

# Térbeli heterogenitás vizsgálata mikro-CT technikával

Doktori (Ph.D.) értekezés

STUMPFNÉ VÁSÁRHELYI LÍVIA

Témavezetők:

Prof. Dr. Kónya Zoltán

Prof. Dr. Kukovecz Ákos

Környezettudományi Doktori Iskola



Szegedi Tudományegyetem

Természettudományi és Informatikai Kar

Alkalmazott és Környezeti Kémiai Tanszék

Szeged, 2024

# Tartalomjegyzék

1.	Bevezetés és célkitűzések .....	4
2.	Elméleti összefoglaló .....	7
2.1.	A 3D képkalkotás jelentősége.....	7
2.2.	A számítógépes tomográfia .....	7
2.3.	Nagyfelbontású számítógépes tomográfia .....	8
2.3.1.	A mikro-CT technika alkalmazási lehetőségei.....	11
2.3.1.1.	Kvantitatív analízis .....	11
2.3.1.2.	A 4D mikro-CT.....	13
2.4.	A térbeli heterogenitás jellemzése .....	16
2.4.1.	A lakunaritás.....	18
2.4.1.1.	A lakunaritás alkalmazása mikro-CT felvételeken .....	22
2.4.1.2.	Keverési folyamatok jellemzése .....	23
3.	Felhasznált eszközök és módszerek .....	26
3.1.	Mikro-CT vizsgálatok.....	26
3.2.	A lakunaritásszámítás .....	28
3.3.	A betonminták előállítása és vizsgálata .....	28
3.4.	A keverési kísérletek.....	29
4.	Eredmények és értékelésük .....	32
4.1.	Lakunaritásszámítás rögzítettrács-módszerrel .....	32
4.1.1.	A rögzítettrács-módszer leírása .....	32
4.1.2.	Kétdimenziós lakunaritás .....	34
4.1.3.	Az FGM és a GBM összehasonlítása számolási idő és pontosság tekintetében .....	35
4.1.3.1.	A modellrendszerek bemutatása .....	35
4.1.3.2.	A homogén rendszer vizsgálata .....	36
4.1.3.3.	A heterogén rendszer vizsgálata .....	38
4.1.4.	A számítási idők részletes elemzése.....	42
4.1.4.1.	A mért számítási idők elemzése GB módszer esetén .....	43
4.1.4.2.	A GBM és az FGM számolási idejének becslése és összehasonlítása .....	45
4.1.5.	Tipikus anyagtudományi példák bemutatása.....	48
4.1.6.	Összegzés .....	50
4.2.	Lakunaritás a gyakorlatban .....	50
4.2.1.	Különböző porozitású betonminták vizsgálata.....	51

4.2.1.1.	A betonminták pórusszerkezetének részletes elemzése.....	51
4.2.1.2.	A betonminták vizsgálata a töréskeresztet követően .....	55
4.2.1.3.	Összegzés .....	59
4.2.2.	Keverési folyamatok kvantitatív jellemzése.....	60
4.2.2.1.	A keverés leírása .....	60
4.2.2.2.	A keverőedény méretének hatása a keveredésre.....	62
4.2.2.3.	Összehasonlítás szimulált eredményekkel.....	64
4.2.2.4.	Összegzés .....	66
5.	Összefoglalás.....	68
6.	Summary .....	70
7.	Köszönetnyilvánítás .....	72
8.	Irodalomjegyzék.....	73

## Alkalmazott rövidítések és jelölések

2D	Kétdimenziós
3D	Háromdimenziós
$\varepsilon$	Dobozméret
$\lambda, \Lambda, L$	Lakunaritás
$\mu$	Lineáris gyengülési együttható
CCD	Töltéscsatolt detektor ( <i>Charge-coupled device</i> )
CMOS	Komplementer fém-oxid félvezető ( <i>Complementary metal-oxide semiconductor</i> )
CT	Számítógépes tomográfia ( <i>Computed tomography</i> )
D	Fraktáldimenzió
FGM	Rögzítettrács-módszer ( <i>Fixed-grid method</i> )
GBM	Csúszódobozmódszer ( <i>Gliding box method</i> )
hpPC	Nagyteljesítményű személyi számítógép
M	A vizsgált köbös térfogatelem oldalhosszúsága
Mikro-CT	Nagyfelbontású számítógépes tomográfia
Mtsai.	Munkatársai
nPC	Normál teljesítményű személyi számítógép
Pixel	Képpont ( <i>Picture element</i> )
$R^2$	Determinációs együttható
REV	Reprezentatív elemi térfogat ( <i>Representative elementary volume</i> )
SPC	Szuperfolyósító adalékanyag hozzáadásával készült betonminta
TC	Hagyományos betonminta
VOI	Vizsgált térfogat ( <i>Volume of interest</i> )
Voxel	A pixel térbeli megfelelője, térfogatelem ( <i>Volume element</i> )

## 1. Bevezetés és célkitűzések

Napjainkban az anyagtudomány rendkívüli népszerűségnek örvend és a világ minden pontján számtalan kutatócsoport foglalkozik egyre különlegesebb és változatosabb anyagok, építőanyagok, fémötvözetek, szövetek létrehozásával. Példaként említhetjük az öngyógyító vagy öntisztuló betont, a fénykibocsátó cementet, a szennyezésselnyelő téglát, a programozható metaanyagokat, a vezető polimereket, a nagyentrópiás ötvözeteket vagy az acélkeménységű áttetsző kerámiákat. Ezek az innovációk néhány évtizeddel ezelőtt még csak tudományos-fantasztikus regények lapjain jelentek meg, mára viszont már valósággá váltak.

Ahhoz azonban, hogy az anyagok tulajdonságait és viselkedését megértsük és új, speciális anyagokat és rendszereket hozhassunk létre elengedhetetlen ezek felépítésének beható ismerete. Az anyagok belsejében található hibák, pórusok, repedések, különböző anyagi minőségű komponensek térbeli helyzetének meghatározása kiemelt jelentőségű, hiszen ezek nagyban befolyásolhatják az anyagok fizikai tulajdonságait. A nagyfelbontású számítógépes tomográfia (mikro-CT) 1982-es bemutatása óta lehetőséget nyújt az anyagok 3D belső szerkezetének roncsolásmentes vizsgálatára mikrométeres felbontással, ami új kapukat nyitott az anyagtudomány világában. Az építőipartól a textiliparon át a háromdimenziós nyomtatásig, mind a fejlesztés, mind a minőség-ellenőrzés során kiemelt szerepet tölt be.

Az egyes összetevők térbeli heterogenitásának számszerű meghatározása különösen fontos feladat, hiszen például az egyenlőtlen póruseloszlás befolyásolhatja többek között az anyagok mechanikai és a hővezető tulajdonságait. A térbeli heterogenitás leírására alkalmas mennyiség a lakunaritás. Széles körben jól alkalmazható és különböző fizikai tulajdonságokkal összefüggésbe hozható, ám a benne rejlő lehetőségek nagyrészt kiaknázatlanul maradnak, amelynek elsősorú oka a legismertebb számolási mód (csúszódobozmódszer, GBM) óriási számítási igénye lehet. A GBM számítási igénye a vizsgálni kívánt térfogat méretével köbösen skálázódik, így nagy méretű, valós 3D mikro-CT felvételek esetén a kiszámítása akár heteket is igénybe vehet, amely nagyban korlátozza a felhasználhatóságát. A mikro-CT technika tökéletes lehetőséget biztosít a térbeli heterogenitás vizsgálatára, és a felvételek alapján számítható a lakunaritás, a számítási idő okozta nehézségek miatt azonban a kutatások túlnyomó többségében ez nem történik meg, holott sok esetben nagy lenne a hozzáadott értéke.

Kutatómunkám során két fő célt tűztünk ki: létrehozni egy széles körben, könnyen alkalmazható számolási módot a lakunaritás meghatározására, és a lakunaritás fontosságának bemutatását különböző anyagtudományi szempontból releváns rendszerekben. Ehhez először bemutatunk egy lakunaritásszámítási módszert, bizonyítjuk az alkalmazhatóságát, és részletesen elemezzük a számolási módunk pontosságát és számolási idejét a csúszódobozmódszerhez viszonyítva. Bizonyítjuk, hogy az új számolási mód valós 3D mikro-CT adatsorok esetén is megbízhatóan alkalmazható. Ezt követően két anyagtudományi szempontból releváns rendszeren bemutatjuk a lakunaritásszámítás jelentőségét.

A pórusok térbeli elhelyezkedésének vizsgálatához modellrendszerként a betont használjuk. Célul tűztük ki a szuperfolyósító adalékanyag hatásának vizsgálatát a pórusszerkezetre, különös tekintettel a pórusok térbeli eloszlására, amelyet a lakunaritással jellemezünk. Vizsgálni kívánjuk emellett a pórusok méretének hatását a térbeli heterogenitásra, illetve belső és külső régiók közötti különbségeket. Törési kísérleteket is végzünk és összehasonlítjuk a leeső és a megmaradó részek pórusszerkezetének jellemzőit. Meghatározzuk, hogy mely pórusok esnek a törési felületre. Ehhez a mintákat a törésteszt előtt parafilmmel rögzítjük, és mikro-CT méréseket végzünk a törésteszt előtt és után is, így vizsgálva az időbeli változásokat.

Célunk emellett vizsgálni a lakunaritás alkalmazhatóságát a keverés hatékonyságának leírására. Ehhez egy egyszerű kétkomponensű szemcsés modellrendszert hozunk létre, amelyet a mikro-CT vizsgálatokra és a lakunaritásszámítási módszerünkre optimalizálunk. A keverési folyamat nyomon követéséhez adott számú keverési ciklust követően készítünk mikro-CT felvételeket, amelyek alapján meghatározzuk a lakunaritásgörbéket és vizsgáljuk ezek változását a keveredés során. Egy keverési kísérleten belül és különböző méretű keverőedények esetén is végzünk összehasonlításokat a lakunaritásgörbék alapján. Meghatározzuk a leghomogénebb állapot eléréséhez szükséges keverésszámot. Célunk továbbá a keverési kísérleteink modellezése diszkrét elemes módszerrel és a kísérleti és szimulált eredmények összehasonlítása. Vizsgáljuk emellett annak a lehetőségét, hogy a lakunaritást szimulált és kísérleti eredmények összehasonlítására is alkalmazzuk.

Kutatásom során nagy méretű, 3D mikro-CT felvételeken is gyorsan, pontosan és egyszerűen alkalmazható lakunaritásszámítási mód kidolgozásával foglalkozom és vizsgálom ennek anyagtudományi felhasználási lehetőségeit. Disszertációmiban egy

részletes elméleti áttekintést követően bemutatom az alkalmazott eszközöket és módszereket, ezt követően ismertetem az általam elért eredményeket.

## 2. Elméleti összefoglaló

### 2.1. A 3D képalkotás jelentősége

Az anyagok mikrostruktúrája nagymértékben befolyásolja a mechanikai és fizikai tulajdonságaikat. Ebből kifolyólag az anyagok belső szerkezetének és morfológiájának jellemzése kiemelt jelentőségű az anyagtudományban. A kétdimenziós (2D) képalkotás jellegéből adódó gyengesége, hogy a minták roncsolása nélkül nem szolgáltat térbeli információt a vizsgált szerkezetéről. Ezzel szemben háromdimenziós (3D) képalkotással roncsolásmentes módon tárhatjuk fel a minta belsejében található inhomogenitások (pl. pórusok, különböző fázisok, repedések) méret-, alak- és térbeli eloszlását. Egy 2D-s röntgenfelvétellel például bizonyíthatjuk a törések, egyenetlenségek, pórusok vagy szerkezeti hibák létezését, míg a 3D-s képalkotás segít ezek lokalizálásában és eredetük meghatározásában.

Röntgensugárzást sokféleképpen lehet képalkotáshoz használni. A leggyakrabban alkalmazott módszer az egyszerű röntgenabszorpciós képalkotás, amely során a röntgensugár áthalad a mintán és az el nem nyelt sugárzás detektálásával egyszerű gyengülési képet kapunk. Ez a klasszikus számítógépes tomográfia alapja [1]. Ezen kívül létezik többek között fluoreszcens röntgentomográfia [2], kettős energiájú röntgentomográfia [3], fázis-kontraszt röntgentomográfia [4] és röntgendiffrakciós tomográfia is [5].

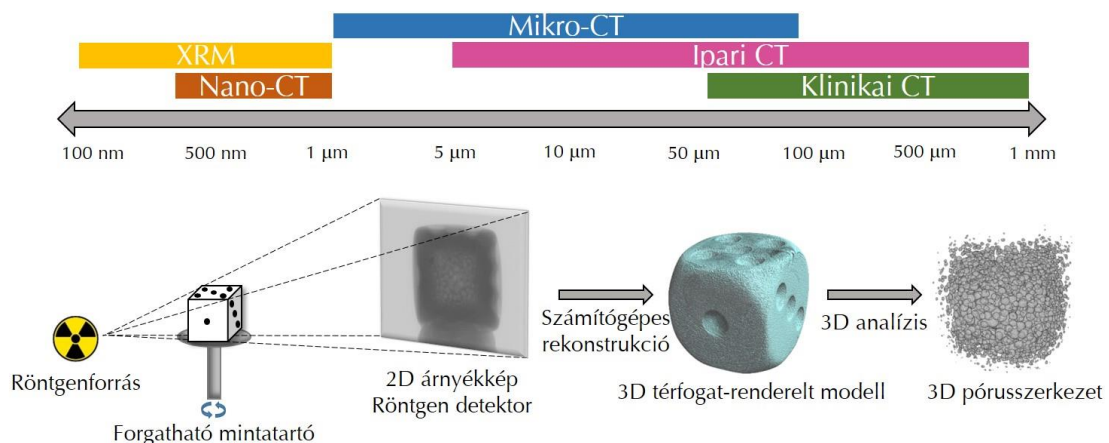
### 2.2. A számítógépes tomográfia

A tomográfia görög eredetű szó, jelentése rétegfelvétel (*tomosz* = szelet; *graphein* = írni). A számítógépes tomográfia (CT, *computed tomography*) egy roncsolásmentes 3D röntgen képalkotó eljárás, amely az anyagok különböző mértékű röntgenelnyelésén alapul, melyet legfőképpen a kémiai összetétel és a sűrűség befolyásol. A röntgen képalkotás története 1895-ben kezdődött, amikor Wilhelm Conrad Röntgen felfedezte a röntgensugárzást [6]. Az 1970-es években Sir Godfrey Hounsfield készítette el az első számítógépes tomográfot orvosi célokra [1]. A számítógépes tomográfia esetén a felvett adatokat egy számítógép rögzíti és rekonstruálja. A tomográfias felvételeken a vizsgálat tárgya (meghatározott vastagságú) keresztmetszeti szeletekre bontva látható és lehetőség van 3D rekonstrukcióra és megjelenítésre is. Kezdetben a CT felvételek felbontása a milliméteres tartományba esett, majd a technológia fejlődésével először a

néhány száz mikrométeres, majd a 100  $\mu\text{m}$  alatti tartomány is elérhetővé vált, ami egyre szélesebb körű felhasználást tett lehetővé.

### 2.3. Nagyfelbontású számítógépes tomográfia

A nagyfelbontású számítógépes tomográfia (mikro-CT) [7] egy (szub)mikrométeres felbontású röntgentomográfiai technika, amelyet manapság elterjedten használnak az anyagtudomány területén [8]. Stock nagyfelbontású CT-ként definiálja a mikro-CT-t, amely képes 50-100  $\mu\text{m}$  közötti felbontásra [9]. Más források a mikro-CT felbontását 5 és 300  $\mu\text{m}$  közé helyezik [10]. A technológia további fejlődésével lehetővé vált a fókuszolt méretének csökkentése, így szubmikronos felbontás is elérhetővé vált és létrehozták a röntgenmikroszkópokat [11] és a nano-CT berendezéseket [12]. Idővel, szinkrotron forrás használatával és speciális röntgenoptikák segítségével még ennél is jobb, 100 nm alatti felbontást is elértek [13,14]. Az egyes röntgentomográfiai technikák jellemző felbontási tartományai és egy tipikus mikro-CT mérés menete az **1. ábrán** láthatók [8].



**1. ábra** A különböző röntgentomográfiai módszerek felbontása és egy átlagos mikro-CT mérés lépéseinek sematikus rajza [8].

