

X線による金属材料硬さの非接触小型評価装置の開発

- 非接触・非破壊で金属材料の硬さを評価 -

鷹合滋樹* 安井治之* 中島明哉* 桜井健次** 佐々木敏彦*** 広瀬幸雄***

機械部品の品質管理に用いる硬さ試験は、材料の引張強さの予測、熱処理品の評価に使われるなど、工業分野で多く利用されている。本研究では鉄鋼材料の生産ラインにおける全数検査を念頭に、硬さの非破壊検査化を目的とするため、X線回折を利用した手法の有効性を検討した。具体的には、熱処理した鉄鋼材料の硬さとX線半価幅の関係を系統的に調べ、空冷式X線とCCD検出器を組み合わせることで小型かつ低電力の硬さ評価装置を開発した。その結果、鉄鋼材料の硬さとX線半価幅の関係は変曲点を有する独特の相関性を示し、これらの波形は炭素量に依存することがわかった。また、高炭素クロム鋼(JIS-SUJ2)を用いて、予め作成した検量線から、硬さが精度よく求まることを明らかにした。さらに、開発した小型装置においても汎用装置と同等のX線半価幅データが得られることがわかった。

キーワード：硬さ試験，非破壊検査，X線回折，X線半価幅，小型評価装置

Development of a Portable Instrument for Non-Destructive Hardness Testing of Metal Materials Using X-Ray Diffraction

- Non-Contact and Non-Destructive Evaluation for Hardness of Metal Material -

Shigeki TAKAGO, Haruyuki YASUI, Akichika NAKASHIMA, Kenji SAKURAI, Toshihiko SASAKI and Yukio HIROSE

A hardness test for the quality control of machine parts is widely used to estimate the strength of materials in industry. In the present study, the effectiveness of the non-destructive hardness test using X-ray diffraction was investigated in order to establish a complete inspection system for steelwork production lines. Specifically, the relationship between hardness of the heat-treated steel material and the X-ray full width at half maximum was systematically studied. In addition, a small-size hardness evaluation device with low electrical power consumption was developed by combining an air-cooled X-ray generator and a CCD (charge-coupled device) detector. As a result, it is understood that the relationship between hardness and X-ray half-value width of steel shows a particular correlativity having an inflection point, and this profile depends on carbon concentration. Moreover, hardness is clarified by X-ray data accuracy to high-carbon chromium bearing steel (JIS-SUJ2) using a calibration curve method. In addition, it was found that the X-ray half-value width data obtained from this newly developed portable instrument achieves the same accuracy level as that from a general X-ray instrument.

Keywords : hardness, non-destructive inspection, X-ray diffraction, full width at half maximum, portable instrument

1. 緒言

金属材料の硬さ試験は機械部品の重要な検査項目として、品質管理に広く利用されている。硬さ試験は、ロックウェル硬さに代表されるように、圧子を試料に押し付けた時に形成される圧痕の大きさで評価する破壊・接触試験が主流である。一方で、製品の検査工程における全数検査、複雑形状物への対応等から検査の非破壊・非接触化への要望が高まっている。硬さを非

接触で評価する手法では、電磁気的方法¹⁾が実用化されているが、コイル形状によって測定領域が決定されることから、材質や表面の形状に測定値が左右されやすいという課題をもつ。これに対しX線回折法は、金属材料の強度因子である結晶構造の非破壊評価法として用いられており、上記の目的に合致する有力な手段のひとつである²⁾。また、表面形状の影響を受けにくく、表面近傍に特化した評価を行うこともできる。

X線回折の半価幅データと硬さの相関についてはいくつもの報告例³⁾⁻⁸⁾があるが、実験室における評価に

*機械金属部 ** (独)物質・材料研究機構 *** 金沢大学

留まっており、生産現場における実用化には達していない。その原因として、X線装置は大型かつ高価であり、X線半価幅データから硬さに変換する手法が指数関数近似等多様化・複雑化されていることが考えられる⁴⁾⁻⁸⁾。一方、同じ非破壊検査方法である渦電流法では信号と硬さを1次式で求める方式を採用し、実用化に至っている^{9),10)}。また、X線源については小型化、低電力化の動きが進み、蛍光X線分析等の使用目的に応じた可搬型専用機の開発が行われている¹¹⁾⁻¹³⁾。

