

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 25 年 6 月 4 日現在

機関番号：26402

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2010～ 2012

課題番号：22560088

研究課題名（和文） 一体型多機能光ファイバセンサの創生と複合材料硬化モニタリングへの適用

研究課題名（英文） Development of an integrated multi-functional fiber-optic sensor and its application to cure monitoring of composites

研究代表者

高坂 達郎 (TATSURO KOSAKA)

高知工科大学・工学部・准教授

研究者番号：80315978

研究成果の概要（和文）：本研究では、FBG ひずみセンサと硬化度測定用の屈折率センサの二種類の光ファイバセンサを組み合わせ、樹脂成形モニタリング用の一体型多機能光ファイバセンサシステムの開発を行った。そのシステムを FRP の成形モニタリングに応用した。その結果、FRP の硬化度と残留ひずみ発生プロセスの定量的な測定が可能であることを示した。さらに、樹脂の軟化や流動、ボイドの発生の観測も可能であることが分かった。

研究成果の概要（英文）：In the present study, an integrated multi-functional fiber-optic sensor system for monitoring molding process of polymers has been developed by combining FBG strain sensors and refractive-index sensors for monitoring cure index. The system has been applied to process monitoring of FRP. From the results, it is shown that cure index and generation process of residual strain could be measured quantitatively. In addition, it appeared that the softening of resin, resin flow and initiation of voids could be observed.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010 年度	1,200,000	360,000	1,560,000
2011 年度	900,000	270,000	1,170,000
2012 年度	700,000	210,000	910,000
年度			
年度			
総計	2,800,000	840,000	3,640,000

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：硬化モニタリング，知的材料，光ファイバセンサ，硬化度測定，FBG センサ，硬化ひずみ

## 1. 研究開始当初の背景

FRP (Fiber Reinforced Plastics) の構造部品への応用が広まるにつれて、複合材料成形部品の大型化および複雑化が進んでいる。例えば、航空機構造のような大型形状の部品においても一体成形による複雑形状部品の製造技術の確立を目的とした研究が行われている。このような製造過程においては、従来

のような小型部品やプリプレグを用いたオートクレーブ成形法とは異なり、温度分布などの成形条件が部品全体で様とならないことがあり、そのため部分的な成形の不具合（未含浸・未硬化）や熱変形による寸法変化、熱残留応力の発生が危惧されている。その解決手法として、複合材料部品にセンサを配置して成形状態を把握し、成形条件を部分的に

制御する最適成形手法が提案されている。最適成形手法を実現するためには、優れたセンサとそれを用いた硬化モニタリング手法が重要となる。中でも光ファイバセンサは、その形状・サイズが材料への埋め込みに適しているだけでなく、温度、ひずみ、硬化反応などさまざまな物理量の測定が可能である。

屈折率光ファイバセンサ (図 1(a)) は、端部からのフレネル反射光強度が樹脂の屈折率に依存することを利用する。センサを樹脂に埋め込むことで、屈折率変化から樹脂の硬化度を算出することができる。また、FBG (Fiber Bragg Grating) センサ (図 1(b)) は、光ファイバ中の回折格子から反射した単色光の中心波長がひずみに比例することを利用したものである。これを用いて樹脂の硬化収縮および熱変形によって生じるひずみの測定が可能である。これらのセンサを組み合わせることで、一つのシステムでひずみと硬化度という樹脂成形プロセスで重要となる二つの量の同時測定が可能となる。さらにそれだけでなく、屈折率センサは硬化度 90% 程度までの感度が高く、一方で FBG センサは硬化終了時付近での感度が高いため、それぞれの欠点を相互に補うことが可能であると予想される。

## 2. 研究の目的

本研究では、「FBG ひずみセンサ」と「屈折率センサ」を組み合わせた一体型多機能光ファイバセンサを開発し、それを用いた樹脂硬化モニタリングシステムを構築する。さらに本手法の複合材料成形への適用可能性を実証することを目的とする。

