

CFRP プリプレグのリアルタイム硬化度測定システムの開発

Development of real-time measurement system of degree-of-cure of CFRP prepgs

システム工学群

機能性材料工学研究室 1180082 須賀 紘貴

1. 緒言

FRP 複合材料の成形条件は品質に大きな影響を与え、最適な成形条件の探索には多くの試行回数が必要である。そのため、より効率的な最適成形条件の探索手法が必要とされている。我々はこれまで、埋め込み光ファイバセンサを用いて FRP プリプレグのその場硬化モニタリング手法に関する研究を行ってきた。その結果、材料内部の硬化度曲線が得られることが示されている¹⁾。また GFRP プリプレグのリアルタイムでの硬化度測定システムの構築を行ってきた。しかしながら、CFRP プリプレグのリアルタイムでの硬化度測定では、溶融時から硬化開始までの時間が短く、大きなノイズの影響を十分除去することができなかつた。

そこで本研究では、CFRP プリプレグの樹脂が溶融してから硬化開始までに生じる大きなノイズを除去するためにフィルタリング処理の改良を行うことで、CFRP プリプレグのリアルタイム硬化度測定システムの構築を試みた。

2. フレネル反射型光ファイバセンサによる硬化度の算出

図 1 にフレネル反射型光ファイバセンサによる屈折率測定の概略を示す。光源から出た光はサーチューレータを通って樹脂の中に入り、端部において、カーボンと樹脂の屈折率の違いによりフレネル反射を起こす。反射した光は再びサーチューレータを通って受光器に入り、その光量を測定する。式(1)を用いて測定された光量から、基準条件での樹脂の屈折率変化 Δn を変換することで算出する。

$$\frac{\Delta n}{n_{eff} + n_s} = \frac{\eta_s(1 + \eta_s) + \eta_{air}^2 \nu \pm (1 + \eta_s)\sqrt{\eta_s^2 + \eta_{air}^2 \nu}}{1 - (\eta_s^2 + \eta_{air}^2 \nu)} \quad (1)$$

$$\eta_{air} = \sqrt{R_{air}} = \frac{n_{eff} - 1}{n_{eff} + 1}, \quad \eta_s = \sqrt{R_s} = \frac{n_{eff} - n_s}{n_{eff} + n_s}$$

$$\nu = \frac{\Delta I}{I_{air} - I_b} \approx \frac{\Delta I}{I_{air}}$$

ここで ΔI は反射光量変化、 I_{air} は空気からの反射光量、 n_{eff} は光ファイバの有効屈折率、 n_s は基準条件(本研究では、基準温度 T_s 、硬化度 0)での樹脂の屈折率を示す。図 2 に、2.0°C/min.で硬化させた時の温度と CFRP プリプレグの屈折率変化を示す。図 2 から読み取れるように、屈折率の温度依存性は硬化開始前と硬化完了後に線形であること、そして硬化開始付近ではノイズが見られることが分かる。このノイズはファイバ先端付近のボイドによって生じていると考えられる。

硬化度は以下の式(2)より求めることができる。ここで、 $\Delta n(\alpha, T)$ は硬化度 α 、温度 T の場合での屈折率変化 $dn/dT(\alpha)$ は屈折率の温度依存を示す。また、 T_0 は各パラメータを実験結果から算出した参考温度を示す。

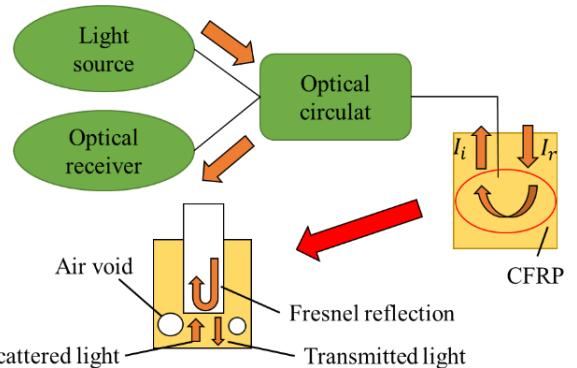


Fig.1 Schematic view of refractive index measurement by Fresnel-based optical fiber sensor.

