超音波顕微鏡画像による繊維強化プラスチック断面の干渉縞と楕円形状に着目した3次元繊維配向の計測

川村 宗弘^{*1}・池田 悟至^{*1}・守田 了^{*2}・佐野村 幸夫^{*3}

Measurement of 3D Fiber Orientation in FRP Using Elliptical Marks and Fringe Patterns Observed through SAM

Kawamura, Munehiro^{*1}/Ikeda, Satoshi^{*1}/Morita, Satoru^{*2}/Sanomura, Yukio^{*3}

The fiber orientation distribution in fiber reinforced thermoplastics (FRP) affects the strength and the final shapes of products. Therefore, for effective product design using computer simulation, it is necessary not only to estimate the fiber orientation distribution, but also to measure it. Although the fiber orientation has been measured using image analysis with soft X-ray photographs of thinly sliced FRP, only the 2D fiber orientation is obtained with these soft X-ray photographs. In recent years, a method to measure the 3D fiber orientation by using images of cut sections of FRP observed through scanning electric microscopy (SEM) has been reported. However, the azimuth angle of the 3D fiber orientation cannot be calculated. We thus propose a method to calculate the 3D fiber orientation by observing the elliptical marks and the interference fringe patterns in cut sections of FRP through scanning acoustic microscopy (SAM) in this paper. This method enables us to calculate the azimuth angle and measure the 3D fiber orientation in both the core layer and the skin layer. We show the effectiveness by measuring the 3D fiber orientation of a general cylindrical material.

Key words : Fiber orientation/Fiber reinforced thermoplastics/Scanning acoustic microscope/Fringe pattern/Elliptical mark

1. 緒 言

高機能性複合材料の一つである繊維強化プラスチック(以下FRPと称す)に含まれる繊維の配向分布は、外観不良、機械的特性、成形収縮の異方性等に影響がある^{1),2)}。そのため、製品設計を行う際に、繊維の配向分布をシミュレーションによって推定するだけでなく、試作した製品の繊維配向分布を調べる必要がある。

従来、試作した成形品の配向を調べる方法は、成形品を薄くスライスした後に、ソフトX線によって試料を観測し、得られた画像から2次元配向を求める方法が多く用いられていた^{3),4)}。しかし試料作成に手間がかかる上、2次

元の配向しか測定できないなどの問題がある。最近では、FRPを切断し切断面の顕微鏡写真などから繊維の切断面を観測し、断面形状により3次元配向を測る方法も提案されている⁵⁾。しかし繊維の断面形状から配向を計測するため、3次元配向パラメーターのうち、方位角を決定できないという問題がある。

一方、FRP成形品表面を超音波顕微鏡によって観察することによって3次元配向を計測する手法が提案されている^{6),7)}。しかし、非破壊で試料の3次元配向を計測できる反面、計測可能な深さが限られるため、試料表層のskin層は計測できるが、試料内部のcore層の測定はできない。本論文では成形品の切断面を超音波顕微鏡によって観察し、得られる繊維の切断面(楕円形状)と干渉縞から3次元配向を計測する手法を提案する。本手法は従来の手法^{6),7)}によるこれまでの手法と比較して、計測精度向上が期待できる上、成形品形状にとらわれずにcore層まで計測できるという利点がある。

第2章でFRPの断面を電子顕微鏡および超音波顕微鏡によって観察した結果について、第3章で超音波顕微鏡によって断面を観察することにより得られる画像から3次元の配向を計測する手法および計測精度について、第4章で一般材料および円筒形材料による3次元配向計測結果および繊維配向の可視化について述べる。

^{*1} 山口県産業技術センター

宇部市あすとびあ4丁目1-1 (〒755-0151)
Yamaguchi Prefectural Industrial Technology Institute
4-1-1 Asutopia, Ube-city, Yamaguchi 755-0151, Japan

^{*2} 山口大学工学部

宇部市常盤台2丁目16-1 (〒755-8611)
Faculty of Engineering, Yamaguchi University
2-16-1 Tokiwadai, Ube-city, Yamaguchi 755-8611, Japan

