

腐食前後で一致/不一致する撮影画像位置で測定した 球状黒鉛鑄鉄パーライト面積率の等価性

中野真紘*, 金森陽一*, 林 誠**

Equivalence of Pearlite-Area Ratios in Identical and Different Image Positions before-and-after Corrosion for Spheroidal Graphite Cast Iron

Mahiro NAKANO, Yoichi KANAMORI and Makoto HAYASHI

The pearlite area ratios of spheroidal graphite cast iron were measured in order to investigate the effect of image positions before-and-after corrosion and that of the persons who measured. As a result, it was clarified that there is a strong correlation ($R=0.97$) between the pearlite area ratios measured in identical and different image positions. In addition, it was clarified that there is a strong correlation ($R=0.99$) between the pearlite area ratios measured by different persons.

Keywords: Cast Iron, Spheroidal Graphite Cast Iron, Graphite Spheroidization Ratios, Pearlite Area Ratios, Micro Structure

1. はじめに

球状黒鉛鑄鉄では、引張強さや黒鉛球状化率などを測定することにより機械的性質や物理的性質を評価する。その中で、鑄鉄の基地組織であるパーライト面積率は、それらの性質に影響を及ぼすことが報告されている¹⁻⁹⁾。パーライト面積率の測定は、顕微鏡観察により黒鉛球状化率を測定した後、組織表面の腐食によりパーライト組織を出現させ、再び顕微鏡観察を行う。その際、正確なパーライト面積率を測定するためには、黒鉛球状化率を測定した撮影画像位置と腐食後にパーライト面積率を測定した撮影画像位置を一致させる（以下、一致する撮影画像位置と記す）必要がある。しかし、一致する撮影画像位置で顕微鏡観察を行うことは、非常に困難であり時間を要する。また、引張強さなどは JIS 規格により詳細な試験方法や装置について明記されている^{10,11)}が、パーライト

面積率の測定に関する JIS 規格はない。従来の研究を整理すると、パーライトなどの面積の測定については、過去における画像処理を用いなかったものから^{1,3,12)}、比較的最近におけるデジタル画像処理を用いたもの^{2,4-6,13)}まで、極めて多くの報告がある。しかし、上記のように JIS 規格がないことが一つの原因と思われるが、従来の研究において、パーライト面積率測定時における腐食前後の撮影画像位置の異同について記載したものは見あたらなかった^{1-9,12,13)}。これは上述のように一致する撮影画像位置で顕微鏡観察するには多くの手間がかかることを考えると、実際には、黒鉛球状化率を測定した撮影画像位置と腐食後にパーライト面積率を測定した撮影画像位置が一致しない（以下、不一致する撮影画像位置と記す）条件で測定していたものと推測される。また、測定点数については記載のないもの^{3,5-7,13)}もあるが、黒鉛球状化率に関する JIS 規格に対応して 5 点によりパーライト面積率を測定したことが記載されているもの^{8,9)}、20 点および 30 点のみの測定によるもの^{2,4)}

* 金属研究室

** (株) 中部コーポレーション

もある。なお、本研究におけるパーライト面積率測定には、5点を採用した。

本研究では、球状黒鉛鑄鉄における一致する撮影画像位置と不一致する撮影画像位置とのパーライト面積率の差異の有無について明らかにし、不一致する撮影画像位置であっても一致する撮影画像位置と同様のパーライト面積率が得られることを確認した。また、測定者が異なってもパーライト面積率が概ね等しいことを明らかにした。

2. 実験方法

2.1 試料

球状黒鉛鑄鉄 (FCD450, 500, 600, 700) における4号試験片¹⁰⁾のつかみ部から供試材を湿式切断機により切り出し、樹脂埋め込みを行った。その後、自動研磨機を用いて鏡面仕上げを施し試料観察面とした。そして、ビッカース硬さ試験機により鏡面仕上げを行った試料観察面の5か所に圧痕をつけ、その圧痕近傍を観察および撮影画像位置とした。圧痕位置を図1に示す。図1中のひし形は圧痕、斜線部は樹脂を示している。なお、圧痕の間隔は中心の圧痕から左右上下に5 mm程度である。

