

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 24 年 6 月 11 日現在

機関番号：14401

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2010～2011

課題番号：22760559

研究課題名（和文）放射光利用その場観察法に基づく溶接凝固予測シミュレーションモデルの構築

研究課題名（英文）In-situ observation of solidification process of weld by using synchrotron radiation towards construction of simulation model of weld solidification

研究代表者

寺崎 秀紀（TERASAKI HIDENORI）

大阪大学・接合科学研究所・准教授

研究者番号：20423080

研究成果の概要（和文）：

放射光を利用した時分割X線回折法を用いてステンレス鋼の溶接凝固過程を解析した。特に輝度が高く平行性の高い、アンジュレータービームと大面積エリアディテクターを活用することにより、溶接凝固過程における結晶相の時系列変化だけではなく、液相の減少過程をも直接観察することに成功した。さらに、ストレー結晶の生成に必要な過冷を見積もるためにティグ溶接中において、溶接線上の温度プロファイルを浸食型の光ファイバーを用いて測定し、時分割X線回折データと溶接プロセス中の温度を対応づけた。以上の溶接凝固現象のその場解析結果が溶接凝固に関する多相系フェイズフィールドシミュレーションモデルの構築に有効であることを示す。

研究成果の概要（英文）：

The solidification process in stainless steel welds was analyzed using a time-resolved X-ray diffraction technique. By using an undulator beam and a novel X-ray detector, not only the phase evolution during the solidification process but also the liquid reduction during the solidification process were analyzed in the reciprocal lattice space. Furthermore, to estimate the temperature that stimulates stray grain formation, the temperature profile at the centerline of a weld bead was measured by using a radiation thermometer with immersion-type optical fiber. It was shown that the acquired physical quantity concerning to solidification weld was useful toward construction of the phase-field model of weld solidification.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	1,200,000	360,000	1,560,000
2011年度	1,100,000	330,000	1,430,000
年度			
年度			
年度			
総計	2,300,000	690,000	2,990,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料加工・処理

キーワード：接合・溶接、溶接凝固、溶接金属

1. 研究開始当初の背景

溶接凝固現象の理解は高温割れ等の防止につながり、溶接性を確保する上で重要である。溶接凝固現象は高温かつ温度変化の速い現象であり、その理解にはシミュレーションモデルの構築が有効であるが、シミュレーションモデルの構築または評価に有効な、溶接凝固現象に関する物理量の測定は現在までに困難であった。

1990年代後半に米国の Elmer らが放射光を活用して溶接凝固現象の時分割 X 線回折測定に成功し、熱平衡相の凝固過程における出現を直接、時系列に追跡することに成功した。炭素鋼溶接中に凝固初晶としての δ フェライト相 X 線回折パターンを時系列に記録した結果であり、その後の溶接凝固の時分割 X 線回折測定に関する研究の先駆けとなった。続いて米国の Babu らは、冷却速度が速い場合には、非平衡相が凝固初相として晶出することを時分割 X 線回折測定で示した。その後、日本の米村らは、二次元エリアディテクターを凝固観察に初めて導入し凝固中の配向に対応すること成功し、また晶出物との方位関係の解析などの成果を出した。

しかしながら、溶接凝固中の相の経時変化は捉えられているが、凝固形態の検証や、液相の減少に必要な過冷度等の正確な測定など凝固減少に関する相変化以外の具体的な物理量の測定には、さらなる測定手法の進歩が必要であった。

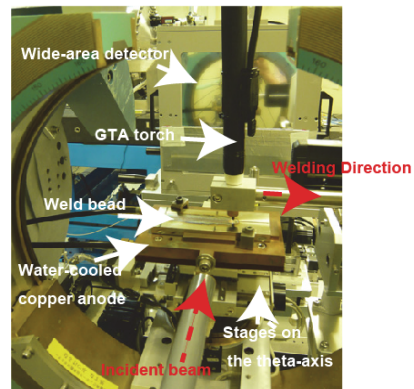
2. 研究の目的

本研究では、溶接凝固過程における相の変化に加えて、溶接凝固形態および溶接凝固の進行に伴う液相の減少過程を直接観察測定できる、溶接凝固その場観察システムを構築し、諸物理量を取得後溶接シミュレーションモデルの評価へと展開することを目的とする。

3. 研究の方法

マルテンサイト系ステンレス鋼のビードオンプレート溶接 (TIG 溶接) を SPring-8 の 46XU ビームラインに設置されている多軸回折計の上で行った。図 1 (a) に多軸回折計 θ 軸上に設置された水冷銅陽極、TP および一方向溶接できるように配置された TIG トーチ系、さらにその下流に配置された大面積ピクセル検出器からなる、システムの外観写真を示す。溶接線上での高輝度 X 線の照射位置を限定するために、X 線蛍光粉末を使用し、図 1 (b) において示すように溶接線上に入射ビーム位置 (長方形の枠) を限定した。さらに、限定した照射位置における溶接凝固中の温度を測定するために、消耗型光ファイバ放射温度計を用いた。従来の光ファイバ放射温度

