平成 29 年度採択
戦略的基盤技術高度化・連携支援事業
戦略的基盤技術高度化支援事業

「高効率航空機エンジン向け SiC/SiC 複合材料製造工法の開発」

研究開発成果等報告書

令和 2 年 3 月

担当局

中部経済産業局

補助事業者

公益財団法人石川県産業創出支援機構

目 次

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

(1) 研究開発の背景

(2) 導入した技術について

(3) 研究目標

1-2 研究体制

1-3 成果概要

1-4 当該研究開発の連絡窓口

第2章 本論

【1-1】織物技術の開発

【1-2】プリプレグ開発

【1-3】プリプレグ評価

【2-1】曲げやすいプリプレグ開発

【2-2】織物切り替え技術の確立

【2-3】形状付与したプリプレグ評価

【3-1】ASTM規格に沿った複合材作製、評価技術の開発

【3-2】曲がった複合材の作製、評価技術の開発

最終章 全体総括

(1) 全体の研究開発成果

(2) 事業化見込み

(3) 補助事業の成果発表

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

(1) 研究開発の背景

世界の航空機市場が今後 20 年間で約 2 倍に成長すると見込まれるなか、世界の航空機市場を更に獲得していくためには、新たな技術が次々と投入され、実装されていく世界の航空機市場に国内航空機産業が質的に対応し、ステップアップしていく必要がある。航空機エンジンの世界では「航続距離を長くする」ことを目標において、軽量化・省エネルギー化・低コスト化に係る技術開発を実施し、エンジン性能向上のために燃焼ガス温度を高くすることが有力な手段として挙げられる背景から、最新のエンジンでは燃焼温度が 1,500°Cを超えており、今後の性能向上のためにはより耐熱性に優れた材料の開発が急務になっている。

現状では、エンジンの高温領域にはニッケル基合金が用いられている。しかし、開発されているニッケル基合金の耐熱温度は最大で 1,120°C、理論値で 1,200°Cが限界であり、不足する耐熱性を補うための遮熱コーティング（TBC：Thermal Barrier Coating）と冷却システムを設け、材料に付加価値をつけることで高温下に耐えられる材料となっている。高性能に対応する一方でニッケル基合金は比重が約 9g/cm³ と大きいため「軽量化」には反比例する状況の中、航空機のさらなる低燃費化のためには、比重の軽い材料を用いた機体の軽量化も求められている。

図1 ニッケルベース超合金の耐用温度向上の歴史

図2 世界の航空分野の主要企業における売上高の推移

(出所：Harada, et. Al (NIMS) J. Gas Turbine Soc. Japan (2013))

図3 民間航空機の市場動向

(エンジン市場も同様に拡大が期待)

<出所>日本航空機開発協会 民間航空機に関する市場予測より

図4 航空機エンジン市場における機種別需要予測

(小型機の伸びが期待)

ニッケル基合金の代替材料として、最も期待されているものに、SiC/SiC 複合材料がある。SiC (SiC : 炭化ケイ素) は、比重約 3g/cm³と軽量で、高耐熱性、高強度、耐摩耗性、耐食性を有している。SiC/SiC 複合材料とは、SiC セラミックスと SiC 繊維を組み合わせた複合材料であり、亀裂が入っても SiC 繊維と母材の界面で亀裂を止めることができるため、セラミックス独特の脆弱性を改善し、破壊靱性が飛躍的に向上する。従来の SiC/SiC 複合材料は、繊維に、相対的に弱い BN (BN : 窒化ホウ素) を被覆することで、SiC 繊維と母材の界面で破壊を促すことにより、破壊靱性を向上させることができる。

米国 GE 社の発表によるとニッケル基合金から SiC/SiC 複合材料に置き換えることで、重量は 1/3 に減る一方、強度は 2 倍、耐熱性も 20%向上させることができる。その結果、2020 年に商用飛行する米ボーイング社の次期大型機向けのエンジン「GE9X」に適用される部品の置き換えだけでも、燃費が 2%向上すると言われている。

現在は、GE 社とフランスのスネクマ社の合併事業である CFM インターナショナル社製の「LEAP」エンジンのシュラウドに採用されるのみであるが GE 社だけでなく RR 社、P&W 社も注目している次世代の材料であり、今後の航空機エンジンにおいて重要材料の一つとして国内重工業メーカーも CMC を活用した製造研究開発を推進している。

SiC 繊維は世界中で宇部興産(株)とNGSアドバンスファイバー(株)の国内2社しか製造することが出来ず、本材料を活用してエンジン効率向上を計画している世界エンジンメーカーは日本市場に強い関心を向けている。国内技術優位性を確保し続けるために

は、材料供給だけでなく高付加価値をつけた製品化が必須である。量産製造を実施するためにも SiC 繊維からプリプレグ材、製品加工まで材料特性を活かし、低コスト・高品質な製造プロセス確立を国内で確立出来ることは国内市場価値向上に大きく寄与するものである。

図5 SiC/SiC 複合材料の破壊靱性向上のメカニズム

また、第5期科学技術基本計画の中で、世界に先駆けて超スマート社会を実現することを提言している。これを具現化するには、新たな価値創出のコアとなる強みを有する基盤技術の必要性が強調されており、革新的な構造材料や新機能材料など、様々なコンポーネントの高度化によりシステムの差別化につながる「素材・ナノテクノロジー」の開発を重要な要素の一つとしている。SiC/SiC 複合材料はまさに革新的素材の一つであり、航空機用エンジンだけでなく高効率ガスタービン発電などに欠かせない素材である。本提案は、この素材を安価に提供するための開発であり、超スマート社会実現のための研究開発である。

(2) 導入した技術について

本研究では、京都大学檜木准教授の特許技術（以下「新技術」）に基づいて、SiC 繊維を 2D に織った織物と、BN 粒子分散型 SiC スラリーを乾燥させてシート状に成形したものとを積層させたプリプレグを加圧下で液相焼結させることによって、SiC 繊維の内部に SiC マトリックスを含浸させた SiC/SiC 複合材料を作製する技術開発を実施するものである。

SiC/SiC 複合材料とニッケル基合金との比較については（1）研究開発の背景にて示したところだが、新技術と既存の SiC/SiC 複合材料製造法の特徴を表 1 に示す。

