

革新的複合材成形技術に関する試験研究事業

早乙女 秀丸*, 岩澤 健太*, 磯山 亮*, 飯村 修志*, 濱田 陸奥樹**, 西野 創一郎**

1. はじめに

茨城県は、プラスチック製品の製造品出荷額が全国二位であり、プラスチック成形品の一大産地である。しかし、プラスチックは原油を原料としており、燃やすと CO₂ を発生させることから、脱炭素社会を目指す社会から敬遠される傾向がある。一方で自動車等の産業では、燃費改善による CO₂ 削減に向け、軽量材料の需要が高まっており、熱可塑性樹脂と炭素繊維を複合化した「熱可塑性炭素繊維強化樹脂」(以下CFRTP)は、量産可能な素材として注目されている¹⁾。

当センターでは、カーボンニュートラルに貢献できる軽量化素材の研究を進めており、CFRTPの課題である品質安定化をテーマに技術開発を行っている。

2. 目的

CFRTP は炭素繊維を加えることで、樹脂の強度や熱伝導等の物性を改善しているため、その効果は製品内部にある炭素繊維の構造が大きく影響する²⁾。しかし、繊維構造は成形プロセスの様々な要因が絡み合って形成されるため、製品形状などから単純に推定することは難しい。

そこで、本研究では X 線顕微鏡による内部観察技術を活用し、製品内部の三次元的な繊維構造を可視化することで、「繊維構造」「成形条件」「物性」の関係性を調査した。本年度は、繊維が樹脂の流れと同じ方向に並ぶ成形条件の探索と、物性評価を行った。

3. 研究内容

3.1 使用材料

試験片の素材には、自動車業界で広く使用されている ABS 樹脂をベースとして、炭素繊維の含有量が 20% となるように調整した CFRTP を採用した。表 1 及び図 1、図 2 に、原料に関する基本データを示した。

表 1 試験片の素材

項目	品名	繊維含有量 (%)	初期繊維長 (mm)	密度 (g/cm ³)
短繊維樹脂	Torayca ASHT-30	30	1	1.23
長繊維樹脂	Torayca TLP5040	20	5	1.16
希釈用樹脂	Toyolac 100-322	-	-	1.05



図 1 短繊維ペレット



図 2 長繊維ペレット

3.2 成形条件

試験片の作製には、図 3 に示す成形品形状の金型を用いた。なお、評価部は厚さを調整するために入子構造としており、厚さ 0.4mm、0.6mm、0.8mm、1.0mm に入れ替えて成形を行った。

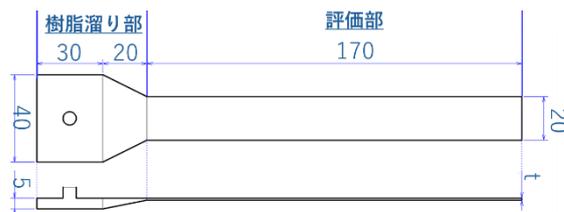


図 3 成形品形状 (単位: mm)

成形には図 4 に示すファナック(株)製 ROBOSHOT α-S100iA を使い、成形条件は表 2 とした。射出速度の設定は 2 段とし、樹脂溜り部までを充填する一段目は繊維の破損を防ぐため低速とした。また、二段目の評価部は薄く末端まで完全に充填することが難しい形状であるため、切替を圧力で設定し、バリが生じない範囲の 120MPa に到達した時点で充填完了、保圧は無しとした。背圧に関しては、計量時間に合せて調整した。



図 4 射出成形機

表 2 成形条件

ノズル (°C)	先端 (°C)	中部 (°C)	後部 (°C)	金型 (°C)
250	245	235	230	60
射出速度 (mm/s)		背圧 (MPa)	切替圧力 (MPa)	冷却時間 (S)
1 段: 10		短: 8.5	120	20
2 段: 50		長: 13.5		

3.3 内部構造観察

観察には、図5に示すBRUKER製SKYSCAN 1272を用いた。測定条件は、管電圧60kV、管電流67 μ A、フィルタA1 0.25mm、ステップ角0.25度、1画素あたり5.5 μ mに調整し、180度スキャンで測定した。