Laboratóriumi mikro-CT-kben általában a mérés során a mintatartó forog saját tengelye körül, míg a forrás és a detektor helyzete állandó, egyes mérések között azonban változtatható ezek távolsága. Pontszerű forrást használnak és kúpnyaláb-geometriát, így a sugárzás minden pozícióban az objektum egészét éri, ami gyors adatgyűjtést eredményez. Ebben az elrendezésben – a középső szelet kivételével – a detektor minden sorában a jel több szeletből érkező információból adódik össze (minél jobban eltávolodunk a középső szelettől, annál jelentősebben érvényesül az ez által okozott hiba/torzítás a rekonstrukció során). Emellett természetesen léteznek mikro-CT-k

rögzített mintatartóval (pl. élő állatok vizsgálatára [15]), laboratóriumi CT-k legyezőnyaláb-geometriával [16] vagy akár párhuzamos geometriával (szinkrotron forrással) [17] is. Jól látszik, hogy a mikro-CT nem egy jól körülhatárolható módszer, hanem egymástól kismértékben eltérő 3D röntgen képalkotó eljárások összefoglaló neve. Az egyértelműség kedvéért a továbbiakban, ebben a dolgozatban mikro-CT-nek a 100  $\mu\text{m}$  alatti felbontásra képes készülékeket nevezzük.

A mikro-CT képalkotás során a röntgensugár áthalad az anyagon, ahol a lineáris gyengülési együttható ( $\mu$ ) függvényében a röntgenfotonok egy része elnyelődik. A gyengülés az anyag sűrűségével és az effektív rendszám negyedik hatványával arányos. A lineáris gyengülési együttható definíciója: egy  $e$  energiájú foton halad merőlegesen egy útjába helyezett egységnyi vastagságú homogén  $t$  szövet felé. Ha a foton  $p$  valószínűséggel halad át elnyelődés nélkül a szöveten, akkor:

$$\mu_e^t = -\ln(p). \quad (1)$$

Laboratóriumi mikro-CT készülékekben általában röntgensövet használnak forrásként. Az előállított röntgensugárzás spektruma, a sugárzás maximális energiája az anód és a katód közé kapcsolt gyorsítófeszültségtől, intenzitása pedig az katódon átfolyó áram erősségétől függ. A röntgensugárzás intenzitása a Beer-Lambert törvény szerint gyengül, amíg keresztülhalad egy (homogén),  $\mu$  lineáris gyengülési együtthatójú,  $x$  vastagságú anyagon:

$$I = I_0 e^{-\mu x}. \quad (2)$$

Az áthaladt fotonokat detektáljuk a minta túloldalára helyezett kétdimenziós (sík)detektorral és így 2D elnyelési képeket (árnyékképeket) kapunk. A minta ( $180^\circ$  vagy  $360^\circ$ -os) körbeforgatása következtében az árnyékképeket számos különböző szögből készítjük el. A minta részletes 3D belső szerkezete ebből a több száz, vagy akár több ezer felvételből rekonstruálható számítógépes algoritmusok segítségével, leggyakrabban Feldkamp visszavetítő (*back-projection*) algoritmusának [18] valamilyen módosított változatával. A pontosság a forgatás lépésközének csökkentésével növelhető. A rekonstrukció annál pontosabb, minél több vetületből vett adatot használunk fel. Az objektumnak csak azon részei rekonstruálhatók, amelyek a mérés teljes ideje alatt a látómezőben maradnak.

A rekonstrukció során az árnyékképekre merőleges irányú szeleteket hozunk létre, amelyek alapján lehetőség van a minta 3D megjelenítésére és elemzésére. A 3D kép alapegysége a voxel (térfogatelem, *volume element*), amelynek mérete a felvétel elkészítéséhez használt pixelfelbontástól függ. A pixelméretet a detektor egységeinek

mérete határozza meg. A pixel a digitális képek alapegysége és általában egy (szürkeárnyaltos kép) vagy több (színes kép) intenzitás rendelhető hozzá. CT felvételek esetén a detektorok minden pixeléhez egy elnyelésérték tartozik (amit megfeleltetünk egy szürkeintenzitásnak a szürkeárnyaltos képen).

Egy kép felbontása klasszikus értelemben az őt alkotó képpontok számát jelenti. Mikro-CT felvételek esetén azonban, amikor felbontásról beszélünk, akkor valójában annak a területnek a méretét adjuk meg, ahonnan az információ (a röntgenelnyelés mértéke) egy detektorelemre (pixelre) jut.

A gyakorlatban ez azt jelenti, hogy az árnyékképek esetén az egy pixelre jutó információ  $5\ \mu\text{m}$ -es felbontásnál a minta egy  $5 \times 5\ \mu\text{m}^2$  méretű területéhez tartozik a 2D vetületen. A rekonstrukciót követően mindez 3D-ben már egy  $5 \times 5 \times 5\ \mu\text{m}^3$  térfogatból vett információnak felel meg. A felbontás függ a detektor méretétől, a pixelsűrűségtől, a röntgensugár fókuszfoltjának átmérőjétől és a geometriai nagyítás mértékétől.

Geometriai nagyítást divergens röntgensugarak esetén a forrás, az objektum és a detektor relatív helyzetének változtatásával érhetünk el. A legtöbb laboratóriumi mikro-CT-ben alkalmazott kúpnyaláb-elrendezés kiválóan alkalmas geometriai nagyítás előidézésére. Segítségével az elérni kívánt pixelméretet a detektor pixelméretéhez igazíthatjuk. Geometriai nagyítás mértékét a forrás-detektor távolság és a forrás-tárgy távolság egymáshoz viszonyított aránya adja meg. A felvételek minőségének javítása érdekében egy forgatási pozícióban több képet készíthetünk, és ezek átlaga adja a végleges képet. A szükséges felvételszám függ a minta nagyításhoz viszonyított relatív méretétől. Minél nagyobb a nagyítás (minél több detektorpixelre érkezik ténylegesen jel), annál több felvételre van szükség a jó minőségű rekonstrukcióhoz.

A csökkenő pixelmérettel javul a felbontás, de csak addig, amíg a pixelméret eléri a fókuszfolt átmérőjét. A fókuszfolt az anód azon része, amit az elektronok érnek, ahonnan a röntgenfotonok kilépnek. Bár elméletileg lehet kisebb a pixelméret a fókuszfoltnál, ez a gyakorlatban nem fogja javítani a felbontást [19]. A fókuszfolt mérete növekszik a gyorsítófeszültség növelésével. A kúpnyaláb geometriájú rendszerekben a valóságban elérhető felbontás nagyban függ a vizsgálandó minta méretétől és alakjától. A képkalkotáshoz hengeres minták az ideálisak, ettől eltérő mintageometriák esetén nő a képkalkotási hibák mértéke és gyakorisága.

A CT képkalkotás egyik legfőbb hátránya, hogy viszonylag nagy rendszámbeli különbségre van szükség a megfelelő kontraszt eléréséhez és a jó képminőséghez. Kis rendszámú anyagok és azok a minták, amelyekben kicsi a különbség a gyengülési

együtthatókban nehezen mérhető, míg túl nagy rendszámú anyagok (pl. fémek) komoly műtermékek megjelenését okozhatják és ronthatják a képminőséget. Hátránya még, hogy nagyon nagy méretű adathalmazt szolgáltat, ami hosszú ideig tartó utófeldolgozási lépéseket eredményez, hogy a felbontás (bizonyos elrendezésekben) függ a minta méretétől, és hogy egyes mintákban a röntgensugárzás változásokat hozhat létre.

### ***2.3.1. A mikro-CT technika alkalmazási lehetőségei***

A számítógépes tomográfiát eredetileg ugyan orvosi célokra használták, de a technika fejlődésével és elterjedésével egyéb alkalmazások is előtérbe kerültek. Az orvostudomány [20–22], élelmiszeripar [23,24], építőipar [10,25–30], 3D nyomtatás [31–33], textilipar [34–36] és az anyagtudomány [8] csak néhány a lehetséges felhasználási területek közül.

A mikro-CT felvételekből nyerhető elsődleges információ a röntgenelnyelésbeli különbség a mintán belül, és a tényleges kimenet a 2D vagy 3D röntgenabszorpcióstérkép. Pórusok, repedések, szerkezeti hibák jelenlétét igazolhatjuk és a minták 3D belső szerkezete vizsgálható. Ebből a szempontból nézve a mikro-CT egy kvalitatív diagnosztikai eszköz. Emellett azonban kvantitatív adatokat is nyerhetünk a vizsgálatokból [37] (**2.3.1.1. fejezet**), amelyeket akár időben is nyomon követhetünk (4D mikro-CT) [38] (**2.3.1.2. fejezet**).

A rekonstruált 3D mikro-CT felvételek vizuálisan szép látványt nyújtanak, azonban fontos leszögezni, hogy ezek egyszerű röntgenelnyelési képek és az adott tudományterületre jellemző többletjelentéssel később ruházzuk fel őket. Az interpretáció ráadásul területtől függően nagyban eltérhet, akár vizuálisan nagyon hasonló felvételek esetén is, attól függően, hogy a valóságban mit reprezentál az adott minta. A pórusok például egy téglában normális és fontos komponensei a hőszigetelésnek és a fagyástűrésnek, míg azonos méretű pórusok egy fém autóalkatrészben komoly, akár emberéletet veszélyeztető gyártási hibát jelenthetnek. Ebből kifolyólag a felvételek értelmezéséhez és a kvantitatív analízis elvégzéséhez elengedhetetlen a minták előzetes ismerete, és tényleges anyagtudományi jelentőséget csak kritikus értékelés után csatolhatunk az eredményekhez.

#### ***2.3.1.1. Kvantitatív analízis***

A mikrostruktúra számszerű jellemzése során kapcsolatot keresünk a makroszkopikus mechanikai tulajdonságok és a fázisok térfogataránya, a gáz és folyadéktranszport

mennyisége és eloszlása, a csatornák és szerkezeti elemek kapcsolódási foka és egyéb jellemzők között. Mikro-CT felvételek alapján képrekonstrukciós és képfeldolgozási lépéseket követően nyerhető mikrostrukturális jellemzők például az egyes fázisok térfogataránya, az egységnyi térfogatra vonatkoztatott felület, az átlagos elemtérfogat, az átlagos részecskeátmérő, az adott szerkezeti elem átlagos vastagsága (vagy csatornaátmérő), a vastagságok eloszlása, a részecskeméret-eloszlás és a szerkezeti elemek kapcsolódási foka. Egyedi objektumokról is nyerhetünk részletes információkat, többek között az objektum méretére (térfogata, felszíne, egyenértékű rúd hossz, külső átmérő, belső átmérő, térfogat-egyenértékű gömbátmérő, felszín-egyenértékű gömbátmérő, Sauter-középátmérő, stb.), alakjára (szerkezeti modell index, gömbalakúság, felületi konvexitási index, Euler-szám, stb.) és elhelyezkedésére vonatkozóan.

Mikro-CT felvételeken a leggyakrabban vizsgált kvantitatív jellemző a minta porozitása [39–44], ám ennél jelentősen részletesebb képet kaphatunk a pórusszerkezettel kapcsolatban a felvételek alapján. A pórusok száma, elhelyezkedése, a pórusméret-eloszlás, a nyitott és zárt pórusok aránya, a pórustérfogat, a pórusok kapcsolódási foka, az egyes pórusok mérete, alakja és orientációja mind meghatározhatók. A 3D térfogat-renderelt képeken a pórusok méret szerinti színezésére is van lehetőség.

Pórusos anyagok mellett a mikro-CT technikát gyakran alkalmazzák különféle szál as anyagok, szövetek vizsgálatára is [45–47]. Ezen mintatípusok esetén a felvételek alapján a szálorientáció meghatározása is lehetséges, és a 3D képek orientáció szerinti színezése is elvégezhető, amely segítheti fonott szövetek gyártási hibáinak meghatározását és közvetve a gyártási módszer fejlesztését is.

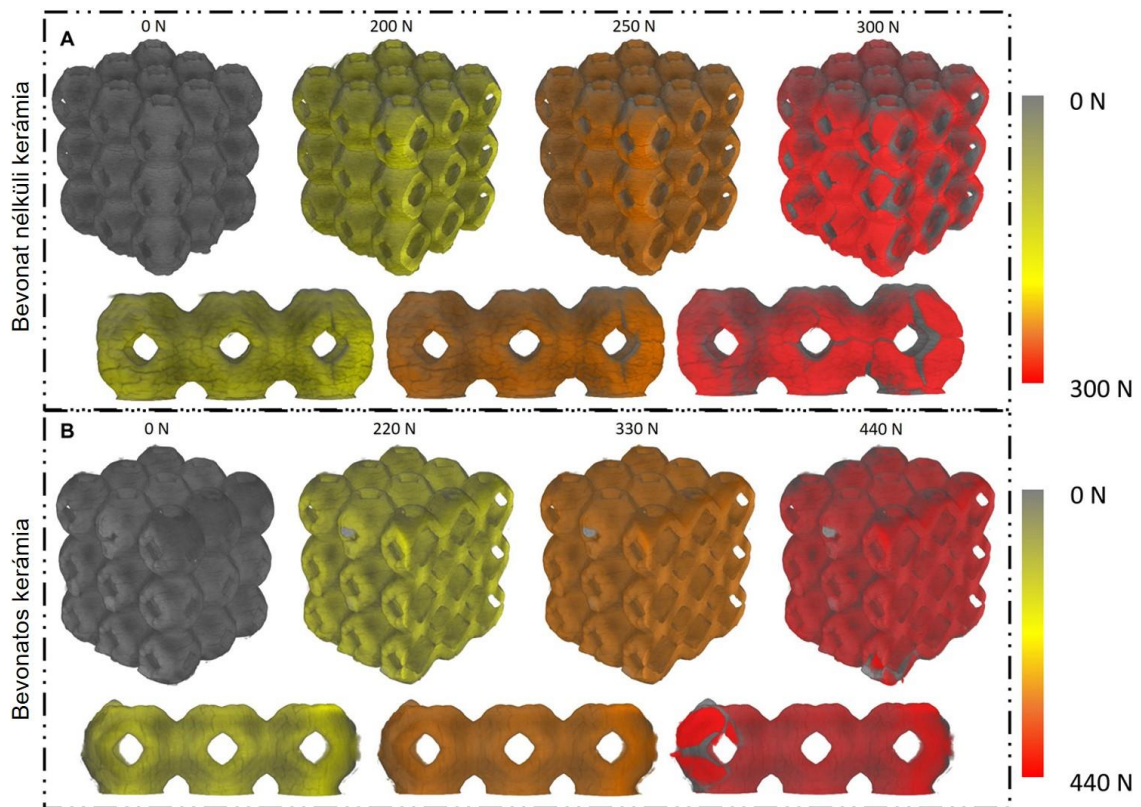
A legtöbb kvantitatív számítás elvégzéséhez előzetesen a képek szegmentálásra (a szürkeárnyaltos képek binárisá alakítására) van szükség. Szegmentálás során meghatározunk egy küszöbértéket a szürkeségi skálán, amely megadja, hogy a továbbiakban mely szürkeértékeket tekintjük feketének (0) és melyeket fehérnek (1). Mindig olyan küszöbértéket választunk, hogy a felosztás után kapott régiók megfeleljenek a valós leképzett objektumnak. Több különböző küszöbérték megadásával több komponens is elkülöníthető (ilyenkor természetesen nem bináris a kép). Azokat a felvételeket, ahol a szürkeárnyaltok előfordulási gyakoriságát ábrázoló hisztogram két jól elkülöníthető csúcsból áll a legkönnyebb szegmentálni (itt könnyen választható egy olyan küszöbérték, amely elválasztja az „érdekes” és az „egyéb” részeket). A szegmentálást nehezíti, ha nagy a részleges voxelek aránya (amelyeknek csak egy

részén szerepel az objektum), illetve, ha az elnyelések nem egyértelműen különíthetők el (nem élesek a csúcsok a hisztogramon). Ilyen esetekben a szegmentálást végző szakember szubjektív ítéletére van bízva a küszöbérték(ek) megválasztása. A szegmentálás automatizálására számos lehetőség nyílik, többek között globális vagy lokális adaptív küszöbölés, él-alapú szegmentálás vagy régiónövelő módszerek [48]. Az egyik leggyakrabban alkalmazott automatikus szegmentálási mód az úgynevezett Otsu-módszer, amely a régiókon belüli variancia minimalizálásán alapul [49]. A megfelelő küszöbérték megválasztása kritikus jelentőségű a további számítások pontosságának tekintetében, hiszen nagymértékben befolyásolja például a porozitászámítás eredményét [48].

#### 2.3.1.2. A 4D mikro-CT

A kvantitatív jellemzők időbeli változását is nyomon követhetjük mikro-CT segítségével. A módszer roncsolásmentes mivolta miatt nyújt lehetőséget időbeli vizsgálatok elvégzésére (*time-lapse* vagy 4D mikro-CT) [38]. Ugyanazt a mintát többször is megvizsgálhatjuk különböző időpontokban, miközben változatos hatásoknak tesszük ki. Például a korrózió [50,51] vagy különböző időjárási viszonyok hatása [25,26] vizsgálható építőanyagokon, vagy elektronikai eszközökben bekövetkező változások nyomon követhetők a teljes élettartamuk alatt. Ezt a fajta vizsgálatot *post mortem* tomográfiának nevezzük: a mintát valamilyen külső hatásnak tesszük ki és ezt követően készítünk róla mikro-CT felvételt. Ismételt vizsgálatokat végezhetünk akár különböző mintadarabokon, vagy egyetlen mintán. Ha a mintát eltávolítjuk a CT készülékből a két vizsgálat között, akkor *ex situ*, ha pedig a műszer belsejében végzünk rajta különböző változtatásokat, akkor *in situ* mikro-CT-ről beszélünk (ehhez speciális feltételeket/cellákat alkalmazunk). Ez a módszer lehetővé teszi a szerkezetben bekövetkező változások pontos nyomon követését és akár egyedileg követhetünk egyes szerkezeti elemeket, pórusokat a vizsgálatok során.

