドラは、位置決め精度向上のため、シリンドラエンドに突き当たて停止させ、エアシリンドラの取り付けは、充分すぎるほど強度にした。
- (2) 供給圧力の変動は、高精度のアクチュエータで、 $6 \text{ kgf}/\text{cm}^2 \pm 0.3 \text{ kgf}/\text{cm}^2$ 、普通のアクチュエータでは、 $6 \text{ kgf}/\text{cm}^2 \pm 1.0 \text{ kgf}/\text{cm}^2$ になるようにした。
- (3) スポット溶接の電極形状は、電極先端部に溶接熱が集中しないように、急激な形状変化を避け、冷却水が充分に先端部分へ届くようにした。

4. 結 言

組立ロボットの設計、製作を行い、各種改善を加えて実験実験をくり返し、実用化に至るまで調整した結果、次のような成果を得ることができた。

- (1) 組立てロボットが、実際の生産ラインへ実用化できたのは、対象となる加工部品の組立手順を、徹底して検討したこと、基本的なアクチュエータのみで、既存技術を組合せて設計したこと及び精度の高い加工部品を利用して試作したことにある。
- (2) (1)に基づいて組立てロボットを完成したので、組立てロボットの不具合の調整、被覆リード線と可動接点金具との結合及び製品の不良対策が、簡単にこれ解決することができた。
- (3) 最終目標とされる産業用知能ロボットは、感覚機能、思考機能、動作機能で構成されるが、ロボット設計の初期は、感覚機能（センシング）、動作機能（メカニズム）の利用・応用に重点を置き、マイクロコンピュータのソフトウェア技術を必要とする思考機能は、漸次利用する方が、実際の生産ラインへの実用化には近道であることがわかった。

5. 文 献

- 1) 今瀬應司：機械設計 24巻、P64(1980)

電子実装技術に関する研究(第2報)

マイクロコンピュータによる負荷変動に適応した機械制御システムの開発

南良良治, 酒井隆司, 池田哲宏, 岡田芳雄, 馬場洋宏

Development of a Machine Control System with a Microcomputer Adapted for a Fluctuating Load

NARA Ryoji, SAKAI Takashi, IKEDA Tetsuhiro, OKADA Yoshiro and Baba Yoshihiro

To promote a high performance of an upright drilling machine, we have developed a machine control system with a microcomputer adapted for a fluctuating load. This system is made up of a microcomputer, an electric power-transducer, a revolution primary element, an inverter and an upright drilling machine. The revolution of the machine is controlled to keep the constant power consumption by the microcomputer. We have been able to set an initial working condition easily and to control the revolution and feed speed continuously. This system can be applied to general machine tools.

1. 緒 言

マイクロコンピュータ(以下マイコンといふ)の利用技術として、生産工程の自動化・計測の自動化などに対する制御系への導入は、次第に高まりつつあるが、導入に当ってはセンサ・ソフトウェアの開発が大きな課題となっている。

本研究では、一般の産業機械や工作機械などを対象とした運転制御システムの開発を目的として、汎用機械の高機能システム化推進のため、電力トランスデューサ及び回転数検出センサを試作し、マイコンと結合させ、運転状態の監視、機械・工具系の異常検出可能な、ボール盤の負荷変動に適応したインバータによる回転制御システムを開発したので、その結果を報告する。

2. システム概要

本システムは、ボール盤の回転数、消費電力をマイコンに取り込み、基準の消費電力と比較し一定消費電力となるようにインバータに出力し、回転制御しようとするもので、システム全体を写真1に、ブロック図を図1に示す。システム構成は制御部に機械語使用の

TK-85とBASIC言語使用のPC8001, PC8011拡張ポートを使用する2方式とした。

制御方法は、ボール盤本体の消費電力を電力トランジスタにより電圧に変換し、アナログマルチプレクサのチャンネル0より、また回転数は、電磁式回転検出器より目視確認できるようにデジタル回転計に表示すると共にF-V変換器により電圧に変換し、チャ

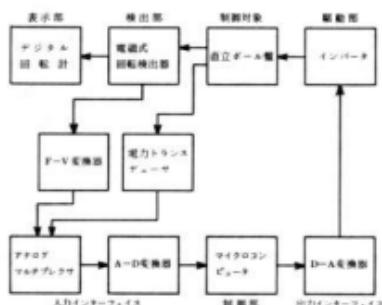


図1 システムブロック図

ンネル 1 より入力し、A-D 変換後マイコンで処理する。その後マイコンからの出力信号は D-A 変換され、インバータに回転制御用電圧を供給し、ボール盤主軸駆動用モータの回転速度を可変することによって消費電力を一定に保っている。



写真1 システムの概観

3. センサの試作

工作機械の運転状況把握のため、表1に示す切削条件における負荷変動測定及びドリル適正回転数設定用に試作した電力トランスデューサ、回転数検出器のブロック図を図2～図4に示す。

消費電力は、電圧と電流の瞬時値の積を求め、1周期の平均で求める。このため電圧、電流を検出するPT及びCT、両者の積を求める掛算回路、平均値を求めるための積分回路より構成される。一般に、3相電力の測定は電力計を2個用い、その和で求めるが、3相誘導電動機は平衡負荷であるので、B相のみの電力を求め、全消費電力はその値を3倍する一電力計法を用いている。出力は、消費電力0～2(kW)に対し、DC 0～10(V)である。

一方、回転数の検出はボール盤のスピンドル軸に歯数60枚の検出歯車を取り付け、歯車に対向させた電磁式検出器(小野機器製MP-910型)により、交流周波数電圧を検出し、それを図3に示す単安定マルチ形F-Vコンバータに入力して周波数に比例した直流電圧を取り出す。出力は、回転数0～2000 r.p.mに

対し、DC 0～10 Vである。図4は、デジタル表示回転計のブロック図である。

インバータ(日立製作所製HFC-VW22LC)は入力DC 0～10(V)に対し、出力周波数6～60(Hz)である。

表1 切削加工条件

工作機械	被削材	切削条件	切削油材
直立ボール盤	SS41	ドリル	エシロン
吉田鉄工所製YUD-600	S43C	標準ねじれワイドドリル φ5, φ7, φ10	化学製不水溶性
至電動機2.2kW	SKD61 SUS 304	φ20	UH-75
		回転数 (r.p.m.) 送り速度 (mm/rev)	
		75～1800 0.05～0.30	



図2 電力トランスデューサブロック図



図3 F-Vコンバータブロック図



図4 デジタル回転計ブロック図

マイコンに入力する基準消費電力は、呉工試での研究や過去の研究データ^{1), 2)}を基に切削速度や送り速度などの運転条件を決定し、電力トランスデューサを用いて図5より上記運転条件の出力電圧を抽出し、その値を基準値とした。

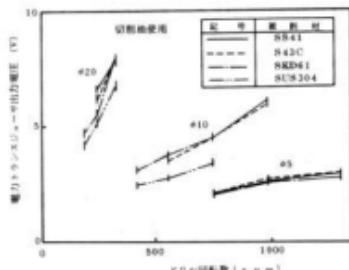


図5 加工条件と出力電圧

4. 制御システム

4.1 機械語による制御システム

全システムのフローチャートを図6に示す。システムスタート後、切削方式、ドリル径、被削材の選択をするとディスプレイに設定回転数、送り速度が表示され、その条件をポール盤に設定する。

運転開始後、最適回転数の表示と共にポール盤が回転し始め切削可能となる。

以下、消費電力と回転数を入力し回転制御する。なお、切削終了すれば最適回転数に維持し、次の加工に備える。

4.2 BASICによる制御システム

図7にフローチャートを示す。切削条件はCRTとの対話形式で入力し、切削開始の判断は基準消費電力の9割に達した時点で行う。回転数のチェックは、正常切削であるかどうか判断するものであり、基準回転数の1割以内を正常とする。ドリル破損時、貫通時、またはドリル刃異常摩耗時には、正常回転数の範囲外となり、ポール盤は停止する。

なお、CRTには切削条件、基準回転数、基準消費

電力及び運転中の回転数、消費電力が表示され、異常停止時の原因求明が容易である。

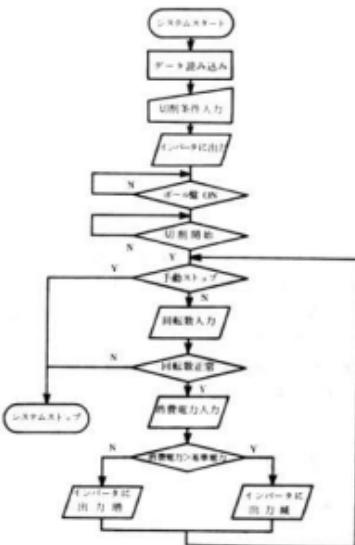


図7 BASICによるフローチャート

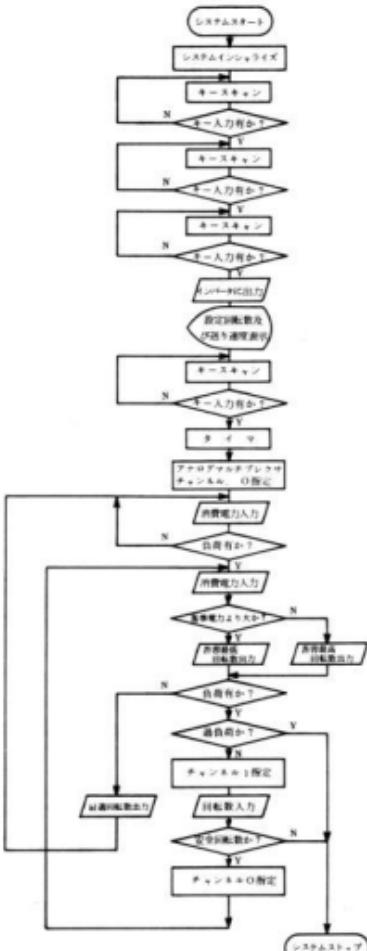


図6 機械語によるフローチャート

5. 制御結果と考察

ポール盤による穴あけ作業では、ドリル径、加工深

さや工具の摩耗状況などにより負荷変動の形態は図8のように異なる。一般的に大径ドリルによる穴あけでは、穴あけ初期と貫通時では、ほとんど消費電力の差は認められないが、新品小径ドリルでは穴の貫通直前から消費電力は急激に上昇する。中古ドリルの場合、切刃の劣化に伴い変動幅が大きく、加工深さに比例して消費電力も上昇する傾向を示す。このような工具切刃の鈍化や切屑の排出状態が悪い場合には、過負荷による製品不良や機械・工具系の損傷を招く可能性がある。

この防止策として開発した制御システムの適用例を制御曲線として、図9に示す。一定の消費電力を保つことにより、負荷変動の少ない安定した加工が可能となり加工精度も図10に示すように向上する傾向が見

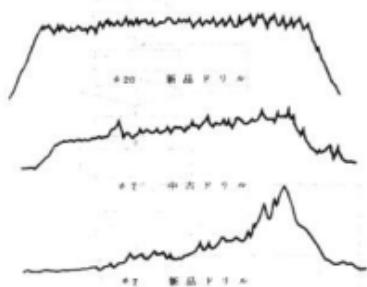


図8 負荷変動曲線

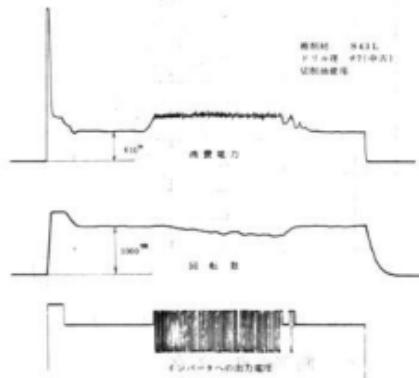


図9 制御曲線

られる。

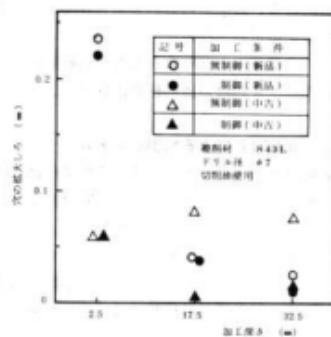


図10 回転制御と加工精度

6. 結 言

機械の高機能システム化を推めるためマイクロコンピュータによる負荷変動に適応した制御システムを開発し、次の成果を得た。

- (1) 機械の運転制御システムとして、任意な初期加工条件の設定及び機械運転中の騒動状況に適応した回転速度や送り速度の連続制御が行え、この成果を踏まえさらに対象を広げ柔軟性のある機械加工システムの構成が可能である。
- (2) 電力トランジスタ、回転検出器の試作により機械の運転状態の監視が可能で、FMS用センサとして使用できる。
- (3) 負荷変動のインプロセス計測により、機械・工具系の異常検知、自己保守機能を有する。
- (4) 穴あけ精度の向上、工具寿命の延長が、期待できる。

7. 文 献

- 1) 大越厚ほか：切削加工技術便覧 P 301～P 302 (1962)
- 2) 佐久間敬三：穴加工と穴加工用工具の設計 P 65～P 77 ラジオ技術社

軽量化に関する研究

実働疲労試験システムとアルミニウム合金溶接継手の疲労強度

蒲田政信, 畑 徳宣, 小池 明

Actual Fatigue Test Systems and Fatigue Strength of
Aluminum Alloy Welded Joints

KAMADA Masanobu, HATA Noriyoshi and KOIKE Akira

This paper proposes a method for analyzing actual stress produced in members of a hull constructed of aluminum alloy.

Firstly rainflow algorithm is adopted to give a frequency distribution of actual stress.

Then, frequency of actual stress is simulated by fatigue testing machine. Thus, actual fatigue limits can be estimated. In addition, the fatigue test of aluminum welded joints is made to get data required for designing hull construction.

1. 緒 言

現在は、軽・薄・短・小の時代といわれ、省エネルギーの立場からは軽量化に様々な努力がはらわれている。

例えば、自動車の燃費低減方策として車両重量の軽減は効果が、全体の49%と見られている。¹⁾

こうした中で我々は、軽量化の研究としてアルミニウム合金（以下アルミ合金という）船の建造にかかる研究を進めてきたが、木・FRP等からアルミ合金船への転換において、船体の疲労破壊がクローズアップしてきた。

前報告²⁾において、アルミ合金製漁船の実働応力測定を行い、マイコンを使用してレインフローアルゴリズムを適用した実働応力頻度分布解析のソフト開発を行った。

実働応力頻度分布をもとに疲労試験を行うと製品の実働状態に近い強度評価が可能となるので、開発期間の短縮やクレーム対策に効果があるものと思われる。

そこで、アルミ合金製ボートの実働応力測定と実働疲労試験を行って、アルミニウム合金溶接継手の強度評価を行った。

また、実働応力の測定から試験機による再現までシステム化すれば、本報告で述べるアルミニウム合金溶接継手の疲労強度評価のみならず多方面で製品等の強度評価

を迅速に行うことができ、多様なニーズにこたえることができる。

2. 実働応力測定と実働疲労試験システム

今回、実働応力測定の対象としたアルミ合金製小型船舶は、全長7.90m、幅2.30m、エンジン55馬力を2基、速力20ノットのインボード・アウトドライブタイプのフィッシングボートである。

このボートの溶接継手部や強度上重要と思われる部分にひずみゲージを貼り、実働応力の測定を行った。

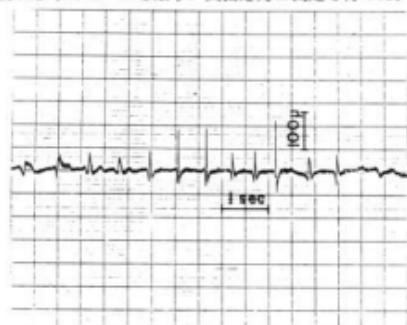


図1 波と衝突時に発生する波形の例

波浪などによって、ボートの船底にかかる応力を実測しようとすると、測定時の気象状況に左右される。

そこで、船体にかかる実働応力の測定に際しては、高速艇や大型船舶の曳き波にボートが衝突する時に水圧によって大きな衝撃応力が発生すると思われる所以、これらの曳き波に直角にボートが衝突した時の実働応力を測定した。

この測定結果の一例が図1である。

波と船体が衝突することによって発生した変動応力を解析するため、レインフロー・アルゴリズムを適用すると各々の応力範囲と個数は図2のようになる。

この図で応力範囲をボルトで表示してあるが、この場合、1ボルトが $0.7 \text{ kgf}/\text{mm}^2$ [6.9 N/mm²] の応力に相当する。この結果から累積頻度分布を求めたのが図3である。縦軸は各々の実働応力範囲を最大応力範囲で除し正規化してある。実線は累積頻度分布に最小二

乗法を適用して求めた回帰直線である。

これによって、このボートが高速艇などの曳き波に衝突する際の実働応力をパターン化できる。

図3の頻度分布にもとづいて疲労試験を行えば、実際の負荷状態に近い疲労試験ができ、疲れ強さの評価をより信頼性の高いものにすることができる。

頻度分布にそった実働波形を疲労試験で再現する方法として、試験波形を階段状に変化させるブロックプログラム波と、波形をランダムに出力させるランダムプログラム波がよく利用される。^{3), 4)}

ブロックプログラム波を使用する場合、波の出力振幅は実際の負荷状態に近いシミュレーション波形が採用されることが多いが、ここでは図3の頻度分布にもとづき図4のように100個の波を1ブロックとし、応力振幅が最大値から漸減するプログラム波をもって疲労試験を行うこととした。

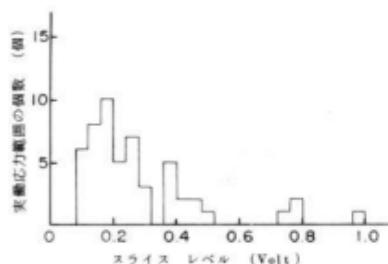


図2 実働応力の範囲と個数

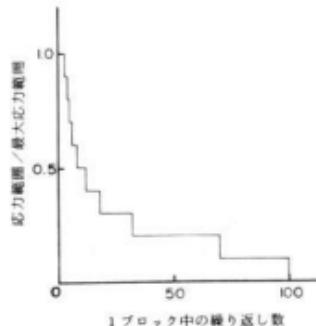


図4 ブロックプログラム波

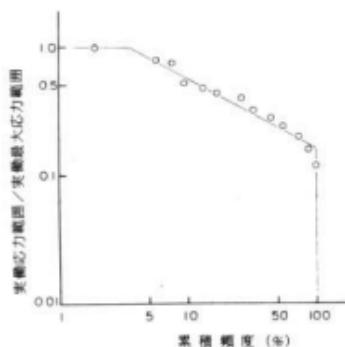


図3 実働応力の累積頻度

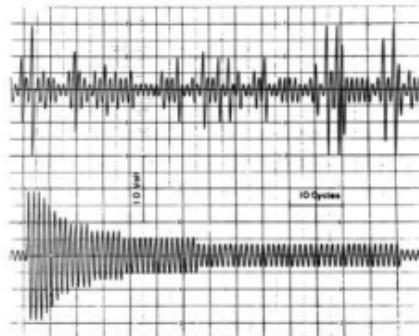


図5 試験に使用したプログラム波

また、ランダムプログラム波は、ブロックプログラム波と同じように、100個の波を1ブロックとして波の出力が、ランダムとなるようプログラムした。

図5は両プログラム波の出力波形である。

実働応力の測定から実働疲労試験まで一連の流れを図で示すと図6のようになる。我々はマイクロコンピューターに、YHP社のシステム45、A/D変換器に同社の6940B、疲労試験機に東京衡機製造所の電気油圧疲労試験機ハイドロバルスを用いてシステム化を行い、実働荷重による試験依頼に応じるようにした。

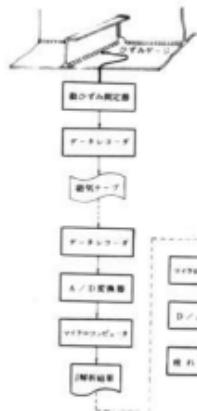


図6 実働応力測定から実働疲労試験までの流れ

3. アルミ合金溶接継手の実働疲労試験結果

我が国で小型船舶に使用されるアルミ合金は、ほとんどがAl-Mg系のA5083である。また、疲労破壊の調査で破壊の発生場所のほとんどが、スミ内溶接部であったことから、試験材はA5083のT型スミ内溶接接

継手とした。

表1は試験材の化学成分と機械的性質である。

スミ内溶接継手は、アルミ合金船の船底と肋骨材の溶接に多く使用され、スミ内止端部から疲労クラックが発生することが多い。このため、T型スミ内溶接継手は船底パネルのモデルとなるものである。

継手の疲労試験における負荷方法は図7に示すように、T型のウェブ部分にアクチュエーターを取り付け、上下方向に変位をあたえて繰り返し応力を発生させた。

負荷応力の測定は、ゲージ長3mmのひずみゲージをスミ内溶接部止端に貼り、動ひずみ計で測定した。

スミ内溶接部は、形状が急激に変化しているため、止端に応力集中が生じ、変位から計算した公称応力では、構造物の実働応力測定と関連づけることが困難であることと、実機の負荷応力状態の再現ということから、ひずみゲージで測定した局部応力で、疲労試験結果を整理するため前述のような測定法を採用した。

図7は板厚3mmのスミ内溶接継手の定変位の繰り返しによる疲労試験結果である。母材の疲労強度にくらべ、スミ内溶接部の疲労強度はかなり低下している。

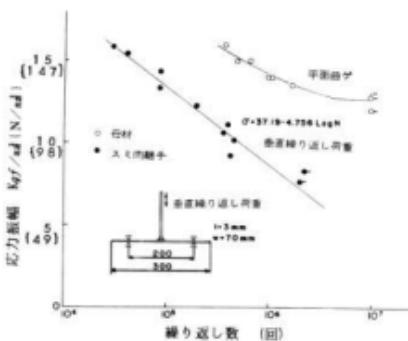


図7 スミ内溶接部の疲労試験結果

表1 5083の化学成分と機械的性質

板厚 mm	化 学 成 分 (%)								耐 力 kgf/mm ² (N/mm ²)	引張強さ kgf/mm ² (N/mm ²)	伸び %
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti			
3	0.17	0.17	0.03	0.64	4.26	0.13	0.04	0.05	13 (127)	32 (314)	27
6	0.13	0.24	0.04	0.60	4.60	0.13	0.02	0.02	19 (186)	34 (333)	20

図7などの疲れ線図から実働応力による疲労寿命を評価するためにマイナー則による疲労寿命の推定がよく利用される。⁵⁾

表2 スミ内溶接継手の実働疲労試験結果

板厚 mm	プログラム波形の種類	最大応力 kgf/mm ² [N/mm ²]	破断までの繰り返し数	マイナー則による累積疲労被害係数
3	ブロック波	17.7 [174]	5.07×10^5	1.46
	"	17.6 [173]	5.00×10^5	1.42
	"	14.4 [141]	1.27×10^6	0.80
	"	13.4 [131]	2.11×10^6	0.89
6	ブロック波	26.7 [262]	3.12×10^4	
	"	25.6 [251]	2.33×10^4	
	ランダム波	25.8 [253]	2.27×10^4	
	"	25.0 [245]	2.21×10^4	

マイナー則は線形被害則とも言われ、応力範囲 $\Delta\sigma_i$ が繰り返されたときの疲労寿命を N_i とし、 $\Delta\sigma_1, \Delta\sigma_2, \dots, \Delta\sigma_n$ がそれぞれ n_1, n_2, \dots, n_n 回繰り返されて疲労破壊するとすれば、

$$\sum_{i=1}^n \frac{n_i}{N_i} = 1 \quad (1)$$

が成立する。

しかし、実製品には複雑な変動荷重が加わっていて荷重波形、繰り返し速度、荷重順序などが疲労被害に影響を与えるため(1)式の右辺が、かならずしも1にならない。

このことから、前述のブロックプログラム波で疲労試験を行い、図7の疲れ線図からマイナー則により計算した疲労寿命と比較してみた。

この結果が表2である。

ブロックプログラム波で疲労試験を行った場合、高応力、低寿命域でマイナーの係数が1より大きくなり、低応力、長寿命域で1より小さくなつた。

これは長寿命域で、マイナー則により疲労寿命を推定することは、危険側となるから重要部材については、プログラム波で疲労試験を行い、疲労強度の確認をしておくことが必要である。

板厚6mmのスミ内溶接継手について、ブロックプログラム波とランダムプログラム波の比較をしてみた結果は表2に示した通り、両者の疲労寿命は、ほぼ同じであった。

4. 結 言

アルミニウム合金製小型船舶の疲労破壊事故防止のため、船体にかかる実働応力の測定と、アルミニウム合金溶接継手の実働疲労試験を行い、次の結果が得られた。

- 1) アルミニウム合金溶接継手の実働疲労試験をシステム化することができた。このシステムは、製品の実働疲労試験にも利用できる。
- 2) 断滅形のブロックプログラム波によるアルミニウム合金溶接継手の疲労寿命は、長寿命域でマイナーの累積被害係数が1より小さくなつた。
- 3) ブロックプログラム波とランダムプログラム波では、疲労寿命の差はなかった。

終りに望み、実働応力測定のため、アルミニウム合金ポートを提供していただいた㈱共立機械製作所の方々に感謝の意を表します。

5. 文 献

- 1) 新美 格：鉄と鋼 69巻7号P721 (1983)
- 2) 畠 德宣：興工試報告 25巻P15 (1982)
- 3) 関本弘之：強度の統計的取扱い P268
- 4) 鶴淵潤二：日立評論 58巻8号P57
- 5) 中村 宏：機械の疲れ寿命算出法 P72

有限要素法による歯車の応力解析

兼広二郎, 京極秀樹, 平田敏明, 鈴木 寛, 斎波信雄

Stress Analysis of Spur Gear by the Finite Element Method

KANEHIRO Jiro, KYOGOKU Hideki, HIRATA Toshiaki, SUZUKI Hiroshi and SHIBA Noduo

The stress analysis of spur gear by using the finite element method aided by mini-computer is carried out. It is, here, assumed that the stress analysis is performed with 2-dimensional plane stress field. And, in order to lessen the number of meshes, the triangular elements of unimportant part are made as large as possible.

The stress values of a tooth fillet computed by using the finite element method are nearly equal to the experimental results of a tooth fillet by the T. Aida and Y. Terauchi's equation. Moreover, our result is maximum on both tension side and compression side of the critical tooth surface given by the Hofer's method.

