

平成 21 年 4 月 27 日現在

研究種目：基盤研究 (C)

研究期間：2007～2008

課題番号：19560074

研究課題名 (和文) 自己センシング CFRP 構造システムの耐久性評価

研究課題名 (英文) Long life estimation of self-sensing CFRP structures

研究代表者

轟 章 (TODOROKI AKIRA)

東京工業大学・大学院理工学研究科・教授

研究者番号 50211397

研究成果の概要：

炭素繊維強化複合材料 (CFRP) のはく離損傷は目視検査困難であり, CFRP 構造の信頼性確保のために炭素繊維の導電性を利用した電気抵抗変化法による損傷モニタリングが研究されている. この方法には, CFRP 構造に電極を設置する必要があり, 電極の信頼性がモニタリングシステムの信頼性に直結する. 本研究では, さまざまな電極を検討し, 長期繰り返し負荷試験を実施して, 信頼性の高い電極を用いた電気抵抗変化法を開発する.

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	2,500,000	750,000	3,250,000
2008年度	1,100,000	330,000	1,430,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,600,000	1080,000	4,680,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：CFRP, 電気抵抗, めっき, 複合材料, 損傷

1. 研究開始当初の背景

炭素繊維強化複合材料 (CFRP) は次世代航空機などの航空宇宙機器の構造材料として多用されているばかりだけでなく, 燃料電池車の水素タンクなど自動車用部品にも適用が予定されている. また, 自動車車体の軽量化にも積極的に利用され, 2007年の東京モーターショーではトヨタ自動車の 1/x というコンセプトカーが車体重量の 1/3 化を達成し, 高い燃費効率を発表している.

しかしながら, 2001年11月12日にアメリカ合衆国のニューヨーク州での AA587 便の尾翼欠損による墜落事故では, 複合材料で作成

された尾翼トルクボックスのはく離欠陥が見逃されていたことが原因であった. このように CFRP は高性能であるが, 従来の目視検査では欠陥が発見できない層間にはく離という欠陥が存在し得る. このため構造信頼性が低く, 材料の性能を十分に発揮できていないのが実情である.

これに対して, CFRP の電気抵抗変化から損傷を検知するシステムが提案されている. CFRP の強化繊維は導電性材料であり, 母材 (マトリックス) は絶縁材料である. これらの複合材料である CFRP 構造は著しい導電率異方性を有する導電性材料である. 申請者は

この著しい導電率異方性を積極的に利用して CFRP 構造に複数の電極を設置した構造から電気抵抗の分布を求めその分布からはく離やマトリックス割れなどの損傷の位置や大きさを同定する電気抵抗変化法を提案し、小型試験片にて実験的・解析的に有効性の実証をしてきた。

この手法は強化繊維である炭素繊維をそのままセンサとして使用するため、内部の欠陥モニタリングに特別なセンサを埋め込む必要がない。この手法は、試験片レベルにおいては、成功を収めてきている。しかし、実用化には長期の信頼性を検証しなければならない。

2. 研究の目的

電気抵抗変化法は CFRP 構造の表面に多数の電極を設置し、多くの区間で表面層の繊維方位に電流を流すことで導電性の異方性を積極的に利用した安価で高精度な画期的な破壊モニタリング方法である。電極間に電流を流すことで測定される電気抵抗は、電極間だけでなく、CFRP 構造の全域を流れた電流の電気抵抗変化が測定され、複数の電極間の電気抵抗変化は CFRP 構造の全体の電気抵抗変化の情報を含んでいる。この多くの情報から、CFRP 積層構造の層間はく離き裂や樹脂層内割れなどの破壊の位置と大きさを判定することが可能となる。

この電気抵抗変化法は、CFRP 構造の電気抵抗を測定するために多数の電極を CFRP 構造表面に設置する必要がある。電気抵抗は電極の接触抵抗変化でも測定値は変化するため、信頼性の高い電極の開発が実用上不可欠な技術であり、電気抵抗変化法を実機に適用する場合には、長期信頼性のある電極の開発が必要である。

そこで、本研究ではさまざまな方法で電極作成を実施し、その信頼性を評価して長期信頼性の高い CFRP 構造用電極を開発することを目的とする。

3. 研究の方法

(1) 測定電極の選定

ここでは、繰返し荷重を負荷した場合の電気抵抗変化法の適用について検討を行うための初期段階として、さまざまなタイプの電極について試作を行い、本研究に有効な電極作成方法について選定を行う。

