

高感度・交番磁気力顕微鏡探針の開発に向けた 高磁化率・超常磁性 Co-GdO_x グラニューラー合金薄膜の作製

鈴木 雄大, Yongze Cao, Pawan Kumar, Yue Zhao, 吉村 哲, 齊藤 準
(秋田大学)

Fabrication of high-susceptibility superparamagnetic Co-GdO_x granular alloy films
for developing the sensitive alternating magnetic force microscopy tip

Y. Suzuki, Y. Cao, P. Kumar, Y. Zhao, S. Yoshimura, H. Saito
(Akita Univ.)

はじめに 我々は、試料表面近傍での磁場計測を実現することで空間分解能を向上させた交番磁気力顕微鏡 (alternating magnetic force microscopy; A-MFM) を開発した¹⁾。A-MFM は、探針試料間に交番磁気力を発生させることで誘起する探針振動の周波数変調現象を利用する。これまで観察試料に合わせた磁性探針を開発して、様々な磁性材料や磁気デバイスの磁場観察を行ってきた。ここで、強い直流磁場が発生する永久磁石等では、従来のソフト磁性探針では探針磁化が試料磁場により飽和し、外部から探針磁化を周期的に変化させるための交流磁場を印加しても探針磁化が変化しないので、探針振動に周波数変調が生じない問題が生じる。このため、磁化が飽和しない高磁化率の超常磁性薄膜を用いた高感度・超常磁性探針の開発が必要となる。高感度・超常磁性探針が開発できれば磁気記録ヘッド等の交流磁場計測への応用も期待できる。

昨年、我々は、磁化率 χ の大きな Co-GdO_x 系グラニューラー合金薄膜の作製に成功したことを報告した²⁾。本薄膜の χ の最大値は 1.7×10^{-5} H/m であり、報告がある Co₃₆Al₂₂O₄₂ 超常磁性薄膜の 2.6×10^{-6} H/m³⁾ と比較して 7 倍程度大きい。本研究では、大きな磁化率と構造との相関解明のために、Co-GdO_x 薄膜の磁化曲線のランジュバン関数による磁性結晶粒径や磁性結晶粒の体積分率の解析を行い、TEM 観察結果と比較検討した。

方法 Co-GdO_x グラニューラー合金薄膜を、Co ターゲットと GdO_x ターゲットを 2 元同時マグネトロンスパッタリングにより Co の成膜電力を変化させて熱酸化膜付き Si 基板上に室温成膜した。薄膜の膜厚は 100 nm 一定とし、Co と GdO_x の比率を種々変化させた。超常磁性薄膜の磁化曲線から、磁性結晶粒の体積分率と粒径を、ランジュバン関数による解析法⁴⁾により求めた。HR-TEM 観察では、画像から磁性結晶粒を粒子直径の大きさに別々にカウントして、平均直径をガウス分布から求め、磁化曲線の解析結果と比較した。

結果 Fig.1(a), (b)に、室温での超常磁性薄膜の中で、Co の体積分率が少ない Co_{0.27}(GdO_x)_{0.73} 薄膜 (A 薄膜) および Co の体積分率が最大の Co_{0.44}(GdO_x)_{0.56} 薄膜 (B 薄膜) の TEM 像を示す⁵⁾。両薄膜とも磁性結晶粒が粒界のマトリックス相で囲まれたグラニューラー構造が観察され、A 薄膜では TEM 観察から求めた粒子の平均直径が 2.4 nm と小さく粒界相でよく分離されているのに対し、B 薄膜では粒子の平均直径が 4.3 nm に増加しており、さらに、粒子が 2~3 個結合して平均直径 6.3 nm のクラスタを形成していた。この結果を、磁化曲線解析の際に磁性結晶粒の M_s に Co の値を用いて求めた結晶粒径と比較すると、A 薄膜では高磁場側、低磁場側とも粒子直径が 2.6 nm でほぼ一致している。B 薄膜では、高磁場側が 4.7 nm、低磁場側が 6.9 nm と TEM の観察の粒子直径とクラスタの値とほぼ一致した。以上より磁性結晶粒は Co 粒子であり、Gd が含まれていないものと考えている。Co 粒子が室温で強磁性となる臨界粒径が 7 nm 程度⁶⁾であることを考慮すると、本薄膜で大きな初磁化率が得られたのは、クラスタ化しても超常磁性を示す小さな Co 粒子が生成したことにより、Co の体積分率が增大したためと推察される。

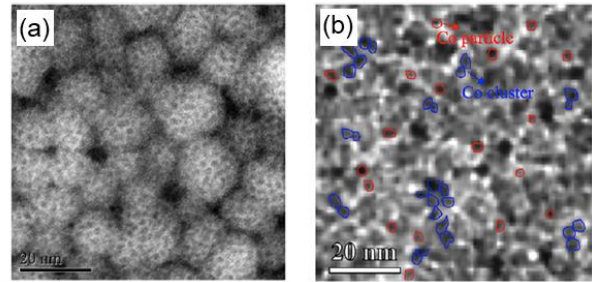


Fig.1 (a) Plan-view HR-TEM images of the Co_y(GdO_x)_{1-y} films with y = 0.27.(b) Plan-view HR-TEM images of the Co_y(GdO_x)_{1-y} films with y = 0.44. The red and blue circles are the corresponding Co particle and cluster.

