

Актуальность Компьютерная микротомография – один из достаточно новых и универсальных и представительных методов для изучения объемного строения практически любых материалов и объектов. Область применения этого метода простирается от микробиологии до анатомии и медицины, от наноматериалов до композитов и изделий из них, от инженерии до машиностроения, от кристаллографии до нефтяной промышленности, от микроэлектроники до оборонной промышленности. Являясь неинвазивным методом и позволяя получать данные с разрешением от десятков нанометров до миллиметров, микротомография позволяет значительно расширить возможности исследования полимерных композиционных материалов. Результаты пространственного изучения различных объектов и материалов могут быть как дополнительными данными к существующим традиционным показателям, так и поставщиком новейшей, не доступной ранее информации. Описание метода Компьютерная микротомография – неразрушающий метод визуализации трехмерной внутренней микроструктуры объектов с использованием рентгеновского излучения. Метод аналогичен медицинской томографии, микрофокусная рентгеновская трубка освещает объект, а рентгеновская камера получает его увеличенные теневые проекции. На основе сотен проекций, собранных под разными углами при вращении объекта, компьютер реконструирует набор виртуальных сечений объекта. Оператор может просматривать сечение за сечением, получать сечения под любым углом и числовые характеристики трехмерной внутренней микроструктуры по всему объему или выделенной области и даже создавать реалистичные трехмерные модели микроструктуры для виртуального перемещения внутри объекта исследования. Принципы восстановления и анализа изображений исследуемых объектов, получаемых рентгеновскими микротомографами рассмотрены в [1-3]. Методы микротомографии постоянно совершенствуются разработчиками. Например, в [4] предложены оптимальные схемы взаимного расположения рентгеновского источника, исследуемого образца и детектора [5], различающегося в зависимости от типов монохроматоров (кремния, фторида лития и пиролитического графита). Сравнительный анализ двух методов неразрушающего контроля рентгеновских линз: рентгеновской микротомографии и фазоконтрастной микроскопии представлен в [6]. В качестве объекта сравнения были использованы преломляющие линзы, сформированные с помощью лазерной стереолитографии. Созданы первые образцы линз из фотополимера методом вращения. Исследованы особенности перехода фотополимера из жидкой фазы в твердую при облучении, которые необходимо учитывать для получения преломляющего профиля требуемой формы. Метод микротомографии слоистых микроструктур при детектировании обратнорассеянных электронов в растровом электронном микроскопе, основан на формировании послойных изображений скрытых под поверхностью

микроструктур с помощью отфильтрованных в узком энергетическом окне отраженных электронов. Для микротомографии и спектроскопии отраженных электронов применен усовершенствованный спектрометр дефлекторного типа с тороидальными электростатическими секторными электродами [7]. На сегодняшний день томографы можно условно разделить на 4 группы (см. схему 1). Схема 1 Рентгеновская микротомография Рентгеновская микротомография представлена новым поколением настольных рентгеновских томографов высокого разрешения. Усовершенствованная конструкция сочетает подвижный объектный столик и рентгеновскую камеру, что позволяет достигнуть высокого разрешения, удобства размещения крупных образцов и увеличить скорость сканирования. Использование изменяемой геометрии сканирования в томографах значительно увеличивает скорость и сохраняет высокое разрешение по сравнению с приборами, использующими фиксированную систему источник-детектор. Новые крупноформатные охлаждаемые рентгеновские камеры позволяют достигать высокого пространственного разрешения, не сильно ограничивая размеры образцов. Для ускорения реконструкции современные системы оснащаются четырехкомпьютерным кластером, который обрабатывает экспериментальные данные так же быстро, как происходит их накопление. Поддерживается реконструкция виртуальных сечений размером до 8000x8000 пикселей. Томограф позволяет использовать специальную приставку для проведения исследований под нагрузкой растяжения/сжатия исследуемого образца. Интегрированное программное обеспечение позволяет использовать стандартные процедуры построения структуры и отслеживать перемещения неоднородностей при различных деформациях объекта [8]. Рентгеновский микротомограф высокой энергии, предназначенный для исследования крупных и плотных объектов, относится к классу рентгеновских томографов с высокой энергией излучения для неразрушающей пространственной микроскопии для применения в науках о материалах и биомедицинских исследований *in-vitro*. Конструкция позволяет исследовать образцы большого размера и высокой плотности вещества. Микротомограф дополнительно может быть оснащён специальными объектными столиками (температурными (нагрев/охлаждение), для механических испытаний). Также возможно использование четырёхнодового кластера для обработки результатов сканирования с максимальным разрешением и специализированного программного обеспечения, которое ускоряет процесс обработки от 10 до 50 раз. Варьируя напряжение на источнике излучения и различные фильтры можно изучать объекты самых разных плотностей. Чувствительная камера позволяет сканировать весь объект целиком за несколько минут. С помощью комбинации системы позиционирования и увеличения (размер пикселя $b = 30$ мкм) легко достигается выбор части объекта для сканирования. Микротомограф может работать с любым компьютером. Программное обеспечение обладает всеми функциями необходимыми для

