

2次元検出器による内部応力評価法の開発

Experimental Study on Stress Evaluation using 2-Dimensional Detector

鈴木賢治¹⁾ 長谷川太一¹⁾ 小林真季子¹⁾ 西川 聡²⁾ 苜蒲敬久³⁾

Suzuki KENJI Taichi HASEGAWA Makiko KOBAYASHI Satoru NISHIKAWA Takahisa SHOBU

¹⁾新潟大学

²⁾発電設備技術検査協会

³⁾原子力機構

2次元検出器（イメージングプレート）による内部応力評価を目的に、回転スリットシステム・インボリュートスリットを開発・試作した。本スリットシステムによる内部応力分布の評価について基礎的実験を実施した。空間分解能はスリット装置により向上することができた。しかし、粗大粒の回折中心の移動により回折角が変化する方が、ひずみによる回折角の変化よりも大きく影響した。

キーワード：残留応力，2次元検出器，粗大粒，高エネルギー放射光，溶接金属

1. 目的

溶接金属に象徴されるように、粗大粒の集合組織を持つ材料は、X線による応力評価の困難な対象である。2次元検出器を利用することで、それを打開することが焦眉の課題となっている。特に、原子力発電設備の応力腐食割れ対策として、オーステナイト系ステンレスやニッケル基溶接金属の応力評価を避けて通ることはできない。そのためには、IPなどの2次元検出器を利用したひずみ評価を確立する必要がある。2次元のスリットについては研究されているが、その技術は未確立である¹⁾。2009A期では、主に平板試験片を対象にIPによる測定でひずみ測定の精度が得られることが実証できた。2009B期では、内部の応力を評価するための2次元スリットによる基礎実験に着手する。スパイラルスリットに加え、新たに開発したインボリュートスリットシステムを用いた基礎実験を行う。加えて、スパイラルスリットを用いた高精度測定の技術開発を目的に、ゲージ体積中心と回折中心の偏差を補正する手法としてX線入射側と透過側の加算平均の有効性も検証する。

2. 方法

2.1 インボリュートスリットによる実験

試験片は、アルミニウム A7075 相当で製作された曲げ試験片である。試験片の概略を図1の左側に示す。T字型の右上にあるボルトを回転させることで、中央のはりに曲げ応力を負荷する。はりの両側に

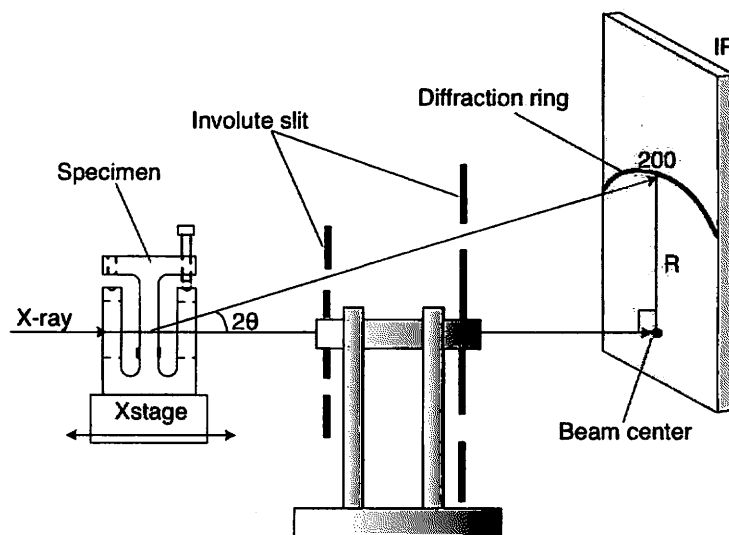
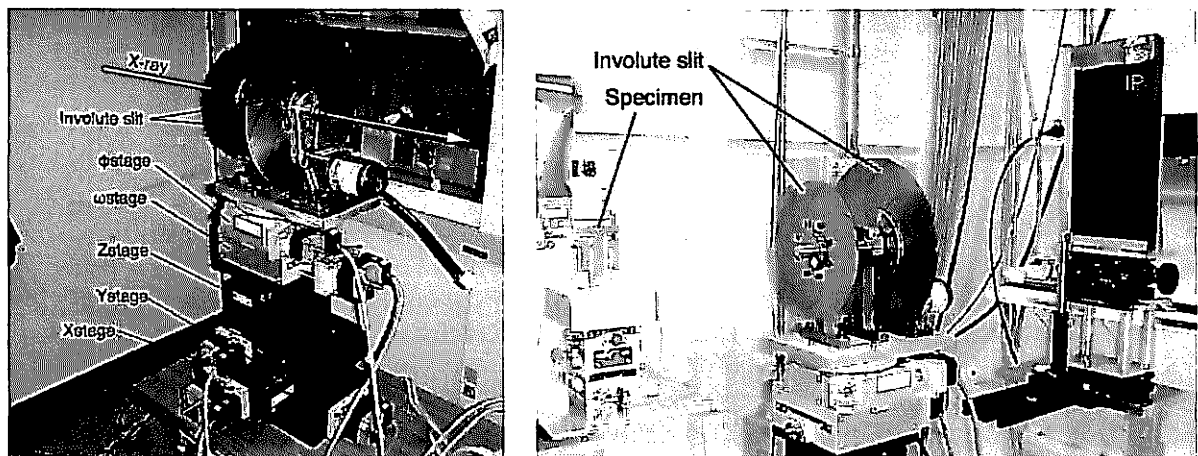