## 3. 研究の方法

- (1) FBG センサシステムを構築し、埋め込みの測定精度への影響について実験および解析により検証を行う。
- (2) 屈折率センサシステムを構築し、FRP 積層板のホットプレス成形のモニタリングに適用する。
- (3) 二つのセンサを組み合わせた一体型システムを構築し、FRP 積層板のホットプレス成形のモニタリングに適用する。
- (4) 一体型システムを FRP の VaRTM (Vacuum assisted Resin Transfer Molding) 成形プロセスのモニタリングに適用する。

## 4. 研究成果

(1) エポキシ樹脂の硬化ひずみを、FBG センサを埋め込んで測定した。実験装置を図 2 に示す。また、本研究では成形条件が残留ひずみに与える影響を調べるために、異なる三種類の温度パターンを用いた。図 3 に実験結果を示す。図より、同じ温度で硬化させた場合

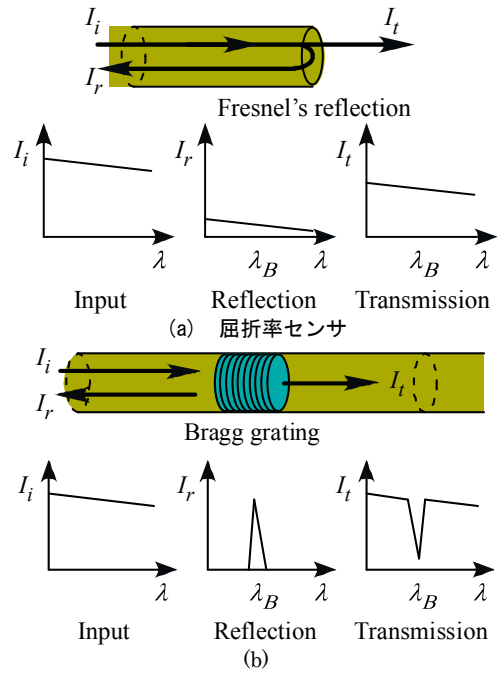


図 1 FBG センサ

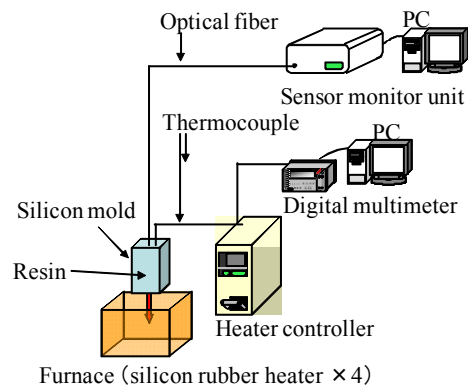


図 2 樹脂の硬化ひずみ測定システム

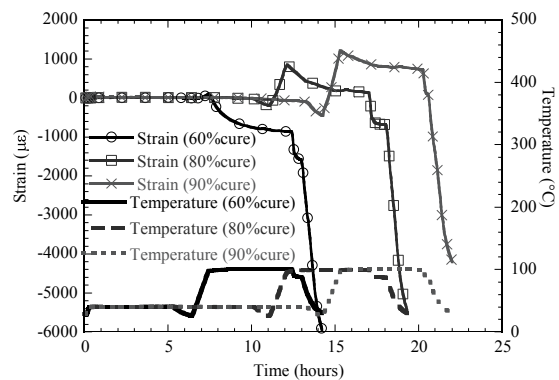


図 3 FBG センサにより測定された樹脂の成形ひずみ

でも、昇温過程が異なれば残留ひずみが異なることが分かった。ただし、成形中の樹脂の剛性は低いため、ひずみの評価にはその影響を考慮する必要がある。そこで、有限要素解析を行った。