以上より磁性結晶粒は Co 粒子であり、Gd が含まれていないものと考えている。Co 粒子が室温で強磁性となる臨界粒径が 7 nm 程度⁶⁾であることを考慮すると、本薄膜で大きな初磁化率が得られたのは、クラスタ化しても超常磁性を示す小さな Co 粒子が生成したことにより、Co の体積分率が增大したためと推察される。

参考文献 1) H. Saito et al., *J. Appl. Phys.*, **109**, 07E330 (2011)., 2) K. Yakushiji et al., *J. Magn. Magn. Mater.*, **212**, 75-81 (2000) ., 3) 鈴木, 他 第 41 回日本磁気学会学術講演概要集, 21pD-8. , 4) C.P.Bean et al, *J. Appl. Phys.*, **27**, 1448-1452(1956). , 5) Y. Cao et al., *J.Magn.Magn.Master*. **462**, 119-126 (2018) ., 6)Y.J. Chen, et al.,*J.Appl.Phys.*,**87**,4837-4839(2000)

超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡による磁気記録ヘッドの 高空間分解能・磁場エネルギーイメージングの理論

Pawan Kumar, 鈴木 雄大, Yongze Cao, 吉村 哲, 齊藤 準
(秋田大学)

Theory of high-resolution magnetic field energy imaging of the magnetic recording head
by A-MFM with superparamagnetic tip

P. Kumar, Y. Suzuki, Y. Cao, S. Yoshimura, H. Saito
(Akita Univ.)

はじめに 高密度磁気記録技術の進展に伴い、垂直磁気記録ヘッドでは書込磁場の高強度・高収束化が図られており、磁気ヘッドの更なる性能向上には発生磁場を高い空間分解能で計測・評価することが重要となる。筆者らの研究グループでは、磁気力顕微鏡の分野で試料表面近傍の磁場の計測を実現することで空間分解能を大幅に向上させた交番磁気力顕微鏡 (Alternating Magnetic Force Microscopy; A-MFM) を開発し、さらに高保磁力の FePt 系ハード磁性探針を開発することで、磁気ヘッドからの強い交流磁場の高分解能計測を実現している¹⁾。本報告では、磁性探針として新たに超常磁性探針を使用することで可能になる磁場エネルギーの高分解能イメージングの可能性を定式化により検討した結果²⁾を報告する。

結果 超常磁性探針 (SP 探針) を構成する個々の超常磁性状態の磁性結晶粒の磁化 m を $m = \chi H$ で表す。探針の磁気力 F_z^{SP} はダイポールとして振る舞う個々の磁性結晶粒の磁気モーメントが受ける磁気力の和となり、次式で与えられる。ここで z 方向は探針の変位方向であり試料面に垂直としている。

$$F_z^{SP} = \int_{\text{tip volume}} \frac{\partial}{\partial z} (m \cdot H) dv = \chi \int_{\text{tip volume}} \frac{\partial}{\partial z} (H \cdot H) dv = \chi \int_{\text{tip volume}} \frac{\partial (H^2)}{\partial z} dv$$

個々の磁性結晶粒の磁化率 χ が一定の場合、磁気力は空間の磁場エネルギー $\mu_0 (H)^2$ に比例するので、その計測が可能となる。SP 探針の特徴として、磁場の発生源に近い探針先端の磁性結晶粒の磁化の寄与が大きく、先端から離れた磁性結晶粒の寄与が小さいので、探針の有効磁気体積は探針に成膜されている磁性薄膜の体積より小さくなり、高分解能化に有利となることがあげられる。

一方、従来のハード磁性探針 (HM 探針) では、探針の長手方向に個々の結晶粒の磁気モーメントの方向が揃っている場合には、探針の磁気力 F_z^{HM} は次式で与えられる。

$$F_z^{HM} = \int_{\text{tip volume}} \frac{\partial}{\partial z} (m \cdot H) dv = \int_{\text{tip volume}} \frac{\partial}{\partial z} (m_z H_z) dv \cong \int_{\text{tip surface}} q_m H_z dS$$

ここで、 q_m は探針表面の磁極である。HM 探針の場合、 q_m はハード磁性材料の磁化に依存して概ね一定値となることで、探針の有効体積は主に探針の形状を反映した表面積に影響されるので、高分解能化には探針を対称性よく先鋭化しその表面積を減少させることが重要となる。

