

単繊維引張試験・モノフィラメント試験機の 機能紹介と適用例

佐藤 浩幸^{*1} 深澤 強^{*1}
Sato Hiroyuki Fukasawa Tsuyoshi

近年さまざまな分野で使用されている樹脂複合材料の強度評価において重要な繊維1本(単繊維)の強度を高精度で評価できる「モノフィラメント試験機 LEX820⁽¹⁾」を2018年度に導入した。従来の電気機械式万能試験機を用いる試験方法と比較しながら、モノフィラメント試験機の特徴を紹介する。

キーワード：モノフィラメント、単繊維、低荷重引張試験、樹脂複合材料

1. はじめに

近年、航空宇宙や自動車などの主要な構造物に樹脂複合材料の適用が進んでいる。樹脂複合材料は金属に比べ強度、剛性が高く、適用部材の軽量化が期待できる。代表的なものとして、ガラス繊維強化プラスチック(GFRP)、炭素繊維強化プラスチック(CFRP)、セラミックマトリックス複合材料(CMC)などがある。さらに新しい複合材料の開発も盛んに行われており、素材の特性を評価する技術の重要性が増している。樹脂複合材料の強度は、繊維と樹脂の特性および樹脂-繊維界面の密着強度が重要なファクターと言われている。よって繊維1本あたりの強度を正確に把握することが、樹脂複合材料を評価するうえで重要な一つの項目となる。今までは繊維の機械的性質の評価・測定には電気機械式万能試験機を用い、試験片台紙に繊維1本を装着して引張試験を行う方法が広く用いられてきた。

繊維一本一本(以下単繊維と表す)の強度試験

(例えば JIS R 7606⁽²⁾、JIS R 1657⁽³⁾)では、対象とする繊維径は10 μ m程度と細く、数mNの微小な試験力を測定する必要があるため、荷重容量の小さい装置が適している。しかし低荷重で破壊する材料の試験では、試験機や試験片取り付け部の剛性の影響により、材料本来の力学的特性を計測できない場合がある。

当社では、単繊維の強度評価を行うため、2018年度にモノフィラメント試験機 LEX820(荷重容量2N)を導入した。本試験機はガラス繊維、炭素繊維、セラミック繊維などの試験に使用できる高精度な単繊維引張試験機である。

本稿では、従来より広く用いられてきた電気機械式万能試験機による試験片台紙を用いた試験方法と本試験機による試験方法の比較を行い、機能、性能とともに、試験事例を紹介する。

*1：計測事業部 材料試験部 次長

2. 装置の紹介

2.1 モノフィラメント試験機の基本的な構成とワークフロー

試験機の外観を図1(a)(b)(c)、試験のワークフローを図2に示す。

本試験機の装置は、図1(b)に示すとおり主に試料カセット、自動搬送システム、レーザー回折直径測定装置、DCマイクロメータードライブから構成される。試料カセットに装着されたプラスチックタブ付き試験片は自動搬送システムにより測定部に搬送され、たるみ解消のために微荷重を与えられる(図1(c))。その後、引張方向とクロ

