非線形超音波法による金属中の微細介在物と微細欠陥の可視化

川嶋紘一郎

概要

音響インピーダンス差を利用する従来超音波法で可視化が困難な微細介在物や微細欠陥を検出・可視化できる，非線形超音波（高調波）法を用いて ODS フェライト鋼燃料被覆管中の微細 Cr 集合体，及び大強度陽子加速器施設（J-PARC）中性子発生源に用いられるステンレス水銀封入容器のピッティング損傷を可視化できることを示す.

1　緒言

従来超音波法は，金属素材，金属溶接部，航空機機体，火力・原子力発電プラントなどに含まれる内部欠陥の非破壊検査，人体の腎臓結石，胆石の検査，胎児の超音波診断などに広く利用されている．しかし，この方法は界面両側の物質の音響インピーダンス（密度×音速）差により発生する反射（散乱）波を利用するので，例えば音響インピーダンス差の小さい密着き裂の検出・画像化は困難である．また，異なる材料の接合面では，多くの場合，音響インピーダンス差による健全接合面からの強い反射波が接合面に発生した散乱断面積の小さい微細損傷からの散乱波を覆い隠すので，微細損傷の検出が不可能である．同様な理由により，粗大結晶粒金属では個々の結晶方位により超音波伝搬速度（音響インピーダンス）が異なるため粒界散乱波が発生する．この粒界散乱波振幅が散乱断面積の小さい微細欠陥，音響インピーダンス差の少ない微細介在物からの散乱波振幅を超える場合には，微細欠陥・介在物の検出・画像化ができない．このため，従来の超音波非破壊検査（探傷法）の適用は主に巨視き裂に限定され，それに先行する材料劣化，マイクロボイド，マイクロクラックなどの検出は極めて困難である.

音響インピーダンス差を利用しない非破壊超音波評価法として，大振幅正弦バースト波を材料に入射し数十 MPa の変動応力により内部微細構造を揺り動かし，そのとき励起される高調波を検出する非線形超音波（高調波）法が約半世紀前に超音波物性研究のために開発された［1］．当時は入射周波数と検出高調波周波数に対応する厚さの圧電素子を試験体に貼り付ける計測法であったため，内部欠陥の非破壊検査・評価には適用できなった．1990 年以降市販の超音波変換子（探触子）を用いた高調波計測が可能になり，2000 年以降水浸超音波法［2］あるいはレーザードップラー振動計［3］を用いた密着き裂型欠陥の高調波画像化が可能になってきた.

後述のように，密着き裂型欠陥における非線形応答は連続体中の微細欠陥あるいは微細介在物の非線形応答より強いので，その検出は比較的容易である．しかし，隙間を伴わない連続体内の算段断面積に小さい異質部の検出・画像化は容易でない.

本報告では，水浸非線形超音波法を用いて，高速増殖炉用 ODS フェライト鋼燃料被覆管中の未固溶 Cr あるいは炭化クロム集合体，及び J-PARC(大強度陽子加速器施設)中性子源水銀ターゲット容器模擬ステンレス鋼板のピッティング損傷を可視化した結果について述べる.

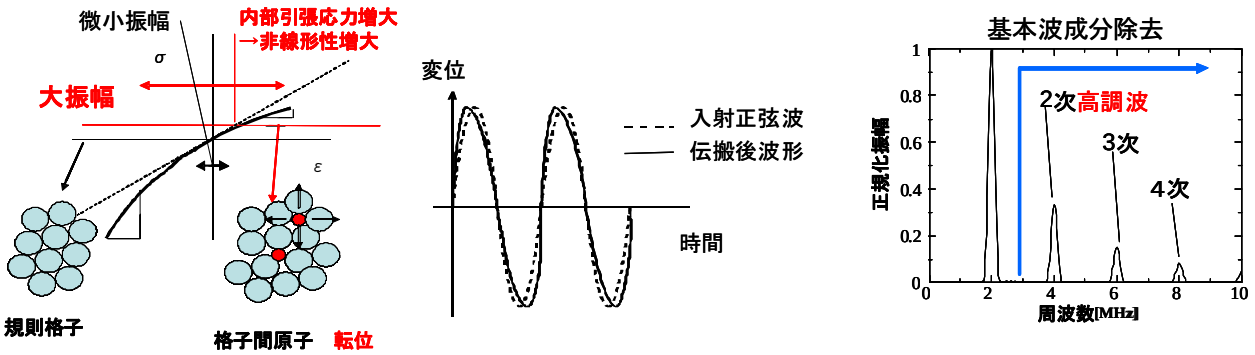
2　非線形超音波法概要

連続体における非線形超音波（高調波）測定の概要を最初に説明する.

理想結晶でも原子間引力と斥力の非線形性のため，結晶性金属の応力ひずみ応答は，誇張すると，図 1(a)に示すように上に凸の曲線で表される．引張側より圧縮側の局部ヤング率 E が大きいため，$(E/\rho)^{1/2}$ に比例する音速は引張応力下より圧縮応力下で極くわずか大きい．この事実は音弾性応力測定により確認されている．さらに，格子間原子，転位などにより内部引張応力場が発生すると，非線形性が増大する．上記の引張側と圧縮側の音速差により，純粋正弦波を材料に入射しても伝搬

後の波形は図 1(b)に示すようにひずむ．このひずみは周波数域では高調波として現われる．微小振幅超音波入射ではこの非線形性は微弱なため検知できないが，大振幅正弦バースト波を入射すると非線形性が顕在化するので，適当な遮断周波数を持つハイパスフィルタを用いることにより高調波の抽出が可能となる．

一方，密着界面の隙間間隔 δ より大きな振幅 A を持つ縦波正弦バースト波を垂直入射したときの界面の応力ひずみ応答は大まかには図 2 のようにモデル化される．δ＜A では，圧縮応力波により界面が接触後圧縮応力は部分的に透過するが引張応力は反射されるため，下段赤線で示すように極めて強い非線形応答が現われる．現実の非線形超音波計測における入射波振幅の値は 10nm 台であり，この程度の間隔を持つ密着界面あるいはき裂の面積は極めて小さい．しかし，散乱断面積が小さくても非線形性が著しいので，高調波は連続体に比べて容易に励起される．



(a)非線形応力ひずみ応答，　(b) 波形ひずみ，　(c) 高調波

図 1　結晶性連続体における高調波発生の概念図．

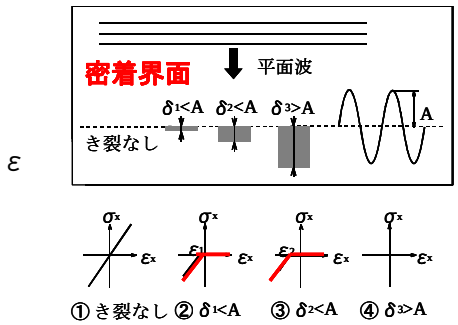


図 2　密着界面における高調波発生モデル

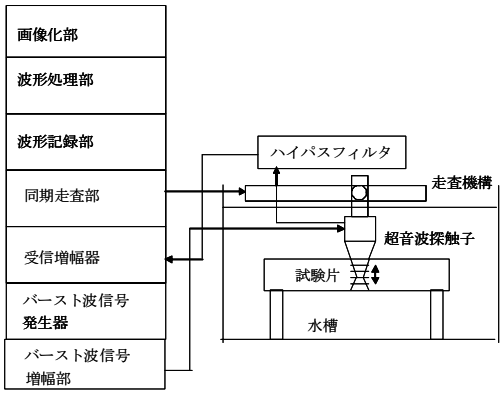


図 3　水浸非線形超音波計測・画像化装置の構成

3　非線形超音波(高調波)計測・画像化法

材料中の微細介在物，微細欠陥などを検出・画像化するために，図 3 に示す構成の水浸非線形超音波計測・画像化装置を用いた．水浸法では，水中伝搬経路により発生する高調波の影響を少なくする必要がある．このため図 3 に示すように，水槽中に測定物を水平に置き，水平面内走査における超音波の水中伝搬距離を一定とする．これにより水中伝搬により発生する高調波振幅は走査位置に依存しない一定値となるので,検出された高調波振幅の変化は測定物の内部構造だけに起因する．

通常の超音波画像化装置と違いは，周波数可変の大振幅正弦バースト波を送信できる RITEC 社製の RPR-4000 を使用し，受信波形を AD 変換する前に遮断周波数可変のアナログハイパスを用いることである．また，走査画像化制御用 PC と RPR-4000 のクロックを同期させるためのマッチングユニットを用いる[4].

