

熱処理冷却剤に対する 小型球プローブ・回転アーム式 冷却特性試験システムの試作

有本 享三

Prototype of Rotary-Arm Type Test System Using a Small Ball Probe for Determination of Cooling Characteristics of Quenchants

Kyozo ARIMOTO

Key words: Quenchants, Cooling characteristics, Cooling curve analysis, Heat transfer coefficient

1. はじめに

熱処理冷却剤はそれぞれの種類が固有の冷却特性を持ち、日々の利用に伴ってその特性は変化する。このような冷却特性について調べるため、古くから多様な試験法が開発されてきた⁽¹⁾。試験法の中で評価の固まったものは規格化されており、それらにはたとえば ISO 9950⁽²⁾、ASTM D6200⁽³⁾および JIS K2242⁽⁴⁾がある⁽⁵⁾。これらの規格の試験方法に共通するのは、円柱プローブを静止状態の冷却剤に鉛直に浸漬して冷却曲線を求めるという点である。一方、その後制定された ASTM D6482⁽⁶⁾と D6549⁽⁷⁾には、かく拌状態の冷却剤に円柱プローブを浸漬して冷却曲線を求める手法が示されている。

プローブの炉から冷却剤への移送方法については、ISO 9950 と ASTM D6200 ではその自動化が示唆されている。特に ISO 9950 では自動機構を推奨しているが、その具現化の方法は示されていない。しかし、Benedicks⁽⁸⁾および Pilling-Lynch⁽⁹⁾の古典的な装置では、すでに回転アームを用いることでプローブの自動移送を実現していた。さらに、その後開発された俵⁽¹⁰⁾の装置は、モータを用いた回転アーム機構により、小型球プローブに対して移送だけではなく冷却過程での円運動を明確に設定した。

本解説では、試作の趣旨を明確にするため、まとまった紹介のなかった冷却特性試験システムに関する初期から俵の研究に至るまでの経緯、およびその後の進展と規格化の背景について幾分詳しく述べる。そして、俵の研究に基づく試作システムの製作とそれを用いることで得られた成果について取りまとめる。

2. 試験システムの開発と規格化の背景

2.1 回転アーム式試験システム

炭素鋼の焼入れに関する研究のため、Benedicks⁽⁸⁾は Fig. 1 の概念図に示す回転アーム式装置を用いて水の冷却曲線を求めた。円柱試験片は、図に示すように円運動で加熱炉から容器に移送されて焼入れられる。その冷却時の温度変化の測定には、試験片の中心に挿入した熱電対を用いた。

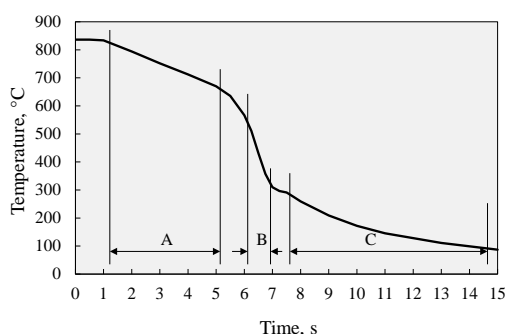
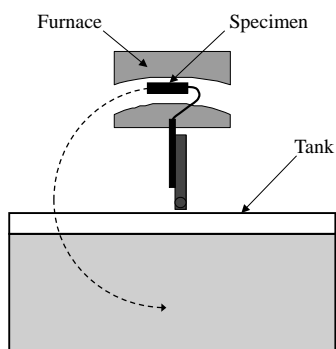


Fig. 1 Conceptual diagram of Benedicks' apparatus. Fig. 2 Cooling curve of water by Pilling and Lynch's apparatus.

Benedicks は上述の装置で 33 件の冷却試験を行った。個々の試験条件は、炭素鋼の炭素濃度：0.21-1.99 %C，プローブ長さ：15.0-50 mm，プローブ直径：4.0-12.0 mm，焼入れ温度：700-1000 °C，水温：5-16°C の範囲から選択して組合せ設定された。

その後 10 年あまりを経て、Pilling と Lynch⁽⁹⁾ は 5 %Si-Ni 合金円柱プローブ(直径：6.4 mm，長さ：50 mm)を回転アームに設置した装置を製作し、水だけではなく、食塩水、石けん水、油などへの 830 °C からの焼入れにおけるプローブ中心での冷却曲線を測定した。その際、温度レベルの異なる冷却剤を試験し、温度の違いが冷却特性に及ぼす影響について調べた。一例として Fig. 2 に示す 58 °C の水道水での冷却曲線を取り上げ、その形状の異なる範囲を(A)蒸気膜、(B)沸騰および(C)対流の 3 段階に分類した。また、冷却曲線だけでなく、プローブの温度とその時点での冷却速度(°C/s)との関係を“冷却速度曲線”として表現した。

2.2 球プローブを用いた試験システム

球の鋼試験片が、古くは French⁽¹¹⁾ の鋼の焼入れに関する研究で円柱試験片とともに用いられたことが知られている。この研究では、試験片を各種の冷却剤に鉛直に浸漬して冷却曲線を得ている。球と円柱の試験片の直径は、13-280 mm (1/2-11 in) の範囲から段階的に選択された。試験の一部ではかく拌の冷却特性への影響を調べるため、一定速度で回転する円筒冷却槽の中心から離れた位置に試験片を浸漬した。

球プローブは、Wever⁽¹²⁾ による油と空気、そして 0 から 100 °C の間の 8 段階の温度での水の冷却特性試験においても用いられた。その球プローブは直径 4 mm の Cr-Ni 鋼製であった。

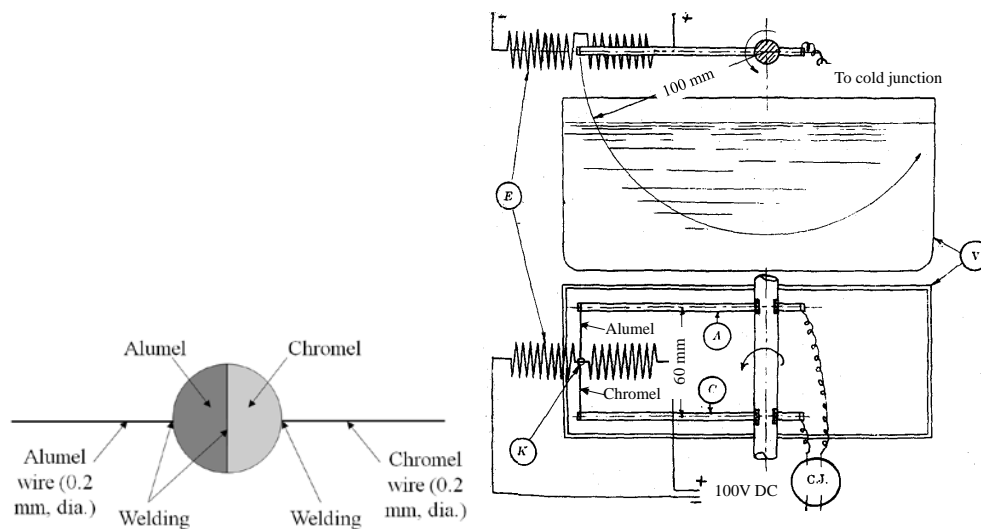
その後、Speith と Lange⁽¹³⁾ の冷却特性に関する研究においても球プローブが使用された。その報告では、まず静止状態の冷却剤に直径 20 mm の銅球を焼入れた際に生じる熱流れ・沸騰現象が、直接観察だけでなくその写真、映画あるいはシュリーレン法写真に基づいて考察された。一方、そこには、多様な冷却剤に対して銀球プローブ中心で求めた冷却曲線が含まれている。プローブに銀を用いた理由については、変態潜熱の影響を避けるためとの説明がある。銀球の直径を過去の研究で採用されていた 7 mm から 20 mm に変更したとの記載があり、その理由については小径プローブでは浸漬時の現象に特異点が生じること、および熱電対の設置が難しいことをあげている。

Russell⁽¹⁴⁾ は、Speith と Lange⁽¹³⁾ の研究と同様の銀球プローブを用い、8 種類の焼入れ油の冷却特性を調べている。球の直径は 25.4 mm (1 in) で、その中心に熱電対が設けられている。プローブを約 850 °C に加熱し、静止状態の冷却剤に鉛直に浸漬して冷却曲線を求めた。焼入れ油に対して銀球プローブから得られた冷却曲線には、蒸気膜段階から沸騰段階へ移行する際の折れ曲がり点(特性点：characteristic point)が明瞭に現われたとの記載が報告にはある。Russell は、銀球プローブを用いた手法は冷却曲線を再現良く求めることができるという理由で、標準的なものとみなせると評価した。

Rose⁽¹⁵⁾ は、Speith と Lange が開発した直径 20 mm の銀球プローブを多様な冷却剤に適用した。プローブを 800 °C に加熱した後に冷却剤に浸漬し、その中において約 25 cm/s で均等に運動させたとの記載がある。運動を与えた理由については、現象のランダム性を避けることおよび産業用装置の条件に適合させるためとあるが、その方法は具体的には示されていない。試験結果は、冷却速度曲線および集中熱容量法から得た熱伝達係数として報告された。

2.3 俵の小型球プローブを用いた回転アーム式試験システム

俵⁽¹⁰⁾ は、上述の冷却特性に関する研究の経緯を踏まえ、球プローブを用いた回転アーム式の試験システムを用いた研究を実施し、その成果を 1941 年に報告した。この研究は海軍技術研究所の材料研究部で行われたもので、その目的については、冷却剤の劣化や冷却特性の支配因子について解明し、鋼材の熱処理用として最適なものを得ることにあるとの記載がある。なお、俵はこの研究に先立ち、鋼の焼入れに及ぼす各種元素の影響を調べるため、鋼球試験片を用いたガス冷却試験装置⁽¹⁶⁾を開発しているが、この成果の一部をこの液体の冷却剤の研究に対しても適用した。



(a) Probe by Chromel and Alumel hemispheres. (b) Schematic diagram of apparatus.

Fig. 3 Tawara's rotary-arm type test system.

俵は、球プローブを Fig. 3(a)に示すように直径 4 mm のクロメルとアルメルの半球を溶接することで製作した。この接合部は熱電対として機能する。球に溶接された 0.2 mm 径の合金線は熱電対のリード線であるとともにプローブを支持する役割を果たしている。Fig. 3(b)に示すように、球プローブ(K)は 850°C までニクロム線コイル(E)で放射加熱された後、回転アーム(A, C)によって容器(V)の静止冷却剤(約 1.5 l)の中を約 70 mm/s の接線速度で円運動する。本装置による試験結果の一例として、Fig. 4には温度の異なる水道水から得られた冷却曲線を示す。図中の縦線の間隔は 0.2s である。

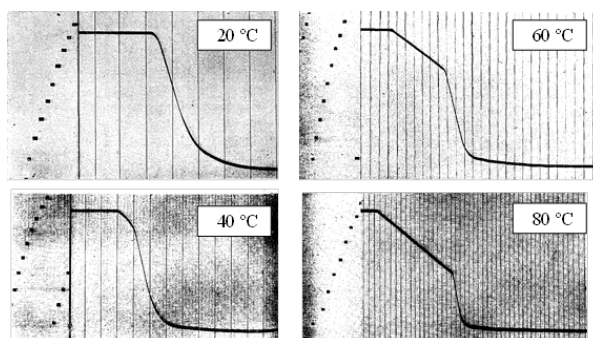


Fig. 4 Cooling curves of water by Tawara's system

2.4 俵以降の研究

冷却剤の冷却特性に関する研究は俵の報告の後にも進展した。まず、Rose の銀球プローブを用いた研究のその後について確認しておく。Schallbroch ら⁽¹⁷⁾は、Rose と同じ直径 20 mm の銀球プローブを用い、Fig. 5 の簡略図に示す装置で冷却曲線を測定した。冷却剤は歯車ポンプで冷却槽内を流動しており、加熱したプローブをその流れに鉛直に浸漬する。一方、Kraimer と Swoboda⁽¹⁸⁾は Rose の研究成果を 5 種の焼入れ油と 2 種の温度の異なる水に適用し、Fig. 6 に示すように熱伝達係数の温度曲線を作成した。

Peter⁽¹⁹⁾は、Rose⁽¹⁵⁾と同様の銀球プローブ試験をより多様な冷却剤の広範な条件に適用した。試験に用いた液容量については 2 l との記載がある。試験片の表面性状の冷却特性に対する影響に対して Peter は別途報告⁽²⁰⁾しており、その際にはプローブとして軟鉄球を用いている。かく拌に関しては、プローブを液中で回転運動させたという過去の報告にはない情報を記載している。

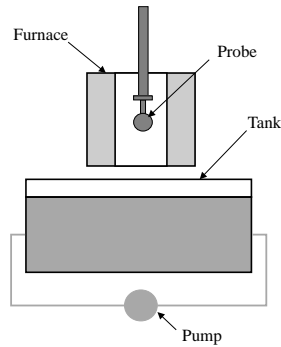


Fig. 5 Schematic diagram of apparatus by Schallboch et al.

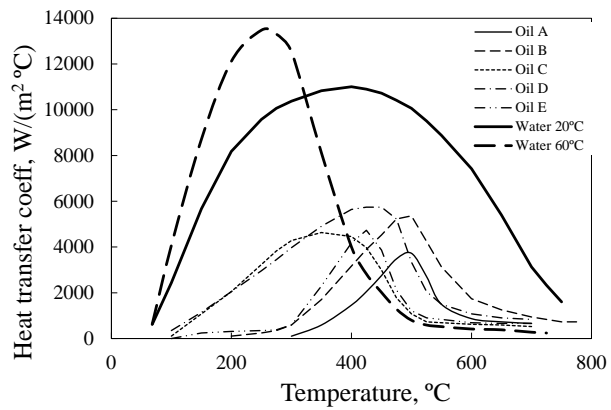


Fig. 6 Curves of heat transfer coeff. by Krainer and Swoboda.

上述の銀球プローブによる試験は、その後 ISO 9950⁽²⁾の序文において、最も一般的な方法であるが製作と試験結果の評価において問題があるとの指摘がなされた。一方、Fischer と Schaaber⁽²¹⁾は、銀球プローブ試験は複雑な測定装置が必要なため、研究室のみで利用できるものであると評価した。

国内では、その後、多賀谷と田村により銀円柱プローブを用いた冷却特性に関する研究が行われた。その内容は 1951 年から 1956 年にわたって日本金属学会誌に“焼入れ冷却剤の研究”の題名で 13 回に分けて報告された。プローブの材料に銀を選んだ理由については、その第 1 回の報告⁽²²⁾において変態潜熱がなく表面酸化が少ないことと記されている。一方、プローブに円柱形状を選択した理由についての明確な説明はない。なお、多賀谷と田村⁽²²⁾は過去のこの分野の研究として、上述の French, Speith と Lange, Rose および Peter によるものは紹介しているが、俵の装置の内容については触れていない。

その後も冷却特性に関する基礎的な研究が実施されたことで、プローブの形状・寸法、材質、表面酸化・汚損などによる冷却特性への影響に対する知見がもたらされた。たとえば、プローブの形状の違いによる効果に関し、奈良崎ら⁽²³⁾は長さ 30 mm で直径 10 mm の銀円柱プローブ端のコーナー部に異なる丸みを設け、その蒸留水(10 l)への浸漬での影響を調べた。円柱のエッジが鋭い場合にはそこから蒸気膜の崩壊が高温状態からでも開始するが、丸みが大きいケースではその崩壊がより低温側で生じることが明らかにされた。そして、丸みが極端に大きな半球付き円柱と球のプローブにおいては、同程度の特性温度(特性点での温度)が得られたとの記載がある。奈良崎ら⁽²³⁾は、半球付き円柱と球の形状のプローブは冷却特性をより本質的に把握するものであるとし、従来の円柱プローブは改善されるべきものであるとの考えを明らかにした。

なお、Tensi⁽²⁵⁾も、Cr-Ni 鋼の円柱プローブ(直径 15 mm, 長さ 45 mm)でコーナー部の丸みが大きい場合には、水焼入れで特性温度が低下する傾向があることを報告した。これらの静止状態の水を用いた試験では、プローブの浸漬深さによっては支持部で蒸気膜の先行崩壊現象が生じて特性が変化すると報告が西尾と上村によってなされた⁽²⁶⁾。

次にプローブの材質であるが、その違いが蒸気膜の生成・崩壊の挙動に影響することを、奈良崎⁽²⁴⁾は 95 °C の静止状態の蒸留水への焼入れ試験で確認した。その際に使用したのは、両端を半球形状に加工した長さ 30 mm で直径 10 mm の円柱プローブである。銀、ニッケル、ステンレス鋼のプローブの順に特性温度が上昇するが、その理由は蒸気膜段階における固体表面と液体の間欠的固液接触モデル⁽²⁷⁾から導出される接触面の温度降下によって説明がなされた。

その後、冷却剤におけるかく拌がその冷却特性に及ぼす効果についても研究がなされている。たとえば、奈良崎⁽²³⁾は、端部に丸みを付けた銀円柱プローブを用い、かく拌流速を 0.2 あるいは 1.0 m/s としたポリマー水溶液では、いずれの丸み半径においても蒸気膜段階が抑制され、冷却曲線が似かよった形状となることを確認した。一方、Jeschar ら⁽²⁸⁾は、直径 40 mm の Ni 球プローブを流速が 0, 0.3, 0.5 および 0.7 m/s の 40 °C の水に焼入れた際の冷却曲線を得た。流速の増加によって特性温度は上昇するが、蒸気膜段階での冷却速度には変化が生じないという結果となった。100 °C の水の場合、流速が特性温度にほとんど寄与しないことが示された。

2.5 規格化の経緯

多賀谷と田村の研究に基づく冷却特性の試験方法は、1965年に制定された熱処理油の規格である JIS K2242⁽⁴⁾の中に採用された。この規格では、静止状態の焼入れ油の冷却曲線を直径 10 mm、長さ 30 mm の銀円柱プローブの表面で測定する。プローブには表面の熱電対に接続するアルメル線とその保護銀管を横方向から挿入するので、その形状は軸対称からはずれる。一方、銀円柱プローブはフランス規格 AFNOR NFT 60 178 でも用いられているが、直径 16 mm で長さ 48 mm であり、冷却曲線はその中心で測定する⁽⁵⁾。

JIS K2242 の 2006 年における改正では、銀円柱の寸法に変化はないがシース熱電対を中央に設置したタイプのプローブが水溶性焼入れ液の試験のために追加された。なお、この中心式銀円柱プローブのコンセプトは、2010 年に制定されたアルミ合金焼入れ用ポリマー水溶液の冷却特性試験規格である ASTM D7646⁽²⁹⁾において採用された。

冷却剤の冷却特性測定に関しては、国際規格が 1995 年に ISO 9950⁽²⁾として制定された。その序文には、IFHT の Technical Committee : Scientific and Technological Aspects of Quenching による既存の手法の評価、そして複数国での試験の成果が制定に寄与したとの記載がある。そこには、直径 12.5 mm で長さ 60 mm の Inconel 600 円柱プローブを用い、その中心で静止焼入れ油の冷却曲線を測定する方法が規定されている。

3. 俵式試験システムの試作

3.1 試作の目的

冷却剤の冷却特性に関する過去の研究と規格、さらには熱処理現場の状況に基づき、その特性の試験システムが備えるべき条件を以下に列記する。

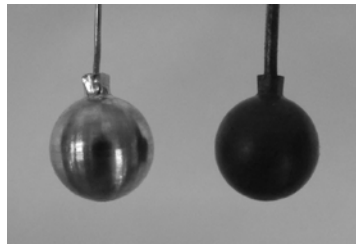
- 個々の冷却剤の冷却特性の違いあるいは同じ冷却剤の劣化による特性の変化を把握するため、それに必要なデータが再現良く測定できる。
- 使い勝手が良く、冷却剤の開発者だけでなく、そのユーザが現場で日々利用できる。
- コンパクト、安価、保守が容易でランニングコストも低い。

俵の試験システム⁽¹⁰⁾のコンセプトが上述の条件を実現する可能性があると考え、その復元・試作を計画した。

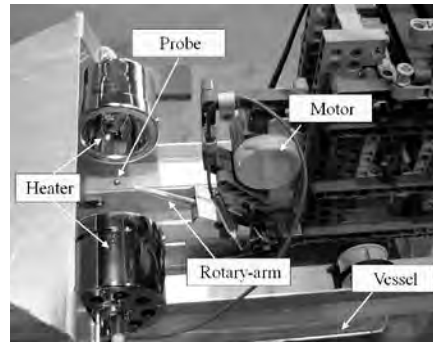
3.2 試作の第一段階

試作の第一段階は 2011 年度に実施され、現状の機械加工や測定制御の技術を用いることで俵のシステムの復元・試作が試みられた⁽³⁰⁾。Fig. 3(a)に示した球プローブの復元においては、半球の接合が現状の委託加工では困難であることが明らかとなった。そこで、プローブは直径 4 mm の球であるが材料は Inconel 600 単体とし、Fig. 7 (a)に示すようにその中心にまで K タイプ(クロメル-アルメル)のシース熱電対(岡崎製作所: SC1000H)を挿入した。なお、シースはその直径が 0.25 および 0.5 mm の 2 種類のものを採用した。このシースはプローブの片側からの支持にも用いられる。なお、Fig. 7 (a)の 0.5 mm 径シースのプローブは黒色であるが、この変色は焼入れ油での試験の繰り返しによって生じた。

シースとプローブに設けた穴の隙間を限界にまで狭めるため、熱電対シース直径の精密な測定値に基づいて穴の直径を設定した。さらに、プローブのシースからの脱落を防止するため、シースの挿入口付近には Fig. 7 (a)に示す突起を設け、挿入後にその部分をいくぶん塑性変形させた。プローブの昇温には、Fig. 7(b)に示す二台のハロゲンスポットヒーター(インフリッジ工業; LCB-50, 12 V-75 W: 口径 45 mm, 焦点距離 35 mm)からの放射加熱を用いた。



(a) Probes (sheath diameter: 0.25 and 0.5 mm).



(b) Appearance of apparatus.

Fig. 7 First prototype based on Tawara's research.

