

6.7 JIS 法による黒鉛球状化率測定法の検討

Examination of measurement of graphite spheroidization ratio by JIS method

金森 陽一 藤川 貴朗

Yoichi Kanamori Takao Fujikawa

Abstract

Ratios of graphite spheroidization on 50 specimens have been measured with new and old JIS (Japanese Industrial Standard) methods by the image analysis. A comparison between the new JIS method and the old one have been carried out. There is a relationship between the new JIS method and the old one that (the new JIS method) = $-20.4 + 1.24 \times$ (the old JIS method). This relation differs from a result that was shown with in the explanation of JIS. Ratios of graphite spheroidization that measured with new and old JIS methods comply with the normal distribution. The reliability of measurements or a condition of the measurement can be known from the graphite grain number.

Keywords : ratio of graphite spheroidization, Japanene Industrial Standard, image analysis, normal distribution, graphite grain number

1. 緒言

球状黒鉛鑄鉄において、黒鉛形状は、製品の材質を決める重要なファクターの1つである。そのため、個々の製品の黒鉛形状を正確に把握することが求められる。現在のところ日本では、球状黒鉛鑄鉄の黒鉛形状は、黒鉛球状化率で表すのが一般的である。黒鉛球状化率測定法は、黒鉛粒の形状を簡易的に測定できる方法であり、日本工業規格 (JIS) にも規定されている。

最近の国際化の流れの中で、JIS においても、国際規格 (ISO) との整合が進められている。こうした中、1995年7月に鑄鉄品のJIS規格が改正され、それに伴い、球状黒鉛鑄鉄の黒鉛球状化率測定法も改められた。旧JIS法では、黒鉛粒を形状によって5つに分類し、それぞれの形状に係数を与え、黒鉛粒数と形状係数から黒鉛球状化率を求めていた¹⁾。これに対し、新JIS法では、黒鉛粒を6つに分類し、球状に近い2つの形状 (V, VI) の黒鉛粒数と全黒鉛粒数の割合から求めることとなった²⁾。この改訂に伴い、JISにより、旧JIS法と新JIS法の比較が行われた²⁾。それによると、旧JIS法で70%以上としたのは、新JIS法では78%以

上に相当するということである。しかしながら、著者らが同様の比較を行ったところ、異なる傾向を示した。また、同一サンプル中での黒鉛球状化率の測定値のばらつき、測定回数の検討を行ったので、以下にそれら結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 研磨

黒鉛球状化率が広範囲に変化した試料50サンプルを用意した。試料を適当な大きさに切断し、SiC研磨紙で#1200まで研磨後、バフ研磨を行った。バフ研磨には1, 0.3, 0.05 μm の Al_2O_3 懸濁液を使用した。

2.2 測定

本研究では、画像解析処理法を採用し、市販の黒鉛球状化率測定ソフトを使用した。測定倍率は、すべて100倍で行った。また、測定対象黒鉛サイズは10及び20 μm 以上の2種類とした。ただし、JIS法では20 μm 以上の黒鉛を測定することになっている。測定視野数は5または30とした。

3. 実験結果及び考察

3.1 新JIS法と旧JIS法の比較

50サンプルについて、新旧JIS法で黒鉛球状化率を測定し、その比較を行った。図1と図2は、それぞれ10, 20 μm以上の黒鉛について測定した結果である。また、図3はJISの解説に示された結果である²⁾。ここで、図3のISO法は新JIS法、NIK法は旧JIS法を示す。図3によると、新旧JIS法には、(新JIS法) = 4.58 + 1.05(旧JIS法)の関係が

