

УДК 620.179.152.1

*А.А. Демидов¹, О.А. Крупнина¹, Н.А. Михайлова¹, Е.И. Косарина¹***ИССЛЕДОВАНИЕ ОБРАЗЦОВ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ КОМПЬЮТЕРНОЙ ТОМОГРАФИИ И ОБРАБОТКА ТОМОГРАММ С ИЗОБРАЖЕНИЕМ ОБЪЕМНОЙ ДОЛИ ПОРИСТОСТИ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-5-105-113

Рассмотрен вопрос качества образцов из полимерных композиционных материалов (ПКМ) и их проверки методом рентгеновской компьютерной томографии. Изучены возможности томографа North Star Imaging X5000 и проведены исследования образцов из ПКМ на предмет обнаружения и оценки объемной доли пор. Исследованы факторы, влияющие на точность оценки объемной доли пор, а именно: размер вокселя, материал фильтра, количество проекций. Так, размер вокселя определяет разрешающую способность цифрового изображения, от материала применяемого фильтра зависит отношение сигнал/шум, производительность контроля ухудшается с ростом количества проекций, а для удовлетворительного качества получаемого томографического изображения необходим выбор оптимальных значений перечисленных параметров.

Ключевые слова: полимерный композиционный материал (ПКМ), рентгеновская компьютерная томография (РКТ), объемная доля пор (ОДП), сегментация.

*A.A. Demidov¹, O.A. Krupnina¹, N.A. Mikhaylova¹, E.I. Kosarina¹***INVESTIGATION OF POLYMER COMPOSITE MATERIAL SAMPLES BY X-RAY COMPUTED TOMOGRAPHY AND PROCESSING OF TOMOGRAMS WITH THE IMAGE OF THE VOLUME FRACTION OF POROSITY**

The question of the quality of samples made of polymer composite materials and its verification by x-ray computed tomography is considered. The capabilities of North Star Imaging X5000 tomograph were studied and the samples from PCM were examined for detection and evaluation of the porosity volume fraction. The factors influencing the accuracy of the estimation of the porosity volume fraction are investigated. Namely the size voxel, a filter material, quantity of projections. On the other hand, the size voxel defines resolution of the digital image, the relation depends on a material of the applied filter a signal/noise, productivity of control worsens with growth of quantity of projections. The choice of optimum values of the listed parameters is necessary for satisfactory quality received tomographic images.

Keywords: polymer composite material (PCM), x-ray computed tomography (x-ray CT), porosity volume fraction (PVF), segmentation.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

В производстве авиационной и космической техники широко используют полимерные композиционные материалы (ПКМ) [1]. В работе [2] отмечено, что композиционные материалы (КМ), независимо от их состава, представляют собой матрицу, содержащую в своем объеме упрочняющую армирующую фазу (наполнитель), который

равномерно распределен в матрице. Так, ПКМ – это многокомпонентные материалы [3, 4], состоящие из полимерной, металлической, углеродной или керамической матрицы, армированной наполнителями из волокон, нитевидных кристаллов или тонкодисперсных частиц. По структуре наполнителя КМ подразделяют на волокнистые (армированные волокнами и нитевидными кристаллами), слоистые (армированные пленками, пластинками, слоистыми наполнителями), дисперсно-армированные или дисперсно-упрочненные (с наполнителем в виде тонкодисперсных частиц). В ПКМ матрица, состоящая из полимера, обеспечивает монолитность материала, передачу и распределение напряжений в наполнителе, определяет его физико-химические свойства. В процессе изготовления образцов и полуфабрикатов из ПКМ возникают дефекты. К производственным дефектам относятся такие, которые возникают в процессе производства собственно изделий из ПКМ или в процессе изготовления его составляющих. По величине дефекты разделяют на три группы: микро-, мини- и макродефекты [5]. К микродефектам относятся дефекты, размеры которых соизмеримы с размерами армирующих волокон:

- трещины, включения, пустоты и другие аномалии формы;
- дефекты матрицы в промежутках между элементарными волокнами;
- дефекты на поверхности раздела «волокно–матрица».