冷却剤容器は、プローブの回転機構が一本の回転アームを用いる構造のため、俵の装置に比べてその幅を狭めることが可能となった。その寸法を内径で長さ 200×幅 40×高さ 100 mm とし、板厚を 3 mm に設定した。その容積は、冷却剤の液面高さが 80 mm の場合には 640 ml となる。容器の材質には、高温での冷却剤試験に対応できる耐熱ガラスを用いた。

プローブの回転には、Fig. 7(b)に示す LEGO Mindstorms NXT (The LEGO Group)の回転センサ付きモータとその駆動システムを用いた。プローブの温度は市販のデジタル式温度測定器で測定し、850 °C に漸近したことを確認した後にモータを手動で起動してプローブを約 70 mm/s の接線速度で回転させた。Fig. 8 には、60 °C の水道水における冷却過程での回転アームの動きを三枚の写真で示す。元のビデオでは蒸気膜段階とその崩壊の過程を観察することができる。なお、これらの現象は、プローブが円運動を継続している約 3 s の間に発生した。

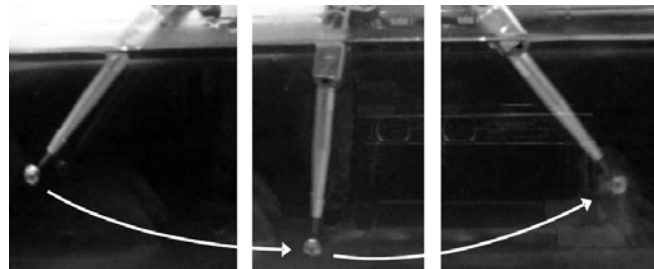


Fig. 8 Movement of rotary-arm with a probe in 60 °C water.

試作システムの性能を確認するため、プローブを 850 °C まで加熱後、水道水またはポリマー水溶液 (PAG 系、濃度 10 %) 中で冷却した。冷却剤の種類およびその温度の違いは、Fig. 9 に示すように冷却曲線の形状に反映する。水道水の冷却曲線については俵が報告した Fig. 4 の曲線と特徴が一致した。なお、この冷却曲線の 0 から 1.5 s 程度の間は空冷の期間である。

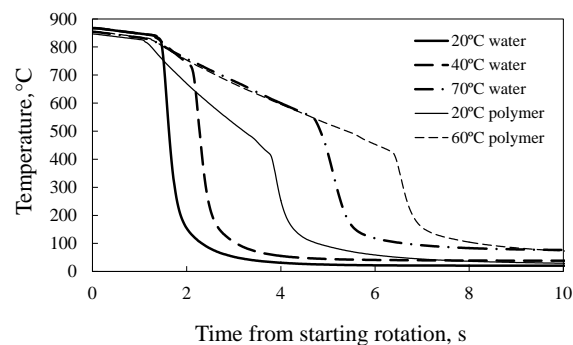


Fig. 9 Cooling curves of water and polymer solution.

ポリマー水溶液の冷却曲線が、Fig. 9 に示したように水道水と同様に機能的に問題なく得られることが確認された。そこで、濃度 27 % の PAG 系ポリマー水溶液の新液と使用後の液を用い、いずれも温度を 10, 20 および 30 °C の 3 レベルとし、個々のケースに対して 3 回の試験を行った。結果として得られた 30 °C の場合の冷却曲線と冷却速度曲線を Fig. 10 に示す。冷却曲線の時間軸は浸漬開始を起点としている。結果にはいくぶんばらつきが見られるが、ポリマー水溶液の冷却特性に対する新液と使用後の液での違いが識別可能である。

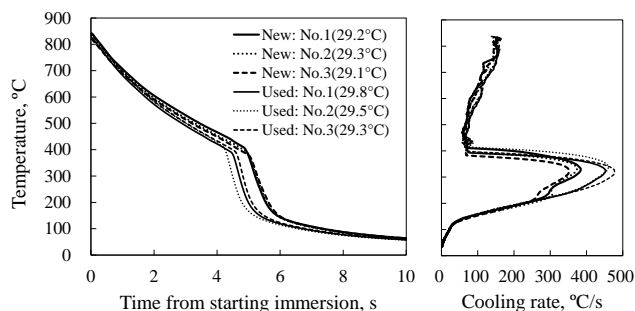


Fig. 10 Cooling characteristics of new and used polymer solutions at 30 °C.

試作システムの油への適用を確認するため、2種類の鉱油系油である Oil A と B を用いて予備的な試験を行った。いずれの焼入れ油も 40 °C で動粘度が 47 mm²/s であるが、前者は後者よりも基油の沸点を高く調整した。これらの油に対し、試作システムから得られた冷却曲線と冷却速度曲線を Fig. 11 に示す。なお、冷却曲線の 0 から 1.5 s 程度の間は空冷の期間である。これらの曲線からは、Oil A と B の間の冷却特性の違いが識別可能であると見なされる。なお、俵が測定した焼入れ油の冷却曲線と冷却速度曲線には、Fig. 11 の曲線と傾向が似通ったものが存在する。

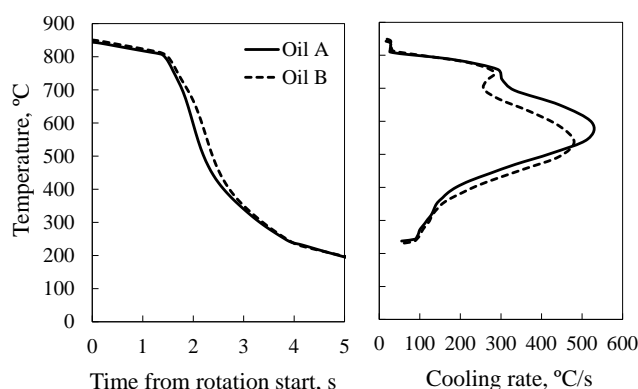


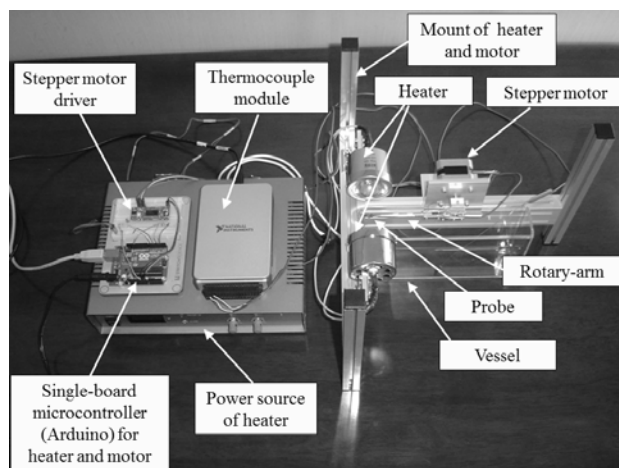
Fig. 11 Cooling characteristics of common and boiling point adjusted oils.