本研究では、種々の鋼種についての硬さとX線半価幅データの関係の検量線を求め、X線による硬さ評価法の有効性について調べた。そして、生産ラインに組み込むことを想定した硬さ評価装置を前述のX線管および検出器を組み合わせることで試作開発を行い、本装置の有効性について検討した。

2. 方法

2.1 材料および試験片

試験片には鉄鋼材料のSUJ2, S45C, SCM435, SCM420を選択した。これらに対し、焼入れ、焼戻し温度を調整することで、硬さの異なる試験片を作製した。表面はすべてパフ研磨仕上げとした。今回提案するX線法との比較として、従来から用いられているロックウェル硬さ試験を行った。

2.2 汎用装置による検量線作成

検量線作製のためのX線半価幅測定には一次元検出器PSPCを搭載した汎用装置(株式会社リガク製MSF/微小部応力測定機)を使用した。管電圧は30kV、管電流は20mAであり、直径2mmのコリメータにより、試験片に対して垂直にX線を入射した。照射時間は回折図形が広がる材料を基準とし、精度よく求めるため30秒とした。

2.3 小型評価装置の開発

本手法を生産現場で利用するために、ポータブルな小型X線評価装置の開発を行った。その装置の外観を図1に示す。X線には、Crをターゲットとするセラミックスタイプの管球を用いた。電圧は30kV、電流は0.4mAかつ、空冷式であり、比較的低電力で対応できる。X線検出器には浜松ホトニクス(株)製の裏面入射型CCD素子を使用し、検出窓はBe箔およびAl蒸着マイラー膜を組み合わせることで、可視光などのノイズ侵

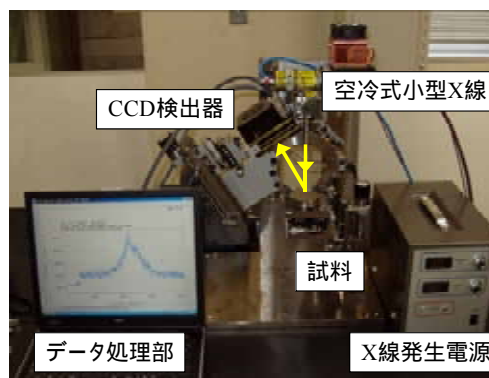
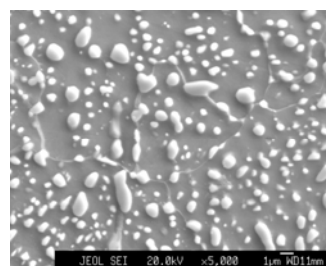


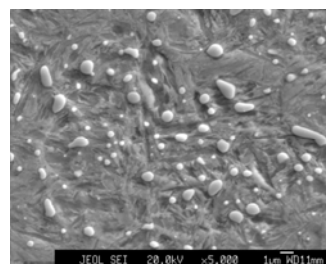
図1 開発した装置の外観

表1 X線測定条件

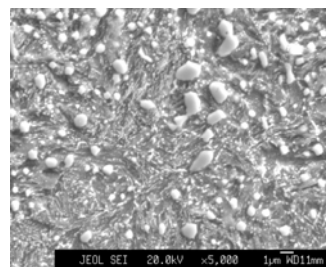
X線ターゲット	Cr
コリメータ	2mm
管電圧	30kV
管電流	0.4mA
回折面 (hkl)	-Fe(211)
照射時間	30sec
検出器	CCD



(a) 焼なまし: 8HRC



(b) 焼入れ材: 65HRC



(c) 600 焼もどし: 38HRC

図2 電子顕微鏡による金属組織観察結果(JIS-SUJ2)
(ナイトール液にてエッチング)

入を抑えた。主な測定条件を表1に示す。

3. 結果および考察

3.1 金属組織

図2に試験片の内部金属組織(腐食液:3%ナイトール)の一例を示す。これはJIS-SUJ2(C:1.02%)の硬さが異なる試験片である。焼なまし材はフェライト基地に複炭化物と微細な球状セメンタイトが混在した組織であり、焼入れ材の基地は笹の葉状のマルテンサイトである。焼入れ材の炭化物の面積率は減少しているが、これは熱処理によって基地組織に溶け込んでいるためと考えられる⁷⁾。600 焼もどし材ではマルテンサイト中の過飽和炭素がセメンタイトとして析出したソルバイト組織となっていた。