2.2 黒鉛球状化率判定試験

一般に鑄鉄は黒鉛の形状によって、ねずみ鑄鉄、球状黒鉛鑄鉄、CV鑄鉄に分類され、黒鉛形状は鑄鉄の組織を顕微鏡観察することにより識別することができる。本研究で用いた試料は、球形の黒鉛から成る球状黒鉛鑄鉄であり、その指標である黒鉛球状化率がJIS G5502 球状黒鉛鑄鉄品¹⁴⁾により定められている。本研究では、画像解析ソフト(日鉄テクノロジー株式会社、黒鉛球状化率測定 Ver.3)を用いて黒鉛球状化率を測定した。ま

た、この画像解析ソフトでは黒鉛球状化率の測定結果を用いてパーライト面積率を算出する。本節では黒鉛球状化率の測定方法について述べる。

2.1節で作製した試料について黒鉛球状化率を測定した。具体的には、試料圧痕近傍の5か所の撮影画像位置について、それぞれ金属顕微鏡を用いて倍率100倍で観察した。顕微鏡観察像を図2(a)に示す。図2(a)中の黒い球形のものが黒鉛である。その後、画像解析ソフトにより黒鉛球状化率を算出した。この算出方法について以下に述べる。各黒鉛の最大径 D およびその面積 S_a を算出し、最大径 D が15 μm 未満の黒鉛を測定から除外した。次に、最大径 D を直径とする円の面積 S_b を算出した。その模式図を図3に示す。図中斜線部がそれぞれ S_a 、 S_b である。求めた S_a 、 S_b より、 S_b/S_a の値が0.54以上の黒鉛数を n_c 、0.54未満の黒鉛数を n_d とし、全黒鉛数 $n_c + n_d$ に対する n_c の割合を算出し、すなわち

