

令和元年6月22日現在

機関番号：13101

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16K05971

研究課題名(和文) 計装化押込み試験による多孔質コーティング材料の弾性係数測定手法の確立

研究課題名(英文) Establishment of measurement method of elastic modulus of porous coating material by instrumentation indentation test

研究代表者

大木 基史 (OHKI, Motofumi)

新潟大学・自然科学系・准教授

研究者番号：50293204

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,600,000円

研究成果の概要(和文)：従来型および新規多孔性TBC試験片に対して、試験力範囲0.0196Nから196Nでの計装化押込み試験を行った結果、いずれのTBC試験片においても微細組織に由来する測定ヤング率の試験力依存性が現れることを明らかにした。また、圧子形状の相違に伴い測定ヤング率の試験力依存性も変化すること、両TBC試験片では測定ヤング率の試験力依存性の傾向が異なることを示した。加えて、SEM画像からの二次元FEMモデル化手法を開発し、両TBC試験片のFEMモデルを作製した。それぞれのFEMモデルを用いた弾性応力解析を実施した結果、微細組織上の特徴的形状が応力およびひずみ分布に及ぼす影響を明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

新規多孔性TBC試験片に対する計装化押込み試験の適用は他に例がなく、従来型TBCとは異なる測定ヤング率の試験力依存性を示すこと、圧子形状の相違に伴い測定ヤング率の試験力依存性も変化すること、等の新たな知見が得られたことは本研究の有用性を示している。また、マイクロX線CTによる直接的形状測定が困難なTBCのような物質に対して、簡便に実施可能なSEM画像からの二次元FEMモデル化手法を開発したことは、同様の組織の特徴を有する多孔質材料への適用等の展開が考えられることから、学術的・社会的意義を有する。

研究成果の概要(英文)：Instrumented indentation tests were carried in the range from 0.0196 ~ 196 N on the conventional and novel porous TBC specimens. As the results, it is indicated that the dependency of testing force on measured Young's modulus of both specimens due to their microstructures. And demonstrated that the dependency of testing force on measured Young's modulus changed by difference of indenter's shape, and both specimens has different dependency of testing force on measured Young's modulus. In addition, the method of modeling two-dimensional FEM model from SEM images was developed by author and the FEM models of both TBC specimens were constructed. Elastic stress analysis was conducted by using such FEM models. The influence of typical microstructure on the distributions of stress and strain was cleared.

研究分野：機械材料・材料強度

キーワード：遮熱コーティング(TBC) 多孔性TBC ヤング率評価 計装化押込み試験 試験力依存性 圧子形状および微細組織の影響 SEM画像からのFEMモデル化 サブモデリング弾性応力解析

様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

多孔質材料は活発な研究開発がなされている材料形態である。材料内に気孔を分散させて存在させることにより、同一化学組成のバルク材料とは異なる特性を得ることや、新たな機能を付与することが可能となる。

弾性係数は、材料の機械的特性の指標として多く用いられることから、多孔質材料においても Eshelby による楕円体介在物の弾性問題解析結果や、それを複合材料の巨視的弾性特性の理論的解析に応用した若島の弾性係数評価式等の理論的検討結果があり、また引張試験、曲げ試験や共振法といった実験的評価方法も確立されている。しかし多孔質コーティング材料においては、バルク材料を対象としたこれまでの評価方法では基材部分の影響を排除することが不可能なため、多孔質コーティング材料の弾性係数評価に適用可能な新規手法の確立が求められている。

計装化押し込み試験は、試験中の負荷荷重と押し込み深さをリアルタイムで連続的に計測し、そのデータから機械的特性を評価するもので、いわゆる「ナノインデンテーション」を可能とする試験方式であることから、従来では機械的特性評価が不可能であった数マイクロメートルレベルの薄膜に対しても適用可能な評価方法として、近年数多くの研究および活用事例が報告されている。また計装化押し込み試験においては、圧子形状の選択が可能であることも利点の一つである。上記の特徴を活かして、多孔質コーティング材料の弾性係数評価に計装化押し込み試験を適用する試みはこれまでも成されているが、その微細組織に起因する荷重依存性が評価結果に現れることから、現在も研究対象として様々な理論的・実験的検討が進められており、言い換えれば計装化押し込み試験を適用した多孔質コーティング材料の弾性係数評価手法はまだ確立されていない。

