

JAERI-M

8857

多目的高温ガス実験炉の炉床部用
炭素材料に関する研究 (Ⅲ)

(加熱処理に伴なうX線パラメーター変化と
種々の特性値の関係)

1980年5月

斎藤 保・松尾 秀人・福田 保昌・佐々木 泰一

この報告書は、日本原子力研究所が JAERI-M レポートとして、不定期に刊行している研究報告書です。入手、複製などのお問い合わせは、日本原子力研究所技術情報部（茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。

JAERI-M reports, issued irregularly, describe the results of research works carried out in JAERI. Inquiries about the availability of reports and their reproduction should be addressed to Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken, Japan.

多目的高温ガス実験炉の炉床部用炭素材料に関する研究(Ⅲ)
(加熱処理に伴うX線パラメータ変化と種々の特性値の関係)

日本原子力研究所東海研究所燃料工学部
斎藤 保・松尾秀人・福田保昌・佐々木泰一

(1980年4月17日受理)

炉床部用炭素材料の加熱処理に伴う結晶構造変化を調べるため、3銘柄の炭素材料 (SIG-B, EG-36B, C-140) を、3040℃までの種々の温度で熱処理しX線パラメータを測定した。また、結晶構造変化と材料の寸法、重量、ヤング率、電気比抵抗などの変化との対応関係も検討した。

加熱処理に伴うX線パラメータの変化挙動を比較した結果、黒鉛構造が未発達な炭素材料に対しては、 $L_{c(002)}$ (見かけの結晶子の大きさ) は d_{002} (網面間隔) よりも結晶構造変化を敏感に表わすことがわかった。また、3銘柄の炭素材料を構成する主な成分は、同じような黒鉛化挙動を示すことが認められたが、C-140材からは、この主成分の他に黒鉛化が非常に高い成分も検出された。

SIG-B材については、1000℃以上の加熱処理に伴い $L_{c(002)}$ は増加したが、真の結晶子の測定結果から炭素網面のC軸方向への配列化現象は、 $L_{c(002)}$ が約 200 Å までの領域で完了する傾向が得られた。また、 $L_{c(002)}$ の増加に伴い、試験片の寸法とヤング率は減少し高密度は増加したが、電気比抵抗は網面の収縮が始まるとともに大きく減少した。

JAERI-M 8857

Studies on Core-support Carbon Materials for VHTR(3)

(Relationship between Change in X-ray Parameters and Physical Properties
in Heat-treatments)

Tamotsu SAITO, Hideto MATSUO, Yasumasa FUKUDA and Yasuichi SASAKI

Division of Nuclear Fuel Research, Tokai Research Establishment, JAERI

(Received April 17, 1980)

The effect of heat-treatment up to 3040°C on crystallite structure of some candidate core-support carbon-materials i.e. SIG-B, EG-36B and C-140 carbons has been studied by x-ray diffraction method. The change in crystallite structure was examined in relation with dimensional change, weight loss, Young's modulus and electrical resistivity.

X-ray parameter measurements after heat-treatment showed that the change in crystallite structure of less graphitized carbons was more sensitively indicated by the apparent crystallite height $L_{c(002)}$ than by the layer spacing d_{002} . It was also shown that the main constituents of the three carbons showed similar graphitization behavior. For C-140 carbon, however, other highly graphitized constituent was additionally detected.

In SIG-B carbon, $L_{c(002)}$ increased by heat-treatment above 1000°C; the obtained real crystallite height indicated that the growth of stacking height was complete at $L_{c(002)}$ value up to 200Å. With increase of $L_{c(002)}$, length and Young's modulus of the carbon decreased and bulk density increased. Electrical resistivity decreased largely with contraction of d_{002} .

Keywords:

Carbon, Heat-treatment Effect, Crystallite Structure, Dimensional Change,
Weight Loss, Bulk Density, Young's Modulus, Electrical Resistivity,
VHTR Reactor, Core Support Material

目 次

1. 緒 言	1
2. 実 験 方 法	1
2.1 試 験 片	1
2.2 熱 処 理	1
2.3 測 定	2
2.3.1 X 線 回 折	2
2.3.2 ヤング率および電気比抵抗	2
3. 結果および考察	3
3.1 X線パラメーター変化	3
3.2 寸法および重量変化	4
3.3 ヤング率および電気比抵抗変化	4
3.4 諸特性変化の予測	5
4. 結 論	6
謝 辞	7
参 考 文 献	7

Contents

1. Introduction	1
2. Method	1
2.1 Specimen	1
2.2 Heat-treatment	1
2.3 Experimental	2
2.3.1 X-ray diffraction	2
2.3.2 Young's modulus and electrical resistivity.....	2
3. Results and discussion	3
3.1 X-ray parameter change	3
3.2 Dimensional change and weight loss	4
3.3 Young's modulus and electrical resistivity changes	4
3.4 Estimation of property changes.....	5
4. Conclusions	6
Acknowledgement	7
References	7

1. 緒 言

炭素材料は多目的高温ガス実験炉の炉床部に使用する材料として検討されている。^{1,2)} 炉床部は炉心構造体を支持するとともに断熱材としての役割を持ち、最高温度 1000°C で原子炉運転期間中の 20 年間にわたり圧縮応力が付加された状態に置かれる。したがって炉床部材料は高温下で寸法安定性が良く、熱伝導度が低く、耐腐食性にもすぐれ、さらに機械的強度も強い材料であることが必要とされる。

一般に、炭素材料を 1000°C を越えるような高い温度で熱処理すると、機械的性質、電気的性質、熱的性質、化学反応性など多くの性質に変化が起ることが良く知られている。これらの変化の大きさは炭素材料の製造方法や原料の種類によって異なるが、その基礎となるものは加熱処理に伴う結晶構造の変化と考えられる。

ここでは先に取上げた 3 銘柄の炭素材料 (SIG-B, EG-36 B, C-140)^{1,2)} について 1000°C 以上で熱処理を行ない、それぞれの材料の結晶構造変化を X 線回折法で測定し比較した。また SIG-B 材については X 線パラメータ変化と加熱処理に伴う、寸法、重量、ヤング率、および電気比抵抗などの変化との対応関係を調べ、これらの関係をもとにして長時間加熱処理に伴う材料の特性値変化を予測した。

