

令和元年6月21日現在

機関番号：13901  
研究種目：基盤研究(B) (一般)  
研究期間：2016～2018  
課題番号：16H04591  
研究課題名(和文) 非連続繊維複合材のマルチスケール熱伝導分布測定法の開発と繊維配向同定法への展開  
  
研究課題名(英文) Development of measurement method of thermal conductivity distribution for composite materials and its application to fiber orientation detection  
  
研究代表者  
長野 方星 (Nagano, Hosei)  
  
名古屋大学・工学研究科・教授  
  
研究者番号：10435810  
交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,400,000円

研究成果の概要(和文)：本研究により炭素系複合材料に内在する3次元の熱伝導異方性分布を、マイクロおよびマクロスケールで高精度かつ迅速に測定できる手法を開発し、複合材料のマルチスケールでの熱伝導率異方性分布評価技術を確立した。また、本技術を非連続繊維型複合材料の繊維配向同定に活用し、従来にはない熱伝導率分布と繊維配向性分布を非接触で迅速に同定できる技術とその解析理論を構築した。

#### 研究成果の学術的意義や社会的意義

近年自動車などに応用が期待される熱硬化性炭素系複合材料は繊維の分散に偏りが生じうるため、その分布を非破壊で迅速に検知できる手法が求められている。本研究では独自の熱拡散率分布測定手法を確立し、本手法を複合材料の配向同定法に応用することで、従来の技術にはない非接触式配向同定法の創出に貢献した。

研究成果の概要(英文)：In this study, a new method to measure three dimensional thermal diffusivity for carbon fiber reinforced plastics in both micro-scale and macro-scale with high accuracy has been developed. This method has been applied to fiber orientation detection method for carbon fiber reinforced thermoplastic, and measurement technique and theory to obtain both thermal conductivity distribution and fiber orientation distribution have been developed.

研究分野：熱工学

キーワード：炭素系複合材料 熱伝導率 繊維配向同定法 サーモグラフィ

## 様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19（共通）

### 1. 研究開始当初の背景

近年航空宇宙分野や運輸分野で炭素系複合材料（CFRP）の実用化が期待されている。航空機や自動車の熱設計には、材料の熱伝導特性が必要となるが、複合材料は異方性、不均質性があるため、それに伴い熱伝導率に方向依存性が生じる可能性がある。しかしながら従来の熱伝導率計測手法は原則的に一方向の熱伝導率測定しかできないため、従来手法を用いて熱伝導の分布特性をキャラクタライゼーションすることが難しい。また、自動車などに応用が期待される非連続繊維型複合材は、繊維が板厚方向に曲ったり、傾いたりしているため、局所的な熱伝導率分布が生じ、通常の熱伝導率推算や測定法で評価することは難しい。さらに、量産性が期待される熱可塑CFRP 製造技術において、繊維長、樹脂流動スピード、温度分布の影響でプレス成型したCFRP の繊維配向の偏りやボイド発生が問題となっている。そのため、その場で繊維の配向性を調べる手法が望まれているが、現時点での繊維配向性評価方法は強度試験やX線CT観察など、試料を切出す必要性や長時間を要するなど、簡便で実用的な方法がない。

### 2. 研究の目的

上記背景を受け、本研究は、先進複合材料の3次元の熱伝導率分布をマイクロスケールおよびマクロスケールで計測できる新しい手法を開発することを第一の研究目的とする。また、本手法を用いて、非連続繊維型複合材の熱伝導率分布と配向性を非接触で同定可能な技術に応用することを第二の研究目的とする。

### 3. 研究の方法

本研究で提案する非接触熱伝導率測定と繊維配向分布同定手法を融合させた新しい測定法は、レーザースポット式周期加熱法を原理としており、本原理の最大の利点である「異方性評価能力」を様々な複合材料に適用することで、その異方性や微視的不均質性分布を非接触でマッピングすることが原理的に可能である。本研究は3年間で実施する。1年目は非接触加熱、非接触検知で複合材料の3次元の熱拡散率計測が可能な装置および解析理論の構築を行う。2年目はそのマイクロスケールへの適用を図ることでマルチスケール計測技術を確立する。3年目は応用展開として、非連続繊維型熱可塑CFRPの配向分布迅速同定への適用性検証を行う。

### 4. 研究成果

熱拡散率の測定に用いたレーザースポット周期加熱法は、周期加熱に対する試料の温度応答特性から熱拡散率を測定する手法である。この方法は、試料の表面をレーザースポットで再現した点熱源で周期加熱し、試料裏面の温度応答と周期加熱の位相遅れを測定する。その位相遅れから試料面内方向と厚み方向の熱拡散率を算出する。