(a)



(b)

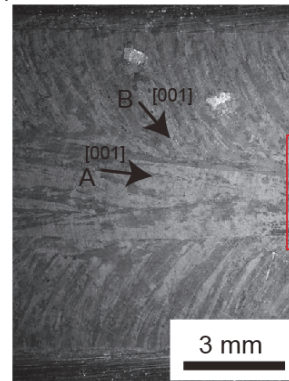


図 1 (a) 溶接凝固過程の時分割 X 線回折測定システム (b) X 線照射位置と凝固形態

計は表面のみの温度を測定するのに対して、消耗型光ファイバ温度計では、測定対象である溶接金属中に挿入浸漬する接触測定を特徴とする。X 線の浸入深さが約 $4.4 \mu\text{m}$ と見積もることができるため (測定に用いた X 線のエネルギーは 30 keV)、X 線照射のゲージ体積中の平均温度情報を測定することが可能となった。

アンジュレータビームを使用しているために、光の輝度は高いが波長分散は非常に小さく (薄い殻のエワルド球) また凝固初期における結晶数は少ない。しかしながら、図 1 (a) に示すような大面積のエリアディテクター (1475×1679 pixels) を使用することにより、X 線照射体積中に成長してきた凝固晶からの X 線回折パターンをひろい視野で捉えることが可能となる。さらに、測定システムに導入した X 線検出器は 20bit のダイナミックレンジを有しており、暗電流が無いという特徴があるため、高い S/N 比を達成することができ、溶接プール中の液相からのハローパターンを明瞭に捉えることが可能となる。これにより、凝固中の液相の減少を明瞭に捉えることに成功し、測定温度との対応をとるこ

とで、液相の減少に必要な過冷を定量化することが可能となった。

4. 研究成果

図2に溶接凝固中に測定したX線回折データ(積分)を温度、時間で整理し、格子面間隔-強度表示をした結果を示す。強度は各時間で正規化されている。図2に示すように1470°Cより高温では(左軸2.3秒まで)幅広くd-spacingにわたってブロードして分布するピークが観察できる。これが液相(溶融池)からのハローパターンである。格子面間隔2Åと1.2Å近傍でピークをもつ、また $K = 4\pi \sin \theta / \lambda$ を横軸として、強度分布を描くとより鮮明に2つのピークが観察できる。凝固過程の進行に伴い、温度が低下すると、 δ_{211} と δ_{110} 反射が順番に検知された。1286°C(23.2s)においては、 γ_{111} 、 γ_{200} 、 γ_{220} と γ_{311} が検知された。その後、図2に示すように δ 相の反射が弱くなり、 δ - γ 変態が凝固過程中に置けていることを示している。この変態温度は熱力学的平衡状態図から予想される温度よりかなり低い。

図3は溶接凝固初期過程におけるX線回折パターンの検出器像(システムに導入した大面積エリアディテクター)である。1470°Cにおいて δ_{211} 反射(スポット状のパターン)が明瞭にハローパターンとともに検知されていることが図3(a)よりわかる。結晶数が少ないために、回折パターンはスポット状に検知される。仮に検出器の面積が小さい場合、このスポット状の回折パターンは検出できず、X線照射体積内に到達した凝固晶の情報を見逃してしまい、その後の凝固過程の観察結果をミスリードしてしまう。そのため、下流に配置する検出器の広い視野の確保は溶接凝固過程をX線回折により観察する上で重要な点となる。ハローパターンが明瞭に検知できるため(前述の検出器の特徴による)液相量の変化を定性的に追跡することが可能となる。溶接金属の凝固過程では溶接熱影響部からのエピタキシャル成長が凝固の起点となる。X線照射体積において、初めて

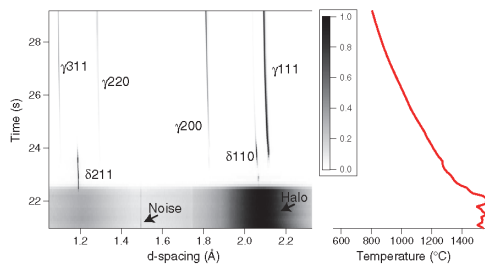


図2 溶接凝固過程の格子面間隔、時間、温度-強度ダイアグラム。

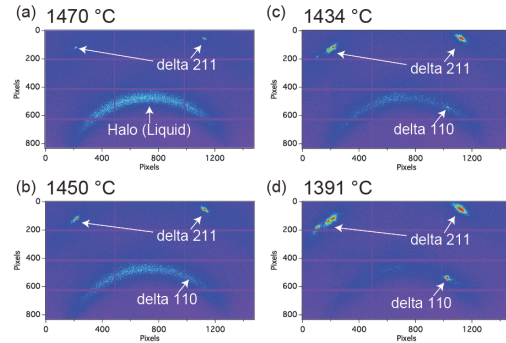


図3 凝固過程初期における回折データの検出器像

検知された δ_{211} 反射が熱力学的平衡状態図の液相線に相当する温度(1470°C)において検知されていることは、過冷をほとんど必要としない、エピタキシャル成長と対応している。

