

РЕНТГЕНОТОМОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ОБЪЕМНОЙ ДОЛИ ПОР В ОБРАЗЦАХ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ. СКАНИРОВАНИЕ И РЕКОНСТРУКЦИЯ ТОМОГРАФИЧЕСКИХ ДАННЫХ

©2021 г. А.А. Демидов^{1,*}, О.А. Крупнина^{1,**},
Н.А. Михайлова^{1,***}, Е.И. Косарина^{3,****}

¹ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ, Россия 105005 Москва, ул. Радио, 17

E-mail: *lagazz@yandex.ru; **Fess.m.d@gmail.com; ***natsavv@inbox.ru; ****ekaterina-kosar@mail.ru

Поступила в редакцию 03.06.2021; после доработки 14.07.2021

Принята к публикации 29.07.2021

Представлено описание проведенных рентгеномографических исследований образцов из полимерных композиционных материалов с целью количественного определения объемной доли пор. Томографические исследования включают два этапа: сканирование и реконструкция изображения. На первом этапе применен метод субпиксельного сканирования, повышающий разрешающую способность изображения. При реконструкции изображения применены корректировки, предусмотренные в программном обеспечении томографа. Результаты оценки объемной доли пор, полученные при субпиксельном и цилиндрическом сканировании, показали их полную сходимость.

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

DOI: 10.31857/S0130308221090050

1. ВВЕДЕНИЕ

Современные технические средства широко используют полимерные композиционные материалы (ПКМ), привлекательность которых состоит в том, что по своим прочностным, упругим, теплостойким и другим свойствам превосходят традиционные конструкционные материалы. Для внедрения ПКМ нового поколения в элементы авиационных конструкций, работающих в экстремальных условиях, необходимо помимо организационных мер обеспечения их производства и внедрения [1], выполнение высоких требований их качества [2]. Дефекты в ПКМ возникают на любой стадии производственного процесса из-за нарушений и отклонений технологии. Наиболее частыми и опасными дефектами являются макродефекты: трещины, расслоения, непроклеи. Для их обнаружения используют акустические методы неразрушающего контроля [3, 4]. Кроме макродефектов в ПКМ присутствуют дефекты микроструктуры: поры (зоны повышенной пористости). Они возникают по причине отклонения оптимального соотношения матрицы и армирующего наполнителя при формировании, нарушения ориентации волокон и образования складок, и все это, в конечном счете, ухудшает прочность [4]. Появление пор может быть связано с наличием влаги в связующем или нарушением нагрева, низким давлением. Поры являются концентраторами напряжений в матрице при внешнем воздействии на конструкцию или наличием внутренних остаточных напряжений, предпосылкой образования трещин в матрице или вдоль границы раздела «волокно—матрица» [5—7]. Наличие пористости ухудшает характеристики матрицы. По данным [8, 9] пористость 1 % снижает прочность до 15 %, а усталостную долговечность — на 50 %.

Основными видами неразрушающего контроля ПКМ, в частности на обнаружение пор, являются: акустический, радиационный, тепловой и оптический [10, 11]. Индикации применяемых видов неразрушающего контроля (НК) в основном качественные: они определяют наличие или отсутствие дефекта. Одной из проблем качества ПКМ является оценка объемной доли пор, содержащейся в материале [12]. Для получения количественных данных о порах в лаборатории неразрушающих методов контроля ФГУП «ВИАМ» проведены исследования оценки объемной доли пор методом рентгеновской компьютерной томографии.

2. ПРОВЕДЕНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ

2.1. Условия сканирования объектов для получения томограмм

Как известно, одним из показателей качества ПКМ является отсутствие пористости. На точность оценки объемной доли пор в образцах из ПКМ по результатам РКТ влияют три фактора:

параметры томографического сканирования объекта контроля;

параметры реконструкции изображения;

методика анализа томограммы и вычисления доли пор.

Вычисление объемной доли пор V , %, в образце по результатам РКТ осуществляется по следующей формуле:

$$V = \frac{\sum V_{\text{деф}}}{V_{\text{мат}}} \cdot 100 \%,$$

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

При определении точности результатов измерений, необходимо знать истинное значение измеряемой величины. В случае оценки значения объемной доли пор не существует метода, который бы дал ее истинное значение для конкретного образца. В качестве решения данной задачи было решено вместо истинного использовать действительное значение, определяемое по результатам измерений ОДП при анализе томограммы ИО, полученной с размером вокселя не более 15 мкм, с учетом малого объема ИО (не более 300 мм^3) [13].