Минидефекты – это дефекты, размеры которых на порядок и более превышают микродефекты; в основном это – нарушение геометрической формы: крутка, искривления, разориентация волокон, мелкие риски, царапины, вмятины, обрыв отдельных нитей, жгутов или групп элементарных волокон.

Макродефекты – это трещины, пересекающие слои вглубь (надрезы), раковины, вмятины на поверхности ПКМ, дефекты, носящие ударный характер [6, 7].

При эксплуатации изделий из ПКМ наблюдается тенденция перехода микродефектов в макродефекты, поэтому с помощью неразрушающего контроля необходимо обнаруживать микродефекты. Наиболее распространенным дефектом в ПКМ является пористость. Причины ее возникновения могут быть самыми разными и зависят от технологии создания ПКМ. Физически пористость представляет собой пустоты разного размера, образовавшиеся по причине остатков захваченного при изготовлении препрегов воздуха и летучих продуктов или из-за присутствия влаги в связующих и наполнителях [8]. Наличие пористости ухудшает прочностные свойства материала. Для достижения оптимальных характеристик при использовании композитов из углепластика необходимо обеспечение низкой пористости материала, поскольку существует прямая корреляция между пористостью и механическими свойствами, такими как устойчивость к сжатию и прочность при межслойном сдвиге, а также величина модуля упругости [8]. Решение задачи обеспечения качества и надежности изделий из ПКМ авиационного и космического назначения, эксплуатируемых в экстремальных условиях, возможно только в результате применения современных эффективных методов контроля, к которым относятся гидростатическое взвешивание, травление и выжигание.

Для этого применяют как стандартные методы, перечисленные ранее, так и более технологичные методы неразрушающего контроля. У этих методов существуют как преимущества, так и недостатки. Так, их общим достоинством является простота выполнения исследования и отсутствие необходимости в дорогостоящем испытательном оборудовании. Методы химического травления (для углепластиков) и выжигания (для стеклопластиков) позволяют получать результаты измерений с достаточной точностью. Однако использование концентрированных кислот при химическом травлении накладывает ограничения на использование этого метода, а способ выжигания не обеспечивает достаточную точность при измерении пористости углепластиков. Метод гидростатического взвешивания наиболее прост, но его точность меньше, чем у выжигания для стеклопластика и травления для углепластика. Кроме того, указанные методы

определения объемной доли пор (ОДП) в ПКМ приводят к разрушению испытываемого материала, а их точность теоретически не превышает 0,5–0,7 %.

Неразрушающий контроль, а именно акустические методы для оценки качества образцов и изделий из ПКМ – универсальны и применимы для крупногабаритных изделий. Как показал опыт применения акустического неразрушающего контроля, этот метод при оценке пористости обладает невысокой точностью. Полученная погрешность ультразвуковых измерений пористости составляет до $\pm 0,7$ %, т. е. даже для беспористого материала можно получить результат измерения величины объемной доли пор 0,7 % [9].

Материалы и методы

Рентгеновская компьютерная томография для контроля образцов из ПКМ

Наиболее эффективным является метод рентгеновской компьютерной томографии (РКТ), который позволяет получать информацию не только о суммарной плотности отдельных областей объекта исследования, находящихся на пути прохождения пучка рентгеновского излучения (как в обычной рентгенографии), но и о пространственном распределении этих плотностей. В процессе проведения РКТ получают набор проекций исследуемого объекта, который посредством современных средств компьютерной визуализации преобразуется в трехмерное томографическое изображение, позволяющее провести детальный анализ плотности объекта в различных направлениях. По сравнению с традиционной рентгенографией метод РКТ различает гораздо менее контрастные детали, т. е. он обладает на порядок лучшей контрастной чувствительностью.

