

# 球形粒子の衝突現象を応用した 金属/被覆材の機械的性質の測定

磯 本 良 則\*

## 1. はじめに

材料の機械的性質を知ることは構造部材として使用するための強度計算,あるいは実環境中での材料の劣化などを機械的性質の変化として知る上で重要であることは言うまでもない。実環境が高温であれば,高温環境における機械的性質を求める必要があり,技術者・研究者は多大な労力を費やしてこの目的を達成してきた。しかし,求められてきた材料の機械的性質の大半が準静的な機械的性質である弾性定数,降伏点,極限強さおよび硬さであり,破壊靱性値,シャルピー衝撃値などの性質は高温環境での測定は非常に難しいのが現状である。

一方で,固体粒子の衝突によるエロージョン問題を取り挙げる時,材料の高温環境中のエロージョン特性をみるための試験はやはり難しいと言える。しかし,比較的大きな(数mm程度の)固体粒子を材料に衝突させ,その変形挙動を見るための粒子衝突試験は高温環境で比較的簡単に行うことができる。粒子衝突によって材料にへこみが生じる。このへこみの大きさや深さを測定することによって,硬さに類似した機械的性質を求めることができる。ただし,通常の機械的性質を測定する準静的条件ではなく,動的な条件における機械的性質である。本稿では球形粒子衝突によるへこみ周りの変形に注目し,へこみとはどのような変形現象であるのか,球形粒子の衝突試験によって現在までに得られてきた機械的性質,また,得られた機械的性質の妥当性を概説する。

## 2. 準静的および動的押し込み現象の違い

剛性体の圧子の押し込みによって生じるへこみは,押し込

まれる圧子の形状が同じであれば,準静的あるいは動的な押し込まれ方に関係なく,外観上はほぼ同一のへこみを形成すると考えられる。しかし,ほぼ同一のへこみを形成する中で,へこみ周りのひずみ分布や圧子の荷重が異なるために,それらに伴う機械的性質が異なる。準静的と動的押し込み現象における大きな違いは,ひずみ速度にあると考えられる。

### (1) ひずみ速度

まず,準静的な押し込みにおける金属材料のひずみ速度を考えてみる。一般の単軸の引張試験において,万能試験機におけるクロスヘッドの引き上げあるいは引き下げ速度を  $0.5 \text{ mm min}^{-1}$  ( $8.33 \text{ } \mu\text{m s}^{-1}$ ) とし,引張試験片の標点距離を  $50 \text{ mm}$  とすると,ひずみ速度はおよそ  $1.67 \times 10^{-4} (\text{s}^{-1})$  と計算される。同じ万能試験機を用いて球形圧子の押し込み試験を行う場合のひずみ速度は簡単には計算されない。それは,へこみにおけるひずみは三次元的であり標点距離に相当する基準の長さが無いためである。そこで,球形圧子のへこみでは式(1)に示すようにへこみにおけるひずみを単軸のひずみに換算する式を用いる<sup>(1)</sup>。

$$\varepsilon = 0.2a/D \quad (1)$$

ここで  $a$  はへこみの直径であり,  $D$  は球形圧子の直径である。この式は引張試験において降伏応力の上昇と硬さの相関から概略的に求められた式と解釈している。クロスヘッドの移動速度を  $8.33 \text{ } \mu\text{m s}^{-1}$  とし,直径  $3 \text{ mm}$  の剛体圧子を金属材料に押し込むとすると,押し込みの初期におけるひずみ速度はおよそ  $2.1 \times 10^{-2} (\text{s}^{-1})$  となる。しかし,クロスヘッドに取り付けられたロードセルで荷重を測定する場合は,ロードセルの変位とへこみの変位が近いために実際のひずみ速度はこの値より低くなる。動的押し込みにおけるひずみ速度  $\dot{\varepsilon}$  は半理論的な導出により,式(2)が得られている<sup>(2)</sup>。

\* 広島大学准教授;大学院工学研究院(〒739-8527 東広島市鏡山1-4-1)  
Measurements of Mechanical Properties of Metallic/Coating Materials Based on Impact Phenomena of Spherical Particles; Yoshinori Isomoto (Graduate School of Engineering, Hiroshima University, Higashi-Hiroshima)  
Keywords: *dynamic mechanical properties, metals, oxide films, ceramic coatings, impact method, spherical particle*  
2012年7月9日受理

