

## 研究論文

## 熱可塑性 CFRP における炭素繊維の分布・配向評価

吉田陽子<sup>\*1</sup>、中西裕紀<sup>\*1</sup>、杉本貴紀<sup>\*1</sup>、門川泰子<sup>\*2</sup>

## Evaluation of Dispersion and Orientation for Carbon Fiber on Carbon Fiber Reinforced Thermoplastic

Yoko YOSHIDA<sup>\*1</sup>, Yuki NAKANISHI<sup>\*1</sup>, Takanori SUGIMOTO<sup>\*1</sup>,  
and Yasuko KADOKAWA<sup>\*2</sup>Research Support Department<sup>\*1</sup> Industrial Research Center<sup>\*2</sup>

熱可塑性 CFRP 射出成形品の断面について、顕微鏡観察と画像処理を行い、炭素繊維の分布・配向を評価した。また、その評価手法についての検討を行った。その結果、炭素繊維の配向評価は、2 次元の断面からでも評価できるが、分布評価は 2 次元の 1 断面から評価すると、配向が分布に影響を及ぼす可能性があり、少なくとも直行する 2 断面の評価や、X 線 CT を用いた 3 次元的な評価が必要であることが分かった。

## 1. はじめに

炭素繊維強化プラスチック(Carbon Fiber Reinforced Plastic : CFRP)は、炭素繊維を強化材とした複合樹脂材料である。CFRP の母材には機械特性や耐熱性の観点から熱硬化性樹脂が使用されてきたが、近年では量産性やリサイクル性を考慮して、熱可塑性樹脂を用いた CFRP の開発が盛んに行われている。熱可塑性 CFRP の射出成形においては、炭素繊維を均一に分散させた製品を作ることが難しく、製品内部での炭素繊維の折損の有無や分布・配向などが、製品の機械特性に影響を与えることが知られている。

製品内部の炭素繊維の分布・配向評価手法としては、X 線を透過させて内部を調べる X 線 CT が使用されることが多い。その手法は、分解能が相対的に低いために微小領域の評価はできないが、3 次元の分布・配向情報が得られるという特長がある。一方、顕微鏡観察は 2 次元の平面情報しか得られないが、相対的に分解能に優れ、より微小領域の情報が得られるという特長がある。それぞれの手法に、メリット・デメリットがある。

本研究では、熱可塑性 CFRP 射出成形品の断面について、顕微鏡観察と画像処理を行い、炭素繊維の分布・配向の評価を行った。また、2 次元情報からの評価手法について、検討を行った。

## 2. 実験方法

試料には、炭素繊維含有量の異なる円筒形状の熱可塑性 CFRP 射出成形品【樹脂：66 ナイロン、炭素繊維(直

径：8 $\mu$ m)含有量：16wt%、30wt%】を用いた。

## 2.1 顕微鏡観察

熱可塑性 CFRP 射出成形品について、炭素繊維の分布・配向を部位ごとに調べるために、射出方向に場所が異なる a～c の位置で切り出し、断面の研磨を行った(図 1)。その後、研磨した断面の上部と下部について、走査電子顕微鏡(以下 FE-SEM: 日立ハイテクノロジー製 SU-70)にて炭素繊維と樹脂の密着や、炭素繊維の折損の有無を観察した。また、光学顕微鏡(Nikon 製 ECLIPSE LV150N)にて、炭素繊維の分布・配向状態を観察した。

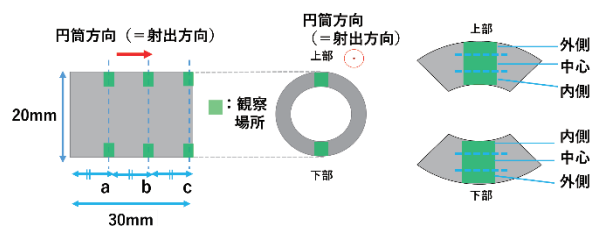


図 1 試料外観模式図

## 2.2 観察画像の画像処理

顕微鏡観察のみで炭素繊維の分布・配向を検討することは、人の主観に左右されて客観的な評価が困難になると考えられる。そこで、成形品断面の光学顕微鏡画像について、ソフトウェア(ImageJ)<sup>1)</sup>を用いて次の手順の画像処理を行い(図 2)、炭素繊維の分布・配向の情報を数値化した。