1. 緒 言

最近、自動設計(CAD)システムが、大企業に限らず、中小企業へも導入されつつある。これは生産現場のロゴット、NC機械等の導入による合理化に比べて、設計部門の合理化が遅れているためである。

CADを導入することにより、

- (1) 設計作業の省力化
- (2) 製品の高精度化

などの効果が期待できる。一方、CADには、

- (1) ハードウェア、ソフトウェアの能力不足
- (2) 自動加工(CAM)とのリンクの困難さ

などの問題点がある。特にソフトウェアに関しては、汎用的なものではなく、かなりの部分を自社開発する必要がある。したがって、今後試験場としてもCADのソフトウェア開発を行っていくことが重要である。

そこで、今年度は、設計を行うために必要な強度評価の一手法である有限要素法のプログラムを開発し、歯車の応力解析へ適用したので報告する。

2. プログラムの作成法

今回は、有限要素法による歯車の応力解析を、二次元平面問題で行った。要素は三角形一次要素を用い、



図1 流れ図

平面応力場で考えた。図1は、有限要素法の解析手法におけるプログラムの全体の流れ図を示す。このうち連立一次方程式の解法には、節点数が多く採れるように、バンド・マトリックス法を採用した。プログラムの詳細については、ここでは省略する。

なお、本研究では、富士通製PFU-1400ミニコンピュータ装置ならびに、CALCOMP社製1039 XYプロッタ装置を使用した。

3. 齒車の応力解析例

歯形形状は、ほぼ台形に仮定でき、図2の片持ちはりで表わすと、 $\ell/h=1$ に近い。そこで、歯車の応力解析を行うために、有限要素法による片持ちはりについて検討を行った。図3は、石川の研究²⁾により片持ちはりの計算によるたわみを示す。 $\ell/h=2$ 以上長くなると、有限要素法によるたわみは、曲げによるたわみ δ_B と、せん断によるたわみ δ_S の加えた値に近づくことがわかる。しかし、 $\ell/h=1$ では、曲げ

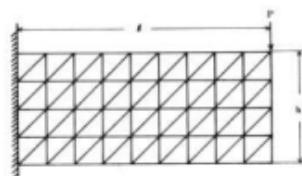


図2 片持ちはり

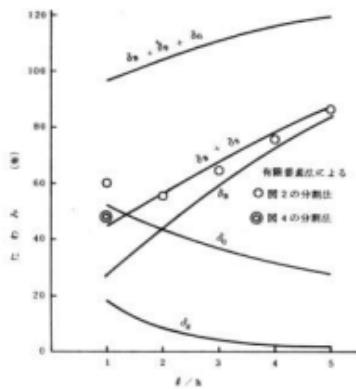


図3 計算による片持ちはりのたわみ
(実測値100%を示す)

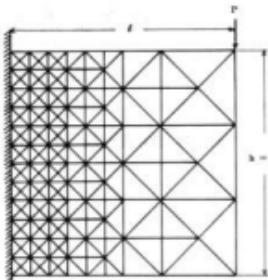


図4 片持ちはりの分割例

によるたわみ δ_B とせん断によるたわみ δ_S を加えた値を比べると高い。そこでつぎのように検討した。

図4は、荷重側を大きく、応力の集中する側を小さく分割した例である。この方法によるたわみ値は、 $\delta_B + \delta_S$ に近づく。つぎに図5は、片持ちはりの応力を示す。応力においても、 $\ell/h=2$ 以上では厳密解と有限要素法による主応力を比べると、よく一致する。やはり、 $\ell/h=1$ では、主応力も、たわみの傾向と同じ大きくなっている。 ℓ/h が小さくなると、有限要素法による値では、荷重点の圧縮応力が非常に高くなり、隣りの三角形要素との差が大きくなり、応力値の解の精度を下げていると思われる。やはり、図4の分割方法を用いると、厳密解に近づく。また、荷重点の圧縮応力値が下がる傾向にある。

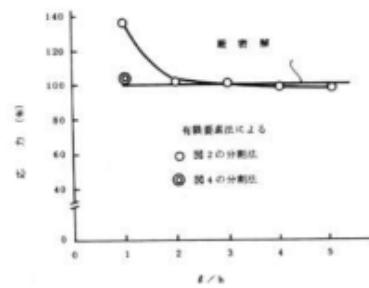


図5 片持ちはりの応力

このことを考慮して、有限要素法により、歯車の歯にかかる応力分布を求めるため、図6のように、歯車の危険断面近くを詳しく調べるために小さく分割した。

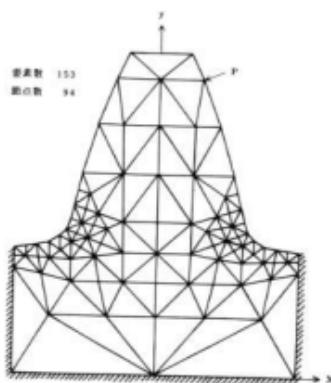


図6 歯の代表的な分割例

また、図6のように歯の境界条件は、文献³⁾により、歯元円から1.5 m (モジュール) の点を採用した。

歯車の歯の特性は、モジュール $m = 3$ 、歯数 $Z = 40$ 、圧力角 $\alpha = 20^\circ$ 、転位係数 $x = 0$ 、頂げき係数 = 0.25、ボアソン比 = 0.3、継弾性係数 $E = 21000 \text{ kgf/mm}^2$ 単位歯幅当たり荷重 $P = 4 \text{ kgf}$ で歯の最盛荷重点付近とした。以下図に指示のない場合は、上記歯の特性、条件による有限要素法の結果である。

3.1 歯のたわみ

歯のたわみについては、実験値とよく一致する石川の式^{2), 4)}による値と有限要素法による値とを比較検討した。図7は、歯のたわみ比較を示す。石川の式は曲げによるたわみ δ_B 、せん断によるたわみ δ_S と歯元部の傾斜によるたわみ δ_G を加えた値である。

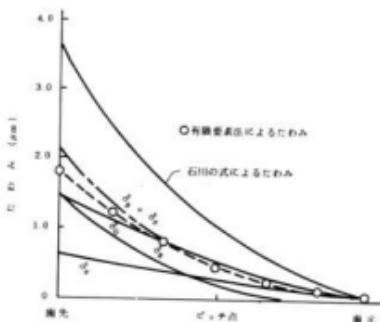


図7 歯のたわみ比較

有限要素法によるたわみは、歯元部では石川の式と一致するが、歯先では、小さい値を示す。石川の式は、歯元部の傾斜によるたわみ δ_G を考慮しているが、有限要素法によるたわみは、歯元より1.5 m離れた所を固定しているために、この差が生じたと考えられる。したがって、この歯元部の傾斜によるたわみ δ_G を外して考えれば、歯先のたわみもかなり近づくと考えられる。

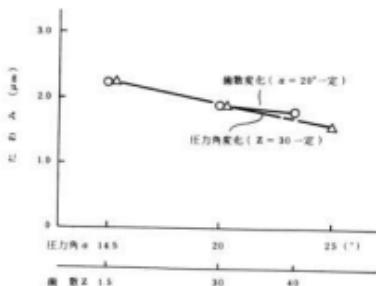


図8 歯の形状を変えた歯先のたわみの傾向

図8は、歯数あるいは、圧力角を変えた歯形形状について歯のたわみを調べたものである。歯形形状が危険断面が小さくなるほど、当然歯先のたわみは大きくなる。

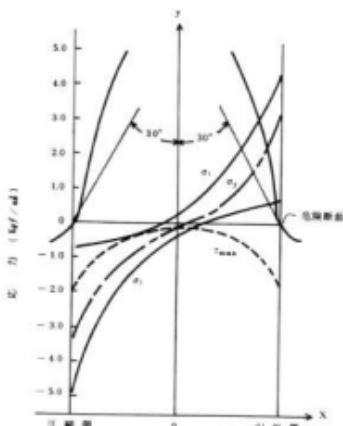


図9 危険断面における応力分布

なっている。今後解の精度を高め、歯密解に近づけることができれば、この歯のたわみ値をもとに歯の固有振動数を計算し、歯車、軸系の振動解析へ発展させることができる。

3.2 歯の応力

有限要素法による危険断面上の応力分布を図9に示す。ホーファーの30°接線に接する歯元すみ肉部の歯面上と有限要素法による主応力 σ_1 , σ_2 の最大値をとる点がほぼ一致する。引張側、圧縮側とも危険断面の歯面上で主応力 σ_1 , σ_2 が大きく、圧縮側の最大主応力は引張側より約20%大きくなっている。これは、歯にかかる荷重が水平方向と垂直方向に分れこの垂直方向に働く圧縮方向成分の影響により、中立線が引張側に移動したものと考えられる。

最大せん断応力 τ_{\max} は、歯元すみ肉部歯面上が最大となっている。歯の破壊は、この地点より発生することを示し、歯の損傷実験結果と一致している。⁵⁾

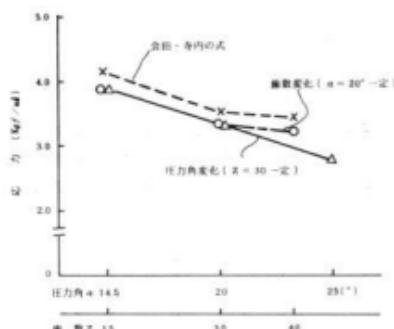


図10 歯の形状を変えた主応力の傾向

つぎに図10は、有限要素法による歯形形状を変えた場合の引張側の最大主応力を示したものである。

たわみと同じように主応力も歯の危険断面が小さくなると応力値が大きくなっている。会田・寺内の歯元すみ肉部の応力式⁶⁾により計算した結果と比べて、引張側の最大主応力は、ほぼ近いことがわかる。

したがって、有限要素法で応力解析を行う場合は、

同じ分割を行うと傾向が変わらないので、分割方法、三角形要素の形状を検討し、実験値へ近づけて使用することが望ましい。

4. 結 言

有限要素法による歯車の応力解析を行い、つぎのことわかった。

- (1) 有限要素法による歯のたわみは、歯先では、石川の式より歯元部の傾斜によるたわみを外して考えれば一致する。
- (2) 歯の応力値は、ホーファーの30°接線に接する危険断面上の近くで引張側、圧縮側とも最大となる。
- (3) 有限要素法による引張側の主応力値は、歯形の形状を変えた場合でも、会田・寺内の歯元すみ肉部の応力計算式の値にはほぼ近づくことがわかった。

以上のように、有限要素法の基礎的な三角形一次要素で解析を行ったが、解の精度を高めるためには、ミニコンピュータで考えると、節点数に制限があるため高次三角形要素(二次アイソパラメトリック法)で検討し、さらに自動分割の手法を取り入れ、データ入力の簡易化を図る必要がある。

5. 文 献

- 1) O. C. TWIEGUEYIKIUGIFF著、吉謙雅夫、山田嘉昭(監訳)：基礎工学におけるマトリックス有限要素法 培風館(1979) P 50～P 61
- 2) 石川二郎：動力伝達用平歯車の設計に関する基礎的研究 東京工業大学 P 55～P 62
- 3) 石田健二郎、松田孝、松井直行：歯車の歯の典げ応力・たわみおよび歯車本体に対する有限要素法の利用(第1報) 73-7月18日、19日、20日岡山第6回シンポジウム 歯車 P 201
- 4) 近畿歯車懇話会編、会田俊夫：円筒歯車の設計 大河出版(1976) P 99～P 103
- 5) 仙波正莊：歯車 第3巻 日刊工業新聞社(1967) P 681
- 6) 灘野宏正：軸位歯車の歯元応力の計算 駿工業高等専門学校研究報告 17巻1号(1981)

非円形歯車製作用プログラムの作成

平田敏明、斯波信雄、加城正義

Study of Non-circular Spur Gear Making

HIRATA Toshiaki, SHIBA Nobuo and KAJI Masayoshi

Cams and links generally convey irregular movement, non-circular spur gears too. Though the structure of non-circular spur gears is simple, designing and making of those are difficult. Due to advance of computers and numerical control machine tools, these problems have been gradually solved.

It is comparatively easy that we design non-circular spur gears on ellipse those change angular velocity periodically. We report the program of making of non-circular spur gears on ellipse. In this, positions of tools at blank making and gear cutting are printed out.

1. 緒 言

不等速な運動伝達機構としては、カム、リンク、ゼネバ機構などがある。一般的である。非円形歯車も不等速伝達機構を持っているが、他の方法に比べ機構そのものは簡単であるにもかかわらず、設計、製作が、やっかいである。しかし、コンピューター-N C工作機械の発達によって、次第に、この問題も解決されつつある。非円形歯車の中でも、回転速度が周期的に変わる橿円系の非円形歯車の設計は、比較的容易に行える。本報では、橿円系の非円形歯車製作用のプログラムを作成したので、それを報告する。

2. 使用機器

ミニコンピューター；富士通 PFU-1400
XYプロッター；カルコンプ 1039
ドラム式
使用言語；フォートラン

3. 特 性

接触する二つの歯車の歯形曲線の接觸点に立てた法線と、中心線との交点（ピッチ点）が、歯車の回転と共に、中心線上を移動する時、両歯車の回転比は、連続的に変化する。ピッチ点が、回転する両歯車上に描く曲線が、ピッチ曲線であり、両歯車の回転運動は二つのピッチ曲線の転がり運動と同等である。図1に橿円系葉形歯車の回転伝達機構を示す。原動軸を、等

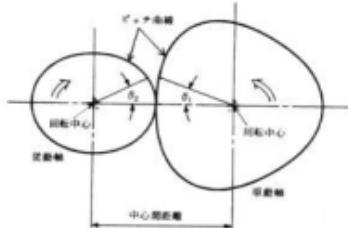


図1 回転伝達機構

速度で回転させると、從動軸には不等速な回転が得られる。橿円系葉形歯車のピッチ曲線は、次式で与えられる。なお、両歯車の中心間距離は、一定で変わらないものとする。

$$R_P = \ell_P / [1 - e_P \cdot \cos(P \cdot \theta)] ; \text{ 原動軸}(P)$$

$$R_Q = \ell_Q / [1 + e_Q \cdot \cos(Q \cdot \theta)] ; \text{ 従動軸}(Q)$$

P, Q ；歯数

C ；焦点距離

$a_{P,Q}$ ；橿円の長半径

$e_{P,Q}$ ；離心率 ($= C/a_{P,Q}$)

$\ell_{P,Q}$ ；通半径 ($= (1-e_{P,Q})^2 \times a_{P,Q}$)

4. 設計法

4.1 歯数の決定

前式により、不等速回転運動を行う一対の梢円系非円形歯車のピッチ曲線の定義をする。入力データとしては、中心間距離、葉形(P, Q)、焦点距離が必要である。特殊な例として $P=Q=1, C=0$ とすれば、円形歯車の定義が可能である。歯車ピッチ曲線の周長 S_P は、次式により求められる。

$$S_P = 2 \cdot P f_0^P \sqrt{R^2 + \left(\frac{dR}{d\theta}\right)^2} d\theta$$

歯数 Z_P は、次式により求められる。

$$Z_P = S_P / \pi \cdot m \quad (m: モジュール)$$

ここで歯数 Z_P は整数でなければならないから、 Z_P を四捨五入して、整数值 Z_{PG} を求める。葉形 Q の従動側の歯車についても、同様の処理により Z_{QG} を求める。

4.2 仕様のチェック

歯車の仕様は、次の二点についてチェックする。

(1) 単一ピッチ曲線誤差 $\varepsilon_P, \varepsilon_Q$ を許容値以下とする。

$$\varepsilon_P = |S_P - S_{PG}| / Z_{PG}$$

但し $S_P = \pi \cdot m \cdot Z_P$

$$S_{PG} = \pi \cdot m \cdot Z_{PG}$$

本報では、許容値 ε_P を、0.005 mmとした。

(2) 二つの非円形歯車が、かみ合って連続回転運動を継続するための条件として次式を用いる。

$$Z_{PG} \times Q = Z_{QG} \times P$$

$$Z_{PG} / P = \text{整数}$$

$$Z_{QG} / Q = \text{整数}$$

以上の(1), (2)の条件の、いずれかでも満足しない場合は、歯車の中心間距離を、きざみ値(例0.1 mm)だけ増して同様の処理を繰り返す。なお満足しない場合は、きざみ値だけ減じて同様の処理を繰り返す。この操作を中心間の許容値内で行い、与えられた中心間距離に最も近い値で条件を満足するものを採用する。許容値内で、該当する値が、存在しない場合は、その旨を印刷して、以後の処理は中断する。

4.3 限 定 条 件

歯車の限定条件については、次の二点について検討する。

(1) 非円形歯車の、かみあい圧力角 A_{WP} は次式で表わせる。

$$A_{WP} = A_C + \varphi_P$$

但し A_C ; 工具の圧力角

$$\varphi_P ; \text{ピッチ曲線圧力角} (\tan^{-1} \left(\frac{dR}{d\theta} / R \right))$$

図2に、かみあい圧力角を示す。

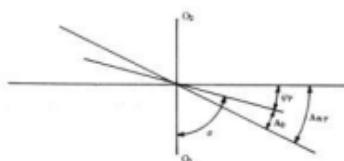


図2 かみあい圧力角

かみあい圧力角は、両方の歯車のピッチ曲線の全周について検討する。そして、その最大値をプリントアウトする。この値は、40度以下にすることが望ましいとされている。

(2) 歯車に、切下げが生じないためには、次式を満足しなければならない。

$$m \leq u = \rho \cdot \sin^2(A_C)$$

但し m ; モジュール

ρ ; 曲率半径

$$\left(= \left[R^2 + \left(\frac{dR}{d\theta} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} / \left[R^2 + 2 \left(\frac{dR}{d\theta} \right)^2 - R \left(\frac{d^2 R}{d\theta^2} \right) \right] \right)$$

u の値も、両方の歯車のピッチ曲線の、全周について検討する。そして、その最小値をプリントアウトする。この値が、歯車のモジュールより大きければ、切下げが生じることとなる。

以上の(1), (2)の限定条件については、その参考値が、出力されるだけで、以後の処理が中断されることはない。

5. 加工法

5.1 ブランク加工

歯切加工前の歯車材を、ブランクという。図3に、エンドミルによるブランク加工の様子を示す。

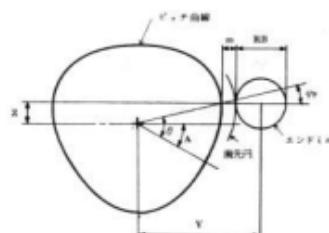


図3 ブランク加工

プランクの外形は、ピッチラインの法線方向に、歯末のたけを加えた値となる。標準歯車の歯末のたけは、モジュールmにとる。プランク加工用のエンドミルの径をRBとするとき、工具の中心座標は、次式で求められる。

$$\varphi_P = -\tan^{-1}\left(\frac{dR}{d\theta}/R\right)$$

$$A = (\theta + \varphi_P) \times 180/\pi$$

$$Y = R \times \cos(\varphi_P) + m + RB/2$$

$$Z = R \times \sin(\varphi_P)$$

φ_P ; プランクPのピッチ曲線圧力角

A ; テーブルの回転角

Y ; Y座標

Z ; Z座標

プランク加工における出力データは、テーブルの回転角Aの任意の値(例三度きざみ)に対する工具の中心座標値を、テーブルの全周にわたって出力する。

5.2 歯切り加工

歯切り加工は、インボリュートカッタで、一歯ずつ削り出すものとする。図4に歯切り加工の様子を示す。

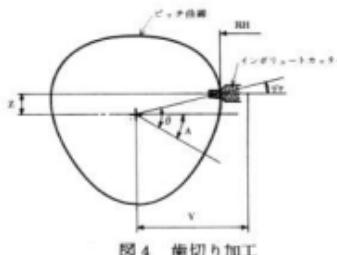


図4 歯切り加工

i番目の歯みぞを加工する場合の削り出し角 θ は、次の不等式を満足する値を選べばよい。

$$Spi - \varepsilon \leq \int_{\varphi_i}^{\theta} \sqrt{R^2 + \left(\frac{dR}{d\theta}\right)^2} d\theta \leq Spi + \varepsilon$$

Spi ; i番目の歯みぞの中心までの周長

$$(= S_{PG} \times i / Z_{PG})$$

ε ; 容許値

切用のインボリュートカッターの径をRHとするとき、工具の中心座標は、次式で求められる。

$$\varphi_P = -\tan^{-1}\left(\frac{dR}{d\theta}/R\right)$$

$$A = (\theta + \varphi_P) \times 180/\pi$$

$$Y = R \times \cos(\varphi_P) + RH/2$$

$$Z = R \times \sin(\varphi_P)$$

歯切り加工における出力データは、非円形歯車の、歯みぞの割り出し角Aに対する工具の中心座標値を、テーブルの全周にわたって出力する。

6. 出力例

葉形が、三葉と四葉の非円形歯車の、出力例を示す。

* INPUT DATA *	
SYUDOU KYORI	= 0.5
TYUSINKAN KYORI	= 50.0
TYUSINKAN KYOYOU CHI	= 5.0
TYUSINKAN KIZAMI CHI	= 5.1
HASATA NO. KAZU NO1	= 5.0
NO2	= 4.0
HOJURU	= 1.0
KOSHU ATURYOKUKANU	= 20.0
CUTTER KEY (BRAND)	= 0.0
CUTTER KEY (HAGIRI)	= 0.0
HAGIRI KAKO GOSA NO1	= 0.05
NO2	= 0.05

* OUTPUT DATA *	
TYUSINKAN KYORI	= 49.0
HASUU NO1	= 42.0
NO2	= 56.0
KAMIAI ATURYOKUKANU NO1 (<40)	= 24.1
NO2 (<40)	= 24.1
KIRISHAGE NO1 (>40)	= 21.1
NO2 (>40)	= 21.1

BRAND KAKO DATA (NO1) A FA1 Z Y(H)			
0.0	0.0	0.0	22.502
10.001	1.751	0.655	22.443
20.004	3.204	1.191	22.279
30.056	4.018	1.478	22.041
40.026	3.845	1.397	21.785
50.076	2.422	0.671	21.500
60.026	-0.575	-0.025	21.202
70.007	-2.434	-0.675	21.251
80.017	-3.940	-1.399	21.786
90.074	-4.013	-1.476	22.045
100.009	-3.188	-1.185	22.282
110.037	-1.744	-0.653	22.444
120.000	0.0	0.0	22.502

中路

HAGIRI KAKO DATA (NO1) A FA1 Z Y(H)			
0.0	0.0	0.0	21.502
10.104	1.768	0.662	21.442
19.654	3.181	1.183	21.283
29.921	3.980	1.531	21.034
37.762	3.457	1.453	20.741
45.583	3.214	1.160	20.460
52.928	1.793	0.643	20.542
59.921	0.021	0.008	20.502
66.906	-1.755	-0.629	20.540
74.239	-3.187	-1.150	20.556
82.000	-3.981	-1.459	20.838
90.611	-3.990	-1.459	21.056
99.954	-3.211	-1.194	21.279
109.728	-1.795	-0.672	21.440

中路

(NO2)	A	F41	Z	V(H)
2,294	-0.986	-0.425	27.507	
7,181	-2.530	-1.219	27.579	
12,749	-2.517	-1.211	27.725	
18,402	-0.986	-1.979	27.125	
25,448	-3.486	-1.914	28.156	
32,833	-2.575	-1.275	28.350	
40,835	-0.932	-0.463	28.461	
49,029	0.902	0.448	28.403	
56,932	2.532	1.254	28.383	
64,431	3.673	1.979	28.160	
71,237	2.517	1.995	27.929	
77,333	3.690	1.798	27.726	
82,660	2.575	1.240	27.592	
97,618	0.919	0.441	27.506	

以下略す。

図5に、プロッターに出力されたピッチ曲線図を示す。(2) 今後の問題としては、より実際的な入力データを使用してピッチ曲線の定義をおこない、出力データに関しては、必要に応じて、より高精度なデータを出力させることにある。

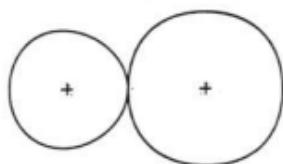


図5 ピッチ曲線図

7. 結 言

(1) 本プログラムでの、歯切り加工時における歯の割出し精度は、周長で0.04 mm程度である。より高精度度の割出しが、必要であれば、歯車全周の分割数を多くすることで可能であるが、データ出力までに、より多くの時間を要することになる。参考までに、前例のプログラムの場合だと、10分前後である。

8. 文 献

- 香取英男他：技研所報Jan., 1977
- 庵田雅男：機械試験所報告第30号

硫酸銅めっきの外観及び均一電着性に及ぼすパルス電流の影響

梶岡 秀、清水達磨

Influence of Pulse Current on Appearance and Throwing Power in Copper Sulfate Bath

KAJIKA Hideshi and SHIMIZU Tatsuma

Electrodeposits have better elongation and ductility in copper sulfate bath than in pyrophosphate bath, and copper sulfate bath is also easier to control; it is thus suitable for through-hole copper plating. As it had low throwing power, however, high throw bath (low concentrate Cu²⁺, high concentrate H₂SO₄) was developed. With the use of pulse current plating, fine grained electrodeposit without additives can be obtained. Although there is detailed research on this, there are few reports on the influence on throwing power and none on high throw bath.

Throwing power was studied in experiments in which Hull's cell was used in high throw bath to determine the influence of pulse current on electrodeposit appearance and thickness distribution. It was also found that total current and air agitation effect thickness distribution. This effect is reported as well.

