

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 —

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 (1st Report)

— Relationship between the half value breadth and the Vickers hardness of
heat-treated steel materials —

OGAI Motoharu, UEMATSU Toshiaki, UCHIYAMA Munehisa and TERAMOTO Yoshinobu

The hardness of steel materials is one of the most important features in an evaluation of mechanical properties. The Vickers hardness test or the Rockwell hardness test are mainly used for hardness measurements. Non-destructive and non-contact hardness measurements are required in the performance of quality control for steel products.

In this paper, the authors investigate the relationship between the half value breadth (HVB) and the Vickers hardness for heat-treated steel to evaluate the reliability of hardness measurements by X-ray diffraction.

The results obtained in this investigation are as follows.

(1) Coarse grain increased the dispersion of the HVB within the Debye ring. (2) The range of the HVB was larger for the quenched specimen than it was for the tempered specimens and the as-received specimens. (3) There was an inflection point in the relationship between the HVB and Vickers hardness. The approximate equation was different when the HVB was wider or narrower than the inflection point. (4) The proposed method could be used to estimate the Vickers hardness from the HVB by obtaining the approximate equation for each steel type.

Keywords : Steel, Vickers hardness, Half value breadth, Dispersion of the half value breadth, The relation between the half value breadth and hardness

鉄鋼材料の硬さは、機械的特性において重要な指標のひとつで、主に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ている。これらの試験は試料調製で製品を破壊してしまうことや測定面に圧痕が残ることが課題として挙げられる。そのため、非破壊の硬さ測定としてX線を利用する方法が検討されている。これは、試料表面にX線を照射し、回折により得られた半価幅から硬さを算出するため、非破壊での測定が可能である。しかし、本手法による硬さ測定は、測定値の信頼性に関する報告が少ない。そこで、本研究では、本手法による硬さ測定の信頼性を確認するために、種々の鉄鋼材料を用いて半価幅と硬さの関係を評価した。

半価幅の測定は、2次元検出器を搭載した装置を使用したため、回折したX線はリング状（以下、デバイリング）に検出された。デバイリングは、熱処理された材料で均一な形状、受け取りのまま材で不均一な形状であった。不均一なデバイリングから算出された半価幅は、ばらつきが大きかった。

半価幅は、鉄鋼材料のビッカース硬さが高くなると、広くなった。また、鋼種や金属組織により半価幅とビッカース硬さの関係が異なるものの、いずれの鉄鋼材料も関係式で表現することができた。以上から本手法は、鋼種や熱処理を限定すれば、半価幅から硬さの算出が可能であることが分かった。

キーワード：鉄鋼材料、ビッカース硬さ、半価幅、半価幅のばらつき、半価幅とビッカース硬さの関係

1 はじめに

鉄鋼材料の硬さは、機械的特性において重要な指標であるため、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、硬さ試験には、ロックウェル硬さ試験やビッカース硬さ試験が利用されている。これらの試験は、試験片に所定の荷重をかけて圧子を押込み、測定面についてくぼみの大きさや深さから硬さを算出している。正しく試験を行うためには、測定面が、圧子軸に垂直でなければならない、切断や研磨などの試料調製が必要となる場合がある。よって、部品は、試験後に破壊されて使用できないことや試験までに時間がかかることなどの欠点がある。

そのため、非破壊、非接触、短時間の硬さ測定として X 線を利用する方法が検討されている¹⁻³⁾。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強度の 1/2 となる 2 点を結んだ幅 (図1) (以下、半価幅) は、硬さと関係があることが知られて

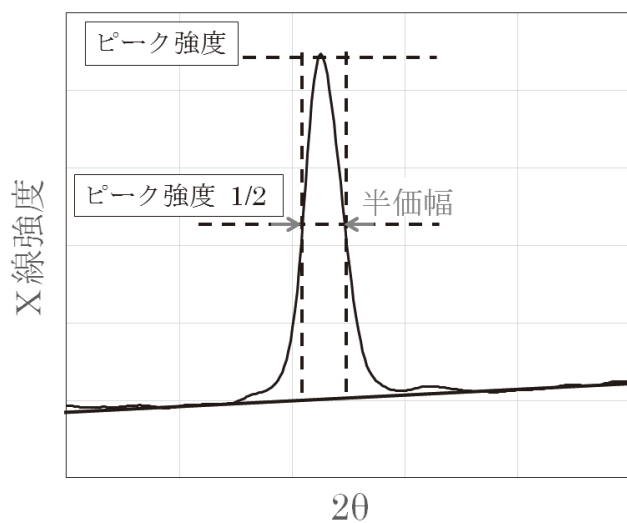


図1 X線スペクトルから算出される半価幅

いる。近年、2次元検出器を利用して短時間で半価幅を測定できる装置が市販されたことから、この関係を利用した硬さ測定の実用化が期待されている。本手法による硬さ測定を実用化するためには、軟質材から硬質材まで幅広い鉄鋼材料の硬さを測定できることが求められる。しかし、本手法を多くの鋼種で検討した報告は少なく、測定値の信頼性に関するデータが不足している。そこで、本研究では、X線回折による硬さ測定の信頼性を確認するため、種々の鉄鋼材料を用いて、金属組織による半価幅の変化や半価幅と硬さの関係性について評価した。

2 実験方法

使用した鉄鋼材料及び JIS で規定された化学成分を表1に示す。各鉄鋼材料は、φ 20mm × L 200mm に加工した後、850℃ × 0.5h で加熱し油冷で焼入れした。硬さを調整するために焼入れ材から、L 10mm の円柱を切り出し、200℃から 600℃の間の 100℃ごとの温度で2h 焼戻した。焼戻した鉄鋼材料は、熱処理による脱炭層などの影響を除去するため、軸方向の中央 (L 5mm) を砥石で切断した。また、焼入れ材と受け取りのまま材も焼戻し材と同様のサイズに切断した。切断後の材料は、切断した面が測定面となるように、樹脂に埋め込み、バフ研磨し、これらを試験片とした。ここで各試験片は、焼入れ材を Q、焼戻し材を T- 焼戻し温度、受け取りのまま材を AR とし、材質名に下付けして表記する。(例 300℃で焼戻した SCM420 を SCM420_{T-300} とする)

金属組織試験は、SCM420 及び SCM440、SK105、SUJ2 の焼入れ材、600℃焼戻し材、受け取りのまま材を5%ナイトールで腐食し、金属顕微鏡 MA200 (株ニコン) を使用して、実施した。

表1 化学成分

Steel	C[%]	Si[%]	Mn[%]	P[%]	S[%]	Cr[%]	Mo[%]
SCM420	0.17~0.23	0.15~0.35	0.55~0.90	~0.030	~0.030	0.85~1.25	0.15~0.35
SCM440	0.37~0.44	0.15~0.35	0.55~0.90	~0.030	~0.030	0.85~1.25	0.15~0.35
SK105	1.00~1.10	~0.35	~0.50	~0.030	~0.030	-	-
SUJ2	0.95~1.10	0.15~0.35	~0.50	~0.025	~0.025	1.30~1.60	-

半価幅の測定には、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) を用いた。装置の仕様を表2に示す。測定ユニットは、X 線が試料表面に対して、垂直に入射できるように姿勢を固定し、X 線の発生部と測定面の距離を30mmとした。X 線のコリメータ径は、 ϕ 1mmとし、このときの X 線の照射領域は ϕ 2mm 程度であった。1回の測定における X 線照射時間は、6 ~ 15 秒とした。測定ユニットから照射された X 線は、測定面で回折し、2次元検出器で図2に示すようにリング状に検出される (以下、リング状に回折された X 線をデバイリングとする)。デ

