

令和 6 年 6 月 24 日現在

機関番号：13601

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2021～2023

課題番号：21K02089

研究課題名(和文) X線CTによるニードルパンチング不織布の非破壊構造解析

研究課題名(英文) Non-destructive structural analysis of needle punching non-woven fabric by X-ray CT

研究代表者

金 慶孝 (Kim, KyoungHou)

信州大学・学術研究院繊維学系・教授

研究者番号：30504550

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,300,000円

研究成果の概要(和文)：Nylon/AgIトレーサー繊維を作製し、X線CTを用いてニードルパンチ(NP)不織布中のトレーサー繊維の可視化に成功した。3層のNylon繊維Webと1層のNylon/AgIトレーサー繊維Webから成る不織布を作製し、トレーサー繊維の部分だけ可視化し、1,2,3層から移動する繊維の体積分率を計算した。Nylon/AgI繊維と密度差を付けたトレーサー繊維(Nylon/CuI繊維)を作製し、2種類のトレーサー繊維を用いて作成したNP不織布構造の可視化や4層以下への繊維移動を解析することで、試料内で異なる位置から移動し、形成される杭状繊維束やStitch構造にどのように影響を及ぼすのか評価した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

不織布とは、繊維同士が機械的な交絡、もしくは熱・化学的な接着により結合したシート状の繊維集合体のことである。現在では繊維産業の約10%を占めている重要な繊維材料であるが、内部構造に関する定量的な解析など、不織布の機械的な物性発現メカニズムに関してもほとんど知られてなかった。提案されたトレーサー繊維とXCTを応用し、不織布の杭状繊維束やstitch構造など繊維集合体の構造を可視化及び定量評価することで、不織布の内部構造と物性との関係を明らかにする基礎研究ができた。材料の微細構造をモデルかし強度発現メカニズムを明らかにする研究ができ、学術的および産業的にも価値がある研究になったと考えている。

研究成果の概要(英文)：We prepared a Nylon/AgI tracer fiber and succeeded in visualizing only the tracer fiber in a needle punch (NP) nonwoven fabric using X-ray CT. We made a nonwoven fabric consisting of three layers of nylon fiber web and one layer of Nylon/AgI tracer fiber web, visualized only the tracer fiber portion, and calculated the volume fraction of fibers moving from the first, second, and third layers. We prepared also Nylon/CuI tracer fiber which has a different X-ray absorption coefficient with Nylon/AgI tracer fiber, and analyzed the visualization of the NP nonwoven fabric structure prepared using the two types of tracer fiber and the fiber movement to the fourth layer or lower, and evaluated how the fibers move from different positions in the sample and affect the pillar-like fiber bundles and stitch structure that are formed.

研究分野：不織布、繊維集合体

キーワード：不織布 XCT観察 トレーサー繊維 不織布の変形 定量的評価

様式 C - 19、F - 19 - 1 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

(1) 不織布とは、繊維同士が機械的な交絡、もしくは熱・化学的な接着により結合したシート状の繊維集合体のことである。現在では繊維産業の約10%を占めている重要な繊維材料であるが、内部構造に関する定量的な解析など、不織布の機械的な物性発現メカニズムに関してもほとんど知られてなかった。

(2) 1971年、Hearleらはニードルパンチ不織布の内部構造を観察するために染色した繊維をトレーサー繊維とした不織布をエポキシ樹脂で固めて切断し、断面を観察することで内部構造を調査した。しかし、実験の時、樹脂の充填際に生じる不織布構造の変化、破壊的な構造観察であることや、3次元的な構造を持つニードルパンチ不織布に対して2次元的な観察しか出来ない単純な観察では定量的な構造の分析に限界があった。

### 2. 研究の目的

(1) ニードルパンチ不織布の強度が発現する要因としてニードルバープが繊維を厚み方向に押し込むことで形成される杭状繊維束、杭状繊維束同士を繋ぐブリッジ構造、底面から飛び出た杭状繊維束が引きずられて他の杭状繊維束と干渉し合う編み物のようなループ状のステッチ構造が大きく関わっていることが分かってきた。この3つの構造の可視化および定量評価を行い、構造と物性の関係を明らかにする。

(2) 非破壊で材料内部構造を観察することができる X 線 CTを用いて、不均一な不織布の内部構造を可視化および定量評価し、ブリッジ構造、杭状繊維束、ステッチ構造の繊維配向や体積分率などの定量評価をする。

