

# レーザスペックルによる遮熱コーティング耐熱鋼の 高温疲労破壊過程の解明と長寿命化

研究代表者 大阪電気通信大学工学部機械工学科 准教授 脇 裕之

## 1. 緒言

遮熱コーティング (TBC) (図 1) は低熱伝導のセラミックスを基材に被覆し、基材を冷却することにより温度勾配を付与し、コーティング側基材表面の温度を低下させることが主目的である。これによって従来より高い雰囲気温度でその材料を使用できることになり、熱機関の高効率化・低環境負荷化へ貢献している。この遮熱コーティング技術は、航空機エンジンや産業用ガスタービンのタービンブレードや燃焼器などの超高温材料 (Ni 基超合金など) へ適用され発展してきた[1]。さらに、既に多数の高温機器で普及している汎用の耐熱ステンレス鋼などに遮熱コーティングが普及すればその効果は大きいと考えられる。

このような被覆材料の破壊機構を明らかにする際の問題点は、材料表面が皮膜で覆われているため皮膜直下 (部材内部) の損傷過程が不明な点である。第 2 の問題点は、皮膜単独試験片の作製や、その試験片への負荷 (チャッキング) などの問題で、皮膜自身の高温機械特性がほとんど把握されていない点である。これらの理由から遮熱コーティングを施した耐熱材料の破壊については、系統的な結論は得られていない。また汎用のステンレス基材に遮熱コーティングを施した場合について、疲労特性はほとんど報告されていない。

上記の問題を解決し、被覆された耐熱鋼の損傷過程と皮膜の高温機械特性を明らかにできれば、遮熱コーティングを施した耐熱鋼を長寿命化するための皮膜の設計指針の導出が期待できる。本研究では、まず円管横圧縮法によりボンド皮膜の高温機械特性を明らかにした。ボンド皮膜に注目したのは、基材の疲労寿命に顕著な影響を与えると予想されるためである。なお、セラミックス皮膜は通常のプラズマ溶射で作製する場合は、何れも脆弱であり早期に損傷し、その特性の差異は小さいと予想される。

次に、遮熱コーティングを施した耐熱鋼の破壊プロセスを解明するため、レーザスペックルによって高温疲労下での損傷過程の連続モニターを行った。各温度にて皮膜の機械的性質、損傷プロセスとその疲労寿命を比較し、皮膜に要求される機械的性質を検討することを目的とした。

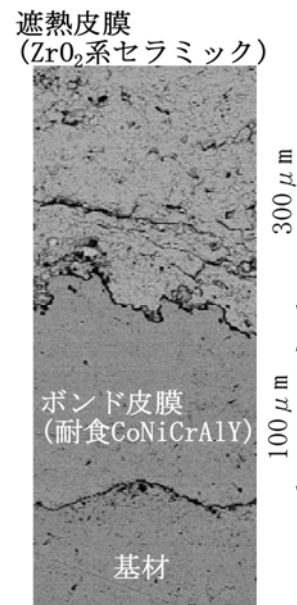


図 1 遮熱コーティングを施した耐熱鋼の例

## 2. ボンドコーティングの高温機械的性質評価

### 2.1 円管横圧縮法

自立皮膜円管の横圧縮法[2,3]を用いて強度とヤング率を明らかにする。皮膜円管の横圧縮

法は図 2 の様な試験で，試験片の作製は簡便であり，酸によって基材を溶解することで得ることができる．また試験片のチャッキングも不要で，高温での評価も簡便である．また1つの試験片で4箇所が破壊（応力の高い4箇所が順番に破壊）し，複数のデータが採取できる．詳細は既報[2,3]を参照されたい．

荷重はロードセル(500N)で計測し，変位は渦電流変位計(分解能 3 $\mu$ m)で計測した．

ボンド層の皮膜単体試験片は表 1 に示す熱処理の有無の 2 種類とした．大気プラズマ溶射 APS (Plasma Dyne SG-100) で作製し，溶射粉末は CoNiCrAlY (AMDRY9954)とした．試験温度は常温から約 800 $^{\circ}$ Cまでの各温度とした．

