

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2007-229704

(P2007-229704A)

(43) 公開日 平成19年9月13日(2007.9.13)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
B05D 1/18 (2006.01)	B05D 1/18	4D075
B05D 1/36 (2006.01)	B05D 1/36 Z	4J038
B05D 7/24 (2006.01)	B05D 7/24 3O1G	
C09D 1/00 (2006.01)	B05D 7/24 3O3C	
	C09D 1/00	
審査請求 有 請求項の数 36 O L (全 11 頁)		

(21) 出願番号 特願2006-348886 (P2006-348886)
 (22) 出願日 平成18年12月26日 (2006.12.26)
 (31) 優先権主張番号 11/366, 901
 (32) 優先日 平成18年3月1日 (2006.3.1)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 590005449
 ユナイテッド テクノロジーズ コーポレ
 イション
 UNITED TECHNOLOGIES
 CORPORATION
 アメリカ合衆国, コネチカット 0610
 1, ハートフォード, ユナイテッド テク
 ノロジーズ ビルディング
 (74) 代理人 100096459
 弁理士 橋本 剛
 (74) 代理人 100092613
 弁理士 富岡 潔

最終頁に続く

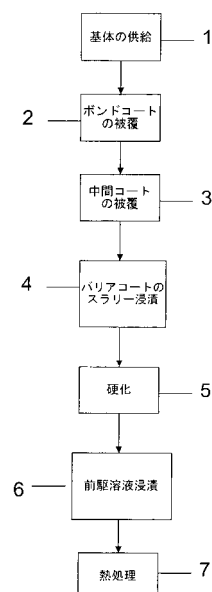
(54) 【発明の名称】 高密度保護被覆、その製造方法および被覆された物品

(57) 【要約】

【課題】 高密度の耐環境コーティングを調製して適用する方法を提供すること。

【解決手段】 (1) ベースコートを上記に形成するために、水溶液と、少なくとも1つの耐火性金属酸化物と、スラリーの重量の約0.1~10%の量の少なくとも1つの非定常流体添加剤とを含むスラリー中に複雑形状の基体を浸漬するステップと、(2) 浸漬した基体を硬化させるステップと、(3) トップバリアコートをその上に形成するために前駆溶液中に基体を浸漬するステップと、(4) 保護コーティングを形成するために、浸漬して硬化させた基体を熱処理するステップと、を含む、複雑形状基体上に保護コーティングを堆積させる方法。

【選択図】 図4A



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(1) ベースコートを上記の上に形成するために、水溶液と、少なくとも 1 つの耐火性金属酸化物と、スラリーの重量の約 0.1 ~ 10 % の量の少なくとも 1 つの非定常流体添加剤を含むスラリー中に複雑形状の基体を浸漬するステップと、

(2) 浸漬した基体を硬化させるステップと、

(3) トップバリアコートを上記の上に形成するために前駆溶液中に基体を浸漬するステップと、

(4) 保護コーティングを形成するために、浸漬して硬化させた基体を熱処理するステップと、

を含むことを特徴とする、複雑な形状基体上に保護コーティングを堆積させる方法。

10

【請求項 2】

前記スラリー中に前記基体を浸漬するステップの前に、前記基体と前記基体の任意の中間層との間に配置される、任意のボンドコートを適用することをさらに含むことを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記基体上に 2 層以上のベースコートを得るために、前記ステップ (1) と前記ステップ (2) とを反復することをさらに含むことを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記保護コーティングにおいて所定の密度を達成するために、前記ステップ (3) と前記ステップ (4) とを反復することをさらに含むことを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

20

【請求項 5】

前記前駆溶液が、希土類元素の塩と溶媒とを含むことを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記スラリーが、希土類元素の少なくとも 1 つの塩と、少なくとも 1 つの分散剤と、少なくとも 1 つの添加剤とをさらに含むことを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記ステップ (2) を実行する前に、前記ステップ (1) と前記ステップ (3) とを実行することを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

30

【請求項 8】

前記ステップ (2) を実行する前に、前記ステップ (1) と前記ステップ (3) とを連続して反復することを特徴とする、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

前記硬化させるステップが、前記基体を約 1250 から 1450 の間の温度に、約 30 分から 500 分間、加熱することを含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

前記ステップ (1) を実行した後に、前記ステップ (2) を実行することを特徴とすることを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