^{*3} 玉川大学工学部

町田市玉川学園6-1-1 (〒194-8610)
Faculty of Engineering, Tamagawa University
6-1-1 Tamagawa-Gakuen, Machida-city, Tokyo 194-8610, Japan
2000.9.27 受理

2. FRP 切断面の観察と 3 次元配向計測

2.1 繊維切断面の楕円形状による 3 次元配向計測

FRP に含まれる繊維の形状は、一般に円柱である。そのため、FRP を樹脂の流れに対して垂直に切断し、その断面を電子顕微鏡（以下 SEM と称す）によって観察すると、図 1 に示すように繊維の切断面が楕円形状となって観察できる。

従来、繊維の切断面画像から FRP 中の 3 次元繊維配向を求めようとする試みがなされてきた。図 2 に示すように、計測する表面と繊維の傾きを表す伏角 α は、繊維が円柱であれば、表面を観察した場合確認できる楕円形状の長軸 a と短軸 b を用いて容易に求められる。しかし、繊維切断面の楕円形状のみでは図 3 に示すように繊維の方位角を決定できない。この問題を回避するためいくつかの改善案は議論されているものの実用的な手法はまだ見いだされていない⁸⁾。

Fig. 1 The observed example of cross section image through SEM

Fig. 2 The relationship between depression angle (α) and elliptical mark

Fig. 3 The ambiguity of fiber orientation in measuring elliptical mark

2.2 超音波顕微鏡による FRP 断面の観測

FRP 成形品表面を超音波顕微鏡（以下 SAM と称す）によって観察し、観察される各繊維の干渉縞の間隔により伏角を計測し、3 次元配向を計測することが可能である⁷⁾。SAM は非破壊で試料内部の状態を調べることができ顕微鏡で、主として IC など電子部品内部の状態を調べるために用いられる。しかし計測できる FRP 成形品の深さは約 $12\mu\text{m}$ 程度で、core 層の計測は不可能である。そのため、従来 SEM などによって観察されていた切断面を、SAM によって観察することを試みる。

図 4 は SAM によって観察された画像の一例である。図 1 の画像と異なり、繊維の楕円形状とともに干渉縞がそれぞれの繊維に確認できる。干渉縞は繊維の傾いている方向に現れる。そのため、観測される繊維の楕円形状および干渉縞の情報により各繊維の 3 次元配向を計測する。

3. 楕円形状と干渉縞による 3 次元配向計測

本章では計測された繊維の楕円形状と干渉縞による 3 次元配向計測について述べる

3.1 FRP 中の繊維の 3 次元配向パラメーター

FRP 中における各繊維の配向は、図 5 に示すように、計測表面と繊維の接触する面の中心座標 (x_0, y_0)、伏角 α および方位角 β の 4 つのパラメーター（ただし、

Fig. 4 The example of cross section image observed through SAM

Fig. 5 The 3 D fiber orientational parameters for a fiber in the FRP

$0^\circ \leq \alpha \leq 90^\circ$, $0^\circ \leq \beta < 360^\circ$) によって表される. この4つのパラメーターを求めることによって, FRP中の繊維の位置が決まる. そのため, SAMによって観測される繊維の断面形状と干渉縞から4つのパラメーターを求めることにより, 3次元の配向を決定できる.

SAMから得られた画像のノイズ等を除去・2値化処理, 画像から繊維切断面の楕円形状の抽出による (x_0, y_0) および伏角 α の算出, 干渉縞の検出による方位角 β の算出, の処理の流れに従う.

3.2 SAM画像のフィルタ処理および2値化

SAMによって観察された画像の解像度は縦400×横400画素で, 各画素256階調の値を持つ. 本手法による計測では, 繊維切断面の楕円形状および方位角を示す干渉縞のエッジ情報が必要になる. そのため, まず Sobel オペレータによって画像のエッジ抽出を行う. 次に, 繊維の楕円形状が明確に得られるしきい値を, ヒストグラムの極小を求めることによって決定し, 画像の2値化を行う. 一般的に2値化画像には, 観察面研磨時の傷や不純物に起因する繊維の楕円形状および干渉縞以外のノイズが含まれる. そのため, 一定画素数以下のエッジをノイズとして取り除く. この処理によって得られた2値化画像から楕円形状および干渉縞の検出を行う.

