

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5349464号
(P5349464)

(45) 発行日 平成25年11月20日 (2013.11.20)

(24) 登録日 平成25年8月30日 (2013.8.30)

(51) Int. Cl.

F I

C O 4 B 35/80 (2006.01)

C O 4 B 35/80 A

C O 4 B 35/83 (2006.01)

C O 4 B 35/80 B

F 1 6 B 37/00 (2006.01)

C O 4 B 35/80 G

C O 4 B 35/52 E

F 1 6 B 37/00 C

請求項の数 22 (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2010-509823 (P2010-509823)
 (86) (22) 出願日 平成20年5月29日 (2008.5.29)
 (65) 公表番号 特表2010-527900 (P2010-527900A)
 (43) 公表日 平成22年8月19日 (2010.8.19)
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2008/056614
 (87) 国際公開番号 W02008/145695
 (87) 国際公開日 平成20年12月4日 (2008.12.4)
 審査請求日 平成22年10月15日 (2010.10.15)
 (31) 優先権主張番号 07109159.9
 (32) 優先日 平成19年5月29日 (2007.5.29)
 (33) 優先権主張国 欧州特許庁 (EP)

(73) 特許権者 512298708
 エスゲーエル カーボン ソシエタス ヨーロピア
 SGL Carbon SE
 ドイツ連邦共和国 ヴィースバーデン ゼー
 ーラインシュトラッセ 8
 Soehnleinstr. 8, D-
 65201 Wiesbaden, Ge
 rmany
 (74) 代理人 100114890
 弁理士 アインゼル・フェリックス＝ライ
 ンハルト
 (74) 代理人 100162880
 弁理士 上島 類

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セラミックス部材のための複合固定具

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

セラミックス部材 (3) を結合するための、2つの端部 (2A, 2B) を備える管状複合部材 (1) において、少なくとも部分的にねじ山が設けられた内面 (4) と、少なくとも部分的にねじ山が設けられ外面 (6) とを有し、且つ無機繊維によって強化された無機マトリックスを含む複合材から形成されており、前記無機マトリックスは、酸化物セラミックス、非酸化物セラミックス、炭素、黒鉛、又はこれらの混合物から成るグループから選択されていることを特徴とする、管状複合部材 (1)。

【請求項 2】

前記管状複合部材の内面 (4) 及び外面 (6) が、軸方向で、内面及び外面の回転軸線に向かってテーパさせられており、これにより、反転した双円錐状の管を形成していることを特徴とする、請求項 1 記載の管状複合部材 (1)。

【請求項 3】

内面 (4) が、軸方向で、内面の回転軸線に向かってテーパさせられており、これにより、前記内面 (4) の反転した双円錐形状を形成していることを特徴とする、請求項 1 記載の管状複合部材 (1)。

【請求項 4】

外面 (6) が、軸方向で、回転軸線から離れる方向に厚くなっており、これにより、前記外面 (6) の二重円錐台形を形成していることを特徴とする、請求項 1 記載の管状複合部材。

10

20

【請求項 5】

外面(6)が、前記外面(6)の反転した双円錐形状を形成するように、軸方向で、外面の回転軸線から離れる方向に厚くなっており、内面(4)が、該内面(4)の二重円錐台形を形成するように、軸方向で、内面の回転軸線に向かってテーパさせられていることを特徴とする、請求項1記載の管状複合部材。

【請求項 6】

両端部(2A, 2B)のうちの一方が、該端部(2A, 2B)の反転した円錐形状を形成するように、端部の回転軸線から離れる方向にテーパさせられていることを特徴とする、請求項1記載の管状複合部材(1)。

【請求項 7】

前記無機繊維は、酸化物セラミックス、非酸化物セラミックス、炭素、黒鉛、又はこれらの混合物から成るグループから選択されていることを特徴とする、請求項1から6までのいずれか1項記載の管状複合部材(1)。

【請求項 8】

前記無機繊維が、前記複合材の少なくとも30体積%を含んでいることを特徴とする、請求項1から7までのいずれか1項記載の管状複合部材(1)。

【請求項 9】

前記無機繊維が、少なくとも10cmの長さを有することを特徴とする、請求項1から8までのいずれか1項記載の管状複合部材(1)。

【請求項 10】

前記管状部材を形成する複合材の、少なくとも10重量%の無機繊維が、円筒体軸方向に対して $-20^{\circ} \sim -10^{\circ}$ 又は $+10^{\circ} \sim +20^{\circ}$ の角度を成す方向に配置されており、前記管状部材を形成する複合材の、少なくとも10重量%の無機繊維が、円筒体軸方向に対して $-90^{\circ} \sim -70^{\circ}$ 又は $+70^{\circ} \sim +90^{\circ}$ の角度を成す方向に配置されていることを特徴とする、請求項1から9までのいずれか1項記載の管状複合部材(1)。

【請求項 11】

前記無機繊維が、フィラメント、束、糸、織物、メリヤス又は編み物、非けん縮織物、不織布、又はこれらの混合物として構成されていることを特徴とする、請求項1から10までのいずれか1項記載の管状複合部材(1)。

【請求項 12】

少なくとも部分的にねじ山が設けられた内面(4)のねじ山が、 $\pm 0.2\text{mm}$ の公差を有することを特徴とする、請求項1から11までのいずれか1項記載の管状複合部材。

【請求項 13】

前記管状複合部材(1)に付加的に、黒鉛、二硫化モリブデン、PTFE、窒化ホウ素、耐火金属、鉱油、又はこれらの混合物のグループから選択された潤滑添加剤が提供されていることを特徴とする、請求項1から12までのいずれか1項記載の管状複合部材(1)。

【請求項 14】

前記管状複合部材(1)に付加的に、短い無機繊維、無機ナノファイバ、又はこれらの混合物のグループから選択された強度改善添加剤が提供されていることを特徴とする、請求項1から13までのいずれか1項記載の管状複合部材(1)。

【請求項 15】

前記管状複合部材(1)に付加的に、リン酸アンモニウム、オルトリン酸亜鉛、リン酸、ホウ酸、酸化第二銅、酸化物セラミックス、耐火金属、又はこれらの混合物のグループから選択された酸化減速添加剤が提供されていることを特徴とする、請求項1から14までのいずれか1項記載の管状複合部材(1)。

