Мубассарова В.А., Пантелеев И.А., Плехов О.А., Изюмова А.Ю., Вшивков А.Н., Виндокуров И.А., Ташкинов М.А. Рентгеновская компьютерная томография акрилонитрил бутадиен стирола и полиэфирэфиркетона после лазерного ударного воздействия // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. – 2023. – № 6. С. 78–90. DOI: 10.15593/perm.mech/2023.6.08

Mubassarova V.A., Panteleev I.A., Plekhov O.A., Iziumova A.Yu., Vshivkov A.N., Vindokurov I.V., Tashkinov M.A. X-ray computed tomography characterization of 3D-printed acrylonitrile butadiene styrene and polyetheretherketone composites subjected to laser shock peening. *PNRPU Mechanics Bulletin*, 2023, no. 6, pp. 78-90. DOI: 10.15593/perm.mech/2023.6.08

пермский политех

ВЕСТНИК ПНИПУ. МЕХАНИКА
№ 6, 2023
PNRPU MECHANICS BULLETIN
https://ered.pstu.ru/index.php/mechanics/index



Научная статья

DOI: 10.15593/perm.mech/2023.6.08
УДК 53.091, 53.082.7, 661.66

РЕНТГЕНОВСКАЯ КОМПЬЮТЕРНАЯ ТОМОГРАФИЯ АКРИЛОНИТРИЛ БУТАДИЕН СТИРОЛА И ПОЛИЭФИРЭФИРКЕТОНА ПОСЛЕ ЛАЗЕРНОГО УДАРНОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ

В.А. Мубассарова[1], И.А. Пантелеев[1], О.А. Плехов[1], А.Ю. Изюмова[1], А.Н. Вшивков[1], И.В. Виндокуров[2], М.А. Ташкинов[2]

[1]Институт механики сплошных сред УрО РАН – филиал Пермского федерального исследовательского центра УрО РАН, Пермь, Российская Федерация
[2]Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь, Российская Федерация

О СТАТЬЕ

Получена: 03 августа 2023 г.
Одобрена: 02 ноября 2023 г.
Принята к публикации: 31 ноября 2023 г.

Ключевые слова:

рентгеновская компьютерная микротомография, композиционные материалы, полиэфирэфиркетон, акрилонитрил бутадиен стирол, анализ волокон, лазерное ударное упрочнение

АННОТАЦИЯ

Представлено исследование 3D-структуры композиционных материалов полиэфирэфиркетона (PEEK) и акрилонитрил бутадиен стирола с добавлением короткого углеродного волокна в матрицу (ABS+CF), выполненное при помощи компьютерной томографии на микротомографе SkyScan 1272 Bruker. Исходная микроструктура образцов ABS+CF обнаруживает как наличие дискретных углеродных волокон, так и дефектов 3D-печати в виде консолидированных структур из связанных между собой волокон и сгустков уплотненной полимерной матрицы. Армирующие волокна и консолидированные структуры характеризуются плотным, равномерным субгоризонтальным расположением по всему объему образца. Результаты компьютерной микротомографии образцов полимера PEEK демонстрируют характерные для данного полимера дефекты процесса его укладки, отчетливо визуализирующиеся в виде трубчатых структур уплотненного полимера с пустым пространством внутри. Анализ микроструктуры образцов после лазерного ударного упрочнения показал, что значительные изменения в обоих материалах наблюдаются только в режиме пятикратного импульсного ударного лазерного воздействия. В случае экспозиции однократным импульсом и обработки области на поверхности образцов изменения микроструктуры не происходит. В режиме испытаний без защитного поверхностного слоя происходит глубокая деградация структуры PEEK образцов с испарением материала до глубин 0,3 мм, при этом не происходит закрытия сформированных при печати межслойный поровых пространств. В образцах, армированных углеродным волокном, происходит существенная модификация микроструктуры вследствие расплавления волокон и образования единой консолидированной области с пористой «губчатой» структурой. Полученные результаты свидетельствуют о значительном влиянии лазерного ударного воздействия на качество поверхности и микроструктуру исследуемых материалов при выбранных параметрах лазерного ударного воздействия. Таким образом, необходимо проведение дополнительных экспериментов с подбором оптимальных характеристик лазерного ударного воздействия и материала защитного слоя с акустическими свойствами, близкими к свойствам исследуемых материалов, для устранения возникших при печати дефектов и улучшению прочностных свойств композиционных полимерных материалов с помощью метода лазерного ударного упрочнения.

© ПНИПУ

© **Мубассарова Виргиния Анатольевна** – к.ф.-м.н., вед. инж. лаб. термомеханики твердых тел, e-mail: mubassarova.v@icmm.com.
Пантелеев Иван Алексеевич – д.ф.-м.н., зав. лаб. цифровизации горнотехнических процессов, e-mail: pia@icmm.com.
Плехов Олег Анатольевна – д.ф.-м.н., чл.-корр. РАН, директор ПФИЦ УрО РАН, в.н.с. лаб. термомеханики твердых тел,e-mail: poa@icmm.com.
Изюмова Анастасия Юрьевна – к.ф.-м.н., зав. лаб. термомеханики твердых тел, e-mail: fedorova@icmm.ru.
Вшивков Алексей Николаевич – м.н.с. лаб. термомеханики твердых тел, e-mail: vshivkov.a@icmm.com.
Виндокуров Илья Владимирович – м.н.с. науч.-исслед. лаб. механики биосовместимых материалов и устройств, e-mail: ivv@pstu.ru.
Ташкинов Михаил Анатольевич – к.ф.-м.н., в.н.с. науч.-исслед. лаб. механики биосовместимых материалов и устройств, e-mail: m.tashkinov@pstu.ru.

Virginia A. Mubassarova – PhD, Lead Engineer, Solid Thermomechanics Laboratory, e-mail: mubassarova.v@icmm.ru.
Ivan A. Panteleev – Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Head of Laboratory Digitalization of Mining Processes, e-mail: pia@icmm.ru.
Oleg A. Plekhov – Doctor of Physical and Mathematical Sciences, Professor of RAS, Corresponding Member of RAS, Director, Leading Researcher, Solid Thermomechanics Laboratory, e-mail: poa@icmm.com.
Anastasia Yu. Izyumova – PhD, Researcher, Solid Thermomechanics Laboratory, e-mail: fedorova@icmm.ru.
Alexey N. Vshivkov – Junior Researcher, Solid Thermomechanics Laboratory, e-mail: vshivkov.a@icmm.ru.
Ilia V. Vindokurov – Junior Researcher, Laboratory of Mechanics of Biocompatible Materials and Devices, e-mail: ivv@pstu.ru.
Mikhail A. Tashkinov – PhD, Leading Researcher, Laboratory of Mechanics of Biocompatible Materials and Devices, e-mail: m.tashkinov@pstu.ru.

Эта статья доступна в соответствии с условиями лицензии Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License (CC BY-NC 4.0)
This work is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License (CC BY-NC 4.0)

X-RAY COMPUTED TOMOGRAPHY CHARACTERIZATION OF 3D-PRINTED ACRYLONITRILE BUTADIENE STYRENE AND POLYETHERETHERKETONE COMPOSITES SUBJECTED TO LASER SHOCK PEENING

V.A. Mubassarova[1], I.A. Panteleev[1], O.A. Plekhov[1], A.Yu. Iziumova[1], A.N. Vshivkov[1], I.V. Vindokurov[2], M.A. Tashkinov[2]

[1]Institute of Continuous Media Mechanics of the UB of RAS –
branch of Perm Federal Research Center of the UB of RAS, Perm, Russian Federation
[2]Perm National Research Polytechnic University, Perm, Russian Federation

ARTICLE INFO

Received: 03 August 2023
Approved: 02 November 2023
Accepted for publication:
31 November 2023

Keywords:

x-ray computed microtomography, composite, PEEK; ABS, fibre analysis, laser shock peening.

ABSTRACT

The paper deals with X-ray computed tomography results of a polyetheretherketone (PEEK) and a short carbon fibre reinforced by acrylonitrile butadiene styrene (ABS+CF). Individual carbon fibres and 3D printing defects (consolidated structures of interconnected fibres and densified resin clumps) are detected on an initial microstructure of the ABS+CF composite. The carbon fibres and the consolidated structures are densely packed with uniform sub-horizontal locations throughout in a sample volume. In the PEEK samples, the process-induced defects during the composite manufacturing process are visualised as tubular structures of a densified resin with internal voids. Significant changes in the structure of both composites are observed after five times pulsed laser shock peening. In case of a single pulse exposure and a surface treatment, no microstructural changes occur. In a test mode without a protective layer, a material evaporation to a depth of 0.3 mm and a structural degradation of the PEEK samples takes place, while the process-induced interlayer voids do not close. A single consolidated area with a porous *spongy* structure occurs due to melting of the carbon fibres in the ABS+CF composite. The results show that the laser shock peening has a significant effect on the surface microstructure. It is therefore necessary to carry out further experiments to select the optimum laser shock peening parameters and a protective layer material to eliminate the process-induced defects and improve the strength properties of the composites.

© PNRPU

Введение

Рентгеновская компьютерная микротомография (микроКТ, μ*CT*) – один из наиболее динамично развивающихся методов, применяемых для изучения строения различных материалов [1–7]. Главной задачей рентгеновской компьютерной томографии является получение изображений внутренней структуры материалов, реконструкция ее трехмерной модели, определение морфологии, особенностей распределения и структурных соотношений между рентгеноконтрастными фазами.

Несмотря на широкое распространение рентгенографии [7; 8], основным ее недостатком является получение двумерных изображений, не позволяющих ни качественно, ни количественно охарактеризовать сложную трехмерную геометрию разноконтрастных слагающих материал объектов. Первые математические алгоритмы, позволяющие восстанавливать внутреннюю трехмерную структуру из двухмерных изображений, возникли еще до появления цифровых компьютеров [9–12]. Первая коммерческая установка компьютерной томографии для медицинских приложений появилась в начале 1970-х гг. [13]. Системы компьютерной томографии для неразрушающего изучения структуры и характеристик материалов, представляющих научный и технологический интерес, появились в 1990-х гг. и, по сравнению с томографами медицинского назначения, обладают более широким диапазоном мощности рентгеновского излучения и высоким разрешением вплоть до нанометрового [7].

