

前駆体水溶液を用いた炭化ケイ素へのムライト薄膜作製

(岐阜大) ○棚橋由季・吉田道之・(ファインセラミックスセンター) 田中 誠・
北岡 諭・(岐阜大) 大矢 豊・櫻田 修

【緒言】 炭化ケイ素(SiC)は高強度、高硬度で耐熱性、耐食性を示し、その密度も 3.21 g/cm^3 と金属材料と比較して軽量であることから、次世代航空機エンジンの部材として注目されている。SiC を高温下で使用するためには耐環境コーティング(EBC)が必須であり、そのコーティング材料として耐熱性、低熱膨張性といった性質をもつムライト($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$)が注目されている。現在、SiC へのムライトコーティングとしてプラズマ溶射法の報告があるが[1]、大規模な設備や費用が必要であり、より簡便な製膜法が望まれる。我々は、水酸化アルミニウム($\text{Al}(\text{OH})_3$)およびテトラエトキシシラン(TEOS)に有機酸を加えて調製した Al_2O_3 および SiO_2 前駆体水溶液を用いたムライト前駆体水溶液の調製法を報告した[2]。本研究では、このムライト前駆体水溶液を用いた薄膜作製を試みた。薄膜作製を行うにあたり、ムライト前駆体水溶液の安定性と基板のぬれ性改善、コーティングによる SiC 基板の耐環境性向上について検討した。

【実験】 既報[2]に従って、 $\text{Al}(\text{OH})_3$ にギ酸を加えて調製した Al_2O_3 前駆体水溶液と、TEOS に酢酸を加えて調製した SiO_2 前駆体水溶液をムライトの化学量論比であるモル比 $\text{Al} : \text{Si} = 3 : 1$ になるように混合し、ムライト前駆体水溶液を調製した。この溶液の安定性を調べるために動的光散乱法で粒度分布測定を行った。このムライト前駆体水溶液を用いて、スピコーティング法で SiC 基板にムライト薄膜作製を行った。均一な薄膜を作製するため、基板に表面洗浄・改質のために真空紫外光(エキシマ光、172nm)の照射の効果を検討した。さらに、作製したムライトコーティングの基板とコーティングを行っていない基板に対して、大気中、種々温度で熱処理し、基板表面の XRD 測定を行った。

【結果と考察】 調製直後のムライト前駆体水溶液は無色透明な水溶液であったが、調製から 1 ヶ月経過後に白濁、ゲル化が認められた。動的光散乱法を用いて、この前駆体水溶液の粒度分布の経時変化を測定した結果、時間経過とともに粒度子径が大きくなった。このため、ムライト前駆体水溶液は調製直後のものをコーティングに使用することにし、SiC 基板にムライトコーティングを行った。

Fig. 1(a)にコーティングを行っていない SiC 基板に対して大気中で種々温度で 1 時間加熱した試料表面の XRD 測定結果を示す。1300°C まででは XRD 測定結果に変化が認められなかったが、1400~1500°C で $2\theta = 21.9^\circ$ に SiC の酸化によるクリストバライトのピークが認められた。Fig. 1(b)に 4 回コーティングした基板を同様に加熱した時の XRD 測定結果を示す。 $2\theta = 26.2^\circ$ にピークを示すことからムライト膜が生成していることがわかる。1500°C で加熱すると Fig. 1(a)と同様に $2\theta = 21.9^\circ$ にクリストバライトの生成が認められるが、そのピーク強度は Fig. 1(a)と比較して低く、クリストバライトの生成を抑制できることがわかった。

【参考文献】

- 1) K. N. Lee, et al., *J. Am. Ceram. Soc.*, **78**, 705-710 (1995). 2) 村手, 他, *材料と環境* 2013, B-314 (2013).

【謝辞】 本研究は、JST・戦略的創造研究推進事業「先端的低炭素化技術開発(ALCA)」の一環として行われたものである。

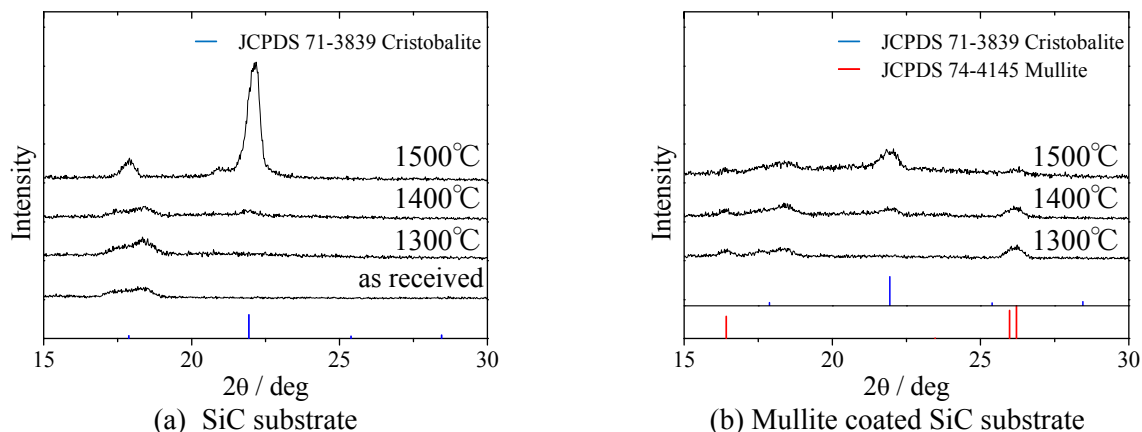


Fig. 1 XRD patterns of SiC substrates with and without mullite coating as a function of heating temperature.