本研究では、樹脂を硬化度によって特性が変化する粘弾性体と考えて、構成方程式を導いた。また、硬化中の樹脂の特性は、示差走査熱量計 (DSC)、動的粘弾性測定装置 (DMA) レオメーター、ディラトメーター等を用いて取得した。差分された構成方程式を FORTRAN でプログラミングし、汎用有限要素解析ソフトに組み込んで、解析を行った。解析結果より、実験結果と解析結果はよく一致することが分かった。よって、硬化温度条件を変えた場合でも、硬化中の樹脂の特性を予測して残留ひずみの測定ができることが分かった。

国内外で樹脂や樹脂基 FRP の成形ひずみ測定を行っている研究は見られるものの、ほとんどは冷却時のひずみのみの測定である。本研究では実験と解析を合わせることで硬化度 0.9 以下で生じるひずみも評価することに成功し、硬化時の温度履歴が残留ひずみに少なくない影響を与えていることを示した。本手法を分布的な測定に拡張することで、成形時に生じる残留変形の精度のよい予測が可能になると予想される。

(2) 屈折率センサを用いて、GFRP 積層板の成形モニタリングを行った。本研究では、測定用の光源として帯域の広い SLD (Super Luminescence Diode) を用いた。図 4 に成形実験に用いた積層板の形状と、埋め込んだ光ファイバセンサの配置を示す。GFRP プリプレグを 12 枚積層した。二本のセンサを使用した。一本 (FRP) は繊維方向に埋め込み、もう一方 (Resin) は成形中に流れ出した樹脂に埋没するように配置した。成形条件は、真空引きをしながら温度パターンを室温から 70 分かけて 140°C まで加熱し、3 時間 140°C を保持した。

図 5 に測定された光強度を示す。図より、温度上昇によってプリプレグ中の樹脂が溶けて流動し、センサを覆うことで出力が大きく落ちることが分かる。すなわち、樹脂の軟化に伴う流動を容易に知ることができる。その後の応答を、光強度から屈折率変化  $\Delta n$  に換算したグラフとして図 6 に示す。図より、応答の最初には大きな変動が見られ、 $\Delta n$  は減少し、その後は増加に転じて一定値に収束することが分かる。最初の屈折率の減少は温度上昇によるものであるが、温度が上昇中にも関わらず屈折率が増加に転じた理由は、硬化の進展によるものである。3200 秒ほどで屈折率の増加が緩やかになり 0 へと収束していることから硬化が終了したことが分かる。また、FRP 中の測定結果は樹脂のみの場合とほぼ一致しており、強化繊維に沿って埋め込めば本手法は強化繊維の影響を受けないことが分かる。以上より、屈折率センサによって硬化進展度のモニタリングが可能である