Для достижения высокого пространственного разрешения томографических данных было применено субпиксельное сканирование (Subpix).

Метод субпиксельного сканирования в рентгеновской компьютерной томографии (РКТ)

Исходными данными для реконструкции томограммы является набор проекционных цифровых изображений ИО. Детализация проекционных изображений зависит от размера пикселя матрицы детектора и коэффициента геометрического увеличения: чем меньше размер пикселя, тем выше пространственное разрешение изображения. С другой стороны, чем крупнее пиксель, тем больше количество собираемых им фотонов рентгеновского излучения, тем выше чувствительность детектора к излучению, тем выше отношение сигнал/шум (ОСШ). Большинство производителей систем для промышленной компьютерной томографии добавляют программно-аппаратный функционал, позволяющий повысить пространственное разрешение томографических данных путем смещения детектора на субпиксельное расстояние по вертикали и горизонтали. Смещение детектора позволяет создать 4 изображения на каждую проекцию, которые после совмещения позволяют получить конечное изображение с повышенным пространственным разрешением. Описание этого метода приведено в работах [14—16], оно касается обработки оптических изображений. В работах не приводится влияние различных факторов на точность воспроизведения изображений, тем более рентгеновских. Сущность метода субпиксельного сканирования заключается в следующем: одно и то же изображение проецируется четыре раза на одну и ту же матрицу детектора размером $m \times n$ пикселей (m — строки; n — столбцы), причем проецирование проводится со смещением детектора на половину пикселя [15]. Схема экспонирования представлена на рис. 1.

В результате обработки проекционных данных получают итоговое изображение с пространственным разрешением в два раза выше, чем на матрице с одним экспонированием без смещения.

Пусть изображение дефекта занимает частично и полностью всего девять пикселей (рис. 2а). Уровень серого в каждом из пикселей соответствует части площади дефекта, который он занял на данном пикселе. При сканировании в конусном пучке на матрице получаем изображение, представленное позицией (а), будем считать это нулевым положением. Для повышения разрешающей способности изображения применяем способ субпиксельного сканирования (SubPix). При смещении детектора вниз на расстояние, равное $d = l/2$, на матрице получаем новое изображение, обозначенное позицией (рис. 2б). При смещении детектора вправо, относительно положения б на величину $d = l/2$, новое изображение на матрице соответствует рисунку, обозначенному позицией (рис. 2в). При смещении детектора вверх, относительно положения (в), получаем еще одно новое изображение (рис. 2г). При сложении четырех изображений по определенному алгоритму (SubPix), заложенному в ПО томографа, получаем изображение дефекта, состоящее из «малых» пикселей; их размеры в два раза меньше исходных [16, 17].

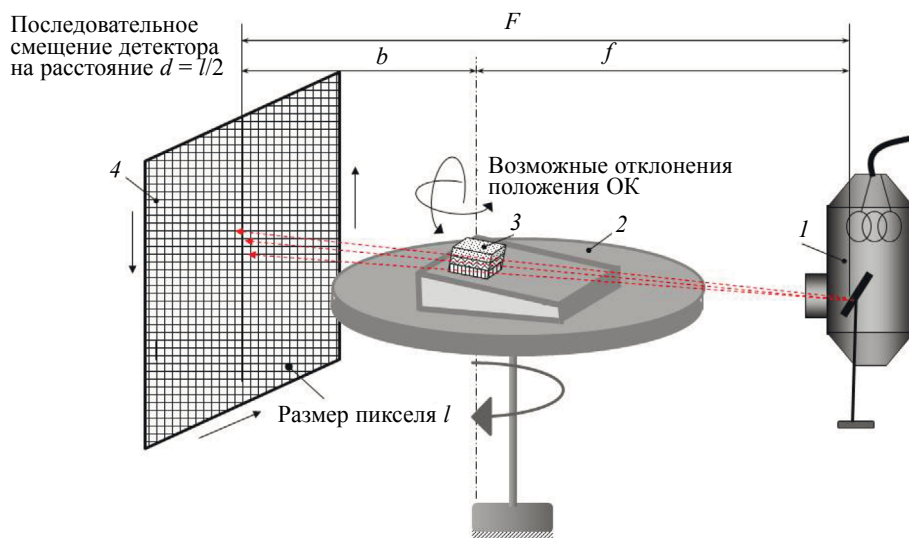


Рис. 1. Схема получения массива данных при субпиксельном сканировании:
1 — излучатель; 2 — поворотный стол; 3 — образцы из ПКМ; 4 — детекторная система.

