研究論文

CFRTP 射出成形品の X 線 CT による内部構造解析と引張特性の関係

吉田陽子[*1]、杉本貴紀[*1]、杉山信之[*2]

Internal Structural Analysis with X-ray CT and Tensile Properties for CFRTP Injection Molded Specimens

Yoko YOSHIDA[*1], Takanori SUGIMOTO[*1] and Nobuyuki SUGIYAMA[*2]

Research Support Department[*1*2]

炭素繊維(CF)の長さと繊維含有量が炭素繊維強化熱可塑性プラスチック(CFRTP)の内部構造、引張特性に与える影響を調べるため、繊維含有量を変えた短繊維 CFRTP と長繊維 CFRTP の射出成形品を作製し、X 線 CT による 3 次元内部構造解析と引張試験を行った。その結果、射出成形品の内部構造のうち、CF 分布の成形品間のばらつきは、最大応力のばらつきと同様の傾向を示し、引張特性に与える影響が大きいことが分かった。

1. はじめに

CFRTP 射出成形品の機械特性は、一般的に繊維長が長く、繊維含有量がある程度多いほど、良いことが知られている[1),2)]。機械特性は内部構造と密接に関係し、その内部構造は、CF の長さ、含有量、樹脂の種類、CF と樹脂の密着性といった材料由来の因子の影響を受ける。筆者らはこれまでに、含有量 30wt%において、繊維長が CFRTP 射出成形品の内部構造と引張特性に与える影響について研究を行った[3)~5)]。その結果、短繊維成形品では CF の分布に成形品間の差異がなく、引張特性のばらつきは小さかった。一方、長繊維成形品では CF の凝集が成形品間で不規則に生じ、引張特性のばらつきが大きかった。CF の繊維長は、製品の品質を保つために重要な引張特性の成形品間のばらつきに影響を与えることが分かった。

本研究では、既報の研究と同様の短繊維成形品、長繊維成形品について、繊維含有量を5、10、20、30wt%に設定し、CF の繊維長と含有量が CFRTP 射出成形品の内部構造、引張特性に与える影響を調べることを目的とした。得られた結果から、射出成形品の内部構造と引張特性の成形品間のばらつきの関係を検討した。

2. 実験方法

2.1 射出成形

原料として、繊維含有量 30wt%の短繊維強化 66 ナイロン(東レ(株)製、3101T-30V)と、繊維含有量 30wt%の長繊維強化 6 ナイロン(東レ(株)製、TLP1060)、非強化の 66 ナイロン(東レ(株)製、CM3001-N)のペレットを使用した。繊維含有量 5、10、20wt%については、繊維強化ペレットと非強化ペレットを重量比でドライブレンドし、射出成形に用いた。繊維含有量 30wt%については、強化ペレットをそのまま用いた。CF の平均繊維長は、短繊維強化 66 ナイロン:0.2mm、長繊維強化 6 ナイロン:7mm であった[3)]。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、ダンベル形の短繊維成形品と長繊維成形品(形状は JIS K 7139 タイプ A13 に準拠、平行部の幅:3.5mm、厚さ:2mm)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 9 体ずつを以下の評価に用いた。

2.2 X 線 CT 測定による成形品内部構造の観察

あいちシンクロトロン光センターBL8S2 にて X 線 CT 測定を行い、成形品の内部構造を観察した。CF 分布を観察するために公称 5 倍(視野サイズ:2.6mm×2.6mm、1.3μm/voxel)、空隙を観察するために公称等倍(視野サイズ:13.3mm×13.3mm、6.5μm/voxel)の 2 条件を測定倍率とした。各条件における X 線透過像の測定箇所を**図 1** に示す。5 倍では、平行部の幅方向半分が収まる箇所で測定を行った。等倍では、成形品 4 体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の樹脂流動方向の中央付近を取得した。2 条件とも 0.1 度ピッチで試料を 180 度回転させ、露光時間 20msec で各 X

*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

線透過像を取得した。180 度分の X 線透過像に対して、Dragonfly(Object Research System 社製)実装の再構成プログラムにて再構成処理を行い、X 線 CT 断層像を取得した。

