ノート

鋳鉄の組織と蛍光 X 線分析定量値の検討

毛利　敦雄*

Study of Structure in Cast Iron and X-Ray Fluorescence Quatitative Analysis

MOURI Atsuo*

1.　緒　　言

当センターでは蛍光 X 線分析装置による鋳鉄，鉄鋼の定量分析（検量線法）を行っている。鋳鉄の蛍光 X 線分析において，蛍光 X 線強度は組織の影響を受けるとの報告[1]がなされている。本ノートでは，鋳鉄の組織の違いによるけい素（以下 Si ）の蛍光 X 線強度，定量値の違いについて検討を加えた。

2.　実験

2.1　試料

使用した試料を表 1 に示す。これらは依頼試験として当センターに持ち込まれた試料である。④FCD450 チル熱処理は③FCD450 チルを電気マッフル炉中，大気下 920℃で 20 時間熱処理[1]を行い，初晶セメンタイトを分解した（初晶セメンタイト→黒鉛＋フェライト）試料である。

なお，②FCD450 正常と③FCD450 チルは別試料であり，成分組織等は異なる。

2.2　評価

試料の評価は金属顕微鏡観察，走査型電子顕微鏡分析および成分分析で行った。

2.2.1　金属顕微鏡観察

試料を樹脂で埋め込み，試料研磨機で研磨，エッチングを行った後，金属顕微鏡（オリンパス光学工業(株)BX-60M-53MB）で観察した。

2.2.2　走査型電子顕微鏡分析

試料の組織中のそれぞれの相（黒鉛，フェライト，初晶セメンタイト（③FCD450 チル），パーライト中セメンタイト，パーライト中フェライト）について，走査型電子顕微鏡 EDS 分析装置（日本電子(株) JSM-6060A）により点分析を行った。

2.2.3　成分分析

成分分析は蛍光 X 線分析装置（ブルカー･エイエックスエス（株）S8 TIGER 4kW）鋳鉄用検量線（照射径 18mm），炭素硫黄分析装置（(株)堀場製作所 EMIA-920V）で行った。また，Si については別途湿式分析[2]も行った。

2.3　結果及び考察

2.3.1　金属顕微鏡観察

③FCD450 チル，④FCD450 チル熱処理の組織観察結果（倍率 500 倍）を図 1 に示す。③FCD450 チルでは，炭素（以下 C）が球状黒鉛とくさび状の初晶セメンタイトとして析出する。セメンタイトは鉄と炭素の金属間化合物（Fe_3C）であり，チル組織の鋳鉄は非常に硬い。④FCD450 チル熱処理では，初晶セメンタイトが黒鉛とフェライトに分解して球状黒鉛のみが見られる。

表 1　試料

試料	組織	備考
①FC250正常	正常組織	片状黒鉛鋳鉄
②FCD450正常	正常組織	球状黒鉛鋳鉄
③FCD450チル	チル組織	球状黒鉛鋳鉄＋ｾﾒﾝﾀｲﾄ析出
④FCD450チル熱処理		③FCD450を熱処理、ｾﾒﾝﾀｲﾄ分解

