

強度強化低熱膨張チタン酸アルミニウム ・ムライト複合体の AE 法による評価 — AE 波の波形解析 —

岐阜大工[院] ○柳澤利仁, 澤井洋祐
岐阜大工 小野晃明

Evaluation of an aluminum titanate-mullite composite with low thermal expansion and high strength by AE method - AE waveform analysis -

Toshihito YANAGISAWA, Yosuke SAWAI and Teruaki ONO

1 緒 言

筆者らはこれまでに¹⁾、熱異方性によって発生する微細亀裂のため低熱膨張性を示すチタン酸アルミニウムに高強度のムライトを添加して強度を高めたチタン酸アルミニウム-ムライトの複合セラミックスを製作すること、また高温用 AE 計測装置を開発して²⁾、その冷却下の AE イベントカウント計測からその強度評価を試みてきた。その測定結果の一例を Fig.1 に示す。

強度と AE 波パワーは比例関係にあることが予想されるので AE 波パワーによって強度評価できること、また AE 波形解析により高温下の亀裂発生メカニズムを解明できることが期待される。本研究では、検出されたすべての AE 波を FFT 解析により総パワーを調べ、統計的に組成や焼結温度の変化による強度変化の評価の可能性を、また、Wavelet 解析によりパワースペクトルの時間変化を調べ、AE 発生温度、パワースペクトル分布などから、マイクロクラック発生メカニズムを考察した。

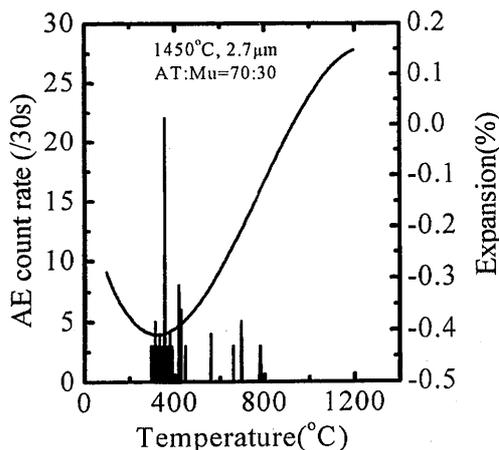


Fig.1 Acoustic emission count rate and thermal expansion curve in aluminum titanate-mullite composites.

2 試料と測定方法

試料の焼成温度は 1450°C、1550°C、1600°C の三種類で、組成はチタン酸アルミニウムとムライトの比率が 85:15、80:20、75:25、70:30 の 4 種類である。

AE センサーには広帯域型を用いた。AE 波を取込んだデジタルストレージオシロスコープ (DSO) のサンプリング速度は 3.2MHz/s である。

試料や測定装置・方法の詳細は既報で述べたので省略する^{1),2)}。

3 AE 波形解析方法

AE 波形解析には、FFT 解析と Wavelet 変換を用いた。FFT 解析では、AE 波に単発型と連続型が存在したので、単発型には Rectangular、連続型には Hamming の時間窓をかけて、1.6MHz までパワースペクトルを調べた。

Wavelet 変換では、マザーウェーブレットとしてモレット型を使用し、時間一周波数特性を調べた。

4 結果と考察

4.1 AE イベントカウントと AE 波取込数

熱収縮が強度限界に達すると AE はその温度で急激に多数発生するので、そこでは DSO の波形取り込み速度を上回って取りこぼしが出る可能性がある。そこでまず観測された AE イベント数のうち取込まれた AE 波数はどのくらいか知るために、それらの関係を調べた。Fig.1 についてのその結果を Fig.2 に示す。予想通り、観測波形はイベントカウントのすべてではなかったが、発生数が多い箇所では取込まれている波形も若干多いことが分かった。

4.2 単発型と連続型 AE 波の割合

観測された波形には減衰波形 (単発型) のほか、雑音に似た減衰の小さい波形もある。後者を時間一周波数解析して検討した結果、これは雑音ではなく連続型 AE であることが判明した。両者の違いは亀裂メカニズムの違いを示唆し、重要と思われる。典型的な単発型の最大振幅に対する振幅の平均の割合は約 0.1 であった。そこで、本研究では、0.15 以上大きければ連続型、それ以下なら単発型として区別した。Fig.2 についてそれを行った結果を Fig.3 に示す。焼成温度が 1450°C、1550°C ではどの組成比においても冷却の初めの段階では単発型が多く、次第に連続型に変わってくる。また、1600°C では、冷却の殆ど終始単発型が発生していることが分かった。一方、1450°C、1550°C では連続型が多いことが認められた。

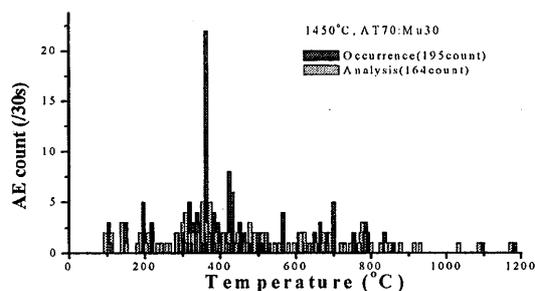


Fig.2 Occurrence counts and analysis counts in AE waves.