表 1 CoNiCrAlY 皮膜単体試験片

Name	Post-spray treatment
CoNiCrAlY-V	-
CoNiCrAlY-t1050	1050 $^{\circ}$ C, 3hr, in air

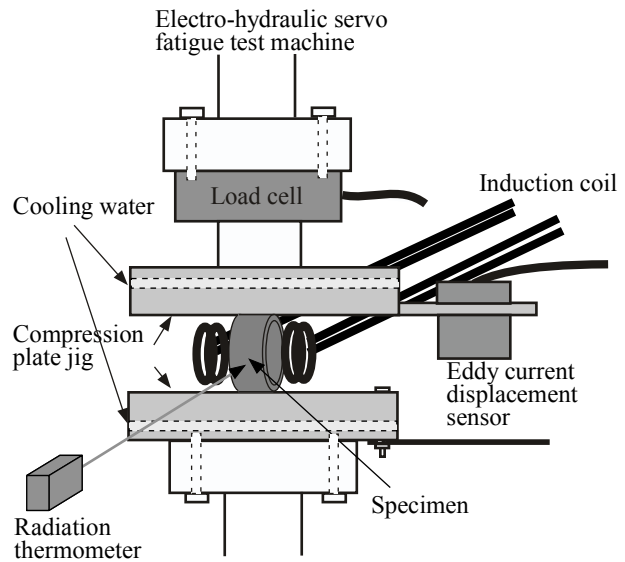


図 2 高温下における自立皮膜円管の横圧縮

## 2.2 実験結果と考察

ヤング率と曲げ強度の温度依存をそれぞれ図 3,4 に示す．ヤング率，強度とも試験温度が上昇すると低下する様子が分かる．これは通常の金属材料と同様の傾向である．また溶射後の 1050 $^{\circ}$ Cの熱処理によってヤング率，強度とも向上している様子が分かる．800 $^{\circ}$ Cにおいても熱処理を行ったが未熱処理材と比較してあまり変化が無かった．機械的性質の向上は，焼結によって粒子間の結合力が向上したためと考えられる．

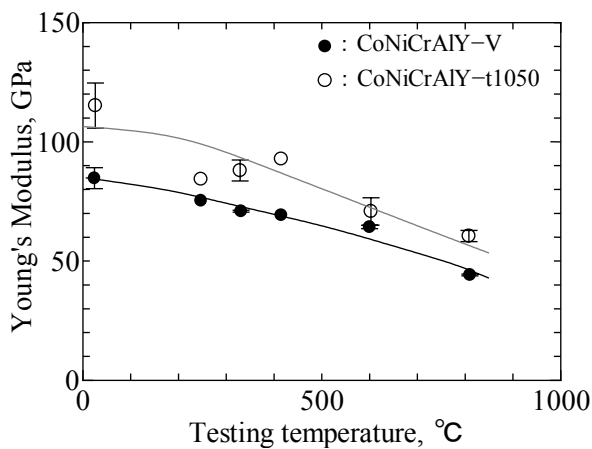


図 3 ヤング率の温度依存

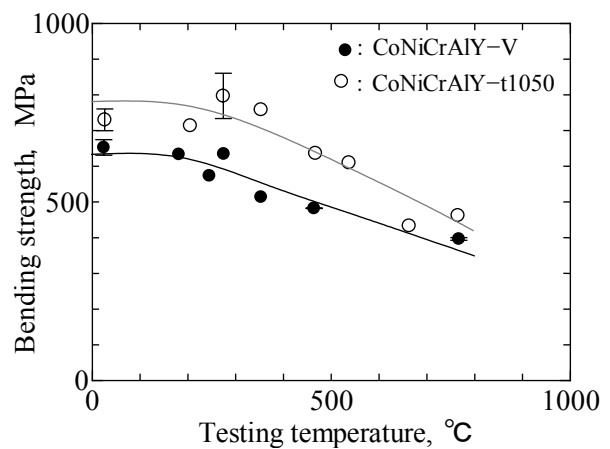


図 4 曲げ強度の温度依存

### 3. 高温疲労特性

#### 3.1 レーザスペックルひずみ計測法

レーザスペックルは粗面にレーザを照射したときに、粗点からの散乱光が多重干渉し発生する斑点模様である。このスペックルは表面のひずみを反映して移動する。詳細な原理や評価式は既報[4,5]を参照されたい。

本研究では通常の He-Ne レーザに換え、波長が短いグリーンレーザ( $\lambda=532\text{nm}$ )を使用した。波長が減少すると発生するスペックルのサイズが小さくなる。これは観測面当たりのスペックル数が多くなることを意味し、その移動量の計算精度が向上した。また、高温試験では試験片の輻射熱が赤色であり、その色とスペックルの色を分離できることになる。このように高温計測で問題となっていたスペックルのコントラスト低下の問題が解決でき、精度が向上した。なお、スペックル計測は疲労試験温度の  $900^\circ\text{C}$  まで可能であることを確認した。高温での対流揺らぎによる誤差はスペックルのステレオ計測によって軽減している。

なお、レーザスポット径は  $1.2\text{mm}$  であり、その領域の平均ひずみを得られる。

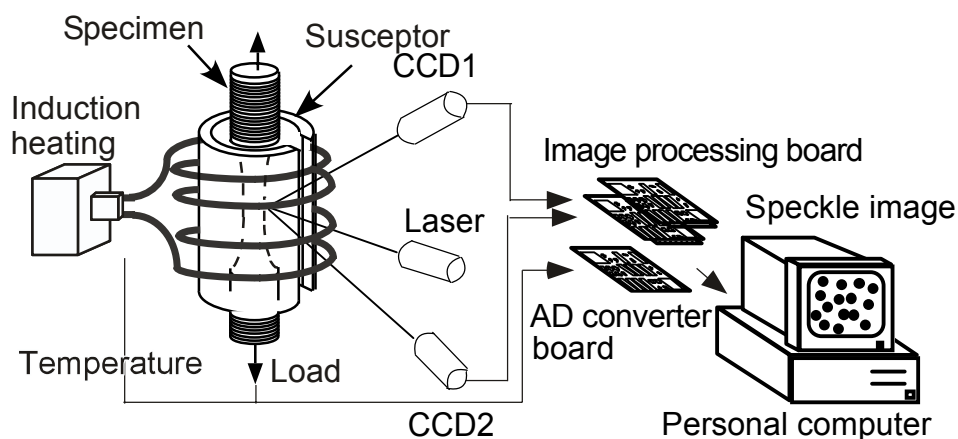


図5 高温レーザスペックルシステム

#### 3.2 高温疲労試験方法

表2に示す試験片について、低サイクル疲労試験を行った。ボンドコートは2章で作製した皮膜  $\text{CoNiCrAlY-V}$  と同一である。トップコート（遮熱コーティング）はボンドコートと同一の大気プラズマ溶射装置を用い、溶射粉末は  $\text{ZrO}_2\text{-}8\%\text{Y}_2\text{O}_3$  (Metco 204B-NS) とした。皮膜が寿命に及ぼす影響を調べるため、被覆していない基材単体試験片も準備した。

低サイクル疲労試験はひずみ制御の三角波とし、ひずみ速度は  $0.5\%/sec$  とした。伸び計の評点距離は  $15\text{mm}$  とし、ナイフエッジ状のアルミナ棒を試験片表面に押し当てて伸びを測定し、それによって試験片のひずみを制御した。試験温度は  $400^\circ\text{C}$ 、 $900^\circ\text{C}$  とした。これらの温度は被覆材、基材単体材とも基材の表面温度であり、同一の基材温度の下、皮膜が基材の寿命に与える影響を調査した。図5に示すように、加熱は高周波誘導加熱とし、試験片を覆うステンレス製のサセプターからの輻射熱で試験片を加熱した。これによって試験片の外側表面から加熱することができる。あらかじめ試験片表面中央部基材の温度と試験片肩部の温度

の関係をとっておき，肩部の温度で試験片の温度を制御した．なおスペックル計測用のサセプターにはスリットを入れており散乱光を観測できるようになっている．

表 2 疲労試験片の概略

Name	Substrate	Bond coat	Top coat
Coated TP	SUS304 Diameter $\phi 6$	CoNiCrAlY (CoNiCrAlY-V) Thickness 0.15mm	ZrO <sub>2</sub> -8%Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (APS) Thickness 0.3mm
Bare TP	SUS304	-	-

### 3.3 実験結果と考察

#### 3.3.1 スペックル表面ひずみ挙動

試験片の表面ひずみはその直下の損傷を反映する．ゲージ領域にき裂が発生するとスペックルの移動量が大きくなることを把握している．またゲージ領域直下にはく離が発生すると基材のひずみが表面に伝わらず，表面ひずみは減少することが予想される．このように表面ひずみを計測することで，その直下の損傷を把握できる．

図 6 は，高温疲労試験中にレーザスペックルで 3 カ所の表面ひずみを連続計測した結果を，繰返し数に対してプロットしている．なお試験片の制御は全ひずみ範囲 $\Delta\epsilon_f=0.5\%$ で行っている．評点距離 15mm の伸び計を用いており，基材のひずみが $\Delta\epsilon_f=0.5\%$ であることを意味している．それに対して，レーザスペックルで計測した表面の局所ひずみ（ゲージ長さ約 1.2mm）は繰返し数  $N=200$  未満のごく初期では 0.5% より僅かに大きい．セラミックス層表面にはマイクロクラックが発生し，その影響を捉えていると考えられる．また，繰返し初期  $N=200$  以降で測定箇所によって大きく表面ひずみ挙動が変化している．すなわち Location 1 では徐々に減少し，location 2,3 では顕著に増加している．これは繰返し初期  $N=200$  で，セラミックス層を貫通するような大きなき裂が発生したことが予想される．Location 1 では直下に微小はく離が発生し，基材のひずみを反映し難くなり，location 2,3 ではき裂の開口によってスペックルが大きく移動したことが考えられる．このように表面ひずみをモニターすることで，その直

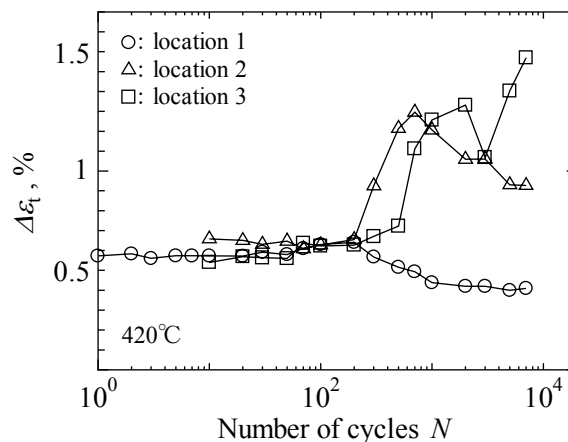


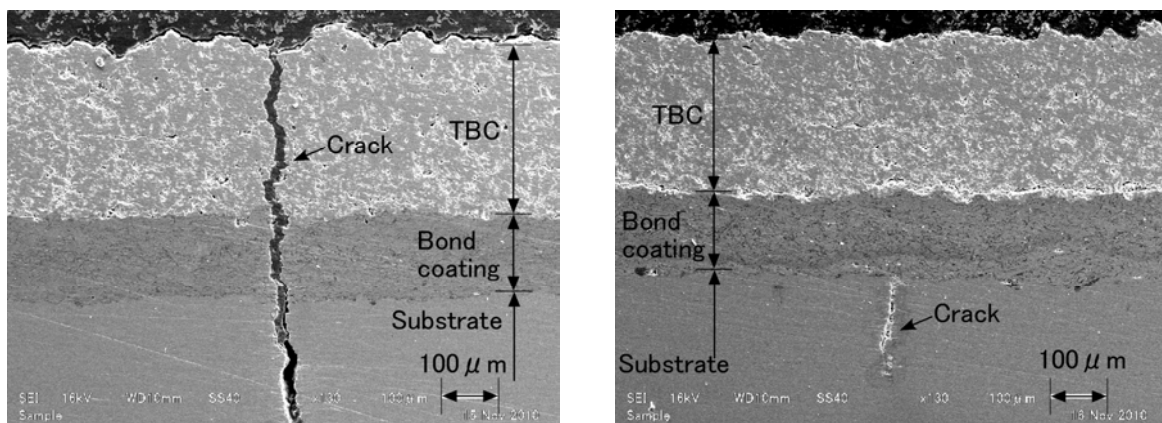
図 6 高温下でのレーザスペック表面ひずみ

下の損傷過程を敏感に把握できることが分かった。損傷過程において特徴的なことは、基材の寿命と比較して、セラミックス層は繰返しのごく初期にき裂が発生していることである。またはく離も徐々に成長してゆくことが分かった。

### 3.3.2 試験後の縦断面観察結果

図7は、900°Cでの疲労試験後の試験片の縦断面のSEM観察結果の典型例を示したものである。低ひずみ範囲 $\Delta\epsilon_f=0.5\%$ の試験では、セラミックス層のみに発生しているき裂が多数観察され、また図7(a)に示すようなそのセラミックスのき裂がボンド層、基材へと連続している様子が観察され、その他のケースは観察されなかった。このことから低ひずみ範囲では早期に発生したセラミックス層のき裂が基材の寿命を低下させたと考えられる。荷重制御の高サイクル疲労試験についても、応力が高い場合、皮膜のき裂が基材の寿命を低下させることが報告[6]されている。

それに対して高ひずみ範囲 $\Delta\epsilon_f=1.0\%$ では、低ひずみ範囲と同様にセラミックス層のみに発生しているき裂が多数観察されたが、図7(b)に示すような基材のみにき裂が発生しているものも複数観察された。その他セラミックス層とボンド層のみにき裂が発生しているもの、基材とセラミックス層のみに発生しているもの、低ひずみ範囲と同様の全層のき裂が連続的につながっているものも観察された。このように多数のパターンのき裂が観察され破壊過程は明確ではない。このようなある繰返し数での観察では破壊のプロセスは明確でないため、レーザスペckルによる損傷モニターは有効で、今後その過程を連続的に非破壊でモニターする計画である。なお、ひずみ制御の低サイクル疲労試験において、基材表面やボンド層表面からき裂が発生する同様の結果が報告[7]されている。



(a) 低ひずみ範囲のき裂例(900°C)

(b) 高ひずみ範囲のき裂例(900°C)

図7 破壊過程の例

### 3.3.3 高温低サイクル疲労寿命

図8は、非弾性ひずみ範囲と破断寿命の関係を示している。寿命( $N_f$ )の定義は最大荷重が25%低下したときとし、非弾性ひずみ範囲は $N_f/2$ 時の非弾性ひずみ範囲とした。なお非弾性ひずみ範囲は応力-ひずみヒステリシスループの荷重がゼロとなる範囲として採用している。

図より, 400°Cおよび900°Cとも被覆材の方が, 基材単独材より寿命が短い様子が分かる. 700°Cにおいても同様の結果を得ている. したがって何れの温度においても, 被覆することが悪影響を与え基材の寿命を低下させていることが分かる.

900°Cにおいては図4に示すようにボンド層の強度が低下するが, 図3に示すようにヤング率も低下しており, 大きな応力が発生しにくい. 本研究の結果では被覆による寿命低下は温度の影響は大きくなく, 低温400°Cから高温900°Cまでいずれも皮膜が基材の寿命を低下させることが分かった.

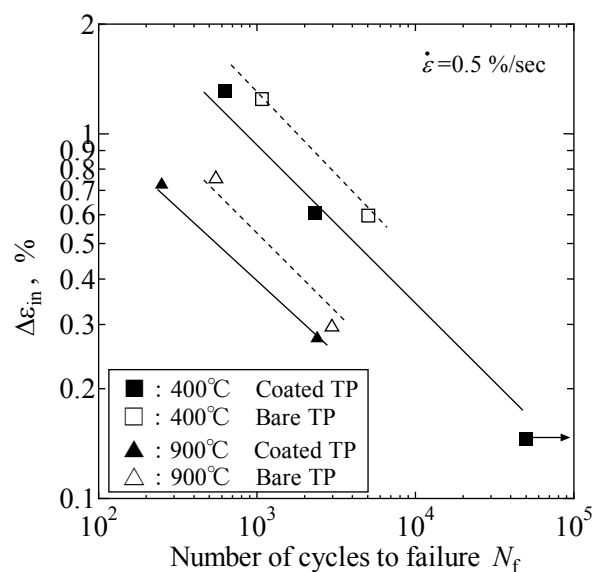


図8 高温低サイクル疲労寿命

#### 4. まとめ

ボンド皮膜の高温機械的特性を明らかにするため円管横圧縮試験を行ない, ヤング率および曲げ強度を明らかにした. それらボンド皮膜をコーティングした遮熱コーティングステンレス鋼について高温低サイクル疲労試験を行い, 皮膜が寿命に与える影響を検討した.

皮膜の損傷を連続的にモニターするため, 高温疲労試験中にレーザスペックルで表面ひずみを連続計測した. 表面ひずみは計測領域直下の損傷に敏感に反応し, き裂やはく離の発生と進展を検出できた. 断面観察では把握できなかった微小き裂の発生や, セラミックスを貫通するき裂の発生時期を明らかにできた. レーザスペックルによる皮膜損傷過程の高感度検出は, 被覆材の破壊過程の解明に寄与できると考えられる.

皮膜の損傷に関しては, 繰返し早期にセラミックス層にき裂が発生すること, はく離は徐々に進展することを明らかにできた. 疲労寿命については, 400°C, 700°C, 900°Cのいずれの温度においても, 被覆材は未被覆材より短寿命となった. 早期に発生する皮膜の損傷が基材に影響を与えたためと考えられた. いずれの温度においても皮膜の損傷が悪影響を与えたことは, ボンド層の機械的性質の温度依存と矛盾がなかった. 今後, ボンド層の特性が顕著に異なる場合の疲労寿命を比較し, 基材の寿命延伸法を検討する必要がある.

## 謝辞

本研究は、JFE21 世紀財団の 2009 年度技術研究助成によるものであり、謝意を表する。

## 参考文献

- [1] A. Feuerstein, J. Knapp, T. Taylor, A. Ashary, A. Bolcabage, and N. Hitchman, Thechnical and Economical Aspects of Current Thermal Barrier Coating Systems for Gas Turbine Engines by Thermal Spray and EBPVD, *J. Therm. Spray Technol.*, 2008, 17(2), p 199-213
- [2] H. Waki, A. Kobayashi, Development of Lateral Compression Method of Circular Tube Thin Coating for Mechanical Properties of Plasma Sprayed CoNiCrAlY, *Materials Transactions*, Vol.47, No.7, pp.1626-1630, 2006.
- [3] 脇 裕之, 廣田裕也, 小林明, 円管横圧縮による溶射皮膜の曲げ強度の簡便・高効率評価法の考案, *日本機械学会論文集 A*, 74 巻 746 号, pp.1342-1350, 2008.
- [4] 西川出, 小倉敬二, 山上正文, 桑山健太郎, *材料*, 43 巻, No. 493, pp.1290-1296, 1994.
- [5] 脇 裕之, 小倉敬二, 西川出, レーザスペckルゲージ SSDG による高温下 SUS304 鋼の切欠底二軸繰返しひずみ挙動の検討, *日本機械学会論文集 A*, 66 巻 645 号, pp.923-930, 2000.
- [6] A.K. Ray, E.S. Dwarakadasa, D.K. Das, V.R. Ranganath, B. Goswami, J.K. Sahu, J.D. Whittenberger, Fatigue behavior of a thermal barrier coated superalloy at 800°C, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 448, pp.294-298, 2007.
- [7] M. Jinnestrand, H. Brodin, Crack initiation and propagation in air plasma sprayed thermal barrier coatings, testing and mathematical modeling of low cycle fatigue, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 379, pp.45-57, 2004.