遮熱コーティングの各種試験方法の JIS / ISO 化の現状

高 橋 智^a

^a 首都大学東京 大学院理工学研究科 (〒 192-0397 東京都八王子市南大沢 1-1)

Current Status of JIS / ISO on Various Test Method of Thermal Barrier Coating

Satoru TAKAHASHI^a

^a Graduate School of Science and Engineering, Tokyo Metropolitan University (1-1, Minami-ohsawa, Hachiohji-shi, Tokyo 192-0397)

Keywords : TBC, Thermal Spray, Standardization, JIS, ISO, Test Method

1. はじめに

我が国における発電電力量は、最近 10 年ほどほぼ一定レベルで推移しており、これまで電源別発電量は原子力発電が約 30 %、石炭、LNG (Liquefied Natural Gas, 液化天然ガス)、石油等の火力発電が約 60 % であり、残りを水力、地熱や新エネルギーによる発電が占めていた¹⁾。しかし、2011 年 3 月 11 日に発生した東日本大震災と福島第一原子力発電所の事故以降、原子力発電の相次ぐ停止に伴い、代替電源として火力発電の発電量が大幅に増加し、火力発電への依存度が急速に高まっている。

その一方、地球温暖化問題として注目されている CO₂ 排出量は、国内ではエネルギー転換部門が全体の約 1/3 を占め²⁾、その中でも化石燃料を用いる火力発電から大量の CO₂ が排出される。このため、石炭や石油発電よりも CO₂ 排出量が少ない LNG 火力発電が進んでいる。しかし、原子力発電量を LNG 発電と石油火力発電でカバーした場合、火力発電の燃料費増加分は約 3 兆円超と試算され³⁾、深刻な問題となっている。新たな電源として各種再生可能エネルギーの利用が進められているが、大規模な導入には相当の時間を要する。したがって、経済復興・発展のためにも LNG 発電を主体とする火力発電の高効率化による CO₂ 削減及び省エネルギー化が実用上喫緊の課題である。

このような背景を踏まえ、LNG 火力ガスタービンと蒸気タービンを組み合わせたコンバインドサイクル発電システムが開発され、さらに燃焼温度の高温化による高効率化が積極的に進められている。世界に先駆けて 1500℃ 級ガスタービンが実用化され、1700℃ 級ガスタービンの開発も国家プロジェクトとして推し進められている⁴⁾。このような高効率ガスタービンの心臓部である高温部材を支える主要技術の一つが、“遮熱コーティング (Thermal Barrier Coating : TBC, 以下 TBC と略)” である。TBC は、高温の燃焼ガスからガスタービン高温部材を保護するために必要不可欠な技術である。

TBC に関する研究は国内外で活発に行われているが、実

機部材へ TBC の導入促進を保証するための合理的な各種試験方法の開発及び標準化活動は、日本が主導的に進めている。経済産業省等の支援のもと、産学官連携で系統的に推進し、欧州に先駆けて日本提案の 2 件の TBC 試験方法を既に国際標準 (ISO) として制定している。日本主導による TBC 試験方法の国際標準化は、高効率発電用ガスタービンの開発だけでなく、発電用ガスタービンの海外ビジネス展開を図る上でも重要であり、同時に諸外国による日本に不利益な試験方法の制定を防ぐための手段でもある。

本小特集号は、一連の標準化活動で JIS や ISO として制定した TBC の熱的・機械的特性試験方法、健全性試験方法及び温度傾斜場での耐熱試験方法をまとめたものである。本稿では、これまでの取り組んできた標準化活動の経緯や最新の ISO 化状況を紹介し、TBC 試験方法の JIS / ISO 化の現状を総説する。

2. TBC による遮熱効果

高効率発電用ガスタービンにおける TBC 適用事例を図 1 に示す⁵⁾。白色部分が TBC 施工箇所である。ガスタービン

図 1 高効率発電用ガスタービンにおける TBC 適用事例⁵⁾
(白色箇所が TBC 施工箇所)

図2 TBCによる遮熱効果の原理

の高温部材には、高温強度特性に優れたNi基やCo基の超合金を基材に用い、この表面にTBCが適用される。TBCは、耐酸化性や耐食性を有する耐酸化金属コーティングをボンドコート(BC)とし、その表面に遮熱性に優れたセラミックコーティングをトップコート(TC)とする多層コーティングから構成される。従来、熱的負荷だけが作用する静止部材の燃焼器や静翼にTBCが適用されてきたが、燃焼温度の高温化に伴い、熱的負荷だけでなく、遠心力による機械負荷も同時作用する回転部材の動翼にもTBCが必要不可欠となっており、TBCの使用環境は一層過酷となっている。

TBCによる遮熱効果の原理を図2に示す。図2は、TBCを適用した場合と適用しない場合で、部材内部の温度分布を比較したものである。まず両方で燃焼ガス温度が同一(T_{g1})と想定すれば(ケース1)、TBCを適用した場合はTC内における遮熱効果によって基材表面温度をTBCなしの場合に比べて ΔT_1 だけ低減でき、基材合金の耐用寿命を相当増加できる。一方、ケース2のように基材表面温度を同一と想定すれば、TBCを適用した場合は ΔT_2 だけ燃焼ガス温度を高めることができ、熱効率の向上に直結する。このようにTBCの適用によって部材耐用寿命の増加や熱効率の向上を期待できる。

TBCの代表的な成膜方法は溶射法であるが、最近では溶射プロセス技術の進歩により、電子ビーム物理蒸着(EB-PVD)法で成膜される柱状晶組織に類似した組織も溶射法で成膜可能となっている⁶⁾。様々なTBC組織が成膜可能になればなるほど、これらの特性や性能を的確に評価可能な試験方法が一層重要となる。

3. TBCの各種試験方法のJIS / ISO化の現状

3.1 TBCの各種試験方法の標準化活動

溶射に関する各種試験方法の標準化は、ドイツを中心に欧州規格(EN)及び国際規格(ISO)として進められている一方、TBCの各種試験方法のISO化は未だ十分に整備されていない。それゆえ、発電用ガスタービンの開発で世界トップクラ

図3 ガスタービン高温部材へのTBC適用ステップ⁷⁾

スである我が国が、TBCの試験方法のISO化を先導し、国際産業競争で優位に立つ好機となっている。このような背景を踏まえ、経済産業省及び(独)新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)等からの支援のもと、(財)大阪科学技術センター付属ニューマテリアルセンター(OSTEC)が中心となり、産学官の専門家からなる委員会を組織し、1998年(平成10年)からTBCの特性評価試験方法に関する調査研究や標準化活動を系統的かつ継続的に推進している。

TBCをガスタービン高温部材へ導入する場合、図3に示す4つのステップで研究開発・実用化が一般的に進められる⁷⁾。第1ステップは使用環境に適したTBCの設計である。これに基づいて作製した各種TBC試験片のスクリーニング(ふるい分け)を目的に、電気炉等を用いた簡便な加熱試験による健全性評価が第2ステップである。さらに実機環境を模擬したバーナー加熱試験による寿命評価が第3ステップであり、最終ステップが実機検証試験である。標準化活動では現場ニーズを踏まえ、最初に実機模擬試験方法、次に健全性評価試験方法、そして熱的・機械的特性試験方法の順に開発・標準化に取り組んでいる。

表 1 TBC 各種試験方法の標準化活動状況

	1998 (H10)	2000 (H12)	2002 (H14)	2004 (H16)	2006 (H18)	2008 (H20)	2010 (H22)	2012 (H24)	現在	2014 (H26)
実機模擬 評価	温度傾斜場での耐熱試験方法 調査研究			JIS化	JIS H7851	ISO化	NP承認	ISO 13123発行		
健全性 評価	TBC耐はく離性試験方法 (熱サイクル&熱衝撃試験方法)			調査研究	JIS化	JIS H8451	ISO化	NP承認	ISO 14188発行	
	耐酸化金属コーティングの 耐はく離性試験方法			調査研究	JIS化	JIS H8452				
熱的 & 機械的 特性評価	TBCの熱伝導率測定方法			調査研究	JIS化	JIS H8453	ISO化	NP承認		
	TBCの縦弾性係数試験方法			調査研究	JIS化	JIS H8454	ISO化	NPプレゼン		
	TBCの線膨張係数試験方法			調査研究	JIS化	JIS H8455				

各標準化プロジェクトの活動状況を表1に示す。まず実機模擬試験方法の開発に向け、1998年から耐熱コーティングの標準化調査研究を行い、2005年に“JIS H 7851 温度傾斜場での耐熱試験方法⁸⁾”を制定した。これをもとにISO化に取り組み、日本提案のTBC試験方法のISO第1号として“ISO 13123 Test method of cyclic heating for thermal barrier coatings under temperature gradient⁹⁾”が2011年に制定された。次に2003年から耐熱コーティングの健全性評価方法の標準化に関する調査研究に取り組み、“JIS H 8451 遮熱コーティングの耐はく離性試験方法¹⁰⁾”と“JIS H 8452 耐酸化金属コーティングの耐はく離性試験方法¹¹⁾”を2008年に制定した。さらにJIS H 8451をもとにISO化に取り組み、日本提案のTBC試験方法のISO第2号として“ISO 14188 Testing methods for measuring thermal cycle resistance and thermal shock resistance for thermal barrier coatings¹²⁾”を2012年に制定した。次にTBCの設計時に考慮すべき遮熱性及び熱応力等の計算に必要な熱的・機械的特性値の測定方法の開発を目的に、2006年から耐熱コーティングの特性評価試験方法の標準化調査研究を行い、“JIS H 8453 遮熱コーティングの熱伝導率測定方法¹³⁾”、“JIS H 8454 遮熱コーティングの縦弾性係数試験方法¹⁴⁾”、及び“JIS H 8455 遮熱コーティングの線膨張係数試験方法¹⁵⁾”を2010年に制定した。特に熱伝導率測定方法と縦弾性係数(ヤング率)試験方法では、使用する試験片に大きな特徴がある。図4に示すように従来は基材上にコーティングを非常に厚く成膜し、機械的・化学的処理等によって基材から剥がしたコーティング試験片(単層)を使用するのに対し、両提案方法では基材付コーティング試験片、すなわち多層試験片を用いることができる。このため、試験片の作製及び取扱いが容易であり、さらに実機部材へTBCを成膜する場合と同条件で作製したTBC試験片も測定可能なので非常に実用的である。このような利点を踏まえ、両試験方法のISO化を現在推進中である。

3.2 ISO組織と規格開発プロセス

ISOの組織は、中央事務局をトップとし、その下に200を超える多数の専門委員会(Technical Committee: TC)から構成

図4 JIS H 8454 及び JIS H 8455 で使用する試験片の特徴

される。個々のTCの中に分科委員会(Sub Committee: SC)や作業グループ(Working Group: WG)が設けられている。溶射皮膜の特性及び試験方法に関する標準化は、TC107(金属及び無機質皮膜)で取り扱われ、最初にWG1(Thermal Spray)で審議される。最近のTC107では、WG1が最も活発であり、各国とも精力的に標準化活動を展開している。TC107の幹事国は韓国であり、ドイツ、スイス、イギリスなどの欧州各国及び日本、中国など20カ国が投票権をもつPメンバー(積極的参加国)として参加している。日本の窓口は、(一社)表面技術協会である。

ISO規格開発プロセスを図5に示す¹⁶⁾。まず試験方法原案を新業務項目として提案する提案段階(NP)から始まり、作成段階(WD)、委員会段階(CD)、照会段階(DIS)、承認段階(FDIS)、そして発行段階(IS)へと進み、ようやく国際規格(International Standard: IS)発行となる。各段階から次の段階へ進めためには、Pメンバーによる投票で一定数以上の賛成などを獲得しなければならない。しかしTC107では、アジアからのPメンバーは日本、韓国、中国の3カ国だけなので、アジア諸国との連携だけでなく、欧州の中で日本に対する賛同国を増やすことが必要不可欠である。すなわち、提案内容を洗練させると同時に、関係国との意見交換・調整を図るた

図5 ISO 規格開発プロセス¹⁶⁾

めの積極的な外交努力も極めて重要である。

3. 3 TBC 試験方法の最新の ISO 化状況

2013年3月19日から22日まで第25回 ISO / TC107 Plenary meeting が韓国・済州島で開催された(図6)。会議には日本(18名)、韓国(16名)、中国(17名)に加え、ドイツ、フィンランド、オランダ、イギリスなどから総勢62名のエンターリーがあった。WG1には審議案件が多く、2日間にわたって会議の場が設けられ、日本から提案中のTBC試験方法も審議された。

JIS H 8453をベースとした“Determination of thermal conductivity of thermal barrier coatings”について、2012年にベルリンで開催された第24回 ISO / TC107 Plenary meeting でプレゼンテーションを行い、欧州のPメンバーらと交渉を重ねた後にISO提案した。投票の結果、2013年1月にNPとして承認され、WD(作業原案)として正式に登録された。ISO規格開発ルールでは、この時点からIS発行まで原則36カ月(3年)以内で進めなければならない。投票時に寄せられたPメンバーからのコメントについて、回答及び原案の改訂版を用意し、ノミネートされた各国のエキスパートと議論し、これらの内容を今回の会議で説明した。追加コメント等はなく、審議の結果、改訂版を次のCD(委員会原案)の賛否投票にかけることが承認された。投票時に反対票を投じたドイツ代表者らとも個別に意見交換し、提案方法がドイツの熱物性測定機器メーカにもメリットがある点を強調して伝えたところ、十分理解を示してくれた。ただし、ドイツ国内では、背後の大手ガスタービンメーカーの意見が強く、代表者の個人的見解と賛否投票結果は必ずしも一致するとは限らないようである。このようにPメンバーの国々によって標準化体制が異なり、外交の奥の深さを改めて感じた。

今回の会議では、JIS H 8454をベースとした“Measurement of Young's modulus of thermal barrier coatings”もISO提案に向けてプレゼンテーションを行った。これまでの経験を踏まえて、できるだけ学術的表現を抑え、既存規格と対比させながら提案方法の必要性や内容を説明した。各国メンバーは内容

図6 第25回 ISO/TC107 Plenary meetingの様子

を十分理解した様子で、特に異論はなく、概ね好評であった。韓国関係者からはTBC以外の皮膜にも本測定方法の適用を期待するコメントが寄せられた。審議の結果、NPとしての賛否投票を実施することになった。今後、関係国との外交を重ねた後、正式に提案する予定である。

このようにTBCの試験方法については、日本側の予定通りに進めることができ、日本のアクティビティを各国にアピールすることができた。その一方、溶射に関する各種試験方法については、ドイツからの提案が従来以上に目立った。例えば、溶射皮膜の密着強さ試験方法について、接着剤を用いる引張密着強さ試験がISOとして規定されているが、この見直しと称して、欧州規格(EN)で制定されているせん断試験方法も盛り込もうとする提案がなされた。日本溶射学会を主体とするグループからも、皮膜/基材界面に圧子を打ち込み、圧痕からのき裂成長状態に基づく密着性評価方法が現在ISO提案中なので、ドイツ提案を視野に入れた対策も重要であろう。ドイツは今後もENをもとにISO化を一層推し進めてくる可能性が高く、その動向に国内の溶射関係者は十分注意するとともに、国内体制の整備も必要であろう。

4. おわりに

経済産業省等支援のもと、系統的に取り組んでいる一連のTBC各種試験方法のJIS / ISO化活動を紹介した。調査研究から最終的なIS発行に至るまで相当の時間を要し、学術的及び実用的知見だけでなく、JISやISOに関する専門的知識、さらに関係国との外交も必要である。それゆえ、標準化活動を継続的に展開させるためには、適材適所の人材を集結したチームづくりが最も重要である。各メンバーが自分の役割を認識しながら互いに協力し合って進めると同時に、活動を通して参画したメンバーにも何らかのメリットがあるように配慮することも大切である。

ものづくり産業がグローバル化する中で、ブラックボックスとする技術核心部分と、国際標準化を積極的に活用してオープンにする部分とを見定めたビジネス戦略が一層重要である。第25回 ISO / TC107 Plenary meeting にはTBCグループ以外にも日本から大勢の方が参加し、国際標準化に対する重要性の認識が高まった表れと言えよう。今後は、国内における各グループ間を越えた連携も一層重要である。

今回の小特集で取り上げる TBC の各種試験方法は、TBC 以外の皮膜に対しても適用可能なものもある。各種試験方法や標準化の取り組みが読者の一助になれば幸いである。

最後に今回紹介する各種試験方法は、一連の TBC 標準化事業に携われた多くの方々のご尽力の賜物であり、関係各位に深く謝意を表するとともに、引き続き一層のご支援、ご協力をお願いする次第である。

(Received April 8, 2013)

文 献

- 1) http://www.fepec.or.jp/about_us/pr/sonota/_icsFiles/afldfile/2012/06/13/kouseihi_2011.pdf.
- 2) http://www.jccca.org/chart/chart04_04.html.
- 3) エネルギー・環境会議／電力需給に関する検討会合；需給検証委員会報告書(平成24年5月), 42 (2012).
- 4) http://www.meti.go.jp/policy/tech_evaluation/e00/03/h23/415.pdf.
- 5) 村田英太郎, 齊藤 希, 岩本祐一, 佐藤鑑三；日立評論, **92**, 306 (2010).
- 6) K. V. Niessen, M. Gindrat, A. Refke ; *J. Thermal Spray Technol.*, **19**, 502 (2010).
- 7) 大阪科学技術センター附属ニューマテリアルセンター；経済産業省委託 平成19年度工業標準化調査 温度傾斜場の耐熱試験方法の国際標準作成調査 成果報告書, 99 (2008).
- 8) JIS H 7851 : 2005. 温度傾斜場での耐熱試験方法.
- 9) ISO 13123 : 2011. Metallic and other inorganic coatings - Test method of cyclic heating for thermal barrier coatings under temperature gradient.
- 10) JIS H 8451 : 2008. 遮熱コーティングの耐はく離性試験方法.
- 11) JIS H 8452 : 2008. 耐酸化金属コーティングの耐はく離性試験方法.
- 12) ISO 14188 : 2012. Metallic and other inorganic coatings - Testing methods for measuring thermal cycle resistance and thermal shock resistance for thermal barrier coatings.
- 13) JIS H 8453 : 2010. 遮熱コーティングの熱伝導率測定方法.
- 14) JIS H 8454 : 2010. 遮熱コーティングの縦弾性係数試験.
- 15) JIS H 8455 : 2010. 遮熱コーティングの熱膨張係数試験方法.
- 16) 国際標準化協議会 日本規格協会 国際標準化支援センター；ISO 事業概要2012, 82 (2012).

~~~~~