

2022年 9月7日 第2回 生型研究部会

生型ライン砂中の人工砂比率の簡易定量方法の検討

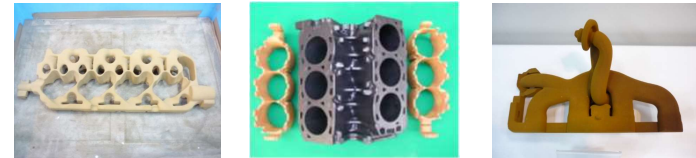
伊藤忠セラテック株式会社
沢柳 大

1

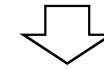
はじめに

近年の人工砂の使用状況

鑄造品の複雑形状化 → 中子砂として人工砂の利用増加



主型砂: けい砂 + 中子砂: 人工砂は一般的な使用方法。



人工砂はけい砂との分離が難しく、主型砂は人工砂とけい砂が混合した状態で使用される。

人工砂とけい砂は特性が異なるため、混入状況を把握することは非常に重要といえる。

本研究ではエネルギー分散型X線分光法(EDS分析)を活用し、
ライン砂中の人工砂比率の算出を検討した。

2

人工砂とけい砂の特性の違いによる弊害の例

- 熱膨張率の違い → 人工砂比率の減少に伴い、ベーニングを誘発。
人工砂比率の増加に伴い、引けを誘発。

けい砂の熱膨張によるベーニング



人工砂特有の面引け



人工砂はけい砂と特性が異なるため、適正な鑄物を作るためには人工砂量を把握し、一定に保つことは非常に重要。

- シリカプログラムの正確性低下(オーリテックス量の過剰評価)

	1985年	1998年	2005年	2010年
オーリテックス量 [%]	20.4	19.2	19.8	24.2

2005年 → 2010年ではオーリテックス量の増加が報告されている。*
→ 鑄物の複雑形状化が進み、中子での人工砂等の特殊砂の使用量増加の影響*

* 枝根和也, 天久祐樹, 上林仁司, 黒川豊: 鑄造工学 第86巻 (2014), 第2号, p.136-141

3

測定概要

使用装置: 電子プローブマイクロアナライザー (EPMA, 日本電子製 JXA-8230)



分析試料

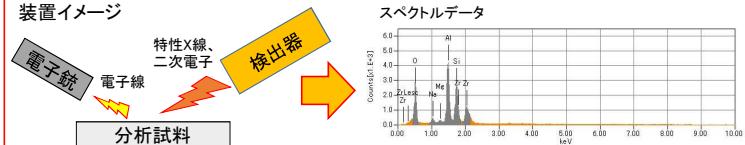


エポキシ樹脂に試料を担持・研磨し、
粒子断面を測定。

分析手法: エネルギー分散型X線分光法 (EDS分析)

試料に電子線を照射し、発生した特性X線から化学組成を解析する手法。
鑄造欠陥の分析等で広く用いられている。

装置イメージ



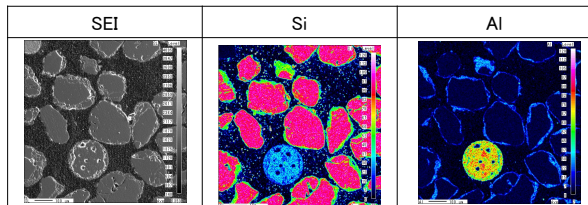
測定概要

化学分析値に差がある場合、EDSマッピング画像においても強度差が生じる。

各成分単体の化学分析値例（蛍光X線分析装置にて測定）

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	その他
人工砂	36.1	60.8	3.1
けい砂	99.8	0.2	0.0
ベントナイト	66.5	20.5	13.0

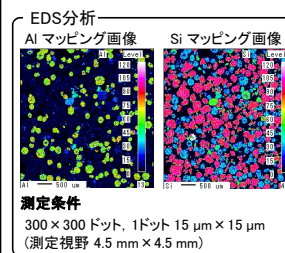
混合物のEDS分析画像（けい砂 + ベントナイト 1200°C焼成品 + 人工砂）