ス方向に設置するレーザー回折直径測定装置によって繊維径計測が行われ、そのまま引張試験に

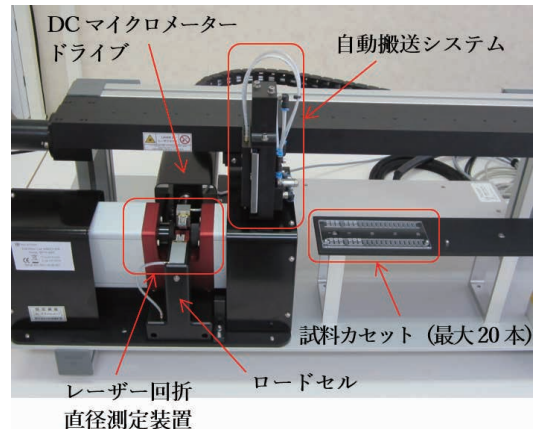


図1(b) LEX820 試験機の装置構成

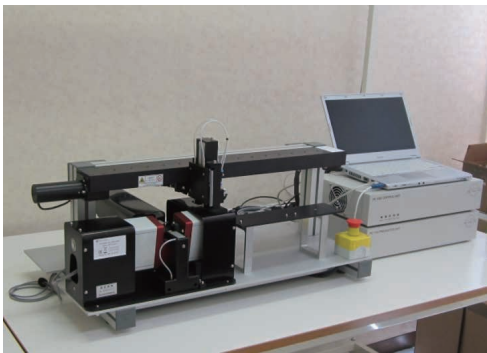


図1(a) LEX820 試験機外観

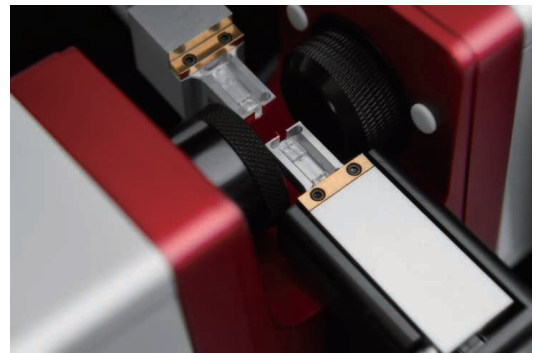


図1(c) LEX820 試験機の測定部拡大
(プラスチックタブ付き試験片)

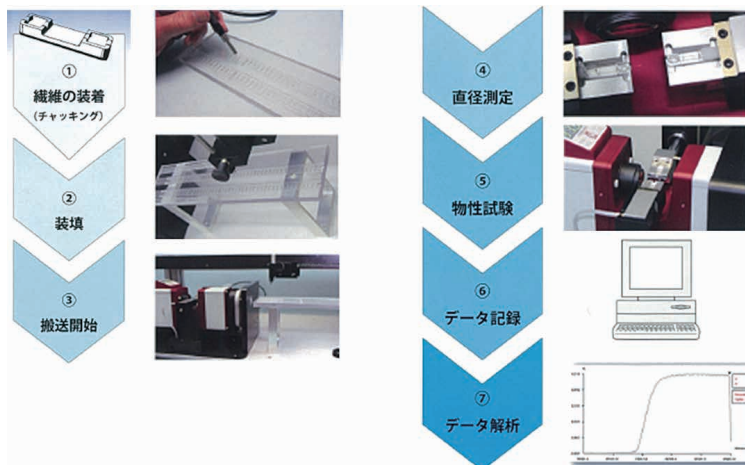


図2 LEX820の基本的なワークフロー⁽¹⁾

移行する。引張試験においては、DCマイクロメータドライブによって高精度な変位制御と位置検出を実現する。

2.2 電気機械式万能試験機との性能比較

当社で樹脂複合材料用の繊維試験を行うことができる電気機械式万能試験機である INSTRON 5943 の性能を表 1 に、モノフィラメント試験機 LEX820 の性能を表 2 に示す。

なお、INSTRON 5943 試験機で行った低荷重精

密引張試験については IIC REVIEW 58 号⁽⁴⁾に掲載しているため参照いただきたい。

2.3 試料作製

単繊維の引張試験の場合、一般的な試験片つかみ具では繊維に損傷を与える可能性が生じる。そのため繊維 1 本を試験片台紙に接着して負荷をかける方法が JIS R 7606 にて推奨されている。単繊維試料の代表的な外観を図 3 に、JIS R 7606 に指定されている試験片台紙を図 4 に示す。

表 1 単繊維試験が可能な当社所有の電気機械式万能試験機の性能

試験機	荷重容量 kN	最大速度 mm/min	試験温度 ℃	ロードセル容量 N	測定下限 N	ゲージ長 ※1 mm	精度※2	用途
INSTRON 5943	1	2,500	室温	500	0.5	25	±0.5%	繊維／繊維束 ドライバンドル試験 樹脂含浸ストランド試験

