



CT Analysis of Samples Consolidated by Spark Plasma Sintering of the Ti - TiC Powder

Rositza DIMITROVA, Plamen TASHEV

Bulgarian Academy of Sciences - Institute of Metal Science, Equipment and Technologies with Hydro- and Aerodynamics Centre “Acad. A. Balevski”, 67 Shipchenski Prohod Blvd., 1574 Sofia, Bulgaria
e-mail: rossy@ims.bas.bg

Abstract

Three types of samples are subjected to Micro X-ray Computed Tomography (CT) with microtomograph SkyScan 1272, Bruker. Samples consolidated by spark plasma sintering of the Ti - TiC powder, are studied. The powder mixture was obtained through High-Voltage Electrical Discharge (HVED) treatment in kerosene with “point – plane” electrode system at the Institute of Impulse Processes and Technologies of the National Academy of Sciences of Ukraine.

Keywords: CT analysis, High-Voltage Electrical Discharge, Ti - TiC powder, spark plasma sintering

анализ на образци, получени чрез плазмено-искрово синтероване на прах Ti – TiC

Росица ДИМИТРОВА, Пламен ТАШЕВ

1. Увод

Микро-рентгеновата компютърна томография (СТ) е безразрушителна техника за изследване на вътрешната структура на материалите. Тя се използва за изследване на широк спектър от материали, включително скали, кости, керамика, метал и меки тъкани. СТ сканиранията се създават чрез серии рентгенови лъчи, които са форма на радиация в електромагнитният спектър. Скенерът емитира рентгенови лъчи към пробното тяло от различни ъгли при зададена стъпка, като детекторите измерват разликата в рентгеновите лъчи, абсорбирани от тялото, и рентгеновите лъчи, преминали през тялото. Първоначално използван за диагностика в медицината [1÷5], този метод в последните години успешно се използва за изследване и контрол на материалите в инженерната и научна практика [6÷10].

2. Материали и методи за изследване

2.1 Получаване на образците

Извършено е изследване на плазмено-искрово синтеровани образци от прахове система Ti-TiC, получени чрез високоволтов електроразряден синтез (HVED) в среда от керосин или спирт с електродна система „точка – равнина“. Образците и съответните прахове са създадени от колектив под ръководството на проф. Олга Сизоненко от Института за импулсни процеси и технологии към Национална академия на науките на Украйна [11,12,13] и са ни предоставени за изследване по партньорска програма. Образците са изработени от колегите при един и същи режим на спичане. Различават се по технологията на получаване на използваните при синтероването прахове.

Прахът за образец с номер 9 е получен в среда на етанол под въздействието на 1 електрод, този за образец с номер 10 е получен в среда на керосин под въздействието на 1 електрод а за образец с номер 12 е получен в среда на керосин под въздействието на 3 електрода. Запазена е оригиналната номерация на изпратените от колегите образци.

2.2 СТ анализ

СТ анализът е направен чрез микротомограф SkyScan 1272, Bruker, закупен по Проект BG05M2OP001-1.001-0008 „Национален център по мехатроника и чисти технологии“, финансиран от Оперативна програма „Наука и образование за интелигентен растеж“ 2014-2020. Микротомографът е показан на фигура 1. Той е предназначен за експресно и безразрушително изследване на порести метални и неметални пени и изделия от тях, повърхностни и обемни пукнатини, получени при работа или различни изпитвания на мехатронни компоненти и др. Получава се детайлна информация за наличието на различни по плътност фази в обема на изследвания материал, геометрични характеристики на фази с неправилна форма и тяхната структура, процентно съдържание на обща, отворена и затворена порестост, и процентно разпределение на порите с различни диаметри в обема на материала. Специално разработената оптична система и методика за измерване позволява изследванията да се провеждат с висока резолюция при различни по размер и геометрия пробни тела.



Фигура 1. Микротомограф SkyScan 1272, Bruker

Някои от характеристиките на Skyscan 1272 са:

- Фокус на източника на рентгеново лъчение при 4 W: $< 5 \mu\text{m}$.
- Номинална резолюция: $< 0.35 \mu\text{m}$.