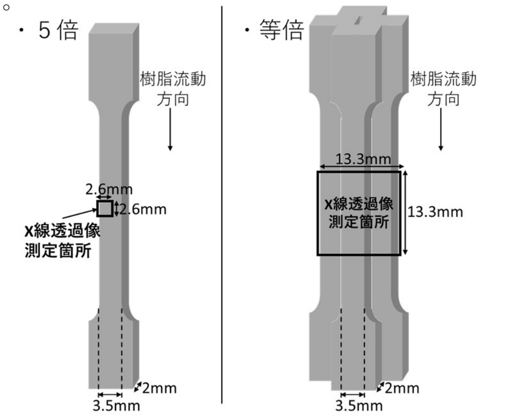

図 1　X 線透過像の測定箇所について

2.3 X 線 CT 断層像の解析

得られた CT 断層像に対して、アーティファクトを低減させる画像処理を行った [3]。その後、5 倍断層像では、2 値化により CF 相の抽出を行い、CF 分布を定性的に評価した。

等倍断層像では、成形品 4 体を 1 体ずつに画像を切り分け、成形品内の空隙相を抽出した。Dragonfly の Watershed 処理により空隙 1 つ 1 つを個別に認識させ(**図 2**(a))、個々の重心位置座標・体積の算出を行った。空隙の多い成形品について空隙分布を評価するため、図 2(b)のとおりに画像解析領域(幅:3.5mm、厚さ:2mm、Z 方向:11.7mm)を 75 分割(XY 平面:15 分割、Z 方向:5 分割)し、分割した各領域における空隙の体積率を求めた。

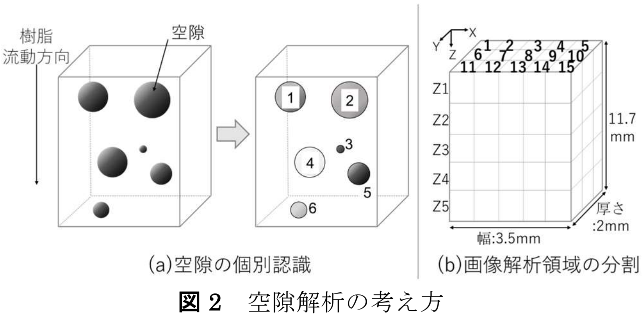

図 2　空隙解析の考え方

2.4 引張試験

オートグラフ((株)島津製作所製、AG-50kNXplus)を用いて、引張試験を行った。5kN のロードセルも用い、引張速度を 2mm/min とした。また、成形品平行部に白色の標線(標線間距離:20mm)を引き、非接触により伸びを測定し、引張ひずみを算出した。

3. 実験結果及び考察

3.1 CF の定性的な 3 次元分布

X 線 CT 断層像から抽出した短繊維成形品と長繊維成形品の CF 相について、3 次元画像を**図 3**、**図 4** に示す。表示領域は、成形品平行部左半分(左端から 1.75mm、成形品厚さ 2mm のうち中央付近の 0.2mm 分)である。

短繊維成形品では、どの含有量においても成形品内で CF が均一に分布していた。また、樹脂流動方向に沿った CF が多いものの、流動方向に平行でない CF も存在し、その傾向は幅方向の中央付近で顕著であった(黒丸で示す箇所)。長繊維成形品では、どの含有量においても樹脂流動方向に平行な CF 以外に、湾曲した CF が多く見られ、不規則に分布していた。これらのことから、成形品間のばらつきについては、短繊維成形品では含有量によらずばらつきが小さく、長繊維成形品では含有量によらずばらつきは大きいと考えられる。

