УДК 082.2.04 **DOI** dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2015-3-36-43

Бесконтактная оценка пористости пеноникеля методом рентгеновской томографии в 3D

© 2015 г. А.М. Игнатова, М.Н. Игнатов

Пермский национальный исследовательский политехнический университет (ПНИПУ)

Статья поступила 19.01.15 г., доработана 02.04.15 г., подписана в печать 10.04.15 г.

Игнатова А.М. – канд. техн. наук, ст. науч. сотрудник Института безопасностри труда, производства и человека ПНИПУ (614000, г. Пермь, ул. Пермская, 126А-23) Тел.: (922) 370-32-68. E-mail: iampstu@gmail.com. Игнатов М.Н. – докт. техн. наук, профессор кафедры сварочного производства и технологии конструкционных материалов ПНИПУ (614000, г. Пермь, Комсомольский пр-т, 29А). Тел.: (342) 2-198-041.

Исследована макроструктура пеноникеля пористостью 20, 30, 45 и 60 ppi методом рентгеновской томографии при напряжении *U* = 300 кВ, токе *I* = 300 мА, времени экспозиции *t*_{ехр} = 354 мс; число кадров составляло 2500 шт. Установлено, что реальные параметры пор отклоняются от теоретических. Показано, что чем выше пористость, тем равномернее размер пор. Рентгеновская томография позволяет оценивать такой показатель, как толщина стенки между порами, который ранее не учитывался. Выявлено, что однородность по размерам толщины стенок снижается по мере повышения пористости образца. Представленные результаты позволяют рекомендовать рентгеновскую томографию как метод исследования и контроля пеноматериалов, порошков и различных спеченных материалов, а полученные данные могут быть использованы для создания реальных трехмерных моделей.

Ключевые слова: рентгеновская томография, пеноникель, макростроение, пористость, неразрушающий контроль.

Для цитирования: Игнатова А.М., Игнатов М.Н. Бесконтактная оценка пористости пеноникеля методом рентгеновской томографии в 3D // Изв. вузов. Порошк. металлургия и функц. покрытия. 2015. No. 3. C. 36–43. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2015-3-36-43.

Ignatova A.M., Ignatov M.N.

Contact-Free Evaluation of Porosity of Nickel Foam by 3D X-Ray Tomography

Macrostructure of nickel foam with porosity of 20, 30, 45, and 60 ppi is investigated by X-ray tomography at voltage U = 300 kV, current I = 300 mA, and exposure time $t_{exp} = 354$ ms is investigated; the number of frames was 2500. It is established that actual parameters of pores deviate from theoretical ones. It is shown that the higher porosity is, the more uniform the pore-size distribution is. The X-ray tomography makes it possible to evaluate such characteristic as the thickness of the wall between the pores, which was not taken into account previously. It is revealed that the uniformity of the wall thickness with respect to sizes decreases as the sample porosity increases. These results make it possible to recommend the X-ray tomography as the method for the investigation and monitoring the foam materials and powders in various sintered materials, and the acquired data can be used to create actual three-dimensional models.

Keywords: X-ray tomography, nickel foam, macrostructure, porosity, nondestructive monitoring.

Citation: *Ignatova A.M., Ignatov M.N.* Beskontaktnaya otsenka poristosti penonikelya metodom rentgenovskoi tomografii v 3D. *Izv. Vuzov. Poroshk. Metall. Funkts. Pokryt.* 2015. No. 3. P. 36–43. DOI: dx.doi.org/10.17073/1997-308X-2015-3-36-43.

Введение

В последнее десятилетие в промышленности неуклонно растет спрос на материалы и изделия, полученные методами порошковой металлургии и по родственным технологиям. Важнейшим этапом в технологическом процессе их изготовления является спекание, поскольку в ходе него протекает диффузионное взаимодействие частиц и формируется контактная зона между ними. Однако до последнего времени описание процессов, происходящих при спекании порошковых материалов, основывалось на теоретических моделях, поскольку в полной мере оценить параметры внутреннего строения спеченного материала не представлялось возможным.

Большинство современных методов исследования позволяют определять реальные показатели пористости, размеры контактных границ между частицами и равномерность химического состава в нескольких сечениях, а не во всем объеме, и не предусматривают проведения исследований неразрушающими способами. Рентгеновская томография — единственный метод, позволяющий изучить внутреннюю структуру спеченного образца и оценить его строение полностью, без какого-либо механического воздействия на него. Он широко используется в порошковой металлургии как отечественными, так и зарубежными исследователями [1—9]. Расширение сферы применения данного способа на другие виды материалов, полученных на основе порошков, является актуальной задачей.

Примером таких материалов являются пеноматериалы, в частности пенометаллы. Их получают при копировании строения вспененной полимерной матрицы путем металлизации ее поверхности и последующего выжигания органической составляющей. Нанесение частиц металла на полимерный каркас (металлизация) может производиться различными способами, например шликерным или электролитическим. Пенометалл обладает пористостью порядка 75—95 % [10], а его плотность в несколько раз ниже, чем у литого металла. По сути пенометалл — это одновременно и новый вид конструкции, и новый вид спеченного материала [12].

Важнейшими показателями при изучении эксплуатационных свойств пенометалла являются не параметры взаимодействия частиц при спекании, а показатели пористости, так как они прежде всего влияют на его механические и физические характеристики.

Классические методы анализа [13] позволяют установить только величину кажущейся пористости материала, но размеры самих пор, границ между ними и распределение по размерам с их помощью оценить невозможно. В то же время сведения о фактических параметрах пористости необходимы для определения фильтрационной способности пеноникеля и совершенствования технологии его производства.

Целью настоящей работы являлось исследование параметров пористости пенометаллов (на примере пеноникеля) в трехмерном пространстве методом рентгеновской томографии.

Объект и методы исследования

Объектом исследования был пеноникель, полученный при электролитической металлизации полимерного каркаса из пенополиуретана и последующем выжигании/спекании. Термохимическую обработку никелированных полимерных структур вели в 2 этапа. Первый — предназначался для удаления полимерной подложки и обезуглероживания никеля с получением Ni-структуры. Его проводили в окислительно-восстановительной атмосфере при температуре 900—1300 °С в течение 3 с. На втором этапе никелевую структуру отжигали в восстановительной атмосфере при $t = 800 \div 1100$ °С, $\tau = 2,5$ ч.

В рамках данной работы исследовались образцы пеноникеля пористостью X = 20, 30, 45 и 60 ppi (X — количество пор на линейный дюйм) (рис. 1). Этот материал используется в виде листов, толщина которых является постоянной, и потому при указании пористости используется отношение количества пор к линейной величине. В зависимости от размера пор (d) пеноникель может обладать плотностью в диапазоне от 0,3 до 1,5 г/см³. В табл. 1 представлены данные от производителя о свойствах рассматриваемых образцов.

Используемый метод рентгеновской томографии [14] предполагает просвечивание образца рентгеновским излучением, в то время как он вращается вокруг своей оси. В результате накапливается пакет из сотен теневых изображений различных виртуальных сечений материала. Специализированное программное обеспечение позволяет объединить их в одну трехмерную модель, повторяющую реальное внутреннее строение исследуемого объекта. Изображение каждого отдельного сечения представляет со-

Таблица 1. Свойства пеноникеля

X, ppi	<i>d</i> , мм	$S_{\rm yg}$, м ² /м ³	σ _в , МПа
20	1,02-1,4	1000	0,8–1,2
30	0,75-1,0	1500	1,0–1,4
45	0,5-0,65	2200	1,6–1,9
60	0,3–0,48	4800	1,8–2,2



Рис. 1. Образцы пеноникеля разной пористости (макрофотосъемка с увеличением в 5 раз) *a* – *X* = 20 ppi, *б* – 30 ppi, *в* – 45 ppi, *г* – 60 ppi

бой теневой снимок, на котором разные оттенки серого характеризуют разную плотность, как при классическом пленочном исследовании рентгеном.

В рамках данного исследования результаты рентгеновской томографии были получены с помощью промышленного компьютерного томографа на основе рентгеноскопической системы XTH 450 LC («Nikon Technology», Англия). Схема, иллюстрирующая принцип работы этого оборудования, представлена на рис. 2.

Изображения были зафиксированы с помощью камеры CCD ESRF Frelon и флуоресцентного экрана. Всего для каждого образца было получено ~2500 снимков, время экспозиции каждого — 354 мс. Использовался следующий режим съемки: напряжение U = 300 кВ, ток I == 300 мА. Минимальный размер фокусного пятна при съемке с помощью данного вида оборудования составлял 30 мкм, однако за счет программной корректировки и последующей цифровой обработки реальное разрешение было 17 мкм.

Полученные результаты

В ходе проведенной рентгеновской томографии была установлена истинная пористость образцов пеноникеля. Для оценки достоверности полученных данных параллельно были выполнены измерения этой величины классическим методом гидростатического взвешивания. Сопоставление результатов (табл. 2) позволяет расценивать данные, полученные методом рентгеновской томографии, как достоверные.

При исследовании размерного диапазона пор образца с X = 20 ррі (рис. 3, *a*) обнаружено, что расчетному размеру соответствуют только 69,29 % из обнаруженных пор. Толщина стенок между ними отличается меньшей размерной неоднородностью (рис. 3, δ). На рис. 4 представлены изображения виртуальных сечений данного образца.

При исследовании размерного диапазона образца с X = 30 ррі (рис. 5, *a*) обнаружено, что в расчетный интервал попадает 75,31 % из обнаруженных пор. Толщина стенок, как и в предыдущем случае, имеет низкую размерную неоднородность



Рис. 2. Схема установки для проведения рентгеновской томографии образцов пеноникеля

Таблица 2. Сравнительные данные о пористости образцов пеноникеля, полученные разными методами

Х, ррі	Пористость, %		
	Рентгеновская томография	Гидростатическое взвешивание	
20	98,35	97,9	
30	97,88	97,7	
45	97,45	97,1	
60	97,01	96,8	

Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия • 3 • 2015







Рис. 4. Виртуальные сечения образца пеноникеля с X = 20 ppi



Рис. 5. Размерный диапазон пор (*a*) и стенок между ними (*б*) в образце пеноникеля с X = 30 ppi

(рис. 5, δ), которая, однако, выше, чем в образце с X = 20 ррі. На рис. 6 показаны его виртуальные сечения.

Для образца с X = 45 ррі расчетному диапазону соответствует 83,67 % пор (рис. 7, *a*), разброс их размеров значительно у́же, а толщина стенок



Рис. 6. Виртуальные сечения образца пеноникеля с X = 30 ppi



Рис. 7. Размерный диапазон пор (*a*) и стенок между ними (*б*) в образце пеноникеля с X= 45 ppi

имеет больший разброс по размерам, чем у двух предшествующих образцов (рис. 7, *б*) и у собственных пор. На рис. 8 приведены его виртуальные сечения.

И наконец, у образца с X = 60 ррі (рис. 9, *a*) расчетному размеру соответствуют 96,77 % из обнаруженных пор, их разброс практически не наблюдается, а толщина стенок, напротив, отличается высокой размерной неоднородностью (рис. 9, *б*). На рис. 10 представлены его изображения.

На рис. 11 показаны трехмерные изображения пор в образцах с X = 20 и 60 ррі, которые иллюстрируют разницу в их строении. В первом случае

каждая пора представляет собой пространство, ограниченное некоторым количеством стенок, а во втором — поры имеют вид сферической полости с «каналом», обеспечивающим сообщение друг с другом [15].

Заключение

Таким образом, в результате исследования образцов пеноникеля с пористостью (*X* — количество пор на линейный дюйм) 20, 30, 45 и 60 ррі методом рентгеновской томографии установлена их истинная пористость, которая составила 98,35,



Рис. 8. Виртуальные сечения образца пеноникеля с X = 45 ppi

Рис. 9. Размерный диапазон пор (*a*) и стенок между ними ($\boldsymbol{\delta}$) в образце пеноникеля с X = 60 ppi

97,88, 97,45 и 97,01 % соответственно. Определен размерный диапазон пор и стенок между ними в структуре образцов. Выявлено, что чем больше количество пор в заданной единице объема пеноникеля, тем меньше их размерный диапазон и больше размерный диапазон стенок между ними. Установлено, что в образцах с X = 20 и 30 ррі строение пор отличается от образцов с X = 45 и 60 ррі. В первом случае поры сформированы за счет пространства, ограниченного стенками, а во втором — поры имеют форму сообщающихся сферических полостей.

Полученные результаты позволяют рекомен-

довать метод рентгеновской томографии для изучения внутренней структуры порошковых, вспененных и спеченных материалов.

Литература

- Lefebvre L.-P., Bonhart J., Dunand D.C. Porous metals and metallic foams:current status and recent developments // Adv. Eng. Mater. 2008. Vol. 10. P. 775–787. DOI:10.1002/adem.200800241.
- Banhart J., Ashby M.F., Fleck N.A. Metal Foams and Porous Metal Structures // Adv. Eng. Mater. 2000. Vol. 2 (4). Spec. Iss. P. 133–145.

Рис. 10. Виртуальные сечения образца пеноникеля с X = 60 ppi

Рис. 11. Поры образцов пеноникеля с *X* = 20 ppi (*a*) и 60 ppi (*б*) *a* – увеличение 30[×], *б* – 40[×]

- Nakajima H., Kanetake N. Porous Metals and Metal Foaming Technology // Adv. Eng. Mater. 2006. Vol. 8 (9). Spec. Iss. P. 314–323.
- Prakash O., Sang H., Embury J.D. Structure and properties of A1–SiC foam // Mater. Sci. Eng. 1995. Vol. A199. P. 195–203.
- Gibson L.J. Mechanical behavior of metallic foams // Annu. Rev. Mater. Sci. 2000. Vol. 30. P. 191–227.
- Banhart J. Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams // Prog. Mater. Sci. 2001. Vol. 46. P. 559–632.
- Banhart J., Seeliger H.W. Recent Trends in Aluminum Foam Sandwich Technology // Adv. Eng. Mater. 2012. Vol. 14. P. 1082–1087.

- Leheup E.R., Moon J.R. Relationships Between Density, Electrical Conductivity, Young's Modulus, and Toughness of Porous Iron Samples // Powder Metallurgy. 1978. Vol. 11. No. 1. P. 48–56.
- Zhang B., Lu T.J. Development of multifunctional lightweight cellular metals through interdisciplinary efforts // Chinese Sci. Bull. 2009. Vol. 54. No. 20. P. 3844–3846.
- Kenny L.D. Mechanical Properties of Particles Stabilized Aluminium Foam // Mater. Sci. Forum. 1996. Vol. 217-222. P. 1883–1890.
- Bidzhakov V. I., Zhukovskaya E.A., Burlev A.Yu., Burlev va O.V., Seleznev K.S., Palchikov E.I. Application of X-Ray tomography for scanning full-diameter semiconsolidated geological core // Proc. 4-th World Congress on industrial

process tomography (Aizu, Japan, 5–8 Sept. 2005). Section of process modeling and control. Paper No. IAI17. Vol. 1. P. 285.

- Kozma I., Zsoldos K.I., Dorogi G., Papp S. Application of Computed Tomography in Structure Analyses of Metal Matrix Syntactic Foams // Int. J. Comp. Theory Eng. 2013. Vol. 7. No. 5. P. 379–382.
- 13. Игнатова А.М., Игнатов М.Н. Опыт использования томографии в изучении строения материалов (на примере фторфлогопита) // Тр. II Всерос. школы-семинара для молодых ученых и аспирантов «Терморентгенография и рентгенография наноматериалов» (Екатеринбург, 14–17 апр. 2013 г.). Екатеринбург: ИМЕТ УрО РАН, 2013. С. 52–59.
- 14. Игнатова А.М., Игнатов М.Н., Корост Д.В., Николаев М.М., Юдин М.В. Характеристика микроструктуры и пористости синтетических минеральных сплавов на примере рентгеновской микротомографии// Вестник ПГУ. Геология. 2013. No. 2. C. 56–64.
- Murr L.E., Gaytan S.M., Medina F. et al. Next-generation biomedical implants using additive manufacturing of complex, cellular and functional mesh arrays // Phil. Trans. R. Soc. A. 2010. Vol. 368. P. 1999–2032. DOI:10.1098/rsta.2010.0010.

References

- Lefebvre L.-P., Bonhart J., Dunand D.C. Porous metals and metallic foams:current status and recent developments. Adv. Eng. Mater. 2008. Vol. 10. P. 775–787. DOI:10.1002/adem.200800241.
- Banhart J., Ashby M.F., Fleck N.A. Metal Foams and Porous Metal Structures. Adv. Eng. Mater. 2000. Vol. 2 (4). Spec. Iss. P. 133–145.
- Nakajima H., Kanetake N. Porous Metals and Metal Foaming Technology. Adv. Eng. Mater. 2006. Vol. 8 (9). Spec. Iss. P. 314–323.
- Prakash O., Sang H., Embury J.D. Structure and properties of Al–SiC foam. Mater. Sci. Eng. 1995. Vol. A199. P. 195–203.
- Gibson L.J. Mechanical behavior of metallic foams. Annu. Rev. Mater. Sci. 2000. Vol. 30. P. 191–227.
- Banhart J. Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams. *Prog. Mater. Sci.* 2001. Vol. 46. P. 559–632.
- 7. Banhart J., Seeliger H.W. Recent Trends in Aluminum

Foam Sandwich Technology. *Adv. Eng. Mater.* 2012. Vol. 14. P. 1082–1087.

- Leheup E.R., Moon J.R. Relationships Between Density, Electrical Conductivity, Young's Modulus, and Toughness of Porous Iron Samples. *Powder Metallurgy*. 1978. Vol. 11. No.1. P. 48–56.
- Zhang B., Lu T.J. Development of multifunctional lightweight cellular metals through interdisciplinary efforts. *Chinese Sci. Bull.* 2009. Vol. 54. No. 20. P. 3844–3846.
- Kenny L.D. Mechanical Properties of Particles Stabilized Aluminium Foam. *Mater. Sci. Forum.* 1996. Vol. 217-222. P. 1883–1890.
- Bidzhakov V. I., Zhukovskaya E.A., Burlev A.Yu., Burleva O.V., Seleznev K.S., Palchikov E.I. Application of X-Ray tomography for scanning full-diameter semiconsolidated geological core. In: Proc. 4th World Congress on industrial process tomography (Aizu, Japan, Sept. 5–8. 2005). Section of process modeling and control. Paper No. IAI17. Vol. 1. P. 285.
- Kozma I., Zsoldos K.I., Dorogi G., Papp S. Application of Computed Tomography in Structure Analyses of Metal Matrix Syntactic Foams. Int. J. Comp. Theory Eng. 2013. Vol. 7. No. 5. P. 379–382.
- Ignatova A.M., Ignatov M.N. Opyt ispol'zovaniya tomografii v izuchenii stroyeniya materialov (na primere ftorflogopita). In: Tr. II Vserossiiskoi shkoly –seminara dlya molodykh uchenykh i aspirantov «Termorentgenografiya i rentgenografiya nanomaterialov» [The experience of using tomography in the study of structure of materials (base on fluorphlogopite). In: Proceedings of the II All-Russian school-seminar for young scientists and graduate students «Termorentgenografiya radiography and nanomaterials» (Ekaterinburg, Apr. 14–17. 2013)]. Ekaterinburg: IMET UrO RAN, 2013. P. 52–59.
- Ignatova A.M., Ignatov M.N., Korost D.V., Nikolaev M.M., Yudin M.V. Kharakteristika mikrostruktury i poristosti sinteticheskikh mineral'nykh splavov na primere rentgenovskoy mikrotomografii [The characterization of the microstructure and porosity of the synthetic mineral alloys by X-ray microtomography]. Vestnik PGU. Geologiya. 2013. No. 2. P. 56–64.
- Murr L.E., Gaytan S.M., Medina F. et al. Next-generation biomedical implants using additive manufacturing of complex, cellular and functional mesh arrays. *Phil. Trans. R. Soc. A.* 2010. Vol. 368. P. 1999–2032. DOI:10.1098/rsta.2010.0010.