3.3 2値化画像から楕円形状の抽出

楕円は図6に示すように, 中心座標 (x_0, y_0) , 長軸 a , 短軸 b および傾き β によって表され, 式(1)において θ を 0° から 360° 変化させることによって楕円形状を表現できる.

$$\begin{aligned} X &= a/2 \cdot \cos \theta \cos \beta - b/2 \cdot \sin \theta \sin \beta + x_0 \\ Y &= a/2 \cdot \cos \theta \sin \beta + b/2 \cdot \sin \theta \cos \beta + y_0 \end{aligned} \quad (1)$$

(ただし $0^\circ \leq \beta < 180^\circ$, $0^\circ \leq \theta < 360^\circ$)

SAMによって観察された画像に, 繊維の断面形状が理想的に観察されれば, 2値化処理によって得られたエッジから最小自乗法などにより楕円を検出できる. しかし, 実際の画像には計測面の研磨による傷や繊維の欠けなどによって楕円形状が不完全であることが多く, 楕円抽出が困難である場合が多い.

画像処理の手法の一つである Hough 変換^{(11),(12)}は, ノイズなどが含まれている場合でも対象形状の誤検出が少ない,

Fig. 6 The ellipse parameters

直線をはじめ様々な図形の検出が可能であるなどの特徴がある. そのため, (1)式による楕円形状を, Hough 変換によって検出する.

まず, 未知数である5つのパラメーター (x_0, y_0, a, b, β) のための空間を用意し, 画像上の各特徴点 (x, y) に対応するパラメーター空間へ投票する. すべての特徴点に投票を行った後, 空間上で極大となるパラメーターの組み合わせを求める. その結果得られた楕円パラメーターのリストを作成する. 画像上には干渉縞の情報も含まれているため, 干渉縞に起因する楕円形状を検出する場合もある. そのため, 求められたパラメーターによる楕円形状をトレースし, 一致する点が少ない場合は, 誤った検出パラメーターとみなしてリストから削除する.

Hough 変換によって求められた長軸 a および短軸 b のパラメーターから, (2)式によって伏角 α を計算する.

$$\alpha = \sin^{-1}(b/a) \quad (2)$$

楕円パラメーターに対応する伏角 α を求め, 得られた伏角 α をパラメーターリストに加える.

この一連の処理によって, 画像上の各繊維の楕円パラメーター (x_0, y_0, a, b, β) および伏角 α からなるパラメーターリストを作成する.

3.4 干渉縞による楕円の方位角の決定

長軸 a および短軸 b から伏角 α を決定できるものの, 図7に示すように, 方位角 β が d であるか $d+180^\circ$ であるかは決定できない. 本手法では SAM によって得られる干渉縞によって方位角 β を決定する. 干渉縞は FRP 中の繊維の超音波エコーと, 計測表面からのエコーの干渉によって表れるもので, 繊維の傾きによって干渉縞の間隔が変動する. 文献7)では干渉縞の間隔によって伏角 α を求めたが, 本手法では楕円形状によって伏角 α を求めるため干渉縞の間隔の情報は必要ない. そのため, 干渉縞を方位角 β の決定にのみ用いる. ただし, 伏角 α が 90° 付近になると切断面の形状は円形になるため, 干渉縞は確認しづらくなる.

図7に示すように, 干渉縞は方位角 β が d あるいは $d+180^\circ$ である楕円の長軸方向に現れる. そのため, 楕円の中心座標 (x_0, y_0) から円の外周に向かって方位角 β が d および $-d+180^\circ$ である楕円の長軸方向をトレースし, 干渉縞の有無を調べる. 図7の例では方位角 β が d である楕円の長軸方向に干渉縞が存在するため, 方位角 β は d に決定する.

