走査型 FID 検出によるフェライトセラミックス クラック検出法の研究*

吉 村 剛 治** 秋 山 伸 幸*** 吉 田 昌 弘***

Study for Crack Detecting Technique on Ferrite Ceramics by Scanning Detecting FID

Takaharu YOSHIMURA, Nobuyuki AKIYAMA and Masahiro YOSHIDA

A non-destructive testing technique for ceramics cracks has been developed. The method utilizes the phenomenon of slow evaporation of penetrated solvent inside the crack. The experimental apparatus consisted of a sealed chamber and a specimen locating device. The FID (Flame Ionization Detector) was fixed on the chamber for measuring the evaporated solvent. Three kinds of experiments were carried out. The 1st experiment was to determine the best condition for FID operation and to measure the FID characteristics. From this experiment, the optimum FID operating conditions were established; and the dynamic characteristics, e.g. FID response time of 0.17 s, were determined. The 2nd experiment was to measure the sensitivity of the crack detection. For this purpose, a jig, holding two lapped square ferrite blocks with a spacer in between, was used. The thickness of the spacer was from 1 to 10 μm . The experimental results show that the FID output varies linearly with the gap width for measurement carried out approximately 70 to 90 s after solvent introduction. The 3rd experiment was to detect the cracks on actual ferrite magnet specimens. The result shows that cracks with width 1–3 μm could be detected, with SN ratio 3.

Key words: crack, non-destructive testing, gas chromatograph, flame ionization detector, ferrite

1. 緒 言

フェライト磁石は永久磁石材料としてモータ、スピーカ等によく使用されているが、焼結時に表面および角の部分にクラックが発生することがある。このクラックにより磁石の強度が著しく低下し、ワークが割れて組立ラインを止めたり、クラックからワークの一部が剥離してモータを停止させることがある。従って、クラックのあるワークは完全に除去しなければならない。クラックは磁石の表面にランダムに発生するため検査は全面にわたって行わなければならないが、その表面は研削痕のついた粗面でありそれがノイズになってクラックの識別が非常に困難である。このようなクラックの非破壊検査には種々の方法があるがいずれの方法もクラック検出感度が低かったり検査時間が長くなるなどの欠点があった^{1)~3)}。

筆者らは以上の背景の基に、水素炎イオン化検出器⁴⁾ (Flame Ionization Detector. 以下、FID と称す) を使ったフェライト磁石クラック検出法を開発した⁵⁾。この方法は高感度、非破壊で検査でき、オンライン検査可能であり、量産ラインでの検査方法として適応可能である。

前報では検出方法の原理とワーク全体を一度に検査する方法について、実験結果を述べ、クラック検出の限界と検出の際の条件を明らかにした。さらに、検出する表面積を小にすれば微小なクラックを検出可能であることを示した。

本報告では検出する面積を小さくしてクラックの検出を連続的に行う実験装置を製作し、クラック検出に適した FID の動作条件と FID の特性を求め、クラック検出実験を行ったので、以下に結果を報告する。

2. 検 出 原 理

図 1 に検出原理を示す。試料をエタノールに浸けると、クラック中にエタノールが素早く浸透する。次に試料を取り出して表面を乾燥させると、クラック中にはエタノールが残っていてそれがゆっくりと気化する。このエタノールを検出することによりクラックを検出するのである。

クラックから気化するエタノールはきわめて微量であるのでその検出には FID を使用するが、感度や応答性を高くするには効率良くエタノールを FID に導く必要がある。その方法として図 2 (a) に示すように試料全体を密閉した容器で密封し、一方からエア（以下、キャリアガスと称す）を注入し FID に

Fig. 1 Evaporation of penetrated solvent in crack

Fig. 2 The method of solvent suction using FID

* 原稿受付 平成 7 年 6 月 26 日
** 正 会 員 日立金属(株) (熊谷市三ヶ尻 6010)
*** 正 会 員 長岡技術科学大学 (長岡市上富岡町 1603-1)

Fig. 3 Configuration of experimental apparatus

エタノールを導入する方法と、同図 (b) に示すように真空ポンプで吸引する方法とがある。真空ポンプで吸引する方法はワークの出し入れが不要で取扱いが簡単であるが、(a) の密封方式に比してポンプの脈動やポンプの容積を最小にする必要があるため、本報告では密封方式で実験検討を行った。

