

JIS H8403 溶射効率測定方法*

上野 和夫*

JIS H8403 Determination of the deposition efficiency for thermal spraying**

Kazuo UENO *

1. はじめに

「溶射効率」(歩留り, とも言う)は溶射プロセスにおいて溶射ガンに供給された原料(粉末, ワイヤ, 棒)のうち, どれだけ基材に付着したかを示す指標であり, 溶射パラメータの適不適や使用材料の溶射条件への適合性を見積もる上でも重要なものである。生産現場において, 溶射時間と皮膜厚さを常に設計通りに保持する上でも, 溶射効率は一定に保たれる必要がある。逆に, 溶射効率の数値は目標皮膜厚さを得るための溶射条件を設定する際の目安になる。

従来「溶射効率」を測定する方法はもっぱら過去の経験から生み出された各企業あるいは各研究機関の独自のやり方で行われ, その手法としての妥当性や測定精度などが不正確になる可能性があった。また, 溶射施工企業などでは, 受渡当事者間での取り決めて決めておくなど, 標準的な手法がないままであった。

今回2004年に制定されたISO17836 “Determination of the deposition efficiency for thermal spraying”をもとに日本工業規格JIS H 8403: 2013「溶射効率測定方法」¹⁾が本年制定された。JIS原案作成団体は一般社団法人日本溶射学会である。本解説ではJIS本文及び解説文を適宜引用しながら, 本JISの内容を紹介する。詳細はJIS本文及び解説文をご覧いただきたい。

2. 制定までの経緯

溶射プロセスや溶射材料の評価指標として重要な溶射効率の測定法が標準として定められていなかった。各企業や各研究機関が独自に経験に基づいた手法により溶射効率を測定している現状では, その手法の精確さ²⁾も数字の精度にも不確実性があった。同時に国際的な商取引や貿易上, 国際標準であるISOに対応することは条約上(TBT協定)³⁾からもわ

が国に求められているところであった。

これを受け, 一般社団法人日本溶射学会では日本溶射工業会と連携して溶射効率測定法のJIS化を行うこととし, 幸い一般財団法人日本規格協会の補助を受け, 規格化に向けて活動を開始することになった。本学会に設けられた「溶射効率測定方法JIS原案作成委員会」(委員長: 袖岡賢氏)において2011年度より審議を始めた。JIS原案の作成は同委員会の溶射効率測定方法分科会(分科会長: 安藤康高氏)が担当した。同分科会での詳細な議論を経て, 2013年1月の日本工業標準調査会(JISC)非鉄金属技術専門委員会での審議を経て, 2013年5月20日に経済産業大臣により制定された。

3. 溶射効率測定法

3.1 測定の手順

本JISにおいて規格される溶射効率測定法は以下の手順で測定される

- ①試験片の前処理
- ②溶射材料供給量の測定
- ③溶射皮膜の形成
- ④試験片の質量変化量の測定
- ⑤溶射効率の計算
- ⑥測定の報告

3.2 試験片の前処理

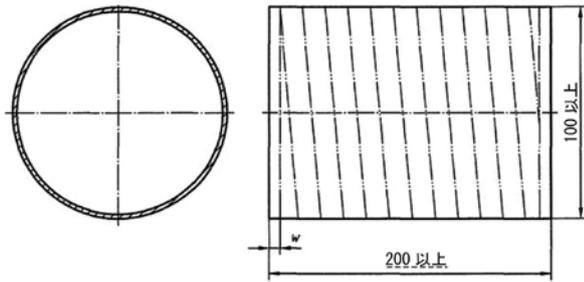
測定に用いる試験片は[1]パイプ状試験片(図1参照)及び[2]平板状試験片(図2参照)が規定されている。材質は[1]のパイプ状試験片はSGP(配管用炭素鋼の黒管), [2]平板状試験片は低炭素鋼とした。ただし両試験片とも受渡当事者間の協定によってこれ以外の材質を使用してもよい。

JISにおける両試験片のサイズは原ISOのそれらと若干異なったものである。その理由はISOのパイプ状試験片はサイ

※原稿受付 2013年9月24日

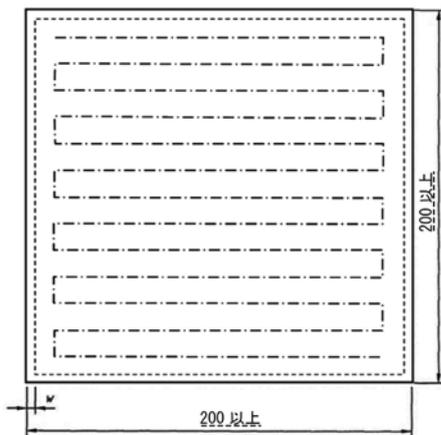
*一般社団法人日本溶射学会溶射規格委員長(〒577-0809 東大阪市永和2丁目2番29号)

**Chairman of JIS Committee, Japan Thermal Spray Society (2-2-29, Eiwa, Higashiosaka, 577-0809, Japan)



w: 溶射パターン幅(溶射スポット径)

図1 パイプ状試験片の寸法¹⁾



w: 溶射パターン幅(溶射スポット径)

図2 平板状試験片の寸法¹⁾

ズが大き過ぎて、皮膜の質量測定が不正確になる恐れがあるため、JISにおいて外径を150mmから「100mm以上」とし、肉厚を3mmから「2mm以上」に変更した。また、平板状試験片では試験片の取扱いの上で不便なISOの300mm角を「200mm角以上」とし、同時に厚さを1mmから「3mm以上」と規定した。

試験片は、受渡当事者間の協定による仕様書に従い、脱脂、プラスト処理などの前処理を行い、これを記録する。さらに、前処理した試験片の質量は、はかりにより有効数字3桁以上でひょう量し、これを記録する。

なお、ISOに規定された「はかり」はその最小読取り精度を1gとしているが、ひょう量誤差が大きく、実用に供するには問題があった。本規格では最小読取り精度が0.1gのはかりを規定している。

3.3 溶射材料供給量の測定

ここにいう「溶射材料供給量」とは、「溶射皮膜の形成時と同一条件において、溶射材料供給装置から溶射ガンを点火しない状態で供給される溶射材料の単位時間当たりの質量」と定義される。

溶射材料供給量の測定手順は

- a) 例えばプラズマ溶射であれば溶射装置を点火しない状態で、粉末供給装置から粉末を30秒以上吐出させ、その吐出粉末を適宜捕集し、その吐出物の総質量を測定する。これを2回行う。このとき吐出時間をストップウォッチなどで計測し、記録しておく必要がある。溶射材料の供給量は、溶射材料供給が安定した後、30秒以上の測定を2回行う。

なお、粉末溶射材料の場合は、粉末供給開始30秒以上経過後から測定を開始する。ワイヤ又はロッド溶射材料の場合は、溶射材料供給装置から供給されるワイヤ又はロッドの長さを測定し、あらかじめ求めておいた単位長さ当りの質量から供給量を求めてもよい。

- b) 溶射材料供給量の測定値の平均値は、2回の測定に対してそれぞれ、はかりにより有効数字3桁以上の測定値を求め、それらの平均値をJIS Z 8401の規則Aによって丸め、1分当りの溶射材料の質量 (g/min) を小数点第1位まで記録する。
- c) 2回の測定値の平均値の精度は、JIS Z 8402-6の併行条件で得た測定結果の採択性をチェックする方法に従い、2個の測定結果の差の絶対値を、併行許容差 $r = 2.8\sigma_r$ と比較して判定するものとする (σ_r : 併行条件で得られた測定結果の標準偏差)。差の絶対値が r を超える場合、さらに1個の測定結果を得ることが望ましい。

3.4 溶射皮膜の形成

あらかじめ前処理を行い、その質量を測定された試験片を準備し、前項の溶射材料供給量の測定時と同じ条件で溶射材料を供給しながら、溶射を行う。その手順は

- a) 試験片を、固定ホルダ又は回転装置にセットする。
- b) 溶射ガン点火後、安定した運転状態になるまで保持する。
- c) 溶射材料の供給を開始し、供給が安定するまで保持する。
- d) 試験片上に溶射ガンを速やかに移動し、皮膜形成を開始する。
- e) 皮膜形成は30秒以上行い、皮膜形成開始から皮膜形成終了までの溶射時間を記録する。なお、過熱の危険がある場合には、適切な冷却を行う。
- f) 皮膜形成終了後、溶射ガンを速やかに試験片外の退避位置に移動する。
- g) 溶射ガンの退避位置への移動を確認後、溶射材料の供給を停止する。
- h) 溶射材料の供給が完全に停止したことを確認後、溶射ガンを消火する。
- i) a) ~ h) の項目を、1試験片につき1回行い、2試験片に皮膜を形成する。

以上のプロセスを図として表現したのが、図3「測定の手順」である。ここで、注意点は溶射ガン点火後に安定した状態になるまで原料の供給は行わないこと、溶射材料の供給を開始した後、その供給が安定するまで待ち、その後実際の溶射を開始することである。また試験片の端部ではガス流により溶射材の付着率が低下することから、その取り扱いを定め

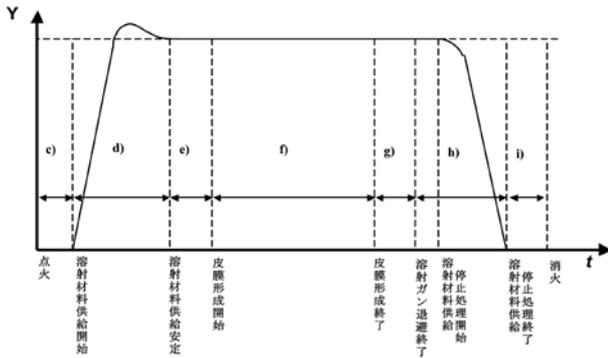


図3 測定の手順 (Y: 溶射材料供給量 (g), t: 試験時間 (min))¹⁾

てく置く必要がある。パイプ状試験片と平板状試験片ともに端部から1溶射スポット径以上内側に溶射をする必要がある。

なお、この溶射皮膜の形成プロセスにおいても溶射時間をストップウォッチなどで測定しておかねばならない。

3.5 試験片の質量変化量の測定

2試験片への溶射皮膜形成後、試験片質量をはかりにより有効数字3桁以上でひょう量し、溶射前の試験片の質量を差し引いて質量変化量とし、これを記録する

3.6 溶射効率の計算

3.3項で求めた「溶射材料供給量の平均値」(単位: g/min)と溶射時間(単位: min)の積をつくると、それが溶射材料の使用量 $m_{sm,i}$ (単位: g) になる。なおここで i は、試験片の番号で $i = 1, 2$ である。3.5項で求めた溶射前後の試験片の質量変化を $\Delta m_{p,i}$ (単位: g) とすると、溶射効率 $\eta_{D,i}$ (単位: %) は次の式で求められる。

$$\eta_{D,i} = \frac{\Delta m_{p,i}}{m_{sm,i}} \times 100$$

このとき溶射効率 $\eta_{D,i}$ は小数点第1位まで計算し、2試験片の溶射効率の平均値 η_D は JIS Z 8401 によって丸め、小数点第0位まで求める。

なお溶射効率の平均値の精度は JIS Z 8402-6 の併行条件で得た測定結果の採択性をチェックする方法に従い、2個の測定結果の差の絶対値を、併行許容差 $r = 2.8 \sigma_r$ と比較して判定するものとする。差の絶対値が r を超える場合、さらに1個の測定結果を得ることが望ましい。

3.7 測定の報告

溶射効率の測定報告としては、その時の溶射材料、装置、溶射条件など明確化しておく必要がある。以下の項目を記録する必要がある。

- a) 溶射装置の形式及び溶射ガンの形式
- b) 溶射材料供給装置名及びノズルの形状
- c) 溶射方法

例 プラズマ溶射

- d) 皮膜形成条件 (ガス使用量, トラバース速度, ピッチ, 回転数, 溶射距離, アーク電圧, 溶射電流など)
- e) 試験片の形状, 寸法及び材質
- f) 試験片の前処理方法
- g) 溶射材料 (粉末の場合は JIS H 8260 に, ワイヤ, ロッド及びコードの場合は JIS H 8261 による) 及びそのロット番号
- h) 溶射材料供給量平均値
- i) 2試験片の溶射効率の測定結果及びそれらの平均値
- j) 日付, 測定者の氏名及び署名

なお附属書C (参考) には「溶射効率測定方法の報告 (例)」として測定結果の報告書の様式を例示してある。

3.8 平均値の精度について

本JISにおいて、溶射材料供給量及び溶射効率の平均値の精度を確保するため、2個の測定結果の平均値の採択性を JIS Z8402-6 「測定方法及び測定結果の精確さ (真度及び精度) - 第6部: 精確さに関する値の実用的な使い方」に基づき規定した。この手法について少し解説する。

まず、通常行われるような特定の試験室 (企業や研究所) で測定するような、同一と見なせるような測定試料について、同じ方法を用い、同じ試験室で、同じオペレーターが、同じ装置を用いて、短時間のうちに独立な測定結果を得る測定の条件を「併行条件」といい、併行条件で得られた測定結果の標準偏差を「併行標準偏差」 σ_r という。また併行条件で得られた2つの測定結果の差の絶対値が、その値以下になることが95%の確率で期待される値を「併行許容差」 r という。

