

## 6.2 離散的フーリエ変換による複合材料組織の3次元定量

藤川貴朗 村川 悟 増田峰知

### Three-dimensional Structure Orientation Evaluation of Fiber Reinforced Materials by Discrete Fourier Transform

Takao Fujikawa, Satoru Murakawa and Takanori Masuda

In this paper, three-dimensional orientation evaluation of fiber reinforced materials have been tested by Discrete Fourier Transform. The Three-dimension optical image which inputted from high-density image analyzing system was processed on program made by SPIDER Subroutine Package. The specimen materials were based 7075 aluminum alloys and involved 20% Si-Ti-C-O fiber. The orientation of structure was able to be evaluated from spectral density on polar angle direction. And three-dimensional orientation was plotted by S and Mathematica language.

In addition, the conversion to orientation distribution parameter from spectral density was proposed. This distribution parameter is computed from spectral density, weight and definition of orientation distribution parameter is computed from spectral density, weight and definition of orientation distribution function.

key words fiber reinforced materials, structure orientation, Discrete Fourier Transform, image analyzing

#### 1. 結 言

繊維強化複合材料の機械的性質は、強化繊維の含有率、繊維長、配向などによって大きく影響される。そして、この強化繊維を含んだ材料の組織を定量的に測定することは重要ではあるけれども、その方法はまだ確立されたものではなく、それぞれの研究者が、試行錯誤しながら行っているのが現状である。

当試験場では、Al基Si-Ti-C-O系短繊維強化複合材料の製造に取り組んでおり<sup>1) 2)</sup>、この複合材料の組織の、強化繊維の含有率、繊維長、配向を定量した。

また、フーリエ変換後のパワースペクトルの半径方向の積分値は、入力組織の周期性についての情報を与える。そこで、鋳鉄、特にねずみ鋳鉄の組織についてこの定量を試みた結果についても述べる。

#### 2. 実験方法

##### 2.1 供試材

供試材は、7075系合金をマトリックスとした

Si-Ti-C-O系短繊維強化複合材料<sup>3)</sup>である。繊維は吸引ろ過法によってプリフォームに成形し、この後、高圧鋳造法によって7075合金と複合化した。この材料について、繊維長、体積含有率、繊維配向の3つを測定する。

##### 2.2 試料の前処理

複合材料の組織の研磨方法

複合材料は非常に軟らかいAl基地に硬い繊維が混在しているのでその研磨、琢磨法が問題となる。ここでは、研磨材として、アルミナ0.05、0.3、1ミクロン、ダイヤモンド0.25、1ミクロン、およびマグネシアについて試みた。

##### 2.3 画像解析装置

測定に用いた画像解析装置、また配向の定量を行ったワークステーション、開発したソフトウェアについては前報<sup>4)</sup>、および材料解析システムに関する資料<sup>5)</sup>を参照されたい。

## 2.4 複合材料の組織定量

製造した複合材料から図1のような位置で試料を切り出し、それぞれ直交するA, B, Cの3方向から組織を検討した。ある方向に配向を持

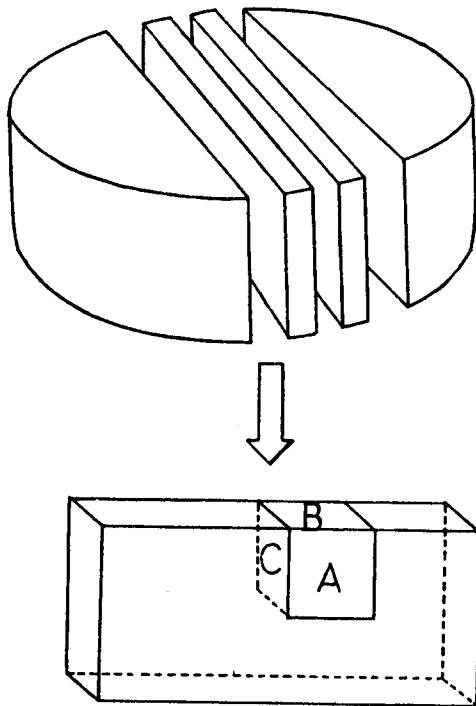


図1 試験片採取位置

った組織の配向度の測定には、配向軸に平行な面と、配向軸に直角な面の2面の組織を測定することが普通である。<sup>6)</sup>

しかし、ここでは吸引ろ過法によるプリフォームの配向が必ずしも吸引方向と直角であるかどうかは判らず、試料の断面のマクロ組織(図2)の観察でも位置によって配向の方向が変化

