

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ, НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ,
ИНФОРМАЦИОННО-АНАЛИТИЧЕСКИЙ И УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

Химическая технология



3
2022

УДК 66.023.2

Оценка пористости двухслойного волокнистого композиционного материала различными методами цифровой обработки микроструктуры

Н. П. Мидуков^{1*}, д-р техн. наук; М. А. Зильберглейт², д-р техн. наук; В. С. Куров¹, д-р техн. наук; М. А. Литвинов¹

¹Санкт-Петербургский государственный университет промышленных технологий и дизайна, Санкт-Петербург, 198095, Россия

²Белорусский государственный технологический университет, г. Минск, 220006, Беларусь

*E-mail: mnp83@mail.ru

DOI: 10.31044/1684-5811-2022-23-3-109-116

Поступила в редакцию 03.09.2021

После доработки 22.10.2021

Принята к публикации 26.10.2021

Представлены результаты графической и аналитической обработки микроструктуры многослойного волокнистого композиционного материала. Проведено сопоставление результатов использования двух программ, позволивших провести обработку микроструктуры волокнистого материала в поперечном срезе. Найдены площади срезов волокон, по которым определена пористость картона. Эти данные сравнивались с результатом графической и аналитической обработки, полученной с помощью программы *ImageJ*. Таким образом, были сопоставлены результаты, полученные в области графической обработки микроструктуры волокнистых композиционных материалов учеными России и Белоруссии. Научная работа выполнена в соответствии с актуальными направлениями цифровизации исследования свойств бумаги и картона.

Ключевые слова: волокнистый композиционный материал, поперечный срез, картон, пористость, графические программы.

Введение

Волокнистые композиционные материалы являются основой для упаковочных материалов из бумаги и кар-

тона, специальных видов бумаги. К волокнистым композиционным материалам относятся специальные виды бумаги, такие как фильтровальная, теплоизоляционная, санитарно-гигиеническая и др. Область их применения достаточно широкая благодаря возможности придания им специальных свойств. Одной из главных характеристик волокнистых композиционных материалов является пористость, которая определяет ряд важных показателей, в частности массу квадратного метра материала, толщину, плотность. Пористость также косвенно характеризует основные физико-механические показатели [1]. Для некоторых видов бумаги, например санитарно-гигиенического назначения, пористость — это основная характеристика, так как она определяет впитываемость материала и его толщину.

Существует несколько основных методов определения пористости волокнистых композиционных материалов. Наиболее широкое распространение получил метод опреде-

ления пористости по Бендсону Х. В основе метода лежит оценка расхода воздуха через исследуемый материал. Этот метод стандартизирован, быстро выполняется на специальном устройстве, но требует достаточно дорогого оборудования [2]. Существует также метод определения пористости волокнистых композиционных материалов ртутной порометрией [3]. Метод базируется на определении массы ртути, которая заполняет поры волокнистого материала. Основным недостатком является токсичность ртути, поэтому такой подход не нашел широкого применения, хотя и обладает высокой точностью. Существует еще ряд способов определения пористости волокнистых композиционных материалов, как правило, это методы, предназначенные для контроля качества материалов специального назначения [4].

Одними из наиболее перспективных направлений оценки качества волокнистых композиционных материалов, в том числе их пористости, являются подходы, основанные на оценке микроструктуры. В работах [4, 5] представлены результаты измерений пористости микроструктуры поверхности бумаги. Несмотря на преимущества цифровой обработки результаты имеют определенный недостаток, который заключается в том, что на поверхности бумаги и картона микроструктура может существенно отличаться от внутренней, так как поверхность контактирует с формирующей сеткой, прессовыми, сушильными цилиндрами, а также цилиндрами наката и поверхностной обработки. На наш взгляд, для более достоверной оценки необходимо рассматривать микроструктуру в поперечном срезе волокнистого композиционного материала. Для реализации такого подхода необходимы методы получения качественного изображения поперечного среза. Способ оценки физико-механических показателей бумаги и картона по ми-

кроструктуре поперечного среза подробно описан в [6, 7]. Однако представленный метод, обладающий высокой точностью оценки, связан с большими временными затратами при графической обработке изображения поперечного среза.

