

纤维织物复合材料组分材料体分比的显微 CT 实验测定法*

王浩,王中伟

(国防科技大学 高超声速冲压发动机技术重点实验室,湖南长沙 410073)

摘要:针对纤维织物复合材料的组分材料体分比测定问题,提出一种基于显微 CT 图像的测定方法。该方法可以通过不同尺度的显微 CT 图像分别测定全局纤维体分比、局部纤维体分比和纤维束体分比参数,还可以为难以用常规物理实验测定体分比的复合材料组分材料体积分数测定提供解决方案。以 E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料为研究对象,对比 ASTM D3171 Procedure G、扫描电镜实验和显微 CT 实验三种测定法的测量值,结果证明了显微 CT 实验测定法的可行性和合理性。针对扫描电镜图像和显微 CT 图像,分别给出了相应的图像处理办法,为获得正确的组分材料分割结果提供了技术保证。显微 CT 实验测定方法可以广泛应用于复合材料组分材料体分比的测定。

关键词:玻璃纤维/环氧树脂;纤维织物复合材料;体分比;显微 CT;扫描电镜;图像分割
中图分类号:TB332 **文献标志码:**A **文章编号:**1001-2486(2017)03-185-09

Volume fraction measurement for component material of textile composite using micro CT experiments

WANG Hao, WANG Zhongwei

(Science and Technology on Scramjet Laboratory, National University of Defense Technology, Changsha 410073, China)

Abstract: A method for measuring the volume fractions of component material of textile composite by using micro CT experiments was developed. This method can present global, local fiber and yarn volume fractions by micro CT images in different scales, and can also offer solutions to the difficult volume fractions measurement of component materials of some composites which cannot be measured directly by conventional physical experiments. An E-Glass/Epoxy textile composite was used to illustrate the feasibility and reasonability of the method by the comparisons of the measured values among ASTM D3171 Procedure G, scanning electron microscope and micro CT experiments. Corresponding image processing methods for the scanning electron microscope and micro CT images were used to acquire the accurate component material segmentations. The measurement of micro CT experiments can be widely applied to measure the volume fractions of component materials of composite.

Key words: E-Glass/Epoxy; textile composite; volume fraction; micro CT; scanning electron microscope; image segmentation

近年来,显微 CT(micro computed tomography)技术已经成为研究复合材料微观结构的一种重要手段。Desplentere 等^[1]通过比较 4 种不同 3D 编织复合材料的纤维束厚度、宽度及间距参数在表面扫描照片、光学显微照片和显微 CT 图像中的测量值,说明了编织复合材料显微 CT 图像反映微观结构的可靠性。Madra 等^[2]利用显微 CT 技术对织物复合材料中的孔隙分布进行了多尺度分析。Pazmino 等^[3]利用显微 CT 技术研究了面内剪切变形对三维正交编织复合材料纤维束几何参数的影响。Schell 等^[4]利用显微 CT 技术对纤维织物复合材料中的纤维束几何形状和孔隙进行了量化研究。一种基于显微 CT 图像的典型统计方法用于研究织物复合材料纤维束的微观结构特

征^[5-6]。Wang 等^[7]利用高分辨率显微 CT 技术研究了 C/Epoxy 织物复合材料纤维束特征参数的统计特征。

在织物复合材料的力学计算模型^[8-12]中,纤维束在复合材料中的体积分数(简称纤维束体分比) V_y 和纤维在纤维束中的体积分数(简称局部纤维体分比) V_f 是两个重要的参数。这两个参数虽然可以通过理论计算^[13-16]近似得到,但真实建模中需要精确测量这两个参数来消除误差。通常情况下,通过物理实验,如 ASTM D3171 Procedure G^[17](简称 D3171 G 实验)或化学消蚀法,只能测得纤维在材料中的体积分数(简称全局纤维体分比) \tilde{V}_f ,无法直接测得局部纤维体分比 V_f 和纤维

* 收稿日期:2016-01-18

作者简介:王浩(1984—),男,湖南常德人,博士研究生,E-Mail:gfkdw@163.com;

王中伟(通信作者),男,教授,博士,博士生导师,E-Mail:gfkdwz@163.com

束体分比 V_y 。此外, C/SiC 等陶瓷基复合材料无法通过 D3171 G 实验获得组分材料体分比。

显微 CT 技术是一种可以获得组分材料体分比的新方法。本文针对 E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料分别通过三种实验测定方法(D3171 G 实验、扫描电镜(Scanning Electron Microscope, SEM)实验和显微 CT 实验)测定了其组分材料体分比,并比较了三种实验测定方法的结果,说明了显微 CT 实验测定复合材料组分材料体分比的可行性和合理性。

纤维织物复合材料组分材料体分比的显微 CT 实验测定法可以通过不同尺度的显微 CT 图像测定全局、局部纤维体分比和纤维束体分比。此外,该方法还可以为难以用常规物理实验测定体分比的复合材料(如 C/SiC)组分材料体积分数测定提供解决方案。

1 材料与样品

1.1 材料制备

E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料为由 15 层平纹布叠加而成的层合板,每个铺层由一个名义单胞尺寸为 4 mm × 4 mm 的 E-Glass 平纹布组成。材料基体是由 Dow Chemical Company 提供的一类热固性环氧树脂 Airstone 760E 和固化剂 Airstone 766H 按重量以 100 : 32 的比例混合而成。该层合板是在一个预热的平板模具上通过真空导入工艺加热至 70 °C 并恒温 7 h 制备而成,然后自然冷却至室温。

1.2 实验样品的制备

1) D3171 G 实验样品的制备。将层合板切割成 25 mm × 25 mm 的方形样品共 3 个,并对其进行超声清洗。

2) 扫描电镜实验样品的制备。为了在样品截面上获得纤维的清晰扫描电镜像,需要对样品截面进行以下三步操作:①依次使用 800 目、2000 目和 10 000 目的金刚石研磨膏对样品完成“打磨—抛光”操作;②对已完成抛光的样品进行超声清洗,去除样品表面的杂质和残留的金刚石研磨膏;③对样品的观察面(即抛光面)进行喷铭。

3) 显微 CT 实验样品的制备。根据显微 CT 成像原理(见 4.2 节),要获得不同尺度下的显微 CT 图像,需要不同尺寸的显微 CT 实验样品。E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料的显微 CT 中尺度和微尺度成像样品尺寸分别为 20.20 mm × 6.58 mm × 3.84 mm, 20.20 mm × 3.50 mm ×

3.50 mm。样品是通过“高压水切割→手工打磨→超声清洗”的方式得到的。

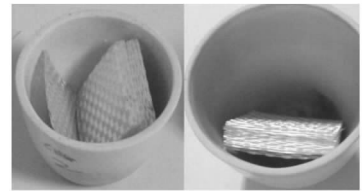
2 全局纤维体分比的 D3171 G 实验测定

ASTM D3171 Procedure G 实验只能测定 E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料的全局纤维体分比 \tilde{V}_f 。将制备的 3 个样品放入马弗炉中升温至 600 °C 并恒温 6 h 至样品中的环氧树脂基体完全烧尽。燃烧前后的样品如图 1 所示。利用分析天平对燃烧前后的 3 个样品进行称重并计算全局纤维体分比 \tilde{V}_f ,如表 1 所示。经测定, E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料的全局纤维体分比 \tilde{V}_f 的均值为 0.510 0,标准差为 0.003 4。



(a) 实验前

(a) Before experiment



(b) 实验后

(b) After experiment

图 1 E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料的 D3171 G 实验

Fig. 1 D3171 G experiment of E-Glass/Epoxy textile composite

表 1 全局纤维体分比 \tilde{V}_f 的 D3171 G 实验测定结果

Tab. 1 Global fiber volume fraction \tilde{V}_f measured by D3171 G experiment

| 样品 1 | 样品 2 | 样品 3 | 均值 | 标准差 |
|---------|---------|---------|---------|---------|
| 0.506 1 | 0.511 3 | 0.512 5 | 0.510 0 | 0.003 4 |

3 局部纤维体分比的扫描电镜实验测定

纤维织物复合材料的局部纤维体分比 V_f 可以通过对纤维束截面的扫描电镜像进行统计分析来近似获得。但是,全局纤维体分比 \tilde{V}_f 和纤维束体分比 V_y 无法通过扫描电镜实验测定。由于局

部纤维体分比 V_f 随纤维束位置的变化而变化,故通过纤维束扫描电镜图像测定的局部纤维体分比 V_f 只能作为其近似估计值。E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料的扫描电镜像是通过双束扫描电镜

Helios Nanolab 600i 来得到的。选取样品表面的3个任意法向纤维束区域进行成像,如图2所示。对这3个纤维束区域进行局部纤维体分比 V_f 的测定和统计分析。

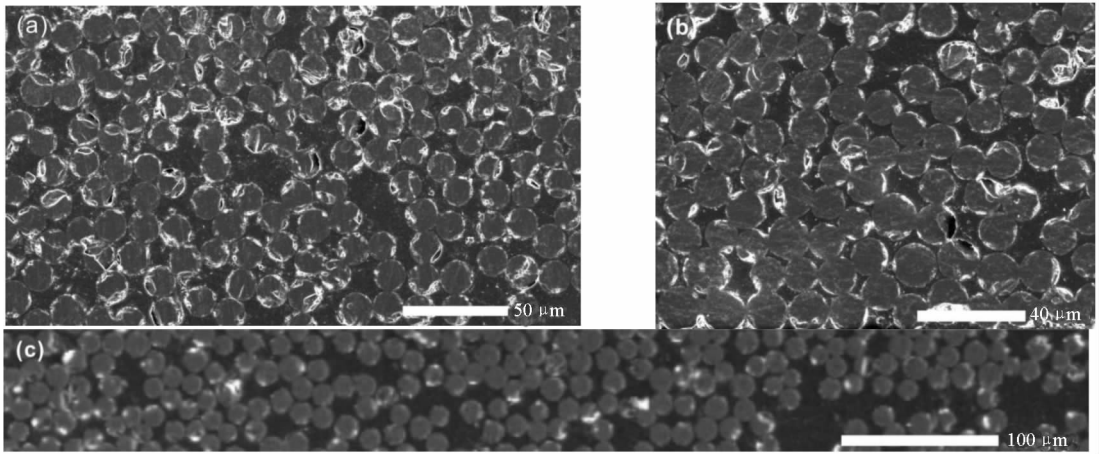


图2 E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料的3个任意法向纤维束区域 SEM 图像

Fig. 2 SEM images of 3 arbitrary normal yarn areas of E-Glass/Epoxy textile composite

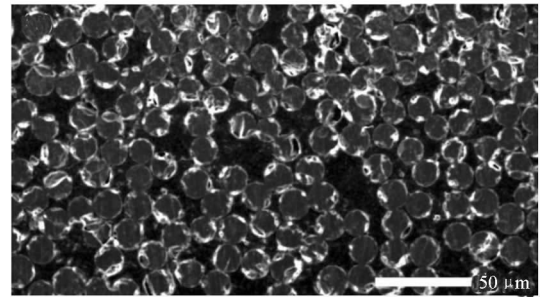
在组分材料分割前需要对该图像进行预处理以进一步提升图像中纤维和基体间的灰度值差异。该预处理过程在 Fiji 软件中完成,共分为四步:

- 1) 去除椒盐噪声(Despeckle 功能);
- 2) 抑制纤维边缘明亮区域(Remove Outlier 功能);
- 3) 对图像进行中值过滤(Median 功能)以模糊纤维或基体内部细节并保留纤维边缘;
- 4) 提升图像中纤维和基体间的对比度(Enhance Contrast 功能)。

图3(a)是对图2(a)进行预处理后的纤维束区域图像。从图中可以明显看出纤维和基体内部的细节进行了均匀化处理,但纤维与基体间的边界仍然可以清晰辨认。图3(a)中的明亮区域较图2(a)要更加明显,这是对图像进行了提升对比度操作而成的。图3(b)是图3(a)的灰度直方图。从图中可以看出基体与纤维间的灰度值差异较原图有明显改善,在两组分材料间出现了较明显的灰度值谷点。

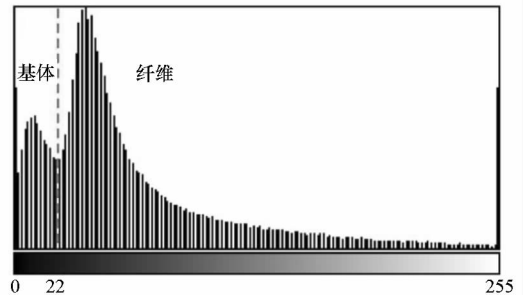
对预处理后的图像直接采用灰度阈值或分水岭分割算法无法得到满意的分割结果,这是因为在基体区域仍然存在较多的“杂质”区域。这些“杂质”区域的灰度值处于纤维和基体之间,经过一系列上述预处理操作后仍难以完全消除。

为了解决该问题,采用 Fiji 软件中可训练的 Weka 分割算法(Trainable Weka Segmentation 插件)对图3(a)进行组分材料区域分割。可训练



(a) 经预处理的法向纤维束区域图像

(a) Image of normal yarn area after preprocessing



(b) 对应的灰度直方图

(b) Corresponding gray level histogram

图3 扫描电镜图像的预处理结果

Fig. 3 Preprocessing result of SEM image

的 Weka 分割算法通过对一系列选取的图像特征结合机器学习算法来产生基于像素的分割结果。

图4是对图3(a)进行 Weka 分割后的二值化图像。从图4中可以看出,经过训练和反复改进,Weka 分割算法对纤维和基体进行了较为成功的分割,避开了基体中“杂质”图像的干扰。通过

计算图 4 所示两种材料区域(黑色为纤维,白色背景为基体)的面积可以测得图 2(a)对应的局部纤维体分比 $V_f = 0.750$ 。

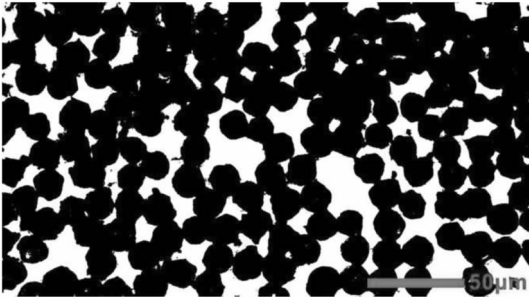


图 4 法向纤维束区域图像的 Weka 分割结果

Fig.4 Weka segmentation result of the normal yarn area image

类似地,用上述图像处理方法对图 2(b)和图 2(c)进行纤维和基体区域分割。通过测量两种材料区域的面积,可以测得对应的局部纤维体分比 V_f 分别为 0.840 和 0.656。三个纤维束区域 V_f 测定值的均值和标准差如表 2 所示。

表 2 局部纤维体分比 V_f 的扫描电镜实验测定结果

Tab.2 Fiber volume fraction V_f measured by SEM experiment

| 图 2(a) | 图 2(b) | 图 2(c) | 均值 | 标准差 |
|--------|--------|--------|-------|-------|
| 0.750 | 0.840 | 0.656 | 0.749 | 0.075 |

从表 2 可以看出,三个区域测定的局部纤维体分比 V_f 变化较大,这是由于扫描电镜测定结果与以下四个因素密切相关:

- 1) 所观测纤维束区域在纤维束中的位置;

2) 所观测纤维束区域是否与纤维束路径垂直;

3) 所测定纤维束区域图像的尺度大小;

4) 图像处理造成的误差。

其中因素 1~3 是影响扫描电镜测定结果的主要因素。此外,扫描电镜测定法还有一个隐含的假定前提:纤维沿纤维束轴线方向其截面面积不变,即该测定法是用纤维与基体所占面积的比值来得到局部纤维体分比,而非体积比。

4 组分材料体分比的显微 CT 实验测定

纤维织物复合材料的组分材料体分比(全局纤维体分比 \widehat{V}_f 、局部纤维体分比 V_f 和纤维束体分比 V_y)可以通过对材料不同尺度的显微 CT 图像进行分析获得。

4.1 纤维织物复合材料的尺度划分

纤维织物复合材料是一种多级材料,可以划分为三个尺度^[18],如图 5 所示。将纤维织物复合材料的结构件(如飞机结构件、桥梁结构件等)列入宏观尺度,该尺度在米至千米级。

将层合板分解成单个铺层,每个铺层可以分解为纤维束类属和基体类属。该层级为中尺度(毫米级),也称为纤维束尺度。在该层级中将纤维束视为横观各向同性固体,不区分纤维束内部的纤维丝和基体。

将每根纤维束再分解成纤维和基体。该层级为微尺度(微米级),也称为纤维尺度。

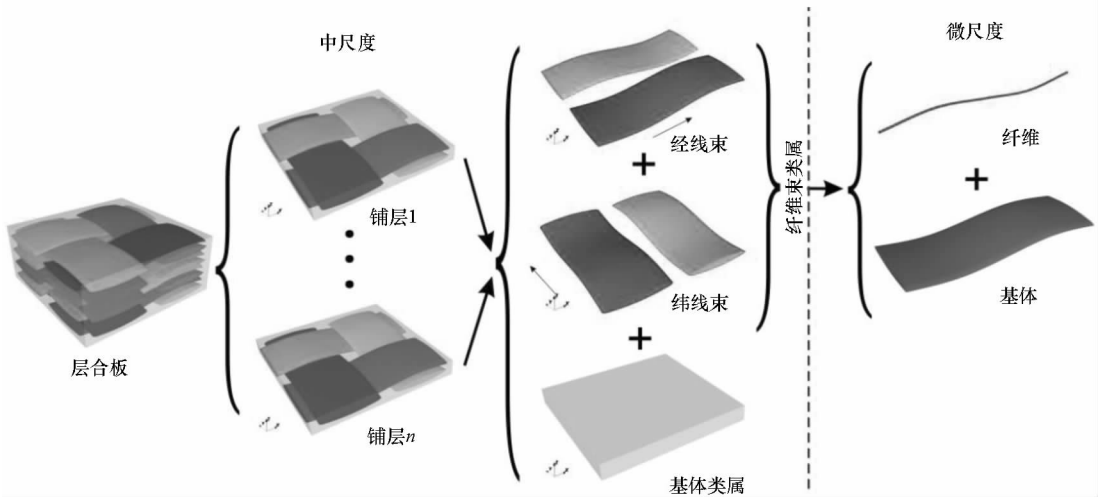


图 5 平纹编织复合材料的尺度划分

Fig.5 Scales of plain-weave composite

4.2 显微 CT 成像原理

显微 CT 是一种成像方法,用于重构目标对象的内部结构。一个显微 CT 系统通常由微焦点 X 射线源、样品台和高分辨率 X 射线探测器系统构成。有两类典型探测器系统用于显微 CT 系统:X 射线平板探测器和高分辨率光耦探测器。

4.2.1 基于平板探测器的显微 CT 成像原理

X 射线平板探测器用于大多数显微 CT 设备,它可以获得宽视场,如 NIKON XTH225 ST。这类显微 CT 设备的放大原理为投影放大(即几何放大),如图 6 所示。基于平板探测器的显微 CT 成像原理为吸收衬度成像。这类设备对于高

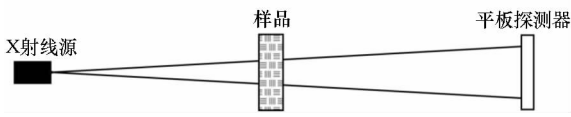


图 6 基于平板探测器的显微 CT 成像原理图

Fig.6 Imaging principle of micro CT with flat panel detector

原子序数和高密度材料(如 E-Glass/Epoxy 等)可以获得清晰的影像。通过这类设备对纤维织物复合材料进行三维成像可以获得中尺度显微 CT 图像。

4.2.2 基于光耦探测器的显微 CT 成像原理

Sanying nanoVoxel - 2000 拥有一个高分辨率光耦探测器,其成像原理如图 7 所示。该设备有两级光学放大^[19]。第一级光学放大是几何放大,类似于平板探测器的放大原理。第二级放大是通过一系列光学物镜实现的。两级光学放大的优点是无须将样品靠近 X 射线光源就可以实现高放大倍率。高分辨率光耦探测器的最终成像设备是一个冷却的科学级 CCD 相机。该相机可以探测非常微弱的光信号。此外,该设备利用相位衬度来进行成像,可以获得更高的图像灵敏度。这些技术为获取复合材料的高分辨率图像提供了技术保障。通过这类设备对纤维织物复合材料进行三维成像可以获得中尺度或微尺度显微 CT 图像。

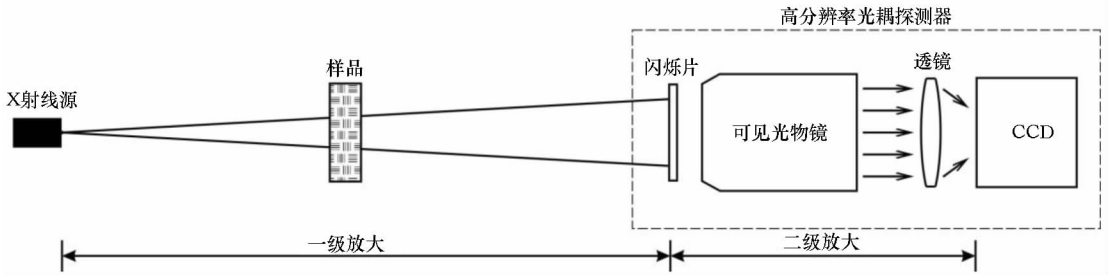


图 7 基于光耦探测器的显微 CT 成像原理图

Fig.7 Imaging principle of micro CT with high-resolution lens-coupled detector

4.3 多尺度显微 CT 图像的获取与处理

4.3.1 中尺度显微 CT 图像的获取

E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料的中尺度图像是通过具有平板探测器的 NIKON XTH225 ST 扫描获得的。该设备拥有一个 180 kV/1 mA 的微焦点射线管,最高分辨率为 1 μm 。对于中尺度成像样品,在 145 kV/124 μA 条件下获得的图像分辨率为 6.129 μm ,如图 8 所示,图像区域大小为 10.149 mm \times 5.651 mm \times 3.843 mm。通过中尺度显微 CT 图像可以分析中尺度下的孔隙、裂纹以及纤维束在复合材料中的体积含量等。

4.3.2 微尺度显微 CT 图像的获取

E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料的微尺度图像是通过具有光耦探测器的 Sanying nanoVoxel - 2000 扫描获得的。该设备拥有一个 150 kV/0.5 mA 的微焦点 X 射线源,最高分辨率为 500 nm。对于微尺度成像样品,在 80 kV/100 μA 的参数下获得分辨率为 1.036 μm 的图像,如图 9

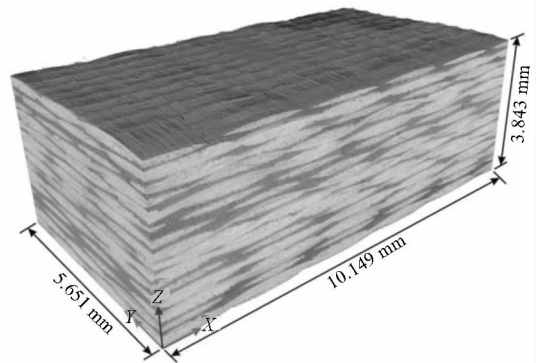


图 8 E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料的中尺度三维显微 CT 图像

Fig.8 3D micro CT image of E-Glass/Epoxy textile composite in meso-scale

所示,图像区域大小为 0.947 mm \times 0.873 mm \times 0.575 mm。通过微尺度显微 CT 图像可以分析微尺度下的孔隙、裂纹以及纤维在纤维束中的体积含量和全局纤维体分比等。

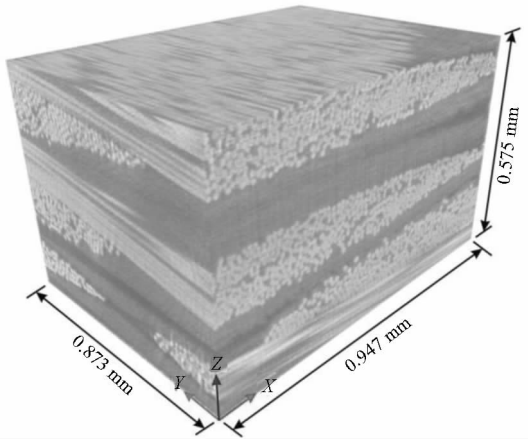


图 9 E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料的微尺度三维显微 CT 图像

Fig. 9 3D micro CT image of E-Glass/Epoxy textile composite in micro-scale

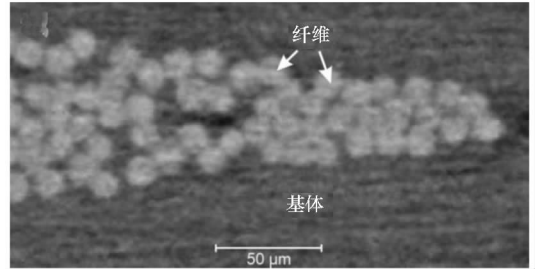
4.4 组分材料体分比的测定

4.4.1 全局纤维体分比 \hat{V}_f 的测定

由于编织复合材料具有局部材质不均匀的特性,因此在测定全局纤维体分比时图像区域需要具有一定的尺度范围。一般来说,分析的显微 CT 图像区域越大,得到的全局纤维体分比 \hat{V}_f 越准确。从图 9 可以看出,所获得的微尺度显微 CT 图像区域共涉及 3 个铺层,且每个铺层在长度方向上约四分之一周期长,其中涉及纤维束在相邻交叉点间的各个区段。这保证了全局纤维体分比 \hat{V}_f 测定值的可靠性。

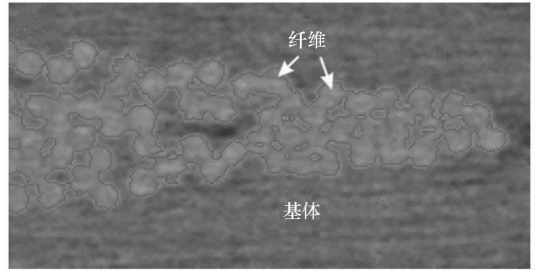
对图 9 所示区域的三维显微 CT 图像进行组分材料的分割并进行组分材料体分比的测定。由于聚合基复合材料的孔隙率低,故忽略图像区域中的孔隙,并将该图像区域分割为纤维和基体两种组分材料。由于显微 CT 图像中纤维和基体灰度值交叠较为严重,直接采用灰度阈值分割算法来对图像中的纤维和基体进行分割会在纤维边缘产生许多不规则的“毛刺”且单根纤维截面并不是圆形(如图 10(b)所示)(实际玻璃纤维是圆形截面,如图 2 所示)。这种误分割结果会严重影响全局纤维体分比的测定值。

为了得到更加真实的区域分割结果,采用分水岭算法对图 9 所示的显微 CT 图像进行组分材料分割。图 10 是微尺度三维显微 CT 图像(图 9)中的某一纤维束局部图像的二维切片图。对图 10(a)所示的纤维束局部区域进行分水岭算法分割结果如图 10(c)所示。图 10(c)的分割结果较图 10(b)有了明显改进,纤维边缘的“毛刺”现



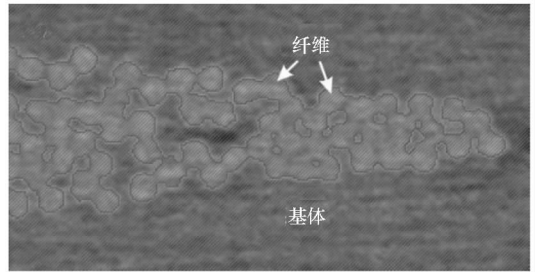
(a) 纤维束局部显微 CT 图像

(a) Micro CT image of local yarn area



(b) 灰度阈值分割结果

(b) Result of gray level threshold method



(c) 分水岭算法结果

(c) Result of watershed segmentation method

图 10 纤维束局部显微 CT 图像的分割

Fig. 10 Segmentation of micro CT image of local yarn area

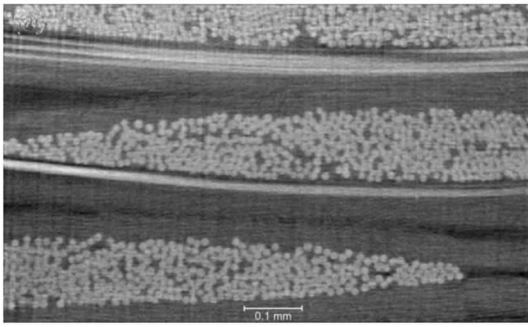
象有了明显抑制,且玻璃纤维截面近似圆形。

图 11(a)是对应图 9 中的一个 XZ 切片图,而图 11(b)是采用分水岭算法对图 9 进行组分材料分割后对应于图 11(a)的分割结果。通过分别测量图 9 中两种材料区域的体积可以获得全局纤维体分比 $\hat{V}_f = 0.522$ 。

4.4.2 局部纤维体分比 V_f 的测定

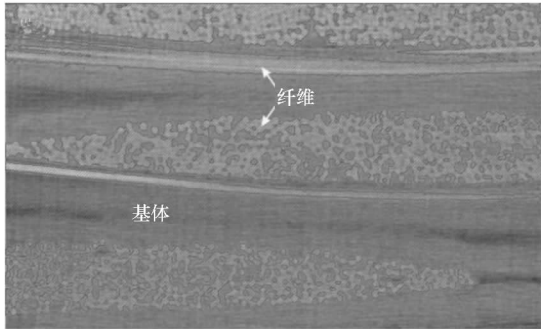
由于纤维束在织物中不同位置受到不同程度的挤压作用,其局部纤维体分比 V_f 随纤维束位置的变化而变化。因此,在测定局部纤维体分比 V_f 时,图像区域需要具有一定的尺度范围。受实验条件限制,选定与测定全局纤维体分比 \hat{V}_f 一致的微尺度显微 CT 图像区域(图 9)进行局部纤维体分比 V_f 的测定。

在测定前,需要对该图像区域中的纤维束和基体区域进行剥离,以保证只对纤维束区域进行



(a) 微尺度显微 CT 图像的 XZ 切片

(a) XZ slice image of micro CT image in micro-scale



(b) 分水岭算法结果

(b) Result of watershed segmentation method

图 11 测定全局纤维体分比 \hat{V}_f 时组分材料分割结果的 XZ 切片图

Fig. 11 Resulting XZ slice image of constituent materials segmentation when measuring global fiber volume fraction \hat{V}_f

局部纤维体分比 V_f 测定。对图 9 所示的微尺度显微 CT 图像中纤维束间的基体富集区(即中尺度微观结构中的基体区域)进行剥离。由于纤维束间的基体富集区与纤维束内部的基体灰度值一致,因此在剥离基体富集区时,难以对二者进行灰度阈值分割。

为了解决该问题,采用图像形态学处理中的闭合操作对显微 CT 图像进行处理。闭合操作类似于先膨胀后侵蚀操作,但是该操作对目标对象近乎无损。该操作可以将小的目标对象包含入大的目标对象,同时填充内部的孔隙。此外,该操作还通过光滑边界和连通闭合的对象来清除小的细节。通过闭合操作生成对应的标签图像。将原始显微 CT 图像与标签图像作分割操作,可以将纤维束间的基体富集区在灰度值区间上分割开。剥离纤维束间的基体富集区后的微尺度显微 CT 图像如图 12 所示。从图 12 中可以看出,处于纤维束内部区域的基体被保留下来,而纤维束外部区域的基体被剥离。

图 13(a)是对应图 9 中位于 Y 轴中部的一个

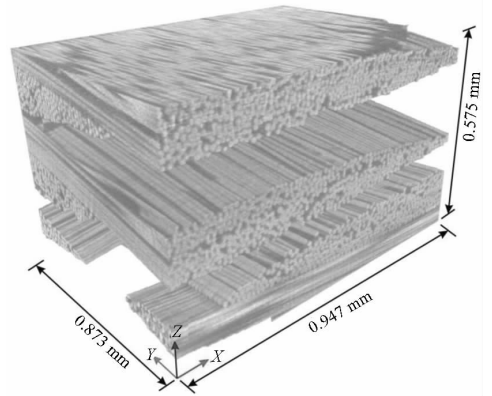
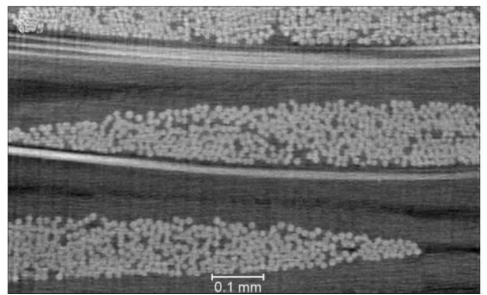


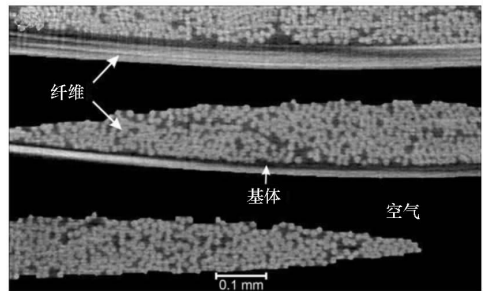
图 12 测定局部纤维体分比 V_f 的显微 CT 图像区域

Fig. 12 Micro CT image of measuring local fiber volume fraction V_f



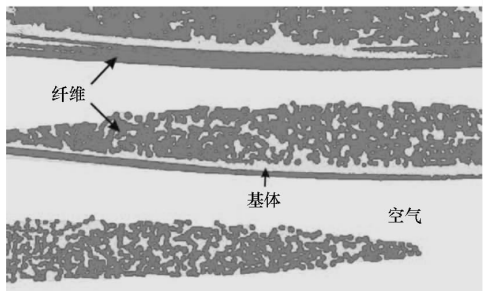
(a) 微尺度显微 CT 图像的 XZ 切片

(a) XZ slice image of micro CT image in micro-scale



(b) 剥离纤维束间基体富集区后的结果

(b) Result stripped matrix-enriched area between yarns



(c) 三组分材料分水岭算法结果

(c) Result of watershed segmentation method of three constituent materials

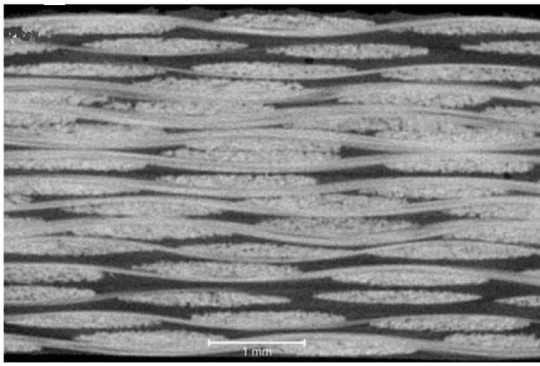
图 13 测定局部纤维体分比 V_f 时三组分材料分割结果的 XZ 切片图

Fig. 13 Resulting XZ slice image of three constituent materials segmentation when measuring local fiber volume fraction V_f

XZ 切片。图 13(b) 是图 13(a) 剥离纤维束间的基体富集区后的切片图像。在该图像中存在三个组分, 分别为纤维、基体和空气(背景)。对其进行分割时需要针对三组分材料进行分水岭分割。图 13(c) 是采用三组分材料分水岭算法对图 13(b) 进行分割后的结果。从图中可以看出, 经过一系列剥离和分割操作, 成功区分了纤维束中的纤维和基体。通过计算图 12 中纤维和基体区域的体积可以测得局部纤维体分比 $V_f = 0.787$ 。

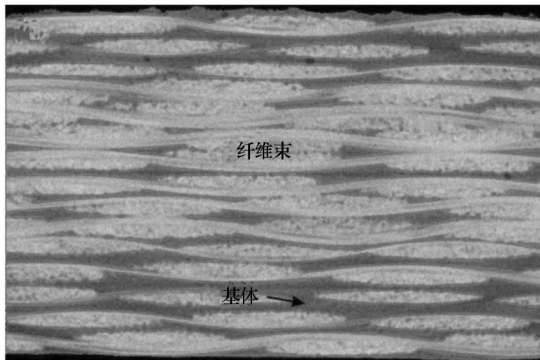
4.4.3 纤维束体分比 V_y 的测定

对图 8 所示的中尺度显微 CT 图像进行纤维束体分比 V_f 的测定。仍然采用分水岭算法对图像进行纤维束与基体分割, 分割结果如图 14 所示。通过测量纤维束在该区域中的体积占比可以获得纤维束体分比 $V_y = 0.717$ 。



(a) 中尺度显微 CT 图像的 YZ 切片

(a) YZ slice image of micro CT image in meso-scale



(b) 分水岭算法结果

(b) Result of watershed segmentation method

图 14 测定纤维束体分比 V_y 时组分材料分割结果的 YZ 切片图

Fig. 14 Resulting YZ slice image of constituent materials segmentation when measuring yarn volume fraction V_y

定值和相对误差。D3171 G 实验仅能测定全局纤维体分比 \tilde{V}_f , 扫描电镜实验仅能近似测定局部纤维体分比 V_f , 而不同尺度的显微 CT 实验可以同时测定全局纤维体分比 \tilde{V}_f 、局部纤维体分比 V_f 和纤维束体分比 V_y 。E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料实例表明, 利用不同尺度的显微 CT 图像来测定编织复合材料的组分材料体分比是可行的。此外, 显微 CT 实验测定法还可以为陶瓷基复合材料(如 C/SiC)等难以用常规物理实验(如化学消蚀法、D3171 G)测定体分比的复合材料组分材料体积分数测定提供解决方案。根据显微 CT 实验测定法的基本原理可以看出, 显微 CT 实验测定法还可以用于测定多孔复合材料的孔隙率。

从表 3 可以看出, 分别通过 D3171 G 实验和显微 CT 实验测定的全局纤维体分比 \tilde{V}_f 的相对误差为 2.353%, 这意味着通过显微 CT 图像测定 E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料的组分材料体积分数是合理的。显微 CT 实验测定法的误差主要来源于以下三个方面:

- 1) 所观测图像区域的尺度大小;
- 2) 图像分辨率;
- 3) 图像处理造成的误差。

这三个方面是造成与 D3171 G 实验测定值间误差的主要因素。

局部纤维体分比 V_f 的扫描电镜测定值与显微 CT 测定值的相对误差为 -4.828%, 这说明了对于 E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料而言, 局部纤维体分比 V_f 的扫描电镜测定值是可以接受的。

表 3 组分材料体积分数的三种实验测定结果

Tab. 3 Constituent contents measured by three experiment methods

| | \tilde{V}_f | V_f | V_y |
|------------|--------------------|---------------------|-------|
| D3171 G 实验 | 0.510 | | |
| SEM 实验 | | 0.749 | |
| 显微 CT 实验 | 0.522 | 0.787 | 0.717 |
| 相对误差/% | 2.353 ^a | -4.828 ^b | |

注:(·)^a = (显微 CT 实验值 - D3171 G 实验值) × 100 / D3171 G 实验值;

(·)^b = (SEM 实验值 - 显微 CT 实验值) × 100 / 显微 CT 实验值。

5 讨论

表 3 罗列了三种实验测定法对 E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料组分材料体积分数的测

6 结论

1) D3171 G 实验只能获得纤维织物复合材料的全局纤维体分比 \tilde{V}_f ; 扫描电镜实验只能近似获

得纤维织物复合材料的局部纤维体分比 V_f ; 通过不同尺度的显微CT实验可以分别测得纤维织物复合材料的全局纤维体分比 \tilde{V}_f 、局部纤维体分比 V_f 以及纤维束体分比 V_y 。

2) 通过对比 E-Glass/Epoxy 纤维织物复合材料组分材料体分比的三种实验测定值, 说明了显微CT实验测定法的可行性和合理性。

3) 对于扫描电镜实验测定法和显微CT实验测定法分别给出了相应的图像处理方案。

4) 显微CT实验测定法可以为难以用常规物理实验测定体分比的复合材料组分材料体积分数测定提供解决方案。

参考文献 (References)

- [1] Desplentere F, Lomov S, Woerdeman D, et al. Micro-CT characterization of variability in 3D textile architecture [J]. *Composites Science and Technology*, 2005, 65(13): 1920 – 1930.
- [2] Madra A, Hajj N E, Benzeggagh M. X-ray microtomography applications for quantitative and qualitative analysis of porosity in woven glass fiber reinforced thermoplastic [J]. *Composites Science and Technology*, 2014, 95: 50 – 58.
- [3] Pazmino J, Carvelli V, Lomov S. Micro-CT analysis of the internal deformed geometry of a non-crimp 3D orthogonal weave E-glass composite reinforcement [J]. *Composites Part B; Engineering*, 2014, 65(10): 147 – 157.
- [4] Schell J S U, Renggli M, Van Lenthe G, et al. Micro-computed tomography determination of glass fibre reinforced polymer meso-structure [J]. *Composites Science and Technology*, 2006, 66(13): 2016 – 2022.
- [5] Bale H, Blacklock M, Begley M R, et al. Characterizing three-dimensional textile ceramic composites using synchrotron X-ray micro-computed-tomography [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2012, 95(1): 392 – 402.
- [6] Vanaerschot A, Cox B N, Lomov S V, et al. Stochastic framework for quantifying the geometrical variability of laminated textile composites using micro-computed tomography [J]. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2013, 44: 122 – 131.
- [7] Wang H, Wang Z W. Statistical analysis of yarn feature parameters in C/Epoxy plain-weave composite using micro CT with high-resolution lens-coupled detector [J]. *Applied Composite Materials*, 2016, 23(4): 1 – 22.
- [8] Wang H, Wang Z W. A variable metric stochastic theory of textile composites with random geometric parameters of yarn cross-section [J]. *Composite Structures*, 2015, 126: 78 – 88.
- [9] Wang H, Wang Z W. Quantification of effects of stochastic feature parameters of yarn on elastic properties of plain-weave composite—Part 1: Theoretical modeling [J]. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2015, 78: 84 – 94.
- [10] Wang H, Wang Z W. Quantification of effects of stochastic feature parameters of yarn on elastic properties of plain-weave composite—Part 2: Statistical predictions vs. mechanical experiments [J]. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2016, 84: 147 – 157.
- [11] Tan P, Tong L Y, Steven G P. Micromechanics models for the elastic constants and failure strengths of plain weave composites [J]. *Composite Structures*, 1999, 47(1/2/3/4): 797 – 804.
- [12] Prodromou A G, Lomov S V, Verpoest I. The method of cells and the mechanical properties of textile composites [J]. *Composite Structures*, 2011, 93(4): 1290 – 1299.
- [13] Cox B N, Flanagan G. Handbook of analytical methods for textile composites; NASA-CR-4750 [R]. US: NASA Technical Reports Server, 1997.
- [14] Lee S K, Byun J H, Hong S H. Effect of fiber geometry on the elastic constants of the plain woven fabric reinforced aluminum matrix composites [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2003, 347(1/2): 346 – 358.
- [15] 朱元林, 崔海涛, 温卫东, 等. 含纤维束截面形状变化的三维编织复合材料细观模型及刚度预报 [J]. *复合材料学报*, 2012, 29(6): 187 – 196.
ZHU Yuanlin, CUI Haitao, WEN Weidong, et al. Microstructure model and stiffness prediction of 3D braided composites considering yarns' cross-section variation [J]. *Acta Materiae Compositae Sinica*, 2012, 29(6): 187 – 196. (in Chinese)
- [16] 张超, 许希武. 二维二轴编织复合材料几何模型及弹性性能预测 [J]. *复合材料学报*, 2010, 27(5): 129 – 135.
ZHANG Chao, XU Xiwu. Geometrical model and elastic properties prediction of 2D biaxial braided composites [J]. *Acta Materiae Compositae Sinica*, 2010, 27(5): 129 – 135. (in Chinese)
- [17] Standard test methods for constituent content of composite materials; ASTM D3171 – 99 [S]. US: ASTM International, 2000.
- [18] Lomov S V, Ivanov D S, Verpoest I, et al. Meso-FE modeling of textile composites: road map, data flow and algorithms [J]. *Composites Science and Technology*, 2007, 67(9): 1870 – 1891.
- [19] 须颖, 邹晶, 姚淑艳. X射线三维显微镜及其典型应用 [J]. *CT理论与应用研究*, 2014, 24(6): 967 – 977.
XU Ying, ZOU Jing, YAO Shuyan. 3D X-ray microscope and its typical applications [J]. *CT Theory and Applications*, 2014, 24(6): 967 – 977. (in Chinese)