

論文の内容の要旨

レーザーAE法の材料信頼性評価への応用

西ノ入 聡

第1章 序論

第1章は序論であり、他の非破壊評価手法や従来のAE法の特徴・問題点を明らかにし、研究目的を述べた。

アコースティック・エミッション(AE)法は、構造材料の信頼性評価手法として多くの分野で用いられている。しかしセンサにPZTを用いる従来の手法は多くの問題を有しており、非接触AE計測手法の確立が求められている。そこで筆者らはレーザー干渉計を用いた非接触AE検出手法について検討を行ってきた。この手法は、AE信号を測定面の速度変化として絶対値測定可能であり、測定雰囲気の影響を受けにくく、微小領域での計測も可能である。これまでに計測システムの検出能力向上を試みるとともに、コーティング材の熱サイクル損傷評価への適用を行った。

レーザーAE法の応用範囲を広げるためには、どのような対象に適用でき、どの程度有用であるのかを明らかにする必要がある。そこで本研究では、最初に現在までに構築したシステムの基本特性を把握し、どのような応用が可能かを検討した。次にレーザーAE法の可能性を探ることを目的として、PZTの適用が困難な対象におけるAE計測を試み、その有効性について検討を行った。具体的には、測定環境の影響、大型～微細試料への適用可能性、微視破壊以外に起因するAEの検出可能性、を評価するために、材料評価への応用として、誘電体薄膜の絶縁破壊プロセス、アクティブ複合材料の熱変形プロセス、微小試料の変形・損傷プロセスへの適用を行った。また材料作製インプロセス計測への応用として、溶射コーティングプロセス、セラミックス焼成プロセスへの適用を行った。レーザーAE法という方法論にもとづきこれらの対象を評価することにより、個々の現象についての新たな知見を得るとともに、信頼性評価手法としての有効性と限界を明らかにすることを目的とした。

第2章 AE波形解析手法

本研究では、レーザーAE計測システムを用いて検出されたAE波形を定量解析することにより、微視破壊に関する情報の抽出を試みた。第2章では、本論文において用いたAE波形解析手法である、ウェーブレット解析、AE波形逆解析、弾性波伝播シミュレーション手法の概要を示し、第3章以降の具体的な材料評価、インプロセスモニタリングへの適用に向けた準備とした。

第3章 レーザーAE計測システムの基礎的検討

第3章ではレーザーAE法の材料信頼性評価への応用を進める上で重要となる、現在までに構築したシステムの基本特性を把握するための検討を行った。

(1)測定周波数範囲を400kHzまでに設定した場合、半径約30 μ mの割れを5mm離れた位置で検出可能である。また周波数帯域制限により、さらに微小な割れも検出も可能であると考えられる。

(2)干渉計システムの最小計測面積よりも微細な、50 μ mのワイヤ表面において擬似AE信号を検出できた。計算結果との比較から結果の妥当性が確認でき、このような微細な対象

の表面においても非接触 AE 検出が可能であることが示された。

(3) 薄膜試料を対象として位置標定精度の検証を行った結果、測定周波数範囲を 200kHz までとした場合、Lamb 波 A_0 モードの到達時間差を利用して、最大誤差 0.7mm で擬似 AE 信号の入力位置を同定できた。これは縦波を利用した PZT センサでの検出時と遜色ない精度である。

以上のように、レーザーAE計測システムは検出感度の面では PZT センサに及ばないものの、高い位置標定精度や非接触で $50\mu\text{m}$ 程度の微小な対象への適用が可能であることなどから、広範な分野への応用が可能であることが示された。

第4章 レーザーAE法の材料評価への応用

第4章では、レーザーAE法を材料・構造の損傷プロセスモニタリングに適用し、その有用性を検証した。

誘電体薄膜の絶縁破壊直前に観測される前駆電流現象解明への AE 法の適用が期待されているが、薄膜であることや放電を生じるため PZT の適用は困難である。また AE 法による部分放電検出は発電設備の信頼性評価に重要であるが、発生源近傍での直接測定は困難である。そこで、レーザーAE法による誘電体薄膜の液体中での絶縁破壊試験モニタリングを試みた。その結果、直接センサを取り付けることが困難な誘電体薄膜表面において非接触 AE 計測に成功した。AE の発生電界値によって絶縁破壊、沿面放電、部分放電を明確に区別することができた。また検出波形の周波数の面からもその違いを明らかにした。誘電体薄膜で観測される前駆電流の要因は AE によって捉えることのできる相転移や微視破壊ではないことが示唆された。本手法は微小な部分放電を検知でき、液体中においても大気中と同程度のしきい値で AE 計測が可能であることが確かめられた。

