四点曲げ試験によるぜい性コーティング皮膜のはく離強度評価†

張 東 坤* 加 藤 昌 彦** 中 佐 啓 治 郎**

Evaluation of Delamination Strength of Brittle Coating by Four-Point Bending Test

by

Dongkun ZHANG*, Masahiko KATO** and Keiji NAKASA**

In order to evaluate the delamination strength of brittle coating on ductile substrate, the four-point bending test method was proposed by expanding the tensile test method. The delamination energy was derived as a function of bending moment, curvature of specimen at delamination of coating and material's constants by theoretical analysis where the change of strain energy both in coating and substrate at delamination were considered. The method was applied to the specimen with WC-Co coating on an annealed tool steel prepared by high-velocity flame spraying. With increasing bending moment, the coating is divided repeatedly by cracks with almost the same interval. The crack interval at the delamination increases and the delamination energy of coating decreases with an increase in coating thickness. The four-point bending method is also effective to evaluate the delamination strength of brittle coating.

Key words: Delamination strength, Energy consideration, WC-Co coating, Four-point bending test, Coating thickness

1 緒 言

金属材料の耐摩耗性、耐熱性、耐食性などを向上させるため、セラミック溶射法、PVD、CVD 法など各種表面コーティング法が広く用いられている。^{1), 2)} しかし、コーティング部材が使用時に負荷応力、熱応力、それらの繰返しなどを受けると、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およびコーティング法の開発とともに適切な界面強度評価法の確立が望まれている。

ところで、溶射皮膜と基材の界面強度を評価する方法としては、JIS 規格で決められている皮膜に垂直な荷重を加える引張り試験、折り曲げ試験、カップ試験、スクラッチ試験、皮膜の引はがし試験、落錘試験などがある。^{3)~5)} しかし引張り試験以外の試験法で用いる評価パラメータは、その中に皮膜の強度を含んだり、試験片寸法に依存するものがあり、はく離強度（応力の限界値）やはく離エネルギー（エネルギー解放率の限界値）に直接対応していない。また引張り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。

部材に熱サイクルや応力サイクルが加わる場合、皮膜のはく離が皮膜と基材の界面に発生した引張り応力によって起これる場合^{6)~9)} には、皮膜に垂直な引張り荷重を

加える引張り試験法が有効であるが、熱分布や応力分布が不均一で皮膜がせん断応力によってはく離する場合も多く、この場合には皮膜のせん断はく離試験法を開発する必要がある。しかし、せん断はく離試験法としてすでに提案されている円筒を用いる試験法⁴⁾ では、試験片の加工やコーティングの煩雑さ、加工精度、せん断強度のクリアランス依存性などの問題があるし、接着剤を用いる引張りせん断試験法⁴⁾ も上述の接着剤浸透の問題がある。

そこで著者らは、部分はく離膜を有する試験片に対して Kendall¹⁰⁾ が提案した引張り試験（皮膜に平行な力を加える）によるせん断はく離強度評価法（厳密にはせん断・引張り混合モードはく離強度評価法）を、基材が塑性変形するときにも適用できるように拡張するとともに、皮膜を全面にコーティングした平板試験片の引張り試験からせん断はく離強度を評価することを提案した。¹¹⁾ さらにこの方法を利用して、高速フレーム溶射したサーメット皮膜のせん断はく離強度に及ぼす膜厚の影響¹²⁾ 熱サイクルの影響¹³⁾ 腐食の影響¹⁴⁾ を調べ、その有効性を明らかにした。この方法の利点は、はく離エネルギーを破壊力学に基づいて定量的に評価できること、上記のように全面コーティング試験片を用いることができることおよび基材が塑性変形を生じる場合でもはく離エネルギーを求めることができることである。それに加えて、はく離エネルギーの表現式が簡単であること、多層コーティングにも拡張して適用できること、実際のコーティング部材で起これる皮膜のはく離と同じ応力状態ではく離を起

† 原稿受理 平成 10 年 5 月 27 日 Received May 27, 1998

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

** 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

させることができることなどがあげられるが、引張り試験片の作製はR部・平行部の加工や穴あけなどやや面倒である。そこで、上記の利点を保持したままで平板試験片の曲げ試験からはく離強度を求めることができれば、はく離強度の計算法はやや煩雑になるが、試験片の準備という点では有利であるので、本研究では、曲げ試験からはく離強度を測定する方法を追加提案する。