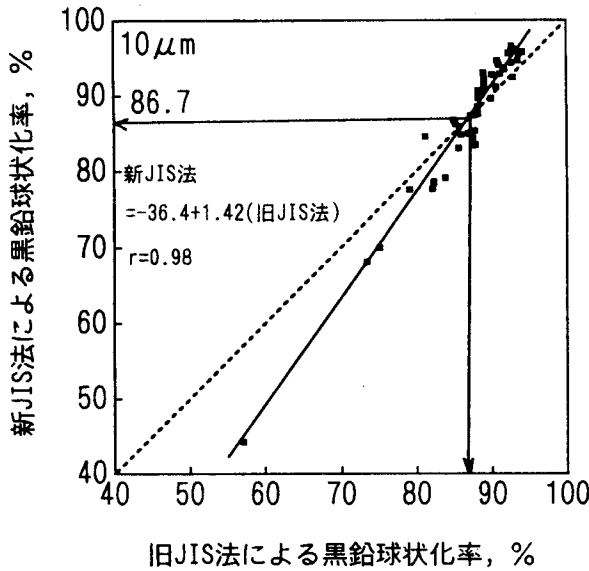


図1 新JIS法と旧JIS法による黒鉛球状化率の比較

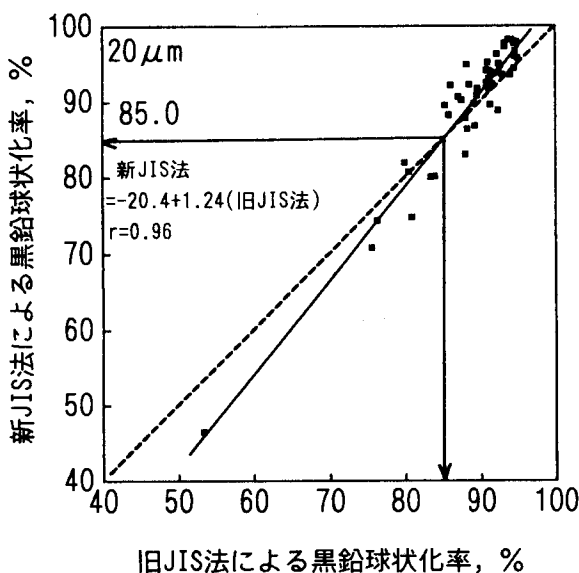


図2 新JIS法と旧JIS法による黒鉛球状化率の比較

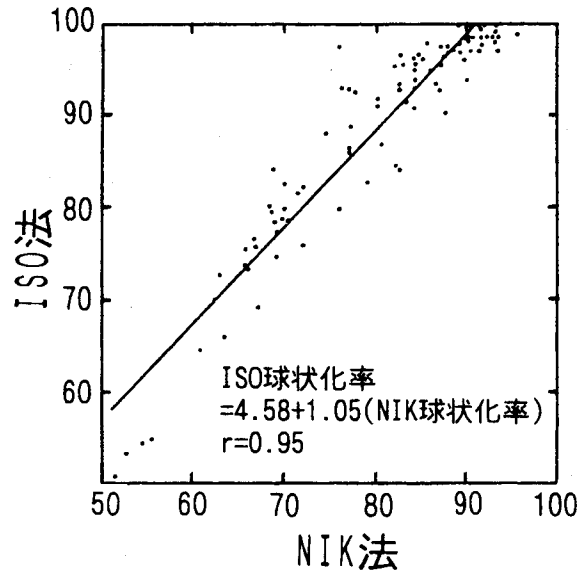


図3 新JIS法と旧JIS法による黒鉛球状化率の比較

ある。これは緒言でも述べたように、旧JIS法より新JIS法の測定値が常に大きくなることを意味する。これに対し、著者らの結果は、対象黒鉛サイズが10 μm以上の場合、新JIS法と旧JIS法の間には(新JIS法) = -36.4 + 1.42(旧JIS法)となった。これは、86.7%のとき、新JIS法と旧JIS法が等しくなり、それ以上では、新JIS法の測定値が大きくなり、それ以下では旧JIS法が大きくなることを示す。20 μm以上では、新旧JIS法の間には(新JIS法) = -20.4 + 1.24(旧JIS法)となり、85%を境にそれ以上で新JIS法、それ以下で旧JIS法の方が大きくなる傾向を示す。また、10 μm以上と20 μm以上の結果を比較すると、10 μm以上の方が20 μm以上より相関係数rが小さくなった。

