

論文の内容の要旨

論文題目 セラミックス熱遮蔽コーティングの損傷評価手法の開発

氏名 田中 誠

熱遮蔽コーティング(TBCs: Thermal barrier coatings)を安全に利用するために、TBC 層の基材からの剥離寿命を評価する手法として破壊力学的手法を利用することが考えられている。しかし、この手法を用いる際には界面剥離靱性、剥離の検出、実環境を模擬した材料試験などの要素技術の確立が不可欠である。本論文は必要となる要素及び新しい技術を提案し、その有効性を検証するとともに剥離寿命予測手法の開発に直接発展させることのできる基盤を構築することを目的としたものである。特に、破壊力学の観点から剥離の進展条件を用いた新しい考え方を導入し、必要となるパラメータを得る新しい手法及び試験装置を開発し、その有効性について検証した。

第 1 章では、セラミックス熱遮蔽コーティングの現状及び実用的な観点から明らかになっている TBC 層の基材からの剥離の要因となる劣化損傷を整理し、TBC 層の基材からの剥離が重要な問題となっていることを示した。剥離の進展条件を用いた TBC 層の基材からの剥離寿命評価に対する考え方をもとに、新しい剥離寿命予測手法に必要な要素を整理して示した。これより、(i) TBC 層の基材からの剥離抵抗の定量的評価、(ii) 剥離部の形状及び大きさの非接触・非破壊検出ならびに(iii) 実使用環境に近い条件下で劣化した基材を含んだ TBCs(以後、TBC システムと記述する)の作製の必要性を明らかにした。これらの研究開発の現状での問題点を整理し、工学的に求められる課題として(i) せん断負荷条件下での界面剥離靱性の定量的評価、(ii) 容易でかつ高空間分解能での剥離の非接触・非破壊検出、(iii) 平板状試験片による実環境を模擬した熱機械疲労試験であることを示し、本研究の目的を明確にした。

第 2 章では、プッシュアウト法という新たな手法を用いてせん断負荷条件下で TBC システムの界面剥離靱性を測定し、界面剥離靱性に及ぼす熱サイクル温度及び回数の影響を調べ、TBC 層の基材からの剥離抵抗の劣化を定量的に評価する手法を確立した。なお、本論文で用いた TBC システムは、厚さ 3 mm の Ni 基超合金基材の上にボンドコート(BC)層として減圧プラズマ溶射法により CoNiCrAlY 合金(厚さ $\approx 200 \mu\text{m}$)を、BC 層の上に TBC 層として電子ビーム物理蒸着(EB-PVD: Electron beam physical vapor deposition)法により 4 mol% Y_2O_3 - ZrO_2 (厚さ $\approx 200 \mu\text{m}$)をコーティングしたものとした。熱サイクル試験条件により TBC 層と BC 層の間に生成した TGO(Thermally grown oxide)層内に TBC 層側の

Al_2O_3 と ZrO_2 が混在する層と BC 層側の Al_2O_3 を主成分とする層が観察され、これらの界面において剥離が生じた場合でもプッシュアウト法により界面剥離靱性を測定することができた。また、これらの界面と TBC/TGO 層界面及び TGO/BC 層界面での剥離が混在する場合でも、剥離面のパラメータ Λ を定義することにより界面剥離靱性を測定することが可能であることが明らかになった。

プッシュアウト法により熱サイクル試験条件による剥離面の違い及び組織変化に伴う剥離抵抗の変化を定量的に評価できた。また、界面剥離靱性は熱サイクル温度及び回数に大きく依存し、熱サイクル試験条件による剥離抵抗の変化を $8 \leq \Gamma_i \leq 95 \text{ J/m}^2$ の広い範囲内で定量的に評価することができた。

第 3 章では、TBC 層表面にロックウェル圧子を押し込み、人工的に TBC 層の基材からの剥離を生じさせ、蛍光分光法を用いて非接触・非破壊で TGO 層の応力を測定し、剥離の形状、大きさ及び剥離面を検出する手法としての蛍光分光法の有効性を検証した。

