

# 回折スポット追跡法による溶接材の内部応力測定

## Internal Stress Measurements of Welded Parts Using Diffraction Spot Trace Method

鈴木 賢治<sup>1)</sup> 朝比奈 岳彦<sup>1)</sup> 菖蒲 敬久<sup>2)</sup> 張 朔源<sup>2)</sup> 城 鮎美<sup>2)</sup>  
Kenji SUZUKI Takehiko ASAHINA Takahisa SHOBU Shuoyuan Zhang Ayumi SHIRO

<sup>1)</sup>新潟大学 <sup>2)</sup>原子力機構

### (概要)

改良型スパイラルスリットの性能実証を目的として、既知の曲げ負荷を与えた Mg 合金 AZ31 に、回折スポット追跡法を適用し応力を評価した結果、負荷応力と同等の応力が得られた。本実験により、粗大粒の内部応力を高精度で測定する装置および解析方法の2つの問題を解決することができた。また、これらを応用して Mg 合金の溶接材内部応力分布を測定する予定であったが、PILATUS 検出器のノイズが大きく測定の完了には至らなかった。(2012A0781)

**キーワード**：応力測定，粗大粒，スパイラルスリット，回折スポット追跡法

### 1. 目的

2次元検出器 PILATUS およびスパイラルスリットを組み合わせて、申請者らが開発した回折スポット追跡法(DST法)を利用して、実際に粗大・集合組織を持つ溶接部の残留応力の分布測定に挑戦し、その有効性について実証的検討を行うことを目的として本実験を行った。

粗大粒，集合組織および溶接材は、回折装置による0次元検出器では応力測定が困難であり、これまで応力測定の『三大悪魔』と呼ばれている。溶接部の応力測定法を確立することは、これまで困難とされていた材料の応力測定を実現するとともに、溶接内部の応力評価は産業界の要望の中でも最も高いことから、その意義は大きい。これらの応力測定を実現するためには、以下の3点が必要不可欠である。

- ① 回折スポットを測定できる2次元検出器を利用する
- ② 内部応力を測定するためには高エネルギー放射光を利用した透過光による回折を測定する
- ③ 回転スリットで焦点を作り、回折中心(ゲージ体積)を決定する

これまで実現のために基礎的実験を積み重ね、コリメーションを厳しくするだけでは得られる回折が少なくなり、コリメーションを緩くするだけでは回折が得られる反面、粗大粒による表面効果が現れ、応力測定が困難であった。そのためコリメーションをある程度緩くしながらも、空間分解能を確保することが課題となっている。

上述の解決として、PILATUS 検出器の特性を利用し、粗大粒の中心と回折の中心を割り出して、ひずみを評価できる回折スポット追跡法(DST法)を提案し、『三大悪魔』をブレークスルーできる可能性を見いだした。なお、本手法の独創性が注目され、放射光および中性子による応力評価の国際会議(MECASENS-6, Sep. 2011, Hamburg)ですでに招待講演の機会を得ている。

本研究は、高エネルギー放射光を利用して鉄鋼材料の内部の溶接部や粗大粒の応力評価を目的としている。しかし、現時点では、高エネルギーX線に対して効率の高い2次元の計数型検出器の開発に至っていない。そこで現状、もっとも良質なデータ収集が可能なPILATUS 検出器を利用するために、検出効率の限界を考慮して30keVの波長エネルギーで透過可能な対象材料としてMgを用意し、実験を行った。

### 2. 方法

#### 2.1 材料および試験片

本実験に供した試験片材料は Mg 合金 AZ31 であり、押出加工したものである。結晶系は六方晶( $a_0=3.20921 \text{ \AA}$ ,  $c_0=5.21003 \text{ \AA}$ ,  $c_0/a_0=1.623$ )、Kröner モデルによる機械的ヤング率は  $E=44.69 \text{ GPa}$ ,  $\nu=0.2887$  となる。用いた単結晶のスティフネス  $c_{ij}$  (GPa) は  $c_{11}=59.40$ ,  $c_{12}=25.61$ ,  $c_{13}=21.44$ ,  $c_{33}=61.60$ ,  $c_{44}=16.40$  である<sup>1)</sup>。