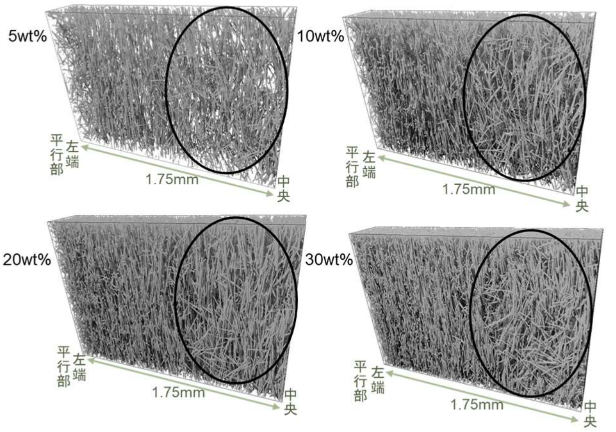

図 3　短繊維成形品の CF の 3 次元分布

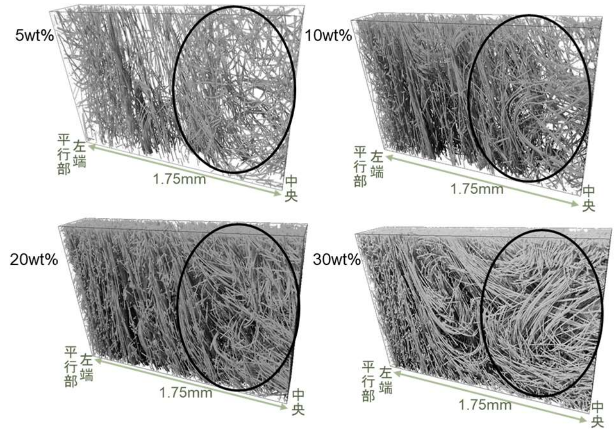

図 4　長繊維成形品の CF の 3 次元分布

3.2 空隙の 3 次元分布

成形品内の空隙を黒色で 3 次元表示した結果を**図 5**、**図 6** に示す。

短繊維成形品では、5、10、20wt% において、空隙がほとんど存在しなかったが、30wt%では樹脂流動方向に沿って横断面の中心部で連続的に分布していた。一方、長繊維成形品では、5、10wt%に空隙はあまり見られず、20、30wt%では空隙が存在していた。定性的に

は、長繊維成形品の空隙は CF が湾曲して存在している凝集箇所に多くあるように見受けられ、既報の研究と同様の傾向が見られた[3]。

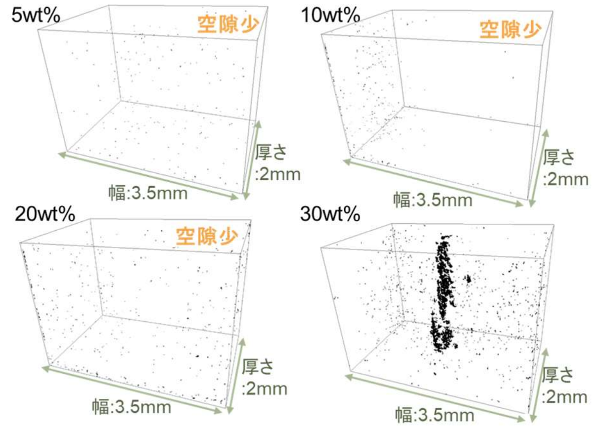

図 5　短繊維成形品の空隙の 3 次元分布例

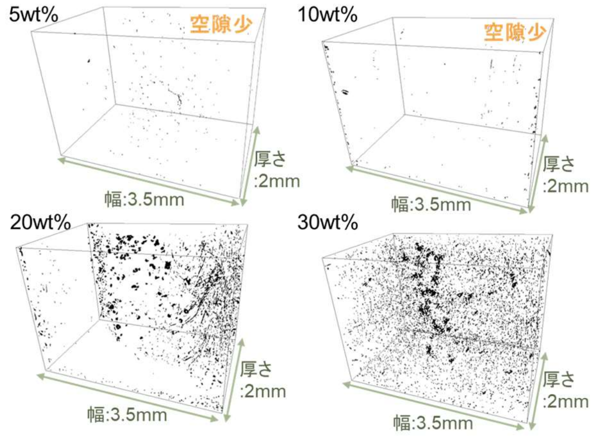

図 6　長繊維成形品の空隙の 3 次元分布例

ここで、空隙が多く存在する短繊維成形品 30wt%と長繊維成形品 20、30wt%について、図 2(b)のとおり分割した各領域に存在する空隙体積をその分割領域の体積で除し、各分割領域の空隙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 9 体の平均値を表示した。