磁気力の探針試料間距離依存性を考察するため、試料上の 3 次元直交座標系の原点 $(x, y, z) = (0, 0, 0)$ にある単磁極から探針が受ける磁気力を計算すると次式となる。

$$F_z^{SP} = \frac{\chi}{8(\pi\mu_0)} \int_{\text{tip volume}} \frac{-(x^2 + y^2 - 5z^2)}{(x^2 + y^2 + z^2)^4} dv, \quad F_z^{HM} \cong \frac{q_m}{4\pi\mu_0} \int_{\text{tip surface}} \frac{x^2 + y^2 - 2z^2}{(x^2 + y^2 + z^2)^{5/2}} dS$$

ここで、座標点 (x, y, z) は SP 探針の個々の結晶粒の磁化 m あるいは HM 探針表面の q_m の位置である。探針が単磁極の真上にあるときに、 $F_z^{SP} \cong \frac{5\chi}{4(\pi\mu_0)^2} \int_{\text{tip volume}} \frac{1}{z^6} dv$, $F_z^{HM} \cong \frac{q_m}{4\pi\mu_0} \int_{\text{tip surface}} \frac{-2}{z^3} dS$ となる。したがって、超常磁性探針においては、磁化率 χ の大きなものが実現できれば、磁気力が短距離的となり高分解能化が図れることがわかる。

参考文献 1) W. Lu et al., Appl. Phys. Lett., 96,143104(2010), 2) P. Kumar et al., Appl. Phys. Lett., 111,183105(2017)

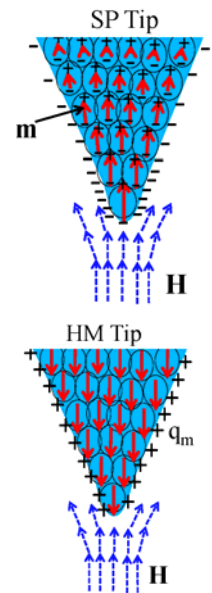


Fig.1 Schematic figures of SP tip and HM tip.

Co-GdO_x系超常磁性探針を用いた交番磁気力顕微鏡による磁気記録ヘッドの高空間分解能・磁場エネルギーイメージング

Pawan Kumar, 鈴木 雄大, Yongze Cao, 吉村 哲, 齊藤 準
(秋田大学)

High-resolution magnetic field energy imaging of the magnetic recording head

by A-MFM with Co-GdO_x superparamagnetic tip

P. Kumar, Y. Suzuki, Y. Cao, S. Yoshimura, H. Saito

(Akita Univ.)

はじめに 高密度磁気記録技術の進展に伴い、垂直磁気記録ヘッドでは書込磁場の高強度・高収束化が図られており、磁気ヘッドの更なる性能向上には発生磁場を高い空間分解能で計測・評価することが重要となる。筆者らの研究グループでは、磁気力顕微鏡の分野で試料表面近傍の磁場の計測を実現することで空間分解能を大幅に向上させた交番磁気力顕微鏡 (Alternating Magnetic Force Microscopy; A-MFM) を開発し、さらに高保磁力の FePt 系ハード磁性探針を開発することで、磁気ヘッドからの強い交流磁場の高分解能計測を実現している¹⁾。本報告では、更なる空間分解能向上に向けて、磁性探針として新たに超常磁性探針を使用することで可能となる磁場エネルギーのイメージングを、垂直磁気記録ヘッドに応用することで、理論的考察²⁾ から予測される高分解能イメージングの可能性を検討した結果³⁾ について報告する。

結果 Fig. 1 に Co-GdO_x 系超常磁性 (SP) 探針 (磁性膜厚 100 nm) 及び FePt-MgO 系ハード磁性 (HM) 探針 (磁性膜厚 20 nm) を用いて A-MFM により計測した垂直磁気記録ヘッドの磁場エネルギー像(a)及び垂直磁場像(b), および磁場エネルギー像のラインプロファイル(c) とその空間スペクトル(e), 垂直磁場像のラインプロファイル(d)とその空間スペクトル(f)を示す。HM 探針は観察前に探針磁化が試料面に垂直になるように着磁した。

磁場エネルギー像と垂直磁場像を比較すると、磁場エネルギー像では図(a), (c)のように主磁極付近で空間対称性のよい急峻な信号が得られているのに対して、垂直磁場像では図(b), (d)のように主磁極付近の信号がブロードであり、空間対称性が劣っている。空間分解能を空間スペクトルにより信号がノイズレベルと等しくなる波長の半波長で評価すると、磁場エネルギー像では図(e)のように 13 nm であるのに対して、垂直磁場像では図(f)のように 17 nm であった。磁場エネルギー像では SP 探針の磁性膜厚が垂直磁場像の HM 探針の磁性膜厚より 5 倍大きいにもかかわらず、高い空間分解能が得られている。空間スペクトルの信号強度とノイズの比 (ダイナミックレンジ) から信号強度を見積ると、垂直磁場像では 70 dB 程度、磁場エネルギー像では 50 dB 程度であり、垂直磁場像は信号強度が大きいにもかかわらず空間分解能が低いことがわかる。

