

# 遮熱被膜のそぎ落としせん断試験による付着強度評価 に関する研究

東京理科大学 金子 堅司

東京理科大学[院] ○三輪 真吾

## Evaluation of Adhesive Strength of Thermal Barrier Coating by Scraping Shear Test

Kenji KANEKO and Shingo MIWA

### 1 緒 言

発電用ガスタービンなどのタービン翼基材を高温ガスから保護するためにトップコート (Top Coat : TC) とボンドコート (Bond Coat : BC) からなる二層の遮熱被膜 (Thermal Barrier Coating : TBC) が用いられている。しかし、長時間の熱負荷を受けると、TC と BC の界面に生じる酸化物層 TGO が生じることなどにより、TC の剥離が生じ翼基材の損傷に繋がる。そこで、本研究では新たなそぎ落としせん断試験法の開発を目指すと共に、加熱時間と TGO 層の生成過程および TC の付着強度の関係性を実験的に調べることを目的とする。

### 2 実験方法

#### 2.1 試験片およびコーティング方法

ガスタービン翼に用いられる inconel600 平板 (厚さ 6 mm) の上表面に BC 被膜を約 0.14mm の厚さで減圧プラズマ溶射、TC 被膜を約 0.30mm の厚さで大気プラズマ溶射。その後 3~5mm 角程度の長方形にカットし作成。

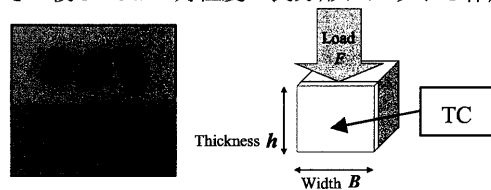


Fig.1 Specimen

#### 2.2 熱負荷試験

超高温電気炉で加熱処理する。試験片の被膜近傍の基材温度は 900, 1000℃ とし、加熱時間は最大 20 万秒とする。基材の下面は銅製のホルダーと接触して冷却され、TC 以外に赤外線が照射されないよう碍子で遮蔽した。

#### 2.3 TGO の成長観察

試験片断面を研磨し光学顕微鏡で観察する。各温度での TGO 厚みを 10 点計測し平均値を出す。

#### 2.4 そぎ落としせん断試験

図 3 に示すように、まず顕微鏡で測定した TC 厚の 85% の長さだけマイクロメータで押し出す。次に押し出した TC 部分にせん断圧縮荷重をかけ、そぎ落とす。そのとき得られる各試験片寸法でのせん断荷重  $F$  を記録。

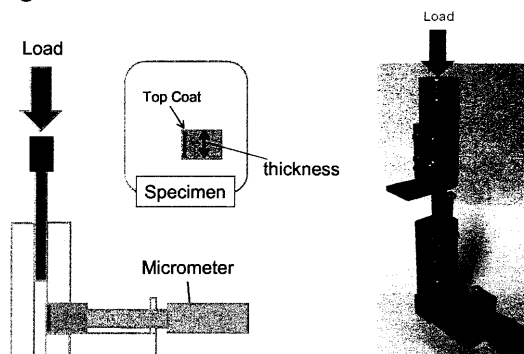


Fig.3 Shearing test apparatus of TBC

### 3 結果および考察

#### 3.1 TGO の成長観察

図 4 は 1000℃ で加熱した場合の TGO 層が成長していく様子を撮った顕微鏡写真である。各加熱時間は (a) 未加熱、(b) 10 万秒、(c) 20 万秒である。(d) は TC の界面付近にクラックが発生している様子を示す。

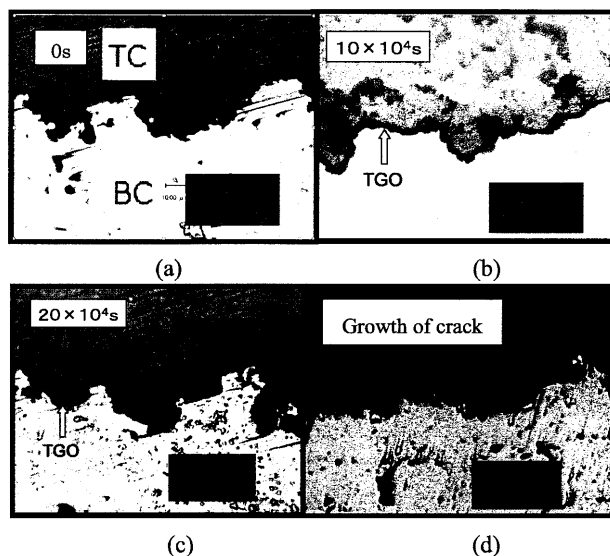


Fig.4 Section views of the specimen heated at 1000°C, (a) before oxidation, (b) after heated for 100000s, (c) and (d) after heated for 200000s

#### 3.2 TGO の成長予測

図 5 は 900℃ と 1000℃ での TGO 厚み成長のグラフである。1 万秒あたりまでに TGO 層は大きく成長し、5 万秒あたりから徐々に成長速度が減少していく。また、加熱温度が高いほど成長速度が大きい。TGO 厚さを  $W$ 、加熱時間を  $t$ 、 $a, b$  を任意定数とすると、荒井らによる検討から TGO の成長則は式 (1) で表される<sup>1)</sup>。

$$W = a \cdot t^b \quad (1)$$

この式に基づくと 900℃ では  $a=0.125$ ,  $b=0.230$ , 1000℃ では  $a=0.156$ ,  $b=0.221$  となる。本結果はこの成長則に準じたものとなった。

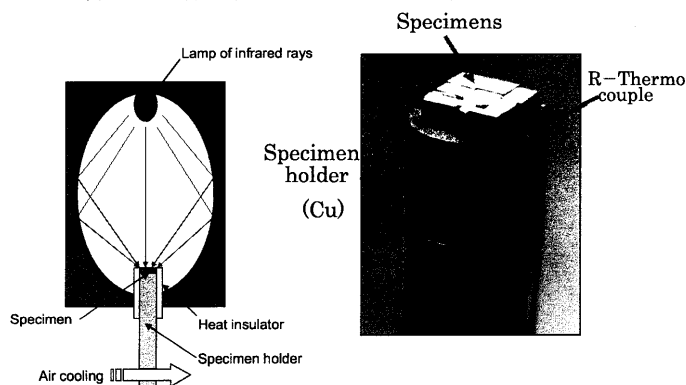


Fig.2 Schematic diagram of heating furnace, Fig.3 Specimen holder

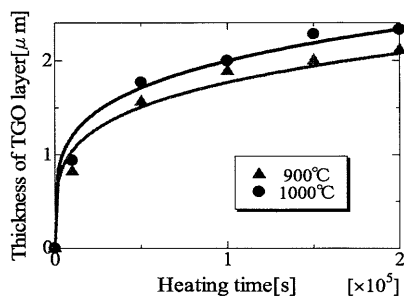


Fig.5 Relationship between heating time and TGO layer thickness

### 3.3 平均せん断応力に及ぼす試験片厚みの影響

図1を参照すると荷重は横幅  $B$  に比例するので、最大荷重  $F$  を横幅  $B$  で除して単位横幅あたりの荷重にした上で、試験片厚み  $h$  で割ったものを平均せん断応力  $\tau$  とした。得られた結果を図6に示す。

本実験での加熱時間内では、試験片厚みが 2mm 付近で平均せん断応力が最大となった。この理由については応力分布の解析的な検討を待ちたい。尚、平均せん断応力が下がる理由としては試験片厚み  $h$  が大きくなるほど局所応力の影響が大きくなるためと思われる。

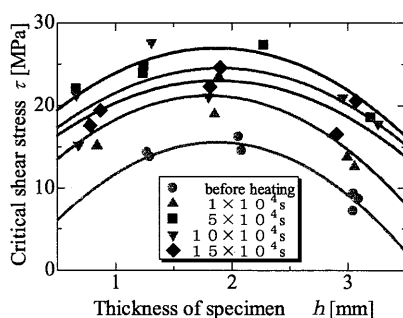


Fig.6 Influence of specimen thickness on critical shear stress (1000°C)

### 3.4 平均せん断応力に及ぼす加熱時間の影響

図7は図6の平均せん断応力の結果を加熱時間を横軸に取って表示し直したものである。平均せん断応力は加熱時間が5万秒あたりまで上昇し、それをピークに減少していく傾向が見られる。

#### ・加熱5万秒以降での平均せん断応力の減少理由

TCのはく離は、図4(d)の顕微鏡写真でも見て取れるように、TGOの体積膨張による界面付近の微小な亀裂の蓄積により、大きな亀裂に進展し起こるとの報告がある<sup>2)</sup>。またセラミックのTCは、冷却過程で金属のBCの収縮の作用を受け、圧縮の残留応力が発生する。その残留応力はさらなる微小はく離の増加に寄与する<sup>3)</sup>。このようなことから被膜付着強度低下による平均せん断応力減少を招いていると考えられる。

#### ・加熱5万秒までの平均限界せん断応力の上昇理由

図8に示すのは各加熱時間での試験片のせん断試験後の断面であり、白く見えるのはTCで黒く見えるのはBCである。この写真を見ると未加熱の試験片では界面で多くはく離しているが、5万秒加熱後はTC内ではく離している。さらに加熱をつづけると15万秒では再び界面近くではく離していることが見て取れる。このことから、5万秒付近まではTCとBC間の初期残留応力の

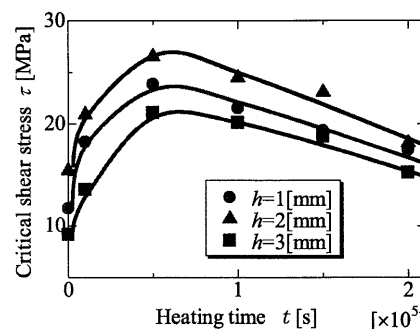


Fig.7 Relation between heating time and shear stress with parameter of specimen thickness  $h$  (1000°C)

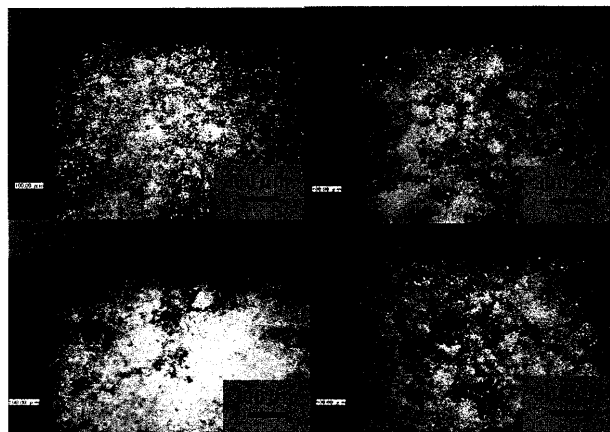


Fig.8 Fractured cross section view of specimen after heating (1000°C)

減少や相互拡散による界面強度の上昇が、TCの焼結強化やTGO層の形成による界面強度低下を上回り、界面強度が増しTC内で破断すると考えられる。

### 3.5 はく離強度試験法の有用性

本実験では5mm角程度の小さな試験片を用い、被膜強度の時間や試験片厚みによる傾向性を示すことが出来た。今後は本実験法で得られたデータを基に、はく離が生じるときの局所応力分布の解析を行い、はく離条件を見出す必要がある。

## 4 結 言

#### ・新たに開発した削ぎ落としせん断試験法について

- (1) 本試験法による被膜の付着強度の正確な評価が可能であることが分かった。
- (2) せん断荷重位置はTC厚の85%が最適である。
- (3) 平均せん断応力  $\tau$  は、試験片厚み依存性があるので解析的な検討を行う必要がある。

#### ・削ぎ落としせん断試験で得られた結果について

- (4) 平均せん断応力  $\tau$  は加熱時間が5万秒まで上昇し、5万秒以降は減少する。

この理由として破断面の観察から、加熱初期はTCとBCの界面強度増加、加熱時間5万秒後は更なる加熱によるTGO成長で界面強度の低下が確認された。

## 参考文献

- 1) 荒井, 岩田, 機論, A, **69**, 680 (2003).
- 2) 鈴木, 久保, 田中, 秋庭, 尾角, 材料 **53**, 7, 735 (2004).
- 3) 金子, 高藤, 榎本, 機論, A, **76**, 767, 853 (2010).