

機関番号：13904

研究種目：基盤研究（B）

研究期間：2008～2010

課題番号：20360328

研究課題名（和文）

高速固体粒子の衝突変形による高品位膜創製技術コールドスプレー法の高度化

研究課題名（英文）

Advancement of cold spray as a high-quality thick coating formation process by collision and deformation of high-speed solid particles

研究代表者

福本 昌宏 (FUKUMOTO MASAHIRO)

豊橋技術科学大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号：80173368

研究成果の概要（和文）：

非熔融固体粒子による厚膜・部材創製技術としてのコールドスプレー法の基盤確立を目指し、成膜条件の適正化による技術の高度化、ならびに粒子／基材間界面接合機構の解明による技術基盤の確立に取り組んだ。その結果、窒素または空気を作動ガスとする実用的成膜範囲の存在を明らかにするとともに、粒子／基材界面に衝突中心からの距離に応じた付着強度分布が存在する事実を明らかにした。得られた結果は、同技術の高度化ならびに技術基盤の確立に対し有益な指針を与えるものである。

研究成果の概要（英文）：

In order to establish a fundamental of cold spray technology, which is recognized to be a novel high-speed thick coating or bulk formation technology by depositing non-melt solid powder particles, advancement of the process by optimizing process parameters and verification of bonding mechanism at interface between particles and solid substrate were conducted. As a result, existence of practical deposition windows by using normal air or nitrogen as a working gas and distribution in adhesive character at interface between particle and substrate according to particle's radius were experimentally verified. By summarizing the results obtained, the possibility in advancement of cold spray technology and establishment of fundamental of the process were clarified in the present study.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	4,800,000	1,440,000	6,240,000
2009年度	5,500,000	1,650,000	7,150,000
2010年度	3,700,000	1,110,000	4,810,000
年度			
年度			
総計	14,000,000	4,200,000	18,200,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学，材料加工・処理

キーワード：コールドスプレー，固体粒子，臨界速度，高速成膜，ノズル設計，バウショック，付着効率，界面付着機構

1. 研究開始当初の背景

数十 μ mサイズの粒子の積層により広面

積に迅速に膜を創成する溶射法が，各種産業分野における厚膜創成の基盤技術として重用

されている。ただし溶射法の欠点は、対象材料を溶融させることにあり、溶融は酸化、窒化などの化学的劣化、ならびに凝固に伴う引張り応力の発生を伴う、いわば必要悪である。

この問題を本質的に改善するプロセスとして、最低限の加熱により軟化させた固相粒子を高加速し塑性変形させて成膜するコールドスプレー法が注目されている。同法における粒子／基材間あるいは粒子／粒子間の結合は、Shear Instability（せん断不安定）によると推定されており、また、付着の始まる臨界速度をプロセス制御因子とするなど、プロセスの諸側面が次第に明らかにされつつある。ただし、粒子／基材および粒子／粒子界面の接合機構は、必ずしも明らかとは言えず、密着強度特性の改善も併せ、技術基盤の確立が不可欠である。

同法は溶射法と同じく1個の粒子を膜形成の基本構成要素とすることから、基材上における粒子の付着、扁平現象の観察を通じ、付着機構の解明ひいてはプロセス制御のあり方が追究可能と考えた。

2. 研究の目的

本研究は、非溶融固体粒子による革新的厚膜・部材創製技術としてのコールドスプレー法の基盤確立を目的とし、①プロセス因子の最適化による技術の高度化、②粒子／基材間接合機構の解明によるプロセス基盤の確立を目指したものである。

3. 研究の方法

平成20年度は、独自設計ノズルを用い、軟質金属粒子における付着機構ならびにプロセス諸因子の影響解明を行った。具体的には、1) 数値シミュレーションによるHe優位性の定量評価、2) 公称速度、衝突速度間における有為差の検証、3) 粒子付着に対する支配因子の検証、4) 最適形状・寸法ノズルの製作、効用確認、の各研究課題に取り組んだ。

平成21年度は前年度の成果として明らかにした最適形状・寸法を有するノズルを用い、粒子衝突速度に対するバウショックの影響、ならびに基材への金属粒子付着機構の解明に取り組んだ。具体的には、1) 数値シミュレーションによる基材面上バウショックの定量把握、2) 粒子公称速度、衝突速度の実測、両者における有為差の検証、衝突速度の粒子サイズ依存性解明の各研究課題に取り組んだ。

