

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 3 日現在

機関番号：12601

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25420008

研究課題名(和文)皮膜の強度に及ぼす基材表面のテクスチャの影響

研究課題名(英文)Effect of the Textured Interface on the Strength of the Coating

## 研究代表者

藤本 浩司(Fujimoto, Koji)

東京大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：40182993

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 4,000,000円

研究成果の概要(和文):近年、表面改質の一手法として、皮膜を施すことが多いが、割れや剥離が問題となる。一般に、皮膜の密着強度を高めるためには基材表面に粗面化やテクスチャリングを施すことが多いが、基材表面の幾何学的形状は皮膜に発生する応力に影響し、皮膜の割れや剥離の挙動に影響を与えることが予想される。本研究では、幾通りかの粗面化ないしはテクスチャを施した基材表面にジルコニア皮膜を施した試験片の引張試験を行い、皮膜の断面におけるき裂長さを定量的に測定することにより、皮膜に蓄えられるひずみエネルギーと相関があることが確認できた。また、連続分布転位法により、界面が規則正しくうねっている場合の高精度の応力解析の手法を確立した。

研究成果の概要(英文):Recently, coatings are often adopted as surface modification method. However, cracking or delamination of a coating may induce serious problems. For enhancing the adhesion strength between the coating and the substrate, surface roughening or texturing is conducted. However, the interface geometry influences the stresses in the coating and further, the behavior of the cracking and delamination of the coating. In this study, tensile tests were carried out for the specimens with the zirconia coating over the roughened or textured surface of the substrate. By measuring the crack length on the cross section of the coating, we found its correlation with the strain energy stored in the coating. Furthermore, we developed the numerical method for the high precision stress analysis of the coating with a periodically snaking interface.

研究分野：機械材料・材料力学

キーワード：皮膜 コーティング テクスチャリング き裂 剥離 応力解析 材料強度

1. 研究開始当初の背景

近年、表面改質の一手法として、材料表面に皮膜を施すことが多いが、割れや剥離が問題となる。一般に、皮膜の密着強度を高めるためには基材表面に粗面化やテクスチャリングを施すことが多いが、基材表面の幾何学的形状は皮膜に発生する応力に影響し、結果として、皮膜の割れや剥離の挙動に大きな影響を与えることが予想される。

2. 研究の目的

本研究では、皮膜を施した材料に外力や熱応力が作用することにより、皮膜の割れや剥離が起きる場合、皮膜と基材の界面の幾何学的形状が、割れや剥離の挙動に及ぼす影響を定量的に明確にすることを最終目的として、今回の研究課題では、下記の各研究を行うことを目指す。

- (1) 皮膜と基材の界面の粗面化の度合いが皮膜の割れに与える影響を調べる。
- (2) 皮膜と基材の界面のテクスチャが皮膜の割れと剥離に与える影響を調べる。また、皮膜に蓄えられるひずみエネルギーからデータ整理を試みる。
- (3) 皮膜と基材の界面が周期的にうねっている場合の弾性解析の高精度の数値的手法を開発する。
- (4) 皮膜内にき裂が規則正しく並んでいる場合の弾性解析の高精度の数値的手法を開発する。

最終的には、(1)、(2)で得られた実験結果を(3)、(4)で開発した手法による高精度の応力解析によって定量的に説明することを目標とする。

3. 研究の方法

前章の(1)～(4)の各項目に対応して、以下に具体的研究方法を示す。

- (1) 直径 180mm、厚さ 2mm の鋼製の円板表面に、表 1 に示す条件のブラスティングによる粗面化を施す。さらに、粗面化された面に応力解析塗料として知られている脆性塗料を用いて厚さ約 60 $\mu$ m の皮膜を施し、試験片として用いる。図 1 に示すボール・オン・リング試験法により、皮膜に等二軸引張応力を与え、レーザ顕微鏡により皮膜の割れをその表面から観察する。その一例を、皮膜に 6500 $\mu$ e のひずみを与えた場合について図 2 に示す。さらに、皮膜がき裂によって分割された島状の領域の密度(単位面積当たりの数)を測定し、基材表面(界面)の自乗平均あらしとの関係を調べる。