2. 実 験 方 法

2.1 試 験 片

供試材は先に詳細を報告した 3 銘柄の炭素材料¹⁾ (SIG-B, EG-36 B, C-140) であり、製造時の焼成温度は、それぞれ 1100°C, 900°C, 1000°C であった。各試料について素材の成型加圧方向 (A. G. 方向) およびその垂直方向 (W. G. 方向) を明確に区別した円柱状の試験片を切出した。寸法変化測定用試験片はマイクロメーターによる測定精度を考慮して直径 30 mm, 長さ 60 mm に加工し、重量変化の測定にもこの試験片を用いた。またヤング率および電気比抵抗測定用試験片は直径 5 mm, 長さ 75 mm であった。

2.2 熱 処 理

試料の熱処理には先に詳細を報告した 2 基の電気炉^{1,2)} を用いた。1000°C (1255 時間) および 1200°C (401 時間) の熱処理は 2×10^{-5} Torr の真空雰囲気中で行ない、一方 1000°C ~ 3040°C の短時間熱処理 (各 1 時間) は He 雰囲気中で行なった。なお後者の熱処理では、500°C までの昇温に 2 ~ 3 分要し、さらに 500°C から所定の処理温度までの昇温速度はおよ

そ 40°C/分であった。

2.3 測 定

2.3.1 X 線 回 折

試料を粒径が 100 μm 程度 (200 メッシュ以下) になるように粉碎し、ガラス製平板試料ホルダー (試料厚 0.2 mm) に充填した。X 線回折は自動記録式 X 線回折計 (理学電機製 RU-100 PL) を用いた。印加電圧および電流はそれぞれ 50 kV, 80 mA であり、ニッケルフィルターと波高分析器を用いて単色化した Cu Kα 線を使用した。得られた回折線強度で (002) 回折線のように低角部にあるものについては、ローレンツ・偏光因子、原子散乱因子、吸収因子およびコンプトン散乱に関する補正を行ない、(004) 回折線についてはローレンツ・偏光因子のみを補正した。なお熱処理温度の上昇とともに、面間隔や結晶子の大きさにおよぼす強度補正効果は小さくなり 1750°C の試料では補正効果が測定誤差に含まれる程度になったので、さらに高温の 2000°C 以上で処理した試料については以上に述べた補正を行なわなかった。また標準試料としては高純度シリコン粉末を用いた。

網面間隔, d_{002} および C 軸方向の見かけの結晶子の大きさ, $L_{c(002)}$ は (002) 回折線から求めた。なお $L_{c(002)}$ は Scherrer の式 (1 式) に従って回折線図形の半価巾, β から得たものである。

$$L_{c(002)} = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta} \dots \dots \dots [1]$$

K: 形状因子

λ : X 線の波長

θ : 回折角

K の値としては種々の報告があるが、ここでは $L_{c(002)}$ の相対的变化をみることを目的としているため 1 とした。C 軸方向の真の結晶子の大きさ, L_c と格子ひずみ, ϵ_c は (002) および (004) 回折線図形の半価巾から次式³⁾ に従って求めた。

$$\frac{\beta \cos \theta}{\lambda} = \frac{K}{L_c} + 2 \epsilon_c \frac{\sin \theta}{\lambda} \dots \dots \dots [2]$$

なお、ここで述べる格子ひずみは、網面間隔の変動値, Δd を、X 線回折法から得られる網面間隔, d で除した値 $\Delta d/d$ として定義される。

2.3.2 ヤング率および電気比抵抗

ヤング率は超音波伝播速度法により 100 kHz の縦波伝播速度から求めた。電気比抵抗は電圧降下法で測定し、主な結果はすでに報告した。¹⁾

3. 結果および考察

3.1 X線パラメーター変化

3 銘柄の炭素材料を 1000°C ~ 3040°C までの種々の温度で各 1 時間、熱処理した後、 d_{002} および $L_{c(002)}$ を測定した。これらの X 線パラメーターは強度補正後の (002) 回折線図形から求めたものであり、SIG-B について測定した結果を Fig. 1 に示した。 d_{002} は熱処理温度が 1750°C 以下ではほとんど変わらず、いわゆる乱層構造炭素の面間隔とされている 3.44\AA に近い値を示している。一方、 $L_{c(002)}$ は熱処理温度が 1500°C になると、すでに処理前の値 (32\AA) より 20\AA 以上も増加している。なお $L_{c(002)}$ は処理温度が 3040°C になると 400\AA に達した。また、EG-36B でも SIG-B と同じような結果が得られた。

C-140 は他の 2 銘柄の場合と異なり (001) 回折線が単一のピーク図形を示さなかった。Fig. 2 は 2500°C で熱処理した C-140 の (004) 回折線図形を SIG-B と比較して示したものである。この複合図形を 2 成分の炭素による回折線図形から構成されているものと仮定し分離した後、各々の成分について加熱処理に伴う挙動を調べた。図形の分離は (002) 回折線より高角側にあり分離が比較的容易な (004) 回折線について行ない Fig. 3 および Fig. 4 に、それぞれ、分離した両成分の格子定数、 $\text{Co}_{(004)}$ および見かけの結晶子の大きさ、 $L_{c(004)}$ の変化を示した。Fig. 3 は C-140 の (004) 回折線図形をピーク位置の測定により 2 成分に分離し、各成分の $\text{Co}_{(004)}$ を他の 2 銘柄と比較したものである。第 1 の成分 (図中■印) は他の 2 銘柄と同じような変化挙動をしているが、第 2 の成分 (図中□印) は今回の熱処理温度では影響されない程黒鉛化が進んでおり $\text{Co}_{(004)}$ 値は約 6.72\AA であった。また同様の結果が $L_{c(004)}$ の測定結果 (Fig. 4) から得られており、C-140 は製造時に他の 2 銘柄と同じような黒鉛化挙動を示す原料コークスの他に黒鉛化度の高い成分が混合された材料であると推定される。C-140 に黒鉛化度の高い成分が含まれているという結果は、熱伝導度が他の 2 銘柄に比べて大きいという先の報告¹⁾とも矛盾しない。

黒鉛化は以上に述べた熱処理温度の他に熱処理時間にも影響される。SIG-B を 1000°C と 1200°C で、それぞれ長時間熱処理した後、X 線パラメーターを測定した結果を Table 1 に示す。熱処理条件が 1000°C 、1 時間の場合には X 線パラメーターの変化は認められなかったが、同温度に 1255 時間保持した後 $L_{c(002)}$ は処理前の値 (32\AA) より 3\AA 増加した。また、 1200°C の熱処理の場合には、これより短かい 401 時間後に $L_{c(002)}$ は 48\AA に達した。 $L_{c(002)}$ が $30\sim 50\text{\AA}$ の範囲での測定誤差はおおよそ 1\AA であることから、熱処理時間の増加により得られた $L_{c(002)}$ の増加量は十分意味のあるものである。なお、いずれの場合も d_{002} の変化は検出できなかった (Table 1)。