最終年度の平成22年度は、前年度までの結果を集約し総括を行った。このため最適形状寸法の自製ノズルを用い、各種成膜条件の下に各種合金、チタニア等各硬質粒子を各種

基材上に投射し、成膜可能性の限界に挑戦した。また、投射粒子の基材への付着状況を粒子／基材界面における両材料塑性流動挙動としてTEM観察した。得られた結果を基に硬質粒子の基材への付着機構を考察した。

4. 研究成果

平成20年度の成果として、1) 数値解析によりHeガスにおけるバウショック低減の効果を検証した。2) 基材衝突直前の粒子衝突速度の実測を試みたが、データ取得の困難さが障害となり、達成できなかった。次年度以降への課題とした。3) 付着粒子特有のメタルジェット発生現象に着目し、ガス圧力の増大に伴いメタルジェット発生割合が増大すること、粒子付着効率がこれに呼応して増大することを国内外に先駆け定量値として明らかにした。結果を図1に示す。

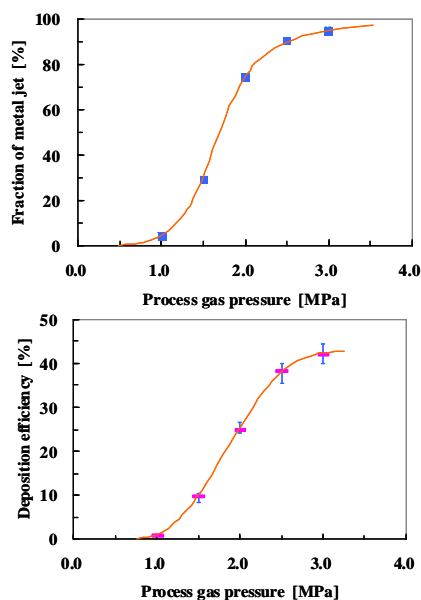


図1 メタルジェット発生割合と粒子付着率のガス圧力依存性における相関性

これにより単一粒子におけるメタルジェット発生挙動観察を通じ粒子付着効率が推定可能となる。ただし、ガス圧の増大に伴う皮膜密着強度の増大傾向は認められず、成膜中に伴う残留応力の影響関与の可能性が示唆された。よって、コールドスプレー法制御の方途については、さらなる取り組みが必要であることを明らかにした。4) 独自ノズルのさらなる改良に取り組み、ノズル長さの最適設計を達成した。5) コールドスプレー法のセラミックス粉末成膜の可能性に挑戦し、広面積への強固な密着性、健全構造を有するチタニア光触媒皮膜の創製を国内外に先駆けて達成