短繊維成形品では樹脂流動方向(Z 方向)のどの位置においても、場所 8、つまり成形品横断面の中心で空隙体積率が大きく、Z1 から Z5 にかけて体積率はさらに大きくなった。これらの傾向は、9 体の成形品全てに共通して見られた。空隙が横断面の中心、かつ樹脂流動の下流側ほど多く存在していることを示す結果となった。樹脂は内部より金型付近で、さらに樹脂流動の下流側ほど冷えて固まりやすいため、空隙が多く残存したと考えられる。一方、長繊維成形品では、場所 5~10、Z1~Z5 に空隙が多く存在しており、短繊維成形品の 30wt%と比べて広い領域に分布していた。

成形品間のばらつきについて、短繊維成形品 5、10、20wt%では成形品内に存在する空隙はほとんどなかったため、ばらつきはないと言える。また、短繊維成形品 30wt%では空隙が多く存在していたが、9 体の成形品で共通して横断面中心に分布していたため、分布箇所の成形品間のばらつきは小さいと考えられる。一方、長繊維成形品 5、10wt%は空隙がほぼないため、成形品間のばらつきはなかった。空隙が多く存在する繊維含有量 20、30wt%においては、詳細は示さないが、個々の成形品で各分割領域における空隙体積率を確認すると、その分布は成形品によって異なり、明確な傾向が見られなかった。前述のとおり、長繊維成形品の空隙は CF の湾曲する凝集箇所に多く見られ、CF の凝集そのものは成形品ごとに不規則に生じると考えられる。従って、空隙も広い範囲に不規則に分布すると考えられるため、空隙分布の成形品間ばらつきは大きいと推察される。

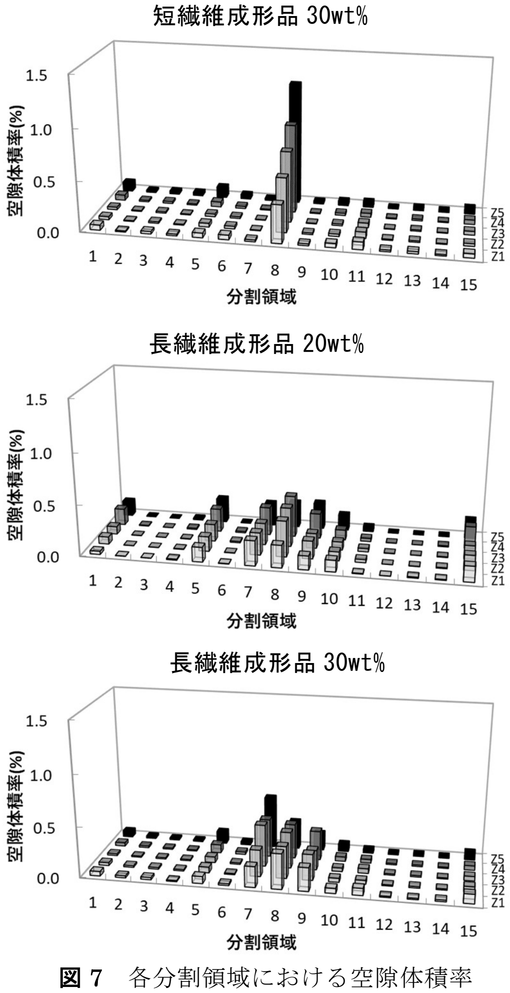

図 7　各分割領域における空隙体積率

3.3 引張特性

引張試験から得られた、短繊維成形品と長繊維成形品の応力-ひずみ曲線を**図 8**、**図 9** に示す。それぞれの条件において、n=9 ずつプロットした。比較として、非強化ナイロンの応力-ひずみ曲線を併せて示す。

短繊維と長繊維、どちらの成形品においても、繊維含有量が多いほど高い応力を示し、ひずみが小さくなるという傾向であった。また、短繊維成形品と比較し、長繊維成形品は、同じ繊維含有量でもひずみは小さい傾向であった。射出成形前のペレットの平均繊維長は、短繊維成形品の繊維長は 0.2mm、一方、長繊維成形品の繊維長は 7mm であり、両者は 30 倍以上の違いがある。同じ含有量の成形品において、その中に占める CF の割合は同じだが、短繊維成形品は繊維間の樹脂の箇所が多くなるため破断までのひずみが大きくなり、一方、長繊維成形品は引張方向に連続的に CF が分布している状態となるため、成形品は伸びにくく、ひずみが小さくなったと考えられる。