(3) 3層のNylon繊維Webと1層のNylon/AgIトレーサー繊維Webから成る不織布を作製、トレーサー繊維の部分だけ可視化し、1,2,3層から移動する繊維の繊維配向や体積分率などの定量評価をする。2種類のトレーサー繊維を用いて作成したNP不織布構造の可視化や4層以下への繊維移動を解析する

### 3. 研究の方法

#### (1) トレーサー繊維の製造

図1のようにヨウ素ヨウ化カリウム水溶液、硝酸銀水溶液、チオ硫酸ナトリウム水溶液を染色に使用した。ヨウ素ヨウ化カリウム水溶液は、ヨウ素を濃度0.1 mol/l、ヨウ化カリウムを濃度0.6 mol/lで各25 mlずつ作製したものを混ぜ合わせて作製した。硝酸銀水溶液は濃度0.3 mol/lで25 ml作製した。チオ硫酸ナトリウム水溶液は1 wt %で25 ml作製した。Nylon

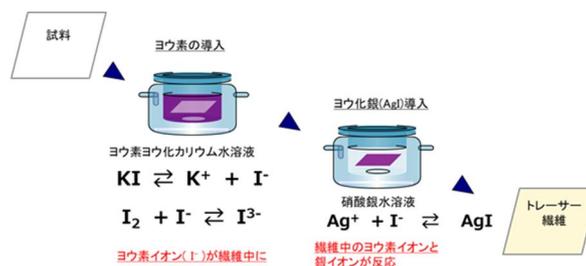


図1. トレーサー繊維の作製方法

繊維中にヨウ素イオンを導入するため、Nylon繊維をヨウ素ヨウ化カリウム水溶液に20分間浸漬した後、ヨウ素による着色を脱色するため、チオ硫酸ナトリウム水溶液に浸漬してから蒸留水で

洗浄した。さらに、ヨウ化銀染色のため、硝酸銀水溶液に2 時間浸漬した。

### (2) 針深度，針密度，針形状などの工程条件による不織布の製造

図2のように不織布のウェブ層に1~4層に配置したトレーサー繊維の位置を変え，不織布を作製することで、厚みに対する繊維の動き，移動を可視化及び定量的に算出する。

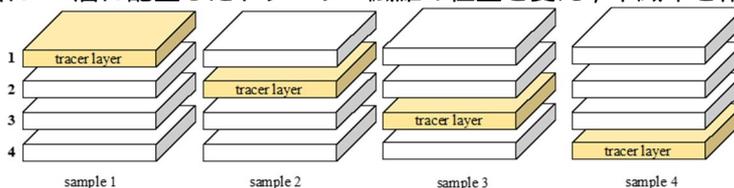


図2．トレーサー繊維層を含んだ不織布の模式図

### (3) 繊維体積分率と配向度の計算

図3のように断層画像内で繊維(白の部分)が占める割合を繊維体積分率( $V_f$ )とする

$$V_f = \frac{S_{white}}{S_{white} + S_{black}} = \frac{S_{white}}{2.5 \times 10^7 (\mu m)}$$

二値化処理後の断層画像中において 図4の模式図に示すように布の厚み方向(normal direction, 以下ND)に対する繊維配向角( $\theta$ )を，オブジェクトの長径・短径( $a \cdot b$ )から下記の式のように算出する。

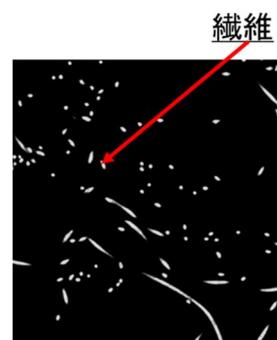
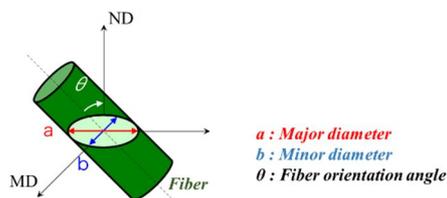