【請求項 16】

前記管状複合部材(1)に付加的に、拡張された黒鉛箔から形成されたスリーブが提供されていることを特徴とする、請求項1から15までのいずれか1項記載の管状複合部材(1)。

10

20

30

40

50

【請求項 17】

請求項 1 から 6 までのいずれか 1 項記載の少なくとも 1 つの管状複合部材 (1) によって結合された少なくとも 2 つのセラミックス部材 (3) を含むセラミックス部材 (3) アセンブリにおいて、前記管状複合部材 (1) の端部 (2A, 2B) が、2 つの隣接するセラミックス部材 (3) のそれぞれの対応する環状溝 (9) に螺入されていることを特徴とする、セラミックス部材 (3) アセンブリ。

【請求項 18】

隣接するセラミックス部材 (3) の環状溝 (9) がそれぞれ異なる深さを有することを特徴とする、請求項 17 記載のセラミックス部材 (3) アセンブリ。

【請求項 19】

少なくとも部分的にねじ山が設けられた内面と、少なくとも部分的にねじ山が設けられた外面とを有する、セラミックス部材を結合するための管状複合部材 (1) を製造する方法において、

(a) 無機繊維を、プレセラミックスプレカーサー、高炭素発生炭素質材料、又はこれらの混合物から成るグループから選択されているマトリックス材料を用いて含浸し、

(b) ± 0.2 mm の公差を有する少なくとも部分的にねじ山が設けられた溝を有するマンドレルを提供し、

(c) 前記含浸された繊維を、張力を加えながら、2 つ以上の方向で前記マンドレルに巻き付け、管状部材を形成し、

(d) ねじ山付き外面が提供される管状部材の少なくとも一部を包囲するための複数のダイス部材を有する概して円筒状のダイスを提供し、

(e) 圧縮ステップにおいて、加熱されたダイス部材を管状部材に対して閉鎖し、ねじ山付き外面を形成し、

(f) ダイス部材を解放し、

(g) 該管状部材をマンドレルにおいて 500 までの高温で硬化させ、

(h) 前記管状部材を、好適には不活性雰囲気中で 3200 までの高温において熱処理することを特徴とする、管状複合部材 (1) を製造する方法。

【請求項 20】

管状部材が、硬化の後にマンドレルから取り外されることを特徴とする、請求項 19 記載の方法。

【請求項 21】

熱分解された管状部材が、含浸の後に熱分解することによって又は化学的蒸気浸透によってさらなる高密度化を受けることを特徴とする、請求項 19 又は 20 記載の方法。

【請求項 22】

無機繊維が、酸化物セラミックス、非酸化物セラミックス、炭素、黒鉛、又はこれらの混合物から成るグループから選択されていることを特徴とする、請求項 19 から 21 までのいずれか 1 項記載の方法。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、工業用セラミックス部材のための固定又は結合エレメントに関する。

【0002】

発明の背景

工業用セラミックス及び特に繊維強化セラミックスは、低い比重量及びその他のより独特な特性と組み合わせられた高温耐久性により、様々な工業用途及び宇宙用途のためのますます重要な材料のグループに属する。

【0003】

本発明による工業用セラミックス (最新セラミックス、エンジニアリングセラミックス、ニューセラミックス、又はファインセラミックスとも呼ばれる) は、アルミナ又はジルコニア等の酸化物又はムライト等の混合物、又は炭素/黒鉛、炭化物、窒化物、ホウ化物

10

20

30

40

50

、ケイ化物等の非酸化物から成るモノリシック材料であるか、又は無機繊維（例えば、炭素／黒鉛、SiC、アルミナ）で強化された前記材料を含むセラミックスマトリックスから成る複合材である。後者の複合材料は、炭素繊維／黒鉛繊維を備えた炭素マトリックス／黒鉛マトリックスから成る、炭素繊維強化複合材（CRFC）と、C/SiC、SiC/SiC、及び Al_2O_3/Al_2O_3 等のセラミックスマトリックス複合材（CMC）（第1のものは繊維の組成を表し、第2のものはマトリックス材料を表す）とに分割される。文献において、専ら炭素をベースとする材料は、時には、工業用セラミックスとは別の材料分類として取り扱われるが、この材料の特性は工業用セラミックスのものと同一であるので、この材料は明らかに本発明の範囲に含まれる。

【0004】

10

現在では、冶金、熱保護、ロケット推進システム等の高温用途（1000 を超える）のための複数の構造部材は、これらの材料から製造される。より大型の部材が、分離及び結合の原理に従って、個々の部材からの技術的な単純さ及び経済的な考慮の理由から製造される。このような部材を結合するために固定エレメントが必要である。固定エレメントの一般的な重要性は、固定エレメントがしばしば、用途に応じて最も重要且つ最も普及した構造エレメントであるということを考慮した場合に明らかになる。ねじ結合は、機械構造、宇宙構造、及び多くのその他の技術分野において従来から極めて重要である。

【0005】

引き続き部材を結合するための方法は、単純且つ経済的でなければならないが、結合されるべき部材の負荷容量及び用途に関する制限、例えば温度範囲に関する制限が妨げられないように、これらの部材と構造的に両立可能なエレメントをも提供しなければならない。しかしながら、高温において使用されるセラミックス部材の場合、これは、慣用の材料、例えば金属材料の固定エレメントでは不可能である。金属の固定エレメントは一般的に有利な特性を有するが、本質的にセラミックス部材を結合するためには適していない。著しく大きな熱膨張係数（CTE）と、流動する傾向と、セラミックス材料の温度範囲に関して依然として比較的低い温度における比較的低い負荷容量、及び酸化感度により、金属の固定エレメントは、高温において、小さな範囲でのみ使用されることが出来る。繊維強化セラミックスの場合に典型的である既に1000 を超える作動温度において、金属のねじはもはや使用されることができない。