Преимущества перед акустическими методами очевидны. Во-первых, при проведении РКТ выполняется реконструкция трехмерного изображения объекта исследования с возможностью анализа внутренней структуры и поверхности. Во-вторых, РКТ позволяет проводить исследования образцов из ПКМ на разной стадии отверждения для установления механизма развития пористости. В-третьих, оценка объемной доли пор посредством РКТ (помимо ее количественных значений) позволяет проводить морфологический анализ с установлением распределения по размерам и координатам расположения пор, что невозможно сделать с помощью акустических методов неразрушающего контроля.

Факторы, потенциально влияющие на точность оценки объемной доли пор в образцах из ПКМ, по результатам РКТ можно разделить на три области [10, 11]:

- параметры томографического сканирования объекта контроля;
- параметры реконструкции изображения;
- анализ томограммы и оценки доли пор.

В данной статье приведены результаты томографических исследований образцов из ПКМ на предмет обнаружения и оценки объемной доли пор в образце и точности полученных результатов. Все исследования проведены с использованием томографа North Star Imaging X50000.

К параметрам томографического сканирования относят схему сканирования (сканирование в конусном пучке, спиральное сканирование), настройки рентгеновской трубки (ток, напряжение, размер фокусного пятна), предварительную фильтрацию на рентгеновской трубке, геометрию сканирования (коэффициент геометрического увеличения и результирующий размер вокселя), количество проекций, а также параметры детектора (время кадра, количество кадров на проекцию, усиление, свойства самого детектора) [12, 13]. При исследовании образцов применен метод сканирования в конусном пучке, схема которого приведена на рис. 1.

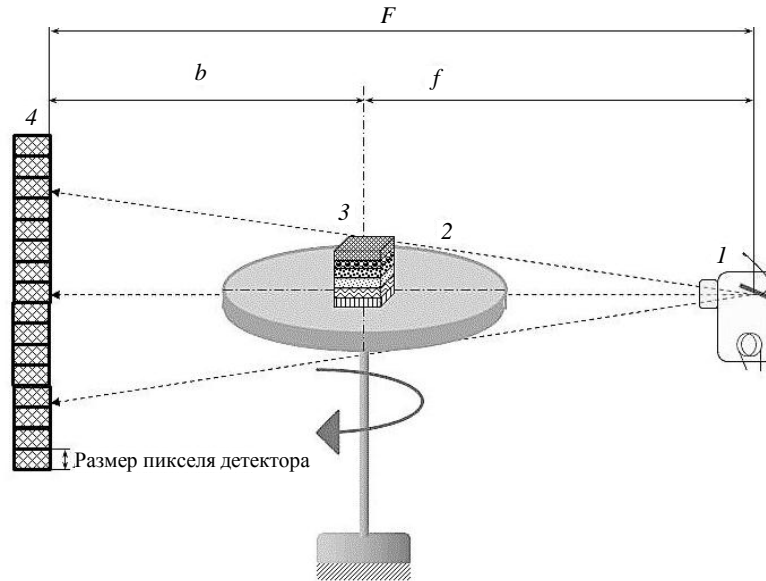


Рис. 1. Схема сканирования образцов из полимерного композиционного материала (ПКМ) в конусном пучке на томографе North Star Imaging X50000: 1 – излучатель; 2 – поворотный стол; 3 – образцы из ПКМ; 4 – детекторная система

Параметры реконструкции изображения. Реконструкция изображения заключается в создании 3D-изображения внутренней структуры объекта контроля с применением различных математических алгоритмов, предусмотренных программным обеспечением системы РКТ [14].

Анализ томограммы и оценка доли пор представляет собой процесс обработки томографических данных с использованием различных математических алгоритмов, в том числе алгоритмов выделения и распознавания областей, содержащих поры [15].

По результатам проведения РКТ информация о внутренней структуре исследуемого объекта представляется в виде трехмерного массива, составленного из объемных элементов – вокселей (от англ. voxel – volumetric pixel). Каждый воксель характеризуется некоторым значением (уровнем серого), полученным путем восстановления величины ослабления излучения некоторым малым объемом исследуемого объекта в соответствии с определенным математическим алгоритмом.

