

光熱電気化学映像法によるステンレス鋼板溶接部の評価

樋渡洋一郎*・鎌田 諒大**・大瀧 直樹**・遠藤 春男**・星宮 務***

* 東北学院大学工学部機械知能工学科 〒985-8537 多賀城市中央 1-13-1

** 東北学院大学大学院工学研究科機械工学専攻 〒985-8537 多賀城市中央 1-13-1

*** 東北学院大学大学院工学研究科応用物理学専攻 〒985-8537 多賀城市中央 1-13-1

Evaluation of Welded Stainless Steel Plate by Photothermal Electrochemical Imaging

Yoichiro HIWATASHI*, Ryota KAMATA**, Naoki OHTAKI**, Haruo ENDOH** and Tsutomu HOSHIMIYA***

* Department of Mechanical Engineering and Intelligent Systems, Faculty of Engineering, Tohoku Gakuin University, 1-13-1 Chuo, Tagajyo 985-8537

** Graduate School of Mechanical Engineering, Tohoku Gakuin University, 1-13-1 Chuo, Tagajyo 985-8537

*** Graduate School of Applied Physics, Tohoku Gakuin University, 1-13-1 Chuo, Tagajyo 985-8537

The Photothermal Electrochemical (PE) detection, in which a periodically modulated laser beam heats a metal specimen immersed in an electrolyte and enhances electrochemical current, is applied to the nondestructive evaluation of welded area of steel plates. The PE image shows remarkable difference of contrast in three zones; welded, heat affected and base metal zones. PE signal distribution agreed well with the Vickers hardness tests along the same lines. Undercut region, in which the metal melt is lacking in welded region, showed the peak in PE signal and the PE image agreed well with the confocal laser image.

Key words: photothermal, electrochemical, NDI, imaging, welded region

1. はじめに

機械構造部材などの表面および内部に生じる欠陥や腐食によって生じるき裂などを非破壊的に検査、評価することは非常に重要である。腐食環境下にある配管などでは、溶接を施したステンレス鋼が多く用いられているが、溶接部は溶接の影響を受けていない母材に比べ腐食しやすくなるなどの問題がある。Fig. 1 に溶接を施した金属の概念図を示す。溶接によって溶接部周辺に組織変化が引き起こされる熱影響部 (heat affected zone: HAZ) において、機械構造物は耐食性の低下以外にも、機械的特性の変化によりさまざまな問題を生じる。さらに、溶接部と熱影響部の境目表面に生じる溝は一般に「アンダーカット」とよばれる。それは溶接欠陥のひとつであり、その溝内においては、電解液の流れが悪くなりすきま腐食を生じやすくなる。そのため、アンダーカットは他の部分に比べていっそう腐食反

応により侵食されやすく、より深い溝となり破壊につながる可能性が高くなる^{1,2)}。

化学反応に光吸収により発生した熱を作用させると反応が促進されることは、これまでも研究が行われてきているが³⁻⁶⁾、本研究グループでは、変調したレーザービームを電解液中に浸した金属板に照射し、光吸収によって発生した熱により電気化学反応が活性化することを利用し、かつ活性孔食のみを選択的に、電位の制御により効果的に画像として検出できる新しい非破壊検査法である「光熱電気化学 (photothermal electrochemical: PE) 法」を提案し、実証してきた⁷⁻¹⁰⁾。本研究では、溶接したステンレス鋼板の非破壊検査にこの手法を応用した。

現在、熱影響部を明確に測定できる装置は確立されていない。そこで本研究では、熱影響部および溶接部、母材部とそれぞれ腐食特性が異なることに着目し、熱影響部の大

*** E-mail: tpth@tjcc.tohoku-gakuin.ac.jp

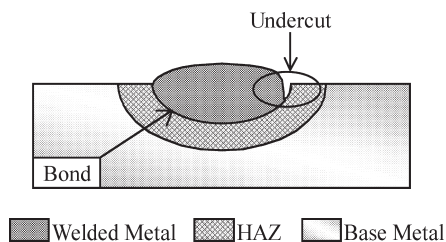


Fig. 1 Conceptual drawing showing welded area and undercut (HAZ: heat affected zone).

きさや特性の評価を本手法で試みた。さらにアンダーカット部も溶接部と熱影響部，母材部と腐食特性が異なるため，それを腐食特性の違いから映像化による評価も行った。本研究では，これらの研究結果を取りまとめて報告する。

2. 実験装置

実験装置の光源としては Ar⁺ レーザー (Spectra Physics Stabilite 2017) の波長 488 nm の光 (出力 48 mW) を使用し，このビームをメカニカルチョッパーによって一定の周波数に変調し，光学顕微鏡により 3.5% NaCl 水溶液中の試料表面に照射した。収束したレーザービームの径は 100 μm であった。試料上には前処理としてエッチングを行い，ここに励起ビームが当たると，その加熱により電気化学反応が促進され，回路全体を流れる電流が変化する。その電流変化が定電位装置により取り出され，ロックインアンプ (NF 回路ブロック，LI-5610B) により同期検波される。その振幅と位相信号がパーソナルコンピュータ (PC) 内に取り込まれ，映像として再構成される。電気化学反応槽には，アノードに試料，カソードに白金を用い，参照電極に飽和カロメル電極を挿入した。装置は，試料を走査するためニアモーターステージを使用し，これを制御するためにステージコントローラー (中央精器，CAT-II) を用いた。ロックインアンプおよび CAT-II は GP-IB によって PC に接続されている。

3. 試料

Fig. 2 に試料の模式図を示す。実験に用いた試料は SUS304 のオーステナイト系ステンレス鋼を使用し，400×100×4 mm の平板を 400×4 mm の長手方向の面に角度 45 度で深さ 2 mm の開先をとったものを 2 枚用意し，その面にアーク溶接を施した。溶接を施した平板の溶接部を中心として 25×40×4 mm へと加工し，耐水研磨紙を用い表面を研磨して仕上げた。また，測定直前に試料表面を 3.5% NaCl 水溶液を用いて電気化学的エッチング

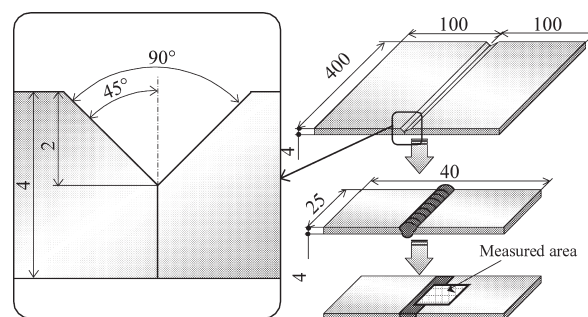


Fig. 2 Schematic drawing showing specimen preparation.

を施し，試料とした。この試料の溶接部と熱影響部の境を中心に，光熱電気化学法で測定を行った。同時に，溶接部と熱影響部，母材部の違いが確実に生じているかを確認するために，レーザー顕微鏡で表面組織の観察を行った。さらに，本実験法で得られたデータとの相関性を得るためにマイクロビッカース硬さ試験も行った。

アンダーカット検出のための試料は，大量に作製した試料の中からアンダーカットが生じたものを選出し，アンダーカット部が中心になるように切り出したものを試料として，光熱電気化学法で測定を行った。また，測定後にレーザー顕微鏡によりアンダーカットの撮影および形状測定も行った。

なお，この試料に関しては自然電位，孔食電位はそれぞれ -0.122 V，0.365 V であり，設定電位は熱影響部の映像化のときは -0.100 V で，アンダーカットの検出のときは -0.000 V であった。この理由として，溶接した鋼板の熱影響部には多くのクロムの炭化物が存在するので，そこで盛んに起こる電気化学反応を抑制するために電位を低く設定する必要があった。一方，アンダーカット部の測定においては，腐食部の有無がはっきりしないので，感度を上げる意味で電圧を高めに設定した。

4. 実験結果

Fig. 3 に母材部 (a)，溶接部 (b)，熱影響部 (c) の顕微鏡写真を示す。母材部はオーステナイト系ステンレス鋼の典型的な組織を示している。また，溶接部は，溶接を施したことにより生じる黒い斑点状のクロム炭化物が多く析出し，代表的な組織形態を示している。熱影響部は，結晶粒界にクロム炭化物が析出した溶接部と母材部の中間的な組織となっており，熱影響部の典型的な組織になっている。このことから，本実験に用意された試料では確実に溶接部，熱影響部，母材部が生じていることが確認できた。

Fig. 4 にマイクロビッカース硬さ試験の結果を示す。また，溶接された領域の模式図を図の下部に示す。熱影響部

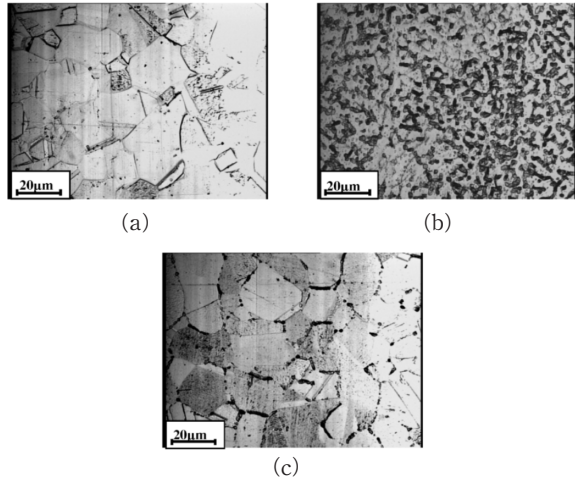


Fig. 3 Confocal laser microscope images of the base metal (a), welded metal (b) and HAZ (c).

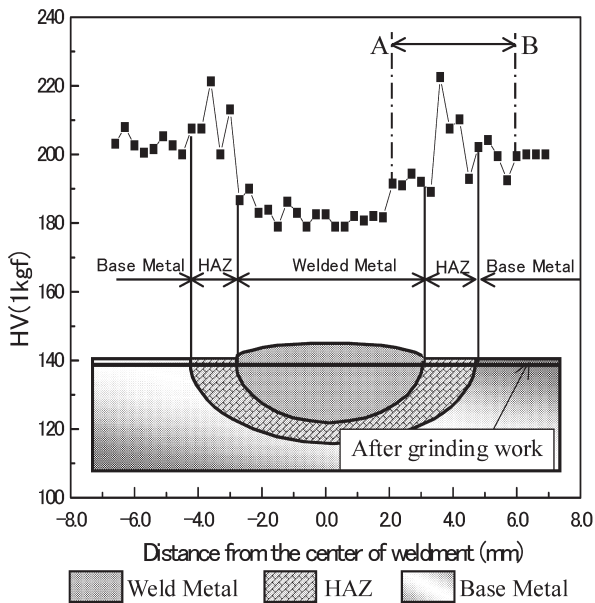


Fig. 4 Hardness distribution of welded stainless steel.

は溶接の熱により溶接部周辺で高温状態から急冷され焼入れ硬化する部位であり、溶接部や母材に比べ硬度が高いことが確認できる。今回、光熱電気化学法では、図中のA-Bの範囲を中心に測定を行った。このときの熱影響部の範囲は約1.8 mmであることが確認できる。

次に、光熱電気化学法の実験で得られた振幅像を Fig. 5 (a) に示す。測定範囲は4.0×4.0 mmで、解像度は50×50ピクセル、変調周波数は24 Hzである。ここで、図の左の白い領域は信号が強い部分であり、右側の黒い領域は信号の弱い部分である。本研究では、溶接部/熱影響部(HAZ)/母材すべてが金属光沢を示すまで溶接ステンレス板に研磨を施してから光熱電気化学測定とマイクロピッカ

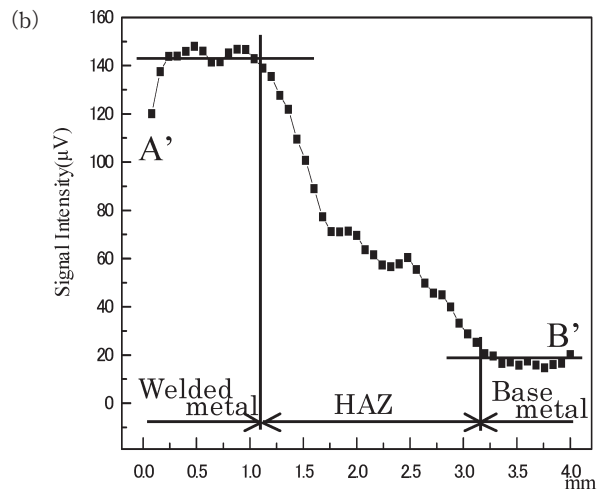
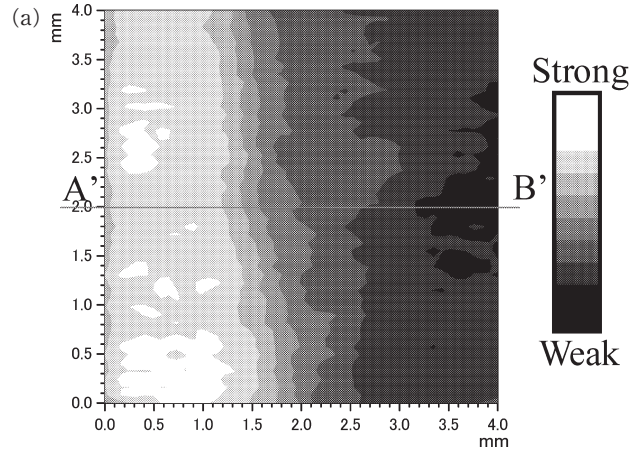


Fig. 5 (a) PE amplitude image, (b) PE amplitude signal distribution along A'-B' line.

ース硬さ試験を行っているので、光吸収の差はほとんどないと考えられる。したがって、ここで観測した量は、光吸収の差ではなく試料の電気化学反応の差を画像として見ているのである。

また、実験の前処理としてエッチングを行っている。信号が強いということは、そのエッチングにより腐食反応が活性状態にあり、逆に信号が弱いということは腐食反応が不活性状態であることを意味している。したがって、左側の信号の強い領域は溶接部において、腐食反応が活性状態にあることを示している。これは Fig. 3 の溶接部の組織写真からクロム炭化物が多く析出し耐食性が低下したことを意味しており、本実験結果と一致している。また、右側の信号の弱い領域は母材部である。これも Fig. 3 の組織写真において、クロム炭化物が生じておらず耐食性がよいことを意味しており¹⁾、Fig. 5 (a) の実験結果と一致した。ここで、図中のA'-B'ラインの信号強度分布図を Fig. 5 (b) に示す。このA'-B'ラインは Fig. 4 のA-Bの範囲と

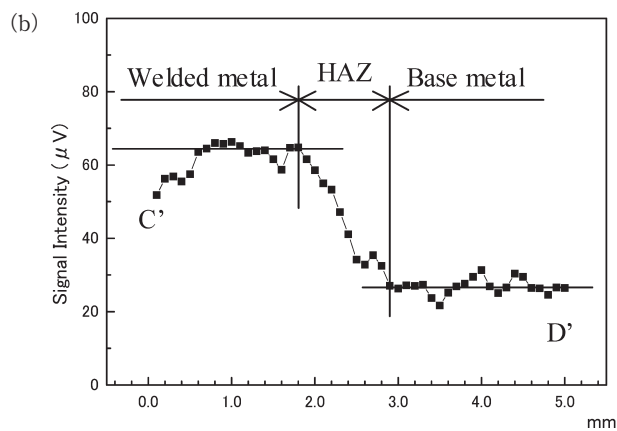
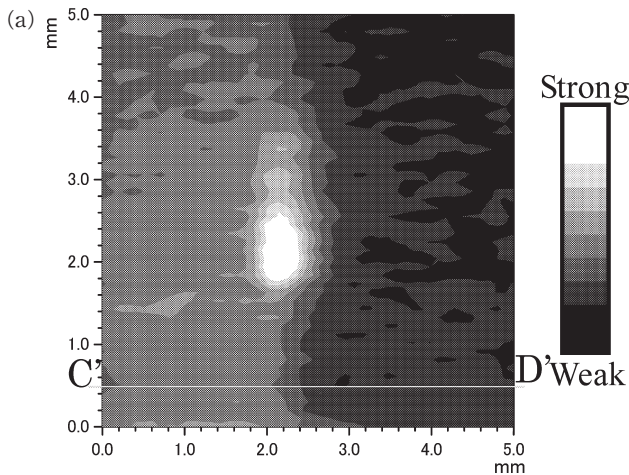


Fig. 6 (a) PE amplitude image for undercut, (b) PE amplitude signal distribution along C'-D' line.

同じ線上にある。この信号分布図において、左側の信号の強い平らな部分が溶接部と推定でき、右側の信号の弱い平らな部分が母材部であると推定できる。Fig. 4 と Fig. 5 (b) を比較すると、Fig. 4 において溶接部と母材部の硬度はほぼ一定の値を示している。また、Fig. 5 (b) では、溶接部と母材部の信号分布は一定であることがわかる。したがって、熱影響部は、その領域の間にあることから、Fig. 5 (b) において約 2.0 mm であると推定される。また、Fig. 5 (a) より熱影響部の二次元的な分布が推定可能と思われる。以上の結果から、光熱電気化学法で得られた熱影響部の範囲と、マイクロビッカース硬度試験で得られた結果とはほぼ一致した。

なお、画像の分解能を決める因子としては、i) 腐食部の物理的な寸法、ii) 収束したレーザー・ビーム径、iii) 熱拡散長に相当する特性長、の 3 つが関係する、と考えられる。物理的な寸法に関しては、i) アンダーカット部の幅が 250 μm 、ii) レーザー・ビーム径が 100 μm である。iii) の熱拡散長は、試料であるステンレスと溶媒である水

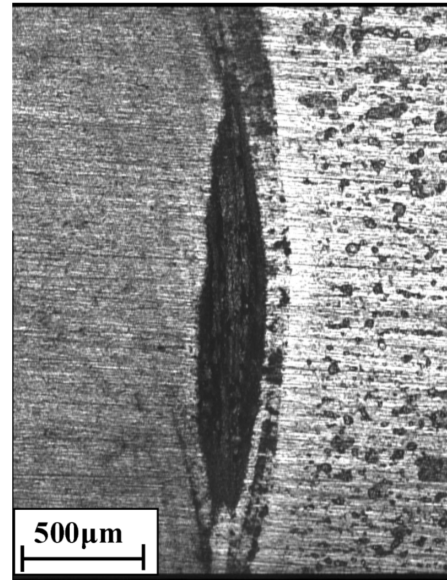


Fig. 7 Confocal laser microscope image for undercut.

の熱拡散長 ($= (\text{熱伝導率} / (\pi \cdot \text{密度} \cdot \text{比熱} \cdot \text{変調周波数}))$ の平方根の中間的な値をとるものと考えられるが、現在理論的解析を行っているところである。

Fig. 6 (a) に、実験で得られた振幅像を示す。測定範囲は 5.0 \times 5.0 mm で、解像度は 50 \times 50 ピクセル、変調周波数は 24 Hz である。Fig. 5 (a) と同様に白い領域は信号の強い部分であり、黒い領域は信号の弱い部分である。図の中心にある白く縦に伸びる楕円状の部分がアンダーカットである。これは、アンダーカットの部位において腐食が集中したと考えられる。この図より、アンダーカットの全長は約 2.0 mm、幅は約 0.8 mm と推定できる。ここでレーザー顕微鏡によって得られた実験後の試料の写真を Fig. 7 に示す。図の左半分の濃いグレーの領域が溶接部で、右側半分の明るいグレーの領域が熱影響部である。そして、中央にある黒い三日月のような部分がアンダーカット部である。レーザー顕微鏡の解析により、アンダーカット部の全長は約 1.7 mm で、幅は約 0.3 mm、深さは約 0.1 mm であった。この数字から、光熱電気化学法の結果は、レーザー顕微鏡で得たアンダーカットの実際の形状と多少異なった。光熱電気化学法では、腐食による電流変化を捉えるため、実際の形状と異なり、腐食の侵食する可能性の高い部分が優先的に信号が強くなるからである。ここで、Fig. 6 (a) の中心から左側全体の溶接部の範囲における信号は、アンダーカット部でのピーク値と母材部での信号とのおおよそ中間の信号値を示している。一例として、Fig. 6 (a) の C'-D' ラインにおける信号強度分布図を Fig. 6 (b) に示す。図より、溶接部と母材部の信号分布は一定

