

多孔结构分形分析及其在材料性能预报中的应用

朱纪磊, 汤慧萍, 奚正平, 邱小波

(西北有色金属研究院 金属多孔材料国家重点实验室, 陕西 西安 710016)

摘要: 采用分形理论表征孔隙的结构特征, 通过对烧结不锈钢纤维多孔材料的扫描电镜 (SEM) 照片进行图像处理和分形分析, 详细研究图像分辨率、获取图像时的放大倍数、灰度图转化为二值图时阈值的大小等因素对孔结构分形分析结果的影响, 并研究它们与分形维数的定性关系。结果表明, 采用的烧结纤维多孔材料具有明显的分形特征, 图像分辨率、放大倍数、阈值等因素对分形维数计算结果影响显著: 与 SEM 图像的原始分辨率相比, 分辨率变化越大则分形维数越大; 分形维数随着放大倍数的增大而减小; 灰度图转化为二值图时的阈值存在最佳值, 且随着阈值的增大, 分形维数先增大后减小。通过理论推导, 建立了多孔材料孔隙度和渗透性能与孔结构分形维数之间的数学关系。可通过孔结构分形维数、面孔隙度、孔径等参数合理预测多孔材料的体孔隙度、渗透性能, 预测结果与实测结果吻合良好。

关键词: 分形; 孔结构; 多孔材料; 分形维数

中图法分类号: TF125.6; TB383

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)12-2106-05

多孔材料在自然界和工程中应用广泛, 是一类重要的结构功能一体化材料^[1]。多孔结构是多孔材料众多独特性能的根本原因, 也是影响多孔材料各性能参数的关键因素。多孔材料的许多行为, 如吸附、扩散、渗透以及力学性能等都与孔结构息息相关^[2,3], 因此孔结构的科学描述是多孔材料领域的一个共性问题。传统的研究方法是把孔结构等效为圆柱孔模型, 然后开展各种实验和数学表征。由于多孔材料的孔隙大小不一、随机分布、结构复杂, 使得圆柱孔模型的等效方法和传统的欧氏几何难以全面科学地反映多孔材料复杂的微观结构。

近年来, 各国学者不断尝试用新理论新方法来描述多孔材料的孔结构, 其中应用分形理论来研究孔结构得到广泛关注, 先后发展出基于汞压法、气体吸附法、毛细管法、小角度 X 射线散射、数字图像处理等实验检测手段的分形分析方法^[4]。其中, 通过对多孔材料的二维数字图像进行处理分析得到分形维数的方法应用最为广泛^[5,6]。在多孔结构的剖面面积、孔隙度、孔通道等参数的分形描述方面开展了大量卓有成效的研究工作。但数字图像处理的分形分析方法仍有大量问题亟待解决, 存在的问题主要是分析结果的准确性和分形维数的物理意义尚不明确。其主要原因是基于数字图像处理的分形分析方法不但涉及分形理论及计

算方法, 还涉及计算机图形学。图像的处理过程和各种参数的设置对分析结果均有着重要影响^[7]。

本实验以烧结不锈钢纤维多孔材料的孔隙结构为研究对象, 通过对采集的二维数字图像进行处理, 利用盒维法计算材料的分形维数。研究影响分析结果的各种因素, 探索建立分形维数与材料典型物理性能间的关系, 为多孔材料的制备和应用提供指导。

1 实验

采用直径为 12, 25, 50 和 100 μm 的不锈钢纤维为原料烧结制备不锈钢纤维多孔材料。采用液体静力平衡法检测样品的孔隙度。采用气体透过法测定样品的相对渗透系数。实验制备的烧结不锈钢纤维多孔样品的孔隙度和相对渗透系数检测结果见表 1。

采用扫描电子显微镜 (SEM) 得到样品表面的孔隙结构图像。图 1 为 4 种试验样品放大 100 倍的 SEM

表 1 实验样品性能参数

Table 1 Properties of samples

No. sample	1#	2#	3#	4#
Fiber diameter/μm	12	25	50	100
Porosity/%	69.36	71.09	73.27	73.36
Permeability/m ³ ·(h·kPa) ⁻¹ ·m ⁻²	240	1400	2435	3570

