

基于工业X-线CT的成型制品内部结构解析技术

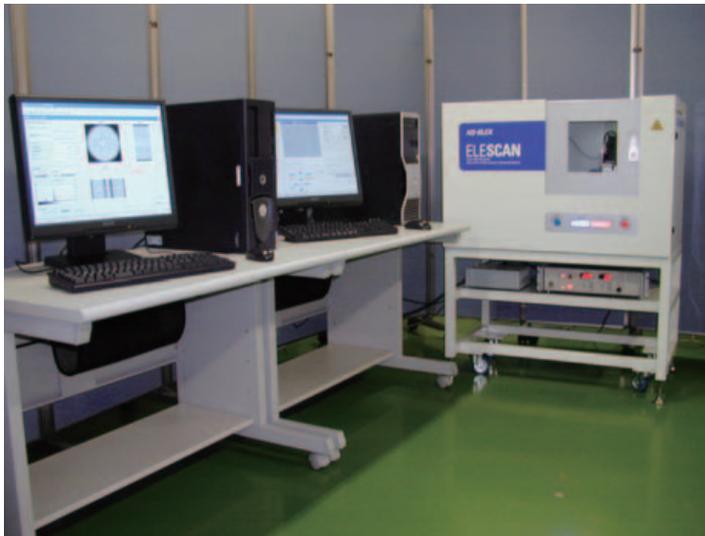


图 1 工业 X-线 CT 装置的外观

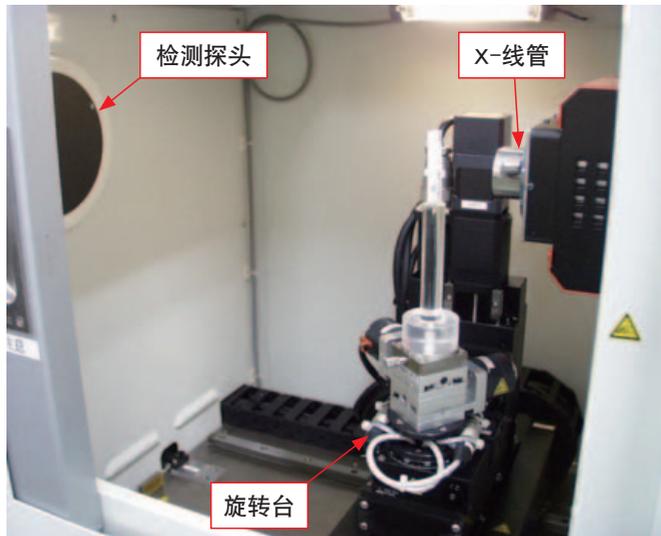


图 2 装置的内部结构

1. 前言

近年来，树脂成型制品作为重要零部件使用的趋势，以汽车和电子产业领域为中心，在不断地扩大。由于成型制品的破损问题会对制品整体的功能发挥带来很大的影响，在使用环境也变得越来越苛刻的趋势下，对于负载是否超过了材料的极限强度等引发破损原因的释明变得极其重要。在很多情形下，使用前就存在于成型制品内部的缺陷（空洞（空隙部）、界面剥离、异物、玻璃纤维取向等）会成为树脂成型制品破损的诱因。以前在研究破损原因（故障解析）的时候，对成型制品内部的观察方法主要是制备断面切片，通过电子显微镜（SEM）或光学显微镜对其断面切片进行

观察。但这些方法属于二维的，定量性有所欠缺。近年，对成型制品内部结构的非破坏观察的需求有增加的趋势，而且有的场合需要获得定量的解释。X-线及超声波是最为广泛使用的非破坏性内部结构观察方法，其中非破坏性而且是三维地获取样品内部信息的工业 X-线 CT（Micro X-Ray Computed Tomography）的使用在相关产业领域里不断地在扩大。