Одним из направлений, в которых используется компьютерная томография, является разработка и производство высококачественных композиционных материалов для аэрокосмической, военной, медицинской и др. областей промышленности. Рентгеновская компьютерная микротомография позволяет контролировать весь производственный процесс такого класса материалов *in situ* благодаря быстроте сбора данных, возможности создания 3D-моделей, соответствующих различным этапам производственного процесса, для прогнозирования итоговых механических и физических свойств.

Композиционные материалы, в особенности армированные волокнами, являются структурно-неоднородными и анизотропными и вследствие различий свойств связующего компонента и волокна, что отражается, прежде всего, на зависимости деформационного поведения материала от ориентации волокон [14–18]. При деформировании накопление дефектов в таких композитах принимает форму сложных разветвлённых трёхмерных структур [19]. При этом считается [7], что разрушение армированных волокном композитов происходит, когда плотность разорванных волокон достигает некоторого критического числа N. В работе [20] с помощью синхротронной микроКТ показано, что простые модели стохастического разрушения занижают реальное значение N

в 3–5 раз. Покадровый анализ показал [19], что новые разрывы волокон в подавляющем большинстве случаев приурочены к новому месторасположению, а не локализуются вблизи уже существующих разрывов волокон. Испытания на одноосное растяжение образцов композита C/SiC показали, что повреждение материала сначала происходит на технологических дефектах, а затем развивается в направлении границ раздела «волокно – матрица» [17].

Помимо дефектов, возникающих в процессе деформирования, существенной проблемой изделий из композиционных материалов является тенденция образования технологических дефектов при их производстве, в особенности при изготовлении изделий сложной геометрии [21–24]. Эти дефекты имеют вид тканевых складок, смоляных карманов, меж- и внутрижгутовых пустот, микротрещин матрицы, расслоений и отслоений и многих других [25–27]. Наличие технологических дефектов приводит к ухудшению механических и прочностных свойств композиционных материалов. В связи с этим задача получения информации о появлении и развитии дефектов структуры на разных этапах изготовления и последующей обработки композиционных материалов с использованием микроКТ имеет неоценимое значение [22; 28–30].

С каждым годом разрабатываются новые и улучшаются используемые математические алгоритмы и методы постобработки данных рентгеновской томографии [31–35]. В работе [32] предложен оригинальный алгоритм трехмерной сегментации для мультинаправленных армированных волокном микроструктур. Процесс сегментации и анализ порового пространства, включая анализ формы и размера пор, толщины и ориентации электропряденых желатиновых волокнистых матов использовались для оценки временных морфологических изменений матов, вызванных химическим сшиванием желатиновых волокон [36]. Для трехмерных тканных композитов автоматизирована методология сглаживания воксельной геометрии нитей и их конформной дискретизации предложена в [16]. Анализ результатов показал, что геометрия и распределение волокон внутри 3D-тканного композита действительно оказывают существенное влияние на прогнозирование возникновения и локализацию повреждений в зонах контакта нитей и областях с более высокой объемной долей волокна [16]. На примере плоских панелей, армированных углеродным волокном (CFRP), которые подвергались низкоскоростному ударному повреждению, была разработана методология обработки данных компьютерной томографии, позволяющая разделить, визуализировать и количественно оценить ударные повреждения для каждого слоя [37].

Применительно к композиционным материалам, в особенности к полимерам, армированным углеродными и другими волокнами, обладающими сходными с полимерной матрицей рентгеновскими плотностями, особое значение имеет оптимизация параметров сканирования для минимизации ошибки в процессе сегментации и анализа волокон [18; 38; 39]. В последней работе показано существенное влияние расстояния между источником и детектором, напряжения и размера исследуемого образца на качество КТ-изображения.

Наряду с исследованиями микромеханизмов деформации и эволюции волокнистых материалов, подвергнутых макромасштабной физической или механической нагрузке, большая часть работ посвящена вопросам улучшения прочностных характеристик, в частности, путем модификации процессов их производства для повышения качества и устранения технологических дефектов. В [40] изучалось влияние отжига при низком давлении на термические, механические свойства и микроструктуру матричных композитов PEEK, армированных углеродным волокном. Показано, что улучшение межслойной прочности на сдвиг связано с увеличением кристалличности матрицы за счет образования межслоевых молекулярных цепочек и уменьшения пористости композита.

Изучение усталостных свойств металлов показало, что остаточные сжимающие напряжения могут повысить трещиностойкость [41]. Для создания сжимающих напряжений в промышленности используются разные методы, такие как дробеструйная обработка [41], пластическое выглаживание [42], лазерный поверхностный нагрев [43]. В [44] предпринята попытка послойной дробеструйной обработки образцов ABS-композита (акрилонитрил бутадиен стирола) для улучшения его механических свойств. Необходимость такой обработки связана с известным недостатком технологии послойного изготовления образцов – слабой межслойной связью (высокой межслойной пористости) из-за перепадов температуры от нижнего к верхнему слою [45; 46]. Результаты показали, что послойное упрочнение при дробеструйной обработке в процессе 3D-печати повышает жесткость и ударную вязкость материала при воздействии динамической нагрузки [44].

Одним из наиболее перспективных подходов к обработке поверхности является лазерное ударное упрочнение, которое позволяет создавать значительные сжимающие остаточные напряжения глубиной до нескольких миллиметров [47]. Метод основан на применении высокоэнергетического импульсного лазерного воздействия. В работе [48] было показано, что импульс давления на поверхности обработки в 100 раз сильнее импульсов фотонов в лазерном пучке. Этот эффект подробно описан в [49–51]. Лазерный луч, проходя через ограничивающий слой, фокусируется на защитном покрытии и образуется активно расширяющаяся плазма. В качестве ограничивающего слоя обычно используется вода, что позволяет увеличить давление на материал. В результате чего генерируется упругопластическая волна, распространяющаяся вглубь материала и вызывающая пластические деформации. Пластические деформации генерируют в области обработки сжимающие остаточные напряжения, которые уравновешиваются растягивающими напряжениями вокруг нее. Глубина обработки и уровень остаточных напряжений зависят от механических свойств обрабатываемого материала, защитного и ограничивающего слоев.

Данное исследование направлено на изучение исходной микроструктуры образцов полимеров полиэфирэфиркетона (PEEK) и акрилонитрил бутадиен стирола, армированного углеродными волокнами (ABS+CF), и ее изменения в результате лазерного ударного воздействия при помощи рентгеновской компьютерной микротомографии.

1. Исследуемые материалы

В исследовании рассмотрены образцы двух полимеров фирмы REC: полиэфирэфиркетон (PEEK) и акрилонитрил бутадиен стирол с добавлением короткого углеродного волокна (15 %) в матрицу (ABS+CF). Для удаления накопившейся влаги полимерные нити предварительно были высушены в температурной камере Binder FP53 (BINDER GmbH, Tuttlingen, Germany) при температуре 120 °C в течение 24 ч для полимера PEEK и при 80 °C в течении 5 ч для ABS+CF. PEEK-образцы были изготовлены методом 3D-печати на принтере F2 Lite (F2 innovations, Россия), а печать ABS+CF-образцов осуществлялась на принтере Raise3D Pro3 (Raise3D; USA). В обоих случаях филамент диаметром 1,75 мм был экструдирован через сопло диаметром 0,4 мм. Программное обеспечение ideaMaker использовалось для определения последовательности слоев и траектории движения печатающего инструмента 3D-принтера.

Таблица 1

Параметры 3D-печати

Table 1

3D manufacturing parameters

Параметры 3D-печати	Значение	
	PEEK	ABS+CF
Скорость движения сопла, мм/мин	2100	1800
Температура сопла, °C	435	290
Температура столика, °C	145	110
Температура камеры, °C	75	-
Высота слоя, мм	0,1	0,2
Ширина экструзии, мм	0,4	0,4
Заполнение	Прямолинейное	Прямолинейное
Плотность заполнения, %	100	100
Расход воздуха, %	100	-

Для предотвращения деформации и улучшения адгезии поверхность столика печати была покрыта клеем Erich Krause ® Extra glue stick, и для стабилизации краев образцов был добавлен окружающий деталь контур. Согласно данным производителя, температура стеклования материала PEEK составляет приблизительно 200 °C, а процесс кристаллизации протекает в диапазоне температур от температуры стеклования до температуры плавления (343 °C). Таким образом, температура термообработки была принята равной 220 °C согласно [52]. Время термообработки было выбрано так, чтобы на обработку каждого миллиметра толщины стенок образца потребовалось 1,5 ч. Таким образом, серия напечатанных PEEK-образцов для равномерного нагрева помещалась в кварцевый песок и спекалась при температуре 220 °C в течение 72 ч с последующим охлаждением до комнатной температуры 22 °C в результате естественной конвекции. Образцы ABS+CF после печати температурной обработке не подвергались. Все параметры 3D-печати методом наплавления нитей FFF (Fused Filament Fabrication) для обоих типов полимеров, использованных в данном исследовании, приведены в табл. 1.

2. Метод компьютерной рентгеновской микротомографии

В основе конструкции рентгеновского микротомографа лежат: микрофокусная рентгеновская трубка, испускающая узкий рентгеновский пучок, вращающийся столик для установки образца и детектор, преобразующий проходящее через образец рентгеновское излучение в электрический сигнал, который затем конвертируется в цифровую форму и записывается на диск компьютера [7]. Разрешение, достигаемое в компьютерной микротомографии, превышает значение, получаемое другими методами неразрушающего контроля, к примеру, ультразвукового С-сканирования, и позволяет регистрировать томографические изображения с пространственным разрешением менее одного микрометра. Детектор, выполненный на базе рентгеновской ПЗС-камеры, регистрирует множество рентгеновских теневых проекций, получаемых при последовательном вращении образца вокруг вертикальной оси на 360° с заданным угловым шагом. Полученные рентгеновские проекции содержат суммарную информацию об ослаблении рентгеновского пучка во всем объеме образца [7].