※1 JIS に準拠した、試験台紙を用いる試験の場合

※2 出力値に対する精度

表 2 モノフィラメント試験機の性能

試験機	荷重容量 N	試験速度 mm/sec	試験温度 ℃	ロードセル容量 N	ストローク長さ mm	ゲージ長 mm	分解能※3 N	用途
モノフィラメント LEX820	2	0.0001~1	室温	2	50	4, 12, 25	0.00005	単繊維引張試験

※3 測定できる最小単位



図 3 単繊維試料の外観

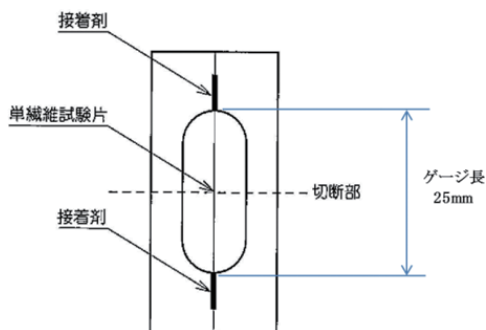


図 4 試験片台紙

一方 LEX820 では、短く繊細な繊維に適した使い捨ての透明なプラスチックのタブ（ポリカーボネート）を使用する。タブの大きさは長さ 14mm、幅 4mm、深さ 1.8mm である。繊維をタブ中央部分の V 字型のミズに沿って置き、紫外線硬化型接着剤にて接着するため、繊維に曲げや余分な圧迫などの負荷をかけずに固定できる。プラスチックタブの外観を図 5 に示す。単繊維試験片は両端をプラスチックタブにて接着され、最大 20 試験片装填可能な専用試料カセットにセットし、試験機の所定の位置に取り付ける。カセットへ装着した外観を図 6 に示す。装填された試験片は、自動搬送システムにて図 1 の測定部に搬送され、レーザー回折直径測定装置による繊維径測定後、引張試験に移行する。なお、図 2 に述べた③搬送開始から⑥



図 5 プラスチックタブの外観

データ記録は、試験片数に応じた連続繰り返し動作が可能のため、同一単繊維を安定的に多数試験し、統計的に結果を評価できる。

2.4 取得データ

本試験装置で取得可能なデータを下記に示す。

- (1) 繊維径
- (2) 弾性率
- (3) 最大荷重
- (4) 引張強さ
- (5) 伸び
- (6) 荷重－クロスヘッド変位線図
- (7) 装置コンプライアンス補正值

(1) ～ (5) は個々の測定値の他、平均値や標準偏差が算出される。

また得られるデータは、JIS R 7606、JIS R 1657 に記載されている報告項目を満足している。

3. 試験事例

ここでは LEX820 にて JIS R 7606 に準拠し実施した単繊維引張試験の実施例を紹介する。試験対象は PAN 系炭素繊維 5 本である。試験チャートを図 7 に、試験結果一覧を図 8 に示す。

