WC サーメットおよび 13Cr 鋼溶射被覆材の疲労強度評価†

小川 武史* 戸梶 恵郎* 江島 敏雄**

小林 圭史*** 原田 良夫****

Evaluation of Fatigue Strength of WC Cermet- and 13Cr Steel-Sprayed Materials

by

Takeshi OGAWA*, Keiro TOKAJI*, Toshikatsu EJIMA**

Yoshifumi KOBAYASHI*** and Yoshio HARADA****

Rotating bending fatigue tests have been conducted at room temperature in air using the specimens of medium carbon steel (S45C), low alloy steel (SCM435) and titanium alloy (Ti-6Al-4V) with HVOF sprayed coating of a cermet (WC-12%Co) and S45C with WFS sprayed coating of a 13Cr steel (SUS420 J2). The fatigue strength and fracture mechanisms were studied. The fatigue strength evaluated by nominal stress was strongly influenced by substrate materials and the thickness of sprayed coatings. Detailed observation of crack initiation on the coating surface and fracture surface revealed that microcracks initiated at the WC grain boundary coalesced, and then the crack grew rapidly in the coating. Cracks in the substrate were initiated by the stress concentration of the crack in the coating, which was modeled by finite element analysis. For the specimens tested in this study, the fatigue strength of sprayed specimens was dominated by that of sprayed coating. Thus, the fatigue strength could be evaluated uniquely by the true stress on the coating surface.

Key words: Sprayed materials, Fatigue strength, Fracture mechanism, Crack initiation, WC Cermet, 13Cr steel

1 緒 言

著者らはセラミック、サーメットおよび金属を構造用炭素鋼 S45C に溶射した試験片について回転曲げ疲労試験を行い、疲労強度および破壊機構について報告してきた。^{1)~4)}セラミック溶射被覆材（以下、溶射材と略記）の場合、セラミックのトップコーティング層に荷重繰返しの初期段階でき裂が発生するが、このき裂は基材よりも軟質のアンダーコーティング層で阻止され、基材に進展することはなかった。¹⁾同様に、軟質の金属溶射材の場合にも、溶射皮膜から基材にき裂進展が及ぶことはなかった。²⁾また、セラミックを基材に直接溶射した場合や硬質の金属溶射材の場合、溶射皮膜と基材の界面がはく離すれば、溶射皮膜のき裂が基材に進展することはなかった。これらの場合、溶射皮膜は基材の疲労挙動に影響を及ぼさない。すなわち、溶射皮膜の力学的寄与を無視して、基材の直径から求められた応力に基づく S-N 曲線によって疲労強度を評価すれば、基材の結果とほぼ一致した。⁴⁾

一方、基材よりも硬質で密着強度の高い WC サーメット溶射材の場合、溶射皮膜が基材の塑性変形に拘束を与え、き裂発生抵抗の上昇によって疲労強度が上昇する。しかし、疲労限度以上の応力で溶射皮膜にき裂が発生す

ると、き裂は皮膜中を急速に進展し、それを起点として基材に疲労き裂が発生・進展する。したがって、基材の疲労き裂は表面近傍が先行した扁平な形状となり、疲労き裂進展寿命は減少した。³⁾これらの観察結果は、溶射皮膜にき裂が発生しなければ試験片は破断せず、溶射皮膜にき裂が発生すれば比較的少ない繰返し数の後に試験片は破断に至ることを示唆している。したがって、このような破壊機構を示す溶射材の S-N 曲線は、溶射皮膜そのものの疲労強度を表していることになる。しかし、溶射皮膜における疲労き裂発生挙動は詳細に観察されておらず、統一的な疲労強度の評価方法も確立されていない。

そこで本研究では、前報³⁾と同一の WC サーメット溶射を S45C と疲労強度の異なる低合金鋼および縦弾性係数や疲労強度の異なるチタン合金の試験片に施し、回転曲げ荷重下における疲労き裂発生挙動の詳細な観察を行うとともに、疲労強度の評価方法について検討した。また、この疲労強度評価方法が他の溶射材についても有効であることを確認するために、S45C を基材とした、異なる皮膜厚さの 13Cr 鋼溶射材についても実験を行った。得られた結果に基づいて、溶射材および溶射皮膜の疲労強度評価方法を検討した。

† 原稿受理 平成 8 年 10 月 29 日 Received Oct. 29, 1996

* 正 会 員 岐阜大学工学部機械工学科 〒501-11 岐阜市柳戸, Dept. of Mech. Eng., Gifu Univ., Yanagido, Gifu, 501-11

** 学生会員 岐阜大学大学院 〒501-11 岐阜市柳戸, Graduate Student, Gifu Univ., Yanagido, Gifu, 501-11

*** トーカロ㈱ 〒658 神戸市東灘区深江北町, Tocalo Co. Ltd., Higashinada-ku, Kobe, 658

**** 正 会 員 トーカロ㈱ 〒658 神戸市東灘区深江北町, Tocalo Co. Ltd., Higashinada-ku, Kobe, 658

2 材料および実験方法

用いた試験片は、基材として直径 8mm, 平行部 10mm の平滑回転曲げ疲労試験片を機械加工した後、平行部およびその両端の曲率部に溶射処理を施したものである。サーメット WC-12%Co 溶射材は、低合金鋼 SCM435 (C : 0.36, Si : 0.27, Mn : 0.73, P : 0.026, S : 0.008, Cu : 0.02, Ni : 0.04, Cr : 0.96, Mo : 0.16, Fe : bal. mass%) およびチタン合金 Ti-6Al-4V (Fe : 0.2, H : 0.0038, O : 0.182, N : 0.0033, Al : 6.27, V : 4.16, Ti : bal. mass%) を基材として、13Cr 鋼溶射材は前報³⁾と同一の機械構造用炭素鋼 S45C (C : 0.45, Si : 0.21, Mn : 0.75, P : 0.026, S : 0.013, Cu : 0.01, Ni : 0.02, Cr : 0.13, Fe : bal. mass%) を基材として用いた。基材の機械的性質 (JIS2 号, ゲージ長 80 mm) を Table I に、熱処理条件を Table II に示す。

WC-12%Co 溶射材の場合、サーメット粉末 (粒径 : 10~45 μm , Co : 12.0, Fe : 1.0, WC : bal. mass%) を用いた高速フレーム溶射 (Jet Kote) 法によって、120 $\pm$ 30 μm の厚さの溶射層を成膜した。この場合、溶射に先立つ基材表面のブラスト処理は施していない (電解研磨による鏡面仕上げ)。溶射条件は、酸素ガス圧 : 0.49~0.64 MPa, 燃料ガス : C_2H_2 , C_3H_6 , 燃料ガス圧 : 0.39~0.49 MPa, 搬送ガス : 窒素, 溶射距離 : 150mm である。これは前報³⁾の NB 材と同一の条件である。試験片の表面をダイヤモンドシート (~#3000) によって 30 μm 程度研磨した後、疲労試験に供した。なお、溶射皮膜単体の曲げ試験によって、WC-12%Co 溶射皮膜の縦弾性係数 $E_c = 100 \text{ GPa}$ が報告されている。⁵⁾

13Cr 鋼溶射材の場合、基材表面にブラスト処理 (アルミナグリット #20 : 表面あらさ $R_a = 10\sim 13 \mu\text{m}$) を施した後、ステンレス鋼 SUS 420J2 の線材 (JIS 規格品, 線径 : 3.2mm) を用いた溶線式ガス溶射法によって成膜した。溶射条件は、酸素ガス圧 : 0.24 MPa, 燃料ガス : C_2H_2 , 燃料ガス圧 : 0.1 MPa, 溶射距離 : 130mm である。試験片の表面をエメリー紙 (~#2000) によって研磨した後、疲労試験に供した。研磨後の溶射

層の厚さは、45 $\pm$ 10 μm , 300 $\pm$ 30 μm および 540 $\pm$ 40 μm であり、以下ではそれぞれ 13Cr I, 13Cr II および 13Cr III 溶射材とする。

13Cr 鋼溶射皮膜の E_c を求めるために、13Cr III 溶射材を引張軸荷重下で破断させ、基材からはく離した溶射皮膜単体から、幅 4.7 mm のリング状の試験片を作成した。表面の顕微鏡観察から、皮膜に割れは認められなかった。試験片の両側面にひずみゲージを貼付し、精密天秤の上で直径方向に圧縮荷重を加えた。得られた荷重とひずみの線形関係から、 $E_c = 90 \text{ GPa}$ が得られた。

疲労試験には、容量 98N $\cdot$ m の小野式回転曲げ疲労試験機を用いた。実験開始時の衝撃的な負荷を避けるために、試験機には可変速モーターを用いて所定の繰返し速度 (22.7 Hz) まで漸増させた。き裂発生および成長挙動の観察にはレプリカ法を用いた。

3 実験結果

3.1 WC-12%Co 溶射材

3 種類の基材を用いた WC-12%Co 溶射材の公称応力 σ_n -破断寿命 N_f 関係をそれぞれの基材の電解研磨材と比較して Fig. 1 に示す。ここで、 σ_n は溶射皮膜を含む直径によって求めた試験片表面の公称応力である。電解研磨材の疲労強度と比較すると、溶射材の疲労強度は、S45C が上昇、SCM435 がやや上昇、Ti-6Al-4V が顕著な低下を示している。Ti 合金を基材としたサーメット溶射材の場合、同様の傾向が浜井によって報告されている。⁶⁾

SCM435 を基材とした溶射材の疲労き裂発生挙動をレプリカ法によって観察した結果を Fig. 2 に、破面を走査型電子顕微鏡 (SEM) によって観察した結果を Fig. 3 に示す。なお、Fig. 2 はレプリカの写真であるので、Fig. 3 と左右が逆になっている。また、Fig. 3 は後掲の Fig. 4 のき裂発生点を 45° 傾斜させて拡大したものである。Fig. 2 (b) の様相から、先ず WC の粒界破壊が生じていることがわかる。Fig. 2 (c) に示されているように、粒界破壊した WC 粒子は荷重の繰返しに伴って脱落し

Table I. Mechanical properties of substrate materials.

Material	0.2% proof stress σ_y MPa	Tensile strength σ_{UTS} MPa	Elongation δ %	Reduction of area ϕ %
S45C	666	771	14	62
SCM435	847	965	12	59
Ti-6Al-4V	874	969	14	48

Table II. Heat treatments of substrate materials.

Material	Heat treatments	
S45C	850°C · 1hr	Water quench
	600°C · 1hr	Water cool
SCM435	870°C · 30min.	Air cool
	855°C · 30min.	Oil quench
	600°C · 1hr	Water cool
Ti-6Al-4V	850°C · 2hr	Air cool

Fig. 1. Relationship between nominal stress, σ_n , and number of cycles to failure, N_f , for WC-12%Co sprayed materials.

Fig. 2. Fatigue crack initiation and growth on WC-12%Co sprayed SCM435 specimen tested at $\sigma_n = 700$ MPa. (a) $N = 0$, (b) $N = 1 \times 10^4$ and (c) $N = 6 \times 10^4$, where the WC particles ①, ② and ③ fell off from the specimen at $N = 1 \times 10^4$, 2×10^4 and 4×10^4 cycles, respectively.

Fig. 3. Fracture surface at the crack initiation site shown in Fig. 2.

Fig. 4. Fracture surface of WC-12%Co sprayed SCM435 specimen tested at $\sigma_n = 700$ MPa. The test was interrupted when crack length was more than 3 mm on the specimen surface. (a) Macroscopic appearance. (b) Crack tip region showing the crack re-initiation at the substrate.

た。WC 粒子から生じた微小欠陥は互いに連結して寸法が増大し、繰返し数 $N = 5 \sim 6 \times 10^4$ 回において図中の④で示されるぜい性的な様相のき裂が発生した。 $N = 6 \times 10^4$ 回で試験を中断し、低温ぜい性破壊させた試験片の破面様相を Fig. 4 に示す。④のき裂は溶射皮膜中に急速に進展し、その応力集中によって基材にき裂が発生するために、基材のき裂前縁は表面近傍が先行している (Fig. 4 (b))。

S45C を基材とした溶射材の検討を行った前報³⁾では、溶射皮膜表面におけるき裂発生が明瞭となる以前の挙動を捕らえることができなかった。溶射皮膜と基材の界面はく離欠陥が疲労き裂の発生点となると考えた。本研究の観察結果を考慮して、レプリカを再度詳細に観察すると、荷重繰回しの初期段階で、溶射皮膜の表面には微細なき裂が発生していることが確認された。すなわち、前報³⁾の観察に基づく考察は誤りであり、き裂発生点は本研究と同様に溶射皮膜の表面であることがわかった。Ti-6Al-4V を基材とした溶射材の観察結果も同様な傾向

Fig. 5. Relationship between true stress on the specimen surface, σ_t , and N_f for WC-12%Co sprayed materials.

を示していた。

Ti-6Al-4V の縦弾性係数 E は S45C および SCM435 よ

り小さいので、同一の σ_n に対する溶射皮膜の弾性ひずみは大きくなる。また、以上の観察結果から、荷重繰返しにより溶射皮膜表面に発生した欠陥が破壊の起点となっていた。そこで、溶射皮膜表面の真応力 σ_t を次式によって求め、 N_f との関係として Fig. 5 に示す。

$$\sigma_t = \frac{32ME_c d_c}{\pi \{d_s^4 E_s + E_c (d_c^4 - d_s^4)\}} \quad (1)$$

ここで、 d_s および d_c は基材および溶射皮膜の直径、 M は曲げモーメント、 E_s は基材の縦弾性係数であり、 $E_s = 206 \text{ GPa}$ (S45C, SCM435), 100 GPa (Ti-6Al-4V)

Fig. 6. Relationship between σ_n and N_f for 13Cr steel sprayed material with different coating thicknesses.

Fig. 7. Fatigue crack initiation and growth on 13Cr steel sprayed specimen tested at $\sigma_n = 525 \text{ MPa}$. (a) $N = 5 \times 10^3$, (b) $N = 4.5 \times 10^4$ and (c) $N = 6 \times 10^4$.

とした。 σ_t によって表された疲労強度は、基材によらずほぼ一致している。この S-N 曲線は WC-12%Co 溶射皮膜の疲労強度を意味している。

3・2 13Cr 鋼溶射材

3 種類の皮膜厚さを有する 13Cr I, 13Cr II および 13Cr III 溶射材の σ_n - N_f 関係を基材 (S45C) の電解研磨材と比較して Fig. 6 に示す。13Cr I および 13Cr II 溶射材の疲労強度は基材と同程度であるが、皮膜厚さの増大に伴って低下する傾向があり、13Cr III 溶射材の疲労強度は基材よりも低い。

13Cr I 材の疲労き裂発生挙動をレプリカ法によって観察した結果を Fig. 7 に示す。Fig. 7 (a) に示されているように、溶射皮膜には多くの欠陥が存在し、それらを起点に微小き裂が発生する。 N の増大に伴って、微小き裂は合体や粒子の脱落を伴って成長する (Fig. 7 (b) (c))。試験片が破断する前 (Fig. 7 (c)) に実験を中止し、低温ぜい性破壊させた試験片の巨視的な破面様相を Fig. 8 に示す。溶射皮膜の破面粗さが著しいので、基材の破面上には大きな段が形成され、き裂前縁はいびつな形状をしているが、溶射皮膜のき裂の応力集中によって基材にき裂が発生している点は WC-12%Co 溶射材と同様である。

Fig. 8. Macroscopic fracture surface of 13Cr steel sprayed specimen tested at $\sigma_n = 525 \text{ MPa}$. The test was interrupted when crack length was more than 3mm on the specimen surface.

Fig. 9. Relationship between σ_t and N_f for 13Cr steel sprayed materials.

疲労限度以下の σ_n において $N=1 \times 10^7$ 回の繰返しで未破断の試験片表面を観察すると、Fig. 7 (a) のような微小き裂が多数観察された。したがって、13Cr 銅溶射材の疲労限度は試験片の表面に発生した微小き裂の進展限界を意味している。

以上のとおり、13Cr 銅溶射材の場合にも溶射皮膜表面における微小き裂の発生・進展挙動が疲労強度を支配していた。そこで、 σ_t によって皮膜厚さの異なる試験片の N_f を整理した。その結果をFig. 9に示す。疲労強度は皮膜厚さにほとんど依存せず、13Cr 銅溶射皮膜の疲労強度が評価されている。

4 考 察

4・1 溶射皮膜にき裂がある場合の基材の応力分布

前報³⁾および本研究の結果から、基材よりも硬質かつある程度の密着強度を有する溶射材の場合、皮膜に発生したき裂の応力集中によって基材にき裂が発生している

Fig. 10. FEM model for the analysis of stress distribution by a crack in the coating and debonding at the interface between coating and substrate.

Fig. 11. Distribution of σ_y along the x -axis ahead of the crack tip for different E_c/E_s values.

ことが明らかとなった。この挙動を Fig. 10 のようにモデル化し、基材の弾性応力分布を汎用有限要素法ソフト (FEMAP + CAEFEM) によって求めた。解析対象は溶射皮膜の近傍のみに限定し、溶射皮膜の厚さ t に対して $2t$ の厚さの基材を考え、 $6t$ の幅にわたって図のように要素分割した。基材の右端は x 方向を変位拘束した。平面ひずみ状態を仮定し、対称性を利用して $y \geq 0$ についてのみ計算した。負荷は皮膜と基材の端面に y 方向の一定変位を与えた。このモデルの仮定は、13Cr II および 13Cr III 溶射材のように厚い溶射皮膜に対して成立せず、境界条件にも若干の問題があるが、定性的な破壊挙動の考察は可能と考えた。得られた応力分布は、 $E_c = E_s$ でき裂のない場合の応力 (σ_n に相当) によって無次元化した。なお、一般的な界面の力学挙動は、結城によりまとめられている。⁷⁾

溶射皮膜のき裂先端が基材との界面に達し (き裂長さ $a = t$)、界面のはく離が生じていない (き裂長さ $b = 0$) 場合におけるき裂先端前方 (x 軸上) の y 方向応力 σ_y を、異なる E_c/E_s について計算し、Fig. 11に示す。図から、 E_c/E_s が高いほど基材の σ_y が増大していることがわかる。この傾向はき裂先端近傍のすべての応力成分について同様であった。すなわち、溶射皮膜のき裂は E_c/E_s が大きいほど基材の疲労挙動に顕著な影響を及ぼす。

Fig. 12. Distribution of σ_y along the x -axis (a) and y -axis (b) for different debonded crack length, b .

$E_c/E_s = 1$ の溶射皮膜のき裂から、基材との界面はく離が進行する (b が増大) 場合の σ_y を Fig. 12 に示す。(a) は x 軸上, (b) は y 軸上の結果である。Fig. 12 (a) の $x = 0$ および Fig. 12 (b) の $y \leq b$ に対応するはく離部分の σ_y は、 b の増大に伴って急激に低下するが、 $b/t = 0.2$ までのはく離では $\sigma_y/\sigma_n \geq 2.5$ の応力集中が生じている。実験における σ_n を考慮すれば、はく離部分は塑性域にあり、この程度のはく離によって基材の応力分布が顕著に低下することはないと考えられる。荷重繰返しに伴うはく離が停止 (b が一定) すると、基材のき裂は最も σ_y の高くなるはく離き裂先端を起点にして発生すると考えられる。一方、はく離が継続 (b が増大) し、溶射皮膜が完全にはく離すれば、全領域において $\sigma_y = \sigma_n$ となる。すなわち、密着強度が十分でなく、広範な界面はく離が生じる場合には、溶射皮膜のき裂を起点として溶射材が疲労破壊することはなくなる。

