

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4420371号
(P4420371)

(45) 発行日 平成22年2月24日(2010.2.24)

(24) 登録日 平成21年12月11日(2009.12.11)

(51) Int.Cl. F I
C O 4 B 35/52 (2006.01) C O 4 B 35/54 E
F 1 6 B 35/00 (2006.01) F 1 6 B 35/00 N

請求項の数 3 (全 8 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2001-61612(P2001-61612) (22) 出願日 平成13年3月6日(2001.3.6) (65) 公開番号 特開2002-265268(P2002-265268A) (43) 公開日 平成14年9月18日(2002.9.18) 審査請求日 平成18年8月4日(2006.8.4)</p>	<p>(73) 特許権者 000219576 東海カーボン株式会社 東京都港区北青山1丁目2番3号 (74) 代理人 100071663 弁理士 福田 保夫 (74) 代理人 100098682 弁理士 赤塚 賢次 (72) 発明者 森田 聡 東京都港区北青山一丁目2番3号 東海カーボン株式会社内 (72) 発明者 木村 孝義 東京都港区北青山一丁目2番3号 東海カーボン株式会社内 審査官 西山 義之</p>
---	---

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 C/C材製ネジ部材の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

炭素繊維に炭化性樹脂を含浸して複合成形したのち非酸化性雰囲気中で焼成して得られたC/C複合材を基材とし、該C/C複合基材に熱硬化性樹脂を含浸し、硬化して作製した樹脂含浸C/C複合材にネジ加工を施し、次いで非酸化性雰囲気中で加熱処理することを特徴とするC/C材製ネジ部材の製造方法。

【請求項2】

C/C複合基材に含浸した熱硬化性樹脂を、0.5～30MPaの加圧下に硬化する、請求項1記載のC/C材製ネジ部材の製造方法。

【請求項3】

樹脂含浸C/C複合材が嵩比重1.50～1.65、気孔率1～10%、層間剪断強度13～25MPa、曲げ強度100～280MPaの物性を有するものである、請求項1又は2記載のC/C材製ネジ部材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、C/C複合材(炭素繊維強化炭素複合材)からなるボルト、ナットなどのネジ部材の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

C/C複合材は、炭素繊維の複合化による卓越した比強度、比弾性率を有し、特に1000を超える高温においても比強度、比弾性率に優れ、また、炭素材特有の軽量性と優れた耐熱性および化学的安定性を備えているため、航空・宇宙機用の構造材料をはじめ、高温苛酷な条件下で使用される各種部材、例えばCZ法による単結晶引上用のルツボ、ヒータ、炉材などの各種高温用の部材として有用されている。

【0003】

また、これらの高温用の構造部材を固定したり、締結するためのネジ部材にも高い比強度や比弾性率が要求され、C/C複合材からなるボルト、ナットなどが使用されている（例えば、特開平4-16331号公報、同4-54306号公報、同7-19220号公報など）。

10

【0004】

一般に、C/C複合材はマトリックスとなる熱硬化性樹脂などの炭化性樹脂を含浸した炭素繊維の織布を積層し、所定の圧力および温度を加えて圧縮成形したプリプレグ成形体を非酸化性雰囲気中で焼成炭化、更には黒鉛化することにより製造されている。この製造プロセスにおいて、圧縮成形時に相当量の炭化性樹脂が外部に圧出したり、プリプレグ成形体を焼成炭化する過程で炭化性樹脂に含まれる揮発性成分が揮散するために、得られるC/C複合材の材質組織には微細な空孔が生じ、低密度化、低強度化する難点がある。そのため、これらの空孔中に炭化性樹脂を再含浸して焼成したり、気相熱分解法により熱分解炭素を析出充填させる二次的な緻密化処理が行われている。

【0005】

20

【発明が解決しようとする課題】

このようにして製造されるC/C複合材に繰り返し荷重を掛けると、C/C複合材のマトリックス炭素と炭素繊維の結着の弱い部分のマトリックス炭素が炭素繊維から脱離し易い難点がある。したがって、C/C複合材にネジ切り加工を行ってボルト、ナットなどのネジ部材を製造する場合、割れ、欠け、毛羽立ちなどが発生し易く、精度良く加工することが困難となり、またネジ山強度なども低くなる問題点がある。

【0006】

そこで、本発明者らは上記の問題点を解決するために鋭意研究を行った結果、C/C複合材の微細な空孔組織中に熱硬化性樹脂を含浸して硬化した樹脂含浸C/C複合材にネジ切り加工を施し、次いで、加熱処理して含浸した樹脂成分を焼成炭化することにより、加工精度が高く、ネジ山強度も優れたネジ部材を製造することができることを見出した。

30

【0007】

本発明は、この知見に基づいて開発に至ったものであり、その目的は加工寸法精度が高く、また材質強度、特にネジ山強度を改善したC/C材から作製されたネジ部材の製造方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】

上記の目的を達成するための本発明によるC/C材製ネジ部材の製造方法は、炭素繊維に炭化性樹脂を含浸して複合成形したのち非酸化性雰囲気中で焼成して得られたC/C複合材を基材とし、該C/C複合基材に熱硬化性樹脂を含浸し、硬化して作製した樹脂含浸C/C複合材にネジ加工を施し、次いで、非酸化性雰囲気中で加熱処理することを構成上の特徴とする。

40

【0009】

また、C/C複合基材に含浸した熱硬化性樹脂は0.5～30 MPaの加圧下に硬化し、作製した樹脂含浸C/C複合材は嵩比重が1.50～1.65、気孔率が1～10%、層間剪断強度が13～25 MPa、曲げ強度が100～280 MPaの物性を有することを特徴とする。

【0010】

【発明の実施の形態】

樹脂含浸C/C複合材の基材となるC/C複合材は、公知の方法により作製されたものが

50

用いられる。すなわち、強化材となる炭素繊維にはアクリル系、レーヨン系、ピッチ系などの原料系から製造された平織り、朱子織り、綾織り等の織布、これを一次元または多次元方向に配向した繊維成形体、フェルト、トウなどが使用され、C/C複合材のマトリックスを構成する炭化性樹脂にはフェノール系、フラン系、エポキシ系等の残炭率が50重量%以上の熱硬化性樹脂あるいはタール、ピッチなどが用いられる。

【0011】

これらの炭化性樹脂を浸漬や塗布などの手段により炭素繊維に含浸してプリプレグシートを作製したのち、このプリプレグシートを積層し、加熱硬化して炭素繊維が積層された複合成形体を作製する。次いで、窒素、アルゴンなどの非酸化性雰囲気中で800以上の温度、好ましくは1000~1500の温度で加熱処理して一次焼成体を得、更に1600以上の温度、好ましくは2000~3000の温度で焼成または黒鉛化してC/C複合材が作製される。

10

【0012】

このC/C複合材を基材として、該C/C複合基材の空孔中に熱硬化性樹脂を含浸したのち、樹脂成分を加熱硬化することにより樹脂含浸C/C複合材が作製される。炭化性樹脂にはフェノール系、フラン系、エポキシ系等の残炭率が50重量%以上の熱硬化性樹脂が好ましく用いられる。

【0013】

C/C複合基材に熱硬化性樹脂を含浸する方法は、例えばC/C複合基材を容器に入れ、1300Pa以下に減圧してC/C複合基材の空孔中に吸蔵されているガスを脱気したのち、熱硬化性樹脂を容器内に流入させ、500~2000kPa程度に加圧して含浸する方法により行われる。この場合、熱硬化性樹脂に適宜な有機溶媒を加えて粘度調整することもできるが、この場合、含浸したC/C複合基材中の有機溶媒を揮散除去することによりC/C複合基材としての強度などの特性値を高度に維持することができる。

20

【0014】

含浸した樹脂成分を硬化する方法は、例えばプレス機で上下面方向から圧力を付加し、0.5~30MPa、好ましくは10~30MPaの加圧下に、100~300程度の温度に加熱することにより行われる。このように加圧下に加熱硬化する理由は、圧力が0.5MPa未満では含浸した樹脂が硬化する際に発生する揮発ガスのガス圧に、C/C複合材の積層層間部分の密着する力、すなわち層間強度が耐えきれず、層間剥離が起こり易くなる。一方、圧力が30MPaを越えるとC/C複合材の骨格である炭素繊維束自体が荷重に耐えきれず破断してしまい、更に層間の剥離などにより強度低下が生じるためである。加熱温度が100未満では含浸した樹脂が完全に硬化せず、ネジ切り加工に耐え得る十分な強度が得られず、また加熱温度が300を越えると含浸した樹脂の硬化が進み過ぎて樹脂硬化物の組織がポーラスになり、ネジ切り加工に必要な強度が得られなくなるためである。

30

【0015】

このようにして作製した樹脂含浸C/C複合材は切削によりネジ切り加工が施される。樹脂含浸C/C複合材は、C/C複合材に比べて材質的に切削加工し易いが、一方切削加工に耐える十分な材質強度を備えることが必要である。そのため、ネジ切り加工を施す樹脂含浸C/C複合材は嵩比重が1.50~1.65、気孔率が1~10%、層間剪断強度が13~25MPa、曲げ強度が100~280MPaの物性を有していることが好ましい。これらの物性を備えることによってネジ切り加工時に、割れ、欠け、毛羽立ちなどの現象を招くことなく、精密に加工することが可能となる。

40

【0016】

ネジ切り加工を施した樹脂含浸C/C複合材は、次いで、窒素ガス、アルゴンガスなどの非酸化性雰囲気中で加熱処理して樹脂成分を炭化または黒鉛化する。この場合、加熱処理温度を、C/C複合基材を作製した時の温度以下の温度に設定することがより好ましく、ネジ切り加工後の寸法変化が抑制され、寸法精度の高いネジ部材を製造することができる。

50

【 0 0 1 7 】

このように、本発明のC / C材製ネジ部材の製造方法は、C / C複合基材に熱硬化性樹脂を含浸して硬化した樹脂含浸C / C複合材にネジ切り加工を施し、その後、樹脂成分を焼成炭化または黒鉛化することにより、加工時における割れ、欠け、毛羽立ちなどの加工不良を防止することができるとともに、ネジ加工精度およびネジ山強度の向上、改善を図ることが可能となる。

【 0 0 1 8 】

【実施例】

以下、本発明の実施例を比較例と対比して説明する。

【 0 0 1 9 】

実施例 1

(1) C / C複合基材の作製；

ポリアクリロニトリル系高強度タイプの炭素繊維の平織り織布にフェノール樹脂初期縮合物（残炭率50%）を塗布して十分に含浸させ、48時間風乾してプリプレグシートを調製した。このプリプレグシートを50枚積層してモールド（縦300mm、横300mm）に入れ、温度150、圧力2MPaの熱圧条件で5時間プレスして一次硬化したのち、250の温度に加熱して完全に硬化させて複合成形体を作製した。次いで、この複合成形体を窒素雰囲気中に保持した焼成炉に移し、5 / hrの昇温速度で1000まで加熱し、5時間保持して一次焼成したのち2000に昇温し加熱処理して黒鉛化し、C / C複合基材を作製した。

【 0 0 2 0 】

(2) ネジ部材の製造；

このC / C複合基材を密閉容器に入れ、400Paに減圧したのち、室温でフェノール樹脂初期縮合物を注入し、750Paに加圧して含浸させた。次いで、容器から取り出し、プレス機にセットして0.5MPaの加圧下に、250の温度で24時間加熱して、フェノール樹脂を硬化させ、樹脂含浸C / C複合材を作製した。この樹脂含浸C / C複合材より長さ250mmの角材を切り出し、旋盤によりネジ切り加工を行って、M12スタッドボルト12x^h240（x S50x S50）を製造し、その後窒素雰囲気中で2000の温度で加熱処理した。

【 0 0 2 1 】

実施例 2

C / C複合基材に含浸したフェノール樹脂初期縮合物を、10MPaの加圧下に硬化した以外は、全て実施例1と同じ方法によりM12スタッドボルトを製造した。

【 0 0 2 2 】

実施例 3

C / C複合基材に含浸したフェノール樹脂初期縮合物を、100MPaの加圧下に硬化した以外は、全て実施例1と同じ方法によりM12スタッドボルトを製造した。

【 0 0 2 3 】

実施例 4

C / C複合基材に含浸したフェノール樹脂初期縮合物を、300MPaの加圧下に硬化した以外は、全て実施例1と同じ方法によりM12スタッドボルトを製造した。

【 0 0 2 4 】

実施例 5

実施例1と同じ方法により作製したC / C複合材を用いて、ネジ切り加工を施し、実施例1と同じM12スタッドボルトを製造し、その後、窒素雰囲気中で1800の温度で加熱処理した。

【 0 0 2 5 】

比較例 1

実施例1と同じ方法により作製したC / C複合基材を用いて、ネジ切り加工を施し、実施例1と同じM12スタッドボルトを製造した。

10

20

30

40

50

【0026】

比較例2

実施例1と同じ方法により作製したC/C複合基材を密閉容器に入れ、400Paに減圧したのち、室温でフェノール樹脂初期縮合物を注入し785KPaに加圧して含浸させた。次いで、容器から取り出し、10 /hrの昇温速度で1000 に加熱処理した。このようにして、緻密化処理を1回行ったC/C複合材を用いてネジ切り加工を施し、実施例1と同じM12スタッドボルトを製造した。

【0027】

比較例3

比較例2において、緻密化処理を3回繰り返し行って作製したC/C複合基材を用いた他は、比較例2と同じ方法によりM12スタッドボルトを製造した。

10

【0028】

比較例4

比較例2において、緻密化処理を5回繰り返し行って作製したC/C複合基材を用いた他は、比較例2と同じ方法によりM12スタッドボルトを製造した。

【0029】

比較例5

長さ6mmの炭素繊維チョップとフェノール樹脂初期縮合物を60対40の重量比で混合し、混合物をスタッドボルト形状のモールドに入れ、温度150、圧力2MPaの熱圧条件で5時間処理して一次硬化したのち、250 で完全に硬化させた。次いで、窒素雰囲気中、2000 の温度で加熱処理して、M12スタッドボルト 12×^L240 (×S50×S50)を製造した。

20

【0030】

このようにして製造したM12スタッドボルトのサンプルについて、下記の方法によりネジ山部の引張強度、加工時のネジ山の欠け状況、嵌合状態などを測定して、その結果を表1に示した。なお、表2には樹脂含浸C/C複合材の物性を示した。

(1)ネジ山部の引張強度；

試験片の両端ネジ部にM12ナットを嵌合し、ナット間の距離を200mmに設定して、クロスヘッドスピード1mm/min.の条件で測定した。

(2)ネジ山の欠け状況；

30

加工後にネジ山の欠けているヶ所を計測した。

(3)嵌合状態；

嵌合確認用のM12ナットを用意して、製造したM12ボルトとの嵌合状態を評価した。

【0031】

【表1】

	ネジ山部引張強度 (最大荷重 ; N) *1	ネジ山の欠け状況 (欠け数 / 全数)	嵌合状態 *2	曲げ強度 (MPa) *3
実施例 1	2 7 0 5	0 / 5 6	◎	1 0 1
実施例 2	3 0 9 2	0 / 5 6	◎	1 1 8
実施例 3	3 8 2 0	0 / 5 6	◎	1 9 6
実施例 4	4 8 8 3	0 / 5 6	◎	2 9 7
実施例 5	2 7 8 1	0 / 5 6	◎	1 0 4
比較例 1	6 0 5	3 3 / 5 6	○	7 5
比較例 2	8 5 3	2 9 / 5 6	○	8 9
比較例 3	1 0 5 6	1 8 / 5 6	○	9 2
比較例 4	1 2 0 9	1 0 / 5 6	○	1 0 5
比較例 5	—	0 / 5 6	×	6 8

注)

*1 C / C材の厚さ方向に対して直角方向の測定値

*2 ◎…嵌合した際、がたつきも無く、スムーズで良好

○…若干がたつきがあるが、嵌合は可能

×…嵌合不能

*3 C / C材の厚さ方向の測定値

【 0 0 3 2 】

【 表 2 】

10

20

30

	樹脂含浸C/C複合材の物性			
	嵩比重 (—)	気孔率 (%)	層間剪断強度 (MPa) *3	曲げ強度 (MPa) *3
実施例1	1.50	10	13.3	103
実施例2	1.53	6	16.6	120
実施例3	1.58	4	19.7	199
実施例4	1.65	1	24.6	277
実施例5	1.50	9	13.4	104
比較例1*4	1.41	20	5.0	91
比較例2*4	1.47	13	7.2	106
比較例3*4	1.60	8	8.9	114
比較例4*4	1.64	3	11.0	121
比較例5*4	1.40	17	—	75

10

20

注)

*3 C/C材の厚さ方向の測定値

*4 C/C材の物性

30

【0033】

表1の結果から、樹脂含浸C/C複合材を素材として、強度の高い状態でネジ切り加工してボルトを作製し、その後加熱処理して焼成炭化または黒鉛化した実施例のC/C材製のボルトは、ネジ山部の引張強度が高く、またネジ山の加工時に欠け落ちなどの加工不良を発生することがなく、更に、寸法変化によるネジ部の嵌合不良の発生も大幅に改善されることが判る。

【0034】

【発明の効果】

以上のとおり、本発明のC/C材製ネジ部材の製造方法によれば、C/C複合基材の微細な空孔組織中に熱硬化性樹脂を含浸して硬化した樹脂含浸C/C複合材にネジ切り加工を施し、次いで、加熱処理して含浸した樹脂成分を焼成炭化することにより、加工寸法精度が高く、ネジ山強度も優れたネジ部材を製造することができ、また加工不良の発生を大幅に改善することも可能となる。

40

フロントページの続き

(56)参考文献 特開平04 - 016331 (JP, A)
特開平04 - 338169 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C04B 35/52

F16B 35/00