

先端研究施設共用促進事業  
利用成果報告書

無償トライアル利用

課題番号：100302-01

利用課題名：ジルコン被覆炭化ケイ素セラミックスの界面観察

利用者名：東海高熱工業株式会社  
ビジネス本部開発グループ 坂本和久

利用施設： 名古屋工業大学 大型設備基盤センター

利用期間： 平成 22 年 3 月 2 日～平成 22 年 4 月 20 日

背景と利用目的：

炭化ケイ素セラミックスは高温強度が高く、高温構造材料として有望な素材であり一部利用されている。しかし、この素材を高温の水蒸気の存在下、例えばジェットエンジン又はロケットエンジン等の排ガスの導出部分に使用する場合での利用を考える時、高温水蒸気に対する耐食性が大きな問題となる。炭化ケイ素単独では高温水蒸気に対する耐食性が大きくない。そこで、高温水蒸気に耐食性をもつジルコンを炭化ケイ素セラミックスに被覆する方法が考えられる。ジルコンは熱膨張係数も炭化ケイ素のそれに近く、高温水蒸気に対する耐食性も大きいため、この目的には大変有望な材料である。

本研究においては、炭化ケイ素焼結体にジルコンをプラズマ溶射し、両相の界面を電子プローブマイクロアナライザー（FE-EPMA）で観察することにより、界面に於ける両相の接着性を評価し、問題点を把握することを目的とした。

実験・解析方法：

高密度炭化ケイ素焼結体（SiC > 98%）の表面をブラスト法で処理し、その後アルゴンプラズマを用いてジルコンを溶射被覆する事により基礎材料を作製した。この場合、ブラスト処理無しでジルコンを溶射被覆した試料（試料-1）及びブラスト処理後溶射被覆したもの（試料-2）の 2 種類について被覆相/炭化ケイ素焼結体相の界面を FE-EPMA（JEOL JXA-8530F）で観察した。

観察においては、試料をエポキシ樹脂に埋め込み、ダイヤモンドのラッピングシートで粗研磨した後、1  $\mu\text{m}$  のダイヤモンドペーストでバフ研磨して仕上げた面について FE-EPMA

観察を行なった。

#### 成果の概要：

図1及び図2に夫々試料-1及び-2における炭化ケイ素セラミックス/ジルコン被覆相、界面附近の2次電子像を示す(黒い領域がSiC相、白い領域がジルコン相)。これらの電子像から、ブラスト処理した試料(試料-2)の方がしなないもの(試料-1)より両相の密着性が良い傾向にある事が理解される。図3-1及び図3-2に試料-1及び-2の反射電子像を示す(黒い領域: SiC、白い領域: ジルコン)。反射電子像においては、画面領域の色の濃淡が存在相の組成変動を反映している。これらの図より、SiC相の組成変動は大きくないが、ジルコン被覆相においては縞状の領域が観察されるので、組成変動をともなっている相が共存している事等が推察される。

図4及び図5に試料-1及び-2における両相界面近傍のZr及びCの組成の線分析を示す。両試料とも界面近傍におけるZr及びCの成分変化領域幅は $\sim 1.5\ \mu\text{m}$ である。これらの結果は、界面近傍におけるZr及びC原子の移動が少ない事を示している。つまり、界面近傍では両相が化学的に結合している層の厚さが極めて小さく、そのためジルコン被覆相と炭化ケイ素との接合強度が低く、剥離し易い事が示唆される。

#### 社会、経済への波及効果の見通し：

本研究が目指している高温水蒸気雰囲気下で使用可能なジルコン被覆炭化ケイ素セラミックスの作製に成功すれば、宇宙航空技術分野で使用可能な部品の製造に大きく貢献できるだろう。本課題研究は、その第一歩となる知見を与えた事になる。

#### 論文発表状況・特許出願：

本研究のベースとなる高温水蒸気雰囲気下におけるジルコン及びジルコン/ジルコン炭化ケイ素等の熱力学的安定性に関しては、既に“Surface and Coating Technology”に発表した。

