

令和 5 年 5 月 18 日現在

機関番号：11301

研究種目：挑戦的研究（萌芽）

研究期間：2021～2022

課題番号：21K18664

研究課題名（和文）音響共鳴映像法の創出と高分子薄層の品質可視化への挑戦

研究課題名（英文）Creation of Acoustic Resonance Imaging Technique and Challenge to Visualize the Quality of Thin Polymer Layers

研究代表者

燈明 泰成（Tohmyoh, Hironori）

東北大学・工学研究科・教授

研究者番号：50374955

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 4,900,000 円

研究成果の概要（和文）：音波が薄層界面で反射、あるいは透過する際に生じる音響共鳴現象を利用した革新的な音響共鳴映像法を開発し、これにより薄層の音響物性値や膜厚の2次元情報を取得することを可能にした。ここに薄層の音響インピーダンス、密度、音速、膜厚、薄層と上下媒体との密着性、なる6つの因子のいずれかを、目的に応じて評価する新しい超音波計測原理を創出した。また既存の超音波映像装置から取り出した超音波波形を演算・解析する独自のシステムを開発した。これらにより塗装膜の膜厚、高分子フィルムの劣化、あるいは接着層の品質を高分解能な2次元情報として可視化することに成功した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究課題の遂行により実現した音響共鳴映像法は、従来、点計測であった音響共鳴計測法を面計測へと拡張し、これにより薄層の音響物性値と膜厚の2次元情報を取得可能にしたものである。開発した手法は、燃料電池用電解質膜、あるいは各種輸送機器の組み立てに利用される接着剤など、次世代材料システムの性能を向上させ、安全性を担保するために欠かせない、様々な高分子フィルム・膜・層の革新的超音波検査に活用でき、その社会的意義は大きい。

研究成果の概要（英文）：An innovative acoustic resonant imaging technique that utilizes the acoustic resonance occurred when sound is reflected from or transmitted through thin layer has been developed, and the developed technique makes it possible to obtain two-dimensional information on the acoustic properties and thickness of the layer. A new ultrasonic measurement principle has been developed to evaluate any of the six parameters of acoustic impedance, density, sound velocity, thickness, and adhesion between thin layer and the media above and below the layer depending on the purpose. A unique system that calculates and analyzes the ultrasonic waveforms taken from existing ultrasonic imaging system has also been developed. With the developed measurement principle and the system, the thickness of coating, degradation of polymer film, or the quality of adhesive layer could be successfully visualized as high-resolution two-dimensional information.

研究分野：材料力学および機械材料関連

キーワード：音響共鳴 超音波映像法 薄層 品質 密着性 塗装膜 フォトリソ膜 接着層

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

1. 研究開始当初の背景

燃料電池用電解質膜、あるいは各種輸送機器の組み立てに利用される接着剤など、高分子フィルム・膜・層の利用が拡大してきており、工業機器・製品の性能を向上させ、安全性を担保するためにはこれら高分子薄層の評価が欠かせない。従来より薄層は品質評価が難しく、例えば超音波検査では薄層の上下面からの反射エコーが重畳してしまうため、一般的に検査が困難である。一方、信号重畳が生じる状況下では音響共鳴現象が生じ、研究代表者らはこの現象を利用して各種薄層を検査してきた。

音響共鳴とは音波が薄層を通過する際、音圧反射率と透過率が共鳴周波数において極値を取る現象であり、平面波理論によって定式化されている。研究代表者らは当該理論より高分子フィルムの音響物性値を計測する方法を考案し、非集束型超音波探触子を用いた実験によりその妥当性を検証した。その後、当該平面波理論が非集束音波のみならず、集束音波にも適用できることを実験により確認した。そこでこれまで点計測で行ってきた音響共鳴観察を、集束型超音波探触子を走査して局所的に観察することを繰り返すことで、従来の超音波画像では検知できなかった薄層の音響物性値や膜厚の2次元情報を取得する新しい音響共鳴映像法が創出できると着想した。