40

【請求項 11】

前記ステップ (1) と前記ステップ (3) とを連続して実行した後に、前記ステップ (2) を実行することを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 12】

前記熱処理するステップは、前記基体を約 500 から 700 の間の温度に約 30 分から 90 分の間、加熱することを含むことを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 13】

前記ステップ (2) を実行した後に、前記ステップ (4) を実行することを特徴とする、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 14】

50

前記基体上の前記保護コーティングにおいて所望の密度が得られるまで、前記ステップ(3)～前記ステップ(4)を反復することを特徴とする、請求項1に記載の方法。

【請求項15】

前記少なくとも1つの耐火性金属酸化物が、約25モル%から100モル%までの第1の耐火性金属酸化物と、約25モル%までの、ジルコニウム、チタン、ニオブ、タンタル、セリウム、イットリウム、スカンジウム、アルミニウム、ケイ素、ランタン、ガドリニウム、サマリウム、ルテチウム、イッテルビウム、ユーロピウム、プラセオジウム、ジスプロジウム、エルビウム、プロメチウム、ホリミウムおよびそれらの混合物からなる群から選択される金属を含む、少なくとも1つの第2の耐火性金属の酸化物と、を含んでなることを特徴とする、請求項1に記載の方法。

10

【請求項16】

前記非定常流体添加剤が、酸化ケイ素、ケイ酸リチウム、フューム化シリカ粉末およびコロイドシリカからなる群から選択される、少なくとも1つのシリカをベースとする材料を含むことを特徴とする、請求項1に記載の方法。

【請求項17】

前記非定常流体添加剤が、少なくとも1つのチタニアをベースとする材料を含むことを特徴とする、請求項1に記載の方法。

【請求項18】

(1) ベースコートを形成するために、水溶液と、少なくとも1つの耐火性金属酸化物と、スラリーの重量の約0.1～10%の量の少なくとも1つの非定常流体添加剤とを含むスラリーに物品を浸漬するステップと、

20

(2) 浸漬した物品を硬化させるステップと、

(3) トップバリアコートを上記の上に形成するために前駆溶液中に物品を浸漬するステップと、

(4) 保護コーティングを形成するために、浸漬して硬化させた物品を熱処理するステップと、

を含む工程によって被覆されることを特徴とする、物品。

【請求項19】

前記物品が、ガスタービンエンジンの構成要素であることを特徴とする、請求項18に記載の物品。

30

【請求項20】

前記構成要素が、ベーン、ブレード、燃焼器ライナー、シュラウド、輸送ダクト、およびエアフォイルの内の少なくとも1つを含むことを特徴とする、請求項19に記載の物品。

【請求項21】

前記構成要素が複雑な形状を有することを特徴とする、請求項19に記載の物品。

【請求項22】

前記複雑な形状が実質的に管状であることを特徴とする、請求項21に記載の物品。

【請求項23】

前記保護コーティングが、少なくとも1つの耐火性金属酸化物と、非定常流体添加剤との反応生成物を含むことを特徴とする、請求項18に記載の物品。

40

【請求項24】

前記非定常流体添加剤が、酸化ケイ素、ケイ酸リチウム、フューム化シリカ粉末およびコロイドシリカからなる群から選択される、少なくとも1つのシリカをベースとする材料を含むことを特徴とする、請求項18に記載の物品。

【請求項25】

前記非定常流体添加剤が、少なくとも1つのチタニアをベースとする材料を含むことを特徴とする、請求項18に記載の物品。

【請求項26】

前記少なくとも1つの耐火性金属酸化物が、約25モル%から100モル%までの第1

50

の耐火性金属酸化物と、約 25 モル%までの、ジルコニウム、チタン、ニオブ、タンタル、セリウム、イットリウム、スカンジウム、アルミニウム、ケイ素、ランタン、ガドリニウム、サマリウム、ルテチウム、イッテルビウム、ユーロピウム、プラセオジウム、ジスプロジウム、エルビウム、プロメチウム、ホリミウムおよびそれらの混合物からなる群から選択される金属を含む第 2 の耐火性金属の酸化物を少なくとも 1 つと、を含むことを特徴とする、請求項 23 に記載の物品。