Вычисление объемной доли пор в образце по результатам РКТ осуществляется по формуле

$$V = \frac{\sum V}{V_{\text{и.о}}} \cdot 100 \%,$$

где $\sum V$ – сумма объемов пор, равная сумме объемов всех вокселей, которые по величине серого отнесены к дефектным, мм^3 ; $V_{\text{и.о}}$ – объем исследуемого образца (и.о), равный сумме объемов всех вокселей, расположенных внутри и на поверхности образца, мм^3 .

Исходя из вышеприведенной формулы, очевидно, что на точность результатов оценки величины объемной доли пор влияет в первую очередь алгоритм классификации вокселей как дефектных.

Поры в ПКМ представляют собой полости, заполненные воздухом или газом, следовательно, значение уровня серого в зоне поры должно быть равно уровню серого воздуха или фона. На практике, в зависимости от размера поры, разрешения и величины шума томографических данных, уровень серого в области пор может незначительно отличаться от уровня серого вокселей материала. В этом случае требуется обработка

изображения, основными приемами которой являются сегментация и морфологический анализ изображений [16, 17].

Сегментация – это процесс разделения цифрового изображения на несколько сегментов (множество вокселей, так называемых супервокселей) с целью упрощения или изменения изображения таким образом, чтобы его было проще и легче анализировать. Сегментацию изображений обычно используют для того, чтобы выделить объекты и границы (линии, кривые) на изображениях. В результате сегментации на изображении выделяются области, в которые объединяются воксели (пиксели) по выбранным признакам. Существует несколько подходов при сегментации серых полутоновых изображений. При анализе томографических данных наиболее применим пороговый метод, в котором для отнесения вокселя к группе «пора» используется информация только об уровне серого, выше которого все воксели относятся к категории «материал».

Начальные точки или ядра определяются пользователем вручную или автоматически (по алгоритму). При проведении исследования объемной доли пор и анализе полученных томограмм применен алгоритм сегментации только по пороговому значению: «пора/воздух»–«материал» [18].

Анализ полученных в процессе исследования томограмм проводили, ограничиваясь пороговым методом сегментации и без проведения морфологического анализа.

Результаты и обсуждение

Проведение экспериментальных исследований

Для исследования использованы образцы углепластика толщиной приблизительно 1–2 мм и сечением 10×10 мм с разной долей объемной пористости, заранее не известной. Исследования проводили на томографе North Star Imaging X50000. Результаты анализа томограмм показали разное значение объемной доли пористости. На рис. 2 приведены сечения томограмм в поперечном разрезе образцов углепластика с величиной ОДП от 0 до 5 %. Размер, форма и положение пор изменяются в зависимости от сечения. В образцах с низкой ОДП их форма в основном сферическая, тогда как в образцах с пористостью ≥ 3 % поры становятся плоскими и более крупными и распределены неоднородно.

Если рассматривать объемное распределение пор, то в определенных слоях наблюдается высокая плотность расположения пор, а в других слоях поры практически отсутствуют. Все изображения, показанные на рис. 2, представляют собой распределение серого разного уровня по сечению образца.

