


## 技術資料


 Technical Data

# 超音波を用いた材料組織の均一性評価方法

森永 武<sup>\*1</sup>, 森 大輔<sup>\*2</sup>

## Statistical Evaluation Method of Material Uniformity Using Ultrasonic Back Scattering and Image Processing

Takeru MORINAGA and Daisuke MORI

### Synopsis

Microstructure control affects the mechanical properties of alloys. For example, grain refinement is an effective methods for increasing strength. In non-uniform material with a wide grain-size distribution, such as a duplex-grained structure, however, the preferential micro-yield of coarse grains affects the macro-yield strength. So, it is desirable to evaluate the material uniformity, but there is no standard evaluation method. Moreover, the material uniformity should basically be evaluated for the entire piece. For this reason, non-destructive evaluation is desirable rather than microscopic observation of an arbitrary cross-section. Ultrasonic flaw detection is widely used for internal inspection of steels. An ultrasonic wave is scattered at grain boundaries when propagating in a steel. Various methods have been developing to evaluate material properties using this phenomenon, but it's impossible to evaluate material uniformity using these methods. In this paper, in order to solve these problems, we propose the following two methods that incorporate statistical analysis into the conventional technique.

- (1) Non-destructive evaluation method of the material uniformity using asymmetry of multiple ultrasonic back scattering waves.
- (2) Evaluation method of the material uniformity in optical microscope images by image processing and statistical analysis.

These methods have made it possible to quantitatively evaluate the material uniformity of samples with different microstructures.

## 1. 緒 言

金属材料における組織制御は機械特性を決定する大きな一因である<sup>1)</sup>。たとえば、降伏応力は Hall-Petch の関係<sup>2)</sup> から、結晶粒径の平方根に反比例することが知られており、結晶粒の微細化は高強度化に有効な手法の 1 つである<sup>3)</sup>。しかし、混粒組織のように粒度分布が広がりを持つ不均一な材料では、粗大な結晶粒が優先的にミクロ降伏し、マクロ的な降伏強度に影響を与える可能性が指摘されている<sup>4)</sup>。また、Wang らは、0.3 μm 以下の

超微細組織における混粒組織では強度が低下することを示した<sup>5)</sup>。

一般に、結晶粒度の評価には JIS G 0551<sup>6)</sup> や ASTM E112<sup>7)</sup> で規定される比較法や切断法、計数法などが用いられるが、組織の均一性を定量的に評価する方法は規格化されていない<sup>8)</sup>。加えて、組織の均一性は、本質的には任意断面の組織観察といった局所的な評価ではなく、材料全体から求められるべき指標であり、非破壊評価することが望まれる。

製品の品質保証技術として広く用いられている各種非

2020年10月2日 受付

\*1 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

\*2 大同特殊鋼(株)技術開発研究所, 技術士(経営工学) (PEJp, Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

破壊検査は材質・物性評価にも応用されている。中でも渦電流を用いた手法は材質判別装置として実用化されている<sup>9)</sup>。しかし、渦電流は材料の表層にしか発生しないため、材料内部を評価できない。

材料内部を評価できる安全かつ簡便な方法としては、超音波が広く用いられる。超音波を応用した材料評価技術は音速や共振周波数からヤング率を評価する手法や、結晶粒による減衰や散乱から結晶粒径を推定する手法、漏洩表面波を用いた超音波顕微鏡による表層の物性評価法などが研究されているが、工業的な実用化事例は少ない<sup>9)</sup>、<sup>10)</sup>。これは組織の不均一性や結晶粒径のばらつきにより、測定結果が変動することに起因する。

本研究では、結晶粒界で生じた後方散乱波の計測に、統計解析を取り入れて、従来は困難であった材料組織の均一性評価方法を開発した。また、画像処理および統計解析を用いた組織写真における均一性の定量化方法を提案した。これら2つの手法を、組織の均一性が機械特性に影響を与えやすいと考えられる二相合金に適用し、妥当性を検証した。

