

研究論文

CFRTP 射出成形品の X 線 CT による 3 次元内部構造解析

吉田陽子*1、杉本貴紀*1、村瀬晴紀*2

3D Structural Analysis with X-ray CT for CFRTP Injection Molded Specimens

Yoko YOSHIDA*1, Takanori SUGIMOTO*1 and Haruki MURASE*2

Research Support Department *1*2

炭素繊維強化熱可塑性プラスチック(CFRTP)において、短繊維 CFRTP と長繊維 CFRTP の射出成形品を作製し、X 線 CT による 3 次元内部構造解析を行った。その結果、短繊維 CFRTP では、炭素繊維(CF)の分布や、空隙の分布・体積の成形品ごとのばらつきが小さく、長繊維 CFRTP では、ばらつきが大きいことが分かった。成形品の機械特性にばらつきを与えると予想される 3 次元内部構造のばらつきを評価した本解析手法は、CFRTP 射出成形品の活用範囲を広げる上で有用であると考えられる。

1. はじめに

炭素繊維強化熱可塑性プラスチック(CFRTP)は、従来のエンジニアリングプラスチックに比べて飛躍的に機械特性が優れることから、一般機械部品等の射出成形品として、広く活用されるようになりつつある。CFRTP 射出成形品の機械特性は、炭素繊維(CF)の含有量、繊維長、樹脂の種類、CF と樹脂の密着性といった材料由来の因子に依存し、CF 含有量がある程度多く、繊維長が長いほど、機械特性が良いことが知られている^{1),2)}。加えて機械特性は、材料の 3 次元内部構造と密接に関連すると考えられる。しかしながら、既往の研究では、顕微鏡による断面観察や X 線 CT 断層像の画像解析によって、内部構造を 2 次元で評価した研究例はある^{1),3)}が、3 次元で評価した研究例はまだ少ない。

本研究では、CFRTP 射出成形品の機械特性に影響を及ぼすと考えられる 3 次元内部構造を評価することを目的とし、内部構造を左右する種々の要因のうち、CF の繊維長に着目した。短繊維 CFRTP と長繊維 CFRTP の射出成形品を作製し、X 線 CT による 3 次元内部構造解析により、射出成形品の内部構造(CF の分布、空隙の分布・体積)を調べた。

2. 実験方法

2.1 射出成形品の作製

原料として、短繊維強化 66 ナイロン(東レ(株)製、3101T-30V、以下 CFRTP_S)と、長繊維強化 6 ナイロン(東レ(株)製、TLP1060、以下 CFRTP_L)のペレット(CF の含有量はともに 30wt%)を使用した。三河繊維技術センター据置の射出成形機(東洋機械金属(株)製、Si-15V)を用いて、CFRTP_S と CFRTP_L のダンベル形の射出成形品(形状は JIS K 7139 タイプ A13 に準拠)を作製した。成形品の外観に欠損や大きなへこみが見られない成形条件において、それぞれ 10 本ずつ作製した。

2.2 X 線 CT 測定による成形品内部構造の観察

作製した成形品の内部構造を観察するために、あいちシンクロトロン光センター-BL8S2 にて、X 線 CT 測定を行った。公称等倍(視野サイズ:13.3mm×13.3mm)、0.1 度ピッチで試料を 360 度回転させ、露光時間 50msec で各 X 線透過像を取得した。測定時間短縮のため、図 1(a)のとおり、成形品 4 本を同一視野内に収まるようにセットし、1 測定で各成形品の平行部(幅:3.5mm、厚さ:2mm)の中心付近を同時に取得した。

