

使用两种 X 射线 CT 系统观察橡胶疲劳试样

01-00740-cn

Kayo Migita, Wataru Sato

特点描述

- ◆ 使用微焦 X 射线 CT 系统可以详细观察橡胶中单个微缺陷的体积和形状。
- ◆ 使用相衬 X 射线 CT 系统可以有效确定微裂纹的大致位置和尺寸。
- ◆ 可在疲劳试验的各个循环计数中比较橡胶中缺陷和裂纹的进展状态。

■ 引言

橡胶产品在多个领域发挥着重要作用，例如汽车轮胎、工业产品和医疗器械。然而，由于长期使用后的疲劳和老化，橡胶产品可能会发生功能损失。因此，评价橡胶的耐久性极为重要。

为了评价使用过程中缺陷的进展，必须对橡胶进行检查，以防止其失效。可以通过将其切开进行检查，但是由于破坏性检查的缺点，例如检查后不能恢复样品以及只能评估切割表面的限制，因此优先选择进行非破坏性检查。

内部缺陷可以使用 X 射线 CT 系统进行检测和三维观察。吸收成像是一种常用的 X 射线成像方法，其基于 X 射线的吸收量生成图像。另一种方法是相位成像，这是一种新的非常规方法，根据 X 射线相位的变化生成图像。本文介绍了在疲劳试验中使用两种基于这些不同成像方法的仪器来观察橡胶（表 1）。

表 1 所用仪器的特点和要点

仪器	本示例的仪器特点	本示例的观察要素
inspeXio SMX-225CT FPD HR Plus	可使用吸收成像以更高的放大倍数清晰观察微缺陷的轮廓	缺陷的体积、形状和计数比
Xctal 5000	可使用相位成像有效检查大照射场中的微裂纹	裂纹的位置和大致尺寸

■ 分析目标

本示例中，扫描了四个橡胶疲劳试验样品，如图 1 (a) 所示。表 2 概述了样品和试验参数设置。如果将高周疲劳试样 1 和 2 弯曲，即使肉眼也可以看到外部裂纹（图 1 (b)）。(样品由日本化学评价与研究所提供。)

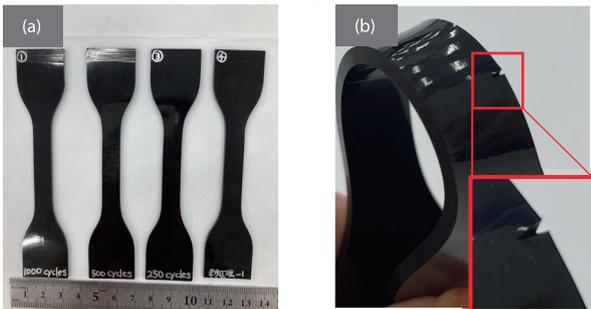


图 1 疲劳试样

(a) 从左至右分别为样品 1、2、3 和 4；(b) 样品 1 中的裂纹

表 2 疲劳试样概述

		1	2	3	4
材料		含炭黑的硫化丙烯腈橡胶			
疲劳试验参数	位移	200 mm (断裂伸长率约为 50%)			
	循环次数	1000	500	250	—

■ 橡胶疲劳试样的 inspeXio SMX-225CT FPD HR Plus 成像

inspeXio SMX-225 CT FPD HR Plus (图 2) 为微焦 X 射线 CT 系统。其可用于使用吸收成像（最常见的成像技术）以高分辨率显示相关部件的内部结构。由于图像为直接从检测器获取的 X 射线量生成，因此需要较高的放大倍数来观察微观区域。

本测试使用的 CT 扫描设置如表 3 所示。如图 1 (b) 所示，样品必须弯曲才能看到外部裂纹，因此假定样品中的大多数缺陷是封闭的。由于封闭缺陷中几乎完全没有空气，因此在封闭状态下很难检测到缺陷（图 3(a)）。因此，在本示例中，使用图 3 (b) 所示的夹具在成像前将样品拉伸 10 mm。(夹具由日本化学评价与研究所提供。)

虽然放大成像对于观察微缺陷很有用，但是如果根据样品平行部分的宽度调整放大倍数，只有大约三分之一的样品适合 X 射线照射场。然而，通过使用连续切片功能，可在一系列三个切片中获得放大图像，然后进行重新组合。



