

機関番号：57101

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2008～2010

課題番号：20560682

研究課題名(和文) 残留オーステナイト測定小型センサ及びシステムの開発

研究課題名(英文) Development of small sensor and system for measurement of retained austenite

研究代表者 笹栗 信也(SASAGURI NOBUYA)

久留米工業高等専門学校・材料工学科・教授

研究者番号：50215737

研究成果の概要(和文)：合金白鑄鉄は鑄造時あるいは焼入れ処理時に多量の残留オーステナイトが存在する。この残留オーステナイトは、製品の機械的性質や使用時の部材の欠損などに大きく影響するため、これを制御することは重要である。これまで、残留オーステナイト量の測定には、X線回折法によることが多く、簡便な測定法及びそのシステムの開発が望まれていた。そこで、本研究では熱処理を変えることにより、種々の残留オーステナイト量を含む合金白鑄鉄を作製し、それらの電磁現象の変化を測定することにより、非破壊的に鑄鉄中の残留オーステナイト量を測定する小型センサの開発を行うとともに、それを解析するシステムの開発を行った。開発した小型センサは約20Wmmx25Lmmx20Hmmで「コ」の字をしており、これに励起コイル及び検出コイルが巻かれている。励起コイルに交流電流を流し、そのときの検出コイルに得られた誘導電圧を検出する。残留オーステナイト量が異なると、誘導電圧が変化するので、これを解析することにより、材料内の残留オーステナイト量が評価できた。

研究成果の概要(英文)：Alloyed white cast irons produce a large amount of retained austenite when they are cast or quenched. The retained austenite affects severely the mechanical properties of the products and the defect of the parts. Therefore, the control of amount of retained austenite in the cast irons is very important. X-ray diffraction method has been used for a measurement of retained austenite. A development of a brief measurement method of retained austenite and its evaluation system has been expected. In this study, many samples including different amount of retained austenite for nine kinds of cast irons were prepared by changing the heat treatment condition and the change in the magnetic properties of these samples were measured nondestructively using a newly developed small sensor with the exciting coil and search coil measuring about 20<sup>L</sup>x25<sup>W</sup>x20<sup>H</sup>mm in size like a Japanese syllabary 「コ」. The amount of the retained austenite in the cast irons could be estimated by detecting the change of induced voltage associated with change in amount of retained austenite.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
20年度	1,600,000	480,000	2,080,000
21年度	1,100,000	330,000	1,430,000
22年度	700,000	210,000	910,000
年度			
年度			
総計	3,400,000	1,020,000	4,420,000

研究分野：金属材料

科研費の分科・細目：材料工学, 材料加工・処理

キーワード：非破壊検査

## 1. 研究開始当初の背景

高合金材料では、残留オーステナイト ( $\gamma$ ) の有無によって製品の性能が大きく左右される。そこで、製品中の残留オーステナイト量 ( $V_\gamma$ ) を定量的に把握しておくことが望まれるが、高合金鋳鉄について簡便で非破壊的に  $V_\gamma$  を定量的に測定する方法及び装置がない。現在、 $V_\gamma$  を定量的に測定する方法は、X線回折による場合が一般的であり、この場合試料を細かく切り出し、測定に長時間を要する。このため一般の工場で作製される製品の  $V_\gamma$  を測定することはできない。 $V_\gamma$  によって、電磁気特性 (導電率、B-H 曲線) が変化するため、それらの特性差を測定することによって  $V_\gamma$  を定量的に測定できる可能性がある。残留  $\gamma$  は非磁性であり、その周りを埋める基地は基本的にはフェライトで磁性を有することから、相互誘導型渦電流法によって電磁気特性を把握できれば、製品中の  $V_\gamma$  を、小型センサを用いて非破壊的に、定量的に測定できると考えられる。

## 2. 研究の目的

鋼および鋳鉄中の  $V_\gamma$  を非破壊的に、短時間で、定量的に計測できる小型センサおよびシステムの開発。

## 3. 研究の方法

供試材として、Mo 及び Ni を含有した 17%Cr 及び 26%Cr 鋳鉄、及び Cr, Mo, W, V をそれぞれ約 5%含有した多合金白鋳鉄、さらに球状黒鉛鋳鉄を用いて、それぞれの供試材について熱処理により  $V_\gamma$  を変化させた試料を作製する。このときの  $V_\gamma$  量は X 線回折法による。これらの試料について本研究で開発した小型センサを用いて、試料の磁気特性の変化を測定し、 $V_\gamma$  との関係を求める。これにより、任意の試料の磁気特性を測定することにより含有される  $\gamma$  量の測定が可能となる。