360 度分の X 線透過像に対して、Tomopy(Fourier

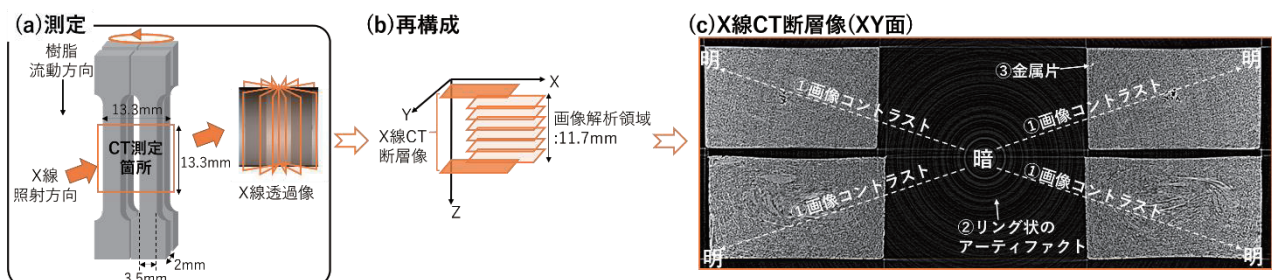


図 1 X 線 CT 測定から CT 断層像取得までの流れ

*1 共同研究支援部 計測分析室 *2 共同研究支援部 シンクロトロン光活用推進室(現あいちシンクロトロン光センター)

Grid Reconstruction Algorithm)にて再構成処理を行い(図 1(b))、X 線 CT 断層像(XY 面)を取得した。X 線透過像の上端と下端はコントラストが低く、解析は困難であると判断し、Z 方向の画像解析領域は、中心部 11.7mm の範囲とした。

2.3 X 線 CT 断層像の解析

画像処理ソフトウェアである ImageJ⁴⁾と Dragonfly(Object Research System 社製)を使用し、X 線 CT 断層像の解析を行った。

図 1(c)に、X 線 CT 断層像中に生じる 3 種類のアर्टیفクトを示す。①断層像の中心から放射方向に傾斜がある輝度や、②同心円状に生じるリング状のアर्टیفクト、③射出成形機のスクリーや金型などから、まれに金属片が混入することで生じると考えられる特異な輝点、である。いずれのアर्टیفクトも、X 線 CT 断層像を、CF の相、樹脂の相、空隙の相に分類する際に不具合の原因となるため、画像処理ソフトウェアを用いて、3 種類のアर्टیفクトを低減させる処理を行った。その後、成形品 1 本ずつに画像を切り分け、3 値化処理により、CF 相、空隙相を抽出した。

2.3.1 CF 分布の 3 次元内部構造解析

CF の分布の解析は、CF 相に内接する球の直径を算出する方法を用いた(図 2)。CF が分散していると、CF1 本 1 本の中に内接球が収まるため、球の直径は小さく、直径の大きさのばらつきも小さくなる。一方、CF が凝集していると、球の直径は大きくなり、直径の大きさにばらつきが生じる。このため、CF の分布状態が、内接球の直径の大小に反映されると考えた。

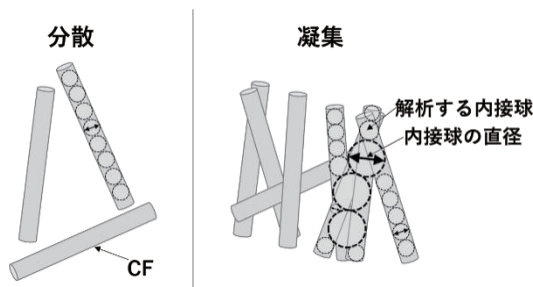


図 2 CF 分布の解析の考え方

2.3.2 空隙の分布・体積の 3 次元内部構造解析

抽出した空隙相について(図 3(a))、空隙 1 つ 1 つを個別に認識させ(図 3(b))、個々の重心位置座標・体積の算出を行った。空隙の分布を評価するために、成形品 1 本あたりの X 線 CT 断層像の画像解析領域(幅:3.5mm、厚さ:2mm、Z 方向:11.7mm)を、図 3(c)のとおり 45 分割(XY 平面:9 分割、Z 方向:5 分割)した。そして、分割した各領域に存在する空隙の個数や、その体積を求めた。

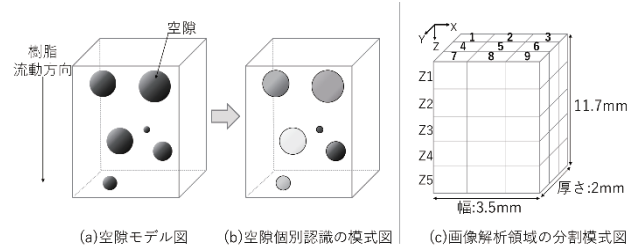


図 3 空隙の解析の考え方

3. 実験結果及び考察

3.1 繊維長の計測

原料ペレットに含まれる CF の繊維長を計測するため、CFRTP_S については、ペレットを燃焼させて CF を採取し、デジタルマイクロスコープで繊維長を計測した(n=200)。CFRTP_L については、ペレット長と同じ長さの CF が同一方向に揃って含有している樹脂材料であるため、ノギスでペレットの長さを計測し、その計測値を繊維長とした(n=10)。計測した結果、CF の平均繊維長は、CFRTP_S:0.2mm、CFRTP_L:7mm であった。

