

[rigaku.com](https://www.rigaku.com)で見る

XRD1008 - X線回折装置による鉄鋼材料の 定性・定量分析と残留応力解析

Application 研究開発 品質管理 事故解析		Instrument 全自動多目的 X線回折装置 SmartLab (封入管式・XφZ アタッチメント) ハイブリッド型多元素ピクセル検出器 HyPix-3000	Keywords 定性分析 残留オーステナイト 残留応力 鉄鋼材料 電磁鋼板
--	---	---	--

はじめに

鉄鋼材料のX線回折による残留応力測定は、Cr K α 波長を用いて α -Fe 211反射で行うことが一般的になっています。残留応力測定はできるだけ 2θ 高角度側の強い回折線を使った方が解析値の精度が高いため、高角度（ 2θ : 156°）かつ第2強線である α -Fe 211は、鉄鋼材料の残留応力を測定する上で適切な回折線であると言えます。しかし、X線回折における残留応力測定以外の分析、例えば微量含有相の定性分析・定量分析に関しては、長波長のCr波長を用いると空気による強度減衰が大きい上に、回折線密度が疎であるために広範囲のプロファイルのデータ取得が必要となり測定に時間が掛かってしまいます。ここでは、Co K α 波長を用いて、鉄鋼材料の定性・定量分析、および、粗大粒を有する電磁鋼板の α -Fe 310（ 2θ : 161°）を用いた残留応力測定を行い、Cr波長と比較しながら、鉄鋼材料の分析ツールとしてのCo波長の有用性を評価しました。

測定・解析例

測定は封入管タイプのSmartLab薄膜仕様の装置を用いました。鉄鋼材料のCo波長での定性分析結果と残留オーステナイト定量結果を図1に示します。管球をライン取り出しの方向にセットし、多層膜ミラーによる単色化を行って連続X線とK β 線を除去した光学系で測定しました。これにより、K β フィルター法よりもバックグラウンドを下げるができます。スキャンを行いながら回折像を取得する2Dスキャンモードで測定を行ったところ、残留オーステナイト相の体積分率は3%と定量されました。Cr波長を用いて1Dもしくは2Dスキャン測定を行うと、測定範囲の関係で取得できるのは γ -Fe 220までのピークに限られます。Co波長を用いると同じ指数の回折線の 2θ 位置がCr波長よりも低角に観測されるため、 α -Fe 220まで取得することが可能となります。従って、定性・定量分析に関しては、測定 2θ 範囲と空気による強度減衰の関係でCo波長の方が質の高いデータを得ることができます。

残留応力評価を行う際は、応力集中部周辺を測定するため、点状にX線を絞るポイント光学系が一般的です。微小部光学系になるため、0Dモードによる測定は効率が悪く、1Dもしくは2Dモードによる露光測定が推奨されます。管球をポイント取り出しの方向にセットし、コリメーターでX線を絞り、2D露光モードで測定する光学系を図2に示します。SmartLabにおいて、2次元検出器中心位置での 2θ 測角範囲は 160° までですが、2D露光測定ではカメラ長に応じた 2θ 一定範囲を同時に測定できるため、Co波長で α -Fe 310 ($2\theta: 161^\circ$)の回折像が取得可能になります。図3に、鉄粉末に対してCo波長で測定した α -Fe 310とCr波長で測定した α -Fe 211の2次元回折像、および、おのこの1次元変換プロファイルを示します。露光時間はおのこの1分です。粉末データベースによる同波長での α -Fe 310と α -Fe 211の強度比はおよそ1:2ですが、波長間での空気による減衰の違いにより、両者のピーク強度は同程度に観測されました。

図4に、平均粒径約 $50\mu\text{m}$ の粗大粒を有する電磁鋼板のCo波長による α -Fe 310回折像、および、Cr波長による α -Fe 211回折像を示します。コリメーター径 $\phi 0.8\text{ mm}$ を用いて、カメラ長 200 mm で測定しました。露光時間はおのこの2分です。両波長による測定で、試料上の同じ箇所を照射しています。試料表面からのX線侵入深さはCo波長が $10\text{--}14\mu\text{m}$ 、Cr波長が $5\text{--}7\mu\text{m}$ であるため、回折に寄与するX線照射体積はCo波長の方が大きくなります。また、より高角度の α -Fe 310の方がデバイリングの