浜井の報告⁹⁾によると、Ti 合金を基材とした WC サーメット溶射材の疲労限度は、 $t \geq 40 \mu\text{m}$ では基材の 1/3 程度のほぼ一定値を示すが、 $t = 20 \mu\text{m}$ と溶射皮膜が極めて薄くなると基材の 2/3 程度になり、本研究の 13Cr 銅溶射材に用いた σ_t による評価は有効でない。この原因として、浜井は溶射皮膜が極めて薄くなると応力集中効果が減少すると考察している。FEM によって得られた上記の応力分布は t が寸法の基準となっているので、溶射皮膜が薄い場合には、応力集中域が小さくなる。また、皮膜のはく離による応力集中の緩和は敏感に生じることを意味している。はく離がない場合の応力解析は、伊藤らにより詳細に行われており、応力拡大係数 K に基づく評価が示されている。⁸⁾ 溶射皮膜が薄い場合の挙動は、溶射皮膜のき裂による K 値が基材の疲労き裂進展下限値よりも小さいことに起因するという解釈もできる。

4・2 溶射皮膜および溶射材の疲労強度評価法

緒言で述べたように、軟質のアンダーコーティング層を有するセラミック溶射材、軟質の金属溶射材、およびセラミックや硬質の金属溶射材で溶射皮膜と基材の界面はく離の生じやすい場合には、溶射皮膜のき裂が基材に及ぶことはなかった。これらの場合、溶射皮膜は基材の疲労挙動に影響を及ぼさない。すなわち、溶射皮膜の力学的寄与を無視した σ_s による評価が有効である。一方、上述したように、溶射皮膜の表面に発生したき裂が溶射材の疲労強度を決定する場合には、 σ_t による評価が有効となる。前者は基材、後者は溶射皮膜の疲労強度を意味している。いずれの疲労強度が溶射材の疲労強度を支配するかについては、溶射皮膜と基材の硬さおよび密着強度に依存する。また、本研究では検討されていないが、溶射皮膜の残留応力も重要な影響因子の 1 つであると考

えられる。⁹⁾ 溶射皮膜の疲労強度に関するデータの蓄積、および溶射皮膜と基材の界面はく離に関する力学的な取扱いの検討が、今後の課題である。

5 結 言

本研究では、WC-12%Co サーメット溶射を S45C、SCM 435 および Ti-6Al-4V の基材に施し、回転曲げ荷重下における疲労き裂発生挙動の詳細な観察を行うとともに、疲労強度の評価方法について検討した。また、S45C を基材とした、異なる皮膜厚さの 13Cr 銅溶射材についても実験を行った。得られた結果を要約すると以下のとおりである。

(1) 溶射材の疲労強度は基材の材質 (WC-12%Co 溶射材) および溶射皮膜の厚さ (13Cr 銅溶射材) の影響を顕著に受けた。

(2) いずれの溶射材の場合にも、溶射皮膜の疲労強度が溶射材の疲労強度を支配していた。すなわち、溶射皮膜表面の真応力 σ_t によって疲労強度が一義的に評価された。

(3) σ_t または溶射皮膜の力学的寄与を無視した応力 σ_s による疲労強度評価の有効性と破壊機構の関係を明らかにした。

最後に、本研究を遂行するにあたり、卒業研究として協力された当時岐阜大学学生 立石宏季君および岡本佳之君に感謝する。

(平成 8 年 11 月 26 日 日本材料学会第 23 回疲労シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 黄 貞雄, 小川武史, 戸梶恵郎, 日本機械学会論文集, A-59, 1663 (1993).
- 2) K. Tokaji, T. Ogawa, J. U. Hwang, Y. Kobayashi and Y. Harada, "Computer Methods and Experimental Measurements for Surface Treatment Effects II", 179 (1995).
- 3) 黄 貞雄, 小川武史, 戸梶恵郎, 江島敏雄, 小林圭史, 原田良夫, 材料, 45, 927 (1996).
- 4) 小川武史, 戸梶恵郎, 江島敏雄, 小林圭史, 原田良夫, 日本機械学会講演論文集, 96, B, 313 (1996).
- 5) K. Tani, H. Nakahira, K. Miyajima and Y. Harada, Materials Transactions, JIM, 33, 618 (1992).
- 6) 浜井升平, 熱処理, 33, 301 (1993).
- 7) 結城良治, "界面の力学", p.85 (1993) 培風館.
- 8) 伊藤義康, 斎藤正弘, 宮崎松生, 日本機械学会論文集, A-60, 2538 (1994).
- 9) J.M. Quets, 45th Annual Forum and Technology Display of the American Helicopter Society, 2 (1989).