表1 新技術と既存の SiC/SiC 複合体製造法の特徴

	新技術 (LPS 法)	従来技術 1 (MI 法)	従来技術 2 (CVI 法 (+SPI 法+PIP 法))
界面相	<ul style="list-style-type: none"> 不要 (BN 粒子分散) 低コスト 	<ul style="list-style-type: none"> SiC 繊維に CVD 法で BN 被覆することで界面相形成 糸の段階で被覆するため、高コスト 繊維加工の段階で BN 被覆剥離の可能性あり 	
対酸化劣化	<p>繊維、マトリックス、SiC、BN</p> <p>酸化</p> <p>表面のみの酸化</p> <p>強度の維持</p> <p>粒子分散材</p> <ul style="list-style-type: none"> 高温下で酸化しやすい BN が不連続に存在し、内部への酸化が進みにくい。	<p>繊維、SiC、界面、マトリックス、BN</p> <p>酸化</p> <p>界面から繊維も酸化</p> <p>強度の劣化</p> <p>従来からのSiC複合材</p> <p>BNから酸化が進行</p> <ul style="list-style-type: none"> 高温下で酸化しやすい BN が連続層となっているため、内部まで酸化が進行する。その際に SiC 繊維表面も酸化され、強度低下が起きる。 	
酸化温度	1500°C	1200°C	1200°C
プロセス時間	数時間	数 10 時間 (繊維の CVD 被覆を含む)	100 時間以上 (複雑形状: 1 ヶ月)
繊維加工性	<ul style="list-style-type: none"> SiC 繊維に BN 被覆が無く比較的織りやすい 	<ul style="list-style-type: none"> BN 被覆した SiC 繊維は硬く、織りにくい 	
形状付与	<ul style="list-style-type: none"> プリプレグ成型で生産性良い 	<ul style="list-style-type: none"> プリプレグ成型で生産性良い 曲げすぎると BN 被覆が剥がれる 	<ul style="list-style-type: none"> ニアネットシェープ成型で 3D 織技術が必要 生産性悪い
緻密さ・その他特徴	<p>10µm</p> <ul style="list-style-type: none"> 低気孔率: 1~5% 高結晶性マトリックス 焼結助剤が残存	<p>10µm</p> <ul style="list-style-type: none"> 低気孔率: 1~5% 高結晶性マトリックス Si が残存し、耐熱温度低下	<p>気孔率: 15%~</p> <ul style="list-style-type: none"> 高気孔率: 15%~ 高結晶性マトリックス

SiC/SiC 複合材料は、上述のとおり、米国 GE 社が実用化しているもの（※表 1 「従来技術 1（MI 法）」参照）があるが、従来技術・製法では、耐熱性、耐酸化性、生産性、成形性などで課題を抱えている。これらの課題に対して、今回提案する新技術（※表 1 「新技術 LPS 法」参照）は、SiC 繊維への BN 被覆の要否、耐酸化性、酸化温度、プロセス時間、繊維加工性、形状付与、緻密さ・その他特徴いずれにおいても、従来技術と比較して同等以上の特性を示す結果となっている。

京都大学 檜木准教授の特許技術

国際公開番号 WO2016/093360（出願人：京都大学、発明者：檜木達也、下田一哉）

（3）研究目標

本研究開発で実用化をめざす新技術は下記の目標を達成する。従来ジェットエンジンの高温部に主に使用されているニッケル基合金（比重 9g/cm^3 ）から SiC/SiC 複合材料（比重 3g/cm^3 ）へ置換することで軽量化を図る。また、現在実用化又は開発されている SiC/SiC 複合材料は CVD 法で SiC 繊維に BN 被覆を行うことで破壊靱性を向上させている。しかし、BN 被覆を行うことで複合材料表面が高温酸化雰囲気さらされた際に、表面に露出している BN 被覆を基点に繊維に沿って BN 被覆の酸化分解が進み、それにより SiC 繊維も酸化劣化を起し、耐熱温度が 1200°C に留まっている。この BN 被覆を無くし、BN 粒子をマトリックスに分散させることで、複合材料に求められる破壊靱性を保ちながら、耐熱温度を 1500°C に向上させる。

本研究開発では下記の高度化を目標とする。SiC 繊維は炭素繊維に似た機械的性質を持っているが、一般的に生産されている炭素繊維（トレカ T700SC 引張強度 4.9GPa 引張弾性率： 230GPa ）に比べ、第 3 世代 SiC 繊維（Tyranno SA 宇部興産製）は低強度（ 2.4GPa ）、高引張弾性率（ 380GPa ）であり、炭素繊維を製織するための汎用技術では SiC 繊維が破損してしまうため、織り加工できない。第 3 世代 SiC 繊維での各種織物に対応した織機を開発し、炭素繊維に近い織物生産速度を目指す。

本研究で対象とする液相焼結（LPS）法で用いるプリプレグ材に適した SiC 織物とスラリー及びプリプレグ工程を開発し、各種織物に対応できる複合材を試作し、微細組織や強度評価を実施し、織物データベースの開発を目指す。

プリプレグ材は目的形状に形状付与する必要がある。1 枚の織物の中でシームレスに織り組織、糸ピッチを変えることで従来にない SiC 織物を作製する。さらに、プリプレ

グ材は SiC 織物に SiC、BN 粒子がバインダーで接着した形態になる為、形状付与の際に SiC 粒子及び BN 粒子が脱落しないスラリーの組成を検討し、曲率半径 2mm に形状付与可能なプリプレグ材を開発することを目標とする。

1-2 研究体制

1-3 成果概要

本研究で対象とする液相焼結 (LPS) 法で用いるプリプレグ材に適した SiC 織物とスラリー及びプリプレグ化工程を開発し、形状付与に対応する柔軟なプリプレグ材を開発した。開発したプリプレグ材を積層し、ASTM 規格試験片や 90° に曲がった形状の SiC/SiC 複合材を作製し、気孔率や強度等の評価を行った。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

丸井織物株式会社

テキスタイル開発部テキスタイル開発 2 課

金山 拓夫

電話：0767-76-1228

FAX：0767-76-2061

E-mail：t.kanayama@maruig.co.jp

第2章 本論一（1）

【1-1】織物技術の開発（実施機関：丸井織物（株））

（1）製織条件の探索

手織り織機を作製し 30cm*30cm の SiC 織物を作製し、織機的设计に必要なガイドや経系張力、緯糸把持等の製織条件の探索を行った。

（2）SiC 専用織機の作製

製織条件の探索で見出した条件に従い、SiC 専用織機を設計、作製した。まずは 30cm 巾で SiC 繊維を製織し、（1）で見出した条件の妥当性を検証した結果、問題なく製織できることを明らかにした。

（3）生産性向上

量産を見据えて巾 1.2m まで製織できるように織機を改造した。製織条件等も見直し、織機回転数も上げて、目標とする生産性を達成した。

【1-2】プリプレグ開発（実施機関：（株）フジミンコーポレーテッド）

（1）繊維表面のサイジング剤除去方法の開発

SiC 繊維表面には、その加工性（織作業等）を向上するために、繊維をある程度の本数で束ねる糊の役割を持つサイジング剤が塗布されている。良質なプリプレグを得る為には、このサイジング剤を取り除くことによりマトリックスを繊維へ浸透しやすくすることが重要である

工業的生産を見据え、連続式の装置を用いてサイジング剤の除去方法を検討した。条件を最適化することで、サイジング剤の残存量を含侵に問題ない程度まで低減することが可能となった。

（2）スラリーの開発

スラリーの主な成分は、SiC 粉、BN 粉、バインダー樹脂、溶媒で構成されるが、SiC/SiC 複合材料とした際に目標とする特性を実現するためにはこれらの成分が均一に分散されている必要がある。

まず入手したままの状態の原料を所定の組成になる様に混合してスラリーを作製した。そのスラリーの混合直後の粘度を測定したところ、相対値 80 以上（測定範囲外）と非常に高粘度（流動性が悪い）であった。また同スラリーの経時変化を確認したとこ

ろ、粘度は 10 日後に 8.6 まで大幅に低下した。このスラリーでは安定的なグリーンシート及びプリプレグの工業的生産は難しいと考え、スラリー組成の開発を行った。

スラリー組成を最適化することで、図 1.2.1 の右図が示すように粘度の経時変化が少なく、構成物の分散安定性に優れたスラリーを製造するプロセスを構築することができた。また、スラリーの粘度を相対値 0.05 程度まで低下させたことにより、工業的生産が見込める設備の選択肢が広がった。

図 1.2.1 従来スラリー（左）及び開発スラリー（右）の粘度の経時変化

(3) グリーンシートの開発

プリプレグ中のマトリックスを均一かつ定量的に制御できると考え、グリーンシートの製造条件の検討を開始した。また製造条件の検討に当たっては、将来の工業化を見据え量産可能な塗工装置を選定した。

