

X線回折による非破壊、非接触の硬さ測定 (第2報)

— 表面粗さと加工変質層が鉄鋼材料の半価幅に及ぼす影響 —

材料科 小粥基晴 植松俊明
パルステック工業株式会社 内山宗久 寺本圭伸

Non-destructive and non-contact measurement of hardness by X-ray diffraction (2nd Report)

— Effect of surface roughness and damaged layer on half value breadth of steel —

OGAI Motoharu, UEMATSU Toshiaki, UCHIYAMA Munehisa and TERAMOTO Yoshinobu

Non-destructive and non-contact hardness testing is required in the quality control of heat treatment of steel materials. It is known that hardness can be estimated from the half value breadth of X-ray diffraction on the mechanically polished surface of steel materials. This paper investigated the effects of surface roughness and damaged layer on the half value breadth of steel materials after end-milling, abrasive cutting, and mechanical polishing.

The change in half value breadth with surface roughness was larger than the geometrically calculated diffracted X-ray width spread.

The dispersion of the half value breadth of the end-milled surface was equivalent to that of the polished surface. It was found that the thickness of the damaged layer, even as little as approximately 1 μm , had an effect on the half value breadth.

Keywords : Non-destructive and non-contact hardness testing, Half value breadth, Surface roughness, Damaged layer

通常、鉄鋼材料の硬さの評価には、ビッカース硬さ試験やロックウェル硬さ試験が利用される。これらの試験では、試験片の大きさに制限があり、評価するために製品を破壊することが多い。そのため、非破壊・非接触の硬さ試験として、近年、X線回折を利用した試験が注目されている。この方法は、鉄鋼材料にX線を照射し、回折現象によって得られた半価幅から硬さを算出する。著者らは、これまでに機械研磨した試料について本手法が有効であることを示した。しかし、実際の製品は、機械加工等によって表面粗さが異なり、加工面には加工変質層が形成されている。X線回折を利用した硬さ試験を実際の製品に適用するためには表面粗さと加工変質層が半価幅に与える影響を明らかにする必要がある。本研究では、硬さの異なる鉄鋼材料について機械研磨、砥石切断、エンドミル加工で作製した試料を用いて、表面粗さと加工変質層が変化したときの半価幅について検討を行った。

表面粗さを変化させたときの半価幅の測定値の変化量は、加工面の最大高さ粗さから算出した回折X線のピークの幅の変化より大きな値であった。また、半価幅のばらつきは、いずれの加工面も同程度であった。

これらのことから今回検討した表面粗さでは、半価幅に与える影響が小さいと考えられた。一方、加工により形成された加工変質層は、1 μm 程度の厚さであっても半価幅の値に影響を与えることが分かった。

キーワード：非破壊・非接触の硬さ測定、半価幅、表面粗さ、加工変質層

1 はじめに

輸送機器産業をはじめとする様々な産業で使用される鉄鋼材料は、使用目的に応じて熱処理により硬さ、強度、耐摩耗性などの特性を調整している。硬さは、製品設計における重要な設計数値となっているため、硬さ試験は熱処理を施した製品の品質管理や製品開発で欠かせない試験のひとつとなっている。通常、鉄鋼材料の硬さ試験は、ビッカース硬さ試験などの押し込み硬さ試験が利用されるが、試験片の大きさに制限があり、実製品の硬さを評価できないケースがある。

近年、製品の全数検査や大型製品でも対応可能な新たな硬さ試験としてX線回折を利用した非破壊・非接触の硬さ試験が注目されている¹⁻³⁾。この方法は、鉄鋼材料にX線を照射し、回折現象によって得られたスペクトルのピークの半価幅から硬さを算出する方法である。

半価幅の測定には、X線回折装置やX線残留応力測定装置が使用されている。可搬型のX線残留応力測定装置を用いることで大型の試料の非破壊測定が可能となる。しかし、可搬型のX線残留応力測定装置は2次元検出器で半価幅を測定するため、回折X線の検出される距離が短くなることで、回折X線のスペクトル幅が増加し、半価幅に影響を及ぼすことが懸念される。そのため、半価幅を測定するには、測定面を平滑にすることが望まれる。