Полученные теневые проекции с помощью модифицированного алгоритма Л.А. Фельдкампа [53] реконструируются в поперечные сечения образца в значениях 256 градаций серого цвета: от минимального поглощения – черного (отвечающего пустотам и рентгенопрозрачным компонентам), до максимального поглощения – белого (отвечающего материалам с высоким рентгеновским поглощением). В процесс реконструкции включена процедура преобработки изображений, включающая минимизацию кольцевых артефактов, алгоритма компенсации ошибки в определении положения образца, как правило, вызванной дрейфом эмиттера источника рентгеновского излучения, тепловым расширением объекта съёмки внутри микротомографа или случайными механическими вибрациями, фильтрацию и сглаживание изображения [7; 54].

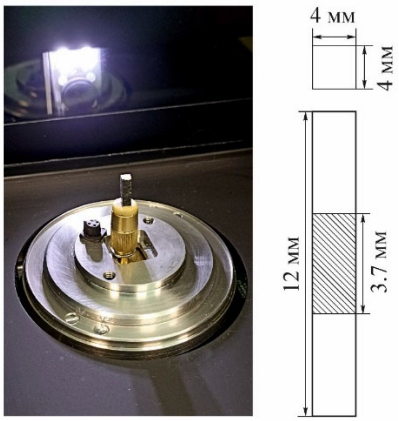
Полученные при реконструкции послойные поперечные сечения используются для построения трехмерного изображения внутренней структуры исследуемого объекта и последующего морфологического анализа. Морфологический анализ включает в себя процедуру сегментации и компонентный анализ, позволяющие дифференцировать различные структурные компоненты на основе их значений по шкале градации серого: для композиционных материалов это армирующие волокна,

заполняющая полимерная матрица, воздух и т.д. С помощью метода сегментации также может быть рассчитана ориентация волокон в однонаправленных, тканных и трехмерных тканях (обзор в [22; 55]).

Для изучения внутренней структуры полимерных композиционных материалов ABS+CF и PEEK была изготовлена серия из 8 образцов каждого материала одинаковой геометрии: 4×4×12,5 мм, вырезанных на станке ЧПУ из одной напечатанной пластины размером 4×12,5×100 мм. Направление резки образцов и размеры обусловлены как ориентацией углеродного волокна в ABS+CF-композите (под углом 90° к направлению укладки волокна), так и целью получить максимально соразмерное разрешение по обоим поперечным направлениям при съемке.

Рентгеновская съёмка образцов была проведена в Институте механики сплошных сред УрО РАН на микротомографе SkyScan 1272 Bruker. Съемка образцов ABS+CF и PEEK осуществлялась со следующими параметрами: напряжение на рентгеновской трубке 42 кВ, ток 56 мкА, разрешение (размер ребра вокселя) 1,2 мкм, время экспозиции 3000 мс, шаг вращения образцов 0,1° со съемкой на 360° с усреднением по 6 кадрам. Продолжительность съемки одного образца составляла 22 ч 47 мин.

На рис. 1 представлены фотографии образца ABS+CF, установленного в камере микротомографа, и схематический чертеж с характерными размерами, штриховкой обозначена область томографической съемки.



a *b*

Рис. 1. Фотография образца, установленного для съемки (*a*); его схематический чертеж с обозначенной штриховкой областью съемки (*b*)

Fig. 1. Photo of a sample installed for scanning (*a*); its schematic drawing with the scanning area indicated by hatching (*b*)

3. Метод лазерного ударного упрочнения

Лазерное ударное упрочнение полимерных композиционных материалов проводилось с использованием Nd:YAG-лазера (BeamTech Extra 10) на базе Института механики сплошных сред УрО РАН. Длительность лазерного импульса составляла 10 нс, энергия лазера – 1 Дж. При помощи оптического объектива формировался такой профиль лазерного луча, при котором отпечаток на поверхности материала представлял собой квадрат со стороной 1 мм. При описанных характеристиках лазерного ударного излучения плотность мощности излучения составила 10 ГВт/см^2.

Для исследования микроструктуры полимерных композиционных материалов после лазерного ударного воздействия были обработаны серии из 8 образцов ABS+CF- и PEEK-материалов. Каждая серия была разделена на две группы. Образцы первой группы были подвергнуты лазерной ударной проковке без использования защитного покрытия, вторая группа обрабатывалась с защитным поверхностным слоем. Было реализовано 3 режима лазерного ударного воздействия: один удар (единичный импульс), пятикратное точечное воздействие в одно и то же место на поверхности образцов и обработка области размером 3×3 мм серией последовательных ударов «стык в стык» без перекрытий отпечатков на поверхности. Четвертый образец каждой группы являлся контрольным, он не подвергался лазерному ударному упрочнению.

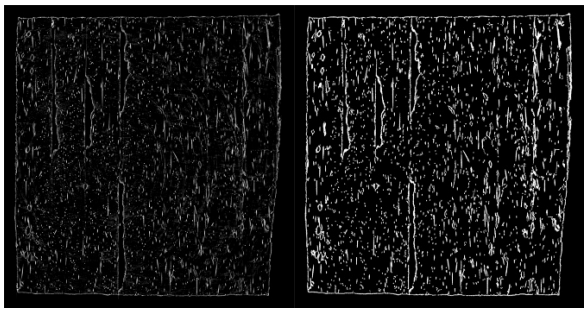
В качестве защитного покрытия использовалась алюминиевая фольга толщиной 80 мкм, наклеиваемая на обрабатываемую поверхность образцов. В качестве ограничивающего слоя использовался ламинарный поток воды толщиной ≈ 0,5 мм.

4. Алгоритм анализа данных компьютерной томографии образцов ABS+CF

Стек из 3600 рентгеновских теневых проекций для каждого образца был подвергнут предварительной обработке, описанной в разделе 1, и последующей реконструкции в программном обеспечении NRecon. Последующая обработка набора двумерных поперечных сечений в ПО CTAn включала фильтрацию изображений для улучшения контрастности границ волокон по отношению к матрице с помощью встроенного фильтра Unsharp mask, бинаризацию и удаление спеклов (шумовых пятен) объемом менее 512 мкм^3 (рис. 2).

Как видно на рис. 2, углеродные волокна, имеющие круглое поперечное сечение, визуализируются либо в виде точек, если ориентированы строго вдоль направления 3D-печати, либо в виде линий разной длины в случае другой ориентации. Особенностью стеклования ABS-пластика является различие в рентгеновской плотности основного объема материала и поверхностного слоя. Эта особенность проявляется в виде хорошо оконтуренной границы образца, представляющая собой уплотненную тонкую полимерную пленку ABS. Также на поперечных сечениях прослеживаются длинные протяженные периодические структуры, возникшие в процессе послойной укладки, – фрагменты уплотненной полимерной матрицы. Чаще всего эти фрагменты замкнуты и как бы оконтуривают межслойные пустоты, в которых нет углеродного волокна. То есть последующий слой

в процессе 3D-печати ложится на предыдущий неровно, образуя между ними уплотненные сгустки полимерной матрицы с воздушными полостями внутри, длина которых соизмерима с размерами напечатанного образца.



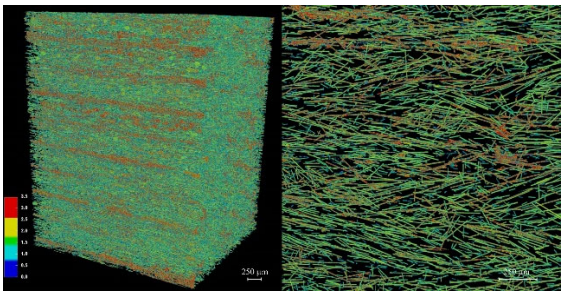
a *b*

Рис. 2. Реконструированные поперечные сечения образца № 3 ABS+CF: *a* – исходное изображение; *b* – после обработки

Fig. 2. Reconstructed cross-sectional slices of sample No. 3 ABS+CF: *a* – an original image; *b* – after processing

5. Результаты анализа данных компьютерной томографии образцов ABS+CF и PEEK

На рис. 3 показана характерная трехмерная микроструктура армированного углеродным волокном образца из ABS+CF-материала в градациях цветовой шкалы значений длины волокна.



a *b*

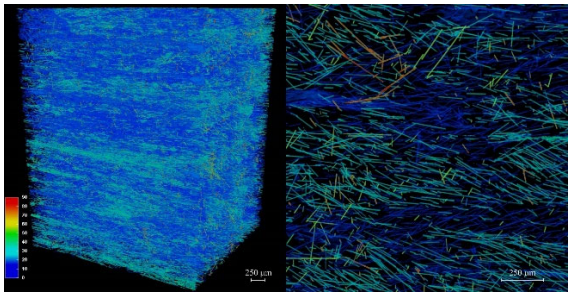
Рис. 3. Общий вид реконструированного и вертикально ориентированного образца из ABS+CF-материала в градациях цветовой шкалы значений длины волокна (*a*); то же в увеличенном виде части образца, визуализирующие армирующие волокна и дефекты 3D-печати (*b*)

Fig. 3. General view of a reconstructed and vertically oriented ABS+CF sample in a color scale gradations of fiber length values (*a*), the same in an enlarged view of parts of the sample, visualizing reinforcing fibers and 3D printing defects (*b*)

Образец характеризуется равномерным распределением волокон по длине, в то время как уплотненные объекты полимерной матрицы имеют большие значения длины. Наряду с уплотненными объектами полимерной матрицы эпизодически встречаются консолидированные структуры, состоящие из соединенных друг с другом волокон, длина таких структур также больше таковой у единичных волокон (см. рис. 3, *b*) и достигает 3,5 мм, что соизмеримо с размерами образца. Преобладающее большинство волокон (92 %) имеют длину, не превышающую 250 мкм, что демонстрирует гистограмма на рис. 5, *a*.

Количественный анализ ориентации волокон показал следующее (рис. 4, 5, *b*). Образец характеризуется плотной равномерной укладкой волокон, подавляющее большинство которых расположено под углами, не превышающими 40°. Встречаются единичные волокна и консолидированные структуры, ориентированные под большими углами, вплоть до 90° к направлению 3D-печати (см. рис. 4).

