

展望

超音波顕微鏡計測の鉄鋼材料への適用

三原 毅 東北大学大学院 工学研究科 助教授
Tsuyoshi Mihara

Application of Acoustic Microscope for Steel

1 はじめに

材料内部の欠陥の検出には、X線と超音波が主に利用されているが、構造物等の、製造、施工、稼働時の一貫した非破壊評価法として、特に超音波法の重要性が増してきている。超音波を用いた鋼の探傷では、10MHz以下の周波数の超音波(縦波あるいは横波)を材料中に伝搬させ、溶接欠陥や、使用中に進展したき裂からの反射エコーを受信して、mmオーダーの欠陥の有無や寸法測定が実用されている。一方、非破壊損傷評価法として、欠陥発生前の材料損傷をできるだけ初期に検出し、材料の劣化をモニターしたいという要求は、数十年來の課題として研究され続けている。従来、損傷評価は主に、僅かな材質変化による物理量の変化を校正して、劣化を検出する手法が主に提案されてきた。例えば超音波法でも、微視欠陥の発生による減衰や音速の変化から、損傷検出を行う手法が多く提案されてきている。しかし、これらの手法は、直接破壊の起点となるき裂の寸法等を計測するものではないため、実機への適用において、物理量の変化の定量的解釈は簡単ではない。一方、広く実用されている各種探傷手法は、mmオーダーの比較的大きな欠陥検出を目的とし、それぞれ測定精度を向上してきている。もし数百 μm あるいは数十 μm オーダーの欠陥が、正確に検出できる評価法を確立できれば、検出しているのは欠陥寸法そのものであり、解釈の必要が無く、また従来の膨大な検査データの延長上に位置付けることができるため、社会的には受け入れやすい損傷検出法になり得る。実際に過去に提案された多くの初期損傷検出法のうち、最も広く実用され、信頼されている手法が、表面開口欠陥の凹凸を、フィルムに写し取って顕微鏡で調べるレプリカ法であることを考えると、マクロな非破壊検査法を高精度化する手法は、損傷評価法として有力であると考えられる。

超音波を用いて、より微小な欠陥を検出するには、分解

能の高い測定法を使う必要があり、基本的には短い波長の高い周波数を利用することが有効であり、セラミックス等では50MHz程度の高周波数を用いて、数100 μm 程度の欠陥検出が行われている。現在、市販のシステムで利用できる最も高い周波数と分解能を持つ音響計測法は、超音波顕微鏡である。

超音波顕微鏡は、一般に100MHz以上の高い周波数で材料の表面、あるいは表面直下を高い分解能で測定できる音響計測機器である。研究の初期においてQuateらが音響画像を中心に研究を行い¹⁾、「顕微鏡」と呼ばれるため、主に音響画像を観察する機器であると見られがちである。しかし音響画像と同時に、音速あるいは減衰等の音響特性が、局所的にかつ高精度で定量計測できることが注目され、現在ではむしろ音響定量計測機器としての利用が広がっている²⁻¹⁶⁾。超音波顕微鏡の分解能が、他の機器に比べ高いのは、単に用いる周波数が高いだけでなく、表面波と鏡面反射波の干渉を利用し、材料組織の音響特性を高感度に検出することによる。これまで超音波顕微鏡は、実験室的な基礎研究を主体に研究され、産業界への適用も、主に半導体材料等、均一性が高い材料を主体に行われてきた。

ここでは、超音波顕微鏡を金属材料、特に、鉄鋼へ適用する場合の問題点と展望を、著者らが行ってきた事例を中心に解説する。

2 超音波顕微鏡の原理と適用事例

2.1 V(z)曲線法の原理

超音波顕微鏡の計測装置の模式図と原理を、図1と図2に示す。超音波顕微鏡では、開口角の広い音響レンズにより試料内に超音波を点状(PFB: Point Focus Beam)あるいは線状(LFB: Line Focus Beam)に集束して入射する。