であることがわかる。したがって、熱影響部は、約1.0 mm であるということがわかる。しかし、アンダーカットの存在する領域は、信号が大きいため熱影響部を判断することができなかった。

5. 結 論

本研究では、筆者らが新しく提案し、開発してきた光熱電気化学法を用いてステンレス鋼板の溶接部の評価を行った。熱影響部と溶接部の腐食特性が母材部と異なることを利用して熱影響部の映像化を行い、結果として溶接部、熱影響部、母材部がそれぞれ最大、中間、最小の光熱電気化学信号を生じるため、画像上でこれらを明白に分離することができた。この結果は、レーザー顕微鏡で観察して、オーステナイト系ステンレス鋼ではクロム炭化物が析出し耐食性が変化したことと一致した。

また、得られた光熱電気化学信号を従来のマイクロビッカース硬さ試験と比較した結果、領域の長さや位置が特定でき、2つの測定がほぼ一致するという結果を得た。従来のマイクロビッカース硬さ試験では十分な注意を払い一点一点測定を行うために、硬度分布を1本とるだけでも数時間を要するのに対し、本手法ではわずか30分程度で二次元的な映像を得ることができ、経験も不要で大幅に労力も測定時間も短縮できるという利点がある。

さらに、溶接欠陥のひとつであるアンダーカットも、腐食特性の違いから、光熱電気化学法を用いて溶接欠陥部を検出することができた。同時に、アンダーカット部以外の

領域で熱影響部も検出することができた。これまでレーザー顕微鏡を用いて表面にある亀裂の深さなどを測ることができたが、硬度や腐食の度合いは全く評価できなかった。本研究の方法はこれらの特性を評価できる点で、従来の方法にはない優位性をもつ。

文 献

- 1) 佐藤邦彦編：溶接強度ハンドブック（理工学社，1988）pp. 2-58.
- 2) 伊東伍郎：腐食科学と防食技術（コロナ社，2002）332-335.
- 3) B. Miller: "Thermal modulation voltammetry," J. Electrochem. Soc., **130** (1983) 1639-1640.
- 4) D. W. Williams, D. R. Kusermak and R. Peat: "Photoelectrochemical imaging—part I. Background and theory," Electrochim. Acta, **38** (1993) 57-69.
- 5) D. W. Williams, D. R. Kusermak and R. Peat: "Photoelectrochemical imaging—part II. The passivating oxide film on iron," Electrochim. Acta, **38** (1993) 71-87.
- 6) R. S. Hutton and D. W. Williams: "Photothermal imaging of electrochemical reaction dynamics," J. Chem. Soc., Faraday Trans., **90** (1994) 345-347.
- 7) T. Hoshimiya: "Nondestructive evaluation of surface defects under dry/wet environment by the use of photoacoustic and photothermal electrochemical imaging," NDT & E Int., **32** (1999) 133-137.
- 8) T. Hoshimiya and K. Ishikawa: "Photothermally accelerated electrochemical detection scheme and its applications," Anal. Sci., **17** (2001) s472-s474.
- 9) T. Hoshimiya and K. Ishikawa: "Nondestructive evaluation of surface defects by the use of photothermal electrochemical imaging," Proc. SPIE, **3740** (1999) 362-365.
- 10) 石川健哉，星宮 務："光熱電気化学検出法の基本的動作特性"，光学，**33** (2004) 45-51.