

基于显微 CT 技术的 C/C-SiC 复合材料孔隙率测量方法

江柏红 周金帅 高晓进 江玉朗

(航天特种材料及工艺技术研究所, 北京 100074)

文 摘 提出了一种基于显微 CT 技术的测量复合材料孔隙率的新方法, 研究了 C/C-SiC 复合材料体积孔隙率测量原理, 讨论了测量区域体积对测量结果的影响。研究表明, 显微 CT 技术能够获取复合材料内部三维微观图像, 通过灰度直方图阈值分割法能够较为精确测量 C/C-SiC 复合材料体积孔隙率, 并且只有选择的测量体积范围超过一定值时才能获得较为精确的测量结果。

关键词 显微 CT, 孔隙率, 灰度直方图, 阈值分割

中图分类号: TG115.28

DOI: 10.3969/j.issn.1007-2330.2015.04.028

Porosity Measurement Method of C/C-SiC Composites Based on Micro-CT Technology

JIANG Baihong ZHOU Jinshuai GAO Xiaojin JIANG Yulang

(Research Institute of Aerospace Special Materials and Processing Technology, Beijing 100074)

Abstract A novel method for measuring the volume porosity of the C/C-SiC composites based on micro-CT technology was proposed. We first discussed the principle of this new method, and then investigated the influence of the measurement volume on its accuracy. The results showed that, using micro-CT technology, the 3D microstructures of the C/C-SiC samples in gray histogram mode were obtained. According to which, the volume porosity of the C/C-SiC samples can be determined through threshold segmentation analysis. And it was of importance to find that a critical measurement volume is needed to obtain the volume porosity with a high accuracy.

Key words Micro-CT, Porosity, Gray histogram, Threshold segmentation

0 引言

C/C-SiC 复合材料内存在大量的微米级别以上的孔洞、裂纹等孔隙特征, 研究孔隙率测量对于表征有着重要意义, 目前孔隙率测量方法有: 质量体积法、压汞法、气体吸附法、金相法以及超声检测法等^[1-2]。质量体积法操作简单, 无法得知内部孔隙分布情况, 测量精度较低。压汞法只能用来测量开口孔隙率, 测量结果与压力关系较大, 测量结果误差较大。气体吸附法只适合测量纳米级别的孔洞, 不适合孔隙尺寸较大的、比表面积较小的中低密度 C/C-SiC 复合材料。金相法测量结果与所取试样截面位置有关, 不能得到试样的体积孔隙率。上述几种方法中质量体积法、压汞法、气体吸附法均为破坏性检测方法, 无法得知材料内部孔隙的具体分布情况, 因此, 许多学者开始研究将无损检测技术应用于孔隙率测量中。北京航空材料研究院、北京航空航天大学等均开展了复合材料孔隙的超声检测方法研究^[3-4], 但该方法不适用于

多孔的 C/C-SiC 复合材料。近年来, 随着三维显微 CT 技术的发展, 成像分辨率已经达到微米级别, 能够对复合材料微观结构进行分析^[6-8], 显微 CT 技术已经可以应用于微米级别以上的多孔材料孔隙测量, 李建胜等^[9]采用显微 CT 技术研究了单张显微 CT 图像上岩石的孔径尺度及孔隙率。曹玲玉等人将工业 CT 技术应用于陶瓷复合材料的孔隙率测量^[5], 获取不同 CT 断面上的面积孔隙率。目前未见利用显微 CT 技术对复合材料内部体积孔隙率进行测量的相关报道, 因此开展显微 CT 技术测量多孔复合材料体积孔隙率十分必要。

本文对 C/C-SiC 复合材料的三维显微 CT 图像进行研究, 针对复合材料试样的三维图像特点, 提出了一种针对复合材料内部体积孔隙率测量的新方法, 并对选取体积测量区域重建对测量结果的影响情况进行了研究, 得出了孔隙率随测量区域变化的影响规律。

