

# 圧子押し込み法による界面強度評価に向けた基礎的検討

山崎 泰広\*, 長谷川誠也\*\*

(平成 24 年 10 月 31 日受理)

## Basic Study on Interfacial Strength Evaluation by Indentation Method

Yasuhiro YAMAZAKI\*, Seiya HASEGAWA\*\*

Interfacial toughness of coatings is required for two reasons: a) to understand quantitatively degradation of adhesion in service; b) for life assessment of the coated components. Adhesion strength of thermal spray coating is usually measured in accordance with the tensile method specified by the "ISO 14916". Nevertheless, there is technical problem that ISO 14916 can't be applied to evaluate the coating with adhesion higher than strength of the glue which must be used to prepare the tensile test specimen. Especially, the interfacial toughness of coatings can't be evaluated by the ISO 14916. By the virtue of its simplicity and practicality, an indentation method is addressed as one of the promising methods to evaluate the interfacial toughness of coatings. In this method, an interfacial toughness value can be evaluated by measuring a length of the crack formed after pushing the indenter on the coating interface. However, a 3 dimensional geometry of the induced crack which affects the interfacial toughness has not been clear. In this study, an in-situ observation system to observe the cracking behavior by indentation was developed. The 3 dimensional shapes of cracks induced by indentation were observed and analyzed by means of this system.

Key words: Interfacial crack, 3 dimensional geometry of crack, Indentation

### 1. はじめに

高機能化や耐久性向上を目的として基材表面に成膜される溶射皮膜では、皮膜の密着性が最も重要な特性のひとつである。特に、稼働中の密着性の劣化の定量評価と寿命管理に対しては、界面破壊靱性値が必要となる。

例えば、ガスタービンの基盤技術となっている遮熱コーティングでは、稼働中の熱負荷によるはく離が部材の寿命を決定する重要な因子となる。一般に、遮熱コーティングにおけるはく離は、冷却孔や溶射施工端部に発生した微小な界面亀裂が進展することにより生じる (Fig. 1)。また、これらの初期界面き裂は寿命の初期段階で発生し、その発生を完全に防ぐことは困難である。従って、これら冷却孔や端部に初期き裂が存在することを前提

\* 機械制御システム工学科教授 Department of Mechanical and Control Engineering, Professor

\*\* 機械制御システム工学科 4 年 Department of Information and Electronics Engineering, Student

として寿命・余寿命評価を行う必要があり、応力などではなく破壊靱性を基準とした評価が必要である。

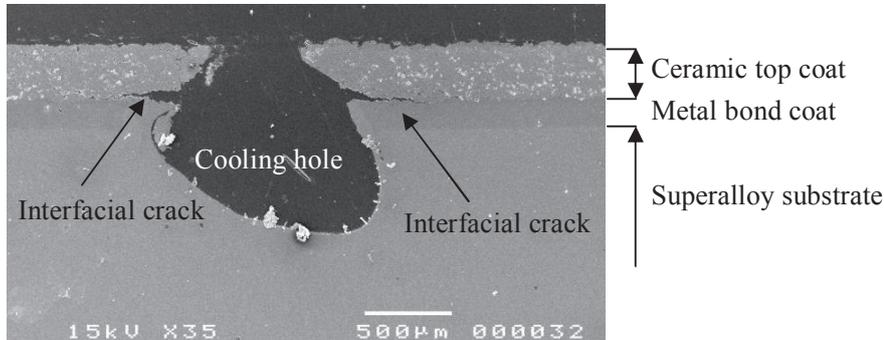


Fig. 1 Interfacial cracking from the cooling hole observed in an actual TBC vane.

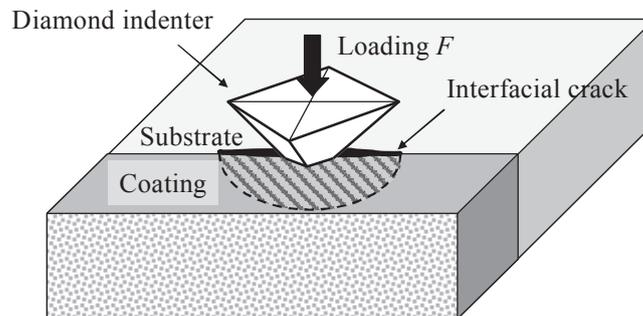


Fig. 2 Schematic illustration of indentation method.