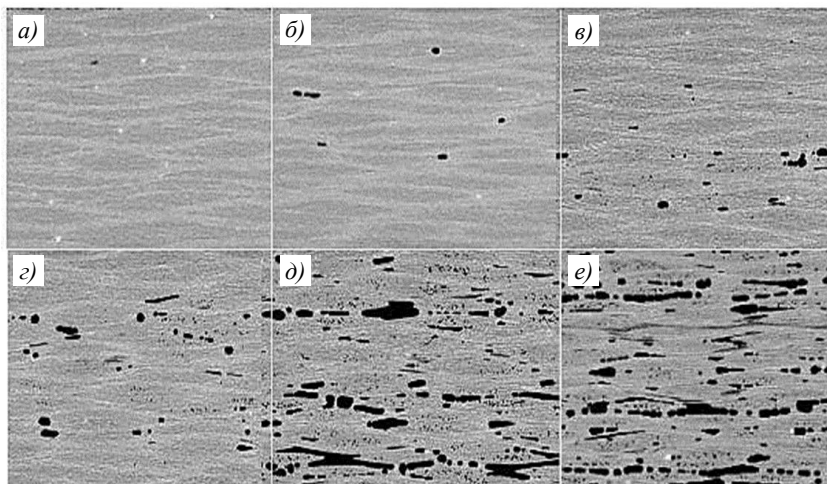


Рис. 2. Изображения поперечного сечения томограмм образцов углепластиков с величиной объемной доли пор: ~0 (а); ~0,15 (б); ~0,35 (в); ~0,9 (г); ~3,50 (д) и ~5 % (е)

Статистику по уровню серого всех вокселей томограммы программного обеспечения для обработки и анализа томографических данных можно получить в виде гистограммы: количество вокселей в зависимости от уровня серого (рис. 3). На гистограмме она показана двумя гауссовыми кривыми (1 и 2). Кривая 1 показывает распределение серого, соответствующее «материалу». В терминах математической статистики ее максимум соответствует математическому ожиданию, а дисперсия показывает разброс уровней серого, относящихся к материалу. Кривая 2 соответствует распределению уровней серого, соответствующего фону или «порам». Дисперсия кривой 2 соответствует разбросу уровней серого, относящемуся к порам. Для того чтобы разделить области «пора–материал», необходимо установить порог по уровню серого, выше которого по уровню серого – это «материал», ниже – «пора».

Анализ гистограммы показывает разное распределение серого, соответствующее элементам образца («материала») и воздуха («поры»). Порогом или пороговым уровнем является величина уровня серого, с которой сравнивается яркость каждого вокселя томограммы. По результатам сравнения яркости вокселей с порогом «пора–материал» занимаемый ими объем позволяет определить, к какой категории они относятся: «поры/воздух» либо «материал».

Существует несколько вариантов определения порога Th в бинарной сегментации полутоновых томографических изображений. Рассмотрим, что приводит к снижению точности оценки ОДП в образцах углепластика и как выбрать порог Th.

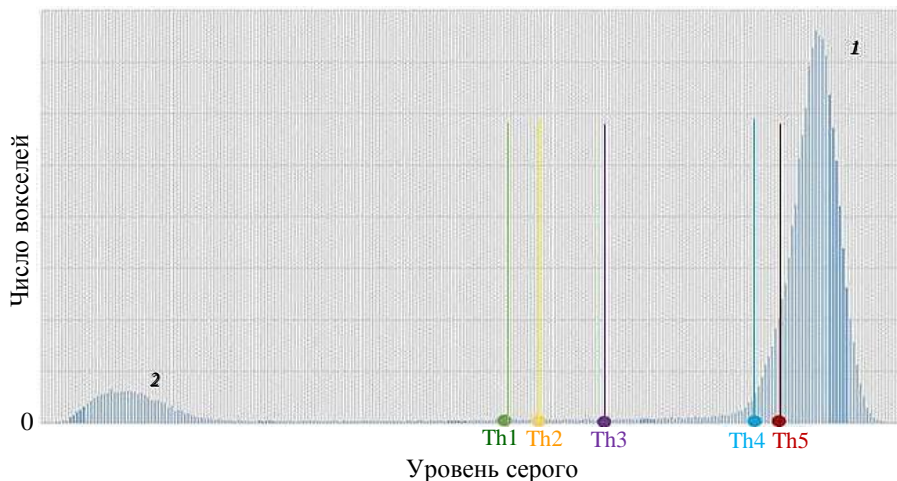


Рис. 3. Гистограмма уровней серого (гауссовы кривые 1 и 2) томограммы образца углепластика и расчетные значения порога Th при вычислении объемной доли пор (все воксели с уровнем серого левее порогового значения будут классифицированы как поры)

Определенным образом выбраны пять значений порога Th1–Th5 (рис. 3). Рассмотрим, что влияет на точность оценки ОДП при анализе томограммы.

