## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 2 年 7 月 1 0 日現在

機関番号: 11201

研究種目: 基盤研究(C)(一般)

研究期間: 2017~2019

課題番号: 17K06039

研究課題名(和文)粒子堆積中の共鳴超音波計測による遮熱コーティングの全方向弾性係数決定機構の解明

研究課題名(英文)Study on formation mechanism of all directional elastic moduli in thermal barrier coating by resonance ultrasound spectroscopy during thermal spraying process

研究代表者

脇 裕之(WAKI, Hiroyuki)

岩手大学・理工学部・教授

研究者番号:30324825

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3,700,000円

研究成果の概要(和文):遮熱コーティングは,弾性係数の異方性や弾性係数の大きさが成膜プロセスに依存し,弾性特性の制御方法が確立していない.本研究では,プラズマ溶射過程中に全方向の弾性係数を,その場計測可能な共鳴超音波スペクトロスコピーシステムを開発した.そのシステムを用いて成膜過程中のコーティングの弾性係数変化履歴を明らかにした.また,その結果から弾性特性の形成メカニズムを考察した.

研究成果の学術的意義や社会的意義 弾性係数は材料力学パラメータの計算に必要不可欠な重要物性値である.成膜プロセスと弾性係数の形成過程の 関係が明らかになれば,弾性係数を制御した高機能な新材料・新プロセスの開発につながる.しかし,計測技術 の問題で,成膜過程中に弾性特性が形成される過程は不明であった.本研究では,成膜過程中に弾性係数履歴を 評価できる共鳴計測技術を確立した.この技術は.弾性特性の形成メカニズムの解明に寄与できる.

研究成果の概要(英文): The anisotropy of elasticity and magnitude of the elasticity in thermal barrier coating depend on coating process. However, the control method of the elasticity is not established. In this study, a resonance ultrasound spectroscopy system for evaluating the elastic behavior during thermal spraying process has been developed. The formation process of elastic modulus during thermal spray deposition process was revealed by the developed system. The formation mechanism of elasticity was studied by the obtained result.

研究分野: 材料力学

キーワード: 機械材料・材料力学 構造・機能材料 遮熱コーティング 弾性係数 プラズマ溶射

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。

## 様 式 C-19、F-19-1、Z-19(共通)

#### 1. 研究開始当初の背景

弾性係数は材料力学パラメータの計算に必要不可欠な重要物性値である. 遮熱コーティングは、その組織構造の異方性が原因で、各方向の弾性係数が異なる. また弾性係数の異方性や弾性係数の大きさは、成膜プロセスに依存しており、弾性係数の制御方法は確立していない. 成膜プロセスと弾性係数の形成過程の関係が明らかになれば、弾性係数を制御した高機能な新材料・新プロセスの開発につながる. しかし、これまでは計測技術の問題で、成膜過程中の弾性係数履歴の評価は困難であった. 成膜過程中に弾性係数履歴を評価できる技術を構築できれば、弾性特性の形成メカニズムの解明に寄与できる.

#### 2. 研究の目的

本研究では、プラズマ溶射過程中に全方向の弾性係数を、その場計測可能な高温共鳴超音波スペクトロスコピーシステムを開発する。そのシステムを用いて成膜過程中のコーティングの弾性係数変化履歴を明らかにする。また、実測する成膜過程中の弾性係数履歴に基づき、弾性特性の形成メカニズムを考察する。

#### 3. 研究の方法

次の手順で研究を行った.

(1) 小型低出力大気プラズマ溶射装置の開発

共鳴計測システムと組合せ可能な小型低出力プラズマ溶射装置を開発する.

(2) プラズマジェット中における試験片の共鳴計測システムの開発

プラズマ溶射過程中に試験片の共鳴周波数をその場計測可能な 3 点支持型共鳴超音波スペクトロスコピーシステムを開発する.

### (3) プラズマ溶射過程中の共鳴周波数の計測

本研究ではコーティングを施した試験片に自由振動を与え、複数の共鳴周波数を実測し、その複数の共鳴周波数からコーティングの全ての弾性係数を逆計算で決定する。正しい評価結果を得るためには試験片の振動モード・次数を把握することが不可欠である。そのため、常温下で基材単体に対して、レーザードップラー振動計で、それぞれの共鳴周波数に対して変位分布を計測し、振動モード・次数を同定する。次に、振動モード・次数の同定を行った共鳴周波数群に対して、プラズマ溶射過程中にそれらの周波数群を連続的に追跡することで、被覆された試験片の振動モード・次数を把握する。

プラズマ溶射過程中の共鳴周波数の計測手順は以下の通りである。プラズマジェットによる予熱で、基材が一定温度になった後に成膜する。これによって一定温度下での評価を行うことができる。次に、連続成膜過程中に所定の膜厚ごとに、溶射粉末の供給を停止し、プラズマジェットのみを試験片に照射した状態を作る。この間に共鳴周波数群を測定することで、一定膜厚下で評価を行うことができる。

#### (4) プラズマ溶射過程中のコーティングの弾性係数の評価

あらかじめ、基材の高温弾性定数を、プラズマジェット中の高温下で評価しておく.この基材の高温弾性定数を用いて、プラズマ溶射過程中の皮膜の弾性定数を評価する.基材付きコーティングの弾性係数評価方法は、H. Ogi ら<sup>(1)</sup>が提案している手法を採用する.得られる弾性係数は成膜過程中の高温弾性係数である.

#### 4. 研究成果

#### (1) 低出力大気プラズマ溶射装置の開発

プラズマジェットの発生原理は、商業用の大型高出力タイプと同じで、Y. Ando ら $^{(2)}$ が提案した構造と同様とした、プラズマ源は Ar ガスとした、溶射粉末供は、安定的に供給するため圧縮空気で搬送した、膜厚の均一化は、2次元自動ステージによる溶射ガンのトラバースとステップのx-y 移動によって行った、トラバースとステップの1周を1 pass と呼び、膜厚の制御は、パス

数によって行った.溶射条件(ガス流量,電力,距離)の最適化によって,耐熱合金溶射膜を均一な膜厚で成膜することが可能となった.

次に、溶射中に基材の裏面の温度履歴を熱電対で計測した結果を図1に示す. CoNiCrAlY 耐熱コーティングを SUS304 基材に施工した一例である. プラズマジェットにより予熱を与え試験片の温度が一定になったところで、粉末の供給を開始した. その後粉末供給を停止した. この間、溶射ガンは停止させず動き続け試験片を加熱し続けている. 図より、粉末供給の有無による温度差は小さいことが分かる. また、本研究で用いる2mm 厚基材の表面(溶射面)との温度も小さいことを確認した.

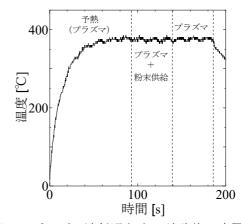


図1 プラズマ溶射過程中の試験片温度履歴

# (2) プラズマジェット中における基材の共鳴 計測システムの開発

図2に示すように、基材を下方から3点支持し、上方からプラズマ溶射した.石英ガラス延長ロッドを介して、支持点の1本の圧電振動子で試験片を加振した.振動の受信は別の支持点の1本の圧電振動子で行った.振動の支持点の1本の圧電振動子で行った.振動子をプラズマジェットから保護するために、基材の適切なた、遮蔽板を設置するとともに、基材の適切なけ法(15×12×2mm) および支持点を決定した.更に、振動子の保護と検出感度を両立した.更に、振動子の延長ロッドの長さを最適化した.これらにより耐熱合金皮膜のプラズマ溶射中に30分以上、基材の加振・受信が高精度にその場評価可能となった.

## (3) プラズマ溶射過程中の共鳴周波数の計測 結果

プラズマジェットによる予熱で基材が一定温度に達した後に、溶射粉末を供給し、3pass(約  $50 \mu$  m)粒子を積層した.溶射粉末の供給を停止し、プラズマジェットを9pass(約 2分)照射し、その間に周波数群を計測した.これを繰返し、最終的に約  $250 \mu$  m のコーティングを施工した.図 3 は銅基材( $15 \times 12 \times 2$ mm)に CoNiCrAlY 耐熱皮膜を溶射した際に計測したある共鳴周波数の移動を示している.皮膜の寄与により、初期基材の周波数の移動していることが分かる.この周波数の差によって皮膜の弾性係数を評価できる.

## (4) プラズマ溶射過程中の弾性係数の評価結 果

皮膜の弾性係数の評価精度を向上させるため,低弾性基材(銅)を用いて評価した.評価にはプラズマ溶射過程中に5つの共鳴周波数群を追跡し,コーティングを等方性材料と仮定し,独立な2つの弾性係数を決定した.図4は CoNiCrAlY 耐熱皮膜のプラズマ溶射過程中のヤング率の変化履歴を示している.成膜過程中において,皮膜のヤング率は,薄膜から厚膜まで膜厚依存性がほとんど無いことが分かる.

この結果から、成膜途中の弾性係数は、その後のプラズマジェットによる熱や、その後の粒子積層の影響は小さく、ほとんど変化せず安定的であることが明らかとなった.

## <引用文献>

- (1) H. Ogi, N. Nakamura, M. Hirao, Advanced resonant ultrasound spectroscopy for measuring anisotropic elastic constants of thin films, Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures, 28, pp. 657-663, (2005)
- (2) Y. Ando, D. Kindole, Y. Noda, R.N. Mbiu, B.K. Kosgey, S.M. Maranga, A. Kobayashi,

 ※Yステージ

 溶射ガン

 12

 2

 熱遮蔽板

 石英ガラス延長

 増幅器

 発振器

図2 プラズマ溶射過程中の共鳴周波数計測

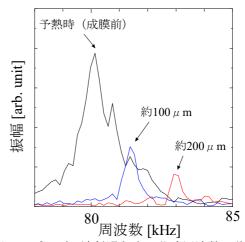


図3 プラズマ溶射過程中の共鳴周波数の移動

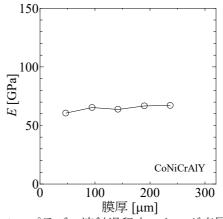


図4 プラズマ溶射過程中のヤング率履歴

Alumina and titania films deposition by APS/ASPPS dual mode thermal spray equipment using Ar added N<sub>2</sub> working gas, Vacuum, Vol.136, pp.203-208, (2017)

## 5 . 主な発表論文等

3. 工体元化删入分	
〔雑誌論文〕 計3件(うち査読付論文 3件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 1件)	
1. 著者名	4 . 巻
Kanta Adachi, Hiroyuki Waki	28
Tallia Addent, Through Tallia	
2.論文標題	5.発行年
Anisotropic Elasticity of APS and HVOF CoNiCrAIY Coatings Studied by Resonant Ultrasound	2019年
Spectroscopy with Laser Doppler Interferometry	20.0 1
3 . 雑誌名	6.最初と最後の頁
Journal of Thermal Spray Technology	1017-1024
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子)	査読の有無
10.1007/s11666-019-00878-w	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	-
1 . 著者名	4 . 巻
Tomoyuki HAYASE, Hiroyuki WAKI, Kanata ADACHI	69
	5 . 発行年
2 . 論文标题   Effect of Heat Treatment on Young's Modulus and Poisson's Ratio of Thermal Barrier Coating	2020年
Studied by Bending of Three-Layered Specimen	20204
3.雑誌名	6.最初と最後の頁
	0.取例と取扱の員
Journal of the Society of Materials Science, Japan	-
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子)	・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・ ・
なし	有
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスとしている(また、その予定である)	-
1.著者名	4 . 巻
Hayase Tomoyuki、Waki Hiroyuki	27
	5 7%/= fT
2.論文標題	5.発行年
Measurement of Young's Modulus and Poisson's Ratio of Thermal Barrier Coating Based on	2018年
Bending of Three-Layered Plate 3.雑誌名	6 見知と見後の百
	6.最初と最後の頁 983~998
Journal of Thermal Spray Technology	303 ~ 330
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子)	☆読の有無
10.1007/s11666-018-0741-z	有
	[
オープンアクセス	国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	-
〔学会発表〕 計13件(うち招待講演 0件/うち国際学会 3件)	
1.発表者名	
足立寛太,脇 裕之	

# 2 . 発表標題

共振超音波スペクトロスコピー/レーザードップラー干渉法による CoNiCrAIY溶射皮膜の異方性弾性特性の評価

## 3 . 学会等名

日本機械学会 2019年度年次大会

## 4.発表年

2019年

1		発表者名
	•	元れ日日

川又 滉平,足立 寛太,脇 裕之

# 2 . 発表標題

モード特定共振超音波法による遮熱コーティングの異方性弾性特性の評価

#### 3.学会等名

日本機械学会M&M2019材料力学カンファレンス

## 4 . 発表年

2019年

## 1.発表者名

佐藤龍太,脇、裕之,足立寛太,加藤昌彦,高橋、智,桑嶋孝幸

## 2 . 発表標題

三層試験片の曲げ共振による遮熱コーティングの高温ヤング率評価に及ぼす熱応力の影響

## 3.学会等名

日本溶射学会第110回(2019年度秋季)全国講演大会

## 4.発表年

2019年

#### 1.発表者名

脇 裕之, 古舘佳希, 加藤昌彦, 高橋 智

#### 2 . 発表標題

積層はりの曲げ共振による遮熱コーティングの高温ヤング率の高精度評価法

# 3 . 学会等名

第28回新構造・機能制御と傾斜機能材料シンポジウム

#### 4.発表年

2017年

## 〔図書〕 計0件

## 〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6.研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
	荻 博次	大阪大学・工学研究科・教授	
連携研究者	(OGI Hirotsugu)		
	(90252626)	(14401)	