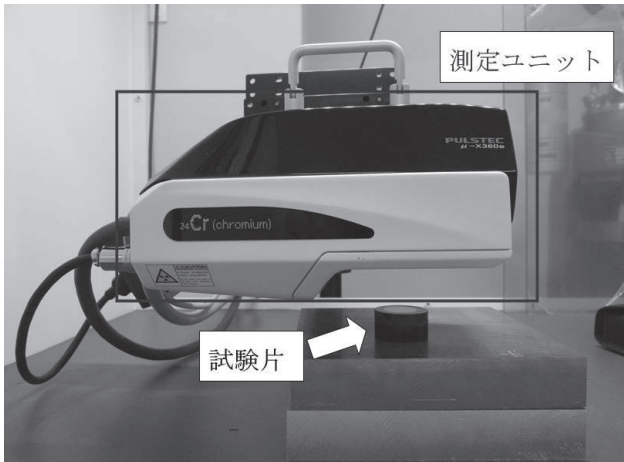


写真1 X線残留応力測定装置

表2 装置の仕様

X線	管球	Cr
管電圧		30kV
管電流		1.5mA
回折面		(211)

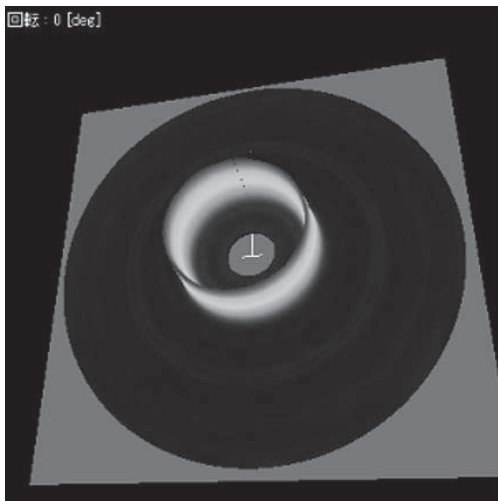


図2 デバイリング

バイリングは、図3に示すように X 線スペクトルの集合体であり、500 点のスペクトルを同時に表示している。半価幅は、それぞれのスペクトルから算出された 500 点の平均値を測定結果とした。半価幅の測定位置は、各試験片の任意の5箇所とした。また、SCM440 及び SUJ2 は、同一箇所において5回連続で繰り返し測定も行った。

ビッカース硬さ試験は、微小硬度計 FM-ARS9008 (株)フューチュアテック) を使用し、荷重 2.942N (300 gf) で、各試験片の任意の5箇所を測定した。

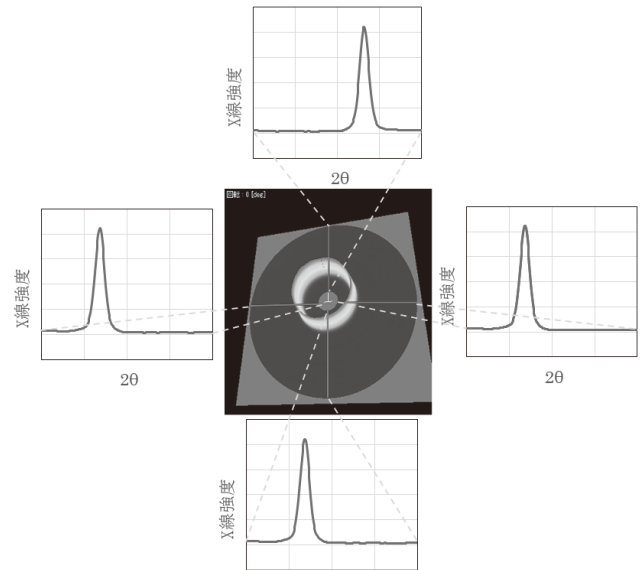


図3 X線回折によるスペクトル及びデバイリング

3 結果および考察

3.1 半価幅に及ぼす金属組織の影響

SCM420、SCM440、SK105、SUJ2 の受け取りのまま材、焼入れ材、600°C 焼戻し材の金属組織を図4に示す。受け取りのまま材では、SCM420_{AR} 及び SCM440_{AR} は、いずれもフェライトと層状のパーライトの混合組織で、SCM420_{AR} の方が SCM440_{AR} よりもパーライト量は少ない。炭素量が多い SK105_{AR} 及び SUJ2_{AR} はそれぞれフェライトと炭化物であった。焼入れを行うことで、SCM420_Q は少量のマルテンサイトとベイナイトの混合組織、SCM440_Q はマルテンサイトと少量のベイナイトの混合組織、SK105_Q 及び SUJ2_Q はマルテンサイトと未溶解炭化物の混合組織になった。本研究では、鋼種によらず焼入れ条件を同一にしたことから、SCM420 では、冷却速度がマルテンサイトに変態するためには不十分となり、少量のマルテンサイトとベイナ

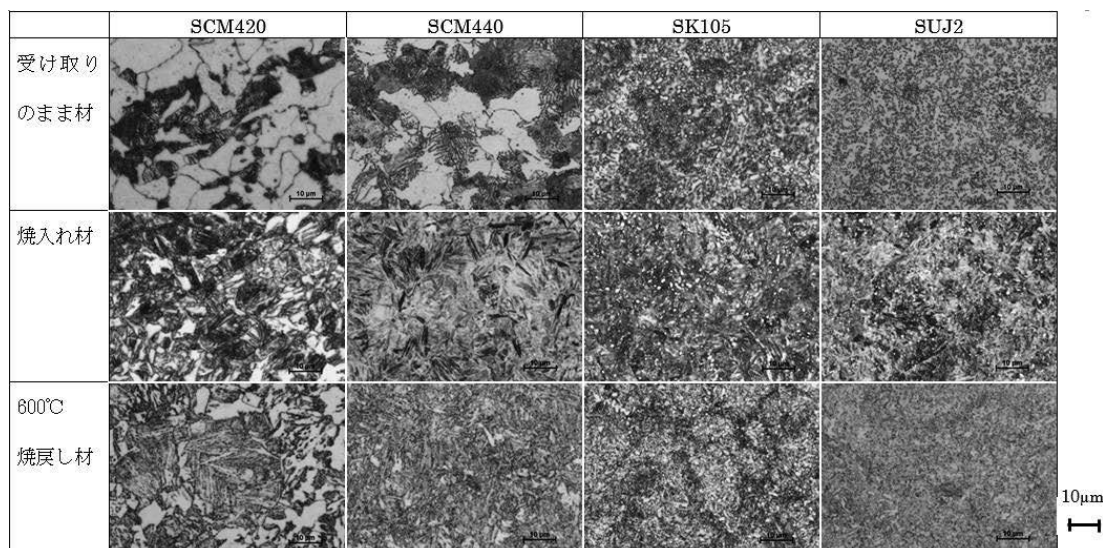


図4 熱処理による金属組織の変化

イトの混合組織となった。また、SK105 及び SUJ2 では、オーステナイトと炭化物の2相域から焼入れしたことで未溶解炭化物が残留した。600°C焼戻しを行うことで、SCM420_{T-600} はフェライトと炭化物の混合組織、SCM440_{T-600} がソルバイト、SK105_{T-600} はソルバイトと微細パーライトと未溶解炭化物、SUJ2_{T-600} はソルバイトと未溶解炭化物の混合組織になった。

次に鉄鋼材料の代表的な金属組織であるマルテンサイト、ソルバイト、パーライト、フェライトが含まれる SCM440 及び SUJ2 について、デバイリング及び半価幅の評価を行った。図5に各試験片の任意の1箇所を測定した時のデバイリングを、表3に半価幅の平均値及び標準偏差、変動係数を示す。半価幅の平均値及び標準偏差、変動係数は、1つのデバイリングに存在する 500 点の X 線スペクトルから算出した。

受け取りのまま材のデバイリングの形状は、SCM440 及び SUJ2 とともに斑点状であった。焼入れ材は、各試験片ともデバイリングの形状が均一となり、受け取りのまま材と比較してデバイリングの幅は広がった。600°C 焼戻し材も焼入れ材と同様にリング形状は均一であったが、各試験片とも焼入れ材よりもデバイリングの幅は狭くなった。これらのことから熱処理を行うことでデバイリングの形状及び幅が大きく変化することが分かった。

受け取りのまま材のデバイリングの形状が斑点状になった要因として、フェライトやパーライトの結晶粒が 15µm 程度であったことから、X 線を照射した領域の回折に寄与した結晶が減少したことが挙げられる。また、熱処理を行うことでマルテンサイト変態時に結晶が微