20

【0006】

30

従来技術において、複合材料からねじ及びボルトを製造するための様々な試みが説明されている。米国特許第4717302号明細書において、複合固定具（300 未満の温度にのみ適している）が記載されており、この複合固定具は、まず、多次元の織られた繊維から等方性ブロックを形成し、次いで、このようなブロックを所望のナット又はボルトの形状に機械加工することによって製造される。このアプローチの主な欠点は、ねじ山の領域における強化繊維の切断であり、これは、引張応力を受けた場合にねじ山がせん断される程度にまでねじ山を著しく弱める。米国特許第5127783号明細書には、コアと、コアの外側に接合されたねじ山規定エレメントと、織物製造方法により得られたコアにねじ山規定エレメントを固定する強化織物層とを有するCFRC又はCMCねじ山付き部材が記載されている。しかしながら、このような得られたねじ山付き部材は、寸法精度を欠き、さらに、ねじ山、すなわち取り付けられたねじ山規定エレメントは、引張応力を受けるとせん断される。

40

【0007】

上記の例の他に、複合ナット及びボルトへの様々なその他の発明アプローチが記載されている。しかしながら、固定システム"ナット及びボルト"は、木製部材又は金属部材を、同じ材料から形成されたナット及びボルトを用いて結合するという目的のために従来開発された。この概念を、セラミックス部材を固定することに単に転換することは、所望の解決手段を提供しない。なぜならば、セラミックスは木材又は金属と比較してかなり脆いからである。この問題はさらに、セラミックスが特に熱サイクル及び／又は熱衝撃条件の下で高温（1000 を超える）において使用される場合に顕著となる。このような条件下

50

では、固定部材（ボルト）が係合するための穴を備えるセラミックス部材は、穴の領域においてき裂を生じる傾向があり、最終的に、セラミックス部材の破局的故障を生じる。この状況は、異なる材料から形成された部材が結合される場合又は固定部材のために使用される場合、それらの熱膨張係数（CTE）が異なるため、悪化する。結合されるセラミックス部材の作動条件が、異なる方向への機械的な動負荷を含む場合、さらに劣悪な状況が乗じる。

【0008】

セラミックス部材は、例えば金属とは全く異なるこのような作動条件に従う。したがって、発明者は、適切な固定エレメントを設計する場合に全てのこれらの相違点を考慮しなければならない。

10

【0009】

したがって、本発明の目的は、1000 を超える温度に曝されるセラミックス部材のための固定エレメントを提供することである。

【0010】

発明の概要

前記目的及びその他の目的を考慮して、本発明によれば、少なくとも部分的にねじ山が設けられた内面を有しており、無機繊維で強化された無機マトリックスを含む複合材から形成された、セラミックス部材を結合するための、2つの端部を備えた環状の複合部材が提供される。

20

【0011】

ねじは、金属又は木材から形成されている場合完全な結合手段であってよいが、無機繊維から形成されている場合、常に妥協が存在する。なぜならば、この無機繊維はかなり脆いが、引張を受けた場合に例外的でないならば一般的に良好な強度を示すことが知られているからである。慣用のねじ設計の前記欠点の他に、機械的荷重及び/又は温度変化を受けるセラミックス部材を結合するために使用される場合、比較的脆いセラミックス部材は、直ぐに割れ始め、その後直ぐに破局的故障モードを生じる。これらの問題を解決するために、引張強度に基づいて、無機繊維の脆性を考慮した管状の結合部材設計が発明された。

【0012】

管状部材は好適には回転軸線に関して対称的に成形されているが、僅かにだ円形に形成されていてもよい。後者の形状は、ねじ戻しを回避するための手段を提供する。

30

【0013】

さらに、管状部材は、位置決め、ロッキング及び/又はねじ戻しのための手段を提供する表面に様々なエンボス加工、溝又はその他の相補的な形状を有してよい。しかしながら、このような相補的な形状は好適には、管状部材の熱分解の前に繊維巻付け/埋設技術によって生ぜしめられるべきであり、引き続きその表面に機械加工されるべきではない。

【0014】

反転された双円錐管実施形態を除いて、管状複合部材の外面には、少なくとも部分的にねじ山を有する内面に加えて、少なくとも部分的にねじ山が設けられていてよい。

40

【0015】

1つの実施形態によれば、前記管状部材の内面及び外面は、軸方向で、回転軸線に向かってテーパされており、これにより、反転した双円錐管を形成している。内面及び外面のテーパ角は必ずしも同じではない。外面のテーパ角は、両方の反転した円錐が接合する赤道領域における機械的強度を増大するために、内面のテーパ角よりも小さくなっていてよい。

【0016】

別の実施形態によれば、管状複合部材の内面は、軸方向で、回転軸線に向かってテーパしており、これにより、内面の反転した双円錐形状を形成している。

【0017】

50

別の実施形態によれば、外面は、軸方向で、その回転軸線から離れる方向に厚くなっており、これにより、外面の二重円錐台形を形成している。

【0018】

別の実施形態によれば、外面は、軸方向で、その回転軸線から離れる方向に厚くなっており、内面は、軸方向で、回転軸線に向かってテーパされている。

【0019】

管状部材は、回転軸線に対して垂直な平面に関して対称的でなくてもよい。管状部材の両端部は、異なる長さ及び／又は異なる形状をも有してよい。

【0020】

別の実施形態によれば、管状部材の両端部のうちの一方は、前記端部の反転した円錐形を形成するように、回転軸線から離れるようにテーパされている。

10

【0021】

管状複合部材は、酸化物セラミックス、非酸化物セラミックス、炭素、黒鉛又はこれらの混合物から成るグループから選択された無機繊維で強化されている。複合マトリックスは同じ材料のグループから提供される。典型的な酸化物セラミックスは、アルミナ又はジルコニア又はムライト等の酸化物の混合物である。典型的な非酸化物セラミックスは、様々な元素の、炭化物、窒化物、ホウ化物、ケイ化物であるのに対し、炭化ケイ素、窒化ケイ素、及び窒化ホウ素は、このカテゴリの最も一般的な部材である。炭素は、様々な炭素質材料、例えば樹脂又はピッチから、又はポリアクリロニトリル(PAN)又はポリイミド等のポリマから引き出されることができる。炭素がさらに2000を超える温度において熱分解(黒鉛化とも呼ばれる)されるならば、炭素は次第に黒鉛に変換される。

