

3 事例報告

(1) 鋳鉄材料の炭素分析における試料調製の影響

瀧口 由佳理、世良 英美、倉本 英哲

ねずみ鋳鉄(FC)及び球状黒鉛鋳鉄(FCD)の炭素分析について、切削加工(旋盤及びボール盤(ドリル))により試料調製した場合、その試料サイズが炭素の分析結果に及ぼす影響について調査を行った。

FCでは、切削加工で試料調製した分析において、分析用試料(切粉)の体積が約0.5mm³以上であれば、分析結果は真値とよく一致した。しかし、FCDでは、分析用試料を切削加工で調製した場合、分析結果は真値との差が大きくなった。この時、切粉の体積は小さくなるほど、炭素量は少なく測定される傾向が見られた。真値との差が発生する原因について、切削加工による試料調製時に黒鉛が割れて飛散するためと考えた。

キーワード：鋳鉄、炭素分析、切削加工

1. 緒言

鋳鉄は、鉄(Fe)を主成分とし、2.11～6.69%の炭素(C)を含む鋳物のことである⁽¹⁾。鋳鉄中のCは、わずかにフェライト中に固溶し、一部はFeとの化合物であるセメンタイト、そして残りは遊離の黒鉛として存在する。C=4.2～4.3%付近に共晶点が存在し鋳造性に優れ、歩留まりが良く、圧縮強度にも優れ、また、遊離の黒鉛が存在することで、耐摩耗性や制振性に優れることから、自動車部品や産業用機械のベッド等の多くの産業機械用部品の材料として利活用されている⁽¹⁾。

一般的に多く利活用されている鋳鉄は、ねずみ鋳鉄(FC)と球状黒鉛鋳鉄(FCD)である。FCでは黒鉛が片状に晶出する。脆く弱い黒鉛は、破壊の起点となる。黒鉛の形状が片状のFCでは、黒鉛自体が切り欠きとして働き、強度を低下させる要因となることから、黒鉛の形状を球状にして機械的性質を改善したものがFCDである。

鋳鉄の炭素分析において、金属組織、試料調製方法等により誤差を生じることが報告されており⁽²⁾⁽³⁾、またJIS Z 2615(金属材料の炭素定量方法通則)で、試料の調製方法が規定されている。鋼の場合は、簡便性や、分析時に試料が燃焼しやすい等の理由から、旋盤、フライス盤、ボール盤(ドリル)による切削加工によって

切粉状で調製することが多い。しかし、鋳鉄では黒鉛が晶出していることで、切削加工により切粉を調製する場合、組織中の黒鉛が飛散することが考えられ、このことが炭素量分析結果において誤差を生じさせる要因になると考えられる。そこで、本報告では、鋳鉄中の黒鉛の定量分析において切削加工によって試料調製した場合の方法、加工条件等が分析結果に及ぼす影響を調査したので、その結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 試料

試料として、3種類のFC(A社製FC250、A社製FC300、B社製FC300)及び3種類のFCD(A社製FCD450、A社製FCD400、B社製FCD400)を準備した。本報告では、試料それぞれをFC1、FC2、FC3及びFCD1、FCD2、FCD3とした。なお、これらの試料の炭素量は、順に3.27%、3.24%、3.26%、3.57%、3.59%、3.58%である(記載の炭素量は、後述3.3項で示す真値であり、質量%となる。以下特にことわらない限り質量%を示す)。

2.2 炭素分析用試料の調製

炭素分析用試料の調製は、2.1の6種類の試料をそれぞれ表1の加工条件で調整した(全48試料)。

表1 炭素分析用試料調製における加工機の加工条件

加工機	型式等	加工条件
旋盤	MS-650 (株)森精機製作 所製	切込量(mm) : 0.5、1、3 送り速度(mm/sec) : 40、 80、100 回転数(rpm) : 510
ボール盤 (ドリル)	KID-420 (株)キラ・コーポレーシ ョン製	回転数(rpm) : 450 ドリル径(mm) : 直径 5 送り速度 : 手動

