

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4331683号
(P4331683)

(45) 発行日 平成21年9月16日 (2009.9.16)

(24) 登録日 平成21年6月26日 (2009.6.26)

(51) Int. Cl.

F I

CO4B 41/89 (2006.01)
CO9K 3/14 (2006.01)
CO9K 15/02 (2006.01)
F16D 65/12 (2006.01)

CO4B 41/89 K
 CO9K 3/14 520F
 CO9K 3/14 520Z
 CO9K 15/02
 F16D 65/12 E

請求項の数 7 (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2004-531046 (P2004-531046)
 (86) (22) 出願日 平成15年8月15日 (2003.8.15)
 (65) 公表番号 特表2005-536433 (P2005-536433A)
 (43) 公表日 平成17年12月2日 (2005.12.2)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2003/025777
 (87) 国際公開番号 W02004/018384
 (87) 国際公開日 平成16年3月4日 (2004.3.4)
 審査請求日 平成18年1月23日 (2006.1.23)
 (31) 優先権主張番号 10/223,946
 (32) 優先日 平成14年8月20日 (2002.8.20)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 500575824
 ハネウェル・インターナショナル・インコーポレーテッド
 アメリカ合衆国ニュージャージー州07962-2245, モーリスタウン, コロンビア・ロード 101, ピー・オー・ボックス 2245
 (74) 代理人 100089705
 弁理士 社本 一夫
 (74) 代理人 100076691
 弁理士 増井 忠式
 (74) 代理人 100075270
 弁理士 小林 泰
 (74) 代理人 100080137
 弁理士 千葉 昭男

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 カーボン-カーボン摩擦材用高温酸化防止剤

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

カーボンファイバーまたは1600～2600 (2912～4712 °F) の温度で焼き鈍したカーボン-カーボン複合材製のコンポーネントを含む被覆物であって、

該コンポーネントは、 $AlPO_4$ 、 $MnHPO_4 \cdot 1.6H_2O$ および $Zn_3(PO_4)_2$ のうち少なくとも1種が存在し、10～80重量パーセントの H_2O 、20～70重量パーセントの H_3PO_4 、0.1～25重量パーセントのアルカリ金属モノ-、ジ-またはトリ-塩基性燐酸塩、0～2重量パーセントの B_2O_3 、0～25重量パーセントの $MnHPO_4 \cdot 1.6H_2O$ 、0～30重量パーセントの $AlPO_4$ および0～10重量パーセントの $Zn_3(PO_4)_2$ から形成されるイオンを含む含燐アンダーコーティングにより被覆されており、アンダーコーティングの厚さは約1～10ミルであって、

このアンダーコーティングは、厚さ約1～10ミルの含ホウ素ガラスオーバーコーティングによって被覆されており、この含ホウ素ガラスオーバーコーティングは、20～60重量パーセントの H_2O 、25～50重量パーセントの H_3PO_4 、2～20重量パーセントのアルカリ金属水酸化物、1～10重量パーセントのアルカリまたはアルカリ土類金属モノ-、ジ-またはトリ-塩基性燐酸塩、1～10重量パーセントの窒化ホウ素、ならびに、1～10重量パーセントのホウ素元素および/または1～10重量パーセントの炭化ホウ素の1つまたは両者を含む配合物から調製され、

800 (1472 °F) 以上の温度に曝露されたとき触媒酸化から保護されていることを特徴とする上記被覆物。

10

20

【請求項 2】

航空機の着陸システムのブレーキディスクを形成する、請求項 1 に記載の被覆物。

【請求項 3】

含燐アンダーコーティングが、20～50重量パーセントの H_2O 、30～55重量パーセントの H_3PO_4 、0～15重量パーセントの $MnHPO_4 \cdot 1.6H_2O$ 、2～15重量パーセントの $AlPO_4$ 、0.5～2重量パーセントの B_2O_3 、1～7重量パーセントの $Zn_3(PO_4)_2$ および10～20重量パーセントの KH_2PO_4 から形成されるイオンを含む、請求項 1 に記載の被覆物。