$$G_r = \{n_c / (n_c + n_d)\} \times 100 \quad (1)$$

(1)式を黒鉛球状化率 G_r とした。なお、本研究では、5か所の撮影画像位置についてこれを測定

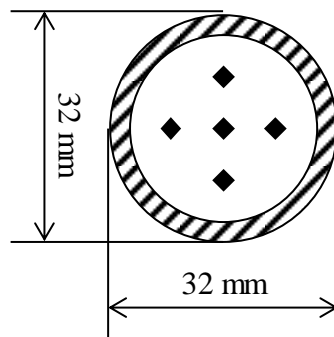


図1 試料における圧痕位置

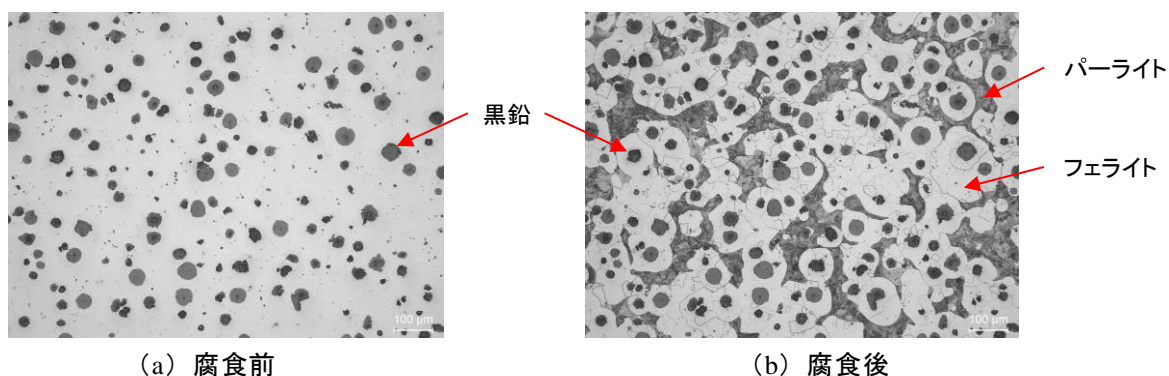


図2 金属顕微鏡観察像

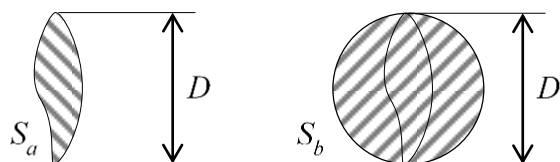


図3 黒鉛球状化率算出における各面積

し、それらの標本平均値を用いて各試料の黒鉛球状化率とした。

この画像解析ソフトでは黒鉛球状化率の算出と同時に、黒鉛粒数や全黒鉛面積も測定される。全黒鉛面積は撮影画像の全領域の黒鉛の面積率であり、画像辺縁部の黒鉛の面積も含んでいる。

2.3 パーライト面積率測定

黒鉛球状化率判定試験後の観察表面を3%ニタール溶液で腐食させ、一致する撮影画像位置ならびに不一致する撮影画像位置の試料観察面を金属顕微鏡により観察した。一致する撮影画像位置における試料表面の金属顕微鏡観察像を図2(b)に示す。球形の黒い部分が黒鉛、黒鉛を囲む白い部分がフェライト、それら以外の薄黒い部分がパーライトである。黒鉛ならびにパーライト組織の黒い部分とフェライトの白い部分とを画像解析ソフトを用いて2値化を行い、一致する撮影画像位置ならびに不一致する撮影画像位置のパーライト面積率を測定した。なお、2値化の閾値は測定者によって変化する。パーライト面積率 A_p の算出式を式(2)に示す。

$$A_p = \{ [A - (A_G + A_C + A_F)] / (A - A_G) \} \times 100 \quad (2)$$

ここで、 A_G は全黒鉛面積、 A_C はセメンタイト面積、 A_F はフェライト面積、 A は画像面積である。パーライト面積率 A_p は画像面積から全黒鉛面積を除いた基地面積に対するパーライト組織の占める割合である。なお、式(2)に A_C セメンタイト面積の項があるが、本研究で用いた試料ではセメンタイト組織は出現していない。

3. 実験結果および考察

3.1 黒鉛球状化率測定結果

黒鉛球状化率判定試験の結果を図4に示す。本研究で用いた試料総数は78個であり、黒鉛球状化率の平均値は82.2%であった。

3.2 撮影画像位置によるパーライト面積率への影響

図5に一致する撮影画像位置および不一致する撮影画像位置とのパーライト面積率の関係を示す。一致する撮影画像位置のパーライト面積率と不一致する撮影画像位置のパーライト面積率との間には、強い相関関係 ($R=0.97$) があることが明らかとなった。その近似式を式(3)に示す。ここで一致する撮影画像位置のパーライト面積率(%)を $A_{p,identi}$ 、不一致する撮影画像位置のパーライト面積率(%)を $A_{p,differ}$ とする。