收到初稿日期: 2009-08-11; 收到修改稿日期: 2009-10-27

基金项目: 国家“973”计划资助项目 (2006CB601201)

作者简介: 朱纪磊, 男, 1980 年生, 博士生, 西北有色金属研究院金属多孔材料国家重点实验室, 陕西 西安 710016, 电话: 029-86231095,
E-mail: zhu_jl@126.com

照片。对获得的样品孔隙结构图像进行图像处理和分形分析。简要的分析过程为:(1)首先对样品的原始孔隙结构图像进行去噪和滤波处理;(2)将图像转换为黑白图像,其中黑色区域对应孔隙空间,白色区域对应实体骨架材料;(3)对处理后的黑白图像进行分形分析,得到样品对应的分形维数。

采集3#样品的表面孔结构形貌图像,研究影响分形维数计算结果的因素以及影响关系:为研究放大倍数对分形分析的影响,分别采用12,50,100和200倍4种放大倍数观测样品表面孔隙结构;为研究图像的分辨率对分形分析的影响,利用Photoshop计算机图像处理软件将样品的原始表面孔结构图像调整为不同的分辨率;为研究转换黑白图像时阈值大小对转换结果准确性和分形分析的影响,设置不同的阈值对比转换结果。

数字图像分形维数的计算方法有很多,包括盒维法、差分盒维法、双毯法、基于离散分数布朗随机增量场法(DFBIR)、变分法等等^[8]。其中以盒维法最为常用,具有计算强度低、计算效率高、计算结果合理稳定等优点^[9]。本实验采用盒维法对表1中的4种样品的孔结构进行分形分析。分析计算过程为:针对转化后的二值化的SEM图像,用边长为 L_1 的网格覆盖整张图片,数出包含孔和与孔相交的所有网格数(盒子数) $N(L_1)$ (只要网格中含有黑色像素均计数);再把尺码 L_1 缩小1倍为 L_2 ($L_2=L_1/2$),即把网格变小(原来的一个盒子成为4个盒子),此时再数出包含孔和与孔相交的所有网格数(盒子数) $N(L_2)$ 。重复上述操作,使网格不断变小,盒子数不断增多,对一组 L_1 , L_2 , L_3 ,…… L_i ,就有一组 $N(L_1)$, $N(L_2)$, $N(L_3)$,…… $N(L_i)$

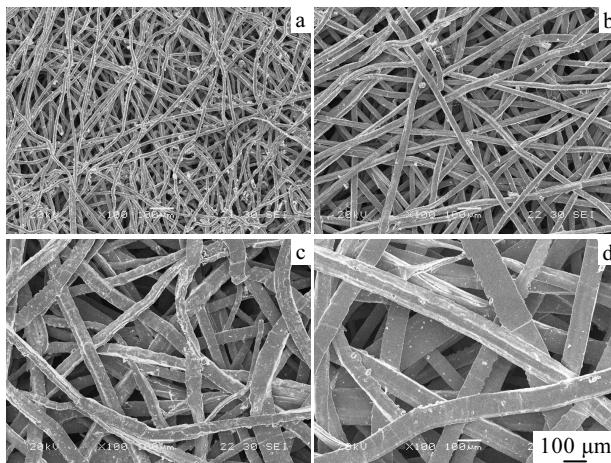


图1 不同纤维直径样品的SEM照片

Fig.1 SEM images of specimens with different fiber: (a) $d_f=12\text{ }\mu\text{m}$, (b) $d_f=25\text{ }\mu\text{m}$, (c) $d_f=50\text{ }\mu\text{m}$, and (d) $d_f=100\text{ }\mu\text{m}$

对应。以 $\ln N(L_i)$ 为纵坐标, $\ln L_i$ 为横坐标作图,将得到的双对数坐标图中的数据点进行线性回归处理,得到一条直线,直线斜率的绝对值就是计盒分形维数 D ,求出线性回归的相关系数 R ,剩余方差 S 和显著性系数 F 。