前報⁴⁾では測定面を平滑にするために鏡面研磨した鉄鋼材料を用いて半価幅とビッカース硬さの関係を評価し、本手法で半価幅からビッカース硬さを推定できることを示した。しかし、実際の製品では、機械加工等によって表面粗さが異なり、加工面には加工変質層が形成されている。本手法を実際の製品に適用するためには表面粗さと加工変質層が半価幅に与える影響を明らかにする必要がある。本研究では、高炭素クロム軸受鋼材の受け取りのまま材及び受け取りのまま材を熱処理した熱処理材に機械研磨、砥石切断、エンドミル加工を行い、表面粗さと加工変質層が変化したときの半価幅について検討を行った。

2 実験方法

2.1 試料調製

試料には50mm×30mm×20mmの高炭素クロム軸受鋼材SUJ2の受け取りのまま材と熱処理材を用いた。

熱処理材は表1に示す条件で焼入れ・焼戻しを行った。試料内部の硬さは、受け取りのまま材で180HV、熱処理材で700HVである。各試料は、図1に示す破線の位置で切り出し、aを機械研磨、bを砥石切断、c及びdをエンドミル加工によって表面粗さを調整した。機械研磨は、切り出した試料をエポキシ樹脂に包埋し、SiC研磨紙で面出し後、ダイヤモンド研磨剤、コロイダルシリカを用いて回転研磨機で研磨した。砥石切断は、水溶性切削油のクーラントを使用し、φ150mmのWA120A砥石で湿式切断した。エンドミル加工では、小径ボールエンドミルでピックフィードのピッチを変えて荒加工と仕上げ加工を行い、表面粗さが異なる2種類の加工面を作製した。ここで、機械研磨で作製した面を「鏡面」、砥石切断で作製した面を「切断面」、エンドミル加工で作製した面を「荒加工面」及び「仕上げ加工面」とする。

表1 熱処理条件

焼入れ		焼戻し	
加熱温度[°C]	時間[min]	加熱温度[°C]	時間[min]
840	90	200	70

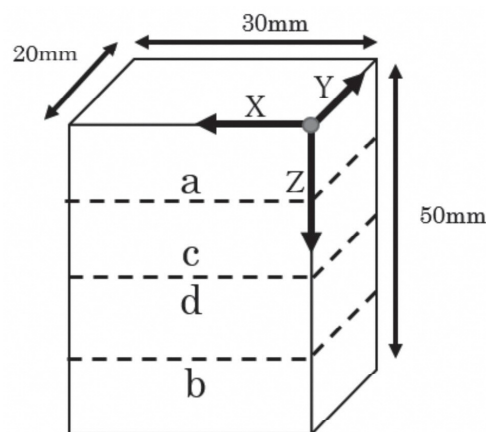


図1 試料の切り出し位置

2.2 半価幅測定

半価幅の測定は、写真1に示す可搬型X線残留応力測定装置μ-X360s（パルステック工業(株)製）を用いた。測定ユニットは、X線が加工面に対して垂直に入射できるように姿勢を固定し、X線の発生部と加工面の距離を30mmとした。測定条件はX線のコリメータ径φ1mm、X線の照射時間を15sとした。その他の条件を表2に示す。測定ユニットから照射されたX線は、加工面で回折し、2次元検出器で図2に示されるよう

にリング状に検出される（以下、リング状に検出されたX線をデバイリングとする）。デバイリングは、図中に示すとおりプロファイルの集合体であり、500点のプロファイルを同時に表示している。半価幅は、それぞれのプロファイルから算出された500点の平均値を測定結果とした。測定位置は、図3に示すとおり各加工面の(X、Y)=(15mm、9.5mm)からY方向に0.2mm間