20

【0022】

本発明の管状複合部材は、1000以上の高温に耐えることができないとしない。熱負荷及び機械的負荷及び継続時間等の作動条件に応じて、及び結合されるセラミックス部材の性質(特に熱膨張係数(CTE)の適合又は不適合)に応じて、様々なタイプの繊維、マトリックス材料、又はこれらの混合物が選択されることができる。例えば温度が2000よりも高く、作動雰囲気が無酸素であるならば、繊維及びマトリックスは、炭素又は黒鉛から選択されることが最も好適である。適切な繊維及びマトリックス材料の選択基準は、当業者に知られている(引用された文献も参照されたい)。

【0023】

30

管状複合部材は、炭素/黒鉛繊維を備えた炭素/黒鉛マトリックスから成る、炭素繊維強化複合材(CRFC)から成ってよい。炭素繊維は、ポリアクリロニトリル(PAN)又はピッチから得られてよく、高弾性又は低弾性等の様々な変化態様における高引張り(25kフィラメント以上)又は低引張り(25kフィラメント以下)としての様々な供給源から商業的に利用可能である。このような炭素繊維は特に制限されていないが、特に好適にはポリアクリロニトリルベースの炭素繊維である。さらに、これらの炭素繊維は概して15µm以下、好適には7~13µmの繊維直径を有する。

【0024】

炭素マトリックスは、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ウレタン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂、ポリシアネート樹脂、メラミン樹脂等から選択された熱硬化性樹脂から得られてよいが、好適にはフェノール樹脂又はフラン樹脂から得られてよく、又はピッチベースであることができるか、炭素が豊富な気相から炭素の気相成長(CVD)又は蒸気浸透(CVI)によって提供されてよい。マトリックスは、通常、マトリックス浸透/含浸及び硬化の複数の連続するサイクルにおいて高密度化され、その後、約1000で、不活性ガス雰囲気中で熱分解される。炭素繊維強化複合材(CFRC)は最終工程において2000~2500で黒鉛化されることができる。炭素繊維強化複合材(CFRC)を製造するための様々な方法が当業者に知られており、文献に詳細に記載されている(例えば、"Carbon Reinforcements and Carbon/Carbon Composites", E.Fitzer, L.M.Monocha, Springer-Verlag, 1998が参照される)。管状複合部材は、C/SiC、SiC/SiC、及びAl₂O₃/Al₂O₃等のセラミックスマトリックス複合材(CMC)から成っていても

40

50

よく、この場合、第1のものは繊維組成を表し、第2のものはマトリックス材料を表している。セラミックスマトリックス複合材(CMC)を製造するための様々な方法は当業者に知られており、文献に詳細に記載されている。"Handbook of Ceramic Composites", N. Basnal, Kluwer Academic Publishers, 2005は、強化繊維を含むCMCを得るための多くの様々な方法を要約しており、したがって引用文献として含まれる。本発明の管状複合部材を得るための好適な方法は、CFRC部材の液体シリコン含浸によりC/SiCを製造することである。その他の好適な方法は、大気温度又はより高い温度において連続する固相に形成されてよいプレセラミックスマトリックス材料の使用を含む。プレセラミックスプレカーサーの選択は、選択された繊維基板材料に関連するその処理能力と、関連するコストとによって決定される。シリコンを、その他の酸化物で混成されたシリカに変換することは、現在では好適なセラミックスのタイプである。その他のプレセラミックスプレカーサーが、利用可能性及びコストに応じて、同様の配合シナリオを有する管状部材を成功して製造することに適用されることができる。例は、炭化ケイ素のためのポリカルボシランプレカーサー、オキシ炭化ケイ素のためのオキシ炭化ケイ素プレカーサー、窒化ケイ素を形成するためのポリシラザンプレカーサーであり、これらは、それぞれ、Si-C、SiO-C及びSi-Nのバックボーンを形成する。

10

【0025】

本発明の管状複合部材に所要の強度を提供するために、無機繊維は、前記複合材の少なくとも30体積%を含まなければならない。

【0026】

20

無機繊維は、フィラメント、束、糸、織物、メリヤス、編物、非けん縮織物、不織布、又はこれらの混合物として構成されることができる。最も好適には、繊維は、連続的な繊維又はフィラメントとして提供されている。さらに、前記無機繊維は、好適には少なくとも100mmの最小長さを有するべきである。繊維が短すぎると、管状部材は割れを生じ、最終的に、結合されたセラミックス部材が受ける機械的な力によって引き裂かれる。

【0027】

管状部材を製造するために使用される無機繊維は、同じであるか、又は必要であれば異なっていてよい。例えば、様々なタイプの炭素繊維が組み合わせられてよいか、又は管状部材を巻くためにセラミックス繊維と組み合わせられてよい。

【0028】

30

十分に強い管状複合部材を製造するために、無機繊維は、2つ以上の方向に整合させられるべきである。通常、複数の力が、継手の機械的荷重態様を支配するので、張力又はひずみは1つの方向に限定されない。繊維複合体技術において周知のように、繊維の複数の層を積層することが賢明であり、これらの層の少なくとも幾つかは、互いに15°又は30°の増分の角度に向けられている。

【0029】

本発明による管状部材を製造するために、前記管状部材を形成する繊維の少なくとも10重量%、好適には少なくとも20重量%が、円筒軸方向に対して±10°~20°の角度を成す方向に配置されており、前記管状部材を形成する繊維の少なくとも10重量%、好適には少なくとも20重量%が、円筒軸方向に対して±70°~90°の角度を形成する方向に配置されている。この組み合わせられた繊維向き付けは、継手に課せられる様々な機械的荷重に対処するために必要である。付加的な繊維方向は、幾何学的要因及び機械的要因に応じて提供される。好適には、前記管状部材を形成する繊維は、付加的に、円筒軸方向に対して±40°~50°の角度を形成する方向に配置されている。