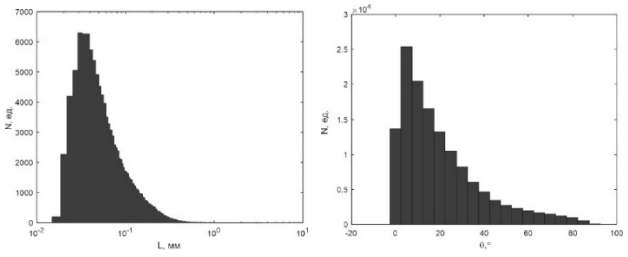
Количественный анализ связности волокон показал, что 92 % объектов являются отдельными волокнами, не имеющими связности с другими, при этом консолидированные структуры связанных друг с другом волокон и уплотненным полимером имеют от 1 до 11 000 связей.



a *b*

Рис. 4. Общий вид реконструированного и вертикально ориентированного образца из ABS+CF-материала в градациях цветовой шкалы значений угла ориентации (*a*); то же в увеличенном виде части образца, визуализирующие армирующие волокна и дефекты 3D-печати (*b*)

Fig. 4. General view of a reconstructed and vertically oriented ABS+CF sample in a color scale gradations of orientation angle values (*a*), the same in an enlarged view of parts of the sample, visualizing reinforcing fibers and 3D printing defects (*b*)



a *b*

Рис. 5. Гистограммы распределения волокон образца из ABS+CF материала по: *a* – длине; *b* – углу ориентации

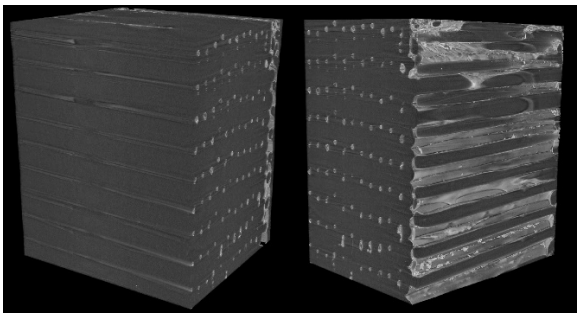
Fig. 5. ABS+CF samples distribution histograms by: *a* – length; *b* – orientation angle

6. Результаты анализа данных компьютерной томографии образцов PEEK

На рис. 6 показана характерная трехмерная структура PEEK-образца. Типичные для данного полимера дефекты процесса укладки полимера (межслойных пустот)

отчетливо визуализируются в виде трубчатых структур уплотненного полимера с пустым пространством внутри. Несмотря на то, что толщина слоя при печати задавалась постоянной, равной 0,1 мм, видна неравномерность укладки слоев полимера. Последний верхний слой данного образца имеет наибольшие по размеру пустоты. Как видим, в процессе спекания не происходит закрытия образовавшихся при укладке пустот.

Количественная оценка порового пространства образцов серии показала, что объем открытых пор имеет разброс от образца к образцу, пористость одного из них достигает 9,4 %, остальные же характеризуются пористостью в пределах 2,5–3,2 %. При этом закрытая пористость не превышает 1 % (табл. 2).



a *b*

Рис. 6. Общий вид реконструированного и вертикально ориентированного образца № 4 PEEK в разных ракурсах (*a*, *b*)

Fig. 6. General view of the reconstructed and vertically oriented PEEK sample No. 4 from different angles (*a*, *b*)

Таблица 2

Объемное содержание образцов PEEK (%)

Table 2

PEEK samples volumetric content (%)

Параметр	Образец 1	Образец 2	Образец 3	Образец 4
Выбранный объем, мм^3	31,5	34,8	32,8	36,2
Объем материала, мм^3	30,7	34,0	29,7	35,0
Объем порового пространства, %	2,6	2,5	9,4	3,2
Открытая пористость, %	2,2	1,9	8,6	2,6
Закрытая пористость, %	0,4	0,6	0,8	0,6

7. Результаты анализа данных компьютерной томографии образцов PEEK, обработанных методом лазерного ударного упрочнения

На рис. 7 показаны фронтальные виды PEEK-образцов, обработанных методом лазерного ударного упрочнения с использованием защитного материала (алюминиевой фольги). При наличии фольги влияние лазерной ударной проковки на микроструктуру образцов наблюдается только при пятикратном лазерном ударе в одну и ту же точку поверхности образца (см. рис. 7, *b*). После обработки поверхности образцов в режиме однократного лазерного удара и при обработке области 3×3 мм последовательными ударами без перекрытия отпечатков луча в один слой значительных изменений поверхностного слоя материала и его внутренней структуры не обнаружено. Полученные результаты идентичны таковым исследования микроструктуры контрольного образца (см. рис. 7, *a*, *c*, *в*). Закрытия дефектов процесса укладки полимерных образцов (межслойных пустот), обработанных лазерным ударным излучением, также не наблюдается, а значения пористости остались неизменными. Деградация поверхности образца, вызванная пятикратным воздействием лазера, по-видимому, оказалась в пределах ошибки измерения, так как в количественном отношении значение порового пространства осталось на том же уровне, что и до проковки.

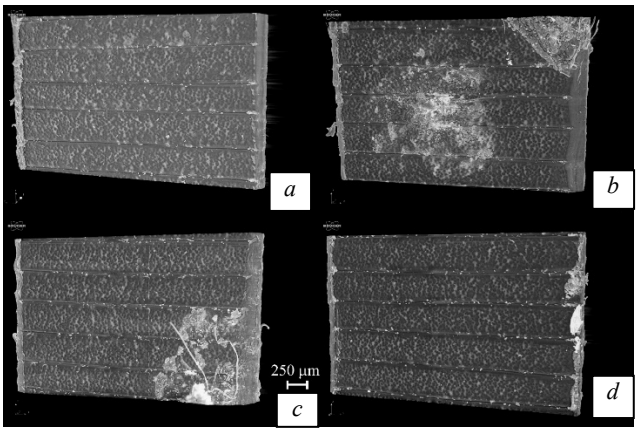


Рис. 7. Фронтальные виды части поверхности образцов PEEK, подвергнутых лазерной ударной проковке с использованием поглощающего слоя: *a* – 1 импульс, *b* – 5 импульсов, *c* – область обработки 3×3 мм, *d* – без обработки

Fig. 7. Frontal views of part of the PEEK samples surface subjected to laser shock peening using an absorbing layer: *a* – 1 pulse, *b* – 5 pulses, *c* – treatment area 3×3 mm, *d* – without treatment

В отличие от серии образцов, обработанных с использованием защитного слоя, обработанные без фольги PEEK-образцы демонстрируют не только поверхностное изменение структуры, но и глубокое внутреннее ее перерождение (рис. 8). В режиме воздействия одного лазерного ударного импульса наблюдается четкий отпечаток луча на поверхности материала, произошло испарение полимера объемом 1,48 мм^3 до глубины 0,2 мм (рис. 8, *a*). При этом закрытие межслойного порового пространства образца не произошло. В случае пятикратного лазерного ударного воздействия в одну точку поверхности образца наблюдалась значительная деградация структуры до глубины 0,3 мм, а объем испаряемого полимера составил 1,58 мм^3, однако оставшаяся часть образца (глубже зоны воздействия) не претерпела никаких изменений: схлопывания межслойных пор не наблюдается (рис. 8, *b*). Лазерная ударная обработка области 3×3 мм на поверхности материала привела к еще более сильной деградации структуры, объем испаренного вещества составил 1,63 мм^3, а в зоне, находящейся глубже области обработки, произошло растрескивание материала вдоль слоев укладки и его

частичное выкрашивание (рис. 8, *c*). Растрескивание и отслоение материала предположительно произошло за счет прорастания трещин, соединяющих поровые пространства межслойных структур.

Количественная оценка порового пространства образцов серии показала, что объем открытых пор вследствие лазерной обработки увеличился в 2 раза за счет испаренного материала, а закрытая пористость осталась в тех же пределах – до 1 % (табл. 3).

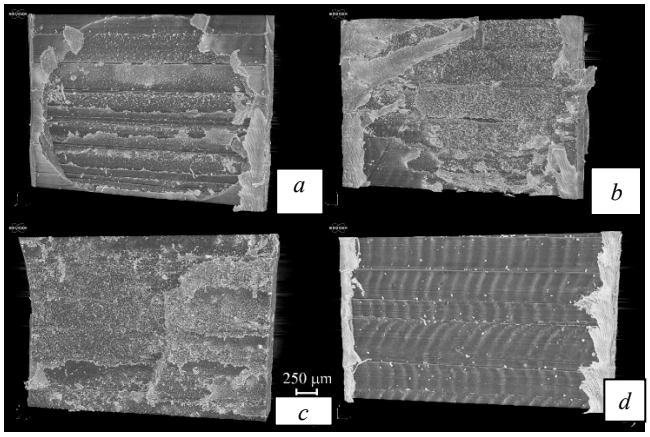


Рис. 8. Фронтальные виды части поверхности образцов PEEK, подвергнутых лазерной ударной проковке без использования алюминиевой фольги: *a* – 1 импульс; *b* – 5 импульсов; *c* – область обработки 3×3 мм; *d* – без обработки

Fig. 8. Frontal views of part of the PEEK samples surface subjected to laser shock peening without aluminum foil: *a* – 1 pulse, *b* – 5 pulses, *c* – treatment area 3×3 mm, *d* – without treatment

Таблица 3

Объемное содержание образцов PEEK без фольги (%)

Table 3

PEEK samples volumetric content (%)

Параметр	Образец 1	Образец 2	Образец 3	Образец 4
Выбранный объем, мм^3	34,1	30,7	27,9	34,3
Объем материала, мм^3	31,8	28,8	26,1	32,4
Объем порового пространства, %	6,7	6,1	6,3	5,3
Открытая пористость, %	6,2	5,4	5,4	4,4
Закрытая пористость, %	0,5	0,7	0,9	0,95

8. Результаты анализа данных компьютерной томографии образцов ABS+CF, обработанных методом лазерного ударного упрочнения

Ввиду высокой плотности углеродных волокон в исследуемых образцах (около 150 тысяч объектов в исследуемом объеме) и сложности процедуры выделения отдельных объектов (волокон), требующей высоких вычислительных и временных затрат, количественный анализ углеродных волокон для каждого образца был проведен не для всего образца, а для центральной области воздействия лазерного излучения высотой 0,5 мм. На рис. 9 показаны результаты расчета эквивалентного диаметра в градациях цветовой шкалы для армированных углеродным волокном образцов ABS+CF, обработанных методом лазерной ударной проковки с использованием защитного слоя на поверхности обрабатываемого материала.