Точность определения и скорость оценки результатов зависят от выбора графических и аналитических программ. Например, программа *ImageJ* позволяет проводить обработку результатов с большой скоростью и широким спектром оценки показателей, определяющих размеры пор, равномерность их распределения [8, 9]. Программа *ImageJ* широко применяется в исследованиях микрочастиц и часто используется совместно с современными микроскопами, в том числе со сканирующим электронным. Формат файла, который распознает *ImageJ*, растровый, что приводит к погрешности графической обработки. Программы, работающие с векторными форматами, например *AutoCAD*, *CoralDraw*, позволяют оценить исследуемые объекты с высокой точностью, но графическая обработка проводится вручную, поэтому связана с большими временными затратами.

Предлагаемая работа направлена на разработку метода более точного определения пористости с низкими затратами времени. Для этого осуществляется сопоставление различных методов определения пористости с помощью программных продуктов, поддерживающих векторные и растровые форматы. Решение этой задачи позволит перейти к созданию новых экспресс-приборов по контролю качества волокнистых композиционных материалов.

Экспериментальная часть

Двухслойный картон из макулатуры для исследований был получен по методикам, представленным в работах [10–12]. В качестве образцов берутся срезы шириной

в 10 мм двухслойного тест-лайнера общей массой квадратного метра 60 г. Толщина слоя находилась в диапазоне от 125 до 140 мкм. Соотношение массы квадратного метра покровного и нижнего слоев составляло 50/50%. Для снижения продолжительности резки картона и получения более качественных срезов масса квадратного метра картона была снижена в два раза по отношению к картону тест-лайнеру, вырабатываемому на предприятиях.

Ионная резка образцов проводилась с помощью установки *Technoorg Linda SEMPRep2*. Подготовленные методом ионной резки образцы напылялись хромом в вакуумной камере. Толщина слоя напыления — 30 нм. Этот слой позволяет обеспечить отток заряда при дальнейшем изучении образца в электронном микроскопе. Подготовленный образец фиксировался на латунной подложке с помощью двухстороннего углеродного скотча и устанавливался в специальный держатель. С помощью двухступенчатого диафрагменного и турбомолекулярного насосов в камере достигается необходимый уровень вакуума для ионной резки. В камере расположены две ионные пушки: одна используется в режиме травления (пушка «высокой» энергии); другая — в режиме полировки (пушка «низкой» энергии). После подачи рабочего газа (аргона) при приложении напряжения между анодом и катодом происходит ионизация атомов аргона, под воздействием ускоряющего напряжения ионы вылетают из пушки с соответствующей ускоряющему напряжению энергией и попадают на поверхность образца [12, 13]. Обладая высокой энергией, ионы аргона распыляют материал поверхности. Параметры процесса: продолжительность резки — 1,5 ч, ускоряющее напряжение — 8 кВ.

Визуализация поперечных срезов подготовленных образцов проводилась с помощью электронного микроскопа *TESCAN*

MIRA3 LMH, производитель — *TESCAN* (Чешская Республика). Характеристики сканирующего электронного микроскопа *TESCAN MIRA3 LMH* следующие: электронная колонна (*FEG SEM*) с источником электронов на основе катода Шоттки; ускоряющее напряжение 200 В — 30 кВ; ток зонда 2 пА — 200 нА; разрешение — 1,0 нм (при 30 кВ), увеличение — до 1000000; детекторы вторичных электронов (*SE, In-Beam SE*); детектор отраженных электронов (*BSE*) [13, 14].

Расчеты пористости при обработке векторного изображения осуществлялись с помощью программы *AutoCAD*. В этой программе выделяются контуры среза волокон с помощью команды «полилиния» (рис. 1), которые впоследствии объединяются в области с помощью команды «область».

В отличие от программ графического формата работы с изображениями, программа *AutoCAD* дает возможность оценить равномерность распределения волокон в поперечном срезе. С этой целью определяются центры областей срезов с помощью команды «МАССХАР». Эта команда опре-