40

【0030】

本発明の好適な実施形態において、付加的に、繊維は、ねじ山の側面に対して平行に延びている。

【0031】

本発明の最も重要な特徴の1つは、±0.2mm未満の公差を備えた少なくとも部分的にねじ山が設けられた内面のねじ山であるのに対し、この公差は、型と同様の表面に機械

50

加工されたねじ山形状を有するマンドレルに張力を加えながら繊維を巻き付けることによって専ら達成される。巻付け張力は、さらに、少なくとも部分的にねじ山が設けられた内面の耐荷重ねじ山に予張力を提供する。巻付け時に加えられる張力は、繊維の引張強さに大きく依存し、所要の予張力にも多少依存する。

【 0 0 3 2 】

選択的な、少なくとも部分的にねじ山が設けられた外面は、ニアエンド形状形式で繊維又は繊維材料を巻き付けた後、表面に機械加工されたねじ山形状を有する加熱された型を最終的に適用することによって提供される。このようなニアエンド形状の巻かれたねじ山は、様々なジオメトリを有しており、これらのジオメトリは、繊維及び結合されたセラミックス部材の寸法及び機械的特性と、結合された部材が使用される作動条件とによって支配される。

10

【 0 0 3 3 】

以下の段落は、炭素繊維強化複合材 (C F R C) から形成された管状部材のための製造の詳細を例として説明しているが、記載された手順は C M C (セラミックスマトリックス複合体) 製造のために極めて類似しているので、本発明の範囲を制限するべきではない。

【 0 0 3 4 】

炭素繊維強化複合材 (C F R C) から形成された本発明の管状部材は、本発明の目的に適した比率で前記材料を用いて前記炭素繊維を含浸し、含浸された繊維を円筒状にマンドレル上に成形し、管状部材を硬化及び熱分解することによって製造されることができる。管状部材は、さらに、付加的な耐酸化性又はその他の作動寿命向上特性を提供するために (例えばシリコンを用いて) 被覆されることができる及び / 又はさらに黒鉛化されることができる。

20

【 0 0 3 5 】

本発明による、炭素繊維強化複合材 (C F R C) から形成された管状部材は、様々な方法によって製造されることができる。方法は、特に、プリプレグを使用する方法、フィラメントワインディングによる方法、これらの適切な組み合わせである方法等である。

【 0 0 3 6 】

プリプレグを使用する方法は、一般的に、プリプレグを提供するために熱硬化樹脂配合物 (例えばフェノール樹脂配合物) 又はピッチを炭素繊維束に含浸させ、プリプレグを適切な方向に切断し、各層における炭素繊維が意図された方向に整合させられるように、切断されたプリプレグを円筒状の型の周囲に複数の層を成すように巻き付け、必要に応じて収縮テープをプリプレグ上に提供し、プリプレグ積層体を、提供された圧力下で加熱することによって行われる。

30

【 0 0 3 7 】

フィラメントワインディングによる方法は、一般的に、ストランドを提供するために熱硬化樹脂配合物 (例えば不飽和ポリエステル樹脂配合物) 又はピッチを炭素繊維束に含浸させ、マンドレル上に所定の厚さの円筒体を提供するためにストランドをマンドレルの周囲に意図された角度で複数の層に巻き付け、円筒体を熱硬化させることによって行われる。プリプレグを使用する方法は特定の制限を有さない。しかしながら、硬化収縮又は加熱収縮によって生ぜしめられるひずみを制御するために、繊維の方向等が積層体の厚さ方向で対称的になるようにプリプレグを積層することが望ましい。

40

【 0 0 3 8 】

炭素繊維布が複数の層に積層され、積層体に樹脂又はピッチを含浸させる方法、又は炭素繊維布を含むプリプレグが複数の層に積層される方法が使用されてもよい。

【 0 0 3 9 】

管状部材を製造するために、純粋なフィラメントワインディングの方法は好適である。なぜならば、この方法は、所要のねじ山巻きを所要の形状及び精度で巻くことを最も良く許容するからである。巻付けプロセスの間のねじ山の形成は、製造された円筒体に、フライス削り、研磨等の機械加工を行うことを省略する。

【 0 0 4 0 】

50

炭素繊維と熱硬化性樹脂又はピッチの比率（体積比）は、75：25～50：50、好適には60：40～50：50である。

【0041】

フィラメントは、製造される円筒体によって要求される強度を満足させるために適切な厚さに積層されている。強度要求は、付加的に、巻付けの間に増大する機械的剛性のための赤道に位置するクロスビームによって満たされることができる。

【0042】

このように巻き付けられた管状部材は、500 までの高温においてマンドレル上で硬化され、その後、管状部材をマンドレルから取り外し、管状部材を、好適には不活性雰囲気中で3200 までの高温において熱処理する。不活性ガス雰囲気は、特に酸化物繊維及び酸化物マトリックスから形成されたセラミックスマトリックス複合体（CMC）の場合には不要である。

【0043】

別の実施形態において、硬化された管状部材はマンドレル上に残され、好適には不活性雰囲気中で3200 までの高温でさらに熱処理される。この実施形態のマンドレル材料は、黒鉛等の、適切な耐熱性材料から形成されていなければならない。

【0044】

管状部材の寸法及び形状に応じて、マンドレルは、一片として又は2つの隣接する部材として提供されるか、又はマンドレルに組み付けられた複数の個々のセグメントから成っている。

【0045】

管状複合部材には、付加的に、黒鉛、二硫化モリブデン、PTFE、窒化ホウ素、耐火金属、鉱油、又はこれらの混合物のグループから選択された潤滑添加剤が提供されてよい。

【0046】

さらに、管状複合部材には、付加的に、短い無機繊維、無機ナノファイバー、又はこれらの混合物のグループから選択された強度改善添加剤が提供されてよい。

【0047】

管状複合部材には、付加的に、リン酸アンモニウム、オルトリン酸亜鉛、リン酸、ホウ酸、酸化第二銅、酸化物セラミックス、耐火金属、又はこれらの混合物のグループから選択された酸化減速添加剤が提供されてよい。