3.2 CFRTP 射出成形品の内部構造観察

X 線 CT 断層像(XY 面)から、成形品長手方向断面を確認できる XZ 面に変換した断層像を図 4 に示す。画像のコントラストは、白:CF、灰色:樹脂、黒:空隙である。

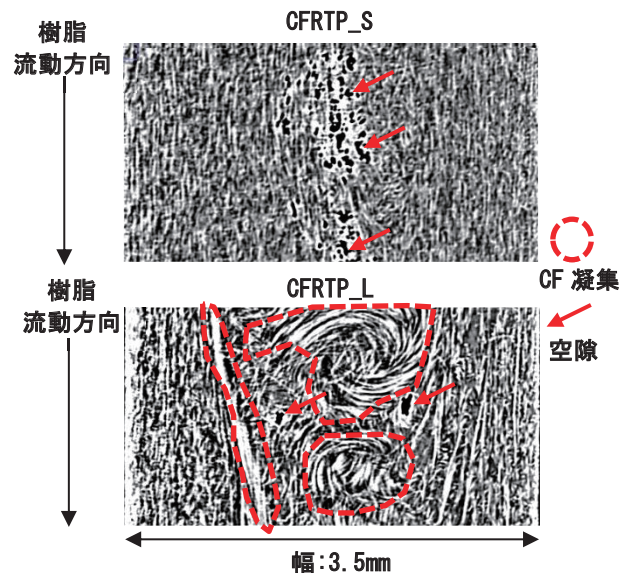


図 4 平行部中心付近の X 線 CT 断層像(XZ 面)

CFRTP_S では、CF は均一に分布しており、成形品の中心部で、空隙が樹脂流動方向に連続的に存在する様子が見られた。一方、CFRTP_L では、CF が均一に分散せず、内部で渦巻き状に凝集する様子が見られた。また、凝集の周りに空隙が存在することが分かった。

CF 凝集の多くは表層ではなく、成形品の内部に存在していた。金型の壁面に近い表層では、金型の樹脂流動

への影響が強く、CF は金型に沿って流れ、凝集が起こりにくい状況であったと考えられる。一方、成形品の内部では、金型の壁面から離れているため、金型からの樹脂流動への影響が比較的弱く、CF の流れがランダムになりやすい状況であったと推察できる。CFRTP_L は繊維長が長いいため、CF が絡まりやすく、凝集が起こりやすい状況であったと考えられる。

3.3 CF 分布の 3 次元内部構造解析

CF の分布を内接球の直径で評価し、3 次元表示した結果を図 5 に示す。画像の色は、球の直径が大きくなるにつれ、青→緑→赤となるレインボー表示で示している。

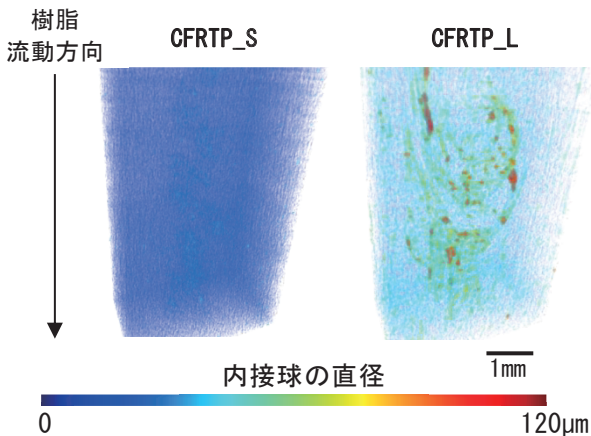


図 5 CF 分布の代表的な 3 次元画像

CFRTP_S は、成形品の中のいずれも青色で、内接球が非常に小さかったのに対し、CFRTP_L では、緑から赤色を示す内接球が多く確認された。さらに、それらの領域は、渦巻き状に繋がっている様子が見られた。これらの傾向は、図 4 で X 線 CT による 2 次元断層像から確認できた傾向と一致するものであり、内接球の値の大小によって CF 分布を 3 次元評価することができた。