スラリー組成、塗工条件、乾燥条件を最適化することで、目標の厚さを有し膜厚変動の少ない、10m 程度の連続的なグリーンシートの作製が可能となった。また、作製したグリーンシートの断面を観察した結果を図 1.2.2 に示す。従来スラリーを用いたグリーンシートでは構成物の不均一さに起因する欠陥が一面に確認されたが、開発スラリーを用いたグリーンシートでは欠陥はほぼ確認されず、構成物が非常に均一に分散されていることが確認できた。

図 1.2.2 従来スラリー(左)と開発スラリー(右)のグリーンシート断面観察結果

(4) SiC 織布とグリーンシートの加工技術の開発

SiC 織布とマトリックスの一体化を検討した。一体化後のプリプレグ材の評価項目は、シワのないきれいな外観であることである。

加工条件を最適化することで、当初シワなどの欠陥が発生していたプリプレグが均一に得られる結果が得られた(図 1.2.3)。

図 1.2.3 加工条件検討結果

(5) 長尺プリプレグの作製

工業的生産を見据え 50m 以上の長尺プリプレグの作製を検討した。これまでは数 L のスラリーで検討を行ってきたが、50m 以上のプリプレグとなると数十 L のスラリーが必要となるため、中量のスラリー製造設備の導入を実施した。

次に、数十 L のスラリーをグリーンシート化するためには、塗工装置へのスラリー供給方法を検討する必要がある。従来は数 L のスラリーであったため、塗工装置のスラリー溜め部にスラリーを手で供給していた。しかし今回は、機械的にスラリーを連続供給可能な方法を導入し、安定的に塗工できる環境を整えた。これにより 50m 以上の安定した長尺グリーンシートを得ることができた。

最後に、サイジング剤除去した長尺 SiC 織布と長尺グリーンシートを用いて、一体化を実施し、長尺プリプレグを作製した。(図 1.2.4) この長尺プリプレグの長さは 50m 強であった。

図 1.2.4 長尺プリプレグの外観

(6)プリプレグの繊維体積率の変更

プリプレグの繊維体積率の変更を検討した。予め SiC 繊維を重量で把握し、比重をかけて SiC 繊維の体積を算出する。その後、目標の繊維体積率になるようグリーンシートの厚みを調整し、SiC 繊維と任意の厚みを持ったグリーンシートを一体化することで目標の繊維体積率を持ったプリプレグを得た。今回作製したプリプレグの中で、最小の繊維体積率を持ったプリプレグは 12%、最大の繊維体積率を持ったプリプレグは 50% であった。これにより、プリプレグの繊維体積率を 20~50% に調整する方法を確立した。

【1-3】プリプレグ評価（実施機関：国立研究開発法人物質・材料研究機構）

(1) プリプレグの評価法の確立

ISO527-3(JIS K7127)：フィルム及びシートの試験条件を参考に、独自にプリプレグサンプルの試験片サイズ・形状、試験条件を検討した。まず、幅 10~25mm、ゲージ部 50mm、上下のチャック部の長さが 20mm なるように繊維を含まないグリーンシート (GS) テストサンプルをセットし、クロスヘッド速度 (V) を 0.1~5.0mm/min で変化させた。図 1.3.1 に示すように、繊維を含まない GS テストサンプルでは破断ひずみが 30%を超えることから、クロスヘッド速度として (V=1mm/min) を推奨速度として見出した。

図 1.3.1 テストサンプルを用いた S-S 曲線図

次にクロスヘッド速度を 1.0mm/min とし、プリプレグサンプルの試験片幅サイズを 10~50mm で変化させた引張試験結果 (S-S カーブ) 及び試験後の破面のデジタル写真を図 1.3.2 に示す。弾性率は、導入した試験機に接触型のひずみ計測機により 0.05~0.25% 間の線形回帰領域で測定した。試験幅を大きくすると、 0° 方向の繊維体積率が平均化され、織物強度が一定になってくることが分かった (25 mm 幅以上)。今回、使用した SiC 繊維 (Hi-Nicalon Type-S、NGS 社製) の繊維束の弾性率を実測した結果約 360GPa であったため、プリプレグサンプルの繊維体積率と気孔率から想定される理論弾性率が約 45GPa であることを数値計算から得た。試験片幅を大きくすることで、グリーンシート (GS) との密着性が乏しい部分が多くなるためか、50 mm 幅の試験片の場合、弾性率が大きく低下していた。以上のことから、試験幅の最適化として 25 mm 幅を標準に決定した。標準とした 25 mm 幅のプリプレグサンプルの破断強度は約 200MPa、弾性率は約 40GPa、最大強度時のひずみは 2% 以上で、破壊挙動は弾性領域と非弾性領域からなる典型的な擬延性破壊挙動であった。これらの値はプリプレグを切断し、 90° 等の曲がった形状に積層するために十分な強度と柔軟性を有していると考えられる。

図 1.3.2 試験片幅の異なるプリプレグサンプルの引張試験におけるS-Sカーブおよび
試験後のデジタル写真

図 1.3.3 粘着テープ・粘着シート試験の概略図および試験結果

図 1.3.3には、ISO29862 (JIS Z 0237) : 粘着テープ・粘着シート試験条件を参考に、幅 25 mm で長さ 180 mm でプリプレグサンプルを固定し、90° 方向に引張速度 300mm/min で引張ることによって密着力を測定した概略図および試験結果を示す。プリプレグサンプル初期は、PET フィルムと GS との密着力も乏しく PET フィルムをはがすことが困難であることが予想された。GS/PET フィルムの密着力 > 数 N/25mm をプリプレグ標準

品とし、【1-2】で作製したサンプル出荷品のプリプレグサンプルは、約 3 倍の密着力を示し、プリプレグを切断し、90° 等の曲がった形状に積層するために十分な密着性を有しているものと考えられる。

図 1.3.4には、【1-2】で作製したプリプレグサンプルの断面はデジタル顕微鏡及び電子顕微鏡（SEM）を用いて、厚み測定、繊維体積率測定、内部の微細組織観察を行った。断面のデジタル画像からプリプレグの厚みは約 0.5mm でほぼ一定であった。又、プリプレグ内部の SEM による微細組織観察から繊維織物（SW）内部の繊維形状は球形であり、平均径も繊維メーカーのカタログ値と同程度であり、プリプレグ作製における繊維への損傷は組織学的には見い出せなかった。グリーンシート（GS）の厚みはほぼ一定であった。繊維織物とグリーンシート（GS）の界面では、初期のプリプレグサンプルでは密着している部分密着していない部分が観察できたが、サンプル出荷品以降はほとんどの部分が密着しており、上述の密着力試験の挙動の違いをもたらしたものと考えられる。

図 1.3.4 プリプレグサンプルのデジタル画像による厚み計測
および電子顕微鏡（SEM）による内部微細組織観察

(2) 長尺プリプレグの評価

【1-2】で作製した長尺プリプレグの外観写真を図 1.3.5 に示す。特に、グリーンシートとのラミネート序盤、中盤、終盤の3つに切断し、引張強度試験用に25mm幅で長さ180mmに切り出した。