1. 緒 言

硫酸銅めっきはビロリン酸銅めっきに比し、めっき皮膜の延性が良く、液管理が容易なことからプリント配線板のスルホール銅めっきに適している。しかし、従来のめっき浴は均一電着性が悪いので、最近 Cu^{2+} 濃度を小さくし、硫酸を多量に加えた高均一電着性の低濃度浴が開発された。パルス電流でめっきすると光沢剤を用いなくても微細結晶のめっき皮膜が得られるることは詳しく研究されているが¹⁾、均一電着性に及ぼす影響についての報告は少ない。²⁾特に低濃度浴へのパルス電流の適用例はほとんどみられない。ハルセルを用い、ハルセル板のめっき外観とめっき厚分布に及ぼす影響をしらべ、均一電着性について検討した。又、ハルセルへの総電流及び空気攪拌のめっき厚分布に及ぼす影響について知見が得られたので報告する。

2. 実験方法

2.1 めっき浴組成とハルセル板の前処理

試薬はすべて市販品特級を用いイオン交換水に溶解、活性炭処理し、ろ紙(5°C)で吸引ろ過し、ろ液を1夜弱電解した。浴組成は表1に示す。

表1 硫酸銅めっき浴組成

種類 成 分	高濃度浴		
	CO浴	DO浴	DeI-A浴
CaSO ₄ 5H ₂ O(%)	204	79.0	79.0
Cu (%)	51.9	20.1	20.1
H ₂ SO ₄ (%)	59.4	181	181
Cℓ (mg/l)	0	0	50
光沢剤 A (mg/l)	0	0	5

ハルセル板には市販の亜鉛めっき鉄板を用い、(1+1)塩酸で亜鉛を完全に溶解し、十分に水洗後、浴温35°Cの低濃度アンモニア浴で、直流(DC)2A、20秒間(40クーロン)のストライクめっきを行った。めっき厚は両端から0.125cmで、約0.2μm、他は0.12±0.3μmではほぼ一定厚であった。めっき直前に10%硫酸に約10秒間浸漬してハルセルにセットした。

2.2 硫酸銅めっき条件

図1にめっき装置と定電流パルス波形を示す。開数発生機(HB-104型)とガルバノ/ボテンシオスタット(特注品)は北斗電工社製である。この装置によってDC及び定電流パルス(PC)を発生させた。

PC波形はデジタルメモリースコープで監視し、XYレコードで記録した。ハルセルには空気攪拌用267mlの市販セルを用い、陽極は含りん銅板とした。すべての試料は浴温25±2°Cで600クーロンめっきした。

定電流パルス波形は I_p (ピーク電流)、 T_{on} (パルス時間)、 T_{off} (休止時間)の3つのパラメータで規定され、 I_m (平均電流) = $I_p \times T_{on} / (T_{on} + T_{off})$ となる。パルス波形表示の一例としてのPC1/18は、 $T_{on}\ 1\ ms$ 、 $T_{off}\ 18\ ms$ を表す。 $T_{on}\ 1\ ms$ は記述しないが、それ以外、例えば $T_{on}\ 10\ ms$ のときはPC1/18、 $T_{on}\ 10\ ms$ と表わす。

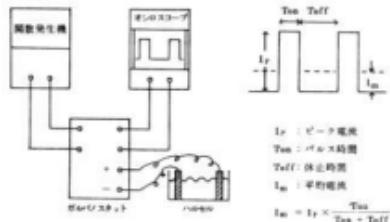


図1 めっき装置と定電流パルス波形

2.3 銅めっき厚の測定

めっき厚測定は第二精工舎社製のけい光X線微小部膜厚計SFT-156を用いた。長時間測定の際には基準鋼箔をハルセル板上にのせ測定した。測定精度は20.09μmで96%以内、10.29μmで98.5%以内であった。

3. 実験結果と考察

3.1 高濃度無添加浴(CO浴)

静止浴のDC1Aではハルセル板全面が半光沢めっきとなり、DC2Aでは高電流密度(高Dk)端から1cm(L/1)以内の高Dk端に粉状めっきが生じた。空気攪拌するとこの粉状めっきは消失し、DC3Aでも粉状めっきはみられなかった。一方、静止浴で $I_m\ 2\ A$ のPC1/1(I_p4A)、PC1/5(I_p12A)では粉状めっき域がDC2Aに比べ小さくなつた。PCめっきはDCめっきよりめっき速度を大きくできることが知られており³⁾、その結果と一致している。

図2に深さ方向のめっき厚分布を示す。DC1Aの粉状めっきを生じない半光沢めっきでは、底のごく近傍を除きほぼ一定のめっき厚となり、DC2Aの粉状めっき域では底近傍は厚く、液面に近づくにつれて急速に薄くなつた。しかし攪拌すると粉状めっきが消失するとともにめっき厚分布も一定厚を示した。図には示していないがDC3Aでも同様な分布となつた。PCめっきのめっき厚分布もDCめっきとはほぼ同様な分布を示した。なお静止浴のめっき厚が攪拌浴より大きいのは、空気攪拌によりめっき面積が広がるためである。

次にめっき厚と高Dk端からの距離($L(x)$)の対数値との関係を図3に示す。すでに寺門ら及び小西らによって一次電流分布の実験式^{4),5)}(均一電着性 $\neq 0\%$)が求められており、図3の破線に示した。この傾きと比較することによって、広い電流密度域にわたり均一電着性を評価できる。寺門らとはほぼ同条件のDC1Aでは高Dk部で薄く低Dk部でわずかに厚くなつたが、空気攪拌すると破線に近づいた。なお図に表わしていないが、攪拌するとDC2A及びDC3AでもDC1Aと同様なめっき厚分布を示した。一方、静止浴でPCめっきをするとPC1/1(Ip 2A), PC1/5(Ip 6A), PC1/18(Ip 9.5A)とIpが大きくなるに従い破線に近づいた。

3.2 低濃度無添加浴(DO浴)

静止浴、DC1Aでは高Dk端($L(0)$)内に無光沢めっきを生じ、他は半光沢めっきだった。DC 0.75 ~ 0.25 Aでは粉状及び無光沢めっきは生じず、DC2Aではほぼ全面が粉状めっきとなつた。空気攪拌すると完全に消失したが、高Dk部にパブリングの文様がみられるようになった。総電流を増しDC3Aにすると攪拌しても高Dk部の粉状めっきは消失しなかつた。

一方Im 0.5 AのPCめっきで、PC1/1(Ip 1A)の場合は無光沢めっきを生じなかつたが、PC1/5(Ip 3A)にすると高Dk部にわずかに粉状めっきを生じた。さらにPC1/18(Ip 9.5A)では粉状めっき域が広がつた。又、PC1/1を除き(Ton + Toff)を長くすると粉状めっき域は広がつた。

粉状めっきは陰極上の金属イオン濃度が極度に減少した時に生成することが知られており、予想どおりにDO浴はCO浴と比べ低Dkで無光沢めっきを生じた。

又、DO浴でPCめっきするとDCめっきと比し、粉状めっき域を拡大し、前述のCO浴の結果とは一致しなかつた。

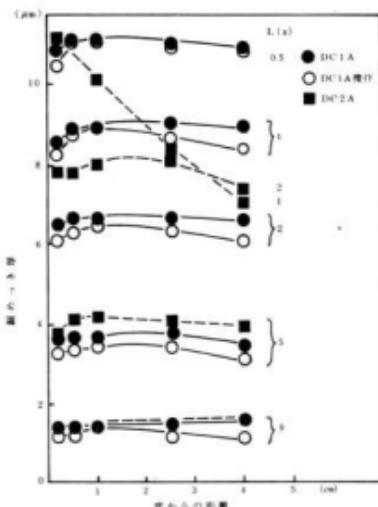


図2

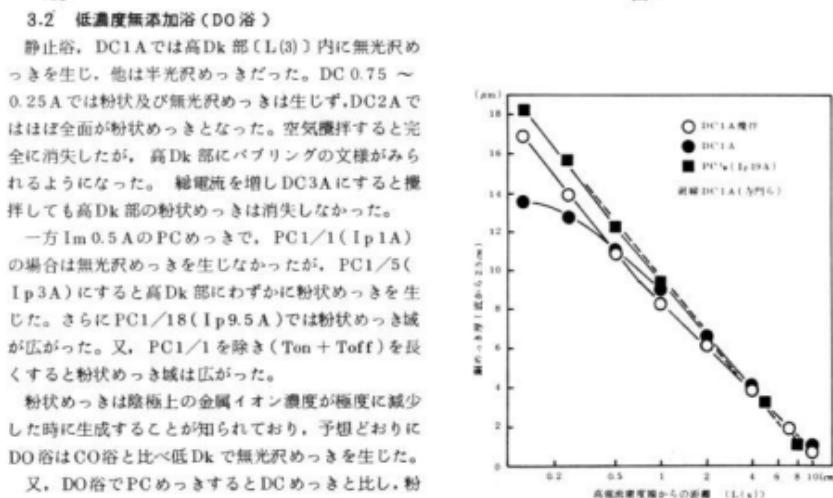


図3 ハルセル板のめっき厚分布に及ぼすかくはん及び電流波形の影響

深さ方向のめっき厚分布を図4に示す。高Dk部に粉状及び無光沢めっきを生じないDC 0.5A(DC 0.75 Aも同様)は、無光沢めっきを生じるDC 1AやCO浴でのDC 2Aと同様底近傍のめっき厚は大きく、液面に近づくほど小さくなつた。しかし、図に示していないが、低電流のDC 0.25 Aではほぼ一定厚を示した。PCめっきもDCめっきと同様な傾向の分布を示したが、底近傍と液面近傍のめっき厚の差は大きくなつた。このようなめっき厚分布になる理由としては、深さ方向での抵抗層厚さの違い及び Cu^{2+} 濃度差が考えられる。搅拌するとCO浴と同様、底のごく近傍を除き一定厚となつた。しかしDC 2A, DC 3AではCO浴と異なり、パブリングの影響を受けバラツキが大きくなつた。

高Dk部では深さ方向のめっき厚の差が大きいが、底から2.5 cm位置でのめっき厚分布を図5に示す。DCが大きいほどめっき厚は小さく、一定厚範囲が広くなつた。しかし0.25 AではDC 0.5 Aとはほとんど変わらなかつた。このことは、高DCの高Dk部では限界電流を起える3次電流分布の効果が、低DCでは2次電流分布の効果が現われたためと考えられる。どちらにしても搅拌浴と比べれば均一電着性は良かった。

搅拌浴は図6に示す。DC 1Aのめっき厚分布は(L

(2))の点で折点をもつ2本の直線で、DC 0.5 Aも同様に2本の直線(傾きは小さく、直線性は低下するが)で近似できた。DC 2Aのパブリング文様がみられる所では深さ方向のめっき厚のバラツキも大きく、めっき厚分布も(L(2)), (L(4))でカタを生じ直線では近似できなくなつた。DC 3Aではめっき厚のバラツキはさらに大きくなつた。

一方PCめっきではPC 1/5(Ip 3A)及び(Ip 6A), PC 1/18(Ip 9.5 A)及び(Ip 19 A)の順にCO浴と同様、寺門らの実験式に近づいた。しかしIm 2 AのPC 1/1(Ip 4 A), PC 1/5(Ip 12 A)ではDC 2 Aとよく一致した。

粉状めっきを生じないIm 0.5 AのPC 1/1 めっきでのTonの影響を図7に示す。Ton 1 ms ~ 1 sではDC 0.5 Aのめっき厚分布とほとんど変らなかつたが、Ton 100 sではDC 1 Aの分布に近づいた。パルスめっき厚差も小さくなり、実用的には高均一電着性のめっきが期待される。しかし、搅拌すればDC 1 Aの搅拌浴のめっき厚分布と一致した。

以上のことから均一電着性についてまとめる。CO浴及びDO浴とともに、又、静止浴、搅拌浴にかかわらず、PCめっきはDCめっきと比べ均一電着性は低下した。H.Y.ChehらはCO浴と金めっき浴にハーリン

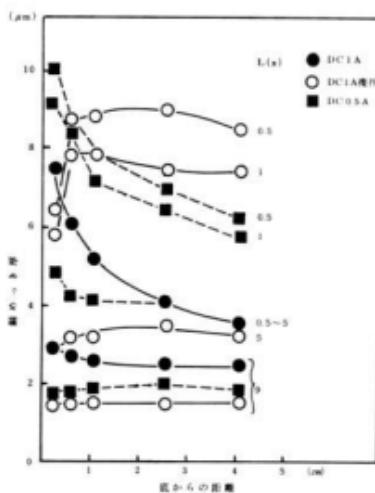


図4 ハルセル板の深さ方向のめっき厚分布

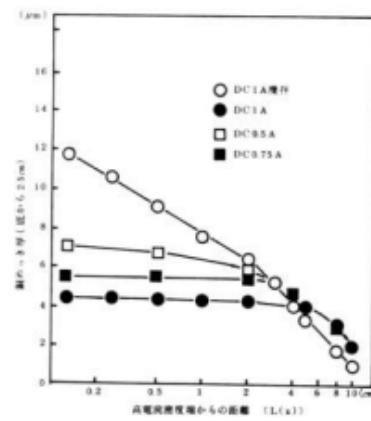


図5 ハルセル板のめっき厚分布に及ぼす総電流の影響

グセルを用いた実験した。金めっきはPCめっきで均一電着性は向上したが、CO浴では低下したと報告している²⁾。又N. Ibelらは二次電流分布からはPCめっきは不利だが、三次電流分布は有利となり、PCめっきと均一電着性の関係はケースバイケースだと述べている。⁶⁾

3.3 低濃度光沢剤A添加浴(DC1-A浴)

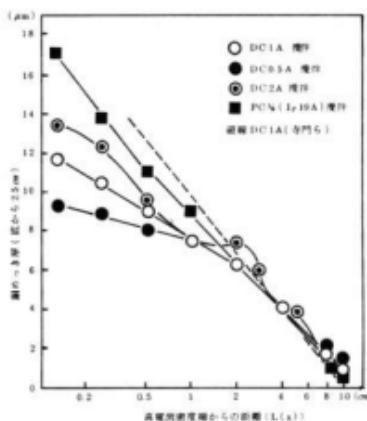


図6 ハルセル板のめっき厚分布に及ぼす電流及び電流波形の影響

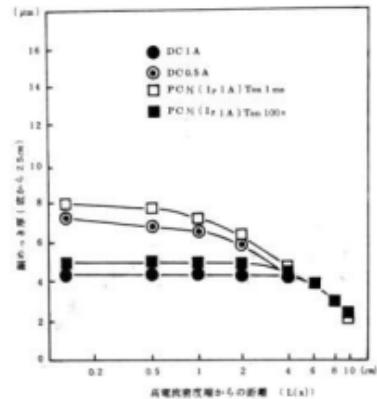


図7 ハルセル板のめっき厚分布に及ぼすパルス時間(Ton)の影響

DO浴と比較し、半光沢めっきが光沢めっきとなつたが、粉状めっきや無光沢めっきの生成及びめっき厚分布はほとんど変らず、光沢剤による特別な影響はみられなかった。

4. 結 言

- (1) CO浴でのハルセル板のめっき厚分布は寺門らの実験式と一致し、均一電着性の評価基準として用いることができた。
- (2) DO浴では空気攪拌の影響が大きく、総電流が大きくなるほどめっき厚のバラッキが大きくなつた。
- (3) PCめっきはCO浴では粉状めっき域を小さくしたが、DO浴では大きくした。また同じImでもIpが大きいほど又Tonが長いほど、粉状めっき域を大きくした。
- (4) PCめっきではCO浴、DO浴及び静止浴、攪拌浴ともに均一電着性は低下した。
- (5) 粉状めっきを生成しない条件下(PC1/1, Im 0.5 A, Ip 1 A)のDO浴でTon 100 s では均一電着性が向上した。
- (6) DC6-A浴ではDO浴と比べ半光沢めっきが光沢めっきとなる以外、均一電着性、外観はDO浴とはほとんど変わらなかつた。

5. 文 献

- 1) J. C. Puijpe, N. Ibel; Plating and Surface Finishing, 67, (6), 68 (1980)
- 2) H. Y. Cheh, P. C. Andricacos, H. B. Linford; ibid, 64, (7), 42 (1977)
- 3) 細川・松永; 金属表面技術, 34, (3), 98 (1983)
- 4) 寺門・長坂; ibid, 27, (12), 676 (1976)
- 5) 小西・横井; ibid, 34, (4), 183 (1983)
- 6) N. Ibel; Surface Technology, 10, 81 (1980)

Fe-16.5%Cr フェライト及び Fe-25%Cr-20%Ni オーステナイト焼結合金の特性

土取 功, 鳥阪泰憲*

Studies on Some Properties of Sintering Ferritic Fe-16.5% Cr Powder and Austenitic Fe-25% Cr-20% Ni Powder

T SUCHITORI ISAO and TORISAKA YASUNORI

The effect of the fine recrystallized grains by annealing on the damping capacity was investigated by using of powder alloys. After sintering ferritic Fe-16.5%Cr powder and austenitic Fe-25% Cr-20%Ni powder were rolled 40%, 60% and 80% and annealed at various temperature heated for 1 hour, the damping capacity, the hardness and the tensile properties for these specimens were measured at room temperature.

Only sintering austenitic Fe-25%Cr-20%Ni powder rolled 80% and annealed at 820°C indicated good results that the internal friction Q' was 1.0×10^7 , the ultimate tensile strength σ_u was as high as high tensile steel, 69kg/mm^2 and the total elongation δ was 18.7% in spite of powder alloy.

I. 緒 言

超塑性、防振特性及び形状記憶効果(超弾性)は機能の三大特性として、最近注目を浴びるようになった。中でも十数年前、米国や英国に端を発し、TiNiなどの双晶型の合金が開発されて以来、防振材料は公害問題とからめて各方面から、その成果が期待されている。

防振材料は従来のように振動や騒音を構造方式によって緩和するのではなく、金属材料そのものが持つ大きな減衰能を利用して振動及び騒音の発生源を、低減してしまおうという材料であり、特に複合型はぜい性一延性遷移温度を低下させ、共振点を移動させうるなど用途は広い。

最近、粉末鍛造や粉末超塑性鍛造が登場して以来、粉末成形品の特徴が見直されつつある。そこで、本研究では、粉末焼結体の持つ空隙(以下ボロシティー)を減衰能向上に利用する目的で焼結ステンレス鋼に焦点を絞り、オーステナイト系では耐酸化性、耐浸炭性、耐熱性及びクリープ強度が優れ、高温構造用材料とし

て広く使用されているSUS310Lを、またフェライト系ではSUS430の2種類の焼結体を取り上げ、延性向上という意味から、これらの材料に圧延及び焼なましを施し、その際における減衰能、硬さ、引張強さ、破断伸びなどの物理的、機械的性質について種々測定し、実用材料としての可否を検討したものである。

2. 試料及び実験方法

表1のような各試料の標準粒度分布をもったアトマイズ粉の組成を表2に示し、これらのアトマイズ粉をダイスに充填し、ポンチ圧力 7000kgf/mm^2 で成形した後、真空焼結を行い、供試材(以下A.S.材)とした。

表1 粉末の粒度分布(%)

Mesh	100/150	150/200	200/250	250/350	-350
SUS430	14	20	11	21	34
SUS310L	14	20	11	21	34

表2 素材の化学組成(wt %)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
SUS430	0.02	0.9	0.1	—	—	—	16.5
SUS310L	0.02	0.9	0.2	—	—	20.5	25.0

* 工業技術院機械技術研究所
鉄鋼協会誌「鉄と鋼」に投稿

焼結は $500^{\circ}\text{C} \times 30\text{min}$ (予備焼結) $\rightarrow 1250^{\circ}\text{C} \times 30\text{min}$ で行い、成形寸法はすべて $7 \times 65 \times 10\text{mm}$ とした。

次いで、パス回数を3~4回で、 400°C で粗間圧延を行った後(以下A.R.材)、種々の温度で焼なましを行い、3種類の結晶組織を得るために、図1のような圧延サイクルで、試料の加工を行った。

引張試験片は図2に示す形状とし、20tonインストロン型試験機を用い、クロスヘッド速度 0.5mm/min で引張った。圧延率による厚さの違いから、破断伸びの補正は、次式で示されるバルバの相似則を用いて、板厚3mmの場合に規格化した。

$$\lambda = \alpha L_0 + \beta A_0^{-\frac{1}{2}}$$

λ : 全伸び、 αL_0 : 一様伸び、 $\beta A_0^{-\frac{1}{2}}$: 局部伸び
 α, β : 定数、 L_0 : ゲージ長さ、 A_0 : 断面積

減衰能は、60%及び80%圧延材に対して 1.6^t 又は $1.0^t \times 6 \times 100\text{mm}$ の試験片を用いて、共振法(周波数は2次共振周波数とした。)により行い、その振動モードは一端自由振動であった。この装置はBRÜEL & KJAER社製で、図4にその構成を示す。

減衰能は、内部摩擦 Q^{-1} で表すことにして、次式を用いた。

f_n : n次の共振周波数

$$Q^{-1} = \frac{D}{27.3 \times f_n} \quad D: 1\text{秒} \text{ に減衰するdB量 (dB)}$$



図1 圧延加工-熱処理サイクル

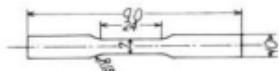


図2 引張試験片の形状

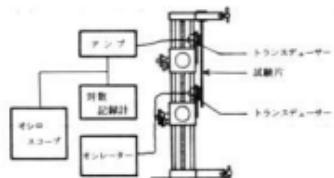


図3 減衰能測定装置の構成

また本装置のトランシスデューサーは、マグネット式であるため、オーステナイト系に対しては、試験片に軟鋼の箔片を接着し、測定を可能とした。測定はすべて常温で行い、また実験の範囲内では減衰能はひずみ振幅にはほとんど依存しなかった。

その他、各試験片について、硬さ測定、顕微鏡による組織観察、X線回折等について検討した。

3. 実験結果及び考察

3.1 顕微鏡組織

写真1はSUS310Lのポロシティーの形態を示したもので、40%圧延ではポロシティーの形はまだ粒状を保っているが、60%、80%圧延になるとこの形状は

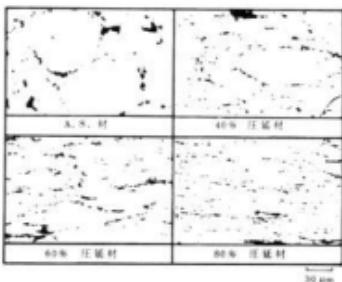


写真1 SUS 310 を圧延加工したときのポロシティーの形状

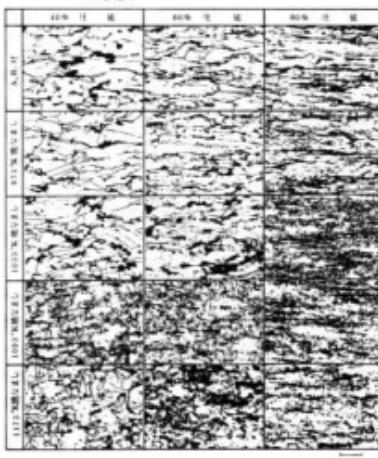


写真2 SUS 310L の圧延-熱処理後の顕微鏡組織

完全にくずれ、帯状になっているのがわかる。これはSUS430も同様であった。

SUS310Lの40%、60%及び80%圧延材の焼なまし組織を示したのが写真2で、一段目は圧延ままのA.R.材の、2段目以下は各温度における焼なましを行った顯微鏡組織である。

3.2 機械的性質

SUS430及びSUS310Lの機械的性質が、各焼なまし温度に対してどのように変化するかを、図4及び図5に示す。各試料とも80%圧延されたSUS310Lを除いては、焼なまし温度が高まるにつれ、漸次軟化の傾向を示し、再結晶開始点を越えると急速に軟化する。そしてこの傾向はSUS310Lよりも、SUS430の試料が強く現われる。焼なまし組織及び機械的性質からSUS430の再結晶開始温度は加工度に関係なく、約640°C一定であったが、再結晶終了温度は40%圧延では、770°C、60%圧延で680°C、80%圧延で660°Cであった。

SUS310Lの場合は、再結晶温度は加工度の影響を強く受け、40%圧延で780°C、60%圧延で760°C、80%圧延で700°Cであった。しかし再結晶終了温度は、本実験範囲内では明確に観察できなかった。80%圧延されたSUS310では、上記とは全く異なる挙動を示し、再結晶開始前まではわずかながら硬化の傾向を示し、再結晶開始後は軟化曲線に、ある停滯域を生じる。この現象は硬さ及び引張強さでは、わずか確認できるに過ぎないが、後述の図8の破断伸びにおいては明確に現われている。

3.3 減衰能

60%及び80%圧延されたSUS430及びSUS310Lの減衰能が、各焼なまし温度に対してどのように変化するかを破断伸びと併せて図7及び図8に示す。写真3はSUS430の60%、80%圧延640°C、800°C焼なまし材、及びSUS310Lの60%、80%圧延780°C、820°C焼なまし材の減衰波形をそれぞれ示したものである。

図7、8において、各試料とも80%圧延されたSUS310Lを除いては、焼なまし温度が高まるにつれ、減衰能は漸次増加の傾向を示し、再結晶開始点で最大値を有するが、さらに温度が高まると極端に劣化するようになる。80%圧延されたSUS310Lでは、これらとは逆に、再結晶開始点までは減衰能は、低下の傾向を示し、焼なまし温度が820°Cになると最大値を示し、より高温になると著しく低下する現像を示した。

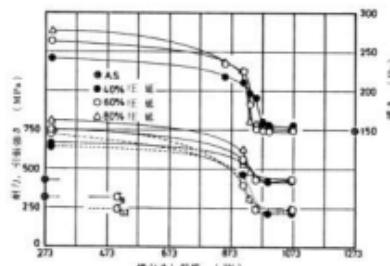


図4 SUS430圧延加工後の耐力、引張強さ、硬さに及ぼす焼なまし温度の影響

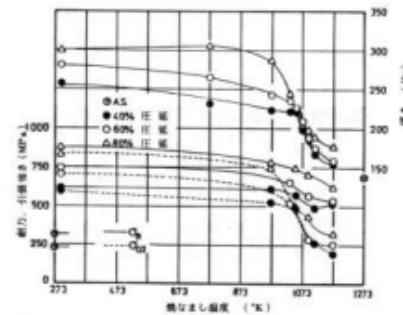


図5 SUS310L圧延加工後の耐力、引張強さ、硬さに及ぼす焼なまし温度の影響

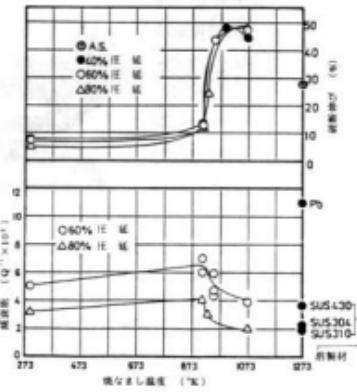


図6 SUS430圧延加工後の減衰能、破断伸びに及ぼす焼なまし温度の影響

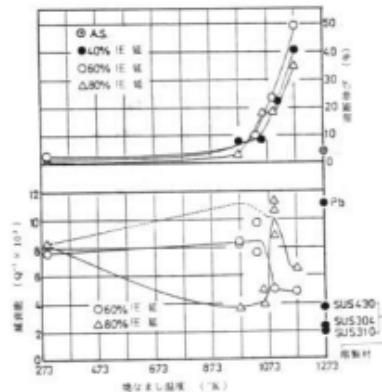


図 7 SUS 310L 壓延加工後の減衰能、破断伸びに及ぼす焼なまし温度の影響

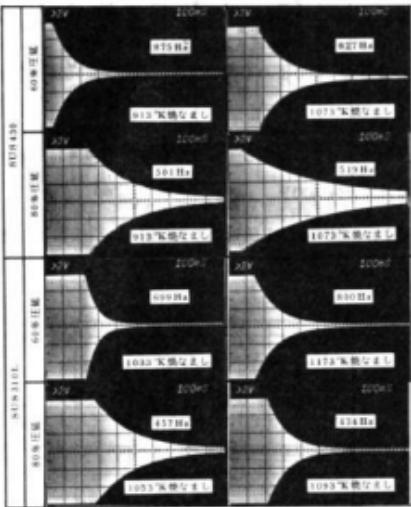


写真 3 SUS 430, SUS 310L の減衰波形

このように、圧延材の軟化開始後の機械的性質(引張強さ、耐力、硬さ、破断伸び)-焼なまし温度曲線の形状には、SUS 310L の 80% 圧延材を除き、異常は認められず、再結晶までは緩やかな軟化を示し、再結晶における著しい軟化は単調に起こっている。これは減衰能-焼なまし温度曲線においても同様で、再結晶開始温度近傍で減衰能は最大となって、焼なまし温度の上昇につれて著しく低下する。

しかし、80% 圧延された SUS 310L の軟化の異常性は上記の破断伸び-焼なまし温度曲線において特に明確で、820°Cになると停滞していた伸びが、再び急上昇することがわかる。そしてこのとき内部摩擦に山があるわれる。

一般に、再結晶過程における 0.2% 耐力の回復率は(転位密度) $\frac{1}{2}$ に比例する。Granato-Lücke¹⁾によれば内部摩擦は転位密度に比例するから、結局、0.2% 耐力の回復率と(内部摩擦) $\frac{1}{2}$ の回復率とは比例することになる。²⁾ 図 9 は図 5~8 をプロットし直したもので 80% 圧延された SUS 310L を除けば、上記の実験結果を十分実証しているものと思われる。

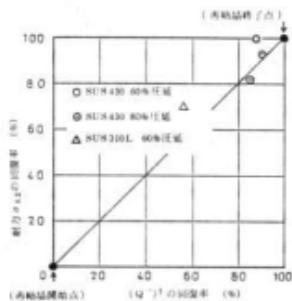


図 8 $\sigma_{0.2}$ と $(Q^{-1})^{\frac{1}{2}}$ の回復率の関係

SUS 310L は SUS 430 に比べ、再結晶の温度が広範囲になっているが、これは分散型強化合金によく見られるもので母地の回復が析出した硬くて脆い α 相に妨げられるためと考えられる。すなわち「素地中に析出物あるいは分散粒子が存在する場合、その粒子直径が 1μm 以上なら、この粒子は再結晶核の生成を促進し、1μm 以下なら、その微細な粒子は再結晶を遅らせる。そして 1μm の微細粒子の間隔が再結晶の核またはセルの臨界直径に等しいか、それ以下になれば再結晶は阻止される。」³⁾ と一般にいわれている。X 線回折の結果、写真 2 で黒い小さな析出物は α 相、母地はオーステナイトで 800°C 焼なましで若干のフェライトがみられ、Cr 炭化物はほとんど検出できなかった。大きな黒い部分はポロシティである。