2. 研究の目的

計装化押し込み試験による遮熱コーティング材（発電用ガスタービンやジェットエンジン等の高効率化を図るためタービン静翼に付加されるセラミック系多孔質コーティング材料, Thermal Barrier Coatings, TBCs）の弾性係数評価における圧子形状の影響の解明、異なる形状の圧子を併用する計装化押し込み試験による TBCs の弾性係数評価法の確立、および上記弾性係数評価法の適用範囲拡大の可能性を検討することを通して、計装化押し込み試験を適用した多孔質コーティング材料の弾性係数評価手法を確立することを目的とする。加えて、断面観察データに基づく TBC 試験片の有限要素モデル化、および剛体圧子と多孔質体の接触を伴う応力解析を実施し、圧子形状に起因して異なる接触面積および変形体積が試験結果に及ぼす影響を明確化する。

3. 研究の方法

以下の手順で研究を実施した。

- ・新規多孔性 TBC 試験片の作製
- ・万能試験機への押し込み計装化部付加による大荷重対応計装化押し込み装置の開発
- ・従来型および新規 TBC 試験片に対する計装化押し込み試験の実施
- ・断面観察データに基づく TBC 試験片の有限要素モデル化

4. 研究成果

・新規多孔性 TBC 試験片の作製

従来型 TBC 試験片（既に作製済み）とは気孔径および気孔分布状態が異なる新規多孔性 TBC 試験片を作製するため、本来のトップコート粒子である 8wt% Y_2O_3 部分安定化 ZrO_2 (8YSZ) 粉末と、ポリエステルビーズとの混合粉末を鉄基材に溶射することで成膜を行った。

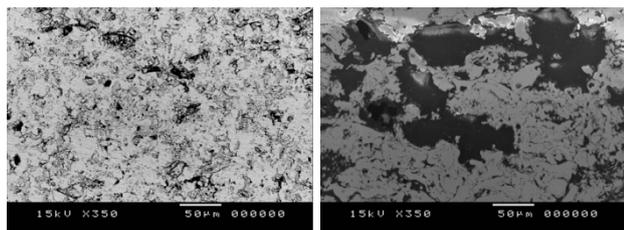
成膜後に電気炉にて熱処理を施し、混合したポリエステルビーズを揮発させることで多孔質組織を有する TBC 試験片を作製した。表 1 に新規多孔性 TBC 試験片の溶射および熱処理条件を、図 1 に従来型 TBC 試験片および新規多孔性 TBC 試験片の SEM 断面観察画像をそれぞれ示す。

・万能試験機への押し込み計装化部付加による大荷重対応計装化押し込み装置開発

引張試験や曲げ試験を実施可能な汎用の万能試験機に対して、圧子押し込み深さの高精度センサーおよび押し込み深さデータ処理機能を付加することで、大荷重に対応可能な計装化押し込み試験を実施可能な装置を開発した。図 2 に試験装置の外観および各部名称を示す。ロードセル（定格容量：10kN）は、試験機標準のものからより高精度な定格容量 500N のものに換装した。圧子保持具（一般構造用圧延鋼材 SS400 製、M12 ネジ）において止めネジ（M3）で圧子を固定・保持し、任意形状の圧子に交換可能な

表 1 新規多孔性 TBC 試験片の溶射および熱処理条件

Powder gas flow rate [L/min]	30
Spraying distance [mm]	120
Traverse speed [mm/s]	750
Polyester beads content [wt%]	10
Post heat treatment conditions	800°C-2h



(a) 従来型 TBC (b) 新規多孔性 TBC

図 1 各 TBC 試験片の SEM 断面画像

構造とした。

計装化押し込み試験では、圧子先端と試験片表面間の距離である圧子押し込み深さの正確な測定が不可欠である。押し込み試験中、圧子は試験力負荷により試験片表面に押し込まれるが、同時に試験片表面も弾性的に下方に移動する。そのため、圧子先端と試験機フレーム（弾性的下方移動の影響なし）間の絶対的変位ではなく、圧子先端と試験片表面間における相対的変位を測定する必要がある。そこで本システムでは、保持具を介して圧子に直接変位センサを装着し、また試料ステージに変位センサターゲットを設置することで、圧子先端と試験片表面間の相対的変位を測定する構造とした。変位センサーはリニア近接センサとアンプユニットを用いて構成した。この変位センサはリニア近接センサであり、対象物（金属）とセンサヘッドの距離が近くなると渦電流が大きくなり、発振回路（持続した交流を作る電気回路）の発振振幅は小さくなる。近接センサの特性として、検出対象に接触することなく検出することができるため、検出対象物の摩耗や損傷がないことや広い温度範囲で使用可能であることなどが利点として挙げられる。この変位センサを用い、変位センサとターゲット間の距離に対するリニア電圧出力を補正・設定し、試験における電圧出力変化を取得した。またターゲット位置はマイクロメータを介して上下に移動でき、変位センサとターゲット間の初期間隔を調整可能とした。加えて、ターゲットはリンク機構を介しており、X-Y ステージ（耐荷重 686N・移動量 ±20mm）による試験片位置移動にも対応可能である。

変位センサから得られた圧子先端—試験片表面間の相対的変位データを万能試験機にアナログ入力し、試験機ロードセルで測定した荷重データと結合した上でデータ処理用 PC に保存する方式とした。

図 3 に、マイクロビッカース圧子を用いたガラス試験片（材質：熔融石英）に対する試験結果を示す。19.6～294N の範囲において、非常に安定した押し込みデータが取得可能であることが明らかである。

・従来型および新規 TBC 試験片に対する計装化押し込み試験の実施

ビッカース圧子やバーコピッチ圧子といった先端が尖った圧子と、ロックウェル圧子やその他の球状圧子のような先端が丸まった圧子の組み合わせによる計装化押し込み試験を実施した。計装化押し込み試験結果に対して、現在一般的に適用されている国際規格化された押し込み試験結果解析方法においては、圧子先端形状やフレームコンプライアンスの補正方法の影響により、微小試験力条件では均質等方性固体材料においても測定ヤング率の試験力依存性を示すことが報告されている。そのため本研究では、一般的な押し込み試験結果解析方法とは異なる、新規解析手法(本研究とは別件での共同研究において提案済)の適用可能性を検討するため、まずはヤング率既知の金属基準片（材質：アルミ合金・JIS 合金番号 A2017, ヤング率 70.0 GPa）およびガラス試験片（上述, ヤング率 73.3 GPa）に対する予備試験を実施した。表 2 に試験条件を、図 4 に試験結果のまとめを示す。

図 4 から、19.6～294N の試験力範囲においてガラス試験片・金属試験片ともほぼ試験力依存性を示さない一定のヤング率が測定可能であることが確認された。また測定された両試験片のヤング率は、文献値と良好な一致を示した。加えて、上述の傾向はマイクロビッカース圧子 (MV) および球状圧子 (SP) の相違にかかわらず変化がないことも明らかとなった。これらの結果から、本研究で採用した押し込み試験結果解析方法においては、均質等方性固体材料に対して試験

