

ナノカーボン複合コーティング膜の密着強度評価に関する 境界要素逆解析

BOUNDARY ELEMENT INVERSE ANALYSIS FOR ADHESION STRENGTH OF NANO-CARBON COMPOSITE COATING FILM

平工 淳樹¹⁾, 杉浦 大介²⁾, 柳澤 隆³⁾, 西村 正臣⁴⁾, 伊藤 寛明⁵⁾, 長 秀雄⁶⁾, 後藤 圭太⁷⁾, 荒井 政大⁸⁾

Atsuki HIRAKU, Daisuke SUGIURA, Takashi YANAGISAWA, Masaomi NISHIMURA

Hiroaki ITO, Hideo CHO, Keita GOTO and Masahiro ARAI

- | | | | |
|------------------|-------------|--------------------|--|
| 1) 名古屋大学工学研究科 | (〒 464-8603 | 名古屋市千種区不老町, | E-mail: hiraku.atsuki@e.mbox.nagoya-u.ac.jp) |
| 2) 信州大学理工学系研究科 | (〒 380-8553 | 長野市若里 4-17-1, | E-mail: sugiura@str.shinshu-u.ac.jp) |
| 3) 株式会社 GSI クレオス | (〒 210-0855 | 川崎市川崎区南渡田町 1-12-C, | E-mail: t.yanagisawa@gsi.co.jp) |
| 4) 信州大学工学部 | (〒 380-8553 | 長野市若里 4-17-1, | E-mail: nishimu@shinshu-u.ac.jp) |
| 5) 近畿大学工学部 | (〒 739-2116 | 東広島市高屋うめの辺 1, | E-mail: h-ito@hiro.kindai.ac.jp) |
| 6) 青山学院大学理工学部 | (〒 252-5258 | 相模原市中央区淵野辺 5-10-1, | E-mail: cho@me.aoyama.ac.jp) |
| 7) 名古屋大学工学部 | (〒 464-8603 | 名古屋市千種区不老町, | E-mail: goto@nuae.nagoya-u.ac.jp) |
| 8) 名古屋大学工学部 | (〒 464-8603 | 名古屋市千種区不老町, | E-mail: arai@nuae.nagoya-u.ac.jp) |

In the present paper, an interfacial strength of composite plate is evaluated by using laser ultrasonic waves and wave propagation analysis. The specimens is composed of Al-alloy substrate and resin coating film containing carbon nanotube as reinforce material. The laser spallation technique of various laser irradiation has been used to induce delamination between the substrate and the coating film. The interfacial stress is estimated by inverse analysis using the displacement velocity of specimen back surface and the impulse response calculated by boundary element method. The interfacial strength between Al-alloy substrate and resin coating has been confirmed to be 40.9MPa. The obtained value is compared with result from stud pull test and the validity has been confirmed.

Key Words: Laser Ultrasonic Waves, Inverse Analysis, Boundary Element Method, Carbon Nanotube, Coating Film, Wave Propagation, Interfacial Adhesion Strength

1. 緒言

材料の耐熱性や耐食性, 耐摩耗性などの特性向上を目的として切削工具や金型など様々な機械部品に対してコーティング膜が用いられている。コーティング膜はその過酷な使用環境から, 使用中に剥離が発生するといった問題がある。そのため, 膜の健全性の指標として, コーティング膜と基材の界面の密着強度をあらかじめ定量的に測定することは重要である。一般的なコーティング膜の界面特性の評価手法としては引き剥がし試験やスクラッチ試験などが挙げられる。しかし, 引き剥がし試験では膜を引きはがすためのピンと試験片を接着する接着剤以上の強度を測定できないことや, スクラッチ試験ではせん断が支配的になり測定結果が試験片表面粗さの影響を受けやすいという問題がある。

そこで我々は近年, コーティング膜の強度評価への適用が

期待されているレーザー超音波を用いた計測手法であるレーザースポレーション試験に着目した。本試験法では基材膜からなる試験片にレーザーを照射し, その表面の熱膨張により材料内部に高周波の弾性波振動を励起させる。その後, 裏面で反射した膨張波により界面に剥離を発生させるという手法である。我々の研究グループでは金属基材に溶射膜による金属コーティングを施した試験片に対してレーザースポレーション試験を実施し, 境界要素法を用いた逆解析手法により密着強度を評価するために多くの検討を行ってきた⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾。

既報の手法では測定した試験データを Laplace 像空間領域へ変換し, Laplace 像空間領域で階数低下法を適用するといった逆問題の適切化手法を導入した。本論文では更なる精度向上のため, 細野の方法による Laplace 逆変換手法を適用し, 階数低下法を実時間領域のデータから構成される行列関係式に適用する形に変更する。これにより, 境界要素法を用

いた入力荷重および界面応力の逆解析手法の効率化および高精度化を図る。

また、レーザースポレーション試験は樹脂コーティング膜や複合材料積層板などの樹脂系材料の界面特性評価への適用も期待される。特に複合材料は層間強度や破壊靱性が著しく低く、その層間特性の取得は重要である。そのため、複合材料の動的挙動や層間特性の評価を目的としてレーザーを用いた衝撃試験も行われている⁽⁴⁾。

本論文では本試験法および解析法の樹脂系材料への適用を目的として Al 合金基材にカーボンナノチューブ分散させた複合樹脂塗料によるコーティング膜を製膜した試験片に対してレーザースポレーション試験を実施し、密着強度を評価する。試験時の振動挙動を測定し、軸対称型境界要素法により内部の応力場を試験データから逆解析的に同定する。その結果得られた界面の応力値から密着強度を決定し、ピン引張法により得られた値と比較することで本手法の妥当性を検証した。

2. 理 論

有限領域の弾性体を考え、解析領域を Ω 、その境界を S とすると、Laplace 変換領域での弾性体の変位 u_i は以下のつりあい式を満足する。ここで、 u_i は変位、 σ_{ij} は応力テンソル、 ρ は密度である。なお、物体に作用する体積力項は無視した。

$$\bar{\sigma}_{ij,j} - \rho s^2 \bar{u}_i = 0 \quad (1)$$

ここで、 s は Laplace 変換パラメータであり、上付きの添え字 $-$ は物理量の Laplace 変換を意味する。式 (1) に基本解 U_{ij} の Laplace 変換 \bar{U}_{ij} を乗じたのちに考察領域で積分し、Gauss の発散定理、Betti の相反定理を用いて領域積分を境界積分に変換すると、以下の境界積分方程式が得られる。

$$C_{ij} \bar{u}_j(P) = \int_S \{ \bar{U}_{ij}(P, Q) \bar{t}_j(Q) - \bar{T}_{ij}(P, Q) \bar{u}_j(Q) \} dS \quad (2)$$

なお、基本解 U_{ij} は時間に対して単位インパルス状に変化する集中荷重が無限弾性体に作用した場合の変位であり、 T_{ij} は基本解 U_{ij}^* に対応する物体境界上での表面力を表す。 \bar{U}_{ij} 、 \bar{T}_{ij} はそれらの Laplace 変換である。

本研究において解析対称となる基材およびコーティング膜は均質等方性材料と仮定して数値解析を行う。均質等方性弾性体における Laplace 変換された非定常同弾性問題の変位の基本解 \bar{U}_{ij}^* および表面力の基本解 \bar{T}_{ij}^* は以下の式で与えられる⁽⁵⁾。

$$\bar{U}_{ij}^*(P, Q) = \frac{1}{4\pi\mu} (\psi \delta_{ij} - \chi r_{,i} r_{,j}) \quad (3)$$

$$\begin{aligned} \bar{T}_{ij}^*(P, Q) = & \frac{1}{4\pi} \left[\left((c^2 - 2) \left(\frac{\partial \psi}{\partial r} - \frac{\partial \chi}{\partial r} - 2 \frac{\chi}{r} \right) \right. \right. \\ & \left. \left. - 2 \frac{\chi}{r} \right) r_{,i} n_{,j} + \left(\frac{\partial \psi}{\partial r} - \frac{\chi}{r} \right) \left(\frac{\partial r}{\partial n} \delta_{ij} + n_i r_{,j} \right) \right. \\ & \left. - 2 \left(\frac{\partial \chi}{\partial r} - 2 \frac{\chi}{r} \right) \frac{\partial r}{\partial n} r_{,i} r_{,j} \right] \quad (4) \end{aligned}$$

$$\psi = \left(1 + \frac{1}{\alpha_2 r} + \frac{1}{\alpha_2^2 r^2} \right) \frac{\exp(-\alpha_2 r)}{r} - \frac{1}{c^2} \left(\frac{1}{\alpha_1 r} + \frac{1}{\alpha_1^2 r^2} \right) \frac{\exp(-\alpha_1 r)}{r} \quad (5)$$

$$\chi = \left(1 + \frac{3}{\alpha_2 r} + \frac{3}{\alpha_2^2 r^2} \right) \frac{\exp(-\alpha_2 r)}{r} - \frac{1}{c^2} \left(1 + \frac{3}{\alpha_1 r} + \frac{3}{\alpha_1^2 r^2} \right) \frac{\exp(-\alpha_1 r)}{r} \quad (6)$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial \psi}{\partial r} = & \left(-\frac{1}{\alpha_2 r^2} - \frac{2}{\alpha_2^2 r^3} \right) \frac{\exp(-\alpha_2 r)}{r} \\ & + \left(1 + \frac{1}{\alpha_2 r} + \frac{1}{\alpha_2^2 r^2} \right) \left(-\frac{1}{r^2} - \frac{\alpha_2}{r} \right) \exp(-\alpha_2 r) \\ & - \frac{1}{c^2} \left\{ \left(-\frac{1}{\alpha_1 r^2} - \frac{2}{\alpha_1^2 r^3} \right) \frac{\exp(-\alpha_1 r)}{r} \right. \\ & \left. + \left(\frac{1}{\alpha_1 r} + \frac{1}{\alpha_1^2 r^2} \right) \left(-\frac{1}{r^2} - \frac{\alpha_1}{r} \right) \exp(-\alpha_1 r) \right\} \quad (7) \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \frac{\partial \chi}{\partial r} = & \left(-\frac{3}{\alpha_2 r^2} - \frac{6}{\alpha_2^2 r^3} \right) \frac{\exp(-\alpha_2 r)}{r} \\ & + \left(1 + \frac{3}{\alpha_2 r} + \frac{3}{\alpha_2^2 r^2} \right) \left(-\frac{1}{r^2} - \frac{\alpha_2}{r} \right) \exp(-\alpha_2 r) \\ & - \frac{1}{c^2} \left\{ \left(-\frac{3}{\alpha_1 r^2} - \frac{6}{\alpha_1^2 r^3} \right) \frac{\exp(-\alpha_1 r)}{r} \right. \\ & \left. + \left(1 + \frac{3}{\alpha_1 r} + \frac{3}{\alpha_1^2 r^2} \right) \left(-\frac{1}{r^2} - \frac{\alpha_1}{r} \right) \exp(-\alpha_1 r) \right\} \quad (8) \end{aligned}$$

ここで δ_{ij} は Kronecker のデルタ関数であり、その他の変数は以下に示す通りである。

$$\left\{ \begin{aligned} \mu &= \frac{E}{2(1+\nu)} \\ r &= PQ = \sqrt{r_i r_i}, \quad r_i = x_i(Q) - x_i(P) \\ r_{,i} &= \frac{\partial r}{\partial x_i} \Big|_Q = \frac{r_i}{r} \\ \frac{\partial r}{\partial n} &= \frac{\partial r}{\partial x_1} \frac{\partial x_1}{\partial n} + \frac{\partial r}{\partial x_2} \frac{\partial x_2}{\partial n} + \frac{\partial r}{\partial x_3} \frac{\partial x_3}{\partial n} \\ n_i &= a_i / \sqrt{a_x^2 + a_y^2 + a_z^2} \\ a_x &= \frac{\partial y}{\partial \xi} \frac{\partial z}{\partial \eta} - \frac{\partial z}{\partial \xi} \frac{\partial y}{\partial \eta} \\ a_y &= \frac{\partial z}{\partial \xi} \frac{\partial x}{\partial \eta} - \frac{\partial x}{\partial \xi} \frac{\partial z}{\partial \eta} \\ a_z &= \frac{\partial x}{\partial \xi} \frac{\partial y}{\partial \eta} - \frac{\partial y}{\partial \xi} \frac{\partial x}{\partial \eta} \\ c &= \frac{C_1}{C_2}, \quad C_1 = \sqrt{\frac{E(1-\nu)}{\rho(1+\nu)(1-2\nu)}}, \quad C_2 = \sqrt{\frac{\mu}{\rho}} \\ \alpha_i &= \frac{s}{C_i} \end{aligned} \right. \quad (9)$$

また、 C_{ij} は境界形状によって決まる位置定数であり、P は単位集中力を加えるソース点、Q は積分点 (観測点) である。式 (2) を離散化し、適切な境界条件のもとに解けば、弾性体内の応力および変位の Laplace 変換解が求められる。Laplace 変換領域で得られた変位、応力の数値解に対し、数値 Laplace 逆変換を適用することで、物体の変位や応力の実時間解を求

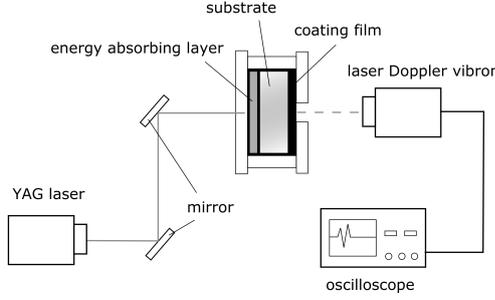


Fig. 1 Experimental equipment of laser spallation.

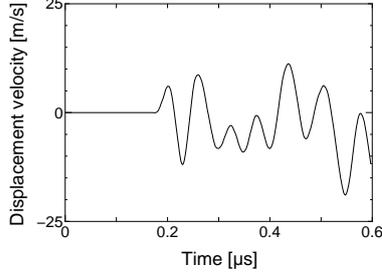


Fig. 2 Displacement velocity at energy 180mJ.

めることができる。なお、本解析における数値 Laplace 逆変換には細野の方法⁽⁶⁾を用いた。

3. レーザースポレーション法による膜剥離試験法

3.1. 試験片

本研究では Al 合金基材に樹脂製の塗料によるナノカーボン複合コーティング膜を製膜した試験片を使用する。この樹脂塗料はカップスタック型カーボンナノチューブ AR10(GSI クレオス製)を母材となる樹脂に強化剤として分散させた熱硬化性ポリイミド樹脂である。なお繊維含有率(重量繊維含有率)は3%である。試験片は厚さ 1mm の Al 合金基材表面に樹脂塗料を塗布し加熱硬化させ約 50 μ m の厚さに製膜した後、40 μ m の厚さになるまで研磨することで作成した。

3.2. 膜剥離試験

レーザースポレーション試験による膜剥離試験を実施した。試験に用いた装置の概略図を Fig.1 に示す。パルス幅 4ns、波長 1064nm、スポット径 4mm の YAG レーザー Brilliant Eazy(Quantel)を基材表面のエネルギー吸収層に照射する。エネルギー吸収層の熱膨張により試験片材料内部に弾性波が励起される。その弾性波により試験片裏面に生じる変位速度の高周波振動をレーザー Doppler 振動計 LASER VIBROMETER(Melectro)を用いて測定した。レーザーエネルギーを 130mJ から 200mJ まで 10mJ 毎に増加させ、剥離が発生するまで試験を繰り返し行った。また、試験片に発生する剥離の検出は超音波探傷装置 D-view(日本クラウトクレマー)を用いて行った。本研究においては一連の試験を 8つのサンプル(No.1~8)に対して実施した。試験にて測定された試験片裏面の面外変位速度の時刻歴の一例を Fig.2 に示す。

3.3. 界面応力の同定法⁽⁷⁾⁽⁸⁾

レーザースポレーション法による膜剥離試験にて測定した試験片のコーティング膜裏面の変位速度履歴から基材とコーティング膜の界面に作用する応力履歴を逆解析的に同定す

る。基材-コーティング膜からなる構造物を 1つの線形システムとして考える。このシステムの基材表面に作用する入力荷重を $f(t)$ とすると、コーティング膜裏面の変位速度応答 $v(t)$ および基材-コーティング膜界面の応力応答 $\sigma(t)$ は 2つのインパルス応答関数 $g_1(t)$, $g_2(t)$ を用いて以下に示す Duhamel の畳み込み積分の式で表すことができる。

$$v(t) = \int_0^t g_1(t-\tau)f(\tau)d\tau \quad (10)$$

$$\sigma(t) = \int_0^t g_2(t-\tau)f(\tau)d\tau \quad (11)$$

さらに上式を時間に関して離散化することで、以下に示す 2つの行列方程式で書き表すことができる。

$$v = G_1 f \quad (12)$$

$$\sigma = G_2 f \quad (13)$$

ここで、行列 G_1 , G_2 はインパルス応答関数の時刻歴 $g_1(t)$, $g_2(t)$ を成分にもつ下三角行列である⁽⁹⁾。

$$G_i = \begin{bmatrix} g_i(1) & 0 & \cdots & 0 \\ g_i(2) & g_i(1) & \ddots & \vdots \\ \vdots & \vdots & \ddots & 0 \\ g_i(n) & g_i(n-1) & \cdots & g_i(1) \end{bmatrix} \quad (i = 1, 2) \quad (14)$$

したがって、2つのインパルス応答関数 $g_1(t)$, $g_2(t)$ を得ることができれば式 (12) を用いて変位速度から入力荷重が得られ、さらに式 (13) を用いて入力荷重から界面の応力を求めることができる。本研究では境界要素法による 3次元波動伝播解析を実施することでインパルス応答関数 $g_1(t)$, $g_2(t)$ を算出し界面の応力を算出する。

ただし、式 (12) を用いて変位速度応答から入力荷重を解析する問題はシステムの出力から入力を解析する逆問題となる。逆問題の不適切性により、式 (12) から得られる入力荷重は誤差やノイズの影響を大きく受けた発散した解となる。そのため、特異値分解を用いた階数低下法により逆問題により得られる解の適切化を行う。

なお、本論文における数値計算法は、伝達関数法に基づくものであり、既論文 (2) におけるものとほぼ同様であるが、インパルス応答関数の計算に細野の方法を用いている点が大きく異なる。細野の方法はやや計算時間がかかることが難点であるが、インパルス応答関数(伝達関数)の解析精度を高めることが可能である。また、本論文では、入力荷重と出力(変位速度・応力)の関係式を適切化する際、時間領域のたたみ込み積分を直接差分化することによって効率化・高精度化を図っている。

3.4. 階数低下法による入力荷重の適切化

入力荷重の解の安定化のために特異値分解を用いた階数低下法⁽¹⁰⁾を適用する。特異値分解を適用することで係数行列 G_1 とその逆行列 G_1^{-1} は直交行列 U , V および特異値を対角成分に持つ対角行列 Λ を用いて以下のように表される。

$$G_1 = U\Lambda V^T \quad (15)$$

$$\mathbf{G}_1^{-1} = \mathbf{V}\mathbf{\Lambda}^{-1}\mathbf{U}^T \quad (16)$$

したがって、式(12)から次式が得られる。

$$\mathbf{f} = \mathbf{V}\mathbf{\Lambda}^{-1}\mathbf{U}^T\mathbf{v} \quad (17)$$

ここで、行列 $\mathbf{\Lambda}$ の対角成分に配置される特異値の中で、最大特異値 λ_{max} に対して十分に小さいと考えられる特異値を外乱とみなし、0と置き換えることで低次元化された行列 $\mathbf{\Lambda}_k$ が得られる。この $\mathbf{\Lambda}_k$ を用いて式(17)を再度記述することで入力荷重の適切化 \mathbf{f}^* が得られる。

$$\mathbf{f}^* = \mathbf{V}\mathbf{\Lambda}_k^{-1}\mathbf{U}^T\mathbf{v} \quad (18)$$

ただし、本研究において行列 $\mathbf{\Lambda}_k$ の有効ランク k は許容条件数法を用いることで決定した。

3.5. 許容条件数法

階数低下法における有効ランク k の決定法として許容条件数法⁽¹¹⁾を用いた。許容条件数法では解の許容値を設定し、誤差率がその許容値を超える解は信頼できない情報が含まれた解であるとみなす。すなわち、解の誤差率が許容値の範囲内に収まるように有効ランク k を決定する方法である。

式(12)を解いたときに混入する誤差を考える。観測値である \mathbf{v} には観測誤差 $\Delta\mathbf{v}$ が含まれる。この誤差の影響を受け、解 \mathbf{f} が $\Delta\mathbf{f}$ だけ変動するものとする以下式が成り立つ。

$$\mathbf{v} + \Delta\mathbf{v} = \mathbf{G}_1(\mathbf{f} + \Delta\mathbf{f}) \quad (19)$$

このとき、誤差 $\Delta\mathbf{v}$ が解 \mathbf{f} に与える影響は次式の関係式で表される。

$$\frac{\|\Delta\mathbf{f}\|}{\|\mathbf{f}\|} \leq \text{Cond}[\mathbf{G}_1] \frac{\|\Delta\mathbf{v}\|}{\|\mathbf{v}\|} \quad (20)$$

ただし、 $\text{Cond}[\mathbf{G}_1]$ は式(19)における係数行列 \mathbf{G}_1 の条件数であり、

$$\text{Cond}[\mathbf{G}_1] = \frac{\lambda_{max}}{\lambda_{min}} \quad (21)$$

で定義される。上式から最小特異値が小さい場合には解 \mathbf{f} の誤差は拡大し、解は発散することが予想される。そこで、解の誤差率を許容値以下に抑えるために許容条件数は次式を満足する必要がある。

$$\text{Cond}[\mathbf{G}_1]_{op} = R_x \frac{\|\mathbf{v}\|}{\|\Delta\mathbf{v}\|} \quad (22)$$

ここで、解の許容値 R_x は0.01とし、また観測値である変位速度 \mathbf{v} の誤差ノルム $\|\Delta\mathbf{v}\|$ は移動平均法によるフィルタリングを2回施したデータと3回施したデータの誤差の二乗和から計算した。以上により決定される最適条件数を満たす行列 \mathbf{G}_1 のランクを階数低下法における有効ランクと決定した。

3.6. 境界要素法による波動伝播解析

インパルス応答関数 $g_1(t)$ 、 $g_2(t)$ を算出するために境界要素法を用いて3次元波動伝播解析を行った。本解析では解析領域の2次元断面モデルの境界を要素に分割した軸対称型解析モデルを用いて行った。2次元の軸対称型解析モデルと中心軸周りの周方向の対称性から得られる解析領域をFig.3に示す。解析モデルは2つの領域からなり、 Ω_1 はCNT分散樹

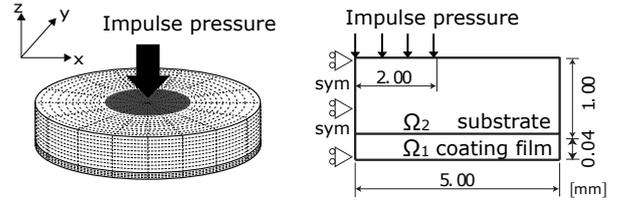


Fig. 3 Analysis model of boundary element method.

Table 1 Material properties.

Material	Resin(Ω_1)	Al-alloy(Ω_2)
Young's Modulus[GPa]	5.25	70.30
Density[kg/m ³]	1137	2680
Poisson's Ratio	0.36	0.33

脂塗料によるコーティング膜、 Ω_2 はAl合金基材である。また、解析に用いたCNT分散樹脂塗料とAl合金の物性値をTable.1に示す。ただし、CNT分散樹脂コーティング膜のヤング率はダイナミック超微小硬度計DUH-201H(島津製作所)を用いてマイクロビッカース試験を行い取得した値である。3次元解析領域における各領域の要素数および節点数は、 Ω_1 で1328要素、10624節点、 Ω_2 で1600要素、12800節点とした。なお、解析時間は0.6 μ sとした。

本解析において必要となるのは対称軸上の裏面変位速度のインパルス応答関数 $g_1(t)$ と界面応力のインパルス応答関数 $g_2(t)$ である。そのため、レーザーのスポット径に対応する基材上面の半径2mmの範囲に境界条件として単位インパルス状に変化する分布荷重を作用させ、対称軸上の節点の変位速度および界面応力のインパルス応答関数を算出した。

4. 結果と考察

4.1. レーザースポレーション試験

式(12)を用いてインパルス応答関数 $g_1(t)$ とレーザースポレーション試験にて測定したコーティング膜裏面での変位速度履歴から同定した試験片基材上面に作用する入力荷重の時刻歴をFig.4に示す。この結果は階数低下法を用いることで解の適切化を施したものである。圧縮成分だけでなく引張成分の荷重が作用していることが確認できる。これはエネルギー吸収層がガラス板に拘束されているため、レーザー照射による熱膨張で発生した圧縮波がガラス板で反射し、引張の荷重となって現れたものであると考えられる。さらに、式(13)を用いてインパルス応答関数 $g_2(t)$ とFig.4の入力荷重を用いて同定したAl合金基材とCNT分散樹脂コーティング膜界面に作用する応力の時刻歴をFig.5に示す。基材とコーティング膜の音響インピーダンスの違いから界面で弾性波が多重反射し、複雑な振動が発生していることが確認できる。

密着強度を決定するためには剥離が発生した時刻の正確な応力値が必要となる。しかし、本試験法では剥離が発生した時刻を正確に特定することはできない。そのため、剥離が発生した際のレーザーエネルギー(変位速度)にて計算された界面応力の解析時間範囲における最大値をもって、剥離発生の臨界応力とした。各試験片に対して得られた界面応力の臨界値を、剥離が生じなかった場合の最大応力値とともに

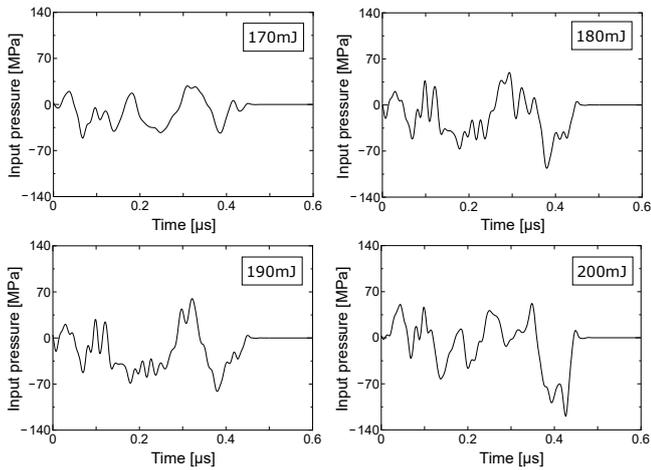


Fig. 4 Input pressure at energy 170-200mJ.

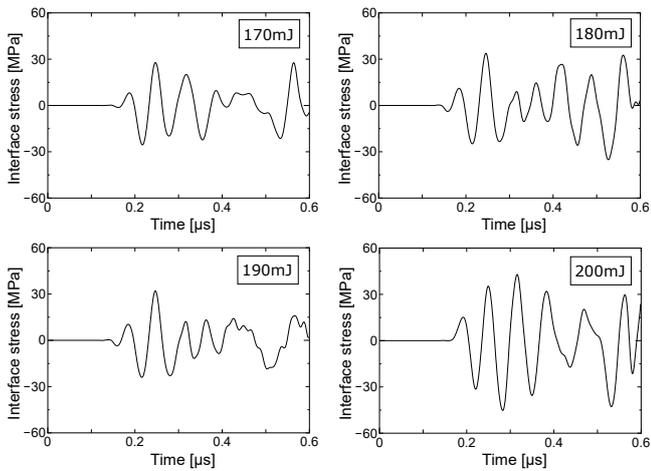


Fig. 5 Interface stress at energy 170-200mJ.

Fig.6 に示す. 各サンプルに対する臨界応力の値にはばらつきがみられた. また, 剥離発生時の臨界応力より高い応力が発生したにも関わらず, 剥離が発生しない場合もみられた. これは, レーザーエネルギーや密着強度のばらつきなどが原因として考えられる.

これらのデータからより信頼性のある密着強度を評価するために, 機械, 構造の広い分野で用いられているワイブル分布⁽¹²⁾により統計的な評価を行った. ワイブル分布における累積破壊率はジョンソンの平均故障順位法⁽¹³⁾およびメディアンランク法⁽¹³⁾を用いて算出した. 各サンプルに対する臨界応力をプロットしたワイブル分布を Fig.7 に示す. ワイブル分布においては累積破壊率が 63.2%となる応力値が統計的な破壊強度となる. したがって, Fig.7 からその値を算出するとレーザースポレーション試験により得られた Al 合金基材-CNT 分散樹脂塗料によるコーティング膜の密着強度は 40.9MPa と決定された.

4.2. 引張法による密着強度評価試験

レーザースポレーション試験により得られた結果と比較するためにピン引張法を用いて同試験片の密着強度を評価した. ピン引張法とは試験片コーティング膜にスタッドピンを接着し, スタッドピン上部に引張荷重を加えることでコーティング膜を引き剥がす方法である. このときの引張荷重を測定す

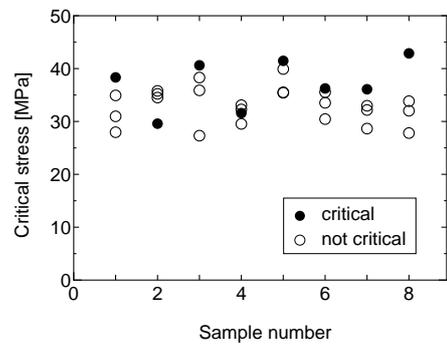


Fig. 6 Critical stress.

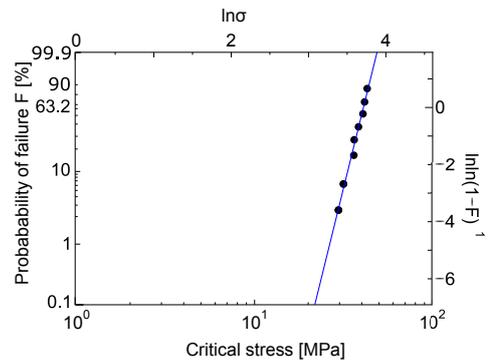


Fig. 7 Weibull plot by laser spallation test.

ることで密着強度を評価する. コーティング膜とスタッドピンはエポキシ樹脂による接着層を加熱硬化させることで接着した. 本試験は密着強度測定装置 Romulus(Quad Group)を用いて合計で 10 枚の試験片 (No.1~10) に対して行った.

ピン引張法による密着強度評価試験ではピン端部に応力集中が発生することが予想される. そのため, 引張法の解析モデルを作成し境界要素法による静弾性解析を行うことで基材とコーティング膜界面の応力を解析し, その結果から密着強度を算出することとした. 引張法の解析モデルを Fig.8 に示す. このモデルはレーザースポレーション試験のモデル同様, 解析領域の断面の境界を要素に分割した軸対称型 2 次元モデルである. 解析モデルは 4 つの領域からなり, Ω_1 は Al 合金基材, Ω_2 は CNT 分散樹脂コーティング膜, Ω_3 はエポキシ樹脂接着層, Ω_4 は Al 合金製のスタッドピンである. 境界条件として密着強度評価試験で測定した剥離発生時の臨界荷重をピン上部に与えるで界面の応力解を算出した. 対称軸を原点として半径方向に分布する界面の応力解の代表例を Fig.9 に示す. ピン端部 ($r = 1.35\text{mm}$) で応力集中の発生が確認できる. 本研究においてはこの応力のピーク値を剥離発生時の臨界応力とした. 各サンプルに対する臨界荷重および境界要素法による算出した臨界応力の値を Table.2 にまとめた. 以上の臨界応力から Fig.10 に示すワイブル分布を用いて密着強度を算出した結果, 引張法による Al 合金基材-CNT 分散樹脂コーティング膜の密着強度は 63.6MPa となった.

4.3. 結果の比較

引張法により得られた密着強度はレーザースポレーション試験により得られた結果よりもおよそ 1.5 倍程度大きい値となった. この両者の差に関しては以下のことが要因として考えられる. まず, 本解析においてレーザースポレーション試

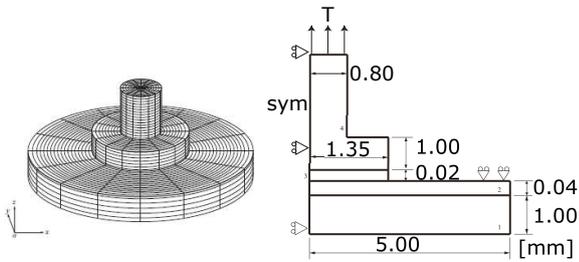


Fig. 8 Analysis model of boundary element method for stud pull test.

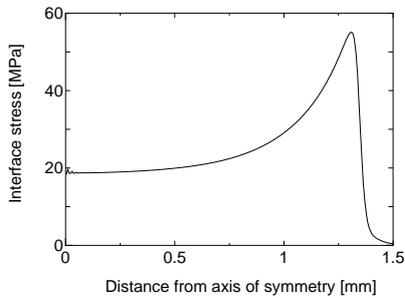


Fig. 9 Stress distribution of stud pull test.

Table 2 Critical stress and critical load of stud pull test.