- Автоматичен 6-позиционен превключвател на филтри за широкообхватна избор на енергия от източника, осигуряващ най-добрите условия за сканиране за всякакъв вид проба.
- Масичка за образеца с 360° въртене в двете посоки със стъпка 0.01°; автоматично микро-позициониране на обекта спрямо източника.
- Диаметър на сканирания обект от 5 до 60 mm; дължина на сканирания обект от 5 до 60 mm.
- Софтуер за управление на системата и специализиран софтуер за реконструкция, съхранение на данни, визуализация и експорт към друг софтуер за 3D изображения.

Налични са следните функции за анализиране на 3D изображения:

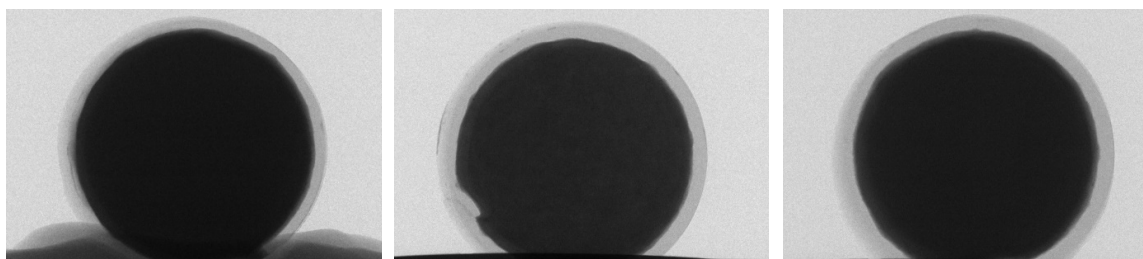
- реалистична 3D визуализация – представяне на повърхността и обема;
- преглед на триизмерните обеми сечение по сечение;
- извличане и визуализация на произволни 2D сечения;
- измерване на разстояния в реални единици за разстояние;
- измерване на площи на повърхност в реални единици на площ;
- измерване на обеми и обемни части в реални единици за обем.

След извършване на първоначални настройки са избрани следните параметри на пролъчване: разделителна способност 1632x1092 pxl, големина на pxl: 12 μm, филтър Cu 0.11mm, напрежение на източника 100 kV, ток на източника 100 μA, стъпка на пролъчване: 0.400°, 360° пролъчване (пълно завъртане на образците).

След приключване на пролъчване е направена 3D - реконструкция чрез обработка на получените графични изображения със софтуер NRecon v. 1.7.4.2. За визуализация на резултатите и получаване на разрези в различни сечения е използван софтуер CTBox v.3.3.0г1403.

3. Резултати

На *фигура 2* са показани рентгеновите проекции на трите образеца при стартиране на пролъчването, т.нар. предварителен изглед.