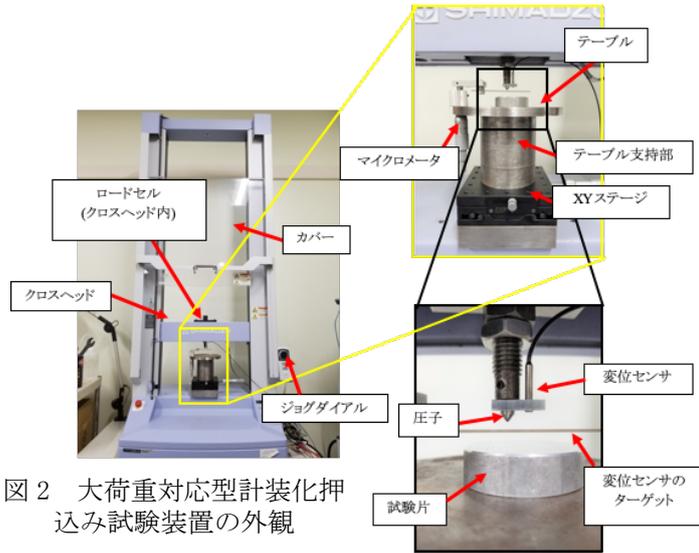


図 2 大荷重対応型計装化押し込み試験装置の外観

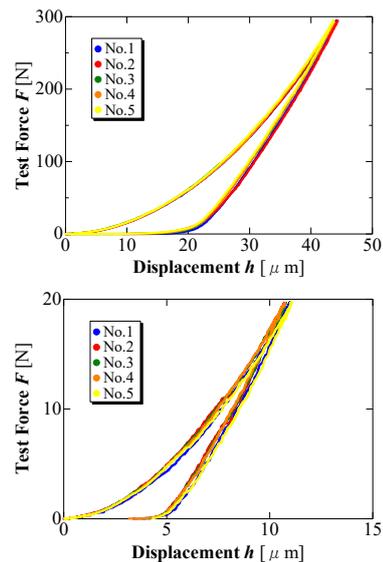


図 3 大荷重対応型計装化押し込み試験装置による試験結果 (上：294N, 下：19.6N)

表 2 計装化押し込み予備試験条件

Maximum test force [N]	Type of indenter	Number of tests	Fitting range of unloading curve
294	Micro-vickers (MV)	5	33-95%
245			
196			
98	/		
49	Sphere (SP)		
19.6			

力依存性を示さないヤング率測定が可能であることが示された。

次に、従来型 TBC 試験片（以降” C-TBC” と略称する）および新規多孔性 TBC 試験片（同様に” P-TBC”）に対する計装化押し込み試験を行った。試験条件は表 2 に準じるが、計装化押し込み試験実施に伴う試験片微細組織の圧壊を回避するため、最大試験力を C-TBC では 196N、P-TBC では 0.196N までに制限した。加えて、今回開発した大荷重対応型計装化押し込み試験装置では対応が困難なマイクロ～ナノレンジ

における計装化押し込み試験データ取得を目的として、市販の薄膜硬度計を用いた極低試験力範囲（0.0049～1.96N）における計装化押し込み試験も合わせて実施し、試験結果をまとめて整理した。試験回数は C-TBC・P-TBC とともに各試験力条件で 10 回ずつとした。

図 5 に各条件・各試験片における計装化押し込み試験結果を示す。これらの結果をまとめると、以下のような傾向が表れていることが明らかとなった。

- ・P-TBC においては、圧子形状にかかわらず最大押し込み深さのばらつきの程度が大きかった。またその傾向は、試験力の大小にあまり影響されなかった。

- ・C-TBC においては、圧子形状および試験力の影響が明瞭に現れた。MV 圧子・低試験力条件では最大押し込み深さのばらつきが拡大したが、同圧子・高試験力条件では非常にばらつきの少ない結果を得ることができた。また SP 圧子においては、試験力の大小に関わらず最大押し込み深さのばらつきが現れた。

- ・圧子形状が押し込み挙動に及ぼす影響として、SP 圧子では比較的弾性接触に近い押し込み挙動を示した（特に C-TBC・低試験力条件）が、MV 圧

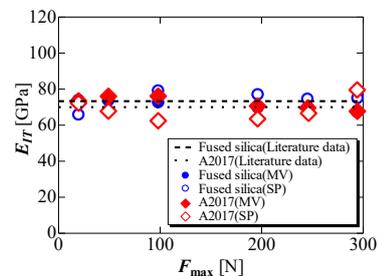


図 4 ヤング率既知試験片における最大試験力と算出ヤング率の関係

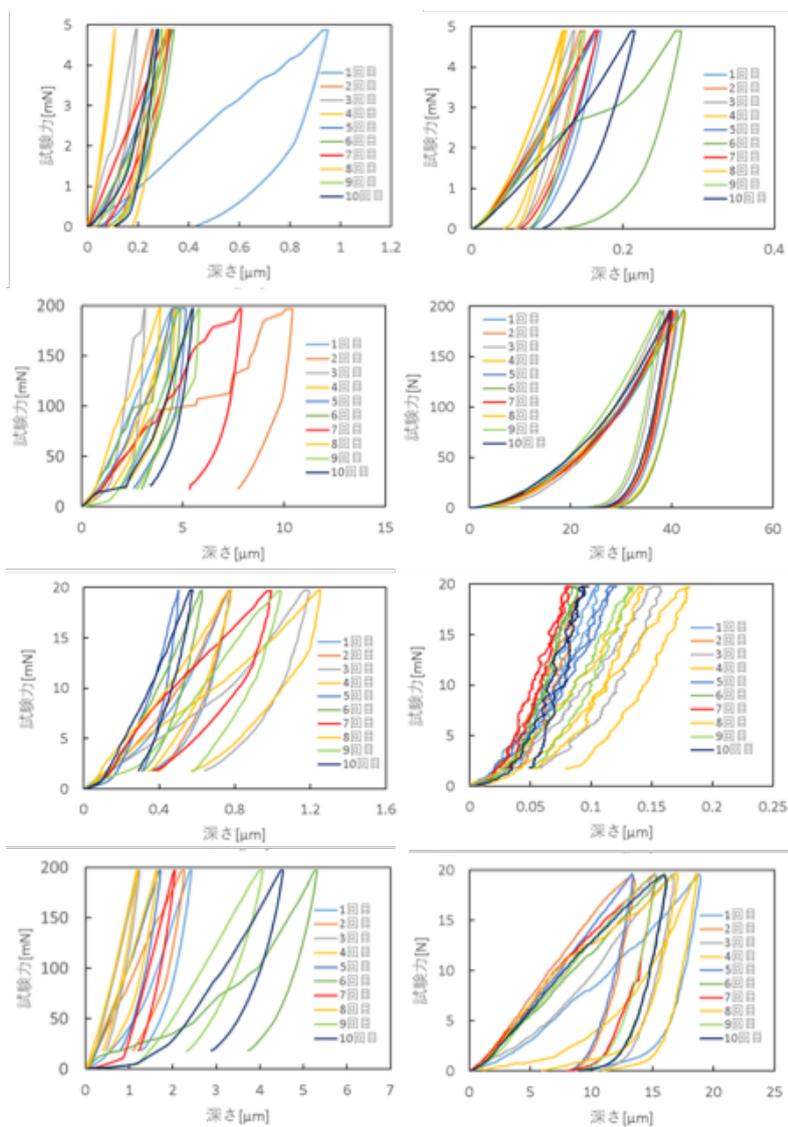
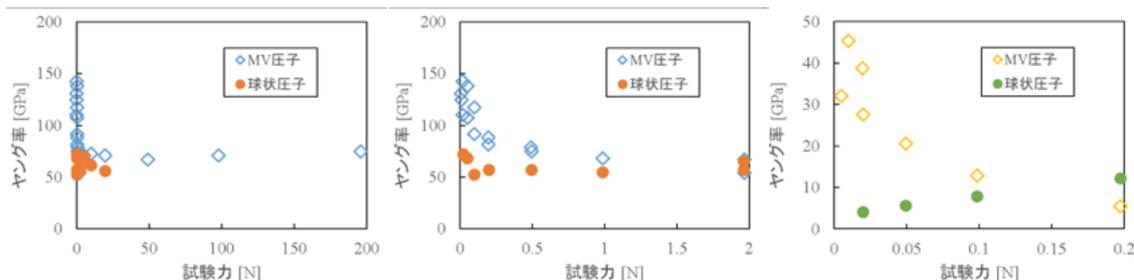


図 5 計装化押し込み試験結果（左列：P-TBC，右列：C-TBC
上 2 段：MV 圧子，下 2 段：SP 圧子）



(a) C-TBC [~196N] (b) C-TBC [~1.96N] (c) P-TBC [~0.196N]

図 6 算出ヤング率の試験力依存性と圧子形状依存性

子では低試験力条件から金属材料に類似する塑性的挙動を示した。

このような計装化押込み試験結果に対して、均質等方性固体材料に対する予備試験結果では試験力依存性を示さないことを確認済みの新規解析手法を適用することにより、C-TBC および P-TBC 試験片のヤング率算出を行なった。図 6 に算出ヤング率の試験力依存性と圧子形状依存性をまとめて示す。

これらの結果から、MV 圧子条件においては C-TBC・P-TBC の試験片の相違に関わらず、顕著な算出ヤング率の試験力依存性を示すことが明らかとなった。一方、SP 圧子条件においては、P-TBC で緩やかな試験力依存性を示した。またこの場合の試験力依存性は、MV 圧子で生じる傾向とは逆の傾向を有していた。加えて、C-TBC・SP 圧子条件ではほぼ試験力依存性は確認されなかった。