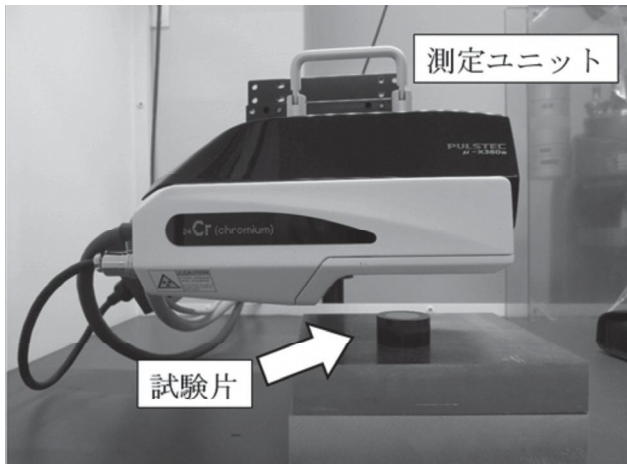


写真1 可搬型X線残留応力測定装置

表2 X線残留応力測定装置の測定条件

X線管球	Cr
管電圧	30kV
管電流	1.5mA
回折面	(211)

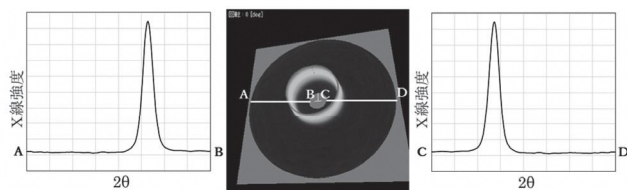


図2 X線回折により得られたデバイリング及びプロファイル

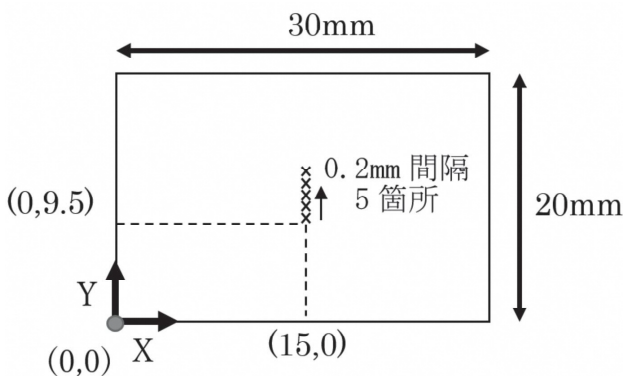


図3 各加工面における半価幅の測定位置

隔で5箇所とした。

2.3 表面粗さ測定

表面粗さは、最大高さ粗さ（以下、Rzとする）で評価した。測定は、接触式表面粗さ形状測定機フォーラムタリサーフM112-4581（アメテック㈱製）を用いた。測定条件を表3に示す。測定位置は、各加工面の中心付近とした。測定方向は、鏡面では任意の方向、切断面では、円弧状の加工傷の接線に対して直角方向、荒加工面と仕上げ加工面では、ボールエンドミルの送り方向に対して直角方向とした。

表3 表面粗さの測定条件

基準長さ[μm]	鏡面	80
	切断面	800
	仕上げ加工面	800
	荒加工面	2500
カットオフ比 λc/λs	鏡面	30
	切断面	300
	仕上げ加工面	300
	荒加工面	300

2.4 金属組織試験

金属組織及び加工変質層の観察面は、各加工面に対して垂直となる断面で、切断面では砥石の送り方向に対して平行、荒加工面と仕上げ加工面はボールエンドミルの送り方向に対して平行になるように切り出した。切り出した試料はエポキシ樹脂に包埋し、機械研磨で鏡面とした後、5%ナイトール液でエッチングした。観察には、電界放出型走査電子顕微鏡JSM-7610FPlus（日本電子㈱製）を用いた。また、加工変質層は、図4に示す金属組織が微細化した微細化層と金属組織が変形した流動層を合わせた領域

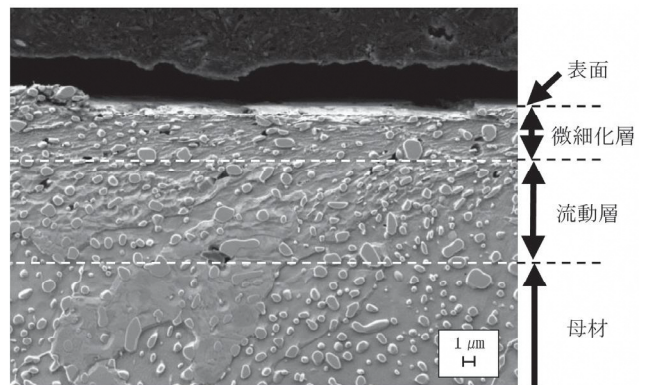


図4 加工変質層

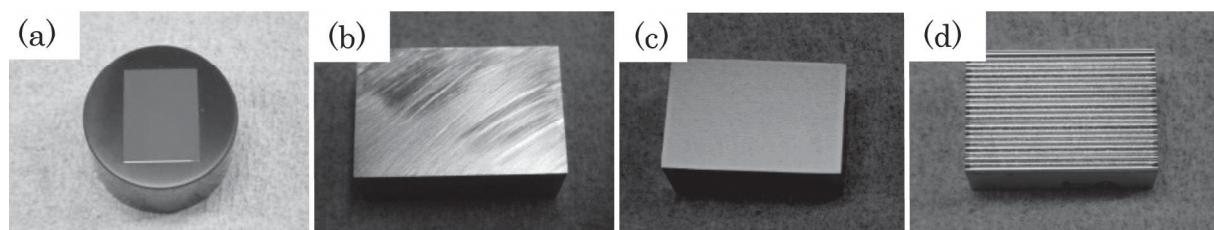


写真2 受け取りのまま材の外観

(a)鏡面、(b)切断面、(c)仕上げ加工面、(d)荒加工面

とした。また、加工変質層の厚さは、観察断面の任意の5箇所を測定し、平均値を算出した。

3 結果及び考察

3.1 表面粗さによる半価幅の変化

受け取りのまま材の各加工面の外観を写真2に示す。熱処理材の外観は、受け取りのまま材と同様であった。鏡面は、試料によらず、目視で傷を確認できなかった。切断面は、各試料で円弧状の加工傷が観察され、加工傷の谷の間隔や深さは不規則であった。荒加工面及び仕上げ加工面では、ボールエンドミルの送り方向と平行な縞模様が観察され、ツールマークの谷の間隔は、試料によらず荒加工面で0.8mm程度、仕上げ加工面で0.1mm程度であった。

表4 各加工面の表面粗さの測定結果

	Rz[μm]			
	鏡面	切断面	仕上げ加工面	荒加工面
受け取りのまま材	0.02	1.8	8.1	103
熱処理材	0.03	1.4	5.1	85

次に各加工面のRzを表4に示す。Rzは、いずれの試料も鏡面、切断面、仕上げ加工面、荒加工面の順に大きくなり、最大値は、受け取りのまま材の荒加工面の103 μm であった。

各加工面の最大高さ粗さと半価幅の関係を図5、図6に示す。受け取りのまま材の半価幅は、鏡面で2.30deg、切断面で2.80deg、仕上げ加工で3.36deg、荒加工で3.47degとなり、Rzが増加すると半価幅は最大で1.17deg広がった。一方、熱処理材は、鏡面で6.34deg、切断面で5.87deg、仕上げ加工面で5.80deg、荒加工面で5.81degで、加工面によって最大0.54degの差があった。

本研究では、半価幅を測定する際のX線の照射領域を ϕ 2mm程度としたため、荒加工面の半価幅の測定は谷部もしくは山部を2か所含む。ここで、使用したX線残留応力測定装置のX線の行路を図7に示す。図中でX線発生部と加工面との距離をd、二次元検出器で回折X線が検出される距離をr、回折角を 2θ と

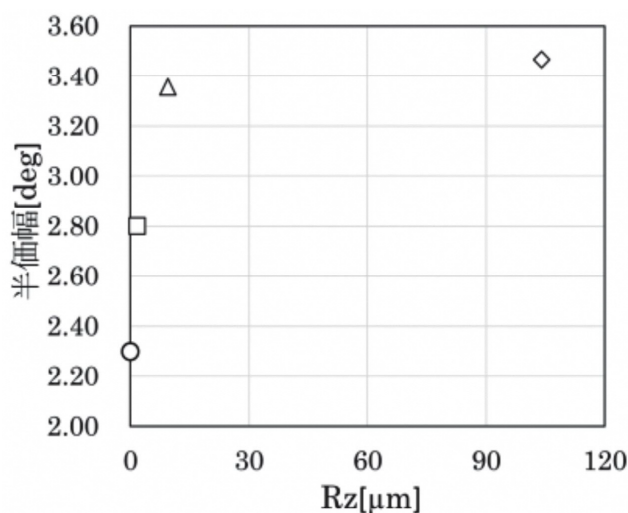


図5 受け取りのまま材における表面粗さと半価幅の関係
○鏡面、□切断面、△仕上げ加工面、◇荒加工面

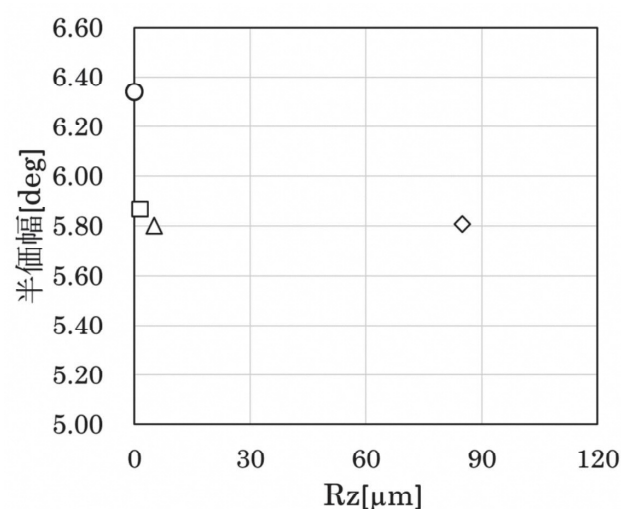


図6 熱処理材における表面粗さと半価幅の関係
○鏡面、□切断面、△仕上げ加工面、◇荒加工面

する。図7(a)の測定面に凹凸がある試料の場合には図7(b)の平滑な試料よりもX線が回折する面が Δd だけ近くなり、回折X線の検出される距離は式(1)で算出される Δr だけ短くなる。

$$\Delta r = \tan(180 - 2\theta) \times \Delta d \quad (1)$$

式(1)の Δd に受け取りのまま材の荒加工面の $Rz103\mu\text{m}$ 及び鉄(211)の回折角 156.396deg を代入すると回折X線のスペクトル幅の変化から Δr は 0.045mm と求めることができる。これは、回折角に換算すると 0.07deg となる。しかし、受け取りのまま材と熱処理材で Rz が増加したことによる半価幅の変化は、計算上の広がりよりもはるかに大きい。

次に各加工面の半価幅のばらつきを表5に示す。切断面、仕上げ加工面、荒加工面の半価幅のばらつきは、鏡面と比較して、小さいもしくは同等の値で

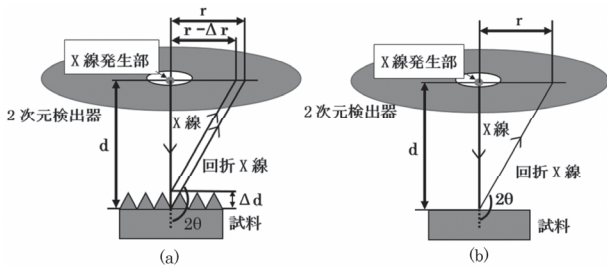


図7 2次元検出器における試料との距離の影響
(a)凹凸がある試料、(b)平滑な試料

表5 各加工面の半価幅のばらつき

	半価幅のばらつき[deg]			
	鏡面	切断面	仕上げ加工面	荒加工面
受け取りのまま材	0.07	0.04	0.04	0.07
熱処理材	0.14	0.08	0.05	0.13