$$A_{p,differ} = 0.96 A_{p,identi} + 1.38 \quad (3)$$

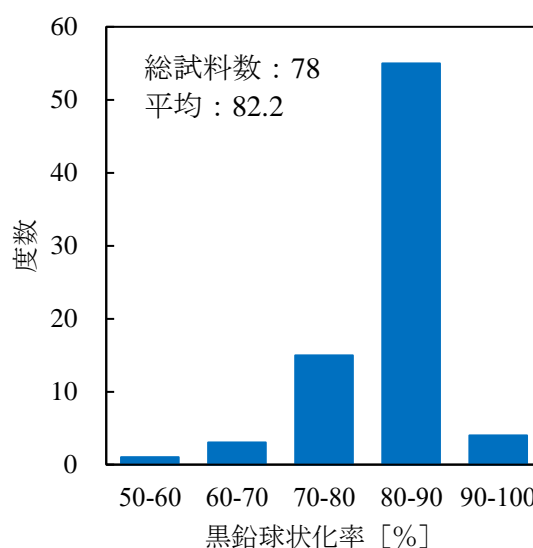


図4 各試料の黒鉛球状化率

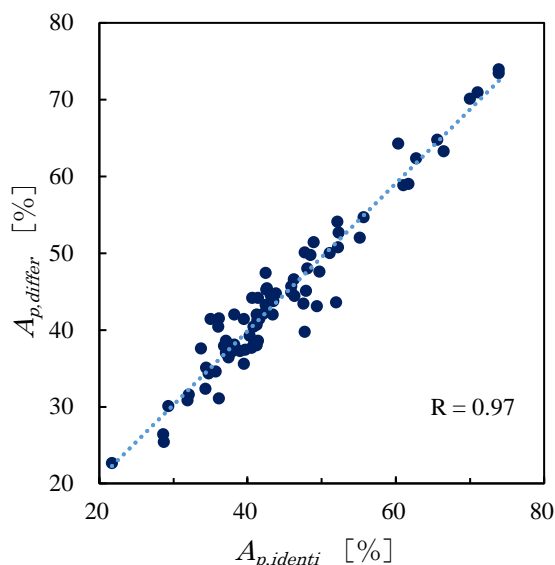


図5 一致する撮影画像位置と不一致する撮影画像位置とのパーライト面積率の関係

測定したパーライト面積率について、一致する撮影画像位置と不一致する撮影画像位置とのパーライト面積率の差（絶対値）の度数分布を図6に示す。パーライト面積率の差が大きくなるにしたがって度数が小さくなる傾向を示しており、0-0.5ポイント階級が最も多い階級であった。一方、パーライト面積率の差が5ポイント階級以上の試料も確認でき、その差が最も大きい試料では8-8.5ポイント階級であることが明らかとなった。このことから、パーライト面積率に対する腐食前後の撮影画像位置の影響は小さいことが示唆される。

図7に黒鉛粒数と一致する撮影画像位置と不一致する撮影画像位置とのパーライト面積率の差（絶対値）の関係を示す。図7より、黒鉛粒数が増加するにしたがって、パーライト面積率の差の大きい試料がなだらかに減少する傾向である

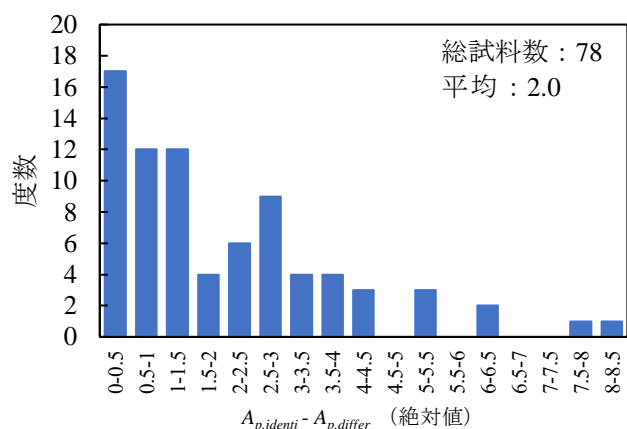


図6 撮影画像位置によるパーライト面積率の差（絶対値）の度数分布

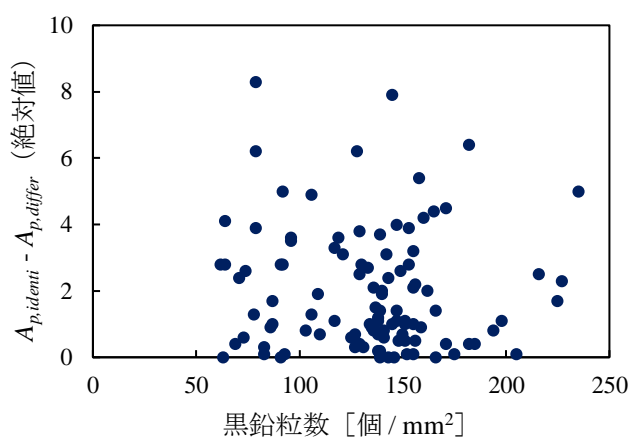


図7 黒鉛粒数とパーライト面積率の差（絶対値）との関係

ことがわかる。本研究において不一致する撮影画像位置のパーライト面積率の測定の際、一致する撮影画像位置における黒鉛球状化率測定結果を用いてパーライト面積率を測定している。そのため、不一致する撮影画像位置における正確な黒鉛粒数を測定し、一致する撮影画像位置における黒鉛粒数と比較をすることにより明確な傾向が得られると推測され、今後の課題として不一致する撮影画像位置の黒鉛粒数の測定が挙げられる。

3.3 測定者によるパーライト面積率への影響

測定者によるパーライト面積率への影響を明らかにするために、任意の30試料について2人の測定者（測定者Aならびに測定者B）が、不一致する撮影画像位置でのパーライト面積率を測定した結果を述べる。この場合、測定者による違いは2.3節で先述したとおり、2値化の閾値により生じる。図8に不一致する撮影画像位置における測定者Aと測定者Bとのパーライト面積率の関係を示す。図5と同様に、測定者Aと測定者Bの間には強い相関関係（ $R=0.99$ ）があることが明らかとなった。不一致する撮影画像位置における測定者Aと測定者Bとのパーライト面積率の差（絶対値）の度数分布を図9に示す。図6と同様にパーライト面積率の差が大きくなるにしたがって、度数が小さくなる傾向を示しており、パーライト面積率の差が0-0.5ポイント階級の度数が最も多い結果となった。一方、パーライト面積率の差が3

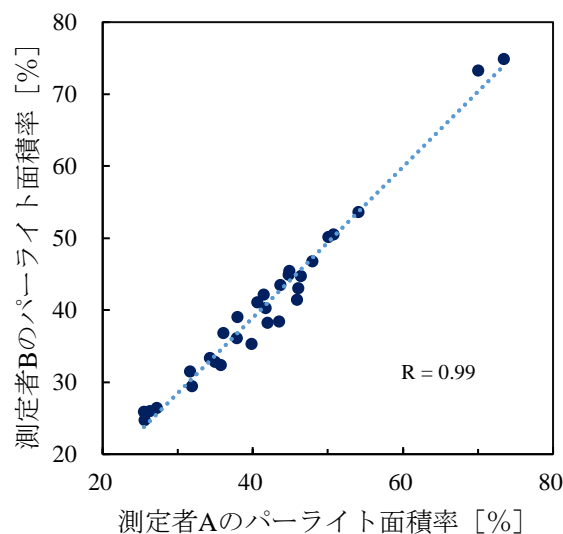


図8 測定者によるパーライト面積率の関係

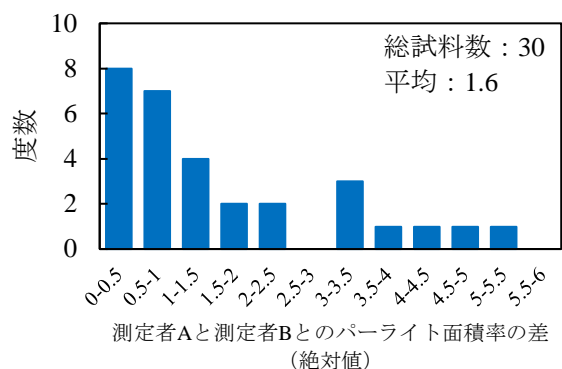


図9 測定者によるパーライト面積率の差 (絶対値) の度数分布

ポイント以上の試料も確認でき、その差が最も大きい階級では 5-5.5 ポイント階級であった。以上により、測定者によるパーライト面積率の差異の影響は小さいことが示唆される。