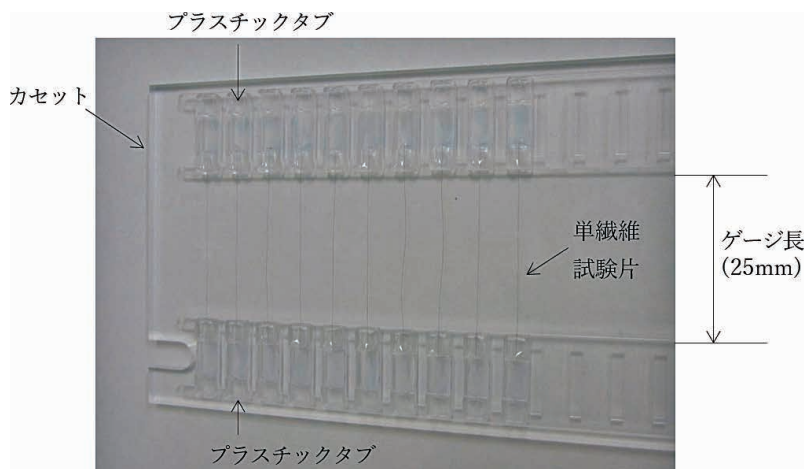


図 6 カセット装着外観（ゲージ長 25mm の一例）

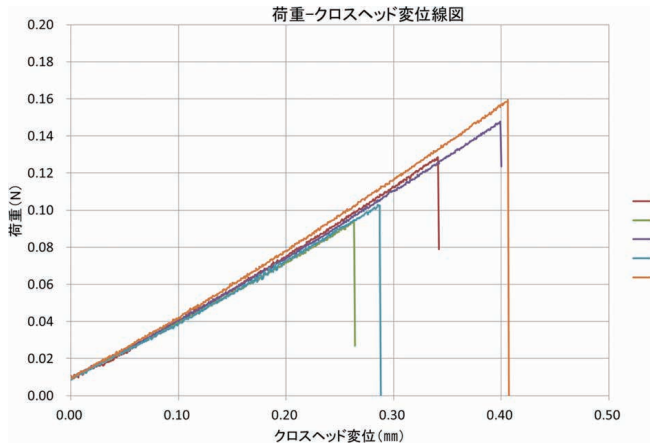


図7 引張試験チャート

モノフィラメント引張強度試験結果
(装置コンプライアンス補正有り)

No.	カセットNo.	試験片No.	試験日		試験結果									備考
			開始	終了	試験温度 °C	湿度 %	ゲージ長 mm	繊維径 μm	弾性率 GPa	最大荷重 N	引張強度 MPa	伸び %		
1	1	1	2019年3月8日	2019年3月8日	21.2	30	24.790	7.08	216.9	0.1285	3266	1.378		
2	1	2			21.2	30	24.772	6.50	240.2	0.0942	2835	1.121		
3	1	3			21.2	30	25.011	6.87	225.8	0.1477	3986	1.599		
4	1	4			21.2	30	24.738	6.48	238.8	0.1025	3107	1.221		
5	1	5			21.2	30	24.827	6.97	229.5	0.1594	4183	1.623		
					平均値 6.78 230.2 0.1265 3475 1.388 最小値 6.48 216.9 0.0942 2835 1.121 最大値 7.08 240.2 0.1594 4183 1.623 標準偏差 0.25 8.61 0.0251 519.8 0.200									

実施場所: -
 実施者: -
 適用規格: -
 試験装置: DIA-STRON社製 繊維引張試験システム
 ・LEX820 線形拡張試験機 荷重容量:200gf(1.96N)
 ・LDS0200 レーザ回折直径測定装置
 接着剤: Electronic Materials, Inc製 Optocast3553 UV硬化型エポキシ系接着剤
 試験温度: 室温
 試験速度: 2mm/min
 ゲージ長: 25mm
 装置コンプライアンス: 0.2059 N/mm

図8 試験結果一覧

ここで、図8の「弾性率」と「伸び」は装置コンプライアンス補正をしたデータ例である。

次に LEX820 の特徴である「装置コンプライアンス補正」について説明する。

「コンプライアンス」とは物体の変形しやすさを定量化した物理量である。変形しやすさの指標として一般的に知られるものとして「ばね定数」があるが、コンプライアンスはばね定数の逆数で与えられる。試験により得られる結果には、試験片そのものの剛性と、試験機・試験片接着部・試験片台紙またはプラスチックタブなどの剛性が含まれ

る。したがって試験片そのものの値を評価するためには、それ以外の部位の影響を除去する必要がある。

そのため、試験に先立ち、図9に示すように、ゲージ長の異なる複数の試験片を用いて各々のゲージ長のコンプライアンスを取得して、横軸をゲージ長、縦軸をコンプライアンスとしてプロットする。このとき、ゲージ長 0mm の値、すなわち近似線の切片から「装置コンプライアンス」を得る。この値を用いて、例えば弾性率の場合は式(1)で値を補正すれば、試験片そのものの値を算出できる。