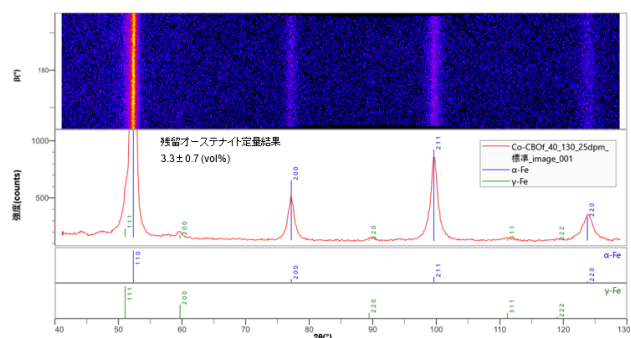


図1 Co波長による鉄鋼材料の2次元回折像、定性分析結果と残留オーステナイト定量結果



図2 ポイント線源・コリメーター・2D露光測定による残留応力測定光学系

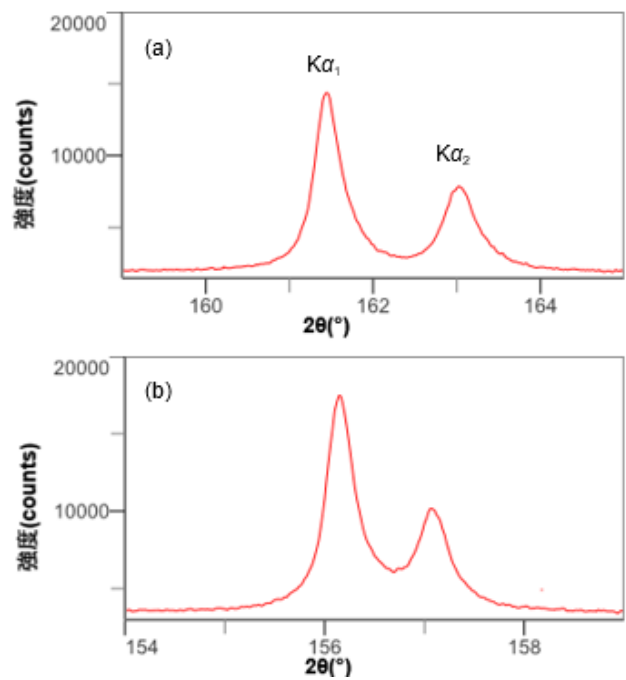


図3 α -Fe粉末の (a) Co波長 α -Fe 310
(b) Cr波長 α -Fe 211の1次元プロファイル

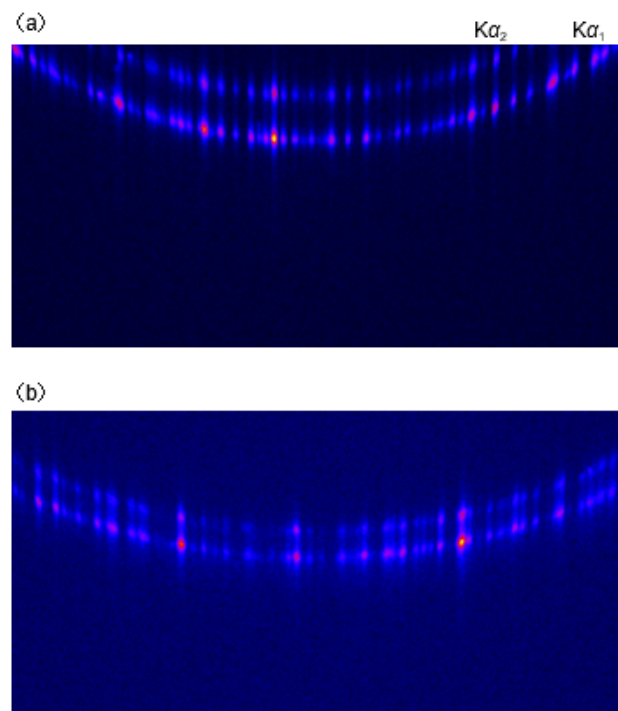


図4 電磁鋼板の (a) Co波長 α -Fe 310
(b) Cr波長 α -Fe 211の2次元回折像

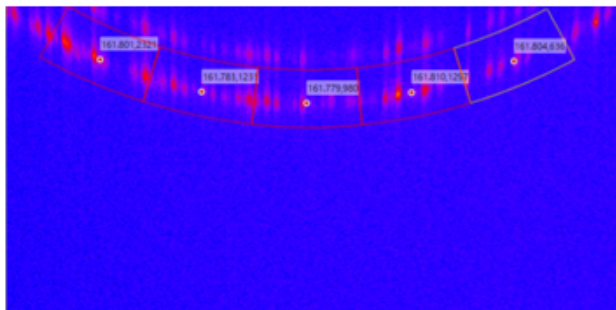


図5 残留応力解析におけるデバイリングの変換範囲

周方向（ β 方向）に沿って広く観測されるため、 α -Fe 211よりも多くの回折情報を取得することができます。

粗大粒を有する試料を2D露光測定する場合、揺動無しでは $K\alpha_1$ と $K\alpha_2$ の強度比が理論的な2:1にならず、また、ピーク位置もばらつく傾向にあります。一方、X線進行方向に沿った ω 方向に揺動を掛けると、回折に寄与する格子面数が増えることでプロファイル形状は滑らかに観測され、ピーク位値の決定精度が向上します。加えて、Co波長ではより 2θ 高角度側に観測されるために $K\alpha_1$ 線と $K\alpha_2$ 線のピーク位置が離れており、 $K\alpha_2$ 除去処理を行わずに $K\alpha_1$ の回折像のみを1次元プロファイルに変換することが容易になります（図3, 4参照）。残留応力解析を行う際の変換範囲を図5に示します。デバイリング周方向の各位置では ψ 角と ϕ 角が異なっているため、デバイリングを分割して（今回は5分割）複数の1次元プロファイルに変換することにより、0Dスキャン測定に比べてより多くの ψ 角と ϕ 角の情報を効率的に取得することができます。