このように、非常に微細な α 相の存在はさきの条件を十分満足するもので写真 4 のようにあたかも全領域が再結晶微粒と微細な α 相との混合相のごく見える

異常
明確
上昇
があ
率は
よれ
2%
する
たも
の実

ことから、再結晶は阻止され、機械的性質—焼なまし温度曲線に一時の停滯域を生じるのであろう。

写真5は写真2のSUS310L、820°C 焼なまし材の拡大写真であるが、写真4に比べてα相の凝集がみられ粗粒になっている。これはX線回折、フェライトスコープによるフェライト量の測定結果から700°C ~ 800°C付近で生じたフェライト相は、焼なまし温度が820°Cになると完全にα相に変態していた。これは熊田ら^{4), 5), 6)}も認めており、さらに彼らはこのときのα相は微細均一分布状態ではなく比較的粗粒で不均一に存在していることを指摘している。このことが再結晶を急速に促進させる結果となり、最終的にはSUS310L、820°C 焼なまし材の再結晶率は2段階に分れるという異常軟化を示すことになるのであろう。

このとき転位密度は急速に低下するため、それに比例して内部摩擦も著しく低下するのである。

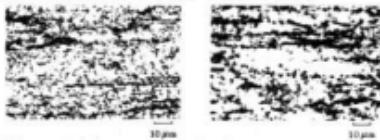


写真4 SUS310Lを80%多圧延800°C焼なましをしたときの組織
写真5 SUS310Lを80%多圧延820°C焼なましをしたときの組織

次にSUS310L80%多圧延材の軟化前に現われる若干の硬化は、荒木ら⁷⁾が述べているように西野⁸⁾のひずみ時効説が妥当であろうと思われる。すなはち強加工によって導入された転位が加熱による侵入型または置換型不純物原子の拡散のため、強く固着されることに起因するもので、結果的に転位のピン止めを強くすることとなり、内部摩擦は漸次低下していく。図7の点線はもしひずみ時効がなかったと想定した場合の減衰能—焼なまし曲線の予想である。

加工状態から再結晶開始温度にかけて内部摩擦が上昇するのは強加工による転位の比較的強いピン止めが温度上昇と共に弱くなるため、ピン止めからの転位の離脱が生じ易くなるからであろう。

いずれにしてもSUS310L、80%多圧延-820°C焼なまし材は減衰能が $Q^{-1} \times 10^2 \approx 1.0$ と非常に大きく、強度及び破断伸びも溶接材に比し、それほど遜色がないことから実用材料としては十分、使用可能なものであると思われる。

5. 結 言

SUS430及びSUS310L焼結体に温間圧延及び焼なまし処理を施した際における減衰能及び引張強さなどの機械的性質を測定し、次の諸点を明らかにした。

- (1) SUS430、SUS310L共に80%圧延したSUS310Lを除いて、再結晶による著しい軟化はいずれも単調に起こった。これは減衰能においても同様で再結晶開始温度近傍で減衰能は最大となって、焼なまし温度の上昇につれて、それは著しく低下した。
- (2) SUS310Lの80%多圧延材はひずみ時効によると思われる若干の硬化が再結晶前に認められた。この時、減衰能は漸次低下の傾向を示した。
- (3) SUS310Lの80%多圧延材は再結晶開始後、異常軟化が起り、再軟化を始める820°Cにおいて内部摩擦に見かけ上のピークがあらわれた。
- (4) SUS310Lの80%多圧延-820°C焼なまし材は内部摩擦が $Q^{-1} \times 10^2 \approx 1.0$ と非常に大きく、また引張強さは69 kgf/mm²と高張力鋼などと競り、破断伸びは焼結体にもかかわらず、18.7%にも達することから実用材料としては十分、使用可能なものであると思われる。

本研究を行うにあたり、試料を提供していただいた大同特殊鋼㈱研究開発部の草加勝司氏に、また実験の遂行に当り、多大な援助、ご指導をいただいた東京大学工学部の宮川松男教授並びに機械技術研究所の容貝昌幸課長に心から感謝します。

参 考 文 献

- 1) A. Granato and K. Lucke : J. Appl. Phys., 27 (1956), P 789
- 2) 土井英和：日本金属学会報, 11(1972) p 719
- 3) 渡辺 享、佐藤有一、依田連平：日本金属学会誌, 32 (1968), P 1177
- 4) 熊田健三郎、辰本宏昭：日本金属学会誌 34 (1970) P 706
- 5) 熊田健三郎、鶴原 隆、藤原恒夫：日本金属学会誌, 43 (1979) P 1131
- 6) 鶴尾俊弘、藤原和光、熊田健三郎：日本金属学会誌, 43 (1979) P 295
- 7) 荒木弘安、谷川久男、藤村全成：日本金属学会誌, 41 (1977), P 73
- 8) K. Nishino : Sci. Rep. Tohoku Univ., Series A, 15 (1963) P 235

オーステナイト及び2相ステンレス鋼の引張変形挙動に及ぼす試験温度の影響

土取 功, 筒本隆博, 新田 明, 野地英治, 横山宏樹

The Effect of Working Temperature on the Tensile Deformation Behavior of Austenitic and Two Phase Stainless Steels

TSUCHITORI Isao, TSUTSUMOTO Takahiro, NITTA Akira, NOJI Hideharu and YOKOYAMA Hiroki

Tensile deformation behavior of Fe-18%Cr-8%Ni austenitic steel and Fe-25%Cr-6%Ni two phase steel was changed by controlling the working temperature in the range between +120°C and -70°C.

Particularly, by decreasing the temperature stepwise at the intermediate stage of deformation, the total elongation was extremely large and attained 106% in 18%Cr-8%Ni steel with decrease from +90°C to -20°C and, 61.2% in 25%Cr-6%Ni steel with decrease from +25°C to -40°C. Also, the total elongation of 101.3% for 18%Cr-8%Ni steel was obtained by repeating alternate 5% deformation and 400°C annealing.

I. 緒 論

準安定オーステナイト組織を有するステンレス鋼は Ms 点以上の温度でも、塑性変形を加えるとマルテンサイド変態が誘起され、材料の変形抵抗が著しく増加する。これは加工誘起変態として知られており、引張変形においては引張強さ及び伸びの増加を生じる。塑性加工ではこの加工誘起変態を材料の強化法の一つとして、あるいは成形精度の向上の手段として積極的に活用しようとする傾向にある。たとえば温度制御プレスや加熱冷却深鉄り法が考案されている。

本研究はオーステナイト系ステンレス鋼として、最も一般的に使用されている SUS 304 を加工誘起変態により強化するだけでなく、温度制御を加えることにより、従来よりさらに伸びの向上を図ることを試みた。そしてこれをオーステナイト系に比べて伸びのよくない、応力腐食割れの対策鋼として開発されたフェライト・オーステナイト 2 相ステンレス鋼に適用することを検討した。

2. 供試材及び実験方法

材料は市販のオーステナイト系の SUS 304 とフェライト・オーステナイト 2 相組織を有する SUS 329 J1 を用いた。化学成分を表 1 に示す。

この 2 つの材料のうち SUS 304 は 1100°C で、SUS

329 J1 は 1000°C と一部の試料を 900, 1100°C でそれぞれ溶体化処理を行った。(30 分間均熱後、水冷) それらの材料から JIS 14 号 A 丸棒引張試験片を作製し、実験に供した。その顕微鏡組織を写真 1 に示す。

引張試験はインストロン型試験機を用い、各温度での試験は図 1 のように各熱媒体中に試験片を浸漬して行った。温度は熱媒体の温度を測定し、これを試験温度とした。なお、実験項目は次のとおりである。

表 1 供試材の化学成分 (wt %)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
SUS 304	0.04	0.46	1.13	0.035	0.025	8.30	18.55	—	bal.
SUS 329 J1	0.03	0.32	0.46	0.031	0.002	5.44	23.78	1.22	bal.



写真 1 溶体化処理後の素材組織

(1) 室温(空気中)で伸びに与えるひずみ速度の影響
(SUS304, SUS329JI)

クロスヘッド速度を0.1~500mm/minに変化させ空気中での変形挙動の影響をみた。なお、SUS304は引張速度の影響が大きかったため試料の平行部に熱電対を接続し、温度上昇を測定した。

(2) 試験温度が伸びに与える影響
(SUS304, SUS329JI)

各熱媒体を使用して試験温度を-70~120°Cに変化させ、引張試験を行った。この時のクロスヘッド速度は5mm/minである。

(3) 温度2段引張変形した場合の全伸びの挙動
(SUS304, SUS329JI)

Md点付近の温度で均一伸びの範囲で引張り、温度を下げ低温で破断まで引張り、伸びの変化をみた。

(4) 室温でゲージ長さの約

5%を引張り、As点以上
の温度(ソルトバス)に5
分間浸漬し、再び室温で5
%引張るという操作を破断
まで繰り返した。(右図)
(SUS304)



図1 各温度での試験方法

3. 実験結果及び考察

室温(空気中)で伸びに与えるひずみ速度の影響を調べるために、クロスヘッド速度を0.1~500mm/minに変化させて引張試験を行った。

図2のSUS304では、0.5~500mm/minの間でクロスヘッド速度が遅くなるとともに引張強さ、伸びとも増加し、0.5mm/min以下、50mm/min以上では伸びはほぼ一定となった。これは引張変形中の材料の温度上昇が加工誘起変態、すなわち生成するマルテンサイト量に影響するということが知られており¹⁾。図2においてもクロスヘッド速度が速いほど、試料の温度上昇は高くなっている。写真2の顕微鏡組織では500mm/minの場合、1mm/minの引張速度に比べてマルテン

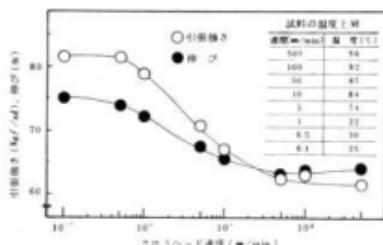


図2 SUS304の室温における引張性質の速度依存性

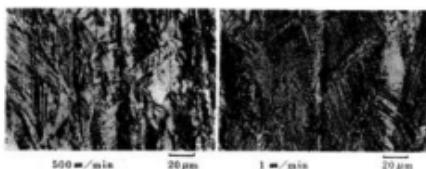


写真2 SUS304の引張速度の違いによる顕微鏡組織の変化

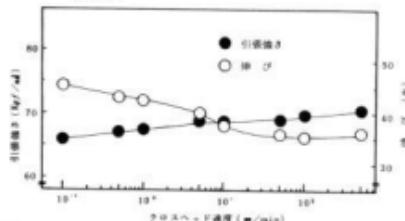


図3 SUS329JIの室温における引張性質の速度依存性

サイト量が少く観察され、このことを裏付けている。

一方、図3のSUS329JIでは、普通のフェライト鋼と同様な傾向を示し、クロスヘッド速度が遅くなると伸びはわずかに増加の傾向を示し、引張強さは減少する。このことからSUS329JIの2相中のオーステナイト相は室温での変形では加工誘起によるマルテンサイトは生じていないものと考えられ、室温(25°C)はMd点より高い温度であるといえる。

次に、各温度における引張性質は、SUS304では図4に示すように、試験温度の低下とともに引張強さは加工誘起マルテンサイトのため著しく上昇し、一方伸びは30°C付近でピークを示し、それ以外の温度では漸減している。一般的に伸びは、α'マルテンサイト量が5~15%の比較的小さな値のとき、最大になると言われている。²⁾写真3に1例として120°Cと-40

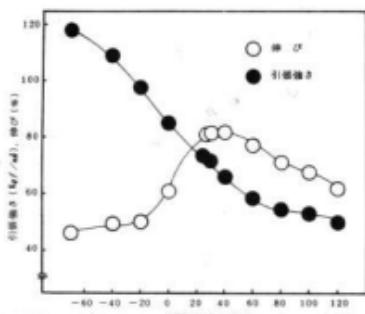


図4 SUS 304 の引張性質の温度の影響

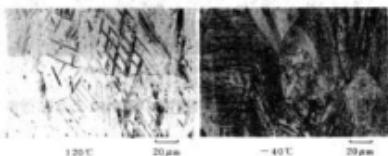


写真3 SUS 304 の各温度で試験後の顯微鏡組織

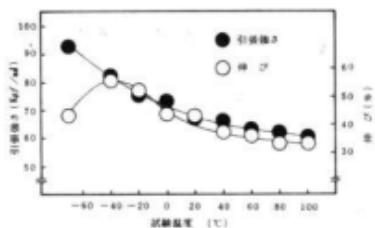


図5 SUS 329 J I の引張性質の温度の影響

℃で試験した試料の平行部の組織を示す。試験温度が120℃の場合、ほとんど加工誘起マルテンサイトは生じていないのが分かる。

図5はSUS 329 J Iの各温度における引張性質で、引張強さはSUS 304ほどその増加の程度は大きくなないが同様の傾向を示し、伸びは-40℃付近の試験温度でピークを示している。これはこの付近の温度以下では2相中のオーステナイト部が加工誘起によるマルテンサイト変態を起こしているためと考えられる。

SUS 329 J Iでは写真1のようにオーステナイト・フェライトの微細組織であるため、オーステナイト変形部でのマルテンサイト組織は確認できなかった。

以上のことから伸びを増加させる方法として破断直前までマルテンサイト変態を抑制して延性を保持し、くびれの発生前にマルテンサイト変態を起こさせてその部分の強化をすれば伸びの向上が期待できる。従って、くびれが発生する直前で温度を低下させてマルテンサイトの発生を増大させればよい。

図6はSUS 304を90℃と120℃で均一伸びの範囲で限度まで引張り、そこから低温にもちいたして再び引張った時の全伸びである。1段目試験温度が90℃で2段目が-20℃の時、全伸びは最高の106.3%を示し、この値は室温での伸びに比べ20~30%の向上である。

図7はSUS 329 J Iの場合で、1000℃溶体化処理したもの伸びは二段目試験温度が-40℃の時、61.2%を示し、これは室温での伸びに比べ15~20%の向上になる。また材料の溶体化処理温度によって、伸びが上昇する2段目試験温度が異なっている。これは2相中のオーステナイトの組成の変化、すなわちMd点

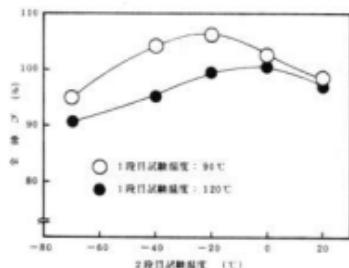


図6 SUS 304 の温度2段引張変形における全伸び

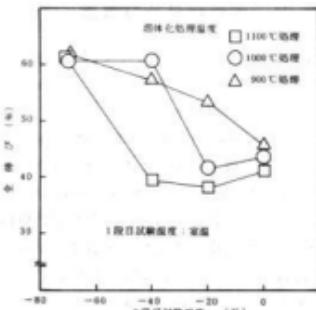


図7 SUS 329 J I の温度2段引張変形における全伸び

の変化によるものだと考えられる。

星野らの報告⁹⁾によれば溶体化処理温度を変えた時、フェライトとオーステナイト両相の組成が変化することを指摘しており、その中でオーステナイト中の Ni は溶体化処理温度が高くなると多くなっている。

一般に Ni が多くなると積層欠陥エネルギーが増大して加工誘起マルテンサイトが生じにくくなる。またオーステナイトが固溶強化され、せん断に対する抵抗が増大し、変態に必要な駆動力が大きくなつてオーステナイトの安定化につながるといわれている。¹⁰⁾

次に伸びを向上させる他の方法として、SUS 304 を約 5% 変形→熱処理の繰り返しを破断まで行った。

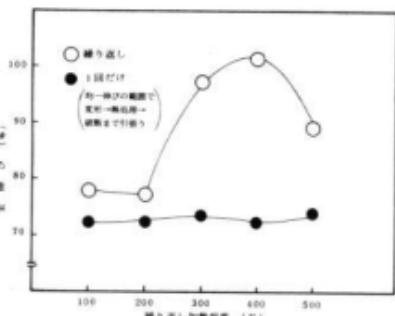


図 8 SUS 304 の 5% 引張り → 热処理を繰り返したときの全伸び

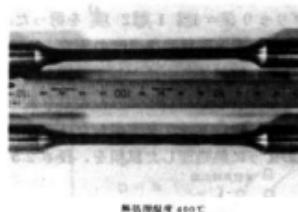


写真 4 SUS 304 の 5% 引張り → 热処理を繰り返したときの試験中に生じた多重くびれ

図 8 は繰り返し熱処理温度が 400°C の時、101.3% の全伸びが得られた。写真 4 はこの引張試験途中で、標点間に 4 ~ 5箇所のくびれを生じ、いわゆる多重くびれを起した。これはくびれ部がひずみ時効、炭化物等の析出により強化されたためであると考えられる。しかし、試験片を室温で引張変形した時の引張力は 400°C 加熱後ではかなり弱まっていたことから、5% 変形時に生じた加工誘起マルテンサイトは 400°C 付近の加熱によりオーステナイトへ逆変態していることが考えられる。このマルテンサイトのオーステナイトへの逆変態が、全伸びにどのように寄与したかは本実験の範囲内では不明である。

4. 結 言

SUS 304 及び SUS 329 JI に温度制御を加えながら引張試験を行った結果、次の諸点が明らかとなった。

- (1) 温度 2段引張試験により、SUS 304 では 106.3%，SUS 329 JI では 61.2% の伸びが得られ、室温での試験に比べ、それぞれ 20 ~ 30%，15 ~ 20% の伸びの向上が認められた。
- (2) SUS 329 JI の温度 2段引張試験では、溶体化処理温度が伸びが上昇する 2段目試験温度に影響を与える。
- (3) SUS 304 は 5% 引張り → 400°C 焼なましの繰り返しによって 101.3% の伸びが得られた。

参 考 文 献

- 1) 野原清彦、小野 寛、大橋延夫：塑性と加工，18-202 (1977)，938
- 2) 河合 望、済木弘行、平手久徳：塑性と加工，17-190 (1976)，899
- 3) 中村正久、若狭邦男：鉄と鋼，60-4 (1974) S 261 ~ S 262
- 4) 星野明彦、金尾正雄、中野恵司：鉄と鋼，63-5 (1977)，804

NiTi 合金の形状記憶効果に及ぼす熱処理の影響

筒本隆博, 土取 功, 斎田 明, 野地英治, 横山宏樹

The Effect of Heat Treatment on the Shape Memory effect of Ni-Ti Alloy

TSUTSUMOTO Takahiro, TSUCHITORI Isao, NITTA Akira, NOJI Hideharu and YOKOYAMA Hiroki

In order to learn the effect of heat treatment on the shape memory effect of NiTi alloy, shape recovery temperatures (R_s , R_f) and shape recovery rates were examined.

Heat treatment temperature under 250°C and over 500°C caused a remarkable decline of shape recovery rate and over 300°C, R_s and R_f points rose with increasing heat treatment temperature.

In addition to the above, heating by directly charging with electricity was carried out and electric resistivity change during heating was measured. This data is applicable in heat treatment of NiTi alloy.

I. 緒 言

最近、形状記憶合金が新しい機能材料として注目をあびている。^{1,2)} 形状記憶合金の種類は、Cu-Zn系、Cu-Al-Zn系、Cu-Sn系、Ni-Ti系等数多くある。現在、繰り返し使用に対する信頼性や経済性の面で多くの研究が行なわれているが、中でもNi-Ti系は、それらの特性を比較的満足させる材料の一つとして、早くから各方面で研究及び応用が試みられてきた。形状記憶効果を発揮させるためには、適切な熱処理を行わなければならない。現在、この熱処理方法は、各方面で研究されているが、必ずしも確立されているとは言えない。

そこで本研究では、Ni-Ti系の材料をとり上げ、その形状記憶効果と、それに付随した性質である機械的性質を発揮させる熱処理方法と、その条件について、二・三の実験を行い検討した。

2. 実験方法

2.1 試料とその熱処理

表1に示すような化学成分を持つ、直径1mmの市販の加工硬化したNiTi合金の線材を用いた。これを適当な長さに切断した後、大気中で200~600°Cに1時間加熱保持した後、冷却し、実験試料に供した。

表1 供試材の化学成分(at %)

Ni	Ti
49.9	残 部

その試料について顕微鏡組織観察(腐食液 H F : HNO₃ : グリセリン = 1 : 1 : 2)³⁾を行った。

2.2 形状回復率と形状回復温度の測定

形状記憶効果を検討する方法として、図1のようなねじり試験機を作製し、これにより、ねじり変形中及び変形後のねじり角、トルクを測定した。この装置を用い、前述のように熱処理した試料を、長さ2.5cmの

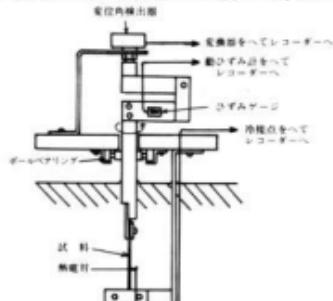


図1 実験装置の概略

区間で室温において、約90°のねじり変形を与えて変形させた後、加熱し、昇温中のねじり変形の回復を、変位角の変化としてとらえた。 R_s 、 R_f 点（形状回復の開始及び終了の温度）は、図2のように決定することとした。また室温と、 R_f 点以上の温度（ $R_f + 5 \sim 15^{\circ}\text{C}$ ）で変形させた時のねじり角とトルクの関係も検討した。

2.8 直接通電による加熱

中央に熱電対をとりつけた試料に、定電流を流して加熱を行い、試料の両端の電圧と温度をX-Yレコーダに記録した。通電は、試料が定常の温度になり、その後十数秒間続いた。炉中熱処理した試料についても、この方法で昇温時の電気的特性を観察した。

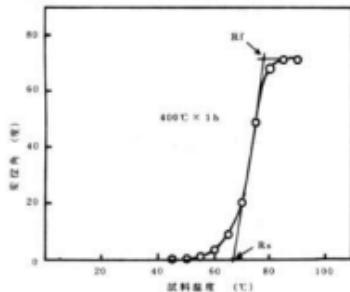


図2 ねじりの形状回復から R_s 、 R_f 点を決定する方法

3. 実験結果

3.1 形状記憶特性の変化

図3に前述の方法で求めた R_s 、 R_f 点と熱処理温度の

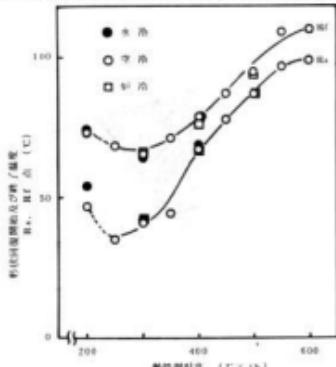


図3 R_s 、 R_f 点に及ぼす熱処理温度の影響

関係を、図4に形状回復率と熱処理温度の関係を示す。

これらの結果から、熱処理温度が300°Cをこえると、 R_s 、 R_f 点は徐々に上昇し、550°C以下では、 R_f 点が100°Cをこえる。また250°C以下、及び550°C以上では形状回復率が著しく低下していることがわかる。

図5は、室温と R_f 点以上の温度における降伏始回復トルク T_y を示したものである。200°Cの熱処理温度では、室温における T_y が高く、加工硬化が消失していないものと思われる。また、550°C以上では、

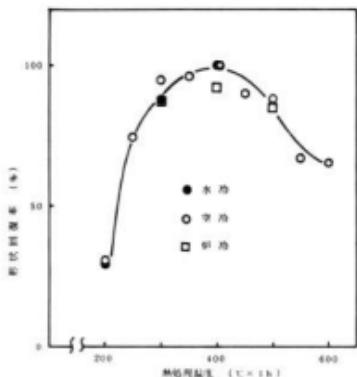


図4 形状回復率に及ぼす熱処理温度の影響

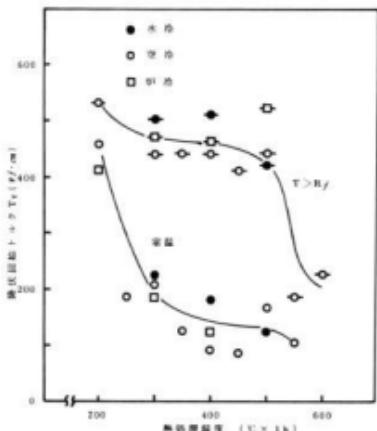


図5 降伏始回復トルク T_y に及ぼす熱処理温度の影響

T_f 点以上での T_f が低下し、丁度、形状回復率の低下する温度範囲に対応している。

以上の結果から、加工硬化した素材を、形状記憶熱処理するには、300~500°C の温度範囲で行うのが望ましい。なお、加熱後の冷却方法による顕著な差は認められなかった。

3.2 直接通電加熱による電気抵抗の変化

図6は、試料に直接、定電流を流して加熱を行った場合の試料の温度と、その両端の電圧から求めた電気抵抗値の変化を示したものである。1回目の通電では、温度上昇は、通電する電流の大きさによりほぼ決まり、試料の温度上昇に対する電気抵抗の変化は、各電流値とも、ほぼ1つの曲線で表わすことができる。また、100°Cまでは、温度上昇とともに、電気抵抗値は上昇するが、100°Cをこえ400°Cにかけて、温度上昇とともに大きく減少しており、電気抵抗の減少から試料の上昇温度が推定できる。ただし、長時間通電して加熱を行う場合は、試料の温度が定常状態に達した後にも徐々に電気抵抗値は減少してゆき、それに伴う発熱量の減少から、わずかではあるが試料温度の低下が認められた。

2回目の通電では、1回目の通電で到達した最終点（試料温度と電気抵抗値）に向って、各電流値とともにほとんど同じような傾きで電気抵抗が変化しているのがわかる。8~10Aの加熱では、2回目の加熱で30~50°C近辺で、温度上昇に伴う電気抵抗の落ち込みが認められる。また、形状回復率の比較的高い300~400°C炉中熱処理を行った試料を、通電加熱した場合同じような現象が現れた。

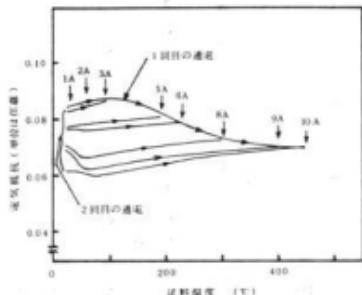


図6 通電加熱による試料の温度と電気抵抗の変化
（↓印は各電流値での最終到達点を示す。）

4. 考 察

図7は、宮崎ら⁵⁾が、形状記憶効果（SME）と擬弾性（PE）の出現条件を、温度と応力の関数で模式的に表わした図である。この図からもわかるように、永久変形を起させるための応力 σ_8 が高い場合 (σ_{8H}) は形状記憶効果と擬弾性を示す領域が広く、逆に σ_8 が低いと (σ_{8L})、各領域とも狭められ、形状記憶効果については、 M_f 点以下の変形でも永久変形が生じやすくなり、形状回復率が低下し、擬弾性については、その特性を示さなくなるようになる。すなはち、 σ_8 を上昇させることは、形状記憶効果および擬弾性の両特性を発揮させるための一つの指針と考えられている。

Ni-Ti合金（例えばNi 50.6~51.6 at%）では、溶体化処理後、時効を行うことにより、 σ_8 が高められることが言われているようであるが、NiとTiの組成が、原子比で1:1に近いようなものは、溶体化処理後の時効により、 σ_8 の増加が期待できない。⁵⁾

宮崎らは、加工後に加熱を行うことによって、加工時に導入した転位が、 σ_8 を高めるために有効に利用できることを指摘している。⁵⁾ また、加工硬化した材料は、そのままでは弾性限が高いため、焼なましを行い、可逆的な塑性ひずみ（加熱を行うと、もとにもどるひずみ）を与えるための応力 γ を低下させておく必要がある。⁵⁾ 本実験で用いた素材のNi-Ti合金ワイヤーは、加工硬化しているため、加熱により、 σ_8 と γ が同時に変化することが考えられる。

