

氏 名	やま なか かず し 山 中 一 司
授 与 学 位	工 学 博 士
学位授与年月日	昭和 62 年 7 月 8 日
学位授与の根拠法規	学位規則第 5 条第 2 項
最 終 学 歴	昭和 52 年 3 月 東京大学大学院工学研究科物理工学専攻 修士課程修了
学位論文題目	超音波顕微鏡による材料の機械的性質の研究
論文審査委員	東北大学教授 中鉢 憲賢 東北大学教授 清水 洋 東北大学教授 山之内和彦 東北大学教授 島田 平八 東北大学教授 高橋 秀明

論 文 内 容 要 旨

材料表層の破壊、剥離、摩耗などの損傷は、使用環境の温度や雰囲気と機械的応力とが作用する複雑な過程で、系統的な理解が極めて困難な現象である。そこで、この現象の解明と対策技術の確立には、その前段階としての、材料表面下のき裂や気孔などの欠陥の性状とその挙動の観察や、さらに遡って、それら欠陥の発生以前に生じている局所的な物性変化を検出する必要がある。

Quate らによって開発された超音波顕微鏡は、10 μm 以下の高分解能で表面下の観察を可能にするため、この分野の研究に進展をもたらさう新しい観察方法として、注目されるようになった。超音波顕微鏡は、物質の微細構造を弾性率や密度の差によって画像化するもので、光や電子線が透過しない材料内部が見え、また、たとえ表面であっても光や電子線では見分けられない違いが見える特徴がある。

しかし、高周波の超音波を開口角の大きいレンズで回折限界まで集束したビームが、物質中及びカプラーとの界面で示す挙動に関する理解が不十分だったため、これまでの研究では、超音波顕微鏡像の持つ情報を読み取る方法は確立していない。

特に、セラミックスや鋼など機械材料として重要な物質では、音速と音響インピーダンスがカプラーとして用いる液体より著しく大きく、超音波のモード変換現象も顕著でかつ多彩である。その結果、これらの材料の機械的物性や表面および表面下の欠陥については、超音波顕微鏡の定量的な適用は困難である。

このような背景のもとで、著者らは、工学上緊急の課題である機械材料表層の物性評価と欠陥検出に超音波顕微鏡を適用することを初めて提案し、超音波顕微鏡の原理と応用両面にわたる研究を行なった。本論文はその成果をまとめたもので、全7章よりなる。

第1章 緒 論

第2章 超音波顕微鏡の概要

超音波顕微鏡の概要について、これまでの研究成果を要約して、次章以下の準備を行う。特に、反射型超音波顕微鏡の基礎である反射における位相差の効果について、現在知られている事柄を幾何光学の立場から要約した。

第3章 弾性表面波による材料表層の機械的性質の測定

第3章では、弾性表面波による物性測定法に関する研究成果をまとめた。まず、弾性表面波の測定に関する基礎的問題として、 $V(z)$ 曲線の周期的変動を説明するため提案されている Parmon 等の幾何光学的モデルに着目し、その妥当性をインパルス超音波を用いた弾性表面波の時間領域観察によって直接的に検証した。また、反射率に虚数部を導入することによって、固体内の弾性表面波の減衰が $V(z)$ 曲線に及ぼす影響を放射損失の影響と分離して評価して、 $V(z)$ 曲線による弾性表面波伝播特性測定法に関する理論的背景を整備した。

応用面としては、鋼の硬さと弾性表面波減衰の関係、窒化チタン蒸着膜の硬さと単位膜厚当りの弾性表面波音速増加の関係及び、ホットプレス窒化ケイ素の靱性と弾性表面波の音速異方性の関係などを実験的に証明し、電子顕微鏡やX線回折の結果を用いて、その関連性の原因を考察した。

以上により、弾性表面波による材料表層の機械的性質の評価の新しい方法論を開発し、その有用性を立証した。

第4章 き裂像の解析

第4章は、弾性波の波長程度以上の大きさを持つき裂像の解釈法と、き裂形態の読みとり方に関するもので、表面開口き裂と表面下のき裂にわけて取りあつかった。

まず、表面に開口するき裂を観察して、超音波顕微鏡像に特徴的な縞を見だし、その間隔が弾性表面波の半波長に等しいという知見から、弾性表面波がき裂開口部で反射してもどることにより発生する干渉縞であるというモ