背面散乱波高調波法では数サイクル，局部共振高調波法では数十～数百サイクルのバースト波を送信する[5]．また図 3 に示す垂直縦波送受信に加えて，モード変換横波を用いることにより空間分解能を高めることができる．

4　ODS フェライト鋼燃料被覆管内の異常部の画像化

次世代高速増殖炉においては，燃料の高燃焼度化が要求されるため耐スエリング性に優れた酸化物分散強化型(ODS)フェライト鋼被覆管の研究開発が進められている．

ODS 鋼被覆管の製造方法として，Y_2O_3 酸化物粒子とフェライト鋼原料粉末をメカニカルアロイイング（MA）後真空容器に封入し脱気後熱間押出しする方法が用いられる(図 4)．使用する原料粉末種類には，予め Y_2O_3 以外の成分を含む合金粉末を真空溶解炉・ガスアトマイザーで製造し,それに Y_2O_3 粉末を加えて MA を行う完全プレアロイ法，成分調整用の C, Cr, W, Ti 等元素粉末を添加する部分プレアロイ法,及び合金成分の各元素粉末と Y_2O_3 粉末を MA するプレミックス法がある．被覆管内部には，未固溶の Cr 等の介在物が欠陥として含まれている可能性がある．現状の許容欠陥寸法は被覆管肉厚の 7%以下であるので，肉厚 500μm の被覆管では 35μm 以上の欠陥を検出する必要がある．通常超音波法を用いると結晶粒径が大きいフェライト鋼では粒界散乱ノイズにより微細欠陥の検出が困難となるので，非線形超音波法による欠陥画像化を試みた．

測定対象は外径 8.5mm 内径 7.5mm の部分プレアロイフェライト鋼及び鋳造フェライト鋼被覆

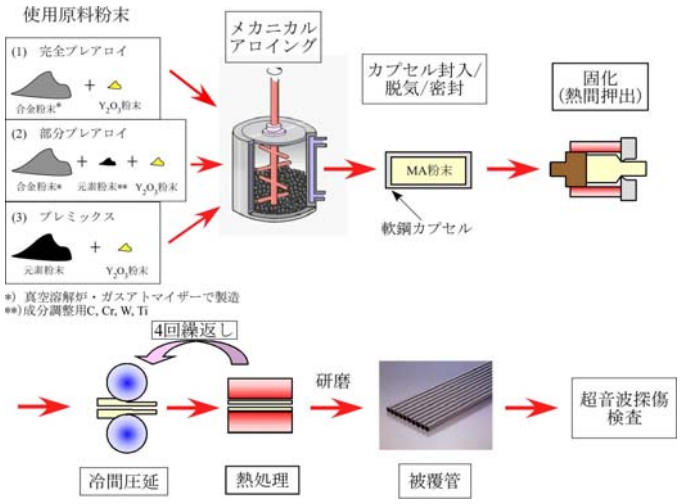


図 4　ODS フェライト鋼被覆管の製造方法

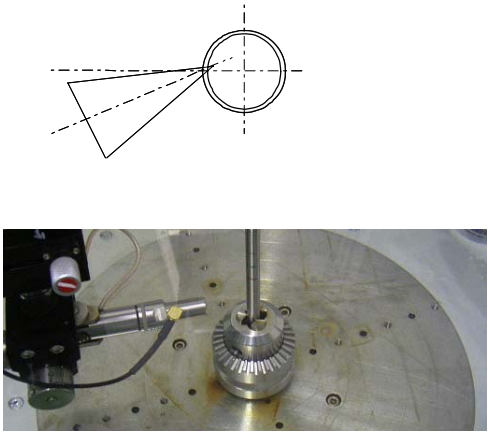
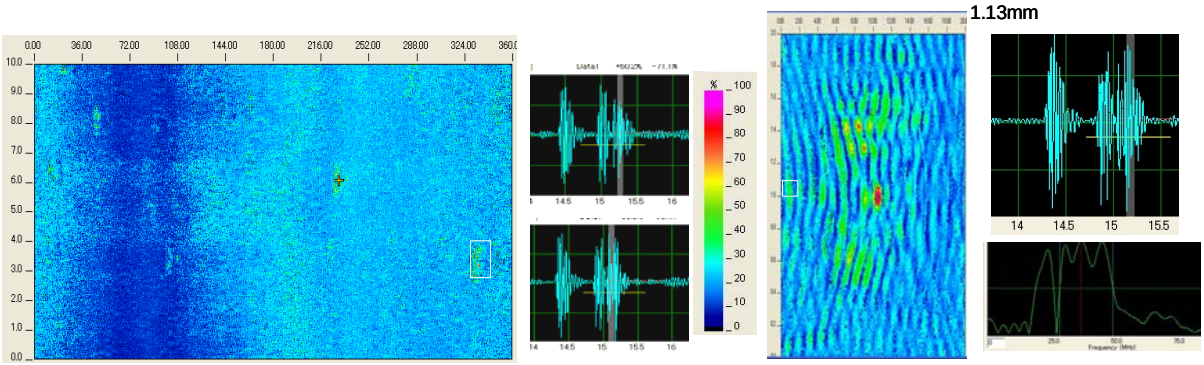


図 5　被覆管の超音波測定形態



(a) 円周 360 度展開図　　(b)　左図四角領域拡大図

図 6　部分プレアロイ 9Cr ODS 鋼管中異常部の高調波画像と波形

管被覆管である．図 5 に示すように被覆管を回転台に垂直に取り付け，水平面内斜角入射により管壁内に屈折角約 45 度の横波を励起した．中心周波数 50MHz，焦点距離 12.7mm の点集束探触子を用い，周波数 20MHz，2 サイクルの正弦波を入射し，30MHz アナログハイパスフィルタを介して 40MHz あるいは 60MHz の高調波成分を抽出し，その振幅を図 6 中のカラースケールに基づき色調に変換し 2 次元表示した．

各画像は円管周方向の展開図であり，横軸は円周方向角度(°)を，縦軸が軸方向位置(mm)を表す．波形図の横軸は時間(μs)，縦軸は受信電圧(任意尺度)であり，振幅スペクトル図の横軸は周波数(MHz)を，縦軸は正規化振幅を表す．

図 6(a)画像の左側に軸方向長さ 1mm 程度のやや輝度の高い部分が見られる．右側四角内に高輝度の点が見られる．この部分の拡大図を図 6 (b)に示す．白線□の一辺は 100μm であるので，中央赤の欠陥は幅 30，長さ 120μm，その上側の欠陥は幅 20，長さ 50μm 程度の大きさである．この図から 35μm 以上の大きさの欠陥を非線形超音波法を用いて画像化できることが確認できた．

粒界散乱ノイズが大きい鋳造 ODS フェライト鋼被覆管中欠陥の高調波画像を図 7 に，従来超音波画像を図 9 に示す．高調波法では角度 250 度近辺の欠陥が高輝度で表示されるが，従来超音波法では粒界散乱ノイズが強いため SN 比が 2 程度と低い．この結果から高調波法が粒界散乱波の影響を受けにくいことが実証された[6]．

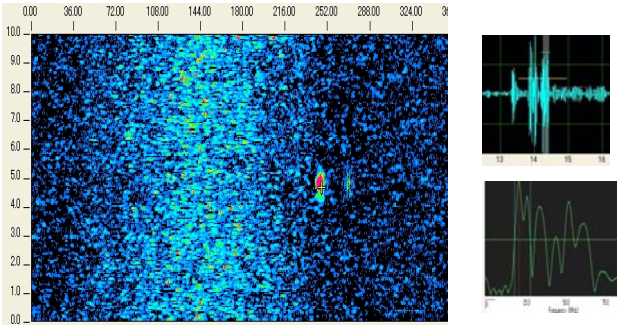


図 7　鋳造 ODS フェライト鋼被覆管の高調波像

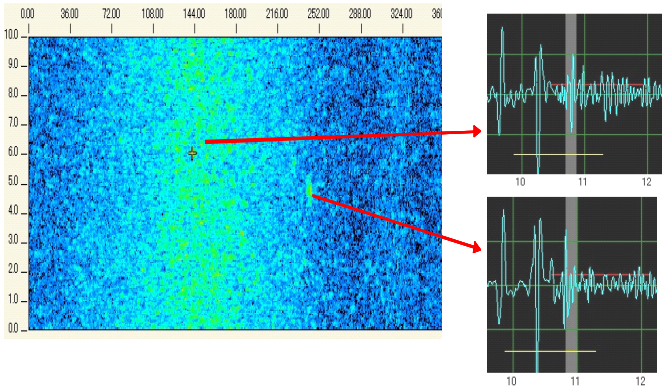


図 8　鋳造 ODS フェライト鋼被覆管のパルス波像

5　J-PARC 中性子源水銀容器を模擬したステンレス鋼板のピッティング損傷画像化

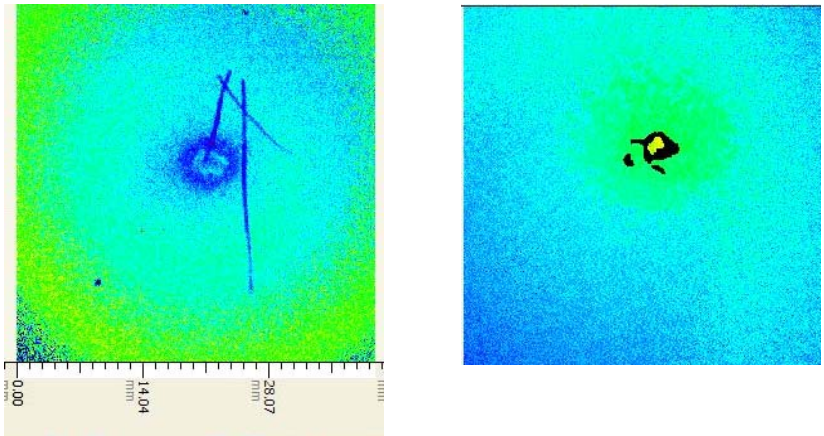
高エネルギー加速器研究機構と日本原子力研究開発機構（JAEA）が共同で運用している大強度陽子加速器施設(通称 J-PARC)では，加速器からのパルス陽子ビームをステンレス容器中の水銀に照射し大強度中性子ビームを発生させる．陽子照射を受けた水銀から発生する衝撃圧力波がステンレス容器内面にピッティング損傷を発生させ，陽子照射時間の増大に伴い，マイクロクラックの発生，巨視き裂の成長に至る．初期の損傷過程をモニタリングする目的で，人工的にピッティング損傷を与えたステンレス鋼板に局部共振高調波法を適用し，損傷検出の可能性を検討した．

水銀容器内で 60×60×2.5mm の SUS316 平板に電磁衝撃試験装置により約 100 万回の衝撃を与えピッティング損傷を与えた（JAEA で実施）．これにより損傷面中央に直径約 1.5mm，深さ 0.8mm のクレータが発生し，その外側の直径 30mm まで粗さ 30μm 程度の肌荒れが，さらにその外側の直径 40mm 程度まで表面が曇った状態となった．

この板を図 3 に示すように水槽中に水平に置き，中心周波数 30MHz，焦点距離 25mm の点集束探触子を用い，周波数 18.77MHz，60 サイクルの縦波バースト波を入射し板厚方向に共振状態を励起し，40MHz ハイパスフィルタを用いて 3 次以上の高調波を抽出した．なお周波数 18.77MHz は 16 次の自由共振周波数に近い．

局部共振高調波像を図 9(a)に，損傷面に焦点を合わせた従来（スパイク波励起）超音波像を同(b)

に示す．画像化域は 40mm×40mm である．従来超音波法（図(b)）ではクレータ近傍の損傷は高分解能で表示されるがその外側の損傷部は不明瞭である．これに対し局部共振高調波法（図(a)）ではクレータ周辺の濃紺色円環領域，その外側の離散的濃紺色域，空色域，黄緑域が見られる．なおクレータ近傍の 3 本の線は表面の極めて浅い引っかき傷である．離散的濃紺色域はピッティング損傷によるマイクロクラック発生域に，空色域は肌荒れ部にほぼ対応する[7]．このように局部共振高調波を用いれば，従来超音波法で検出・画像化が困難な初期のピッティング損傷を画像化できる．



(a) 局部共振高調波法　　(b)　線形超音波法

図 9　ピッティング損傷を付与したステンレス鋼の高調波及び線形超音波画像

6　結言

非線形超音波(高調波)画像化法を用いて，従来超音波法で検出困難であった，ODS フェライト鋼燃料被覆管中の微細 Cr 集合体，及び大強度陽子加速器施設（J-PARC）中性子発生源に用いられる水銀封入ステンレス容器の初期のピッティング損傷を可視化できることが明らかとなった．

工業材料の非破壊検査分野において従来超音波法はmm以上の大きさのき裂あるいは介在物などの検出を対象としてきたが，非線形超音波法を用いることにより，数十ミクロンの介在物，10 ミクロン程度の凹凸を伴うピッティング損傷を画像化できる．今回の測定・画像化は実験室におけるフィージビリティスタディ段階であり，産業界の製造現場・健全性評価に適用するためには測定信頼性の向上，測定・画像化法の標準化などが必要である．そうであっても，従来超音波法で検出・画像化が極めて困難である，微小介在物，初期の微細損傷検出などが非線形超音波法により可能となってきたことは確実である．特に材料開発段階において，内部に存在する数十ミクロン台の介在物あるいは微細損傷を顕微鏡により検出しようとすると，多くの断面について切断・研磨・顕微鏡観察が必要である．非線形超音波画像化法を用いることで，この退屈な評価工程を大幅に削減できよう．また，図 10 に示すように，損傷発生に先行する塑性変形も可視化できる [8].

本報告の ODS フェライト鋼被覆管の異常部検出は（独）原子力研究開発機構と(財)名古屋産業科学研究所との平成 23 年度共同研究結果の一部として，またステンレス鋼のピッティング損傷評価は科学研究費補助金による研究（代表者涌井隆（基盤 C）23561021）の一部として実施した．

参考文献

[1]　A. Hikata, B. Chick and C. Elbaum, Effect of dislocations on the finite amplitude ultrasonic waves in aluminum, Appl. Phys. Lett. 3, 195, 1963.

[2]　K. Kawashima, M. Murase, R. Yamada, M. Matsushima, M. Uematsu and F. Fujita, Nonlinear

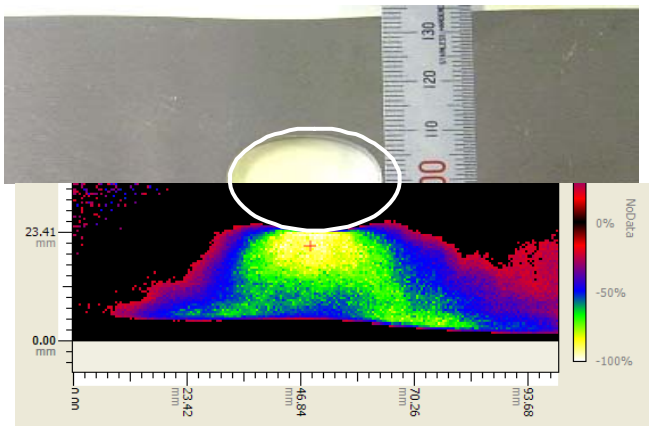


図 10　最大塑性ひずみ 30%を与えた SUS304 薄板の局部共振高調波像

ultrasonic imaging of imperfectly bonded interfaces, Ultrasonics 44 Suppl . 1 e1329, 2006.

[3]　E. M. Ballad, S. Yu. Vezirov, K. Pfleiderer, I Yu. Solodov, G. Busse, Nonlinear modulation technique for NDE with air-coupled ultrasound, Ultrasonics 42, 103, 2004.

[4]　川嶋紘一郎，ものづくりのための超音波非破壊材料評価・検査，養賢堂，2009.

[5]　川嶋紘一郎，非線形非破壊検査・評価―密着き裂・微細損傷の非線形超音波画像化 J. Vacuum Soc. Japan, 54，4, 2011.

[6]　川嶋紘一郎，矢野康英，皆藤威二，非線形超音波法による ODS フェライト鋼被覆管の非破壊検査，第 19 回超音波による非破壊評価シンポジウム，165，2012.

[7]　T. Wan, K. Maekawa, T. Wakui, T. Naoe, M. Futakawa, K. Kawashima, Cavitation damage evaluation by nonlinear ultrasonic technique，第 19 回超音波による非破壊評価シンポジウム，159，2012.

[8]　K. Kawashima, Harmonic imaging of plastic deformation in thin metal plate using nonlinear ultrasonic method, Jpn. J. Appl. Phys, 50, 07HC14, 2011.