

き裂進展のモニタリング技術開発に係る基礎研究

(先行基礎工学分野に関する共同研究最終報告書)

2000年3月

東京大学 先端科学技術研究センター
核燃料サイクル開発機構 大洗工学センター

本資料は、先行基礎工学分野に関する研究として、東京大学と核燃料サイクル開発機構との共同研究の成果として作成されたものです。

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村村松4番地49
核燃料サイクル開発機構
技術展開部 技術協力課

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:

Technical Cooperation Section,
Technology Management Division,
Japan Nuclear Cycle Development Institute
4-49 Muramatsu, Toukai-mura, Naka-gun, Ibaraki 319-1184,
Japan

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute),
東京大学 (The University of Tokyo)
2000

き裂進展のモニタリング技術開発に係る基礎研究
(先行基礎工学分野に関する共同研究最終報告書)

榎 学^{*1} 岸 輝雄^{*2}
川崎 弘嗣^{*3} 青砥 紀身^{*3}

要 旨

本研究では構造物および材料におけるき裂の発生、伝播を検出するシステムについての検討を行った。

まず、プラント機器のように過酷な環境で適用することを考慮して、レーザー干渉計を用いて非接触で破壊を検出・評価することを試みた。He-Neレーザーを用いたヘテロダイン型の干渉計により、材料中を伝播してきた弾性波を検出できることを確かめ、この干渉計を4チャンネル用いる非接触AE波形計測システムを構築した。このシステムをアルミナコーティング材の熱応力破壊に適用した。試験片の冷却時に界面近傍に発生する微視割れによるAE波形を検出でき、また逆問題解析を行うことにより、微視割れの発生時刻、発生位置、大きさおよび破壊モードが評価可能となった。このように、レーザー干渉計によるAE波形定量評価システムが開発でき、その有効性が確かめられた。

次に、き裂発生を予測するため、ミクロき裂が発生する以前の損傷変化を検出することを試みた。繰り返し熱過渡負荷を受けた構造物を用いて、超音波検出試験とその波形解析、およびき裂の発生した近傍の微小硬さ計による硬さ測定を行った。超音波エコーのウェーブレット解析により得られた音速は、き裂発生以前の損傷を検出できた。また、粒界上の微小硬さ変化から、き裂発生を推定できる見通しがある。

本報告書は、先行基礎工学分野に関する研究として、東京大学先端科学技術研究所センターと核燃料サイクル開発機構との共同研究により実施した研究の成果である。

機構担当部課室：ナトリウム安全工学試験部 機器・構造安全工学Gr

*1) 東京大学 先端科学技術研究所センター

*2) 東京大学 先端科学技術研究所センター

(現在：通産省工業技術院 産業技術融合領域研究所)

*3) 大洗工学センター ナトリウム・安全工学試験部 機器・構造安全工学Gr

Basic Study on Development of Monitoring for Crack Propagation

Manabu Enoki^{*1}, Teruo Kishi^{*2}
Hirotugu Kawasaki^{*3}, Kazumi Aoto^{*3}

Abstract

The system for detecting the generation and propagation of cracks in products and materials has been investigated in this research.

Firstly, in order to apply the method to harsh environment such as plant equipment, the system with laser interferometer which enables to detect fracture in non-contact way was tried. It was confirmed that the heterodyne interferometer with He-Ne laser could detect elastic waves propagating through materials, and the non-contact system with four interferometers to detect acoustic emission (AE) wave was developed. It was applied to the thermal stress fracture in alumina coating materials. AE wave during cooling of specimens due to microfracture near the interfaces was detected and the generation time, location, size and fracture mode could be evaluated by the inverse analysis. Thus, the quantitative system for evaluating AE wave was developed and the validity of this system was confirmed.

Secondly, in order to predict the crack initiation, the detection tests which were performed to detect a change in damage in the pre-stage of micro crack initiation were tried. For the components that were subject to transient cyclic thermal loading changes, the ultrasonic detection test was performed, and the obtained echo was analyzed. Furthermore, the measurement of micro hardness was performed by using the micro hardness tester for the grain boundary at near crack. The ultrasound velocity which could detect damaged state before crack initiation was estimated from the wavelet analysis of ultrasonic echoes obtained here. It was confirmed to be possible to predict the crack initiation from the change of micro hardness on the grain boundary.

This work was performed under the collaborative contract between Research Center for Advanced and Technology, The University of Tokyo and Japan Nuclear Cycle Development Institute.

JNC Liaison : Structure Safety Engineering Group, Sodium & Safety Engineering Division,
OEC, JNC

*1) Research Center for Advanced Science and Technology, The University of Tokyo

*2) Research Center for Advanced Science and Technology, The University of Tokyo
(Present: National Institute for Advanced Interdisciplinary Research, AIST)

*3) Structure Safety Engineering Group, Sodium & Safety Engineering Division, OEC, JNC

目 次

1. はじめに	1
1.1 緒言	1
1.2 レーザー技術の発展	2
(1) レーザーによる非接触の超音波検出原理.....	2
(2) レーザー干渉計によるAE波形検出に関する研究	5
1.3 ミクロ損傷検出の現状と課題	6
1.4 本研究の目的	7
参考文献.....	8
 2. レーザー干渉計を用いたAE計測と損傷評価	9
2.1 レーザー干渉計によるAE計測システム	9
(1) ヘテロダイイン干渉計の原理.....	9
(2) 擬似AE源を用いたレーザー干渉計のキャリブレーション	10
(3) CFRP引張試験におけるレーザーによるAE計測	19
(4) 高温下におけるAEの計測	25
(5) 結言.....	29
参考文献.....	30
 2.2 レーザーAEによるアルミナコーティング材の熱応力破壊評価	31
(1) 緒言.....	31
(2) 実験方法.....	32
(3) 実験結果および考察.....	35
(4) 波形解析.....	47
(5) 1ch原波形解析	54
(6) 結言.....	58
参考文献.....	59
 2.3 レーザーAE法の多チャンネル化による微視破壊評価	61
(1) 緒言.....	61
(2) レーザー干渉計を用いた4 チャンネルAE計測	61
(3) AE位置標定	67
(4) 実験方法.....	67
(5) 実験結果および考察.....	70
(6) 破壊モードの導出.....	90
(7) 破壊発生の臨界応力.....	97
(8) 結言	103
参考文献	104

3. 非破壊計測によるき裂発生の検出	105
3.1 超音波エコーのウェーブレット解析による損傷検出	105
(1) 緒言	105
(2) 供試材	106
(3) 超音波試験方法	106
(4) ウェーブレット解析	109
(5) 超音波エコーのウェーブレット解析結果	110
(6) 音速変化	117
(7) 周波数特性変化	119
(8) 結言	121
参考文献	122
3.2 微小硬さ計によるミクロき裂発生の検出	123
(1) 緒言	123
(2) 供試材および試験方法	123
(3) 板厚方向の微小硬さ特性	125
(4) 結晶粒界の微小硬さ特性	129
(5) 微小硬さと超音波音速の関係	131
(6) 結言	132
参考文献	133
4. まとめ	134
5. 今後の課題	137

表リスト

- Table 1.1 PZTセンサーとレーザー干渉計の比較
Table 2.1 解析に用いた物性値
Table 2.2 粉末材料の組成
Table 2.3 溶射条件
Table 2.4 プラズマ溶射条件
Table 2.5 AE計測条件
Table 2.6 用いた物性値
Table 2.7 各種試料作製条件
Table 2.8 ブラスト条件
Table 2.9 微視割れの食い違い変位導出結果
Table 2.10 解析に用いた物性値
Table 3.1 供試材の化学成分

図リスト

- Fig. 1.1 代表的なレーザー干渉計の構成
Fig. 2.1 干渉計の光学系構成
Fig. 2.2 ドップラー周波数と物体速度の関係
Fig. 2.3 レーザー干渉計の特性
Fig. 2.4 実験装置の概略図
Fig. 2.5 解析に用いたメッシュ
Fig. 2.6 解析時に仮定した入力関数
Fig. 2.7 レーザー干渉計による実測波形
Fig. 2.8 有限要素法による弾性波の解析解とレーザー干渉計による実測波形の比較
Fig. 2.9 試料形状
Fig. 2.10 計測装置構成図
Fig. 2.11 レーザー干渉計およびPZTセンサーによる検出波形
Fig. 2.12 レーザー干渉計およびPZTセンサーで収録された累積AE
事象数の比較
Fig. 2.13 热サイクル試験の装置構成
Fig. 2.14 母材裏面の温度測定結果
Fig. 2.15 热履歴とAE発生状況およびAE波形
Fig. 2.16 試験片形状と寸法
Fig. 2.17 热サイクル試験装置図
Fig. 2.18 負荷した热履歴
Fig. 2.19 溶射まま材の試料断面写真
Fig. 2.20 1200°C保持後の試料断面組織写真
Fig. 2.21 最終はく離後の波面写真
Fig. 2.22 各保持温度におけるAE発生挙動

- Fig. 2.23 タイプAとタイプBの波形
Fig. 2.24 FFTによる周波数特性
Fig. 2.25 サイクル数に対する各タイプの発生挙動
Fig. 2.26 各タイプの発生温度と振幅分布の関係
Fig. 2.27 超音波顕微鏡によるはく離進展挙動の観察
Fig. 2.28 FEMメッシュ
Fig. 2.29 入力ダイポールの時間関数
Fig. 2.30 入力位置の検出波形への影響
Fig. 2.31 引張およびせん断モードによる検出波形の相違
Fig. 2.32 ライズタイムの異なる入力に対する検出波形
Fig. 2.33 伝達関数導出のための入力ダイポールの位置関係
Fig. 2.34 導出された原波形の例
Fig. 2.35 割れ半径の分布
Fig. 2.36 発生温度差と割れの生成時間
Fig. 2.37 4チャンネルAE計測概念図
Fig. 2.38 4枚の鏡を有する反射鏡
Fig. 2.39 測定装置全体写真
Fig. 2.40 試験片形状および寸法
Fig. 2.41 負荷した熱履歴
Fig. 2.42 実験後の試料全体写真
Fig. 2.43 热履歴とAE発生挙動およびAE振幅分布(膜厚の影響)
Fig. 2.44 破面写真
Fig. 2.45 同一事象に対する各センサーでの検出波形と標準結果
Fig. 2.46 全AEの位置標準結果
Fig. 2.47 プラストによる母材表面の違い
Fig. 2.48 最終はく離後の全体写真
Fig. 2.49 热履歴とAE発生挙動およびAE振幅分布
(プラス条件の影響)
Fig. 2.50 凹凸影響の模式図
Fig. 2.51 試料断面写真
Fig. 2.52 热履歴とAE検出状況およびAE振幅の関係
(ボンド層存在の影響)
Fig. 2.53 波形解析の模式図
Fig. 2.54 FEMメッシュ
Fig. 2.55 入力ダイポールの時間関数
Fig. 2.56 入力点と検出点の位置関係およびFEMにより導出
された伝達関数
Fig. 2.57 微視割れの食い違い変位
Fig. 2.58 応力場の解析に用いたメッシュ
Fig. 2.59 応力分布図(セラミックス層膜厚500mm, $\Delta T=1000^{\circ}\text{C}$)
Fig. 2.60 端部からの距離に対する界面せん断応力
Fig. 2.61 τ_c の外挿値- ΔT
Fig. 2.62 異なる膜厚に対するせん断応力の分布($\Delta T=1000^{\circ}\text{C}$)
Fig. 2.63 各試料に対する τ_c

- Fig. 3.1 溶接容器型モデル熱過渡強度試験体
- Fig. 3.2 試料形状寸法
- Fig. 3.3 超音波検出システム
- Fig. 3.4 水浸式の超音波測定
- Fig. 3.5 容器板厚縦断面上の超音波計測位置
- Fig. 3.6 超音波エコーとそのウェーブレット解析例
- Fig. 3.7 板厚方向縦断面の光学顕微鏡写真(SUS304)
- Fig. 3.8 B1エコーのウェーブレット解析による等高線図
- Fig. 3.9 超音波エコー波形間隔から算出された音速変化(従来法)
- Fig. 3.10 ウェーブレット解析による容器板厚内の音速変化
- Fig. 3.11 B1およびB2エコーのピーク周波数変化
- Fig. 3.12 微小硬さ測定で得られる押し込み荷重ー深さ線図の例
- Fig. 3.13 押し込み荷重に対する微小硬さと押し込み深さとの関係
- Fig. 3.14 板厚方向に対する微小硬さの変化
- Fig. 3.15 表面からのき裂に沿った微小硬さ変化
- Fig. 3.16 き裂近傍結晶粒内の微小硬さ分布
- Fig. 3.17 微小硬さと超音波音速との相互関係

1. はじめに

1.1 緒言

FBRプラント機器の異常振動の発生は、き裂の発生・進展をもたらし、プラントの運転に重大な支障を及ぼすことになる。したがって、安全なプラントの運転を行うためには、機器の異常振動を検出し、これに伴うき裂の発生・進展の検出が必要となる。このような検出を実現するためには、非破壊的な方法を用いた検出技術の開発が必要となる。

き裂の発生・進展をモニタリングする技術の一つとして、超音波を利用した計測が考えられる。各種超音波を利用した計測法の中でも、新しい一つの手法として、レーザー干渉計の光学的技術を用いて、き裂発生・進展に伴って生じる超音波振動を検出することにより、微視破壊過程の検出性能を検討した。また、き裂発生以前からの前兆現象を捉えてき裂発生を予測し、事前に破損を防止するためのモニタリング技術として、微小領域の硬さ計測法と超音波波形解析法を検討した。本研究は、き裂発生以前から進展までを計測可能するモニタリング手法の開発により、実機の異常振動やき裂に起因する損傷診断法のための基礎的手法として反映するものである。

本研究は、上記モニタリング技術を検討するため、東京大学先端科学技術センターとサイクル機構大洗工学センターとの共同研究により、平成9年度から平成11年度まで実施し、非破壊的な計測方法の選択とその適用性、及び検出信号の解析方法の研究に関して双方で行ってきた。研究の分担は、東京大学において、レーザー干渉計による超音波計測法によりき裂進展を検出するための研究を行い、その結果を第2章で述べる。また、サイクル機構において、き裂発生以前からの状態を検出するための超音波波形解析と微小硬さ計の適用性検討を行い、その結果を第3章で述べる。本報告は、3年間の共同研究の成果をとりまとめたものである。

1.2 レーザー技術の発展

各種構造物の信頼性確保の必要性から、従来より、構造物や製品の欠陥検出、品質検査を目的として超音波探傷やX線探傷、電磁気探傷を始めとした各種の非破壊検査技術が開発され実用に供されている。個々の非破壊検査手法にはそれぞれ適用可能な欠陥や材質に特徴があるが、特に超音波を用いて材料中の欠陥や材質変化を調べる方法は鋼構造物のような大きな材料への適応性や内部欠陥検出能力の高さなどから供用中の工業プラントの検査を始めとして、鋼構造物などの検査に広く用いられている。

超音波による非破壊検査において、超音波を受信する方法としては、一般には圧電素子を用いる方法が広く用いられている。この方法では、一般に、発生する超音波振動を圧電素子に効率的に伝えるため、水や油、あるいは接着剤のような音響結合媒体が、圧電素子を用いたセンサーと材料の間に必要となる。このため計測対象となる材料によっては、適用がはばかられる、もしくは困難である場合がある。特に、材料自体が高温の場合などは、そのままセンサーを接触させることは困難である。実験的には、熱的緩衝材をセンサーと試料の間に挟み高温中の材料の音速測定などが行われているが、一般に超音波探傷の適用は常温に限られている。

そこで、このような圧電素子による従来法では対応が難しい高温の材料や新材料の非破壊検査を目的として、非接触超音波計測法の研究開発が行われてきた^{1)~8)}。その中には、すでに磁性材料や伝導性材料に対する非接触超音波送受信法として実用されている電磁超音波法があるが、これから技術発展・応用を期待されているもうひとつの非接触超音波受信法として、レーザーを用いた非接触超音波受信法がある。この手法はレーザー干渉計等の光学的技術を用いて超音波振動を検出するものであり、遠隔から非接触で超音波を受信でき、しかも微小領域に適用可能であるという特徴がある。Table 1.1にPZTセンサーとの比較を示す。

(1) レーザーによる非接触の超音波検出原理

レーザーを用いて試料表面に現れる超音波振動を非接触で検出する手法にはさまざまなものがある。代表的な手法をFig. 1.1に示す。

レーザーの干渉によらない方法としては、図中に示した、試料表面のうねりによる

Table 1.1 PZTセンサーとレーザー干渉計の比較

	レーザー干渉計	PZTセンサー
非接触測定	○	×
速度、変位の絶対値測定	○	△
測定対象面積	○(10 μ m~)	△(受感部面積)
対象環境	○	△
対象試料	△(要反射)	○
感度	△	○
取り扱い	×	○
ノイズ	×	○

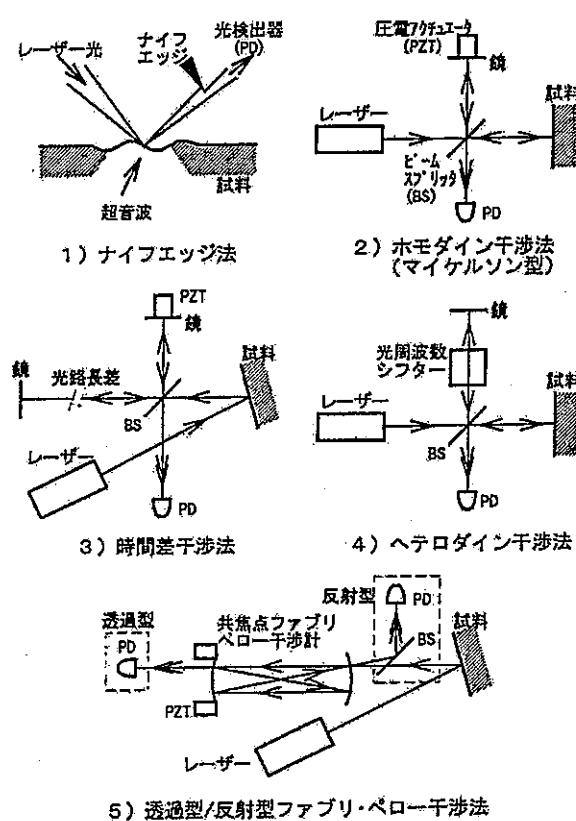


Fig.1.1 代表的なレーザー干渉計の構成

反射光の角度変化を利用するナイフエッジ法が代表的であるが、原理上、試料表面が鏡面でなければならず、実験的利用のみに制限されるため、光干渉による方法がレーザー超音波における非接触超音波検出技術の主流である。

●マイケルソン干渉法

レーザー干渉法によるもっとも基本的な超音波振動検出法は、マイケルソン干渉法³⁾である。マイケルソン干渉法は2つのレーザー光を重ねあわせる2光波干渉法のうち、2つの光に同一の波長の光を用いるもので、干渉実験に一般的に用いられる方法である。ホモダイン干渉法を用いることにより・超音波の微小振動・特に、その変形波形を検出することができる。この方法では、レーザー光をプローブ光と参照光に分け、試料表面で反射したプローブ光を参照光と重ね干渉させ、その干渉光の強度変化から超音波振動波形を得る方法である。原理は極めて簡単であるが、安定に超音波波形を得るためにには、プローブ光と参照光の光路差の変化によって正弦波的周期変化する干渉光の強度が明暗のほぼ中間になるように参照充用ミラーを位置調節する必要があり、圧電アクチュエータなどを用いた極めて微妙な位置制御が要求される。とくに、超音波振動に比較し、周囲の機械的振動は振幅が大きく、除振などを施した環境でなければ、超音波信号の安定的受信は困難である。しかしながら、本手法の大きな特長は、通常の超音波探触子では不可能な、振動変位波形が直接に、しかも、原理的には受信周波数帯域の制限無しに検出できることである。

●ヘテロダイン干渉法

光ヘテロダイン干渉法は、光周波数の異なる2つのレーザー光を用い、振動のドップラー効果による光の周波数変化を光検出器よりビート周波数変化として検出するもので、レーザーによる超音波受信法の一般的欠点である光量変化による感度変動を、周波数あるいは位相検出によりのがれる方法である。機械振動の検出によく用いられる方法であるが、超音波検出では、変調周波数が数MHz以上と高く、超音波周波数への適用にはFM検波回路に工夫が必要となる。試料表面へ2つのレーザー光を交差するように照射し、その散乱光のビート信号を用いれば、試料表面の面内振動も検出できる可能性があり、特長のひとつとなっている。ヘテロダイン法については、後述する。

● ファブリペロー干渉法

ファブリペロー干渉法とは、その名のよう光学系にファブリペロー干渉計を用いた超音波検出法である。ファブリペロー干渉計は一定の光透過率をもつ2つの反射鏡を対向させた構造になっており、その反射鏡の間をレーザー光が多重反射する事により、きわめて狭帯域の光のバンドパスフィルタとしてはたらき、分光器や、フィルタとして用いられている光学装置である。超音波検出には球面の反射鏡を焦点が共有されるように配置した共焦点型ファブリペロー干渉計が用いられ、手法としては透過法と反射法の2つがある。反射鏡の間隔を微調節することにより透過する光周波数域を調節することができ、透過法では振動のドップラー効果によるレーザー光の周波数変調を、透過光量変化として得て超音波振動の検出を行う。この方法では共焦点型の干渉計を用いるため、反射鏡内で多重反射するビームが自分自身と重なり、したがって、レーザー光の波面の乱れに関わらず干渉性が保たれる。そのため試料からの反射光量や散乱光量が有効に利用でき、実用性の面で優れている。

(2) レーザー干渉計によるAE波形検出に関する研究

レーザーによる超音波受信技術を用いて、アコースティック・エミッション(AE波)検出を試みる研究がこれまでいくつか行われてきた。Palmer⁹⁾はガラス管の破壊を擬似AE源として用い、生じた弾性波のレーザー干渉計による測定を行った。検出波は理論値と非常に良い一致を示しており、レーザー干渉計をAEセンサーとして用いることの可能性を明確に示した。また、Bruttomessoら¹⁰⁾は表面変位を直接測定できるというレーザーの利点を生かし、擬似AE源に対する各種センサーの応答とレーザー干渉計による測定結果とを比較することにより、センサーの特性評価に関する研究を行った。しかしながら、現在までのところ実験の困難さから、実際の材料破壊時におけるAEの計測についての報告はなされていないのが現状である。

1.3 ミクロ損傷検出の現状と課題

損傷検出法は、近年、プラントの経年劣化の観点から火力や軽水炉等の分野でなされてきており、超音波法をはじめ、各種の非破壊検査や金属組織変化に着目した損傷診断法等が、供用期間中検査やプラントの健全性検査で適用されている¹¹⁾。従来の非破壊的損傷診断法は、比較的マクロな欠陥を対象になされており、特に超音波法の適用例は多く、き裂等の欠陥検出が主である。しかし、近年、材質劣化を検出するため、特定の金属組織変化量等に着目したミクロな検出法の開発が行われるようになってきている。このように材質劣化を検出できる手法を開発することは、き裂発生を予測する上でも有効であると考えられる。

これまで、サイクル機構におけるミクロ損傷の検出法の検討としては、電気化学的手法¹²⁾、電位差法¹²⁾、バルクハウゼンノイズ法¹³⁾、超音波法^{14), 15)}等を用いた非破壊的検出方法が検討されてきた。このうち、き裂の検出に関してみれば、電位差法は、表面き裂の検出に加え表面近傍の材質変化の検出可能性も示唆されているが、今後ミクロき裂発生の検出性向上が望まれる。超音波法は、広く工業界で用いられており、汎用的である。多数の微小空孔を人工的に模擬した試料の測定から、空孔型の欠陥に対する検出可能性や、クリープ疲労の損傷進行に対する信号変化が得られており、今後実損傷材に対するミクロ損傷検出性能や材質変化に対する検出性能が望まれる。

本研究では、上記手法における一つの分野として、超音波法によりミクロレベルの損傷変化を検出可能とする基礎的手法の検討に際し、以下のような課題があげられる。

- ・ 構造物の損傷は、板厚に対して分布を生ずることから、き裂の発生点近傍の損傷程度を検出することは、き裂発生の手がかりとなり得る。このためには、超音波検出信号に含まれる情報を最大限に引き出し、ミクロき裂が発生する以前から損傷評価できるパラメータを見いだすため、検出信号の波形解析方法を検討する必要がある。
- ・ また、損傷の進行によりミクロき裂が発生し、やがて粒界き裂となり主き裂となっていくことを考えれば、早期検知の観点から、ミクロき裂の発生やその前兆現象を結晶粒界レベルで調べることが望ましい。そこで、微小領域検出方法を検討し、き裂発生の前兆を捉える手法を見出すことが必要である。

1.4 本研究の目的

構造物の信頼性を確保するためには、まずその破壊過程を評価する手法の確立が求められている。そこで前述したレーザー干渉技術をAEセンサーとして用いることにより、材料中に発生する破壊を評価する手法を検討することが本研究の目的である。そのために、まず、レーザー干渉計をAEセンサーとして使用することが可能であるか、また可能であればその限界と問題点は何かを検討し、さらにモデル材としてアルミナコーティング材を用い、実際の熱サイクル下における破壊挙動についてAEという観点から実験および解析を行った。

また、ミクロき裂が発生する以前の状態から損傷に対する変化を検出することは、き裂発生を予測する上で有効である。そこで、微小領域の損傷を検出する方法を見出し、寿命初期の損傷を精度よく表すことのできる検出パラメータの抽出やその評価手法の検討を行うことを目的とする。そのため、熱過渡負荷を受けた構造物の損傷材を用いて、超音波法によりき裂発生以前のミクロ損傷の検出試験および波形解析、およびき裂の発生した近傍の微小硬さ測定を行った。

参考文献

- 1) H.Cho, H.Sato and M.Takemoto: Japanese Journal of Applied Physics, v35, n5B, pp3062-3065 (1996)
- 2) H.Nishino, Y.Tsukahara, C.Hideo, Y.Nagata, T.Koda and K.Yamanaka: Japanese Journal of Applied Physics, v34, n5B, pp2874-2878 (1995)
- 3) 山中一司: 非破壊検査、v45, n5, pp330-336 (1996)
- 4) H.Nakano, S.Nagai and H.Imai: International Journal of Thermophysics., v8, n4, pp437-480 (1987)
- 5) H.Nakano and S.Nagai: Japanese Journal of Applied Physics, v32, n5B, pp2540-2542 (1993)
- 6) R.J.Dewhurst and O.Shan: Optics and Lasers in Engineering, v16, pp163-178 (1992)
- 7) J.P.Monchal and R.Heon: Materials Evaluation, v44, pp1231-1237 (1996)
- 8) H.Yamawaki, T.Saito, H.Fukuhara, C.Masuda, Y.Tanaka: Japanese Journal of Applied Physics, v35, pp3075-3079 (1996)
- 9) C. Harvey Palmer: Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation, v. 5A, pp651-658 (1986)
- 10) Douglas A. Bruttomesso, Laurence J. Jacobs, Associate Member, ASCE, and R.Daniel Costley: Journal of Engineering Mechanics, v119, n11, pp2303-2316 (1993)
- 11) 日本原子力情報センター：“原子力発電所の高経年化対策”、講演会資料、No.9608701 (1996)
- 12) 庄子哲雄、渡辺豊 他: PNC TJ9601 96-003 (1996)
- 13) 阪本善彦、川崎弘嗣: 日本材料学会第34回高温強度シンポジウム前刷集、pp46-50 (1996)
- 14) 上野文義: 日本材料学会第32回高温強度シンポジウム前刷集、pp144-148 (1994)
- 15) 川崎弘嗣: 日本材料学会第34回高温強度シンポジウム前刷集、pp36-40 (1996)

2. レーザー干渉計を用いたAE計測と損傷評価

2. 1 レーザー干渉計によるAE計測システム

本章ではレーザー干渉計を用いた非接触によるAEの計測を可能とするために、擬似AE源による弾性波のレーザー干渉計による検出実験結果、常温における引張試験時のAE計測試験および高温下でのAE計測試験結果について述べ、レーザー干渉計のAEセンサーとしての利用可能性について議論し、問題点を明確にすることを目的とする。

(1) ヘテロダイン干渉計の原理^{1)~3)}

非接触AE波計測のために本研究ではレーザー干渉計としてヘテロダイン型干渉計を用いた。ここではまず、そのしくみについて詳述する。Fig.2.1に用いた干渉計の光学系の構成を示す。レーザー源としてHe-Neレーザー(波長632nm)を使用しており、発射されたレーザー(周波数 f_0)はビームスプリッターにより試料へ向かうものと参照光に分けられる。試料へ向かったレーザーは試料表面にて反射されるが、試料が振動している場合、ドップ

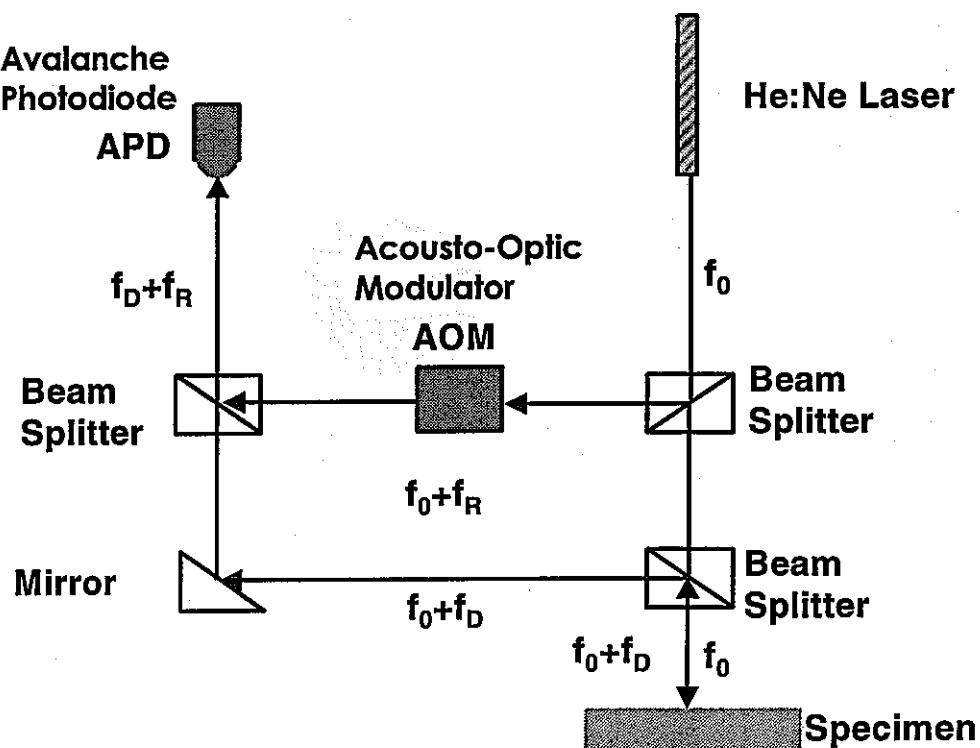


Fig.2.1 干渉計の光学系構成

ラー効果により周波数 f_1 へと変化する。一方、参照光側のレーザーは音響光学素子(AOM)により周波数 f_2 (実験装置では80MHzである。)を付加された後、試料から反射されたレーザー光と重ね合わされ、光検出器(フォトダイオード)により検出され、復調回路により振動変位もしくは速度に変換される。

レーザー光を移動するターゲットに照射した場合のドップラシフト量 f_D についてみた場合、ターゲットの持つ速度をV、照射光の波長をλ、照射光を当てる方向とターゲットの移動方向となす角度をθとすると、次式が成立する(Fig. 2.2)。

$$f_D = \frac{2V \cos \theta}{\lambda} \quad (2.1)$$

レーザードップラー振動計ではレーザー照射方向とターゲット移動方向とのなす角θを零と設定するため(すなわち、入射光に対する反射光の平行成分のみを検出:面外振動)、ドップラーフ周波数 f_D を測定することでターゲットの持つ照射方向の移動速度を求めることができる。本研究ではレーザー干渉計として小野測器製LV1610およびGraftec社製AT0022を用いている。Fig. 2.3に後者の特性グラフ⁴⁾を示す。

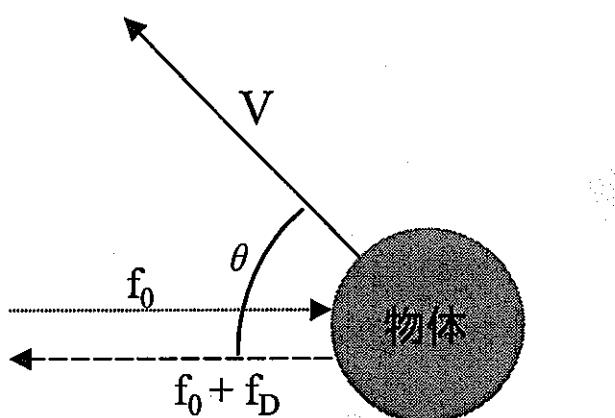
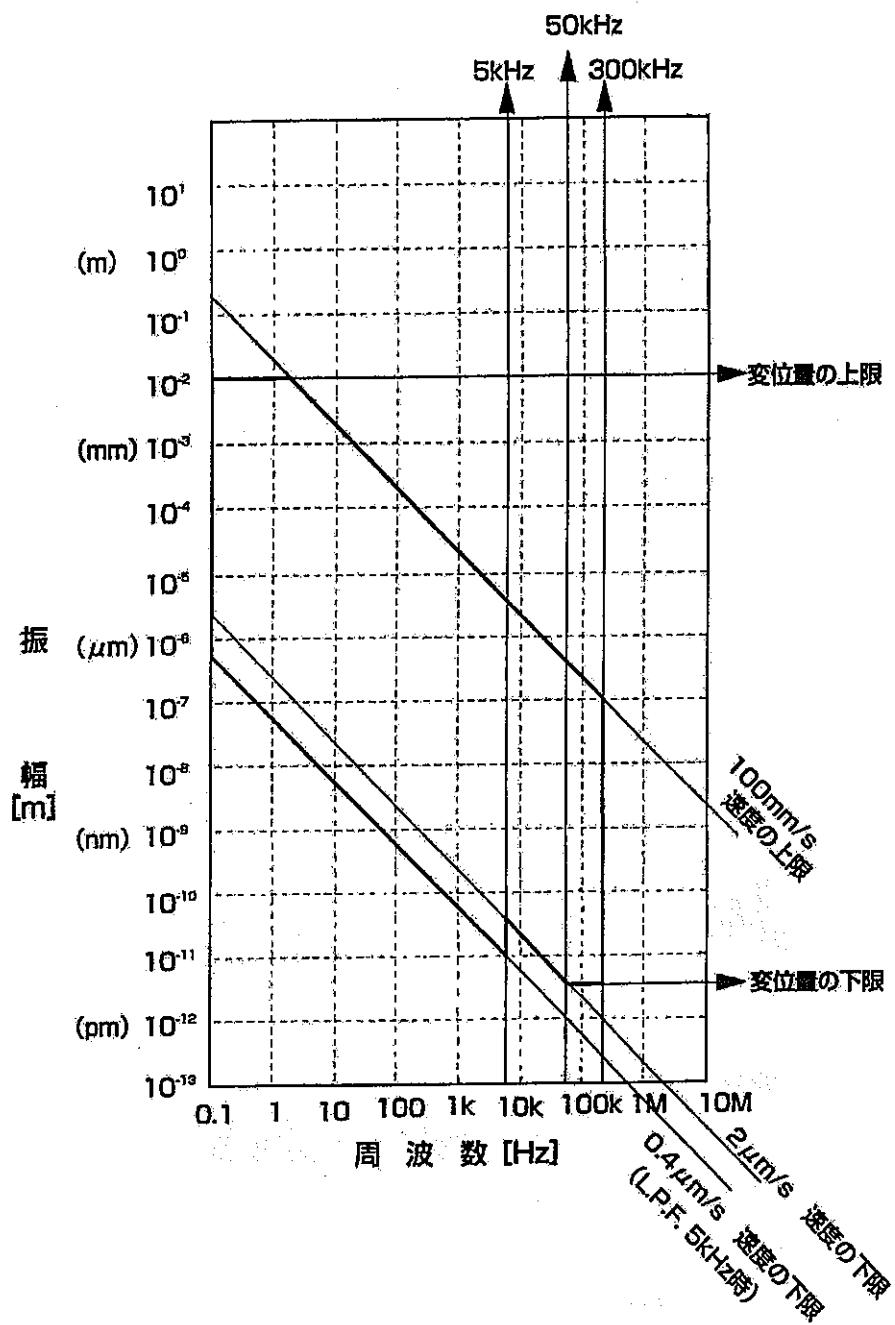


Fig.2.2 ドップラーフ周波数と物体速度の関係

(2) 擬似AE源を用いたレーザー干渉計のキャリブレーション

レーザー干渉計による非接触での弾性波の計測、および実際に収録される波形と理論解との対応を把握しておくことがまず必要がある。そこで擬似AE源の破壊に伴い伝播する弾性波の検出実験を行い、さらに有限要素法による解析解と比較した。



● 実験方法

AE発生源として、大建石英ガラス株式会社製の石英ガラス管を利用した。ガラス管は内径0.5mm、外径1.5mm、長さ50mmであり、内部中空状である。また、弾性波伝播媒体として縦横400mm、厚さ17mmのアルミニウム平板を利用した。アルミニウム板中を伝播する音速を4000 m/s程度とすると、震央でAEが発生し試験片端で反射し再び震央に戻るのに約100 μ sを要する。したがって媒体側面における反射波を考慮する必要は無いといえる。

実験装置の概略図をFig.2.4に示す。アルミニウム板上面中央部でロードセルにより炭素鋼の圧子を押し付けることによりガラス管を破壊させ、媒体中を伝播するAE波を下面にてレーザー干渉計により計測した。その際、弾性波の検出位置を震央から0、25、50 mmと変化させた。本実験ではレーザー干渉計として小野測器製LV1610(He-Neレーザー使用、ヘテロダイン型干渉計)を用いた。測定条件はローパスフィルター(L.P.F)1MHz、トリガーレベル0.005m/s(=0.256V)、サンプリングレート50ns、クロスヘッドスピード0.5mm/minとした。