2 解 析

2・1 四点曲げ試験におけるコーティング試験片の変形特性

本研究では、前報¹¹⁾と同様、基材が弾性変形する間に皮膜がはく離する場合のみならず、基材が塑性変形したのちに皮膜がはく離する場合も取り扱う。そこで、引張り荷重下における基材の塑性変形挙動が直線硬化材のそれに従うとし、応力 σ とひずみ ε の関係を次式で表す。

$$\begin{aligned}\sigma &= E_e \varepsilon & (\sigma \leq \sigma_{ys}) \\ \sigma &= \sigma_{ys} + E_p (\varepsilon - \varepsilon_{ys}) = E_p \varepsilon + \sigma_p & (\sigma > \sigma_{ys})\end{aligned}\quad (1)$$

$$\varepsilon_{ys} = \sigma_{ys} / E_e \quad \sigma_p = \left(1 - \frac{E_p}{E_e}\right) \sigma_{ys}$$

ここで、 E_e および E_p は弾性係数および塑性係数、 σ_{ys} および ε_{ys} は降伏応力および降伏ひずみである。

ところで、引張り試験によってはく離強度を測定する際には、皮膜の影響を無視することにより各試験片の応力-ひずみ曲線から、基材の材料特性（弾性および塑性係数、降伏応力）は容易に求まるが、¹¹⁾曲げ試験においては各コーティング試験片について曲げモーメントと曲率の関係の測定し、これらの材料定数を求める必要がある。皮膜の存在を無視すれば、塑性力学の教科書¹⁵⁾などに示されている式を用いて、材料特性を求めることができるが、のちの解析のために、ここではコーティング材料に

ついて皮膜が弾性変形し、基板が塑性変形する場合について、曲げモーメント、曲率半径、各断面の応力、各材料定数の関係を求めておく。

Fig. 1 (a) に示す四点曲げ試験において、皮膜と基材で構成される二層はりの荷重点間部分が均一な曲げモーメント M を受け、Fig. 1 (b) の断面図に示すように、基材の中心部は弾性変形するが表面近傍は塑性変形し、皮膜は弾性変形する場合を考える。皮膜および基材の厚さをそれぞれ B_1 および B_2 、二層はりの幅を b とする。また二層はりの曲率半径を ρ_1 、はりの中立軸 O_1O_1' から皮膜・基材の界面までの距離を η_0 、中立軸から任意の距離を η 、中立軸から弾塑性変形の境界までの距離を y_1 とする。皮膜の弾性係数を E_{e1} とし、基材の変形特性を前述のように直線硬化材のそれと表し、その弾性係数を E_{e2} 、塑性係数を E_{p2} 、降伏応力を σ_{ys2} 、降伏ひずみを ε_{ys2} とする。二層はりのひずみの分布はFig. 1 (c) に示すように皮膜、基材とも連続的に $\varepsilon = \eta / \rho_1$ の直線分布をとるとする。この場合の応力分布はFig. 1 (d) に示すように皮膜が直線分布、基材が弾塑性二段階直線分布をとり、各部分の応力は次式で表される。

$$\begin{aligned}\sigma &= E_{e1} \cdot \eta / \rho_1 & (\eta_0 < \eta \leq \eta_0 + B_1) \\ \sigma &= \sigma_p + E_{p2} \cdot \eta / \rho_1 & (y_1 < \eta \leq \eta_0)\end{aligned}$$

$$\sigma_p = (1 - E_{p2} / E_{e2}) \sigma_{ys2} \quad , \quad y_1 = \rho_1 \sigma_{ys2} / E_{e2} \quad (2)$$

$$\begin{aligned}\sigma &= E_{e2} \cdot \eta / \rho_1 & (-y_1 < \eta \leq y_1) \\ \sigma &= -\sigma_p + E_{p2} \cdot \eta / \rho_1 & (\eta_0 - B_2 \leq \eta \leq -y_1)\end{aligned}$$