2. 研究の目的

本研究は音波が薄層界面で反射、あるいは透過する際に生じる音響共鳴現象を利用した革新的な音響共鳴映像法を創出すると共に、これにより塗装膜の膜厚、高分子フィルムの劣化、あるいは接着層の品質を2次元情報として高分解能に可視化することを目的とする。具体的に、既存の超音波映像装置を改良することに加えて、薄層とこれに接する媒体との界面における密着性を考慮した理論モデルを構築する。ここに薄層の音響インピーダンス(=密度×音速)、密度、音速、膜厚、薄層と上下媒体との密着性、なる6つの因子のいずれかを、目的に応じて評価対象とする新しい超音波計測原理を創出するものである。

3. 研究の方法

本研究では目的達成のため、(1)音響共鳴現象の理論モデルの構築、(2)音響共鳴映像システムの構築、(3)理論とシステムの実験検証、(4)塗装膜厚のゆらぎの可視化、(5)フォトリソ膜の品質の評価、(6)高分子接着層の品質の評価、なる6項目の研究を推進して革新的な音響共鳴映像法を創出する。

4. 研究成果

(1)音響共鳴現象の理論モデルの構築

2つの異なる媒体間に薄層が挿入された超音波伝達系において、薄層の音響インピーダンス、膜厚に加え、媒体1と薄層との密着性、および媒体2と薄層とのそれを変数とし、媒体1/薄層/媒体2界面からと、媒体2裏面からの超音波エコー波形を予測する理論モデルを構築した。ここに前者では界面における音圧反射率が、後者では界面通過時の音圧往復透過率が周波数依存性を示し、共に共鳴周波数において極値を取ることを利用して、薄層がある場合とない場合のエコー波形の周波数成分の変化から目的に応じた変数を評価可能にした。

(2)音響共鳴映像システムの構築

所有する超音波映像装置により取得した音響画像と共に VTK ファイル形式で保存されている波形を外部記憶媒体に取り込み、取り込んだ波形を周波数解析して振幅スペクトル比の極値と共鳴周波数とを記録するプログラムを Python にて作成した。これにより項目(1)で構築した理論モデルから目的に応じた変数の2次元分布を表示することを可能にした。

(3)理論とシステムの実験検証

項目(1)で構築した理論モデルの妥当性を、項目(2)で構築したシステムを用いて検証した。はじめに半導体製造プロセスで重要なフォトリソ膜がシリコン基板の表面にある場合について裏面エコーに基づく音響画像を取得し[図1(a)]、これに含まれる全波形を信号処理して振幅スペクトル比の最大値と共鳴周波数の2次元情報を取得した(図2)。取得した最大振幅スペクトル比の情報より音響インピーダンスの、また共鳴周波数の情報より膜厚の2次元分布を取得し、両者に面内での揺らぎがあることを明らかにした。更にフォトリソ膜が基板の裏面にある場合[図1(b)]につい

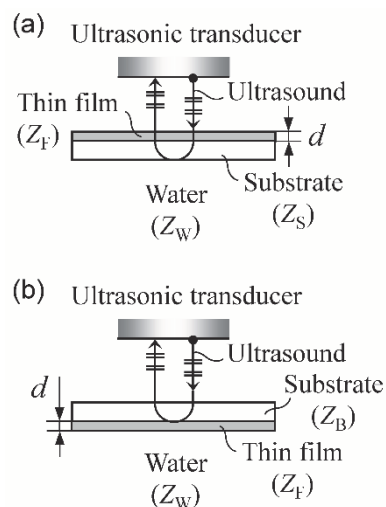


図1 2つの超音波伝達系 (Reprinted with permission from (1). Copyright (2022), AIP)

でも裏面エコーに基づく音響画像を取得し、その共鳴周波数の情報より算出した膜厚の2次元分布が先のそれと一致することを確認することで理論モデルの妥当性を検証した。

(4) 塗装膜厚のゆらぎの可視化

塗装膜の膜厚は工業製品の品質を左右する重要な監視項目である。構築した音響共鳴映像システムを用いて、厚さ1mmの亜鉛メッキ鋼板に施した10~30 μm の範囲の塗装膜の膜厚を可視化した。鋼板裏面の塗装膜を対象として実験を行ったところ、共鳴周波数は膜厚の減少と共に明瞭に増加し、これに基づき塗装膜の膜厚のゆらぎを可視化することに成功した。また両面に塗装膜を施したサンプルの裏面エコーを周波数解析して得た振幅スペクトル比に極大値と極小値が現れ、これらより両面の塗装膜の膜厚を同時に可視化できることを確認した。

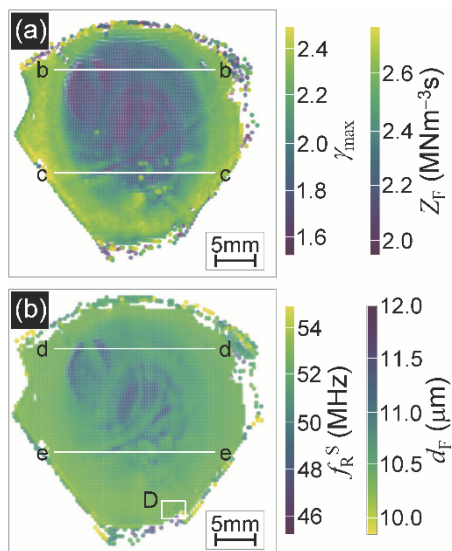


図2 最大振幅スペクトル比画像(a)と共鳴周波数画像(b) (Reprinted with permission from (1). Copyright (2022), AIP)

(5) フォトレジスト膜の品質の評価

シリコン基板に様々な条件でスピコートにより成膜したフォトレジスト膜の品質を評価した(図3)。膜厚は触針式プロファイラにより測定した。また膜の硬度に関係する音速と密度の2次元情報を音響共鳴映像法により取得し、それらの平均値とばらつきを評価した。膜厚と音速は塗布回数の増加に伴い増加し、またベーク温度と回転数の増加に伴い減少した。一方、密度は複合的な要因により変化し、それぞれある条件で最大となった。全てのデータを重回帰分析することで回転数が最も品質に影響を及ぼすことを明らかにした。更にベーク温度と塗布回数を決めた後で最適な回転数を見出すことにより、高密度な膜が得られるという重要な知見を得た。

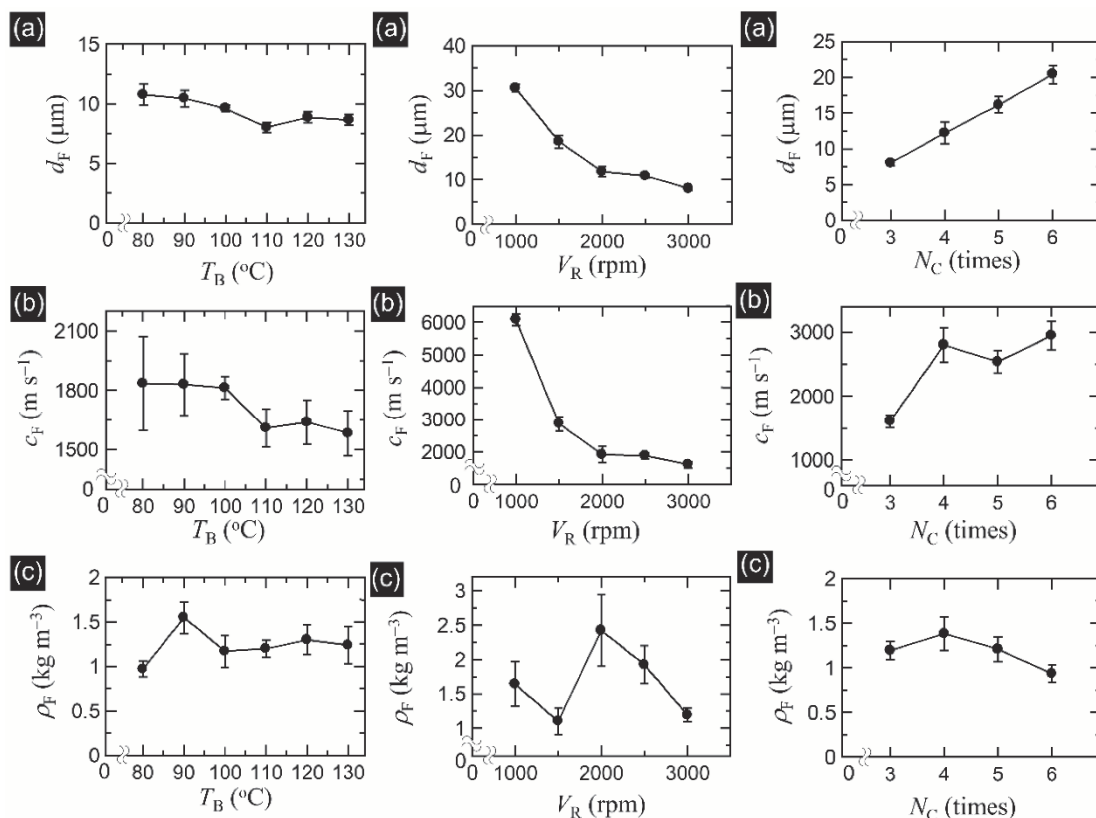


図3 ベーク温度(T_B)、回転数(V_R)、塗布回数(N_C)が膜厚(d_F)、音速(c_F)、密度(ρ_F)に及ぼす影響 (Reprinted with permission from (2). Copyright (2023), AVS)

(6) 高分子接着層の品質の評価

航空機等の輸送機器において、従来のリベットや溶接による接合が接着に置き換わってきており、基材と接着層との密着性は重要な品質管理項目である。2枚のアルミ板を高分子接着剤により接着し、アルミ板間の接着層の品質を評価した。音響画像と音響共鳴画像(最大振幅スペクトル比画像・共鳴周波数画像)はそれぞれ異なる様相を呈しており、前者より接着層内の欠陥が、後者より基材と接着層の密着性が可視化・評価できる可能性を見出した。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 H. Kim, H. Tohmyoh	4. 巻 93
2. 論文標題 Acoustic Resonant Imaging Technique for Visualizing the Acoustic Properties and Thickness of Polymer Film on Substrate	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Review of Scientific Instruments	6. 最初と最後の頁 064901, 6 pages
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1063/5.0097062	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 H. Kim, H. Tohmyoh	4. 巻 41
2. 論文標題 Evaluation of Quality of Thick Photoresist Film by Acoustic Resonant Imaging Technique	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Journal of Vacuum Science and Technology B	6. 最初と最後の頁 022601, 8 pages
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1116/6.0002459	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計7件（うち招待講演 1件/うち国際学会 1件）

1. 発表者名 燈明 泰成
2. 発表標題 マイクロ/ナノ材料の接合・改質・評価～より有効に微細材料を活用するために～
3. 学会等名 日本材料学会 第6回マルチスケール材料力学シンポジウム（招待講演）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 キム ヘリン, 燈明 泰成
2. 発表標題 音響共鳴を利用したフォトレジスト膜の音響物性値と膜厚の測定について
3. 学会等名 日本非破壊検査協会 2021年度秋季講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 キム ヘリン, 燈明 泰成
2. 発表標題 音響共鳴映像法によるフォトレジスト膜の音響物性値と膜厚の可視化
3. 学会等名 日本非破壊検査協会東北支部 第9回支部会・講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 燈明 泰成, キム ヘリン
2. 発表標題 薄膜の音響物性値測定のための周波数データの活用について
3. 学会等名 日本機械学会 2022年度年次大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 H. Kim, H. Tohmyoh
2. 発表標題 Acoustic Study of Photoresist Films Formed on Silicon Substrate with Different Coating Conditions
3. 学会等名 The 43rd Symposium on UltraSonic Electronics (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 キム ヘリン, 燈明 泰成
2. 発表標題 音響共鳴映像法によるフォトレジスト膜の品質評価について
3. 学会等名 第30回超音波による非破壊評価シンポジウム
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 燈明 泰成, キム ヘリン
2. 発表標題 周波数領域データに基づく薄膜の音響物性値の可視化
3. 学会等名 日本機械学会 情報・知能・精密機器部門講演会
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

燈明・木村研究室 / 白須研究室 https://web.tohoku.ac.jp/tohmyoh/index.html

6. 研究組織		
氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関