エッジインデンテーション法による溶射皮膜のはく離強度評価[†]

中 佐 啓治郎* 加 藤 昌 彦*
張 東 坤** 田 坂 圭一郎**

Evaluation of Delamination Strength of Thermally Sprayed Coating by Edge-Indentation Method

by

Keiijiro NAKASA*, Masahiko KATO*, Dongkun ZHANG**
and Keiichiro TASAKA**

In order to evaluate the shear-delamination strength of thermally sprayed coatings, an "edge-indentation method" was newly proposed in the present study, and the method was applied to WC-Co coating deposited on a tool steel (JIS:SKD5) specimen by high-velocity flame spraying and $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ coating on a mild steel (JIS: SS400) specimen by plasma spraying. The delamination energy of coating, E_d , is defined by the following equation based on the indentation load P vs. displacement δ curve:

$$E_d = \frac{\int_0^{\delta_0} P \cdot d\delta - \int_0^{\delta_0 - B_1} P' \cdot d\delta}{S} \times \frac{2\theta}{2\pi}$$

Where δ_0 is the displacement at delamination, B_1 is the coating thickness, S is the delamination area, 2θ is the delamination angle and P' is the indentation load only for substrate. The delamination energy E_d of WC-Co coating obtained by experiment reveals almost the same value irrespective of coating thickness B_1 and relative indentation distance from edge x/B_1 . The E_d of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ coating increases slightly with an increase in B_1 , and the E_d is smaller than that of WC-Co coating. The edge-indentation method is effective to evaluate the shear-delamination strength especially when the substrate is very hard.

Key words: Delamination strength, Thermal spray coating, Edge-indentation method, Load-displacement curve, Delamination area.

1 緒 言

金属材料の耐摩耗性, 耐熱性, 耐食性などの表面特性を改善するため, 各種溶射法が広く用いられているが,^{1), 2)} 溶射部材が使用時に応力サイクル, 熱サイクル, 粒子衝突などを受けると, 皮膜と基材の界面にはく離が生じることがある。一度皮膜のはく離が起これば, 基材が直接環境にさらされて部材全体の使用寿命および信頼性は著しく低下するから, 皮膜のはく離を防止することは重要な課題である。そのため, 高性能皮膜の開発とともに, はく離強度を簡便にしかも定量的に評価できる方法の確立が望まれている。

溶射皮膜と基材の界面強度を評価する方法としては, JIS 規格の皮膜に垂直な荷重を加える引張試験, スクラッチ試験, 膜のひきはがし試験, 落錘試験, 折り曲げ試験などが提案されている。^{3)~5)} しかし, 引張試験以外の評価法は定性的な試験法であり, 得られた値の物理的意味は必ずしも明確ではない。また, 引張試験においても接着剤の強度不足, コーティング材と界面への接着剤の浸透などの問題が生じる場合がある。さらに, 実際に溶射皮膜がはく離する主原因は皮膜と基材の界面に発生する

せん断応力であるが, コーティング材に別の板を接着剤で貼り付けて両者を引張る形式の引張せん断試験法でも上記のような問題が生じるし, 円筒を用いるせん断はく離試験⁴⁾においても, 膜厚が薄い場合や溶射によって試験片寸法に狂いが生じる場合には評価が非常に困難である。著者らは, この問題を解決するため, 皮膜に平行な引張荷重を加える評価法^{6)~8)}を提案した。この方法は, 破壊力学的手法に基づいてせん断はく離強度(厳密には引張り-せん断混合モードはく離強度)を定量的に測定できる長所があり, 溶射皮膜の開発, 溶射条件の設定には有効であるが, 皮膜のはく離を基材の塑性変形によって生じさせるので, 金型やロールなど基材の変形能が小さい実部品については, はく離強度を直接測定することはできない。そこで本研究では, コーティング皮膜に人工的に端部を導入し, その近傍にダイヤモンド圧子を押し込むことによりせん断はく離強度を評価する「エッジインデンテーション法」を開発し, その有効性と問題点を明らかにするため, 高速フレイム溶射した WC-Co サーマット皮膜およびプラズマ溶射した $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ セラミック皮膜のはく離強度評価を試みた。

