

コールドスプレー皮膜の残留応力測定

利用者 潮田 裕之¹、桑嶋 孝幸²、齋藤 貴²、
 所属 ¹関東自動車工業(株)、²(地独)岩手県工業技術センター

1. はじめに

金属粉末を固体状態で積層するコールドスプレー法にて作製した皮膜の性状は明らかになっていない点が多いため、今回、中性子回折法により皮膜内部の残留応力分布を測定した。

2. 実験目的

コールドスプレー法は、粉末を音速以上に加速し基材に衝突させてコーティングを行う表面改質技術の1つである。原料粉末は固体状態で積層するため酸化や分解等がほとんどないコーティングが可能であり、加工速度も速く、大気中で容易に加工ができるなどの優れた特徴を有しているため多くの業界から注目される技術であるが、その成膜メカニズムや皮膜性状は明らかになっていない点が多い。前回の実験では、SUS304ステンレス基材上に5mm積層したニッケル皮膜の中心部、端部において、厚さ方向の残留応力分布が存在することを明らかにした。今回、当初の開発目的に沿い、基材の影響を調べるためにFC250上に厚さを変えて積層したニッケル皮膜の残留応力を測定し、コールドスプレー皮膜の厚さと残留応力の関係を把握する。

3. 実験方法

試験片は、40×50×5mmのFC250 鋳鉄基材上にコールドスプレー法にてニッケル粉末をそれぞれ2, 5, 10mm積層した皮膜を用いた。また、ニッケル皮膜を基材からはく離させた後、焼鈍したものを無ひずみの回折角測定用(d₀サンプル)として用いた(図1)。図中に表した様に、スプレーノズルの走査方向をx、成膜方向をy、膜厚方向をzとした。本実験で使用した中性子回折応力測定条件を表1に示す。膜厚2mmの試験片も考慮すると1×15mm²スリットを使用することが必要となるが、回折強度が小さくなるため、皮膜10mmおよび基材5mm厚の試験片を透過で測定することを考え、回折格子面として(311)回折、(111)回折で比較測定した結果、回折強度と測定時間の点からニッケルの(111)回折を利用することとした。残留応力は、ニッケル皮膜の中心部において、基材と皮膜の界面を基準(0mm)として皮膜内部に向かい、それぞれの試験片で下記に示す位置で測定を行い、(1)~(3)式により算出した。

- サンプル 1 (膜厚2mm) : 0, 0.4, 0.8, 1.2, 1.5 mm
- サンプル 2 (膜厚5mm) : 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2, 3, 4
- サンプル 15 (膜厚10mm) : 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2, 4, 6, 8, 9 mm

・ 3方向ひずみを測定した場合

$$\left. \begin{aligned} x &= E/(1 + \nu) \times \{ \epsilon_x + \nu(\epsilon_y + \epsilon_z)/(1 - 2\nu) \} \\ y &= E/(1 + \nu) \times \{ \epsilon_y + \nu(\epsilon_x + \epsilon_z)/(1 - 2\nu) \} \\ z &= E/(1 + \nu) \times \{ \epsilon_z + \nu(\epsilon_x + \epsilon_y)/(1 - 2\nu) \} \end{aligned} \right\} (1)$$

・ 2方向ひずみを測定し、平面応力状態(z = 0)を仮定した場合

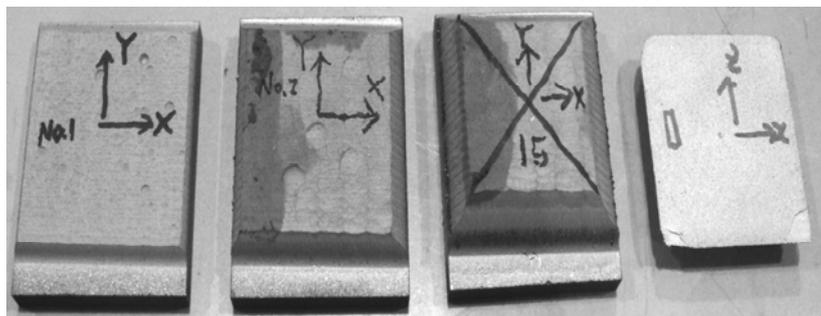
$$\left. \begin{aligned} x &= E/(1 - \nu^2) \times (\epsilon_x + \nu \epsilon_y) \\ y &= E/(1 - \nu^2) \times (\epsilon_y + \nu \epsilon_x) \end{aligned} \right\} (2)$$