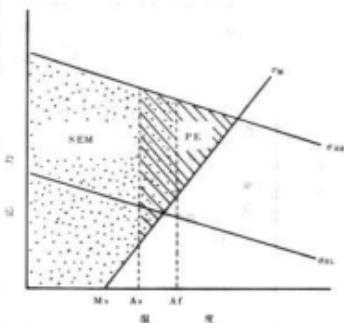


図7 形状記憶効果（SME）と擬弾性の出現条件を示す模式図（ σ_M ：応力誘起変態に対する臨界応力、 σ_{8H} 、 σ_{8L} ：永久変形に対する臨界応力）

図8は、良好な形状記憶効果と擬弾性を示す熱処理温度範囲を説明するために、 σ_Y と σ_S を熱処理温度の関数として模式的に示したものである。

200～300°Cの熱処理温度では、図5からもわかるように、素材の加工硬化が残っており、 σ_Y が充分低下していないため、変形を与えた時、生じる応力が高くなり、永久変形が生じやすく、形状回復率が低下したものと考えられる。

350～400°Cの熱処理温度では、比較的良好な形状記憶効果と擬弾性を得ることができた。これは σ_Y の低下とともに、宮崎らの言う⁵⁾転位の再配列により、 σ_S が高められ、永久変形が起りにくくなつたためであると思われる。この熱処理温度範囲の試料は、30～50°C近辺で、温度上昇とともに、電気抵抗が落ち込む現象が認められたが、450°C以上では、この現象は現れなくなる。

熱処理温度が450～500°Cの範囲では、形状回復率は比較的高いが、R_f点以上の変形で永久ひずみが残るようになり、擬弾性特性が低下する。このことから σ_S の大きさが、R_f点直上の σ_Y 程度まで低下してきていることが想像される。

550°C以上の熱処理温度範囲では、R_f点以上で擬弾性を示さなくなり、低いトルクで永久変形が生じ、また形状回復率も低下していることから、 σ_Y の低下が著しく、 σ_Y 程度の大きさになったものと想像される。

写真1に、素材及び、400°C、600°Cで熱処理を行った試料の顕微鏡写真を示す。これより、(C)は再結晶しているのがわかる。本実験では、550°C以上で再結晶しているのが認められた。この温度範囲が、 σ_S を著しく低下した範囲と一致していることから、再結晶により、転位の再配列の強化が、完全に消失するものと考えられる。



写真1 素材と熱処理した試料の顕微鏡組織

5. 結 言

加工硬化している49.9 at % Ni-Ti合金のワイヤ

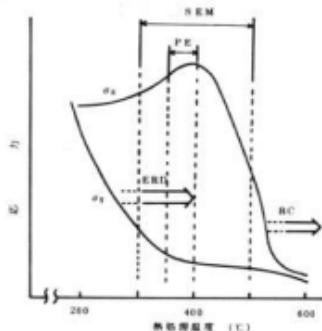


図8 热処理温度の変化に伴う σ_S 、 σ_Y の変化を示す模式図 (SME : 良好的な形状記憶効果を示す範囲、PE : 良好的な擬弾性を示す範囲、BC : 再結晶、ERD : 升温時に30～50°C近辺で電気抵抗が落ち込む現象)

一を、加熱処理を変え熱処理した後、形状記憶、擬弾性特性を調べた結果、次のことを得た。

- (1) 300°C以上の熱処理温度では、熱処理温度の上昇とともに、形状回復温度 (R_s 、R_f点) が上昇する。
- (2) 250°C以下と550°C以上の熱処理温度で、形状回復率は大きく低下する。
- (3) 350～400°Cの熱処理温度の試料は、比較的良好な擬弾性効果を示す。
- (4) 直接通電による加熱においては、昇温中に、試料の電気抵抗は独特な変化を示すことから、電気抵抗の変化を観察することにより、熱処理の進行状況が推定できる。

6. 文 献

- 1) 清水謙一、大塚和弘：金属 1978-6, 70
- 2) 内藤陽允、富田徹：金属 1983-7, 27
- 3) 本間敏夫：金属 1980-10, 108
- 4) 大塚和弘：『マルテンサイト変態とその応用』シンポジウム予稿(1983) 日本国金属学会18
- 5) 宮崎修一、大塚和弘：日本金属学会会報22(1983), 33
- 6) 浜田綱、浦谷文博、花立有功、宮城政和：大阪工業技術研究所報告, No.82(1983) 20
- 7) C. M. Wayman, 唯木次男訳：日本金属学会会報19(1980), 323

5083 アルミニウム合金MIG溶接部の応力腐食割れ*

野地英治, 國城敏男**, 黒田敏雄**

Stress Corrosion Cracking of 5083 Aluminum Alloy MIG Welds

NOJI Hideharu, ENJO Toshio and KURODA Toshio

An investigation has been made into the corrosion behavior of Al-Mg 5083 aluminum alloy welds in 3.5% NaCl + 0.5% H₂O₂ solution. The welding was carried out by conventional DCRP MIG welding using 5356 filler wire.

The corrosion behavior of this alloy welds was characterized by the intergranular corrosion at the fusion boundary or the exfoliation corrosion in the heat affected zone (HAZ).

For as-welded specimen, the intergranular corrosion occurred at the weld fusion boundary, and the corrosion depth increased with increasing the immersion time. As the welds were aged at 120°C for 1 week, the intergranular corrosion fairly occurred at the bond. As the welds were aged at 120°C for 3 weeks, the intergranular corrosion occurred and the exfoliation corrosion occurred at the area of HAZ of 10mm from the bond, where the beta phase precipitated at the grain boundary.

The behavior of the intergranular corrosion and the exfoliation corrosion in the HAZ and weld bond is considered to be related to the anodic dissolution of the beta phase precipitated at the grain boundary during aging after welding.

1. 緒 言

Al-Mg系5083アルミニウム合金は耐食性、溶接性に優れているので車両、船舶はじめ各種の溶接構造物に使用され、最近では海洋構造物へも適用されつつある。しかし、本合金は溶接難手において、腐食や応力腐食割れが生ずる危険性があり、腐食に関する多くの研究がなされている。¹⁾²⁾

その原因として、低温時効過程中に粒界に優先的に析出する β 相(Mg_2Al_3)³⁾が挙げられており、この β 相は電位的にマトリックスよりも卑るために、 β 相の選択溶解が腐食や応力腐食割れの経路になるといわれている。⁴⁾

本合金を通常MIG溶接すると、溶接ボンド部で局部優先腐食され、さらに溶接後、低温時効されると、

その局部腐食が、さらに激しく起ることがわかった。

そこで、本研究は溶接部の優先腐食挙動を金属組織学的に検討し、通常MIG溶接部の腐食挙動と β 相析出との関係を調べたので報告する。

2. 実験方法

本研究用いた材料は、市販品、板厚9mmの5083-0材である。溶接ワイヤはA 5356-1.6mm^Φを用いた。試験材の化学成分を表1に示す。又溶接条件は表2に示すとおり、直流逆極性通常MIG法を用い、溶接入熱を5,000, 8,000, 10,000 J/cmの3水準

表1 使用材の化学成分(%)

	Cu	Si	Fe	Mn	Mg	Zn	Cr	Ti	Al
母材	0.03	0.16	0.19	0.61	4.7	0.01	0.10	0.01	Bal
溶接ワイヤ	0.007	0.07	0.13	0.09	5.03	0.01	0.11	0.09	Bal

*昭和57年度秋期溶接学会にて発表

**大阪大学溶接工学研究所

表 2 熔接条件

板厚 (mm)	溶接 方法	開先 形状	屢数	溶接速度 (mm/min)	電流 (A)	電圧 (V)
9	DCRP -MIG	V	3	630	250	21
			2	394	250	21
			1	370	280	22

とした。開先形状はV開先60度の突合せ溶接とし、ルート面1mm、ルート間隔0mmで、銅裏当金を用いて、シールドガスを25ℓ/minとして、片面全自動溶接を行った。又溶接方向は板の厚延方向に直角とし、溶接長は200mmとした。溶接の繰り返し数は3とした。

また溶接後、溶接部が高温で使用される事も考慮し、120℃1週間及び、120℃3週間人工時効した試料を作成した。

溶接部の腐食挙動は、図1に示すステンレス鋼製4点曲げ拘束治具を作製し、治具の支点間距離を50mm、ボルト間隔は130mmとした。ボルト締付けによる溶接部への曲げ荷重応力は、耐力に相当する18kg/mm²とした。又応力腐食割れ試験片は、図に示すように板厚9mm、幅25mm、長さ150mmで、余盛付きとし、腐食液は3.5%NaCl + 0.5%H₂O₂水溶液を用い、24時間毎に交換した。⁵⁾ 試験開始時のpHは約5であった。腐食時間は1週間及び3週間とし、腐食後試験片から3断面を切り出し、断面割れの有無及び腐食深さを測定した。

なお、母材の応力腐食割れ試験を定荷重引張下で行い、その破断寿命を測定した。なお母材及び溶接部の

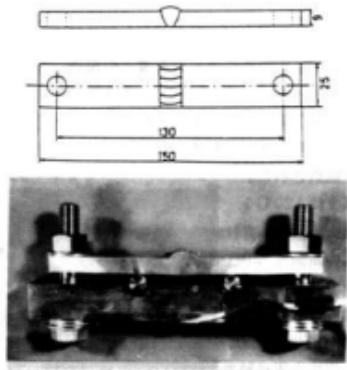


図1 応力腐食割れ試験用拘束治具及び溶接試験片

熱処理は200℃以下の場合シリコンオイル、560℃までは硝酸塩浴を用いた。

3. 実験結果及び考察

3.1 溶接入熱の腐食に及ぼす影響

図2は5083-0材を溶接入熱10,000J/cm²で溶接後、1週間応力腐食割れ試験を行った溶接部の腐食の概略図と、その断面顕微鏡組織を示す。余盛のオーバーラップ部は、腐食により剥離しており、溶接ボンド部で局部腐食割れが生じている。次に溶接入熱と溶接部の腐食速度の関係を図3に示す。腐食速度は3断面の腐食深さの平均化を腐食時間で除した値で示している。応力腐食割れに対する溶接入熱の影響について、一部報告されている⁵⁾が、通常MIG溶接の入熱範囲においてもその影響は認められ、いずれの箇所とも溶接入熱の増加とともにない(5,000J/cm²~10,000J/cm²)

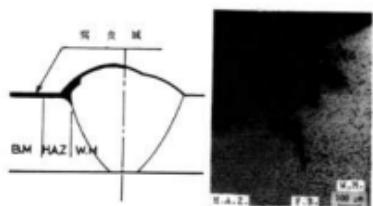


図2 溶接部の腐食例(溶接のまま)

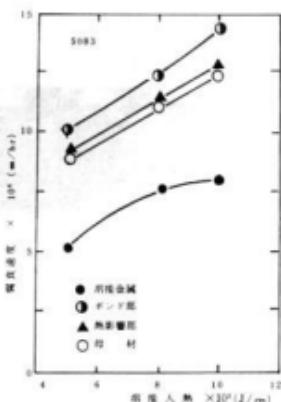


図3 溶接入熱と腐食速度との関係

腐食速度は増加する。又、その度合は、溶接部各所において異なっており、溶接ボンド部が最も腐食が著しく、ついで溶接熱影響部、母材部で、溶接金属部が最も腐食されにくくことがわかった。その原因の1つに、次項でのべる β 相への析出があげられる。

3.2 低温時効の腐食に及ぼす影響

図4に母材の120°Cにおける人工時効時間と応力腐食割れ時間との関係を示す。受入材及び溶体化処理材とも、時効時間が長くなるほど破断寿命は短くなっている。⁵⁾又、溶体化処理温度が高いほど、破断寿命は長くなっているが、560°Cでの溶体化処理材を長時間人工時効すると再結晶がおき、破断時間は逆に短くなっている。

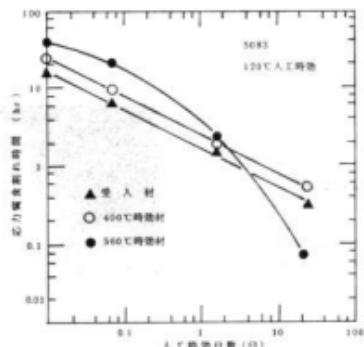


図4 母材の人工時効時間と応力腐食割れ

次に、MIG溶接部の人工時効の影響について述べる。図5は溶接熱10,000J/cmで溶接後120°C、1週間人工時効を行った試料の1週間応力腐食割れ試験を行った腐食の概略図と断面組織である。

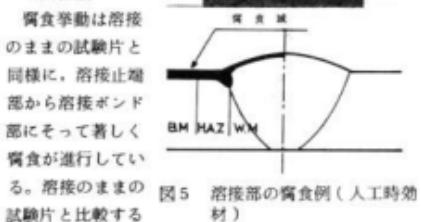


図5 溶接部の腐食例(人工時効材)

と、腐食深さ、腐食幅ともさらに大きくなっている。

図6は120°Cにおける人工時効時間と応力腐食速度との関係を示したものである。腐食速度はすべての箇所において、時効時間の増大に伴い大きくなっている。

溶接のままの試験材と同様に溶接ボンド部が最も腐食され、溶接金属部が最も腐食速度が遅いことがわかった。このように、溶接ボンド部が局部優先腐食される原因も、ボンド部附近は高溫に加熱され、不溶性化合物はかなり固溶され、その後の冷却中に、 β 相が粒界に析出するためと思われる。

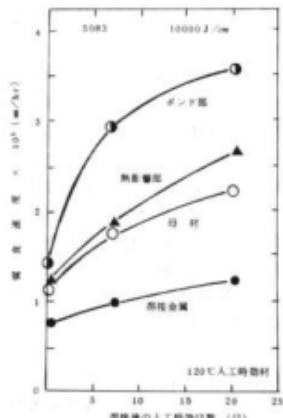


図6 溶接後の人工時効日数と腐食速度との関係

3.3 β 相の析出と応力腐食との関係

写真1は5083-0材を120°C1週間人工時効した透過電顕写真である。黒い丸状はマトリックス中の不溶性化合物であり、粒界にそって β 相が析出しているのが観察された。

写真2は120°C1週間人工時効した試料の断面を20%リン酸水溶液で腐食した溶接部の走査電顕組織である。溶接金属部は粒界の腐食が不連続であり、溶接熱影

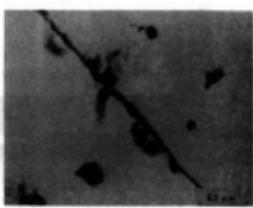


写真1 120°C1週間人工時効の透過電顕写真

軸部及び母材は、ほぼ連続的であるが、その腐食の幅は小さい。

一方溶接ボンド部は、腐食は連続しており、かつ部分的に腐食幅が大きく、深いことが確認された。

これらのことから β 相は、溶接ボンド部で優先的に析出し、それが応力腐食環境下における局部優先腐食を生じる主原因と考えられる。

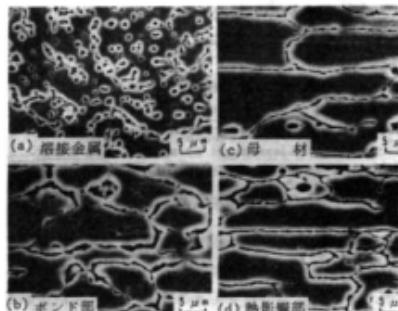


写真2 120°C 1週間人工時効材の走査電顕写真

写真3、写真4は、それぞれ120°C、1週間及び3週間人工時効材の応力腐食割れ試験後の断面走査電顕写真である。1週間時効材は、腐食の最も著しい溶接ボンド部においても、 β 相の粒界への析出が部分的に差があると考えられるため、腐食は選択的に進行し、一部マトリックス中も進行していると思われる。したがって腐食の形態はピット状を呈している。

一方、3週間人工時効材は、 β 相がフィルム状に連続して粒界析出しているため、溶接熱影響部等も含めて、粒界の β 相が剥離するように腐食が進行している。従って腐食速度、腐食幅とも大きく、腐食面は非常にフラット的形態を呈している。

4. 結 言

$\text{Al}-\text{Mg}$ 系5083-0材の通常MIG溶接部の応力腐食割れについて、溶接入熱、人工時効の影響を検討した。その結果得られた結論を要約すると、次のとおりである。

(1) 5083-0材の通常MIG溶接においては、溶接入熱の増加に伴い、応力腐食割れ速度は増大する。

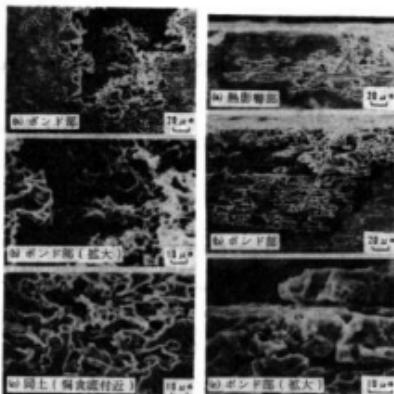


写真3 120°C 1週間人工時効材溶接部の応力腐食割れ断面
写真4 120°C 3週間人工時効材溶接部の応力腐食割れ断面

- (2) 溶接後、低温人工時効を行うと、応力腐食割れ速度及び腐食の範囲とも増加する。
- (3) 通常MIG溶接においては、溶接金属部が最も耐腐食性が良く、溶接ボンド部が局部的に優先腐食される。その主原因として溶接ボンド部では、 β 相が粒界に連続的に析出することがあげられる。

5. 文 献

- 1) 大西忠一ほか：軽金属27巻5号 P 224～ (1977)
- 2) 大崎修平ほか：軽金属27巻3号 P 138～ (1977)
- 3) 園城敏男ほか：軽金属溶接16巻9号 P 1 (1978)
- 4) 室町繁雄ほか：軽金属25巻4号 P 123～ (1976)
- 5) 後藤建次郎ほか：軽金属27巻7号 P 332～ (1977)
- 6) 大西忠一ほか：軽金属26巻1号 P 18～ (1976)

強弱鉄に関する研究(第2報)

コンパクテド・バーミキュラ黒鉛鉄の耐熱性*

世良時夫, 原信彦, 中村和清

Heat Resistance of Compacted Vermicular Graphite Cast Iron

SERA Tokio, HARA Nobuhiko and NAKAMURA Kazukiyo

In order to examine the heat resistance of compacted vermicular graphite cast iron (CV), a thermal fatigue tester was manufactured, and heat resistance of CV was compared with that of FC and FCD. Alternative heating and cooling between 150 and 700°C was repeated by means of induction heating and water cooling. The degree of cracking was evaluated by using a leak tester. The air leak of FC was most of FCD least. This tendency was consistent with the data of expansion in diameter of specimens. From these results, CV is considered to have a medium heat resistance between FC and FCD.

I. 緒 言

コンパクテド・バーミキュラ黒鉛鉄(以下CV 黒鉛鉄という)への関心が高まり多くの発表がみられる。CV 黒鉛鉄は、片状黒鉛鉄(以下FC といふ)と球状黒鉛鉄(以下FCD といふ)の中間的な機械的性質や物理的性質を示すといわれている。CV 黒鉛鉄の特徴の一つである熱伝導性がFCD に比べてすぐれ、しかもFC より強度が高い材料であることから耐熱材料として適するものと思われる。

CV 黒鉛鉄の適用¹⁾として、エキゾーストマニホールド、ブレーキディスク、シリングダーヘッド、インゴットケースなどが生産されている。鉄鉱の耐熱性は使用条件の熱サイクル、加熱ふん開気、形状などにより異なる結果を得ることがある。

筆者らは、CV 黒鉛鉄の耐熱性をFC、FCD材と比較するため、熱衝撃試験装置の試作、試験片の形状、き裂の判定法を検討しながら実験を進め、以下の結果を得たので報告する。

2. 実験方法

2.1 供試材及び試験片

実験に使用した材料はFCD用鉄鉱85%、冷間圧延

鋼板15%を高周波誘導溶解炉で溶融後、Fe-Siを添加して成分調整した。CV 黒鉛鉄はTi-Mg系合金0.8%、FCDはMg-Re系合金1.2%で処理後、各鉄鉱とも0.3% Fe-Si接種後φ25×250の丸棒のガス型に鍛造した。各鉄鉱の化学組成を表1に示す。各鉄鉱ともCは3.35～3.39とはほぼ同一であるがFCはSiが少し低くなっている。

表1 供試材の化学組成(%)

	C	Si	Mn	P	S
FC	3.35	2.52	0.05	0.024	0.008
CV	3.39	2.81	0.04	0.024	0.005
FCD	3.38	2.83	0.04	0.028	0.005

これらの供試材は900°C×3時間加熱後、炉冷のフェライト化処理を行い、JIS 4号引張試験片とφ15×30で、φ5の水冷穴のある熱衝撃試験片を加工後、表面を400メッシュのペーパ仕上げした。

2.2 热衝撃試験装置

熱衝撃試験装置²⁾は全自動変態測定装置の高周波発振装置を使用して図1に示すような方法で150～700°Cの加熱冷却をくり返した。

*昭和57年12月(社)日本鉄物協会中国四国支部研究発表会にて発表

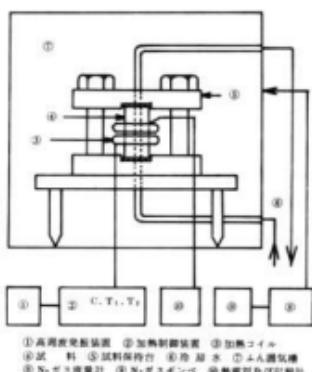


図1 热衝撃試験装置

高周波発振装置は真空管式で出力3 kw、周波数1.7 MC/Sである。熱サイクルの制御は電力調整器と加熱、冷却用設定タイマ、マグネットリレー及びサイクル数カウンタで構成した。冷却は直接試験片中心部に冷却水を通し、バルブで流量を調整した。加熱面の温度は試験片中央から3 mm上に熱電対を接続して測定記録した。1サイクルは加熱時間5~6秒、冷却時間15~17秒で、合計20~23秒位であった。又加熱装置部は窒素ガスを少量流し、多少ふん囲気を調整した。

1,000サイクルごとに図2、3に示す圧力もれ測定部及び耐圧試験装置を使用して、き裂及び表面損傷に

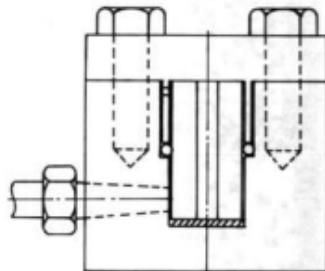


図2 試験片の圧力もれ測定部

ともなう圧力もれを測定した。

図2は試験片に空気圧を加えて、圧力もれを測定する部分で、ゴムパッキンとOリング及び保持具からなる

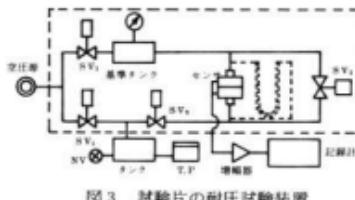


図3 試験片の耐圧試験装置

っている。図3は耐圧試験装置で、3 kgf/cm² (29.4 N/cm²) の空気圧を加え、基準タンクと試験片側タンクの圧力の変化を差圧センサで検出、増幅して測定した。

さらに、3,000サイクル後の試験片中央部を横断面で切断し水冷部のき裂状況を観察し、き裂長さやき裂の数を測定した。

3. 実験結果と考察

供試材の機械的性質は表2に示すとおりである。

CV 黒鉛鉄及びF

CDとも目的の材質

で、引張強さ、伸びが大きく異なっている。

図4はOリングの位置により圧力もれ

の変ることが当然予想され、その関係を測定した1例である。各試験片とも最大の圧力もれで比較を行なった。

表2 供試材の機械的性質

	引張強さ kgf/mm ² (N/mm ²)	伸び %
FC	13.1 (128)	0.6
CV	37.6 (369)	6.8
FCD	44.7 (438)	24.0

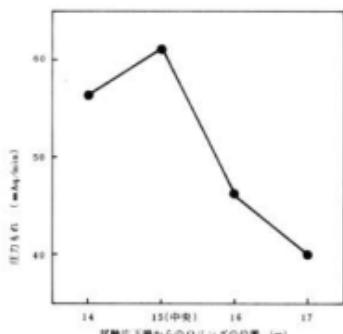


図4 Oリングの位置と圧力もれの1例

1,000 サイクルごとの各鉄鉄の圧力もれを図 5 に示す。加熱前の試験片の圧力もれは 0.2 ~ 0.4 mm Aq / min と比較的小さいが、1,000 サイクル後の圧力もれ

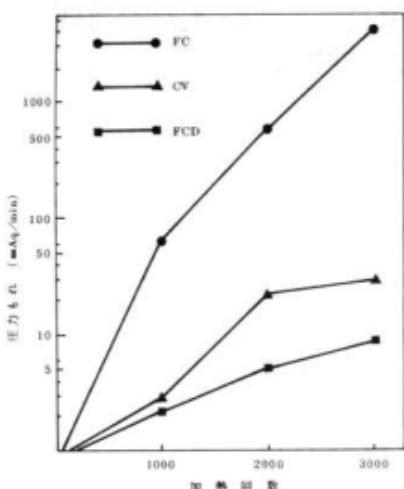


図 5 各鉄鉄の加熱回数と圧力もれとの関係

は大きくなり FC は著しい。FCD は最も小さく CV 黒鉛鉄は FCD よりの中間である。又 3,000 サイクル後の試験片中央部の横断面を切断して観察すると、水冷側にき裂が発生していた。このき裂平均長さ、き裂の数をまとめ図 6 に示す。き裂平均長さは FC はき裂

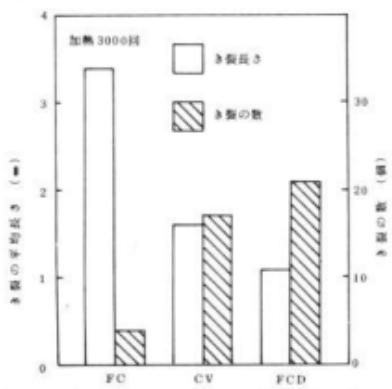


図 6 各鉄鉄の水冷部に発生したき裂平均長さ及びき裂の数

4 本での平均、CV、FCD は大きいき裂 10 本での平均としてまとめた。この結果、FC は最も大きく、ついで CV 黒鉛鉄、FCD の順にき裂平均長さは短くなっている。このことは図 5 と同様の傾向を示している。き裂の数は逆の傾向となり各鉄鉄³⁾の特徴と思われる。

耐熱疲労の条件⁴⁾としては低弾性係数、高熱伝導率、高温での高強度等があげられる。本実験は試験片の中央部を加熱し、しかも中心部を水冷するため、不均一な加熱による、材料自身の拘束で熱応力を発生させる方法で、熱の移動過程が大きく関係するが 150 ~ 700 ℃の一定温度の加熱冷却をくり返したため、熱伝導率の影響は小さくなっている。又弾性係数⁵⁾は FC、CV、FCD の順に高くなり、必要条件と実験結果は逆になっている。従って本実験では、高温での強度⁶⁾が大きく影響していると考えれば、実験結果ともよく一致している。このことは中田⁸⁾及び松田⁹⁾らの熱疲労寿命の傾向と一致し、K. Roehrig⁴⁾のクラックの傾向についても一致している。