【請求項 27】

前記物品が、少なくとも 1 つの表面を含むことを特徴とする、請求項 18 に記載の物品。

【請求項 28】

前記表面と前記保護コーティングとの間に配置されたボンドコートをさらに含むことを特徴とする、請求項 27 に記載の物品。

【請求項 29】

前記ボンドコートが、ケイ素と窒化ケイ素の内の少なくとも 1 つを含むことを特徴とする、請求項 28 に記載の物品。

【請求項 30】

前記ボンドコートと前記保護コーティングとの間に配置された中間層をさらに含むことを特徴とする、請求項 28 に記載の物品。

【請求項 31】

前記中間層が、 HfSiO_4 、 BaSiO_2 、 SrSiO_2 、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸イットリウム、希土類のケイ酸塩、ムライト、バリウムのアルカリ土類アルミノケイ酸塩、ストロンチウムのアルカリ土類アルミノケイ酸塩、およびそれらの混合物からなる群から選択される材料を含むことを特徴とする、請求項 30 に記載の物品。

【請求項 32】

前記中間層が、ケイ素、酸化ハフニウムおよび酸化ハフニウムシリコンの内の少なくとも 1 つを含むことを特徴とする、請求項 30 に記載の物品。

【請求項 33】

少なくとも 1 つの耐火性金属酸化物と非定常流体添加剤との反応生成物を含み、前記反応生成物は約 0.5 W/mK から約 6 W/mK の範囲の熱伝導率値を有することを特徴とする、コーティング組成物。

【請求項 34】

前記少なくとも 1 つの耐火性金属酸化物が、約 25 モル%から 100 モル%までの第 1 の耐火性金属酸化物と、約 25 モル%までの、ハフニウム、ジルコニウム、チタン、ニオブ、タンタル、セリウム、イットリウム、スカンジウム、アルミニウム、ケイ素、バリウム、ストロンチウム、スカンジウム、ランタン、ガドリニウム、サマリウム、ルテチウム、イッテルビウム、ユーロピウム、プラセオジウム、ジスプロジウム、エルビウム、プロメチウム、ホリミウムおよびそれらの混合物からなる群から選択される金属を含む第 2 の耐火性金属の酸化物を少なくとも 1 つと、を含むことを特徴とする、請求項 33 に記載のコーティング組成物。

【請求項 35】

前記非定常流体添加剤が、酸化ケイ素、ケイ酸リチウム、フェーム化シリカ粉末およびコロイドシリカからなる群から選択される、少なくとも 1 つのシリカをベースとする材料を含むことを特徴とする、請求項 33 に記載のコーティング組成物。

【請求項 36】

前記非定常流体添加剤が、少なくとも 1 つのチタニアをベースとする材料を含むことを特徴とする、請求項 33 に記載のコーティング組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

米国政府の権利

10

20

30

40

50

米国政府は、エネルギー省 (Department of Energy) から受けた契約番号 DE - FC 26 - 00CH11060 に従って、本発明における権利を有するものである。

【0002】

本発明は、環境防護被覆 (environmental barrier coating) に関し、より詳細には、水蒸気の拡散が制限された状態で有効な、高密度な耐環境コーティングを調整かつ適用する、全ての産業に利用可能な、複雑形状を有する部品の使用寿命を延長する、コスト効率が向上された方法に関する。

【背景技術】

【0003】

CMC、モノリシック SiC および Si_3N_4 などのケイ素をベースとする構造用セラミックは、高性能なガスタービンに発生する水蒸気リッチな燃焼環境における、リセス (recession、陥没) を防止するために、保護被覆を必要とする。そのような構成要素の性能および寿命を向上させるために、環境防護被覆 (EBC) として知られる保護被覆を使用することが不可欠である。多数の特許並びに特許出願が、EBC 組成物を開示しているが、そのような保護コーティングを複雑な形状を有する部品に適用することを目的とする方法は比較的希少である。様々な産業で、複雑な形状の部品が使用されている。そのような産業の1つが航空機製造業であり、そのガスタービンエンジン構成部品は、ペーン一体型リング (integral vane ring) やブレード一体型ロータ (integrally bladed rotor) など、複雑な部品形状を有する。