3.2 試作の第二段階

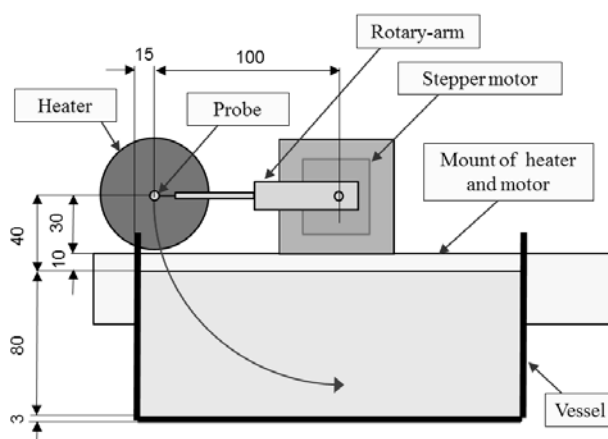
試作の第二段階は 2012 と 2013 年度に実施された。その試作システムの外観を Fig. 12(a)に示す。球プローブ、二台のヒータ(電源を含む)および冷却剤容器は試作の第一段階で使用したものをそのまま用いた。熱電対の電圧変化は温度データ収録装置(日本ナショナルインスツルメンツ ; NI9213)を経て PC に伝達された後、プログラミングツール LabVIEW(日本ナショナルインスツルメンツ)で開発した測定・制御統合システムによって温度変化に変換される。

一方、この測定・制御統合システムからは、ステッピングモータ(Sparkfun ; ROB-09238)とヒータ電源に対する制御信号がヒータ・モータ制御装置(Arduino)とモータードライバー(SparkFun ; EasyDriver V4.4)を経て伝達される。ステッピングモータの回転速度とヒータ電圧は、測定・制御統合システムの PC 画面において設定可能である。第二段階の試作システムでは、プローブ、ヒータ、冷却剤容器およびモータの相対位置を Fig.12(b)の正面図に示すように規定にした。

試作の第二段階では、測定した冷却曲線から冷却速度曲線、熱伝達係数曲線、さらには各種の冷却特性パラメータを求めるためのシステムが LabVIEW を用いて開発された。小型のプローブであるのでその過渡的な内部温度分布は一樣とみなすことができると仮定し、熱伝達係数が集中熱容量法^(15,31)によって求めることができるとした。その際に必要となる Inconel 600 の比熱と密度については、Clark と Tye⁽³²⁾による報告に示されたそれぞれの温度依存データを用いた。



(a) Appearance of system without PC, hot plate, and motor power unit.



(b) Front elevation.

Fig. 12 Second prototype based on Tawara's research.

試作システムの機能を確認するため、水道水とポリマー水溶液(PAG系)を用いた試験を行った。まず、Fig. 13 には、10、20 および 30 °C の水道水に対して得られた冷却曲線と熱伝達係数曲線を示す。プローブ回転の接線速度を 35、70 および 140 mm/s の 3 レベルに設定したが、60 °C の水道水についてはその違いによる影響が現れた。なお、図中において、0 s から浸漬による急冷が生じるまでの間は空冷の段階である。

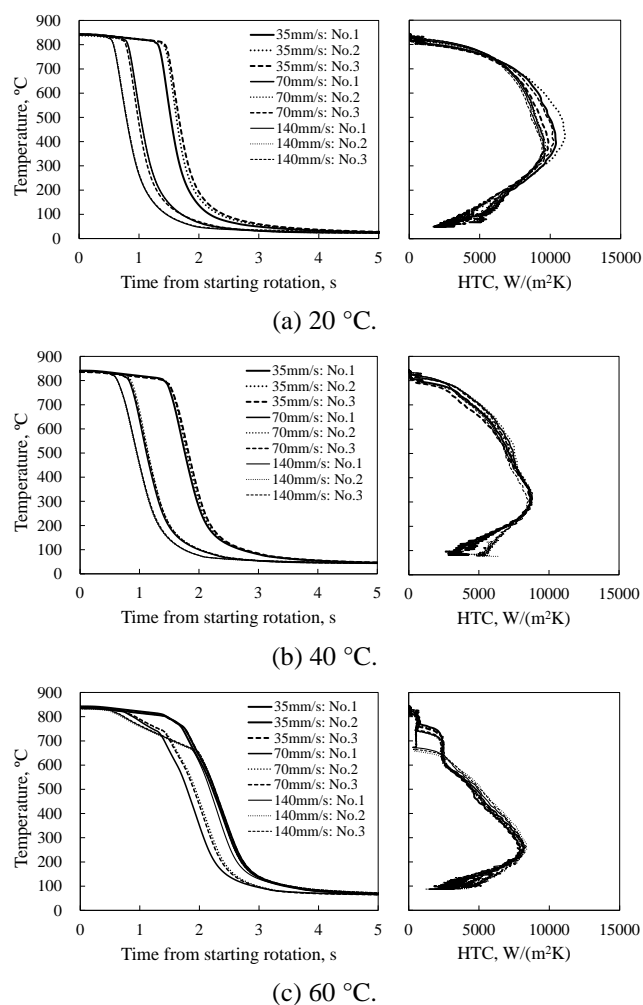
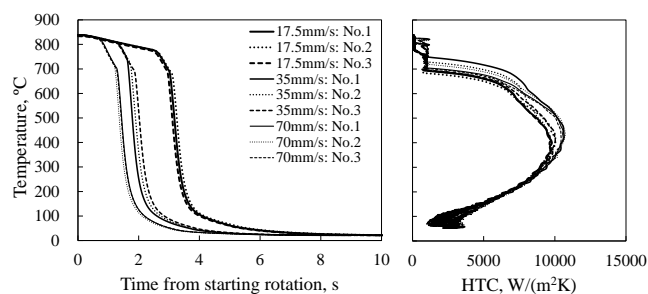


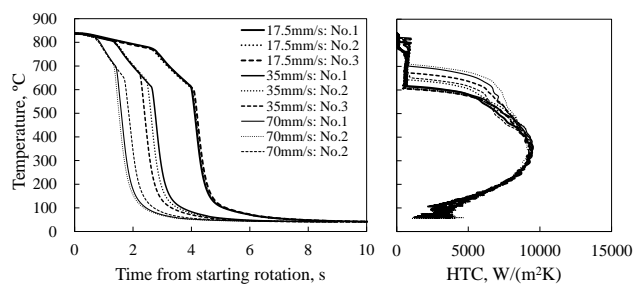
Fig. 13 Cooling characteristics of water at 20, 40 and 60 °C.

ポリマー水溶液は、静止状態の試験では現象の再現に問題のあることが知られている⁽⁵⁾。一方、その逆溶解性に基づく熱伝達抑制機構についての研究⁽³³⁾がなされているが、従来の静止液の試験だけではその解明に限界があるように思われる。PAG系ポリマー水溶液に対する試作システムの機能の確認のため、その温度を20, 40および60 °Cの3レベル、濃度を5, 10, 15および30%の4レベル、プローブ回転の接線速度を17.5, 35および70 mm/sの3レベルに設定して条件を組合わせた。そして、個々のケースに対して同じ条件で三回の試験を行った。

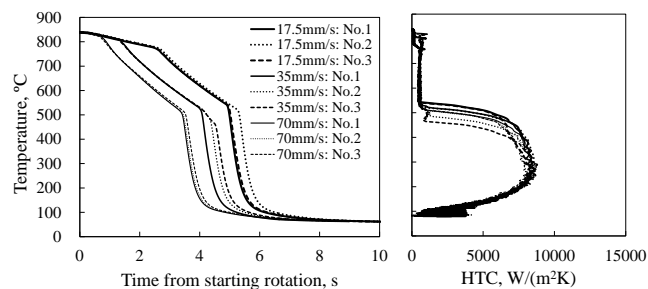
一例として、Fig. 14には、5%ポリマー水溶液(20, 40と60 °C)に対して得られた冷却曲線と熱伝達係数曲線を示す。図中において、0 sから浸漬による急冷が生じるまでの間は空冷の段階である。浸漬後に温度変化が緩やかな蒸気膜段階が存在するが、この領域では熱伝達係数はほぼ一定値となる。次の沸騰段階では急激に温度が低下し、熱伝達係数が上昇して10,000 W/(m²K)程度のピークが生じる。プローブ回転の接線速度が上昇すると、液温が20と40 °Cでは基本的に特性温度が上昇するが、60 °Cでは低下した。



(a) 20 °C.