具体的には、高コントラストの画像が取得できたため、その撮影画像を二値化した後、炭素繊維に該当する領域

のコントラストを黒とし、視野内の炭素繊維の面積と本数および、視野全体の面積を計測した。なお、真円に見える繊維を円筒方向(=射出方向)に平行に配向していると仮定し、真円の繊維径を計測したところ、直径 4~6 $\mu\text{m}$ であった。そこで、径が 4 $\mu\text{m}$ 、すなわち断面積 12.56 $\mu\text{m}^2$ より小さいものはノイズとして除外した。

炭素繊維の分布評価として、視野領域内の炭素繊維の本数を視野面積で除して、1 $\text{mm}^2$ あたりの本数を算出した。また、炭素繊維の配向評価として、視野領域内の全本数のうち、円筒方向(=射出方向)に配向している真円(繊維径: 4~6 $\mu\text{m}$ )の断面積をもつ繊維の本数割合を算出した。

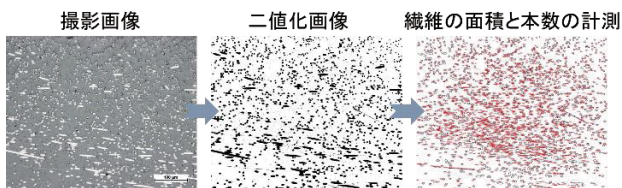


図2 画像処理の流れ

### 3. 実験結果及び考察

#### 3.1 顕微鏡観察

##### 3.1.1 FE-SEM 観察

熱可塑性 CFRP 射出成形品断面の FE-SEM 観察画像を図 3(位置 a 上部)と図 4(位置 a 下部)に示す。

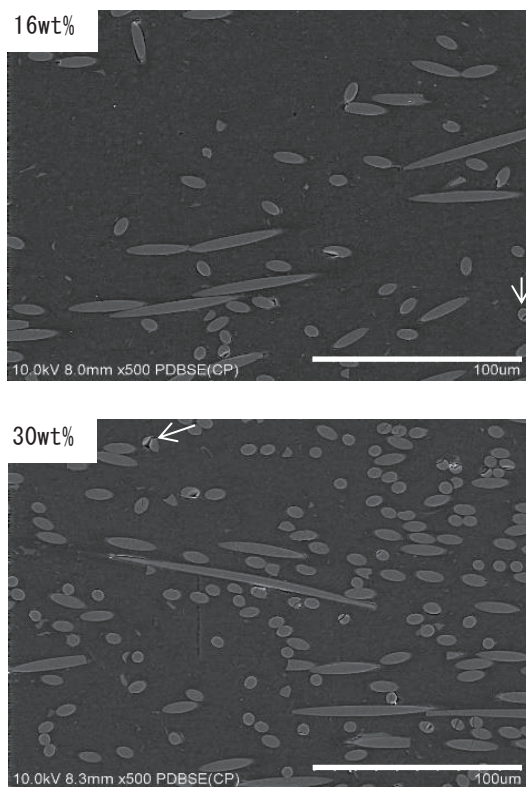


図3 炭素繊維含有量の異なる成形品断面の FE-SEM 観察画像(場所は位置 a 上部の中心)

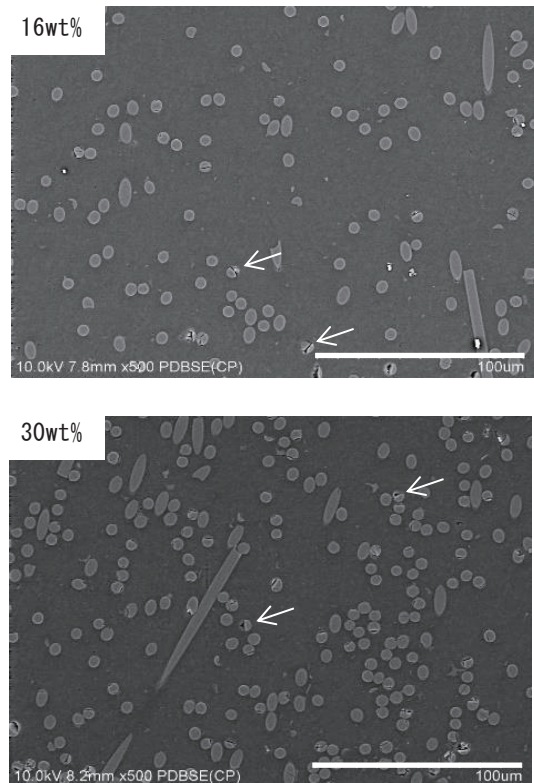


図4 炭素繊維含有量の異なる成形品断面の FE-SEM 観察画像(場所は位置 a 下部の中心)