一般に黒鉛化の程度を定量的にあらわす場合、網面間隔の測定から得られる黒鉛化度や、見かけの結晶子の大きさなどが使われている。しかし Fig. 1 や Table 1 に示したように $L_{c(002)}$ の増加は d_{002} が変化しないような熱処理条件下でも始まっている。したがって、少なくとも黒鉛化の初期の段階では、 $L_{c(002)}$ は d_{002} よりも結晶構造変化をあらわすパラメーターとして

適切と言えよう。 $L_{c(002)}$ は〔1〕式に従って回折線図形の半価巾から求めたものであるが、この半価巾の変動の原因には結晶子の大きさの変化とともに格子ひずみの変化も含まれているため $L_{c(002)}$ は結晶子の真の大きさとは異なる。SIG-Bの真の結晶子の大きさ、 L_c をC軸方向の格子ひずみ、 ϵ_c とともに〔2〕式から求め $L_{c(002)}$ の変化と対応させた結果をFig. 5に示した。 $L_{c(002)}$ の増加に伴なって ϵ_c は減少しているが L_c は増加しており、 $L_{c(002)}$ が 200 \AA 程度になると対応する L_c 値はすでに 1000 \AA 以上の大きなものになっている。また $L_{c(002)}$ が 200 \AA 以上になると L_c のバラツキはハッチング線 (Fig. 5) で示したように大きくなるが、 L_c 値の飽和する傾向がこの領域で認められる。したがって、 $L_{c(002)}$ が 200 \AA 以上を示す領域では、熱処理に伴う網面の配列化現象はほぼ終了しており、 $L_{c(002)}$ の増加の原因は主として格子ひずみの減少によるためと推定される。以上に述べたように $L_{c(002)}$ は、その変化過程で持つ意味が変るが、黒鉛化の初期の段階では d_{002} よりも敏感に構造変化と対応しているため、ここでは $L_{c(002)}$ を黒鉛化をあらわすパラメーターと見なし、加熱処理に伴うSIG-Bの種々の特性値変化と対応させた。

3.2 寸法および重量変化

Fig. 6は各温度で1時間熱処理した試験片の寸法変化を $L_{c(002)}$ と対比して示したものである。なお寸法変化は長軸方向をA.G. 方向とする円柱状試験片について測定した。 $L_{c(002)}$ の増加とともに試験片は長軸方向も、半径方向 (W.G. 方向) もともに収縮しているが、この変化傾向は特に $L_{c(002)}$ 値が 150 \AA 程度より小さい領域で大きい。この領域での試験片の重量減少率は大きかったが (Fig. 7) 嵩密度は増加する傾向を示した (Fig. 8)。

寸法や嵩密度が大きく変るこの $L_{c(002)}$ 値が 150 \AA 以下の領域では、網面間隔は乱層構造炭素の値を示し、ほとんど変っていない (Fig. 1)。一方、炭素マトリックス中で網面構成に与かかっていない炭素の一部は熱処理を受けることにより、水分や不純物元素とともにマトリックス中から除去されるものと考えられるが、一部は再配列し網面を構成するようになることがFig. 5に示した真の結晶子の大きさの増加から推定される。また網面の配列化の進行はFig. 8の嵩密度増加に示されるように炭素マトリックスを緻密化し、これが寸法収縮の一因となっているものと推測される。

3.3 ヤング率および電気比抵抗変化

ヤング率も $L_{c(002)}$ が 150 \AA 程度になるまでは $L_{c(002)}$ の増加に対応して急激に減少している (Fig. 9)。また、 $L_{c(002)}$ の増加が進み、真の結晶子の大きさが一定になる領域ではヤング率の変化が少ないという結果も考慮すると、ヤング率も網面の配列化の進行状態と密接な関係を持つことが推定される。

黒鉛化に伴う電気比抵抗の減少をFig. 10に示した。電気比抵抗は $L_{c(002)}$ が $50 \sim 150 \text{ \AA}$ の領域では熱処理前の10%程度の減少を示し、ほぼ一定であるが、この領域を越えるとともに減少量が増している。 $L_{c(002)}$ 値が 150 \AA 以上になり比抵抗変化が大きくなる領域では、先

に述べたように網面の配列化は、ほぼ終了しているものと考えられるが、網面間隔の収縮が起っている。

Maire と Mering⁴⁾ は網面間隔の変化を網面の表面状態と関連させて説明しており、黒鉛化を網平面の表面から網面の構成に与からない炭素原子や残留水素原子などの不純物原子が取りさらされる現象であると考えた。彼らは黒鉛化が部分的に進行した炭素材料について、構成する網面の表面状態を、①網面が上下両面とも黒鉛化した場合、②片面のみ黒鉛化した場合、③上下両面とも黒鉛化していない場合、の3種類に分け、これら網面の存在する確率をそれぞれ g^2 , $2g(1-g)$, $(1-g)^2$ であらわした。なお g は黒鉛化をあらわすパラメーターであり、網面間隔の平均値、 \bar{d}_{002} から次式に従って求めたものである。

$$\bar{d}_{002} = 3.44 - 0.086g \dots \dots \dots [3]$$

SIG-Bについて、上に述べた定義に従って(004)回折線から3種類の網面の存在する割合を求め、各々の割合と電気比抵抗変化とを対比させた結果をFig. 11に示した。比抵抗の減少に対応して $(1-g)^2$ 、すなわち網面の表面が③の状態にある確率が低くなっている。これは網面間隔の収縮を伴う比抵抗の変化が網面の表面状態、特に網面の上下両面の状態と密接な関係を持つためと考えられる。

