

「次世代複合材創製・成形技術開発④、⑤、及び⑥」
(終了時評価)

事業原簿 【公開】

担当部	国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 材料・ナノテクノロジー部
-----	---

—目次—

内容

概 要	2
プロジェクト用語集	6

研究開発項目ごとの成果

- 別添 1 研究開発項目④：「超高性能 SiC 繊維の品質安定性向上に向けた開発」
UBE 株式会社
- 別添 2 研究開発項目⑤(1)：「1400℃級 CMC 材料の実用化研究開発」
株式会社 IHI
- 別添 3 研究開発項目⑤(1)：「1400℃級 CMC 材料の実用化研究開発」
シキボウ株式会社
- 別添 4 研究開発項目⑤(2)：「1400℃級 CMC 材料の実用化研究開発」
三菱重工航空エンジン株式会社
- 別添 5 研究開発項目⑥：「高レート・低コスト生産可能な CMC 材料およびプロセス開発」
川崎重工業株式会社

(添付資料)

- ・プロジェクト開始時関連資料（事前評価結果、パブリックコメント募集の結果）
- ・特許論文等リスト

概 要

		最終更新日	令和5年12月13日	
プロジェクト名	NEDO プロジェクト名 「次世代複合材創製・成形技術開発④、⑤及び⑥」 METI 予算要求名称 次世代複合材創製技術開発事業	プロジェクト番号	P20010	
担当推進部/ PMまたは担当者 及び METI 担当課	材料・ナノテクノロジー部 PM 松井 克憲（令和3年9月～令和5年12月現在） 材料・ナノテクノロジー部 PM 長島 敏夫（令和2年7月～令和3年8月） 材料・ナノテクノロジー部 PM 大中道 俊亮（令和2年4月～令和2年6月） 材料・ナノテクノロジー部 専門調査員 桑原 智彦（令和2年7月～令和5年12月現在） METI 担当原課：航空機武器宇宙産業課			
0. 事業の概要	航空機の燃費改善、環境適合性向上、整備性向上、安全性向上といった要請に応えるため、複合材料を始めとした我が国が強みを持つ材料分野における技術革新を促進し、航空機に必要な信頼性・コスト等の課題を解決するための要素技術を開発する。これにより、航空機の燃費改善によるエネルギー消費量とCO2 排出量の削減、整備性向上、安全性の向上並びに我が国の部素材産業及び川下となる加工・製造産業の国際競争力強化を目指す。産学官の密接な連携の下での我が国基盤の構築及び関連産業の成長を実現する。			
1. 事業のアウトカム（社会実装）達成までの道筋				
1.1 本事業の位置 付け・意義	<p>【事業の必要性】</p> <p>航空機産業における世界の民間航空機市場は、各社、コロナの影響により今後のデリバリー見通しを下方修正したものの、ワクチン普及によるコロナ終息後の旅客需要の回復予測や、CO2削減に貢献する効率の高い機体への代替需要が見込まれる事から、2019年末の約2.4万機から旅客需要で年率約5%増加、2040年末には、市場規模は約3.9万機(5～6兆ドル程度)となる見通しである。</p> <p>国際的な産業競争が激化する厳しい競争の中で、航空機産業では高度な先進技術開発が進められてきており、サプライヤービジネスにおいても今後激しい競争にさらされていくことが予想されるため、我が国においても航空機産業の国際競争力を維持・拡大していく必要がある。航空機は、幅広い分野の技術の組み合わせた複雑なシステムを有しており、その部品点数は、自動車の2～3万点の約100倍に及び300万点もの部品から成り立っており、産業構造の裾野が広い。</p> <p>燃費改善、環境適合性等の市場のニーズに応えるため、近年の航空機（機体・エンジン・装備品）では、軽量化のために構造部材として複合材(CFRP)が積極的に導入されており、先進的な素材開発及び成形組立技術開発等が急務となっている。我が国の強みを活かしつつ、民間航空機に求められる安全性、環境適合性、経済性という課題において、他国より優位な技術を獲得し航空機産業の国際競争力を維持・拡大していくことは、極めて重要である。これらを他産業分野へ波及させることにより、輸送機器をはじめとした様々な分野における製品の高付加価値化を進める上で、重要な役割を果たすことも期待されている。</p> <p>【本事業のねらい】</p> <p>航空機の燃費改善、環境適合性向上、整備性向上、安全性向上といった要請に応えるため、複合材料等の関連技術開発を中心として、航空機に必要な信頼性・コスト等の課題を解決するための要素技術を開発する。</p> <p>今後の航空機需要の70%を占めると予想されている細胴機の製造プロセスで必須となる、複合材を用いた部材の低コスト・高レートな新しい成形組立技術の確立を目指す。</p> <p>航空機の燃費改善によるエネルギー消費量とCO2 排出量の削減、整備性向上、安全性の向上並びに我が国の部素材産業及び川下となる加工・製造産業の国際競争力強化を目指す。</p> <p>【政策的位置づけ】</p>			

	<p>本事業は、総合科学技術・イノベーション会議により策定されている「科学技術イノベーション総合戦略」、「エネルギー・環境イノベーション戦略」等に則り、構造材料の飛躍的な軽量化等によって輸送機器のエネルギー利用効率の向上を目指すために実施するものである。</p> <p>【NEDOが関与する意義】</p> <p>NEDOは第四期中長期目標におけるミッションとして、「エネルギー・環境問題の解決」、「産業技術力の強化」に貢献することをミッションとしている。</p> <p>本プロジェクトの狙いは、産業構造の裾野が広い航空機産業の国際競争力を維持・拡大し、これらを他産業分野へ波及させることにより、輸送機器をはじめとした様々な分野における製品の高付加価値化を進めることで日本の主要産業の競争力を強化し、新たな産業創成を目指すものであることから、NEDOのミッションと合致する。さらに、素材開発から材料、部材と航空機に採用されるまでには長い研究開発期間を要するためリスクが大きく、また単独企業での開発ではなく産学官の密接な連携の下で激化する厳しい国際的な産業競争に勝つ必要があることから、NEDOプロジェクトとしての実施が妥当である。</p>
1.2 アウトカム達成の道筋	<p>本事業で、研究開発の進捗管理、きめ細やかな指導及びマネジメントを実施することで、研究開発を最大限推進し、最終目標を達成させる。</p> <p>事業の完了年度の翌年度以降 5 年間、企業化状況報告書でモニタリングを継続する。また、経済安全保障重要技術育成プログラム／航空機エンジン向け先進材料技術の開発・実証プロジェクトを通じ、CMC の量産化技術を確立し実用化へ繋げる。</p> <p>2030 年度に投入予定の次世代航空機に CMC を適用させる。</p>
1.3 知的財産・標準化戦略	<p>NEDO のルールに従い、助成事業の実施により得られた知的財産権等の研究成果は助成先に帰属することから、NEDO による指示は実施せず事業者に委ねる。</p>
2. 目標及び達成状況	
2.1 アウトカム目標及び達成見込み	<p>■ アウトカム目標</p> <p>本事業で開発した成果（CFRP 及び CMC）が、次世代航空機に搭載され 2040 年において、CO2 排出量を 1500 万トン/年削減する。</p> <p>■ 達成見込み</p> <p>上記 1.2 アウトカム達成の道筋に記載の通り進捗が進む見込みである。但し、エンジン完成メーカーの OEM の次世代航空機の投入時期や開発された CMC が認定され、次世代航空機にどの程度搭載されるかにより CO2 排出量の削減量に増減がある見込みである。</p>
2.2 アウトプット目標及び達成状況	<p>■ 研究開発項目④「超高性能 SiC 繊維の品質安定性向上に向けた開発」</p> <p>【アウトプット目標】</p> <ul style="list-style-type: none"> ・引張強度 3.0GPa 以上、2700°F（1482℃）×400 時間曝露後、強度低下 20%以下を満足し、高温クリープ特性に優れる SiC 繊維を開発する。 ・SiC 繊維の特性ばらつきを抑制する製造技術を確立する。 <p>【達成状況】</p> <ul style="list-style-type: none"> ・最適ポリマー組成を決定し、製造条件を確立することにより、強度、耐熱性、高温クリープ特性について目標を達成した。 ・ポリマー合成、紡糸技術について、繊維中の欠陥を低減する技術を確立し、繊維強度のばらつきを低減することができた。 <p>■ 研究開発項目⑤「1400℃級 CMC 材料の実用化研究開発」</p> <p>【アウトプット目標】研究開発項目⑤(1)</p> <ul style="list-style-type: none"> ・マトリックス、製織の方法、耐環境性コーティングの最適化を実施して、CMAS の存在する環境下で、室温引張強度 300MPa 以上、1400℃×400 時間曝露後、強度低下 20%以下を満足する CMC 部材を開発する。 <p>【達成状況】研究開発項目⑤(1)</p>

	<p>・製織仕様の見直しおよびマトリックス含浸条件の改善・最適化により材料中の欠陥を大幅に低減した。耐環境コーティングについては従来材に比べて飛躍的に耐 CMAS 性が向上する新組成を見出した。これらを組み合わせて材料を評価した結果、CMAS 存在下の室温強度：494MPa、CMAS 暴 1400℃×400 時間後の強度低下：17%となり、目標達成を確認した。また、当該 CMC にて高圧タービンシュラウドを製作し、JAXA F7 エンジンに搭載して、エンジン試験実証も完了させた。</p> <p>・高性能 SiC 繊維を用いたニアネットシェイプでの三次元プリフォームについて、製法開発を行い XY 積層・Z 挿入について自動化装置を製作、試作に成功した。</p> <p>過去の NEDO 事業（委託）にて、同じく高性能 SiC 繊維を用いた Vf（体積当たりの繊維含有率）30%以上の平板形状三次元プリフォーム製法の開発に成功していたが、今回ニアネットシェイプでの三次元プリフォームについても同等 Vf を達成した。</p> <p>【アウトプット目標】研究開発項目⑤(2)</p> <p>・生産性の高い MI 法において、新規界面コーティングの開発と UD 積層構造・マトリックス形成の最適化を行い、室温引張強度 300MPa 以上、室温弾性率 200GPa 以上、1400℃×400 時間暴露後の室温での弾性率低下が製造後の 30%以内を達成する CMC 部材を開発する。</p> <p>【達成状況】研究開発項目⑤(2)</p> <p>・新規界面コーティング繊維と Si 含浸マトリックスを組み合わせた CMC 特性は、破断応力は 303MPa で、弾性率は 294GPa で、目標とする強度特性が得られた。また、1400℃×400Hr 大気暴露後の弾性率低下は 8%で目標達成できていることを確認した。</p> <p>■ 研究開発項目⑥「高レート・低コスト生産可能な CMC 材料およびプロセス開発」</p> <p>【アウトプット目標】</p> <p>製織工程の高速化、CVI 工程、PIP 工程の短時間化を達成して、耐熱温度 1400℃の CMC 部材について、現行と比較して生産レート 10 倍向上を可能とする材料及びプロセス技術を開発する。</p> <p>【達成状況】</p> <p>ボトルネック工程の事業開始前生産レートを基準に、全工程の生産レートを 10 倍とする。</p> <p>3 月までに現在 5 倍の CVI 繊維界面コーティング形成工程のバッチ当たり炉詰数を 2 倍とすることで、10 倍向上を達成する予定。</p>
--	--

3. マネジメント									
3.1 実施体制	<table border="1"> <tr> <td data-bbox="416 1350 662 1413">経産省担当原課</td> <td data-bbox="667 1350 1442 1413">製造産業局 航空機武器宇宙産業課</td> </tr> <tr> <td data-bbox="416 1420 662 1503">プロジェクトリーダー</td> <td data-bbox="667 1420 1442 1503">国立大学法人東北大学 大学院航空宇宙工学専攻 教授 岡部 朋永</td> </tr> <tr> <td data-bbox="416 1509 662 1592">プロジェクトマネージャー</td> <td data-bbox="667 1509 1442 1592">材料・ナノテクノロジー部 主査 松井 克憲</td> </tr> <tr> <td data-bbox="416 1599 662 2024">助成先及びその委託先、共同研究先</td> <td data-bbox="667 1599 1442 2024"> <p>研究開発項目④「超高性能 SiC 繊維の品質安定性向上に向けた開発」</p> <p>助成先： UBE 株式会社</p> <p>委託先： 株式会社超高温材料研究センター 山陽小野田市立山口東京理科大学</p> <p>研究開発項目⑤「1400℃級 CMC 材料の実用化研究開発」</p> <p>助成先： ⑤(1)株式会社 I H I</p> <p>委託先： ファインセラミックセンター(JFCC)、物質・材料研究機構(NIMS)</p> <p>共同提案先（助成先）： シキボウ株式会社</p> <p>助成先： ⑤(2)三菱重工航空エンジン株式会社</p> <p>委託先： 京セラ株式会社、片柳学園東京工科大学</p> <p>研究開発項目⑥</p> </td> </tr> </table>	経産省担当原課	製造産業局 航空機武器宇宙産業課	プロジェクトリーダー	国立大学法人東北大学 大学院航空宇宙工学専攻 教授 岡部 朋永	プロジェクトマネージャー	材料・ナノテクノロジー部 主査 松井 克憲	助成先及びその委託先、共同研究先	<p>研究開発項目④「超高性能 SiC 繊維の品質安定性向上に向けた開発」</p> <p>助成先： UBE 株式会社</p> <p>委託先： 株式会社超高温材料研究センター 山陽小野田市立山口東京理科大学</p> <p>研究開発項目⑤「1400℃級 CMC 材料の実用化研究開発」</p> <p>助成先： ⑤(1)株式会社 I H I</p> <p>委託先： ファインセラミックセンター(JFCC)、物質・材料研究機構(NIMS)</p> <p>共同提案先（助成先）： シキボウ株式会社</p> <p>助成先： ⑤(2)三菱重工航空エンジン株式会社</p> <p>委託先： 京セラ株式会社、片柳学園東京工科大学</p> <p>研究開発項目⑥</p>
経産省担当原課	製造産業局 航空機武器宇宙産業課								
プロジェクトリーダー	国立大学法人東北大学 大学院航空宇宙工学専攻 教授 岡部 朋永								
プロジェクトマネージャー	材料・ナノテクノロジー部 主査 松井 克憲								
助成先及びその委託先、共同研究先	<p>研究開発項目④「超高性能 SiC 繊維の品質安定性向上に向けた開発」</p> <p>助成先： UBE 株式会社</p> <p>委託先： 株式会社超高温材料研究センター 山陽小野田市立山口東京理科大学</p> <p>研究開発項目⑤「1400℃級 CMC 材料の実用化研究開発」</p> <p>助成先： ⑤(1)株式会社 I H I</p> <p>委託先： ファインセラミックセンター(JFCC)、物質・材料研究機構(NIMS)</p> <p>共同提案先（助成先）： シキボウ株式会社</p> <p>助成先： ⑤(2)三菱重工航空エンジン株式会社</p> <p>委託先： 京セラ株式会社、片柳学園東京工科大学</p> <p>研究開発項目⑥</p>								

		「高レート・低コスト生産可能な CMC 材料およびプロセス開発」 助成先：川崎重工業株式会社 委託先：イビデン株式会社、株式会社豊田自動織機 共同研究先：宇宙航空研究開発機構(JAXA)、東北大学				
3.2 受益者負担の 考え方 事業費推移 (会計・勘定別に NEDO が負担した実 績額 (評価実施年 度については予算 額) を記載) (単位:百万円)	主な実施事項	R2fy	R3fy	R4fy	R5fy	備考
	研究開発項目④	→				
	研究開発項目⑤(1) 研究開発項目⑤(2)	→				
	研究開発項目⑥	→				
	会計・勘定	R2fy	R3fy	R4fy	R5fy	総額
	特別会計 (需給)	403	553	629	130	1715
	開発成果促進財源	0	146	28	45	219
	総 NEDO 負担額	403	699	657	175	1934
3.3 研究開発計画						
情勢変化への 対応	<p>■ 事業開始時に想定しなかった社会情勢への対応 事業開始の 2020 年度には、「Covid-19」の発生、また 2021 年度頃から「半導体不足」により納期問題が発生したが、予算の見直しなど適宜実施し、最終目標に影響をしないように対応した。</p> <p>■ 委託先の設備不具合による開発への影響 (研究開発項目⑥) 計画の変更と共に実施期間を 1 年延長して対応した。</p>					
中間評価結果 への対応	-					
評価に関する 事項	事前評価	令和元年 7 月実施		担当部 材料・ナノテクノロジー部		
	中間評価	-				
	終了時評価	令和 5 年 12 月実施		担当部 材料・ナノテクノロジー部		
別添						
投稿論文	「査読付き」 2 件、「その他」 2 件					
特 許	5 件					
その他の外部発表 (プレス発表等)	学会発表・講演； 25 件、新聞・雑誌等への掲載； 4 件、その他 (展示会等)； 4 件					
基本計画に関する 事項	作成時期	令和 2 年 2 月制定				
	変更履歴	令和 3 年 2 月改訂 (研究開発項目⑤に関する研究開発内容の拡充) 令和 3 年 9 月改訂 (研究開発項目⑥に関する実施期間の変更)				

プロジェクト用語集

研究開発項目④「超高性能 SiC 繊維の品質安定性向上に向けた開発」

用語（日本語）・略号	English	用語・略号の説明
クリープ	Creep	物体に持続応力が作用すると、時間の経過とともに歪みが増大する現象。
セラミック複合材料・CMC	Ceramic matrix composite	セラミックを SiC 繊維などの繊維で強化した複合材料
ミニコンポジット	Mini-composite	繊維束 1 本にセラミックを含浸した複合材料

研究開発項目⑤(1)「1400℃級 CMC 材料の実用化研究開発」

用語（日本語）・略号	English	用語・略号の説明
CMC	Ceramic Matrix Composite	セラミック基複合材料
EBC	Environmental Barrier Coating	耐環境コーティング
CMAS	CaO-MgO-Al ₂ O ₃ -SiO ₂	エンジンに吸い込まれる砂や火山灰等。カルシア、マグネシア、鉄、アルミナ、シリカ成分等から成る。
OEM	Original Engine Manufacturer	民間航空機用エンジンの開発取りまとめ会社。GE, PW, RR の 3 社を指す。
LCF	Low Cycle Fatigue	低サイクル疲労
SiC	Silicon Carbide	炭化ケイ素：ケイ素と炭素の化合物
CT	Computed Tomography	物体内部構造を画像として構成する技術、またはそれを行う機器。
DL	Deep Learning	深層学習
RMSD	Root Mean Square Deviation	二乗平均平方根偏差
CCD	Charge-Coupled Device	電荷結合素子
DIC	Digital Image Correlation	デジタル画像相関法
YbDS	ytterbium disilicate	Yb ₂ Si ₂ O ₇ で表される Yb と Si の複合酸化物
YbMS	ytterbium monosilicate	Yb ₂ SiO ₅ で表される Yb と Si の複合酸化物
YbAG	ytterbium aluminum garnet	Yb ₃ Al ₅ O ₁₂ で表される Yb と Al の複合酸化物
TBC	Thermal Barrier Coating	遮熱コーティング
SS	Stress-Strain	応力 - 歪み

BN	Boron Nitride	窒化ホウ素
CVI	Chemical Vapor Infiltration	化学気相含浸法
MI	Melt Infiltration	熔融含浸法
JAXA	Japan Aerospace Exploration Agency	宇宙航空研究開発機構
HPT	High Pressure Turbine	高圧タービン：ジェットエンジンの燃焼ガスを運動エネルギーに変換する部位で温度が高くなる
MPa	Mega Pascal	圧力の単位
マトリクス	Matrix	繊維や界面などの保護材
界面	Interface	繊維とマトリクス間の相互作用を隔絶する中間物。カーボンや BN を使用する
コーティング	Coating	エンジンの部材の最外面を覆う保護材
疲労寿命	Fatigue Life	応力の繰り返し負荷により、亀裂が進展して部材が破断する現象
クリープ寿命	Creep Life	一定の応力負荷により、亀裂が進展して部材が破壊する現象
ポイド	void	材料中の気孔
グランド トゥルース	Grand Truth	機械学習で用いる正解データ
セマンティック セグメンテーション	Semantic Segmentation	画像内の全画素にラベルやカテゴリを関連付けるディープラーニングのアルゴリズム
コールド トラップ	Cold Trap	冷却することでガスを液化捕集する機器
擬三元系	Pseudo-ternary system	3種の化合物からなる系
熱力学平衡計算	Thermodynamic equilibrium calculation	熱力学的系が熱的、力学的、化学的に平衡であるかの計算
トップコート	Top coat	EBC の最外層
アンダーコート	Under coat	EBC のトップコートの下と CMC 間に形成される中間層
シュラウド	Shroud	回転翼の外周に位置するエンジン部品
シュラウドサポート	Shroud Support	シュラウドをエンジン本体に取り付ける際のインターフェース