2 结果与讨论

2.1 分形维数计算结果影响因素分析

2.1.1 放大倍数对分形维数的影响

图2是通过扫描电子显微镜得到的放大倍数分别为 $\times 12$, $\times 50$, $\times 100$, $\times 200$ 时的3#样品的二值化表面孔结构图像(图像大小为 1280×960 ,分辨率为72ppi)。对不同放大倍数的二值化图像,利用盒维法计算分形维数,结果如表2所示。从表2可以看出,分形维数随着放大倍数的增大而减小。12倍时的分形维数明显大于50,100和200倍的分维,50倍到200倍的分维只是略有减小。产生这种结果的原因是:随着放大倍数的增大,得到的孔隙微观结构越明显,同时扫描到材料表面的区域范围变小、孔结构的复杂程度降低、纤维对孔隙的填充能力降低造成分形维数减小。另外,由表2可见,线性回归的相关系数均大于0.998,说明制备的多孔材料孔结构具有明显分形特征。

2.1.2 分辨率对分形维数的影响

把3#样品的原始表面孔结构图像(放大倍数为50倍,图像大小为 1280×960 ,分辨率为72dpi)利用Photoshop软件调整为7种不同分辨率的图像。7种图像大小分别为: 4096×3072 , 2048×1536 , 1024×764 , 512×384 , 256×192 , 128×96 及 64×48 。每次随着分辨

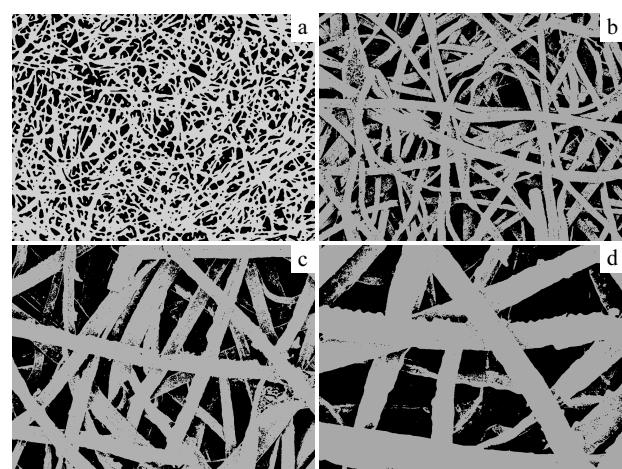


图2 不同放大倍数下二值化后的孔隙形貌

Fig.2 Binarized SEM images of samples in different magnifications: (a) $\times 12$, (b) $\times 50$, (c) $\times 100$, and (d) $\times 200$

表 2 不同 SEM 放大倍数下计算的分形维数

Table 2 Fractal dimensions of samples in different magnifications

Magnification	$\times 12$	$\times 50$	$\times 100$	$\times 200$
Fractal dimension	1.7942	1.7653	1.7572	1.7539
Correlation coefficient	0.9986	0.999	0.9992	0.9998

率的减小, 原来的 2×2 个像素变为 1 个像素, 像素的尺寸变大 1 倍, 度量单元的细节就会变少, 因而图像变得越来越粗糙, 细节越来越模糊。

对 3# 样品的原始分辨率和 7 种调整分辨率后的孔结构图像的分形分析结果如图 3 所示。图中在 3 个典型数据点处标示出了对应分辨率下图像二值化后的黑白图像。从图 3 可以看出, 分形维数会因分辨率的不同而变化, 原始分辨率图像对应的分形维数最小(为 1.6664), 增大或减小原始图像的分辨率都会使分形维数增大。造成分形维数随分辨率变化的原因与重定像素尺寸时所采取的算法(这里采用的是二次立方插值)和阈值大小的选取有关。实验采用二次立方的插值方式调整图像的分辨率, 通过在两个像素之间插入过渡值实现分辨率的提高或降低, 插入新像素的色彩值是其上下左右 4 个像素加上 4 个对角像素的色彩的平均值。这样随着分辨率的不断变化, 图像会变得越来越虚, 和原始图像的偏差越来越大。因此, 随着分辨率的变化, 图像的复杂程度增大, 所计算的分形维数也随之增大。