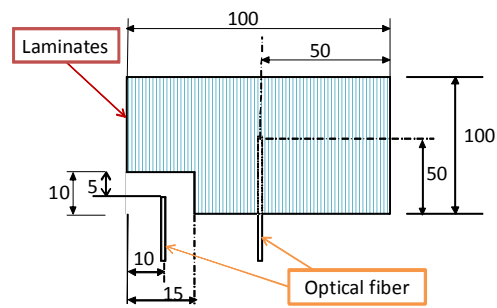


図 4 試験体とセンサ配置

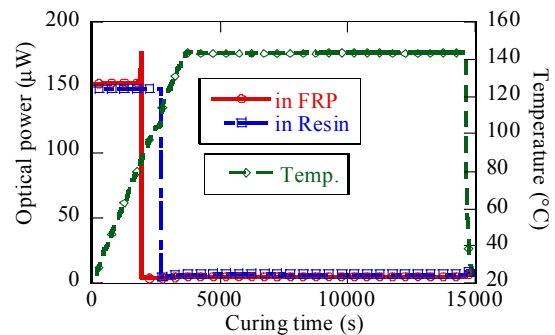


図 5 試験体とセンサ配置

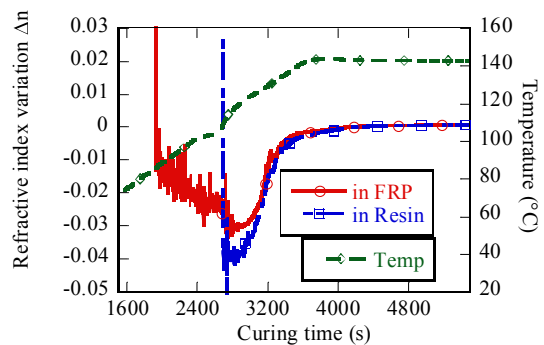


図 6 試験体とセンサ配置

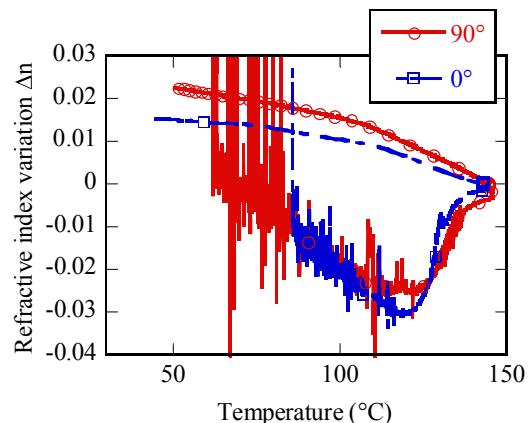


図 7 センサ埋め込み方向の影響

ことが分かった。

応答の最初の頃には屈折率に大きな変動が見られた。これは、いったん樹脂に透過した光が樹脂中のボイドで反射して、光ファイバに再入射した影響であると考えられる。こ

の変動が時間とともに小さくなってやがて消えるという現象は、樹脂中のボイドが真空引きによって吸引されて消えることを示していると思われる。よって、本手法によってボイドの存在を定性的に確認できる可能性も示された。

強化繊維の測定への影響をさらに調べるために、繊維方向 ( $0^\circ$ ) と繊維と垂直方向 ( $90^\circ$ ) 埋め込んで測定した結果を図7に示す。図は、屈折率と温度の関係を示したものである。この結果より、温度が  $140^\circ$  に達するまで、すなわち硬化終了までは、測定値は埋め込んだ方向に影響されないことが分かった。また、冷却時には強化繊維の影響を受けることも明らかとなったが、硬化反応は終了しているため、これは硬化モニタリングには影響しない。

国内外において、屈折率センサを用いてFRP積層板のホットプレス成形のモニタリングが行われた例はほとんど無い。さらに、本手法で定性的ながらボイドの存在を確認できることが世界で初めて示されており、そのインパクトは大きい。今後は多点測定に拡張することで、より実用的なシステムを目指す。

(3) FBG センサと屈折率センサの二つのセンサを組み合わせた測定システムを提案し、FRP積層板のホットプレス成形のモニタリングに適用した。一本の光ファイバに二つのセンサを導入するために、1310nmの単色光源と1550nmの広帯域SLDを用いた。図8に用いた実験システムを示す。センサから反射した光はWDM (Wavelength Division Multiplexing) カプラーによって2光路に分けられ、一方の1330nm帯が屈折率測定に、もう一方の1550nm帯がひずみ測定に用いられる。図9にセンサ配置位置を示す。FBGセンサ、屈折率センサともに積層板の強化繊維に平行に埋め込まれた。

図10に、一体型センサシステムで測定された屈折率変化と硬化時間の関係を示す。図より、得られた硬化進展による屈折率変化の全体的な振る舞いは、SLD光源と屈折率センサのみを用いたシステムによる測定結果(図5および図6)とよく似ていることが分かる。よって、一体型システムによって硬化度の測定が可能であることが分かった。ただし、図6と図10を比較すると、硬化初期段階における屈折率変動に関しては一体型センサの方が大きいことが分かった。これは、用いた光源の違いによるものと考えられる。一体型システムでは単色光源を用いているため、フレネル反射光とボイドからの反射光が干渉を起し、それが大きな変動を引き起こした

