

doi:10.3969/j.issn.1001-3539.2018.05.018

树脂基复合材料中碳纤维分散均匀性的图像表征

钟强,安瑛,余韶阳,郭斌杰,吕婷婷,谭晶

(北京化工大学机电学院,北京 100029)

摘要: 为了能直观、定量地表征短切碳纤维在树脂基复合材料中的分散均匀性,利用图像处理技术,对原始图像采用平滑滤波和全局阈值分割方法,得到树脂基复合材料中短切碳纤维分布的二值图像。通过 MATLAB 软件建立 GUI 界面,统计二值图中短切碳纤维的面积比及其标准差,以表征短切碳纤维在树脂体系中的分布情况及均匀性,并与宏观图像相对比,结果表明,图像法能够准确、快速地获取碳纤维的分布信息并能直观量化表征碳纤维的均匀性。

关键词: 树脂基复合材料;碳纤维;均匀性;平滑滤波;全局阈值分割

中图分类号: TQ327 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3539(2018)05-0085-04

Image Representations of Carbon Fiber Uniformity in Resin Composites

Zhong Qiang, An Ying, Yu Shaoyang, Guo Binjie, Lyu Tingting, Tan Jing

(College of Mechanical and Engineering, Beijing University of Chemical Technology, Beijing 100029, China)

Abstract : To obtain the carbon fiber dispersion uniformity in the resin composite, smoothing filtering and global thresholding method were used to obtain the binary image of carbon fiber distribution in the resin composite. Establishing GUI interface through MATLAB software, the area ratio and its standard deviation of short carbon fiber in binary image were counted to characterize the dispersion and uniformity of fiber in resin matrix. Compared with the macro image, the results show that the image representations can intuitively characterize the uniformity of carbon fibers.

Keywords : resin based composite ; carbon fiber ; uniformity ; smoothing filtering ; global thresholding method

树脂基复合材料由于具有低密度、比强度高、耐热等性能,在航空航天中得到广泛应用。随着深空探测任务的不断发展,对航天器的热防护材料提出了更高的要求,低密度树脂基复合材料可以减轻航天器的自身重量,提高火箭运载能力和续航能力。例如我国神舟系列飞船所采用的耐热材料是密度为 $0.5 \sim 0.71 \text{ g/cm}^3$ 的蜂窝填充材料,美国猎户座和尘星号的耐热材料密度仅为 $0.23 \sim 0.32 \text{ g/cm}^3$ [1]。树脂基复合材料的轻量化成为近年来的研究趋势 [2]。

耐热材料密度的降低主要是通过添加玻璃微球和酚醛微球等实现的 [3-5]。一定含量的玻璃微球可以提高材料的冲击强度、硬度和隔热性能。优质的热防护材料除了需要好的隔热性能还必须具有缓慢的烧蚀速率。通过添加增强碳纤维可以提高表面碳化层抵抗高速气流剪切的能力,降低碳化层机械

剥蚀速率,使烧蚀速率大大降低 [6]。这是因为高强高模的碳纤维可以在树脂基体间起到桥接的作用,从而增加材料的力学性能 [7]。孟祥艳等 [8] 对不同纤维增强的酚醛树脂基复合材料进行等离子烧蚀性能研究,发现碳纤维增强酚醛树脂基复合材料烧蚀速率可低至 0.180 mm/s 。碳纤维作增强材料时,它的分散均匀性对材料的性能有很大的影响,纤维分散不均将失去增强作用。碳纤维在复合材料中分散情况一直缺乏一种有效的表征方法。水中和等 [9] 以及张晖 [10] 利用测量电阻率的方法研究了碳纤维在水泥浆中的分散均匀性。刘志龙等 [11] 将短切碳纤维均匀的布撒在聚苯乙烯泡沫板上,通过毫米波衰减性能研究了短切碳纤维的分散均匀性。以上方法均属于间接表征均匀性,存在制样周期长,测量过程繁琐等问题。王闯等 [12] 通过复合材料断口 SEM

通讯作者: 谭晶,高级工程师,主要从事聚合物成型加工设备与理论研究 E-mail: tanj@mail.buct.edu.cn

收稿日期: 2018-02-28

引用格式: 钟强,安瑛,余韶阳,等. 树脂基复合材料中碳纤维分散均匀性的图像表征 [J]. 工程塑料应用,2018,46(5): 85-88.