した。図2に作成皮膜観察結果を示す。図に示すように、通常の成膜条件でmm厚さの成膜が可能であり、膜質も極めて良好である。

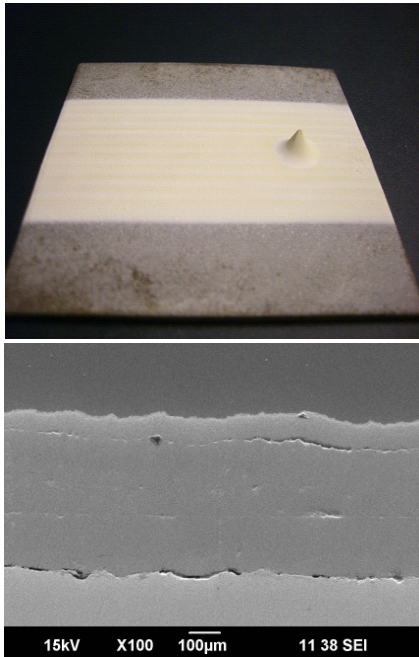


図2 コールドスプレーによるチタニア皮膜創成例 (上) 皮膜外観, (下) 皮膜縦断面組織

今後この皮膜の光触媒特性機能皮膜としての応用展開が期待され、国内外からの高い注目

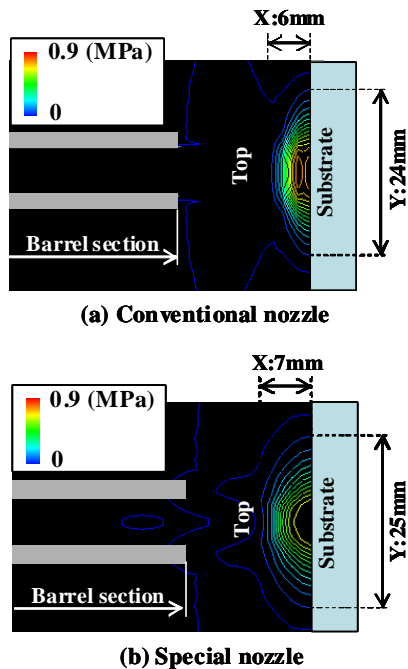


図3 基材上バウショック発生状況解析結果 (上) 通常ノズル, (下) 独自設計ノズル

を浴びている。

平成21年度には、1) 数値シミュレーションにより基材表面でのバウショック発生挙動の定量把握を達成し、基材面上数mmの位置にプレートショックとしての衝撃波が発生することを明らかにした。2) 独自設計した特殊ノズルにより基材上バウショック低減効果を数値解析ならびに実験的に検証した。図3にその結果を示す。通常ノズルに比べ独自設計したノズルにより基材上でのバウショックが軽減されることが分かる。特に5µm以下の微細粒子の成膜においてこの軽減効果は効果的である。3) DPV-2000ならびにPIVの二種類の計測装置を駆使し、基材衝突直前の粒子衝突速度の実測に成功した。両者間の比較により計測値の信頼性を吟味した結果、5µm以下の粒子において基材近傍での衝突速度激減を実験的に明らかにした。なお、既設DPV装置での粒子速度計測において、基材表面での粒子速度の急激な増大傾向が認められたが、結果的にその値は誤計測による可能性が高く、その原因究明が今後の課題である点を示した。

最終の平成22年度には、1) Heを用いるまでも無く空気を作動ガスとする適正条件において粒子の付着成膜が可能であることを実証した。2) 硬質金属粒子の投射においては、基材表面に凹部形状となる塑性変形が認められ、特に粒子/基材間せん断すべりの大きな粒子底面周辺部界面での健全な付着が認められたのに対し、せん断すべりの小さな衝突中心には弾性衝突による粒子/基材界面剥離現

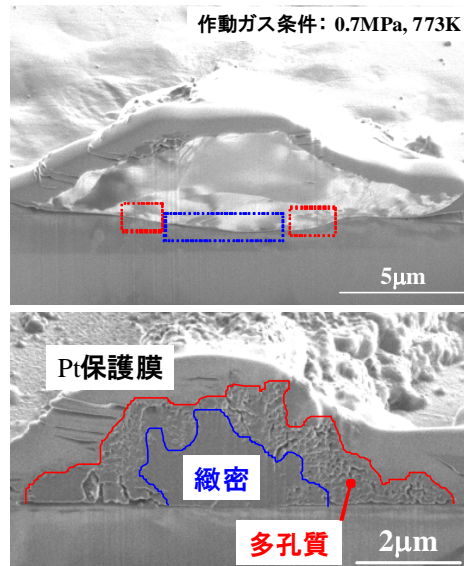


図4 コールドスプレーによる粒子偏平縦断面組織観察例 (上) 金属粒子, (下) チタニア粒子

象を見出した。3) チタニア粒子の場合には基材変形は無く、粒子自らのサブグレインへの微細化に伴う新生面の現出が基材への付着をもたらす可能性を国内外に先駆けて明らかにした。また粒子中心付近に高密着強度を示す緻密な部分が存在することを示した。図4に以上の金属ならびにチタニア粒子縦断面組織観察結果をまとめて示す。上図金属粒子には、赤枠で示すせん断すべりの大きな粒子端部の高密着部が存在する一方で、青枠で示す衝突中心の弾性衝突による未接合部が存在する。下図には緻密部と多孔質部の存在箇所を示した。図5にチタニア粒子における堆積粒子径と単一粒子せん断密着強度評価結果の関係を示す。これより粒子径の増大に伴う密着強度の減少傾向が認められ、チタニア粒子において中心付近ほど高い密着特性を有する事実を明らかにした。4) 以上の結果より、粒子/基材界面には衝突中心からの距離に応じた付着強度特性の分布が存在する新規事実を国内外に先駆けて明らかにした。今後はこのような強度分布の存在に基づく適正投射条件の選定により高品位な成膜が可能性であるこ

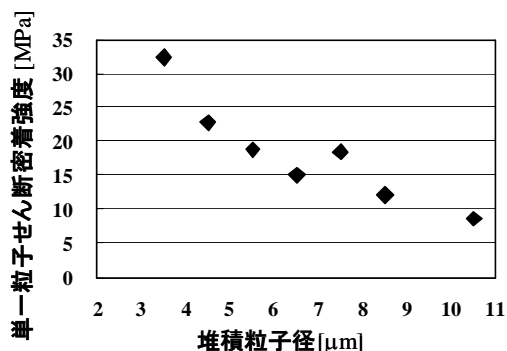


図5 堆積粒子径と粒子せん断密着強度との関係

とを示した。

以上の結果を総括し本研究では、窒素または空気を作動ガスとする実用的成膜範囲の存在証明を通し技術の高度化を達成するとともに、粒子/基材界面に衝突中心からの距離に応じた付着強度分布が存在する事実を通し技術基盤確立への方途を示した。得られた成果は当該技術のさらなる高度化ならびに技術基盤の確立に対し有益な指針を与えるものである。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 31 件) ※すべて査読有り

