

二次元炭素繊維強化炭素複合材料の 層間せん断強度に及ぼすマトリックス材の影響

日本原子力研究所

○山地雅俊、石原正博、馬場信一

1 緒 言

炭素繊維強化炭素複合材料 (C/C) は優れた熱特性・強度を有していることから、原子力分野への応用が期待されている。特に、二次元炭素繊維強化炭素複合材料 (2D-C/C) は製作コスト等の観点から有望視されている。C/C のマトリックス材として、一般的にピッチ・樹脂または熱分解炭素が用いられる。C/C の構造材への適用を考えた場合、安価でかつ高強度となるマトリックス材の選択が重要となる。そこで、本研究ではマトリックス材にピッチおよびフェノール樹脂を使用し、3073K で最終熱処理した 2D-C/C の機械的強度、特に層間せん断強度に及ぼすマトリックス材の影響について検討した。

2 実 験

2.1 二次元炭素繊維強化炭素複合材料 (2D-C/C)

供試材のピッチマトリックス 2D-C/C (東洋炭素㈱、CX-270G) およびフェノール樹脂マトリックス 2D-C/C (東洋炭素㈱、CX-2702G) は以下の工程により作製されたものである。¹⁾ PAN 系炭素繊維の 6K (繊維束のフィラメント数 6000 本) 平織りクロスにフェノール樹脂を塗布し、熱処理による成形硬化を施して炭素繊維強化プラスチック (CFRP) とした。CFRP を不活性ガス雰囲気下 1073K 以上の温度に保持した炭素化処理により C/C 化し、次いで、材料の密度を高めて機械的な特性を向上させる目的で、ピッチ含浸またはフェノール樹脂含浸と炭素化のための熱処理を数回繰り返した。最終熱処理は、非酸化性雰囲気中およそ 3073K である。さらに不純物を低減させるため高純度化処理を施した。表 1 に主な物理特性を示す。

Table. 1 Physical properties of 2D C/C

Grade	Bulk-density [g/cm ³]	Bending strength [MPa]	Tensile strength [MPa]	Interlayer shear strength [MPa]	Elastic modulus [GPa]
CX-270G (Pitch)	1.67	143 (⊥)	170 (//)	7.3 (⊥)	88 (//)
CX-2702G (Resin)	1.58	100 (⊥)	141 (//)	4.8 (⊥)	82 (//)

(//): Parallel to lamina (⊥): Perpendicular to lamina

2.2 層間せん断強度の測定

層間せん断試験片は、厚さ 6mm、巾 10mm、長さ 60mm とし、厚さを炭素繊維クロス面に対して垂直方向とした。

層間せん断強度の評価は、室温でインストロン材料試験機 MODEL 117 を用いて行った。スパンは 30mm とし、クロスヘッドスピードは 0.5mm/min. で、図 1 に示すように試験を行った。

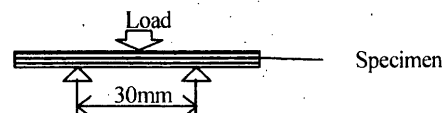


Fig. 1. Interlayer shear strength test

層間せん断強度 (σ_L) は、(1) 式から求めた。ここで、 P_{max} 、 W 、 T はそれぞれ、最大せん断荷重、試験片幅、試験片厚さである。

$$\sigma_L = 3 P_{max} / 4 W T \quad \dots (1)$$

2.3 SEM 観察

マトリックス材の違いによる微細構造の変化を調べるため、層間せん断強度測定前後における試験片側断面の SEM 観察を行った。

3 結果と考察

3.1 かさ密度と層間せん断強度

ピッチマトリックス 2D-C/C およびフェノール樹脂マトリックス 2D-C/C のかさ密度と層間せん断強度の関係を図 2 に示す。

ピッチマトリックス 2D-C/C、フェノール樹脂マトリックス 2D-C/C とも、かさ密度の増加と共に層間せん断強度は増加傾向にある。強度上昇の傾きは、ピッチ・フェノール樹脂共同程度と考えられるが、層間せん断強度はピッチマトリックス 2D-C/C の方が高い値を示した。

また、ピッチマトリックス 2D-C/C の方が高いかさ密度を容易に達成できた。2D-C/C をフェノール樹脂でかさ密度を高くした場合、樹脂硬化時の発生ガスが C/C 内部に留まる可能性が高くなり、そのため層間剥離の発生確率が高くなることが知られており、これがフェノール樹脂で高密度化し難い原因として考えられる。²⁾

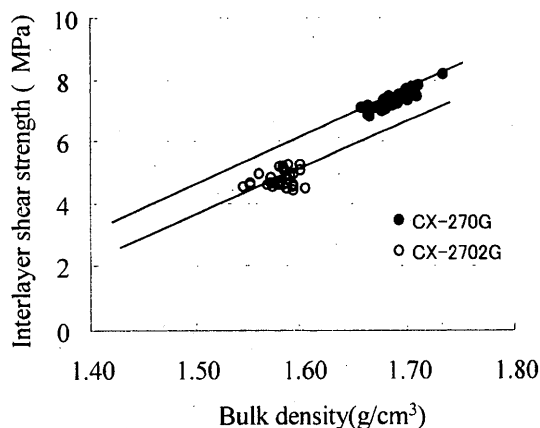


Fig. 2. Relationship between bulk density and interlayer share strength of 2D-C/C composites.

