

## トピックス

放射光高エネルギー X 線によるボンドコート層の  
高温内部応力測定鈴木賢治<sup>1\*</sup>, 田中啓介<sup>2</sup>, 秋庭義明<sup>2</sup>  
西尾光司<sup>3</sup>, 川村昌志<sup>3</sup>, 尾角英毅<sup>3</sup><sup>1</sup>新潟大学教育人間科学部\*, <sup>2</sup>名古屋大学工学研究科, <sup>3</sup>川崎重工工業株式会社Measurements of Internal Stresses in Bond Coating Using  
High Energy X-rays from Synchrotron Radiation SourceKenji SUZUKI<sup>1</sup>, Keisuke TANAKA<sup>2</sup>, Yoshiaki AKINIWA<sup>2</sup>,  
Koji NISHIO<sup>3</sup>, Masashi KAWAMURA<sup>3</sup> and Hideki OKADO<sup>3</sup><sup>1</sup>Faculty of Education and Human Sciences, Niigata University,<sup>2</sup>Department of Mechanical Engineering, Nagoya University, <sup>3</sup>Kawasaki Heavy Industries Ltd. Co.

## Abstract

Thermal barrier coating (TBC) techniques enable high temperature combustion of turbines made of Ni-base alloy. TBC is made of zirconia top coating on NiCoCrAlY bond coating. The internal stresses in the bond coating play essential role in the delamination or fracture of TBC in service. With the X-rays from laboratory equipments, it is impossible to measure nondestructively the internal stress in the bond coating under the top coating. Synchrotron radiations with a high energy and high brightness have a large penetration depth as compared with laboratory X-rays. Using the high energy X-rays from the synchrotron radiation, it is possible to measure the internal stress in the bond coating through the top coating.

In this study, the furnace, which can heat a specimen to 1473 K, was developed for the stress measurement of the thermal barrier coatings. The internal stresses in the bond coating were measured at the room temperature, 773 K, 1073 K and 1373 K by using the 311 diffraction from Ni<sub>3</sub>Al with about 73 keV energy X-ray. The internal stresses were obtained through the top coatings with the thickness of 0.24 mm. At the room temperature, the bond coating had the large tensile internal stress. The tensile stress decreased with increase in temperature, and the internal stress relaxed above 1073 K owing to softening of the bond coating. The behaviour of the internal stresses in the bond coating was explained from the difference in the thermal expansions between the top coating and the bond coating.

## 1. はじめに

ガスタービンの高温燃焼により高熱効率を実現するために動翼および燃焼器をはじめとする高温部材には、遮熱コーティング (TBC) が施される。TBC は、Ni 基超合金の基材に NiCoCrAlY のボンドコート層を施し、その上にトップコートとして ZrO<sub>2</sub> をプラズマ溶射するものである。現在、TBC 技術の導入により基材の融点を超える温度での燃焼を達成し、より高温燃焼をめざし開発が進められている<sup>1)</sup>。しかし、高温・過酷環境にさらされる TBC には、基材とトップコートの熱ひずみによる残留応力、ボンドコート層の酸化およびコーティングのはく離など課題も多い。これらの課題を解決し、信頼性の高い TBC を実現することは、環境およびエネルギーの面からも重要である。

トップコート表面の残留応力を非破壊的に測定することは、研究室レベルの X 線回折装置で可能であり、実際に著者らは TBC のトップコートの残留応力を X 線法により測定する手法を開発してきた<sup>2-4)</sup>。しかし、研究室の X 線装置では、X 線のエネルギーレベルが低く、かつ X 線源の強度が小さいために、内部での残留応力分布あるいはボンドコート層の残留応力を求めるには、表面を研磨除去して逐次 X 線測定するしか方法がない。

これに対してシンクロトロン放射光は、高エネルギー X 線の大きな透過力と高輝度 X 線の優れた特徴を持つため、トップコート深部およびボンドコート層の残留応力を非破壊的に測定することが期待されている。特に、ボンドコートの残留応力を知ることは、トップコートのはく離特性を明らかにするために不可欠であるにもかかわらず、ボンドコートの残留応力測定の研究はほとんどない。また、TBC は高温で使用されるため、高温での応力をその場測定することはより重要である。ヨーロッパの ESRF では、300 keV の白色 X 線を利用して TBC と基材を透過してボンドコートの回折が測定されている<sup>5)</sup>。この研究では、残念ながらボンドコートの回折を測定したのみであり、ボンドコートの結晶や回折ピークの指数付けも検討されていない。また、残留応力の測定もなされていない。しかし、ESRF では白色光を利用した残留応力測定の研究に力を入れており、3 軸応力解析など<sup>6)</sup>、今後の研究が期待される。米国アルゴンヌ国立研究所の放射光施設 APS では、放射光による残留応力測定の予備的実験が開始され、応力測定精度について角度分散法とエネルギー分散法の比較検討が報告されている<sup>7)</sup>。このように諸外国の放射光による残留応力測定の研究動向を見ても、日本での放射光を利用