Как и в случае образцов из полимера PEEK, изменение структуры отмечается только при пятикратном воздействии лазерным импульсом. В процессе воздействия произошло небольшое смещение лазерного пятна к краю образца, однако оплавление полимерной матрицы и углеродного волокна отчетливо выделяется на фоне характерной структуры композита (см. рис. 9). Вероятно, избыточное количество энергии лазерного излучения повлекло за собой существенную модификацию структуры (исходные волокна трансформировались в консолидированную пористую структуру из материала оплавленных углеродных волокон без сохранения их дискретности). Как видно из рис. 9, *a* и *d*, контрольный образец и образец после лазерной ударной обработки однократным импульсом имеют много консолидированных структур, состоящих из связных между собой дискретных волокон и уплотненной матрицы. Однако область деградации вследствие лазерного ударного воздействия отличается от них высокой пористостью и напоминает единую «губчатую» структуру.

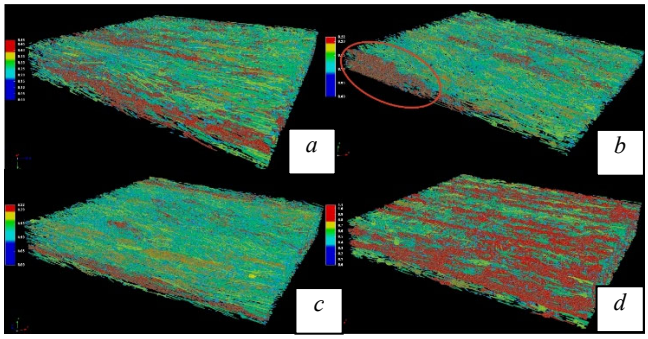


Рис. 9. Общий вид реконструированных областей образцов ABS+CF, подвергнутых лазерной ударной проковке с использованием алюминиевой фольги в градациях цветовой шкалы значений эквивалентного диаметра: *a* – единичный импульс; *b* – пятикратное лазерное ударное воздействие в одну точку; *c* – последовательная лазерная ударная обработка области размером 3×3 мм; *d* – без обработки. Овалом выделена зона расплавления углеродных волокон вследствие лазерной проковки

Fig. 9. General view of the reconstructed areas of ABS+CF samples subjected to laser shock peening using aluminum foil in a color scale gradations of equivalent diameter values: *a* – single pulse; *b* – five-fold laser impact at one point; *c* – sequential laser impact treatment of an area 3×3 mm; *d* – without treatment. The oval marks the zone of melting of carbon fibers due to laser shock peening

Серия образцов ABS+CF, обработанных без защитного слоя, имеет четкие области, идентичные вышеописанным для образца, обработанного пятикратным лазерным ударным воздействием в одну точку. Наибольшая по величине консолидированная структура из расплавленных волокон наблюдается в режимах пятикратного воздействия и обработки области (рис. 10, *b* и *c*). В то же время при воздействии единичным импульсом (рис. 10, *a*)

видно, что фронтальная поверхность имеет неоднородную картину: наблюдаются неизмененные лазерной ударной проковкой участки, где видны дискретные волокна, и участки консолидированной «губчатой» структуры. Это может свидетельствовать о неравномерности воздействия лазерного ударного излучения на исследуемый композиционный материал.

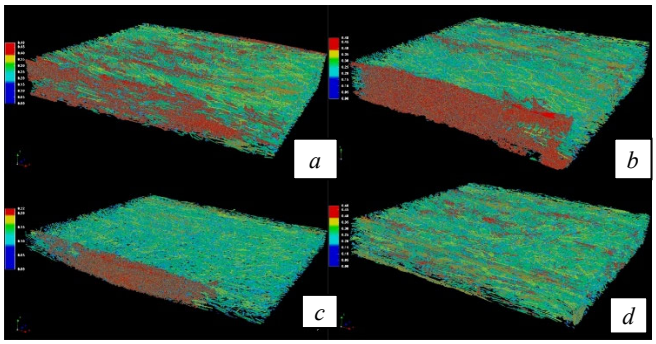


Рис.10. Общий вид реконструированных областей образцов ABS+CF, подвергнутых лазерной ударной проковке с использованием алюминиевой фольги в градациях цветовой шкалы значений эквивалентного диаметра: *a* – 1 импульс; *b* – 5 импульсов; *c* – область обработки 3×3 мм; *d* – без обработки

Fig. 10. General view of the reconstructed areas of ABS+CF samples subjected to laser shock peening using aluminum foil in a color scale gradations of equivalent diameter values: *a* – 1 pulse; *b* – 5 pulses; *c* – treatment area 3×3 mm; *d* – without treatment

Заключение

Проведено исследование 3D-структуры двух композиционных материалов полиэфирэфиркетона (PEEK) и акрилонитрил бутадиен стирола с добавлением короткого углеродного волокна в матрицу (ABS+CF) при помощи компьютерной томографии на микротомографе SkyScan 1272 Bruker. Показано, что структура образцов ABS+CF обнаруживает как наличие дискретных углеродных волокон, так и дефектов 3D-печати в виде консолидированных структур из связанных между собой волокон и сгустков уплотненной полимерной матрицы. Армирующие волокна и консолидированные структуры характеризуются плотным, равномерным субгоризонтальным расположением по всему объему образца. Преобладающее большинство волокон (92 %) имеют длину, не превышающую 250 мкм, а длина консолидированных структур достигает значений 3,5 мм, что соизмеримо с размерами образца.

Результаты компьютерной микротомографии образцов полимера PEEK демонстрируют характерные для данного полимера дефекты процесса его укладки (межслойных пустот) и отчётливо визуализирующиеся в виде трубчатых структур уплотненного полимера с пустым пространством внутри. В образцах наблюдается неравномерность укладки слоев полимера, несмотря на заданную постоянную толщину слоя, равную 0,1 мм. Очевидно, что в процессе спекания образцов не происходит закрытия образовавшихся при укладке межслойных пустот. Количественная оценка порового пространства образцов серии показала, что объем открытых пор имеет разброс от образца к образцу, пористость одного из них достигает 9,4 %, остальные же характеризуются пористостью в пределах 2,5–3,2 %. При этом закрытая пористость не превышает 1 %.

В результате анализа микроструктуры исследуемых материалов после лазерной ударной обработки показано, что в серии экспериментов с использованием защитного поверхностного слоя (алюминиевой фольги) в обоих материалах имеет место изменение микроструктуры поверхности образцов только в режиме пятикратного импульсного лазерного ударного воздействия. В случае экспозиции единичным импульсом и обработки области на поверхности образцов изменения микроструктуры не происходит. В режиме испытаний без применения алюминиевой фольги происходит глубокая деградация микроструктуры PEEK-образцов с испарением материала до глубин 0,3 мм, при этом не происходит закрытия сформированных при печати поровых пространств. В образцах, армированных углеродным волокном, происходит существенная модификация микроструктуры вследствие расплавления волокон и образования единой консолидированной области с пористой «губчатой» структурой. Полученные результаты свидетельствуют о значительном влиянии лазерного ударного воздействия на качество поверхности и микроструктуру исследуемых материалов при выбранных режимах лазерного ударного воздействия. Таким образом, необходимо проведение дополнительных исследований и подбор оптимальных характеристик лазерного ударного воздействия и материала защитного слоя с акустическими свойствами, близкими к свойствам исследуемых материалов, для устранения возникших при печати дефектов и улучшению прочностных свойств композиционных полимерных материалов с помощью метода лазерного ударного упрочнения.

Библиографический список

1. Cnudde V., Boone M.N. High-resolution X-ray computed tomography in geosciences: A review of the current technology and applications // Earth-Science Reviews. – 2013. – Vol. 123. – P. 1–17. DOI: 10.1016/j.earscirev.2013.04.003

2. Maire E., Withers P.J. Quantitative X-ray tomography // International Materials Reviews. – 2014. – Vol. 59, no. 1. – P. 1–43. DOI: 10.1179/1743280413Y.0000000023

3. Hanna R.D., Ketcham R.A. X-ray computed tomography of planetary materials: A primer and review of recent studies // Geochemistry. – 2017. – Vol. 77, iss. 4. – P. 547–572. DOI: 10.1016/j.chemer.2017.01.006

4. A review of the application of X-ray computed tomography to the study of coal / J.P. Mathews, Q.P. Campbell, H. Xu, P. Halleck // Fuel. – 2017. – Vol. 209. – P. 10–24. DOI: 10.1016/j.fuel.2017.07.079

5. Plessis A., Boshoffc W.P. A review of X-ray computed tomography of concrete and asphalt construction materials // Construction and Building Materials. – 2019. – Vol. 199. – P. 637–651. DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2018.12.049

6. Villarraga-Gómez H., Herazo E.L., Smith S.T. X-ray computed tomography: from medical imaging to dimensional metrology // Precision Engineering. – 2019. – Vol. 60. – P. 544–569. DOI: 10.1016/j.precisioneng.2019.06.007

7. Rock S.R. MicroComputed tomography methodology and applications. Second Edition. – NW: CRC Press Taylor & Francis Group, 2020. – 390 p. ISBN 978-1-4987-7497-0.

8. Hildebrandt G. Paul P. Ewald, the German period. P.P. Ewald and his Dynamical Theory of X-ray Diffraction / D.W.T. Cruickshank, H.J. Juretschke and N. Kato. – Oxford, International Union of Crystallography. – 1992. – P. 27–34.

9. Radon J. Über die Bestimmung von Functionen durch ihre Integralwerte längs gewisser Mannigfaltigkeiten // Berichte der Sächsischen Akademie der Wissenschaft. – 1917. – Vol. 69. – P. 262–277.

10. Radon J. On the determination of functions from their integral values along certain manifolds. Translated by P.C. Parks // IEEE Trans. Med. Imaging MI-5. – 1986. – Vol. 4. P. 170–175.

11. Cormack A.M. Representation of a function by its line integrals, with some radiological applications // J. Appl. Phys. – 1963. – Vol. 34. – P. 2722–2727.