磁場エネルギー像で高分解能が得られる理由として、1) 磁場エネルギーは磁場と比較して探針試料間距離による信号の減衰が大きな短距離的な相互作用となっており、2) SP 探針では探針先端の試料面に近い磁性結晶粒の磁気モーメントが主に磁気力に寄与しており、探針の有効磁気体積が小さいことが考えられる²⁾。

一方、HM 探針は探針表面の表面磁極が主に磁場を検出しているため、探針先端の形状や空間的非対称性により磁気力信号が歪む問題がある。講演では SP 探針と HM 探針の像コントラストの違いも議論する。

謝辞 磁気記録ヘッドの磁場エネルギーイメージングに関する議論に対して、(株)日立ハイテクファイナシステムズ様に感謝いたします。

参考文献 1) W. Lu et al., Appl. Phys. Lett. 96,143104(2010), 2) P. Kumar 他 第 42 回日本磁気学会学術講演概要集, 3) P. Kumar et al., Appl. Phys. Lett. 111,183105(2017)

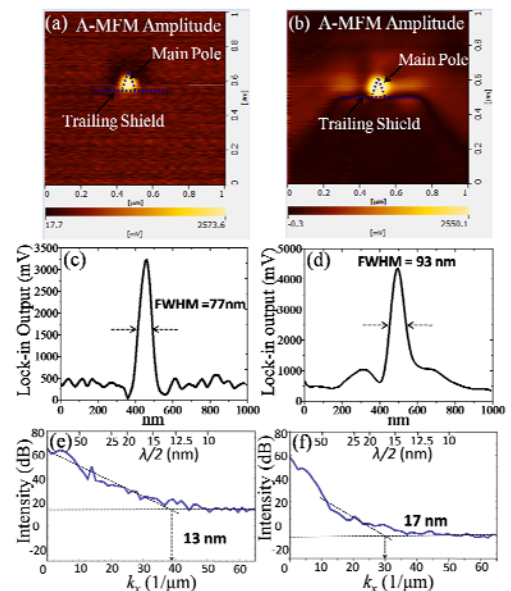


Fig.1 A-MFM images, their line profiles and power spectra by using superparamagnetic Co-GdO_x tip and hard magnetic FePt-MgO tip.

高分解能磁気光学顕微鏡の開発

小笠原 剛

(産総研)

Development of high resolution magneto-optical Kerr microscope

Takeshi Ogasawara

(AIST)

磁気光学顕微鏡は一般の光学顕微鏡と同程度の空間分解能を持つとされている。しかし実際には、面内磁化を観察する場合には照明光を試料面に対して斜めに照射する必要があり、このために照明光の入射方向に垂直な方向の空間分解能が大きく低下してしまうことが、Abbeの空間分解能の理論より示唆される。この分解能の低下は照明光の入射方向に依存するので、入射方向を変えて撮影した多数の磁区像を合成することにより、分解能を改善した画像を得ることができることを見出し、試作機の開発を行った^{1,2)}。

開発した磁気光学顕微鏡の構成を Fig. 1 に示す。通常の磁気光学顕微鏡における落射照明光学系に回転ステージを取り付け、照明光の入射方向を光軸のまわりに 360 度回転できる構成とした。光源は、波長 470 nm の LED を用い、マルチモード光ファイバーによって光学系に接続している。照明光を 16 方向から入射させてそれぞれの磁区画像を取得し、これらの磁区画像に適切な重みをつけて重ね合わせることで、分解能の改善した磁区画像を得た。落射照明光学系の回転による像のずれや、温度変化などによる試料位置のドリフトが発生すると、重ね合わせが困難になるため、波長の異なる照明光を用いたモニター光学系 (Fig. 1 では省略) を用いて試料位置の変化を検出し、フィードバック制御によりフォーカスと試料位置を固定している。

Fig. 2(a) は、今回開発した手法によって撮影した磁区像で、Fig. 2(b) は同一の磁区を従来法によって観察したものである。試料はパーマロイの薄膜を微細加工したもので、像の濃淡は面内横方向の磁化の大きさを表している。新手法では従来法にくらべて、磁区の境界や細かなテクスチャーが明瞭となっており、考案した手法が有効に機能し、分解能が改善したことを示している。

参考文献

- 1) 小笠原剛、特願 2017-006656 .
- 2) T. Ogasawara, Jpn. J. Appl. Phys. 56, 108002 (2017).

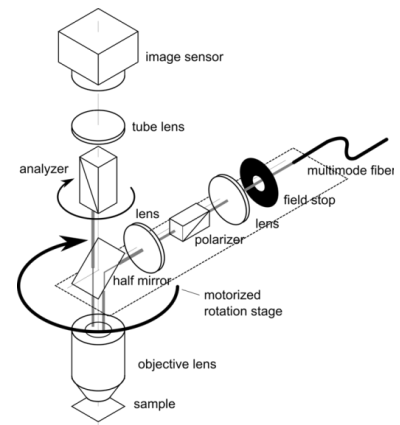


Fig. 1 Schematic configuration of newly-developed magneto-optical Kerr microscope.