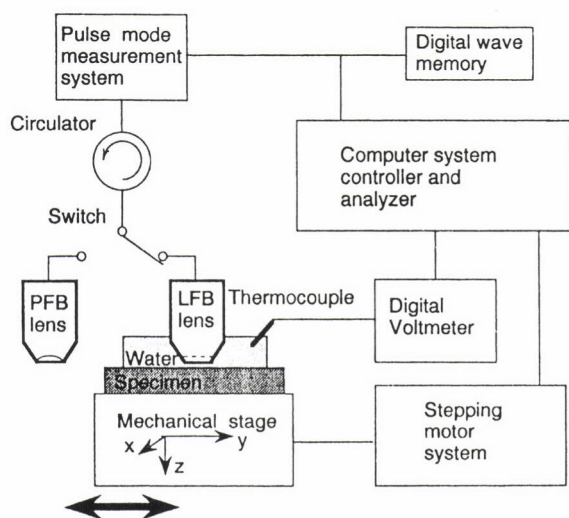


図1 超音波顕微鏡装置模式図

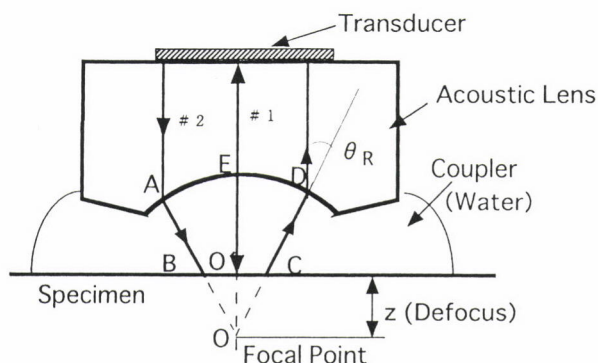
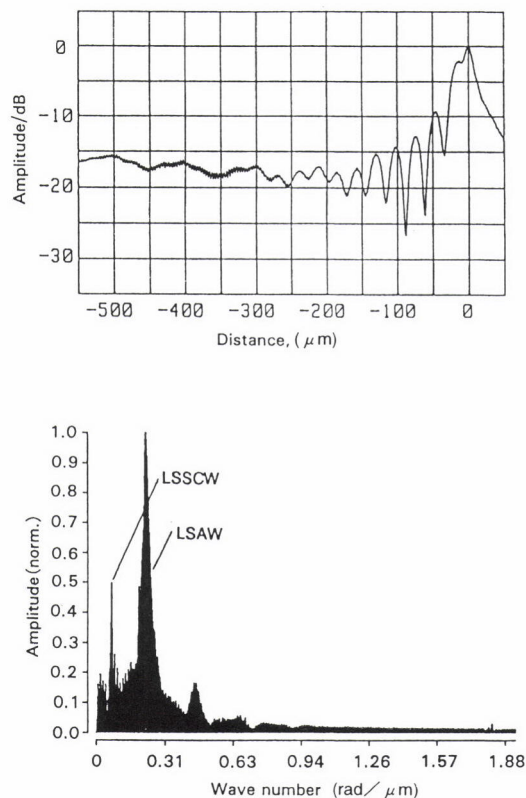


図2 超音波顕微鏡の測定原理

レンズの開口角が広いので、入射波は広い角度で試験片に入射し、試料表面で反射あるいは伝搬した後、一部が再び音響レンズに戻る。これらの経路とその受信強度を考えると、音響レンズの中心部の入射波は垂直に入射し、#1 (EOE) のパスで鏡面反射して同じ経路で受信される。また、試料表面を伝搬するRayleigh波の臨界角での入射波は試料表面をRayleigh波となって伝搬し、接触媒質である純水中へのRayleigh波の漏洩成分が、入射波と軸対称の#2 (ABCD or DCBA) で伝搬した成分は、音響レンズを介して振動子に垂直に受信される。この2つ以外の経路の波は、振動子に戻らないかあるいは戻っても振動子に垂直には受信されないため、受信感度が低く強度的に無視できる。音響測定において、試料表面と焦点との距離を変えると、#1と#2の経路差は変化する。入射波の波幅を十分大きく取り、 z を変化させると、#1と#2の受信波は経路差により干渉を生じ、 $V(z)$ 曲線と呼ばれる干渉波形が得られる。 $V(z)$ 曲線の干渉周期 Δz は、(1)式により周波数 f と、音響


図3 $V(z)$ 曲線測定例と解析方法

レンズと試料の間に置かれた接触媒質の音速 V_w を参照値として、試料上を伝搬する弾性表面波の音速 V_R を与える²⁾。

$$V_R = V_w / (1 - (1 - V_w / 2f\Delta z))^{1/2} \dots\dots\dots (1)$$

従って、接触媒質の音速は、音速測定の精度に直接かわるため、物性値が安定しており、温度などの影響が既知の液体として、ほとんどの場合純水が利用される。

$V(z)$ 曲線から Δz を精密測定するためには、図3に示す様に、FFT (Fast Fourier Transform) 処理を用いて干渉成分だけを分離し、干渉周期 Δz を精密に求めることで、表面波の異なるモードの音響特性を同時に解析する事ができる。例えば図3上図では、干渉周期 $100\mu\text{m}$ 程のLSSCW (Leaky Surface Skimming Compressional Wave) と $30\mu\text{m}$ の周期のLSAW (Leaky Surface Accoustic Wave) の2つが、FFT処理で定量的に分離・計測できる。この解析の過程で、干渉成分の減衰特性から弾性表面波の減衰も音速と共に特定できる。特に $V(z)$ 曲線による音速の測定は、干渉を利用することで高い精度を持つが、測定方法や解析方法を工夫することで、0.1%程度の相対測定精度が比較的簡単に実現できる⁵⁾。