図 1.3.5 長尺プリプレグの外観及び引張強度試験用サンプルの切り出し

図 1.3.6 には、組織観察用として長尺プリプレグの序盤、中盤、終盤での図 1.3.5 での赤い線で切り出したプリプレグ断面をデジタル顕微鏡及び電子顕微鏡（SEM）を用いて、厚み測定、繊維体積率測定、内部の微細組織観察を行った。断面のデジタル画像からプリプレグの厚みは約 0.5mm でほぼ一定で繊維体積率も約 53-58%でありほぼ一定であった。又、プリプレグ内部の SEM による微細組織観察から繊維織物（SW）内部の繊維形状は球形であり、平均径も繊維メーカーのカタログ値と同程度であり、プリプレグ作製における繊維への損傷は組織学的には見い出せなかった。グリーンシート（GS）の厚みはほぼ一定であった。繊維織物とグリーンシート（GS）の界面では、初期のプリプレグサンプルでは密着している部分密着していない部分が観察できたが、ほとんどの部分が密着しており、サンプル出荷したプリプレグと同等の組織を備えていることが明らかになった。

図 1.3.6 長尺プリプレグのデジタルおよび電子顕微鏡（SEM）による内部微細組織観察

確立した ISO527-3 (JIS K7127) : フィルム及びシートの試験条件を参考に、図 1.3.5 に示した引張強度試験用サンプルを幅 25mm、ゲージ部 80 mm（ひずみ計測部 50 mm）、上下のチャック部の長さが 50mm なるようにプリプレグをセットし、クロスヘッドスピードを 1.0mm/min で変化させた。図 1.3.7 に引張試験における S-S カーブを示す。同一バッチ内（序盤、中盤、終盤）では、強度値（～190MPa）、弾性率値（～41GPa）、最大強度時のひずみ値（>2%）に大きさ差異はなく、破壊挙動も擬延性破壊挙動を示す。サンプル出荷したプリプレグと比較すると若干の強度値の低下（200MPa→190MPa）が見受けられたが顕著な差ではなく同等品と想定する。

図 7 長尺プリプレグの S-S カーブ

【2-1】 曲げやすいプリプレグ開発（実施機関：丸井織物株式会社、株式会社フジミインコーポレーテッド、国立研究開発法人物質・材料研究機構）

（1） 曲げやすい SiC 織物

作製した織り組織、ピッチを変更した SiC 織物の種類を表 2.1.1 に示す。JIS L1096 一般織物試験方法 8.19.1 剛軟性 A 法を参考にして評価を行った。しかし、SiC 織物は硬く、測定不能であったため、先端に 0.95g のオモリを取り付け、測定を行った。織物から試験片を経方向、緯方向に 2cm*15cm に各 3 枚を切り出し、表、裏の剛軟性を測定し、平均した。測定結果を表 2.1.2 に示す。値が小さいほど柔軟な織物となる。織り組織では 平織り<綾織り<朱子織り の順で柔軟な織物となることが分かった。経方向の柔軟性に関しては緯糸ピッチが大きくなると交錯点の多い平織りは大きく柔軟性が増加するが、交錯点が少ない組織ではあまり増加せず、朱子織に関してはほとんど変化がない。緯方向の柔軟性は緯糸ピッチを大きくすると、増加している。これは緯糸の単位面積当たりの本数が減った為に柔軟になったと考えられる。

表 2.1.1 作製した SiC 織物サンプル

No.	織り組織	経糸ピッチ	緯糸ピッチ
1	平	1.5mm	1.2mm
2	平		1.5mm
3	平		1.8mm
4	綾		1.2mm
5	綾		1.5mm
6	綾		1.8mm
7	朱子		1.2mm
8	朱子		1.5mm
9	朱子		1.8mm

表 2.1.2 SiC 織物の剛軟性評価

緯糸ピッチ 織り組織	1.2mm		1.5mm		1.8mm	
	タテ	ヨコ	タテ	ヨコ	タテ	ヨコ
平	107	118	84	100	69	93
綾	67	71	53	65	47	64
朱子	45	70	45	50	42	44

*値が小さいほど柔軟な織物

スラリー中に含まれるバインダーや可塑剤の種類、添加量の最適化を行うことで、180° に折り曲げてもグリーンシートにはヒビも入らず、セラミックス粒子が脱落しないことを確認した（図 2.1.1）。これにより、SiC 繊維の屈曲限界までプリプレグが曲がることになるため、顧客で想定されている様々な形状に対応可能なプリプレグを開発した。

図 2.1.1 プリプレグの折り曲げ試験結果

(2) プリプレグ材の形状付与試験

作製した柔軟なプリプレグ材は折り曲げても SiC 粒子等が脱落しないことは確認したが、中の SiC 繊維は損傷を受けていると考えられる。そこでプリプレグ材を頂点 R=1, 3, 6, 8 の異なる金型に焼結時に掛かる圧力を考慮した圧力で形状付与し、金型から取外した後に引張試験を行い強度の劣化を調べた。図 2.1.2 に R=1 の形状付与試験中の写真と取り外した試験片の写真を示す。図 2.1.3 にはプリプレグ材を治具に形状付与した後に引張試験を行った S-S カーブを示す。当然ながら曲率半径が大きくなるにつれ引張強度の低下も小さくなっており、曲率半径 8 では強度低下がほとんどなくオリジナルと大差ない結果となった。また、曲げない限りは焼結時の圧力では繊維の劣化が無いことを明らかにした。

図 2.1.2 R=1 の形状付与試験と取り外した試験片

図 2.1.3 プリプレグ材の形状付与する曲率半径と引張試験のS-Sカーブ挙動への影響

【2-2】織物切り替え技術の確立（実施機関：丸井織物株式会社）

対象となる航空機エンジン部品（シュラウド、タービンブレード）は平面部と曲面部が合わさった複雑形状をしており、プリプレグ材を形状付与する必要がある。平面部と曲面部それぞれに適した織物があると考えられるが、2種類の織物を繋ぎ合わせると繋ぎ目で強度が下がる。1枚の織物の中でシームレスに織り組織、ピッチを変えることが可能な技術の開発を行った。

織り組織、糸のピッチをシームレスに変えることが出来るようにサーボモーターを用いて電子制御する開口装置、巻取装置を設計、開発した。SiC 専用織機に取り付け、織り組織、ピッチがシームレスに変化する SiC 織物を作製した。

【2-3】形状付与したプリプレグ評価（実施機関：（国研）物質・材料研究機構）

（1）SiC 繊維織物（平織、綾織、朱子織）の違いによる引張挙動への影響

図 2.3.1 には、【2-1】で作製したシームレスな繊維織物の(a)外観写真と(b)代表的な 3 つの織り方（平織（PW）、綾織（TW）、朱子織（SW））のサンプルを採取した。

(a)

(b)

	平織（PW）	綾織（TW）	朱子織（SW）
織り方			

図 2.3.1 シームレスな繊維織物の(a)外観写真及び(b) 代表的な 3 つの織り方（平織（PW）、綾織（TW）、朱子織（SW））のサンプル

採取したサンプルから幅 25mm と 50 mm、ゲージ部 50 mm で引張試験を行った S-S カーブを図 2.3.2 に示す。最大引張強度は、平織 (PW) ~240MPa > 朱子織 (SW) ~210MPa > 綾織 (TW) ~180MPa の順で、破伸びも平織 (PW) > 朱子織 (SW) > 綾織 (TW) の順で伸びる傾向を示した。弾性率は、平織 (PW) ≒ 朱子織 (SW) > 綾織 (TW) の順であった。試験片の幅は、最大引張強度はどの織りかたでもほとんど変化がなく、幅が増加するほど、破断ひずみは伸び、弾性率は低下する傾向を示した。