3. 実験装置

3.1 密封容器

実験装置の構成を図 3 に示す。密封容器は内部が観察可能な透明のアクリル板で製作し、その上板に試料を出し入れするふたと FID 吸引口（以下、吸引口と称す）を固定する。吸引口は先端形状を幅 2 mm、長さ 9 mm で深さ 2 mm の長方形溝付きとし、その中央に $\phi 1$ mm のエタノールの導入孔を設ける。吸引口の外側にはキャリアガスの流量を調節可能な絞り弁を設け、それに FID を直結する。吸引口から FID までの配管等の容積は応答性を上げるために 1 ml 以下にした。

次に、容器の内部構成について説明する。容器の上ぶたから試料の出し入れを行うが、この時、同図に示す吸引口カバーで吸引口を密閉する。これは吸引口入口の圧力が大気圧まで下がると FID の点火状態が不安定になるので、上ぶたを開けた時でも吸引口での圧力を保持して FID を安定に保つためである。

試料をテーブルに固定してふたを閉めた後は、キャリアガスを素早く注入して容器の内圧を 11 kPa まで上げ、吸引口カバーを直ちに下げて測定を開始する。測定はエアシリンダ駆動のテーブルとモータ駆動のテーブルを走行させて行った。エアシリンダ駆動はストローク 25 mm を平均 160 mm/s の速さで走行ができ、高速位置決めを必要とする場合に使用した。モータ駆動のテーブルはストローク 50 mm を最大 24 mm/s の速度で走行可能で、走行速度を変えて FID の出力を求める場合に使用した。

なお、クラックがちょうど吸引口の真下にきた時の信号（以下、タイミング信号と称す）を出力するために、位置検出センサを設けてある。また、前報で述べた通り、浸漬から乾燥処理までは手作業で行うが、各々の処理時間は浸漬が 10 秒、乾燥は強制温風で 10 秒である。

3.2 FID 信号検出回路

図 4 に FID の出力信号を検出するプリアンプ部回路と全体の構成を示す。プリアンプ部は水素炎により電離した電子を捕捉するコレクタに 90 V の電圧を供給する電源と FID の電流信号をオペアンプにより電圧信号に変換する回路から成ってい

Fig. 4 Electric circuit for crack detection

(a) Jig used for measuring the dynamic characteristic

(b) Jig used for sensitivity measurement

Fig. 5 Jig for holding specimen

る。実験ではこの出力を増幅器で増幅した後ローパスフィルタでノイズを除去し A/D 変換してパソコンに取り込んだ。

同図中 A 点での FID 信号の電圧値および電流値は、エタノールの濃度が 0.1 ppm の時に 0.01 V および 1 nA である。

3.3 試料

図 5 (a) に FID の応答速度を調べる実験に用いたジグを示す。バイアル（小びん）にはエタノールが入っていて、バイアルの栓には内径 $\phi 0.5$ mm の細管を通してある。気化したエタノールは常時この細管を通して外部に流出している。従って、このバイアルを FID 吸引口真下に素早く位置決めしてステップ応答として調べる事が可能である。さらに、FID 吸引口直下を定速度で通過させた時の FID 出力からその動特性を調べる。同図 (b) にクラックの検出感度を調べる時に使用したジグを示す。クラックの検出感度を調べるには、種々のクラック幅の試料を用意し、クラック内部の体積、クラックの表面積、クラック破断面の状態、焼結体密度、溶媒吸収率等をあらかじめ測定し、それらとエタノールとの関係を明確にしたうえで、クラック幅と FID の出力値との関係を論ずる必要があるが、これらを求めるのは大変に困難である。

本研究ではクラックの幅を自由に変えて実験ができるジグを用いた。これは、2 個のフェライト磁石を鏡面加工し、その磁石の間に調べたい幅に相当する厚さのスペーサを挿入して間隙を作り、専用のジグで挟み保持したものである（以下、ギャップ試料と称す）。フェライト磁石の大きさは 25 mm × 25 mm × 15 mm で、スペーサはチタン材で厚さが 1~10 μ m のものを用いた。

4. 実験方法と結果

4.1 静特性測定

0.1 ppm 一定濃度のエタノールを含有した校正ガスを作成し、吸引口を吸引口カバーでおおって、この校正ガスを直接に吸引口に注入する。H₂、エア、キャリアガスをそれぞれ変化

(a) Influence of flow rate of air on FID output

(b) Influence of flow rate of carrier gas and H₂ on FID output

Fig. 6 Static characteristics of FID

させて FID の出力を測定した。FID は約 1 ppb～約 1% の広い範囲で直線性があり、今回の実験で使用した校正ガスは直線性のある状態で実験しているものと考えられる。また、この濃度は後述するフェライト磁石の微細クラックを検出した時と同程度の濃度である。さらに、校正ガスを注入する時には事前にエアバージを十分に行い、エタノールが配管などに吸着して、それが原因で誤差を生じることのないようにした。以上のことから、この濃度で求めたパラメータはクラックの検出の際にも有効であると考えられる。

