

# 高エネルギーX線を用いた鋼板の in-situ 評価

株式会社コベルコ科研 北原 周

**[背景]** 自動車用鋼板は軽量化によって燃費の向上が可能になるため、安全性と両立可能な高張力鋼板(ハイテン)を採用する比率が高まってきている。鋼板はプレスなどを用いて様々な形状に成型されて用いられるため、成型中や成型後の構造や組織変化を *in-situ* で評価することは鋼板特性を設計する上で重要な役割を担う。本研究ではハイテンの一種である TRIP 鋼(1~3mm 厚)を用い、引張試験機で試験片を変形させながら結晶構造を評価する。

**[実験]** 放射光施設 SPring-8 BL16B2 を利用して、引張試験中の TRIP 鋼板の *in-situ* X線回折(XRD)測定を行った。高エネルギーX線(54keV)と2次元検出器を用いて XRD 画像を連続的に取得することにより、引張試験中の鋼板の相変態を観測できるようにした。

**[結果]** *In-situ* XRD の結果、引張の歪量に応じて鋼板中の  $\gamma$ -Fe 相のピーク強度が減少し、 $\alpha$ -Fe(または  $\alpha'$ )相のピーク強度が増加していることが確認できた。また、本手法は *in-situ* での引張試験片の評価以外に、曲げ試験片や複雑な形状を有する加工部位の XRD 評価にも有効であった。

引張試験の結果を中心に、曲げ試験片の構造変化の結果などを報告する。

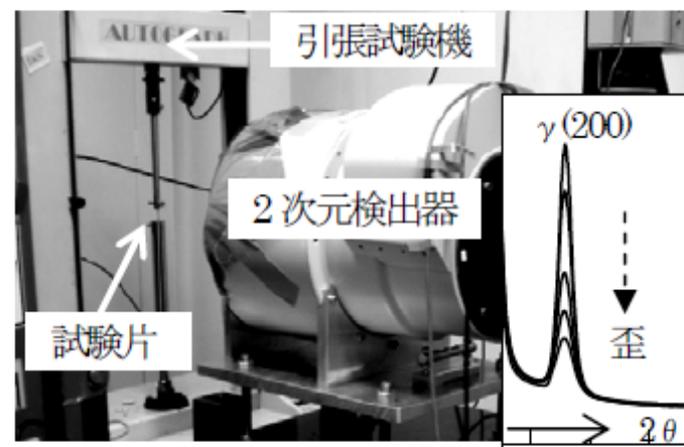


図 引張試験機を持ち込んだ *in-situ* XRD 測定の  
実験セットアップ

挿入図 試験に伴う  $\gamma$ -Fe 相の回折強度減少の様子

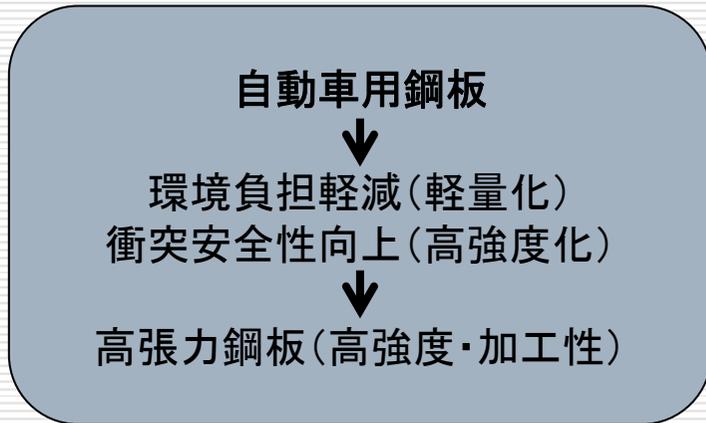
# 高エネルギーX線を用いた鋼板の in-situ評価

---

(株)コベルコ科研 北原周、早川敬済、  
(株)神戸製鋼所 稲葉雅之、衣笠潤一郎、湯瀬文雄

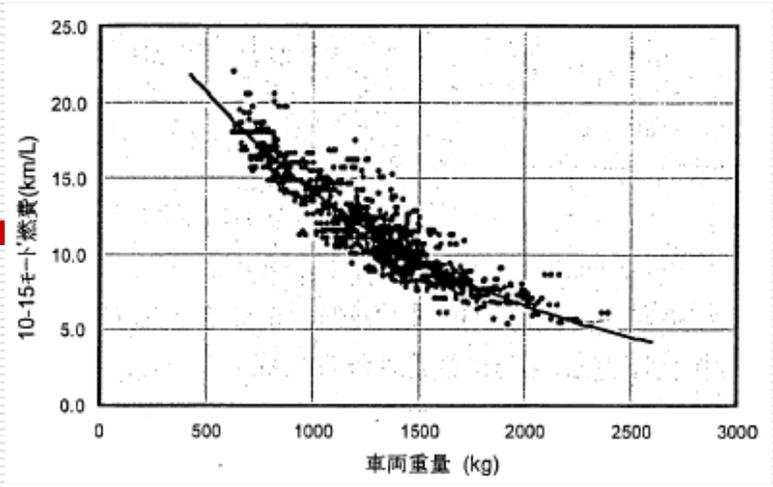
2009/9/3-9/4 第6回産業利用報告会  
(第9回サンビーム研究発表会)  
東京ステーションコンファレンス