【0004】

そのような複雑な形状部品に対して好適な被覆工程は、肉厚で高密度な被膜を低コストかつ迅速な生産速度で提供するものでなければならない。プラズマ溶射法および物理蒸着法はいずれも、直視界工程 (line of sight process) であり、これらは複雑形状を迅速に被覆するには実用的ではない。高密度な被膜を得るのに使用されることの多い非直視界工程は化学蒸着 (CVD) 法である。この技法は、肉厚で高密度な被膜形成を可能にするが、CVD 法は高価で、低速度であり、多大な工程開発と作業者の熟練技術を必要とする。

【0005】

最近、非直視界法として電気泳動堆積法 (electrophoretic deposition (EPD)) を包含する被覆工程が、2004年8月9日に出願され、本願の譲受権限者、ユナイテッド・テクノロジー社 (United Technologies Corporation) に譲渡された、米国特許出願第10/914925号に開示された。しかしながら、EPDは、この工程の商業的魅力を漸減させる製造上の欠点がある。すなわち、EPD工程は、基体上に均一な被膜 (あるいは複数の被膜) を堆積させるのに、導電性基体と複雑な電極設計を必要とする。

【0006】

他の被覆工程は、ゾルゲルを包含する。ゾルゲル法は、複雑な寸法形状を有する基体を被覆するのに使用されることが多い。ゾルゲル法は、迅速で安価な方法で高密度被覆を製造する。しかしながら、ゾルゲル法は、高密度な被膜をわずかに数 μm 程度の厚さに形成するだけであり、このため、厳しい環境条件への露出に耐えるのに十分なほど、被膜が厚くて高密度でなくてはならない場合には、この工程は不適当である。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

したがって、水蒸気の拡散が制限された状態で有効な、高密度な耐環境コーティングを製造かつ適用する、全ての産業に利用可能な、複雑形状を有する部品の使用寿命を延長するコスト効率のよい方法が要求されている。

【課題を解決するための手段】

【0008】

10

20

30

40

50

本発明によれば、複雑な形状の基体上に保護コーティングを堆積させる方法は、概して、(1)ベースコートを上記の上に形成するために、水溶液と、少なくとも1つの耐火性金属酸化物と、スラリーの重量の約0.1~10%の量の少なくとも1つの非定常流体添加剤(transient fluid additive)とを含むスラリー中に複雑形状の基体を浸漬するステップと、(2)浸漬した基体を硬化させるステップと、(3)トップバリアコートを上記の上に形成するために前駆溶液中に基体を浸漬するステップと、(4)保護コーティングを形成するために、浸漬して硬化させた基体を熱処理するステップと、を含む。

【0009】

上記ステップは、連続して実施するか、またはステップ(2)を実行する前に、ステップ(1)とステップ(3)とを、1回または複数回実行するなどのように様々な順序で実行することが考えられる。

【0010】

本発明の別の態様によれば、物品は、概して、(1)ベースコートを形成するために、水溶液と、少なくとも1つの耐火性金属酸化物と、スラリーの重量の約0.1~10%の量の少なくとも1つの非定常流体添加剤(transient fluid additive)とを含むスラリーに物品を浸漬するステップと、(2)浸漬した物品を硬化させるステップと、(3)トップバリアコートを上記の上に形成するために前駆溶液中に物品を浸漬するステップと、(4)保護コーティングを形成するために、浸漬して硬化させた物品を熱処理するステップと、を含む工程によって被覆される。複雑な形状は実質的に管状であってもよい。

【0011】

本発明のさらに別の態様によれば、コーティング組成物は、概して、少なくとも1つの耐火性金属酸化物と非定常流体添加剤との反応生成物を含み、この反応生成物は約0.5 W/mK~約6 W/mKの範囲の熱伝導率値を有する。

【0012】

本発明の1つまたは複数の実施形態の詳細を、添付の図面および以下の説明に記載する。本発明のその他の特徴、目的、および利点は、この説明および図面、または特許請求の範囲から明白であろう。

【0013】

異なる図面における同じ符号並びに名称は、同じ要素を示す。

【発明を実施するための最良の形態】

【0014】

本発明は、ケイ素基体とトップバリア層とを含む物品に関し、トップバリア層は、物品が高温の水性環境に曝されるときに、ケイ素のガス種が形成されるのを防止する。本発明はまた、物品を製造する方法に関する。さらに、ここで理解すべきことは、トップ層は特に耐環境層そのものであるが、トップ層はまた、断熱層としても機能し、したがって本発明は、ケイ素含有基体上の環境/断熱トップ層としての用途を概ね包含することである。

【0015】

図1~図3を参照すると、ケイ素含有基体には、ケイ素をベースとするセラミック基体10からなるものであってよい。好ましい一実施形態において、ケイ素含有基体は、例えば炭化ケイ素や窒化ケイ素などのケイ素含有セラミック材料であってよい。本発明の特定の一実施形態によれば、ケイ素含有セラミック基体10には、繊維、粒子、およびその他の強化材料を含むケイ素含有基材、特に、繊維強化されたケイ素ベース基材からなるものであってよい。本発明の別の実施形態においては、ケイ素含有セラミック基体10は、モノリシック炭化ケイ素またはモノリシック窒化ケイ素としてもよい。

【0016】

本発明の物品において特に有用である、本発明のトップバリアコート層16は、約25~100モル%の耐火性金属酸化物、例えば、好ましい範囲が約75~100モル%である酸化ハフニウムを含んでなるものであってよい。好ましい一実施形態によれば、単斜晶

の酸化ハフニウムが好ましい。ある特定の実施形態においては、トップバリアコート層 16 はさらに、Zr、Ti、Nb、Ta、Ce およびそれらの混合物からなる群から選択される金属を有する、少なくとも 1 つの耐火性金属の酸化物を約 75 モル % 以下、より好ましくは約 25 モル % 以下の範囲で含み、残部が酸化ハフニウムであるものであってもよい。さらに別の実施形態においては、トップバリアコート層 16 は、約 75 モル %、好ましくは約 25 モル % 以下の範囲の、希土類元素、Y、Sc、Al、Si およびそれらの混合物からなる群から選択される少なくとも 1 つの耐火性金属の酸化物と、残部の酸化ハフニウムを含んでなるものであってもよい。さらに別の実施形態においては、トップバリアコート層 16 は、約 75 モル % 以下、好ましくは約 25 モル % 以下の範囲の、希土類元素、Y、Sc およびそれらの混合物からなる群から選択される少なくとも 1 つの酸化物と、残部の酸化ハフニウムを含んでなるものであってもよい。特に有用な上記希土類元素としては、それらに限定はされるものではないが、La、Gd、Sm、Lu、Yb、Er、Pr、Pm、Dy、Ho、Eu およびそれらの混合物が包含される。

【0017】

トップバリアコート層 16 は、物品中において、約 $20\ \mu\text{m}$ ~ $150\ \mu\text{m}$ 、好ましくは約 $40\ \mu\text{m}$ ~ $100\ \mu\text{m}$ の間の、理想的には約 $50\ \mu\text{m}$ ~ $75\ \mu\text{m}$ の間の厚さで存在する。本発明の物品のさらに別の実施形態においては、ケイ素含有基体とトップバリアコート層との間に、中間コート層 14 を設けてもよい。1 つまたは複数の中間コート層 14 は、トップバリアコート膜層 16 と基体 10 との間の粘着性を強化し、あるいはまた、トップバリアコート層 16 と基体 10 との間の反応を防止する役割を果たすことができる。この任意の中間コート層 14 は、例えば、 HfSiO_4 、 BaSiO_2 、 SrSiO_2 、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸イットリウム、希土類のケイ酸塩、ムライト、バリウムストロンチウムのアルカリ土類アルミノケイ酸塩、およびそれらの混合物からなる群から選択される層を含んでもよい。中間コート層 14 はまた、Si と HfO_2 や HfSiO_4 との、あるいは両方との混合物を含めてもよい。この中間層の厚さは、トップバリアコート層 16 を基準とする。中間コート層 14 に加えて、任意のボンドコート層 12 を、ケイ素含有基体 10 と、トップバリアコート層 16、あるいは、中間コート層を使用する場合にはその中間コート層 14 との間に設けてもよい。好適なボンドコート層 12 は、約 $25\ \mu\text{m}$ ~ $100\ \mu\text{m}$ 、好ましくは約 $40\ \mu\text{m}$ ~ $60\ \mu\text{m}$ の厚のケイ素金属からなるものであってもよい。ボンドコート層 12 の別の実現形態には、Si と HfO_2 や HfSiO_4 との、あるいは両方との混合物からなるものが包含され得る。