3.2 SEMによる破壊前後の微細構造観察

図3(a)(b)に、破壊前のピッチマトリックス 2D-C/C およびフェノール樹脂マトリックス 2D-C/C のSEM写真を示す。図4(a)(b)に破壊後の積層断面SEM写真を示す。

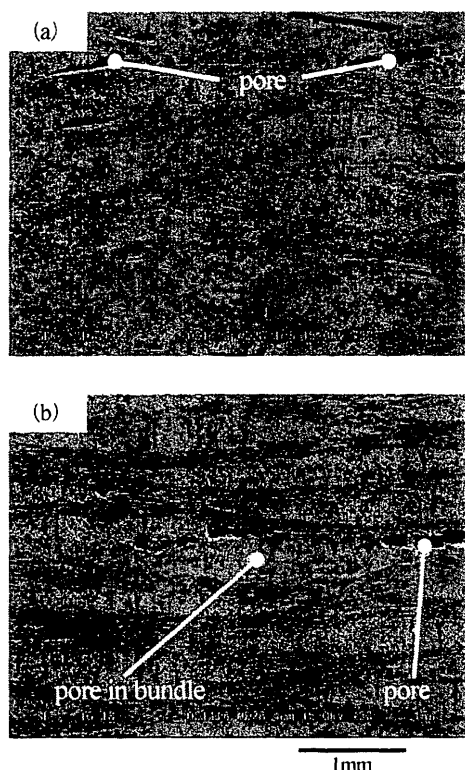


Fig.3 Scanning electron micrographs of 2D-C/C composites. Re-test cross sections of lamina are observed. (a)Pitch (b)Resin

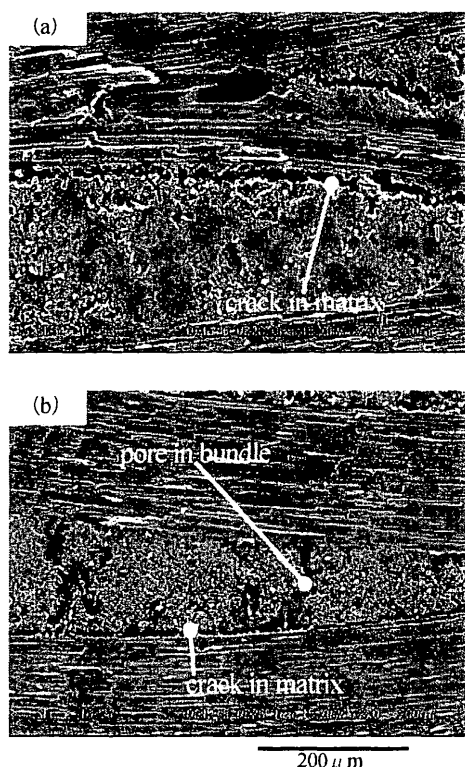


Fig.4 Scanning electron micrographs of 2D-C/C composites. Post-test cross sections of lamina are observed. (a)Pitch (b)Resin

図3(a)(b)に示す破壊前のSEM観察写真から分かるように、ピッチマトリックス 2D-C/C とフェノール樹脂マトリックス 2D-C/C の繊維束内の空隙状態に違いが認められた。ピッチマトリックス 2D-C/C は繊維束が一つの集合体となっているのに対し、フェノール樹脂マトリックス 2D-C/C は繊維束が縦方向に複数分割されている。この原因として、含浸物の炭化時におけるプロセスの違いが挙げられる。ピッチは熱可塑性であり炭化過程で流動し繊維束から流出してしまう特徴を有しており、繊維束内の繊維位置は炭化前と変わらない。一方、フェノール樹脂は熱硬化性であり硬化後の炭化過程で樹脂が繊維束から流出しないことから、繊維束に充填されたフェノール樹脂が炭化過程で最も弱い接着部分である繊維束内の繊維間を裂くように収縮し、結果的に繊維束内に縦方向の空隙を発生させたものと考えられる。

また、図4(a)(b)に示す破壊後のSEM観察写真より、破壊挙動はピッチマトリックス 2D-C/C、フェノール樹脂マトリックス 2D-C/C とともに、平織りクロス間に存在するマトリックス部から横方向に進展しているのが確認され、同じ挙動を示している。

以上から、マトリックス材を変える事により、層間せん断強度に影響を与える炭素繊維クロス間の繊維束同士の接合性（接合面積）に差異が生じ、その結果フェノール樹脂マトリックス 2D-C/C よりもピッチマトリックス 2D-C/C の層間せん断強度が大きくなったものと理解される。破壊挙動は両者とも同様であり、平織りクロス間に存在するマトリックス部から横方向に進展した。

4 まとめ

3073K で熱処理された二次元炭素繊維強化炭素複合材料の層間せん断強度に及ぼすマトリックス材の影響を調べ、以下の点が明らかとなった。

- (1) マトリックス材により、破壊前の繊維束内の空隙状態に違いが認められる。ピッチマトリックス 2D-C/C の場合繊維束が一つの集合体になっているのに対し、フェノール樹脂マトリックス 2D-C/C の場合繊維束内が複数の縦方向に分割されている。
- (2) 層間せん断強度は、ピッチマトリックス 2D-C/C、フェノール樹脂マトリックス 2D-C/C とともに、かさ密度の増加と共に増加する。
- (3) 層間せん断強度は、かさ密度が同じと仮定した場合、ピッチマトリックス 2D-C/C の方がフェノール樹脂マトリックス 2D-C/C より 2 割ほど高い値を示した。
- (4) 層間せん断破壊は、ピッチマトリックス 2D-C/C、フェノール樹脂マトリックス 2D-C/C とともに、平織りクロス間に存在するマトリックス部分から横方向に進展する。

参考文献

- 1) 曾我部敏明他、JAERI-Research 2002-026.
- 2) G.Savage, Carbon-Carbon Composites, 124 (1992).