图 2 inspeXio SMX-225CT FPD HR Plus

表 3 扫描设置

参数	设定值
射线管电压	200 kV
射线管电流	70 μA
查看次数	2400
平均计数	2
FOV (照射场)	15.4 mm
体素大小	0.015 mm
照射时间	60 分钟 (20 分钟 3 次)

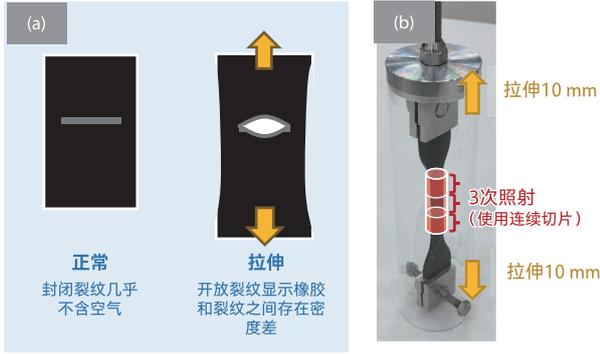


图3 对橡胶中裂纹进行成像的注意事项
(a) 封闭裂纹观察图示；(b) 夹具

inspeXio SMX-225CT FPD HR Plus 成像结果

使用可选软件 VGSTUDIO MAX 分析缺陷。各样品中最大缺陷附近的横截面图像如图 4 所示。然而，样品 4 由于未检测到缺陷，因而未进行试验。样品 1 至 3 的横截面比较显示，无论循环次数如何，缺陷均较薄且呈圆形。

接下来，如图 5 所示，在 3D 成像中将缺陷着色为黄色。随着循环次数的增加，用箭头表示的裂纹变得更加突出，但是在图 5 中，难以识别较小的裂纹。

缺陷分析的数值结果示于表 4，按体积分析计数比的结果如图 6 所示。所得结果表明，内部缺陷的数量、内部缺陷的总体积和最大缺陷的体积都随着循环次数的增加而增加。同时，相对较小的缺陷（图 6 中蓝色所示）的比率随着循环次数的增加而降低。这表明随着循环次数的增加，较小的内部缺陷逐渐变大。

因此，可以使用通过 inspeXio SMX-225CT FPD HR Plus 采集的数据来分析试样中的每个单独的微缺陷，并比较不同循环次数下的缺陷计数或缺陷体积。在这种情况下，制备了循环次数不同的多个样品，但是也可以通过每次循环次数增加时对同一样品进行 CT 扫描来比较缺陷或裂纹的进展。

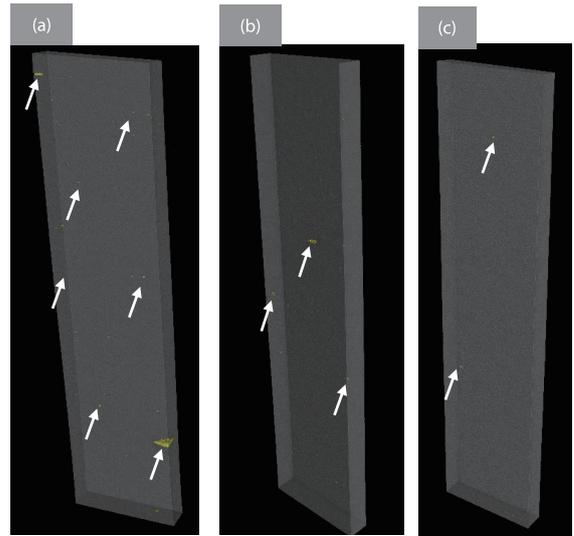


图 5 3D 图像（含彩色缺陷）
(a) 样品 1（1000 次循环）；(b) 样品 2（500 次循环）；
(c) 样品 3（250 次循环）

表 4 缺陷分析结果

样品	1	2	3	4
循环次数	1000	500	250	—
外部裂纹数量	10	4	—	—
内部缺陷数量	32	30	16	—
内部缺陷总体积	$5.6 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$	$3.1 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$	$1.1 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$	—
最小缺陷体积	$2.6 \times 10^{-5} \text{ mm}^3$	$2.6 \times 10^{-5} \text{ mm}^3$	$2.6 \times 10^{-5} \text{ mm}^3$	—
最大缺陷体积	$1.5 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$	$6.1 \times 10^{-4} \text{ mm}^3$	$5.0 \times 10^{-4} \text{ mm}^3$	—

