

複合機能部材構造制御技術

[重要地域技術研究開発]

— NEDOからの委託事業 —

岐阜研究所

研究部長 主幹研究員 鎗居 俊雄

はじめに

セラミックス、金属間化合物や炭素繊維強化炭素複合材料 (C/C) など、いわゆる超高温材料の開発、実用化の研究が、多くのプロジェクトでとり進められている。

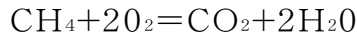
「複合機能部材構造制御技術」の研究においては、C/C材料の表面にSiCやMOSi₂皮膜を成膜する手法や、カーボン材料にボロンイオンを注入して特性を向上させる手法を研究している。

これらは、メタン燃焼ガスタービンに使用する材料をめざしており、材料開発と平行して、高温における力学特性、熱的特性、耐環境性の評価手法の開発にも努めている。

ここでは、超高温材料の耐環境性評価手法の一つとして、本プロジェクトで必要と考えられた、水蒸気を含む雰囲気での耐酸化性試験設備と、その試験結果の一部を紹介する。

設備（熱サイクル／熱衝撃試験機）の改善試験環境

メタン燃焼ガスタービンの代表部材であるタービン翼の使用環境は、メタンを空気中で燃焼させた後のガス雰囲気である。メタンは主として



の反応で燃焼すると考えられる。この反応式に相当するモル数の空気による燃焼であるから、空気中のN₂ガスの量も考慮すれば、燃焼ガスはN₂が70%、H₂Oが20%、CO₂が10%程度となる。

ガスタービンシステムの設計によっては、反応式の化学当量比から、ややずらした燃焼が採用される場合もあり得るが、上記の

燃焼ガス雰囲気での材料の耐久性を基本特性として把握しておく必要がある。このガス雰囲気は、水蒸気を多量に含むことと、ガス温度が1500~1600 の高温になることが特徴である。特に水蒸気が含まれる場合、金属材料の酸化では、酸化速度が大きくなる現象が知られていることから、水蒸気を含む雰囲気での試験が可能な設備が要求される。

水蒸気

水蒸気は通常の大気中にも含まれていて、湿度50%などという表現がなされる。これは、相対湿度と呼ばれるもので、その温度における飽和水蒸気圧に対する比の百分率を表している。温度に対する飽和水蒸気圧は、表1に示すようになっており、20℃であれば飽和水蒸気圧が0.023気圧であるから、1気圧の大気に対して、相対湿度50%は、1.15%の水蒸気ということになる。

20%の水蒸気を含む雰囲気を得ようとするれば、60℃以上の加熱による水蒸気を利用すべきことがわかる。材料のメタン燃焼雰囲気での耐久性を調査するために、このような水蒸気濃度の制御が可能な設備を設置したので、その紹介をする。

加湿雰囲気加熱装置

試験装置は、既設の超高温熱サイクル／熱衝撃試験機の加熱系を利用したもので、図1に示すような構成になっている。光源は、クセノンガス中の放電アークであり、30kWのランプとなっている。アーク光は、金めっきされた回転楕円面の反射鏡で、石英ドームに囲まれたチャンバー内の試料を加熱する。

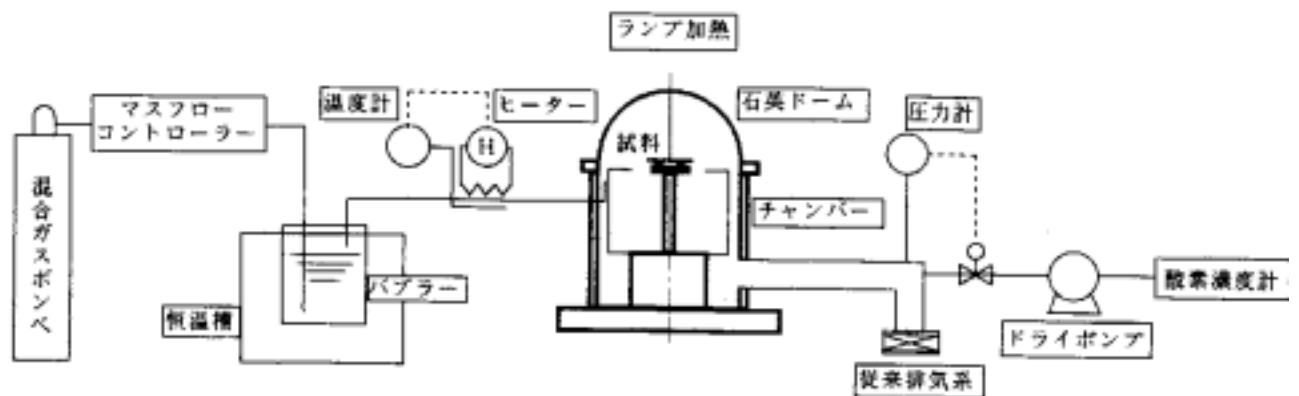


図1 試験装置の系統概要

温度 (°C)	飽和圧力 (気圧)
0	0.00603
10	0.012121
20	0.02307
30	0.04188
40	0.07280
50	0.12180
60	0.19660
70	0.30760
80	0.46740
90	0.69190
100	1.00000