また、炭素分析用試料は、採取後アセトンによる超音波洗浄(5分×2回)を行い、風乾後分析に供した。

2.3 試料の金属組織観察

切り出した試験片を樹脂包埋した後、研磨、琢磨を行い、3%ナイトール(硝酸アルコール溶液)で腐食して観察に供した。観察は、倒立型金属顕微鏡(ライカマイクロシステムズ(株)製 DMi8 型)で行った。

2.4 炭素分析用試料の観察及び寸法測定

2.1 の 6 種類の試料より表 1 に示す 8 条件で調製した炭素分析用試料について、観察及び寸法測定を行った。観察は、マイクロスコープ(株)ハイロックス製 KH-7700 型)及び査型電子顕微鏡(日本電子(株)製 JSM-7200F 以下 SEM とする。)で行った。寸法測定は、マイクロスコープで外形寸法を行い、厚みはノギスを用いて行った。

2.5 炭素分析

炭素分析は、JIS G 1211-3 鉄及び鋼-炭素定量方法-第 3 部 : 燃焼-赤外線吸収法により行い、装置は炭素・硫黄分析装置 EMIA-Expert(株)堀場製作所製)を使用した。原理は、試料を酸素気流中で燃焼させ、二酸化炭素及び一酸化炭素に酸化して赤外線吸収量を測定する。

あらかじめ 1100℃で空焼きしたセラミック製のつばに、アセトンにより超音波洗浄した試料 0.5 g を秤りとり、助燃材としてタングステン 1.5 g とすず 0.3 g を加え、分析に供した。また、検量線の作成は、一般社団法人日本鉄鋼連盟の日本鉄鋼認証標準物質(JSS)の No.110-13(鋳物用鋇鉄)及び No.208-4(炭素定量専用鋼)を用いた。

3. 結果および考察

3.1 試料の金属組織観察結果

図 1 に各試料の金属組織観察結果を示す。

FC について、FC1~3 の全てが母相はパーライトであり、黒鉛の晶出形態は A 型のねずみ鋳鉄であることが確認できる。また、FC1~3 の順に晶出した黒鉛が粗大になっていた。

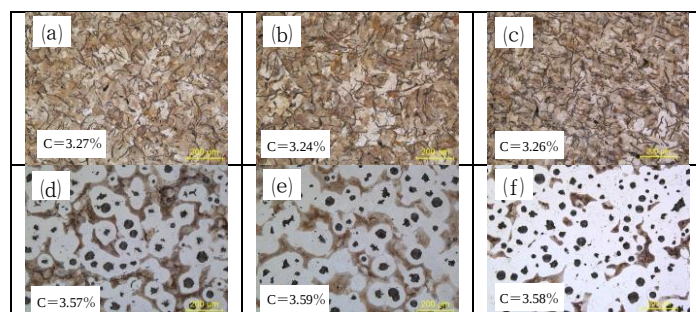
FCD について、FCD1~3 の全てが母相はブルズアイ型のフェライト/パーライト組織を呈している。また、FCD1~3 の順に、フェライト相が多くなっており、また、黒鉛の大きさも小さくなっていた。

3.2 炭素分析用試料の観察結果

調製試料を観察したところ、FC の 3 種類の試料間で違いはなく、また、FCD の 3 種類についても同様であった。そこで、代表して FC1 及び FCD1 の、8 つの加工条件で得られた調製試料について、マイクロスコープ像及び SEM 像を図 2 に示す。

図 2 より、得られた切粉の形状は、すべての加工条件でしわが寄ったような蛇腹形状を示し、せん断型の切粉であった。この観察結果は、FC1 及び FCD1 以外の試料についても同様であり、また、試料サイズは FC より FCD の方が長い傾向であった。これは、FCD はフェライトが多く晶出しており、延性に優れることから切粉が切れにくく、反対に FC では黒鉛がチップブレイカーの役割を果たし、断片的な切粉になりやすいためと考えられる。

図 3 に、切込量と切粉幅の関係を示し、図 4(a)、(b)



※図中に示す C 量は、後述 3.3 項で示す真値である。

図 1 金属組織観察結果

(a) FC1、(b) FC2、(c) FC3、
(d) FCD1、(e) FCD2、(f) FCD3

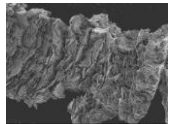
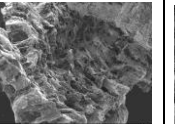
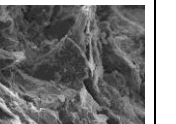
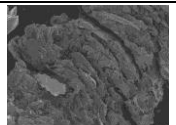
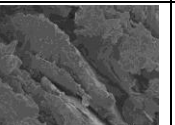
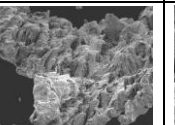
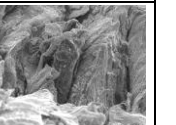
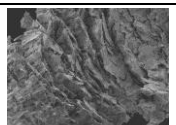
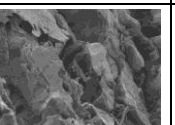
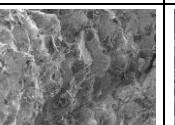
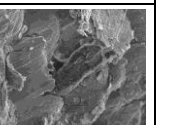
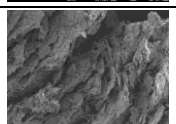
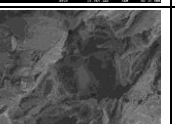
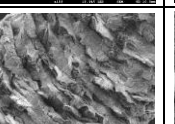
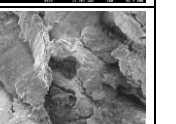
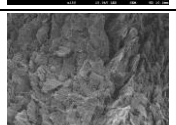
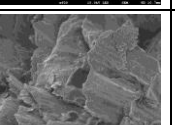
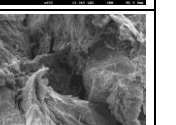
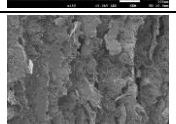
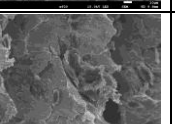
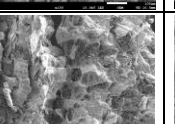
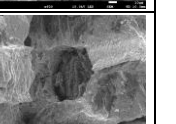
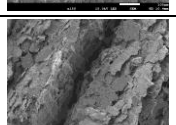
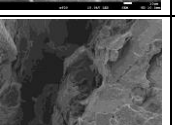
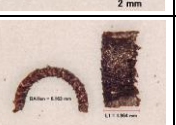
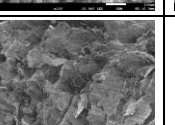
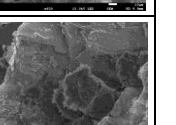
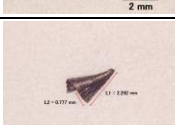
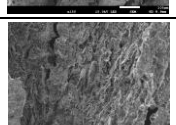
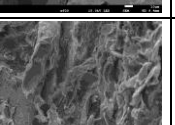
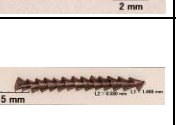
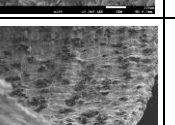
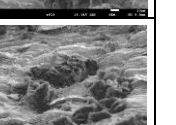
加工条件			FC1				FCD1			
加工機	切込量 (mm)	送り速度 (mm/sec)	マイクロスコップ像	SEM 像			マイクロスコップ像	SEM 像		
				低倍率	高倍率			低倍率	高倍率	
旋盤	0.5	40								
	1	40								
	1	80								
	1	100								
	3	40								
	3	80								
	3	100								
ボール盤 (ドリル)										

図2 FC1 及び FCD1 の炭素分析用試料の観察結果

に、切込量 1mm 及び 3mm の時の送り速度と切粉長さの関係を示す。また、図 5 に送り速度と切粉厚さの関係を示す。

図 3、図 4 及び図 5 より、本報告の旋盤による試料調製条件の範囲において、FC 及び FCD の材質の違いによらず、切込量と切粉幅、送り速度と切粉長さ、送り速度と切粉厚さそれぞれの関係は、多少のばらつきがあるもののほぼ同様であり線形性がみられた。この

とき、切込量が大きくなるほど切粉幅は大きくなり、また、同じ切込量では、送り速度が速くなるほど切粉厚さは大きくなった。しかし、送り速度と切粉長さの関係は、FC よりも FCD の方が長くなる傾向が見られた。このとき、切込量 1mm で試料調製したものについては、FC と FCD のどちらも送り速度が速くなるほど切粉長さは長くなった。しかし、切込量 3mm で試料調製したものについては、FC では送り速度が速くなるほ

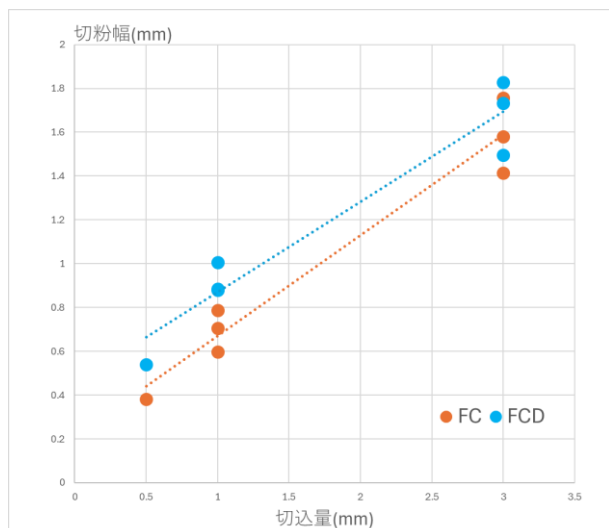


図 3 旋盤加工での切込量と切粉幅の関係

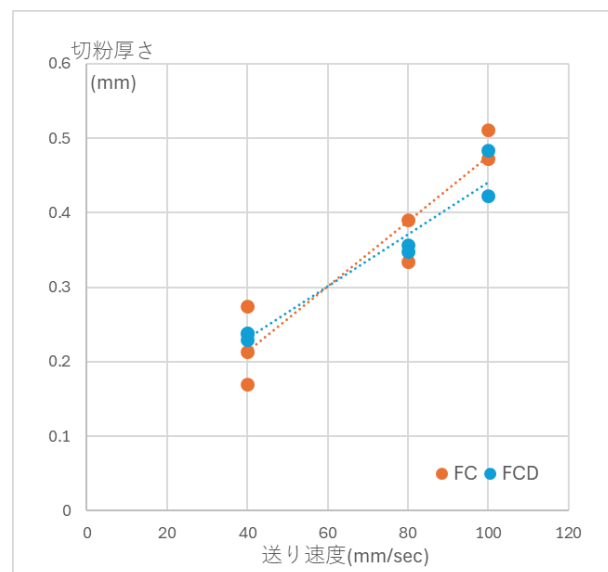


図 5 旋盤加工での送り速度と切粉厚さの関係

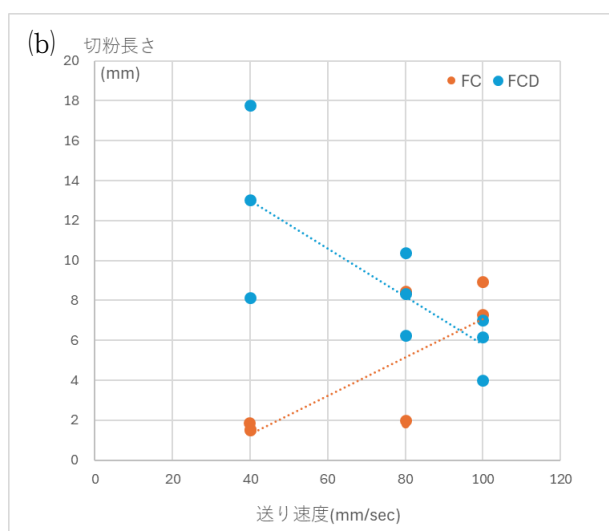
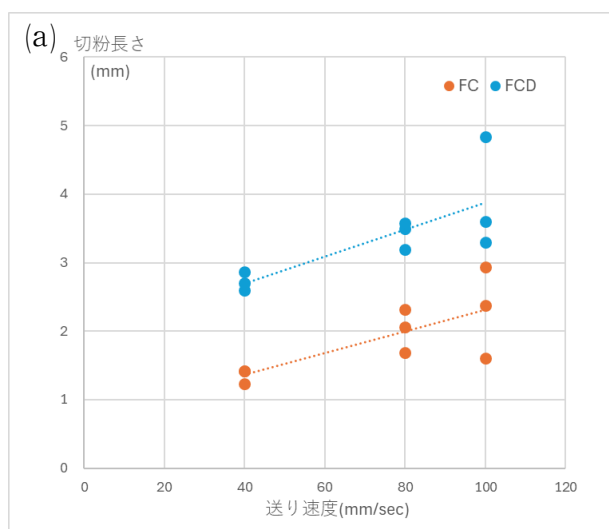


図 4 旋盤加工での送り速度と切粉長さの関係

(a) 切込量 1mm、(b) 切込量 3mm

ど切粉長さが長くなったが、FCD では反対に送り速度が速くなるほど切粉長さは短くなった。

本実験条件内では、切込量は大きいほど、送り速度は速くなるほど切削抵抗は大きくなるため、加工部の温度は高くなり、むしろ型の切削形態になる可能性がある。図 4(b)において、FCD を切込量 3mm で試料調製した場合、送り速度が速くなるほど切粉長さが短くなっている。これは、切削形態がむしろ型になり、切粉の連続性が失われやすくなったためと考える。

図 2 中の切粉のマイクロスコープ及び SEM の低倍率での観察結果では、FC1 及び FCD1 のどちらの表面も蛇腹形状となっており、明らかな違いは見られなかった。しかし、高倍率の観察で、FCD1 では黒鉛が表面に現出しているものや、割れているものが多く見られ、一方、FC1 の黒鉛は蛇腹の間に挟まれた状態で包埋されたように見えた。切込量 3mm で試料調製した切粉表面では、蛇腹形状ではあるものの蛇腹の間隔は広くなっており、包埋された黒鉛は少なかった。

3.3 炭素量の分析

炭素濃度の測定結果と真値の関係を図 6(a)～(h)に示す。ここで、真値とは、JIS Z 2615 に規定されている試料の調製方法の切出し法(湿式試料切断機を用いて試験片を切り出した)により試料調製後、分析を行った測定値である。図 6(a)～(d)より、FC の場合、旋盤の

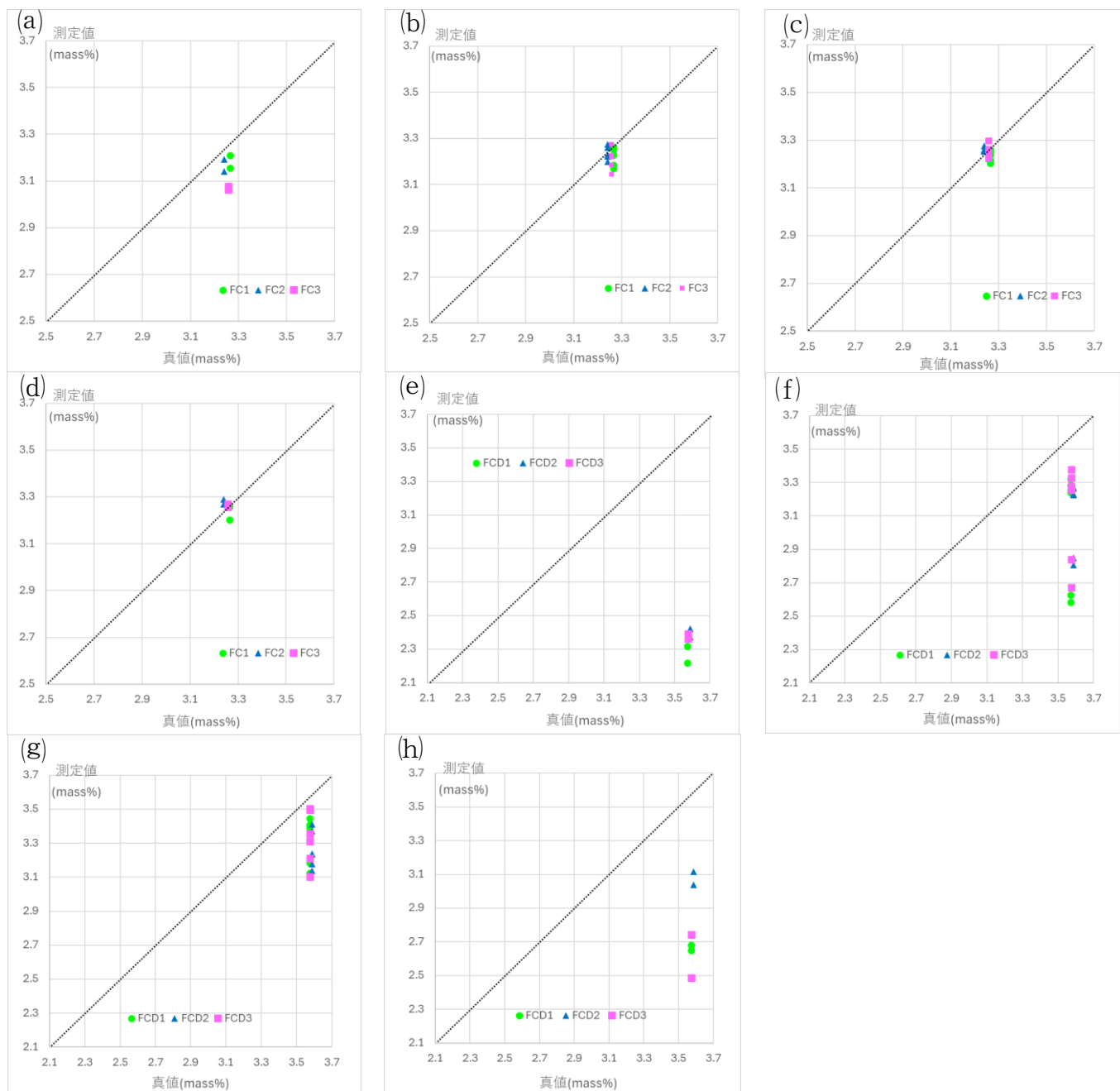


図6 炭素量の測定結果

- (a) 試料材質:FC、加工機:旋盤、切込量:0.5mm、n=6
- (b) 試料材質:FC、加工機:旋盤、切込量:1mm、n=18
- (c) 試料材質:FC、加工機:旋盤、切込量:3mm、n=18
- (d) 試料材質:FC、加工機:ボール盤(ドリル)、n=6
- (e) 試料材質:FCD、加工機:旋盤、切込量:0.5mm、n=6
- (f) 試料材質:FCD、加工機:旋盤、切込量:1mm、n=18
- (g) 試料材質:FCD、加工機:旋盤、切込量:3mm、n=18
- (h) 試料材質:FCD、加工機:ボール盤(ドリル)、n=6