Fig.1 に新たに構築した測定装置の概念図および写真を示す。この装置は主に信号発生器、ダイオードレーザ、対物レンズ、ロックインサーモグラフィ、PCで構成される。信号発生器によって強度変調されたダイオードレーザのビーム光は、対物レンズを透過して試料表面に周期点熱源を形成し、試料を加熱する。ロックインサーモグラフィは、その試料の裏面温度応答と信号発生器から印加された参照信号との位相遅れを測定する。

繊維配向同定法の正当性を評価するため、ピッチ系およびPAN系の炭素繊維からなる一方向配向のCFRP板2枚を測定した。ここで、ピッチ系炭素繊維の繊維方向熱拡散率はPAN系と比較して約50倍高い。提案する同定法の不連続繊維型CFRTPへの適用可能性を示すため、繊維配向が未知であるCFRTP板を測定した。3試料の測定条件をTable 1に示す。

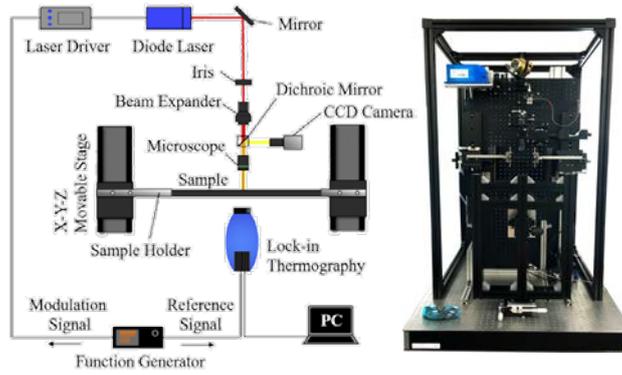


Fig.1 実験装置

Table 1 試料の種類及び測定条件

Sample	CFRP1	CFRP2	CFRTP
Carbon fiber type	Pitch	PAN	PAN
Matrix resin	Epoxy		Polyamide 6
Fiber length	Continuous		Discontinuous
Fiber orientation	Uni-directional		Unknown
Lamination	1-ply		-
Sample size(mm)	100 × 80	150 × 150	130 × 130
Thickness(mm)	0.14	0.085	1.5
Heating freq. (Hz)	1.0	0.1	0.01
Laser power(mW)	100		50

Fig.2,3 にロックインサーモグラフィによって測定された CFRP1 および CFRTP の 2 次元位相遅れ分布を示す。CFRP1 は 1 方向配向であるため、図中上下方向に位相遅れの傾きが小さい。一方、図中左右方向は位相遅れの傾きが大きい。これは温度波の伝搬特性が繊維配向方向に依存して異なっていることを示している。Fig.3 に示した CFRTP の位相遅れ分布は CFRP1 ほど異方性の強い分布ではないが、斜め方向に軸を有する楕円形状を示していることが定性的にいえる。Fig.2,3 の位相遅れ分布に対して、 $360^\circ$  全方向の直線部分の傾きを計算することにより、熱拡散率角度分布が得られる。それを Fig.4 に示した。1 方向配向である CFRP1 と CFRP2 は繊維の配向方向である  $-90^\circ$ ,  $90^\circ$  方向にピークがある分布となった。しかし、繊維の熱拡散率が大きく異なるため、その方向の熱拡散率は CFRP1 に比較して、非常に小さい。一方、繊維配向が未知である CFRTP は、CFRP とは異なるピークの角度を示し、また 2 つのピークは高さ（熱拡散率の絶対値）が異なる結果となった。