образец 9

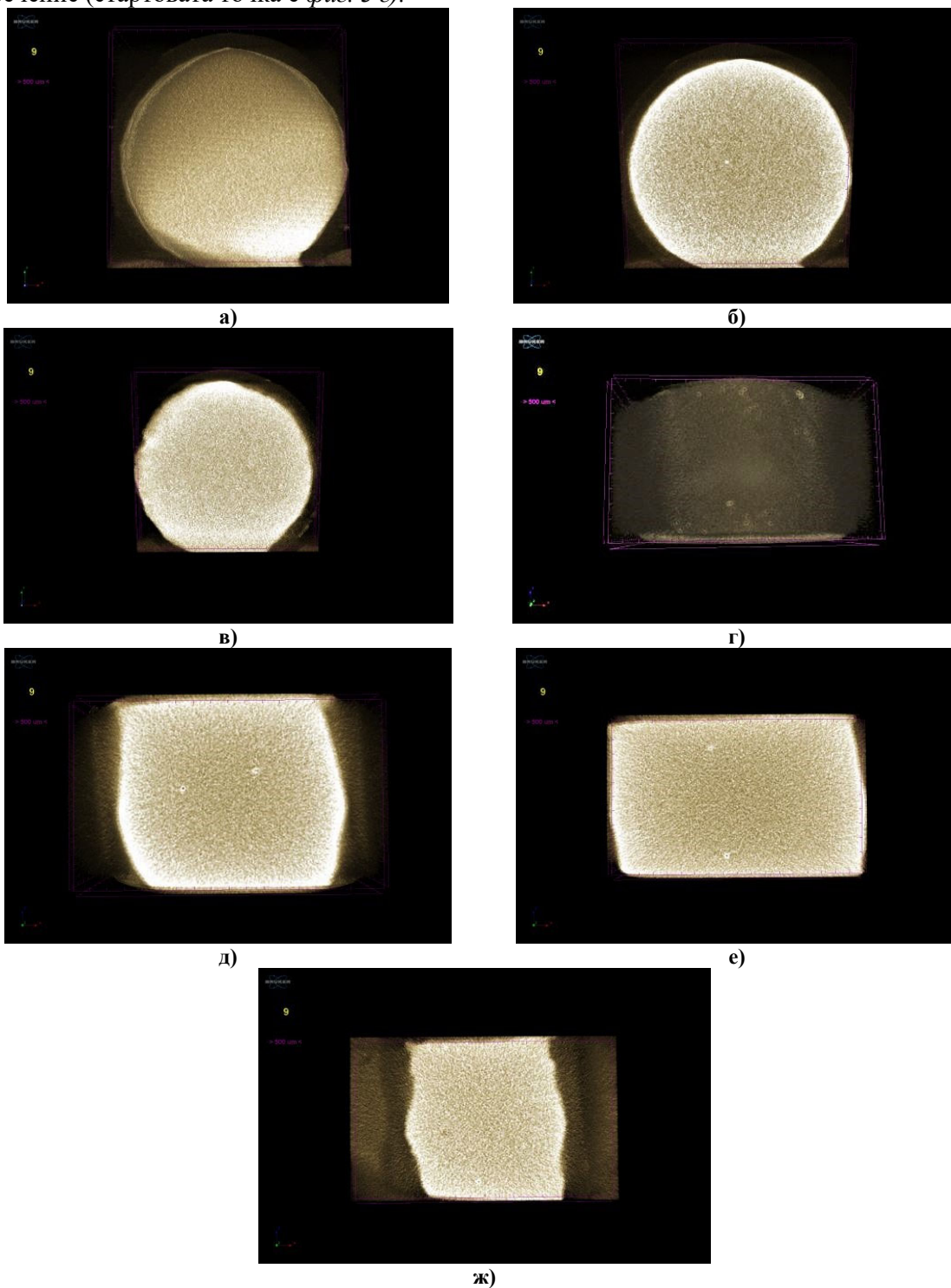
образец 10

образец 12

Фигура 2. Проекции на образците

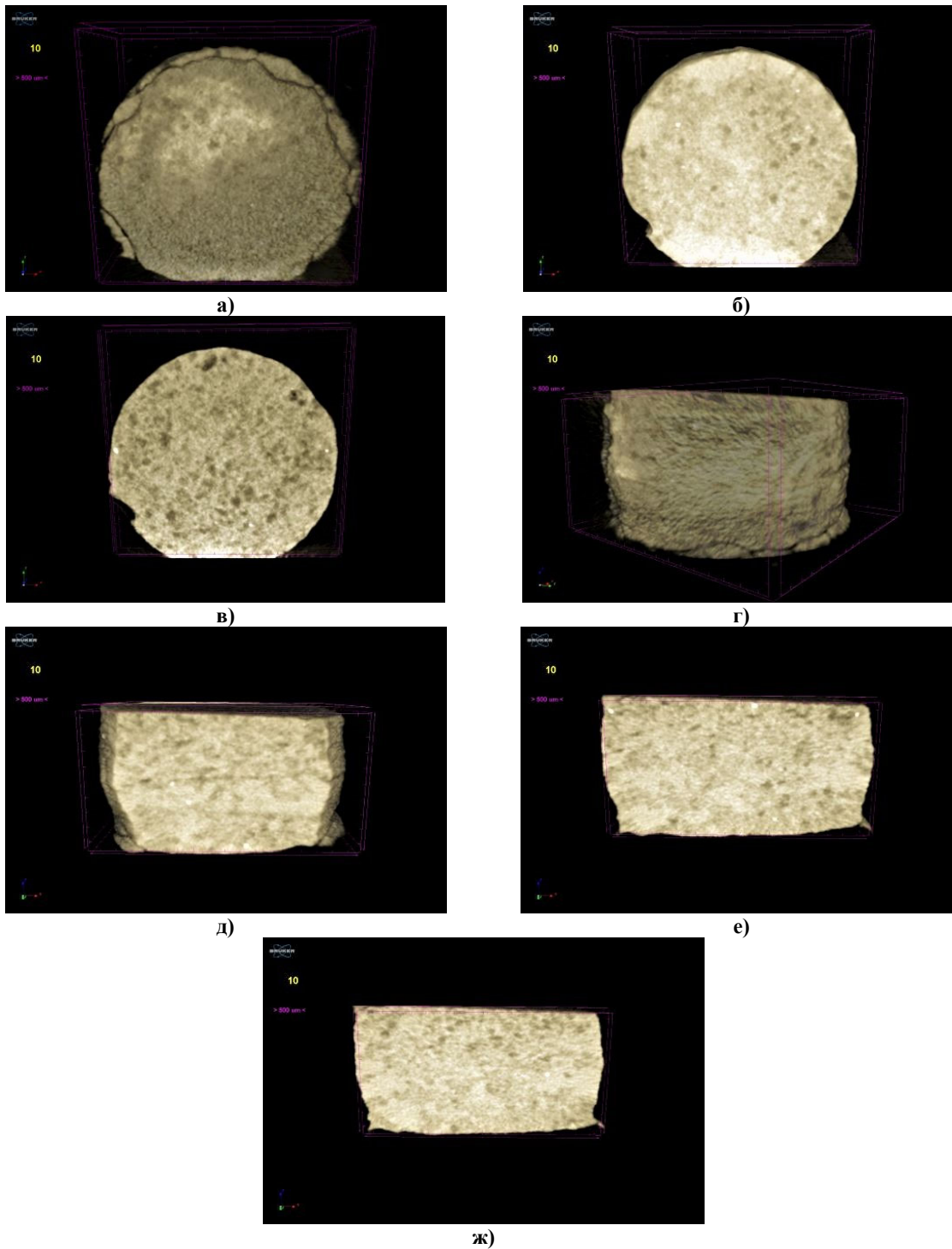
На *фигура 3 а,г* са дадени визуализации на образец 9 при различна пространствена ориентация, като в долният ляв ъгъл е дадена координатната система, а под номера на образеца е дадена марка за оразмеряването му. На *фигура 3 б-в* са показани разрези в

напречно сечение (стартовата точка е *фиг. 3 а*), а на *фигура 3 д-ж* – надлъжното му сечение (стартовата точка е *фиг. 3 г*).