本溶射材料供給量や溶射効率の測定においては、2つの試験を行うこととし、この2つの値から併行標準偏差 σ_r を算出する。 $n = 2$ の場合には、併行許容差 $r = 2.8 \sigma_r$ となる。2つの測定値の差の絶対値が r を超えない場合には、この平均値は採択されうるとされる。2つの測定値の間に平均値が入っている確率が95%以上であると期待できるからである。

2つの測定値の差の絶対値が r を超える場合には、さらに1個の測定結果を得ることが望ましい ($n = 3$ の場合、 $r = 3.3 \sigma_r$)。これらの手順により、測定結果の平均値の精度が保障されることとなる。詳細は JIS Z8402-1-6 を参照頂きたい。

4. 終わりに

以上本年5月に制定された JIS H 8403 「溶射効率測定方法」の制定経緯、規格内容、その他について紹介した。詳細は当JISの本文及び解説文をご覧ください。

本JIS制定に対してご尽力いただいた溶射効率測定法JIS原案作成委員会の袖岡委員長及び溶射効率測定方法分科会安藤分科会長をはじめ、同委員会委員及び同分科会委員に深く感謝申し上げる。

また原案作成から審議・制定に至るまで終始ご指導を頂いた経済産業省技術環境局産業基盤標準化推進室の藤田雅成様と一般財団法人日本規格協会の堤紳介様に心より感謝申し上げます。お二人の懇切なご指導により本JISが形になったと

言えるであろう。

JISも使われてこそ、工業規格としての意義がある。溶射分野で同一基準に基づいた比較であればこそ、製造や研究結果の客観的な検討ができる基盤となると思う。日頃から溶射による製品づくりに取り組んでいる方や現場を管理している方、さらに溶射の研究に励んでおられる大学や研究所でも本溶射効率測定方法を国際標準の測定方法として使って頂ければ幸いである。

最後に本JIS制定に参画頂いた溶射規格委員会委員（当時）のお名前を掲載し、感謝申し上げます（*は溶射効率測定方法分科会に所属の委員。また所属は制定時のもの）。

（委員長）

袖岡 賢 独立行政法人産業技術総合研究所

（幹事）

安藤 康高（*） 足利工業大学

（委員）

渡邊 誠（*） 独立行政法人物質・材料研究機構

加藤 省吾 一般財団法人日本品質保証機構

堤 紳介（*） 一般財団法人日本規格協会

児島 慶享 株式会社日立製作所

浜島 和雄 旭硝子株式会社

和田 国彦 株式会社東芝

右田 厚司 日鉄住金ハード株式会社

峪田 宜明（*） 倉敷ボーリング機工株式会社

坂田 一則 富士岐工産株式会社

大割 健男（*） 日本ユテク株式会社

北村 順也 株式会社フジミインコーポレーテッド

佐々木光正（*） スルザーメテコジャパン株式会社

澤村 正夫 有限会社澤村溶射センター

仲館 創 エイチ・シー・スタルク株式会社

永井 正也 トーカロ株式会社

（事務局）

上野 和夫 一般社団法人日本溶射学会

川村由美子 一般社団法人日本溶射学会

文 献

- 1) 日本工業規格JIS H 8403:2013「溶射効率測定方法」。JISを入手するには、一般財団法人日本規格協会のホームページにあるWeb Storeからの購入が便利である。またISOもここから冊子あるいはPDFにて購入ができる。
<http://www.webstore.jsa.or.jp/webstore/Top/index.jsp?lang=jp>.
- 2) 「精確さ」とは「観測値・測定結果と真の値との一致の程度。真度と精度を総合的に表したもの。ちなみに「真度、正確さ」とは「真の値からのかたよりの程度。かたよりが小さい方が、より真度が良い又は高いという」。また「精度、精密度、精密さ」とは「同一試料に対し、定められた条件の下で得られる独立な観測値・測定結果のばらつきの程度。ばらつきが小さい方が、より精度が良い又は高いという」。以上はJIS Z8101-2「統計-用語と記号-第2部：統計的品質管理用語」から引用した。
- 3) “TBT協定とは、1979年4月に国際協定として合意されたGATTスタンダードコードが1994年5月TBT協定として改訂合意され、1995年1月にWTO協定に包含されたものです。TBT協定はWTO1括協定となっており、WTO加盟国全部に適用されています。TBT協定は、工業製品等の各国の規格及び規格への適合性評価手続き（規格・基準認証制度）が不必要な貿易障害とならないよう、国際規格を基礎とした国内規格策定の原則、規格作成の透明性の確保を規定。”（日本工業標準審査会ホームページから引用）
<http://www.jisc.go.jp/cooperation/wto-tbt-guide.html>