表 1 ブラスティングの条件および基材表面の自乗平均あらし

自乗平均あらし R [ $\mu$ m]		粒径		
		#24	#60	#120
ブラスト圧力	3.0 kgf/cm <sup>2</sup>	21.2	20.2	13.1
	4.0 kgf/cm <sup>2</sup>		17.0	
	5.0 kgf/cm <sup>2</sup>	24.2	14.6	14.3

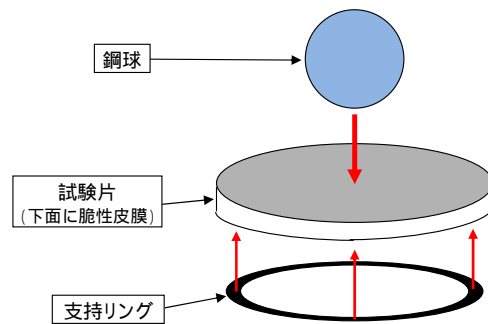


図 1 ボール・オン・リング試験法

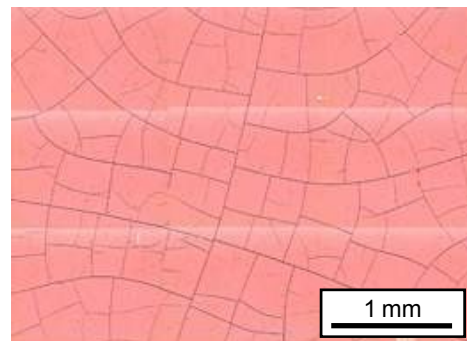


図 2 き裂によって島状に分割された皮膜の例

- (2) 幅 3cm、厚さ 2mm のタイプ A、幅 2cm、厚さ 5mm のタイプ B の 2 種類の鋼製の帯板を基材とし、その表面の幅方向に、図 3 および表 2 に示すような断面形状の溝を加工する。さらに、それぞれのタイプの鋼板に表 3 に示すようなイットリア安定化ジルコニアの皮膜を大気圧プラズマ溶射によって施し、試験片として用いる。これらの試験片を長手方向(溝に垂直な方向)に引張り、皮膜に割れを生じさせ、試験片の長手方向断面を切り出して、樹脂に埋め込み、研磨することにより、皮膜に生じたき裂や剥離を観察する。

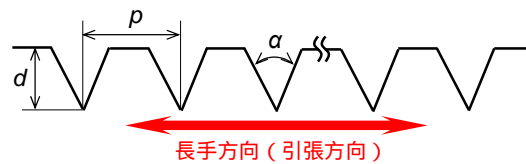


図 3 基材表面に切った溝の断面形状

表 2 基材表面の溝の断面の寸法等

タイプ A			
Texture No.	d [ $\mu$ m]	p [ $\mu$ m]	$\alpha$ [degree]
A-1	30	60	60
A-2	30	90	60
A-3	30	120	60
A-4	80	120	60
A-5	80	160	60
A-6	80	240	60
タイプ B			
Texture No.	d [ $\mu$ m]	p [ $\mu$ m]	$\alpha$ [degree]
B-1	160	360	75
B-2	100	400	120
B-3	None	None	None

表3 皮膜の概要

	タイプ A	タイプ B
組成 [ Mass % ]	Zr: 61.56 %	ZrO <sub>2</sub> : 90.8 %
	O: 29.82 %	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> : 7.2 %
	Y: 8.62 %	HfO <sub>2</sub> : 1.6 %
平均膜厚 (大凡の値)	100 μm	1000 μm
気孔率	0.4 %	1.5 %