図 2.3.2 SiC 繊維織物の違いによる引張試験の S-S カーブ挙動への影響

(2) SiC 繊維織物 (平織、綾織、朱子織) の違いによるプリプレグ材への引張挙動への影響

図 2.3.3 には、まず朱子織の接点 (5 点、8 点) の違うプリプレグ材の引張試験の S-S カーブを示す。接点の違いによる影響は、弾性率、最大強度、破断ひずみとも大きな差異はなかった。

図 2.3.3 朱子織の接点 (5 点、8 点) の違うプリプレグ材の引張試験の S-S カーブ

図 2.3.4 には、代表的な 3 つの織り方（平織（PW）、綾織（TW）、朱子織（SW））の異なるプリプレグ材の S-S カーブを示す。最大引張強度は、織物だけの場合と異なり朱子織（SW） $\sim 200\text{MPa}$ $>$ 綾織（TW） $>>$ 平織（ $\sim 160\text{MPa}$ ）の順で、破伸びも朱子織（SW） $>$ 綾織（TW） $>$ 平織（PW）の順で伸びる傾向を示した。弾性率は、全て約 40GPa であった。

図 2.3.4 SiC 繊維織物の違いによるプリプレグ材の引張試験の S-S カーブ挙動への影響

【3-1】 ASTM 規格に沿った複合材作製、評価技術の開発

(実施機関：国立大学法人京都大学、(株) 神戸工業試験場)

本タスクでは、タスク 1 及び 2 で作製したプリプレグを積層し、ASTM 規格に沿った試験片が切り出せる大きさの試料の安定的な焼成技術の確立と高温環境を含む引張、寿命評価技術の確立、これらの試験により得られる材料の基本特性の理解を目標とした。

プリプレグを用いた SiC/SiC 複合材料の作製の流れを図 3.1.1 に示す。丸井織物で作製した SiC 繊維の織物を用いて、フジミにおいてプリプレグを作製し、京大のホットプレスを用いて焼結を行い、複合材料の作製を行った。従来の SiC/SiC 複合材料では繊維/マトリックス間の結合を弱くするために、繊維被覆が必要であった。SiC/SiC 複合材料の強度は繊維被覆厚に大きく影響を受けるため、100nm オーダーの精密な被覆制御が必要で CVD 技術が必須である。これがコスト増加要因であるとともに、材料の歩留まりを決める大きな要素でもあった。本 SiC/SiC 複合材料は、CVD の繊維被覆工程を必要としないため、高温での界面酸化による材料劣化が無いというだけでなく、生産コスト、生産性を著しく向上させることが可能である。繊維被覆を施した繊維を織ったり曲げたりすると被覆が壊れる懸念があるが、本 SiC/SiC 複合材料ではその懸念が無いので、プリプレグ材を使った高い形状付与性を備えている。

図 3.1.1 : プリプレグを用いた SiC/SiC 複合材料の作製の流れ

表 3.1.1：プリプレグを用いた SiC/SiC 複合材料の開発と評価

	材料仕様	小型織物材 (40mm角)	ASTM規格試 験材作製 (178x33mm)	ASTM規格材 データ取得 (引張)	疲労S-Nデー タ取得 (1200°C)
プレ標 準材	Hi-Nicalon type-S 手織/フジミ粉末 スラリー	✓	✓	✓	
第1次 標準品	Hi-Nicalon type-S 織機/プリプレグ	✓	✓	✓	
第2次 標準品	Hi-Nicalon type-S 織機/プリプレグ (焼成条件変更)	✓	✓	✓	✓

本プロジェクトでは、表 3.1.1 に示すような SiC/SiC 複合材料の開発を進めた。2017 年度にはプレ標準材として、Hi-Nicalon type-S の手織り材に、フジミ社製の SiC 粉末を用いたスラリーを用いて、プレ標準材として、40mm 角の小型織物材、ASTM 規格の試験片が取れる大型材、ASTM 規格での引張試験を行った。2018 年度にかけて、タスク 1 で開発された織機を用いた Hi-Nicalon type-S の朱子織材を用いてプリプレグ材が作製され、それらの積層により第 1 次標準材の開発を行い、ASTM 規格材での引張強

図 3.1.2：プリプレグを用いた第 2 次標準品の微細組織

度評価を進めた。引張試験の結果、ASTM 規格材では小型材で得られたような十分な強度が得られなかったため、焼成条件の再検討を行い、同じプリプレグを用いた第2次標準品を開発した。図 3.1.2 はプリプレグを用いた第2次標準品の微細組織である。

2019 年度には、丸井織物で作製したピッチ幅 1.5mm の朱子織、平織、綾織の織布及び朱子織でピッチ幅 1.2、1.5、1.8mm の織布を用いてフジインコーポレーテッドにおいてプリプレグを作製し、京都大学において焼結を行い 178x33x3mm の SiC/SiC 複合材を作製した。材料の種類を纏めると表 3.1.2 のようになり、○で示している材料の作製を行った。

表 3.1.2：プリプレグを用いた SiC/SiC 複合材料の開発と評価

織物構造	ピッチ幅		
	1.2mm	1.5mm	1.8mm
朱子織	○	○	○
平織		○	
綾織		○

ASTM C1275 に基づくフルサイズ試験片の形状と寸法 (ASTM C1275 FIG. X2.3)

ASTM C1275 に基づき製作したフルサイズ試験片の外観写真

図 3.1.3：本研究で用いた ASTM 規格に沿った試験片形状

SiC/SiC 複合材から ASTM 規格に沿った、図 3.1.3 に示すような試験片形状で試験片加工を行った。ASTM C1275 “Standard Test Method for Monotonic Tensile

Behavior of Continuous Fiber-Reinforced Advanced Ceramics with Solid Rectangular Cross-Section Test Specimens at Ambient Temperature”の平板試験片を参考とし、長さ寸法は素材長さのままとした。ASTM規格に沿った試験片を用いて、引張試験及び疲労試験を実施した。

試験設備

試験機：電気油圧式疲労試験機(MTS社製) 容量 100kN

電気炉：100℃～1400℃(炉単体性能)、加熱ゾーン 2ゾーン

伸び計：高温用軸伸び計(空冷式)、ゲージ長 12mm

引張及び疲労試験条件は下記のとおりである。

引張試験

試験環境：常温・大気中、

試験モード：引張

試験速度：50N/sec

疲労試験

試験環境：1200℃・大気中

試験モード：引張片振り疲労

応力比：R=0.1

波形：正弦波

周波数：1～10 Hz

加工した標準試料試験片を用いて常温・大気中での引張試験、1200℃・大気中での疲労試験を実施した。図 3.1.4 に高温での試験状況写真を示す。試験は MTS 社製の電気油圧式疲労試験機(試験容量±100kN)および電気炉を用いて実施した。

実施した引張試験結果の一覧を表 3.1.3 に示す。常温・大気中での引張強度(5本の平均)は 210MPa、1200℃・大気中での引張強度(握み部破断を除く 2本の平均)は 203MPa となった。1200℃での高温疲労試験結果を表 3.1.4 に、最大応力と破断繰り