2.1.3 阈值对分形维数的影响

扫描电子显微镜得到的图像是灰度图像, 要将灰度图像转化为二值图, 需要对灰度图像阈值化。阈值化是将灰度图像转化为二值图像的一种常用方法, 通过设定某个阈值, 把具有多灰度级的图像转换成二灰度级图像(即黑白图)。实验根据图像的灰度分布图人为设定阈值, 当某点灰度值大于阈值时, 将其灰度值设为 255, 小于等于阈值设为 0。选取放大倍数为

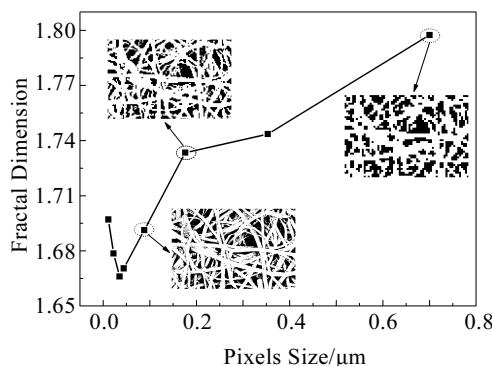


图 3 分辨率对分形维数的影响

Fig.3 Influence of image resolution on fractal dimension

50 倍的 3# 样品的 SEM 图像分析阈值对分形维数的影响。图 4 为阈值分别取 40, 50, 60, 128, 160, 200 的二值化图像以及对应的分形维数计算结果。图中标示出 3 个典型阈值下转换的二值化图像。

在阈值由 40 增加到 200 的过程中, 图像质量随阈值变化明显, 特定的图像存在特定的最佳阈值, 阈值过大或过小均会给图像二值化转换结果带来误差。就本实验使用样品的 SEM 图像来说, 当阈值为 60 时, 图像中的大部分区域被识别为实体骨架材料。当阈值进一步降低时孔隙被错误识别为实体骨架的趋势更加明显。而在阈值取 160 和 200 时, 部分纤维基体被识别为孔, 显然这种处理都是不合理的, 得到的分形维数也是不准确的。因此, 阈值的选取直接影响着分形维数的值。

由图 4 可以看出, 不同的阈值得到不同的分形维数, 随着阈值的增加, 分形维数先增大后减小, 在阈值取 128 时分形维数最大, 而在阈值为 40 和 200 时对应的分形维数已小于 1。根据分形几何理论, 材料表面分形维数取值范围是在 1 与 2 之间, 当分形维数接近 1 时, 可以从理论上认为表面是没有孔隙存在的致密材料, 而维数接近 2 时可以认为是孔隙度为 100% 的仅有少数骨架支撑多孔体。分形维数小于 1 明显是不正确的。

2.2 材料性能与分形维数间的关系

为更加准确地建立材料的分形维数与性能间的关系, 实验采用盒维法计算材料二维表面孔结构图像的分形维数, 并利用计算机图像处理技术获取材料的平均孔径和面孔隙度等数据, 分析结果如表 3 所示(SEM 图像的放大倍数均为 100 倍)。以表 3 中的数据为基础, 通过理论推导建立材料的体积孔隙度和渗透性能与分形维数间的定量关系。

2.2.1 材料体积孔隙度与分形维数间的关系推导

在欧式几何中, 三维物体在截面上的交线是二维

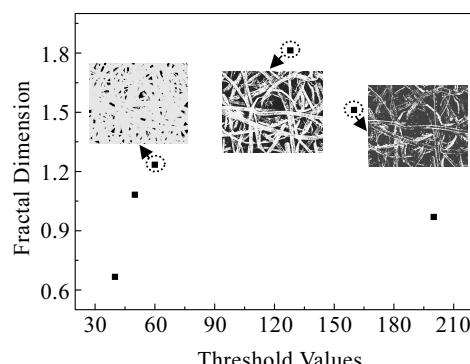


图 4 阈值对分形维数的影响

Fig.4 Influence of threshold values on fractal dimension

表 3 利用图像处理和分形分析计算的结果
Table 3 Calculation results by image processing and fractal analysis

No. sample	1#	2#	3#	4#
Averaged pore size/ μm	11	24	30	42
Facial porosity/%	34.88	36.26	36.25	34.81
Fractal dimension	1.7848	1.5438	1.4359	1.2805