図1. 試験片からの回折をインボリュートにより測定

ひずみゲージが貼られており、引張・圧縮の両側の負荷ひずみを実測できる。はりの透過部厚さ 10 mm、幅 15 mm とした。

インボリュートスリット装置を利用した実験の概略は図 1 に示すとおりである。左方向から来た入射 X 線は試験片を透過して、インボリュートスリットの中心孔を通り、IP に到達する。一方、試験片で回折した X 線は入射側の第一スリットを通過し、かつ後流の第二スリットを通過したものだけが IP に到達する。この 2 枚のスリットの校正は、IP の各位置が回折中心を向くようになっている。インボリュートスリットは回転をしながら IP に結像するため、IP の全面に回折中心からの X 線だけが測定される。

試作したインボリュートスリット装置の外観を図 2 (a) に示す。スリットの回転中心と X 線光軸とを合わせるために、インボリュートスリットを 5 軸ステージの上に設置した。インボリュートスリットの光軸合わせのために、インボリュートスリットの回転軸には、直径 0.2 mm の孔が空いている。これに、4 象限スリットで寸法 $0.5 \times 0.5 \text{ mm}^2$ の入射ビームを用いて光軸あわせようとしたが困難であった。入射ビーム寸法を $1 \times 1 \text{ mm}^2$ に拡大して光軸合わせを完了した。光軸合わせの効率化のために、後日、インボ



(a)

(b)

図 2. インボリュートスリットを利用した二次元検出器(IP)による回折の測定
(a) 5 軸制御ステージに搭載したインボリュートスリット装置, (b) 試験片の回折をインボリュートスリットと 2 次元検出器(IP)で測定している様子。

リュートスリットの中心孔を直径 1.0 mm に改良した。その結果、 $0.2 \times 0.2 \text{ mm}^2$ の X 線ビームに対しても、容易に位置決めができるようになった。インボリュートスリットは、ベルトドライブでモータとつながっており、回転することができる。回転数は、ハッチ外から 0~1 Hz の範囲で制御できる。

図 2 (b) に示すように、左方向から来た入射 X 線は試験片を透過して、インボリュートスリットの中心孔を通り、IP の中心に到達する。図 2 (b) を見てもわかるように、試料、スリットおよび IP までにある程度の空間が必要であり、回折中心と測定系に余裕がある RI 棟の実験ハッチを利用した。測定は、ビームライン BL22XU において、波長エネルギー 30 keV、ビームサイズ $0.2 \times 0.2 \text{ mm}^2$ で行った。IP と回折中心の距離は $L_0 = 1082 \text{ mm}$ 、撮影時間は 2 min である。IP は $400 \times 200 \text{ mm}^2$ (8040×4096) である。IP の読み取りは、BL19B2 の読み取り装置を借用した。