次に、成形品ごとに内接球の最大直径を算出した結果を表 1 に示す。

表 1 内接球の最大直径

	平均(μm)	標準偏差(μm)	変動係数
CFRTP_S(n=10)	68.9	5.61	0.081
CFRTP_L(n=10)	132	43.3	0.328

CFRTP_S に比べて CFRTP_L の方が、内接球の最大直径の平均値が大きく、特に変動係数において、その傾向が顕著であった。CFRTP_S では、CF の分布が均一であることに加えて、CF の分布に成形品間の差が少ないのに対して、CFRTP_L では CF の凝集が生じたことに加えて、凝集の程度が成形品間で大きく異なることが示唆された。このような傾向は、成形品 1 つにつき、ある 1 断面の 2 次元断層像を 10 体分並べて見るだけでは

判断が困難であり、3 次元での定量的な解析によって判明したものである。

3.4 空隙の 3 次元内部構造解析

成形品内の空隙相を黒色で 3 次元表示した画像を図 6 に示す。また、図 3(c)で示した 1 つの分割領域に存在する空隙の体積を、画像解析領域全体に存在する空隙の総体積で除し、各評価領域の体積率の算出を行った。その結果を図 7 に示す。それぞれの分割領域において、成形品 10 本の平均値を表示した。

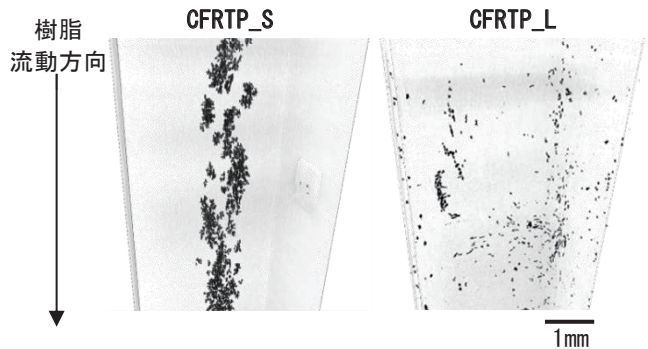


図 6 空隙分布の代表的な 3 次元画像

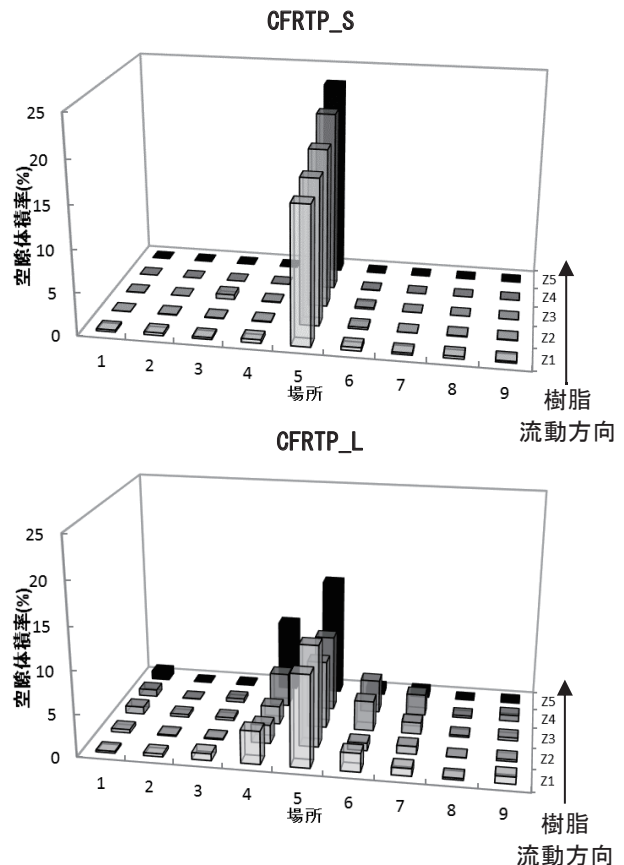


図 7 各評価領域における空隙体積率

CFRTP_S では樹脂流動方向(Z 方向)のどの位置においても、場所 5 の中央部で空隙の体積率が一番大きく、Z1~Z5 で場所 5 の体積率を合算すると、ほぼ 100%とな