# 背景1(自動車用鋼板)

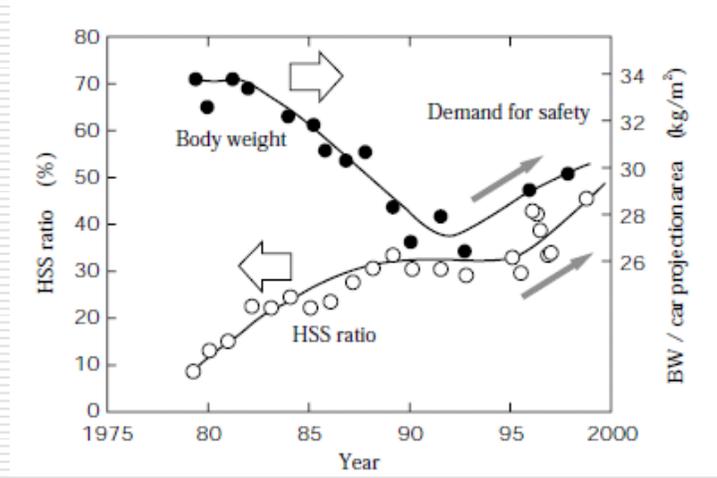


**TRIP鋼**  
変態誘起塑性  
(Transformation Induced Plasticity)

- ✓高強度化
- ✓衝撃吸収効果を維持
- ✓高い加工性



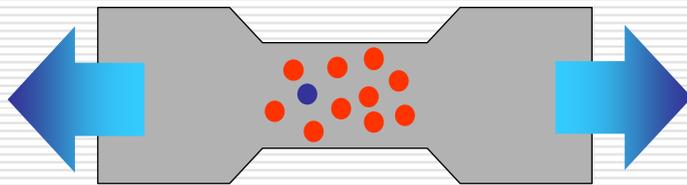
車体重量と燃費  
\* 吹沢ほか: 素材, Vol.39, No.1 (2000), p.17.



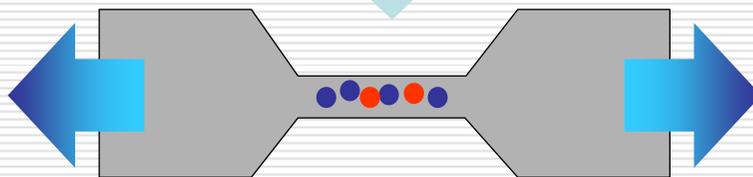
車体重量とハイテン(High Strength Steel)材の使用比率の推移  
\* 栗山幸久ほか: 自動車技術, Vol.55, No.4 (2001), p.51.

# 背景2 (TRIP鋼とは)

**TRIP鋼**  
変態誘起塑性  
(Transformation Induced Plasticity)

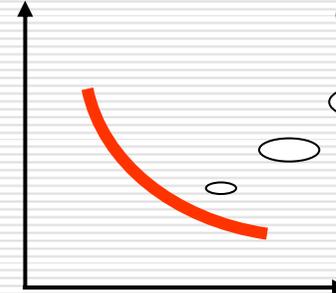


歪により変態



- 残留オーステナイト ( $\gamma$ -Fe)
- マルテンサイト ( $\alpha'$ -Fe)

残留  $\gamma$  量 (Vol.%)



歪・加工

歪の増加によって  
残留  $\gamma$  量は減少

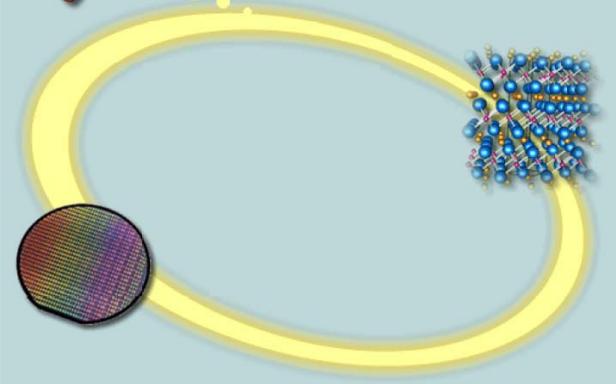
外部からの歪により残留  $\gamma$  相は  $\alpha'$  相へ変態する。  
→優れた伸び特性を有する高張力鋼板。