пространственной реконструкции, 2D / 3D качественного анализа и 3D визуализации. Нанотомография Данный метод представлен лабораторными рентгеновскими нанотомографами, имеющими разрешение в несколько сотен нанометров. Такое разрешение сравнимо или даже выше чем у томографов использующих синхротронное излучение. Такие томографы оснащены источником рентгеновского излучения с вакуумной системой и катодом из LaB₆, который позволяет получать исключительно узкий пучок с размером фокального пятна 400нм. Использование фазового контраста позволяет различать детали объекта размером до 150-200 нм. Прецизионная система позиционирования объекта позволяет перемещать и поворачивать его с точностью менее 100 нм. Детектор излучения сделан на основе ПЗС матрицы с чувствительностью до одного фотона. Объекты исследуются в условиях окружающей среды, без специальной подготовки. Микротомография *in vivo* Здесь используется томограф высокого разрешения с малой дозой облучения для сканирования *in-vivo* малых лабораторных животных, с пространственным разрешением до 9 микрон. Система отображает сечения тела живых животных, преобразовывает результаты сканирования в реалистичные модели и рассчитывать внутренние морфометрические параметры. Прибор позволяет визуализировать различные ткани объекта от легких до костей. Система имеет столики для исследования, изготовленные из материала, который очень слабо поглощает рентгеновское излучение. Система физиологического мониторинга обеспечивает синхронизацию сканирования с дыханием и сердцебиением животных для получения более четких изображений. Опциональное оснащение томографа двумя парами источник-камера значительно ускоряет сканирование. По мере накопления данных компьютерный кластер производит реконструкцию. Столики для животных сделаны из углеродного волокна, их сменные крепления позволяют переносить животных на другие сканеры, такие как системы позитронно-эмиссионной (двухфотонной) томографии (PET), однофотонной эмиссионной томографии (SPECT) и биoluminesценции. Система объёмного элементного картирования В данном методе используются компьютерные рентгеновские микротомографы для изучения пространственной структуры и химического состава объекта. Уникальные приборы с комбинированной системой рентгеновской микротомографии и рентгеновской флюоресценции. Задача рентгеновской микротомографии исследования минерального вещества для получения генетической и технологической информации – данные о морфоструктурных характеристиках (в т.ч. количественных), т.е. текстурно-структурных и фазовом (минеральном) составе. Важно отметить различие промышленных и медицинских рентгеновских томографов и методик томографии. Исследуются принципиально различные по способности ослабления рентгеновских лучей вещества: металлы, сплавы, композиты и биологические ткани. Это: - Разные диапазоны рабочих энергий, соответственно, и разные

эффекты взаимодействия с веществом: 1) 200-500 кэВ до МэВ и Комптон-эффект, 2) от 17 до 100 кэВ при основном 20-25 кэВ и фотоэффект. - Технические решения геометрии сканирования: 1) вращается исследуемый объект, 2) он неподвижен. - Разные режимы: 1) импульсный и 2) непрерывный; дозы облучения и рабочие площади сканирования. Области применения

