

業 務 報 告 書

昭和57年度

滋賀県立機械金属工業指導所

彦根市岡町5番地

昭和58年度は、国外にあっては石油産油国の原油価格の引下げと産油量の抑制や欧米先進諸国のわが国への貿易不均衡の是正要求の強化と円高傾向による輸出不振が強まる情勢にあり、国内にあっては、政府の経済見通しが実質3.4%の低い成長率の達成は非常に厳しく認識されているように、不透明な経済情勢を背景として、わが国中小企業にとって厳しい内外社会経済環境下に置かれております。

このような環境下において、本県の機械金属業界が厳しい社会事情の変動に即応しながら安定した発展を続けるためには、高度の技術力を修得し、付加価値の高い新製品を開発する事が極めて重要であり、それが強く要請されるところであります。

本県の工業は、昭和30年代後半からの新規工場立地の進展により大きく発展し、中でも電気機器、一般機器、輸送用機器、精密機器等の機械金属工業が、昭和30年代には本県の製造品出荷額の約10%であったものが昭和56年には約40%と急速に伸展しており、また、進出企業と既存企業との間における技術格差も年々、開きつつあるように見られます。

当指導所におきましても、最近の目覚ましい先端技術の発展に伴う生産技術環境の変化と企業間格差の縮小に適切に対応するため、国、日本自転車振興会等の協力を得て試験研究設備の充実を図るとともに職員の技術力の向上と研さんに努めることによって、県内中小機械金属業界の要請に応えるべく、その体制強化を図っているところであります。

昭和57年度においては、従来からの地場産業である彦根バルブを始めとして県内機械金属業界の育成と技術振興を推進するための試験研究と技術指導を積極的に行うと共に技術革新の先端を行く電子技術の応用研究に取り組んで参りました。今後とも業界の発展のため所員一同努力する所存でございますが、関係各位からの積極的な高見を期待いたしますと共に、尚一層のご支援とご鞭撻を賜れば幸いと思っております。業界の技術向上の一助として、昭和57年度に実施いたしましたマイコン制御による自動化の研究及び製品改良等の試験研究や機械加工、自動化、省力化等の技術指導を行い、一方では巡回技術指導による問題点の解決あるいは技術者研修、講習会による人材育成、技術の普及を通じて業界の発展に努めて参りました。その概要を本報告書に取りまとめましたが、本報告書を契機として技術上の問題解決と開発に当指導所を十二分に利用されんことを念願しております。

昭和58年 月

所 長 水 原 康 視

目 次

I 概 要

I-1	沿 革	A-1
I-2	規 模	A-1
I-3	組 織	A-3
I-4	職員構成	A-3
I-4-1	職員の異動	A-3
I-5	予算および決算	A-4
I-6	試験研究設備の整備状況	A-6
I-7	主要設備	A-7

II 業 務

II-1	依頼業務	A-11
II-1-1	依頼試験受付件数および調定金額	A-11
II-1-2	設備使用件数および調定額	A-11
II-2	指導業務	A-12
II-2-1	一般巡回技術指導	A-12
II-2-2	公害防止巡回技術指導	A-12
II-2-3	簡易巡回技術指導	A-13
II-2-4	地場産業振興高等技術者研修	A-13
II-2-5	技術アドバイザー事業	A-15
II-2-6	講習会、研究会	A-15
II-2-7	技術相談	A-16
II-2-8	出版刊行物の配布	A-16
II-2-9	調 査	A-16
II-2-10	生産技術研究会	A-17
II-3	研究業務	

I 概 要

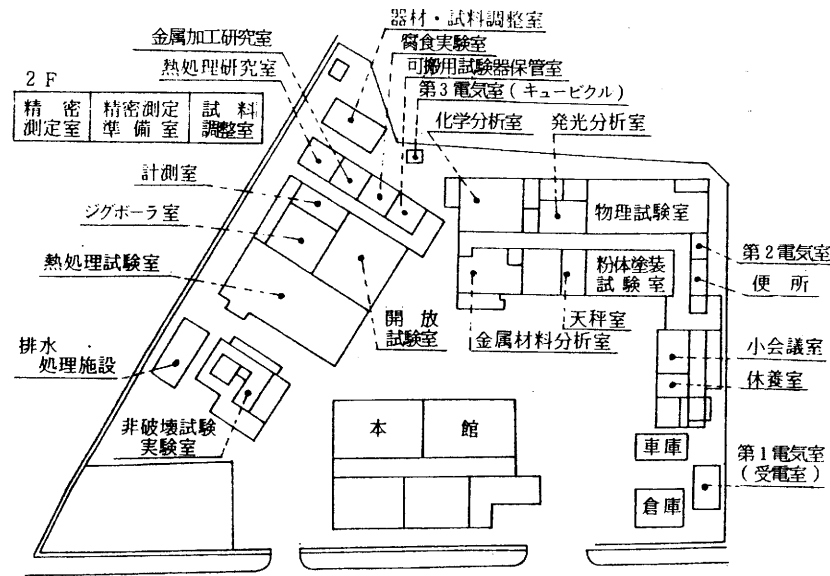
I-1 沿革

昭和21年 4月	長浜市に県立長浜工業試験場を設置、機械、繊維の2部制にする。
昭和23年 7月	木工部を増設
昭和27年 4月	工業試験場を機械と繊維に分割し、機械部は木工部を合わせて滋賀県立機械金属工業指導所と称す。
昭和34年 4月	本指導所の整備計画、ならびに彦根市に移転、庁舎新築を決定
昭和35年10月	庁舎新築工事、試験分析設備の設置を完了、新庁舎にて業務を開始
昭和38年 3月	別館(精密機械加工、熱処理中間試験室、ジグボーラ室、その他)を増築
昭和43年 1月	別館2階実験研究室を増築
昭和45年12月	R1透過試験棟を増築
昭和46年 9月	試料調整室を増築
昭和49年10月	新本館棟竣工
昭和56年 8月	新本館冷房工事

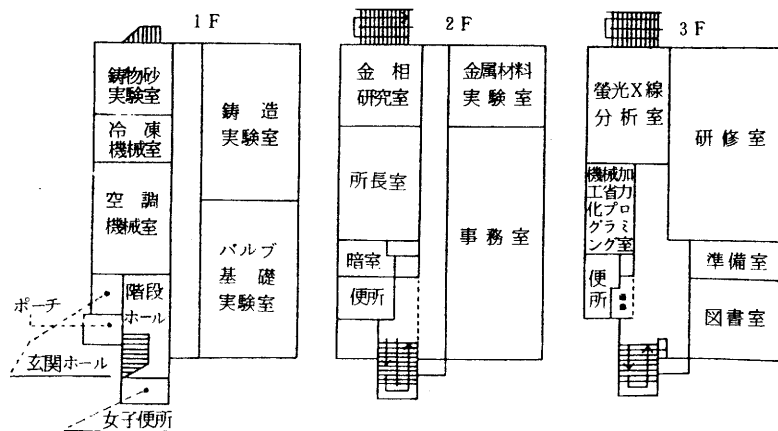
I-2 規模

敷地面積	3,400.69 m ²
建物総面積	2,273.42 m ²
本館	1,017.96 m ² (鉄筋コンクリート三階建)
別館	562.96 m ² (鉄筋コンクリート補強ブロック平屋建)
実験研究棟	487.96 m ² (鉄筋コンクリート補強ブロック一部二階建)
非破壊試験棟	78.70 m ² (鉄筋コンクリート補強ブロック平屋建)
その他	126.27 m ²

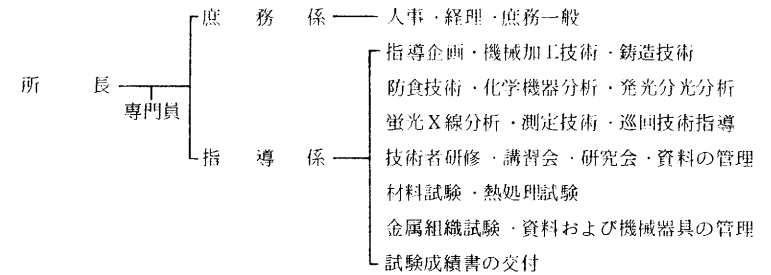
建物配置図



本館の各室配置図



1-3 組織



1-4 職員構成

所長	水原康	河崎	視
専門員	居原田	浩一	子
庶務係	水島	靖	子
指導係	斉田	雄介	義
	村口	明	勝
	中山	勝	進
	樋口	英	司
	西内	廣	志
	宮川	栄	一
	月瀬	寛	二
	酒井	一	昭
	松本	正	

1-4-1 職員の異動 昭和58年4月1日

昇任	新	旧
指導係長	村口明義	主査
主査	樋口英司	技師
主事	斉藤俊美	長浜北高等学校主事
技師	佐藤真知夫	計量検定所技師
出		
商工労働部商工課専門員	斉田雄介	指導係長
退職		
	水島靖子	主事

1-5 予算および決算

1-5-1 昭和57年度 歳入予算収入状況

科 目				予 算 通知額	調 定 額	収入済額	収 入 未 済 額
款	項	目	節				
使用料及 手数料				円 13,500,000	円 15,123,400	円 15,123,400	円 0
	使用料	商工使用料	機械金属 工業指導所	220,000	288,500	288,500	0
	手数料	商工手数料	機械金属 工業指導 所 試 験	13,280,000	14,834,900	14,834,900	0
諸収入				300,000	300,000	300,000	0
	雑 入	雑 入	経営技術等 研修講習等 受 講 料	300,000	300,000	300,000	0
合	計			13,800,000	15,423,400	15,423,400	0

1-5-2 昭和57年度 令達予算執行状況

科 目					令 達 額	執行済額	不 要 額
款	項	目	節	細 節			
07 商 工 費					28,248,000	28,244,077	3,923
	01 商工業費	03 工業振興費			4,411,000	4,411,000	0
			01 報 酬		3,060,000	3,060,000	0
			09 旅 費		1,203,000	1,203,000	0
			11 需 用 費	02 その 他 需 用 費	80,000	80,000	0
				02 その 他 役 務 費	68,000	68,000	0
	02 中小企業費				23,837,000	23,833,077	3,923
		02 中小企業 指 導 費			3,384,000	3,383,437	563
			08 報 償 費		1,085,000	1,085,000	0
			09 旅 費		807,000	806,437	563

科 目					令 達 額	執行済額	不 要 額
款	項	目	節	細 節			
			11 需 用 費		1,286,000	1,286,000	0
				01 食 糧 費	141,000	141,000	0
				02 その 他 需 用 費	1,145,000	1,145,000	0
			12 役 務 費	02 その 他 役 務 費	102,000	102,000	0
			14 使用料及 貸 借 料		104,000	104,000	0
		06 機械金属工 業指導所費			20,453,000	20,449,640	3,360
			08 報 償 費		53,000	53,000	0
			09 旅 費		1,371,000	1,371,000	0
			11 需 用 費		14,063,000	14,062,740	260
				01 食 糧 費	168,000	167,740	260
				02 その 他 需 用 費	13,895,000	13,895,000	0
			12 役 務 費	02 その 他 役 務 費	1,914,000	1,913,940	60
			13 委 託 料		1,039,000	1,036,800	2,200
				01 電気保安業 務 委 託 料	94,000	93,600	400
				02 恒温恒湿点 検 委 託 料	188,000	188,000	0
				03 警 備 業 務 委 託 料	404,000	403,200	800
				04 浄化槽等維 持管理業務 委 託 料	127,000	126,400	600

科 目					令 達 額	執 行 済 額	不 要 額
款	項	目	節	細 節			
				05 ボイラー 整備検査 委託料	66,000	66,000	0
				06 火災報知器 設備保安検 査委託料	35,000	34,800	200
				07 排水水の 分析委託料	125,000	124,800	200
			14	使用料及び 貸借料	10,000	10,000	0
			18	備品購入費	1,982,000	1,982,000	0
			19	負担金補助 及び交付金	7,000	6,960	40
			27	公課費	14,000	13,200	800
商 工 費 計					28,248,000	28,244,077	3,923

1-6 試験研究設備の整備状況

品 名	数量	規格または型式	製作所名	備 考
高周波プラズマ分析装置 47,000,000	一 式	ICPV-1000	株式会社 島津製作所	日本自転車振興会補助
マイクロコンピュータ システム 1,530,000	一 式	MZ-2000	シャープ株式会社	"

1-7 主要設備

品 名	規 格	購入年月日	備 考
工業用 X 線 装 置	島津製 WELTES-200	35. 9. 17	中小企業庁補助物件
分 光 分 析 装 置	島津製 QL-170	35. 9. 17	"
浸 炭 窒 化 炉	島津製 OP-3R-18 200-35A	37. 2. 25	"
万 能 研 削 盤	三井精機製 MUG 25×50	37. 6. 29	日本自転車振興会 補助物件
ソルトバス電気炉	友信工業製 LSB-30	37. 7. 9	県 単
治 具 中 ぐ り 盤	三井精機製 JBD 型 No. 3	38. 6. 17	日本自転車振興会 補助物件
万 能 投 影 機	イタリアマイクロ、テクニカ社製 MT 型	38. 8. 16	"
平 面 研 削 盤	三正製作所製 G-D 64 型	38. 12. 20	"
万 能 工 具 研 削 盤	牧野フライス社製 C-40	38. 12. 23	"
万 能 顕 微 測 定 器	三井精機製 MLD 1000	40. 1. 14	"
ロックウエル硬度計	明石製作所 ORK 型 (電動)	40. 8. 20	"
二連オートメット 研磨テーブル	米国ビューラー製 64-1912	41. 9. 30	"
吸熱形炉気制御装置	島津製 ENP-5CN	41. 10. 14	"
フアビルバリ摩耗試験機	イタリアプロリン社製	42. 2. 28	中小企業庁補助物件
ス ー パ ー ス コ ー プ	日本電子製 JEM-30B 型	43. 2. 19	日本自転車振興会 補助物件
施 盤	大阪工作所製 BC 型	43. 3. 19	"
ストレイン、メーター	新興通信工業製 DS 61 RX 型	43. 10. 4	"
超 硬 工 具 研 磨 盤	アサヒダイヤモンド工業製 SDG 型	43. 9. 10	"
超 音 波 洗 浄 装 置	ブラザ工業製 500W 型	43. 10. 17	"
表 面 あ ら さ 計	テラーホブソン社製 タリサーフ 4 型	43. 11. 30	"

品 名	規 格	購入年月日	備 考
万 能 フ ラ イ ス 盤	日立精機製MS型U	43. 12. 28	中小企業庁補助物件
工業用RI透過検査装置	東京芝浦電気製RRM-110-1	44. 10. 21	日本自転車振興会 補助物件
プロジェクション オプテメーター	カールツァイスイェナ社製 MOD 20/20	"	"
金 属 顕 微 鏡	日本光学製ME型	"	"
キ ャ ス 試 験 機	東洋理化製CASSER-1	44. 10. 29	"
流速効果腐食試験装置	山崎精機研究所VF-1	"	"
原子吸光炎光 共用分光分析装置	日本ジャーレル、アッシュ AA-1E(S)型	"	"
カット・オフ（帯鋸盤）	アマダ製CRH-300S	45. 8. 30	"
ショアーかたさ試験機	三光計器製S44計量研型	45. 9. 25	中小企業庁補助物件
ブリネル硬度計	三精工業製SDLB計量研型	45. 9. 29	"
工業用赤外線温度計	旭産業製TA-1	45. 10. 20	日本自転車振興会 補助物件
デジ マイ ク ロ	オリンパス製DM253 顕微鏡STM	45. 10. 30	中小企業庁補助物件
液化炭酸超低温装置	柳本製作所製OTS-60	45. 10. 31	日本自転車振興会 補助物件
島津万能試験機	電子管式REH-100型	46. 9. 29	中小企業庁補助物件
オームバス・電気炉	東洋電熱工社製NC-25PLS	46. 11. 8	日本自転車振興会 補助物件
周波数自動分析記録装置	国際振動研究所製SM-2200	47. 9. 28	"
エ レ マ 電 気 炉	東海興商製CE-20	47. 10. 30	"
高温鑄物砂試験機	東京衡機製力量500kg	47. 10. 31	"
直示式鑄物砂熱膨張計	小沢製作所製EOS-1	47. 11. 20	"
曝 熱 試 験 器	小沢製作所製MO-1	"	"
定電位電解分析装置	柳本製作所AFS-4 4連式	47. 9. 8	"

品 名	規 格	購入年月日	備 考
イ オ ン メ ー タ ー	オリオン社製801型 デジタルPH/m Vメーター	47. 11. 8	日本自転車振興会 補助物件
ニッサン、セドリックバン	日産自動車工業排気量2000cc	48. 7. 31	中小企業庁補助物件
ばいじん量測定装置	D-20SC	49. 8. 12	"
メモ、モーション測定装置	松下電器製	49. 7. 31	"
万能基準かたさ試験機	明石製作所製 計量研型SHT-3型計算装置付	49. 10. 28	"
高周波誘導電気炉	FTH-30Mサイリスタ式	49. 10. 31	"
微量砒素測定装置	ASD-1A	49. 7. 20	"
蛍光X線分析装置	理学電機工業製 ガイガーフレックス3063P4	52. 3. 30	"
オートクレーブ	柳本製作所製 ナック・ドライブ式	"	"
C E メ ー タ ー	リーズ・アンド・ノースロップ社 TECTIPマークIII-H	52. 3. 23	"
耐力測定装置	島津製（REH型用）	52. 3. 24	"
可傾式金型鑄造機	新東工業PLS-33R	53. 8. 11	"
自動平衡型温度記録計	千野製作所EK100-06	53. 8. 25	"
塗 型 用 噴 霧 機	岩田塗装製	53. 12. 20	"
P H メ ー タ ー	東亜電波製HM-20B	53. 7. 10	県 単
シャルピー衝撃試験機	島津製30kgf-m	54. 1. 17	"
普 通 騒 音 計	(株)ノードDS-101C	54. 8. 20	中小企業庁補助物件
高周波誘導焼入装置	富士電波工業製 FRT-40H、FQB-800	54. 11. 10	日本自転車振興会 補助物件
精密低温恒温槽	田葉井製作所製K-3473-D1	54. 10. 31	"
ストレンメーター	新興通信工業DPU-100 PS-7513-50	54. 9. 5	"
分 光 光 度 計	島津製作所UV-150-02	54. 8. 10	"

Ⅱ 業

務

品 名	規 格	購入年月日	備 考
STメーター (残留ひずみ測定器) 1,000	福井技研標準型	54. 10. 5	日本自転車振興会 補助物件
水 圧 ポ ン プ	山本水圧工業製 PH-60	54. 7. 14	県 単
ジェットエロージョン試験機 3,400	㈱山崎精機製 JVE-12形	55. 8. 10	中小企業庁補助物件
ピンホール探知器	㈱サンコウ電子製 TRC-20A	55. 7. 17	"
静電粉体塗装装置 1,790	小野田セメント㈱製 GX101, TYPE 6132-1	55. 7. 25	"
C-S同時定量装置 16,000	米国LECO社製 LECO-CS-144 型	55. 8. 9	日本自転車振興会 補助物件
かじり摩耗試験機 4,300	㈱京都試作研究所製	55. 10. 31	"
空気圧実習装置 1,400	太陽鉄工㈱製 当所仕様	56. 7. 30	中小企業庁補助物件
ブリネル硬さ試験機 400	㈱島津製作所製 最大荷重 3000 kg	56. 9. 16	日本自転車振興会 補助物件
万能試験機 33,000	㈱島津製作所製 オートグラフ DCS-25 T 型	56. 9. 19	"
電動ビッカース硬度計 3,000	㈱明石製作所製 AVK-A 型	56. 10. 31	"
高周波プラズマ分析装置 47,000	㈱島津製作所製 ICPV-1000 型	57. 12. 10	"
マイクロコンピュータ システム 1,530	シャープ㈱ MZ-2000	58. 1. 14	"

本所修

Ⅱ—1 依賴業務

Ⅱ-1 依頼業務

Ⅱ-1-1 依頼試験数および調定金額

調定額 14,834,900 円

○ 強度試験	6,715,700 円	3,833 試料 (9,700 試験)
(内訳)	抗折	1,453 試験
	引張	3,405 "
	耐力、降伏点	692 "
	伸び	1,667 "
	硬さ (HB)	1,943 "
	" (その他)	257 "
	その他	283 "
○ 分析試験	6,924,600 円	919 試料 (4,027 成分)
(内訳)	ねずみ鋳鉄	252 試料
	球状黒鉛鋳鉄	
	青銅鋳物	559 "
	その他	108 "
○ その他の試験	696,500 円	332 試料 (541 試験)
(内訳)	金属組織写真	380 試験
	その他	161 "
○ 副本	498,100 円	1,803 通
(内訳)	和文	1,741 通
	英文	62 "

Ⅱ-1-2 設備使用件数および調定額

調定額 288,500 円

(内訳)	治具中ぐり盤	36 件 (185 時間)
	平面研削盤	22 " (50 ")
	万能投影機	13 " (46 ")
	鋳物砂試験機	5 " (23 回)
	電気マッフル炉	3 " (7 時間)

Ⅱ—2 指導業務

Ⅱ-2 指導業務

Ⅱ-2-1 一般巡回技術指導

期 間	対 象 企 業	指 導 講 師	内 容
57. 4.27	兵 神 装 備 ㈱	技術士 安 部 駿一郎	熱処理について
9.21	彦 根 鋳 工 ㈱	中国工業技術試験所 室長 工 藤 清 勝	異種金属における 防食技術について
9.22	㈱有川バルブ製作所	〃	海水における 電食対策について
58. 2.2	㈱三 島 技 研	技術士 安 部 駿一郎	金型材料とその適用 熱処理について
2.3	国 友 熱 工 ㈱	〃	金型の熱処理について
2.4	福 原 電 機	〃	高周波焼入装置の 試作について
2.10	兵 神 装 備 ㈱	〃	熱処理方法について
3.25	㈱大津機工製作所	滋賀総合高等職業訓練校 教導 長 朝 男	溶接棒の選定と 溶接技術について
3.28	高 橋 金 属 ㈱	〃	異種継手溶接方法について
3.29	油 野 プレス工業 ㈱	〃	パイプH周溶接の クレーター処理について

Ⅱ-2-2 公害防止巡回技術指導

期 間	対 象 企 業	指 導 講 師	内 容
57. 10.13	大 宗 ㈱	大阪大学工学部 教授 福 迫 達 一	敷地境界線上の粉塵および 鉛濃度について
10.21	小 堀 合 金 鋳 造 所	〃	〃
10.22	大 東 工 業 ㈱	〃	〃
10.20	㈱相川バルブ製作所	〃	〃
10.20	沢村バルブ工業 ㈱	〃	〃
10.29	検 討 会	〃	〃

Ⅱ - 2 - 3 簡易巡回技術指導

期 間	対 象 企 業	指 導 講 師	内 容
57. 11. 2 12. 2	県下の金属製品製造業 および一般機械器具製 造業 30 企業	指導所職員	生産管理および 加工技術について

Ⅱ - 2 - 4 地場産業振興高等技術者研修

- (1) コース名 機械課程
実習を主体としたマイクロコンピュータ利用技術
- (2) 研修期間 昭和57年9月6日より 11月12日まで
- (3) 研修場所 彦根市中央町3番8号
彦根商工会議所 3F 中会議室
- (4) 研修科目と時間および講師

番号	月 日	区分	時間	科 目	講 義 内 容	講 師
1	9. 6 (月)	講	3	マイクロコンピュータの今後の動向	マイクロコンピュータ、CPUの現状と展望、応用の是非と範囲、今後の応用法	滋賀大学 助教授 法 雲 俊 彦
2	8 (木)	講	3	マイクロコンピュータ利用の基礎知識	デジタル信号と2進数 マイクロコンピュータの構成	㈱ディジテック研究所 社長 阪 口 明 技術 松 村 繁
3	10 (金)	講	3	"	CPUのしくみと信号の流れ 制御信号の役割	技術 松 村 繁
4	13 (月)	講	3	"	論理演算と論理素子 アドレスの割付け	"
5	17 (金)	講	3	マイクロコンピュータのプログラミング	命令とその機能	大阪府立工業技術研究所 研究員 杉左近 隆
6 7 8	20 22 24 (月) (木) (金)	演	9	"	プログラミングの基本 (データ転送、演算、マスク、判断、その他)	"
9 10	29 10. 1 (木) (金)	実	12	"	サブルーチン 割込みの考え方	"
11	4 (月)	講	3	マイクロコンピュータの入出力	汎用LSIの機能と動作 " の使い方	大阪府立工業技術研究所 研究員 杉井春夫
12	6 (木)	講	3	"	デジタル信号の入出力と インターフェイス	"

番号	月 日	区分	時間	科 目	講 義 内 容	講 師
13	8 (金)	講	3	計測技術(その1)	変位、圧力、流量、その他	神戸大学教授 工学博士 米持 政 忠
14	13 (木)	講	3	計測技術(その2)	磁気、光、温度、その他	神戸大学教授 工学博士 松本 治 弥
15 16	15 18 (金) (月)	演	6	マイクロコンピュータの入出力	機械接点、フォトカプラ、 トランジスタサイリスタ、 接点リレー、SSR	大阪府立工業技術研究所 研究員 杉井春夫
17 18	20 22 (木) (金)	実	12	"	デジタルICの特性と接続 アナログ信号の入出力 A/D変換、回路と制御	"
19 20 21 22 23	27 29 11. 1 (木) (金) (月) 5 8 (金) (月)	実	30	マイクロコンピュータの応用 (ゼミナールと論文作成を含む)	シリンダのシーケンス制御 ステッピングモータの駆動 DCサーボモータによる 位置制御 白熱灯の位置制御 圧力と温度の自動計測	大阪府立工業技術研究所 研究員 杉左近 隆 大阪府立工業技術研究所 研究員 杉井春夫 滋賀県立機械金属工業 指導所 技師 樋口 英 司 " 技師 月 瀬 寛 二
24	12 (金)	実	6	事例研修(見学)	㈱山崎鉄工所	

(5) 受講者および修了者

受講者 30 名

修了者 20 名

Ⅱ - 2 - 5 技術アドバイザー事業

期 間	対 象 企 業	技術アドバイザー	指 導 内 容
57. 5. 11 ～ 58. 3. 30	県下の金属製品および 一般機械器具製造業 その他 39 企業	県登録技術アドバイザー 11 名	マイコン・プレス・自 動化製品開発・加工技 術及生産管理について

Ⅱ - 2 - 6 講習会・研究会

期 間	題 目	講 師	場 所	受講人員
57. 5. 12	難削材の切削加工について	住友電工 柳 土肥 嘉夫・広瀬 啓二	指導所研修室	58 名
6. 16	標準化と創造開発	巽生産管理事務所 技術士 巽 茂 蔵	〃	36 名
8. 2	埋設配管の腐食と対策について	大阪ガス総合研究所 係長 梶川 修	〃	60 名
9. 22	鉄鋼材料の海水腐食について（S. 56 年度研究発表会を兼ねる）	中国工試 防錆研究室長 工 藤 清 勝・当所職員	〃	29 名
58. 1. 18	経済動向と技術革新について	日刊工業新聞社 工業部長 杉本 好 正	彦根市民会館第 2 会議室	39 名
2. 17	金属材料の摩耗について	大阪府立大学 講師 川本 信	指導所研修室	44 名
3. 22	パソコンによる図面作成の手法について	福山大学工学部 講師 武部 正 幸	〃	40 名

Ⅱ - 2 - 7 技 術 相 談

金 属 材 料	250 件
熱 処 理 技 術	105 件
機 械 加 工 技 術	118 件
試験法および測定法	456 件
鑄 造 技 術	52 件
金 属 組 織	104 件
分 析 一 般	203 件
防 食 技 術	88 件
生 産 管 理	204 件
実 地 指 導	187 件
そ の 他	319 件
計	2,086 件

Ⅱ - 2 - 8 出 版 刊 行 物

業 務 報 告	1 回
研 究 報 告	1 回
機 工 指 だ よ り	No. 19 } No. 20 } 各 1 回 No. 21 }

Ⅱ - 2 - 9 調 査

- (1) 彦根バルブ生産動向調査 22 企業
1 - 四半期ごとに企業訪問して実施
- (2) 設備近代化資金および設備貸与貸付申込み企業の事前調査
設備近代化関係 9 企業
設備貸与関係 25 企業

Ⅱ - 2 - 10 生産技術研究会

(1) 昭和57年度役員

会 長	木 村 一 夫	㈱ イズミ製作所
幹 事	磯 島 喜久男	広瀬バルブ工業㈱
	桜 井 雅 明	㈱ 昭和バルブ製作所
	浜 川 勲	松尾バルブ工業㈱
	日 比 忠 男	㈱ 清水合金製作所
	村 口 明 義	滋賀県立機械金属工業指導所
会計監事	増 田 米 男	日の本弁工業㈱
	森 毅	大和バルブ工業㈱
事 務 局	西 内 廣 志	滋賀県立機械金属工業指導所

(2) 昭和57年度事業経過

年月日	事業内容
57. 5. 12	昭和57年度生産技術研究会総会 出席者 19名 委任状 12名 } 計 31名 技術講習会 「難削材の切削加工について」 住友電工㈱ 土肥 嘉夫 広瀬 啓二 出席者 58名
57. 6. 15	会報第25号発行
57. 6. 16	技術講習会 「標準化と創造開発」 巽生産管理事務所 巽 茂蔵 出席者 36名
57. 8. 2	技術講習会 「埋設配管の腐食と対策について」

	大阪ガス㈱ 総合研究所 梶川 修 出席者 51名
57. 9. 1	工場見学 ㈱ 日研工作所(東大阪市) 出席者 19名
57. 9. 22	昭和56年度研究成果普及講習会および技術講習会 「鉄鋼材料の海水腐食について」 工業技術院中国工業技術試験所 工藤 清勝 出席者 29名
57. 11. 18	研究会 「製品に関する苦情処理について」 出席者 12名
57. 12. 15	会報第26号発行
58. 1. 18	技術講演会 「経済動向と技術革新について」 日刊工業新聞社 杉本好正 高科直海 他1名 出席者 39名 懇親会出席者 15名
58. 2. 17	技術講習会 「金属材料の摩耗について」 大阪府立大学工学部 川本 信 出席者 44名
58. 3. 8	工場見学 (財) 自転車産業振興会技術研究所 出席者 17名
58. 3. 22	技術講習会 「パソコンによる図面作成の手法について」 福山大学工学部 武部 正幸 出席者 40名

Ⅱ—3 研究業務

目 次

Ⅲ-1	金属の摺合せ摩耗に関する研究(微速領域における合金鋼の凝着現象について)…1
	主査 中山 勝之
Ⅲ-2	マイクロコンピュータ制御による自動化の研究(物理試験片の切削作業の省力化)…12
	技師 樋口 英司 技師 月瀬 寛二
Ⅲ-3	铸铁製バルブの防食技術の研究(フッ素樹脂の粉体塗装方法と防食効果)……28
	主査 松川 進 技師 西内 広志
Ⅲ-4	バルブの内厚等に関する研究(凍結によるバルブの割れ現象について)……39
	技師 月瀬 寛二 技師 酒井 一昭
Ⅲ-5	高周波誘導結合プラズマ発光分析法による非鉄金属分析の迅速化に関する研究…55
	技師 宮川 栄一
Ⅲ-6	高周波誘導結合プラズマ発光分光分析法による鉄鋼分析の迅速化に関する研究…67
	技師 松本 正

金属の摺り合せ摩耗に関する研究

(微速度領域における合金鋼の凝着現象について)

主査 中山 勝 之

1. はじめに

摩耗に関しては、「機械的作用に基づく物体表面からの物質の連続的な損耗」、「物体の表面が外力的作用により好ましからぬ分離を生ずる現象」等、いろいろに定義されているが、現実の摩耗現象は多くの複合因子が介在するために、その原因を探究することはかなり難しい。いずれにせよ、摩耗とは広義に解釈すれば実用物体における表面の機械的、化学的な老化による損耗と考えられ、すりへり、疲労、衝撃、酸化等の諸条件が複雑に絡んだ結果もたらずともいえる。