## 2. 超音波による材料評価の課題

### 2. 1 粒界散乱

Fig. 1 に示すように、超音波は金属材料中を伝播するとき、結晶粒界や微細な空隙・介在物で散乱されることで減衰する。これは散乱減衰と呼ばれ、任意の点における音圧  $P$  は音源の音圧  $P_a$  と伝播距離  $D$ 、減衰定数  $\alpha$  を用いて次式で表される<sup>11)</sup>。

$$P = P_a e^{-\alpha D} \quad (1)$$

ここで減衰定数  $\alpha$  は超音波の波長  $\lambda$  と結晶粒径  $d$  に依存し、それぞれ周波数  $f$  (= 材料音速  $V$  / 波長  $\lambda$ ) と定数  $C$  を用いて、3つに区分される<sup>12)</sup>。

$$\lambda \gg d \text{ のとき } \text{Rayleigh散乱 } \alpha = C_{Ray} d^3 f^4 \quad (2)$$

$$\lambda = d \text{ のとき } \text{Stochastic散乱 } \alpha = C_{Sto} d f^2 \quad (3)$$

$$\lambda \ll d \text{ のとき } \text{拡散散乱 } \alpha = C_{dif} / d \quad (4)$$

金属材料へ適用される超音波の周波数は数 100 kHz から数 10 MHz 程度であり、一般にその波長は結晶粒径よりも大きいため、Rayleigh 散乱が支配的となる。Rayleigh

散乱は等方散乱であり、前方と後方散乱が同じ強度である。粒界散乱は結晶粒径が大きくなるほど、または超音波の波長  $\lambda$  が短いほど (= 周波数が高い) 強くなる<sup>13)</sup>。

この現象を用いて、Willems らは直接接触法により銅の結晶粒径と後方散乱波の関係を導いた<sup>14)</sup>。Stepinski は Margetan の理論<sup>15)</sup> に基づき、銅の結晶粒径 (125 ~ 350  $\mu\text{m}$ ) を評価した<sup>16)</sup>。また近年、後方散乱波を用いた銅の熱劣化評価も行われている<sup>17)</sup>。

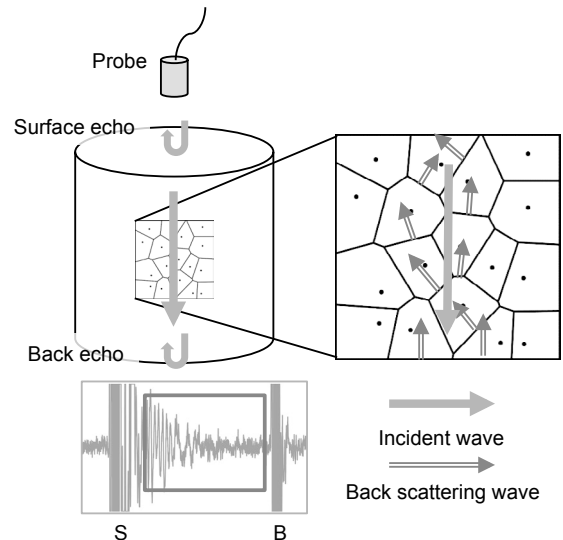


Fig. 1. Overview of ultrasonic back scattering at grain boundaries.