図6に、Co波長とCr波長による電磁鋼板の残留応力解析結果を示します。測定時の ψ 角は10点とし、短冊状試料の短手方向（ $\phi: 0^\circ$ ）と長手方向（ $\phi: 90^\circ$ ）に沿って側傾法による測定を行い、 $\sin^2 \psi$ 法により解析しました。2次元画像1枚当たりデバイリングを5分割しているため、 $\sin^2 \psi$ 線図上のプロットは合計50点になります。 ψ 点数を増やすことにより、統計的な不確かさを抑えた数値処理が可能になります。測定結果としては、Co, Cr波長ともに、 $\phi: 0^\circ$ 方向に比べて $\phi: 90^\circ$ 方向に沿って引張残留応力がわずかに大きく観測されました。これは、圧延加工処理の影響による残留応力状態の異方性であると考えられます。

以上に示す通り、鉄鋼材料に対してCo管球を用いることにより、定性・定量分析から残留応力解析までを1つの波長で効果的に行うことができます。

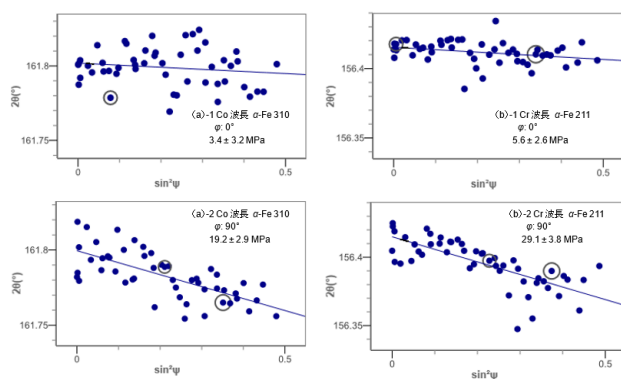


図6 電磁鋼板の $\sin^2 \psi$ 線図と残留応力解析結果 (a) Co波長 α -Fe 310, (b) Cr波長 α -Fe 211

*アプリケーションノートに記載されている測定・解析結果は、株式会社リガクによるテスト結果であり、他の環境下で常に同様の結果となることを保証するものではありません。

*アプリケーションノート中の社名、製品名は各社の商標および登録商標です。

＊このアプリケーションノートに掲載されている製品は、外国為替および外国貿易法の安全保障輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出する場合、または日本国外に持ち出す際は、日本国政府への輸出許可申請等、必要な手続きをお取りください。

Copyright (C) 2020. Rigaku Corporation. All rights reserved.

おすすめの製品



SmartLab

全自動多目的X線回折装置 *SmartLab*

装置が最適条件を教えてくれるガイダンス機能を実現。



SmartLab SE

全自動多目的X線回折装置 *SmartLab SE*

リガクの分析ノウハウを凝縮した「ガイダンス」機能を搭載。



SmartLab Studio II

X線分析統合ソフトウェア *SmartLab Studio II*

測定から解析まで、X線分析のすべてをこなす統合ソフトウェア