3.2 同一サンプル中での黒鉛球状化率測定値のばらつき

同一サンプル中でのばらつきを検討するため、新旧JIS法で1試料につき、それぞれ黒鉛球状化率を30視野測定し、度数分布プロットを行った。

図4は新JIS法で測定した結果、図5は旧JIS法で測定した結果である。また、図4のa, b, cはそれぞれ、黒鉛球状化率の平均値が

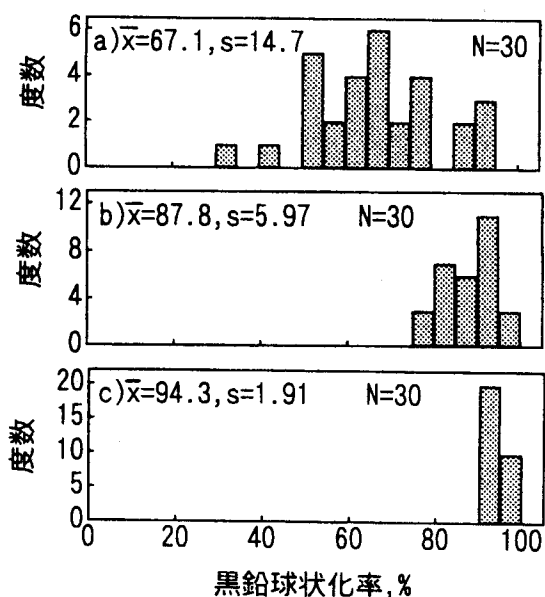


図4 黒鉛球状化率のヒストグラム
(新JIS法, 10 μ m)

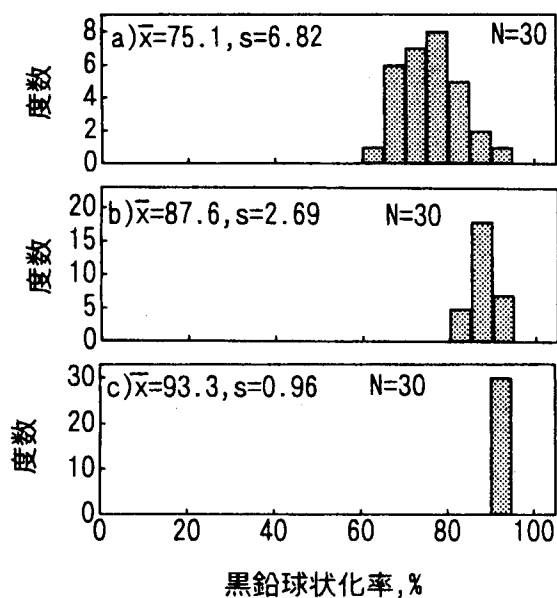


図5 黒鉛球状化率のヒストグラム
(新JIS法, 10 μ m)

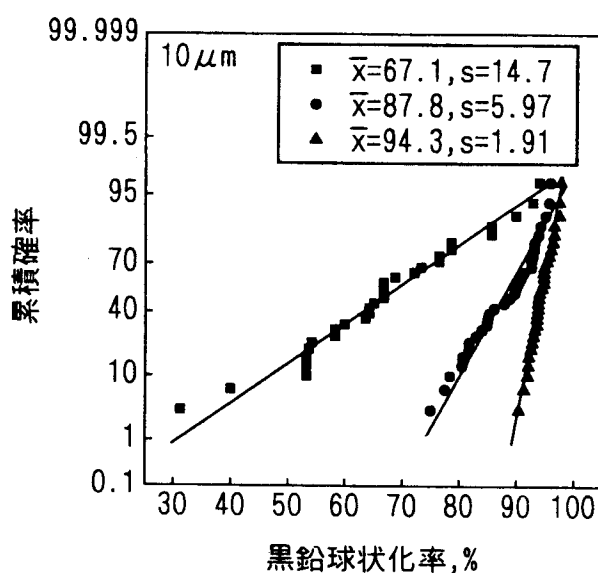
67.1%, 87.8%, 94.3% のヒストグラムである。

平均値が大きくなるほど、測定値のばらつきは小さくなる傾向を示した。また、同様に旧JIS法でも平均値が75.1%, 87.6%, 93.3% (a, b, c) と大きくなるほど、ばらつきは小さくなっている。以上の結果から、同一サンプルにおいても黒鉛球状化率の測定値にはばらつきがあり、そのばらつ