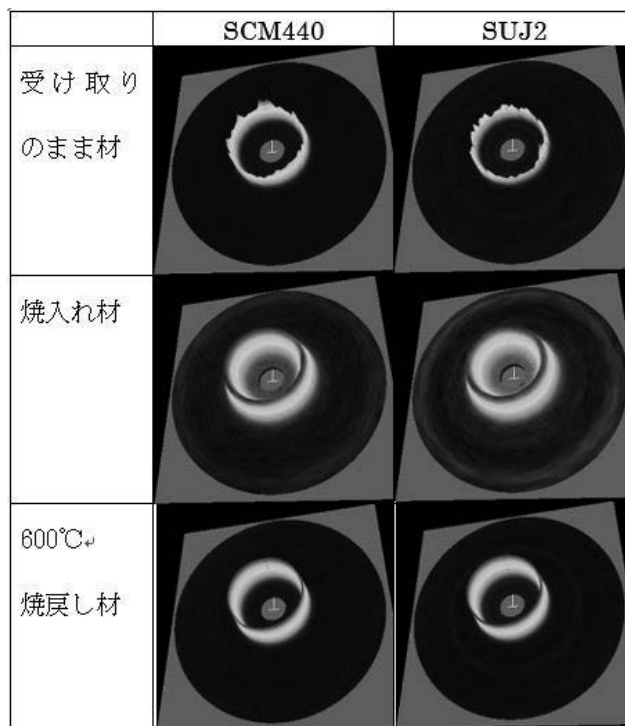


図5 SCM440 及び SUJ2 のデバイリング

表3 熱処理による半価幅の変化

試験片名	半価幅		
	平均値 [deg]	標準偏差 [deg]	変動係数
SCM440 _{AR}	2.48	0.079	0.032
SCM440 _Q	6.40	0.095	0.015
SCM440 _{T-600}	2.73	0.013	0.005
SUJ2 _{AR}	2.33	0.160	0.069
SUJ2 _Q	7.46	0.113	0.015
SUJ2 _{T-600}	2.72	0.026	0.010

細化するとともに多くのひずみが結晶内部に発生したことで、デバイリングは均一で幅が広くなり、焼戻し時に結晶の回復や再結晶が起こることでひずみが減少し、デバイリングは均一のまま、幅が狭くなったと考えられる。

各試験片のデバイリングから算出された半価幅の平均値は、SCM440_{AR}で2.48deg、SCM440_Qで6.4deg、SCM440_{T-600}で2.73deg、SUJ2_{AR}で2.33deg、SUJ2_Qで7.46deg、SUJ2_{AR}で2.72degとなった。いずれの材料も焼入れ材の半価幅が最も広く、600℃焼戻し材、受け取りのまま材の順に狭くなった。各スペクトルから算出された500点の半価幅の変動係数は、600℃焼戻し材が小さく、焼入れ材と受け取りのまま材が大きくなる傾向であった。ここで変動係数が大きくなった

SCM440_Q及びSCM440_{AR}のピーク強度と半価幅の関係を図6に示す。SCM440_Qでは、半価幅にばらつきがみられるが、ピーク強度による傾向は見られない。一方、SCM440_{AR}では、ピーク強度が上昇すると半価幅は、減少する傾向が見られた。このことから、SCM440_{AR}のようにデバイリングが斑点状になる金属組織では、ピーク強度によって半価幅が変化することが分かった。

次に繰り返し測定を行ったときの半価幅のばらつきを評価するために同一箇所を連続で5回測定したときと、任意の5箇所を測定したときの半価幅の範囲（最大値-最小値）及び平均値を求めた結果を表4、表5に示す。同一箇所を測定したときの半価幅の範囲は、SCM440_Qで0.03degであった。その他の試験片