・ 2方向ひずみを測定し、平面ひずみ状態を仮定した場合

$$\left. \begin{aligned} x &= E/(1 + \nu) \times \{ \epsilon_x + \nu \epsilon_y / (1 - 2\nu) \} \\ y &= E/(1 + \nu) \times \{ \epsilon_y + \nu \epsilon_x / (1 - 2\nu) \} \\ z &= E/(1 + \nu) (1 - 2\nu) \times (\epsilon_x + \epsilon_y) \end{aligned} \right\} (3)$$

表1. 中性子回折応力測定条件

波長	2.21537
MCA	256ch, 0.055151°/ch
スリットサイズ	1×15mm
回折格子面	Ni (111)
回折角 2θ ₀	65.9023°
格子定数 a ₀	3.52727
回折弾性定数	E ₁₁₁ = 261.33 Gpa ν ₁₁₁ = 0.2627



サンプル 1(2mm) サンプル 2(5mm) サンプル 15(10mm) d₀サンプル

図1. コールドスプレー試験片

4. 研究成果

1) d_0 サンプル測定結果

無ひずみの格子面間隔を求めるため、 d_0 サンプルの回折角を膜厚方向に測定した結果を図2に示す。界面付近ではゲージ体積と界面の効果によって回折角が変化し、深さ1.5mm以降でほぼ安定した。皮膜(厚さ5mm)の表面に近い4mmのデータがシフトしているのは、皮膜表面の粗さによる影響と考えられるため、1.5, 2.0, 3.0mm深さの3点の平均により $2\theta_0$ とした。また、界面の効果については、0~1.5mmのデータを直線近似した回帰式 $y = -0.01036x + 65.919$ を用いて補正することとした。

2) 残留応力分布測定結果

皮膜厚さ2mm、5mm、および10mmサンプルの残留応力測定結果を、それぞれ図3, 4, 5に示す。図3に示す皮膜厚さ2mmについては、面内方向の応力 σ_x および σ_y が等2軸応力状態になっており、皮膜表面側で大きな引張残留応力を持ち、界面に向かい急激な減少傾向を示す結果となった。しかし、未熔融の金属粉末を吐出、積層するコールドスプレー法の特徴から推察できる圧縮応力がみられず、また、皮膜表面の粗さや界面の影響を少なからず受ける事を考えると、今回の厚さ2mmのサンプルについては、正しく残留応力が測定できているか判断しにくい。皮膜厚5mm(図4)については、表面側の深さ4mmの位置で引張の残留応力が測定されているが、皮膜表面にはスプレーのうねりやクレーター状の欠陥による表面効果があることを考えると、4mm位置では正確な回折角が得られていない可能性が高いと思われる。また、界面の問題を考えると、図中の0.5mmから3mmの範囲のデータが応力の分布を正確に表していると考えられ、表面層下で-100MPa前後の圧縮残留応力を持ち、界面に近づくにつれ引張り側に变化する傾向を示した。皮膜厚さ10mmの測定では、それぞれ波長を変えて(311)回折および(111)回折を試したが、面外方向(z方向)の回折を得ることが困難だったため、面内方向(x, y方向)のひずみ測定を行った。そのため、平面応力および平面ひずみ状態をそれぞれ仮定して、応力を算出した結果を合わせて図5に示す。面内応力については、平面応力と平面ひずみでやや違いはあるものの、表面層下で圧縮応力を持ち、界面に向かって引張に変化する皮膜厚さ5mmのサンプルと同様の残留応力分布の傾向を示した。しかし、皮膜厚さ10mmのサンプルでは、厚さ5mmに比べて残留応力のレベルが大きくなっていた。一方、面外応力についても、皮膜厚さ5mmの測定結果では、大きな σ_z 成分は認められず、面外応力が存在しないようにも見受けられるが、平面ひずみを仮定した皮膜厚さ10mmのサンプルでは、界面側に有意な引張り残留応力が見られた。