2. 2 溶接材の内部応力測定

Ni 基溶接材の残留応力測定分布も試みた。試験片は、図 3 に示すように板厚 12 mm、幅 120 mm の正方形の SUS316L の母材とし、その中央に先端曲率半径 5R、 30° 、深さ 10 mm の開先加工をした。 7° の逆ひずみを付与した後、TIG 溶接を施した。溶接材料は、JIS Z3334 YNiCr-3 (Inconel 82 相当)、ワイヤー径 1.2 mm を用いて 1 層 1 パスで 6 層まで積層した。溶接後、板厚 10 mm になるように研削し、最終的には、高さ 90 mm、幅 95 mm、板厚 10 mm にした。本報告では、溶接したままの試験片を AW 材と称する。自動試料ステージに試料を載せ、溶接面から板厚方向に移動するたびに IP による回折像測定を行った。

溶接試験片の測定の様子を図 4 に示す。溶接面に X 線ビームを入射し、ダイレクトビームはスパイラルスリットの中心孔を通り、IP に到達する。回折 X 線はスパイラルスリットを通り、IP に到達する。スパイラルスリットは、回折中心を捉えるようになっており、回折領域(ゲージ体積)を決定する。

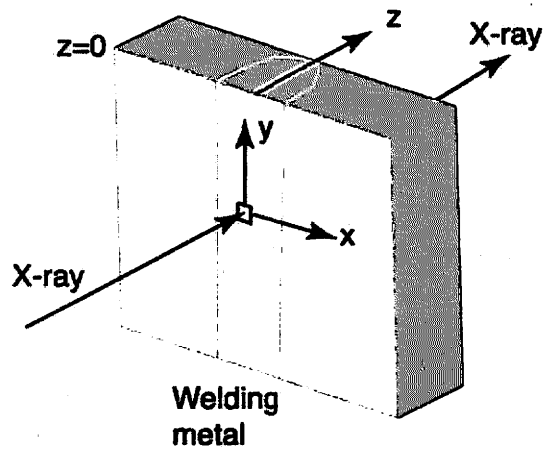


図3 溶接材の応力測定

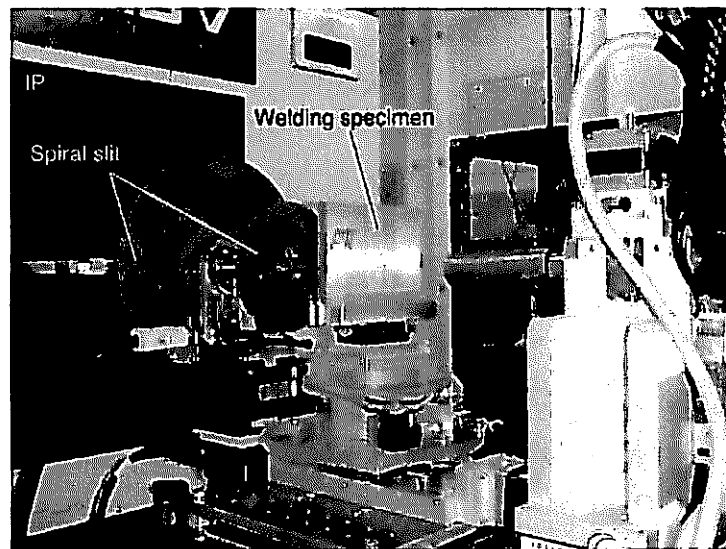


図4 溶接材の内部応力測定

溶接試験片は、図4に示すように回転ステージの上であり、IPで測定中は試料を回転(0.5Hz)させている。さらに、回転ステージの上にz軸ステージがあり、それを移動することで板厚方向のスキヤニングを行う。

X線ひずみ測定は、ビームライン BL22XU で実施した。X線の条件は、X線エネルギー65.58 keV, ビームサイズ $1 \times 1 \text{ mm}^2$ である。IPの寸法は $400 \times 400 \text{ mm}^2$, ピクセルサイズは $x=1.00266 \text{ mm/pixel}$, $y=0.100088 \text{ mm/pixel}$ である。回折中心とIPとの距離は450.321 mm, 測定時間は30 minである。

3. 研究成果

3.1 インボリュートスリットによる内部ひずみ評価

まず実験に先立ち、レーザー光をインボリュートスリット孔の後方から焦点に置いた鋼球に当て、鋼球からの反射光を用いてスリットの調整を行った。

入射ビームを $0.2 \times 0.2 \text{ mm}^2$ にして、5軸ステージの調整により入射ビームとインボリュートスリットの光軸合わせを行った。インボリュートスリットの中心孔の径が0.2 mmでは、光軸合わせに時間を要したので、内径を1.0 mmに改造したところ、光軸合わせが容易に行えた。

セリアの回折をIPで撮影し、試料台中心と回折中心を決定し、IPとの距離などを決定した。この条件で、スリットの焦点と試料台中心をあわせるためにインボリュートスリットの光軸位置を光軸上で移動させることで、セリアの回折を探したが、難しかった。IPの読み取りを繰り返しながら、インボリュ

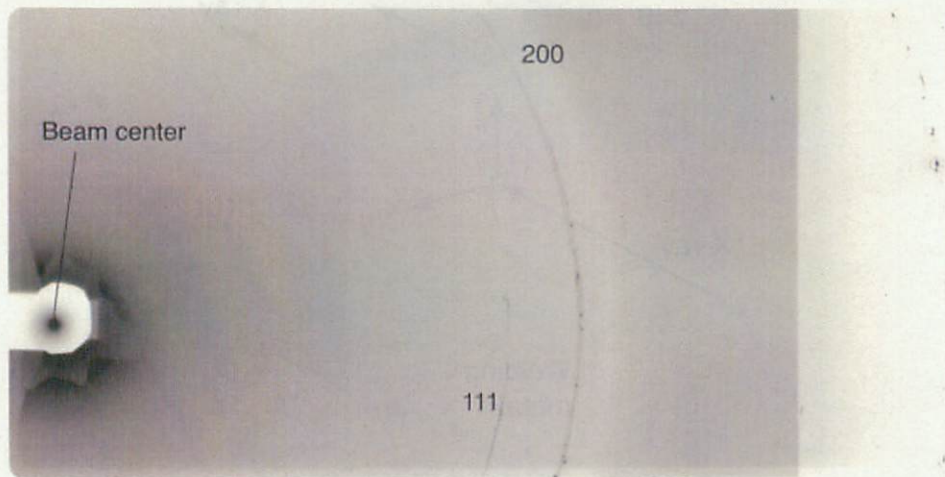


図5. インボリュートスリットを用いて撮影したAl試験片の2次元回折像

ートスリットの焦点を試料台の回折中心に位置決めするのは困難を極めた。IPの感度が、十分でないことも大きな要因であった。効率よく回折中心と焦点を合わせるには、リアルタイムで回折を捉えられる高感度検出器が必要である。

改善策として、第二インボリュートスリットの後ろの回折角度付近にシンチレーションカウンターを設置して、スキミングしながらセリアの回折が得られる所に位置決めした。やはり、リアルタイムで回折強度を検出する方法が、スリット焦点の位調整には効果的である。

はじめはスリットの調整が十分でなく、インボリュートスリットの調整が不十分で200回折のみしか測定できなかったが、インボリュートスリットの調整により、図5に示すように111回折および200回折が測定できた。IPから外れているが、220回折も測定できている。スリットの調整としては良好である。ただし、回折像は連続環ではなく、スポット状の回折が測定された。IP画像の右側の白い部分は回折強度の強いスポットがあるため銅のアブソーバを被せたものである。

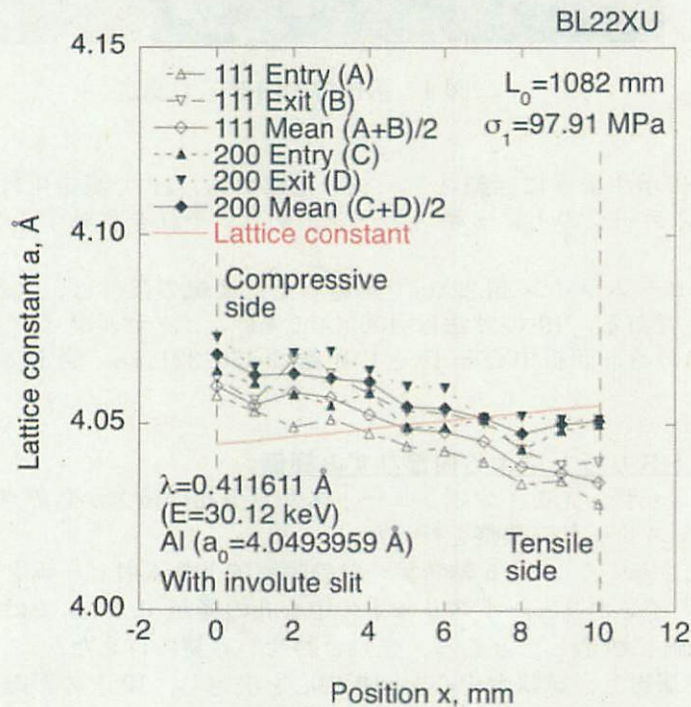


図6 インボリュートスリットによるAl曲げ試験片内部の格子ひずみ測

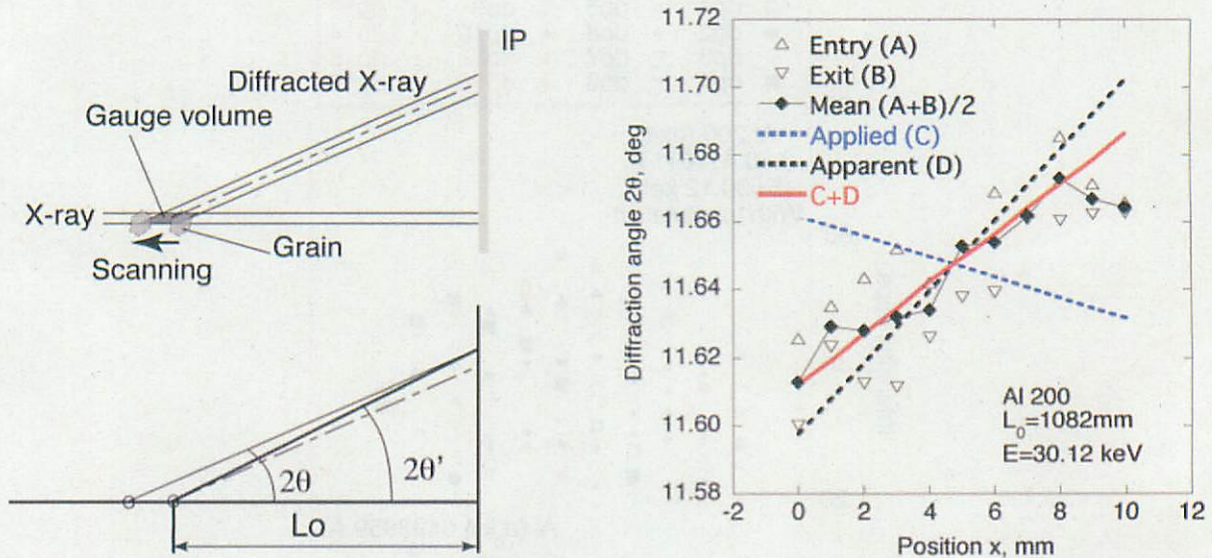


図7 インポリュートスリットのスキヤニングに伴う見かけの回折角の変化

中心からスポット回折までの位置決めを行い、回折角度 2θ の測定を行った。111 回折および 200 回折角からそれぞれ格子定数 a を計算した結果を図 6 に示す。試験片の圧縮側表面が横軸の位置 $x=0$ mm になる。表面効果の影響も考慮して、試料を移動させた場合(entry), 反転して移動させた場合(exit) の 2 種類の測定をしている。また、それらの平均も示してある。図中には負荷応力から計算された格子定数の変化も併せて示した。図 6 に示すように、測定された格子定数の変化は、ひずみの変化と反対の挙動を示した。格子定数の変化は、スキヤニングの方向や回折面に関係なく、スキヤニングにより回折角 2θ が大きく(格子定数が小さく)なっている。この結果から、インポリュートスリットによる測定の結果では、負荷ひずみの測定よりも別の因子が大きく作用していることが示唆される。

その原因について図 7 左上のモデルを利用して検討する。粗大粒があり、それがスキヤニングにより回折結晶がゲージ体積の中を移動する。その結果、IP 上の回折スポット位置が移動する。その結果、回折角が同じでも、ゲージ体積内を結晶が移動することで回折中心が移動し、その結果として見かけの回折角 $2\theta'$ が変化する。図 7 左下に示すように、ゲージ体積の位置 x が増加するに従い見かけの回折角 $2\theta'$ は増加する。本測定について、Al の 220 回折を例に実際に計算した結果を図 7 右側に示す。図中の黒破線が見かけの回折角の計算結果である。このことから、インポリュートスリットの回折角の変化は、負荷応力による変化(青破線)よりもスキヤニングに起因する見かけの回折角による影響が大きい。さらに、負荷ひずみとスキヤニング異常の補正を加えた結果(赤破線)は、実験の平均(A+B)/2 とよく対応している。

以上の結果からインポリュートスリットにおいても粗大粒径による回折異常が見られた。その原因はゲージ体積と粒径とが関係していることが判明した。その解決策としては、コリメーションを厳しくしすることが、まず一番に考えられる。しかし、コリメーションを厳しくすることは、回折の点数を減らすことにつながり、また回折強度も低下する。そのような方法は、粗大粒のように回折の点数が少ない材料に対してふさわしくない。コリメーションをある程度緩くすることは、実験効率および測定点の確保から必要である。

コリメーションが緩くても、ひずみ測定を可能にする方法としては、1) 回折スポットの動き、すなわち、強度変化や軌跡などの動的挙動から回折異常を補正する方法、2) 試験片を散乱ベクトル周りに回転させ重心の変化を相殺する方法、などが考えられねる。2) については後節で検討するので、ここでは 1) について検討する。

粗大粒がゲージ体積中を移動するのであれば、回折結晶がゲージ体積の中に入ってきて、やがてゲージ体積の外へ出て行くのに対応して、回折強度が強くなり、また弱くなる。このような動的変化挙動について、基礎的な実験とデータ整理を試みた。Al の 200 回折スポットのデータを

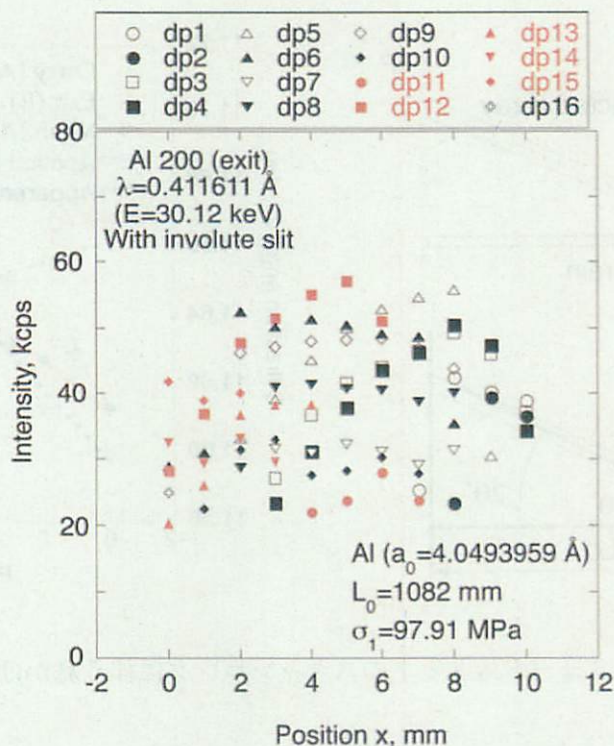


図8 スキャンニングに伴う開設スポットの強度変化

スキャンニングに伴う回折ピーク高さの変化を図8に示した。限られたデータ点数のほとんどを追跡しながら強度の変化を調べた。大多数のデータは、スキャンニングに伴い最大を示す傾向がある。これは、スキャンニングによりゲージ体積の位置が材料中を移動するのに伴う現象であることが伺える。回折スポットのピーク高さが最大を示したところが、結晶の回折中心とゲージ体積の中心が一致するところであると仮説を立て、その位置 x と回折角 2θ とを調べたが、データが途切れやばらつきもあり、十分な結果は得られなかった。より詳細に、回折スポットの動的挙動を検討する必要がある。そのためには、IP による測定では不十分であり、PILATUS のような 2 次元検出器でリアルタイムに近い測定方法も検討すべきである。

3. 2 溶接材の内部応力測定

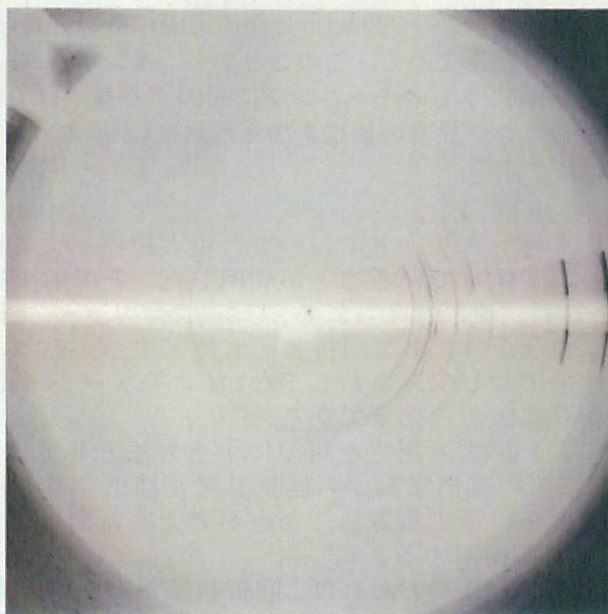
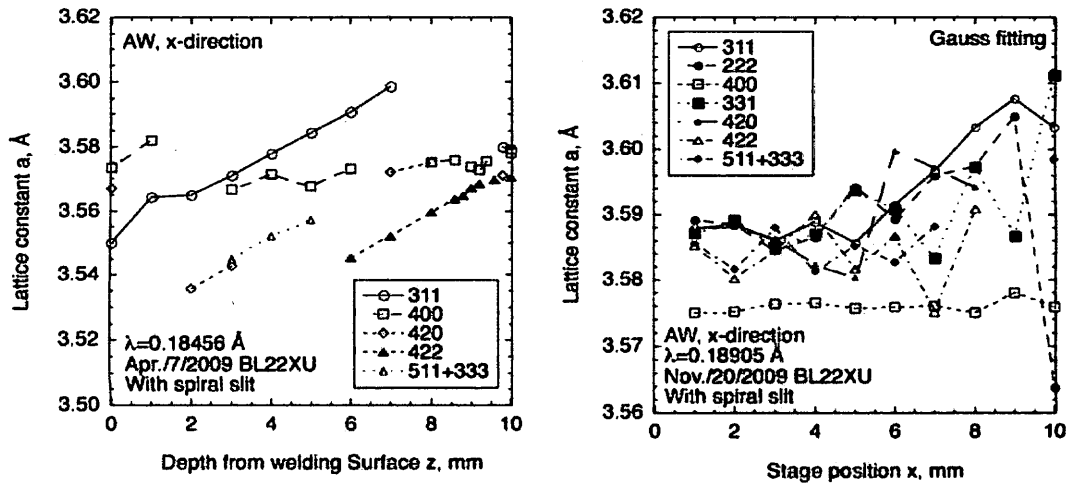


図9 溶接試験片 AW, Ni 溶接部の IP 像



(a) 回転なし (b) 回転有り

図 10 溶接試験片 AW の溶接線垂直方向の格子定数の変化

溶接試験片を回転させながら測定したイメージを図 9 に示す。回転ステージにて回転をかけながら測定を実施した。それは、ゲージ体積中をスキューニングにより回折結晶が移動するために、回折角が変化することを補正するためである。すなわち、試料をゲージ体積中心で回転することで、回折中心からずれた回折結晶がゲージ体積周りに回転し、見かけの回折角による誤差を相殺することが期待できる（正確には散乱ベクトルを軸に回転すべき）。また、揺動効果により、回折に預かる結晶数が増えることも期待できる。実際の測定結果を見ると、図の水平方向(x 方向)にいくつか回折リングが見られるが、y 方向はあまり見られない。回転をかけることにより、X 線強度がかなり低下すると、弱い回折を測定できないので、測定効率を考えると試料を回転させることは有利とは言えない。回転による回折強度低下の方が、揺動効果より大きく影響している。

図 10 (a) に示すように、ステージを回転させないで測定したとき、いずれの回折角も同じようにスキューニングに伴い格子定数が増加する。回転ステージ上でスキューニングさせた場合を図 10 (b) に示す。400 回折をみると格子定数の単調増加は認められず、スキューニングによる回折異常は解決できているように見える。ただし、図 (b) の他の回折角の結果は、大きくばらついた。回転をかけたことで、このようなばらつきが出た原因については、よく調べる必要がある。散乱ベクトル周りで回転をかけないために、このような誤差が発生したのかもしれない。もし、散乱ベクトル周りで回転をかけるならば、ある特定の回折面を選択し、その散乱ベクトルに回転をかけることで、誤差の少ない IP 象を測定できる可能性もある。

4. まとめ

本共用利用による施設では、粗大粒および溶接材の応力評価のための基礎的実験として、院補リユーススリットおよびスパイラルスリットを利用した測定を行い、2次元検出の技術的問題を検討した。

- 1) インボリュートスリットを試作し、それを調整・改造することで、インボリュートスリットを用いて2次元検出器で測定可能などころまで達成した。
- 2) インボリュートスリットは、スパイラルスリットと同様にスキューニングに伴う回折異常の現象が確認され、その原因は結晶の回折中心とゲージ体積の幾何中心との誤差による。この回折異常についてモデルを提案し、計算と測定が一致した。
- 3) インボリュートスリットの回折異常を解決するために、種々の検討を行った。回折スポットの強度変化に着目して、測定結果を整理したが、明確な結果は得られなかった。
- 4) スパイラルスリットを用いて、溶接試験片 AW (as welded) を測定し、試料台を回転させた場合とさせない場合で比較した。回転をかけることで回折異常は補正できるが、回折強度が低下し、またござの大きくなる回折面も合った。
- 5) 試料台を回転させた場合、揺動効果よりも回折強度低下の方が大きく影響し、測定回折のデータは減少した。また、散乱ベクトル周りで回転をかけなかったことが、回転による誤差の増大の

原因と考えられる。

参考文献

- 1) R.V. Martines, Residual stress analysis by monochromatic high-energy X-ray, Neutron and Synchrotron Radiation in Engineering Material Science, ed. by W. Reimers, A.R. Pyzalla, A. Schreyer and H. Clemens, pp. 177-194 (2008), Wiley-VCH.