

表面硬化層の評価

露木 徳哉^{*1} 浅野 晴香^{*1} 三谷 幸寛^{*2}
Tsuyuki Naruya Asano Haruka Mitani Yukinori

表面硬化処理は、古くから航空機業界や自動車業界をはじめとして、各業界で用いられている技術であり、現在も利用が増え続けている。材料に表面硬化処理を施すと、表面硬化層が生成されるが、表面硬化層の深さがバラつくと不具合の原因となるため、表面硬化層の評価は実機製品不良を防ぐために重要な項目である。本稿では、表面硬化層の評価方法として光学顕微鏡観察、ピッカース硬さ、ヌープ硬さ、EPMA (Electron Probe Microanalyzer) 分析の評価例を紹介する。

キーワード：表面硬化、浸炭、光学顕微鏡観察、ピッカース硬さ、ヌープ硬さ、EPMA 分析

1. はじめに

表面硬化処理とは、材料に種々の処理を施すことで表面硬化層を生成させ、材料表面の性質を向上させる方法であり、例として表面硬さや耐磨耗性の向上が挙げられる。航空機業界や自動車業界をはじめとした種々の業界では、表面硬化処理による材料の表面性質を向上させる手法は古くから用いられている。表面硬化処理に代表されるものとして、浸炭処理や窒化処理、硬質クロムめっきなどが挙げられる。どの表面硬化処理方法も、鉄鋼を対象とする場合が多く、利用例として車両の軸やギア、タービンの羽根などがある。本稿では、表面硬化層の評価に用い光学顕微鏡観察、ピッカース硬さ試験、ヌープ硬さ試験、EPMA 分析の評価例を紹介する。

2. 表面硬化層の評価手順

表面硬化層を評価する場合、以下の順で実施する。

(1) 評価の前処理として試験体を切断後、埋込研磨し、断面からの観察や試験、分析が可能な状態への加工。

(2) 試料にエッチングを施し、光学顕微鏡観察。

(3) ピッカース硬さ試験またはヌープ硬さ試験。

(4) EPMA を用いた線分析やマッピング分析。

なお、(2)～(4)については各項目だけを実施することも多く、目的に合わせて使い分ける必要がある。

3. 表面硬化層評価に用いられる方法

3.1 光学顕微鏡観察

試料切断後の断面を研磨し、エッチングによって研磨面を腐食させることで金属組織が現出する。光学顕微鏡を用いて現出した金属組織を観察することで、表面硬化層の確認ができる。表面硬化層の深さなどを巨視的に観察したい場合などは、その他の評価方法と併用されることが多い。

*1：計測事業部 化学・材料部 福浦グループ

*2：計測事業部 化学・材料部 福浦グループ 次長

3.2 ビッカース硬さ試験

ビッカース硬さ試験は、正四角錐のダイヤモンド^{すい}のダイヤモンド圧子を試料に押し付けることで、試料の硬さを測定する方法である(図1(a))。ビッカース硬さは試験力とくぼみ長さの関係から硬さを算出するため、試験力によらず同等の硬さが得られることが特徴である。一般に表面硬化層の評価の際は、試験力が9.8N以下の領域で用いられるマイクロビッカースを使用する⁽¹⁾。表面硬化層の評価は、試料の断面の表面から深さ方向にビッカース硬さ試験を行い、硬さの分布を測定する。

3.3 ヌープ硬さ試験

ヌープ硬さ試験の基本的な原理はビッカース硬さと同様であるが、ビッカース硬さ試験と異なり、圧子はひし形のダイヤモンド四角錐を用いる(図1(b))。ビッカースと比較し、ヌープのくぼみ深さは約半分程度になるため、試料表面の状態を鋭敏に把握できる他、測定点同士の間を狭く取ることができる⁽¹⁾。

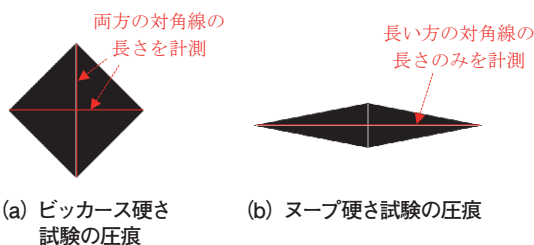
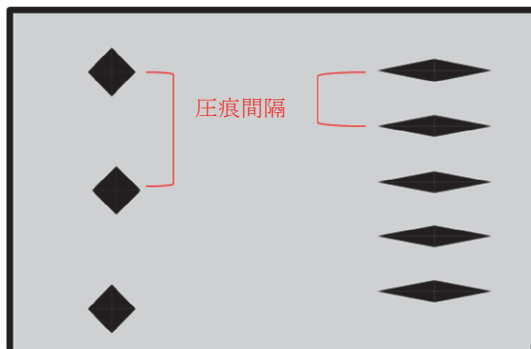