3.2 X線プロファイル

図3に前述の汎用装置で得られたX線回折像を示した。硬い材料ほどX線回折のピーク幅が広がっている。この原因としてはマルテンサイト変態に伴う体心立方晶(フェライト)から体心正方晶(マルテンサイト)への変態に伴う変化を反映していると考えられる。

なお、その他の原因としては、圧延加工等による集合(配向)組織に起因したX線強度の偏りによる広がり、粗大結晶粒における非対称なプロファイルを呈することによる見掛け上の広がりが挙げられるが、本研究で用いた焼入れ材料の場合、いずれもそのような現象がなく、1次元検出器で十分評価ができると考えられる。

3.3 鉄鋼材料の硬さとX線半価幅の関係

図4に硬さとX線半価幅の関係を示す。図中の各プロットは実測値であり、実線や破線はそれらを近似したものである。X線半価幅は、硬さとともに増加し、変曲点を有した相関性を持つことがわかる。この変曲点以下の領域では、フェライトが混合した組織となっている。その結果、変曲点として出現したものと考えられる。

変曲点は35~45HRCに存在し、炭素量の増加に伴い大きくなる。マルテンサイト変態では、固溶炭素量が多いほどC軸の伸びが大きくなることから、変曲点付近の半価幅は大きくなる傾向にある。ここでは、それらを境界として、硬さと半価幅の関係を1次関数で近似して検量線を作成した。

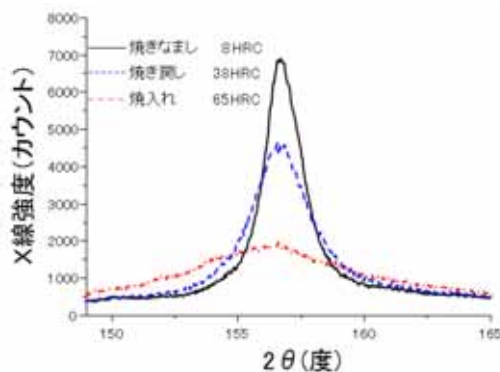


図3 X線回折プロファイル

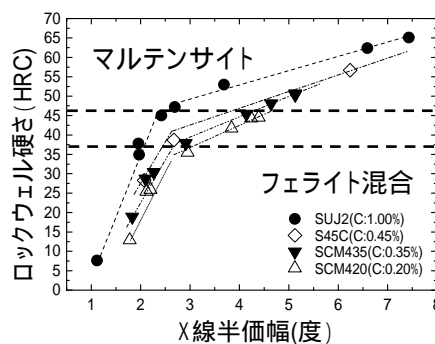


図4 硬さとX線半価幅の関係

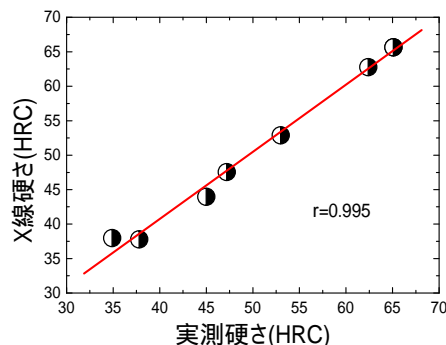


図5 X線硬さと実測の硬さとの関係

3.4 検量線からの硬さの推定

図5に硬さ基準片(SUJ2)から作成した検量線を利用し、X線半価幅データから算出した硬さ(X線硬さ)と、ロックウェル硬さ(実測硬さ)との比較を示した。ここでは、35~65HRCの熱処理済みの鋼を対象にした。検量線は、45HRC以上、以下の2領域に分けて、ロックウェル硬さと半価幅の関係を1次関数し、半価幅からX線硬さを求められるようにした。その結果、X線硬さと実測硬さは高い相関性(相関係数 $r=0.995$)を示しており、本手法を利用することで、表面硬さをX線から推定できることがわかった。

3.5 小型評価装置による硬さ評価への応用

開発した小型X線装置の評価を行うために、2θが156度付近のFe(211)回折強度を測定した。用いた試験片は硬さ30~60HRCに調整したSK85 (C:0.85%)である。得られた回折プロファイルを図6に示す。最大と最小の強度差が約5000カウントと十分な信号が得られている。この回折プロファイルに対して半価幅を求め、硬さとの関係を表したのが図7である。その結果、大型の汎用X線装置と同様の結果が本装置でも確認できた。変曲点は40HRC付近であり、炭素量から鑑みると妥当な値と考えられる。