電極の候補として、①CFRP を構成する炭素繊維、②導電性と接着性のどちらも有する導電性接着剤、これまでの電気抵抗変化法を用いた損傷検知の研究に用いられてきた③銀ペーストと④ハンダを挙げ、これらを用いて試験片を作成し、負荷を与えて電気的特性の観察を行うことで良好な電極について検討する。試験片に用いた積層板は全て、高強

度系炭素繊維 T300 と熱硬化型 Epoxy 樹脂 #3601(180°C硬化型)のプリプレグ P3060-15 を用い、積層構成 $[0_4]_T$ 、寸法 250 mm×150 mm を用いる。試験片形状、電極配置は特に記載のない限り、図 1 に示すとおりである。

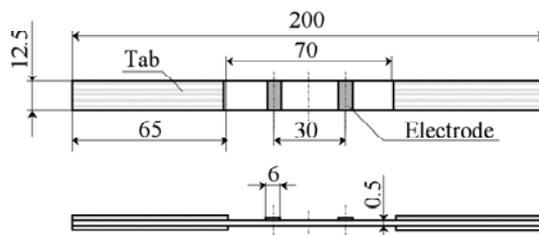


図 1 試験片形状

電極の電気特性を確認するために行った負荷除荷試験には MTS 製油圧サーボ制御式試験機を使用した。荷重の測定は試験機のロードセルより行った。負荷時は変位制御に負荷速度 0.1mm/min で引張り、除荷時は手動で行った。ひずみは動ひずみ計 (DPM-600, 共和電業) を介して測定した。ひずみゲージには、ゲージ長 2mm の単軸汎用箔ひずみゲージ (KFG-2-120-C1-11L1M2R, 共和電業) を用い、試験片中央に貼付した。電気抵抗は 2 電極法での測定の場合、LCR メータ (LCR ハイテスタ, 日置電機) にて初期抵抗を測定した後、ひずみゲージ用ブリッジ回路 (図 2) および動ひずみ計 (CVD-320C, 共和電業) を用いて電気抵抗変化をひずみとして測定した。電気抵抗変化とひずみの関係式は次式となる。

$$\Delta R/R_0 = k \varepsilon \quad (1)$$

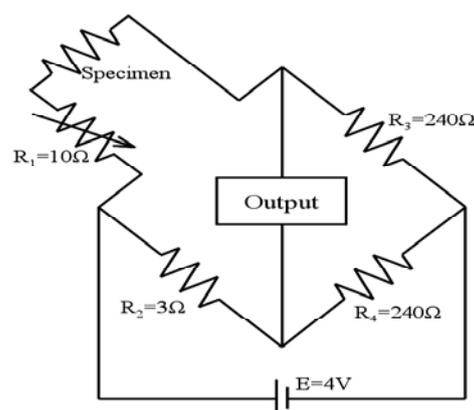


図 2 ブリッジ回路

(2) 繰返し負荷試験

CFRP 積層板の場合、その弾性特性は積層構成によって異なる。CFRP 表面の電極は繰返し負荷に伴い試験片とともに変形する。そこで、代表的な一方向積層板、直交積層板、擬似等方積層板の 3 つの積層板を用いて試験を行い、繰返し負荷時の電気抵抗変化法の適用について検討する。

本試験で使用した試験片は高強度系炭素繊維 T300 と熱硬化型 Epoxy 樹脂#3601 (180°C硬化型) のプリプレグ P3060-15 を用いた。成形条件はオートクレーブ成形で予熱 120°C×20 分、プリキュア 155°C×120 分、硬化 180°C×120 分、1.0MPa である。積層板は縦 250mm、横 150mm の長方形板であり、積層構成は 3 種類の対称積層板である。0° 方向に 4 層積層させた一方向積層板 [0₄]_T、直交積層板 [0/90]_s、擬似等方積層板 [0/90/±45]_s を使用した。余剰樹脂吸収のためピールプライ (エコノプライ J, エアテック社) を各積層板の積層数と同数枚ずつ両面に重ねた。繊維体積含有率は JIS K 7075 に準じて実測した結果、64±1%であった。

JIS K 7083 に準じ、ゲージ長 70mm、試験片幅 12.5 mm の試験片を作成した。試験片両端には掴み部保護のため、GFRP タブを一液加熱硬化型接着剤 (SW21, 住友スリーエム) にて固着させた。タブの厚さは 1.5mm とした。なお、接着処理は電気炉を用いて、110°C×140 分間の高温処理を行った。