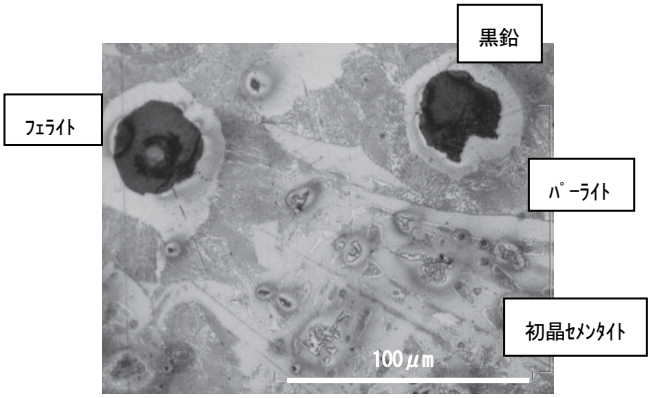
*　中越技術支援センター

なお①FC250 正常，②FCD450 正常はそれぞれ片状黒鉛，球状黒鉛が析出する正常組織であった。

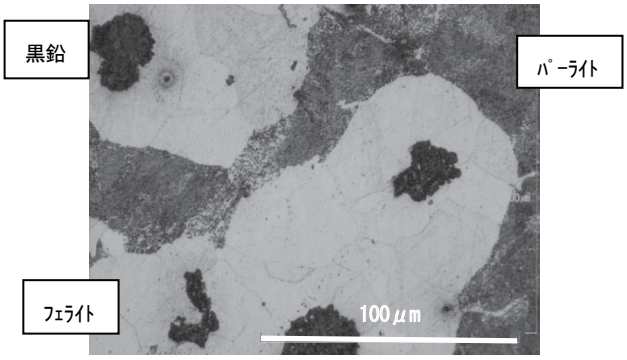
2.3.2　走査型電子顕微鏡分析

試料各相の点分析定量結果（5 回測定平均）を表 2 に示す。Si の結果では，フェライト，パーライト（パーライト中フェライト，パーライト中セメンタイト）からは Si は検出されたが黒鉛，初晶セメンタイトからは Si は検出されなかった。

文献 [3]では，Si の各相に対する固溶度は，フェライトに対しては 18.5%，セメンタイトに対しては 0.04%である。今回の結果はこれに見合うものであった。なお，パーライト中セメンタイトで Si が検出されているが，照射する電子線が隣接するフェライト相に拡散している可能性がある。また C がほとんど固溶しない（最大 0.02%）フェライト相で，C が 4～7%程度検出されている。これは装置内の汚染と考えられる。



③　FCD450 チル（×500）



④　FCD450 チル熱処理（×500）

図 1　金属顕微鏡写真

2.3.3　成分分析

炭素硫黄分析装置（C，S），蛍光 X 線分析装置（C，S 以外），Si 湿式分析（（　）内）による定量分析結果を表 3 に示す。湿式分析は試料中の Si を二酸化けい素として析出させ，その重量を測定する分析方法であり，鋳鉄中の Si 測定では基準とされている。

分析結果は，①FC250 正常，②FC450 正常，③FCD450 チルともに鋳鉄の組成に応じた妥当な値であった。Si の湿式分析と蛍光 X 線定量を比較すると，正常組織では湿式分析と蛍光 X 線分析結果はほぼ同じであった。チル組織では，蛍光 X 線分析は湿式分析（④FCD450 チル熱処理の湿式分析値との比較）よりも若干低値となった。熱処理により蛍光 X 線分析値は増加し，④FCD450 チル熱処理は③FCD450 チルよりも約 19%大きくなった。（Si 定量，SiKα 線強度とも）。これは文献 [1]と同様，組織の違いによるものと考えられる。

X 線管球から照射される RhKα 線の侵入深さ

表 2　走査型電子顕微鏡分析

試料	相	C(%)	O	Si	Fe
①FC250正常	黒鉛	79.6	4.6	0.3	18.5
	パーライト中フェライト	3.7		2.1	94.2
	パーライト中セメンタイト	10.5		2.2	87.2
②FCD450正常	黒鉛	88.6	6.6		4.8
	フェライト	7.3		2.5	90.2
	パーライト中フェライト	6.0		2.0	92.0
	パーライト中セメンタイト	12.3		1.6	86.2
③FCD450チル	黒鉛	89.3	8.1		2.6
	初晶セメンタイト	9.7			90.3
	フェライト	2.3		2.4	95.2
	パーライト中フェライト	2.7		2.7	94.6
	パーライト中セメンタイト	4.1		2.5	93.4
④FCD450チル熱処理	黒鉛	92.4	5.8		1.9
	フェライト	4.8		2.4	92.9
	パーライト中フェライト	4.6		2.0	93.3
	パーライト中セメンタイト	9.6		1.8	88.5

表 3　成分分析

試料	C(%)	Si	Mn	P	S	Cr	Mg
①FC250正常	3.43	2.09 (2.01)	0.74	0.063	0.060		
②FCD450正常	3.70	2.66 (2.62)	0.26	0.031	0.011	0.04	0.04
③FCD450チル	3.91	2.17	0.16	0.040	0.013		0.02
④FCD450チル 熱処理	3.91	2.59 (2.25)	0.15	0.041	0.013		0.02

表 4　RhKα 線侵入深さ

媒体	媒体密度（g/cm3）	照射X線	RhKα：ω 面積質量（g/cm2）	線吸収係数（1/cm）	RhKα侵入深さ（1/100減衰）
Fe	7.86	RhKα	25.6	201	230μm
C	2.25	RhKα	0.469	1.06	4.6cm

表 5　SiKα 線透過厚

媒体	媒体密度（g/cm3）	蛍光X線	質量吸収係数（cm2/g）	90%透過厚（μm）
Fe	7.86	SiKα線（1.74keV）	2324	1.3
C	2.25	SiKα線（1.74keV）	5256	0.6

表 6　面積比率

	黒鉛+初晶セメンタイト（%）	フェライト+パーライト（%）
③FCD450チル	17.1	82.9
④FCD450チル熱処理	12.8	87.2

（1/100 に減衰する深さ）の計算結果[4]を表 4 に，励起される SiKα 線が表面まで出てくる深さ（当初の強度の 10%まで減衰する深さ）の計算結果[5]を表 5 に示す。

照射した X 線（RhKα 線）は鋳鉄中に 200μm 程度侵入するが，励起される SiKα 線は，フェライト，パーライトからは深さ約 1.3μm，黒鉛からは深さ約 0.6μm 程度からしか外に出てこない。

一方，組織中の黒鉛，初晶セメンタイトの大きさは数 μm～10μm 程度である。表面の黒鉛を透過した RhKα 線は，黒鉛下のフェライトなどに達し SiKα 線を発生させるものの，発生した SiKα 線は表面に到達できない。これより，鋳鉄から検出される SiKα 線強度は，試料最表面のフェライトなどの含 Si 相の面積とその相の Si 濃度に依存することがわかる。

③FCD450 チルと④FCD450 チル熱処理において，Si を含む相（フェライト＋パーライト）と Si を含まない相（黒鉛＋初晶セメンタイト）の，金属顕微鏡写真より求めた面積比率を表 6 に示す。

Si を含む相（フェライト＋パーライト）の面積比率は，初晶セメンタイトが消失する分④FCD450 チル熱処理が大きい。一方，熱処理による含 Si 相の Si 量に大きな違いは見られない（表 2）。

これらより，面積比率の違いが優先的に表れて，熱処理品の SiKα 線強度，Si 定量値が大きくなったものと考えられる。

3. 結　　言

鋳鉄のチル組織，正常組織の各相について走査型電子顕微鏡分析と蛍光 X 線分析，湿式分析を行い次の結論を得た。

(1) 鋳鉄中の Si はフェライト，パーライトに分布し，黒鉛，初晶セメンタイトには分布しない。

(2) 同一成分のチル組織品，熱処理品について蛍光 X 線分析を行ったところ，熱処理品がチル組織品よりも SiKα 線強度，Si 定量値（検量線法）とも大きくなる。これは Si を含む相の面積比率が大きくなるためと考えられる。

参考文献

1）村松，小谷，五藤，成田，“鉄と鋼”，58，1972，pp.2049-2059.

2）JIS G1212，鉄及び鋼－けい素定量方法，付属書 1，二酸化けい素重量法（1）

3）矢島悦次郎ほか，“第 2 版若い技術者のための機械･金属材料”，丸善，p.181.

4）“蛍光 X 線分析の手引き”，理学電機工業(株)，p.146.

5）ブルカーエイエックスエス社，S8TIGER 吸収係数計算ソフト