まず、はりの断面に垂直な力のつりあい関係から、 η_0 が曲率 $k_1 (= 1 / \rho_1)$ の関数として次式のように求まる。

$$\eta_0 = \frac{(E_{p2} B_2^2 - E_{e1} B_1^2) k_1 + 2 \sigma_p B_2}{2(E_{e1} B_1 + E_{p2} B_2) k_1 + 4 \sigma_p} \quad , \quad k_1 = \frac{1}{\rho_1} \quad (3)$$

つぎに、外から加わる曲げモーメント M と二層はりの内部応力による曲げモーメントの釣り合いから、 M と k_1 の関係が次式のように求まる。

$$\begin{aligned}M &= b \left\{ \frac{E_{e1}}{3} [(B_1 + \eta_0)^3 - \eta_0^3] + \frac{E_{p2}}{3} [(B_2 - \eta_0)^3 + \eta_0^3] \right\} k_1 \\ &\quad - \frac{b \sigma_p}{3} \frac{\sigma_{ys2}^2}{E_{e2}^2} \frac{1}{k_1^2} + \frac{b \sigma_p}{2} [(B_2 - \eta_0)^2 + \eta_0^2] \quad (4)\end{aligned}$$

また、基材のみの部分の曲率半径を ρ_2 、曲率を $k_2 (= 1 / \rho_2)$ とすると、 $B_1 = 0$ として、式(3)からは $\eta_0 = B_2 / 2$ が、式(4)からは次式が得られる。¹⁶⁾

$$M = \frac{b B_2^3 E_{p2}}{12} k_2 - \frac{b \sigma_p}{3} \frac{\sigma_{ys2}^2}{E_{e2}^2} \frac{1}{k_2^2} + \frac{b B_2^2 \sigma_p}{4} k_2 \quad , \quad k_2 = \frac{1}{\rho_2} \quad (5)$$

2・2 四点曲げ試験における皮膜はく離エネルギーの導出

Fig. 2 (a) に示すように、はりの表面で皮膜の一部が長さ a だけすではく離しているとし、はく離き裂先端の微小な皮膜領域 A と基材領域 C に注目し、一定の曲げモーメント M のもとで、 $\Delta a = \Delta \theta_1 \cdot (\rho_1 + \eta_0) \approx \Delta \theta_1 \cdot \rho_1$ の部分に新たなはく離が生じる過程での自由エネルギーの変化を求める。

まず、皮膜のはく離による表面エネルギーの増加分 ΔW_{12} は

Fig. 1. (a) Four-point bending test, (b) elastic-plastic region across the specimen section, (c) distribution of strain, (d) distribution of stress.

$$\Delta W_{12} = b \cdot \Delta \theta_1 \cdot \rho_1 \cdot 2\gamma_{12} \quad (6)$$

である。ここで、 $2\gamma_{12}$ は単位面積あたりの表面エネルギーであるが、皮膜の表面エネルギーと基材の表面エネルギーは異なるので $2\gamma_{12}$ は両者の平均値である。本研究では $2\gamma_{12}$ をはく離エネルギーと呼ぶ。

つぎに、このはく離によって皮膜領域 A から解放される弾性ひずみエネルギー ΔU_A は、領域 A の微小体積を $dV_A = b \times d\eta \times \Delta \theta_1 (\rho_1 + \eta) \approx b \times d\eta \times \Delta \theta_1 \rho_1$ とすると、

$$\Delta U_A = -\frac{1}{2} \int_{\eta_0}^{\eta_0+B_1} \frac{\sigma_A^2}{E_{e1}} dV_A \quad (7)$$

である。これに式 (2) を代入すると次式が得られる。

$$\Delta U_A = -\frac{b\Delta\theta_1 E_{e1}}{6\rho_1} [(\eta_0 + B_1)^3 - \eta_0^3] \quad (8)$$

