

碳纤维表面物理特征图像处理方法

郑斌 黄娜 陈聪慧 胡胜泊 冯志海

(航天材料及工艺研究所先进功能复合材料技术国防科技重点实验室,北京 100076)

文 摘 利用 Image Pro Plus 和 Photoshop 等图像处理软件对三种典型碳纤维样品断面的扫描电镜照片进行了图像分析及处理,使用 Matlab 对图像进行了数字化处理,计算得到国产 1[#] 及 2[#] 碳纤维样品的圆度分别是 0.980 和 0.809,与 T300 碳纤维的圆度 0.846 有一定差异。通过该方法可以定量化地表征碳纤维表面的物理特征。

关键词 碳纤维,扫描电镜,图像处理,圆度

Quantitative Image Processing Method for SEM Micrographs of Carbon Fiber

Zheng Bin Huang Na Chen Conghui Hu Shengbo Feng Zhihai

(National Key Laboratory of Advanced Functional Composite Materials Technology, Aerospace Research Institute of Materials & Processing Technology, Beijing 100076)

Abstract A study of image processing and data analysis of SEM micrographs of three kinds of carbon fiber samples was described in this paper. Image processing software including Image Pro Plus, Matlab and Photoshop was employed to study the section patterns of carbon fibers as well as quantitatively analyze and contrast their roundness (α) and diameter. The roundnesses of GCF-1, GCF-2 and T300 are 0.980, 0.809 and 0.846 respectively. By using this method, the physical properties of carbon fiber's surface can be quantitatively characterized.

Key words Carbon fiber, SEM(Scanning Electron Microscope), Image processing, Roundness

1 引言

碳纤维的表面特性主要包括表面沟槽、表面孔隙、表面凸起、表面微结构等表面物理特征和表面非碳杂质、表面官能团等表面化学特征。在碳纤维复合材料中,碳纤维的表面物理特征对碳纤维与基体之间的物理结合力起着关键的作用,直接影响复合材料的力学及烧蚀防热性能^[1~5]。因此,研究碳纤维表面物理特性有重要意义。

扫描电子显微镜(SEM)、原子力显微镜(AFM)、比表面积及孔隙分析仪、Raman 光谱、高分辨透射电子显微镜(HRTEM)等分析手段都可以用来表征碳纤维表面的沟槽、孔隙、凸起、微结构等物理特征。其中,SEM 比较常用,可以获得包含碳纤维表面沟槽、凸起等物理特征的显微图像^[6~7],目前的研究往往都局限在定性的水平上,不能定量表征碳纤维表面的物理特征。

由于碳纤维表面沟槽、凸起的存在,使其边缘为

近似于圆的不规则的封闭曲线。不同的碳纤维,其表面沟槽及凸起的数量及尺度存在差异。对于碳纤维的断面来说,沟槽及凸起多,意味着它的断面接近于圆的程度就小;反之,沟槽及凸起少,它的断面就更加接近于圆。因此可以通过研究碳纤维的断面接近于圆的程度来反映碳纤维表面的物理特征。

圆度值 α 用来表征一个封闭图形接近于圆的程度,可以通过该图形的面积及周长计算得出。设平面上一个封闭图形(内部无空洞)的面积为 S ,周长为 C ,则定义该图形的圆度 α 为:

$$\alpha = \frac{4\pi S}{C^2} \quad (1)$$

圆的 α 为 1;正 n 边形的圆度为 $(\pi/n) \times \text{ctg}(\pi/n)$,当 n 趋向于无穷大时就是圆的 α 值为 1。通过 Image Pro Plus 和 Photoshop 等图像处理软件对三种典型碳纤维样品断面的扫描电镜照片进行了图像分析及处理,使用 Matlab 对图像进行了数字化处理,在定量化表征碳纤维表面的物理特征方面进行了初步尝试,取