研究開発項目⑤(2)「1400℃級CMC材料の実用化研究開発」

用語（日本語）・略号	English	用語・略号の説明
CMC	Ceramics Matrix Composite	セラミックス繊維とセラミックスマトリクスを組み合わせた複合材

OEM	Original Equipment Manufacturer	実際に航空機エンジンを作るメーカーで、エンジンは、米 GE（ゼネラル・エレクトリック）、プラットアンドホイットニー（PW）、英ロールスロイス（RR）
MI	Melt Infiltration	熔融 Si 含浸により SiC マトリックスを形成する複合化方法の一種
非線形領域		材料に引張荷重を負荷したとき、弾性域を超えても弾性率が低下しながら破断せずに強度が増加する形態

研究開発項目⑥「高レート・低コスト生産可能な CMC 材料およびプロセス開発」

用語（日本語）・略号	English	用語・略号の説明
BN		Boron Nitride の略。窒化ホウ素。
BN コート		BN を用いた繊維界面コーティング層のこと。炭素コート（C コート）よりも耐熱性に優れる。
CMC		Ceramic Matrix Composite の略。セラミックス複合材料のこと。
CVD		Chemical Vapor Deposition の略。化学気相蒸着法のこと。
CVI		Chemical Vapor Infiltration の略。化学気相含浸法。
hBN		Hexagonal Boron Nitride の略。窒化ホウ素の内、六方晶系のもの。
MRL		Manufacturing Readiness Level 製造技術成熟度レベル
MTO 条件		Maximum Take off のこと。離陸時条件
PIP		Polymer Infiltration and Pyrolysis の略。ポリマー含浸焼成法
PSP		Pressure Sensitive Pain の略。感圧塗料、発行強度が圧力に応じて変化する。
SiC/SiC		SiC 繊維ならびに SiC 母相からなるセラミックス複合材料のこと。
TIT		Turbine Inlet Temperature。タービン入り口温度
TRL		Technology Readiness Levels 技術成熟度レベル
圧力比	Pressure ratio	ガスタービンにおける圧縮機入り口と、圧縮器出口での空気圧力の比。この圧力比が高いほど、熱効率がよく、燃費が向上する。
化学気相含浸法	Chemical Vapor Infiltration	専用炉内に設置したプリフォームに対し、原料ガスを導入・化学反応させることにより、プリフォーム内部に目的の物質を形成させる手法。特に繊維界面コーティングの形成に用いられる。
化学気相蒸着法	Chemical Vapor Deposition	真空容器内部に原料ガスを導入し、被対象物に目的の物質を蒸着・形成する手法
サイジング剤	Sizing agent	セラミックス繊維は撚られておらず、一体となっていないため、そのままでは製織が困難である。サイジング剤を用い

		ること、複数繊維を束ね、製織を可能とする。また、摩擦性能を向上させる機能を有する。
セラミックス複合材料	Ceramic Matrix Composite	セラミックス複合材料のこと。本件では、特にセラミックス繊維およびセラミックス母相からなる複合材料を指す。
繊維界面コーティング	Fiber interfacial coating	繊維界面に形成されたコーティング相。セラミックス複合材料においては、本コーティング相がクラック伝搬を阻害することにより擬塑性を発現するため、特性に大きな影響を与える。
耐環境コーティング	Environmental Barrier Coating	セラミックス複合材料を保護するために付与されるコーティング層。特にセラミックスの酸化反応から保護するため、酸化雰囲気から隔絶するためのコーティング層を指す。
プリフォーム	Preform	最終製品を成形する際の間製品。本件では、繊維織物や繊維織物の繊維界面コーティングを施したものを指す。
抱合力	Conjugation force	繊維束が一体化している強さ。接着性。
ポリマー含浸焼成法	Polymer Infiltration and Pyrolysis	液状セラミックス前駆体ポリマーをプリフォームに含浸させ、その後焼成することにより、セラミックス母相を形成する手法。本件では、前駆体ポリマーに対し、フィラーを添加した場合も含める。
ボンドコート	Bond Coat	EBC や TBC において、接着性向上を目的に被対象物表面に施工するコーティング層。
マトリックス	Matrix	母相。ここでは、複合材料を形成する組織の内、繊維ならびに繊維界面コーティング相を覗いた部分を指す。
離陸時条件	Maximum Take off condition	航空機が離陸時のエンジン稼働条件のことを指す。温度面、荷重面で最も厳しい条件となる

添付資料

- プロジェクト開始時関連資料：事前評価結果、パブリックコメント募集の結果
- 特許論文等リスト

2019 年度事前評価結果

研究評価委員会において 2019 年度 NEDO 新規案件の事前評価を実施しました。結果は以下の通りです。

当該評価結果は、今後基本計画などに反映してまいります。

2019 年 7 月

案件名	次世代複合材創製・成形技術開発
推進部署	材料・ナノテクノロジー部
総合コメント	複合材料開発は、今後、我が国が保持・展開する技術として適切なものであり、競争力を維持するために必要なプロジェクトと考えられ、国による支援は欠かせない。本プロジェクトは、材料開発を中心としているが、材料としての性能クリアを目指すだけでなくその発現機能を明確にして、成果をアウトカムへと確実に繋げることを期待したい。また、一連の開発プロセスを一体的に進めるためには、シミュレーション技術の取り込みをより重視する必要があると考える。さらに、本技術は国際展開が重要であるため、国際競争力をどのように確保していくかを明確にするとともに、実施者間の相互連携やユーザー企業と協力して技術開発を行う体制の構築を期待したい。

「次世代複合材創製・成形技術開発（案）」に対するパブリックコメント募集の結果について

2020年3月5日

NEDO

材料・ナノテクノロジー部

NEDO POSTにおいて標記基本計画（案）に対するパブリックコメントの募集を行いました結果をご報告いたします。
貴重なご意見をいただき、ありがとうございました。

1. パブリックコメント募集期間
2020年1月21日～2020年2月4日
2. パブリックコメント投稿数＜有効のもの＞
計0件

・特許論文等リスト

表 論文、外部発表等の件数（内訳） 【2023年11月末現在】

区分 年度	論文		その他外部発表				展示会 への出 展	受賞	フォー ラム等*
	査読付 き	その他	学会 発表・ 講演	新聞・ 雑誌等 への 掲載	プレス 発表	その他			
2020FY	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2021FY	0	1	2	2	0	0	1	0	0
2022FY	0	0	14	2	0	2	1	1	0
2023FY	2	0	9	0	0	0	0	0	0
合計	2	1	25	4	0	2	2	1	0

※実施者が主体的に開催するイベント（フォーラム、シンポジウム等）

表 特許の件数（内訳） 【2023年11月末現在】

区分 年度	特許出願		
	国内	外国	PCT出願*
2020FY	0	0	0
2021FY	0	0	0
2022FY	2	0	0
2023FY	2	0	1
合計	4	0	1

※Patent Cooperation Treaty :特許協力条約

【特許】

番号	出願者	出願番号	国内外 国 PCT	出願日	状態	名 称	発明者
1	UBE (株)	特願 2022-194271	国内	2022/12/05	公開	結晶性炭化ケイ素繊維、及びその製造方法、並びにセラミックス複合基材	隅野真央他
2	(株) IHI	特願 2022-116970	国内	2022/7/22	出願	耐砂塵被覆	山崎直樹他
3	(株) IHI	PCT/XXXXXX	PCT	出願準備中	出願	未定	山崎直樹他
4	(株) IHI	特願 XXXX-XXXX	国内	出願準備中	出願	未定	山崎直樹他
5	三菱重工航空 エンジン(株)	特願 2023-192996	国内	2023/11/13	出願	BN 被覆セラミックス繊維、それを備えたセラミックス複合材料、ならびに BN 被覆セラミックス繊維の製造方法	関川貴洋 松原将一 佐藤光彦

(Patent Cooperation Treaty: 特許協力条約)

【論文】

番号	発表者	所属	タイトル	発表誌名、ページ番号	査読	発表年月
1	北岡 聡	JFCC	CMAS 溶融物に対する Yb シリケートの腐食機構	公益社団法人日本セラミックス協会 2022 年度年会	無	2023/03
2	渡邊 文章	IHI	JAXA F7 エンジンでの 1400℃ 級 CMC シュラウド実証試験	IHI 技報	有	2023/01
3	北岡 聡	JFCC	CMAS degradation of ytterbium aluminum garnets	Journal of American Ceramic Society	有	2023 (投稿済み)
4	北岡 諭	JFCC	Mass transfer in Yb3Al5O12 films at high temperatures under oxygen potential gradients	JOURNAL OF THE EUROPEAN CERAMIC SOCIETY	有	2023 (投稿済み)

【外部発表】

(a) 学会発表・講演

番号	発表者	所属	タイトル	会議名	発表年月
1	松永 格	UBE(株)	SiC/SiC CMC 強化に用いられる炭化ケイ素系繊維 (チラノ繊維®)	第 5 回「CMC (セラミックス複合材料) シンポジウム」	2022/12/07
2	山崎 直樹	IHI	Stabilization mechanism and water vapor resistance for Ytterbium Silicates Coatings	Thermal and Environmental Barrier Coatings VI	2022/06
3	田中 誠	JFCC	Ca-Mg-Fe-Al-Si-O 溶融物に対する Yb シリケート系環境遮蔽膜の腐食機構	JFCC 研究成果発表会	2022/07
4	北岡 聡	JFCC	遮熱・環境遮蔽コーティングの設計と機能発現機構	耐熱複合材料・コーティングの高度化研究会 2022 年度第 1 回ワークショップ	2022/07
5	北岡 聡	JFCC	遮熱・環境遮蔽コーティングの腐食機構	日本学術振興会耐熱金属材料第 123 委員会 戦略企画部分科会 令和 4 年 11 月期研究会	2022/11
6	中村 武志	IHI	Advances and Technical Challenges in development of CMC	Ceramic Matrix Composites II	2022/11
7	平野 洋人	IHI	Fabrication method of Yb based Oxide matrix for CMC	Ceramic Matrix Composites II	2022/11
8	中村 武志	IHI	航空エンジン向け SiC/SiC の開発状況	第 5 回 CMC シンポジウム	2022/12
9	中村 武志	IHI	Development and evaluation of EBC for CMC	TIC9	2022/12

10	山崎 直樹	IHI	Stabilization mechanism and CMAS corrosion behavior of rare-earth based coatings prepared by thermal spray	ICACC2023	2023/01
11	北岡 聡	JFCC	航空機用耐熱軽量部材の遮熱・環境遮蔽コーティングの現状と将来動向	日本学術振興会 先進セラミックス第 124 委員会 第 171 回会議	2023/02
12	山崎 直樹	IHI	航空機ジェットエンジン高温部材向け CMC/EBC の開発動向	セラミック協会 2023 年年会	2023/03
13	田中 誠	JFCC	CMAS 溶融物に対する Yb3Al5O12 焼結体の腐食機構	セラミック協会 2023 年年会	2023/03
14	伊藤 大志	JFCC	Ca-Mg-Fe-Al-Si-O 溶融物による Yb3Al5O12 焼結体の腐食挙動	日本顕微鏡学会 第 79 回 学術講演会	2023/6
15	伊藤 大志	JFCC	CMFAS 溶融物に対する EBC の耐食設計	2023 年度 JFCC 研究成果発表会	2023/7
16	田中 誠	JFCC	多結晶 Yb3Al5O12 の微構造変化	2023 年度 JFCC 研究成果発表会	2023/7
17	中村 武志	IHI	The Challenges of Ceramics Matrix Composite for Jet Engine Application	JISTES 2023 Kyoto	2023/7
18	武藤 慎治	IHI	Recent CMC Development Challenges in IHI	HT-CMC11	2023/08
19	中村 武志	IHI	TECHNICAL CHALLENGES IN DEVELOPMENT OF CMC TOWARDS 1400 DEGREE CELSIUS APPLICATION.	HT-CMC11	2023/08
20	土井 康平	IHI	Recession behavior of environmental barrier coating at elevated temperature in high-velocity steam jets.	HT-CMC11	2023/08
21	山崎 直樹	IHI	Development of Environmental Barrier Coatings systems with high CMAS Corrosion resistance	HT-CMC11	2023/08
22	田中 誠	JFCC	Corrosion mechanisms of Yb3Al5O12 exposed to molten CMFAS	HT-CMC11	2023/08
23	関川貴洋	三菱重工 航空エンジン (株)	NEW BN COATING ON SIC FIBERS AS THE INTERPHASE OF SIC/SIC COMPOSITES	第二回 サクタフェ CMC 会議 (Engineering Conferences International)	2022/11/17

24	田中拓磨	川崎重工業株式会社	航空機エンジン用繊維強化セラミックス基複合材料製燃焼器パネルの開発	JFC テクノフェスタ	2022/1/21
25	中谷浩	川崎重工業株式会社	材料技術による機械製品の革新、事業への貢献～川崎重工における事例～	大阪冶金会講演会	2022/3/24

(b)新聞・雑誌等への掲載

番号	所属	タイトル	掲載誌名	発表年月
1	JAXA	明日の「そら」へーJAXA のチャレンジー	日刊工業新聞	2022/05
2	川崎重工業株式会社	耐熱コーティング技術およびセラミックス複合材料開発の紹介	GT 学会誌	2021/07
3	川崎重工業株式会社	航空エンジン燃焼器ライナ用 CMC 部材開発	工業材料	2021/06
4	川崎重工業株式会社	航空機エンジン用 繊維強化セラミックス基複合材料製 燃焼器パネルの開発	JFCA FCレポート	2022/07

(c)その他

番号	所属	タイトル	掲載誌名	発表年月
1	JAXA	Introduction of a turbofan engine as component-technology demonstration testbed	AIAA-GTTC-newsletter	2022/06
2	IHI	航空産業向け SiC 複合材料の開発	プラズマ・核融合学会誌	2022/08

別添 1

研究開発項目④

超高性能 SiC 繊維の品質安定性向上に向けた開発

UBE 株式会社

研究開発項目④「超高性能 SiC 繊維の品質安定性向上に向けた開発」

1. 実施者名、実施体制

実施者:UBE 株式会社

研究項目の一部を山口東京理科大学、超高温材料研究センターに委託。

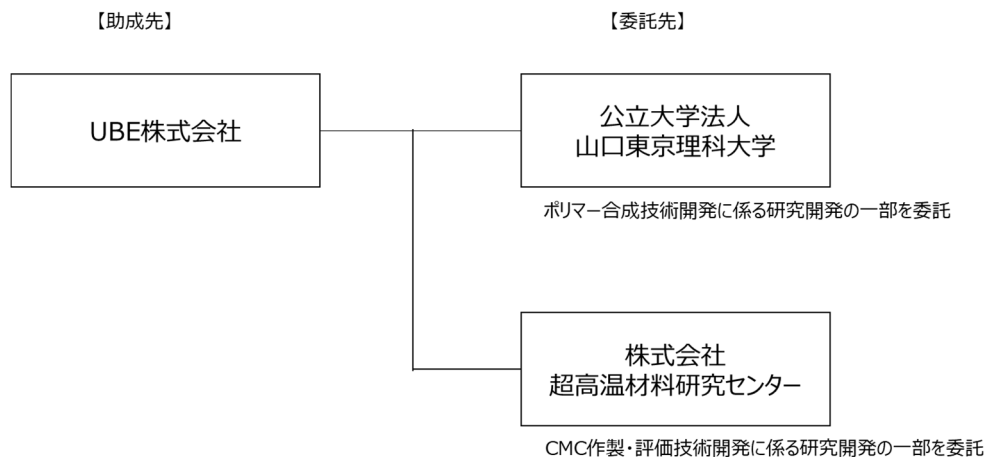


図1. 実施体制図

2. 期間、予算

期間:2020年8月25日から2023年3月31日

予算:125,988,6832円(補助率:1/2)

本研究開発は図2に示すスケジュールで実施した。

研究項目	FY2020	FY2021	FY2022	FY2023
ポリマー合成技術開発 設備導入 特性を発現するポリマー開発 不純物制御ポリマー合成 高精度合成技術	ラボスケール	設備設計・設置 既設設備	実証	K-program
紡糸技術開発 設備導入 不純物制御 外部異物制御 最適仕様	ラボスケール	設備設計・設置 既設設備	実証	K-program
CMC作製・評価技術開発 設備導入 作製・評価	設備設計・設置		CMCミニコンボジット作製・評価	K-program

図2. 本研究開発のスケジュール

3. アウトプット(最終)目標

高耐熱性を特徴とするセラミックス材料の欠点である低靱性に対して、長繊維強化 SiC/SiC 複合材料において SiC 繊維は強化材として利用することで、母材に生じたクラックを繊維がブリッジングし、損傷が許容されることにより、大幅な改善効果が期待できる。つまり、長繊維強化 SiC/SiC 複合材料において、SiC 繊維の特性向上は複合材料としての特性向上に欠かせない要素である。

一方、SiC 繊維の高温での強度と耐クリープ特性の関係は、基本的にトレードオフの関係にあることが知られている。例えば、NASA の報告によれば、高圧タービンプレード用の繊維として 2700°F(1482°C)の耐熱性を有する SiC 繊維が必要との研究結果から、NASA 自身で高性能 SiC 繊維の開発が試みられたが、高強度と高耐クリープ特性の両立させた SiC 繊維の実現はできなかった。従って、従来にない高温強度と耐クリープ特性を両立する SiC 繊維の製造には、前駆体ポリマー合成技術、紡糸技術などの基礎的な知見に立ち返った開発が必要であると言える。

SiC 繊維の特性評価は、通常樹脂含浸ストランド法により、ストランドに樹脂を含浸した FRP として評価されるが、CMC と FRP は破壊メカニズムが異なり、FRP で評価した特性と CMC としての特性に相関性が低い場合がある。CMC の作製工程は非常に長く、CMC 完成までに数か月間かかるため、本研究開発で試作した超高性能 SiC 繊維の CMC としての特性評価に時間を要し、効率的に研究開発を実施する上での大きな課題となる。ミニコンポジットサイズの CMC(CMC ミニコンポジット)作製・評価技術を確立し、開発サイクルの大幅な短縮を実現することが必要である。

これらの観点から、以下の目標を設定し、本研究開発を実施した。

最終目標 2022 年度

目標1. 引張強度 3.0GPa 以上、2700°F(1482°C) × 400 時間暴露後、強度低下率 20%以下を満足した高温クリープ特性に優れる SiC 繊維(超高性能 SiC 繊維)を開発する。

目標2. SiC 繊維の特性ばらつきを抑制する製造技術を確立する。

目標3. 超高性能 SiC 繊維の開発サイクル短縮のために、繊維メーカー独自でミニコンポジット作製技術及び特性評価技術を開発することで、SiC 繊維特性と CMC 部材特性評価を並行して実施可能な材料開発体制を確立する。

4. 成果の達成状況と根拠

目標1. SiC 繊維の耐クリープ特性を向上させるためには SiC 結晶粒界を適切にコントロールすることが重要であるため、SiC 焼結特性と粒界制御をコントロール可能な前駆体ポリマーの最適組成を確立した。さらに最適な焼結条件を確立した。

本ポリマー組成で SiC 繊維の試作を行い、図3に示す全長 500m 以上の連続長繊維を作製した。強度、耐クリープ特性ともに目標特性に達していることを確認した。強度については図4に示すように、全長にわたって 3GPa 以上であることを確認、耐クリープ特性については、Super Sylramic-iBN の文献値の半分程度の歪速度であることを確認した。耐熱性についても図5に示すように、1482°C (2700°F) で 400 時間熱処理後においても顕著な強度が無いことを確認し、1482°C (2700°F) 級の CMC 材料として必要な特性を有することを確認した。