[†] 原稿受理 平成9年7月30日 Received July 30, 1997

* 正 会 員 広島大学工学部第一類(機械系) 〒739-8527 東広島市鏡山, Dept. of Mech. Eng. Hiroshima Univ., Kagamiyama, Higashi-Hiroshima, 739-8527

** 広島大学大学院 〒739-8527 東広島市鏡山, Graduate Student, Hiroshima Univ., Kagamiyama, Higashi-Hiroshima, 739-8527

2 実験方法

2.1 試験片および溶射法

本研究では、硬質基材として熱間加工用合金工具鋼 (SKD5, 化学組成 (質量 %): 0.30%C, 0.25%Si, 0.019%P, 0.004%S, 2.46%Cr, 9.46%W, 0.34%V, 0.46%Mn, 焼入れ: 1373K, 1.2ks 保持, 油冷, 焼もどし: 898K, 3.6ks 保持, 空冷) および軟質基材として一般構造用圧延鋼材 SS400 を用いた。これらを Fig.1 (a) および (b) に示す板状の試験片基材に機械加工し, 石油ベンジンで脱脂したのち, 基材表面をショットブラストして凹凸をつけた。本研究では2種類の溶射法を用いた。

(1) 高速フレイム溶射: ダイヤモンドジェット溶射装置 (スルーザーメテコ社製) を用いて WC (88 質量 %) - Co (12 質量 %) 粉末を SKD5 基材に高速フレイム溶射した。溶射条件は, 溶射ガン移動速度: 333mm/s, 溶射ピッチ: 5mm, 溶射ガンと試験片の距離: 250mm, 燃焼ガス: プロピレンガス (580kPa) + 酸素ガス (1080kPa) である。また, 溶射ガンの往復回数を変化させることにより膜厚 B_1 を変化させた。なお, 参考のため, ショットブラストを施さずに溶射した試験片も準備した。

(2) プラズマ溶射: プラズマ溶射装置を用いてアルミナ Al_2O_3 (60 質量 %) - チタニア TiO_2 (40 質量 %) 混合粉末 (粒子直径: 10 ~ 40 μ m) を SS400 基材に溶射した。溶射条件は, 電圧: 36V, 電流: 900A, アークガスおよびバウダーガス: アルゴン (圧力 470kPa), 二次ガス:

ヘリウム (圧力 400kPa), 溶射ガン移動速度: 670mm/s, 溶射距離: 100mm であり, ホッパー回転数を変えて溶射量を調整し, 膜厚 B_1 を変化させた。

高速フレイム溶射試験片 (WC-Co 皮膜) については, 放電加工により Fig. 1 (a) に示すような幅 1mm の溝 (エッジ) を設けた。この時, 皮膜エッジ部界面が放電加工の影響をできるだけ受けないようにするため, 放電電圧は低く設定した。その後皮膜エッジ近傍の所定の位置に圧子を押し込んでインデンテーション試験を行い, エッジ部に試験領域がなくなると, 次の新たな溝を設けることにより, 1 枚の試験片で多数回のエッジインデンテーション試験を行った。プラズマ溶射試験片 (Al_2O_3 - TiO_2 皮膜) の場合には放電加工によりエッジを設けることができないので, グリーンカーボラダム切断砥石で皮膜および基材を切断して Fig. 1 (b) に示すような短冊状試験片を作製し, そのエッジ近傍にインデンテーションを行った。

2.2 エッジインデンテーション試験

Fig. 2 に模式的に示すように, 圧縮試験機の移動台の上に試験片を置き, Fig. 3 に示すように頂角 120 度の円錐ダイヤモンド圧子 (ロックウェル C 硬さ試験用) を皮膜のエッジから一定距離 x の位置に押しつけた。ロードセルにより荷重 P を, 移動ステージと圧子ホルダーの間に取り付けたクリップゲージにより押し込み変位 δ を測定し, 両者を X-Y レコーダーで記録して, 荷重-変位曲線を得た。

Fig. 4 (a) および (b) は, 皮膜厚さの異なる WC-Co 皮

Fig. 1. Specimens with edge for (a) WC-Co coating and (b) Al_2O_3 - TiO_2 coating.

Fig. 2. Indentation apparatus.

Fig. 3. Detail of indentation position near edge.

Fig. 4. Load-displacement curves.