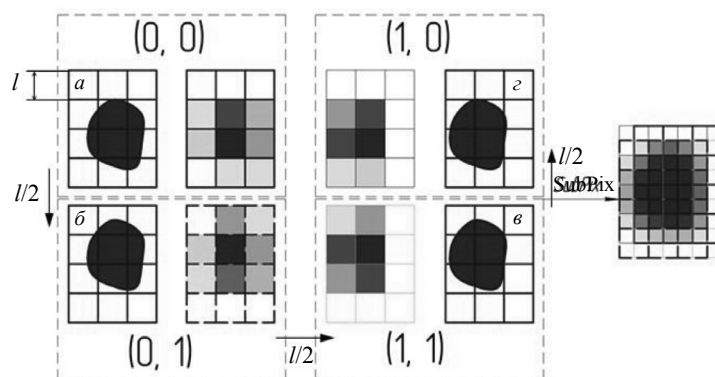


Рис. 2. Этапы субпиксельного сканирования для повышения пространственного разрешения цифрового изображения.

2.2. Проведение экспериментов

Образцы для проведения исследований выполнены из ПКМ, изготовленного двумя разными способами (табл. 1). Каждый исследуемый материал представлен шестью образцами. Значения напряжения и тока трубки определялись таким образом, чтобы создать сигнал на детекторе в диапазоне 20—80 % и обеспечить минимальный размер фокусного пятна.

Таблица 1

Способ изготовления ПКМ для образцов

Способ изготовления ПКМ	Номера образцов, из материалов, изготовленных разными способами
ПКМ на основе 3 слоев углеродной ткани марки ВТкУ-2.200 и 4 слоев стеклоткани марки Т-25(ВМП)-78, изготовленный методом вакуумной инфузии	1.1; 1.2; 1.3; 1.4; 1.5; 1.5; 1.6
ПКМ на основе 3 слоев углеродной ткани марки ВТкУ-2.200 и 4 слоев стеклоткани марки Т-25(ВМП)-78, изготовленный методом пропитки под давлением	2.1; 2.2; 2.3; 2.4; 2.5; 2.5; 2.6

В случае сканирования Subpix эти параметры выше, так как был использован алюминиевый фильтр, который отсекает низкоэнергетическую часть спектра рентгеновского излучения, что

позволяет снизить шум, уровень которого выше для сканирования Subpix, чем для цилиндрического сканирования.

Размер фокусного пятна в совокупности с коэффициентом геометрического увеличения определяют размер вокселя томограммы, а также нерезкость изображения. Усиления сигнала детектора и время накопления кадра выбраны таким образом, чтобы обеспечить уровень сигнала в диапазоне 20—80 % с минимальным уровнем шумов.

2.3. Реконструкция томографического изображения

Рентгеновский компьютерный томограф представляет собой сложную систему, состоящую, в том числе, из механических подвижных узлов. Несмотря на то, что перемещения осуществляются с достаточно высокой точностью, все же существуют отклонения, которые, даже в допустимых пределах, могут привести к недопустимым неточностям при реконструкции [18, 19].

Для первичной (грубой) оценки фактического положения оси вращения (оси реконструкции) применяют специальный комплект образцов. Каждый образец представляет собой цилиндр из полимерного материала с отверстиями, в который запрессованы сферы. Расстояния между сферами в калибровочных образцах в зависимости от их типоразмеров составляют 0,762; 5,00; 15,00 мм соответственно. Для образца выбранного, в зависимости от геометрии сканирования, необходимо получить 60 проекционных снимков при вращении на 360° с шагом 10° соответственно. Далее по положению сфер на всех проекциях можно с точностью до нескольких пикселей вычислить положение оси вращения при сканировании (рис. 3).

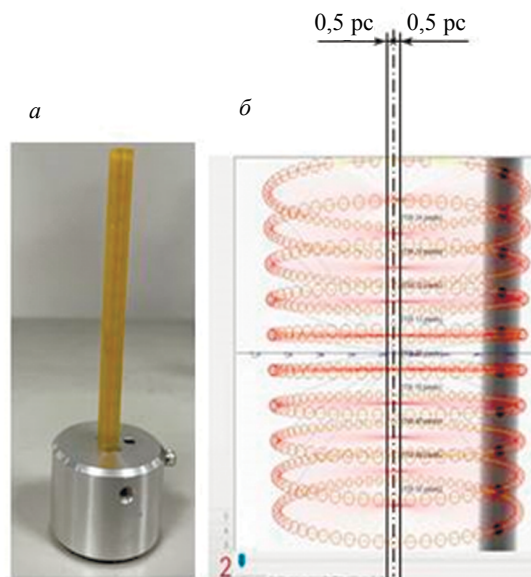


Рис. 3. Внешний вид (а) и томограмма (б) калибровочного образца.

В процессе реконструкции томографических изображений (посредством ПО — ReferenceX) происходит точное определение положения оси вращения (оси реконструкции) (рис. 4).

В ПО для реконструкции предусмотрена возможность программной корректировки артефакта, связанного с изменением энергетического состава спектра излучения при прохождении излучения через вещество. Источником излучения является рентгеновская трубка, на выходе которой рентгеновское излучение имеет достаточно широкий энергетический спектр. Ослабление излучения при взаимодействии его с материалом ИО происходит неодинаково для составляющих спектра [20]. В первую очередь ослабляются фотоны с низкой энергией. Таким образом, при прохождении излучения через ИО его спектр по своему составу становится более однородным с преобладанием фотонов высокой энергии, которые ослабляются материалом ИО в меньшей степени, следовательно, интенсивность на детекторе увеличивается. В результате в регистрируемых точках значения коэффициентов ослабления сильно отличаются от действительных. Существуют различные мето-

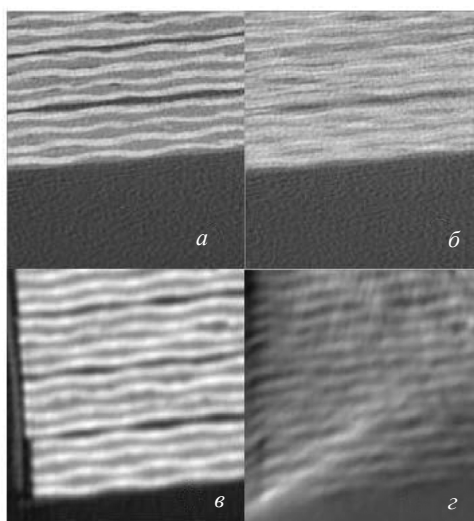


Рис. 4. Реконструированный слой ИО при разном значении опорной координаты x : a — оптимальное значение x ; b — неоптимальное значение x ; v, z — реконструированный слой ОК при разном коэффициенте жесткости рентгеновского излучения (v — 0,25; z — 3,75).

ды коррекции этого явления. Одним из таких является фильтрация излучаемого спектра фильтров, размещенных у окна рентгеновской трубки.

Фильтр представляет собой алюминиевую пластину, толщина которой зависит от того, насколько необходимо уменьшить ширину излучаемого спектра. Фильтрующая пластина поглощает часть зондирующего излучения, уменьшая ширину спектра. Однако с уменьшением интенсивности пучка, уменьшается и отношение сигнал—шум. Главный же недостаток метода состоит в том, что если фильтр недостаточно толстый, то эффект увеличения жесткости излучения все равно наблюдается на реконструированных изображениях [21]. В ПО томографа предусмотрен другой способ корректировки этих артефактов, который заключается в математической коррекции гистограммы. Коррекция задается соответствующим коэффициентом. Экспериментально установлено, что негативные эффекты, вызванные неравномерностью спектрального состава пучка рентгеновского излучения, минимальны при значении коэффициента коррекции 0,25. На рис. 4*в* показаны сечения образца при правильном коэффициенте коррекции и при заведомо неверном 3,75 (рис. 4*z*).

После проведения всех коррекций были реконструированы трехмерные изображения исследуемых образцов. Для каждого из двенадцати исследуемых образцов были получены две томограммы при субпиксельном с размером вокселя 15 мкм и одиночном цилиндрическом сканировании с размером вокселя 31 мкм.

Оценка объемной доли пор

Для оценки объемной доли пор в исследуемых образцах использовали специализированное ПО VG Studio Max 3.4.

VG Studio Max 3.4. позволяет проводить анализ полученного трехмерного изображения: определение поверхности образца (Advanced Surface Determination); статистический анализ уровней серого (Gray value analysis); модуль поиска пор/включений (Porosity/Inclusion Analysis).

Анализ проводился с помощью порогового метода, где для назначения вокселя к группе «пора» используется информация только об уровне серого, выше которого все воксели относятся к категории «материал». Пороговое значение получали путем вычитания из среднего значения уровня серого S_0 (Mean gray value), соответствующего материалу величину 5σ , где σ — стандартное отклонение (standard deviation of gray value). Таким образом, алгоритм поиска отмечает все воксели с уровнем серого ниже значения $S_0 - 5\sigma$ как дефект. Для получения значений среднего уровня серого и стандартного отклонения образцов выбирался фрагмент без дефектов и подвергался статистическому анализу с помощью модуля Gray value analysis. На рис. 5 показан фрагмент образца № 1 и результаты расчета уровней серого (рис. 6).

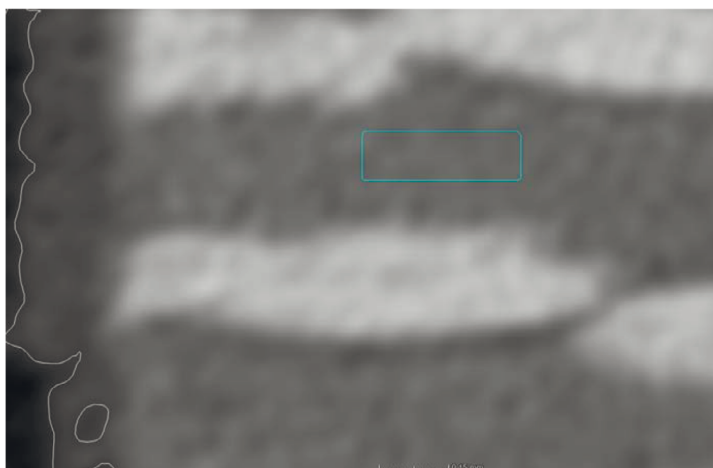


Рис. 5. Фрагмент одного из образцов из общего массива исследуемых для статистического анализа.

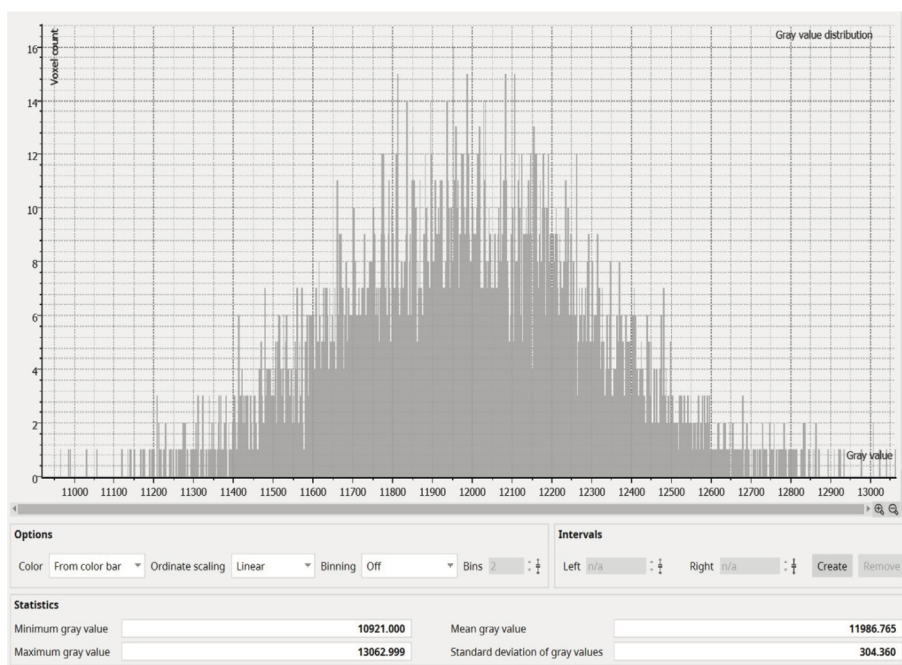


Рис. 6. Результаты статистического анализа этого образца.

Таким образом, были рассчитаны пороговые значения для томограмм всех образцов. Данные представлены в табл. 2.

На основании анализа проведенных испытаний установлено, что морфология дефектов образцов ПКМ, имеющих различный состав (наполнитель—связующее) одинакова. Это означает, что для углепластиков возможно применение как субпиксельного, так и одиночного цилиндрического сканирования. Субпиксельное (Subpix) сканирование повышает разрешающую способность изображений, но имеет низкую производительность (длительность проведения сканирования образцов в режиме Subpix и последующая их реконструкция составляет восемь часов против трех часов для одиночного цилиндрического сканирования).

Визуализация распределения пор в том же образце показана на рис. 7.

Результаты работы получены с использованием ЦКП «Климатические испытания» ФГУП «ВИАМ».

Таблица 2

Значения объемной доли пор для массива исследуемых образцов с номерами 1.1 — 2.6

Тип, номер образца	ОДП, % при разных типах сканирования		Отличие между одиночным цилиндрическим сканированием и Subpix, %
	Одиночное цилиндрическое	Subpix	
Серия образцов № 1			
1.1	0,29	0,19	0,10
1.2	2,02	1,90	0,12
1.3	1,87	1,68	0,19
1.4	0,62	0,61	0,01
1.5	0,31	0,25	0,06
1.6	1,43	1,30	0,13
Серия образцов № 2			
2.1	0,19	0,24	-0,05
2.2	0,18	0,26	-0,08
2.3	0,04	0,14	-0,1
2.4	0,06	0,25	-0,19
2.5	0,14	0,17	-0,03
2.6	0,11	0,25	-0,14

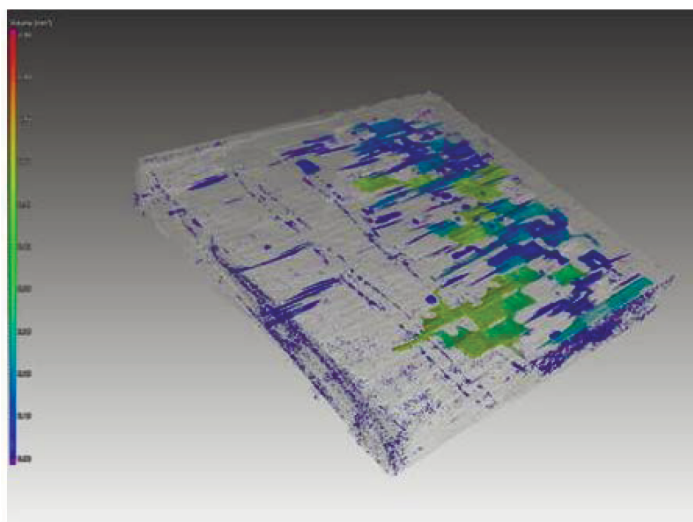


Рис. 7. Визуализация распределения пор в образце.

3. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Проведено сканирование двенадцати образцов из ПКМ, изготовленного двумя способами. Сканирование проведено в режиме Subpix и в режиме одиночного цилиндрического сканирования.

2. Показано, что субпиксельное сканирование ИО на томографе повышает разрешающую способность томографического изображения, но продолжительность реконструкции значительно увеличивается до восьми часов. При одиночном цилиндрическом сканировании продолжительность реконструкции составляет три часа, разрешающая способность ниже в два раза.

3. Реконструкция томографических изображений образцов проведена в соответствии с возможностями ПО томографа:

дана оценка правильности установки геометрических координат механических узлов сканера с использованием калибровочного образца;

проведена компенсация коэффициента жесткости излучения.

4. Получены трехмерные изображения образцов из ПКМ при субпиксельном и одиночном цилиндрическом режимах сканирования.

5. Анализ трехмерных изображений показал, что морфология дефектов образцов ПКМ, имеющих различный состав (наполнитель—связующее), одинакова.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Гуняева А.Г., Курносоев А.О., Гуляев И.Н. Высокотемпературные полимерные композиционные материалы, разработанные во ФГУП «ВИАМ», для авиационно-космической техники: прошлое, настоящее, будущее (обзор) // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2021. №1. Ст.05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 30.03.21). DOI: 7-6046-2021-0-1-43-53

2. Онищенко Г.Г., Каблов Е.Н., Иванов В.В. Научно-технологическое развитие России в контексте достижения национальных целей: проблемы и решения // Инновации. 2020. № 6 (260). С. 3—16.

3. Каблов Е.Н., Бабашов В.Г., Балинова Ю.А., Максимов В.Г. Фазовые превращения в композиционном материале с органической матрицей, наполненной волокнами диоксида циркония // Теплофизика высоких температур. 2021. Т. 59. № 1. С. 62—68.

4. Каблов Е.Н., Ефимочкин И.Ю., Большакова А.Н., Аткин О.Н. Термическая обработка композиционных материалов системы Nb-Si // Конструкции из композиционных материалов, 2020. № 3 (159). С. 14—19.

5. Иванов Д.А., Ситников А.И., Шляпин С.Д. Композиционные материалы / уч. пособие для вузов. Под ред. А.А. Ильина. М.: Юрайт, 2019. С. 13—24.

6. Душин М.И., Донецкий К.И., Караваев Р.Ю. Установление причин образования пористости при изготовлении ПКМ // Труды ВИАМ. 2016. № 6(42). С. 8.

7. Донецкий К.И., Караваев Р.Ю., Раскутин А.Е., Дун В.А. Углепластик на основе объемно-армирующей триаксиальной плетеной преформы // Труды ВИАМ. 2019. № 1. С. 7.

8. Гуняева А.Г., Сидорина А.И., Курносоев А.О., Клименко О.Н. Полимерные композиционные материалы нового поколения на основе связующего ВСЭ-1212и наполнителей, альтернативных наполнителям фирм porcher ind. и toho tenax// Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2018. № 3. Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 30.03.21).DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-18-26

9. Dilonardo Elena, Nacucchi Michele, De Pascalis Fabio, Zarrelli Mauro. High resolution X-ray computed tomography: A versatile non-destructive tool to characterize CFRP- based aircraft composite elements // Composites Science and Technology. 2020. V. 192. P. 108093. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2020.108093>

10. 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.

11. Kato M., Takahashi M. Evaluation of porosity and its variation in porous materials using microfocous x-ray computed tomography considering the partial volume effect // Materials Transactions. 2013. № 9. P. 1678—1685.

12. 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. С. 83—88. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-83-88

13. Демидов А.А., Крупнина О.А., Михайлова Н.А., Косарина Е.И. Исследование образцов из полимерных композиционных материалов методом рентгеновской компьютерной томографии и обработка томограмм с изображением объемной доли пористости // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2021. № 5. С. 105-113. DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-5-105-113

14. Косарина Е.И., Михайлова Н.А., Демидов А.А., Смирнов А.В. Теоретические аспекты при создании электронных эталонных рентгеновских снимков, содержащих количественную информацию // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 4. С. 87—94. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-87-94

15. Kalender W.A. Computed tomography: fundamentals, system technology, image, quality, applications / 2 ed. W.A. Kalender. Erlagen: Publicis Corporate Publishing, 2005. 304 p.

16. Блажевич С.В., Селюткина Е.С. Синтез матрицы двумерного изображения со сверхразрешением // Белгородский государственный университет. Научные ведомости. Серия: Математика. Физика. 2012. № 23 (142). Вып. 29. С. 431.

17. Kim M.K. Principles and techniquis of digital holographic microscopy // SPIL Reviews. 2010. V. I. P. 018005-1—018005-50.

18. *Артюшкин А.Б., Матасов Ю.Ф., Пантенков А.П.* Влияние погрешности взаимного расположения фотоматриц в устройствах, реализующих метод субпиксельного сканирования, на качество синтезируемых изображений // Системы управления, связи и безопасности. 2018. № 1. С. 109—122.
 19. *Симонов Е.Н., Кузнецов К.Н.* Реконструкция объемных изображений рентгеновской компьютерной томографии с применением голографических методов // Вестник ЮУрГУ (серия: компьютерные технологии, управление, радиоэлектроника). 2013. Т. 13. № 3. С. 77—81.
 20. *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 (УЗЗФФ). 2017. № 4. 7 с. (1740706).
 21. *Гонсалес Р., Вудс Р.* Обработка изображений / Цифровая обработка изображений. 3-е изд., испр. и доп. М.: Техносфера, 2012. С. 860—865.
-