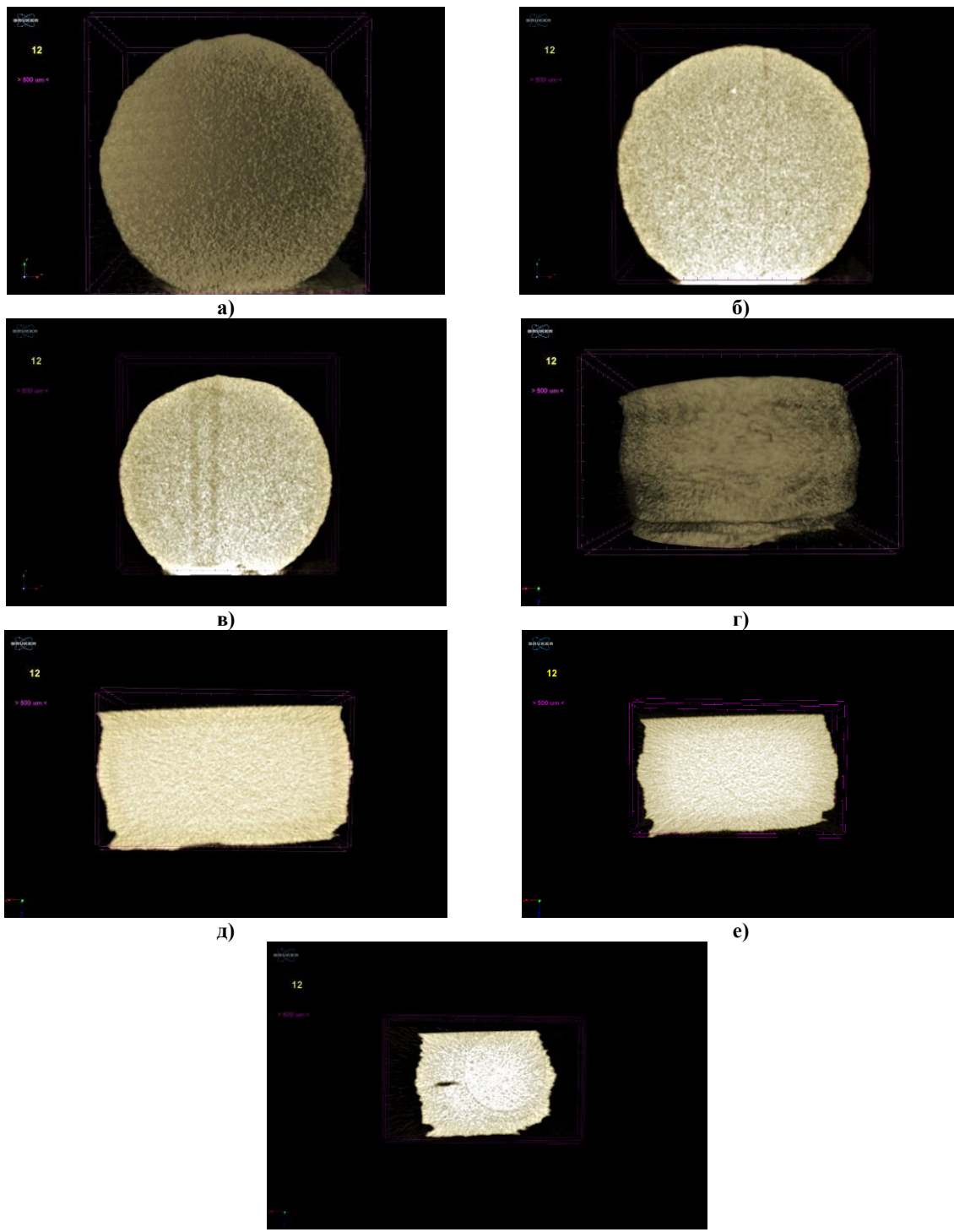
Фигура 3. Визуализации на образец 9

На *фигура 4 а,г* са показани визуализации на образец 10 при различна пространствена ориентация. На *фигура 4 б,в* са показани разрези в напречно сечение (стартовата точка е *фиг. 4 а*), а на *фигура 4 д-ж* – надлъжното му сечение (стартовата точка е *фиг. 4 г*).



Фигура 4. Визуализации на образец 10

На *фигура 5 а,г* са показани визуализации на образец 12 при различна пространствена ориентация. На *фигура 5 б,в* са показани разрези в напречно сечение (стартовата точка е *фиг. 5 а*), а на *фигура 5 д-ж* – надлъжното му сечение (стартовата точка е *фиг. 5 г*).



Фигура 5. Визуализации на образец 12

Структурата на образец 9 като цяло е хомогенна, като на места се открояват поплътни (по-светли) частици. Особено добре тези частици се виждат на едната стена на образца (*фиг.3 з*) и в надлъжните сечения през цялата му дебелина (*фиг. 3 д-ж*). Интересното при надлъжните сечения на образец 9 е, че светлите (плътни) частици винаги имат неплътен (тъмен) център.

Като цяло, структурите на образци 9 и 12 са сходни – дисперсни, като плътните частици, които се наблюдават в образец 9, се срещат рядко при образец 12. Структурата на образец 10 се различава освен, че е много по-груба и нехомогенна, и с появата на пукнатина в близост до единия край (*фиг. 4 а, з*). В образец 10 също се наблюдават светли (с висока плътност) частици (*фиг. 4 б, в, д-ж*).

4. Изводи

- Методът на микро-рентгеновата компютърна томография позволява бързо безразрушително изследване на пробни тела и детайли за откриване на неплътности, проследяване на разпределението на фази с различна от тази на основният материал плътност, изследване на порести материали.
- Благодарение на описаните по-горе възможности методът успешно може да бъде прилаган при разработване на нови материали, за контрол на качеството и при обучение на специалисти в областта.