また、繊維配向については、HEXAGON製解析ソフトVGSTUDIO MAXを用い、三次元解析を行った。



図5 X線顕微鏡
(左：本体 右：試料セット状態)

3.4 強度試験

強度試験は、Instron製万能試験機5966を用い、図6のように三点曲げ方式で行った。なお、ロードセルは1kN、上ローラは半径5mm、下ローラは半径2mm、支点距離16mm、試験速度毎分2mmで、試験を行った。

試験片は幅5mm、長さ20mmとし、図7に示すように、強度の方向依存性を評価するため、流れ方向に対し90度のもつと0度については、中央と端の2か所から採取した。なお、試料は形状的に完全充填されていないため、成形品先端から5mmは不均質であり、除去した。

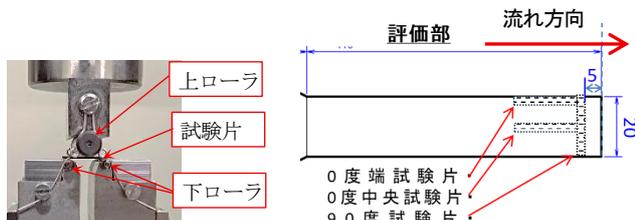


図6 三点曲げの状態

図7 試験片採取場所

3.5 熱拡散率測定

熱拡散率は、図8に示すNETSCH製LFA467 Hyperflashを用いて測定した。試験では、成形品評価部の4箇所から6mm \times 6mmの正方形の試験片を採取して測定し、それらの平均を求めた。なお、強度試験同様に、成形品先端から5mmは不均質なため、除去した。

測定に際しては、試験片が薄いため、赤外光が直接透過することを防ぐ目的で、前処理として両面をPtでコーティングした。測定条件は、パルス電圧260V、パルス幅0.6ms、検出エリア4.1mm \times 4.1mm、測定温度25 $^{\circ}$ Cで、厚み方向の熱拡散率を測定した。



図8 熱拡散率測定器

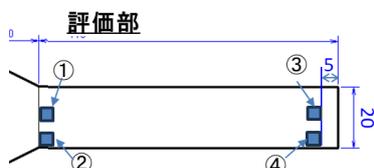


図9 熱拡散率測定箇所

4. 研究結果と考察

4.1 成形結果

図10は成形した試験片の樹脂流動長を示している。いずれの材料においても、試験片の厚みが増すにつれて、流動長が長くなる傾向が見られた。

また、短繊維と長繊維の流動長を比較すると、長繊維の方が短い結果となった。この要因として、短繊維よりも長繊維の方が、樹脂の流動を妨げる効果が大きかったからだ、と推察できる。図11に試験片の外観を示したが、短繊維の試験片は流動先端部が比較的直線的な形状を保っているのに対し、長繊維の試験片では凹凸になっている。この凹凸は、樹脂が均一に流れていなかったことを示しており、長繊維が流動の抵抗となったことを裏付ける結果と言える。

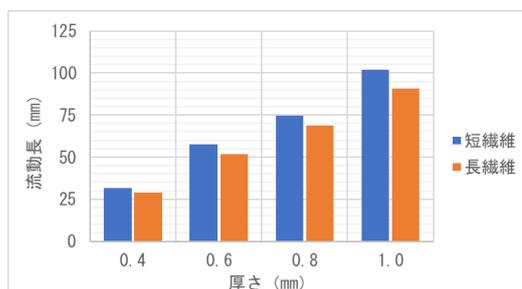


図10 厚さと流動長

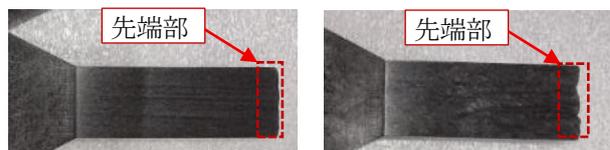


図11 成形品 (左：短繊維 右：長繊維)

4.2 内部構造観察

X線顕微鏡で観察した結果を、図12、図13に示す。短繊維を用いた試験片は、おおむね流れ方向と同じ向きに繊維が配向しているのが確認できる。0.4mmの試験片を配向解析した結果、繊維配向テンソルは流れと直行する幅方向 (XX方向) が0.25、厚み方向 (YY方向) が0.15、流れ方向 (ZZ方向) は0.60であった。それに対し長繊維を用いた試験片では、繊維の凝集や蛇行の他、流れとは異なる方向に向く繊維が確認された。配向解析においても、XX方向が0.23、YY方向が0.24、ZZ方向は0.53であり、短繊維に比べて、流れ方向に揃う繊維の量が減少していることが確認できた。