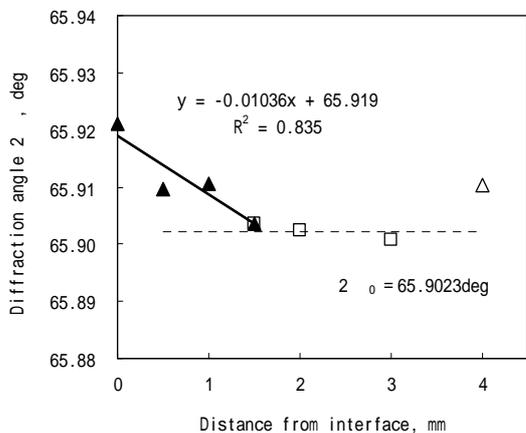


図2. d_0 サンプル測定結果

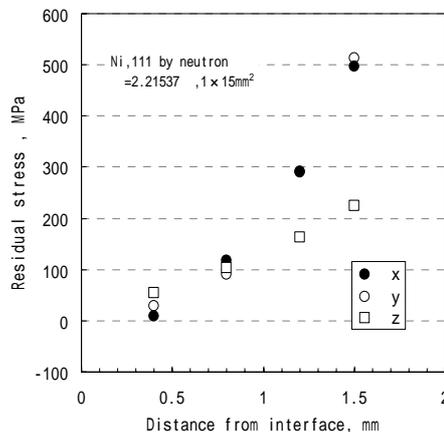


図3. 厚さ2mmの残留応力分布

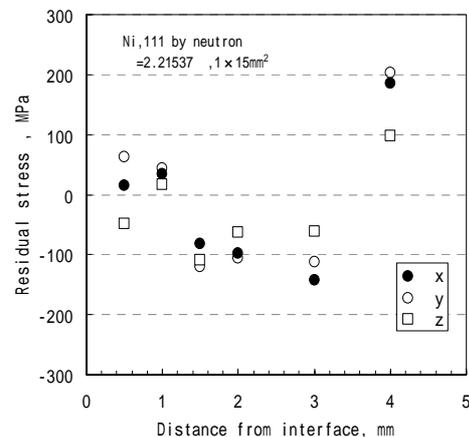


図4. 厚さ5mmの残留応力分布

5. 結論・考察

- 1) 皮膜厚さ5mmおよび10mmのサンプルにおいて、2010A期のSUS304基材での測定結果と同様に、表面層下で面内圧縮の残留応力が、界面に近づくに従い引張り側に变化する傾向が確認できた。
- 2) 厚さ5mmの皮膜より、厚さ10mmの皮膜の方が面内圧縮および引張りとも応力が大きい傾向があり、膜厚が厚くなるにつれて基材からはく離しやすくなる実態と符合する結果が得られた。

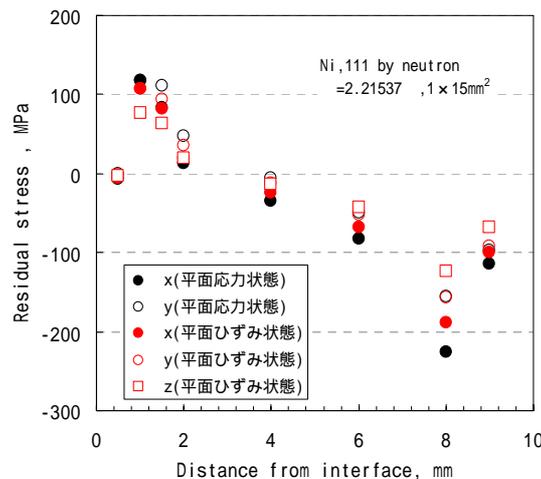


図5. 厚さ10mmの残留応力分布

コールドスプレー皮膜の残留応力測定

利用者 潮田 裕之¹、桑嶋 孝幸²、齋藤 貴²、鈴木 賢治³

所属 ¹関東自動車工業(株)、²(地独)岩手県工業技術センター、³新潟大学

1. はじめに

金属粉末を固体状態で積層するコールドスプレー法にて作製した皮膜の性状は明らかになっていない点が多いため、今回、中性子回折法により皮膜内部の残留応力分布を測定した。

2. 実験目的

コールドスプレー法は、粉末を音速以上に加速し基材に衝突させてコーティングを行う表面改質技術の1つである。原料粉末は固体状態で積層するため酸化や分解等がほとんどないコーティングが可能であり、加工速度も速く、大気中で容易に加工ができるなどの優れた特徴を有しているため多くの業界から注目される技術であるが、その成膜メカニズムや皮膜性状は明らかになっていない点が多い。機械的性質は同成分のバルク体と全く異なる特性を示し、その原因は、成膜時に皮膜内部に発生する残留応力が主要原因であると考えられるが、コールドスプレーで形成した皮膜の残留応力を非破壊で測定した研究はほとんど見られない。コーティング構造のデザイン最適化、皮膜形成の効率化、皮膜の寿命予測等の応用化に必要な評価に資するため、中性子線によって皮膜内部の残留応力分布を測定する。

3. 実験方法

試験片は40×50×t5mmのSUS304ステンレス基材上にニッケル粉末をコールドスプレー法にて5mm積層した皮膜を用いた。測定状況を図1に示す。残留応力は、ニッケル皮膜の中心部、及び端部において、基材と皮膜の界面から皮膜表面に向かって0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 3.0, 4.0mmの位置で、それぞれ面内方向(x, y)、面外方向(z)の測定を行った。(図2)



図1 測定状況

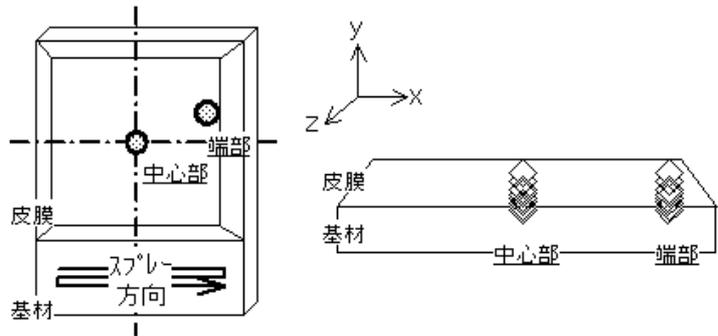


図2 測定部位概略

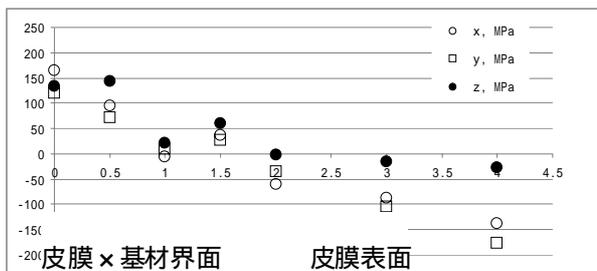


図3 皮膜中心部

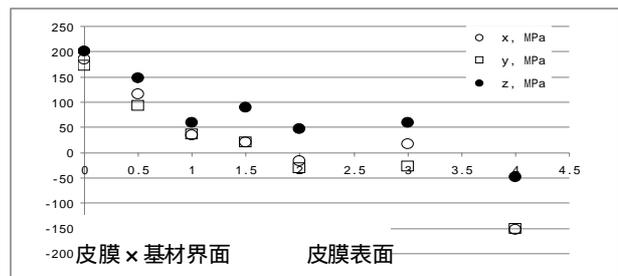


図4 皮膜端部

4. 研究成果

図3, 4に示すように、中性子回折によりコールドスプレー材の残留応力分布が測定できた。コールドスプレーは溶融しないニッケル粉末が基材に付着するために、コーティング表面部はピーニング同様に、面内方向に圧縮残留応力が形成される。このことが本測定により裏付けられる。また、面外方向の残留応力は、コーティング表面付近において存在せず、理にかなっている。しかし、面外方向の残留応力は、界面付近で引張りを示した。また、中央と端部の比較をするとやや端部の応力が大きな値を示すが、分布形態に大きな差異は認められなかった。

5. 結論・考察

図3, 4に示すように、面内方向の残留応力がコーティング表面で圧縮を示すが、界面に向かい引張りへと変化する。このことから、コーティングと基材が一体となり、力とモーメントがそれぞれ釣り合っている。そのため、コーティングが厚くなるに従い、界面付近の面内方向の残留応力が引張りになることが予測される。また、界面付近が平面ひずみ状態を仮定するならば、 $z = (x + y)$ の関係により、はく離応力が生じることが考えられる。面外方向の残留応力が界面で引張りを示したことは、コーティングのはく離を起こす原因でもあり、成膜プロセスにおいて問題となる。今後、膜厚を変えた試料の比較・検討により、面外方向の発生原因を確かめ、その対策をはかる必要がある。そのほか、成膜プロセスの条件を変えることで、界面の残留応力をどのように低減できるかを検討する必要がある。いずれにしても、今後も中性子線を利用した、より詳細な研究が不可欠である。

6. 引用(参照)文献等

なし