

# 蛍光X線分析における鑄鉄中 Si の定量性についての検討

服 部 悟\*

## 【要 旨】

蛍光エックス線分析法により鑄鉄中のけい素の分析を行う際、Si の検出強度に影響を与える因子として炭素量および黒鉛組織について検討した。鑄鉄中 Si の蛍光エックス線強度は、組織中の黒鉛量だけでなく、そのサイズや分布状況の影響を受ける。

## 1 はじめに

鑄鉄の品質管理として行う成分分析法の一つである蛍光X線分析は、短時間で広い元素範囲を分析できる点が優位であるが、鑄鉄中成分の Si についてはサンプル状態によって検出強度がバラつくため、精度を求める分析については長時間を要する湿式分析（二酸化けい素重量法）に依らなければならない。蛍光X線分析の定性分析結果から定量値を求めるファンダメンタルパラメータ法（FP法）は、検出されたX線強度から成分元素の含有量を理論強度計算により求める手法であり、測定試料が均一であることが計算の前提条件となっている。鑄鉄は、黒鉛、フェライト、セメンタイト（Fe<sub>3</sub>C）の3つの相からなる金属組織的に不均一な分析試料であり、また、これらの相の中で Si を含んでいるのはフェライト相のみである。3つの相のうち黒鉛は比重が約2.3と小さく、炭素含有量の多少は、鑄鉄組織中の黒鉛体積率を大きく変動させることから、炭素含有量が、FP法による Si 半定量値に及ぼす影響について検討を行った。

## 2 実験手法

表1に示す組成の普通鑄鉄を母材として、これに炭素を添加し、炭素量を約3%から4.7%の範囲（その時の黒鉛体積率は約7%

から13%）で成分調整し分析試料とした。溶解には小型の高周波溶解炉を使用し、母材と黒鉛を溶解した後、坩堝中で冷却し黒鉛組織とした試料と、銅製金型に注湯しチル化（炭素が Fe<sub>3</sub>C として析出した組織）させた試料を作製した。溶解炉を使用し、母合金と黒鉛を溶解した後、坩堝中で冷却し黒鉛組織とした試料と、銅製金型に注湯しチル化させた試料を作製した。

作製した試料を蛍光X線分析FP法および、JIS G 1212（鉄及び鋼—けい素定量方法）の二酸化けい素重量法により分析し、得られた分析値の比較を行った。

表1 母材組成

C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu
2.94	1.63	0.98	0	0.09	0.1	0.05

## 3 結果

図1に炭素量を変化させた時の Si 分析値に与える影響を示す。黒鉛組織試料のFP法による Si 半定量値は炭素量の増加に従って微増する傾向がみられたが、その変化の割合は小さい。しかし、試料調整のため母材を再溶解した試料と母材のFP法による Si 半定量値には、同一組成にも関わらず、約0.1%の差がみられた。

図2に母材および成分調整のため再溶解した試料の金属組織写真を示す。炭素量は、2.93%で同一組成のものである。

\* 基盤技術課 主任研究員

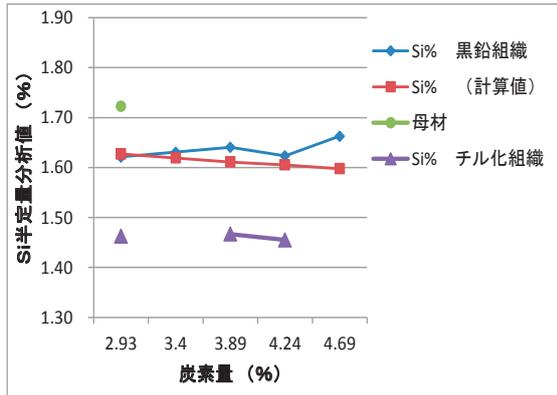
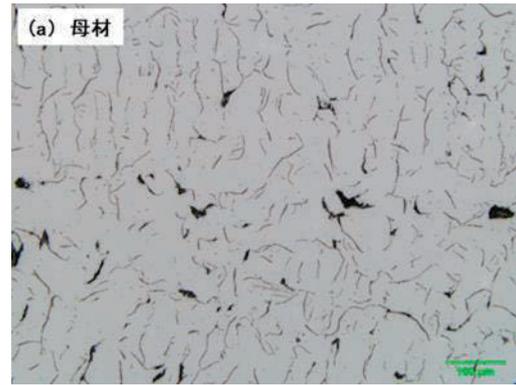


図1 FP法によるSi半定量値

再溶解し成分調整した試料は、母材の凝固時より冷却速度が速くなったことで黒鉛組織が微細化している(b)。また、母材を再溶解し銅製金型に注湯しチル化した試料では、黒鉛は見られず炭素は $Fe_3C$ として存在している(c)。この試料のFP法による分析値は、図1に示すように、約0.17%低い値であった。このように蛍光X線分析FP法により得られるSi値は、炭素含有量、黒鉛のサイズ、分布状態、および炭素の化合形態の影響を受け変動するため結果の取り扱いに注意しなければならない。また、鑄鉄中Si量の定量分析を蛍光X線分析検量線法で行う場合では、分析試料と同等な金属組織を持った標準試料を準備することが必要と考えられ、試料を再溶解後に急冷してチル組織とすることは一定有効な方法であると考えられる。日常、分析依頼で持ち込まれるサンプルは、鑄造条件等によって金属組織は様々で、蛍光X線分析では分析値がばらつく原因になるが、迅速な分析法として利用するために、今後、分析事例を蓄積し適用範囲についてさらに検討が必要である。



※母材、黒鉛組織写真で黒い組織が黒鉛、チル化組織では黒いのが $Fe_3C$ を含む組織。

図2 各試料の金属組織(2.93% C)