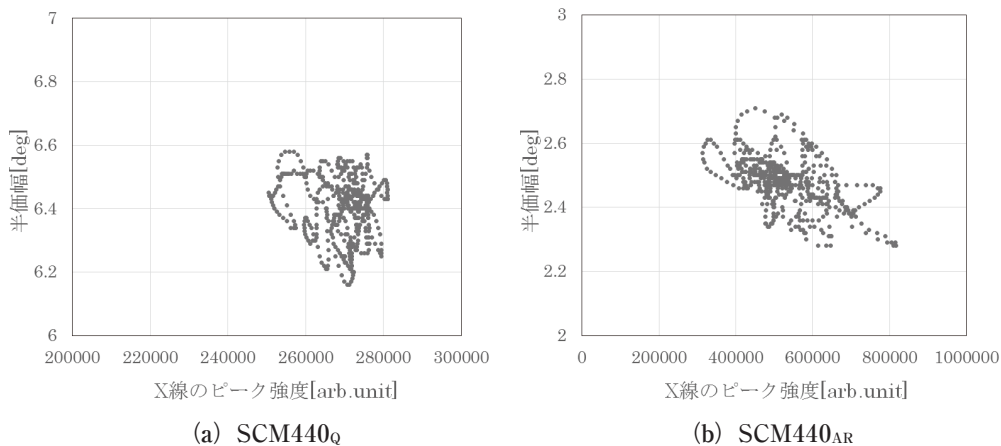


図6 X線のピーク強度と半価幅の関係

表4 同一箇所を5回測定した半価幅の測定値及びその平均値と範囲

試験片名	測定回数					平均値	範囲 (最大値-最小値)
	1	2	3	4	5		
SCM440 _{AR}	2.48	2.48	2.49	2.49	2.49	2.49	0.01
SCM440 _Q	6.53	6.54	6.55	6.55	6.56	6.55	0.03
SCM440 _{T-600}	2.73	2.73	2.73	2.72	2.72	2.73	0.01
SUJ2 _{AR}	2.32	2.31	2.32	2.32	2.32	2.32	0.01
SUJ2 _Q	7.53	7.54	7.54	7.53	7.53	7.53	0.01
SUJ2 _{T-600}	2.72	2.72	2.71	2.71	2.72	2.72	0.01

表5 5箇所を測定した半価幅の測定値及びその平均値と範囲

試験片名	測定回数					平均値	範囲 (最大値-最小値)
	1	2	3	4	5		
SCM440 _{AR}	2.53	2.54	2.54	2.53	2.51	2.53	0.03
SCM440 _Q	6.46	6.27	6.45	6.28	6.47	6.39	0.20
SCM440 _{T-600}	2.72	2.73	2.71	2.72	2.72	2.72	0.02
SUJ2 _{AR}	2.32	2.34	2.36	2.31	2.32	2.33	0.05
SUJ2 _Q	7.42	7.43	7.44	7.40	7.45	7.43	0.05
SUJ2 _{T-600}	2.72	2.73	2.69	2.71	2.70	2.71	0.04

表6 各試験片のビッカース硬さ

試験片名	ビッカース硬さ [HV]					範囲 (最大値-最小値)	
	平均値	測定回数					
		1	2	3	4		5
SCM440 _{AR}	188	184	190	187	194	186	10
SCM440 _Q	628	641	630	633	611	623	30
SCM440 _{T-600}	304	323	292	300	301	307	31
SUJ2 _{AR}	188	183	192	198	183	182	16
SUJ2 _Q	773	780	761	766	775	780	19
SUJ2 _{T-600}	300	295	300	295	297	311	16

は、鋼種によらず 0.01deg となり、小さい値であった。任意の5箇所を測定したときの半価幅の範囲は、同一箇所を測定したときと同様に SCM440_Q で 0.20deg と大きくなり、同一箇所の7倍程度となった。その他の試験片における両者の差は、0.05deg 以下であった。