金属母材と強化繊維からなるアクティブ複合材料は、熱膨張差によって形状制御可能な材料である。この材料の曲率変化は加熱/冷却時に非線形挙動を示し、微視破壊の可能性が考えられる。そこで高温にも適用可能であるレーザーAE法を用いて熱変形プロセスを非接触モニタリングした。その結果、SiC/Ni 系複合材料はカイザー効果を示し、熱変形過程での曲率ヒステリシスの原因は、熱応力による微視破壊であることがわかった。ウェーブレット解析によって検出 AE 波形を区別でき、この違いは金属間化合物層の割れと繊維/マトリックス界面での微視破壊という損傷タイプの違いと対応するものと考えられた。AE 発生挙動より、ヒステリシスの原因となる微視破壊が生じた温度域を明らかにした。母材が Al の場合には AE は検出されず、微視破壊も観察されなかった。したがって本手法によりアクティブ複合材料の動作保証が可能であることがわかった。

微細試料の力学試験時の AE 計測に PZT センサを用いることには多くの問題点があり、非接触計測が望まれる。レーザーAE法は、 $50\mu\text{m}$ 程度の領域での非接触計測が実現できるため、治具にセンサを取り付けることなく、試料表面において微視破壊の検出が可能であると思われる。そこでレーザーAE法を用いて厚さ $50\text{-}100\mu\text{m}$ の金属薄膜の変形・損傷モニタリングを行った。その結果、金属薄膜試料表面における変形・損傷過程での非接触 AE 検出に成功した。またレーザーAE法では主に微視破壊の AE が検出され、塑性変形による連続型 AE はノイズレベルの増大として観測されたと考えられた。

以上のように、レーザーAE法を用いた材料・構造の損傷プロセスモニタリングを構築し、従来法の適用が困難な環境(液体中・高温)および微小領域での非接触 AE 計測に成功した。

第5章 レーザーAE法の材料作製プロセス評価への応用

第5章では第4章の発展として、材料作製インプロセスモニタリングにレーザーAE法を適用し、初期欠陥の発生や構造変化を検出することを試みた。

溶射条件の差が皮膜強度におよぼす効果について知ることは、プラズマ溶射技術の高度

化に不可欠である。そこで溶射コーティング中の初期欠陥導入・成長プロセスに溶射条件がおよぼす影響を、高温にも適用可能なレーザーAE法にもとづくインプロセス計測システムを用いて評価した。その結果、AE発生挙動の違いとはく離経路の観察にもとづき、ボンドコート・ガン移動速度・予熱温度・トップコート膜厚が皮膜強度におよぼす効果を考察できた。プラズマ溶射冷却過程で検出されたAEはピーク周波数により2つのタイプに分類でき、観察結果との対応により、それぞれはく離の進展、トップコート中でのき裂進展に対応すると考えられる。

大型セラミックスの焼成割れは大きな問題であるが、実際に焼成プロセスのどの段階で生じているのかは不明である。また設計外の温度分布が存在した場合には、予測外の割れが生じることが考えられる。焼成プロセスの信頼性向上にはAE法が有用であると考えられるが、従来法ではきわめて高温での計測は困難である。そこでレーザーAE法を用いてセラミックス焼成プロセスをモニタリングした。その結果、セラミックス焼成プロセスでの割れを検出することに成功し、1500°Cを超える高温の対象にも適用可能であることが確認できた。また焼成中には試料表面に到達しない微視割れをAEとして検出することができた。このことは焼成体の健全性を非接触AE計測にもとづいて保証可能であることを示している。大型試料の焼成モニタリングの結果、50, 300°C/hで昇温後炉冷した場合には冷却過程の脆性領域においてのみAEが検出され、試料内部から割れが生じた。温度分布の影響が小さい小型試料を延性領域で保持後炉冷しても表面に到達する割れが生じなかった。このことから、延性領域での保持、あるいはきわめて遅い速度での昇温によって試料内部の温度差が低減された場合には、冷却時に作用する熱応力が低減し、割れが抑制できると考えられる。

以上のように、レーザーAE法を用いた材料作製インプロセスモニタリングを構築し、従来法の適用が困難な高温・苛酷な環境下での非接触AEモニタリングに成功した。レーザーAE法はこのような高温環境における信頼性評価手法としてきわめて有用であると考えられた。

第6章 結論

第6章では本論文の結果を総括した。レーザーAE法はPZTセンサの使用できない環境(液体中・高温)においても非接触計測が可能であり、高い位置標定精度で50 μ m程度の微小な対象への適用が可能であることが明らかになった。本手法は材料の信頼性評価のみならず従来法の適用が困難な苛酷な環境でのインプロセス計測にも大きな可能性を有しており、本論文で扱った以外にも広範な分野への応用が期待できる。