膜試験片について得られた荷重—変位曲線の模式図である。圧子を試験片に押しつけていくと荷重と変位が増加するが、A点で皮膜ははく離すると同時にC点まで荷重が急激に減少する。荷重の低下量は膜厚が厚いほど大きい。C点で試験機を停止して除荷すると、荷重はCC'線のように弾性ひずみを回復しながら低下する。Fig. 4 (c)は、エッジから遠く離れた位置でのインデンテーション負荷および除荷曲線であり、この場合は圧子を基材に深く押し込んでも皮膜の圧壊は生じるがはく離は生じない。Fig. 4 (d)は基材のみのインデンテーション曲線である。Fig. 4 (e)は $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ 皮膜の荷重—変位曲線の例で、圧子が基材にかなり深く進入したのちにA点で皮膜のはく離が起こるが、荷重の低下は見られない。また負荷曲線の勾配はWC-Co皮膜の場合に比べてかなり小さい。

Fig. 5は、WC-Co皮膜はく離面の拡大写真である。これによると、圧子直下の皮膜はそのまま残っており、はく離き裂は圧子先端からではなく圧子周辺で発生している。このため、皮膜は台形状（富士山状）にはく離しているが、エッジに近づくにつれて広がっている（Fig. 3）。

Fig. 5. Delamination of WC-Co coatings after edge-indentation tests. (a) $B_1 = 0.15\text{mm}$, (b) $B_1 = 0.25\text{mm}$ (without shot blast).

Fig. 6. Indentation depth of WC-Co coating just before delamination at various coating thickness and distance from edge.

Fig. 7. Schematic crack initiation and propagation process speculated from load-displacement curve. (a) WC-Co coating, (b) Al_2O_3 - TiO_2 coating.

Fig. 6 は, WC-Co 皮膜について, 実測した荷重と変位の関係から, 皮膜はく離する直前に圧子がどの程度の深さに達しているかを調べたものである。膜厚が小さい場合または x が大きい場合には圧子が基材に達したのちにはく離が生じるが, 膜厚が比較的大きい場合には圧子が基材に達する前にはく離が起こる。なお, Al_2O_3 - TiO_2 皮膜の場合には, 実験に用いた皮膜厚さ (0.11 ~ 0.30mm) では, すべて圧子が基材に達した後はく離が生じる。

2・3 はく離強度評価方法の提案

上記のインデンテーション曲線から得られた情報をもとに, 皮膜のはく離特性を表すエネルギーパラメータを考える。Fig. 7 (a) および付図は, WC-Co 皮膜 (SKD5 基材) への圧子押し込みに伴う皮膜の変形 (O-A), き裂の発生と成長 (A-B), 不安定伝ば開始 (B 点), はく離完了と試験機停止 (C 点) および除荷過程 (C-C') を模式的に示したものである。皮膜に圧子を押すつと, 荷重は OA 線にしたがって増加するが, その間に皮膜は不可逆変形するので, A 点直下から除荷しても O 点ではなく A' 点に戻る (その勾配は, 負荷曲線のそれよりはるかに大きい)。つぎに, き裂が不安定伝ばを開始する B 点を, 実測した荷重-変位曲線から見出すことは困難であり, Fig. 7 (a) の A-B-C が実測曲線の AC として現れるが, A 点から C 点への荷重の低下は瞬時に起こるので, B 点は A 点に極めて近いと思われる。C 点からの除荷曲線を C-C' とすると, この間にはく離していない皮膜および基

材に蓄えられていた弾性エネルギーが解放されるから, 結局, はく離を生じるための有効なエネルギーとしては OABCC' の面積に相当するエネルギーということになる。

つぎに, Al_2O_3 - TiO_2 皮膜 (SS400 基材) のインデンテーション曲線の模式図を Fig. 7 (b) に示す。この場合には圧子が基材にかなり深く進入したのちに皮膜はく離するので, はく離が生じて荷重の急激な低下は起こらず, 曲線に折れ曲がりが生じるのみである。したがって, この折れ曲がり点は, 皮膜のはく離開始点 B 点に相当すると思われる。また, 曲線 OA の後期には皮膜の変形特性のみならず, 基材の弾性変形および塑性変形特性が反映されている。