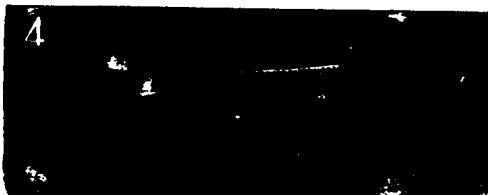


図2 試料断面のマクロ組織

していることが予想される。そこで、3方向の測定が必要と考えた。<sup>6)</sup>

繊維長に関しては、材料の研磨面の組織を測定してそこから直接繊維の平均長さ、そのばらつきなどが測定できることが望ましいので、まず組織の測定結果から統計的にこれができるかを検討した。また、実際に繊維を分離抽出して、実測による繊維長を次のように測定した。材料の4mm×4mmのブロックを切り出し、1:1塩酸で溶解、溶液を水で稀釈したあと、ろ紙でろ過した繊維の一部を、プレパラートとスライドガラスにはさんで分散させ、実体顕微鏡で撮影した写真について、画像処理装置でその繊維長を測定することとした。写真はスキャナで画像処理装置に取り込まれる。

立体中に存在する相の体積含有率は、粒子、繊維、あるいはその他の形状を問わず、十分な面積について測定すれば、各々の面での面積率に等しい。そこでここでは材料中の繊維の面積率を測定した。

## 2.6 鋳鉄組織の定量

ねずみ鋳鉄の組織は、材料の組成、凝固時の冷却速度によって多様に変化する。ASTMでは、A型からE型までの組織に分離している。<sup>7)</sup>ここでは光学顕微鏡による画像入力により、A型からE型までの組織をフーリエ変換し、パワースペクトルの半径方向の積分値(量子化レベル100)で評価した。観察倍率は50倍である。

## 3. 結果と考察

### 3.1 複合材料のVf、繊維長

図3に複合材料の組織を示す。(A, B, Cは図1における切断位置と同じ直交する3断面である。)表1に製造条件を変えた複合材料のVfの測定結果を示す。ここでは、目標としたVfは20%である。観察倍率は100倍である。

加圧及び  
↓  
吸引方向

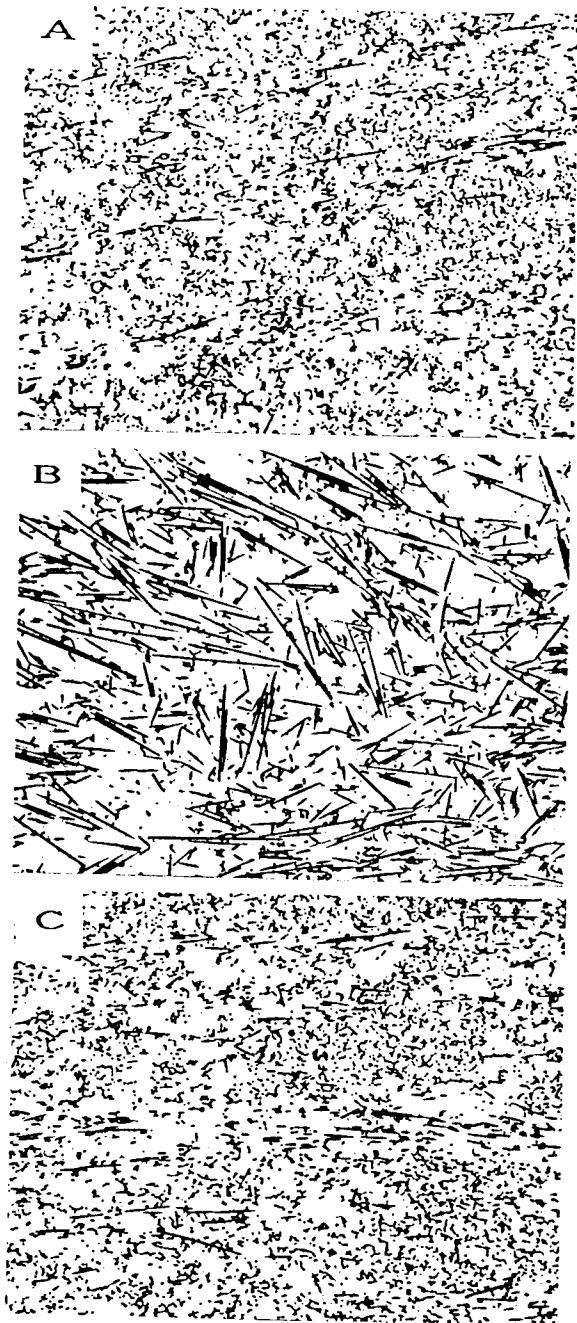
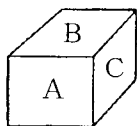