(3) 図4に示すように、皮膜と基材の界面が正弦波状にうねった場合、温度変化によって界面および皮膜内に生ずる応力を高精度で求めるための数値的手法を、連続分布転位法を用いて開発する。その際、半無限弾性体内の単一の刃状転位の解を重ね合わせることによって、図5に示すように、半無限弾性体内に等間隔で周期的に存在する転位群の弾性解の厳密解を解析的に求めて、その結果を利用する。ここに、 $G_1, G_2$ :せん断弾性係数、 $\nu_1, \nu_2$ :ポアソン比、 $\alpha_1, \alpha_2$ :線膨張係数であり、添え字の1は皮膜を、添え字の2は基材を表す。

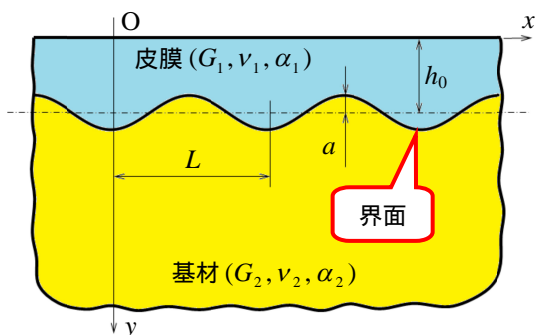
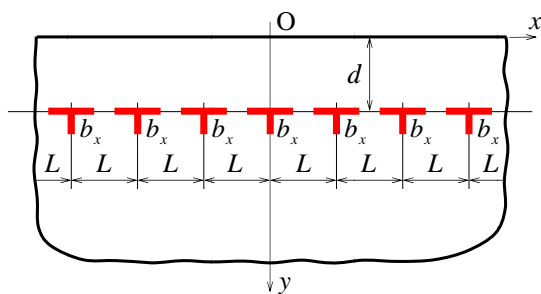
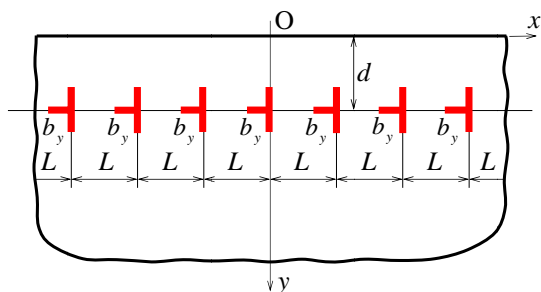


図4 皮膜と基材の界面が正弦波状にうねっているモデル(平面ひずみ状態)



