

## 論文の内容の要旨

### 1. 論文題目

航空機ガスタービンエンジン用セラミックス熱遮蔽コーティングの熱機械疲労試験による損傷挙動

2. 提出者氏名 北澤留弥

3. 提出日 平成 22 年 12 月 15 日

### 第1章 序論

航空機用ガスタービンエンジンでは熱遮蔽コーティング(Thermal Barrier Coating:以後、TBC とする)が高温の実使用環境下から耐熱金属部材を保護するために使用されている。TBC の中で、電子ビーム物理蒸着法(Electron Beam Physical Vapor Deposition: 以後、EB-PVD とする)によるものは、羽毛状の微細構造を持つ柱状の組織であり、面方向のひずみ許容性が高いために現状では最も優れたパフォーマンスが得られるものとして、今後ますます適用部位が拡大すると考えられている。このコーティングを用いた航空機用ガスタービン部材の信頼性を保証し、安全に利用するためには実使用環境中におけるコーティングされた部材を含めたシステムとしての損傷を知り、損傷による危険性の判定や損傷防止に向けての対策を立てることが重要である。

本章では、熱及び力が加わる場合の TBC システムの損傷評価と解析について従来の結果を詳細に調べ、歴史的経緯や現状での熱機械疲労試験に関する具体的な問題点を明らかにした。TBC システムの実使用環境を模擬した試験を三つの世代に分けて整理した。すなわち、第1世代の等温熱暴露試験、第2世代の熱サイクル試験、第3世代の熱機械疲労試験である。第1世代の等温熱暴露試験は TBC システムに応力/ひずみの負荷を行わず、炉などで一定温度下に暴露し行なう試験である。第2世代の熱サイクル試験は TBC システムに応力/ひずみの負荷を行わず、温度を時間の関数として熱負荷を行なう試験である。第3世代の熱機械疲労試験は熱サイクル及び機械的疲労状態を同時に模擬するものである。この試験方法は、タービン翼の実使用環境に最も近い試験方法として TBC システムの損傷評価解析に用いられている。しかし、試験片形状の複雑さのように試験片に由来する問題点及び熱と力の加え方のような外的因子に由来する問題点等が未解決であり、系統的な損傷評価解析が行われないという問題点があることを指摘した。

このような問題点を解決し、信頼性保証技術を構築するためには、ガスタービンエンジンで使用されている材料に対し、様々な応力、ひずみ、温度、温度勾配条件下での損傷評価を系統的に行い、各データを検討・比較する必要がある。またそれらのデータはできるだけ応力、ひずみ、温度、温度勾配条件以外の影響が除外され、各条件の相互関係を明確に知ることができることが望ましい。

このような TBC の信頼性確保に対して行われてきた結果を踏まえて、応力制御同位相熱機械疲労試験とひずみ制御逆位相熱機械疲労試験を行い、TBC 試験片の変形及び損傷挙動をマクロ及びミクロの視点から観察、解析することが必要であることを示し、本論文の位置づけと目的を示した。

### 第2章 応力制御同位相熱機械疲労負荷による損傷

本章では、TBC 層には EB-PVD 法によって 3mm 厚さのインコネル 738LC 基板上に 150 $\mu$ m 厚さの CoNiCrAlY 合金(ボンドコート層)をコーティングしたものの上に 8wt.%Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>を 200 $\mu$ m コーティングしたものを材料として用いた。このプロセス時に、TBC 層とボンドコート層の間には厚さ約 0.5~0.6 $\mu$ m の Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>を主成分とする熱成長酸化物(以後、TGOと記述する)層が存在していた。応力制御同位相熱機械疲労試験は TBC 層の最低温度 300 $^{\circ}$ C、最高温度 1150 $^{\circ}$ Cとし、加熱時に試験片に 60MPa の引張り応力を加えた。393 サイクルでの破断後の試験片において TBC 層表面の状態や TBC をコーティングした材料の断面層を詳しく観察した。また、300 サイクルで終了した試験後の試験片の厚さ方向の断面に見られる酸化物層の変化を観察した。

熱機械疲労試験の結果、TBC をコーティングした材料の変形破壊挙動は基材自体のクリープ挙動に近いことが明らかになった。また、TBC 層も見掛け上のクリープ変形に追従している。しかし、変形に

追従するために TBC 層の多重破断を生じていた。また、疲労負荷によるコーティング材料全体のラチェティング挙動も観察された。最大ひずみと最小ひずみの差であるひずみ範囲は破断直前に急激に増加し、同じ応力を加えても大きなひずみを生じるようになる傾向を示していた。破断した試験片を TBC 層表面から巨視的に観察すると、TBC 層中に複数のクラックが観察された。クラックは試験片の引張方向と垂直な軸方向の端面から進展するクラック、もう一方は試験片の試験片の引張方向と垂直な軸方向の中心 4~6mm の部分に生じている引張方向と垂直なクラックに大別できた。後者のクラックが生じている部分を引っ張り方向と垂直な断面から観察すると、多重破断した TBC 層のクラック間隔はほぼ一定であるが開口変位は一定ではなくばらついていた。TBC 層のクラックはボンドコートまで達しており、大きな開口変位の場合にはクラックの根元部分のボンドコート層のき裂長さが長くなり、ボンドコート中に新たな酸化層の生成や厚さの増加やポイドの生成量が多くなる傾向にあった。