Zhong Qiang, An Ying, Yu Shaoyang, et al. Image representations of carbon fiber uniformity in resin composites[J]. Engineering Plastics Application, 2018, 46(5): 85-88.

图像判断碳纤维在水泥基材料中的分散性,该方法受实验者主观意识影响,存在较大误差。

笔者探究图像法定量表征复合材料中短切碳纤维均匀性的可行性。目的是寻找一种快速有效的获取纤维分散程度的表征方法。采用了高清电子显微镜获取碳纤维增强复合材料的微观形貌,利用平滑滤波去除噪声,通过全局阈值分割方法得到仅包含目标信息和背景的二值图像,计算出每张图像中碳纤维的面积比,通过大量实验得出变化规律,与宏观图像对比具有高度一致性。证明了图像法可以快速表征树脂基复合材料中碳纤维的分散均匀性。

1 实验部分

1.1 主要原材料

环氧树脂: E51, 上海树脂厂;
空心玻璃微球: S60HS, 3M 公司;
短切碳纤维及其他添加剂: 市售;
液态硅胶: 市售。

1.2 主要设备及仪器

数字显微镜: GAOSUO503⁺ 型, 深圳市泽晟源科技有限公司;

低剪切混合设备: 自制。

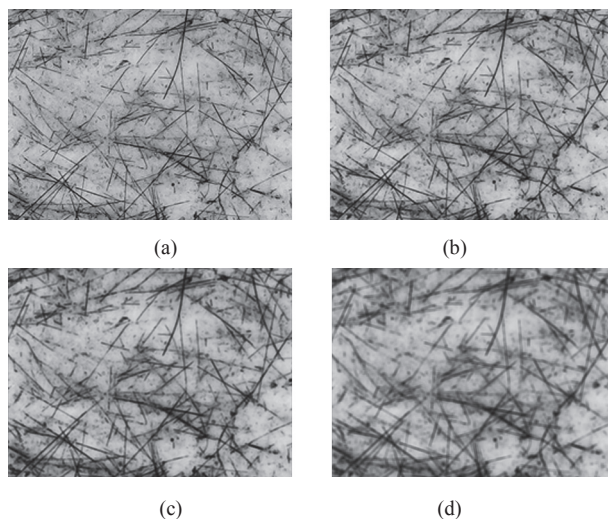
1.3 试样制备

考虑混合过程中需多次采样, 每次混料总量为 200 g。实验前先将环氧树脂在 70℃ 下加热 2 h。分别将一定比例的添加剂加入环氧树脂中搅拌均匀, 再添加液态硅胶混合均匀; 向上述混合体系中逐渐加入玻璃微球混合 5 min, 最后将短切碳纤维采用连续加料的方式加入混合, 至物料全部加入完毕开始计时。因混合体系中存在固化剂以及后续加工的要求, 整个混合过程需控制在 20 min 内。分别在 5, 10, 15, 20 min 取样, 每次取三份样品制样, 用高清显微镜获取样品微观形貌, 用高清数码相机取样品宏观像。

2 图像处理过程

图像在采集过程中受设备和环境等因素的影响, 常常会产生噪声影响图片的质量。为保证后续处理结果的准确性, 需要对图像进行增强处理, 常用的增强方法包括线性空域滤波(平滑滤波)和非线性空域滤波(中值滤波、自适应滤波等)。线性平均滤波是一种低通滤波, 信号的低频部分通过而高频部分截止, 通常会造成图像边缘模糊, 故采用模板和图像的领域相卷积的方法, 用 fspecial 函数分别建立 2×2, 5×5, 7×7 的模板进行滤波, 滤波前先将图

