



炭素繊維の構造解析

杉本慶喜¹, 圖子博昭¹

¹ 東京大学 大学院工学系研究科 技術経営戦略学専攻

1. 背景と研究目的

PAN系炭素繊維は高強度・高弾性率の材料で複合材料の強化材料として使用されている。極めて優れた特性を有するPAN系炭素繊維であるが、紡糸、耐炎化、炭素化といった様々なプロセスを経て製造されるため、価格が高いという問題がある。そのため、安価に炭素繊維を製造するため、様々な炭素繊維前駆体から炭素繊維の製造が試みられている[1]。しかし、炭素繊維の製造プロセスは非常に複雑であり、開発段階では高強度の炭素繊維を製造することは難しい。そのため、基礎的知見として製造段階での構造変化を捉えておくことは非常に重要である。本研究では、炭素化過程に注目して、炭素化過程における構造変化を广角X線回折(WAXD)を用いて評価することを試みた。

2. 実験内容

繊維軸方向に加熱履歴の異なるサンプルを作製して、糸軸方向の構造を評価することによって、炭素化過程における構造変化を評価した。繊維軸方向に加熱履歴の異なるサンプルは12000本の束の耐炎化繊維を炭素化炉を用いて連続的に炭素化を行う際に、炭素化炉から繊維を引き抜くことによって作製した。繊維を引き抜く速度は繊維が炭素化炉内を通過する速度よりも十分速いため、炭素化炉内の状態を反映していると考えられる。炉内から引き抜いたサンプルは20分割して、繊維を引きそろえて矩形に成型した。このサンプルに繊維軸に垂直な方向からX線を入射することによって广角X線回折測定を行った。カメラ長28cm、波長 $\lambda = 0.092$ nmを用いて、WAXDパターンはイメージングプレート(R-Axis IV++, リガク)を用いて取り込んだ。露光時間は1分とした。散乱ベクトルの大きさ $s = 2\sin\theta/\lambda$ として、赤道方向のプロファイルを計算した。

3. 結果および考察

Fig. 1に得られた赤道方向のWAXDプロファイルを示す。炭素化炉入口の繊維(炭素化前の繊維)については $s = 2$ nm⁻¹と $s = 3$ nm⁻¹付近に2つのピークが見られるのに対して、炭素化炉を出てきた繊維(炭素化後の繊維)については $s = 3$ nm⁻¹付近に1つのピークがあることが分かる。 $s = 2$ nm⁻¹のピークについては前駆体であるPANの結晶構造に由来するピークであり、 $s = 3$ nm⁻¹は耐炎化もしくは炭素化によって六員環の積層に由来するピークであることが知られている。本研究でもこれらのピークを捉えることができた。この二つのピーク比を取ることで炭素化の進行状態を定量的に評価できると考えられる。そこで、 $s = 2$ nm⁻¹のピーク高さの $s = 3$ nm⁻¹付近のピーク高さに対する比を取った結果、炭素化の進行具合を定量的に評価することができた。ほかの様々な炭素化条件について検討も行い、その結果、炭素化の進行状態を評価できることを確認した。

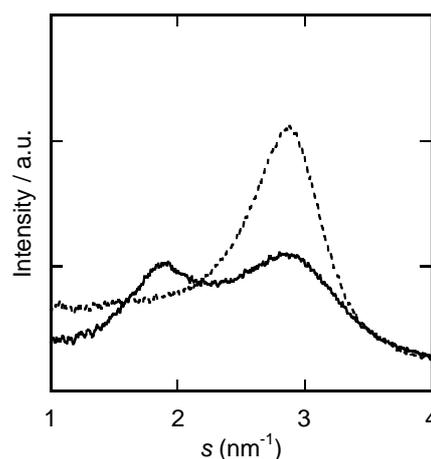


Fig. 1 WAXD intensity profiles of fibers (line) before and (dot line) after carbonization.

4. 参考文献

1. D. A. Baker, T. G. Rials, *J. Appl. Polym. Sci.* 130 (2) (2013) 713-728.