FE-SEM では、炭素繊維と樹脂の密着、炭素繊維の折損状態を確認した。FE-SEM 画像より、炭素繊維含有量 16wt%、30wt%の両サンプルとも、炭素繊維と樹脂の間に空隙などがほぼみられず、密着がしっかりとされていることが確認できた。一方、炭素繊維の中に、折損と想定される微小な空隙が幾つか見られた(白矢印)。本結果から、樹脂と炭素繊維の接着性が優れているため、炭素繊維の表面処理状態は良いが、炭素繊維の折損があるため、熱可塑性 CFRP 射出成形品の成形方法として、改良の余地があると推察できる。X 線 CT では発見が困難な微小な空隙が確認でき、このような空隙の評価には SEM 観察が有用だと考えられる。

##### 3.1.2 光学顕微鏡観察

熱可塑性 CFRP 射出成形品断面の光学顕微鏡観察画像を図 5(位置 a 上部)と図 6(位置 a 下部)に示す。

光学顕微鏡画像より、炭素繊維の分布・配向状態を確認した。上部の炭素繊維は、中心では円筒方向に垂直、外側・内側では円筒方向に平行に配向しており、配向が断面の位置で異なることが分かった(図 5)。下部では上部と様子が異なり、円筒方向に平行に配向している炭素繊維が多く見られた(図 6)。この上部と下部の配向の様子は、確認できる炭素繊維の数に違いはあるが、炭素繊維含有量 16wt%、30wt%のどちらにおいてもみられた。



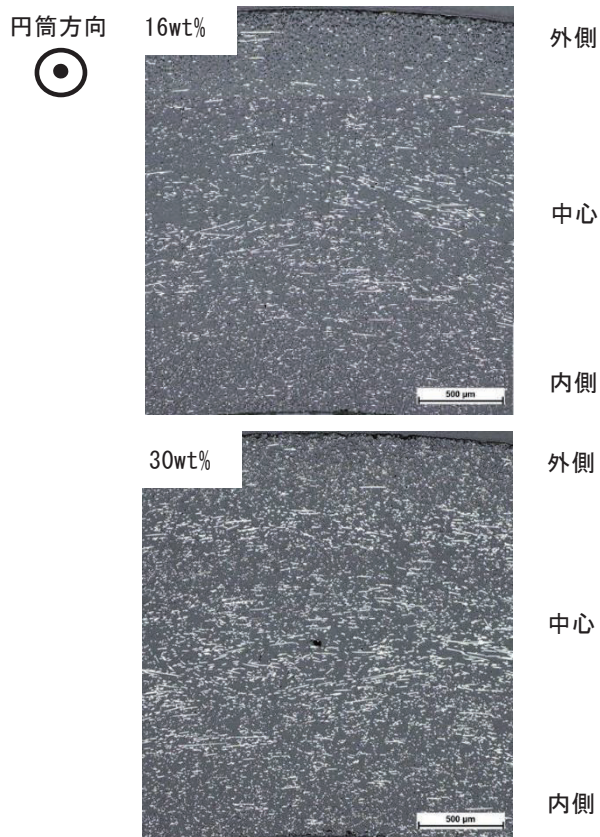


図5 炭素繊維含有量の異なる成形品断面の光学顕微鏡観察画像(場所は位置 a 上部)

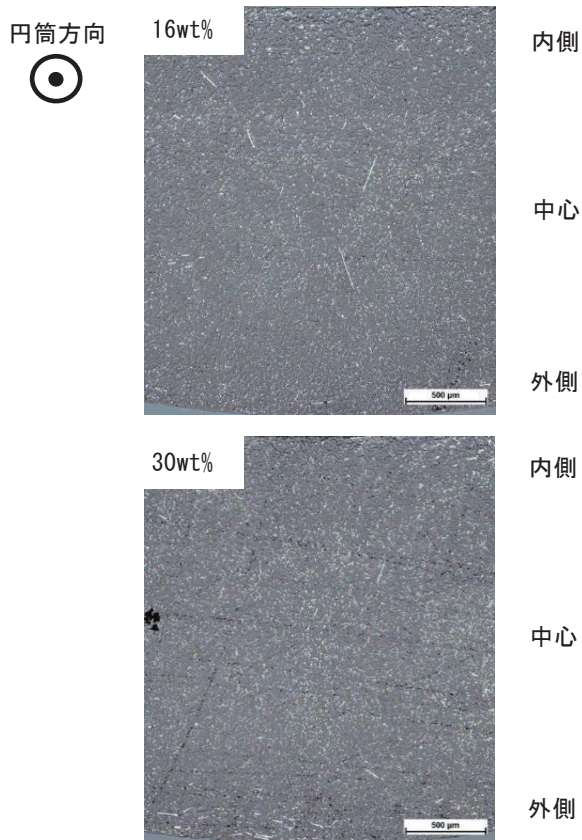


図6 炭素繊維含有量の異なる成形品断面の光学顕微鏡観察画像(場所は位置 a 下部)

