

フレネル型センサによる複雑形状 FRP の硬化度測定法の改良

Improvement of hardening measurement method of complex-shaped FRP by Fresnel type sensor

航空宇宙工学コース

先端機械・航空材料工学研究室 1255030 大西 智樹

1. 緒言

FRP は軽量かつ高強度という特性から、航空機などの様々な製品に活用されている。近年では大型複雑形状の FRP の一体成型品が開発されているが、硬化度の不均一化が生じ易く¹⁾、最適な成形パラメータを取得するための試行錯誤により、開発コストが増加するという問題がある。これを解決するため、我々は、フレネル反射型光ファイバを用いた硬化度リアルタイム測定システムの開発に関する研究を進めてきた。

先行研究では、VaRTM 成形で複雑形状 FRP の硬化度測定を行った際、測定精度が低下する問題が生じた²⁾。この原因は、測定中に生じる光損失量の変化の影響であることがわかっている。一方、埋め込んだ際の初期光損失が小さければ、この光損失の変化による硬化度測定精度への影響が小さくなる事も明らかにされている。本研究では、初期光損失を抑える事を目的とした、埋め込み経路を設計し、硬化度測定精度の向上が実現可能か検証した。また、安定した測定のために、樹脂含浸工程における光損失量の変化を減少させることを目的とした埋め込み方法の提案を行った。また、VaRTM 成形では、一般的に硬化後にポストキュアを行って完全硬化させ、硬化時間を短縮させる。ポストキュア時のフレネル反射型センサを用いた硬化モニタリングに関する研究は不十分であり、本研究ではポストキュア過程を含む樹脂の硬化度測定を対象とした実験を行った。

2. 硬化度測定方法

2.1 フレネル反射型光ファイバセンサによる硬化度測定

図 1 に本センサによる屈折率測定の概略図を示す。光源から照射された光は、光ファイバの端部に到達する。端部では、フレネル反射が生じ、以下の式で反射光量から樹脂の屈折率変化 Δn を算出できる²⁾。

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

$$\eta_{air} = \sqrt{R_{air}} = \frac{n_{eff} - 1}{n_{eff} + 1}, \eta_s = \sqrt{R_s} = \frac{n_{eff} - n_s}{n_{eff} + n_s}, \quad (2)$$

$$v = \frac{\Delta I}{I_{air} - I_b} \approx \frac{\Delta I}{I_{air}} \quad (2)$$

ここで ΔI は反射光量の変化、 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（基準温度 T_s 、硬化度 0）での樹脂の屈折率である。硬化度 α は、式(1)および(2)で求められた屈折率変化曲線から、式(3)を用いることで算出される。

$$\alpha = \frac{\Delta n(\alpha, T) - \frac{dn}{dT}(0)(T - T_s)}{\Delta n_s(1, T_0) + \left[\frac{dn}{dT}(1) - \frac{dn}{dT}(0) \right] (T - T_0)} \quad (3)$$

ここで、 $\Delta n(\alpha, T)$ は硬化度 α 、温度 T の場合の屈折率変化 $\Delta n(\alpha, T)$ は屈折率の温度依存を示す。

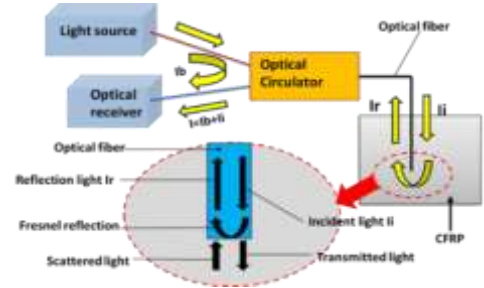


Fig.1 Schematic view of refractive index measurement by Fresnel-based optical fiber sensor

2.2 提案した光損失予測法

湾曲形状のプリフォームに光ファイバを埋め込んだ際、コーナー部で生じる局所損失は、光損失特性を用いることによって次式(4)のように表すことができる。

$$dL = A \theta r^{1-m} \cos^{m-1} \theta \quad (4)$$

$$R = \frac{r}{\cos \theta}$$

ここで、 A と m は光損失特性であり、 θ はコーナーの角度、 r はコーナー表面の曲率半径、 r はコーナーへの進入角を表している。任意形状の FRP 製品に光ファイバセンサを埋め込むことによって生じる総光損失 L は、式(4)を用いることによって得られる。

$$L = \sum_{i=1}^N dL_i = A \sum_{i=1}^N \theta_i \cos^{m-1} \theta_i r_i^{1-m} \quad (5)$$

ここで N は光ファイバが埋め込まれたコーナーの数で、 i はコーナーの ID 番号を表している。以上から光ファイバに生じる総光損失は式(2)を用いることで予測できる。