## 4. 研究成果

### (1) 残留オーステナイト量を変化させた試料の作製

本研究では次の試料を用いた。

- ① 2.9% C-17% Cr-2% Mo,    ② 2.9% C-17% Cr-2% Ni
- ③ 2.6% C-26% Cr            ④ 2.6% C-26% Cr-2% Mo
- ⑤ 2.6% C-26% Cr-2% Mo    ⑥ 2.7% C-26% Cr-2% Ni
- ⑦ 2.1% C-5% (Cr, Mo, W, V)-Fe
- ⑧ 2.4% C-5% (Cr, Mo, W, V)-Fe
- ⑨ 3.8% C-Fe (球状黒鉛鋳鉄)

これらの供試材に対し、鋳放し状態からの加熱処理、焼入れ焼戻し処理を行い、0~90%の残留オーステナイトを含有する試料を作製した。なお、このときの  $V_\gamma$  の測定は X 線回折法による。

Fig. 1 に Mo を含有する 17%Cr 鋳鉄の焼入れ

時及び焼戻し時の金属組織の SEM 写真を示す。焼入れ時 (Fig. 1(a)) には、炭化物を取り囲む基地は、ほとんどが  $\gamma$  である。これを焼戻すことにより、Fig. 1(b) に示すように、残留  $\gamma$  から炭化物の析出が起り、残留  $\gamma$  の分解が生じ、残留  $\gamma$  は減少する。合金元素量が多い場合には、炭化物の析出とその後のマルテンサイトへの変態によって、残留  $\gamma$  が減少する。

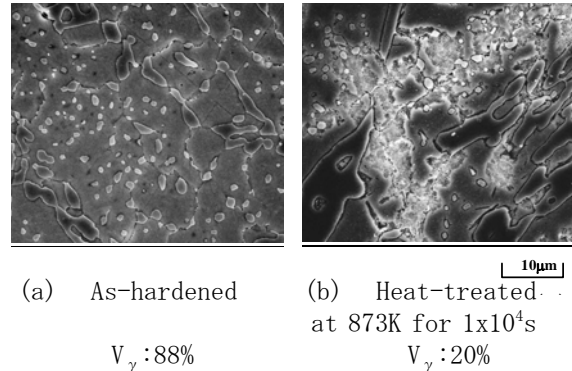


Fig. 1 SEM micro-photographs of As-hardened and heat-treated specimens of 17%Cr cast iron with 2%Mo.

Fig. 2 に残留  $\gamma$  の分解率 ( $f(\%) = (\text{初期の } V_\gamma - \text{焼戻し後の } V_\gamma) / \text{初期の } V_\gamma$ ) と焼戻し時間との関係の一例を示す。残留  $\gamma$  の分解は、焼戻し温度が高いほど短時間で起り、S 字状に進行する。この傾向は、供試材の種類が異なっても、同様であった。このことから、温度及び保持時間を適当に選ぶことにより、目的の  $V_\gamma$  を得ることが可能である。

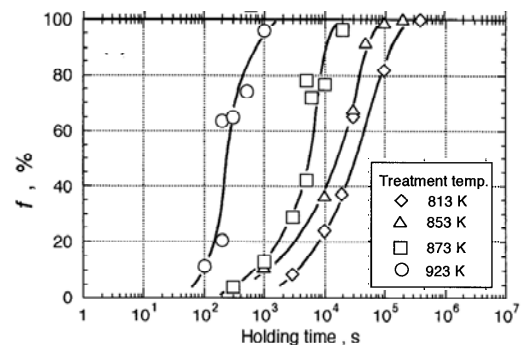


Fig. 2 Relationship between decomposition ratio ( $f$ ) of retained austenite and tempering condition of 17%Cr cast iron with 2%Mo

### (2) 小型電磁気センサの概要

ここでは電磁現象を利用して短時間かつ簡便に鋳鉄内の  $V_\gamma$  を測定する手法を検討した。鋳鉄内に  $\gamma$  が含有されると鋳鉄内のマクロ的な透磁率や導電率が変化する。この電磁気特性の差を検出することで、鋳鉄内の  $V_\gamma$  が非破壊的に測定できると考えられる。本研究では、この電磁気特性の差を検出する電磁

