疲労過程における自溶合金溶射皮膜のはく離挙動に関する考察*

曙 紘之^{*1}, 西 森 久 宜^{*2}
小 茂 鳥 潤^{*3}, 清 水 真 佐 男^{*3}A Study on Delamination Behavior of Coating Thermally Sprayed
with Ni-Based Self-Fluxing Alloy under Fatigue LoadingsHiroyuki AKEBONO^{*4}, Hisanori NISHIMORI,

Jun KOMOTORI and Masao SHIMIZU

^{*4} Graduate School of Science and Technology, Keio University,
3-14-1 Hiyoshi, Kohoku-ku, Yokohama-shi, Kanagawa, 223-8522 Japan

In order to examine the mechanisms of delamination between coating layer and substrate under fatigue loading in steel thermally sprayed with Ni-based self-fluxing alloy, three types of specimens with different coating thickness were prepared. The fusing was performed by using an induction heating system in order to change the stress distribution. Rotating bending fatigue tests and observations of fracture surfaces were carried out. With all fracture surfaces, the delamination between the coating and the substrate occurred. However, the coating thickness strongly affected the fatigue properties; the thicker the coating, the lower the fatigue strength. In order to clarify the mechanism of delamination, the differences of strain on the interface between the coating layer and the substrate were performed by using FEM analysis. The differences of strain strongly affected the delamination between the coating and substrate; the thinner the coating, the smaller the differences of strain. Considering these results and observing the interface during the cyclic loading in detail, it is considered that the greater the differences of strain on the interface between the coating and the substrate, the earlier the delamination occurred and propagated, and a lower fatigue strength resulted.

Key Words: Fatigue, Coating Thickness, Delamination, Strain, Induction Heating System, Ni-based Self-Fluxing Alloy

1. 結 言

表面処理法の一つである溶射法は、高性能の合金やセラミックスを用途に応じて選択し、溶融もしくは半溶融状態にして基材に被覆することが可能なことから、耐食性や耐熱性、耐摩耗性の向上^{(1)~(4)}を目的として、幅広い分野において実用化されている。このような溶射の施された部材が使用されている機械や構造物の、長期間にわたる安全性確保のためには、溶射部材の疲労特性を把握することが重要と考えられる。

そこで著者らは、比較的簡便で大型部品にも適用可能なガスフレイム溶射法に注目し、それにより表面被覆された部材の疲労特性に関して、一連の研究^{(5)~(11)}を行ってきた。その中で、溶射部材の疲労強度向上を図るためには、皮膜の均質化や溶射欠陥の減少など、皮膜そのものの性状を向上させることに加え、疲労過程で基材からはく離が発生しないように配慮することが、非常に重要であることが明らかとなった。

はく離を抑制するためには、基材と皮膜の界面密着強度を上昇させることが重要である。界面密着強度は、①機械的かみ付き力、②冶金の結合力、③物理吸着力の3要素によって決定されると考えられている⁽¹²⁾。したがって、①~③を大きくすることにより、はく離の抑制が可能となる。しかしながら従来の研究の大部分は、これら三つの因子を考慮してはいるものの、静的引張りや静的せん断負荷下での界面密着強度の評価^{(13)~(15)}を行ったものがほとんどであり、実用的観点から重要と考えられる繰返し応力に起因する界面のはく離に関しては注目されていない。

そこで本研究では、Ni基自溶合金を溶射した試験片をモデル材として用いて、曲げ負荷で生じるはく離のメカニズムとその支配要因について、詳細に検討することとした。その際、界面における応力状態に注目し、皮膜厚さを種々変化させることにより、静的負荷下のもとでは界面密着強度が等しいものの、疲労過程では基材-皮膜界面近傍において異なる応力分布状態となる溶射部材を作製し、はく離挙動に及ぼす曲げ疲労負荷の影響について、実験的に検討・考察を加えた。

* 原稿受付 2006年4月26日。

^{*1} 正員, 慶應義塾大学大学院理工学研究科(〒223-8522 横浜
市港北区日吉3-14-1)。^{*2} 学生員, 慶應義塾大学大学院理工学研究科。^{*3} 正員, 慶應義塾大学理工学部。

E-mail: wm08869@educ.cc.keio.ac.jp

2. 供試材および実験方法

2.1 供試材の準備 基材には機械構造用鋼 S 35 C を用いた。同材を図 1 に示すような砂時計型試験片に機械加工し、R 部表面をエメリー紙(# 240~# 2000) およびアルミナ粉($\phi 0.3 \mu\text{m}$)を用いて、鏡面状に研磨した。この試験片に対して、直径 0.8~1.2 mm のアルミナを用いたブラスト処理を行った後、表 1 に示す化学成分を有する Ni 基自溶合金を膜厚 1.5 mm となるように肉盛溶射した。その際の処理条件を表 2 に示す。溶射処理後のフュージングは、高周波誘導加熱装置を用いて行った⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。その際の加熱速度は約 5°C/s 、到達温度は 1010°C 、保持時間は 200 s とし、保持後は室温大気中で自然冷却した。その後 1.5 mm に肉盛溶射されている皮膜の厚さを、1.0、0.5、0.2 mm の 3 種類になるよう機械加工を施した(図 2)。以下、これらの試験片を皮膜厚さに応じて、それぞれ IH-1.0、IH-0.5 および IH-0.2 シリーズと称する。なお、これら 3 シリーズの溶射部材は、同一条件でブラスト、溶射、フュージング処理が行われていることから、JIS 規格(JIS H 8666)における界面密着性引張試験や、円筒を用いたせん断はく離試験によって評価されるような、静的負荷下での界面密着強度は等しいとみなされ、皮膜厚さのみが異なる試験片が準備されたといえ

Table 1 Composition of Ni-based self-fluxing alloy powder

Ni	Cr	B	Si	Fe	C
Bal.	14.7	2.96	4.40	2.67	0.60

(wt,%)

Table 2 Spraying condition

Method : gas flame spraying	
Operating gas	oxygen : 172kPa , 35l/min.
	acetylene : 103kPa , 35l/min.
Pre-heating time	10s
Spray time	30s
Spray distance	200mm
Rotating speed of specimen	300rpm

Fig. 1 Specimen geometry

る。

2.2 実験方法

2.1 節で準備した試験片の最小径部を、エメリー紙(# 240~# 2000)とアルミナ粉($\phi 0.3 \mu\text{m}$)によって鏡面状に研磨した後、回転曲げ疲労試験(3 000 rpm)を室温大気中で行った。疲労試験後には、すべての試験片に対して走査型電子顕微鏡(SEM)による破面観察を行い、疲労破壊起点部を特定するとともに破壊のメカニズムを調べた。

3. 実験結果および考察

3.1 溶射部材の疲労特性に及ぼす皮膜厚さの影響

図 3 に各シリーズの疲労試験結果を示す。図 3 の縦軸は、皮膜と基材の縦弾性係数の相異を考慮に入れず、均一材とみなした場合の試験片表面の公称曲げ応力値を表している。

図 3 より、皮膜厚さの最も薄い IH-0.2 シリーズの疲労強度が最も高いものの、IH-0.5 と IH-1.0 シリーズの疲労強度には明確な差違が認められないことがわかる。これは、縦軸の値が試験片表面の公称応力であることが要因と考えられる。

そこで、疲労試験を行ったすべての試験片について破面観察を行い、破壊起点部を特定した(図 4)。その結果、皮膜の厚さとは無関係に、すべての溶射部材で基材最終破断部が延性破壊を呈していること、また皮膜-基材界面にははく離が生じていることが明らかになった。このことは、疲労負荷過程において、皮膜-基材間ではく離が起こり、基材が皮膜から強い拘束を受けない状態で最終破断を起こしたことを示唆するもの

Fig. 2 Schematic illustration of sprayed coating

Fig. 3 Result of fatigue tests

であり、すなわち、これらの試験片の疲労破壊は、基材-皮膜界面がはく離することによって生じた基材部の自由表面を起点として生じたものと考えられる^{(8)~(10)}。