図3 複合材料の組織

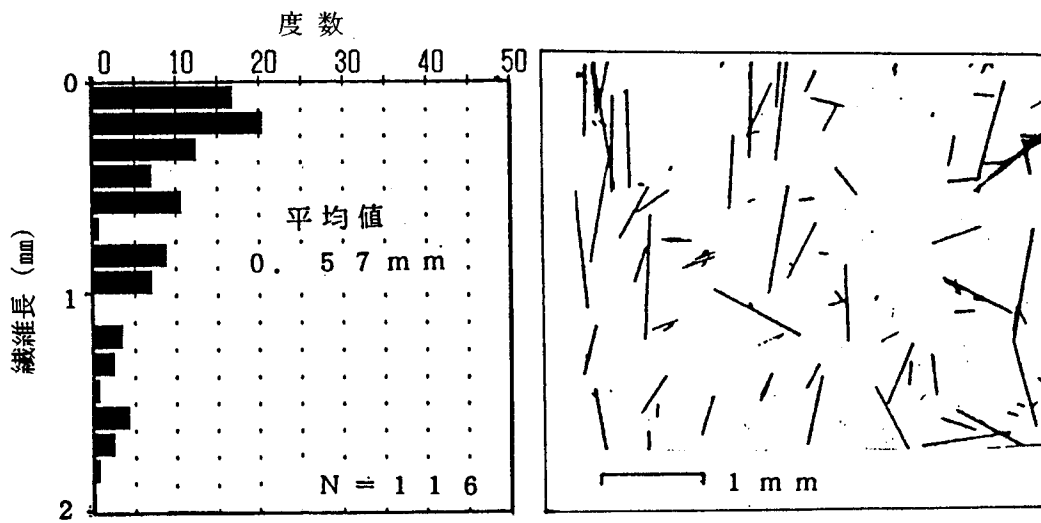
測定場所の違いによってVfは18%~25%まで変動する。測定場所はランダムであり、この変動は、強化繊維の不均一な分布によるものである。

表1 製造条件別のVf測定結果

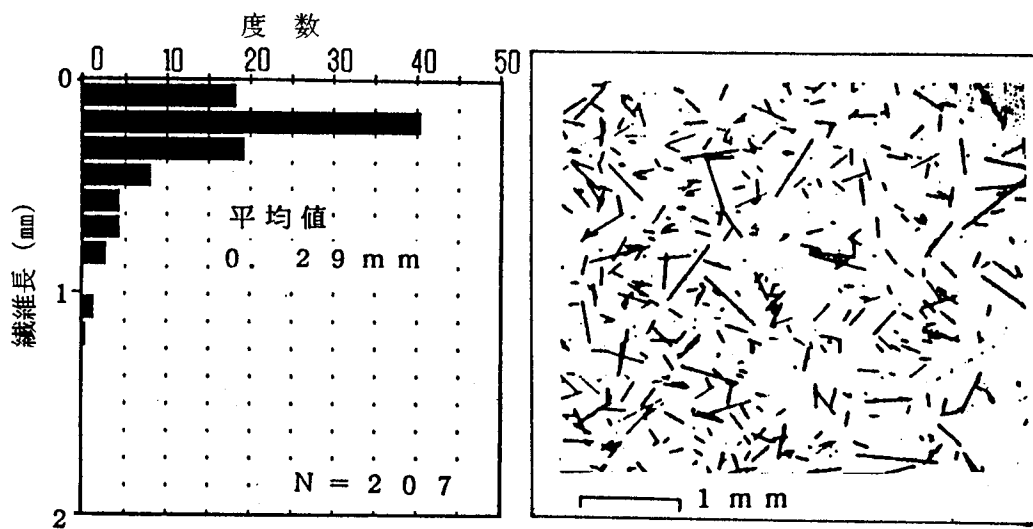
目標Vf %	製造条件		Vf測定値 %			
	注湯温度 K	加圧力 MPa				
20	718	40	18.5	22.0	21.7	2
	707	40	21.8	21.3	19.8	4
	711	15	22.9	22.8	23.4	6
	699	40	20.5	21.7	24.3	8
	711	15	23.7	21.4	18.2	9
	716	70	20.7	21.2	20.6	12
	717	70	24.8	23.1	25.1	13