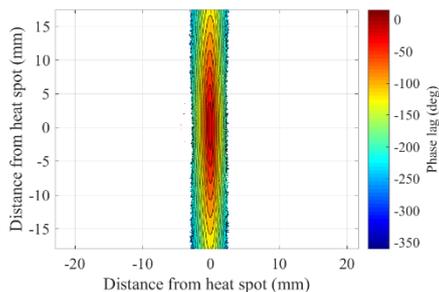


Fig.2 CFRP1 の面内位相遅れ分布

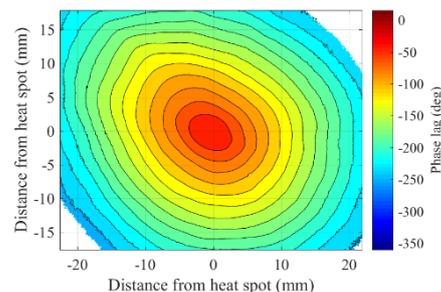


Fig.3 CFRTP の面内位相遅れ分布

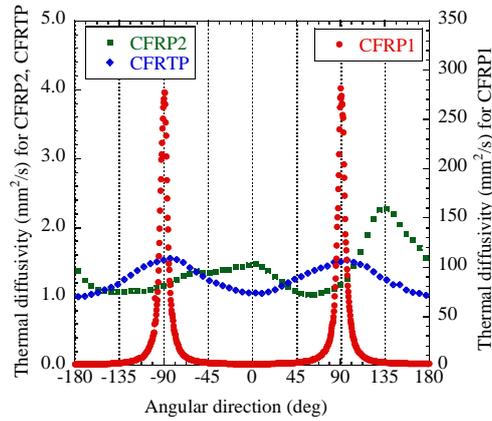


Fig.4 面内熱拡散率の角度依存性

測定した3試料の熱拡散率角度分布を規格化し、繊維配向密度関数をフィッティングした。その結果を Fig.5 に示す。また、フィッティングによって得られた、分布形状を規定するパラメータと期待値および標準偏差を Table 2 に示す。これらの値はピーク毎に得られる。まず、配向が既知である CFRP1,2 試料の繊維配向方向は-90, 90° 方向であるが、提案手法によって得られた期待値 $\mu_i$ との差は、CFRP1 で最大 0.2° , CFRP2 で最大 2.1° であった。これらの差には測定装置での設置誤差、試料内の繊維のうねり等が含まれると考えられる。従って、繊維配向方向は提案手法によって十分に小さい誤差で同定可能であることが示された。また期待値が直接、繊維配向方向を示すことが確認された。一方、CFRP1,2 試料の繊維配向強度は一方向材であるため理想的にはゼロであるはずである。しかし Table 2 に示す標準偏差 $\sigma_i$ は正の値を示し、さらに同じ構造である CFRP1 と CFRP2 で異なる結果となった。これは提案手法が熱拡散固有のばらつき(標準偏差)を含んでしまい、またそれが繊維の種類によって異なるため、配向強度が直接測定できないことを示す。次項ではこの問題点についての解決策を示す。次に、CFRTP 試料の結果を考察する。繊維配向角は Table 2 より-32.6° と 135.8° となった。そして標準偏差は-32.6° のピークのほうが小さいため、分布が鋭利であることが分かり、その方向への配向強度は強いことがいえる。先述の問題点のため、定量的に繊維配向強度を評価することは現時点でできないが、同一試料内では当然、炭素繊維の種類は同じであるため、2つのピークを相対的に比較することは可能である。従って、同一試料内における繊維配向分布の多点測定を実施すれば、局所的な繊維配向状態(配向方向絶対値と配向強度の相対値)を可視化することが可能である。

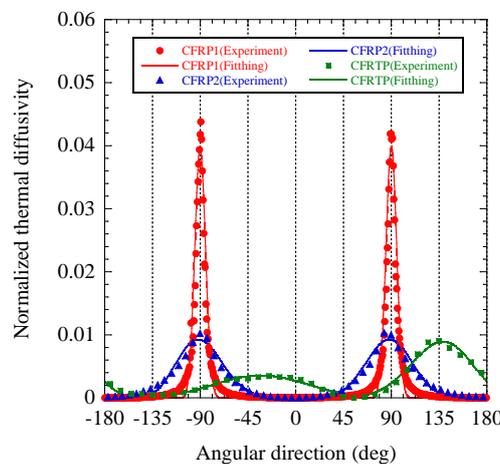


Fig.5 規格化熱拡散率分布の測定結果及びフィッティング結果

Table 2 フィッティングパラメータ

Sample	CFRP1		CFRP2		CFRTP	
	1	2	1	2	1	2
$\theta_i$	-180	0	-180	0	-122.6	56.0
$\theta_{i+1}$	0	180	0	180	56.0	-122.6
$P_i$	76.7	447.5	4.7	28.8	7.7	3.2
$Q_i$	445.9	76.6	1259.1	15.7	5.5	13.8
$\xi_i$	2.0	2.0	13.4	2.5	2.7	2.0
$\mu_i$ (deg)	-89.8	90.2	-89.9	87.9	-32.6	135.8
$\sigma_i$ (deg)	7.1	7.1	29.9	30.4	23.6	21.4