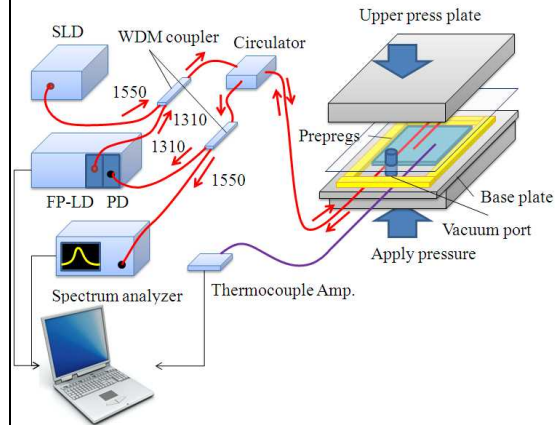


図8 FRP硬化モニタリング実験用の一体型ひずみ・硬化度測定センサシステム

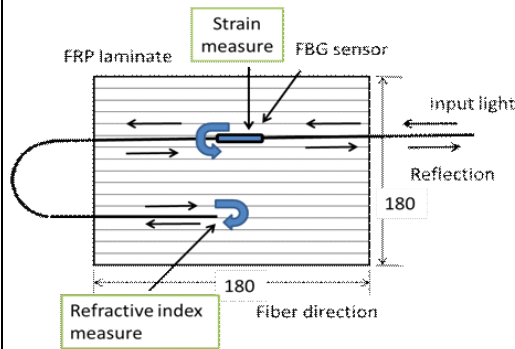


図9 試験体とセンサ配置

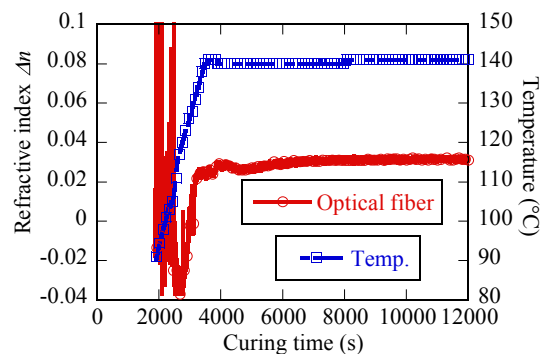


図10 一体型センサによる硬化中の積層板の屈折率測定結果

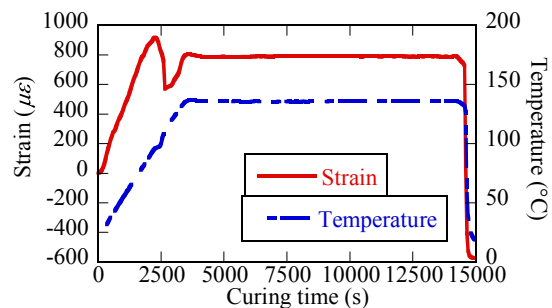


図11 一体型センサによる硬化中の積層板のひずみ測定結果

と思われる。

図 11 に、GFRP 積層板のひずみ測定結果を温度と共に示す。図より、成形開始後すぐに引張りひずみが検出されるが、 $900\mu$ に達した後減少し、再び増加に転じることが分かる。初期の増加は、材料の熱膨張によるものであるが、 $96^{\circ}\text{C}$ でプリプレグの樹脂は溶融して光ファイバセンサへの拘束が緩くなり、その結果としてひずみが  $300\mu$ ほど緩和したことが分かる。しかし、本結果からは完全には緩和しないことも分かる。その後再び引張りに転じるのは、光ファイバセンサが硬化の進んだ樹脂に十分拘束されたためである。 $140^{\circ}\text{C}$ の硬化終了時に最終的に到達したひずみは  $800\mu$ であり、ここから冷却時の熱ひずみを差し引いた値が残留ひずみ $-400\mu$ となる。すなわち、FRP 積層板の残留ひずみは硬化途中におけるひずみの振る舞いの影響を大きく受けることが示された。