図3. 本研究開発で試作した超高性能 SiC 繊維 (右側)
* 左は通常の耐熱性チラノ繊維

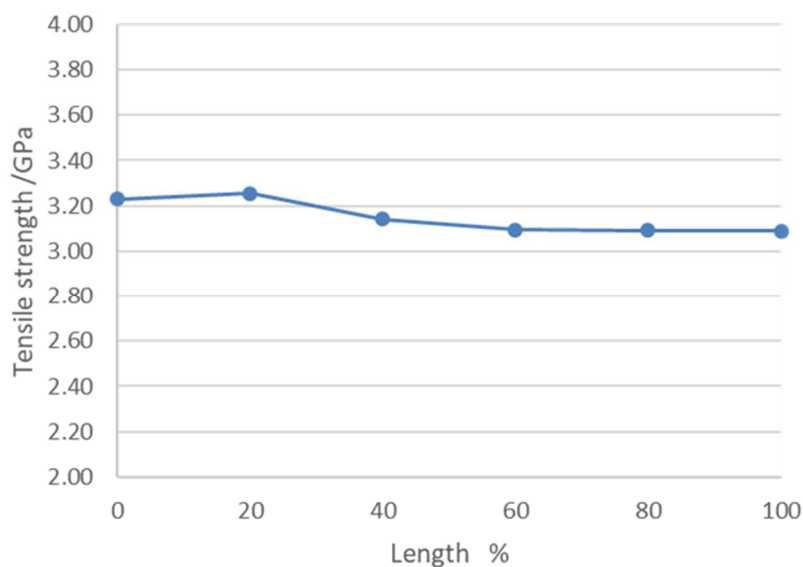


図4. 超高性能 SiC 繊維の強度 (全長方向)

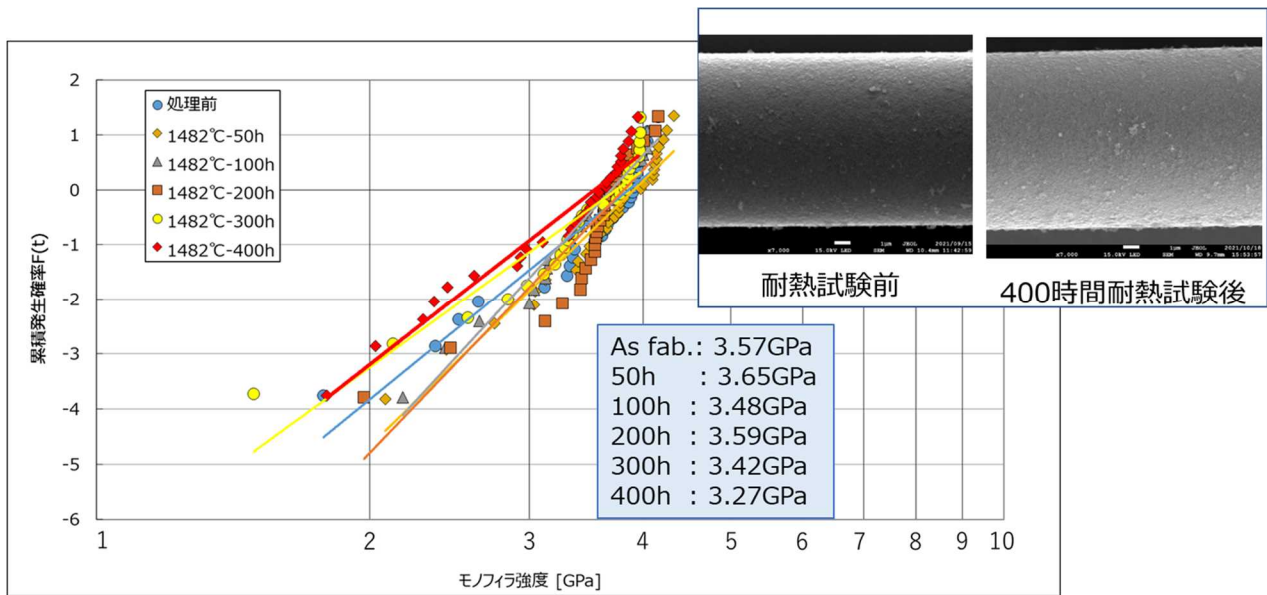


図5. 超高性能 SiC 繊維の耐熱試験結果 (Ar 中 1482°C)

目標2. 特性のばらつきを抑制するためには、繊維束を構成する単繊維一本一本の強度を安定化されることと、糸切れのない高品質の繊維束を得ることが重要である。単繊維一本一本の強度を安定化させるためには、強度低下要因となる欠陥を制御することが必要である。欠陥としては、前駆体ポリマーに由来するもの、製造条件に由来するもの、環境に由来するものに大別でき、それぞれを厳密に制御することが必要不可欠である。

このような欠陥を低減するためには、優れた曳糸性と不融化性を両立する前駆体ポリマー品質を高精度で制御可能な合成技術の確立が必要であり、本研究開発では、優れた曳糸性と不融化性を両立するポリマーの分子量や分子構造を明らかにし、合成条件の最適化を行うとともに、新たに開発棟(図6参照)を建設し、図7に示すポリマー合成開発設備の設計・設置を行い、高精度反応制御技術の実証を行った。

さらに微細なゲル等の欠陥要因を除去しながら連続的に紡糸する技術を検討し、図8に示すパイロットスケールの紡糸開発設備の設計・設置を行い、技術実証を行った。

以上、ポリマー合成技術開発により、精密な分子量制御技術を確立するとともに、マイクロレベルの異物除去を可能とする紡糸技術を確立し、当初の目的通り強度の向上とばらつきの低減を確認できた。



図6. 開発棟外観



図7. ポリマー合成開発設備



図8. 紡糸開発設備

目標3. B インターフェース層を BN、マトリックスを SiC とし、インターフェース層、マトリックスともに同一の設備で形成可能な CVD 装置の設計・設置を行い、CMC ミニコンポジットの作製および評価を実施した。図9に作製した CMC ミニコンポジットの断面写真を示す。SiC 繊維表面に BN 薄膜が形成され、その外側に SiC マトリックスが形成されている。SiC 繊維表面に形成される BN 層の厚みは繊維束中心側が薄く、繊維束外周側が厚くなる傾向が認められた。CMC ミニコンポジットを引張試験した後の破面観察から SiC 繊維のプルアウトが確認され、CMC として比較的良好な破壊形態を示しているが、上記のように BN 層の膜厚を繊維束全体で均一化することによりさらに良好な CMC 特性が得られるものと思われる。

この CMC ミニコンポジットは 2 日程度で作製が可能となり、また、ミニコンポジットの室温及び高温引張試験方法、さらに高温クリープ試験方法を確立することができた。今後、SiC 繊維の開発を効率的に実施することが可能となり、研究開発のスピードアップが期待される。

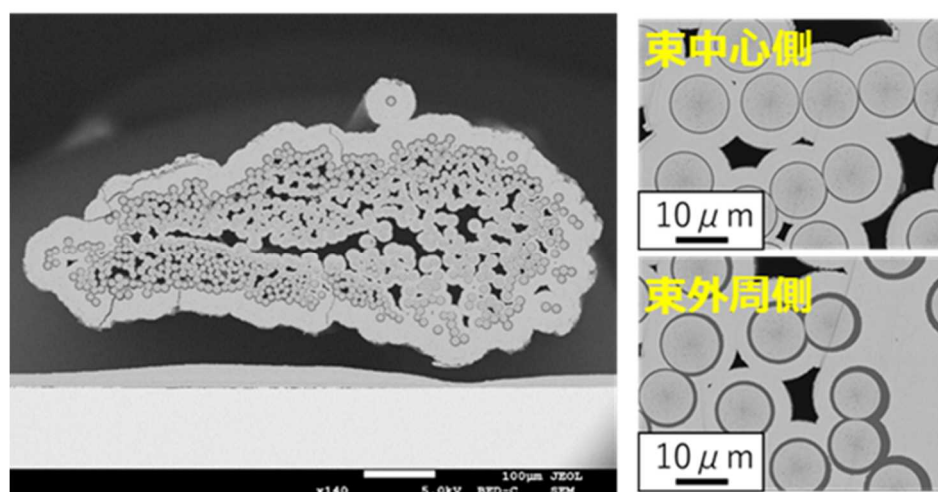


図9. CMC ミニコンポジットの断面

5. 成果の意義

高温クリープ特性に優れる SiC 繊維の開発に成功し、ポリマー合成技術および紡糸技術を確立することで品質的に問題となる特性のばらつき低減ができた。この繊維は、Super Sylramic-iBN を上回る高い耐クリープ特性および 1482°C (2700°F) 以上での耐熱性も強度低下がほぼ見られないため、次世代の 1482°C (2700°F) 級の CMC 材料用の繊維として、用いられる可能性が高い。現在、航空機エンジン用の CMC 材料は 1315°C (2400°F) 級のため、航空機エンジンでの更なる CMC 材料の適用範囲が広がることが期待される。

6. 実用化への道筋と課題

本事業で確立した技術を用い開発した SiC 繊維を、顧客でのサンプル供給・評価を実施していく。また、本事業で開発した SiC 繊維の材料認定が得られる高水準の工程まで改善を進めていく。航空機エンジンでの実用化画に応じ、量産体制の検討も進めていく。

別添 2

研究開発項目⑤(1)

1400℃級 CMC 材料の実用化研究開発

株式会社 IHI

研究開発項目⑤ 1400°C級CMC材料の実用化研究開発

1. 実施者名、実施体制

株式会社 IHI
シキボウ株式会社
一般財団法人ファインセラミックスセンター
国立研究開発法人物質・材料研究機構



2. 期間、予算

期間 2020年8月26日から2023年3月31日

予算 455,231,000円

3. アウトプット(最終)目標

マトリックス、製織の方法、耐環境性コーティングの最適化を実施して、CMASの存在する環境下で、室温引張強度300MPa以上、1400°C×400時間曝露後、強度低下20%以下を満足するCMC部材を開発する。

4. 成果の達成状況と根拠

成果の達成状況

製織仕様の見直しおよびマトリックス含浸条件の改善・最適化により材料中の欠陥を大幅に低減した。耐環境コーティングについては従来材に比べて飛躍的に耐CMAS性が向上する新組成を見出した。これらを組み合わせて材料を評価した結果、CMAS存在下の室温強度:494MPa, CMAS暴露1400°C×400時間後の強度低下:17%となり、目標達成を確認した。

また、当該CMCにて高圧タービンシュラウドを製作し、JAXA F7エンジンに搭載して、エンジン試験実証も完了させた。

その他の開発項目とあわせて表1に成果の達成状況を示す。

根拠

別紙1参照のこと。(非公開)

表 1 成果の達成状況まとめ

開発項目	担当	目標値	達成状況
材料開発	IHI	1400°C級 CMC 材料および EBC について材料試験を行い、CMAS の存在する環境下で、室温引張強度 300MPa 以上、1400°C×400 時間曝露後、強度低下 20% 以下となることを確認する。	達成
		高温ガス流試験を実施し、エンジン運転環境に近い条件での耐久性の確認を行う。	達成
		1400°C×400 時間 CMAS 耐食試験後の EBC の組織評価を行う。	達成
	JFCC	CMAS 耐食試験を行った EBC に対し、マイクロ組織観察や分析等を行い、耐 CMAS 性のある EBC 候補材に対して優劣の評価を行う。	達成
	NIMS	開発した耐 CMAS 性を有する EBC 候補材につき、確定したプロセスで CMC 上に EBC を施工完了する。また、施工した EBC が健全であることを確認する。	達成
エンジン 実証試験	IHI	実際の航空エンジンに CMC タービンシュラウドを組み込み、エンジン搭載試験を行う。エンジン試験完了後に各種検査を行い、損傷の有無等を確認する。	達成

5. 成果の意義

CMC の高温特性をジェットエンジンに組み込むことで燃費の改善が見込まれることから多くの国で開発が行われている。米国では特に GE 社が積極的な開発を行い、Boeing 737MAX や Airbus A320neo に搭載される Leap エンジンの 1300°C 級 CMC 製のタービンシュラウドの量産に世界で初めて成功している。また、米国大手エンジンメーカーの Pratt & Whitney 社は 2010 年代前半に CMC 開発が減速したが 2017 年頃から再開し、2019 年に米国カリフォルニアに新たな CMC 研究拠点を開設し、次世代のエンジンに CMC 部品を適用することを目標として開発を進めている。英国の Rolls & Royce 社は Trent1000 エンジンを使い CMC タービンシュラウドを試験し、更に米国の CMC R&D 拠点に 30 億円を追加投資して開発を加速している。現在開発中の UltraFan Engine で CMC 部品を適用すると発表している。

中国においては、「中国製造 2025」で、「高推力重量比での高バイパス比ターボファンエンジンなどの技術でのブレークスルーを実現」として、国家レベルで研究開発を鋭意推進していると推察される。2018 年に中国航空发动机集团有限公司 (AECC; Aero Engine Corporation of China) が、B787 クラスの機体としてロシアと共同開発している旅客機 CRJ929 型機搭載エンジン AEF3500 のタービンシュラウドに CMC 部品を適用すると発表している。同じく ASC2018 において、江苏大路航空产业发展有限公司は CMC 部材を展示し自国製で量産中と説明している。同社の HP では、1300°C クラスの耐熱性を有し、エンジン高温部の部品と紹介している。

このように世界中で 1300°C 級の CMC の開発が進められているなか、本研究開発において 1400°C 級 CMC にてタービンシュラウドの試作を行い、エンジン試験まで成功裏に完了したこと(図1)、および 1400°C 級 CMC 用の耐環境コーティング (EBC: Environmental Barrier Coating) を開発した成果は、世界の先頭を走るものである。この技術を社会実装することで世界中のジェットエンジンのさらなる燃費改善に寄与するとともに、ジェットエンジンの高度なサプライチェーンの中で替えのきかない重要な位置を占めることにつながる。

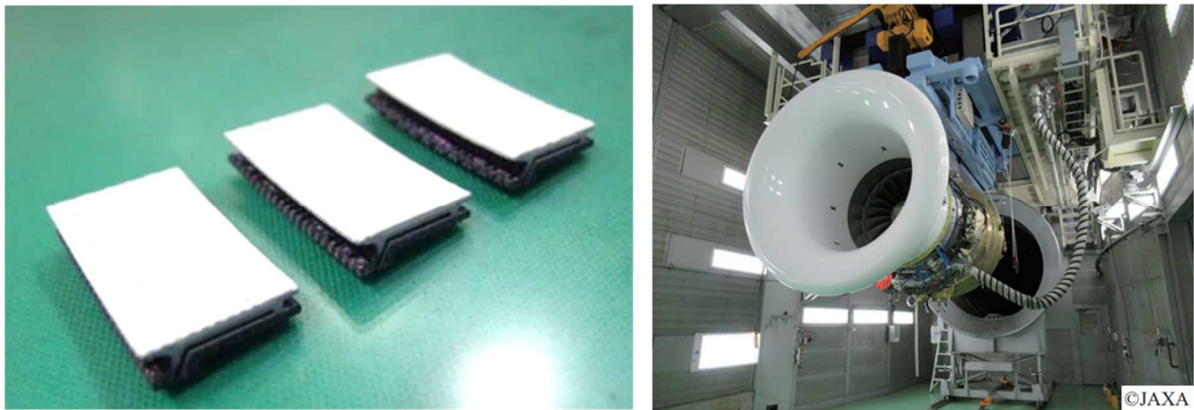


図 1 1400℃級 CMC タービンシュラウドとエンジン試験に供試した JAXA F7 エンジン

6. 実用化への道筋と課題

民間航空業界の次の大きな開発は 2030 年代半ばに商用運航開始が見込まれる次世代狭胴機であり、本研究開発の成果である 1400℃級 CMC はこの次世代狭胴機用の新型エンジンが第一の適用候補となる。狭胴機は月産 60 台以上の生産レートが求められ、搭載されるエンジンもハイレートでの生産が必要となることから、CMC を適用するにあたっては相応の生産性を確保することが求められる。1400℃級 CMC は図 2 に示すように、多くの工程をへて製造されるため、ボトルネックを作らないようすべての工程の生産性を向上させて、生産レート実現しつつコスト競争力を確保することが実用化への課題となる。

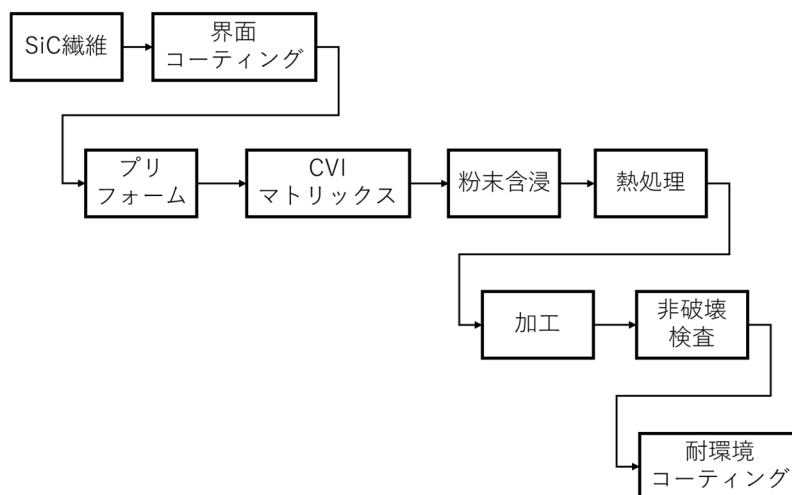


図 2 1400℃級 CMC の製造工程

この課題に対処するため、以下の4点の製造技術に特に注力して今後も引き続き開発を継続する。なお、各工程の生産性は前後工程の品質や要求とも密接に関係するため、CMC 製造工程全体を見渡ししながら量産向けの材料・工程の仕様の最適化を進める。

- ・SiC 繊維への界面コーティング技術
- ・CMC の高速製造技術
- ・CMC の高速加工・検査技術
- ・低コスト耐環境コーティング施工技術

また、CMC 製造専用棟(図 3)の立ち上げと製造能力の増強を進め、材料と工程の認証を取得したうえで、コスト競争力の向上を図る。



図 3 CMC 製造専用棟(株式会社 IHI 横浜事業所内)

別添 3

研究開発項目⑤(1)

1400℃級 CMC 材料の実用化研究開発

シキボウ株式会社

研究開発項目⑤：「1400℃級 CMC 材料の実用化研究開発」

1. 実施者名、実施体制

シキボウ株式会社

2. 期間、予算

期間：2020年8月24日（交付決定日）～2023年2月28日

予算：197,756,000 円（補助率 1/2 以内 助成金額 98,878,000 円）

3. アウトプット（最終）目標

3.1 背景と目的

SiC 繊維は東北大で開発されて以来、長らく日本の 2 社（日本カーボン、および UBE）しか製造できなかったが、日本カーボン社・GE 社・SAFRAN 社の 3 社による繊維の合弁会社（NGS アドバンストファイバー）が設立され、海外での生産が始まろうとしている。また CMC（セラミック基複合材料）は既に実用化・量産化が開始されており、金属から CMC 部品への大きな転換期を迎えており、日本としてもこの競争を勝ち抜くための最大限の努力が必要な時期となっている。

そこで本開発では、2015～2019 年度に実施された「次世代構造部材創製・加工技術開発」研究項目④-2 にて開発された 1400℃級の SiC 繊維を用いた CMC 部材の、航空機エンジンにおける実機適用に向けた技術開発を行った。

先の開発では、脆性で製織が難しい SiC 繊維、その中でも更に難易度が高い第 3 世代 SiC 繊維（焼結繊維）を用い、繊維体積率 30%以上の三次元プリフォームの製作を可能とした。

本開発では、高圧タービンシュラウド等具体的な CMC 部材を想定し、高性能 SiC 繊維を用いたニアネットシェイプ（最終製品に近い形状）での三次元プリフォーム製作を目指す。ニアネットシェイプでの三次元プリフォームを実現する事により以下の効果が期待される。（図 1 参照）

- ・形状に合わせた繊維配列が可能

例えば平板形状から加工を行う場合に比べ、機械的特性に優れた部品製作が可能となる。

- ・使用する高性能 SiC 繊維のロス削減

最終形状に近い形状の為、加工によるロス削減、また高性能 SiC 繊維の使用量が必要最低限となる。

- ・CMC 工程の短縮

必要最低限の体積となる為、CMC 化にかかる時間が減少する。

- ・機械加工工程の短縮

最終形状に近い形状の為、機械加工にかかる時間が減少する。

その為 CMC 材料の実用化・市場参入において、性能面でもコスト面でも優位になり、市場で活躍できると考えられる。

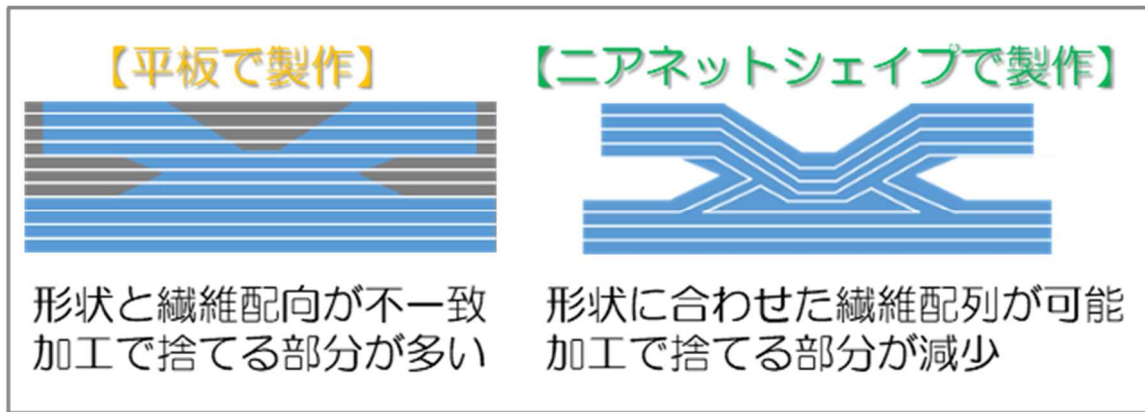


図1 平板形状/ニアネットシェイプの繊維配向

3.2 目標

具体的な形状を想定したニアネットシェイプでの三次元プリフォーム製法確立と、プリフォーム製造装置の開発を行う。また中間目標として、ニアネットシェイプでの生産を考慮したサイジング剤の開発および施工プロセスの開発・繊維配列方法・配列装置の設計開発を設定し、それぞれ必要な要素技術について開発を進める。