図 6 (a) はエア流量と FID 出力との関係を示したものである。エア流量の増大に伴いわずかながら FID の出力が増加している。しかしながら、7 ml/s 以上に流量をあげると今度は FID の点火状態が不安定になったので、本実験ではエア流量を 5.4 ml/s に固定した。次に、H₂ 流量をパラメータにしてキャリアガス流量と FID 出力との関係を求めた結果を同図 (b) に示す。H₂ 流量が 2.5 ml/s で、キャリアガスが約 5.4 ml/s の時に FID の出力が最大になっている。

以上の結果より、本実験では H₂ 流量を 2.5 ml/s、キャリアガス流量を 5.4 ml/s とした。

4.2 動特性測定

1) ステップ応答 (過渡応答)

バイアルを吸引口真下に位置決めした時の FID 出力を図 7 (a) に示す。エアシリンダを駆動させた直後から FID の出力を記録したものである。FID の出力が素早く立ち上がり、その後は一定のレベルを保っていることがわかる。その立ち上がり部分を拡大し、FID の出力の平衡値で正規化したものを同図 (b) に示す。位置検出センサのタイミング信号も同図に示す。バイアルは 160 mm/s の速度のエアシリンダ駆動テーブルで駆

(a) FID output at quickly positioned the vial under suction inlet

(b) Estimation of response time

(c) Relation between response time and flow rate of carrier gas

Fig. 7 Step response characteristics of FID

動され、点 B の位置で停止する。立上がり波形が一次遅れであると仮定して、この時の応答時間を求めると 0.17 秒であった。同図 (c) はキャリアガス流量を変えたときの応答時間を示したものである。キャリアガス流量の増加に伴い、応答時間がわずかに小さくなっていることがわかる。

2) インパルス応答

図 8 はモータ駆動によりバイアルを 24 mm/s の速度で、10 秒間隔で吸引口の真下を 5 回往復させた時の FID の出力を示す。ピークの生じている時がバイアルが吸引口の真下に位置した時である。

同図 (b) は、(a) の信号を 0.8 秒だけ遅延させて、原信号との差を計算しプロットしたものである (以下、差分信号と称す)。バイアルが吸引口の真下にあつて FID が大きく変化したところで差分信号も大きく変化する。この部分での信号の変化幅を検出信号とし、バイアルが吸引口から離れた場所にあるときの信号の変化幅をノイズとして、検出信号とノイズとの比を SN 比とする。この場合の SN 比は 3.3 である。本方式の空間分解能をノイズのレベルでの差分信号の時間幅から求めると、時間幅が 0.9 秒で走査速度が 24 mm/s なので 21.6 mm となる。ここで、遅延時間の幅を 0.8 秒にしたのは前述の実験で応答時間が 0.2 秒であること、遅延時間幅による検出信号の変化を調べた結果、0.4 秒以上の遅延時間で最大の信号が求められ

(a) FID output with vial traversing under the suction inlet

(b) Differential output

(c) Detected output and traversing velocity of specimen

Fig. 8 Impulse response characteristics of FID

たことによる。同図(c)にバイアルを5~24 mm/sの範囲で走行させた時の検出信号を示す。走行速度が10 mm/s以上では変化は認められない。送り速度の速い方が検査速度の向上に有利であるので、本研究では走行速度を24 mm/sとした。

4.3 検出感度測定

図9(a)は厚さ2.3 μm のチタン材スペーサでギャップを形成したギャップ試料にエタノールを浸漬して、表面を乾燥させてから、吸引口下を走査させた時のFID出力を示す。エタノールを浸漬させている時間10秒、ドライヤで温風乾燥させている時間10秒、そのほか、これら処理を手作業でしたため生じる途中でのロスタイムが約10秒ほどあり、時間軸はこれらを含めた浸漬直後からの時間を表している。5.5秒の間隔でギャップ試料の走行を繰り返し行った。縦軸はギャップ10 μm のギャップ試料を用いた時のFIDの出力値で正規化した値である。インパルス測定の場合とは異なりFIDの出力が時間の経過に伴い急激に減少している結果となった。ギャップ部分に浸透したエタノールは有限であるから残留分が少なくなって析出する量が減少したものと考えられる。同図(b)は(a)の差分信号を求めたものである。FIDの出力が低下するのに伴いその信号幅である検出信号も低下している。同図(c)は

(a) FID output at 2.3 μm gap width specimen (b) Differential output at 2.3 μm gap width specimen