電気抵抗測定のために、試験片の片側表面に幅 10mm の銅メッキ電極を 4 箇所配置した。成形後の CFRP 積層板表面はエポキシ樹脂が多く存在しており、銅メッキと炭素繊維界面の良好な接触を得るため、CFRP の表面樹脂を除去する必要がある。表面樹脂層の除去には、まず研磨紙を用いた。研磨紙の 100 番を用いてピールプライに起因する表面樹脂凹凸を平滑にした後、240 番と 400 番を用いて表面樹脂を研磨した。その後、マスキングにより電極部分だけを露出させ、濃硫酸 (98%) と過酸化水素水 (30%) を用いて化学研磨を行った。濃硫酸にて 5 分間の化学処理後、水洗浄とアセトン洗浄を行い、過酸化水素水にて 5 分間の化学処理後、水洗浄とアセトン洗浄を行った。この工程を 5 回繰返すことで表面樹脂のみを除去した。表面処理後、硫酸銅水溶液 (硫酸銅 240g/l, 硫酸 49g/l) を用い、陽極に銅、陰極に試験片を配置させ、陰極電流密度 0.66A/dm² 90 分、2 A/dm² 90 分の 2 段階の電流を負荷させメッキを施した。メッキむらを防止するため、試験片の電流負荷部分には銀ペースト (シルベスト P-255, 日新 EM) を塗布し、等電位面を作成した。メッキ後、φ0.2mm の銅線をリード線としたハンダ付けた。なお試験片端面は研磨紙の 400 番～2000 番にて研磨を行い、試験中に端面応力集中による破壊を予防した。

試験は全て MTS 製油圧サーボ制御式試験機を使用した。最大負荷能力は 100 kN である。試験機のロードセルより荷重、荷重点変位を測定した。

試験片のひずみは試験片に貼付したひずみゲージと動ひずみ計 (DPM-600, 共和電業) を用いて測定した。ひずみゲージには、ゲ-

ジ長 2mm の単軸汎用箔ひずみゲージ (KFG-2-120-C1-11L1M2R, 共和電業) を用い、試験片中央に貼付した。電気抵抗は 4 電極法を用いて LCR メータ (LCR ハイテスタ, 日置電機) にて交流電流 450Hz, 30mA を電流負荷電極に負荷しインピーダンスを測定した。450Hz では位相角はほぼ 0° であり、インピーダンスをそのまま電気抵抗とみなした。

試験 1: 繰返し回数 0 (静的引張試験)
試験片が破断するまで負荷した。

試験 2: 繰返し回数 1 (弾性域負荷除荷)
1000 μ まで負荷、その後除荷を行った

試験 3: 繰返し回数 3 (2000～6000 μ までの負荷除荷)

試験 4: 繰返し負荷試験

繰返し速度は 15Hz, 打ち切り繰返し数は 10⁶ 回とした。応力比 R は 0.1 とし、試験片は一方向積層板と直交積層板の 2 種類を使用した。大荷重下でのひずみ測定は、ひずみと試験機変位の関係を求めた上で、試験機変位を試験片負荷ひずみに換算した。負荷ひずみと電気抵抗の測定は、一定回数ごとに試験を一時停止し、繰返し負荷の平均荷重点にて静的に剛性データを取得するとともに電気抵抗を計測した。なお、基準となる初期抵抗 R₀ は繰返し回数が 1000 回のときの電気抵抗値とした。

試験 5: 繰返し回数 10⁶ 回の場合

繰返し最大荷重は静的引張強度の 20% の値とし、繰返し速度は 25Hz, 荷重波形は正弦波とした。打ち切り繰返し数は 10⁶ 回とした。応力比 R は 0.1 である。

4. 研究成果

(1) 炭素電極

CFRP は良導体である炭素繊維と絶縁体である樹脂によって構成されている。そこで良好な炭素繊維に注目し、炭素繊維自身を電極材料として採用し、CFRP 積層板を一体成形により作成した。

CFRP 積層板片側表面に炭素繊維電極を、積層板の繊維配向方向に 90° 方向に配置した積層板を作成した。片側のみに炭素繊維電極を設置した場合、非対称積層板となり積層板が反るため両面に電極を配置した。なお電極表面には電気抵抗測定用この試験片では、電気抵抗は無限大となった。これは、積層板表面には表面樹脂が介在し、炭素繊維電極と CFRP 積層板および、炭素繊維電極と銅箔の接触を妨げていることがわかった。表面樹脂介在を研磨などの処理なしで取り除くのは極めて困難なことが明らかになった。