異方的熱拡散特性から繊維配向状態を同定する場合、繊維配向のばらつきである配向強度を直接測定できない。そこで、炭素繊維の熱拡散率異方比（軸方向熱拡散率／断面方向熱拡散率）と面内熱拡散率角度分布における標準偏差の関係に着目した補正法を導入する。ここで、理想的な1方向配向における熱拡散固有のばらつきを評価したいため、CVM (Control volume method)を用いた数値計算を実施した。非定常熱伝導解析によって得られた周期加熱の温度応答から位相遅れを解析し、面内熱拡散率角度分布を算出した計算結果を Fig.6 に示す。Fig.6 には繊維配向密度関数によるフィッティングカーブを併記している。分布形状の定量化によって得られた標準偏差は、ピッチ系 CFRP モデルで  $5.5^\circ$ 、PAN 系 CFRP モデルで  $26.3^\circ$  となった。この結果と繊維の熱拡散率異方比の関係を示したものが Fig.7 である。図中には測定によって得られた標準偏差もプロットしている。モデルは完全一方向配向であるため、繊維配向方向のばらつきはゼロである。従って、数値計算による値を通る近似曲線より小さい標準偏差は熱拡散に起因するばらつきであり、それより大きい標準偏差は繊維配向のばらつきに起因するものであるといえる。ゆえに、測定結果に対して、強化繊維の熱拡散率異方比で決定されるこの曲線上の値を引くことで、真の繊維配向強度が算出可能であると考えられる。

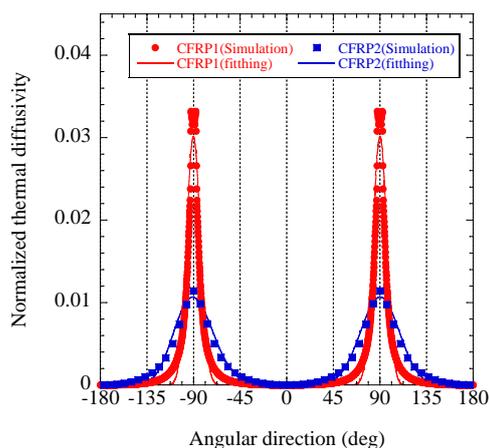


Fig.6 規格化熱拡散率の計算結果及びフィッティング結果

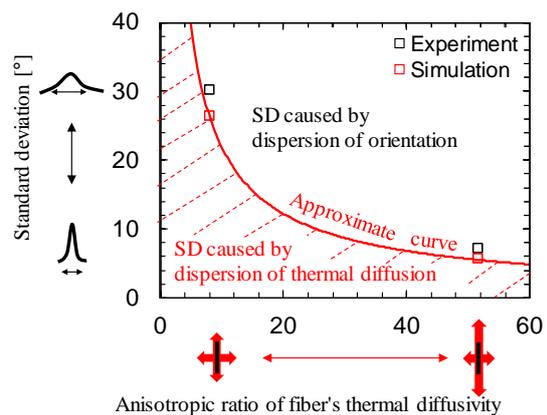


Fig.7 異方比と分散の関係

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕（計3件）

- ① Takuy Ishizaki, and Hosei Nagano, “Measurement of 3D Thermal Diffusivity Distribution with Lock-In Thermography and Application for High Thermal Conductivity CFRPs,” *Infrared Physics and Technology*, (Accepted). (査読あり)
- ② 辻 輝, 長野 方星, “ロックインサーモグラフィ式周期加熱法による炭素系複合材料の面内方向熱拡散率測定（界面熱抵抗の影響と熱拡散モデルによる検証）,” *日本機械学会論文集*, Vol. 83, No. 847, pp. 16-00296-16-00296 (2017). (査読あり)
- ③ Ryohei Fujita, and Hosei Nagano, “Novel Fiber Orientation Evaluation Method for CFRP/CFRTP based on Measurement of Anisotropic In-plane Thermal Diffusivity Distribution,” *Composites Science and Technology*, Vol. 140, pp. 116–122 (2017). (査読あり)

〔学会発表〕（計5件）

- ① 藤田涼平, 長野方星, 第8回 日本複合材料会議（2017年3月）
- ② Ryohei Fujita, and Hosei Nagano, 21st European Conference on Thermophysical Properties (2017)
- ③ Ryohei Fujita, and Hosei Nagano, 15th Asia Pacific Conference for Non-destructive Testing (2017)
- ④ Ryohei Fujita, and Hosei Nagano, The 11th Asian Thermophysical Properties Conference, (2016).
- ⑤ Akira Tsuji, and Hosei Nagano, The 11th Asian Thermophysical Properties Conference, (2016).

〔図書〕（計1件）

- ① 炭素繊維およびその繊維複合材料における分析試験, 評価解析に関する最新事例集, 技術情報協会（分担執筆）2019年6月刊行

〔産業財産権〕

○出願状況（計2件）

名称：含有率情報取得装置、密度情報取得装置、含有率情報取得方法、密度情報取得方法、およびプログラム

発明者：長野方星, 藤田涼平

権利者：同上

種類：特許

番号：特願 2018-068743

出願年：2018

国内外の別：国内

名称：配向状態特定装置、配向状態特定方法およびプログラム

発明者：長野方星, 藤田涼平

権利者：同上

種類：特許

番号：特開 2019049417

出願年：2017