3.3 全体計画

表1に本研究開発事業の全体計画について示す。事業項目としてはサイジングに関わる開発と基材に関わる開発の大きく2項目の構成として研究開発を進めることとした。

3.4 実施体制

図2に本研究の実施体制を示す。

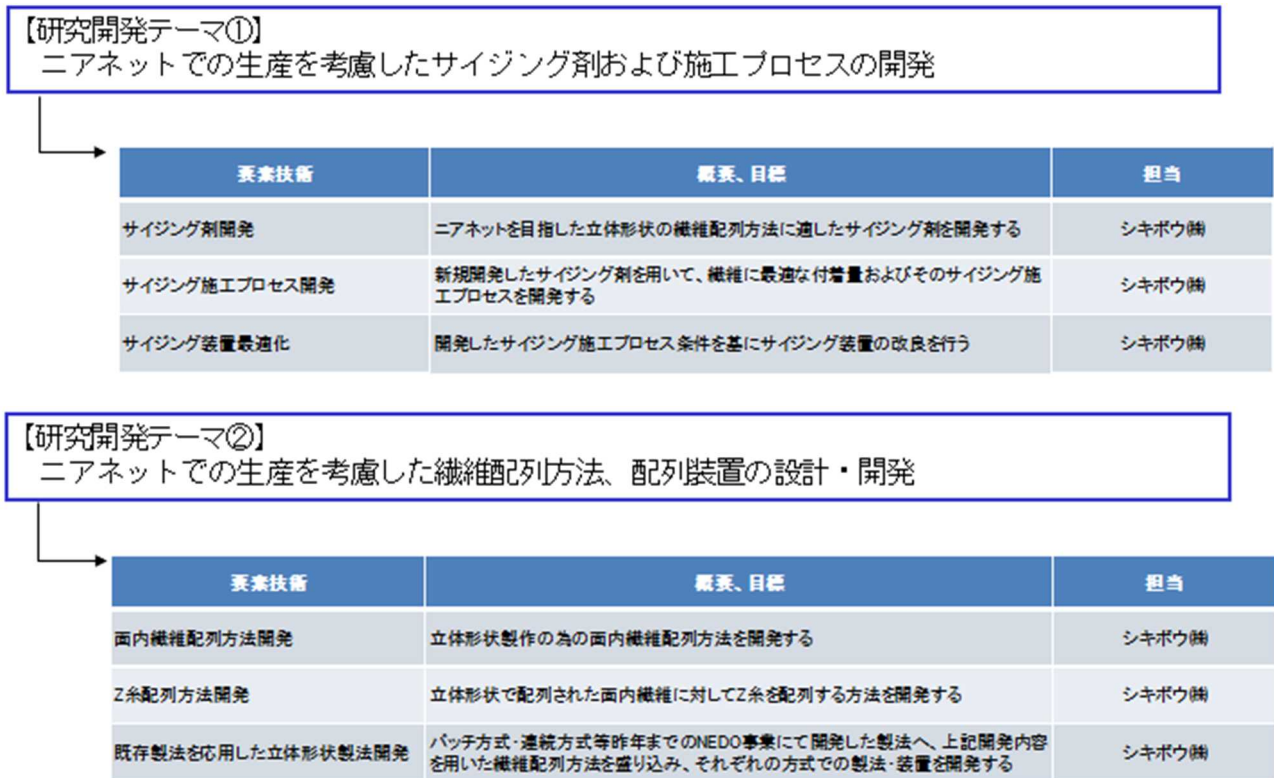


図2 実施体制

4. 成果の達成状況と根拠

4.1 研究開発成果

4.1.1 ニアネットでの生産を考慮したサイジング剤および施工プロセスの開発

サイジングとは繊維をコーティングして毛羽立ちや繊維切れを防ぐ工程を指す。図3-1、2にサイジング工程のイメージを示す。基本的には原糸を開発されたサイジング液に浸漬し、乾燥炉内で乾燥後巻き取る方式とした。SiC 繊維は非常に脆性的（折れやすい）な特性を示すため、プリフォーム製作時の繊維～治具間や繊維間の擦れ、摩擦による切断などの不具合を低減可能な専用サイジング剤の開発を行った。その結果、摩耗特性を向上するサイジング剤の開発に成功した。また繊維配列方法の一環として、繊維の剛直性を持たせるためのコーティング剤・専用コーティング引取装置の開発を行った。

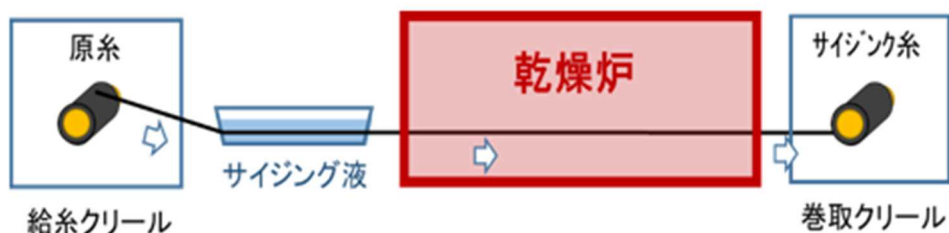


図3-1 サイジング工程イメージ図

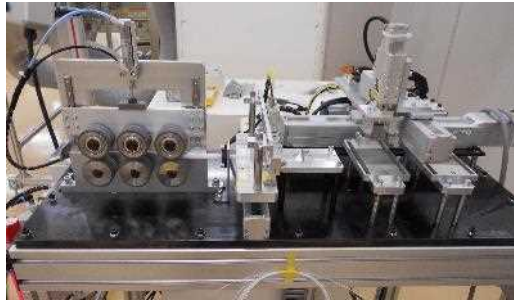


図 3-2 コーティング剤専用繊維コーティング引取装置

4.1.2 ニアネットでの生産を考慮した繊維配列方法、配列装置の設計・開発

ニアネットシェイプでの三次元プリフォーム製法について検討を行った結果を記す。SiC 繊維の脆性をサイジング剤で補いながら最適条件を探し出すための試験を繰り返すことで、ニアネットシェイプで連続的に三次元プリフォームを製造可能な装置を開発、試作に成功した。あわせて、SiC 繊維の特性にバラつきがある事を考慮し繊維状態によらない三次元プリフォームの製法を検討、剛直性を持たせた繊維を用いる事で繊維の特性バラつきに影響を受けない三次元プリフォーム製法を開発、試作と装置開発に成功した。図 4-1 に連続的に三次元プリフォームを製造可能な装置における引き取り部の外観を示す。図 4-2 にニアネットシェイプ三次元プリフォームの外観を示す。また、図 4-3 に繊維状態に影響されない製法による三次元プリフォーム試作品の外観を示す。

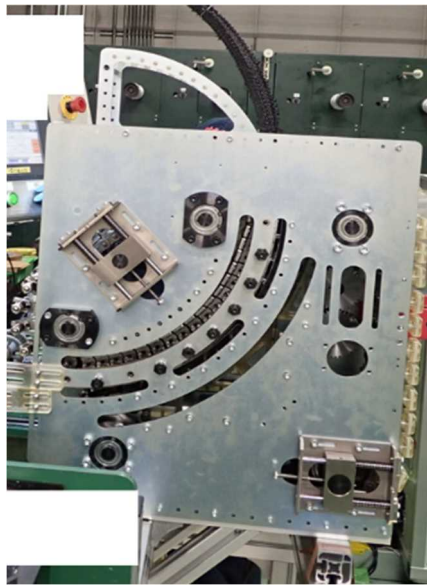


図 4-1 三次元プリフォーム製造装置（ニアネットシェイプ形状での引取部）



図 4-2 目標形状を模擬したニアネットシェイプでの SiC 繊維三次元プリフォーム試作品



図4-3 繊維状態によらないニアネットシェイプでの三次元プリフォーム試作品

4.2 成果の達成状況と根拠

【成果の達成状況：○】

高性能 SiC 繊維を用いたニアネットシェイプでの三次元プリフォームについて、製法開発・自動化装置の製作を実施し、目標形状・Vf（体積当たりの繊維含有率）にてプリフォーム製作に成功、繊維配向も設計どおりとなっている事を確認した。過去の NEDO 事業（委託）にて、同じく高性能 SiC 繊維を用いた Vf30%以上の平板形状三次元プリフォーム製法の開発に成功していたが、今回ニアネットシェイプでの三次元プリフォームについても同等 Vf を達成した。

5. 成果の意義

5.1 成果の意義

現時点において、高性能 SiC 繊維を用いたニアネットシェイプでの三次元プリフォームを製造できるのはシキボウのみである。3.1 項でも触れているが、ニアネットシェイプでの三次元プリフォームは、一般的な二次元積層品に比べて性能面でもコスト面でも優位となる。

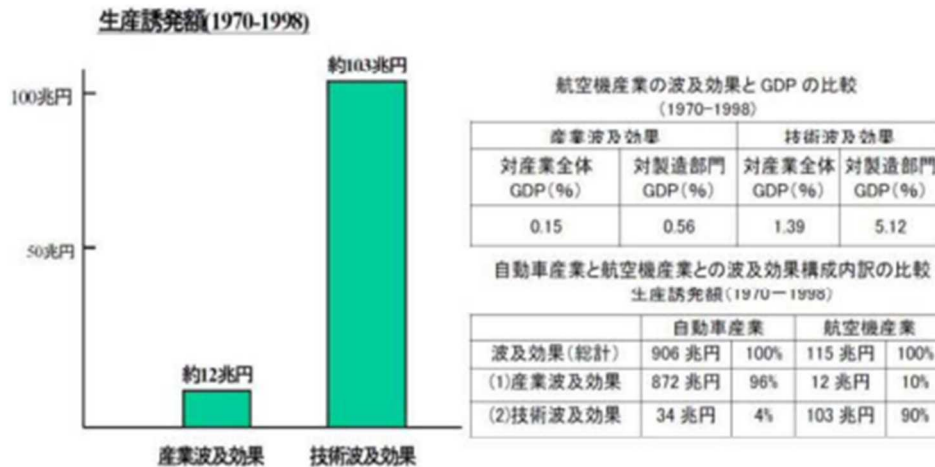
5.2 事業による効果

CMC 部品の実用化により、従来のニッケル部品より冷却空気を削減でき、熱効率向上および軽量化による燃料削減、CO₂排出量の削減が可能になる。CMC タービンシュラウドを航空エンジンに搭載した場合、金属製部品を搭載したエンジンと比較し、燃料削減効果は 0.5%程度と推定される。

CMC 部品の実用化により、従来は欧米のエンジンメーカーが独占していた高圧タービンへの参入が可能となり、シェア拡大による売上増加および雇用の増加に繋がる。また国内の繊維・織物産業への経済的波及効果も期待できる。

また、日本航空宇宙工業会（SJAC）の 1970 年から 1998 年の期間における調査によれば、航空産業の産業波及効果（航空機産業の技術が航空機産業そのものへ及ぼす効果）は約 12 兆円であり、その技術波及効果（航空機産業の技術が他の産業にも影響を及ぼす効果）に至っては約 103 兆円にも広がるものであることが明らかにされている。航空産業の他産業への経済波及効果として約 10 倍の経済的波及効果が見込まれる。（図 5 参照）

さらに、高圧タービンシュラウド実用化後、高圧タービン静翼、動翼へと適用部位を拡大することにより、さらなる燃料消費削減および CO₂排出量削減効果（シュラウド、静翼、動翼合わせて 3~4%）が期待でき、売上、雇用、技術波及効果のさらなる拡大が期待できる。



(日本航空宇宙工業会、「2000年度 産業関連費を利用した航空機関連技術の波及効果
定量化に関する調査」)

図5 航空関連技術の波及効果資料

6. 実用化への道筋と課題

6.1 実用化への道筋

6.1.1 IHI 様で予定しているエンジン開発プログラムへの協力

具体的にはシュラウド・ノズル・フラップ・静翼・動翼などの部材(今回はシュラウドがターゲット)について、設備開発、量産準備を行い実用化を目指す。図6に2035年から新型エンジンが商用運行された場合の部品開発スケジュールを示す。

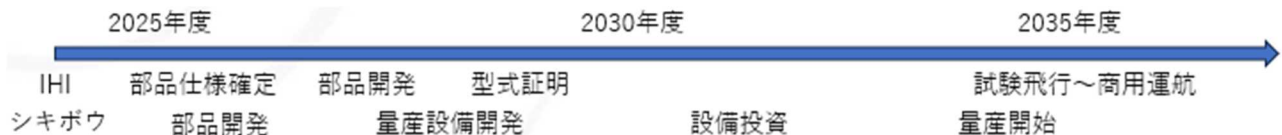


図6 2035年から新型エンジンが商用運航される場合のスケジュール

6.1.2 SiC 繊維製織技術の展開

本開発で培ったニアネットシェイプでの三次元プリフォーム製法技術を、航空機、自動車(ブレーキディスク)・原子力(被覆管)など、SiC 繊維を用いたCMC 部材のニーズがある分野や、複合材に複雑な形状が求められる分野へ技術展開を行えるよう、展示会やHPなどを活用しマッチング先を探す。図7にニアネットシェイプでの三次元プリフォームの技術展開として作製したブレーキディスク形状模擬品の外観写真を示す。



図7 ニアネットシェイプでの三次元プリフォーム製法技術を応用して製作した
ブレーキディスク形状模擬品

6.2 課題

エンジン開発については IHI 様や最終顧客のスケジュールに依存する形となること、現状ではシキボウ単体で CMC 化を行うことができず、あくまでプリフォームの提供のみとなってしまうことから、プリフォームの量産準備を除けばシキボウが自社で CMC 部材実用化について具体的な動きをとることができないなどが課題と考える。

以上

別添 4

研究開発項目⑤(2)

1400°C級 CMC 材料の実用化研究開発

三菱重工航空エンジン株式会社

研究開発項目⑤(2)：「MI法による1400°C級CMC材料の実用化研究開発」

1. 実施者名, 実施体制

実施者: 三菱重工航空エンジン株式会社

委託先: 京セラ株式会社, 学校法人片柳学園東京工科大学

2. 期間, 予算

期間: 2021年7月16日～2023年3月31日

予算: 182,491,500円

3. アウトプット(最終)目標

本研究で, SiC 繊維を保護する界面コーティング, 設計自由度が広い UD(一方向繊維配向)シートを用いた積層構成および生産性の高い MI 法による CMC 技術が開発できれば, 海外 OEM が求める低コストで量産性の高い CMC 製造技術を確保できる。

開発する CMC 材料の目標値は, 室温引張強度 300MPa 以上, 室温弾性率 200GPa 以上, 部材適用時の弾性率低下が 30%以下とする。

CMC 部材適用が予想される次期エンジンは, 2030 年以降に商用運転が開始されることが計画されており, 助成期間終了後 5 年間は材料技術開発フェーズから製品開発フェーズに移行して, 材料設計データ取得を実施する。2030 年度までは製品開発と部品認証を実施するための投資期間であり, 生産・販売に伴う事業化は 2031 年度以降になると予想される。

4. 成果の達成状況と根拠

○: 達成(見込み)

航空エンジンタービン部材に CMC を適用することで, その適用部品の耐熱温度を上げ, 冷却空気流量を削減することにより, エンジン熱効率が向上し, 燃費改善と CO₂ 排出量削減が期待できる。CMC の部品適用のためには, 生産に見合った材料コスト, 量産性, 品質を満足する生産技術の開発及び設計に必要な部品変形量の抑制・管理が不可欠であり, 製造性を考慮した新規界面コーティングの開発や積層構成やマトリックス形成の最適化が必要である。

1400°C級 CMC 材の実用化のために, 生産性が高く, かつ緻密なマトリックスが得られ, UD 積層構造と新規界面コーティングが持つポテンシャルを最大限に発揮できる MI 法を適用した CMC 開発を実施してきているが, 強度に加えて, 荷重負荷による変形量を実用レベルに抑制する必要がある。荷重負荷による変形量は弾性率の逆数と荷重の積であり, CMC 部材の弾性率は使用時に主に繊維/マトリックス間の反応・劣化により低下する。従って, 変形量抑制には使用環境での弾性率低下を最小にすることが必要となる。

本研究では, 生産性の高い MI 法において, 新規界面コーティングの開発と UD 積層構造・マトリックス形成の最適化を行った。開発した CMC の技術レベルと目標達成度を評価するため, 新規界面コーティングの開発と複雑な部品形状に対応して設計自由度が高い UD 積層構成と緻密マトリックスの開発を実施した。開発する CMC 材料の目標値は, 室温引張強度 300MPa 以上, 室温弾性率 200GPa 以上, 1400°C × 400Hr 暴露後の室温での弾性率低下が製造後の 30%以内とした。

(1)UD 積層成形技術の開発

プリプレグ積層成形後の粗大ボイドは MI 法マトリックス成形時のボイドや余剰 Si の原因となるため、プリプレグ組成に合わせた硬化条件の設定が必要である。そのため、材料の熱分析に基づいた AC(オートクレーブ)成形による、粗大ボイドを削減する成形方法の目途付けを行った。

プリプレグ作製方法ごとに成形プロセスでは、脱気法の適正化、加熱・加圧によるボイド発生抑制、硬化反応の制御により成形・硬化条件を検討し、粗大ボイド低減の目途付けができた。図 1-1 にプレス成形からオートクレーブ(AC)成形へ変更し、プリプレグ作製時のボイドを低減した事例を示す。

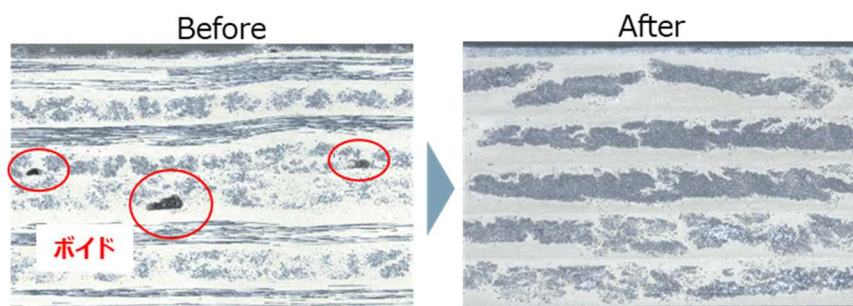


図 1-1 プリプレグ積層成形後の断面観察におけるボイド低減事例

東京工科大学製界面コーティング SiC 繊維と京セラ製プリプレグを用いて、AC 成形を実施した。図 1-2 に示すように断面観察の結果、繊維開繊は良好で、粗大ボイドがないプリプレグ積層成形体を作製する条件を設定した。



AC成形品の外観



界面コーティング繊維を用いたAC成形品の断面

図 1-2 プリプレグ積層成形体外観と断面マイクロ写真

(2)MI 法による緻密マトリックスの開発

緻密なマトリックスを持つ CMC 材料を得るために、出発点であるプリプレグ組成の適切な条件設定が必要である。本研究開発では、界面コーティングされた繊維にスラリーを含浸し、シート状のプリプレグシートを積層する方法で、成形体を作製後、脱脂条件最適化を検討する必要がある。空孔条件及び C 充填量は複合化時の組織状態(余剰 Si, ボイド, 未反応 C)に大きく影響する。そのため、脱脂体に C を後添加することで空孔条件及び C 充填量を調整し特性制御する必要がある。

プリフォーム作製時の炭化处理条件の適正化やプリプレグ材料の炭素量、空孔条件の最適化を実施した。図 2-1 に Si 含浸に適したプリフォーム形成するための条件として、余剰 Si 率とボイド率をパラメーターを設定した。