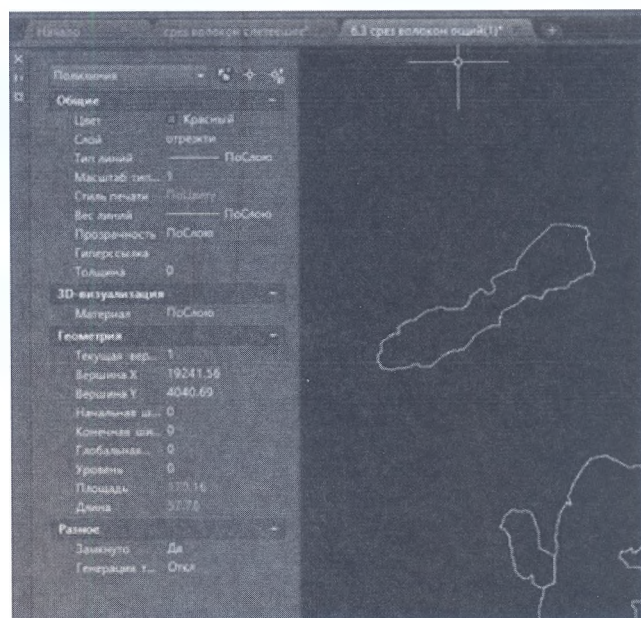


Рис. 1. Создание контура областей среза волокон

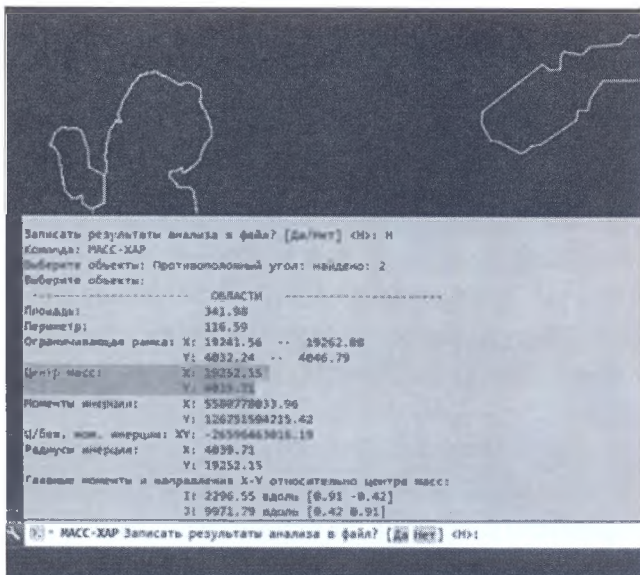


Рис. 2. Определение центров областей срезов волокон

деляет координаты точки центра области среза волокна (рис. 2). Координаты точек центров областей среза волокон соединяются отрезками, при этом отрезки не должны пересекаться друг с другом. После выделения областей среза волокон из общей площади поперечного среза вычитается площадь среза волокон. Таким образом определяется пористость в мкм^2 . Выделение областей в программе векторного формата, дальнейший ввод данных в программу *Excel*



Рис. 3. Изображение микроструктуры поперечного среза картона



Рис. 4. Выделенные области среза волокнистого материала (в черном цвете) при работе с векторным форматом в программе *AutoCAD*



Рис. 5. Выделенные области среза волокнистого материала (в белом цвете) при работе с векторным форматом в программе *AutoCAD*

и расчет площади пор и их перевод пористости в проценты осуществляются вручную и требуют больших временных затрат.

Для снижения времени оценки пористости была использована программа *ImageJ*, которая дает возможность работать с растровыми изображениями поперечного среза. Предварительно изображения поперечного среза переводились в бинарный (черно-белый) формат.

Результаты и их обсуждение

В результате ионной резки волокнистого композиционного материала был получен поперечный срез протяженностью более 3,5 мм. Для графической обработки анализируется область размером в $95 \times 840 \text{ мкм}$ (рис. 3). Исследуемый срез охватывает области с высоким и низким содержанием волокон, т.е. учитывается неравномерность укладки волокон в материале. Оценка равномерности формования бумаги по микроструктуре поперечного среза была представлена ранее в [16].

Области среза волокнистого материала были выделены вручную в программе *AutoCAD*. В результате были получены черно-белые изображения поперечного среза

волокнистого композиционного материала (рис. 4, 5). На рис. 4 область срезанного волокнистого материала выделена черным цветом, а на рис. 5 — белым.

Векторный формат файла позволил установить площадь среза волокон, которая составила $28\,200 \text{ мкм}^2$ из $79\,800 \text{ мкм}^2$ исследуемой области. Площадь пор в исследуемой области материала опре-

делена как разность указанных площадей и равна 51 600 мкм², пористость составила 64%. Для ее оценки было затрачено порядка 370 минут (таблица). Время на ионную резку и электронную микроскопию не учитывалось, так как сопоставлялись затраты времени и точность измерений только графической обработки.