的面, 二维物体在截面的交线是一维的线, 而一维物体与截面相交成为零维的点。概括来说, d 维物体在截面上的交线为 $d-1$ 维, 将欧式几何的概念推广到分形几何中, 用一截面与分形体相交, 它与截面相交成的图形的分形维数要减小一维, 若以 D_V 、 D_S 、 D_I 分别表示从空间($d=3$)、截面($d=2$)、截线($d=1$)上观察分形体的维数, 得到了空间、截面和截线分形维数的截面约定关系^[10]:

$$D_V = D_S + 1 = D_I + 2 \quad (1)$$

这种截面约定的关系把从不同角度对分形体测量的结果定量地联系起来。

根据式(1), 把本实验的二维 SEM 图像的分形维数推广到三维空间, 以反映出孔隙结构空间的复杂程度、空间的充填能力、孔隙的粗糙程度。根据式(1)及体积孔隙度和面孔隙度的物理意义, 得到体积孔隙度和面孔隙度与分形维数之间的关系:

$$\varepsilon = M(1 + \frac{1}{D})\phi \quad (2)$$

式中, ε 为体积孔隙度, M 为修正因子, 利用本实验的数据进行回归分析得到 $M=1.1$ 。 ϕ 为样品的面孔隙度, 指样品的检测平面内孔隙所占面积与检测平面面积的比值。

2.2.2 渗透系数与面孔隙度、孔径和分形维数的关系推导

对于烧结金属纤维多孔材料。假设多孔材料的孔道为等径的平直毛细管, 则孔隙面积 S_p 为:

$$S_p = \pi d_p \cdot L \cdot N \quad (3)$$

式中, d_p 为孔隙的等效毛细管直径, L 为毛细管长度, N 为毛细管根数。

毛细管孔体积 V_p 为:

$$V_p = \frac{1}{4} \pi d_p^2 \cdot L \cdot N \quad (4)$$

单位体积多孔材料中毛细管的根数可用下式表示:

$$N = \frac{V \cdot \varepsilon}{\frac{1}{4} \pi d_a^2 \cdot L} \cdot \frac{1}{V} = \frac{4\varepsilon}{\pi d_a^2 L} \quad (5)$$

式中, ε 为材料的体积孔隙度, d_a 为材料的平均孔径, V 为材料体积。结合公式(3)~(5), 得到孔的体积

比表面积 S_v :

$$S_v = S_p / V_p = 4\varepsilon / d_a \quad (6)$$

结合式(6)和 Cozeny Carman 方程($K = C\varepsilon^3 / S_v^2$)可以推得渗透系数 K 与平均孔径和孔隙度的关系式:

$$K = d_a^2 \cdot C \cdot \varepsilon / 16 \quad (7)$$

式中, C 为 Carman 常数, $C=50$ 。把式(2)代入式(7)得到渗透系数与面孔隙度、平均孔径和分形维数 D 的关系:

$$K = \frac{C \cdot d_a^2 \cdot M(1 + \frac{1}{D})\phi}{16} \quad (8)$$

2.2.3 公式计算与实测值对比分析

将表 3 中的平均孔径、面孔隙度、分形维数分别代入式(2)和式(8), 分别计算出材料的体积孔隙度和相对渗透系数。图 5 对比了利用式(2)和式(8)计算的材料体积孔隙度和相对渗透系数与实验检测值。从图 5 可以看出, 公式计算得到的体积孔隙度和相对渗透系数较实测值低, 但误差基本控制在 5% 以内。说明实验建立的分形维数与材料的体积孔隙度和相对渗透系数的数学模型基本上是合理的, 数学模型的计算值与实测值产生误差的原因之一可能与影响分形维数计算结果因素多, 分形维数计算结果不够准确所致。

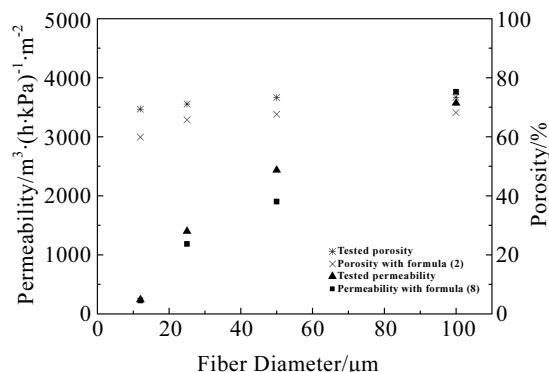


图 5 体积孔隙度和渗透系数的计算值与实验值的比较

Fig.5 Comparison between calculated values and tested values of porosity and permeability

