プラズマ溶射アルミナ被覆ステンレス鋼の疲労き裂進展挙動

菅野幹男・佐竹忠昭・来次浩之・塚本正司*・高橋孝志*

山形大学工学部機械システム工学科, 992 米沢市城南 4-3-16

*第一メテコ(株), 101 東京都千代田区神田錦町 3-20

Fatigue Crack Growth Behavior of Alumina Plasma-Sprayed Stainless Steel

Mikio SUGANO, Tadaaki SATAKE, Hiroyuki KISUKI, Shoji TSUKAMOTO* and Takashi TAKAHASHI*

Department of Mechanical Systems Engineering, Faculty of Engineering, Yamagata University, 4-3-16, Jonan, Yonezawa-shi 992

*Daichi METCO Co., Ltd., 3-20, Kanda Nishiki-cho, Chiyoda-ku, Tokyo 101

[Received December 25, 1991; Accepted August 21, 1992]

To clarify the effect of plasma spraying on cyclic fatigue crack growth behavior, the single edge notched (SEN) specimen of SUS 316 stainless steel with plasma-sprayed alumina deposit on one side has been fatigued. Fatigue tests were conducted in push-pull loading with a servo electro hydraulic fatigue testing machine at a stress ratio of $R = -1$ and a frequency of 30 Hz. Microscopic examination of the front rim contour of growing cracks demonstrated that at the stress amplitude of 46 MPa fatigue cracks fairly delayed on the alumina plasma-sprayed surface side as compared with those on the non-sprayed one. However, the plasma spraying had no effect on crack growth behavior at 130 MPa. It was concluded that the retardation of crack growth on the sprayed surface side was closely connected with the grit blasting which was carried out prior to plasma spraying and depended on cyclic stress amplitudes. Fatigue cracks in the alumina deposit were observed to develop linking those microcracks which were formed in grains and on grain boundaries near the tip of a main crack under cyclic loading. Fracture surface of the alumina deposit was characterized by the mixed brittle mode of transgranular and intergranular fracture. In addition, microstructure of the alumina deposit was examined by X-ray and transmission electron microscope techniques. It was found that the plasma-sprayed alumina deposit was composed of the η -phase which often contained small α -phase grains and a number of pores were included in some grains. These pores have been mostly observed with microcracks which were formed around a main crack.

Key-words : Fatigue crack growth, Plasma-sprayed alumina deposit, Microstructure, Fractograph, Grit blasting effect

1. 緒 言

脆性セラミックスを強靱な金属と接合して利用する方法は、両材の長所を活用し、短所を相補して利用する手法として注目される¹⁾。セラミックスの微粉末を溶融し、基材表面に吹き付けて被覆するプラズマ溶射もその一つであり^{2)~4)}、機械構造物構成材の耐食性、耐熱性及び耐摩耗性を向上させる目的で広く利用されている^{2),3)}。しかし、溶射皮膜自体の結合強度や静的引張強さは金属材料に比べて一般に劣ることなどから³⁾、溶射法に構造用部材の補強

効果を期待することは難しいと考えられている。一方、溶射法の実用化の歴史はまだ浅く、皮膜自体の性状や接合形態等皮膜の微構造と機械的強度特性との関係については十分に解明されていない。特に、溶射皮膜の動的負荷に対する力学的挙動や効果についての研究報告は少数に限られる^{5)~7)}。著者らは前報⁵⁾で、繰返し負荷に対する溶射被覆処理材の挙動を力学的に追求するため、片側表面に Al_2O_3 粉末をプラズマ溶射したステンレス鋼薄板材の室温、大気中での繰返し平面曲げ疲労特性を調べた。溶射被覆処理材の平面曲げ疲労特性は非処理材より向上する結果を得た。