Приблизительные затраты времени на графическую обработку поперечного среза волокнистого композиционного материала

Наименование операции	Затраты времени, мин
«Вставка» изображения поперечного среза в программу <i>AutoCAD</i> и настройка масштаба изображения	5
Выделение областей среза волокнистого материала «полилиниями»	300
Ввод данных площади областей среза в программу <i>Excel</i>	60
Расчет пористости в программе <i>Excel</i>	5
Итого	370

Данный объем работы выполнен двумя специалистами: один осуществлял операцию, другой контролировал и фиксировал данные. Оценка равномерности распределения волокнистого материала в данных исследованиях не проводилась. Согласно приведенным результатам, равномерность распределения волокон, выделенных в областях, включала в себя определение центра масс (команда «МАССХАР»), на которое затрачивается около 30 мин, а также соединение центров масс отрезками (затраты времени около 60 мин) с дальнейшим вводом данных в *Excel* (60 мин) и расчетом неоднородности распределения (10 мин).

Из результатов графической обработки видно,

что программа векторного формата работы позволяет точно рассчитать области среза волокон и пористость материала, однако требует много времени на обработку, так как выполняется вручную.

Графическая обработка в растровом формате проведена с помощью программы *ImageJ*, которая позволила в автоматическом режиме перевести изображение в черно-белый цвет. На рис. 6 представлено черно-белое изображение поперечного среза размером 95×840 мкм, в котором области срезов волокон изображены белым цветом, а области пор — черным. Для сравнения с результатами, полученными при обработке изображения (см. рис. 5), области среза также переводились в черный цвет. На рис. 7 представлены выделенные области среза волокнистого материала (инвертированный вид) при работе с растровым форматом в программе *ImageJ*.

При работе с программой *ImageJ* точность определения площади пор зависит от выбора контрастности изображения, а также выбора оттенка цвета, который будет определять области среза. Эта операция выполняется исследователем, при этом важно точно установить оттенок цвета, который характеризует область среза волокна. Выбор осуществлялся по гистограмме распределения цветов (от черного к белому) (рис. 8), соответствующей обработке изображения поперечного среза (см. рис. 3).



Рис. 6. Выделенные области среза волокнистого материала (в черно-белом цвете) при работе с растровым форматом в программе *ImageJ*



Рис. 7. Выделенные области среза волокнистого материала (инвертированный вид) при работе с растровым форматом в программе *ImageJ*

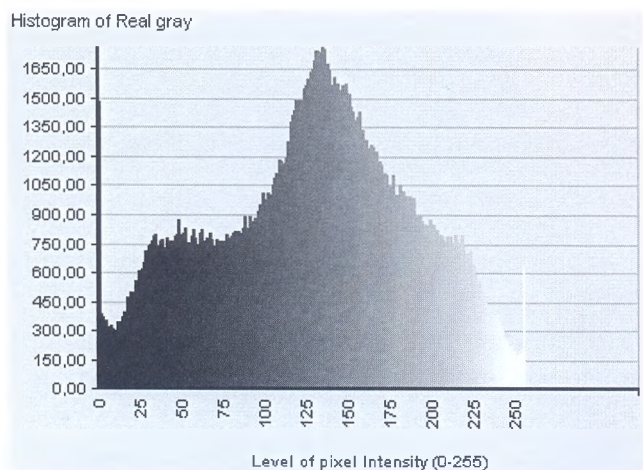


Рис. 8. Гистограмма распределения цветов (от черного к белому), соответствующая рис. 3

Согласно расчетам по программе *ImageJ*, площадь пор и соответственно пористость в исследуемой области определялась соотношением между «черным» и «белым» изображением и составила 60,5%.

Для оценки пористости было затрачено 10 мин, при этом время на ионную резку и электронную микроскопию так же, как и в первом варианте графической обработки, не учитывалось. Скорость обработки данных с помощью программы *ImageJ* и автоматизация исследований в перспективе могут способствовать созданию прибора для оценки пористости волокнистых композиционных материалов. Однако точность измерений существенно уступает ручной обработке изображения поперечного среза, так как выбранный цвет для области среза волокна может соответствовать области, которая определяет объекты, находящиеся за пределами исследуемого поперечного сечения (на глубине до 10 мкм). Существует два варианта повышения точности оценки пористости в программе *ImageJ*.

Первый вариант связан с продолжением работы над черно-белым изображением поперечного среза. Известно [17], что сканирующий электронный микроскоп позволяет получить только черно-белое изображение. Для повышения точности оценки пористо-

сти необходимо осуществить графическую обработку в векторном формате, затем подобрать контрастность изображения и подвести к равенству площади срезов, полученные при работе с векторным и растровым форматами. После чего провести автоматическую обработку последующих образцов волокнистого материала с помощью программы *ImageJ* с уточненными данными оттенка цвета. В таком варианте важно равенство условий получения изображения в сканирующем электронном микроскопе.

Второй вариант повышения точности оценки пористости заключается в получении цветного изображения поперечного среза волокнистого композиционного материала. Причем цвет срезанной области должен существенно отличаться от цвета областей волокнистого композиционного материала, находящегося в нескольких микронах в глубине микроструктуры. Выполнить это условие возможно, если использовать дополнительные модули для электронного микроскопа, которые позволяют картировать микроструктуру по химическим элементам и структурным соединениям. Для целлюлозных материалов предпочтительно использовать модуль, который основан на ИК-спектроскопии. Он картирует микроструктуру по содержанию целлюлозы, лигнина, что дает возможность выделить границу слоев многослойного волокнистого композиционного материала. Этот вариант повышает точность при высокой скорости измерений, но существенно удорожает прибор.

Заключение

В работе определена пористость с помощью программ, работающих в векторном и растровом форматах. Согласно графической обработке изображения поперечного среза волокнистого композиционного материала в векторном формате пористость

составила 64%, при этом затрачено было около 340 минут. Использование программы *ImageJ*, работающей в растровом формате, позволяет получить пористость, близкую к той, которая определена в векторном формате (60,5%) за 10 мин, но при этом необходимо правильно выбрать контрастность изображения при переводе в черно-белый цвет для того, чтобы средние тона не снижали достоверность измерения. Ошибка при обработке изображения микроструктуры также связана с тем, что области, определяющие поверхности волокна, находящиеся за пределами поперечного среза (расположенные «глубже» в микроструктуре, чем срез волокнистого материала), могут быть идентичного цвета с областями среза волокон. Поэтому расчет площади срезанных волокон может оказаться неверным, что приведет к неправильной оценке пористости. Следует отметить, что контрастность и тональность цвета определяются вручную, поэтому значение пористости при работе с программой *ImageJ* будет определяться опытом и квалификацией исследователя. Необходимо снизить влияние человеческого фактора на точность измерения.

Поэтому авторы статьи пришли к выводу, что разрабатываемый метод оценки пористости волокнистого композиционного материала должен включать два этапа. На первом этапе необходимо провести графическую обработку с помощью программы, работающей в векторном формате, а на втором этапе — с помощью программы, работающей в растровом. Контрастность и тональность изображения при обработке поперечного среза в программе *ImageJ* должны быть установлены таким образом, чтобы соблюдалось равенство пористости, определенной в растровом и векторном форматах. Последующие исследования пористости могут проводиться в программе *ImageJ* с установленными цветовыми тонами и контрастностью при условии, что изо-

бражения поперечного среза были получены в одинаковых условиях.

Такой подход позволит за короткое время осуществить измерение пористости волокнистого композиционного материала, с высокой точностью исключив негативное влияние человеческого фактора при установке тональности и контрастности изображения.

Авторы благодарят сотрудников центра коллективного пользования «Биорефайнинг древесины и нанотехнологии» при Санкт-Петербургском государственном технологическом университете промышленных технологий и дизайна за помощь в получении опытных образцов волокнистого композиционного материала, а также сотрудников центра коллективного пользования при НИЦ «Курчатовский институт» — ЦНИИ КМ «Прометей» за сканирующую электронную микроскопию и ионную резку образцов.*

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Полющук Н.Н. Самоучитель AUTOCAD 2014. СПб.: БХВ-Петербург, 2014. 464 с.
2. Tiago Ferreira, Wayne Rasband. The IMAGEJ User Guide. 2012. 185 p.
3. Collins T.J. IMAGEJ for microscopy // *Biotechniques* 43, (1 Suppl): 25—30.
4. Broeke J., Pérez J. M. M., Pascau J. Image processing with IMAGEJ. 2th Ed. Birmingham: Packt Publishing Ltd, UK, 2015. 231 p.
5. Динь Х.Т., Лушпа Н.В., Чернякова К.В. Цифровая обработка изображений наноразмерных элементов на наноструктурированной поверхности материалов с помощью программы IMAGEJ // Доклады БГУИР. 2019. № 4.
6. Астахов А.С., Бумагин В.В. Анализ эффективности алгоритмов обработки изображений для выделения микрообъектов на гистологических срезах // Инженерный вестник Дона. 2017. № 4. С. 79—84.
7. Зильберглейт М.А., Темрук В.И. Применение пакета IMAGEJ для обработки изображений, полученных электронной сканирующей микроскопией (на приме-

* Экспериментальные исследования выполнены на оборудовании центра коллективного пользования «Состав, структура, свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт» — ЦНИИ КМ «Прометей» при финансовой поддержке министерства образования и науки Российской Федерации в рамках соглашения № 13. ЦКП. 21.0014. Уникальный идентификатор — RF-2296.61321X0014.

- ре анализа бумаги) // Полимерные материалы и технологии. 2017. Т. 3. № 1. С. 71—74.
8. Зильбергейт М.А., Темрук В.И., Лобан Т.А. Сравнительная оценка методов анализа размера пор барьерных бумаг // Полимерные материалы и технологии. 2020. Т. 3. № 3. С. 29—37.
 9. Абдрахимова Й.Р., Абдрахимов Ф.А. Биоимиджинг клеток: введение в анализ изображений с помощью IMAGEJ. Ч. 1. Казань: Альянс, 2019. 25 с.
 10. ISO 287 Paper and board — Determination of moisture content of a lot — Oven-drying method. Geneva, Switzerland, 2008. 6 p.
 11. ISO 4119 Pulps — Determination of stock concentration. Geneva, Switzerland, 1995. 3 p.
 12. ISO 5269-2 Pulps — Preparation of laboratory sheets for physical testing — Part 2: Rapid-Köthen method. International Organization of Standardization. Geneva, Switzerland, 2004. 8 p.
 13. TESCAN детектор BSE. URL: www.tescan.ru/products/sem-detectors.
 14. TESCAN MIRA3 microscope. Download Brochure. URL: www.tescan-uk.com/tecnology/sem/mira3.
 15. Патент № 2723972. Способ подготовки поперечного среза для контроля параметров целлюлозосодержащего материала / Мидуков Н.П., Куров В.С., Смолин А.С., Сомов П.А. Оpubл. 18.06.2020. Бюл. № 17.
 16. Midukov N.P., Kazakov Ya.V., Heineman S., Kurov V.S., Smolin A.S. Investigation of transverse section of multi layered paperboard by ion cutting technique // Fiber Chemistry. 2020. V. 52. N 1. P. 51—57.

РУКОВОДСТВО АВТОРУ НАУЧНЫХ ПУБЛИКАЦИЙ*

Автор (или коллектив авторов) осознает, что несет первоначальную ответственность за новизну и достоверность результатов научного исследования, что предполагает соблюдение следующих принципов:

- Авторы статьи должны предоставлять достоверные результаты проведенных исследований. Заведомо ошибочные или сфальсифицированные утверждения неприемлемы.
- Авторы должны гарантировать, что результаты исследования, изложенные в предоставленной рукописи, полностью оригинальны. Заимствованные фрагменты или утверждения должны быть оформлены с обязательным указанием автора и первоисточника. Чрезмерные заимствования, а также плагиат в любых формах, включая неоформленные цитаты, перефразирование или присвоение прав на результаты чужих исследований, неэтичны и неприемлемы.
- Необходимо признавать вклад всех лиц, так или иначе повлиявших на ход исследования, в частности, в статье должны быть представлены ссылки на работы, которые имели значение при проведении исследования.
- Авторы не должны предоставлять в журнал рукопись, которая была отправлена в другой журнал и находится на рассмотрении, а также статью, уже опубликованную в другом журнале.
- Соавторами статьи должны быть указаны все лица, внесшие существенный вклад в проведение исследования. Среди соавторов недопустимо указывать лиц, не участвовавших в исследовании.
- Если автор обнаружит существенные ошибки или неточности в статье на этапе ее рассмотрения или после ее опубликования, он должен как можно скорее уведомить об этом редакцию журнала.

* Из Кодекса этики научных публикаций