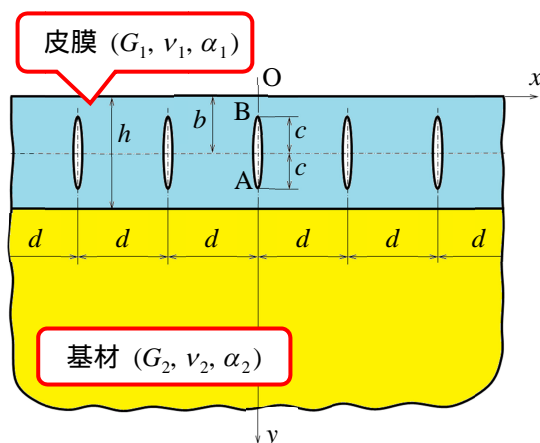
(a) バーガースベクトル  $b_x$  は x 軸方向



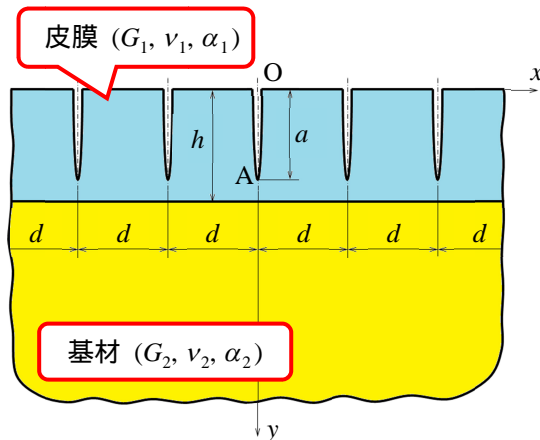
(b) バーガースベクトル  $b_y$  は y 軸方向

図5 半無限弾性体内で等間隔で並ぶ刃状転位

(4) 図6に示すように、皮膜内に等間隔に並んだき裂群(内部き裂群および縁き裂群)が存在する場合、温度変化によって界面に生じる応力、皮膜内部の応力、き裂の応力拡大係数を高精度で求めることができる数値的手法を、連続分布転位法を用いて開発する。その際、(3)で求めた図5の転位群の厳密解を用いる。せん断弾性係数等の記号は図4のモデルと同じである。



(a) 内部き裂群



(b) 縁き裂群

図6 皮膜内に等間隔に並んだき裂群のモデル

#### 4. 研究成果

第2章の(1)~(4)の各項目に対応した研究成果を以下に示す。

(1) 皮膜に与えたひずみが  $6500\mu\epsilon$  のときの、皮膜がき裂によって分割された島状領域の密度と界面の自乗平均あらしの関係を図7に示す。この図より、自乗平均あらしが  $17\mu\text{m}$  程度のときにき裂によって分割された領域の密度が最小になる、即ち、領域1個当たりの面積が大きくなるのが分かる。このことは、自乗平均あらしが  $17\mu\text{m}$  のときに剥離が起きにくい、即ち、皮膜と基材の密着強度が大きいことを示唆している。

(2) 皮膜の巨視的な割れが観察されるのは、皮膜と基材に与えたひずみが  $10000\mu\epsilon$  (1%) 程度以上のときであった。このような大きなひずみを与えないと割れないのは、皮膜がモノリシックなセラミックスではなく、スプラ

ットの集合体であることが原因であると思われる。図8に、皮膜と基材に与えたひずみが $20000\mu\epsilon$ のときに発生したき裂の皮膜断面内の様相の例を示す。タイプAの試験片については、断面内におけるき裂密度(単位断面積内のき裂長さ)と皮膜の単位体積当たり蓄えられるひずみエネルギー(き裂や剥離の存在を考慮せずに計算した値)の間には正の相関があることが判明した(橋本那音、修士論文)。なお、タイプAとタイプBとは、皮膜の割れや剥離の挙動が大きく異なっていたが、皮膜の性状等が大きく関係しているものと思われる、今後更なる検討を要する。

(3) 皮膜と基材の界面に作用する垂直応力とせん断応力の数値計算結果の例を図9に示す。図10は、皮膜の表面において表面に沿った方向に作用する応力の数値計算結果の例である。これらの図の縦軸の応力の値は、界面が平坦な場合に皮膜の $x$ 軸方向に生ずる応力 $\sigma_0$ で無次元化してある。なお、選点数を増やすことによる数値解の収束は極めて良好であった。これらの数値計算から言えることは、界面がうねっている場合は平坦な場合に比べて大きな応力が界面や皮膜内に発生することであり、仮に、界面にテクスチャリングを施すことによって、皮膜と基材の密着強度を上げることができても、応力の上昇によって皮膜の割れや剥離を助長することになるので、両者のトレードオフの問題となってくるということである。本研究の最終目的は、実験結果を解析結果によって定量的に説明し、このトレードオフの問題に解を与えることであるが、当該研究にはまだまだ発展の余地は十分にある。

(4) 本項目に関する研究成果については、現在のところ、学術雑誌「プラズマ応用科学」に投稿中であるので、割愛する。

当補助金による成果のうち、実験による研究成果は、研究協力者らの下記卒業論文、修士論文に詳しく纏められている。

佐々木 夏生、「皮膜のき裂に及ぼす基材表面の粗面化の影響」、東京大学工学部航空宇宙工学学科卒業論文、平成25年11月。  
山内 洋平、「金属基材の表面形状が一軸引張試験でのセラミックコーティングのき裂に与える影響について」、東京大学工学部航空宇宙工学学科卒業論文、平成26年11月。

