

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-142319

(43) 公開日 平成11年(1999) 5月28日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

F I

G 0 1 N 19/04  
3/00

G 0 1 N 19/04  
3/00

Z  
P

審査請求 有 請求項の数 2 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号

特願平9-312289

(22) 出願日

平成9年(1997)11月13日

(71) 出願人 390002901

科学技術庁金属材料技術研究所長  
茨城県つくば市千現一丁目2番1号

(72) 発明者 村松 由樹

茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学  
技術庁金属材料技術研究所内

(72) 発明者 黒田 聖治

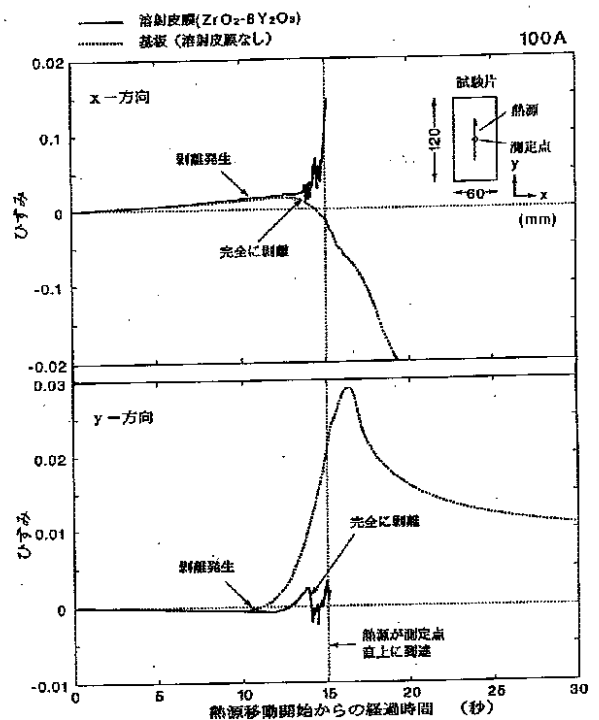
茨城県つくば市千現1丁目2番1号 科学  
技術庁金属材料技術研究所内

(54) 【発明の名称】 表面皮膜の剥離・密着性測定方法

(57) 【要約】

【課題】 非接触式で、しかも的確に皮膜の剥離の発生を検出し、ひずみ量の測定による密着性の評価も可能な、新しい表面皮膜の剥離・密着性測定方法を提供する。

【解決手段】 基板に対して外力を与えて既知のひずみを生じさせ、同時に皮膜表面にレーザー光を照射してスペックル相関法により皮膜表面のひずみを測定し、皮膜表面のひずみが基板のひずみに追従しない時点をもって皮膜の剥離の発生を測定し、この剥離発生の基板の限界ひずみ量をもって皮膜の密着性を評価する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 基板表面に密着被覆した表面皮膜の剥離の発生と密着性を非接触で測定する方法であって、基板に対して所定の外力や熱を与えて基板に既知のひずみを生じさせ、同時に皮膜表面にレーザー光を照射してスペックル相関法により皮膜表面のひずみを測定し、皮膜表面のひずみが基板のひずみに追従しなくなる時点により皮膜の剥離の発生を検出し、この剥離発生の基板の限界ひずみ量をもって皮膜の密着性を評価することを特徴とする表面皮膜の剥離・密着性測定方法。

【請求項 2】 皮膜を被覆していない、ひずみが未知の基板にレーザー光を照射してスペックル相関法により測定したひずみを既知のひずみとする請求項 1 の測定方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】この出願の発明は、表面皮膜の剥離・密着性測定方法に関するものである。さらに詳しくは、この出願の発明は、構造材料の表面改質等のための溶射皮膜の密着性評価法等として有用な、非接触による表面皮膜の剥離と密着性の測定方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術とその課題】構造材料等としての基板材料の表面には、耐熱、耐食、耐磨耗性の向上等の目的のもとに、セラミックス、金属、合金等の皮膜による被覆が施される場合がある。この皮膜はたとえばプラズマ溶射などの手段により形成される。しかしながら、このような基板表面の皮膜については、その剥離の的確な検出、そして密着性の評価のための方法が必ずしも確立されていないのが現状である。