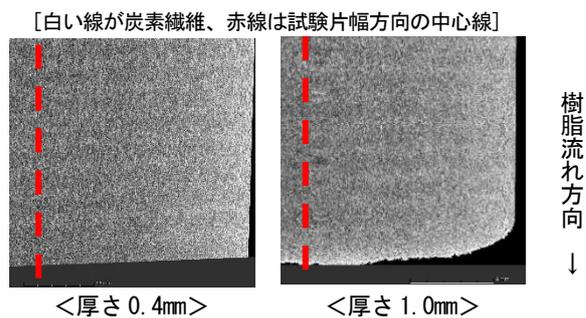


図12 短繊維サンプルの観察結果

[白い線が炭素繊維、赤線は試験片幅方向の中心線]

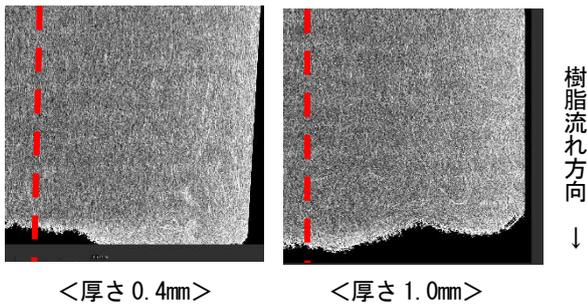


図13 長繊維サンプルの観察結果

4.3 三点曲げ試験結果

図14と図15に曲げ応力を示す。短繊維、長繊維の試料ともに、樹脂の流れと同じ0度方向に沿って切り出した試験片では、炭素繊維による大きな補強効果が確認できる。一方で、樹脂の流れと直行する90度方向で切り出した試験片については、短繊維、長繊維の試料ともに、非強化ABSと同程度の強度であり、補強効果が得られていないことが確認できる。図16は90度長繊維の破断部をX線顕微鏡で観察した結果であるが、繊維と樹脂との間に界面剥離が生じていることが確認できる。これらのことから、90度で切り出した試験片の曲げ試験では、界面破壊が主要な破壊モードであることが示唆される。一方で、図17は0度の長繊維の破断部を観察した結果であるが、界面剥離は少なく、繊維の破断等が生じていることが確認できることから、強度に繊維の補強効果が反映されていると考えられる。