橋本 那音、「基材表面のテクスチャが脆性皮膜の割れに及ぼす影響について」、東京大学大学院工学系研究科航空宇宙工学専攻修士論文、平成27年2月。

山下 陽平、「脆性皮膜の破壊に対する界面形状の影響について」、東京大学大学院工学系研究科航空宇宙工学専攻修士論文、平成28年2月。

また、当研究成果報告書を纏めるに当たっては、上記の卒業論文、修士論文以外に、次章に示す発表論文も引用文献として用いたことを付記する。

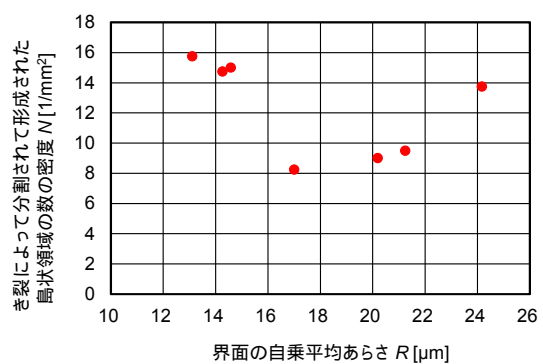
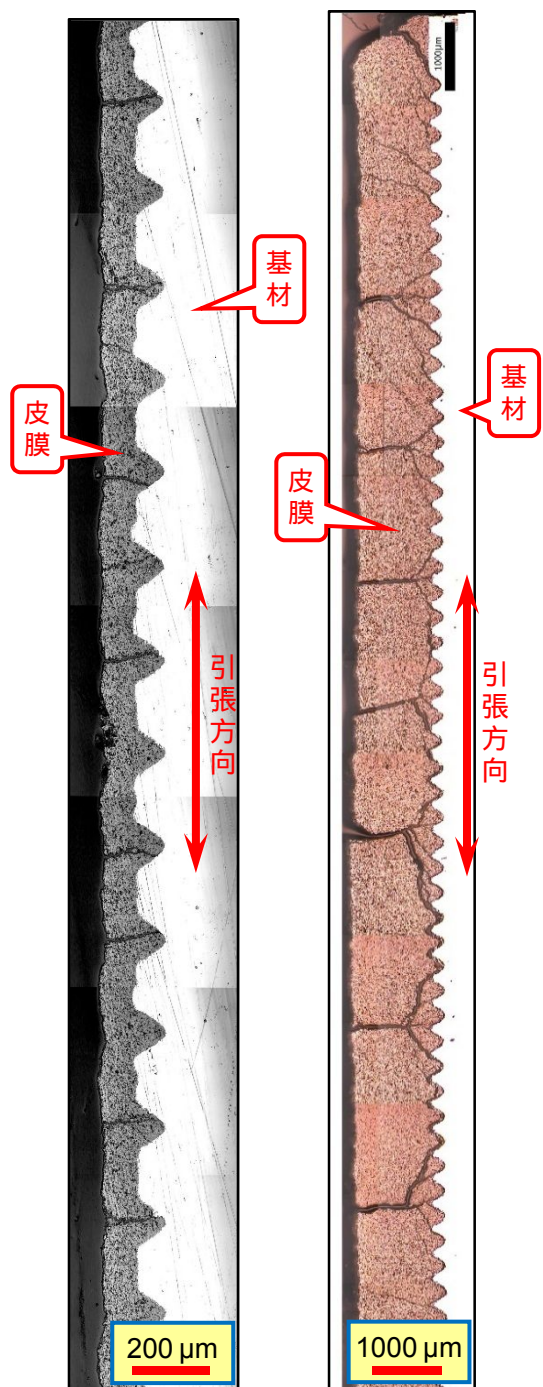
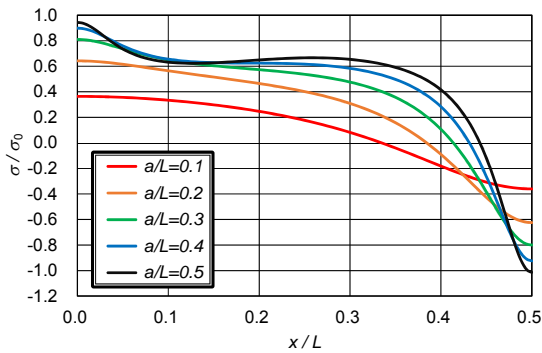


