スクラッチ試験による TiN セラミックス皮膜の破壊特性評価*
(第 2 報, AE 信号のウェーブレット変換の適用)宅間 正則^{*1}, 新家 昇^{*1}, 久保 貴弘^{*2}
米倉 顕^{*3}, 河合成 樹^{*4}Evaluation on Fracture Characteristics of TiN Ceramics Film
with Scratch Testing
(2nd Report, Application of Wavelet Transform of AE Signals)Masanori TAKUMA^{*5}, Noboru SHINKE, Takahiro KUBO,
Akira YONEKURA and Seiki KAWAI^{*5} Kansai University, Dept. of Mechanical Engineering, Yamate-cho 3-3-35 Suita, Osaka, 564-8680 Japan

Many of the ceramic coating materials can be exposed to harsh working conditions because of their excellent characteristics. Therefore, for producing superior coating materials, it is necessary to establish a methodology for evaluating the mechanical properties of these materials. In the former report, nine kinds of TiN film 5 μm thick, which were deposited on the different parent materials under different N₂ partial pressure, were scratched and the relationship between the characteristics of the detected acoustic emission (AE) signals and the fracture modes of the film (i.e. cracking, chipping and flaking) was investigated. As the results, it was clarified that fractal dimension *m* determined AE peak amplitude distributions became greater than three when the fracture mode was cracking, the dimension became between one and three when the mode was chipping, and the dimension became less than one when the mode was flaking. However, it is necessary for evaluating the fracture mechanism to recognize the information on the changes of the fracture modes which is included in an AE event. In this report, wavelet transform (WT) was used to attain the subject. From the experimental results, it was found that the changes of the fracture mode are evaluated by observing the time-frequency analysis with WT.

Key Words: Acoustic Emission, Wavelet Transform, Ceramics, TiN Film, Scratch Testing, Evaluation, Fracture Characteristics

1. 緒 言

耐摩耗性・耐食性・耐熱性等に優れたセラミックスをコーティングした材料が、機械工業の幅広い分野で優れた成果を収めている。しかし、皮膜の機械的強度と母材との密着性に関する評価法の確立の遅れが、コーティング材の開発における重要な課題の一つに挙げられている⁽¹⁾。そこで前報⁽²⁾では、TiN セラミックス皮膜をスクラッチした際に検出された AE 信号の振幅分布に対するフラクタル解析を行った。すなわち、振幅比 $x = 1 \sim 17$ では $dx = 1$ 、 $x = 18 \sim 47$ では $dx = 5$ 、 $x = 46 \sim 175$ では $dx = 10$ 、 $x = 176$ 以上では $dx = 50$ を採用すると、代表振幅値 x の事象率 $f(x)$ は式(1)のように記され、事象率と AE 振幅比との関係は式(2)に示すような負勾配の直線分布となる。このような関係を示すものがフラクタルであり、フラクタルとしてのべき乗分布の指数 m がフラクタル次元 m である⁽³⁾。このようなフラクタル解析結果(フラクタル次元 m)に基づいて皮膜の強度と母材との密着性を評価した結果、

$$\left. \begin{aligned} f(x)/dx; \\ x = 1, 2, 3, \dots, 16, 17. \quad dx = 1 \\ \{f(x-2)+f(x-1)+f(x)+f(x+1)+f(x+2)\}/dx; \\ x = 20, 25, 30, 35, 40, 45. \quad dx = 5 \\ \{f(x-4)+\dots+f(x)+\dots+f(x+5)\}/dx; \\ x = 50, 60, \dots, 160, 170. \quad dx = 10 \\ \{f(x-24)+\dots+f(x)+\dots+f(x+25)\}/dx; \\ x = 200, 250, 300, \dots. \quad dx = 50 \end{aligned} \right\} \quad (1)$$

$$f(x) = c \cdot x^{-m} \quad (2)$$

『フラクタル次元 m が 1 付近で皮膜の密着性に関する破壊(剥離)、2 付近以上で皮膜の強度に関する破壊(クラックの発生・成長とチッピングの発生区間)』であることを光学顕微鏡による観察結果との比較によって明らかにした。しかし、各破壊形態と皮膜特性を的確に把握・評価するには、フラクタル次元 m 以外にも、1 事象中の AE 信号に内在する複数の破壊因子の発生時刻に関する情報も考慮する必要がある⁽⁴⁾。

そこで本報では、フーリエ変換(Fourier Transform: FT)による AE 信号の周波数解析が微小破壊の特徴抽出に有効であるとされていることから⁽⁵⁾、各破壊形態が認められたときの周波数成分に着目することにした。この際、各周波数成分の時間的推移(時間-周波数解析)

* 原稿受付 1999 年 11 月 1 日。

^{*1} 正員、関西大学工学部 (☎ 564-8680 吹田市山手町 3-3-35)。^{*2} 関西大学大学院 (☎ 564-8680 吹田市山手町 3-3-35)。^{*3} (株)米倉製作所 (☎ 554-0024 大阪市此花区島屋 4-4-3)。^{*4} (株)化繊ノズル製作所 (☎ 715-0006 岡山県井原市西江原町 1749-1)。

E-mail: t940081@ipcku.kansai-u.ac.jp

を把握できるウェーブレット変換(Wavelet Transform:WT)を適用し、皮膜の破壊特性を評価するのに有効な情報が得られるかを検討した結果について報告する。

2. ウェーブレット変換

FTによる周波数解析は、微視的破壊因子の同定・判別に有効であり、破壊機構の解明に寄与している。しかし、アナログ信号 $f(x)$ のスペクトル情報 $f(\omega)$ を次式のFTで抽出しようとするとき、

$$f(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} \exp(-i\omega x) f(x) dx \quad (3)$$

- (a) 基底関数 $\exp(-i\omega x)$ は時間領域で無限の広がりを持つために、時間情報が失われる。
- (b) 時間とともに変化する周波数の影響を考慮していないので、ある時刻の微小近傍で信号を変化させると、その影響はすべてのスペクトルに及ぶ。

といった問題が生じる⁽⁶⁾。よって、複数の破壊現象に関する情報が1事象中に混在する非定常波形のAE信号に対し、各破壊因子に対応する周波数の発生時刻を明らかにすることは原理的に困難である⁽⁴⁾。

一方、細波状の関数を基本パターンとするWTはFTと異なり、時間と周波数を同時に扱うことができる⁽⁶⁾。そこで本報では、この基本パターン(Mother wavelet)として、時刻0で周波数 ω_0 の関数となる次

Fig.1 Expansion, compression and shift of mother wavelet

式の Gabor wavelet を用いることにした。

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

ここで、 γ と ω_0 は任意定数である。

図1はWTの基本概念を示したもので、Mother waveletを時間軸方向に b 移動すれば、時間 b 近傍で周波数 ω_0 となる wavelet が作成され、時間軸方向に a 倍に拡大すれば、時刻0で周波数 ω_0/a となる wavelet が作成される。よって、 b と a を変化させれば、時刻 b で周波数 ω_0/a となる任意の wavelet を作成することができ、作成した種々の wavelet を重ね合わせれば、任意の関数表現が可能となる。よって、任意の関数は Mother wavelet を移動・伸縮させた wavelet の成分に分解することができる。

関数 $f(x)$ の Mother wavelet $\Psi(x)$ によるWTは、 $a > 0$ で $\Psi(x)$ の複素共役を $\overline{\Psi(x)}$ としたとき、次式のように定義される。

$$(W_{\Psi} f)(a, b) = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{|a|}} \overline{\Psi\left(\frac{x-b}{a}\right)} f(x) dx \quad (5)$$

よって、 $\Psi((x-b)/a)$ が解析する信号 $f(x)$ に似ていれば『波立ち』に相当する wavelet 係数(WT結果の絶対値)が大きくなり、その激しさが信号の振幅に対応することになる⁽⁷⁾。つまり、wavelet 係数はWT後の時刻 b における角周波数 ω_0/a を有する成分の大きさを表すことになる。また、関数 $\Psi((x-b)/a)$ は $1/a$ に比例して幅が狭くなるので、角速度 ω_0/a が高いほど時間の分解能が高くなり、 b で時間軸上の位置が決定される。したがって、 b と $1/a$ の平面に変換結果を転写すれば、急峻な変動と複数の現象が混在する信号の解析に有効となる。

3. 試験片および実験装置

図2は、ステンレス鋼の表面にイオンプレATING

Fig.2 Specimen and system construction

グ法で TiN セラミックス皮膜を蒸着させた試験片の形状(膜厚: $5\mu\text{m}$)とスクラッチ試験機(株式会社米倉製作所)の構成を示したもので、試験機に取り付けられた HRC 試験用のダイヤモンド円錐圧子(頂角 120° , 先端半径 $200\mu\text{m}$)が設定されたクロスヘッド速度 S_c とテーブル送り速度 S_t で試験片をスクラッチする。このときに検出される AE 信号の周波数成分によって破壊機構を解明するには、広い周波数域で平坦な感度特性を示すセンサが必要なので⁽⁸⁾, 広帯域型の AE センサ(株式会社 NF 回路設計ブロック: AE-900S-WB)を使用し、圧子ホルダに真空グリスを介して圧着して取り付けた。そして、センサで検出された AE 信号は 60dB 増幅され、AEDSP ボード(日本フィジカルアコースティクス株式会社)に内蔵されたバンドパスフィルタ($100\text{kHz} \sim 1.2\text{MHz}$)としきい値電圧(35dB)を経て計算機内に取り込まれる。その後、AE 信号のフラクタル次元 m と WT から導かれる『破壊形態(クラック, チッピング, 剥離)と破壊機構(破壊形態の時間的推移)の把握・評価』および『各破壊形態が認められたときの垂直・水平荷重』といった情報に基づいて皮膜特性が評価される。

4. 実験結果および考察

図3は、スクラッチ試験中の垂直荷重に対する AE

振幅と AE 事象率の挙動およびフラクタル次元 m との関係を示した一例で⁽²⁾, 垂直荷重の増加に伴って事象率とフラクタル次元 m の挙動に変化が現れていることがわかる。しかし、これらの情報だけで破壊機構や破壊特性を把握・評価しようとしたとき、

- (1) チッピング発生域のフラクタル次元 m はクラックや剥離のように一定値を示さないで、この破壊形態を的確に把握・評価するのは困難である。
- (2) 1 事象中の AE 信号には複数の破壊形態に関する情報が内在(例えば、剥離発生時にはチッピングやクラックも同時または前後の微小時間内に発生)していると推察されるのにも関わらず、各破壊形態の時間的推移に関する情報(発生順序)を得ることができないので、破壊機構を把握するのは困難である。

といった問題が生じることになる。

さて、AE 事象率の急変は信号の振幅だけでなく、周波数にも大きな変化が生じていることを示唆していることから⁽⁹⁾, FFT による AE 信号の周波数解析を行い、各破壊形態が認められたときの周波数特性に特徴が認められるかを検討することにした。図4は、その解析結果の一例を示したもので、クラック発生時には 200kHz 以下に、チッピング発生時には新たに 300

Fig.3 Relationship between vertical load vs. amplitude, event rate and fractal dimension m

Fig.4 AE waveforms and FFT analysis of each fracture type

kHz 付近に、剥離発生時には更に 500～600kHz 付近にパワースペクトルが認められるようになる。このような特徴は、30 回のスクラッチ試験による解析結果でも認められたことから、破壊形態の認識や破壊機構の解明に周波数解析が有効であるといえる。しかし、周波数成分の時間情報を得ることができないので、同時あるいは微小時間内に複数の破壊形態が混在する信号から破壊機構を解明することはできない。そこで、WT による『時間-周波数解析』の適用を検討することにした。

図 5 は、図 4 に示した各破壊形態での検出波形に対する WT 結果(3D-representation と Contour map, 注目区間を拡大した Contour map)を示したものである。同図から、以下のことを伺い知ることができる。

- (a) クラックの発生区間では、130～200kHz 付近に wavelet 係数の時間変動波形が分布し、その帯域での wavelet 係数の最大値は 170kHz 付近にある。
- (b) チッピングの発生区間では、クラックの周波数帯域よりも高い帯域(約 200～400kHz)にも wavelet 係数の時間変動波形が認められ、wavelet 係数の値が大きくなっている。また、時間の経過とともにクラックの周波数域に wavelet 係数の時間変動波形が収束・分布していることから、チッピング発生時の 1