気センサの提案を行った。提案した電磁気センサ(1/2領域)を Fig. 3 に示す。これは「コ」の字型フェライトコアを電磁ヨークとし、25ターンの交流励磁コイルと50ターンの検出コイルを巻いた構造としている。ここでのフェライトコアとは、金属酸化物の集まりで、セラミックとして焼結した磁性材料を表している。これは金属に比べて電気抵抗率が大きく、交流磁界を印加しても渦電流が発生しない特性を有している。本研究で使用したフェライトコアの磁化特性を Fig. 4 に示す。図から、最大磁束密度  $B_m$  は 0.3T 程度と一般的な鉄鋼材料よりは低い値ではあるが、電気抵抗率が高いため、励磁コイルで発生させた磁束を渦電流によって減衰すること無く検査試料に印加することができる。また、ここでは電磁気センサには一定の交流電流を流し、非接触で試験铸铁に近づけ、検出コイルに得られる誘導電圧(出力電圧)の強弱で、铸铁内の  $V_\gamma$  を評価する検討を行った。

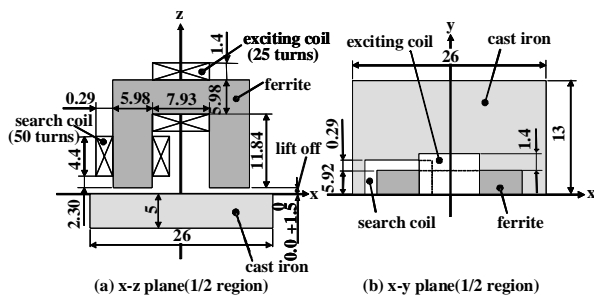


Fig. 3 Inspection model of cast iron (1/2 domain).

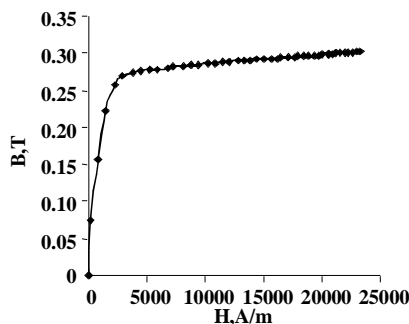


Fig. 4 B-H curve of ferrite yoke.

なお、検出コイルから得られる出力電圧は、印加磁界が均一であっても、検出コイルの巻数や励磁周波数によって値が劇的に変化する。そこで、本研究では検出コイルから得られる出力電圧を積分して磁束密度  $B$  を算出し、検出コイル内部に鎖交する磁束密度  $B$  の大きさを  $V_\gamma$  の評価を行う事とした。

### (3) 17%Cr 铸铁の残留オーステナイト量の測定

ここでは Cr が 17% の高クロム铸铁を検査対象とし、 $V_\gamma$  が異なる铸铁を電磁気センサで測定した際、検出コイルから得られる磁束密度  $B$  の強度について検討を行う。高クロム铸铁に交流磁界を印加した場合、铸铁内に発生する磁束密度は、非線形的に変化する磁気特性と、導電率に起因する渦電流に影響を受ける。そこでここでは、高クロム铸铁内の  $V_\gamma$  が磁気特性と導電率に及ぼす影響について、定量的に評価を行った。

#### ① 磁気特性の評価

一般に金属材料の正確な磁気特性評価にはエプスタイン試験器や単板磁気試験器が使用される。しかし、これらの手法には測定試料の形状や寸法に制限がある。一方、大型で複雑な形状を有し鋼材類と比較し、均一性を持つ铸造品の場合、従来の試験器では正確な磁気特性の評価は困難である。そこで本研究では小型で任意の寸法の試料でも磁気特性が測定できる、電磁石を用いた磁化曲線測定手法を採用した。ここでは  $V_\gamma$  が異なる  $4 \times 4 \times 50 \text{ mm}$  の 5 種類 ( $V_\gamma = 0\%, 2.5\%, 27.3\%, 45\%, 73.1\%$ ) の四角柱状の試験片を作製し、これら五種類の試験片について磁化曲線の測定を行った。Fig. 5 に磁化曲線測定装置の概念図を示す。ここでは四角柱の試験片に検出コイルを巻き、それを大型電磁石で挟み、0.1Hz の低周波交流磁界を印加するモデルである。このとき印加磁界  $H$  を Gauss メータのホール素子で測定する。また、試験片内の磁束密度  $B$  は、検出コイルから得られる出力電圧を積分することで求めた。Fig. 6 に各  $V_\gamma$  における初期磁化曲線 ( $B-H$  曲線) の測定結果をそれぞれ示す。図から試験片内のマクロ的な透磁率は铸铁内の  $V_\gamma$  が大きくなるにつれて小さくなる事が分かる。これは  $\gamma$  が非磁性であるため、铸铁内の非磁性領域の割合が増加するためと考えられる。