【0048】

管状複合部材には、付加的に、酸化減速剤として作用し且つ外面に潤滑を提供する、発泡黒鉛箔から形成されたスリーブが提供されてよい。

【0049】

本発明の結合されるべきセラミックス部材は、酸化物セラミックス、非酸化物セラミックス、炭素、黒鉛、又はこれらの混合物から成るグループから選択されている。これらは、当業者に知られた方法によって製造される。様々な本発明の幾何学的形状又は特徴は、適切な成形技術、このような形状又は特徴の機械加工、又は両者の組み合わせによって提供される。

【0050】

本発明のセラミックス部材は、内側シェル面と、外側シェル面と、底部とを有する少なくとも1つの環状溝が設けられた少なくとも1つの面を有しており、内側シェル面には少なくとも部分的にねじ山が設けられている。

【0051】

別の実施形態において、外側シェル面には少なくとも部分的にねじ山が設けられている。

【0052】

別の実施形態において、少なくとも1つの環状溝の内側シェル面は、軸方向で、切頭体を形成したセラミックス部材の少なくとも1つの溝付き面に向かってテーパさせられてい

10

20

30

40

50

る。

【0053】

別の実施形態において、少なくとも1つの環状溝の外側シェル面は、軸方向で、セラミックス部材の少なくとも1つの溝付き面に向かって拡大されている。

【0054】

別の実施形態において、少なくとも1つの環状溝の内側シェル面は、軸方向で、切頭体を形成するセラミックス部材の少なくとも1つの溝付き面に向かってテーパさせられており、前記環状溝の外側シェル面は、セラミックス部材の少なくとも1つの溝付き面に向かって拡大されている。

【0055】

別の実施形態において、セラミックス部材の前記少なくとも1つの面には、付加的に、前記セラミックス部材を、隣接するセラミックス部材に対して正確に位置決め及び/又はロックするための手段が設けられており、この手段は、ダブテール、ピン、ランド、楔等及び/又は溝、凹所、突出部等の協働する形状から成るグループから選択される。

【0056】

別の実施形態において、セラミックス部材の少なくとも部分的にねじ山が設けられた領域のねじ山は、黒鉛、二硫化モリブデン、PTFE、窒化ホウ素、耐火金属、鉱油、又はこれらの混合物のグループから選択された潤滑添加剤で被覆されている。

【0057】

別の実施形態において、セラミックス部材の内側シェルの少なくとも部分的にねじ山が設けられた領域のねじ山は、管状結合部材の公差に合致するように ± 0.2 mm未満の公差を有する。

【0058】

本発明によるセラミックス部材アセンブリは、適切な形状を備える本発明による少なくとも1つの管状複合部材によって結合された本発明による少なくとも2つのセラミックス部材を含むのに対し、前記管状複合部材の端部は、2つの隣接するセラミックス部材のそれぞれの対応する環状溝に螺入されている。本発明によるセラミックス部材アセンブリにおいて、隣接するセラミックス部材の環状溝は、異なる深さを有してよい。

【図面の簡単な説明】

【0059】

【図1】図1A～Kは、本発明による管状複合部材の様々な実施形態を示す断面図である。

【図2】図2A～Cは、本発明によるセラミックス部材の様々な実施形態の環状溝領域を示す断面図である。

【図3】図3A～Cは、本発明によるセラミックス部材の様々な実施形態の環状溝領域を示す上面図である。

【図4】図4A～Fは、本発明によるセラミックス部材の様々な実施形態の接合領域を示す断面図である。

【0060】

図1Aには、少なくとも部分的にねじ山が設けられた内面4を有する、無機繊維によって強化された無機マトリックスを含む複合材から形成された、セラミックス部材3を結合するための、2つの端部2A及び2Bを備えた管状複合部材1の断面図が示されている。

【0061】

図1Bには、少なくとも部分的にねじ山が設けられた内面4及び少なくとも部分的にねじ山が設けられた外面5を有する、セラミックス部材3を結合するための、2つの端部2A及び2Bを備えた管状複合部材1の断面図が示されている。

【0062】

図1Cには、少なくとも部分的にねじ山が設けられた内面4を有する、セラミックス部材3を結合するための、2つの端部2A及び2Bを備えた管状複合部材1の断面図が示されている。この実施形態において、端部2Aのみが、少なくとも部分的にねじ山が設けら

10

20

30

40

50

れた外面 5 をも有している。さらに、図示された実施形態において、両端部 2 A 及び 2 B の一方 2 B は、前記端部 2 B の反転された円錐形状を形成するように、回転軸線から離れる方向にテーパされている。

【 0 0 6 3 】

図 1 D において、管状複合部材 1 の断面図が示されており、この場合、少なくとも部分的にねじ山が設けられた内面 4 と、外面 6 とが、軸方向で、回転軸線に向かってテーパされており、これにより、反転された双円錐状の管を形成している。図 1 E において、この実施形態は、クロスビーム 7 によってさらに機械的に剛性化されている。

【 0 0 6 4 】

図 1 F において、管状複合部材 1 の断面図が示されており、この場合、少なくとも部分的にねじ山が設けられた内面 4 は、軸方向で、回転軸線に向かってテーパされており、これにより、前記内面の反転された双円錐形状を形成している。図 1 G において、この実施形態は、クロスビーム 7 によってさらに機械的に剛性化されている。

【 0 0 6 5 】

図 1 H において、管状複合部材 1 の断面図が示されており、この場合、外面 6 が、軸方向で、回転軸線から離れる方向に厚くなっており、これにより、前記外面 6 の二重円錐台形状を形成している。

【 0 0 6 6 】

図 1 I において、管状複合部材 1 の断面図が示されており、この場合、少なくとも部分的にねじ山が設けられた内面 4 は、前記内面 4 の反転された双円錐形状を形成するように、軸方向で、回転軸線に向かってテーパされており、外面 6 は、前記外面 6 の二重円錐台形状を形成するように、軸方向で、回転軸線から離れる方向に厚くなっている。