This work was supported by the European Regional Development Fund within the OP "Science and Education for Smart Growth 2014 - 2020", Project CoE "National center of mechatronics and clean technologies", № BG05M2OP001-1.001-0008-C08.

Литература

1. Ferràs-Tarragó J., Sanchis-Alfonso V., Ramírez-Fuentes C., Roselló-Añón A., Baixauli-García F. A 3D-CT Analysis of Femoral Symmetry—Surgical Implications. *J. Clin. Med.* 2020, 9, 3546; [doi:10.3390/jcm9113546](https://doi.org/10.3390/jcm9113546).
2. Crews, M. S., Bartholmai, B. J., Adegunsoye, A., Oldham, J. M., Montner, S. M., Karwoski, R. A., Husain, A. N., Vij, R., Noth, I., Streck, M. E., Chung, J. H. 2020. Automated CT Analysis of Major Forms of Interstitial Lung Disease. *J. Clin. Med.* 9, 2020, no. 11: 3776. <https://doi.org/10.3390/jcm9113776>.
3. Pinto J.C., Torres F.F.E., Santos Jr. A.O., Tavares K.I.M.C., Guerreiro-Tanomaru J.M., Tanomaru-Filho M. Influence of voxel size on micro-CT analysis of debris after root canal preparation. *Braz. Oral Res.* 2021;35:e008. <https://doi.org/10.1590/1807-3107bor-2021.vol35.0008>.
4. Song X., Wang J., Cai H., Yang C., Mo Y., Zhu M., Zhu G., Ye L., Jin M. Use of quantitative CT analysis to evaluate the degree of lung destruction in lymphangiomyomatosis. *Research Square*, preprint.
5. Zogheib C, Roumi R, Bourbouze G, Naaman A, Khalil I, Plotino G. Effects of ultrasonic refinement on endodontic access cavity walls: A microcomputed tomography analysis. *J Conserv Dent* 2021, Vol. 24, Iss. 1. January-March 2021. [DOI:10.4103/JCD.JCD_599_20](https://doi.org/10.4103/JCD.JCD_599_20).
6. Ziółkowski, G., Treter, G., Tokarczyk, E., Szymczyk-Ziółkowska, P. (2020). New possibilities for in situ CT analysis of additive manufactured samples. *Technical Transactions*, e2020028. <https://doi.org/10.37705/TechTrans/e2020028>.
7. Sirr S A, Waddle J R. CT analysis of bowed stringed instruments. *Radiology*. Jun 1997, <https://doi.org/10.1148/radiology.203.3.9169708>.
8. Yoon, J.; Kim, H.; Sim, S.-H.; Pyo, S. Characterization of Porous Cementitious Materials Using Microscopic Image Processing and X-ray CT Analysis. *Materials* 2020, 13, 3105. <https://doi.org/10.3390/ma13143105>.

9. Mukunoki T., Miyata Y., Mikami K., Shiota E. X-ray CT analysis of pore structure in sand. *Solid Earth*, 7, 929–942, 2016. [doi:10.5194/se-7-929-2016](https://doi.org/10.5194/se-7-929-2016).
10. Bakalova T., Kolínová M., Louda P. Micro CT analysis geopolymer composites. *Manufacturing Technology* 14(4):505-510. DOI: [10.21062/ujep/x.2014/a/1213-2489/MT/14/4/505](https://doi.org/10.21062/ujep/x.2014/a/1213-2489/MT/14/4/505).
11. Effect of Ti-C and Ti–Al–C system master alloy high energy synthesis on efficiency of ni based superalloy inoculation. Syzonenko O., Lypian Ye., Torpakov A., Zaichenko A., Prystash M. XXIV INTERNATIONAL SCIENTIFIC CONFERENCE FPEPM 2019
12. Syzonenko, O.M., Loboda, P.I., Zaichenko, A.D., Solodkiy Ye.V., Torpkov A.S., Prystash, M.S., Trehub, V.O. The influence of high-voltage electrical discharge on dispersion and structure of B4C powder. *Journal of Superhard Materials*, 2017, 39(4), P. 243–250.
13. Kuskova N.I., O.M. Syzonenko, A.S. Torpakov. Electric discharge method of synthesis of carbon and metal–carbon nanomaterials. *High Temperature Materials and Processes*. 2020. Vol. 39, Issue 1. P. 357-367.