以上のように、樹脂の流れ方向に繊維の向きが揃った本試験の試料では、流れ方向と直行方向で、強度に大きな差が生じる方向依存性があることがわかった。

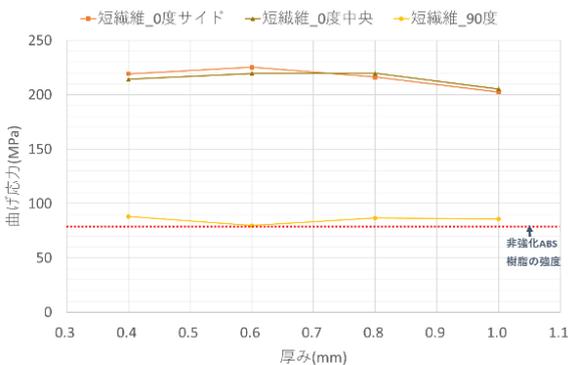


図14 短繊維の曲げ応力結果

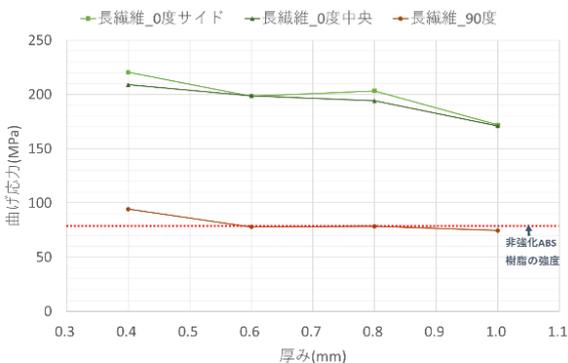


図15 長繊維の曲げ応力結果

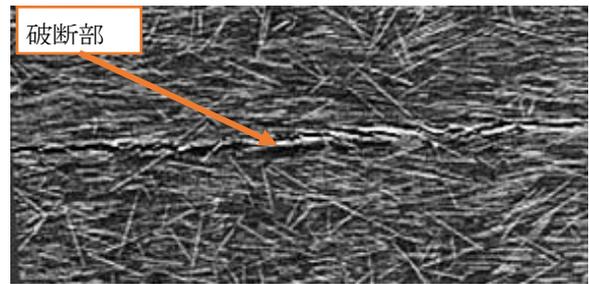


図16 90度長繊維0.4mm曲げ試験片破断部 X線顕微鏡観察結果 (白い線が炭素繊維)

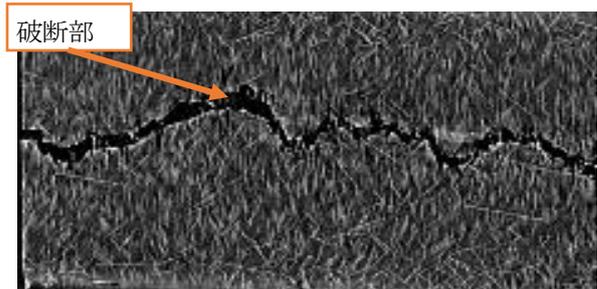


図17 0度長繊維0.4mm曲げ試験片破断部 X線顕微鏡観察結果 (白い線が炭素繊維)

次に、短繊維と長繊維の違いに着目する。一般的に効果範囲の広い長繊維による補強効果が高いと考えられているが、本試験では逆に、短繊維試料の強度が高い結果となった。これは、先に示した繊維の配向度の影響によるものと考えられる。短繊維の試料は、長繊維のもの比べ、繊維の配向度が高く、強度に及ぼす方向依存性の効果が大きく現れていると推察できる。

また、試料の厚さに着目する。短繊維、長繊維ともに、厚さが厚くなるほど強度が低下する傾向があることがわかった。これは、厚み方向における繊維の向きが、試料の厚さが厚いほど変動範囲が広がることから、繊維の向きの自由度が高くなり、ばらつきが大きくなるため、配向度が低下し、方向依存性のある補強効果が低減していると考えられる。

一方で、図18と図19に示す曲げ弾性率に関しては、曲げ強度と同様に、樹脂の流れに対する方向依存性が見られるが、逆に短繊維よりも長繊維試料の補強効果が高く現れている。このことは、材料の物性が単に繊維の配向のみに依存せず、樹脂と繊維の接着性や保持力の効果範囲など、複雑な要因に起因することを示唆しているものと考えられる。