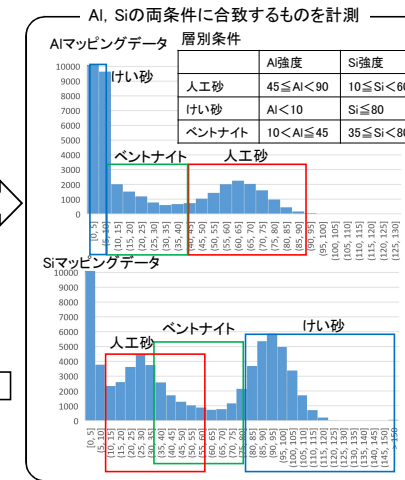
→マッピング画像から各元素の強度データを抽出し、主要構成物の定量を検討した。

解析手法

解析手順



測定条件
300 × 300 ドット, 1ドット 15 μm × 15 μm
(測定視野 4.5 mm × 4.5 mm)



構成物の比率算出

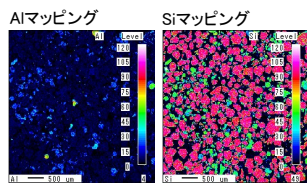
計算例(人工砂)

人工砂ドット数 / (人工砂ドット数 + けい砂ドット数 + ベントナイトドット数) × 100

※本試験では主要構成物を人工砂、けい砂、ベントナイトと仮定。

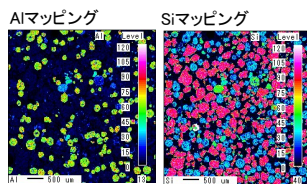
解析事例

解析例（生型砂 + 人工砂 0%）



EDS解析値 [%]		
人工砂	けい砂	ベントナイト
1.0	85.6	13.4

解析例（生型砂 + 人工砂 20%）



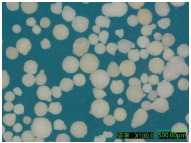
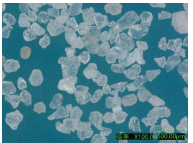
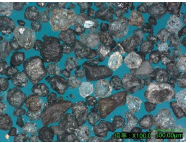
EDS解析値 [%]		
人工砂	けい砂	ベントナイト
22.2	69.6	8.2

本測定では視野による偏石の影響を考慮し、2視野以上の平均値を定量値として評価した。

実験内容

1. NCB、けい砂量の定量検討
2. NCB、けい砂のオーリチック量の定量検討
3. 生型砂を使用したNCB量の定量検討
4. リン酸法との比較

試験試料

	焼結系人工砂 (以下 NCB)	高純度けい砂 (以下 けい砂)	けい砂生型砂 (以下 生型砂)
外観			
化学成分	SiO ₂ 37% Al ₂ O ₃ 61%	SiO ₂ >98%	SiO ₂ 94% Al ₂ O ₃ 3.4%
構成鉱物	ムライト	クォーツ	クォーツ, アルカリ長石? (同定不可)
AFS 粒度指数	65	63	76 (粘土分除去後)

9

1. NCB、けい砂量の定量検討

試料作製方法

けい砂に対し、NCBを0~100%の比率で添加。

添加後の試料をエポキシ樹脂に埋め込み表面を十分に研磨した後、EDS分析。

配合条件

けい砂リッチ

混合割合 [%]	
けい砂	NCB
100.0	0.0
99.0	1.0
98.0	2.0
97.0	3.0
96.0	4.0
95.0	5.0
90.0	10.0
70.0	30.0
50.0	50.0