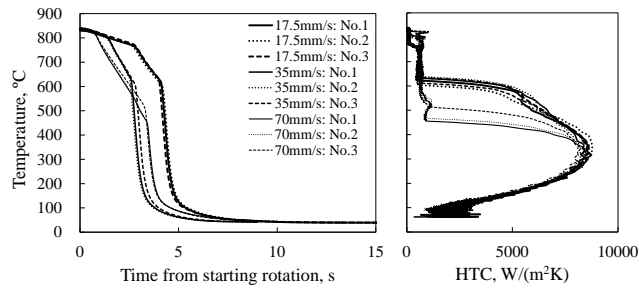
(b) 40 °C.



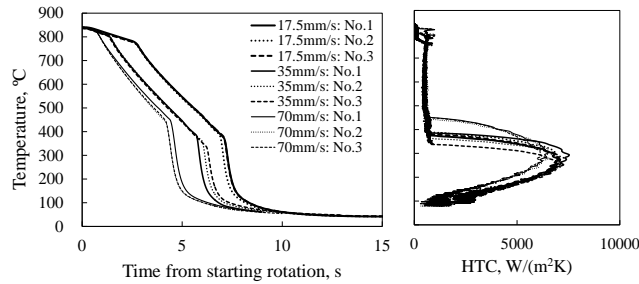
(c) 60 °C.

Fig. 14 Cooling characteristics of 5% polymer solutions at 20, 40 and 60 °C.

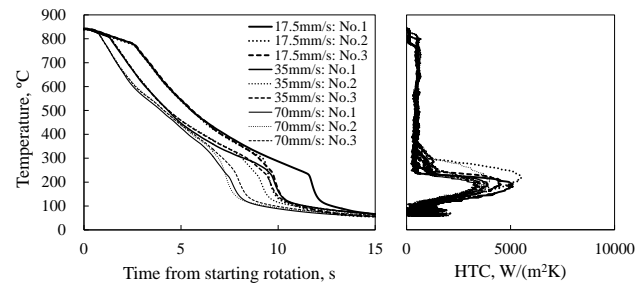
ポリマー水溶液の濃度の効果を明らかにするため、Fig. 15には40 °Cで10, 15および30%の濃度の条件での試験から得られた冷却曲線と熱伝達係数曲線を示す。濃度の上昇に伴って特性温度が下がり、蒸気膜段階の熱伝達係数は若干低下する。沸騰段階の熱伝達係数についても濃度の上昇によって総体的に低下することが見てとれる。プローブ回転の接線速度の効果については、各濃度レベルにおいて別種の傾向が生じた。なお、回転速度と濃度の上昇がある限界に達すると、プローブの停止後に沸騰段階が生じることになる。



(a) 10% polymer solution.



(b) 15% polymer solution.



(c) 30% polymer solution.

Fig. 15 Cooling characteristics of 10, 15 and 30% polymer solutions at 40 °C.

4. おわりに

冷却剤の冷却特性に関する研究の歴史は、1908年に報告された Benedicks の研究にまでさかのぼることができる。その後、1939年には、銀球プローブを用いた手法が良好であるとの Russell の認識に至った。同時代に国内では俵のシステムについての報告があったが、その後はほとんどその内容が紹介されることはなかった。しかし、俵の方法からは多様な冷却剤に対して明瞭な冷却曲線が得られており、その理由は銀球プローブ試験や初期の回転アーム式装置の長所を取り入れたことにあると考えられる。

俵の装置のコンセプトを再現した今回の試作システムにより、限られた条件ではあるが水と油について当時の報告に含まれた冷却曲線に近い結果を得ることができた。特に水については現象の良好な再現を確認できた。一方、当時は用いられていなかったポリマー水溶液を試験に適用することで、その冷却現象が妥当に再現することを認識できた。現象の再現が一般に良好なのは、球プローブの円運動によってその周りに相対流れが発生することが寄与しているように思われるが、この方面のさらなる解明が待たれるところである。

試作システムでは、プローブの寿命や変色の影響などについての確認が不十分である。しかし、プローブ、モータ、ヒータおよび冷却剤容器の間の位置関係を明確に規定し、さらにはモータとヒータの制御方法を確立したことで、試作システムの複製が可能となった。したがって、試作システムを複数の機関で使用することにより、その結果を比較することができる。

今後、よりコンパクトで低コスト、また使い勝手のよい実用試験システムが実現して普及すれば、冷却剤を現場で日々きめ細かく管理することで問題の発生を低減することが可能となるものとする。その際には、耐熱・耐腐食性に優れたプローブの材料、そしてシステムの信頼性を確認するための標準冷却液を選定することが必要となる。

なお、試作システムの第一と第二の段階は、それぞれ熱処理技術協会の“焼入残留応力の数値シミュレーション研究部会”および“焼入冷却と変形シミュレーション研究部会”において実施された。システムの確認試験は、焼入れ油を用いたものがJX日鉱日石エネルギー(株)であることを除き、高周波熱錬(株)で実施された。

参考文献

- (1) Totten, G. E., Bates, C. E., and Clinton, N. A.: Handbook of Quenchants and Quenching Technology, ASM International, Materials Park (1993)
- (2) ISO 9950: Industrial quenching oils -- Determination of cooling characteristics -- Nickel-alloy probe test method (1995)
- (3) ASTM D6200-01: Standard Test Method for Determination of Cooling Characteristics of Quench Oils by Cooling Curve Analysis (2007)
- (4) JIS K2242, 熱処理油剤, 日本規格協会 (2012)
- (5) Totten, G. E., Tensi, H. M., and Liscic, B.: Heat Treatment of Metals, **4**, p. 92 (1997)
- (6) ASTM D6482: Standard Test Method for Determination of Cooling Characteristics of Aqueous Polymer Quenchants by Cooling Curve Analysis with Agitation (Tensi Method) (2011)
- (7) ASTM D6549: Standard Test Method for Determination of Cooling Characteristics of Quenchants by Cooling Curve Analysis with Agitation (Drayton Unit) (2011)
- (8) Benedicks, C.: J. Iron & Steel Inst., **77**, p.153 (1908)
- (9) Pilling, N. B. and Lynch, T. D.: Trans. AIME, **62**, p.665 (1920)
- (10) 俵 信次: 鉄と鋼, **27**, p.583 (1941)
- (11) French, H. J.: The Quenching of Steels, American Society Steel Treating, Cleveland (1930)
- (12) Wever, F.: Arch. Eisenhüttenwes., **5**, p.367 (1932)
- (13) Speith, K. G. and Lange, H.: Mitt. Kais. -Wilh. -Inst. Eisenforsch., **17**, p.175 (1935)
- (14) Russell, T. F.: Spec. Report No.24, Second Report of the Alloy Steels Research Committee, Iron and Steel Inst., London, p.283 (1939)
- (15) Rose, A.: Arch. Eisenhüttenwes., **13**, p.345 (1940)
- (16) 俵 信次: 鉄と鋼, **23**, p.875 (1937)
- (17) Schallbroch, H., Bieling, W. and Blank, J.: Technische Zeitschrift für praktische Metallbearbeitung, **52**, pp.77 (1941)
- (18) Krainer, H. and Swoboda, K.: Arch. Eisenhüttenwes., **17**, p.163 (1944)
- (19) Peter, W.: Arch. Eisenhüttenwes., **20**, p.263 (1949)
- (20) Peter, W.: Arch. Eisenhüttenwes., **21**, p.395 (1950)
- (21) Fischer, R. and Schaaber, O.: Härtereitechnik und Wärmebehandlung, **4**, p.35 (1958)
- (22) 多賀谷正義, 田村今男: 日本金属学会誌, **B-15**, p. 535 (1951)
- (23) 奈良崎 道治, 淵澤定克, 薄羽正明: 鉄と鋼, **75**, p.634 (1989)
- (24) 奈良崎 道治: 熱処理, **35**, p. 221 (1995)
- (25) Tensi, H. M.: Theory and Technology of Quenching, Springer-Verlag, p. 93 (1992)
- (26) 西尾茂文, 上村光宏: 日本機械学会論文集, B編, **52**, p.1811 (1986)
- (27) Kikuchi, Y., Hori, T., Yanagawa, H., and Michiyoshi, I.: Trans. Iron Steel Inst. Japan, **26**, p.576 (1986)
- (28) Jeschar, R., Specht, E., and Kohler, C.: Theory and Technology of Quenching, Springer-Verlag, p.73 (1992)
- (29) ASTM-D7646: Standard Test Method for Determination of Cooling Characteristics of Aqueous Polymer Quenchants for Aluminum Alloys by Cooling Curve Analysis (2010)
- (30) Arimoto, K., F. Ikuta, F., and Yokota, H.: Materials Performance and Characterization, **3**, p.405 (2014)