这几年间，作为故障解析（破坏原因调查）的新手段，本公司对应用工业 X-线 CT 进行了技术开发。本期对应用于故障解析的新技术，也就是采用工业 X-线 CT 对构件内部缺陷进行观察和成型制品的物性表征的应用实例进行介绍。

2. X-线CT的原理及特点

所谓 CT，就是计算机切面成像（Computed Tomography、CT）的简称。它是通过电磁波等可以透过物体内部的波束对物体进行扫描（scan），再通过计算机处理数据得到切面图像的方法。比如采用 X-线进行扫描的方法，则被称为 X-线 CT。在医疗领域，通常称为 CT 扫描。X-线是一类波长在 1pm-10nm 的电磁波，属于放射线的一种。当用 X-线对物质进行照射时，基于各种结构上的特点，X-线在通过该物质时会被部分吸收。X-线 CT 装置就是利用这个“被吸收”的性质，对物体的内部结构进行观察的。与医用 X-线 CT 相比较，工业

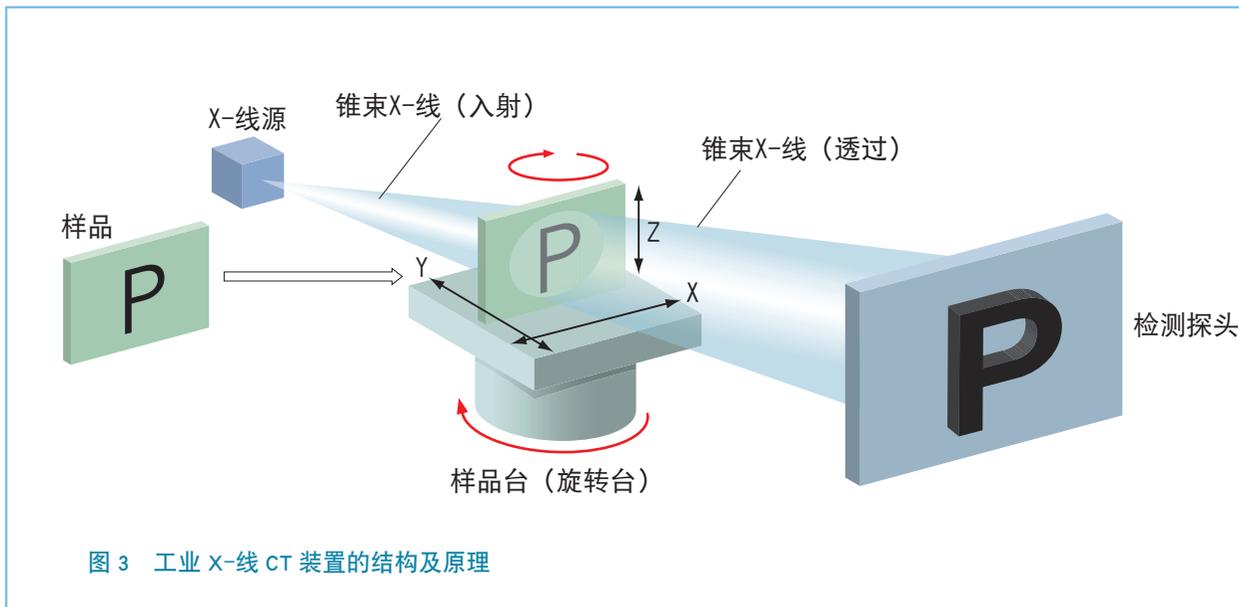


图 3 工业 X-线 CT 装置的结构及原理

	分辨率 ($\mu\text{m}/\text{Pixel}$)	倍数	可检测尺寸 (μm)	可成像范围 宽 \times 厚 \times 高 (mm)
缩小	85	1.25	≈ 200	$40 \times 40 \times (35 \times N)$
扩大	5	20.0	≈ 10	$1.5 \times 1.5 \times (1.3 \times N)$