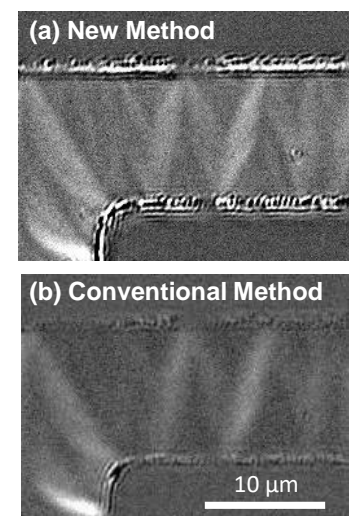


Fig. 2 Domain structure images observed by the new method (a) and the conventional method (b).

マルチチャンネル磁気抵抗センサを用いた 鉄鋼構造物の亀裂検出

林実, 中村喜浩, 堺健司, 紀和利彦, 塚田啓二
(岡山大学)

Detection of Cracks in Steel Structures Using Multi-Channel Magnetic Resistive Sensors

M. Hayashi, Y. Nakamura, K. Sakai, T. Kiwa, K. Tsukada
(Okayama University)

はじめに

鉄鋼構造物の亀裂検出において、き裂による信号変化が、透磁率のばらつきや磁化などによる磁気雑音と区別できないことが課題であった。そこで本研究では、渦電流探傷法において、印加コイル内に2つのTMR（トンネル磁気抵抗）センサを設置し、センサ出力ベクトルを差分処理することで磁気雑音を打ち消し、亀裂による信号変化を抽出することを試みた。さらに手動でプロービングした場合での信号強度のリフトオフ変動などの影響を受けずに欠陥信号を抽出できる方法を考案したので報告する。

実験方法

計測に用いたセンサプローブと試験体サンプルの一例をFig.1に示す。センサプローブは印加コイルの同一辺上にTMRセンサを2つ設置した。印加コイルは銅線0.25φを用いて、60回巻、内径6.0×2.5 mm²、外径7.7×4.5 mm²とした。平面状の試験体サンプル(SM400A)は200×200 mm²で板厚7 mmとし、深さ0.5 mmから7 mmまでの8種類のスリットを設置した。

印加コイルに1 kHz、0.5 V_{pp}の交流電圧を印加した。各スリットに対して、スリットを中心として走査方向としてx方向に0.1 mm刻みで、走査幅200 mmとして、z成分の磁場変化を測定した。

実験結果

Fig.2に差ベクトルによるリサーチ波形を示す。差ベクトル \mathbf{S} は、センサ1出力 \mathbf{S}_1 などとして、 $\mathbf{S} = \mathbf{S}_2 - \mathbf{S}_1 = X + jY$ で求められ、複素平面上に表示できる。Fig.2のリサーチ波形は、3 mmのスリットにおいて測定した各点の差ベクトルを健全部と亀裂部に分けてプロットしたものである。健全部において差ベクトルはほぼ一定であり、磁気雑音が打ち消されていることがわかる。一方、亀裂部において差ベクトルは強度と位相が大きく変化しており、亀裂による信号変化が大きく反映されていることを確認できた。また、この解析方法は立体形状の構造物の亀裂でも同様に適用でき、健全部と亀裂部の信号を分離することができた。