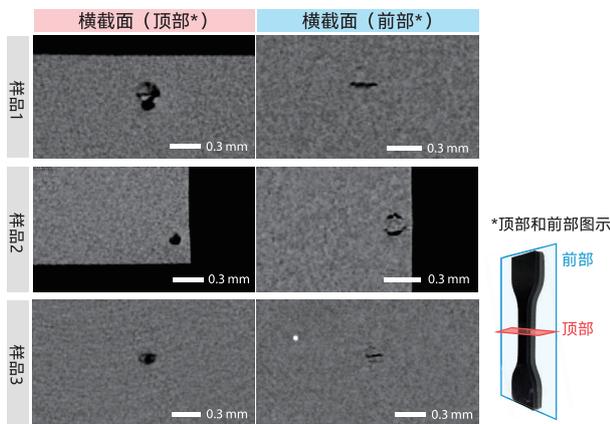


图 4 横截面图像（接近最大缺陷）

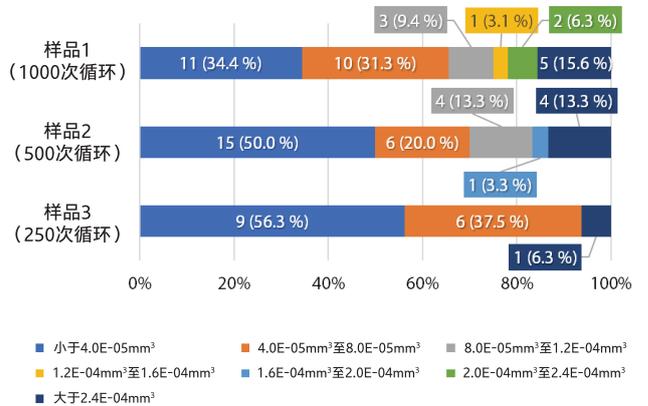


图 6 缺陷体积比

■ 橡胶疲劳试样的 Xctal 5000 成像

接下来，介绍了使用 Xctal 5000 相衬 X 射线 CT 系统（图 7）对样品进行成像的示例。Xctal 5000 可以显示 X 射线相移的变化。其可用于在大视野范围内观察多组微结构，并对轻元素材料进行高灵敏度扫描。而使用典型的 X 射线检测系统无法完成这些操作。

在这种情况下，从样品 1（1000 次循环）获取荧光透视和横截面图像。图 8 显示了扫描的样品。使用 Xctal 5000，样品在垂直位置进行扫描，无需拉伸。



图 7 Xctal™ 5000 相衬 X 射线 CT 系统

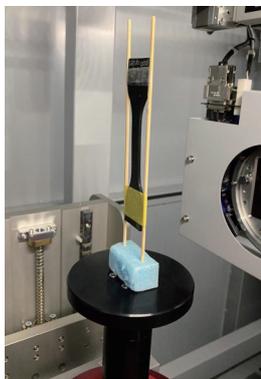


图 8 使用 Xctal 5000 对样品进行成像

如上所述，Xctal 5000 使用的成像方法（相位成像）不同于常用的成像方法（吸收成像）。使用吸收成像，用检测器采集的 X 射线量值被直接可视化吸收图像，而对于相位成像，移动衍射光栅，以采集用于计算暗场图像或相位图像等多个荧光图像。

吸收图像的对比度由物体吸收的 X 射线量决定。因此，很难观察到小于可用分辨率的微裂纹，因为其隐藏在背景对比度级别中（图 9(a)）。但是，通过相位成像获得的 X 射线暗场图像的对比度级别由 X 射线的散射量决定。鉴于微裂纹易于被 X 射线散射，由于裂纹和基材之间的对比度差异，即使小于分辨率水平的裂纹也可以被观察到（图 9(b)）。这意味着可以同时观察到微裂纹和较大的概观图像。

因此，可以通过简单设置对样品进行扫描，而不需要拉伸载物台，例如如图 8 所示，样品被固定在两根杆之间。由于即使在概观图像中也可以观察到微裂纹，因此不需要进行放大成像。