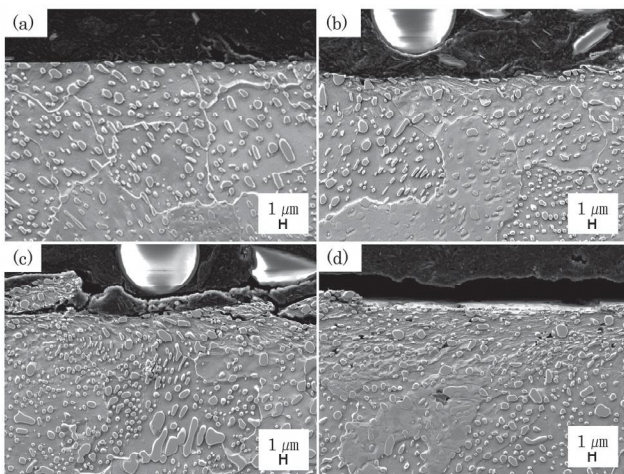


図8 受け取りのまま材の加工変質層

(a)鏡面、(b)切断面、(c)仕上げ加工面、(d)荒加工面

あった。

これらのことから、検討した範囲の表面粗さでは、半価幅に与える影響が小さいと考えられる。

3.2 加工変質層の厚さの違いによる半価幅の変化

受け取りのまま材及び熱処理材の各加工面の断面を観察した結果を図8、図9に示す。鏡面の金属組織は、いずれの試料も加工面近傍と内部で差異はなく、受け取りのまま材では、母相のフェライトに球状化した炭化物が分散した状態、熱処理材では母相の焼戻しマルテンサイト組織に球状化した炭化物が分散した状態であった。その他の加工面では、加工時の加工力によってボールエンドミルと砥石の送り方向に金属組織が変形した加工変質層が観察された。受け取りのまま材の加工変質層の厚さは、切断面で $2.0\mu\text{m}$ 、仕上げ加工面で $5.7\mu\text{m}$ 、荒加工面で $10.5\mu\text{m}$ であった。熱処理材では、切断面で $0.8\mu\text{m}$ 、仕上げ加工面で $1.5\mu\text{m}$ 、荒加工面で $1.4\mu\text{m}$ で、いずれの加工面でも受け取りのまま材と比較して加工変質層が薄かった。加工変質層の厚さと半価幅の関係を図10、図11に示す。加工変質層が厚くなると半価幅は、受け取りのまま材で 2.30deg から 3.47deg に広がり、熱処理材で 6.34deg から 5.81deg に狭くなった。また、各試料における半価幅のばらつきは、受け取りのまま材の鏡面及び荒加工面で 0.07deg 、切断面及び仕上げ加工面で 0.04deg で、熱処理材の鏡面では 0.14deg 、切断面で 0.08deg 、仕上げ加工面で 0.05deg 、荒加工面で 0.13deg であった。いずれの試料においても鏡面で半価幅のばらつきが最も大きくなった。

受け取りのまま材を加工すると半価幅が広がった

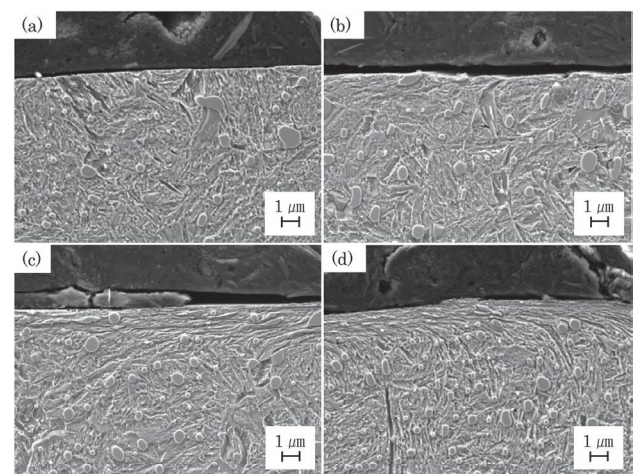


図9 熱処理材の加工変質層

(a)鏡面、(b)切断面、(c)仕上げ加工面、(d)荒加工面

【報告】

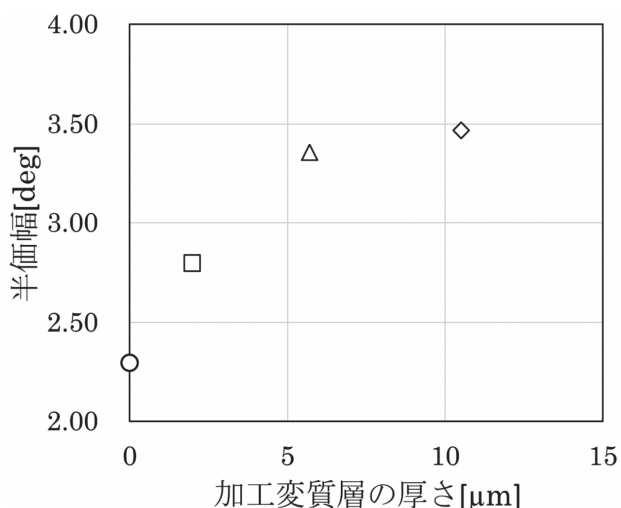


図10 受け取りのまま材の加工変質層の厚さと半価幅の関係

○鏡面、□切断面、△仕上げ加工面、◇荒加工面

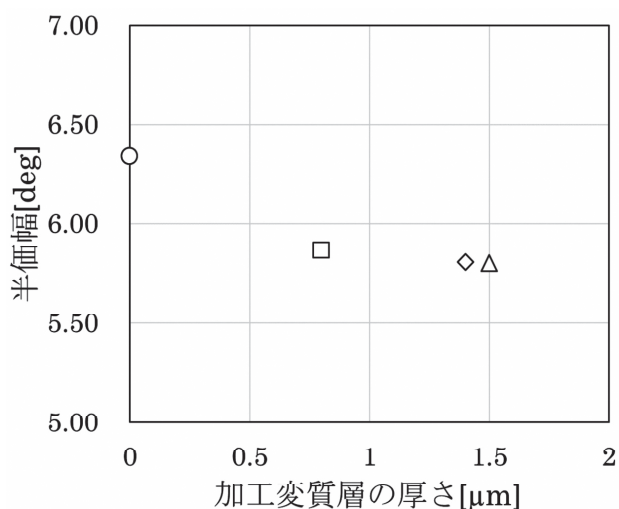


図11 熱処理材の加工変質層の厚さと半価幅の関係

○鏡面、□切断面、△仕上げ加工面、◇荒加工面

のは、加工時に発生した加工力によって加工変質層の領域が加工硬化し、硬さが上昇したためであるのに対して、熱処理材を加工すると半価幅が狭くなったのは受け取りのまま材よりも加工力が大きいため加工面の温度が上昇し、加工変質層の領域が焼戻しされたことが原因と考えられる。このことから、前節で式(1)から算出した半価幅の変化と測定された半価幅の変化に差異が見られたのは、加工変質層の領域が硬化や軟化したことが一要因として挙げられる。

本研究で使用したX線残留応力測定装置の鉄鋼材料に対するX線の侵入深さは5μm程度であることから、各加工によって形成された加工変質層の深さが数μmであっても半価幅に影響を与えることが分かった。

4 まとめ

鉄鋼材料に機械研磨、砥石切断、エンドミル加工を行い、表面粗さと加工変質層の厚さが変化したときの半価幅について検討した結果、以下のことが得られた。

- (1) 砥石切断、エンドミル加工した加工面の半価幅の変化は、Rzから算出した回折X線のスペクトル幅の広がりよりも大きな値であった。
- (2) 半価幅のばらつきは、機械研磨、砥石切断、エンドミル加工のいずれの試料も同程度であった。
- (3) 加工方法ごとの加工変質層の厚さは、熱処理材よりも受け取りのまま材の方が増加した。加工変質層の厚さが増加したときの半価幅は、受け取りのまま材で広がり、熱処理材で狭くなる傾向を示した。
- (4) 半価幅の測定に使用する装置の鉄鋼材料に対するX線の侵入深さが浅い場合には、形成された加工変質層が半価幅に影響を与えることが分かった。

参考文献

- 1) 鷹合滋樹 他: X線回折による焼入れ鋼の表面硬さ評価. 材料試験技術協会誌, 61(2), 68-73(2016).
- 2) 小峰克朗 他: 焼入焼もどしされた鋼材料の半価幅とかたさの対応について, 日本材料学会(材料), 26(280), 24-30(1976).
- 3) 栗田政則 他: X線回折による焼入鋼の硬度測定, 日本材料学会(材料), 34(379), 91-97(1985).
- 4) 小粥基晴 他: X線回折による非破壊、非接触の硬さ測定(第1報)-熱処理された鉄鋼材料の半価幅と硬さの関係-, 「静岡県工業技術研究所研究報告 第14号」, 静岡県工業技術研究所, P114-120(2021).