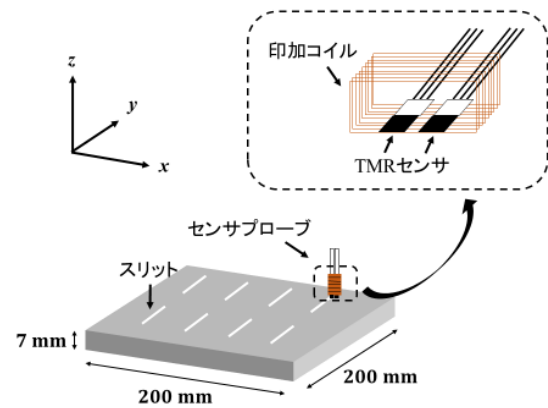


Fig.1 試験体とセンサプローブ

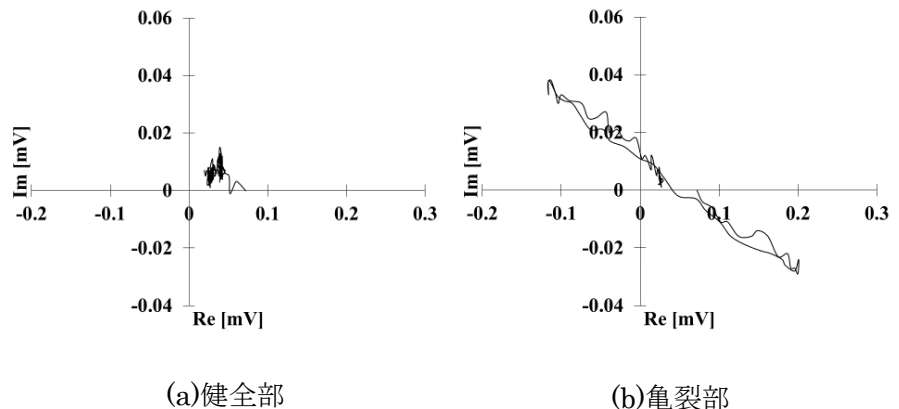


Fig.2 健全部とスリット部におけるリサーチ波形

トンネル磁気抵抗センサを用いた金属材の微小欠陥の検出

神原匠, 堺健司, 紀和利彦, 塚田啓二, 鈴木雄太*

(岡山大学大学院ヘルスシステム統合科学研究科, *神戸製鋼所 技術開発本部)

Detection of micro defects of metal materials using tunnel magnetoresistive sensors

T. Kobara, K. Sakai, T. Kiwa, K. Tsukada, Y. Suzuki*

(Graduate School of Interdisciplinary Science and Engineering in Health Systems, Okayama University

*Technical Development Group, Kobe Steel, Ltd.)

研究背景

現在の我国の発展に大きな役割を担っている高速道路, 新幹線などの社会インフラに用いられる材料には, アルミニウムや鉄といった様々な金属材料が用いられている. これらの材料の製造過程あるいは, 構造物としての加工中などで発生した表面あるいは内部の微小欠陥を防ぐには初期の段階で破壊することなく検出, 評価できる非破壊検査が求められている. 本研究では, トンネル磁気抵抗センサを用いた渦電流探傷法を用いて, 鉄鋼材などの磁性体やアルミニウムなどの非磁性体などの電磁特性が異なる金属材の微小欠陥の検出とその信号の違いを評価した.

実験内容

測定装置は, 発振器, 磁場印加コイル, ナノグラニューラトンネル型磁気抵抗素子センサ(TMR センサ:大同特殊鋼製 Z21), X-Y 自動走査ステージ(X 軸モータ, Y 軸モータ), ロックインアンプ, PC, 測定サンプルにより構成される(Fig.1). 発振器から交流信号を磁場印加コイルに印加すると同時に, 発振器からロックインアンプに参照信号を入力する. コイルにより交流磁場を測定サンプルに印加し表面に渦電流を誘導する. TMR センサにより測定サンプルからの磁場応答を計測した信号をロックイン検波し, PC でデータ解析を行う. 測定サンプルは, 鋼板(SPCC), アルミニウム板(150 mm×120 mm×10 mm)の2種類を用い, 各板表面に幅と深さが異なる円形欠陥を6種類形成した. 欠陥寸法について Table.1 に示す.

測定結果

解析より, 欠陥エッジ部での電流分布が大きくなり, 欠陥による渦電流の2次的な磁場分布の変化が確認できた. Fig.2 にアルミニウム板から得られた2次的な磁場による信号強度を示す. 欠陥エッジ部で, 信号強度は低くなっている. これは, 欠陥エッジ部で電流密度が大きくなるため, 発生する2次的な磁場も大きくなり, 印加磁場と欠陥信号の総和としてセンサの信号強度が低くなるためである. この磁気信号の変化はシミュレーションでも確認することができた. 磁性体と非磁性体で信号変化が異なることが分かった.

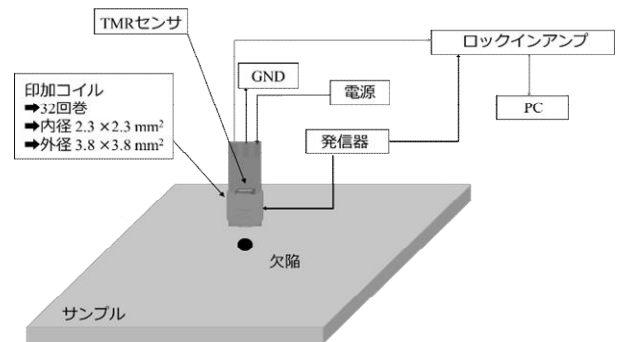


Fig.1 Measurement system

Table.1 Size of the sample

Defect No.	①	②	③	④	⑤	⑥
Width(mm)	2.0	2.0	1.5	1.5	1.0	1.0
Depth(mm)	1.35	1.0	1.3	1.0	1.0	0.2