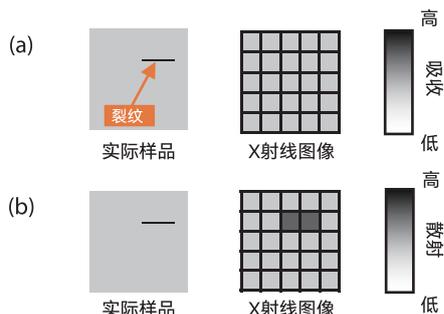


图 9 吸收成像和相位成像的区别（暗场）
(a) 吸收成像；(b) 相位成像（暗场）

■ Xctal 5000 透视检查

透视检查的扫描设置如表 5 所示。此外，样品 1 的荧光透视图像（X 射线吸收）如图 10 (a) 所述；荧光透视图像（暗场）如图 10 (b) 所示；裂纹区域的放大图如图 11 所示。

在吸收图像中，缺陷显示为白色，密度高于基材的夹杂物显示为黑色。因此，在图 11 (a) 中，用蓝色箭头表示的夹杂物可见，存在暗场图像，但缺陷难以识别。相比之下，容易被 X 射线散射的小裂纹和夹杂物均呈黑色，因此仅根据图 11 (b) 无法区分夹杂物（蓝色箭头）和裂纹（黑色箭头）。因此，在吸收图像中可以将夹杂物与裂纹区分开，而在暗场图像中可以观察到裂纹的位置和大致尺寸。

因此，在暗场图像中可容易、清晰地检测到比照射场小得多的微裂纹。尽管在本例中扫描的是狭长样品，但无论样品大小如何，都可以用同样的方法检测裂纹，这对于在无法进行放大成像时对较大样品成像特别有用。

表 5 荧光透视扫描设置

参数	设定值
射线管电压	40 kV
射线管电流	800 μ A
光栅角度	0°
扫描次数	10
FOV (照射场)	40.9 mm
分辨率	0.018 mm
照射时间	7 min

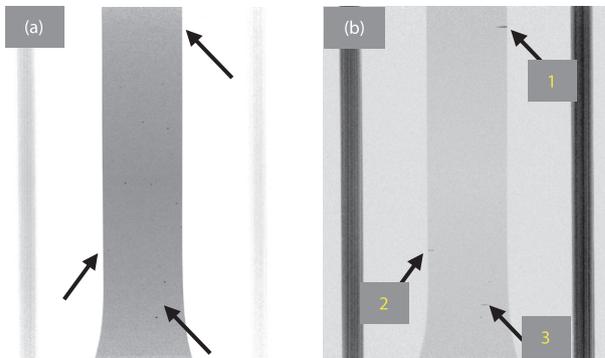


图 10 样品 1 的荧光透视图像
(a) 吸收图像；(b) 暗场图像

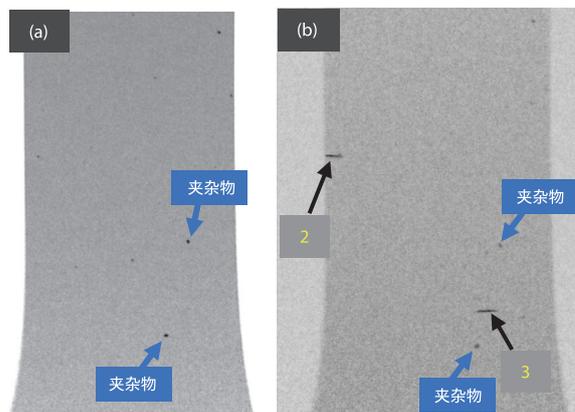


图 11 样品 1 的放大（数字变焦）荧光透视图像
(a) 吸收图像；(b) 暗场图像

■ Xctal 5000 X 射线 CT 成像

最后，使用 Xctal 5000 进行 X 射线 CT 成像。扫描设置如表 6 所示。

通过 X 射线 CT 成像获得的正面和侧面横截面图像分别如图 12 和 13 所示。Xctal 5000 能够同时采集吸收和暗场图像，因此可以并排显示相同的横截面。图 12 和 13 中圈出的横截面图像是图 10 中荧光透视图像中标为“3”的裂纹的横截面图像。吸收图像中的裂缝与荧光透视图像对比度等级一样较低，但是在暗场图像中可以观察到对比度高的裂纹。在横截面图像中，只能观察到特定横截面中存在的裂纹，因此无法同时检测到所有裂纹。然而，其能够获取侧视横截面图像，因此够观察裂纹的深度。