図3．断層画像の例



$$\theta_{[rad]} = \cos^{-1} \frac{a}{b}$$

図4．断層画像中の繊維1本の例

## 4．研究成果

### (1) 不織布の透過像によるない日構造の可視化

図2の模式図のように配置されたNylon繊維とNylon/AgI繊維を色分けした三次元像を図5に示す。Nylon繊維はグレーで表示し，Nylon/AgI繊維は黄色で表示した。これらの像より，ウェブ各層に配置されたNylon/AgI繊維層がパンチングによって厚さ方向に移動している様子がわかる。サンプル同士を比較すると，1st layerは特に杭繊維が多く観察され，底面付近まで押し込まれている繊維も多く見える。2nd, 3rd layerは押し込まれた繊維がはっきりと観察できるが，1st layerよりは杭繊維や底面付近まで押し込まれた繊維が少ないように見える。

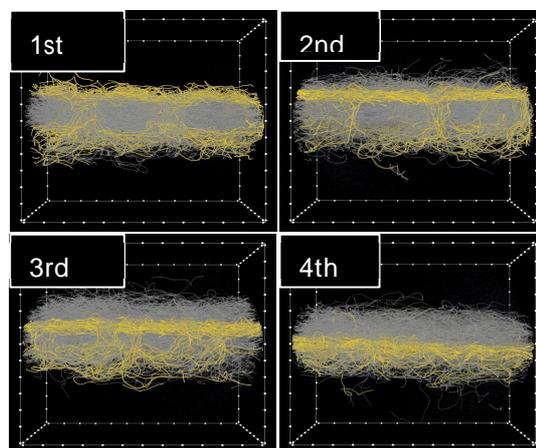


図5．Nylon 繊維と Nylon/AgI 繊維を色分けした不織布の透過像

4th layerは押し込まれた繊維はあまり見られず、パンチングによる圧縮を受けている様子が見える。また、1st layerよりも2nd,3rd,4th layerの方が圧縮によってトレーサー繊維が密になっているように見える。

## (2) 繊維体積分率の計算

図5のCT画像から4層ウェブの各層にNylon/AgI繊維層を含んだ各サンプルにおいての厚さ方向への断層画像を解析することで算出した繊維体積分率を図6に示す。横軸は不織布上面からの距離を示し、縦軸は断層画像中の繊維体積分率とした。

グラフの形に注目すると、1st layer, 2nd layer, 3rd layerは2つの山を持ったグラフを示し、4th layerはひと山のグラフを示した。図5の三次元像と合わせて考えると、1st layer, 2nd layer, 3rd layerの不織布上面側の山は元々の位置に留まった繊維層によるもの、不織布下面側の山はパンチングによって移動した繊維層によるものだと考えることができる。

4th layerは三次元像では押し込まれる繊維があまり見られず僅かに観察されたが、元々の位置に留まった繊維によって、1つの山になったと考えている。体積分率のピークの高さや位置について比較を行うことで、繊維の移動量や移動位置について評価を行った。

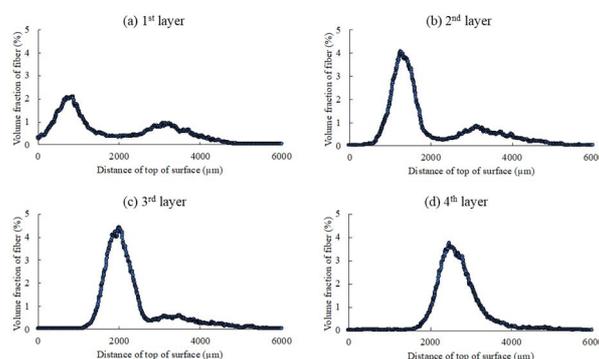


図6. 図5のCT画像から計算したトレーサー繊維の繊維体積分率

### [繊維の移動量]

パンチングによる繊維の移動量は、体積分率のピークの高さを考える。このとき、不織布上面側のピークの高さをH1、下面側のピークの高さをH2とした。ただし、不織布は特有のムラを持つためサンプルを裁断した場所によって総繊維量が異なる。そのため単純にピークの高さを比較するのではなく、H1とH2の和に対するH2の割合 $[H2/(H1+H2)]$ を繊維の移動割合とした。1st layerが最も大きく、その後に2nd layer, 3rd layerと続いた。この結果から、上面近くの繊維層ほど、パンチングによって移動する繊維の割合が多いと言える。これは上面近くの繊維層ほどニードルのバープに把持される確率が高く、バープが繊維で満たされた状態になると、それ以上の繊維を把持するのが難しくなる為だと考えている。

