溶射アルミナ皮膜における耐はく離性の非破壊的評価

伊 藤 亨*, 肥 田 昭*

Nondestructive Evaluation of Flaking-resistance in Thermal Sprayed Al₂O₃

Toru ITO*and Akira HIDA*

Flaking-resistance in thermal sprayed Al₂O₃ was nondestructively evaluated and compared to results with the scratch method. We found that such an evaluation is possible.

Key Words : Non-destructive Evaluation, Thermal Spray Coating, Alumina, X-ray

1. 緒 言

気相法で基材上に形成させた硬脆性皮膜 (TiN など) に関しては、その密着性^{1,2)}や欠損性³⁾に対する評価の研究報告をよく見かけるが、それらをX線などによって非破壊的に評価した研究⁴⁾は少ない。筆者らはこれまでの研究によって、機械的なはく離法 (スクラッチ法) で皮膜をはく離あるいは欠損させた部分の面積は、X線回折ピークプロファイルにおける半価幅の値と一定の関係にあることを知った。このことは被覆材料において、皮膜の耐はく離性を評価する場合、X線が非破壊の評価法として利用できることを示唆している。そこで本研究は気相めっき膜とは膜質の異なる溶射皮膜を用い、上述と同様の非破壊的评价法が可能かどうか試みた。その結果、溶射法によって得られるような皮膜であってもX線による非破壊的评价は可能であることがわかった。以下にそれらの結果について報告する。

2. 実験方法

試験片は基材に 25×36×9 (mm) の SS 400 を、被覆材料にはアルミナを使用した。この試験片の片面をブラスト処理後アルミナ材をプラズマ溶射法によりおよそ 0.3mm の厚さに被覆した。溶射条件は電圧 73 V、電流 500 A、溶射距離 110 mm、溶射角度 90°で行った。また X 線の測定条件は、対陰極物質が Cu で、管電圧、管電流はそれぞれ 35 kV、20 mA とした。またゴニオ速度は 0.5°/minで行った。

各試験片の半価幅は、得られた X 線データをコンピュータ処理して求めた。またすべてのデータは多項式適合法による平滑化処理を行った。平滑化点数は 13

点とした。またバックグラウンドの除去は、直線近似して行った。皮膜はX線による半価幅の測定後、引っかき法ではく離させた。その方法は、刃先 (R:0.8) がダイヤモンドのスローアウェイチップをすくい角 0 度、送り速度 1.67 mm/s で移動させて行った。皮膜のはく離性の評価は引っかきの最終端部における、はく離部分の面積をディジタイザを用いて測定することによって行った。

3. 実験結果

使用した溶射試験片のX線回折図形を求め、それを図 1 に示した。この結果から、皮膜のアルミナは γ -Al₂O₃ が主成分で若干の α -Al₂O₃ を含むものであることが分かった。また、半価幅は、同図中に示されている (A), (B), (C) の 3 つの回折ピークプロファイルを用いて求めた。それぞれのピークによる半価幅の測定条件を以下ではプロファイル A, プロファイル B, プロファイル C と記すことにする。

図 2 には、プロファイル C によって測定した各試験片の半価幅と引っかき試験後のはく離面積の関係を一例と

Fig. 1 X-ray diffraction pattern of thermal sprayed Al₂O₃ ;
(A) γ -Al₂O₃ (400), (B) γ -Al₂O₃ (440),
(C) γ -Al₂O₃ (800)

*近畿大学 理工学部 (〒577-8502 大阪府東大阪市小若江 3-4-1)
Fac. of Sci. & Tech., Kinki Univ. (4-1, Kowakae 3-chome, Higashiosaka-shi, Osaka 577-8502)

Fig. 2 Relationship between flaking off area and full-width at half maximum (FWHM) obtained from peak profile C in Fig. 1.

Specimen	Photo. after scratch test	FWHM (deg.)
K-15		1.088
K-4		1.107
K-35		1.178
K-20		1.182
K-22		1.288
K-1		1.319

Fig. 3 Photograph after scratch test of each test specimen and full-width at half maximum (FWHM).

(a) Flaked off area (b) Thermal sprayed Al_2O_3

して示した。この結果から、各試験片のはく離面積はその半価幅との間に非常に高い相関性 (相関係数 $r=0.9896$) のあることがわかる。

図3は、それぞれの試験片のはく離試験における写真を半価幅の順に並べて示したものである。この結果から半価幅が変わると、明瞭に、はく離量の差として現れることが分かる。

表1は、各試験片について、実際にはく離させる前に半価幅によってあらかじめはく離程度を予測評価 (非破壊的評価) した結果と、引っかき法ではく離させた後試験片のはく離面積を測定評価した結果とを比較したものである。半価幅においては3つのプロファイルで測定を行ってみたが、このうちプロファイルAとプロファイルCによる評価結果は、引っかきによって実際にはく離した面積の順位が各試験片ともすべて一致していることが

Table 1 Comparison between the flaking off area after scratch test and the full-width at half maximum obtained from different peak profiles.

Specimen	Flaking off area after scratch test (mm^2)	FWHM (deg.)		
		Profile A	Profile B	Profile C
K-15	3.38	0.484	0.596	1.088
K-4	5.25	0.485	0.595	1.107
K-35	6.87	0.487	0.599	1.178
K-20	7.63	0.491	0.601	1.182
K-22	13.34	0.495	0.610	1.288
K-1	15.44	0.498	0.618	1.319

分かる。これらの結果は溶射皮膜においても非破壊的に耐はく離性をあらかじめ予想評価することが可能であることを示している。また表1で、プロファイルBによる半価幅の測定結果を見ると、K-15とK-4の順位のみ入れ替わっているのがわかる。このプロファイルBによる半価幅の順位がプロファイルA、Cによる結果と一部異なった理由は、プロファイルBのピーク、すなわち $2\theta=67.09$ の $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3(440)$ のピークと $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3(124)2\theta=66.61$ のピークが接近していて回折線が重なったため、そのことによる影響をうけたものと思われる。

4. 結 言

- (1) 溶射皮膜の場合でも、X線回折ピークプロファイルの半価幅を求めることにより、非破壊的に皮膜の耐はく離性を予想することが可能であることがわかった。
- (2) 半価幅はどのピークプロファイルを用いても求められるが、本研究では高角度の方が良い結果が得られた。ただ、一般に高角側では、ピークが小さくなるなど問題点もあるので、低角度におけるプロファイルで測定精度をあげるためには、ゴニオステージの移動速度をさらに低速にすべきであった。
- (3) アルミナのような硬脆性材料では、半価幅と引っかきによる皮膜のはく離量との間には直線的な関係のあることがわかった。

(Received June 23, 1999; Accepted July 27, 1999)

文 献

- 1) 斎藤一男, 岩木正哉, 広畑優子, 山科俊郎, 矢部勝昌, 鈴木正昭, 新居和嘉; 日本金属学会誌, 53, 880 (1989)
- 2) 石田 章, 小川一行, 武井 厚; 日本金属学会誌, 51, 57 (1987)
- 3) 山本 勉, 伊藤 亨, 蒲地一嘉; 日本金属学会誌, 53, 320 (1986)
- 4) C. H. Schilling, J. N. Gray; Nondestructive Evaluation of Ceramics, p. 283 (The American Ceramic Society, 1998)