Table.1 Parameter of optical bending loss properties of standard optical fiber sensor.²⁾

Standard optical fiber	
A	1.31×10^2
m	4.29

3. 実験方法

3.1 初期光損失式の検証試験

私たちの提案する光損失予測手法が妥当であるかを検討するために実測値との比較を行った。光ファイバセンサに生じる曲げ損失は、光ファイバセンサを湾曲したプリフォームの表面に沿って、コーナー $A(\theta = \pi/2)$ 及び $B(\theta = \pi)$ に配置することによって測定された。また、図 2 に示すようにコーナーに対しての進入角を 0° 、 30° 、 45° 、 60° の 4 条件で曲げ損失の取得が行われている。曲げ損失は空気からの反射光量を測定し、曲げ前の光量で除することにより取得された。

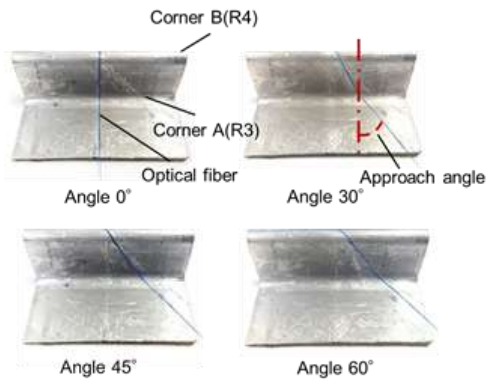


Fig.2 Affix optical fiber to perform

3.2 経路設計を用いた埋め込み経路での硬化度測定方法

設計された光ファイバセンサの埋め込み経路が、VaRTM成形での硬化度測定の精度向上に有効であるかを明らかにするため、進入角 60°の条件で光ファイバセンサをプリフォームに埋め込み硬化度の測定を行った。また比較対象として、進入角 0°の条件でも硬化度の測定を行った。VaRTMでは、ガラスクロス（幅 80 mm、長さ 300 mm、目付 100 g/m²）10 枚を型の上に積層し、5 枚目と 6 枚目の間に硬化度測定のために光ファイバセンサと熱電対を埋め込み、真空状態でエポキシ樹脂を流し込み成形を行った。硬化条件は室温硬化を行った。また、本硬化度測定結果の妥当性を明らかにするために、Kamal modelを用いたシミュレーション結果も示す。

3.3 樹脂含浸工程における光損失測定

本研究では、樹脂含浸工程における光損失を低下させるため、光ファイバセンサをプリフォームに編み込む手法を提案した。その効果を実験的に確認するため、図 3 に示す型を用いて、VaRTM 成形を行い、樹脂含浸工程中に生じる損失量の変化率を取得した。長さ 250mm、幅 60mm の平織りガラスクロス を 10 枚積層し、光ファイバを 5 枚目と 6 枚目の間に編み込み間隔 1cm で編み込んだ。含浸液には、エポキシ樹脂の代替としてシリコンオイルを用いた。

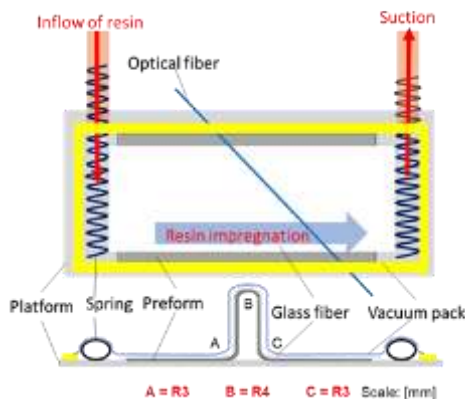


Fig.3 Schematic view of experimental set-up by VaRTM method for measuring optical bending loss change rate during resin impregnation process.

3.4 ポストキュア工程における樹脂の硬化度測定

本実験では樹脂の硬化試験を図 4 に示す型を用いて行った。硬化温度条件は、40°C定温で 70%まで硬化させ、その後 90°Cまで再加熱して二段階昇温による硬化を行う条件 1 と、40°C定温で 70%硬化させてから室温に冷却し、その後 90°Cまで再加熱してポストキュアを行う条件 2 を用いた。

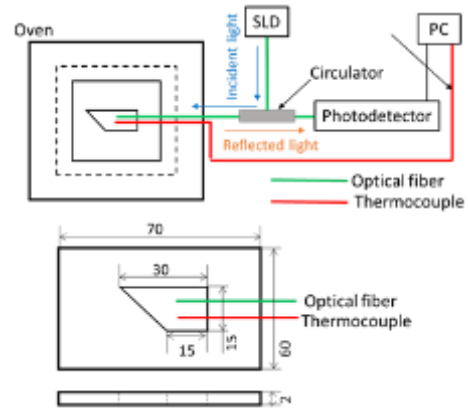


Fig.4 Schematic view of measurement of degree of cure.

4. 実験結果及び考察

4.1 初期光損失予測式と実測値の比較結果

図 5 に標準光ファイバによって測定された光損失と、予測された光損失曲線をプロットしたグラフを示す。

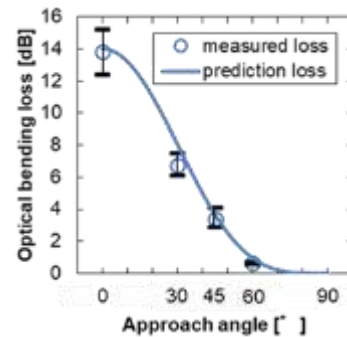


Fig.5 Measured and predicted bending loss curve of the standard optical fiber

図 5 から、予測損失は測定された光損失とよく一致していることが分かる。このことから我々の提案した損失予測式を用いた光損失予測手法は妥当であることが明らかになった。この図 4 に表す予測損失曲線の埋め込み角度に対する光損失の勾配が小さいほど光損失の値は安定する。そして、進入角が 0°付近と 60°を超える場合、光損失曲線の勾配が小さくなる。しかし、0°は一番曲率が大きくなり厳しい埋め込み条件であるため、損失量が最も大きく、光ファイバセンサに生じている曲げひずみエネルギーも最も大きい。そのため、光ファイバをコーナー部に埋め込む際には、60°以上の進入角度を持たせて埋め込むことが適切であると考えた。

4.2 光設計した埋め込み経路での硬化度測定結果

図 6 に、標準光ファイバセンサを進入角 0°と 60°で埋め込み測定された硬化度曲線を、Kamal model のシミュレーション結果とともに示す。進入角が 0°の場合、樹脂の硬化による反射光量の増加だけでなく光ファイバセンサの曲げ部での曲率半径や、埋め込み状態が変化したことによる光損失の変化量が測定反射光量に含まれるため、これまでに確認されてきた結果と同じように硬化度曲線に大きな誤差が生じている。一方、最適であると考えたコーナーへの進入角が 60°の場合、測定された硬化曲線は Kamal model によるシミュレーション結果とよく一致している。このことから、光ファイバセンサの埋め込み経路を適切に決定し、硬化度の測定を行うことは硬化度の測定精度の向上に有効であることが明らかにされた。

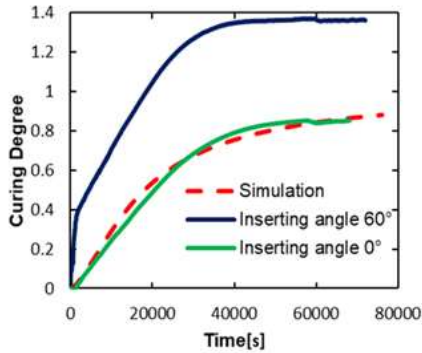


Fig.6 Curve with Simulation and insertion angle measured at 60° and 0°

4.3 樹脂含浸時の光損失変化量と初期損失の関係

図 7 に初期光損失と樹脂含浸時の光損失の変化量 $\Delta I_{loss}/P_A$ を示す。なお、図中のエラーバーは最大値,最小値を示している。また、青丸、赤丸は後に記述する実験結果と比較する値の印である。

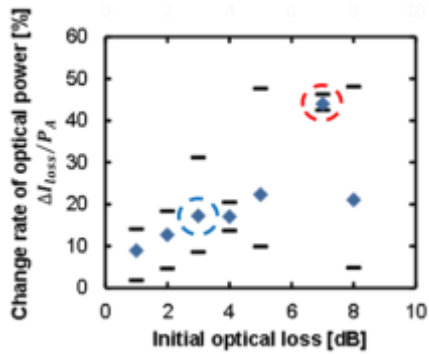


Fig.7 Schematic view of measurement of optical loss

図から、初期損失が大きくなると含浸工程での光量変化も大きくなる傾向があることが分かった。初期の損失が 1dB であれば光依存変化率は 10%, 2dB であれば 12% 程度となった。また、初期損失 3dB 以上では、光強度変化率は非常に大きくなり、初期損失 5dB 以上では最大の変化率が 50% に達することがあった。

よって、初期損失が大きくなるほど硬化度測定の安定性が低下することが明らかになった。この結果から実用の際には初期損失が 2dB 以下、精度が求められている際は 1dB 以下で埋め込むことが推奨される。

4.4 光ファイバ編み込みによる光損失の安定化

本実験で埋め込んだ初期光損失は 7.04dB, 2.66dB であった。図 8 に、含浸工程における光強度の時系列変化を示す。図より、初期損失量にかかわらず、光強度変化は 5% 以内に抑制できることが明らかになった。先行研究から、編み込み無しでは、初期損失が 7dB 程度の場合強度変化が非常に大きく、数十% となる場合があることが分かっている。よって、本手法によって初期損失量にかかわらず、光強度変化を抑制することができ、複雑形状の硬化度測定精度の改善に有効であるといえる。

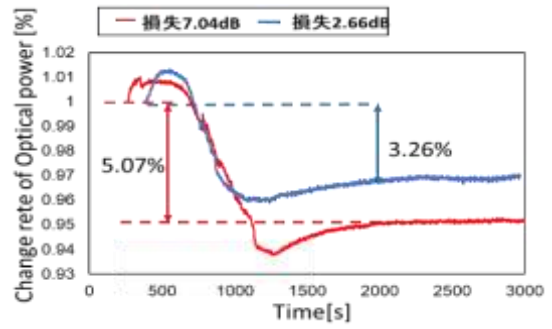


Fig.8 Changes in optical power during the resin impregnation process in VaRTM

4.5 光ファイバ編み込みを行った硬化度測定結果

図 9 に、Fig5.3.4 に、ガラス繊維に編み込んだ標準光ファイバセンサを用いて計測した硬化度曲線とその硬化曲線内の樹脂含浸工程の部分拡大したものを、Kamal model のシミュレーション結果とともに示す。

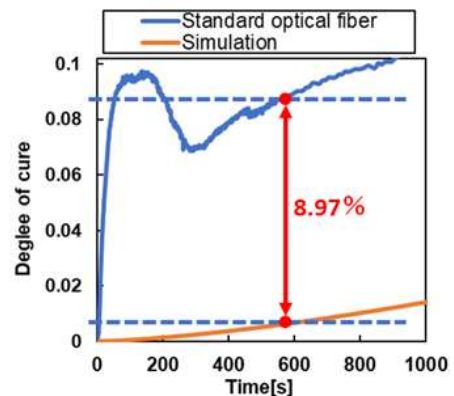


Fig.9 Degree-of-cure curves measured by standard optical fiber and simulation

図 9 に示した通り、樹脂含浸工程が終了し、硬化曲線が安定した地点で Kamal model のシミュレーションとの誤差が 8.97% であった。本実験での初期光損失は 3.34dB であり、4.3 の図 6 で示した編み込みを行っていない埋め込み時では 15% 程度の光量変化がある結果に比べると編み込み事で樹脂含浸時の光量変化は低減できていることが分かった。また、図 10 に、ガラス繊維に編み込んだ標準光ファイバセンサを用いて計測した硬化度曲線の計測終了時までを、Kamal model のシミュレーション結果とともに示す。

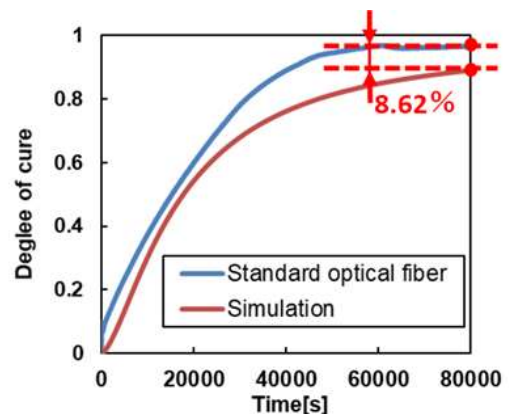


Fig.9 Degree-of-cure curves measured by standard optical fiber and simulation

図 10 に示したように計測終了時での硬化曲線のシミュレーション結果との誤差は 8.62%であった。これは樹脂含侵時で発生した硬化度の誤差と非常によく一致している。

この結果からも硬化度測定精度を低下させている原因は樹脂含侵時に発生する誤差だということが分かる。よって、光ファイバをガラス繊維に編み込む事でこの誤差を低減できたことは硬化度測定精度の向上に有効であると言える。

4.6 ポストキュア工程における樹脂の硬化度測定

図 10 に、二段階昇温条件およびポストキュア条件における硬化度曲線を、Kamal モデルを用いた硬化度シミュレーション結果とともに示す。図より、二段階昇温条件では、測定結果とシミュレーション結果がよく一致していることが分かる。一方で、ポストキュア条件における硬化度曲線では、冷却時に硬化度が上昇し、再加熱時に硬化度が減少するという現象が見られた。硬化度が減少することはないので、これは冷却時の硬化度変化を正しく計算できていないことを示している。しかし、ポストキュア時に温度 60°C を超えたあたりからは、測定された硬化度曲線はシミュレーション結果とよく一致することが分かった。これより、ポストキュア過程での硬化度測定は、高温時には正しく行うことができ、ポストキュア工程の硬化終了判定に利用できると考えられる。

ポストキュア条件で硬化度の値が正しく計算できない理由を考察するため、図 11 に示すように温度と屈折率の関係を調べた。図より、最初の 40°C での硬化ではどちらの条件でもほぼ同じ屈折率変化を示す、つまりほぼ同じ硬化度に達することが分かる。その後、二段階昇温（条件 1）の加熱時と、ポストキュア（条件 2）の冷却時での曲線の傾きが大きく異なっていることが分かる。これが、冷却時に硬化度が大きく増加した原因である。よって、冷却時と加熱時では、屈折率の温度依存性が異なっていると考えられる。図中の赤点線はシミュレーションに硬化度を合わせた時の温度依存性であり、青点線は従来の手法（つまり加熱時）の温度依存性である。

この違いを生じさせる原因として、フレネル反射端に生じる残留応力の影響があげられる。硬化が進展した樹脂を冷却すると、ガラスと樹脂の熱膨張差によってフレネル反射端の樹脂に熱残留応力が生じ、屈折率が変化する。一方で加熱時には熱残留応力が生じても緩和するため、その影響が小さい。式(3)で用いた屈折率の温度依存性は、等速昇温硬化試験の結果から、屈折率の温度依存性が硬化度に対して線形となることを仮定している。よって、冷却時に正しく硬化度を計算するためには、残留応力の影響を考慮した計算手法を構築する必要がある。

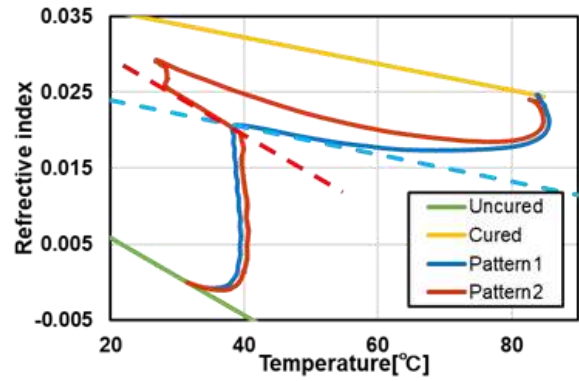


Fig.11 Relationship between refractive index and temperature for heating pattern 1 and 2

5. 結言

本研究では、複雑形状 FRP の硬化度を安定して測定する手法を提案し、その検証を行った。また、ポストキュアにおける硬化度測定の可能性を確認するための実験を行った。その結果、以下の知見を得た。

- 1) プリフォームの曲げ部に対して 60°C 以上の埋め込み角度をつける事で初期光損失を抑制することができる。
- 2) 光ファイバをガラス繊維に編み込むことで、初期損失量によらず、VaRTM 成形における光損失変化を抑制することができる。
- 3) ポストキュア工程では、冷却過程で硬化度を正しく計算できないことが分かった。これはフレネル反射端の樹脂に生じる熱残留応力の影響と考えられる。しかし、再加熱工程での高温での硬化度は正しく、ポストキュア工程での硬化終了判定は可能である。

文献

- (1) M.R. Wisnom, M. Gigliotti, N. Ersoy, M. Campbell, and K.D. Potter, *Composites Part A*, 37, pp.522-529, (2006).
- (2) 藤岡玄紘, 高坂達郎, *日本複合材料学会誌*, 47, pp.116-125, (2021)

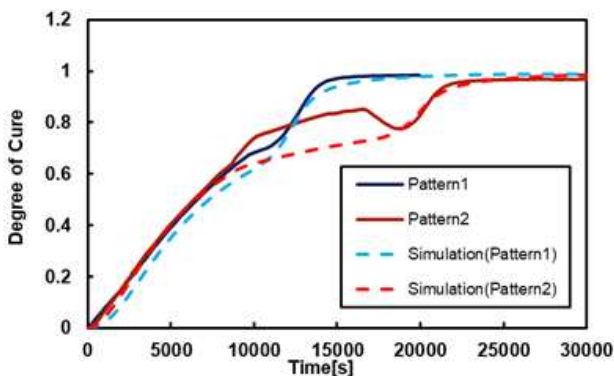


Fig.10 Degree-of-cure curves measured by optical fiber sensors and calculated by Kamal model for heating pattern 1 and 2