溶射皮膜の密着強さ測定法の規格は、現状では接着剤を用いた”ISO 14916: Thermal Spraying – Determination of tensile adhesive strength”や日本工業規格 “JIS H 8402 : 溶射皮膜の引張密着強さ試験方法”のみである。引張法は、比較的大きく、かつ、規定寸法を有する試験片の使用を前提としている。しかし、実機の遮熱コーティング部材は中空かつ複雑な曲面形状を有しているため、これらを満足する試験片を切り出すことは不可能であり、これらの手法では実機遮熱コーティングの密着性を評価できない。さらに、実機遮熱コーティング部材の余寿命評価に際してはき裂進展に対する抵抗値である界面靱性値の評価が必要である。にもかかわらず、引張法は密着強さの評価値として応力あるいは力を基準としている。そのため、これらの方法で評価した結果を直接、寿命・余寿命評価に適用できない問題がある。

一方、Fig. 2 に示すようなコーティングと基材の界面にダイヤモンド圧子を押し込んで密着強さを評価する圧子押し込み試験法は、簡便に溶射皮膜の界面破壊靱性値を評価し得る有力な手法である。特に、必要とする試験片の寸法が小さく、またその制約がほとんど無いことから、実機構造部材の抜き取り評価試験に適用することが可能であり、余寿命評価を含めた保守・管理技術として期待されている。著者らも、これまでに計装化押し込み

装置による界面破壊靱性値の評価に関して検討を行っており<sup>[1],[2]</sup>、また、同手法を実機翼の密着強度評価にも適用できることを確認している<sup>[3]</sup>。これらの検討では界面破壊靱性値を評価する際に実験から得られた経験式を用いているが、理論的バックグラウンドを確立するためには解析的に評価式を検討する必要がある。しかし、圧子押し込みにより発生した界面き裂の形状が明確ではないため、有限要素 (FE) 解析のモデル化ができず、これが解析的に評価式を検討する障害となっている。

そこで本研究では、FE 解析モデルの基盤を整えることを目的として、圧子押し込み法により発生・進展するき裂の挙動をその場観察できるシステムを開発し、透明セラミックスおよびその接合材を用いてき裂の発生・進展挙動を詳細に調査した。

## 2. 実験方法

本研究では透明 YAG セラミックス、透明 Nd:YAG セラミックスおよびその接合材を用いた。供試材の寸法はいずれも縦 10mm、横 50mm、高さ 5mm である。この供試材を #400 ~ #4000 の耐水研磨紙およびラッピングフィルムで研磨し、ステンレス製治具に接着して試験片とした。

本研究では、ビッカース硬さ試験機を改造して押し込み荷重と押し込み変位を計装化した圧子圧入試験装置を用いた。計装化押し込み試験装置の模擬図を Fig. 3 に示す。Fig.3 に示すように、圧子は電動アクチュエータにより駆動し、押し込み荷重を圧子上部のロードセルにより計測する。電動アクチュエータは PC により制御し、圧子を所定の荷重まで一定変位速度 ( $1.5 \mu\text{m}/\text{sec}$ ) で押し込み、所定の荷重で 10 sec 保持後、除荷した。試験中、負荷中の押し込み荷重を計測・制御した。また、押し込み試験により発生するき裂に対して透過光を当て、マイクログラフでリアルタイム撮影するシステムを開発し、実験を行った。