### 2. 2 後方散乱波計測における問題点

前節で示した結晶粒径と後方散乱波の関係を検証するため、結晶粒径の異なる3種のサンプル (S: small, M: medium, L: large) に 5 MHz の超音波を入射し、それぞれの後方散乱波の強度を測定した。サンプルごとの組織写真と、異なる測定位置 (A および B 点) における波形を Table 1 に示す。ここで後方散乱波の強度 (振幅の二乗和平均)  $i$  は材料表面から約 21 ~ 51 mm の範囲を抽出して計算した。

Table 1 から、後方散乱波の強度  $i$  は、サンプルの結晶粒径が大きくなるにつれて高くなる。以上から文献<sup>14) ~ 17)</sup> のように、後方散乱波から結晶粒径を非破壊評価できることを確認した。

しかし、後方散乱波の強度  $i$  は、いずれのサンプルにおいても測定位置による変動が大きい。この原因は材料組織が粒度分布を持っており、1つの波形からは伝播経路における粒界散乱だけしか得られないためである。したがって、不均一な組織であるほど、測定結果に誤差が生じる。すなわち、複数の測定位置で得られた後方散乱波を用いれば、材料組織の均一性を評価できる可能性がある。

Table 1. Microstructures with different grain sizes (×50) and each ultrasonic waveform.

	S: mixed grain #2~7	M: #3	L: #0
Microstructure			
Position A			
Position B			

### 3. 超音波による材料組織の均一性評価法

本研究で提案する統計解析を取り入れた超音波による材料組織の均一性評価法を Fig. 2 に示す。まず本手法では、探触子または材料を走査して、材料の一定体積における後方散乱波を取得する。得られた波形をそれぞれ波長の数倍程度に分割し、それぞれの強度（振幅の二乗和平均） $i$  を求める。波形数を  $n$ ，分割数を  $m$  とすれば、合計  $n \times m$  個の後方散乱波の強度が得られる。これに時間方向の重み行列  $K_m$  を乗じたものを、散乱波形群  $\{i_{nm}\}$  と定義し、次式で表す。

$$\{i_{nm}\} = \begin{pmatrix} i_{11} & \cdots & i_{1m} \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ i_{n1} & \cdots & i_{nm} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} k_1 \\ \vdots \\ k_m \end{pmatrix} \quad (5)$$

縦軸を度数、横軸を後方散乱波の強度  $i$  として散乱波形群  $\{i_{nm}\}$  をヒストグラムで表したとき、 $\{i_{nm}\}$  の確率密度関数  $f(i)$  は理想的な均一材料であれば正規分布に従うが、不均一組織を有する場合は後方散乱波が大きくなるため<sup>18)</sup>、右側に歪んだ非対称な分布になる。 $f(i)$  の最頻値 (mode) で分布の左側を折り返すと、均一組織の散乱波形群からなる確率密度関数  $g(i)$  が得られる。ここで、 $f(i)$  と  $g(i)$  の差分を取れば、不均一組織における散乱波形群の確率密度関数  $h(i)$  が得られる。

$$h(i) = f(i) - g(i) \quad (6)$$

後方散乱波の強度  $i$  が增大するに伴って、より不均一な組織であると考えられるため、 $h(i)$  の期待値を求め、これを材料組織の不均一性  $H(i)$  とする。

$$H(i) = \int_0^{\infty} i \cdot h(i) di \quad (7)$$

均一組織であれば、 $f(i)$  が正規分布となり、 $H(i)$  は 0 に近づく。不均一組織の場合、 $f(i)$  は右側に歪んだ非対称な分布であるため、 $H(i)$  は大きくなる。これらと比較することで材料内部における組織の均一性を非破壊評価できる<sup>19)</sup>。

### 4. 画像処理および統計解析を用いた材料組織の均一性評価法

#### 4. 1 従来手法における課題

組織形態の特徴量抽出を目的として、組織写真へ数学的解析や画像処理を加えることで、平均結晶粒径、第二相面積率、黒鉛球状化の面積率測定などを評価する手法が開発されている<sup>20)</sup>。しかし、組織写真と機械試験の実験的な比較において、その多くがばらつきを伴っており、この原因として組織の不均一性が挙げられてきた<sup>21)</sup>。高山らは単相組織について、結晶粒径の

