

 茨城県 <small>IBARAKI Prefectural Government</small>	MLF Experimental Report	提出日(Date of Report)
課題番号(Project No.)		2017/3/9
2016AM0005	実験課題名(Title of experiment)	装置責任者(Name of responsible person)
PAN 系炭素繊維の非晶構造解析	実験責任者名(Name of principal investigator)	石垣 徹
中田 克	所属(Affiliation)	装置名(Name of Instrument : BL No.)
東レリサーチセンター		iMATERIA(BL20)
		実施日(Date of Experiment)
		2016/5/25-26
		2016/12/19-20

実験目的、試料、実験方法、利用の結果得られた主なデータ、考察、及び結論を記述して下さい。

実験結果などの内容をわかりやすくするため、適宜図表添付して下さい。

Please report experimental aim, samples, experimental method, results, discussion and conclusions. Please add figures and tables for better explanation.

1. 実験目的(Objectives of experiment)
<p>炭素繊維(CF)は、繊維軸方向に炭素網面が配向しており、結晶子サイズが強度・弾性率などの力学特性に強く影響することが知られている。また、CF の分子構造は結晶子と非晶のマトリックスの一部である報告があり、これらの非晶構造を含めた分子構造が炭素繊維の力学特性に影響を及ぼすと考えられる。炭素繊維の結晶子サイズは、これまで X 線回折(XRD)や透過型電子顕微鏡(TEM)により測定されてきた。これらの分析手法では(10), (11)および(002)面の回折から評価するため、結晶子の平均サイズあるいは結晶子のサイズ分布を求めることができる。これに対し、中性子線による回折では、原子核由来の回折が得られるため、原子間の周期性や結晶性を見ることができる。そこで本実験では、異方性を持つ炭素繊維の網面構造の理解を目的として、中性子回折による動径分布解析を検討し、原子間の結合距離から炭素網面・非晶の構造について議論する。</p>
2. 試料及び実験方法
Sample(s), chemical compositions and experimental procedure
2.1 試料 (sample(s))
高強度ポリアクリロニトリル(PAN)系 CF(IMCF)
高弾性率 PAN 系 CF(HMCF)
ピッチ系 CF(リファレンス)
2.2 実験方法(Experimental procedure)
<p>CF は異方性を持つため、中性子線を繊維軸に対して 45°方向から照射することで、子午線方向および赤道線方向それぞれの回折を得た。散乱ベクトル Q は最大 60 Å⁻¹ まで測定した。得られた構造因子 $S(Q)$ を Q に対してフーリエ変換することで動径分布関数を得た。</p>

3. 実験結果及び考察（実験がうまくいかなかった場合、その理由を記述してください。）

Experimental results and discussion. If you failed to conduct experiment as planned, please describe reasons.

Fig. 1 に IMCF および HMCF の子午線方向の動径分布関数を示す。子午線方向は繊維軸に平行な網面の回折、すなわち網面平行方向の動径分布を表す。HMCF および IMCF いずれにおいても 1.4, 2.5, 3.7, 4.3, 4.9 Å まではシャープなピークが見られた。Fig. 2 に示すようにナフタレン構造の最近接の炭素原子間距離と一致したことから、HMCF・IMCF いずれの炭素繊維においてもナフタレン構造までは明確に存在することを示している。長距離側を拡大した Fig. 1(b)で見られるように、HMCF のピークは、14 Å 以上(25 Å まで)においても明確かつシャープであり強度も高い。これは、HMCF では 6 員環が 25 Å まで明確に存在することを示している。HMCF は、結晶性が高いことが知られており、本分析で見られた長距離における周期性においても確認される。一方で、IMCF では 4.3 Å 以降のピークはブロードになり、HMCF と比較して 10 Å 以降のピークの減衰が大きくなった。ピークのブロード化は、厳密な 6 員環以外の結合距離が存在することに起因する³⁾。したがって、IMCF における 4.3 Å 以降のピークのブロード化は、3 環以降の炭素網面には 6 員環以外の 5 員環、7 員環あるいは格子欠陥が含まれることを示唆している。さらに、10 Å 以降のピークの減衰は、6 員環の網面として 10 環程度のオバレン以上の存在確率が低いことを示唆する。