写真 1 は試験片中央部の加熱面の状況と黒鉛形状を示す。FC の写真はき裂の小さいものを示しているが、大きなき裂は 0.8 mm 位までクサビ状に欠損していた。

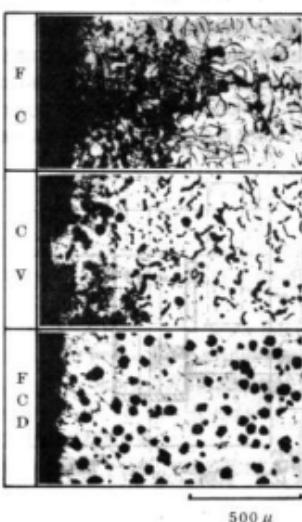


写真 1 加熱表面近くの横断面組織

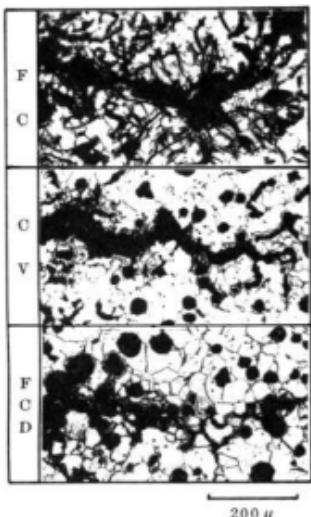


写真2 中心部から発生したき裂状況

CV 黒鉛鉄、FCDにはき裂は認められず、加熱による表面損傷が生じている。内部での黒鉛形状をみるとほど目的の形狀といえる。

水冷部に発生したき裂の先端部を写真2に示す。各鉄鉄とも黒鉛に沿ってき裂は進行しているよう、FC Dはフェライト粒界を進行しているのが観察された。

試験片中央の加熱部の直径は、くり返し加熱冷却により試験片直径がふくらんでいる。この測定値を直径の膨張率としてまとめ図7に示す。この結果は圧力もとの傾向と似ているが、この現象は鉄鉄の成長と考えられ、小西¹⁰⁾らの研究結果とよく一致しており、特に酸化が大きく影響しているものと考えられる。

以上のことから本実験条件では FC、CV 黒鉛鉄、FCDの順に耐熱性は向上しているといえる。

4. 結 言

CV 黒鉛鉄の耐熱性を FC と FCD材のフェライト基地組織で比較した。耐熱性は高周波誘導加熱による熱衝撃試験装置を試作し、試験片のき裂は耐圧試験装置を使用して測定した。

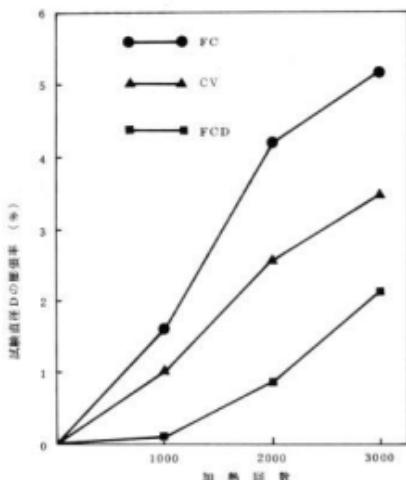


図7 各鉄鉄の加熱回数と試験片直径の膨張率との関係

その結果 FCD、CV 黒鉛鉄、FC の順に圧力もものは大きくなつた。又試験片直径の膨張率も、圧力もれと同様の傾向を示した。このことから、CV 黒鉛鉄は FC と FCD の中間的な耐熱性を示すと云える。

終わりに、本研究に有益なご助言をいたさういた広島大学工学部、柳沢助教授に謝意を表します。

5. 文 献

- 1) 阿部ほか：ジャクトニュース、No. 268 P 4038 - 4040 (1979)
- 2) 生井：鉄物、VOL 42, P 3 - 13 (1970)
- 3) 石原：総合鉄物、No. 6 P 6 - 13 (1982)
- 4) K. Roehrig : AFS Trans. VOL 86 P 75 - 88 (1978)
- 5) 高橋：(社)日本鉄物協会九州、中・四国支部合同研究会資料 (1980)
- 6) 柳沢ほか：鉄物、VOL 54, P 38 - 43 (1982)
- 7) 細井ほか：製鐵研究、No. 298, P 36 - 40 (1979)
- 8) 中田ほか：第95回講演概要 P 65 (1979)
- 9) 松田：第8回日本鉄物協会シンポジウム「鉄鉄の耐熱性」テキスト P 13 - 18 (1980)
- 10) 小西ほか：第101回講演概要 P 9 (1982)

強筋鉄に関する研究(第3報)

コンパクテド・バーミキュラ黒鉛鉄の炉前試験法

世良時夫, 原信彦, 芳野光利, 浜岡英男

Foundry Test of Compacted Vermicular Graphite Cast Iron

SERA Tokio, HARA Nobuhiko, YOSHINO Mitsutoshi and HAMAOKA Hideo

In a foundry test of compacted vermicular graphite cast iron (CV), chill and cooling curve testing was carried out, using Ca-Raremetal and Ti-Mg treated alloy. Judgement from chill depth alone is difficult, so it was necessary to observe the appearance of the fractur surface. Fracture surface of CV usually has a white and gray spotted pattern.

From a cooling analysis, the maximum temperature on eutectic arrest (TEM) is available for judgement and molten iron can be expected to become CV when TEM is over 2040°F(1116°C). But in Ca-Raremetal treated alloy, in addition to the data of TEM, it is reliable to judge with ΔT , the temperature difference between TEM and TEU (temperature of eutectic undercooling), and when the value of ΔT was over 10°F(5.6°C), compacted graphite was formed.

1. 緒 言

新しい鉄材料として、片状黒鉛鉄(以下FCという)と球状黒鉛鉄(以下PCDという)の中間の性質を示すコンパクテド・バーミキュラ黒鉛鉄(以下CV黒鉛鉄という)が製造されている。CV黒鉛鉄は熱伝導性、切削加工性がすぐれ、高強度で延性もあり、応用分野は徐々に拡大される傾向にある。

CV黒鉛鉄の製造法^{1,2)}には、球状化阻害元素(AE, Tiなど)を加える方法、球状化作用の弱い元素(Ca, Re系合金など)を加える方法、球状黒鉛鉄溶湯への元湯による稀釈法やフェイディングを利用する方法などがある。

筆者らは、これまでにCV黒鉛鉄の製造法³⁾や耐熱性⁴⁾について検討してきた。本実験では炉前試験として、強制板チル試験と熱分析試験⁵⁾について研究した。又CV黒鉛鉄の処理合金としてCa-Re系合金とTi-Mg系合金を使用したCV黒鉛鉄溶浴の管理を検討したので、これを報告する。

2. 実験方法

溶解材料は鉄90%, 冷間圧延鋼板10%を高周

波誘導溶解炉で溶融後、Fe-Si, 1.6%を添加して成分調整した。元湯は同一配合で、処理後の成分は、3.4~3.7%C, 2.4~3.2%Siであった。1回の溶解重量は16kg, 1500°Cで約5%ずつ出湯して処理した。溶湯処理剤はCa-Re系合金とTi-Mg系合金の二種類を使用し、0.1~1.7%のランダムな添加量を置き法によって処理し、0.3%のFe-Si接種後各試験片に飼込んだ。

強制板チル試験片は、C3号をCO₂型で造型した。熱分析試験は、リーズアンドノースラップ社製CEメータを使用し、熱分析鋸型にアルメル・クロメル熱電対を有するシェル鋸型(マークII型、テルル塗型)を使用した。又引張試験片鋸型はφ25×270の丸棒を落込法によるCO₂型で造型した。

板チル試験片は中心部を打折して、チル深さと破面の状況を調べた。丸棒試験片の下部から10mmを切断し、黒鉛組織の観察試料に供した。球状化率の判定は日本鉄物協会特殊鉄物部会の判定法に準じて行った。残りの丸棒からJIS4号試験片を加工し機械的性質を調べた。

3. 実験結果と考察

3.1 球状化率と引張強さ

Ca - Re系合金で処理した鉄鉱の黒鉛球状化率と引張強さの関係は図1に示す。球状化率ゼロでは、引張強さ $10 \sim 20 \text{ kgf/mm}^2$ ($98 \sim 196 \text{ N/mm}^2$) で、伸び

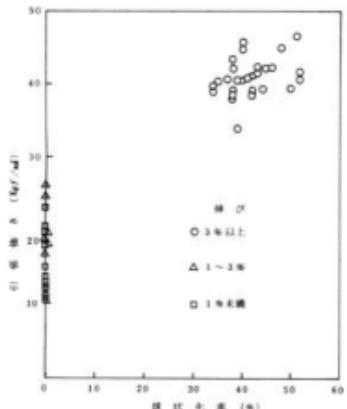


図1 Ca - Re系合金処理における球状化率と引張強さの関係

1%未満となっている。又、引張強さ $18 \sim 26 \text{ kgf/mm}^2$ ($177 \sim 255 \text{ N/mm}^2$) は微細な黒鉛となり、伸びは $1 \sim 3\%$ の範囲にある。球状化率 $30 \sim 60\%$ の範囲では、引張強さは $35 \sim 47 \text{ kgf/mm}^2$ ($343 \sim 461 \text{ N/mm}^2$) 伸びが 3% となり、最も伸びているものは 7% であった。一般にCV黒鉛鉄の球状化率は $30 \sim 70\%$ の範囲にあり、又引張強さも $35 \sim 45 \text{ kgf/mm}^2$ ($343 \sim 441 \text{ N/mm}^2$) を示しており、球状化率及び引張強さのどちらかで判定してもよいという結果を得た。又、Ti - Mg 系合金についても同様の傾向を示すが本文では省略した。なお、CV黒鉛鉄は浜田⁶⁾らの球状化率 $30 \sim 70\%$ ということにした。

3.2 強制板チル試験

試験片の中心部をハンマで打抜してチル深さと破面状況を観察した。その結果は図2、3に示すとおりである。

図2はCa - Re系合金処理における強制板チル試験片のチル深さと球状化率の関係を示す。球状化率ゼロ

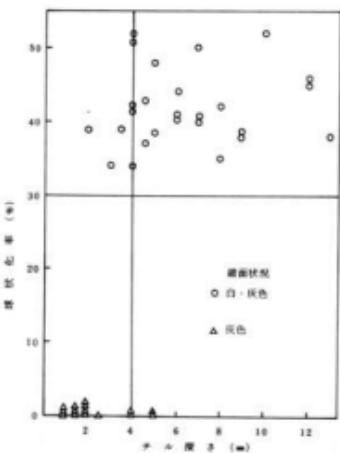


図2 Ca - Re系合金処理におけるチル深さと球状化率の関係

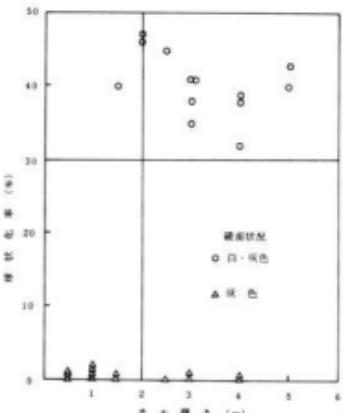


図3 Ti - Mg 系合金処理におけるチル深さと球状化率の関係

は△型黒鉛又は微細黒鉛となり明確なチルと灰色の破面となっている。これに対し、球状化率 30% 以上の

試験片は柱状チルとその上に白・灰色のマダラ模様の不明確な破面を示す。およそ、チル深さ4mm以上でCV黒鉛となるが、破面の状況を考慮する必要がある。図3はTi-Mg系合金処理での関係を示すが図2と同様の傾向を示す。チル深さ2mm以上で破面が白・灰色のマダラ模様の場合CV黒鉛鉄といえる。Ti-Mg系合金のチル深さがCa-Re系合金より、全般に浅くなっているのはTi⁴⁺の影響と考えられる。

写真1は強制板チル試験片の破面を示し、左側a, b, cはCa-Re系合金処理、右側a, b, cはTi-Mg系合金処理を示す。各々のa, bの試験片はチ



写真1 板チル試験片の破面

ル及び灰色からなる破面となっているのに対し、cはチルに白と灰色のマダラ模様となっている。このような場合は、CV黒鉛鉄にならっていることが認められた。のことから現場ではφ20位の丸棒の破面による判定も可能と思われる。

3.3 热分析試験

図4はCa-Re系合金処理溶湯の冷却曲線の代表例を示す。No.1は合金添加しない例で、熱分析鈍型の焼型材の影響でレデブライ特徴となる曲線^⑤を示す。又添加合金の少ない範囲ではこの例に近い曲線となる。ただし、CO₂型の丸棒試験片の黒鉛形状はA型、B型、D型などとなっており、レデブライ特徴の存在は認められない。No.10, No.38はCV黒鉛鉄の範囲の例を示すが、No.10が最も代表的な冷却曲線といえる。共晶凝固過冷後のリカルセンスの大きさが特徴である。添加量が、およそ0.7~1.0%位の範囲はこのような曲線となる。又、No.38の例では球化率、機械的性質からみても、CV黒鉛鉄であるが、添加合金が多くなると共晶凝固過冷点が上昇し、共晶凝固最

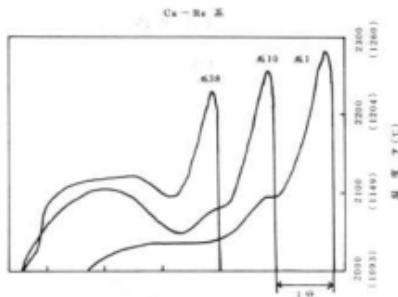


図4 冷却曲線の代表例

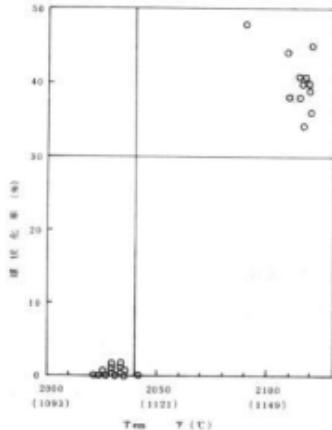


図5 Ti-Mg系合金処理によるTEMと球化率の関係

高温度(TEM)も高くなる。Ti-Mg系合金処理では、CV黒鉛鉄はNo.38に近い冷却曲線が多くみられた。

Ti-Mg系合金処理における球化率とTEMの関係をみたのが図5である。この図からは明らかに球化率30%以上になるとTEMは高い。本実験の成分範囲では2040F(1116℃)を境界とし、それ以上ではCV黒鉛鉄と判定することができる。

Ca-Re系合金処理における冷却曲線をまとめた結果を図6に示す。図5と同様にTEMは2040F(1116℃)以上であることと、△T(TEM-TEU(共晶凝固過

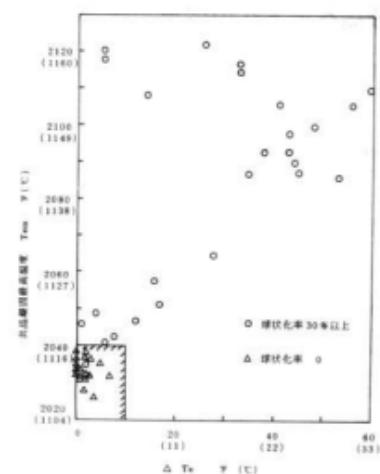


図 6 Ca-Re系合金処理における△Te 及び
Temと球状化率の関係

固溶冷温度 ΔT_e が 10°F (5.6°C) 以上ある場合は、
CV 黒鉛鉄と確実に判定できる。

以上の結果、両者の処理合金の特徴と熱分析鉄型の
塗型剤及び接種の影響が現れた。特に Ca-Re系合金
に含まれる Ce, La は球状化作用の弱い元素のため塗
型剤の Te の影響を受け TEU, TEM が重なるか差が
少なくなるものが多い。逆に接種は TEU, TEM を上昇させ
るが接種処理のバラツキも影響することが考えられる。

図 4 に示した特徴的な冷却曲線に近い黒鉛形状の顕
微鏡組織を写真 2 に示す。Ca-Re系合金処理におい
て左上は微細な黒鉛で、図 4 の No.1 のような曲線とな
り、処理剤の少ない場合である。左下は No.10 の黒鉛
形状で CV 黒鉛鉄の例である。右上は No.1 と No.10
の曲線の中間的な場合で、いも虫状黒鉛と微細な黒鉛
となっている。右下は No.38 に示す場合の黒鉛で球状
黒鉛といも虫状黒鉛の混在となる。これは処理剤が比
較的多いためと思われる。

4. 結 言

CV 黒鉛鉄の炉前試験法として強制板チル試験及
び熱分析試験で検討し、さらに処理合金の影響をみる
ため、Ca-Re系合金と Ti-Mg 系合金について調べた
結果をまとめると次のようになる。

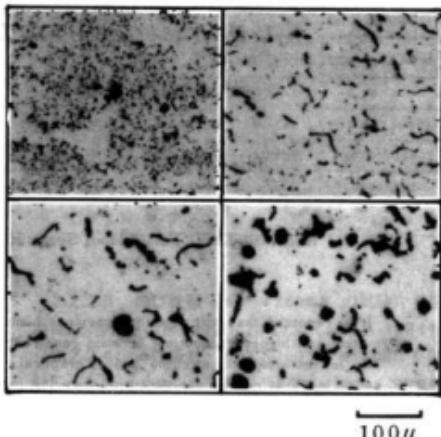


写真 2 Ca-Re系合金処理での代表的な黒鉛形状

- (1) 強制板チル試験片のチル深さだけでは、CV 黒鉛鉄の判定は困難で、むしろ破面模様に特徴があり、CV 黒鉛鉄の破面は白・灰色のマダラ模様を示す。
- (2) 热分析試験法は、冷却時の TEM (共晶凝固最高温度) が CV 黒鉛鉄の判定基準になる。過共晶成分である本試料の場合、2040 F (1116°C) 以上が CV 黒鉛鉄である。たゞ Ca-Re系合金処理の場合には ΔT_e (TEM-TEU) が 10°F (5.6°C) 以上あれば CV 黒鉛鉄と判定できる。

5. 文 献

- 1) 中村幸吉: ジャクトニュース, №268 P 4031-4037 (1979)
- 2) 張博ほか: 鋼鐵造と熱処理, №413 P 1-11, №414 P 19-25 (1982)
- 3) 原信彦ほか: 本報告, №24 P 15-18 (1981)
- 4) 世良時夫ほか: 本報告, №26 P 46-49 (1983)
- 5) 杉浦卓: 鋼物, VOL 52 2 P 113-118 (1980)
- 6) 斎田純一: 総合鋼物, VOL 21 1 P 15-20 (1980)
- 7) 田中雄一ほか: 鋼物, VOL 53 4 P 187-192 (1981)
- 8) D. M. Stefanescuほか: AFS Trans., VOL 89 P 425-436 (1981)

レジンコンクリートの工作機械ベッドへの応用

小林賢治, 田谷征雄, 鈴木 寛, 斎藤信雄, 平田敏明

The Application of Resin Concrete for Machine Beds

KOBAYASHI Kenji, TADANI Isao, SUZUKI Hiroshi, SHIBA Nobuo and HIRATA Toshiaki

It is reported that test to utilize various kinds concretes on machine tool pointing heavy duty cutting and high speed cutting or main construction materials of precision lathe is doing.

So far as concrete machine tool of practical, the Studer AG which used epoxy resin is famous and in each of companies, they are reporting practical studies of epoxy resin concrete.

In this paper, on polyester resin concrete, we selected aggregate or reinforcement and as a result of investigating blend technic, in regard to intensity and price, they topped epoxy resin concrete, we got information as new compound material and structure.

I. 緒 言

工作機械の静、動剛性対策の一環として、最近工作機械にコンクリートベッドを採用する動きが世界の工作機械メーカーの間でおこっている。¹⁾ コンクリートの使用は、我が国の中でも以前から一部に使用されてはいた。²⁾ 最近はコンクリートの持つ減衰性、あるいはコスト、納期の利点を積極的に利用しようとする動きがあらわれている。³⁾ 機械振興協会技術研究所では、S 53年4月以来エポキシ系樹脂を主体とした低コスト、高減衰性、長期安定性に着目し、円筒研削盤のベッドの開発研究がおこなわれている。⁴⁾

レジンコンクリートの工作機械用途、又は構造材用としての基本配合についての資料は少ない。本実験で、表4に示す試験寸法の試験片型に加強しながら注型し

ボリエステル系樹脂と、骨材を混合したレジンコンクリートの性質を調べ、複合構造材料としてレジンコンクリートベットの可能性を検討したので報告する。

2. 実験方法

2.1 供試材料

実験に使用した供試材料の骨材の粒度分布及び樹脂、充填材、補強材の品番及びメーカーを表1、2に示す。

2.2 実験方法

2.2.1 試験片の作成

表3の各種供試材を品川式攪拌機(羽根:スクリューピーチ)を用い、65rpmで、4kg/パッチを混合し、

表1. 骨材の粒度構成

骨材 (骨材)	メッシュ	粒度構成												F.N.				
		6	8	10	14	20	28	35	48	65	100	150	200	270	ΣW_n			
グラナイト	粒度係数 S_n	5	8	11	16	22	32	45	63	89	126	178	253	357	620	ΣW_n		
	重さ W_n	4.35	11.85	12.25	16.15	4.25	0.55	0.05	0.15	0.1	0.05	tr	—	0.05	49.85	13.9		
珪砂 2	重さ W_n	21.75	94.8	134.75	258.4	93.5	17.6	2.25	3.15	13.35	12.6	8.9	—	—	692	13.9		
	$S_n \cdot W_n$														984	13.7		
珪砂 1	重さ W_n	—	tr	4.65	22.25	14.4	6.95	1.4	0.3	tr	tr	tr	tr	tr	49.95	13.7		
	$S_n \cdot W_n$														984	13.7		
珪砂 1	重さ W_n	—	—	—	—	—	—	tr	0.05	0.2	0.8	10.0	21.25	12.85	3.55	1.0	49.7	20.66
	$S_n \cdot W_n$								2.25	12.6	71.2	1260	3782.5	3251.05	1267.35	620	10267	

表2 供試材料の製造会社及び品番

	品名	製造会社名	品番
結合材 樹脂	ポリエスチル樹脂A	大日本インキ化学工業	グラウド XG-TF-85-20
	ポリエスチル樹脂B	*	グラウド XG-TF-85-22
	エポキシ樹脂主剤	*	エピケロン 850
	硬化剤	*	ラッカーマイド WB-051
充填材 キャップリ ング剤	炭酸カルシウム	日東粉化	NB #100
	シリカカッピング剤	トーレン・シリコン	SH6049
	スチール繊維	住友金属工業	T008A
補強材	炭素繊維	東レ	*トレカ"チャップドライバ"

た。24時間室温で放置硬化後脱型し供試品とした。

ポリエスチル樹脂は、骨材に対して一律に16.6%添加した。配合及び注型手順を以下に示す。

樹脂 + 炭酸カル + 砂1 + 砂2 + 補強材
60秒 → 30秒

強材 → 注型 → 脱型 → 加熱(加熱サイクル: 60°C 2時間, 80°C 30分間) → 試験片

2.2.2 試験方法 表3に示す配合での各試験片の試験方法及び試験片の寸法を表4に示す。

2.2.2.1 引張試験 $\phi 50 \times 100\%H$ の試験片を使用し、上下加圧板の間に横位置とし、荷重を加えた。(JIS A 1185)

2.2.2.2 圧縮試験 $\phi 50 \times 100\%H$ の試験片を使用し、上下加圧板の間に縦位置とし、荷重を加えた。(JIS A 1182)

表4 レジンコンクリートの実験方法

	試験機	試験方法(J18)	試験片の大きさ(mm)
引張試験	50t万能試験機	A 1185	$\phi 50 \times 100$
圧縮試験	50t万能試験機	A 1182	$\phi 50 \times 100$
曲げ試験	50t万能試験機	A 1184	$60 \times 60 \times 260$
弾性係数	Grindo Sonic	-	$60 \times 60 \times 260$
減衰率	振動計	-	$\phi 50 \times 320$

2.2.2.3 曲げ試験 $60^{\circ} \times 260\%L$ の試験片を使用し、3等分点荷重を鉛直に加えた。(JIS A 1184)

2.2.2.4 弾性係数 $60^{\circ} \times 260\%L$ の試験片を使用し、Grindo Sonic (J.W. LEMMENS-ELEKTRONIKA社-ベルギー)で測定した。

2.2.2.5 減衰率 $\phi 50 \times 320\%L$ の試験片を使用し、中心点を空中で支え、一方に振動加速度ピックアップを取りつけ、反対方向をハンマーで打撃を与え、その振動波形を記録した。

3. 結果と考察

引張、圧縮、曲げ、弾性係数、減衰率の試験結果を図1、2及び表5に示す。図1中、P-1を本実験の基準配合とした。⁵⁾ P-2にシランカッピング剤を加え樹脂と無機物質の親和性による強度向上を試みた結果

表3 各種レジンコンクリート配合表(wt%)

	結合材樹脂の種類			充填材 炭酸カル	骨材				添加剤 カッピング 剤	補強材 スチール 繊維 炭素繊維
	ポリエス タル A	ポリエス タル B	エポキシ		珪砂1	珪砂2	グラウト	硬化剤		
P-1	13.3	3.3		16.6	25.0	41.6				
P-2	13.3	3.3		16.6	25.0	41.6			1.0	
P-3	13.3	3.3		16.6	41.6	25.0				
P-4	13.3	3.3		16.6	8.0	59.0				
E-1			15.3	1.7	26.0	52.0			1.0	
P-G	13.3	3.3		16.6	25.0		41.6		1.0	
P-C1	13.3	3.3		16.6	25.0	41.6			1.0	0.5
P-C2	13.3	3.3		16.6	25.0	41.6			1.0	1.0
P-C3	13.3	3.3		16.6	25.0	41.6			1.0	1.5
P-S1	13.3	3.3		16.6	25.0	41.6			1.0	1.0
P-S2	13.3	3.3		16.6	25.0	41.6			1.0	3.0
P-S1	13.3	3.3		16.6	12.5	41.6			12.5	1.0
P-S2	10.7	2.6		16.1					70.5	1.0

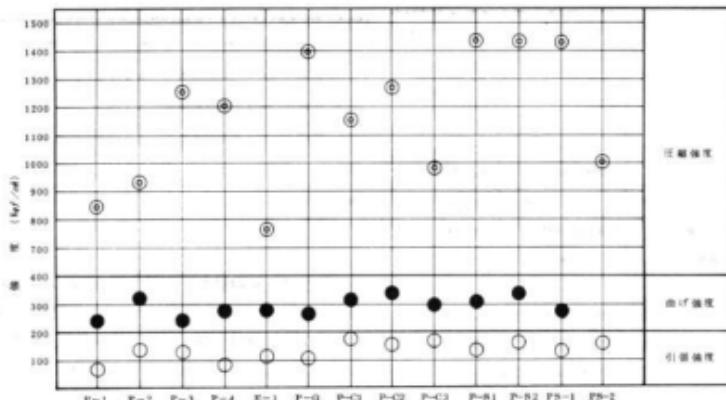


図1 レジンコンクリートの種類と引張・圧縮・曲げ強度の関係

表5 レジンコンクリートの弾性係数と密度

記号	P-1	P-2	P-3	P-4	E-1	P-G	P-C1	P-C2	P-C3	P-S1	P-S2	PS-1
弾性係数 (10^5 kg/cm^2)	1.65	2.74	2.08	2.69	1.24	2.62	2.66	2.36	2.24	2.76	2.49	2.05
密度 (kg/m^3)	2.06	2.05	2.06	2.06	1.68	2.13	2.11	2.02	2.01	2.12	2.10	2.30