本研究は、繰返し疲労き裂進展挙動に及ぼすプラズマ溶射被覆処理の効果を微構造解析により追求し、溶射被覆処理が基材金属の疲労破壊機構に及ぼす効果に関する基礎的知見を得ようとするものである。この種の効果を評価する場合、基材金属の金属学的因子ができるだけ等しい条件で実験を行い、比較検討することが肝要である。板状試験片の片側表面にだけプラズマ溶射被覆処理を施し、繰返し疲労に付随する諸現象を溶射被覆処理側と非処理側で比較するのも一つの手法である。本実験では基材金属に SUS 316 ステンレス鋼を選び、試験片の片側表面にだけ Al_2O_3 セラミックスをプラズマ溶射被覆処理を施し、室温、大気中で引張圧縮疲労試験を行った。溶射被覆処理側と非処理側の疲労き裂進展挙動を破面解析により比較検討するとともに Al_2O_3 溶射皮膜層の性状解析を行った。

2. 実験方法

基材金属には市販の SUS 316 ステンレス鋼板 (厚さ 3 mm) を用いた。試験片は、図 1 (a) に示す形状にワイヤーカット放電加工機で成形加工後、片側表面 (陰影部) に前処理としてグリットブラスト処理と金属粉末の下地溶射を施し、更に Al_2O_3 粉末をプラズマ溶射したものである (図 1 (b))。グリットブラスト処理には焼結 Al_2O_3 破砕粒 (METCOLITE VF : 30 メッシュ) を高さ 30 cm から圧力 2.8 kg/cm² で試験片表面に垂直投射した。グリットブラスト処理面の表面粗さは最大高さ $R_{\max} = 120 \mu\text{m}$ であった。下地層には METCO 450 (Ni-Al 系) を、 Al_2O_3 粉末には METCO 105SFP を用いた。粉末の特性と溶射条件

Fig. 1. (a) Shape and dimensions of fatigue specimen and (b) a sketch of the plasma-sprayed deposit component.

を表 1, 表 2 にそれぞれ示した. 溶射被覆処理は METCO 7MC 型高出力プラズマ制御装置を使用し, 皮膜厚さを下地層約 80 μm , Al_2O_3 層約 300 μm となるように施した. 非溶射処理側表面は組織観察並びにき裂長さ測定を容易にするため, 疲労試験前に過塩素酸系電解液を用いる電解研磨により表面層を約 30 μm 溶去した. 電解研磨後の基材金属表面を試験片板幅及び長軸方向に測定した粗さはいずれも $R_{\text{max}}=1.0 \mu\text{m}$ で, 基材金属の平均結晶粒径は 37 μm であった.

疲労試験機には容量 5000 kg の油圧サーボ疲労試験機 (鷺宮製作所製) を用い, 荷重制御方式, 応力比 $R=-1$, 周波数 30 Hz の条件で引張圧縮疲労試験を行った. 疲労き裂長さの測定には 20 倍の遊動顕微鏡を用いた. その際, Al_2O_3 皮膜表面上ではき裂先端の識別が困難であるため,

Table 1. Properties of the powder used for plasma spraying.

Powder	Element	Amount (wt %)	Powder size (μm)	Melting point (K)
METCO 450	Ni	95.5	45 ~ 88	933
	Al	4.5	—	(Al constituent)
METCO 150SFP	Al_2O_3	99.5	5 ~ 20	2311
	other oxides	0.5	—	—

Table 2. Plasma spraying parameters.

		Undercoat	Finishcoat
Powder		METCO 450	METCO 150SFP
Spray gun	Type	9 MB	9 MB
Gas pressure	Cooler	Air jet	Air jet
	Primary (MPa)	Ar 0.69	Ar 0.69
Power	Secondary (MPa)	H ₂ 0.34	H ₂ 0.34
	Arc current (A)	500	500
Spraying	Arc voltage (V)	70	75
	Distance (mm)	150	100
	Rate (Kg/hr)	4.1	1.3
	Traverse speed (m/min)	30	30
	Thickness of coating (μm)	80	300