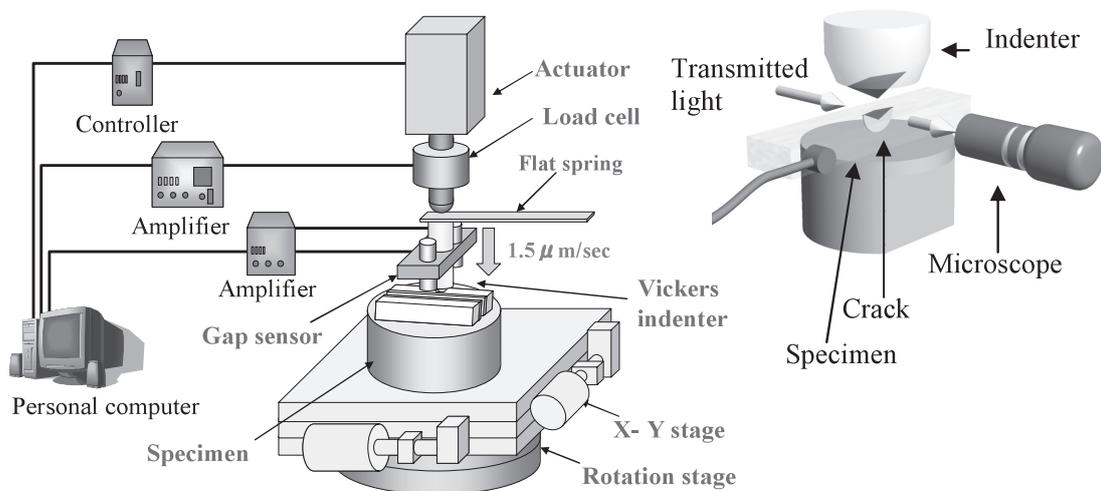


Fig. 3 Schematic illustration of indentation test equipment.

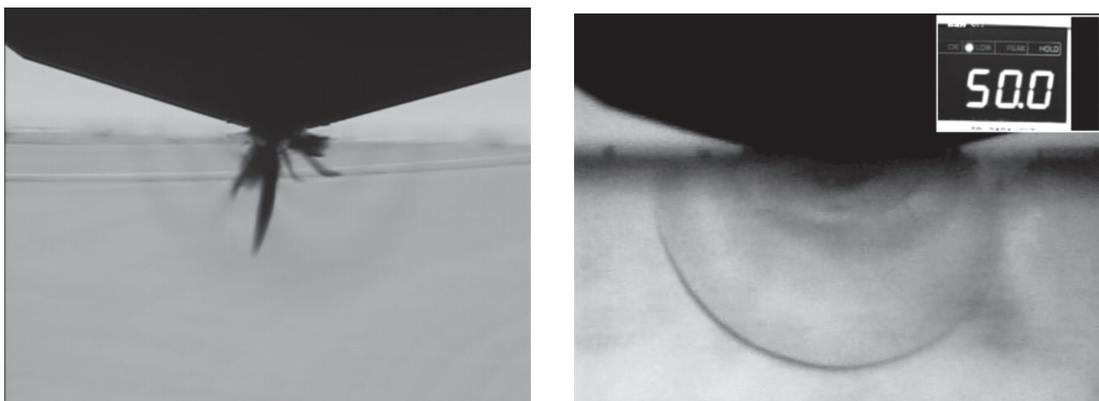
本研究では、通常のビッカース圧子（ピラミッド型）と、ビッカース圧子の一方の稜角を  $148^\circ$ 、他方の稜角を  $90^\circ$  となるように特注した特殊扁平圧子の 2 種類を用いた。

### 3. 実験結果及び考察

実験中に観察されたき裂の代表例を Fig. 4 に示す。Fig. 4(a)は通常のビッカース圧子を用いて発生させたき裂であり、Fig. 4(b)は特殊扁平圧子を用いて発生させたき裂である。Fig. 4 では判別が難しいが、通常のビッカース圧子で発生させたき裂はほぼ半円の形状をしている。一方、特殊扁平圧子を用いて発生させたき裂は円形状に近いものの、その中心位置は若干試験片表面より押し込み方向に移動していた。しかし、水平方向と垂直方向のき裂前縁までの半径の比（アスペクト比）はどちらの圧子を用いた場合でもほぼ同程度であった。すなわち、圧子形状は、半円状に進展するき裂の中心位置に影響を与えるが、アスペクト比には影響を及ぼさない（これについては後述する）。

さらに、注目すべきき裂発生形態の相違は、押し込み方向に発生するき裂の数である。通常のビッカース圧子では対称形状のため、互いに垂直で押し込み方向に進展する 2 本のき裂が発生するが、特殊扁平圧子では導入される応力場が等方ではないことから、圧痕の長軸方向に平行なき裂が優先的に発生した。また、通常のビッカース圧子の先端角は比較的鈍角であるため、押し込み面（試験片表面）に平行なき裂、いわゆる lateral き裂が発生しやすい特徴が認められた。

いずれの圧子で発生したき裂も、除荷後にき裂が閉口し、き裂の寸法を確認することが困難であった。この結果は逐次変化するき裂の形状を in-situ 観察する必要があることを示唆している。



(a) for Vickers indenter

(b) for special indenter

Fig. 5 Typical in-situ observation images during indentation test.