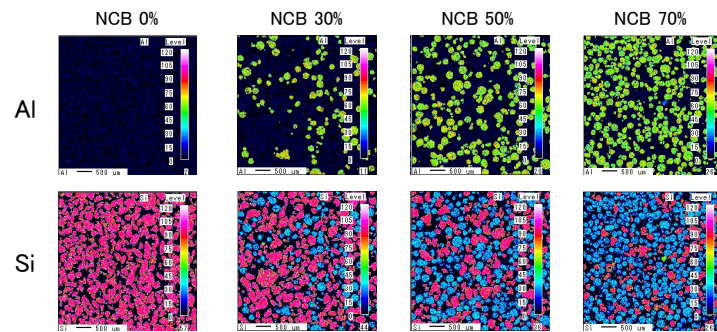
NCBリッチ

混合割合 [%]	
けい砂	NCB
30.0	70.0
10.0	90.0
5.0	95.0
4.0	96.0
3.0	97.0
2.0	98.0
1.0	99.0
0.0	100.0

10

1. NCB、けい砂量の定量検討

EDS分析画像



NCB量少

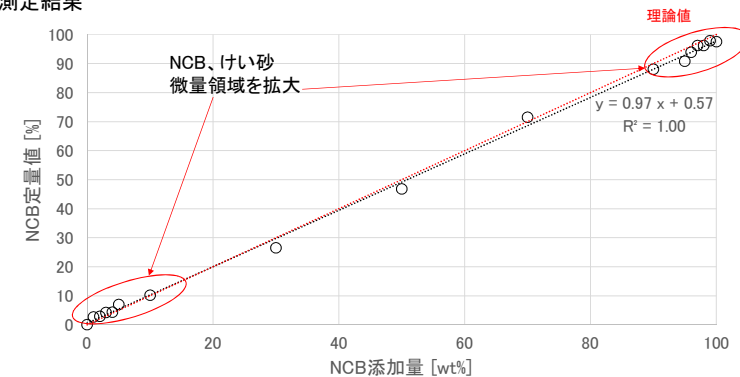
NCB量多

マッピング上でNCB量の増加の様子が確認できる。

11

1. NCB、けい砂量の定量検討

測定結果

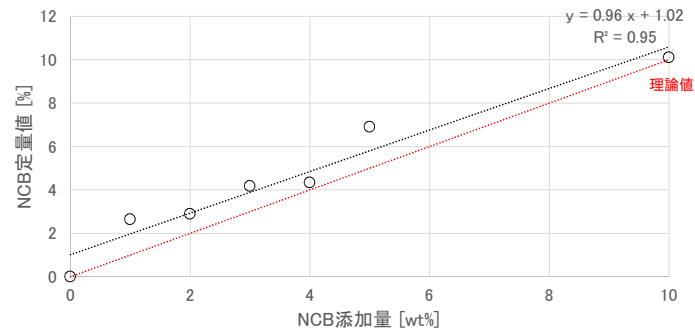


高い相関係数を有しており、傾きもほぼ1であることから、良好な精度でNCB、けい砂を検出可能。

12

1. NCB、けい砂量の定量検討

けい砂 リッチ側

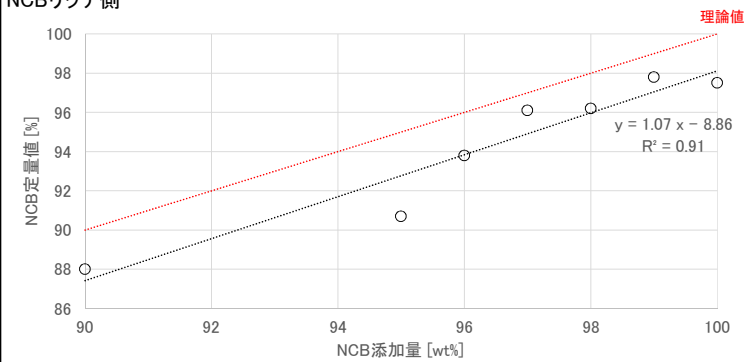


NCB量が微量でも十分な精度で検出が可能。

13

1. NCB、けい砂量の定量検討

NCBリッチ側

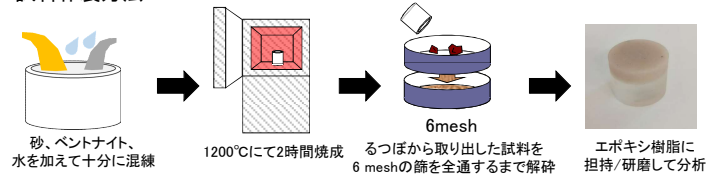


けい砂量が微量でも十分な精度での検出が可能。

14

2. NCB、けい砂のオーリックス量の定量検討

試料作製方法



配合試料一覧

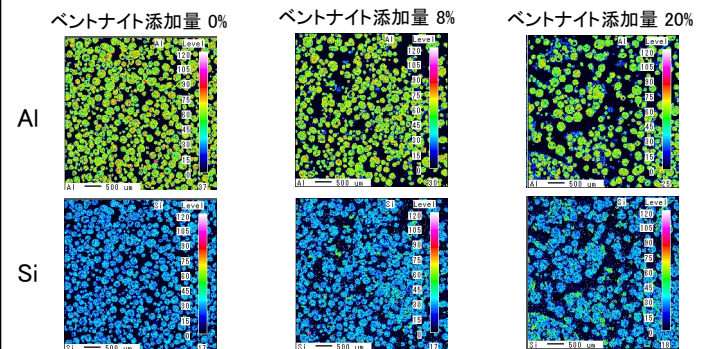
砂添加量 [wt%]	ベントナイト添加量 [wt%]	オーリックス 理論値※ [wt%]
100.0	0.0	0.0
96.0	4.0	3.4
92.0	8.0	6.8
88.0	12.0	10.2
84.0	16.0	13.6
80.0	20.0	17.0

※ Ig.loss値 15%と仮定した際の計算値。

15

2. NCB、けい砂のオーリックス量の定量検討

NCBのオーリックス量測定



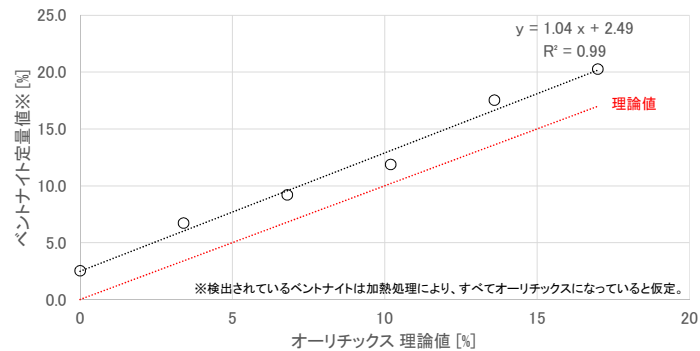
オーリックス量 少 オーリックス量 多

ベントナイト添加量の増加に伴い、画像上でもオーリックス層の増大が確認できる。砂粒間のベントナイトが溶融し、一部ダメージが生じている。

16

2. NCB、けい砂のオーリチック量の定量検討

NCBのオーリチック量測定

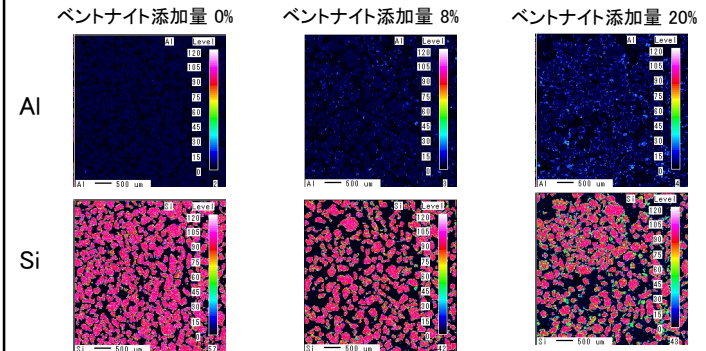


非常に高い直線相関を有する。
NCBの一部(2.5%)をオーリチックとして検出するが、良好な精度で定量可能。

17

2. NCB、けい砂のオーリチック量の定量検討

けい砂のオーリチック量測定



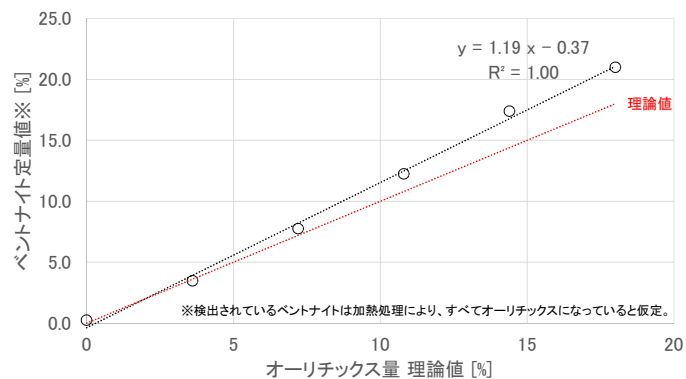
オーリチック量 少 オーリチック量 多

ベントナイト添加量の増加に伴い、画像上でもオーリチック層の増大が確認できる。
砂粒間のベントナイトが溶融し、一部ダマが生じている。

18

2. NCB、けい砂のオーリチック量の定量検討

けい砂オーリチック量測定



非常に高い直線相関を有する。
ベントナイト添加量の増加により、若干過剰評価するものの、おおむね良好な精度。

19

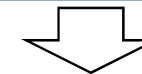
ここまでのまとめ

・NCB、けい砂量の定量

→ 微量の混入でも検出でき、十分な精度で定量可能と考えられる。

・NCB、けい砂のオーリチック量の定量

→ オーリチック量の増加に伴い、高い直線相関で推移しており、おおむね良好な精度で定量可能と考えられる。



2成分系でのトライではNCB、けい砂、オーリチックを
良好な精度で定量が可能。

実際の生型ラインではNCB、けい砂、オーリチックが
混合した状態で使用される。

実際の珪砂生型ライン砂を使用し、NCBが混入、増加した際の
分析可否を調査。

20

3. 生型砂を使用したNCB量の定量検討

試料作製方法

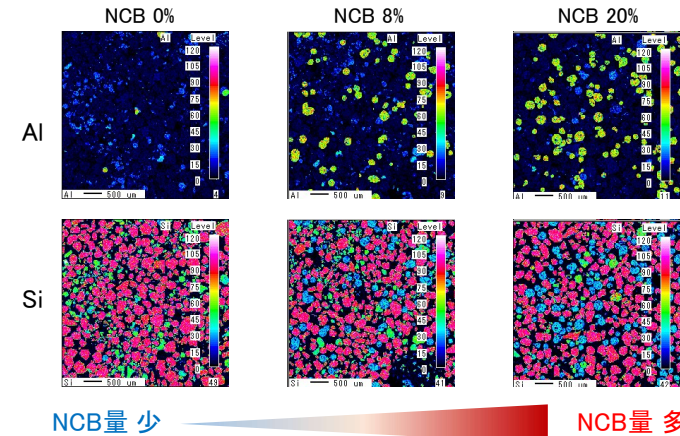


混合試料比率

NCB添加量 [wt%]	全粘土分 [wt%]	全粘土分除去後のNCB量 [wt%]
0.0	13.8	0.0
4.0	13.3	4.6
8.0	13.3	9.2
12.0	12.2	13.7
16.0	12.0	18.2
20.0	11.3	22.5

21

3. 生型砂を使用したNCB量の定量検討



NCB添加量の増加に伴い、画像中のNCBが増加の様子が確認できる。

22

3. 生型砂を使用したNCB量の定量検討

解析結果

添加NCB量 [wt%]	理論NCB量 [wt%]	EDS解析値 [%]		
		NCB量	けい砂量	ベントナイト量 ※
0.0	0.0	1.0	85.3	13.7
4.0	4.6	5.6	81.9	12.5
8.0	9.2	11.6	76.4	12.0
12.0	13.7	13.2	75.9	10.9
16.0	18.2	20.7	70.7	8.6
20.0	22.5	25.2	65.4	9.4

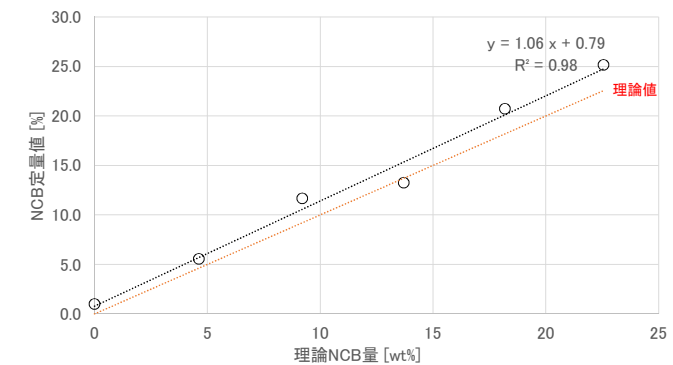
NCB添加量の増加に伴い、NCB量は増加、けい砂、ベントナイトは減少した。

※全粘土分除去後のため、ベントナイト量はオーリチックス量に近似と仮定。

23

3. 生型砂を使用したNCB量の定量検討

生型ライン砂の人工砂量解析



良好な相関係数を有しており、傾きも1に近い、良好な精度での検出が可能。

24

4. リン酸法との比較

シリカプログラムにおいてオーリチックスはリン酸可溶分として測定している。

リン酸法 オーリチックス 測定方法



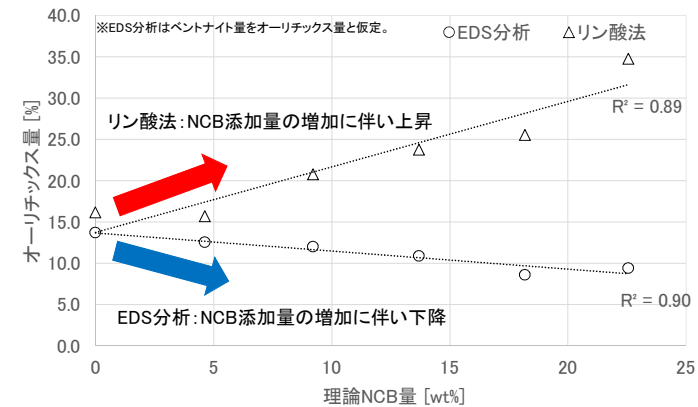
EDS分析では化学組成からオーリチックス、けい砂、人工砂を判別しているため、検出しているものが異なっている。

EDS分析の結果とリン酸法によるオーリチックス量の違いについて調査を実施。

25

4. リン酸法との比較

測定結果比較



オーリチックス量の推移はリン酸法とEDS分析では逆の傾向を示した。

26

4. リン酸法との比較

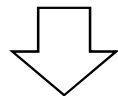
考察

リン酸法 → NCB比率とともに上昇
EDS分析 → NCB比率とともに下降 } 全く逆の傾向を示した。
→ どちらかの手法は正しく評価できていない。

本試験において…

- ・添加しているNCBは新砂である。
- ・NCBの添加に伴う粘土分の追添加等はしていない。

→ NCBの添加に伴い、オーリチックス量は減少していくと思われる。



リン酸法はNCBの混入により、オーリチックス量を過剰評価する。
EDS分析ではNCBの影響を受けずに評価可能。

27

まとめ

EDS分析を活用することで、下記のメリットがあると考えられる。

- ・生型砂中の人工砂量、けい砂量、オーリチックス量を良好な精度で把握できる。
- ・オーリチックス量の測定においてリン酸法よりも人工砂の影響を受けにくい。

シリカプログラム等の従来の砂分析に加え、EDS分析を活用することでライン砂の状態をこれまでよりも詳細に評価可能であると考えられる。

本結果より、EDS分析は人工砂とけい砂を併用しているラインにおいて、有効な分析手段であるといえる。

28