【 0 0 6 7 】

図 1 J において、図 1 に示された実施形態に、付加的に、少なくとも部分的にねじ山が設けられた外面 5 が提供されている。

【 0 0 6 8 】

図 1 K において、図 1 に示された実施形態は、クロスビーム 7 によってさらに機械的に剛性化されている。

【 0 0 6 9 】

図 2 A において、本発明によるセラミックス部材 3 の環状溝領域の断面図が示されている。セラミックス部材 3 は、内側シェル面 1 0 と、外側シェル面 1 1 と、底部 1 2 とを含む少なくとも 1 つの環状溝 9 が設けられた少なくとも 1 つの外面を有しており、内側シェル面 1 0 には少なくとも部分的にねじ山が設けられている。

【 0 0 7 0 】

図 2 B において、セラミックス部材 3 の環状溝領域の断面図が示されており、この場合、少なくとも 1 つの環状溝 9 の内側シェル面 1 0 は、軸方向で、円錐台を形成するセラミックス部材 3 の少なくとも 1 つの溝付き面 8 に向かってテーパされている。

【 0 0 7 1 】

ここには示されていない別の実施形態においては、少なくとも 1 つの環状溝 9 の外側シェル面 1 1 は、軸方向で、セラミックス部材 3 の少なくとも 1 つの溝付き面 8 に向かって拡大されている。

【 0 0 7 2 】

図 2 C において、セラミックス部材 3 の環状溝領域の断面図が示されており、この場合、少なくとも 1 つの環状溝 9 の内側シェル面 1 0 が、軸方向で、円錐台を形成するセラミックス部材 3 の少なくとも 1 つの溝付き面 8 に向かってテーパされており、前記管状溝 9 の外側シェル面 1 2 は、軸方向で、セラミックス部材 9 の少なくとも 1 つの溝付き面 8 に向かって拡大している。さらに、外側シェル面 1 2 は、図示された実施形態において少なくとも部分的にねじ山が設けられている。

【 0 0 7 3 】

図 3 A には、本発明のセラミックス部材 3 の環状溝領域の上面図が示されている。セラ

10

20

30

40

50

ミックス部材 3 は、内側シェル面 1 0 と、外側シェル面 1 1 と、底部 1 2 とを含む 1 つの環状溝 9 が設けられた溝付き面 8 を有しており、内側シェル面 1 0 には少なくとも部分的にねじ山が設けられている。

【 0 0 7 4 】

図 3 B には、本発明のセラミックス部材 3 の環状溝領域の上面図が示されている。セラミックス部材 3 は、内側シェル面 1 0 と、外側シェル面 1 1 と、底部 1 2 とを含む 1 つの環状溝 9 が設けられた溝付き面 8 を有しており、内側シェル面 1 0 及び外側シェル面 1 1 には少なくとも部分的にねじ山が設けられている。

【 0 0 7 5 】

図 3 C において、本発明のセラミックス部材の環状溝領域の上面図が示されている。セラミックス部材 3 は、2 つの環状溝 9 が設けられた溝付き面 8 を有しており、各環状溝 9 は、内側シェル面 1 0 と、外側シェル面 1 1 と、底部 1 2 とを有しており、内側シェル面 1 0 には少なくとも部分的にねじ山が設けられている。

【 0 0 7 6 】

図 4 A において、本発の少なくとも 1 つの管状複合部材 1 によって結合された本発明の少なくとも 2 つのセラミックス部材 3 を有する、本発明によるセラミックス部材アセンブリの断面図が示されているのに対し、前記管状複合部材 1 の端部 2 A 及び 2 B は、2 つの隣接するセラミックス部材 3 の対応する環状溝 9 に螺入されている。

【 0 0 7 7 】

図 4 B ~ F は、個々の形状の管状複合部材 1 によって結合された様々な管状溝 9 を備えるセラミックス部材 3 の様々な実施形態を示している。

【 0 0 7 8 】

別の実施形態において、隣接するセラミックス部材 3 の環状溝 9 はそれぞれ異なる深さを有してよい。

【実施例】

【 0 0 7 9 】

1 2 0 0 0 本の、高弾性の、P A N ベースの炭素繊維（直径：1 0 μ m）の 5 つの束から成る粗糸が、張力を加えられながら、5 0（炭素繊維）：5 0（フェノール樹脂）の体積比でフェノール樹脂で含浸され、これにより、炭素繊維が同じ方向に配置された、2 0 0 μ m の厚さの炭素繊維含有樹脂フィルムを製造する。

【 0 0 8 0 】

アルミニウムから形成された円筒状のマンドレルには、ねじ山付きの溝が提供された。この炭素繊維含有樹脂フィルムは、マンドレルの周囲に複数の層で巻き付けられ、この場合、各層における炭素繊維は、繊維の 5 0 重量% が円筒体軸線方向に対して $\pm 1 0 \sim 2 0^\circ$ の角度を成して配置され、前記管状部材を形成する繊維の 5 0 重量% が円筒体軸線方向に対して $\pm 7 0 \sim 9 0^\circ$ の角度を形成して配置されるようになっていた。その後、収縮テープがフィルム上に巻き付けられた。結果として生じた積層体は、硬化のために加熱された。硬化の後、円筒体はマンドレルから取り外され、不活性ガス雰囲気中で 1 0 0 0 で炭化された。

【 0 0 8 1 】

このように製造された C F R C 円筒体は、1 8 0 m m の長さ、3 1 6 m m の外径と、3 0 0 m m の内径とを有していた。ねじ山が設けられた内面は、1 0 m m のねじ山ピッチと、3 m m のねじ山深さと、3 m m のねじ山半径（R 3）とを有していた。

【 0 0 8 2 】

それぞれが 2 0 0 0 m m の長さ及び 7 5 0 m m の直径を有する、合成黒鉛の 2 つの円筒体片に、それぞれ、1 0 0 m m の深さと、4 2 5 m m の外径と、3 6 0 m m の内径とを有する環状溝が提供された。環状溝の内側シェル面は、C F R C 円筒体のねじ山設計と合致するように、C N C 切削工具によって完全にねじ切りされた。

【 0 0 8 3 】

黒鉛の両方の円筒体片は、C F R C リングを環状溝のそれぞれに螺入することによって

10

20

30

40

50

緊密に組み立てられた。

【 0 0 8 4 】

このようにして完成されたアセンブリは、接合部から落下することなく 1 5 0 0 において高温金属浴において動的機械的力と急速浸漬時間とに曝された。

【 0 0 8 5 】

これらの試験及びその他の試験は、セラミックス部材が、特に熱サイクル及び熱衝撃条件及び異なる方向での動的機械的荷重の下で高温（ 1 0 0 0 を超える温度）において使用される場合に、本発明が、セラミックス部材を固定／接合するための有効な解決手段を提供することを示した。

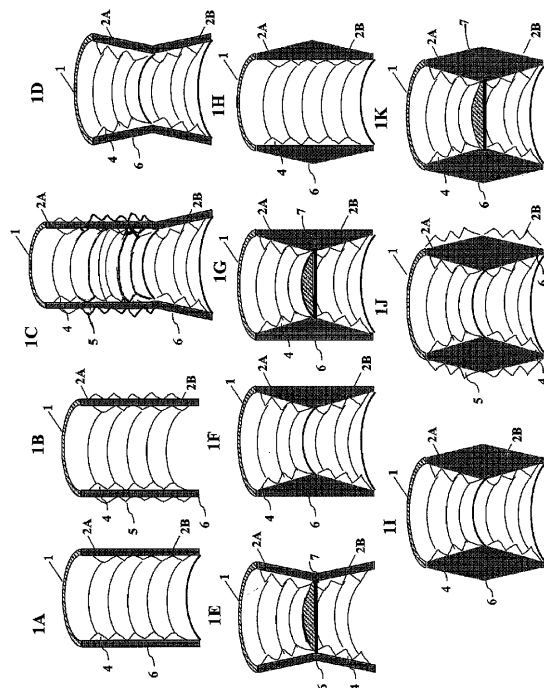
【符号の説明】

10

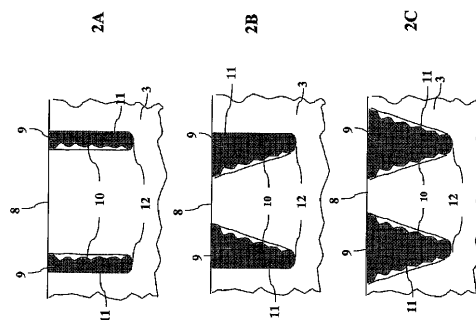
【 0 0 8 6 】

1 管状複合部材、 2 A , 2 B 端部、 3 セラミックス部材、 4 内面、 5 外面、 6 外面、 8 溝付き面、 9 環状溝、 1 0 内側シェル面、 1 1 外側シェル面、 1 2 底部

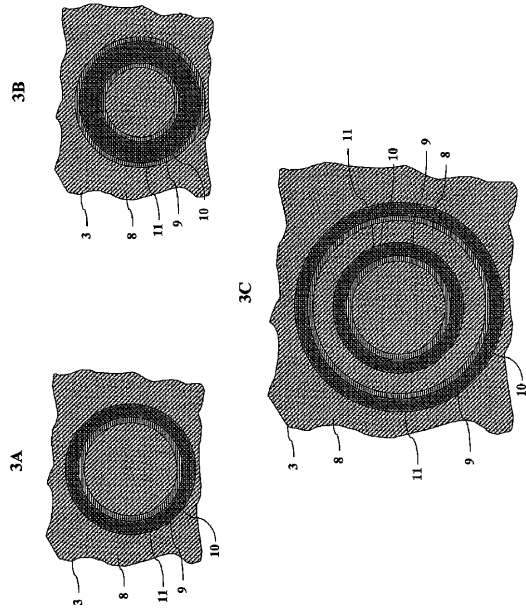
【 図 1 】



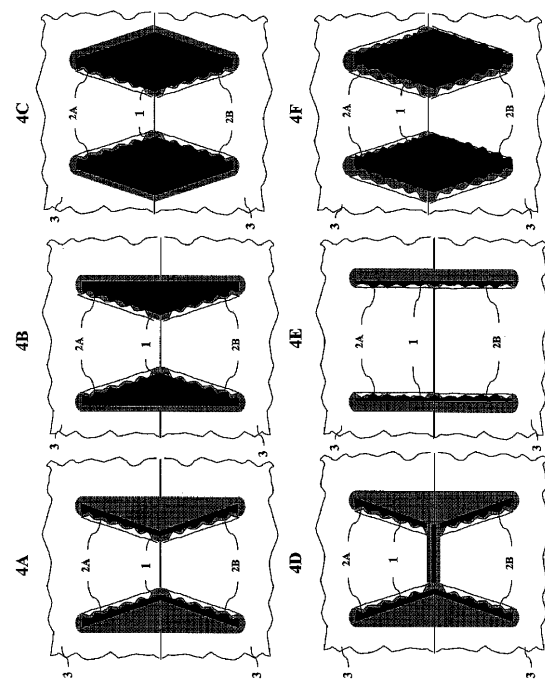
【 図 2 】



【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

- (74)代理人 100061815
弁理士 矢野 敏雄
- (74)代理人 100099483
弁理士 久野 琢也
- (74)代理人 100112793
弁理士 高橋 佳大
- (74)代理人 100128679
弁理士 星 公弘
- (74)代理人 100135633
弁理士 二宮 浩康
- (72)発明者 ジョン モントミニー
アメリカ合衆国 ノースカロライナ ムーアスヴィル キャッスルズ ゲート ドライブ 268
- (72)発明者 カール ヒングスト
ドイツ連邦共和国 アウグスブルク ローレンツ - シュテッター - ヴェーク 1
- (72)発明者 トーマス クラウス
ドイツ連邦共和国 エーヒンゲン ガルテンシュトラーセ 6
- (72)発明者 クリスティアン クロッツ
ドイツ連邦共和国 ミックハウゼン ネルケンシュトラーセ 2

審査官 櫻木 伸一郎

- (56)参考文献 米国特許第05127783 (US, A)
特開平08-188479 (JP, A)
特開2005-140325 (JP, A)
特開平02-235728 (JP, A)
特開平02-225814 (JP, A)
特開平03-140609 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- | | |
|--------|------------------|
| C 04 B | 35 / 80 |
| C 04 B | 35 / 52, 35 / 83 |
| F 16 B | 37 / 00 |
| F 16 B | 35 / 00 |