3.4 諸特性変化の予測

$L_{c(002)}$ を黒鉛化が余り進んでいない段階では、構造変化を敏感に表わす尺度として採り得るという3.1章の記述にもとづいて、加熱処理に伴う材料の種々の特性値変化を $L_{c(002)}$ の変化と対応させて前章までに示した。なお得られた $L_{c(002)}$ と特性値の関係は1000°C~3040°Cまでの短時間加熱処理試験による結果である。したがって、この両者の対応関係が別な方法で熱処理した場合にも成立するかどうかを確認するため以下の検討を行なった。まず、SIG-B材を1000°Cで長時間(1255時間)熱処理した場合、 $L_{c(002)}$ として35 Åを得た。次に、この値に対応する寸法変化、重量変化、高密度変化をそれぞれFig. 6, Fig. 7, Fig. 8で得られた曲線から求めるとともに、実測したそれらの値と比較してTable 2に示した。また同表に1200°Cで401時間熱処理した場合の例も併せて示した。実測値は、直径5mm、長さ20mmの円柱状試験片(長軸方向をA.G.方向とする)について測定したものであり、試験片の形状が短時間加熱処理試験の場合とは異なるが、両者の値はかなり良く一致している。

供試料を炉床部材料に使用するとした場合の $L_{c(002)}$ や諸特性値の変化を求めるには、さらに長時間にわたる試験が必要となる。しかし、以上の試験結果から次の事が予測できる。加熱処理に伴って、 $L_{c(002)}$ が仮に200 Å以上になったとしても寸法収縮量はFig. 6からA.G.方向で3%以下であり、W.G.方向ではこれより少ないものと考えられる。また重量減少および高密度増加についても $L_{c(002)}$ が200 Å以上になった場合を想定すると、Fig. 7とFig. 8からそれぞれ重量減少は3%以下、高密度増加は5%以下と推定される。

ヤング率と電気比抵抗は、長時間加熱処理後の試験片では測定しなかったがFig. 9とFig. 10から熱処理後の $L_{c(002)}$ の値に対応する変化量をそれぞれ求めTable 2に示した。この内

挿法で得られた結果によるとヤング率は 1000°C 、1255 時間の熱処理後、すでに減少する傾向を示しており、熱処理温度を 1200°C に上げると、この傾向はさらに大きくなり、処理時間が 400 時間程度であっても減少量は 20 % 近くになることが予想される。また熱処理時間をさらに増すことにより $L_{c(002)}$ の増加が進んだ場合でも Fig. 9 からヤング率の減少量は 50 % 以下に止まるものと考えられる。

電気比抵抗は Fig. 10 から $L_{c(002)}$ が約 50\AA になると 10 % 程度の減少を示すことが認められるが、この減少量は $L_{c(002)}$ が約 150\AA になるまではほとんど変わらないものと考えられる。しかし $L_{c(002)}$ が 150\AA 以上になった場合に比抵抗は急速に減少し、今回の実験で得られた $L_{c(002)}$ の最大値 400\AA に対応する値は熱処理前の値の約 35 % であった。

4. 結 論

3 銘柄の炭素材料 (SIG-B, EG-36B, C-140) について真空雰囲気下で 1200°C まで、不活性ガス雰囲気下で 3040°C までの加熱処理試験を行ない以下の結論を得た。

- <1> $L_{c(002)}$ が 150\AA 以下では網面間隔の変化が認められないことから、黒鉛構造が未発達段階では、 $L_{c(002)}$ は d_{002} よりも結晶構造変化を敏感に表わすパラメーターであることが判った。
- <2> SIG-B と EG-36B の X 線パラメーターは加熱処理に伴ない同じような変化挙動を示した。しかし C-140 には他の 2 銘柄の材料と同じような黒鉛化挙動を示す成分の他に、 $\text{Co}_{(004)}$ 値が熱処理前にすでに 6.72\AA を示すほど黒鉛化の進んだ成分も含まれており、これが熱伝導度の高い一因と考えられる。
- <3> 加熱処理に伴なう $L_{c(002)}$ の増加の原因として炭素網面の配列化の進行と、C 軸方向の格子ひずみの減少とがあるが、SIG-B の場合、網面の配列化は $L_{c(002)}$ が 200\AA 程度に成長するとほぼ完了するものと考えられる。
- <4> $L_{c(002)}$ の増加とともに SIG-B 試験片の寸法およびヤング率は減少し高密度は増加した。これらの変化率は $L_{c(002)}$ が 150\AA 以下で特に大きく、この領域は網面の配列化が進む領域と一致している。
- <5> SIG-B の電気比抵抗減少率は $L_{c(002)}$ が 150\AA 以下の場合には 10 % 程度であったが、 $L_{c(002)}$ がさらに増加し、 d_{002} の減少が認められる領域に入るとともに大きくなった。 d_{002} の減少を網面の表面状態が炭素状から黒鉛状に変わるために起るとする既存のモデルに従うと、比抵抗は網面の表面状態と密接な関係を持つものと推定される。
- <6> 炉床部材料の使用条件である 1000°C で長時間熱処理した SIG-B の $L_{c(002)}$ 値は増加した。 $L_{c(002)}$ の変化に対応する材料の寸法変化や高密度変化は予測値と一致しており、短時間加熱処理試験で得られた $L_{c(002)}$ と特性値の関係は長時間加熱処理の結果にも適用できるものと考えられる。

謝 辞

この研究をまとめるにあたり、有益な助言をいただいた燃料工学部岩本次長、黒鉛材料研究室、今井久氏ならびにX線回折線強度の補正に関して種々の助言をいただいた野村眞三氏に謝意を表します。

参 考 文 献

- (1) 松尾秀人, 斎藤保, 福田保昌, 佐々木泰一, 長谷川隆, JAERI-M 8551(1979)
- (2) 松尾秀人, 斎藤保, 福田保昌, 佐々木泰一, JAERI-M 8561(1979)
- (3) Inagaki M., Furuhashi H., Ozeki T., Naka S., J. Mater. Sci., 8, 312(1973)
- (4) Maire J. and Mering J., In Chemistry and Physics of Carbon (Edited by P.L.Walker, Jr.), Vol. 6, PP125-190, Marcel Dekker, New York (1979)

Table 1 Changes of x-ray parameters for SIG-B carbon

Heat treatment temp. [°C]	Heat treatment time [hr]	X-ray parameters [Å]	
		$L_C(002)$	d_{002}
(As received)		32	3.441
1000	1	32	3.442
1000	1255	35	3.447
1200	1	33	3.444
1200	401	48	3.441