在多孔材料的应用中, 计盒法得到样品表面 SEM 图像的分形维数为孔隙面积分形维数, 反映了孔径与孔隙数目之间的标度关系。而孔径与孔隙数目是多孔材料的基本结构参数之一, 本实验结果也证实了采用盒维法计算的分形维数对材料的结构和性能进行定量分析的可行性。

3 结 论

1) 材料的 SEM 图像分辨率、放大倍数、以及二

值化转换时采用的阈值大小均会影响分形分析结果：与 SEM 图像的分辨率相比，分辨率的改变会使分形维数增大，分辨率变化越大，分形维数就越大；分形维数随着放大倍数的增大而减小，且随着放大倍数的增大分形维数减小的趋势减缓；阈值存在最佳值，且随着阈值的增大，分形维数先增大后减小。

2) 实验建立的材料的体积孔隙度和渗透系数与分形维数的数学关系合理，可较好地预测材料的体积孔隙度和渗透系数。

参考文献 References

- [1] Xi Zhengping(奚正平), Tang Huiping(汤慧萍) et al. *Sintered Porous Metal Materials*(烧结金属多孔材料)[M]. Beijing: Metallurgic Industry Press, 2008
- [2] Beiss P, Dalgic M. *Materials Chemistry and Physics*[J], 2001, 67: 37
- [3] Mamalisa A G, Petrossianb G L, Manolakosa D E. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2000, 98: 335
- [4] Zhu Jilei(朱纪磊), Xi Zhengping(奚正平), Tang Huiping(汤慧萍) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(S2): 452
- [5] Shi Ying(石英). *Fractal Model for Material Property of Gas Diffusion Layer in PEM Fuel Cell*(基于分形模型的 PEM 燃料电池扩散层物性研究)[D]. Wuhan: Wuhan University of Technology, 2006
- [6] Dougan L T, Addison P S. *Cement and Concrete Research*[J], 2001, 31: 1043
- [7] Philippe Baveye, Charles W Boast. *Water Resources Research* [J], 1998, 34(11): 2783
- [8] Shi Ying(石英), Lou Xiaopeng(娄小鹏). *J Wuhan University Tech(Transportation Sci & Eng)*(武汉理工大学学报-交通科学与工程版)[J], 2005, 29(6): 895
- [9] Baveye P, Boast C W et al. *Water Resour Res*[J], 1998, 34: 2783
- [10] Chu Wuyang(褚武扬). *Fractal Theory in MSE*(材料科学中的分形)[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2004

Fractal Analysis of Pore Structure and Its Application for Prediction of Permeability and Porosity

Zhu Jilei, Tang Huiping, Xi Zhengping, Di Xiaobo

(State Key Laboratory of Porous Metal Materials, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: Fractal theory was applied to characterize pore structure. By image processing and fractal analysis for SEM images of sintered stainless steel fiber porous materials, the influence of image resolution, magnification, and the threshold value from grayscale image to binary image on fractal analysis results of pore structure is investigated and their qualitative relationship with fractal dimension was also studied. The results indicate that sintered porous fiber materials have typical fractal nature; the image resolution, magnification and threshold value obviously impact fractal dimension: the larger the difference between original and applied resolution is, or the smaller the magnification is, the larger the fractal dimension becomes; there is a best threshold value for SEM image conversion from grayscale image to binary image, and with the threshold value increasing, the fractal dimension increases and then decreased. The mathematical relations between fractal dimension of pore structure and porosity as well as permeability of porous materials are also discussed. It is feasible to predict the porosity and permeability through the fractal dimension, surface porosity, pore size and other parameters reasonably and the predicted results are in good agreement with the measured results.

Key words: fractal; pore structure; porous materials; fractal dimension

Biography: Zhu Jilei, Candidate for Ph. D., State Key Laboratory of Porous Metal Materials, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86231095, E-mail: jlz86@126.com