

HHXRF 型 PMI 計測値に対する計測環境の影響評価

下 菌 俊 幸 *¹ 沢 本 拓 也 *² 七 里 智 美 *²
Shimozono Toshiyuki *Sawamoto Takuya* *Nanasato Tomomi*
 久 保 薫 *³ 高 野 卓 *²
Kubo Kaoru *Takano Takashi*

蛍光 X 線型 PMI 装置は、試料の平面部に装置を密着させて計測し、試料の材質を判定する装置である。実際にはさまざまな形状の試料があるが、本稿では、ステンレス材について試料形状、試料と装置の隙間による影響、および気温の影響を評価した。その結果、以下の 4 条件で正しく計測できたので紹介する。

- (1) 異なる材質が隣接している試料（溶接部等）は、計測対象部が X 線透過窓の幅（8mm）以上が必要である。
- (2) 計測部分が曲面の試料（配管・針金等）は、試料を装置の持ち手に対して平行に配置する。
- (3) 装置と試料が密着できない試料（隅肉溶接部等）は、隙間が 4mm 以下であれば計測可能である。
- (4) 測定時の気温は、-10℃～50℃（試料温度は気温と同じ）では測定値に影響しない。

キーワード：ハンドヘルド、HHXRF、PMI、材質判定、蛍光 X 線分析

1. はじめに

PMI（Positive Material Identification：現地材質判定）検査では、発光分光分析型 PMI 装置と蛍光 X 線型 PMI 装置（以下、HHXRF（Hand Held X-ray Fluorescence）と称する）の 2 種類の装置が用いられる。それぞれの長所、短所ならびに適用例については、IIC REVIEW 50 号⁽¹⁾を参照されたい。

HHXRF（写真 1）は、小型（250×280×90mm）かつ軽量（重量 1.44kg（バッテリー込））であり、可搬性に優れている。そのため、現場で試料の元素を簡便かつ迅速に計測でき、鉄鋼や合金の材質判定に用いられている。

HHXRF は X 線透過窓を塞ぐように、試料の平

面部と装置を密着させ、計測する装置である。実際、製造元から公表されている計測精度は X 線透過窓より広く、平らな試料を計測した結果である。しかし、実際の試料には、(1) 異なる材質が隣接している試料（溶接部等）、(2) 計測部分が



写真 1 HHXRF

*1：計測事業部 化学・環境部 福浦グループ 課長 一般計量士、環境計量士（濃度関係）
 *2：計測事業部 化学・環境部 福浦グループ
 *3：計測事業部 化学・環境部 福浦グループ 一般計量士、環境計量士（濃度関係）

曲面の試料（配管・針金等）、ならびに（3）装置と試料が密着できない試料（隅肉溶接部等）などがある。また、現場計測であるため、（4）気温による計測値への影響が懸念される。これら4点について、当社の主な検査対象であるステンレス材の SUS304、SUS316 を用いて試験した結果について述べる。

2. 試験および評価方法

2.1 装置および計測条件

試験装置は BrukerAXS 社製 型式 S1 TITAN LE（検出器のみ 2016 年に交換）である。計測プログラムは Stainless で計測時間は 10 秒、計測回数は 5 回とした。

装置付属の標準試料にて、計測前の作動確認および材質判定値による精度確認を行った。

2.2 異なる材質が隣接している試料（溶接部等）

溶接部の検査では溶接部が細く、母材の影響を受ける可能性がある。計測可能な溶接線幅を評価するために、炭素鋼（Cr 含有量が少ない）の板上に幅を変えたステンレステーブ（Cr 含有量が多い）を貼り、溶接部を模擬した試料を作製した。

ステンレステーブの幅は 3mm（X 線照射口の径）、5mm、8mm（X 線透過窓の幅）および 10mm の 4 条件とした。評価対象元素は Cr（クロム）とした。基準値には、炭素鋼の全面にステンレステーブを貼った試料の計測値を用いた。