Az *in situ* mikro-CT különleges lehetőségeket biztosít sok területen, különösen az anyagtudomány terén. Két csoportra osztjuk az *in situ* vizsgálatokat: folyamatos és megszakított vizsgálatokra [38]. Megszakított vizsgálatok során a mintát bizonyos külső hatásoknak tesszük ki, majd egy adott állapotban „befagyasztjuk” a mintát a mérés idejére és a felvétel elkészülte után folytatjuk a minta manipulációját. Például egy mintát egy adott erővel összenyomunk, elvégezzük a mérést, majd növeljük a nyomóerőt a következő mérést megelőzően, és ezt tetszőleges ideig ismétljük (2. ábra) [31,52].



**2. ábra** Bevonat nélküli (A) és vékony polimer réteggel bevont (B) kerámiák megszakított *in situ* törésvizsgálata és a repedés terjedésének nyomon követése mikro-CT technikával. A szürke-sárga-narancs-piros tónusok jelzik (ebben a sorrendben) a növekvő nyomóerőt [31].

Többféle mechanikai tesztet végezhetünk a mintákon, többek között összenyomás [53], húzás [54], hajlítás [55] vagy benyomódás vizsgálatokat [56]. Ily módon az alak-, méret- és porozitásváltozást, illetve a repedések kialakulását és terjedését követhetjük nyomon mechanikai erőhatás következtében. Az *in situ* mikro-CT egyik legnagyobb előnye, hogy pontos képet kaphatunk általa a mintában bekövetkező változásokról. Ez szükségtelenné tehet további vizsgálatokat, így a kísérletek során csökkenthetjük a szükséges mintaszámot. Ezen kívül lehetőséget ad arra, hogy nyomon kövessük a szerkezet változását egy adott külső hatásra, így meghatározhatjuk, hogy egyenletesen deformálódik-e a minta. A megszakított *in situ* vizsgálatok emellett alkalmasak lehetnek hőkezelés hatásának vizsgálatára [57] és a hő hatására történő zsugorodás, tágulás vagy fagyás vizsgálatára. Nyomon követhetővé válnak általa a fázisváltó anyagokban bekövetkező változások [58], illetve különböző összetételű anyagi rendszerekben a keveredés is [59]. Akár egyedi szemcsék is nyomon követhetővé válnak a folyamat során és a trajektóriájuk meghatározható a keveredés során.

A folyamatos *in situ* mikro-CT esetén a folyamatokat közel valós időben vizsgáljuk. Ez rövid felvételi időt igényel, hiszen a legkisebb változás a mintában a felvétel során komoly műtermékeket okozhat a rekonstrukció során és rontja a képminőséget. Szerencsére léteznek olyan utófeldolgozási lépések, amelyekkel a mozgás által okozott műtermékeket kompenzálni lehet, javítva a végső képminőséget, így lehetővé téve a dinamikus folyamatok vizsgálatát [60]. A szinkrotron források különösen alkalmasak folyamatos *in situ* vizsgálatok elvégzésére, hiszen a nagy intenzitás másodpercekre csökkenti a mikro-CT felvételek elkészítésének idejét. Lehetőség nyílik *in operando* vizsgálatokra elektrokémiai cellákban, elemekben, akkumulátorokban, tüzelőanyag cellákban és más elektronikai eszközökben [61–63]. Átfolyásos *in situ* mikro-CT rendszerekkel az olajkitermelést is vizsgálhatjuk kőzetekben [64], illetve a gáztárolási kapacitást is [65–67].

*In situ* vizsgálatoknál az egyes lépésekben készített mikro-CT felvételek pontos és számszerű összehasonlításához szükséges az utófeldolgozás során egy képregisztrációs lépést is elvégezni, amely során háromdimenzióban egymásra illesztjük a felvételeket [68,69]. Ez a lépés a mintákban újonnan megjelent repedések, pórusok és egyéb változások pontos megjelenítéséhez elengedhetetlen.

Sok más vizsgálati módszerhez hasonlóan a térbeli és időbeli felbontás a mikro-CT vizsgálatokban is fordítottan arányos egymással. Más módszerekkel (pl. elektronmikroszkópia, spektroszkópia, röntgendiffraktometria, stb.) szemben azonban a mikro-CT mérések során a legtöbb esetben elkerülhetetlen a minta mozgatása. Nagy felbontás csak nagyszámú árnyékkép felvétele esetén lehetséges, amely soklépéses forgatást igényel. Ahhoz, hogy a mozgatásból eredő áltermékeket kiküszöböljük, a felvételek készítése előtt várakozási periódus beiktatására is szükség lehet, és még a legfényesebb röntgenforrások (szinkrotron) sem képesek az itt elveszett időt kompenzálni. Ebből kifolyólag a nagyon gyors, közel valós idejű mérések esetén nem tudjuk az egyszerű mérések esetén elérhető felbontást biztosítani; a nagyon jó felbontású felvételek készítése viszont hosszú órákat vesz igénybe. Ezt a hátrányt gyakran úgy küszöböljük ki, hogy először készítünk egy nagyfelbontású felvételt a mintáról, hogy a részletes belső szerkezetet feltérképezzük, majd több egymás után készített, rosszabb felbontású gyors mérés segítségével vizsgáljuk a mintában zajló folyamatokat és változásokat *in situ* körülmények között.

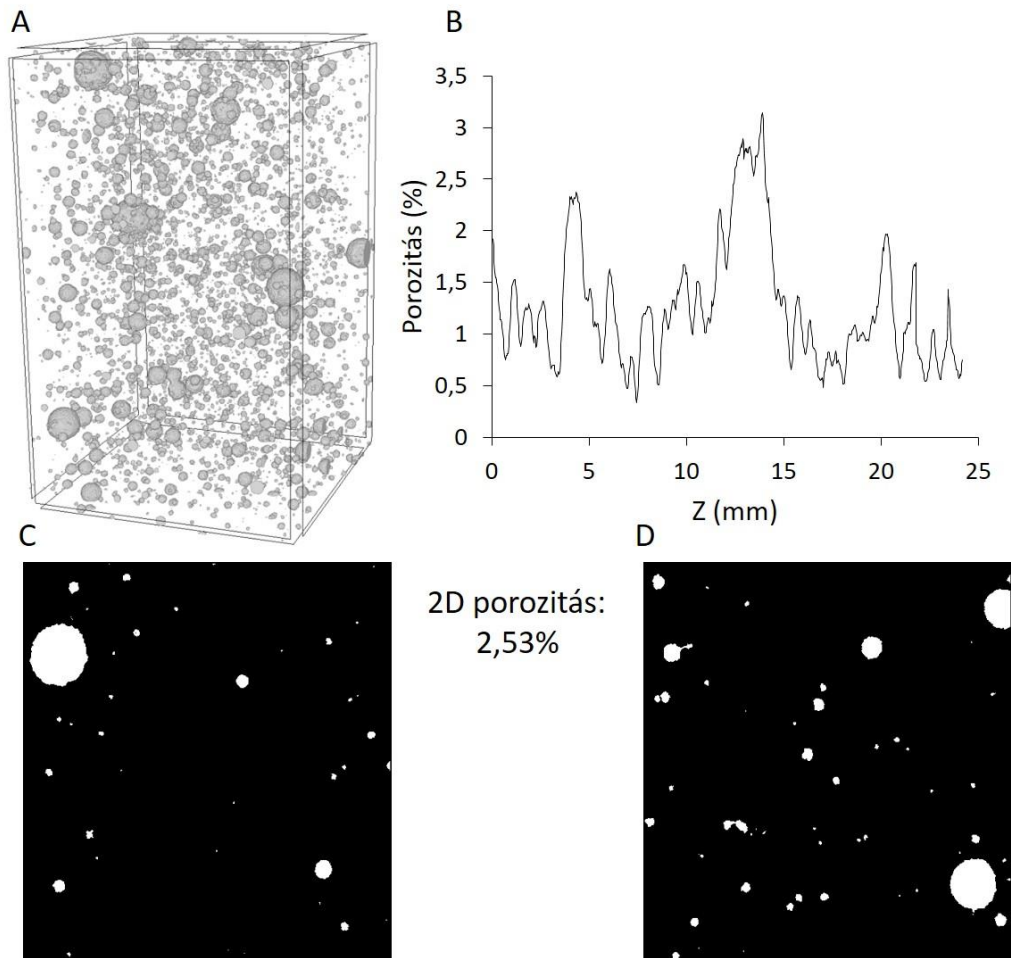
## 2.4. A térbeli heterogenitás jellemzése

A heterogenitás tudományterülettől és felhasználástól függően számos jelentéssel bírhat. Kétféleképpen tudjuk kvantitatívan leírni: direkt módon a komplexitás vagy variabilitás mérésével, illetve indirekt módon a homogén állapottól való eltérés jellemzésével. Az adatok típusától függően különböző jellemzőkkel írható le. Nem térbeli adatok esetén egyszerűen a varianciával is jellemezhető. Térbeli adatok esetén a heterogenitás leírására használható többek között a legközelebbi szomszédok távolsága, a variogram vagy a különböző foltossági és diverzitási indexek. A leggyakrabban alkalmazott jellemzők a Z-irányú eloszlás, a reprezentatív elemi térfogat (REV) és a fraktáldimenzió (D). A heterogenitás egyes mintán belül is nagymértékben függ a felbontástól, így könnyen előfordulhat, hogy különböző skálákon vizsgálva egymástól nagyban eltérő értékeket vesz fel [70].

Egyes fázisok térbeli eloszlása nagyban befolyásolhatja az anyagi tulajdonságokat. Az anyagtudományban leggyakrabban a pórusok térbeli eloszlását vizsgáljuk, hiszen ez hatással lehet az anyagok mechanikai és szigetelő tulajdonságaira, áteresztőképességére, minőségére. Az inhomogén póruseloszlás szerkezeti problémákhoz vezethet, a pórusokban gazdag részek pedig törések/repedések/mechanikai deformációk kiindulópontjai lehetnek. A beton pórusszerkezete például a szilárdság szempontjából kiemelt jelentőségű [71]. A szerkezeti anyagok egyenetlen póruseloszlása a szilárdság csökkenéséhez vezethet, és gyenge pontokat hozhat létre [25,26,72], ami veszélyezteti az épületek szerkezeti integritását. A porozitás és a pórusok csoportosulása befolyásolja a beton szigetelési tulajdonságait [73] és áteresztőképességét (a porozitás, a pórusok alakja, mérete, összekapcsolódási foka és kanyargós jellege mind szerepet játszik) [74]. A habbeton mikroszerkezete hatással van a mechanikai viselkedésére [75,76], a póruseloszlás pedig a termikus és mechanikai tulajdonságokat befolyásolja [77]. Az egyenetlen póruseloszlás és a pórusok csoportosulása a kerámiákban is befolyásolja a mechanikai tulajdonságokat [72]. Ezekből a példákban is egyértelműen látszik, hogy a térbeli heterogenitás számszerű jellemzése egy kiemelten fontos feladat.

A pórusok térbeli eloszlásának leírására az egyik legegyszerűbb és elterjedten használt módszer a Z-irányú (axiális) eloszlás vizsgálata [41,78]. Ennek módja, hogy a 3D rekonstruált CT felvételeken szeletenként vizsgálják a porozitást és a Z-irányú elmozdulás függvényében ábrázolják. Ha minden egyes szeletben megegyezik a porozitás értéke, akkor egy egyenest kapunk a Z-irányú eloszlásra. Ez azonban önmagában

korlátozott információ tartalommal bír, hiszen az egyes szeleteken belül ugyanakkora porozitás egymástól nagymértékben eltérő méretű, számú és elhelyezkedésű pórust jelenthet (3. ábra), így valójában ez a módszer nem ad felvilágosítást a pórusok 3D térbeli helyzetével kapcsolatban.

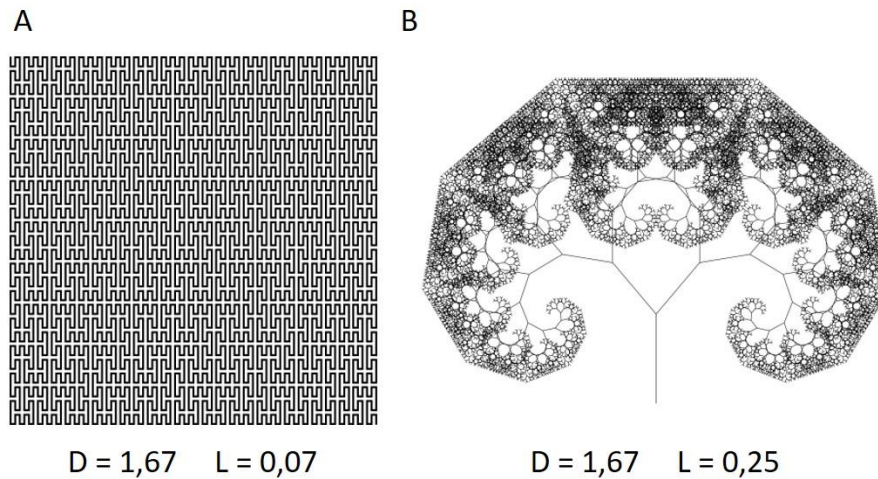


**3. ábra** 3D térfogat-renderelt mikro-CT felvétel beton pórusszerkezetéről (A), a hozzá tartozó Z-irányú porozitás (B) és két kiválasztott, azonos 2D porozitású szelet (C és D).

Reprezentatív elemi térfogat elemzés is használható a pórusok térbeli eloszlásának jellemzésére. A REV a pórustér legkisebb részhalmaza, amely hasonló átlagos porozitással rendelkezik a nagyobb részhalmazokhoz. Minél kisebb a REV, annál homogénebb a minta póruseloszlása. Számítása történhet véletlenszerűen választott résztérfogatok vagy középről kifelé haladva egyre növekvő oldalhosszúságú résztérfogatok használatával is [78].

Egy gyakran alkalmazott jellemző emellett a fraktáldimenzió, amely a szerkezet bonyolultságával (komplexitásával) kapcsolatban szolgáltat információt [79,80].

Ez azonban csak önhasznó (*self-similar*) szerkezetek esetén számítható és az azonos fraktáldimenziójú szerkezetek megjelenésben nagyban különbözhetnek egymástól [81,82]. Léteznek további fraktálparaméterek, amelyek hasznos szerkezeti információkat hordoznak, például másodrendű fraktálparaméterek, mint a szukularitás, ami a rendszer anizotrópiáját és perkolációs fokát jellemzi [83], illetve a lakunaritás, melynek segítségével megkülönböztethetünk mintázatokat, amelyek azonos fraktáldimenzióval, mégis nagyban eltérő szerkezettel (pl. megjelenés, heterogenitás) rendelkeznek. A fraktáldimenzió és a lakunaritás együttesen leírja mintázatok komplexitását és heterogenitását egy, két és három dimenzióban is. A **4. ábrán** látható két megegyező fraktáldimenziójú ( $D = 1,67$ ), de külső megjelenésre nagymértékben különböző mintázat, amelyek lakunaritása eltér egymástól ( $L = 0,07$  és  $0,25$ ) [81].



**4. ábra** Peano-görbe (A) és L-rendszer által generált fa (B) mintázatok. Mindkét mintázat esetén azonos a fraktáldimenzió ( $D = 1,67$ ), a lakunaritás ( $L$ ) viszont eltér a két mintázat esetén. (A:  $L = 0,07$  és B:  $L = 0,25$ ) [81].

#### 2.4.1. A lakunaritás

A lakunaritás szó a latin „*lacuna*” kifejezésből ered, amely hézagot jelent. Először Mandelbrot használta a fraktáldimenzió kiegészítésére [79]. A lakunaritást a szerkezet heterogenitását és a translációs homogenitástól való eltérést írja le [84], leggyakrabban  $\lambda$  vagy  $A$  görög betűvel, ritkábban  $L$  latin betűvel jelöljük. Segítségével leírható, hogy a tér milyen módon van kitöltve és információt szolgáltat a hézagok térbeli eloszlásáról. Nincs egyetlen, jól körülhatárolható definíciója, értéke függ az alkalmazott számítási módtól, de általánosan elmondható, hogy minél heterogénebb egy mintázat, annál nagyobb a hozzá tartozó lakunaritásérték. Meghatározására többféle megközelítés létezik,

amelyek leggyakrabban a dobozszámláló módszeren [85] alapulnak. Ezt legegyszerűbben úgy képzelhetjük el, hogy a vizsgált mintázatot felosztjuk adott méretű dobozokra és meghatározzuk, hogy az egyes dobozok információtartalma mennyire hasonlít egymáshoz. A dobozok méretének változtatásával skálafüggő módon vizsgálhatjuk a szerkezet heterogenitását.