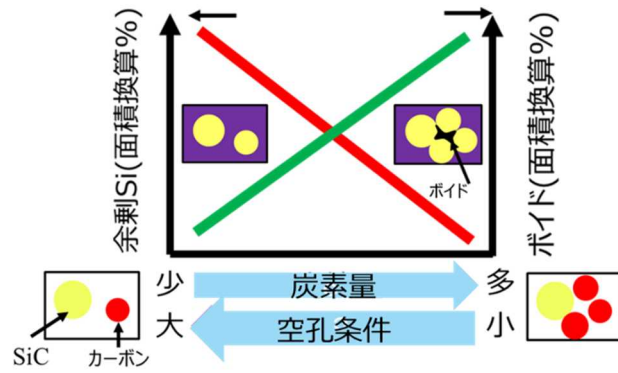


図 2-1 Si 含浸に適したプリフォーム形成するため検討方法

CMC の製造プロセスの中で、溶融 Si をプリフォーム体中含浸し、プリフォーム体中の炭素との反応を利用して CMC を作製する MI (Melt Infiltration) 法では、図 2-2 に示す複合化のメカニズムに基づき、ポイド 10vol%以下、余剰 Si 15vol%以下の目標値を達成するためのプリフォーム体中の炭素量を最適値を調査した。図 2-3 に示すシート成形機を設置し、図 2-4 はシート作製機の使用状況と作製したシートを示している。作製機を使用することで、繊維配列のバラつき抑制とシート厚みの調整が可能であることを確認した。

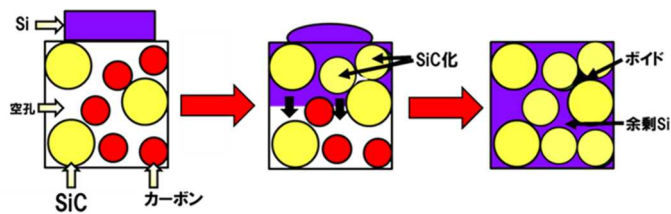


図 2-2 プリフォーム体への Si 含浸と SiC マトリックス形成の概要図

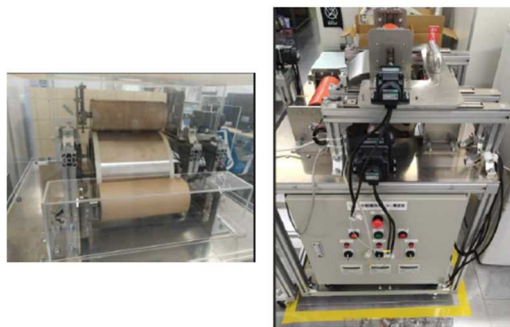


図 2-3 シート成形機の外観写真

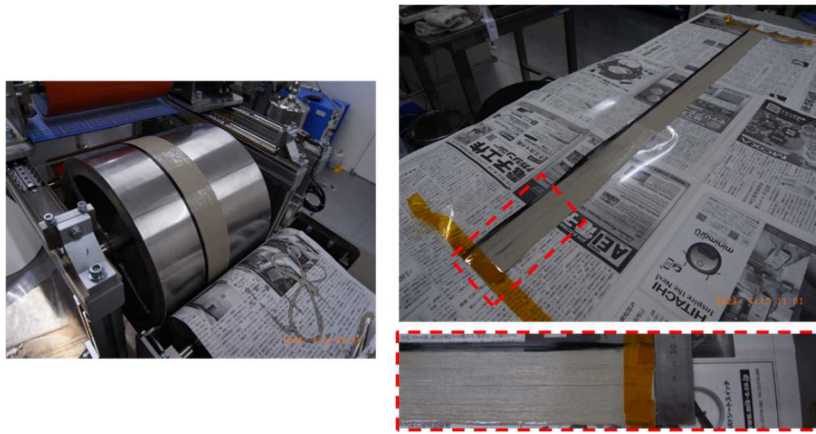


図 2-4 シート成形機の概略図

次に、図 2-2 で示したプリフォーム体への Si 含浸と SiC マトリックス形成条件について、マトリックス単体での余剰 Si とボイドの残存割合を調整し、ボイド 10vol%以下、余剰 Si 15vol%以下の目標値を達成するための遊離炭素量と細孔径分布の条件を調査した結果と CMC マトリックス調整確認結果を図 2-5 に示す。

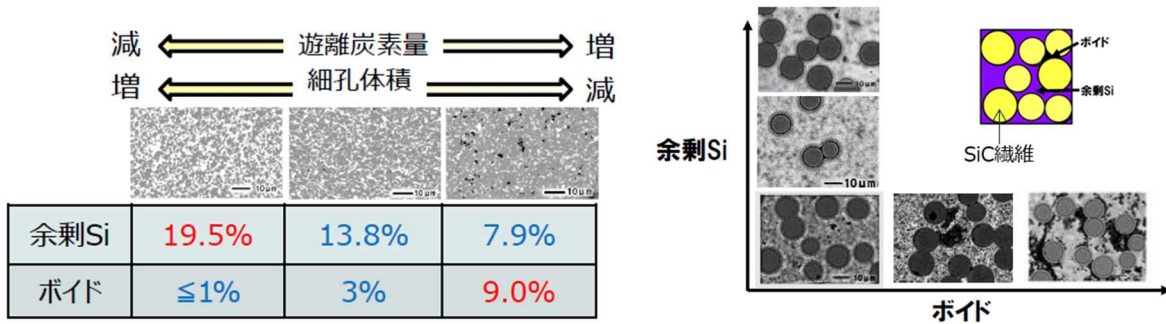


図 2-5 余剰 Si やボイドの増減と遊離炭素・細孔径分布の関係性調査結果

プリフォーム体へ Si 含浸した CMC 試験片を強度確認するために、図 2-6 に示す引張試験機を京セラ株式会社を設置した。図 2-7 は試験の様子を示している。作製した CMC サンプルの歪み、応力を測定し、応力・歪曲線及び弾性率の算出を行った。



引張試験機概要

- ・最大負荷容量：50kN、試験力精度1級保証範囲（ロードセル定格容量の1/1000～1/1）
- ・標準機長、標準幅、飛散防止カバー付
- ・キット構成：本体フレーム、ロードセルセット、上部継手、下部接手

図 2-6 引張試験機の概略図

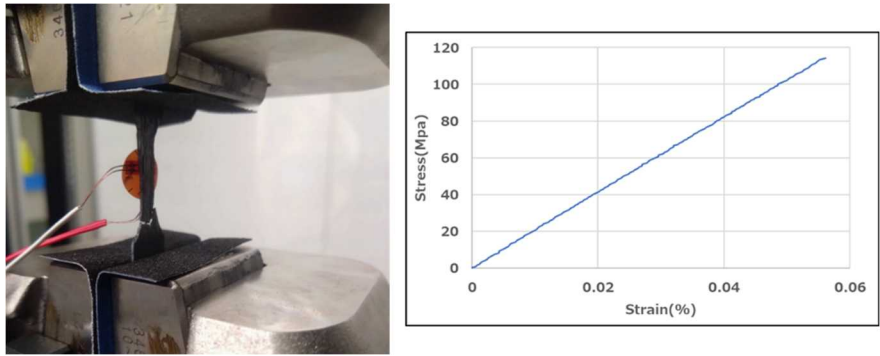


図 2-7 引張試験の様子

(3)新規界面コーティングの開発

(3-1)材料設計・装置製造

従来、SiC 系繊維に BN 被覆する方法としては、ハロゲン化ホウ素とアンモニアを原料とした熱 CVD 法が多く採用されている。しかしながら、CVD 処理による、SiC 系繊維の大きな強度低下が課題となっている。本開発では、繊維の強度低下が小さく、1000℃以下の比較的低温で結晶性 BN 被覆が期待できることから、前駆体を原料とした熱 CVD 法を検討した。

本開発では、BN コーティング層の前駆体を検討するため、B-N 結合から構成され炭素を含有しないアンモニア系ボラジンを出発物質として利用し、その熱分解ガスとして発生するボラジンを経由して CVD 原料とする方法を採用した。図 3-1 に新規界面コーティングの特徴を、図 3-2 にコーティングの X 線回折パターンと SEM 観察写真を示す。アンモニア系ボラジンを原料にした BN コーティングは膜厚 300nm 以上が得られ、組織制御した結晶性 BN が得られていることを確認した。

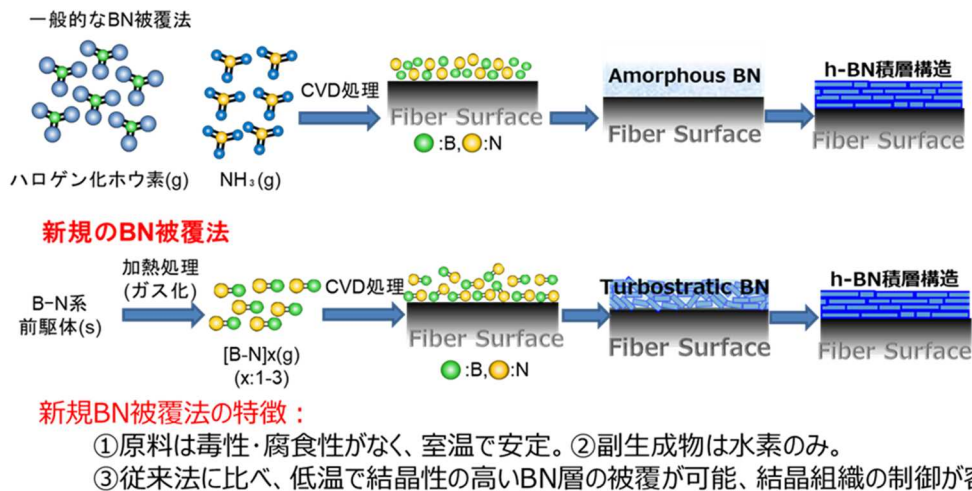
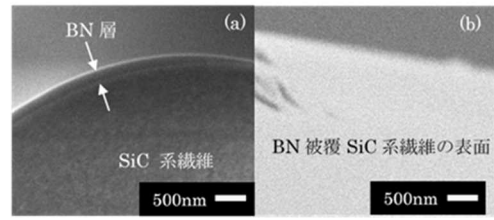
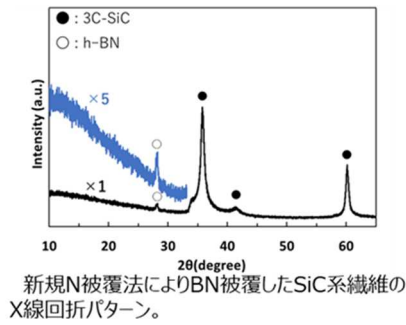


図 3-1 新規界面コーティングの特徴



新規N被覆法によりBN被覆したSiC系繊維のSEM観察結果。
(a)断面写真、(b)表面写真

図 3-2 コーティングの X 線回折パターンと SEM 写真

BN 被覆繊維の長尺化, 処理量増加のためには, ある程度大きな CVD 処理装置が必要となる。本研究開発では, バッチ式 CVD 炉に BN 系前駆体の加熱分解ガスを供給する装置を接続した界面コーティング試験装置を検討し, 新規界面コーティングを開発する東京工科大学に装置を設置した。その設備本体の概略図を図 3-3(1)に, 外観写真を図 3-3(2)に示す。

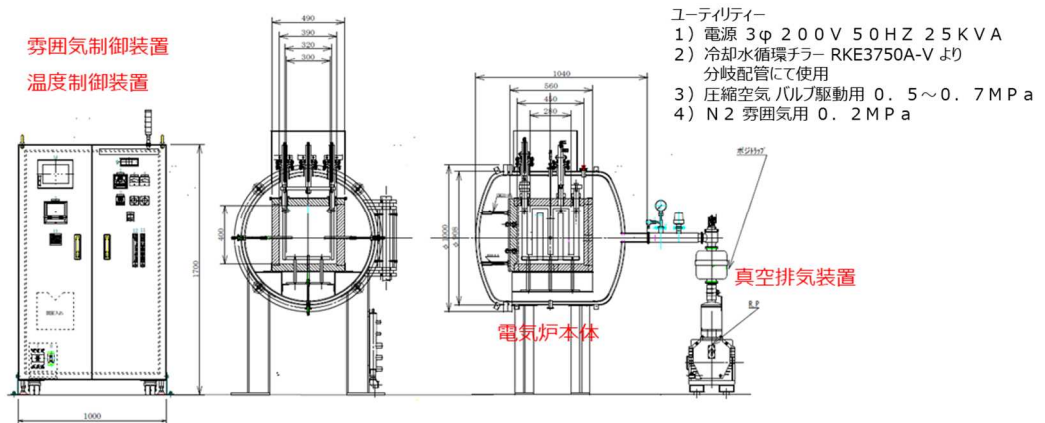
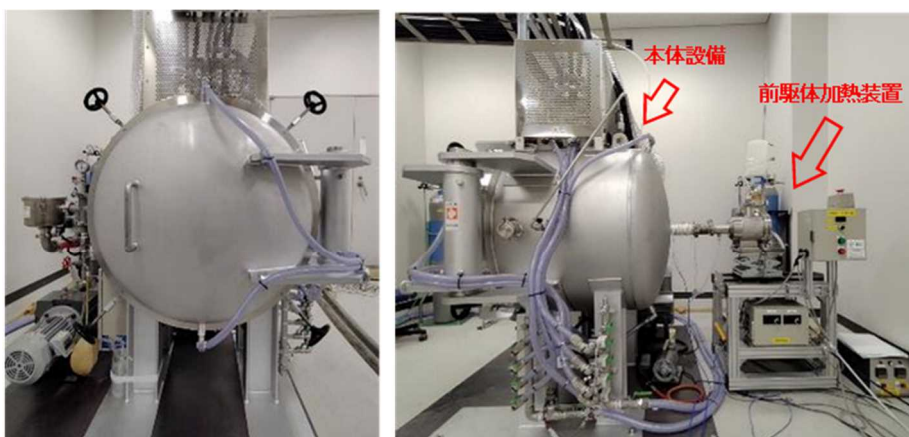


図 3-3(1) 界面コーティング試験装置・本体設備の概略図



界面コーティング試験装置の本体前面

界面コーティング試験装置の側面

図 3-3(2) 界面コーティング試験装置の組み立て設置後の外観写真

(3-2)新規界面コーティングの開発

アンモニア系ボラジンを原料にした熱 CVD 処理して得られた BN 被覆 SiC 系繊維(ハイニカロン・タイプ S)について、JIS 規格 R1657「長繊維強化セラミックス複合材料の強化材特性試験方法」に準じて単繊維引張試験を実施した。引張強度を計算する場合、被覆層の厚さは無視した。CVD 処理前の SiC 系繊維の引張強度が約 3.7GPa であったのに対して、BN 被覆 SiC 系繊維の引張強度は約 3.2GPa で強度保持率は 86.5%であった。また、CVD 処理を複数回繰り返した場合、明確な強度低下が確認できるのは初回の CVD 処理の場合のみで、2 回目以降の CVD 処理では強度低下は認められなかった。CVD 処理による強度劣化は無視できるレベルではないため、被覆繊維の強度改善に向けて CVD 処理条件を検討した。

500°C設定で CVD 処理した場合に得られた BN 被覆ハイニカロン・タイプ S について引張強度を評価するため、上記と同様に単繊維引張試験を実施した。未処理のハイニカロン・タイプ S の平均引張強度が約 3.7GPa であるのに対して、アンモニアボラン系前駆体を原料として 500°C設定の CVD 処理(その後に 1000~1100°Cでアニール)により BN 被覆したハイニカロン・タイプ S の平均引張強度は 3.7~3.8GPa となり、引張強度の変化は誤差範囲内であると思われる。このように、アンモニアボラン系前駆体を原料に 550°C以下での CVD 処理を利用して BN 被覆した場合、被覆処理による繊維強度の低下を防止できることがわかった。

RMI 法(溶融 Si 含浸法)により SiC/SiC 複合材料を製造するには、SiC 系繊維およびその繊維表面の BN 被覆層を、溶融 Si の腐食から保護するため、BN 被覆層の更に表面に保護層を形成させる必要がある。C 被覆を目的とした CVD 処理は、市販の処理業者が多く存在する。そこで本研究開発における SiC 系保護層の被覆処理は、本研究開発で得られた BN 被覆ハイニカロン・タイプ S に、熱 CVD 処理により厚さ 1.5~4.0 μm の SiC を被覆した。得られた BN/SiC 2層コート SiC 系繊維を、RMI 法による複合化プロセスに提供した。図 3-4 に SiC 保護層を被覆した後の BN/SiC 2層コート ハイニカロン・タイプ S の外観と SEM 観察写真を示す。

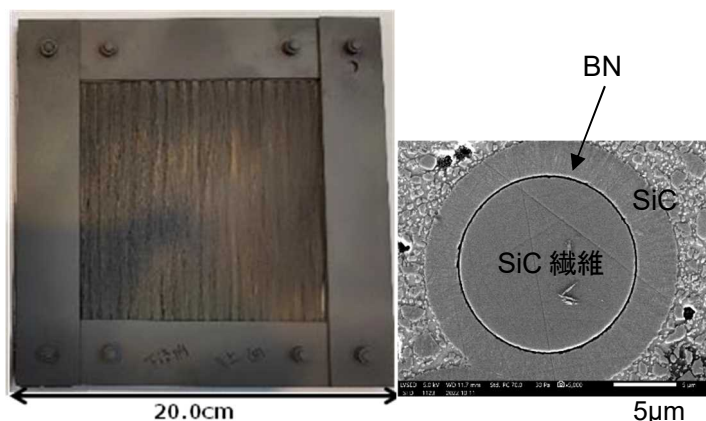


図 3-4 SiC 保護層を被覆した後の BN/SiC 2層コート SiC 繊維の外観と断面 SEM 写真

(4) CMC 特性評価

(1)~(3)項で実施した本研究開発の要素技術を組んだ CMC 特性評価を実施した。CMC は、SiC 繊維にハイニカロン・タイプ S を用いて、界面コーティングを被覆した SiC 繊維と Si 含浸マトリックスを組み合わせた CMC 試験片であり、室温引張強度 300MPa 以上、室温弾性率 200GPa 以上を目標とした。

試験片加工は ASTM C1275 の形状を参考に実施したが、厚みに 1.5-3.0mm のばらつきがあった。引張試験も同様に ASTM C1275 に従い、伸び計 GL:12mm, 歪みゲージ GL:2mm, ストローク速度 0.3mm/min で実施した。

図 4-1 に室温引張試験の応力・歪曲線を示す。破断応力は 303MPa で、弾性率は 294GPa であり、目標値に到達していることが確認できた。一方で、歪が 0.1%程度であり、複合材特有の非線形挙動が発現していないことから、マトリックス破断と同時に繊維破断に至っていることがわかった。図 4-2 は引張試験後の CMC 破断面の SEM 写真である。マトリックスに粗大ポイドは認められず、緻密マトリックスが形成されていることが確認できたが、SiC 繊維の引抜け長さは短く、界面滑りがほとんど生じていなかったことがわかった。このときの繊維体積含有率(Vf)は 5vol.%程度と低くなっており、マトリックスクラック発生から CMC 破断に至るまでに、SiC 繊維への荷重分担が不十分であった可能性がある。これは、SiC 繊維近傍の元素分析から BN 層に C や O の元素拡散が認められており、Si 含浸時に BN 層に組織変化が起こっている可能性がある。

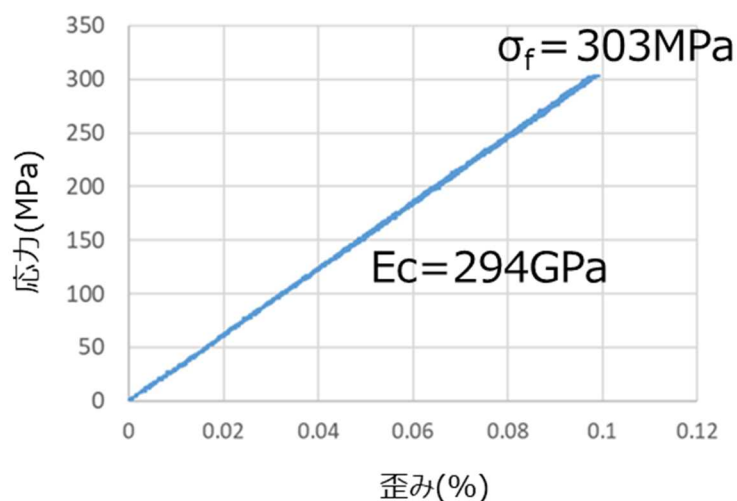


図 4-1 CMC の応力-歪曲線図

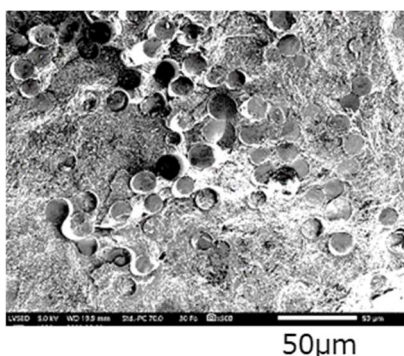


図 4-2 引張試験後の CMC 破断面 SEM 写真

大気暴露後に室温で引張特性(強さ, 弾性率)を評価し、大気暴露後の室温での弾性率低下を評価した。最終目標評価は、大気中 1400°Cで 400 時間暴露後に室温で弾性率を測定し、製造後の弾性率と比較評価することであり、室温での弾性率低下は製造後の 30%以内を目標とした。

CMC 試験片は 1400°C に設定したマッフル炉(カンタルスーパー発熱体)で 400 時間の暴露を行い、CMC 組織変化を確認した。図 4-3 に CMC 作製後、200 時間暴露後、400 時間暴露後の断面 SEM 写真(反射電子像)を示す。大気暴露によるマトリックスの組織形態に大きな変化は認められないが、400 時間暴露後の写真(c)では界面コーティングの膜厚が薄い SiC 繊維が劣化している様子(赤矢印)が確認された。

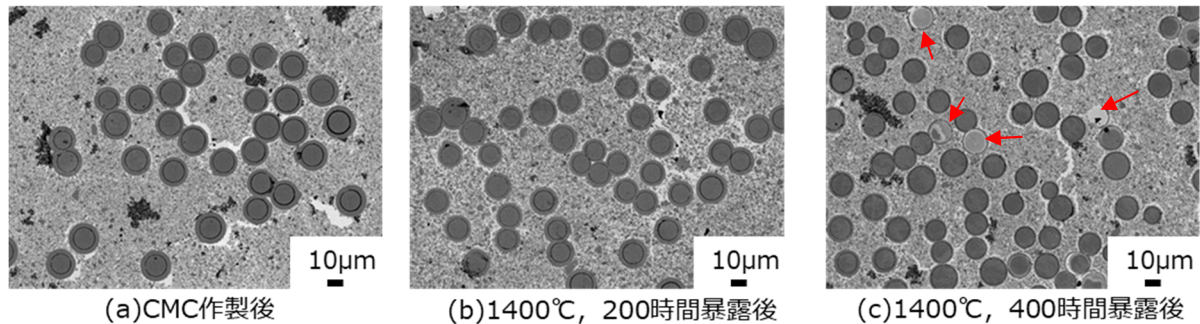


図 4-3 CMC 大気暴露試験における断面 SEM 写真(反射電子像)

次に 1400°C で 400 時間の大気暴露後に室温で引張特性(強さ, 弾性率)を評価した結果を表 4-1 に示す。ここで、本研究での開発 CMC は、(3)項の新規界面コーティングの SiC 繊維(Hi-Nicalon Type-S)を使用して(1)および(2)項の緻密マトリックスを適用した材料である。また、CMC の Vf を向上させるために外注加工で従来 BN と SiC または Si-N 系の保護層を適用した界面コーティングの SiC 繊維(Hi-Nicalon Type-S)を使用して(1)および(2)項の緻密マトリックスを適用して Vf 10~14vol.% の材料を作製して開発 CMC の比較材として評価した。表 4-1 に大気暴露後の引張特性を示す。開発 CMC (Vf 5vol.%) では弾性率は 260GPa を超えて緻密マトリックスによる高い耐酸化性を示したが、引張強さは 100MPa 程度で繊維劣化の影響が大きかった。Vf を向上させた比較材では、1400°C で 400 時間の大気暴露後でも引張強さ 269MPa で、弾性率 260GPa であり、Vf 向上および界面コーティング保護層の改良が暴露後の力学特性改善に効果があると考えられる。

大気中 1400°C で 400 時間暴露後に室温で弾性率を測定し、製造後の弾性率との変化率を評価した結果を表 4-2 に示す。上記と同様に開発 CMC と比較材を用いて大気暴露前後での弾性率を比較したものであり、大気暴露後の弾性率低下は 10% 以内で目標達成できていることを確認した。一方、引張試験の応力・歪曲線では、非線形領域が発現しない脆性的な破壊を呈しており、界面コーティング保護層改善、繊維量増加(Vf 向上)高緻密成形法の見直しが必要であることがわかった。

表 4-1 大気暴露(1400°C, 400h)後の引張特性(室温)結果

	試験片	強さ(MPa)	弾性率(GPa)
NEDO 開発材	開発BN + SiC Si含浸(Vf 5%)	103	266
比較材	従来BN + SiC Si含浸(Vf 10~12%)	176	290
	従来BN + Si ₃ N ₄ Si含浸(Vf 14%)	269	260

表 4-2 大気暴露(1400°C, 400h)前後での弾性率比較

	試験片	引張試験	弾性率(GPa)	暴露前後の 変化率
NEDO 開発材 →	開発BN + SiC Si含浸(Vf 5%)	製造後	289	8%
		1400°C, 400h 大気暴露後	266	
比較材 →	従来BN + SiC Si含浸(Vf 10~12%)	製造後	266	10%
		1400°C, 400h 大気暴露後	240	
比較材 →	従来BN + Si ₃ N ₄ Si含浸(Vf 14%)	製造後	264	2%
		1400°C, 400h 大気暴露後	260	

本研究開発で、550°C以下での CVD 処理を利用して BN 被覆した場合、被覆処理による繊維強度の低下を防止できることがわかった。また、粗大ポイドがないプリプレグ積層成形体を作製する条件を設定し、プリフォーム体の遊離炭素量と細孔径分布の条件を調整した結果、Si 含浸による MI 緻密マトリックスは、ポイド 10vol%以下、余剰 Si 15vol%以下の目標値を達成することができた。

開発した界面コーティング繊維と Si 含浸マトリックスを組み合わせた CMC 特性は、破断応力は 303MPa で、弾性率は 294GPa で、エンジン部材の CMC に必要となる室温引張強度 300MPa 以上、室温弾性率 200GPa 以上の強度特性が得られた。

また、CMC 部材の実用化のためには、強度に加えて、荷重負荷による変形量を実用レベルに抑制する必要がある。荷重負荷による変形量は弾性率の逆数と荷重の積であり、CMC 部材の弾性率は使用時に主に繊維/マトリックス間の反応・劣化により低下する。したがって、変形量抑制には使用環境での弾性率低下を最小にすることが必要となる。本研究開発では、1400°C × 400Hr 暴露後の室温での弾性率低下が製造後の 30%以内の CMC 部材成立許容値に対して、大気暴露後の弾性率低下は 10%以内で目標達成できた。一方で、開発した CMC をエンジン部材に適用させるためには、非線形領域が発現しない脆性的な破壊を改善するために界面コーティング保護層改良、繊維量増加(Vf 向上)および高緻密成形法の見直しが必要である。

航空機用ガスタービンエンジン部品としての実機適用に当たっては、コスト・生産性が重要視される。本提案では、界面コーティングを施した SiC 繊維を UD シート化してロール状に保管することが可能なプリプレグ積層と生産性の高い MI 法によるマトリックス形成技術を適用することにより、将来の製造自動化を可能にする CMC 製造プロセスを選定した。現時点では SiC 繊維、界面コーティング施工、UD シート作製、MI 法によるマトリックス形成のプロセスは試験片毎に調達・発注しているが、プロセス自体は自動化可能な手法であり、自動化要素技術開発と設備開発を経て量産目途付けすることにより、既存の金属材料と比較してコスト競争力を有する CMC 部材開発が可能であると考えている。

また、実用的なレベルの特性を満足した CMC を国内の大学や国研に供給できることは国内全体の研究レベルを向上させて、国際的な共同研究に発展させるためには大きな役割を果たすことが期待できる。

5. 成果の意義

CMC 部材の繊維/マトリックス間の反応・劣化を防止するために、新規の界面コーティング開発を行い、複雑な部品形状に対応するために、設計自由度が高い UD 積層構成とマトリックス形成の最適化することにより、1400°C級 CMC 材の実用化のために、生産性が高く、かつ緻密なマトリックスが得ら

れ、UD 積層構造と新規界面コーティングが持つポテンシャルを最大限に発揮できる MI 法による CMC を開発することができる。

CMC の製造プロセスの中で、熔融 Si をプリフォーム体中含浸し、プリフォーム体中の炭素との反応を利用して CMC を作製する MI (Melt Infiltration) 法は、製造時に SiC 繊維が劣化するような高温になるために、SiC 繊維を保護するために含浸前に SiC 繊維表面に BN や SiC を CVD (化学的気相成長) 法でコーティングする技術が必要になっている。この MI 法は、大量生産に向いている技術であり、繊維の劣化を防止し、しかも、実用的な複合材部材としての積層・成形方法を確立できれば、極めて有効な工業技術になりうるものである。

航空機用ガスタービンエンジン部品としての実機適用に当たっては、コスト・生産性が重要視される。本提案では、界面コーティングを施した SiC 繊維を UD シート化してロール状に保管することが可能なプリプレグ積層と生産性の高い MI 法によるマトリックス形成技術を適用することにより、将来の製造自動化を可能にする CMC 製造プロセスを選定した。現時点では SiC 繊維、界面コーティング施工、UD シート作製、MI 法によるマトリックス形成のプロセスは試験片毎に調達・発注しているが、プロセス自体は自動化可能な手法であり、自動化要素技術開発と設備開発を経て量産目途付けすることにより、既存の金属材料と比較してコスト競争力を有する CMC 部材開発が可能であると考えている。

また、実用的なレベルの特性を満足した CMC を国内の大学や国研に供給できることは国内全体の研究レベルを向上させて、国際的な共同研究に発展させるためには大きな役割を果たすことが期待できる。

6. 実用化への道筋と課題

CMC 部材適用が予想される次期エンジンは、2030 年以降に商用運転が開始されることが計画されており、本研究開発で対象とした 1400°C 級 CMC のエンジン燃焼器や高温高圧部品への適用は、2035 年以降に設定されている。

次期段階研究終了後 5 年間は材料技術開発フェーズから製品開発フェーズに移行して量産製造技術・設備の整備を実施する。2028 年度から 2029 年度で強度検証やリグテストなどの環境評価を実施するとともに、材料設計データ取得を実施する。2030 年度から 2032 年度はエンジン試験や製造認証に着手して事業化の具体的構想を設定する。2035 年度までは製品開発と部品認証を実施するための投資期間であり、生産・販売に伴う収益発生は 2036 年度以降になると予想される。

本研究開発では、1400°C × 400Hr 暴露後の室温での弾性率低下が製造後の 30% 以内の CMC 部材成立許容値に対して、大気暴露後の弾性率低下は 10% 以内で目標達成できた。一方で、開発した CMC をエンジン部材に適用させるためには、非線形領域が発現しない脆性的な破壊を改善するために界面コーティング保護層改良、繊維量増加 (Vf 向上) および高緻密成形法の見直しが必要である。

航空機用ガスタービンエンジン部品としての実機適用に当たっては、コスト・生産性が重要視される。本提案では、界面コーティングを施した SiC 繊維を UD シート化してロール状に保管することが可能なプリプレグ積層と生産性の高い MI 法によるマトリックス形成技術を適用することにより、将来の製造自動化を可能にする CMC 製造プロセスを選定した。現時点では SiC 繊維、界面コーティング施工、UD シート作製、MI 法によるマトリックス形成のプロセスは試験片毎に調達・発注しているが、プロセス自体は自動化可能な手法であり、自動化要素技術開発と設備開発を経て量産目途付けすることにより、既存の金属材料と比較してコスト競争力を有する CMC 部材開発が可能であると考えている。

別添 5

研究開発項目⑥

高レート・低コスト生産可能な CMC 材料および
プロセス開発

川崎重工業株式会社

研究開発項目⑥：「高レート・低コスト生産可能なCMC材料およびプロセス開発」

1. 実施者名、実施体制

川崎重工業株式会社が実施者として、事業を遂行する。本事業は、CMC材料の製造プロセスの高レート・低コスト化開発が目的であり、CMC製造プロセスであるセラミックス繊維プリフォームや繊維界面形成、マトリックス形成に関して、技術や知見を持つ、株式会社豊田自動織機およびイビデン株式会社に開発委託を行った。またCMCの評価やCMCの効果的な使用方法の開発に対して、技術や知見を持つ、国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構および国立大学法人東北大学と共同研究を行った。

実施体制を図1に示す。

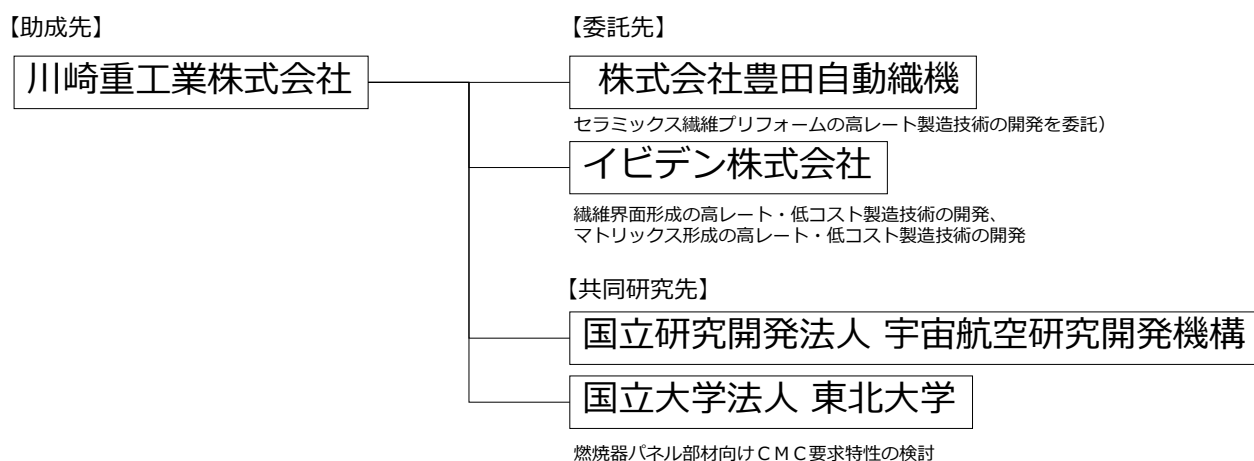


図1 実施体制

2. 期間、予算

本事業の実施期間を下記に、また各年度の予算を表1に示す。

期間：2020年度～2023年度

表1 各年度の予算

区分	2020年度	2021年度	2022年度	2023年度	計
助成事業に要する経費(円)	290,344,197	210,666,799	460,928,473	349,614,420	1,311,553,889
助成金交付申請額(円)	145,172,000	105,333,000	230,464,000	174,807,000	655,776,000

3. アウトプット(最終)目標

製織工程の高速化、CVI工程、PIP工程の短時間化を達成して、耐熱温度1400℃のCMC部材について、現行と比較して生産レート10倍向上を可能とする材料及びプロセス技術を開発する。

4. 成果の達成状況と根拠

3 項で示したアウトプット目標を達成するために、下記の項目について開発を実施した。

- ① CMC用セラミックス繊維プリフォームの高レート製造技術
- ② CVI繊維界面コーティング形成の高レート・低コスト製造技術
- ③ マトリックス形成の高レート・低コスト製造技術
- ④ 燃焼器パネル部材向けCMC要求特性の検討

成果概要と達成度(見込み)を表 2 に示す。

表 2 成果概要と達成度(見込み)

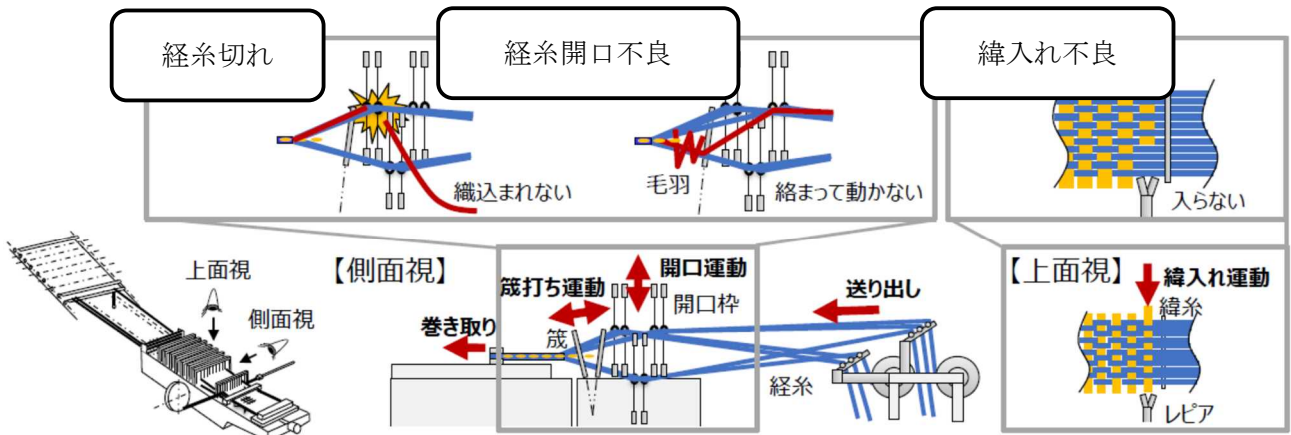
成果(実績)概要 (2023 年 12 月時点)	達成度 (見込み)
① CMC用セラミックス繊維プリフォームの高レート製造技術 製織異常監視の自動化の検討および製織装置へ組み込み、ならびに連続製織の実証・改良によるサイジング剤の評価および最適化を行った。	○
② CVI繊維界面コーティング形成の高レート・低コスト製造技術 副生成物の少ない新規原料の成膜条件を決め、製作した供試体の物性評価、および賦形型の小型化等によるプロセスの同時施工数の増加を実現した。	○ (見込み)
③ マトリックス形成の高レート・低コスト製造技術 焼成後の余剰樹脂除去作業の省力化、スラリー(材料)の高収率化による作業工数低減、スラリー歩留まり向上を行った。	○
④ 燃焼器パネル部材向けCMC要求特性の検討 CMC の使用状態を設定し、探索したプロセスウインドウ内の成膜条件で作製したCMCの試験結果と比較し、妥当性の確認を行った。	○ (見込み)

下記に各項目の成果の詳細を示す。

① CMC用セラミックス繊維プリフォームの高レート製造技術

(1) CMC用セラミックス繊維プリフォームの高レート製造技術

セラミックス繊維は脆く、折損しやすいため、製織工程の高レート化のためには、製織異常(糸切れ、開口不良等)(図①-(1)-1)の早期発見や製織異常発生抑制が不可欠である。また、折損しやすいセラミックス繊維を製織時には束ね、成膜時には短時間で除去できるようなサイジング剤による工程短縮化が不可欠である。そこで、自動化した製織異常監視システムを製織装置に織り込み連続製織の実証を行うとともに、製織異常の抑制と脱サイジング工程を短時間化できるサイジング剤仕様の選定(種類・塗布量など)を実施した。

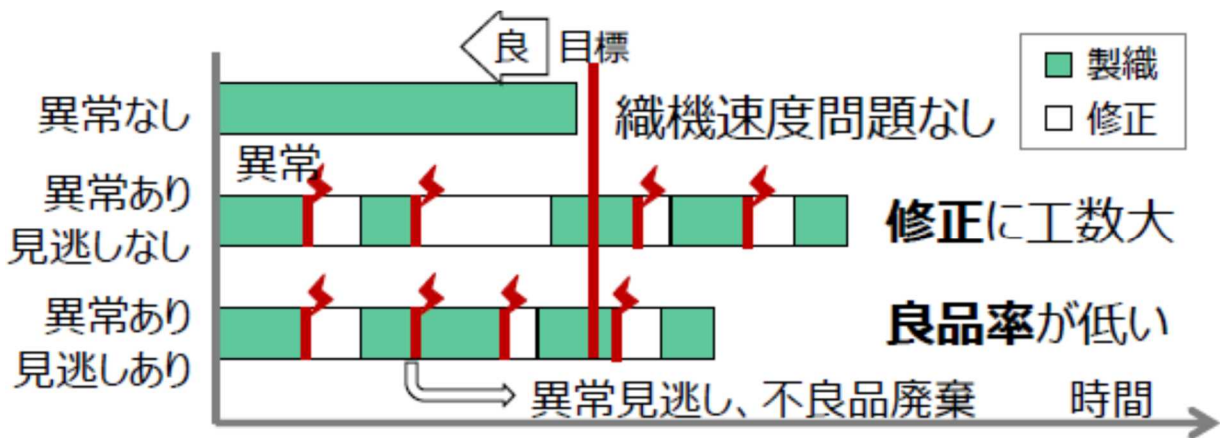


図①-(1)-1 主な製織時の異常

(2) 製織異常監視の自動化

製織異常の検出遅れによる修正作業時間の増長や検出漏れによる不良品製造が、製造レート向上に向けた大きな課題であった(図①-(2)-1)。しかし、従来の検出機構では接触式が多く、セラミックス繊維の折損を助長させてしまう危険性が高いため異常監視を人の目に頼る点が多く、属人的になっていた。そこで、本開発では非接触の画像処理を活用した検出装置やロジックの適正化を行い、異常監視を自動化することで、課題の解決を図った。また、製織実証により、その効果の確認を行った。