返し数の関係(S-Nカーブ)を図 3.1.5に示す。1200℃における疲労限界は 175MPa と推定された。

図 3.1.4：1200℃試験用電気炉および試験機

織り変更材について実施した引張試験結果の一覧を表 3.1.5に示す。常温・大気中での引張強度は朱子織が最も高く、綾織、平織の順で小さくなっており、朱子織においては織りピッチ 1.5mm が最も高く、1.2mm と 1.8mm が同程度の値であった。このことから、常温・大気中で引張試験では朱子織、1.5mm が最も高い性能を示していた。1200℃での高温疲労試験結果を表 3.1.6に、最大応力と破断繰返し数の関係(S-Nカーブ)を図 3.1.6に示す。1200℃における疲労強度は室温引張試験とは異なり、綾織が最も高く、朱子織、平織の順となっていた。また、朱子織においては織りピッチ 1.2 が最も高く、同程度で 1.5mm が並び、1.8mm が著しく低い、という室温引張試験とは異なる傾向を見せる結果となった。

表 3.1.3：引張試験結果

ID	試験温度	引張強さ	破断時のひずみ	備考
		(MPa)	(%)	
T0	室温	229	0.076	
T1		199	0.067	
T2		207	0.073	
T3		218	0.066	
T4		198	0.063	
H0	1200℃	215	0.068	疲労試験(N=10万cyc)後に実施
H1		152	(0.086)	廻み部内で破断
H2		191	0.058	
H3		190	0.085	廻み部内で破断

表 3.1.4：疲労試験結果

ID	繰返し速度 (Hz)	最大応力 (MPa)	破断繰返し数 (cycles)	試験結果	備考
		160	> 100,000	未破断中止	
		170	> 100,000	未破断中止	
		180	8,088	破断	
F2	1→10	175	> 1,000,000	未破断中止	N=30万回まで1Hz,その後10Hz
F3	1	165	-	負荷中破断	応力179MPa付近
F4	1	162.5	39	破断	
F5	10	177.5	12,440	破断	
F6	1	160	-	負荷中破断	応力177MPa付近
F7	1	162.5	236	破断	
F8	10	177.5	2,660	破断	
F9	1	185	-	負荷中破断	応力176MPa付近
F10	10	175	90	破断

図 3.1.5：最大応力と破断繰返し数の関係

表 3.1.5：織り変更材における室温静的引張試験結果

No.	織り・ピッチ	試験環境	引張強さ	破断時のひずみ
			(MPa)	(%)
1	平織・1.5mm	常温・大気中	162	0.058
2	綾織・1.5mm		186	0.063
3	朱子織・1.5mm		192	0.044
4	朱子織・1.2mm		171	0.052
5	朱子織・1.8mm		172	0.044

表 3.1.6：織り変更材における 1200℃疲労試験結果

No.		試験環境	繰返し速度 (Hz)	最大応力 (MPa)	破断繰返し数 (cycles)	試験結果	備考
1	平織・1.5mm	1200℃ ・大気中	1	120	> 10,000	未破断中止	プルーフ試験
				140	1,470	破断	
2	綾織・1.5mm		1	120	> 10,000	未破断中止	プルーフ試験
				140	> 100,000	未破断中止	
			150	> 100,000	未破断中止		
			160	> 100,000	未破断中止		
			170	> 100,000	未破断中止		
175	65,097		破断				
3	朱子織・1.5mm		1	120	> 10,000	未破断中止	プルーフ試験
				140	> 100,000	未破断中止	
		160		> 100,000	未破断中止		
		175		481	破断		
4	朱子織・1.2mm	1	120	> 10,000	未破断中止	プルーフ試験	
			140	> 100,000	未破断中止		
			160	> 100,000	未破断中止		
			175	2,149	破断		
5	朱子織・1.8mm	1	120	2,770	破断

図 3.1.6：破断繰返し数と最大応力の関係(織り変更材・1200℃)

有孔試験片を用いて、破壊靱性を評価した。試験片形状を図 3.1.7 に示す。穴径はΦ3 mm およびΦ6mm の 2 種類を用いた。CMC 試験片に加え、SiC モノリシック材(ショ

ウセラム)についても試験を行った。試験温度は室温であった。試験片の板厚方向の両側にひずみゲージを貼付し、引張試験を実施した。引張速度は50N/secとした。試験結果を表3.1.7に示す。表中の規格化引張強さは式3.1.1で示す。

$$\text{式 3.1.1 有孔試験片の正味断面積の引張強さ} \div \text{孔なし試験片の引張強さ} = \text{規格化引張強さ}$$

図 3.1.7：有孔引張試験片形状・寸法及び外観写真

表 3.1.7：OHT 試験片における室温静的引張試験結果※

No.	W/D	試験片寸法		正味引張強さ MPa	規格化強度	備考
		孔径 D mm	幅 W mm			
CMC材						
1	3	3.05	9.06	147	0.70	※
2	3	5.96	18.05	123	0.59	
参照試料：SiCセラミック材（ショウセラム）						
3	3	3.04	9.05	159	0.48	
4	3	6.02	18.05	136	0.41	※

図 3.1.8：OHT 試験片の孔直径と規格化引張強さの関係*

※白抜きプロットはパーセントベンディングが 20%を超えるため参考データとなる。

- (1) “Mechanical Properties of Porous-Matrix Ceramic Composites” Frank W. Zok and Carlos G. Levi, ADVANCED ENGINEERING MATERIALS 2001, 3, No. 1-2

孔なし試験片の引張強さは CMC 材については標準形状試験片の実測値(T0~T4 の平均値)210MPa, ショウセラムに関しては物質・材料研究機構(NIMS)データより 330MPa とした。有孔引張強度と孔径の関係を Zok ら⁽¹⁾の OHT 試験結果に追記したものを図 3.1.8 に示す。CMC 材とモノリシック材の切欠き感受性には明確な差があることを示した。

ここまでは室温/1200℃での試験結果を示した。CMC 材の実使用環境を想定すると 1400℃のような、より高温での試験が必要になる。当該温度域では電気炉発熱体の急激な劣化が起こること、治具の耐久温度より高温になること等の要因から、通常の電気炉・試験機では対応できない。そのため MTS 社製 1500℃試験機を新たに導入し 1400℃・大気中での試験を実施した。1500℃電気炉・試験機の外観を図 3.1.9 に示す。当試験機は専用のグリップ、専用的高温用軸伸び計(水冷式、ゲージ長 25mm)を備えている。

図 3.1.9：1500℃試験用電気炉および試験機外観

CMC 試験片の 1400℃疲労試験を実施した。応力 120MPa、10,000 回のプルーフ試験の後、最大繰返し数 100,000 回で 140MPa、150MPa と応力を段階的に上昇させる本試験を行った。波形は正弦波、周波数は 1Hz である。結果を表 3.1.8 に示す。本試験におけるピーク応力と繰返し数の関係、およびピークひずみと繰返し数の関係を図 3.1.10,11 に示す。ピーク応力は安定しており、試験が問題なく進行していた事がわかる。また、ピークひずみは最大値・最小値ともに温度ドリフトと思われる値の変動が見られる。しかしながら、ひずみ範囲は安定しており、1400℃においても温度ドリフトを考慮すれば CMC 材料のひずみ測定を実施できることを示した。

表 3.1.8：CMC 試験片における 1400℃疲労試験結果

試験片符号	試験環境	繰返し速度	最大応力	破断繰返し数	試験結果
		(Hz)	(MPa)	(cycles)	
KK-311-1	1400℃ ・大気中	1	120	> 10,000	未破断中止
			140	> 100,000	未破断中止
			150	> 100,000	未破断中止
			160	10,983	平行部で破断

図 3.1.10 繰返し数とピーク応力の関係(1400°C)

図 3.1.11 繰返し数とピークひずみの関係(1400°C)