また、 $\Delta a = \Delta \theta_1 \cdot \rho_1$ のはく離が生じると、基材領域 C の曲率は増加して、基材のみの領域 C の曲率半径 ρ_2 と同じになる。この過程での基材の弾塑性ひずみエネルギーの増加分 ΔU_C は、領域 C の皮膜はく離前の応力を σ_C 、領域 C の微小体積を $dV_C' \approx b \times d\eta \times \Delta \theta_1 \rho_1$ 、また領域 C の応力を σ_C 、微小体積を $dV_C \approx b \times d\eta \times \Delta \theta_2 \rho_2$ 、中立軸から弾塑性変形の境界までの距離を y_2 とすると、

$$\begin{aligned} \Delta U_C' = & \left\{ \int_{-y_2}^{y_2} \frac{\sigma_C^2}{2E_{e2}} dV_C + 2 \int_{y_2}^{\frac{B_2}{2}} \frac{\sigma_C^2}{2E_{p2}} dV_C \right\} - \left\{ \int_{-y_1}^{y_1} \frac{\sigma_C^2}{2E_{e2}} dV_C' \right. \\ & \left. + \int_{y_1}^{\eta_0} \frac{\sigma_C^2}{2E_{p2}} dV_C' + \int_{\eta_0-B_2}^{\eta_0} \frac{\sigma_C^2}{2E_{p2}} dV_C' \right\} \quad (9) \end{aligned}$$

であり、これに、式 (2) を代入すると (ただし、領域 C の応力は、式 (2) の ρ_1 および y_1 をそれぞれ ρ_2 および y_2 で置き換え、 $B_1 = 0$ 、 $\eta_0 = B_1/2$ として表される) 次式のようになる。

$$\begin{aligned} \Delta U_C = & \frac{b\sigma_{ys2}^3}{3E_{e2}^2} \rho_1 (\rho_2 - \rho_1) \Delta \theta_1 + \frac{b\rho_1 \rho_2 \Delta \theta_1}{3E_{p2}^2} \left[\left(\sigma_p + \frac{B_2 E_{p2}}{2\rho_2} \right)^3 - \sigma_{ys2}^3 \right] \\ & - \frac{b\rho_1^2 \Delta \theta_1}{6E_{p2}^2} \left[\left(\sigma_p + \frac{E_{p2} \eta_0}{\rho_1} \right)^3 + \left(\sigma_p + \frac{E_{p2} (B_2 - \eta_0)}{\rho_1} \right)^3 - 2\sigma_{ys2}^3 \right] \quad (10) \end{aligned}$$

さらに、はく離によって外力がなした仕事の増加分 ΔL は、つぎのようにして求めることができる。皮膜が Δa だけのはく離すると、支点を除くはりの各部分にあらたなたわみが生じるが、Fig. 2 (b) に示すように、はく離前のたわみ曲線 (実線で示す) とはく離後のたわみ曲線 (点線で示す) を、まだはく離が生じていないはりの部分で互いに重ね合わせる。このときのはく離前後の荷重点および支点の変位の相対的な変化分をそれぞれ $\Delta \delta_1$ および $\Delta \delta_2$ とすると、外力のなした仕事の増加分 ΔL は、 $\Delta \delta_1$ および $\Delta \delta_2$ にそれぞれの点における荷重 P を乗じることにより次式で表される。

$$\Delta L = P\Delta\delta_2 - P\Delta\delta_1 \quad (11)$$

また、新たなはく離が生じた界面先端から荷重点までの距離を x_1 、荷重点から支点までの距離を x_0 とし、 Δa の部分のはく離によって $\Delta \theta_1$ が $\Delta \theta_2$ に変化したとすると、たわみ角の相対的な変化分は $\Delta \theta_2 - \Delta \theta_1$ であるから、

Fig. 2. (a) A specimen with partially delaminated coating under uniform bending, (b) Change of curvature, deflection angle and deflection at loading point by the delamination of infinitesimally small area of coating.

$\Delta \delta_1$ および $\Delta \delta_2$ は近似的に次式で表される。

$$\Delta \delta_1 = (\Delta \theta_1 - \Delta \theta_2) \cdot x_1 \quad (12)$$

$$\Delta \delta_2 = (\Delta \theta_1 - \Delta \theta_2) \cdot (x_1 + x_0)$$

式 (12) を式 (11) に代入し、 $M = Px_0$ および $\Delta \theta_1 \rho_1 = \Delta \theta_2 \rho_2 \approx \Delta a$ を用いると、次式が得られる。

$$\Delta L = M \left(\frac{\rho_1}{\rho_2} - 1 \right) \Delta \theta_1 \quad (13)$$

自由エネルギーの変化 ΔF は

$$\Delta F = \Delta W_{12} + \Delta U_A + \Delta U_C - \Delta L \quad (14)$$

であり、一定の曲げモーメント M (または曲率半径 ρ_1) のもとで安定なはく離長さ Δa が存在するための条件は次式で与えられる。

$$\partial(\Delta F)/\partial(\Delta a) = \partial(\Delta F)/\partial(\rho_1 \Delta \theta_1) = 0 \quad (15)$$

したがって、式 (6), (8), (10) および (13) を式 (14) に代入し、式 (15) を用いると、はく離エネルギー $2\gamma_{12}$ は次式のように求まる。

$$\begin{aligned}
 2\gamma_{12} = & \frac{M_d}{b} \left(\frac{1}{\rho_{2d}} - \frac{1}{\rho_{1d}} \right) + \frac{E_{e1}}{6\rho_{1d}^2} \left[(\eta_{0d} + B_1)^3 - \eta_{0d}^3 \right] \\
 & + \frac{\sigma_{ys2}^3}{3E_{e2}^2} (\rho_{1d} - \rho_{2d}) - \frac{\rho_{2d}}{3E_{p2}^2} \left[\left(\sigma_p + \frac{B_2 E_{p2}}{2\rho_{2d}} \right)^3 \right. \\
 & \left. - \sigma_{ys2}^3 \right] + \frac{\rho_{1d}}{6E_{p2}^2} \left[\left(\sigma_p + \frac{E_{p2} \eta_{0d}}{\rho_{1d}} \right)^3 + (\sigma_p + \right. \\
 & \left. \left. \frac{E_{p2}(B_2 - \eta_{0d})}{\rho_{1d}} \right)^3 - 2\sigma_{ys2}^3 \right] \quad (16)
 \end{aligned}$$

ここで M_d , η_{0d} , ρ_{1d} および ρ_{2d} は、皮膜がはく離するときの各値を示す。もし、基材が弾性変形している間に皮膜がはく離する場合には、式 (4), (5) および (16) で $\sigma_p = 0$ とすると、戸谷ら¹⁷⁾ の導いた式と一致する。

なお、皮膜がはく離すると曲げによる基材の塑性変形が進行するが、基材の除荷は生じないから、直線硬化材を弾性係数の異なる二つの弾性領域をもつ弾性体として取り扱うことができる。この場合のひずみエネルギー解放率は $J = -(1/b) \partial (\Delta U_A + \Delta U_C - \Delta L) / \partial (\Delta a)$ であり、臨界ひずみエネルギー解放率は $J_c = 2\gamma_{12}$ となる。また、エネルギー解放率 J はモード I およびモード II のエネルギーの解放率の和として $J = J_I + J_{II}$ で表されるが、戸谷ら¹⁷⁾ および結城ら¹⁸⁾ の数値計算結果によると、引張りと曲げで $J_{II} / J_I (>1)$ の割合は同程度である。したがって引張試験および曲げ試験から得られる $2\gamma_{12}$ は実質上同じ内容をもっていると考えられる。

3 実験方法

本研究で用いた試験片基材は熱間加工用合金工具鋼 (JIS: SKD62, 化学組成 (mass%): 0.40%C, 0.96%Si, 0.49%Mn, 0.014%P, 0.009%S, 5.05%Cr, 1.28%Mo, 1.12%W, 0.30%V, Fe: Bal.) で、これを焼なまし処理したのち、Fig. 3 (a) に示す形状および寸法の平滑試験片に機械加工した。試験片表面を石油ベンジンで脱脂したのち、ショットブラストにより凹凸をつけ、高速フレーム溶射装置により図中の斜線を施した表面部分に WC (88mass%) - Co (12mass%) 粉末を溶射した。溶射条件は、溶射装置および溶射ガン: スルーザメテコ社製ダイヤモンド (DJ) ガン、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。

つぎに、四点曲げ試験は、Fig. 3 (b) に示すように、支点間距離を 120mm、荷重点スパンを 40mm として行った。所定の荷重で試験機を停止し、移動顕微鏡により、荷重点ピン接触部と試験片中央部の相対変位を測定し、この三つの変位により試験片の曲率半径 ρ (或いは曲率 k) を計算し、材料特性値を求めた。皮膜が繰返し分割されたのち、分割し裂先端部から皮膜のはく離が生じ始めるが、本研究では、完全にはく離した数個の皮膜が落下するときの曲げモーメントを、はく離開始曲げモーメント M_d と定義した。

Fig. 3. (a) Bending specimen with coating, (b) 4-point bending apparatus.

4 実験結果および考察

4.1 材料特性値の測定

Fig. 4 は、直線硬化材に加わる曲げモーメント M と曲率 k の関係を式 (5) をもとに模式的に示したものである。この曲線の OE 段階では試験片は弾性変形のみを生じ、 $E_{e2} = E_{p2}$ ($\sigma_p = 0$) であるから、式 (5) は第 1 項のみとなり、 M と k の関係は Fig. 4 中の式 (a) のように直線関係になる。つぎに、曲線の EP 段階では試験片の塑性変形が生じ、曲げモーメント M と曲率 k の関係は式 (5) 全体で表される。塑性変形が進行すると k が増加し、式 (5) の第 2 項の大きさは第 1 項に比べ減少し、 M と k の関係は直線関係に近づく (PQ 段階)。式 (5) の第 2 項を無視すると、Fig. 4 中の式 (b) になる。

したがって、数本の基材試験片について M を変化させて k を測定し、式 (b) から基材の塑性係数 E_p および降伏応力 σ_{ys} の平均値を求めることができるが、一般には試験片ごとに E_p と σ_{ys} は異なるので、それぞれの溶射試験片ごとに材料特性値を測定することが望ましい。本研究で用いた溶射試験片では、膜厚は薄く ($B_1 \ll B_2$)、しかも皮膜が繰返し分割されると皮膜の曲げに抵抗する寄与分が次第に減少するので、各溶射試験片ごとに実測した $M-k$ 曲線より材料特性値を求めた。Fig. 5 は、このようにして基材の塑性係数 E_{p2} と降伏応力 σ_{ys2} を計算した例である。ただし、基材の弾性係数を式 (a) から求めると、 k の測定誤差 (たわみの読み取り誤差) により E_{e2} の計算値に約 15% 以上の誤差を生じると思われたので、一般の鋼で報告されている値 $E_{e2} = 2.05 \times 10^5$ MPa を用いた。一方、基材が塑性変形すると、はりのたわみ量または曲率 k が大きくなるので、たわみの読み取り誤差による E_p の測定誤差は 5% 以内におさまる。なお、皮膜の弾性係数 E_{e1} も原理的には式 (3) および (4) から M と k_1 を実測して同様に求めることができるが、基材厚さに対して皮膜が薄い場合には E_{e1} の測定誤差が大きくなる。そこで、幅 10mm、厚さ 0.27mm の薄い軟鋼板に厚さ

Fig. 4. Bending moment vs. curvature curve in bending test for a hypothesized linear-hardening material.

Fig. 5. Bending moment vs. curvature curve for a sprayed-coating specimen.

0.2mmの皮膜を溶射した別の試験片を用意し、三点曲げ試験を行って荷重とたわみを測定し、材料力学の組み合わせはりのたわみの式から、 $E_{c1} = 1.63 \times 10^5 \text{ MPa}$ と決定した。¹²⁾

4・2 全面コーティング試験片を用いたはく離エネルギー測定の妥当性

本研究では Fig. 2 (a) のモデルを用い、一部すではく離した皮膜がさらに微小長さはく離するときの自由エネルギーの変化を考察した。実際に用いた溶射試験片では、皮膜がき裂によって繰返し分割されたのち、き裂先端界面からはく離が起こる。したがって上記のモデルは、このような多数のはく離皮膜の1つを対象としたものであるが、もし n 個の分割皮膜 ($2n$ 個の部分のはく離皮膜) をまとめて対象とするなら、式 (6) ~ (15) においてそれぞれのエネルギーの変化分を $2n$ 倍すればよく、結論 (式 (16)) は同じである。したがって、全面コーティング試験片についても、はく離エネルギーを定義することができる。

前報¹¹⁾で述べたように、コーティング試験片に引張り荷重が加わる場合には、皮膜はく離のエネルギー解放率は、はく離き裂が短いときには大きい、はく離き裂長さが皮膜厚さ程度となると一定値に低下する。¹⁸⁾この状況

Fig. 6. Cracking and delamination patterns in the coatings. (a) coating thickness $B_1 = 0.19\text{mm}$, (2) $B_1 = 0.34\text{mm}$.

は試験片が曲げを受ける場合にも成り立つと思われる。また、式 (16) によると、 $2\gamma_{12}$ は $\Delta\theta_1$ または $\Delta\alpha$ に依存しないから、はく離き裂の進展は安定でも不安定でもなく、一定曲げモーメントのもとで進展を続けることになる。この特性は前報¹¹⁾で取扱ったコーティング試験片に引張り荷重を加える場合のはく離き裂進展挙動と同様である。したがって、皮膜の分割が終了してはく離が始まっても直ちに不安定なはく離が生じるのではなく、はく離き裂が発生したのち曲げモーメントをさらに増加させて一定値にしたときにはく離が進行するから、はく離時の曲げモーメント M_d の測定誤差は小さい。このことから、はく離時の皮膜長さ (皮膜分割間隔) $L_c > 2B_1$ であれば測定した $2\gamma_{12}$ は妥当なものであると思われる。

Fig. 6 は、皮膜が分割されはく離が発生したときの試験片表面写真である。皮膜はほぼ等間隔に分割されている。Fig. 7 は、皮膜厚さ B_1 とはく離が発生したときの平均皮膜分割間隔 L_c (ライン切断法により測定した) の関係を求めたものである (L_c のばらつきの程度を標準偏差で示す)。この図によると、 B_1 が厚いほど L_c が広く、特に B_1 が 0.3mm を越えると L_c が急激に増大する。この結果は引張り試験で得られた前報¹²⁾の結果とほぼ同様の傾向であるが、 L_c に及ぼす B_1 の影響が大きい。また、上述の $L_c > 2B_1$ という条件は満足されている。

4・3 はく離エネルギーの測定

四点曲げ試験によるはく離エネルギー測定の手順をまとめるとつぎのようになる。

(1) 一本の溶射試験片について $M-k$ 曲線を測定し、4・1節で述べた方法でその試験片の基材の材料特性値を求める。

(2) 引続きその試験片の曲げモーメントを増加させて皮膜はく離時の曲げモーメント M_d を実測し、これと材料特性値を式 (3) および式 (4) に代入し、逐次代入法などの数値計算により η_{0d} および ρ_{1d} を求める。

Fig. 7. Relation between coating thickness and mean crack interval at delamination.

Fig. 8. Relation between coating thickness and delamination energy.

(3) 同様にして M_d と材料定数を式 (5) に代入して、 ρ_{2d} を数値計算する。

(4) 計算した η_{0d} 、 ρ_{1d} 、 ρ_{2d} 、実測した M_d および材料定数を式 (16) に代入して、はく離エネルギー $2\gamma_{12}$ を計算する。

各試験片について求めたはく離エネルギー $2\gamma_{12}$ と膜厚 B_1 の関係を Fig. 8 に示す。実験データは多くないが、膜厚が厚くなると $2\gamma_{12}$ は小さくなる。なお、 B_1 を 0.5mm 以上にすると、溶射ののちの冷却時にすでに皮膜のはく離が起こる。溶射法^{19), 20)} その他のコーティング法²¹⁾ において皮膜内に残留応力が発生することが知られており、たとえば伊藤ら¹⁹⁾、Kuroda ら²⁰⁾ は、溶射皮膜の膜厚が厚くなるほど連続的に残留応力が大きくなること、高速フレイム溶射においては圧縮の残留応力が存在すること¹⁹⁾ を報告している。したがって、Fig. 8 で膜厚の増加とともに $2\gamma_{12}$ が減少する理由も残留応力によるものと思われる。もし残留応力が存在しなければ、 $2\gamma_{12}$ は膜厚に依存せず一定の値になるはずであるが、Fig. 8 の結果は、本研究で提案した曲げによるはく離エネルギー測定法の妥当性を阻害するものではなく、残留応力の影響を含んだ見かけのはく離エネルギーの値を表していると解釈できる。なお、 $B_1 = 0.1 \sim 0.2\text{mm}$ の $2\gamma_{12}$ の値は、全体的に前報^{12), 13)} で求めた $2\gamma_{12}$ よりやや低い、その主原因は溶射条件の違いによると思われる。

本研究で考察した方法は、皮膜に平行な引張り荷重を加える試験法と同様、基本的にせん断型モード II に引張り型モード I が加わった混合モード型のはく離強度を定量的に評価できるものであるが、この方法の利点としては、(1) 試験片の準備が簡単で、使用する試験機の容量も小さくてよい、(2) 皮膜はく離時に基材は曲がっているが皮膜は硬くて曲がらないから、皮膜はく離時点の検出が容易で (基材と皮膜端部に隙間ができる) はく離時の曲げモーメント M_d が正確に決定できる、などがあげられる。したがって、四点曲げ試験法が皮膜に平行な引張り荷重を加える引張試験よりも有利な場合がありうる。

5 結 言

四点曲げ試験によりぜい性コーティング皮膜のせん断はく離強度を求める手法を提案した。また、熱間加工用合金工具鋼 (SKD62) 平滑試験片の表面に WC-Co 混合粉末を高速フレイム溶射し、四点曲げ試験を用いてはく離エネルギーを測定した。得られた結果は次の通りである。

(1) 四点曲げ試験において基材が塑性変形しながら皮膜はく離を開始するときのはく離エネルギーを、はく離時の曲げモーメント、曲率半径、皮膜および基材の変形特性値の関数として表すことができる。

(2) 四点曲げ試験の進行につれて皮膜がき裂によりほぼ等間隔の短冊状領域に次々と分割され、分割終了後皮膜のはく離が起こる。膜厚が厚いほどはく離時の分割間隔は広い。

(3) 皮膜のはく離エネルギーは、膜厚が増加すると減少する。

(4) 引張試験と同様、四点曲げ試験によってもぜい性皮膜のはく離エネルギーを定量的に評価できる。

おわりに、試験片を製作していただいた広田秀徳技官、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。

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) R. A. Miller, J. Ame. Ceram. Soc., **67**, 517 (1984)。

- 7) G. C. Chang, W. Phucharoen and R. A. Miller, Surface and Coatings Technology, **30**, 13 (1987).
- 8) R. A. Miller, J. Eng. for gas Turbines and Power, **111**, 301 (1989).
- 9) S. M. Meier, D. M. Nissley, K. D. Sheffler and T. A. Cruse, J. Eng. for gas Turbines and Power, **114**, 260 (1992).
- 10) K. Kendall, Proc. R. Soc. Lond., A. **344**, 287 (1975); または "Stress Intensity Factor Handbook", ed. by Y. Murakami, Vol.1, 626 (1987) Pergamon Press.
- 11) 中佐啓治郎, 高田宗一郎, 市後博造, 材料, **44**, 321 (1995).
- 12) 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).
- 13) 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).
- 14) 中佐啓治郎, 加藤昌彦, 張 東坤, 江河史晃, 材料, **47**, 204 (1998).
- 15) 益田森治, 室田忠雄共著, "工業塑性力学" (1989) 養賢堂.
- 16) 卜部正樹, 岡田達夫, 吉田総仁, V. V. Toropov, 日本機械学会論文集, A-**64**, 737 (1998).
- 17) 戸谷真之, 小野 孝, 宮脇 正, 桐岡 健, 日本機械学会論文集, A-**57**, 1822 (1991).
- 18) 結城良治, 曹 相鳳, 日本機械学会論文集, A-**55**, 340 (1989).
- 19) 伊藤義康, 斎藤正弘, 田村雅貴, 日本機械学会論文集, A-**63**, 1979 (1997).
- 20) S. Kuroda and T. W. Clyne, Thin Solid Films, **200**, 49 (1991).
- 21) 貞廣孟史, 栗田広明, 今村昭嗣, 材料, **40**, 102 (1990).