Рентгеновская компьютерная томография в настоящее время является одним из основных диагностических методов медицинских исследований. Принцип томографического исследования основан на получении пространственной информации о структуре объекта по набору его рентгеновских изображений при различных углах его расположения относительно источника и детектора. Излучение должно быть таким, чтобы, с одной стороны, объект (в том числе микрообъект с размерами 0,001...10 мм) не стал бы для наблюдателя совершенно непрозрачным, а, с другой стороны, поглощение в образце было бы всё же существенным [9]. Метод микротомографии дает возможность получить представление о внутреннем строении изучаемого объекта в 2D-изображениях и 3D-реконструкциях с минимальной подготовкой образца и с сохранением его целостности. С помощью этого метода возможно получить высококачественные изображения внутренней и внешней анатомии за кратчайший временной промежуток (время сканирования объекта 2 часа 2 минуты) [10]. В настоящее время для изучения внутренней морфологии беспозвоночных животных используют следующие стандартные методы: анатомическое вскрытие, серии гистологических срезов, сканирующая (СЭМ) и трансмиссионная (ТЭМ) электронная микроскопия. Метод микротомографии (μ СТ) является новым методом для изучения анатомии беспозвоночных животных в России.

Современная трансмиссионная рентгеновская томография высокого разрешения позволяет исследовать структуру материалов и изделий на уровне 3D-композиций с пространственным разрешением, определяемым размерами фокусного пятна источника рентгеновского излучения. Указанный метод успешно применен для качественного и количественного анализа характеристик изделий из наноструктурированного титана на примере зубных имплантатов, отличающихся высокой прочностью и хорошей биологической совместимостью с костной тканью человека. В [11, 12] показано, что микротомография позволяет производить неразрушающие исследования внутренней трехмерной структуры изделий без их предварительной обработки и подготовки. Используя лазерную микротомографию (LSM) двухклеточного эмбриона мыши с последующей его количественной трехмерной реконструкцией (3 DR), измеряли объем отдельной эмбриональной клетки. На основе полученных данных значение мембранной проницаемости для воды в гиперосмотических условиях оценили величиной $0.1 \text{ мкм} \times \text{мин}^{-1} \times \text{атм}^{-1}$, что ниже значения ($0.3 \text{ мкм} \times \text{мин}^{-1} \times \text{атм}^{-1}$), полученного при гипоосмотическом стрессе. Выдвинуто предположение, что относительно низкий транспорт воды из клетки при сжатии бластомера

обусловлен частичной компенсацией осмотических сил за счет адгезии клеточной мембраны и зоны пеллюцида, окружающей ранний эмбрион [13].

Посредством трехмерной реконструкции серии последовательных оптических срезов раннего эмбриона мыши измеряли объем бластомера. Результаты представлены в [14]. Работа [15] посвящена разработке метода трехмерной реконструкции применительно к зародышу мыши в доимплантационный период. В основу метода положены оптическая микроскопия полутонких срезов и доступные компьютерные программы обработки изображения. Разработана методика, которая позволяет: 1) получить серию последовательных срезов одиночного эмбриона, размеры (приблизительно 80 мкм) которого ограничивают возможность его визуализации в процессе подготовки; 2) организовать не зависимую от объекта ортогональную систему координат для ориентации виртуальных срезов. Адекватность предложенного метода трехмерной реконструкции проверена на экспериментальной модели «идеальной» сферы. Проведено исследование ряда кальциатов коронарных артерий с целью изучения их фазового состава и морфологии методом рентгеновской микротомографии [16]. В развитии атеросклеротического поражения артерий выделяют несколько стадий, среди которых особое место занимает обызвествление атеросклеротические бляшки, поскольку выявление кальциатов в венечных артериях безусловно свидетельствует о наличии у больного ишемической болезни сердца, даже если клинически данное заболевание ещё не проявляется [17-19]. Исследования показали как неоднородность самой атеросклеротической бляшки, так и разницу в местах начала ее обызвествления, что при сопоставлении с клиническими и лабораторными данными может в дальнейшем помочь прогнозированию течения заболевания, выявить механизмы влияния на данный процесс в целях обеспечения здоровья человека. Достаточно широко микротомография нашала применение в геологии. Данный метод активно используется при исследовании горных пород, глинистых пород [20]. При этом создается трехмерная визуализация структурных особенностей породы с пространственным разрешением до сотен нанометров. Актуально применение компьютерной рентгеновской микротомографии (μ КТ) для изучения строения, состава и свойств пород-коллекторов [21]. В сочетании с классическим комплексом литолого-петрофизических исследований микротомография позволяет проводить одновременное изучение состава пород и структуры порового пространства. Наряду с построением объемных 3D-моделей, применение микроКТ дает возможность оценки вклада отдельных структурных характеристик породы в формирование остаточной водонасыщенности [22]. В настоящее время существует три основных подхода для описания и моделирования многофазных материалов и пористых сред: статистические, последовательные (sequential) и морфологические методы. Причем зачастую между ними тяжело провести