相対的に試験値は向上し、効果があることを示している。⁵⁾ P-3, P-4については、骨材の配合割合を変えた結果であるが、粒形の小さい骨材の配合割合が増えると強度が大となる一方、注型時の流動性が悪くなる。硬化後の表面状態も、樹脂特有の光沢を失いザラつきを生じた。E-1のエポキシ樹脂使用の試験片内部は、ポリエチル樹脂にくらべて気泡巣が多く残存しているため、圧縮強度の低下を生じたものと思われる。

スチールファイバーを骨材とした試験片は、好結果を得た。炭素繊維1.5%増加した試験片については、ミキサー能力、混練不足及び樹脂量の不足が生じたため、圧縮強度の低下が生じたものと思われる。本実験の結果、補強材として、スチールファイバーの使用は、圧縮強度の向上に効果があった。

図2に各レジンコンクリートと、鉄鉄(FC25)の減衰曲線を示したが、いづれも鉄鉄に勝る減衰能を示した。表6に鉄鉄とポリエチルレジンコンクリート

の接着強度及び試験方法を示す。

機械構造用材として、両材料の結合強度は、部位によって重要な作業工程となる。接着断面を観察すると、ポリエチル樹脂を接着材としたものは、金属面に対しての接着力が弱く、ポリエチル樹脂層から剥離した状態となつた。

表6 ポリエチルレジンコンクリートと鉄鉄の接着強度

試験用 材	接 着 強		試験方法(接着力は測定)
	引張強度 (kg/cm²)	せん断強度 (kg/cm²)	
引張強度 (kg/cm²)	108	54	P ← P →
せん断強度 (kg/cm²)	47	18	P ↑ P ↓

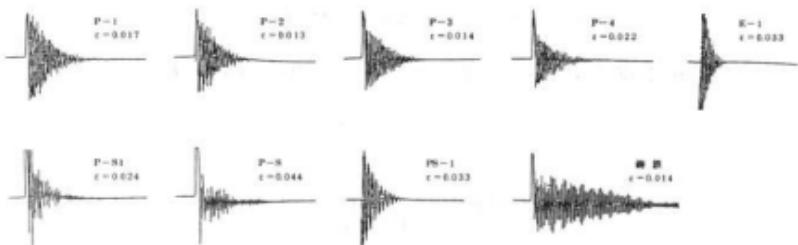


図2 レジンコンクリートと鉄鉄の減衰曲線

4. 結 言

ポリエスチルレジンコンクリートを工作機械の鉄物ベット代替複合材料として、応用する目的で種々の検討を行った結果を次のように要約できる。

1) 混合、注型工程によるレジンコンクリート内部の気泡巣の存在は、充填密度と、機械的強度の低下を招くことが予想されるため、混合時の真空脱気及び加振方法の検討が必要である。

2) 機械的強度の向上は、補強材の添加で効果が得られる。形状及び素材の選択は性能評価上大きな因子となる。

3) 工作機械用及び他目的構造材としての機能を満足させるためには、今後、耐油性、耐紫外線試験のデータの蓄積が必要と思われる。

5. 文 献

- 森脇俊道：マシニスト Vol125 No 9 P88(1981)
- 是正臣：マシニスト Vol124 No 2 P56(1982)
- マシニスト Vol125 No 2 P30(1981)
- 機械振興協会の業務内容(1980)
- 大日本インキ化学工業技術資料 No -25
- トーレ・シリコーン技術資料 Z001-03-4

FRPの成形と物性に関する研究(第16報)

炭素繊維等のハイブリッドFRPへの応用(その2)

好義芳邦, 鍋本好計, 関 守雄, 高崎宗利

Application of Carbon Fiber and Other New Fiber to Hybrid FRP
(2nd report)

YOSHIMITSU Yoshikuni, NABEMOTO Yoshikazu, SEKI Morio, and TAKASAKI Munetoshi

To investigate the effect of interply sandwich hybrid composite between glass fiber mat and carbon fiber or aramid fiber cloth in unsaturated polyester resin matrix on sections of structure, two kinds of moldings were molded by hand-lay up method and were offered static load tests. One was the shape of semicircle (as the section-R), the other was the shape of angle (as the section of corner). As results of tests, these moldings showed the effect of stiffness with wide range. More important factors on stiffness in hybrid composite were the shape of moldings and disposition of reinforcement on the moldings. The moldings reinforced partially with unidirectional carbon fiber tape showed the highest effect of stiffness of all.

In case of hybrid composite, each reinforcement was deformed individually for itself; under the load and delamination progressed at lower load (than preconceived load). This phenomena was fatal for hybrid composite.

It needs for development of hybrid FRP to improve adhesion between fiber and matrix, design of economical and functional hybrid composite for the moldings, and other weak points.

1. 緒 言

1982年における炭素繊維の總需要量は1500トンである。そのうち25% (380t) が国内需要である。加工法別比率ではプリプレグおよびFW等が大部分を占めており、その他の成形法は2% (30t) に過ぎない。¹⁾一方、世界の炭素繊維の生産能力はPAN系だけで年間3900トンと発表されている。²⁾加えて、軽さおよび衝撃特性等において炭素繊維をしのぐアラミド繊維の需要も伸びている。³⁾

今後、その他の成形法の比率が増し、工業製品への実用化が進むと考えられる。軽量化と高機能化だけでなくコストパフォーマンスを考慮した場合、開発の目標はハイブリッド材料になるであろう。単に複合化させるだけでなく実用的に高い機能をもつ材料である。⁴⁾ハイブリッド化の方法については6種類の構成別分類

が提案されている。^{5,6)}いずれも異種繊維の特性の差から生じる内部応力が問題である。筆者らはサンディッシュ型ハイブリッド材料をコスト面の理由からとりあげて、種々の構成からなる成形体について静的荷重試験を実施し、ハイブリッド効果を検討した。

2. 実験方法

2.1 試験体(成形体)の成形

サンディッシュ型ハイブリッドのスキン層を種々変えた構成として表1に示すタイプ別構成を採用した。使用した材料は表2に示す各種繊維製品および樹脂である。以下に、炭素繊維をGF、ケブラー(アラミド)繊維をKP、ガラス繊維をGP、ならびに不飽和ポリエステル樹脂をUPと略称する。マトリックス樹脂をUPに統一した理由は、常温硬化の場合エボキシ樹脂に劣らないこと⁵⁾および成形性に優れていることなどであ

表1 ハイブリッド材料の構成別分類

基材構成	長方向断面図	幅方向断面図
C.F., K.F., G.F. 各面側クロス補強		
C.F., K.F., G.F. 各上側クロス補強		
C.F., K.F., G.F. 各下側クロス補強		
C.F., K.F.各トープ 両側クロスストアーブ		
C.F., K.F.各トープ 上側クロスストアーブ		
C.F., K.F.各トープ 下側クロスストアーブ		
両側C.F.テープ		
上側C.F.テープ		
下側C.F.テープ		
下側C.F.クロス テープ粘子		

表2 実験に使用した材料の一覧

材料名	商品名(メーカー)
ガラスチップド	FEM-450-04 [富士ファイバーグラス㈱] EMG-600
ストランドマット	[日本硝子織物㈱]
ガラスローリング クロス	FEWR-570-02 [富士ファイバーグラス㈱]
ガラスクロス	FECR-2017-44B [富士ファイバーグラス㈱]
トリブルマット	FEM-236023-7L [富士ファイバーグラス㈱]
高強度炭素繊維ロ ーピングクロス	トレカクロス番6141(T300) [東レ㈱]
アラミド繊維ロー ピングクロス	ケブラークロスK281 [DuPont]
高強度炭素繊維一 方向テープ	トレカテープ1306 [東レ㈱]
不飽和ポリエステ ル樹脂	ボリセット662PS-W [日立化成工業㈱]

る。試験体は写真2aおよびdに示す角形断面および半円形断面を有する形状を採用した。前者をC品、後者をR品と略称する。表3に示す諸元にしたがってハンドレイアップ法により試験体を成形した。コア層のガラス含有率は35±3%に設定した。なお、成形室の温度は15~20°Cおよび50~70%RHであった。

2.2 静的荷重試験

実験に使用した機器および試験条件は下記のとおりである。試験の概要を写真1に示す。

表3 C品およびR品の形状・寸法

C品	角度(度)	幅(mm)	長さ(mm)	頂部のR(mm)
	60	94	390	
R品	半径(mm)	幅(mm)	長さ(mm)	
	60	216	390	

試験機：島津製 オートグラフ DSS-10T

計測器：共和電業製 UCAM 8BL

ひずみゲージ：共和電業製 KFC-5-C-1-23

KFC-5-D-16-23

負荷方法：圧縮荷重、圧子-集中荷重として100mmφ円板、等分布荷重として280×345L丸棒、速度10mm/min

支持方法：鋼板に直接載せる方法および50mmφ丸棒による2点支持(スパンは200mm)。前者をベタ、後者を2点支持と略称する。

試験室の温湿度：23±2°C, 50±10%RH

予備試験により、試験体全面の応力分布(ひずみ分布)を求める。本試験におけるゲージの接着位置を下記のように決定し成形型上にかけ線を引いた。

ゲージ位置：長て方向については中心から左右に0.50, 150mmおよびそれらの中間を接着位置とした。幅方向についてはC品の場合頂点のRの端から10mm下方に、又R品についてはRの頂点とした。接着位置は負荷時支障となるない下側(裏側)とした。接着剤は共和電業製 CC-15Aを使用した。

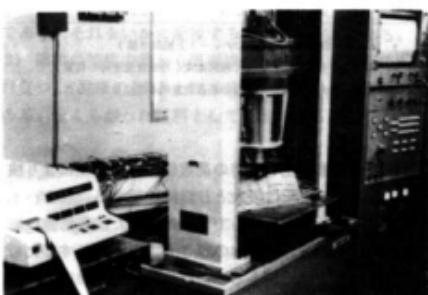


写真1 静的荷重試験方法の概要

3. 実験結果と考察

試験体の圧縮試験における等分布荷重下の変形量(正確には圧子の降下量)と層間はく離前の繊維-樹脂

表4 試験体の圧縮特性に及ぼすハイブリッド効果

構成別	項目	C品		R品		
		厚さ (mm)	変位量 (mm)	最高荷重 (kgf)	厚さ (mm)	変位量 (mm)
両側CFクロス	3.42	4.1	170	3.60	9.3	140
下側CFクロス	3.35	7.3	175	3.62 (16.2)	—	90
上側CFクロス	3.43	9.4	150	3.85 (16.2)	—	90
トップ両側CF クロステープ	3.72	3.8	175	3.40	11.4	130
トップ下側CF クロステープ	3.03	6.0	160	2.92 (24.0)	—	75
トップ上側CF クロステープ	3.68	2.8	150	3.55 (24.0)	—	90
両側CFテープ	3.75	3.4	175	3.80	5.2	140
下側CFテープ	3.73	6.0	160	3.30 (16.2)	—	80
上側CFテープ	3.73	6.2	125	3.60 (16.2)	—	80
下側CFクロス テープ格子	3.63	6.3	170	4.20 (10.8)	—	80
両側KFクロス	3.80	3.3	120	3.57 (11.6)	—	75
下側KFクロス	3.35 (4.0)	9.5	3.60 (16.6)	—	75	
上側KFクロス	3.63	3.4	120	3.80 (14.7)	—	80
トップ両側KF クロステープ	4.00	4.8	135	3.90 (11.7)	—	80
トップ下側KF クロステープ	3.10	8.6	105	3.20 (16.0)	—	60
トップ上側KF クロステープ	3.28 (5.8)	8.0	3.40 (17.4)	—	75	
両側GFクロス	3.28 (7.4)	9.0	3.78 (17.1)	—	90	
M・B・M	2.63 (17.0)	70	—	—	—	
M・M・M	2.68 (24.0)	90	2.95 (23.7)	—	80	

* 100kgf負荷時の変位量(チャート上純取り値)

** 織維マトリックスのはく離開始点(可聴音発生時の荷重)

()は100kgfをこえない場合の最高荷重時の変位量を示した。

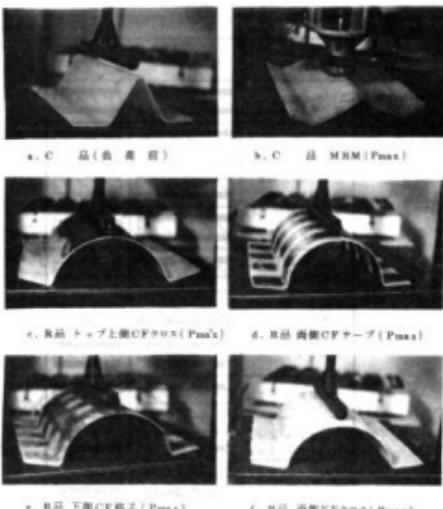


写真2 圧縮試験下の試験体(一例)

れも断面の曲げ挙動が主体であった。長て方向の曲げ挙動は微小であり無視しうる程度であった。したがって、支持方法としての2点支持およびベタについても差を認めなかった。圧縮による挙動としては開口部が拡がる変形が主であった。表4の結果をまとめると、次のことが明らかに集約される。

1) C品とR品ではハイブリッドの効果が異なる。R品が補強構成に大変優秀であり、両側を補強しないと効果が期待できない。それに対して、C品は片側補強でも効果を示しているが両側補強が抜群といふにはゆかない。つまり構成のし方に比較的純粋である。

2) CFとKFではCFが優れており、R品に関してはKFの効果を認めなかった。航空分野においてKFの特性が注目され、⁵⁾ CF/KFあるいはKF/GFハイブリッドが実用化されているが、本実験では効果を認めなかった。その理由としてはCF/GFにくらべてKF/GFの層間はく離が低荷重域で発生するためである。(CF/GFも予想より低い荷重下ではなく離が生じるが、それより悪い。)

3) 通常のFRP構造体において剛性を付与する部分構造があるが、その部分をハイブリッド化する場合にCFの使用量に比例した効果が望めそうである。

次に、ひずみゲージによるひずみ分布の一例を図1に示す。試験体はC品であるので荷重点から約20mm

界面のはく離が生じる時の荷重値(音の発生により検知し、ここで負荷は最大とし以降除荷する。)をハイブリッド効果の一例として表4に示した。変形量は剛性を代表するが、試験体の厚さも大きく寄与するため考慮に加える必要がある。最高荷重値は試験体の破断荷重に比較的近い値であると考えてよい。写真2に一例を示す。aは負荷前であり、b～dは最高荷重時の変形を撮影したものである。写真からもFRPとハイブリッドFRPの挙動のちがいがはっきりと認められる。なお、集中荷重についても試験を行っているが、等分布荷重の結果との間に大きな差を認めなかつた。いず

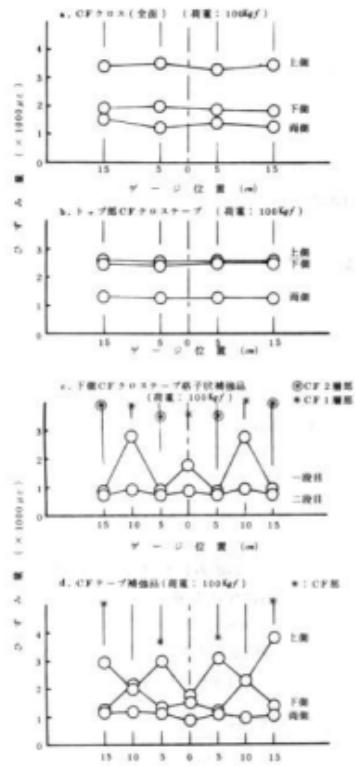


図1 CF/GFハイブリッド品(C品)のひずみ分布
はなれた位置のひずみを計測したものである。図中aは全面補強品である。ゲージは統一して裏側(下側)に接着したので、上側補強品においてはGF部、下側および両側補強品においてはCF部のひずみを計測することになる。表4の結果とあわせて考えると、CF部とGF部で2倍程度ひずみ量が異なるが、試験体全体の変位量はそれほど差がないことから、片側補強の場合CFに応力が集中し、CF/GFの層間に強いストレッジが生じていることが推定できる。図中bにおいては、上側および下側に差を認めない。aの場合全面であるので圧縮応力が全面に分布した全体剛性挙動であるのに対してbの場合局部剛性挙動を示している。CFの存在しない部分が変形して応力分布に変化が生じるためにCF部が比較的小さいひずみ量を示しかつ上下の差

が生じていないと考えられる。図中dでは応力集中の様子が明瞭に表われている。上側にCFを置く場合CF部に応力が集中、その下のGF部がCFの存在しないGF部より大きくひずんでいる。逆に下側にCFを置く場合CF上のゲージは伸びの低いCFのひずみだけをとらえるため上側CFに対しほぼ対称的な分布パターンを示している。図中cは下側CF格子品であるがCFがラップする部分とCFが一層だけの部分との間に同じ理由と考えてよい差が生じている。二段目は荷重点から40 mm以上離れている位置でここではCF部とGF部に顕著な差が認められない。両側補強品が全てにおいて安定した均一なひずみ分布を示しているが、異種繊維の層間では相当の内部応力が存在しており、予想より低い荷重条件において層間はく離現象が生じる原因の一つと考えられる。テープ補強に関してはクロスの全面補強に負けない効果を示しており、一方で、航空宇宙およびレジャー分野における最大限の特性向上をはかるために競争開発されてきた成形法^{7,8)}を参考にしつつ、はるかに生産性の高い成形法の開発を望みたい。

4. 結 言

- 1) ハイブリッド化する場合には構造により効果が異なる。元来剛性をもたせる構造部分に適用するのが正解である。たとえばリブおよびステンレス等である。
- 2) 現行の繊維基材としては一方CFテープが有利であり、それをいかに配置するかがポイントとなる。
- 3) 繊維の特性の差から異種繊維層間のはく離現象が目立つ。従来のFRPと同じ基準で使用すると問題である。全くちがった材料として位置づける必要がある。

5. 文 献

- 1) 齋藤義一郎: 工業材料, 31巻2号P24(1983)
- 2) 朝日新聞 1983年4月7日
- 3) 西村 明: プラスチックス 32巻11号P52-53(1981)
- 4) 百島祐志: 11th FRPシンポジウム前刷P130(1982)
- 5) 竹鼻三雄ほか: 強化プラスチックス 28巻6号 P214-228(1982)
- 6) 古田敏康: プラスチックス 33巻3号P51-52(1982)
- 7) REINFORCED PLASTICS 26巻12号P249(1982)
- 8) 芦田恵一: 工業材料 31巻2号P40(1983)

電子セラミックス加工用砥石の研究(第2報)

弾性砥石によるアルミナ基板の研磨効果

藤本宗之

Abrasive Effect of Alumina Substrate by Elastic Wheels

FUJIMOTO Muneyuki

Thickness layer alumina substrate and stainless steel plate (SUS304) were polished by two type trial prepared elastic wheels, one wheel is pored PVAphenolic resin bonded and the other is polyester resin bonded.

Alumina substrate is brittle and crushed when polished by hard wheel as vitrified bonded. Ceramic substrate for electronic parts are polished by lapping usually but this is not efficient method.

Abrasive effect of abovementioned materials by elastic wheel fitted to the precision surface grinder are $R_{max} 0.5\mu m$ for thickness layer alumina substrate and $<0.1\mu m$ for stainless steel plate.

1. 緒 言

前報¹⁾において筆者らは、弾性砥石の一種であるPVA(ポリビニルアセタール)砥石の製造条件について実験し、この砥石に耐水性を与える一方法としてフェノール樹脂などの熱硬化性樹脂を添加する方法が有効であることを述べた。この実験では他の弾性砥石としてUP(ポリエチル樹脂)砥石の製造について簡単ではあるが実験し、ついでこの砥石と前報で述べたフェノール樹脂添加PVA砥石の双方を研削盤に取り付け、厚膜用アルミナ基板の平面研磨効果を調べた。

厚膜用アルミナ基板は、ドクターブレード法等によりきわめて薄く作られているため、焼成時に熱変形を起こし陥みを生じている。従って剛性の高い砥石では、表面を研磨することが不可能である。エレクトロニクス部品の鏡面仕上げの手段として、ラッピングが多く使用されるが、²⁾加工速度が遅いため、他のハイスピードな加工方法が望まれる。筆者らは、電子セラミックス加工用砥石研究の一環として、精密平面研削盤に弾性砥石を取り付け、アルミナ基板等の研磨を実験した。

2. 試料と実験方法

2.1 試料及び実験装置

2.1.1 弹性砥石 研磨実験ではつぎの2種類の有機質結合材と3種類の砥粒グレード(GC³⁾400,

*800, *1500) の組み合わせで合計6種類の砥石を使用した。砥石の性状を表1に示す。

PVA-フェノール樹脂砥石 (PVA-P)

{ ポリエチル樹脂砥石 (UP)

砥石形状と寸法: 1号平形 150×10×25.4 mm

表1 研磨実験に使用した砥石の性状

	PVA-P 砥石			UP 砥石		
	*400	*800	*1500	*400	*800	*1500
気孔率(%)	21.3	23.5	69.0	0.9	1.1	1.1
ボンド率(%)	24.3	23.5	22.8	36.0	34.7	33.1

2.1.2 研磨試料 試料は、つぎの4種類とし、ステンレス板は参考として使用した。

- (1) 厚膜用アルミナ基板
- (2) 透光性アルミナ板
- (3) 多結晶アルミナ板
- (4) ステンレス板 (SUS304)

試料が非磁性であるため、研磨装置のマグネットテーブルには直接セットできないので、写真1に見られるように10mm厚の素焼板上にワックスで試料を接着し、さらに素焼板を小型バイスで挟んでテーブルにセットした。研磨面の寸法はいずれの試料も $5 \times 10 \text{ mm}$ となるように予めダイヤモンドカッターで切断した。



写真1 研磨試料の取り付け状況

2.1.3 研磨装置 精密平面研削盤（岡本工作機械製作所 PSG-1AT）を使用した。

2.2 実験方法

2.2.1 UP 砥石の作製 研磨実験に使用した UP 砥石は、図1に示す手順で作製した。

- UP レジン（主剤+軟質剤+低収縮剤）
 - フィラー（クリオライト）
 - 反応促進剤（ナフテン酸コバルト）
 - 反応開始剤（MEKPO）
 - 砥粒（GC #400, #800, #1500）
- プレス成形
硬化（80℃ 3時間）

図1 UP 砥石の作製フロー

2.2.2 吸水による砥石弾性率の低下 研磨実験の終った砥石をダイヤモンドカッターで $3 \times 10 \times 50\text{mm}$ の板に切断して水に浸し、減圧で吸水させ、さらに常圧に戻して48時間水中に放置し充分に吸水させた。吸水した試料を用いてスパン30mm、クロスヘッドスピード1mm/分で曲げ弾性率を測定し、絶乾状態のばあいと比較した。

2.2.3 研磨実験 すべての試料について予めレジノイドボンドダイヤモンド砥石（SDC170N150×10×25.4）とUP 砥石（GC120番）で予備研磨を行ったのち、2種類の結合材の砥石でそれぞれ#400→#800→#1500の順で、写真1に示す装置で順次研磨した。

研磨装置の使用条件はつぎのとおりである。

砥石回転数：3390 RPM (1600 m/min)

テーブルスピード：研磨方向 10 cm × 36 ストローク/分

直角方向 1 mm/秒（手動）

ドレッシング：単石ダイヤモンド使用

切込量：ドレス時 5 μm × 10回

研磨時 5 μm × 6回

研磨時の切込は砥石軸方向テーブル1往復毎に5 μmとした。

クーラント：通常の水溶性研削液（Johnson TL131）を水で40倍に希釈して使用した。

2.2.4 表面粗さの測定 研磨の終った試料表面を触針式表面粗さ計（Taylor Hobson Co. TalySurf 4）で研磨と直角方向について表面粗さ（Rmax）について測定した。

3. 実験結果と考察

3.1 UP 砥石の作製

ポリエチル樹脂は単独で使用するばかりは硬化時の収縮が大きいが、砥石の結合材として使用するときは無機質の砥粒やフィラーが多量に入るため収縮が低く抑えられる結果小型の砥石ではほとんど問題とならない。この実験では低収縮剤の添加効果もあり、収縮はほとんど起こらなかった。フィラーとして添加したクリオライトは金属材料の乾式研削において効果が認められている^④が研削点温度が低い湿式研削でしかもアルミナ等の無機質材料に対しては効果は不明である。他の適当なフィラーが見当らないため、経験的に添加したもので研磨に対して有効に働いていないおそれもある。砥粒を添加した後は非常に高粘度となるため、混合が難しく、強制的に攪拌すると気泡が入り砥石中に残留するようになる。反応開始剤を添加すると硬化反応が始まるため、以後プレス成形までの時間的余裕が少なく、工場で実際にUP 砥石を製造する際の難点の一つになっている。ポリエチル樹脂の硬化温度は通常は60℃程度であるが、プレス成形した砥石を金型と共に恒温槽へ入れるため、金型内部が硬化に充分な温度まで上昇しないものと思われる。予備実験においても硬化後の砥石にステレン臭が強く残るため、80℃まで温度を上げた。

3.2 吸水による砥石の軟化

湿式研磨においては、砥石の吸水による軟化が大きな問題となる。フェノール樹脂を添加しないPVAのみを結合材とする砥石では吸水による軟化が激しく、弾性率が乾燥時の10%以下に低下してしまうことは前報^④で述べた。軟化を防ぐ方法として、吸水性のない熱硬化性樹脂が添加されるが、フェノール樹脂の添加によって、表2に見られるように弾性率の低下を30~60%に抑えることが可能であった。樹脂の添加率

表2 吸水による砥石弹性率の低下(対乾燥物%)

	乾燥時のE kN/cm ²	* 400	* 800	* 1500
PVA - P	300 ~ 400	66	64	30
UP	3000 ~ 4000	26	25	34

を上げれば、弹性率低下をさらに小さくすることが可能と考えられるが、添加率が大きくなると砥石製造時の原料混合が極めて難しくなる。

3.3 研磨実験

使用した装置が研削盤であるので、精密研磨には機械振動が大きいなどの難点があり、問題が残ったが、弹性砥石の使用により図2、3に見られるようにアルミナ板でRmax 0.5 μm、ステンレス板では0.1 μm以下となり、ビトリファイド砥石などの高弹性砥石では不可能なスムーズな研磨表面が得られた。2種類の弾

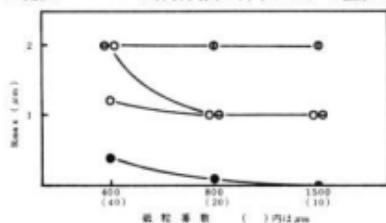


図2 PVA-P 砥石の研磨効果

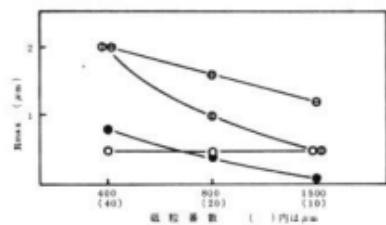
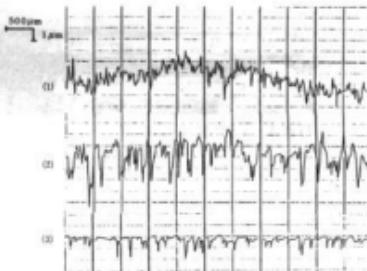


図3 UP 砥石の研磨効果

——○—— 厚膜用アルミナ板 ——●—— 多孔性アルミナ板
——○—— 透明性アルミナ板 ——■—— ステンレス板

性砥石相互間では、硬質材料に対してはUP 砥石が、また軟質材料に対してはPVA - P 砥石がそれぞれ優れた結果が得られた。4種類の研磨試料の中で組織が最も密で硬度も高いと思われる透光性アルミナ板について、PVA - P 砥石はほとんど研磨効果が上がりず、研磨実験途中で研磨抵抗の増大のために、切込みを所定の6回まで行うことが不可能であった。また予

備研磨の時に生じたと思われるダイヤモンド砥粒の深いキズが図4の表面粗さ測定のチャートにも見られるように最終研磨を終った試料に残っており、予備研磨ではこの実験で使用したよりもさらに微細なダイヤモンドの砥石を使用する必要があるようと思われる。



(1) 研磨前
(2) ダイヤモンド砥石研磨後
(3) UP 砥石 (*1500) 研磨後
図4 UP 砥石によるアルミナ基板の研磨表面

4. 結 言

アルミナ含有率が95%以上で、硬質のアルミナ板およびステンレス板(SUS 304)の表面粗さを改善する目的で、弹性砥石を試作し、精密平面研削盤に取り付けて研磨実験を行った。研磨効果は、厚膜用アルミナ基板に対してはポリエチル樹脂結合GC 砥石で、Rmax 0.5 μm、ステンレス板に対してはフェノール樹脂添加により耐水性を付与したポリビニルアセタール樹脂結合GC 砥石で、Rmax < 0.1 μm の結果が得られた。

なお、この実験を進めるにあたって、試料の提供等でご協力いただいた日立化成㈱中国営業所 池田忠夫氏に心から感謝を申し上げます。

5. 文 献

- 1) 藤本宗之ほか：興工試報告，No.25，46（1982）
- 2) 池田正幸：機械の研究，Vol. 28，189（1976）
- 3) N. P. Robie : Grinding and Finishing, Dec. 44 (1961)

フレームレス原子吸光法による鉛地金及び硬鉛中の微量スズの定量

大橋俊彦, 渡部英雄

Determination of Tin in Pig Lead and Hard Lead by Flameless Atomic Absorption Spectrometry

OHASHI Toshihiko & WATANABE Hideo

Flameless atomic absorption spectrometry has been established for the determination of trace tin in pig lead and hard lead. Sample was dissolved in nitric acid, hydrochloric acid, sulfuric acid. As to the solution media for the atomization, a nitric acid solution is preferable to other acid solution. Then if large amount of antimony is present in hard lead, tartaric acid is added.