このように、適切な（＝試験力依存性を示さない）解析方法を適用したとしても、いずれの TBC 試験片においても算出ヤング率に試験力依存性が現れることから、この試験力依存性は TBC 試験片の微細組織に由来することが明らかとなった。加えて、圧子形状の相違に伴い算出ヤング率の試験力依存性も傾向が変化すること、微細組織が異なる C-TBC および P-TBC では算出ヤング率の試験力依存性の傾向が異なることも確認された。これらの結果に基づき、以下の通りに TBC 微細組織での試験力依存性発現メカニズムを推定した。

・MV 圧子：低試験力での押込みでは、接触範囲が小さく試験片内部の欠陥の影響を受けにくい。ため、表層における 8YSZ の溶滴に対する押込みが行われると考えることができ、ジルコニアそのもののヤング率（ $\approx 200\text{GPa}$ ）に比較的近い、高いヤング率が得られた。最大試験力が増大するにつれて接触範囲が広がり、き裂や気孔の影響を受け易くなり、ヤング率は低下した。最大試験力が増大するにつれて押込みによる欠陥の閉塞が生じ、ヤング率低下は収束した。更に試験力が増加すると応力が増加し、欠陥の影響の増大というヤング率低下要因よりも欠陥の閉塞というヤング率増加要因の方が優位となり、ヤング率が上昇すると推察される。

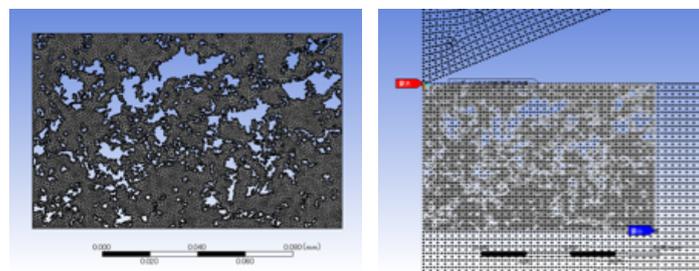
・球状圧子：その先端形状から、低試験力においても比較的広い接触範囲で押し込まれるため、低試験力でも欠陥の影響を含んだ多孔質体としてのヤング率が得られたと考えられる。また、MV 圧子と同様に、更に試験力を増加させていくことで応力増加が生じ、ヤング率が増加すると推測されるが、本研究の結果としては P-TBC の結果においてのみその傾向が見られた。

・断面観察データに基づく TBC 試験片の有限要素モデル化

多孔質コーティング材料の有限要素解析を実施するためには、気孔形状および分布状態を正確に再現した有限要素モデル化が必要である。当初は近年分解能の向上によりサブミクロンオーダーの内部構造解析が可能となっている、マイクロ X 線 CT を適用する予定であったが、マイクロ X 線 CT による TBC 試験片の三次元形状データ測定が十分な分解能を保証した上で実施不可能であることが検討の結果明らかとなったため、走査型電子顕微鏡 (SEM) 断面観察画像からの TBC 断面二次元形状有限要素法モデル化手法を検討・開発した。開発した手法の概略を以下に記す。

- ①汎用画像処理ソフトによる SEM 断面画像のスケール確認、画像サイズ調整および二値化
- ②市販可視化ソフトによる立体化処理、等数値面抽出および三次元データ形式への変換
- ③汎用有限要素解析ソフトウェア付属のモデリングソフトによる形状調整、サーフェスデータ生成、スケール調整
- ④汎用有限要素解析ソフトウェアへの TBC 断面二次元形状モデルの読み込み、メッシュ生成

本研究では、押込み試験による TBC 試験片内部の応力および変位場に及ぼすトップコート微細組織の影響を解析的に明らかにするため、アップストリーム解析（メインモデル）の結果出力をインポートし、その出力をダウンストリーム（サブモデル）の境界条件として適用することで、対象領域（本研究においてはトップコート微細組織）をより正確に解析することが可能となる「サブモデリング解析」を実施した。作製した



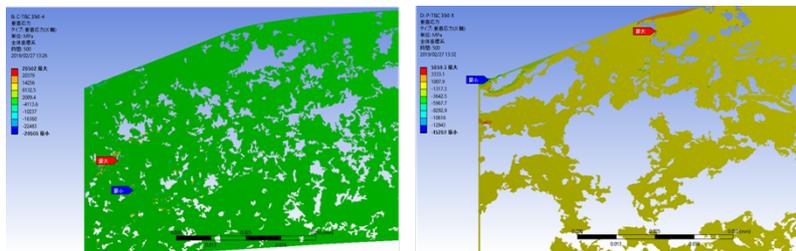
(a) サブモデル (TBC 断面二次元形状モデル) (b) メインモデル (軸対象計装化押込みモデル)

