

# 材料開発ベンチャー

## 環境・エネルギー用先進 SiC/SiC 複合材料の工業化

室蘭工業大学教授；  
環境・エネルギーシステム材料研究機構(OASIS)  
香山 晃

### 1. はじめに

地球や宇宙の環境を維持しながら、豊かな生活を持続させ、発展させるための基本となるエネルギーの安定供給を達成することは人類に課せられている大きな課題です。この為の基本となる環境・エネルギー材料の開発は材料研究者にとっての大きな挑戦でした。中でも将来の環境・エネルギー材料を考える際、基幹エネルギー用の超耐環境性材料の開発は最重要課題といっても過言ではありません。

大量のエネルギーを安定して、かつ安価に供給できることが基幹エネルギーの要件であり、環境への負荷を少なく抑え、低炭素化社会の実現に貢献できることが求められています。そのため現在・未来の先進エネルギーシステムにおいては、超高温や腐食環境・放射線損傷環境等の過酷環境に耐える材料が求められ、有望な解としてファインセラミックスやセラミック複合材料の研究・開発が進められてきました。本稿で紹介するベンチャー活動は長年の大学での基礎研究と企業や国立研究所との共同研究の成果の上に2003年に大学時代からの友人たちと立ち上げた活動を出発点とするものです。この活動は多くの紆余曲折を経て今に至っています。この活動は金属材料が主として使われている産業・エネルギー分野の構造材料をセラミックス繊維強化型セラミックス基

合材料(CMC)に置き換えるという、魅力的ではあるが将来の技術と考えられているオプションを、ブレイクスルーをもたらす炭化珪素(SiC)基複合材料製造・加工技術の開発を加速させ、工業化・実用化を短期間で確実に実現させるという挑戦です。具体的には著者らの基本特許による我が国独自の技術であるナノインフィルトレーション遷移共晶プロセス(nano-infiltration and transient eutectic phase process, 以下、NITE法)によるSiC/SiC複合材料の供給基盤の確立と実用化の加速です。NITE法の工業化に向けた産学協同の歩みを図1に示します。既存のSiC/SiC複合材料製造プロセスの先進エネルギーシステムへの実用化の遅滞をもたらしていたのはこれらのプロセスの有する不適合性のためと考えられています。NITE法はこれらの問題点を解決できる製造プロセスと認知されており、NITE法とその他の製造プロセス技術との比較を図2に示します。

### 2. 素材としてのSiCナノ粉末とSiC繊維

NITE法によるSiC/SiC複合材料の工業化製造プロセスは(1)SiCナノ粉末と焼結助剤等を混ぜたスラリーの製造、スラリーのテープキャストによるグリーンシートの作

	CVI	PIP	RS	NITE
典型的な微細組織				
原理	化学気相含浸	前駆体ポリマーの炭化焼成	C粉末+熔融Siによる反応焼結	SiCナノ粉末による遷移共晶焼結
結晶性	◎	×	△	○
緻密性	×	×	◎	◎
熱・強度特性	○	×	△	○
大型成型性	×	△	○	◎
経済性	×	△	○	○

図2 SiC/SiC複合材料製造法の比較。

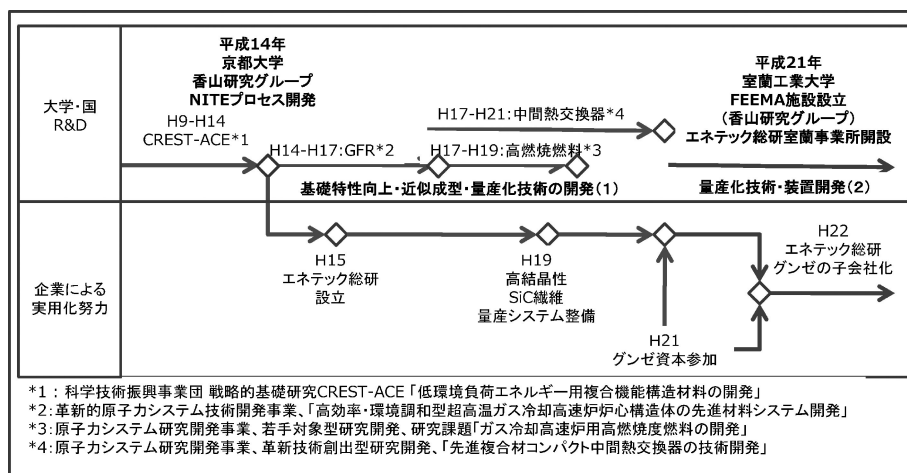


図1 NITE法の工業化へ向けた産学共同・ベンチャー活動の歴史。

成(中間素材1の製造)と(2)SiC繊維への炭素被覆層の形成を経て繊維周辺にSiCスラリーを塗布し、製膜したプリプレグシートの作成(中間素材2の製造)を特徴としており、これらの中間素材を用いて予備成形体としてのプリフォームを作成します。プリフォームをホットプレス法やHIP法で成形することで最終製品が作られます。NITE法のプロセス概要を図3に示します。