すなわち、この変動は繊維がプリフォーム製造時の吸引方向と直角な方向に、不規則な厚さを持った層となることによる。観察倍率を下げ、測定面積を広くした場合は、繊維に対する画素の細かさが足りず、誤差が大きくなる。逆に、観察倍率を上げると、局所的な繊維の粗密を測定して、測定結果の変動はさらに増す。

図4に繊維長の測定結果の例を示す。図5には繊維長測定に用いたスライドグラス上に分散させた繊維の状況を示す。Si-Ti-C-O系短繊維は1mmのチョップ状態で購入したものである。これをプリフォーム成形前に前処理（繊維の分散と極端に短い繊維屑の除去）した段階での測定結果は、平均長0.57mmであった。プリフォーム成形後、溶湯含浸させた複合材料にし、製品となってから4mm\*4mmに切り出したブロック中の繊維の平均長さは、0.29mmであった。この結果から、一連の処理によって繊維は約半分の長さになり、また極端に短い繊維屑の割合も増すことがわかる。図5のように、ここで測定できる繊維は、溶出、ろ過したもののごく一部である。



(a) プリフォーム成形前の繊維



(b) 鋳造後、溶出濾過後の繊維

図4 繊維長の測定結果

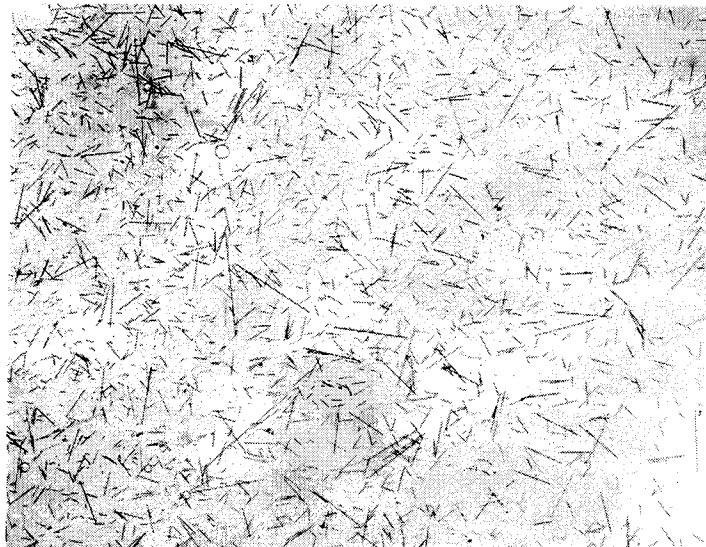


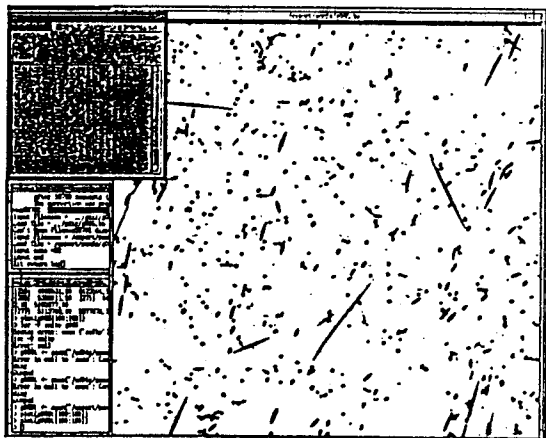
図5 スライドガラス上に分散させた繊維の状態