Fig. 7 The relationship between the interference fringe patterns and direction of fiber

以上により、楕円形状と干渉縞から、繊維の3次元配向を表すパラメーター (x_0, y_0, α, β) を計算できる。

3.5 本手法による計測誤差

本研究で提案した手法と、従来手法^{6),7)}との精度を理論上で比較した結果を図8に示す。伏角を算出する場合、提案する手法では楕円形状の長軸と短軸の関係から、従来手法では干渉縞の間隔から計算を行う。図8では伏角を90°から30°まで変化した場合、各伏角に対し、それぞれの手法がどの程度誤差を含むか示したものである。いずれの手法も伏角が90°から75°付近までの繊維は、画像の解像度により正確な角度を計測できないが、70°以下では提案した手法が従来手法に比較して、計測誤差が半分以下であることがわかる。

これにより、従来手法に比較して今回提案した手法が精度の点で優位にあることがいえる。

4. 超音波顕微鏡画像による3次元配向計測実験

4.1 一般材料による3次元配向計測

本手法を用いて、一般材料に対する3次元配向計測の実験を行った。実験の試料には、材質がナイロン66で、ガラス繊維が30 wt%含まれているFRPを板状に成形したものを使用した。FRP成形品を樹脂の流れに垂直に切断し、切断面を研磨した後、SAM（倍率：500倍）によって観察した。観察された画像を図4に示す。

図4の画像に対し、エッジ検出のためのフィルタ処理お

Fig. 8 Relation between the depression angle and the error

(a) The binary image of Fig. 4 (b) Measuring result of fiber orientation derived from the interference fringe patterns

Fig. 9 The measurement image and measuring result

よび2値化処理を行い、図9(a)の画像が得られた。図9(a)の画像からHough変換によって楕円形状を検出し、干渉縞の情報から方位角 β を決定する。図9(b)に検出された楕円および方位角 β の方向を矢印によって示す。

長軸と短軸が等しい場合は、計測面に対し垂直に繊維が配置しているものとみなし、干渉縞を抽出しない。図9(b)では、図中に3つの円が存在するため、3つの垂直な繊維が存在する。

図9(a)から求められた伏角 α および方位角 β の分布を、図10に示す。図10の各点は繊維を表す。図10から、伏角 α と方位角 β の配向分布の関連を確認できる。以上の結果より、観察されたSAMの画像から繊維配向が求まり、本手法が実際の材料に適用できることがわかる。

4.2 円筒形材料における3次元配向計測

本手法を、ガラス繊維含有液晶ポリマー（商品名：Xydar®, BP-Amoco社製）の射出成形による円筒形材料のガラス繊維3次元配向の計測に応用した。

成形品は円筒形であるため、直接超音波顕微鏡による観察はできず、文献7)の手法による3次元配向計測を適用することはできない。本手法では、材料を切断した後に研磨作業が必要となるものの、円筒形状のような材料においても3次元の配向計測が可能である。本手法により、円筒形材料のskin層およびcore層について計測を行った。

円筒形材料の外観を図11(a)に、さらに横方向に切断して光学顕微鏡によって観察したものを図11(b)に示す。図11(b)から、円筒形材料のskin層では観測面に対し繊維が垂直に配向し、core層では観測面に対し水平方向に配向していることが確認できる。この円筒形材料のskin層、

Fig. 10 3 D fiber orientation

(a) The appearance of the sample (b) The observation of the cut section

Fig. 11 The sample used for the measurement experiment

core 層をそれぞれ SAM によって観察した。

図 12(a)は core 層を、図 12(b)は skin 層を観察した結果得られた画像である。core 層では繊維が観測面に対し水平に配向している。反面, skin 層ではすべての繊維が垂直に配向している。それぞれの画像を 2 値化した結果を図 13 に、楕円検出と干渉縞による方向付けを行った結果を図 14 に示す。図 12(a)および図 13(a)は core 層, 図 13 (b)および図 14(b)は skin 層を観測した結果得られた画像である。

skin 層では楕円形状が検出されず円形状のみが検出されている。これは観測面に対し、観測されている繊維がすべて垂直に配向しているためである。core 層では楕円形状および円形状が混在している。楕円の方向を示す方位角 β は、水平に配向し、左右方向の繊維が混在している。これは、計測部位がウエルド部であることが考えられる。

Fig. 12 The image observed through SAM

Fig. 13 The binary image derived from observed SAM image

Fig. 14 Measured circle and ellipse patterns

4.3 3 次元配向分布

core 層における伏角 α および方位角 β の分布を図 15 に示す。図 15(a)は方位角 β の分布を示したもので横軸に方位角、縦軸に頻度を表す。

図 15(b)は伏角 α の分布を示したもので、横軸に伏角、縦軸に頻度を表す。伏角 α では約 3 割程度の繊維が垂直に配向している。方位角 β では水平方向の 0° および 180° 付近に集中しており、そのうち 2/3 程度が 180° 方向に配向している。さらに、伏角 α および方位角 β の分布を表示するため、 α を半径方向に方位角 β を円周方向にプロットした図を図 16 に示す。繊維を表す点が、全体的に中心に集中する傾向があり、伏角 α が垂直に近くに配向している。これは樹脂の流れに対して垂直に試料を切断したためである。樹脂の流れに水平に切断した場合、繊維の楕円形状は現れにくいと考えられ、この場合は干渉縞の間隔を計測する手法⁶⁾と併用することが必要になる。

Fig. 15 Fiber orientation in the core layer

Fig. 16 3 D fiber orientation in the core layer

Fig. 17 The image reconstructed from the measured fiber orientation

4.4 3次元配向状態の視覚化

core層において得られた各繊維のパラメーターからCADデータを作成し、3次元CGソフトウェアのPOV-Ray¹¹⁾によって各繊維の位置を視覚的に表現した。その結果を図17に示す。この図から試料中の繊維配向分布状態を視覚化できる。実際に試料中の配向分布の状態を、様々な角度から確認できるため、繊維配向の分布の解析に有効である。

5. 結 言

FRPを樹脂の流れに垂直に切断し、その断面をSAMによって観察することによって得られる楕円形状と干渉縞から3次元繊維配向計測を行う手法を提案した。

本手法によって3次元繊維配向計測を行う場合、次の特徴が確認できた。

本手法は、楕円形状と干渉縞の情報を利用するため、楕円形状のみ計測を行っていた手法では計測できなかった方位角を決定できる。

- (1) 文献6)による手法では、FRP成形品のskin層の配向計測を中心に述べられている。本手法は、断面を計測するため、skin層およびcore層の計測が可能である。
- (2) 提案する手法では、文献6)による手法と比較して、理論上の計測誤差が約半分で計測が可能である。
- (3) 本手法によって、円筒形材料の配向計測を行ったところ、

skin層では繊維が計測面に垂直に配向し、core層では計測面に水平に配向していることがわかり、両者の明らかな違いを見いだすことができた。

謝 辞

本研究を遂行するにあたって、研究の機会を与えていただいた山口県産業技術センターの川元興賢前所長、有益な助言をいただいた企画情報室香川正信室長、戦略プロジェクト部友永文昭専門研究員、佐伯和正部長および職員の皆様に感謝します。

また試料提供にご協力いただいた、日本石油化学(株)井上敏夫参事、(株)メイホー森直樹課長および終始研究にご協力いただいた宇部興産(株)橘輝夫前部長、(株)トクヤマ藤山光美様に深く感謝します。

参 考 文 献

- 1) 小川敏夫, 美馬正道, 田矢直紀: 成形加工, 8(11), 739 (1996)
- 2) 宮崎広隆: 成形加工, 9(11) 工, 854 (1997)
- 3) 川村宗弘: 山口県工業技術センター研究報告工, 4 工, 15 (1992)
- 4) Yaguchi, H., Hojo, H., Lee, D. G. and Kim, E. G.: *Intern. Polymer Processing X*, 3, 262 (1995)
- 5) 佐藤英一, 大野三記雄, 栗林一彦, 阿部一登, 児玉明德, 稲葉 允: 強化プラスチック, 44(2) (1998)
- 6) 川村宗弘, 守田 了, 田中 稔, 橘 輝夫: 成形加工, 9(11), 913 (1997)
- 7) Kawamura, M., and Morita, S.: *PPS-14*, Yokohama, 778 (1998)
- 8) Luc Averous, Jean Christophe Quantin, Alan Crespy: *Polymer Engineering and Science*, 37, No. 2, 329 (1997)
- 9) Ballard, D. H.: *Pattern Recognition*, 13, 2 (1981)
- 10) 和田俊和, 松山隆司: 情報処理, 253, Vol. 36, No. 3 (1995)
- 11) 小室日出樹: POV-Rayではじめるレイトレーシング (1999)