## (3) Nylon/AgIとNylon/CuIトレーサー繊維によるNP不織布内部構造の可視化

Nylon/CuI及びNylon/AgI繊維のみを表示した3次元像を図7に示した。Nylon/CuI繊維の最大CT値である9200HUに閾値を設定することで2種類のトレーサー繊維を区別しており、各トレーサー繊維の視覚的な区別を容易にするため、Nylon/CuI繊維と見られるオブジェクトを緑色、

Nylon/AgI繊維とみられるオブジェクトを灰色で表示した。Nylon/CuI 繊維層及びNylon/AgI 繊維層が確認でき、2層が重なり合う様子がみられた。これらより、Nylon/CuI 及びNylon/AgI 繊維層を設置して不織布を作成することで、不織布を形成する4層のうち目的となる繊維層の可視化に成功したと考える。また、画像の中央ではNylon/CuI とNylon/AgI 繊維層の繊維がパンチングにより不織布底面側に移動することで形成される杭状繊維束が確認でき、その下側ではStitch構造が確認された。また、杭状繊維束においてNylon/CuI とNylon/AgI 繊維が混在する様子が観察された。

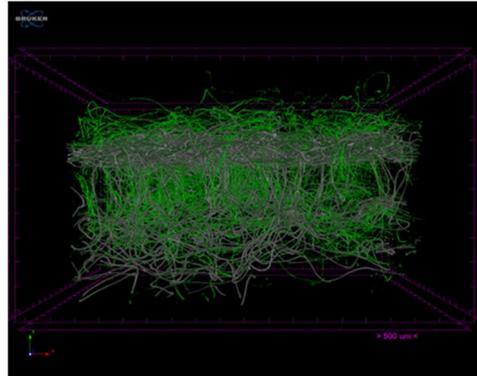


図7 Nylon/AgI と Nylon/CuI トレーサー繊維による NP 不織布内部構造の可視化例

全試料においてNylon/CuI 繊維とNylon/AgI 繊維が混在する杭状繊維束部をNDにかけて観察し、杭状繊維束においてパンチング時の繊維位置が構造形成の違いに及ぼす影響について、異なる層から移動した繊維を同時に観察することで比較評価する。杭状繊維束における1st layerと2nd あるいは3rd layerの繊維の共存開始位置を目視で定義し、その位置を含め100 $\mu$ mごとのMD-CD面の断層画像を得ることで杭状繊維束の構造を観察した。

1st及び2nd layerあるいは3rd layerの繊維が同時に存在する杭状繊維束を観察でき、断層画像から1本の杭状繊維束中の各層の繊維位置を評価できた。また、対象となる繊維層のみの繊維体積分率やNDに対する配向度を算出できた。

各繊維層についてパンチングにより移動し、底面側で引きずられた繊維が形成するピーク的位置を比較したところ、1st及び2nd layerの繊維はほとんど同じ位置にピークが形成されるが、3rd layerはこれらより底面側にピークが形成された。

1st, 2nd, 3rd layerそれぞれについてStitch構造の繊維配向度を比較したところ、不織布底面側の繊維ほど(2ndと3rd layer)NDに対して斜め向きの繊維の割合が高くなった。

#### (4) Nylon/AgI とNylon/CuI トレーサー繊維を用いた両面パンチングNP不織布構造の可視化

図8のように2種類のトレーサー繊維を用いることで、両面パンチング不織布の1層目および4層目の可視化に成功した。また三次元像から、針深度が大きいほど1回目のパンチングにより多くの繊維が4層目を貫通すること、2回目のパンチングではその部分の繊維が押し込まれることが、2種類のトレーサー繊維を用いたことで、初めて確認できた。また両面パンチング不織布では曲がった杭状繊維束が見られた。

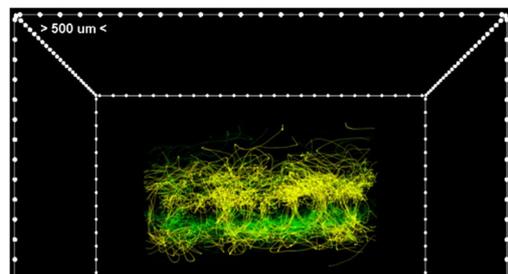


図8 両面パンチング NP 不織布内部構造の可視化例

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 金慶孝	4. 巻 95
2. 論文標題 X線CTを用いた不織布の構造評価	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 化学と工業	6. 最初と最後の頁 228-235
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.11501/3334268	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 金慶孝	4. 巻 124
2. 論文標題 紡糸の技術	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 日本機械学会誌	6. 最初と最後の頁 14-15
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計27件（うち招待講演 2件 / うち国際学会 3件）