4. 結論

球状黒鉛鑄鉄における一致する撮影画像位置および不一致する撮影画像位置のパーライト面積率の差異等について検討した結果、以下のことが明らかとなった。

- 一致する撮影画像位置と不一致する撮影画像位置とのパーライト面積率の関係には、強い相関関係 ($R=0.97$) がある。
- 一致する撮影画像位置と不一致する撮影画像位置とのパーライト面積率の差の度数は、その差が大きくなるほど減少する傾向を示し、その差が最も大きい試料は 8-8.5 ポイント階級であった。
- 黒鉛粒数が少ないほど、一致する撮影画像位置と不一致する撮影画像位置とのパーライト面積率の差が大きく、黒鉛粒数が増加するにともなってその差がゆるやかに小さくなる傾向がある。明確な傾向を得るためには、不一致する撮影画像位置の黒鉛粒数を測定する必要があると考えられる。
- 測定者が異なる場合のパーライト面積率は、測定者間で強い相関関係 ($R=0.99$) がある。
- 異なる測定者の場合、不一致する撮影画像位置における二者のパーライト面積率の差の度数は、その差が大きくなるほど減少する傾向を示し、その差が最も大きい試料は 5-5.5

ポイント階級であった。

今後、球状黒鉛鑄鉄の各規格における一致する撮影画像位置ならびに不一致する撮影画像位置のパーライト面積率の差異について検討していきたい。

参考文献

- 吉川克之ほか：“共晶セル組織をもつ Fe-C-Si 合金の一方凝固組織と機械的性質に及ぼす硫黄の影響”。鑄物，公益社団法人日本鑄造工学会，51 巻 1 号，p11-16 (1979)
- 田中雄一ほか：“球状黒鉛鑄鉄の疲れ特性と基地組織との関係”。鑄物，公益社団法人日本鑄造工学会，53 巻 9 号，p500-505 (1981)
- 牧村 実ほか：“鑄鉄試験片の組織及び機械的性質と冷却速度との関係”。鑄物，公益社団法人日本鑄造工学会，56 巻 1 号，p15-21 (1984)
- 原田昭治ほか：“球状黒鉛鑄鉄の強度評価に関する基礎的研究 (第 1 報，静的引張試験と基地組織の関係)”。日本機械学会論文集 (A 編)，一般社団法人日本機械学会，54 巻 501 号，p925-933 (1988)
- 米田博幸ほか：“低炭素球状黒鉛鑄鉄の強度に及ぼす初晶デンドライトの影響”。鑄物，公益社団法人日本鑄造工学会，第 61 巻第 11 号 p812-817 (1989)
- 越智保雄ほか：“球状黒鉛鑄鉄の低サイクル疲労特性および表面き裂進展挙動に及ぼす基地組織の影響”。日本機械学会論文集 (A 編)，一般社団法人日本機械学会，60 巻 571 号，p619-624 (1994)
- 晴山 巧ほか：“希土類元素添加鑄放し球状黒鉛鑄鉄の組織と機械的性質に及ぼすマンガン及び銅の影響”。鑄造工学，公益社団法人日本鑄造工学会，第 75 巻第 5 号，p331-336 (2003)
- 藤本亮輔ほか：“高マンガン厚肉球状黒鉛鑄鉄の組織と機械的性質に及ぼす後期接種の影響”。鑄造工学，公益社団法人日本鑄造工学会，第 86 巻第 5 号，p712-718 (2014)
- 藤本亮輔ほか：“厚肉球状黒鉛鑄鉄の組織と機械的性質に及ぼす Mn と RE と冷却速度の影響”。鑄造工学，公益社団法人日本鑄造工学会，第 87 巻第 5 号，p310-317 (2015)
- 日本産業標準調査会 JIS Z 2241：“金属材料

- 引張試験方法”. 日本産業標準調査会 (2011)
- 11) 日本産業標準調査会 JIS B 7721 : “引張試験機・圧縮試験機—力計測系の校正方法及び検証方法”. 日本産業標準調査会 (2018)
 - 12) 堤 信久ほか: “球状黒鉛鑄鉄の質量効果についての研究”. 鑄物, 公益社団法人日本鑄造工学会, 42 卷 1 号, p37-49 (1970)
 - 13) 桑原裕樹ほか: “球状黒鉛鑄鉄の硫酸水溶液中における腐食挙動に及ぼす組織の影響”. 鑄造工学, 公益社団法人日本鑄造工学会, 第 85 卷第 3 号, p161-165 (2013)
 - 14) 日本産業標準調査会 JIS G 5502 : “球状黒鉛鑄鉄品”. 日本産業標準調査会 (2001)