これらの測定結果は、各種材料の定量非破壊評価に広く利用されており、特に弾性定数や応力の精密解析が可能で、多くの報告例がある。超音波顕微鏡で測定した、音響画像と音速測定の一例として、アルミニウムの結晶粒観察例と

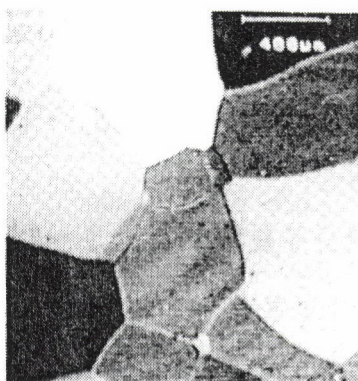


図4 超音波顕微鏡によるアルミニウムの結晶粒観察例

して、5 μm デフォーカスした条件で測定した音響像を図4に示す。音響画像の測定では、例えば400MHz程度の市販の超音波顕微鏡による測定は、光学顕微鏡等に比べ分解能は劣るが、表面をエッチング等の処理を行うことなく、また音響的特性を画像化できることに特徴がある。また表面だけでなく例えば、表面下100 μm 程度の、微視組織を反映した情報が得られるため、表面直下の組織評価にも利用できる。音速測定の一例として、ジルコニア／オーステナイト系ステンレス鋼の傾斜機能複合材料について、傾斜化に伴う弾性表面波の音速分布測定した結果を図5に示す。本材料は、耐熱性に優れたジルコニアから、靱性に優れたステンレス鋼へ、組成を徐々に変化させて一体化し、剥離のない新素材として注目されている。図5では、左端がステンレス、右端がジルコニアを示す。超音波顕微鏡は、局所的測定が可能ことから、組成の変化に伴う局所領域の弾性特性の分布が、表面波の音速を用いて高精度に行える。また、線集束レンズを利用すれば、異方性の評価⁵⁾も可能で、いろいろな分野での報告がある。

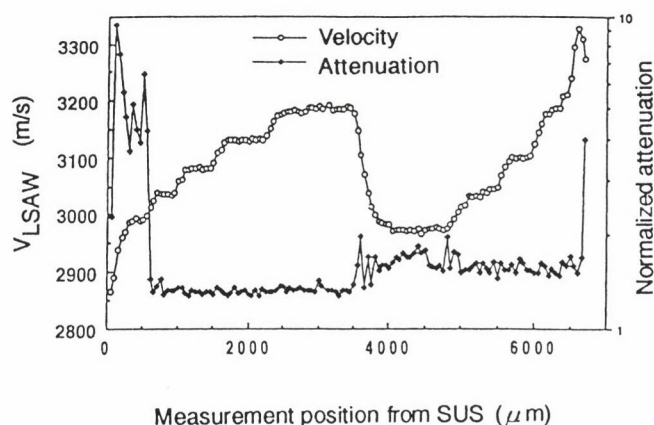


図5 傾斜機能複合材料の傾斜化に伴う音速分布測定例

2.2 表面波分離法の原理

V(z)曲線法を用いる超音波顕微鏡解析手法は、測定精度の高い優れた手法であるが、精度の高い測定のためには、z軸のサブ μm 単位の高精度な移動が必要であり、研究室的手法として用いられてきた。一方、z軸を移動することなく音響測定を行うための手法が、1983年、山中により提案された表面波分離法⁴⁾である。図2のV(z)曲線の原理で示すように、音響レンズをデフォーカスした場合、振動子には#1と#2の鏡面反射波と弾性表面波が選択的に受信される。図6に示すように、通常のパースト波の代わりに、波幅の狭いパルスを入射波に用いると、#1と#2の受信波を時間軸上で分離して受信できる。両受信波の時間差 Δt を測定すれば、(2)式を用いて試料の弾性表面波音速が測定できる。

$$V_R = (\Delta t / V_w z - \Delta t^2 / 4z^2)^{-1/2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

Δt : 鏡面反射波と弾性表面波の伝搬時間差(sec)

z: 焦点からのレンズの移動量(m)

V_w : 水の音速(m/s)