高純度のβ-SiCナノ粉末は我が国独自の技術により確立されており、多様な製品が供給されているが、NITE法が必要とするSiCナノ粉末の十分な供給は現状では期待できません。そこで、中国のメーカーへの技術指導により、NITE法用のナノ粉末の供給体制を整えると共に、フランス原子力庁・サクレー研究所と京都大学香山研究室(2009年3月まで、以後は室蘭工業大学・エネテック総研との共同研究へと移行)との共同研究で製造技術検討を進め、フランスにおいて設立されたNano-maker社との契約に基づき、エネテック総研がアジア地区における供給を行うこととなりました。これらの粉末はFi-NITE®として商標登録が行われています。

一方、先進SiC繊維は東北大学の故矢島聖使教授らの研究グループが開発したPCS系SiC繊維が基本となり、宇部興産と日本カーボン社によりそれぞれチラノSA繊維、ハイニカロン・タイプS繊維が開発され宇宙航空分野や原子力等の分野での使用が考えられる超耐環境性繊維においてほぼ独占的な地位を確保してきました。しかし、高度の技術と非連続プロセスに起因する供給量の少なさと価格の高さが、大型開発プロジェクトへの発展や幅広い実用化を阻害してきました。京都大学・香山研究室(その後、室蘭工業大学香山研究室へ移行)はエネテック総研と宇部興産との連携・協力によりチラノSA繊維クラスSiC繊維の連続焼成炉での製造検討を進め、生産された繊維はCef-NITE®として商標登録されています。この活動はその後エネテック総研・グンゼと宇部興産との連携で行われており、当初宇部の超高温材料研究所の中に設置された焼成炉(最大生産能力は年間1トン)をグンゼの綾部事業所へ設置し今年度内の市場投入を目指しています。

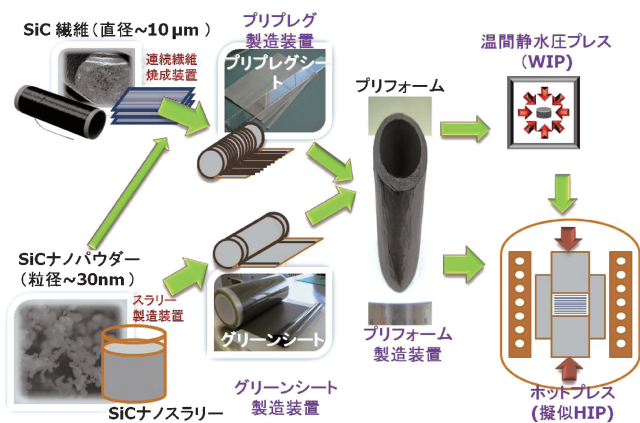


図3 工業化(量産・大型化・経済性等)技術へ向けたNITE法の概要。

### 3. 中間素材：グリーンシート・プリプレグシート

NITE法の基本概念は水溶性のスラリーを用いて検討されたので湿式のプリフォームの取り扱いに厳しい制約があり、大型材の製造においては水分の除去(乾燥)時の割れの発生やプリフォームの損傷が大きな技術課題でした。その後、工業化を目指して、乾式の中間素材の開発検討を行い、高分子系複合材料(FRP)等の製造で用いられる高分子を用いるグリーンシートの検討を行ってきました。この為に、2011年度に室蘭工業大学の重点プロジェクトとして「高温・高効率なエネルギー利用を目指すイノベティブ新素材の産業化」を開始し、SiC/SiC複合材作製における中間素材と呼ばれるグリーンシートとプリプレグシートの安定した製造技術の獲得と機械化した中間素材パイロットプラント構築することを目標に中間素材製造設備(OASIS/GSPSF-line)の導入を行なっています。2011年度末には当初目的であるSiCナノ粉末(粒径<30nm)を用いたグリーンシート(厚み:約100μm)の試作に成功しています。また、安定した製造技術確立のために鍵となるSiCスラリー調節技術の高度化も進めました。OASIS/GSPSF-lineで製造された中間素材(グリーンシート)を用いた板状SiCモノリスの試作では、NITE-SiC/SiC複合材料のマトリックス部適性値として設定した>3.0g/cm<sup>3</sup>の高密度と>500MPaの優れた強度特性を兼ね備えることを実証しています。図4は室蘭工業大学OASIS/GSPSF-lineとグリーンシートの外観です。現在は装置の改造を準備しており、製造速度を速めることと、グリーンシートの膜厚の増加を検討し、同時に製品強度を高め、プロセスの最適化を進めるための組成の検討も合わせて進めています。これらの一部はエネテック総研・グンゼとの共同研究としても進めています。

### 4. 乾式NITE法によるSiC/SiC製品

OASIS/GSPSF-line製のグリーンシートやプリプレグシートを用いたプリフォームを最終成形(焼結処理)することでSiC/SiC製品が製造されていますが、当初の目標は高温ヘリウムガス冷却高速炉(GFR)や高温ガス炉(VHTR)をターゲット

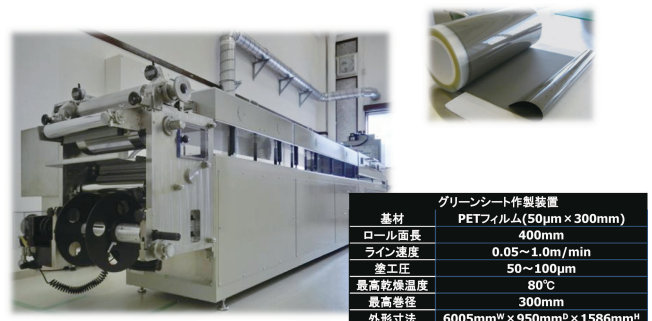


図4 OASIS/GSPSF-Line 中間素材製造設備。

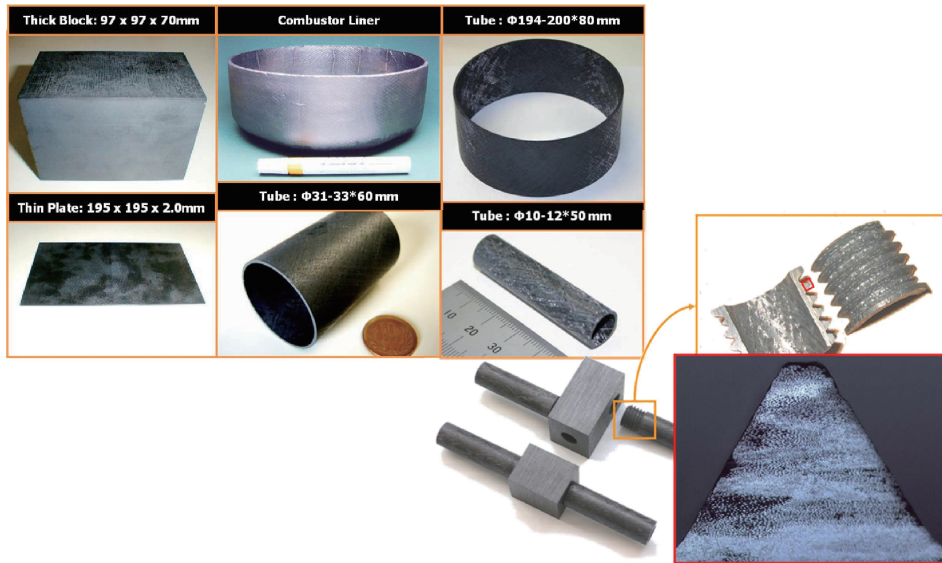


図5 NITE法によるSiC/SiC複合材料製品の例.

ットとした複雑形状部材の製造技術を実証する事(要求される管材, 棒材とシリンダー形状部材製作)でした. フランスのGFRの設計で求められる直径8mm, 肉厚0.8mmのSiC/SiC燃料被覆管のモデル要素の製作では, フランス原子力庁での評価試験において欧米のメーカーの製品と競合し, 唯一基本性能を満たす製品であると評価されています. 同時に, 昨年の福島での原子力発電所の事故を受け, 革新的に安全性を高める原子炉概念として水素爆発の要因となったジルカロイ燃料被覆管を用いない, SiC/SiC燃料被覆管を用いる技術の構築を目指す技術開発として推進中です. GFR/VHTR用複雑形状部材の製造技術を応用した20N級ロケットスラスターの試作にも成功し, 500N級のロケットスラスターの製作へ向けたプリフォームの作成も完了しています. また, 原子炉での加熱実験に用いる耐照射損傷に優れるヒーターとしてSiC/SiCヒーターの製造やホットチャンバー法によるアルミ・ダイキャスト装置の製造技術開発(榊グンダイとの共同研究), SiC/SiCと铸鋼の2層管の製造技術の検討(九州パワーサービス・協栄電気興業との共同研究; 新しい地熱発電方式である, 加圧水型同軸管方式の特許の取得と原理実証実験にも成功している.)などの用途開発も併せて進めており, 実用化を加速する努力は強化されています. 代表的な製品の例を図5に示します.

## 5. 終わりに

NITE法の工業化の努力は間もなく10年を迎えようとしており, この間多くの困難に直面し, 財政的には多くの破たんに関連企業の援助・協力の下での技術体系の進化の繰り返しの中でようやく安定した製品の製造プロセス設計が終了し, 基本的な製造装置の配備も終了しました. 今後, 大学での基礎研究と連携させたベンチャー活動を基本として環境・エネルギー分野での実用化を目指す活動をさらに強化させていきます. これらの活動は室蘭工業大学からの支援や文部科学省の支援に加え多くの同僚にも支えられています. これらに謝意を表すると同時に, 大学時代の友人であり, 異分野から新技術の実用化に熱意を燃やしエネテック総研を創業し, 苦難を分かち合ってくれた三好義洋氏に感謝の意を表します.

## 文 献

- (1) 香山 晃: 工業材料, 〈先端に, 人〉日刊工業出版, **56** (2008), 1-6.
- (2) A. Kohyama, Y. Kohno, H. Kishimoto, J. S. Park and H. C. Jung: Ceramic Engineering and Science Proceedings, **32** (2011), 95-101.

(2012年5月29日受理)  
(連絡先: 〒050-8585 室蘭市水元町 27-1)