Table 2 Changes of physical properties for SIG-B carbon :

a) After heat treatment at 1000°C for 1255hr

Property change		Predicted	Measured
Length change*	[%]	-0.30	-0.39
Weight loss	[%]	0.15	0.78
Increase of bulk density	[%]	0.35	0.29
Young's modulus*	(E/E ₀)	0.94	—
Electrical resistivity*	(ρ/ρ_0)	0.98	—

b) After heat treatment at 1200°C for 401hr

Property change		Predicted	Measured
Length change*	[%]	-0.92	-1.2
Weight loss	[%]	0.52	0.93
Increase of bulk density	[%]	1.5	1.6
Young's modulus*	(E/E ₀)	0.84	—
Electrical resistivity*	(ρ/ρ_0)	0.94	—

* A.G. direction

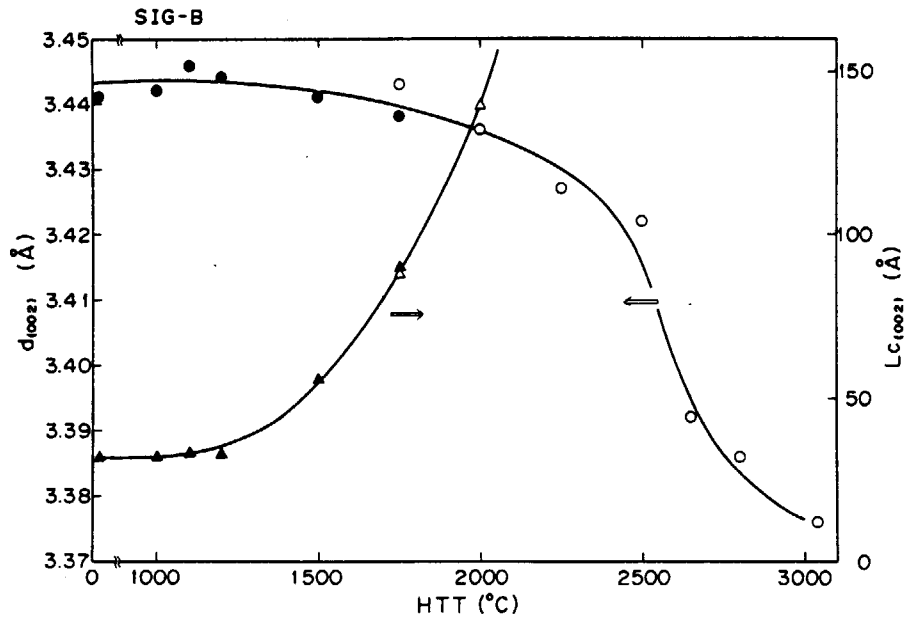


Fig.1 Changes of d_{002} and $L_{c(002)}$ for SIG-B carbon heat-treated for 1 hr each.
 O, Δ : (002) line is not corrected except for instrumental errors.

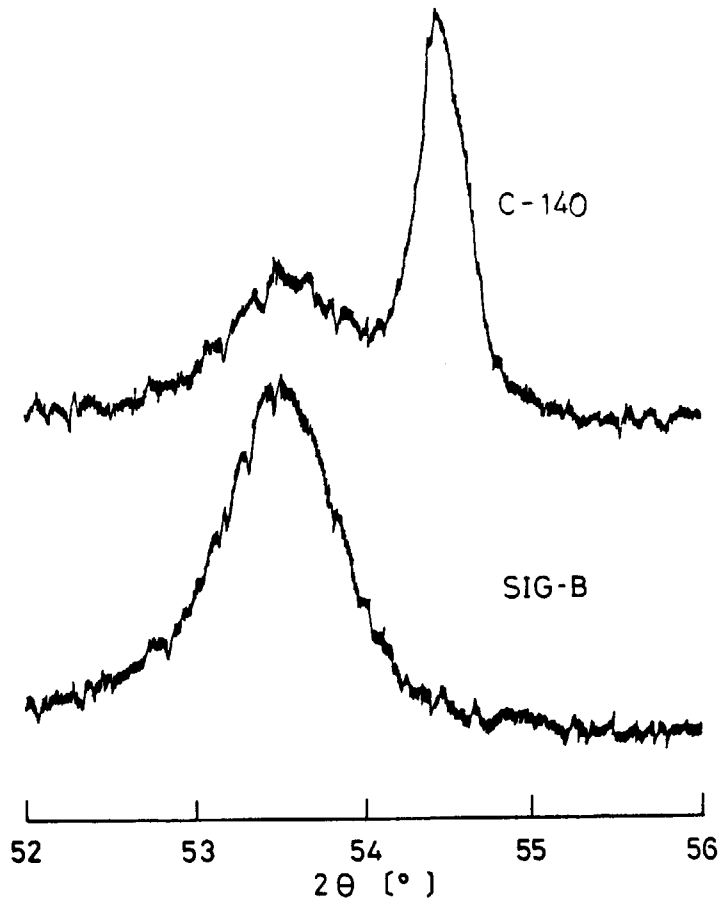


Fig.2 (004) diffraction profiles of C-140 and SIG-B carbons heat-treated at 2500°C for 1 hr.

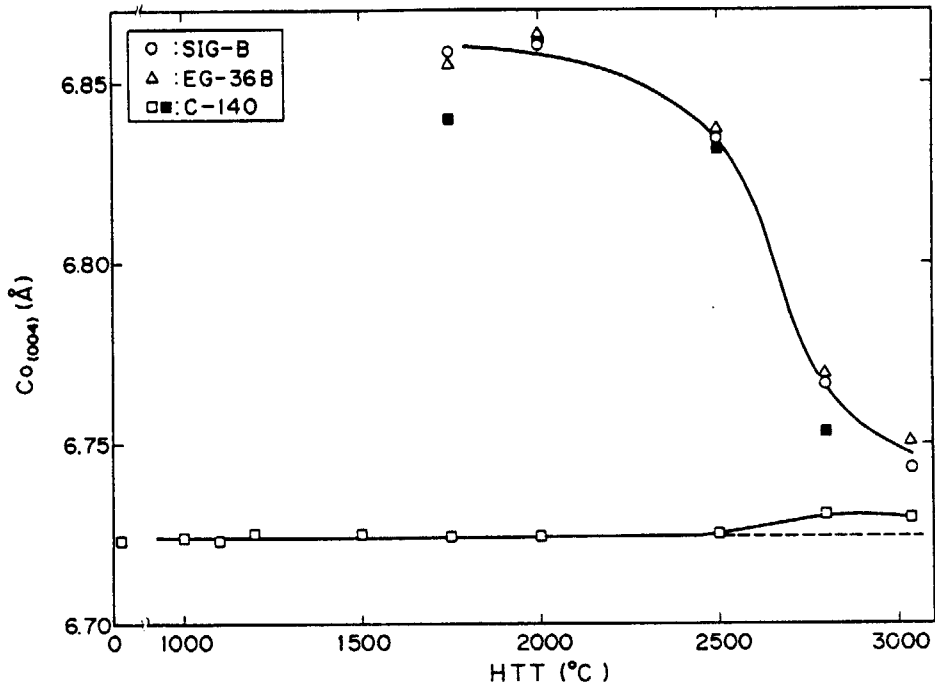


Fig.3 Changes of $Co_{(004)}$ for C-140, SIG-B and EG-36B carbons heat-treated for 1 hr each.