### 3.2 フーリエ変換による繊維配向組織の定量と配向係数

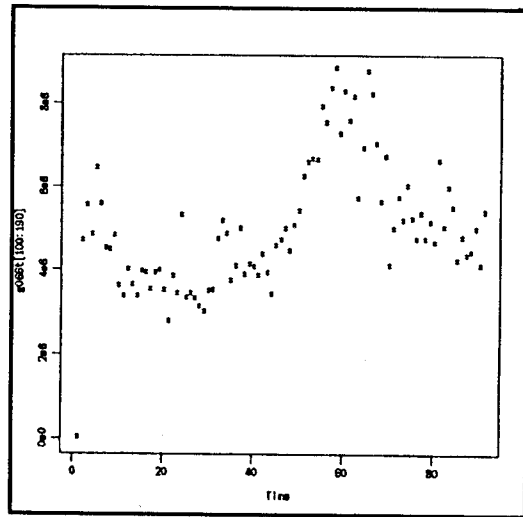
図6にフーリエ変換による繊維配向組織の定量結果の例を示す。ここでは試料の3次元的な配向を知るため、図3に示したA、B、Cの各方向について定量を行った。顕微鏡による平面での観察によるため、Intensityの幅は小さいけれども、配向の様子は十分とらえている。

断面に現れる楕円の長径を繊維方向と考え、

その角度の測定による配向の定量が従来より使われているが、本研究の試料では断面が小さく、この長径を決定するのは誤差が大きくなり使えなかった。また、断面に現れる長い繊維（断面の方向にたまたま一致した繊維）が測定結果に大きく影響する。この欠点は組織を深腐食し、ある幅での繊維を観察することで、改善される可能性がある。

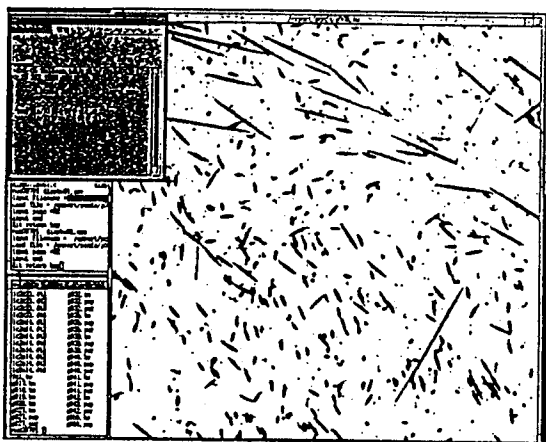


顕微鏡画像

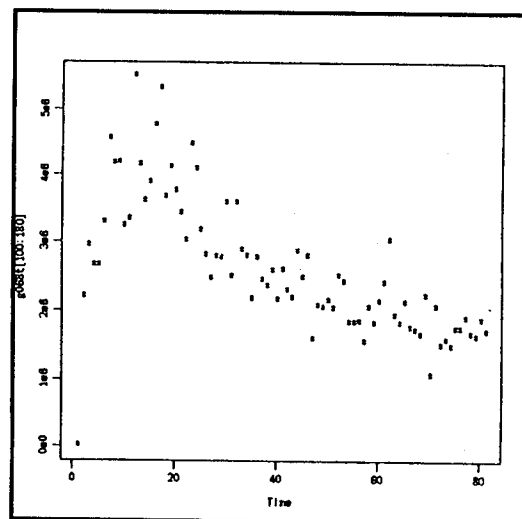


解析結果

吸引方向に平行な面



顕微鏡画像



解析結果

吸引方向に平行な面

図6 フーリエ変換による複合材料の繊維配向の測定結果

### 3.3 フーリエ変換による配向組織の定量と3次元表示

上記で得た3次元配向の測定を直感的にも判り易く、データとしての厳密さを失わない方法で表示する方法を検討した。図7に上記3.2で得られた複合材料の配向の測定データを、測