【3-2】曲がった複合材の作製、評価技術の開発（実施機関：国立大学法人京都大学、
（株）神戸工業試験場）

本タスクでは、形状付与技術の開発を行い、気孔率5%以内の曲がった SiC/SiC 複合材料の作製を目標とした。曲がった材料に対する強度の予測を行うための破壊挙動の異方性の理解を目標とした。

研究開発委員会の助言に基づき、プリプレグの積層により、図 3.2.1 に示すような L 字型試料、H 型試料、厚い試料の作製を行った。CVI 法では、ニアネットシェープでプリフォームを形成し、加圧する必要もないため形状付与性は高いように思えるが、プリフォームの表面でマトリックスが形成されると内部にガスが含侵しないため、基本的に 5 mm 厚程度の厚さが限度である。一方液相焼結法ではマトリックス原料の詰まったプリプレグを積層して焼結を行い、試料が厚くても軸方向にかかる応力は同じであるため、基本的に厚さの制約は無い。本研究では 10mm 以上の厚さの試料の作製にも成功した。L 字型の試料に関しては、図 3.2.2 に示すように R 部、直線部から試験片を切り出し密度の評価を行い、いずれの場所も目標とする気孔率 5%以内を達成していた。

図 3.2.1：プリプレグを用いて作製した様々な形状の SiC/SiC 複合材料

作製した L 字型試料について 4 点曲げ試験を実施した。試験は CFRP 材の層間引張強度を評価するための試験規格である ASTM D6415 を参考にして実施した。板幅・板厚を加工した試験片の寸法を表 3.2.1 に示す。また、試験治具の概略図と試験片セット状況を

写真を図 3.2.3 に示す。

サンプル位置	中央から90mm	中央から60mm	中央から30mm	R部	
密度 (g/cm ³)	3.04	3.04	3.04	3.05	
厚み (mm)	4.4-4.5	4.4-4.5	4.4-4.5	4.2-4.3	(ノギス)

図 3.2.2 : L 字形の SiC/SiC 複合材料の密度評価

表 3.2.1 : 4 点曲げ試験片寸法測定結果

R部厚さ	Leg部厚さ			R部幅	Leg部幅	内側R
	①	②	平均		平均	平均
mm	mm	mm	mm	mm	mm	mm
3.715	3.882	3.919	3.901	25.06	25.05	6.68

(a) 試験治具概略図

(b) 試験片セット状況写真

図 3.2.3 : 試験片セット状況

試験結果を表 3.2.2 に示す。試験荷重 386 N のとき R 部端で破壊した。そのときの R 部層間強度は 16.1MPa と見積もられた。本材料では層間強度が高いため、層間ではなく内側直線部の引張により破壊したと考えられる。

表 3.2.2：4 点曲げ試験結果

試験速度	圧子側スパン	支持側スパン					最大点荷重	最大点変位	CBS	層間強度	破壊形態
	l_t	l_b	d_y	d_x	ϕ_i	ϕ	P	Δ		$\sigma_r^{\max}$	
mm/min	mm	mm	mm	mm	°	°	(N)	mm	N・mm mm	MPa	R部端割れ
0.5	74.93	99.94	31.52	12.51	45.00	44.16	386	0.64	332	(16.1)	

参考として図 3.2.4 に示すように FEM 弾性解析を実施した。(尚、試験片は複合材ではなく均一材とした。) 試験時に試験片の裏側に貼り付けたひずみゲージの実測値が約 $350 \mu \varepsilon$ であった。試料の弾性率 339GPa(標準試験片の引張試験での平均値)とすると、応力 119MPa 程度となる。この値を解析による計算値と比較して、破断位置に負荷された応力を推測すると、破断位置に相当する箇所の応力は 139MPa、また R 部中央の応力は 157MPa となり、層間に比べて高い応力が負荷されていると考えられる。

図 3.2.4：FEM 弾性解析による引張応力(長手方向)分布図

SiC/SiC 複合材料は異方性を持つ材料であり、x-y2 次元配向の材料の場合、繊維配向

が無いz方向の層間強度は著しく弱い。CVI材料の場合、2次元配向材のx-y方向の強度に対して10%にも満たない場合が多い。層間強度評価のために diametral compression test を実施した。図 3.2.5 の左図に示すように試験片を切り出し、圧縮試験を行うことにより、圧縮方向と垂直方向の引張強度の評価を行った。試験片は 6.5 mm 径 x 3.1 mm のディスクの両端が切れて幅が 3.2 mm の形状のものである。強度は平均で 119 MPa であり、同じ形状の試料で同様に評価した CVI 材の場合は平均 25 MPa であったことから 4 倍以上の強度を示したことになる。CVI 材の場合は、15% 程度の気孔率が存在するうえ、ほとんどの気孔は層間にあり、100 μm 以上のものも存在するため、応力集中も起こりやすく非常に強度が低い。本研究で液相焼結法により作製した材料は気孔率が 5% 以下で、気孔は繊維束内に存在し、層間には気孔が存在しない。このため、CVI 材とは大きく異なる層間強度が得られたものと考えられる。

図 3.2.5：層間強度評価試料の切り出し図と相関強度

これまでの試験片はすべて、SiC 繊維が長手方向および幅方向に平行な 0° 材(90° 材)を使用してきた。繊維が引張方向に対し 45° 方向になるようにずらして作製された CM C 試験片について、室温において引張試験を実施した。試験結果を表 3.2.3 に示す。ここでは参考値として T0~T4(0° 材)の室温引張試験結果の平均値を参考値として併記する。また、図 3.2.6 に応力-ひずみ線図を示す。ここでは、T2 試験片(0°)の引張試験結果を参考として追記している。45° 材は 0° 材に比べ高い強度・伸びを示した。

表 3.2.3：引張試験結果（※T0~T4 の平均）

No.	繊維方向	試験環境	引張強さ	破断時のひずみ
			(MPa)	(%)
1	45°	常温・ 大気中	289	0.085
※	0°		210	0.069

図 3.2.6 : 45° 材の応力-ひずみ線図

従来の長繊維強化複合材料の異方性モデルでは、繊維方向の引張強度、繊維方向のせん断強度、層間強度の組み合わせで引張方向を変えることにより、これらの最も弱い強度で全体の強度が支配されていた。本研究で作製した SiC/SiC 複合材料は層間引張強度が CVI 材に比べて著しく高く、従来の結果を考慮すると層間せん断強度は層間引張強度よりも高い。つまり、従来モデルでは引張方向をずらしていくと、層間せん断強度、層間引張強度で全体の強度が支配されるはずが、繊維方向の引張強度で決まるものと推測される。この場合、図 3.2.7 で示すように、引張方向の強度を σ とすると 45° ずらすことにより、 $\sigma/\sqrt{2}$ となるが、もともと引張方向と垂直方向の強度が 0 から $\sigma/\sqrt{2}$ となるため、合わせて $\sqrt{2}\sigma$ となり 0° と 45° の強度と整合性が取れる。