(c) Detected output for several gap width

(d) Relation between detected output and gap width

Fig. 9 FID sensitivity characteristics

1~10 μm の間を8種類のギャップ幅を有するギャップ試料を用いてFIDの出力を求め、各々の場合での検出信号を計算しプロットしたものである。狭ギャップの場合には単調に減少するだけであるが、ギャップ幅が大きい場合には、乾燥直後から

Fig. 10 Crack and tool mark on the surface of ferrite magnet

Fig. 11 FID output at the ferrite magnet

る時間までは検出値が時間の経過に伴い増加し、それを過ぎると単調に減少している。

同図(d)は(c)の結果において浸漬開始から70~90秒後の検出値を使って、ギャップ幅と検出信号の大きさの関係を求めたものである。ギャップ試料では鏡面加工のフェライト磁石の間にスペーサを挟み保持したものであり、スペーサの厚さを変えてギャップ幅だけを変えている。これは、実際のクラックではその幅を非破壊で測定することが非常に困難なので、ギャップ試料を用いて、幅だけを変えた時の検出信号の変化を求めることにしたものである。検出信号がギャップ幅に比例して増加していることがわかる。クラックの内部の状態が同じであれば検出信号の大きさからギャップ幅をある程度求めることが可能である。

4.4 フェライト磁石クラック検出

図10は20倍の対物レンズを用いて観察したフェライト磁石の表面とそれに発生したクラックを表している。試料表面は焼結後にダイヤモンド砥石で研削した研削面であり同図では縦方向に研削痕があり、それと直交する方向にクラック(図中のCD間)が発生している。クラックの幅は約2.6μmで微細なので裸眼ではその検出は非常に困難である。

図11はこの試料を用いてFID出力を求めた結果で、図12はその差分信号である。縦軸は前述と同様に幅が10μmのギャップ試料での出力値で正規化した値である。時間70~90秒の間での検出信号は0.016、ノイズは0.002、SN比は8となる。

図13はクラック幅が1~3μmの試料6個を用いてSN比を求めた結果である。SN比はすべて3以上あり、高い感度でクラックを検出可能であると考えられる。

5. 結 言

不透明で表面が粗面のセラミックス上に発生するクラックを自動的に検出する目的で、試料全体を密封し、一方からキャリアガスを注入し、析出したエタノールを吸引口からFIDに導入する装置を製作した。FIDの静特性並びに動特性と、クラックの検出感度を調べた。また、実際のフェライト磁石ク

Fig. 12 Differential output at the ferrite magnet

Fig. 13 SN ratio obtained by testing the several specimen

ラックの検出実験も行った。その結果以下のことが明らかになった。

- (1) 試料全体を容器の中に密封しキャリアガスを注入しながらFID吸引口の下で走査させることにより、クラックの検出が可能である。
- (2) 検出には、 H_2 流量2.5 ml/s、キャリアガス5.4 ml/s、エア流量5.4 ml/sの時検出感度が最大になる。
- (3) FID検出の動特性において、ステップ応答よりFID出力の応答時間を求めた結果、0.17秒であった。インパルス測定より試料の走行速度が10~24 mm/sの範囲ではFID出力応答性の変化は認められなかった。
- (4) フェライト磁石を鏡面加工し、それを1~10 μmのスペーサを挟んで保持してギャップを形成し、ギャップ幅とFID出力の関係を調べた結果、浸漬開始から70~90秒経ってからクラック検出することにより比較的線形性のある検出が可能である。
- (5) 本実験装置により幅1~3 μm以上のクラックがSN比3以上で検出可能である。

本報告では密閉容器を使ってFIDに析出したエタノールを導入する方法を中心に論じたが、真空ポンプ吸引方式によるクラック検出装置について別途報告する。

最後に本研究の推進にご協力いただいた日立金属(株)生産システム研究所三上正樹氏、有年弘幸氏、長岡技術科学大学大学院学生佐々木勝氏に謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) 奥田 博：ファインセラミックス，日本規格協会，(1989.10) 83.
- 2) P. T. Chang, I. Kaufman and D. Y. Shyong：Detection and Imaging of Surface Cracks by Optical Scanning, Materials Evaluation, 45, Aug. (1987) 943.
- 3) 岡本芳三ほか：赤外線放射温度計による欠陥の検出(2)，表面線状欠陥，非破壊検査，38, 6 (1989) 525.
- 4) 小島次雄，大井尚文，森下富士夫：ガスクロマトグラフ法，共立出版，(1985) 39.
- 5) 吉村剛治，秋山伸幸，吉田昌弘：FIDを使った黒色焼結体クラック検出法の研究，精密工学会誌，61, 5 (1995) 657.