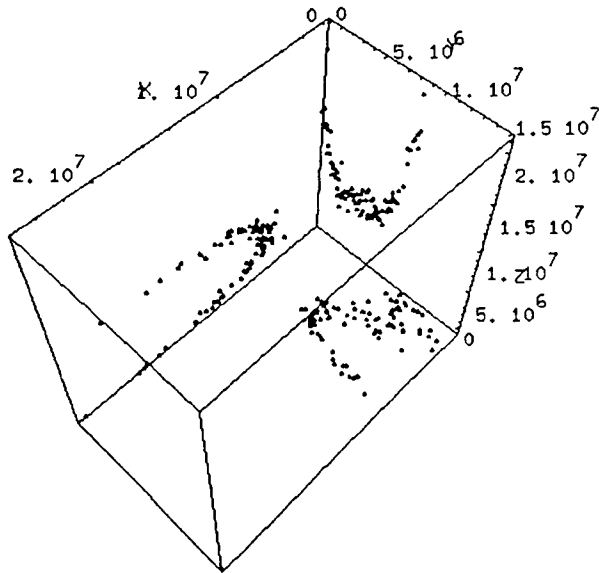


図7 3方向の繊維の配向状態

定面に相当する3つの面に表示したものを示す。この表示で、それぞれの方向にどの程度の配向があるかを一元的に表示できる。3次元表示には数値計算処理言語 Mathematicaを用いた。また、図10に同じくデータを3次元座標(a, b, c)に変換して3次元表示したものを示す。この表示法では、1次元配向したものはデータはある直線軸方向に並び、2次元配向したものはその面方向に並んでプロットされる。3次元的にランダムな組織ではプロットされる点は特定の並びを持

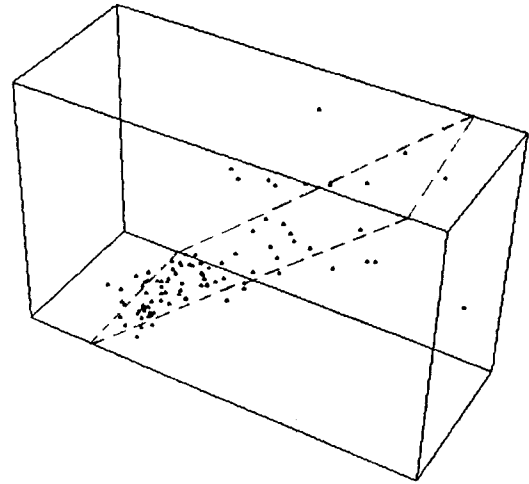


図8 繊維の配向状態

たない。図8では、点線で示した面にプロットが並んでおり、2次元ランダム配向であることを示す。

ここでの表示は、複合材料の配向を直感的につかむことに意味を持つ。

### 3.4 SEM像の解析

本研究で使用した画像解析システムは、EPMAの信号を取り込めるように改造したものである。深腐食した複合材料のSEM像を評価すれば、複合材料の配向組織の評価を平面ではなく、ある深さを持った領域で行える。図9に深腐食した複合材料の組織を示す。

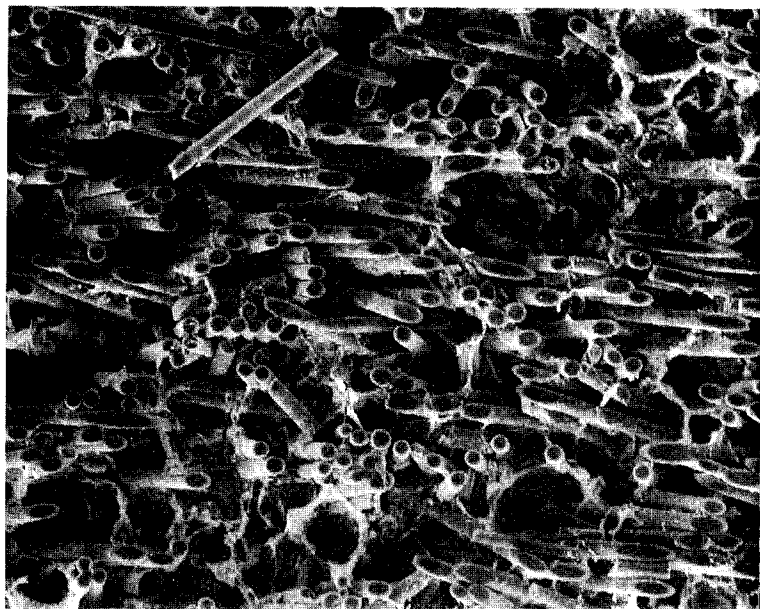


図9 深腐食した複合材料の組織

2次元面での配向測定結果と比べてIntensityの幅は増すが、腐食深さの決定や繊維の体積率によって結果が変化することが考えられる。

### 3.5 パワースペクトルの密度分布データから

#### 配向係数への変換

パワースペクトルの角度方向の積分値（密度分布）のデータは180個のデータであり、まだ簡単に組織の状態を記述したものではない。そこで配向係数のような1つの値でこれをパラメータ化することが望ましい。

模式的に作成したシミュレーション画像を、フーリエ変換し、パワースペクトルの角度方向の密度分布を求める。このデータを配向係数に換算した結果を表2に示す。

表2 パワースペクトル密度分布  
～配向係数への変換  
(モンテカルロシミュレーション画像)

$f_m$	$f_n$
0.0	0.004
0.3	0.153
0.6	0.795
0.9	0.892

配向係数が小さいところでは十分に一致しないが、配向係数0.8程度では、換算値と配向係数は一致した。ここで得られる換算による配向係数は、厳密には繊維の角度を一本一本測定した配向係数には一致しないが、配向の強弱を表すパラメータとして、実用的には便利なものである。方法の詳細は技術資料にゆずる。<sup>5)</sup>

### 3.6 鑄鉄組織への応用

図10にねずみ鑄鉄の黒鉛組織を評価した結果を示す。パワースペクトルの半径方向の密度分

布Intensityとその差分値 $\Delta$ Intensityで、組織の周期的変化の情報を得ることになる。この方法にはまだ改良の余地があり、短周期側のデータにある重みづけを行えば、ピークの検出が容易になるかも知れない。

A型黒鉛では粗大な黒鉛に相当する5～6周期のピークしか得られなかった。B型黒鉛では片状黒鉛と過冷黒鉛、そして当初予期していなかった共晶セルサイズに相当するピークが得られた。D型黒鉛では、初晶デンドライトのピークと、弱い過冷黒鉛のピークが得られた。しかし、組織の大部分面積を占める過冷黒鉛が、周期が短いためデータに反映されない。

鑄鉄組織のように複雑な変化をする組織の周期的変化をフーリエ変換でとらえることは、観察倍率と注目する組織の関係が大きな意味を持つ（フーリエ変換の性質による）。ここで、各組織の明確な違いを数値化するのはさらに改良が必要である。<sup>6)</sup>

## 4. 結 言

離散的フーリエ変換による複合材料組織の配向を測定し、3次元的评价を試みた結果は次のようであった。

- 1) 複合材料の強化繊維の3次元配向評価は、試料の直交する3断面を検鏡し、開発したフーリエ変換による配向測定プログラムによって行える。
- 2) 同測定結果をMathematicaを使ったグラフィック表示にて3次元的に表示する方法を開発した。
- 3) パワースペクトルの角度方向の密度分布の値から強化繊維の配向分布関数を求め、配向係数に換算する手法を提案した。
- 4) ねずみ鑄鉄の黒鉛組織について、画像の周期性に着目し、データのピーク位置によってこれを評価した。