1450°Cでは、図3(b)に示すように δ_{110} 反射が検知された。また、ハローパターンの強度が温度低下とともに弱くなることが明瞭に観察でき、凝固進行にともない液相量が減少していることがわかる。さらに温度が低下すると、回折スポットは位置を

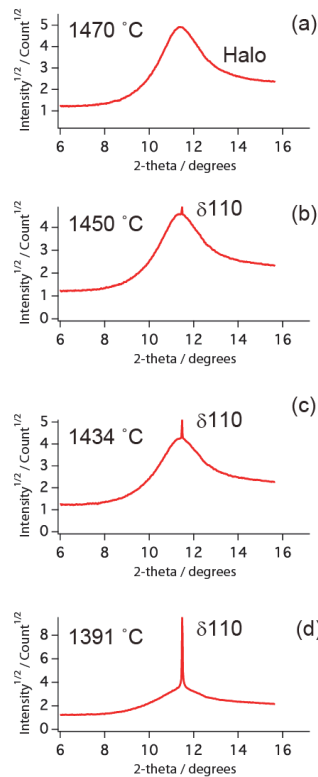


図4 凝固初期の回折データの2θ-強度表示

変えずに強度を増していくことがわかる。凝固過程の進行を示しており、結晶は回転等する事無く、成長していることがわかる。それに対応して図3 (d)に示すようにハロパターンの強度は弱くなり、液相が大幅に減少していることが示されている。この液相の減少は、図3の回折リングを積分することでより明瞭に観察できる。図4は、凝固初期過程の 2θ -強度表示であり、 1470°C から 1391°C の δ 110反射まわりの回折データである。図4より、ブロードに分布したハロパターン(図4(a))が δ 110反射の出現により減少していく、つまり液相の減少が観察できていることがわかる。この液相の減少には 59°C の過冷が必要となっており、前述のエピタキシャル成長だけで凝固が進行しているわけではないことを示唆している。図1 (b)に示すように凝固後の結晶粒を観察すると、典型的なストレー結晶の発生形態を示していることから、計測された 59°C 過冷はストレー結晶の発生に必要なであったことがわかる。立方晶の優先成長方向である[001]に沿ってエピタキシャルに成長していた凝固晶が熱源の移動により形成される温度場(勾配)の変化に追従できなかったために、ストレー結晶の発生をもって凝固を進行させた。 δ 110反射は溶接熱源の移動方向に[001]方向をもつ結晶がラウエ条件を満たすこととも整合する。

以上のように、溶接線上の特定の高輝度X線照射体積からの回折パターンを、広い視野でとらえることができ、また溶接線上の溶接中熱サイクルと対応づけることができるシステムの構築に成功した。液相量の変化もハローパターンの変化から捉えることができるため、凝固晶の成長と過冷の関係を物理量として、時系列に捉えることが可能となった。

本研究では、さらに考慮する相場の合計を1とする多相系フェイズフィールド法の枠組みで、 δ 相、液相およびオーステナイト相の3相間凝固中の変化をシミュレートできる基礎モデルを構築した。今後は溶接凝固過程の観察データを活用し、シミュレート対象となる材料、設定したシミュレート領域によって、初期核を配置するのか(エピタキシャル成長)、ノイマンの棄却法を使って設定した確率分布で核を生成させる(ストレー結晶)のか、観察結果によって判断し、その計算結果を観察データによって検証する必要がある。また、計算においては定義したエネルギー密度(化学自由エネルギーと界面エネルギー)を計算領域において積分した、トータルエネルギー F を変分し相場を進展させるわけであるが、その変化のスケールパラメータ τ_{ik} :

$$\tau_{ik} q_{ik} = -\delta F / \delta \phi_i$$

$$\partial \phi_i / \partial t = \sum_{k(k \neq i)} q_{ik}$$

のキャリブレーションにも開発した溶接凝固観察システムにより得られる、凝固過程に関する物理量の計測データが有効に活用できる。

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)

[雑誌論文] (計1件)

①H. Terasaki and Y. Komizo, Time-resolved X-ray diffraction studies of phase evolution including liquid phase and grain structure during solidification process in stainless steel welds, *Materials Letters*, 74, (2012), 187-190. 査読有り

[学会発表] (計1件)

①寺崎秀紀、小溝裕一、時分割X線回折測定によるステンレス鋼溶接金属の凝固形態の解析、溶接学会講演概要集、(2012), 110-111.

[その他]

紀要

①H. Terasaki, K. Moriguchi, Y. Komizo, On the application of multi-phase field modeling to the micro-structural change in welding process, *Transactions of JWRI*, (2010), 43-46.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

寺崎 秀紀 (TERASAKI HIDENORI)

大阪大学・接合科学研究所・准教授

研究者番号：20423080