



課題番号： 2009I006

研究責任者： 桜井 孝至、住友化学（株）石油化学品研究所

利用施設： 高エネルギー加速器研究機構 放射光科学研究施設 BL-14A

利用期間： 2009年10月～2010年9月

繊維強化プラスチックにおける3次元形態の可視化に関する研究 Observation of Morphology of Fiber-reinforced Plastic by X-ray Phase Contrast Imaging

桜井 孝至¹、蔭山 仁志¹、渡辺 堅二¹、山本 裕也²
Takashi Sakurai¹, Hitoshi Kageyama¹, Kenji Watanabe¹, Yuya Yamamoto²

¹住友化学（株）石油化学品研究所

²住友化学（株）樹脂開発センター

アブストラクト：

屈折コントラストX線イメージング法を用いて、有機繊維強化ポリプロピレンの形態を観察することを試みた。射出成形ポリプロピレン中における有機繊維の配向や分散状態を画像化することができることがわかった。

X-ray computed tomography is quite useful for evaluating the geometrical information of internal structure of commercial products in the spatial resolution of micron-scale without destruction. We tried to evaluate the morphology of organic-fiber reinforced polypropylene by using phase-contrast imaging technique. This method successfully imaged the dispersion of the organic-fiber in injection molded polypropylene.

キーワード： 屈折コントラスト法、位相シフト、有機繊維、ポリプロピレン

1. はじめに：地球温暖化をはじめ環境問題への高まりから、低環境負荷社会の実現に向けた取組みが精力的に行われている。家電製品や自動車用途材料等の分野においては、エネルギーロスの低減や軽量化、バイオマスへの代替検討など新素材開発や製造プロセスにおける技術革新が切望されている。繊維強化プラスチックは、既存の金属やガラス強化プラスチックに比べ、軽量化が図れることや、環境調和素材を配合するなどの特徴から研究開発が進んでいるが、実用化に向けて課題も数多く残されているのが現状である。成形加工性と機械物性を高度にバランスさせた新たな繊維強化ポリプロピレンは、産業応用の観点からインパクトは大きいもの、3次元形態を制御するには至っていないのが現状である

X線を用いたイメージング法は、複合材料の内部構造を非破壊、 μ スケールの空間分解能で観察することができる有用な計測手法であり、試料を通過する際に吸収によるX線の強度変化の大きさを画像化する「吸収コントラスト法」とX線の位相シフトの大きさを画像化する「屈折コントラスト法」に大別される。一般に、X

線の吸収が少ない軽元素で構成された試料の観察では高い感度を確保するために低エネルギーのX線が利用されることが多いが、例えば、有機繊維とポリプロピレンからなる複合材料などX線の透過能が類似してくると吸収コントラスト法を利用して両者を同時に高繊細に観察することは難しくなってくる。

本研究課題では、軽元素に対しても高い感度を有する屈折コントラストX線イメージング法を用いて、有機繊維強化ポリプロピレンの形態を観察することを試みた。

2. 実験：試料には、 $25\mu\text{m}$ 径の有機繊維と市販グレードのポリプロピレン（PP）をブレンドして射出成形した成形品を用いた。有機繊維の含有量は20wt%である。なお射出成形品の撮影では、目視による評価で成形不良ならびに良品を $5\text{mm}\times 5\text{mm}\times 2\text{mm}$ の形状に切削したものを用いた。

図1に屈折コントラスト法によるイメージング測定の光学系[1]を示す。入射X線（ $\lambda=0.7656$ ）は、非対称結晶、Si(220)、によりコリメート・拡大され、ホルダーに保持された試料に照射され