片灰度化, 去噪后结果如图 1 所示。



a—原始灰度; b—2×2 模板; c—5×5 模板; d—7×7 模板

图1 不同模板平滑滤波

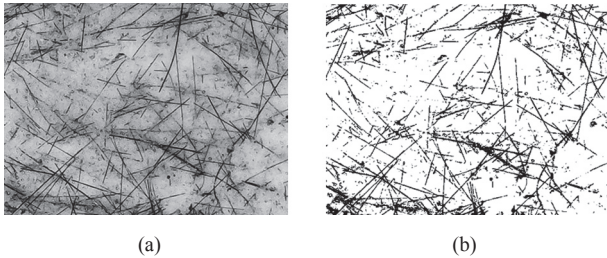
从图 1 可以看出, 随着模板增大, 噪声会大量减少, 但是模板过大将会使目标信息(即纤维)丢失, 综合考虑, 最终确定采用 2×2 模板, 既能够时消除一部分噪声, 又能保证目标信息完整。二维中值滤波用于图像增强时, 除了可以除去噪声, 还能够保持图像的边缘清晰, 在 Matlab 中, 采用函数 medfilt2() 对图像进行二维中值滤波; 非线性空域滤波常常还采用 wiener2() 自适应滤波, 该滤波函数根据图像的局部方差来调整滤波器的输出。

分别利用上述三种滤波方法得到去噪后的灰度图。接下来需要对图像进行阈值分割处理, 阈值分割的原理是从灰度图像中选取一个灰度等级 T 作为阈值, 将图像分割为目标对象和背景。其公式如下:

$$g(x, y) = \begin{cases} 1, f(x, y) > T \\ 0, f(x, y) \leq T \end{cases} \quad (1)$$

$f(x, y)$ 是指不同位置的灰度值。像素值为 1 代表白色, 像素值为 0 的代表黑色。根据阈值选取的方式不同可以分为全局阈值分割、Otsu 阈值分割、迭代式阈值分割。全局阈值分割即在整个图像中只使用一个阈值, 将整个图像分为目标对象和背景对象; Otsu 阈值分割是在灰度直方图的基础上采用最小二乘法原理推算出来的, 具有统计意义上的最佳分割, 分割的两部分之间具有最大的分离性; 迭代式阈值分割是阈值分割中比较有效的方法, 通过迭代的方法求出最佳阈值, 具有一定的自适性。将前述三种滤波方法得到的灰度图分别利用以上三种分割方法进行区域分割, 共衍生出 9 种处理方式, 对

比9种处理方式的结果,发现采用‘ 2×2 模板平滑滤波+全局阈值分割’能最大程度的分离目标信息(碳纤维),又能保证目标信息的完整性,达到最佳分割效果,故后续所有图片处理均选用此方法处理。图2为一个处理实例。



a—处理前;b—处理后

图2 图像处理前后

3 数据处理

3.1 纤维面积比

纤维面积比是指一幅图像中碳纤维的面积与整个图像面积的比值,面积以像素为单位。由于二值图像中1代表白色,0代表黑色,在MATLAB中可以调用bwarea()函数计算二值图像的面积。该函数不是简单的计算数值为1的像素个数,而是给每个像素设置一个权值,采用加权求和的方式得到面积,更具统计学上的意义。以图2为例,利用bwarea()函数返回的total值为 2.531×10^5 ,即白色区域面积,图像总面积为 480×640 ,因此纤维面积比 $S=1-[2.531 \times 10^5 / (480 \times 640)]=17.61\%$ 。

3.2 均匀性表征

利用MATLAB,建立如图3所示简易GUI界面,点击‘读取图片’可选择待处理图像,点击‘计算’可快速计算纤维面积比和二值图像。

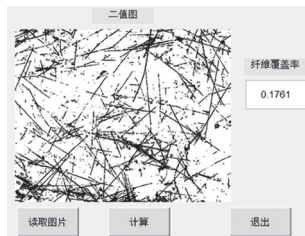


图3 简易GUI界面

分别计算出每张图像中纤维面积比 S ,引入标准差 σ 来表示纤维均匀性, $\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (S_i - \bar{S})^2}{N-1}}$,式中: S_i 表示各图像中的纤维面积比,%; $\bar{S}$ 表示平均纤维面积比, N 为样本数量。则 σ 表示了样本相对于纤维面积比平均值的离散程度,通过对比 σ 值大小可以知道混合均匀性, σ 越小说明一致性程度越好,即纤维分散越均匀。

4 实验结果

每次取样后取20张微观图像处理,取平均值作为该样品面积比,并计算出20张图像纤维面积比的标准差 σ 。三份样品的纤维面积比和标准差见表1(1[#],2[#],3[#]为样品编号)。