この方法は、干渉を利用しないため、zの位置が正しく評価できれば、原理的にはzを移動しないで音速の測定が可能のため、V(z)曲線法と比べより広い測定対象への応用が期待できる。

最近、当初提案された音響レンズの代わりに、大型の凹面トランスデューサーを用い、低周波超音波を利用した表面波分離法を、実用材料へ適用する研究が行われてきている^{14,15)}。

V(z)曲線法

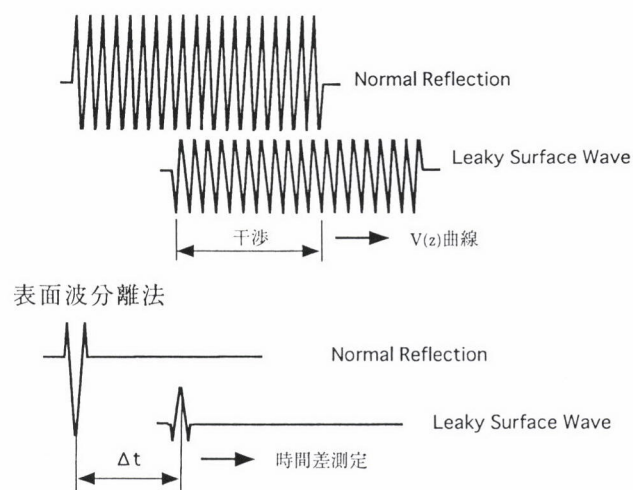


図6 V(z)曲線法と表面波分離法の比較

3

鋼構造物への超音波顕微鏡適用時に考慮すべき因子

超音波顕微鏡は、測定精度の高さを利用して、均一性の高い、鏡面、平面状態の試料の僅かな不均一を評価したり、あるいはそれらの高精度に測定した音速から弾性定数を求めるための研究、実用が主に行われてきた。これまで鉄鋼材料を測定対象とした報告例は少ないが、鉄鋼材料への適用は、次に示す問題があるためである。

3.1 表面粗さの影響

工業用に使われる鋼は、一般に表面粗さは、シェーパー仕上げ、あるいは平滑研磨を行う程度であり、場合によっては黒皮が付いたまま、あるいは錆びたままでの使用が求められており、従来の鉄鋼の超音波探傷も基本的には粗いままの表面が前提で行われている。一方超音波顕微鏡測定用の試料は、従来鏡面に研磨した状態で測定するのが一般的であり、大きなギャップがある。もちろん、100MHzを超える高周波数を用いて、表面の粗い試験体の測定は困難であるが、ある程度の表面状態が確保できれば、精度を犠牲にした測定は可能である。図7に耐水研磨紙でガラス表面に研き傷を付加し、音速測定への影響を調べた結果を示す⁶⁾。粗さは接触式の粗さ計でRMSで示し、研き傷に平行方向に音波を伝搬した場合をP方向、垂直方向をNで示した。粗さの増加に伴って音速は低下し、また測定音速のばらつきも大きくなる。特に1 μm を超す凹凸のある表面の測定では、V(z)曲線も乱れ超音波顕微鏡本来の、高い測定精度は期待できない。

3.2 試料表面の錆の影響と防錆方法

超音波顕微鏡測定では、超音波を試験体に入射するため

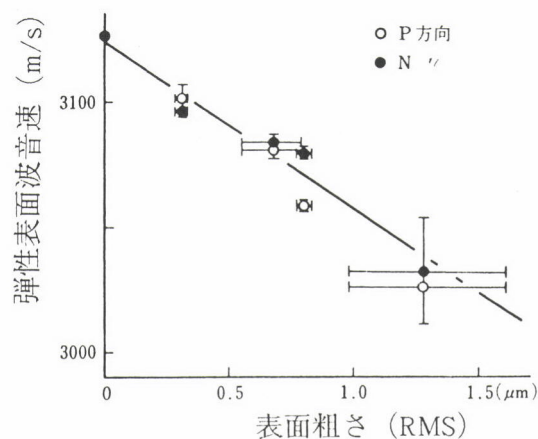


図7 試料表面仕上げの音速測定に及ぼす影響
(研き傷に平行:P方向、研き傷に垂直:N方向)