$$\dot{\epsilon} = 0.18v_0^{0.5}(3P/2\rho)^{0.25}/R \quad (2)$$

ここで、 $v_0$ は球形圧子の材料への衝突速度( $\text{m s}^{-1}$ )、 $P$ は押し込まれる材料の接触圧力であり、硬さに相当する値(Pa)、 $\rho$ は衝突粒子の密度( $\text{kg m}^{-3}$ )、 $R$ は圧子の半径(m)である。式(2)をもとに、材料の硬さ $P$ が2 GPa、衝突粒子の密度 $\rho$ が8000  $\text{kg m}^{-3}$ である場合の衝突速度に対するひずみ速度を3種類の衝突粒子半径について求めると図1のようになる。この図から粒子半径45  $\mu\text{m}$ の粒子が衝突速度1  $\text{m s}^{-1}$ で試料表面に衝突するときのひずみ速度は $10^5(\text{s}^{-1})$ であることが分かる。本稿で対象とする直径1~5 mmの球形粒子が衝突速度100  $\text{m s}^{-1}$ 以下で衝突するときのひずみ速度は $10^4(\text{s}^{-1})$ 程度である。同じ大きさの球形圧子の準静的な押し込みによるひずみ速度に対して、粒子の衝突現象では $10^6$ 倍もの高いひずみ速度ということになる。

## (2) へこみ周りのひずみ分布

へこみ周りのひずみ分布をみることは材料の変形挙動やその変形によって生じる応力状態を推察するには有効な手段である。また、ひずみ速度が大きく異なる準静的および動的押し込みによるへこみ周りのひずみ分布の違いに興味をもたれる。試験方法の詳細な記述は割愛するが、工業用純鉄および純アルミニウムの立方体ブロックを半割し、深さ方向の断面に写真製版法でおおよそ80  $\mu\text{m}$ の直交格子レジストを埋め込み、貼り合わせた後に直径3.16 mm(1/8インチ)の球形圧子を衝突速度100~200  $\text{m s}^{-1}$ で押し込んだときのへこみ断面の格子変化を図2<sup>(3)</sup>に示す。へこみ表面近傍では、高いひずみが生じるために直交格子が剥がれている。両材料で同様なへこみが生じているように見えるが、鋼球の押し込み中心点から下方向0.5~1 mm付近の格子では純アルミニウムの方

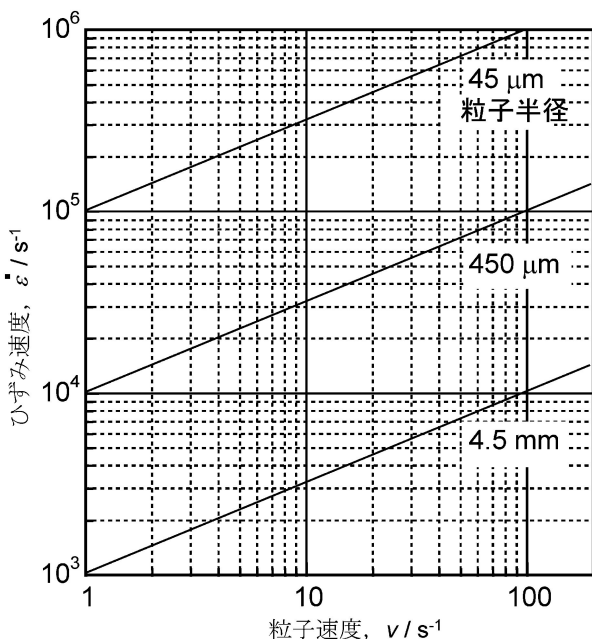


図1 式(2)の計算によるひずみ速度の衝突速度依存性(材料硬さ2 GPa、粒子密度8000  $\text{kg m}^{-3}$ )。

が大きくひずみ、材料によってひずみ分布が異なる。押し込みが動的か準静的かであるかによっても、へこみ周りのひずみ分布が異なることが分かっている<sup>(3)</sup>。図3に純鉄試験片のへこみ断面のひずみ分布を示す。ひずみ値は平面ひずみにおけるせん断ひずみとしている。準静的と動的のへこみ率 $a/D$ は同じであるにも拘わらず、動的の最大のひずみの方がより高い値となっている。また、へこみの潤(リップ)部のひずみ分布が動的押し込みでは複雑になっており、ひずみの蓄積が不均一である。ひずみ分布に反映し、動的押し込みで