図 3.2.7 : 引張方向の強度と繊維配向の関係

最終章 全体総括

全体の研究開発成果

全体を通じた研究開発の成果は下記のとおりである。

- (1) 耐熱性に優れた高結晶性、高弾性率の SiC 繊維の工業レベルでの織物技術を確立した。アプリケーションからのニーズに対応可能な連続的に織物構造やピッチを変える技術も確立した。
- (2) 微細組織評価、強度評価からプリプレグの作製条件の最適化を行い、工業レベルで作製可能な方法で、形状付与にも対応する柔軟性の高いプリプレグ技術を確立した。
- (3) 焼結条件の最適化を行い、プリプレグを用いても研究室レベルでのスラリーを用いて作製する複合材料と同等の気孔率と強度を有する材料の開発に成功した。L 字型等の形状でもプリプレグを用いて緻密な材料の作製することができた。
- (4) プリプレグ材を用いて作製した材料を ASTM 規格に沿って、アプリケーションで要求される多様な強度特性評価を行った。航空機エンジンで最も重要とされる高温疲労寿命評価では、耐環境被覆無しで 1200°、175MPa、10 万回を達成しており、従来の材料を大きく凌駕する特性が示された。

事業化展開

- (1) 想定している具体的なユーザー、マーケット及び市場規模等に対する効果

- 1) 想定している具体的なユーザー、マーケット

航空機エンジンメーカーの日本有数のサプライヤーである三菱重工航空エンジン株式会社、川崎重工業株式会社、株式会社 IHI を想定している。

- 2) 市場規模等に対する効果

世界の航空旅客輸送量は年率約 4.8%で増加し、2031 年には 2011 年の 2.6 倍の輸送規模となる。それに伴い、狙う市場である航空機・エンジンの市場も拡大し、2031 年の運航機体数は、2011 年の約 2 倍となる見通しである。今後着実に伸びると予想される航空輸送において、喫緊の課題とされる地球温暖化対策に加えて、原料価格の高騰による航空運賃の上昇を抑制する技術が求められている。

エンジンでは、高温高圧化、軽量化を実現する材料への要求がさらに高まっており、米国 GE 社が、LEAP-1 エンジンや GE9X エンジンで、Ni 基合金の代替材料として

SiC/SiC 複合材料の適用を決めており、現在実用化段階にある。また、米国 Pratt & Whitney 社、英国 Rolls - Royce 社も SiC/SiC 複合材料の適用を検討しているなど、SiC/SiC 複合材料が最先端材料として注目されており、現在実用化されている技術と比較して様々な面で優位性を持つ本技術に対する関心も高いと考えられる。

(2) 事業化見込み (目標となる時期・売上規模)

エンジン需要予測		
小型旅客機新規納入機数 (H28~R17) ※1	20,965	機
航空機エンジン需要 ※2	83,860	基
P社向け航空機エンジン需要 ※3	15,011	基
P社向け航空機エンジン需要/年 (÷20年)	751	基

※1 日本航空機開発協会「民間航空機に関する市場予測 2016-2035」の細胴機/100-229席より

※2 1機あたりエンジン4基 (搭載2基+スペア2基) で算出

※3 川下企業の参画シェアが高いP社の航空機エンジン市場シェアを17.9%として算出

売上高の前提		
航空機エンジン重量 ※4	2,300	kg
SiC/SiC 複合材料適用可能重量/基 ※5	138	Kg
SiC/SiC 複合材料売価/kg ※6	1.5	百万円
SiC/SiC 複合材料売上高/基	207	百万円
プリプレグ材売上高/基 ※7	104	百万円

※4 V2500 エンジンの重量 5200lb ÷ 2,268kg をもとに算出

※5 SiC/SiC 複合材料適用割合をエンジン重量の6%と想定

※6 航空機エンジン製品価格/トン=1.5百万円/kgと想定

※7 SiC/SiC 複合材料売上高の50%と想定

売上計画		R10	R11	R12	R13~
P社航空エンジン生産数量	基	75	113	188	751
SiC/SiC 複合材料売上高	百万円	15,536	23,304	38,841	155,363
プリプレグ材売上高	百万円	7,768	11,652	19,420	7,682
		(初年度納入生産分)			(量産)
		R12年初年度納入分 375基をR10~R12年の3年間で段階的生産			R13年以降は751基/年を量産

(3) 補助事業の成果発表

国際学会発表

- T. Hinoki, "Silicon Carbide Composites with Particle Dispersion in Matrix," The 11th Asian-Australasian Conference on Composite Materials (ACCM-11), Jul. 29-Aug. 19, 2018, Cairns, Australia. (招待講演)
- S. Ogitani, K. Kamoshida, A. Kato, S. Taguchi, K. Toujinbara, S. Aratani, N. Miwa, K. Ashitaka, K. Shimoda, T. Kanayama, K. Yamaoka, A. Edano, K. Igawa, T. Hinoki, "Development of the Production Process of a Prepreg for BN Particle Dispersion SiC/SiC Composites without Fiber/Matrix Interface" 43rd International Conference & Exposition on Advanced Ceramics and Composites (ICACC2019), Jan. 27-Feb. 1, 2019, Daytona, USA.
- T. Hinoki, K. Kawasaki, F. Shinoda, A. Hashimoto, N. Tsurui, S. Hokari, K. Shimoda, "High Temperature Mechanical Properties of BN Particle Dispersion SiC Composites Fabricated with Prepreg Technique" 43rd International Conference & Exposition on Advanced Ceramics and Composites (ICACC2019), Jan. 27-Feb. 1, Daytona, USA.
- T. Hinoki, K. Kawasaki, F. Shinoda, N. Tsurui, S. Hokari, K. Shimoda, "Fatigue Behavior of BN Particle Dispersion SiC Composites Fabricated with Prepreg Technique," 10th International Conference on High Temperature Ceramic Matrix Composites (HT-CMC10), Sep. 22-26, 2019, Bordeaux, France.

国内学会発表

- 檜木 達也、金山 拓夫、山岡 幸太郎、枝野 彬、扇谷 聡、福原 俊介、鴨志田 圭吾、下田 一哉、鶴井 宣仁、「高効率航空機エンジン向け SiC/SiC 複合材料製造工法の開発(1) 計画の概要」日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム、2018年9月5-6日、名古屋。
- 金山 拓夫、山岡 幸太郎、枝野 彬、飯川 浩平、「高効率航空機エンジン向け SiC/SiC 複合材料製造工法の開発(2) 耐熱グレード SiC 長繊維の 2D 織物製織技術の開発」日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム、2018年9月5-6日、名古屋。
- 鴨志田 圭吾、加藤 明裕、田口 創万、唐仁原 和馬、荒谷 心、三輪 直也、芦高 圭史、扇谷 聡、下田 一哉、檜木 達也、「高効率航空機エンジン向け SiC/SiC 複合材料製造工法の開発(3) プリプレグ材の開発」日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム、2018年9月5-6日、名古屋。
- 川崎 寛治郎、篠田 富士雄、橋本 晃、檜木 達也、「高効率航空機エンジン向け SiC/SiC 複合材料製造工法の開発(4) BN 粒子分散 SiC 複合材料の開発」日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム、2018年9月5-6日、名古屋。
- 鶴井 宣仁、帆加利 翔太、檜木 達也、川崎 寛治郎、篠田 富士雄、「高効率航空機エンジン向け SiC/SiC 複合材料製造工法の開発(5) 粒子分散 SiC 複合材料の疲労寿命評価」日本セラミックス協会第31回秋季シンポジウム、2018年9月5-6日、名古屋。
- 檜木 達也、川崎 寛治郎、篠田 富士雄、鶴井 宣仁、帆加利 翔太、「BN 粒子分散 SiC 複合材料の高温強度特性」、日本セラミックス協会年会、2019年3月24-26日、東京。
- 檜木 達也、Junyeab Lee、鶴井 宣仁・日野 聡、「BN 粒子分散 SiC 複合材料の層間強度」、日本セラミックス協会年会、2020年3月18-20日、東京。