に、音響レンズと試料の間にカプラント(接触媒質)として液体が必要となる。音速測定において、カプラントの音速の安定が非常に重要であり、一般に純水が使われることは既に述べた。しかし普通の鋼は、水と反応して表面に錆を発生するため、そのまま超音波顕微鏡計測を行うと、錆の発生に伴って、音響画像や音速が変化し、材料固有の弾性特性や微視組織と異なる結果を得ることになる。従って、水以外の液体をカプラントに使用するか、試料表面に非常に薄い皮膜を付けて水との接触を遮断するか、水に防錆剤を加える等が対策として考えられる。水以外の液体の使用は、液体窒素や液体ヘリウム等を用いた例が報告されているものの、(1)、(2)式で示したように、カプラントの音速は測定音速に直接大きな影響を持つため、その選択には注意を要する。従来音響特性が安定しており、温度の影響などについて正確なデータが整備されている純水がカプラントとして用いられ、油など物性が不安定な他の液体が超音波顕微鏡のカプラントに使われることはほとんど無かった。

カプラントに水を用いる場合の防錆対策として、表面に被膜を付けた場合の音速の変化を、アクリル系、環化ゴム系、エノールノボラック系の3種の被膜を用いて調べた。防錆効果の高かったアクリル系以外のうち、塗膜作成の容易なエノールノボラック系について、皮膜の厚さと音速の関係を、低合金鋼で測定した結果を例に、図8に示す⁷⁾。0.01 μm 程度の皮膜の塗布で、錆は完全に押さえられる一方、1 μm の塗膜で音速は4 m/s程度低下する。

皮膜の塗布が困難な場合には、純水に切削時に用いられる防錆剤を添加する方法が考えられる。例えば、切削冷却添加剤を20倍に希釈して石英ガラス測定した場合、純水を用いた場合3425m/sだった音速が、カプラントの音速補正を行わないと3379m/sに見かけ上変化する。これは防錆剤を添加したことで、カプラントの音速が増加したためで、カプラントの音速を補正すれば正確な音速が測定できる。しかし、音速の絶対値や精度をそれほど問題にしない場合には、相対音速の変化のモニター値としては使用できる。ただ、液滴等少量のカプラントを用いて長時間測定を行う

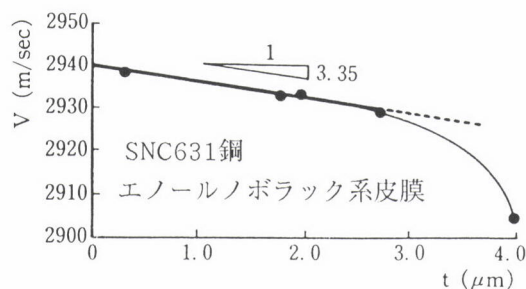


図8 防錆被覆付加の音速測定に及ぼす影響

場合には、水の蒸発によるカプラントの濃度変化が予測され、対策が必要になる。

3.3 結晶粒に依存したマイクロ音響異方性の影響

超音波顕微鏡は、音速測定の空間分解能が高く、市販の最も普通の線集束音響レンズを用いた場合、 $1\text{mm} \times 500\mu\text{m}$ 程度の領域の音響特性を反映した測定が期待できる。音響的に均一と考えられる、石英ガラスを用いて市販の超音波顕微鏡で測定すると、弾性表面波の平均音速は 3425m/s で、広い範囲で測定位置を変えても $\pm 1\text{m/s}$ 以内のばらつきしかない。このばらつきは、用いた測定・解析システムの精度を表すと考えられる。一方、同一のシステムで鏡面研磨した金属材料の測定を行うと、例えば参考文献9)で測定したSNC鋼の弾性表面波の平均音速は 2963m/s で、音速の測定場所によるばらつきは $\pm 12\text{m/s}$ 、2024アルミニウム合金の平均音速は 2948m/s で、音速の測定場所によるばらつきは $\pm 21\text{m/s}$ と、ガラス等の均質材に比べて、一般に音速のばらつきは大きくなる。この音速のばらつきは材料や鋼種により異なる。音速のばらつきの原因は、結晶粒等のマイクロ音響異方性を、空間分解能の高さ故に検出するためであると考えている。これらのばらつきは、測定点を増やして統計的に処理すれば、マクロ的な平均音響特性に一致する。

3.4 表面形状の影響

従来の超音波顕微鏡は、測定試料の表面状態を完全平面として設計されてきた。つまり、音響レンズを、 $1\mu\text{m}$ 以上の精度で高精度に平面上にスキャンすることで、音響画像や音響測定の測定精度を確保できた。しかし、一般に工業用に使われる鋼が、 μm のレンジで見て完全な平面であることはほとんど無く、曲面形状の試料の測定が求められる。曲面形状試料の測定には、表面形状に沿った音響レンズの走査が不可欠で、しかも $1\mu\text{m}$ 以上の走査精度が必要とな