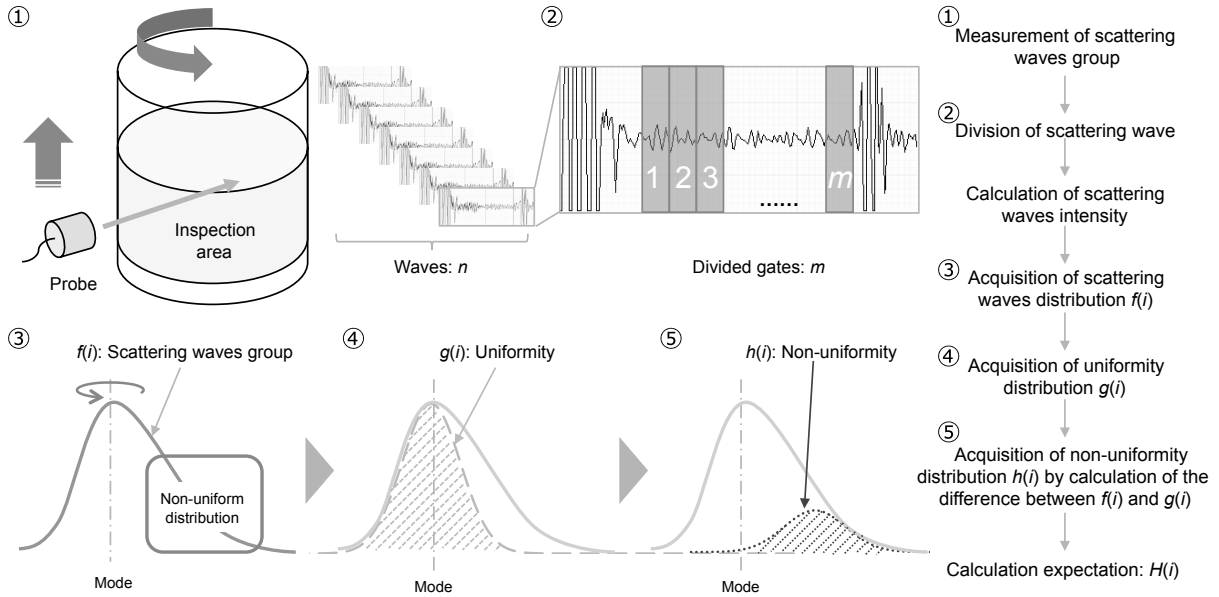


Fig. 2. Statistical evaluation method of material uniformity using ultrasonic back scattering.

均一性  $U_{size}$  およびその空間的な分布 (偏在性)  $U_{sp}$  の観点から式 (8), (9) に示す2つの指標を提案した<sup>8)</sup>. ここで  $\sigma_{ga}$  は結晶粒断面積の幾何標準偏差であり,  $S$  は正方形に切り出した対象領域における一辺の長さ,  $(x_G, y_G)$  は組織全体の重心 ( $x_S, y_S$ ) は各結晶粒断面の面積分の重みを付けた重心である.

$$U_{size} = \frac{1}{\sigma_{ga}} \tag{8}$$

$$U_{sp} = 1 - \frac{\sqrt{2[(x_G - x_S)^2 + (y_G - y_S)^2]}}{S} \tag{9}$$

しかし, 式 (8), (9) には相ごとの空間的な分布 (偏在性) は考慮されていないため, 単相組織における評価指標となっている. そのため, 二相合金を対象とする場合には別の手法が必要となる. そこで本研究では, 二相合金に適用可能な組織写真における均一性評価方法を開発した.

## 4. 2 アルゴリズム

本研究で提案する画像処理および統計解析を用いた均一性評価法を Fig. 3 に示す. 本手法では, まず, 組織写真の二相が弁別できるように2値化する (Binarize). ここで対象とする二相合金の相比は製造条件から推定できるが, 組織写真は撮影箇所によって, 相比と異なる場合もあるため, 2値化の閾値は判別分析法<sup>22)</sup>により決定する.

判別分析法は対象画像の輝度値ヒストグラムをある閾値でクラス1と2に分割したときに, 分割した2つのクラス間における分散  $\sigma_b^2$  とクラス内分散  $\sigma_w^2$  の比 (= 判別比) が最大となるように閾値を決定する. 画素数を  $\omega$ , 輝度値の平均を  $\mu$ , 分散を  $\sigma$  とおくと, クラス内分散  $\sigma_w^2$  は式 (10) で, クラス間分散  $\sigma_b^2$  は式 (11) で表される.

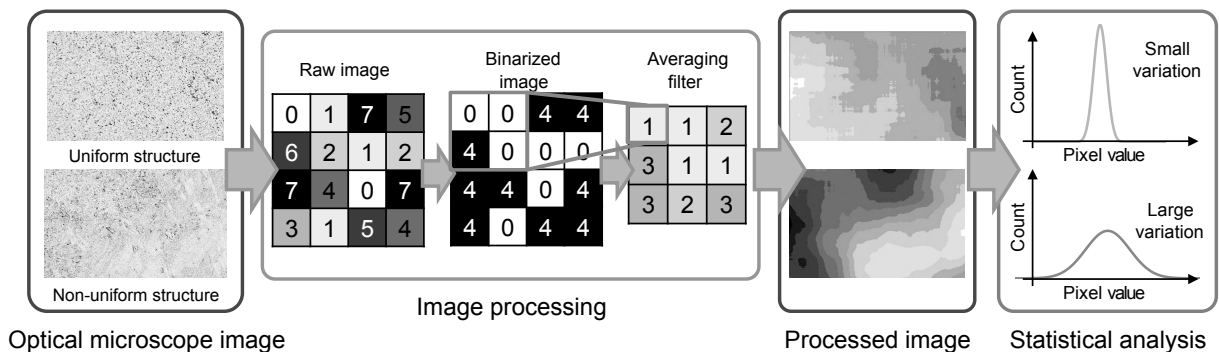


Fig. 3. Evaluation method of material uniformity by statistical image processing.

$$\sigma_w^2 = \frac{\omega_1\sigma_1^2 + \omega_2\sigma_2^2}{\omega_1 + \omega_2} \quad (10)$$

$$\begin{aligned} \sigma_b^2 &= \frac{\omega_1(\mu_1 - \mu_t)^2 + \omega_2(\mu_2 - \mu_t)^2}{\omega_1 + \omega_2} \\ &= \frac{\omega_1\omega_2(\mu_1 - \mu_2)^2}{(\omega_1 + \omega_2)^2} \end{aligned} \quad (11)$$

また、画像全体の輝度値の全分散  $\sigma_t^2$  はクラス内分散  $\sigma_w^2$  とクラス間分散  $\sigma_b^2$  の和であるため判別比は次式となる。

$$\frac{\sigma_b^2}{\sigma_w^2} = \frac{\sigma_b^2}{\sigma_t^2 - \sigma_b^2} \quad (12)$$

ここで、全分散  $\sigma_t^2$  は定数となるため、クラス間分散  $\sigma_b^2$  を最大化することで閾値が求まる。

次に複数の結晶粒が入る任意のフィルタ（格子）を設定し、平滑化処理（Averaging）<sup>22)</sup> を加えて、相の偏在性を強調させる。平滑化処理後における輝度値  $p_i$  の平均値  $\mu_{bin}$ 、画素数  $\omega_{bin}$  から、ばらつきを表す変動係数（Coefficient Value）を求め<sup>23)</sup>、本手法ではこの値を組織写真における不均一性  $U_{CV}$  と定義し、次式で表す。

$$U_{CV} = \frac{1}{\mu_{bin}} \sqrt{\frac{1}{\omega_{bin}} \sum_{i=0}^{\omega_{bin}} (p_i - \mu_{bin})^2} \quad (13)$$