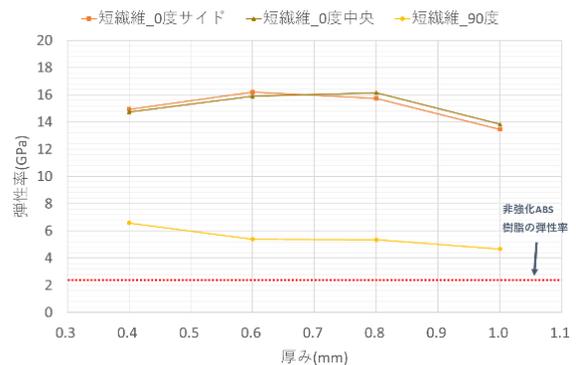


図18 短繊維の曲げ弾性率の結果

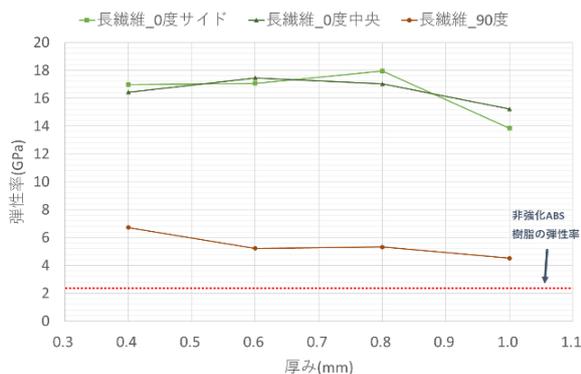


図 19 長繊維の曲げ弾性率の結果

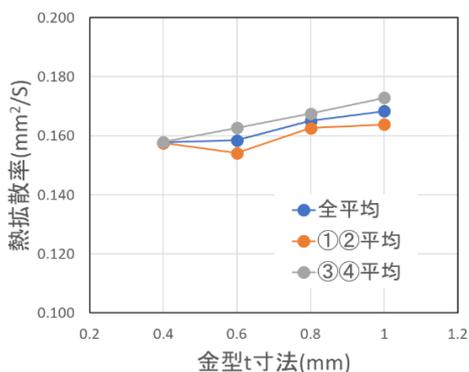


図 21 長繊維の熱拡散率測定結果

4.4 熱拡散率測定

図 20 と図 21 に短繊維試料及び長繊維試料について、厚さ方向の熱拡散率の測定結果を示す。CFRTP の構造は、比較的熱拡散率の低い樹脂中に熱拡散率の高い炭素繊維が分散しており、炭素繊維部分が熱伝導の中心的な経路となって、熱が拡散していくと考えられる。図を見ると、短繊維試料、長繊維試料ともに厚さが増すと、熱拡散率が増加する傾向が見られ、その効果は短繊維試料の方が高い結果となった。このことは、熱伝導の中心的な経路となる炭素繊維がどのように配置しているかに、大きく依存すると考えられる。すなわち、曲げ試験の結果でも示唆されたように、試料の厚さの増加が厚み方向における繊維の向きへの自由度を増加させる効果がある。厚み方向に傾いた線が増加することで、熱を伝える経路となる炭素繊維が、厚み方向に近接し、熱拡散率が上がると考えられる。さらに、向きへの自由度は、短繊維の方が回転角度の範囲が広がるため、近接効果が高まると推察され、測定結果とも合致することがわかる。

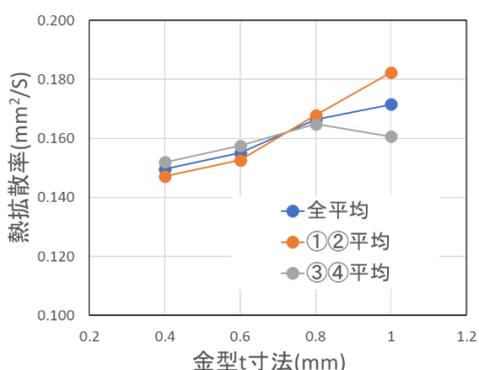


図 20 短繊維の熱拡散率測定結果

5. まとめ

繊維が樹脂の流れと同じ方向に並ぶ成形条件の探索と、物性評価を行った結果、下記のようなことが確認された。

- 図 3 のように成形品を薄くすると、繊維が樹脂の流れと同じ方向に並ぶことを確認した。
- 短繊維と長繊維を比較すると、短繊維のほうが長繊維よりも樹脂の流れに繊維が揃いやすい傾向があることを確認した。
- 流れ方向に対し、90 度の試験片と 0 度の試験片を作製し、曲げ強度を測定した結果、90 度で採取した試験片は非強化 ABS と同程度の強度であり、補強効果が得られていないことが確認された。これらのことから、曲げ強度は、破壊モードに起因した方向依存性があることが確認された。
- 熱拡散率については、厚みが増すごとに熱拡散率が上昇する傾向が見られた。これは、厚みが増えるごとに、厚み方向側へ傾く繊維が増えたためと推察される。

本年度は、繊維が樹脂の流れと同じ方向に並ぶ成形条件を見出し、評価を行った結果、強度などの方向依存性を確認することができた。今後は、製品品質の観点から、どのような繊維構造にすれば良いかについて検討を行い、それを実現するための成形条件を探索して行きたい。

なお、本研究は令和 6 年度から令和 10 年度まで文部科学省特別電源所在県科学技術振興事業の一環として実施しているものである。

6. 参考文献等

- 1) 日本化学繊維協会：炭素繊維サステナビリティビジョン 2050、P21 (2022 年)
- 2) 茨城大学濱田陸奥樹、梅津太一・西野創一郎他：長・短繊維混合による CFRTP の強度向上、自動車技術会 2024 春季大会 (2024 年)