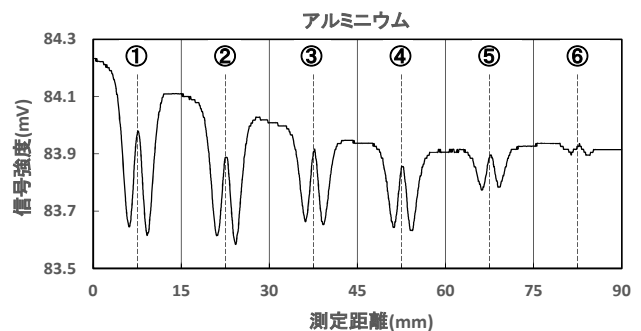


Fig.2 Signal intensity by the secondary magnetic field

参考文献

Y.Majima et al., Electromagnetic Nondestructive Evaluation, (2018), in press

鋼材裏面のスリット状亀裂の検出に向けた 低周波渦電流探傷法の周波数依存性の検討

吉村航、笹山瑛由、圓福敬二
(九州大学)

Frequency dependence of low-frequency eddy-current testing
for detecting cracks on the backside of steel plate

W. Yoshimura, T. Sasayama, K. Enpuku
(Kyushu University)

はじめに

渦電流探傷法は、一般的に表皮効果の影響から検査対象表面の探傷に用いられることが多い。特に、強磁性体は表皮効果が顕著に現れるため、鋼材を検査する場合は、表皮効果の影響を避けるため低周波での検査が必要になる。しかし、周波数を低くすればするほど渦電流による信号が小さくなってしまいうため、周波数を適切に選択する必要がある。そこで本研究では、より裏面亀裂の検出に適した周波数の検討を行った。

実験方法

自動ステージを用いて、縦 300 mm、横 300 mm、板厚 10 mm の鋼板 (SM490A) 上で、励磁コイル (巻数 50 turn) と検出コイル (巻数 300 turn) の位置関係を固定したまま動かして測定し、裏面亀裂の検出を試みた。裏面亀裂の寸法は横が 50 mm、縦が 1 mm、高さが 6 mm とした。励磁、検出部の仕様を Fig.1 に示す。鉄板上に 2 つの励磁コイルを配置し、それらの中央に検出コイルを配置した。励磁コイルには振幅 2 A の正弦波電流を印加し、このときに正弦波電流の周波数を 2 ~ 20 Hz の範囲で変化させ測定を行った。検出コイルでは、励磁電流と位相が同相および直交の電圧を取得し、それぞれ磁束密度 B に変換して画像化した。計測範囲は鋼材の中心の 150 mm × 150 mm の範囲で x 軸、 y 軸方向共に 5 mm 間隔の各地点で値を取得した。

実験結果

Fig.2 は、周波数 8 Hz で測定をした場合の B の虚部の値を図に示したものである。図中の黒線は裏面亀裂の位置を示す。図より、亀裂の位置において B の値が変化しており、本システムを用いた亀裂位置の特定が可能であると確認できた。

Fig.3 に亀裂上 ($x = 75$ mm、 $y = 75$ mm) の位置における、亀裂により生じた磁束密度変化の周波数依存性を示す。また、実験と同様の条件での電磁界シミュレーションを、有限要素解析ソフト (JMAG) を用いて行い、実験結果との比較検討を行った。図より、計測値における磁束密度変化は周波数 10 Hz の場合に最大値をとり、それ以上の周波数においては、表皮効果の影響により周波数が大きくなるにつれ、亀裂からの信号が小さくなっていることが確認できた。そのため、本稿での条件下での亀裂検出を行う際は 10 Hz 程度の周波数での測定が望ましいと確認できた。また、シミュレーションで得られた結果においても、ピーク値が 8 Hz であり、実験結果ともほぼ一致することが確認できた。

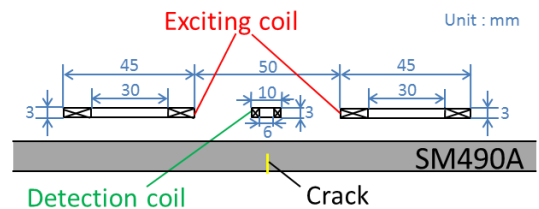


Fig.1. Specification of detection system

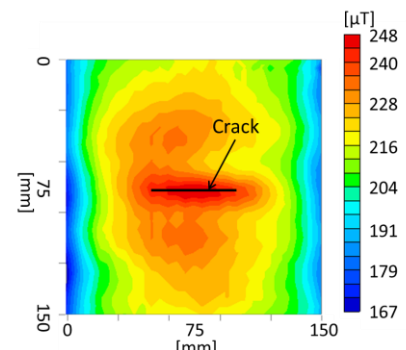


Fig.2. Magnetic flux density
(imaginary part)