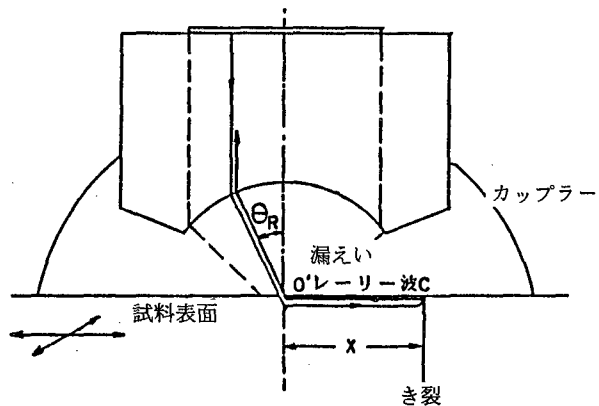


図1 き裂で反射した弾性表面波による干渉縞の形成機構

デル（図1）を提案して、実験的に検証した。

また、表面下のき裂のコントラストをラム波分散曲線により解析した。そこにおいて、き裂の深さと超音波周波数の積に着目し、このパラメータの大きさによって2つの領域を定義し、それぞれについて観測結果からき裂の深さを定量する有効な方法論を確立した。

すなわち、規格化深さ FD が $b/2$ より小さい場合は、ラム波のゼロ次非対称モードの音速を $V(z)$ 曲線から求めることができる。ここで、 F は超音波の周波数、 b は横波音速である。また、板からの斜め入射超音波の反射を考慮した理論解析によって、 FD の値が $c/2$ 、 $3b/2$ 等に等しい場合、図2に示すように集束超音波ビームの反射強度 V が、レンズと試料表面の規格化された距離 Fz によらずに極小になる現象を見いだした。

ここで、 c は縦波音速である。

この反射強度の極小は、図3の窒化ケイ素のラテラルき裂の超音波顕微鏡像をはじめソーダガラスや鋼で実験的に検証された。これらの知見をふまえて、図4に示す手順による、表面下のき裂の識別と深さの測定法を提案した。

以上の研究により、材料表面に垂直なき裂と表面に平行なき裂については、超音波顕微鏡像の解釈の体系化は基本的には完了した。これからわずかに傾斜した場合も、近似的にはどちらかの場合の延長として取り扱える。

第5章 セラミックス押し込み破壊

第5章では、最近開発が盛んな機械材料としてのセラミックス表層の破壊特性の研究への応用を論じた。

ビッカース硬度計などを用いた押し込み破壊は、通常の光学顕微鏡で観察できるラジアルき裂を対象に、セラミックスの簡便な靱性評価法として最近良く利用されている。しかし材料開発や品質管理及び物性研究の手段として、さらに威力を発揮するために、超音波顕微鏡を利用した表面下のラテラルき

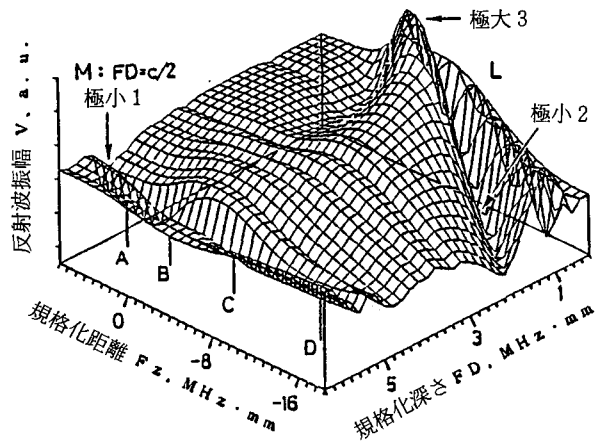


図2 表面下にあるき裂による反射強度の変化

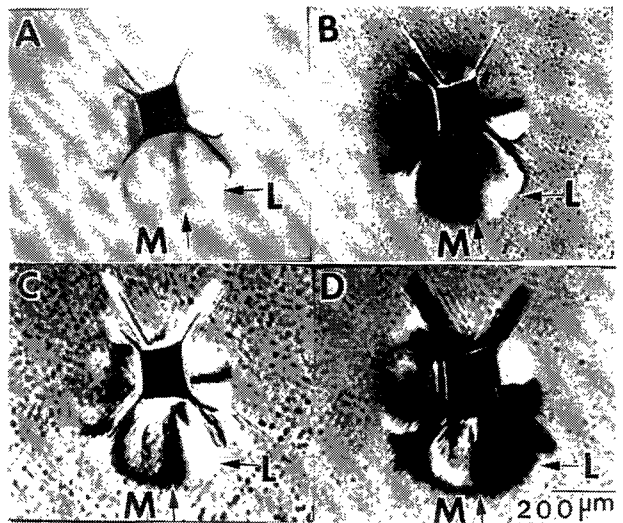


図3 窒化ケイ素表面下のき裂の200MHz超音波顕微鏡像
A: $z=0\mu\text{m}$ B: $z=-20\mu\text{m}$ C: $z=-51\mu\text{m}$ D: $z=-96\mu\text{m}$

裂の観察を併用することを提案した。

本研究では、アルミナ、炭化ケイ素、窒化ケイ素及びジルコニアのピッカーズ圧痕近傍のラテラルき裂を測定した。その結果、表1に示すように、ラテラルき裂に対する破壊靱性値は、純粋に引っぱりの応力に関するモードIの破壊靱性値 K_{IC} より著しく材質依存性が高いことを見いだした。この原因は、せん断応力によるき裂伝播に対する抵抗が、構造感受性が高いことに由来する。

また、同様の観察を窒化チタン蒸着膜の剥離に適用し、蒸着膜の剥離が圧子の押し込みによる引っぱりの残留応力によることを見出し、被膜の簡便な密着不良検査に利用できることを示した。

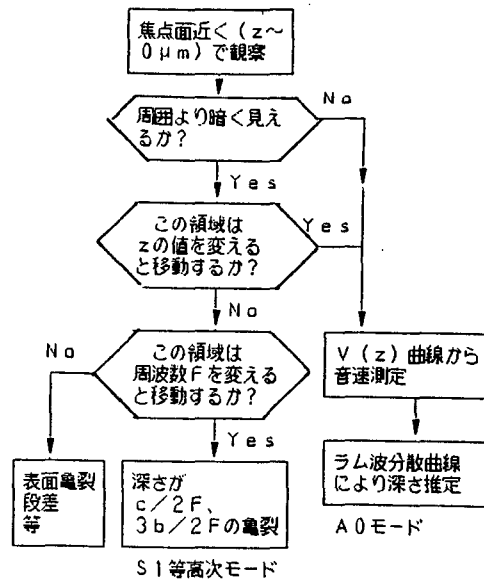


図4 表面下のき裂の識別と深さの測定手順

第6章 材料の摩耗研究への応用

第6章では、第3章と4章で開発した画像解析法を適用して、窒化チタン蒸着膜、セラミックス及び鋼表面下の摩耗損傷の超音波顕微鏡観察を行った結果得られた、材料の損傷過程についての新しい知見について論じた。

まず、窒化チタン蒸着膜の摺動による剥離摩耗は、10 μm程度以下の微小な剥離き裂の発生、

伝播、合体という過程を経て膜の脱落に至る場合があることを見出した。バルクのセラミックスの高温摩耗でも、炭化ケイ素の場合は表面下のき裂の残留が認められ、現象的には蒸着膜の剥離と類似した過程をとった。しかし、ジルコニアでは表面下のき裂の残留は認められず、上記の材料とは異なった損傷過程を取ることがわかった。

また、アルミナの摩耗には加工変質の影響が顕著であり、研磨面では摩耗が検出できないゆるやかな摺動条件でも摩耗が著しい。この原因となる加工変質層中のき裂を超音波顕微鏡で初めて詳細に観察できた。