12. Webb S. From the watching of shadows: the origins of radiological tomography. – Bristol: Adam Hilger, 1990. – 347 p. ISBN 0-85274-305-X.

13. Hounsfeld G.N. A method of and apparatus for examination of a body by radiation such as X or gamma radiation. – UK, 1968–1972.

14. Chowdhury P., Sehitoglu H., Rateick R. Damage tolerance of carbon-carbon composites in aerospace application // Carbon. – 2018. – Vol. 126. – P. 382–393. DOI: 10.1016/j.carbon.2017.10.019

15. Analysis of the tensile fracture properties of ultra-high-strength fiber-reinforced concrete with different types of steel fibers by X-ray tomography / J.D. Ríos, C. Leiva, M.P. Ariza, S. Seitl, H. Cifuentes // Materials and Design. – 2019. – Vol. 165. – P. 107582. DOI: 10.1016/j.matdes.2019.107582

16. Automated reconstruction and conformal discretization of 3D woven composite CT scans with local fiber Vume fraction control / B. Wintiba, D. Vasiukov, S. Panier, S.V. Lomov, K.E.M. Kamel, T.J. Massart // Composite Structures. – 2020. – Vol. 248. – P. 112438. DOI: 10.1016/j.compstruct.2020.112438

17. Ai S., Song W., Chen Y. Stress field and damage evolution in C/SiC woven composites: Image-based finite element analysis and in situ X-ray computed tomography tests // Journal of the European Ceramic Society. – 2021. – Vol. 41. – P. 2323–2334. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2020.12.026

18. Effective X-ray micro computed tomography imaging of carbon fibre composites / E.A. Zwanenburg, D.G. Norman, C. Qian, K.N. Kendal, M.A. Williams, J.M. Warnett // Composites Part B. – 2023. – Vol. 258. – P. 110707. DOI: 10.1016/j.compositesb.2023.110707

19. Mapping fibre failure in situ in carbon fibre reinforced polymers by fast synchrotron X-ray computed tomography / S.C. Garcea, I. Sinclair, S.M. Spearing, P.J. Withers // Composites Science and Technology. – 2017. – Vol. 149. – P. 81–89. DOI: 10.1016/j.compscitech.2017.06.006

20. A study of fracture of unidirectional composites using in situ high-resolution synchrotron X-ray microtomography / D.R.B. Aroush, E. Maire, C. Gauthier, S. Youssef, P. Cloetens, H.D. Wagner // Compos. Sci. Technol. – 2006. – Vol. 66. – P. 1348–1353. DOI: 10.1016/j.compscitech.2005.09.010

21. Cracks, microcracks and fracture in polymer structures: formation, detection, autonomic repair / F. Awaja, S. Zhang, M. Tripathi, A. Nikiforov, N. Pugno // Prog. Mater. Sci. – 2016. – Vol. 83. – P. 536–573. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2016.07.007

22. The use of X-ray computed tomography for design and process modeling of aerospace composites: A review / K. Naresh, K.A. Khan, R. Umer, W.J. Cantwell // Materials and Design. – 2020. – Vol. 190. – P. 108553. DOI: 10.1016/j.matdes.2020.108553

23. X-ray computer tomography (XCT) of fatigue damage in laser-machined versus milled carbon fiber reinforced polymer matrix composites / M. Rose, S. Niverty, B. Schmidt, M. Kastner, M. Zimmermann, N. Chawla // Engineering Fracture Mechanics. – 2021. – Vol. 252. – P. 107820. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2021.107820

24. Characterisation of void and fiber distribution in 3D printed carbon-fiber/PEEK using X-ray computed tomography / S. Sommacal, A. Matschinski, K. Drechsler, P. Compston // Composites: Part A. – 2021. – Vol. 149. – P. 106487. DOI: 10.1016/j.compositesa.2021.106487

25. Time-lapse helical X-ray computed tomography (CT) study of tensile fatigue damage formation in composites for wind turbine blades / Y. Wang, L.P. Mikkelsen, G. Pyka, P.J. Withers // Materials. – 2018. – Vol. 11, no. 11. – P. 1–11. DOI: 10.3390/ma11112340

26. Quantifying fibre reorientation during axial compression of a composite through time-lapse Xray imaging and individual fibre tracking / M.J. Emerson, Y. Wang, P.J. Withers, K. Conradsen, A.B. Dahl, V.A. Dahl // Compos. Sci. Technol. – 2018. – Vol. 168. – P. 47–54. DOI: 10.1016/j.compscitech.2018.08.028

27. Digital radiographic assay of GFRP pipe laminated joints / C.G. Ferreira, D. Oliveira, R.T. Lopes, F.D.F. Martins, G.R. Pereira // Mater. Eval. – 2019. – Vol. 77, no. 6. – P. 678.

28. Nikishkov Y., Airoldi L., Makeev A. Measurement of voids in composites by X-ray computed tomography // Compos. Sci. Technol. – 2013. – Vol. 89. – P. 89–97. DOI: 10.1016/j.compscitech.2013.09.019

29. Garcea S.C., Wang Y., Withers P.J. X-ray computed tomography of polymer composites // Compos. Sci. Technol. – 2018. – Vol. 156. – P. 305–319. DOI: 10.1016/j.compscitech.2017.10.023

30. Micro-CTbased analysis of fibre-reinforced composites applications [Электронный ресурс] / I. Straumit, I. Baran, L. Gorbatikh, L. Farkas, C. Hahn, K. Ilin [et al.] // ECCM18. – 2018. – P. 1–8. – URL: https://ris.utwente.nl/ws/portalfiles/portal/251560328/ECCM18_1116_1240_Lomov_Stepan.pdf (дата обращения: 17.07.2023).

31. Microstructural analysis of short glass fiber reinforced thermoplastics based on x-ray micro-computed tomography / P.A. Hessman, T. Riedel, F. Welschinger, K. Hornberger, T. Böhlkeb // Composites Science and Technology. – 2019. – Vol. 183. – P. 107752. DOI: 10.1016/j.compscitech.2019.107752

32. Creveling P.J., Whitacre W.W., Czabaj M.W. A fiber-segmentation algorithm for composites imaged using X-ray microtomography: Development and validation // Composites Part A. – 2019. – Vol. 126. – P. 105606. DOI: 10.1016/j.compositesa.2019.105606

33. Mechanical properties prediction of injection molded short/long carbon fiber reinforced polymer composites using micro X-ray computed tomography / S. Pei, K. Wang, J. Li, Y. Li, D. Zeng, X. Su, X. Xiao, H. Yang // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. – 2019. – Vol. 130. – P. 105732. DOI: 10.1016/j.compositesa.2019.105732

34. Reconstruction of mesostructural material twin models of engineering textiles based on Micro-CT Aided Geometric Modeling / W. Huang, P. Causse, V. Brailovski, H. Hu, F. Trochu // Composites Part A. – 2019. – Vol. 124. – P. 105481. DOI: 10.1016/j.compositesa.2019.105481

35. Robust numerical analysis of fibrous composites from X-ray computed tomography image data enabling low resolutions / R.M. Auenhammer, N. Jeppesen, L.P. Mikkelsen, V.A. Dahl, B.J. Blinzler, L.E. Asp // Composites Science and Technology. – 2022. – Vol. 224. – P. 109458. DOI: 10.1016/j.compscitech.2022.109458

36. Direct three-dimensional imaging for morphological analysis of electrospun fibers with laboratory-based Zernike X-ray phase-contrast computed tomography / C.S. de Oliveira, A.T. González, T. Hedtke, T. Kürbitz, A. Heilmann, Ch.E.H. Schmelzer, J.M. de S. e Silva // Materials Science & Engineering C. – 2020. – Vol. 115. – P. 111045. DOI: 10.1016/j.msec.2020.111045

37. The quantification of impact damage distribution in composite laminates by analysis of X-ray computed tomograms / F. Leonard, J. Stein, C. Soutis, P.J. Withers // Composites Science and Technology. – 2017. – Vol. 152. – P. 139–148. DOI: 10.1016/j.compscitech.2017.08.034

38. Challenges of X-Ray Tomography Technique on Natural Fibre-BasedComposites [Электронный ресурс] / F. Bensadoun, M. Barburski, I. Straumit, N. Le Quan Tran, C. Fuentes, J. Zenina, O. Shishkina, G. Pyka, I. Verpoest, A.W. VanVuure, M. Wevers, S.V. Lomov // In: 11th European conference on non-de-structive testing (ECNDT 2014), October 6–10, 2014, Prague, Czech Republic. – 2014. – Vol. 22. – P. 1–12. – URL: https://www.ndt.net/events/ECNDT2014/app/content/Paper/235_Bensadoun.pdf (дата обращения: 17.07.2023).

39. Local fiber orientation from X-ray region-of-interest computed tomography of large fiber reinforced composite components / T. Baranowski, D. Dobrovolskij, K. Dremeld, A. Hölzing, G. Lohfink, K. Schladitzc, S. Zabler // Composites Science and Technology. – 2019. – Vol. 183. – P. 107786. DOI: 10.1016/j.compscitech.2019.107786

40. Effects of low-pressure annealing on the performance of 3D printed CF/PEEK composites / X. Yu, W. Song, J. Zheng, Y. Chen, L. Luo, C. Fan, Z. Shan // Chinese Journal of Mechanical Engineering: Additive Manufacturing Frontiers. – 2023. – Vol. 2. – P. 100076. DOI: 10.1016/j.cjmeam.2023.100076

41. McClung R.C. A literature survay on the stability and significance of residual stresses during fatigue // Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. – 2007. – Vol. 30. – P. 173–205. DOI: 10.1111/j.1460-2695.2007.01102.x

42. LAMBDA Technology Group. Low Plasticity Burnishing. 23 August 2013. [Электронный ресурс]. – URL: http://www.lambdatechs.com/lowplasticity-burnishing-LPB.html (дата обращения: 17.07.2023).