った。CFRTP_S の成形品内にある多くの空隙が中央に存在していることを示す結果となった。また、Z1 から Z5 方向の樹脂流動方向に沿って、体積率が 16%から 23%に増加していた。これは、Z1 に比べて Z5 の方が樹脂流入口から遠いため、樹脂が冷えて固まりやすく、空隙がより多く内部に残存したと考えられる。一方、CFRTP_L においては、場所 5 の体積率を合算すると、約 50%であり、同時に、場所 4、6 にも空隙が多くあり、空隙が 3次元で不規則に分布していることが分かった。CFRTP_L では、成形品内部に CF の凝集が存在するなど CF の分布にばらつきがあり、その影響を受け、空隙の分布にばらつきが生じたと考えられる。

次に、成形品ごとに空隙の個数を比較した結果を表 2 に、成形品ごとに空隙の最大体積を比較した結果を表 3 に示す。

表 2 成形品内に存在する空隙の個数

	平均(個)	標準偏差(個)	変動係数
CFRTP_S(n=10)	2739	958	0.350
CFRTP_L(n=10)	839	770	0.918

表 3 成形品内に存在する空隙の最大体積

	平均(μm^3)	標準偏差(μm^3)	変動係数
CFRP_S(n=10)	1.3×10^6	2.4×10^5	0.18
CFRP_L(n=10)	9.6×10^5	4.4×10^5	0.46

CFRTP_S では、同条件で作製した成形品 10 本ともに、空隙が多く、体積は大きいことが分かった。また、数や体積のばらつきを示す変動係数は小さく、成形品ごとで空隙の生じ方に差がないことが分かった。一方、CFRTP_L では、成形品 10 本に存在する空隙は少なく、体積も小さいが、それらのばらつきは、成形品間で大きいことが分かった。この違いも CF 分布のばらつきが影響しているものと考えられる。

3.5 繊維長の違いが 3次元内部構造に与える影響

CFRTP_S では、CF の分布や、空隙の分布・体積の成形品ごとのばらつきは小さいが、CFRTP_L では、ばらつきが大きいことが分かった。繊維長が長いと成形中に繊維同士が絡まりやすく、樹脂が流動する中で凝集が

生じたと考えられる。その現象は偶発的に生じており、成形品内の同じ位置で同じ大きさの凝集が起きるといった再現性はない。そのため、成形品ごとに CF の凝集や空隙の生じ方が異なり、成形品間の内部構造のばらつきにつながったと考えられる。

本研究で示した、繊維長が長い成形品間の内部構造のばらつきは、成形品の機械特性のばらつきの原因となり、製造現場では品質問題となることが予想されるため、このような解析手法は、CFRTP 射出成形品の活用範囲を広げる上で非常に有用である。

4. 結び

本研究では、短繊維 CFRTP と長繊維 CFRTP の射出成形品を作製し、X線 CT による 3次元内部構造解析を行った。結果は以下のとおりである。

- (1) 短繊維 CFRTP では、CF の分布や、空隙の分布・体積の成形品ごとのばらつきが小さく、長繊維 CFRTP では、ばらつきが大きいことが分かった。
- (2) 長繊維 CFRTP 間の内部構造のばらつきは、成形品の機械特性のばらつきの原因になると予想できる。本研究を通して行った 3次元内部構造解析による評価手法は、CFRTP 射出成形品の活用範囲を広げる上で有用である。

本研究における CF 含有量は 30wt%であるが、同じ繊維長でも、含有量が異なると内部構造のばらつきの生じ方が異なるか、今後明らかにしたい。また、成形品の内部構造のばらつきが、機械特性のばらつきにどの程度影響を及ぼすのかについても検討する予定である。

文献

- 1) 小川俊夫, 美馬正道, 田矢直紀: 成形加工, **8**(11), 739(1996)
- 2) 石川隆司: 精密工学会誌, **81**(6), 489(2015)
- 3) 吉田陽子, 中西裕紀, 杉本貴紀, 門川泰子: あいち産業科学技術総合センター研究報告, **8**, 6(2019)
- 4) Rasband, W.S.: ImageJ, U. S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA, <http://imagej.nih.gov/ij/>, 1997-2012.(2021/04/07)