TBC 層中に見られるクラック開口変位が大きく異なるクラックの発生現象とクラックの発生による巨視的な変形挙動をシェアラグ法を用いて理論的に解析し、詳しい観察の結果、熱機械疲労試験時に発生するバラツキのある TBC 層中のクラック間隔を解析的に証明した。また、TBC 層にクラックが発生するとクリープに類似した挙動が加速されることを解析的に明らかにした。

TBC 層とボンドコート層間に生成した酸化物の TGO 層には異方性が生じていた。負荷方向には平滑に近く、波長が長く振幅が小さいうねり、負荷方向と垂直な方向には波長が短く振幅が大きいうねりが観察された。TGO 層の異方性を定量的に評価するために、フーリエ変換を行い引っ張り軸方向と引っ張り軸に垂直方向の形を比較した。この挙動は、熱サイクル試験では観察されないので、負荷荷重の影響によるものであるという結論を得た。

### 第3章 ひずみ制御逆位相熱機械疲労負荷による損傷

第2章と同様の TBC をコーティングした材料及び熱機械疲労試験機を用いて実験を行った。試験時の温度は第2章で行った応力制御同位相熱機械疲労試験と同じ条件とし、高温時に 0.045%の最大圧縮ひずみを加えた。試験は最低温度時に負荷されていた引張荷重が最高温度時の破断応力である 250MPa を超えた時に停止した。この条件では 1300 サイクルで試験を中断した。試験後の試験片の観察方法も第2章と同様とした。

この試験の結果、繰り返し数の増加につれて、高温、低温で圧縮応力状態から、高温で引張応力、低温で圧縮応力状態に変化することが明らかになった。最大応力と最小応力の差である応力範囲は、高温時に引張応力となるとほぼ同時に増加し、同じひずみを加えるために大きな応力が必要になる傾向があることを実験的に明らかにした。試験後の材料の厚さ方向の断面を観察した結果、第2章で述べた同位相の場合とは異なり、TBC 層中にはクラックは発生しなかった。TBC 層とボンドコート層間に生成した酸化物の TGO 層は同位相の場合と同じく異方性が観察された。すなわち、負荷方向には平滑に近く、波長が長く振幅が小さいうねり、負荷方向と垂直な方向には波長が短く振幅が大きいうねりが観察された。第2章と同様に TGO 層の異方性を定量的に評価するために、フーリエ変換を行い引張軸方向と引張軸に垂直方向の形を比較した。また、この異方性現象は、熱サイクル試験では観察されないで、負荷ひずみの影響と考えることができる。

### 第4章 同位相及び逆位相熱機械疲労負荷による内部応力の変化

第4章では第2章及び第3章で明らかにした熱機械疲労試験結果の中で、熱機械疲労試験機特有の異方性を有する TGO 層中の応力分布や応力成分の測定現象を抽出し、損傷現象について更に詳しく調べた。

応力制御同位相熱機械疲労試験条件とひずみ制御逆位相熱機械疲労試験条件で生成する TGO 層は共に異方性を持ち、形態は類似しているが、成長速度や応力状態が異なることを明らかにした。特に、TGO 層中の応力を TGO 層中に含まれる Cr の蛍光を利用して求めた結果、応力分布は、それぞれ、試験方法及び負荷方向との関係によっても異なることが明らかになった。同位相熱機械疲労試験の場合には TGO 層がうねりを持っていても面内の平均応力は分布を持たないが、TGO 層中の応力成分は異方性があり、厚み方向には引張応力が存在することを実験的に初めて明らかにした。

### 第5章 総括

第5章では、第2章から第4章で得られた結果を総括し、セラミックス熱遮蔽コーティングの信頼性確

保という観点から得られた結果を総合的に説明し、本論文全体の結論を示した。本論文では現時点では実使用環境下を模擬した試験に最も近いとされている熱機械疲労試験について、応力制御同位相熱機械疲労試験及びひずみ制御逆位相熱機械疲労試験を行い、損傷の進展に及ぼす温度と力学負荷の組み合わせの影響を明らかにした。その結果と報告されている研究成果を総合的に考察し、力と熱が複雑な条件で加わる TBC が用いられている部材に生じる損傷に対して、(1)熱負荷のみが加わる場合、(2)力の負荷のみが加わる場合、(3)熱と力の両方が加わる場合、についての損傷挙動と損傷挙動に影響を与える因子との相関関係を議論した。その結果をもとに、セラミックス熱遮蔽コーティングの信頼性確保に利用するための熱機械疲労試験の利用方法について言及した。

これらの結果は航空機用エンジンに用いられている TBC システムの損傷を知る上で大いに役立つものであり、将来のセラミックス熱遮蔽コーティングの信頼性評価に熱機械疲労試験を利用する場合の指針を示しているものであり、材料工学的にも耐熱材料分野の研究開発に役立つ結果と考えられる。