表1 纤维面积比和标准差

项目	试样编号	5 min	10 min	15 min	20 min
面积比	1 [#]	0.168 75	0.175 45	0.184 545	0.197 479
	2 [#]	0.171 096	0.178 74	0.192 412	0.199 805
	3 [#]	0.173 968	0.182 127	0.198 632	0.199 804
平均面积比值		0.171 271	0.178 772	0.191 863	0.199 029
标准差	1 [#]	0.073 503	0.069 478	0.043 29	0.032 8
	2 [#]	0.081 168	0.066 788	0.051 116	0.045 97
	3 [#]	0.086 744	0.077 283	0.059 507	0.043 75
平均标准差		0.080 472	0.071 183	0.051 304	0.040 84

求出三份样品纤维面积比和标准差平均值,作出变化曲线,如图4所示。

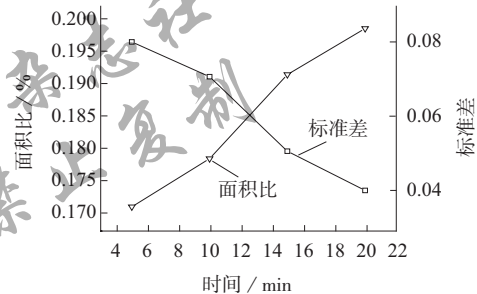


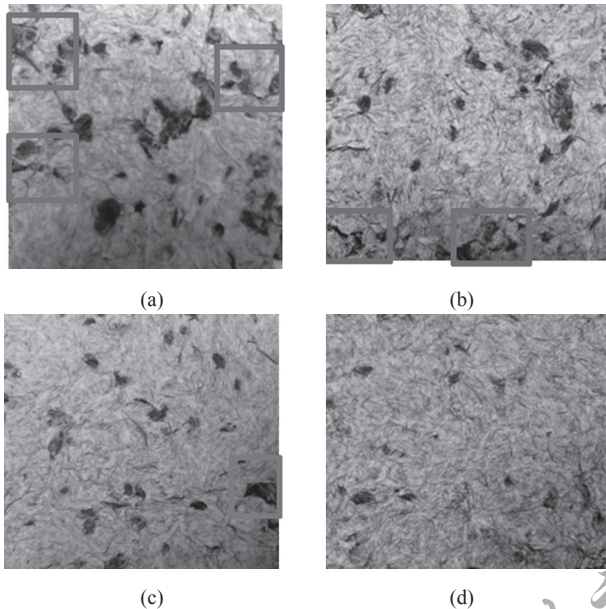
图4 纤维面积比及标准差曲线

从图4可以发现,纤维面积比呈递增趋势,而三份样品在15 min前的纤维面积比存在较大差异,而当混合时间达到20 min时,3份样品的纤维面积比均接近20%。这是因为在混合前期,碳纤维还未分散均匀时,存在大量纤维团聚现象,所取微观图像中或大片空白而无纤维覆盖,或存在几个纤维块,故平均纤维面积比表现出很大的随机性。混合20 min后,纤维已基本分散均匀,因此3份样品纤维面积比高度一致。从标准差曲线中也可以看出,5 min时,标准差最大,表明此时纤维占比呈现很大的差异,这与前述平均纤维面积比表现出随机性是相符的,随着时间的增加,标准差曲线开始下降,这说明随着混合的进行,纤维面积比越来越趋近一个固定的值,这也表明纤维的分散更加均匀化。

图5为样品宏观图像,从图中可以看出,5 min时的样品表面纤维团聚现象十分明显,而混合达到20 min后,大的纤维块已基本消失,这与微观图像所得出的数据很好的吻合。

从制样过程中还发现,5 min和10 min时所制样品表面存在一些凹槽(图中方块区域)。20 min

时制得样品表面则平整无缝隙,这是由于 10 min 前树脂和玻璃微球、纤维还未混合均匀所致。可以类比“和面”这一生活中常见现象,当固液两相完全混合均匀时,样品表面则会光滑无裂纹。



a—5 min ; b—10 min ; c—15 min ; d—20 min

图5 样品宏观形貌

5 结论

(1) 通过平滑滤波和全局阈值分割可以最大限度提取树脂基复合材料微观图像中的目标信息(碳纤维)。

(2) 通过 MATLAB 建立的 GUI 图形用户界面可以高效准确的分析和处理微观图像,可用于实际生产过程中物料性能的检测。

(3) 图像法可以快速表征树脂基复合材料中碳纤维分散的均匀性;且微观图像和宏观图像结果具有高度一致性,当纤维面积比达到 20% 时,碳纤维已基本分散均匀。

(4) 搅拌混合能分散树脂基复合材料中大部分聚集的纤维块,但仍有少量纤维团聚,在后续研究中,应进一步探讨纤维预处理方法,进一步提高纤维的分散程度。

参考文献

- [1] 王春明,梁馨,孙宝岗,等.低密度烧蚀材料在神舟飞船上的应用[J].宇航材料工艺,2011(2):5-8.
Wang Chunming, Liang Xin, Sun Baogang, et al. Application of low-density ablative materials in shenzhou spacecraft[J]. Aerospace Materials & Technology, 2011(2):5-8.
- [2] Chen Y K, Terrazas-Salinas I, Balboni J A, et al. Performance of a low density ablative heat shield material[J]. Journal of Spacecraft and Rockets, 2008, 45(2):237-247.
- [3] Qiao Yingjie, Wang Xiaodong, Zhang Xiaohong, et al. Investigation of flexural properties of hollow glass microsphere filled resin-matrix compo-sites[J]. Pigment & Resin Technology, 2017, 45(6):426-430.
- [4] 许磊,宁荣昌,朱艳.空心玻璃微球填充环氧树脂模型材料的研制[J].塑料工业,2007,35(7):9-11.
Xu Lei, Ning Rongchang, Zhu Yan. The development of hollow glass microsphere filled with epoxy resin material[J]. Plastics Industry, 2007, 35(7):9-11.
- [5] 苗蔚,程文喜,伊振斌.空心玻璃微球改性酚醛树脂的研究[J].工程塑料应用,2009,37(12):12-14.
Miao Wei, Cheng Wenxi, Yi Zhenbin. Study on modified phenolic resin by hollow glass microspheres[J]. Engineering Plastics Application, 2009, 37(12):12-14.
- [6] 江伟辉,周健儿,胡行方,等.玻璃纤维增强酚醛型烧蚀材料的显微结构及其烧蚀过程研究[J].中国陶瓷工业,2001,8(4):7-10.
Jiang Weihui, Zhou Jianer, Hu Xingfang, et al. Study on the microsphere and ablation process of glass fiber reinforced phenolic ablation materials[J]. China Ceramic Industry, 2001, 8(4):7-10.
- [7] Wang Tianbo, Zhou Changsheng, Ju Yutao. Mechanical properties with high temperature and the microstructure of carbon / phenolic ablative composites[J]. Journal of Wuhan University of Technology-Mater, 2012, 967-972.
- [8] 孟祥艳,刘运传,王康,等.酚醛树脂复合材料的等离子烧蚀性能[J].材料科学与工程学报,2016,34(3):400-403.
Meng Xiangyan, Liu Yunchuan, Wang Kang, et al. Plasma arc ablation behavior of phenolic resin based composites[J]. China Particuology, 2016, 34(3):400-403.
- [9] 水中和,赵正齐,李超,等.表面处理对碳纤维在水泥浆体中分散性的影响[J].武汉理工大学学报,2003,25(12):17-19.
Shui Zhonghe, Zhao Zhengqi, Li Chao, et al. The effect of surface treatment on the dispersion of carbon fiber in cement slurry[J]. Wuhan Technology University Journal, 2003, 25(12):17-19.
- [10] 张晖.碳纤维水泥基复合材料分散性及导电性能实验研究[D].郑州:郑州大学,2015.
Zhang Hui. Experimental study on dispersion and conductivity of carbon fiber cement matrix composites[D]. Zhengzhou: Zhengzhou University, 2015.
- [11] 刘志龙,王玄玉,胡睿,等.短切碳纤维分散均匀性对毫米波衰减性能的影响[J].兵器材料科学与工程,2015,38(6):98-101.
Liu Zhilong, Wang Xuanyu, Hu Rui, et al. The effect of short cut carbon fiber dispersion on the attenuation performance of millimeter wave[J]. Ordnance Material Science and Engineering, 2015, 38(6):98-101.
- [12] 王闯,王爱玲,张修身.短切纤维的分散性对CFRC力学性能的影响[J].材料导报,2007,21(5):125-128.
Wang Chuang, Wang Ailing, Zhang Xiushen. The effect of short cut fiber dispersion on mechanical properties of CFRC[J]. Materials Review, 2007, 21(5):125-128.