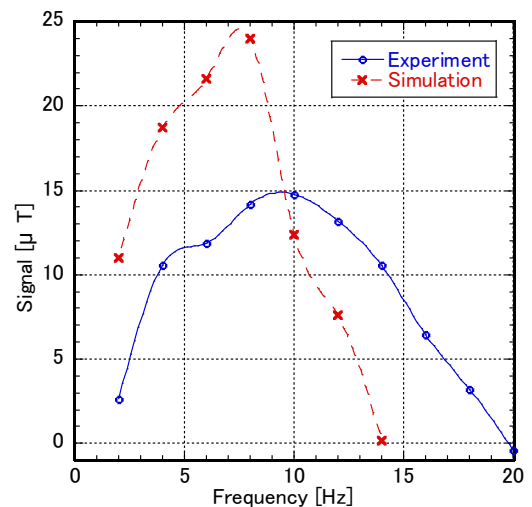


Fig.3. Frequency dependence
of signal from crack

劣化炭素鋼の局所領域での物性評価

森井悠真、寺島顕一、高瀬つぎ子、山口克彦、内一哲哉^{*}、高木敏行^{*}
(福島大、^{*}東北大)

Evaluation of physical properties in local area of deteriorated carbon steel material

Y. Morii, K. Terashima, T. Takase, K. Yamaguchi, T. Uchimoto^{*}, T. Takagi^{*}
(Fukushima Univ. ^{*}Tohoku Univ)

はじめに

現在、構造材料の非破壊検査には電磁超音波探触子(EMAT)などの手法が用いられ、EMATによる炭素鋼の非破壊評価も行われている¹⁾。しかし、これらの検査は試料のマクロな領域を測定し劣化を検出するもので、劣化についてのミクロ領域におけるデータは少ない。そこで、本研究では、劣化診断とミクロレベルにおける物性との関係を明らかにすることで劣化診断の信頼性を高めることを目的とする。

具体的には、配管などに用いられている炭素鋼の劣化度合いを EMAT で測定した試料に対して、収束イオンビーム加工装置(FIB)でマイクロオーダー程度の大きさに切り出し、磁気特性の測定および TEM 像の観察を行った。その結果をもとに、EMAT とミクロ領域における物性の対応関係を確認した。

実験手法・結果

炭素鋼管 STPT370 の異なる部位より 7.0×7.0×2.0[mm]サイズに切り出された二つの炭素鋼試料のうち、EMATにて、劣化が小さいとされた試料を sample 1, 劣化が大きいとされた試料を sample 2 とした。FIBにて 10×10×0.1[μm]程度の大きさに加工し、走査型透過電子顕微鏡(STEM)にて結晶粒界の構造の観察と電子線回折像の観察を行った。Fig1, Fig2 にそれぞれ sample1 と sample2 の TEM 像を示す。また、Fig3, Fig4 に点 A から点 D それぞれの電子線回折像を示す。

Fig3, Fig4 より点 A, C, D では、結晶粒の存在を示す回折点がみられ、点 B においては回折点がみられなかった。このことより sample2 は sample1 より深い領域に結晶粒が存在することが確認できた。これらの結果より、結晶粒の形成の違いが、EMAT における信号強度の差異に影響を与えていると考えられる。

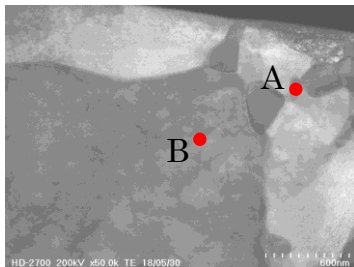


Fig.1 TEM image of sample1 (×50.0k).

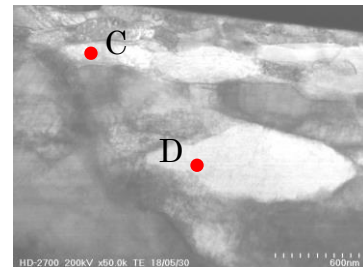


Fig.2 TEM image of sample2 (×50.0k).

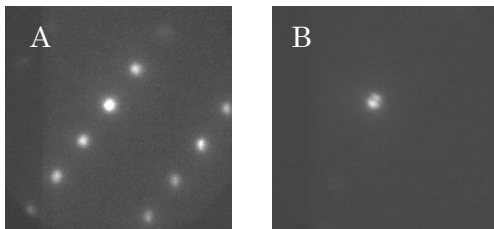


Fig.3 Electron diffraction image of point A and B in sample1.

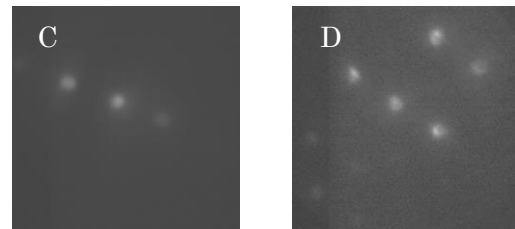


Fig.4 Electron diffraction image of point C and D in sample2.

参考文献

- 1) Ryoichi URAYAMA, Tetsuya UCHIMOTO, Toshiyuki TAKAGI, and Shigeru KANEMOTO : Quantitative Evaluation of Pipe Wall Thinning by Electromagnetic Acoustic Resonance, E-Journal of Advanced Maintenance _2.(2010),25-33.