動機 → 残留  $\gamma$  量の定量

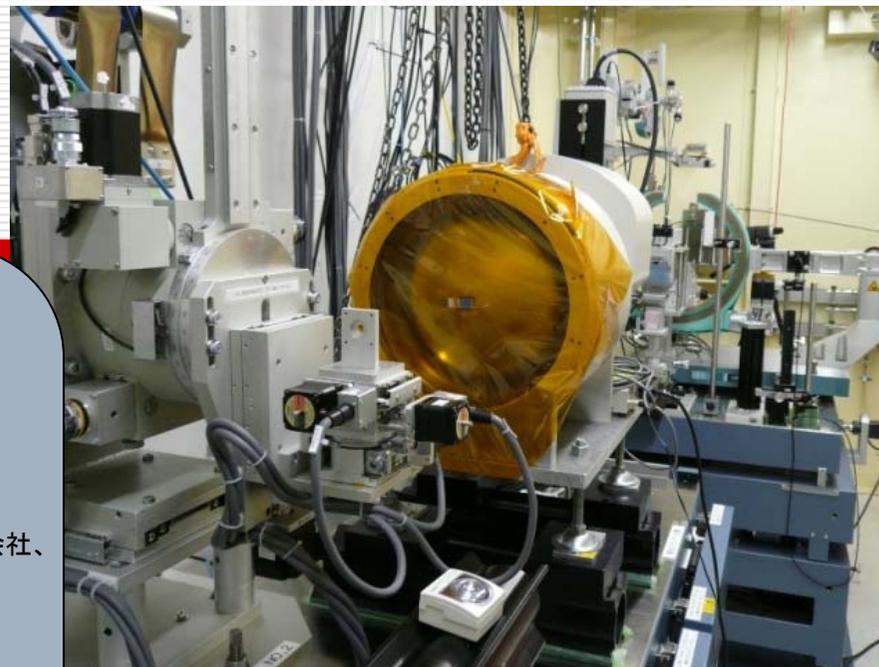
1. TRIP鋼板 (数mm厚) のバルク構造評価
2. 高速度XRD測定 (In-situ XRD)
3. 多形状 (板材以外) の鋼板の評価

# X線回折実験1

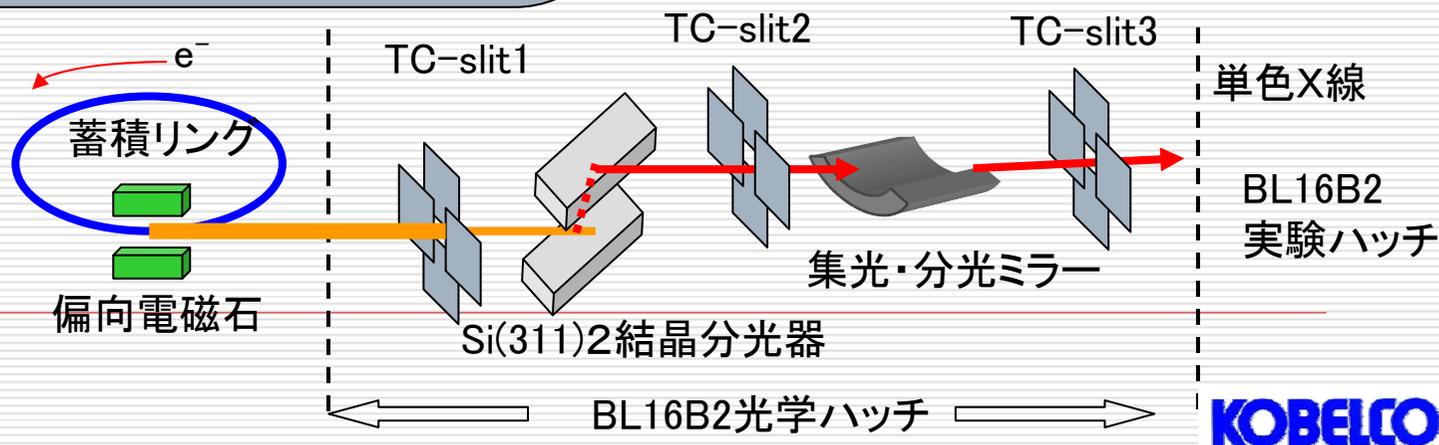
産業用専用ビームライン建設利用共同体  
BL16XU、BL16B2



参加企業・機関  
川崎重工業株式会社  
株式会社神戸製鋼所  
住友電気工業株式会社  
ソニー株式会社  
電力グループ(関西電力株式会社、  
財団法人電力中央研究所)  
株式会社東芝  
株式会社豊田中央研究所  
日亜化学工業株式会社  
日本電気株式会社  
株式会社日立製作所  
株式会社富士通研究所  
パナソニック株式会社  
三菱電機株式会社