A lakunaritáásszámítás potenciális előnyeit jelenleg nem használják ki széles körben az anyagtudományi kutatások során, és csak elvétve fordulnak elő olyan kutatások, amelyeknek a lakunaritáásszámítás fontos részét képezi. Az egyik legígéretesebb terület a pórusok lakunaritásának meghatározása, hiszen a porozitáson kívül a pórusok térbeli eloszlásának is kritikus jelentősége van az anyagok fizikai/mechanikai tulajdonságaival kapcsolatban [86,87]. Az építőanyagok, például a beton vagy a téglá esetében az egyenetlen póruseloszlás gyenge pontok kialakulásához vezethet, amely rontja a mechanikai stabilitást [25,26,72]. Lakunaritással jellemezhetjük szemcsés anyagok [88], talajminták [89], olajtározó kőzetek [90,91], bioanyagok [92], biológiai vázak [93] és szén nanoszerkezetek [94,95] pórusszerkezetét. Ezen felül fontos jellemző lehet ipari minőség-ellenőrzés során [96–98], illetve jellemezhetjük vele a keverés hatékonyságát, ami számtalan iparág számára elengedhetetlen folyamat [99]. A lakunaritás nem csak valós kísérletek során alkalmazható, hanem szimulált adatsorok esetén is számítható [100,101].

A lakunaritást ritkán írjuk le egyetlen értékkel, sokkal inkább a dobozméret függvényében ábrázoljuk, általában kettős logaritmikus skálán. Nagyobb lakunaritásérték nagyobb heterogenitást jelent egy adott dobozméretnél; növekvő dobozmérettel a lakunaritás jellemzően csökken. A lakunaritás abszolútértéke függ a betöltött pixelek számától a bináris képeken, ezért különböző minták összehasonlítása könnyebb, miután a lakunaritásértékeket a legnagyobb értékre normáljuk (így az értékek 0 és 1 közé esnek). Egyetlen számadat, amelyet egy előre meghatározott dobozméretnél olvasunk le, kizárólag arra alkalmas, hogy rendszerek heterogenitását egymással összehasonlítsuk. Ezzel szemben a lakunaritásgörbék fontos információkat hordoznak a szerkezettel kapcsolatban is. Hirtelen változás a görbe meredekségében méretbeli ugrást jelez, a változás helye pedig megmutatja a szemcse/aggregátum/klaszter/részecskeméretet [102]. A lakunaritásgörbe első deriváltja használható rejtett, skálafüggő mintázatok azonosítására a szerkezetben [103,104].

Ha a lakunaritást a dobozméret függvényében egy kettős logaritmikus skálán ábrázoljuk és egy lineáris függvényt kapunk, akkor a lakunaritás leírásának egy alternatív

módjára is lehetőség nyílik, nevezetesen a lineáris regressziós egyenes meredekségével is leírhatjuk azt. Az egyenes meredeksége teljesen homogén esetben nulla lesz [105]. Bizonyos megközelítésben a lakunaritást egyetlen számként a  $\Lambda$  értékeinek az átlagtól való átlagos eltéréseként is megadhatjuk [105]. A lakunaritás leírható a variációs koefficiens összes dobozméretre vonatkoztatott átlagával is [81]. Egyes esetekben a determinációs együtthatót ( $R^2$ ) is használják az egyes lakunaritásgörbék lineáristól (és egymástól) való eltéréseinek számszerű leírására [104]. A lakunaritást bináris képekről szürkeárnyalatos képekre is kiterjeszthetjük [106–109].

A leggyakrabban alkalmazott lakunaritászámítási mód az úgynevezett csúszódobozmódszer (*gliding box method*, GBM), amelynek leírását 2D adatsorokra Allain és Cloitre publikálták 1991-ben [110]. Az algoritmus működési elve és a hozzátartozó pszeudokód-részlet az **5. ábrán** látható [111]. Ezen a sematikus ábrán egy bináris  $M \times M$  ( $M = 8$  pixel), 64 pixelből álló véletlenszerű adatsort jelenítettünk meg, ahol a színes pixelek objektumok (boolean 1), a fehér pixelek pedig üresek (boolean 0). Ebben a példában egy  $\varepsilon \times \varepsilon$  ( $\varepsilon = 3$  pixel) méretű (folytonos kék vonallal keretezett) dobozt helyezünk a rácsra és a dobozban található objektumokat megszámloljuk: jelen esetben kilenc pixelből négy tartalmaz objektumot, azaz a doboz súlya 4. Ebben a konkrét esetben a dobozok súlya 0 és 9 között változhat. A dobozt ezután egy pixellel elmozdítjuk az  $Y$  tengely irányába (szaggatott kék vonallal keretezett) és a doboz súlyát ismételten meghatározzuk (3). A doboz lehetséges pozícióinak száma  $N(M, \varepsilon) = (M - \varepsilon + 1)^2$  (esetünkben 36). Ha azoknak az  $\varepsilon$  méretű dobozoknak a száma, amelyek  $P$  számú objektumot tartalmaznak  $n(P, \varepsilon)$ , akkor ez a gyakorisági eloszlás átalakítható egy valószínűségi eloszlássá  $Q(P, \varepsilon)$ , amit a következő egyenlettel írhatunk le.

$$Q(P, \varepsilon) = \frac{n(P, \varepsilon)}{N(M, \varepsilon)} \quad (3)$$

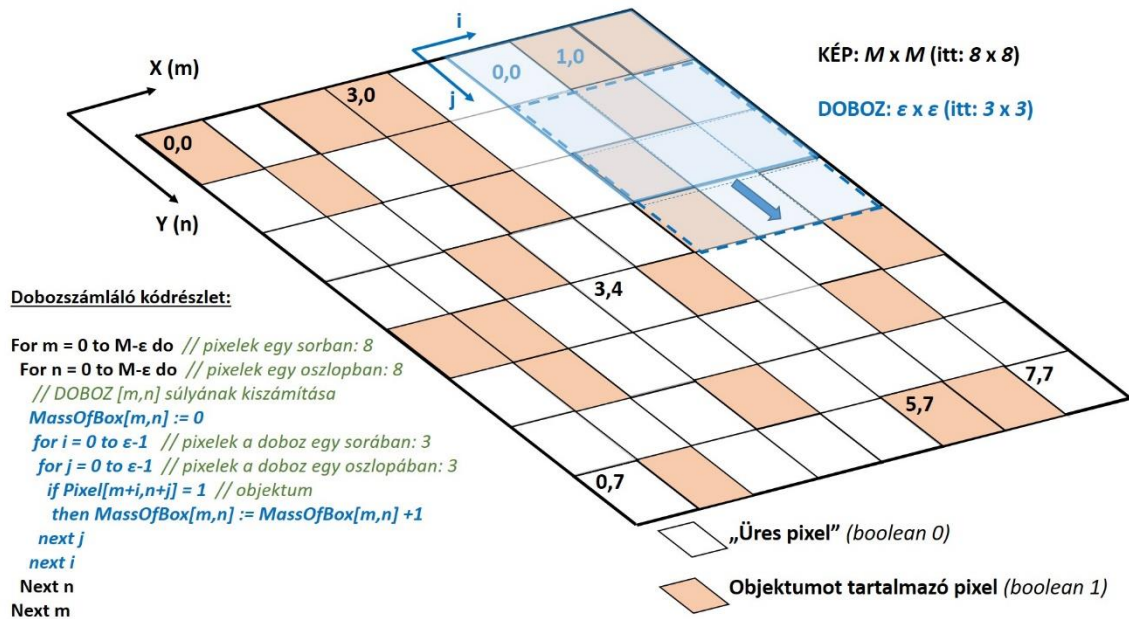
Ennek az eloszlásnak az első és második momentumainak (azaz várható értékeinek ( $P \cdot Q(P, \varepsilon)$ ) és varianciáinak ( $P^2 \cdot Q(P, \varepsilon)$ )) összegeit ( $Z^{(1)}$  és  $Z^{(2)}$ ) a következő egyenletek alapján adhatjuk meg.

$$Z^{(1)} = \sum_{\varepsilon} P Q(P, \varepsilon) \quad (4)$$

$$Z^{(2)} = \sum_{\varepsilon} P^2 Q(P, \varepsilon) \quad (5)$$

$\varepsilon$  dobozméret esetén a  $\Lambda(\varepsilon)$  lakunaritás a következő egyenlet alapján számítható.

$$\Lambda(\varepsilon) = \frac{Z^{(2)}}{(Z^{(1)})^2} \quad (6)$$



**5. ábra** A csúszódoboz-algoritmus működési elvének sematikus ábrázolása és a hozzá tartozó pszeudokód-részlet 2D lakunaritás számításához [111]. Feketével a teljes kép XY koordináta-rendszeréhez tartozó  $(m, n)$ , késsel pedig a doboz saját koordináta-rendszeréhez tartozó  $(i, j)$  koordinátákat jelenítettük meg.

**1. táblázat** A lakunaritás számítás lépéseiből származó részeredmények az 5. ábrán látható példához: képméret  $M = 8$  pixel; dobozméret  $\epsilon = 3$  pixel;  $P$  a doboz súlya (0 és 9 között változhat);  $n(P, \epsilon)$  a dobozok száma, amelyek  $P$  számú objektumot tartalmaznak;  $Q(P, \epsilon)$  a számított valószínűség;  $P \cdot Q(P, \epsilon)$  és  $P^2 \cdot Q(P, \epsilon)$  az első és második momentumok, míg  $Z^{(1)}$  and  $Z^{(2)}$  az első és második momentumok összege.  $A(3)$  az  $\epsilon = 3$  pixel dobozméret esetén számított lakunaritás.

$P$	$n(P, \epsilon)$	$Q(P, \epsilon)$	$P \cdot Q(P, \epsilon)$	$P^2 \cdot Q(P, \epsilon)$
0	0	0	0	0
1	1	0,028	0,028	0,028
2	9	0,250	0,5	1
3	19	0,528	1,584	4,752
4	6	0,166	0,664	2,656
5	1	0,028	0,14	0,7
6-9	0	0	0	0
<b>Összesen:</b>	36	1	$Z^{(1)} = 2,916$	$Z^{(2)} = 9,136$
<b>Lakunaritás:</b>			$A(3) = 1,074$	$\ln(A) = 0,072$

A lakunaritás számítás lépéseinek eredményei ehhez a példához a **1. táblázatban** láthatók. Ez az algoritmus háromdimenzióban is implementálható, ha egy dimenziót hozzáadunk az eredetihez [112], azonban csúszódoboz módszerrel lakunaritást számolni

nagy méretű 3D adatsorok esetén rendkívül időigényes, ebből kifolyólag számos kutatás foglalkozott a számolási igény csökkentésével [106,113–115].

Az egyik megközelítésben helyi küszöbértéket használnak a mintázat lokális jellemzőinek kiemelésére, majd a lakunaritást a kép lokális bináris mintázatai alapján számítják [106]. Egy másik megközelítésben szürkeárnyaltos képeken számítanak lakunaritást és a számítási időt azáltal csökkentik, hogy a csúszódobozmódszerrel ellentétben nem minden lépésben az egész doboz esetén végeznek számolást, hanem mindössze az újonnan megjelenő sorokat és oszlopokat veszik figyelembe (tehát a kezdeti pozíció az egyetlen, ahol a teljes doboz súlyát számítják) [106]. Az úgynevezett kötélhúzás (*tug-of-war*) módszer [115] esetén egy lépésben (a képen való egyetlen áthaladással) becsülik meg a lakunaritást nagy bizonyossággal. A számolás memóriaigénye kicsi és állandó (más számítási idő csökkentésével foglalkozó tanulmányok esetén a memóriaigény csökkentése nem történt meg). A számolásokat kizárólag kétdimenzióban végezték, de elméleti lehetősége van a módszer 3D-ben való alkalmazásának is. A számítási idő csökkentésének egy másik módja, hogy a csúszódobozmódszer egyszerűsítésére a számolásokat csak véletlenszerűen kiválasztott dobozok esetén végzik el, de a számolási mód ezen kívül megegyezik a GBM-rel [106,116].

A rögzítettrács-módszer (*fixed-grid method*, FGM) egy ígéretes alternatívát jelenthet [81,117]. Ez az egyszerűsített megközelítés a fraktáldimenzió számításnál használatos dobozszámláló eljárás és a csúszódobozmódszer kombinációjaként képzelhető el. A tényleges számítás az egyes dobozokra megegyezik a csúszódobozmódszer számítási módjával, a rögzítettrács-módszer esetén azonban nem használunk átfedő dobozokat, ami nagymértékben csökkenti a számítási igényt. A hátránya, hogy kevesebb adatot szolgáltat, és tekintve, hogy a lakunaritás egy statisztikus mennyiség, ugyanarról a térfogatról bizonyos esetekben kevésbé pontos leírást adhat. Ez lehet az oka, hogy a rögzítettrács-módszer nem terjedt el korábban a tudományos kutatásokban. Említik a létezését, de legjobb tudomásunk szerint nem található az irodalomban olyan példa, ahol használnák 3D lakunaritásszámításra, aminek lehet az az oka, hogy kisebb méretű adatsorok esetén az eredménye nem minden esetben megbízható.

#### 2.4.1.1. A lakunaritás alkalmazása mikro-CT felvételeken

A lakunaritás egyik nagy előnye, hogy nem csak két, hanem három dimenzióban is számítható, így használható a térbeli heterogenitás jellemzésére 3D (mikro-)CT

felvételeken. A legismertebb számítási mód (GBM) számolási igénye miatt azonban a mikro-CT felvételek méretéből kifolyólag a valóságban csak nagyon kisszámú kutatásban használják, a potenciális lehetőségek ellenére. Ebből kifolyólag csak nagyon korlátozott számú olyan publikációt találunk, amelyben mikro-CT felvételek alapján számítanak lakunaritást. Xia és mtsai. tárolókőzetekben vizsgálták a pórusok lakunaritását mikro-CT felvételek alapján és az eredményeket áteresztőképesség becslési számítások során használták fel [91]. Dos Santos és mtsai. [89] és San José Martínez és mtsai. [104] talajmintákban, Lin és mtsai. homokkőben [78] található pórusok térbeli heterogenitásának leírására, Massai és mtsai. pedig biológiai vázak jellemzésére [93] használták a lakunaritást.

A lakunaritásszámítással lehetőség nyílik valós 3D mikro-CT felvételeken a különböző változások nyomon követésére. Vizsgálható például építőanyagokban, kerámiákban vagy háromdimenziós nyomtatással készült mintákban a pórusok eloszlása és változatos rendszerekben a keverési folyamat hatékonysága. Kvantitatívan jellemezhetők a segítségével pórusszerkezetben bekövetkezett változások az idő előrehaladtával, illetve különböző gyártási/nyomtatási paraméterek hatásai a szerkezetre.

#### *2.4.1.2. Keverési folyamatok jellemzése*

A keverés alapvető része a mindennapi életünknek és a tudomány gyakorlatilag minden területének. Mindent keverünk folyadékoktól a porokon át a szemcsés anyagokig. A fellépő erőhatások, a keverőedények, a keverendő anyagok, a köztük lévő kölcsönhatások, a sebesség, a keverési idő és rengeteg további tényező befolyásolja a keverés hatékonyságát. A keverés többek között az élelmiszeripar [118,119], az építőipar [120,121], a gyógyszeripar [122,123], a kozmetikai ipar [124] és az anyagtudomány [125,126] területén kiemelten fontos. Definíció szerint a keverés egy folyamat, amely során áramlást hozunk létre egy heterogén rendszerben, hogy a komponenseket a lehető legegyszerűbben oszlassuk el. Az egyenetlen keveredés sokféle problémát okozhat; így kiemelten fontos, hogy számszerűsítsük a keverés hatékonyságát, más szóval a keverék homogenitását. A túlkeverés, ipari léptékben hatalmas energiaveszteséget és megnövekedett gyártási költségeket eredményez. Az alulkeverés még súlyosabb problémákhoz vezet, hiszen ha például a gyógyszerhózzávalók nem keverednek el megfelelően, az egyes tablettákban különböző hatóanyagmennyiség lesz jelen [127,128].

