

ポリアクリロニトリル系炭素繊維前駆体の焼成安定化機構の解析

Part 1 処理時間の異なる前駆体の発生ガス分析

【背景】 ポリアクリロニトリル(PAN)系炭素繊維は高剛性、低線膨張率、高耐熱性、および高い電気・熱伝導性などの優れた特性により、日用品から航空機まで幅広い分野で構造材料の強化繊維として使用されている。本報では発生ガス分析(EGA)-MSにより、PAN系炭素繊維前駆体の焼成安定化機構の解析を試みた。

【方法】 少量のメタクリル酸メチルとイタコン酸をモノマーとして含むPAN系炭素繊維前駆体を空气中215 °Cで20分間加熱処理後さらに235 °Cで15分~20時間加熱処理した前駆体、および未処理のものを試料とした。測定にはマルチショット・パイロライザー(EGA/PY-3030D)をGC注入口に直結したGC/MSを用いた。各試料のEGA-MS測定を行い、EGAサーモグラムを得た(Fig. 1)。

【結果】 未処理および15分間処理した試料はふた山のピークプロファイルを示した。低温側のピークは試料中に残存するPAN連鎖の切断や脱水素反応、脱HCN反応に、高温側のピークは昇温により生じたはしご状構造間の脱水素反応、脱HCN反応によって発生した成分に由来するものと思われる。一方、2時間以上処理の試料ではピークはひと山となり、強度は小さくなった。これは処理時間の増加に伴い、試料中のはしご状構造の割合の増加によって試料の熱安定性が向上したためと考えられる。20時間処理試料ではピーク強度はさらに小さくなり、ピークプロファイルも900 °C付近まで伸びているが、これは試料中のはしご状構造が縮合した成分の割合が多くなり熱安定性が向上したためと推測される。EGAのピーク面積は処理時間とともに減少し、加熱処理4時間以降はほぼ一定となった。また、ピーク頂温度も徐々に高温側にシフトした(Fig. 2)。これらは加熱処理時間の増加に伴い、はしご状構造の割合が増えて熱的により安定な構造に変化するためと考えられる。

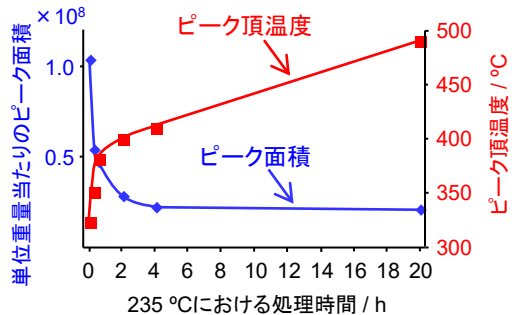
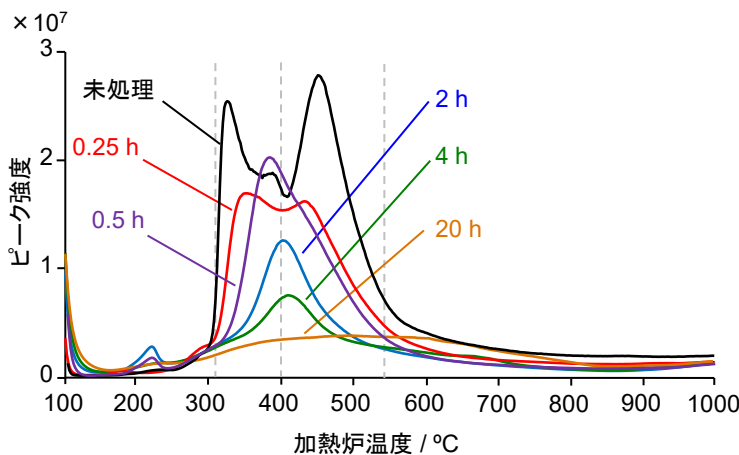
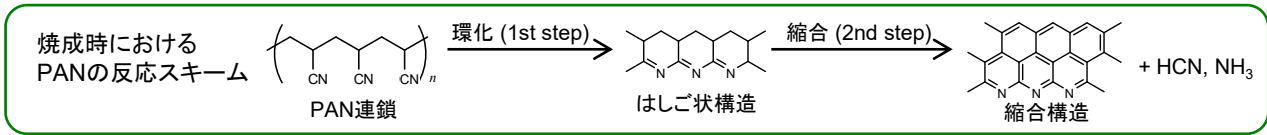


Fig. 2 235 °Cにおける焼成処理時間とEGAピーク面積およびピーク頂温度の関係

Fig. 1 235 °Cにおける焼成処理時間の異なる前駆体試料のEGAサーモグラム

熱分解炉温度: 100 – 1000 °C (20 °C/min),
EGA チューブ: UADTM-2.5N (L=2.5 m, i.d.=0.15 mm),
チューブ流量: 1 mL/min (He), スプリット比: 1/10, GCオープン: 300 °C, 試料量: 約2 mg

参考: T. Usami et al., *Macromolecules*, 1990, 23, 9, 2460-2465.
塩野ら, 第51回 熱測定討論会 (2015年) 1B1610

Keywords: 炭素繊維, ポリアクリロニトリル, カーボンナノチューブ

使用製品: 多機能パイロライザー, オートショット・サンプラー, EGAチューブ, ベントフリーGC/MSアダプター

応用分野: 一般高分子分析, 材料分析, 航空機, エレクトロニクス, 構造材料

関連テクニカルノート: PYA1-108 (Part 2)

お問い合わせは、FAXまたはウェブサイトの問い合わせフォームをご利用ください。

研究開発・製造 **フロンティア・ラボ株式会社**
Tel: 024-935-5100 Fax: 024-935-5102
<http://www.frontier-lab.com/>