\* 新潟大学教育人間科学部 〒950-2181 新潟市五十嵐 2 の町 8050  
TEL: 025-262-7087 FAX: 025-262-7087 E-mail: suzuki@ed.niigata-u.ac.jp

した応力測定および白色 X 線を利用した応力測定の研究を早急に確立する必要がある。

放射光の高エネルギー・高輝度 X 線源を利用すれば、トップコート透過して本当にボンドコートの回折が得られるのか、残留応力測定に必要な精度を得ることができるのか、など多くの期待が放射光に集まっている。また、このとき対象材料の応力測定に適した波長と回折格子面の選択も検討しなければならない。その意味では、放射光による X 線応力測定はまだ黎明期といっても過言ではない。

本稿では、多結晶体の残留応力測定の原理を述べた後、高輝度光科学研究センター (SPring-8) の高エネルギー X 線の強い透過力を利用したジルコニア・トップコートを介して非破壊的にボンドコートの内部応力を測定について述べる。ここでは、高温加熱装置を試作して、高温での内部応力測定を可能とした。

## 2. X 線応力測定法

材料の応力状態が平面応力状態であると仮定する。X 線光学系と試料が Fig. 1 に示すようになる場合、試料法線と回折角補角中心のつくる角を  $\psi$  とする。その時、応力  $\sigma_x$  と回折角  $2\theta_\psi$  の関係は次式となる<sup>8)</sup>。

$$2\theta_\psi = -\frac{2(1+\nu_X)}{E_X} \tan \theta_0 \sigma_x \sin^2 \psi + \frac{2\nu_X}{E_X} (\sigma_x + \sigma_y) \tan \theta_0 \quad (1)$$

ただし、式中の  $E_X$ ,  $\nu_X$  は、それぞれヤング率およびポアソン比を示す。 $\sigma_y$  は  $\sigma_x$  と垂直な応力である。また、 $2\theta_0$  は、その結晶の無ひずみの回折角である。この式を  $\sin^2 \psi$  で偏微分して、 $\sigma_x$  について整理すると

$$\sigma_x = K \cdot M \quad (2)$$

$$K = \frac{-E_X}{2(1+\nu_X)} \cot \theta_0 \quad (3)$$

$$M = \frac{\partial 2\theta_\psi}{\partial \sin^2 \psi} \quad (4)$$

が得られる。ゆえに、 $\psi$  角を変えながら回折角  $2\theta_\psi$  を測定

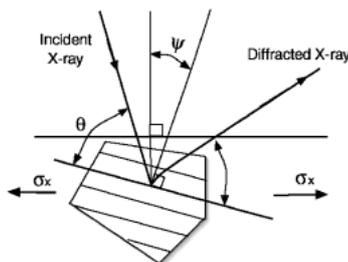


Figure 1. Coordinates system for X-ray stress measurement.

し、 $\sin^2 \psi$  と  $2\theta_\psi$  の関係をプロットして  $2\theta\text{-}\sin^2 \psi$  線図を作成し、その回帰直線の傾き  $M$  を求めることで、応力  $\sigma_x$  を測定することができる。なお、上式の  $K$  は応力定数といわれる。また、式(1)中の弾性定数は、X 線の弾性定数と称され、一般に機械的弾性定数と異なるため、実測が必要である。

X 線の弾性定数を測定するには、材料に既知の応力  $\sigma_A$  を負荷し、逐次  $2\theta\text{-}\sin^2 \psi$  線図を作成する。式(2)の関係より、

$$M = \frac{-2(1+\nu_X)}{E_X} \tan \theta_0 \sigma_A \quad (5)$$

となり、負荷応力  $\sigma_A$  と傾き  $M$  の直線関係の勾配より X 線の弾性定数  $E_X/(1+\nu_X)$  を得ることができる。同様に式(1)の関係より、

$$\frac{\nu_X}{E_X} = \frac{1}{2} \tan \theta_0 \frac{\partial 2\theta_\psi}{\partial \sigma_A} \quad (6)$$

の関係が得られる。ゆえに、各負荷応力  $\sigma_A$  における  $2\theta\text{-}\sin^2 \psi$  線図の  $y$  軸切片  $2\theta_{\psi=0}$  の値と負荷応力  $\sigma_A$  の直線関係から、X 線の弾性定数  $E_X/\nu_X$  を求められる。