【請求項 4】

アンダーコーティングが、250～900 (482～1652 °F) の温度でカーボン複合材に焼き鈍されている、請求項 1 に記載の被覆物。 10

【請求項 5】

ガラスオーバーコーティングが、250～650 (482～1202 °F) の温度でアンダーコーティングに焼き鈍されている、請求項 1 に記載の被覆物。

【請求項 6】

カーボンファイバーまたはカーボン-カーボン複合材製のコンポーネントを、触媒酸化および高温無触媒酸化から同時に保護する方法であって、

$AlPO_4$ 、 $MnHPO_4 \cdot 1.6H_2O$ および $Zn_3(PO_4)_2$ のうち少なくとも1種が存在し、10～80重量パーセントの H_2O 、20～70重量パーセントの H_3PO_4 、0.1～25重量パーセントのアルカリ金属モノ-、ジ-またはトリ-塩基性磷酸塩、0～2重量パーセントの B_2O_3 、0～25重量パーセントの $MnHPO_4 \cdot 1.6H_2O$ 、0～30重量パーセントの $AlPO_4$ および0～10重量パーセントの $Zn_3(PO_4)_2$ から形成されるイオンを含むアンダーコーティングにより該複合材を被覆する工程、ここで、アンダーコーティングの厚さは、約1～10ミルである、と、 20

アンダーコーティングを、厚さ約1～10ミルの含ホウ素ガラスオーバーコーティングによって被覆する工程、ここで、含ホウ素ガラスオーバーコーティングは、20～60重量パーセントの H_2O 、25～50重量パーセントの H_3PO_4 、2～20重量パーセントのアルカリ金属水酸化物、1～10重量パーセントのアルカリまたはアルカリ土類金属モノ-、ジ-またはトリ-塩基性磷酸塩、1～10重量パーセントの窒化ホウ素、ならびに、1～10重量パーセントのホウ素元素および/または1～10重量パーセントの炭化ホウ素の1つまたは両者を含む配合物から調製される、と、 30

を含む上記方法。

【請求項 7】

触媒酸化が、酢酸カリウムを触媒とする酸化である、請求項 6 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【発明の開示】

【0001】

発明の分野

【0001】本発明は、カーボン-カーボン複合材および他のグラファイト材に広範囲の酸化耐性を付与する新規なコーティング系、および、酸化から保護された複合材の製造方法に関する。本発明は、航空機のブレーキシステムの分野において特に有益である。 40

【0002】

【0002】例えば、航空機のブレーキシステムに於いて有効なカーボンファイバーまたはカーボン-カーボン複合材は、酸化に曝され、その結果として重量損失(即ち、材料損失(loss of mass))を生じる。そのようなカーボン複合材の酸化による重量損失は、通常、カーボン複合材製の物品に酸化防止コーティングを施すことによって、遅延させている。

【0003】

【0003】2000年3月3日出願の米国特許出願第09/518,013号(Golecki)は、多様な用途に有効的に使われるカーボンファイバーまたはC-C複合材 50

に関する。G o l e c k i は、それらに流動ガラス (fluidized-glass) 系混合物を被覆することによって酸化から保護する方法を教示している。その流動ガラスは、液体前駆物質 (liquid precursors) として維持され、カーボンファイバーまたは C - C 複合材により形成されるコンポーネントに塗工される。まず、その前駆物質で被覆し、被覆処理された C - C コンポーネントは、一連のゆっくりとした加熱と冷却工程を一回以上繰り返して、加熱処理または焼き鈍される。この様に処理して、約 1 ~ 10 ミルの厚さを持ったガラスコーティングが形成される。ガラスコーティングの厚みは、流動ガラス前駆物質混合物の組成、塗工サイクルの回数および / または焼き鈍しのパラメーターを変えることにより調整できる。