Sample	Critical load[N]	Critical stress[MPa]
No.1	157.5	47.17
No.2	111.8	33.49
No.3	258.1	77.32
No.4	137.4	41.18
No.5	242.9	72.77
No.6	231.7	69.41
No.7	211.8	63.44
No.8	183.9	55.10
No.9	203.1	60.85
No.10	193.1	57.86

験の臨界応力は剥離が発生しない限界であるエネルギー時の試験結果から解析した。そのため、本来の剥離限界よりもやや低い値として密着強度が算出されたと考えられる。また、入力荷重の逆解析において誤差やノイズの発散を抑制するために階数低下法を用いて適切化処理を行っている。この適切化処理によってやや強い平滑化が行われたことで、入力荷重および界面応力が実際の値よりも低く推定され密着強度が低くなったと考えられる。以上の2点を考慮するとレーザーポレーション試験に関する本解析から得られた密着強度の値は概ね妥当な範囲の値であると考えられる。

5. 結論

本論文ではレーザーポレーション試験を実施し Al 合金基材とカーボンナノチューブを強化剤として分散させた樹脂コーティング膜からなる複合平板の界面密着強度を評価した。軸対称型境界要素法による3次元波動伝播解析を実施することでレーザーポレーション試験にて測定した変位速度の時刻歴から材料内部の応力場を逆解析的に同定した。その過程においては特異値分解による階数低下法および許容条件

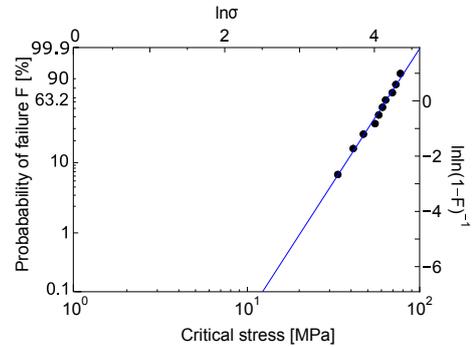


Fig. 10 Weibull plot by stud pull test.

数法を用いることで、逆問題における誤差やノイズの影響を抑制する適切化処理を行った。以上の方法で得られた臨界応力値からワイブル分布による統計的な処理を行うことで界面密着強度が 40.9MPa であることを推定した。また、ピン引張試験を行うことで同試験片の密着強度を評価した結果、レーザーポレーション試験から得られた密着強度の値と比較しておよそ 1.5 倍程度の値となった。この結果は現在の測定方法から生じる誤差や適切化処理の影響を考慮しても、概ね妥当な結果であると判断された。

参考文献

- (1) 荒井政大, 林久志, 三宅達也, 長秀雄: レーザー超音波を用いた薄膜-基材界面き裂の破壊靱性値評価, 日本機械学会論文集 (A), Vol.77, No.773, 2011, pp.116-125.
- (2) 荒井政大, 平松尚樹, 佐藤慶宜, 伊藤寛明, 榊和彦, 長秀雄: レーザーポレーション法による Ti 薄膜の密着強度評価に関する逆解析, 計算数理工学論文集, Vol.11, 2011, pp.117-122.
- (3) 荒井政大, 佐藤慶宜, 伊藤寛明, 長秀雄, 西村正臣, 榊和彦: 軸対称型境界要素法によるコーティング膜の密着強度評価, 計算数理工学論文集, Vol.13, No.05, 2013, pp.25-30.
- (4) Romain Ecault, Michel Boustie, Fabienne Touchard, Frederic Pons, Laurent Berthe, Laurence Chocinski-Arnault, Bastien Enhart, Clemens Bockenheimer: A study of composite material damage induced by laser shock waves, Composites:Part A, Vol.53, 2013, pp.54-64.
- (5) 松本浩之, 足立忠晴, 吉田節男, 宇治橋真幸: 三次元境界要素法による動的応力集中係数の解析法, 日本機械学会論文集 (A), Vol.55, No.514, 1989, pp.1400-1406.
- (6) 細野敏夫: 数値ラプラス変換, 電気学会論文集, Vol.99, No.10, 1979, pp.44.
- (7) Hirotsugu Inoue, Toshikazu Shibuya, Takashi Koizumi and Junichi Fukuchi: Measurement of Impact Force Applied to a Plate by the Deconvolution Method, Transactions of the JSNDI, Vol.2, 1989, pp.74-83.
- (8) 井上裕嗣, 岸本喜久雄, 渋谷寿一, 小泉堯: 逆解析による衝撃荷重の推定, 日本機械学会論文集 (A), Vol.57, No.543, 1991, pp.2727-2734.
- (9) 宮沢英晃, 杉本直, 胡寧, 福永久雄: CFRP 複合材構造の実験的衝撃荷重位置・履歴同定, 日本複合材材料学会誌, Vol.33, No.3, 2007, pp.87-94.
- (10) 岸本喜久雄, 井上裕嗣, 新保英男, 渋谷寿一: 熱弾性応力測定における主応力分離に関する逆問題解析, 日本機械学会論文集 (A), Vol.62, No.597, 1996, pp.1204-1211.
- (11) 久保司朗, 桑山真二郎, 大路清嗣: ラプラス場における境界値逆問題の数値解析の数理的構造解明と適切化, 日本機械学会論文集 (A), Vol.61, No.94, 1995, pp.169-176.
- (12) 市川昌弘: 信頼性工学, 1990, 裳華房.
- (13) 真壁肇: 信頼性工学入門, 1985, 日本規格協会.