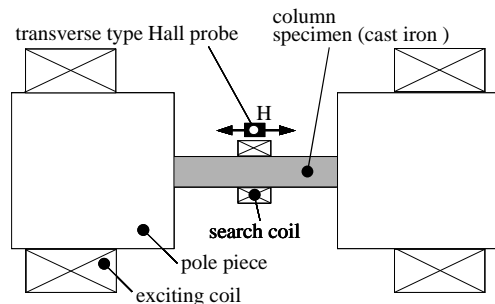


Fig. 5 Equipment for measuring B-H curve (0.1Hz).

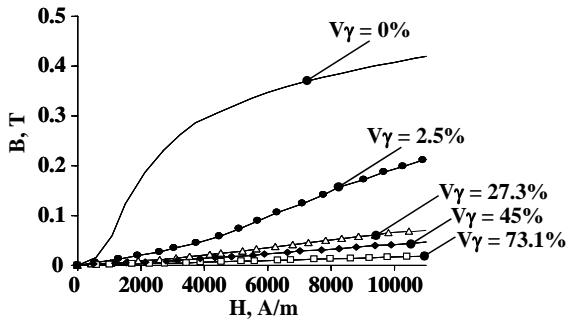


Fig. 6 B-H curves of high chromium cast iron with different  $V_\gamma$ .

### ② 導電率の評価

ここでは、ケルビン・ダブルブリッジ低抵抗測定回路を用いて、各試験片の導電率  $\sigma$  S/m を求めた。Fig. 7 に測定結果を示す。図から、試験片内の導電率は、試料内の  $V_\gamma$  の増加と共に減少することが分かる。これはオーステナイト領域の電気抵抗が大きいことから、 $V_\gamma$  の増加に伴い試料のマクロ的な抵抗値が増加するためと考えられる。

### ③ 残留オーステナイト量の測定

高クロム铸铁は  $V_\gamma$  の増加に伴い、透磁率及び導電率は減少する。そのため  $V_\gamma$  の変化による電磁気特性の差を検出することで試料内の  $V_\gamma$  の値が測定可能であると考えられる。ここでは Cr 量が 17% の高クロム铸铁に対し、各  $V_\gamma$  に伴う電磁気センサの検出コイルから得られる磁束密度  $B$  の強度について検討を行った。電磁気センサに流す励磁条件は 500Hz, 0.5A 一定とし、電磁気センサと試験铸铁との隙間 (リフトオフ  $L_o$ ) は密着させた場合 ( $L_o=0\text{mm}$ ) での実験を行った。実験結果を Fig. 8 に示す。なお、図には  $L_o$  を 0~1.5mm まで変化させた場合の結果も合わせて示している。また図の縦軸は、 $V_\gamma=0\%$  の高クロム铸铁を測定した際の、検出コイル内部に鎖交する磁束密度  $B$  を基準とし、次式を用いて

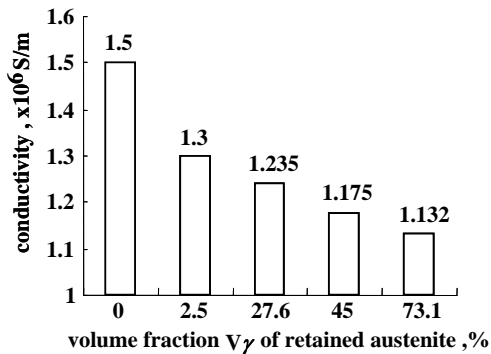


Fig. 7 Conductivity of high chromium cast iron with different  $V_\gamma$ .