測定はすべて非溶射処理側ステンレス鋼表面で行った. この場合, 後示の図 7 (a) で見ると低応力振幅域におけるき裂進展は非溶射処理側と溶射処理側とで異なり, き裂長さは非溶射処理側で最大, 溶射処理側で最小を示す. このようにき裂進展挙動が試験片内の場所によって異なる場合, バルク試験片の応力拡大係数幅を表面のき裂長さに基づいて評価することは適切な方法とは言い難い. しかし, 他に代わる方法もないため, 本研究ではき裂長さ測定位置における応力拡大係数幅 ΔK を次式により算出し⁸⁾, 参考値として採用した. この場合, き裂長さ 6 mm までを有効範囲とした.

$$\Delta K = \Delta \sigma \sqrt{\pi a} \cdot F(a/W)$$

$$F = 1.12 - 0.231 \xi + 10.55 \xi^2 - 21.72 \xi^3 + 30.39 \xi^4$$

ここで, $\xi = a/W$ (a : 切り欠きを含むき裂長さ, W : 試験片幅), $\Delta \sigma$ = 応力振幅である.

溶射処理材各層の硬さ測定は微小硬度計 M 型 (島津製作所製) を用い, 試験荷重を Al_2O_3 層には 500 g, 下地層とステンレス鋼層には 100 g とし, 保持時間 15 s の条件で行った.

微構造解析には, 光学顕微鏡, 走査型電子顕微鏡 (SEM; 日立製作所製, X-560 型 XMA), 透過型電子顕微鏡 (TEM; JEOL 製, JEM-200A) 及び X 線回折法を用いた. 溶射皮膜層の TEM 観察用薄膜は次の手順で作製した. 溶射処理を施した試験片から一辺約 3 mm の方形小試片をダイヤモンドカッターで切り出した. 小試片を化学研磨液に浸漬して接合界面の金属部を侵食することによりアルミナ皮膜を基材金属から剝離した. 次に, 皮膜をアクリル樹脂のブロックに接着剤で固定し, 高精度鏡面研磨機 (マルトー製, ニューダイヤモンド ML-461) により研磨紙 #2000 とダイヤモンドペースト 0.25 μm までの機械研磨とラッピングを行い約 30 μm の厚さにした. その後, 溶剤で接着剤を溶去してアクリル樹脂ブロックから剝離した皮膜を 2 枚の銅製単孔メッシュ間に挟んでイオンミリングを施し, 電子線が透過可能な厚さの薄膜を得た. イオンミリングには DUAL ION MILL 装置 (Gatan 製) を使用した. TEM 観察は, 加速電圧 200 kV で行った. X 線回折強度は RAD- γ A 発生装置 (理学電機製) により Cu K α 線を管電圧 40 kV, 管電流 100 mA の条件で測定した.

3. 結果及び考察

3.1 溶射皮膜層の微構造

図 2 (a) に SEM 観察による溶射部各層の疲労試験前の横断面組織と EDS によるライン分析の例を示した. Al_2O_3 層と下地層は試験片厚さ方向に偏平な結晶粒が積層した層状組織を呈し, Al_2O_3 層には多くの空隙が観察される. EDS によるライン分析結果には接合界面近傍にも拡散層の存在は認められない. これは, たとえ溶射過程で各層間に拡散が起こるとしても, EDS で検出可能な程度にまでは進行しないことを意味している. 同図 (b) は横断面上で測定したピッカーズ微小硬さ分布を示す. 各データは 10

Fig. 2. (a) EDS line analysis superimposed on SEM photomicrograph showing microstructural appearances of the cross section of plasma-sprayed deposit. L.A.P: line analysis position. (b) Vickers microhardness across the cross section of alumina plasma-sprayed stainless steel.