43. Retardation of fatigue crack growth in aircraft aluminium alloys via laser heating-experimental proof of concept / D. Schnubel, M. Horstmann, V. Ventzke, S. Riekehr, P. Staron, T. Fischer, N. Huber // Mater. Sci. Eng. – 2012. – Vol. 546. – P. 8–14. DOI: 10.1016/j.msea.2012.02.094

44. Low velocity impact of ABS after shot peening predefined layers during additive manufacturing / H. Hadidi, B. Mailand, T. Sundermann, E. Johnson, G. Madireddy, M. Negahban, L. Delbreilh, M. Sealy // Procedia Manufacturing. – 2019. – Vol. 34. – P. 594–602. DOI: 10.1016/j.promfg.2019.06.169

45. Effect of layer orientation on mechanical properties of rapid prototyped samples / O.S. Es-Said, J. Foyos, R. Noorani, M. Mendelson, R. Marloth, B.A. Pregger // Materials and Manufacturing Processes. – 2000. – Vol. 15, no. 1. – P. 107–122. DOI: 10.1080/10426910008912976

46. Effect of processing conditions on the bonding quality of FDM polymer filaments / Q. Sun, G.M. Rizvi, C.T. Bellehumeur, P. Gu // Rapid Prototyping Journal. – 2008. – Vol. 14, no. 2. – P. 72–80. DOI: 10.1108/13552540810862028

47. Ding K., Ye L. Laser Shock Peening: Performance and Process Simulation. – UK. Cambridge: Woodhead Publishing Ltd., 2006. – 162 p.

48. Askar'Yan G.A., Moroz E.M. Pressure on evaporation of matter in a radiation beam // J. Exp. Theor. Phys. Lett. – 1963. – Vol. 16. – P. 1638–1644.

49. Neuman F. Momentum transfer and cratering effects produced by giant laser pulses // Appl. Phys. Lett. – 1964. – Vol. 4. – P. 167–169.

50. Braginskii V.B., Minakova I.I., Rudenko V.N. Some mechanical effects in the interaction between pulsed electromagnetic radiation and a metal (in Russian) // J. Exp. Theor. Phys. – 1967. – Vol. 37. – P. 1045–1051.

51. Skeen C.H., York C.M. Laser Induced "Blow-off" Phenomena // Appl. Phys. Lett. – 1968. – Vol. 12. – P. 369–371.

52. Experimental study of crystallization of PolyEtherEther-Ketone (PEEK) over a large temperature range using a nano-calorimeter / X. Tardif, B. Pignon, N. Boyard, J.W.P. Schmelzer, V. Sobotka, D. Delaunay, C. Schick // Polym. Test. – 2014. – Vol. 36. – P. 10–19. doi: 10.1016/j.polymertesting.2014.03.013

53. Feldkamp L.A., Jesion G. 3-D X-ray computed tomography // Rev. Prog. Quant NDE. – 1986. – Vol. 5a. – P. 555–566.

54. Compensation of mechanical inaccuracies in micro-CT and nano-CT / S.R. Stock, A. Sasov, X. Liu, P.L. Salmon // Developments in X-Ray Tomography VI. Edited by Stock S.R. Proceedings of the SPIE. – 2008. – Vol. 7078, iss. 70781C. – P. 1–9. DOI: 10.1117/12.793212

55. Application of X-ray computed tomography for the virtual permeability prediction of fiber reinforcements for liquid composite molding processes: A review / M.A. Ali, R. Umer, K.A. Khan, W.J. Cantwell // Composites Science and Technology. – 2019. – Vol. 184. – P. 107828. DOI: 10.1016/j.compscitech.2019.107828

References

1. Cnudde V., Boone M.N. High-resolution X-ray computed tomography in geosciences: A review of the current technology and applications // Earth-Science Reviews. – 2013. – V. 123. – pp. 1-17. doi: 10.1016/j.earscirev.2013.04.003.

2. Maire E., Withers P.J. Quantitative X-ray tomography // International Materials Reviews. – 2014. – V. 59, No. 1. – pp. 1-43. doi: 10.1179/1743280413Y.0000000023.

3. Hanna R.D., Ketcham R.A. X-ray computed tomography of planetary materials: A primer and review of recent studies // Geochemistry. – 2017. – V. 77, Iss. 4. – pp. 547-572. doi: 10.1016/j.chemer.2017.01.006.

4. Mathews J.P., Campbell Q.P., Xu H., Halleck P. A review of the application of X-ray computed tomography to the study of coal // Fuel. – 2017. – V. 209. – pp. 10-24. doi: 10.1016/j.fuel.2017.07.079.

5. Plessis A., Boshoffc W.P. A review of X-ray computed tomography of concrete and asphalt construction materials // Construction and Building Materials. – 2019. – V. 199. – pp. 637-651. doi: 10.1016/j.conbuildmat.2018.12.049.

6. Villarraga-Gómez H., Herazo E.L., Smith S.T. X-ray computed tomography: from medical imaging to dimensional metrology // Precision Engineering. – 2019. – V. 60. – pp. 544-569. doi: 10.1016/j.precisioneng.2019.06.007.

7. Rock S.R. MicroComputed Tomography Methodology and Applications. Second Edition. – NW: CRC Press Taylor & Francis Group, 2020. – 390 p. – ISBN 978-1-4987-7497-0.

8. Hildebrandt G. Paul P. Ewald, the German period. P.P. Ewald and his Dynamical Theory of X-ray Diffraction. D.W.T. Cruickshank, H.J. Juretschke and N. Kato. – Oxford, International Union of Crystallography. – 1992. – pp. 27–34.

9. Radon J. Über die Bestimmung von Functionen durch ihre Integralwerte längs gewisser Mannigfaltigkeiten // Berichte der Sächsischen Akademie der Wissenschaft. – 1917. – V. 69. – pp. 262–277.

10. Radon J. On the determination of functions from their integral values along certain manifolds. Translated by P. C. Parks // IEEE Trans. Med. Imaging MI-5. – 1986. – V. 4. pp. 170–175.

11. Cormack A.M. Representation of a function by its line integrals, with some radiological applications // J. Appl. Phys. – 1963. – V. 34. – pp. 2722–2727.

12. Webb S. From the Watching of Shadows: The Origins of Radiological Tomography. – Bristol: Adam Hilger, 1990. – 347 p. ISBN 0-85274-305-X.

13. Hounsfeld G.N. A method of and apparatus for examination of a body by radiation such as X or gamma radiation. – UK, – 1968–1972.

14. Chowdhury P., Sehitoglu H., Rateick R. Damage tolerance of carbon-carbon composites in aerospace application // Carbon. – 2018. – V. 126. pp. 382-393. doi: 10.1016/j.carbon.2017.10.019.

15. D. Ríos J., Leiva C., Ariza M.P., Seitl S., Cifuentes H. Analysis of the tensile fracture properties of ultra-high-strength fiber-reinforced concrete with different types of steel fibers by X-ray tomography // Materials and Design. – 2019. – V. 165. – pp. 107582. doi: 10.1016/j.matdes.2019.107582.

16. Wintiba B., Vasiukov D., Panier S., Lomov S.V., Kamel K.E.M., Massart T.J. Automated reconstruction and conformal discretization of 3D woven composite CT scans with local fiber Vume fraction control // Composite Structures. – 2020. – V. 248. – pp. 112438. doi: 10.1016/j.compstruct.2020.112438.

17. Ai S., Song W., Chen Y. Stress field and damage evolution in C/SiC woven composites: Image-based finite element analysis and in situ X-ray computed tomography tests // Journal of the European Ceramic Society. – 2021. – V. 41. – pp. 2323–2334. doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2020.12.026.

18. Zwanenburg E.A., Norman D.G., Qian C., Kendal K.N. l, Williams M.A., Warnett J.M. Effective X-ray micro computed tomography imaging of carbon fibre composites // Composites Part B. – 2023. – V. 258. – pp. 110707. doi: 10.1016/j.compositesb.2023.110707.

19. Garcea S.C., Sinclair I., Spearing S.M., Withers P.J. Mapping fibre failure in situ in carbon fibre reinforced polymers by fast synchrotron X-ray computed tomography // Composites Science and Technology. – 2017. – V. 149. – pp. 81–89. doi: 10.1016/j.compscitech.2017.06.006

20. Aroush D.R.B., Maire E., Gauthier C., Youssef S., Cloetens P., Wagner H.D. A study of fracture of unidirectional composites using in situ high-resolution synchrotron X-ray microtomography // Compos. Sci. Technol. – 2006. – V. 66. – pp. 1348–1353. doi: 10.1016/j.compscitech.2005.09.010.

21. Awaja F., Zhang S., Tripathi M., Nikiforov A., Pugno N. Cracks, microcracks and fracture in polymer structures: formation, detection, autonomic repair // Prog. Mater. Sci. – 2016. – V. 83. – pp. 536–573. doi:10.1016/j.pmatsci.2016.07.007.

22. Naresh K., Khan K.A., Umer R., Cantwell W.J. The use of X-ray computed tomography for design and process modeling of aerospace composites: A review // Materials and Design. – 2020. – V. 190. – pp. 108553. doi: 10.1016/j.matdes.2020.108553.

23. Rose M., Niverty S., Schmidt B., Kastner M., Zimmermann M., Chawla N. X-ray computer tomography (XCT) of fatigue damage in laser-machined versus milled carbon fiber reinforced polymer matrix composites // Engineering Fracture Mechanics. – 2021. – V. 252. – pp. 107820. doi: 10.1016/j.engfracmech.2021.107820.

24. Sommacal S., Matschinski A., Drechsler K., Compston P. Characterisation of void and fiber distribution in 3D printed carbon-fiber/PEEK using X-ray computed tomography // Composites: Part A. – 2021. – V. 149. – pp. 106487. doi: 10.1016/j.compositesa.2021.106487.

25. Wang Y., Mikkelsen L.P., Pyka G., Withers P.J. Time-lapse helical X-ray computed tomography (CT) study of tensile fatigue damage formation in composites for wind turbine blades // Materials. – 2018. – V. 11, No. 11. – pp. 1–11. doi: 10.3390/ma11112340.

26. Emerson M.J., Wang Y., Withers P.J., Conradsen K., Dahl A.B., Dahl V.A. Quantifying fibre reorientation during axial compression of a composite through time-lapse Xray imaging and individual fibre tracking // Compos. Sci. Technol. – 2018. – V. 168. – pp. 47–54. doi: 10.1016/j.compscitech.2018.08.028.