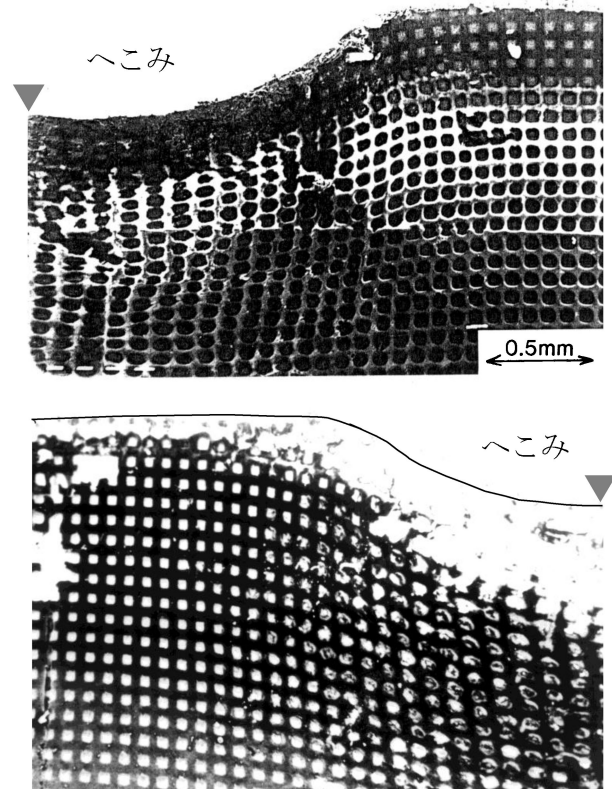


図2 へこみ断面のひずみ状態(直交格子の変形)上図:純アルミニウム, 下図:純鉄。▼は鋼球押し込み中心点を示す。

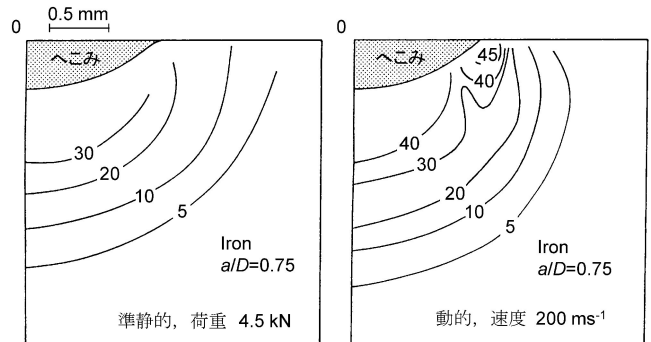


図3 鋼球の準静的、動的押し込みによる純鉄断面のせん断ひずみ分布(変形前の鋼球接触点を原点とした)。

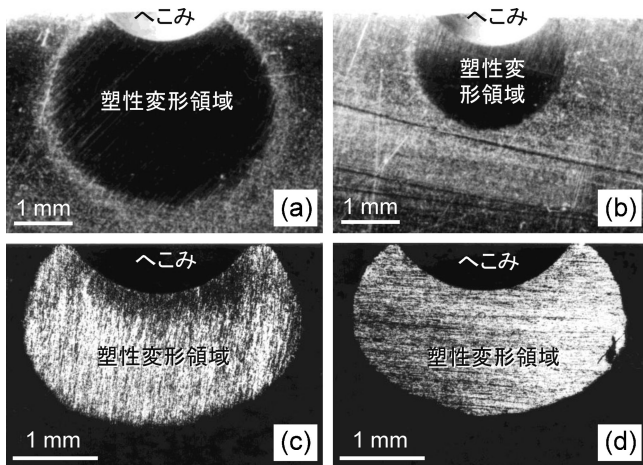


図4 準静的、動的押し込みによる純鉄およびアルミニウム断面の塑性変形領域。(a) 準静的、純鉄 (b) 動的、純鉄、(c) 準静的、アルミニウム、(d) 動的、アルミニウム、いずれも  $a/D=0.6\sim 0.74$ 。

はリップの盛り上がり大きい<sup>(3)</sup>。へこみ断面の弾・塑性領域を示す写真を図4<sup>(3)</sup>に示す。半割した断面のへこみ直下が押し込みにより塑性変形して盛り上がり、この断面を軽く研磨することによって塑性領域が現れたものである。純鉄の弾・塑性変形領域が押し込み過程で大きく異なる例である。一方、アルミニウムでは準静的、動的で大きな変化はなく、純鉄に比べてアルミニウムはひずみ速度の影響を受けにくい材料であることが分かる<sup>(3)</sup>。

純鉄のへこみ周りの主せん断ひずみ分布をへこみの表面上で求めたところ、へこみの大きさにもよるが、へこみの底および淵に20%もの大きなひずみが生じること分かっている<sup>(4)(5)</sup>。へこみの内側表面では二次元的な引張りひずみが生じ、へこみの淵では圧縮ひずみやせん断ひずみが発生している。また、ひずみ塗膜法を用いることでへこみ直径の3倍程度離れたところにおいても、1%を超える塑性ひずみが生じていることが確かめられている<sup>(4)(5)</sup>。へこみ周りの表面的なひずみをへこみからの距離に対して求めることにより、金属表面のひずみ分布や機械的性質を推察することが可能になる。図5に炭素鋼、純チタンのへこみ中心からの相対距離  $d/a$  に対する圧縮ひずみの関係を示す<sup>(5)(6)</sup>。実験的にはへこみの大きさや圧子の直径が異なる場合でも、中心からの相対距離に対する圧縮ひずみはあまり変わらないことが分かる。後述するように、金属表面に形成される酸化皮膜の機械的性質は、この図のひずみ分布から求められたものである。

### (3) へこみ現象から硬さの導出

硬さにはいくつかの測定方法と定義があるが、ビッカース硬さ、ブリネル硬さとはそれぞれの形状の異なる圧子の準静的な押し込みによる単位接触面積当たりの荷重で表される。球形圧子を用いたブリネル硬さ  $H_B$  の定義式は式(3)で示される<sup>(7)</sup>。

$$H_B = 0.102 \times F / (\pi D (D - \sqrt{D^2 - a^2}) / 2) \quad (3)$$

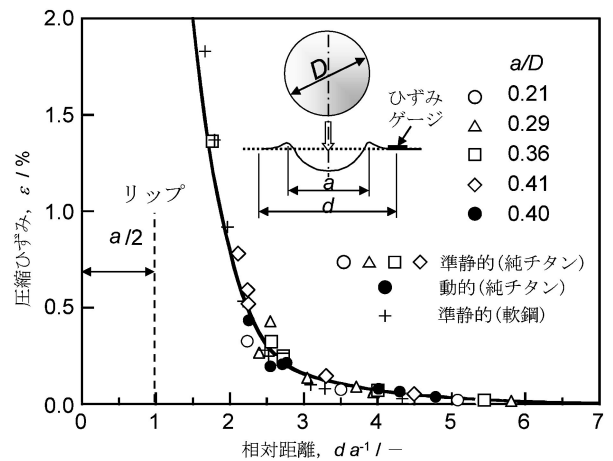


図5 へこみ周りのひずみ分布、チタン。●○△□◇、炭素鋼+、球形粒子  $D: 3, 6 \text{ mm}$

ここで  $F$  は荷重 (N)、 $D$  は圧子の直径 (mm)、 $a$  は(永久)へこみ直径 (mm) であり、式(3)の分母はへこみ表面積である。 $H_B$  の単位は式(3)中の0.102を用いれば  $\text{kgf mm}^{-2}$  の単位となり、0.102を取り除き圧子およびへこみ直径を m の単位で表せば、Pa の単位の接触圧力で表される硬さになる。この接触圧力は三次元的な応力値とも言える。

圧子の衝突によって生じる動的なへこみでは荷重を簡単に測定できないために、式(3)を用いることはできない。しかし、硬さの定義に準じた形で接触圧力(接触面積当たりの荷重)を求めるために、式(4)を用いる<sup>(1)</sup>。

$$mv^2/2 = \int PA d\delta = \bar{P}V \quad H_{DB} = \bar{P} = mv^2/2V \quad (4)$$

$m$  は圧子の質量 (kg)、 $v$  は衝突速度 ( $\text{m s}^{-1}$ )、 $P$  は接触圧力 (Pa)、 $A$  は接触面積(へこみの投影面積にほぼ等しいとする)、 $\delta$  はへこみ深さ (m)、 $V$  はへこみ体積 ( $\text{m}^3$ ) である。圧子は材料表面に対して直角(衝突角度  $90^\circ$ )に衝突する場合を考える。圧子の運動エネルギーが材料の変形に費やされると考えると、運動エネルギーは圧子の表面に作用する力、すなわち接触圧力  $P$  に接触面積  $A$  を掛けた  $PA$  を深さ方向に積分した値に等しい。圧子が押し込まれているときの接触圧力  $P$  は一定とは限らないが、平均接触圧力  $\bar{P}$  は圧子の運動エネルギーをへこみの体積で割った値となる。この平均接触圧力を動的硬さ  $H_{DB}$  とも言う。金属材料のへこみでは、へこみの淵のひずみは大きく、この部分で弾性回復をあまり生じないが、最もへこんだ部分は弾性回復によって、僅かではあるが浅くなっている。この僅かな弾性回復を無視すると、へこみの体積  $V$  はへこみ深さ  $\delta$  または、へこみ直径  $a$  から式(5)によって簡単に得られる<sup>(8)</sup>。

$$V = \pi(R\delta^2 - \delta^3/3), \quad \delta = (D - \sqrt{D^2 - a^2})/2 \quad (5)$$

硬さの定義では、永久へこみ直径から硬さを求めるので、ブリネル硬さにしてもへこみの弾性回復は無視されている。

以上のように質量の分かっている球形圧子の衝突角度  $90^\circ$  の衝突試験を行うことで、へこみの外周は円形となり、へこみの直径を測定することにより比較的簡単に金属材料の

機械的性質としての動的硬さを求めることが可能である。

### 3. 金属の動的な機械的性質

金属の動的な機械的性質の例として純鉄の動的硬さを図6<sup>(9)</sup>に示す。圧子として直径3.18 mmの硬質鋼を用い、万能試験機を用いてクロスヘッドの移動(押し込み)速度を $8.3 \times 10^{-6} \sim 8.3 \times 10^{-4} \text{ m s}^{-1}$ の範囲で変化させた場合のへこみ率( $a/D$ )に対する接触圧力挙動およびガス銃(粒子衝突試験機)を用いて衝突試験を行った場合の平均接触圧力挙動を示している。クロスヘッドの移動速度が低い場合の純鉄の接触圧力は1 GPa ( $Hv \approx 100 \text{ kgf mm}^{-2}$ )であり、押し込み速度の上昇で接触圧力は僅かに上昇した。ところが、衝突試験では衝突速度の上昇とともに接触圧力は高くなり、へこみ率が0.2よりも低いところで極大値をとった後に低下する特異な挙動を呈している。純鉄は押し込み速度の影響を受ける材料とみられる。図6のデータを用い、押し込み速度に対する

