

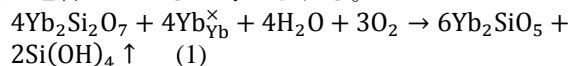
B18 高温加湿環境下における Yb₂Si₂O₇ 膜中の物質移動

(JFCC¹・東大²) ○和田匡史¹・松平恒昭¹・川島直樹¹・北岡諭¹・高田雅介¹・竹内美由紀²
E-mail: m_wada@jfcc.or.jp

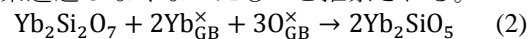
【緒言】 Yb₂Si₂O₇は耐水蒸気減肉性に優れ、熱膨張係数が SiC 繊維強化 SiC 複合材料 (SiC_f/SiC_m) に近く、室温から熔融温度まで相転位しないことが知られていることから、高温の酸素と水蒸気を含む燃焼環境下において SiC_f/SiC_m の酸化と減肉から守る耐環境性コーティング (EBC) の候補素材の一つとして大いに注目されている。そこで我々は、EBC の使用環境を模擬して、急峻な酸素ポテンシャル勾配 (dμO) 下に Yb₂Si₂O₇ ウェハを曝し、その物質移動機構について解析を行ってきた[1]。その結果、高温乾燥環境下における多結晶 Yb₂Si₂O₇ の酸素透過は、粒界を介した酸素の内方向拡散と Yb の外方向拡散によって支配されることを明らかにした。また、酸素トレーサー (¹⁸O₂) を用いた高温酸素透過試験から、dμO すなわち駆動力を付与した方が Yb₂Si₂O₇ における酸素の粒界拡散性が抑制されるという興味ある現象も見出した。本研究では、Yb₂Si₂O₇ ウェハを酸素と同時に水蒸気のポテンシャル勾配下に曝した場合の Yb₂Si₂O₇ 中の物質移動について、評価・解析することを目的とした。

【実験方法】 1673K において、多結晶 Yb₂Si₂O₇ ウェハ (250μm) の両側を P_{O₂(hi)}/P_{O₂(lo)}=10⁵Pa/10⁻⁹Pa に保持することにより、ウェハを dμO 下に保持した (乾燥条件)。この時、酸素と Yb が相互粒界拡散する。また、P_{O₂(hi)}側に水蒸気 (P_{H₂O}=10⁴Pa) を供給し、ウェハを加湿の dμO 下に保持した (加湿条件)。また、種々の dμO 下において P_{O₂(hi)}側に水蒸気 (P_{H₂O}=10⁴Pa) を供給し、酸素透過性を評価した (加湿条件)。試験後ウェハ表面の結晶相を XRD で同定すると共に、断面組織の SEM 観察を実施した。さらに、P_{O₂(hi)}側に ¹⁶O₂ と同じ酸素分圧の酸素トレーサー (¹⁸O₂) を供給し、試験後ウェハに対して表面深さ方向と断面の SIMS 分析を行い物質移動に及ぼす加湿の影響を解析した。

【結果と考察】 Fig. 1 に(a)乾燥 dμO 下 (P_{O₂(hi)}/P_{O₂(lo)}=10⁵Pa/10⁻⁹Pa) および(b)加湿 dμO 下で処理した Yb₂Si₂O₇ ウェハ断面の SEM 観察結果を示す。いずれの場合も、P_{O₂(hi)}側表面に緻密な Yb₂SiO₅ 層が、P_{O₂(lo)}側表面に多孔質の Yb₂SiO₅ 層がそれぞれ形成することを確認した。また、加湿の有無によらず P_{O₂(lo)}側に形成した Yb₂SiO₅ 層の方が厚いことが示唆された。次に、加湿の影響について比較すると、加湿 dμO 下で処理した場合の方がいずれの表面とも Yb₂SiO₅ 層の厚みが増加しており、Yb の拡散が大きく促進していることが示唆された。その一方で、加湿条件では、Yb₂Si₂O₇ ウェハを透過するはずの酸素量が検出限界以下になるという非常に興味深い現象も確認された。乾燥 dμO 下で保持した後、P_{O₂(hi)}側に水蒸気を導入すると、ごく短時間で P_{O₂(lo)}側に透過する酸素量は検出限界以下になることから、P_{O₂(hi)}側表面において雰囲気中の H₂O と O₂ が消費される反応 (1) が進行していると考えられる。



また、透過試験後の Yb₂Si₂O₇ ウェハ内の Yb₂SiO₅ 粒子とボイドの粒度分布を測定した結果、加湿によって Yb₂SiO₅ 粒子が生成・成長することが明らかになった。ウェハ内において反応 (2) も同時に進行したと考えられる。以上、反応 (1)(2) より、加湿 dμO 下では酸素透過しなくなったものと推察される。



【参考文献】 [1] M. Wada et al., Acta Mater. 135 (2017) 372.

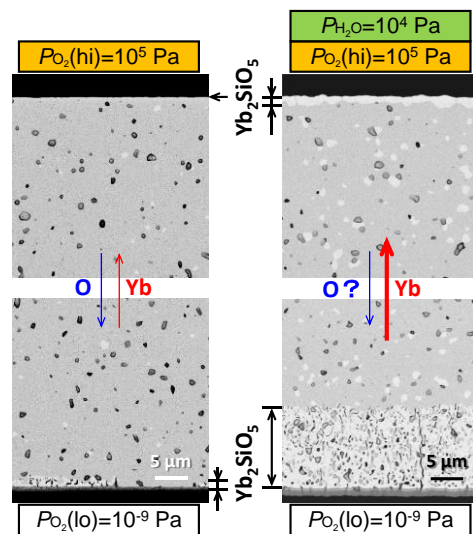


Fig. 1 SEM images of cross section of Yb₂Si₂O₇ wafer under dμO at 1673 K (a) without and (b) with water vapor