- (31) 庄司正弘: 伝熱工学, 東京大学出版会, p.64 (1995)
- (32) Clark, J. and Tye, R.: High temperatures – high pressures, **35/36**, p.1 (2003/2004)
- (33) 横井 豊: ポリマー逆溶解液による沸騰の抑制に関する研究, 岐阜大学博士論文, (1996)

付録 A : 試作のその後

試作システム III

試作システム II の問題点を改良するため、2016 年度から第 III 段階の試作(試作システム III)の開発を開始した。主な改良点は、球プローブの材質をインコネルから白金へ変更すること、そしてモータ・ヒータ制御用のデバイスをマイコンボードの Arduino から National Instruments 社で開発された組込ハードウェアデバイスの myRIO へ置き換えることであった。さらに、モータについてはステッピングモータから RC サーボモータに変更し、ヒータについてもコンパクトなものに置き換えた。試作システム III の外観を Fig. A.1, そして回転アームと球プローブの外観を Fig. A.2 に示す。

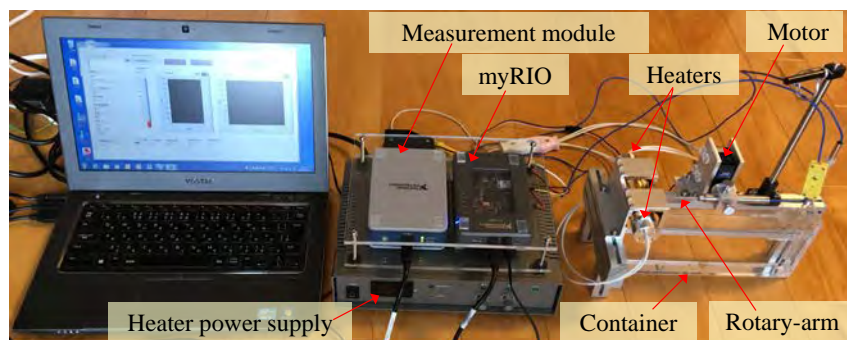


Fig. A.1 – Appearance of third prototype.

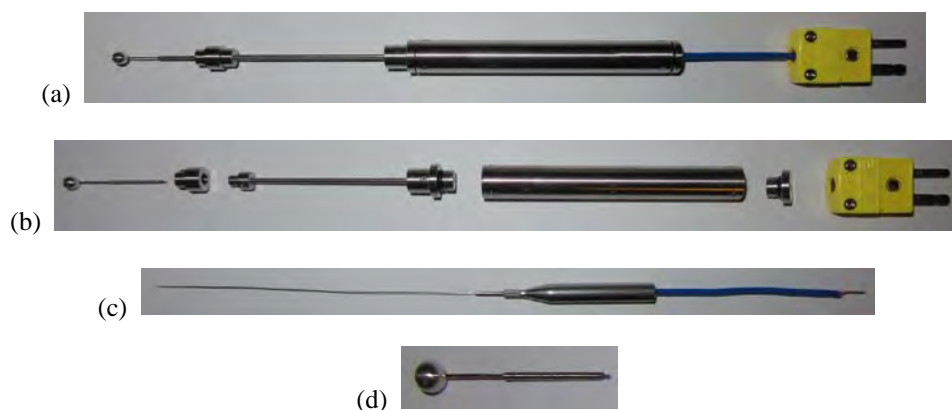


Fig. A.2 – Appearance of probe with rotary arm for third prototype. (a) Assembled state. (b) Parts. (c) K type sheath thermocouple. (d) Platinum probe with platinum pipe strengthened by austenite stainless steel pipe.

試作システム III の機能を確認するため、試作の前段階と同様の条件で試験を実施した。ここでは、20, 40 および 60 °C の 10%PAG ポリマー水溶液をプローブ円運動が 17.5, 35 および 70 mm/s の接線速度で試験した結果についてのみ述べる。Fig. A.3 には得られた冷却曲線と熱伝達係数曲線を示す。40 °C の 10% ポリマー溶液に関してはすでに試作システム II の結果を示したが、両者の違いはプローブ材料の変更から派生した可能性がある。さらに、試作システム II の球プローブ表面の熱電対シース差し込み部には突起があったが、試作システム III ではこれが取り除かれたことも影響しているものと思われる。