XRD測定場所: BL16B2@SPring-8

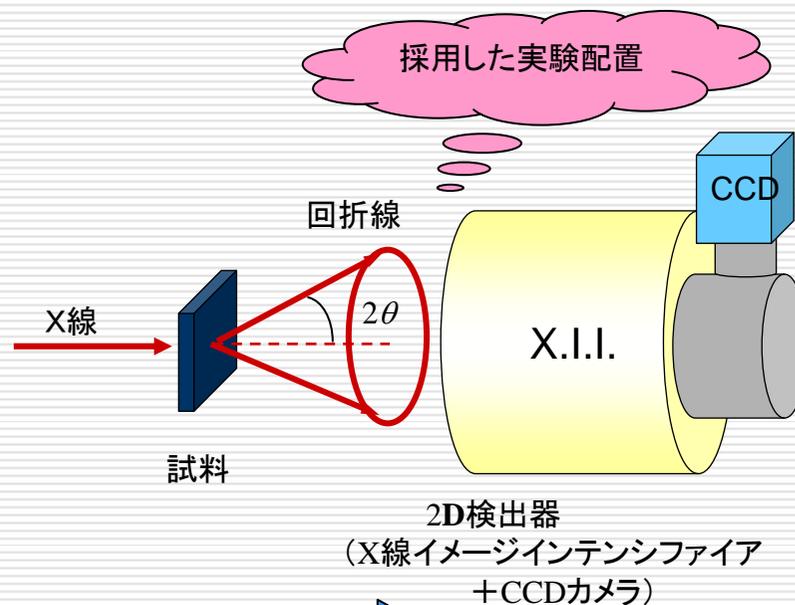
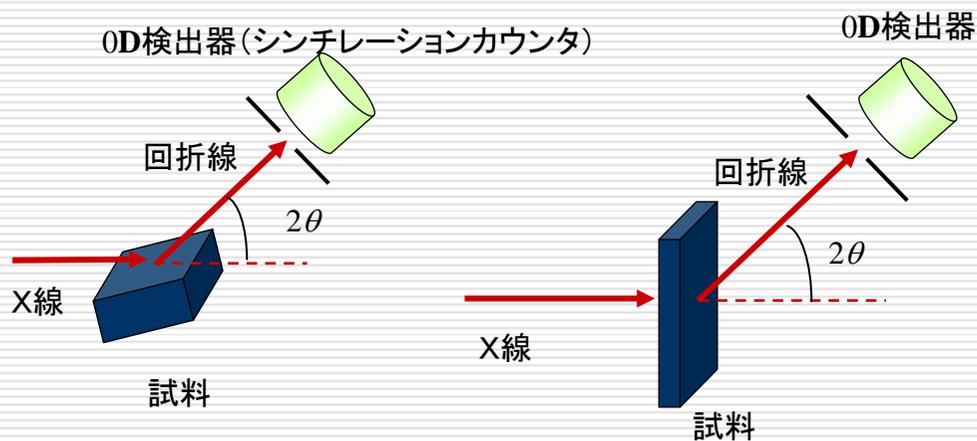


# X線回折実験2 (In-situ XRD測定系)

X線エネルギー: 53.8keV  
1mmの鋼板の透過率: 約30%  
照射サイズ:  $1 \times 1 \sim 0.5 \times 0.5 \text{mm}^2$

## 2D検出器構成

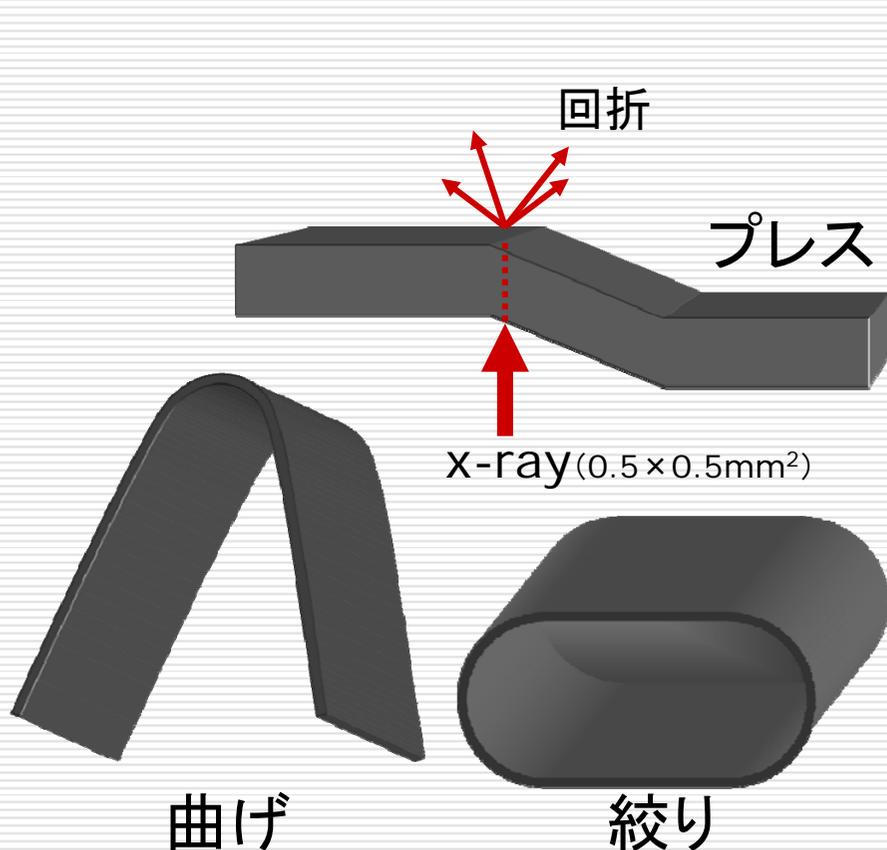
- ・浜松ホトニクス製 12inch X線イメージンシファイア
- ・ローパー製CCDカメラ Megaplex 4..2i:  $2028 \times 2024 \text{pixels}$ 、 $9 \mu\text{m}^2/\text{pixel}$ 、露光時間10~100,000ms(メカニカルシャッター)、8bit(1024階調グレースケール)



- ・回折に寄与する体積約100倍増
- ・多形状試料に対応

- ・バルク物性を考慮(配向性)
- ・実験・測定の高速度化  
(経時変化・時分割測定)

