

Table 5. Comparison of spectrographic and chemical analysis.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Chem. (%)	0.009	0.015	0.015	0.023	0.031	0.040	0.049	0.051	0.081	0.23	0.27
Spect. (%)	<0.01	0.012	0.013	0.023	0.031	0.032	0.048	0.059	0.089	0.23	0.28
d	—	0.003	0.002	0	0	0.008	0.001	-0.008	-0.008	0	-0.01

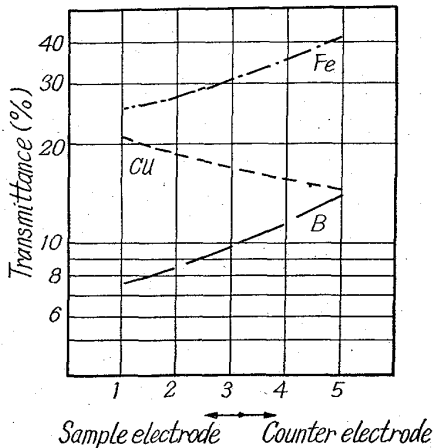


Fig. 2. Longitudinal distribution of elements in arc.

6. 放電面の粗密と予備放電時間 試料面をグラインダー砥石 (#80) とエンドレスベルト (#120) で仕上げた場合を比較するとエンドレスベルトで仕上げた方が黒化度は大になる傾向があり、また予備放電時間は 0~20 s について調べたが、得られた黒化度差に影響を与えないことがわかった。これは蒸発励起曲線が安定していることから予想されたことである。

7. 励起条件の決定 上に述べた各要因以外に断続回数、断続比およびこれらの交互作用などを $L_{16} (2^{15})$ 直交配列実験により総合的に検討し、Table 3 に示すような分析条件を決定することができた。

IV. 結果

以上の実験にもとづき Table 3 に示したような定量条件を確立した。

1. 標準試料 標準試料は 500 g タンマン炉にて溶製し、ボロンは化学分析によつて標準値を決めた。Table 2 に化学組成を示す。

2. 分光分析条件 (Table 3)。

3. 精度と正確度 Table 4 に標準偏差と変動係数の形で本法の精度を示した。また化学分析値と比較した結果を Table 5 に示す。t 検定の結果化学分析と分光分析との間に有意差はないことがわかった。

V. 結論

オーステナイト系ステンレス鋼中のボロン定量分光分析法を検討した結果、エバート型回折格子分光写真器を使用し断続交流アークによつて平面試料を励起する方法を確立することができた。本法で対象とする濃度範囲は 0.015~0.25% B で、約 5% の分析精度 (変動係数) が得られた。また化学分析値と分光分析値とを比較した結果有意差は検出されなかつた。

543.423, 5.08 = 669.14.025
(183) 高速度鋼の定量発光分光分析

(ダイレクトリーターによる鉄鋼分析—I)

特殊製鋼川崎製造所 63373

津金不二夫・沢井富美雄・斎藤伸

Emission Spectrochemical Analysis of High Speed Steel. 1607-1609

(Direct reading analysis of iron and steel—I)

Fujio TSUGANE, Fumio SAWAI and Hiromu SAITO.

I. 緒言

近年、製鋼工場における光電測光式発光分光分析法の応用は著しく、製鋼工程の管理、製品の検定分析にしたいに実用され、その効果は周知のとおりである。

当社においても昭和 35 年 12 月にダイレクトリーター装置を設置以来、炭素鋼、低合金鋼、不銹鋼、合金工具鋼などの日常分析に実用化し、適応鋼種の拡大をはかっているが、このたび高速度鋼についても、その他の鋼種と同様に迅速分析法として適用するために実験・検討を試みた。

しかし、高速度鋼のごとき成分組成の複雑な鋼種では、matrix effect, 共存元素, 冶金履歴などの影響が多く、したがつて、その分析は困難なものとなされ、分析法についての研究もあまり行なはれていないようである。