Ezen felül jól ismert, hogy a szemcsés rendszerek mozgathatóság hatására sok esetben hajlamosak a spontán szegregációra [129]. Az alulkeveréssel szemben szegregáció esetén

a keverék komponensei teljes mértékben szeparálódnak egymástól, például méretük, alakjuk, felületük vagy sűrűségük alapján. A hátrányai mellett a szegregáció hasznos is lehet bizonyos alkalmazásokban, ahol a szétválogatás a cél, a keverés során azonban kedvezőtlen mellékhatásként jelenik meg, amikor a cél a tökéletesen kevert állapot elérése. Annak ellenére, hogy a szegregáció és a szemcsés rendszerek keverése évtizedek óta kutatott területek, a folyamatok tökéletes értelmezése még várat magára. Az alapvető lépések értelmezése még mindig hiányos, annak ellenére, hogy számos területen potenciálisan kedvező hatása lenne a mélyebb megértésnek. Ebből kifolyólag a keverési folyamat pontos vizsgálata, vizualizációja és kvantifikálása kiemelt jelentőségű. Több különböző mechanizmust javasoltak már a jelenség magyarázatára, köztük kísérleti (például sebesség-meghatározáson alapuló, spektroszkópiai és tomográfiai) módszereket és szimulációkat alkalmazva [130–138].

A keverés hatékonyságának számszerűsítése leggyakrabban keverési indexek segítségével történik [139–145]. A keverési indexeket két kategóriába sorolhatjuk [146]. Az első típus a rendszer mintavételezésén alapuló statisztikus adatokat használ a keverési állapot meghatározására [147,148], amely magában hordoz egy fontos hátrányt, hogy az eredmény függ a minta méretétől és a mintavételezés körülményeitől. A másik típus a rendszerben található összes részecske figyelembevételével határozza meg a keverési állapotot [149–151], amely azonban sok esetben rendkívül időigényes. Egy jó keverési indexnek több elvárásnak is meg kell felelnie: mértékegység nélkülinek kell lennie, az értékeinek 0 és 1 közé kell esnie, ahol a 0 a teljesen keveretlen állapotot jelöli, az 1 pedig a tökéletesen homogén keveredést, és az értékeknek lineárisan kell növekednie a növekvő homogenitással. A hagyományos keverési indexek egyetlen számmal jellemzik a keverés állapotát, ami megkönnyíti az egymással való összehasonlításukat.

Elméletileg jól használható a keverés leírására emellett a lakunaritás is, ám alkalmazása a gyakorlatban eddig nem terjedt el. Pennella és munkatársai folyadék-részecskék diszperziójának jellemzésére és a keverési hatékonyság leírására használták a lakunaritást, de kizárólag kétdimenzióban [99]. A lakunaritásgörbét nem tudjuk közvetlenül összehasonlítani a keverési indexekkel, viszont az egyik nagy előnyük velük szemben, hogy többletinformációt hordoznak a szerkezettel kapcsolatban (pl. a lakunaritásgörbe alapján becsülhető a szemcseméret [102]).

A számítógépes tomográfia bizonyos feltételek mellett (szilárd komponensek keverése és megfelelő röntgenelnyelésbeli különbség esetén) tökéletes módszer lehetne a keverési folyamat vizualizálására, mégis csak nagyon kisszámú tanulmány foglalkozik a

mikro-CT ezirányú felhasználásával a tudományos szakirodalomban [152–154]. Liu és munkatársai szinkrotron mikro-CT-t alkalmaztak szemcsés rendszerben a keveredés és a szegregáció vizsgálatára. Vizsgálták a keverék homogenitását bizonyos számú keverést követően és kvantifikálták is egy keverési index segítségével. A számolások során nem a teljes rendszerről készült mikro-CT felvételeket használták, hanem a keverőedény alján, közepén és tetején kiválasztott kb. 3 mm magasságú térfogatok alapján számoltak. Az általuk használt keverési index kimondottan rendszerspecifikus volt, hiszen az egyes térfogatokban a szemcsék gömbszerűségének szórását használták a keverés leírására. Ez csak olyan esetekben alkalmazható, ahol a keverék két komponense nagyon eltérő alakú, ami viszont a homogenizálódás szempontjából nem ideális [59].

A keverés diszkrét elemes módszerrel (DEM) viszonylag könnyen modellezhető [138,155–157], amely a részecskék kölcsönhatásait egy, a részecskemérettel összemérhető skálán jellemzi. A kölcsönhatások és deformációk rendkívül bonyolult természetéből kifolyólag a DEM szimulációk során tökéletes gömb alakú, nem deformálható részecskéket használunk, amelyek átfedhetnek egymással. A keverések szimulálása széles körben vizsgált a tudományos szakirodalomban. Alkalmazható a keverés modellezésére változatos rendszerekben és körülmények között [158–163]. Lévay és munkatársai DEM szimulációkat használtak gömbölyű részecskék viselkedésének modellezésére rázás hatására [164,165]. Teljesen egyértelmű, hogy a DEM egy hasznos eszköz a keverés vizsgálatára és a lakunaritás görbék meghatározásával a szimulált eredményeket közvetlenül hasonlíthatjuk össze a valós adatsorokkal (pl. mikro-CT felvételekkel), így a lakunaritás lehet az összekötő kapocs a szimulált és a mért adatok között.

### 3. Felhasznált eszközök és módszerek

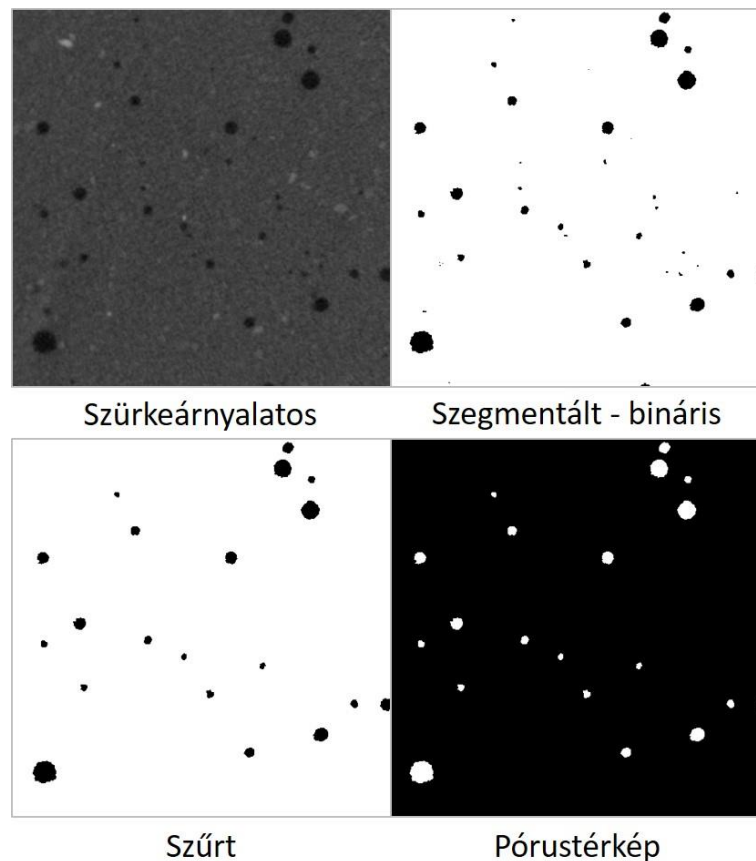
#### 3.1. Mikro-CT vizsgálatok

A laboratóriumunkban egy Bruker Skyscan 2211 típusú mikro-CT berendezéssel végezzük a méréseinket. Kúpnyaláb geometriájú, nyitott konstrukciójú, szivattyúzott röntgenforrás található benne, kétfokozatú elektronoptikával. Az anód anyaga volfrám. A gyorsító feszültség 20-190 kV között változtatható. A legkisebb voxelméret  $0,1 \mu\text{m}^3$  és a fókuszolt mérete nanofókusz módban 500 nm, tehát mikrométer alatti felbontás is elérhető. Forrás-detektor távolság automatikusan állítható a maximális geometriai nagyítás eléréséhez. Vizsgálható minta mérete: maximum 204 mm széles, maximum 200 mm hosszú és maximum 25 kg tömegű. A vizsgálat szempontjából az ideális mintaalak a henger. A vizsgálati tárgy pozicionálása levegőcsapágyak és beépített mikropozicionáló berendezés (50 nm-es pontosság) segítségével, piezoelektromos meghajtással történik. A röntgenforrás és a minta közé szűrők (Al, Ti, Cu, Mo) helyezhetők a sugárkeményedés okozta műtermékek minimalizálása céljából. Kétféle detektor található a készülékben: egy 3 Mp-es CMOS síkpanel detektor ( $1920 \times 1536$  pixel) és egy 11 Mp-es hűtött CCD ( $4032 \times 2670$  pixel). A rekonstruált kép dimenziói síkpanel detektor esetén  $1920 \times 1920 \times 1160$  pixel, CCD esetén pedig  $4032 \times 4032 \times 2272$  pixel. Az egyes minták esetén alkalmazott mérési paraméterek a **2. táblázatban** láthatók.

2. táblázat Minták neve és az alkalmazott mérési paraméterek.

Minta neve	Feszültség (kV)	Áramerősség ( $\mu\text{A}$ )	Felbontás ( $\mu\text{m}$ )	Szűrők	Detektor típusa
Fúrómag	180	70	9	0,5 mm Cu	CMOS
Betonkocka	130	155	30	0,5 mm Ti	CMOS
Mészke	100	400	8	-	CMOS
Fa	50	700	0,8	-	CCD
Habarcs	180	135	30	0,5 mm Cu	CMOS
Alumínium hab	110	500	5	-	CCD
Andezit	190	55	25	0,5 mm Mo	CMOS
TC	130	155	30	0,5 mm Ti	CMOS
SPC	130	155	30	0,5 mm Ti	CMOS
Keverési rendszer	100	270	25	-	CMOS

A felvételek 3D szerkezetének rekonstrukcióját az NRecon® szoftver (Skyscan, Bruker, Belgium) segítségével végeztük, amely a Feldkamp algoritmus [18] egy módosított változatát használja. A rekonstrukció során korrigáltuk a leggyakoribb képalkotási hibákat, a leggyakrabban előforduló műtermékeket (gyűrűszerű műtermékek, sugárkeményedés, elmozdulás okozta műtermékek), referenciefelvételek alapján elvégeztük az X-Y irányú korrekciót és maszkoltuk a hibás pixeleket. A rekonstrukció után a térfogat-renderelt 3D mikro-CT felvételeket a CTVox® (Skyscan, Bruker, Belgium) szoftver segítségével állítottuk elő. 4D vagy *in situ* vizsgálatok esetén a különböző állapotokban készült felvételeket elforgattuk majd regisztráltuk (a különböző 3D felvételeket térben egymásra illesztettük) a DataViewer® (Skyscan, Bruker, Belgium) szoftverrel. A képek utófeldolgozását a CTAn® (Skyscan, Bruker, Belgium) szoftverrel végeztük; ennek legfontosabb lépései a **6. ábrán** láthatók.



**6. ábra** Rekonstrukciót követő képfeldolgozási lépések: az eredeti szürkeárnyaltos kép, szegmentálást követő bináris kép, kis méretű objektumok eltávolítását követő szűrt kép és a 3D pórustérkép egy szelete.

### 3.2. A lakunaritáásszámítás

A mintákhoz tartozó lakunaritásgörbéket a CTAn® szoftver segítségével előállított, szegmentált (bináris) képek alapján számítottuk az általunk fejlesztett szoftver (Lac3D) segítségével [111]. A számításokhoz első lépésben kiválasztottuk a vizsgált térfogat méretét, amit a kiválasztott térfogathoz tartozó 2D szeletek generálása követ. Ezt követően a VOI-méret függvényében kiválasztásra kerültek a vizsgálni kívánt dobozméretetek. A rögzítetrács-algoritmus esetén a program ezeket automatikusan választja ki az alapján, hogy mely dobozméretetekkel lehet tökéletesen kitölteni a választott térfogatot. A csúszódobozmódszer esetén manuálisan választjuk ki az alkalmazandó dobozméreteteket, ebből következik, hogy a két módszer esetén nem mindig fednek át teljesen a vizsgált dobozméretetek. Ezt követően történik meg a 3D lakunaritásértékek kiszámítása a kiválasztott dobozméretetek esetén a csúszódoboz- és/vagy a rögzítetrács-módszer alapján. A számításokhoz egy normál teljesítményű (Intel® Core™ i3–2348 M @ 2,3 GHz processzor) és egy nagyteljesítményű (Intel® Xeon® E5–2640 v4 @ 2,4 GHz processzor) számítógépet használtunk.

### 3.3. A betonminták előállítása és vizsgálata

Tíz darab, egyenként  $3 \times 3 \times 3 \text{ cm}^3$  térfogatú betonkockát állítottunk elő a vizsgálatokhoz. A hagyományos betonmintákhoz (TC) kompozit-portlandcementet (EN 197-1 CEM II/B-M (V-LL) 32,5 N, DDC Beremend) és  $d < 1 \text{ mm}$  szemcseméretű homokot használtunk. A szuperfolyósító adalékanyag hozzáadásával készült minták (SPC) esetén VIP-Rex SF adalékot (Vip-Rex Kft., Kisújszállás, [viprex.hu](http://viprex.hu)) alkalmaztunk. Mindkét mintatípusból öt-öt darabot készítettünk (a pontos összetételük a **3. táblázatban** látható), két napig hagytuk őket szilárdulni az öntőformában, majd a kötési idő további 26 napján az egyenletes nedvességtartalom biztosítása érdekében víz alatt tároltuk őket. A mikro-CT vizsgálatokat megelőzően a mintákat szobahőmérsékleten szárítottuk a tömegállandóság eléréséig.

**3. táblázat** Az elkészített betonminták összetétele.

Minta	Homok (g)	Cement (g)	Víz (mL)	WtC *	SP ** (mL)
TC	446	288	144	0,5	-
SPC	446	288	72	0,25	10

\* WtC = víz: cement arány; \*\* SP = szuperfolyósító adalékanyag (~ 3,5 m/m % a cementre nézve).

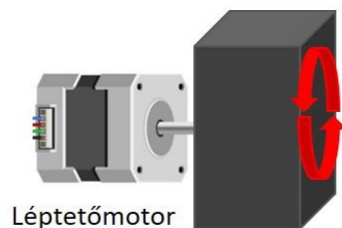
A betonkockák törésvizsgálatát Zwick Roell Zmart Pro szakítógéppel végeztük 50 N előterhelés, 100 mm/min előterhelési sebesség és 0,5 MPa/s mérési sebesség alkalmazásával. A mintákat Parafilm® M univerzális lezáró fóliába csomagoltuk, ezzel megakadályozva a törés során a minta széthullását és lehetővé téve a mikro-CT vizsgálatokat a széttört mintákon. A különböző fázisokban (törésteszt előtt és után) készített felvételek elforgatását és a regisztrációját a DataViewer® (Skyscan, Bruker, Belgium) szoftver segítségével végeztük.

A betonminták esetén részletes 3D porozitáselemzést is végeztünk a CTAn® szoftver segítségével. Ezen minták esetén a minta tetején található húsz szeletet nem vettük figyelembe a számolásokhoz az öntési hibákból eredő egyenetlenségeik miatt. Ugyanígy a minta alján is találhatóak zajjal erősen terhelt szeletek (a fém mintatartó közelsége okozta röntgenszóródás miatt), amelyeket szintén nem vettünk figyelembe a számolások során. A lakunaritásszámításoknál a legnagyobb vizsgált térfogat (VOI) oldalhosszúsága ( $M$ ) 800 voxel volt, míg a kisebb térfogat esetén  $M = 400$  voxel.