そこで次に、この疲労試験結果を実際の疲労破壊起点である界面近傍の応力で整理することにより、より詳細に試験結果を考察することとした。

弾性率の異なる異種金属をコーティングした溶射部材では、溶射皮膜厚さに応じて、部材内には異なる応力分布状態が生起するものと考えられる。さらに本研究で用いた試験片の場合には、皮膜厚さの相異により試験片 R 部の曲率も変化するため、これによっても応力集中の度合いが若干変化するものと考えられる。そこで、試験片形状、皮膜厚さ、および皮膜と基材の縦弾性係数の差を考慮に入れた FEM 解析を行い、各シリーズの疲労破壊起点、すなわち界面近傍の基材部分に作用する曲げ応力値を算出し、先の公称応力で表し

た疲労試験結果を整理し直すこととした。なお、FEM 解析に用いた溶射皮膜の縦弾性係数は、前報⁽⁹⁾で実測した 258 GPa とした。また、皮膜と基材の界面は密着しているものと仮定して計算を行った。

図 5 に FEM 解析によって算出した破壊起点部の応力値を縦軸にとり、図 3 の疲労試験結果を整理し直したものを示す。図 5 から、応力分布状態の相異を考慮し、各溶射部材の破壊起点にかかる応力値で整理した場合には、皮膜厚さが薄いほど疲労強度が上昇するという傾向が顕著に認められる。

前述したように、本研究で疲労試験を行った溶射部材はすべて、疲労負荷過程においてははく離を伴うという同一の疲労破壊形態である。また、JIS 規格にあるような静的引張負荷や静的せん断負荷で評価される一般的な界面密着強度には、差がないものと考えられる。それにもかかわらず、疲労試験結果に示したような疲労強度差が生じたという事実は、繰返し負荷に伴う溶射皮膜のはく離には、一般に考えられている界面密着強度の支配因子とは異なる要因が、影響を及ぼしていることを示唆するものである。そこで 3・2 節では、繰返し荷重下においてははく離が生じる要因について検討を行う。

3・2 はく離を支配する影響因子の検討 3・2 節

では、疲労負荷過程においてははく離が生じる要因として、皮膜、および基材の縦弾性係数の相違から生じるひずみ差に注目することとした。

図 6 は、母材である S35 C に溶射皮膜をコーティングし、曲げ荷重を与えた場合を模式的に表している。

図中の微小部分 A を考える。溶射部材に対して、皮膜と基材が密着していない状態で荷重を負荷した場合 [図 6 (a)], 皮膜および基材の界面位置では中立軸からの距離が等しいと考えれば、それぞれの縦弾性係

Fig. 4 Fracture surface of IH-1.0 series ($\sigma = 351 \text{ MPa}$, $N_f = 2.6 \times 10^5$)

Fig. 5 Result of fatigue tests

数に対応して異なるひずみを生じる。一方、実際の溶射部材で皮膜と基材が密着している場合 [図 6(b)] には、界面において両者のひずみは一致していなければならない。すなわち、実際の溶射部材の界面では、つねに皮膜、基材各々が縦弾性係数に起因したひずみを生じるために、せん断力が作用することになる。このせん断力は、皮膜と基材の各々のひずみの差に依存しており、両者の差が大きいほど界面には大きなせん断力が生じる。つまり、先述の疲労試験結果において確認されたはく離とこのせん断力との間に、何らかの関係が存在する可能性がある。そこで本研究では、基材-皮膜界面位置における基材および皮膜のひずみに注目し、基材と皮膜が密着していない場合において生じる両者のひずみを求め、その結果を用いて界面位置における力学的状況を把握することにより、疲労過程におけるはく離挙動について検討を加えることとする。

まず、実際に用いた溶射部材と同様な寸法形状の試験片モデルを計算機内に作成し、それぞれの試験片表面に 300 MPa の公称曲げ応力値を負荷した場合の、基材および皮膜のそれぞれが負担する曲げモーメントの大きさを FEM により算出した。その後、算出した曲げモーメントを、基材および皮膜が界面で密着していない状態を仮定して各々に負担させることにより、界面位置に生じるひずみの大きさを計算した。図 7 に、このようにして計算した各シリーズのひずみ分布の一例を示す。図 7 より、すべてのシリーズにおいて、

Fig. 6 Schematic illustrations of difference of strain between the coating layer and the substrate