YAG セラミックス、Nd:YAG セラミックス、それらの接合体の接合界面（Interface）に圧子を押し込んで発生したき裂の形状を測定した。得られたき裂の進展挙動を以下に示す。

1) き裂形状 (アスペクト比)

Fig. 6 は特殊扁平圧子を用いた場合の押し込み試験中の水平方向のき裂長さ  $Ch$  と垂直方向のき裂長さ  $Cv$  の関係を示している. Fig. 6 より, アスペクト比はき裂の大きさに依らず一定で, YAG セラミックスで  $R=0.94$ , Nd:YAG セラミックスで  $R=0.98$ , 接合界面で  $R=0.98$  と, 材料及び界面に関係なくほぼ半円形である. なお, ビッカース圧子を用いた場合もき裂のアスペクト比は大凡  $R=1$  で半円形状であった.

2) 負荷荷重とき裂寸法の関係

Fig. 7 は押し込み荷重  $P$  とき裂の中心位置  $D$  の関係を示している. 図中の黒点は lateral き裂の発生を意味している. Fig. 7 より, lateral き裂の発生にかかわらず, き裂中心位置は負荷荷重に比例して増加しており, 材料や界面の影響は認められない.

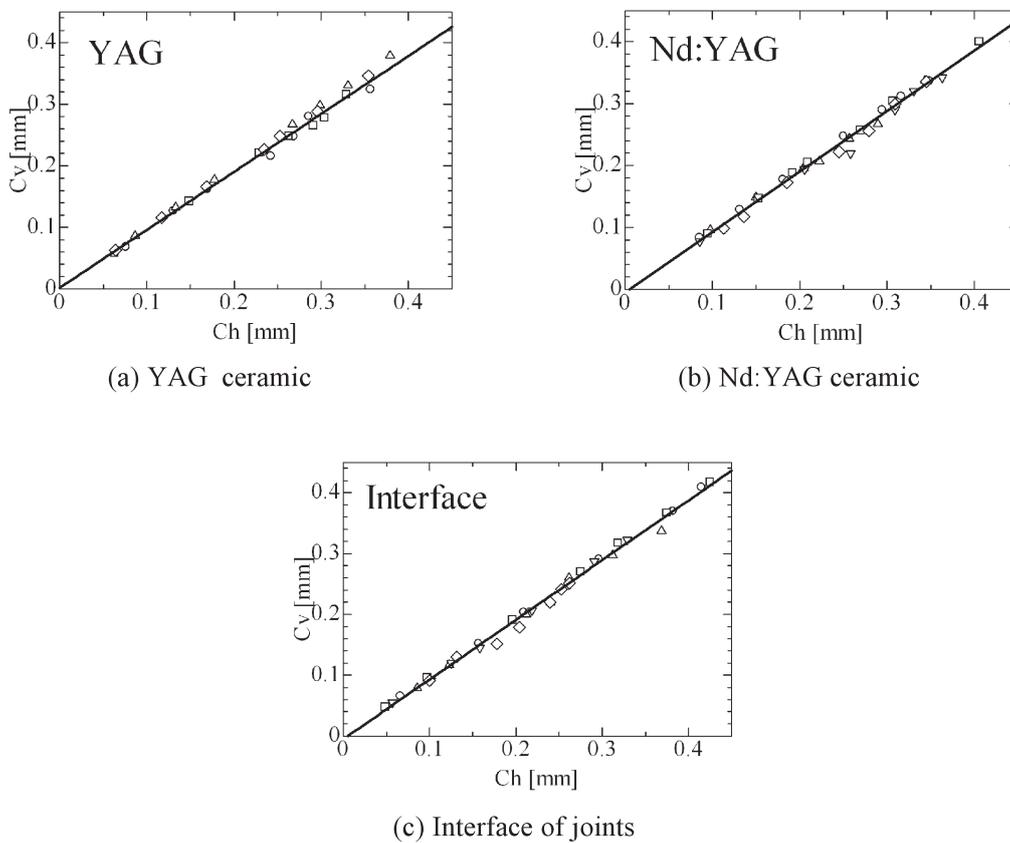


Fig. 6 Aspect ratio of crack size.