1. 発表者名 坂東春樹、菅原昂亮、伊香賀敏文、富澤錬、大越豊、金慶孝
2. 発表標題 polypropylene/poly(ethylene terephthalate)サイドバイサイドメルトブローン不織布の内部構造解析と引張特性評価
3. 学会等名 繊維学会秋季研究発表会1J07
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 須田剛史、富澤錬、金慶孝、大越豊、高尾秀男、山田昌也
2. 発表標題 ニードルパンチ不織布の製造条件が内部構造と吸音性能に及ぼす影響
3. 学会等名 繊維学会秋季研究発表会1J06
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 牧村章弘、菅原昂亮、伊香賀敏文、富澤錬、金慶孝、大越豊
2. 発表標題 Polycarbonate/Polypropylene複合メルトブロー不織布の混織比が電池セパレータの性能と熱安定性におよぼす影響
3. 学会等名 繊維学会秋季研究発表会2D03
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 吉田哲史、牧村章宏、菅原昂亮、伊香賀敏文、富澤錬、金慶孝、大越豊
2. 発表標題 Polypropylene/Polycarbonate 混織メルトブローン不織布の構造と物性に及ぼす混織率の影響
3. 学会等名 繊維学会年次大会2Pb05
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 清水紫、坂東春樹、菅原昂亮、伊香賀敏文、富澤錬、大越豊、金慶孝、飯濱翔、飯場康三、松原暁雄
2. 発表標題 Polyolefin Elastomer (POE)をPolypropylene(PP)に混織メルトブローン(MB)して作成した不織布の構造および物性
3. 学会等名 繊維学会年次大会1A01
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 加藤優志、富澤錬、大越豊、金慶孝
2. 発表標題 X線CTで解析したせん断変形時の織物内繊維移動
3. 学会等名 繊維学会年次大会2PC19
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 中村咲花、若松怜佑、富澤錬、金慶孝、大越豊
2. 発表標題 二種類のトレーサー繊維を用いてX線CT解析した両面ニードルパンチ時の不織布構造変化
3. 学会等名 繊維学会年次大会2Pc18
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 中村咲花、若松怜佑、富澤錬、金慶孝、大越豊
2. 発表標題 二種類のトレーサー繊維を用いて解析した両面ニードルパンチ時の繊維移動と繊維配向角変化
3. 学会等名 繊維機械学会年次大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 富澤錬、牧村章弘、菅原昂亮、伊香賀敏文、金慶孝、大越豊
2. 発表標題 Polycarbonate/Polypropylene複合メルトブロー不織布の作成と熱安定性
3. 学会等名 繊維機械学会年次大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 若松怜佑、富澤錬、金慶孝、大越豊
2. 発表標題 針形状がニードルパンチ不織布の内部構造に及ぼす影響
3. 学会等名 繊維学会秋季研究発表会 9-10 November 2E06 2022(Nov. 09)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Luo Ao, 若松怜佑, 金慶孝, 富澤錬, 大越豊
2. 発表標題 X線CTで解析したニードルパンチ不織布トレリス法でのせん断変形時の内部構造変化
3. 学会等名 繊維学会秋季研究発表会 9-10 November 2E06 2022(Nov. 09)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Rina TOMITA, Akihiro MAKIMURA, Kousuke SUGAWARA, Toshifumi IKAGA, Ren TOMISAWA, KyoungHou KIM and Yutaka OHKOSHI
2. 発表標題 Effect of annealing on the structure and properties of Polypropylene / Poly(ethylene terephthalate) bicomponent melt-blown nonwoven fabrics produced by using different diameter nozzle
3. 学会等名 The 49th Textile Research Symposium (2022) 2022(Oct. 08) , Kyoto, Japan (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Sakika NAKMURA, Ryo WAKAMATSU, Ren TOMISAWA, KyoungHou KIM and Yutaka OHKOSHI
2. 発表標題 Structure evaluation of the both sides needle-punched nonwoven fabrics with using tracer fiber visualized by X-ray CT
3. 学会等名 The 49th Textile Research Symposium (2022) 2022(Oct. 08) , Kyoto, Japan (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 KyoungHou KIM
2. 発表標題 Effect of processing conditions on internal structure of nonwoven fabrics