図1 硬さ試験の圧痕

ビッカース硬さは測定時に圧子で付けたくぼみの各対角線の長さを測定するのに対し、ヌープ硬さはくぼみの長い方の対角線の長さのみを測定する。このためヌープ硬さでは、表面硬化層など硬さが連続的に変化する場合に、硬さの変化方向と垂直方向のくぼみ長さを計測する。以上のことから、図2のようにヌープ硬さはビッカース硬さよ

りも狭い測定間隔で硬さ試験を行うことができ、かつ精度良く計測することが可能である。



(a) ビッカース硬さ試験の圧痕間隔 (b) ヌープ硬さ試験の圧痕間隔

図2 硬さ試験の圧痕比較(試料断面、深さ方向)

3.4 EPMA分析

EPMAは電子線を試料へ照射した際に発生する特性X線を利用して、試料表面の元素を分析する。特性X線は原子固有のものであるため、分光結晶で分光することで図3のように検出器で検出し、元素の種類を判別する⁽²⁾。表面硬化層の評価は、主にマッピング分析や線分析を使用し、元素の濃度分布を確認に用いられる。

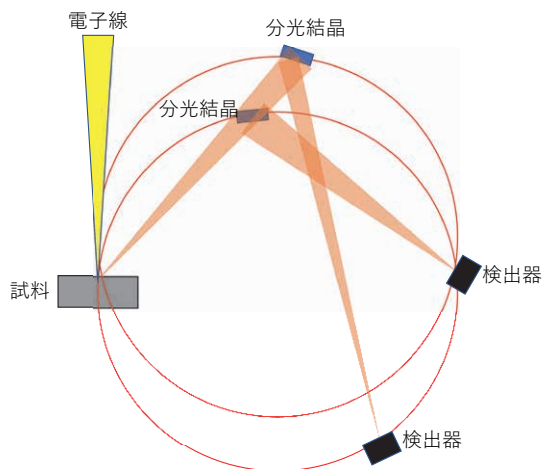


図3 EPMAの原理

4. 各評価方法の一例

4.1 浸炭試料の光学顕微鏡観察

図4にクロムモリブデン鋼(SCM420)に浸炭処理を施した試料(以下浸炭試料)に埋込研磨、エッチングを施した後、光学顕微鏡観察の結果を示す。表面から試料の深さ方向で組織が黒くみられる箇所が浸炭範囲である。光学顕微鏡観察ではこのように比較的簡単に表面硬化層の状態を確認することができる。しかし、当該試料は表面から1mm程度を浸炭する条件で浸炭処理を施したが、表面から0.8mm程度までしか組織が黒色になっている範囲は確認できない。また、光学顕微鏡観察は、目視であるため浸炭深さを詳細に計測するのは困難である。

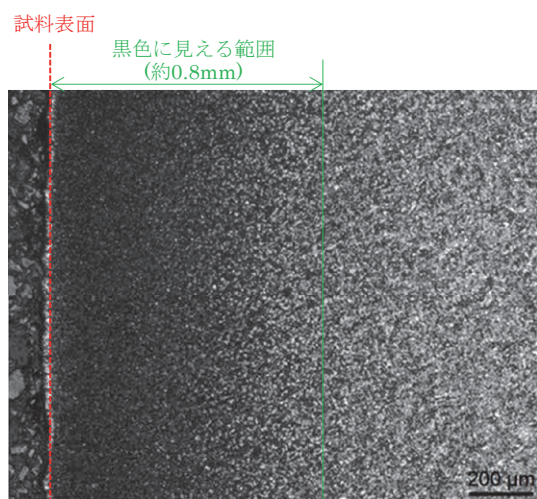


図4 浸炭試料の光学顕微鏡観察結果

4.2 浸炭試料の硬さ試験結果

図5に浸炭試料のビッカース硬さ試験とヌーブ硬さ試験結果を示す。ビッカース硬さとヌーブ硬さの比較をするため、ビッカース硬さで得られた結果をヌーブ硬さに換算している⁽³⁾。ビッカース硬さの換算値は、試料表面付近の測定点において、硬さがバラつく。バラつく原因としては、図1(a)

に示したように、ビッカース硬さに用いる圧子の対角線の長さが同じであることが挙げられる。ビッカース硬さ試験では、硬さの変化が大きい深さ方向と、硬さの変化が小さい水平方向で、同じように圧痕の長さを評価する。そのため、深さ方向の硬さの変化が大きいほど、結果にバラつきがみられる。