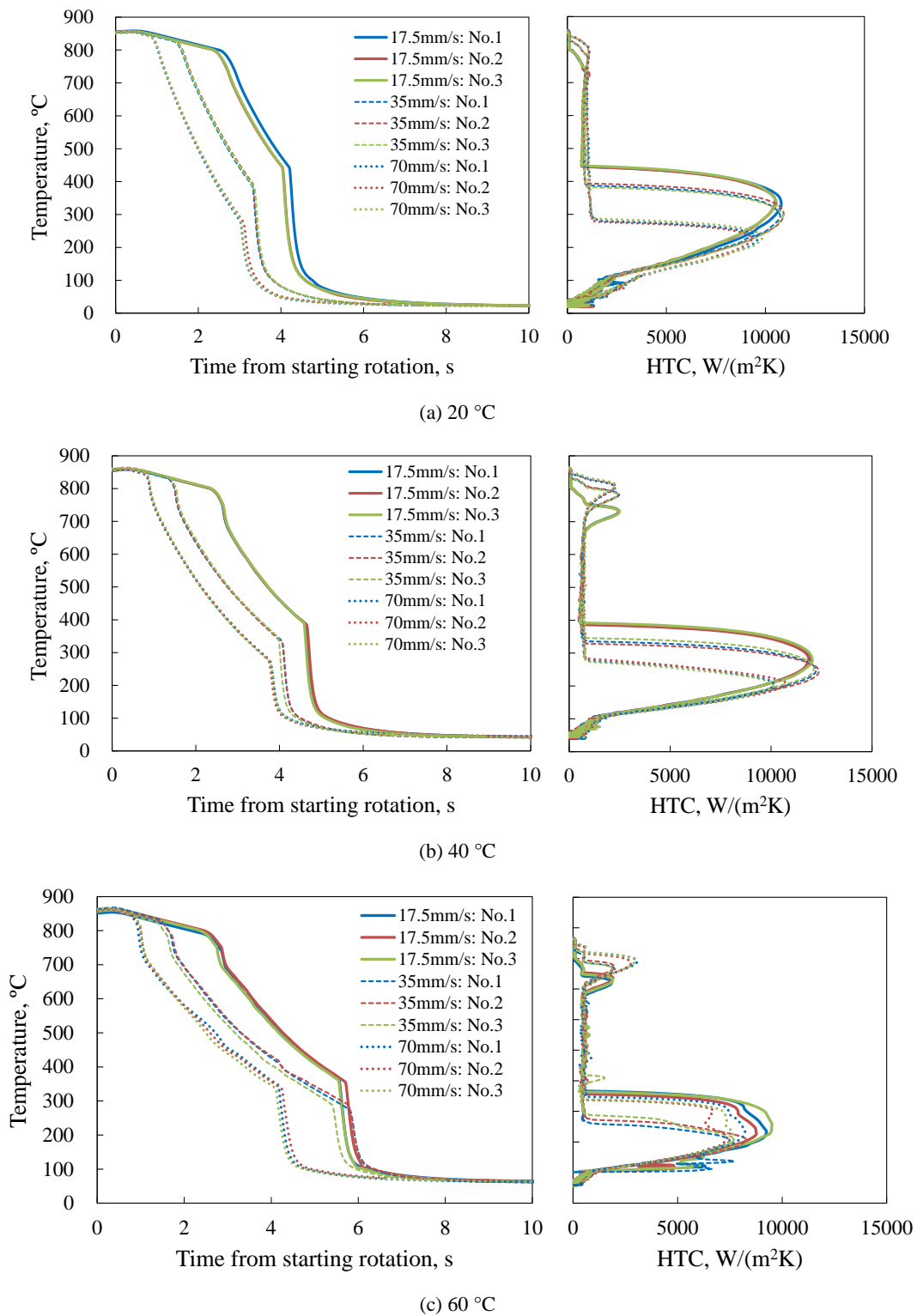


Fig. A.3 – Cooling and heat transfer coefficient curves of 10% polymer solutions from third prototype.

ポリマー溶液の蒸気膜段階での特性を明らかにするには、500 から 600°Cの範囲の熱伝達係数の評価が重要であると思われる。そこで、Fig. A.4 には熱伝達係数のその温度範囲での平均値をグラフ化した。このグラフより、熱伝達係数の平均値は溶液の温度およびプローブの円運動の接線速度に依存することが明らかとなった。

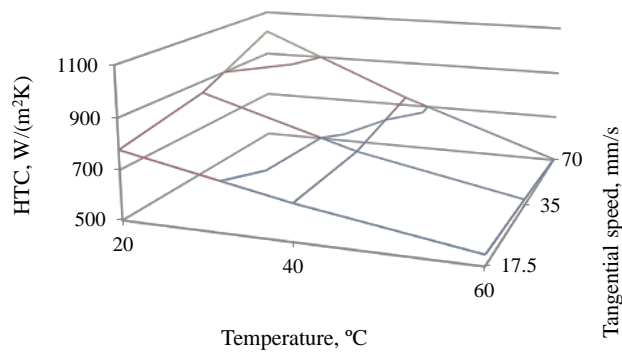


Fig. A.4 – Average heat transfer coefficients of 10% polymer solutions at 20, 40 and 60 °C in between 500 and 600 °C probe temperature.

透明アクリル冷却剤容器中を回転するプローブをハイスピードマイクروسコープVW 9000(キーエンス製)で撮影した。Fig. A.5 に示すように、10%ポリマー水溶液(20, 40 と 60 °C)中を 17.5 mm/sの接線速度で回転するプローブとその周りの状況(蒸気膜と蒸気膜崩壊の段階)を記録することができた。写真に示されたプローブ周りの蒸気の状況は、Fig. A.3 の冷却曲線と熱伝達係数曲線、そしてFig. A.4 の平均熱伝達係数に対応しているものと思われる。

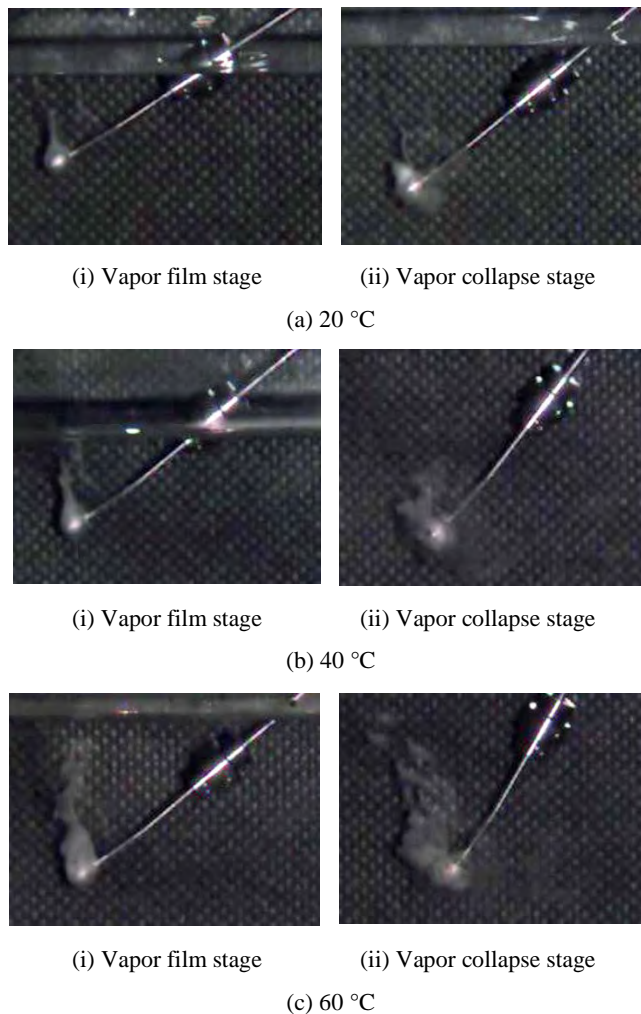


Fig. A.5 – Appearance of probe during testing in 10% polymer solution at 17.5 mm/s tangential speed. (a) 20 °C. (b) 40 °C. (c) 60 °C.

新規の試作システム

2017年度に回転アーム式試作システム III の機能を水およびポリマー水溶液を用いて厳密に確認したところ、蒸気膜崩壊の発生点の再現性にいくぶん問題のあることが明らかとなった。高速度撮影動画により、プローブ付け根付近の熱流れ現象がプローブ回転による支持アームの角度によって変化することが観察でき、これが再現性に影響を及ぼしていることが推定できた。このことは当初から想定はしていたのであるが、結局ポリマー水溶液では無視しえないものとなった。なお、オリジナルの俵式のプローブは支持方法が異なるため、このような現象は生じない。

支持アームの角度変化の問題は、回転ではなく垂直にプローブを浸漬すれば避けることができる。結局、細くて長尺の支持管を持つプローブを下降させるのではなく、冷却剤容器を垂直に上昇させて固定したプローブを冷却するというアイデアに行き着いた。この場合、プローブは容器の直線的な上昇により、冷却剤に対して相対的には直線降下することになる。そして、プローブの周囲に生じる強制流れはプローブ支持管に対して基本的に軸対称の現象となる。

2018年度からは“小型球プローブを用いた容器昇降式冷却特性試験システム”ということで新たに試作システムの開発を開始した。容器の精密な直線昇降には電動アクチュエータを用いる。このようなアクチュエータは各種のロボットシステムの構築用として流通しており、経済的な価格での購入が可能となっている。なお、容器昇降式のシステムは回転アーム式に比べていくぶんコンパクト性は失われることになる。