摩耗の種類もいくつかに分かれているが、ここでは、凝着摩耗のうち従来あまり研究対象になっていない「ともがねにおける低速度のかじり付き現象」を中心に検討した。

2. 凝着摩耗の機構

凝着摩耗は金属同士が接触して運動すれば本質的には避けられないものであり、しかも、ともがねであればかじったり、焼き付いたりすることは古くから知られているところであるが、製品(例えばバルブ要部)の性質上、使用せざるを得ない場合は以外と多い。この現象は相接する2面の微小突起が相対運動により強制的に引離される時、相手材に付着して損耗するものである。したがって、2つの金属が合金または固溶体を作り易いものかどうかが問題となり、耐摩耗性を考慮するためにはなるべくそういった組合せを避ける必要がある。前述のともがねは正にこの条件に当てはまり、本来組み合せてはならない分野といえるものである。

凝着摩耗を考える場合、有名なホルム(R. HOLM)の法則がある。荷重をW、摩擦距離をL、材料の硬さをHとしたとき、摩耗量Vは

$$V = Z \frac{W \cdot L}{H}$$

で表わされる。但し、Zは定数である。摩耗量は荷重と摩擦距離に比例し、硬さに反比例するというこの式も限られた条件下でしか通用しないこともいくつかの研究から知られており、特に圧力を大きくして焼き付き状態になる現象については、全く別の次元と考えられる。

3. かじり試験の必要性

金属間の摩耗の研究は非常に多くあり、それぞれ貴重なデータが蓄積されているが、その大半の研究は特性値として摩耗減量を対象としている。しかし、かじりとか焼き付きといった場合、微細な凝着が進行しつつ材料自体が大きく剪断変形を起す状態を捉えて特性値としたものはあまり見当たらない。かじり要因の不明確さと併せて一つの偶然性ともいふべき現象が絡むため、困難さが予想された。

本報告は第一義として、地場産業であるバルブのかじりを対象に、試験の妥当性を判断するための一つの方法を検討したものである。強度関連の場合、最終的な目的特性は事故とかトラブルの発生率である。引張り強さや硬さ等は代用特性にしかすぎず、目的特性が直性求めにいくかじりのような場

合は実態調査等により推定する以外にはない。

図1はバルブのかじり跡の写真である。

4. 回転摩擦による凝着現象

4-1 実験方法

周速度110mm/secで回転する摺動子と、それを両側から押付ける固定子を一對の組として図2に示したような試験機により凝着試験を行った。この試験機は当初

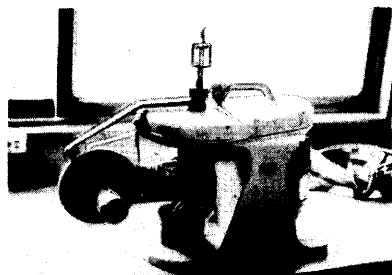


図2 回転凝着試験機

のものを改造し、あらかじめ実施した予

備実験において最適押圧荷重速度を決め

ておいた。時間経過と共に押圧荷重が比例的に加わり、ある時点で凝着が始まりかじりへと進行するが、その時の荷重値を読み取り特性値とした。

4-2 実験条件

表1 因子と水準

要因	水準	1	2	3
摺動子材質 R		SUS304	SUS403	SUS420J2
固定子材質 F		SUS304	SUS403	SUS420J2
表面粗さ G Rmax		4~6μm	10~18	25~35
摺動子硬さ R' HRA		42~48	58~63	63~70
固定子硬さ F' HRA		52~53	59~63	62~70
繰返し n		n ₁	n ₂	

表1に因子と水準を示したが、摺動子と固定子の材質をRとF、同じく硬さをR'とF'、表面粗さをGと表わし、これらの組合せで延べ486回の実験を行った。特性値は順次増加する押圧力により試料がかじりを起した時の荷重値とした。オーステナイト系については冷間加工による加工硬化を利用し、マルテンサイト系については熱処理による硬化を施した。試料は全数ロックウ



図1 バルブのかじり痕跡

ェルAスケールにて測定し硬さ段階を確認した。

4-3 硬さの差によるかじりの検討

硬さに対するかじりの荷重値を知るため、摺動材質Rと固定子材質F、さらに表面粗さGを組合せた水準で、摺動子硬さR'と固定子硬さF'の

2元表を作った。次に分類された硬さ水準を摺動子と固定子の硬さの差(R'-F')の順に並べ、それぞれのかじり荷重値をとると、図3に示したような傾向があることが程度分っているため、このかじり曲線を硬さの範囲でH₁、H₂、H₃と3つのグループに分類し硬さの差に対する回帰分

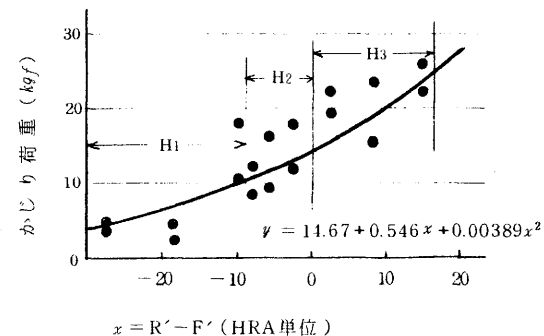


図3 硬さの差とかじり荷重 (R₂G₃F₂)

析を行った。H₁は固定子硬さが大きい範囲、H₃は摺動子硬さが大きい範囲、H₂は両者の硬さが接近している範囲である。

表2 R₂F₃G₂のデータ

	H ₁						H ₂						H ₃					
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆
	-23.2						-6.3						4.9					
かじり荷重値 Y(kgf)	5.7	4.9	10.6	10.6	9.8	12.3	19.7	22.1	24.5	4.9	4.1	18.0	6.6	15.6	17.2	20.5	15.6	22.9

分類したグループのデータ例が表2であるが、このうちH₃グループ(H₃R₂F₃G₂)について回帰分析を行った結果、表3の分散分析表を得た。同様にH、R、F、Gの各水準ごとに組合せた分散分析表が81枚得られたので、これらの表を基礎にして3種のデシベル値η₁、η₂、η₃を求めた。

表3 かじり試験の分散分析表 (H₃R₂F₃G₂)

Source	s	f	v
一般平均 m	2616.68	1	2616.68
一次回帰 β	14.23	1	14.23
誤差 e	33.86	4	8.47
合計 T	2664.77	6	

$$\eta_1 = 10 \log \frac{S_m}{6} \quad \eta_2 = 10 \log \frac{\frac{1}{f}(S\beta - V_e)}{V_e} \quad \eta_3 = 10 \log \frac{S_m - V_e}{V_e}$$

η_1 は摺動子と固定子の硬さの差 x がかじり荷重に影響する程度を表わす。 η_2 は x によるかじりの変化の起り易さを表わし硬さを単位としたS/N比である。 η_3 はかじり荷重のばらつきの度合いを表わしている。

3種のS/N比がH, R, F, Gごとに81枚得られているので、これらのデシベル値を特性値として4元配置の分散分析を行い表4を得た。

表4 デシベル値を特性値とした分散分析表

Source	η_1			η_2			η_3		
	f	v	$\rho\%$	f	v	$\rho\%$	f	v	$\rho\%$
硬さの差H	2	115.98	13.7	6	1.08	—	2	77.81	6.8
摺動子材質R	2	199.51	23.9	6	0.62	—	2	38.80	—
固定子材質F	2	9.83	—	6	1.02	—	2	43.20	—
表面粗さG	2	72.10	8.3	6	0.36	—	2	51.85	—
H×R	4	65.24	15.0	12	1.00	—	4	25.39	—
H×F	4	2.61	—	12	2.14	6.1	4	24.57	—
H×G	4	13.41	2.3	12	0.62	—	4	22.78	—
R×F	4	25.27	5.2	12	1.44	—	4	8.20	—
R×G	4	35.84	7.8	12	0.72	—	4	4.40	—
F×G	4	17.43	3.3	12	1.90	4.9	4	24.74	—
誤差e	48	4.14	20.5	144	0.91	89.0	48	18.25	93.2
	80		100.0	240		100.0	80		100.0

η_1 は計量値として分散分析が可能であったが、 η_2 の場合は1次回帰成分が小さく、S/N比が $-\infty$ をとることがあったため、 η_2 の値を -5db 以上(I組)、 -5db 未満 $\sim 15\text{db}$ 以上(II組)、 15db 未満 $\sim -\infty$ (III組)、 $-\infty$ (IV組)に分類し、計数値として累積法の分散分析を行った。いずれの η 値の計算においても高次の交互作用は有意でないため誤差項にプールした。

結果を要約すると、 η_1 の場合はかじりの発生が材質、硬さ、表面粗さなどの組合せによって変化することが明らかとなったが、特に摺動子と固定子の硬さの差と、摺動子材質の影響が顕著であった。要因効果の大きいものは、各水準ごとの平均値を求め図4に示した。

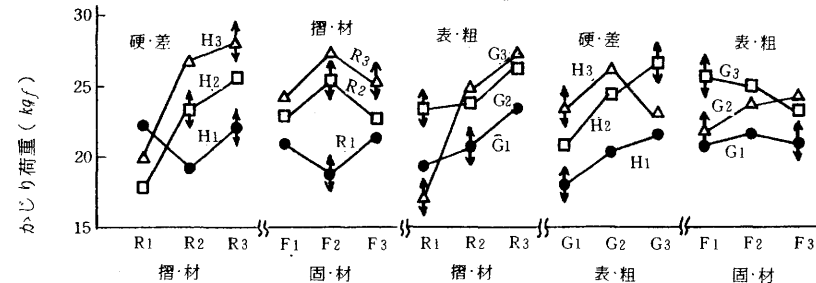


図4 かじり荷重 η_1 の組合せの平均値

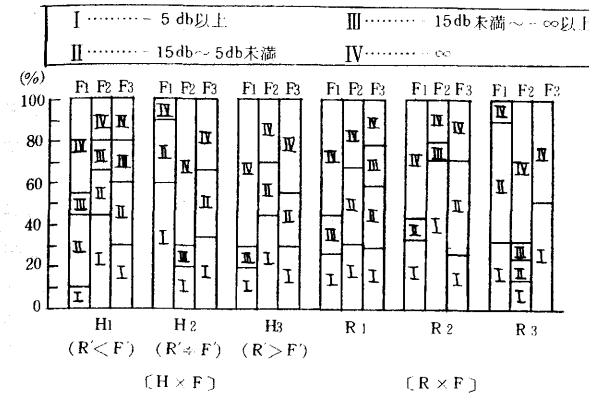


図5 η_2 の組合せ条件

また、 η_2 については図5、 η_3 についてもHの効果はずかに認められたので参考までに図6に示した。 η_2, η_3 共に効果が認められた要因の寄与率であっても全体の数パーセントにすぎないため、かじり現象としては η_1 のみを対象に検討しても大差ないことが確認された。

4-4 最適値の推定

回転試験法によるかじり特性として求められた η_1 について、表4で効果が大きいと認められたH, R, G, H×G, H×R, R×G, F×G, R×Fの水準ごとの平均値を用い、次式から各水準を組合せた時のかじりの推定値を算出した。

$$\text{推定値} = 3m + HR + HG + RF + RG + FG - H - 2R - 2F - 2G \text{ (db)}$$

(ただし、mは総平均、各記号は各水準の組合せの平均値)

この値から、回転試験(110 mm/400)によるステンレス鋼のかじりの難易が推定できるが、H, R, F, Gの各水準81組について計算したものを分かりやすくしたものが図7である。最高が30 db、最低が14 dbで信頼限界は $\pm 2.4 \text{ db}$ ($+1.74 \text{ kgf}$, -0.58 kgf)であった。 η_1 が25 db以上をかじりに対して良好な組合せとして ■, 20 db以下を不適当な組合せとして □, その中間のものを ▨ で示した。この表から次のことが明らかとなった。

摺動子がマルテンサイト系の場合は、硬さの差がH₁からH₃に移行するほどかじりに対して強い傾向がある。すなわち、固定子材質に関係なく摺動子を硬く処理すれば良い。オーステナイト系の場合は硬さの差に関係なく、固定子材質も同系のものがどちらかといえば良い。ただし、条件的に限定されるため、そのコントロールは難しいといえる。

		オーステナイト系			マルテンサイト系					
		R1			R2			R3		
H1	F1	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
	F2	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
	F3	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
H2	F1	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
	F2	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
	F3	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
H3	F1	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
	F2	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨
	F3	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨	▨

図7 かじりに対する η_1 の推定

5. 往復摩耗による凝着現象

5-1 微速度高荷重における凝着

摩耗の現象は複雑であるため、幾多の試験機や試験方法が考え出されているが、その互換性となると範囲はかなり縮小されてくる。摩耗減量を求める場合以上に、凝着やかじりの現象は偶然性（厳密には要因はあると思われるが）が加味されてくるため一層分りにくくしている。

かじり現象に与える大きな効果に荷重と接触面積の関係が考えられる。他の重摩耗における研究でも真実接触面の統合が起り得ることを指摘している。すなわち「真実接触面は見かけの接触面積に平均して分散せず、特定の場所に密になって集合する」というものである。この場合、金属の転移が起り、直ちにかじりへと進行するため、先に述べたホルムの法則からは全くはずれる結果となる。すなわち、通常の摩耗試験機における初期摩耗から定常摩耗への移行が行われず、初期摩耗からいきなり凝着、かじりへと進むためと思われる。

5-2 実験方法

図8に示した試験機により、相接する平行試験片に荷重をかけ往復運動をさせると、ある摺動

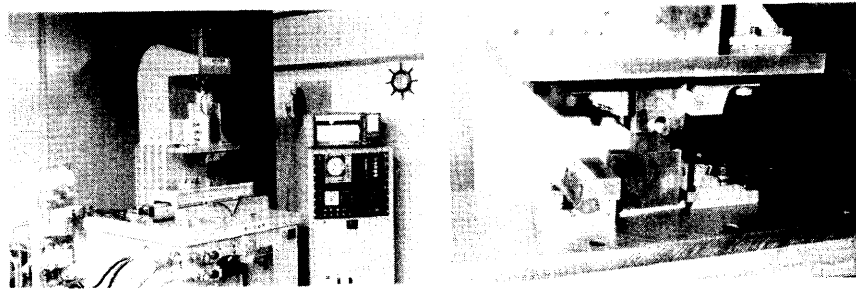


図8 往復凝着試験機

回数を経過した後、両試験片間に凝着摩耗が起り、かじりに移行する。この時、摺動方向に設置した圧力変換器を介して検出器が作動するが、変化は電気信号としてグラフに表わした。

5-3 実験条件

実験に用いた試料は表5のとおりであるが、全数熱処理を施し、金属組織を変化させた。

表5 試験片の硬さ

摺動側	材質	平均硬さ $\bar{x}$ HB	標準偏差 σ HB	固定側	材質	平均硬さ $\bar{x}$ HB	標準偏差 σ HB
D ₁	SUS304	173.2	7.5	S ₁	SUS304	171.5	3.0
D ₂	SUS403	175.7	7.5	S ₂	SUS403	162.5	5.7
D ₃	"	273.0	4.4	S ₃	"	260.8	8.2
D ₄	"	331.0	8.9	S ₄	"	326.0	10.5
摺動面積		25.0 cm ²		摺動面積		12.5 cm ²	

摺動する大きな試験片をD、押圧荷重がかかる固定した小さな試験片をSとして1対の組合せとした。摩擦条件としては、Sが常時摩擦、DがSの半分の摩擦となり、押圧荷重はJPI規格の弁座面圧力を参考に選定した。

5-4 試験法の検討

微速度領域で高荷重をかける関係上、両試験片間にかなりの摩擦力が加わることと、試験片を固定するバイスの支持方法が一定となりにくいことを併せて、均一面圧が得られないことも考えられるため、試験法の検討を行った。

試験片間の硬さの組合せを変えて、その差を検出するのに直接固定する方法A₁と、バイスと試験片の間に試作した自在治具を挿入した方法A₂を比較した。押圧荷重300 kgf、見かけ上の接触面積は12.5 cm²であり、材質はSUS403

表6 A₁, A₂の分散分析表

制御因子	Source	S	f	v
A ₁ (治具なし)	硬さ組合せM	154.33	2	77.17
	誤差e	1683.00	3	561.00
	合計 T	1837.33	5	
A ₂ (治具あり)	硬さ組合せM	56179.00	2	28089.50
	誤差e	13852.50	3	4617.50
	合計 T	70031.50	5	

を使用した。

表6にA₁とA₂の分散分析表を示したが、この表からSN比 η を求める

$$\eta_1 = 0.432 (-3.65 \text{ dB})$$

$$\eta_2 = 2.54 (4.05 \text{ dB})$$

となり、A₂の方が均一面圧に近いと考えられるため、以後の実験は全て自在治具を用いることにした。

5-5 微速度による凝着実験

SUS304とSUS403の材質を用いて、表7に示した要因で3元配置の実験を行った。

表7 因子と水準

要因	水準	1	2	3	4
摺動側試験片 D	材質	SUS304	SUS403	SUS403	SUS403
	硬さ HB	173.2	175.7	273.0	331.0
固定側試験片 S	材質	SUS304	SUS403	SUS403	SUS403
	硬さ HB	171.5	162.5	260.8	326.0
押圧荷重 W kgf		300	600	—	—
摺動速度		2.5 mm/sec			

摺動速度は2.5 mm/sec一定とした。分散分析を表8に示したが、その寄与率はDとSあるいはDとSとWの交互作用性が大きく、次いで荷重の主効果の順となっている。いずれの要因もかなり

表 8 3 元配置の分散分析表

Source	S	f	V	Fo	ρ %
摺動側 D	14411.19	3	4803.73	7.72**	6.7
固定側 S	14050.69	3	4683.56	7.53**	6.6
荷重 W	28815.06	1	28815.06	46.31**	15.2
D × S	50882.56	9	5653.62	9.09**	24.3
D × W	11372.69	3	3790.90	6.09**	5.1
S × W	9054.69	3	3018.22	4.85**	3.9
D × S × W	37466.06	9	4162.90	6.69**	17.1
誤差 e	19912.00	32	622.25		21.1
合計 T	185964.94	63			100.0

の有意性を表わしているため、確定的な事象を判断するには至っていない。

実験データは、かじりの偶発性や真実接触面の集合などの予測から、大きく変動し、特定の傾向をつかむことは極めて困難である。すなわち、要因変動に対しての誤差変動の割合が大きいため、確定的な現象をつかみにくい。また、従来の常識からの推論と相反する結果が随所に見受けられた。例えば $D_2 - S_2$ (SUS403の軟かいもの同士) が最も耐かじり性が大いというデータが示したことなどである。ただ、かじりに至るプロセスを考えると、図9のうち、(a)のように、当初かなり摩擦抵抗があっても次第に安定していくものと、(b)のように初めから一定の抵抗値を示すものと、(c)のように次第に抵抗を増していくという3つのタイプに分類できる。どちらかというマルテンサイト系の組合せの場合 (a) と (b)、オーステナイト系の場合は (c) のタイプが多くを

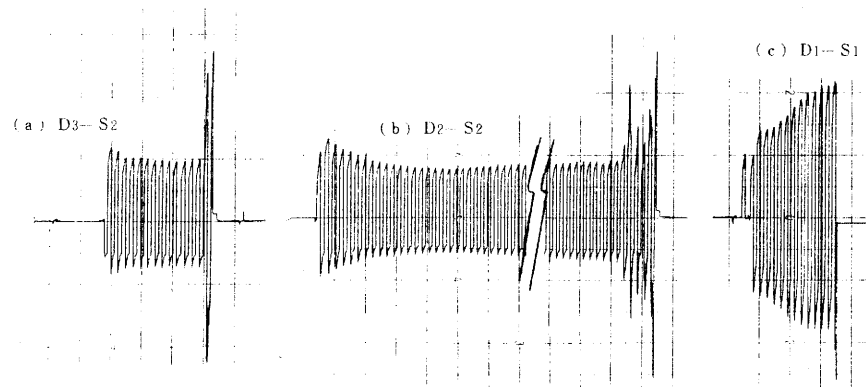


図9 凝着試験のプロセス (荷重 300 kgf, 速度 2.5 mm/str)

示した。このことは、最終的なかじり現象に至るまでの間に、微小な粗部における熱効果の違いによる金属組織の変化等が微妙に関係しているものと推測される。2因子組合せの水準の平均値を図10に示したが、誤差分散が大きいことが分かる。

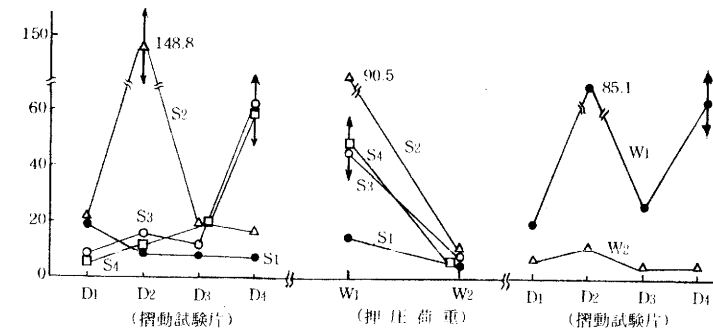


図10 2因子組合せ条件の平均値

回転摩擦におけるかじり試験では、摺動子と固定子の硬さの差が、凝着・かじり現象に大きく影響したが、微速度領域における硬さの差の場合をどうかを検討した。

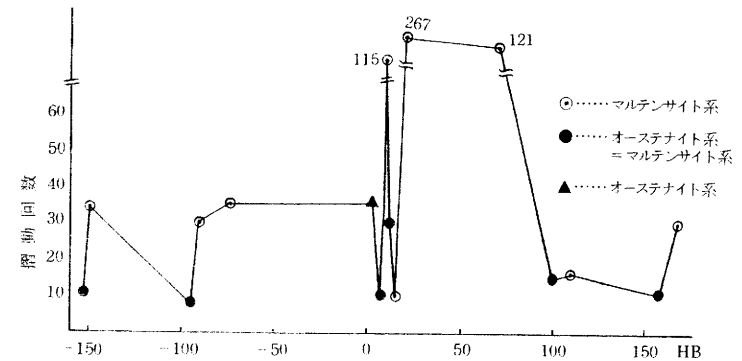


図11 硬さの差 (D-R) による傾向図 (平均値)

図11に平均値を示したが、傾向的な硬さの差が結果に寄与しているとはいえない。(図中の線は傾向を見やすくするために特に意味はない) それよりも、むしろ個々の組合せ条件によってかじりの結果が左右されるため、わずかの硬さの変化が結果を変動させる要素にもなっている。図12に試験片のかじり痕跡の写真を示した。

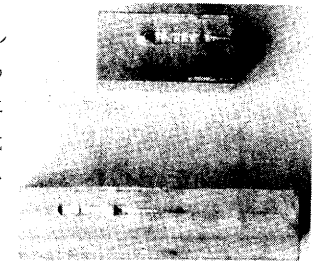


図12 試験片のかじり痕跡

5-7 摺動速度の影響について

摺動速度を V_1 (2.5 mm/sec), V_2 (10 mm/sec) と変えて、摺動試験片を D_2 一定、固定試験片を $S_1 \sim S_4$ と差をつけた場合について検討した。これによると荷重と同様、摺動速度の影響も非常に大きいことが分かる。結局、凝着・かじりというものに対しては各々の主効果および交互作用が複雑なため画一的な結論が出にくく、組合せ条件の如何によっては全く違った結果を生じることもあり得ると考えられる。データが変動する原因としては、通常の摩耗試験以上に偶発性、真実接触面の集合性、微小部の熱影響による組織の変化に加えて、微細な摩耗粉の巻き込み等も予想できる。

6. SKD11材の場合の凝着性

ダイス鋼の場合は耐摩耗性も大きいので、押圧荷重を 600 kgf と 1000 f を選定、摺動速度も 10 mm/sec とやや速い試験条件とした。固定試験片を S' とし、摺動試験片を $D'_1 \sim D'_3$ と変化させた。

表9 SKD11の硬さ

	平均値 $\bar{x}$ HRC	標準偏差 σ HRC
D'_1	18.3	0.9
D'_2	43.2	1.2
D'_3	59.6	1.3
Sの硬さ 17.0, 速度 10 mm/sec		

表10 SKD11の分散分析表

Source	S	f	V	Fo	ρ %
摺動側硬さ D'	9356.17	2	4678.08	2.39	—
荷重 W'	54810.08	1	54810.08	28.07**	66.1
$D' \times W'$	4071.17	2	2035.58	1.04	—
誤差 e	11715.50	6	1952.58		残 33.9
合計 T	79952.92	11			100.0

表9にそれぞれの試験片硬さを示した。分散分析表を表10に、水準の平均値を図13に示したが、ここでも硬さの差が大きい程よいという常識は当てはまらない。むしろ、軟かいものが好結果を生んでいるが、このことは荷重、速度、組織を含め総合的に検討する事項と思われる。

前項の SUS 材における試験からもある程度推測できたが、かじりや焼き付きという現象は、摩耗減量を対象とした結果から予測す

ることは困難であり、全く異なった次元のものとして捉えなければならないことが確認された。

7. ま と め

摩耗試験のうちでは比較的研究対象とされていない、ともがねの低速度による凝着・かじり実験

結果をまとめると次のようになる。

回転試験による凝着・かじり性については

- (1) かじりに影響する要因は摺動子材質、硬さの差およびその交互作用の影響が著しく、表面粗さがそれに次ぐ結果であった。
 - (2) マルテンサイト系については、摺動子材質を硬く処理したもののほど、耐かじり性が優れている。ただし、オーステナイト系はこの関係は成立しなかった。
 - (3) 表面粗さは材質にかかわらず影響するが、その現れ方は一様でなく特定の条件を一般的に表わしにくい。
- また、往復微速度試験による凝着・かじり性については
- (4) かじりに影響する要因は押圧荷重、摺動速度およびそれらの交互作用性が著しいが、他の要因も絡んでいることも予測され結果は変動した。
 - (5) 硬さの影響は認められるが、回転試験のように傾向的なものはなく、むしろ他の要因が絡む組合せの影響と考える方が妥当である。
 - (6) かじりの現象は微速度・大荷重になるほど、従来の摩耗試験法による結果と離反するようである。
 - (7) 凝着が開始するまでのプロセスにおいては、オーステナイト系とマルテンサイト系とで、そのパターンが相違した。
 - (8) SKD11 による確認実験からも、硬いもの同士あるいは硬さの差の大きなものほど耐かじり性があるという常識が実験条件に制約があるとはいえ、必ずしも的を得ていないことが証明された。

以上のように、従来の推論とは相反する部分も含む実験結果であり、かじり現象の複雑さをうかがわせるものとなった。今後は回転摩耗と往復摩耗の相違を含めて、金属組織的な変化や他の要因の介入等も考慮して調べる必要があると思われる。また、荷重負荷方式と微速度領域の分割等も併せて検討課題となった。

終りに本研究を実施するにあたり、終始懇切な御指導、御助言をいただいた工業技術院計量研究所・矢野宏計測機構課長ならびに同課の皆様に深謝いたします。

(参 考 文 献)

- 1) 佐藤健児：金属の摩耗とその対策
- 2) 小川喜代一：金属の潤滑摩耗とその対策
- 3) 矢野 宏：測定技術研究開発のソフトウェア (精密機械 Vol.46 1980.1)
- 4) 田口玄一：統計解析
- 5) 中山勝之、矢野宏：バルブのかじり試験方法の検討 (標準化と品質管理 Vol.35 1982.8)
- 6) 鈴木護雄：バルブの種類と選定 (配管技術 '77増刊号)
- 7) 中山勝之、河崎勲、矢野宏：ステンレス材のかじり試験方法の検討 (昭和56年精機学会秋季大会学術講演会論文集)

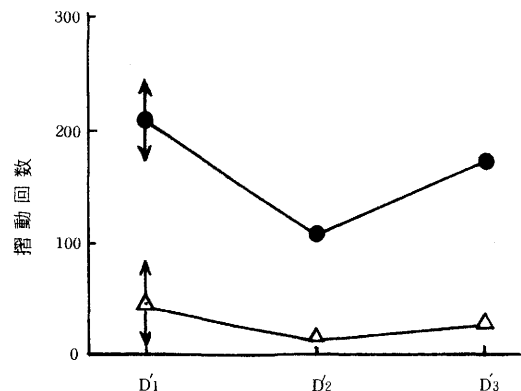


図13 SKD11の平均値

マイコン制御による自動化に関する研究 (物理試験片の切削作業の省力化)

技師 樋口 英 司
技師 月 瀬 寛 二

1. ま え が き

昭和54年度よりLCA手法を用いた現有機械の一部改造による省力化を目標に油圧・電気を用いた関連研究を実施してきたところであるが、近年のマイクロコンピュータ（以下マイコンと呼ぶ）の革命的な発展は各種産業分野における自動化、省力化システムの開発導入に際して欠くことのできない重要な構成要素と云える。そこで本研究では当所現有の中古旋盤（昭和35年製）に油圧シリンダにかわるアクチュエータとしてステッピング・モータ（国内ではパルス・モータと呼ぶことが多いため、以下パルス・モータと呼ぶ）を使用した同時2軸制御による汎用旋盤のNC化を前提にマイコン・メカトロニクス技術の確立と生産現場への導入を図る目的から物理試験片のR部(曲面)加工機への改造を実施した。

2. 切削加工物

切削加工対象物に選択したのは、JIS Z 2201に規定されている8号試験片(8c)である。地場産業であるパルプ業界では、主要材料として、ねずみ鋳鉄(FC20)が多く使用され、当所への依頼試験もねずみ鋳鉄の抗折、引張試験が多い。(年間約1500本、昭和56年度)引張試験片は、抗折試験後の試験片の破断片から加工して8号試験片に仕上げる。この加工は、大部分の企業で手作業によりヘールバイトなどを使用して旋盤加工が行なわれているのが実状である。

この8号試験片はマイコンによる汎用旋盤NC化を試みる切削対象物として、切削加工形状が適当と思われる。また、引張試験片への加工が汎用旋盤を改造することにより省力化が可能で企業にとってメリットも大きいので、これを選択した。

図2-1に、8号試験片の形状および加工寸法を示した。抗折試験後の破断片にパルスモータで切込みをかけ、油圧により往復台を移動させ、外径を約 $\phi 27$ に切削し図2-1のA部はこのままとした。B部はパルスモータで刃物台をX、Y方向に移動させ、荒切削・仕上切削を行った。

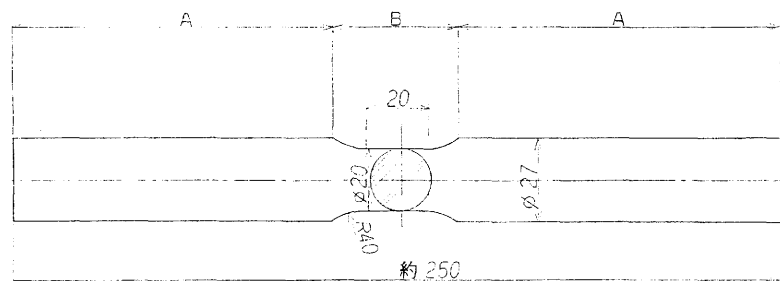


図2-1 8号(8C)引張試験片

3. 旋盤の改造

3-1 改造旋盤の主要寸法と基本仕様

20年間使用してきた老朽化旋盤であるため、エプロン部および往復台移動用送り機構部さらに刃物台を取りのぞき、往復台の送り駆動を油圧シリンダに刃物台のX・Y軸送り駆動をパルス・モータにした。

改造旋盤の主要寸法を表3-1に、基本仕様を表3-2に、その構成、タイム・チャートをそれぞれ図3-1および図3-2に示す。

表3-1 改造旋盤の主要寸法および数値

呼 称	数 値
ベッド上の振り	320 mm
往復台上の振り	160 mm
心間最大距離	500 mm
ベ ッ ド 全 長	800 mm
ベッド上面の幅	250 mm
横送り台移動量	150 mm
刃物送り台移動量	80 mm
回転速度(3段)	100・300・500 rpm
主電動機出力	1.9 kw

表3-2 改造旋盤の基本仕様

項 目	仕 様	備 考
制 御 軸	X(送り方向)、Y(切込方向)の2軸	長手方向送り～油圧制御
同時制御軸数	同時2軸	
早送り速度	X, Y軸 78 mm/min	同 上 4,800 mm/min
切削送り速度	直線部 39 mm/min 曲線部 26 mm/min	260 mm/min
移動距離	X軸～45 mm Y軸～70 mm	長手方向～250 mm