【0003】たとえば従来の皮膜の密着性評価法としては円柱の端面に皮膜を形成し、その表面に対抗する円柱を接着し、両者を引張って剥離する限界荷重を測定する引張り試験法や、皮膜表面にダイヤモンドなどの硬質の圧子を押しつけて引っかき、皮膜に割れが生じる押しつけ荷重を測定するスクラッチ試験法などがある。しかし、これらは、いずれも接触式の評価法であり、また、剥離が生じる限界ひずみを測定することはできない。また、剥離を生じる限界ひずみの測定法としては曲げ試験やカップ試験のように基板に変形を与えて、皮膜に目視で亀裂が生じた位置・時点を検出する方法がある。だが、この方法には目視検出という限界があり、構造材表面の皮膜の密着性の評価手法としては、信頼性の点で問題がある。

【0004】また、同様の手法において A E（音響放出）信号を検出する方法もあるが、皮膜のひずみ量を知ることができない。また A E 法では、損傷部位の特定が容易ではない、という問題点もある。そこでこの出願の発明は、以上のような従来の接触式、あるいは非接触式

の方法の問題点を解消し、非接触式で、しかも的確に皮膜の剥離の発生を検出し、ひずみ量の測定による密着性の評価も可能な、新しい表面皮膜の剥離・密着性測定方法を提供することを課題としている。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】この出願は、上記の課題を解決するために、第 1 の発明として、基板表面に密着被覆した表面皮膜の剥離の発生と密着性を非接触で測定する方法であって、基板に対して所定の外力や熱を与えて基板に既知のひずみを生じさせ、同時に皮膜表面にレーザー光を照射してスペックル相関法により皮膜表面のひずみを測定し、皮膜表面のひずみが基板のひずみに追従しなくなる時点により皮膜の剥離の発生を検出し、この剥離発生の基板の限界ひずみ量をもって皮膜の密着性を評価することを特徴とする表面皮膜の剥離・密着性測定方法を提供する。

【0006】また、この出願は、上記第 1 の発明に関し、第 2 の発明として、皮膜を被覆していない、ひずみが未知の基板にレーザー光を照射してスペックル相関法により測定したひずみを既知のひずみとする測定方法も提供する。

## 【0007】

【発明の実施の形態】この出願の発明においては、非接触式のレーザー・スペックル相関法により皮膜のひずみを測定している。このレーザー・スペックルひずみ測定法は物体の表面ひずみを非接触で測定できる方法であって、物体表面の測定点にレーザービームを照射すると乱反射したビームの相互干渉により観察面上に不規則な斑紋（レーザー・スペックルと呼ばれる）が生じ、その移動・変化より物体表面のひずみを非接触で測定できることになる。このレーザー・スペックルひずみ測定法については、一般的には、たとえば山口、町田「レーザー・スペックルひずみ計の開発」、非破壊検査 vol. 30(1981), No. 8, p.564, を参考とすることができる。

【0008】この出願の発明では、基板には外力や熱膨張によって既知のひずみを生じさせ、皮膜表面のひずみをレーザー・スペックルひずみ測定法によって測定する。そして、外部からひずみ量を増加させ、皮膜表面のひずみが、基板のひずみ量に追従しなくなった時点をもって皮膜の剥離が生じた時点と判定する。また、皮膜に剥離を生じさせる基板の限界ひずみ量によって、皮膜の密着性を定量的に評価する。

【0009】実際の構造物に適用する場合、皮膜を被覆していない基板が複雑な形状を持つ場合等であって、外力や局所的な熱によるひずみが簡単に求められず未知である場合、基板のひずみが未知であっても、皮膜なしの状態では局所的な外力、加熱等によって基材にひずみを生じさせ、それをレーザー・スペックルひずみ測定法によって予め測定し、この測定されたひずみを前記の既知ひずみとして皮膜表面のひずみ評価の基準とする。

【0010】たとえば、以上のこの出願の発明においては、後述の実施例にも示すように、皮膜付き材料の任意の箇所に（すなわち局部的に）急峻な温度分布を生じせしめ、それによる基板と皮膜の膨張率の差に基づく応力により剥離試験を行うことができる。同時に加熱・冷却途上のひずみをその場測定することにより、皮膜のひずみの基板のそれへの追従性を判定し、皮膜の剥離と熱ひずみとの関連を定量的に評価することができる。それとともに測定位置を変更または増加させることにより皮膜の剥離範囲の特定も可能である。

【0011】測定対象の種類には特に限定はないが、たとえば、基板としては、金属（合金を含めて）、セラミックス、金属・セラミックスの複合材、樹脂、樹脂と金属および/またはセラミックスとの複合材等であってよく、基板表面を被覆する皮膜についても、セラミックス、金属（合金も含めて）樹脂、あるいはこれらの複合材の任意のものであってよい。そしてこのような皮膜は、たとえばプラズマ溶射法、塗布法、焼結法、その他各種の方法によって形成されたものでよい。

【0012】基板に対して加える外力は、物理的な衝撃や曲げ、あるいは熱的な応力等であってよい。そこで以下に実施例を示し、さらに詳しくこの発明の実施の形態について説明する。

【0013】

#### 【実施例】実施例1

添付図面の図1(A)(B)に示したように、SUS304ステンレス薄板矩形板(60×120×4mm)の片側全面に大気中溶射(セラミック系皮膜、 $ZrO_2 - 8Y_2O_3$ 、膜厚0.3mm)を行い試験片とし、その基板側中央を60mmの長さにティグ・アークで加熱した(アーク電流40~100A、熱源移動速度120mm/min、加熱方向は板の長手方向)。そして皮膜側の中央、加熱線直下をArイオンレーザーで照射(照射スポット径約2.5mm)してレーザースペックルひずみ測定法(スペックル相関法)によりひずみを連続的に測定した。また、これとは別に同一寸法の溶射を施していない試験片に同一条件で加熱し裏面中央のひずみを測定し、皮膜のひずみと比較した。

【0014】図2は、皮膜が完全に剥落した場合(アーク電流100A)の皮膜のひずみ変化曲線を示したものである。ひずみの変化曲線上には明瞭な乱高下が検出されている。またこれに先だって皮膜のひずみ変化曲線が基板のそれから離れ始めることもわかる。光学顕微鏡観察によっても、ひずみ変化曲線の分離は皮膜の界面における基板からの剥離の発生を示すことが確認された。またビデオ・カメラによる観察によっても皮膜のひずみ曲線の乱高下はその完全な剥落を検出できたものであることが明らかになった。

#### 実施例2

実施例1と同様の方法により試験し、アーク電流70Aの場合について評価した。

【0015】図3および図4は、その結果としての皮膜のひずみ曲線を示したものである。皮膜のひずみ曲線と基板のひずみ曲線との間には皮膜の剥離を示すずれが生じている。皮膜は剥離しているが、目視によっては明瞭に判別できない。このことは、加熱後室温に冷却してから皮膜の被加熱部にポンチを介してハンマーで打撃を与えると皮膜は直ちに剥落したことによっても確認された。なお、非加熱部では同様の処置によっても全く剥落は生じなかった。

【0016】また、図5のように、加熱前および加熱後の皮膜付き試験片より短冊形の曲げ試験片を精密カッターにより切り出し4点曲げ試験を実施した(皮膜側が下側すなわち引張り側とした)ところ、70Aでの加熱部を含む試験片はそれを含まない試験片、並びに次の実施例3の40Aでの加熱部を含む試験片より早い時期に音とともに明瞭に皮膜が剥離(または剥落)した。

#### 実施例3

実施例1と同様の方法により試験し、アーク電流40Aの場合について評価した。

【0017】図6および図7は、その結果としての皮膜のひずみ曲線を示したものである。剥離は生じておらず、皮膜および基板のひずみ曲線には大きな差は生じていないことがわかる。

【0018】

【発明の効果】以上詳しく説明したとおり、この出願の発明により、非接触式の測定として可能であって、(1)的確な皮膜の剥離と密着性が測定できる、(2)基板に与えるひずみが未知の場合でも測定できる、(3)任意の場所のひずみ(剥離、密着性)を測定できる、(4)測定的位置に特別な処置を必要としない、(5)剥離範囲の特定も可能、(6)既に存在する剥離の検出も可能(健全な皮膜・基板との比較による)、という優れた効果が奏せられる。

【図面の簡単な説明】

【図1】A、Bは、各々、実施例における試験方法と試験片の加熱について示した図である。

【図2】実施例1のひずみ曲線を示した図である。

【図3】実施例2のひずみ曲線を示した図である。

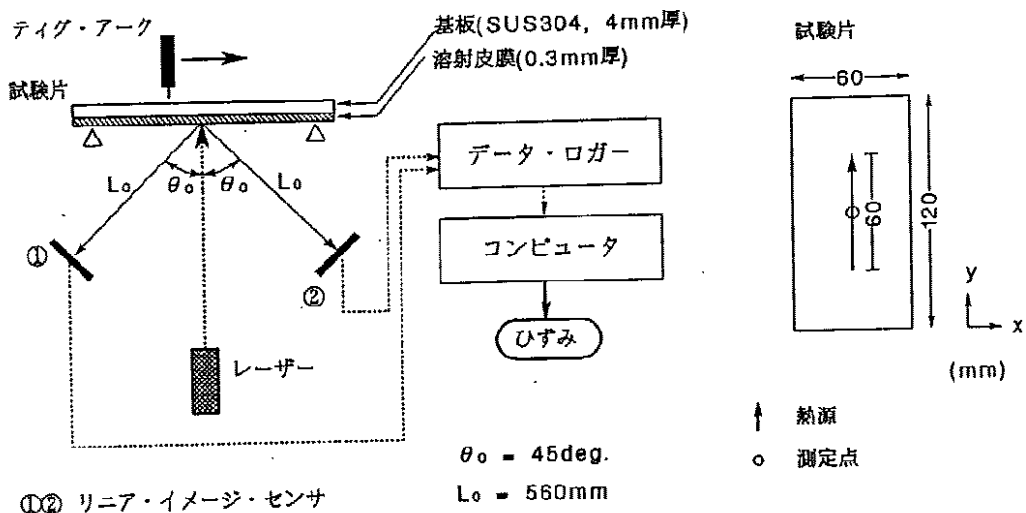
【図4】図3についてより長時間の経緯を示した図である。

【図5】実施例2および3についての四点曲げ試験の結果を示した図である。

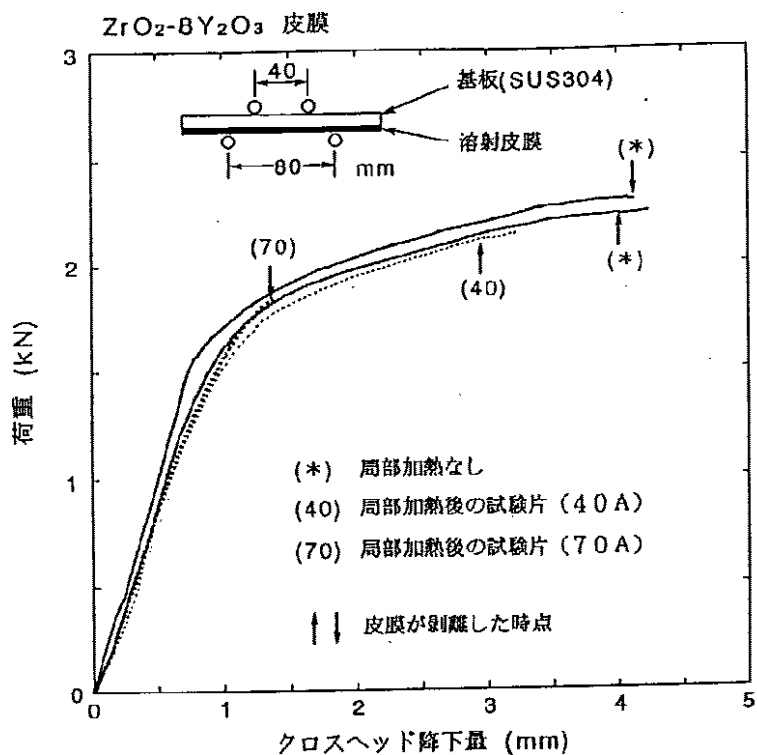
【図6】実施例3のひずみ曲線を示した図である。

【図7】図6についてより長時間の経緯を示した図である。

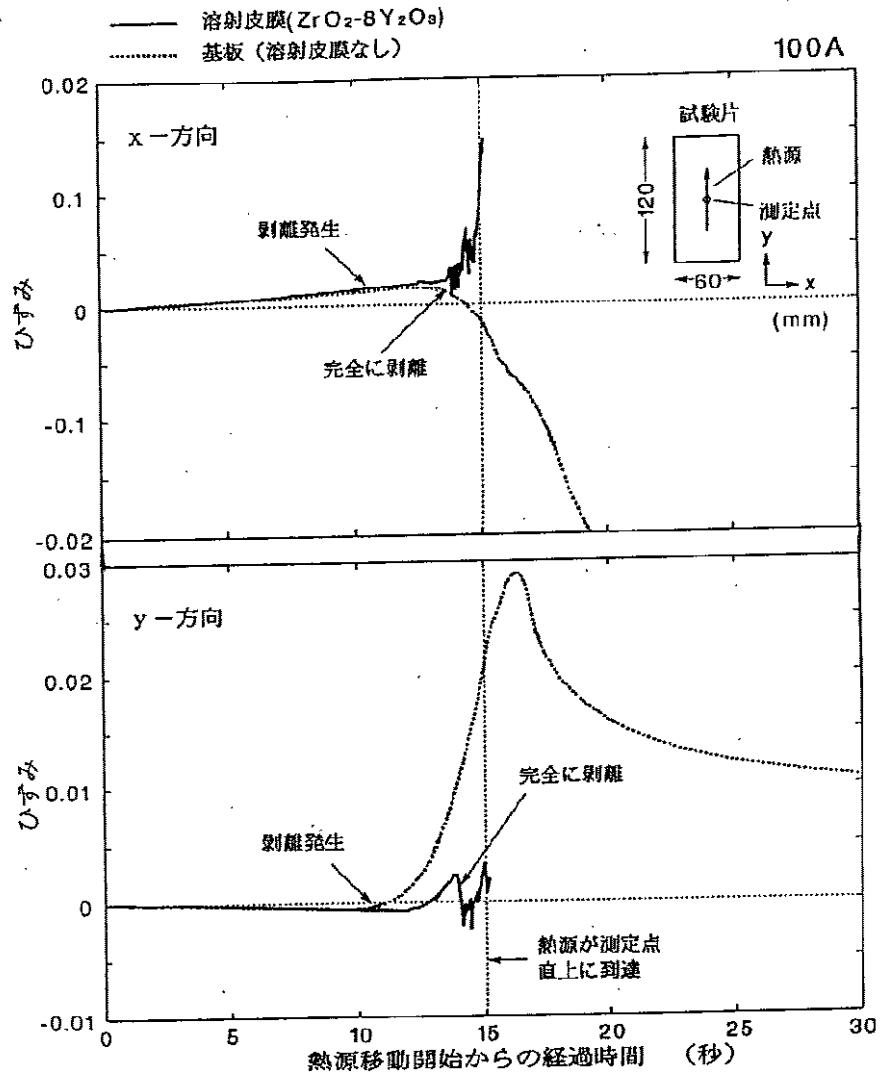
【図1】



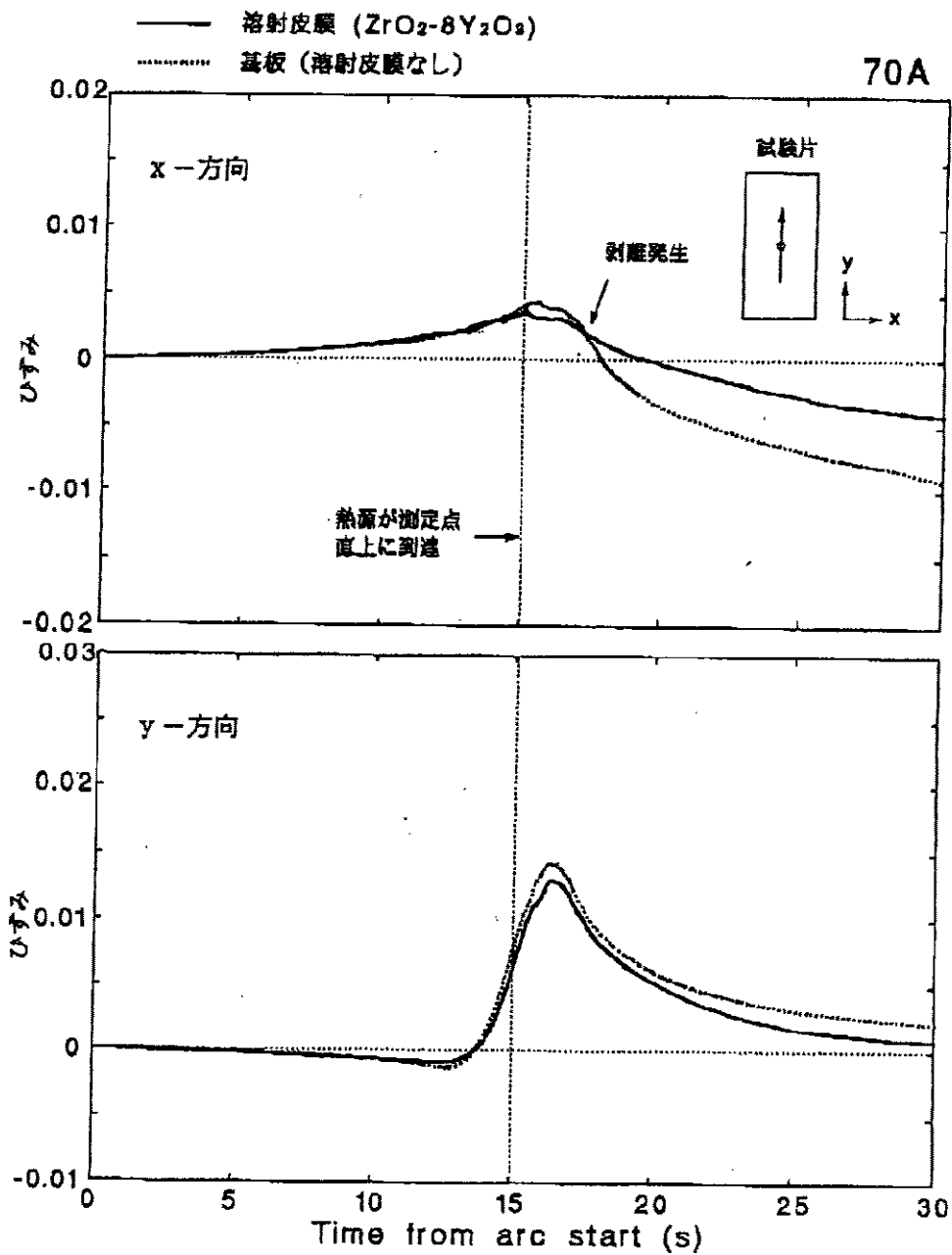
【図5】



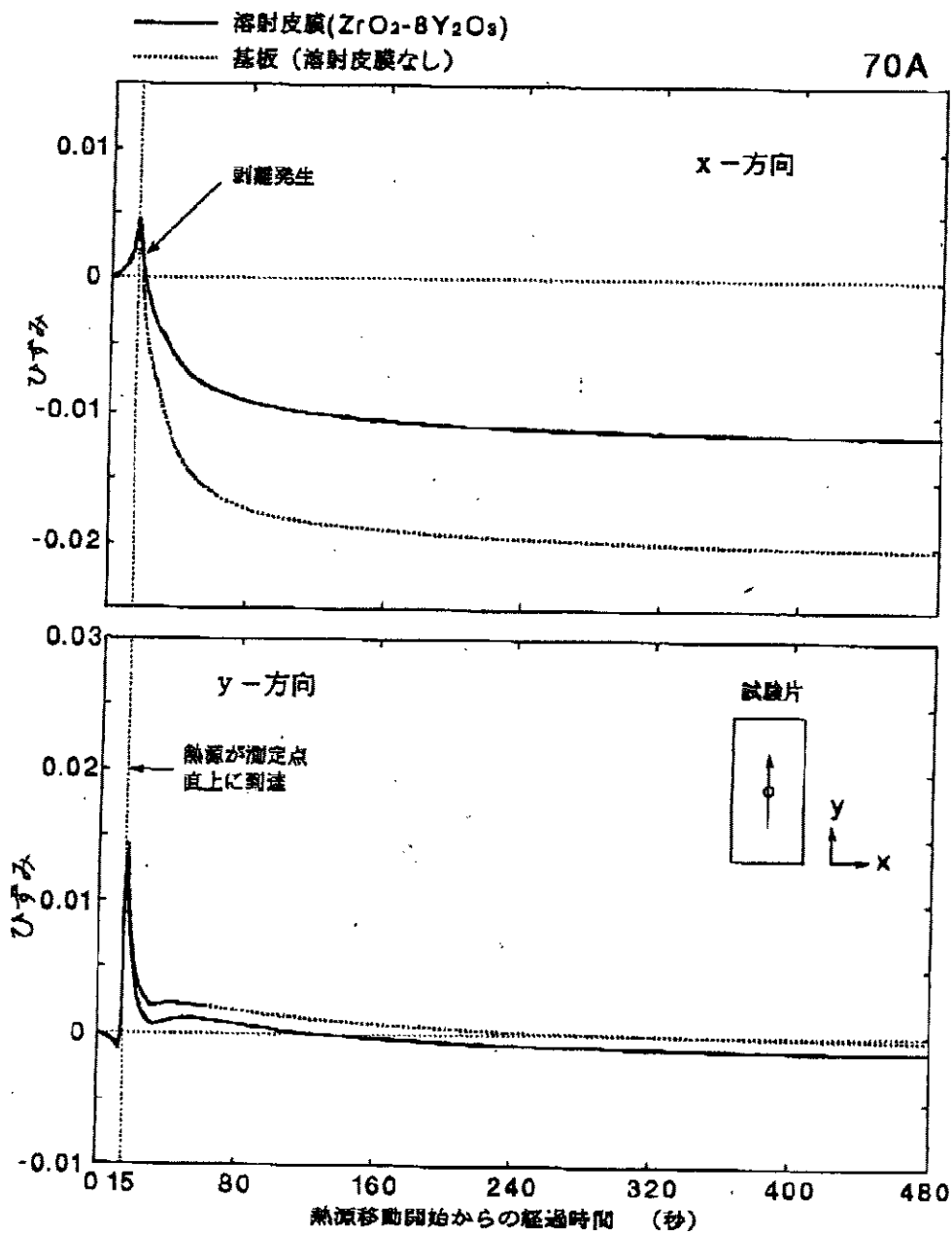
【図2】



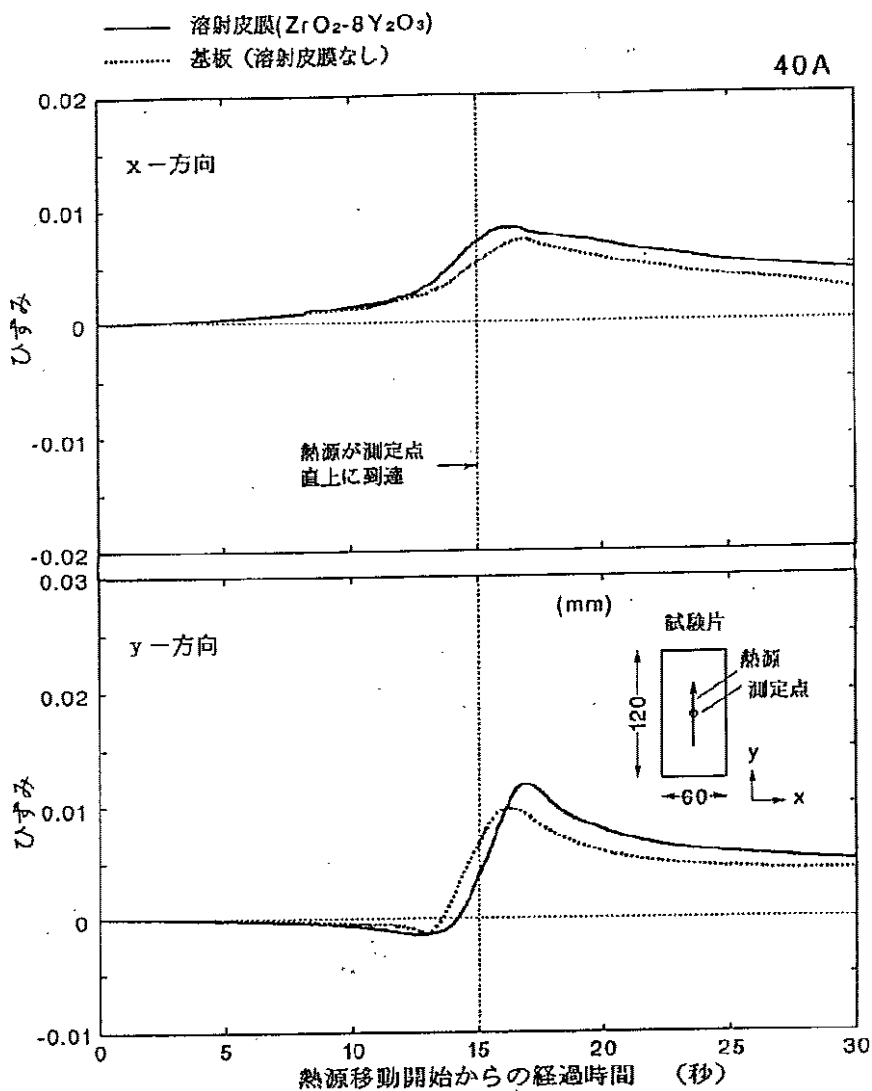
【図3】



【図4】



【図6】





【図7】