## 3. 実験方法

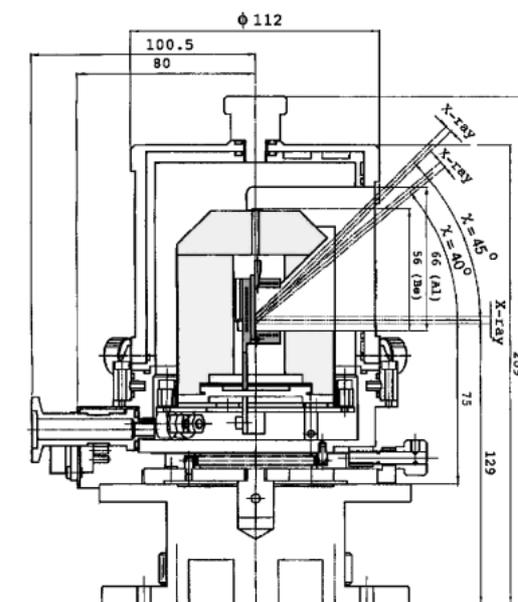
### 3.1 材料および試験片

板厚 2 mm の Ni 基超合金を基材とし、その上にボンドコートとして NiCoCrAlY を減圧プラズマ溶射した。厚さ約 0.2 mm のボンドコートの上に 8 wt%  $Y_2O_3\text{-}ZrO_2$  を大気プラズマ溶射し、膜厚約 0.24 mm のトップコートを施した。これを真空中で後熱処理した後、機械加工により切出し、幅 8 mm、長さ 20 mm の TBC 試験片を製作した。放射光 X 線によるトップコートの透過力を調べるために、トップコート厚さを研磨にて調整する際に残留応力が生じないように粒径 1  $\mu\text{m}$  のダイヤモンドスラリーにてバフ研磨した。

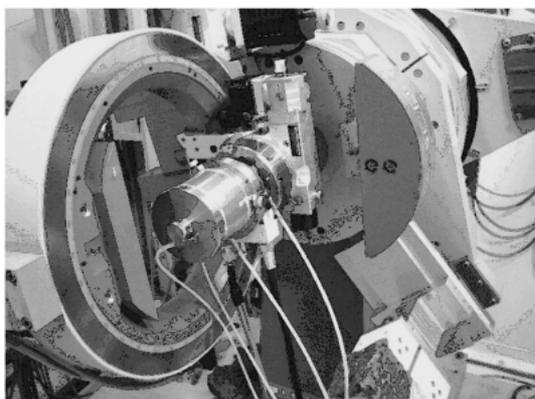
その他、基材の上に減圧プラズマ溶射にて 1 mm 厚さのボンドコートを同様に製作し、基材を機械加工で除去することにより、ボンドコート単体の試験片を製作した。その試験片の寸法は、幅 8 mm、長さ 60 mm および厚さ 1 mm である。ボンドコート単体試験片にひずみゲージを貼り、引張試験によりボンドコートの機械的弾性定数を求めた。その結果、ヤング率が 158 GPa、ポアソン比が 0.27 を得た。

### 3.2 試料加熱装置

本報告では、1473 K まで試料を加熱できる高温試料加熱装置を SPring-8 のビームライン BL02B1 用に試作した。その高温加熱装置の製図を Fig. 2(a) に示す。その概観を Fig. 2(b) に示す。この炉は、応力を測定するために X 線入射角度を  $\psi = 0 \sim 45^\circ$  にできるようにベリリウム窓



(a) Drawing



(b) Photograph

Figure 2. Furnace.

および断熱材の開口部を大きくしている特徴をもっている。白金発熱体で試料を加熱し、高緻密アルミナ試料台の後ろに温度測定用の白金・白金ロジウム熱電対を設置した。炉は大気、ガス雰囲気、真空での高温実験に対応している。ゴニオメータや他の装置への熱輻射を防ぐために外側のベリリウム窓に加え内部の断熱材の周りをニッケル箔で覆っている。また、冷却水を回して構造体を水冷している。炉の温度調整は、PID制御されている。試料ホルダーに入る試験片の板厚は2 mm、幅は20 mmである。

本実験では、試料を室温、773 K、1073 K および1373 K の設定温度に昇温・保持して残留応力を測定した。温度の制御は設定温度に対して $\pm 1$  K 以内に保持できた。

### 3.3 X線応力測定条件

あらかじめ実験室装置を用いてボンドコートのX線の弾性定数を測定した。ボンドコート単体の試験片の裏面に抵抗線ひずみゲージを貼り、 $1200 \times 10^{-6}$  から  $-800 \times$

Table 1. X-Ray conditions for stress measurement

Crystal system	$a_0 = 0.35844$ nm
Diffraction	Ni <sub>3</sub> Al, 220
Radiations	Cr-K $\alpha$
Diffraction angle $2\theta_0$	129.35 deg
Tube voltage	40 kV
Tube current	30 mA
Filter	V
Preset time	10 sec
Scanning	0.1 deg/step
Divergent angle	0.64°
Irradiated area	4 × 8 mm <sup>2</sup>
$\sin^2 \psi$	0~0.6 (step 0.1)

Table 2. Conditions for stress measurement of bond coatings with synchrotron radiations

Wavelength (nm)	0.016932
Slit size, (width × height)	2 × 0.5 mm <sup>2</sup>
Crystal	Ni <sub>3</sub> Al
Diffraction	311
Diffraction angle $2\theta$	9.0135 deg
Stress constant $K$ (MPa/deg)	
R.T.	-19486
773 K	-17128
1073 K	-15452
1373 K	-12101

$10^{-6}$  の曲げひずみを  $400 \times 10^{-6}$  間隔で与え、 $2\theta\text{-}\sin^2 \psi$  法により逐次 X 線応力測定を行った。実験条件を **Table 1** に示す。Cr-K $\alpha$  特性による Ni<sub>3</sub>Al の 220 回折を利用した。ピーク決定は半価幅法により決定した。なお、ボンドコートの組織、結晶構造についての詳細は後述する。応力測定には並傾法を用いた。

一方、放射光実験は SPring-8 のビームライン BL02B1 を利用した。高エネルギー X 線を利用することから回折角が低角度になるので、応力測定法は並傾法でなく側傾法を用いた。また、トップコートおよびボンドコートから多数の回折ピークが重なることも懸念されるので、回折線幅の広がりを抑え、応力測定の精度を確保するために長尺のソーラスリットを受光側に設置した。放射光による実験条件を **Table 2** に示す。室温の X 線の弾性定数は、前述の X 線実験による Ni<sub>3</sub>Al の 220 回折から求めたものを用いた。放射光実験で利用する回折は 311 回折であり、220 回折と異なるが、極端に大きな差異はないものとした。また、表中の高温でのボンドコートの応力定数は、Ni 基超合金のヤング率の温度依存性をもとに比例計算して求めた。

#### 4. 実験結果および考察

##### 4.1 ボンドコート層の X 線回折

Figure 3(a)にボンドコート単体試験片の研磨した表面の走査電子顕微鏡の二次電子線像 (SEI) を示す。プラズマ溶射したときに生成した気孔が見られるが、減圧プラズマによるコーティングのために気孔は多くない。また、ボンドコート層に凝固・収縮により発生したき裂は見られない。以上のことから、この試験片ではジルコニア・トップコートと異なり凝固ラメラ組織やき裂がないので、ゲージを直接貼る方法で機械的および X 線の弾性定数を測定した。

Figure 3(b)に、ボンドコートの研磨面の反射電子線像 (BEI) を示す。この EPMA (Electron Probe Microanalysis) による定性分析により、写真の白い組織は Cr, Co の組成であること、黒い組織は Al, Ni の組成であることが確認された。

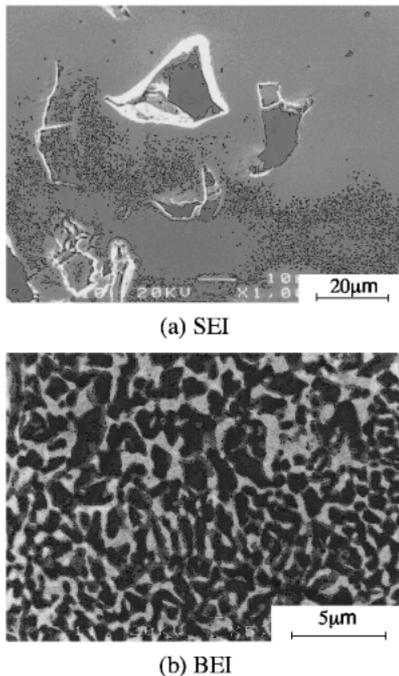


Figure 3. SEM photograph of polished surface of bond coat.

X 線応力測定では、対象とする材料の組成、結晶構造を明確にしておく必要がある。とりわけ、高エネルギー X 線で測定する場合は高次の回折ピークが数多く出現する。そのため、複雑な組成を持つ材料においては混乱を招く場合が多い。本研究のボンドコート層の結晶構造を確定するために、ボンドコート単体の試験片のシンクロトロン放射光による回折結果とリートベルトによる解析シミュレーションを行った結果を併せて Fig. 4 に示す。NiAl, Ni, Cr, Co,  $M_4AlY$ ,  $Ni_3Al$  など可能性のある結晶についてリートベルト解析した。その結果、 $Ni_3Al^{(9)}$  と 30 at% Co を固溶する  $Cr^{(10)}$  の場合のみが、Fig. 4 のようにきれいに一致する。以上のことから、Fig. 3(b) の写真の白い組織は 30 at% Co-Cr、黒い組織は  $Ni_3Al$  である。 $NiCoCrAlY$  の組成については、 $\beta$ -NiAl と Ni の混合組織とする報告<sup>11)</sup> や NiCr の母相に NiAl が析出するという報告<sup>12)</sup> があるが、いずれも結晶構造解析を行っておらず、曖昧になっていた。本研究における  $NiCoCrAlY$  の解析は、X 線による結晶構造も確認しているの信頼できる。本研究によりボンドコートの結晶構造が明確となり、X 線応力測定が可能となった。

さて、前述のようなボンドコートの残留応力分布を測定するとき、高エネルギー X 線がトップコートを透過してボンドコート層に達し、その回折がボンドコートの残留応力測定に悪影響を及ぼす。500  $\mu m$  および 100  $\mu m$  厚さのジルコニア・トップコートの高エネルギー X 線回折とボンドコート単体の回折を併せた結果を Fig. 5 に示す。500  $\mu m$  および 100  $\mu m$  厚さの TBC 試験片の回折曲線を比較すると、トップコート厚さ 500  $\mu m$  の回折では存在しない回折ピークが、トップコート厚さ 100  $\mu m$  の TBC の回折に現れる。図中に示すように、これらのピークにボンドコート単体の回折ピーク (破線) を重ねるときれいに対応する。すなわち、100  $\mu m$  のトップコートを介してボンドコートの回折を得ることができる。特に、 $Ni_3Al$  の 311 回折は回折強度も大きく、膜厚 100  $\mu m$  のジルコニアを透過して回折ピークの測定が可能である。さらに、他の回折ピークとあまり重なっていない利点がある。このピークを利用することで、TBC 膜下のボンドコートの残留応力を測定できる可能性が高い。

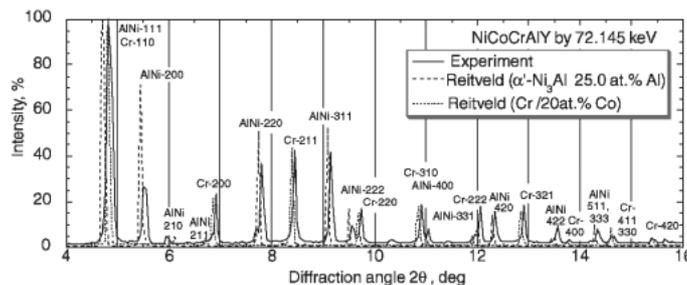


Figure 4. X-ray diffraction profile of NiCoCrAlY and simulation results by Rietveld method.

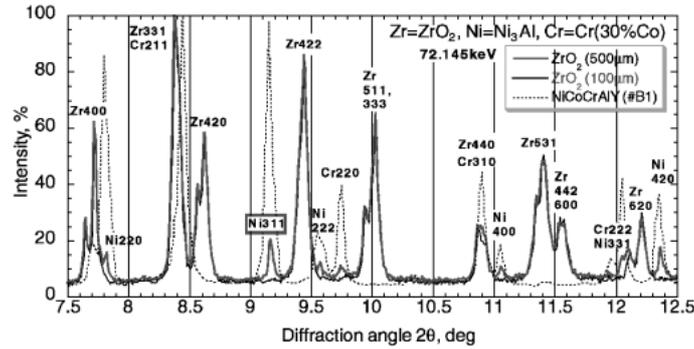


Figure 5. X-ray diffraction profiles of TBC and NiCoCrAlY.

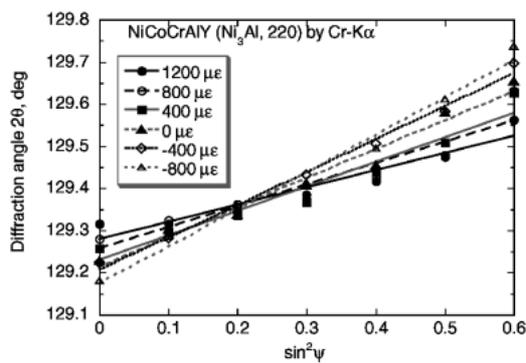
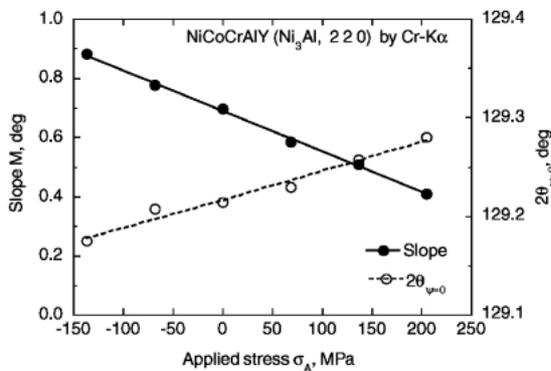
(a)  $2\theta$ - $\sin^2\psi$  diagram(b) Change in  $M$  and  $2\theta_{\psi=0}$ 

Figure 6. Experimental results of measuring X-ray elastic constants of bond coat.