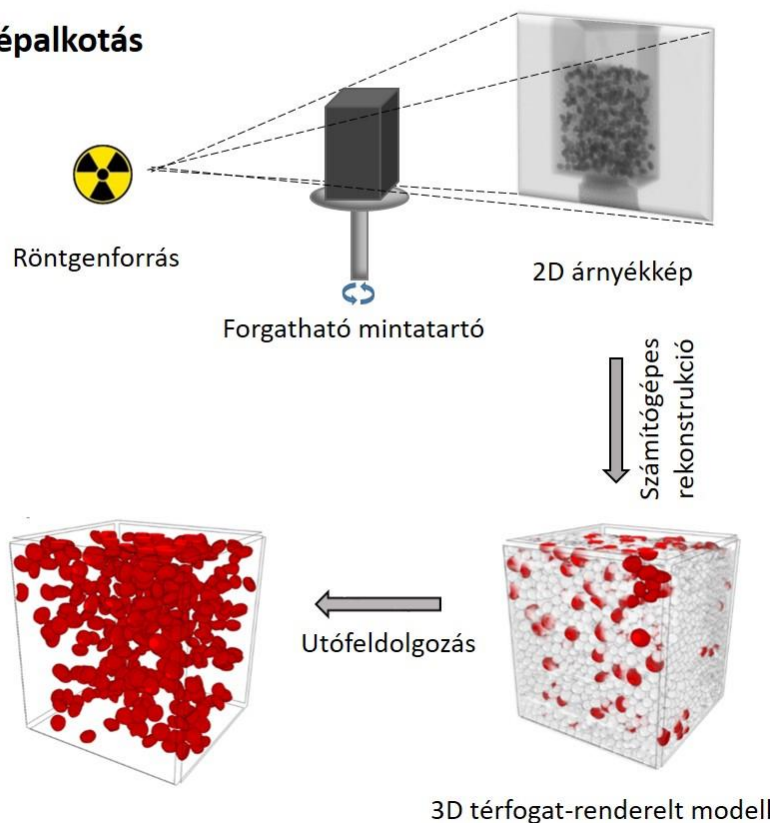
### **3.4. A keverési kísérletek**

A keverési kísérleteket a mikro-CT vizsgálatokhoz és a lakunaritásszámításokhoz optimalizáltuk. A 3D-nyomtatott keverőedényeket kis röntgenelnyelésű politejsavból készítettük el, és a keverék két komponense között nagy volt az elnyelésbeli különbség. Kb. 500 db kalcium-alginát gyöngyöt ( $1,2 \text{ g/cm}^3$  átlagsűrűség és 1,75 mm átlagos átmérő) kevertünk össze kb. 5000 db polisztirol gömbbel ( $1,05 \text{ g/cm}^3$  átlagsűrűség és 1,1 mm átlagos átmérő). Minden egyes kísérlethez megegyező mennyiségű szemcsét használtunk a jobb összehasonlíthatóság érdekében. A keverőedényben nem voltak keverőlapátok a pontosabb képalkotás érdekében. Három különböző méretű keverőedényt használtunk a kísérletek során: egy  $20 \times 20 \times 25 \text{ mm}^3$ , egy  $20 \times 20 \times 35 \text{ mm}^3$  és egy  $20 \times 20 \times 40 \text{ mm}^3$  térfogatút. A keverőedény alakja az általunk használt lakunaritásszámítási módhoz legmegfelelőbb, négyzet alapú hasáb. A pontos ismételtetés érdekében léptetőmotor segítségével forgattuk a keverőedényt a kísérletek során. Egy keverési ciklus az edény egy, adott tengely menti  $360^\circ$ -os körbefordításának felel meg (**7.A ábra**). Tíz keverési ciklust végeztünk el és a kiindulási állapotban, illetve 1, 2, 3, 5, 7 és 10 ciklus után készítettünk mikro-CT felvételeket a rendszerekről.

### A) Keverés



### B) Képképzés



7. ábra A keverési (A) és a mikro-CT képképzési (B) folyamat szemléltetése.

A mérési összeállítás az **7.B ábrán** látható. A 3D mikro-CT felvételen eredetileg mind a kalcium-alginát (piros), mind a polisztirol (fehér) szemcsék láthatók. Utófeldolgozási lépéseket és szegmentálást követően a jobb átláthatóság kedvéért csak a kalcium-alginát gyöngyöket jelenítettük meg, és a továbbiakban bemutatott mikro-CT felvételeken minden esetben csak ezek a gyöngyök láthatók.

A keverési kísérletek esetén a lakunaritáscsökkentéseket a kalcium-alginát gyöngyök pozícióját tartalmazó bináris képek alapján végeztük. A lakunaritáscsökkentéseket normáltuk a jobb összehasonlíthatóság kedvéért. A szimulált adatsorokat (köbösen rendezett, véletlenszerű) is saját fejlesztésű szoftver segítségével állítottuk elő.

A diszkrét elemes módszerrel (DEM) végzett szimulációkat a LIGGGHTS [166] általános szemcsés szimulációs szoftverrel hajtottuk végre. A DEM algoritmus feloldja a

részecske-részecske kölcsönhatásokat, és integrálja az egyes részecskék translációs és rotációs mozgását. A két érintkező részecske közötti kölcsönhatási erőt a Hertz-modell segítségével számoltuk ki. Ez a séma lehetővé teszi a következő rugalmas és csillapító kölcsönhatási paraméterek becslését: Young-modulus ( $Y_m$ ), az anyag Poisson-tényezője ( $\nu$ ), a restitúciós együttható ( $e$ ) és a részecskék súrlódási együtthatója ( $\mu$ ). Szimulációinkban a következő értékeket használtuk:  $Y_m = 5 \times 10^6$  Pa,  $\nu = 0,45$ ,  $e = 0,2$ ,  $\mu = 0,5$ .

$20 \times 20 \times 35$  mm<sup>3</sup> és  $20 \times 20 \times 40$  mm<sup>3</sup> térfogatú, zárt határokkal rendelkező cellákat használtunk, amelyeket gömb alakú részecskékből álló kétkomponensű keverékkel töltöttünk meg. A keverék 5000 darab 1,1 mm átmérőjű és 1,05 g/cm<sup>3</sup> sűrűségű és 500 darab 1,75 mm átmérőjű és 1,2 g/cm<sup>3</sup> sűrűségű részecskéből állt. A részecskék kezdeti konfigurációjának létrehozásához a részecskéket véletlenszerűen egy, a szimulált cellaméretnél jóval magasabb tartályba helyeztük (a többi méret azonos volt), a nagyobb részecskékkel a tetején. Ezt követően a részecskéket elengedtük, hogy a gravitáció hatására leessenek. Ennek a keveréknek a nyugalmi állapotát használtuk a keveredési folyamat szimulálásához. A keveredési folyamat utánzásához a tartályt forgattuk adott forgástengely és a forgási periódus alkalmazásával. Mivel a DEM-módszer minden egyes részecske pályáját megadja, a lakunaritásszámítások a rendszer bármely kívánt állapotában elvégezhetők.

## 4. Eredmények és értékelésük

### 4.1. Lakunaritásszámítás rögzítetrács-módszerrel

Az anyagok térbeli heterogenitásának meghatározása anyagtudományi szempontból rendkívül fontos feladat, hiszen az egyes komponensek, szemcsék vagy pórusok térbeli eloszlása nagyban befolyásolhatja a fizikai tulajdonságokat. A térbeli heterogenitás leírására alkalmas mennyiség a lakunaritás, ám a legismertebb csúszódobozmódszer rendkívül nagy számítási igénye miatt nem tudott széles körben elterjedni. Ebből kifolyólag munkánk során létrehoztunk egy új lakunaritásszámítási módot, amely a rögzítetrács-módszeren alapul. A rögzítetrács-módszer előnyei, hogy minden pixelt/voxelt figyelembe vesz a számítás során, egyszerű és a szabadon hozzáférhető szoftverünk által bárki könnyen számíthatja (<http://nanoct.hu/szte/lac3d/>). Azt feltételeztük, hogy kellően nagy méretű adathalmazok esetén pontos eredményt ad. A kutatás során részt vettem az alapkoncepció megalkotásában és az én feladatomból a mikro-CT mérések elvégzése, a felvételek rekonstrukciója, a képfeldolgozás, a lakunaritásszámítások elvégzése és az eredmények elemzése. Az ezzel kapcsolatos eredményeinket 2021-ben az *Acta Materialia* nevű folyóiratban közzétettük [111].


#### 4.1.1. A rögzítetrács-módszer leírása

Az elméleti összefoglalóban részletezett csúszódobozmódszer (GBM) ígéretes alternatívája lehet a következőkben bemutatott rögzítetrács-algoritmus, amely hasonlít a fraktálszámítások dobozszámláló módszeréhez. A dobozok súlyát a GBM-rel megegyező módon számítjuk, de ebben az esetben a dobozok nem fednek át egymással, így a dobozok száma és a számolási igény drámaian csökken. Ez kifejezetten fontos, amikor az algoritmust 3D-ra kiterjesztjük, ami elengedhetetlen a 3D mikro-CT adatsorok térbeli heterogenitásának vizsgálatához. A működési elv sematikus ábrája és a hozzá tartozó pszeudokód a **8. ábrán** látható.

KÉP:  $M \times M \times M$  (itt:  $8 \times 8 \times 8$ )

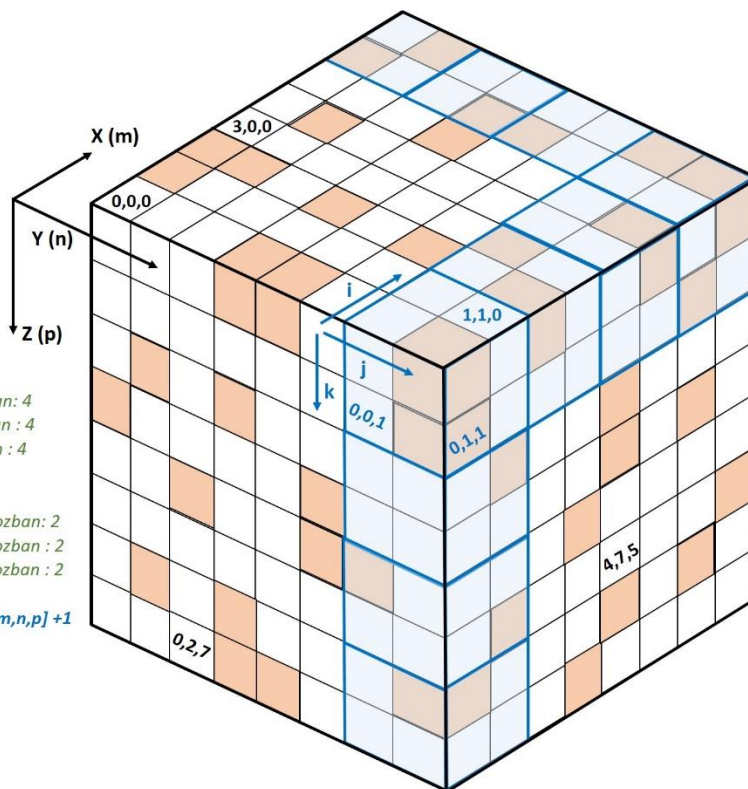
DOBOZ:  $\varepsilon \times \varepsilon \times \varepsilon$  (itt:  $2 \times 2 \times 2$ )

 „Üres voxel”  
(boolean 0)

 Objektumot tartalmazó voxel  
(boolean 1)

Dobozszámláló kódészlet:

```
For m = 0 to M/ε-1 // rácsok az X irányban : 4
For n = 0 to M/ε-1 do // rácsok az Y irányban : 4
For p = 0 to M/ε-1 do // rácsok a Z irányban : 4
// DOBOZ [m,n,p] súlyának kiszámítása
MassOfBox[m,n,p] := 0
for i = 0 to ε-1 // X-irányú voxelek a dobozban : 2
for j = 0 to ε-1 // Y-irányú voxelek a dobozban : 2
for k = 0 to ε-1 // Z-irányú voxelek a dobozban : 2
if Pixel[m+i,n+j,p+k] = 1 // object
then MassOfBox[m,n,p] := MassOfBox[m,n,p] +1
next k
next j
next i
Next p // következő rács a Z irányban
Next n // következő rács az Y irányban
Next m // következő rács az X irányban
```



**8. ábra** A rögzítettrács-algoritmus működési elvének sematikus ábrázolása és a hozzá tartozó pszeudokód-részlet 3D lakunaritászámításhoz. Feketével a teljes kép XYZ koordináta-rendszeréhez tartozó  $(m, n, p)$ , kékkel pedig a doboz saját koordináta-rendszeréhez tartozó  $(i, j, k)$  koordinátákat jelenítettük meg.

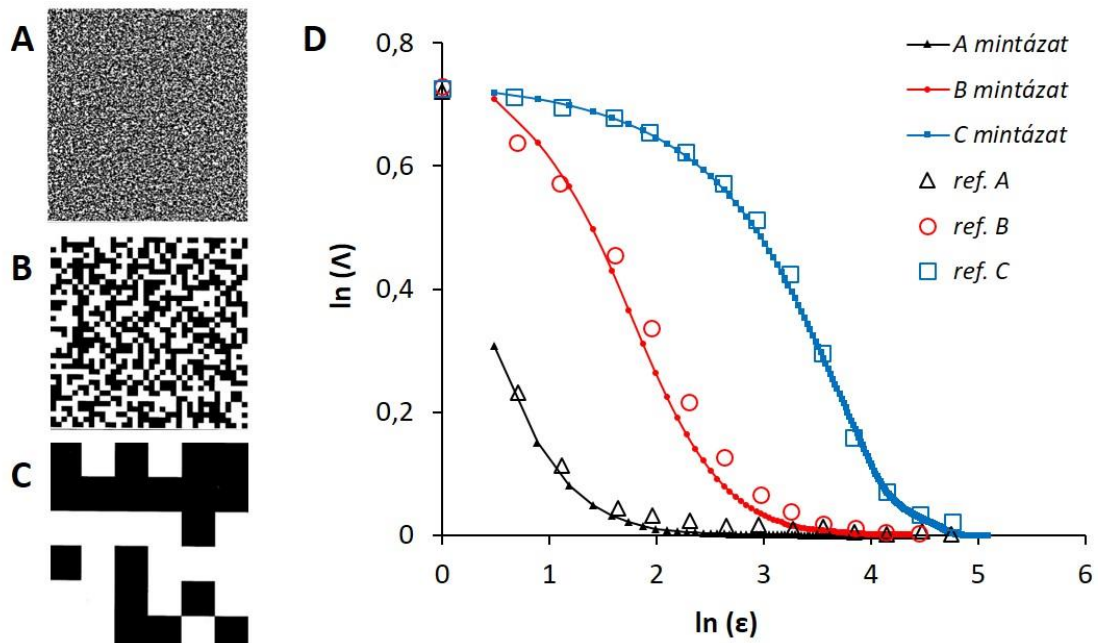
Egyértelműen látszik, hogy az algoritmus dobozszámláló része nem változott jelentős mértékben; az egyetlen különbség, hogy deklaráltunk egy harmadik változót, amely a harmadik dimenzióhoz tartozik. A legfontosabb különbség, hogy a statisztikai elemzés a korábban említett át nem fedő dobozok alapján történik. Ez a változtatás drasztikusan csökkenti a vizsgált dobozok számát. Praktikus okokból csak olyan dobozméreteket alkalmazunk, amelyek osztói a vizsgált térfogatnak (VOI), így minden dobozméret esetén minden voxel számításba vesszünk. Ebben a példában a térfogat oldalhosszúsága  $M = 8$  voxel, így a teljes térfogat 512 voxelből áll. Erre a térfogatra a GB módszer  $N(M, \varepsilon) = (M - \varepsilon + 1)^3 = 343$  db  $\varepsilon = 2$  voxel méretű dobozzal számol, míg az FG módszer mindössze hatvannégyvel. A lakunaritászámítás lépéseinek eredményei ehhez a példához a **4. táblázatban** láthatók. Kis adatsorok esetén a dobozszámok közötti különbség (és így a számítási időbeli különbség) elhanyagolható, de nagy méretű mikro-CT adatsorok esetén jelentős. Ha például  $M = 800$  voxel és  $\varepsilon = 50$  voxel esetén a térfogat 512 millió voxel tartalmaz, a GB módszer esetén 423 564 751 doboz súlyát, míg az FG módszer esetén csupán 4096 doboz súlyát kell kiszámítani.

**4. táblázat** A lakunaritás számítás lépéseihez tartozó részeredmények a 8. ábrán látható példához: képméret  $M = 8$  voxel; dobozméret  $\varepsilon = 2$  voxel;  $P$  a doboz súlya (0 és 8 között változhat);  $n(P, \varepsilon)$  a dobozok száma; amelyek  $P$  számú objektumot tartalmaznak;  $Q(P, \varepsilon)$  a számított valószínűség;  $P \cdot Q(P, \varepsilon)$  és  $P^2 \cdot Q(P, \varepsilon)$  az első és második momentumok, míg  $Z^{(1)}$  and  $Z^{(2)}$  az első és második momentumok összege.  $A(2)$  az  $\varepsilon = 2$  voxel dobozméret esetén számított lakunaritás.

<b>P</b>	<b>n(P,ε)</b>	<b>Q(P,ε)</b>	<b>P·Q(P,ε)</b>	<b>P<sup>2</sup>·Q(P,ε)</b>
0	4	0,250	0	0
1	5	0,313	0,313	0,313
2	4	0,250	0,500	1,000
3	3	0,188	0,563	1,688
4-8	0	0	0	0
<b>Összesen:</b>	16	1	$Z^{(1)} = 1,375$	$Z^{(2)} = 3$
<b>Lakunaritás:</b>			$A(2) = 1,587$	$\ln(A) = 0,462$

#### 4.1.2. Kétdimenziós lakunaritás

A disszertációmban bemutatott összes lakunaritásértéket (mind a csúszódozómódszer, mind a rögzítetrács-módszer esetén) a csoportunk által fejlesztett Lac3D szoftverünk segítségével számoltuk. A számolásaink helyességének igazolására első lépésben a Lac3D szoftver helyes működését ellenőriztük. A **9.A-C ábrán** látható 2D mintázatok lakunaritását Plotnick és munkatársai határozták meg csúszódozómódszerrel [82]. A szoftverünk alkalmazhatóságának bizonyítására meghatároztuk ugyanezen mintázatok lakunaritását a Lac3D szoftverrel a GB módszert használva (**9.D ábra**). Az eredményeink jó egyezést mutattak a korábban közölt eredményekkel, amely bizonyítja, hogy az általunk fejlesztett 2D/3D számításokat végző szoftver (Lac3D) megbízható eredményeket szolgáltat.