表1 飽和水蒸気圧

この加熱系では、1000~2000 の加熱が可能である。この加熱方式は、熱源と試料チャンバーが分離されていることと、試料部分のみを加熱することから、雰囲気、温度に対する周辺部品の材料選択に余裕を備えている。

水蒸気の導入は、恒温水槽で一定温度に保たれた純水タンクに、CO₂とN₂の混合ガスをバブリングさせ、純水の温度に応じた飽和水蒸気を混合ガスに含ませる、いわゆるバブラー方式によっている。バブラーからチャンバーまでの配管には、水蒸気の凝縮を防ぐヒーターがつけられている。チャンバーには排気ポンプが付属されており、混合ガスの送気量と排気管のしぼり弁のバランスで、チャンバーの内圧を制御する方式としていている。ここに用いる排気ポンプは、通常の油回転ポンプでは、水分により真空油の劣化を起し、排気性能を落とすこととなるため、オイルフリーのポンプを使用している。このポンプの到達圧のカタログ値は1.6Paである。なお、この設備では石英ドームを用いたチャンバー構造のため、雰囲気圧力は大気圧を上限とした減圧雰囲気に限られる。

湿度計測

本設備の眼目は、加熱雰囲気への水蒸気の導入であり、水蒸気濃度の計測が必須である。用いた湿度計は、高分子フィルム感湿エレメントをセンサーとするもので、自生測温抵抗体とセットで相対湿度をデジタル表示する。温度は100°C以下に対応するので、直接加熱部の高温域での測定はできないため、チャンバーへの配管内で測定しているこの相対湿度直宣と湿度から水蒸気濃度を求める。

試験結果の紹介

この試験装置を用い、等方性黒鉛基材へ適用したコーティングの=オ久世を織した。コーティングは、厚さ約90 μmのSiC皮膜

であり、この試料をEIと表示する。また基材にボロンイオンを注入した上に同じコーティングを成膜した試料をEとする。試験雰囲気ば、室内大気雰囲気を用いるほか、メタン燃焼模擬雰囲気としてはH₂018%、CO₂10%、N₂72%を用いた。これらの雰囲気で試料温度を1650°Cとして加熱し、30分、2時間、5時間後の試料質量を測定した。この結果は図2に示すように、メタン、燃焼模擬雰囲気は、大気雰囲気に比べてSiCコーティングに対して厳しいものであることがわかる。また基材へのボロン注入は、期待された効果を示していない。

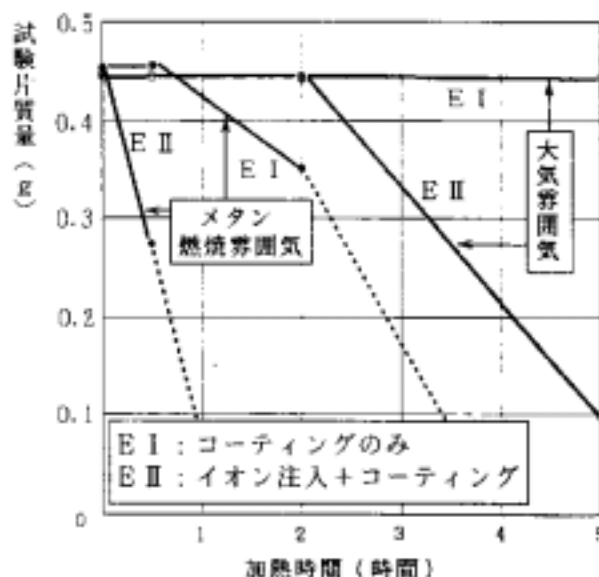


図2 メタン燃焼模擬雰囲気中加熱試験結果

ボロン自体が材料の高温酸化特性に悪影響を及ぼすことは考えにくいことから、SiCコーティングの緻密度にボロンが何らかの影響を及ぼしているものと推定される。

このように、高温での酸化特性に及ぼす雰囲気、特に水蒸気の影響は大きいので、本装置を利用した、材料の高温における雰囲気との相互作用について、さらに試験を重ねる必要があると考えられる。