上記の皮膜はく離過程の考察によると, エッジインデンテーション法における皮膜のはく離挙動は, 皮膜の変形特性, 皮膜の強度, 膜厚, 界面強度および基材の変形特性によって支配されることが分かる。本研究で用いた WC-Co 皮膜と SKD5 基材の組み合わせにおいては, 皮膜の気孔率は小さく変形抵抗が大きい (荷重-変位曲線の勾配が大きい) ので, 圧子の押し込み量が小さくても皮膜には大きな引張応力が, 界面には大きなせん断応力が作用する。また, 基材の強度が大きいので, 圧子が基材に達する前には界面で塑性変形が起こることはなく, 界面のせん断応力は緩和されにくい。したがって, 荷重は大きいが少ない押し込み深さで皮膜の割れと界面でののはく離が起こる。一方, Al_2O_3 - TiO_2 皮膜と SS400 基材の組み合わせにおいては, 皮膜が多孔質であるので, 圧子の押し込みにより皮膜が変形しやすく (荷重-変位曲線の勾配が小さい), 皮膜に割れが生じないままで圧子が容易に基材に達する。基材の降伏強度は小さいので, そのまま圧子は基材に押し込まれるが, 圧子周辺における皮膜と基材の界面せん断応力は上昇し続けるので, ある荷重ではく離が起こる。通常他の溶射皮膜と基材の組み合わせにおいても, 皮膜はく離時に荷重の急減または荷重-変位曲線の折れ曲がりのいずれかが起こると思われるので, 上記二つの典型的な組み合わせに対して得られる荷重-変位曲線から, エッジインデンテーション法による一般的なはく離強度評価法を見出すことが可能であると思われる。その場合, 皮膜と基材のどのような組み合わせにおいても, はく離荷重 P_0 は, 皮膜, 界面, 基材それぞれの特性を含む重要なパラメータの一つであるが, 圧子が基材に達すると, はく離荷重が基材そのものの変形挙動に直接影響されるようになるから, 特別の扱いが必要となる。

そこで本研究では, はく離エネルギーの定義として, き裂の発生または不安定伝ば開始点 (具体的には, WC-Co 皮膜のように荷重の急減が起こる場合には A 点, Al_2O_3 - TiO_2 皮膜のように折れ曲がり点が現れる場合には B 点) までに, 試料が受け取った弾塑性ひずみエネルギーとし (き裂が不安定伝ばする間に外力がなした仕事, はく離していない皮膜部分に蓄えられたひずみエネルギーなどは考慮しない), 圧子が基材に到達したのちにはく離が起こる場合には, 基材を変形させるに必要な弾塑性ひずみエネルギーを除外する。これを除外する方法は, O

Fig. 8. Effect of coating thickness on the relation between normalized distance from edge and load at delamination for WC-Co coating.

Fig. 9. Relation between distance from edge and delamination area of WC-Co coating.

点（圧子進入開始点）から膜厚 B_1 に等しい変位 OO' を決め、この O' を出発点とする基材のみの荷重 P' -変位 δ 曲線（Fig. 4 (d) の曲線に相当する） $O'b'$ 曲線を描き、全エネルギーから $O'b'$ 曲線の下面積を差し引く。すなわち、Fig. 7 (b) の多角形 $OBb'O'$ の面積のみを皮膜のはく離に用いられるエネルギーとする。なお、WC-Co 皮膜で膜厚が薄い場合には、Fig. 4 (a) および Fig. 6 に示したように、圧子が基材に押し込まれたのちに荷重が急減してはく離が生じるので、同様に基材の変形に要するエ

Fig. 10. Relation between normalized distance from edge and delamination energy for WC-Co coating.

ネルギーを差し引く。また、はく離面の形状を頂角 2θ の 2 等辺三角形で近似すると、はく離に用いられたエネルギーは近似的に上記全エネルギーのうちの $2\theta/2\pi$ となる。したがって、はく離エネルギー E_d を次式で表す。

$$E_d = \frac{\int_0^{\delta_0} P d\delta - \int_0^{\delta_0 - B_1} P' \cdot d\delta}{S} \times \frac{2\theta}{2\pi}$$

$$\theta = \tan^{-1} \frac{S}{x^2}$$

ここで、 S ははく離面積、 x はエッジからインデンテーション位置までの距離、 δ_0 は最大荷重点（A 点）または折れ曲がり点（B 点）までの変位であり、圧子が基材に達する前にはく離が起こる場合には、上式の分子の第 2 項は不必要である。本研究では、 x と S は、投影機を用いて測定した。