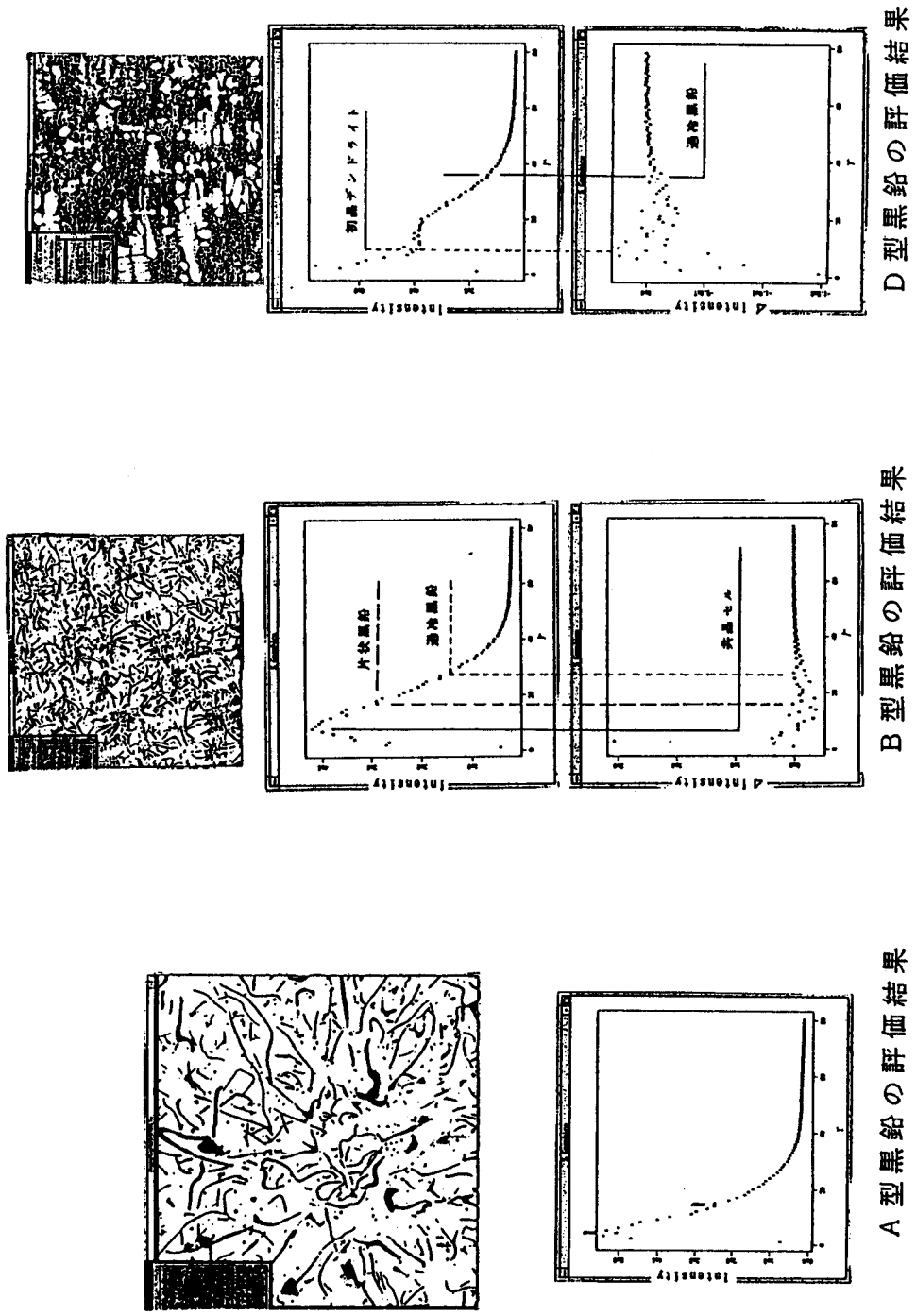


図10 ねずみ鑄鉄の評価結果



本研究開発の一部は、複合材料新成形技術の研究開発の一環として、(財) 中部科学技術センターが新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NE DO) から委託を受けたものを、三重県が(財) 中部科学技術センターより再委託を受けて実施したものである。

#### 参 考 文 献

- 1) 柴田他. 三重県金属試験場業務報告.  
(1992) 23
- 2) 柴田他. 三重県金属試験場業務報告.  
(1992) 31

- 3) 柴田他. 三重県金属試験場業務報告.  
(1993) ibid
- 4) 藤川他. 三重県金属試験場業務報告.  
(1992) 37
- 5) 藤川. 三重県金属試験場業務報告.  
(1993) ibid
- 6) R. T. DeHoff. 計量形態学. 内田老鶴.  
(1968) 132
- 7) ASTM. Annual book of ASTM Standards  
A247-67 (1972)
- 8) 藤川他. 鋳物協会第121回講演概要集  
(1992) 58