1. Microstructure of interfacial region between cold-sprayed copper coating and AlN substrate coated by sputtered titanium and copper, H. Nakano, M. Yamada, M. Fukumoto and E. Yamaguchi, J. of Thermal Spray Technology, 20(3)(2011.3)407-411
2. Cold Spraying of TiO₂ Photocatalyst Coating With Nitrogen Process Gas, M. Yamada, H. Isago, H. Nakano and M. Fukumoto, J. of Thermal Spray Technology, 19-6(2010.11)1218-1223
3. Deposition behavior of copper fine particles onto flat substrate surface in cold spraying, M. Fukumoto, M. Mashiko, M. Yamada, E. Yamaguchi, J. of Thermal Spray Technology, 19(1-2)(2010.1) 89-94
4. Deposition of Copper Fine Particle by Cold Spray Process, M. Fukumoto, H. Terada, M. Mashiko, K. Sato, M. Yamada and E. Yamaguchi, Materials Transactions, 50-6 (2009.6)1482-1488
5. Fabrication of Titanium Dioxide Photocatalyst Coatings by Cold Spray, M. Yamada, Y. Kandori, K. Sato and M. Fukumoto, J. of Solid Mechanics and Materials Engineering, 3-2(2009.2)210-216

[学会発表] (計 44 件)

1. コールドスプレー酸化チタン粒子の密着強度評価, 山田基宏, M. E. Dickinson, 島幸一郎, T. S. Noviana, 中野裕美, 福本昌宏, 2010 年度溶射合同講演大会講演論文集 92(2010.11.29-30, 川崎) 9-10
2. コールドスプレー法によるアナターゼ型酸化チタン成膜, 山田基宏, 砂金寛昭, 島幸一郎, 中野裕美, T. S. Noviana, 福本昌宏, 日本機械学会機械材料・材料加工技術講演会講演概要集(M&P2010), CD(2010.11.27-28, 東京)
3. Influence of Particle Shape on Low Pressure Cold Spraying, Jon Affi, M. Yamada, K. Shima, and M. Fukumoto, 日本機械学会 2010 年度年次大会講演論文集(2010.9.6-8, 名古屋)CD
4. コールドスプレー粒子の密着強度評価, 島幸一郎, 山田基宏, 増子将弘, 福本昌宏, 日本機械学会 2010 年度年次大会講演論文集(2010.9.6-8, 名古屋)CD
5. Dynamic wetting problem in thermal spray process, M. Fukumoto, Proceeding of CIMTEC-2010,(2010.6.6-11, Italy)CD, Invited Speech

[図書] (計 7 件)

1. 溶射便覧, 発行人, 第 1 章第 3 節「溶射粒子の偏平」, 第 3 章第 8 節第 2 項「高周波熱プラズマ溶射装置」, 共著, 日本溶射協会 (2010.1)36-47, 258-260
2. Controlling principle for thermal spray process based on flattening analysis of single splat onto substrate surface, M. Fukumoto, DVS

Bulletin, 2010-2(2010.11)128-138

3. 特集「つなぐ将来ビジョン—溶接・接合科学技術の未来構想—, 界面接合研究委員会分筆, 溶接学会誌, 79-1(2010.1)91-95

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 1 件)

名称: 摺動部材及びその製造方法

発明者: 下田健二, 福本昌宏, 山田基宏

権利者: トヨタ自動車, 豊橋技術科学大学

種類: 特許

番号: 特願 2009-262573

出願年月日: 2009 年 11 月 18 日

国内外の別: 国内

○取得状況 (計 0 件)

名称:

発明者:

権利者:

種類:

番号:

取得年月日:

国内外の別:

〔その他〕

ホームページ: <http://isf.me.tut.ac.jp>

e-Newsletter:

<http://www.tut.ac.jp/english/newsletter/>

6. 研究組織

(1)研究代表者

福本 昌宏 (FUKUMOTO MASAHIRO)

豊橋技術科学大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号: 80173368

(2)研究分担者

山田 基宏 (YAMADA MOTOHIRO)

豊橋技術科学大学・大学院工学研究科・助教

研究者番号: 00432295

(3)連携研究者

()

研究者番号: