炭素繊維／樹脂炭複合材料の寸法ならびに 強度におよぼす中性子照射の影響

田辺 靖博・安田 榮一・木村 脩七*
丸山 忠司**・井関 孝善**・矢野 豊彦**

(昭和62年11月11日受理)

Effect of Neutron Irradiation on the Dimension and the Strength of Carbon Fiber/ Carbon Composite Derived from Thermosetting Resin Precursor

Eiichi Yasuda, Yasuhiro Tanabe, Shiushichi Kimura*,
Tadashi Maruyama**, Takayoshi Iseki** and Toyohiko Yano**

Research Laboratory of Engineering Materials, Tokyo Institute of Technology
4259, Nagatsuta, Midori, Yokohama 227, Japan

*Department of Inorganic Material, Faculty of Engineering
12-1, Ookayama 2-Chome, Meguro 152, Japan

**Research Laboratory for Nuclear Reactors
12-1, Ookayama 2-Chome, Meguro 152, Japan

Unidirectionally reinforced carbon fiber/carbon composite whose matrix was derived from thermosetting resin, was prepared.

The heat-treatment temperature was 2800°C.

The change in size and 4 point bending strength of the composite was measured after neutron irradiation (640°C, 6×10^{24} n/m², E>1MeV). Shrinkage in normal to the fiber direction was larger than that in fiber direction. Increase in strength and Young's modulus of the composite was observed after irradiation. Irradiated composite showed much higher deflection to fracture than unirradiated one.

KEYWORDS: C/C composite, Neutron irradiation, Strength, Young's modulus, Dimensional change

1. はじめに

炭素材料は低 Z 材料であり三重点も4100 K と高いこと

東京工業大学 工業材料研究所：〒227 横浜市緑区長津田 4259

* 東京工業大学 工学部 無機材料工学科：〒152 東京都目黒区大岡山 2-12-1

** 東京工業大学 原子炉工学研究所：〒152 東京都目黒区大岡山 2-12-1

から核融合炉第一壁の候補材料の一つとして検討されている。中でも高温処理を施した炭素繊維／炭素複合材料（C/C 複合材料）は、炭素材料の欠点である脆性を示すことなくむしろ見掛け上、塑性を示す¹⁾ことから信頼性の高い構造用材料としての可能性が考えられる。しかし、C/C 複合材料の中性子照射環境下での基礎的データは、筆者の知る限り報告がない。

そこで、本研究では高温熱処理を施した炭素繊維／樹脂炭複合材料を作製し、その寸法ならびに強度に与える

中性子照射の影響について検討した。

2. 実験方法

(a) 試料

2800°C 熱処理を施したフルフリルアルコール初期重合体をマトリックス前駆体とする一方向強化 C/C 複合材料を用いた。これを、約 $1.8 \times 4.0 \times 25.0$ mm に切り出し平面研削後、照射試料とした。試料作製の詳細は文献 2) 参照。

(b) 中性子照射条件

中性子照射は、材料試験炉 (JMTR) で行った。照射温度は 640°C で、中性子照射量は 6×10^{24} n/m² ($E > 1$ MeV) である。

測定

中性子照射前後の試料の寸法、重量ならびに密度の測定を行った。

中性子照射前試料の機械的性質 (強度、ヤング率) については、同一バッチから採取した試料を参照試料として用いた。強度測定は、外側スパン 20 mm, 内側スパン 10 mm の 4 点曲げで行った。ヤング率は、強度測定時に試料下面 (引張り面) に添付した歪ゲージ (ゲージ長 1 mm) をもちいて測定した。ヤング率は、応力-歪曲線が直線となる応力 100 - 200 MPa 間で求めた。用いた試料は、照射試料 8 本、参照試料 8 本である。

3. 結果と考察

Fig. 1 (a) に寸法、ならびに重量の中性子照射による変化率を示す。試料は繊維軸平行 (parallel), 垂直両方向 (normal) 共に収縮した。そして、平行方向に比べ、垂直方向の収縮量が大きくなった。繊維軸に垂直方向の収縮量は約 3 % となり、この値は照射量が 6×10^{24} n/m² と少ないにも関わらず、比較的大きい。600°C で 6×10^{24} n/m² の照射量では、熱分解炭素の収縮量は密度 1.7 g/cm³ 以上の試料で 1.0 - 2.0 % 以下であることが報告されている³⁾。中性子照射による黒鉛材料の寸法変化については多くの研究が行われており、中性子の照射量・照射温度のほかに微細組織が大きな影響を及ぼすことが知られている^{3), 4)}。熱分解炭素材料は 600°C 以上の照射温度では中性子照射量が少なく両方向 (面内, 面外) とともに収縮するが、その変化は結晶子寸法が小さいほど速いことが知られている³⁾。照射量が増えるにつれて、面外方向は収縮から膨張に転じるが、面内方向は照射量によらず一定となる傾向があり、中性子照射の炭素材料の寸法変化に与える効果に異方性があることが知られている³⁾。中性子照射による寸法変化は、結晶子の C 軸方向への膨張とこれに起因する結晶子間の応力の発生、結晶子

Fig. 1 (a) Dimension, weight and (b) density change of C/C composite after neutron irradiation.

○: the value before irradiation
●: the value after irradiation
■: the change

周辺に分布する微小気孔の消滅・発生さらには照射による焼鈍効果など様々な原因が複雑に関与していると考えられる。本実験で用いた C/C 複合材料は、異方性が強くマトリックス中の結晶子の大部分は、C 軸が繊維軸と直交する形で配向していると考えられる⁵⁾。繊維に比べマトリックスの方が結晶子寸法も大きく、また配向性も高いと推察される。従って、この様な組織を持つ異方性黒鉛材料では、繊維軸に平行方向の収縮が垂直方向に比べて大きくなることが期待される。しかし、Fig. 1 (a) に示すようにむしろ逆になっている。この理由としては、C/C 複合材料では、中性子照射によって主にマトリックスの結晶子面間で微小気孔が消滅し、その結果として繊維軸垂直方向により大きく収縮したことが考えられる。

Fig. 1 に示すように、中性子照射の結果、試料の重量

Fig. 2 Strength and Young's modulus of irradiated and unirradiated C/C composites.

○: the value before irradiation
●: the value after irradiation

減少が認められた。照射後の C / C 複合材料に欠け落ちは認められず、1 % 近い重量減少についての詳細は不明である。

密度 (Fig. 1(b)) は、寸法ならびに重量変化を反映して増加している。○は照射前の密度、●は照射後の密度を示してある。

Fig. 2 に示すように強度、ヤング率は、照射後大きく増加しており (○は照射前の値、●は照射後の値を示している)、照射による機械的性質の低下は認められなかった。しかし、Fig. 3 に示すように、照射試料の応力-変位曲線は未照射試料のそれに比べると大きな非直線領域が認められた。原点付近に認められる立ち上がりの非直線域には、試料の支点エッジ部分でのへこみが含まれ

Fig. 3 Typical stress-deflection curves of irradiated and unirradiated C/C composites.

ていると考えられる。しかし、照射材料は未照射試料に比べて明らかにこの領域が大きいことから、中性子照射により生じた非直線領域が含まれると考えられるが、この非直線域についての詳細は不明である。しかし、照射試料は未照射試料に比べて大きな曲げ変形が可能であり、破壊エネルギーは大きいと推定される。

謝 辞

中性子照射は、日本原子力研究所 材料試験炉 (JMTR) で行われた。照射に際し、東北大学 金属材料研究所付属材料試験炉利用施設の方々にご協力を賜った。記して感謝致します。

文 献

- 1) S. Kimura, E. Yasuda and Y. Tanabe, ICCM-4, 1601 (1982)
- 2) 木村脩七, 田辺靖博, 高瀬進行, 安田栄一, 日化誌 **1981**, 1474 (1981)
- 3) M.R. Everette, L.W. Graham, R. Manzel and R. Blackstone, *Carbon* **9**, 417 (1971)
- 4) G.B. Engle, *Carbon* **9**, 539 (1971)
- 5) 木村脩七, 安田栄一, 田辺靖博, 窯協誌 **93**, 89 (1985)