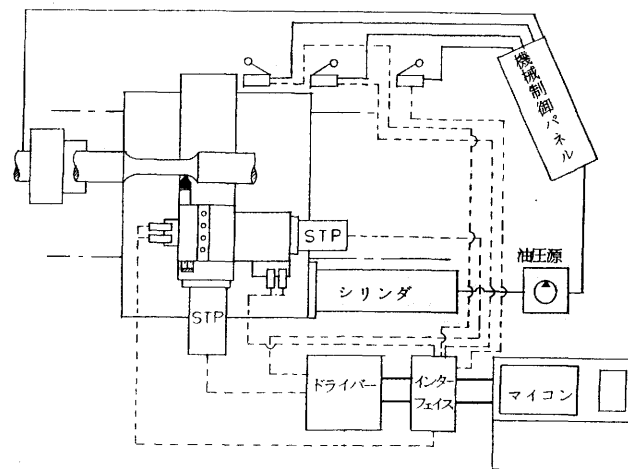


図3-1 改造旋盤の基本構成

3-2 旋盤摺動部の調整

ベットの長手方向中心部や刃物台の送り方向（X）、切込み方向（Y）の摺動部の摩擦が著しく、これらがパルス・モータや油圧シリンダの負荷増大の要因となるため、これらの摺合せを行い負荷の低減を図った。また、X・Y方向の送り軸についても当初、ボールねじへの取替えを検討したがボールねじメーカ各社の市販品の中には改造旋盤に取付け可能なねじが

なく、やむなく既存の台形ねじ（X軸D=φ8^{標準} P=3^{標準}・Y軸D=φ11^{標準} P=3^{標準}）をそのまゝ使用すると同時にスラスト部に若干でも負荷の軽減を考慮してスラスト玉軸受を組付けた。写真1に刃物台の取付けを写真2に油圧シリンダの取付け状態を示す。

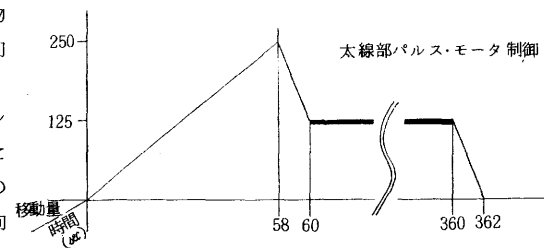


図3-2 油圧制御タイム・チャート

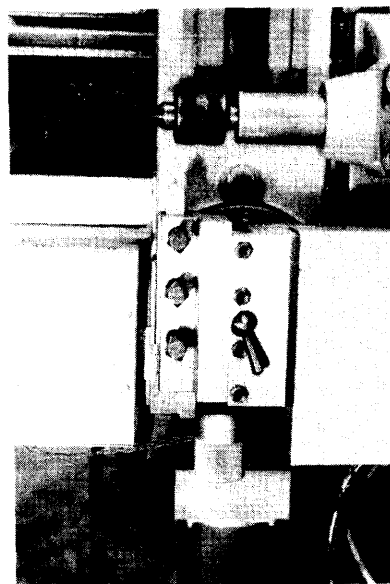


写真1 刃物台の取付け

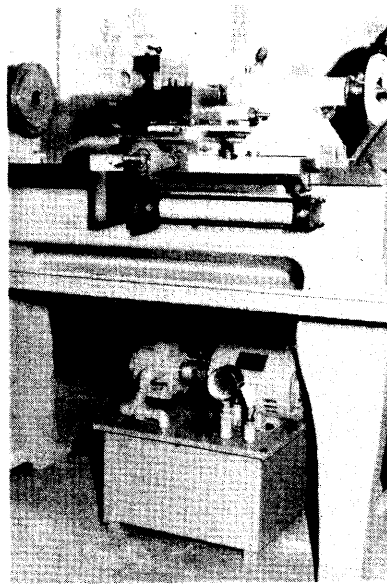
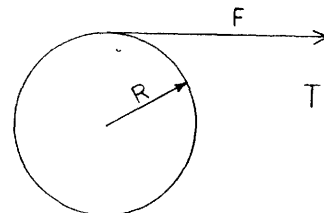


写真2 油圧シリンダの取付け

3-3 パルス・モータの選定

X・Y軸の負荷トルクを一般式(3.1)により求め、単純計算で安全率3倍として一応の目安とした。なお、モータ必要トルク(T)は台形ねじによる駆動に関する式(3.2)により求めた。

負荷トルクの測定



$$T_L = R \cdot F \quad \text{kgf} \cdot \text{cm} \quad \text{-----} (3.1)$$

R : 測定半径 *cm*

F: 引張力 kgf

角ねじによるテーブル駆動

$$F = \frac{D_p}{2} \{ F + \mu_1 (W_1 + W_2) \} \cdot \frac{\frac{\pi D_p \mu}{l + \cos \alpha / 2}}{\pi D_p - \frac{\mu l}{\cos \alpha / 2}} \quad \text{--- (3.2)}$$

D_p : ねじピッチ直径 cm

α : 台形角度(度)

 μ : ねじ部摩擦係数 μ_1 : テーブル摩擦係数

F : 外力 kgf

 l : リード長さ cm

切削条件を被削材、ねずみ鉄(FC20, $\phi 30$ 鋼管)、切込み.

1.5 mm、送り 0.6 mm/rev、バイト横切刃角 5°、切削速度

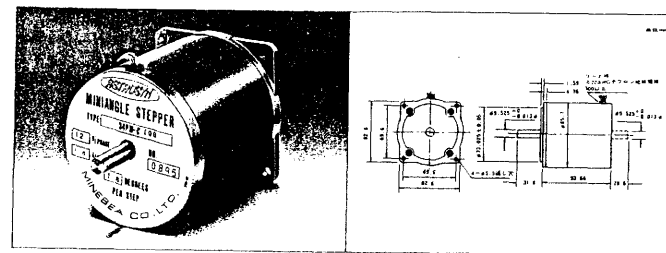
10 m/minと仮定すると切削時のトルクが最も大きく、使用

した台形ねじを考慮し最大トルクより余裕をみてパルス・モータのサイズをX軸 20 kgf・cm Y軸 30 kgf・cm と決定、

機種を選定については最大トルク容量を満足して汎用性の

あるチョッパ定電流形仕様として、ASTROSYNの2相励磁方式(ステップ角 1.8°)とした。

パルス・モータの仕様およびスピード特性を図3-3に示す。



34PM-C101トルク-スピード特性(チョツパ定電流法)

〈一般仕様〉

- ステップ角 1.8度
- 角度誤差 ± 5 分
- ホールディング トルク 20.0kg・cm
- ディナント トルク 700・cm
- 温度上昇 80℃以下 (抵抗法)
- 使用耐温度 -20℃ ~ +50℃
- 絶縁耐熱区 分 8種 (+130℃)
- 絶縁抵抗 DC500Vにて100MΩ以上
- 絶縁耐力 AC500V 1 分間

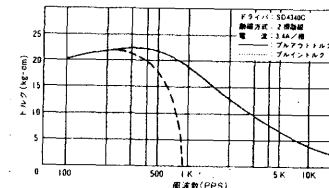
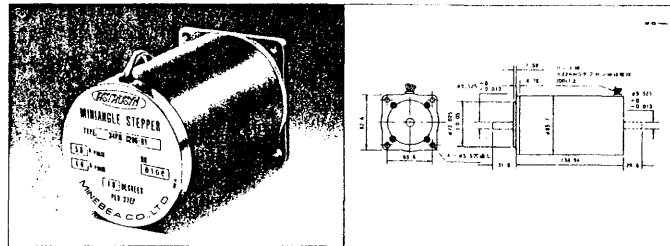


図3-3 パルスモータの仕様およびスピード特性



34PM-C201トルクスピード特性(チョップ定電流法)

〈一般仕様〉

- ステップ角 1.8°
- 角度誤差 ±5分
- ホールディングトルク 30.0kg-cm
- ディテントトルク 800g-cm
- 温度上昇 80℃以下(抵抗法)
- 使用周囲温度 -20℃～+50℃
- 絶縁耐熱区分 B種(+130℃)
- 絶縁抵抗 DC500Vにて100MQ以上
- 絶縁耐力 AC500V 1分間

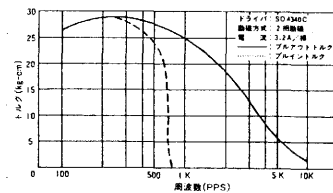


図3-3 パルスモータの仕様およびスピード特性

3-4 油圧系の選定

改造旋盤の往復台の全重量 + 切削抵抗 + 摩擦抵抗から最大負荷を約200 kgfと設定して、シリンダ内径、 $\phi 40$ mmの受圧面積(押側)12.5 cm²を最大負荷量に除じた値16 kgf/cm²から、最高圧力、25 kgf/cm²、流量、12 l/min、タンク容量、20 l程度の汎用ユニットを購入し使用した。それらの油圧制御回路を図3-4に、電気回路を図3-5に示す。

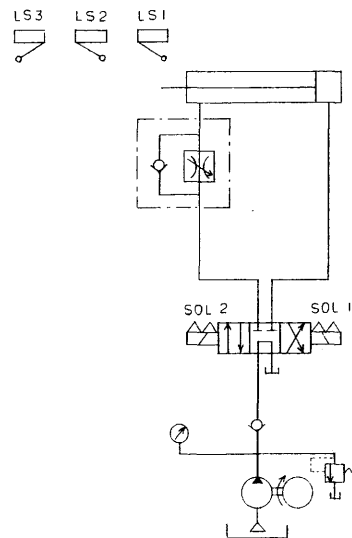


図3-4 油圧回路図

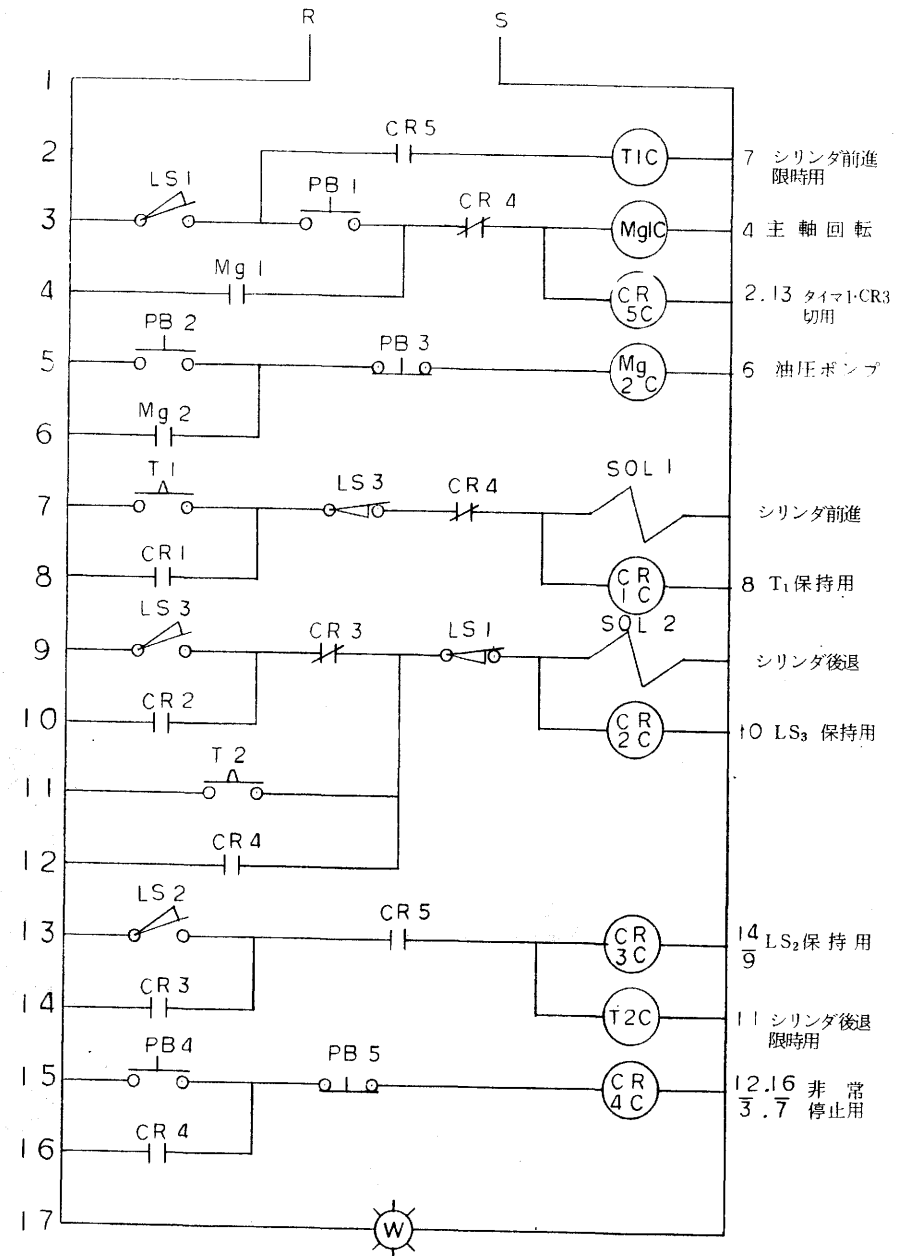


図3-5 電気回路図

3-5 刃物台について

既存の使用していた刃物台については、バイト微調整や切込み補正が出来ないところからS省力機器メーカが市販している正外径用刃物台に取換え、原点合わせやバイト破損時の補正を簡略化させた。使用した正外径用刃物台の仕様寸法を図3-6に示すとともに最少目盛は一目盛2/100で最大移動寸法は45mmである。

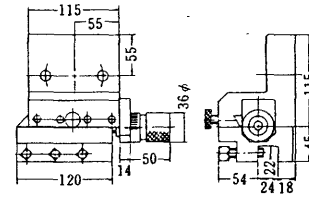


図3-6 正外径用刃物台仕様寸法

これら改造主要部の状態として、油圧およびマイコン側位置検出スイッチを写真3に、使用した4回路仕様リミットスイッチの接点構成を図3-7に示し、パルスモータおよびシリンダ取付け状態を写真4に、改造後の旋盤を写真5に示す。

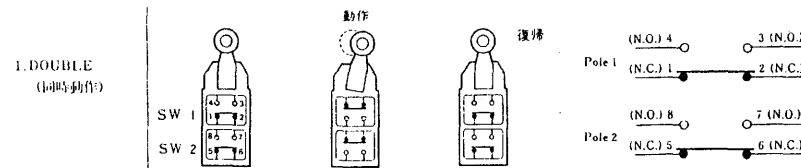


図3-7 4回路仕様リミットスイッチの接点構成

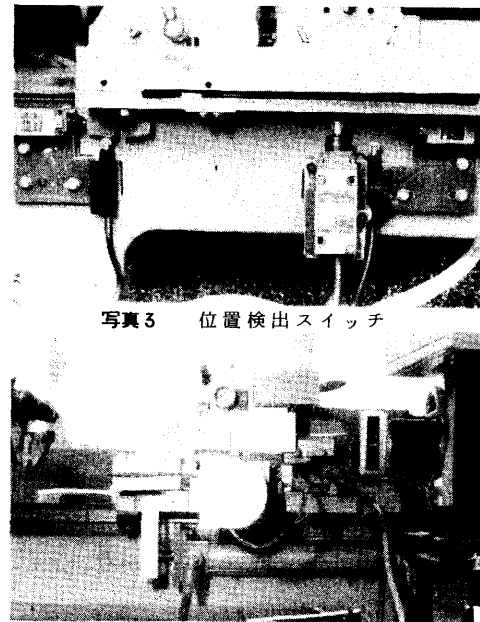


写真3 位置検出スイッチ

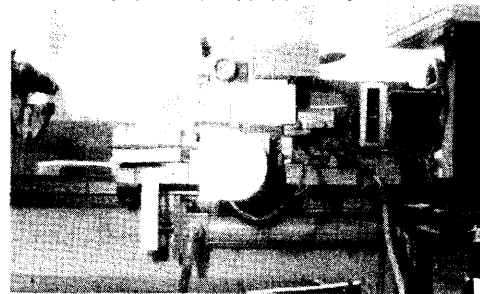


写真4 シリンダ取付け状態

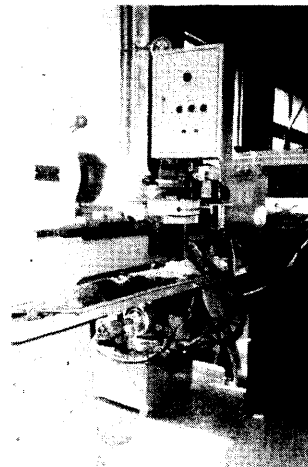


写真5 改造後の旋盤

4. マイコン制御のハードウェアとソフトウェア

4-1 ハードウェア全体構成

図4-1にパソコン制御のシステム構成を示す。制御は、一般的なパーソナルコンピュータであるシャープ製MZ-2000(CPU・Z80A)で行い、開ループ制御とした。MZ-2000より出力されたパルスモータ駆動信号は、駆動回路などを経て刃物台に取付けたX・Y方向のパルスモータに出力される。刃物台のX方向、Y方向の移動限界は、各移動限界に取付けた4個のフォトマイクロセンサによりMZ-2000に入力した。また、油圧シーケンス制御と同調を図る必要性から、油圧シリンダの駆動による往復台の位置を、3個のプランジャ形リミットスイッチによりMZ-2000に入力した。写真6にMZ-2000本体ほかの概観を示す。

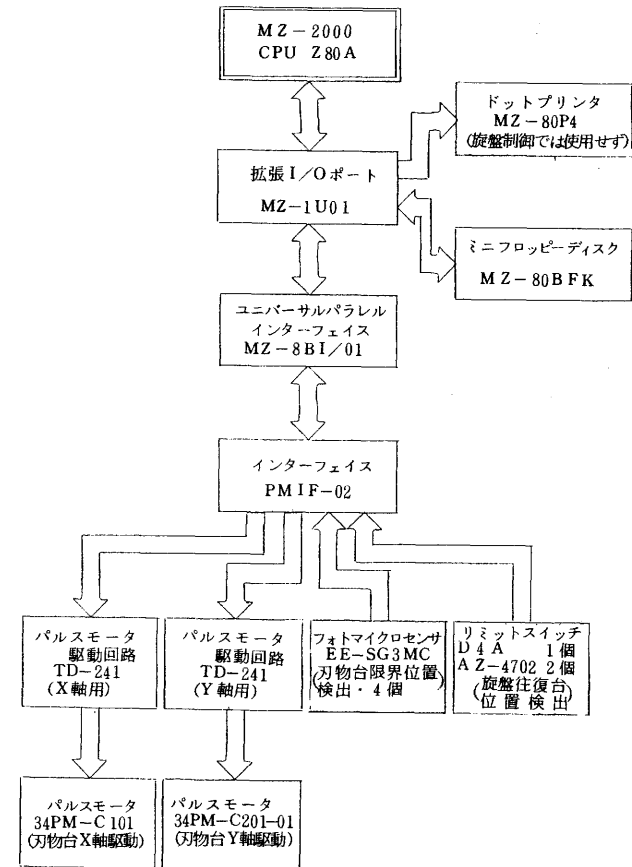


図4-1 ハードウェアシステム構成

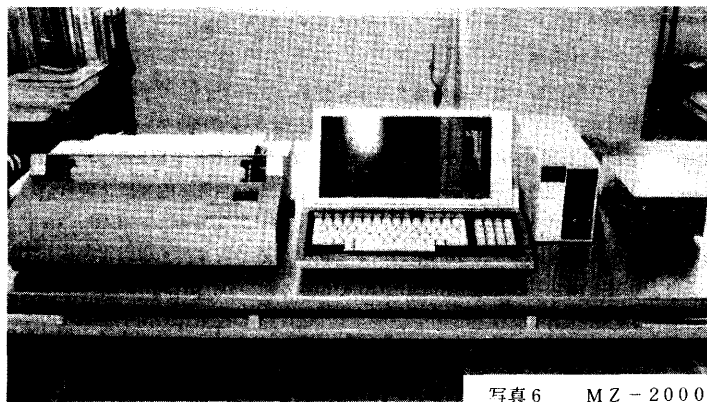


写真6 MZ-2000概観

4-2 ユニバーサル I/O

MZ-2000 本体に、拡張ユニットを装備し、そのコネクタに、8ビットパラレルのユニバーサル I/O ボードを取付けた。ユニバーサル I/O ボードの、出力段の IC7404N を、負荷の関係から 7416N に交換し、出力端子は 3.3 K Ω によりすべてプルアップを行った。このボードのポートアドレスは、00H に設定した。

4-3 パルスモータ

刃物台の駆動に使用したパルスモータは、デジタル制御に適しており特徴として次のようなものがある。

1. 回転角度と入力パルス数は完全に比例する。
2. 回転角度誤差は、少なく、ステップごとに累積されない。
3. 自己保持力があるので、ブレーキ等を使用しなくても停止位置を保持できる。
4. パルスモータに摺動部分がなく信頼性が高くメンテナンスフリーである。
5. ある周波数で共振・共振現象が発生しやすく慣性負荷に弱い。

などがあげられる。

パルスモータの基本特性のうち、静特性はモータ本体により決まるが、動特性および過度特性は励磁方式、駆動方式により大きく変化する。励磁方式として、1相励磁方式、2相励磁方式、1-2相励磁方式などがある。1相励磁方式は効率は良いが、ダンピング特性が悪く広範囲のパルス・レートで使用すると、どこかで共振が発生することがある。2相励磁は最も広く使用されており、効率は1相励磁に対して悪くなるが、ダンピング特性が良好である。また、1-2相励磁は、ステップ角が1/2にできるのでシステムの分解能を1/2にできるが、ステップ精度はあまり良くない。以上のような理由で、本システムでは2相励磁を採用した。

パルスモータ駆動方式として、ユニポーラ方式とバイポーラ方式とがある。図4-2に両者の回路図を示す。ユニポーラ駆動の特徴は、コイルに流れる電流の方向が常に一定していることである。これに対して、バイポーラ駆動はコイルの両方向に電流が流れる。バイポーラ駆動は、増幅部の出力トランジスタが2倍必要ではあるが、ダンピング特性が良く、入出力効率も高いので本システムでもこれを採用した。

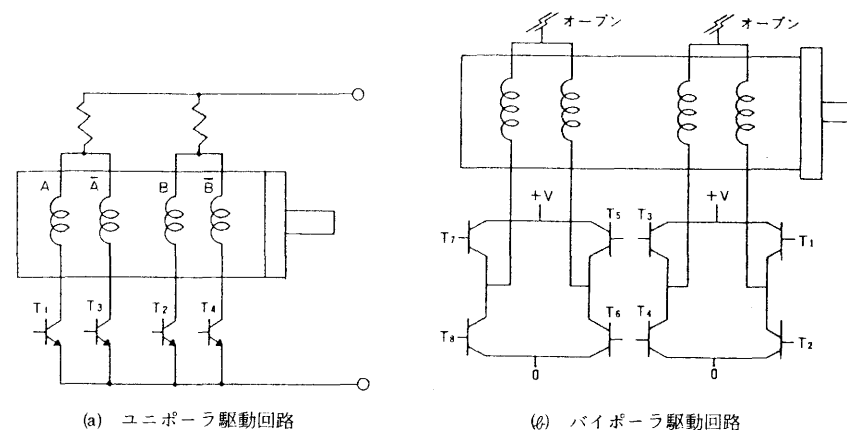


図4-2 ドライバ回路

4-4 フォト・マイクロセンサ

刃物台移動限界位置検出に、フォトマイクロセンサを使用した。表4-1にこの定格を、図4-3に外形を示す。

表4-1 定 格

項 目	仕 様
検 出 方 式	溝形
形 式	形EE-SG3MC
電源電圧 (V-G間)	DC 5V-10%~15V+10%
消費電流 (I _{cc})	25mA以下
検 出 物 体	不透明体: $\phi 2\text{mm}$
応 差 の 距 離	0.025mm
制御出力 (O-G間)	DC 5~24V 負荷電流 (I _c) 80mA 残留電圧 0.8V以下
動 作 方 式	物体非検出時出力段のトランジスタ ON 物体検出時出力段のトランジスタ OFF
応 答 周 波 数	500Hz
投光用発光ダイオード	赤外発光ダイオード (直流点灯)

試作システムの場合、切削開始時のバイトの位置検出は刃物台を、X軸、Y軸とも原点方向に動かし、限界位置に達した時点をも原点としてマイコン上で判断しているため、切削加工物の仕上り径は、これによって決まる。限界位置の検出精度が、直接切削加工精度に影響してくる訳である。この検出を、一般のメカ的なリミットスイッチで行うと、ON・OFFの位置精度が低いので

でフォト・マイクロセンサを使用した。これだと応差の距離が0.025mmと低い。フォトマイクロセンサの検出物体としては、刃物台移動必要長さのアルミ板を使用した。(X方向約70mm、Y方向約45mm)マイコンには図4-4の回路によりインターフェイスPMIF-02に接続し、ON・OFF信号を入力した。このセンサは光学系を採用しているため、切粉による誤動作対策として回路基板、フォト・マイクロセンサともアルミボックス内に納め、フォト・マイクロセンサの受光・投光部を下向きにして、切粉が光軸間に付着しにくい様取付けた。

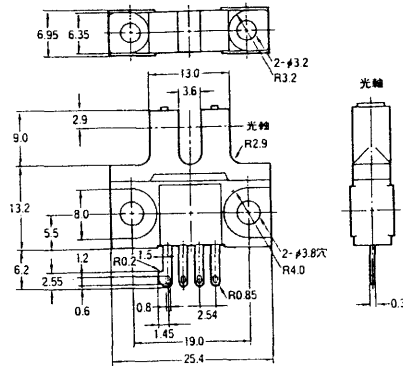


図4-3 フォト・マイクロセンサ

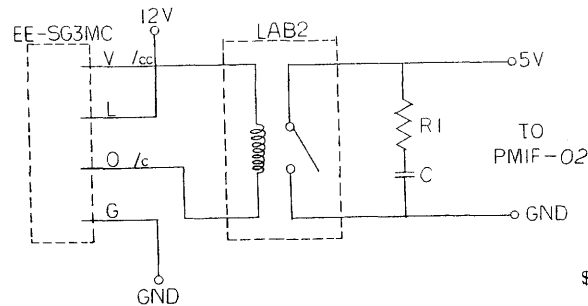


図4-4 フォト・マイクロセンサ接続回路図

4-5 ソフト・ウェア全体構成

パソコンによる制御の利点を活用し、演算・データ処理部はBASIC語で、制御部は機械語でプログラミングし、両者をリンクして駆動プログラムを作成した。図4-5に、MZ-2000のメモリマップを示す。\$EFFF番地までは、BASICで\$F000番地以降は機械語で使用了。

BASICでは、方程式の演算とか、オペレータに切削加工時間、リミットスイッチおよびセンサのON・OFF状態、現在の切削加工工程などの各種情報を与えることに主を置いた。機械語では、制御速度が要求されるパルスモータ駆動パルス出力、同調および危険防止のため応答速度が要求されるリミットスイッチおよびセンサのON・OFFの検出を行っている。

今回、演算データ処理部のプログラミングをBASICで行ったことにより、プログラム開発期間の短縮が図れた。

\$0000	MÖNITÖR NZ-1Z001M
\$1ZA0	DISK BASIC インタープリタ MZ-2Z001M
	BASIC プログラムエリア
\$EFFF \$F000	機械語 プログラムエリア

図4-5 MZ-2000 メモリマップ

4-6 機械語

機械語プログラムは全てBASICプログラムのUSR命令によるサブルーチンとして作成した。この関係を図4-6に示す。パルスモータ駆動の際、BASICで呼び出す主な機械語ルーチンは、MACルーチンで平行部仕上切削のみSUFルーチンである。BASICプログラムと機械語プログラムとの情報伝達は表4-2に示す番地によって行った。\$FD00、\$FD01番地は、16進数4桁のパルス

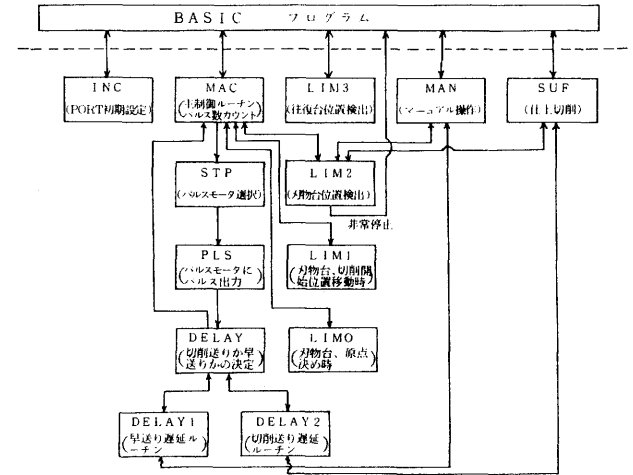


図4-6 BASICプログラムと機械語ルーチンの関係

モータへの出力パルス数で、下位2桁を\$FD00番地に、上位2桁を\$FD01番地にストアした。\$FD10番地は、切削速度および駆動させるパルスモータの選択と駆動方向のデータをストアしている。

\$FC00番地は、

表4-2 情報伝達番地

機械語ルーチンでフォトマイクロセンサ4個とリミットスイッチ3個のON・OFF状態の検出を実行した結果をストアしている。(ON→“1”)

送出パルス巾は、早送りで20μsec、切削送りで50μsec、仕上切削送りで150μsecとした。なお、パルスモ

番 地	メ モ リ 内 容																																																
\$FD00	パルスモータへの出力パルス数データ																																																
\$FD01	2バイトデータ 16進数																																																
\$FD10	パルスモータ回転速度およびパルスモータの選択、回転方向の指定 <table border="1"> <tr> <td>7</td><td>6</td><td>5</td><td>4</td><td>3</td><td>2</td><td>1</td><td>0</td></tr> <tr> <td></td><td>1</td><td></td><td></td><td>1</td><td>1</td><td>1</td><td>1</td></tr> <tr> <td></td><td>LS1.3</td><td>切削送り“1”</td><td></td><td>Y</td><td>Y</td><td>X</td><td>X</td></tr> <tr> <td></td><td>ONでも</td><td>早送り</td><td></td><td>左回転</td><td>右回転</td><td>左回転</td><td>右回転</td></tr> </table>	7	6	5	4	3	2	1	0		1			1	1	1	1		LS1.3	切削送り“1”		Y	Y	X	X		ONでも	早送り		左回転	右回転	左回転	右回転																
7	6	5	4	3	2	1	0																																										
	1			1	1	1	1																																										
	LS1.3	切削送り“1”		Y	Y	X	X																																										
	ONでも	早送り		左回転	右回転	左回転	右回転																																										
\$FC00	フォトマイクロセンサ（LS1～4）・リミットスイッチ（LS5～7）のON・OFF状態 “1”→ON <table border="1"> <tr> <td>7</td><td>6</td><td>5</td><td>4</td><td>3</td><td>2</td><td>1</td><td>0</td></tr> <tr> <td></td><td>LS</td><td>LS</td><td>LS</td><td>LS</td><td>LS</td><td>LS</td><td>LS</td></tr> <tr> <td></td><td>7</td><td>6</td><td>5</td><td>4</td><td>3</td><td>2</td><td>1</td></tr> <tr> <td></td><td>往復台</td><td>往復台</td><td>往復台</td><td>刃物台</td><td>刃物台</td><td>刃物台</td><td>刃物台</td></tr> <tr> <td></td><td>前進端</td><td>中間位</td><td>原 点</td><td>Y方向</td><td>X方向</td><td>X方向</td><td>X方向</td></tr> <tr> <td></td><td>置</td><td></td><td></td><td>前進端</td><td>原 点</td><td>前進端</td><td>原 点</td></tr> </table>	7	6	5	4	3	2	1	0		LS	LS	LS	LS	LS	LS	LS		7	6	5	4	3	2	1		往復台	往復台	往復台	刃物台	刃物台	刃物台	刃物台		前進端	中間位	原 点	Y方向	X方向	X方向	X方向		置			前進端	原 点	前進端	原 点
7	6	5	4	3	2	1	0																																										
	LS	LS	LS	LS	LS	LS	LS																																										
	7	6	5	4	3	2	1																																										
	往復台	往復台	往復台	刃物台	刃物台	刃物台	刃物台																																										
	前進端	中間位	原 点	Y方向	X方向	X方向	X方向																																										
	置			前進端	原 点	前進端	原 点																																										