ここで半価幅の繰り返し測定を行った各試験片について任意の5箇所を測定したビッカース硬さの平均値及び範囲を表6に示す。ビッカース硬さの平均値は、受け取りのまま材では SCM440_{AR}、SUJ2_{AR} ともに 190HV 程度であった。焼入れを行うことで、SCM440_Q は 630HV 程度、SUJ2_Q で 770HV 程度までビッカース硬さは上昇し、600℃焼戻しによって SCM440_{T-600}、SUJ2_{T-600} ともに 300HV 程度に低下した。ビッカース硬さの範囲は、SCM440_{AR} が最小で 10HV、SCM440_Q 及び SCM440_{T-600} が最大で 30HV であった。よって同一箇所を繰り返し測定するよりも測定位置を変えたときの方が半価幅の範囲が大きくなったのは、測定位置で硬さの異なる金属組織となっていたためと考えられる。以上のことから、半価幅は、金属組織のばらつきや結晶粒サイズによって、ばらつきが大きくなる懸念はあるものの、本研究で使用した装置では、コリメータによって X 線の照射領域を制限しているため、ビッカース硬さやロックウェル硬さと同様に微小領域の硬さ測定の使用に期待できることが分かった。

3.2 半価幅とビッカース硬さの関係

各試験片の半価幅とビッカース硬さの関係を図7に示す。図中のプロット点は、半価幅が広いものが焼入れ材で、焼戻し温度の上昇とともに狭くなり、最も狭いものが受け取りのまま材を示している。ビッカース硬さは、鋼種によらず、半価幅が広くなるとともに高くなった。また、半価幅が 2.8deg 付近に変曲点がみられ、変曲点の前後で鋼種ごとに線形近似を行った。変曲点より半価幅が広い領域における各鋼種の近似式を (1) から (4) に示す。

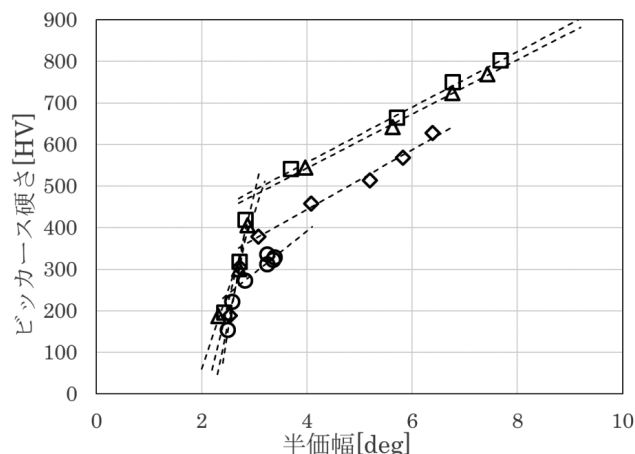


図7 半価幅とビッカース硬さの関係

○ : SCM420、◇ : SCM440、△ : SUJ2、□ : SK105

SCM420:

$$\text{ビッカース硬さ (HV)} = 101[\text{半価幅 (deg)}] - 12 \quad (1)$$

SCM440:

$$\text{ビッカース硬さ (HV)} = 72[\text{半価幅 (deg)}] + 157 \quad (2)$$

SK105:

$$\text{ビッカース硬さ (HV)} = 65[\text{半価幅 (deg)}] + 283 \quad (3)$$

SUJ2:

$$\text{ビッカース硬さ (HV)} = 67[\text{半価幅 (deg)}] + 291 \quad (4)$$

半価幅の広い領域から得られた関係式の第1項の係数は SCM420 のみが高い値を示したが、その他の鋼種は 70 程度であった。上述したように本研究の焼入れ条件では SCM420 は不完全な焼入れとなり 200℃ から 400℃ の焼戻しを行っても金属組織及び硬さに明瞭な変化が起きなかった。これによって、硬さと半価幅の測定値がそれぞれ 320 ± 15HV 程度、3.3 ± 0.1deg 程度の位置に集中してしまったことで正しい関係式を求められなかったと考えられる。切片の値は、SCM420、SCM440、SK105、SUJ2 の順で大きくなっており、炭素量が多いものほど、高い値を示した。

次に、変曲点より半価幅が狭い領域における各鋼

種の近似式を (5) から (8) に示す。

SCM420:

$$\text{ビッカース硬度 (HV)} = 751[\text{半価幅 (deg)}] - 1728 \quad (5)$$

SCM440:

$$\text{ビッカース硬度 (HV)} = 613[\text{半価幅 (deg)}] - 1362 \quad (6)$$

SK105:

$$\text{ビッカース硬度 (HV)} = 530[\text{半価幅 (deg)}] - 1108 \quad (7)$$

SUJ2:

$$\text{ビッカース硬度 (HV)} = 375[\text{半価幅 (deg)}] - 691 \quad (8)$$

半価幅が狭い領域から得られた関係式は、いずれの鋼種でも半価幅の広い領域と比較して第1項の係数が大きくなり、半価幅に対するビッカース硬度の変化が大きくなった。ただし、SK105 及び SUJ2 の第1項の係数は、SCM420 及び SCM440 と比較し、低い値を示し、鋼種によって数値に差がみられた。また、切片は、炭素量が多くなると値が大きくなる傾向が見られた。しかし、各鋼種で半価幅が最も狭い受け取りのまま材のデバイリングは、いずれも斑点状となっており、半価幅にばらつきがある状態であった。そこで、半価幅が変曲点よりも狭い領域において、受け取りのまま材を除外したときの半価幅とビッカース硬度の関係を図8に示す。半価幅とビッカース硬度の関係から式(9)を得られ、鋼種よらず、ひとつの線形の近似式で表すことができた。

$$\text{ビッカース硬度 (HV)} = 725[\text{半価幅 (deg)}] - 1728 \quad (9)$$

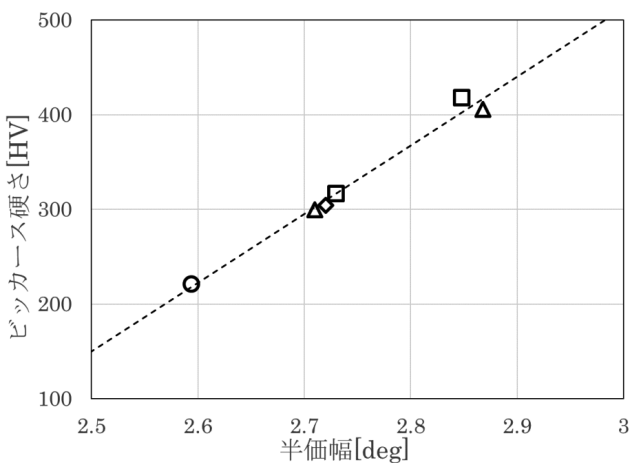


図8 受け取りのまま材を除いた半価幅とビッカース硬度の関係

○ : SCM420、◇ : SCM440、△ : SUJ2、□ : SK105

以上のことから、半価幅が広い領域において、半価幅からビッカース硬度を算出する場合には、鋼種ごとに関係式が異なることから、予め測定対象となる鋼種で関係式を作成する必要があることが分かった。また、デバイリングが不均一になる金属組織をもつ試験片を測定する場合には、得られた半価幅にばらつきが生じるため測定値の信頼性には注意が必要となる。

4 まとめ

本研究では、金属組織による半価幅の変化や半価幅と硬度の関係性について評価を行い、以下のことが得られた。

- (1) 半価幅は、金属組織の結晶粒サイズが大きくなると、デバイリングが不均一になり、500 点の半価幅のばらつきが大きくなった。
- (2) 同一箇所を繰り返し測定したときの受け取りのまま材の半価幅の範囲は、デバイリング全体を利用することで焼戻し材と同程度になった。
- (3) 半価幅とビッカース硬度の関係は、いずれの鋼種も変曲点が存在し、変曲点の前後で関係が異なった。
- (4) 変曲点よりも半価幅が広いときは、鋼種により関係式の切片が異なるため、事前に測定する鋼種で関係式を作成することで、本手法による硬度測定が可能になると考えられた。
- (5) 変曲点よりも半価幅が狭いときは、受け取りのまま材を除外することですべての鋼種がひとつの関係式で表すことができた。ただし、デバイリングが不均一になる金属組織をもつ試験片を測定する場合に注意が必要であることが分かった。

参考文献

- 1) 鷲合滋樹 他 : X 線回折による焼入れ鋼の表面硬度評価 . 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 線回折による焼入れ鋼の硬度測定 . 日本材料学会 (材料), 34 (379), 91-97 (1985).