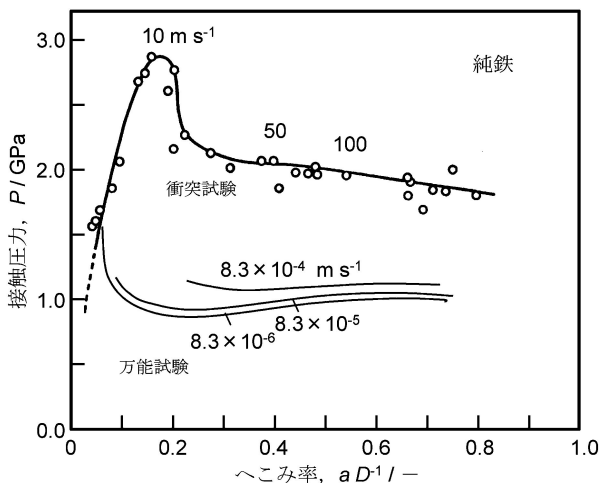


図6 純鉄の準静的および動的接触圧力(衝突試験および万能試験によって得られた)。

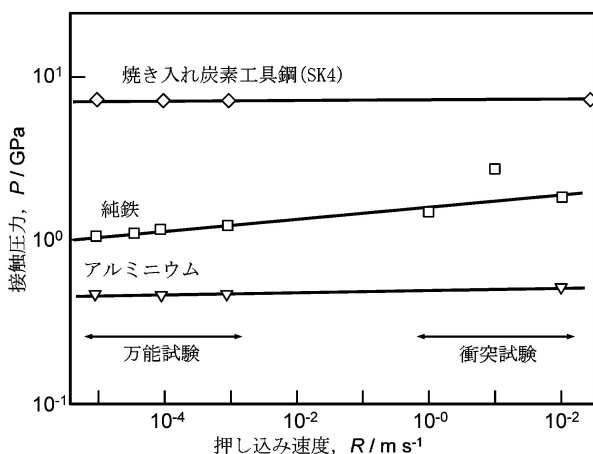


図7 粒子の押し込みまたは衝突による金属材料の接触圧力に及ぼす押し込み速度の影響。

接触圧力の変化をいくつかの材料について求めたものが図7である。アルミニウムおよび焼き入れされた炭素工具鋼(SK3)の接触圧力は押し込み速度にあまり依存せず、ほぼ一定値をとる。動的な機械的性質の挙動がそれぞれの金属によって異なることが分かる。

### 4. 高温環境下の金属酸化皮膜の動的な機械的性質

高温環境に金属が曝されることにより金属が酸化される。高温環境における酸化皮膜の機械的性質を球形粒子の衝突により求めた例を紹介する。高温環境で皮膜が形成している状態で球形粒子を衝突させ、皮膜の破壊挙動から機械的性質として皮膜の金属への密着性(付着応力)および破壊応力を求めるものである。873 Kの加熱炉中に炭素鋼を置き、数時間酸化させた表面に直径3 mmのガラスビーズを $70 \text{ m s}^{-1}$ で衝突させた直後およびその後約15時間炭素鋼を炉中で放置したときのへこみの観察を図8に示す<sup>(10)</sup>。衝突直後では、へこみとその周辺に白い部分が見える。この白い部分は酸化皮膜が衝突によって破壊した部分である。衝突直後のへこみ周辺からは酸化皮膜の剥離は分かりにくい。しかし、加熱炉中に試験片を放置することにより、剥離した酸化皮膜の金属下地から新たな皮膜が成長し、これが剥離した酸化皮膜を押し上げるために酸化皮膜が浮かび上がってくる。この時に見える放射状のき裂は衝突時にできたものである。酸化皮膜の剥離と、破壊過程を図9に示す<sup>(6)</sup>。へこみの中心部では、球形圧子の侵入により酸化皮膜が破壊され、へこみの形成とともに金属表面がひずみ、そのひずみで皮膜が剥離する。最後の一押しで、へこみの周辺の皮膜が破壊されるとみられる。図8からは環境の違いにより、皮膜の破壊挙動が異なることが分かる。