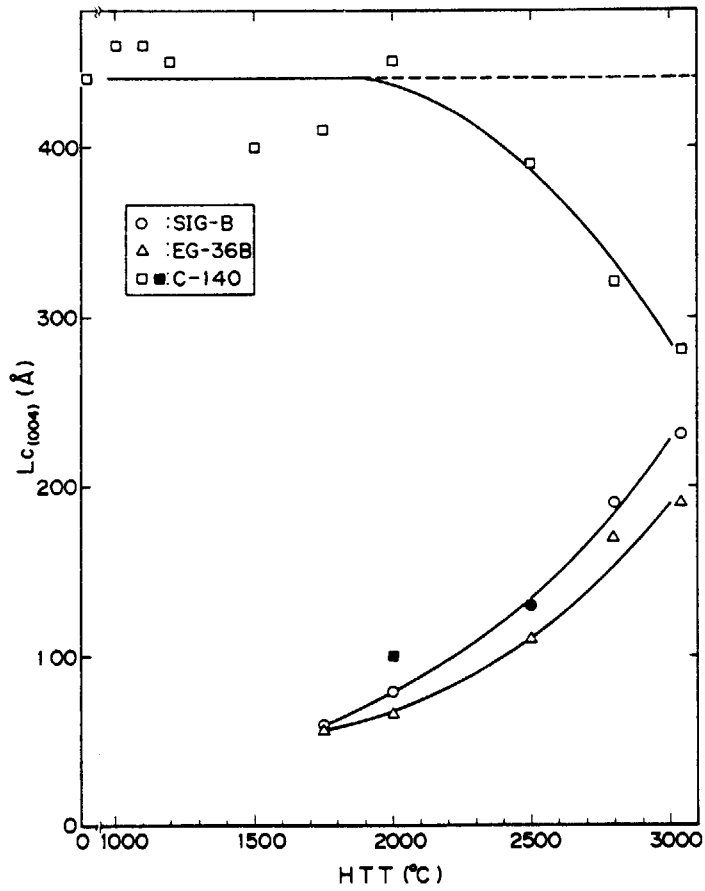


Fig.4 Changes of $L_{c(004)}$ for C-140, SIG-B and EG-36B carbons heat-treated for 1hr each.

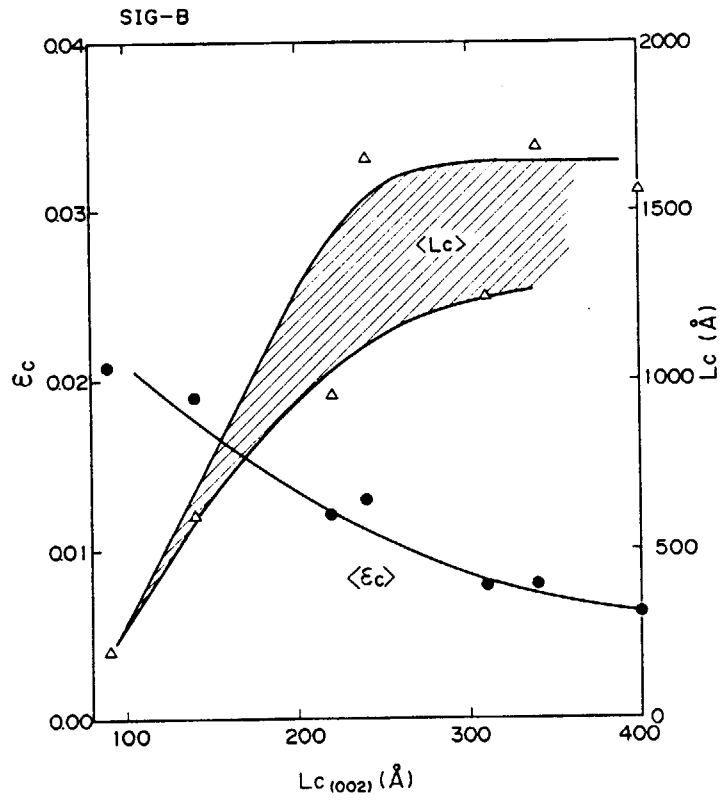


Fig.5 Changes of ϵ_c and L_c for SIG-B carbon plotted against the increase of $L_{c(002)}$.

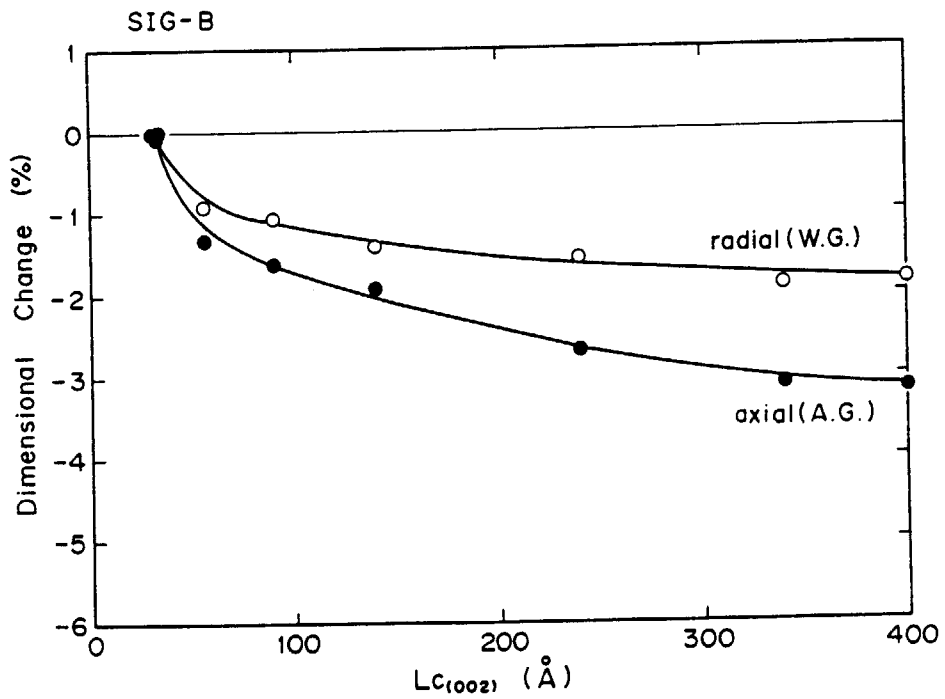


Fig.6 Dimensional changes of SIG-B carbon plotted against the increase of $L_{c(002)}$.