基材のひずみ量は皮膜のそれと比較して大きくなることわかる。また図 8 は、図 7 に示したデータの中から、界面位置における基材および皮膜に生じるひずみの値を表したものである。図 8 から、皮膜厚さの増加に伴い、界面位置における基材と皮膜のひずみ差が大きくなることわかる。このことは、ひずみ差に起因するせん断力も、皮膜厚さの増加に伴って大きくなることを意味している。なお、本研究では軸方向に生じるひずみ差に注目したが、円周および半径方向においても同様にひずみ差が生じる。しかしながら、FEM 解析の結果、円周および半径方向のひずみ差は、軸方向のそれと比べ非常に小さなものであることから、本研究では最も影響の大きい軸方向のひずみ差のみに注目した。

以上のことから、皮膜厚さの増加に伴って界面位置に発生するせん断力が増大し、はく離が生じやすい状況となったことが、溶射皮膜厚さの増加に伴う疲労強度の低下に影響を及ぼしていると考えられる。

3.3 はく離の発生に及ぼすひずみ差の影響

3.2 節において、はく離の要因が皮膜および基材の縦弾性係数の差に起因した、両者のひずみ差にあることが明

Fig. 7 Results of FEM analysis of strain distribution ($\sigma=300$ MPa)

Fig. 8 Value of FEM analysis of strain at interface ($\sigma=300$ MPa)

Fig. 9 Observations of interface between coating and substrate

らかになった。しかしながら、このひずみ差によって、実際に疲労負荷を受けた溶射部材の内部の状態がどのように変化するか、特に溶射部材の疲労強度と密接に関係するはく離の発生・進展状態の変化に関しては、先のFEMによる解析結果だけでは把握することは不可能である。そこで3・3節では、溶射部材の界面近傍を詳細に観察することにより、前述した皮膜-基材界面の力学的状態が、疲労負荷過程におけるはく離挙動にいかなる影響を及ぼすかという点について検討する。

まず、IH-1.0およびIH-0.2シリーズ両材に、それぞれ $N_f=1.0 \times 10^5$ 程度で破断に至る応力を負荷して疲労試験を行い、予想破断寿命の50%にあたる $N=5.0 \times 10^4$ において、疲労試験を中断した。その後、試験片のR部最小径部の横断面を鏡面状に研磨し、界面近傍を光学顕微鏡(倍率450倍)により詳細に観察した。観察は1シリーズにつき3本の試験片を用い、さらに1本につき20視野、計60視野について行った。図9に観察結果の一例を示す。なお、図9(a)には比較のため、応力を負荷する前の試験片の界面近傍の観察結果を示している。

図9より、無負荷の溶射材の界面は、空隙の少ない極めて良好な界面状態であるのに対し、応力負荷を与えたIH-1.0シリーズの界面には、空隙(=はく離部分)が多く観察されることがわかる。しかしながら、同様に応力負荷を与えているにもかかわらず、IH-0.2シリーズの界面にはこのようなはく離部分はほとんど観察されていない。

この点について定量的に比較するため、これらの溶射部材について内部観察によって得られた写真画像(1シリーズ計60視野)を用い、画像内に存在するはく離部分の面積を画像解析により算出し(60視野平均値)、得られたはく離部分の面積の値を用いて、疲労負荷を与えることによって生じるIH-0.2、IH-1.0両シリー

Fig. 10 Measurements of void size

ズのはく離部分の面積の変化について、比較・検討を行った。その結果を図10に示す。図10から、IH-0.2シリーズのはく離面積は疲労負荷前とほぼ変化がないのに対し、IH-1.0シリーズは、疲労負荷前と比べてはく離面積が2倍近く増加していることがわかる。

このことは、皮膜厚さの増加に伴う基材と皮膜のひずみ差の増加が、疲労負荷過程の早期段階における局所的なはく離を助長していることを意味している。すなわち、この局所的なはく離が助長されたことにより、溶射部材の疲労強度が皮膜厚さの増加に伴って低下することとなり、疲労試験の差異として現れたものと考えられることができる。

4. 結 論

本研究では、自溶合金溶射皮膜のはく離に注目し、皮膜厚さを種々変化させることにより、単純な静的引張負荷のもとで評価した場合には、界面密着強度が等しいものの、曲げなどの応力が繰返し作用した場合には、その界面で異なる応力状態となる溶射部材を複数準備し、曲げ疲労過程における皮膜のはく離に影響を及ぼす因子について、実験的に検討・考察を加えた。