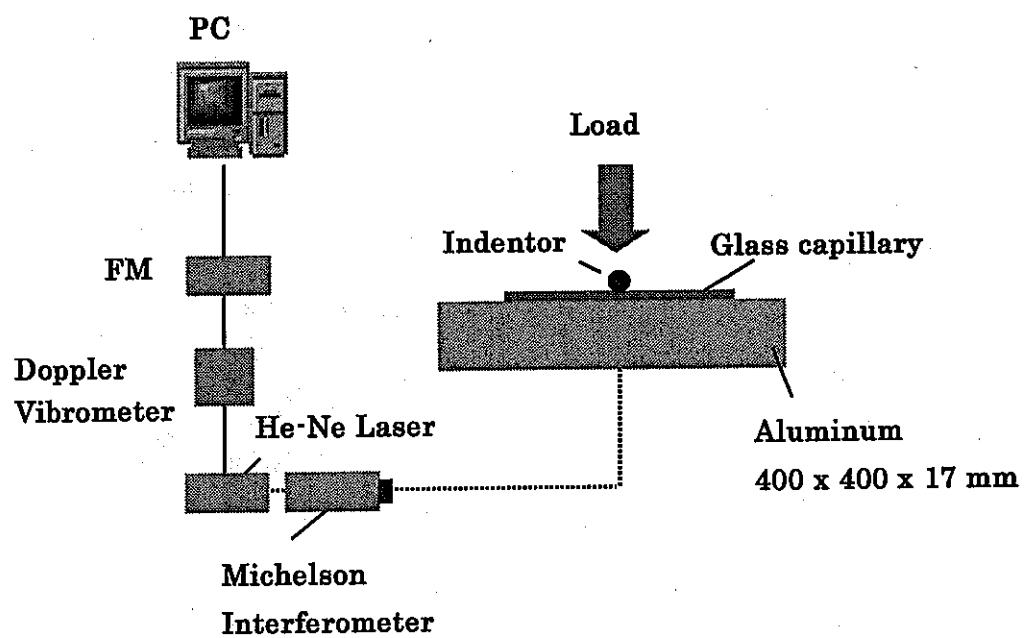


Fig.2.4 実験装置の概略図

Table.2.1 解析に用いた物性値

	アルミニウム
ヤング率	70 GPa
ポアソン比	0.3
密度	2.7 g/cm ³

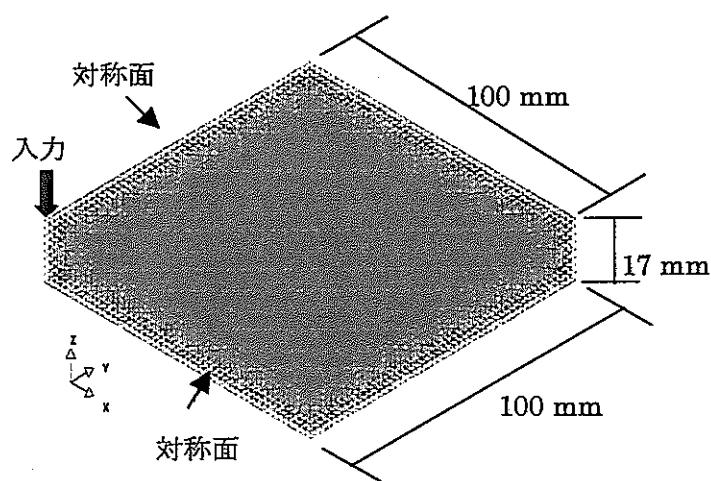


Fig.2.5 解析に用いたメッシュ

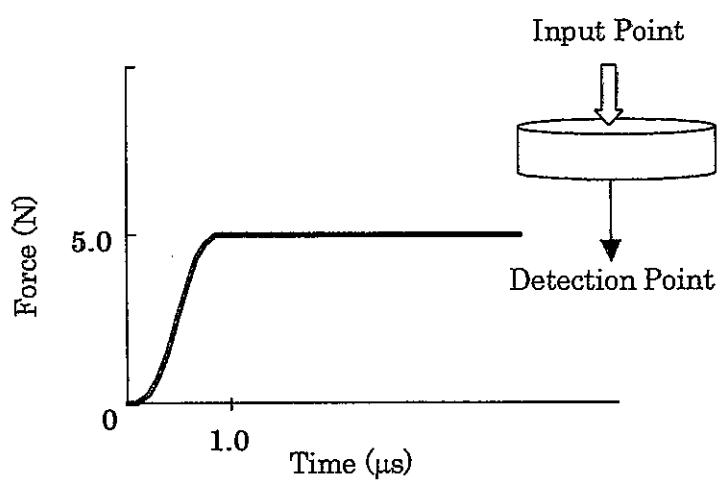


Fig.2.6 解析時に仮定した入力関数

● 有限要素法による波形解析方法

実験により計測された波形と理論波の比較を行うため、有限要素法による解析解の導出を行った。解析には三次元波動解析が可能であるLS-DYNA (Livermore Software Technology 社)を用いた。Table 2.1に解析に用いた各種物性値、Fig.2.5に用いたメッシュ、Fig.2.6に仮定した入力関数を示す。メッシュは対称性から $200 \times 200 \times 17$ mmの1/4である $100 \times 100 \times 17$ mmの領域をモデル化している。入力関数は立ちあがり時間 $1 \mu\text{s}$ 、大きさ 5N のステップ状とし、中央部にて入力した。

● 結果および考察

Fig.2.7にはそれぞれの測定点 $x=0, 25, 50\text{mm}$ においてレーザー干渉計により実測された波形を示す。

また、Fig.2.8には有限要素法により求められた $x=25\text{mm}$ 地点における弾性波の解析解を実測波形とともに示す。それぞれ縦軸は最大振幅の値で規格化されている。実測波、解

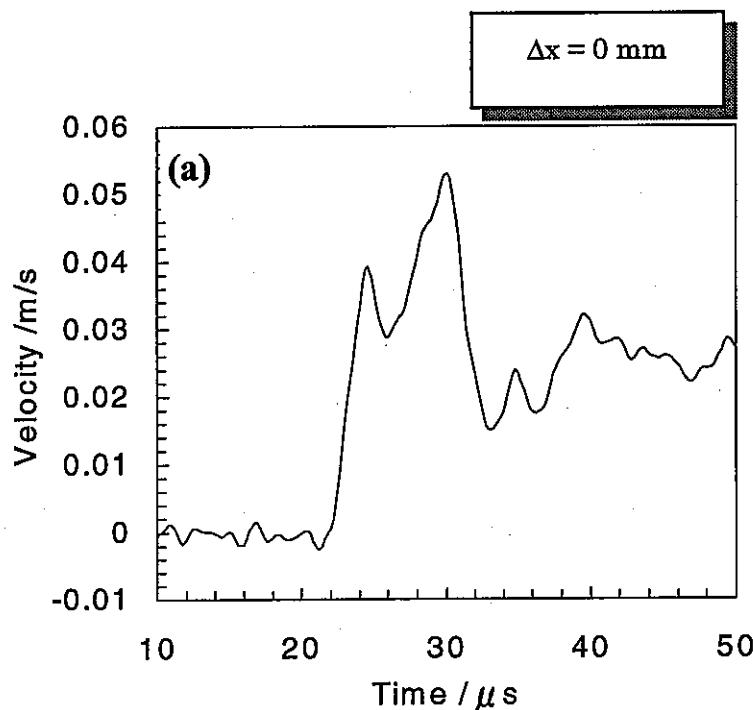


Fig.2.7 レーザー干渉計による実測波形, (a) $\Delta x=0 \text{ mm}$

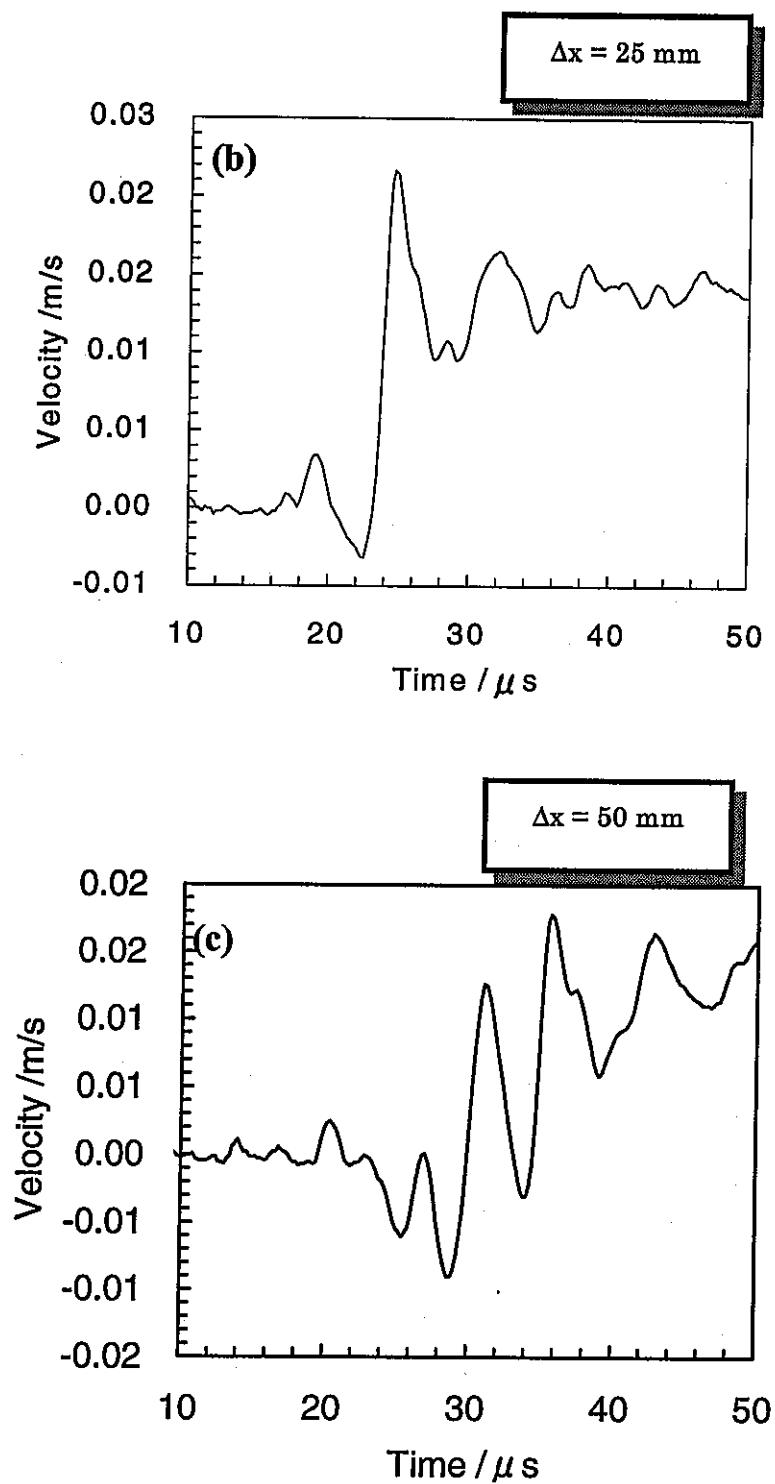


Fig.2.7 レーザー干渉計による実測波形
(b) $\Delta x=25\text{mm}$, (c) $\Delta x=50\text{mm}$

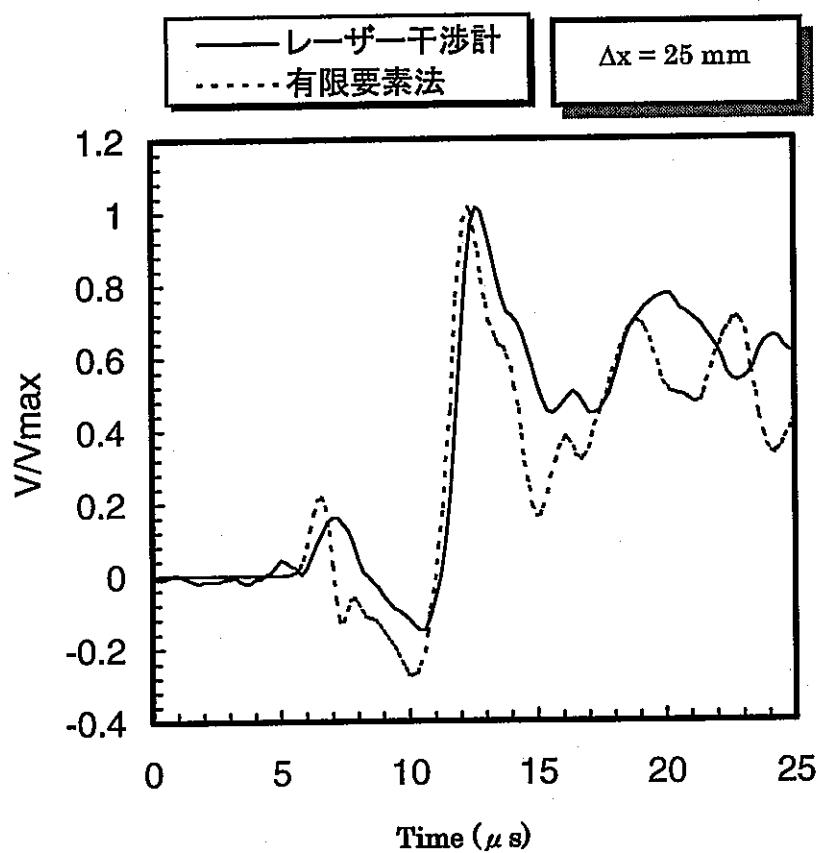


Fig.2.8 有限要素法による弾性波の解析解と
レーザー干渉計による実測波形の比較

解析とも明らかにAE発生位置と測定位置との関係により、波形が大きく異なってくることが理解できる。また、理論解と解析解を比較した場合、計算で仮定した立ち上がり時間 $1\mu s$ が実際の値とは異なることから、横軸方向に若干のずれが認められるが、非常に良い一致が認められる。したがって、本レーザー干渉計を用いて非接触により媒体表面速度を精度良く測定できると考えることができる。このことはさらに検出された波形の逆演算を行う上で、非常に精度の良い結果につながるものと期待できる。また、同事象に対して検出位置の差により波形が明確に異なることから、これらを考慮しない逆演算の精度には大きな問題があるといえる。

(3) CFRP引張試験におけるレーザーによるAE計測

前節においてガラス管圧折に伴いアルミニウム板中を伝播する弾性波の検出をレーザー干渉計により行い、レーザー干渉計によるAE波測定の可能性を示した。そこで本節では実際の材料試験においてレーザー干渉計をAEセンサーとして用いることによりAEの計測を行い、レーザーによる非接触AE計測手法の可能性と問題点をさらに明確にすることを試みる。

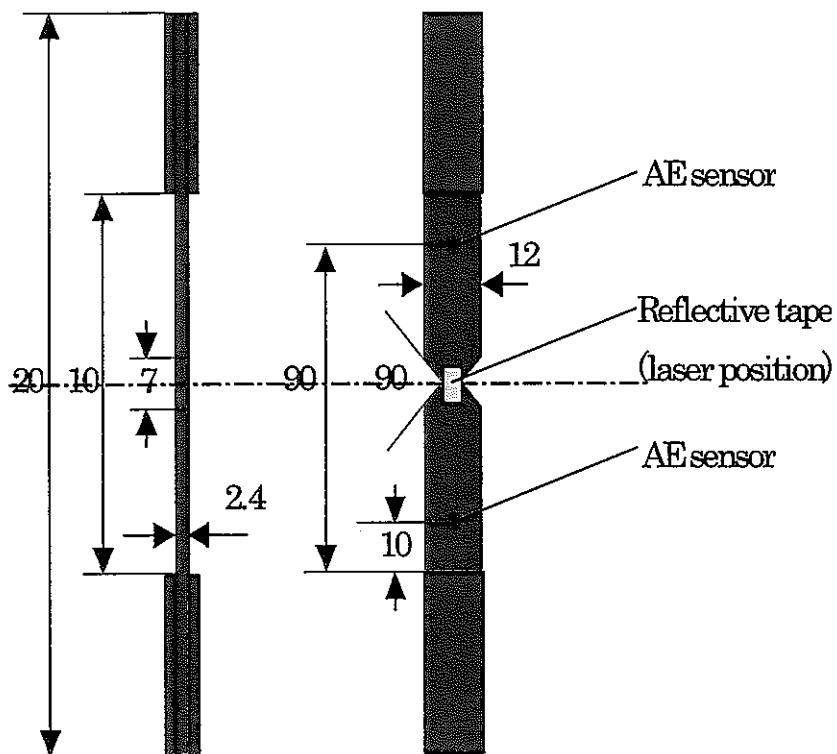


Fig.2.9 試料形状

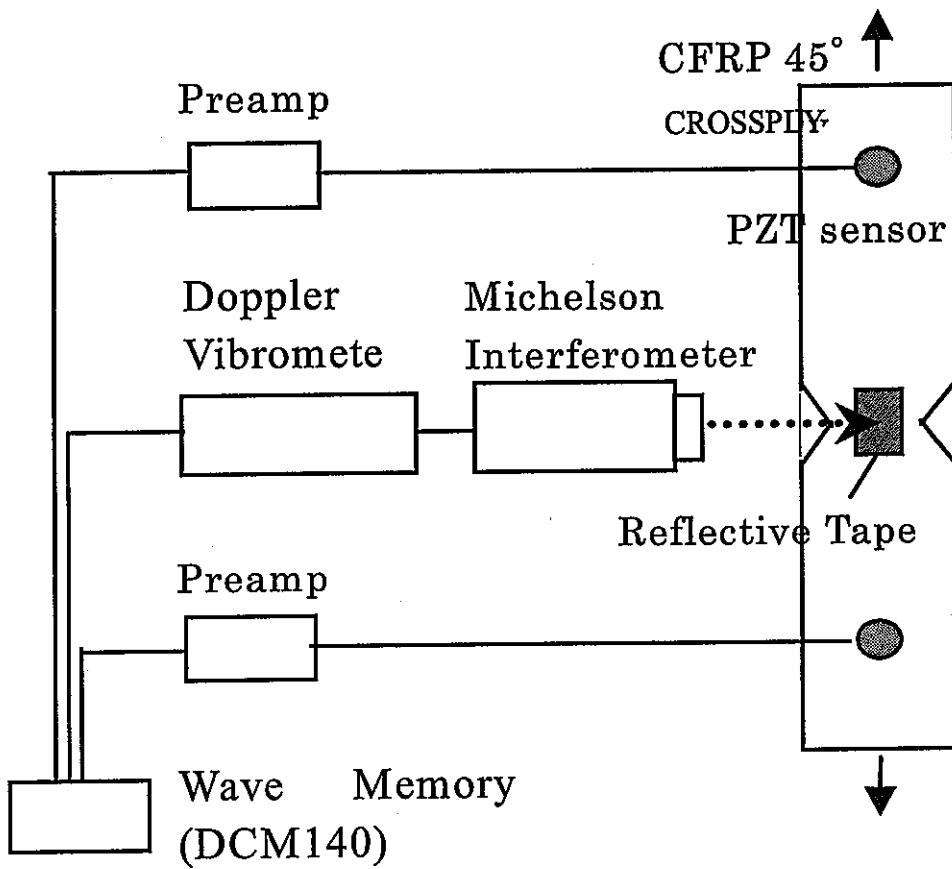


Fig.2.10 計測装置構成図

● 実験方法

振幅の大きなAEの発生が期待できることから、試料としてFig.2.9に示す形状を有する($+45^\circ / -45^\circ$)クロスプライCFRP($100 \times 12 \times 2.5\text{mm}$)を用い、Fig.2.10に示す装置構成のもと実験を行った。測定にはヘテロダイン型レーザー干渉計(小野測器製LV-1610、He-Neレーザー)を使用した。本装置は理論上 $0.3 \mu\text{m/s}$ までの媒体表面速度変化をリアルタイムに測定することが可能である。また、レーザー測定面には受光を安定させるため反射テープ($5 \times 5\text{mm}$)を試料中央部に塗布し、シール中央部にてレーザーを集光させた。実験はクロスヘッドスピード 0.1mm/min にて行い、比較のため共振型PZTセンサー(富士セラミックス、A304、共振周波数 300kHz)によるAEの検出も併せて行った。その際、PZTセンサーをAE検出のトリガーとして実験を行っている。波形の収録には日本たばこ製のDynamic

Crack Microscope (DCM-140) を用いることにより、サンプリング間隔50nsで3チャンネルの波形収録を行った。

レーザー干渉計の収録波がAEかノイズかの判断は、各々の波形を個別に調べ、ノイズレベルの2倍以上の振幅を有する場合、AEが検出されたものとして行った。また、レーザー干渉計においてはハイパスフィルター (HPF) 100Hz、ローパスフィルター (LPF) 200kHz、PZTセンサーではプリアンプ増幅率52dBにて測定した。材料破壊時に生じるAE波の立ちあがり時間は一般に0.5~10 μ s程度と考えられており、LPFとしては数MHz程度が波形解析という点から望まれるが、ノイズ低減のため帯域を狭めて実験を行った。

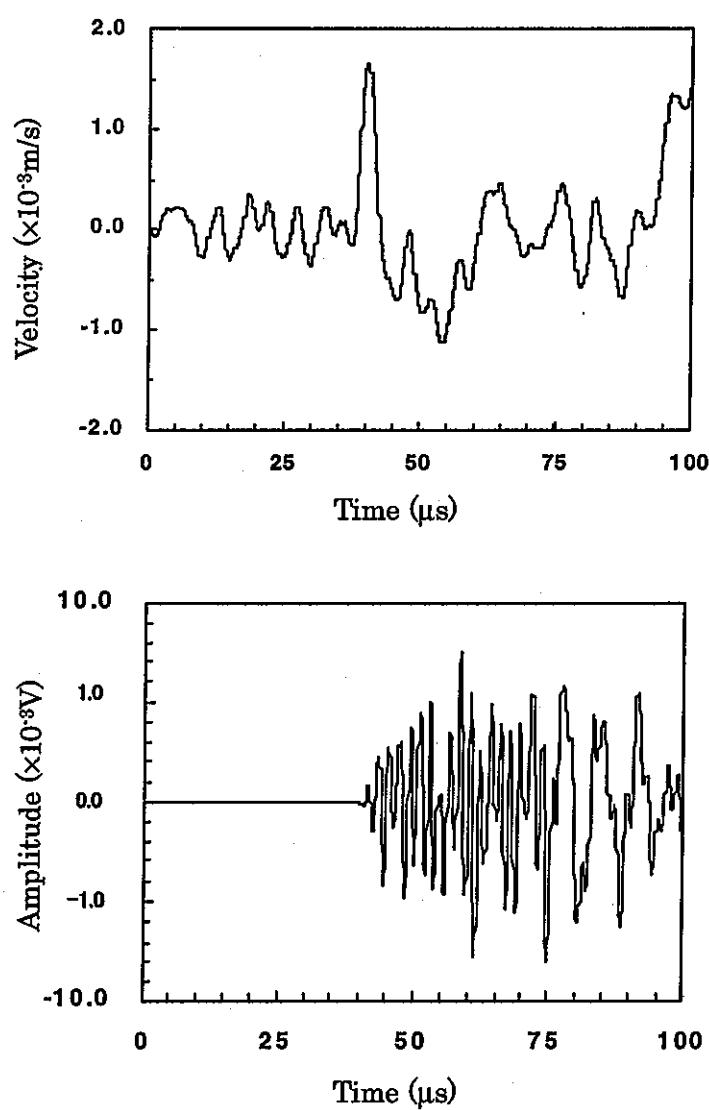


Fig.2.11 レーザー干渉計およびPZTセンサーによる検出波形

● 実験結果

Fig.2.11は同事象に対するレーザー干渉計およびPZTセンサーによる検出波形を示したものである。縦軸はそれぞれ表面速度変化およびプリアンプ入力電圧であり、レーザー干渉計により材料破壊時のAEの検出が可能であることが分かる。レーザー干渉計では横軸40.8 μ sの地点において最大速度1.63mm/sを示している。これはシャープペンの芯圧折時における検出波のおよそ0.2倍程度とAE波として比較的大振幅を有しており、層間剥離といった大きな破壊が生じたものと考えられる。また、レーザーにより検出された波形は、共振型AEセンサーによる収録波形と比較すると、相対的に低い周波数成分からなっている。

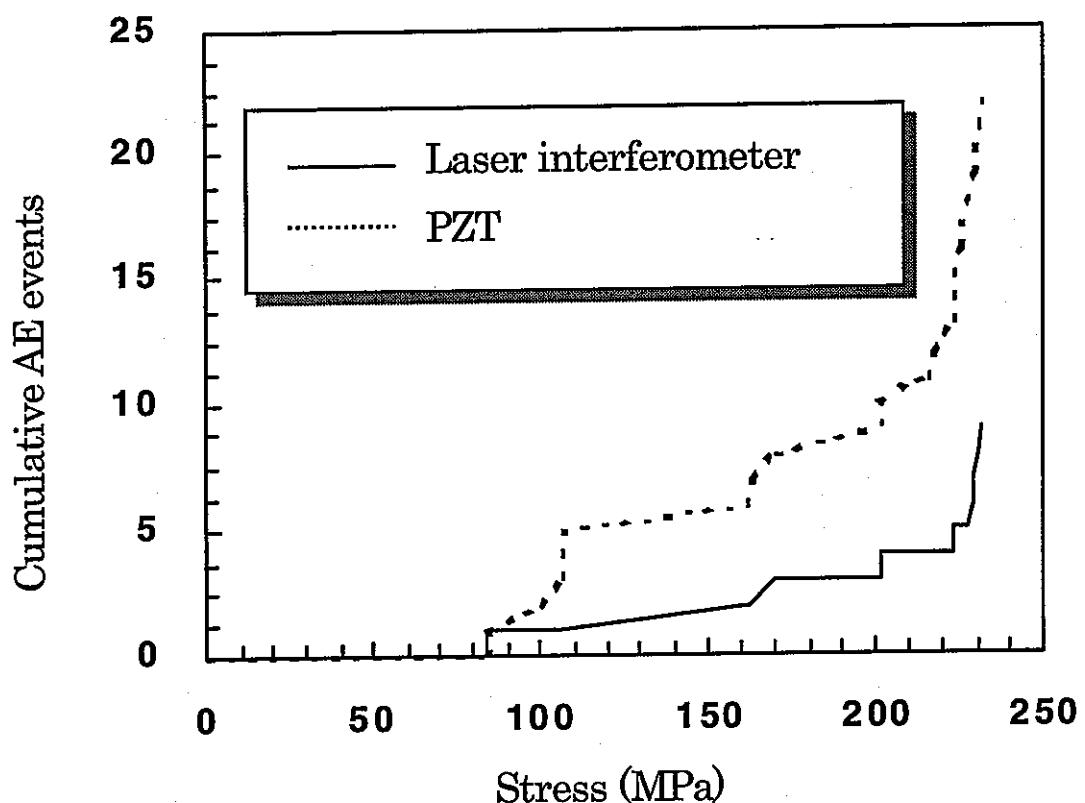


Fig.2.12 レーザー干渉計およびPZTセンサーで収録された累積AE事象数の比較

干渉計では速度変化をそのまま検出しているため、波形に大きな差異が認められる。また、レーザーによる検出波形は、縦波到達前に0.2mm/sの速度に相当するノイズの存在が認められ、AE波の立ちあがりが不明瞭である。

Fig.2.12は累積AE事象数を引張り応力に対してプロットしたものである。応力85MPaあたりから、AEが生じ始めるが、この時点でのAE波の振幅はPZTセンサーにおいて0.001V程度と非常に小さなものであることから、レーザー干渉計ではほとんど検出できていない。一方で、最大応力233Mpa、すなわち最終破断近傍では、個々のAE波の振幅が0.005V程度と大きく、レーザー干渉計による検出が可能であった。また、PZTセンサーの検出事象数に対してレーザーの検出事象数は、およそ30%であった。

● 考察

レーザーによる検出事象数がPZTセンサーによる計測事象数の30%程度であった要因としては、PZTセンサーとレーザーの絶対感度の差が第一に挙げられる。レーザー干渉計が媒体表面速度変化という絶対値を測定するのに対し、PZTセンサーによる出力は速度変化と加速度変化の混合したものであると考えられ、絶対感度の定量的な比較は困難であるが、仮に変位に換算した場合、およそ1～2桁ほどレーザー干渉計の感度は落ちると言われており、それを裏付けた格好となっている。第二にレーザー干渉計に対する戻り光の不安定性が挙げられる。このような機械的に荷重を与える試験では、荷重増加に伴い試料測定面の変形・傾斜および負荷装置系の振動により、実験開始前の状態と比べ十分に安定した戻り光が得られず、ノイズレベルの増加をまねいたものと考えられる。

したがって、引張試験のような力学試験にレーザー干渉計をAEセンサーとして利用するためには、負荷装置に特殊な工夫が望まれる。また、レーザー干渉計感度の点からPZTセンサーにとって変わるものという位置付けでなく、PZTセンサーの欠点を補うものとしての位置付けが妥当であると考えられる。非接触によるAEの計測は高温環境といった特殊環境下で特に期待される。高温環境下では、反射テープを用いることができず、さらに酸化による表面の劣化により十分な反射光を得ることが難しくなることが予想され、大きな課題となるであろう。しかしながら、測定対象の表面処理、適用可能な実験を十分選定することによりレーザー干渉計を用いたAE波の測定が可能であると結論できる。

(4) 高温下におけるAEの計測

本節では本論文で研究対象とするセラミックスコーティング材の熱サイクル試験に対してレーザー干渉計を適用することにより、レーザー干渉計によるAE計測の可能性を検討する。

● 供試材

試料は、基材として15x15mm、厚さ5mmのSUS304平板を用いた。基材片面に粒度60のサンドブラストによる粗面化を施した後に、ボンド層として厚さ0.1mmのNiCrAlY、トップ層として厚さ0.5mmの Al_2O_3 を、いずれも大気プラズマ溶射により形成し、実験に供した。Table 2.2に粉末材料の組成およびTable 2.3に溶射条件を示す。

Table 2.2 粉末材料の組成

Ni	Cr	Al	Y	Fe
-	16.2	5.4	0.51	0.02

Table 2.3 溶射条件

平行部長さ	35 mm
流入角	60°
粒末供給角度	90°
陰極	タンゲステン
陰極・陰極間距離	2-3 mm
アーク	高周波放電
作動ガス	Ar, H ₂
アーク電流	500 A, 75 V
溶射距離	90 mm (Al_2O_3) 125 mm (NiCrAlY)

● 実験方法

Fig.2.13に熱サイクル試験の装置構成を示す。測定に使用したレーザー干渉計はヘテロダイン型干渉計(Graphtec社製AT3500、He-Neレーザー使用)であり、Fig.2.3に示したように理論上 $2 \mu\text{m/s}$ までの媒体表面速度をリアルタイムに測定することができる。試料は、スリット径1cmの赤外線イメージ炉によりコーティング面側中央部を加熱して熱サイクルを負荷し、その際、鏡面状に研磨された試料裏面中央部にレーザーを当てAE波の検出を行った。レーザー干渉計の出力は、HPF200Hz、LPF300kHz、サンプリング間隔50ns、トリガーレベル0.2Vの測定条件のもと、ウェーブメモリー(DCM-140、日本たばこ社製)で収録された。

熱履歴は昇温速度 $10^{\circ}\text{C}/\text{s}$ にて加熱後、 1200°C にて10秒保持後、室温まで空冷した。その際、熱電対を試料コーティング面中央部に耐熱セラミックス接着剤(アロンセラミックス、東亜合成)にて接着し、温度コントロールに用いた。

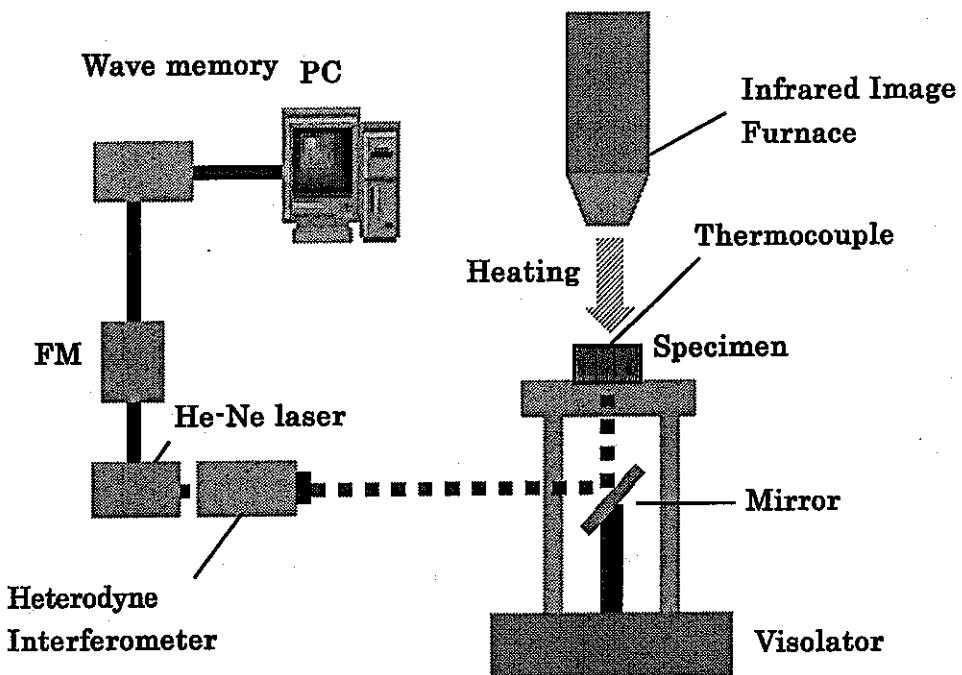


Fig.2.13 热サイクル試験の装置構成

● 実験結果および考察

まず、AE測定面である母材裏面の温度測定結果をFig.2.14に示す。図は保持温度1200°Cの場合のコーティング部表面、母材裏面中央部での温度履歴を示したものであり、それぞれ実線、点線で表されている。レーザー干渉計による測定面ではおよそ1100°Cという高温に達しており、キュリー点以上では測定できないPZTセンサーの利用は不可能といえる。Fig.2.15は熱履歴とAE発生状況および対応するAE波形を示している。AEは冷却時においておよそ400°C付近から生じ始め、温度の低下に伴い連続して生じた後、およそ100°C付近にて振幅の非常に大きなAEの発生と共にコーティング層の大規模な剥離を感じ、完全に破壊した。また、各々のAEの波形を見た場合、AE発生開始時における波形(a)に対して最終剥離直前における検出波形(c)は大きく異なっており、それらが何らかの異なる破壊事象に対応するものであると推測される。

このような高温環境下においてAE検出が可能であることは極めて画期的であり、レーザー干渉計の有用性を明確に示したといえる。

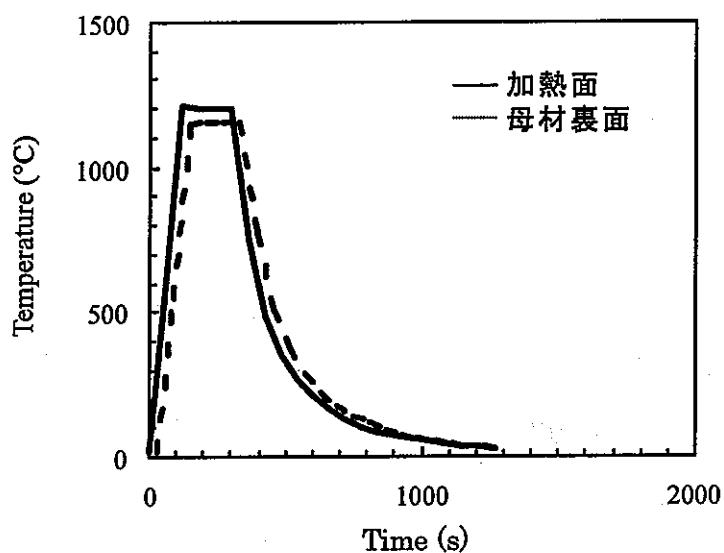


Fig.2.14 母材裏面の温度測定結果

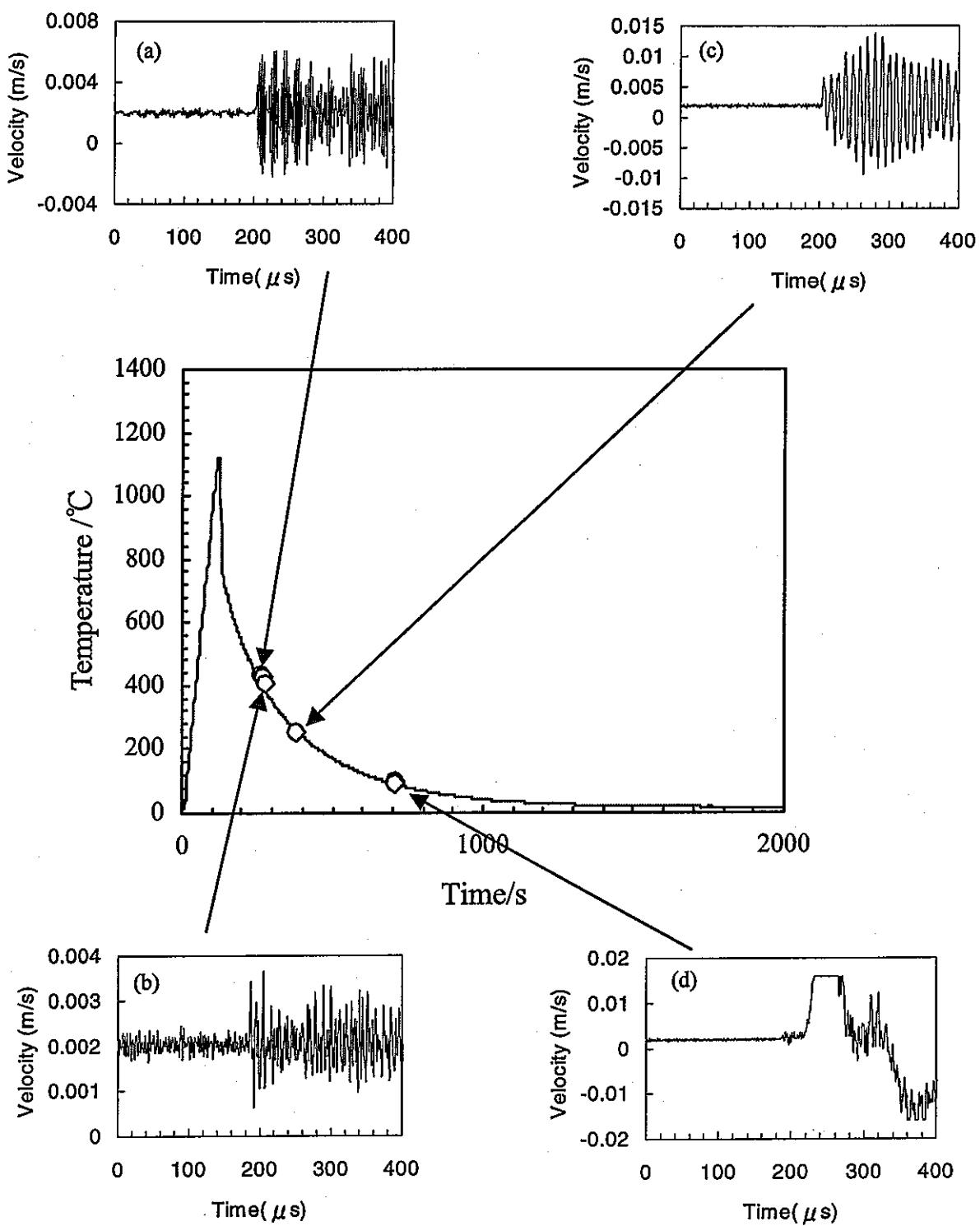


Fig.2.15 热履歴とAE発生状況およびAE波形

(5) 結言

レーザー干渉計による非接触AE波検出について実験による検討を行い、技術的基礎の確立を図った。

擬似AE源としてガラス管の破壊を用いてアルミニウム板中を伝播する弾性波の計測実験を行い、非接触によるAEの計測が可能であることを示した。さらに有限要素法により求められた解析解と実測波形の比較を行った結果、非常に良い一致を示し、波形解析におけるレーザー干渉計利用の有用性を示した。