図7 皮膜がき裂によって分割されてできた島状領域の数の密度と界面の自乗平均あらしの関係

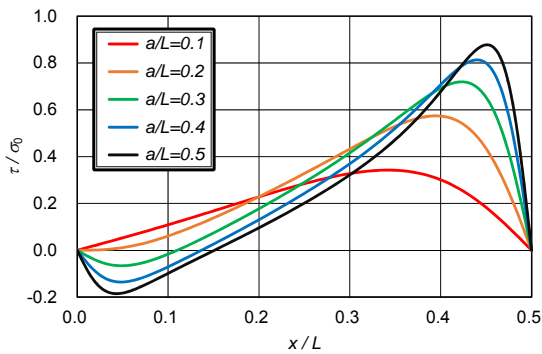


(a) Texture No. A-6 (b) Texture No. B-1

図8 皮膜断面内のき裂の様相



(a) 垂直応力 $\sigma$



(b) せん断応力 $\tau$

図9 皮膜と基材の界面に作用する応力  
( $G_1/G_2 = 0.5$ ,  $\nu_1 = \nu_2 = 0.3$ ,  $h_0/L = 1$ )

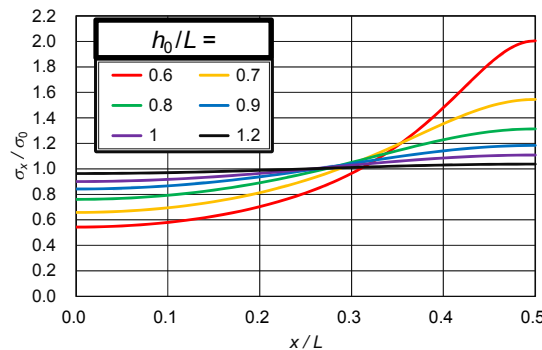


図10 皮膜の表面に作用する応力 $\sigma_x$   
( $G_1/G_2 = 0.5$ ,  $\nu_1 = \nu_2 = 0.3$ ,  $a/L = 0.5$ )

## 5. 主な発表論文等

### [雑誌論文](計10件)

Koji Fujimoto, Naoto Hashimoto, Yohei Yamashita, Koji Uenishi and Masanao Sekine, "On the Cracking and Delamination of Brittle Coating with Textured Interface", *プラズマ応用と複合機能材料* (査読無), Vol. 25, 2016, pp. 37-38.

Akira Kobayashi, Tsunehiro Takeuchi, Hiroyuki Koizumi, Kimiya Komurasaki, Koji Fujimoto, Yasutaka Ando and Subramaniam Yugeswaran, "Research on Metal Coatings on Plastic Substrate by Gas Tunnel Type Plasma Spraying",

*プラズマ応用と複合機能材料* (査読無), Vol. 25, 2016, p. 33.

Akira Kobayashi, Tsunehiro Takeuchi, Hiroyuki Koizumi, Kimiya Komurasaki, Koji Fujimoto, Yasutaka Ando and Subramaniam Yugeswaran, "Oxidation Mechanism of Metal Coatings on Plastic Substrate by Gas Tunnel Type Plasma Spraying", *Advances of Applied Plasma Science* (査読無), Vol. 10, 2015, p. 59.