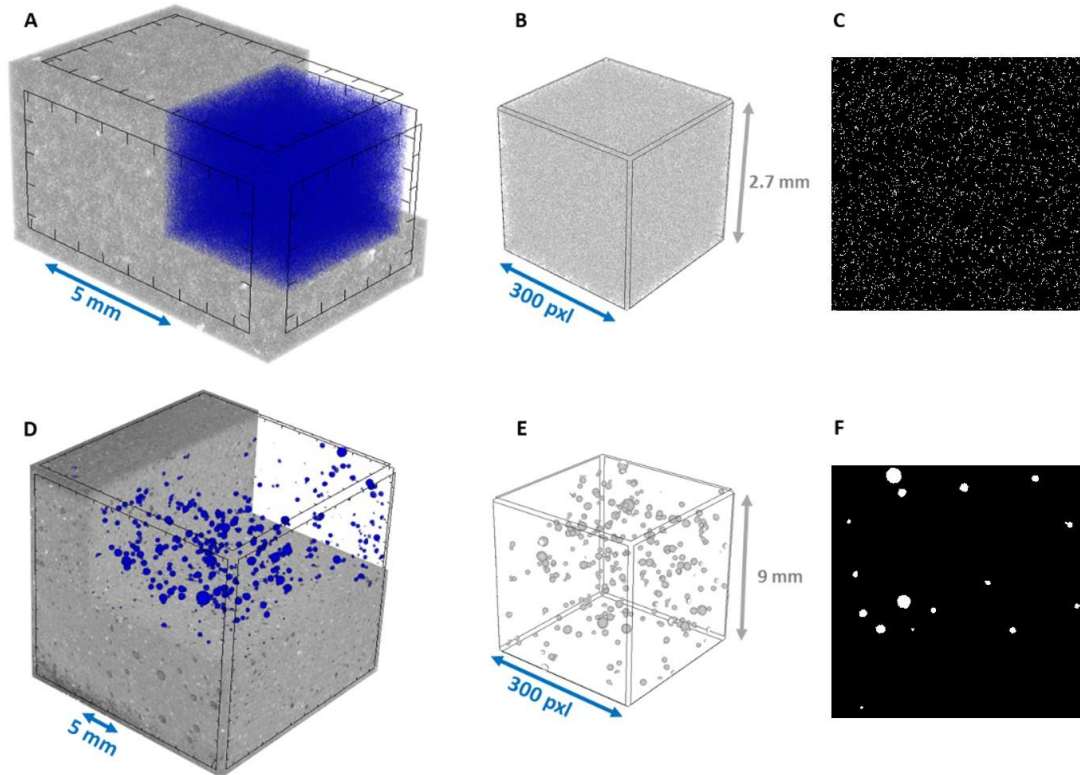


**9. ábra** Lakunaritás ( $A$ ) a dobozméret függvényében ( $\epsilon$ ) kettős logaritmusos skálán (D): az üres háromszögekkel, körökkel és négyzetekkel jelölt pontok jelölik az irodalmi értékeket, míg a vonalak jelölik az általunk számított lakunaritásértékeket az A, B és C mintázatok esetén.

#### 4.1.3. Az FGM és a GBM összehasonlítása számolási idő és pontosság tekintetében

##### 4.1.3.1. A modellrendszerek bemutatása

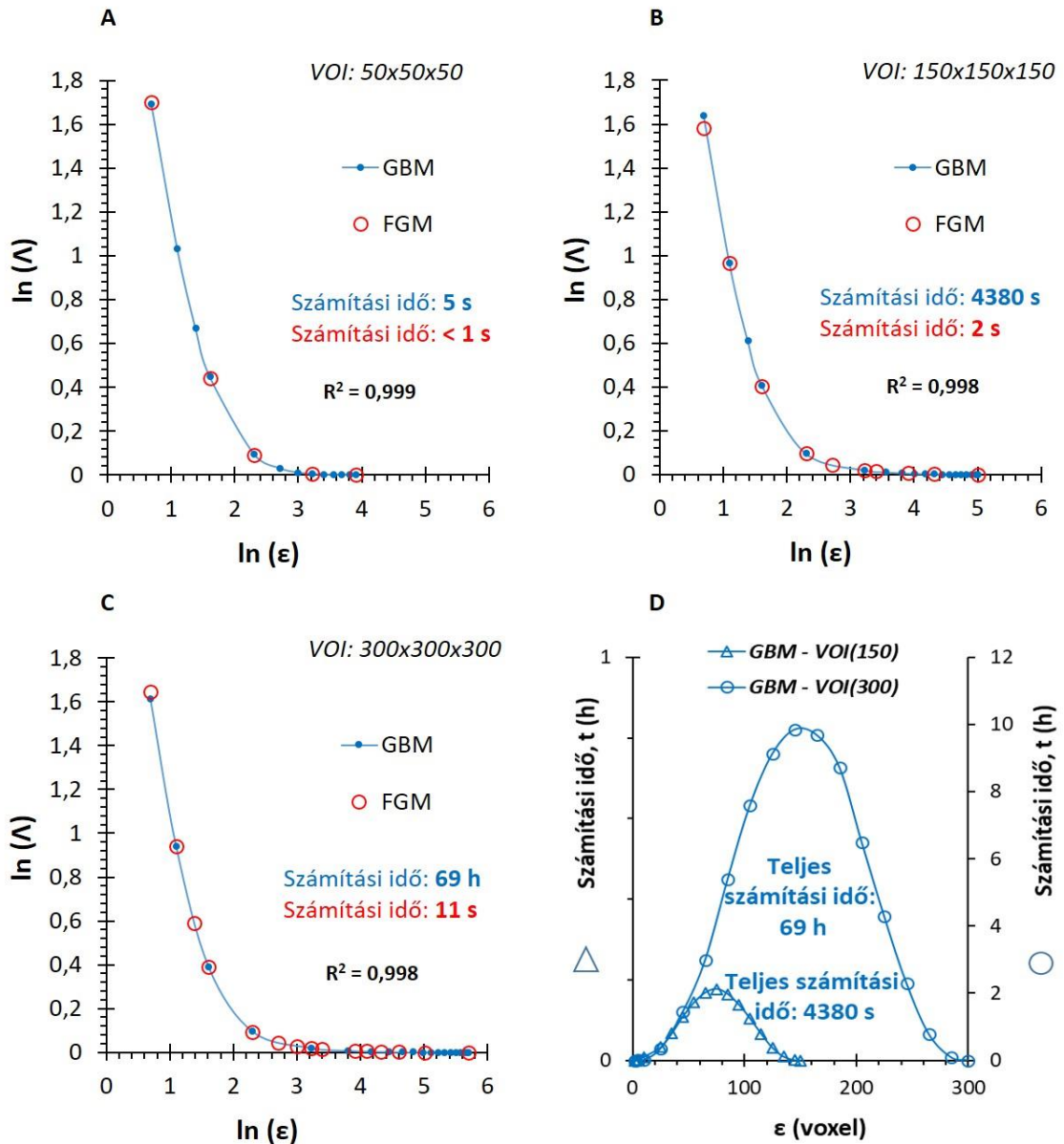
Miután igazoltuk a Lac3D szoftver alkalmazhatóságát kétdimenzióban, a továbbiakban kizárólag 3D számításokkal foglalkozunk. A két módszer (GBM és FGM) összehasonlítását pontosság és számítási idő tekintetében valós anyagtudományi mintákból származó 3D mikro-CT adatsorokon végeztük el. Egy közel homogén fáziseloszlású homokkő fűrómag- (**10.A-C ábra**) és egy nagymértékben heterogén pórusszerkezetű betonmintát ( $d < 1$  mm homokszemcsék és EN 197–1 CEM II/B-M (V-LL) 32,5 N cement) (**10.D-F ábra**) vizsgáltunk. Fontos megjegyezni, hogy az FGM esetén említett megszorítások (csak olyan dobozméreteket használunk, amelyek tökéletesen kitöltik a vizsgált térfogatot) miatt a dobozméreteket nem minden esetben fednek át tökéletesen a két módszer esetén.



**10. ábra** 3D térfogat-renderelt mikro-CT felvételek (A) egy homokkő fűrőmagminta (szürkeárnyalatos) homogén homokszemcse eloszlásáról (kék) és (D) egy betonkocka (szürkeárnyalatos) heterogén pórusrendszeréről (kék); (B és E) reprezentatív térfogatok (VOI) a fűrőmag és a betonmintákon végzett számításokhoz (kocka alakú térfogatok 300 voxeles oldalhosszúsággal;  $300 \times 300 \times 300$  voxel, azaz 27 000 000 bináris pont 3D-ben). (C és F) reprezentatív szeletek a 3D térfogatokból. A méretskálákban látható különbségek az A és D ábrákon a különböző pixelfelbontás eredménye: a fűrőmag minta esetén  $9 \mu\text{m}$ , a beton esetén  $30 \mu\text{m}$  pixelfelbontással készültek a felvételek.

#### 4.1.3.2. A homogén rendszer vizsgálata

Először a közel homogén fáziseloszlású homokkő minta esetén végeztünk lakunaritászámításokat. A **11.A-C ábra** ennek a mintának a lakunaritásgörbéit ábrázolja a dobozméret függvényében  $M = 50, 150,$  és  $300$  voxel VOI méretek esetén. A pontokat összekötő folytonos vonalak csak a könnyebb átláthatóságot segítik, nem hordoznak többletinformációt. Megfigyelhető, hogy a  $\ln(A)$  értéke kis dobozméretnél ( $\ln(\varepsilon) = 3,218;$   $\varepsilon = 25$ ) közel nullára csökken, amely nagymértékű homogenitásra utal. Ez az érték ráadásul nem növekszik jelentősen nagyobb VOI-k esetén sem, amely szintén a mintázat homogenitását mutatja. Jól látszik emellett, hogy a hagyományos GB módszer és az általunk bemutatott FG módszer eredményei jó egyezést mutatnak ( $R^2 \geq 0,998$ ) már egészen kis térfogatok esetén is.



**11. ábra** A fűrómag minta közel homogén fáziseloszlásának lakunaritása a dobozméret függvényében különböző VOI méretek esetén a csúszódoboz- (folytonos kék vonal pontokkal) és a rögzítettrács-módszerrel (piros körök) számítva: (A)  $50 \times 50 \times 50$ , (B)  $150 \times 150 \times 150$  és (C)  $300 \times 300 \times 300$  voxel. A (D) ábra a GBM tipikus számolási idejét mutatja minden pont esetén és a (B) és (C) ábrához tartozó teljes számolási időt. Fontos megjegyezni, hogy az FG módszer számolási ideje nem látható a (D) ábrán, mivel nem összemérhető a GB módszer számolási idejével.

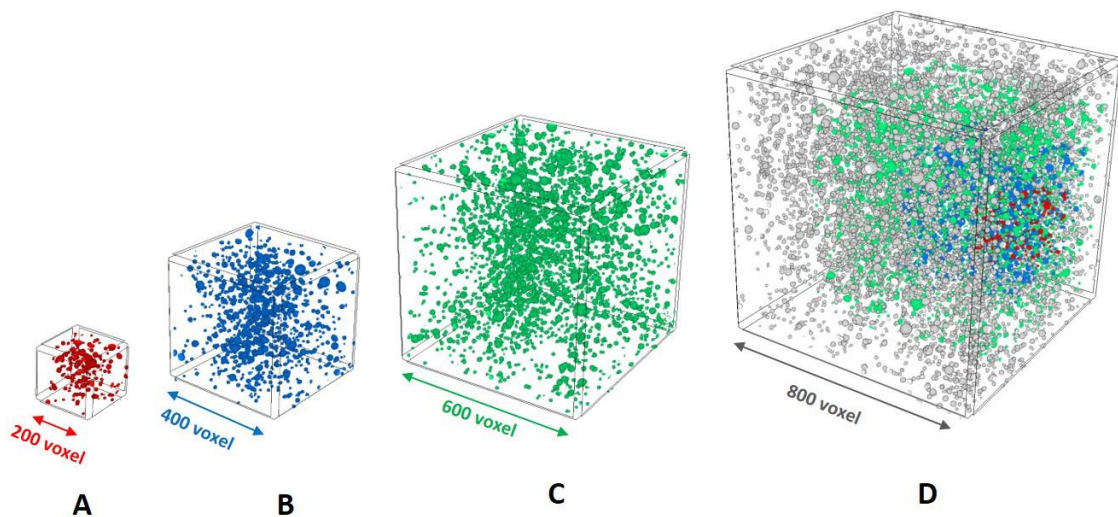
A fokozatosan növekvő VOI-khoz tartozó számolási idők a **11.D ábrán** láthatók. A GB módszer számolási idejét a növekvő dobozméretek esetén egy szimmetrikus haranggörbével írhatjuk le, amelynek a maximuma a VOI méret felének megfelelő dobozméretnél található. A számolási idő drasztikusan nő a növekvő VOI mérettel.  $M = 150$  voxel esetén a teljes dobozméret-tartományra a számolási idő valamivel több, mint 1 óra, míg ha a VOI oldalhosszúságát megduplázzuk ( $M = 300$  voxel) a számolási

idő 69 órára nő. Ezt a trendet követve a számítási idő még nagyobb (ezzel együtt a teljes térfogatra nézve reprezentatívabb) VOI-k esetén extrém nagyra nőne, ebből kifolyólag a GB módszer alkalmazása valós, nagy méretű 3D adatsorok esetén nem praktikus. Ezt a problémát egy későbbi fejezetben (**4.1.4. fejezet**) részletesen tárgyaljuk, és a továbbiakban a GB módszerrel csak szűkebb dobozméret tartományok ( $\varepsilon = 2-35$  voxel és  $\varepsilon = 2-55$  voxel) esetén végzünk számításokat.

Összességében megállapítható, hogy a homogén adatsor esetén a lakunaritás értéke viszonylag gyorsan stabilizálódott és a FG módszer jó közelítéssel ugyanazt az eredményt adta, mint a GBM, kis térfogatok esetén is. Ebből következik, hogy homogén rendszerek esetén az FGM nagy biztonsággal használható 3D lakunaritászámítások elvégzésére, hiszen megbízható eredményt szolgáltat, a GB módszerhez képest nagyságrendekkel rövidebb idő alatt.

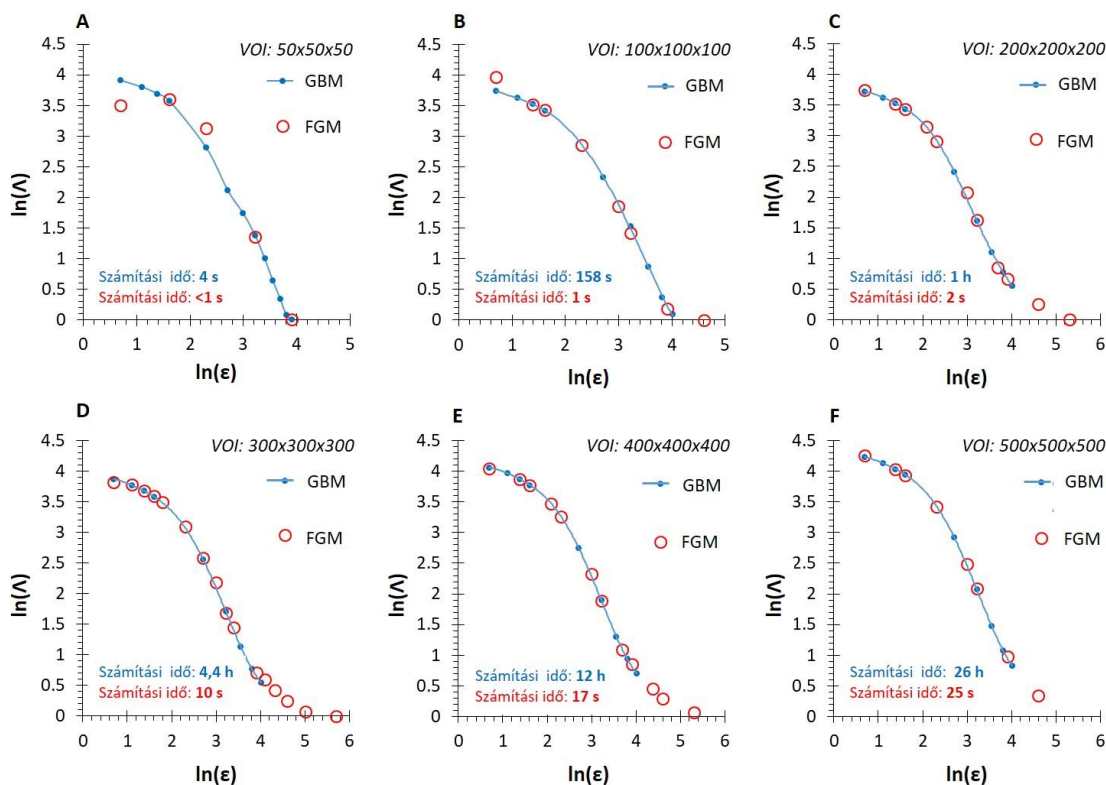
#### 4.1.3.3. A heterogén rendszer vizsgálata

Ugyanezeket a számításokat egy heterogén póruseloszlású betonminta esetén is elvégeztük. Az **12. ábrán** négy reprezentatív térfogatot jelenítettünk meg a betonkockáról készült 3D mikro-CT felvételekből. Ezek a kocka alakú térfogatok  $M = 200, 400, 600$  és  $800$  voxel oldalhosszúságúak és  $8, 64, 216$ , illetve  $512$  millió bináris pontból (voxelből) állnak. A **12.D ábrán** a kisebb térfogatok legnagyobb térfogatban való térbeli elhelyezkedése is látható.