タの回転速度が比較的に遅いので、スローアップ・スローダウン制御は行っていない。

参考までに、作成した機械語プログラムを表4-3に示す。

4-7 BASIC

図4-7に、BASICプログラムのフローチャートの概略を示す。

実行させると、BASICエリアを図4-5のメモリマップにある様に\$EFF番地までに制限したうえで、ディスク上の機械語プログラムを読み込む。原点決めを行った後、切削開始であれば、抗折破断片をφ27に仕上げるための切込みをかける。油圧シーケンスによる往復台移動が終了し中間位置で停止すると平行部荒切削を行い、まず一方の曲線部仕上切削をバイト刃先が円の方程式($x^2 + y^2 = R^2$)に従うようパルスモータにパルスを送出して行う。そして平行部をφ20に仕上切削を行って、もう一方の曲線部仕上切削ですべての切削作業が終了し、新たに原点決めを行い次の切削加工物待ちとなる。

図4-8、図4-9、図4-10は、原点決め動作、マ

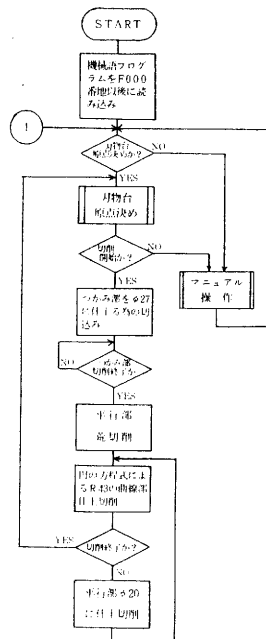


図4-7 メインプログラム・フローチャート

表4-3 機械語プログラムリスト

F000	00	00	00	3E	FF	D3	00	C9
F003	00	00	00	2A	00	FD	3A	10
F010	FD	47	7C	E5	C8	78	E6	40
F018	02	B4	F0	79	E6	20	C2	C2
F020	F0	CA	55	F0	00	00	78	E6
F028	01	C2	42	F0	78	E6	02	C2
F030	47	F0	78	E6	04	C2	40	F0
F033	78	E6	00	C2	51	F0	C9	00
F040	00	00	3E	FE	C3	53	F0	3E
F048	FD	C3	53	F0	3E	FE	C3	53
F050	F0	3E	F7	D3	00	CD	66	F0
F053	3E	FF	D3	00	CD	66	F0	2B
F060	CD	1E	F1	C2	12	F0	78	E6
F068	20	C0	73	F0	04	84	F0	00
F070	C5	00	00	F5	D5	11	C0	00
F075	1B	7A	B3	C2	78	F0	D1	F1
F080	C9	00	00	00	F5	D5	11	00
F088	02	1B	7A	B3	C2	89	F0	D1
F090	F1	C9	00	00	00	D0	00	2F
F098	E6	0A	32	00	F0	C0	D0	00
F0A0	2F	E6	01	CA	28	F0	D0	00
F0A8	2F	E6	04	CA	28	F0	3E	F0
F0B0	32	00	FC	C9	00	D0	00	2F
F0B8	E6	0A	32	00	FC	C0	C3	26
F0C0	F0	00	00	D0	00	2F	E6	0F
F0C8	32	00	FC	C0	C3	26	F0	00
F0D0	00	D0	00	2F	E6	70	32	00
F0D8	FC	C9	00	00	00	00	00	00
F0E0	24	00	FD	3A	20	FD	47	DE
F0E3	00	A0	2F	D3	00	CD	73	F0
F0F0	3E	FF	D3	00	CD	73	F0	C3
F0F3	24	F1	C9	00	00	00	00	00
F100	CD	00	F0	3E	FF	32	00	FD
F103	3E	00	32	01	FD	3E	21	32
F110	10	FD	CD	00	F0	CD	A3	12
F118	00	00	3A	3E	00	22	00	FC
F120	C9	00	00	00	D8	00	2F	E6
F128	0F	32	00	FC	2E	7C	E5	C8
F130	C3	E3	F0	00	00	00	CA	00
F133	FD	3A	10	FD	47	DE	00	A0
F140	2F	D3	00	CD	84	F0	CD	84
F148	F0	CD	84	F0	3E	FF	D3	00
F150	CD	84	F0	CD	84	F0	CD	84
F153	F0	D0	00	2F	E6	0F	32	00
F160	FC	2B	7C	B5	C8	C3	39	F1
F162	00	00	00	00	00	00	00	00

ニユアル動作、非常停止の各サブルーチン・フローである。マニュアル操作では、刃物台限界位置に達した方向、例えば、X方向の原点のLS1がONであれば、機構破壊防止のためKEY1を押してもパルスが送出されないようにした。非常停止ルーチンでは、マニュアル操作時以外のパルスモータ駆動中に、刃物台限界位置に誤って達するとパルスモータは停止し、ONになった方向をディスプレイ上に表示する。

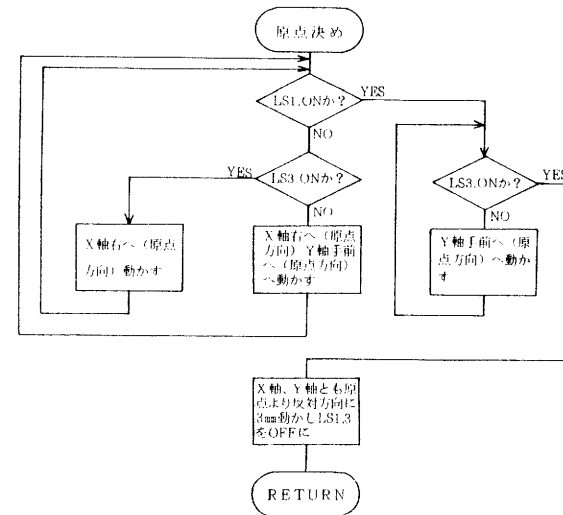


図4-8 原点決め動作・フローチャート

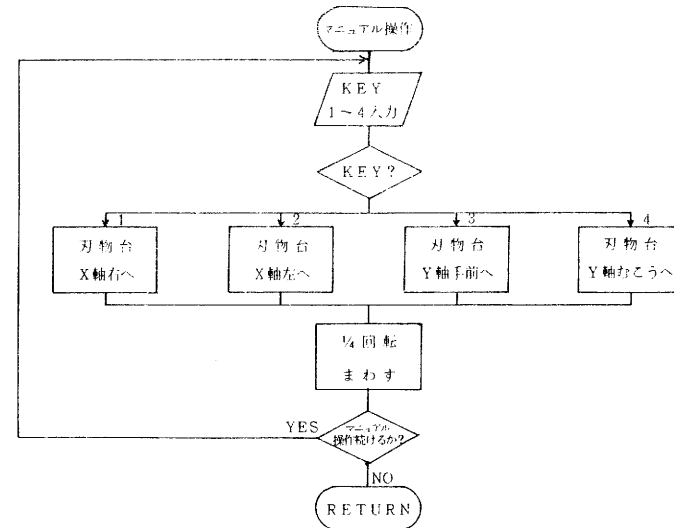


図4-9 マニュアル操作フローチャート

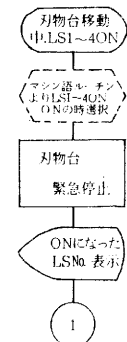


図4-10 非常停止フローチャート

5. 調 整

一般に雑音発生源の多い環境で余り使用されないパーソナルコンピュータで制御を行っているの、何らかの雑音を拾い誤動作しないか、また、かなりの老朽化旋盤の改造であるので切削加工精度が出るかなどが、試作着手以前からの疑問であった。試作改造に当っては、ハード・ソフトとも上記の点に注意して実施したが、最後の調査段階でこれらの解決に苦労したのでその概要を次に述べる。

最初の頃、切削を行うとパルスモータが所定の動作とは違う動作をたびたび行った。写真7の左から2本目はこの時の一本である。マイコンとの入出力の結線関係とかソフトを調べても異常が見えず、また、旋盤の主軸モーターが停止していれば（空切削）、正常に動作したことから、モーターからの雑音により誤動作が起ったと思われた。そこでマイコン本体などを、可能な限り主軸モーターから離れたところ誤動作はなくなった。やはり予想どおり、雑音に対してパソコンは敏感で今後実用化に当っては注意しなければならない点である。

プログラム上、つまり卓上計算でパルスを送出し所定の形状を切削したところ、写真7の中央2本に示すように、荒切削、仕上げ切削とも満足な切削加工形状が得られなかった。旋盤が古いので刃物台送りねじのバックラッシュが主原因と考え測定したところ、X方向で約0.5mm、Y方向で約1.5と大きかった。バックラッシュによる切削加工精度低下に対応するため、ソフト上で、送りねじの同一フランク面に常に荷重が加わっている様、常に同一方向からバイトに送りをかけた。この結果が写真7の右から2本目である。

最後に、切削におけるバイトの逃げなどを考慮して、刃物台移動距離つまりバイト送り量の微調整を行った最終加工物が写真7の右端である。この試作改造および調整により写真7左端の抗折試験破断片が右端の引張試験片へと切削加工できた。

6. 結 言

本研究の主目的である汎用旋盤のNC化に伴う、油圧制御とマイコン制御のドッキングについては各制御系を別個に独立させたためさした問題は生じなかった。特に旋盤本体の改造においては、位置検出用リミットスイッチおよび油圧シリンダの取付けと摺動部の摺せに時間を要するが、これら取付けにおける一般的な注意点として

- ① 位置検出用リミット

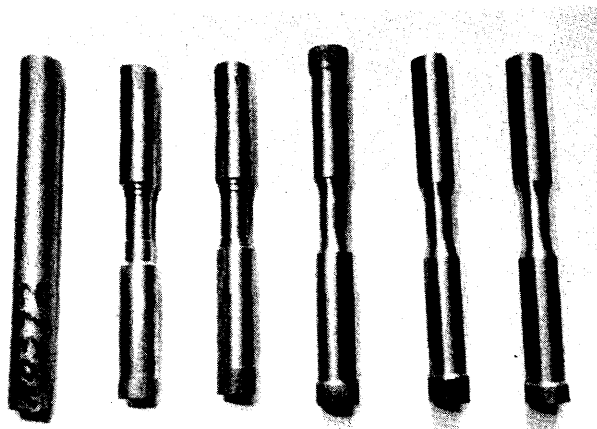


写真7 8号試験片への加工

スイッチについてはリミットまたはドッグを移動可能な取付け金具に固定し、金具の移動によって微調整を行う。

- ② 油圧シリンダについては旋盤ベッド摺動面と平行に取付け、シリンダ取付け板と往復台の結合は剛性を十分に持たせる。

- ③ 制御軸については可能なかぎりボールねじへの取替えが必要である。

上記の3項目程度であるため中小企業でもこれらの点に注意すれば手軽に改造が可能である。

当初の計画ではチェック部や心押部についても油圧または空気圧による制御を検討したところであるが、今回の対象旋盤が小型のためスピンドル内径やテーブル移動距離の関係からどうしても、これ以上の自動化は困難であった。③項目にも述べたようにマイコン側ソフトが正確であっても既存の角ねじや台形ねじを使用した場合には摩耗による遊び（ねじ軸・ナット側とも）から引き勝手での使用には必らず、バックラッシュを正確に測定してソフト作成時補正を行う点に特に注意が必要である。

本研究の中でも一般に云われているノイズによる誤動作やバックラッシュ補正を繰返した結果、位置決め精度や仕上げ面あらさ（特に曲面部）とも当初目標を十分上まわる良好な結果を得ることができた。今後は次にあげる改造・改良を進めて、更に簡便で安価なNC化を図ると同時に中小企業業界への普及啓蒙を進めて行きたい。

- ① ワンボードマイコンへの組替え。
② フィードバック制御による高精度化。（位置決め、測寸）
③ 省力化の推進。

最後に、本研究の遂行にあたり、ご指導とご協力を賜りました先進公設試験研究機関の関係各位に厚くお礼申し上げます。

（参 考 文 献）

- 日本工業規格：JIS Z 2201、JIS G 5501
- トランジスタ技術（1982.11）324～344
- 大 木 創 著：ステップ・モータの理論と応用 実教出版
- 坂巻佳寿美著：実戦的マイコン応用技術（トランジスタ技術別冊） CQ出版
- 技術開発研究昭和54年度成果普及講習会用テキスト
簡易ロボットに関する研究 中小企業庁
- 同 上 昭和55年度成果普及講習会用テキスト
マイクロコンピュータの高度利用と検索機器の開発研究 中小企業庁
- 滋賀県立機械金属工業指導所 昭和54・56年度：研究報告書

1. ま え が き

(フッ素樹脂の粉体塗装方法とその防食効果)

主査 松 川 進
技師 西 内 廣 志

2. 試 験 項 目

水道用バルブの赤水防止のための粉体塗装による防食技術の開発研究は一応の成果をみたが、今回は低高温域あるいは特定薬品下での過酷な条件にも耐えられるフッ素樹脂粉体塗料のブレンド方法の検討および防食性能評価試験と物性試験を実施し産業機械プラント用バルブへの適用とその他配管材への普及を図ることを目的として研究した。

3. 試料の作成

- (1) カーボン繊維添加による粉体塗装試料の作成
- (2) 高温および低温域における剥離試験
- (3) 耐食試験

3-1 添加剤および添加量

比強度が高く粉体塗料との融合性が優れていることから今回は6mmカットのカーボン繊維をブレンド材としその添加量は表1のとおりとする。

表1 添加剤とその量

塗 料 の 種 類	カーボン繊維添加割合 (%)		
フッ素樹脂粉体塗料	0	10	30
エポキシ樹脂粉体塗料	0	10	30

3-2 ブレンド方法

6mmカットのカーボン繊維を粉体試料作成用振動ミルで微粉末にし、これを品川式万能混合攪拌機で上記3-1の割合で混合した。なお、粉体塗料およびカーボン繊維の粒度分布は表2のとおりである。

表2 添加剤および粉体塗料の粒度分布

粒 度 分 布 表 (%)											
符号	mesh	10	14	28	35	48	70	100	145	200	pan
カーボン繊維	—	—	—	—	—	—	0.2	0.2	0.6	1.9	89.3
フッ素樹脂	—	—	—	0.1	1.3	1.0	51.0	33.7	11.4	0.1	2.4
エポキシ樹脂	—	—	—	0.2	0.2	21.0	60.6	6.6	0.4	11.0	

3-3 試験片

材質はFC20の平板テストピースとし物性用として90×30×10mm、そして耐食用として65×20×10mmの寸法の試験片とした。

3-4 塗装

3-2によりブレンドした塗料を表3に示す条件によって3-3の試験片に塗装した。

表5 塗 装 条 件

塗 装 条 件	フッ素樹脂粉体塗料 (カーボン繊維 0. 10. 30%)	エポキシ樹脂粉体塗料 (カーボン繊維 0. 10. 30%)
予 熱 温 度	200℃	160℃
焼付温度および時間	300℃ (30分)	200℃ (5分)
塗 装 方 法	1 度 塗 り	2 度 塗 り
表 面 状 態	フライス仕上げ	フライス仕上げ
吹 付 方 向	垂 直	垂 直
印 加 電 圧	-60KV	-60KV
主 空 気 圧	4.0 kg/cm ²	4.0 kg/cm ²
補 助 空 気 圧	0.6 kg/cm ²	0.6 kg/cm ²
ガ ン	ロングバレル	ロングバレル
吹 付 時 間	5~10秒	5~10秒
吹 出 量	120 g/min	100 g/min

4. 実験方法および結果

4-1 表面粗さの測定

エポキシおよびフッ素樹脂塗料にカーボン繊維を添加した塗膜の粗さの程度をサーフェスプロファイルゲージで測定した。

図1~5にその結果を示すが、これから次のことがいえる。

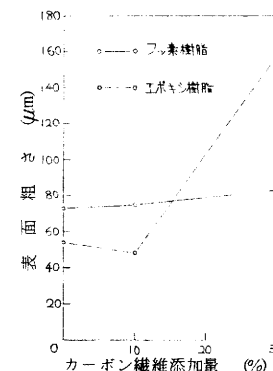


図1 カーボン繊維添加量と表面粗さの関係 (常 温)

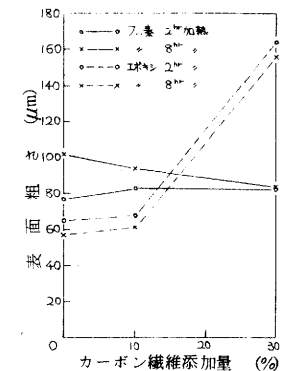


図2 カーボン繊維添加量と表面粗さの関係 (200℃)

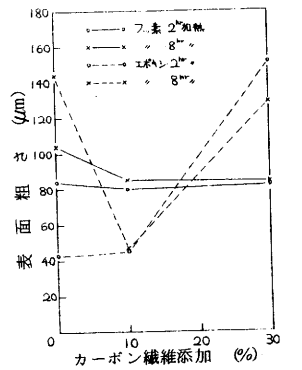


図3 カーボン繊維添加量と表面粗さの関係 (300℃)

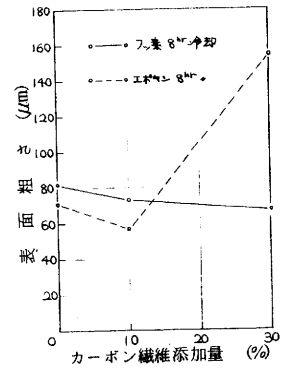


図4 カーボン繊維添加量と表面粗さの関係 (-10℃)

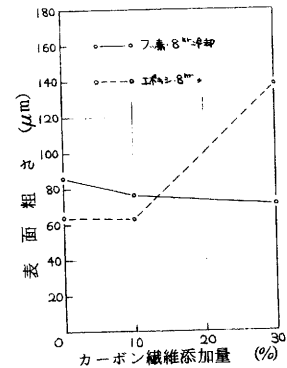


図5 カーボン繊維添加量と表面粗さの関係 (-30℃)

- (1) エポキシ樹脂系にカーボン繊維を添加するとその塗膜は添加量10%では変わらないが、30%になると大幅に粗くなり、その値は無添加に比べ2倍以上となる。これに比べフッ素樹脂系のそれは無添加時と変わらないが、やや細くなる傾向である。
 - (2) エポキシ樹脂系、フッ素樹脂系とも温度、時間の影響はあまりない。
 - (3) 低温時における表面粗さも高温時と変化なく同様の傾向である。
- 以上のことから塗膜の表面粗さは加熱、冷却あるいはその時間には左右されず、素材の粒度分布と焼付時の軟化割合によって決まると考えてよい。

すなわちエポキシ樹脂系はフッ素樹脂系に比べ粒子が細かいためカーボン繊維との混合による総合強度は弱いと考えられる。これが更に、低温度(約250℃)で軟化するため、塗膜表面に凹凸が出来、表面を粗くしている。

4-2 加熱、冷却と塗膜の

剥離状況

ブレンドされた塗膜の強度を調べるため、今回は剥離試験を行った。すなわち塗装された試料に図6のようにクロスカットガイドを用いてナイフにより縦横11

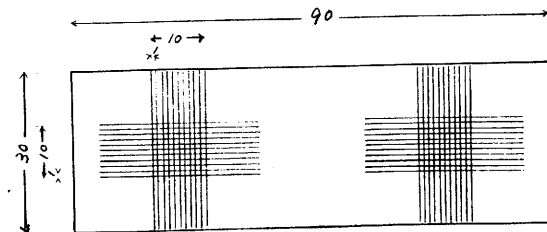


図6 剥離試験片とカッティング状況

表4 カーボン繊維添加量と剥離状況

温度(℃)	室温	200		300		-10	-30
		2	8	2	8	8	8
フッ素樹脂	0	0	0	0	0	0	0
	10	0	0	0	0	0	0
	30	0	0	0	0	0	0
エポキシ樹脂	0	0	0	0	0	0	0
	10	0	0	0	0	0	0
	30	0	0	0	0	0	0

本のカットを入れる。これを所定の条件で加熱、冷却し常温に戻した後にガムテープをはり10秒間静止した後に剥し、剥離度を割合(%)で表した。その結果を表4および写真1～7に示す。

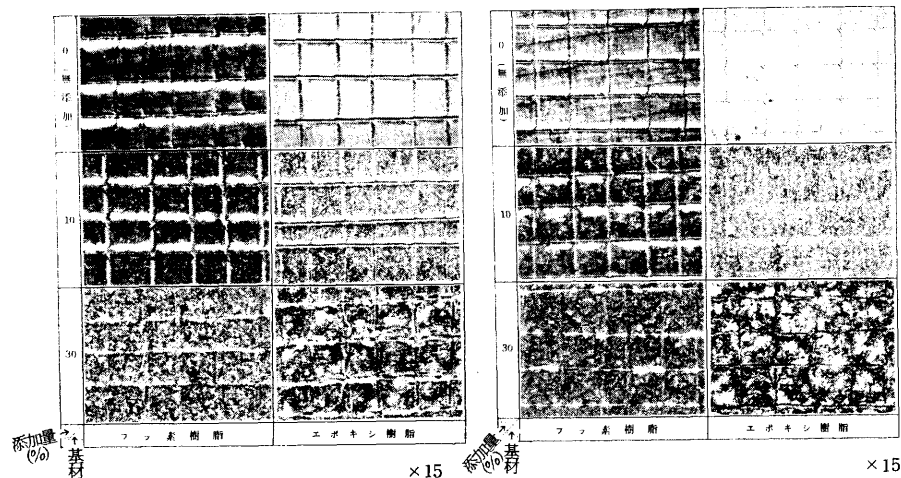


写真1 カarbon繊維添加量と塗膜の剥離状態
(室温の場合)

写真2 カarbon繊維添加量と塗膜の剥離状態
(200℃×2hrの場合)

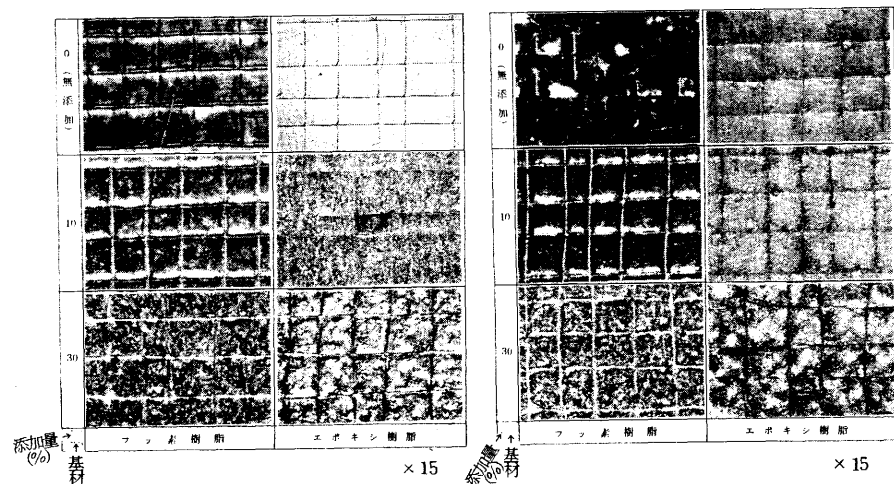


写真3 カarbon繊維添加量と塗膜の剥離状態
(200℃×8hrの場合)

写真4 カarbon繊維添加量と塗膜の剥離状態
(300℃×2hrの場合)

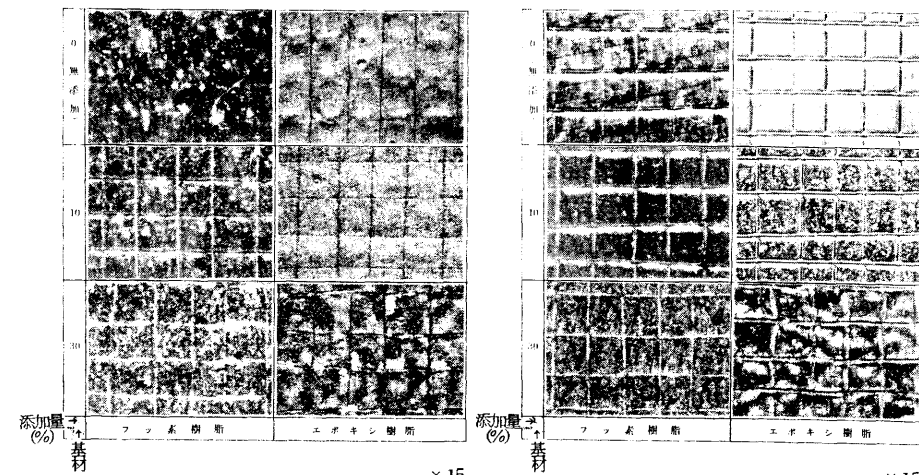


写真5 カarbon繊維添加量と塗膜の剥離状態
(300℃×8hrの場合)

写真6 カarbon繊維添加量と塗膜の剥離状態
(-10℃×8hrの場合)

4-2-1 常温での剥離状況

フッ素樹脂系は常温では添加量の影響はないが、エポキシ樹脂系は30%添加のとき若干の剥離が見られる。これは表面粗さの項で述べた基材の粒度分布のためと思われる。

4-2-2 加熱温度による影響

200℃以上に加熱すると塗膜は若干変色してくるが、フッ素樹脂系は剥離現象は殆んどない。無添加の場合は加熱温度の上昇とともに塗料がダレ、300℃では塗料が溶け、カッティングラインがつまり、境界線が不鮮明になる。

これに対しカーボン繊維を10%添加すると加熱温度が高くなっても表面状態に変化なく剥離もまったくない。しかし30%の添加では塗膜に明確な剥離は認められないが、カッティングラインにそって浮きかけてくる。

300℃では一部溶融し塗膜が偏在しかけてくる。

一方、エポキシ樹脂系では無添加の場合200℃で塗料が溶融しかけ境界線が細くなり、加熱されると更にこの傾向が強まり、300℃ではピンホールが生じ始める。

またカーボン繊維を10%添加しても無添加と大差なく加温とともに溶融し300℃になると無添

加と同様、全体にピンホールが発生してくる。30%添加では激しく剥離し40%以上の値となる。300℃になると塗膜が炭化します剥離する。

4-2-3 加熱時間による影響

フッ素樹脂、エポキシ樹脂系とも200℃では加熱による明確な差は認められない。しかし300℃になるとフッ素樹脂系では無添加の場合、溶融度が異ってくる。すなわち、2時間加熱では50%であったものが8時間では95%以上と殆んど溶融し、カッティングラインが完全につまり、まったく境界線が判らなくなる。またエポキシ樹脂系では添加量に関係なくピンホールが大幅に増す。

ここでもフッ素樹脂系にカーボン繊維10%添加したものは大きな変化がなく、良好な塗膜を示している。

4-2-4 冷却温度による影響

フッ素樹脂系およびエポキシ樹脂系とも若干の収縮硬化はするものの、高温時ほどの劣化はない。特にフッ素樹脂系にカーボン繊維を10%添加したものは-30℃でも良好な結果を示す。30%添加の場合は冷却とともに薄膜部に錆が発生する。一方、エポキシ樹脂系は30%添加では若干剥離しかけてくる。

以上の結果から高温域ではフッ素樹脂にカーボン繊維を10%添加した塗膜はまったく剥離せず良好な状態といえる。添加量が30%になると剥離は少ないものの溶融現象が出てくる。

またエポキシ樹脂はカーボン繊維の添加量に関係なく、200℃以上の加熱では溶融、剥離あるいはピンホール現象が起る。一方、低温域ではカーボン繊維添加の影響はそれほどないが、高温時と同様カーボン繊維を10%添加したフッ素樹脂系は良好な結果を示した。またエポキシ樹脂単体でも低温域では良好であった。

4-3 耐食試験（防食性能評価試験）

フッ素樹脂粉体塗装品の防食効果を調べるため、次の試験を実施した。

(1) 浸漬腐食試験

(2) ジェットエロージョン腐食試験

4-3-1 浸漬腐食試験

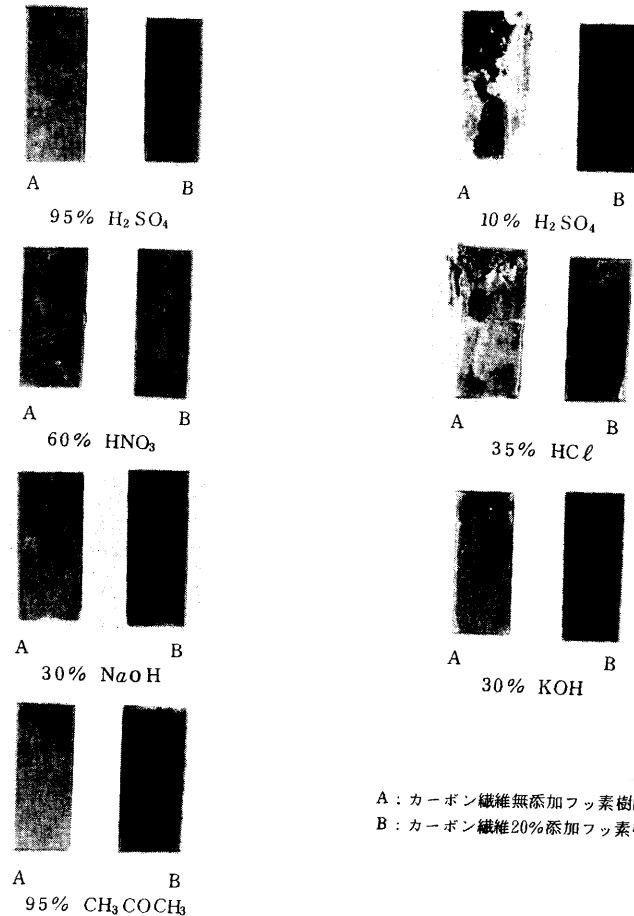
過酷な状況に使用される産業機械プラント用バルブにフッ素樹脂粉体塗装を施すことにより、防食効果が期待出来るか否かを把握するために、テストピース（カーボン繊維無添加、カーボン繊維20%添加）による浸漬腐食試験を実施した。試験用に用いた腐食液は濃硫酸（95%硫酸）、希硫酸（10%硫酸）、濃硝酸（60%硝酸）、濃塩酸（35%塩酸）、30%水酸化ナトリウム、30%水酸化カリウム、95%アセトンで試験液量は300ccとし各々30日間浸漬試験を行った。

表5 各種薬品による浸食腐食試験結果

	カーボン繊維無添加 フッ素樹脂粉体塗装品	カーボン繊維20%添加 フッ素樹脂粉体塗装品
95% 硫 酸	○	○
10% 硫 酸	×	△
60% 硝 酸	○	○
35% 塩 酸	×	△
30%水酸化ナトリウム	◎	◎
30%水酸化カリウム	◎	◎
95% アセトン	◎	◎

備考：

- ◎ 耐食性優秀（まったく変化せず）
- 耐食性良好（エッジ部若干侵食）
- △ わずかに膨潤
- × 全面膨潤および剥離



A：カーボン繊維無添加フッ素樹脂粉体塗装品
B：カーボン繊維20%添加フッ素樹脂粉体塗装品

写真8 浸漬腐食試験結果

結果は表5、写真8のとおりでカーボン繊維無添加のフッ素樹脂粉体塗装品よりもカーボン繊維20%添加したフッ素樹脂粉体塗装品の方が全般的に優れた防食効果が得られた。

特にカーボン繊維無添加フッ素樹脂粉体塗装品は10%硫酸、35%塩酸において、2週間で塗膜が膨潤し剥離した。このことは塗膜の膜厚もさることながら、先の物性試験の結果からカーボン繊維無添加の場合は加熱温度の上昇とともに塗膜がダレ、クロスハットの境界線が不鮮明になったのと同様に、希硫酸、濃塩酸が塗膜に浸透後、ガス濃度、発熱反応により塗膜が膨潤し剥離したと考えられる。

以上の結果をまとめてみると次のとおりである。

- (1) 濃硫酸、濃硝酸においてはカーボン繊維無添加フッ素樹脂粉体塗装品、20%カーボン繊維添加フッ素樹脂粉体塗装品ともに優れた耐久性を示した。
- (2) 希硫酸および濃塩酸においてはカーボン繊維20%添加したフッ素樹脂粉体塗装品の方が塗膜の密着度がよく、かつガス浸透が少ないことにより良好な結果を示した。
- (3) アルカリ溶液(30%水酸化ナトリウム、30%水酸化カリウム)および有機溶剤(95%アセトン)についてはカーボン繊維の有無にかかわらず良好な結果を示した。

4-3-2 ジェットエロージョン腐食試験

一般に流体が高流速になれば腐食速度が増し、さらに流速が速くなれば、機械的侵食を伴う腐食すなわちエロージョン・コローションを起すと言われている。

産業機械プラント用バルブにおいても弁の絞り具合あるいは懸濁物質(スラリー等)により流体が乱流となり、機械的侵食を伴うエロージョン腐食をうけることが予測される。

そこで今回は硫酸カルシウム(石膏)スラリーによるジェットエロージョン腐食試験を実施した。

表6 供試材の化学分析値

項目	化学成分%	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Sn	Zn	Pb
ねずみ鉄	FC20	3.47	2.00	0.41	0.099	0.006	—	—	—	—	—	—	—
ステンレス鋼	SUS304	0.05	0.55	0.85	0.030	0.006	8.54	18.28	0.14	0.14	—	—	—
ステンレス鋼	SUS316	0.07	0.61	1.37	0.038	0.008	11.00	16.59	2.31	0.48	—	—	—
青銅铸件	BC6	—	—	—	—	—	—	—	—	83.57	4.75	5.27	5.18

実験に用いた供試材は表6に示す化学分析値のバルブ材質(FC, SUS, BC)および10%カーボン繊維エポキシ樹脂粉体塗装品、無添加カーボン繊維フッ素樹脂粉体塗装品、20%カーボン繊維フッ素樹脂粉体塗装品で試

験条件は表7に示すとおりである。

その結果は表8、図6、写真9のとおりで次のことがいえる。

- (1) ねずみ鉄(FC20)が最も侵食が激しく、初期100時間には表面が剥れた状態にな

表7 ジェットエロージョン腐食試験条件

試験液	15%硫酸カルシウム $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
試験液の比重	1.06
試験液のPH	8.00
試験温度	40℃
流速	12m/S
試験期間	500時間

表8 ジェットエロージョン腐食減量

種類	腐食減量 mg/cm^2	備考
F C	1138.9 (34.55)	侵食深さ 0.65mm 潰食
B C	26.0 (0.61)	侵食深さ 0.034mm
SUS316	17.0 (0.48)	侵食深さ 0.126mm (板厚1mm)
SUS304	8.0 (0.20)	—
カーボン繊維10%添加 フッ素樹脂粉体塗装品	変化なし	—
カーボン繊維無添加 フッ素樹脂粉体塗装品	変化なし	—
カーボン繊維20%添加 フッ素樹脂粉体塗装品	変化なし	—

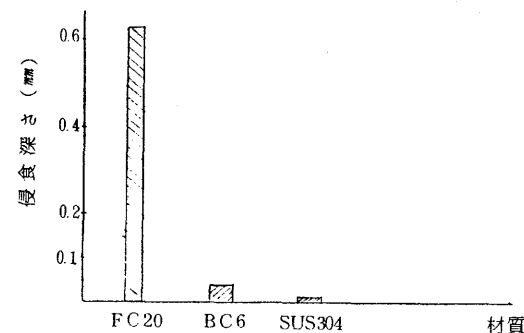
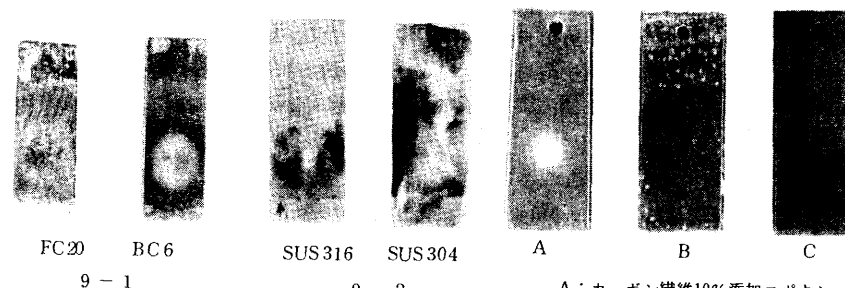


図6 材質によるエロージョン侵食深さ(500hr)



- A: カーボン繊維10%添加エポキシ樹脂粉体塗装品
B: カーボン繊維無添加フッ素樹脂粉体塗装品
C: カーボン繊維20%添加フッ素樹脂粉体塗装品

写真9 材質によるエロ・ジョン侵食腐食状況

り、500時間経過すると写真9であきらかのとおり表面が剥れた後0.65mm程度のみぞ穴が出来た。

- (2) 青銅鑄物(BC6)は海水によるエロージョン腐食を起しやすいといわれるが、石膏スラリー等のPH 8.5程度の流体ではエロージョンによる影響は少ない。
- (3) ステンレス鋼(SUS304, SUS316)においてはエロージョンによる影響は少ないが、板厚が薄いと(板厚1mm)写真9-2 SUS316のように機械的侵食作用を若干うけるので注意を要する。
- (4) カーボン繊維10%添加エポキシ樹脂粉体塗装品、カーボン繊維無添加フッ素樹脂粉体塗装品、カーボン繊維20%添加フッ素樹脂粉体塗装品は何ら変化を受けず良好であった。
ただ、カーボン繊維10%添加エポキシ樹脂粉体塗装品においては試験液の熱影響(40℃)により光沢が若干変化した。

5. む す び

以上、フッ素樹脂およびエポキシ樹脂にカーボン繊維を添加したその塗膜について物性および耐食試験を実施した結果、次のことが判明した。

- (1) カーボン繊維の添加は物性および耐食性向上に有効な手段である。
- (2) フッ素樹脂にカーボン繊維を10~20%程度添加すれば、高温での塗膜強度を増す。
また強酸、強アルカリ、有機溶剤中でも膨潤、剥離せず、良好な塗膜の耐久性を維持する。
- (3) これに反し、エポキシ樹脂はカーボン繊維の添加による効果は望めず、むしろ添加量が増すと剥離が助長する傾向がある。
- (4) 低温域でのカーボン繊維添加による影響は少ない。
- (5) 石膏スラリーによるジェットエロージョン腐食試験の結果、未塗装品ではその腐食順位は次のとおりであった。

FC20 > BC6 > SUS316 > SUS304

特にFCは他の材質に比べ著しく侵食した。

これに反し、粉体塗装をすればカーボン繊維の有無に関係なくまったく侵食しない。

以上の結果から、フッ素樹脂にカーボン繊維を添加することは配管材等におけるライニング材としての適用範囲を拡大するうえで有効な手段の一つであることが確認出来た。

(参 考 文 献)

1. 滋賀県立機械金属工業指導所研究報告：昭和56年度
(ねずみ錆鉄および球状黒鉛鉄製バルブ防食技術の研究その2)
2. 金属防食技術便覧：腐食防食協会編
3. 腐食科学と防食技術：伊藤伍郎編

バルブの肉厚等に関する研究

(水道用空気弁の割れ現象)

技師 月 瀬 寛 二
技師 酒 井 一 昭

1. は じ め に

JIS B 2063に規定の水道用空気弁は、各地の地方公共団体等で広く使用されているが、冬季の厳寒時には空気弁の凍結割れが発生しておりその対策が必要となっている。この対応について製造メーカーでは各社で材質、たとえばねずみ錆鉄で無理なら球状黒鉛鉄製に変えとか、肉厚を厚くして形状を多少変えて処理しているのが実状で技術的資料に乏しく、これに関する調査研究の要望が高まっていた。

幸いにして、バルブの凍結に関する研究は昭和54年度の研究(JIS B 2062, 呼び径100(FC20, FCD45))において凍結実験時にバルブ外面歪を測定することにより表面応力状態の解析および内圧力を推定することに始まり、昭和55年度にはJIS B 2062, 呼び径75(FC20)で前年度に課題となっていた内圧力の実測を、圧力変換器を凍結の遅いバルブの中心部にセットすることにより行いその技術を体得した。以後、この成果を業界に報告したことで仕切弁においては凍結実験を多数行いバルブ業界の技術指導に大いに貢献した。

今年度は、以前から指導を要請されていた水道用空気弁の凍結割れ現象を解明するため、これまでの研究成果を生かした凍結実験を行ったので、以下にその結果を報告する。

2. 実 験 方 法

2-1 実態調査

空気弁の凍結による割れの実態および空気弁の問題点を把握するため、バルブメーカー4社について面接により聴き取りを行った。表2-1に、この結果を示す。

表2-1 実 態 調 査 結 果

凍結による割れの状態	○凍結によりふたが押し上げられる。 ○ふたの肉厚の薄い所が割れる。 ○ステンレス製空気弁でもふたが盛り上がり変形 ○ボルトの伸び、曲げが起こる。 ○双口よりも単口がよく割れる。
使 用 状 態	○コックは通常開 ○フロート弁通常閉
空気弁の問題点	○管中の空気を排出する作用を現実にはあまり果たしていない。 →ゴミなどによる穴づまり

生産傾向	○昭和55年度、水協検査台数で単口では、呼び径13、25ほぼ同数、20は若干少ない。 ○25が増加傾向
実験における理想的な空気弁の状態	○コック開で、空気弁とつながる管つまりタンクの様なものをつけた方が望ましい。 ○フロート弁が閉じた状態、内圧が加わった状態
求められるデータ	○何時間で割れるかおよび変形するか。 ○内圧がどれだけで割れるかおよび変形するか。 ○凍結の仕方は。

2-2 予備実験

実態調査より、水道用空気弁単口 25 を実験の対象とした。サイズについては、内圧測定の容易さ需要傾向などを考慮し呼び径 25 とした。しかし、本実験を行う以前に最適実験条件の設定を行うため予備実験を行った。つまり、常温によるひずみ量測定および凍結実験を行った。この実験で明らかにすべき点として次の各項目があげられる。

1. ふたおよび弁箱のどの部分に歪が大きく表われるか。
2. 内圧を何 kgf/cm^2 加えることにより、フロート弁作動状態で安定した凍結実験が行えるか。
3. コック開状態で実験する際の止水方法は。
4. FC 製空気弁の場合、割れは実験開始から何時間位で起こるか。
5. 空気弁内部の凍結状態

以上を考慮し、表 2-2 の条件により予備実験を行った。

表 2-2 予備実験の条件

試料	JIS B 2063 水道用空気弁単口 13
初圧	5 kgf/cm^2
ゲージ貼付箇所	(図 2-1)
コック	開状態
熱電対貼付箇所	(図 2-2)
その他	コックより下部の止水方法については、図 2-1 参照

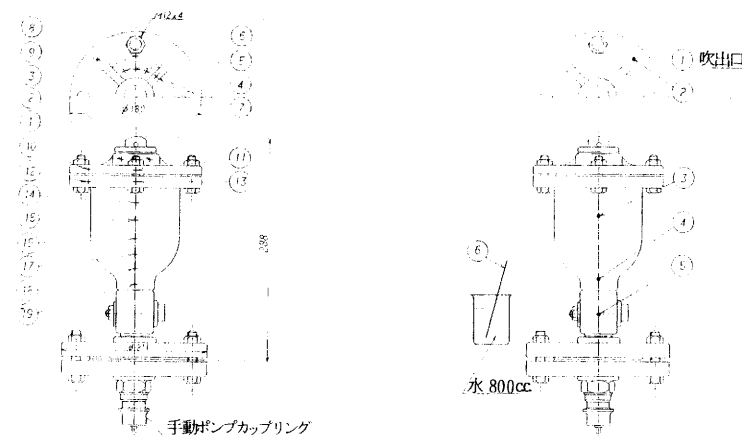


図 2-1 予備実験 ひずみゲージ貼付箇所

図 2-2 熱電対による温度測定箇所

予備実験では、歪ゲージのゼロセットを空気弁に初圧 5 kgf/cm^2 を加えた後に行っているため、必ずしも各部に生じた現実の歪を表わしているとは言えない。本実験では、常温無加圧状態において、歪ゲージのゼロセットを行い凍結実験時における歪測定を行う必要がある。予備実験結果を表 2-3 に示す。

凍結実験に先立ち、常温で内圧を加え歪量を測定した。

表 2-4 に耐圧 17.5 kgf/cm^2 時の歪量測定値および応力計算結果を示す。

表 2-3 予備実験結果

凍結実験時間	2時間40分
バルブ外表面最大歪	No 7 円周方向 -452×10^{-6} 軸方向 836×10^{-6}
安定後の恒温槽吹出温度	-7℃
バルブ表面温度 (凍結実験終了時)	ふた (No 2) -1℃ 弁箱 (No 3) 1℃ コック (No 4) -1℃ コック (No 5) -4℃ ピーカ内水 (No 6) 1℃
その他	○割れ起こらず ○水圧ポンプ用カップリング変形

STRESS		STRESS	
1st	2nd	1st	2nd
No. 1	0.00	No. 1	0.00
No. 2	0.00	No. 2	0.00
No. 3	0.00	No. 3	0.00
No. 4	0.00	No. 4	0.00
No. 5	0.00	No. 5	0.00
No. 6	0.00	No. 6	0.00
No. 7	0.00	No. 7	0.00
No. 8	0.00	No. 8	0.00
No. 9	0.00	No. 9	0.00
No. 10	0.00	No. 10	0.00
No. 11	0.00	No. 11	0.00
No. 12	0.00	No. 12	0.00
No. 13	0.00	No. 13	0.00
No. 14	0.00	No. 14	0.00
No. 15	0.00	No. 15	0.00
No. 16	0.00	No. 16	0.00
No. 17	0.00	No. 17	0.00
No. 18	0.00	No. 18	0.00
No. 19	0.00	No. 19	0.00

(No 19は、ゲージ不良により測定不能)

表 2-4 予備実験 常温、内圧 17.5 kgf/cm^2 付加時の歪量および応力換算値

最大の応力が加わっているのは、ふたのリブ部の軸方向 (No.7) で 3.47 kgf/mm^2 である。全体として、ふたのリブ部とこれに隣り合う肉圧の薄い No.4~6 の部分および弁箱側部円周方向に応力が多く加わっている。また、弁箱ではふたに近い部分ほど加わっている応力が大きいことがわかる。

凍結実験を2時間40分実施した結果、実験温度については、精密低温恒温槽の設定温度を -10°C にセットしても、安定後の吹出温度は -7°C にしかならず設定と吹出温度には、約 3°C の違いが生じている。本実験においては、安定後の吹出温度を基準に考えた方がより現実的であろう。

空気弁、表面温度については、実験終了時概ね $+1^\circ\text{C} \sim -1^\circ\text{C}$ でコックについては、熱伝導率の関係から -4°C と少し低かった。ピーカ内の水 (800cc) は、上面が厚さ2mm程度凍っただけであった。

予備実験では、空気弁のコック開で内圧 5 kgf/cm^2 を加え、なおかつコック開状態、加圧状態で凍結実験を行うため図2-1に示すようにコックの下にフランジを相対して二枚合わせ、下のフランジには水圧ポンプのカップリングを取付けた状態で実験を行った。ところが、凍結実験時における内圧の上昇によりカップリングにコック部内の水の凍結まではかなりの内圧が加わったと推察され、少し変形が生じた。以後水圧ポンプとのカップリングのかみ合いが悪くなってしまった。本実験に際しては、予備実験時以上の内圧の上昇が予想されるのでカップリング装着状態での実験は無理であろうと思われる。予備実験終了時空気弁を開けてみれば、コック部の水は堅く凍結しておりコックを閉めて実験しても、凍結時において現実と余りかけ離れないと予想されるのでカップリングは取り外しコック閉状態で実験を行うこととした。

2-3 実験方法

2-3-1 実験方法

(1) 内圧測定法

歪ゲージによる歪量測定値より、内圧を推定することは、これまでの当所での実績 (水道用仕切弁) では可能であったが、今回の空気弁の場合、上部に構造上空気が残存するので外表面応力状態から内圧の推定は困難だろうと予想される。そこで新たに圧力変換器を取り付け内圧の実測を行うことが必要である。圧力変換器として小形で耐圧 500 kgf/cm^2 の総合計装機製圧力変換器 TR 33500 を使用した。図2-3に全

表2-5 圧力変換器仕様

品名	500 kgf/cm ² エクストルーダ用圧力計
型式	33500
出力歪量	1705×10^{-6}
出力電圧	0.852 mV/V
非直線性	1% F.S.
ヒステリシス	1% F.S.
許容負荷	150% F.S.
重量	1 kgf
校正係数	$0.293255 \text{ kgf/cm}^2 / 1 \times 10^{-6}$

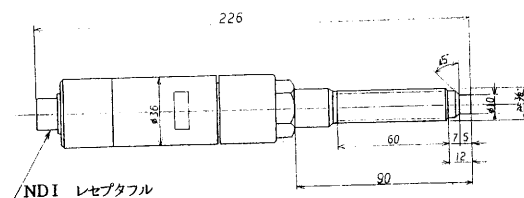


図2-3 圧力変換器全体図

体図、表2-5にその仕様を示す。取付位置は、変換器感知部がフロート弁下部 (体積が大きいので凍結も遅いと考えられる) にくるように取付けた。(図2-4)(図2-5)

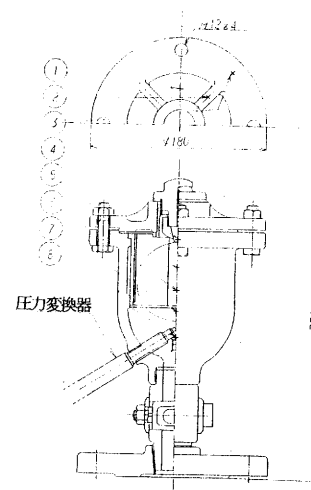


図2-4 歪ゲージ貼付位置

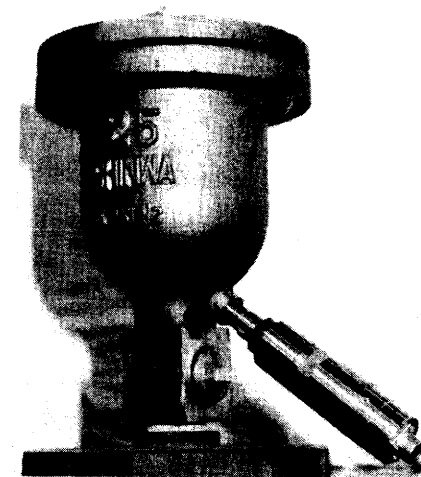


図2-5 圧力変換器装着状態

(2) 歪ゲージ貼付位置

予備実験の結果より、歪の大きい箇所などを勘案して8ヶ所選定した。(図2-4)

(3) 凍結実験時吹出温度

精密低温恒温槽内の安定後吹出温度を -10°C になるよう設定した。

(4) 熱電対による温度測定箇所

吹出口、ふた、弁箱側部、ピーカ内水 (800cc) の4ヶ所を全実験共通して測定し、断熱材使用の実験については、断熱材外表面上部と、鉄板カバーの外表面上部についても測定した。(図2-2参照)

(5) その他

予備実験の経験を踏まえて、水圧ポンプのカップリングを保護する意味から、フロート弁作用のため初期圧力 5 kgf/cm^2 加えた後コック閉にし、カップリングを取り外して凍結実験を行った。

2-3-2 実験の種類

材質による割れの有無、歪量、内圧力、凍結の仕方などの違いおよび断熱材の使用効果を知るため、表2-6の条件で、本実験を行った。D試料は、図2-6、図2-7、図2-8のように断熱材を取付けた。

表2-6 実験条件

実験	A	B	C	D
試料	JIS B 2063 水道用空気弁単口25			
材質	FC	FCD	ふた FCD 本体 FC	FC
圧力変換器	装着			取り付けず
初期加圧量	5 kgf/cm ²			
コックの状態	閉			
精密低温恒温槽 安定後吹出温度	-10℃			
断熱材	無			装着
備考				断熱材表面と 鉄板カバー表面の温度測定



図2-6 断熱材内部

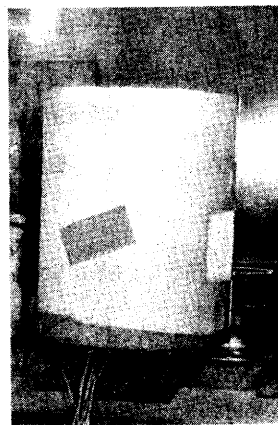


図2-7 断熱材を取付けた状態



図2-8 鉄板カバーで覆った状態

2-3-3 実験装置およびデータ処理装置

実験に使用した主な設備機器は次のとおりである。

- (1) 小型自動デジタル多点歪測定器

新興通信工業製 DPu-100 型

- (2) 多点切換スイッチボックス (50点)

新興通信工業製 RS-7513-50 型

- (3) 手動式水圧ポンプ

岡山本水圧工業所製 PH-60 型

- (4) ストレンゲージ (歪ゲージ)

ビニールコード付箔歪ゲージ (ゲージ率 2.00) の 2 軸クロスゲージ (ゲージ長 2 mm × グリ

ット巾 1.3 mm)

- (5) 圧力変換器 (前掲)

- (6) 精密低温恒温槽

岡山製製作所製 特注槽

3. 実験結果

3-1 常温および凍結実験時に

行った歪測定データは材料力学より (3.1) 式に従って応力換算を行った。実験結果として例 1 に凍結実験時の応力換算値と圧力変換器による内圧力測定値 (A 試料の場合) の表を一部抜粋した。なお、他の歪データは全て考察で使った図表に代表されているのでここでは省略する。

3.2 温度と時間の関係は図 3

-1 のとおりで、実験データについては表 3-1 にまとめた。

例 1 凍結実験時の応力換算値と圧力変換器による内圧力測定値 (A 試料の場合)

[応力単位: kgf/mm²]

〔応力単位: Kgf/㎠〕												
測定箇所		零セット	初 圧	コック閉	実験開始 (時:分)	実 験		時 間		実験終了		
			5Kgf/㎠		0:00	0:15	0:30		4:00	4:05	4:10	
ふ た	1	X	0	0.1	0.2	-0.3	-1.0	-1.3		24.9	25.3	25.8
		Y	0	0.2	0.3	-0.2	-0.9	-1.2		29.5	23.3	20.3
	2	X	0	0	0.1	-0.3	-1.1	-1.4		8.4	8.2	8.4
		Y	0	0.5	0.6	0.2	-0.6	-1.0		45.6	45.4	45.6
	3	X	0	0	0.1	-0.3	-0.9	-1.2		36.8	40.0	41.9
		Y	0	0	0	-0.4	-1.0	-1.3		2.8	3.2	3.7
	4	X	0	0	0	-0.4	-1.2	-1.5		-1.4	-1.6	-1.3
		Y	0	0	0	-0.4	-1.1	-1.4		-1.7	-1.8	-1.6
弁 箱	5	X	0	0.2	0.2	-0.2	-0.8	-1.1		9.2	9.1	9.6
		Y	0	0.1	0.2	-0.2	-0.8	-1.1		6.6	6.5	7.0
	6	X	0	0.1	0.2	-0.3	-0.9	-1.2		5.5	5.3	5.5
		Y	0	0.1	0.1	-0.3	-0.9	-1.1		3.4	3.1	3.3
	7	X	0	0	0.1	-0.2	-0.9	-1.1		1.7	1.5	1.7
		Y	0	0	0.1	-0.1	-0.9	-1.1		0.6	0.4	0.6
	8	X	0	0	0.1	-0.3	-0.9	-1.2		1.6	1.5	1.8
		Y	0	0	0.1	-0.3	-0.9	-1.1		1.7	1.7	2.0
内 圧 Kgf/㎠		0	6.74	6.15	4.69	24.63	48.09		263.34	291.79	301.47	

表3-1 実験データ

項目 \ 試料	A	B	C	D 断熱材(アンフ リーザ)使用
凍結実験時間 時:分	4:10	5:54	5:54	12:00
凍結率 %	ほとんど凍結			73
最高内圧力 (圧力変換器の値) kgf/cm^2	実験終了時 3.01	実験開始から 5時間後 2.07	実験開始から 5時間5分後 2.32	
最高外表面応力 kgf/mm^2	ふた (No.2 Y方向) 86.6	(No.2 Y方向) 59.2	(No.2 Y方向) 54.5	ほとんど0で 変化なし
	弁箱 (No.5 X方向) 9.6	(No.5 X方向) 6.2	(No.5 X方向) 13.6	
その他、割れ等	割れ発生(ふた) 図3-2参照			なし

備考；ふたの応力値は材料の強度を越えているが、この値は図4-9～4-11の曲線のピーク値を選んであり、応力換算は実験終了時まで材料が弾性域にあることを前提とした場合の計算値である。

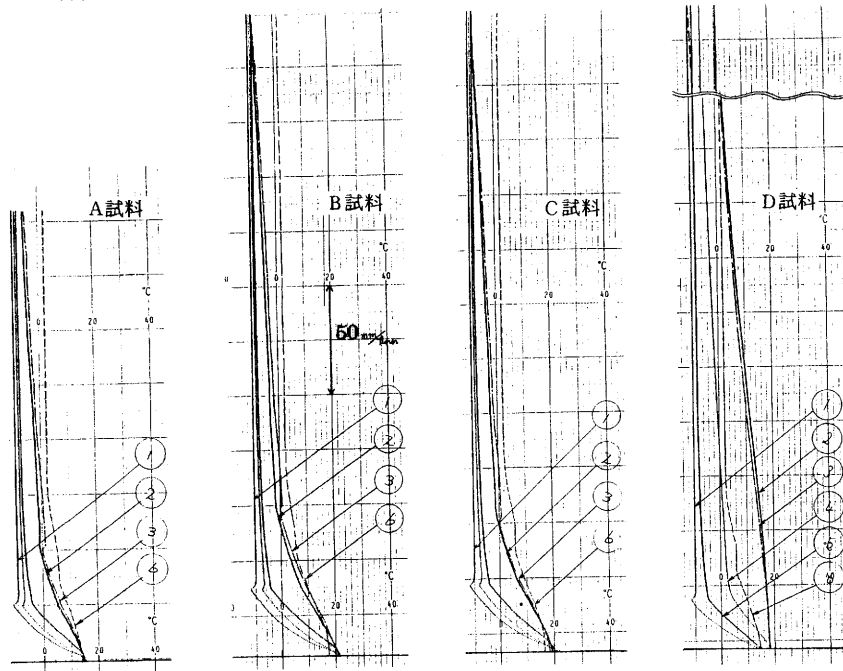


図3-1

4. 考察

4-1 ブルドン管圧力計と圧力変換器指示値について

内圧測定用の圧力変換器を取り付けた試料A, B, Cについては、凍結実験に先立ち手動式ポンプに付属の一般に広く使用されているブルドン管圧力計指示値と内圧測定用圧力変換器との関係を知るため、ポンプ圧0～17.0 kgf/cm^2 まで1 kgf/cm^2 毎におよび17.5 kgf/cm^2 について、その時の圧力変換器指示圧力を測定し、両者の相関関係を示したのが図4-1である。図中に実線で示したのが両者の一次回帰線である。一次回帰式は

$$y = 1.269x + 0.781$$

y : 圧力変換器指示値 (kgf/cm^2)

x : 手動式ポンプブルドン管圧力計指示値 (kgf/cm^2)

となる。両者の相関は、当然高く、相関係数は0.997である。

4-2 凍結進行にともなう試料の外表面応力状態について

図4-3～図4-8は凍結の進行(圧力と外表面応力の増加)が試料に与える影響の変化を知るために作成したものである。図4-6～図4-8の各凍結状態a～gの選定の基準は実験開始から最初に歪の増加現象があらわれた2時間後から約30分毎を目安とし、またその時の状態は同時に歪の変化が顕著にみられる時点をも含むように実験開始より2時間30分、3時間、3時間30分、4時間、5時間15分、5時間54分ごろの時間を選んだ。

図4-3～図4-5でA～C試料ともに測点2, 1, 5の順に応力は大きく、また特に応力はふたの部分(測点1, 2のY方向)で大きな値を示している。試料の材質の違いについては測点2(Y方向)に着目して考えると、この測点に生じている応力の値はA, B, Cの順に高いことからふたの凍結時の破壊に対する危険度はもちろんAが、3試料中最も高く、実験結果(図3-2)に示すように実験終了時(4時間10分)にはふたは既に割れていた事実から明らかに知ることができる。危険度は次にBそしてCの順となっているが実験終了時には両試料とも凍結率は100%に近く残水の測定が困難な状態であった。



図3-2 A試料のふた(実験終了時)

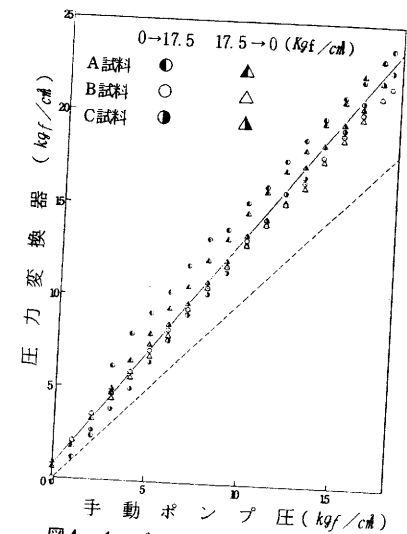


図4-1 ブルドン管圧力計と圧力変換器の関係

図4-3～図4-5でA～C試料ともに測点2, 1, 5の順に応力は大きく、また特に応力はふたの部分(測点1, 2のY方向)で大きな値を示している。試料の材質の違いについては測点2(Y方向)に着目して考えると、この測点に生じている応力の値はA, B, Cの順に高いことからふたの凍結時の破壊に対する危険度はもちろんAが、3試料中最も高く、実験結果(図3-2)に示すように実験終了時(4時間10分)にはふたは既に割れていた事実から明らかに知ることができる。危険度は次にBそしてCの順となっているが実験終了時には両試料とも凍結率は100%に近く残水の測定が困難な状態であった。

さて、図4-2～図4-8で試料間の材質の違いによる相違はC試料がAとBの中間的な性質を示していることと弁箱のみ材質の違うB、Cを対比させれば同一内圧力でも同一材質のふたに生じている応力値は異なっている。これは部品の組合せをなす製品の性能はそれ自体一体となった状態での機能を考えていかなければならないことを意味していると言えよう。

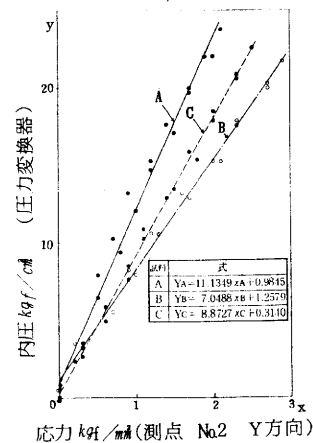


図4-2 常温実験における内圧と外表面応力の関係

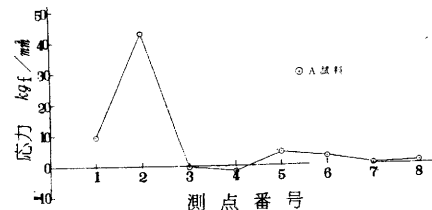


図4-5 凍結開始より3時間後の表面応力状態 (Y方向)

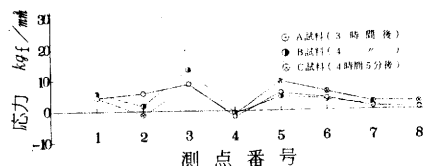


図4-3 凍結開始より数時間後の表面応力状態 (X方向)

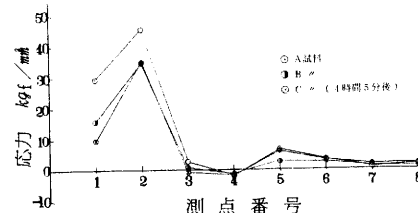


図4-4 凍結開始より4時間後の表面応力状態 (Y方向)

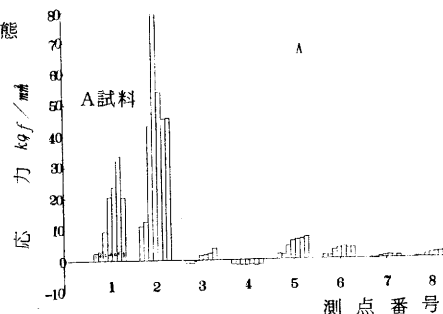


図4-6

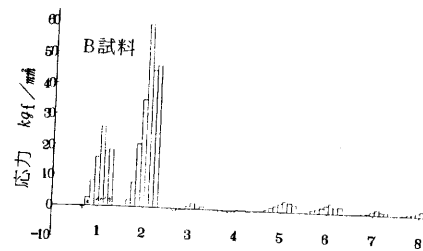


図4-7

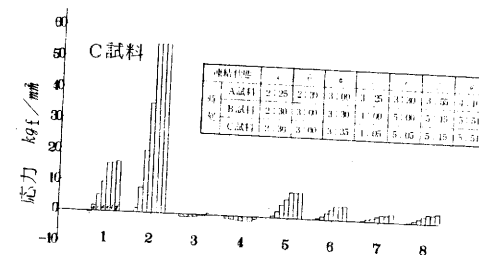


図4-8

4-3 凍結実験時の内圧と応力の関係

図4-9～図4-11に試料A、B、Cの内圧と応力の時間による変化を示す。応力はふたの歪量の大きい箇所つまりNo.1、No.2の軸方向と弁箱側部のNo.6円周方向をプロットした。

図4-9は、割れの起ったA試料(FC製)である。3時間25分後(内圧245 kgf/cm²)にふたの測点No.2に割れが伝播したと推測されるが実験開始後2時間25分で内圧値が約10 kgf/cm²低下が起こると共に応力もNo.2(リブ部)、No.6(弁箱側部)で若干変化が見られる。この時点での最大応力は、No.2(リブ部)軸方向の11～12 kgf/mm²(内圧値は140～150 kgf/cm²)である。

過去における凍結割れのデータ(昭和55年度 JIS B 2062呼び径75 mmの仕切弁、FC20製)で内圧値112.6 kgf/cm²で割れが生じている。空気弁の形状(円筒形)を勘案すれば、この時点で空気弁のふたに“ひび”が生じたものと推定される(図3-2)これによれば図4-9のNo.2の応力-時間曲線は実験開始後2時間25分以後は信頼できないことになる。

図4-10はB試料(FCD製)である。実験開始後5時間～5時間15分にかけて、内圧値の低下(207 → 148 kgf/cm²)と共に応力の低下が認められる。実験終了時においても試料の割れは見られず、引き出しもなかったことから、ふたを止めている4本のボルトが伸びたことによる内圧値の低下、応力の低下であろうと推察される。ただ、ボルトの実験開始以前の長さを計測していないので推定の域を出ない。

図4-11は、C試料(ふたFCD製、弁箱FC製)である。図4-10と比較して、傾向は内圧値、

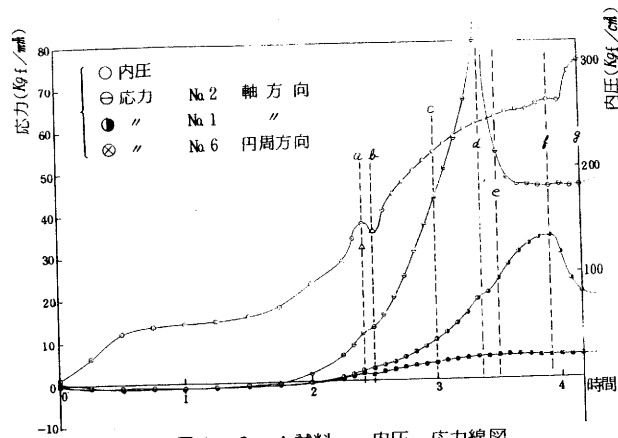


図4-9 A試料 内圧-応力線図

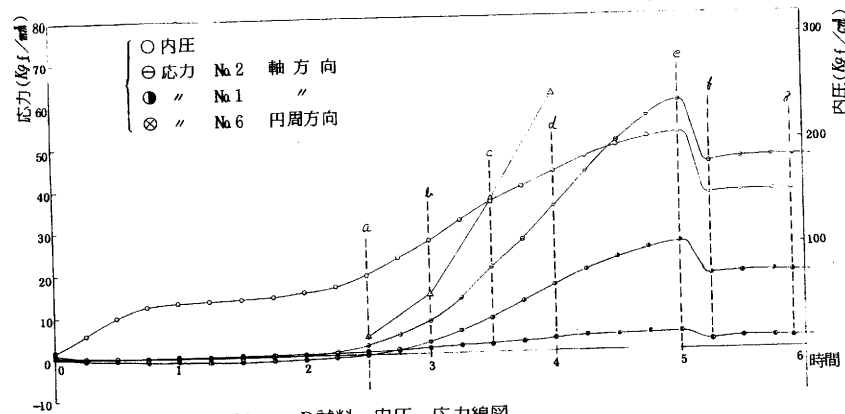


図4-10 B試料 内圧-応力線図

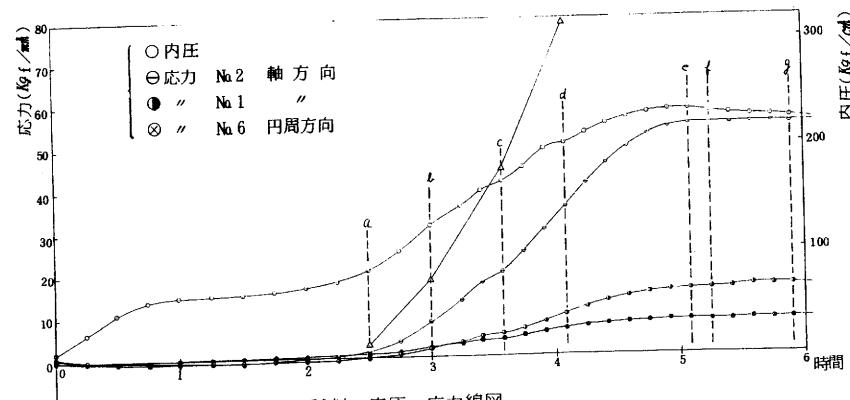


図4-10 C試料 内圧-応力線図

応力ともほぼ同じであるがB試料に比べふたに表われる応力が小さく、それに対してより弱いFC製の弁箱の応力が約2倍前後大きく表われている。

図4-9～図4-11で共通点を見出すならば、内圧力約230 kgf/cm²で圧力曲線は恒常状態に近づきその時間はA, B, Cの順に3時間30分, 5時間, 5時間5分頃である。この時点ではほとんど凍結したと思われる。

B試料の実験で、ボルトの伸びと推察される現象が見受けられたのでC試料では凍結実験開始前(初期圧力5 kgf/cm²加圧後)と終了時にボルトの長さおよびふたと弁箱のフランジ面間隔を測定している。図4-12に測定箇所を、表4-1に測定データを示す。

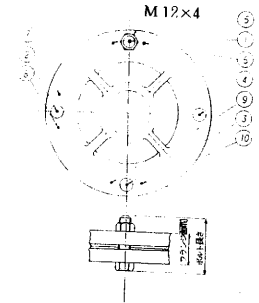


図4-12 ボルト長さ、フランジ面間隔測定箇所

表4-1 ボルト長さ、フランジ面間隔測定データ

測定箇所 No.	実験開始前 mm	実験終了時 mm	伸び量 mm	比率 %
1	58.08	58.13	0.05	0.08
2	58.06	58.20	0.14	0.20
3	58.05	58.22	0.17	0.29
4	58.39	58.65	0.26	0.45
5	34.46	37.01	0.56	1.63
6	37.80	37.82	0.02	0.05
7	37.15	37.23	0.08	0.22
8	37.37	37.49	0.12	0.32
9	37.69	37.86	0.17	0.45
10	37.95	38.20	0.25	0.66

ふたと弁箱の材料の変形を無視し、水の変態による体積増加分をボルトの伸び量から増加した空気弁の体積を概算すれば

$$\frac{0.05 + 0.14 + 0.17 + 0.26}{4} \times \pi \times 56^2$$

$$\approx 1527.1 \text{ mm}^3$$

となる。実験開始前に計測した内容量 $644 \text{ cc} = 644 \times 10^3 \text{ mm}^3$ に対して

$$\frac{1527.1}{644 \times 10^3}$$

$$\approx 2.37 \times 10^{-3}$$

となり0.2%程度の内容量の増加が起ったと考えられる。しかし、内水がすべて氷に変態したとすれば、約9%つまり58 cm³の体積が増加しているはずである。このことから58 cm³の2%がボルトの伸びとして表われたもので、他は内部の空気と試料(ふた、弁箱など)の変形により吸収され

たことになる。

図4-11には図4-10のような明確な内圧力の低下は見受けられないが、e点以後の6 kgf/cm²程度の内圧力の低下は、この内容量の増加が要因と推察される。

4-4 空気弁凍結実験における応力から内圧の推定

空気弁の凍結時における耐圧力を知る必要性から試料の外表面応力状態より内圧力の推定を試みた。図4-12はA～C試料の常温実験時に得られた応力と内圧の関係を一次回帰式 y_A, y_B, y_C で示している。これらの式を用いて状態a～eの範囲で内圧力を推定してみたところ図4-9～図4-11の△印で示されるように内圧の実測値と推定値は大きく異なる。A～C試料はa時点からd時点間で直線増加型の傾向にあることから、例えば材質がFCとFCDの組み合わせであるC試料のa時点とd時点について実測値を基準に推定値との比較を行うと、aの場合-71 kgf/cm²、dで113 kgf/cm²の差があり圧力変換器の非直線性(1% F.S.)を考慮しても-66～108 kgf/cm²とその差は大きく、また仮にa時点になる直前で圧力変換器の零調整を行っていたとしても図の実測値と推定値の内圧増加傾向の違いから、やはり外表面応力状態からは内圧の推定はできなかったことになる。そこで、実測値である応力値と内圧力値の関係をj知ることが重要になってくる。

外表面応力から内圧を推定することは、圧力変換器を取り付けない凍結実験において有効である。データの少ないA試料は推定に無理があるのでB、C試料について行った。図4-13、図4-14に内圧と応力の実測値の相関および回帰線を示す。プロット点を見る限りでは回帰式は指数関数で表現した方がより良いと思われるが今回は二次回帰を行った。B、C試料とも応力が0 kgf/mm²付近を無視すれば、B試料では推定内圧値は最大10 kgf/cm²程度内圧実測値との差があり、C試料では推定内圧値は最大5 kgf/cm²程度内圧実測値と差がある。この両式により応力増加時、応力から内圧値の目安を得られる。

ところが、今回の推定では、ふたと弁箱の応力が大きく表われている2箇所を選んで推定を試みたが、弁箱は応力の変化が小さく推定される内圧値の誤差が大きくなることは避けられない。この面から考えると、ふたの応力が大きく表われている箇所の応力からの推定の方が良いであろう。しかし、4-3項でも明らかなように、ふたを止めているボルトの伸びでみると一本に特に大きな伸びが認められる。つまり、ふたには同一部分(例えば4本のリブ)に均一に応力が生じているとは思われない。ゲージを貼付した箇所(4ヶ所中の)により応力は変わるので一ヶ所の応力のみで内圧力の

推定を行うことには無理がある。今後、より正確な内圧力の推定を行うためには同一4ヶ所に4本歪ゲージを貼付して平均した歪量、応力により内圧値の推定を行うことが必要であろう。

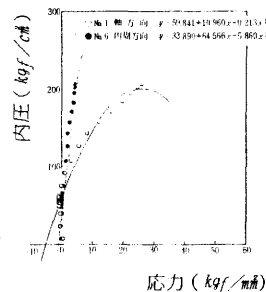


図4-13 応力と内圧の二次回帰分析(B試料)

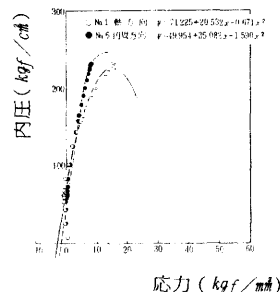


図4-14 応力と内圧の二次回帰分析(C試料)

4-4 凍結防止用断熱材(アンフリーザ)使用の効果について

空気弁が直接寒冷空気中にさらされる場合と断熱材を使用した時との相違を知るため図3-1より比較し易いように温度の低下現象の変わり目を選んで温度と時間を読み取り表4-2を作成した。この表より、全試料とも凍結開始時の庫内温度に差(19±3℃)があるためその分だけ時間の遅れはあっても①の曲線は少なくとも実験開始より40分後には-10℃の安定した温度を保持するようになり、またピーカー内の水も1時間38分で安定した温度(図3-1では2℃を示している。)となる。これら①、②の曲線が安定した温度となる時間には全試料間で3～5分程度しか差がない。

しかし、断熱材の有無によって試料の表面温度(曲線③)が過冷却状態になる時間はA～C試料で約1時間7分、D試料で5時間20分である。さらに実験結果(表3-1)でも分るように実験終了時空気弁内部の凍結状態を観察した時A～C試料は約5時間54分までにはほぼ凍結が終了しており最高内圧力も207～301 kgf/cm²と高圧を示していたのに対して、D試料は12時間も実験を行っていたにもかかわらず凍結率は73%で、しかも実験開始から終了まで外表面歪は全ての測点でほとんど現われなかった。つまり、凍結が進行していても内圧が上昇しなかったことになる。

従って、断熱材を使用したD試料の利点は、ここで扱ったA～C試料と同程度に凍結させようとするれば外表面応力状態から判断してこれらの6倍以上の時間が必要であり、また凍結が進んでも空気弁自体に影響を与えなかった事になる。

表4-2

注記：曲線①、③、⑥は図3-1と同一番号である。

項目	試料	A	B	C	D
温度(℃)	×	17.9	23.8	22.5	17.5
時間(時：分)	①	0：30	0：35	0：35	0：25
	③	0：59	1：17	1：09	5：20
	⑥	1：29	1：36	1：38	1：30

5. 結 言

- 常温実験において手動式ポンプのブルドン管圧力計指示値と圧力変換器の指示圧力との相関係数は0.997と高い結果が得られた。
- 材質(FC、FCD)の異なるふたと弁箱の組合せは4通り考えられるが、実態調査を参考とし、またあらかじめ空気弁の形状から凍結時には大きな変形が予想されるふたの解析を主とする意味からA～Cの3試料について実験した結果、3試料ともふたに生じた応力は大きく、その最高外表面応力はその材料の引張強度を越えていた。
- またC試料(ふた：FCD、弁箱：FC)はAとBの中間的な性質を示していることが分った。
- A試料(ふた、弁箱ともにFC)は実験開始より2時間25分後には内圧力140～150 kgf/cm²でリブの軸方向応力は11～12 kgf/cm²で既に亀裂が生じたものと推定された。B試料(ふた、弁箱

ともにFCD)は実験開始より5時間~5時間15分にかけて内圧力および応力値の低下が認められた。水の変態による体積増分の2%がボルトの伸びとして算出できた。C試料はB試料と内圧値、応力値ともほぼ同じ傾向であるが、弁箱に生じている応力はB試料より約2倍大きく表れていた。

A~C試料は内圧力約230 kgf/cm²でほとんど凍結していることが分った。

- (4) 過去の仕切弁における凍結実験では外表面応力から内圧力を推定できたが、空気弁のA~C試料では実測値と大きくかけはなれておりその推定はできなかった。しかし、内圧と応力の関係は実験値から2次式で得られた。
- (5) 断熱材の有無による違いは、同程度の凍結を進行させようとすれば無い場合に比べて6倍程度の時間を必要とすることが分った。

6. 問題点

第1として、凍結実験の結果は図4-9~図4-11にはほとんどまとめられるが、ここで気付くのは、まず実験開始から約2時間後まではA~C試料の外表面応力状態にはあまり変化がみられないにもかかわらず、圧力変換器はある内圧力(実験開始より30分までは5→80 kgf/cm²でそれ以後2時間までは約80 kgf/cm²の一定圧)を示していることである。常温実験で内圧力と外表面応力は比例関係にあったことを考えれば、凍結実験時のこの内圧力は何を意味しているのだろうかということである。

第2に、D試料は凍結実験に12時間を要し、その時の凍結率は73%であった。これだけバルブ内部の凍結が進んでいけば水から氷への変態による内部体積の増加は、内圧力の増加および外表面応力の変化となって現われるはずであるが、ここではこのような現象が全くみられなかったことである。これは断熱効果により凍結進行現象が緩慢となり、空気弁内部に存在する空気が有効に内圧力を吸収したのだとも思われる。

7. おわりに

実態調査に際して御協力いただいた関係企業の方々に厚くお礼申し上げるとともに、今後、本研究結果が空気弁の凍結現象を説明する資料として役立てれば幸いと存じます。

(参考文献)

- (1) 滋賀県立機械金属工業指導所 研究報告; 昭和54~55年度
- (2) JIS B 2063-1977

高周波誘導結合プラズマ発光分析法による 非鉄分析の迅速化に関する研究

技師 宮 川 栄 一

1. 緒言

最近、各分野で高周波誘導結合プラズマ発光分析法が、その優位性を認められて注目されている。この分析法では溶液試料を約7000 Kまで高温励起させるため、元素間の化学干渉がなく高感度で広い濃度範囲にわたり多元素同時定量することが可能である。

現在、非鉄金属の依頼分析は年間600試料以上と近年増加の一途をたどっており、そのほとんどは青銅鋳物である。

これらのJISに基づく分析方法では、銅の電解重量法等、各元素とも操作が煩雑で長時間を要し、原子吸光法では特定元素の感度不足や共存元素の干渉等の欠点があって、必ずしも満足できるものではない。また、非破壊分析である蛍光X線分析法では、銅・鉛の分析についてマトリックスの影響補正や表面研磨などに特別の注意を払わなければならない、迅速な依頼分析が難しい。

本研究では、高周波誘導結合プラズマ発光分析装置の導入により、その特徴を生かして非鉄金属材料の多元素同時分析を行った結果、省力化と依頼分析の迅速化に大いに役立つことが分かったので報告する。

2. 実験方法

2-1 実験装置

この研究で使用した主な装置は次のとおりである。

- (1) 高周波誘導結合プラズマ分析装置 島津製作所製 ICPV-1000型
- (2) データ処理装置 QC-5型(三菱MELCOM70L)

2-2 試料

検量線作成用の標準試料は市販の次の試料を使用した。

BCS183/3, BCS364, NBS37e, NBS872, NBS184, BAM227

実験用試料として、依頼試験で当所に持ち込まれた試料のうち、各成分とも含有量が広範囲なものを選び(10試料)を使用した。化学分析値の決定は、各試料をJISの分析方法に準じ、独立3回の分析を行いその平均値によった。

2-3 内標準法による分析

試料および標準試料に含有されていない元素、または、それらに分析を必要としない一定濃度の元素(イットリウム100ppm)を加え、これを内標準元素とし、その元素のスペクトル線を選んでこれを内標準線とする。分析線と内標準線の強度比は

$$\frac{I}{I_Y} = K \frac{N}{N_Y} \exp \left(\frac{E_Y - E}{kT} \right) \quad \dots\dots(1)$$

ただし、I:強度, N:濃度, E:励起エネルギー, K, k:定数, T:温度となり、Nが変化してもN/N_Yが一定であればI/I_Yは一定となる。この方法によれば、プラ

ズマの温度の変動や強度比に影響しないため精度や正確度が一段と向上するのでこの方法により分析した。また、内標準元素として他にコバルト等が報告されている。

2-4 分析条件および分析方法

本研究で使用するプラズマ分析装置の分析条件を表1に示す。

表1 分析条件

1	高周波電源周波数	27.120 MHz
2	高周波電力	1.20 KW
3	反射波電力	5 W以下
4	冷却ガス流量	Ar 15.0 ℓ/min
5	プラズマガス流量	Ar 1.2 ℓ/min
6	キャリアガス流量	Ar 1.1 ℓ/min
7	光軸高さ	15 mm
8	内標準元素	Y (100 ppm)
9	水吸入時間	60 sec
10	試料吸入時間	80 sec
11	積分時間	20 sec

試料の前処理方法については、J I S H 1291の銅及び銅合金の原子吸光分析方法があり、試料1.0 gを混酸(硝酸1+塩酸1+水2)20mlに溶解する方法がある。しかしこの方法では、すず、鉛の含有量が高い試料(約10%)では、調製後の酸濃度が薄いため2~3日で白色の微細沈殿が生じ易く、分析ごとに毎回試料調製が必要となり省力性に欠けるため、次の方法により調製した。

試料1.0 gを0.1 mgの桁まで計り取ってトールビカ(200ml)に移し、時計皿で覆い、王水(硝酸1+塩酸3)30mlを加えた後、静かに加熱して分解する。水約10ml

で時計皿およびビカの内壁を洗い、静かに加熱して窒素酸化物を追い出す。冷却後、200mlのメスフラスコに水で洗い移し、内標準元素としてのイットリウムを最終濃度100 ppm(含有量2%相当)となるように添加した後、標線まで薄めて調製した。

なお、イットリウム水溶液は酸化イットリウム(純度99.99%)6.350 gを(1+1)塩酸50 mlに溶解した後500 mlのメスフラスコに移し調製した(濃度10000 ppm)。

調製した試料溶液の一部をビカ(30ml)に移し、前記の分析条件下でプラズマ分析装置により分析し算出した。

3. 実験結果および考察

3-1 キャリヤガス流量の決定

B C 6相当の実験試料および黄銅分析用の混合試料(鉄4%、アルミニウム7.5%、マンガン5%)についてキャリアガス流量を変化させた時のスペクトル強度を測定し、結果を図1、2に示す。

同時分析するには、分析全元素の強度の最高位置が一致していることが望ましいが、結果をみると元素によってピークのずれが生じている。図から、銅、アルミニウムについては、キャリアガス流量が1.2 ℓ/min の時に最高の強度を示し、すず、亜鉛、マンガンは1.1 ℓ/min の時、鉄は1.0 ℓ/min の時、鉛は1.1 ℓ/min で一度ピークを示した後、強度が下り、再び1.3 ℓ/min で上昇した。また、BL、BEC値はキャリアガス流量が多くなるとともに小さくなる傾向を示した。

これより、強度が強くしかもBL、BEC値が小さい条件を満たすキャリアガス流量を検討した結果1.1 ℓ/min の時に同時分析の最適条件と考えられこの条件を使用した。

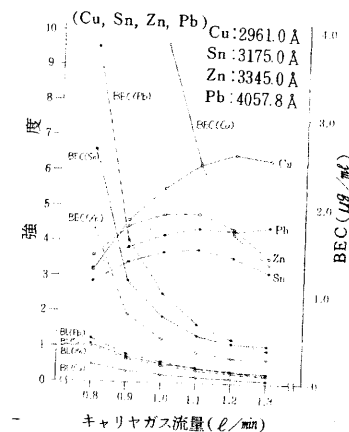


図1 キャリヤガス流量と強度の関係

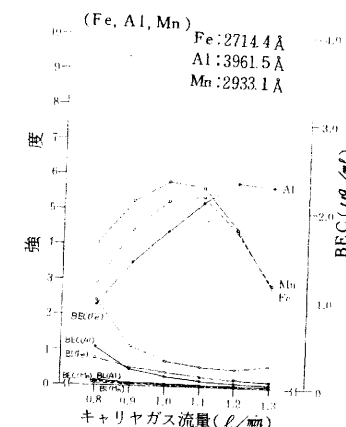


図2 キャリヤガス流量と強度の関係

3-2 光軸高さの決定

同試料を使用し、光軸高さを変化させた時のスペクトル強度を測定した結果を図3、4に示す。図から、銅、すず、亜鉛、鉛、アルミニウムについては、光軸高さが12mmの時、マンガン、鉄は14mmの時に最高強度を示した。また、BL、BEC値は光軸高さが高くなるとともに小さくなった。

これより、同時分析の最適条件としてBEC値が1.0 $\mu g/ml$ 以下となる光軸高さ15mmの位置を使用した。

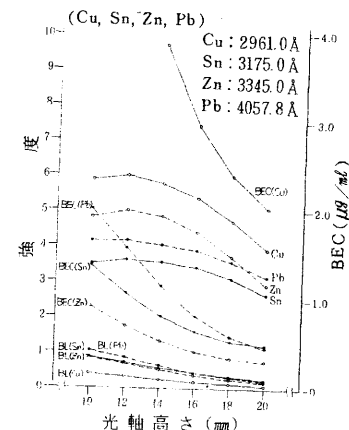


図3 光軸高さと強度の関係

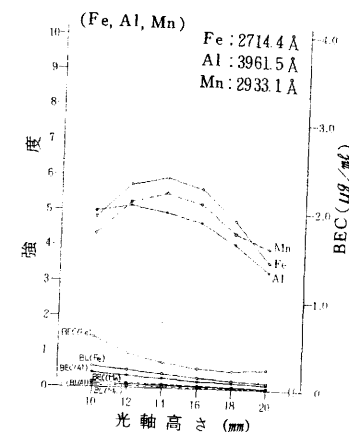


図4 光軸高さと強度の関係

3-3 トーチ高さの決定

同実験試料(10)を使用し、高周波コイル中心点からのトーチ先端の高さを変化させた時のスペクトル強度を4元素について測定し、結果を図5に示す。

図から、トーチ高さが高くなる程4元素とも強度が小さくなり、BLも小さくなった。BEC値は銅が小さくなり、すず、亜鉛、鉛は徐々に大きくなった。このため、どの位置を使用してもある程度の強度があれば、同時分析には影響しないと予測される。(トーチ高さ8mmを使用した。)

3-4 溶解酸の種類と濃度の影響

BC 6 相当の実験試料(10)について、溶解酸の種類と濃度の強度に及ぼす影響を調べた結果を図6に示す。

酸濃度による影響は、いずれの元素についてもほとんどなく、酸量50mlの場合に多少強度が弱くなる傾向を示したが、多少酸量が違って分析には支障がないことが分かった。

しかし、酸の種類については、銅、鉛、鉄、すずの各元素はいずれもJISの原子吸光用混酸に比べて王水の方が強度が強い傾向を示した。特に鉛では強度差が大きく平均2.50%強くなり、銅は1.08%、鉄は1.37%、すずは1.91%であった。

このため検量線用標準試料と分析試料の前処理には同一の溶解方法に統一しなければならないことが分かった。

3-5 検量線の作成

標準試料溶液を単独5回分析してそのスペクトル強度を測定し、その平均値を強度として検量線を作成した。その時の検量線式を表2に示し、各元素ごとの検量線を図7~12に示す。また、黄銅中に含まれる鉄、アルミニウム、マンガンの混合試料による検量線とその検量線式を図13~15および表3に示す。なお、図7~12について一部純金属を溶解混合して調製した混合試料の強度を図中にプロットした。

銅、亜鉛について、黄銅から青銅までの幅広い含有量範囲にわたって同一検量線で分析可能であり、その他の元素についても同様の検量線が得られた。

分析値の算出は、あらかじめコンピュータに記憶させておいた検量線を分析ごとに最高、最低濃度の標準試料溶液により2点補正(検量線の傾きと切片の補正、 $\alpha\beta$ 補正)を行うことによって再標準化を行い、この再標準化された検量線によって分析値を算出した。この補正式を次に示す。

$$I_B = \alpha I_A + \beta \quad \dots\dots(2)$$

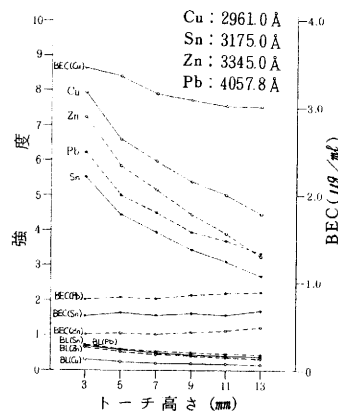


図5 トーチ高さと強度の関係

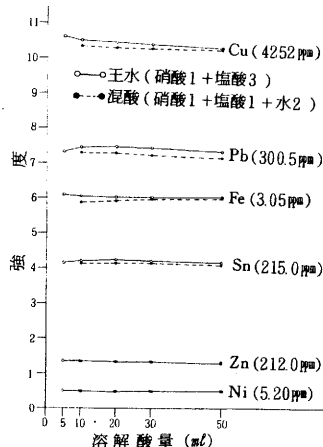


図6 酸濃度の影響

ただし I_A : 検量線作成時の強度値

I_B : 補正後の強度値

表2 検量線式(青銅中のCu, Sn, Zn, Pb, Ni, Fe)

元素	分析波長(A)	含有量範囲(%)	検量線式	R	STD	BEC
Cu	2961.0	69.61 ~ 88.96	$W_{Cu} = 9.32498 I - 4.77885$	0.09301	0.10733	4.779
Sn	3175.0	1.00 ~ 9.35	$W_{Sn} = 1.16276 I - 0.69711$	0.01836	0.02345	0.6971
Zn	3345.0	0.13 ~ 27.85	$W_{Zn} = 0.81435 I - 0.40420$	0.00924	0.01284	0.4042
Pb	4057.8	1.00 ~ 9.25	$W_{Pb} = 1.39751 I - 0.77501$	0.01717	0.02715	0.7750
Ni	2316.0	0.017 ~ 1.52	$W_{Ni} = 0.09727 I - 0.02311$	0.00564	0.00642	0.0231
Fe	2714.4	0 ~ 0.3	$W_{Fe} = 0.04265 I - 0.22155$	0.00128	0.00160	0.2216

R : 検量線による含有量と各試料の含有量との差の平均値

STD : 検量線と各試料との標準偏差値

BEC : 強度0の時の含有量の絶対値

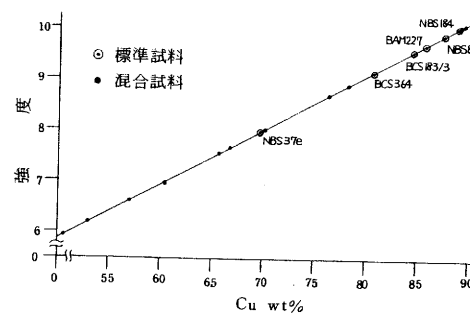


図7 銅の検量線

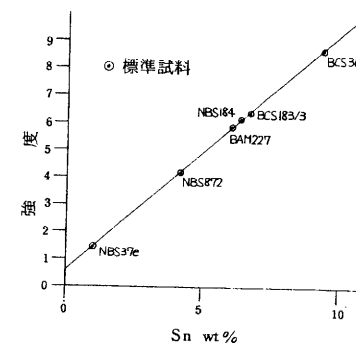


図8 すずの検量線

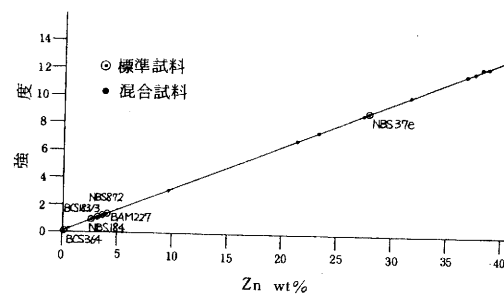


図9 亜鉛の検量線

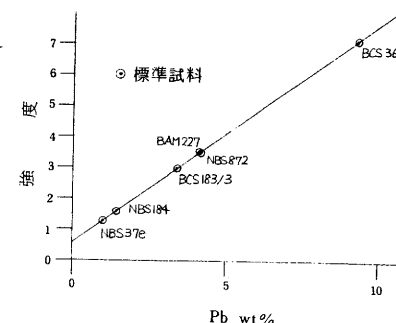


図10 鉛の検量線

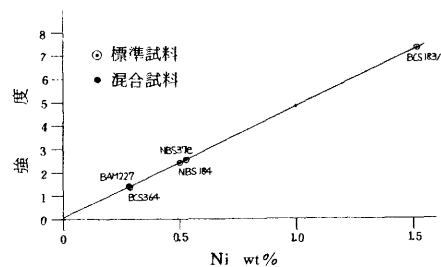


図11 ニッケルの検量線

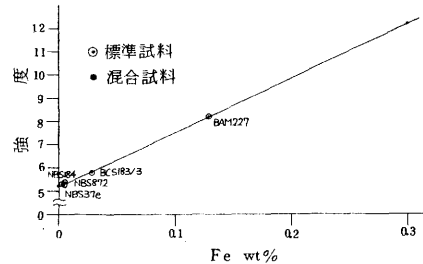


図12 鉄の検量線

表3 検量式線(黄銅中のFe, Al, Mn)

元素	分析波長(Å)	含有量範囲(%)	検量式	R	STD	BEC
Fe	2714.4	0 ~ 4	$W_{Fe} = 0.37041 I - 0.23415$	0.00300	0.00428	0.2342
Al	3961.5	0 ~ 7.5	$W_{Al} = 0.82810 I - 0.06902$	0.00770	0.00880	0.0690
Mn	2933.1	0 ~ 5	$W_{Mn} = 0.47880 I - 0.02625$	0.00276	0.00375	0.0262

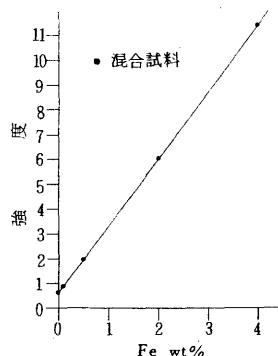


図13 鉄の検量線

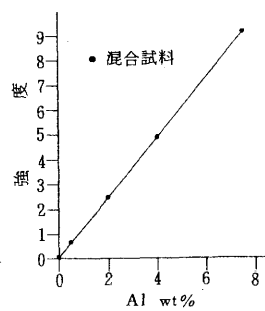


図14 アルミニウムの検量線

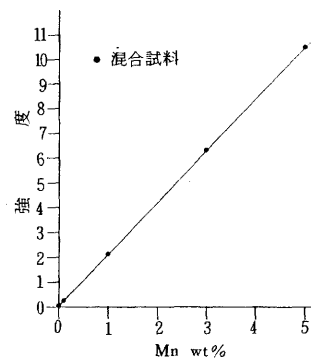


図15 マンガンの検量線

3-4 分析結果

銅の分析結果を表4に示す。

主成分である銅のプラズマ定量値は、ほとんどがマイナスの片寄りを示し、標準値または化学分析値との差 $|d(W_{Cu} - P_{Cu})|$ の平均値は0.25wt%となり、ただちにこの定量値を依頼分析には活用できない。このためさらに最高最低濃度の2点で検量線用標準試料の標準値とプラズマ定量値との相関関係から一次補正式を算出して補正定量値を求めれば、その差 $|d(W_{Cu} - \hat{P}_{Cu})|$ の平均値は0.05wt%となって、より正確となって良好な結果が得られた。

ここで、銅の片寄り一次補正式の10例を表5に示し、この表中片寄りの大きい(4)式を図16に示す。

図から、片寄り具合は一次的な関係を持っていることが分かる10例の各々の一次補正式でプラ

ズマ定量値が仮に80.00wt%と表示したときの一次補正定量値 $\hat{P}_{Cu}$ を算出した。これによると、 $|d(P_{Cu} - \hat{P}_{Cu})|$ の値が10例の計算結果、最小0.03wt%から最大0.72wt%と幅広い片寄りを示し、平均で0.22wt%であった。

表4 銅の分析結果

試料名	標準値(%) (化学分析値)	プラズマ定量値 (%)	補正定量値 (%)	d (%)	
	W_{Cu}	P_{Cu}	$\hat{P}_{Cu}$	$W_{Cu} - P_{Cu}$	$W_{Cu} - \hat{P}_{Cu}$
BCS183/3	84.50	84.45	84.55	0.05	-0.05
BCS364	80.60	80.48	80.59	0.12	0.01
NBS73e	69.61	69.44	69.61	0.17	0
NBS872	87.36	86.38	87.36	-0.02	0
NBS184	88.96	88.88	88.95	0.08	0.01
BAM227	85.57	85.42	85.54	0.15	0.03
1	80.39	80.12	80.38	0.27	0.01
2	80.43	80.12	80.37	0.31	0.06
3	80.44	80.10	80.35	0.34	0.09
4	88.34	88.05	88.27	0.29	0.07
5	86.49	86.36	86.50	0.13	-0.01
6	87.15	86.90	87.09	0.25	0.16
7	87.18	87.06	87.18	0.12	0
8	85.72	85.50	85.73	0.22	-0.01
9	84.30	84.01	84.24	0.29	0.06
10	85.04	84.81	85.04	0.23	0
$ \bar{d} $				0.25	0.05

表5 銅の片寄り一次補正式(10例)

回	補正一次式	P_{Cu}	$\hat{P}_{Cu}$	$W_{Cu} - \hat{P}_{Cu}$
1	$\hat{P}_{Cu} = 0.99944 P_{Cu} + 0.14925$	80.00	80.10	-0.10
2	$\hat{P}_{Cu} = 1.00235 P_{Cu} - 0.08209$	80.00	80.11	-0.11
3	$\hat{P}_{Cu} = 0.99484 P_{Cu} + 0.67273$	80.00	80.26	-0.26
4	$\hat{P}_{Cu} = 1.00014 P_{Cu} + 0.70848$	80.00	80.72	-0.72
5	$\hat{P}_{Cu} = 1.01888 P_{Cu} - 1.66457$	80.00	79.85	0.15
6	$\hat{P}_{Cu} = 1.00365 P_{Cu} - 0.10347$	80.00	80.19	-0.19
7	$\hat{P}_{Cu} = 0.99482 P_{Cu} + 0.54636$	80.00	80.13	-0.13
8	$\hat{P}_{Cu} = 1.00744 P_{Cu} - 1.0956$	80.00	79.50	0.50
9	$\hat{P}_{Cu} = 0.98855 P_{Cu} + 0.96465$	80.00	80.05	-0.05
10	$\hat{P}_{Cu} = 0.99497 P_{Cu} + 0.42998$	80.00	80.03	-0.03
$ \bar{d} $				0.22

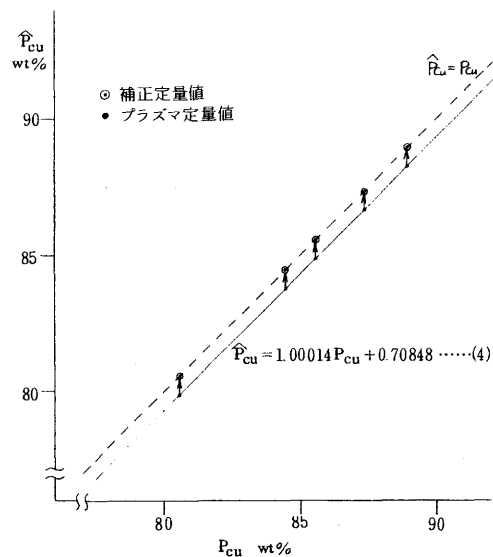


図16 銅の片寄り一次補正

このことから、高含有量主成分である銅の分析について、依頼分析に活用するには一次補正の計算操作をしなければならないことが分かった。

次に、化学分析法とプラズマ分析法の6個の標準試料と10個の実験試料を使った分析結果を表6、7に示す。ただし、銅のプラズマ分析値は一次補正定値である。

この結果、いずれの元素も正確度の高い分析結果が出ており、迅速な同時定量が可能である。

次に、化学分析法とプラズマ分析法の繰り返し精度の比較を表8に示す。

銅の化学分析法は電気分解による重量法で行っており、この方法

表6 標準試料の分析結果

試料名	Cu			Sn			Zn			Pb			Ni			Fe		
	標準値	プラズマ分析値	d	標準値	プラズマ分析値	d	標準値	プラズマ分析値	d	標準値	プラズマ分析値	d	標準値	プラズマ分析値	d	標準値	プラズマ分析値	d
BCS183/3	84.50	84.55	-0.05	6.69	6.69	0	3.25	3.25	0	3.40	3.41	-0.01	1.520	1.524	-0.004	0.028	0.027	0.001
BCS364	80.60	80.59	0.01	9.35	9.34	0.01	0.13	0.14	-0.01	9.25	9.24	0.01	0.280	0.279	0.001	-	0.002	-
NBS37e	69.61	69.61	0	1.00	1.01	-0.01	27.85	27.87	-0.02	1.00	1.01	-0.01	0.530	0.530	0	0.004	0.004	0
NBS872	87.36	87.36	0	4.16	4.12	0.04	4.00	4.02	-0.02	4.13	4.13	0	-	0.021	-	0.003	0.006	-0.003
NBS184	88.96	88.95	0.01	6.38	6.38	0	2.69	2.69	0	1.44	1.44	0	0.500	0.502	-0.002	0.005	0.006	-0.001
BAM227	85.57	85.54	0.03	6.01	6.02	-0.01	3.46	3.46	0	4.12	4.15	-0.03	0.284	0.287	-0.003	0.129	0.129	0
$\bar{d}$	0.02			0.01			0.01			0.01			0.002			0.001		

ただし、プラズマ分析値は5回の繰り返しである。

は分析精度が非常に良く、 $\bar{R}$ は0.07 wt %であるが、プラズマ分析法でも $\bar{R}$ が0.09 wt %と繰り返し精度が良く、化学分析法と同程度の精度を有していることが分かる。

また、他の元素については、化学分析法に比べていずれもプラズマ分析法の方がかなり良い精度が得られ、 $\bar{R}$ がわずか7.1倍、亜鉛4.5倍、鉛4.4倍、ニッケル6.0倍と良好な値であったが鉄については余り変らなかった。

表7 実験試料の分析結果

試料名	Cu			Sn			Zn			Pb			Ni			Fe		
	化学分析値	プラズマ分析値	d	化学分析値	プラズマ分析値	d	化学分析値	プラズマ分析値	d	化学分析値	プラズマ分析値	d	化学分析値	プラズマ分析値	d	化学分析値	プラズマ分析値	d
1	80.39	80.38	0.01	2.88	2.88	0	9.14	9.11	0.03	7.13	7.17	-0.04	0.092	0.092	0	0.144	0.144	0
2	80.43	80.37	0.06	2.84	2.82	0.02	9.38	9.38	0	6.88	6.99	-0.11	0.094	0.093	0.001	0.154	0.152	0.002
3	80.44	86.35	0.09	2.82	2.81	0.01	9.11	9.12	-0.01	7.09	7.19	-0.10	0.092	0.092	0	0.143	0.140	0.003
4	88.34	88.27	0.07	7.22	7.26	-0.04	2.84	2.77	0.07	1.09	1.08	0.01	0.304	0.304	0	0.052	0.052	0
5	86.49	80.50	-0.01	9.37	9.49	-0.12	3.09	3.09	0	0.47	0.46	0.01	0.202	0.203	-0.001	0.057	0.056	0.001
6	87.15	87.09	0.16	9.13	9.22	-0.09	2.56	2.52	0.04	0.58	0.58	0	0.293	0.291	0.002	0.040	0.043	-0.003
7	87.18	87.18	0	9.12	9.22	-0.10	2.57	2.53	0.04	0.58	0.59	-0.01	0.293	0.293	0	0.042	0.045	-0.003
8	85.72	85.73	0.01	5.25	5.24	0.01	4.14	4.13	0.01	4.55	4.55	0	0.178	0.178	0	0.051	0.051	0
9	84.30	84.24	0.06	4.58	4.50	0.08	5.01	5.01	0	5.46	5.45	0.01	0.326	0.326	0	0.098	0.100	-0.002
10	85.04	85.04	0	4.30	4.33	-0.03	4.24	4.24	0	6.01	6.01	0	0.104	0.103	0.001	0.061	0.055	0.006
$\bar{d}$	0.05			0.05			0.02			0.03			0.0005			0.002		

ただし、化学分析は3回、プラズマ分析は5回の繰り返しである。

表8 繰り返し精度の比較

試料名	R											
	Cu		Sn		Zn		Pb		Ni		Fe	
	化学分析	プラズマ分析	化学分析	プラズマ分析	化学分析	プラズマ分析	化学分析	プラズマ分析	化学分析	プラズマ分析	化学分析	プラズマ分析
1	0.03	0.10	0.067	0.012	0.097	0.032	0.086	0.011	0.0015	0.0004	0.0040	0.0042
2	0.02	0.11	0.076	0.008	0.081	0.031	0.020	0.010	0.0022	0.0004	0.0052	0.0047
3	0.09	0.12	0.014	0.005	0.050	0.012	0.066	0.016	0.0015	0.0004	0.0018	0.0045
4	0.03	0.06	0.091	0.008	0.042	0.014	0.020	0.013	0.0016	0.0008	0.0042	0.0025
5	0.07	0.08	0.109	0.017	0.027	0.012	0.001	0.014	0.0075	0.0004	0.0022	0.0018
6	0.15	0.07	0.105	0.013	0.026	0.010	0.004	0.010	0.0081	0.0019	0.0054	0.0039
7	0.17	0.10	0.107	0.010	0.093	0.003	0.009	0.008	0.0052	0.0005	0.0006	0.0031
8	0.07	0.10	0.050	0.008	0.082	0.005	0.104	0.016	0.0019	0.0008	0.0048	0.0035
9	0.05	0.04	0.033	0.009	0.047	0.012	0.088	0.010	0.0102	0.0007	0.0072	0.0035
10	0.03	0.08	0.062	0.007	0.088	0.005	0.077	0.005	0.0022	0.0004	0.0034	0.0040
$\bar{R}$	0.07	0.09	0.071	0.010	0.063	0.014	0.048	0.011	0.0042	0.0007	0.0039	0.0036

ただし、化学分析は3回、プラズマ分析は5回の繰り返しである。

次に、プラズマ分析法での単純、日間の繰り返し再現精度を調べるため、依頼分析での主な材種であるBC6相当の実験試料(8)の6成分について10回繰り返し分析した結果を表9に示す。

単純繰り返し精度は、各元素とも良好な結果が得られているが、日間繰り返し精度では、鉛、鉄を除き若干悪くなっており、銅についてはRが0.20wt%であった。これは冬場(低温時期)での実験であったため、標準試料と実験用試料の試料溶液の温度差(分析室の室温 $20 \pm 5^\circ\text{C}$)による容積変動に伴って起る微小の濃度変化が小数点以下の数値に影響してくるのではないかと考えられる。また、同一標準試料溶液を何度も使用しているため、メスフラスコの口部または内壁に溶液が乾燥して付着している結晶物が試料採取時に再溶解して濃度変化を起させていることが考えられ、良い分析精度を保つには細心の注意が必要と考えられる。

表9 高周波プラズマ分析の繰り返し再現精度(実験試料8)

繰り返し回数	Cu(85.72%)		Sn(5.25%)		Zn(4.14%)		Pb(4.55%)		Ni(0.178%)		Fe(0.051%)	
	単純	日間	単純	日間	単純	日間	単純	日間	単純	日間	単純	日間
1	85.77	85.78	5.255	5.252	4.154	4.145	4.523	4.512	0.1764	0.1777	0.0528	0.0507
2	85.76	85.75	5.252	5.247	4.152	4.145	4.525	4.514	0.1765	0.1776	0.0520	0.0516
3	85.79	85.75	5.246	5.251	4.149	4.151	4.523	4.515	0.1764	0.1781	0.0510	0.0520
4	85.83	85.79	5.243	5.243	4.152	4.147	4.518	4.522	0.1762	0.1777	0.0521	0.0533
5	85.76	85.87	5.244	5.240	4.150	4.144	4.518	4.512	0.1762	0.1778	0.0540	0.0510
6	85.80	85.93	5.244	5.241	4.151	4.145	4.524	4.506	0.1766	0.1781	0.0548	0.0507
7	85.79	85.73	5.248	5.254	4.151	4.155	4.523	4.510	0.1764	0.1785	0.0515	0.0524
8	85.82	85.88	5.249	5.261	4.159	4.161	4.527	4.510	0.1760	0.1788	0.0524	0.0523
9	85.83	85.83	5.248	5.255	4.157	4.160	4.543	4.508	0.1763	0.1790	0.0539	0.0525
10	85.70	85.79	5.246	5.260	4.155	4.160	4.526	4.498	0.1765	0.1789	0.0532	0.0501
平均値	85.79	85.81	5.247	5.250	4.153	4.151	4.523	4.511	0.1763	0.1782	0.0528	0.0517
R	0.13	0.20	0.012	0.021	0.010	0.017	0.025	0.024	0.0006	0.0014	0.0038	0.0032
σ	0.0401	0.0655	0.0038	0.0075	0.0032	0.0071	0.0073	0.0063	0.0002	0.0005	0.0012	0.0010
CV	0.0468	0.0763	0.0727	0.1428	0.0770	0.1705	0.1615	0.1388	0.1053	0.3068	2.279	1.942

$$R = X_{\max} - X_{\min}$$

$$\sigma = \sqrt{\sum (X_i - \bar{X})^2 / (n-1)}$$

$$CV = \sigma / \bar{X} \times 100$$

すず、亜鉛、鉛、ニッケル、鉄の各元素については、依頼分析にJIS規格等に従って要求される分析値の桁数には全く影響しない精度を示した。

変動係数については、単純繰り返しの場合、銅、すず、亜鉛は0.1%以下と非常に良く、鉛、ニッケルについても0.2%以下であり良い結果となっている。しかし、鉄については2.279%であり、これは含有量が非常に少ないことによるものである。

次に、標準試料および実験試料の18試料について、5回繰り返し分析した時の含有量に対する変動係数の傾向を示すと図17のようになる。この近似式は各試料の含有量と分析時の変動係数で

最小二乗近似を行って求めたものである。図中()内はその時の相関係数(C)を示す。

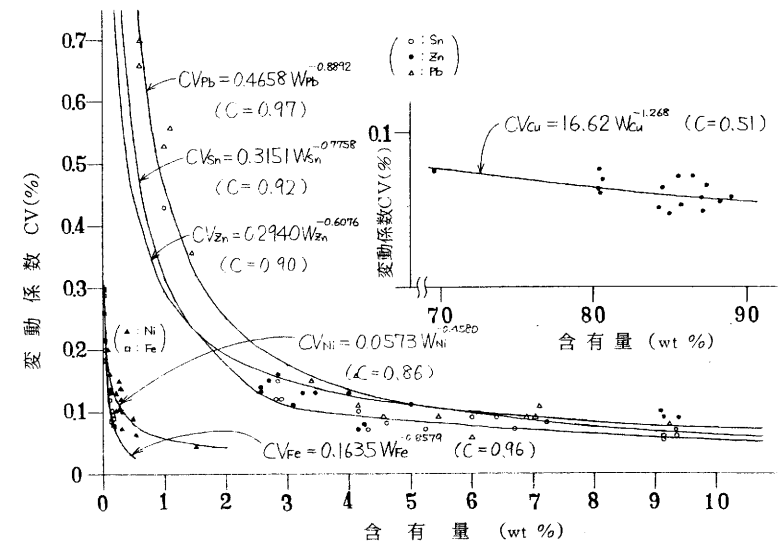


図17 元素含有量と変動係数の関係

銅については、含有量70~90wt%の範囲で大きな変動は見られず、変動係数CVは0.04~0.08%である(相関係数0.51%)。

すず、亜鉛、鉛については、相関係数が高く近似でき(相関係数0.90~0.97%)同じような傾向を示している。3元素とも含有量が4wt%から少なくなるにつれ、変動係数は大きく上昇し始め、含有量1wt%以下では鉛で0.5%以上、すず、亜鉛については0.3%以上となる。また、含有量が約5wt%以上では変動係数が1%以下では一定の値となる。

ニッケル、鉄については含有量が少なく、ニッケルで含有量約0.3wt%以上、鉄で含有量約0.15wt%以上で変動係数が0.1%以下となる。

4. 分析時間

プラズマ分析法の分析手順は、

試料採取(切粉) → 秤量 → 溶解 → 内標準元素添加 → 定容 → 溶液一部採取 → 標準溶液による標準化(α, β 補正) → プラズマ分析 → データ処理 → プリントアウト

となるが、分析に先立って予め標準溶液を調製し、これにより強度分析を行った上で検量線を作成し、コンピュータに記憶させておかねばならない。また、プラズマ点火後のエージング(40分以上)や、依頼試料情報等の入力が必要となる。後者の時間を除外すれば、約2時間で1試料(多元素同時分析のため分析元素数は関係しない)の分析が可能である。ただし、溶液試料のプラズマ分析のみに要する時間は約3分である。

5. ま と め

これまでの実験結果と分析の際の注意事項を要約すると次のようになる。

- (1) 銅合金の分析では、その材料の種類（青銅、黄銅等）を問わず同一検量線を使用しての分析が可能で、正確度が高い。
- (2) 分析の繰り返し精度は、各元素とも従来分析法による分析値より良好であり、通常分析値の範囲での変動係数は概ね0.1%前後と安定している。
- (3) 銅の分析では、分析値にある程度のマイナスの片寄りを示すため、概知標準試料による一次補正が必要であり、そのままのデータを依頼分析に活用できない。また、高含有量成分であるため、試料の取扱操作に伴う誤差が敏感に分析値に反映するため、細心の注意が必要である。
- (4) すず、亜鉛、鉛の分析については、従来分析法に比べて良好な精度で同時定量が可能で大幅な迅速化が図れる。
- (5) 分析時の強度が酸の濃度には影響されないが、酸の種類によって強度に多少差が出てくるため試料の前処理である溶解時に使用する酸を統一しておかなければならない。
- (6) この研究では、市販の標準試料を検量線用の試料としたが、今回分析しなかった標準試料中に含まれていないアルミニウム、マンガン、ケイ素、リン等の分析には、それぞれの元素の混合試料を調製して分析を行う必要がある。しかし、混合する元素数が多い場合、元素の調製方法等によって沈殿等を生ずる恐れがあるため注意を要すると考えられる。
- (7) 銅合金中のベリリウム、コバルト、ひ素、アンチモン、ビスマス、カドミウム等の微量成分を分析する場合には、目的元素ごとにガス流量や光軸高さを決定して最高の分析条件を整え検出感度の上昇を図れば、より一層正確で高精度の分析が期待できると考えられる。
- (8) 今回できなかったアルミニウム、亜鉛、鉛合金等の他の非鉄金属材料および微量成分元素の分析については今後の研究課題である。

(参 考 文 献)

1. 不破敬一郎、原口紘三：ICP発光分析、化学の領域増刊 1980（南江堂）
2. JIS H 1012 銅製品および銅合金分析方法の通則
3. JIS H 1251-1977 青銅分析方法
4. JIS H 1291-1977 銅及び銅合金の原子吸光分析方法
5. JIS H 5101-1979 黄銅鋳物
6. JIS H 5111-1979 青銅鋳物
7. 島津製作所「DATA FILE」銅合金の分析
8. 島津製作所 島津アプリケーションニュース 4. 誘導結合高周波プラズマ
9. 島津製作所 島津アプリケーションニュース 8. ICPQによる非鉄金属、鋳鉄の分析
10. 河口広司：島津科学器械ニュース Vol. 1.2/No. 2（1979）誘導結合プラズマ（ICP）発光分析特集号
11. 不破敬一郎：島津科学器械ニュース Vol. 23/No. 1（1982）誘導結合プラズマ（ICP）発光分析特集号
12. 村口明義：滋賀県立機械金属工業指導所研究報告（昭和53.55年度）

高周波誘導結合プラズマ発光分光分析法による鉄鋼分析の迅速化に関する研究

技師 松 本 正

1. は じ め に

高周波誘導結合プラズマ（以下ICPと略記する）発光分光分析法は高感度で化学的干渉がほとんどなく、ダイナミックレンジも広く、そのうえ同一条件下で多元素同時分析が可能であり、現時点においては最もすぐれた溶液分析法の一つである。近年特に注目を集め、環境科学、医学、薬学、農学、生物学、金属工業、石油化学工業など多方面にわたって利用化の研究が進められている。

ところで、当所においての鉄鋼分析は従来、炭素と硫黄は赤外線吸収式の同時定量分析装置により迅速に分析を行っていたが、けい素は重量法、マンガン・クロムは酸化還元滴定法もしくは原子吸光法、りんは吸光光度法というように一成分づつ別々に分析を行っており、手間と時間を要した。最近、依頼試験において特に鉄鋼分析の増加が目立つとともに、業界からの迅速化の要望が強く、対応が難しくなってきた。

今回、日本自転車振興会の補助を得てICP発光分光分析装置を導入し、ICP発光分光分析法の最大の特長である多元素同時分析を生かし、鉄鋼分析の迅速化を図るべく研究したので報告する。

2. 実 験

2-1 装置

島津製作所製真空形高周波プラズマ分析装置ICPV-1000型（固体発光装置付）を使用して実験を行った。本装置は1.0mのパッシェンルンゲ型真空分光器にICP光源機構が装着されたものであり、分光器とプラズマトーチの間の光路はアルゴンガスで置換される仕組みになっており真空紫外のスペクトル線も感度よく測定できる。また、測定データーを処理し、自動的に含有量に直したり、検量線を作成・記憶したりできるデーター処理装置QC-5型を備えている。他に0.5mのツェルニー・ターナ型分光器のモノクロメーター、オートサンプラー等を付属している。

2-2 試薬

検量線作成用の標準溶液は、原子吸光分析用標準溶液（ $1000\mu\text{g}/\text{ml}$ ；半井化学薬品製）を使用した。ただし、りんについてはりん酸二水素ナトリウムより $1000\mu\text{g}/\text{ml}$ 溶液を調製した。試料の分解に用いた酸、その他試薬はすべて特級のものを使用した。

2-3 実験用試料

当所へ依頼される鉄鋼分析試験の試料は90%以上がねずみ鋳鉄および球状黒鉛鋳鉄であり、これら鋳鉄を中心にして研究を進めた。鋳鉄には適当な標準試料の市販品がないため、依頼試験に持ち込まれた試料から適当なものを選び、実験用試料とした。実験用鋳鉄試料は表-1に示すJISの分析方法（以下「JIS法」という）に準じて3回分析を行い、その平均値を試料の標準値とした。ステンレス鋼の分析についても検討を行ったが、試料は日本鉄鋼協会（JSS）の標準試料を使用した。

表-1 実験用鑄鉄試料の標準値決定分析方法

元 素	分 析 方 法
C	燃 焼—赤外線吸収法 (JISG1211-1981)
Si	二酸化けい素重量法 (JISG1212-1981)
Mn	原 子 吸 光 法 (JISG1257-1975)
P	モリブデン青吸光度法 (JISG1214-1981)
S	燃 焼—赤外線吸収法 (JISG1215-1981)
Cr	原 子 吸 光 法 (JISG1257-1975)
Mg	原 子 吸 光 法 (JISG1257-1975)

2-4 分析条件の検討

①高周波出力、②測光位置(コイル上光軸高さ)、③キャリアーガス流量とスペクトル線強度、バックグラウンド、バックグラウンド等価濃度(BEC)との関係を調べ最適の分析条件の検討を行った。また、④各種酸濃度がスペクトル線発光強度におよぼす影響を調べ分析試料調製方法の検討を行った。

2-5 ICP発光分光分析法による実試料の分析

鑄鉄およびステンレス鋼試料を、イットリウムを内標準元素としてICP発光分光分析法で分析を行い、①ICP発光分光分析法とJIS法との分析値の比較、②精度の比較、③ICP法の正確度、④ICP法のくり返し再現精度、⑤迅速性等の検討を行った。なお鑄鉄はマンガン、りん、クロム、マグネシウムの4元素を、ステンレス鋼はけい素、マンガン、りん、クロム、ニッケル、銅、モリブデンの7元素をそれぞれ同時に分析した。

3. 結果および考察

3-1 実験用鑄鉄試料の標準値の決定

JIS法により求めた鑄鉄試料の標準値を表-2に示す。

No	試料名	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mg
1	C1	3.16	1.68	0.38 ₈	0.038 ₁	0.105	0.04 ₂	—
2	C2	3.31	1.52	0.40 ₈	0.080 ₁	0.130	0.29 ₃	—
3	C3	3.14	1.75	0.89 ₁	0.028 ₃	0.023	0.02 ₈	—
4	C4	3.22	1.81	0.51 ₉	0.058 ₂	0.071	0.04 ₆	—
5	C5	3.44	1.85	0.57 ₃	0.077 ₁	0.100	0.03 ₃	—
6	C6	3.51	1.49	0.40 ₆	0.070 ₄	0.077	0.29 ₃	—
7	C7	3.37	1.74	0.53 ₇	0.069 ₃	0.071	0.02 ₉	—
8	C8	3.25	1.36	0.38 ₉	0.039 ₄	0.083	0.03 ₇	—
9	C9	3.06	1.70	0.72 ₄	0.045 ₂	0.128	0.02 ₈	—
10	C10	3.09	1.94	0.64 ₄	0.028 ₃	0.023	0.03 ₄	—
11	D1	3.40	2.80	0.22 ₈	0.012 ₈	0.010	0.03 ₇	0.035
12	D2	3.48	2.42	0.39 ₂	0.020 ₆	0.015	0.03 ₁	0.046
13	D3	3.50	2.58	0.26 ₁	0.020 ₉	0.014	0.04 ₁	0.038
14	D4	3.41	2.65	0.20 ₇	0.012 ₃	0.011	0.03 ₃	0.032
15	D5	3.46	2.58	0.30 ₈	0.023 ₈	0.012	0.03 ₆	0.048

試料名のCはねずみ鑄鉄、Dは球状黒鉛鑄鉄である。

3-2 分析条件の検討

ICP光源は高周波電場アルゴンガスを通じると、高周波がガス中に誘導されてガスが電離しプラズマが形成され、エアロゾルとして噴霧された原子が励起され、再びエネルギー準位の低い状態に戻る時に発光する仕組みになっている。したがって、プラズマの安定性に影響を与える因子や測光位置の違い等により発光強度が変化するとと思われる。プラズマ炎中での各元素の挙動はそれぞれ違うので、全元素に対して条件の検討を行うべきであるが、ここでは鉄鋼分析における主要な元素であり、中性線・イオン線・難解離性線の3系統のほぼ中間に位置するニッケルおよびマンガンを用いて条件の検討を行った。

3-2-1 高周波出力

図-1は高周波出力(電)力とスペクトル線強度、バックグラウンド、BECとの関係を示したものである。この高周波出力はプラズマ炎の安定性に特に重大な影響を与えると考えられる。本装置は高周波出力を0.8kWから2.0kWまで0.2kWごとに变化できるようにしており、図-1より出力が大きくなればスペクトル線強度は高くなるが、バックグラウンドはその割合以上に高くなり、S/Nが悪くなる。また、高周波出力が弱すぎると、プラズマ炎の安定性が悪くと思われる。そのため、スペクトル線強度が比較的強く、S/Nが良い1.2kWに決定した。

3-2-2 ガス流量

プラズマ炎はアルゴンガスによって形成されているので、その流量はプラズマ炎の安定性、発光強度に影響を与える重要な因子であると考えられる。

アルゴンガスは普通冷却ガス、プラズマガス、キャリアーガスの3系統(流路)に分けて用いられる。ただし、本装置は光源から分光器までの光路をアルゴンガスで置換しているため、もう1系統バージガス流路を備えている。3系統のガスのうち、冷却ガスとプラズマガスの流量はスペクトル線強度にあまり大きな影響を与えないが、キャリアーガス流量はスペクトル線強度を強く支配するという報告があり、冷却ガス、プラズマガスの流量は装置メーカーの指示に従い、それぞれ15ℓ/min、1.2ℓ/minに設定し、キャリアーガス流量の検討を行った。バージガスについては発光と直接関係がないと思われるので指示どおり3.5ℓ/minとした。

キャリアーガス流量とスペクトル線強度、バックグラウンド、BECとの関係を調べたところ図-2のようになった。スペクトル線強度は1.1ℓ/minをピークにガス流量が増減しても低くなっている。これは、キャリアーガス流量が増加すると、試料の吸上げ量が増加し、結局励起される原子数が増加し、発光強度が強くなるが、キャリアーガス流量が増加しすぎると、過剰のエア

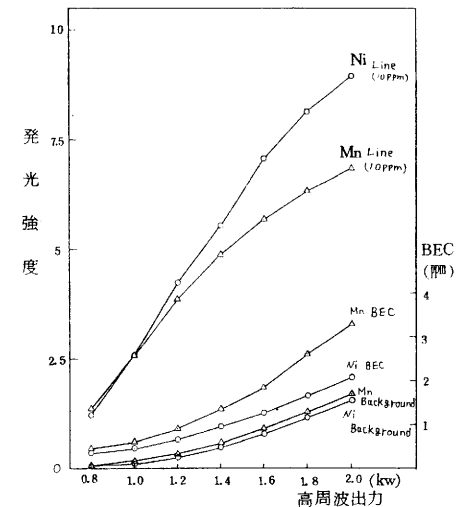


図-1 高周波出力とスペクトル線強度、バックグラウンド、BECとの関係

ロゾルによりプラズマ炎の温度が低下し、励起能力の低下から発光強度が減少するためであると考えられる。スペクトル線強度が強く、かつBECが低い(S/Nが高い)点が最適であると考えられるので、キャリアガス流量は $1.1\ell/\text{min}$ に設定することにした。

3-2-3 測光位置

プラズマ炎は高さ方向に対して均一な温度分布をしていないので、測光位置により測定されるスペクトル線強度は変化する。最適測光位置を決定するため、高周波コイルのセンター上端から光軸(測光位置)までの距離とスペクトル線強度、バックグラウンド、BECとの関係を求めたところ図-3のようになった。コイル上14~16mmの間ではスペクトル線強度は強く、バックグラウンド、BECは低く最適測光位置であると考えられるので、測光位置はコイルセンター上端から15mmの位置に決定した。

前述したように、プラズマ炎中での各元素の挙動はそれぞれ違うので、全元素について条件の検討を行うべきであるが、ここではニッケルおよびマンガン代表元素にし、分析条件の検討を行った。ニッケル、マンガン(イオン線系)とは性質の違うけい素、りん、銅(中性線系)などは少し違った挙動を示すものと考えられる。しかしながら、このようにして決定した最適分析条件は、高周波出力、ガス流量、測光位置とも他の文献で報告されている値とほぼ一致した。

3-2-4 酸の種類と酸濃度

酸の種類、濃度の違いにより、試料溶液の粘度等の物理的な因子や化学的な因子が変化し、発光強度に影響を与えると思われるので、鉄鋼試料を分解するのに一般的に使用する酸について、その濃度と発光強度との関係を調べた。一番粘度が高い硫酸について定時間積分法で強度分析を行ったところ、図-4のよ

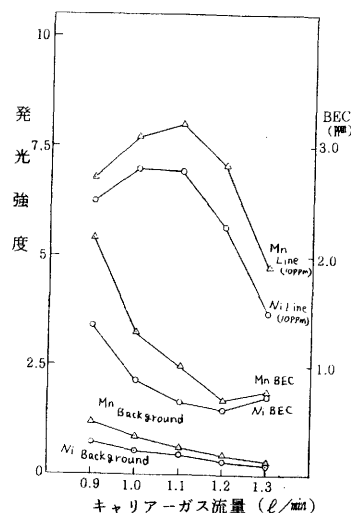


図-2 キャリアガス流量とスペクトル線強度、バックグラウンド、BECとの関係

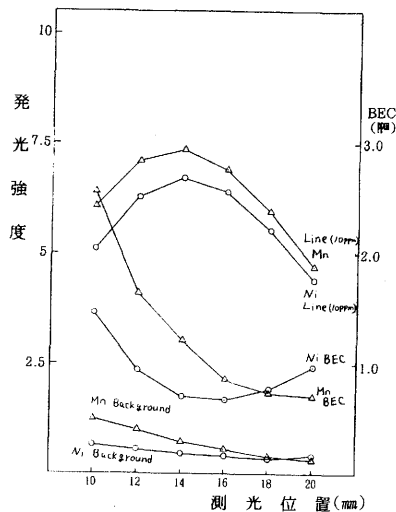


図-3 測光位置とスペクトル線強度、バックグラウンド、BECとの関係

うに濃度の増加とともに発光強度の低下が認められた。また、塩酸、硝酸、過塩素酸についても硫酸ほど著しくはないが同様の傾向が認められた。この現象は濃度の増加にともない、試料溶液の粘度が増大し、試料の吸い上げ量が低下するのが原因であろうと思われる。そこで、今度はイットリウムを用いた内標準法で同様な実験を行ったところ、図-5のように濃度の増加によっても発光強度は影響を受けなかった。これは、試料吸い上げ量が低下し、絶対的な発光強度は低下するが、内標準元素も同様な挙動を示すため、補正された発光強度値は変化しないためであると思われる。塩酸、硝酸、過塩素酸についても内標準法にて同様な実験を行ったところ、図-6から図-8のように酸の種類・濃度によって発光強度は影響を受けないことが認められた。したがって、内標準法で分析を行う場合は、標準溶液と試料の酸濃度・種類をあまり厳密に合せなくともよいことがわかる。

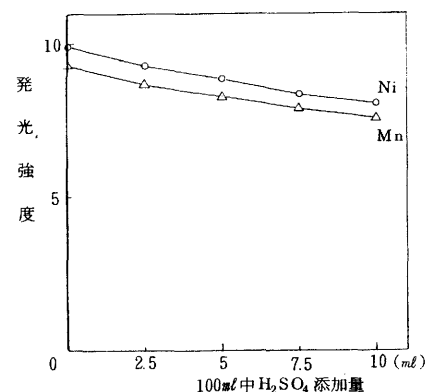


図-4 硫酸濃度とスペクトル線強度との関係(定時間積分法)

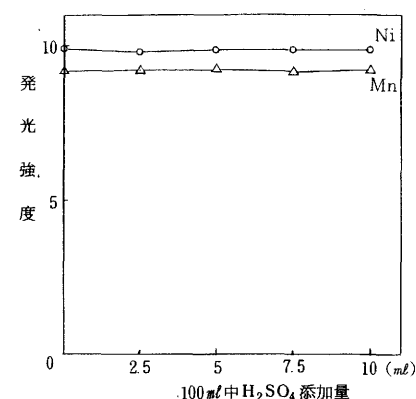


図-5 硫酸濃度とスペクトル線強度との関係(内標準法)

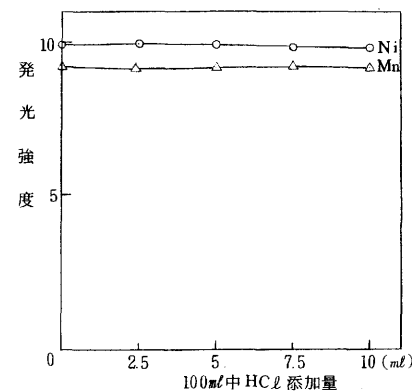


図-6 塩酸濃度とスペクトル線強度との関係(内標準法)

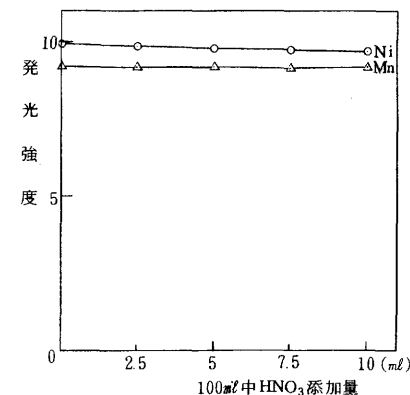


図-7 硝酸濃度とスペクトル線強度との関係(内標準法)

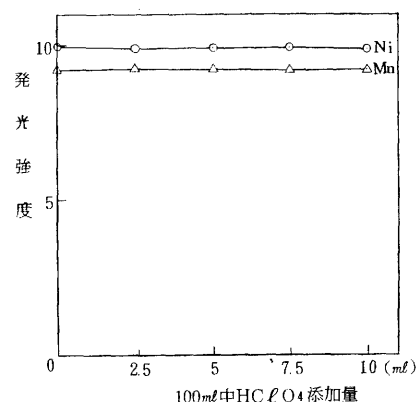


図-8 過塩素酸濃度とスペクトル線強度との関係(内標準法)

3-3 ICP発光分光分析法による実試料の分析

3-3-1 試料の調製

① 鋳鉄

試料1gを正確に計り取り、硝酸(1+1)20mlを加え加熱分解し、過塩素酸20mlを加え白煙処理をする。温水および温塩酸(2+100)を用いてろ過をし、残渣は温塩酸でよく洗浄する。

ろ液・洗液を合わせ、内標準元素としてイットリウムを100ppmになるように添加し、水で正確に200mlにうすめる。この残渣はJIS法にてけい素の定量分析を行うのに使用することができる。

② ステンレス鋼

試料0.2gを正確に計り取り、塩酸(1+1)20ml、硝酸(1+1)20mlにて加熱分解し、イットリウムを100ppmになるように添加し、水で正確にうすめる。

3-3-2 検量線の作成

原子吸光用の標準溶液を用いて、実際試料になるべく近くなるように合成標準溶液を調製し、多元素同時で発光強度分析を行った。発光強度は5回測定し、平均値で検量線を作成した。ステンレス鋼については合成標準溶液のほかはJISの標準試料を加えて検量線を作成した。図-9から図-19に各元素の検量線を、表-3には検量線式およびその正確度を示す。

表-3 検量線式とその正確度

鋼種	元素	含有量範囲(%)	検量線式	$\langle R \rangle$	STD	BEC
鋳鉄	Mn	0 ~ 1.0	$Q = 0.12423 I - 0.02703$	0.00285	0.00376	0.0270
	P	0 ~ 0.2	$Q = 0.02189 I - 0.03394$	0.00074	0.00094	0.0339
	Cr	0 ~ 1.0	$Q = 0.08932 I - 0.01597$	0.00079	0.00096	0.0160
	Mg	0 ~ 0.1	$Q = 0.01032 I - 0.00148$	0.00014	0.00018	0.0015
ステンレス鋼	Si	0 ~ 1.0	$Q = 0.11570 I - 0.38144$	0.00353	0.00400	0.3814
	Mn	0 ~ 2.0	$Q = 0.19141 I - 0.06622$	0.01254	0.01481	0.0662
	P	0 ~ 0.1	$Q = 0.02049 I - 0.06826$	0.00054	0.00074	0.0683
	Cr	0 ~ 25	$Q = 2.96991 I - 0.89946$	0.07024	0.08487	0.8995
	Ni	0 ~ 20	$Q = 2.07513 I - 0.21965$	0.07904	0.10356	0.2196
	Cu	0 ~ 1.0	$Q = 0.12518 I - 0.06537$	0.00385	0.00477	0.0654
	Mo	0 ~ 4.0	$Q = 0.50343 I - 0.03998$	0.00759	0.00908	0.0400

(注)

Q : 含有量(%) I : 発光強度値

$$\langle R \rangle = \frac{\sum |Q_{oi} - Q_i|}{n}$$

$$STD = \sqrt{\frac{\sum (Q_{oi} - Q_i)^2}{n-1}}$$

Q_{oi} : 各サンプルの標準含有量

Q_i : 各式の定数が計算された後(検量線が作成された後)その定数を使って計算した各サンプルの含有量

BEC : 各検量線における BEC 値

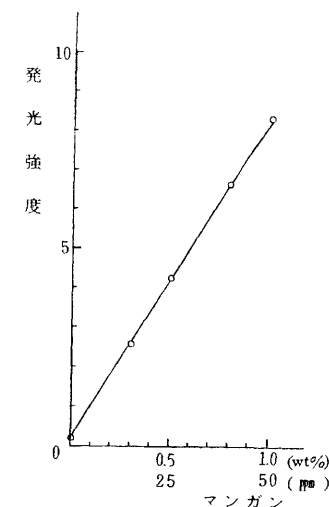


図-9 マンガンの検量線(鋳鉄)

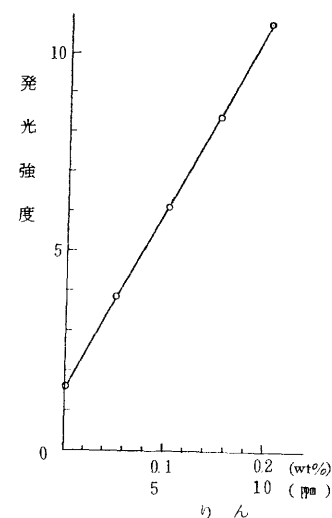


図-10 りんの検量線(鋳鉄)

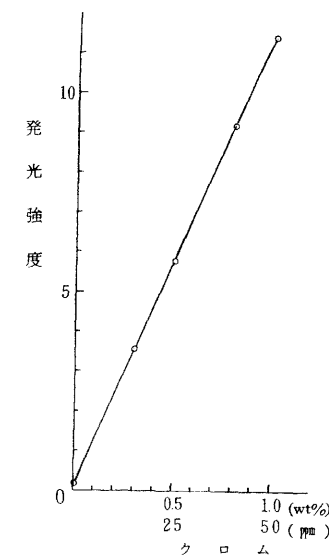


図-11 クロムの検量線(鋳鉄)

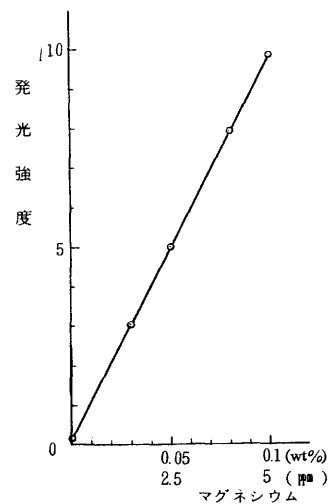


図-12 マグネシウムの検量線
(鑄鉄)

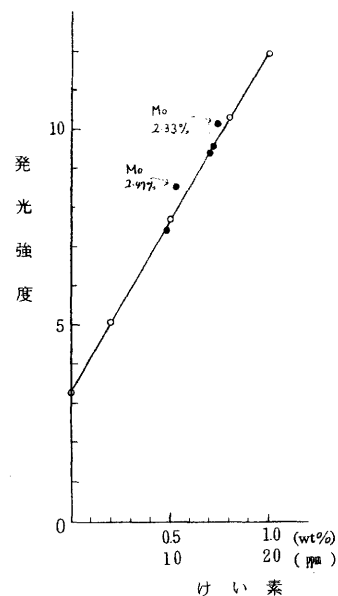


図-13 けい素の検量線
(ステンレス鋼)

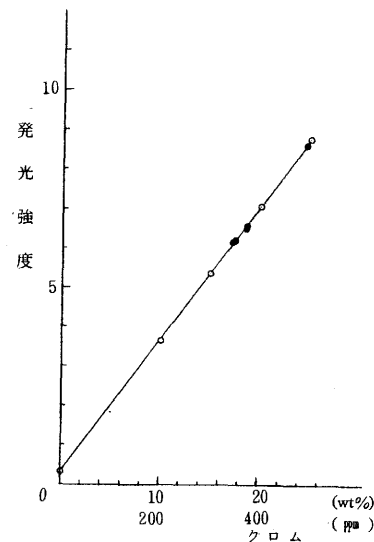


図-16 クロムの検量線
(ステンレス鋼)

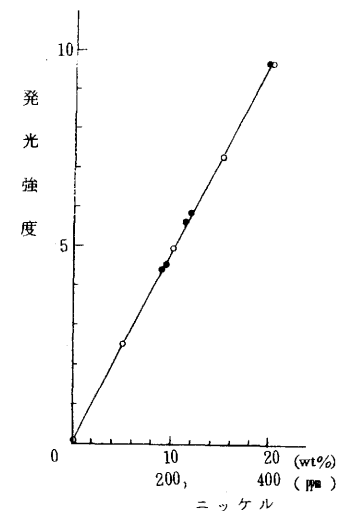


図-17 ニッケルの検量線
(ステンレス鋼)

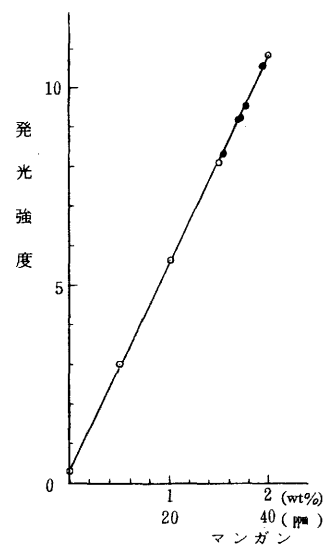


図-14 マンガンの検量線
(ステンレス鋼)

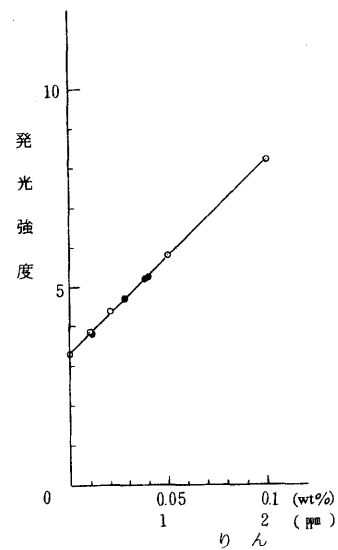


図-15 りんの検量線
(ステンレス鋼)

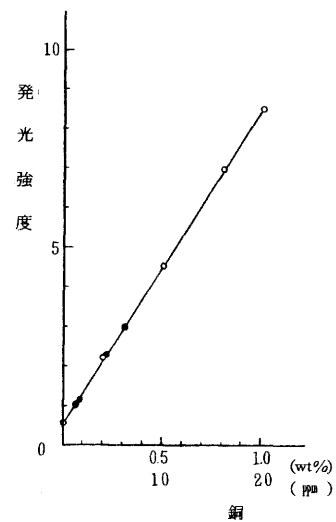


図-18 銅 の 検 量 線
(ステンレス鋼)

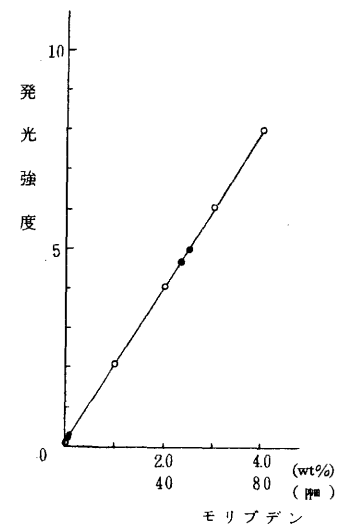


図-19 モリブデンの検量線
(ステンレス鋼)

ICP発光分光分析法は、検量線が広濃度範囲にわたって直線性を示す（すなわちダイナミックレンジが広い）と言われているとおり、得られた検量線はどれも良好な直線性を示すことが認められた。ステンレス鋼のうち、モリブデンを2～3%含有する試料については、けい素が検量線にのらなかった。これは、モリブデンのスペクトル線がけい素の分析線と重なり、けい素のスペクトル線強度に正の誤差が生じるためと考えられる。

3-3-3 分析結果およびICP発光分光分析法の正確度

铸铁およびステンレス鋼試料を表-4

表-4 分析条件

の分析条件で内標準法を用いて分析した。その結果を標準値（JIS法分析値）と比較して、表-5および表-6に、また本分析の正確度を表-7に示す。

周波数	27.120 MHz
高周波出力	1.20 kW
冷却ガス	15.0 l/min.
プラズマガス	1.2 l/min.
キャリアーガス	1.1 l/min.
パージガス	3.5 l/min.
測光位置	コイル上端より15 mm
ネブライザー	同軸形ネブライザー
積分時間	20 S
分析線 (nm)	
Si	212.4 ; Mn 293.3
P	178.3 ; Cr (铸铁) 267.7
Cr (ステンレス鋼)	298.9 ; Ni 225.4
Cu	327.4 ; Mo 202.0

表-5 铸铁の分析結果

試料名	Mn			P			Cr			Mg		
	原子吸光法	ICP同時	d	原子吸光法	ICP同時	d	原子吸光法	ICP同時	d	原子吸光法	ICP同時	d
C1	0.388	0.391	-0.003	0.0381	0.0393	-0.0012	0.042	0.043	-0.001	-	-	-
C2	0.408	0.408	0	0.0801	0.0818	-0.0017	0.293	0.288	0.005	-	-	-
C3	0.891	0.892	-0.001	0.0283	0.0293	-0.0010	0.028	0.032	-0.004	-	-	-
C4	0.519	0.519	0	0.0582	0.0581	0.0001	0.046	0.046	0	-	-	-
C5	0.573	0.577	-0.004	0.0771	0.0787	-0.0016	0.033	0.034	-0.001	-	-	-
C6	0.400	0.401	-0.001	0.0704	0.0713	-0.0009	0.299	0.297	0.002	-	-	-
C7	0.537	0.542	-0.005	0.0695	0.0681	0.0014	0.029	0.026	0.003	-	-	-
C8	0.389	0.388	0.001	0.0394	0.0397	-0.0003	0.037	0.040	-0.003	-	-	-
C9	0.724	0.737	-0.013	0.0452	0.0445	0.0007	0.028	0.028	0	-	-	-
C10	0.644	0.655	-0.011	0.0283	0.0275	0.0008	0.034	0.034	0	-	-	-
D1	0.228	0.233	-0.005	0.0128	0.0133	-0.0005	0.037	0.039	-0.002	0.035	0.035	0
D2	0.392	0.398	-0.006	0.0206	0.0208	-0.0002	0.031	0.031	0	0.046	0.045	0.001
D3	0.261	0.265	-0.004	0.0209	0.0200	0.0009	0.041	0.040	0.001	0.038	0.040	-0.002
D4	0.207	0.210	-0.003	0.0123	0.0120	0.0003	0.033	0.034	-0.001	0.032	0.036	-0.004
D5	0.307	0.303	0.001	0.0238	0.0238	0	0.036	0.036	0	0.048	0.052	-0.004

ICP法は5回、JIS法は3回分析の平均値である。d = JIS分析値 - ICP分析値

表-6 ステンレス鋼の分析結果

試料名		Si	Mn	P	Cr	Ni	Cu	Mo
JSS 651-3	標準値	0.47	1.77	0.040	18.60	8.88	0.084	0.073
	ICP同時分析値	0.46	1.75	0.040	18.61	8.88	0.085	0.073
	d	0.01	0.02	0	-0.01	0	-0.001	0
JSS 651-6	標準値	0.72	1.72	0.028	18.60	9.18	0.082	0.084
	ICP同時分析値	0.71	1.71	0.026	18.58	9.21	0.080	0.087
	d	0.01	0.01	0.002	0.02	-0.03	0.002	-0.003
JSS 652-3	標準値	0.53	1.94	0.038	17.39	11.78	0.21	2.47
	ICP同時分析値	0.61	1.96	0.037	17.37	11.76	0.22	2.48
	d	-0.08	-0.02	0.001	0.02	0.02	-0.01	-0.01
JSS 652-6	標準値	0.74	1.68	0.028	17.28	11.33	0.31	2.33
	ICP同時分析値	0.80	1.68	0.028	17.28	11.36	0.30	2.32
	d	-0.06	0	0	-0.01	-0.03	0.01	-0.01
JSS 654-4	標準値	0.70	1.54	0.021	24.71	19.80	0.065	0.071
	ICP同時分析値	0.70	1.53	0.021	24.73	19.81	0.064	0.072
	d	0	0.01	0	-0.02	-0.01	0.001	-0.001

d = 標準値 - ICP分析値

ICP分析値は5回分析の平均値である。

表-7 ICP発光分光分析法の正確度

モリブデンを2～3%含有するステンレス鋼試料については、けい素の分析値が高位に出たが、これは前述したようにモリブデンのスペクトル線とけい素の分析スペクトル線が重なるためであると思われる、補正をする必要がある。この補正方法については今後研究を進める予定である。

その他の元素についてはどれも正確に分析ができ、すべてJISの化学分析許容差（対

標準試料）の範囲内に入っており、依頼試験に十分使用することができる。

3-3-4 ICP発光分光分析法の精度

ICP発光分光分析法とJIS分析法との分析精度の比較を表-8に示す。これは铸铁試料の分析

鋼種	元素	d %	d %	d max %	試料数
铸铁	Mn	-0.0036	0.0039	0.013	15
	P	-0.00021	0.00077	0.0017	15
	Cr	-0.00007	0.0015	0.005	15
	Mg	-0.0018	0.0022	0.004	5
ステンレス鋼	Si	-0.024	0.032	0.08	5
	Mn	0.004	0.012	0.02	5
	P	0.0006	0.0006	0.002	5
	Cr	-0.002	0.016	0.02	5
	Ni	-0.01	0.018	0.03	5
	Cu	0.0004	0.0048	0.01	5
	Mo	-0.0048	0.0048	0.01	5

結果より求めたもので、1試料につきICP法は5回、JIS法は3回分析を行っている。 $\bar{R}$ はその時の範囲(R)の平均値であり、 σ はRより推定した値である。また表-9にステンレス鋼を分析した際の分析精度を示す。

表-8 ICP発光分光分析法とJIS分析法との精度比較(鑄鉄)

		Mn	P	Cr	Mg
$\bar{R}$	ICP分析法	0.0005	0.0010	0.0002	0.00005
	JIS分析法	0.0036	0.0015	0.0015	0.001
σ	ICP分析法	0.0002	0.0004	0.00009	0.00002
	JIS分析法	0.0021	0.0009	0.0009	0.0006

表-9 ICP発光分光分析法の分析精度(ステンレス鋼)

	Si	Mn	P	Cr	Ni	Cu	Mo
$\bar{R}$	0.0028	0.0018	0.0012	0.037	0.026	0.0008	0.0019
σ	0.0012	0.0008	0.0005	0.016	0.011	0.0003	0.0008

この結果から、鑄鉄の分析については、どの元素もICP発光分光分析法の方がJIS法より精度の高い分析ができることがわかる。また、ステンレス鋼についても、各元素とも良好な精度で分析できると言える。

3-3-5 ICP発光分光分析法のくり返し再現精度

単純、日間のくり返し再現精度を調べるため、鑄鉄試料についてそれぞれ10回くり返し測定した結果を表-10に示す。

表-10 ICP発光分光分析法のくり返し再現精度

くり返し回数	Mn (0.228)		P (0.0128)		Cr (0.037)		Mg (0.035)	
	単純	日間	単純	日間	単純	日間	単純	日間
1	0.234	0.233	0.0134	0.0133	0.039	0.039	0.035	0.035
2	0.234	0.232	0.0136	0.0125	0.039	0.039	0.035	0.036
3	0.234	0.234	0.0134	0.0127	0.039	0.039	0.035	0.036
4	0.234	0.234	0.0128	0.0131	0.039	0.039	0.035	0.035
5	0.234	0.234	0.0131	0.0133	0.039	0.039	0.035	0.035
6	0.234	0.233	0.0129	0.0132	0.039	0.039	0.035	0.035
7	0.234	0.233	0.0137	0.0129	0.039	0.039	0.035	0.035
8	0.234	0.234	0.0127	0.0126	0.039	0.039	0.035	0.035
9	0.234	0.234	0.0133	0.0133	0.039	0.039	0.035	0.035
10	0.234	0.234	0.0129	0.0131	0.039	0.039	0.035	0.035
平均	0.234	0.234	0.0132	0.0130	0.039	0.039	0.035	0.035
R	0	0.002	0.010	0.008	0	0	0	0.001
σ	0	0.0007	0.0003	0.0003	0	0	0	0.0004
CV	0	0.302	2.64	2.35	0	0	0	1.20

$$R = X_{\max} - X_{\min}, \quad \sigma = \sqrt{\sum (X_i - \bar{X})^2 / (n-1)} \quad CV = \sigma / \bar{X} \times 100$$

単純くり返し精度は短時間に分析をくり返しており、装置の安定性とみなすことができる。短時間における光学系などの機械的な要素の変動は考えにくく、これはおもにプラズマ炎の安定性すなわち高周波電源出力やガス制御系の安定性を反映しているものと考えられる。りん以外の元素は分析値の変動が全くなく、装置の安定性が極めて良いことがわかる。りんは感度が悪く、フォトマルチプライアーの印加電圧を高くしなければならなかったため、他の元素より変動しやすかったものと思われる。

一方、長時間の経過を考えると、分析室は空調設備を備えているものの、日によっての温度、湿度の変化は存在するので、光学系に微妙な変動が生じると考えられる。また、集光レンズの汚れやアルゴンガスの純度によっても測定される強度値は変動する。したがって、検量線は日によって変動するものと考えねばならない。検量線が変動すれば当然分析値が変わってしまうので、測定毎に検量線を作り直すか、補正を行わねばならないと思われる。そこで、測定前に検量線の2点補正を行って、5回分析を行いその平均をとる操作を10日間(連続ではない)くり返し調べたのが日間くり返し精度である。これは、種々の測定条件、環境条件の変化に対する装置システムの緩衝能力(結果としては得られる分析値の安定性)を表していると理解できる。

各元素とも日間くり返し精度は良好であり、試料溶液の劣化さえなければ、1回作成した検量線で長期間分析を行うことができる。

3-3-6 迅速性

鑄鉄は高含有量のけい素が溶解し難く、適当な溶解法を検討中であり、現在は従来どおりJISの二酸化けい素重量法にて分析を行っている。鑄鉄の場合、分析成分は通常炭素、けい素、マンガ、りん、硫黄の5成分であり、時々これにクロム、マグネシウムが追加される。通常の5成分の場合は炭素、けい素、硫黄は従来と同方法であり、マンガとりんをICP法にて同時分析するだけになり、りんのモリブデン青吸光度法の時間分だけ短縮できることになる。これにクロム、マグネシウムが加わると、この2成分はマンガ、りんと同時に分析できるため、これら2成分の分析時間が短縮できる。しかし、最も分析時間の要するけい素が従来と同方法であるので決定的な迅速化にはなっていない。今後、けい素の適当な溶解法を開発し、ICP法にて同時分析を行えるようにすれば決定的な迅速化につながる。この問題は今後の課題にしたい。

ステンレス鋼については炭素、硫黄以外の成分はICP法にて同時分析ができるため、従来法と比較して相当な迅速化に成功した。特にけい素(二酸化けい素重量法)、クロム(過硫酸アンモニウム酸化過マンガン酸カリウム滴定法)、ニッケル(ジメチルグリオキシム分離定量法)は操作が煩雑でそれぞれ半日ぐらいかけて分析を行っていた。ところがICP法では1回試料を溶解し、1回装置にかけるだけで同時分析ができるため、従来3日間ほど要していたものが1時間ぐらいで分析できるようになった。

4. ま と め

実験結果をまとめると以下のとおりになる。

- 1) 最適分析条件は、高周波出力1.2KW、測光位置コイルセンター上端から15mm、キャリアーガス流量1.1ℓ/minとなる。
- 2) 酸の種類・濃度の違いにより物理的・化学的な因子が変化し、発光強度に影響を与えるが、

内標準法で分析を行えば発光強度は影響を受けない。

- 3) ICP発光分光分析法は検量線が良好な直線性を示し、ダイナミックレンジが広い。
- 4) 分析値の正確度は高く、しかも精度はJIS法と比べ数段優れている。
- 5) くり返し再現精度が優れている。
- 6) 鑄鉄の分析に関しては少し迅速化が図れただけであるが、ステンレス鋼に関しては従来3日間ほどかかっていたものが約1時間で分析できるようになった。

5. おわりに

鉄鋼分析の迅速化・省力化および高精度化を図る目的でICP発光分光分析装置を導入し、本研究を進めた。装置導入時期の都合上、装置を使っただけの研究期間が3ヶ月ぐらしかなく十分な研究ができなかった。特に迅速化を目標にしているため、鑄鉄のけい素もICP法にて同時分析を行おうと思っているが、溶解がうまくいかず、現在試料の溶解法を検討中である。今後、この問題が解決できれば鑄鉄についても大幅な迅速化が期待できる。

ステンレス鋼については大幅な迅速化に成功したが、モリブデンを1%以上含有する試料(SUS 316、317系統など)については、けい素の分析値が標準より高くなった。これは前述したようにモリブデンのスペクトル線がけい素の分析スペクトル線と重なるためと思われるため、けい素に対して補正を行わねばならない。今後、鑄鉄のけい素溶解法とともに、けい素、モリブデンの重なり補正方法の研究を進めていきたいと思う。

6. 文 献

- 1) JIS G 1211-1981 鉄及び鋼中の炭素定量方法
- 2) JIS G 1212-1981 鉄及び鋼中のけい素定量方法
- 3) JIS G 1257-1975 鉄及び鋼の原子吸光分析方法
- 4) JIS G 1214-1980 鉄及び鋼中のりん定量方法
- 5) JIS G 1215-1982 鉄及び鋼中の硫黄定量方法
- 6) JIS Z 8402-1974 分析試験の許容差通則
- 7) 日本鉄鋼協会共同研究会鉄鋼分析部会化学分析分析分科会編
“鉄鋼及び原材料の原子吸光分析法” 1975
- 8) 不破敬一郎、原口紘夫：“ICP発光分析” 南江堂 1980
- 9) 田中勇、田原貞夫、大槻孝、佐藤公隆、松本龍太郎：分化、28、371(1979)
- 10) 遠藤芳秀、坂尾則隆：分化 30、433(1981)
- 11) 田中俊徳、山田鉄男、城ノ口隆、山田淳郎、熊本和夫、服部莊寛：分化 31、385(1982)
- 12) 島津製作所カタログ