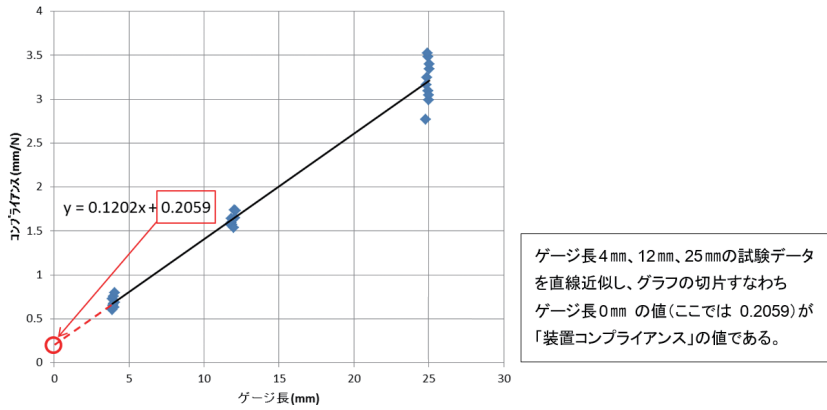


図9 装置コンプライアンスの求め方

$$E_{TP} = E / (1 - K \times \Delta F / \Delta L) \quad (1)$$

- E_{TP} : 補正後の弾性係数
- E : 試験で得られた弾性係数
- K : 装置コンプライアンス
- ΔF : 荷重増加量
- ΔL : 伸び増加量
- $\Delta F / \Delta L$: 伸び-荷重線図の傾き (図10参照)

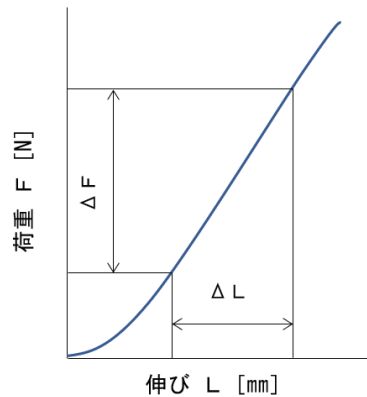


図10 引張試験における荷重と伸びの関係

装置コンプライアンス補正を用いなかった場合、試験片そのものの物性値よりも弾性率の試験結果は低く、伸びは大きく出る。そのため、補正することが推奨されているが、試験片台紙を使用する方法で装置コンプライアンスを求めるのは困難である。一方 LEX820 には装置コンプライアンス補正機能が実装されており、容易に実施することができる。

装置コンプライアンスの補正効果の例を図11、

図12に示す。

図12(a)は弾性率、図12(b)は伸びの場合を示している。これらは横軸を補正前、縦軸を補正後としたグラフであり、補正前後で値が変わらない場合を黒い破線で表している。各5点のプロットした結果を見ると、弾性率は黒破線よりも上に来

装置コンプライアンス補正なし

試験結果					
	繊維径	弾性率	最大荷重	引張強さ	伸び
	μm	GPa	N	MPa	%
平均値	6.78	215.5	0.1265	3475	1.490
最小値	6.48	202.6	0.0942	2835	1.199
最大値	7.08	225.5	0.1594	4183	1.756
標準偏差	0.25	8.45	0.0251	519.8	0.223

備考)標準偏差3σ

装置コンプライアンス補正あり

試験結果					
	繊維径	弾性率	最大荷重	引張強さ	伸び
	μm	GPa	N	MPa	%
平均値	6.78	230.2	0.1265	3475	1.388
最小値	6.48	216.9	0.0942	2835	1.121
最大値	7.08	240.2	0.1594	4183	1.623
標準偏差	0.25	8.61	0.0251	519.8	0.200

備考)標準偏差3σ

図11 装置コンプライアンスの補正効果の一例

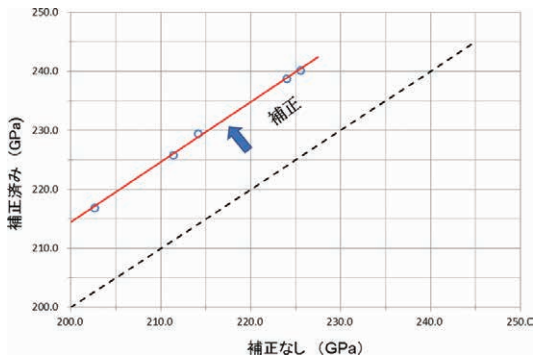


図 12 (a) 補正効果 (弾性率)