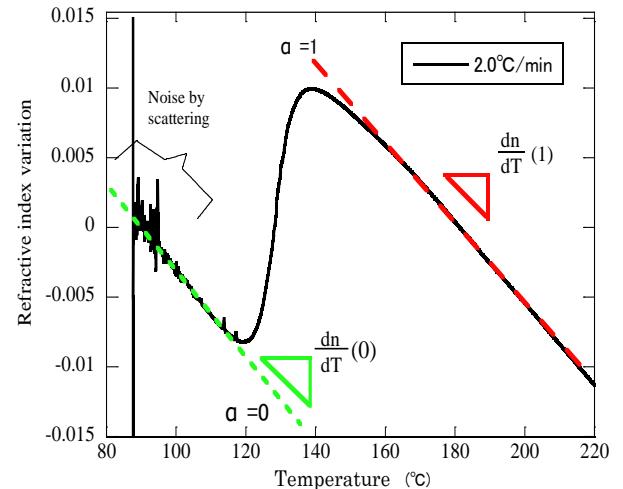


Fig.2. Relationship between refractive index variation of CFRP prepreg and molding temperature.

$$\alpha = \frac{\Delta n(\alpha, T) - \frac{dn}{dT}(0)(T - T_s)}{\Delta n(1, T_0) + \left\{ \frac{dn}{dT}(1) - \frac{dn}{dT}(0) \right\}(T - T_0)} \quad (2)$$

また基準温度での屈折率 n_s は、参照温度での屈折率 n_0 から、以下の式(3)より求めることができる。

$$n_s = \frac{dn}{dT}(0) \times (T_s - T_0) + n_0 \quad (3)$$

3. 実験方法およびリアルタイム硬化度測定システムの構築

本研究では、デシケータで3日以上乾燥させた、6cm四方のCFRPプリプレグを10枚積層した。積層したCFRPプリプレグに光ファイバセンサと熱電対を埋め込み、光量と温度を計測した。積層板はホットプレス機で加熱、0.5MPaで加圧した。昇温パターンは5.0°C/min, 3.0°C/min, 2.0°C/min, 1.0°C/min, 0.5°C/minを用意し、220°Cまで昇温させた。図3に測定値に式(1)を用いて算出した屈折率変化と成形温度の関係を示す。図3の屈折率変化と成形温度の関係により得られたCFRPプリプレグの硬化度算出用パラメータを表1に示す。

Table.1 Material constants of CFRP prepreg for calculating degree-of-cure

dn/dT(0)	dn/dT(1)	T ₀ (deg)	Δn(1, T ₀)	n _{eff}	n _{ref}	n ₀
-0.00037	-0.00038	90°C	0.031	1.45	1.00	1.529

硬化開始前に発生する大きなノイズは、正確な硬化度を算出する際に大きな影響をあたえる。リアルタイムで硬化度を算出するためにはこの大きなノイズ除去する必要がある。そこで、本研究では計測温度が基準温度に達するまで、光出力を0とし、計測温度が基準温度に達した後、光出力Iから大きなノイズを除去するために、閾値によるノイズ除去を試みた。閾値をI_{air}の1000分の15とし、I_iがI_{air}より大きい場合、I_iの4個前の平均値を新しい光量とする。次に小さなノイズを除去するために、低域カットオフ周波数f_Lのベッセルフィルタ(LPF)を使用した。ノイズを除去したデータからの時刻tのデータを取り出し測定値とする。実験により、本研究に適した低域カットオフ周波数f_Lが0.02Hzと得られた。基準温度T_sでの光量からI_sを、時刻t=0での光量からI_{air}をそれぞれ算出しておき、基準温度に成形温度が達した後、式(1),(2)を用いることで硬化度を算出した。

4. リアルタイムモニタリング結果

図4にフィルタ処理を行った光量から算出された硬化度曲線を成形温度に対して示す。また、硬化度算出に用いた基準温度T_sを表2に示す。図4より図3で見られた基準温度付近に生じたノイズは、フィルタ処理を行うことによって基準温度付近でのノイズが除去されたため、硬化度にはノイズの影響は現れていないことがわかる。硬化完了後に硬化度曲線は一定値に達するが、昇温速度によっては±0.1程度のずれが生じた。この誤差の原因としては成形圧による影響が考えられる。また、昇温速度1.0°C/minの成形温度110°Cから120°C付近に生じたノイズも除去しきれていないが、硬化度算出には影響を与えていないことがわかる。

図4の結果を見ると、昇温速度5.0°C/min, 1.0°C/minの基準温度付近に0.08程度の変動が生れており、フィルタ処理で除去できていないことがわかる。今回の算出ではこの変動が硬化度算出に影響を与えたかったが、より精度を高めるためにフィルタリングシステムの改良が必要である。

Table.2 Reference temperatures for each heating rate

5.0°C/min	3.0°C/min	2.0°C/min	1.0°C/min	0.5°C/min
94°C	93°C	95°C	92°C	93°C

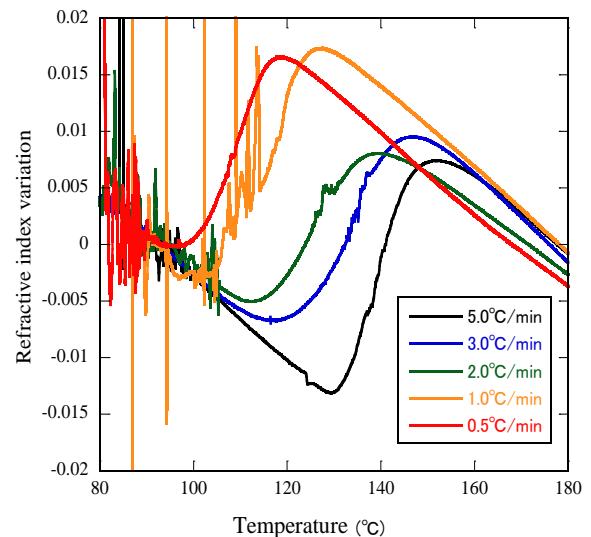


Fig.3 Relationship between refractive index variation of CFRP prepreg and molding temperature

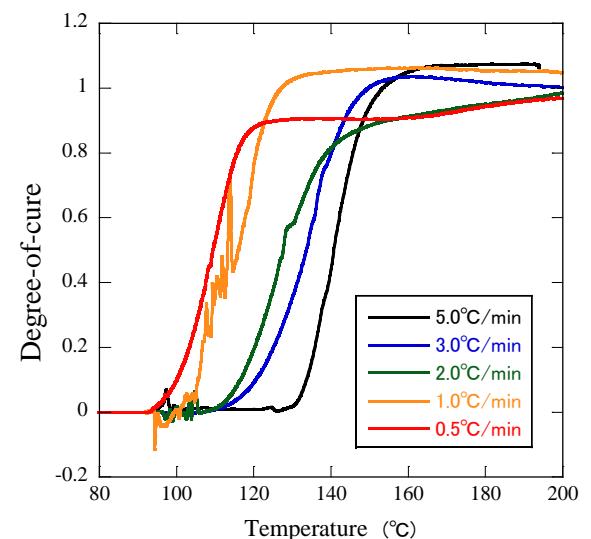


Fig.4 Filtered degree-of-cure curves of CFRP laminates

5. 結論

本研究では、計測された光量に生じるノイズを除去するためにフィルタ処理を施することで、リアルタイムでCFRPプリプレグの硬化度を測定するシステムの構築を試みた。その結果、リアルタイムでCFRPプリプレグの硬化度を測定できることがわかった。今後はより精度を高めるために、フィルタ処理システムの改良を行っていきたい。

引用文献

(1)高坂達郎, 逢坂勝彦, 澤田吉裕, “シングルモード光ファイバを用いた屈折率リアルタイム測定法による樹脂の硬化モニタリング”, 材料, Vol.59, No5, (2010), pp391-397.

謝辞

本研究の一部は、内閣府・戦略的イノベーション創造プログラム (SIP) 「航空機用高生産性革新PMCの製造・品質保証技術の開発: 成形プロセスモニタリング・モデリングの学術基盤研究」の助成を受けたものである。