3 実験結果および考察

3・1 WC-Co 高速フレーム溶射皮膜のはく離荷重、はく離面積およびはく離エネルギーに及ぼす膜厚の影響

Fig. 8 は、膜厚の異なる WC-Co 皮膜について、エッジからの距離 x を変化させてインデンテーション試験を行い、はく離時の荷重 P_0 を調べた結果である。この図によると、 B_1 で無次元化したエッジからの距離 x/B_1 の増加に伴い、 P_0 はほぼ直線的に増加し、同じ x/B_1 では膜厚 B_1 が大きいほど P_0 が大きいことが分かる。また、膜厚が同程度で、ブラストを施していない試験片（ $B_1 = 0.25\text{mm}$ 、白四角印）とブラストを施した試験片（ $B_1 = 0.30\text{mm}$ 、白丸印）を比較すると、ブラストを施していない試験片のはく離荷重はかなり低い。

Fig. 9 は、エッジからの距離 x と、はく離面積 S の関係を求めたものである。はく離形状（頂角の大きさ、辺の形状）の不規則性により、はく離面積のばらつきはかなり大きい。皮膜厚さ $B_1 = 0.30 \sim 0.60\text{mm}$ の場合に比べ $B_1 = 0.15\text{mm}$ の場合の方が、はく離面積はやや大きいようであるが、とくに大きな有意差はない。また、ブラストを施したものと施していないもののはく離面積の差は明瞭でない。はく離面を 2 等辺三角形で近似したとき、頂角 2θ が x によらず一定であれば、 S は距離 x の 2 乗に

Fig. 11. Effect of coating thickness on the relation between normalized distance from edge and load at delamination for Al_2O_3 - TiO_2 coating.

Fig. 12. Relation between normalized distance from edge and delamination energy for Al_2O_3 - TiO_2 coating.

比例して増加するはずである。図中の放物線は実験データを最小二乗法により近似したものであり、この曲線から逆にはく離頂角 2θ の平均値を求めると 143° となる。

Fig. 10 は、 x/B_1 とはく離エネルギー E_d の関係を求めたものである。この図によると、ショットプラストを施したものの中には著しくはく離エネルギーの高いものがあるが、これは、Fig. 9 に示したように、はく離面積が著しく小さかったためである。大部分のはく離エネルギーは x/B_1 および膜厚によらず、ばらつきの範囲内ではほぼ一定値となっている (P_0 と x/B_1 の関係および δ_0 と x/B_1 の関係が原点を通る直線関係で表され、また $S \propto x^2$ であれば、 E_d は x/B_1 によらず一定となる)。したがってこれらの値を皮膜のはく離エネルギーとして採用すると、それらは安全側の値を与えることになる。なお、WC-Co 皮膜のはく離エネルギーが膜厚にあまり依存しないという傾向は、前報⁷⁾の引張りによるせん断はく離試験の結

果 (ただし、基材は焼なましした SKD62) と一致している。プラストを施したものは、プラストを施していないものに比べてはく離エネルギーが大きい、これはプラストを施すと基材表面に凹凸ができるため皮膜と試験片の接触面積が増えることと、せん断荷重が皮膜に水平方向にかかるため、皮膜の界面と基材の界面がプラストによる凹凸で引っかかるアンカー効果が原因と考えられる。

3・2 Al_2O_3 - TiO_2 プラズマ溶射皮膜のはく離エネルギーに及ぼす膜厚の影響

Fig. 11 は、 Al_2O_3 - TiO_2 皮膜について、エッジからの無次元化距離 x/B_1 とはく離荷重 P_0 の関係を調べた結果である。この場合も x/B_1 の増加とともに P_0 はほぼ直線的に増加しており、同じ x/B_1 に対しては膜厚 B_1 が大きいほど P_0 が大きい。なお、インデンテーション試験のうち、はく離面積 S を測定したところ、WC-Co 皮膜の場合と同様、 S はエッジからの距離 x の二乗にほぼ比例して増加した。曲線から求めた平均はく離頂角は約 113° であり、WC-Co 皮膜の頂角の平均値 143° より小さかった。