切込量 0.5mm で試料調製した場合を除いて、真値と測定値は比較的一致していた。旋盤の切込量を 0.5mm と

した場合は、切粉が小さくっており、炭素の保持が難しかったことが予想される。ここで、図7にFCに

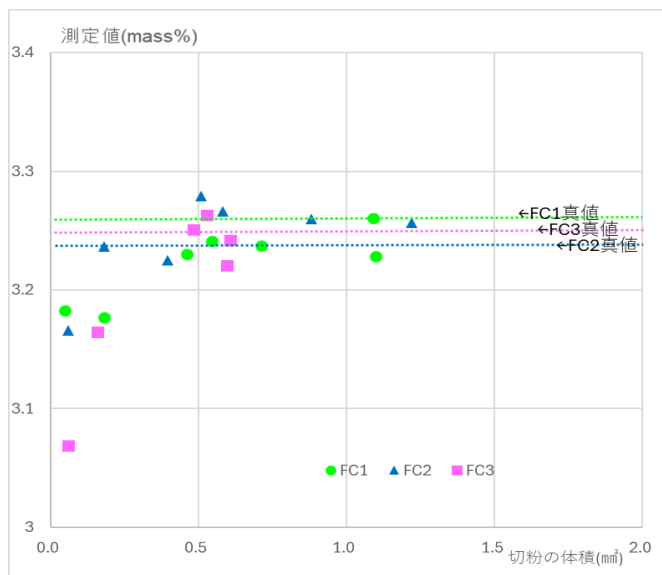


図7 FCの切粉体積と炭素量の関係

についての切粉体積と炭素量の結果を示す。図より真値に対して差が大きくなっているのは、FC1～3に関係なく、切粉体積が小さいもので、約 0.5mm^3 以下であることが分かる。つまり、切粉の体積が 0.5mm^3 以上と比較的大きくなれば、切削加工により調製した試料でも精度が確保できると考える。

図6(e)～(h)より、FCDの場合、FCD1～3に関係なく測定値は真値に対して大きく下回った。つまり、FCDでは、切削加工で試料調製を行った場合、炭素量が少なく測定されている。真値との差とばらつきは、切込量が 1mm の旋盤及びボール盤(ドリル)で調製した試料において著しかった。切込量 1mm の旋盤で調製した試料は、全体的に切粉の大きさが小さく、その体積は約 1mm^3 以下であった。ボール盤(ドリル)で試料調製すると、切粉は穴の中から、ドリルの刃にこすられるようにして、せり上がってくる。小さな切粉の場合、黒鉛が包埋される量が少なく表面に現出する割合が多くなる。また、ドリルの場合、切粉厚さが薄く、穴からせり上がる際に切粉が押しつぶされる。このとき、図2のSEM観察でも見られたように表面に現出する黒鉛が割れて飛散してしまうため、分析試料を回収する際に黒鉛が少なくなってしまうことが考えられる。以上の結果より、切削加工により試料調製すると、真値に対して炭素量が少なく測定されてしまうことから、FCDの炭素分析には、切削加工による試料調製は適さないと考えた。

本報告の範囲において、FC及びFCDともにFC1～3、FCD1～3の炭素量及び金属組織の違いが、分析結果に及ぼす影響は確認できなかった。

4. 結言

FC及びFCDの炭素分析について、切削加工(旋盤及びボール盤(ドリル))により試料調製した場合、その試料のサイズが炭素の分析結果に及ぼす影響について調査を行った。結果は以下のように要約される。

- (1) FCでは、切削加工で試料調製した分析において、分析用試料(切粉)の体積が約 0.5mm^3 以上であれば、分析結果は真値とよく一致した。
- (2) FCDでは、分析用試料を切削加工で調製した場合、分析結果は真値との差が大きくなった。この時、切粉の体積は小さくなるほど、炭素量は少なく測定される傾向がみられた。真値との差が発生する原因について、切削加工による試料調製時に黒鉛が割れて飛散するためと考えた。

おわりに、本研究を実施するに際して使用した炭素・硫黄分析装置、湿式切断機、精密試料切断機、倒立型金属顕微鏡、デジタル測定顕微鏡及び走査電子顕微鏡は公益財団法人JKAの自転車等機械工業振興事業に関する補助金により整備したものである。その他、研究への御協力、御支援をいただきました関係各位に深く感謝します。

参考文献

- (1) 松尾哲夫、末永勝郎、立川逸郎、幡中憲治、福永秀春、機械材料、朝倉書店(1984)p.129-132
- (2) 前川静彌、菊池安藏、鑄鐵の分析試料採取法に関する研究、鐵と鋼鉄と鋼 40-7(1954)p.700～709
- (3) 佐藤知雄、菅野正己、各種鑄鉄の炭素分析値について、鑄物 29-6(1957)p.447-451
- (4) JIS Z 2615 金属材料の炭素定量分析通則(2015)
- (5) JIS G 12121-3 鉄及び鋼-炭素定量方法- 第3部：燃烧-赤外線吸収法(2018)