高速度鋼は鋼種により化学成分組成が非常に異なっているため、今回は、高速度鋼第 2 種, 3 種, 4 種甲を対象として検討を行なつた。その結果から、これら鋼種の Si, Mn, Ni, Cr, W, Cu, V, Co を日常作業分析法として、ほぼ満足できうる精度、正確度で分析できることを確認したので、その結果を報告する。

II. 装置

装置は、米国 Baird-Atomic 社製のダイレクトリーター (16 元素同時定量用) を使用した。回折格子は Eagle Mounting 方式で、曲率半径 3 m, 分散度 2.78 \AA (1 st. order) のもので、入光スリット巾は 75μ , 出口スリット巾はスペクトル線により $25 \mu \sim 300 \mu$ で、すべて固定されている。

発光装置は、高圧火花, 高圧弧光, 低圧弧光, 直流弧光用で、測光方式はダイヤルクロック表示である。

III. 検討実験結果

1. 分析線対

本装置にプログラミングされているスペクトル線のうちから、高速度鋼の分析に用いた分析線対は Table 1 に示すとおりである。

これらの各スペクトル線について、共存元素による妨害スペクトル線の影響を調べた結果、Ni に対する Co の影響が顕著にあらわれ、また Co は内標準の Fe スペ

Table 1. Aanalytical line pairs.

Elements	Spectrum	Slitwith	Reference
Si	Si I 2881.578	25(μ)	B
Mn	Mn II 2933.063	25	A
Ni	Ni I 3414.765	150	B
Cr	Cr II 2989.194	150	A
Mo	Mo I 3864.110	150	B
W	W I 4008.753	150	B
Cu	Cu I 3273.962	150	B
V	V II 3102.299	25	A
Co	Co I 3453.505	25	B

A : Fe II 3227.747

B : Fe I 3719.935

クトル線に対しても若干影響をおよぼすようであった。その他の成分については、隣接線による妨害はあまり認められなかった。

2. 標準試料

標準試料は、冶金履歴による分析値への影響を除くために、実際の分析試料と同一条件で採取した。すなわち溶鋼を鑄鉄製鑄型 (70×40mm ϕ) に鑄込み、底部 25 mm を分光分析用標準試料とし、上部は焼鈍して、湿式化学分析法により各成分について 3~4 回の繰返し分析を行ない、その平均値をもつて標準値とした。

3. 放電条件

高圧スパーク放電を用い、放電回路定数の C, L, R を種々変えて、繰返し測定精度、検量線の傾きなどを比較検討した結果、C: 0.0025 μ F, L: Residual, R: Residual の放電条件が最も良好であった。また予備放電時間は 45 s 程度で各成分とも安定した。

4. 対電極および分析間隙

対電極に、Cu 電極および黒鉛棒 (いずれも 6mm ϕ) を用いて、先端角度をそれぞれ 90°, 120°, 160° に成形し、比較検討を行なった結果、対電極の材質による影響は、それほど顕著でなかったため、成形加工の容易の点から黒鉛棒を使用することにし、また先端角度および分析間隙については、対電極を 160°, 分析間隙を 2.5 mm にした場合が良好であった。

5. 試料調整

高合金鋼の分析では、分析試料の調整を慎重に行なう

必要があるため、放電面の研磨粗度による分析値への影響について調べてみた。その結果、研磨粗度が細くなるほど各成分とも精度が向上する傾向にあつたので、# 240 の研磨紙を用いて試料調整を行なうことにした。また研磨精度が細くなるにしたがつて、W の分析値は高値を、Co は低値を示す傾向にあり、その他の成分については研磨粗度による分析値への影響はあまり認められなかった。