実験では、試験片に所定の曲げ応力を負荷し、その応力を DST 法で測定し、DST 法の有効性を実証することを行った。製作した Mg 合金の曲げ試験片を図 1(a)に示す。試験片のはりの高さは 15mm、幅は

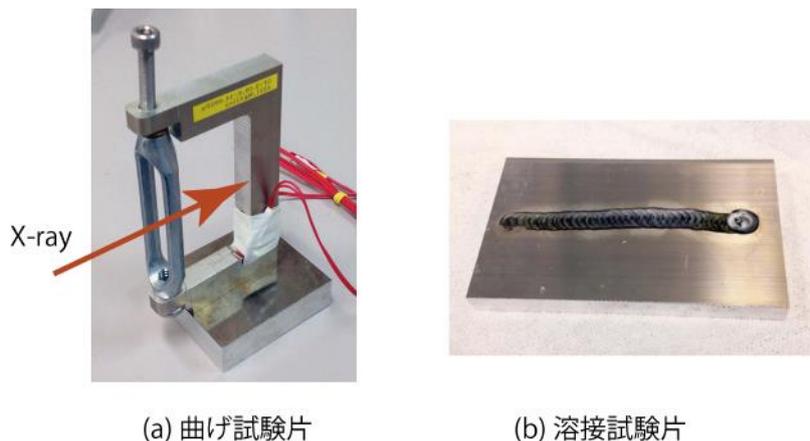


図 1 Mg 合金試験片

10mm である。試験片の曲げ応力は、ネジを回して真直はりに曲げを与え、その時の応力は試験片の両面に貼ったひずみゲージより算出する。なおX線ビームは試験片の中央を透過し、回折したX線の一部がスパイラルスリットを通過という構造になっている。本実験で与えた曲げ応力は引張り側で 116 MPa, -120 MPa である。

溶接試験片の外観を図 1 (b)に示す。試験片中央部にアルゴンガスによりシールドしながら TIG 溶接を施した。試験片の長さ 105 mm (溶接方向)、幅は 60 mm (溶接方向垂直)、板厚は 10 mm である。

## 2. 2 装置および回折スポット追跡法

SPring-8 で使用したビームラインは BL22XU である。ステージ類の装置の組み上げの様子を図 2 に示す。ビームサイズ調整用 4 象限スリットを用意し、その後ろに試料ステージ、スパイラルスリットステージ、さらに PILATUS-100K 検出器ステージと直列に並べた。試料台は、5 軸ステージの上に高さ調節台、その上に揺動装置(メガトルクモータ)、さらに x 軸ステージを載せて組み上げた。スパイラルスリットのステージは、高さ調節台の上に 5 軸ステージを載せてある。PILATUS 検出器は、垂直・水平の xy ステージに取り付けてある。