### 3.2 観察画像の画像処理

#### 3.2.1 炭素繊維の分布評価

光学顕微鏡画像の画像処理を行い、単位面積あたりの炭素繊維数を評価した結果を図7(炭素繊維含有量 16wt%)、図8(炭素繊維含有量 30wt%)に示す。

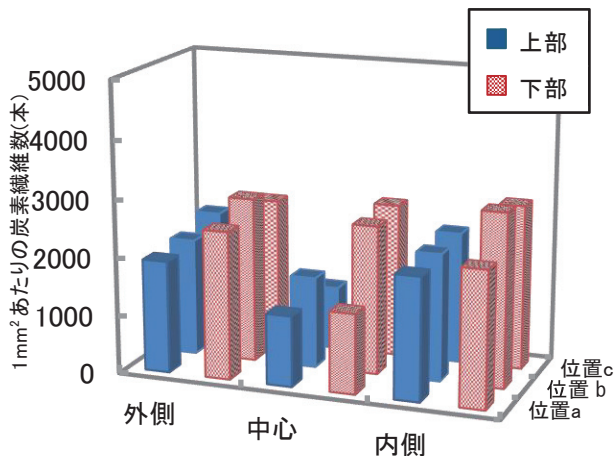


図7 成形品(炭素繊維含有量 16wt%)断面の単位面積あたりの炭素繊維数

炭素繊維含有量 16wt%の上部の炭素繊維数は、外側・内側と比較し、中心が少ない傾向にあった。下部では、位置 a は外側・内側と比べて中心の炭素繊維数が少ない傾向にあったが、位置 b,c の炭素繊維数はほぼ同じであった。

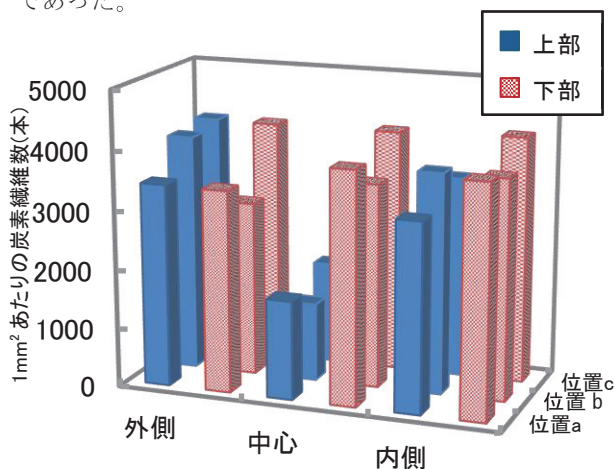


図8 成形品(炭素繊維含有量 30wt%)断面の単位面積あたりの炭素繊維数

炭素繊維含有量 30wt%においても上部の炭素繊維数は、外側・内側と比較し、中心が少ない傾向にあった。下部の炭素繊維数は、外側、中心、内側、どの場所においてもほぼ同じであったが、位置 a,c と比較すると、位置 b の炭素繊維数は少ない傾向であった。

ここで、図7,8に共通してみられる外側・内側と中心の本数の違いについて考察する。上部の外側・内側は、炭素繊維が円筒方向に配向しており、断面では炭素繊維の横断面が確認できた。そのため、評価領域に存在する炭素繊維の本数を適切に評価できたと考えられる。

一方、上部の中心では、円筒方向に垂直、すなわち研磨断面に平行に配向している炭素繊維が多くあったため、研磨断面では、炭素繊維の縦断面が確認でき、研磨断面に偶然露見した幾つかの炭素繊維の本数のみを評価したこととなる。そのため、炭素繊維の横断面を評価した外側・内側と比べると、評価領域に存在する炭素繊維を相対的に少なくカウントすることになった可能性が考えられる。なお、下部では円筒方向に平行に配向している炭素繊維が多くあったため、適切に評価できたと考えられる。

従って、3 次元的に配向する可能性がある熱可塑性 CFRP の分布の評価では、2 次元の 1 断面から分布を評価すると、配向そのものが分布(炭素繊維の存在割合)に影響を及ぼす可能性があることが分かった。そのため、少なくとも直行する 2 断面での評価や、X 線 CT を用いた 3 次元的な評価が必要であると考えられる。