Interference induced by antimony, bismuth, iron and arsenic could be prevented by the addition of adequate amount of L-ascorbic acid. Moreover it increased the sensitivity for tin. Relative standard deviation was 4.8% at 250 µg/ml.

This method gave results agreeing closely with those by the JIS method.

1. 緒 言

鉛地金および硬鉛中の不純物は、その性質に影響し実際に使用する場合に種々の問題となる。また、これらは、鉛合金を造る場合の原料としても用いられるので、不純物の管理が必要となる。

不純物のうちのスズについては、JISによる分析法において共沈分離または溶媒抽出吸光光度法が規定されているが、これらの分析方法はいずれも、多量の試料採取が必要とされるとともに分析操作も複雑である。

原子吸光法におけるスズの分析は、最も感度の悪い元素の一つであり、溶媒抽出法を併用して鉛合金中のスズを定量した研究事例がある。¹⁾ 近年、水素化ホウ素ナトリウムなどを使用する還元気化法が開発されて、スズの分析にも応用されているが、²⁾ 特殊な分析装置が必要である。また、黒鉛炉によるフレームレス原子吸光法では、鉄鋼、^{3),4)} 清涼飲料水、⁵⁾ 銅・亜鉛地金、⁶⁾ 銅・亜鉛合金⁷⁾ などについての分析例が報告されている。

筆者らは、鉛地金および硬鉛中の微量スズの定量法として、フレームレス原子吸光法によるその分析方法

を検討した結果、溶媒抽出等の複雑な分離操作を必要としない迅速にして精度の高い分析方法を確立した。

2. 実験方法

2.1 装 置

原子吸光分析装置：日本ジャーレルアッシュ社製のAA-8500型を使用し、光源としては浜松テレビ社製のキローカソードランプを用いた。

フレームレスアトマイザー：日本ジャーレルアッシュ社製FLA-100型を使用した。原子化部には内径3 mm、長さ30 mmの通常のグラファイト管をセットして用いた。

試料は、エッペンドルフ社製の固定型マイクロビペット(20 µl)を用いて原子化部に注入を行った。

2.2 試 料

スズ標準液：金属スズ(99.999%)0.25 gを少量の塩酸(1+1)に溶解し、水と塩酸を加えて正確に250 mlとする。スズの加水分解を防止するために、標準液は2規定塩酸性で保存する。実験に際しては、この原液を適当に希釈して使用した。

共存元素の影響を検討するために、使用した金属塩

類は、アンチモンは純金属を塩酸で溶解し、ヒ素は三酸化ヒ素、その他の元素は純金属を硝酸で溶解して調製した。なお、実験に使用した無機酸類は精密分析用、その他の試薬は全て特級試薬である。

2.3 実験操作

容量 100 mL のメスフラスコに、スズが 25 ~ 50 μg となるようにスズ標準液をとり、これに酸および必要により金属塩類などを添加して標線まで水で希釈する。この溶液 20 μL をマイクロビペット (20 μL) で黒鉛炉に注入し、アルゴンガスを通しながら、乾燥、灰化、原子化を行い、原子吸光値を測定した。

スズの共鳴吸収線は多数あるが、最大の吸収感度を示す 286.33 nm を使用し、ランプの作動電流は 10 mA に設定した。

また、酸および共存物質によるバックグランド吸収は、プランク値を差し引くことによって補正した。

なお、カーボンチューブは、その消耗によって抵抗が変化して、同一電流でもより高温となるため、100 ~ 120 回の測定ごとに新しいものと交換を行った。

アルゴンガス流量は、流量が少ないと吸光値は高くなる傾向があるが、カーボンチューブの保守を考慮して 3.0 L/min (一定) とした。

3. 実験結果と考察

3.1 測定条件

2.3 の実験操作により、試料溶液の最適な乾燥、灰化、原子化条件について検討した。

乾燥については、急激な加熱を行うと試料の揮散がおこり、吸光値がばらつくので、乾燥電流値は 20 A で段階的に電流値をあげる方法が最適であった。

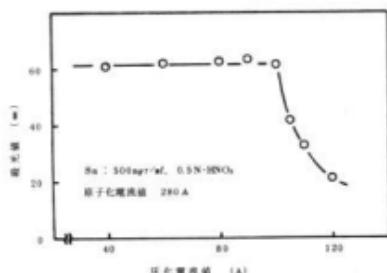


図 1 灰化電流値の吸光値への影響

灰化電流値を変化させてスズの吸光値を測定した結果を図 1 に示す。灰化電流値 40 ~ 100 A で一定の吸光値を示し、100 A 以上ではスズの急激な揮散のために、吸光値の減少現象を認めた。

次に原子化電流値を変化させたときのスズの吸光値としては、図 2 に示す結果が得られた。

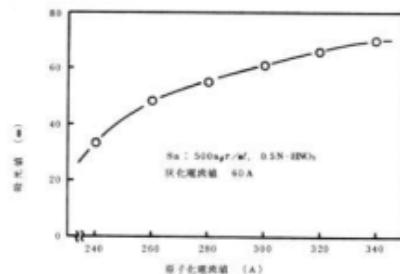


図 2 原子化電流値の吸光値への影響

原子化電流値 240 ~ 340 A では、スズの吸光値は徐々に増加している。原子化電流値が低いと原子化が不十分であり、高すぎると炭素原子による散乱が起って測定誤差が大きくなることと、黒鉛炉の寿命を考慮することも必要であるため、原子化電流値としては 280 A を用いることにした。

以上の結果に基づいて、吸光値の安定性とグラフアイトチューブ保有面との離点から、表 1 に示す原子化条件を設定した。

表 1 スズの原子化条件

波長	286.33 nm
ランプ電流	10 mA
乾燥	20 A, 40 秒 (step)
灰化	60 A, 60 秒 (step)
原子化	280 A, 5 秒 (ramp)
アルゴン流量	3.0 L/min

3.2 酸濃度の影響

実試料の溶解に使用する酸としては、塩酸、硝酸、硫酸を使用して、これら酸によるスズの吸光値に及ぼす影響を検討したが、その結果を図 3 に示す。

硝酸濃度は 1.5 規定まで吸光値は、ほぼ一定の測定

結果を示したが、塩酸および硫酸は濃度の増加により吸光値は低下する傾向を示した。特に、硫酸は僅かな濃度増加でも急激な吸光値の減少を与えるために、実際の分析にあたっては、混合等の使用を避けねばならないことが判明した。

この結果、原子吸光測定時のスズ試料溶液は、硝酸酸性で規定濃度は0.1~1.0程度が良好な範囲であると判断できた。

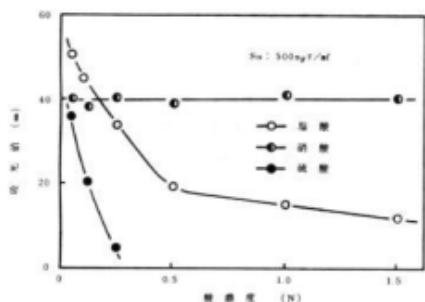


図3 スズ試料溶液調製時の酸と濃度の影響

3.3 共存元素の影響

実試料中に共存する各元素について、それらがスズの分析に及ぼす影響を検討するために、表2に示す元素の共存状態での実験を行った。

表2 各種共存元素の影響

元素	共存元素		スズ	
	共存量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	添加状態	添加量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)	相対吸光度
Pb	5000	Pb(NO ₃) ₂		1.02
Cu		Cu(NO ₃) ₂		1.01
Zn		Zn(NO ₃) ₂		0.98
Ag		AgNO ₃	250	0.98
Fe	100	Fe(NO ₃) ₃		0.76
Sb		SbCl ₃		0.76
As		HAsO ₂		0.91
Bi		Bi(NO ₃) ₃		0.81

主成分である鉛は5000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 、その他の元素は100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ まで共存させて検討した結果、鉛、銅、亜鉛、銀は干渉を示さなかったが、アンチモン、ヒ素、鉄、およびビスマスは負の干渉を示した。

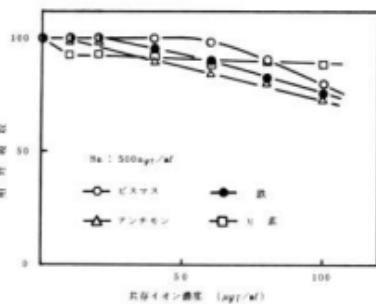


図4 各種共存元素の濃度と干渉の関係

共存元素の干渉によるスズの測定に及ぼす吸光値の変化を図4に示す。ビスマスおよび鉄は少量の共存下では干渉を示さないが、多量に存在すると干渉の傾向が顕著に認められた。

また、アンチモンは10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ の共存で負の干渉を示して、少量共存下での影響を無視できない。特に、硬鉛中にはアンチモンが10%以上も存在するものがあるため、実試料を分析する際には、本研究の結果から判断しても干渉の除去を検討しなければならない。

3.4 有機物添加による干渉抑制

フレームレス原子吸光法における有機酸の増感効果および干渉除去作用は、よく知られているので、酒石酸、アスコルビン酸、尿素、チオ尿素などの添加効果を検討した結果、L-アスコルビン酸が最大の増感効果と干渉除去作用を示した。

L-アスコルビン酸が良好な性状を示すことから、これの濃度を変化させた時の増感と干渉の抑制状態を検討した結果、図5に示すようなL-アスコルビン酸の添加効果が求められた。

共存塩が少ない場合には0.5%, 多い場合でも2.0%の添加により干渉を除去することが可能であるが、過剰の添加は逆に減感効果を示すことが判明した。

3.5 スズの定量法

以上のような諸条件の検討により、鉛地金および硬鉛中の微量スズを、次のような分析方法で定量した。

(1) 試料1gをビーカーにとり、硝酸(1+1)20mlを加えて加熱分解する。

アンチモンを多量に含む試料の場合は、加水分解によって白色沈殿を生じるため、5%酒石酸溶液10mlを加えて完全に溶解する。

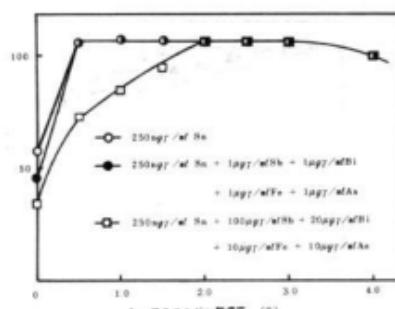


図 5 L-アスコルビン酸添加による干渉抑制効果

- (2) 冷却後、100 mLメスフラスコに移し、標線まで水を加える。
- (3) スズが適量(5~25 μg)となるように100 mLメスフラスコに分取し、10% L-アスコルビン酸溶液を鉛地金の場合5 mL、硬鉄の場合20 mLを添加する。
- (4) 硝酸濃度が0.5~1.0規定となるように調整して標線まで水を加える。
- (5) 原子吸光度計によりスズの吸光値を測定し、あらかじめ作成した検量線からスズ含有量を求める。
- (6) 検量線の作成は、次の要領により行う。

100 mLメスフラスコにスズ0~25 μgを段階的にとり、各々に10% L-アスコルビン酸溶液5 mLを加え、硝酸濃度が0.5規定となるように調整して標線まで水で希釈する。これらの試料溶液について原子吸光度計により、スズの吸光値を求める。

なお、250 μg/mLスズ溶液を10回くり返し測定した時の精度は、4.8%であり再現性は良好であった。

3.6 実試料分析

実試料について、3.5で述べた分析方法により実験を行った結果、表3に示すような測定値を得た。従来法であるJISの分析結果とよく一致しており、本研究による分析方法が実試料の分析法として十分活用できることが判明するとともに、本法の特徴は、精度の確保を前提として従来法による分析時間の大半を短縮化を可能とならしめたことにある。

鉛地金の場合は、本法の測定限界はJIS法と同じか

表3 実試料によるJIS法との比較

試 料	本法(%)	JIS法(%)
鉛地金	No. 1	0.0008
	No. 2	0.021
硬 鉄	No. 1	0.073
	No. 2	0.020

少し劣り、還元化原子吸光法よりも劣る。しかし、共沈分離法等を併用することを考慮すれば、還元化法に匹敵する感度を得ることは可能である。

4. 結 言

本研究の結果を要約すると、次のとおりである。

- (1) フレームレス原子吸光法でスズの定量を行う場合、L-アスコルビン酸の添加により増感効果があらわれ、共存塩の干渉も除去できる。
- (2) 250 μg/mLスズ溶液について10回くり返し測定の結果、標準偏差は4.8%であり、再現性は良好であった。
- (3) 本法で実試料を対象に分析した結果、JIS法による分析測定値によく一致しており、実用が十分可能であることが判明した。

5. 文 献

- 1) 松尾力ほか：分析化学 VOL. 20, P 697-700 (1971)
- 2) 池田昌彦ほか：分析化学 VOL. 30, P 545-548 (1981)
- 3) Ratcliffe D. B. ほか：Anal. Chim. Acta, VOL. 75, P 457-459 (1975)
- 4) 小林剛ほか：日本金属学会誌 46巻, 6号 P 603-608 (1982)
- 5) 天川映子ほか：分析化学 VOL. 27, P 81-84 (1978)
- 6) 斎加実彦ほか：分析化学 VOL. 29, P 309-313 (1980)
- 7) Barnett W. B. : Anal. Chim. Acta, VOL. 80, P 285-296 (1975)

原子吸光法によるインジウムの定量における干渉現象*

渡部英雄、大橋俊彦、日色和夫**

Interference in the Determination of Indium by Atomic Absorption Spectrometry

WATANABE Hideo, OHASHI Toshihiko, and HIRO Kazuo

Enhancing interference by various alkali salts was observed in the determination of indium by flame atomic absorption spectrometry using air-acetylene or nitrous oxide-acetylene flame. In order to find the optimum analytical conditions eliminating the interference, effects of kind and concentration of alkali salts, burner-beam distance and acetylene flow rate were investigated. Serious enhancing interference for the determination of indium was observed when nitrous oxide-acetylene flame was used at any burner-beam distance in the presence of 0.002M alkali salts. The extent of the enhancing interference was decreased according to the order of $\text{CsNO}_3 > \text{RbNO}_3 > \text{KNO}_3 > \text{NaNO}_3 > \text{LiNO}_3$. Interference of alkaline earth and other metal salts was also investigated. A plot of the degree of interference with indium absorption and the ionization potential of the metals shows that metals having lower ionization potential gave larger enhancing interference. Therefore most of this interference was attributed to the ionization interference.

1. 緒 言

鉱石などの中の比較的少量のインジウムの分析法には、共沈分離一ビリジアノナフトール吸光光度法¹⁾、抽出分離一ジチゾン吸光光度法²⁾、抽出分離一原子吸光法³⁾などがある。鉱石試料の中には酸分解だけでは溶解しないものがあるので、この場合には、アルカリ溶融法が採用されている。筆者らは以前にストロンチウムの原子吸光測定に対するアルカリ塩類の干渉現象について報告した。⁴⁾ 今回は、アルカリ溶融分解試料溶液のフレームによるインジウムの原子吸光法について検討した。

試料を分解した溶液中に存在するアルカリ塩類や酸のため、インジウムは著しい干渉を受けるが、バーナー先端と光束中心間距離（以下B・Hと略記）、アセチレン流量、アルカリ塩類の種類及び濃度の変化に対

する干渉現象を調べ、比較的干渉の少ない測定方法を見いだしたので、ここに報告する。

2. 実験

2.1 装置

原子吸光装置は日本ジャーレル・アッシュ社製 AA-8500型を、バーナーは水冷式魚尾型バーナー（スリットの長さ 10 cm, 5 cm）を用い、空気-アセチレンフレーム及び亜酸化窒素-アセチレンフレームで測定を行った。

2.2 試薬

インジウム標準溶液：試薬特級硫酸インジウムを水に溶解し、1 mg/ml 溶液とした。使用に際しては、この原液を適当に希釈して測定溶液とし、測定時の酸濃度は、0.001 M 硫酸溶液とした。なお干渉現象を測定するため使用した試薬は、すべて特級試薬を用いた。

2.3 実験方法

容量 100 ml のメスフラスコにインジウムの標準溶液

* 「分析化学」1983年4月号に掲載

** 工業技術院 大阪工業技術試験所

及び酸又は塩類溶液を入れ、水で標線まで希釈する。空気ーアセチレンフレームの場合の空気流量は 13.0 l/min 、亜酸化窒素ーアセチレンフレームの場合の亜酸化窒素の流量は 13.0 l/min とし、アセチレン流量及びB・Hを変えて吸光度を測定した。ホローカソードランプの電流値は 10 mA 、測定波長は 303.9 nm とした。なお各種酸及び塩類の分子吸収は、すべて補正した。

3. 実験結果と考察

3.1 無機酸の影響

インジウムの原子吸光に対し、最も一般的な無機酸である硝酸、硫酸、塩酸の酸濃度の影響を空気ーアセチレンフレームを用いて検討した結果を図1に示す。

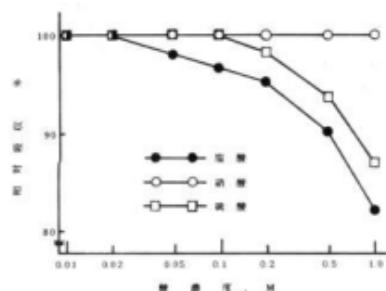


図1 酸濃度の影響
In: $20 \mu\text{g}/\text{ml}$, B·H: 10 mm

図1では酸を加えていないインジウム溶液の吸光を100とした相対的な吸光の値をプロットした。図1から分かるように、硝酸は 1.0 M まではほとんど影響はないが、硫酸は 0.2 M 以上になると負の干渉を示した。この場合相対的な吸光の値が低下するのは、カルシウムなどで遮蔽されたようなフレーム温度の低下、難解離性塩の形成などが考えられるが、原因の解明には今後の検討が必要である。一方塩酸は 0.05 M 以上になると著しい負の干渉を示すが、これはHaraguchiらの報告^{5), 6)}にみられるように InC_2 の2原子分子の生成によるものと思われる。図1はアセチレン流量 3.5 l/min の場合であるが、アセチレン流量 2.0 l/min 、 2.5 l/min 、 3.0 l/min 、 4.0 l/min の場合も同様の傾向を示す。またB·H 15 mm の場合も同様の傾向を示したが、距離を短くすると干渉が大きくなる傾向が認められた。

又亜酸化窒素ーアセチレンフレームについて検討した。アセチレン流量($8.5 \sim 9.0 \text{ l/min}$)、亜酸化窒素流量 13.0 l/min 、B·H($5 \sim 15 \text{ mm}$)では、これらの酸による干渉は認められなかった。

3.2 アルカリ塩類及びその他の塩類の影響

まず空気ーアセチレンフレームを用いて、アルカリ塩類の中で代表的な硝酸ナトリウムの影響を検討した。少燃料フレームでは、硝酸ナトリウムが共存するとB·Hのどの位置でも正の干渉を示した。そこで少燃料フレームを用いて、各種アルカリ塩類の干渉の様子を検討した結果を図2に示す。図2は各種アルカリ塩類

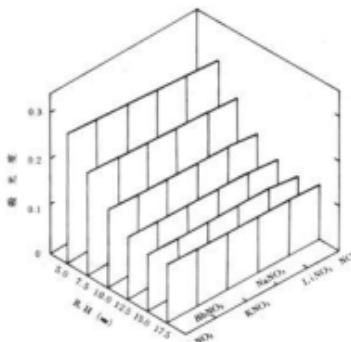


図2 空気ーアセチレンフレームにおけるアルカリ塩類の影響
In: $20 \mu\text{g}/\text{ml}$ 塩類濃度: 0.002 M

0.002 M アセチレン流量 2.0 l/min として、B·Hを種々に変えて吸光度を測定した結果である。なおアルカリ塩類濃度 0.002 M (インジウムモル濃度に対し23倍量)以下では干渉が明確に現れず、又これ以上の濃度の場合は 0.002 M とほとんど同じ傾向を示した。図2より各種塩類が共存するとフレーム中のどの位置でも正の干渉を示し、干渉の程度も、硝酸セシウム>硝酸リビジウム>硝酸カリウム>硝酸ナトリウム>硝酸リチウムとなり、イオン化電圧の低いものは干渉が大きく、イオン化干渉と考えられる干渉現象が認められた。なおアセチレン流量 3.0 l/min 、 3.5 l/min 、 4.0 l/min の多燃料フレームの場合には、このような干渉現象は認められなかった。次にこの干渉現象を亜酸化窒素ーアセチレンフレームを用いて検討した結果を図3に示す。図3から分かるように、アルカリ塩類が共存するとB·Hのどの位置でも著しい正の干渉を示し、干渉の程度も明らかにイオン化電圧の大きさが関係し

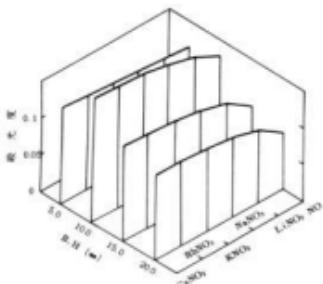


図3 亜酸化窒素ーアセチレンフレームにおけるアルカリ塩類の影響
In: 50 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 塩類濃度: 0.002M

ている。この干渉現象を更に明確にする目的で、アルカリ塩類だけでなく、アルカリ土類金属塩類やその他の金属塩類について干渉の有無を検討し、これらの金属のイオン化電圧との関係を相対的な吸光としてプロットした結果を図4に示す。図4から、インジウムのイオン化電圧は 5.785 eV⁷⁾ であるが、共存する金属の

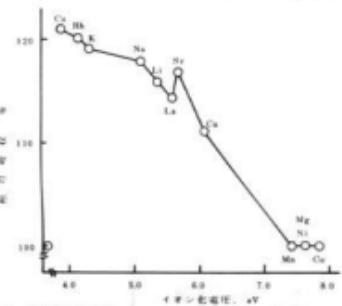


図4 亜酸化窒素ーアセチレンフレームにおけるインジウムの吸収と各種金属のイオン化電圧との関係
In: 11.5 $\mu\text{g}/\text{ml}$, 塩類濃度: 0.01M

イオン化電圧の減少とともに正の干渉が増大した。たゞ、リチウム (5.390 eV) やランタン (5.61 eV) の干渉がストロンチウム (5.692 eV) の干渉より小さい原因については不明であり、今後の検討が必要である。又イオン化電圧が 5.785 eV のインジウムより高い 6.111 eV のカルシウムでも若干正の干渉があるのは、両者の値の差が比較的小さく、かつカルシウムの共存量がインジウムに比べて 20 倍量であるためと考えられるが、原因については更に検討を続ける。又イオン化電圧が 7.432 eV のマンガン以上の金属元素では、全く干渉が現れなかった。

次に酸及びアルカリ塩類の干渉現象を確認するためには、塩酸及び硝酸セシウム共存下で、空気ーアセチレンフレームを用いてインジウムの検量線を作成した。アセチレン流量 4.0 l/min の多燃料フレームを用い、B・H 10 mm で多量の酸が共存しないときのインジウムの 1% 吸収は、0.61 $\mu\text{g}/\text{ml}$ であるが、干渉の最も大きな 1 M 塩酸共存では同じく 0.71 $\mu\text{g}/\text{ml}$ となつた。

なお、アセチレン流量 2.0 l/min の少燃料フレームでも、同様に塩酸共存下では検量線の勾配は減少した。一方硝酸セシウムが 0.005M 共存する場合、アセチレン流量 2.0 l/min の少燃料フレームで B・H 5 mm では、インジウムの 1% 吸光の濃度は 0.34 $\mu\text{g}/\text{ml}$ であった。なお多燃料フレームでは、検量線の勾配に変化は認められなかった。

4. 結 言

以上インジウムの原子吸光定量における、酸及びアルカリ塩類の干渉現象について研究した。

アルカリ塩類の干渉の程度は、塩類の種類と共存量、アセチレン流量及び B・H によって大きく増減することが判明した。

従って、インジウムの原子吸光定量においては、B・H 7.5 mm, アセチレン流量 3.5 l/min, 空気流量 13.0 l/min の多燃料フレームを使用すると、比較的干渉が少なく良い結果が得られると考えられる。

5. 文 献

- 1) S. Shibata : Anal. Chim. Acta, Vol. 23, P 434 - 438 (1960)
- 2) V. T. Athavale ほか : Anal. Chim. Acta, Vol. 22, P 56 - 60 (1960)
- 3) H. Spitzer ほか : Fresenius' Z. Anal. Chim., 241, P 218 - 223 (1968)
- 4) 梶部英雄 ほか : 日本化学会中国四国・九州支部合同大会講演集稿集 P 7 (1980)
- 5) H. Haraguchi ほか : Chem. Lett. 1972, P 913 - 916
- 6) H. Haraguchi ほか : Chem. Lett., 1973, P 251 - 254
- 7) 日本化学会編 : "化学便覧基礎編Ⅱ", P 1124 (1966), (丸善)

昭和58年10月5日印刷
昭和58年10月15日発行

編集兼
発行 広島県立呉工業試験場

T 737 呉市西中央3丁目6-21
TEL 呉局(0823)⑧643840

支場 T 720 福山市山手町砂畠
TEL 福山局(0849)⑧2732

印刷所 松広印刷株式会社

呉市東中央3丁目4-4
TEL ⑧2175・⑧0989