熱サイクル後の圧子押し込みにより発生した肉眼で検出できないバタフライ形状剥離を、蛍光分光法により測定した TGO 層の応力の違いで検出することができ、熱サイクル負荷の増加による剥離領域の増加も明確に検出された。また、TBC 層の基材からの剥離は TBC/TGO 層界面及び TGO/BC 層界面での剥離が混在し、剥離面によって TGO 層の応力は異なる応力値を示すため、剥離面が TBC/TGO 層界面あるいは TGO/BC 層界面であるかの識別も部分的に可能であることが示唆された。蛍光分光法を用いることにより、従来の剥離検出手法に比較して、より容易に $\sim 150 \mu\text{m}$ の高空間分解能で TBC 層の基材からの剥離の形状及び大きさの非接触・非破壊検出が可能であることを実証した。

第 4 章では、実使用環境下に近い条件下で劣化した TBC システムを作り出すために、TBC システムの実使用環境に近い温度勾配を付与することができ、熱負荷と力学負荷を同時に加えることが可能な熱機械疲労試験装置を開発した。新たな試験装置を開発したことにより、平板状試験片を用いた熱機械疲労試験が可能となり、試験後の試験片を第 2 章で確立したプッシュアウト法の試験片に用いることが可能となった。

開発した熱機械疲労試験装置は、特別に設計した間接誘導加熱システム及び圧縮空気を利用した冷却システムにより、 5°C/s の加熱及び冷却速度を実現した。TBC 層表面温度 $\sim 1150^\circ\text{C}$ 及び基材裏面温度 $\sim 1020^\circ\text{C}$ にて温度勾配 $\Delta T = 130^\circ\text{C}$ を付与した試験が可能であった。引張及び圧縮負荷は、応力として $\pm 200 \text{ MPa}$ 、力学ひずみとして $\pm 0.2\%$ を in-phase(引張側)及び out-of-phase(圧縮側)条件で加えることが可能であった。力学負荷に対する設定値からの温度制御の逸脱は 1.5% 以内であった。力学負荷の制御も 3.5% 以内の誤差で行えることが確認された。

第 5 章では、円孔を導入した TBC システム平板状試験片を用いて、第 4 章で開発した熱

機械疲労試験装置で劣化シミュレーションを行い、円孔近傍での異なった応力状態での TBC システムの劣化現象を再現するとともに詳しく観察し、一度に異なった応力状態の試験が可能な熱機械疲労試験方法を提案した。熱機械疲労サイクル数の増加に伴い TBC 層の縦割れクラックは、最初に引張負荷方向に垂直な円孔の直径の端部から発生し、引張負荷方向に平行な円孔の直径の端部では試験片表面が隆起した変形が観察された。

これらの結果より、円孔を導入した TBC 平板状試験片を用いた工夫により、一度に負荷応力 σ_a 、 $-\sigma_a$ 及び $3\sigma_a$ の異なった応力条件下で劣化した TBC システムを作製することが可能となり、各種の応力条件下で劣化した TBC システムの作製に要する時間が短縮された。また、高温で引張負荷が加わる (σ_a 及び $3\sigma_a$) 部分では TBC 層の縦割れ部から TBC 層の基材からの剥離が生じ、圧縮負荷が加わる ($-\sigma_a$) 部分では TBC 層の座屈を生じさせるような変形が観察され、各種の応力条件特有の劣化損傷が存在することが明らかになった。

第 6 章では、得られた結果を総括し、以下の結論を得た。

- (1) プッシュアウト法という新たな手法を用いてせん断負荷条件下での TBC システムの界面剥離靱性を測定し、TBC 層の基材からの剥離抵抗の劣化を定量的に評価する手法を確立した。
- (2) 蛍光分光法を用いることによって、従来の剥離検出手法に比較して、より容易にかつ $\sim 150 \mu\text{m}$ の高空間分解能で TBC 層の基材からの剥離の大きさを非接触・非破壊で検出することが可能となった。
- (3) 平板状 TBC 試験片を対象とした熱機械疲労試験装置を開発し、新たな試験方法を提案して、一度に異なった応力条件下で劣化した TBC システムを作製することが可能となった。

以上のように、本論文は、破壊力学を用いた熱遮蔽コーティングの基材からの剥離寿命評価の考え方に基づき、評価時に必要となる界面剥離靱性、剥離部の形状及び大きさを得るための新たな手法と、実使用環境下を模擬できる熱機械疲労試験装置開発ならびにその装置を用いた新たな試験方法を提案したものである。