CFRP積層材の引張試験時におけるAE計測をレーザー干渉計、PZTセンサーの同時を用いて行った。両者の検出事象数の比較からAEセンサーとしてレーザー干渉計利用の問題点を明らかにした。

また、アルミナコーティング材に対して熱サイクル試験下でのAE計測を行い、高温下でのAE計測手法としてレーザー干渉計が利用可能であることを実験により示した。

参考文献

- 1) 清水忠雄: レーザー入門 基礎から応用まで、森北出版株式会社、(1992)
- 2) 大竹裕吉: レーザの使い方と注意点、オプトロニクス社、(1986)
- 3) レーザー学会編: レーザーに関する47章、オプトロニクス社、(1989)
- 4) LASER VIBROMETER マニュアル、Graphtec社

2.2 レーザーAEによるアルミナコーティング材の熱応力破壊評価

(1) 緒言

セラミック遮熱コーティング材はタービン動翼、内燃機関燃焼部に用いられる構造材料に被覆されることが多いことから、熱衝撃、熱サイクル、熱疲労などによる特性評価は最も重要な事項である。これまでの研究は主に電気炉加熱一空冷サイクルによる熱サイクル試験、バーナーリグおよび大出力レーザーによる熱衝撃試験による評価が多い。これらの実験から、セラミックコーティング材の損傷は金属層および結合層（ボンド層）／セラミック層間の熱膨張係数差に起因する熱応力による界面はく離が主因子とされ、さらに金属結合層のクリープ、塑性変形、セラミック層の相変態、界面部における酸化物層の生成、および熱衝撃に起因したセラミック層の縦割れといったものが界面剥離の生成に寄与することが明らかになってきた¹⁾～³²⁾。しかし、それら主因子がおよぼす損傷機構への影響は具体的に解明されておらず、コーティング材の信頼性確保および寿命評価法の確立のためにも高温下での破壊挙動を評価することが強くのぞまれているのが現状である。そこで本章ではアルミナコーティング材の熱疲労試験を行い、今回開発したレーザーによるAE計測を行うことにより破壊挙動の評価を行った。

本試験では保持温度の異なる熱疲労試験を行った。熱疲労試験では比較的冷却能力の小さい空冷熱サイクル試験、および保持時間として10秒を適用することにより、熱衝撃および界面酸化の影響を極力おさえ、熱膨張係数差に起因した熱応力の破壊挙動への影響に着目している。また、レーザーによる測定では緒言にも述べた通り、ある程度測定面が鏡面に近いことが望まれる。高温での保持に伴う測定面の酸化による反射強度の低下および散乱をさけることからも、保持時間を極力短くすることが現状では望ましいといえる。

(2) 実験方法

● 供試材

供試材には、オーステナイト系ステンレス鋼（JIS、SUS304）基板上にプラズマ溶射により金属結合層およびセラミック層を被覆したものである。本実験ではセラミック層としてホワイトアルミナ（K-16T 昭和電工（株）、平均粒径10~45 μm）を用い、またボンド層としてTable2.2の粉末組成を有するNiCrAlYを使用した。耐熱コーティング材としては8wt%Y₂O₃安定化ジルコニア、また基材としてはNi基超合金が用いられることが多い。この組み合わせは基材とセラミック層との熱膨張係数差が小さいことから、セラミックコーティングの中では優れた特性を示すものであるが、本実験ではセラミックコーティングの一般的な熱応力による破壊挙動に関する知見を得ることを目的として、比較的熱膨張係数差の大きなステンレス/アルミナ系の組み合わせを用いている。プラズマ溶射はTable 2.4に示す溶射条件を用いて施工した。

Table 2.4 プラズマ溶射条件

溶射材料	ホワイトアルミナ
母材	ステンレス SUS304
溶射距離	セラミック層 90mm ボンド層 125mm
ガン移動速度	500mm/sec
ピッチ	5mm
溶射材供給量	20 g/min
作動ガス	アルゴンガス
補助ガス	ヘリウムガス
アーク電流／電圧	500A / 75V

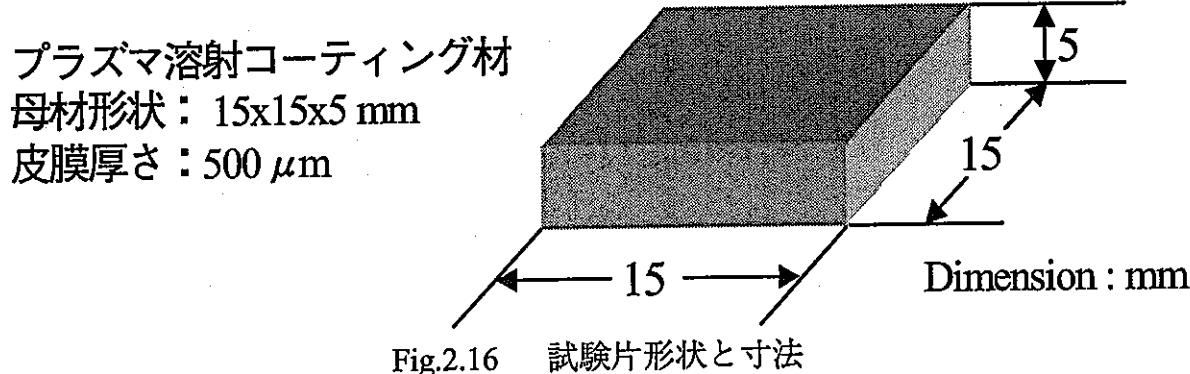
● 試験片形状および寸法

Fig.2.16に熱サイクル試験に供した試験片形状および寸法を示す。図に示すように基材は直方体形状15x15x5 mmであり、この試験片は50x50x5 mmの基材にボンド層およびセラミック層を50x50 mmの片面に被覆したものから切り出したものである。各層の膜厚はアルミナが500 μm 、NiCrAlYが100 μm である。また、切り出し端面は耐水ペーパ#600、被覆面反対面をバフ研磨にて鏡面に研磨した。

● 热サイクル試験

Fig.2.17に熱サイクル試験に用いた試験装置の模式図、Fig.2.18に熱履歴を示す。図に示されるように、赤外線イメージ炉により試料コーティング面側を加熱速度10K/sにて所定の保持温度まで加熱し、10秒保持後、室温まで十分に空冷し、この過程を1サイクルとした。保持温度は900、1000、1100、1200°Cとし、温度コントロールは熱電対を被覆面中央部に耐熱セラミック接着剤（アロンセラミック）を用いて行った。また、熱サイクルは目視により大規模なはく離が認められるまで繰り返し付与した。

レーザーによるAEの測定は基材裏面（加熱面の反対面）中央部にて行い、検出信号はウェーブメモリ（DCM120、JTトーシ）を用いて収録した。本実験ではレーザー干渉計としてヘテロダイン型（Graphtec AT0022）を用いた。Table 2.5にはレーザーおよびAEの計測条件をまとめて示すが、ノイズレベルを低減させるためHPF200Hz、LPF300kHz、サンプリング間隔50ns、トリガーレベル0.2Vにて計測を行った。



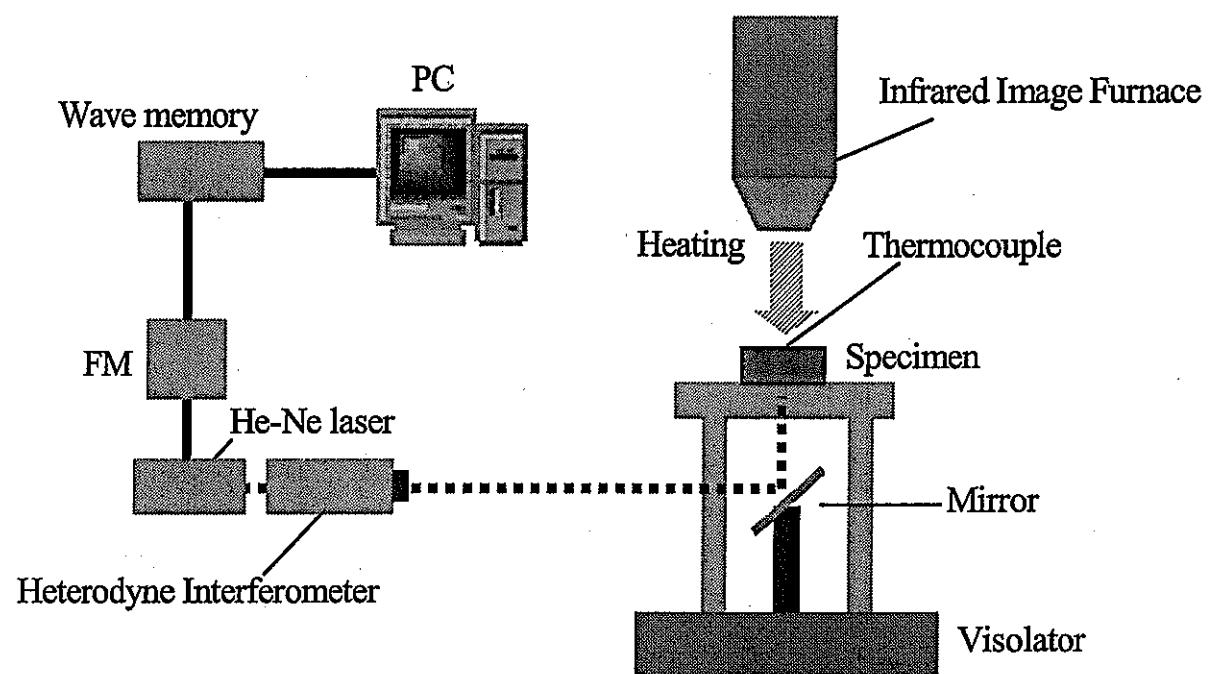
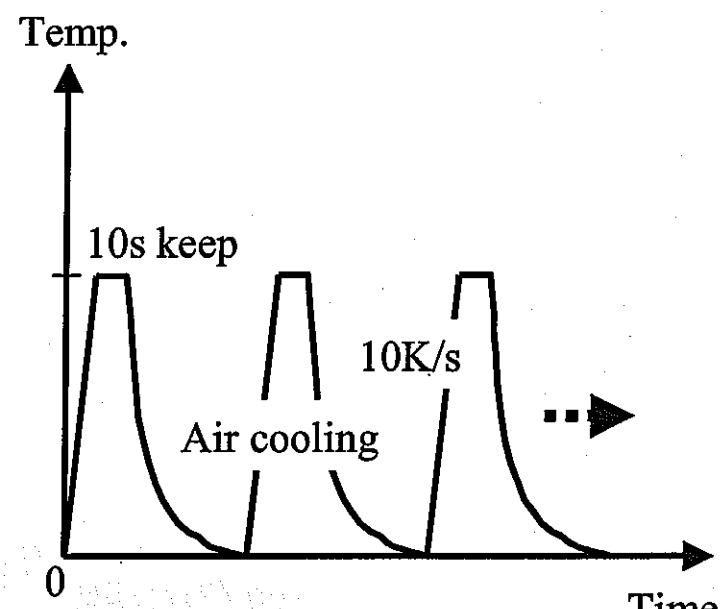


Fig.2.17 热サイクル試験装置図



Holding Temp. : 900, 1000, 1100, 1200 °C

Fig.2.18 負荷した熱履歴

Table 2.5 AE計測条件

L.P.F	300 kHz
H.P.F	200 Hz
Trigger level	0.168V
Sampling rate	200ns
Detectable velocity range	> 2 μ m/s

● 組織観察

組織観察は光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡（SEM）により、試験終了後および1サイクル後の試料を対象として行った。また、各サイクルごとに母材裏面より走査型超音波顕微鏡（SAM、日立建機）を用いて、界面のはく離状態の観察を行った。超音波顕微鏡観察における探触子は25MHzを用いた。

(3) 実験結果および考察

Fig.2.19に溶射まま材の断面SEM観察写真を示す。セラミック層内部における空孔はかなり少なく、良好な被膜が得られているといえる。また、セラミック層内には多数の微小なマイクロクラックが均一に分散している。Fig.2.20には保持温度1200℃、1サイクル後の試料断面写真を示す。アルミナ層とボンド層の界面近傍のアルミナ層内（界面部から5 μ m程度）に大規模なはく離の生成が認められている、一方、セラミック層内に界面垂直方向の縦割れは認められなかった。また、アルミナ層の組織には熱負荷の前後では差異がないことから、拡散および相変態の破壊挙動への影響は少ないものと予想される。セラミック層内に縦割れが生じる破壊挙動、いわゆる亀の子状の破壊はセラミックコーティングの破壊形態の中でも主に熱衝撃試験において見られ、急速な加熱・冷却に伴い被膜内に生じる圧縮応力で座屈が生じることによるものと考えられている。したがって、本実験の空冷では冷却速度が比較的緩やかなことから、そのような破壊挙動を示さなかつたものと考えられる。

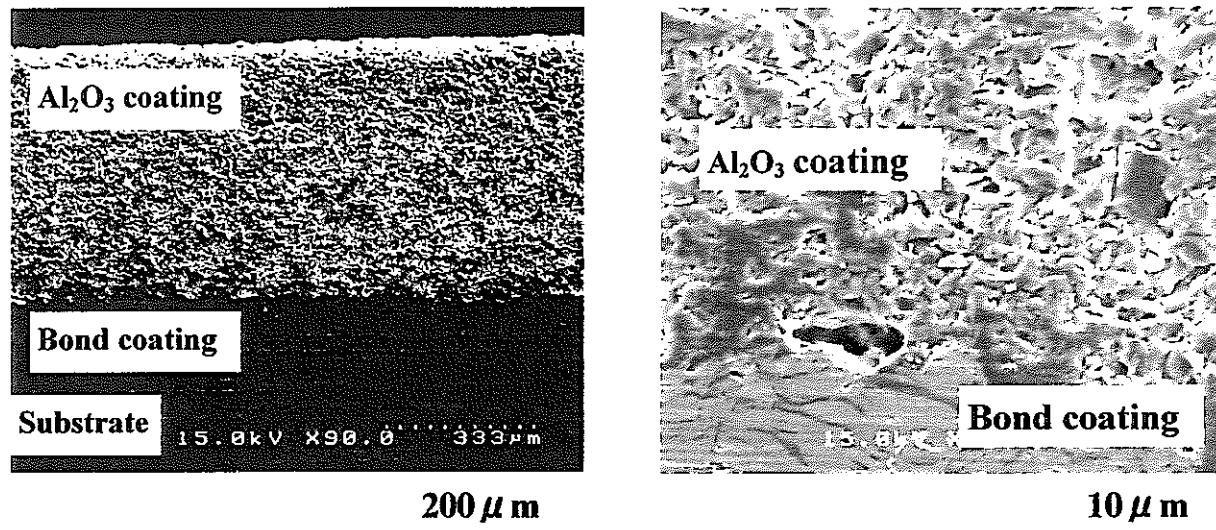


Fig.2.19 溶射まま材の試料断面写真

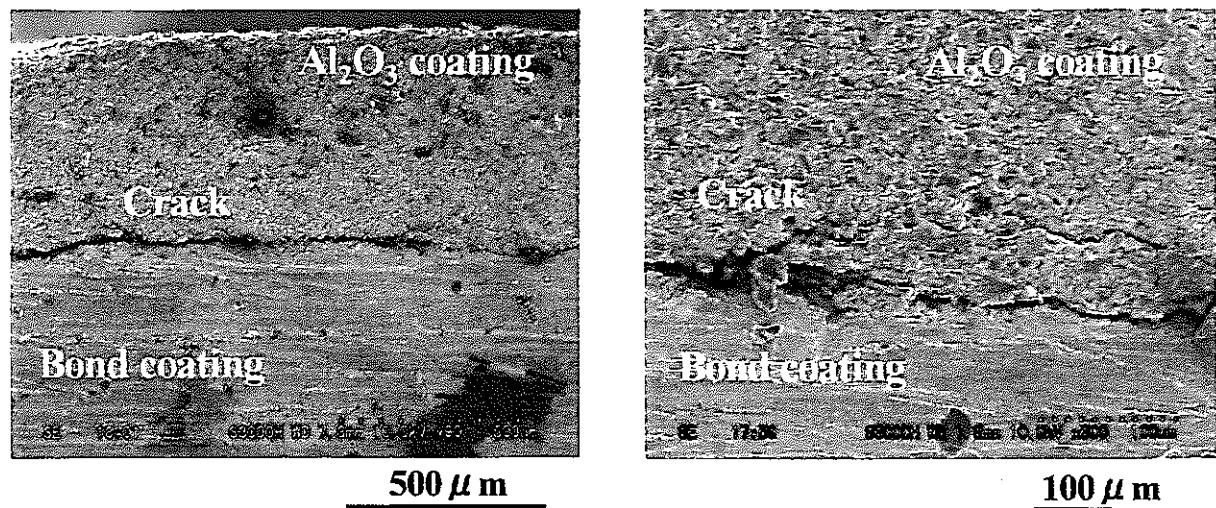


Fig.2.20 1200°C保持後の試料断面組織写真

ほぼ全ての保持温度において最終破壊は1~4サイクル目に生じた。保持温度の低下にサイクル数の増加の傾向が、若干認められるものの、試料ごとのばらつきを考慮した場合、その差は優位なものとはいえない。したがって、今回作製したアルミニコーティング材の破壊する臨界温度は800°C以下と考えられる。Fig.2.21には最終はく離後の基材側とコーティング側破面のSEM写真を示す。基材側破面はアルミナ層に完全に覆われており、アルミナの結晶粒界が認められる。したがって、破壊は完全な界面ではなくアルミナ層内にて生じていることが理解できる。

Fig.2.22にレーザー干渉計により検出された各保持温度におけるAE発生挙動を示す。AEの発生は全て冷却時において認められ、どの保持温度においても表面温度およそ200°C~400°Cにて最初のAEが検出されている。Fig.2.20に示したように、サイクル後の断面観察では界面近傍のはく離しか認められなかったことから、検出されたAEはこれらのはく離の生成に対応したものであると考えられる。また、レーザー干渉計の感度が低いという点から考えた場合、より高い温度にて微小な割れが生成していた可能性は否定できないが、逆に、レーザー干渉計によりAEが計測され始めた段階で、材料全体の破壊を支配するような現象が生じ始めた段階と捉えることができよう。また、2サイクル目以降のAE発生状況をみた場合、1サイクル目よりも高い温度でのAE発生開始が認められるが、保持温度1000°Cの場合のように、1サイクル目にはAEが検出されず、2サイクル目にAE検出、3サイクル目には再びAEが検出されず、4サイクル目にはまたAEが検出され始め、最終はく離にいた

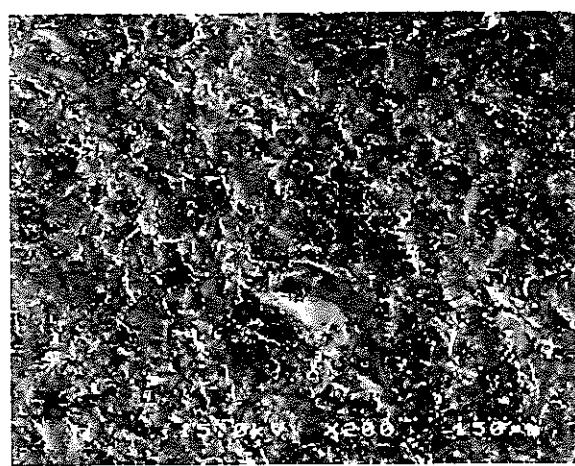


Fig.2.21 最終はく離後の波面写真

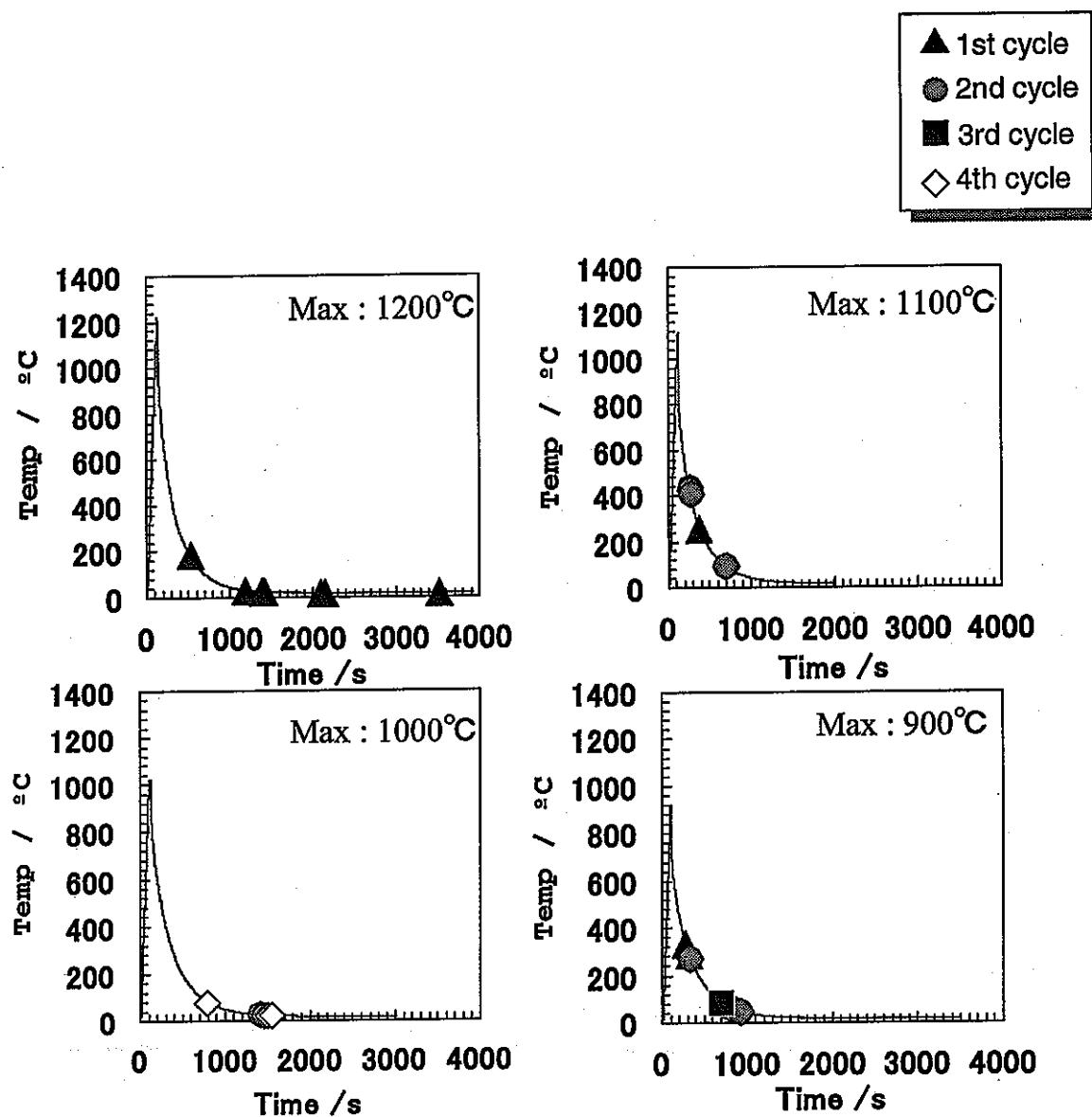


Fig.2.22 各保持温度におけるAE発生挙動

るという挙動を示すという現象も認められる。このような破壊現象は熱膨張差により生じる応力がある臨界応力に達した場合に破壊が生じるという考え方では理解が困難であり、熱サイクルによる何らかの経時変化に起因するものと考えられる。

検出されたAE波を周波数の点から見た場合、Fig.2.23に示すように高周波成分からなるタイプA型と相対的に低い周波数成分からなるタイプB型に主に分類された。Fig.2.24にはそれぞれの波形のFFTによる周波数特性を示しており、タイプA型は250～300kHz、タイプB型は80～100kHzがピーク周波数となっている。

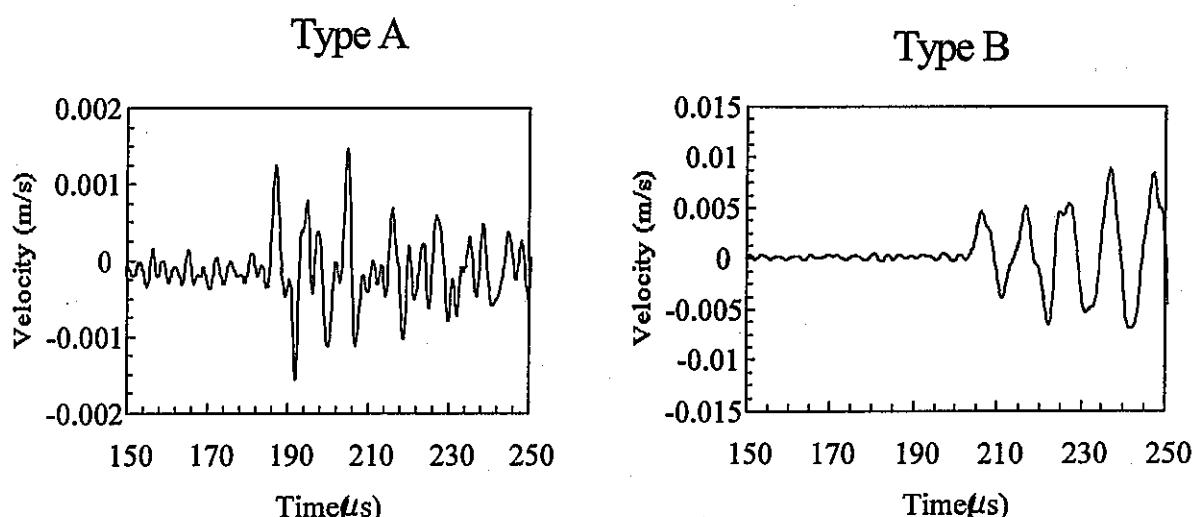


Fig.2.23 タイプAとタイプBの波形

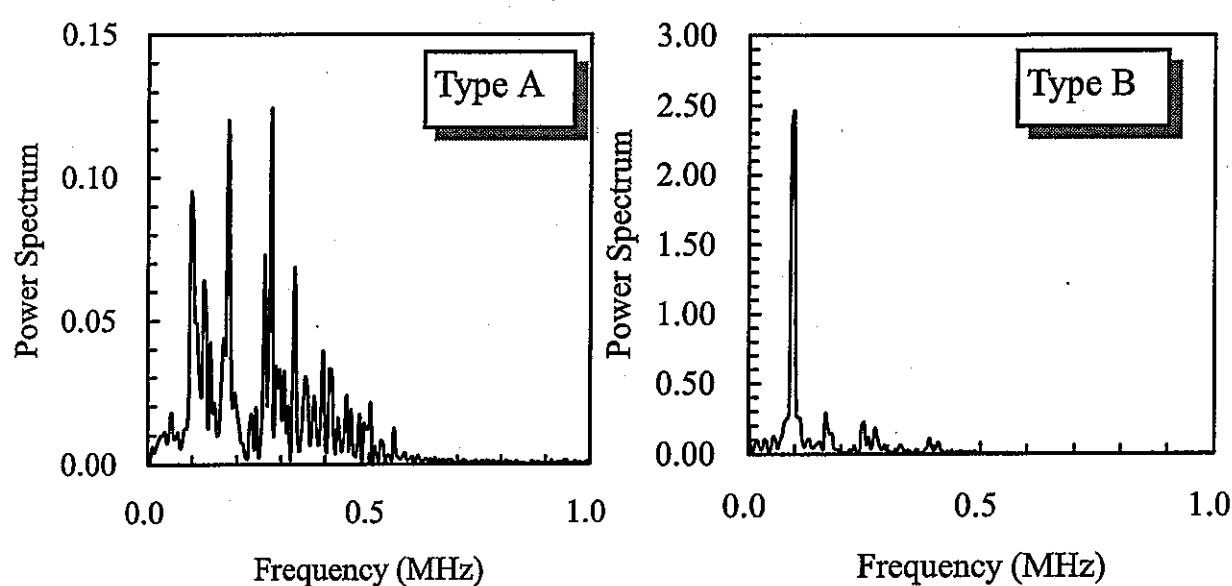


Fig.2.24 FFTによる周波数特性

Fig.2.25には各タイプのAE波のサイクル数に対する発生挙動を示しており、タイプAは1サイクル目にもっとも多く検出され、一方でタイプBはサイクル後半に多く検出される挙動を示している。また、タイプBは最終はく離直前において特に多く検出される傾向を示した。Fig.2.26は各タイプのAE振幅を発生温度に対してプロットしたものである。タイプAは発生温度が高い場合に大きな振幅を示すのに対し、タイプBは発生温度が下がるにつれて振幅が大きくなるという際立った特長を有している。また、両者の最大振幅はそれほど変わらないことも理解できる。

Fig.2.27には超音波顕微鏡を用いて各サイクルごとに界面はく離の観察を行った結果を示す。これは保持温度1100℃の場合だが、1サイクル目に試料中央部において直径1mm程度のはく離の生成が認められ、さらに2サイクル目には1サイクル目に生成したはく離の成長およびその周辺における新たなはく離の生成し、4サイクル目には試料全域がほぼはく離するという挙動を示している。したがって、熱サイクルを受けることにより、試料中央部でのはく離の生成・停留、成長・停留という過程を繰り返して、最終的にはく離が端部とつながることで破壊が進展していくことが理解される。Fig.2.25に示したサイクル数に対する各タイプのAE発生挙動との対応から、タイプA型は中央部におけるはく離の生成、タイプB型は生成したき裂の成長に対応するものと推測される。

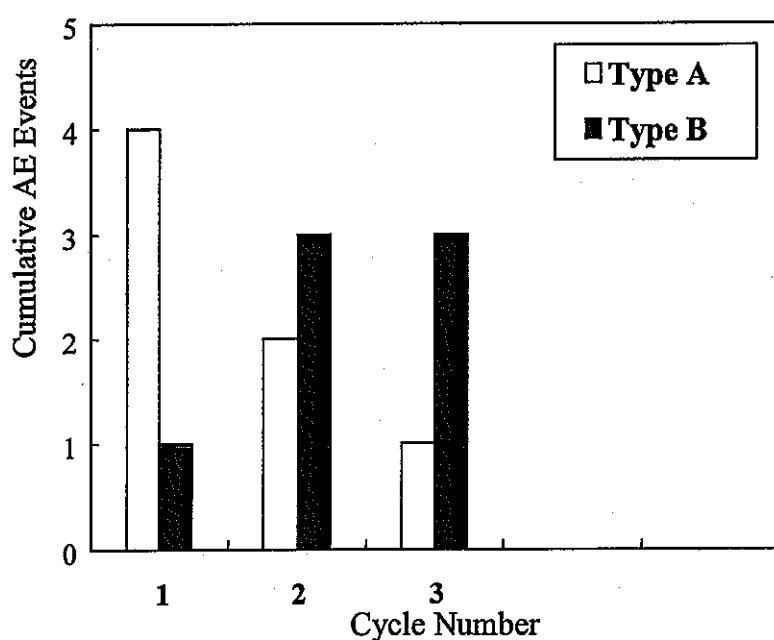


Fig.2.25 サイクル数に対する各タイプの発生挙動

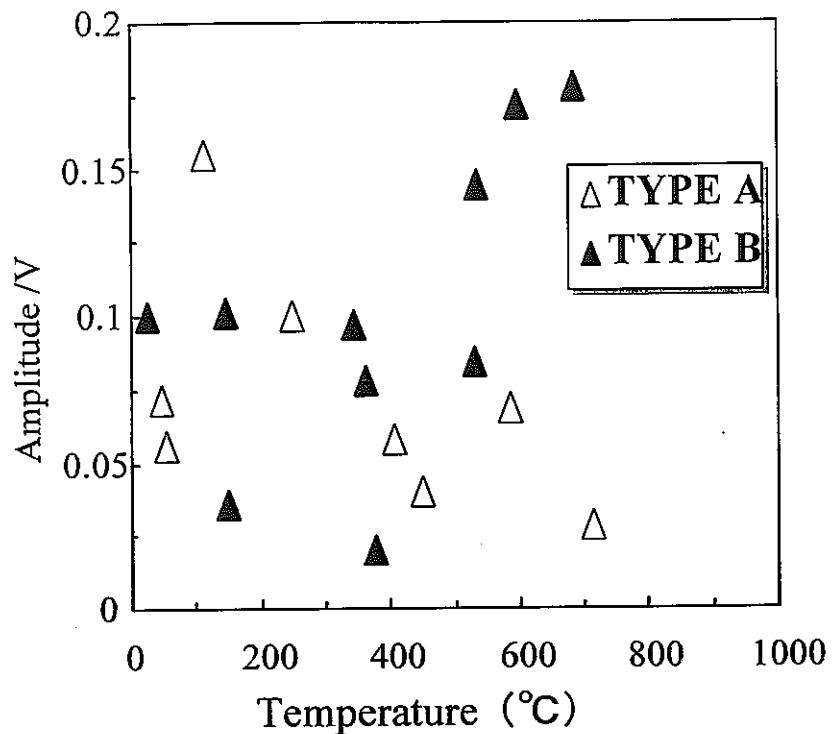


Fig.2.26 各タイプの発生温度と振幅分布の関係

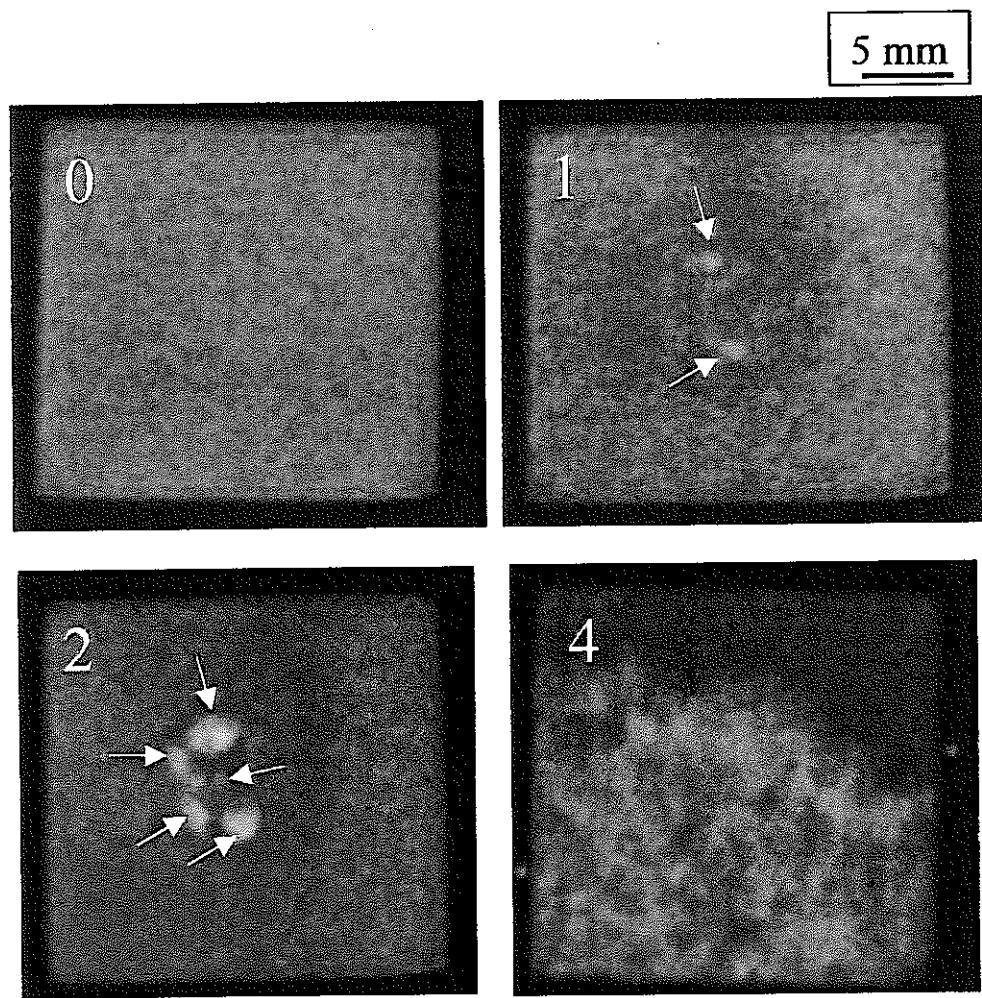


Fig.2.27 超音波顕微鏡によるはく離進展挙動の観察

(4) 波形解析

前節で検出されたAE波を周波数の点から高周波型と低周波型に分類した。繊維強化型複合材料などでは、検出されたAE波の周波数特性から繊維の破断、マトリックスの破断等に対応するもの分類されることも多いが、一般に検出波形は破壊源の位置や、破壊のモード、破壊の大きさに強く依存する。そこでここでは、これら因子の検出波への影響についてFEMによる数値解析を用いて考察する。

● 解析方法

波形解析は3次元動解析が可能な有限要素法（LS-Dyna 3D）を用いた。Fig.2.28に計算に用いたメッシュの例、Table 2.6に解析に用いた物性値を示す。図に示されるように、メッシュは $15 \times 15 \times 5.5$ mmとし、基材ステンレスの厚さ5mm、セラミック層アルミナの厚さ0.5mmとしている。また、媒体は弾性体とし、中間層については母材と同じ物性値を取るもの、また、破壊は界面近傍のアルミナ層内にて起きるものと仮定している。また、入力するダイポールはFig.2.29に示すステップ状の関数とした。また、引張型破壊に対する検出点変位 $U_3(t)$ は、次式で示されるように D_{11} 、 D_{22} 、 D_{33} 各ダイポール成分の寄与の線形和で表せるものと考えるものとした。

$$U_3 = G_{311} * D_{11} + G_{322} * D_{22} + (\lambda + 2\mu) G_{333} * D_{33} \quad (2.2)$$

また、せん断型破壊に対してはすべり面法線ベクトル(0、0、1)、すべり方向xの破壊を仮定し、検出点変位 $U_3(t)$ は、 D_{13} 、 D_{31} 成分の寄与の線形和で表されるものとした。

$$U_3 = \mu G_{31,3} * D_{13} + \mu G_{33,1} * D_{31} \quad (2.3)$$

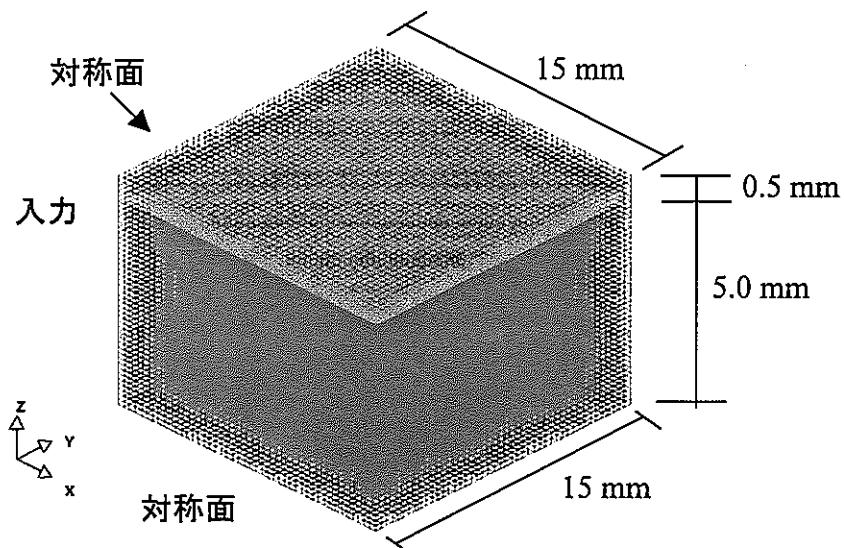


Fig.2.28 FEMメッシュ

Table 2.6 用いた物性値

	母材(SUS304)	コーティング(Al_2O_3)
ヤング率(GPa)	1.85×10^2	0.3×10^2
ボアン比	0.295	0.25
密度(g/cm ³)	7.8	1.569

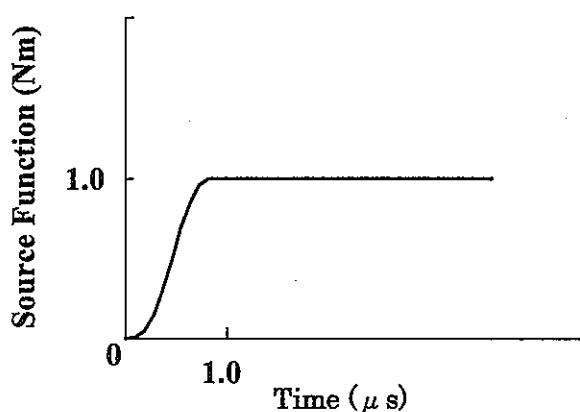


Fig.2.29 入力ダイポールの時間関数

● 破壊発生位置の影響

Fig.2.30には、ダイポール D_{33} の入力に対し、検出位置が震央の場合とオフエピセンターでの検出波形の数値解析結果を示すが、このようにAE発生点と検出点の位置関係により波形が大きく異なることが理解できる。震央での応答では前節のタイプAに、オフエピセンターの場合ではタイプBに比較的類似した波形となっている。

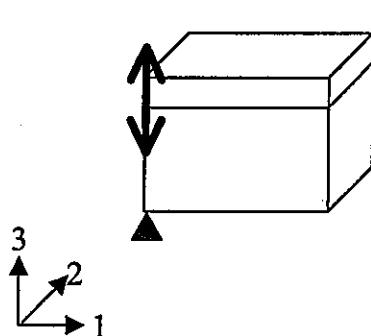
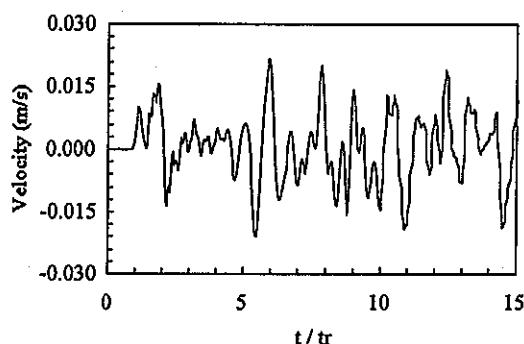
● 破壊のモードの影響

Fig.2.31には、AE発生位置として震央を仮定し、破壊モードが引張およびせん断での検出波形の数値解析結果を示す。ここではせん断モードとして、13、31方向のせん断を仮定している。この場合もやはり破壊のモードにより、波形が大きくことなることが理解され、せん断型の場合、検出点での波形は引張型の波形と比較して相対的に低周波化することが理解できる。また、せん断成分は引張型と比較して震央では振幅が小さくなることも理解できる。これは、せん断型の場合ある方向、均質体では 45° 方向に最大振幅が生じることによるものである。

● 破壊の生成時間の影響

一般に破壊の大きさ、厳密には微視割れの割れ半径は、破壊源での立ち上がり時間に比例する傾向を持つ。そこで、ここでは入力ダイポールの大きさは 1Nm と同じとし、立ち上がり時間 Δt を $1\mu\text{s}$ 、 $5\mu\text{s}$ として、 D_{33} の入力に対して数値解析を行った。Fig.2.32にその結果を示すが、同じ破壊モードであっても、破壊源の立ち上がり時間の違いにより、検出波が大きく異なることは明らかであり、 $\Delta t=5\mu\text{s}$ の場合、相対的に低周波化することが分かる。

入力ダイポール : D33
入力位置 : 試料中央部



入力ダイポール : D33
入力位置 : 試料周辺部

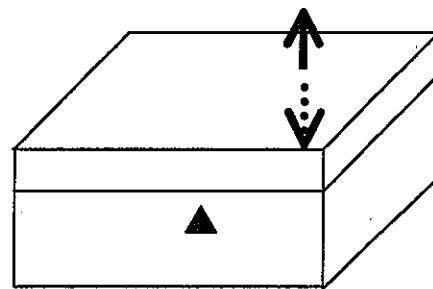
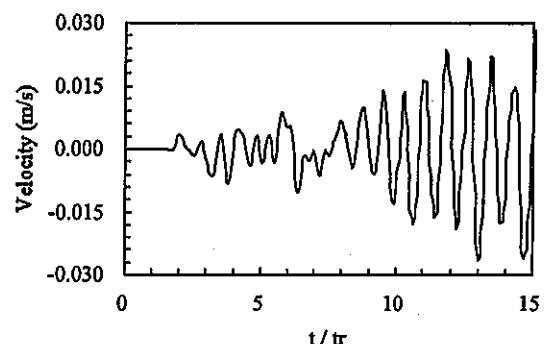


Fig.2.30 入力位置の検出波形への影響
(a)エピセンター, (b)オフエピセンター

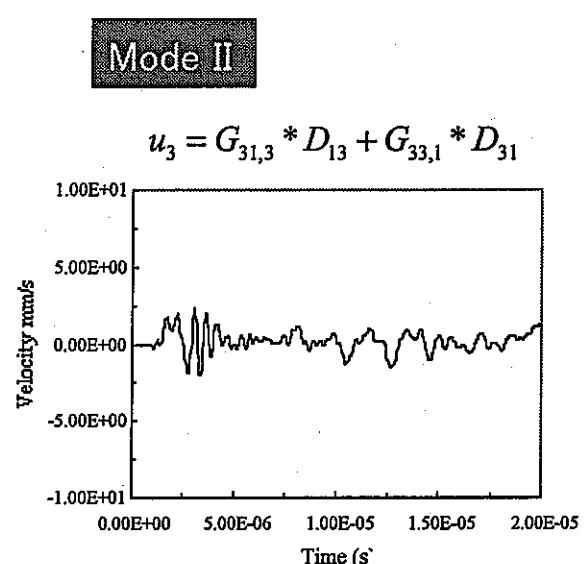
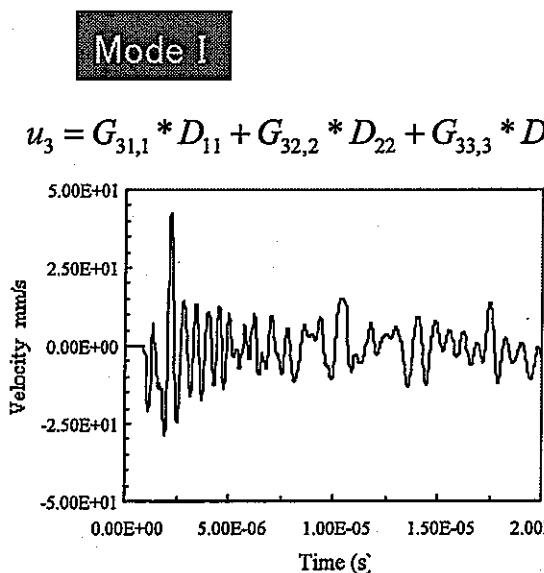


Fig.2.31 引張およびせん断モードによる検出波形の相違

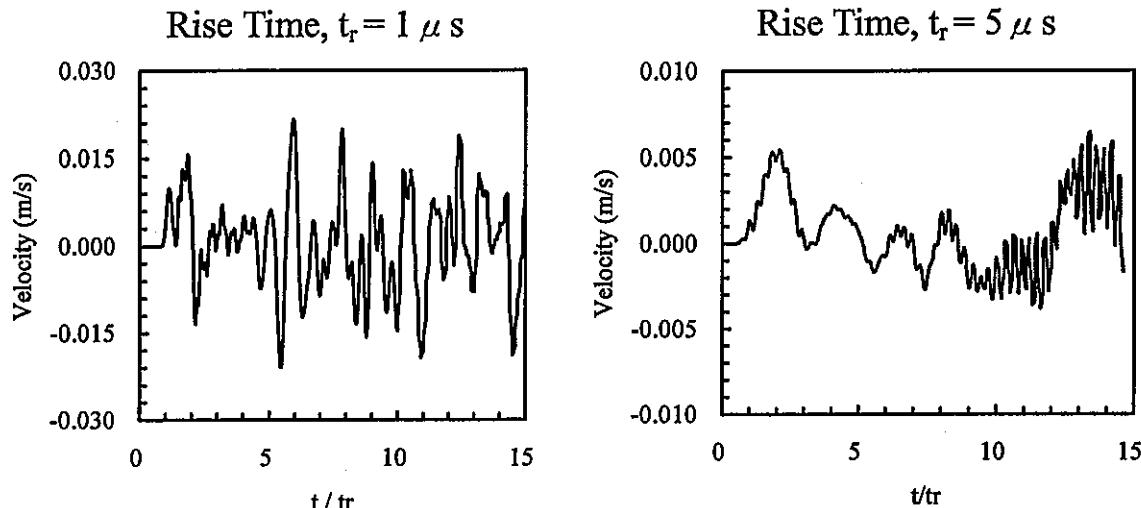


Fig.2.32 ライズタイムの異なる入力に対する検出波形

● 考察

以上の結果より、検出波形は破壊発生位置、破壊のモード、破壊の生成時間に強く依存し、特に検出波の周波数特性は破壊モードと生成時間により大きな影響を受けることが明らかとなった。ここで実験により検出されたタイプA型、およびタイプB型について整理してみる。Fig.2.25の各タイプのAE発生状況とFig.2.27超音波探傷結果、および上記数値解析結果とから、タイプAは中央部、タイプBはオフエピセンターで起きた可能性が高い。さらに検出されたAEは引張とせん断の両タイプがあるものと仮定した場合には、高周波型のタイプAが引張モード、タイプBがせん断である可能性が高い。これらは、熱応力のような等軸応力下では中央部においてせん断応力は生じないという一般的な見解と一致するものである。また、割れの生成時間から考えた場合、タイプAに比べてタイプBは生成時間の大きい、すなわち割れ半径の大きな事象である可能性が高い。これはタイプBが最終はく離直前に多く見られたこととも整合する。

以上、まとめるとタイプAは中央部における引張り型、タイプBについては判断できないという結論が得られ、より詳細な理解には多チャンネルAE計測により位置標定を可能とすることが必要である。

(5) 1ch原波形解析

前節においてタイプA型の検出波は中央部引張型の破壊によるものと推測された。そこで本節では1ch原波形解析を行うことにより、生成き裂を定量的に評価することを行う。

● 解析方法

(i) 原波形の定式化^{33), 34)}

原波形解析の手順は以下の通りである。レーザー干渉計では絶対値の計測が可能であることから、計測系の伝達関数であるS(t)については考慮が必要ないため、検出点垂直変位u₃(t)は時間tに対して次式のように示すことができる。

$$U_3(t) = G_{3j,k}(t) * D_{jk}(t) \quad (2.4)$$

ここでD_{jk}(t)は原波形、G_{ij, k}(t)は入力点におけるj, k方向のダイポールに対する検出点でのi方向のGreen関数を示している。さらにD_{jk}は微視割れが試料全体に対して点音源とみなせる場合、

$$D_{jk}(x, t) = C_{jkmn} [u_m(x, t)] v_m(x) \Delta A \quad (2.5)$$

と書くことができる。ここでC_{jkmn}は弾性率、u_mは微視割れの食い違いを表す変位、v_mは割れ面の法線ベクトル、ΔAは割れの面積であり、また伝播媒体、本実験ではステンレスが等方均質体であると仮定すると、弾性率C_{jkmn}は、

$$C_{jkmn} = \lambda \delta_{jk} \delta_{mn} + \mu (\delta_{jm} \delta_{kn} + \delta_{jn} \delta_{km}) \quad (2.6)$$

と書ける。ここでλ、μはラメ定数、δはディラックのデルタ関数である。したがって割れ面の法線ベクトルが(0, 0, 1)の引張り破壊を仮定し、D₃₃(t)=ΔDとするとき原波形D_{jk}は次のように表記される。

$$[D_{jk}] = \begin{bmatrix} \frac{\lambda}{\lambda + 2\mu} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{\lambda}{\lambda + 2\mu} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \Delta D \quad (2.7)$$

したがって、式(3.3)は、

$$U_3 = \frac{\lambda}{\lambda+2\mu} (G_{311} + G_{322} + \frac{\lambda+2\mu}{\lambda} G_{333}) * \Delta D \quad (2.8)$$

と表される。したがって、媒体のGreen関数 $G_{ij,k}$ を既知とすれば、変位 U_3 との時間に関する逆たたみ込み積分を上式に施すことで原波形 ΔD を導出することができる。

(ii) グリーン関数の導出

Green関数の導出は、Table 2.6に示す物性値、対称性からFig.2.28に示すメッシュの1/4を用いて有限要素法(ソフト:LS-DYNA3D)により導出した。対称性から全体の1/4を計算対象とし、また計算容量の問題から前節同様ボンド層であるNiCrAlYの物性値は基材と等しいものとしている。各伝達関数 $G_{ij,k}$ 導出のための入力モーメントは立ちあがり時間 $1\mu s$ 、大きさ $1Nm$ のステップ状関数(Fig.2.29参照)で表されるものとし、中央界面部セラミックス相側に各ダイポールを入力した。Fig.2.33に入力点の位置関係を示す。以上の計算により震央での応答を求め、グリーン関数の導出を行った後、式(2.8)の逆たたみ込み積分を行うことにより原波形 $\Delta D(t)$ を導出した。

(iii) 逆たたみ込み積分

逆たたみ込み積分は、計算したグリーン関数 G および検出波変位 U 、それぞれにラプラス変換を施した後

$$\Delta \overline{D} = \frac{\overline{U}}{\overline{G}} \quad (2.9)$$

で表される周波数領域での計算を行うことにより Δ を求め、逆ラプラス変換を施すことにより実行した。

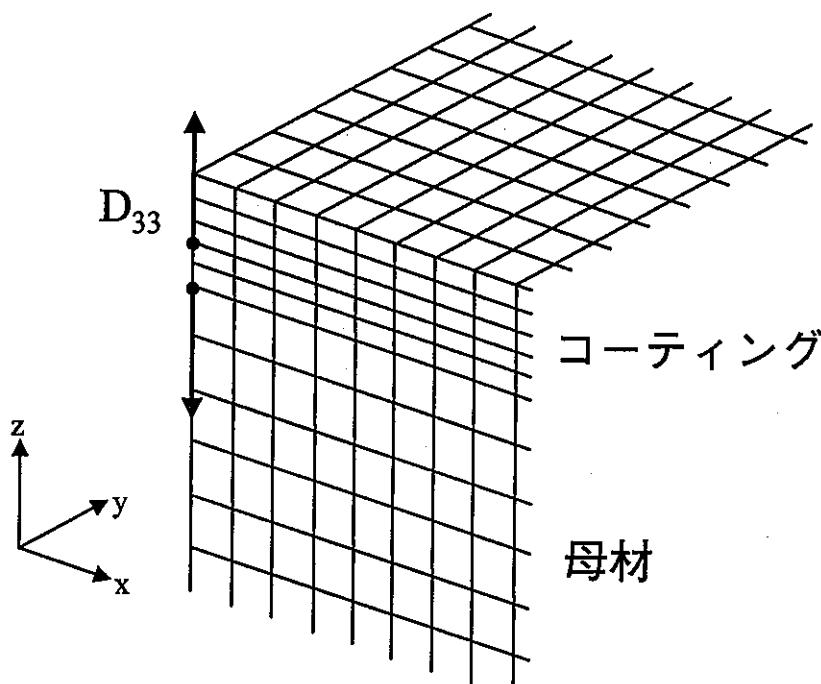


Fig.2.33 伝達関数導出のための入力ダイポールの位置関係

● 解析結果および考察

Fig.2.34に実際の検出波に対して導出された原波形の例を示す。計算された原波形の第一ピークの大きさ D_0 から、次式を用いて微視割れの半径、 a を見積もった^{34), 35)}。

$$a = \left(\frac{3(1-2\nu)D_0}{16(1-\nu^2)\sigma_0} \right)^{1/3} \quad (2.10)$$

ここで σ_0 は破壊強度であり、本 Al_2O_3 溶射膜の破断強度20MPaを用いた。Fig.2.35は、保持温度から微視割れ発生温度までの温度差に対して、割れ半径の分布を示したものである。生成き裂の割れ半径は100~600 μm の範囲で分布しており、タイプA型のAEは数100 μm オーダーの割れに相当することが明らかとなった。これはFig.2.27に示した超音波探傷結果とも比較的良い一致を示している。また、生成するき裂の大きさは発生温度と相関が無いことも理解できる。

Fig.2.36には発生温度差と割れ生成時間を示すが、生成時間はおよそ1~4 μs 程度の大きさであることが分かる。ただし、本実験ではノイズ低減の問題からLPFとして300kHzを用いているため、フィルター以上の周波数成分に対しては絶対値という点で誤差が含まれることになる。この点に関してはよりS/N比の優れたレーザー干渉計の作製もしくは登場に期待したい。

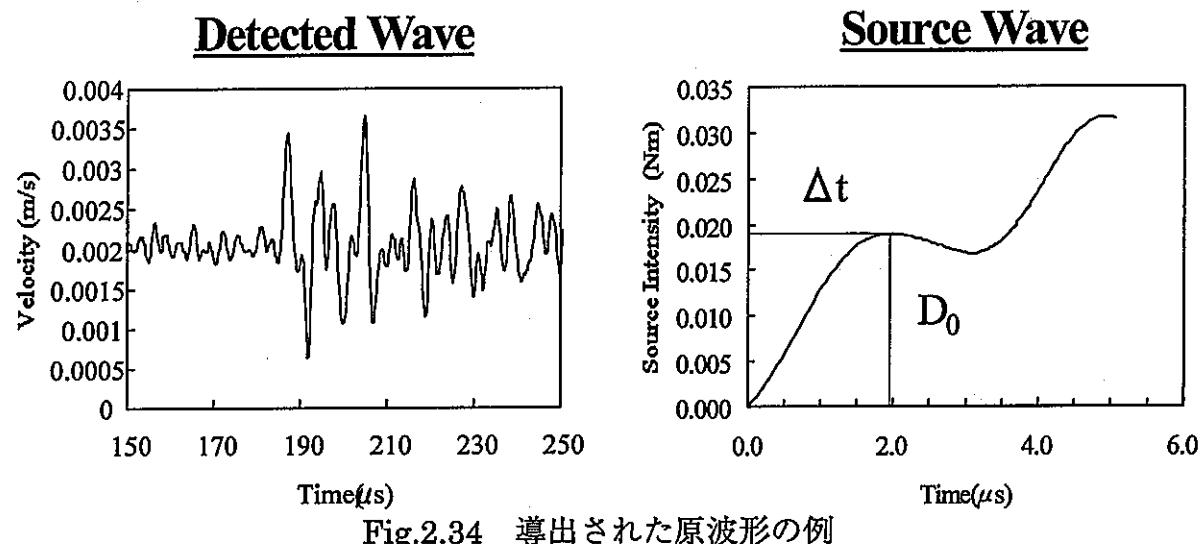
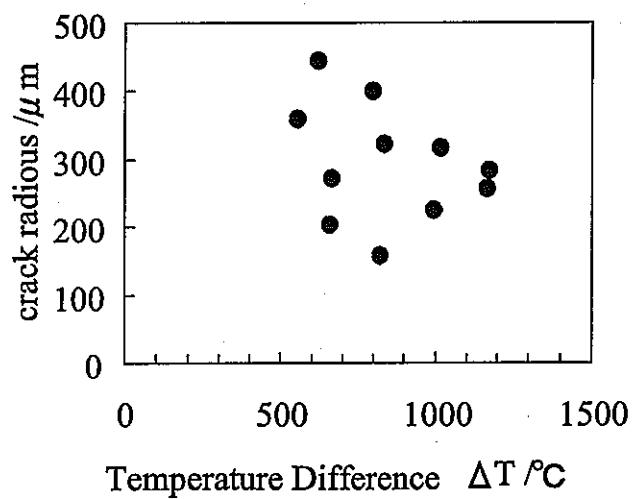
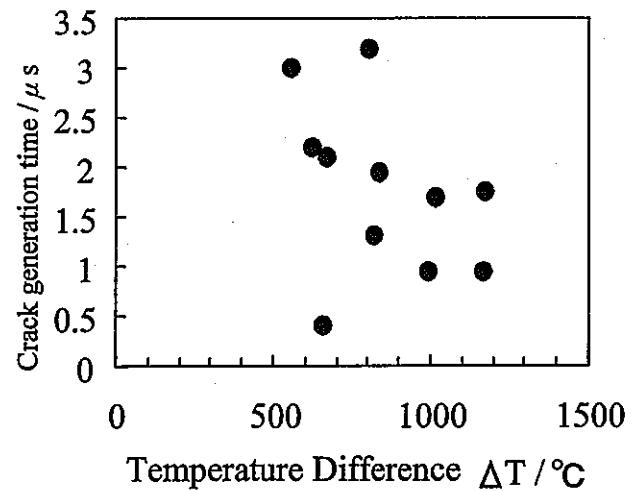


Fig.2.34 導出された原波形の例



Temperature Difference ΔT / °C

Fig.2.35 割れ半径の分布



Temperature Difference ΔT / °C

Fig.2.36 発生温度差と割れの生成時間

(6) 結言

プラズマ溶射により作製されたAl₂O₃/NiCrAlY/SUS304に対して、熱サイクル試験を行い、レーザー干渉計を用いたAEの計測とその波形解析から被膜の破壊挙動の評価を試み、以下の知見を得た。

- 1) 破壊はき裂の生成・進展・停留という過程を繰り返して、生じていくことが明らかとなった。
- 2) Eは冷却時において検出され、それらはセラミック層とボンド層の界面近傍のセラミック層内におけるはく離に対応したものであった。
- 3) 検出されたAE波は周波数の点から高周波型のタイプAと低周波型のタイプBに分類され、それぞれき裂生成、成長に関与するものと推測された。
- 4) 発生位置、破壊モード、破壊の生成時間の検出波に対する影響について波形解析により明らかにした。
- 5) タイプAを中心部引張り型破壊と仮定することにより、原波形解析を行い、コーティング被膜の破壊に関して割れ半径、割れ生成時間を定量的に評価した。

また、本実験のような高温熱サイクル試験であっても、レーザー干渉計を用いたAEの計測と原波形解析により、破壊の大きさを評価することが可能となったことも強調したい。

参考文献

- 1) 伊藤義康、柏谷英夫：日本セラミックス協会学術論文誌、98(11) 1238-44 (1990)
- 2) 伊藤義康、高橋雅士ほか：J. Soc. Japan、47、7、665-671、july 1998
- 3) Stephan Stecura : Thin Solid Films, 182(1989) 121-139
- 4) Andrew H. Bartlett and Roberto Dal Maschio : J. Am. Ceram. Soc. 78(4) 1018-24(1995)
- 5) Bo-Chen Wu and Edward Chang : J. Am. Ceram. Soc. 72(2) 212-18(1989)
- 6) D. J. Greving, E. F. Rybicki, and J. R. Shadley, : JTTEE5 3, 379-388
- 7) Woo Y. Lee and David P. Stinton : J. Am. CeramSoc. 79(12) 3003-12(1996)
- 8) Woo Y. Lee, Kevin M. Cooley, Christopher C. Berndt, Debra L. Joslin, and David P. Stinton : J. Am. Ceram. Soc., 79(10) 2759-62(1996)
- 9) Chung-Kwei Lin, Chung-Chieh Lin, and Christopher C. Berndt : J. Am. Ceram. Soc., 78(5) 1406-10(1995)
- 10) 塩沢和章、西野精一、横井信安、春山義夫：日本金属学会論文集(A編)、60卷557号(1994-7)
- 11) 橋田俊之、石川 幹、戸邊 務、高橋秀明：日本金属学会論文集(A編)、58卷545号(1992-1)
- 12) 伊藤義康、石渡 裕、柏谷英夫：日本セラミックス協会学術論文誌、97(7)747-52 (1989)
- 13) 田村信一、平 初雄、池田順一、窯業協会誌、94(8)1986
- 14) G. C. Chang, W. Phucharoen and R. A. Miller, Surface and Coating Technology, 32(1987) 307-325
- 15) Manabu Enoki, Teruo Kishi and Tapio Mantyla : Ultrasonics International 93 Conference Proceedings, 243-246
- 16) K. Ikeda, T. Kishi, M. Nishino, et. al. : Progress in Acoustic Emission IV the Japanese Society for NDI, 635-641(1988)
- 17) W. D. Bascom, J. L. Bitner : J. Materials Science 12, 1401-1410(1977)
- 18) Robert A. Miller : J. Am. Ceram. Soc., vol. 67, No.8, 517-21(1984)
- 19) 伊藤義康、斎藤正弘、宮崎松生、本多啓三：J. Soc. Mat. Sci.、Japan、Vol.43、No.489、690-695(1994)

- 20) D. P. H. Hasselman : J. Am. Ceram. Soc., vol.52, No.11, 600-604
- 21) K. Kokini, T. R. Hornack : J. Engineering Materials and Technolagy, Vol.110, 35-40 (1988)
- 22) David A. Oneil : J. Engineering Materials and Technolagy, Vol.116, 471-478(1994)
- 23) 森 久史、志波光晴、岸輝雄、杉田雄二、伊藤明洋 : Journal of Ceramic Society of Japan、 107(1) 66-72(1999)
- 24) Christopher C. Berndt : Journal of Materials Science 2 (1989) 3511-3520
- 25) S. J. Howard, Y. C. Tsui and T. W. Clyne, : Acta metall. mater., Vol.42, 2825-36(1994)
- 26) S. J. Howard, Y. C. Tsui and T. W. Clyne : Acta metall. mater., Vol.42, 2837-44(1994)
- 27) Z. Suo : J. Mech. Phys. Solids, Vol.43, No.6, 829-46(1995)
- 28) D. M. Nissley : JTTEE5 6,91-98, ASM International
- 29) G. C. Chang and W. phucharoen : Cleveland State University, NASA Report N88-11182, 405-425
- 30) George C. Chang and Woraphat phucharoen : Cleveland State University, NASA Report N89-12919, 415-434
- 31) 霧鳥一三、竹田博光 : 日本機械学会誌、第83巻 第745号 30-36 (1980)
- 32) S. M. Meier, D. M. Nisseley, K. D. Sheffler and T. A. Cruse : Journal of Engineering for 322 (1995)
- 33) 大平貴規、岸輝雄 : 日本金属学会誌、 46(1982)518
- 34) M. Enoki and T. Kshi : International Journal of Fracture, v38, pp295-310 (1988)
- 35) 榎学 : 東京大学学位論文、(1989)

2.3 レーザーAE法の多チャンネル化による微視破壊評価

(1) 緒言

前節ではレーザー干渉計を用いた1ch AE計測により、アルミナコーティング材の熱サイクル下での破壊評価を試みた。しかし、評価法として以下の問題点を残した。

- 1) 破壊の発生位置が不明であることから、超音波顕微鏡観察結果をもとに破壊は中央部において生じたものとし、中央部破壊に対して導出したグリーン関数を用いて評価を行ったが、前章のFEM波動解析において示したように、破壊発生位置に対するグリーン関数の影響は大きく、得られた結果はたぶんに誤差を含んでいるものである。
- 2) 破壊のモードを引張りであると推定し解析を行ったが、破壊のモードを定量的に評価することが望まれる。

そこで、本節ではさらに装置系の改良を行い、レーザー干渉計を用いた多チャンネルAE計測により上記問題点を解決し、熱サイクル中の破壊評価をより詳細に行うこととする目的としている。

(2) レーザー干渉計を用いた4チャンネルAE計測

AE位置評定を可能とするためには、AE波の多チャンネル測定が必要である^{1)~4)}。そこでFig.2.37に示す4本のレーザー干渉計を用いたAE計測システムを構築した。各々の干渉計から発射されたレーザーは4枚のミラーを有する反射鏡により試料へと反射され、各々の焦点において媒体表面変位を測定可能となっている。Fig.2.38、Fig.2.39には今回作製した反射鏡および測定システム全体の写真を示す。

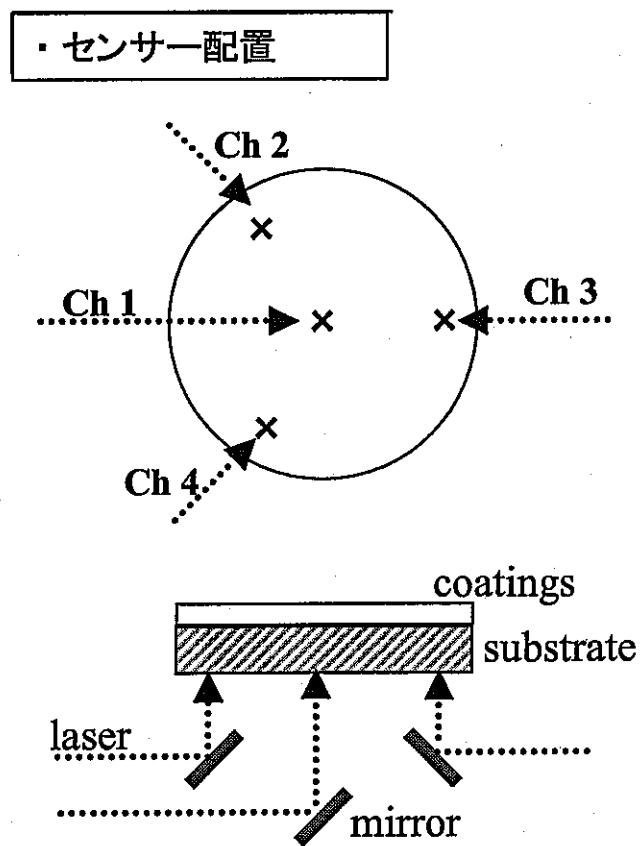
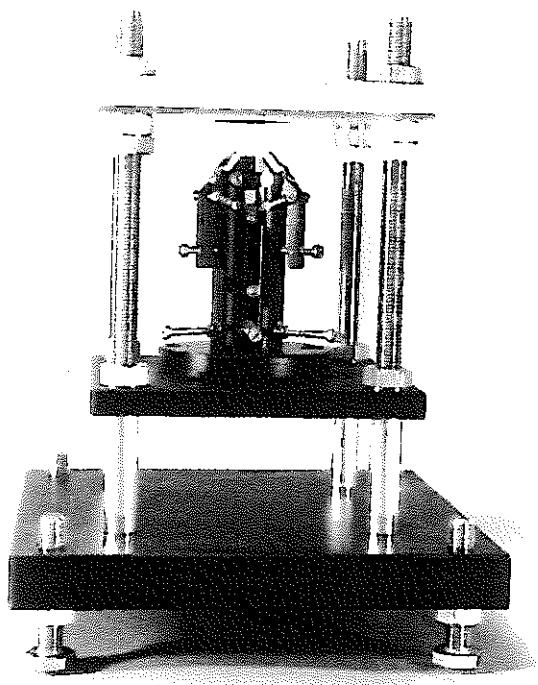
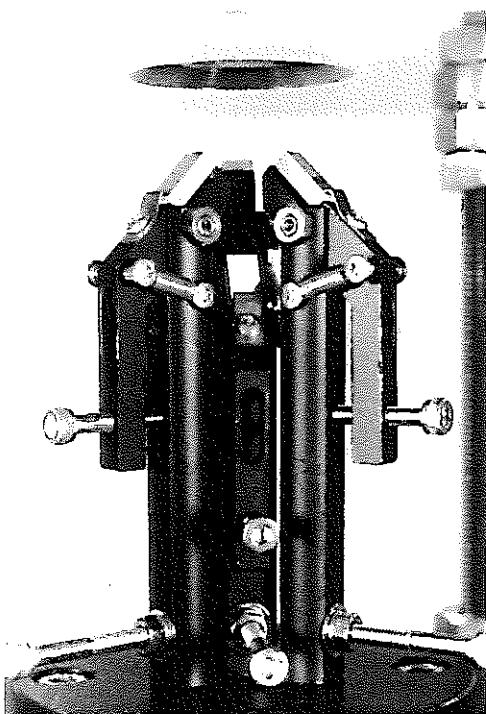


Fig.2.37 4チャンネルAE計測概念図

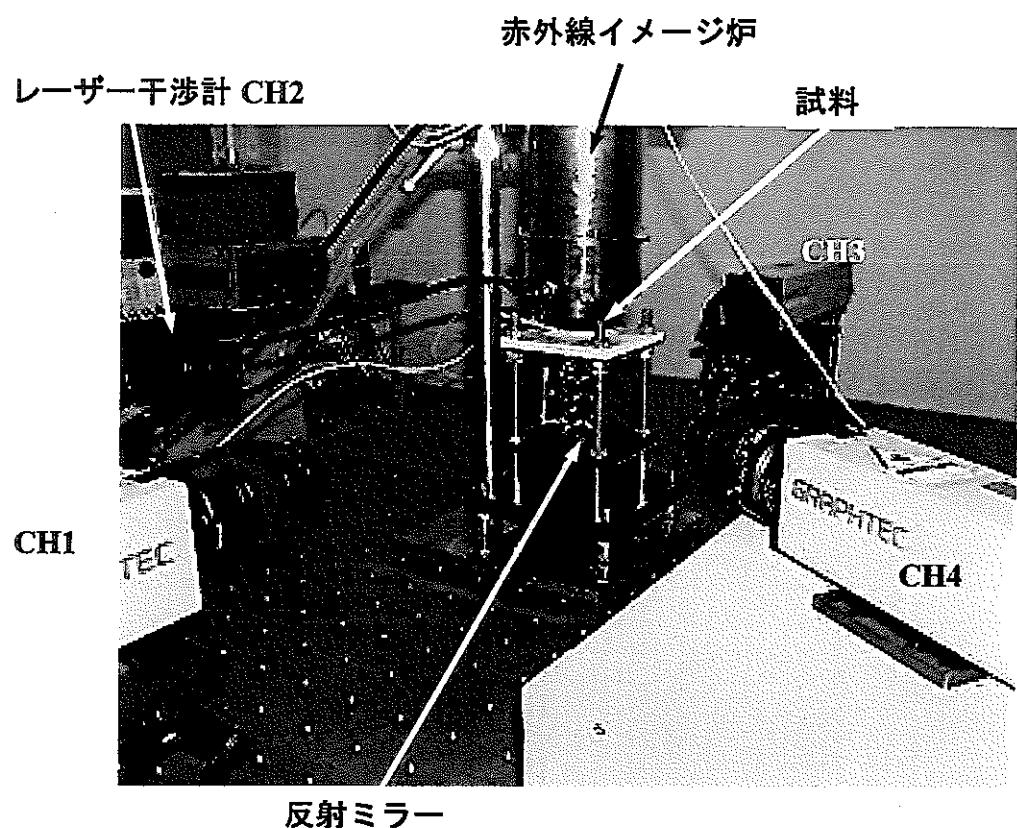


反射鏡の全体像



鏡部分の拡大写真

Fig.2.38 4枚の鏡を有する反射鏡



(3) AE位置標定^{3), 4)}

多チャンネル計測した際の検出波形を用いて、各チャンネルの縦波の到達時刻 t_i ($1 \leq i \leq P$ 、 P はチャンネル数) からその到達時間差 Δt_{ip} を求めることができる。このとき、微視割れ発生位置 x 、センサー測定位置 x^i ($1 \leq i \leq P$) に関して、

$$\alpha \Delta t_{ip} = |x - x^i| - |x - x^P| \quad , \quad 1 \leq i \leq P-1 \quad (2.11)$$

が成立する。 $P \geq 4$ でさえあれば、材料の縦波音速 α 、 Δt_{ip} 、 x^i を用いて、縦波到達時刻を求めた後、式 (2.11) を非線形最小二乗法を用いて数値的に解き、 x を求めることができる。

(4) 実験方法

● 供試材

供試材には、オーステナイト系ステンレス鋼 (JIS SUS304) 基板上にプラズマ溶射によりセラミックス層を被覆したものを用いた。本実験ではセラミックスコーティング材における各種因子の影響を評価することを念頭に、異なる作製条件を有する試料を作成した。各種因子としてセラミックス層の膜厚、ボンド層の有無、溶射時のプラスト条件に注目した。Table 2.7に各種試料作製条件を示すが、セラミックス層の膜厚として 100、500、1000 μm 、ボンド層については NiCrAlY の溶射を行うものと基材に直接セラミックス層を溶射するもの、溶射時のプラスト条件としては Table 2.8 に示す 3 種類のサンドブラストを用いて界面部の凹凸を変化させ、その影響を調べた。溶射粉末は前節で作製した時と同じものを使用し、ボンド層として NiCrAlY、セラミックス層としてホワイトアルミナを用いた。溶射条件についても Table 2.4 に示す条件のもと同様であるが、溶射距離としてセラミックス層 75mm、ボンド層 100mm を適用した。

Table 2.7 各種試料作製条件

試料No.	セラミック層膜厚(μm)	ボンド層(μm)	Brast
1	500	無	A
2	100	無	A
3	1000	無	A
4	500	無	B
5	500	無	C
7	500	NiCrAlY,100	A

Table 2.8 ブラスト条件

	ブラスト材	粒径(μm)	エアー圧力(kgf/cm ²)	投射時間(Sec)
A	カーボランダム	500	5	20
B	アルミナ	300	5	20
C	ガーネット	100	5	20

● 試験片形状および寸法

Fig.2.40に熱サイクル試験に供した試験片形状および寸法を示す。図に示すように基材はレーザーにAE四点測定を可能とするために円板状 $30^{\phi} \times 5^t$ mmであり、また、切り出し端面は耐水ペーパ#600、被覆面反対面をバフ研磨にて鏡面に研磨した。

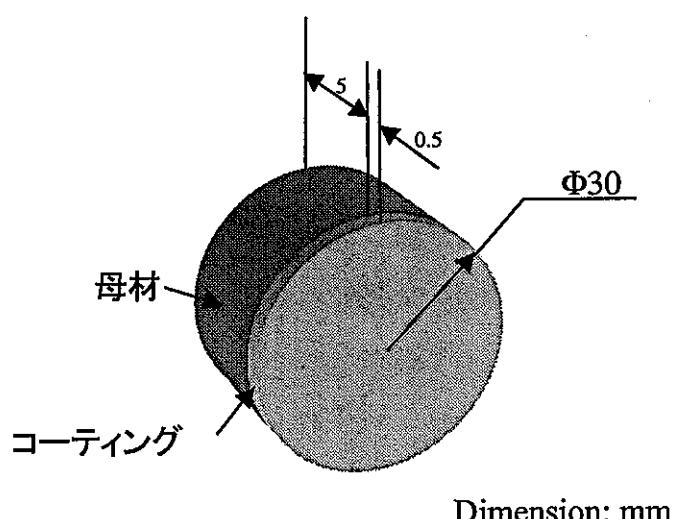


Fig.2.40 試験片形状および寸法

● 热サイクル試験

Fig.2.41に熱履歴を示す。図に示されるように、赤外線イメージ炉により試料コーティング面側を加熱速度5K/sにて所定の保持温度まで加熱し、10秒保持後、室温まで十分に空冷し、この過程を1サイクルとした。保持温度は1000°Cとし、温度コントロールは熱電対を被覆部に接着することにより行った。また、熱サイクルは目視により大規模なはく離が認められるまで繰り返し付与した。

レーザーによるAEの測定は基材裏面（加熱面の反対面）にて前述の反射鏡を用いて4箇所で行い、検出信号はウェーブメモリ（DCM120、JTトーシ）を用いて収録した。レーザー干渉計としてヘテロダイン型（Graphtec AT0022、復調器AT3500）を用いた。AE計測条件はTable 2.8に示されるものを用いた。

● 組織観察

組織観察は光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡（SEM）により、試験終了後および1サイクル後の試料を対象として行った。また、各サイクルごとに母材裏面より走査型超音波顕微鏡（SAM、日立建機）を用いて、界面のはく離状態の観察を行った。

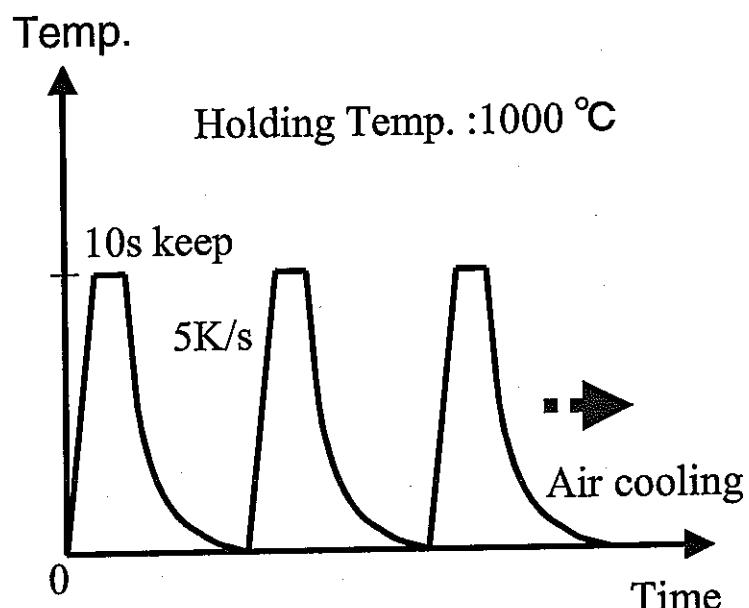


Fig.2.41 負荷した熱履歴

超音波顕微鏡観察における探触子は25MHzを用いた。

(5) 実験結果および考察

● セラミックス被膜厚さの影響

まず、セラミックス層厚さ100、500、1000 μm に対する実験結果について述べる。膜厚100 μm の試料では4サイクル後に被膜の一部がはく離し脱落したのに対し、500 μm および1000 μm の試料では1サイクル後に完全に被膜が基材からはく離した。実験後の写真をFig.2.42に示す。Fig.2.43に負荷した熱履歴とAE検出状況およびAE振幅の関係について示す。AE振幅は検出波の第一ピークの値をプロットしている。図から明らかなように、膜厚1000 μm の試料では加熱時にのみAEが検出され、1サイクル後に完全にはく離していた。このことから、この試料は加熱過程においてはく離が生じたことが理解できる。また、膜厚500 μm の試料では、冷却時、側面温度およそ60度の地点で最初にAEが発生し、その後冷却に伴い、AEの連続的な発生後、完全にはく離にいたっている。膜厚100 μm の試料では、1サイクル、2サイクル目にはAE波は検出されておらず、3サイクル目、4サイクル目にAEが各1つずつ検出され、脱落破壊にいたった。レーザーの感度も伴わせて考えると、膜厚100 μm の試料においても、1サイクル目、2サイクル目に微視的な破壊が生じているものと考えられるが、それらが合体もしくは成長してある程度のき裂を生じたのが3サイクル目と考えられる。また、発生したAEの振幅という点ではそれほど大きな差異は認められていない。Fig.2.44にはそれぞれの試料はく離面のSEM観察写真を示す。膜厚100 μm のものでは、破壊は主にセラミックス層と母材界面に置いて生じており、一方、膜厚500、1000 μm のものでは母材側にアルミナ層の薄膜の存在が認められ、セラミックス層内において破壊が生じていた。

Fig.2.45に同一AE事象に対して各センサーにおいて計測されたAE波形と上述の手法により決定された発生位置を示す。さらに膜厚500 μm の試料の場合に検出された全AEの位置標定結果をFig.2.46に示す。添え字はAE発生順序を表している。いずれの試料においても応力が特異性を有する試料端部において優先的に破壊が生じ、それらが進展することにより被膜のはく離に至ったことが分かる。

今回作製したこれらの試料は膜厚以外の条件は同じであることから、界面部の本来の破壊抵抗は同じであると考えられる。しかしながら、実験結果からも明らかのように膜厚が大きくなるに伴い、見かけ上、破壊抵抗は低下するという挙動をしめしている。このことは膜厚の変化に伴い生じる残留応力の大きさが変化することによるものと考えられる。特に膜厚 $1000\mu\text{m}$ の試験片ではプラズマ溶射後の冷却段階で多数の欠陥が導入されていたものと考えられる。

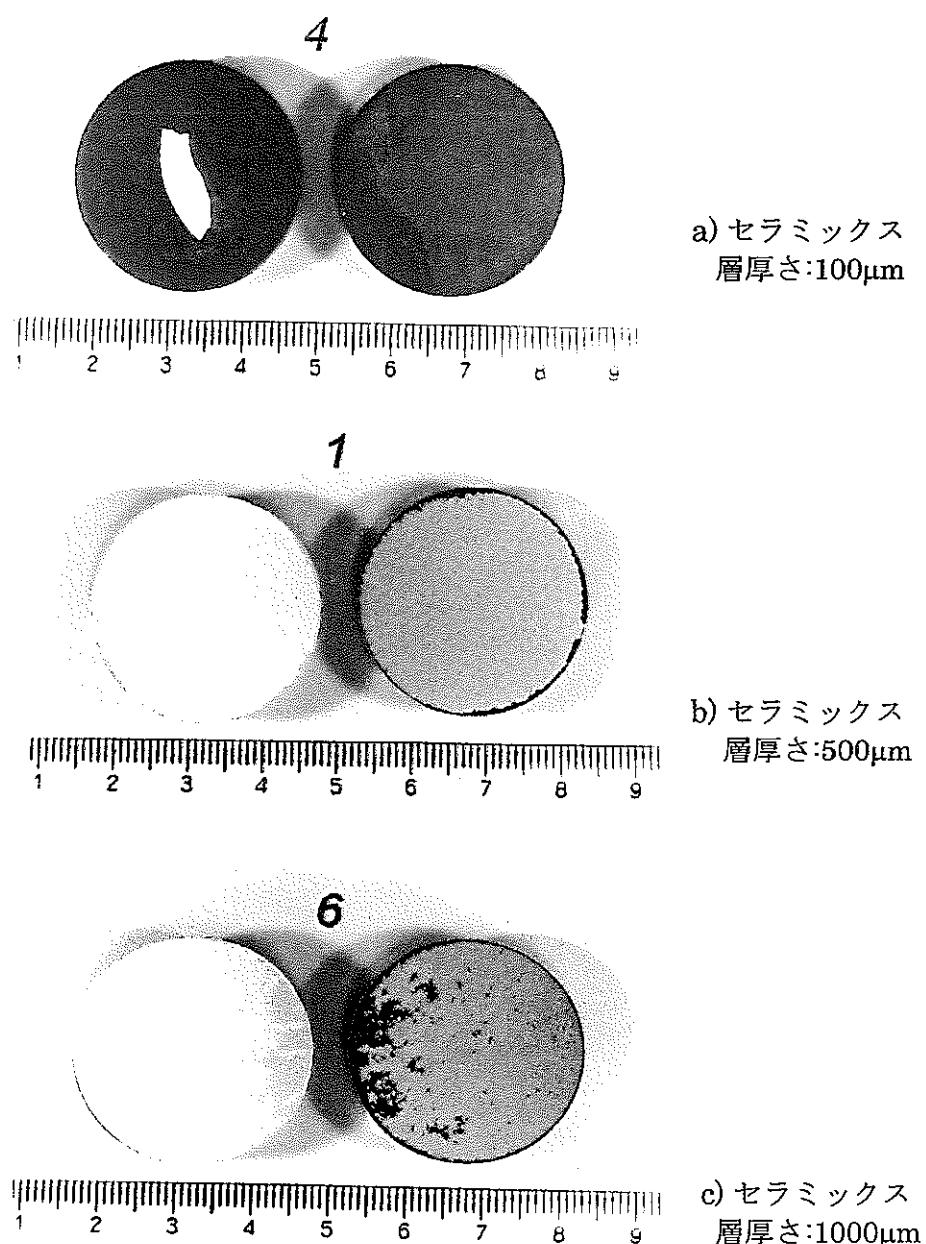


Fig.2.42 実験後の試料全体写真

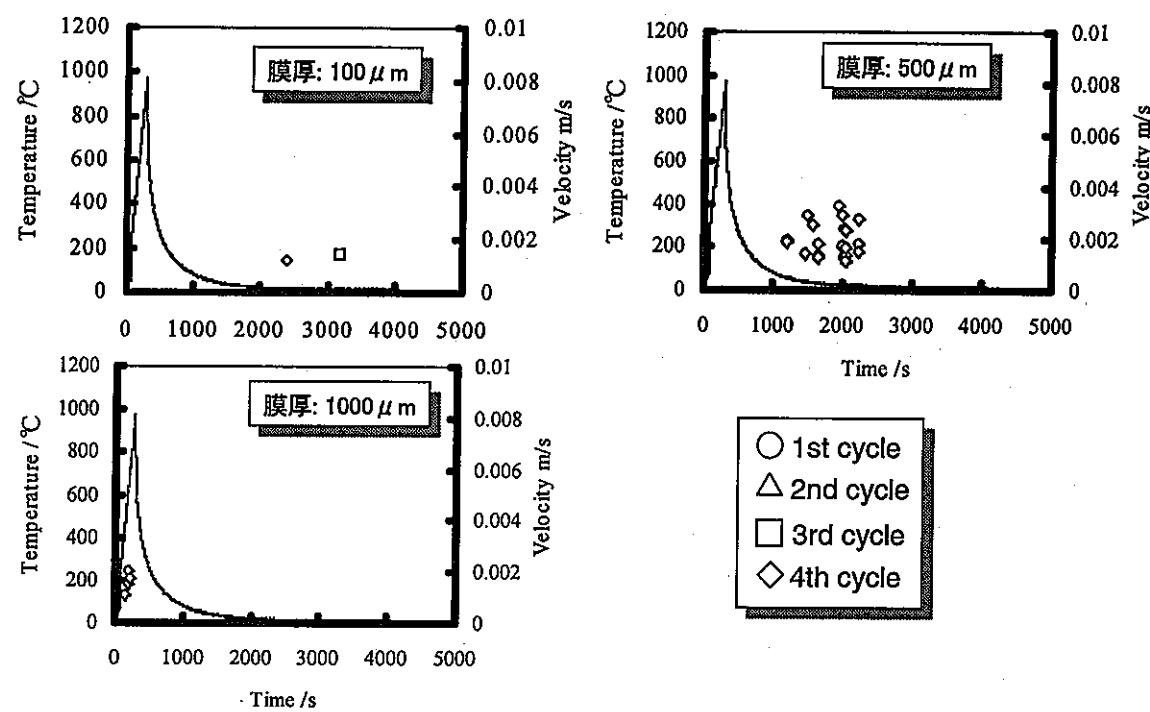
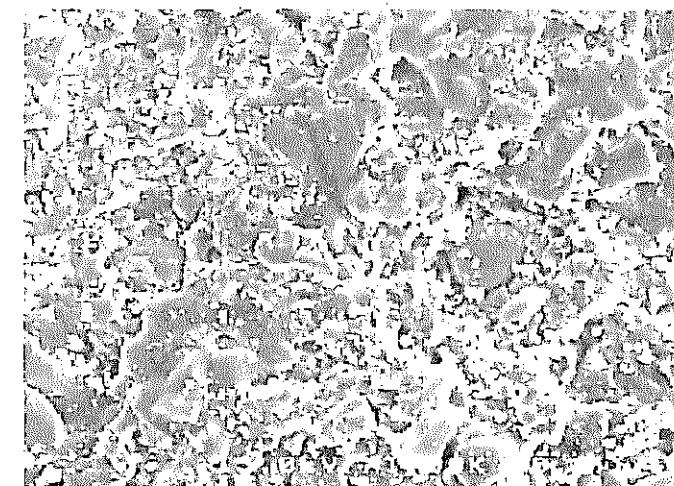
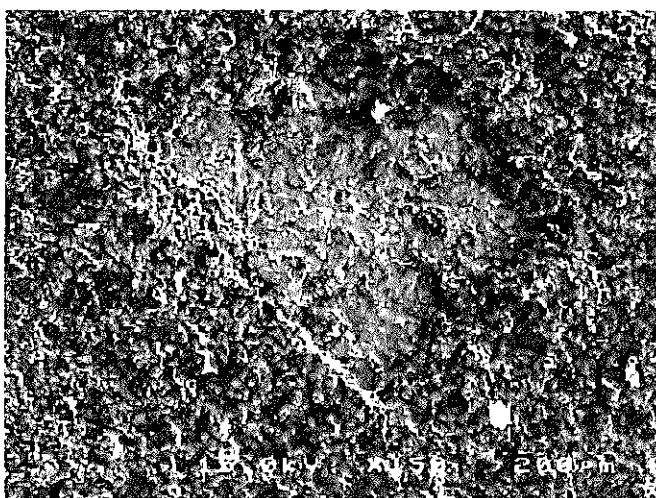


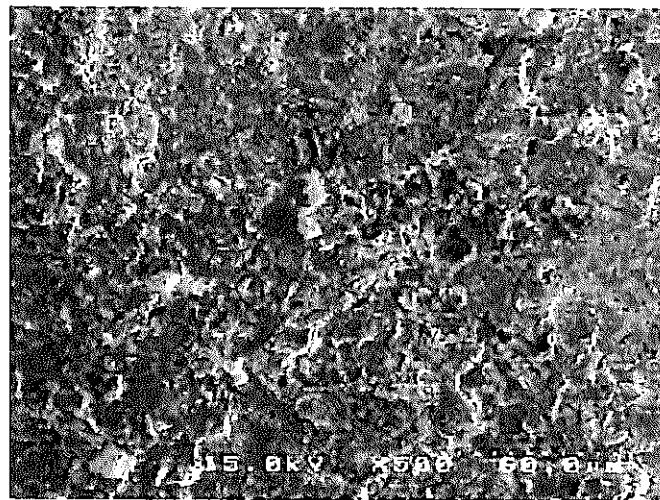
Fig.2.43 热履歴とAE発生挙動およびAE振幅分布（膜厚の影響）



膜厚 $100\text{ }\mu\text{m}$ $20\text{ }\mu\text{m}$



膜厚 $1000\text{ }\mu\text{m}$ $200\text{ }\mu\text{m}$



膜厚 $500\text{ }\mu\text{m}$ $50\text{ }\mu\text{m}$

Fig.2.44 破面写真

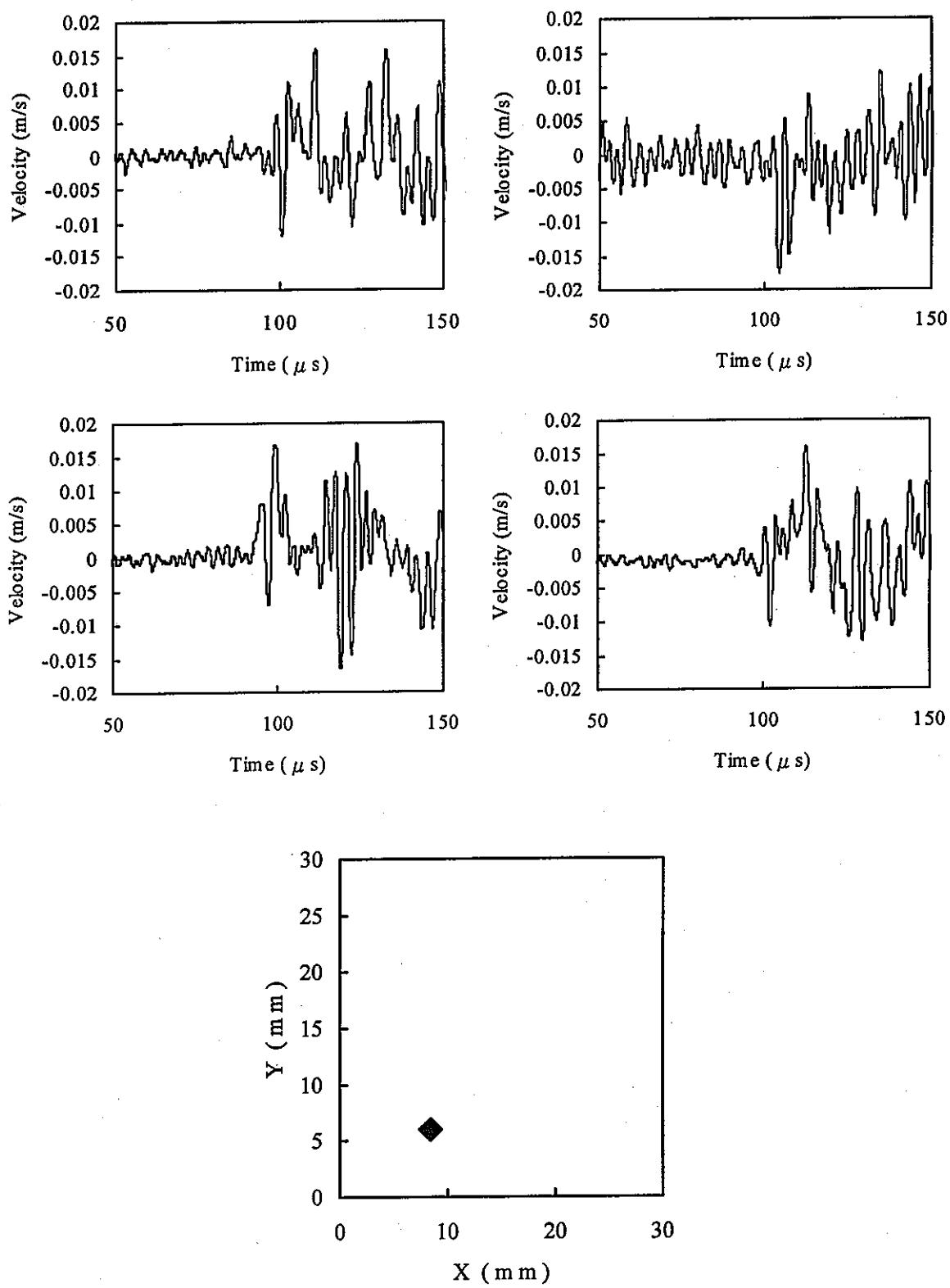


Fig.2.45 同一事象に対する各センサーでの検出波形と標定結果

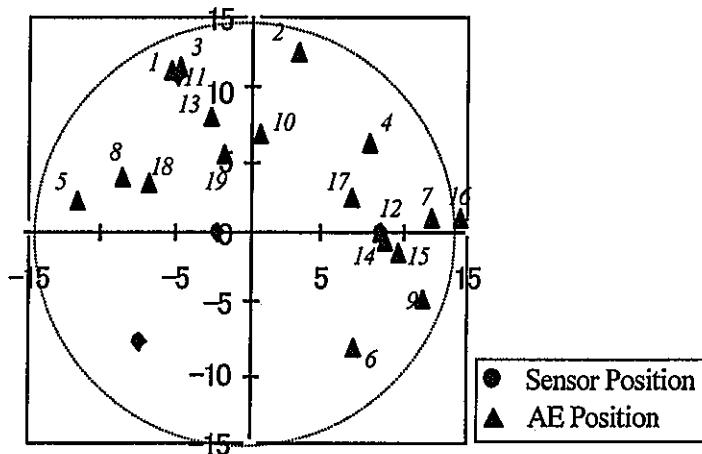
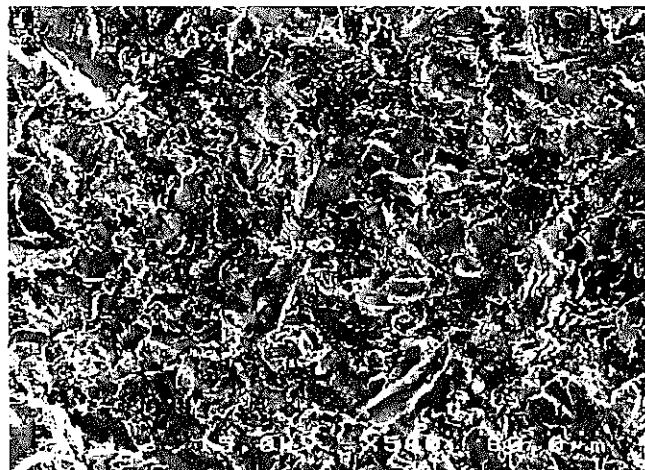


Fig.2.46 全AEの位置標定結果

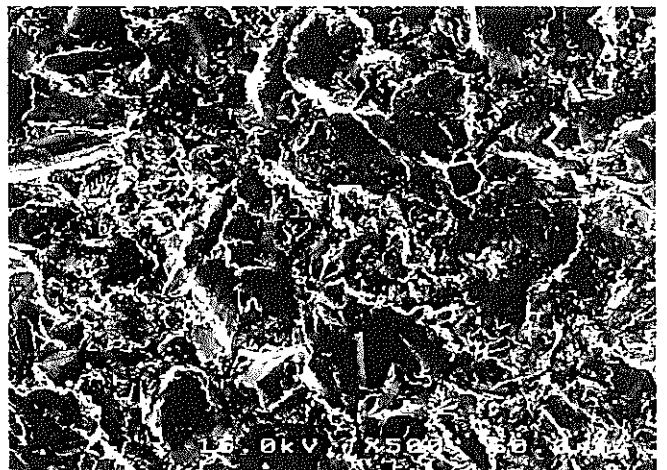
● ブラスト条件の影響

一般に溶射被膜の母材との密着機構は粗面化した母材表面に被膜が食い込む機械的なアンカー効果によるものとされており、母材の粗面化の程度により被膜の密着強度が影響を受けるものと考えられる。そのため、異なるブラスト条件を用いることにより、熱負荷による破壊発生温度や破壊進展挙動が異なってくることが期待できる。

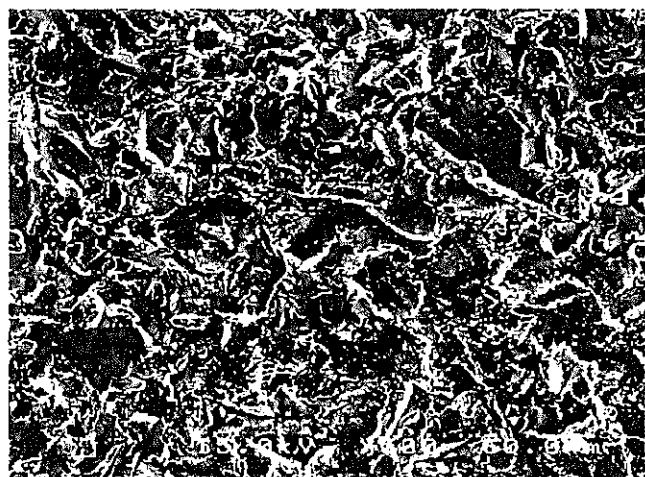
Fig.2.47にブラスト条件A、B、C（Table 2.8参照）の各試料、プラズマ溶射前の母材表面SEM写真とレーザー顕微鏡による10点平均粗さRz測定結果を併わせて示す。観察の結果、粗面の程度はB>C>Aの順に穏やかになっていた。また、Fig.2.48には最終はく離後の全体写真を示す。最もRzの大きな試料Bでは写真より分かる通り、被膜の半分程度がはく離後、脱落した。一方、相対的にRzの小さい試料A、Cでは、はく離が試料全面に渡って生じており、Bが最も破壊抵抗が大きいものと推測された。



blast A $50\mu\text{m}$



blast B $50\mu\text{m}$



blast C $50\mu\text{m}$

Fig.2.47 ブラストによる母材表面の違い

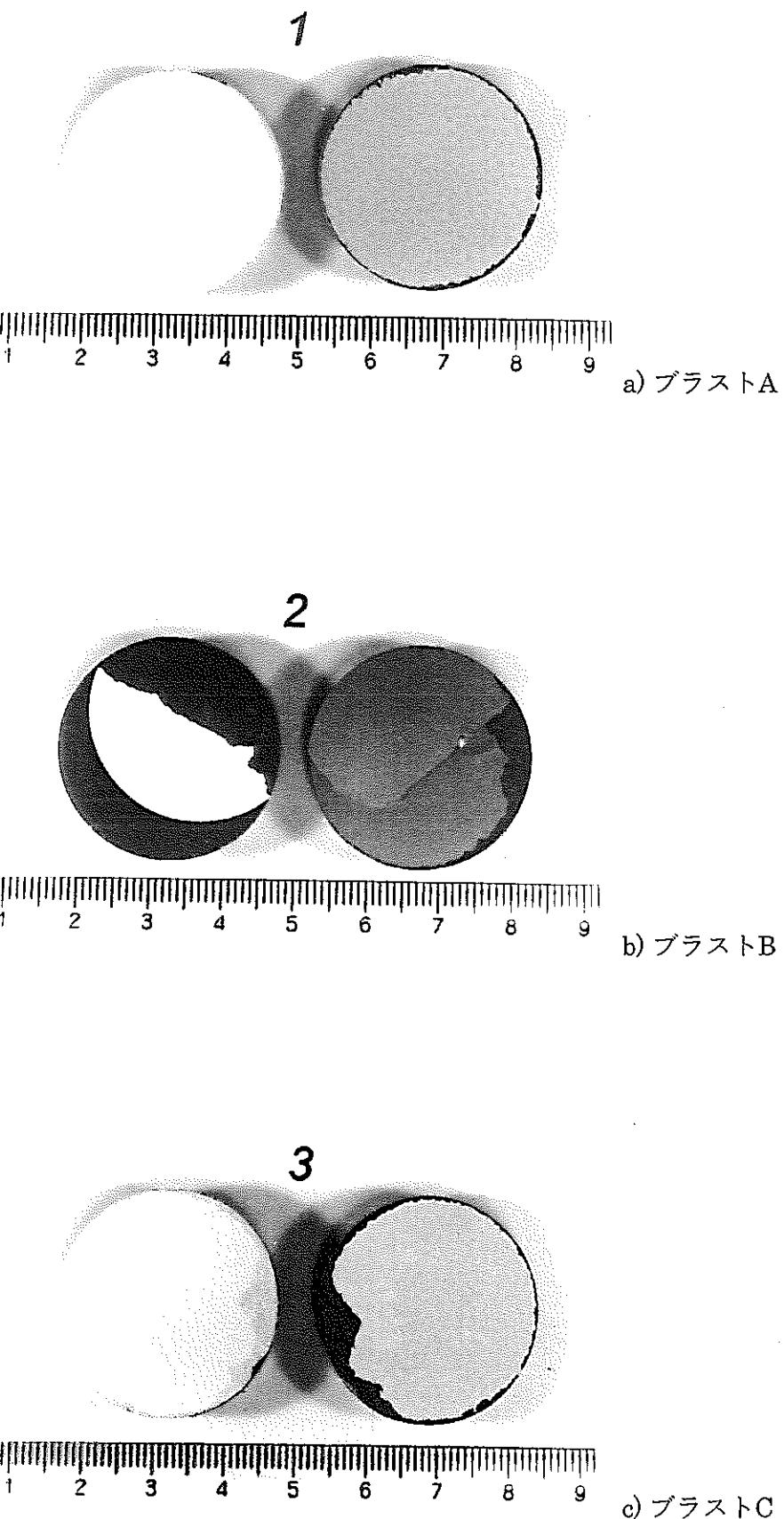


Fig.2.48 最終はく離後の全体写真

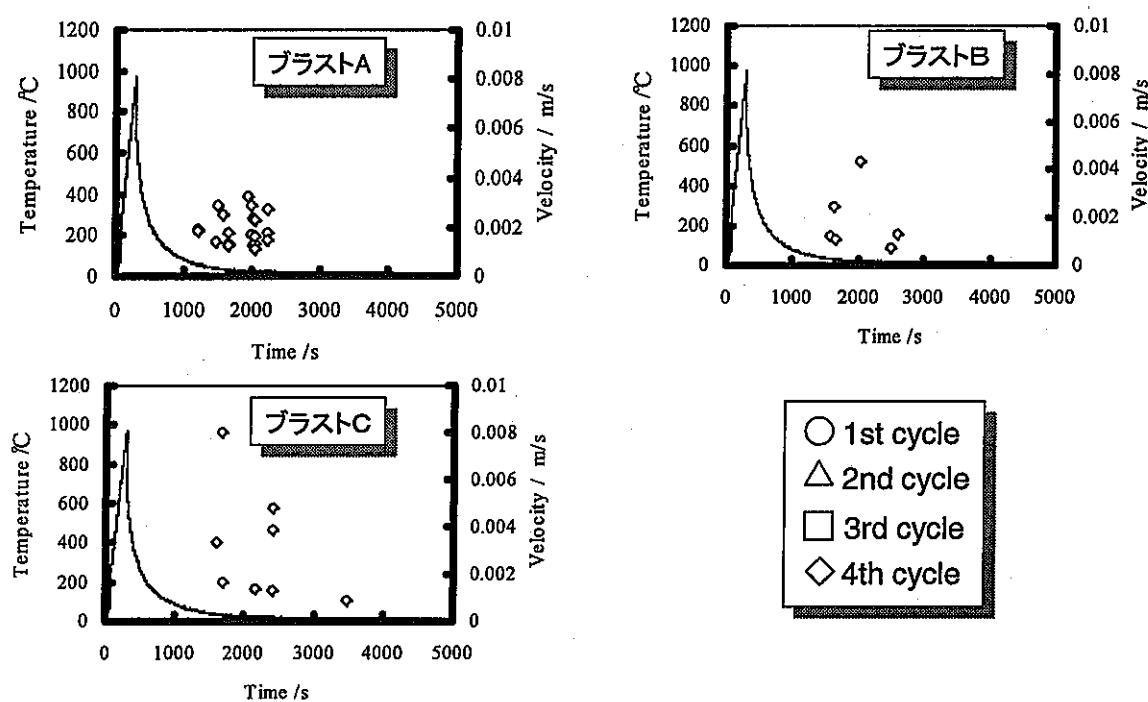


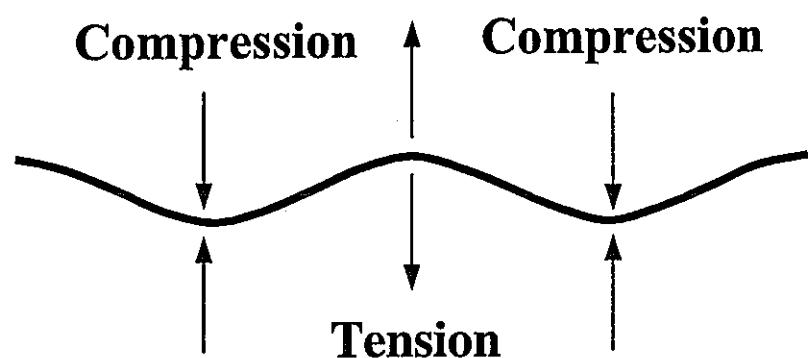
Fig.2.49 热履歴とAE発生挙動およびAE振幅分布（blast条件の影響）

またFig.2.49には負荷した熱履歴とAE検出状況およびAE振幅の関係について示す。試料Aではおよそ60°C程度でAEが検出され始めたのに対し、試料B、Cでは室温近傍となっており、Aの破壊抵抗が最も小さいものと考えられる。また、どの試料においても各AEの発生は、連続的に瞬間に生じるのではなく、進展後停止し、しばらくしてまた、進展するという挙動を示しており、この傾向は特にB、Cにおいて顕著に見られる。Cの3470秒地点にて検出されたAEのようにほぼ室温となってから、しばらくしてのAE発生もあることから、定荷重下での応力腐食と類似した破壊現象である可能性がある。破面はどの試料においてもFig.2.44に示したものと同様、セラミックス層の極薄膜が母材側に残存しており、破壊はセラミックス層内において生じている。またAE位置評定の結果、やはり破壊は応力集中点である端部からの破壊となっている。

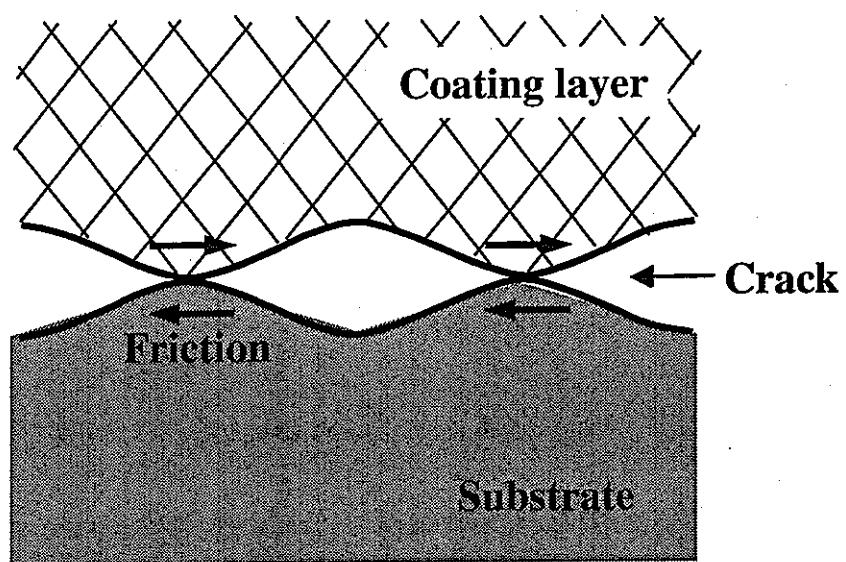
従来から言われているように、溶射施工時のプラスト条件がコーティング被膜のはく離破壊に対して、大きな影響を有することがAEの発生挙動からも明らかとなった。この要因として粗面の凹凸から考えた場合、次の二つの可能性が挙げられる。

- 1) 粗面の凹凸による残留応力場の変化
- 2) 粗面の凹凸によるき裂進展に伴う摩擦抵抗

これらを模式的に示したものがFig.2.50である。これらの影響を定量的に解明することにより、より最適なプラスト条件を決定することができるものと期待できる。



1)の模式図



2)の模式図

Fig.2.50 凹凸影響の模式図

● ボンド層の影響

プラズマ溶射によりセラミックス被膜し、耐熱性付与の用途で用いる場合、一般的に残留応力の緩和および母材の酸化防止を目的として、中間層（ボンド層）を溶射して用いられる。そのため、ボンド層の存在が破壊挙動にどのような影響を与えるかを明らかにすることは非常に有意なことである。

Fig.2.51にボンドコーティングを施したもの、施さなかったものの溶射後の試料断面写真を示す。ボンド層はおよそ $100\mu\text{m}$ となっている。また、ボンド層をほどこした試料において、セラミックス層内に多数のポアが認められるが、この原因は不明である。熱履歴とAE発生挙動およびAE振幅をプロットしたものをFig.2.52に示す。どちらにおいても1サイクルで完全に被膜のはく離が認められた。特にボンド層有りの試料では、 100°C 付近にて一番のAEが生じた後、瞬間にき裂が生成もししくは進展し、完全なはく離に至ったことが分かる。ボンド層の無いものでは1番目のAE発生が 60°C 近傍であり、かつき裂の生成もしくは進展は段階的に起こっていることと比較すると、ボンド層有りの試料はき裂の発生、進展のどちらにおいても抵抗が低く、材料としてかなり出来が悪いという結果になった。また、き裂の進展はどちらの試験片においても界面部近傍のセラミックス層内において生じていた。

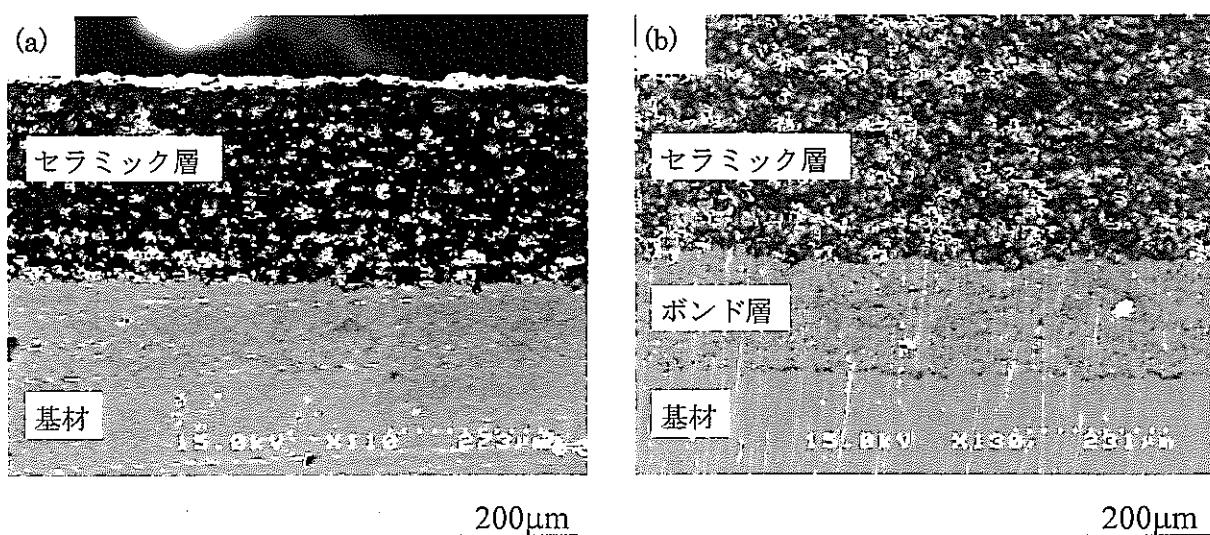


Fig.2.51 試料断面写真:(a)ボンド層無し, (b))ボンド層有り

また、AE位置評定の結果、この場合もやはりき裂の進展は端部近傍から生じていた。今回得られた結果は、一般的に知られているボンド層の存在により密着強度が増すという考え方と大きく異なるものであった。この要因の一つとしてFig.2.51に示した断面組織写真に見られる多数のポアの影響が考えられる。溶射独特のポーラスな組織は熱応力の緩和機構として働くことから、その存在は肯定的に受け止められることも多いが、ポア密度の定量的な評価とその破壊に対する影響を評価していくことが肝要と思われる。また、このボンドコーティングを行った試料において特に多数のポアの存在が認められており、溶射時の条件に何らかの問題があった可能性もある。もう一つ考えられることとして、一般的に密着力の評価は引張り負荷のもと行われているが、熱残留応力により生じたせん断成分により破壊が生じたものと考えることも可能である。つまり、仮に破壊がせん断モードにより生じるとした場合、せん断破壊に対するクライテリオンはボンドコーティングによっては改善されていないという可能性がある。

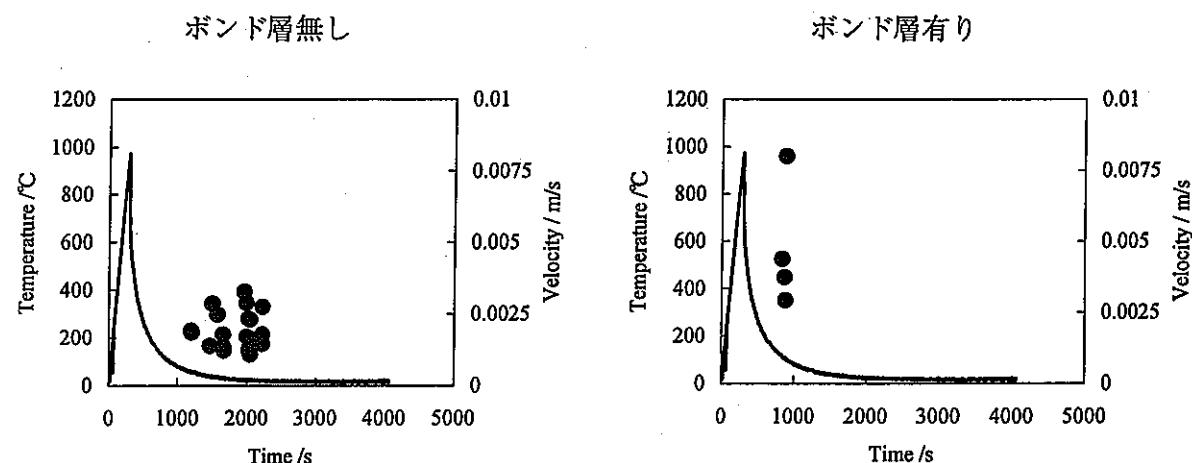


Fig.2.52 热履歴とAE検出状況およびAE振幅の関係(ボンド層存在の影響)

(6) 破壊モードの導出^{3)~6)}

本実験では4チャンネルのAE計測を行ったことから、AE位置標定とともに破壊のモーメントテンソルの評価を行うことにより、破壊のモードを定量的に評価することが可能である。そのためには、多チャンネル測定されたAE波形からモーメントテンソルを導出するという逆問題を解かなければならない。AE波形はモーメントテンソルと媒体のグリーン関数との時間に関するたたみ込み積分(convolution)として表現される。したがって、AE波形に対して逆たたみこみ積分を実行して解くことが必要であり、そのための手法が開発してきた。

Scrubyらは変換子の特性を考慮して、最初に到達するパルスの大きさを用いて解析を行った。また、大津らはScrubyらの手法をより簡略化し、モーメントテンソルの比を導出する手法を考案した。これらの手法は簡便法であり、得られる結果には多分に誤差が含まれるものであった。一方、岸、榎らは、三次元差分法を用いることにより各AE発生位置に対する試験片のグリーン関数を求め、各センサー位置に対して導出された方程式を非線形最小二乗法を用いて、解くことにより、割れのモード、大きさ、時間関数を正確に導出する手法を開発した。この手法は非常に優れた手法であるが、前述の二つの簡便法と比較して、非常に複雑でかつ煩雑という欠点を有するものであった。そこで、本研究では岸、榎らの手法にさらに幾つかの仮定を加えることにより、若干簡略化した手法を用いて破壊のモードおよび大きさの評価を行った。

● モーメントテンソル導出法

系全体で線形応答を仮定し、レーザー干渉計は絶対値を測定することから

$$U_3(x', t) = G_{3jk}(x', x, t) * D_{jk}(x, t) \quad (2.12)$$

となる。また、微視割れモーメントは

$$D_{jk}(x, t) = C_{jkmn} [u_m(x, t)] v_n(x) \Delta A \quad (2.13)$$

と表される。ここで、媒体が等方均質体であるとすれば、弾性率 C_{jkmn} は

$$C_{jkmn} = \lambda \delta_{jk} \delta_{mn} + \mu (\delta_{jm} \delta_{kn} + \delta_{jn} \delta_{km}) \quad (2.14)$$

となる。SEM観察結果から、本実験で検出されたAEは界面部におけるはく離に対応したものであると考えられることから、割れ面の法線ベクトル ν_m を $(0, 0, 1)$ であるものとする。ここでZ軸は界面に垂直方向である。この場合、式 (2.12) は、

$$\begin{aligned} U_3(x', t) = & \left\{ G_{31,1} + G_{32,2} + \left(1 + \frac{2\mu}{\lambda}\right) G_{33,3} \right\} * \lambda u_3(t) \Delta A \\ & + \{G_{31,3} + G_{33,1}\} * \mu u_1(t) \Delta A \\ & + \{G_{32,3} + G_{33,2}\} * \mu u_2(t) \Delta A \end{aligned} \quad (2.15)$$

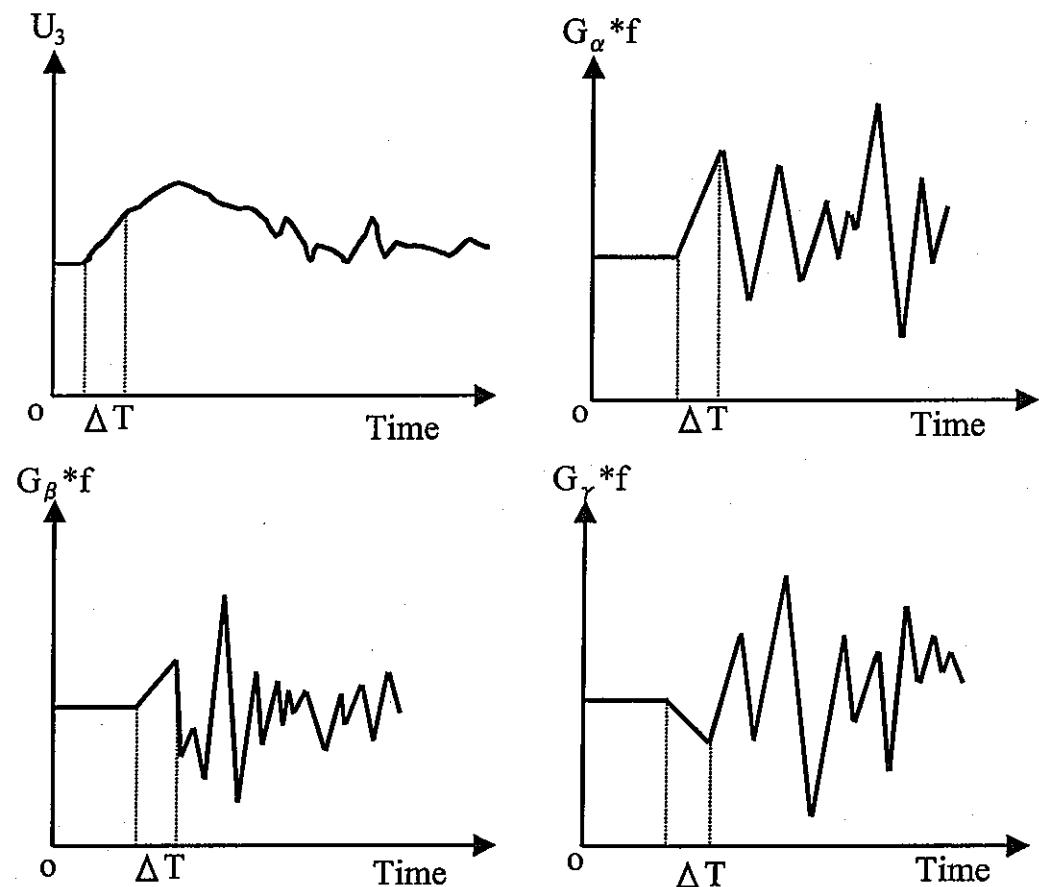
となる。さらに割れ発生による食い違いが同一の時間関数 $f(t)$ を有しているとすると、

$$\begin{aligned} U_3 = & G_\alpha * f(t) \lambda u_3 \Delta A + G_\beta * f(t) \mu u_1 \Delta A + G_\gamma * f(t) \mu u_2 \Delta A \\ G_\alpha = & \left\{ G_{31,1} + G_{32,2} + \left(1 + \frac{2\mu}{\lambda}\right) G_{33,3} \right\} \\ G_\gamma = & \{G_{31,3} + G_{33,1}\} \\ G_\beta = & \{G_{32,3} + G_{33,2}\} \end{aligned} \quad (2.16)$$

と書くことが出来る。したがって、3つ以上の測定点に対して各々のセンサー位置に対する G_α 、 G_β 、 G_γ が既知であれば、上式 (2.16) を時間に対して離散化し、逆畳み込み積分を行うことにより、 $(u_1, u_2, u_3) \Delta A$ を導出することが可能となる。しかしながら、非常に煩雑な計算が必要となるため、ここでは次のようにして簡略化を行った。

Fig.2.53に示すように縦波到達からのある時間 ΔT に対して各センサー位置では次式が成立する。

$$\begin{aligned} U_3^I(\Delta T) = & G_\alpha^I(\Delta T) * f(\Delta T) \lambda u_3 \Delta A \\ & + G_\beta^I(\Delta T) * f(\Delta T) \mu u_1 \Delta A \\ & + G_\gamma^I(\Delta T) * f(\Delta T) \mu u_2 \Delta A \end{aligned} \quad (2.17)$$



$$\begin{aligned}
 U_3^I(\Delta T) = & G_\alpha^I(\Delta T) * f(\Delta T) \lambda u_3 \Delta A \\
 & + G_\beta^I(\Delta T) * f(\Delta T) \mu u_1 \Delta A \\
 & + G_\gamma^I(\Delta T) * f(\Delta T) \mu u_2 \Delta A
 \end{aligned}$$

Fig.2.53 波形解析の模式図

Iはセンサー位置を意味し、本実験では $1 \leq I \leq 4$ である。各センサー位置に対して、 $G_i^I(\Delta T) * f(\Delta T)$, ($1 \leq i \leq 3$) が既知の場合、式(2.16)は $(u_1, u_2, u_3) \Delta A$ に関する連立一次元方程式となる。ただし、割れ発生に関する時間関数 $f(t)$ は一般に未知であることから、適当に与えた時間関数 $F(t)$ を用いて

$$u_m f(t) = k u_m F(t) \quad (2.18)$$

と表せるものとした。ここで k は時間関数の違いにより生じるずれの補正係数を意味する。したがって、数値解析により $G_i^I(\Delta T) * F(\Delta T)$ を導出することにより、 $(u_1, u_2, u_3) \Delta A$ の比を決定することができる。ただし、絶対値については補正項 k の存在から、求めることができない。

● 伝達関数の導出

伝達関数 $G_i^I(\Delta T) * F(\Delta T)$ の導出には、有限要素法 (DYNA 3D, Livermore Software 社) を用いた。Fig.2.54に用いたメッシュ、入力は位置標定により決定された位置に対して大きさ 1Nm の各ダイポールを入力し、センサー位置での伝達関数の

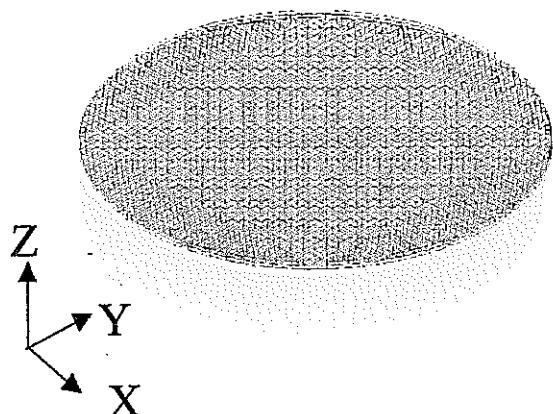


Fig.2.54 FEMメッシュ

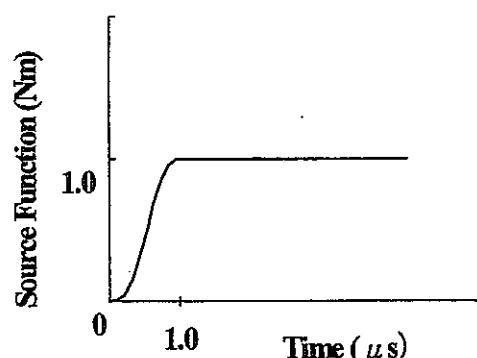


Fig.2.55 入力ダイポールの時間関数

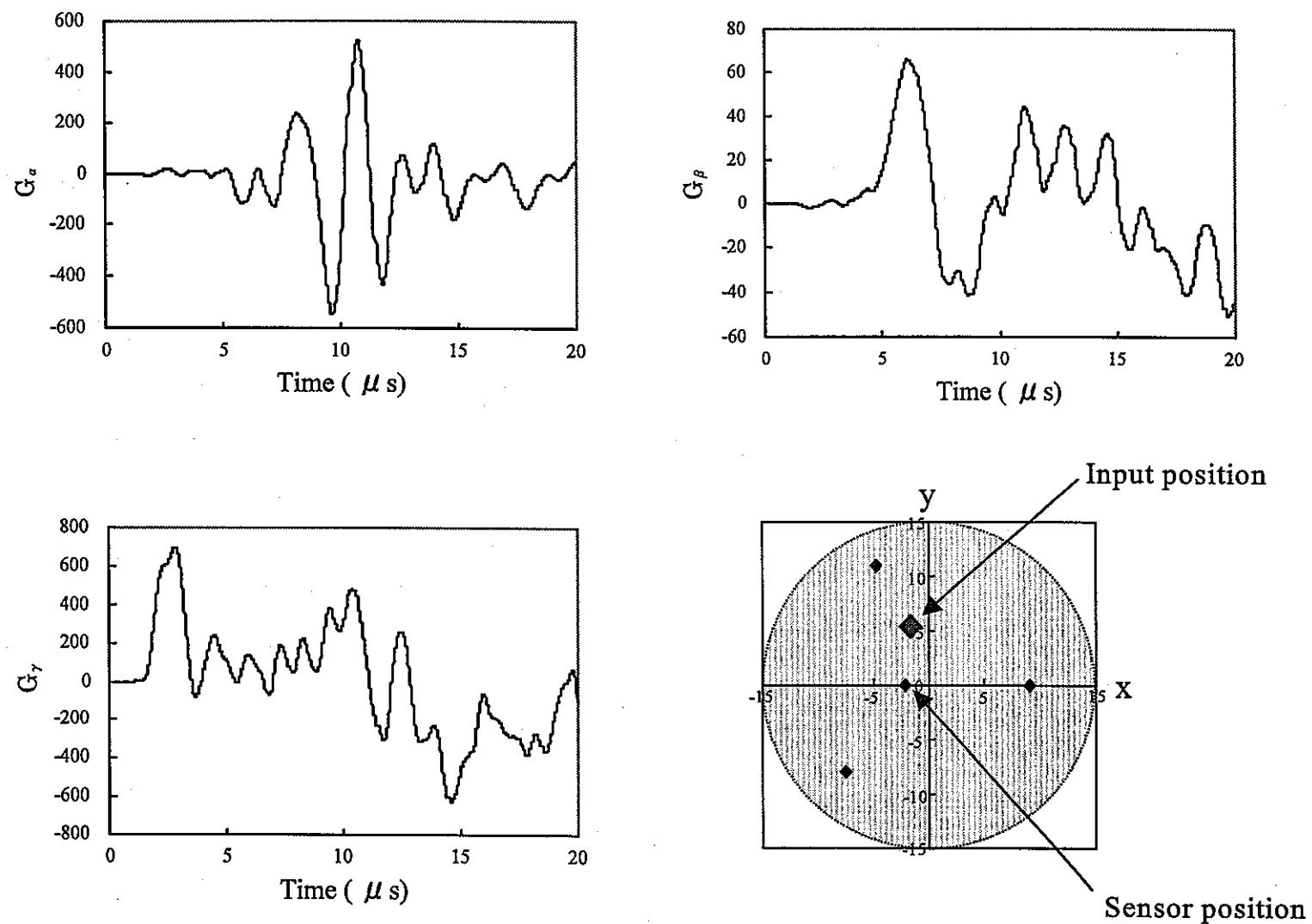
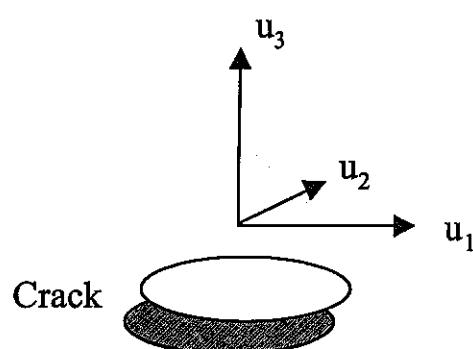


Fig.2.56 入力点と検出点の位置関係およびFEMにより導出された伝達関数

計算を行った。Fig.2.57には用いた時間関数を示す。これら $G_i^T(\Delta T) * F(\Delta T) \cdot 1$ の計算により求められることになる。Fig.2.56に入力点と検出点の位置関係および、与えた入力点に対して求められた伝達関数を示す。

● 結果および考察

Fig.2.57にFig.2.56のイベント (Fig.2.46のNo.19) に対して得られた微視割れの食い違い変位 u_m を示す。この割れは食い違いの方向がほぼ界面水平方向のせん断型の割れであることが理解できる。また、解析において時間関数のライズタイムを $2 \mu s$ と仮定している。そのため、この割れの生成時間が $2 \mu s$ であると考えると割れの大きさを意味する $\alpha = 0.0952 \text{ Nm}$ となる。実際の生成時間が不明であるが、前節における 1 ch 原波形解析結果では、割れ生成時間が $1 \sim 4 \mu s$ と見積もられていることから、それほど誤差の程度は大きくないものと思われる。また、Table 2.9には同様にして Fig.2.36 に示される AE イベントのいくつかについて食い違い変位を導出した結果を示す。イベント No.4、5 のような引張りせん断混合の割れも見られるが、多くのものがせん断モードであり、かつ特に x 方向へのすべりを主モードとして破壊が生じていったことが明らかとなった。したがって、本材の破壊は端部でのせん断応力により破壊が生じ、さらに生じたき裂がやはりせん断の破壊モードを有する破壊により、進展していき最終的な破壊にいたったといえる。



$$u_m = \alpha \begin{pmatrix} 0.999 \\ -0.00719 \\ 0.00592 \end{pmatrix}$$

$$\alpha = 0.095 \text{ Nm}$$

Fig.2.57 微視割れの食い違い変位

Table 2.9 微視割れの食い違い変位導出結果

Evnt No.	u1	u2	u3	α (Nm)
1	0.99241	0.02784	0.11975	0.09652
2	-0.93814	-0.15041	0.31189	0.03178
4	-0.80259	-0.01356	0.59638	0.01453
5	-0.50454	0.02605	0.86300	0.05270
9	0.43168	-0.40366	0.80667	0.32249
11	0.97433	-0.05956	-0.21708	0.08352
19	0.99996	-0.00719	0.00592	0.09578

(7) 破壊発生の臨界応力

AE位置標定および破壊モード解析により、破壊は端部におけるせん断により生じたことが明らかとなった。そこで、熱応力場を数値解析により導出し、き裂生成のクライテリオンの評価を行う。

● 解析方法

解析には8節点軸対称要素を用いて、Fig.2.58に例示するメッシュを使用した。解析対象として、保持温度からの温度差 ΔT の影響およびセラミックス層の膜厚100、500、1000 μm の影響について解析を行った。解析には有限要素法ソフト(MARC、MARC社)を用い、試料は半径15mm、厚さ5.5mmの弾性体とし、図に示すy軸を対象軸とした。Table 2.10に用いた各種物性値を示す。また、保持温度は1000°Cとし、試料全体で均一であったものと仮定した。

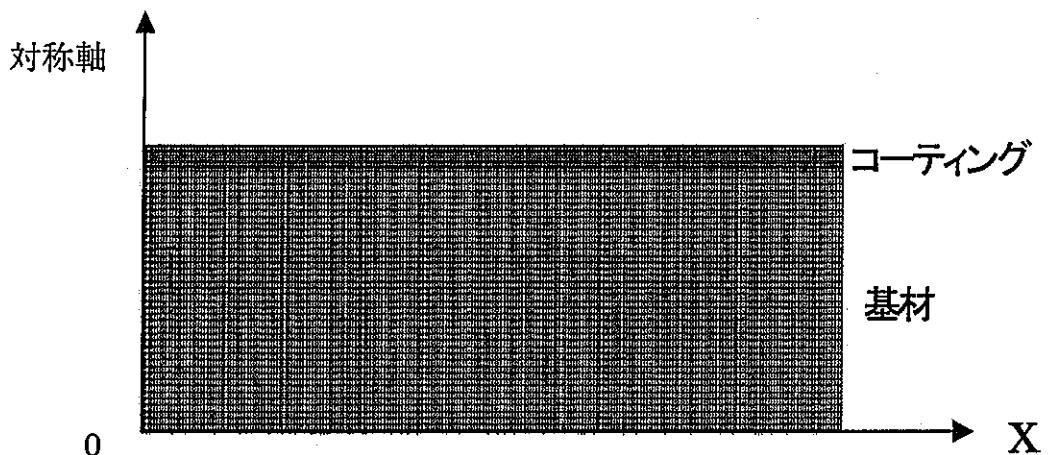


Fig.2.58 応力場の解析に用いたメッシュ

Table 2.10 解析に用いた物性値

	母材	セラミック層
膜厚 (mm)	5.0	0.10
		0.50
		1.0
弾性率 (GPa)	185	30
ポアソン比	0.295	0.25
熱膨張係数(1/K)	16×10^{-6}	8×10^{-6}

● 結果および考察

Fig.2.59にセラミックス層膜厚500 μm 、破壊発生温度 $T_c=1000^\circ\text{C}$ の場合の τ_{xy} 応力分布について示す。界面部端部において応力の集中が認められる。さらにFig.2.60に端部からの距離に対する界面部せん断応力を温度差 $\Delta T=200, 400, 600, 800, 1000^\circ\text{C}$ に対してプロットしたものを示す。横軸は試料半径 R にて規格化されている。温度差 ΔT に熱応力は比例することから、 ΔT の上昇に伴い熱応力は大きくなっている。また、このように界面端において応力の特異性を有することが分かる。そこで、メッシュの大きさを変えていき外挿することにより各保持温度に対して最大せん断応力 τ_c を導出を行った。その結果をFig.2.61に示す。Fig.2.43 (b) の実験で検出された最初のAEの発生温度は、56.0°Cであったことから、このせん断応力のクライテリオンを考えた場合、 $\tau_c=229\text{Mpa}$ となる。Fig.2.62には異なる膜厚100、500、1000 μm に対して、 $T_c=1000^\circ\text{C}$ に対するせん断応力の分布を示したものであ

-60-

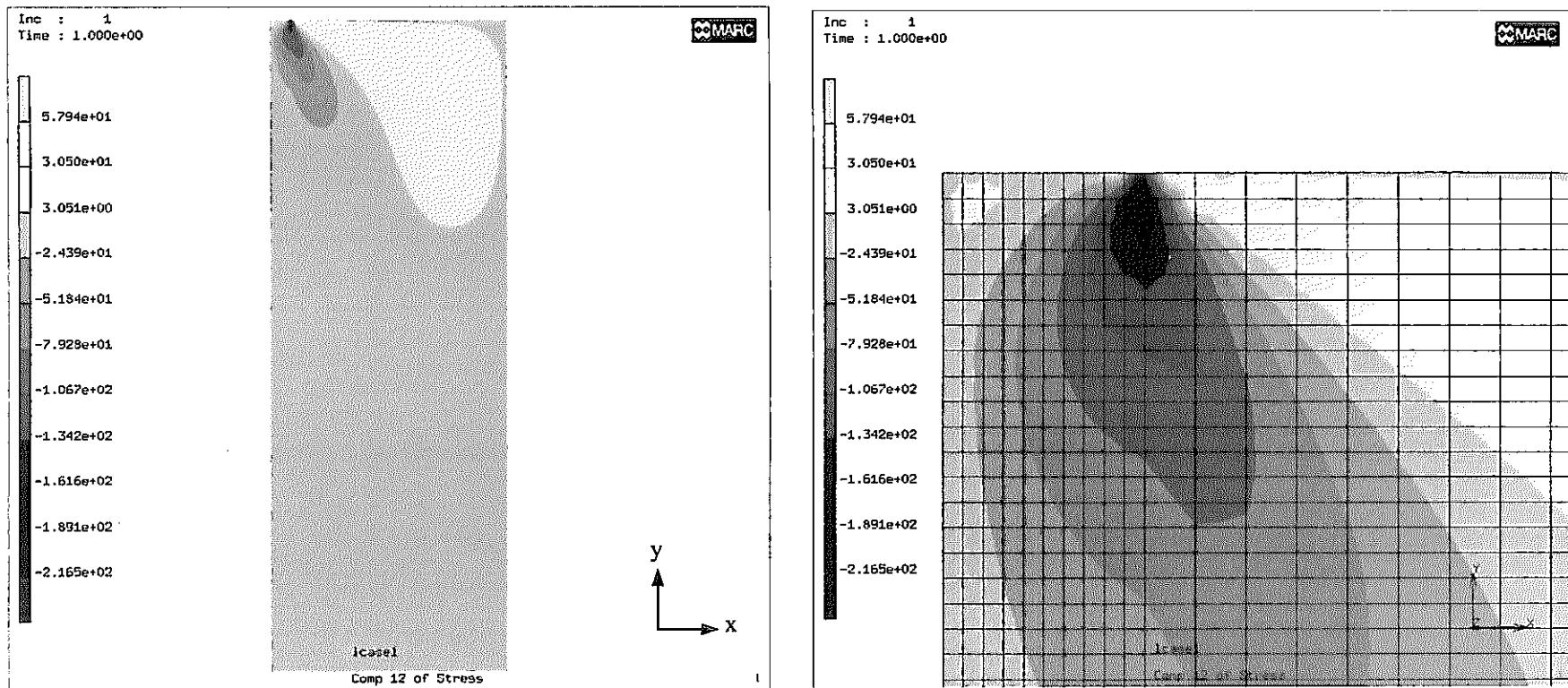


Fig.2.59 応力分布図(セラミクス層膜厚500mm, $\Delta T=1000^{\circ}\text{C}$)

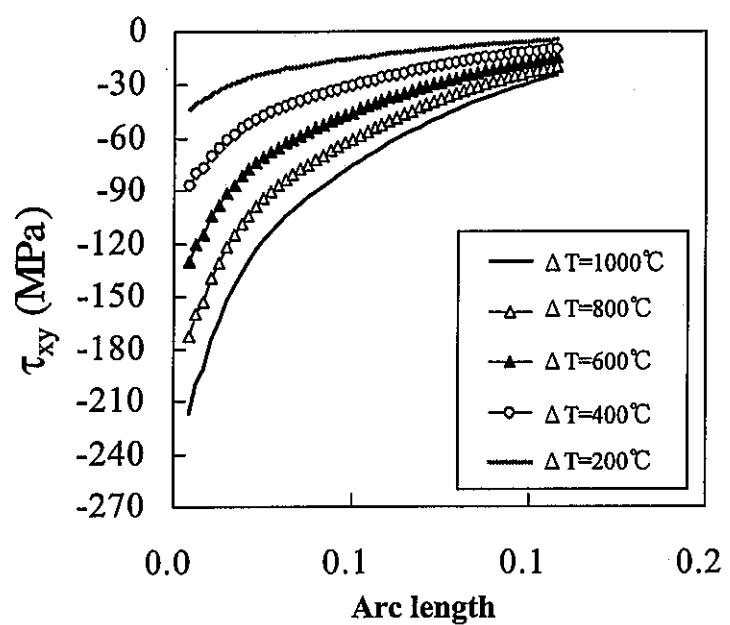


Fig.2.60 端部からの距離に対する界面せん断応力

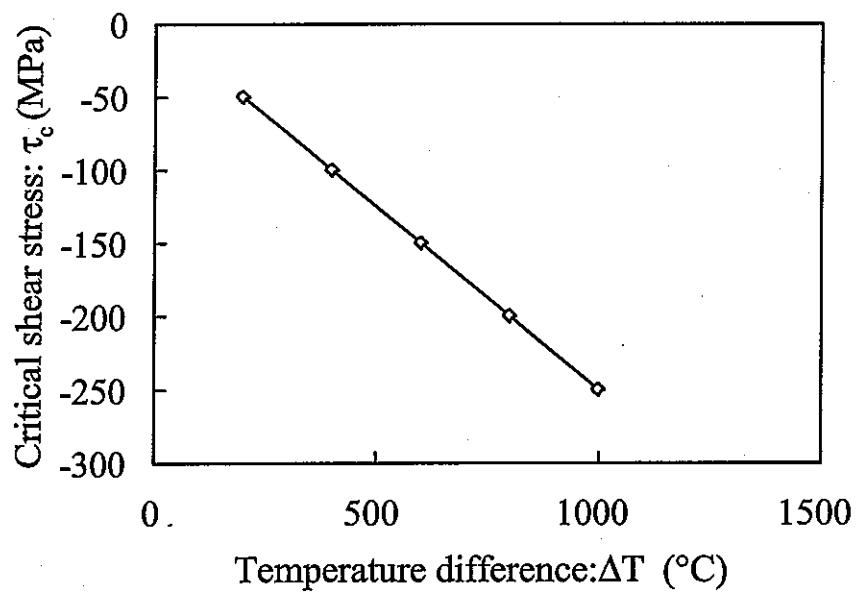
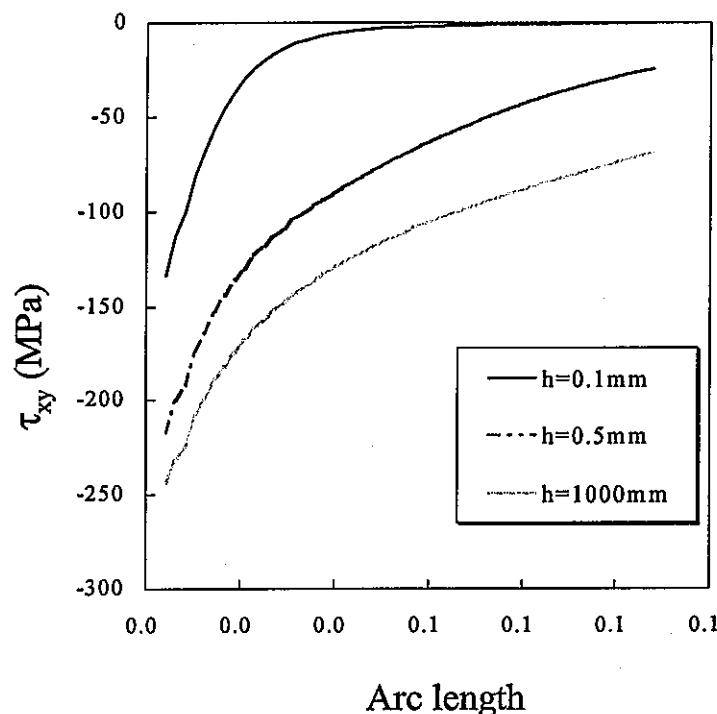
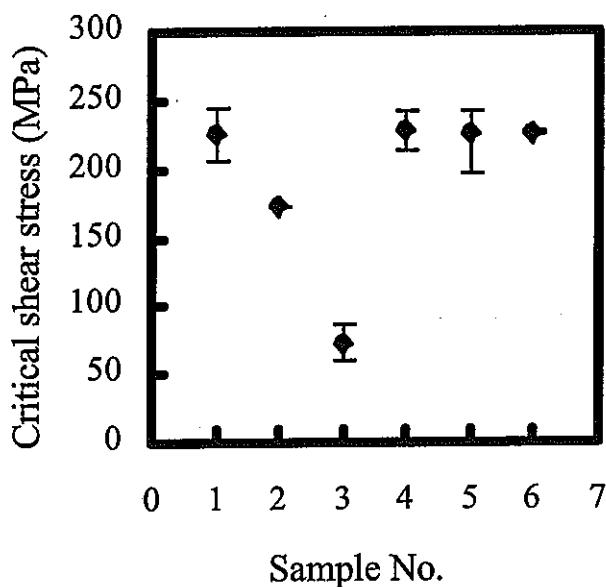


Fig.2.61 τ_c の外挿値- ΔT

Fig.2.62 異なる膜厚に対するせん断応力の分布($\Delta T=1000^{\circ}\text{C}$)

る。膜厚が大きくなるにつれ、生じる熱応力が大きくなることが分かる。作製条件の異なる各試料に対して τ_c の導出を行った結果を Fig.2.63 に示す。横軸の試料 No. は Table 2.7 の試料 No. に対応する。また、No.3 の試料については加熱時に破壊したことから、温度差 ΔT は室温を基準とし、No.6 の試料ではボンド層の物性値を母材であるステンレスと等しいものとして仮定している。膜厚の異なる No.2、3 の試料を除いて端部におけるき裂生成の臨界せん断応力はおよそ 230 MPa であり、プラスト条件による差は認められないと言える。また、最も長い寿命を示す傾向にあった膜厚 $100 \mu\text{m}$ (No.2) の試料では、生じる熱応力が小さいことから、臨界せん断応力も小さいという結果になった。ただし、この材料では室温まで冷却した後、ある程度時間が経過してから一番目の AE が検出されるという挙動をしめしていたため、応力腐食による静疲労破壊ということが考えられ、導出された値を単純に他の試料より得られた値と比較することには問題があるものと思われる。また、膜厚 $1000 \mu\text{m}$ (No.3) の試料では、プラズマ溶射による作製段階でき裂が生じていたことが、低い τ_c を示した要因と考えられる。

Fig.2.63 各試料に対する τ_c 。

(8) 結言

4つのレーザー干渉計を用いた4チャンネルAE計測システムを構築し、さまざまな作製条件のもと作製されたAl₂O₃コーティング材に対して、熱サイクル試験を行った。セラミックスコーティング材の破壊寿命は、セラミックス層の膜厚に強く依存しており、有限要素法による熱応力解析の結果、膜厚が小さくなるほど残留応力は減少し、そのことが最終はく離サイクル数の違いとなっていると考えられた。プラスト条件の寿命に対する影響は顕著なものではなく、また、ボンド層の存在によるAE発生挙動、および寿命にも明確な差異は認められなかった。特にボンド層有りの試験片では前節で認められた中央部での破壊挙動とは異なっていたことから、溶射条件の影響に起因するものと考えられた。各センサーへの縦波到達時間差からAE位置標定を行った結果、ほぼ全ての試験片においてき裂は端部において優先的に生成され、それらが合体・進展することにより破壊が進展する過程であることが明らかになった。各センサーに対して検出されたAE波の簡易モーメント解析から、コーティング部のはく離はせん断を主破壊モードとする割れであることが定量的に示され、有限要素法による応力場解析結果との対応から、破壊発生の臨界破壊応力が求められた。

参考文献

- 1) 岸輝雄、大野一生、栗林一彦：非破壊検査、30(1981)911
- 2) 大平貴規、岸輝雄：日本金属学会誌：46(1982)518
- 3) M.Enoki and T.Kshi : International Journal of Fracture, v38, pp295-310 (1988)
- 4) 榎学：東京大学学位論文、(1989)
- 5) C.B.Scruby, K.A.Stacey and G.R.Baldwin, J.Phys. D. : 19(1986)1597
- 6) M.Ohtsu, : Progress in Acoustic Emission 4, (1988)67

3 非破壊計測によるき裂発生の検出

3.1 超音波エコーのウェーブレット解析による損傷検出

(1) 緒言

本章では、き裂発生から進展までをモニタリングする技術開発の中で、特にき裂発生に着目した検出方法を検討する。き裂発生以前の段階から損傷による変化を検出できれば、き裂発生を予測することができる。そこで、工業界で非破壊的な計測方法として汎用的な超音波法の計測により、得られた超音波波形の解析方法から、有意な損傷パラメータを抽出する検討を行った。