IV. 検量線とその挙動

高速度鋼は、共存する合金成分が多く、鋼種によつて matrix の変動が大きいため、検量線の作成にあつては matrix の補正を行なう必要がある。次式に示すような方法で検量線を作成した。一例として、かくして作成した W, Cr, Co の検量線を Fig. 1 に示す。

$$X' = (M' + X')X / (M + X) \dots\dots\dots (1)$$

$$x_i = X_i' / K - X_i' \dots\dots\dots (2)$$

$$(K = M' + X')$$

$$X_i = 100x_i / (1 - \sum_k x_k) \dots\dots\dots (3)$$

M: 標準試料の Fe 含有量 M': Fe の補正量

X: 標準試料の成分含有量 X': 成分の補正量

x_i : Factor X_i : 分析値 X_i' : 検量線の読み

各成分について、約 2 週間にわたる検量線の変動のよ

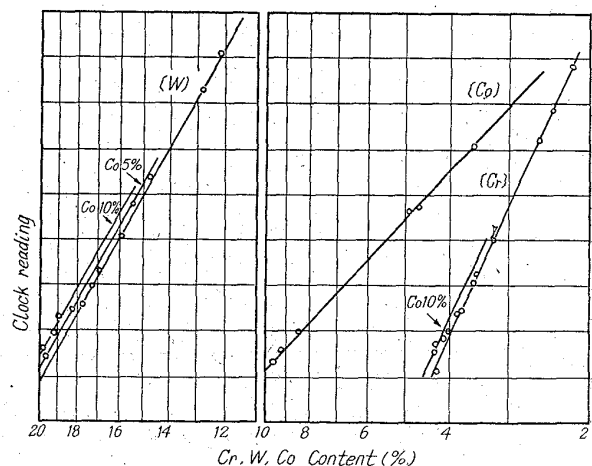


Fig. 1. Working curve for Cr, W, Co in high speed steel.

Table 2. Result of precision test.

		Si	Mn	Ni	Cr	W	V	Cu	Co
W-high speed steel	\bar{x}	0.225	0.356	0.129	4.313	18.254	1.055	0.050	
	σ	0.0052	0.0104	0.0030	0.0337	0.1069	0.0144	0	
	$\sigma/\bar{x} \times 100$	2.33	2.91	2.34	0.78	0.59	1.35	0	
W-Co-high speed steel	\bar{x}	0.280	0.322	0.070	4.061	17.131	0.956	0.040	4.871
	σ	0.0089	0.0060	0	0.0281	0.1526	0.0129	0	0.1201
	$\sigma/\bar{x} \times 100$	3.19	1.87	0	0.69	0.89	1.35	0	2.47
W-Co-high speed steel	\bar{x}	0.275	0.373	0.080	4.129	17.903	1.248	0.040	9.964
	σ	0.0052	0.0047	0	0.0375	0.1565	0.0140	0	0.230
	$\sigma/\bar{x} \times 100$	1.91	1.26	0	0.91	0.87	1.12	0	2.31

\bar{x} : Mean value

σ : Standard deviation

Table 3 Result of Accuracy test.

	Si	Mn	Ni	Cr	W	V	Cu	Co
<i>n</i>	30	30	30	30	30	30	30	10
\bar{D}	0.013	0.018	0.009	0.045	0.179	0.021	0.009	0.126
σ	0.012	0.016	0.008	0.040	0.159	0.019	0.008	0.112
<i>R</i> (%)	0.01~0.37	0.13~0.51	0.07~0.35	2.46~4.34	14.06~18.26	0.06~2.00	0.03~0.09	3.90~5.14

n : Number of samples.

\bar{D} : Mean deviation $\sum(x_{D.R} - x_{chem})/n$

σ : Standard deviation.