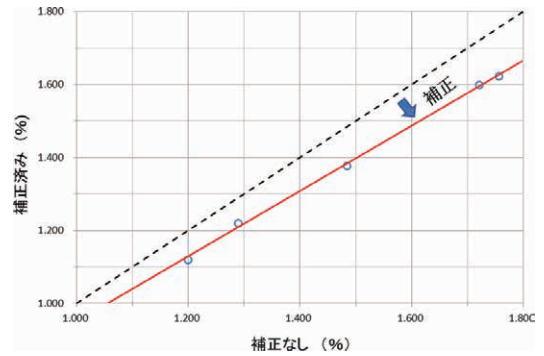


図 12 (b) 補正効果 (伸び)

ているため、補正前よりも補正後の値が大きくなる
ことがわかる。同様に伸びは黒破線よりも下な
ので、補正により値が小さくなる
ことがわかる。

4. まとめ

従来より広く採用されている JIS R 7606、JIS R 1657 に準拠した試験片台紙を用いる試験方法と、当社で実施するモノフィラメント試験機を用いた試験方法との比較を表 3 に示す。

モノフィラメント試験での優位な点をまとめると、以下のとおりである。

- (1) 試験片台紙を使用しないため、試験片の長さを短くできる。

短繊維 (リサイクル回収されたチョップド繊維) の試験が可能である。

- (2) 試験を行う試験片の直径を実測できるため、正確な応力が算出できる。

SEM では同等品の計測となり、試験片そのものの断面積は求められない。

- (3) ゲージ長 (標点間距離) を正確に測定できる。

プレテンションをかけることで初期たるみを除去し、正確な初期長さを測定可能。

- (4) 装置コンプライアンス補正を容易に行うことができる。

試験片標定部を除く装置、接着部の剛性を補正するため、試験片そのものの物性値を得ることが可能。

- (5) サンプリング周波数が高い。

高速サンプリングにより、荷重の時間変化に対する応答性に優れる。

表 3 試験片台紙を用いる試験と LEX820 による試験の比較

	ゲージ長	繊維径	装置コンプライアンス補正	サンプリング周波数
試験片台紙を用いる試験	25mm (公称値)	①公称値 ②SEMによる測定 ③線密度から算出	実施困難	データロガーの能力
LEX820 によるモノフィラメント試験	4mm 12mm (実測値) 25mm	レーザー回折による実測	可能	1000Hz

5. おわりに

単繊維引張試験など低荷重での試験は、試験機構成要素の性能や、つかみ具による試験片へのダメージ負荷の問題などから、材料本来の強度を計測することが困難な場合がある。本試験機の導入により、繊維径の実測や装置コンプライアンス補正による精度の高い試験が可能になった。現在の課題は、繊維をプラスチックタブに接着する作業の際に余長が必要であり、表4のとおり試験に供する繊維の長さがゲージ長を大きく上回ることである。短い繊維での試験のニーズが高まっているため、今後は接着方法の最適化などを検討し、短い試験片での試験を目指す。

さらに、繊維の材質、特性、表面状態などによってはうまく接着できない場合があるため、接着剤の検討を進め、炭素繊維、セラミック繊維以外にも多様な繊維（ガラス繊維、有機繊維など）への適用の可能性を見だし、適用範囲の拡大と信頼性向上を目指していく。

表4 試験片の最短長さ

ゲージ長	現 状	目 標
4mm	15mm	15mm
12mm	50mm	25mm
25mm	60mm	35mm

参考文献

- (1) キーストンサイエンティフィック株式会社ホームページ：<http://www.keystone-scientific.co.jp/index.html>
- (2) JIS R 7606:2000：炭素繊維 - 単繊維の引張特性の試験方法
- (3) JIS R 1657:2003：長繊維強化セラミックス複合材料の強化材特性試験方法
- (4) 山本康博：卓上型精密万能試験機の機能紹介と適用例、IIC REVIEW、No.58、2017/10、pp.62-66



計測事業部
材料試験部
次長
佐藤 浩幸

TEL. 045-791-3519
FAX. 045-791-3542



計測事業部
材料試験部
次長
深澤 強

TEL. 045-791-3519
FAX. 045-791-3542