27. Ferreira C.G., Oliveira D., Lopes R.T., Martins F.D.F., Pereira G.R. Digital radiographic assay of GFRP pipe laminated joints // Mater. Eval. – 2019. – V. 77, No. 6. – pp. 678.

28. Nikishkov Y., Airoldi L., Makeev A. Measurement of voids in composites by X-ray computed tomography // Compos. Sci. Technol. – 2013. – V. 89. – pp. 89–97. doi: 10.1016/j.compscitech.2013.09.019.

29. Garcea S.C., Wang Y., Withers P.J. X-ray computed tomography of polymer composites // Compos. Sci. Technol. – 2018. – V. 156. – pp. 305–319. doi: 10.1016/j.compscitech.2017.10.023.

30. Straumit I., Baran I., Gorbatikh L., Farkas L., Hahn C., Ilin K. et al. Micro-CTbased analysis of fibre-reinforced composites applications [Электронный документ] // ECCM18. – 2018. – pp. 1–8. (https://ris.utwente.nl/ws/portalfiles/portal/251560328/ECCM18_1116_1240_Lomov_Stepan.pdf) Проверено 17.07.2023.

31. Hessman P.A., Riedel T., Welschinger F., Hornberger K., Böhlkeb T. Microstructural analysis of short glass fiber reinforced thermoplastics based on x-ray micro-computed tomography // Composites Science and Technology. – 2019. – V. 183. – pp. 107752 doi: 10.1016/j.compscitech.2019.107752.

32. Creveling P.J., Whitacre W.W., Czabaj M.W. A fiber-segmentation algorithm for composites imaged using X-ray microtomography: Development and validation // Composites Part A. – 2019. – V. 126. – pp.105606. doi: 10.1016/j.compositesa.2019.105606.

33. Pei S., Wang K., Li J., Li Y., Zeng D., Su X., Xiao X., Yang H. Mechanical Properties Prediction of Injection Molded Short/Long Carbon Fiber Reinforced Polymer Composites Using Micro X-Ray Computed Tomography // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. – 2019. – V. 130. – pp. 105732. doi: 10.1016/j.compositesa. 2019.105732.

34. Huang W., Causse P., Brailovski V., Hu H., Trochu F. Reconstruction of mesostructural material twin models of engineering textiles based on Micro-CT Aided Geometric Modeling // Composites Part A. – 2019. V. 124. – pp. 105481. doi: 10.1016/j.compositesa.2019.105481.

35. Auenhammer R.M., Jeppesen N., Mikkelsen L.P., Dahl V.A., Blinzler B.J., Asp L.E. Robust numerical analysis of fibrous composites from X-ray computed tomography image data enabling low resolutions // Composites Science and Technology. – 2022. V. 224. – pp. 109458. doi: 10.1016/j.compscitech.2022.109458.

36. de Oliveira C.S., González A.T., Hedtke T., Kürbitz T., Heilmann A., Schmelzer Ch.E.H., de S. e Silva J.M. Direct three-dimensional imaging for morphological analysis of electrospun fibers with laboratory-based Zernike X-ray phase-contrast computed tomography // Materials Science & Engineering C. – 2020. – V. 115. – pp. 111045. doi: 10.1016/j.msec.2020.111045.

37. Leonard F., Stein J., Soutis C., Withers P.J. The quantification of impact damage distribution in composite laminates by analysis of X-ray computed tomograms // Composites Science and Technology. – 2017. – V. 152. – pp. 139-148. doi: 10.1016/j.compscitech.2017.08.034.

38. Bensadoun F., Barburski M., Straumit I., Le Quan Tran N., Fuentes C., Zenina J., Shishkina O., Pyka G., Verpoest I., VanVuure A.W., Wevers M., Lomov S.V. Challenges of X-Ray Tomography Technique on Natural Fibre-BasedComposites [Электронный документ] // In: 11th European conference on non-de-structive testing (ECNDT 2014), October 6–10, 2014, Prague, Czech Republic. – 2014. – V. 22. – pp. 1–12. https://www.ndt.net/events/ECNDT2014/app/content/Paper/235_Bensadoun.pdf. Проверено 17.07.2023.

39. Baranowski T., Dobrovolskij D., Dremeld K., Hölzing A., Lohfink G., Schladitzc K., Zabler S. Local fiber orientation from X-ray region-of-interest computed tomography of large fiber reinforced composite components // Composites Science and Technology. – 2019. – V. 183. – pp. 107786. doi: 10.1016/j.compscitech.2019.107786.

40. Yu X., Song W., Zheng J., Chen Y., Luo L., Fan C., Shan Z. Effects of Low-pressure Annealing on the Performance of 3D Printed CF/PEEK Composites // Chinese Journal of Mechanical Engineering: Additive Manufacturing Frontiers. – 2023. – V. 2. – pp. 100076. doi: 10.1016/j.cjmeam.2023.100076.

41. McClung R.C. A literature survay on the stability and significance of residual stresses during fatigue // Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. – 2007. – V. 30. – pp. 173–205. doi: 10.1111/j.1460-2695.2007.01102.x.

42. LAMBDA Technology Group. Low Plasticity Burnishing. 23 August 2013. [Электронный документ] // http://www.lambdatechs.com/lowplasticity-burnishing-LPB.html Проверено 17.07.2023.

43. Schnubel D., Horstmann M., Ventzke V., Riekehr S., Staron P., Fischer T., Huber N. Retardation of Fatigue Crack Growth in Aircraft Aluminium Alloys via Laser Heating-Experimental Proof of Concept // Mater. Sci. Eng. – 2012. – V. 546. – pp. 8–14. doi: 10.1016/j.msea.2012.02.094

44. Hadidi H., Mailand B., Sundermann T., Johnson E. Madireddy G., Negahban M., Delbreilh L., Sealy M. Low velocity impact of ABS after shot peening predefined layers during additive manufacturing // Procedia Manufacturing. – 2019. – V. 34. – pp. 594–602. doi: 10.1016/j.promfg.2019.06.169.

45. Es-Said O.S., Foyos J., Noorani R., Mendelson M., Marloth R., Pregger B.A. Effect of Layer Orientation on Mechanical Properties of Rapid Prototyped Samples // Materials and Manufacturing Processes. – 2000. – V. 15, No. 1. – pp. 107-122. doi: 10.1080/10426910008912976.

46. Sun Q., Rizvi G.M., Bellehumeur C.T., Gu P. Effect of processing conditions on the bonding quality of FDM polymer filaments // Rapid Prototyping Journal. – 2008. – V. 14, No. 2. – pp. 72-80. doi: 10.1108/13552540810862028.

47. Ding K., Ye L. Laser Shock Peening: Performance and Process Simulation. UK. Cambridge: Woodhead Publishing Ltd., 2006. – 162 pp.

48. Askar'Yan G.A., Moroz E.M. Pressure on evaporation of matter in a radiation beam // J. Exp. Theor. Phys. Lett. – 1963. – V. 16. – pp. 1638–1644.

49. Neuman F. Momentum Transfer and Cratering Effects Produced by Giant Laser Pulses // Appl. Phys. Lett. – 1964. – V. 4. – pp. 167–169.

50. Braginskii V.B., Minakova I.I., Rudenko V.N. Some Mechanical Effects in the Interaction between Pulsed Electromagnetic Radiation and a Metal (in Russian) // J. Exp. Theor. Phys. – 1967. – V. 37. – pp. 1045–1051.

51. Skeen C.H., York C.M. Laser Induced "Blow-off" Phenomena // Appl. Phys. Lett. – 1968. – V. 12. – pp. 369–371.

52. Tardif X., Pignon B., Boyard N., Schmelzer J.W.P., Sobotka V., Delaunay D., Schick C. Experimental Study of Crystallization of PolyEtherEtherKetone (PEEK) over a Large Temperature Range Using a Nano-Calorimeter // Polym. Test. – 2014. V. 36. – pp. 10–19. doi: 10.1016/j.polymertesting.2014.03.013.

53. Feldkamp L.A., Jesion G. 3-D X-ray computed tomography // Rev. Prog. Quant NDE. – 1986. – V. 5a. – pp. 555-566.

54. Stock S.R., Sasov A., Liu X., Salmon P.L. Compensation of mechanical inaccuracies in micro-CT and nano-CT // Developments in X-Ray Tomography VI. Edited by Stock S.R. Proceedings of the SPIE. – 2008. – V. 7078, Iss. 70781C. – pp. 1-9. doi: 10.1117/12.793212.

55. Ali M.A., Umer R., Khan K.A., Cantwell W.J. Application of X-ray computed tomography for the virtual permeability prediction of fiber reinforcements for liquid composite molding processes: A review // Composites Science and Technology. – 2019. – V. 184. – pp. 107828. doi: 10.1016/j.compscitech.2019.107828.

Финансирование. Разработка технологии лазерной обработки композиционных материалов выполнена в рамках реализации Программы создания и развития научного центра мирового уровня «Сверхзвук» на 2020–2025 гг. при финансовой поддержке Минобрнауки России (соглашение от 21 апреля № 075-15-2022-329). Алгоритмы реконструкции рентгеновских изображений и анализа структуры материала разработаны в рамках госзадания ИМСС УрО РАН – филиала ПФИЦ УрО РАН (тема № АААА-А19-119013090021-5). Определение параметров аддитивного производства и изготовление 3Д-печатных образцов исследуемых материалов выполнено в Пермском национальном исследовательском политехническом университете при поддержке Российского научного фонда (проект № 22-79-10350).

Конфликт интересов. Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Вклад авторов равноценен.

Funded. The development of technology for laser processing of composite materials was carried out as part of the implementation of the Program for the creation and development of a world-class scientific center "Supersound" for 2020–2025. with financial support from the Ministry of Education and Science of Russia (agreement dated April 21 No. 075-15-2022-329). Algorithms for the reconstruction of X-ray images and analysis of the structure of the material were developed within the framework of the state task of the Institute of Social Sciences of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, a branch of the PFIC of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences (topic No. AAAA-A19-119013090021-5). The determination of additive manufacturing parameters and the production of 3D printed samples of the materials under study were carried out at the Perm National Research Polytechnic University with the support of the Russian Science Foundation (project No. 22-79-10350).

Conflict of interest. The authors declare no conflict of interest.

The contribution of the authors is equivalent.