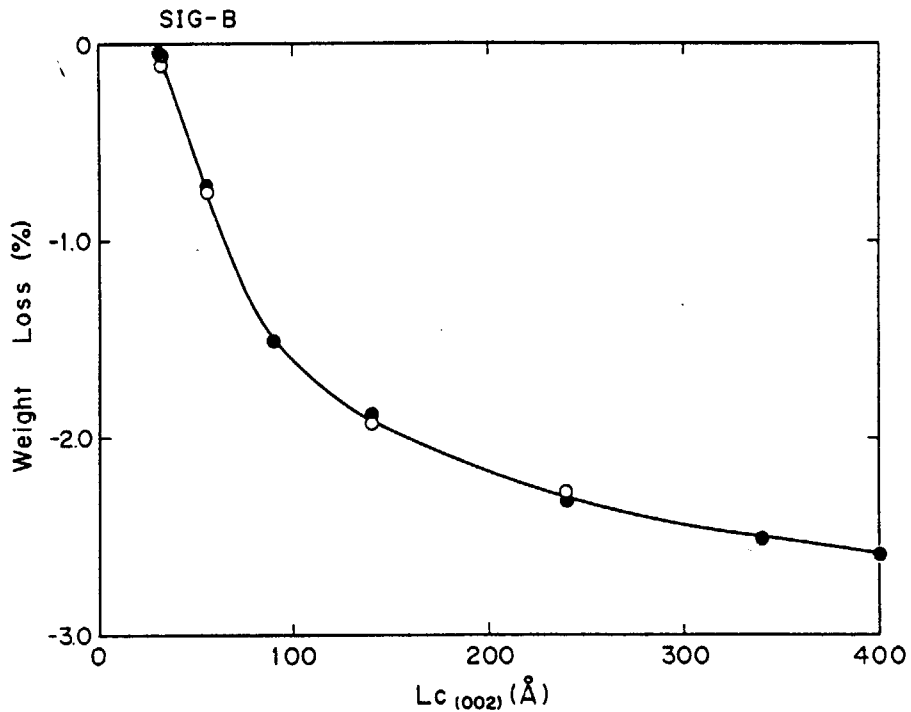


Fig.7 The weight loss of SIG-B carbon plotted against the increase of $L_{c(002)}$.
 ○: The symmetrical axis of specimen is taken to W.G. direction,
 ●: A.G. direction.

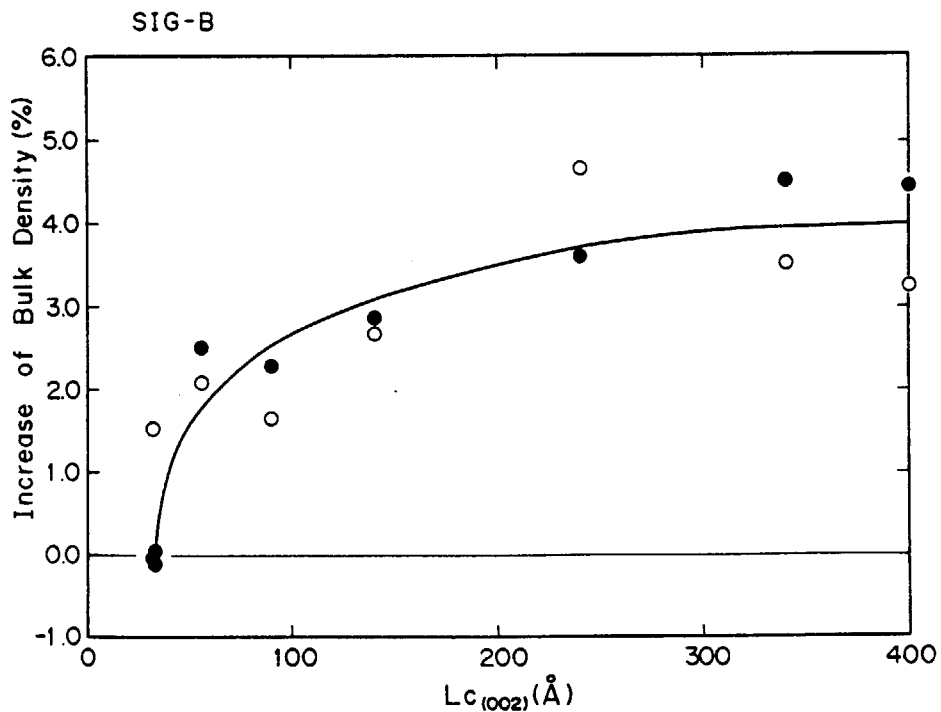


Fig.8 The increase of bulk density for SIG-B carbon with $L_{c(002)}$.
 ○: The symmetrical axis of specimen is taken to W.G. direction, ●: A.G. direction.