#### 4.2 ポンドコート層の X 線の弾性定数

測定した機械的弾性定数を用いて曲げひずみを負荷して X 線応力測定により逐次  $2\theta$ - $\sin^2\psi$  線図を作成し、X 線の弾性定数を求めた。負荷応力は、平板の曲げと仮定して計算した。各曲げひずみに対する  $2\theta$ - $\sin^2\psi$  線図を **Fig. 6** に示す。**Figure 6(a)** に示すように、各負荷ひずみに対する  $2\theta$ - $\sin^2\psi$  線図の直線関係もよく、回折角のずれもない。 $2\theta$ - $\sin^2\psi$  線図の傾きが無負荷で正になっているのは、試験片製作における研削加工の影響により試験片表面に圧縮

Table 3. Mechanical elastic constants for NiCoCrAlY and X-ray elastic constants for  $\text{Ni}_3\text{Al}$ -220 by Cr-K $\alpha$ 

Mechanical elastic constants			X-Ray elastic constants		
$E$	$\nu$	$E/(1+\nu)$	$E_X$	$\nu_X$	$E_X/(1+\nu_X)$
158 GPa	0.270	124 GPa	223 GPa	0.267	176 GPa

残留応力が生じているためである。

負荷応力  $\sigma_A$  に対する  $2\theta$ - $\sin^2\psi$  線図の傾き  $M$  および  $y$  軸切片の値  $2\theta_{\psi=0}$  の直線関係を **Fig. 6(b)** にまとめて示す。負荷応力の変化に対する傾き  $M$  および  $y$  軸切片の値  $2\theta_{\psi=0}$  の変化もきれいな直線関係となり、信頼できる測定結果が得られた。

得られた機械的および X 線の弾性定数を **Table 3** にまとめた。ポンドコートの機械的弾性定数と比較して  $\text{Ni}_3\text{Al}$  の 220 回折の X 線の弾性定数が大きな値となった。前述のように、ポンドコートの組織は Cr 相と  $\text{Ni}_3\text{Al}$  相の複合組織であり、本測定ではこの多相材中の  $\text{Ni}_3\text{Al}$  相を測定した。 $\text{Ni}_3\text{Al}$  の結晶は、Cr の結晶に比較して大きなヤング率をもつので、 $\text{Ni}_3\text{Al}$  相の X 線のヤング率は、ポンドコートの機械的ヤング率より大きな値となった。ポンドコートの機械的弾性定数は、両相の複合したものを測定した。

#### 4.3 高温残留応力

実験に先立ち、高温加熱装置を利用して大気中で TBC の回折曲線を測定した。**Figure 7** にトップコート厚さ  $T_c = 240 \mu\text{m}$  の試料の一例を示す。温度上昇により格子定数が大きくなり、回折ピーク位置がきれいに低回折角度側に移動している様子がわかる。注目すべき点は、試料温度が大きくなるに連れて  $\text{ZrO}_2$  および  $\text{Ni}_3\text{Al}$  の回折ピーク高さが減少していることである。これは温度により熱振動が増大し、結晶の回折強度が低下するためである。高温で残留応力を測定する際は、加熱によるピーク強度の低下と傾斜角  $\psi$  角によるピーク強度の低下の両者を考慮することが大切である。**Figure 7** の回折結果からもトップコートを透過して十分な強度を得ることができ、ポンドコートの残留応力および高温での内部応力測定が可能である。

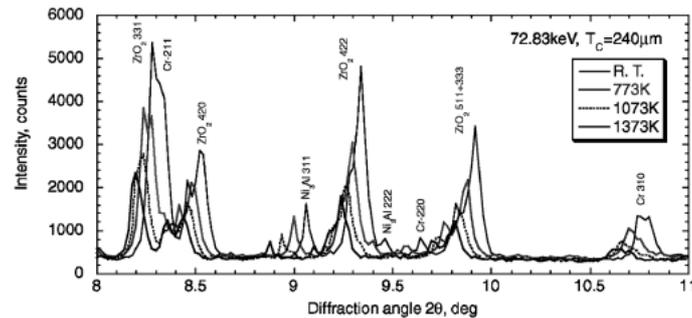


Figure 7. Profiles of TBC specimens with increase in temperature.