4. まとめ

本研究では, 圧子押し込み法により発生, 進展するき裂の挙動をその場観察できるシステムを開発し, き裂の発生, 進展挙動を詳細に調査した. そして, 負荷荷重に伴って変化するき裂形状を明らかにした.

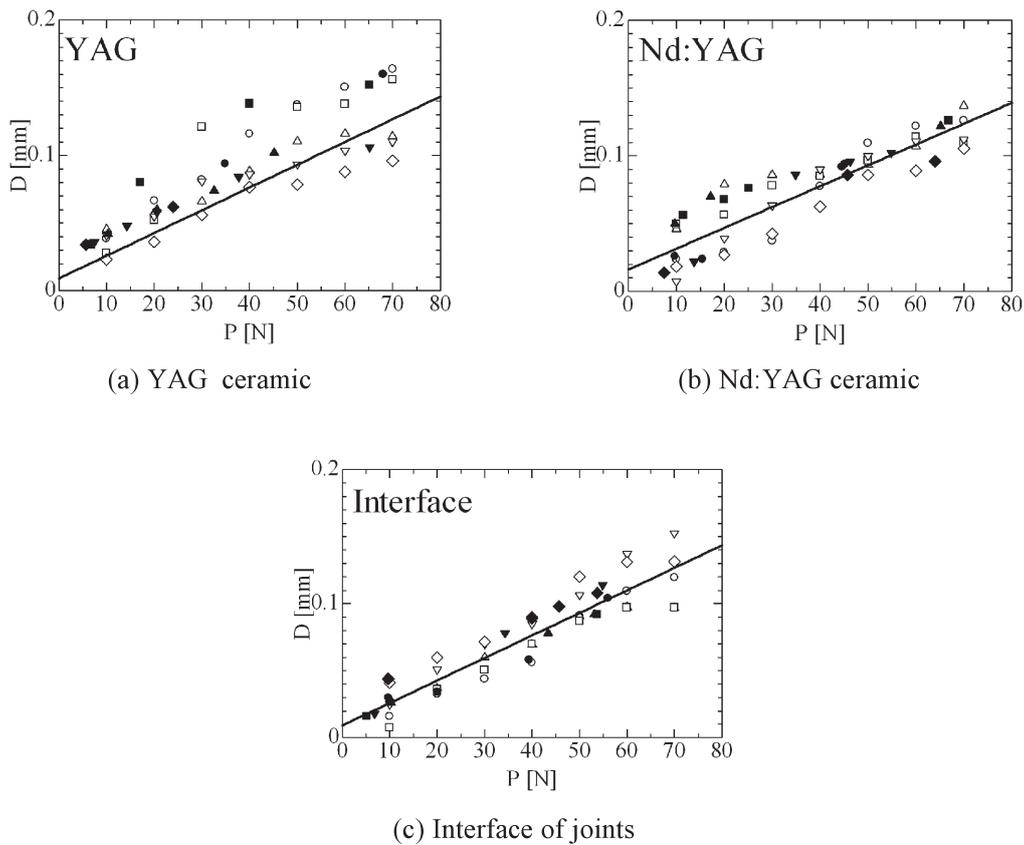


Fig. 7 Aspect ratio of crack size.

## 謝辞

本研究は平成23年度新潟工科大学共同研究費の助成を受けて実施した。関係各位に謝意を示す。この結果は、圧子押し込み負荷に対する破壊靱性値評価を評価するためのFE解析における境界条件を与えるものである。今後、本研究で得られた結果に基づき、FE解析を行い、圧子押し込み試験における界面靱性値の評価式を検討する予定である。

## 参考文献

- [1] Y. Yamazaki, S. Kuga, T. Yoshida : Evaluation of Interfacial Strength by an Instrumented Indentation Method and Its Application to an Actual TBC Vane ; *Acta Metallurgica Sinica*, 24(2), 109-117, 2011.
- [2] 山崎泰広, 久我慎一郎 : 圧子圧入試験法による溶射皮膜の界面強度評価に関する工学的検討; *溶射*, 47(3), 106-111, 2010.
- [3] Y. Yamazaki, S. Kuga : Interfacial Strength Evaluation Technique for Thermal Barrier Coated Components by Using Indentation Method ; *Proceedings of 11th International Conference on the Mechanical Behavior of Materials*, Como, Italy, 2011.