本自動化により、製造レートの向上に加えて、製織監視人員の削減も可能となり、低コスト化にも大きな効果が認められた。



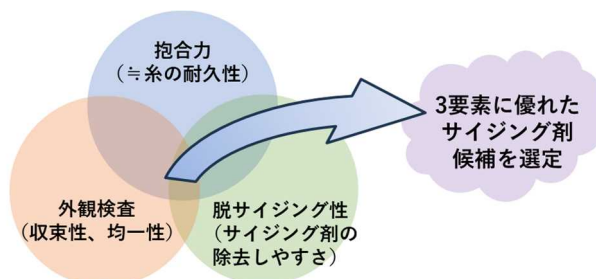
図①-(2)-1 製織異常監視の課題

(3) 脱サイジング工程の短時間化

折損しやすいセラミックス繊維の製織に使用されるサイジング剤には、

- (i) 繊維を束ねて製織性を向上させ製織異常発生を抑えること
- (ii) 後工程の繊維界面コーティング時に不純物を残さないこと
- (iii) 短時間で容易に除去できること

が求められる(図①-(3)-1)。



図①-(3)-1 サイジング剤への要求事項

従来のサイジング剤では、(iii)が達成できていないことが課題であった。具体的には、製織後に湯洗いを行っており、湯中の成分をサンプリングし、サイジング剤成分濃度が一定量以下になることを完了基準としていたが、パネルの大きさ次第で10時間近くかかることもあり、また完了基準から同時に多数のプリフォーム対象に作業を行うことが出来ず、作業中にプリフォームの織組織を損傷させることもあるなど大きな課題であった。

本開発では、後工程であるCVI工程において、高温熱処理されることを利用して、高温熱処理で除去できるサイジング剤候補から、上記(i)から(iii)を満たすものを選定し、脱サイジング工程にかかる時間を大幅に短縮することが出来た。

② CVI繊維界面コーティング形成の高レート・低コスト製造技術

(1) CVI繊維界面コーティング形成の高レート・低コスト製造技術

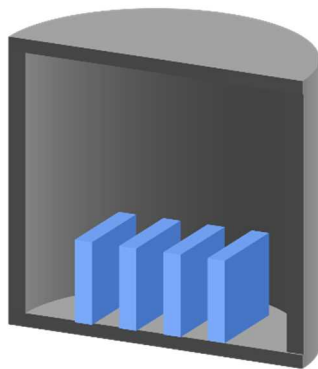
本項目では、高レート化に対して、バッチ処理であるCVI工程におけるCVI炉への炉詰め数の増加を目的とし、賦形型の小型化や炉内分布の把握と配置の適正化および、CVI炉のバッチごとのメンテナンス時間短縮を目的とした、副生成物への対策を実施した。また低コスト化に対しては、使い捨てであったCVI賦形型の再利用を目的とした、賦形型の再生方法の開発を実施した。

(2) 賦形型の小型化や炉内分布の把握と配置の適正化

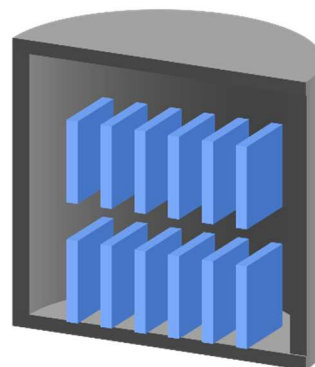
CVI工程では、①専用の型に製織済みのサンプルをはさみこみ、②ガスを導入、③化学反応させることで、界面コーティングやマトリックスを形成する。このとき、プリフォーム賦形時の型内部のキャビティ形状に沿ってCVI後の形状が決まるが、CVI時のガスの浸透性から、開口面積を大きく薄肉である方がCVIにおいては有利である。また、薄肉形状の型は、炉内の占有体積が小さくなり、炉詰め効率も優れる。一方、このような型では、プリフォームの反力によって大きく変形し、寸法精度の確保が難しい問題が発生する。本件では、許容できる製品の寸法公差から、型の変形許容量を決め、CVI時の成膜性を考慮した上で、賦形型の検討を行うことで型を小型化し、炉詰め効率の向上を実現した。

また、炉内温度や原料ガスの分布の配置可能な領域を求め成膜可能領域を設定した。更にガス導入方法やサンプルの配置方法の変更によるガスの流れの最適化検討を実施し、実際の成膜試験を通して成膜可能範囲が拡大できていることを確認した。

これら2つの組みあわせにより、開発前の3倍以上の炉詰めが可能であることまで確認できており、今年度末までに6倍以上の炉詰め効率を達成できる見込みである。



(a) 改善前炉詰めイメージ



(b) 改善後炉詰めイメージ

型の小型化及び均一成膜エリアの拡大

図②-(2)-1 炉詰めイメージの比較

(3) 副生成物への対策(公開部)

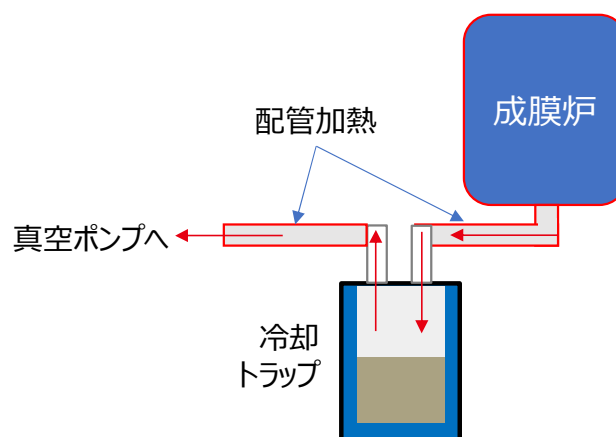
SiCl_4 , CH_3SiCl_3 等クロロシラン系の原料を用いた SiC 成膜プロセスでは、クロロシランポリマーと呼ばれる副生成物が排気系統配管に付着することが知られている⁽³⁾⁻¹。クロロシランポリマーは、可燃性ではあるが、爆発威力は小さい。一方、低低温での加水分解により生成していたクロロシランポリマー類の加水分解生成物の発火・爆発危険性は、クロロシランポリマー類と比較して、摩擦感度及び静電気火花感度は低い、熱感度や打撃感度が高く、爆発威力はきわめて大きいという性状を有する事が知られている。推奨される対策として、クロロシランポリマー類等が装置や配管に堆積しにくい設計とすることや、クロロシランポリマー類等が装置や配管に堆積する構造であっても、容易かつ安全に堆積物が除去できる設計とすることが推奨されている⁽³⁾⁻²。

本研究開発において、安全対策として環状ポリシラン系の新原料を選択する場合においては、クロロシランポリマー類は発生しない。よって、新原料使用が副生成物への対策となる。この場合、配管に堆積した副生成物除去工程が不要となり、省メンテナンスが達成され、これにより、CVI-SiC 成膜バッチ時間 3 割削減が可能となる。

一方で、従来原料である SiCl_4 を用いた成膜についても、バックアッププランとして検討を進めてきており、この中で安全対策についての検討を実施した。副生成物を配管に堆積させない・容易かつ安全に堆積物が除去できる排気系統仕様について検討を行い、排気系統について検討を行い、図②-(3)-1 に示す、加熱排気配管・冷却トラップから構成される排気系統仕様を見出した上で、ラボレベルでの実証試験、反応速度連成 CFD シミュレーションを行い、効果検証・定量化を試みた。

結果、ラボレベルの実証試験において、排気部を高温とした上で冷却トラップにて選択的に副生成物を析出・回収できること、冷却トラップ前後の排気配管に副生成物の析出が無いことを目視レベルで確認した。シミュレーション結果から、冷却トラップにおいて副生成物の 5 割程度が捕集され、残りは排気に含まれ系外に排出されるが、冷却トラップにおける凝縮により、下流配管表面に析出しないレベルまで排気ガス中の副生成物の分圧が下げられた結果、冷却トラップ後方で析出が抑制されているものと考えられる。

以上、CVI-SiC 成膜において、新原料・従来原料、それぞれについての副生成物対策について検討し、いずれの場合においても、少なくとも、副生成物を配管に堆積させない・容易かつ安全に堆積物が除去できる排気系統の仕様を実証・明確化でき、十分な成果が得られたと判断する。



図②-(3)-1 爆発性副生成物対策排気系統仕様

参考文献

(2)-1 三菱マテリアル株式会社四日市工場高純度多結晶シリコン製造施設における爆発火災事故調査委員会中間報告(2014年4月3日)

(2)-2 平成26年6月26日 厚生労働省 基安発0626第2号

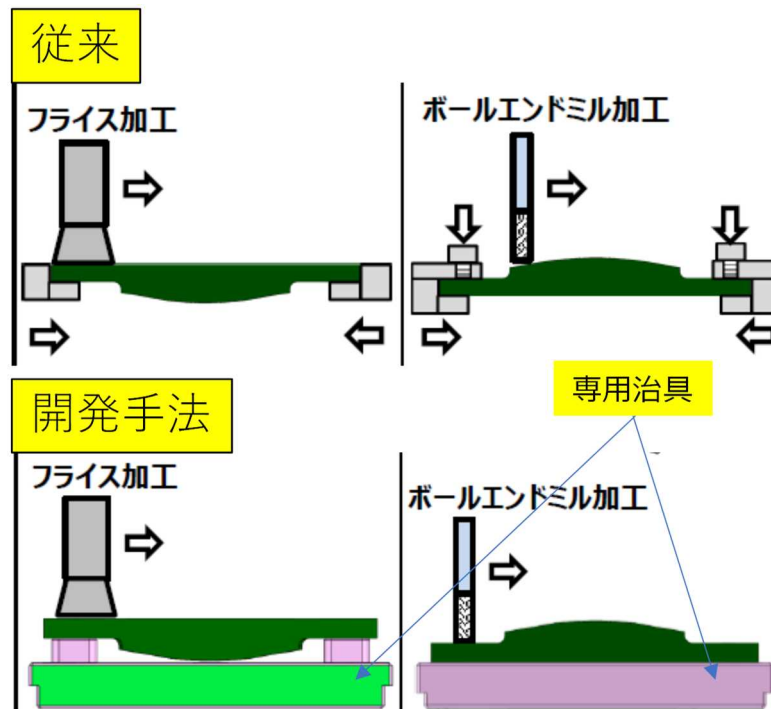
(4) 賦形型の再生方法の開発

CVI-SiC 成膜においてプリフォームを所定形状に格納する賦形型は、成膜時に数 μm 程度の SiC 膜が堆積すると考えられ、徐々に製造時の寸法からのズレが大きくなり、繰り返し利用が難しくなる。一方で、少ない回数での破棄、新作を繰り返すと、製造コストが大きくなる他、昨今、廃棄物発生を最小化するサーキュラーエコノミー化の流れとも逆行するため、賦形型を再生の上、繰り返し利用することが望ましい。

賦形型を再生する手法として、様々な対策を検討の上、形成された CVI-SiC 層を物理的に除去し、製造寸法に戻す手法について選定の上、技術開発を行った。具体的には、CVI-SiC 層を機械加工により除去するが、数十 μm 程度の層を除去する精密性が要求されるのに加え、形成された SiC 層の影響で、加工の基準を取る事が難しいことが課題であった。例えば、通常行われるような、治具をクランプ固定し、面出しのためのフライス加工・形状出しのためのエンドミル加工を行うと、クランプ固定時の傾き(基準面精度ズレ及び固定方法に起因)の影響を受けるほか、加工速度についても制限され、要求寸法に対し、0.2mm 程度ズレが発生することを確認している。

本開発では、図②-(4)-1 の通り、まず、固定方法に着目し、クランプ固定から、締結固定へ変更すべく、基準面側加工用・製品面側加工用の専用治具をそれぞれ開発した。それに合わせて、加工条件の見直しも行い、再生加工を実施した結果、最大での要求寸法とのズレにおいて、 -0.02mm を達成した。JIS B 0405 面取り部分を除く長さ寸法に対する許容差に照らし合わせると、精級を満たす加工精度であり、再生加工としては十分のレベルであることが確認できた。

参考ではあるが、繰り返し利用回数については、JIS B 0405 を基に試算した。中級相当での許容差が 0.1mm、先ほどの機械加工が実現でき精度を JIS B 0405 精級相当とすると、治具上に形成される CVI-SiC 層の許容厚みの最低値は 0.05mm(中級許容厚み-精級許容厚みに相当)となる。仮に、CVI-SiC 層が 1 バッチ当たり $2\mu\text{m}$ 形成されるとすると、25 回の繰り返し使用が可能である。再生加工によるむしれ等の発生は無いことを確認しており、1 度の再生加工は確実に可能で、少なくとも 50 回以上は繰り返し使用可能となる見込みである。



図②-(4)-1 再生加工概要

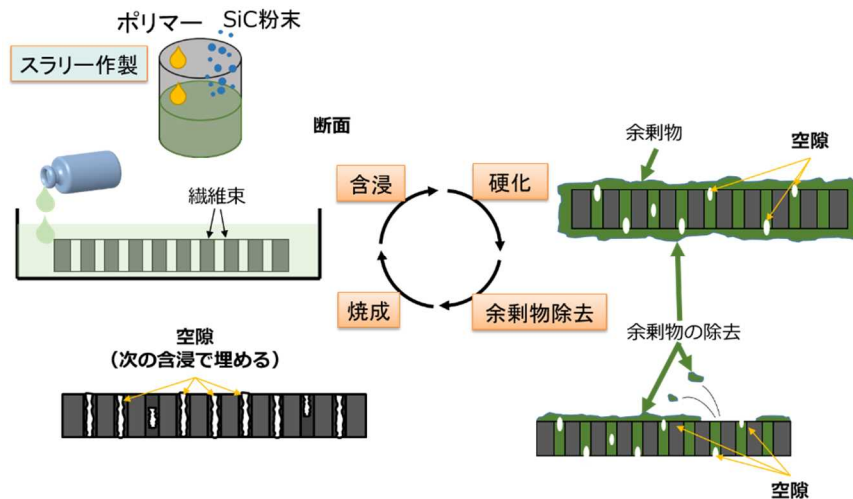
③ マトリックス形成の高レート・低コスト製造技術

(1) マトリックス形成の高レート・低コスト製造技術

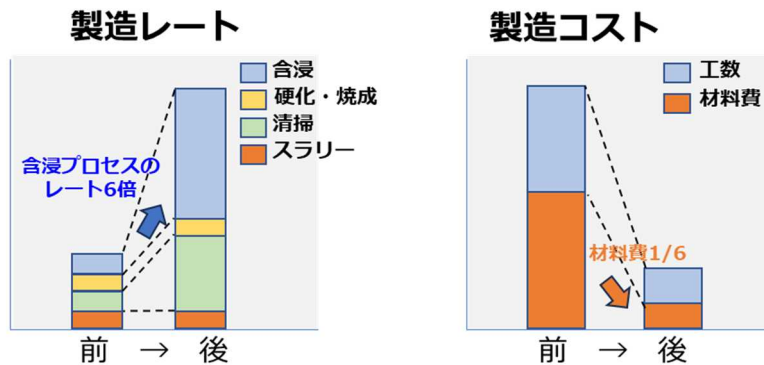
現在、CVI 後のプリフォームのマトリックス形成手法として、対象部品に要求される熱伝導率を満たし、プリフォームへの含浸性が良好であった PIP(Polymer Impregnation and Pyrolysis)をマトリックス形成手法として採用している。図③-(1)-1 に示すように、PIP 工程は、含浸、硬化、清掃、焼成を一つのサイクルとして含むが、焼成時にポリマーの熱分解ならびに体積収縮が生じ、プリフォーム内部に空隙が生じる。この空隙を埋め、部品に要求されるマトリックス密度を達成するために PIP 工程は複数回繰り返す必要がある。

本研究では、マトリックス形成として用いる PIP 工程の高レート化・低コスト製造技術に対して、繰り返し含浸回数半減を目的とした(1)高収率スラリーの開発、含浸枚数を3倍に向上させることを目的とした(2)含浸条件最適化、PIP 工程の律速過程である余剰硬化物の清掃作業短縮を目的とした(3)清掃作業効率化、および PIP 工程の製造コストのうち半分以上を占める材料費の低減を目的とした(4)スラリー再利用の開発を実施した。

マトリックス形成の高レート・低コスト製造技術の開発前後の PIP 工程のパネル製造レートならびにパネル製造コストを図③-(1)-2 に示す。上記(1)~(4)の開発を実施することで、PIP 工程の製造レートを全体としては 2.5 倍程度、特に含浸工程は 6 倍、製造コストは工数の半減ならびに材料費を 1/6 まで低減することが可能である。これら開発の詳細について、(1)~(4)項で詳細を記述する。



図③-(1)-1 PIP の工程サイクル



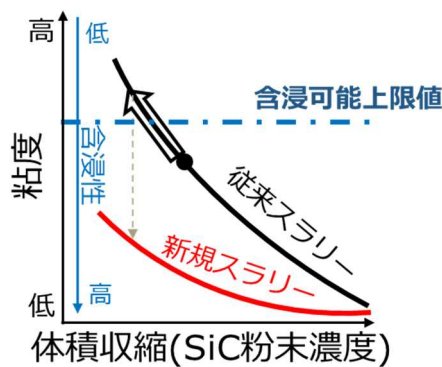
図③-(1)-2 マトリックス形成の高レート・低コスト製造技術の開発前後の製造レート、製造コスト

(2) 高収率スラリーの開発

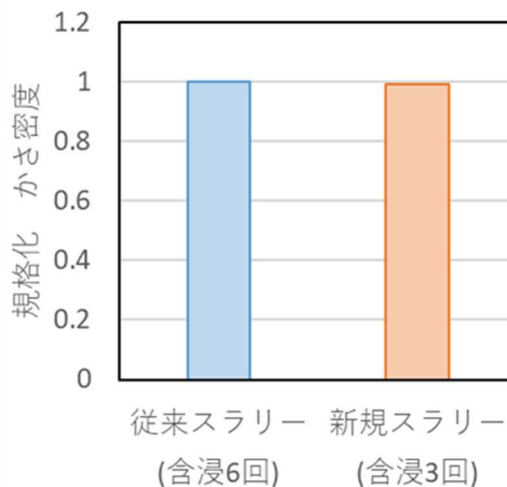
前述の通り PIP 工程は複数回繰り返す必要があるため、繰り返し回数を削減することが高レート化ならびに低コスト化に有効である。PIP 工程の繰り返し回数を削減するには、①プリフォーム内部にまで含浸できるような低粘度のスラリーを含浸すること、②焼成時の体積収縮が少なく(≒ポリマーの体積分率が少ない)、体積収率の良いスラリーを含浸することが求められる。しかし、①と②は二律背反であり、スラリーの体積収率を向上させるために SiC 粉末濃度を上げるとスラリーの粘度が急激に上昇し、プリフォーム内部まで含浸できなくなってしまい、空隙率(特に閉気孔)が上昇することで、要求されるマトリックス密度を満足できない。一方、プリフォーム内部まで含浸させるために SiC 粉末濃度を下げるとスラリーの体積収率が低下し、空隙率(特に開気孔)が上昇するため、要求されるマトリックス密度を満足するには繰り返し回数を増やさなければならない。以上のことから、低粘度かつ焼成収率の良いスラリーが求められる。

上記目標を達成するため、SiC 粉末の粒度分布に着目して新規スラリーを開発した。新規スラリーは従来スラリーと比較して、体積収率を向上させる、つまり SiC 粉末濃度を上げた場合でも粘度の上昇幅が小さく、含浸性と体積収率のバランスの良い性能を示した(図③-(2)-1)。また、新規スラリーを用いて含浸試験を実施し、含浸回数が3回と従来スラリーから半減した場合において、従来スラリーと同等のマトリックス密度(かさ密度)を達成できることが明らかとなった(図③-(2)-2)。