# 実験3 (多形状サンプルの測定)



分析手法	メリット	デメリット
ラボXRD	<ul style="list-style-type: none"> <li>試料揺動装置により、配向の影響を低減可能</li> <li>下限値: ~0.5vol.%</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>微量は長時間必要~5時間</li> <li>表面数10μmの情報</li> <li>平板のみ</li> </ul>
SEM-EBSP	<ul style="list-style-type: none"> <li>局所的な情報を得られる</li> <li>板厚方向の情報が得られる(断面観察)</li> <li>下限値: 数vol.%</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>試料調整必要</li> <li>画像解析による評価。視野・分解能により誤差が異なる。</li> </ul>
飽和磁化	<ul style="list-style-type: none"> <li>バルク評価が可能。</li> <li>下限値: 数0.1vol%</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>試験片の形状が限定(円柱形のみ、板材や多形状は不可)</li> </ul>

複雑な形状の鋼板の特定部位や動的試験中鋼板(引張試験など)が透過XRDで評価可能

# 残留 $\gamma$ 量定量解析法

## 残留 $\gamma$ 量定量値の計算法

$\alpha$ -Fe(200),(211),(220)および $\gamma$ -Fe(200),(220),(311)  
の各ピークの(積分)強度の算出

$$V_{\gamma} = \frac{1}{\left[ \frac{I_{\alpha} R_{\gamma}}{I_{\gamma} R_{\alpha}} \right] + 1}$$



$V_{\gamma}$ =残留  $\gamma$  量

$I_{\alpha}$ = $\alpha$ -Feのピーク強度

$I_{\gamma}$ = $\gamma$ -Feのピーク強度

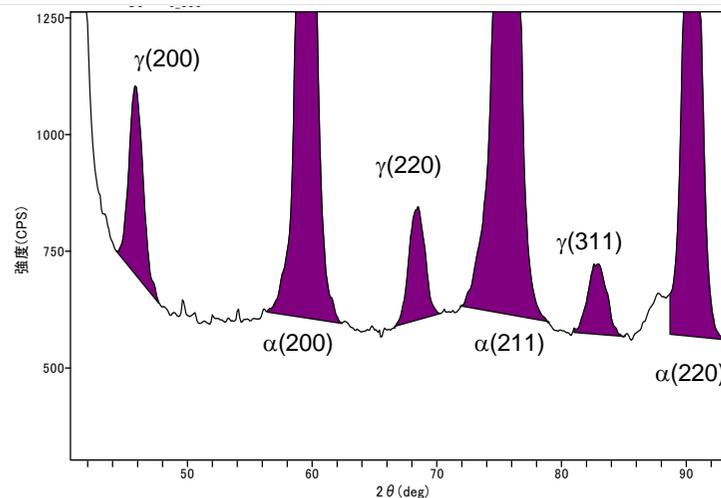
$R_{\alpha,\gamma}$ =エネルギーに依存する定数  
(Rietveld法により計算)



$\alpha$ -Feと $\gamma$ -Feの各ピークに関して $V_{\gamma}$ を平均

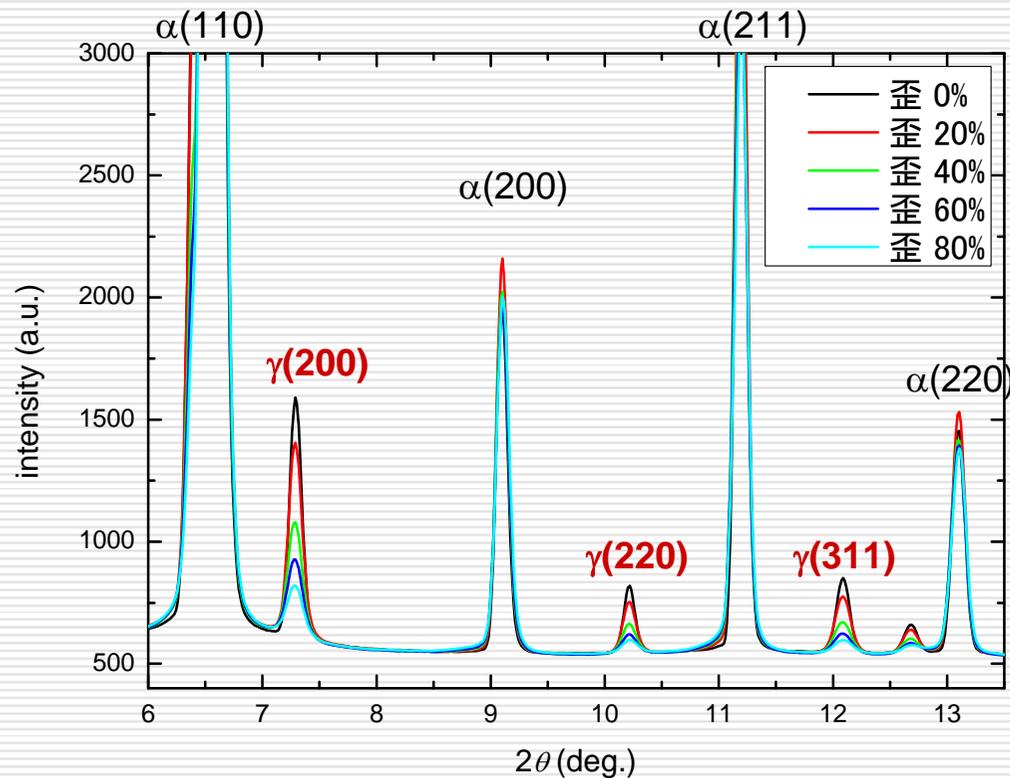


残留  $\gamma$  量定量値の決定

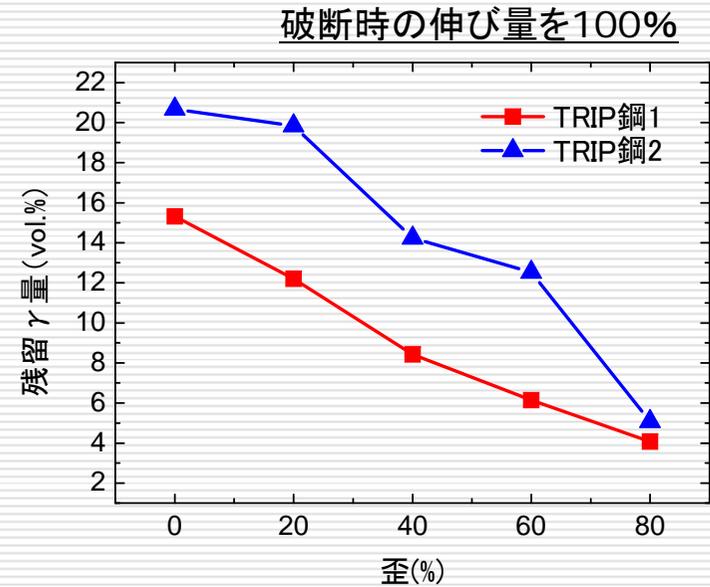
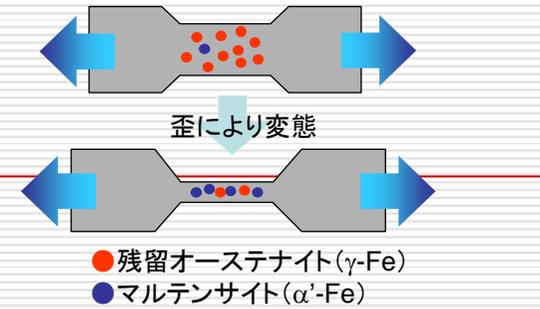




# 引張試験結果1



引張試験中のTRIP鋼1のXRD測定結果



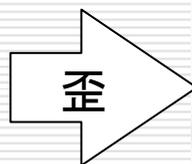
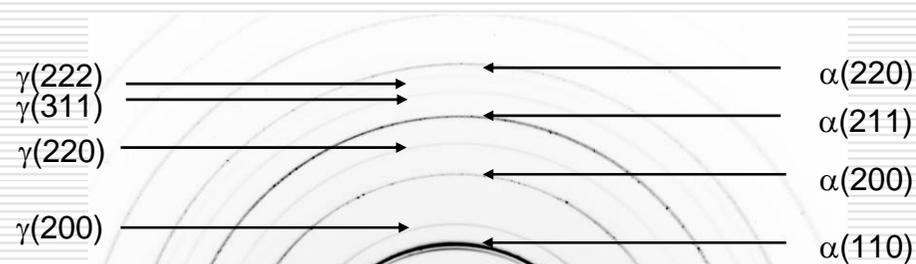
引張試験によるTRIP鋼中の残留γ量の変化



残留γ量定量下限値: ~1vol.%

1測定時間→約10秒→動的試験中のin-situ XRD分析が可能

# 引張試験結果2



TRIP鋼種1  
予歪0%

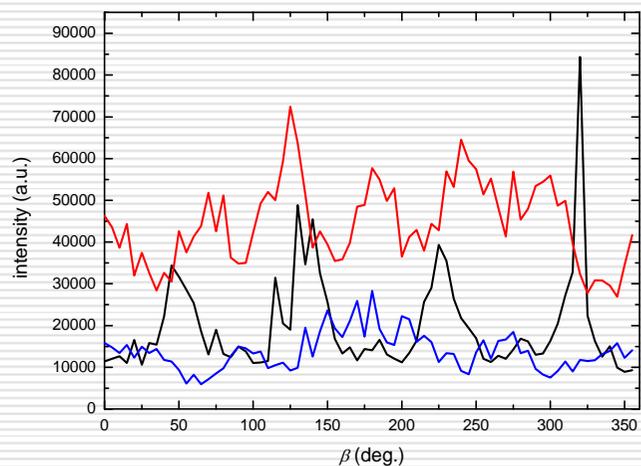
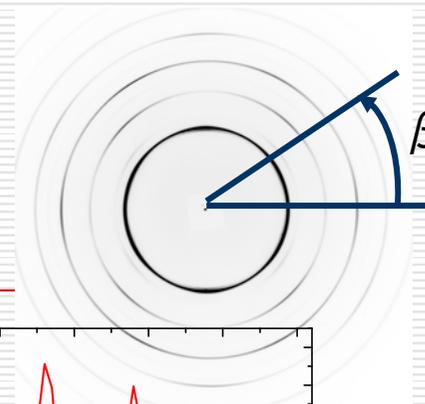


TRIP鋼種1  
予歪80%

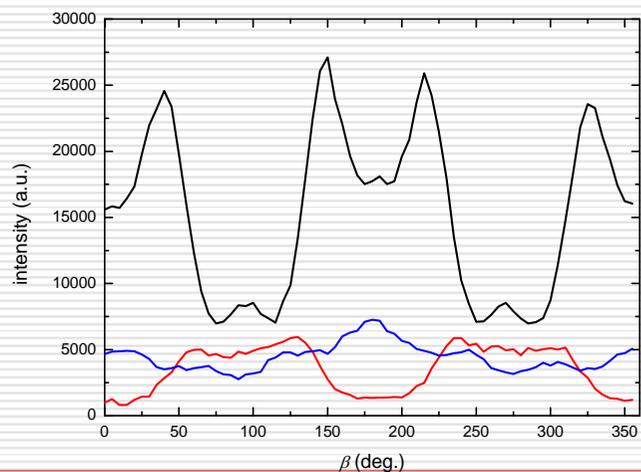
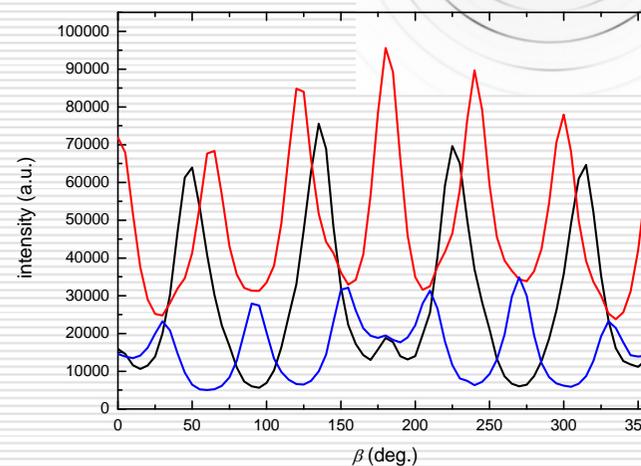
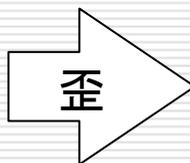
動的試験中の組織変化を評価可能

# 引張試験結果3

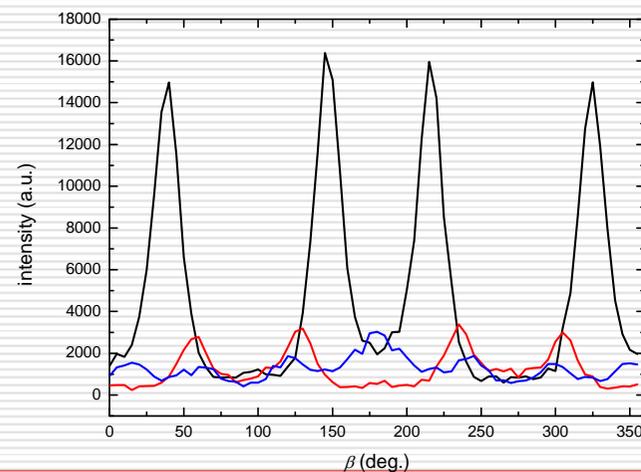
MD



—  $\alpha$ -Fe(200)  
—  $\alpha$ -Fe(211)  
—  $\alpha$ -Fe(220)



—  $\gamma$ -Fe(200)  
—  $\gamma$ -Fe(220)  
—  $\gamma$ -Fe(311)



TRIP鋼種1  
予歪0%

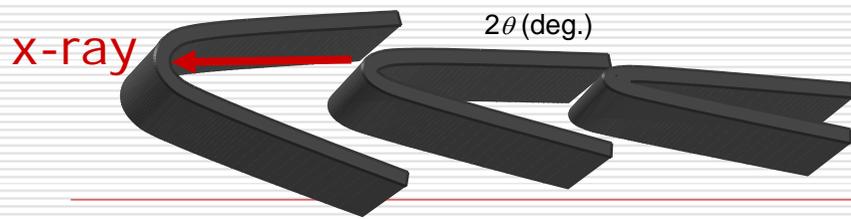
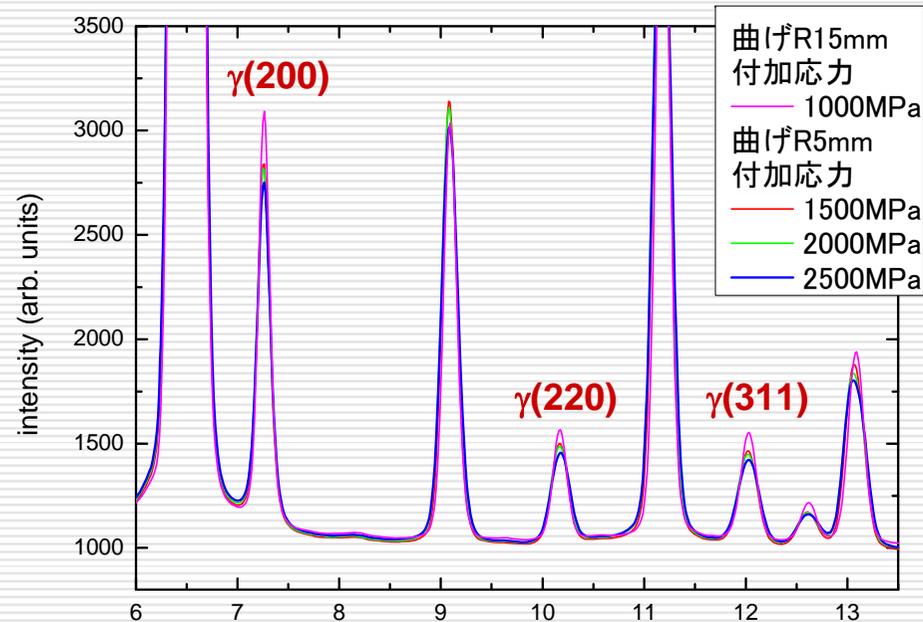
組織変化を評価可能

TRIP鋼種1  
予歪80%

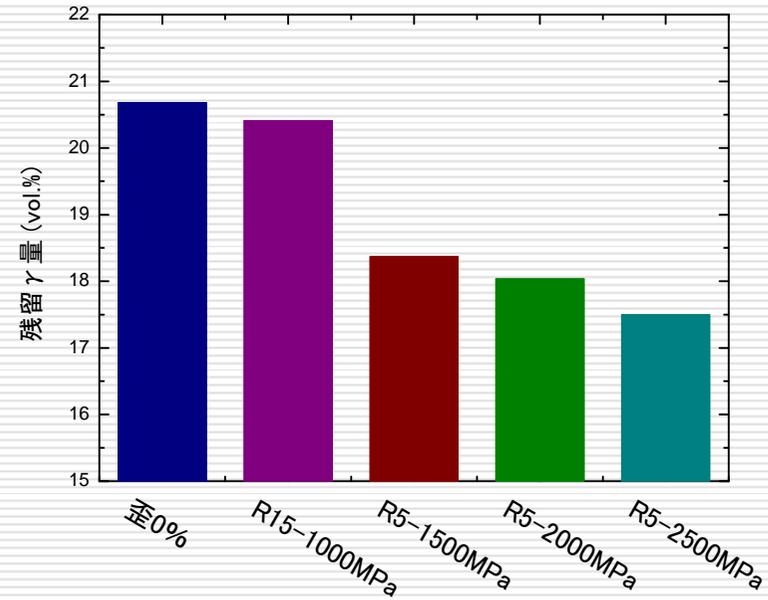
KOBELCO

# U曲げ試験片結果

TRIP鋼種2のU曲げ試験片のXRD



1500MPa      2000MPa      2500MPa  
(歪ゲージからの換算値)



TRIP鋼種2の付加応力に対するU曲げ試験片の残留γ量の変化

特定位置のXRD分析が可能

# 何ができて何ができないのか？

## 放射光での高エネルギーXRD(透過法)

メリット	デメリット
<ul style="list-style-type: none"> <li>□ 数mm厚さの鋼板の残留 <math>\gamma</math> 量の定量が可能 定量下限値：～1vol.% (2D検出器の仕様にもよる)</li> <li>□ In-situ XRD分析が可能(測定時間&lt;1分)</li> <li>□ X線を絞って特定部位を狙い打つことが可能 (サイズ約0.5×0.5mm<sup>2</sup>)</li> <li>□ 集合組織の変化も同時に観測可能</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>□ スリットを使ったXRD分析に比べて角度分解能がない、バックグラウンドレベルが高い</li> <li>□ 深さの方向の平均情報しか測定できない (曲げ試験片の圧縮部と引張部の分離は不可)</li> </ul>

### 他の分析手法との比較

分析手法	メリット	デメリット
ラボXRD	<ul style="list-style-type: none"> <li>・試料揺動装置により、配向の影響を低減可能</li> <li>・下限値：～0.5vol.%</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・微量は長時間必要～5時間</li> <li>・表面数10 <math>\mu</math>mの情報</li> <li>・試料の形状に制限あり</li> </ul>
SEM-EBSP	<ul style="list-style-type: none"> <li>・局所的な情報を得られる</li> <li>・板厚方向の情報が得られる(断面観察)</li> <li>・下限値：数vol.%</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・試料調整必要</li> <li>・画像解析による評価。視野・分解能により誤差が異なる。</li> </ul>
飽和磁化	<ul style="list-style-type: none"> <li>・バルク評価が可能。</li> <li>・下限値：数0.1vol%</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・試験片の形状が限定 (円柱形のみ、板材や多形状は不可)</li> </ul>

# まとめ

---

**SPring-8 BL16B2+2次元検出器(X.I.I+CCDカメラ)  
を用いて、透過XRDによる鋼板評価法を開発した**

- ✓引張試験中の*in-situ* XRD測定を行った。  
(測定時間: ~1分以下)
- ✓透過法により多形状(平板以外)の試料を評価を行った。
- ✓高エネルギーX線を用いて鋼材(mmスケール)の  
バルク構造を評価した(残留 $\gamma$ 定量: ~1vol.%)。