(2) 導電性接着剤電極

接着力と導電性を有する材料として、導電性接着剤があげられる。本研究では 2 種類の導電性接着剤を用いて電極作成を行った。まず異方性導電接着剤であるサンユレック

製 NIR-11 を用いて電極を作成した。次に高熱伝導性接着剤であるテクノアルファ社製 DM4030 を用いて電極を作成した。

本研究に用いた異方性導電接着剤サンエリック製 NIR-11 はホットメルトバインダーレジンと導電性微粒子および溶剤から構成されている粘性のある液状組成物である。皮膜の厚み方向には導電性を有するが、面方向には絶縁性を示すという特異な機能（異方性導電）を備えており、種々の形状、厚みの異方性導電皮膜を形成できる。

CFRP—銅箔間に異方性導電接着剤を用いて接着させることで CFRP 表面に電極作成を試みた。CFRP 側電極部分表面はあらかじめ炭素繊維が露出するよう研磨紙（# 400）にて表面樹脂を除去後、1 分半の硫酸処理を行った。積層板より幅 12.5mm に切り出した CFRP 試験片と銅箔を温度を制御可能なアイロンをもちいて加熱加圧（140℃、10 秒、30kg/cm²）により電極箇所に接着させた。

この試験片の初期抵抗を測定した結果、12.4Ωであった。初期抵抗が高く、時間経過とともに変動した。異方性導電接着剤を用いた接着では、接着導電の精度は膜厚、加熱時間・温度、圧力に左右されるという報告があり、良好な接着には、厳密な品質管理に基づいた熱圧着を用いる必要があると実機を考慮した接着では圧力、加熱温度、加熱時間の詳細な制御が困難であるため、この方法は実用的でない判断される。

高熱伝導性電接着剤として本研究ではテクノアルファ社製 DM4030 を用いて電極を作成した。十分に攪拌した後、表面処理だけを行ったものと、その後銅メッキを施したものの 2 種類の試験片を用意し、CFRP および銅メッキ表面に塗布し 150℃で 40 分間、電気炉で加熱し硬化させた。

直接 CFRP 表面に高熱伝導性電接着剤を塗付した場合、引張試験の負荷-除荷時の電気抵抗変化に大きなヒステリシスループが発生した。この方法も接着剤の混練や加熱時の温度管理、圧力管理などが高度な制御を要求され、現場での接着を考慮した場合、実用的でない判断される。

(3) 銀ペースト

電気抵抗が極めて小さく、実験室でも取り扱い可能な銀ペーストを用いて電極を設置し試験片を作成した。導電性接着剤を用いた電極では、CFRP 表面に直接接着した場合と、CFRP 表面にはじめに銅メッキを施した後に銀ペーストで接着した場合の 2 種について試したが、銅メッキを施した場合のほうがより電気的応答が良好だった。用いた銀ペーストは日新 EM 製シルベスト P-255 である。

試験片作成後に引張負荷-除荷試験を実施し、電気抵抗変化を測定した。電気抵抗はひずみに伴い非線形の挙動を示した。銀ペースト

の取り扱いには作業者の技量に左右されやすいことが影響して、微小なピエゾ抵抗の変化が接触抵抗の変化の中に埋もれたと考えられる。銀ペースト電極も製作者の技量に依存しており実用的ではない。

(4) 銅メッキ

銅メッキへのリード線のハンダ付けは、ハンダ付け時の熱による銅メッキのはく離の影響があるものの、実験室での取り扱い、電気応答安定性、価格など利点も多い。以下、ハンダ付けについての検討を行った。

作成した試験片で引張の負荷-除荷試験を実施し、試験時の電気抵抗変化を測定した。その結果、2 電極法ではやはりヒステリシスループが測定され、作業者の技量に依存する結果となった。このため、4 電極法を実施した（図 3 参照）。

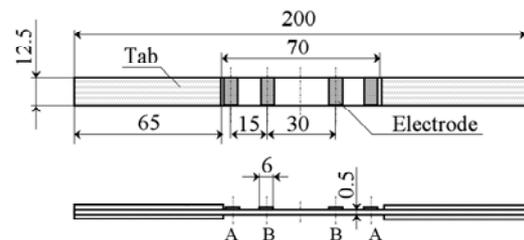


図 3 四電極法試験片

4 電極法によるリード線ハンダ付け電極について検討を行った。試験片形状および電極配置位置について図 3 に示す。図中 A が電流負荷電極、B が電圧測定電極を示す。電気抵抗は LCR メータ（LCR ハイテスタ、日置電機）にて交流電流 1kHz、30mA を電流負荷電極に負荷しインピーダンスを測定した。位相角はほぼ 0° であった。