表した減衰率  $B_\eta$  を示している。

$$B_\eta (\%) = \frac{B(\text{each } V_\gamma) - B(V_\gamma = 0\%)}{B(V_\gamma = 0\%)} \times 100 \quad (1)$$

Fig. 8 から  $L_o=0\text{mm}$  の場合、 $V_\gamma$  が増加するに伴って、 $B_\eta$  が低下する事が分かる。これは、 $\gamma$  は非磁性であるため、 $V_\gamma$  が増加すると高クロム铸铁内のマクロ的な透磁率と導電率が共に低下し、铸铁内の渦電流の発生量も低下する事から磁束密度が減衰するためだと考察できる。次に、 $L_o$  が増加すると、 $V_\gamma$  の増加に伴う  $B_\eta$  の低下度合いが小さくなる事が分かる。これは、電磁気センサ内の励磁コイルから発生する印加磁束が空气中に漏れ出し、試験铸铁内に侵入する磁束量が減少するためだと考えられる。この事から、なるべく  $L_o$  は小さく設定する事が必要である、しかし、 $L_o$  を一定に設定する事で、 $B_\eta$  の値を使用して非破壊的に铸铁内の  $V_\gamma$  の測定が行える可能性がある。

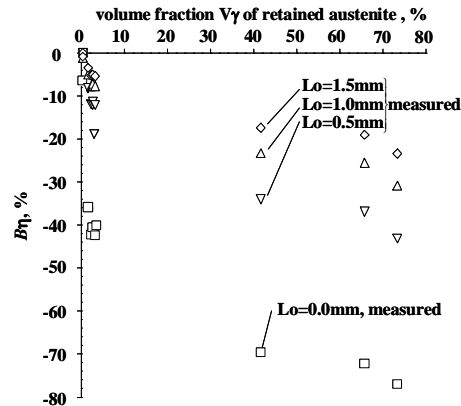


Fig. 8 Effect of  $V_\gamma$  on change of flux density ( $B_\eta$ ) in high chromium cast iron with 17%Cr.

### (4) 26%Cr 铸铁の残留オーステナイト量の測定

ここでは Cr が 26% で Mo が 2% の高クロム铸铁を検査対象とし、 $V_\gamma$  が異なる铸铁を電磁気センサで測定した際、検出コイルに得られる  $B_\eta$  の低下度合いについて検討を行った。電磁気センサに流す励磁条件は 500Hz, 0.5A 一定とし、電磁気センサと試験铸铁との隙間  $L_o$  は 0mm 一定で実験を行った。実験結果を Fig. 9 に示す。なお、図には Cr が 17% の場合と、Cr は 26% であるが、Ni が 2% の場合の結果も合わせて示している。図から、Cr, Mo, Ni の各値を変化させても明確な違いは得られず、 $V_\gamma$  が増加するに伴って、 $B_\eta$  が同じ割合で低下する事が分かった。これらの結果から、本手法は、Cr や Mo, Ni の含有量に影響を受けずに、 $B_\eta$  の値を使用して  $V_\gamma$  の測定が行える可能性がある。

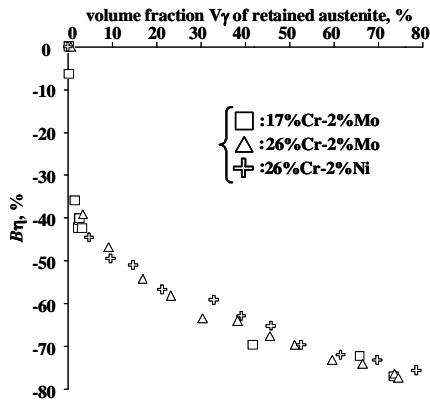


Fig. 9 Comparison of relation between  $B_{\eta}$  and  $V_{\gamma}$  in high chromium cast iron with different chemical composition. ( $L_o=0\text{mm}$ ).