つぎに、インデンテーション曲線からはく離エネルギーを求め (基材の変形に必要なエネルギーを差し引いた値)、これをはく離面積で除した E_d と無次元化したエッジからの距離 x/B_1 の関係を Fig. 12 に示す。この図によると、 E_d は x/B_1 の増加に対してわずかに変化している。したがって、どの厚さの皮膜ではく離強度が大きいかの順位づけおよびはく離強度の値の決定が困難となるが、傾向としては、 $B_1 = 0.11\text{mm}$ の場合より $B_1 = 0.19\text{mm}$ および 0.30mm の方が E_d が大きい。前報⁶⁾の引張試験によるはく離エネルギー測定結果によると、やはり $B_1 = 0.11\text{mm}$ よりも $B_1 = 0.19\text{mm}$ および 0.30mm の場合の方がはく離エネルギーが大きくなっており (ただし、 B_1 がさらに厚くなると、はく離エネルギーはかえって低下する)、はく離エネルギーの膜厚依存性は類似している。また、 E_d の値は、WC-Co 皮膜の場合よりかなり小さいが、この傾向も前報^{6),7)}の結果と一致している。

3・3 エッジインデンテーション法の利点および欠点

この方法の利点としてはつぎのことがあげられる。

A-1 ぜい性皮膜は、延性皮膜と異なり、せん断はく離を生じさせること自体が困難であるが、この方法を用いると、せん断型のはく離を容易に起こさせることができる。

A-2 基材の硬度に無関係に適用できるので、金型やロールなどの硬質基材の皮膜はく離強度の評価にも適用できる。

A-3 測定装置が簡単である。試料寸法も小さくすみ、実際の部品から試験片を切り出すことにより、容易に試験ができる。

A-4 はく離までに要するエネルギーを求めるので、定量評価が可能である。

A-5 はく離エネルギー E_d が x/B_1 にあまり依存しない。

A-6 この試験システムを小型化するか、既存の微小硬度計 (荷重 - 変位曲線が測定可能なもの) を用いれば、PVD, CVD などで製造したセラミック薄膜のはく離強度評価に適用できる可能性がある。

一方、問題点としては、つぎのようなことがある。

B-1 はく離荷重（および変位）にはあまり大きなばらつきはないが、はく離面積に大きなばらつきがあり、その結果はく離エネルギー E_d の値がかなりばらつく。したがって測定点を多数とる必要がある。

B-2 あまりエッジに近い点に圧子を押し込むと、エッジ作製時の放電加工および砥石切断時のエッジ界面損傷が測定値に影響する可能性がある。また、はく離エネルギーが x/B_1 によって変化する場合には、どの位置でのはく離エネルギーをその皮膜のはく離エネルギーとするかが決定しにくい。

B-3 WC-Co 皮膜と $Al_2O_3-TiO_2$ 皮膜を比較すると、同じ荷重であっても後者の方が変位が大きい。したがって変形しやすい皮膜ではく離エネルギーが非常に大きくなる可能性がある。

B-1 の理由は、皮膜の割れおよびはく離き裂の進展方向が一定ではなく、皮膜のはく離面積が確率的に大きな変動を生じるためと考えられる。たとえば、はく離荷重が同程度で、はく離面積が極端に小さい場合には、三角形はく離面の両側または片側の界面ですではく離が生じていた可能性がある。はく離エネルギーの表現式において、 S が小さくなれば 2θ も小さくなり、 S のばらつきの影響はある程度緩和されるが実際にはやはり E_d のばらつきは大きい。現段階では、 E_d の極端に大きい値は除外し、 E_d の小さい値を安全側のはく離エネルギーとして採用するのが適当と考えられる。

B-2 については、エッジの近傍の損傷の影響を避けるため x/B_1 の値を大幅に変化させて実験し、 $x/B_1 > 2$ のデータを採用する。もし E_d が x/B_1 に依存して一定でない場合には、その最低値をとるのがよいと思われる。

B-3 については、圧子の押し込みによって皮膜をはく離させるエネルギーを用いる限り、これに皮膜および界面の変形特性が含まれる。たとえばぜい性材料であっても多孔質であれば同じ圧子荷重に対して、圧入変位は大きくなる。このことは一般に変形しやすい皮膜はく離までにエネルギーを吸収し、はく離しにくいという概念と矛盾しない。