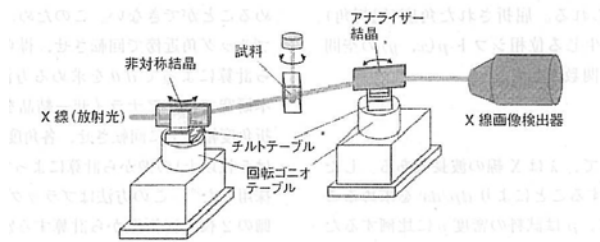


図1 屈折コントラスト法の光学

る。試料を透過したX線は、アナライザー結晶で回折された後にX線画像検出器（画素サイズ $12.5\mu\text{m}$ ）に入射され検出される。測定では、X線照射方向数を250（回転範囲 $0\sim 180^\circ$ ）とし、得られた透過データ（シノグラム）を解析プログラムにより逆演算（画像再構成）することによってスライス画像を取得した。

3. 結果および考察： 図2に撮影で用いた射出成形品の成形良部ならびに不良部を測定し画像化したイメージング像（断面）の結果を示す。なお、紙面に対して直交する方向が射出成形の流動方向である。有機繊維とPPによって生じたX線の屈折角（位相シフトの空間微分）を結晶の回折現象を用いて検出して画像化することが

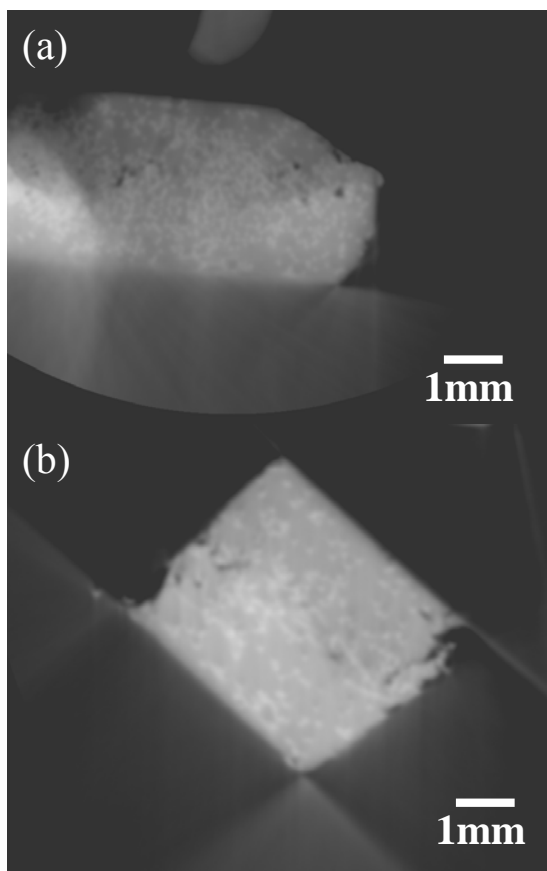


図2 射出成形品のイメージング像
(a:成形良部、b:不良部)

できた。有機繊維（白色）がPP（灰色）に分散している様子が観測される。なお、成形不良部は、成形良部を比較して有機繊維が凝集している傾向があることが観察された。また、成形不良部には帯状の白色部位が認められることから、流動方向とは異なる方向にも有機繊維が配向しているものと思われる。

4. まとめ： 屈折コントラストX線イメージング法を用いて、有機繊維強化ポリプロピレンの形態を観察することを試みた。本手法が軽元素からなる複合材料の評価に適用することができ、炭化水素系ポリマー中における有機繊維の分散状態を画像化することができることがわかった。複合材料の構造と物性との相関解明や成形加工技術の改良の評価手法として、産業技術上においても有用になりうるものと思われる。今後は、画像再構築ソフトウェアや更なる広視野での高分解能な検出技術の開発などに期待したい。

参考文献

[1] 米山明男, 上田和浩, 山崎孝則, 隅谷和嗣, 平井康晴, 武田徹, 兵藤一行, 平野馨一, 原子力eye, Vol.55, No.8(2009) 32-35.

成果発表状況

1. 学会・論文発表：該当なし。
2. 特許：該当なし。
3. 新聞・雑誌発表：住友化学、耐衝撃性に優れた有機繊維強化PP開発：日刊工業新聞、2010年6月3日。

本課題は、KEKの平野馨一先生、兵藤一行先生のご指導のもとで実施した。ここに記して感謝の意を表す。