точную границу, или же применяются гибридные подходы с использованием сразу нескольких методов [23]. Метод рентгеновской микротомографии используется для исследования различных видов природного и техногенного минерального сырья. Таких как минералы, их агрегаты, руды черных и легирующих металлов, океанические руды, ископаемые угли, алмазоносные породы и алмазы, шунгитовые породы, техногенное сырье (металлургические шлаки, окатыши), органогенные минералы, уникальные объекты (лунный грунт, метеориты, коллекционные образцы) и др. Проведены исследования, показавшие возможность применения томографа как средства признаков разделения для экспрессной разбраковки рудосодержащих кусков от пустой породы – разделения рудного и нерудного материала в процессе обогащения минерального сырья [24, 25]. При этом, данный метод позволяет получать информацию о фазовом составе сырья и его текстурно-структурных характеристиках, проводить гранулометрический анализ, количественные морфометрические измерения гетерофазных объектов различной дисперсности и может быть эффективно использован в комплексе с традиционными минералого-петрографическими методами для решения поисково-оценочных задач, поскольку уже на предварительном этапе дает информацию о сырье, на основании которой можно определить оптимальный комплекс задач и методов дальнейшего его изучения, существенно сократив тем самым время и затраты на минералогические исследования [26]. Проведенным рентгенотомографическим методом исследования [27] подтверждена связь фильтрационно-ёмкостных свойств с морфологией порового пространства и литолого-генетическим типом породы. В результате проведенного исследования пространственного строения катализаторов получена трехмерная картина распределения активного компонента по зерну катализатора, в частности, напрямую зарегистрировано замуравывание частиц в микропоры, оценен размер пор, связывающих внутренние полости с внешним объемом [28]. В [29] рассмотрены результаты опубликованных за последние годы работ по применению метода рентгеновской компьютерной микротомографии (РКМТ) для получения трехмерных распределений материала проб кокса по плотности вещества, что дает детальное объемное представление о пористой структуре кокса. Становится возможным также устанавливать изменения структуры кокса, вызванные технологией его получения и последующими воздействиями на кокс. В совокупности с данными изучения свойств кокса другими физико-химическими методами результаты РКМТ позволяют получить наиболее полную на данном этапе характеристику доменного кокса. Снижение техногенной нагрузки на окружающую среду может быть достигнуто сокращением объема отвалов металлургических предприятий за счет вторичной переработки по новым технологиям, обеспечивающим наиболее полное извлечение всех полезных компонентов. Впервые были проведены исследования методом рентгеновской