表 1 本公司装置的可能成像的范围及观察对象物的可检测尺寸

用 X-线 CT 的分辨率更高，主流的工业 X-线 CT 具有微米级的分辨率。图 1 和 2 是本公司所属的工业 X-线 CT 装置的外观和它的内部结构（X-线管球、样品台、检测探头）照片。在最高倍数时的分辨率是 $5 \mu\text{m}$ （最有把握的检测能力是 $10 \mu\text{m}$ 左右）。

下面通过图 3 介绍工业 X-线 CT 的原理。

将从 X-线源发射的锥束状 X-线照射到样品上，通过检测探头检测透过被检测物体的 X-线的透过率，由于构成样品的各元素的电子云密度不同，所以就能够获得一幅反应该样品的内部结构、材质分布的透过图像（黑白图像）。而且通过将样品进行 360° 旋转，从各个角度获得相应的透过图像，再通过计算机对从不同角度获得的透过图像进行合

成处理，就可获得被照样品的切面成像（切面图像）。这和医疗领域的照片及 CT 扫描是同样的原理。不过医疗上的 CT 扫描不是旋转样品，而是旋转 X-线源和检测探头，通过调节样品与 X-线源之间的距离来调节成像倍数。样品离 X-线源越近，透过图像就越大，这时以高分辨率状态在检测探头内成像，因而成像范围也会相应地变窄，这与摄像的原理是相同的。表 1 代表内部缺陷的检测尺寸（分辨率）与本公司装置的成像范围的关系。调低成像倍数，可以观察到更大范围内的图像，但是分辨率就相应地降低。相反，提高成像倍数，就会使可观察范围变窄，分辨率变高。

此外，和用 SEM 进行切面观察的技术等还不一样，X-线 CT 基本不需对样品进行前处理，将样品放到样品台上，

选择想要的成像倍数进行调节取景即可，而且由于是在大气中观察，操作容易是它的一大优点。除 X-线 CT 之外，作为非破坏性的内部结构观察手段，还有超声波探伤法。它是从样品的一侧入射超声波，在同一侧接收并测试从样品内部的缺陷反射回来的反射波的强度的时间和空间分布实现对样品内部缺陷的检测。一般都采用这样的反射法进行检测。与 X-线 CT 相比，由于超声波探伤法一次可扫描的范围更大，因此对大型成型制品整体中缺陷的产生位置的判定和分布状态的确认非常有效。不过对于超声波的情形，如果提高分辨率（高频率），强度衰减就加剧（超声波深入样品的深度变浅），如何选择聚焦面就要看优先考虑哪个因素了。