以上より、PIP 工程の回数を半減し、マトリックス形成の高レート・低コスト化を達成した。



図③-(2)-1 新規スラリーならびに従来スラリーの粘度と体積収率の関係



図③-(2)-2 新規スラリーならびに従来スラリーを用いて作製したプリフォームのマトリックス密度

(3) 含浸条件最適化

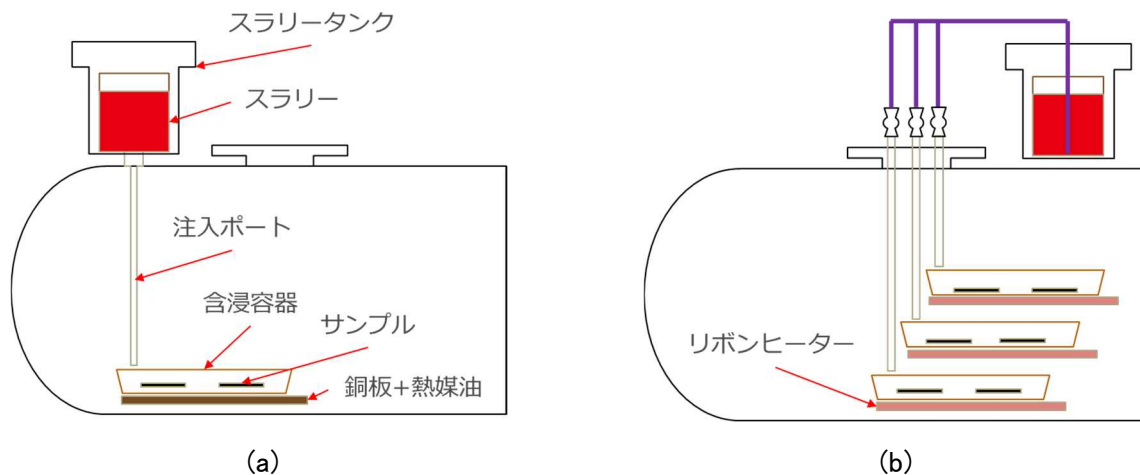
PIP 工程の高レート化に関して、PIP 工程のクリティカルパスとして、含浸作業ならびに余剰硬化物の清掃作業が挙げられる。含浸作業について、1 バッチ当たりの処理枚数向上による高レート化を検討した。

従来の含浸炉では真空・加圧容器の上部にスラリータンクがあり、スラリータンクからステンレス管を通して含浸容器にスラリーを注ぎ込む方式でスラリー注入を実施していた。また、熱媒油を用いた配管ヒーターの上に含浸容器を置くことで加熱を実施していた。従来方式では、これらの制約のため一つの含浸容器を用いることしかできず、処理枚数は加熱部の大きさが律速する状態であった。

新規の含浸炉ではスラリー注入ポートを 3 本に増設し、別々のスラリータンクから各スラリー注入ポートを通して、三つの含浸容器それぞれにスラリーを注入することを可能とした。また、熱媒油ヒーターではなく、リボンヒーターを用いることで 3 段積みにした状態でそれぞれを加熱することができるようにした。

改造前後の含浸炉の模式図を図③-(3)-1 に示す。改造後の含浸装置を用いて、スラリー注入並びに加熱試験を実施し、3 段積みの含浸容器にスラリー注入ができること、スラリー温度を設定温度で維持できることを確認した。

以上より、1 バッチ当たりの処理枚数が 3 倍に向上し、含浸工程の高レート化を達成した。



図③-(3)-1 含浸炉模式図 (a)改造前、(b)改造後

(4) 清掃作業効率化

本項目では、PIP 工程において多くの工数を要していたスラリー硬化処理後の余剰硬化物の清掃作業について示す。PIP では、空隙を埋めるために繰り返し含浸する。スラリーを含浸して硬化処理を実施した後、次の含浸のために余剰硬化物を除去（清掃作業）する必要がある(図③-(4)-1)。従来、清掃作業を手作業で行っており、CMC のパネル1枚あたり数時間かかっていた。そこで機械化を検討し、装置を選定して最適条件を見つけることによりパネル1枚あたり数十分まで短縮できた。

・清掃作業の機械化

特殊な砥粒を用いた研磨装置により、繊維や CVI 工程でできた膜を傷つけることなくスラリーの余剰硬化物のみを除去可能となった。さらに本研磨装置に関して、最適な清掃条件を見出し、繰り返し含浸される PIP 工程で次の含浸パスを確保できるようになった。さらに、研磨装置の自動化についても検討を進めており、今後は無人運転で 24 時間稼働させることを考えている。これにより、更なる高レート・低コスト化を進めることができる予定である。

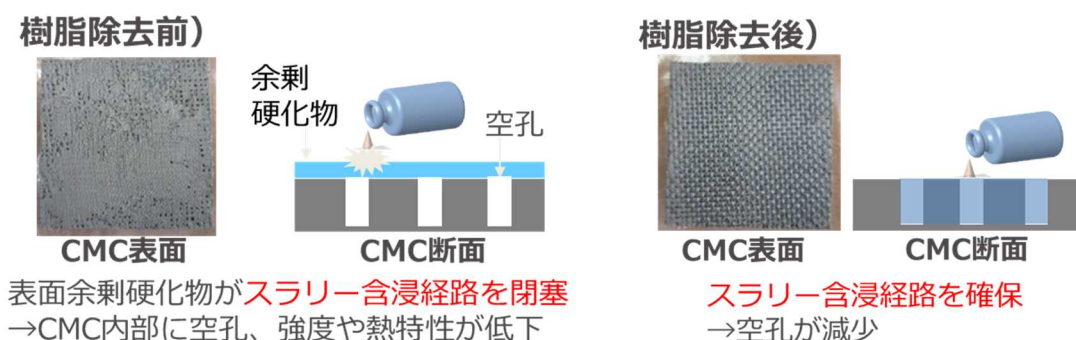


図 ③-(4)-1 余剰硬化物の除去前後の状況

・硬化熱処理条件と清掃前処理の最適化

手作業で清掃作業をしやすくするために前処理工程が必要であり、その作業についても、多くの時間を要していた。そこで、機械化に合わせて短時間で処理可能な方法を考えた。また、硬化熱処理の条件も機械化に合わせて見直し、研磨装置にとって最適かつ時間短縮できる条件を決定した。

以上により、スラリーの余剰硬化物の清掃作業を 60%以上削減することが可能となった。

(5) スラリー再利用

PIP 工程の低コスト化に関して、図③-(1)-2 に示す通り、パネル製造コストのうち材料費が半分以上を占める。特にスラリーに用いるポリマーの費用が最も大きく、本項では材料費を 1/6 まで低減することを目的に、ポリマーの劣化試験ならびに基礎物性評価試験を実施し、スラリー再利用を検討した。

スラリーはポリマーと SiC 粉末で構成されているが、特にポリマーは架橋反応や吸湿による劣化が懸念されることから、ポリマーに対して劣化試験を行い、ポリマーの基礎物性評価ならびにポリマー焼成物の物性評価を実施した。評価項目を表③-(5)-1 に示す。試験結果から、劣化試験前後で主に変化が確認できた物性は分子量分布ならびに粘度であり、ポリマー劣化(主に架橋反応)により粘度つまり含浸性に影響を及ぼす可能性が示唆された。

以上のことから、含浸性と相関のある粘度を評価指標とし、リユーススラリーを用いた粘度測定、含浸試験を行い、プリフォームへの含浸性評価を今年度中に実施し、材料費を 1/6 まで低減する見込みである。

表③-(5)-1 ポリマーの基礎物性評価ならびにポリマー焼成物の基礎物性評価 試験項目

		劣化有無	分子量分布測定	化学構造解析	粘度測定	熱重量- 示差熱分析	組成分析
Lot No.	A	無	○	○	○	-	○
	B	無	○	○	○	○	○
	C	無	○	○	○	○	○
	A	有	○	○	○	-	○
	B	有	○	○	○	-	○
	C	有	○	○	○	○	○
試験結果	Lot差	無	差異あり	差異なし	差異あり	差異なし	差異なし
	劣化試験前後	無	変化あり	変化なし	変化あり	変化なし	変化なし

④ 燃焼器パネル部材向けCMC要求特性の検討

(1) 高レート・低コスト製造技術によるCMC特性評価

本開発における、早期に成膜条件を決定すべく、基礎的な試験を活用した高サイクル試作・評価を実施することとした。CMC 特性評価については、SiC 繊維束からプリフォームを製作の上、これに CVI 工程・PIP 工程を経て、試験体を作製の上、機械加工にて試験片を得た上で評価することが一般的であるが、リードタイムが非常に長く、高頻度での試験実施は難しい。本開発では、これに代わる手法として、ロービング試験を検討した。ここでは、SiC 繊維束に界面コーティングを行ったミニコンポジットを作製し、この繊維束を試験片化し、引張試験を行うことで力学的な特性を評価する。繊維束に CVI 処理を行うだけで試験片を作製することができるので、評価の高頻度化が可能となる。

ここでは、様々な条件で試作したミニコンポジットから、成膜性が比較的良好であることが確認されたサンプルについて、評価を行った。以前、従来原料を用いて作製・評価した試験体(バルク試験体、ロービング試験片ではない)では破断ひずみが 0.3%程度であったが、ロービング試験片では 0.6%以上出ており、SiC 繊維物性に近い数値が出ていることが確認できた。



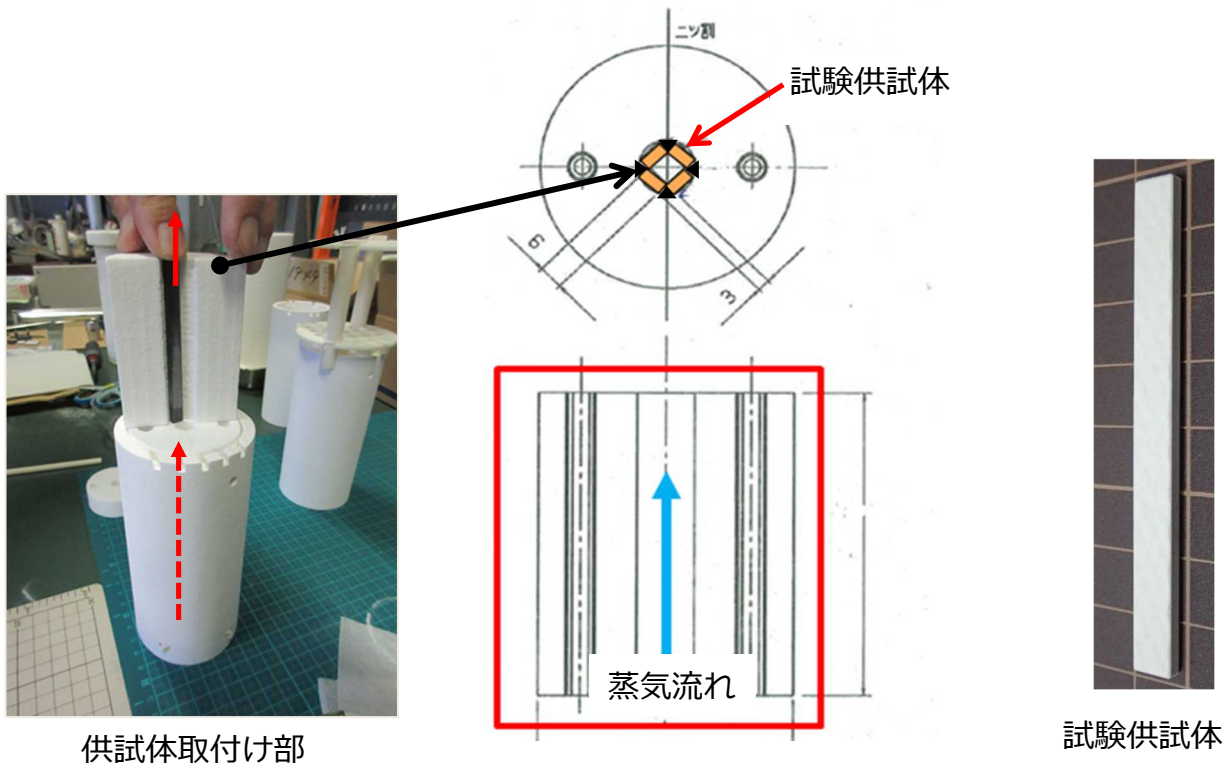
図④-(1)-1 ロービング試験概要と試験の様子

(2) 燃焼器パネル部材評価の実施

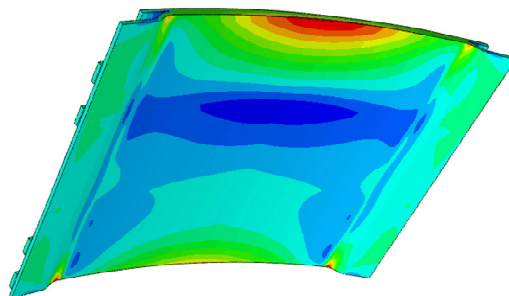
本項目では、本事業で開発した製造方法を反映した CMC を用いて、燃焼器パネルの設計が可能かを評価する。燃焼器パネルの温度分布を予測し、熱応力解析を行い、その結果と特性評価結果と比較する。ここでは基礎試験の結果から、許容ひずみを決め、指標にすることとした。

使用時の劣化に対しては、今回は水蒸気酸化試験を行い、試験後の強度劣化を考慮した評価を行うこととした。水蒸気酸化試験の試験装置、供試体を図④-(2)-1 に示す。使用時の最高温度条件で曝露後に強度試験を行ったところ、試験前と比較して破断強度の劣化は 20%未満であった。

今回は基礎試験の結果、使用時の劣化、安全係数から許容ひずみを決め、熱応力解析(図④-(2)-2)結果と比較し、許容ひずみ量以下であることから、燃焼器パネルとして使用可能であると判断する。



図④-(2)-1 試験装置および供試体

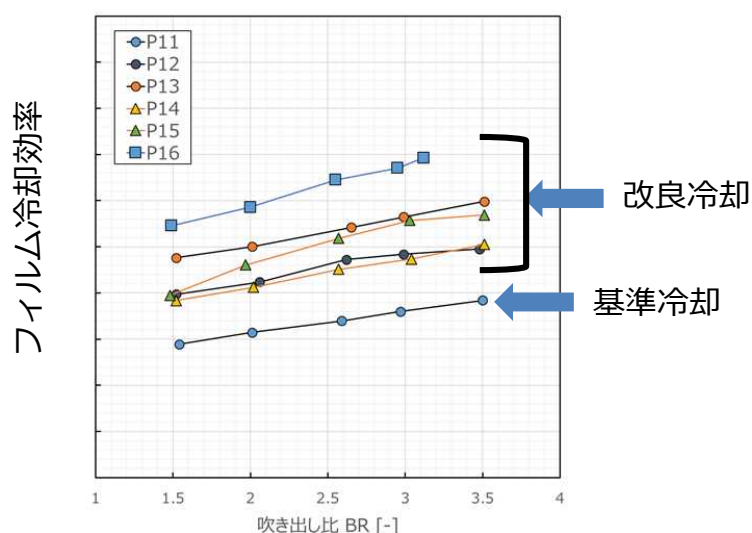


図④-(2)-2 解析結果例(ひずみ分布)

(3) 燃焼器パネル部材向けCMC要求特性の改善

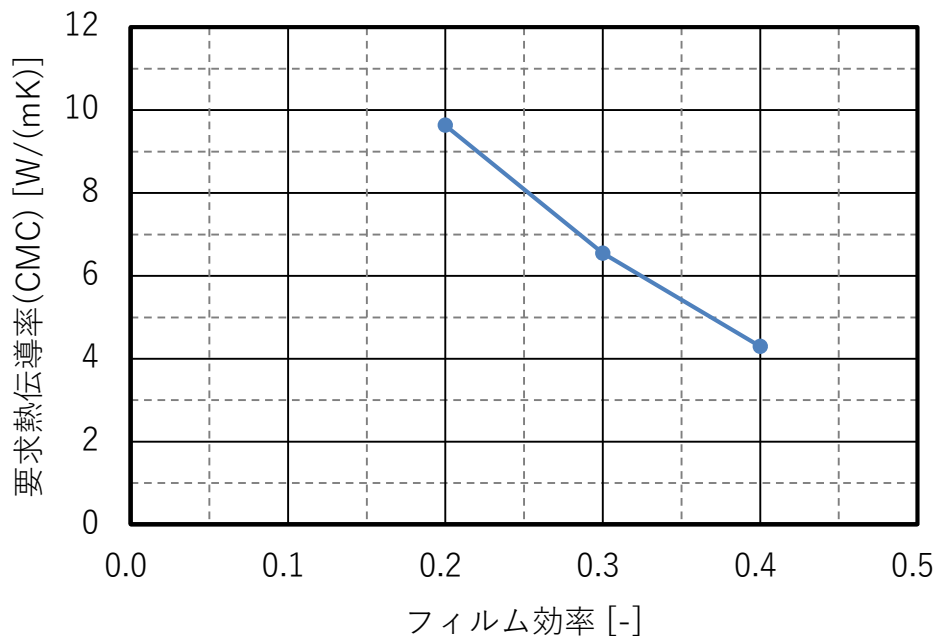
CMC 燃焼器パネルが晒される、燃焼器内部のガス温度は、エンジンの中で最も高温であり、局所的には最高で 2000°C以上となることもある。このため、耐熱性の高い CMC でも、冷却を行い使用する必要がある。効果的に冷却を行うためには熱伝導率が高い方が望ましい。一方で熱伝導率を高めるには、マトリックスの充填率を上げるなど、製造レートや歩留まりに影響があるため、熱伝導率に対する要求値が低くできることが望ましい。本開発項目では、事業開始前の CMC の熱伝導率で、CMC の使用上の許容温度以下とするために必要な冷却空気量を基準として、CMC パネルの冷却改善や適正化を行うことで、同等の冷却空気量で、CMC 燃焼器パネル温度を同等とするために必要な熱伝導率を緩和することを目的としている。ただし、実用時においては、冷却の改善は、そのまま冷却空気量を削減することや、使用温度を下げることによる耐久性の向上に割り振ることも可能である。これらについては、燃焼器開発の状況や要求を勘案して決める予定である。

CMC 燃焼器パネルの冷却改善は CMC に対する加工性も考慮し、フィルム冷却は多数の小径孔からなるエフュージョン冷却とし、孔径、板厚方向に対する角度、ガス流れに対する角度、配置の適正化に絞り込み、適正な仕様を決めた。図④-(3)-1 に改善前後でのフィルム効率の比較を示す。



図④-(2)-1 基準冷却と改良冷却のフィルム効率比較

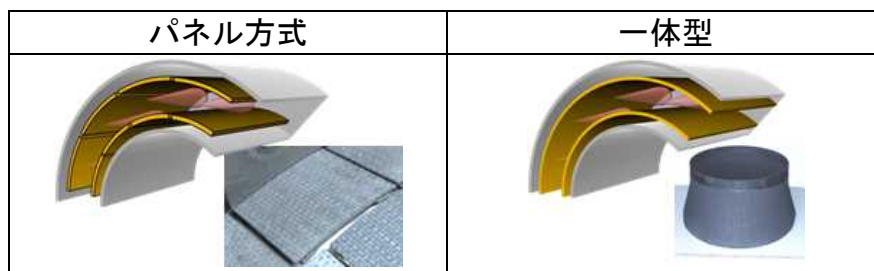
燃焼器パネルへの入熱条件とパネル低温側の熱伝達を固定で、パネルの高温側温度を所定の温度以下となるフィルム効率と CMC 熱伝導率の関係例を図④-(2)-2 に示す。本結果は平均としての効果を示すものであり、フィルム冷却仕様の観点では、局所的な調整も可能である。



図④-(2)-2 フィルム効率と要求熱伝導率の例

5. 成果の意義

パネル方式の燃焼器部材としては世界初。燃焼器ライナ全体を一体で CMC 化する場合と比較して、界面形成やマトリックス形成時の炉詰め効率や歩留まりに優れる。



6. 実用化への道筋と課題

本 NEDO 事業にて製造レートやコストが量産事業への適応に見合う目途を得る見込み。CMC パネル燃焼器としての設計の成熟度向上と、CMC 材料としての製造技術成熟度の向上が課題であり、実用化までのステップとして、本 NEDO 事業後に TRL や MRL 向上のための、開発試験やパイロットプラントの構築、認証準備をエンジン開発時期に間に合うように行う計画である。