きはサンプルによって異なることがわかった。

測定値のばらつきが、正規分布に従うかを調べるため、図4, 5の結果を正規確率紙にプロットした。図6, 図7はそれぞれ図4, 図5をプロットしたものである。

図から明らかなように、新旧JIS法いずれの場合も良い直線関係が認められる。したがって、測定



値の分布はすべて正規分布に従うと考えられる。

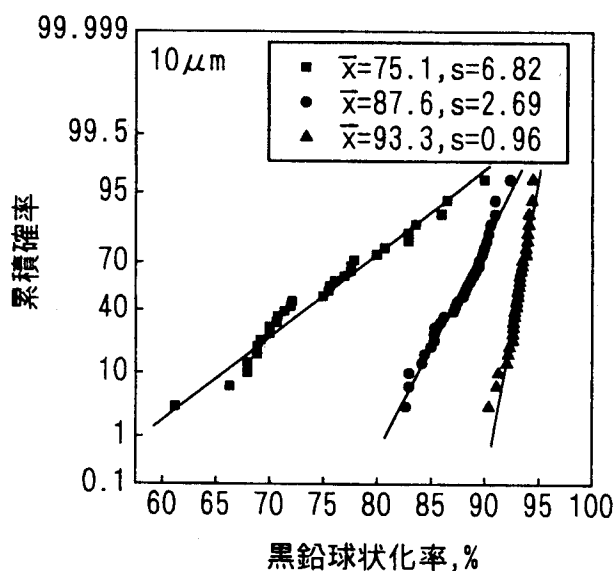


図6 正規確率プロット(新JIS法)

図7 正規確率プロット(新JIS法)

3.3 測定回数の検討

黒鉛球状化率を正確に求めるための最低測定回数を検討した。母集団の母平均 (μ) と母分散 (σ^2) が未知の正規母集団 $N(\mu, \sigma^2)$ から大きさ n の標本をとり、その標本平均を \bar{x} とし、標本分散を s^2 とするとき、 μ の $100(1-\alpha)\%$ の信頼区間は、つぎの式で与えられる³⁾。

$$\bar{x} - l_{\alpha/2} \cdot s / n^{1/2} \leq \mu \leq \bar{x} + l_{\alpha/2} \cdot s / n^{1/2} \quad (1)$$

また、母平均 μ の点推定 \bar{x} の誤差範囲は、

$$|\bar{x} - \mu| \leq l_{\alpha/2} \cdot s / n^{1/2} \quad (2)$$

となる。 $l_{\alpha/2} \cdot s / n^{1/2}$ は信頼区間幅の半分に相当し、 x の最大誤差である。

したがって、 $l_{\alpha/2} \cdot s / n^{1/2} = e$ とおけば、標本数 n は、

$$n = l_{\alpha/2}^2 \cdot s^2 / e^2 \quad (3)$$

となる。黒鉛球状化率の測定値は正規分布に従うので、式 (3) から、標準偏差と測定回数の関係を求めることができる。図 8 は、信頼度 95% で \bar{x} と μ の最大誤差を 2.5, 5% としたときの標準偏差と測定回数 n の関係を式 (3) から求めた結果である。

図 8 から、標準偏差が大きくなるほど、条件を満たすために必要な測定回数も増えることがわかる。また、測定回数を JIS 法通り 5 回として黒鉛球状化率を求める場合、測定値の標準偏差が 5.70 以下の試料であれば、信頼度 95%、 \bar{x} と μ の最大誤差 5% という条件を満たすことがわかる。さらに厳しい条件、信頼度 95%、 \bar{x} と μ の最大誤差 2.5% では、標準偏差 2.85 以下が必要である。

図 9 は新旧 JIS 法について、標準偏差と 1 視野で計測した平均黒鉛粒数の関係を示したものである。新旧 JIS 法ともに、平均計測黒鉛粒数が多くなるほど標準偏差は小さくなる傾向を示した。また、図 9 から標準偏差が 5.70 以下になる 1 視野の平均計測黒鉛粒数は、新 JIS 法なら 45 個以上、旧 JIS 法なら 20 個以上になることがわかる。また同様に、標準偏差が 2.85 以下では、新 JIS 法で 80 個、旧 JIS 法で 45 個必要となる。つまり 1 視野の黒鉛粒数が新 JIS 法で 45 個、旧 JIS 法で 20 個以上なら、5 回測定の実測値が信頼度 95%、 μ との最