成型制品环境	内部缺陷
使用前就存在	空洞
	裂纹
	接触不良
	分层
	异物
使用中产生的	玻璃纤维取向
	银纹、微裂纹
	裂纹
	界面剥离

表 2 成型制品内部缺陷的分类

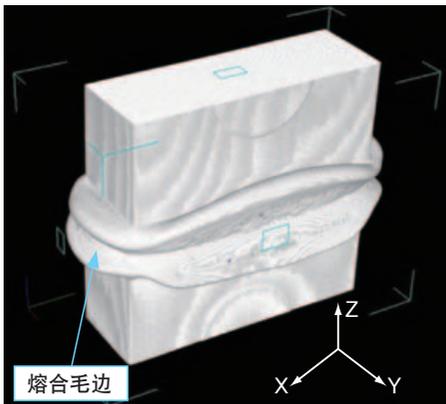


图 4 热板熔合样品

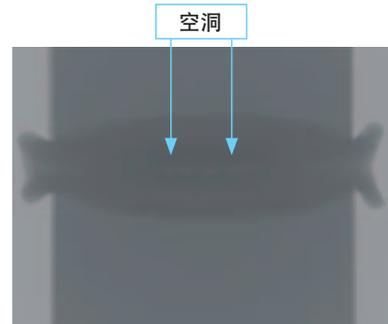


图 5 熔痕宽度 1.4mm 样品的透过图像

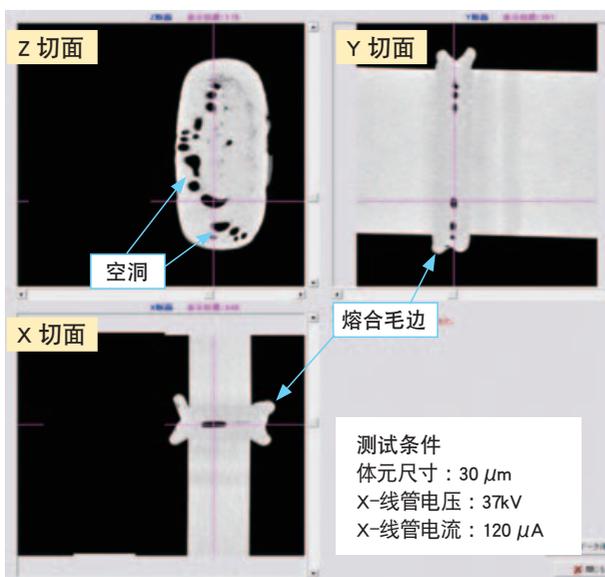


图 6 熔痕宽度 1.4mm 样品的重新合成后的三切面图像

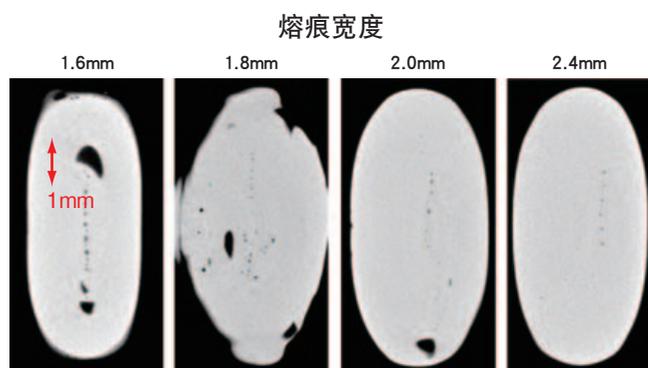


图 7 改变熔痕宽度后样品的 Z 切面图像

3. 解析实例

成型制品内部产生的缺陷各种各样(表 2 参照), 都有可能成为制品破坏的原因或对物性产生重要影响(强度下降、破坏寿命、耐久性等)。下面介绍一些关于空洞或玻璃纤维取向等内部缺陷与物性的关系的解析实例。

3-1 空洞观察及拉伸性能的解析实例

首先介绍以汽车部件为中心广泛使用的聚甲醛(POM)的热板熔合制品的拉伸性能与空洞的关系的实例。将 2 块短试验片(材料:「夺钢®」非增强普通品级, M90-44, 宽 12mm、厚 3mm)通过热板熔合机熔合(熔融温度: 260℃)得到样品(如图 4 所示)。一般在熔合时产生空洞的原因可以是真空空洞(收缩的影响)和气体空洞(产生的气体的影响)等, 熔合条件对空洞的产生有很

大的影响。这个例子就是通过改变熔合时的熔痕宽度(挤压量)获得各种熔合样品, 再采用工业 X-线 CT 对空洞的形态进行观察, 最后通过拉伸试验机测试样品的拉伸性能。

在分辨率为 30 μm / Pixel 的条件下获取各种熔痕宽度样品的 360° 透过断面图像, 再经过图像合成获得各样品的切面图像。图 5 是产生空洞比较明显的熔痕宽度为 1.4mm 样品的透过图像; 图 6 是合成后的切面成像(从 X、Y、Z 轴方向观察的二维切面图像)。在透过图像上空洞是空隙, 颜色比树脂部更白; 但

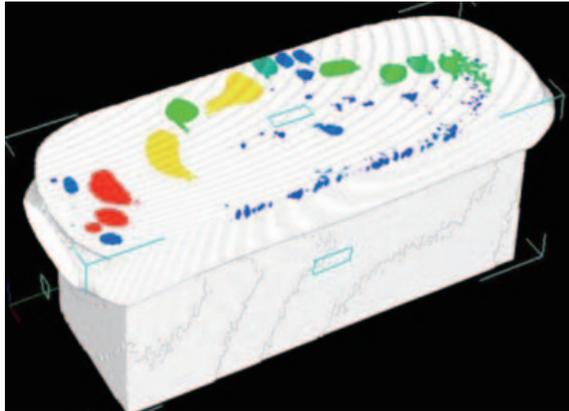


图 8 熔痕宽度为 1.4mm 样品的立体化后的 Z 切面图像

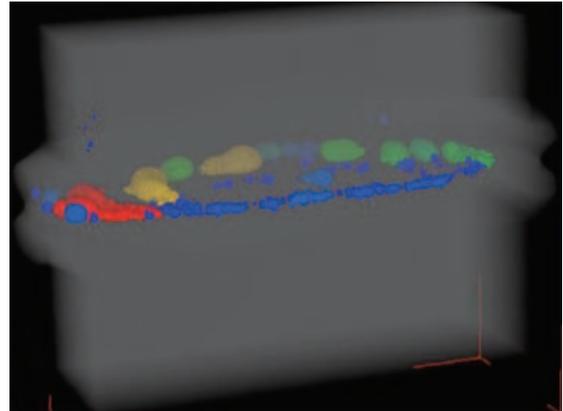


图 9 熔痕宽度为 1.4mm 样品的空洞的三维提取图像

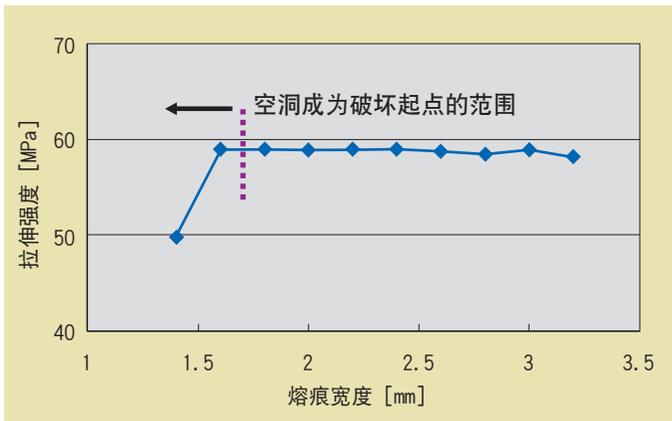


图 10 熔痕宽度与拉伸强度的关系

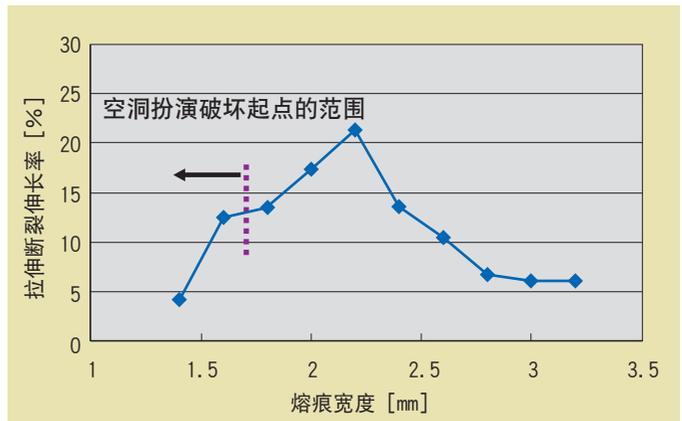


图 11 熔痕宽度与拉伸断裂伸长率之间的关系

是合成后图像上空洞部位的颜色和树脂部的颜色发生了对换，而且界面更加清晰，在图 6 所示的切面图像中的黑色部分是空洞。由于切面的位置可以任意改变，因此可以很容易地观察清楚空洞的具体形态。图 6 是在能最明显地观察到空洞的角度获得的图像。从该图像中可以看到，我们从 3 个不同方向都可观察到形状大小各异的很多的空洞分布在熔合界面附近。进一步增加熔痕宽度的样品的 Z 切面图像如图 7 所示。随着熔痕宽度的增加，空洞的大小和数量都在减少，当熔痕宽度达到 2.4mm 时空洞基本