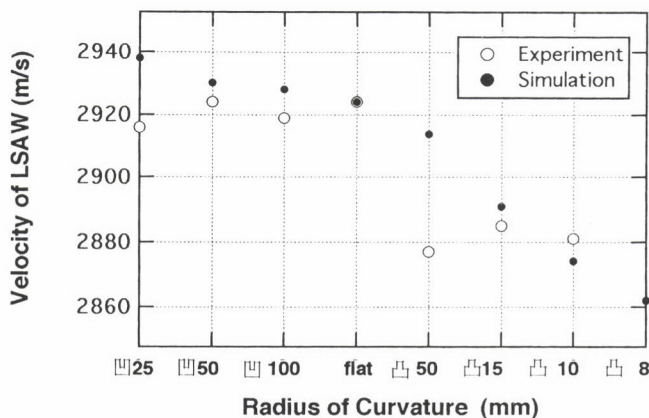


図9 試料表面曲率と測定音速の関係

るため、難易度は非常に高くなる。また、試料形状による超音波伝搬経路の差異により測定音速への影響も考慮する必要がある。形状が音速に与える影響を、平面試料の場合との伝搬経路差を考慮して、幾何理論から検討した結果を示す。想定した形状は、単純な2次元円筒上の音速測定であり、凹面と凸面のモデルについて、#1と#2の経路を平面試料と比較して幾何的に検討した。実験的に低合金鋼の試料曲率を変えて測定した音速を、シミュレーションと比較し、図9に示す¹⁶⁾。解析結果は、平面試料の音速の実験値を基準に、単純な2次元形状を想定した。試験片の表面状態が異なった凸50の試料以外は、シミュレーションは実験値と良く一致しており、平面形状が大きく変わっても音速の変化は、比較的小さい。従って、音速の絶対値を必要としない場合、あるいは相対音速の変化を評価する場合には、同一曲面形状を持つ試料での適用は可能であると考えられる。

4 低合金鋼丸棒疲労試験片の観察事例

以上検討してきた因子について把握した上で、超音波顕微鏡を、著者らが鋼の評価に適用した事例を示す。ここでは低合金鋼の丸棒疲労試験片を用いて、疲労試験中に表面に発生する微小き裂の検出を、超音波顕微鏡を用いてモニタリングした事例¹⁷⁾を以下に示す。

4.1 測定システム

先に述べたように、市販の超音波顕微鏡システムは、平面試料測定用に作られているため、丸棒疲労試験片のような曲面試料については、専用のスキャナが必要となる。スキャナは、 $1\mu\text{m}$ 以上の高い精度で走査する必要があり、このために試作した丸棒疲労試験片用の専用スキャナ装置を、図10に示す。スキャナは、X、Y、Zの3軸の電動ステー