実験結果と考察を以下に示す。ピエゾ抵抗効果と負荷除荷に図に示すように、ピエゾ抵抗はひずみに伴って線形に変化したことから電気的特性の測定は良好である。

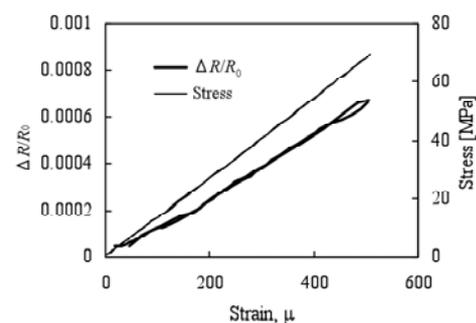


図 4 測定された電気抵抗変化

これらの結果を受け、本研究では銅メッキとリード線ハンダ付けを用いた電極を採用し、4 電極法で電気抵抗を測定した。

(5) 負荷時の結果

試験 1 の結果の例を図 5 に示す。図から試験片が破断するまで電気抵抗が上昇し、試験片が破断する直前まで電気抵抗の測定が可能である。

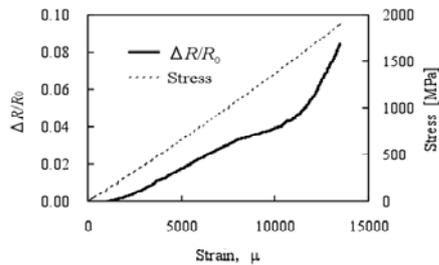


図 5 一方向積層板 ($R_0=101.41\text{m}\Omega$, $\sigma_B=1910\text{MPa}$)

試験 2 の結果の例を図 6 に示す。銅メッキ／リード線ハンダ付け電極による 4 電極法での電気抵抗測定はピエゾ抵抗効果による電気抵抗変化も測定可能といえる。

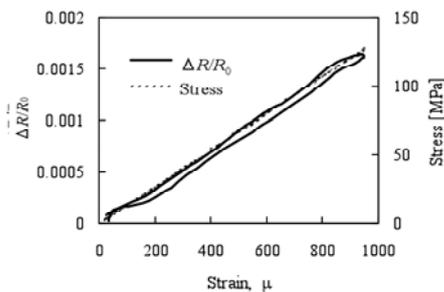


図 6 一方向積層板 ($R_0=90.608\text{m}\Omega$)

試験 3 の結果を図 7 に示す。この範囲の負荷では、電気抵抗変化率は負荷除荷の過程で同一直線状にはなく、負荷除荷でヒステリシスを描いている。既存の研究報告と同じであり、精度よく測定できている。

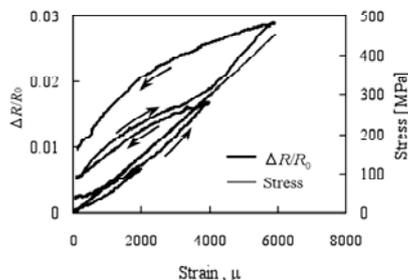


図 8 一方向積層板 ($R_0=95.8\text{m}\Omega$) 繰返し 3 回 (2000~6000 μ までの負荷除荷試験)

図 9 に繰返し負荷試験中のひずみと電気抵抗変化率の例を示す。横軸に繰返し回数、縦軸左に電気抵抗変化率 ($\Delta R/R_0$)、右に荷

重点変位をひずみに換算したひずみを示す。本研究で用いた表面電極は、繰返し大荷重下でも電気絶縁することなく損傷に伴う電気抵抗増加を測定している

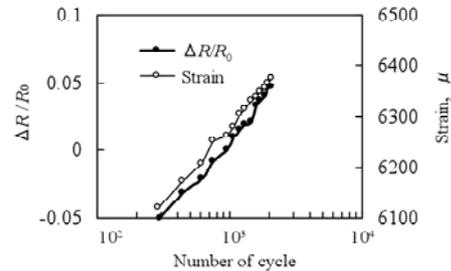


図 9 一方向積層板 ($R_0=87.808\text{m}\Omega$, $0.95\sigma_B$, $N=2.15\times 10^3$)