エッジインデンテーション法におけるはく離強度評価の最大の特徴は、皮膜にエッジを設けると、圧子の押し込みにより皮膜がせん断はく離しやすくなるという現象を利用することであり、基材の硬度に無関係に適用できる。皮膜に圧子を押し込むと、皮膜は不可逆変形するとともに、圧子の頂角が大きいので圧子直下の皮膜は基材に押しつけられ、その外側にき裂が発生して皮膜がせん断はく離する。また、はく離過程は、エッジの存在、皮膜と基材の異種材料の相互作用、皮膜および界面におけるき裂の発生と伝ばなど、複雑な変形および破壊過程を内包している。したがって、エッジインデンテーション法で求めるはく離エネルギーの物理的内容は複雑である。

圧子の押し込み過程を、圧子近傍におけるき裂の発生に必要な作業と考え、その後のき裂伝ば挙動からき裂の界面伝ば抵抗を求めることも考えられるが、そのために

は、皮膜に加わるせん断力と発生したき裂長さの情報が必要である。しかしながら現段階では、圧子近傍で発生したき裂が、どの程度の長さになったときに不安定伝ばするかを荷重-変位曲線から求めることはできない。したがって、この方法における破壊力学的な定量化、たとえば、臨界エネルギー解放率または界面破壊じん性を推定することは今後の課題である。

4 結 言

焼入れ後焼戻した熱間加工用合金工具鋼（JIS：SKD5）試験片に WC-Co 粉末を高速フレイム溶射した。また一般構造用圧延鋼材（JIS：SS400）試験片に $Al_2O_3-TiO_2$ 混合粉末をプラズマ溶射した。これら溶射試験片にエッジインデンテーション試験を行い、荷重-変位曲線からはく離エネルギー E_d を求めた。得られた結果はつぎの通りである。

(1) はく離荷重は、エッジからの距離 x を皮膜厚さ B_1 で無次元化した x/B_1 の増加に伴い直線的に増加する。はく離面積のばらつきは大きい。はく離面積はエッジからの距離 x の 2 乗にほぼ比例して増加する。

(2) WC-Co 皮膜のはく離エネルギーは膜厚および x/B_1 に依存せず、ばらつきの範囲内でほぼ一定となる。ブラストを施していない試験片のはく離エネルギーは低い。

(3) $Al_2O_3-TiO_2$ 皮膜のはく離エネルギーは WC-Co 皮膜より低い。

(4) 本研究で提案したエッジインデンテーション法により溶射皮膜のせん断はく離強度を定量的に評価できる。

おわりに、本研究に熱心に協力された杉川匡信君（当時学生）および試験装置を製作していただいた広田秀徳技官に感謝します。また、試験片の溶射でお世話になりました広島県立西部工業技術センター生産技術部の蒲田政信部長および原 信彦主任研究員に感謝します。なお、本研究を行うに当たり、(財)谷川熱技術振興基金の平成 8 年度研究援助金を使用させていただきました。ここに謝意を表します。

（平成 9 年 5 月 23 日日本材料学会第 46 期学術講演会にて講演）

参 考 文 献

- 1) 竹田博光編，“セラミックコーティング”（1988）日刊工業新聞社。
- 2) 原田良夫，日本金属学会会報，**31**，413（1992）。
- 3) JIS H8661-1994：亜鉛溶射皮膜試験方法，JIS H8663-1994：アルミニウム溶射皮膜試験方法，JIS H8666-1994：セラミック溶射皮膜試験方法。
- 4) 伊藤義康，栢谷英夫，機械の研究，**41**，701（1989）。
- 5) 伊藤義康，斎藤正弘，栢谷英夫，機械の研究，**42**，377（1990）。
- 6) 中佐啓治郎，高田宗一郎，市後博造，材料，**44**，321（1995）。
- 7) 中佐啓治郎，加藤昌彦，江河史晃，蒲田政信，原 信彦，材料，**45**，680（1996）。
- 8) 加藤昌彦，中佐啓治郎，江河史晃，蒲田政信，原 信彦，材料，**46**，315（1997）。