R : Range of concentration

うすは、Co の変動が若干目立つ以外は比較的長期間にわたつて、各成分とも安定していることが知れた。

V. 分析精度および正確度

以上の検討実験結果にもとづく分析条件による連続繰返し分析精度は、Table 2 に示すごとくで、Si, Mn, Ni, Cr, W, V については十分満足できる精度であるが、Co は 10% 程度の含有量のもの若干精度が落ちる。これは使用したスペクトル線によるものと考えられるので、目下この原因を検討中である。

また、湿式化学分析法との併行分析より調べた正確度は Table 3 に示すごとくであった。

IV. 結 言

高速度鋼の日常作業分析に発光分光分析法を適用するため、分析法の検討を行なつた結果、高速度鋼第 2 種、3 種、4 種甲の Si, Mn, Ni, Cr, W, V, Cu, Co の迅速分析法として適用し得ることを確認した。しかし Co 含有量の高い試料では、Co の分析精度が若干悪く、さらに Co は Mn, Cr, W の分析値にも影響をおよぼすため、今後これらについて検討を続行するとともに、今回対象とした鋼種以外の高速度鋼の分析法についても検討を行なう予定である。

669.14 - 134 = 621.735.04 = 539.4

(184) 大型鍛鋼品の機械的性質におよぼす鍛錬効果について

(大型鍛鋼品の基礎的研究—I)

三菱製鋼長崎製鋼所

渋谷 勝美・竹下 勝人・竹内 秀光

○福田 悦郎・平井 義雄

On the Effect of Forging for the Mechanical Properties of Large Forgings.

(Fundamental study of large forging—I)

Katsumi SHIBUYA, Katsuto TAKESHITA,

Hidemitsu TAKEUCHI, Etsuro FUKUDA

and Yoshio HIRAI.

I. 結 言

大型鍛鋼品の機械的性質に影響をおよぼす最大の因子

は化学成分の偏析、鍛錬効果および熱処理の三者である事は良く知られた事であり、その製造に際しては、鋼塊が大型化するに従つて益々著しくなる偏析による不均質性を鍛錬および熱処理により如何に均質化するかが最も重要な問題である。

鍛鋼品の鍛錬効果に関する研究は既に数多く行なわれており、小型鋼塊の鍛錬効果については一応の結論に達しているようである。一方大型鋼塊のそれについての研究は割合に少く W. Coupette¹⁾ 他 1~2 が見られる程度である。W. Coupette は大型鋼塊においても小型鋼塊の場合とほぼ同様の傾向を得ているが、中村²⁾ は機械的性質と鍛錬成形比との間には規則正しい傾向は認められないとしている。

これらの研究はいずれも引張試験における伸び、絞りおよび衝撃値におよぼす鍛錬成形比の影響をもつて鍛錬効果を表しており、Grobe³⁾ は R. A. T. (Reduction of Area for Transverse Direction) との関係をもつてそれを表しているが、これは鍛錬効果を表す最も妥当な方法の一つであると考えられる。しかしながら材料の多岐にわたる使用条件を考慮すればそれで必ずしも充分であるとは云えず、そのほかに衝撃遷移温度、疲労強度その他鋼種および使用条件に応じて各種の性質に対する鍛錬効果も合せて明らかにする必要があると考えられる。

筆者等は 72 t 鋼塊を使用し、その不均質性に対する鍛錬効果について、引張試験、衝撃試験および疲労試験などによる実験を行ない、2~3 の知見を得たので報告する。今回は主として引張試験および衝撃試験のみにとどめる。

II. 供試材および実験方法

供試材は Table 1 に示す如き化学組成を有する電気炉製 Ni-Mo-V 鋼で、72 t 型鋼塊に鑄込み、縦断し菊てマクロ組織を調査した後、柱状晶部 (Position C), A 偏析を含まない樹枝状晶部 (Position D), A 偏析を含む樹枝状晶部 (Position DS) および沈殿晶部 (Position E), を各々切断して実験に供した。

各部より採取した試験材は鍛造温度 1250°C で鋼塊の軸方向に鍛錬成形比 1s, 2s, 4s, 8s および 30s に各々 1 回加熱で鍛造した後砂中徐冷した。またこれと

Table 1 Chemical Composition (%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Cu
0.31	0.27	0.50	0.014	0.008	2.67	0.39	0.77	0.09	0.13