高繰返し数 (低負荷応力) 試験 5 の結果を図 10 に示す。横軸に繰返し回数、縦軸左に電気抵抗変化率 ($\Delta R/R_0$)、右にひずみゲージで測定した負荷ひずみを示す。なお、ここで、繰返しの途中で試験をいったん中断し、繰返し応力の平均応力で負荷を保持してその際のひずみと電気抵抗を実測している。黒丸印が電気抵抗変化率、白抜き丸印がひずみを示す。また、試験中の試験片の発熱は認められなかった。繰返し最大応力が静的引張強度の 20% である高繰返し数試験の場合、繰返し回数が増加しても、実測したひずみは一定であり、低繰返し数試験結果の図 13 に求められた剛性低下は生じなかった。電気抵抗変化の測定は電極が完全にはく離することはなく、試験終了まで電気抵抗を測定することが可能であった。

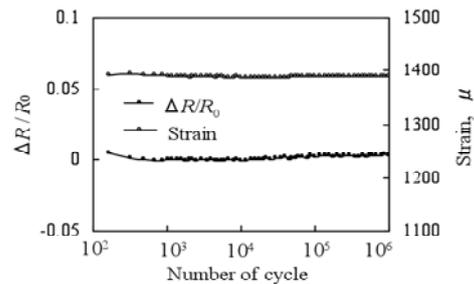


図 10 一方向 CFRP 試験片 ($R_0=88.3\text{m}\Omega$) 試験 5: 繰返し回数 10^6 回の場合の平均荷重点での電気抵抗とひずみの関係

ただし、 5×10^5 回以降程度から 10^6 回の繰返し試験までにおよそ 2000~4000 μ の電気抵抗変化率の上昇が認められた。剛性低下が生じていないこと、破断強度の 20% という低い荷重であることから、CFRP に損傷は発生していないと判断され、この電気抵抗の増加

は電極の破損に起因していると思われる。一般に4電極法は電極部分の損傷の影響を受けにくいとされているが、CFRPのような電気的特性の異方性の強い材料での有効性は確認されていない。

電気抵抗変化法では、マトリックス割れや層間はく離などが発生した場合、 1000μ オーダーの検知が必要となる。 10^6 回までの繰返し負荷では損傷による電気抵抗増加と電極の損傷と区別できない。これらの微小損傷を検知可能な繰返し負荷回数としては、現状では 10^5 回以下といえる。ただし、現状のままでも、その変化量は微小であるため、検査実施ごとに、基準となる初期抵抗値を更新することで、電極はく離進展の影響は無視できると考えられる。

試験後に電極部分の断面を観察した結果、リード線ハンダ付け部分の銅メッキにCFRPとのはく離が認められた(図1.1参照)。

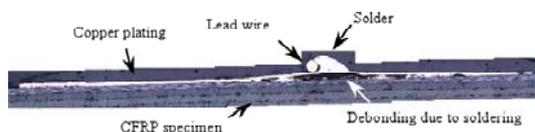


図 1.1 電極部断面観察結果

4電極法を用いた場合、通常は電極損傷の影響を受けない。有限要素法で解析した結果、等方性材料では電極部のはく離は4電極法の電気抵抗測定に全く影響を及ぼさないが、CFRPの強い異方性材料の場合、はく離の進展に伴って測定される電気抵抗が増加することが明らかになった。

以上の結果から、ハンダ付けを行ってはないことがわかる。

(6) 今後の展望

電気抵抗変化法は電極の接触抵抗の影響を大きく受ける。信頼性の高い電極の作成には、銅メッキとハンダを使用しないリード線の接合が必要不可欠である。さらに、接触抵抗の影響を受けにくい新しい電気抵抗変化法を検討する必要がある。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[学会発表] (計 2件)

①Akira Todoroki, Rie Morihara and Ryosuke Matsuzaki, Long term monitoring of electrical resistance change for CFRP using copper plating electrode, Proceedings of the 6th Korea-Japan Joint Symposium on Composite Materials, 2007, November 1, Pohang, Korea, pp. 97-98

②Akira Todoroki

Self-Sensing of Strain/Damage of CFRP using Electrical Resistance Changes, Proceedings of the 2008 SEM XI International Congress and Exposition on Experimental and Applied Mechanics, June 5, 2008, Orlando, Florida, USA, CD-ROM 152

6. 研究組織

(1) 研究代表者

轟 章 (TODOROKI AKIRA)

東京工業大学・大学院理工学研究科・教授

研究者番号：50211397

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし