

ダブル電子ビーム PVD 法による複合酸化物層の形成と構造評価

(ファインセラミックスセンター) ○横井太史・山口哲央・田中誠・横江大作・
加藤文晴・北岡諭・高田雅介

【緒言】 SiC 繊維強化 SiC 複合材料 (SiC/SiC) を次世代航空機エンジンの高温燃焼ガスに曝される環境に適用するためには、耐環境性コーティング (EBC) が不可欠となる。EBC には優れた環境遮蔽性と熱機械的耐久性が要求されるため、各層毎に役割を分担させた多相積層構造にすることで、EBC 全体として優れたパフォーマンスを発現させる。各層の役割は SiC/SiC 基板から順に、基板との結合/酸素遮蔽/水蒸気遮蔽・揮散防止/熱衝撃緩和である。イッテルビウム (Yb) シリケート ($\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ 、 Yb_2SiO_5) は高温の水蒸気環境における揮散速度が小さく、室温から高温まで相変態が無いため EBC 候補材として注目されている。 $\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ の熱膨張係数は SiC/SiC に近いが、 Yb_2SiO_5 はそれよりも大きい。一方、 Yb_2SiO_5 の耐水蒸気揮散性は $\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ よりも優れる[1]。さらに、ムライト ($\text{Al}_{4+2x}\text{Si}_{2-2x}\text{O}_{10-x}$) は Yb シリケートよりも酸素遮蔽性に優れる[2]。以上を勘案し、我々は、ムライト酸素遮蔽層の上に $\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7 \rightarrow \text{Yb}_2\text{SiO}_5$ 傾斜層からなる 1400 °C でも使用可能な多相積層 EBC の開発を目指している。これらの EBC 構成素材は蒸気圧が大きく異なる酸化物で構成される複合酸化物である。これまでに、 $\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ について、2 基の電子ビームを用いたダブル電子ビーム PVD 法により、二つの酸化物蒸発源 (Yb_2O_3 、 SiO_2) の各々に電子ビームを独立に照射し熔融・蒸発させることで、蒸発速度を厳密に制御し、緻密な $\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ 層の形成を可能にした[3]。本研究では次のステップとして、上記方法により Yb_2SiO_5 熱衝撃緩和層およびムライト酸素遮蔽層の形成を試みた。

【実験方法】 Yb_2SiO_5 を構成する酸化物蒸発源 (Yb_2O_3 、 SiO_2) を用いて、ダブル電子ビーム PVD 法により各酸化物の蒸発速度を制御するとともに、気化した成分を 1000 °C 以上に加熱した基板の上に蒸着させて Yb_2SiO_5 層を形成した。同様に Al_2O_3 と SiO_2 を酸化物蒸発源に用いてムライト層を形成した。得られた層の結晶相を XRD で、微細構造と組成を SEM-EDS にて調べた。

【結果と考察】 作製した Yb_2SiO_5 層の断面 SEM 写真を Fig. 1 に示す。 Yb_2SiO_5 構成酸化物蒸着源の蒸発速度等を大きくすることによりセグメント構造を有する Yb_2SiO_5 層を得た。さらに XRD の結果から Yb_2SiO_5 層は配向構造を有することが分かった。また As deposition の状態で結晶質の緻密なムライト単相が生成する条件を見出した (Fig. 2)。

参考文献

- [1] H. Klemm, *J. Am. Ceram. Soc.*, **93**, 1501–1522 (2010).
- [2] S. Kitaoka *et al.*, *J. Am. Ceram. Soc.* (2017), *in print*, *Proceedings of HTCMC-9* (2016), *in print*.
- [3] T. Yokoi *et al.*, *Mater. Lett.*, **193**, 176–178 (2017).

謝辞：本研究は、総合科学技術・イノベーション会議の SIP (戦略的イノベーション創造プログラム) 【革新的構造材料】 (管理法人：JST) によって実施したものである。

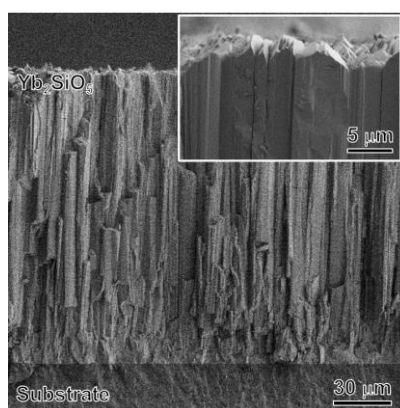


Fig. 1. Cross-sectional image of Yb_2SiO_5 layer.

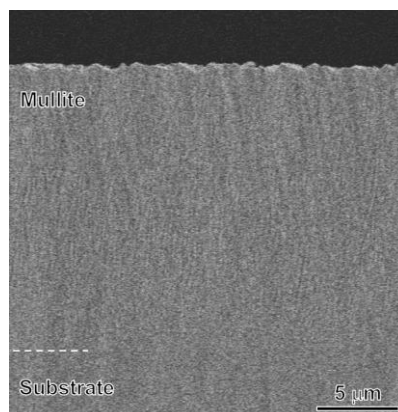


Fig. 2. Cross-sectional image of mullite layer.