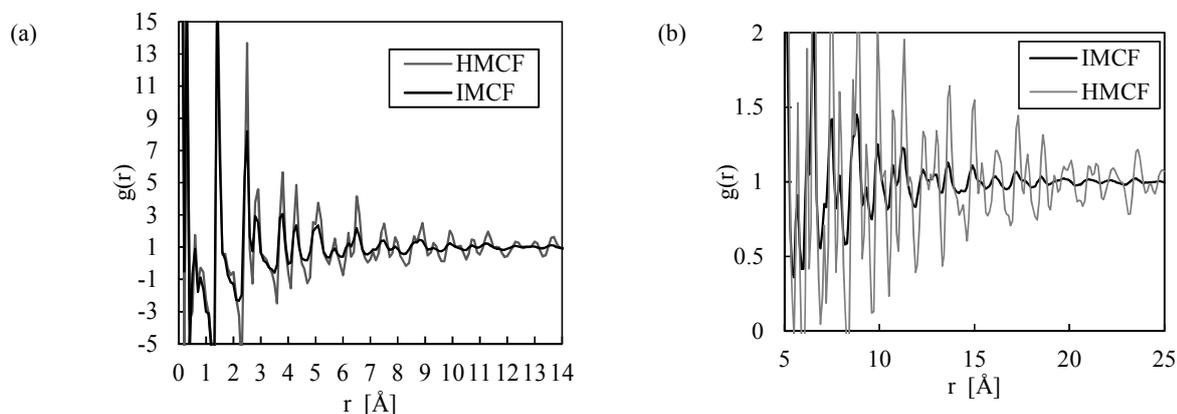


Fig.1 Radial distribution function of meridional direction of intermediate modulus and high modulus carbon fibers, (a) overall, (b) enlarged view.

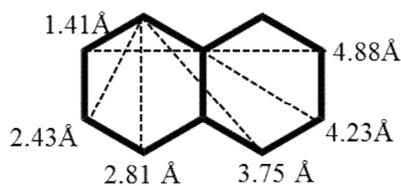


Fig.2 The closest C-C distances in the planer graphitic structure.

4. 結論(Conclusions)

CF の非晶構造解析として以下の知見を得た。

- ・中性子回折によって X 線回折では観察できなかった炭素網面の特徴を捉えることができた。
- ・高強度 C F は、高弾性 C F と比較して格子欠陥が多い。
- ・高強度品では網面の積層数の分布が大きく、短軸方向には 5、7 員環が存在することが示唆される。

以下は、MLFで内部資料として使用します。(日本語で記載)

The following sheet is for internal use only. Please describe in Japanese.

○実験成果の効果(学術的価値、産業応用上の意義、社会的意義、教育的意義等)を記述下さい。

Please describe merits of the experiment (scientific merits, industrial application merits, social merits, educational merits, etc.).

これまで異方性のある炭素材料であるCFの炭素網面構造を実験的に解析した例はなく、はじめてCFの非晶構造を含めた網面構造の理解を得た。今後CFの高強度化の知見として活用する。

○論文等による成果発表の予定(Publication of results)

a) 発表形式 ^(*1) Publication style ^(*1)	b) 発表先(誌名、講演先) ^(*2) Publication/Meeting information ^(*2) (Name of journal/book or meeting)	c) 投稿/発表時期 ^(*3) Date of paper submission or presentation ^(*3)
口頭発表(国内)	第43回炭素材料学会年会	2016年12月
口頭発表(国際会議)	Carbon2017	2017年7月

【記入要領】(Instructions)

(*1) 原著論文、総説、プロシーディングス、単行本、特許、招待講演(国際会議)、その他口頭発表等、具体的な発表方法を示して下さい。

Please describe planned publication and/or presentation style; *ex.* refereed journal, review article, conference proceedings, book, patent, invited talk, oral presentation *etc.*

(*2) 成果を発表する誌名、講演先を示して下さい。

Please describe the name of journal or book you are planning to submit, or name of meeting you will make a presentation.

(*3) およその発表予定時期を示して下さい。(3月以内、6月以内、1年以内、2年以内、2年以上先、等)

Please describe the estimated date of paper submission or presentation; *ex.* within 3 months, within 6 months, within 1 year, within 2 years, beyond 2 years, *etc.*

○成果になる予定が立たない場合の理由と今後の計画を記述してください。

In case you can not publish your results, please describe reasons and future plan.

(例:「論文になる十分な結果が得られなかった」、「複数回の実験が必要で次回の課題終了後に発表予定」、等)