3. 学会等名 The 16th Asian Textile Conference-Challenge for Creation of New Normal Fiber Materials & Textiles for Post-corona Society, July 27-29, 2022, Tokyo, Japan (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 坂東春樹、石川剛臣、菅原昂亮、伊香賀敏文、富澤錬、大越豊、金慶孝
2. 発表標題 Polypropylene/Poly(ethylene terephthalate)サイドバイサイドメルトブローン不織布の構造の解析と物性の評価
3. 学会等名 繊維学会年次大会研究発表会 8-10 June 1PA219 2022(Jun. 08)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 須田剛史、石川剛臣、富澤錬、金慶孝、大越豊、高尾秀男、山田昌也
2. 発表標題 X線CTによる自動車用吸音材の内部構造評価
3. 学会等名 繊維学会年次大会研究発表会 8-10 June 2PC217 2022(Jun. 08)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 牧村章弘、富田莉奈、菅原昂亮、伊香賀敏文、富澤錬、金慶孝、大越豊
2. 発表標題 Polycarbonate/Polypropylene複合メルトブロー不織布の熱安定性と電池セパレータとしての性能
3. 学会等名 繊維学会年次大会研究発表会 8-10 June 1PB215 2022(Jun. 08)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 富田莉奈、富澤錬、牧村章弘、菅原昂亮、伊香賀敏文、金慶孝、大越豊
2. 発表標題 異径混織ノズルを用いて作製した骨格材成分とバルク材成分を持つメルトブローン(MB)不織布の物性と構造
3. 学会等名 繊維機械学会年次大会E1-02 2022(Jun. 02)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 岩月杏理, 魚住大吾, 富澤錬, 大越豊, 金慶孝
2. 発表標題 X線CTで解析したニードルパンチ不織布圧縮変形時の内部構造変化
3. 学会等名 繊維機械学会年次大会E1-01 2022(Jun. 02)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 金慶孝, 杉田凌子, 今成滉生, 石川剛臣, 菅原昂亮, 伊香賀敏文, 大越豊
2. 発表標題 PP/PET 混織メルトブローン不織布の構造および物性の評価
3. 学会等名 日本繊維機械学会テクテキスタイル研究会・不織布研究会合同研究会(招待講演)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 金慶孝, 今成滉生, 菅原昂亮, 伊香賀敏文, 大越豊
2. 発表標題 二種の混織ノズルおよび芯鞘ノズルを用いて作製したPolypropylene/Poly(ethylene terephthalate)メルトブローン不織布の構造と物性
3. 学会等名 繊維機械学会年次大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 若松怜佑, 長谷川洋平, 金慶孝, 大越豊
2. 発表標題 レーザー繊維を用いたニードルパンチ不織布の内部構造変化-針形状の影響-
3. 学会等名 繊維学会年次大会研究発表会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 富田莉奈, 石川剛臣, 今成滉生, 菅原昂亮, 伊香賀敏文, 大越豊, 金慶孝
2. 発表標題 異径混織ノズルを用いて作成したpolypropylene/poly (ethylene terephthalate)メルトブローン不織布のX線CT観察による構造評価
3. 学会等名 繊維学会年次大会研究発表会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 大久保衣莉, 石川剛臣, 今成滉生, 大越豊, 金慶孝
2. 発表標題 二種のノズルを用いて作製したPP/PET混織メルトブローン不織布の構造と圧縮特性
3. 学会等名 繊維学会年次大会研究発表会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 宮原淳, 今成滉生, 菅原昂亮, 伊香賀敏文, 大越豊, 金慶孝
2. 発表標題 PET/PP芯鞘メルトブローにより作成した不織布の熱収縮による物性と構造評価
3. 学会等名 繊維学会年次大会研究発表会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 石川剛臣, 坂東春樹, 菅原昂亮, 伊香賀敏文, 富澤錬, 大越豊, 金慶孝
2. 発表標題 熱処理がPolypropylene/Poly(ethyleneterephthalate)複合メルトブローン不織布の構造と物性におよぼす影響
3. 学会等名 繊維学会秋季研究発表会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 魚住太吾, 大越豊, 金慶孝
2. 発表標題 2種類のトレーサー繊維を含むウェブのニードルパンチによる繊維移動挙動の観察
3. 学会等名 繊維学会秋季研究発表会
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計1件

1. 著者名 金慶孝	4. 発行年 2021年
2. 出版社 シーエムシー出版	5. 総ページ数 14
3. 書名 不織布の最新開発動向	

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------