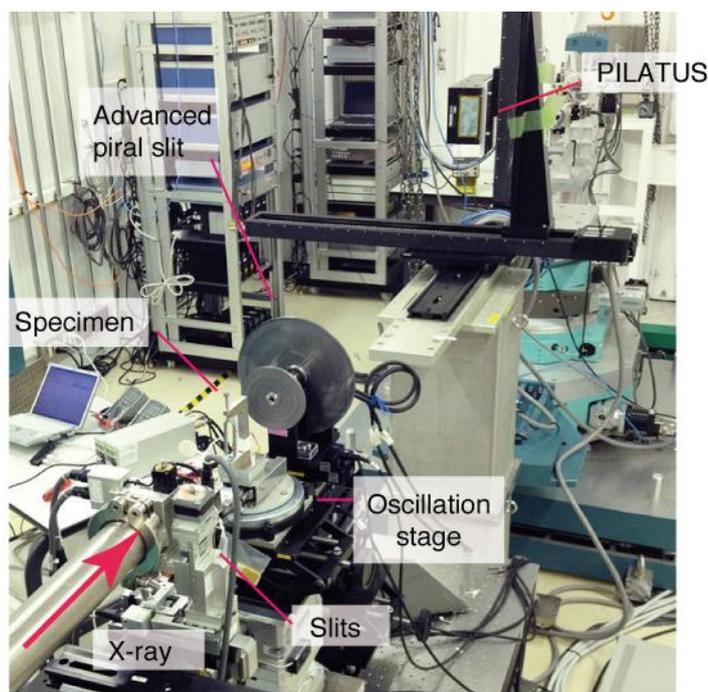


図 2 測定装置の組立

X線波長エネルギーは 30keV, 回折中心と検出器までの距離  $L$  は 1392.342 mm, X線ビーム寸法は縦 0.2mm 横 1mm である. 揺動台により試料を  $\pm 5^\circ$  で揺動し, 回折に預かる結晶粒の数を増やした. ピラタスの画素数は  $195 \times 487$  pixel, 空間分解能は, 0.172 mm/pixel である. 30keV のX線で 15mm の板厚を透過して Mg の回折を測定するのに, 露光時間を 5 min とした.

スパイラルスリットは, 2枚の回転円板にアルキメデス曲線のスリットが加工され, それぞれのスリットは相似形をしている. これらの2枚の回転スリットにより, 回折中心(ゲージ体積)の回折線のみが PILATUS の検出面に届くしくみになっている. 改良型のスリットでは, スリットの切込み角度を回折角  $2\theta$  に合わせてある. スリットの板厚は 1mm, スリットの溝幅は 0.2mm, 回転速度は 1Hz である.

以上のスパイラルスリットと PILATUS 検出器とを組合せて, 試料をスキヤニングさせることで, ゲージ体積を試料圧縮側から引張り側へと移動させた. 0.2mm ステップで移動するたびに PILATUS 画像を撮影した. 出現した回折スポットは, スキャンに伴いカウント数を増してゲージ体積中央で最大を示し, また減少し消失する. 各スポットを追跡し, 回折強度とステージ位置  $x$  (mm) の関係を放物近似し, その頂点位置の回折角  $2\theta$  を求める. それを基に, 位置  $x$  と格子面間隔  $d$  の関係から応力分布を評価する. 本方法を回折スポット追跡法 (DSTM) という<sup>2,3)</sup>.

### 3. 結果及び考察

#### 3.1 曲げ応力分布

本実験の押出材 AZ31 の回折像の例を図 3 に示す. 図 3(a) は PILATUS の  $z$  軸ステージ(垂直)を 220mm の高さに移動して検出した像である. 100 回折は強く, 101 回折もスポット状ではあるがよく観察できた. しかし, 002 回折はリートベルト解析では 100 回折よりも強くなっているにもかかわらず, ほとんど見えないことから, 押し出しによる集合組織が発達していることがわかる. 図 3(b) は, PILATUS の  $z$  軸ステージ(垂直)を 420mm の高さに移動して検出した像である. 201 回折が高回折角かつ強度も十分であり, 精度が期待できる. 集合組織があるために押出方向と押出方向垂直で回折格子面に違いがみられ, 201 回折と 112 回折で各軸方向の回折強度が逆転し, 200 回折はどちらの方向でも弱い. また, 粗大粒の影響により連続環よりも回折スポットが顕著に見られる.