消失。可以看出通过 3 方向切面成像的观测，可以准确地对样品内空洞的大小、形状及分布状态进行比较研究。

此外，通过图像处理软件，还可以由切面成像合成出立体图像。

图 4 代表整体的立体像，图 8 是熔痕内部的任意位置的切面图。图 9 是只凸显空洞的立体结构的图像，可以看出空洞的分布状态也是立体形的。

图 10、11 代表空洞产生状态各不相同的各熔痕宽度情形下的拉伸性能的测试结果。从图中可以看出，空洞产生最为显著的熔痕宽度为 1.4mm 样品的拉伸

强度是相应基材强度的 80% 左右，随着空洞的减少强度逐步上升，熔痕宽度为 1.6mm 的样品里虽然还残留有空洞但是其拉伸强度已经接近了基材的强度。此外，从断裂面的观察结果还可以看出，熔痕宽度在 1.6mm 以下时，空洞会成为破坏的起点（发生点）。

另一方面，拉伸伸长率随熔痕宽度增加而增加，当空洞完全消失时达到最大的事实也得到了确认，这说明空洞的产生对拉伸伸长率有很大的影响。通过这次的熔合样品测试发现，空洞越多，越容易因应力集中形成发生破坏的起

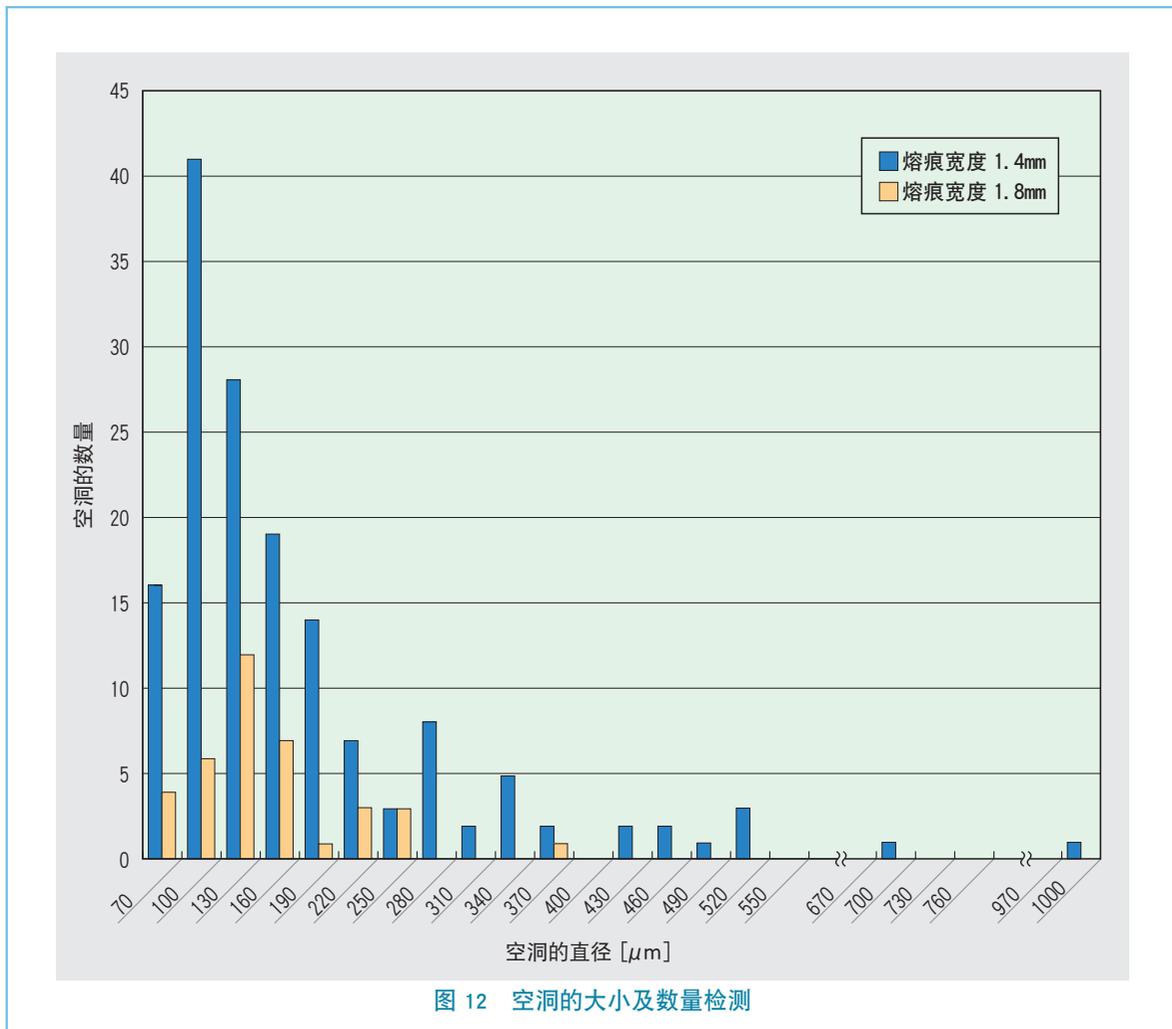


图 12 空洞的大小及数量检测

点，对短期的拉伸强度带来影响的规律也得到了确认，同时还使我们认识到熔合质量的好坏有必要通过断裂伸长率来判断。