均一組織であれば、処理画像の輝度値  $p_i$  はほぼ一定の値を取るため、 $U_{CV}$  は小さくなる。一方で不均一組織

であれば輝度値  $p_i$  がばらつき、 $U_{CV}$  は大きくなることから、材料組織の均一性を定量評価できる。

### 4. 3 フィルタの最適化および組織写真への適用

本手法の妥当性を検証するために、材料組織の均一性が異なる二相合金のサンプルを7種類試作し、組織観察した。作業者の目視により均一性を定性評価し、均一から不均一の順に整理した。横断面および縦断面の組織写真の代表例を Table 2 に示す。

画像処理による均一性評価法では適切なフィルタを設定する必要がある。ここでは作業者の目視評価と比較し、フィルタを最適化した。サンプルごとに横断面と縦断面の  $U_{CV}$  を掛け合わせた結果を Table 3 に示す。

Table 3 からわかるように、フィルタを適切に設定しなければ、 $U_{CV}$  は目視評価の傾向と一致しない。これはフィルタが小さすぎても、大きすぎても、相の偏在性を強調できないためである。Table 2 に示す数  $\mu\text{m}$  オーダーの結晶粒では、フィルタを  $8.3 \times 8.3 \mu\text{m}^2$  としたとき、目視観察結果とよく一致した。これらからフィルタは結晶粒径の数倍程度にすることが望ましい。また、結晶粒が大きく伸びた針状組織などに本手法を適用する場合、長方形のフィルタを用いることも有効と考えられる。

Table 2. Microstructure with different uniformities (Grade: 1, 3, 5, 7).

Grade	1	3	5	7
	Uniformity ← → Non-uniform			
Cross-section				
Longitudinal-section				

Table 3. Quantification of microstructure's uniformity using statistical image processing.

Visual test (Grade)	1	2	3	4	5	6	7
Filter size	$U_{cv}$						
10×10 (4.2×4.2 μm <sup>2</sup> )	0.115	0.172	0.152	0.240	0.331	0.403	0.512
20×20 (8.3×8.3 μm <sup>2</sup> )	0.042	0.067	0.072	0.084	0.140	0.152	0.189
30×30 (12.5×12.5 μm <sup>2</sup> )	0.024	0.041	0.051	0.044	0.087	0.084	0.102
40×40 (16.6×16.6 μm <sup>2</sup> )	0.016	0.029	0.042	0.029	0.070	0.055	0.067
50×50 (20.8×20.8 μm <sup>2</sup> )	0.010	0.023	0.034	0.021	0.055	0.041	0.050

## 5. 適用結果と考察

### 5. 1 探傷周波数の最適化

3章で提案した超音波による均一性評価法は、結晶や相の分布が超音波の伝播経路によって、後方散乱波が変動することを用いる。そのため、結晶粒界から十分な後方散乱波を生じさせる必要がある。すなわち、低周波では粒界散乱が十分に生じず、また高周波では表層近傍における減衰により材料全体の後方散乱波を取得できないことが懸念される。ここでは探触子の周波数を最適化し、測定精度の向上を図った。

Table 2におけるGrade 1のサンプルを市販の走査装置を用いてFig. 2のようにスキャンし、一定体積における散乱波形群を取得した。実験条件をTable 4に示す。また、校正方法は探触子の感度差を考慮して、得られた散乱波形群の平均値が一定になるようにゲインを調整した。探触子ごとに得られた散乱波形群のヒストグラムをFig. 4に示す。

Table 4. Measurement specifications for frequency optimization.

Item	Specification	
Sample	Round bar (φ16 mm): Grade 1	
Probe	Frequency	Element size
	5 MHz	10 mm
	10 MHz	6.4 mm
	20 MHz	3 mm
Input waveform	300 Vpp Square pulse	
Number of measurements	7000	
Water path	70 mm	

Fig. 4から、後方散乱波は10 MHzで最も変動しやすいことがわかる。一般にRayleigh散乱域においては、周波数が高いほど、粒界散乱は強くなるため<sup>13)</sup>、組織の違いを検出しやすいと考えられる。しかし、結晶粒で散乱した超音波の受信過程においては、周波数が高い

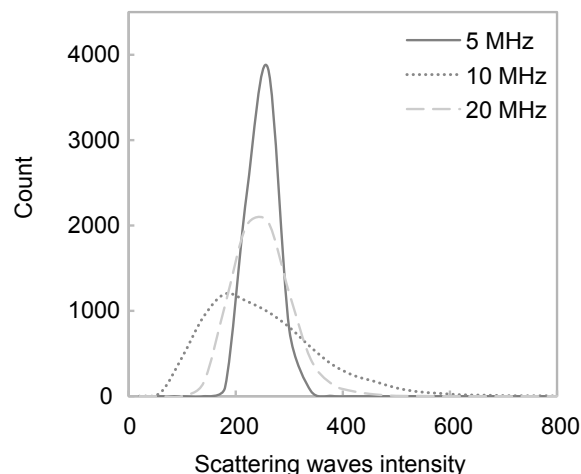


Fig. 4. Frequency optimization results.

ほど伝搬距離による散乱減衰が大きく、測定した後方散乱波の強度が見かけ上、低下する。以上の実験から、Table 2で示すような数μmオーダーの結晶粒を測定対象とする場合、探触子の周波数は10 MHzが最適と判断した。最適な周波数は対象とする材料組織によって異なるため、事前に調査することが望ましい。

### 5. 2 超音波による均一性評価結果

3章で開発した超音波による均一性評価法を、4章にて作製した材料組織の均一性が異なる7種類のサンプルに適用して、精度検証した。Table 5に実験条件を示す。ここではサンプルの直径が小さく、また散乱減衰の影響が小さいため、DAC処理(Distance Amplitude Correction)は加えていない。

横軸を4章の画像処理法で定量化した組織写真の不均一性 $U_{cv}$ 、縦軸は散乱波形群の非対称性 $H(i)$ とし、超音波による均一性の評価結果をFig. 5に示す。

Fig. 5からわかるように、Table 3における材料組織の不均一性 $U_{cv}$ と散乱波形群の非対称性 $H(i)$ に相関が得られた。しかし、材料組織がより不均一であると評価結果の誤差が大きくなる。これは超音波による均一性評価法では材料の一定体積を対象としているのに対して、画

像処理法では任意断面を抜き取り評価しており、測定範囲が正確には一致しないためである。

この課題に対して、材料組織と波形が対応する超音波伝播解析が検証方法の1つとして有効であると考えられる。伊藤らはボロノイ分割を用いて結晶粒径を考慮した超音波伝播解析法を提案した<sup>24)</sup>。しかし、これらは単相組織を対象としたものであった。そこで、稲垣らは組織の不均一性をパラメータ化するため、ランダムウォーク(酔歩)を取り入れた解析モデルを提案した<sup>25)</sup>。今後はこれらの超音波伝播解析を、精度検証に取り入れる。

Table 5. Measurement specifications for estimation of material uniformity.

Item	Specification
Sample	Round bar (φ16 mm)
Probe	Frequency 10 MHz Element size 6.4 mm (flat)
Waveform	300 Vpp Square pulse
Filter	10 MHz Band pass filter
Gain	58 dB
Number of measurements	21000 per sample
Water path	70 mm

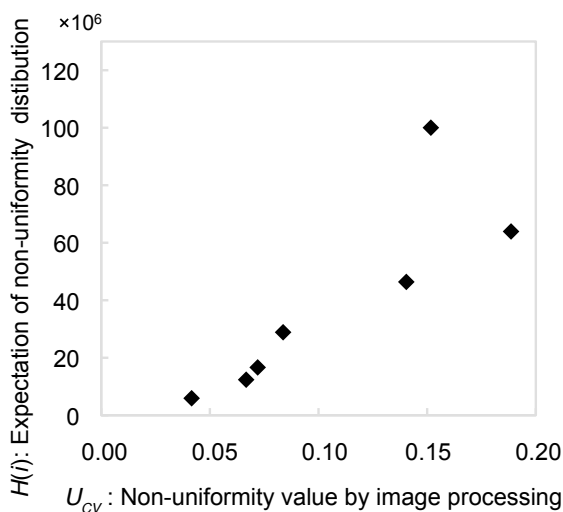


Fig. 5. Relationship between non-uniformity by statistical image processing and asymmetry of ultrasonic back scattering waves.

## 6. 結 言

本研究では、複数の位置で超音波を入射して得られた後方散乱波を統計的に解析し、その分布の非対称性から材料組織の均一性を評価する方法を開発した。また画像処理に統計解析を取り入れて、組織写真における均一性を定量化する手法を開発した。材料組織が異なる7種のサンプルを作製し、上記2つの手法を適用した結果、組織の均一性を定量的に評価できた。今後は評価サンプル数を増やし、また超音波伝播解析を取り入れ、組織の均一性と超音波による評価結果の定式化を試みる。

(文 献)

- 1) 大竹拓至, 岡島琢磨: 電気製鋼, 90(2019), 2, 115.
- 2) E. O. Hall: Proceedings of the Physical Society, 64(1951), 747.
- 3) 飴山蕙: 山陽特殊製鋼技報, 20(2013), 2.
- 4) 的場理一郎, 中田伸生, 二村裕一, 土山聡宏, 高木節雄: 鉄と鋼, 93(2007), 7, 39.
- 5) Y. Wang, M. Chen, F. Zhou and E. Ma: Nature (London), 419(2002), 912.
- 6) 日本工業規格: JIS G 0551(2013).
- 7) ASTM国際: ASTM E112(2010).
- 8) 高山善匡, 杜澤達美, 加藤一, 茜谷祐一, 張仁誠: 日本金属学会誌, 60(1996), 1, 44.
- 9) 磯野英二: 鉄と鋼, 55(1969), 10, 916.
- 10) 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, 12.
- 11) Don E. Bray, Roderic K. Stanley: Nondestructive evaluation a tool in design manufacturing and service, CRC Press, 1996, 70.
- 12) E. P. Papadakis: Journal Acoustical Society of America, 37(1965), 703.
- 13) 宇田川義夫: 超音波技術入門 発信から受信まで, 日刊工業新聞社, 2010, 42.
- 14) H. Willems, K. Goebbels: Metal Science, 15(1981), 549.
- 15) F. J. Margetan, T. A. Gray: Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation, 10B(1991), 1721.
- 16) T. Stepinski, P. Wu: Nondestructive Characterization of Materials, IX(1999), 431.
- 17) 山田聡, 河野貴文, 川嶋紘一郎: 超音波による非破壊評価シンポジウム講演論文集, 9(2002), 69.

- 18) 宇田川義夫: 検査技術, 9(2019), 31.
- 19) 森永武, 森大輔: 超音波による非破壊評価シンポジウム, 27(2020), 13.
- 20) 佐藤直子, 定松直, 足立吉隆: 鉄と鋼, 100(2014), 10, 1182.
- 21) 張仁誠, 杜澤達美, 加藤一, 高山善匡: 日本金属学会誌, 60(1996), 2, 149.
- 22) 公益財団法人画像情報教育振興協会: デジタル画像処理, 2020, 194.
- 23) 東京大学教養学部統計学教室: 統計学入門, 東京大学出版会, 1991, 38.
- 24) 伊藤智啓, 中村正也: 材料とプロセス, 17(2004), 938.
- 25) 稲垣昂, 伊藤智啓, 森永武: 超音波による非破壊評価シンポジウム, 27(2020), 17.



森永 武



森 大輔