溶射部材のような皮膜をコーティングした材料においては、曲げなどのモーメントが作用した場合、皮膜の厚さと弾性率に依存した異なるひずみが、基材-皮膜界面に生じる。この基材および皮膜両者のひずみの不一致によって、界面位置にはせん断力が発生することとなる。この力は両者のひずみ差と密接に関係しており、皮膜が厚くなるに伴いひずみ差は増大し、せん断力も大きくなる。その結果、皮膜が厚くなるにつれ疲労過程においてははく離が生じやすくなる。本研究ではこれらの事柄について、詳細な観察結果に基づき明確にした。

また、疲労の初期過程ではく離が生じると、界面位置における基材部から疲労き裂が発生し、それが最終的な部材の疲労強度を支配することになる。はく離の発生は皮膜の厚さに伴って助長されることから、疲労強度は皮膜厚さの増加に伴って低下する傾向が認められる。

文 献

- (1) Fukumoto, M. et al., Some Wear Properties of Thermal Sprayed Coating, *Quarterly Journal of the Japan Welding Society*, No. 8-4 (1990), pp. 450-456.
- (2) Ted Guo, M. L. et al., Microstructure and wear behavior of spray-formed and conventionally cast rolls of 18 Cr-2.5 Mo-Fe alloy, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 326, No. 1 (2002), pp. 829-837.
- (3) Kim, H. et al., Assessment of wear performance of flame sprayed and fused Ni-based coatings, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 172 (2003), pp. 262-269.
- (4) Wang, J. et al., Effects of structure and processing technique on the properties of thermal spray WC-Co and NiCrAl/WC-Co coatings, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 371 (2004), pp. 187-192.
- (5) Komotori, J. et al., Fatigue Properties of Thermally Sprayed Steel with Co-based Self-Fluxing Alloy, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 62, No. 604 (1996), pp. 2687-2692.
- (6) Oh, J. et al., Fatigue Strength and Fracture Mechanism of Thermally Sprayed Co-based Self-Fluxing Alloy with Fusing Treatment, *Journal of Japan Thermal Spraying Society*, Vol. 37, No. 4 (2000), pp. 166-174.
- (7) Oh, J. et al., Influence of Coating Thickness on Fatigue Properties of Co-based Self-Fluxing Alloy Sprayed Steels with Fusing Treatment, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 67, No. 656 (2001), pp. 749-756.
- (8) Oh, J. et al., Effect of Different Adhesive Strength on Fatigue Properties of Thermally Sprayed Steel with Co-based Self-Fluxing Alloy, *Journal of Japan Thermal Spraying Society*, Vol. 38, No. 2 (2001), pp. 65-72.
- (9) Akebono, H. et al., The Effect of Fusing Time on Fatigue Properties of Thermally Sprayed Steel with Ni-based Self-Fluxing Alloy, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 70, No. 694 (2004), pp. 843-849.
- (10) Akebono, H. et al., The Effect of Surface Roughness of Substrate on Fatigue Strength of Thermally Sprayed Steel with Ni-based Self-Fluxing Alloy, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 70, No. 700 (2004), pp. 1709-1716.
- (11) Akebono, H. et al., The Effect of Coating Thickness on Fatigue Properties of Ni-based Self-Fluxing Alloy Thermally Sprayed Steel with Long Period Fusing, *Journal of Japan Thermal Spraying Society*, Vol. 42, No. 1 (2004), pp. 12-16.
- (12) Hasui, J., *Spraying Engineering* (in Japanese), (1996), p. 153, Sanpo publication, Inc.
- (13) Fukumoto, M. et al., Effect of both substrate surface roughness and substrate temperature on adhesion strength of thermally sprayed coatings, *Journal of Japan Thermal Spraying Society*, Vol. 31, No. 3 (1994), pp. 130-136.
- (14) Maruyama, T. and Kobayashi, T., Surface conditions of substrate and adhesive property of sprayed coating, *Journal of Japan Thermal Spraying Society*, Vol. 39, No. 4 (2002), pp. 144-149.
- (15) Elmoursi, A. and Pate, N., Adhesion measurement procedures for kinetic and thermal spray coatings using a stud-pull tester, *Journal of Adhesion Science Technology*, Vol. 18, No. 5 (1998), pp. 597-606.