综上所述，将空洞的观察与成型制品的物性相关联的解析技术成为了可能。非破坏性的内部观察成为了寻求空洞对策的有效的解析技术。此外，如图 12 所示，作为定量的图像解析例之一，它是从切面图像获得空洞的大小及其产生的数量的解析结果的。除此之外还可以从各种各样的观点出发对切面图像进行解析。今后有必要进一步发展定量解析技术，将其进一步应用于故障解析等领域。

3-2 玻璃纤维取向的观察实例

增强类材料的成型制品并不一定就具有与所使用的基材相同的强度，发生这种情况的原因之一就是要考虑到玻璃纤维取向的影响。以前主要是通过 SEM 或光学显微镜观察样品的切削切面来判断玻璃纤维的取向状态。虽然切削切面的观察范围可以从高倍数到低倍数，但是样品的制备需要很专业的技术而且耗时，而且 1 个样品只能得到 1 个层面上的信息。

而在现实中，形状复杂、树脂流动过程也复杂，需要获得相应的内部结构

的立体信息的情形不断增加。对于这样的情形，X-线 CT 的非破坏性三维观察被认为最为有效。由于玻璃纤维的直径在 10 ~ 15 μm 左右，如果要通过工业 X-线 CT 来辨别玻璃纤维，就需要装置的最大分辨率（倍数）在 5 μm / Pixel 附近，这样可观察的范围就只有 2.5mm 左右，是一个非常小的范围。如图 13 所示，下面要介绍的是假定在转角部发生破坏时，对玻璃纤维的取向进行观察的实例。

在 30% 玻璃纤维增强 PBT (「DURANEX®」3300) 的成型制品上，选择了树脂流动状况不同的两个转角部位（转角 1、转角 2），以 5 μm / Pixel 的分辨率进行观