以上の結果より、FRP 積層板のホットプレス成形における硬化度・ひずみ・ボイドの同時モニタリングが可能であることが明らかとなった。このような同時測定を行った例は国内外でも見られない。今後は、工業的にもインパクトの大きい大型製品への応用を目標に、分布的測定手法へと発展させる。

(4) 屈折率光ファイバセンサを用いて、FRP の VaRTM 成形のモニタリングを行った。本研究では樹脂にエポキシ樹脂(アラルダイト LY5052)を用いた。また、強化材として厚さ  $0.2\text{mm}$  のガラスクロスを用いた。図 12 に、本研究の実験装置を示す。離型剤を塗った型に 8 枚一方向にガラスクロスを積層した。次に熱電対と光ファイバをガラスクロスの 1 層目と 2 層目の間に埋め込んだ。ガラスクロスの上には樹脂を先流しする樹脂拡散用メディアを重ねた。さらに真空バックの処理を行い、入り口側のホースを樹脂に浸し、出口側のホースから真空を引いて、樹脂を流した。今回の実験では室温  $24^{\circ}\text{C}$ を 24 時間保持して硬化させた。

図 13 に、樹脂含浸時のモニタリング結果を示す。縦軸は光強度で横軸は樹脂がセンサに到達してから時間である。図より 10 秒から 40 秒の間で光強度が変動していることが分かる。これらは樹脂中に透過した光がボイドによって散乱し、測定される光強度に変動を引き起こしているためであり、ボイドの存在を示している。40 秒を過ぎてからの大きな変動は大きなボイドが流れてきたためであると思われる。50 秒を過ぎると光強度は安定したため、それ以降はボイドが測定位置には存在していないことが分かる。この結果から光ファイバセンサによって、VaRTM 成形時に流動するボイドのモニタリングが可能であることが分かった。

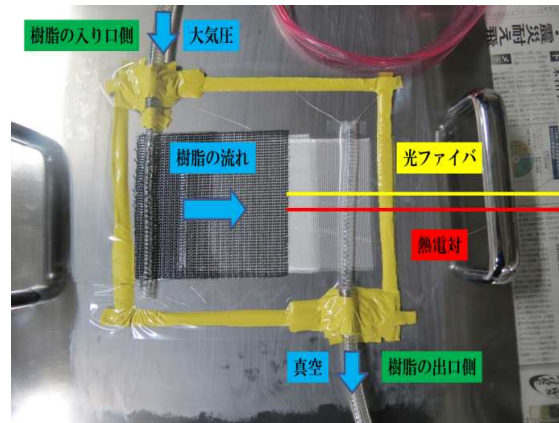


図 12 VaRTM 成形モニタリングの実験装置

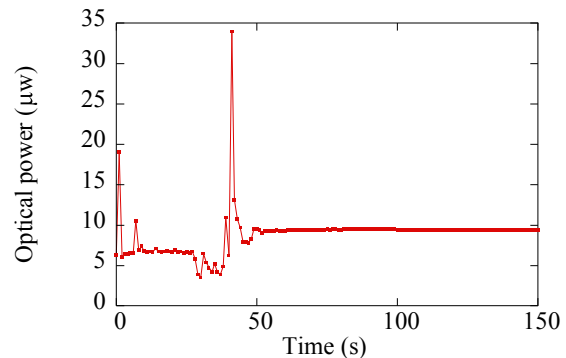


図 13 VaRTM 成形での樹脂流動中の光強度

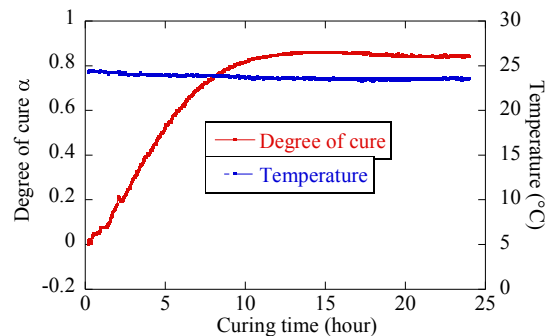


図 14 一体型センサによる硬化中の積層板の屈折率測定結果

次に VaRTM 成形中の硬化度曲線を温度と共に図 14 に示す。常温硬化においても樹脂の反応熱が生じるが、成形型によって熱が吸収されるために、温度はほとんど  $24^{\circ}\text{C}$ で安定していた。図より硬化開始後 1 時間付近で緩やかだった硬化の急速な進展が始まったことが分かる。硬化進展は 6 時間辺りで硬化度 0.6 を越えるとまた緩やかになり、硬化度 0.8 に達すると硬化度はほとんど増加していないことが分かる。24 時間経っても硬化度は 0.9 に達しておらず、完全硬化してないことが分かる。よって完全硬化のためには高温でのアフターキュアが必要であるが、硬化進展が進まなくなった 10 時間後、硬化度 0.8 で脱型処理を行うのが適切なプロセスであることがモニタリング結果より分かった。

以上の結果より、FRPのVaRTM成形における硬化度・ボイドの同時モニタリングが可能であることが明らかとなった。特に樹脂流動中のボイドのモニタリングが可能であることが示されたのは世界初である。今後は、本手法をVaRTM成形手法に組み込むことで、工業的にも使いやすい手法に発展させたい。

#### 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)

[雑誌論文] (計1件)

1. 高坂達郎, 逢坂勝彦, 澤田吉裕, FBG センサを用いた樹脂のポストキュア過程のモニタリング, 材料, 61, 648-653 (2012)

[学会発表] (計18件)

1. 高坂達郎, 梶川拓矢, 松本明大, 楠川量啓, 統合型光ファイバセンサシステムによるGFRP積層板の成形モニタリング, JCCM-4, (2013)

2. 寺町智宏, 高坂達郎, 楠川量啓, 光ファイバセンサによるVaRTM成形モニタリング, 第1回オートモーティブ・コンポジットシンポジウム, 岐阜 (2012)

3. 松本明大, 高坂達郎, 楠川量啓, 光ファイバセンサを用いたFRP積層板の硬化度・ボイドモニタリング, 第1回オートモーティブ・コンポジットシンポジウム, 岐阜 (2012)

4. T. Kosaka, T. Kajikawa, A. Matsumoto, K. Kusukawa, Cure Monitoring of FRP Laminates During Hot-Press Molding by Fiber Optic Strain and Cure Index Sensors Using Dual Light Sources, 15th US-Japan Conference on Composite Materials, Arlington, Texas, (2012)

5. T. Kajikawa, T. Kosaka, A. Kutsuna, K. Kusukawa, Cure monitoring of FRP by FBG and Refractive-Index Sensors, Ninth Joint Canada-Japan Workshop, Joint Canada-Japan Workshop on Composites on Composites, Kyoto, (2012)

6. 高坂達郎, 松本明大, 梶川拓矢, 忽那篤, 楠川量啓, 光ファイバ屈折率センサを用いたFRP積層板の成形モニタリング, 2012年度日本機械学会年次大会, 京都(2012)

7. 松本明大, 高坂達郎, 忽那篤, 楠川量啓, 成形圧が光ファイバによる硬化度測定に与える影響, JCCM-3, (2012)

[図書] (計0件)

[産業財産権]

○出願状況 (計0件)

○取得状況 (計0件)

[その他]  
ホームページ等

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

高坂 達郎 (TATSURO KOSAKA)  
高知工科大学・工学部・准教授  
研究者番号: 80315978