本文仅介绍了一个样品（样品 1）的扫描，但也可以通过在连续循环次数增加后采集荧光透视和 CT 图像来观察和比较同一样品中裂纹的数量、深度、大致位置和其他信息。

表 6 X 射线 CT 扫描设置

参数	设定值
射线管电压	40 kV
射线管电流	800 μ A
光栅角度	0°
查看次数	1500
平均计数	4
FOV (照射场)	40.9 mm
体素大小	0.040 mm
照射时间	258 min

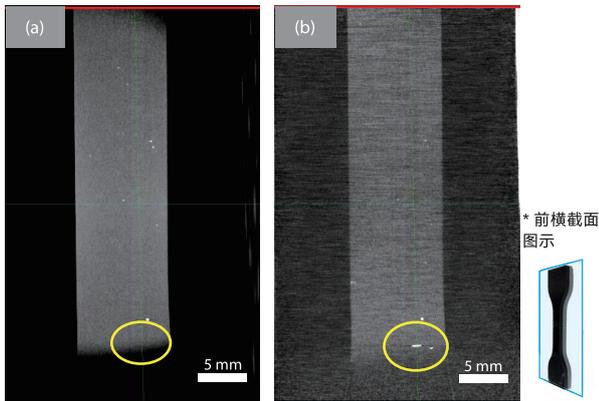


图 12 前视图成像 (a) 吸收图像; (b) 暗场图像

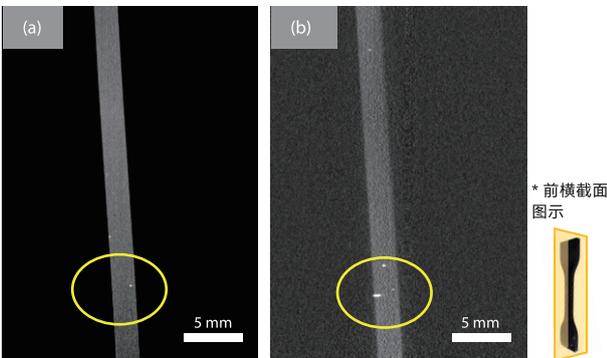


图 13 侧横截面图像 (a) 吸收图像; (b) 暗场图像

■ 结论

使用两种类型的 X 射线成像系统，即微焦 X 射线 CT 系统和相衬 X 射线 CT 系统，对用于检测橡胶疲劳的样品进行了扫描。通过拉伸样品，inspeXio SMX-225CT FPD HR Plus X 射线 CT 检测系统获得放大图像，甚至可以详细观察到小缺陷，并在相应的循环次数水平上比较缺陷体积和计数值。Xctal 5000 可以在不拉伸样品或使用放大图像的情况下确定微裂纹的大致方向、大小和深度。两种仪器均可以无损方式检测物品，并且同一试样可以用于了解缺陷和裂纹在任何循环次数下的进展。这些仪器用于扫描和分析橡胶疲劳试验样本数据的特征如表 7 所示。

表 7 仪器特征

参数	inspeXio SMX-225CT FPD HR Plus	Xctal 5000
优势	<ul style="list-style-type: none"> 可对 10^{-5} mm³ 或更大的微缺陷进行详细的体积和计数分析。 	<ul style="list-style-type: none"> 成像期间无需拉伸样品 无需放大成像 可有效观察微裂纹的大致位置和尺寸
不足之处	<ul style="list-style-type: none"> 成像期间需要拉伸样品 需要放大才能分析较小缺陷 	<ul style="list-style-type: none"> 不适合于详细分析裂纹形状、体积等 扫描相对时间较长。

致谢

非常感谢日本化学评价与研究本文为文的撰写提供的大力帮助，例如提供样品、夹具和有关疲劳试验参数的建议。

Xctal 是岛津制作所或其附属公司在日本和 / 或其他国家的商标。



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

岛津应用云