2.3 計測部分が曲面の試料（配管・針金等）

平面部を計測した場合の計測精度は、装置製造元から公表されている。しかし、実際の試料には配管や針金のように曲面部を有するものも多い。試料表面の形状（管の直径）が計測値に及ぼす影響を評価するため、次の径の試料を計測した。試料は SUS316 配管（ $\phi 1/2$ インチ（12.7mm）、 $\phi 3/8$ イ

ンチ（9.525mm）、 $\phi 1/4$ インチ（6.35mm）、 $\phi 1/8$ インチ（3.175mm）および SUS304 針金（ $\phi 1.6$ mm、 $\phi 0.9$ mm）である。評価対象元素はステンレス材の主要元素である Cr、Ni（ニッケル）、および Mo（モリブデン）とした（針金は SUS304 のため Cr、Ni の 2 元素）。基準値には各試料の化学定量分析値（試料を酸溶解後、ICP（誘導結合プラズマ）発光分光分析で分析する方法であり、分析精度が高い）を用いた。

なお、試料が細く、X 線が漏えいするため、オペレータの被ばくを防ぐために、専用のデスクトップスタンドを使用して計測した。このデスクトップスタンド（試料を入れる内寸法：90×90×70mm）の特徴は 2 点あり、1 点目は小さい試料を入れ、蓋を閉めることで漏えい X 線を軽減できること、2 点目は装置を手で持つ必要が無く、計測開始後に計測員が装置から離れられることである。

2.4 装置と試料が密着できない試料（隅肉溶接部等）

隅肉溶接（金属を T 字型に溶接）部を計測する場合、装置と試料の物理干渉によって装置と試料の間に隙間が生じる。そこで、隙間の影響を評価するため、X 線透過窓の両側にアルミ板を積み上げることで隙間を模擬し、計測した（デスクトップスタンドを使用）。試料には日本鉄鋼認証標準物質（JIS）の SUS316 標準試料を使用した。評価対象元素は Cr、Ni および Mo とした。基準値には標準試料の認証値を用いた。

2.5 気温による計測値への影響

室温（20℃台）における計測精度は装置製造元から公表されている。しかし、HHXRF は可搬であることから、計測場所は空調の効いた屋内のみではなく、工場や倉庫、野外の建設現場などの場合もある。したがって、計測時の気温によっては

誤差が大きくなり、材質判定を誤る懸念がある。

そこで、気温による計測値への影響を評価するために、試料として 2.4 節と同じ SUS316 標準試料を使用し、-10、0、10、25、30、40、50℃ の 7 条件で計測した。低温環境 (-10℃、0℃) の計測には冷凍庫 (ECB215、エレクトロラックス・ジャパン社製) を、高温環境 (30℃、40℃、50℃) の計測には乾燥機 (DOV-600PA、アズワン社製) を使用した。評価対象元素は Cr、Ni および Mo とした。基準値には標準試料の認証値を用いた。なお、計測時の試料温度は気温と同じ温度であった。

2.6 評価基準

各試験において、5 回の計測の平均値と基準値の誤差が $\pm 10\%$ 以内の場合に計測可能と評価した。これは PMI 検査における一般的な母材の材質判定基準が「分析許容差 $\pm 10\%$ 以内」⁽¹⁾ とされているためである。

3. 結果

3.1 異なる材質が隣接している試料 (溶接部等)

試験に用いた試験片を写真 2 に示す。結果を図 1 に示す。幅 10mm と 8mm は基準値 $\pm 10\%$ 以内であった。しかし、幅 5mm では基準値の -30% となり、テープを貼り付けた炭素鋼を含む