一般に構造物の損傷は、板厚に対して分布を生ずることから、損傷によりき裂が発生した近傍の損傷状態を調べることにより、き裂発生の手がかりが得られると考えられる。そこで、熱過渡負荷を繰り返し受けたき裂が発生した構造物の損傷材を用いて、き裂先端近傍からき裂の発生していない領域へかけての超音波計測を行った。

超音波エコー波形から得られる情報を損傷因子や発生時刻までより詳細に引き出すには、フーリエ変換の周波数情報に加えて、時間軸に対する情報を周波数成分ごとに調べることは有効と考えられる。この時間一周波数解析の方法には、近年注目されているウェーブレット変換がある。ウェーブレット解析は、医学、工学等の分野で近年著しくその適用範囲を広めており、例えば、疲労信号の検出への適用¹⁾、異常信号検出への適用^{2)、3)}等がある。非破壊検出評価の分野でもウェーブレットの適用性が試みられている^{4)、5)}。ウェーブレット変換は、超音波エコー波形の時間一周波数解析を行い、エコーを周波数ごとに調べることができるため、非破壊検出性能の精度や信頼性が向上することが期待できる。井上ら⁶⁾によれば、SUS316鋼クリープ疲労損傷の超音波検出の適用を試み、寿命末期の損傷状態とみることができる損傷部分の音速や減衰特性を調べた報告がある。本研究では、き裂発生以前の損傷状態を超音波法で捉えようとするものであり、ウェーブレット解析を用いることによって、信号処理の面から損傷に対応するパラメータを抽出できるかを検討するものである。

(2) 供試材

本研究に用いた構造物の試験体は、構造物強度確性試験装置（TTS）と呼ばれる熱過渡を与える試験装置により、高温と低温の液体金属ナトリウムを繰り返し流動させて、熱疲労によるクリープ疲労損傷を与えたものである⁷⁾。Fig.3.1に示すように、外側容器の内部に内側容器を有しており、ナトリウムは、外側容器と内側容器との間を上部から下部へ流動し、また、内側容器の中も上部からわずかなナトリウムの流入により滞留ナトリウムの状態となっている。熱過渡負荷の方法は、600℃のナトリウムを試験体の上部ノズルから与えた後、250℃のナトリウムを与え（コールドショック）、250℃で60分保持した後、再び600℃のナトリウムを与え（ホットショック）、120分保持することで1サイクルの熱過渡が終了する。試験体には、このような熱過渡負荷を1055サイクル繰り返し与えてある。よって、熱過渡は流動ナトリウムの接液面である外側容器の内面と内側容器の外表面から与えられるが、内側容器の内面も緩やかではあるが滞留ナトリウムの温度変化を伴う。

超音波計測に用いた試料は、熱過渡による損傷を受けた内側容器胴のSUS304母材部から採取した。測定面は容器の外表面から内表面にかけての板厚方向20 mmの縦断面とした。Fig.3.2に採取した試料形状を示す。

(3) 超音波試験方法

超音波検出システムの構成図をFig.3.3に示す。信号の流れは、レシーバーからパルス波がセンサーに打ち出され、その波は試料底面で跳ね返り再びセンサーに拾われ、レシーバを通してデジタルストレージスコープで記録・表示し、同時にパソコンに取り込まれる。Fig.3.4に示すように、超音波センサーは水浸式を用い、水槽はX-Yステージ上に取り付けられているので、センサーは定位置で水槽を水平方向に移動する。測定周波数は、複数の超音波エコーが明瞭に得られた15 MHzの超音波センサーを用いた。入力波形はパルス波とし、超音波センサーのビーム径はΦ3.2 mmである。測定ピッチは、Fig.3.5に示すように、2.5 mmピッチで多少ビーム径をオーバーラップさせるものとし、外表面側から内表面方向に板厚20 mmに沿って7点測定した。こうすることで、板厚方向の損傷程度に対する検出性能を見ることができる。

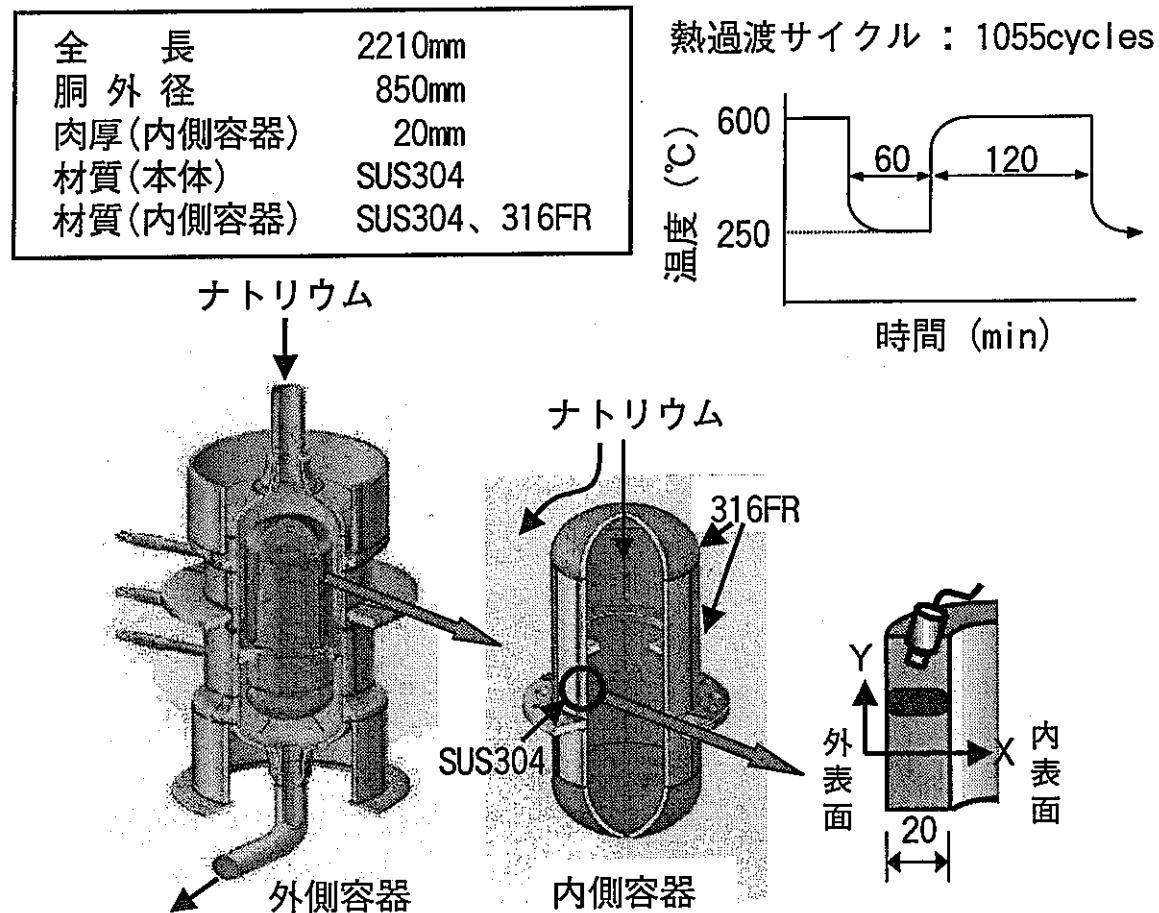


Fig. 3.1 溶接容器型モデル熱過渡強度試験体

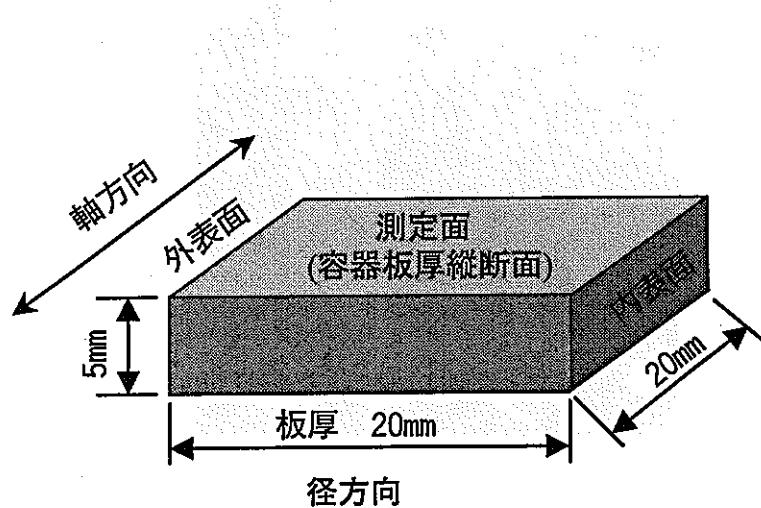


Fig. 3.2 試料形状寸法

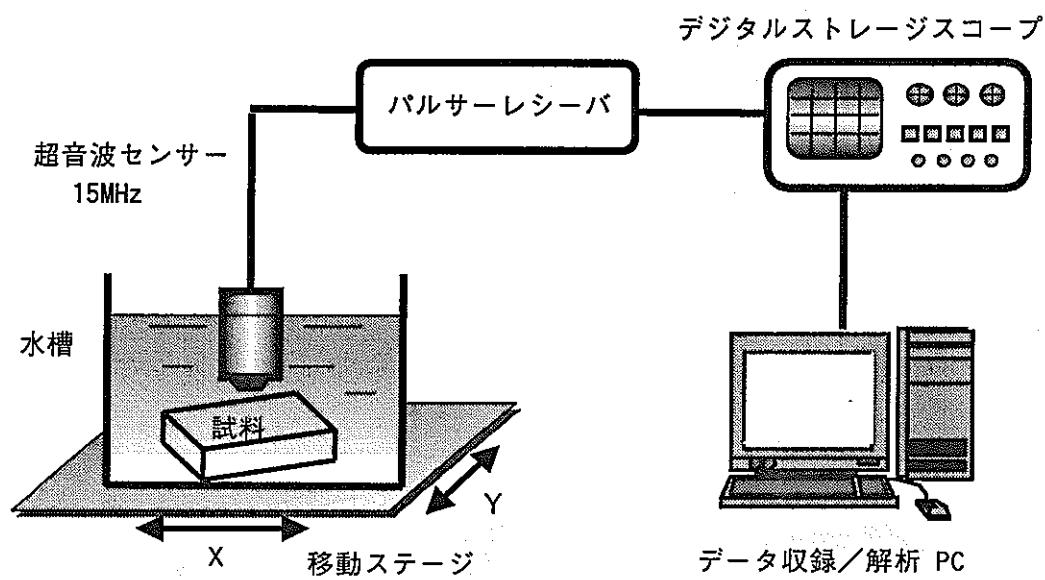


Fig. 3.3 超音波検出システム

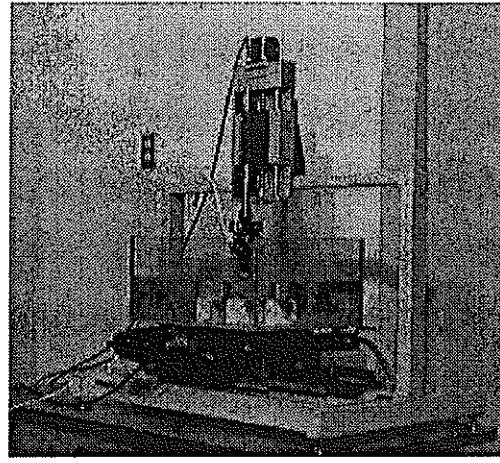


Fig. 3.4 水浸式の超音波測定

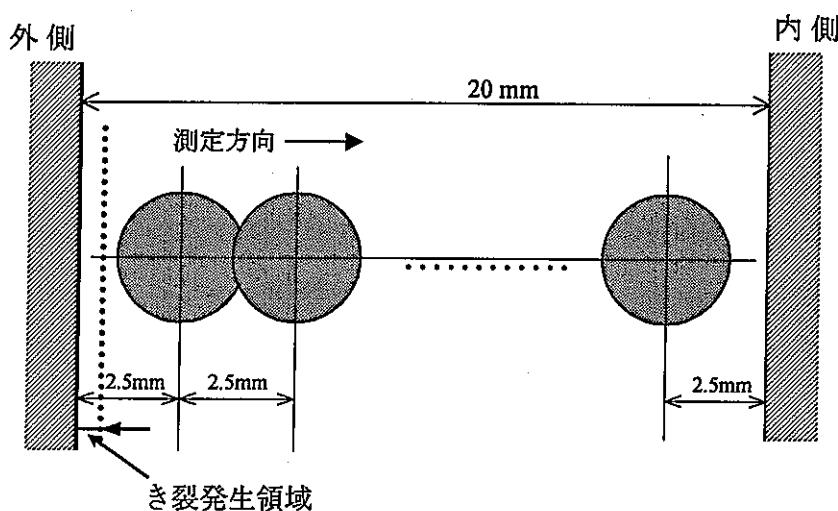


Fig. 3.5 容器板厚縦断面上の超音波計測位置

(4) ウエーブレット解析

本研究では、得られた超音波エコーに対してウェーブレット解析を行い、音速と周波数特性に着目した。ここで、ウェーブレット(wavelet)とは、小さい波、つまり局在する波を表すさまざまな関数の総称である。ウェーブレット変換は、信号 $f(x)$ の時間周波数解析を行う方法の一つである。関数を $f(x)$ とすると、ウェーブレット変換は次式で定義される⁸⁾。

$$(W_\psi f)(b, a) = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{|a|}} \overline{\psi(\frac{x-b}{a})} f(x) dx \quad (3.1)$$

ここで、 $\psi(x)$ はマザーウェーブレットであり、 $\overline{\psi(x)}$ は $\psi(x)$ の複素共役である。 x が時間を表す場合、パラメータ b は時間、スケールパラメータ a は周波数の逆数に対応するため、 b を横軸、 $1/a$ を縦軸とした信号平面にプロットすることで、時間-周波数平面での解析が可能である。

ウェーブレット変換は、連続ウェーブレット変換と離散ウェーブレット変換とに大別され、連続ウェーブレットでは、アドミッシブル条件を満たす関数であれば、どんな関数でも扱うことができる。しかし、扱うデータにより時間周波数解析に適切な

マザーウェーブレット関数を選ぶことは重要である。例えば、AE信号の処理ではGaborウェーブレットが適切であるという報告がある⁵⁾。これまでにいくつか提案されているマザーウェーブレットに関して調べた結果、超音波エコーに関してはGaborウェーブレットが適切であった⁹⁾。

Gaborウェーブレットは、窓関数としてガウス関数を使って短時間フーリエ変換を行うことに基づいて考えられたもので、次式で定義される。

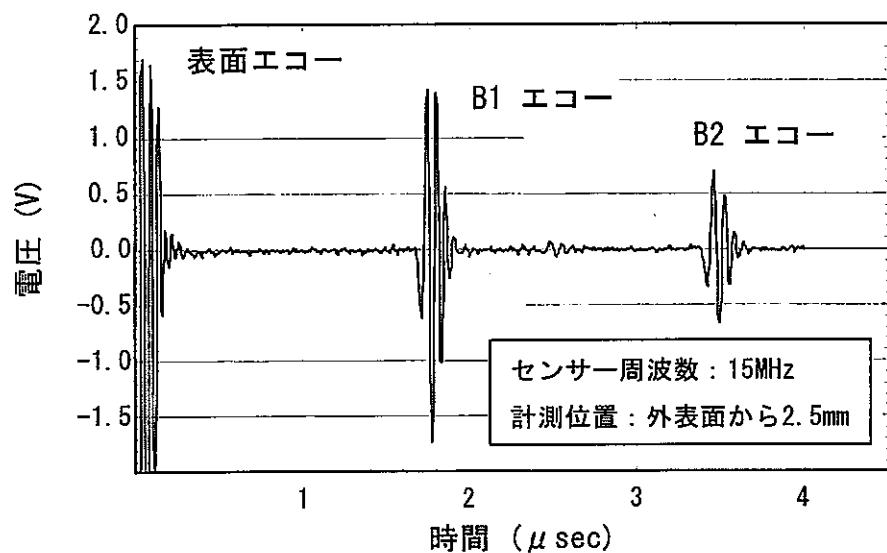
$$\psi(x) = \frac{1}{4\sqrt{\pi}} \sqrt{\frac{\omega_0}{\gamma}} \exp\left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\omega_0 x}{\gamma}\right)^2\right] \exp(i\omega_0 x) \quad (3.2)$$

ここで、 ω_0/a の値が角周波数と一致するように $\omega_0=2\pi$ とする。しかしこれはアドミッシブル条件を満足しないため、 $\gamma=\pi(2/\ln 2)^{1/2}$ と置くことで、近似的にアドミッシブル条件を満足する。本研究では、(2)式を用いて得られた超音波エコーを評価した。

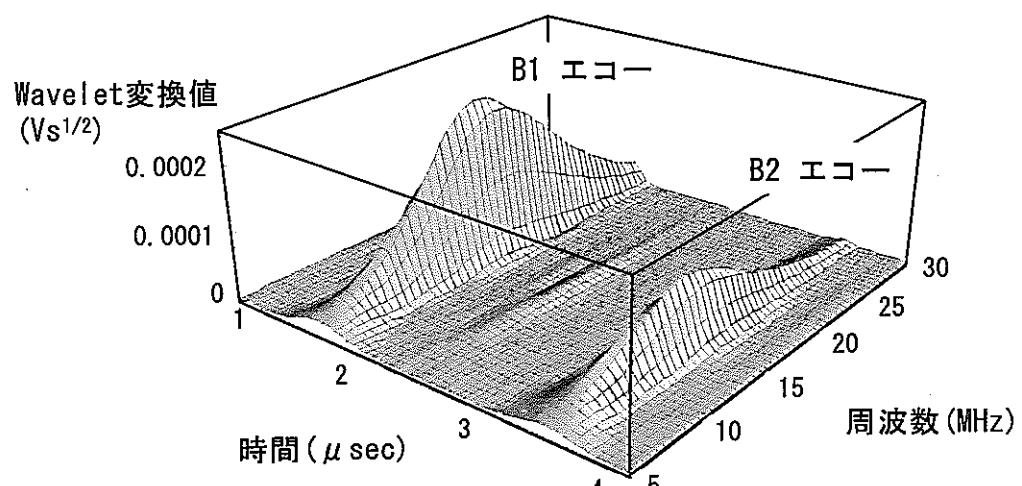
(5) 超音波エコーのウェーブレット解析結果

ウェーブレット解析により得られる3次元データは、時間と周波数とウェーブレット振幅である。Fig. 3.6は、得られた超音波エコーと、そのウェーブレット変換による時間一周波数解析結果の1例を示している。超音波エコーは、入射波の後に第1底面エコー、第2底面エコーと複数のエコーが観察される。また、超音波センサーは15 MHzのものを用いているため、超音波エコーの周波数特性は15 MHz付近をピークとして山形の特性を示す。マザーウェーブレットとして用いたGaborウェーブレットは、2つの底面エコー、ピーク周波数ともに表わせており、ピーク周波数も15 MHz付近にあり、フーリエ変換に見られるような滑らかさがある。

本研究で用いた熱過渡負荷を受ける容器型構造物は、Fig. 3.7に見られるように、SUS304内側容器母材部の外表面で深さ1 mm以下のき裂が多数存在することが確認されている。内表面は、滞留するナトリウムに接しているため外表面よりは熱過渡によるひずみの発生は小さいと予想され、き裂発生には至っていない。外表面近傍に観察されたき裂の深さを測定した結果、SUS304母材部のき裂深さは、平均0.059 mm、最大0.56 mmである¹⁰⁾。また、き裂は表面から粒界に沿って発生した粒界き裂である。このようなき裂発生形態からみて、定性的に予想される損傷分布は、構造物表面で大き



(a) 超音波エコー



(b) ウエーブレット解析による時間一周波数特性

Fig. 3.6 超音波エコーとそのウェーブレット解析例

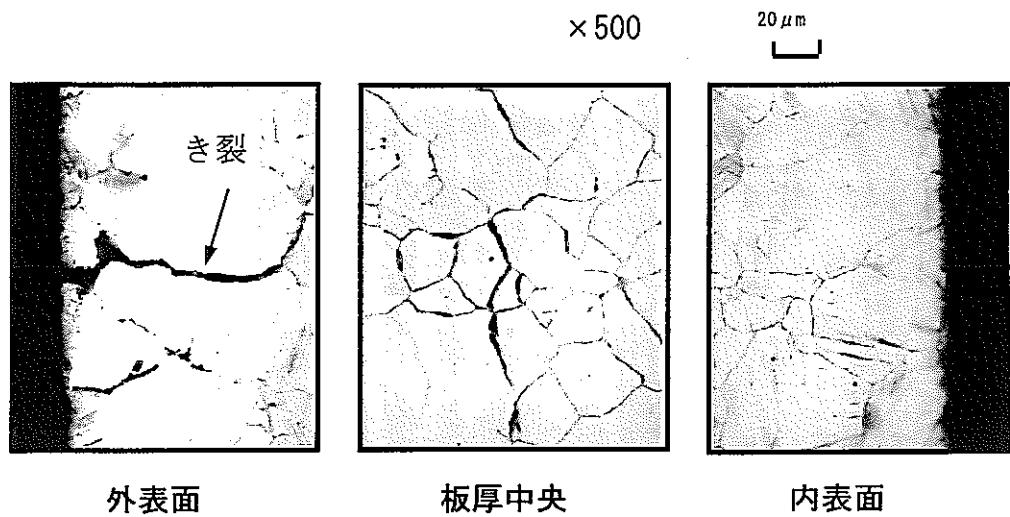


Fig. 3.7 板厚方向縦断面の光学顕微鏡写真(SUS304)

いことが伺える。

このように、本試料は板厚方向に対して損傷分布を有し、表面き裂が発生していることとから、最大き裂深さより深い領域で計測した超音波エコーを得た。板厚方向に計測して得られたいくつかの超音波エコーをウェーブレット変換し、時間一計測位置関係の平面上に表せば、ウェーブレット振幅の等高線分布が得られる。第1底面エコー(B1エコー)に対して得られた等高線分布をFig. 3.8に示す⁹⁾。等高線は、板厚中央付近でやや低く、表面に近い所で高い。外表面からの深さで4 mmと15 mm付近に2つのピークの中心があり、4 mm位置の方がややピーク範囲が大きい。表面ほど損傷が大きいことを反映しているとすれば、この2つのピークが発生している位置は、表面に近い測定点である外表面から2.5 mmと17.5 mmの位置にピークがあつてもよく、数ミリのズレがありそうである。しかしながら、超音波ビームのスポット径3.2 mmの視野範囲を考慮すればほぼ包含され、対応している。ピークの位置ズレの要因としては、スポット径が大きいこと、測定間隔が2.5 mmピッチでは粗かったこと、試料端部に近い所では超音波が散乱し精度が落ちることが考えられる。材質変化の観点

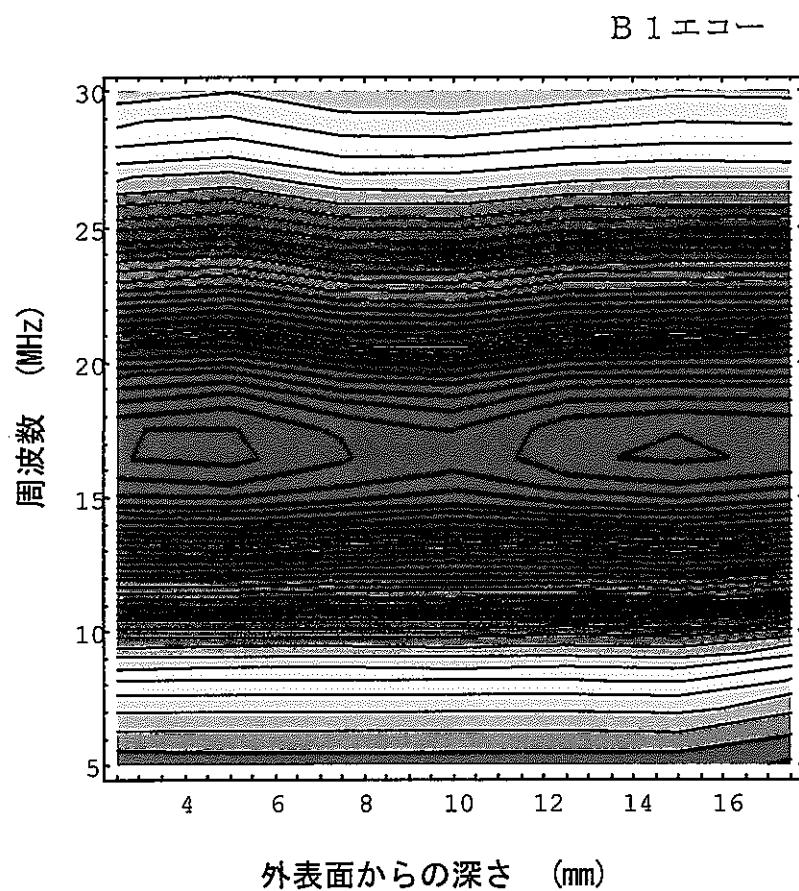


Fig. 3.8 B 1 エコーのウェーブレット解析による等高線図

からすれば、定性的には、ピークの現れた付近はひずみ範囲が大きくなってくる領域で、クリープによる熱的組織変化に加えて弾塑性変形に伴う塑性ひずみの繰り返し硬化も大きくなってくるため、このような材質変化が顕著に反映されてくる領域と考えられる。しかし、これが等高線の上昇となって現れてくることの因果関係は今後検討の余地がある。

(6) 音速変化

超音波特性を示す一般的なパラメータの一つに音速特性がある。これは、複数得られた超音波エコー間の時間間隔と測定部位の厚みとから音波の伝播速度として算出される。板厚方向に対して、この従来の算出法により音速を調べた結果をFig. 3.9に示す⁹⁾。損傷量に対応した超音波特性の変化としては、表面近傍に近づくほど信号変化が予測される。しかしながら、従来の一般的な算出法である底面エコー間隔から計算される音速結果は、有意な変化が認められない。

超音波の計測位置は、表面に一番近い所で2.5 mmの位置である。超音波ビームのスポット径 $\phi 3.2$ mmを考慮しても、き裂深さは最大でも0.56 mm程度であったことから、表面から2.5 mmの位置においてき裂は計測領域に入っていない。したがって、今回の計測範囲では、粒界析出物の発生や弾塑性ひずみ変化等の材質変化が損傷量として反映されると考えられる。従来の超音波音速の算出法では、そのような変化に対しての検出性能は低く、相違が認めにくいことがわかる。

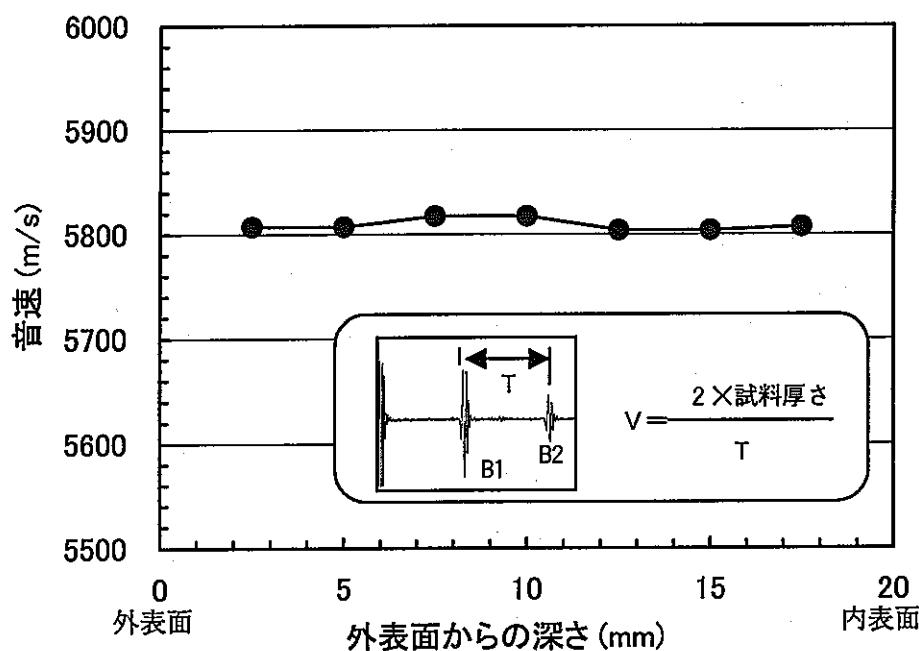


Fig. 3.9 超音波エコー波形間隔から算出された音速変化(従来法)

超音波エコーのウェーブレット解析により、時間-周波数平面上で、ウェーブレット値が最大となる所の任意の周波数軸におけるエコー間の時間間隔から音速を算出した結果をFig. 3.10に示す⁹⁾。B1エコーのピーク周波数付近に相当する17 MHzでの音速は、有意な変化が認められない。しかし、ピーク周波数より高周波側の周波数成分で低下し、例えば30 MHzの周波数成分で算出された音速は、明瞭な低下が認められた。すなわち、構造物表面に近づくほど損傷が大きいことに対応して音速の低下が認められた。

超音波エコーの周波数特性において、損傷によりその波の高周波成分の低下が大きいことは、クリープ損傷に関する研究でも報告されている¹¹⁾。また、超音波の伝播特性に及ぼす金属組織因子としては、析出物、転位密度、結晶粒径、塑性変形等が音速や減衰に影響を及ぼすといわれている¹²⁾。空孔も音速や減衰に影響を及ぼすが、本構造物の組織観察からキャビティのような空孔は認められていない。本構造物は、熱過

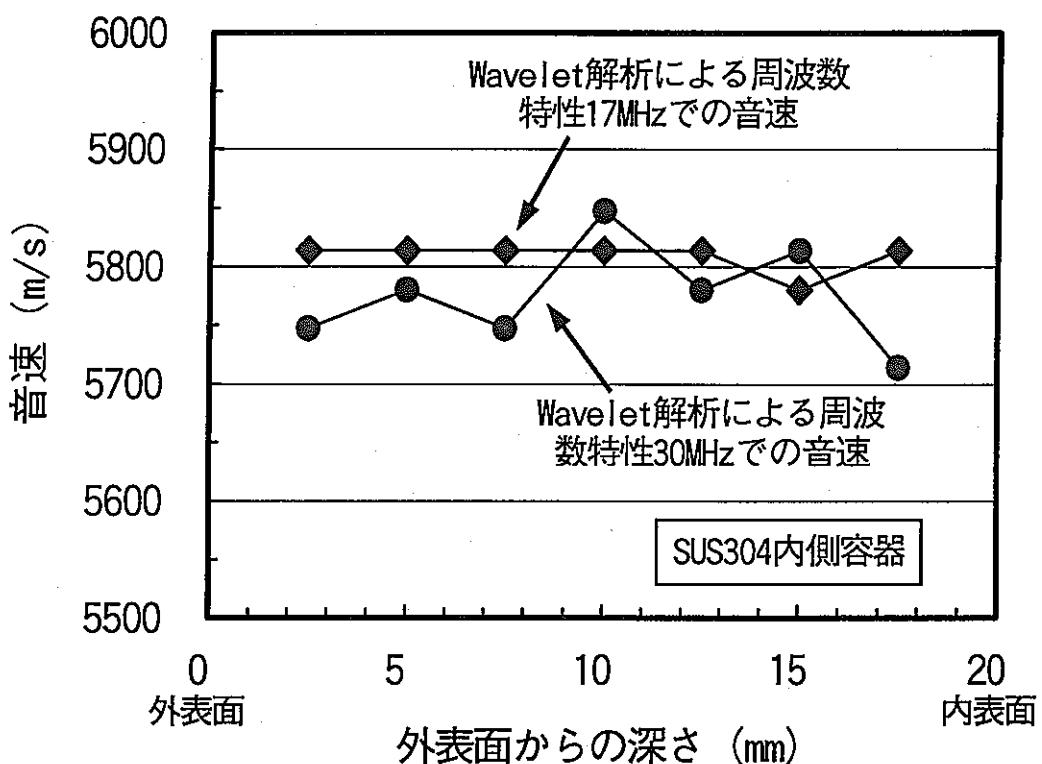


Fig. 3.10 ウェーブレット解析による容器板厚内の音速変化

渡を受けたことによるひずみの繰り返しが生じ、クリープによる熱的組織変化に加えて弾塑性変形に伴う塑性ひずみの硬化が起こり、その結果ヤング率の低下が生じたことによって超音波エコーを散乱させると考えられる。このことは、得られた値がき裂の発生した領域の測定値でないことから密度変化は無視できるものとすれば、塑性変形によるヤング率の低下が音速低下の一因と考えられる。また、前項のクリープ疲労損傷材の組織観察や超音波計測結果から、き裂発生以前では析出物等による音波の散乱も考えられる。本結果から音波の散乱に影響を与えた因子を明確に特定することはできないが、超音波はある有限の領域における総合的な損傷を捉えているため、複数因子の総合的な影響が反映されていると考えられる。高周波は障害物等で散乱し減衰し易いため、超音波エコーの高周波成分のパワーが低下してしまい、それに伴って音波の遅れも生じると考えられる。超音波エコーはいろいろな周波数成分を含んでいて、高周波成分の低下だけを捉え難いため、一般的な波形間から算出される音速ではこの影響が見えにくくなっている。このため、ウェーブレット解析による時間－周波数面での詳細な観察により、減衰の大きい周波数成分での音速変化から、き裂発生以前の損傷程度を比較評価できることがわかった。

(7) 周波数特性変化

ピーク周波数は、超音波エコーをフーリエ変換してその周波数特性からピークの周波数として算出される。Fig. 3.11は、B 1 エコーとB 2 エコーのピーク周波数をそれぞれ求め、板厚方向に対する変化を調べたものである⁹⁾。一般に、超音波エコーは、第1番目、第2番目と進むにつれて小さくなり、それに伴って高周波成分の減衰が著しいため、損傷情報を反映した周波数特性の変化は認めにくくなると考えられる。図からも分かるように、板厚方向に対するB 1 エコーのピーク周波数変化に比べ、B 2 エコーのピーク周波数変化の方がフラットで変化が小さい。B 1 エコーのピーク周波数変化は、板厚中央付近は若干小さく、損傷量に対応した変化量がわずかではあるが認められる。そこで、この変化量を明らかにするため、B 1 エコーとB 2 エコーのピーク周波数の相違に着目して、両者の差分 Δf_p (=B 1 エコーのピーク周波数-B 2 エコーのピーク周波数) を調べた。その結果、多少ばらつきはあるものの、内外表面に近づくと中央部に比べて Δf_p は大きくなる傾向を示す。最小2乗法による2次

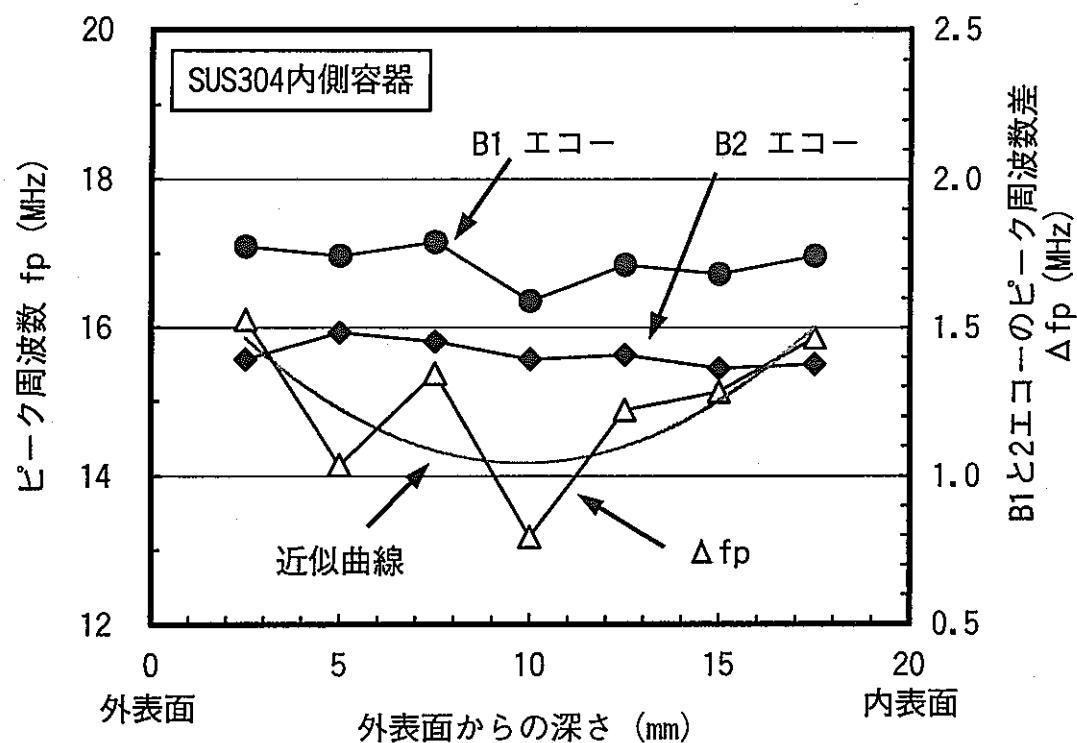


Fig. 3.11 B1およびB2エコーのピーク周波数変化

式の近似曲線を引けば、その傾向は明らかである。これは、損傷の大きい方が、高周波成分の減衰が大きいことを反映しており、ピーク周波数の差分 Δfp によりその相違が明確に現れたといえる。

本構造物は、前述したようにクリープによる熱的組織変化に加えて弾塑性変形に伴う塑性ひずみの硬化が起こり、その結果ヤング率の低下が生じたことによって、高周波成分の低下と音波の遅れを生じさせるが、ピーク周波数の変化もたらしている。しかし、ピーク周波数の音波の到達時間遅れには影響を及ぼしていない。本試験では、15 MHzの超音波センサーを用いたが、30 MHzで音速低下が顕著なことから、さらに高周波のセンサーで計測できれば、より明確なピーク周波数変化が期待できると思われる。

(8) 結言

熱過渡の繰り返しを受けた構造物内の損傷分布を超音波法により計測した。構造物板厚内の表面からのき裂先端より深い領域での超音波エコーをウェーブレット解析した結果、ピーク周波数より高周波成分で音速特性に低下が見られ、時間一周波数軸上での解析が有効であった。また、超音波エコーの周波数解析により、底面エコーB1と底面エコーB2のそれぞれのピーク周波数 f_p に対してその差分 Δf_p を取ることにより、損傷量に対応したパラメータとして有効であった。したがって、超音波エコーの波形解析方法としてウェーブレット解析を用いることにより、き裂発生以前の損傷相違を検出できる見通しが得られた。