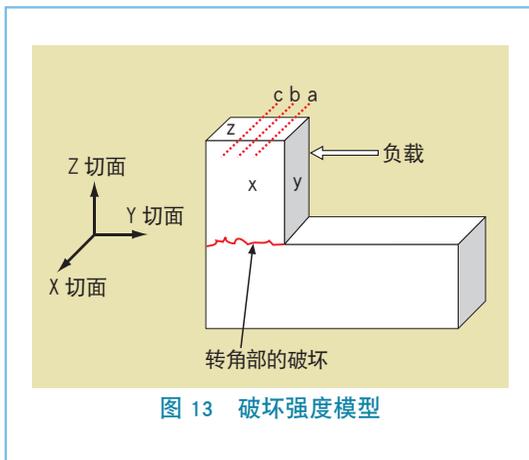


图 13 破坏强度模型

测。当在如图 13 所示的方向施加负载时，最容易评价玻璃纤维取向的影响的 Y 切面的切面成像如图 14、15 所示。呈白色对比的是玻璃纤维。该图中显示的是内部的任意的 3 个深度处 (a、b、c) 的图像。由于切面成像观察可以任意移动观察切面的位置，虽然可观察范围很窄，但是可以容易地确认从表层到内部的玻璃纤维的取向状态。从图 14、15 可知，对于转角 1，纤维大致在与转角相平行的方向上取向（降低增强能力）；而对于转角 2，纤维在大致与转角垂直的方向上取向（维持增强能力）。因此，如果进行破坏试验，可以预料转角 2 应该具有更高的强度，而实际对试片进行

弯曲强度测试的结果表明，转角 2 表现出了比转角 1 高出 10% 左右强度。由此可见，虽然是定性的评价，可以认为在关于玻璃纤维的取向观察与成型制品的物性（破坏强度）的关系的评估方面，通过工业 X-线 CT 的立体的解析法是非常有效的。

平行方向

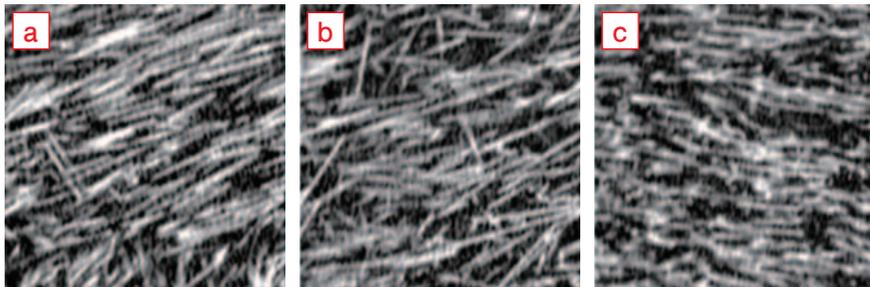


图 14 转角 1 的内壁部的 Y 切面图像

垂直方向

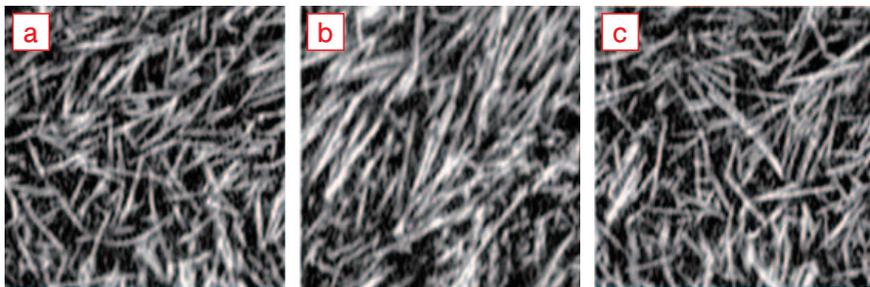


图 15 转角 2 的内壁部的 Y 切面图像

4. 结束语

如上所述，采用工业 X-线 CT 进行非破坏内部观察技术的应用领域不只是单纯的内部缺陷观察，从成型制品的强度特性评价的观点来看也是一种非常有效的手段。此外，通过以上实例介绍可以看到，不只是针对使用前就存在的缺陷，针对在使用过程中产生的缺陷、强度下降的要因（力学因素（负载、应变）引起的损伤积累）的解析以及寿命预测等的应用方面今后还有很大的发展空间。今后，本公司将继续发展这类观察技术和图像解析技术，构建更加精密的非破坏性观察技术。