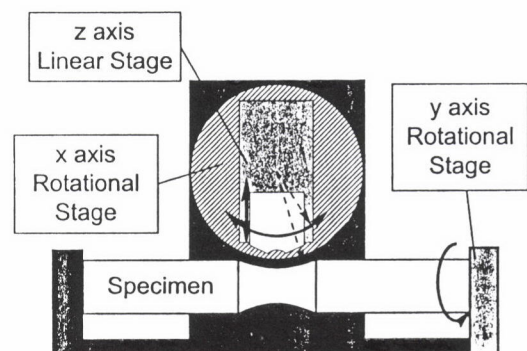


図10 丸棒疲労試験片用超音波顕微鏡の走査部

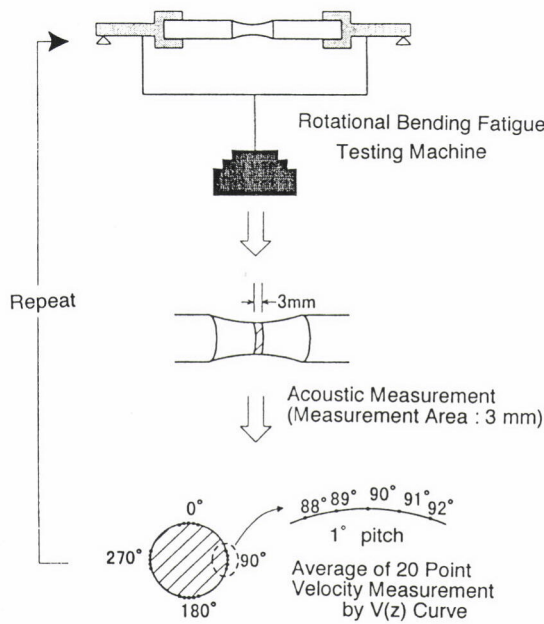


図11 超音波顕微鏡による疲労損傷モニターの手順

ジと、音響レンズと試料のアライメントを微調するための、3軸の手動ステージから成る。曲面試料の計測には、線状に音波を集束する線集束レンズは使えないため、点集束レンズを用いた。測定は図11に示すように、疲労試験を途中で止めては、試料を超音波顕微鏡にセットし、音響画像測定を行うと共に、 $V(z)$ 曲線測定を行い試料表面上の4つの位置各5点で音速を測定し平均値を比較した。音響画像の計測においては、従来の市販装置の視野は、 2×2 mm程度が最大である。丸棒疲労試験片では、試験片中央の円周部の応力分布が平板試料に比べ素直で、疲労の研究に適している。しかし、初期疲労き裂は中心部の幅3 mmの観察を想定すると、全周3 mm $\times$ 31.4 mm程度の広い観察を行う必要がある。加えて、音響画像の分解能を微小欠陥の検出に合わせた場合、最低2 μ mピッチ程度以上のデータ取得が必要なため、膨大な画像データの測定とその画像を使った欠陥解析への対応が必要となる。ここでは、広範囲、高解像度に対応した音響画像測定・解析コードの開発を行い、測定的高速化と共に丸棒疲労試験片中心部全周の音響画像をモニターできる表示方法を工夫した。

このシステムは、用いた試験片と相似の試験片には適用できる。この測定は、超音波顕微鏡を特定の曲面試料に適用した一例であり、試料表面に沿った高精度の音響レンズの走査が可能であれば、各種形状の試料にも同様の測定が期待できる。

4.2 音響画像測定例

丸棒疲労試験片中央部の、疲労の進行に伴う表面疲労き

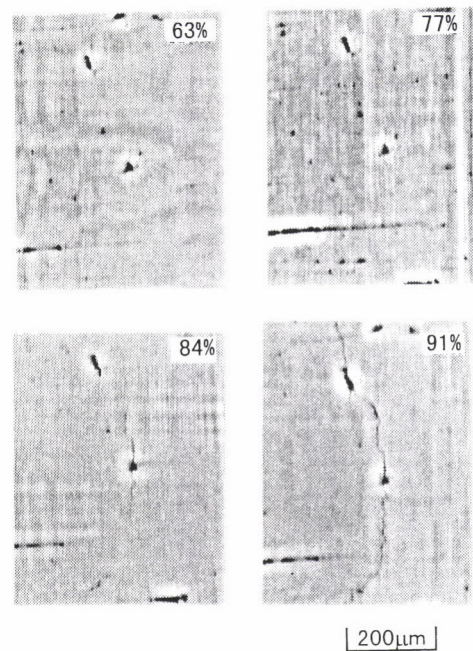


図12 疲労試験に伴うき裂の発生と伝搬のモニター例

裂の進展の様子をモニタリングした例を、図12に示す。試料表面の金属間介在物を起点として、試験片の破断に対し、63%でき裂が発生し、進展しながら連結して大きなき裂になっていく様子がモニターできた。初期のき裂長さは最小約20 μ m程で、測定時の全周画像だけでき裂と判断するのは困難だが、同一の位置での前後の音響画像と動的に比較することで、容易にき裂と判別できた。

4.3 音速のモニタリング例

図12に示したき裂発生以前の、初期損傷評価の可能性を検討するため、疲労試験時に音速測定を行った例を、図13に示す。横軸は、破断時の疲労繰返し数 N_f で疲労繰返し数 N を規格化した疲労試験の開始と共に、音速はいったん増加した後、き裂の発生と共に低下する傾向を示した。