(5) 多合金白鑄鉄の残留オーステナイト量の測定

ここではCが2.13%と2.41%の多合金白鑄鉄を検査対象とし、 $V_{\gamma}$ が異なる鑄鉄を電磁気センサで測定した際、検出コイルに得られる $B_{\eta}$ の低下度合いについて検討を行った。なおここでの減衰率 $B_{\eta}$ は、完全な $V_{\gamma}=0\%$ の多合金白鑄鉄の作製が困難であったため、作製した試験片の中で最も残留オーステナイト含有量が少なかった多合金白鑄鉄を基準とした。C量が2.13%の試料では $V_{\gamma}=1.63\%$ 、C量が2.41%の試料では $V_{\gamma}=1.32\%$ をそれぞれ基準としている。また電磁気センサに流す励磁条件は500Hz、0.5A一定とし、電磁気センサと試験鑄鉄との隙間 $L_o$ は0mm一定で実験を行った。C量が2.13%の場合の実験結果をFig. 10に、C量が2.41%の場合の実験結果をFig. 11にそれぞれ示す。Fig. 10から、多少のバラツキはあるものの、 $V_{\gamma}$ が増加するに伴って $B_{\eta}$ は低下傾向を示す事が分かった。Cが2.41%のFig. 11の結果も、Fig. 10と同様の傾向を示す事が分かった。また、Fig. 10とFig. 11を合わせて示した図をFig. 12にまとめて示す。図中の白塗りの結果(□)が、C量が2.13%の試料の結果を示し、黒塗りの

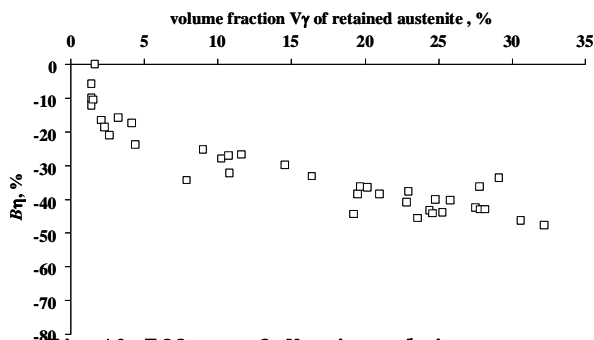


Fig. 10 Effect of  $V_{\gamma}$  in multi-component white cast iron with 2.13%C on change of flux density( $B_{\eta}$ ). ( $L_o=0\text{mm}$ ).

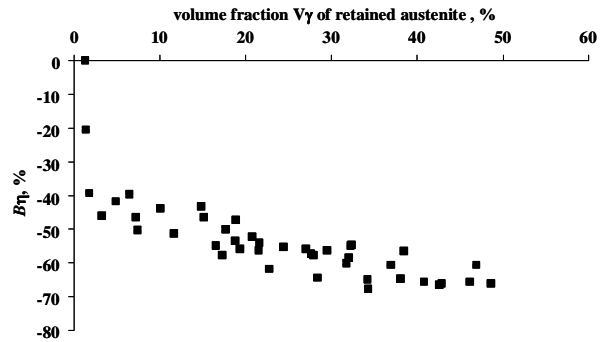


Fig. 11 Effect of  $V_{\gamma}$  in multi-component white cast iron with 2.41% C on change of flux density( $B_{\eta}$ ). ( $L_o=0\text{mm}$ )

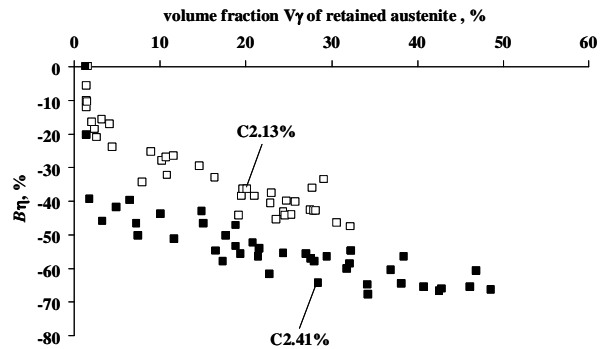


Fig. 12 Comparison of relation between  $B_{\eta}$  and  $V_{\gamma}$  in multi-component white cast iron with different carbon content ( $L_o=0\text{mm}$ ).

結果(■)がC量2.41%の試料の結果をそれぞれ示している。図から、 $C=2.13\%$ の結果の方が $C=2.41\%$ の場合よりも全体的な減衰率 $B_{\eta}$ の値が大きく評価され、 $V_{\gamma}$ が増加するに伴う $B_{\eta}$ は小さい事がわかる。一般的な炭素鋼の磁気特性は、C含有量が低下するに伴って透磁率が大きく増加する事が知られている。まの微量な変化でも大きく表れる。そのため本ケースの様に、C含有量が2.41%から2.13%まで0.28%減少しただけで、多合金白鑄鉄内のマクロ的な透磁率は著しく増加することが考えられる。それゆえ、C量が2.13%の多合金白鑄鉄では、 $V_{\gamma}$ の増加に伴う非磁性領域の増加の影響が、C量が2.41%のものより小さく評価されたと考察できる。