микротомографии шлаков и окомкованных лежалых хвостов показали, что использование метода позволяет быстро и эффективно проводить их прогнозную минералого-технологическую оценку, прежде всего для экспрессного выявления содержания и форм нахождения в них полезных компонентов, определяющие целесообразность их вторичной переработки [30]. Микротомография активно используется в палеонтологии. Возможности использования рентгеновской и оптической томографии в микропалеонтологических и литологических исследованиях приведены в [31]. Рентгеновская микротомография позволяет диагностировать фосфатные микрофоссилии (конодонты) без специальной пробоподготовки; проводить гранулометрический анализ обломочных карбонатов; оценивать общую пористость и содержание сульфидов. Использование оптической микротомографии перспективно для гистологического изучения конодонтовых элементов. Обзор аналитических методов исследования реальной структуры порового пространства нефтяных коллекторов в связи с проблемами повышения нефтеотдачи приведен в [29, 32]. Показано, что параметры, измеренные при микроскопических и микротомографических исследованиях, имеют важное значение для компьютерного моделирования многофазной фильтрации в пласте и выбора технологий увеличения нефтеотдачи. Как правило, наибольший объем томографических исследований приходится на скелетный материал и окаменелости древних организмов из музейных коллекций. Тем не менее, высокая разрешающая способность современных микротомографов в сочетании с большой мощностью и производительностью применяемых компьютеров для обработки массивов данных, а также широкие возможности разработанных программных средств для реконструкции и представления виртуальных трехмерных образов открывает перспективу для более широкого их применения в музейной практике [33]. Рентгеновская микротомография все чаще используется в палеонтологии в качестве неразрушающего метода. Палеонтологические объекты для рентгеновской микротомографии очень перспективны для изучения, поскольку обладают высокой плотностью и минерализованы [34-36]. Среди многочисленных объектов томографических исследований особое место занимают почвы. Необычность этого объекта заключается в специфике почвообразования как одного из проявлений жизни на Земле. Томографический анализ может быть направлен на изучение результатов жизнедеятельности биоты, а также на исследования почвенных организмов как самостоятельных объектов. В России томографические исследования почвы начаты в 2011 г. в лаборатории физики почв Почвенного института имени В.В. Докучаева Россельхозакадемии. В настоящее время за рубежом с помощью томографов измеряют общую пористость почвы, ее объемную плотность и влажность, изучают влияние циклов изменения влажности на структуру почвы, оценивают изменение плотности почвы вокруг семян в процессе развития

всходов. Анализ объемной плотности и общей структуры почвы и пор применяют для описания различных почвенно-генетических условий, например, в почвах рисовых полей, на пашне и охранных полосах, а также для изучения влияния сельскохозяйственного использования, в том числе уплотнения почвы. С помощью трехмерных данных делают выводы о наличии в почве предпочтительных проводящих путей, наблюдают морозное изменение структуры почвы, проводят мониторинг миграции загрязняющего вещества в почве, оценивают деформационные процессы в почвах и грунтах [37].

Микротомография обладает широкими возможностями исследования полимерных композиционных материалов. На наш взгляд, потенциал данного метода для данных объектов недооценен. Мембранные методы разделения жидких и газообразных сред уже сегодня заняли прочное место в арсенале промышленных технологических процессов. Жизненная необходимость широкомасштабного внедрения мембранных процессов определяется многими факторами и, прежде всего, их прямым влиянием на обеспечение национальной безопасности, решение наиболее острых социально-экономических проблем и перспективах их практического использования [38, 39]. В работе [40], проведенной на базе КНИТУ, показано применение компьютерной микротомографии для определения размера пор в мембранах до и после использования плазмохимической технологии. В результате исследований была продемонстрирована эффективность данного метода для анализа полимерных мембран. Авторами микротомография была использована для анализа древесно-полимерных композитов. Древесно-полимерный композит – состав, содержащий полимер и древесный наполнитель, модифицированный, как правило, химическими добавками. Древесно-полимерные композиционные материалы, в последнее время пользуются особым вниманием у потребителей и производителей. Изделия из ДПК обладают, а порой превосходят, прочностные характеристики дерева. Многие рецептуры ДПК обладают исключительной стойкостью к атмосферному и биологическому воздействию: ультрафиолетовому излучению, влаге, воде, минеральным растворам, устойчивы к атакам микроорганизмов и насекомых. Для производства ДПК используются различные полимеры и наполнители. Поэтому для анализа этих материалов помимо традиционных физико-механических и эксплуатационных характеристик важно оценить характер распределения. В данной работе были использованы образцы ДПК различных производителей. а б в г Рис. 1 - Фотографии ДПК различных производителей, полученные с помощью микротомографии: а- Floostrong, б- Terrapol, в-Мультидек, г - Newwood Как видно из рис.1 с помощью микротомографии можно оценить распределение наполнителей, размер частиц наполнителя, наличие пор, гомогенность композиции. Выводы

Возможности использования метода рентгеновской микротомографии далеко не ограничиваются описанными примерами. Данный метод обладает широкими

возможностями для анализа полимерных композиционных материалов – наряду с традиционными показателями оценки. Применять его можно и в качестве метода контроля распределения наполнителей и для неразрушающей дефектоскопии, в общем, практически всегда, когда возникает необходимость в наблюдении микроструктуры непрозрачного объекта.