球形圧子の押し込みによる皮膜の破壊や、剥離応力は上記

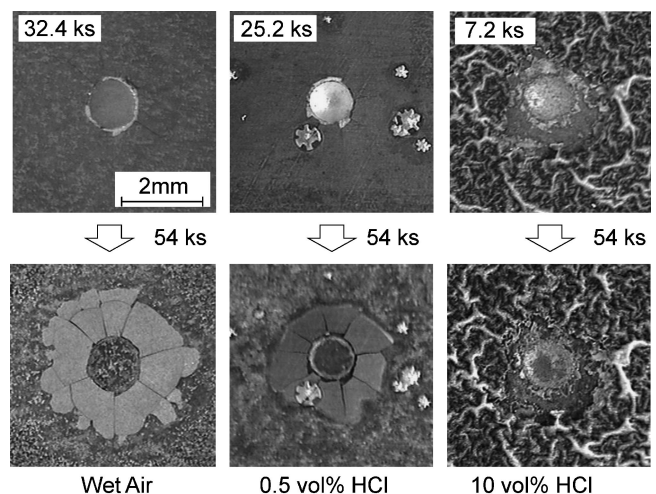


図8 炭素鋼表面に形成される酸化皮膜への粒子衝突直後および54 ks後の表面観察(試験温度はいずれも873 K、皮膜形成時間はWet Air: 32.4, 0.5 vol% HCl: 25.2, 10 vol% HCl: 7.2 ks)。

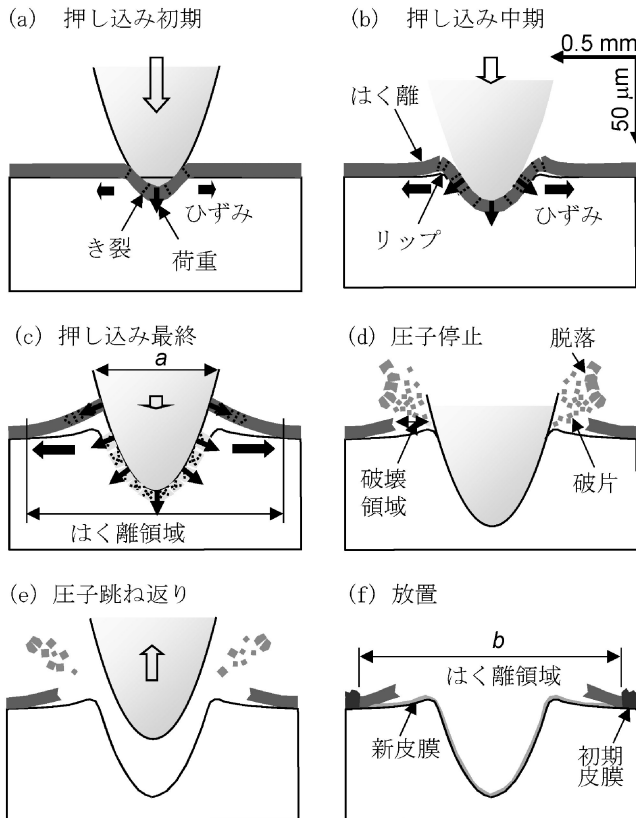


図9 粒子衝突による酸化皮膜の破壊挙動モデル。

表1 高温環境における金属酸化皮膜の動的な機械的性質。

|             | 弾性定数<br>$E_f$ (GPa) | 破壊応力<br>$\sigma_f$ (MPa) | 剥離応力<br>$\sigma_a$ (MPa) |
|-------------|---------------------|--------------------------|--------------------------|
| 炭素鋼(873 K)  |                     |                          |                          |
| 沸騰水蒸気       | 213                 | 530                      | 74.6                     |
| 0.5 Vol%HCl | 31.9                | 220                      | 102                      |
| 10 Vol%HCl  | 1.09                | 37                       | 162                      |
| 純チタン(973 K) |                     |                          |                          |
| 空気          | 36.9                | 44.3                     | 24                       |
| 0.5 Vol%HCl | 36.9                | 44.3                     | 24                       |
| 10 Vol%HCl  | 38.8                | 23.3                     | 12                       |
| 純ニッケル       |                     |                          |                          |
| Air(973 K)  | 243                 | 157                      | —                        |

の過程の下にいくつかの仮定を用いて求められる。破壊応力や剥離応力の詳細な導出<sup>(10)</sup>は割愛するが、この試験法で得られた高温環境における炭素鋼、チタン・チタン合金およびニッケルに生じる酸化皮膜の破壊応力および剥離応力を表1に示す。本試験法では得られた機械的性質の数値の精度は低く、まだ検討の余地がある。しかし、これらの環境で炭素鋼に形成される酸化皮膜の弾性定数についてみると、既往のデータ調査<sup>(11)</sup>をはじめとし、振動法で得られた Saeki らの値<sup>(12)</sup>と比較しても同等な値とみなすことができる。ただし、本試験法で得られた酸化皮膜の機械的性質は動的であるので、対象となる酸化皮膜の準静的性質との差異はあまり見

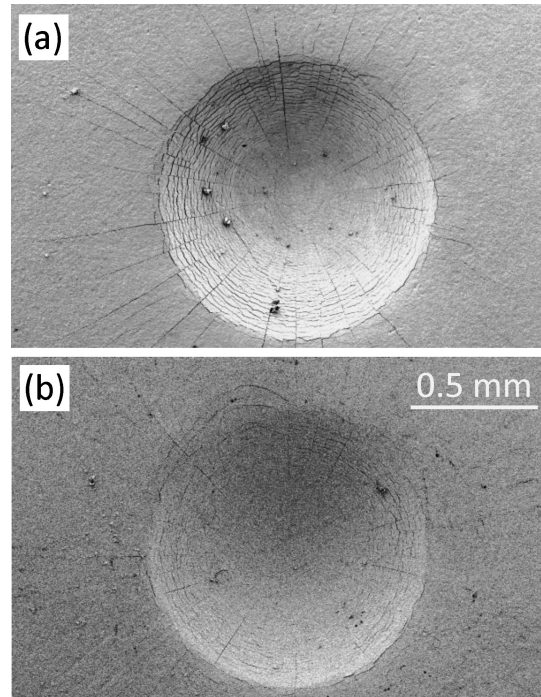


図10 純ニッケル表面に形成した酸化ニッケル皮膜への粒子衝突後のへこみ観察(皮膜厚さ16 nm, (a) 973 K 環境, (b) 室温で粒子衝突)。

受けられないと推察される。高温環境における皮膜の剥離応力は通常引き剥がし試験法ではなかなか得られにくい性質であるので、本知見は高温環境下の酸化皮膜の密着性の程度を示す有用なデータであろう。一方、ニッケル表面に形成された酸化皮膜の剥離は観察されず、へこみの内部からへこみ周辺に向かい放射状のき裂が観察されたことから、ニッケル基材とその表面に形成される酸化皮膜の密着性は強く、酸化皮膜の破壊のみが生じたことが分かる(図10参照<sup>(13)</sup>)。

## 5. 被覆材の動的な機械的性質

### (1) 動的硬さ

金属材料に比べてセラミックスは機械的強度が高い。ただし、脆い性質を有するために金属との複合材料として用いられる。セラミックコーティング複合材料の機械的性質は室温における表面や断面の硬度分布を調べることで、硬さとしての機械的性質を得ることができる。しかし、高温環境におけるセラミックコーティング材料の機械的性質を得ることは室温に比べて容易ではない。ところが球形粒子の衝突試験を応用すれば、比較的簡単に高温環境における金属やコーティング材の硬さを求めることができる。ただし、この手法を用いて材料表面から得られる機械的性質は動的硬さであるとともにコーティングと基材の複合的な性質である。一例として SUS430 ステンレス鋼に炭化クロム(Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-NiCr)をVPS(減圧プラズマ溶射)およびHVOF(高速フレイム溶射)によりコーティングした材料表面に球形ガラス粒子を80 m s<sup>-1</sup>で衝

突させた場合の表面観察を図11<sup>(14)</sup>に示す。へこみの内側には円周方向の割れが生じ、へこみの外周にわたって放射状の割れも観察される。ほぼ同じ衝突速度であっても、温度が高い方のへこみは大きく、高温環境下の動的硬さは室温に比べて低いことが見込まれる。室温および 1073 K における深さ方向の動的硬さ分布を図12<sup>(14)</sup>に示す。衝突試験によって得られたへこみの幾何学的(弾性回復を考慮しない)深さを横軸に、式(4)で定義された接触圧力を縦軸にプロットした結果である。ステンレス鋼基材の動的硬さは準静的硬さとほとんど同じであるが、硬度分布は環境温度の影響を受けて低下する。表面近傍のコーティング材の動的硬さは準静的な硬さに比べて高い値を示す。セラミックコーティング材料では、高温環境で明らかに硬度の低下が認められる。図11, 12のコ

ーティング材厚さは 350 μm 以上であることから、へこみ深さが基材に達する前の段階で、動的硬さがかなり低下することが分かる。すなわち、表面硬さは基材の影響を強く受ける。セラミックコーティングおよび基材の材質が異なる PVD 窒化クロム/SUS410J1 鋼の場合でも、準静的、動的の違い、高温による硬度の低下傾向は同様とみなすことができる<sup>(15)</sup>。この材料が高温環境で固体粒子の衝突によるエロージョンを受ける場合には、固体粒子の大きさやその固体粒子によるへこみの深さがコーティング表面からどれくらいに達するかを動的硬さに基づいて推算することができるので、コーティング材料の硬度分布からセラミック被膜の健全性を考察することが可能である。

## (2) 動的破壊靱性値

通常、へこみ現象を用いた準静的な破壊靱性値は JIS R1607 の圧子圧入法から求められる。圧子はビッカース硬度計に用いられる四角錐のダイヤモンド圧子である。圧子圧入法による破壊靱性値  $K_{IC}$  は式(5)で与えられる。

$$K_{IC} = 0.018 \left( \frac{E}{H} \right)^{0.5} \left( \frac{F}{C^{1.5}} \right) \quad (5)$$

ここで、 $E$ は弾性定数(GPa)、 $H$ は硬さ(GPa)、 $F$ は荷重(N)、 $C$ はき裂の長さ(mm)である。ダイヤモンド圧子の準静的な押し込みによってへこみの4隅から4本のき裂が放射状に発生する。この圧子を球形に変えて、衝突試験を行ってもへこみの外周に放射状の割れが生じることから、式(5)に従って球形圧子を用いた動的破壊靱性値の測定が可能ではないかと考えた。図13<sup>(14)</sup>は JIS 規格通りの試験法と、球形圧子を用いた試験法の比較を示している。本来はセラミック材料に適用される式(5)をセラミックコーティング材に適用して良いかという疑問はあるが、圧子形状の異な

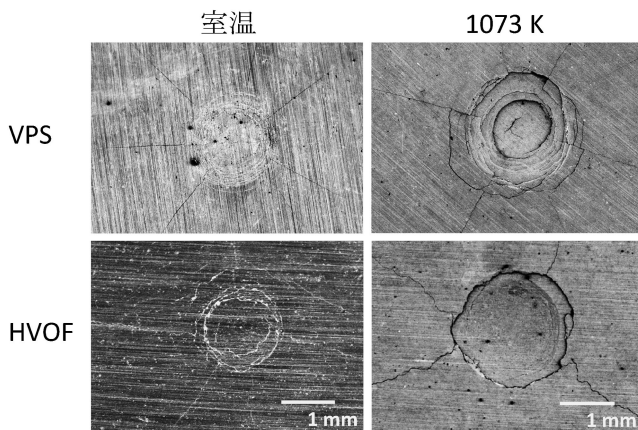


図11 CrN コーティング材料における粒子衝突後のへこみ表面観察。(衝突粒子 5 mm ガラス球, 衝突速度 80 m s<sup>-1</sup>)

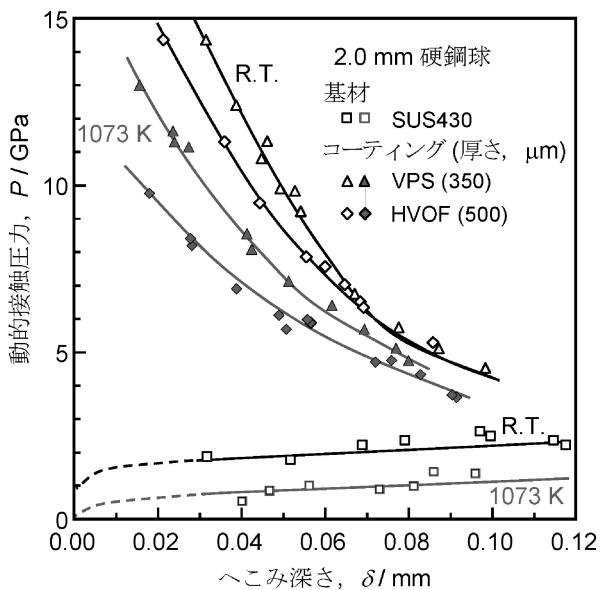


図12 室温および 1073 K における基材および CrN コーティング材の動的硬さ分布(硬さ SUS430 : 2.20, VPS : 12.7, HVOF : 7.29 GPa)。

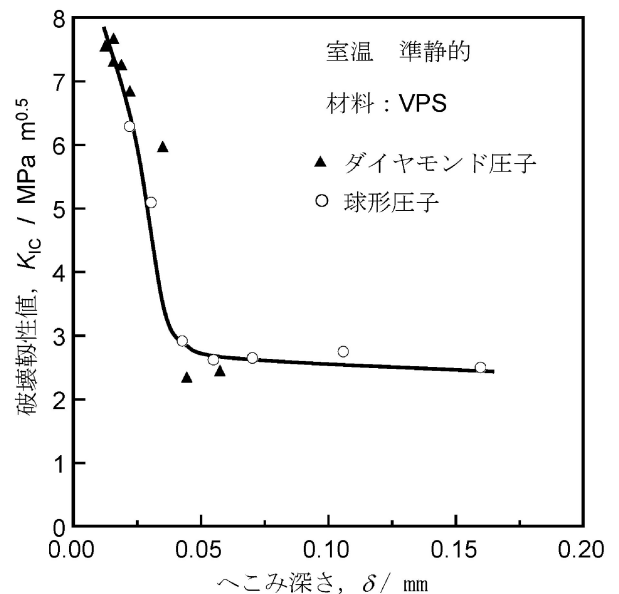


図13 コーティング材(VPS)の準静的押し込みによる破壊靱性値に及ぼす圧子形状の影響。