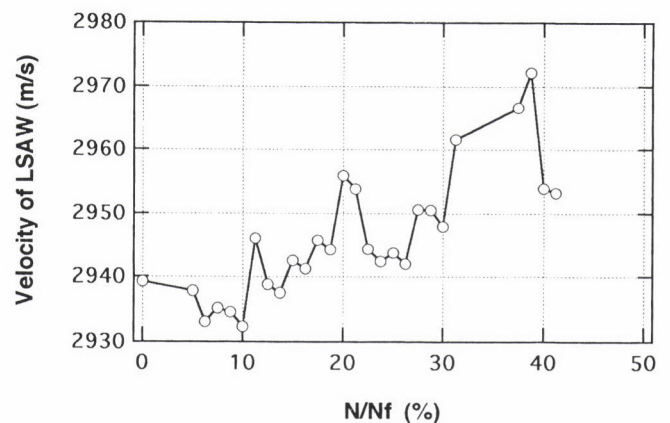


図13 疲労試験に伴うき裂発生前の音速変化例

しかし、この傾向は、疲労条件や鋼種などにより異なる傾向があり、今後さらなる検討が必要である。

5 今後の課題

研究室用に開発されてきたシステムを、フィールドに持ち出すには、従来用いられてきた測定条件をそのまま適用できる分野がまず考えられる。従って現在、半導体素材の不均一の評価等が、超音波顕微鏡の代表的な適用分野として実用されつつある。鉄鋼材料への適用についても、まずフィールドの材料のサンプリング測定として、研究室的な測定を行うことが、最もハードルの低い適用となる。これらの基礎データを蓄積し、実績を積むことで、適用分野はフィールドへも拡大するものと考えられる。この過程で、先に述べたように、防錆対策、表面粗さを含む表面状態、組織に依存する空間的な音速のばらつきを十分考慮する事と、測定対象に適した音響レンズの選択、周波数の選択、解析方法の選択等を行う必要がある。

超音波顕微鏡の持つ高い空間分解能と検出感度は、従来の超音波計測手法で検出不能な、組織の評価の有力な手段となる可能性を持ち、有効な適用分野の開拓は、鉄鋼材料に限らず今後の重要なテーマであると考えられる。

参考文献

- 1) Lemons R. A. and Quate C. F.: Advances in Mechanically Scanned Acoustic Microscopy, IEEE Ultrason. Symp. Proc., (1974), 41.
- 2) Weglein R.D.: A Model for Predicting Acoustic Material Signatures, Appl. Phys. Lett., 34, (1979), 179.
- 3) Atalar A.: A Physical Model for Acoustic Signature, J. Appl. Phys., 50, (1979), 8237.
- 4) K. Yanamaka: Surface Acoustic Wave Measurement using an Impulsive Converging Beam, J. Appl. Phys. 54, (8), (1983), 4323.
- 5) Kushibiki, J. and Chubachi, N.: Material Characterization by Line-Focus-Beam Acoustic Microscope, IEEE Trans. Sonics. Ultrason., SU-32, (1985), 189.
- 6) 小幡充男, 三原 毅, 島田平八: 超音波顕微鏡による定量測定への表面粗さの影響, 非破壊検査, 36, (1987), 888.
- 7) 小幡充男, 三原 毅, 島田平八: 超音波顕微鏡用試料の表面保護膜の研究, 非破壊検査, 37, (1987), 59.
- 8) M. Obata, H. Shimada and T. Mihara: Stress Dependence of Leaky Surface Wave on PMMA by Line-focus-beam Acoustic Microscope, Experimental Mechanics, 30, (1990), 34.
- 9) Mihara T. and Obata M.: Elastic Constant Measurement by Using Line-focus-beam Acoustic Microscope, Experimental Mechanics, 34, (1992), 30.
- 10) 三原 毅, 中鉢憲賢, 佐藤豊彦: LFB超音波顕微鏡における音速測定範囲の狭域化と不均質材料への適用, 非破壊検査, 41-10, (1992), 607.
- 11) 三原 毅, 浅野晋司, 小幡充男, 渡辺龍三, 川崎 亮: 線集束型超音波顕微鏡によるジルコニア/ステンレス銅焼結複合材料の弾性定数の評価, 日本金属学会誌, 56-3, (1992), 321.
- 12) T. Mihara, T. Sato, Y. Kitamura and K. Date: Local Elastic Constant Measurement of Functionally Gradient Materials by Line-Focus-Beam Acoustic Microscope, IEEE Ultrasonic Symposium, (1993), 617.
- 13) Chou C. H., Hsieh C. P. and Khuri-Yakub B. T.: Amplitude and Phase Acoustic Microscopy for Ceramic Bearing Ball Inspections, Proceeding of IEEE Ultrasonics Symposium, (1990), 887.
- 14) 川嶋紘一郎, 藤井郁也: 固体の超音波パルス伝播時間を求める各種デジタル測定法の比較, 日本機械学会論文集A, 59-567, (1993), 2758.
- 15) D. Xiang, N. N. Hsu and G. V. Blessing: The Construction and Application of a Large Aperture Lens-less Line-focus PVDF Transducer, Ultrasonics 34, (1996), 641.
- 16) T. Mihara, G. Suzuki, A. Harazono and T. Ikuno: Fatigue Damage monitoring of Round Shape Specimen by Acoustic Microscopy, NDT&E International 32, 3 (1999), 161.
- 17) G. Suzuki, T. Mihara, K. Date, A. Harazono, T. Ikuno and Y. Udagawa: Crack Detection and Velocity Measurement by Acoustic Microscope for Round Shape Specimen, The First US-Japan Symposium on Advances in NDE, (1996), 315.

(1999年10月28日受付)