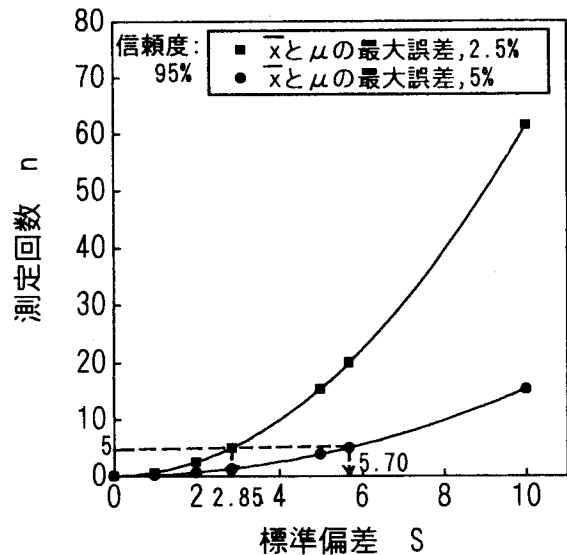


図 8 式 (3) から求めた標準偏差と測定回数の関係

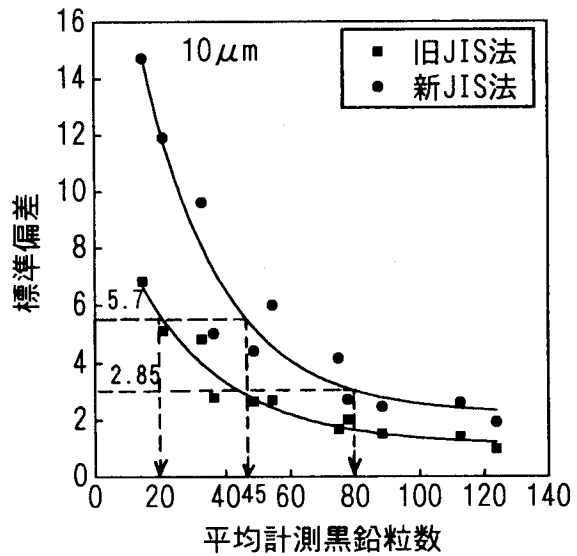


図 9 平均計測黒鉛粒数と標準偏差の関係

大誤差 5% の条件を満たす。また、信頼度 95%、 \bar{x} と μ の最大誤差 2.5% の条件を満たすためには、新 JIS 法で 80 個、旧 JIS 法で 45 個必要となる。もし、1 視野の黒鉛粒数が、求められる個数以下になる場合、測定回数を増やすか、測定倍率を下げたほうがよい。したがって、黒鉛球状化率を測定する場合、まず 1 視野の黒鉛粒数を求め、その値により、黒鉛球状化率の測定条件 (倍率、測定回数) を決定することが望ましい。

4. 結 言

画像解析により,各種50試料の黒鉛球状化率を新旧JIS法で測定し,そのデータの検討を行い,以下の結論を得た.

- (1) 新JIS法と旧JIS法の比較を行ったところ, JISの解説で示めされた結果と異なる結果を得た.
新旧JIS法には (新JIS法) = 20.4 + 1.24 (旧JIS法) の関係がある (20 μ m 以上の黒鉛).
- (2) 黒鉛球状化率の測定値は正規分布に従う.
- (3) 1視野の計測黒鉛粒数から,データの信頼性あるいは黒鉛球状化率の測定条件を知ることができる.

参考文献

- (1) 日本規格協会: 日本工業規格 球状黒鉛鑄鉄品 (JIS G 5502-1989)
- (2) 日本規格協会: 日本工業規格 球状黒鉛鑄鉄品 (JIS G 5502-1995)
- (3) 青木利夫, 吉原健一: 改訂統計学要論 (培風館) (1991) 79