回以上の測定で得た値の平均値である。Al₂O₃層と下地層には標準偏差を付記したが、基材金属部にはデータ散布が小さいため省略した。基材金属の中心部はHv175であるのに対して表面付近ではHv345となり、中心部の約2倍の値を示す。基材金属の硬さは表面層約50 μ mの深さまで高い値を示し、その後急速に低下して約200 μ mの深さで中心部とはほぼ同じ値に到達する。溶射処理材試験片の横断面を電解研磨後化学腐食して光学顕微鏡で組織観察した際、基材金属表面の加工硬化層内の多数の結晶粒に塑性変形跡が認められた。これらの変形跡はプラスト処理により形成されたと考えられる。硬さは下地層が最も低く、Al₂O₃層が最も高い。図3は、Al₂O₃溶射皮膜層のX線回折強度曲線である。

Fig. 3. X-ray rocking curve measured on the surface of the plasma-sprayed alumina deposit.

Fig. 4. TEM photomicrographs showing aspects of voids on boundaries and a cluster of pores in a grain (a) and α -phase crystals (indicated by arrows) contained in the η -phase matrix (b).

度曲線である。JCPDSカードに基づく定性分析により、プラズマ溶射 Al₂O₃皮膜は η 相と α 相とから構成されていることが分かった。Al₂O₃結晶体の γ 相と η 相は、多くの回折線が両相に共通して現れ、その回折角と相対強度順位が非常に接近しているため、同定に際して両相間の識別は極めて困難である。本実験でも決め手の根拠に乏しいため、笹崎⁹⁾並びに Lippens ら¹⁰⁾の報告を参考にして η 相と同定した。

図4は Al₂O₃溶射皮膜層からTEM観察用実物薄膜を作製し、内部組織を観察したものである。同図(a)は溶射皮膜の粒界には空隙、また、一部の結晶粒内には多数の気孔が凝集して存在することを示す。粒界の空隙は溶射処理時に接合しなかった部分、気孔は溶射処理過程で溶融粉末にガスを巻き込んできたと推察される。同図(b)に示す結晶粒内には幾何学的形状の暗いコントラスト領域が多数含まれている。試料を傾斜したときのコントラスト変化と同領域から得た制限視野電子線回折像には η 相に加えて α 相に該当する回折線が含まれていたことなどの理由から、これらは η 相内に分散する α 相微結晶と判断される。この解釈は図3のX線回折強度曲線の結果とも符合する。

3.2 疲労変形挙動とフラクトグラフィ

図5は基材金属 SUS 316ステンレス鋼の片側表面にだけ Al₂O₃溶射被覆処理を施した試験片と as-received 基材金属試験片について求めた引張圧縮疲労試験の S-N 曲線である。精細な議論を行うに十分な実験データではないが、曲線の傾向から溶射被覆処理材の疲労特性が低応力振幅域でわずかに向上することを読みとることができる。しかし、両材間の差は前報⁵⁾の平面曲げ疲労試験の場合ほど

Fig. 5. S-N curve for the single edge notched specimen of SUS 316 stainless steel with plasma-sprayed alumina deposit on one side in comparison with that for the as-received one.

明瞭でない。また、この差異も応力振幅が増大するとともに漸次減少し、約70 MPaの応力振幅以上では消失している。試みに 10^7 回における時間強度を求めると、溶射被覆処理材で40 MPa、as-received材で33 MPaと得られる。疲労現象の統計的性質から考えれば、この程度の差は実験データの散布として扱われてよい量であるが、この解釈については後述する。更に、両材の疲労き裂進展曲線 ($da/dN-\Delta K$ 曲線) は図6のように得られた。この場合、前述の理由から溶射被覆処理試験片のき裂長さ測定を非処理側の基材金属表面で行った。両材の結果は広範囲の ΔK 領域でほとんど一致している。下限界値 ΔK_{th} は ΔK 漸減法で求めた。データを最小自乗法で処理した場合の両材間の差は、ただだか $1.2 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ である。図7は70 MPaを境に高低二つの応力振幅域で引張圧縮疲労試験を行い、疲労き裂進展時のき裂前縁形状を観察したものである。破面観察は、疲労き裂進展の過程でビーチマークを導入後、引張試験で破断させた試験片について行った。同図(a)は低応力振幅 $\sigma = \pm 46 \text{ MPa}$ の例である。き裂前縁形状は溶射

Fig. 6. $da/dN-\Delta K$ for the single edge notched specimen of SUS 316 stainless steel with plasma-sprayed alumina deposit on one side in comparison with that for the as-received one. For the specimen plasma-sprayed on one side, crack length was measured on the non-sprayed side.