(6) 球状黒鉛鑄鉄の残留オーステナイト量の測定

ここでは焼入れ温度が異なる球状黒鉛鑄鉄を検査対象とし、 $V_{\gamma}$ が異なる鑄鉄を電磁気センサで測定した際、検出コイルに得られる $B_{\eta}$ の低下度合いについて検討を行った。なおここでの減衰率 $B_{\eta}$ は、 $V_{\gamma}=0\%$ の球状黒鉛鑄鉄を基準としている。電磁気センサに流す励

磁条件は500Hz, 0.5A一定とし、電磁気センサと試験鋳鉄との隙間  $L_0$  は0mm一定で実験を行った。焼入れ温度変化は、900°C~1030°Cの範囲で行い、各焼入れ温度における  $V_\gamma$  変化に伴う検出コイルに得られる  $B_\eta$  の実験結果を Fig. 13 にそれぞれ示す。図から、バラツキ度合いが大きいものの、どの焼入れ温度においても  $V_\gamma$  が増加するに伴って検出コイル内の  $B_\eta$  は低下傾向を示す事が分かった。この結果から、本手法においては、球状黒鉛鋳鉄の焼入れ温度による影響は、あまり見られないことが理解できた。この事から、球状黒鉛鋳鉄の場合、焼入れ温度に関係無く、 $B_\eta$  の値から  $V_\gamma$  の測定が行える事が分かった。

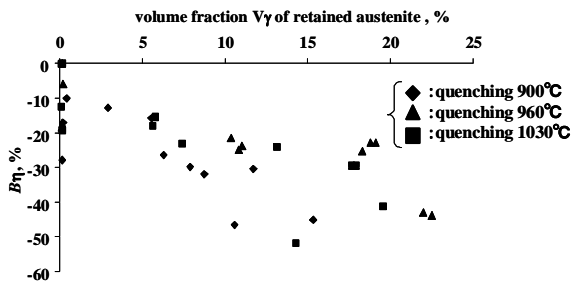


Fig. 13 Effect of quenching temperature on flux density and  $V_\gamma$  of ductile cast iron.

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

- (1) Y. Gotoh, N. Sasaguri, and N. Takahashi, "Evaluation of Electromagnetic Inspection of Hardened Depth of Spheroidal Graphite Cast Iron using 3-D Nonlinear FEM", IEEE Transaction on Magnetics, vol. 46, no. 8, (2010) pp. 3137-3144,
- (2) Y. Gotoh, A. Nishishita, N. Sasaguri and N. Takahashi, "Examination of Electromagnetic Inspection of Retained Austenite in the High Chromium Cast Iron- 3-D Nonlinear FEM Analysis Considering Non-Uniform Permeability -", IEEE Transactions on Magnetics, vol. 46 no. 8 (2010) pp. 3297-3300,
- (3) M. Miyamoto, K. Yamada, Y. Gotoh, T. Hiroshima, N. Sasaguri and N. Takahashi, "Non-destructive

electromagnetic inspection of surface hardened depth in surface spheroidal graphite cast iron", Asia-Pacific Conference on Non-Destructive Testing, APCNDT 2009, PS3-2, (2009) p. 103,

(4) A. Nishishita, Y. Gotoh, N. Sasaguri and N. Takahashi, "Electromagnetic inspection method of retained austenite in high chromium cast iron", Asia-Pacific Conference on Non-Destructive Testing, APCNDT 2009, PS5-5, p. 137, 2009

(5) Y. Gotoh, A. Nishishita, N. Sasaguri and N. Takahashi, "Evaluation of electromagnetic inspection of retained austenite in high chromium cast iron using 3-D nonlinear FEM considering non-uniform permeability", Conference on the Computation of Electromagnetic Fields (COMPUMAG), PC5-12, (2009) pp. 747-748

[雑誌論文] (計 5 件)

[学会発表] (計 8 件)

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

笹栗 信也 (SASAGURI NOBUYA)

久留米工業高等専門学校 材料工学科・教授

研究者番号 : 50215737

### (2) 研究分担者

後藤 雄治 (GOTO YUUJI)

大分大学 工学部 機械・エネルギーシステム工学科 准教授

研究者番号 : 00373184

### (3) 研究分担者

山本 郁 (YAMAMOTO KAORU)

久留米工業高等専門学校 材料工学科・准教授

研究者番号 : 00325515