#### 参考文献：

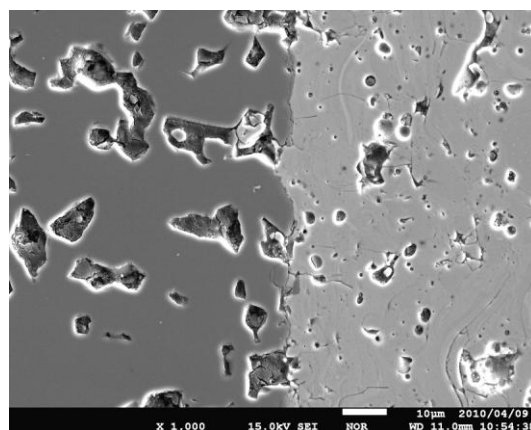
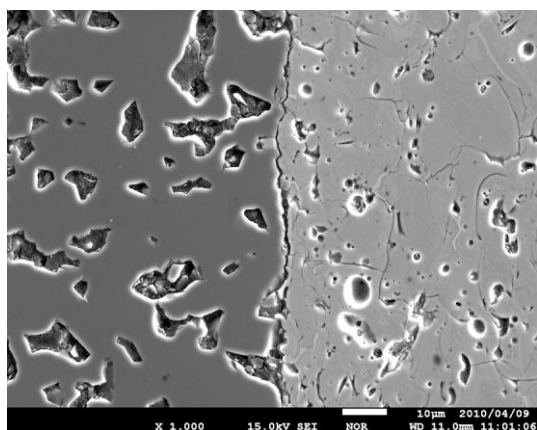
Thermodynamics of Zr/Hf-mixed silicates as a potential for environmental barrier coatings for Tyranno-hex materials: K. Nakano *et al.*, Surface and Coating Technology, 203 (2009) 1997-2002.

#### 利用成果の公表：

可

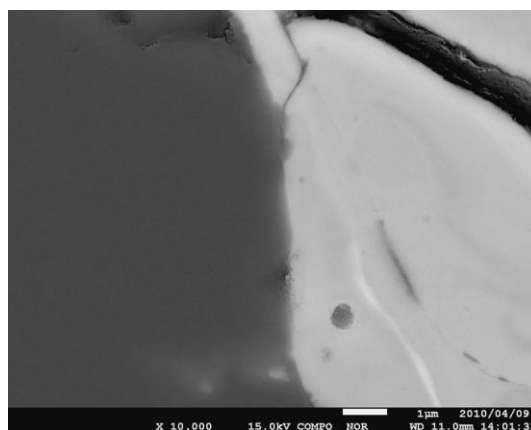
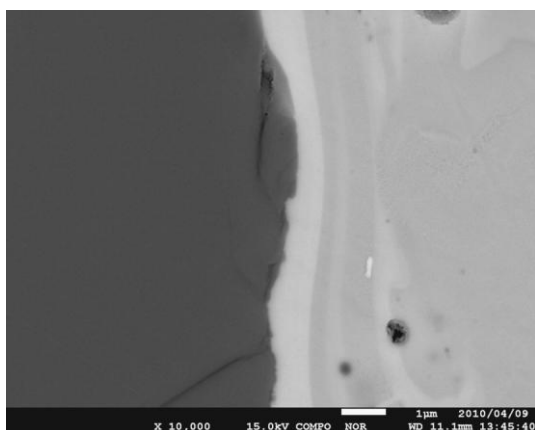
成果公開延期の希望の有無：

なし



(左図) 図 1 炭化ケイ素焼結体/ジルコン被覆層、界面近傍の2次電子像 (試料-1)

(右図) 図 2 炭化ケイ素/ジルコン被覆層、界面近傍の2次電子像 (試料-2)



(左図) 図 3-1 炭化ケイ素焼結体/ジルコン被覆層、界面近傍の反射電子像 (試料-1)

(右図) 図 3-2 炭化ケイ素/ジルコン被覆層、界面近傍の反射電子像 (試料-2)