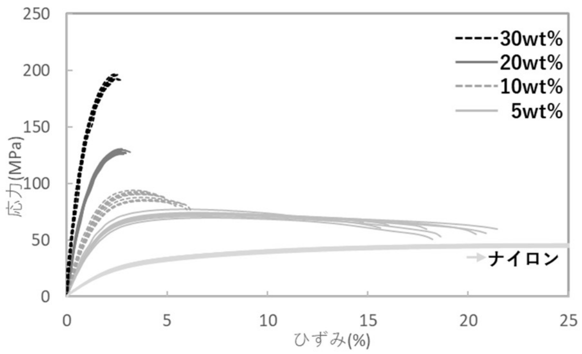

図 8　短繊維成形品の応力-ひずみ曲線

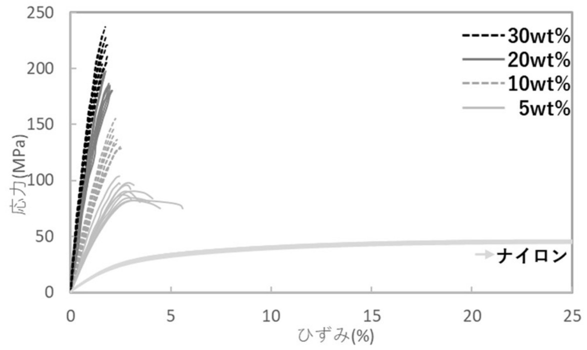

図 9　長繊維成形品の応力-ひずみ曲線

次に、引張特性の成形品間のばらつきを確認するため、最大応力を比較した。その結果を**図 10** に示す。n=9 の平均値と標準偏差をプロットした。

短繊維成形品では、どの繊維含有量においても最大応力の標準偏差は小さく、母材の樹脂と同程度であった。一方、長繊維成形品では、どの繊維含有量においても最大応力の標準偏差は大きく、引張特性の成形品間のばらつきが大きいことが分かった。

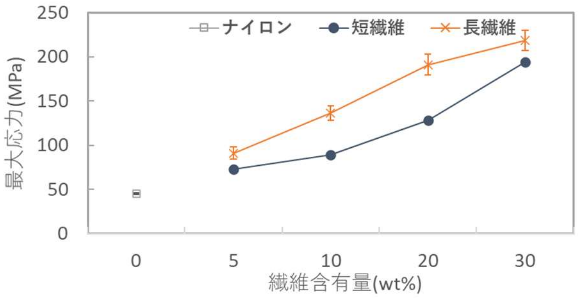

図 10　最大応力と繊維含有量の関係

3.4 繊維長と繊維含有量が内部構造に与える影響

これまでの結果を元に、繊維長と繊維含有量、内部構造、引張特性の成形品間のばらつきの関係を考察する。

CF 分布と最大応力の成形品間のばらつきは同様の傾向となり、どの繊維含有量においても短繊維成形品ではばらつきが小さく、長繊維成形品はばらつきが大きいことが分かった。ばらつきの大きさの傾向が似ているため、CF 分布が引張特性に与える影響は大きいと考えられる。

一方、空隙分布と最大応力の成形品間のばらつきは、短繊維成形品ではどの繊維含有量においても小さかったが、長繊維成形品では、空隙のばらつきの小さい繊維含有量 5、10wt%の成形品においても最大応力のばらつきは大きく、CF 分布の場合と一部傾向が異なっていた。引張特性のばらつきに影響を与える主因子は CF 分布だと考えられる。

4. 結び

本研究では、繊維長と繊維含有量が CFRTP 射出成形品の内部構造、引張特性に与える影響を調べた。

その結果、CF 分布の成形品間のばらつきが、引張特性のばらつきに与える影響が大きいことが定性的に分かった。

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, 杉本貴紀, 村瀬晴紀: あいち産業科学技術総合センター研究報告, 10, 10(2021)
4) 吉田陽子, 杉本貴紀: 日本材料学会「材料シンポジウム」ワークショップ 2021 講演要旨集, 119
5) 杉本貴紀, 吉田陽子: 日本材料学会「材料シンポジウム」ワークショップ 2021 講演要旨集, 120