Размер вокселя. Минимальный детектируемый элемент внутренней структуры не может быть меньше размера вокселя. Размер вокселя определяет размер минимальной поры, которая может быть выявлена, – это один из основных параметров сканирования. Собственно размер вокселя определяется размером пикселя детектора и величиной коэффициента увеличения k (соотношение расстояния от анода рентгеновской трубки до детектора (F) к расстоянию от анода рентгеновской трубки до оси вращения предметного стола томографа ($F - b$)): $k = \frac{F}{F - b}$ (рис. 1).

Проведены исследования образцов с малым ($\sim 0,1\%$) и высоким ($\sim 2,5\%$) значением ОДП, в процессе которых варьировали лишь величину вокселя. Далее при вычислении значений объемной доли пор применяли различные пороговые значения сегментации. Результаты оценки величины ОДП в образцах приведены на рис. 4. Отметим, что при различных значениях порога сегментации точность оценки различается.

Наиболее стабильные результаты получены при использовании порогов Th2 и Th3, наибольший разброс результатов измерений в зависимости от размера вокселя наблюдается при использовании порога Th4.

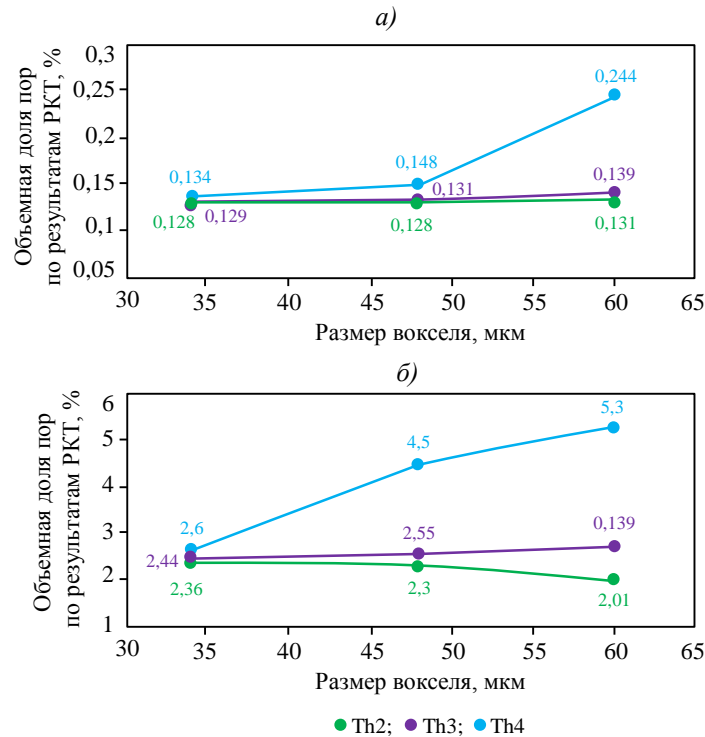


Рис. 4. Влияние размера вокселя и алгоритма сегментации на результаты оценки объемной доли пор в образцах углепластика с пористостью $\sim 0,1$ (а) и $\sim 2,5\%$ (б)

Фильтр. Для того чтобы спектр излучения был более однородным, у окна рентгеновской трубки устанавливают фильтр, который поглощает фотоны с низкой энергией, что уменьшает наличие артефактов (ошибок). Материал и толщину фильтра подбирают в зависимости от энергии излучения и толщины и плотности исследуемого образца. Если толщина фильтра и плотность его материала велики, то происходит поглощение значительной дозы первоначального излучения, что приводит к снижению уровня сигнала и уменьшению контраста томографического изображения – уменьшается контраст между дефектной и бездефектной зонами. Следствием этого является снижение точности оценки ОДП в образцах из углепластика. На рис. 5 приведены результаты оценки ОДП в образце из углепластика при различной толщине и разных материалах фильтров излучения.