Yohei Yamashita, Naoto Hashimoto, Koji Uenishi, Masanao Sekine and Koji Fujimoto, "Study on Relation between Interface Geometry and Cracking of Brittle Coating", *プラズマ応用と複合機能材料* (査読無), Vol. 24, 2015, p. 71. Naoto Hashimoto, Natsumi Sasaki, Koji Uenishi and Koji Fujimoto, "Effect of Textured Interface on Cracking of Brittle Coatings", *Frontier of Applied Plasma Technology* (査読有), Vol. 8, No. 1, 2015, pp.49-50.

藤本 浩司, 「正弦波状にうねった界面を有する皮膜の熱応力解析」, *プラズマ応用科学* (査読有), Vol.22, No. 2, 2014, pp.121-128.

藤本 浩司, 「周期的にうねった形状の界面を有する皮膜の弾性解析」, *日本機械学会北海道支部第53回講演会講演論文集* (査読無), No. 142-2, 2014, pp. 1-2.

Naoto Hashimoto, Natsumi Sasaki, Masanao Sekine, Koji Uenishi and Koji Fujimoto, "Effect of Textured Interface on Cracking of Brittle Coatings", *プラズマ応用と複合機能材料* (査読無), Vol. 23, 2014, pp. 83-84.

藤本 浩司, 「連続分布転位法による皮膜層内のき裂の解析 - 異材界面近傍の転位の解の応用 - 」, *プラズマ応用科学* (査読有), Vol.21, No. 2, 2013, pp.109-116.

Koji Fujimoto, Naoto Hashimoto, Masanao Sekine and Koji Uenishi, "Cracking of Zirconia Coating Fabricated by Plasma Technique Due to Equi-Biaxial Tension", *Frontier of Applied Plasma Technology* (査読有), Vol. 6, No. 2, 2013, pp. 87-90.

### [学会発表](計6件)

Koji Fujimoto, "On the Cracking and Delamination of Brittle Coating with Textured Interface", The 9th International Workshop on Plasma Application and Hybrid Functionally Materials, 2016年3月11日, バンコク(タイ).

Akira Kobayashi, "Research on Metal Coatings on Plastic Substrate by Gas Tunnel Type Plasma Spraying", The 9th International Workshop on Plasma

Application and Hybrid Functionally Materials, 2016年3月12日, バンコク (タイ).

Akira Kobayashi, “Oxidation Mechanism of Metal Coatings on Plastic Substrate by Gas Tunnel Type Plasma Spraying”, The 10th International Symposium on Applied Plasma Science, 2015年9月2日, 奈良ホテル (奈良県・奈良市).

Yohei Yamashita, “Study on Relation between Interface Geometry and Cracking of Brittle Coating”, The 8th International Workshop on Plasma Application and Hybrid Functionally Materials, 2015年3月7日, ホノルル(米国).

藤本 浩司, 「周期的にうねった形状の界面を有する皮膜の弾性解析」, 日本機械学会北海道支部第53回講演会, 2014年9月27日, 室蘭工業大学(北海道・室蘭市).

Naoto Hashimoto, “Effect of Textured Interface on Cracking of Brittle Coatings”, The 7th International Workshop on Plasma Application and Hybrid Functionally Materials, 2014年3月8日, 香港(中国).

## 6. 研究組織

### (1)研究代表者

藤本 浩司 (FUJIMOTO, Koji)  
東京大学・大学院工学系研究科・教授  
研究者番号: 40182993

### (2)連携研究者

上西 幸司 (UENISHI, Koji)  
東京大学・大学院工学系研究科・准教授  
研究者番号: 60311776

### (3)研究協力者

小林 明 (KOBAYASHI, Akira)  
関根 政直 (SEKINE, Masanao)  
橋本 那音 (HASHIMOTO, Naoto)  
佐々木 夏生 (SASAKI, Natsumi)  
山下 陽平 (YAMASHITA, Yohei)  
山内 洋平 (YAMAUCHI, Yohei)