

SAXS-WAXD 同時測定による炭素繊維の微細構造と力学物性に 関する研究

Study of the microstructure and mechanical properties of carbon fiber by SAXS-WAXD simultaneous measurements

角谷 和宣^a, 小林 貴幸^a, 増永 啓康^b, 佐々木 園^b, 田代 孝二^c
Kazunori Sumiya^a, Takayuki Kobayashi^a, Hiroyasu Masunaga^b, Sono Sasaki^b, Kohji Tashiro^c

^a三菱レイヨン(株), ^b(財)高輝度光科学研究センター, ^c豊田工業大学

^aMITSUBISHI RAYON CO.LTD., ^bJASRI, ^cToyota Technological Institute

弾性率の異なる炭素繊維の引張過程における結晶構造変化を SAXS-WAXD 同時測定にて追跡した。繊維軸方向の結晶配向度は引張過程で増加し、グラファイト網面結晶サイズが小さいものほど増加しやすい（傾きが大きい）ことが分かった。これはグラファイト網面結晶サイズが小さい炭素繊維は結晶化度が低く、非晶部を多く含むため、引張過程において結晶部が向きを変えやすい環境にあり、炭素繊維の引張変形において非晶部の寄与も大きいと推定される。

キーワード： 炭素繊維、SAXS-WAXD 同時測定、引張過程、結晶配向度

背景と研究目的：

炭素繊維複合材料は軽量かつ物性に優れる材料として、航空宇宙用途や産業用途で需要が拡大しつつある。特に航空機分野では機体の軽量化による燃費向上が課題となっており、炭素繊維複合材料の更なる高性能化が求められている。

炭素繊維複合材料の高性能化には基材である炭素繊維の性能向上が必須である。炭素繊維の主要な物性に引張強度（以下、強度という）と引張弾性率（以下、弾性率という）がある。これまでの検討から炭素繊維内のグラファイト構造と弾性率との相関は明らかであり、例えばグラファイト網面結晶サイズが大きい場合に弾性率は高くなることが知られている。一方、グラファイト構造と「強度」との関係は明確になっておらず、その関係の解明が課題となっている。

この問題を解決するために、従来からの静的な構造解析に加えて「動的」な構造解析を行い、新たな構造情報を得ることができれば、強度と相関する情報が見出せる可能性がある。特に炭素繊維の応力-歪曲線は非線形な挙動を示すことがわかっており、この挙動は引張過程で炭素繊維内部の微細構造（炭素網面の乱層構造）変化を表していると考えられている。

そこで、本実験では構造と強度との関係を明確にすることを目的に、放射光を用いた動的な過程での構造解析を行った。

実験：

炭素繊維束を顕微鏡用延伸観察ステージに取り付け、引張過程における構造変化を WAXD/SAXS 同時測定にて追跡した(Fig.1 参照)。

- 炭素繊維：グラファイト結晶サイズの異なる 2 種類
- 試験片：上記炭素繊維を数百本束ねた繊維束
- 顕微鏡用延伸観察ステージ(10073A)；ジャパンハイテック製
- 引張速度：1um/sec
- 検出器と露光時間

WAXD : Flat Panel 4sec

SAXS : II+CCD 4sec

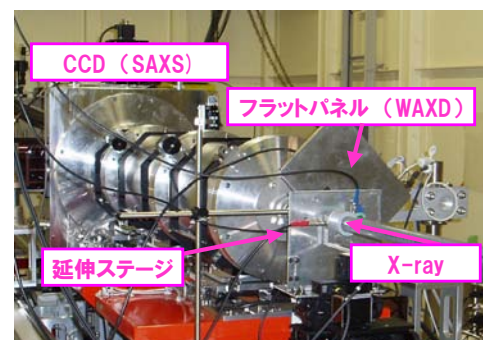


Fig.1 実験装置の構成

結果および考察：

Fig.2 に引張り前の WAXD を示す。左がグラファイト網面結晶サイズの小さい炭素繊維、右がグラファイト網面結晶サイズの大きい炭素繊維である。(002)はグラファイト網面由来の反射であるため、右の炭素繊維の方が(002)反射が明瞭となっている。そして引張過程における(002)反射の形状変化の様子から、結晶構造の変化が把握できる。

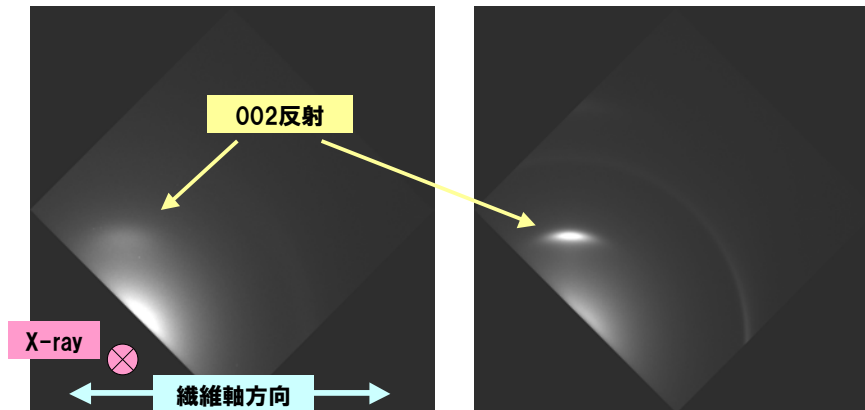


Fig.2 炭素繊維の WAXD(Flat Panel : 4sec)

- (左) グラファイト網面結晶サイズの小さい炭素繊維
- (右) グラファイト網面結晶サイズの大きい炭素繊維

Fig.3 に引張過程における繊維軸方向の結晶配向度の変化を示す。結晶配向度は(002)の回折ピークを β 方向に積分することで算出した。尚、計算方法は JIS 規格に準拠して行った。

結晶配向度は引張過程において増加することが分かり、グラファイト網面結晶サイズが小さいほど増加しやすい（傾きが大きい）ことが分かった。これはグラファイト網面結晶サイズが小さい炭素繊維は結晶化度が低く、非晶部を多く含むため、引張過程において結晶部が向きを変えやすい環境にあると推定でき、炭素繊維の引張変形において非晶部の寄与も大きいと考えられる。結晶部（結晶の面間隔と結晶のサイズ）の変化および SAXS によるナノボイドの評価についてはサンプルによって異なる傾向があり、より詳細に解析を行っている段階である。

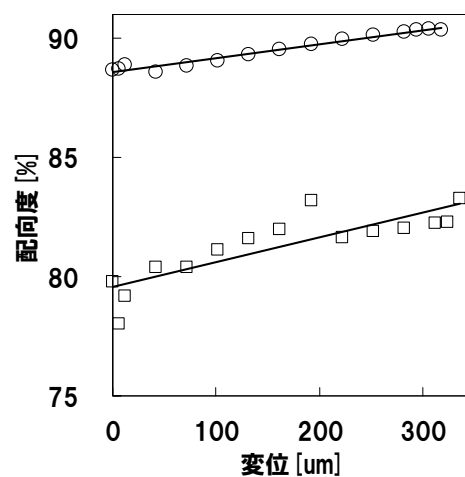


Fig.3. 引張過程における結晶配向度の推移

- (□) グラファイト網面結晶サイズの小さい炭素繊維
- (○) グラファイト網面結晶サイズの大きい炭素繊維

今後の課題：

炭素繊維のグラファイト構造は、結晶部・非晶部・ナノボイドが複雑に混在する「微細構造」である。この微細構造が炭素繊維の力学物性を支配しており、変形過程の構造変化追跡とともに、微細構造評価技術の確立が課題となる。