Количество проекций. При томографическом исследовании количество проекций определяет точность воспроизведения объекта контроля: чем больше проекций, по которым производится реконструкция изображения, тем выше соответствие между объектом контроля и его томографическим изображением. Однако чрезмерное количество проекций увеличивает продолжительность контроля, недостаточное же количество проекционных данных приводит к потере информации.

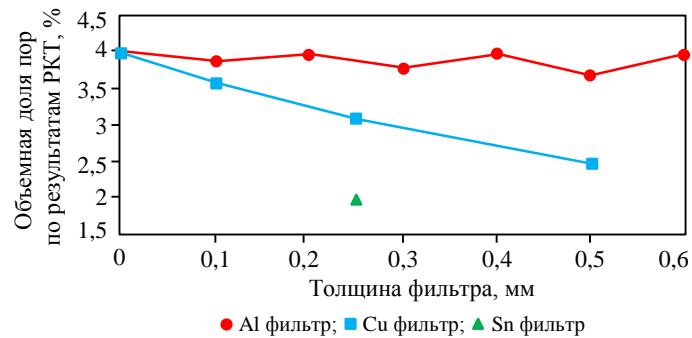


Рис. 5. Объемная доля пор в образце углепластика, измеренная при сканировании с применением фильтров излучения различной толщины и из разных материалов

Для исключения потери информации об исследуемом образце, количество проекций можно рассчитать, умножив ширину проекции образца в пикселях на число π . Следовательно, сокращение числа проекций меньше значений $\pi \cdot L$ приводит к снижению точности при оценке ОДП по результатам РКТ. Величина L представляет собой количество пикселей на горизонтальной линии между крайними точками проекции образца. На рис. 6 показано, как меняется ОДП в образце углепластика, измеренная при сканировании с различным количеством проекций.

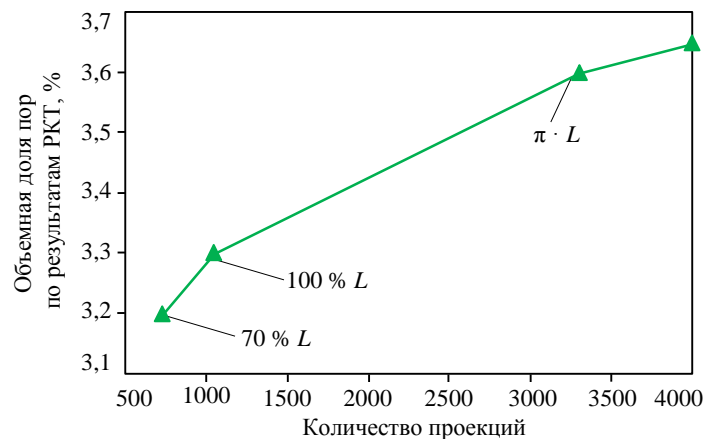


Рис. 6. Объемная доля пор в образце углепластика, измеренная при сканировании с различным количеством проекций (L – количество пикселей по ширине проекции)

Заключения

Методом РКТ проведено исследование образцов и ПКМ с различной ОДП на томографе North Star Imaging X50000 и получены их 3D-изображения.

Установлено, что наибольшее влияние на точность определения ОДП оказывают такие параметры, как величина глобального порога сегментации томографических данных, размер вокселя томограммы, количество проекций при сканировании и применяемый фильтр излучения.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения и цифровые технологии их переработки // Вестник Российской академии наук. 2020. Т. 90. № 4. С. 331–334.
2. Иванова Д.А., Ситникова А.И., Шляпина С.Д. Композиционные материалы: учеб. пособие для вузов. М.: Юрайт, 2019. С. 13–15.