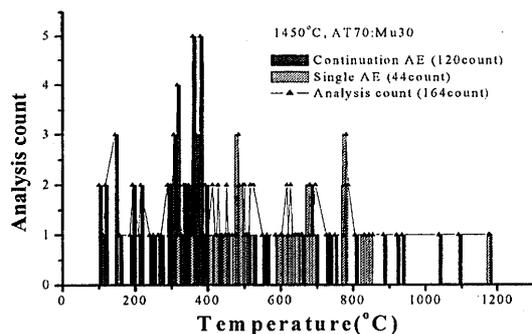


Fig.3 Occurrence counts of single AE and continuation AE as a function of temperature.

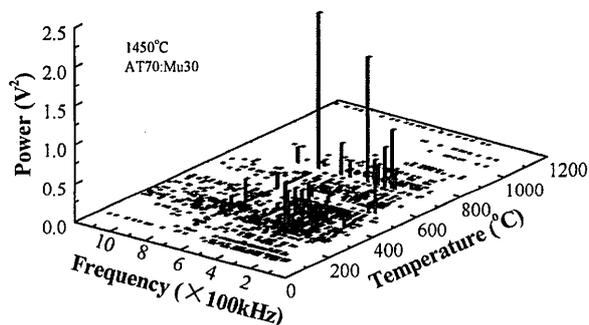


Fig.4 AE wave power spectrum as a function of temperature.

4.3 AE波のパワースペクトルとAE発生温度の関係

AE波形がパソコンに保存された時間からそのAE波が発生した温度が分かる。FFT解析からパワーの周波数分布が分かり、発生温度によるその変化も分かる。Fig.1についてのこの3者の関係をFig.4に示す。すべてに共通することは、パワーピークが存在しているのは2つの温度域であり、この温度の高い方を高温ピーク、低い方を低温ピークとすると、図より高温ピークの方がパワーが大きいことが認められる。また、エネルギーを E 、振幅を A 、角周波数を ω とすると、これらの中には $E \propto A^2 \omega^2$ の関係があるので、周波数の低いパワーが強度の低いチタン酸アルミニウムの亀裂、周波数の高いパワーが強度の高いムライトの亀裂によるものと思われる。さらに、高周波成分は750kHzと周波数分布幅は極めて狭いが、

低周波成分は周波数分布幅が広いことが認められる。これは、チタン酸アルミニウムに亀裂が入った後、粒界亀裂が進行していくためではないかと推測される。

4.4 AE波のウェーブレット解析結果

FFT解析では時間情報がなく、時間変化の亀裂メカニズムを知ることができない。そこで、パワーピーク周辺の温度域についてウェーブレット解析し、周波数分布の時間変化を調べた。その結果、初めに周波数の低い亀裂が発生し、次いで周波数の高い亀裂が発生していることが分かった。また、ウェーブレット変換の結果とFFT解析結果と付き合わせると、最初にパワーの小さい亀裂が入り、次いでパワーの大きい亀裂が入ることが分かった。つまり、まずチタン酸アルミニウムに亀裂が入り、次いでそれに誘起されるようにムライトに亀裂が入ると推測される。

4.5 AE波総パワーと強度の関係

強度の高い、すなわち結合の強い試料に亀裂が入るためには大きなエネルギーを必要とするが、その際には大きな音響エネルギーが放出されることが予想される。そこで、万能試験機を用いて日本工業規格の曲げ強さ試験方法に従い3点曲げ試験により曲げ強度を測定し、AE波総パワーと強度の関係を調べた。その関係をFig.5に示す。図から、両者の関係は高い正の相関のあることが認められ、予想通りAE波総パワーが大きいものは強度も高いと云える。

以上から、AE波総パワーによって材料の強度評価が、また、パワースペクトルや時間一周波数解析によって亀裂のメカニズムが考察できる。

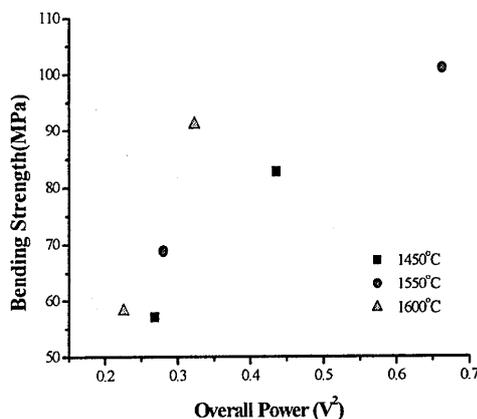


Fig.5 Relationship between bending strength and AE wave overall power.

参考文献

- 1) 小野晃明, 桜田修, 橋場稔, 澤井洋祐, 伊岐見将之, 第53期日本材料学会学術講演会講演論文集, 134-135, (2004).
- 2) Y.Sawai, Y.Shibagaki and T.Ono, J.Mater. Sci., **39**, 3483-3485 (2004).