図 7 FEM 解析モデル

TBC 断面二次元形状モデル、およびそれをインポートしたメインモデルをそれぞれ図 7 に示す。本研究では、C-TBC および P-TBC 試験片断面からそれぞれ 10 枚の断面観察画像（観察倍率：500 倍、画像モード：反射電子組成像）を取得し、順次 TBC 断面二次元形状モデル化した上で解析を実施した。

図 8 に、C-TBC および P-TBC それぞれの最大押込み時における垂直応力分布を示す。これらの結果から、MV 圧子によるものの方が最大値、最小値共に大きな絶対値をとる傾向が基本的に見られたが、気孔の縁に沿った部分に絶対値の大きな応力が分布しやすいという点は圧子に依らず同様であった。荷重量と変形量の増加に伴ってこの応力は増加し、やがて気孔の閉塞を引き起こすと思われる。微細組織間での比較をすると、P-TBC の結果の方が最大・最小垂直応力

の絶対値が小さく、応力集中が弱いことがわかる。P-TBC については試験片表面の圧子接触部分と非圧子接触部分において逆方向の比較的大きな垂直応力がみられ、特に MV 圧子では表面近傍に最大・最小応力が分布した。C-TBC では球状圧子の場合に圧子接触部分だけにみられた。このことから、微細組織中に気孔が多いほど内部の応力集中が弱くなり、相対的に表面の応力集中が大きくなったと推察される。



(a) C-TBC (b) P-TBC
図8 サブモデリング弾性応力解析結果

・研究成果のまとめ

- (1) 従来型 TBC (C-TBC) 試験片とは気孔径および気孔分布が異なる、新規多孔性 TBC (P-TBC) 試験片を作製した。
- (2) 引張試験や曲げ試験を実施可能な汎用の万能試験機に対して、圧子押し込み深さの高精度センサーおよび押し込み深さデータ処理機能を付加することで、19.6~294N の試験力範囲において非常に安定した押し込みデータが取得可能である、計装化押し込み試験装置を開発した。
- (3) C-TBC 試験片および P-TBC 試験片に対して、角錐圧子と球状圧子の組み合わせによる計装化押し込み試験を実施した。押し込み試験結果の解析手法として、国際規格化された一般的な押し込み試験結果解析方法ではなく、均質等方性固体材料に対して試験力依存性を示さないヤング率測定が可能である新規解析手法を、C-TBC 試験片および P-TBC 試験片の押し込み試験結果に適用した。その結果、いずれの試験片においても算出ヤング率に試験力依存性が現れることから、この試験力依存性は TBC 試験片の微細組織に由来することを明らかにした。加えて、圧子形状および試験片微細組織が算出ヤング率の試験力依存性に及ぼす影響についても確認した。これらの結果に基づき、TBC 微細組織での試験力依存性発現メカニズムを推定した。
- (4) 走査型電子顕微鏡 (SEM) 断面観察画像からの TBC 断面二次元形状有限要素法モデル化手法を検討・開発した。作成した TBC 断面二次元形状モデルを用いた、押し込み試験のサブモデリング弾性応力解析を実施した結果、TBC 微細組織における特徴的形状が応力およびひずみ分布に及ぼす影響を明らかにした。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 0 件)

[学会発表] (計 3 件)

- 1 計装化押し込み試験による遮熱コーティング材トップコートのヤング率評価, 三浦 清雅, 大木 基史, 齋藤 浩, 高橋 伸, 日本機械学会第 26 回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2018), 2018
- 2 計装化押し込み試験による遮熱コーティング材のヤング率評価, 三浦 清雅, 菊池 岳人, 齋藤 浩, 大木 基史, 第 3 回材料 WEEK, 2017
- 3 遮熱コーティング材トップコートの変形挙動解析およびヤング率評価, 菊池 岳人, 三浦 清雅, 齋藤 浩, 大木 基史, 第 3 回材料 WEEK, 2017

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究分担者

なし

(2) 研究協力者

なし

※科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。