高温下のボンドコートの内部応力を測定するために、遮熱コーティングしたままのトップコート厚さ  $T_c=240\ \mu\text{m}$  の試料および厚さ  $T_c=83\ \mu\text{m}$  の 2 種類の試料を用意した。

本実験で試作した高温装置を利用してボンドコートの残留応力を測定した  $2\theta\text{-}\sin^2\psi$  線図を Fig. 8 に示す。  $2\theta$  と  $\sin^2\psi$  の関係に少し非線形も見られるが、応力測定は十分可能であった。

Table 2 に示す各温度に対する応力定数を用いて内部応力の値を計算した。 Figure 9 に各温度での内部応力をまとめた。 Figure 9 に示されるようにボンドコートの内部応力は、室温で引張りが測定された。 Figure 8 に示されるように、低温においては  $\sin^2\psi$  の大きい領域では、  $2\theta\text{-}\sin^2\psi$  線図の傾きがより負に大きい。  $\sin^2\psi$  の大きい領域は X 線侵入深さが浅いので、ボンドコートとトップコートの界面付近でより大きな引張り内部応力の存在が予測される。これは、高温から冷却される過程で、熱膨張係数の小さいトップコートに比較して熱膨張係数の大きいボンドコート層に引張り応力が生じることで説明できる。そして、ボンドコートはトップコートより熱膨張が大きいので、ボンドコートの応力は、温度上昇により圧縮側に移行する。しかし Fig. 9 をみると、1073 K 以上では内部応力が消失している。これは、ボンドコートの高温での軟化が原因と思われる。このことから、基材、ボンドコート、トップコートの熱ひずみによる内部応力が問題となるのは、室温から1073 K までの温度範囲と言える。

トップコートの厚さの薄い  $83\ \mu\text{m}$  の内部応力に関して、厚さ  $240\ \mu\text{m}$  と同様の結果が得られた。ただし、トップコートの厚さが薄いため、トップコートによる熱ひずみの拘束が小さく、厚さ  $240\ \mu\text{m}$  の引張応力よりもやや小さい内部応力を示した。このことから、トップコートが厚くなるに従いボンドコートの拘束が大きくなり、ボンドコートの内部応力はより大きくなることが明らかになった。

## 5. まとめ

本研究では、SPring-8 の約73 keV の高エネルギー X 線を利用して、遮熱コーティングのボンドコート層の高温内部応力挙動を測定した。この波長レベルで  $0.2\ \text{mm}$  程度のジ

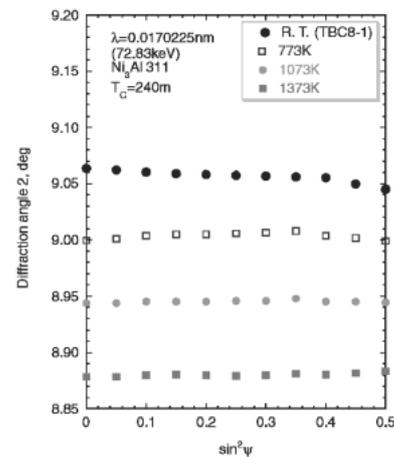
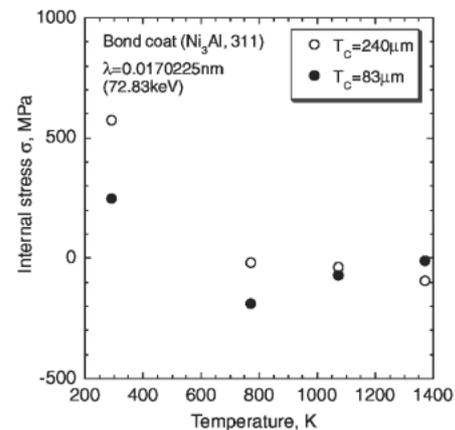
Figure 8.  $2\theta\text{-}\sin^2\psi$  diagram for bond coating.

Figure 9. Change in internal stresses of bond coating with increase in temperature.

ルコニア・トップコートを十分に透過してボンドコートの内部応力の測定が可能であることを実証した。エネルギー約73 keV の X 線によるトップコートの透過能は十分であり、  $\text{Ni}_3\text{Al}$  の311回折は回折強度も強く孤立ピークであることから、本実験の波長と回折格子面の選択は、ボンドコートの内部応力測定に好適の条件であった。

また、高温加熱装置を試作して高温での内部応力を測定した。ボンドコートの高温内部応力の挙動は、ボンドコートとトップコートの熱ひずみにより説明できた。室温では高温からの冷却により、ボンドコートには引張り内部応力が生じるが、1073 K 付近からボンドコートの軟化により、ボンドコートの内部応力が緩和された。このため、ボンドコートとトップコートの内部応力が問題となるのは、1073 K から室温までの領域であることが明らかになった。

高輝度放射光による内部応力測定 of 解明の課題は、産業界の要望も強く、多くの研究が山積している。今後の放射光による内部応力解析の研究の発展を大いに期待する。

### 謝辞

本研究の遂行に当たり、BL02B1 ビーム担当の池田直博士をはじめ佐藤真直博士、広澤一郎博士および多くの高輝度光科学研究センターの研究者のご援助をいただいた。ここに記して感謝の意を表します。

本研究は、高輝度光科学研究センター共同利用研究(2001B-0063-ND-np, 2002A-0116-ND1-np)、平成13年度トライアルユース(TU-3)および文部科学省科学研究費補助金基盤研究(C)(No. 13650078)の援助を受けた。

ここに記して感謝の意を表します。

### 参考文献

- 1) 原田広史: ふえらむ **7**, 153 (2002).
- 2) 鈴木賢治, 町屋修太郎, 田中啓介, 坂井田喜久: 日本機械学会論文集, A 編 **67**-655, 417 (2001).
- 3) 鈴木賢治, 町屋修太郎, 田中啓介, 坂井田喜久: 日本機械学会論文集, A 編 **67**-660, 1325 (2001).
- 4) K. Suzuki, K. Tanaka, S. Machiya and Y. Sakaida: MSRI, STP-1, 307 (2001).
- 5) W. Reimers, M. Broda, G. Brusch, D. Dantz, K.-D. Liss, A. Pyzalla, T. Schmacjers and T. Tschenschler: J. Nondestructive Eval. **17**, 129 (1998).
- 6) A. Pyzalla: J. Nondestructive Eval. **19**, 21 (2000).
- 7) Y. Xiao, M. Lee, D. E. Wittmer, T. Graber, J. Gebhardt, P. J. Viccaro, S. M. Mini, J. Linton and M. Beno: Rev. Sci. Instrum. (USA) **73**, 1390 (2002).
- 8) 日本材料学会, X線応力測定標準(セラミックス編), 25 (2000).
- 9) W. B. Pearson: A Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals and Alloys, 377 (1958).
- 10) 同上文献, 502 (1958).
- 11) J. M. Veys, A. Riviere and R. Mevrel: 1st. Plasma Technik Symposium **2**, 115 (1988).
- 12) 伊藤義康, 斉藤正弘, 宮崎松生, 本多啓三: 材料 **43**-489, 690 (1994).

## キーワード

Key words: Thermal barrier coating, Internal stress, Residual stress, X-ray stress measurement

### 遮熱コーティング

高温機械部材の遮熱のためのコーティング。特に航空機用ジェットエンジン、ガスタービンエンジンの燃焼器およびタービン翼に施される。これらの部材は、基材のNi基超合金の融点を超える温度で運転されるために、遮熱コーティングにより熱バリアを作り、基材の温度を下げている。材料としては、Ni, Co, Cr, Al, Yの粉末をプラズマ溶射により溶滴にてコートされるボンドコート層にジルコニア粉末をプラズマ溶射するトップコート層からなる。

### 内部応力

遮熱コーティングは、基材、ボンドコート、トップコートによりそれぞれ高温で成膜されるために温度差に起因する熱応力を持つ、さらに熱膨張係数の各材料の差による残留応力を持っている。これらの遮熱コーティング膜には、高温運転と停止による室温の温度差の中で、激しい熱サイクルによる内部応力を生じる。温度の変化に伴う熱応力と残留応力など全てを含めて内部応力という。

### 残留応力

一般に、残留応力は内部応力の中で室温に残っている応力をいう。この応力を正確に測定することにより、内部応力も正確に評価できる。遮熱コーティングのはく離および信頼性を高めるために正確な測定が期待されている。

### X線応力測定

残留応力を測定する方法として、一つは、研磨除去による曲率の変化を測定する方法、穴をあけたときのひずみの解放を測定するなどの破壊法とX線、超音波などによる非破壊法がある。また、本測定方法では、X線の結晶回折により結晶の弾性ひずみを直接測定する優れた方法である。X線応力測定は、結晶回折を利用するために各相の応力を測定することもできる利点もある。また、結晶回折という物理的根拠を持っているために多様な解析方法がある。多結晶、等方材料であれば、平面応力を仮定した $\sin^2\psi$ 法があり、日本材料学会でX線応力測定の標準を制定している。