

平成 17 年度 SPring-8 戦略活用プログラム利用研究報告書

先進ガスタービン用ナノコーティングの集合組織と
応力解析法の研究

Analysis on texture and stress of nano-coatings
for advanced gas turbine

課題番号：2005B0812

使用ビームライン：BL02B1

実験責任者：川村昌志 (KAWAMURA Masashi), No. 5774

川崎重工業株式会社，技術研究所材料研究部，主任研究員

673-8666 明石市川崎町 1 番 1 号

Tel 078-921-1630, Fax 078-921-1628

E-mail; kawamura@ati.khi.co.jp

1. はじめに

ガスタービン動翼を高温の燃焼ガスから保護する耐熱セラミックコーティングは，プラズマ溶射あるいは電子ビーム物理蒸着により施工される．特に後者の場合，図 1 に示すように，基材の上にナノ界面を形成し，さらに耐熱セラミックコーティング層は基材界面から表面に向かい，結晶がランダムに成長するゾーン 1，結晶成長が競合するゾーン 2，結晶が柱状に成長するゾーン 3 の領域からなる．これらのナノコーティングの配向と集合組織に対して，基材温度，試料の回転など多様な成膜条件により，複雑，多様な特性を持たせる開発研究が進められている．しかし，そのコーティングの表面から界面までの応力評価は，まだ未確立である．

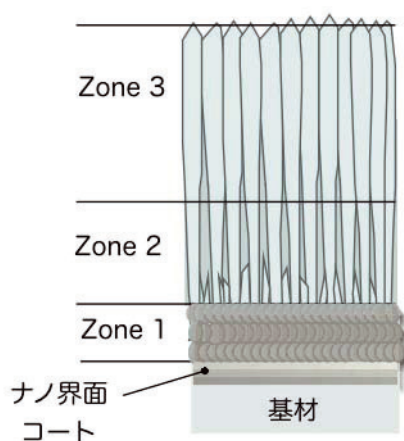


図 1 ガスタービン用ナノコーティング

一方、ガスタービンの開発は、先進国間での競争が激しい分野であり、高温燃焼による高出力、高効率にしのぎを削っている。また、耐酸化、耐熱コーティングの新手法の開発と変化は著しい。その高信頼性、耐久性が開発競争の成否を握っており、緻密な研究を必要とする。本課題は、この分野で最近開発されたナノコーティングの性能を評価するための不可欠の研究である。特に、本ナノコーティングの複雑な集合組織の深さ方向の変化を解明し、評価方法を定式化することが急務である。

本研究の目的は、以上のナノコーティング開発の基本的指針を得るために、ガスタービン用ナノコーティングの深さ方向の配向・集合組織特性と応力評価方法を確立することにある。そのために、高輝度放射光の高輝度かつ高エネルギーX線を利用して、界面から表面までのゾーン1~3の集合組織の状態（結晶方位、結晶寸法、ひずみ）が、どのように変化しているかを明らかにする。また、これらの変化が、成膜条件による変化、さらに別途実施する特性評価試験との相関について検討し、優れた特性を有するコーティングの構造を明らかにする。

2. 実験方法

2・1 試料

Ni 基耐熱超合金を基材とし、その上に CoNiCrAlY を減圧プラズマ溶射して厚さ約 0.2mm のボンドコートを形成した。そのボンドコートの上に正方晶ジルコニアを電子ビーム蒸着法（EB-PVD 法）で成膜してトップコートとした。EB-PVD の成膜においては機材温度を 1323K に保持し、基材を毎分 5、10 および 20 回転させ、3 種類の条件で EB-PVD 成膜した。5、10 および 20 回転数に対して、試験片の番号をそれぞれ 95R5、95R10、95R20 とする。トップコート膜厚は、断面観察によれば約 0.1 mm であった。応力測定で使用する弾性定数は、ナノインデンテーション法で得られた既報の研究¹⁾ による値としてヤング率 $E=123\text{GPa}$ 、ポアソン比 $\nu=0.3$ を用いた。

2・2 X線測定方法

高エネルギー放射光によるひずみスキヤニング法により、トップコート表面からボンドコートとの界面まで膜厚方向のひずみを測定した。放射光実験はビームライン BL02B1 の回折装置を使用した。シンクロトロン放射光の波長は、17.3 pm (71.5789 keV) を使用した。ゲージ体積は、発散スリット DS および受光側のダブルスリットで決定した。スリット幅は 5mm、高さ 0.2mm とした。利用した回折は、95R5 および 95R10 はジルコニアの 333 回折、95R20 は 600 回折を利用した。

試料は z ステージの上に設置したスピナーの上で面内回転させて測定を行った。後方にイオンチャンバーを設置し、受光スリットの半割位置を利用して

試料面と光軸中心との位置決めをした．z ステージを移動しながら各位置での膜厚方向の回折曲線を測定した．回折曲線をガウス関数で近似して回折角度を決定した．その回折角から格子面間隔を測定し，膜厚方向のひずみを測定した．表面近傍の回折角度は表面効果の影響を含むので，測定回折角度は解析的に補正した．

3. 実験結果

3・1 EB-PVD の断面観察

図2に製作したEB-PVD試験片の断面の様子を示す．図の試験片は95R10である．EB-PVD膜は顕著な配向を示し，基材温度および回転に依存して配向特性が異なる．本研究とは別に測定した極点図によると100面が膜厚方向に並んでいる結果を得ている．トップコートとボンドコートの界面付近を図2(b)に示されるように，界面部でも繊維組織が密に成長している．トップコート表面部の拡大したものを図2(c)に示す．羽毛状に結晶成長した組織であることがわかる．

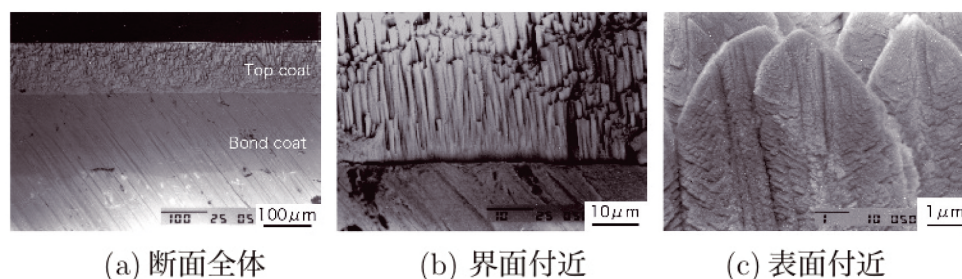


図2 EB-PVD法によるナノコーティング断面 (95R10)

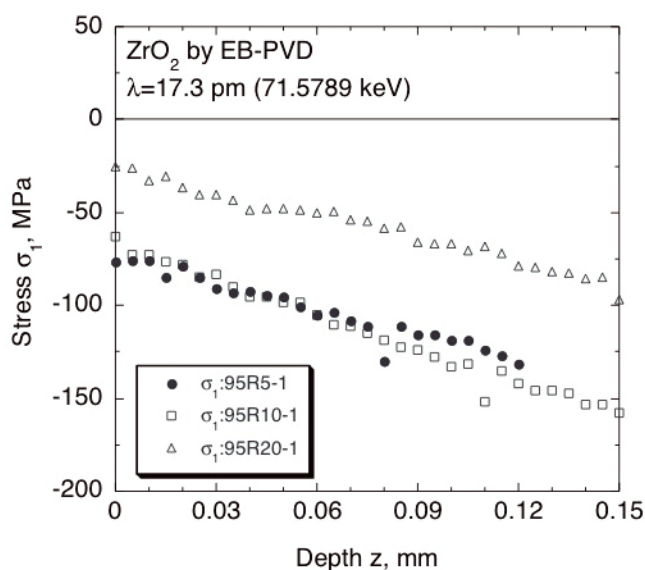


図3 ひずみスキヤニング法で得られた残留応力分布

3・2 放射光実験

放射光実験に先立ち、ラボX線により $\sin^2\psi$ 法を用いて各試料の表面応力を測定した。その結果、表面の面内応力はそれぞれ -76.7MPa (95R5), -63.0MPa (95R10), -25.1MPa (95R20)を得ている。この表面の面内応力と表面が平面応力状態であることを仮定して、各試験片の無ひずみの格子定数 d_0 を求めた。さらに、各 d_0 を利用して平面応力状態を仮定して、表面から界面までの応力分布 σ_1 を計算した。以上の方法により求められた応力分布を図3に示す。図からわかるように、表面から界面に向かい徐々に大きな圧縮残留応力となった。ジルコニアと基材の熱膨張係数から考えても、高温から室温に冷却される過程で、基材が収縮してトップコートに圧縮応力が存在することは妥当である。また、95R20が他の試験片に較べて小さい圧縮である。界面近くが表面よりも大きな圧縮を示す深さ方向への残留応力の分布傾向は、ほぼ同一であった。

4. まとめ

高エネルギー放射光実験により EB-PVD 膜の膜厚方向の残留応力分布の解析を行った。毎分 5, 10 および 20 回転により成膜した EB-PVD 膜の試験片を用意した。表面から内部に向かいひずみスキヤニング法により測定した応力分布は、界面近くが表面よりも大きな圧縮を示すことは、放射光実験により得られた新しい知見である。今後は、成膜組織および精密な分析を加えて、検討したい。

最後に、文部科学省の大型施設戦略プログラムにより、放射光実験の機会をいただいたことに感謝いたします。

参考文献

1) 鈴木賢治, 松本一秀, 久保貴博, 町屋修太郎, 田中啓介, 秋庭義明, 高エネルギー放射光による EB-PVD 遮熱コーティングの残留応力分布の解析, 日本機械学会論文集, A 編, Vol. 71, No. 711, pp. 1523-1529 (2005 年 11)