### 3.2.2 円筒方向に配向した炭素繊維の割合の評価

光学顕微鏡画像の画像処理を行い、円筒方向に配向した炭素繊維の割合を評価した。その結果を、図 9(炭素繊維含有量 16wt%)、図 10(炭素繊維含有量 30wt%)に示す。

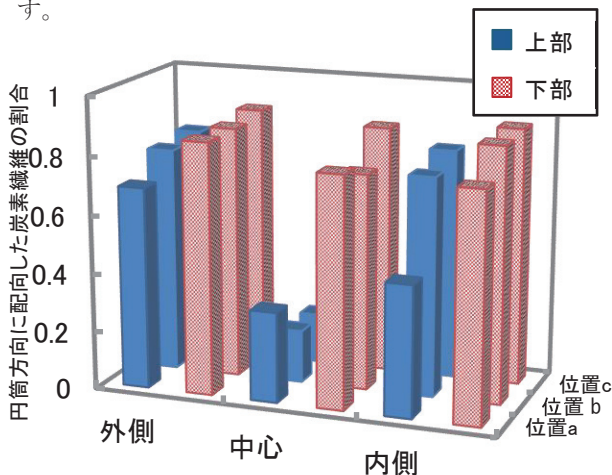


図 9 成形品(炭素繊維含有量 16wt%)の円筒方向に配向した炭素繊維の割合

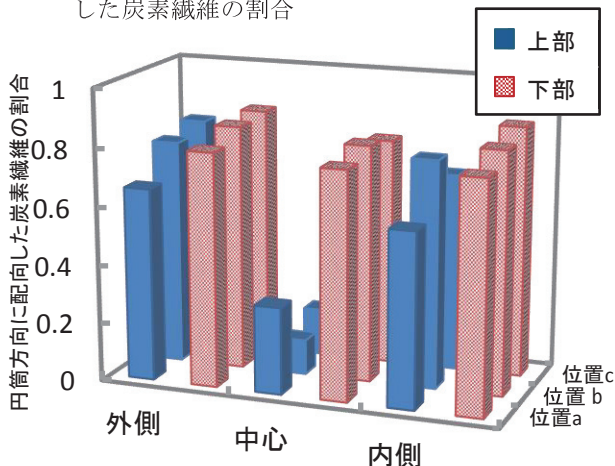


図 10 成形品(炭素繊維含有量 30wt%)の円筒方向に配向した炭素繊維の割合

炭素繊維含有量 16wt%の上部では、外側・内側に比べ、中心において円筒方向に配向している炭素繊維の割合が少ない傾向にあった。

下部では、どの位置においても円筒方向に配向している炭素繊維が 8 割程度あることが分かった。

炭素繊維含有量 30wt%においても炭素繊維の配向の様子は、炭素繊維含有量 16wt%と同様の結果となった。

射出成形品内において、炭素繊維の配向が部位によって異なると、物性も部位による違いが生じると考えられる。すると、1 つの成形品に対して 1 つの物性値では取り扱えないことが想定され、使用上の支障となる場合がある。本結果から、外側・中心・内側のすべてにおいて 8 割程度配向した下部よりも、中心は 2 割程度しか配向していない上部の方が、円筒方向の外力には相対的に弱い、内圧に対しては相対的に強いと推察される。このように熱可塑性 CFRP については、成形品内の繊維の配向を調べることはとても重要であり、想定される外力の方向と配向の関係から、成形品内において相対的に弱いと想定される位置を特定することが可能となる。

本結果より、断面に対して垂直に配向している炭素繊維については評価可能であることが分かった。一方、それ以外の向きに配向している炭素繊維については、X 線 CT など 3 次元的な評価が必要であると考えられる。

## 4. 結び

本研究では、熱可塑性 CFRP 射出成形品の断面について、顕微鏡観察と画像処理を行うことで炭素繊維の分布・配向についての情報を数値化し、2 次元情報から炭素繊維の分布・配向を評価できるか検討を行った。その結果、炭素繊維の配向は、2 次元の断面で評価できる。一方、分布を 2 次元の 1 断面から評価すると、配向が分布に影響を及ぼす可能性があり、少なくとも直行する 2 断面の評価や、X 線 CT を用いた 3 次元的な評価が必要であることが分かった。

今後は、X 線 CT による 3 次元の評価と比較しながら、両者の実用的なメリット・デメリットを検討したい。

## 文献

- 1) Rasband, W.S.: ImageJ, U. S. National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, USA, <http://imagej.nih.gov/ij/>, 1997-2012.(2019/06/21)