【0018】

次に図 4A と図 4B を参照すると、本明細書で開示の保護コーティングを適用する非限定的な 2 つの方法により、基体上への保護コーティングの全体的な粘着性と均一性が改善される。限定する意味ではなく説明の目的で、この方法は、一連のステップで説明することができる。その内のいくつかは任意としてもよく、またその順序は、それに限定されることはないが、意図する用途、工程条件、その他の要因に応じて変更してもよい。

【0019】

本明細書で開示の一実施形態においては、本発明の方法は、上記かつ図 4A のステップ 1 に示すように、ケイ素含有基体 10 を供給するステップを概して含む。基体 10 は、必要に応じて、図 4A のステップ 2 に示すような、基体 10 上に配置される、任意のボンドコート層 12 を含んでもよい。任意の中間コート層 14 は、その層が存在するある場合には、図 4A のステップ 3 に示すように任意のボンドコート層 12 上に配置してもよい。

【0020】

任意のボンドコート層 12 は、それらには限定されないが、溶射、スラリー被覆、蒸着（化学蒸着および物理蒸着）、前述の方法の少なくとも 1 つを含む組合せ、およびその他、当該技術分野において既知の好適な方法のいずれかで、ケイ素含有基体 10 に適用することができる。任意の中間コート層 14 もまた、これらの同じ方法、およびその組合せによって、当該技術分野において周知のように、ケイ素含有基体 10 または任意のボンドコート層 12 に適用することができる。

【 0 0 2 1 】

トップバリアコート層 1 6 は、図 4 A におけるステップ 4 に示すように、スラリー浸漬被覆法を使用して、中間コート層が存在する場合には、その中間コート層 1 4 上に適用するのが好ましい。スラリー浸漬被覆法は、概して、任意のボンドコート層 1 2 と中間コート層 1 4 を有するかまたは有さない状態で、ケイ素含有基体 1 0 をスラリー中に浸漬するステップを含む。スラリーは、水溶液と、希土類元素の酸化物源と、分散剤と、任意の非定常流体添加剤とを含んでなる。この水溶液は、希土類元素の酸化物源、非定常流体添加剤、およびケイ素含有基体とその層に適合する任意の流体、例えば、それらに限定されることはないが、L a、G d、S m、L u、Y b、E r、P r、P m、D y、H o、E u およびそれらの混合物などの希土類元素とその酸化物を含む溶液が含まれ得る。好ましくは、その溶液は、少なくとも約 0 . 4 μ m ~ 約 1 . 5 μ m の平均粒径を有する酸化ハフニウムが含まれる。この水溶液はまた、希土類元素の酸化物源として機能する、例えば、酸化ハフニウムや前駆塩あるいは両方を含んでよい。代替方法として、希土類金属の酸化物源を形成するよう反応する前述の希土類元素の 1 つを水溶液に添加してもよい。

【 0 0 2 2 】

分散剤は、米国コネチカット州ノーワーク (N o r w a r k , C o n n e t i c u t) の R . T . バンダービルト社 (R . T . V a n d e r b i l t C o m p a n y) から市販のダーバン (D A R V A N (登録商標)) として入手可能な、ポリエチレンイミン (P E I) またはポリアクリル酸、あるいは前述の分散剤の少なくとも 1 つを含む組合せなどが包含される。分散剤は、5 0 重量% 以下のスラリー、好ましくは 5 重量% 以下のスラリーを含んでよい。特に、酸化ハフニウムを含む水溶液中の P E I という組合せは、従来技術の保護コーティングに比較して、改善されたレオロジー挙動を示す保護コーティングをもたらす。

【 0 0 2 3 】

このスラリーはまた、非定常流体添加剤を含み得る。非定常流体添加剤は、結晶粒の成長を促進し、粒間に孔が形成されるのを防止するために使用する。以下に説明する添加剤を添加すると、孔の形成が排除されて結晶粒の成長が促進されるため、粘着性を向上させることができることが発見された。非定常流体添加剤は、一般に、シリカ源またはチタニア源が包含される。そのようなシリカ源およびチタニア源は、それらに限定されるものではないが、前駆溶液、コロイド、懸濁液、粉末、およびその他を包含し得る。代表的なシリカ源としては、それらに限定されるものではないが、酸化ケイ素、ケイ酸リチウム、フューム化シリカ粉末、コロイドシリカ、それらのうち少なくとも 1 つ含む混合物などがある。シリカまたはチタニアのいずれを使用しても、粒径は、層間、例えばトップバリアコート層と、任意の中間層または任意のボンドコート層またはケイ素含有基体との間の粘着性にプラスの影響を与えることが可能であることが認められる。非定常流体添加剤は、このスラリーを約 0 . 1 ~ 約 1 0 重量%、好ましくは約 0 . 5 ~ 約 8 重量%、さらに最も好ましくは約 1 ~ 約 5 重量% 含む。例えば、非定常流体添加剤としてのケイ酸リチウムと、希土類元素の酸化物源としての酸化ハフニウムとを使用する場合には、ケイ酸リチウムが分解して酸化ケイ素を生成し、これが、酸化ハフニウムと反応して、酸化ハフニウムの粒間、ならびに酸化ハフニウムとケイ素との間に、ケイ酸ハフニウムの層を形成する。

【 0 0 2 4 】

図 4 A のステップ 4 に示すように、ケイ素含有基体と、任意のボンドコート層 1 2 と中間コート層 1 4 とをスラリー中に浸漬して、所望のトップバリアコート層 1 6 のベースコートを形成することができる。ベースコートが形成されると、被覆された基体は、約 1 2 5 0 ~ 約 1 4 5 0 、好ましくは約 1 3 5 0 の温度で、約 3 0 分 ~ 約 5 0 0 分の間、好ましくは約 3 0 0 分間、硬化させることができる。硬化すると、図 4 A のステップ 4、5 を反復して、トップバリアコート材料の、第 2 かつ後続の (1 つまたは複数の) 層を、第 1 のトップバリアコート層上に堆積させることができる。

【 0 0 2 5 】

図 4 A のステップ 5 に示すように、被覆された基体が硬化した後に、図 4 A のステップ

10

20

30

40

50

6に示すように、基体を前駆溶液中に浸漬することができる。前駆溶液には、それらには限定されないが、La、Gd、Sm、Lu、Yb、Er、Pr、Pm、Dy、Ho、Euおよびそれらの混合物などの、希土類元素の塩と、溶媒を含む。希土類元素の塩の代表的なものとしては、それらに限定はされないが、窒化ハフニウム、塩化ハフニウム、または溶媒とともにスラリーの水溶液に可溶なその他のハフニウム塩がある。これらの希土類元素の塩は、溶媒と反応して、希土類金属の酸化物を形成する。前駆溶液は、トップバリアコート層の孔内に浸透して前駆粒子を堆積させることができる。図4Aのステップ7に示すように、浸漬された基体を熱処理すると、希土類金属の酸化物が孔中に形成されて、トップバリアコート層16を高密度化させる。浸漬された基体は、約500～約700の温度、好ましくは約600の温度で、約30分～90分の間、好ましくは約60分間、熱処理することができる。熱処理後、トップバリアコートの所望の密度が得られるまで、図4Aのステップ6、7を反復してもよい。

10

20

30

40

【0026】

次に図4Bの示す代替実施形態を参照すると、ステップ1に示すようにケイ素基体を供給して、すべて上述したように、ステップ2に示すように任意のボンドコート層12で被覆し、ステップ3に示すように任意の中間コート層14で被覆し、さらに前述のスラリー単独中にではなく、ステップ4に示すように、本明細書に記述したスラリーと本明細書で記述した前駆溶液との混合物中に浸漬してもよい。次いで、被覆された基体を、ステップ5において上述したように硬化させて、ステップ4およびステップ5を反復して、第1のトップバリアコート層上に、トップバリアコート材料の第2のかつ(1つ又は複数の)層を堆積させることができる。次いで図4Bのステップ6、7において、基体を、上述したように前述の前駆溶液に浸漬して、上述したように熱処理する。熱処理後、トップバリアコート層16の所望の密度が得られるまで、図4Bのステップ6、7を反復することができる。

【0027】

ここで理解すべきことは、本発明は、本明細書で説明して示した例示に限定されることなく、それらの例示は本発明を実施するための最良の形態を説明するためのものにすぎず、それらの形態、寸法、部品の配置、および動作の詳細は変更可能であることである。本発明は、特許請求の範囲によって定義される趣旨と範囲に包含されるそのような変更形態をすべて含むことを意図するものである。

【図面の簡単な説明】

【0028】

【図1】ボンドコート、中間層およびトップバリアコートで被覆された、基体の一部を表わす図である。

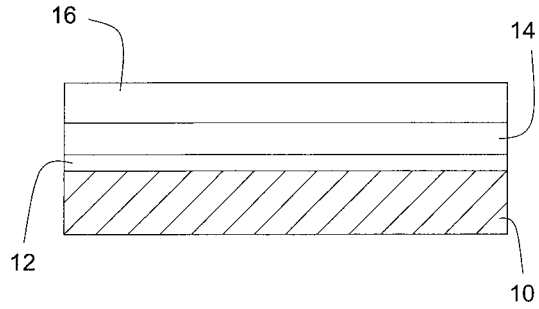
【図2】ボンドコート、およびトップバリアコートで被覆された、基体の一部を表わす図である。

【図3】トップバリアコートで被覆された、基体の一部を表わす図である。

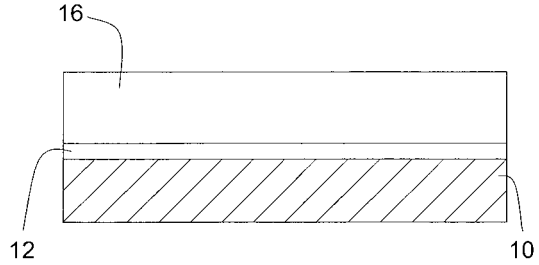
【図4A】複雑な形状の基体上に保護コーティングを堆積させる一方法を示す、フロー図である。

【図4B】複雑な形状の基体上に保護コーティングを堆積させる代替方法を示す、フロー図である。

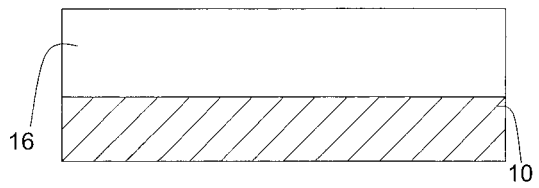
【図 1】



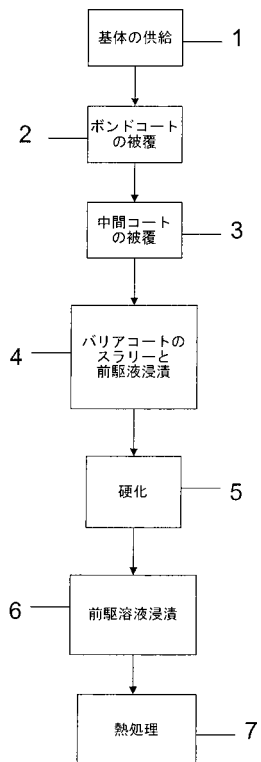
【図 2】



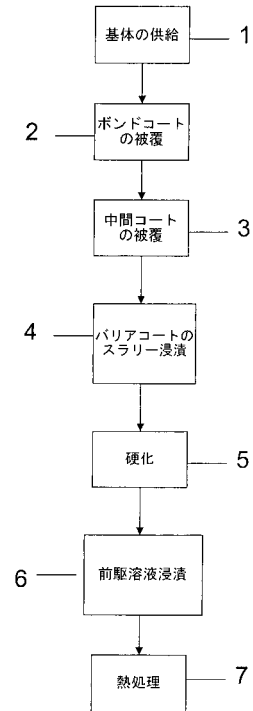
【図 3】



【図 4 B】



【図 4 A】



フロントページの続き

- (72)発明者 ソニア タルヤニ
アメリカ合衆国, コネチカット, マンチェスター, バックランド ヒルス ドライブ 4 6 5
- (72)発明者 タニア バーティア
アメリカ合衆国, コネチカット, ミドルタウン, ウェスト ワインド テラス 5 3
- (72)発明者 ジョン ジー・スメグイル
アメリカ合衆国, コネチカット, シムスベリー, トールゲート レーン 1 2
- F ターム(参考) 4D075 AB03 AB36 AB54 AE03 AE07 AE17 BB26Z BB29Z BB93Z BB95Z
CA18 DA23 DB01 DC15 EA10 EA41 EC02 EC03 EC54
4J038 AA001 CG032 DJ012 HA211 HA442 HA452 KA06 KA20 MA06 MA08
NA11 NA14 PA07 PB07 PC01