Fig. 7. Macroscopic fractographs showing appearances of the front rim contour of growing crack in the specimen with plasma-sprayed alumina deposit on one side. (a) low stress amplitude $\sigma = \pm 46 \text{ MPa}$; $\Delta K = 25.3 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ at the non-sprayed surface side, $\Delta K = 14.4 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ at the plasma-sprayed surface side, (b) high stress amplitude $\sigma = \pm 130 \text{ MPa}$; $\Delta K = 72.2 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$.

被覆処理側でき裂進展方向に張り出す湾曲を呈し、非処理側よりき裂進展が遅いことを示している。このき裂前縁形状に基づくき裂長さを用いて上記の式で ΔK 値を計算すると、溶射被覆処理側と非処理側とでそれぞれ14.4と $25.3 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ となり、両数値にかなりの差を生じる。同図(b)の高応力振幅 ($\sigma = \pm 130 \text{ MPa}$) の場合、き裂前縁形状は試験片中央部でわずかに張り出した弓状を呈するが、溶射被覆処理側と非処理側とのき裂進展にほとんど差がないことを示している。これらの結果から、 Al_2O_3 溶射被覆処理が疲労き裂進展挙動に及ぼす効果は低応力振幅でより重要であること、き裂進展の遅延現象には応力振幅依存性があることが理解される。しかし、図6の $da/dN-\Delta K$ 曲線の両材間の結果にはほとんど差を生じなかった。本実験では、片側表面溶射処理試験片のき裂長さ測定を非処理側の基材金属表面で行ったので、この結果は当然とも言える。もしも溶射被覆処理側でのき裂長さ測定を行い得たとすれば、図7(a)で見たき裂前縁形状から考えて $da/dN-\Delta K$ 曲線の下限界近傍における両材間の差はもっと大きく現れたに違いないと思われる。

図8は低応力振幅 $\sigma = \pm 46 \text{ MPa}$ で疲労試験を行った試験片の破面をSEMで観察した際の Al_2O_3 皮膜層の様相を示す。破面は滑らかな粒界形態の結晶粒と階段状を呈する粒内型形態の結晶粒とから構成されている。しかし一般には、溶射皮膜では破面形態の粒内型、粒界型の特徴は金属の場合ほど明瞭には現れない。溶射皮膜を構成する結晶粒形態は基材金属表面に高速で吹き付けられた熔融粉末が強制空冷下でそのまま凝固してできる。その際、結晶粒は金属結晶粒の凝固時のように、等軸形の多面体形態にはなり難い。あたかも激しく地面に落ちた雨粒がそのまま凝固するようなもので、偏平で滑らかな表面形態の無定形結晶

Fig. 8. SEM fractomicrograph showing appearances characteristics of the fracture surface of alumina deposit after fatigue test at $\sigma = \pm 46$ MPa.

粒として積層することになる^{3),7),11)}. このような形態の結晶粒で構成される材料の破面は粒界型破壊でも無特徴形態を呈するため、破面観察だけによって粒界型と粒内型の脆性破面を識別することは至難である。図9はSEMによる表面観察結果で、 Al_2O_3 皮膜層を進展した疲労主き裂先端近傍を示す。溶射 Al_2O_3 粒の粒内、粒界には多数の微小き裂が認められる。疲労主き裂はこれら微小き裂と合体・吸収を繰り返しながら Al_2O_3 溶射皮膜層内を粒内と粒界の混合型形態で進展すると考えられる。また、粒内型微小き裂の多くは気孔や空隙に関連していることが多い（図9の記号 P, V）。しかし、本実験では気孔や空隙がき裂の起点であるか否かの判断に直接結びつく実験的証拠は得られなかった。粒内型の微小き裂とき裂進展がかなりの頻度で観察されることから、溶射皮膜層を構成する Al_2O_3 粒の粒界は疲労主き裂の優先経路には必ずしもなっていないと理解される。溶射皮膜層の疲労破面は、巨視的には平坦な様相を呈し、微視的には結晶粒ごとの凹凸を示す粒内

Fig. 9. SEM photomicrograph showing appearances of surroundings of a crack tip developed on plasma-sprayed alumina deposit during fatigue test at $\sigma = \pm 46$ MPa. P: pore, V: void, T: transgranular cracking, I: intergranular cracking.

Fig. 10. SEM fractomicrograph showing appearances in the vicinity of the interfaces between alumina deposit (A), undercoat layer (U) and metal substrate (S). P: a cluster of pores. $\sigma = \pm 46$ MPa, $\Delta K = 25.3 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$.

型、粒界型をととも含む脆性破面形態として特徴づけられる。

図10は、低応力振幅 $\sigma = \pm 46$ MPa で疲労試験した試験片の溶射皮膜層と基材金属との接合界面付近の破面様相をSEMにより観察した例である。 $\Delta K = 25.3 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ に相当する。基材金属、下地層と Al_2O_3 層の各層間界面並びに下地層内部に微小き裂が認められる。基材金属部はグリットブラスト処理で生じた硬化層領域に該当し、脆性破面形態を呈している。一方、高応力振幅 ($\sigma = \pm 130$ MPa) の場合は図11に示すように溶射皮膜層との界面に沿う幅約 $150 \mu\text{m}$ に突起する尾根 (ridge) が観察される。この尾根の部分は基材金属と下地層とから構成されている。下地層と Al_2O_3 層との界面には大きな裂け目 (crevasse), すなわち、界面き裂が認められるが、基材金属と下地層との界面には認められない。このような界面き裂の形成は各層構成材の機械的特性や負荷条件等にも依存すると考えられるが、図11の場合には界面接合強度は基材金属と下地層間よりも下地層と Al_2O_3 層間の方が弱い結果となっている。

本試験片のように弾性係数の異なる材料が引張軸と平行に接合面を持つ場合、引張応力負荷の下で接合界面には力の授受に伴う層間せん断応力が作用する。試験中に生じる界面剝離や裂け目の形成は主にこのような接合界面で起こるせん断作用によると推察する。その場合、接合界面の破壊形態は界面接合強度と負荷応力振幅との大小関係に依存することになる。負荷応力振幅が接合強度よりも大きい場

Fig. 11. SEM fractomicrograph showing appearances in the vicinity of the interfaces between alumina deposit (A), undercoat (U) and metal substrate (S). $\sigma = \pm 130$ MPa, $\Delta K = 72.2$ MPa $\sqrt{\text{m}}$.

合は、界面剝離や裂け目（界面き裂）は最初の1/4サイクルの引張応力作用の段階で層間せん断作用によって形成される。これとは反対に負荷応力振幅が接合強度よりも小さい場合には、負荷応力が相当数繰り返された後に剝離や裂け目が接合部の局部疲労により生じると考える。本実験の高応力振幅（図11）は前者の例に、低応力振幅（図10）は後者の例にそれぞれ相当していると解釈する。

3.3 Al_2O_3 溶射被覆処理の効果

図7(a)で示したように、低応力振幅域における溶射被覆処理側のき裂進展は非処理側と比較して遅延することが認められた。その場合、本実験で採用した試験片には Al_2O_3 溶射被覆処理工程としてグリットブラスト、下地溶射及び Al_2O_3 溶射の3処理工程が施されている。それゆえ、き裂進展遅延現象がどの処理工程と直接関係するかを上述の実験からだけでは知ることはできない。そこで、試験片の片側表面に Al_2O_3 溶射被覆処理を施し、反対側裏面にそれぞれ異なる処理を施した3種類の試験片を準備し、図7(a)と同一条件で疲労試験を行い、比較検討を試みた：(1)グリットブラスト処理だけ（No. 1 試験片）、(2)グリットブラストと下地溶射処理（No. 2 試験片）及び(3)グリットブラスト、下地溶射と Al_2O_3 溶射処理（No. 3 試験片：両面 Al_2O_3 溶射被覆処理材）。図12(a)はNo. 1 試験片に、また、同図(b)はNo. 3 試験片にそれぞれ認められた破面の様相を示す。同図(a)のビーチマークの形状は、き裂が試験片中央部でやや速く、 Al_2O_3 溶射処理側とグリットブラスト処理側では中央部と比較して同程度に遅延していることを示す。この傾向は同図(b)のNo. 3 試験片の場合も同様に認められる。この場合、き裂進展過程の途中3段階でビーチマークの導入を行った。この図はき裂長さが短い段階はどき裂の湾曲の度合いは著しく、き裂進展速度の試験片中央部と表面との差も大きい傾向にあることを示している。しかし、両者の差はNo. 1 試験片に比べてNo. 3

Fig. 12. Macroscopic fractographs showing appearances of the front rim contour of a growing crack in the specimen with plasma-sprayed alumina on one side and with grit-blasted surface on the other side (a) and with plasma-sprayed alumina on both sides (b). The specimen was fatigued at low stress amplitude: $\sigma = \pm 46$ MPa.

試験片の方が小さい。No. 2 試験片の場合も前述の二つの試験片と同様の傾向であった。これらの結果から、図7(a)で認められた低応力振幅域における疲労き裂進展の遅延現象は前処理として施したグリットブラスト処理に起因するところが主であり、 Al_2O_3 溶射皮膜の存在や他の処理による効果は小さいと判断される。

グリットブラスト処理を施すことによって基材金属表面層には加工硬化層が形成される（図2(b)）。また、当舎らはグリットブラスト処理層に表面圧縮残留応力が存在することを報告した¹²⁾。表面圧縮残留応力がS-N曲線に及ぼす効果は主としてショットピーニング処理材について調べられており^{13)~15)}、この効果は引張圧縮疲労試験よりも繰り返し曲げ疲労試験の結果に顕著に現れること¹⁴⁾や低応力振幅域で現れて応力振幅の増大につれて漸次消失すること^{13),14)}などが知られている。これらの傾向は著者らの繰り返し平面曲げ⁵⁾及び本実験の引張圧縮疲労試験の結果とよく一致する。この現象への解釈は、圧縮残留応力と外的引張負荷応力との数量的大小関係により次のようになされてきた^{13),15)}。負荷応力振幅が残留応力より大きい場合は最初の引張応力の負荷段階で圧縮残留応力はほとんど消失するため、圧縮残留応力のS-N曲線への効果は現れない。反対に、負荷応力振幅が残留応力より小さい場合は圧縮残留応力は応力の繰り返し効果による動的回復として漸次消失することになる。この場合、消失するに必要な繰り返し数は両者の差に依存し、それに相当する繰り返し数だけ材料の疲労寿命が延びるとの考え方である。このような他文献と本実験結果との類似性並びに図7(a)の観察結果から、図5のS-N曲線の傾向として低応力振幅域に認められた両材間の疲労特性の相違は、単なる実験データの散布とみならずグリットブラスト処理に伴う表面圧縮残

留応力の効果と解釈する方がより道理に合うと考える。

以上の事柄から、疲労き裂進展挙動に及ぼすプラズマ溶射被覆処理の効果としては溶射皮膜自体の存在によるよりもグリットブラスト処理によって基材金属表面に誘起される加工硬化に起因するところが大きいと判断される。なお、疲労変形過程における加工硬化層内の残留応力の推移に関する実験的検証についてはX線回折法並びにTEM観察による内部組織との関連において目下進行中である。

4. 結 言

片側表面にプラズマ溶射 Al_2O_3 被覆処理を施した SUS 316 ステンレス鋼板に繰り返し引張圧縮疲労試験を実施し、疲労き裂進展挙動に及ぼすプラズマ溶射被覆処理の影響を表面並びに破面解析により調べるとともにプラズマ溶射 Al_2O_3 皮膜の微構造解析を行った。得られた知見は次のとおりである。

(1) き裂前縁形状の様相から、低応力振幅域ではき裂進展が溶射被覆処理側で非処理側よりも遅れる。しかし、高応力振幅域では溶射被覆処理側と非処理側間でき裂進展にほとんど差は認められなかった。き裂進展の遅延は主として溶射処理工程中のグリットブラスト処理に関係し、負荷応力振幅に依存することが分かった。 Al_2O_3 溶射皮膜の被覆による効果はほとんど認められなかった。

(2) プラズマ溶射 Al_2O_3 皮膜層の表面観察では、疲労主き裂先端近傍の粒内、粒界に多数の微小き裂形成が、また、破面観察では粒内と粒界の混合型破面形態が認められた。 Al_2O_3 皮膜層内の疲労主き裂はこれらの微小き裂と合体・吸収を繰り返しながら進展したと考えられる。

(3) プラズマ溶射 Al_2O_3 皮膜層は η 相と少量の α 相とから構成される。TEM 観察により α 相は微結晶として η 相中に分散して含まれることが認められた。溶射 Al_2O_3 粒内には多数の気孔が、また、粒界には空隙が観察された。

SEM 観察ではこれらはしばしば微小き裂と関連して存在した。

(4) SUS 316 ステンレス鋼の片側溶射被覆処理材と as-received 材とについて繰り返し引張圧縮疲労試験を行って求めた $S-N$ 曲線は、両材の挙動が低応力振幅域でわずかに相違する傾向を示した。しかし、この傾向は応力振幅の増大とともに漸次減少し、消失した。

謝 辞 本研究を遂行するに当たり、TEM 観察用実物薄膜作製に協力下さった山形県工業技術センター・中野正博氏並びに実験に協力して頂いた江利川 肇、高橋 淳、増子 力の諸氏に心から感謝します。

文 献

- 1) 高塩治男, 日本金属学会会報, **24**, 113-20 (1985).
- 2) 長坂秀雄, 第22回 X 線材料強度に関する討論会講演論文集 (日本材料学会), 12-21 (1985).
- 3) 内田莊祐, 材料科学, **15**, 29-35 (1978).
- 4) 通商産業省ファインセラミックス室編, “ファインセラミックスハンドブック”, オーム社 (1986) pp. 117-60.
- 5) M. Sugano, T. Satake, H. Kisuki, S. Tsukamoto and T. Takahashi, MRS Int'l. Mtg. on Adv. Mats. Vol. 4, 523-28 (1989).
- 6) 鈴木秀人, 植木忠司, 福本昌宏, 日本機械学会第68期通常総会講演会講演論文集 (Vol. A), 49-51 (1991).
- 7) J. H. Bulloch and I. Schwartz, *Theoretical and Applied Frac. Mech.*, **15**, 143-54 (1991).
- 8) 国尾 武, 中沢 一, 林 郁彦, 岡村弘之編, “破壊力学実験法”, 朝倉書店 (1984) pp. 240-41.
- 9) 笹崎謙一, 宮本欽生, 小泉光恵, 窯協, **95**, 1175-80 (1987).
- 10) B. C. Lippens and J. H. de Boer, *Acta Cryst.*, **17**, 1312-21 (1964).
- 11) ASM International staff, Adv. Mats. & Proc., **141**, 23-27 (1992).
- 12) 当舎勝次, 飯田喜介, 精密工学会誌, **54**, 1132-37 (1988).
- 13) 川田雄一, 児玉昭太郎, 栗田政則, 材料, **17**, 1120-23 (1968).
- 14) 本間恒夫, 日本金属学会会報, **6**, 770-82 (1967).
- 15) G. E. Dieter, “Mechanical Metallurgy”, 3rd ed., McGraw-Hill, New York (1986) pp. 409-12.