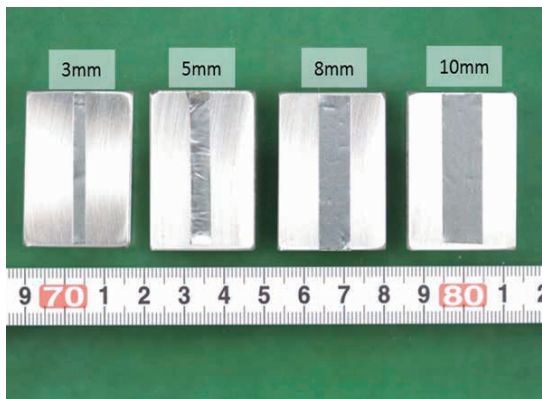


写真 2 計測部の幅の評価用試験片

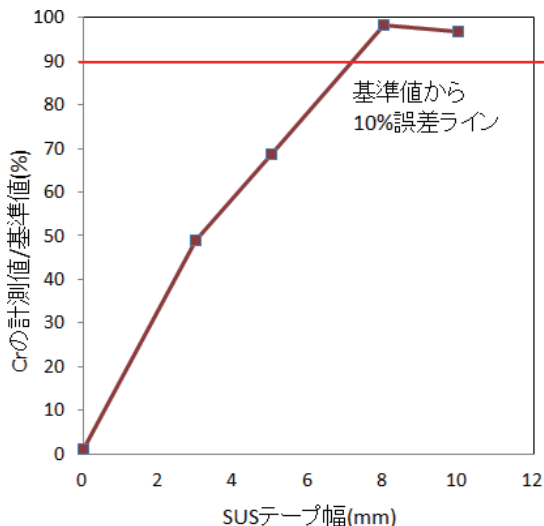


図 1 計測部の幅の影響 (n=5)

計測結果となった。これらのことから、検査対象部の幅が 8mm あれば X 線透過窓 (約 8mm) を完全に塞ぐことができ、母材の影響を受けずに計測できることがわかった。

3.2 計測部分が曲面の試料 (配管・針金等)

直径の異なる数種類の SUS316 配管および SUS304 針金を計測した。計測時の様子を写真 3、各試料と X 線透過窓との配置を写真 4、計測結果を図 2 に示す。全試料について全評価対象元素が判定基準を満たした。したがって、3.1 節の結果も踏まえると X 線照射口より細い試料でも異なる材質が隣接していなければ計測可能となる。しかし、図 2 に示すとおり、計測誤差 (ばらつき) は、1/4 インチ (6.35mm) 配管よりも小径の試料では大きくなる傾向を示した。これは、試料の直径が細くなるほど装置から照射された X 線の多くが試料の無い部分を通り抜け、減衰・消滅し、それにより試料から発生する X 線量が少なくなり、検出器の S/N 比 (信号/ノイズ比) が悪くなるためと考えられる。なお、デスクトップスタンドに入らない試料を計測する場合、X 線の漏えい



写真3 配管の計測時の様子

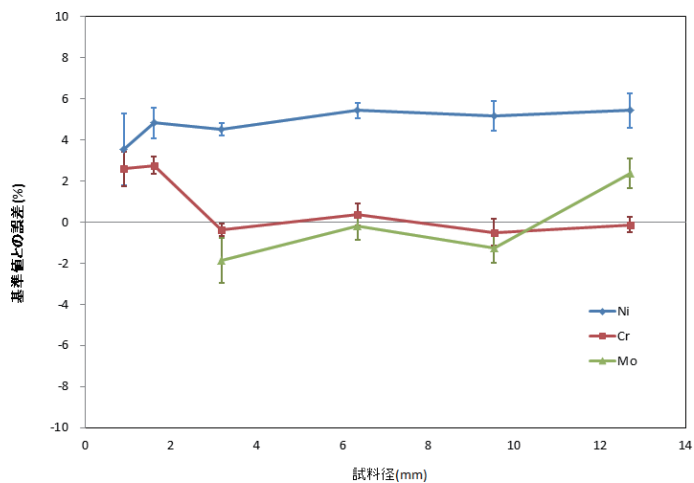


図2 計測誤差における試料径の影響 (n=5)



写真4 各試料とX線透過窓との配置

対策が必要である。

3.3 装置と試料が密着できない試料(隅肉溶接部等)

試験時の外観を写真5に示す。結果を図3に示す。NiおよびCrの計測値は、隙間を10mm空けても、基準値 $\pm 10\%$ 以内であり、判定基準を満たしていた。しかし、Moは隙間が広くなるにつれて誤差が大きくなり、判定基準を満たしたのは4mmまでであった。したがって、3元素とも材質判定が可能な隙間は4mmまでであった。

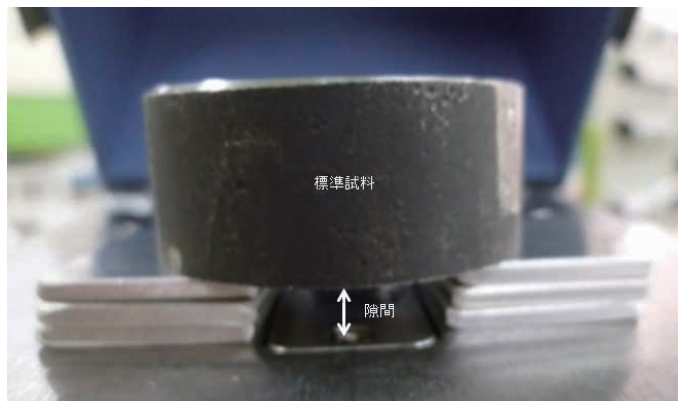


写真5 装置と試料の隙間

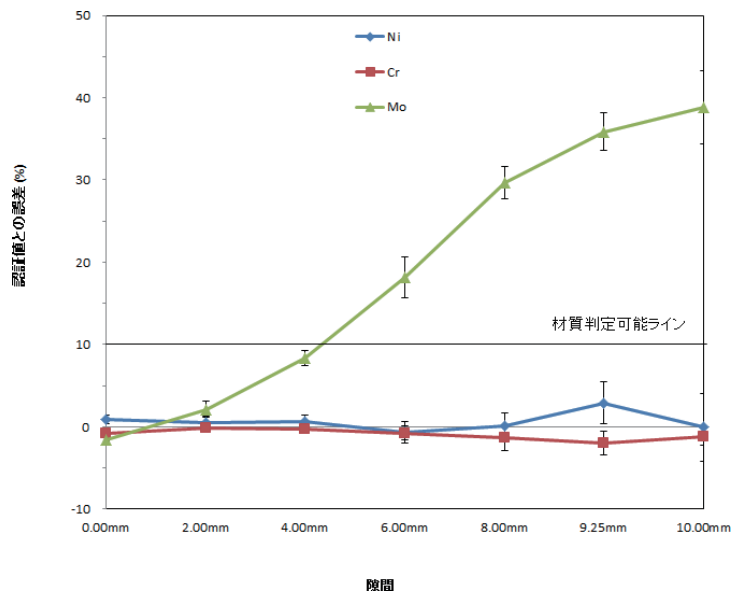


図3 装置と試料の隙間の影響 (n=5)

3.4 気温による計測値への影響

-10℃および0℃の試験に使用した冷凍庫の外観を写真6、試験時の様子を写真7に示す。30℃、40℃および50℃の試験に使用した乾燥機の外観を写真8、試験時の様子を写真9に示す。試験結果を図4に示す。計測値と基準値の誤差および計測値の計測誤差（ばらつき）は小さかったため、試料温度も気温と同様な温度の場合、さまざまな気温下におけるステンレス材（SUS316）の計測に温度は影響しないことがわかった。



写真6 低温環境に使用した冷凍庫



写真8 高温環境に使用した乾燥機

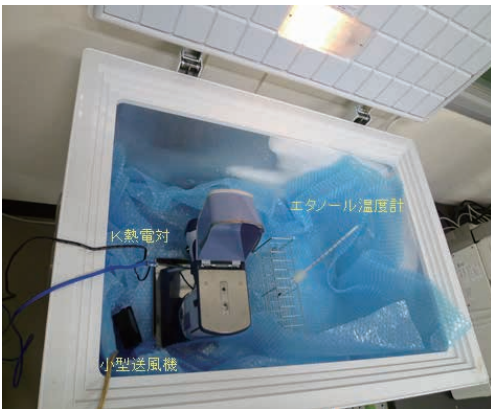


写真7 低温環境における計測時の様子 (-10℃、0℃)

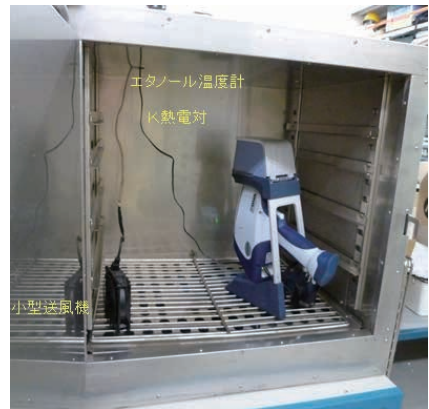


写真9 高温環境における計測時の様子 (30℃、40℃、50℃)

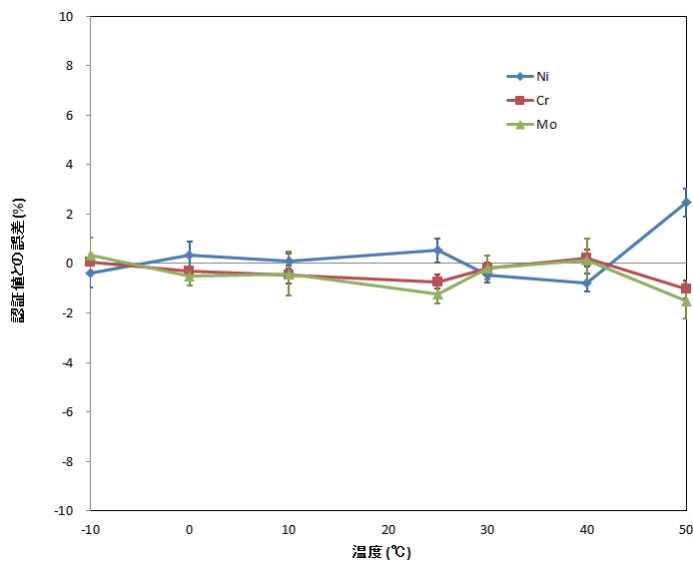


図4 温度による影響 (n=5)

4. まとめ

HHXRF は可搬性に優れており、現場で試料の元素を簡便かつ迅速に計測することができるため、鉄鋼や合金の PMI 検査に用いられている。しかし、その計測精度は試料形状や気温の影響を受ける可能性がある。本稿ではさまざまな試料形状および気温下で標準試料などを計測し、計測誤差が基準値 $\pm 10\%$ 以内となる条件を検討した。結果、以下のことがわかった。

- ①異なる材質が隣接している試料（溶接部等）は、計測対象部が X 線透過窓の幅（8mm）以上であれば計測可能であった。
- ②計測部分が曲面の試料（配管・針金等）は、

試料を装置の持ち手に対して平行に配置し、装置と密着させると計測可能であった。

- ③装置と試料が密着できない試料（隅肉溶接部等）は、隙間が 4mm 以下であれば計測可能であった。
 - ④測定時の気温は、 $-10^{\circ}\text{C} \sim 50^{\circ}\text{C}$ （試料温度は気温と同じ）で測定値に影響が無かった。
- 今後とも、計測環境に応じた計測手法と評価基準を確立し、計測精度向上に努めていきたい。

参考文献

- (1) 高橋剛：ハンドヘルド型蛍光 X 線分析法による PMI 検査、IIC REVIEW、No.50、2013/10、pp.74-81



計測事業部 化学・環境部
福浦グループ 課長 一般計量士、
環境計量士（濃度関係）

下 菌 俊 幸

TEL. 045-791-3516
FAX. 045-791-3541



計測事業部
化学・環境部
福浦グループ

沢 本 拓 也

TEL. 045-791-3516
FAX. 045-791-3541



計測事業部
化学・環境部
福浦グループ

七 里 智 美

TEL. 045-791-3516
FAX. 045-791-3541



計測事業部 化学・環境部
福浦グループ 一般計量士、
環境計量士（濃度関係）

久 保 薫

TEL. 045-791-3516
FAX. 045-791-3541



計測事業部
化学・環境部
福浦グループ

高 野 卓

TEL. 045-791-3516
FAX. 045-791-3541