一方、ヌーブ硬さでは長さ方向のみを測定するためバラつきがなく試料表面からの距離が深くなるにつれ、なだらかに硬さが低下していることがわかる。以上により、表面硬化層の硬さ評価には、ヌーブ硬さが適していることがわかる。

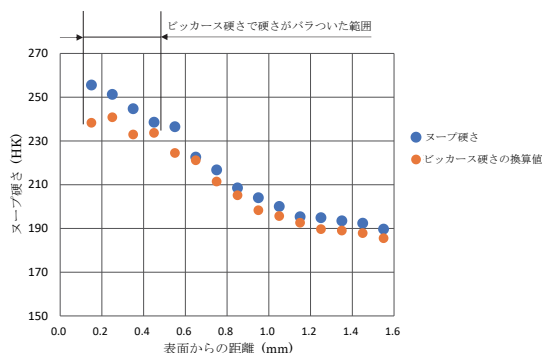


図5 浸炭試料の硬さ試験結果

4.3 浸炭試料のEPMA分析結果例

浸炭試料のEPMA分析結果を図6に示す。分析には、鋼中の微量炭素測定用に使用される標準試料を用いて検量線を引き分析した。マッピング分析結果より、試料表面付近では炭素濃度が高いため黄色から緑色を呈しており、試料内部に進むにつれて青色に変化するため炭素濃度が低くなっている。

線分析結果は縦軸が炭素濃度(mass%)、横軸が表面からの距離(mm)であり約0.2mmまでは埋込樹脂部分である。浸炭試料は光学顕微鏡観察試料と同様に、表面から1.0mm程度を浸炭する条件で浸炭処理を行ったが、炭素濃度は深さ方向に約

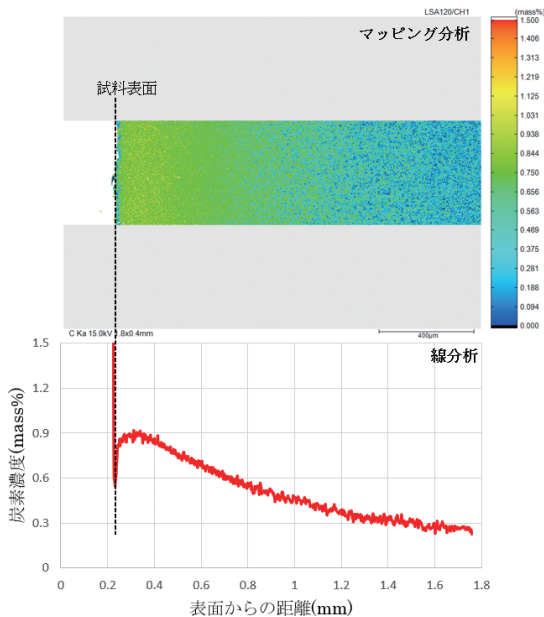


図6 浸炭試料のEPMA分析結果

1.0mmの箇所でも低下し続けていることがわかる。以上のように、EPMA分析は視覚的かつ定量的に試料の状態がわかるため、表面硬化層の詳細な評価をしたい場合に用いられる。しかし、硬さ試験と比較し表面の研磨状態が高度に求められることや、標準試料の用意が必要なこともあり、費用と手間がかかる手法になっている。

5. おわりに

本稿では、表面硬化層の評価に用いられる各方法について紹介した。今回は、浸炭試料での評価を一例にしたが、各評価方法はその他表面硬化処理においても実施可能である。一方で、各評価方法にメリットやデメリットが存在するため、評価対象とする表面硬化層の種類や評価目的に合わせた方法の選択が必要になる。

参考文献

- (1) 日本材料試験技術協会：現場の硬さ試験（A-2020）－基礎から応用まで、株式会社みつわ、2020、pp.4-22
- (2) 小林一輔：図解 コンクリート構造物の診断 電子の目で内部を診る、株式会社オーム社、2006、p.24
- (3) ASTM E140-12b：Standard Hardness Conversion Tables for Metals Relationship Among Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Superficial Hardness, Knoop Hardness, Scleroscope Hardness, and Leeb Hardness



計測事業部
化学・材料部
福浦グループ
露木 徳哉
TEL. 045-791-3516
FAX. 045-791-3541

計測事業部
化学・材料部
福浦グループ
浅野 晴香
TEL. 045-791-3516
FAX. 045-791-3541



計測事業部
化学・材料部
福浦グループ 次長
三谷 幸寛
TEL. 045-791-3516
FAX. 045-791-3541