鋼の軸受球も、液化ブタンという特殊な環境で、通常の100分の1程度の低荷重・低寿命で破壊する場合がある。この原因究明のためなされた超音波顕微鏡観察において、表面下に発生し、材料内部に進展すると同時にその一部が分岐して表面に開口するき裂を見いだした。これは、従来知られていないタイプのき裂で、特殊環境中での異常破損の原因解明の端緒を与えた発見であると同時に

表1 各種セラミックスの物性値と、超音波顕微鏡により測定した破壊靱性値

	物質	$\rho, \text{g/cm}^3$	E, GPa	H_v, GPa	$K_{IC}, \text{MPam}^{1/2}$	$K_{CII}, \text{MPam}^{1/2}$	K_C/K_{IC}
A	Al_2O_3	3.96	372	17.6	4.23	5.13	1.21
B	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TIC}$	4.25	412	19.0	4.29	4.13	0.96
C	SiC	3.13	393	18.2	4.67	6.30	1.37
D	Si_3N_4	3.25	309	13.2	5.34	10.4	1.78
E	Si_3N_4	3.20	313	14.5	6.39	13.9	2.13
F	ZrO_2	5.91	205	10.2	7.79	—	—

に，学問的にも興味深いものである。

以上要約したように，本研究で開発した各種のモデルと解析法は超音波顕微鏡の適用分野を，従来の電子材料や生体組織から機械材料の分野に拡大した。将来利用分野が飛躍的に広がると予想される表層改質材やセラミックスなどの特性評価と信頼性確立に，今後重要な役割を果すと期待される。

審 査 結 果 の 要 旨

材料表層の破壊、剥離、摩耗などの機械的な損傷は、使用環境の熱や雰囲気的作用と応力とが複雑に複合して生じる現象である。この現象を解明し、技術的な対策を立てるためには、材料表面下の亀裂や気孔などの欠陥の性状とその挙動を明らかにする必要がある。

そこで、著者は材料表層の物性評価及び欠陥の検出に超音波顕微鏡を適用することを初めて提案し、超音波顕微鏡の改良を進めるとともに、機械材料として重要な鋼やセラミックスなどをとりあげて、具体的に超音波顕微鏡による材料の機械的性質解明の研究を行った。本論文はその成果をまとめたもので、全編7章よりなる。

第1章は緒論で、機械材料の損傷に関する著者の見解を述べ、本研究の目的を明示している。

第2章では、超音波顕微鏡の原理と構造及び従来までの研究を要約している。

第3章では、まず、インパルス励振法による弾性表面波の音速・減衰の定量計測より、従来のV(z)曲線法による測定法の妥当性の検証を行ない、次に、鋼の局所的焼入れ部及び耐摩耗性窒化チタン蒸着膜の硬さと弾性表面波の音速・減衰との関係、さらにホットプレス窒化珪素の靱性と弾性的性質の異方性との関係等について実験的に検討し、超音波顕微鏡が材料の機械的性質の解析と評価に極めて有効であることを明らかにしている。

第4章は欠陥検出法に関する研究で、各種形態の亀裂と超音波顕微鏡画像のコントラストとの関係を検討し、表面に垂直に近い角度の亀裂の識別法、さらに表面下の表面にほぼ平行な亀裂の形状及び深さの測定法などを確立している。これらは超音波顕微鏡の新しい適用法として高く評価できる。

第5章では、前章の成果をもとに開発した超音波顕微鏡によるセラミックス表層の押し込み破壊靱性の新しい評価法について述べている。この評価法により、従来得ることのできなかつた新しい情報が得られるようになったことは、非常に大きな成果といえる。

第6章では、加工、摺動、及び転がり接触下での材料表層の損傷機構の解明に超音波顕微鏡を適用し、得られた結果より、超音波顕微鏡がこの分野で極めて有用であることを明らかにした。また、従来知られていなかった新しい形態の亀裂を発見しているが、これらの研究は非常に重要な成果である。

第7章は結論である。

以上要するに本論文は、材料の機械的性質の研究分野に超音波顕微鏡を初めて導入して、種々の新しい測定方法ならびに材料評価法を開発、確立し、さらにいくつかの新しい知見を得たものであって、電気計測工学、超音波工学及び材料工学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は工学博士の学位論文として合格と認める。