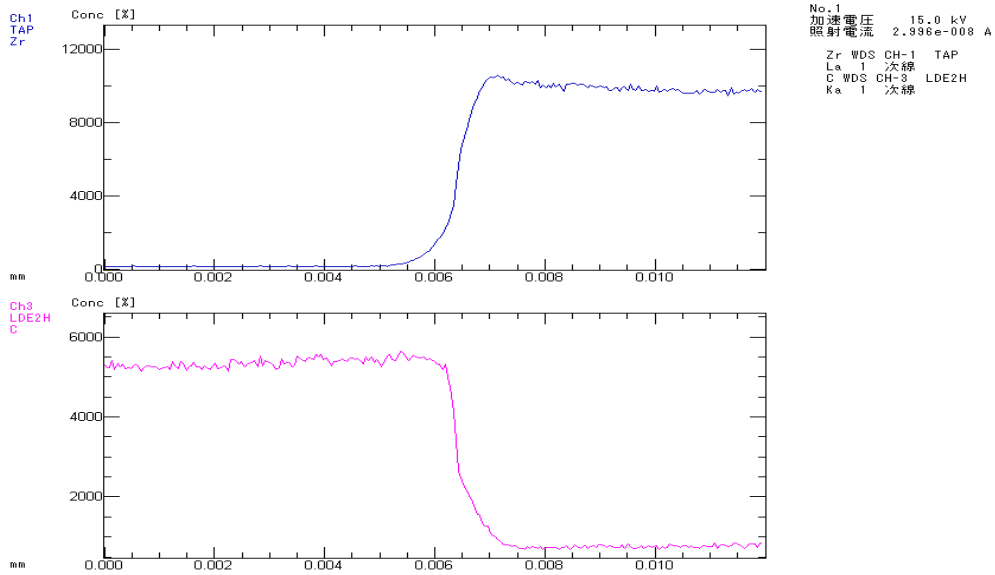


図4 炭化ケイ素焼結体/ジルコン被覆層、近傍の Zr 及び C の線分析データ (試料-1)

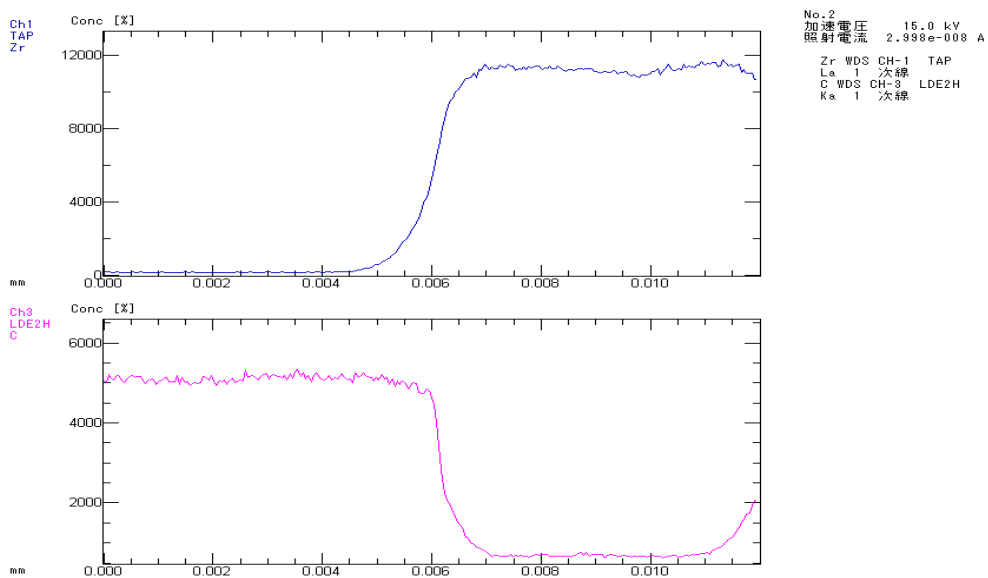


図5 炭化ケイ素焼結体/ジルコン被覆層、近傍の Zr 及び C の線分析データ (試料-2)