事象中の AE 信号には『チッピングの前後と同時刻の微小時間内にクラックも起こっている』ことがわかる。

- (c) 剥離の発生区間では、600kHz 付近にも wavelet 係数の時間変動波形が認められるようになり、wavelet 係数の値が更に大きくなっている。ここで、チッピングの周波数帯域が 200～400kHz 付近であることから、600kHz 付近の wavelet 係数の時間変動波形は剥離に対応しているといえる。また、130～200kHz の wavelet 係数の時間変動波形が最後まで認められることから、クラックの存在と継続を伺い知ることができる。よって、剥離発生時の 1 事象中の AE 信号にはクラックとチッピングが混在し、『剥離(クラックとチッピングの混在)→チッピング(クラックの混在)→クラック』が起こっているといえる。

同様の結果が他の試験片をスクラッチしたときにも得られたことから、破壊形態と破壊機構を把握・評価するための有効な情報が WT 結果から得られることがわかった。

図 6 は、大規模で連続的な破壊が起こったときの検出信号(同図(a)参照)に対しても、WT による上述の手法が有効であるかを検討した一例である。なお、同図

Fig.5 Examples of wavelet transform of detected AE waveforms

Fig.6 An example of analysis result of AE signal with wavelet transform (Fractal dimension $m \approx 1$)

(f)はWT結果の4~7.5msecの範囲を拡大した同図(e)のContour mapに基づく破壊機構の模式図を示したものである。これらの解析結果より、

(1)wavelet係数の時間変動波形が種々の周波数帯域に混在しており、クラックは4~5.3msec付近と5.6~7.5msec付近で起こっている。

(2)4.2~4.7msec付近と5.8~6.7msec付近では200~700kHz付近にもwavelet係数の時間変動波形が認められることから、剥離とチッピングが混在しており、剥離の継続時間はチッピングよりも短い。

ということがわかる。

以上のことから、皮膜の破壊形態の認識と破壊機構の解明に有効な情報が、WT結果を観察することによって得られることがわかった。

5. 結 言

TiNセラミックス皮膜のスクラッチ試験中に検出されたAE信号のWT結果から、1事象中のAE信号に混在する各破壊形態の時間的推移(破壊機構)を把握することができた。そして、前報で述べたフラクタル次元 m も考慮することによって、皮膜特性を的確に把

握・評価できる可能性を示すことができた。

終わりに、本研究の一部は『関西大学工業技術研究所 研究グループ(セラミックス薄膜研究グループ)』の援助を受けたことを記し、謝意を表す。

参 考 文 献

- (1) 例えば、高井 治：PVDおよびCVDによる最近のセラミックコーティング、表面技術、46-12(1995)、586-589。
- (2) 新家 昇、米倉 顕、宅間正則、吉田秀輝、河合成樹：スクラッチ試験によるTiNセラミックス皮膜の破壊特性評価(第1報、AE振幅分布のフラクタル次元の適用)、日本機械学会論文集(A編)、65-636(1999-8)、1696-1701。
- (3) 仲佐博裕：アコースティック・エミッションの理論と実際、地人書館(1994)、109、129-131。
- (4) 例えば、倪 慶清、美佐田 泰治、倉鋪 憲、岩本 正治：ウェーブレット変換法によるSFCモデル材のAE信号解析、第11回アコースティック・エミッション総合コンファレンス論文集(1997-11)、173-178。
- (5) 例えば、市田良夫、貴志浩三、蓮田裕一：ファインセラミックスの引っかき溝形成の延性/ぜい性遷移のAE法による識別、精密工学会誌、58-5(1992)、841-846。
- (6) 例えば、Hiroaki SUZUKI, Tetsuo KINJO, Yasuhisa HAYASHI, Mikio TAKEMOTO and Kanji ONO：Wavelet Transform of Acoustic Emission Signals, Journal of Acoustic Emission, 14-2(1996)、69-84。
- (7) 例えば、井上祐嗣：ウェーブレットが拓く超音波材料評価の新境地、材料、45-12(1996)、1353-1354。
- (8) 例えば、日本非破壊検査協会編：アコースティック・エミッション1990、日本非破壊検査協会(1990)。