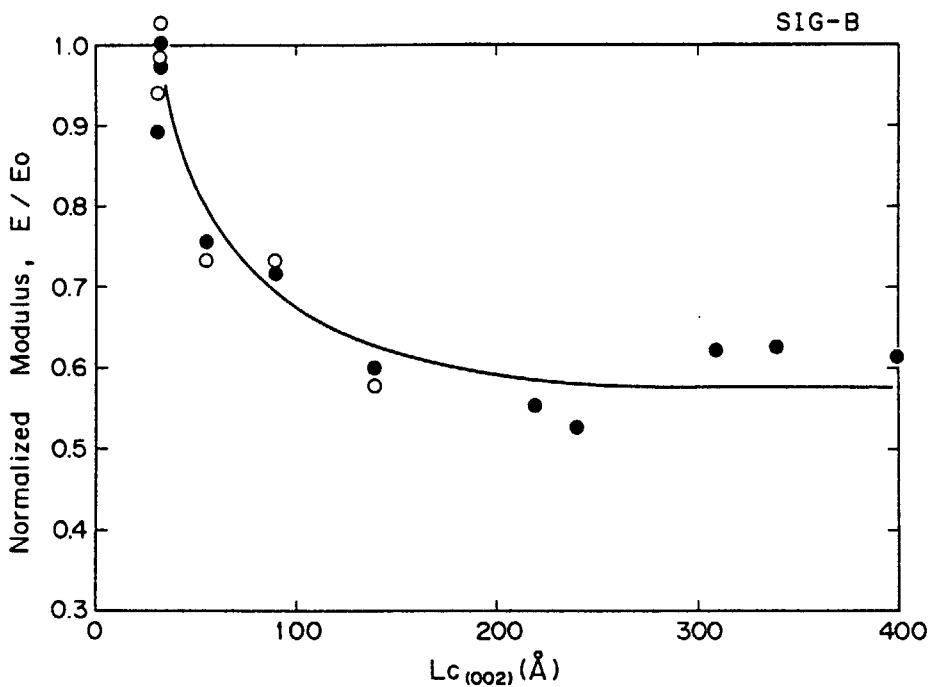


Fig.9 The decrease of Young's modulus for SIG-B carbon plotted against the increase of $L_{c(002)}$.
 ○: W.G. direction, ●: A.G. direction.

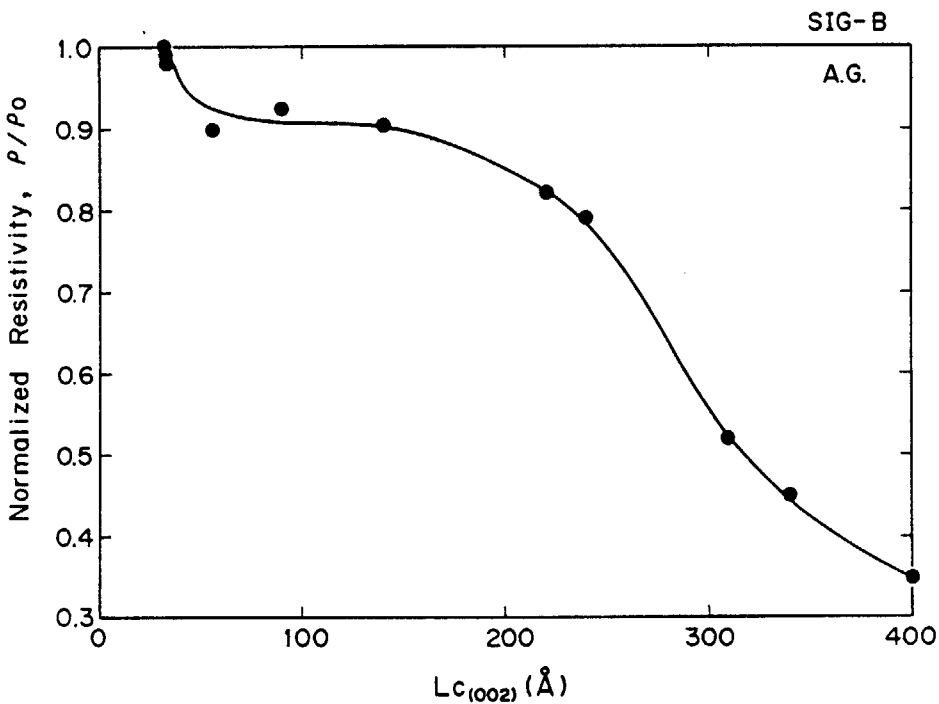


Fig.10 The decrease of electrical resistivity for SIG-B carbon plotted against the increase of $L_{c(002)}$.

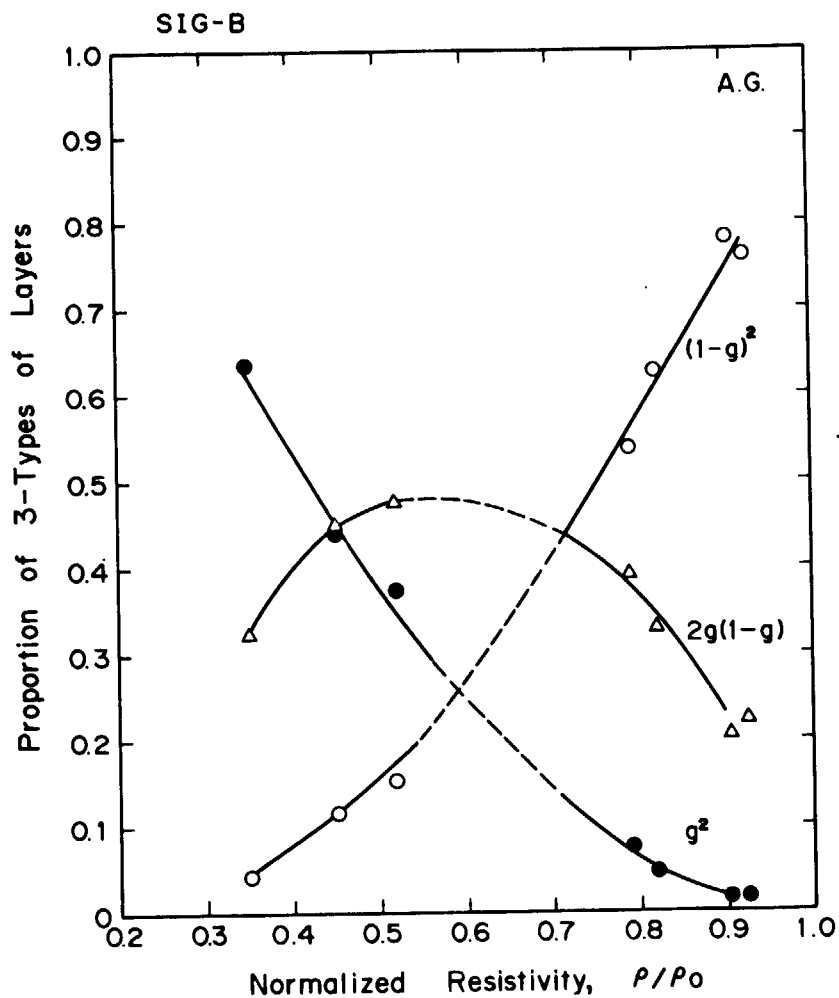


Fig.11 Relationships between changes in the electrical resistivity and those in the proportion of 3-types of layer planes for SIG-B carbon calculated after Maire and Mering ⁴⁾.