收稿日期:2009-09-20;修回日期:2010-01-11

作者简介:郑斌,1970 年出生,高级工程师,主要从事材料微观结构表征工作。E-mail: zhengbin98@hotmail.com

得了一定的结果。

2 实验

2.1 样品制备

所用碳纤维为日本东丽公司的 T300、国产 1# 和 2# 碳纤维。碳纤维用导电银浆固定在铜箔上,采用液氮冷冻脆断法得到三种碳纤维的横断面样品,并使用 Polaron 公司的 SC7620 型离子溅射仪在其表面进行了喷金处理,以提高样品的导电性,从而获得清晰度高、边缘锐利的高质量扫描电镜照片。

2.2 仪器设备

采用英国 CamScan 公司 Apollo 300 型场发射扫描电子显微镜对碳纤维样品的横断面微观结构进行分析表征,加速电压 20 kV,工作距离约 12 mm。实验中利用扫描电镜样品台的旋转、倾斜等功能调整碳纤维的位置,使碳纤维处于垂直方向,以减少测试误差。

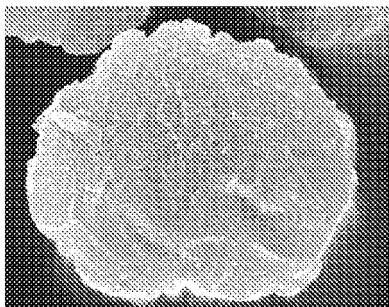
2.3 图像处理软件

碳纤维样品的扫描电子显微镜照片的图像处理利用了 Image Pro Plus 和 Photoshop 等软件,数据量化处理利用了 Matlab。

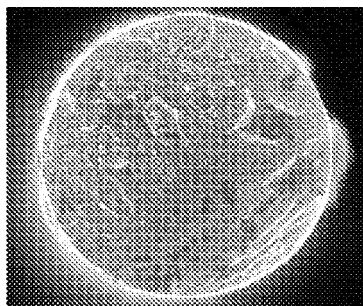
3 结果与分析

3.1 碳纤维样品扫描电镜分析

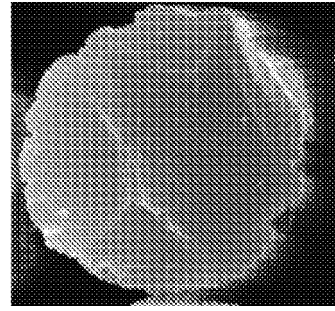
图 1 是 3 种碳纤维样品横断面的扫描电镜照片。可见,碳纤维样品表面的沟槽、凸起等特征清晰可见。国产 1# 碳纤维的横断面接近于圆,表面也比较光滑。而国产 2# 碳纤维与东丽公司的 T300 碳纤维的表面特征比较接近。



(a) T300 碳纤维



(b) 国产 1# 碳纤维



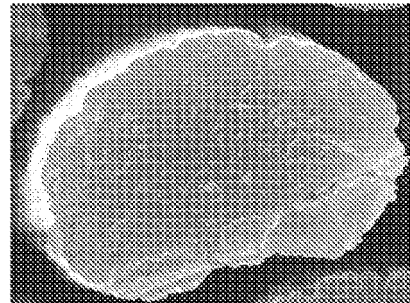
(c) 国产 2# 碳纤维

图 1 3 种碳纤维样品横断面扫描电镜照片 10 000×

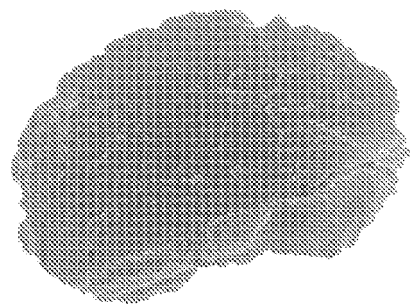
Fig.1 SEM micrographs of section patterns of three representative carbon fibers

3.2 图像数据的量化处理研究

图 2(a)为 T300 样品横断面扫描电镜照片,可以看出单根碳纤维的边缘不够锐利,与周围背底的对比度不够大,而且扫描电镜照片都是具有一定灰度的,这会影晌数据处理的准确度。为了在后面的图像处理中获得更好的结果,必须获得边缘锐利、对比度大的图像。利用 Photoshop 软件将扫描电镜照片中碳纤维周围的背底部分消除,得到的结果[图 2(b)]。



(a) 横断面扫描电镜照片



(b) 边缘处理结果

图 2 碳纤维样品横断面扫描电镜照片及边缘处理结果
Fig.2 SEM micrograph and image processing result of section pattern of a carbon fiber sample

采用“Bitmap Analysis”命令得到如图 3 所示表格,其中每一格的数据表示图 2(b)中相应的每一个像素的灰度值。灰度值为 255 的像素在图中为空白;灰度值越小,颜色越深。

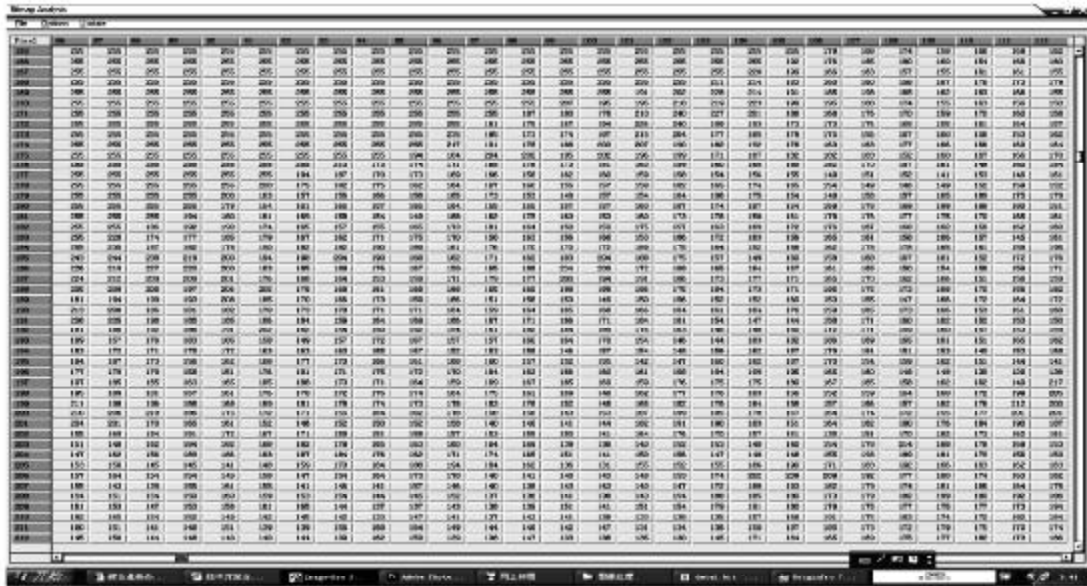
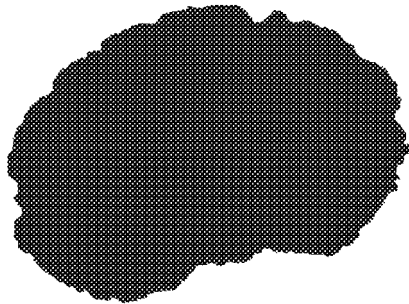


图3 扫描电镜照片经 Image Pro Plus 处理后数据结果

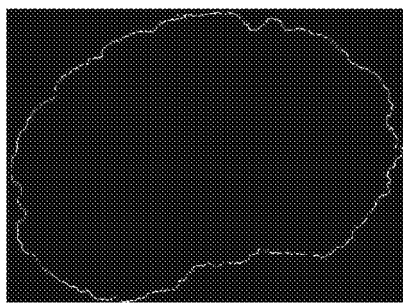
Fig. 3 Data sheet of SEM micrograph after image processing by using Image Pro Plus

将图 2(b)中碳纤维样品横断面扫描电镜照片经边缘处理之后的图像经 Matlab 软件编程处理,从而把灰度图像转化为图 4(a)所示的二值图像。其中碳纤维部分是黑色的,其余部分是白色的。对图 4(a)用 Matlab 软件编程处理可以提取到图 4(b)中的碳纤维边缘的轮廓图。

利用 Matlab 软件计算封闭图形的面积和周长,可以采用二值图像标签算法,即把连通的黑色(或白色)像素归为同一个标签,不同的黑色(或白色)区域赋予不同标签的算法。周长即是一个区域的边界上所有像素点的个数,而面积即是一个区域内的所有像素点的个数。其中,每一个像素的尺度可以从扫描电镜照片上的标尺计算得到。图 4(a)所示的二值图像可以用来进行面积和周长的计算。采用上述方法,得到了 T300 碳纤维的 α (表 1)。



(a) 二值图像



(b) 碳纤维边缘的轮廓图

图 4 碳纤维样品横断面扫描电镜照片

Fig.4 Image processing results of SEM micrograph of section pattern of carbon fiber sample by Matlab

如果能够得到碳纤维断面的面积和周长,就可以通过公式(1)计算得到圆度值 α ,并依此判断碳纤维的断面接近圆的程度。

表 1 东丽公司 T300 碳纤维的图像数据处理结果

Tab.1 Quantification results of a series of T300 carbon fiber sample

样品	面积像素数/ 10^3	周长像素数/ 10^3	α
1#	4.77	2.60	0.887
2#	5.38	2.80	0.860
3#	4.85	2.70	0.841
4#	4.47	2.60	0.830
5#	7.59	3.40	0.824
6#	6.71	3.19	0.830
7#	5.92	2.97	0.842
平均值			0.846

由表 1 可以看出, T300 碳纤维的 α 为 0.82~0.89,最大与最小值之间相差约 7%,比较接近,说明其整体上比较均匀。

采用同样的方法处理国产 1# 及 2# 碳纤维的扫描电镜照片,经计算得到这两种碳纤维样品 α 分别是 0.980 和 0.809,与 T300 碳纤维的 α 有一定差异。其中,1# 碳纤维的横断面比较接近于圆,计算得出的 α 也趋近于 1。而 2# 碳纤维的 α 比较接近于 T300 碳

纤维。这一结果与碳纤维的其他性能也比较一致,即国产 2# 碳纤维的性能优于国产 1# 碳纤维,与 T300 碳纤维接近。

通过 Matlab 程序运算还可以得到碳纤维样品横断面边缘上每一点的横坐标和纵坐标,取其平均值可以得到中心点的坐标。将这一中心点定义为碳纤维横断面的圆心,边缘上每一个点到圆心的距离定义为碳纤维的半径。图 5 是 T300 碳纤维样品横断面的半径分布图。

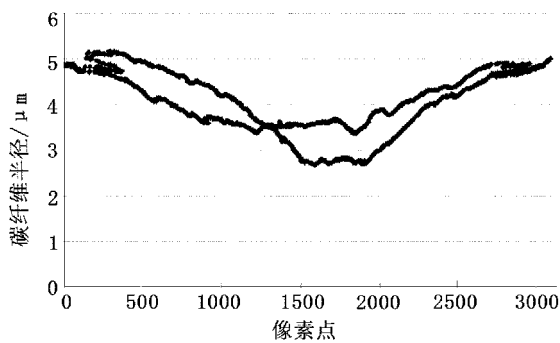


图 5 T300 碳纤维样品横断面半径分布图

Fig. 5 Diameter distributions of section pattern of T300 carbon fiber sample

曲线上的每一个极小值(波谷),都是碳纤维样品表面的沟槽的最深点;每一个极大值(波峰),都是碳纤维样品表面上的凸起的最高点。

(上接第 90 页)

积效应;柱状晶有利于减少表面陶瓷工作层和基体之间的线胀系数不匹配;表面网状微裂纹提高涂层的应变容限^[6]。

(2)粘接层氧化物:涂层表面致密、均匀、光滑、无气孔,表面紧密排列的等轴晶可以对外界腐蚀介质起到有效的封闭作用。

(3)相变应力:抗热冲击试验过程中不存在相变应力,重熔涂层(200)和(400)晶面择优生长不利于涂层抗热冲击性能的提高^[7]。

通过以上三种涂层的抗热冲击性能试验结果以及三种涂层不同的应力缓释机制,可以得出激光重熔纳米氧化锆热障涂层拥有最好的抗热冲击性能。

3 结论

和常规氧化锆热障涂层相比,纳米氧化锆热障涂层组织结构为独特的纳米-微米复合结构;激光重熔热障涂层的组织结构为表面等轴晶+断面柱状晶。三种涂层的硬度和抗热冲击性能试验结果显示,纳米氧化锆热障涂层和激光重熔涂层的性能都要优于常规热障涂层,并且激光重熔热障涂层的性能最优。因此将纳米技术和激光重熔表面处理技术与等离子喷

4 结论

(1)通过使用 Matlab, Image Pro Plus 及 Photoshop 等软件可以对碳纤维断面样品的扫描电镜照片进行图像分析及数字化定量处理,并通过圆度等参数量化地表征碳纤维表面的物理特征。

(2)国产 1# 及 2# 碳纤维与东丽公司的 T300 碳纤维的表面物理特征存在一定差异,经计算得到的上述 3 种碳纤维样品的 α 分别是 0.980、0.809 和 0.846。

参考文献

- 1 贺福,王茂章.碳纤维及其复合材料.北京:科学出版社,1984
- 2 木村真.炭素纤维用プリカーサーおよび炭素纤维の制造方法.日本专利:特开平 11-323737,1999
- 3 杉森辉彦.アクリル纤维プレカーサーの制造法.日本专利:特开昭 61-108716,1986
- 4 Sharp J V, Burnay S G. High-voltage electron microscopy of internal defects in carbon fibres. Carbon Fibers/Their Composites and Applications, London, 1971; (10):68
- 5 笠井芳夫.材料科学概论.北京:中国建筑工业出版社,1981
- 6 贺福,杨永岗,王润娥.用 SEM 研究 PAN 基碳纤维的表面缺陷.高科技纤维与应用,2002; (6):25~29
- 7 徐梁华. PAN 干湿法纺丝工艺中原丝的表面沟槽形态.高科技纤维与应用,2001; (4):21~249

(编辑 吴坚)

涂技术结合起来制备热障涂层是提高热障涂层性能的非常有前景的工艺方法。

参考文献

- 1 Maurice Gell. Application opportunities for nanostructured materials and coatings. Materials Science and Engineering, 1995; A204:246-251
- 2 刘纯波,林峰,蒋显亮.热障涂层的研究现状与发展趋势.中国有色金属学报,2007; 17(1):1~12
- 3 郭铁波,周细应,林文松等.纳米热喷涂技术的研究现状与展望.表面技术,2003; 32(4):1~5
- 4 Chwa S O, Ohmori A. Microstructures of ZrO_2 -8wt. % Y_2O_3 coatings prepared by a plasma laser hybrid spraying technique. Surface and Coatings Technology, 2002; 153:304~312
- 5 王红英,郝云飞,陈辉等.纳米氧化锆热障涂层组织结构和高温稳定性分析.焊接学报,2008; 29(11):37~40
- 6 Batista C, Portinha A et al. Surface laser-glazing of plasma-sprayed thermal barrier coatings. Applied Surface Science, 2005; 217: 313~319
- 7 郝云飞.激光重熔等离子喷涂纳米氧化锆热障涂层组织与性能研究.西南交通大学硕士论文,2009

(编辑 吴坚)