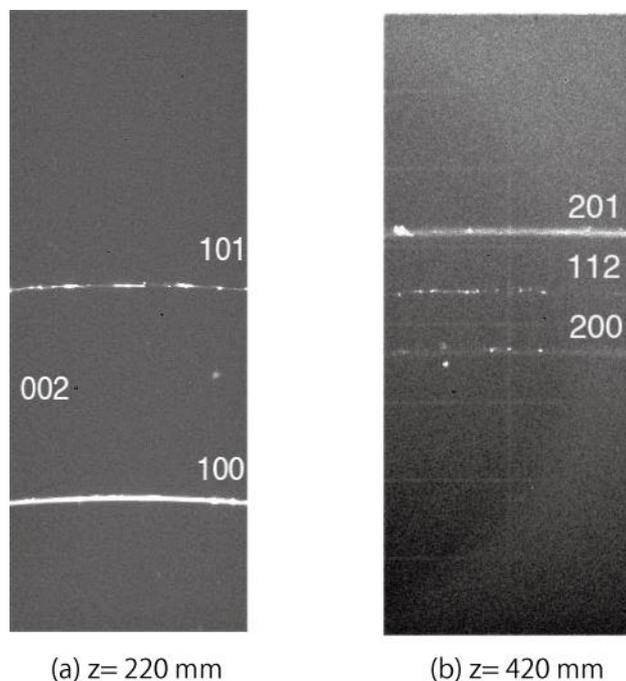


図 3 PILATUS による回折イメージ

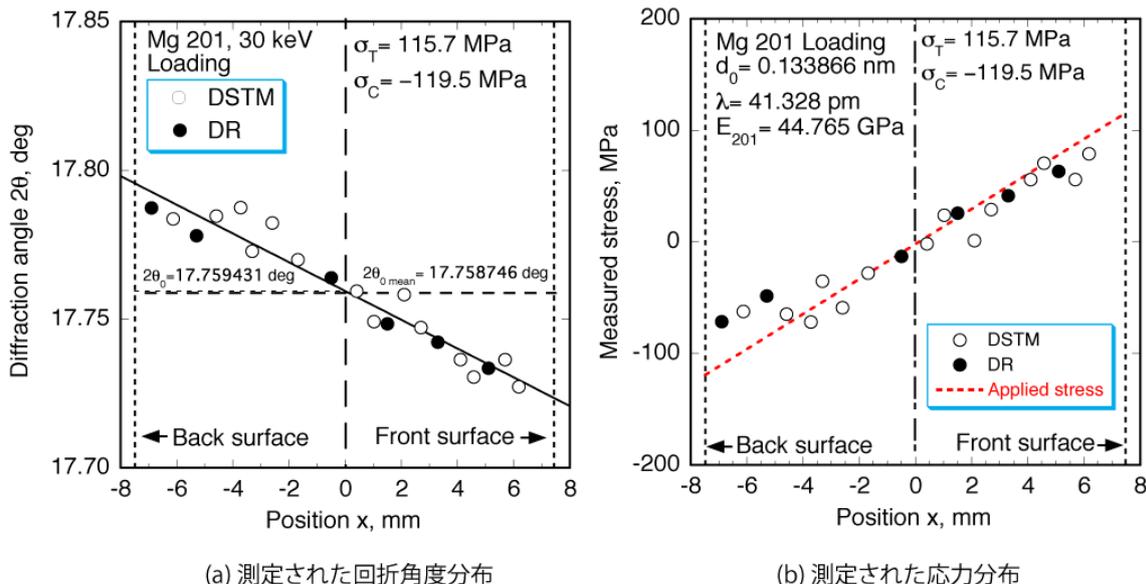


図4 DST法で測定された曲げ試験片の回折角度と応力 (Mg 201回折)

これらの回折像の測定結果を見ても明らかなように、0次元検出器を用いて放射光の回折強度曲線を測定すると回折スポットの影響で理想的な粉末のプロファイルを測定することは困難である。結果として、ゆがんだ回折曲線から得られる不正確な  $2\theta$  でひずみ測定を行うことは困難である。このような回折像を測定するためには、2次元検出器が不可欠である。特に本実験のPILATUSのように大面積を測定する場合は、検出器を操作する手法が有効である。また、2軸方向から回折を測定したとき、集合組織により直交する方向で同一回折が得にくいこともあり得る。そのような場合は、測定が得られる回折の結果をそれぞれ利用することも検討しなければならない。

図4(a)に回折スポット追跡法(DSTM)を利用して回折角を決定した結果を示す。回折リング(DR)として取り扱い、回折角を決定した結果DRと大きくかけ離れることはなく、本DSTM法は粗大粒の内部応力評価に有効であることが示される。ひずみを計算するには、無ひずみの格子定数  $d_0$  が必要である。本実験では無負荷の時の201回折の回折角を測定した所、ほぼ一定であったので、 $2\theta_0 = 17.75875 \text{ deg}$  を無ひずみの格子定数が得られる回折角として用いた。

図4(b)は201回折で得られた回折角  $2\theta$  を利用して得られた応力である。破線で示される負荷応力分布とよく対応し、十分な精度で応力測定が可能であることが実証された。このことから粗大粒の応力測定には、スパイラルスリット、計数型2次元検出器PILATUSおよびDSTMを組み合わせることで解決できると期待できる。

今回の実験において測定された他の回折でも同様の結果が得られているかを確認するために、Mgの100回折、101回折、200回折および112回折についてもDST法を適用して応力分布の測定を行った。それらの結果を図5に示す。図(a)の100回折においては、図3(a)の100の回折像を見てわかるように連続環であることから、DST法を用いないで、回折曲線をGauss近似して、いわゆるひずみスキニング法で応力分布を求めた。いずれの回折においても負荷応力分布が測定されており、本実験の信頼性を実証することができた。十分な数の回折スポットが得られた201回折と比較すると、101回折や112回折ではデータ点数や精度が低下している。その原因は、集合組織の影響で回折強度および回折スポットが得られないことである。

本実験の結果によれば、もし粗大粒や集合組織の影響により十分な回折強度が得られない場合は、測定できる複数の格子面を利用して応力分布を求める手法も有効である。ただし、図5(a)の100回折の結果を見ると回折角が低いためにひずみ測定の精度も低いこともわかる。以前に測定した改良前のスパイラルスリットでは<sup>3)</sup>、低回折角度の格子面による測定では、ゲージ体積が大きくなり、表面付近では測定精度が得られなかった。また、高回折角ではコリメーションが厳しくなり、回折スポットが得にくくなった。本実験の改良型スパイラルスリットにおいては、スリット加工角度を回折角と同じにしたので、回折角度によるゲージ体積の変化がなく、多数の回折を測定することも可能となった。改良型スパイラルスリットでは、図5に示すように回折面による測定の制約がないことから、いろいろな回折面を使用することができる。また、図5の各格子面による試験片表面の応力分布を見ても表面効果は認められないことから、ゲージ体積についても正しく制限されており、回折格子面を自由に選択できていることが示された。

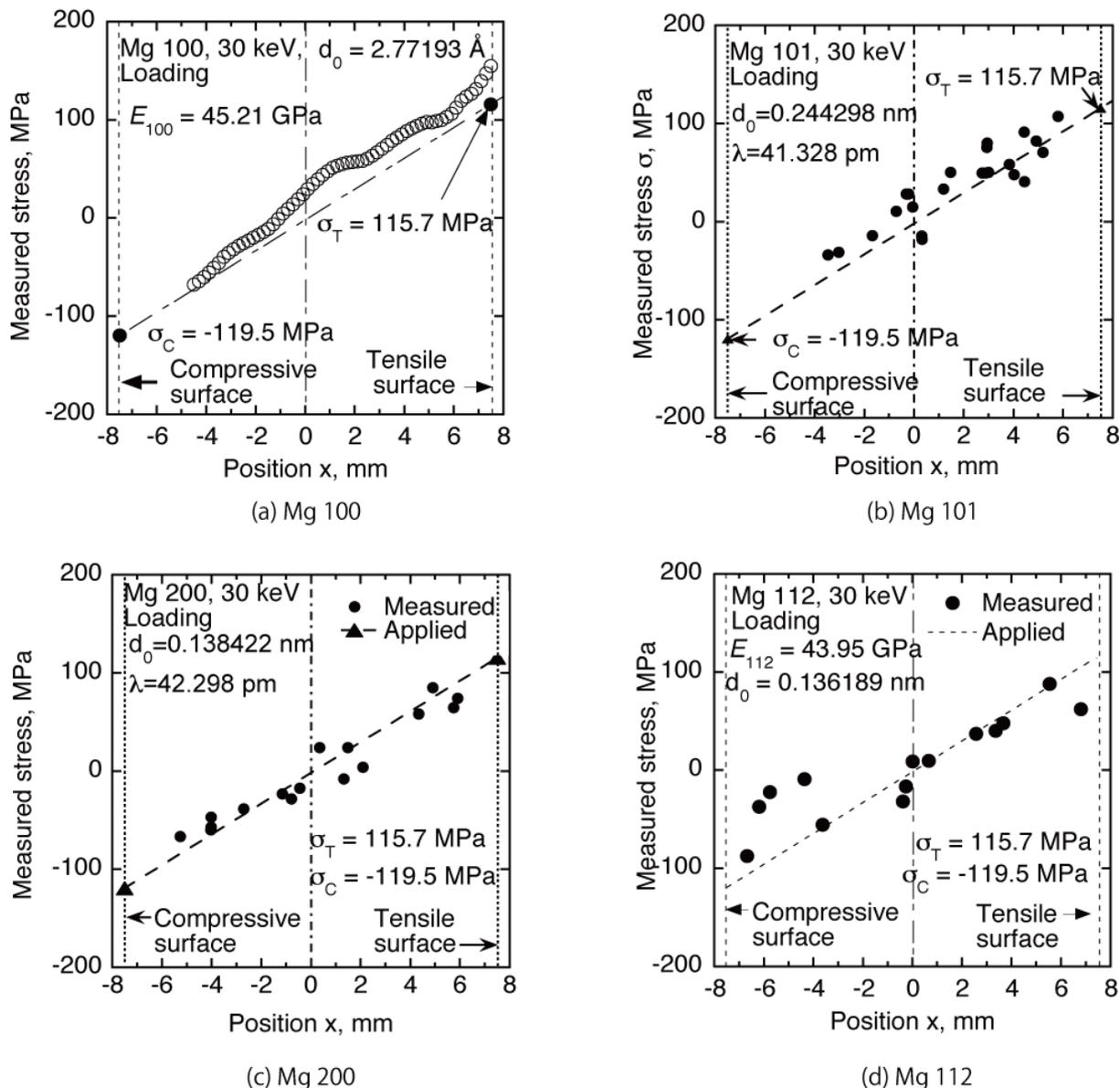


図5 ほかの格子面を用いて DST 法で測定した曲げ応力分布

### 3. 2 溶接応力分布測定

前述の改良型スパイラルスリット、二次元検出器 PILATUS および DST 法を組み合わせることにより、材料内部の応力を精度よく測定する技術が確立した。この新技術の適用を最も期待されている分野は、溶接残留応力の測定である。そのために、図1 (b)に示したMg板にオンビードTIG溶接した試験片の残留応力分布を試みた。PILATUS検出器を垂直(z方向)および水平(y軸)方向の2方向にて測定して、応力を評価することを考えた。

しかし、溶接材の応力測定の実験中にPILATUS検出器より図6に示すようなノイズが検出器のセグメントごとに測定された。何度も実験を中断して原因を追究するために、配線接続、使用機器のノイズ、ネットワークケーブルの点検などを試みたが改善することはなく、徐々にノイズを発生するセグメントが多くなり、最終的には実験が困難となった。

一方、PILATUS検出器からのノイズを避けながら測定できたひずみから平面応力の関係を用いて応力を計算した。その結果を図7に示す。図のひずみ分布は、溶接線が中心(0mm)1mm間隔で溶接線から溶接部表面が図の下側に相当する。測定間隔はそれぞれ1mmで、溶接線を中心に両側20mm、表面から5mmまで測定した。何らかの残留応力分布らしいものが測定されているが、正確な分布を測定するには、再度実験する必要がある。PILATUS

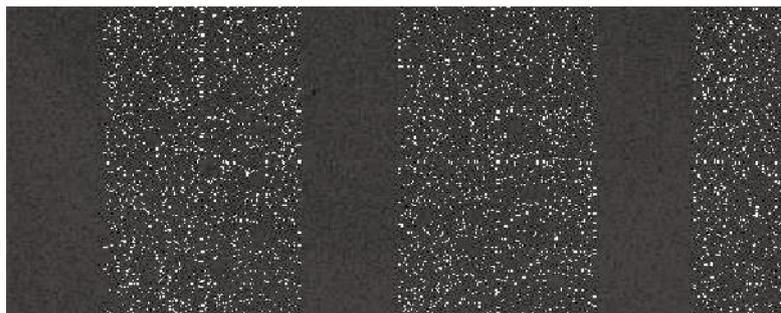


図6 溶接試験片のひずみ測定においてPILATUS検出器のノイズ

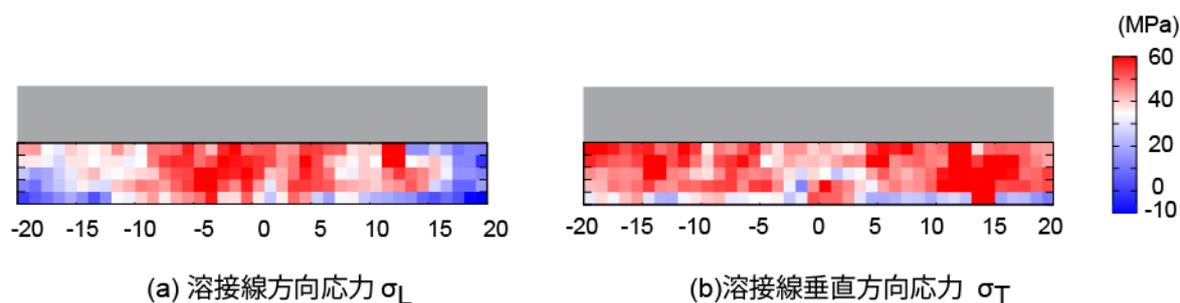


図7 Mg 溶接試験片の溶接線垂直切断面の応力分布

検出器と改良型スリットを利用して応力分布を測定しているが、この測定での問題点を指摘すると次のようなことが考えられる。

1. 1mm ピッチの測定では、DST 法としてはピッチが荒すぎて、DST 法を適用できなかった。
2. 0.2mm ピッチで光軸方向にスキャンングすることで DST 法を適用する必要がある。
3. 溶接側表面から背面までスキャンングして、DST 法により 2 方向のひずみ分布曲線をつくる。
4. これらのひずみ分布から応力を評価する。ただし、平面ひずみを仮定する。

このようにして得られた深さ方向のひずみ分布を繰り返して、任意断面の応力分布を得ることができる。

最後に、以上のまとめと今後の研究展開を記述する。PILATUS の検出効率が 30 keV を過ぎると急激に低下するため、あえて Mg 材を利用して 30 keV で DST 法を実証することにした。その結果、DST 法は内部応力測定の手法として有効であることが実証できた。今後は高エネルギー X 線に対応した計数型 2 次元検出器の開発を期待したい。

しかし、そのような検出器の開発を待つばかりでは、主体性に欠ける。当面は PILATUS に変わる検出器として CCD 検出器を利用した DST 法の測定の可能性を検討することが、最も現実的である。次回の実験では、DST 法の検出器としての CCD の性能を検証する予定である。もし、CCD 検出器を利用して PILATUS と同様の結果が得られるならば、X 線源をより高エネルギーにして、鉄鋼材料の溶接応力を評価する可能性に道を広げることができる。これが可能であれば、PILATUS の高エネルギー対応の開発を待つまでもなく、溶接材内部の残留応力測定が期待される。

#### 4. 引用(参照)文献等

- 1) L. J. Slutsky and C. W. Garland, "Elastic Constants of Magnesium from 4.2K to 300K", Physical Review, Vol. 107, No. 4, pp. 972-976 (1957).
- 2) 鈴木賢治, 菖蒲敬久, 城鮎美, 豊川秀訓, 2 次元検出器による内部ひずみ評価法, 保全学, Vol. 11, No. 2, pp. 99-106 (2012).
- 3) 鈴木賢治, 菖蒲敬久, 粗大粒を有した材料の内部応力測定方法, 特開 2012-168075.