收稿日期: 2015-04-20

作者简介: 江柏红, 1985 年出生, 硕士, 主要从事工业 CT、X 射线检测及图像处理研究。E-mail: 13401180348@139.com

1 实验

1.1 测量原理及测量条件

三维显微 CT 技术是一种新型的采用微焦点 X 射线成像原理进行超高分辨率三维成像的技术,可以在不破坏样品的情况下,获得材料高精度三维图像,三维图像中像素值大小与样品中的物质密度大小相对应,不同的组分及密度对应重建图像上不同的像素值,试样中的密度值与重建图像上的像素值近似成正比关系,空气的密度较低,其在图像上对应的像素值较小,表现为较暗的区域,分析图像中空气像素值分布范围,就可以计算出试样中空气所占的比例。一般设定一个合适的阈值,图像上小于阈值的像素对应试样内部的孔洞,统计低于阈值的像素数目,则可以按照式(1)计算出试样的孔隙率 δ :

$$\delta = \frac{N}{N_0} \times 100\% \quad (1)$$

式中, N_0 为测量区域像素的总数目, N 为测量区域小于阈值的像素数目。

试验研究采用的设备为德国菲尼克斯公司的 160 kV 显微 CT 成像系统,系统由微焦点 X 光机、数字平板探测器、高精度转台组成,该系统可以在微米分辨率下实现试样的三维显微成像,该套系统中射线源焦点尺寸最小可达 $0.9 \mu\text{m}$,探测器探元尺寸为 $50 \mu\text{m}$,成像分辨率最高可达 $0.5 \mu\text{m}$ 。

1.2 试样特点

试样为碳布网胎针刺结构,尺寸为 $5 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$

$\times 12.8 \text{ mm}$ 。该试样预制体结构单元为碳布/网胎+碳纤维环向缠绕层,然后垂直于碳布平面方向进行针刺,碳布用纤维为东邦 HTA 3K 长纤维,环向缠绕纤维为东丽 T700 12K 碳纤维,长纤维质量占整体质量的 85% 以上,网胎采用东丽 T700 12K 长纤维,网胎质量占整体质量的 15% 以下。该试样为 C/C-SiC 双基复合材料,采用 CVI+PIP 复合工艺制备 C/SiC 复合材料,前期采用 CVI 工艺制备低密度 C/C 复合材料,中期采用 CVI 工艺沉积 SiC 基体,后期采用 PIP 工艺完成 SiC 基体的进一步致密化。

1.3 试验条件

本次试验的放大倍数为 8,成像分辨率最高为 $6.25 \mu\text{m}$ 。其他扫描参数如下:射线源焦点大小为 $2.8 \mu\text{m}$,射线源管电压为 100 kV,管电流为 $120 \mu\text{A}$,射线源距离探测器的距离为 400 mm,射线源距转台中心 50 mm,单帧曝光时间为 1 s,帧频为 1 帧/s,每个投影角度下图像采取 3 帧叠加,试样旋转一周总共采集 2 400 幅投影图像。

2 试验结果与分析

2.1 重建图像分析

对扫描完毕的显微 CT 投影数据,采取滤波反投影算法进行重建,并进行高斯滤波降噪处理,获得试样三维重建数据,将三维数据导入 VG Studio 图像处理软件,即可显示其重建图像,如图 1 所示,显示了试样的三维图像及不同方向的断层图像,

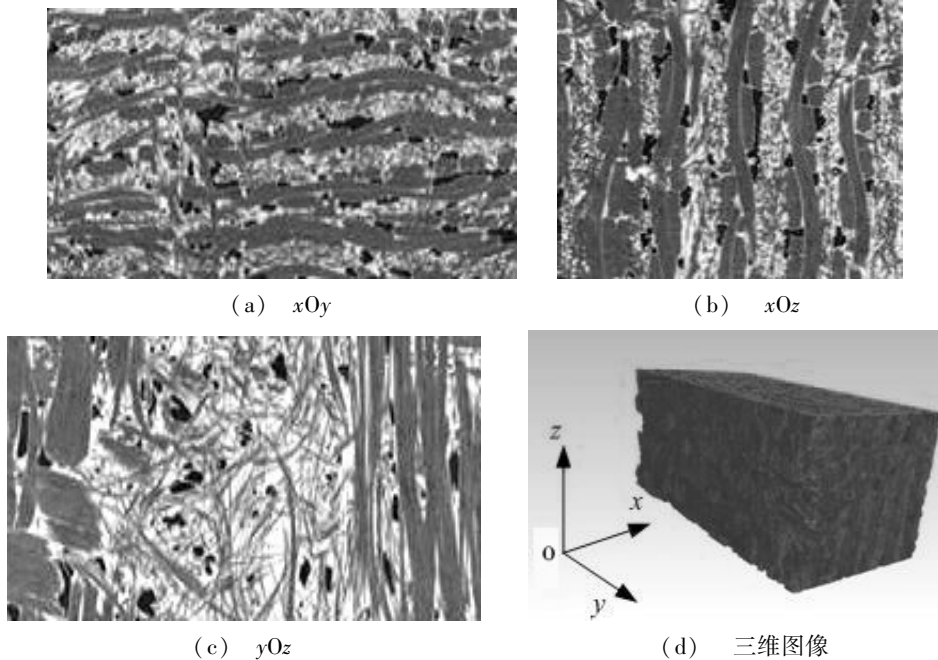


图 1 试样的 3D 重建图像及不同方向的断层图像

Fig. 1 3D image of the sample after image reconstruction and its tomographic images along different planes

图 1(d) 为试样的三维图像,按照图 1(d) 建立 xyz 坐标系,后续类似图像中同时出现三维图像与断

层图像的位置均遵循此处定义的 xyz 坐标系,yOz 平面方向即为碳布叠层方向,x 方向为针刺方向。

在 CT 重建结果中,重建数值的大小与物质的密度相对应,重建数值在图像上表现为像素值,像素值的大小与物质的密度近似成正比关系。图 2 为 xOy 平面方向的一幅断层图像。

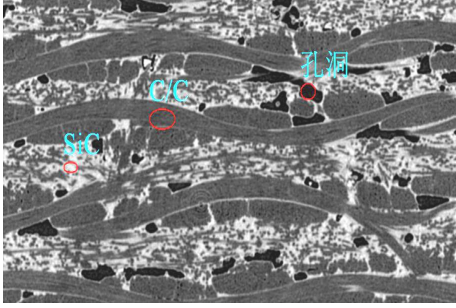


图 2 试样在 xOy 平面方向的断层图像

Fig. 2 Tomographic image of the sample along xOy plane

从该断层图像上可以清晰的看出试样内部组成成分及分布情况,该材料主要由 SiC、C/C 组成,内部分布有大量孔洞区域,图像最亮的部分对应试样中密

度较大的 SiC,图像最暗的部分对应试样中的孔洞,图像中亮度居中的部分对应试样中的 C/C 基体,材料内部碳布与网胎之间、碳布与碳布之间、网胎内部、碳布内部均分布有尺寸不一的孔洞。从显微 CT 图像中可以区分材料中的不同组成成分,较为清晰的识别出材料内部的孔洞,利用显微 CT 数据能够对材料内部的孔洞大小、数目进行统计,因此,显微 CT 技术可以用来测量该类复合材料的孔隙率。

2.2 测量区域选取

在测量材料孔隙率时,试样表面的状态容易受到外界环境的影响,为了使测量结果能够更真实反映测量材料内部孔隙率,在测量时需要剔除试样表面对材料孔隙率的影响,应选取试样内部区域进行测量。同时,由于该类材料内部孔洞尺寸、位置分布均具有随机性,为了尽可能正确反映材料内部孔隙分布,选择的测量区域应该尽可能大。该试样的测量区域选取位置如图 3 所示。

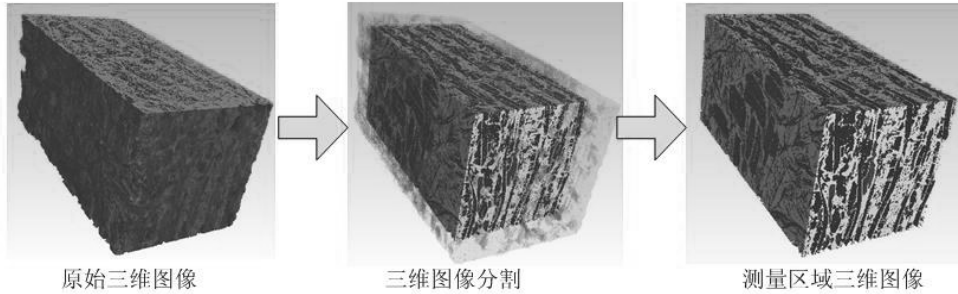


图 3 测量试样孔隙率时的测量体积范围选择

Fig. 3 Selection of the measurement region in the volume porosity measurement of the sample

在原始三维图像进行分割,剔除试样表面的重建数据,以试样内部中心区域较大三体积范围作为孔隙率测量范围。

2.3 阈值分割

从重建图像中可知,试样内部不同密度的物质对应着重建图像上不同的像素值,因此,根据重建图像上的像素值的不同可以将试样内部的孔洞与基体区分开来。但在实际重建图像上,受到射束硬化、容积效用、噪声、散射、重建算法等的影响,同一密度物质其在重建图像上对应一定的像素值范围,图像上不同密度物质相邻的边界上像素值也是连续过渡,需要选择合适的阈值来对图像进行分割,以区分材料中不同的组成成分。

测量区域三维图像的灰度直方图分布如图 4 所示,图 4 上存在明显的三个波峰,三个波峰所在的像素值范围分别对应试样内部三种组成成分,左边波峰对应试样内部孔洞,中间最高波峰对应试样内部的 C/C 基体,右边的波峰对应试样内部的 SiC 基体。

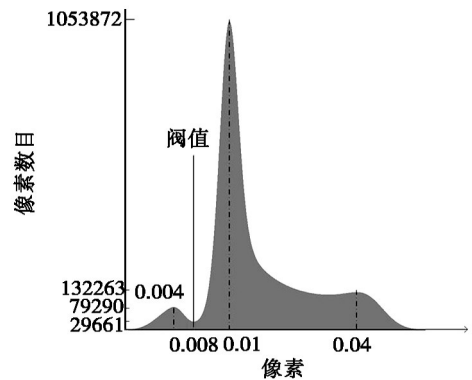


图 4 所选测量区域的灰度直方图

Fig. 4 Threshold segmentation of as-selected measurement region

根据该试样重建图像的灰度直方图分布特点,可以采用直方图阈值分割方法来选择阈值^[10],即选取孔洞与 C/C 基体之间的波谷所对应的灰度值作为阈值,根据图 4 灰度直方图的分布特点,选择的分割阈值为 0.008(图 4),在三维图像中像素值大于 0.008

的像素对应试样内部的 SiC、C/C 基体,像素值位于 0 与 0.008 之间的像素对应试样内部的孔洞,统计测量区域体积范围内小于阈值的像素数目即可计算出该试样的孔隙率。

2.4 孔隙率测量

根据试样灰度直方图确定孔洞分割阈值后,小于阈值的像素对应试样中的孔洞,遍历测量区域的像

素,可计算内部孔洞的大小及数目,对于图 5 所示的测量区域,该区域内孔洞的总体积为 8.36 mm^3 ,测量区域的总体积为 162.89 mm^3 ,因此,该试样内部孔隙率为 $8.36/162.89 \times 100\% = 5.13\%$,测量区域内部体积最大孔洞尺寸为 1.28 mm^3 ,试样内部孔洞分布如图 5 所示,在图 5(d) 三维图像中的白色区域表示不同尺寸孔洞的空间分布。

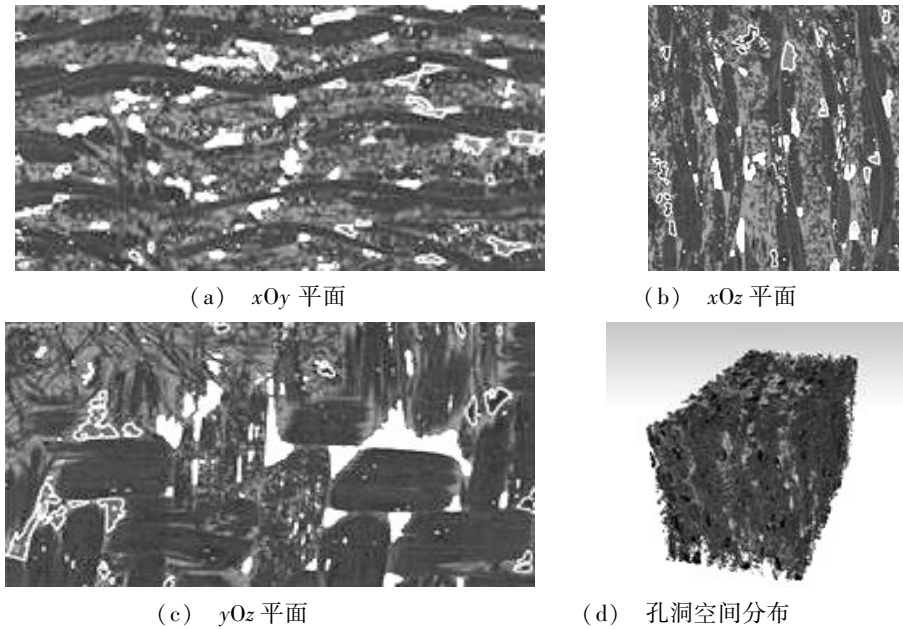


图 5 所选测量区域的内部孔洞分布

Fig. 5 Pore distribution in the as-selected measurement region

2.5 测量区域选取对孔隙率测量值的影响

从试样的三维图像可知,试样内部孔洞的尺寸、位置均为随机分布,因此,测量区域的选取对孔隙率测量有较大的影响。

图 6 为从重建三维图像中选取四个平行于 xOy 平面的切片作为测量区域。

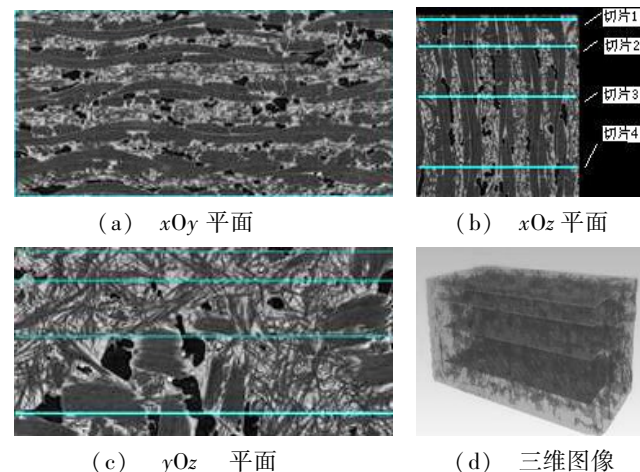


图 6 选取不同 xOy 平面的试样孔隙率测量

Fig. 6 Porosity measurement of the sample in different parallel xOy planes

小于阈值的像素定义为孔洞,统计断层图像上孔洞的面积之和,然后根据断层图像的总面积计算此断层上的孔隙率,经统计,从上到下四幅图像分别定义为切片 1、切片 2、切片 3、切片 4,对应的孔隙率分别为 4.27%、4.70%、4.95%、5.98%,由于选取的断层位置上孔隙分布不一样,其测量结果差别较大,因此,采用传统的金相法统计试样断层孔隙率具有较大的随机性,被测量断层的孔隙率与所选取断层上的孔洞分布情况有着较大的关系。从显微 CT 不同断层图像的孔隙率测量结果可知,仅测量若干断层图像上的孔隙率并不能真实反映材料内部的孔隙率。

图 7 为从试样内部选取的 5 块不同体积大小的测量区域在 xOy 、 yOz 、 xOz 平面上的投影,每块测量区域均以原始三维图像的几何中心为中心,测量区域体积由表面逐渐向中心缩小,测量区域的体积由大到小依次为: 162.89 、 91.68 、 37.69 、 7.33 、 2.02 mm^3 。对选取的每块测量区域分别进行灰度直方图统计,确定孔洞分割阈值,统计孔隙率,经统计 5 块测量区域内对应的孔隙率依次为 5.13%、5.14%、5.15%、6.61%、7.75%。

图 8 为孔隙率与测量区域体积之间的关系曲线,

可知,当选取的测量区域较大时,其测量结果波动较小,孔隙率趋于一个定值,当选取的测量区域较小时,其测量结果波动较大,因此,在实际测量时,只有当选择的测量区域大小达到一定值时,其测量结果才能真实的反映材料内部真实的孔隙率。

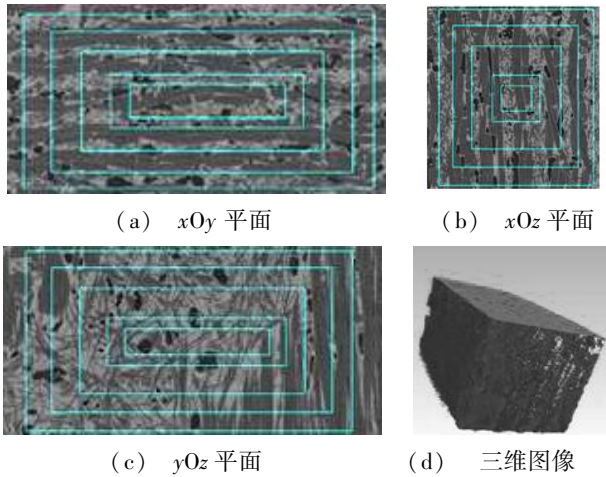


图 7 选取不同体积的试样孔隙率测量

Fig. 7 Porosity measurement of the sample in regions with different volumes

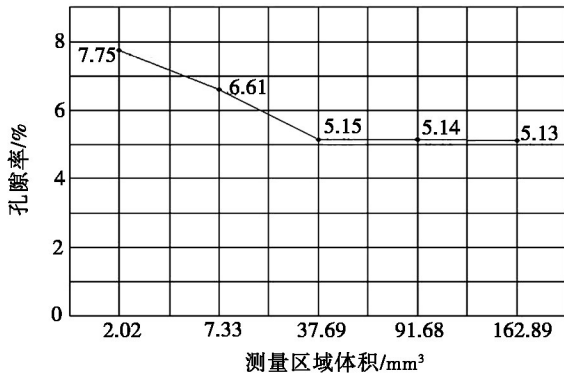


图 8 试样孔隙率与所选测量区域体积的关系

Fig. 8 Relationship of the as-measured porosity of the sample with the volume of the selected measurement region

由于试样内部孔洞的尺度、位置分布存在一定的随机性,为了尽可能真实的测量材料内部的孔隙率,应该选择较大的体积区域进行测量,避免选择较小的体积区域或者仅从若干断层图像上进行测量。

3 结论

(1) 与传统测量方法相比,显微 CT 技术能够获得材料内部所有孔洞的空间三维分布情况,较为精确的测量材料内部大于一定尺度范围内的孔隙率。

(2) 显微 CT 技术手段可以获得复合材料内部微观图像,通过与图像处理技术相结合可以方便的计算材料内部孔隙率,为复合材料孔隙率测量提供了一种新方法。

(3) 在利用显微 CT 图像测量材料孔隙率时,仅选取断层切片或者较小体积的测量范围使得材料的孔隙率测量值误差较大,选择试样内部较大体积的测量范围其测量结果误差较小,当选择的测量范围超过一定值时,其测量结果趋于一个固定值,此时的测量值才能反映所测复合材料的真实孔隙率。

参考文献

- [1] 刘井红,吴晓青,郭启微. 复合材料孔隙率检测方法的比较研究[J]. 纤维复合材料,2009,10(4):29-31
- [2] GB/T 21650,压汞法和气体吸附法测定固体材料孔径分布和孔隙度[S]. 2008
- [3] 周正干,黄凤英,魏东. 复合材料孔隙率超声检测方法综述[J]. 航空制造技术,2009(15):104-106
- [4] 何方成,史亦伟. 树脂基复合材料孔隙率超声表征技术研究[J]. 航空材料学报,2006,26(3):355-356
- [5] 曹玉玲,孙玲霞. 工业 CT 在复合材料孔隙率分析中的应用[J]. CT 理论与应用研究,2001,29(1):14-17
- [6] 冯炎建,冯祖德,李思维,等. C/SiC 复合材料微结构的显微 CT 表征分析[J]. 航空材料学报,2011,31(2):49-53
- [7] 阚晋,梦松鹤,王军. C/C 复合材料微观结构的 CT 分析[J]. 硅酸盐通报,2009,28(增刊):198-200
- [8] 吴问全,李伟,李文杰,关勇,等. 基于 Nano-CT 技术研究多孔陶瓷材料的三维结构[J]. 核技术,2010,33(4):241-244
- [9] 李建胜,王东,康天合. 基于显微 CT 试验的岩石孔隙结构算法研究[J]. 岩土工程学报,2010,32(11):1703-1708
- [10] 苏茂君,陈锐,马义德. 基于最大熵的直方图阈值分割算法[J]. 北京科技论文在线,2007,10(1):10-12

(编辑 任涛)