【 0 0 0 4 】

[0 0 0 4] G o l e c k i の出願は、流動ガラス物質が、ホウ酸塩ガラス (酸化ホウ素)、燐酸塩ガラス (酸化燐)、ケイ酸塩ガラス (酸化ケイ素) および鉛酸塩ガラス (酸化鉛) の様な物質から構成されると教示している。これらのガラスには、マンガン、ニッケル、バナジウム、アルミニウムおよび亜鉛の燐酸塩および / またはアルカリおよびアルカリ土類金属、例えばリチウム、ナトリウム、カリウム、ルビジウム、マグネシウム、カルシウムおよびそれらの酸化物、およびホウ素元素および / またはホウ素化合物、例えば B N、B₄ C、B₂ C、B₂ O₃ および H₃ B O₃ が含まれる。一例として、29 重量パ - セントの燐酸、2 重量パ - セントの燐酸マグネシウム、3 重量パ - セントの水酸化カリウム、1 重量パ - セントの窒化ホウ素、10 重量パ - セントのホウ素および 55 重量パ - セントの水を含む含ホウ素液体流動ガラス (boron-containing liquid fluidized glass) 前駆混合物を、G o l e c k i は開示している。

【 0 0 0 5 】

[0 0 0 5] G o l e c k i の含ホウ素液体流動ガラス型混合物を被覆した複合材、即ち、それぞれのコンポーネントが約 1 ~ 10 ミルのガラスコーティングによって被覆されている、カーボンファイバーまたは非常に高い温度で焼き鈍したカーボン - カーボン複合材製のコンポーネントを含む被覆物は、この物品が 800 (1472 ° F)、例えば、871 (1600 ° F) の温度に曝露されたときに、触媒によらない酸化 (uncatalyzed oxidation) から保護される。しかしながら、複合材のあるものは、ある種の触媒酸化 (catalytic oxidation) には、優れた耐性を示さない。特に、例えば、含ホウ素ガラス - 被覆複合材のあるものは、空港滑走路除氷剤 (酢酸カリウム) に曝露された後、重大な酸化性重量損失を来すことが知られている。

【 0 0 0 6 】

[0 0 0 6] また、2000 年 2 月 18 日出願の米国特許出願第 09 / 504, 414 号 (W a l k e r および B o o k e r) は、カーボン - カーボン複合材またはグラファイト材に関する。W a l k e r および B o o k e r の出願は、カーボン - カーボン複合材またはグラファイト材の 850 (1562 ° F) までおよびそれ以上の温度に於ける保護および通常の運転温度に於ける触媒酸化 (catalytic oxidation) の低減を目的とするものである。

【 0 0 0 7 】

[0 0 0 7] W a l k e r および B o o k e r は、これらの目的を、10 ~ 80 重量パ - セントの H₂ O、20 ~ 70 重量パ - セントの H₃ P O₄、0.1 ~ 25 重量パ - セントのアルカリ金属モノ - 、ジ - またはトリ - 塩基性燐酸塩および 2 重量パ - セントまでの B₂ O₃ により形成されるイオンを含む浸透剤塩溶液を使用することにより達成している。彼らの浸透剤塩溶液は、同様に、M n H P O₄ · 1.6 H₂ O、A l P O₄、および Z n₃ (P O₄)₂ のうち少なくとも 1 種を、重量パ - セントで、それぞれ、25 重量パ - セント、30 重量パ - セントおよび 10 重量パ - セント含む。

【 0 0 0 8 】

[0 0 0 8] G o l e c k i のコーティングおよび W a l k e r および B o o k e r のコーティングもカーボン複合材に優れた酸化防止保護を提供しているが、高温および触媒による酸化 (catalyzed oxidation) 条件の双方に於いて同時に高水準の酸化防止を提供

10

20

30

40

50

する酸化防止剤被覆システムの必要性は残されている。

【 0 0 0 9 】

発明の概要

【 0 0 0 9 】 本発明は、カーボンファイバーまたは 1 6 0 0 ~ 2 6 0 0 (2 9 1 2 ~ 4 7 1 2 ° F) の温度で焼き鈍したカーボン - カーボン複合材製のコンポーネントを含む被覆物を提供する。これらの被覆物で、例えば、航空機の着陸システム (landing system) のブレーキディスクが形成される。

【 0 0 1 0 】

【 0 0 1 0 】 本発明によれば、コンポーネントは、 $AlPO_4$ 、 $MnHPO_4 \cdot 1.6H_2O$ 、および $Zn_3(PO_4)_2$ のうち少なくとも 1 種が存在し、10 ~ 80 重量パ - セントの H_2O 、20 ~ 70 重量パ - セントの H_3PO_4 、0.1 ~ 25 重量パ - セントのアルカリ金属モノ - 、ジ - またはトリ - 塩基性磷酸塩 (alkali metal mono-, di-, or tri-basic phosphate)、0 ~ 2 重量パ - セントの B_2O_3 、0 ~ 25 重量パ - セントの $MnHPO_4 \cdot 1.6H_2O$ 、0 ~ 30 重量パ - セントの $AlPO_4$ および 0 ~ 10 重量パ - セントの $Zn_3(PO_4)_2$ から形成されるイオンを含むアンダーコーティングにより被覆されている。このアンダーコーティングは、好ましくは、20 ~ 50 重量パ - セントの H_2O 、30 ~ 55 重量パ - セントの H_3PO_4 、0 ~ 15 重量パ - セントの $MnHPO_4 \cdot 1.6H_2O$ 、2 ~ 15 重量パ - セントの $AlPO_4$ 、0.5 ~ 2 重量パ - セントの B_2O_3 、1 ~ 7 重量パ - セントの $Zn_3(PO_4)_2$ および 10 ~ 20 重量パ - セントの KH_2PO_4 から形成されるイオンを含む。このアンダーコーティングは、通常約 1 ~ 10 ミルの厚さを持ち、250 ~ 900 (482 ~ 1652 ° F) の温度でカーボン複合材に焼き鈍されている。

【 0 0 1 1 】

【 0 0 1 1 】 さらに本発明によれば、含燐アンダーコーティングは、250 ~ 650 (482 ~ 1202 ° F) の温度でこのアンダーコーティングに焼き鈍されている厚さ約 1 ~ 10 ミルの含ホウ素ガラスオーバーコーティングによって被覆されている。含ホウ素ガラスオーバーコーティングを調製するために使われる配合も、同様に燐酸を含む。含ホウ素ガラスオーバーコーティングが、窒化ホウ素を含み、同様に炭化ホウ素および / またはホウ素元素を含むことは、特に好ましい。

【 0 0 1 2 】

【 0 0 1 2 】 処理を施した被覆物 (例えば、航空機のブレーキディスク) を 800 (1472 ° F) 以上の温度に暴露しても、触媒酸化から保護される。

【 0 0 1 3 】

【 0 0 1 3 】 本発明は、該複合材を、 $AlPO_4$ 、 $MnHPO_4 \cdot 1.6H_2O$ 、および $Zn_3(PO_4)_2$ のうち少なくとも 1 種が存在し、10 ~ 80 重量パ - セントの H_2O 、20 ~ 70 重量パ - セントの H_3PO_4 、0.1 ~ 25 重量パ - セントのアルカリ金属モノ - 、ジ - またはトリ - 塩基性磷酸塩、0 ~ 2 重量パ - セントの B_2O_3 、0 ~ 25 重量パ - セントの $MnHPO_4 \cdot 1.6H_2O$ 、0 ~ 30 重量パ - セントの $AlPO_4$ および 0 ~ 10 重量パ - セントの $Zn_3(PO_4)_2$ から形成されるイオンを含むアンダーコーティング (11) で、アンダーコーティングの厚さ約 1 ~ 10 ミルにて被覆する工程、次いで、そのアンダーコーティングを、厚さ約 1 ~ 10 ミルの含ホウ素ガラスオーバーコーティングによって被覆する工程を含む、カーボンファイバーまたはカーボン - カーボン複合材製のコンポーネントを、触媒酸化 (例えば、酢酸カリを触媒として) および高温無触媒酸化から同時に保護する方法を、同様に提供する。

【 0 0 1 4 】

【 0 0 1 4 】 発明の詳細な説明

【 0 0 1 5 】

【 0 0 1 5 】 本発明は、2 層の酸化防止剤システムによって被覆されるカーボンファイバーまたは C - C 複合材コンポーネントを包含する。本発明をよりよく理解するために、図 1 に注目すると、被覆カーボンファイバーまたは C - C 複合材コンポーネントが、19

10

20

30

40

50

に総体的に示されている。コンポーネント 10 は、保護アンダーコーティング 11（含燐ガラス）により被覆されており、またそのアンダーコーティング 11 は、保護オーバーコーティング 12（含ホウ素ガラス）で被覆されている。

【0016】

コンポーネント 10

【0016】最初の流動ガラス形成物を C - C 複合材コンポーネントに塗工する前に、そのコンポーネントは、ほとんど全ての所望の形に加工される。C - C 複合材コンポーネントが航空機の着陸システムのブレーキディスクであるとき、本発明は極めて価値がある。

【0017】

【0017】カーボン - カーボン複合材は一般的には、カーボンプレフォームから製造される。カーボンプレフォームは、予め酸化されたポリアクリロニトリル（PAN）樹脂から形成されたカーボンファイバーできており。これらの繊維を一緒に層状に積み重ねて、摩擦ブレーキなどの型を形成することができる。その型を加熱し、メタンまたは他の熱分解できる炭素源を浸透させて、カーボン - カーボン複合材予備成型品を形成する。本発明の有効なカーボン - カーボン複合材は、典型的には、約 $1.6 \sim 1.9 \text{ g/cm}^3$ の密度を有する。カーボン - カーボン複合材の製造方法は当業者に知られている。この分野における優れた参考文献は、Buckly 等の Carbon - Carbon Materials and Composites, Noyes Publications, 1993 である。この文献を参照により本明細書中に援用する。

【0018】

【0018】例示の目的のためだけに、C - C 複合材コンポーネント 10 は、ハーネスサテン織（harness satin weave）のピッチベース（pitch-based）の Amoco P30 X カーボンファイバートウ（tow）の織物鏡板、若しくは、平織りのピッチベースの Nippon XNC25 から形成される。そのトウを、2 ~ 3 重量パーセントのカーボン含有樹脂、例えば、エポキシ Novolac によって硬直化処理する。その後、その材料を、 $800 \sim 1000$ （ $1472 \sim 1832^\circ\text{F}$ ）の温度で炭素処理し、カーボン CVD によって密度を高める。処理された材料を、その後、 $1600 \sim 2600$ （ $2912 \sim 4712^\circ\text{F}$ ）の温度の不活性ガス中で焼き鈍しする。酸化から適正に保護される場合には、高温環境で使用するに適した C - C 複合材コンポーネントを、このプロセスにより生成できる。

当然のことながら、本発明の耐酸化コーティングシステムは、どのように調製された C - C 複合材コンポーネントにも塗工できる。

【0019】

アンダーコーティング 11

【0019】C - C コンポーネント 10 は、流動ガラスの前駆物質の液浴に数分間、浸漬または浸される。本発明のアンダーコーティング層に塗工するために使用される好ましい前駆物質は、燐酸をベースとする浸透剤塩溶液である。その浸透剤塩溶液については、2000 年 2 月 18 日出願の米国特許出願第 09/504,414 号に詳述されており、その出願を参照し本願明細書に援用する。アンダーコーティングを形成するために用いられ得る典型的な浸透剤塩溶液は、10 ~ 80 重量パーセントの H_2O 、20 ~ 70 重量パーセントの H_3PO_4 、0.1 ~ 25 重量パーセントのアルカリ金属モノ - 、ジ - またはトリ - 塩基性燐酸塩および場合によっては 2 重量パーセントまでの B_2O_3 により形成されるイオンを含む。典型的な浸透剤塩溶液は、同様に、 $\text{MnHPO}_4 \cdot 1.6\text{H}_2\text{O}$ 、 AlPO_4 、および $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$ のうち少なくとも 1 種を、重量パーセントで、それぞれ、25 重量パーセント、30 重量パーセントおよび 10 重量パーセントまで含む。

【0020】

【0020】本発明によれば、カーボン - カーボン複合材またはグラファイト材の表面を、ブラシ塗り、浸漬、または他の従来の塗布手法により浸透剤溶液で処理する。その後、表面処理した材料を、 $500 \sim 900$ （ $482 \sim 1652^\circ\text{F}$ ）の温度で硬化させる

10

20

30

40

50

。典型的には、表面を浸透剤溶液で1～3回コート処理し、硬化工程を通常1～6時間行う。

【0021】

【0021】上述した様に流動ガラス液体は、約20～90（68～194°F）の温度に保つ。コンポーネント10を、液体先駆物質に相対的に回転させ、コーティングの湿潤性および均一性を改善する。浸漬工程が完結した後、ガラスを被覆したコンポーネント10は取り出され、非酸化性雰囲気で焼き鈍しまたは熱処理される。

焼き鈍し工程は、それぞれ比較的緩やかな上り勾配の加熱速度および可能な限りゆっくりとした下り勾配の冷却速度で実施する。例えば、上り勾配の加熱速度は、毎分1～2（1.8～3.6°F）程度である。焼き鈍しプロセスの温度時間サイクルは、変化する。例えば、加熱処理は、250～350（482～662°F）の温度まで先述の速度で徐々の上り勾配を包含し、その後、約1～10時間、約250～350（482～662°F）に温度が保たれた浸漬処理を続けて行う。この延長した加熱処理工程が完了した後、温度は、前述のゆっくりとした速度でさらに550～650（1022～1202°F）に到達するまで上昇し、その温度に、約1～10時間の間保持される。この第二の延長された加熱処理が、完了してから、そのコンポーネントは、毎分1～2（1.8～3.6°F）程度の下り勾配でゆっくりと周囲温度に到達するまで冷却される。

10

【0022】

【0022】これらの焼き鈍し処理は、窒素またはアルゴンのような不活性ガス気流中を使って進行される。より好ましくは、コンポーネント10は、真空室に設置される。いずれの場合に於いても、この焼き鈍し工程が完了すると、流動含燐ガラスコーティングは、固体ガラスコーティング11に変換し、C-Cコンポーネント10を完全に包み込む。

20

【0023】

オーバーコーティング12

【0023】アンダーコーティング11を施した複合材コンポーネント10を、流動含ホウ素ガラス前駆物質（fluidized boron-containing glass precursor）に浸漬または入浴させる。オーバーコーティング12は、20～60重量パ - セントの H_2O 、25～50重量パ - セントの H_3PO_4 、2～20重量パ - セントのアルカリ金属水酸化物、1～10重量パ - セントのアルカリまたはアルカリ土類金属モノ - 、ジ - またはトリ - 塩基性燐酸塩、1～10重量パ - セントの窒化ホウ素、および、1つまたは両者の1～10重量パ - セントのホウ素元素および/または1～10重量パ - セントの炭化ホウ素から形成されるイオンを含む。それらの成分および関連する成分量は、例証されているが、これに限定されるものではない。本発明のオーバーコーティングとして有用な含ホウ素ガラス前駆物質は、2000年3月3日出願の米国特許出願第09/518,013号に、より詳しく述べられており、この出願を参照し本願明細書に援用する。

30

【0024】

【0024】以下の表に、本発明で用いることのできる特定の種々の典型的なオーバーコーティングの配合の実施態様を（重量をグラム単位で）示す。

【表 1】

	B 4	B 5	B 6	B 7
燐 酸	1 8 8. 6	1 8 8. 6	1 8 8. 6	1 8 8. 6
水酸化カリウム	1 8	1 8	1 8	1 8
燐酸マンガン	1 4. 1	1 4. 1	1 4. 1	1 4. 1
BN (窒化ホウ素)	9. 2	9. 2	9. 2	9. 2
B (ホウ素元素)	6 7. 3	1 0 1	3 3. 6	0
B C (ホウ素カーバイド)	0	0	4 3. 0	8 6. 0
水	2 0 0	2 0 0	2 0 0	2 0 0

10

【 0 0 2 5 】

【 0 0 2 5 】本発明で用いるこの様なオーバーコーティングの配合は、例えば、燐酸を 1 2 8 グラムの水と予め混合し、水酸化カリウムを 7 2 グラムの水と予め混合し、これらの 2 つの水性混合物を併せ、燐酸マンガンを加え、最後にホウ素および / またはホウ素化合物を加えることにより調製される。

20

【 0 0 2 6 】

【 0 0 2 6 】C - C コンポーネント 1 0 は、流動含ホウ素ガラスの前駆物質の液浴に数分間、浸漬または浸される。この液体前駆物質は、約 2 0 ~ 9 0 (6 8 ~ 1 9 4 ° F) の温度に保つ。コンポーネント 1 0 を、液体前駆物質に相対的に回転させ、コーティングの湿潤性および均一性を改善する。浸漬工程が完結した後、ガラスを被覆したコンポーネント 1 0 は取り出され、非酸化性雰囲気で焼き鈍しまたは熱処理される。

焼き鈍し工程は、それぞれ比較的緩やかな上り勾配の加熱速度および可能な限りゆっくりとした下り勾配の冷却速度で実施する。例えば、上り勾配の加熱速度は、毎分 1 ~ 2 (1 . 8 ~ 3 . 6 ° F) 程度である。焼き鈍しプロセスの温度時間サイクルは、変化する。例えば、加熱処理は、2 5 0 ~ 3 5 0 (4 8 2 ~ 6 6 2 ° F) の温度まで先述の速度で穏やかな上り勾配を包含し、その後、約 1 ~ 1 0 時間の約 2 5 0 ~ 3 5 0 (4 8 2 ~ 6 6 2 ° F) に温度が保たれた浸漬処理を続けて行う。この延長した加熱処理工程が完了した後、温度は、前述のゆっくりとした速度でさらに 5 5 0 ~ 6 5 0 (1 0 2 2 ~ 1 2 0 2 ° F) に到達するまで上昇し、その温度で、約 1 ~ 1 0 時間の間保持される。この第二の延長された加熱処理が完了してから、そのコンポーネントは、毎分 1 ~ 2 (1 . 8 ~ 3 . 6 ° F) 程度の下り勾配でゆっくりと周囲温度に到達するまで冷却される。

30

【 0 0 2 7 】

【 0 0 2 7 】これらの焼き鈍し処理は、窒素またはアルゴンのような不活性ガス気流中を使って進行される。より好ましくは、コンポーネント 1 0 は、真空室に設置される。いずれの場合に於いても、この焼き鈍し工程が完了すると、流動含ホウ素ガラスコーティングは、固体ガラスコーティング 1 2 に変換し、(固体ガラスコーティング 1 1 と一緒に) 完全に包み込み、C - C コンポーネント 1 0 の好ましくない接触および無触媒酸化を防止する障壁を形成する。言い換えれば、この段階で、複合材コンポーネント 1 0 は、不変に流動ガラス保護コーティングシステム (1 1 , 1 2) の中に包み込まれる。このコーティングシステム (1 1 , 1 2) は、C - C コンポーネント中に予め存在するクラックに流れ込み、部分的にそれらのクラックを密閉することができるガラス材によって構成される。

40

【 0 0 2 8 】

変化性

【 0 0 2 8 】コーティングシステム (1 1 , 1 2) が、危害を加える酸化から複合材コ

50

ンポーネント 10 を保護するためにデザインされた、温度範囲および / または酸化触媒に適合してガラス材 11 および 12 の特性を調整する。コンポーネント 10 に塗工されるガラスコーティングの厚さおよび数は、コーティングの塗工方法および被覆物 19 の使用目的に、同様に依存する。もし被覆物が、非常に高い温度下に持続してまたは繰り返して置かれるような場合には、アンダーコーティング 11 および / またはオーバーコーティング 12 を構成するためにいくつかの個別の下地層が塗工される。この酸化防止コーティングシステムは、航空機の着陸システムを含むがこれに限定されない広範囲のカーボンファイバーまたはカーボン - カーボン複合材に用いられる。

【 0 0 2 9 】

特性

【 0 0 2 9 】以下の表に、本発明の特許請求される被覆物が示す予期せぬ特性を明示する。表に於いて、(C - C) P - 1 3 K は、含燐コーティングを施した複合材、(C - C) B 5 は、含ホウ素コーティングを施した複合材、(C - C -) B K / P - 1 3 K は、含ホウ素アンダーコーティングと含燐オーバーコーティングとを持つ複合材、そして (C - C) P - 1 3 K / B 5 は、含燐アンダーコーティングと含ホウ素オーバーコーティングとを有する複合材である。

【 0 0 3 0 】

【 0 0 3 0 】酸化による重量損失を測定するために、アルミニウムチューブ中の乾燥空気気流システムに設置する前に、被覆した C - C 試料の重量とそれらの寸法とを測定し、その後、そのコンポーネントを取り囲むのに十分な大きさの均一な高温域を有する炉中で加熱した。無触媒酸化試験では、871 (1600 ° F) の温度に、そして触媒による酸化試験では、649 (1200 ° F) の温度にその乾燥気流空気を維持した。その結果を表中に示す。

【表 2】

	無触媒酸化	除氷剤触媒による酸化 (酢酸カリウム)
(C - C) P - 1 3 K	14.5%重量損失	0.6%重量損失
(C - C) B 5	1%重量増大	82%重量損失
(C - C) B 5 / P - 1 3 K		49.5%重量損失
(C - C) P - 1 3 K / B 5		0.3%重量損失

- a. 871°C (1600° F) で5時間の酸化
b. 649°C (1200° F) で5時間の酸化

【 0 0 3 1 】

【 0 0 3 1 】以上の表にある結果からも明らかなように、P - 1 3 K コーティングは、触媒による酸化による重量損失には良好な保護を提供するが、無触媒酸化による重量損失は保護しない、そして B 5 コーティングは、無触媒酸化による重量損失には良好な保護を提供するが、触媒による酸化による重量損失は保護しない。同様に、含ホウ素アンダーコーティングと P - 1 3 K オーバーコーティングとを施した複合材では、触媒による酸化による重量損失は保護されない。しかしながら、驚くべきことに、P - 1 3 K アンダーコーティングと含ホウ素オーバーコーティングとを施した複合材では、酸化による重量損失から良好に保護される。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 3 2 】

【図 1】図 1 は、本発明により調製されたコーティングシステムを備えたカーボンファイバーまたは C - C 基板 (substrate) の概略図である。

【図 1】

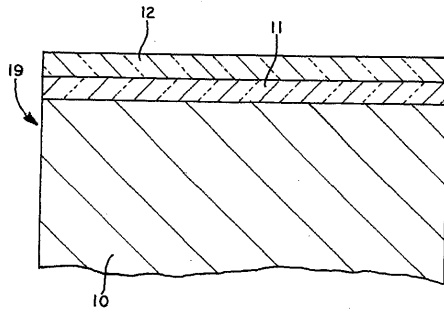


FIG.1

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

F 1 6 D 65/12

M

(74)代理人 100096013

弁理士 富田 博行

(74)代理人 100075236

弁理士 栗田 忠彦

(72)発明者 ウォーカー, テレンス・ビー

アメリカ合衆国インディアナ州 4 6 6 3 7, サウス・ベンド, トリニティ・コート 5 2 1 6 0

(72)発明者 ブーカー, ローリー・エイ

アメリカ合衆国インディアナ州 4 6 6 3 7, サウス・ベンド, パリセード・ストリート 1 9 1 0
9

(72)発明者 ゴレッキ, イラン

アメリカ合衆国ニュージャージー州 0 7 0 5 4, パーシッパニー, ベイル・ロード・ナンバーエヌ
- 5 1 0 0

審査官 正 知晃

(56)参考文献 国際公開第 0 1 / 0 6 0 7 6 3 (WO, A 1)

国際公開第 0 0 / 0 5 1 9 5 0 (WO, A 1)

特開平 0 8 - 0 5 9 3 4 9 (JP, A)

特表平 0 8 - 5 1 1 2 3 2 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C04B 41/80 - 41/91

C09K 3/14

C09K 15/02

F16D 65/12