参考文献

- 1) 曾根彰、山本鎮男、有馬幸蔵、増田新、中岡明：日本機械学会論文集C編、61卷、586号、pp166-172(1995)
- 2) 笠島永吉、森和男：日本機械学会論文集C編、61卷、583号、pp468-474(1995)
- 3) 曾根彰、山本鎮男、増田新、中岡明、芦野隆一：日本機械学会論文集C編、61卷、589号、pp108-114(1995)
- 4) 井上裕嗣：非破壊検査、45卷、12号、pp854-859(1996)
- 5) 倪慶清、美佐田泰治：材料、47卷、3号、pp305-311(1998)
- 6) 井上裕嗣、岸本喜久雄、中西智明、堀譲治、荒井正行、渋谷寿一：非破壊検査、46卷、3号、pp206-213(1997)
- 7) M. Kikuchi, H. Umeda : Proceedings of the VIII International Congress on Experimental Mechanics, pp114-115(1996)
- 8) 例えば、榎原進：ウェーブレットビギナーズガイド、東京電機大学出版局、pp6-7(1995)
- 9) 川崎弘嗣、菅谷全：熱過渡負荷を受ける構造物の損傷評価－超音波信号のウェーブレット解析による損傷検出－、JNC TN9400 2000-018、(2000)
- 10) 川崎弘嗣、奥達雄：日本機械学会論文集A編、Vol. 66、No. 642号、pp149-154(2000)
- 11) 中代雅士、米山弘志、芝田三郎、村上晃一、大友 晃：材料学会第37期講演会前刷集、p277 (1988)
- 12) 今中拓一：材料試験技術、Vol. 34、No. 3、pp157-164 (1989)

3. 2 微小硬さ計によるミクロき裂発生の検出

(1) 緒言

本章では、き裂発生から進展までをモニタリングする技術開発の中で、き裂発生の前兆現象をミクロ的に検出する方法を検討する。損傷の進行によりミクロき裂が発生し、やがて粒界き裂となり主き裂となっていくことを考えれば、早期検知の観点から、ミクロき裂の発生やその前兆現象を結晶粒界レベルで調べることが望ましい。そこで、微小領域検出方法を検討し、き裂発生の前兆を捉える手法を見出すことが必要である。

微小領域の計測法としては、直接測定点を決定でき簡便な方法として微小硬さ計がある。微小硬さ計を用いた計測は、これまでに、材料の強度評価^{1)~4)}や残留ひずみを微小硬さ特性の変化量として計測する研究⁵⁾がなされている。このように、ミクロレベルの領域で結晶粒界の残留ひずみの状態等を検出できれば、例えば、き裂が発生する直前のひずみ集中やき裂発生によるひずみの解放現象の痕跡等を、微小硬さの変化量として計測できる可能性がある。

本研究では、ナトリウム中で熱過渡の繰り返しによる負荷を受けた構造物の損傷材に対して、構造物表面に発生したき裂の発生前兆現象を検出するため、き裂近傍の結晶粒界硬さを調べることにより、微小硬さ計の適用性を検討した。

(2) 供試材および試験方法

供試材は、3.1節の超音波検出で用いた試料と同一部分から採取したものを用い、相互の比較ができるようにした。Table 3.1に試料の化学成分を示す。微小硬さ測定用の試料は、表面性状や表面加工層の影響を取り除く必要があることと、結晶粒界を現出させる必要があることから、通常結晶粒界の組織観察に用いているエッチング方法を採用し、バフ研磨後、王水の希釀水でエッチングを施した。

微小硬さ測定に用いた試験装置は、微小表面材料特性評価システム M Z T-4 ((株)アカシ製)である。微小硬さ計は、試料表面に三角錐のダイヤモンド圧子を押し込み、この時の押し込み荷重と押し込み深さを連続的に計測するものである。微小

硬さ測定から得られる計測データは、Fig. 3.11に示すように、圧子の負荷と除荷の過程における押し込み荷重 F (mN) と押し込み深さ h (μm)との連続データである。微小硬さ H は、初期荷重 F_0 、最大荷重 F_m 、最大荷重終了時の最大押し込み深さ h_m とした時、次式で求められる。

$$H = K \sqrt{(F_m^2 - F_0^2)} / h_m \quad (3.3)$$

ここで、 K は圧子形状による定数で、本試験で使用した三角錐圧子の場合 $K = 2.972$ である。

Table 3.1 供試材の化学成分

SUS304							(wt%)
C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	
0.05	0.55	0.82	0.021	0.003	8.78	18.38	

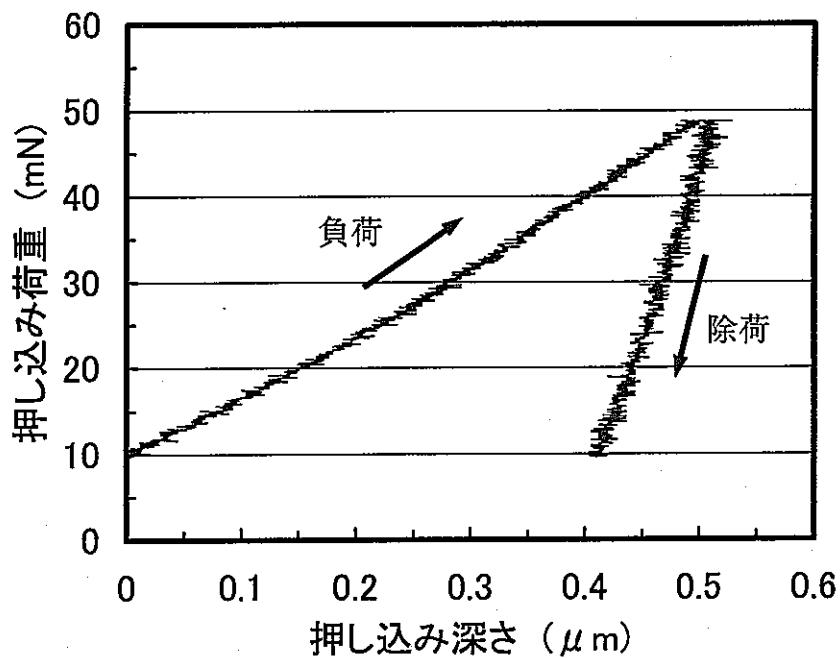


Fig. 3.12 微小硬さ測定で得られる押し込み荷重一深さ線図の例

硬さ測定面は、超音波測定と同様に内側容器縦断面の外側表面から内側表面へ向かって、板厚内を測定した。微小硬さ試験においては、圧子の押し込み荷重を小さくすることにより押し込み深さが微小になるにつれ、表面粗さや表面加工層の影響が出て硬さ値に影響を与える⁶⁾。安定した測定を行うための圧子押し込み荷重条件を検討した結果、Fig. 3.12に示すように、本試料の場合、49 mNより大きな荷重であれば安定した微小硬さ値が得られた⁷⁾。また、49 mNのときの圧痕の大きさは、三角錐の一辺が5 μm程度であり、結晶粒の大きさ数十 μm程度を考えれば、粒内の硬さ測定が十分可能である。よって、測定値の安定性とその中で最小の圧痕の大きさから、圧子押し込み荷重は49mNとした。

(3) 板厚方向の微小硬さ特性

熱過渡試験による構造物損傷材の微小硬さを外表面からの深さに対して調べた。損傷材の微小硬さ値Hを、受入材の微小硬さ値Hasに対する比(H/Has)として求

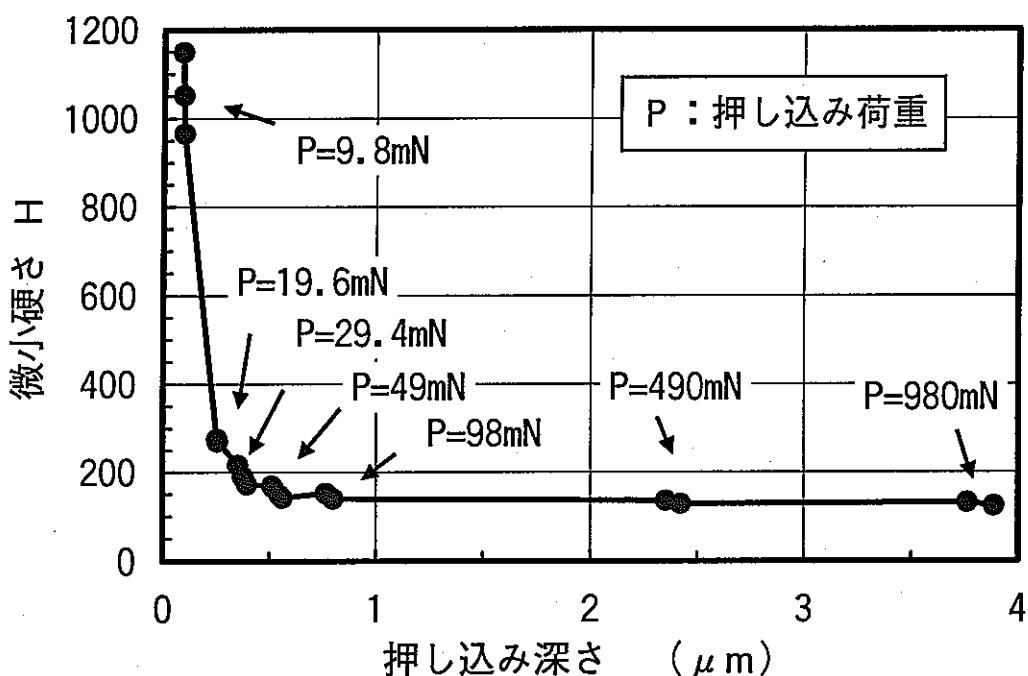


Fig. 3.13 押し込み荷重に対する微小硬さと押し込み深さとの関係

めた結果をFig. 3.13に示す⁸⁾。微小硬さ値は、表面近傍で若干大きくなり、表面で低下する傾向がみられた。結晶粒界の近傍における測定値と結晶粒内（母相）の測定値との比較においては、大きな相違は認められないが、深さ数百ミクロンのき裂が存在する外表面で、粒界近傍の方が比較的大きな低下を示している。最大き裂深さにはほぼ相当する外表面から0.5 mmの位置における微小硬さ値は、この点よりさらに深い板厚内部の微小硬さ値と比べてやや大きい。また、き裂のある外表面（板厚0 mmの測定位置、正確には外表面から深さ30ミクロンの位置）での測定値低下は、き裂の無い内表面（板厚20 mmの測定位置、正確には内表面から深さ30ミクロンの位置）での低下より大きい。

き裂先端近傍の微小硬さ値の上昇は、塑性ひずみの繰り返し硬化が主因と考えられる。一般にオーステナイト系ステンレス鋼では、疲労により繰り返し硬化現象が観察され、ナトリウム中疲労の材料試験でも繰り返し硬化は見られる⁹⁾。本試験体は1055サイクルの繰り返しを与えているため、繰り返し硬化は起こっている状態である。このため、表面近傍では熱過渡の繰り返しにより発生するひずみ振幅も大きいため、塑性ひずみの繰り返し硬化が生じ、き裂先端付近は硬さ値の上昇となって現れたと考えられる。

表面での微小硬さ値の低下の主因は、材質変化の進行によるものと考えられる。特に粒界での低下が大きいのは、粒界き裂進展に伴う粒界近傍の塑性ひずみが熱軟化したため、き裂先端近傍での残留ひずみの緩和現象による影響と考えられる。連続繰り返し疲労中にひずみゼロで保持を加えたSUS304のクリープ疲労において、繰り返しに伴う応力の増加は、疲労における応力と比べて低下する¹⁰⁾。すなわち、保持時間を挿入することで繰り返し硬化の程度は低下する、いわゆる保持による熱軟化が生じる。したがって、き裂の発生した粒界では、粒界の引張応力の程度が低下し、繰り返し硬化の飽和と相まって熱軟化が進行しやすく、硬さ値の低下となって現れたと考えられる。

内表面は、き裂発生には至っていないものの、微小硬さ値は表面近傍で若干増加し、表面でやや低下する。滞留ナトリウムとはいえ、その緩やかな温度変動による熱過渡を受けるためと考えられる。表面では、容器製作時の表面近傍の加工硬化による残留ひずみが、高温下において焼きなまし効果を得たために残留ひずみが解放されある程度軟化したと考えられる。外表面における微小硬さ値の低下の要因にも、この

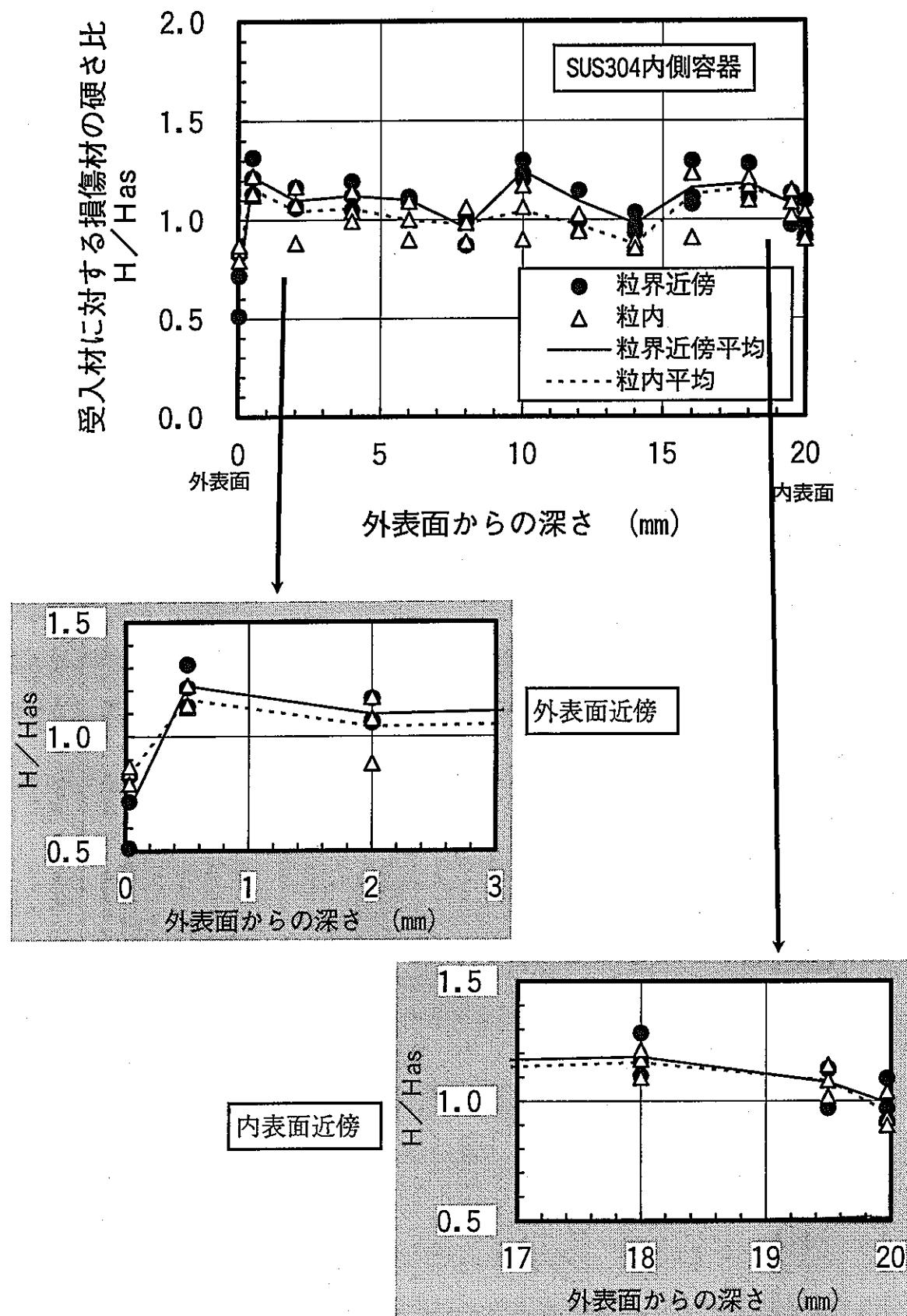


Fig. 3.14 板厚方向に対する微小硬さの変化

軟化の効果は含まれているが、前述したき裂化による効果が大きい。

ここで、表面近傍での微小硬さ値の低下に関して考えられるその他の材質変化の影響には、ナトリウム中における脱炭や浸炭、表面変質層及びエッジ効果がある。

- ◆ 脱・浸炭に関しては、SUS304の場合、その境界温度はナトリウム中炭素濃度が約0.2ppmの場合で650°C前後となっている¹¹⁾。本試験体が供されたナトリウム試験装置は、モノメタリック系であり、炭素の供給源はなく初期量であること、試験温度は600°C以下であることから、脱・浸炭の影響はほとんどないといえる。実機での計測においては表面からの計測となるため、脱・浸炭の影響についての考慮が必要となる。
- ◆ 表面変質層については、ナトリウムと接する構造材料表面で、材料の構成元素であるニッケル、クロム、マンガン等がナトリウム中へ選択的に溶出することによりフェライト化が生じるものであるが、表面変質層の厚みは材質、時間、温度、純度の影響を主として受ける。SUS304の表面変質層と浸漬時間の関係¹²⁾。から、本試験体の供された600°Cで、試験時間約3000時間における表面変質層厚さは約0.5 μmと推定される。表面近傍での微小硬さの測定位置は、表面から約30 μmであり、表面変質層による影響は受けていない。実機での計測においては表面からの計測となるため、表面変質層の影響についての考慮が必要となる。
- ◆ 一般に試料端部付近で硬さ値低下がみられるエッジ効果に関しては、本試験の場合、圧痕の大きさ約5 μmに対し、端部から計測点までの距離は最小で約30 μmであるため、約6倍である。端部の影響がどの程度あるか定量的には今後検討が必要であるが、Fig. 3. 14に示すように⁸⁾、表面から深さ数百ミクロンまでの値は、粒界と粒内とでそれぞれの比較においてほぼ変わらず、これらの領域の値は、き裂先端より深い領域の値と比較して低下が見られているので、エッジ効果の影響は小さいと推測される。

以上のことから、ミクロき裂の発生は、微小硬さ値の急激な変化により推定できるという見通しが得られた。この急激な変化を示すものとして、き裂発生以前の繰り返し硬化と、き裂発生後の熱軟化を反映していると推測された。

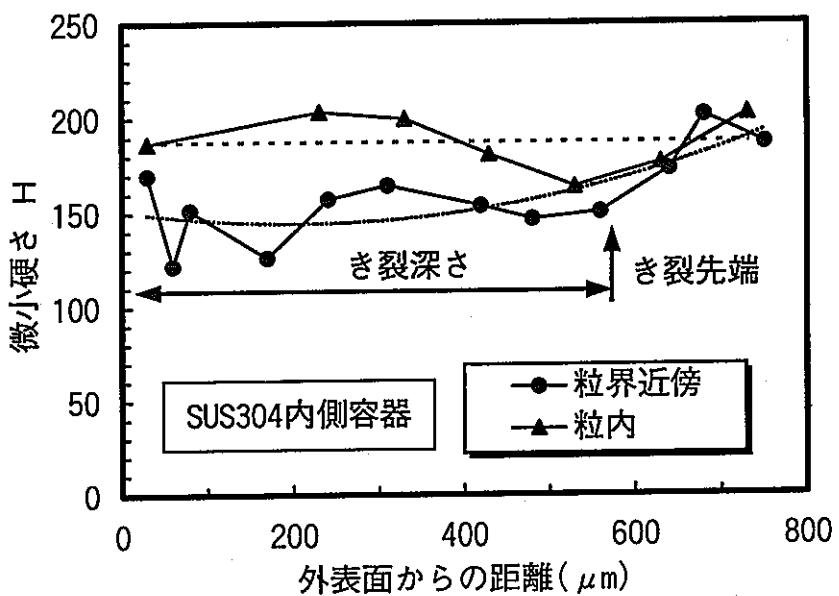


Fig. 3.15 表面からのき裂に沿った微小硬さ変化

(4) 結晶粒界の微小硬さ特性

き裂発生の前兆をよりミクロ的な硬さ変化で捉えられるかどうか調べるため、結晶粒内の微小硬さ分布を測定した結果をFig. 3.15に示す⁸⁾。ここで、微小硬さ値はき裂が観察された外表面から1mm付近(き裂先端付近)において10個の結晶粒界を調べた。各々の結晶粒間のばらつきを排除するため、微小硬さ値Hは結晶粒の中央付近の値H₀との比H_i/H₀で示した。微小硬さ値は、粒界面に近づくと大きくなり、粒界面から数ミクロンの位置では、結晶粒内の値に比べて大きいもので1.2程度硬い。熱過渡の繰り返しによる損傷はほとんど受けないと考えられる板厚中央部(10 mmの位置)において、粒界から5 μm以内の硬さ値は、その粒内に比べて0.89~1.04倍となっ

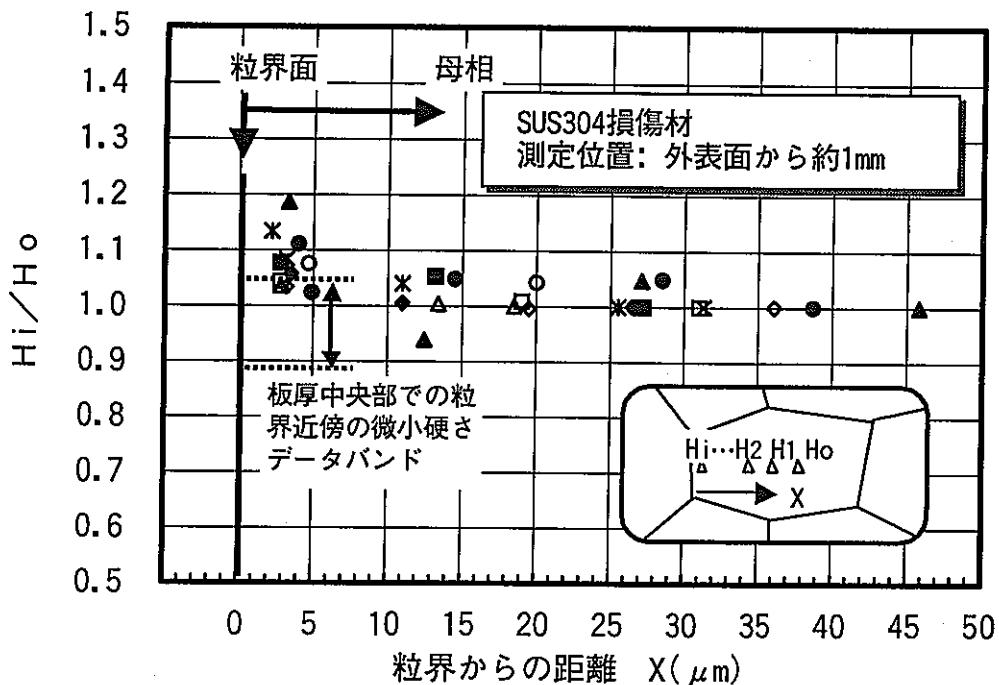


Fig. 3.16 き裂近傍結晶粒内の微小硬さ分布

ている。よって、き裂先端近傍の粒界の硬化は、熱過渡の繰り返しによる損傷がずっと小さいと考えられる板厚中央部における微小硬さ値比と比較して、明らかに大きい。このことは、粒界き裂先端近傍では、塑性ひずみの繰り返し硬化に伴う硬さの増加が見られるが、粒内より粒界近傍でより硬化が大きいことを示している。

ここで、粒界の硬化に及ぼす影響を考察してみれば、塑性ひずみの繰り返し硬化に加えて、粒界析出物の影響も考えられる。粒界にはクロム炭化物等の析出物が観察されている。粒界近傍では、この炭化物の存在により圧子圧入変形の拘束作用により硬さ値を増加させることが考えられる。一般には、負荷を受けることにより炭化物の発生・成長が加速される。炭化物の生成は、その生成過程でクロムが奪われるため、粒界にクロム欠乏層が生じる、いわゆる銳敏化の程度で推測でき、本試験は銳敏化する温度範囲にある。銳敏化により粒界耐食性は低下し、強度を低下させる要因になると考えられるが、クロム欠乏層幅は粒界の極小領域にあり、硬さ値へ及ぼす影響は繰り返し硬化や炭化物による変形拘束作用からみれば小さい。よって、粒界近傍の硬化

は、ひずみの大きい部位における繰り返し硬化の程度や粒界炭化物発生・成長による変形拘束作用に大きく起因すると考えられる。

以上のことから、結晶粒内の微小硬さ特性を調べ、その変化量からき裂発生の前兆現象を推定可能であることがわかる。

(5) 微小硬さと超音波音速の関係

本構造物の板厚方向の損傷程度に対して、超音波法による音速変化が得られ、微小硬さ測定による硬さ変化も得られたため、相互の関係を調べた。得られた超音波音速と微小硬さの比較を行った結果をFig. 3.16に示す¹³⁾。微小硬さは、音速測定の範囲と合わせるため、き裂発生部分を除く2 mm～18 mmの測定範囲で結晶粒内の測定データとした。また図には、それぞれのデータに対して最小2乗法による2次式の近似曲線を示してある。図から、ウェーブレット解析によるB1エコーの周波数特性30 MHzで

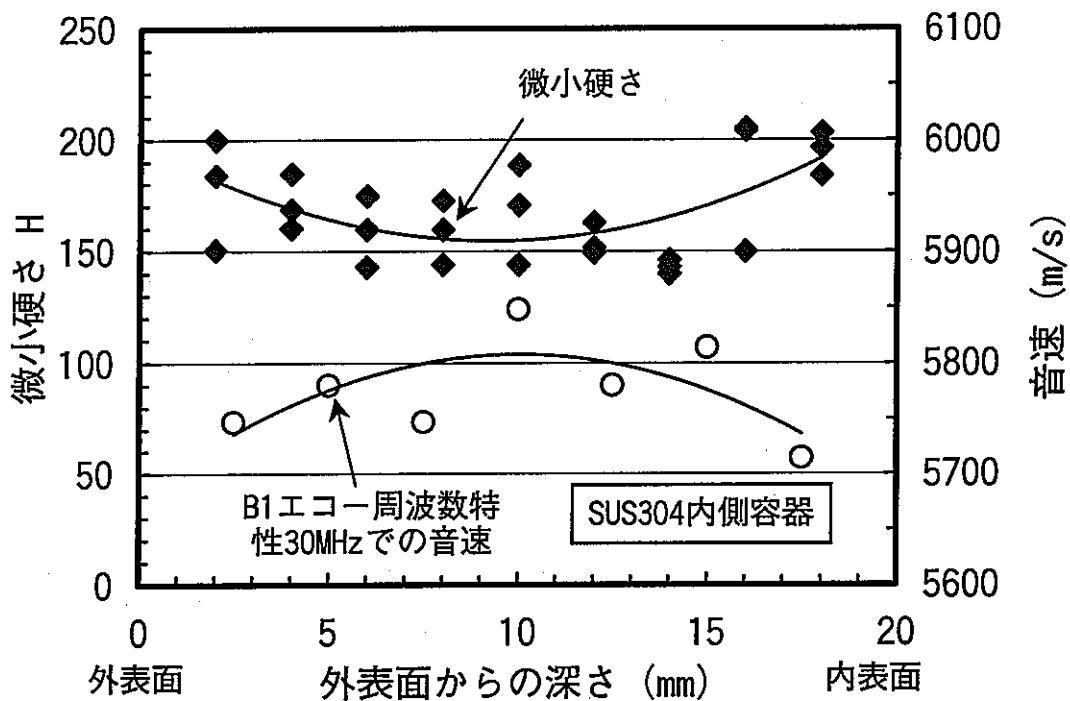


Fig. 3.17 微小硬さと超音波音速との相互関係

の音速と微小硬さとを比較すれば、逆の相関ではあるが、よい相関関係が得られている。微小硬さは局部的な平面での計測に対し、超音波は任意の体積での計測であり、また、微小硬さは塑性的な変化を計測し、超音波は弾性的な変化を計測するため、両者の測定する物理量には相違がある。しかし、このような関係が得られるということは、例えば超音波法が適用できない部位における損傷計測を、硬さ測定で行うことができるこことを意味する。この逆の場合も同様であり、損傷計測方法の選定の拡張性、互換性がある。さらに、硬さと音速の関係があることから、硬さと引張強度特性との関係¹⁾を用いれば、超音波計測から損傷による強度低下の推測も可能であると考えられる。

(6) 結言

き裂発生以前の前兆から損傷を検出する微小領域の計測法として、微小硬さ計の適用性を検討した。このため、熱過渡の繰り返しを受けた構造物表面に発生したき裂近傍の微小硬さ測定を行った。結晶粒界に発生したミクロき裂付近の微小硬さ特性を調べた結果、次のような結論が得られた。

- (i) 微小硬さ値は、き裂の発生している所とき裂先端近傍において、顕著な差を示す。
- (ii) この微小硬さ値の変化は、塑性ひずみの繰り返し硬化に起因し、き裂化により軟化効果で減少すると推測される。
- (iii) 結晶粒内に比べ粒界近傍で微小硬さ値は増加し、粒界き裂の発生する前兆を微小硬さ値の変化で計測可能である。

したがって、微小硬さ計を用いた損傷検出法は、き裂発生以前の前兆を粒界近傍の硬度変化で捉えることができるため、実機においても微小硬さを計測することができれば、き裂発生の前兆からミクロき裂をモニタリングする方法として適用できる。

参考文献

- 1) 稲村元則、鈴木敬愛：生産研究、42巻、4号、pp257-260 (1990)
- 2) 鈴木敬愛、稻村元則、太田丈児、香山晃：生産研究、42巻、5号、pp287-289 (1990)
- 3) 奥達雄、太田進哉、衛藤基邦、黒田浩二、田那村武司：炭素、No.156、pp15-21 (1993)
- 4) W.C. Oliver, G.M. Pharr : J. Mater. Res., Vol. 7, No. 6, pp1564-1580 (1992)
- 5) 石原正博、奥達雄：日本機械学会論文集A編、62巻、602号、pp119-123(1996)
- 6) 渋谷陽二、谷山彰紀、富田佳宏、安達泰治：材料、46巻、8号、pp839-899(1997)
- 7) 川崎弘嗣：熱過渡負荷を受ける構造物の損傷評価－微小硬さによるミクロき裂の検出－、JNC TN9400 99-062 (1999)
- 8) 川崎弘嗣、奥達雄：日本機械学会論文集A編、Vol. 66、No. 642号、pp149-154 (2000)
- 9) 加藤信一郎、小峰龍司、平野正敦、和田雄作：材料、37-414、p330 (1988)
- 10) H. Kawasaki, K. Aoto, Y. Wada : Proc. SmiRT-11, L12/2, pp271-276 (1991)
- 11) R. B. Snyder, et al. : Proc. Int. Liquid Metal Technology in Energy Production, Champion (1976)
- 12) 野村茂雄 他：日本原子力学会「1982秋の分科会」予稿集、H22、(1982)
- 13) 川崎弘嗣、菅谷全：熱過渡負荷を受ける構造物の損傷評価－超音波信号のウェーブレット解析による損傷検出－、JNC TN9400 2000-018 (2000)

4. まとめ

本研究はレーザーを用いた非接触AE計測法や超音波法等の開発、適用を目的として、実際の材料における微視破壊への応用についての検討を行った。

● レーザー干渉計の微視破壊への適用について

初めにレーザー干渉計をAEセンサーとして使用することの可能性の吟味、および問題点の把握のために、ガラス管の破壊という擬似AE源に対する応答を調べ、非接触による弾性波の測定能力と物理量の絶対値測定について有限要素法による数値解析との比較により検証を行った。次に、常温におけるCFRP積層材の引張り試験に対して、レーザー干渉計とPZTセンサーを同時に用いることにより、レーザー干渉計をAEセンサーとして利用することの問題点を明らかにした。また、実際の高温下におけるAEの測定をアルミナコーティング材の熱負荷試験において試みた。室温での実験結果と同様、センサー感度および試料表面の酸化などの問題から計測されたAE数は少ないものの、検出は可能であり、材料全体の破壊を支配する大きな割れの検出は可能であるという結論を得た。

さらに、実際にアルミナコーティング材の熱サイクル試験にレーザー干渉計をAEセンサーとして用いて、セラミックス層の破壊挙動の評価を行った。破壊はセラミックス層/ボンド層界面極近傍のセラミック層側にて界面に水平方向のはく離として生じ、検出されたAEはこれらに対応したものであった。超音波探傷によるはく離進展の観察から、はく離は試料中央部で生じ、進展・停留・生成という過程を繰り返して、進展していくことが明らかとなった。また、検出されたAE波は周波数の点から高周波型のタイプAと低周波型のタイプBに分類され、そのサイクル数に対する発生挙動からそれぞれき裂生成、成長に関与するものと仮定することにより、原波形解析を行い、コーティング被膜の破壊に関して割れ半径、割れ生成時間を定量的に評価した。このような熱サイクル下における破壊をレーザー技術とAE法を用いることにより定量的に評価できたことは極めて画期的といえる。

次に、破壊のモードをより詳細に評価することを目的として、4チャンネルAEレーザー計測システムを構築した。また、作製条件の異なる試料を用いて、AE発生挙動の

違いから各種因子の破壊に対する影響を評価することを試みた。セラミックスコーティング材の破壊寿命は、セラミックス層の膜厚に強く依存しており、有限要素法による熱応力解析の結果、膜厚が小さくなるほど残留応力は減少し、そのことが最終はく離サイクル数の違いとなっていると考えられた。blast条件の寿命に対する影響は顕著なものではなく、また、ボンド層の存在によるAE発生挙動、および寿命にも明確な差異は認められなかった。各センサーへの縦波到達時間差からAE位置標定を行った結果、ほぼ全ての試験片においてき裂は端部において優先的に生成され、それらが合体・進展することにより破壊が進展する過程であることが明らかになった。各センサーに対して検出されたAE波のモーメント解析から、コーティング部のはく離はせん断を主破壊モードとする割れであることが定量的に示され、このような高温下での破壊モードを定量的に評価することに成功した。AE検出開始温度から有限要素法による応力場解析により、破壊発生の臨界せん断応力の評価が可能となった。

以上、レーザー干渉計を用いて、AE波形の検出および微視破壊の定量化が可能であることを示すことができた。

●超音波法および微小硬さ計のき裂発生検出への適用について

超音波法を用いてき裂発生を予測するため、き裂発生以前の前兆現象の検出性について検討した。超音波検出信号に含まれる情報を最大限に引き出し、ミクロき裂が発生する以前から損傷評価できるパラメータを見いだすため、時間一周波数解析が可能なウェーブレット変換を用いて、超音波エコーの波形解析を行った。繰り返し熱過渡負荷を受けた構造物に対して超音波測定を行い、得られたエコーのウェーブレット解析から導かれる超音波音速は、き裂発生に至る前の損傷に対して差異を示した。この音速の変化は、熱過渡を受けたことによりひずみの繰り返しが生じ、クリープによる熱的組織変化に加えて弾塑性変形に伴う塑性ひずみの硬化が起こり、その結果ヤング率の低下が生じたことによって音速を低下させるものと推測された。さらに、超音波エコーのピーク周波数特性からも損傷による差異は認められ、損傷の大きい方が、高周波成分の減衰が大きいことを反映していた。本結果から、ウェーブレット解析を超音波波形解析に適用することは有効であることが示された。

また、早期検知の観点から、ミクロき裂の発生やその前兆現象を結晶粒界レベルで

調べることとし、微小領域の検出方法として微小硬さ計の適用性を検討した。繰り返し熱過渡負荷を受けた構造物に対して微小硬さを計測した結果、微小硬さ値は、き裂の発生している所とき裂先端近傍において顕著な変化を示した。この微小硬さ値の変化は、塑性ひずみの繰り返し硬化により、き裂先端近傍で増加し、き裂発生部での残留ひずみや保持効果による軟化で減少すると推測された。き裂先端近傍での微小硬さ値の増加は、結晶粒内よりも粒界近傍の方が大きく、粒界き裂の発生する前兆を硬さ変化で計測することにより、ミクロき裂発生を予測する一つの手がかりとなり得ることが示唆された。

以上、ウェーブレット変換による超音波エコーの解析から音速等のパラメータを抽出すること、および微小硬さ計による結晶粒界の硬化を調べることにより、ミクロき裂発生を予測する一つの手がかりとなり得ることを示すことができた。

5. 今後の課題

●レーザー干渉計の適用について

本研究により、実際の破壊現象に対しては適用が困難であったレーザー干渉計を用いて、非接触にAE波形を検出できるシステムの開発が可能となった。また、波形解析のプログラムの開発により、コーティング材料のように異種界面を有する材料においても定量的な解析が可能となり、この材料において発生する微視破壊を定量的に評価できた。この手法を実機に適用するにあたって以下の課題が考えられる。

- 1) 通常のPZTを用いたAE変換子に比べて、感度の点では今回用いたレーザー干渉計は必ずしも十分ではなく、今後の一層の研究開発が望まれる。レーザー計測装置を用いた民生用機器の開発が色々進められており、今後の進展が大いに期待される。
- 2) 感度良くAE波形を計測するためには、現在のところ試験片の表面が鏡面に近いことが要求されている。しかし、実機に対する適用においては、多少荒れた表面においても精度良く計測できることが望ましい。この分野においても、スペックルパターンを利用したレーザー干渉計の開発が進められており、将来はより高感度の計測システムが構築できるようになると期待できる。
- 3) また、プラントにおける複雑な形状の部分に適用するためには、より小型でフレキシブルなシステムであることが望ましい。現状では、レーザー発生と検出が一体となった装置であるが、光ファーバー等を用いてそれらを分離したハンドリングが容易なシステムの研究開発が望まれる。

以上、過酷な環境においてAE波形をレーザー干渉計を用いて検出し、微視破壊を定量的に評価するための基礎研究を行い、その可能性・実用性を確かめることができた。今後は実機での応用を考慮し、技術的な面における一層の研究開発が望まれる。

●超音波法および微小硬さ計の適用について

本研究では、構造材料中に発生したミクロ損傷を、平滑研磨された状態の試料を作製し、超音波法と微小硬さ試験法で検出することを試み、用いた波形解析方法や粒界レベルの計測は、き裂発生を予測する上で有効であった。しかしながら、これ

らの手法を実機のき裂発生診断のため、現地計測に適用するには以下の課題がある。

- ・フレキシブルで小型化しハンドリング性をよくする等現地測定が可能なこと、
 - ・高温下、狭隘部での計測が可能であること、
 - ・表面の清浄度、粗さ、粒界を現出させる等に対する測定面や厚さの影響効果、
- 等あり、ハード的な制約、バックグランドノイズの問題、計測面の影響評価の観点で課題が考えられる。しかし、同型機器の交換時や微小なサンプリング技術により試料を採取できる場合、放射性レベルの低い環境で計測する場合、対象部位を特定した場合等、試料として採取可能である場合や限定された状態での適用は可能と考える。