3. Каблов Е.Н., Сагомонова В.А., Сорокин А.Е., Целикин В.В., Гуляев А.И. Исследование структуры и свойств полимерного композиционного материала с интегрированным вибропоглощающим слоем // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2020. № 3. С. 2–9.
4. Каблов Е.Н., Старцев В.О. Системный анализ влияния климата на механические свойства полимерных композиционных материалов по данным отечественных и зарубежных источников (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2018. № 2 (51). С. 47–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-47-58.
5. Троицкий В.А., Карманов М.Н., Троицкая Н.В. Неразрушающий контроль качества композиционных материалов // Техническая диагностика и неразрушающий контроль. 2014. № 3. С. 20–33.
6. Воробей В.В., Маркин В.Б. Классификация дефектов в слоистых композитах // Контроль качества изготовления и технология ремонта композитных конструкций. Новосибирск: Наука, 2006. С. 20–25.
7. Карташова Е.Д., Муйземнек А.Ю. Технологические дефекты в полимерных слоистых композиционных материалах // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Технические науки. 2017. № 2 (42). С. 79–89.
8. Бойчук А.С., Диков И.А., Генералов А.С. Повышение чувствительности и разрешающей способности ультразвукового неразрушающего контроля монолитных образцов из ПКМ с использованием фазированных решеток // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 3 (56). С. 83–88. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-83-88.
9. Чертищев В.Ю. Оценка вероятности обнаружения дефектов акустическими методами в зависимости от их размера в конструкциях из ПКМ для выходных данных контроля в виде бинарных величин // Авиационные материалы и технологии. 2018. № 3 (52). С. 65–79. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-65-79.
10. Kruth J.P., Bartscher M. Computed tomography for dimensional metrology // CIRP Annals – Manufacturing Technology. 2011. No. 60. P. 821–842.
11. Демидов А.А., Михайлова Н.А., Крупнина О.А. Оценка объемной доли пористости в образцах из полимерных композиционных материалов методом рентгеновской компьютерной томографии // Цифровые технологии, моделирование и автоматизация процессов неразрушающего контроля в аэрокосмической отрасли. Проблемы и перспективы внедрения: материалы XIII Всерос. конф. по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат» (г. Москва, 12 февр. 2021 г.). М.: ВИАМ, 2021. С. 114–132.
12. Крупнина О.А., Косарина Е.И., Демидов А.А., Турбин Е.М. Выбор режимов и параметров контроля объектов авиационной техники методом цифровой радиографии // Комментарии к стандартам, ТУ, сертификатам: ежемесячное приложение к журналу «Все материалы. Энциклопедический справочник». 2017. № 8. С. 50–51.
13. Косарина Е.И., Демидов А.А., Михайлова Н.А., Смирнов А.В. Теоретические аспекты при создании электронных эталонных рентгеновских снимков, содержащих количественную информацию // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 4 (57). С. 87–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-87-94.
14. Симонов Е.Н., Кузнецов К.Н. Реконструкция объемных изображений рентгеновской компьютерной томографии с применением голографических методов // Вестник ЮУрГУ. Сер.: Компьютерные технологии, управление, радиоэлектроника. 2013. Т. 13. № 3. С. 77–81.
15. Виноградова А.А., Казначеева А.О., Мусалмов В.М. Фрактальный анализ томограмм головного мозга // Известия вузов. Сер.: Приборостроение. 2013. Т. 56. № 12. С. 14–19.
16. Гонсалес Р., Вудс Р. Сегментация (обработка изображений) // Цифровая обработка изображений. 3-е изд., испр. и доп. М.: Техносфера, 2012. С. 860–865.
17. Чуличков А.И., Пытьев Ю.П., Фаломкина О.В., Зубюк А.В. Методы морфологического анализа данных и их приложения // Ученые записки физического факультета Московского университета. 2017. № 4. URL: <http://uzmu.phys.msu.ru> (дата обращения: 30.03.2021).
18. Kato M., Takahashi M. Evaluation of porosity and its variation in porous materials using micro-focus x-ray computed tomography considering the partial volume effect // Materials Transactions. 2013. No. 9. P. 1678–1685.