X線は発生装置および検出器とも発展が目覚ましく、本研究で得られた知見および開発した装置をベースに機械製造部品の非破壊検査化への発展が期待できる。また、本装置は可搬型であり、測定対象物が大型あるいは特殊形状であっても測定できるという特長から、試作品などの評価にも適していると考えられる。

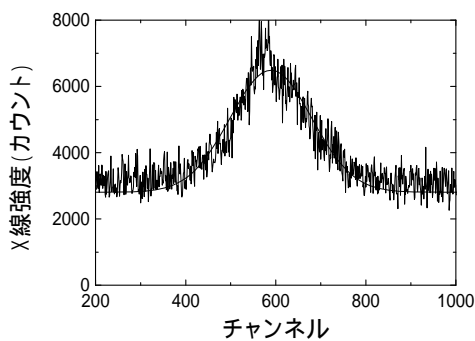


図6 X線回折プロファイル

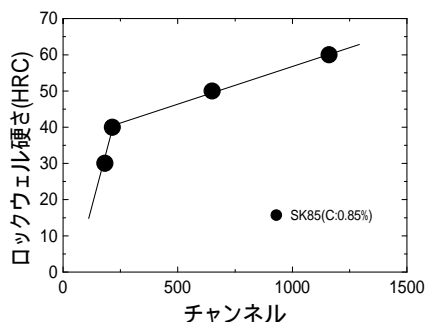


図7 硬さと半価幅の関係

4. 結 言

本研究では、熱処理した各種鉄鋼材料に対して、X線による硬さの非破壊評価の適用性を検討し、硬さ専用機の試作開発を行った。得られた知見をまとめると次の通りである。

(1)鉄鋼材料の硬さとX線半価幅は変曲点を有する相関

性をもち、変曲点位置は炭素量に依存する。

(2)硬さとX線半価幅の関係は変曲点を境界とした検量線(1次式)を作成することで、硬さを求めることができる。その値は実測値とよく一致した。

(3)試作した小型X線硬さ評価装置において測定したX線半価幅と硬さの関係についても、汎用装置と同様の結果が得られた。これにより製造ライン等への応用が期待できる。

参考文献

- 1) 山本健太郎, 飯塚幸三. 計量管理技術双書 硬さ. コロナ社, 1974, p. 136-142.
- 2) 日本材料学会編. 改著X線応力測定法. 養賢堂, 1986, p.185-208.
- 3) 森宗義, 中西英介, 田口一男. “焼入れ焼戻し材の硬さと半価幅の関係について”. 第11回X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集. 1974, p. 58-61.
- 4) R. E. Marburger, D. P. Koistinen. The determination of hardness in steels from the breadth of X-ray diffraction lines. Transactions of the American Society for Metals. 1961, vol. 64, p. 743-752.
- 5) N. Ji, J. L. Lebrun, J. M. Sprael. Analysis of broadened X-ray diffraction profiles: Application to the characterization of carbon steels. Material Science and Engineering. 1990, p. 71-77.
- 6) M. Kurita, H. Hirayama. An estimation of hardness of hardened steels by X-ray diffraction using a Gaussian curve-fitting method. J. Testing and Evaluation. 1984, p. 13-19.
- 7) 栗田政則, 井原郁夫. X線回折による焼入鋼の硬度測定. 材料, 1984, p. 449-455.
- 8) 坂井田喜久, 柏木章吾, 沢木洋三, 吉田始, 片桐嘉門. 微小部X線による高周波焼入れ鋼の硬化層深さの非破壊評価. 材料. 2006, p. 620-626.
- 9) 安部利彦, 内一哲哉, 高木敏行. 球状黒鉛鑄鉄の渦電流による硬さ測定に影響する因子. 鑄造工学. 2008, p. 278-283.
- 10) 安部利彦, 内一哲哉, 高木敏行. 渦電流法による鑄鉄の硬さ測定. 非破壊検査. 2008, p. 224-227.
- 11) 前尾修司, 中井泉, 野村恵章, 山尾博行, 谷口一雄. 可搬型X線回折装置の試作. X線分析の進歩. 2003, p. 125-132.
- 12) 河合潤, 松田巨司, 林豊秀. 除電用小型X線管を用いた蛍光X線測定. X線分析の進歩. 2006, p. 167-175.
- 13) 山下大輔, 石崎温史, 宇田応之. ポータブルX線回折・蛍光X線分析装置の開発と考古学への応用. 分析化学. 2009, p. 347-355.