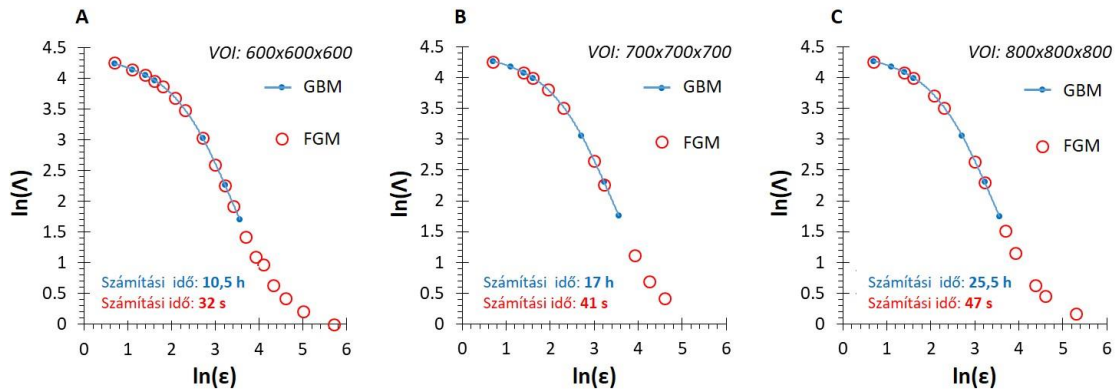
**12. ábra** 3D térfogat-renderelt mikro-CT felvételek a beton heterogén pórusszerkezetéről: a számolásokhoz kiválasztott kocka alakú reprezentatív térfogatok (VOI) (A) 200, (B) 400, (C) 600 és (D) 800 voxel oldalhosszúsággal (ezek  $8, 64, 216$  és  $512$  millió fekete-fehér adatpontnak felelnek meg háromdimenzióban). A (D) ábrán látható a kisebb térfogatok térbeli elhelyezkedése a legnagyobb térfogaton belül.

A két módszerrel számított lakunaritásgörbék  $M = 50, 100, 200, 300, 400$  illetve  $500$  voxel oldalhosszúságú térfogatok esetén az **13. ábrán** láthatók. A GB módszerrel csak a dobozméreték kisebb tartományára számítottuk ki a lakunaritásértékeket (ebben az esetben  $\varepsilon = 2-55$  voxel) a rendkívül hosszú számítási idő miatt. A tendencia és az FG módszerrel számított értékek pontossága a GBM-hez viszonyítva ezen a kisebb tartományon is egyértelműen látszik. A **13.A-B ábrán** jól látszik, hogy a két módszer eredményei között jelentős eltérés tapasztalható ( $R^2 = 0,991$ ) kis VOI méretek ( $M = 50$  és  $100$  voxel) esetén. Ezt az alul-mintavételezettség okozhatja, amely főleg kis térfogatok esetén okoz problémát, és lényegesen kisebb a jelentősége homogén rendszerek esetén, amely szoros összefüggésben áll a lakunaritás statisztikus jellegével. Az  $M$  növelésével azonban nagymértékű csökkenés figyelhető meg a két módszerrel számított értékek közötti eltérésben (**13.C-F ábra**). Kis térfogatok esetén a lakunaritásgörbe letörik (a lakunaritás logaritmus a nullához közeli lesz)  $\ln(\varepsilon) = 3,912$  ( $\varepsilon = 50$  voxel) dobozméretnél, míg nagyobb térfogatok esetén ez az érték közelebb van  $\ln(\varepsilon) = 5$  ( $\varepsilon = 150$  voxel)-hez. A VOI növekedésével az adatsor reprezentatívabb lesz a teljes minta térfogára vonatkoztatva, viszont ennek az ára a nagyságrendekkel hosszabb számítási idő. A teljes számítási idő a GB módszerrel  $M = 300$  voxel oldalhosszúságú VOI esetén  $69$  óra, a teljes dobozméret-tartományra. A számítási idő egy ugyanekkora térfogatra, de limitált dobozméret-tartományra ( $\varepsilon = 2-55$  voxel)  $4,4$  óra (**13.D ábra**), míg ugyanerre a tartományra egy nagyobb ( $M = 500$  voxel) térfogat esetén a számolás közel  $26$  óra (**13.F ábra**). Ezzel szemben ugyanezekre a térfogatokra a rögzítettrács-módszerrel a teljes dobozméret-tartományra a számítási idő  $10$ , illetve  $25$  másodperc volt.



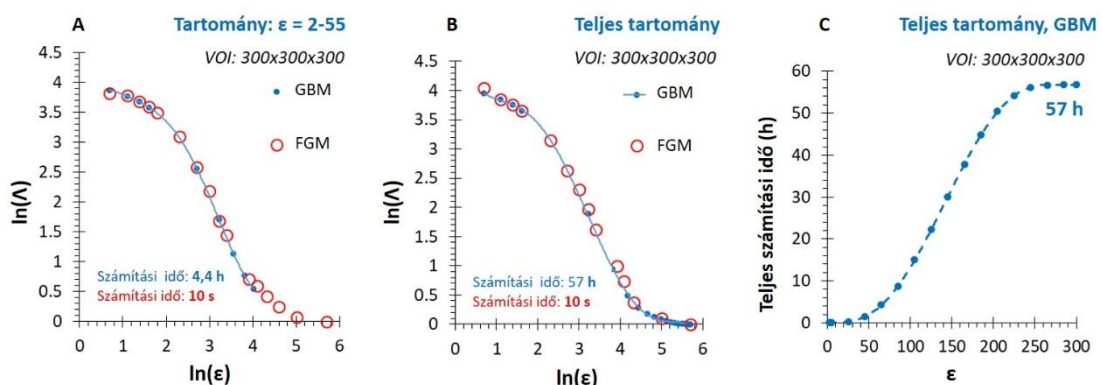
**13. ábra** A betonminta közel heterogén zárt pórusrendszerének lakunaritása a dobozméret függvényében különböző VOI méretek esetén a csúszódoboz- (folytonos kék vonal pontokkal) és a rögzítetrács-módszerrel (piros körök) számítva: (A)  $50 \times 50 \times 50$ , (B)  $100 \times 100 \times 100$ , (C)  $200 \times 200 \times 200$ , (D)  $300 \times 300 \times 300$ , (E)  $400 \times 400 \times 400$  és (F)  $500 \times 500 \times 500$  voxel. A lakunaritásértékeket a csúszódobozmódszerrel kizárólag az  $\varepsilon = 2, 3, 4, 5, 15, 25, 35, 45$  és 55 voxel dobozméretek esetén számítottuk.

Még nagyobb VOI-k ( $M = 600, 700$  illetve  $800$  voxel) esetén a számolásokat a GB módszer esetén egy még szűkebb dobozméret-tartományon ( $\varepsilon = 2-35$  voxel) végeztük el. A **14. ábrán** látható, hogy az egyezés a két módszer eredményei között majdnem tökéletes ( $R^2 = 0,999$ ) ezen a tartományon, amiből arra következtetünk, hogy az FG módszer a teljes tartományon megbízhatóan használható. A GBM számolási ideje  $M = 800$  voxel,  $\varepsilon = 2-35$  voxel és  $M = 500$  voxel,  $\varepsilon = 2-55$  voxel esetén megegyezett (kb. 26 óra). A lakunaritásgörbe további részéről az FGM szolgáltat megbízható információt, viszonylag gyorsan ( $t < 1$  min), ami a GBM számolási idejéhez képest elhanyagolható.



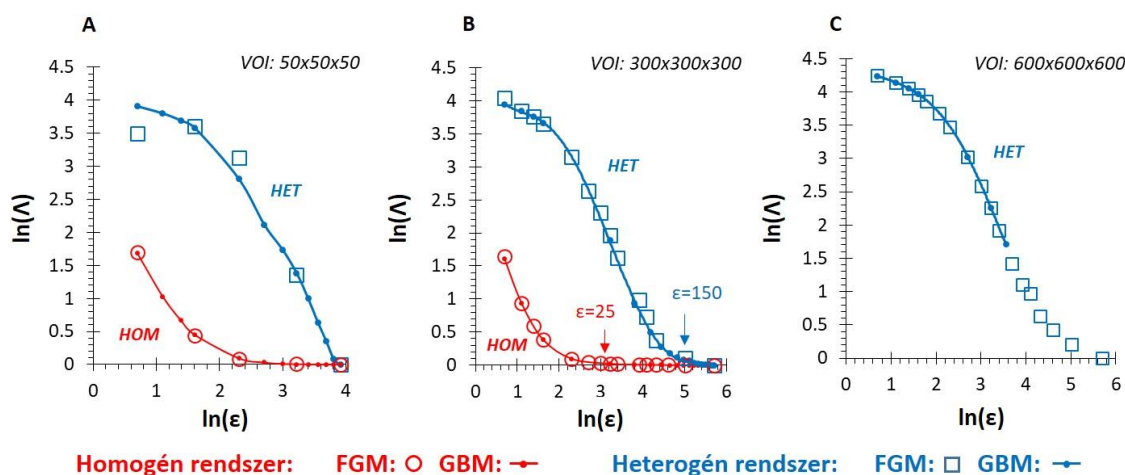
**14. ábra** A betonminta közel heterogén zárt pórusrendszerének lakunaritása a dobozméret függvényében különböző VOI méretek esetén a csúszódoboz- (folytonos kék vonal pontokkal) és a rögzítetttrács-módszerrel (piros körök) számítva: (A)  $600 \times 600 \times 600$ , (B)  $700 \times 700 \times 700$ , (C)  $800 \times 800 \times 800$  voxel. A lakunaritásértékeket a csúszódobozmódszerrel kizárólag az  $\epsilon = 2, 3, 4, 5, 15, 25$  és  $35$  voxel dobozméretek esetén számítottuk.

Annak bizonyítására, hogy a pontosság meghatározásához egy szűkebb dobozméret-tartomány vizsgálata is elegendő elvégeztünk egy ellenőrző számítást, amelynek eredményei a **15. ábrán** láthatók: a **15.A ábra** egy szűkebb dobozméret-tartományt, míg a **15.B ábra** a teljes  $\epsilon$  értéktartományt bemutatja. Az enyhe különbségeket az okozza, hogy a két számításhoz kiválasztott VOI-k ugyanannak a mintának különböző részén helyezkednek el. Jól látható, hogy az első szakaszon tapasztalt kiváló egyezés a két módszer eredményei között a teljes tartományra vonatkozóan is megmarad. Az **15.C ábra** az integrált számítási időket mutatja  $M = 300$  voxel oldalhosszúságú VOI esetén, amely kiadja a teljes számítási időt (57 óra), ami a teljes dobozméret-tartományra vonatkozik a csúszódobozmódszer esetén.



**15. ábra** Lakunaritásgörbék és a teljes számítási idők összehasonlítása a betonminták heterogén pórusszerkezetére vonatkozóan  $300 \times 300 \times 300$  voxel VOI méret esetén a csúszódobozmódszer (folytonos kék vonalak pontokkal) és a rögzítetttrács-módszer (piros körök) esetén: (A) egy szűkebb ( $\epsilon = 2-55$  voxel) dobozméret-tartományt, (B) pedig a teljes dobozméret-tartományt mutatja be a VOI-n belül. A csúszódobozmódszer teljes számolási ideje a növekvő dobozmérettel a (C) ábrán látható.

A lakunaritásgörbe alakja is hasznos információt hordoz a szerkezetek heterogenitásával kapcsolatban (lásd **16. ábra**). Homogén rendszerek esetén a görbe gyorsan csökkenő tendenciát mutat. A növekvő heterogenitással a görbe ellaposodik. Homogén rendszerek esetén az  $\ln(\Lambda)$  érték viszonylag gyorsan, kis dobozméretnél ( $\varepsilon = 15$  voxel) közel nullára csökken, míg a heterogén rendszer esetén ez jelentősen nagyobb dobozméret ( $\varepsilon = 150$  voxel) esetén következik be. A két különböző szerkezet heterogenitását összehasonlíthatjuk egy adott dobozméretnél vett  $\ln(\Lambda)$  értékek alapján (ez esetben nagyon fontos a dobozméret gondos megválasztása), illetve a dobozméret, ahol a görbe közel nulla értéket vesz fel, szintén jól mutatja a különbségeket.



**16. ábra** A lakunaritásgörbék összehasonlítása a fűrómagminta homogén szemcseeloszlása (piros) és a betonminták heterogén pórusszerkezete (kék) esetén különböző VOI méretekre a csúszódoboz- (folytonos vonalak pontokkal) és a rögzítetrács-módszerrel (körök és négyzetek) számolva: (A)  $50 \times 50 \times 50$ , (B)  $300 \times 300 \times 300$ , (C)  $600 \times 600 \times 600$  voxel.

#### 4.1.4. számítási idők részletes elemzése

A számítási idő a pontos és részletes lakunaritászámítás egyik sarkalatos pontja. Miután homogén és heterogén rendszerek esetén összehasonlítottuk a két módszert (FGM és GBM) pontosság és számítási idő tekintetében, részletesebben is elemeztük a VOI méret, az alkalmazott számítási rendszer és a számítási mód hatását a számítási időre, mért és becsült eredmények bemutatásán keresztül. A számítási időkkel kapcsolatos legfontosabb adatok az **5. táblázatban** kerültek bemutatásra az  $M = 100-800$  voxel oldalhosszúságú térfogatok esetén. Szinte minden paraméter (adatpontok száma, dobozok száma, számítási idő) értéke ugrásszerűen növekszik a vizsgált térfogat növekedésével. A dobozok számából és az egy dobozra jutó műveletek számából a teljes számítási idő

kiszámítható adott dobozméret-tartományra és lépésközre. A táblázat számolt értékeket tartalmaz a GB módszer esetén a teljes számítási időre ( $\varepsilon = 2-55$  voxel tartományra), amelyek jó egyezést mutatnak a **13. ábrán** bemutatott számítási időkkal. Az is jól látszik, hogy az FGM eredmények jó egyezést mutatnak a GBM eredményekkel  $M = 200$  voxel oldalhosszúságú térfogatoktól kezdődően ( $R^2 = 0,998-0,999$ ), miközben a teljes számítási idő egy perc alatt marad, még az  $M = 800$  voxel méretű VOI esetében is. Ezek az eredmények alátámasztják, hogy a rögzítettrács-módszer használható valós 3D mikro-CT adatsorok esetén a lakunaritás meghatározására. Összességében elmondható, hogy kisebb, heterogén adatsorok esetén a GB módszer alkalmazása a javallott, hiszen a számítási idők ilyen esetben még nem térnek el jelentősen egymástól, minden más esetben viszont célszerűbb az FGM használata (homogén és nagy méretű adatsorok esetén).

**5. táblázat** A voxelek számának és  $\varepsilon = 50$  voxel dobozméret esetén a dobozok számának összehasonlítása FGM és GBM esetén, a teljes számítási idő a GBM esetén szűkebb dobozméret-tartományra ( $\varepsilon = 2-55$  voxel), FGM esetén pedig a teljes  $\varepsilon$  értéktartományra és az illesztés jósága különböző VOI méretek esetén.

VOI	Adatpontok	Dobozok száma $\varepsilon = 50$		Számítási idő $\varepsilon = 2-55^*$	Számítási idő teljes tartomány	Illesztés jósága <b>**</b>
		FGM	GBM	t (h), GBM	t (s), FGM	$R^2$
100	1 000 000	8	132 651	0,04	1	0,991
200	8 000 000	64	3 442 951	1,00	2	0,999
300	27 000 000	216	15 813 251	4,48	10	0,998
400	64 000 000	512	43 243 551	12,11	17	0,999
500	125 000 000	1000	91 733 851	25,56	25	0,999
600	216 000 000	1728	167 284 151	48,96	32	0,999
700	343 000 000	2744	275 894 451	80,56	41	0,998
800	512 000 000	4096	423 564 751	123,47	47	0,999

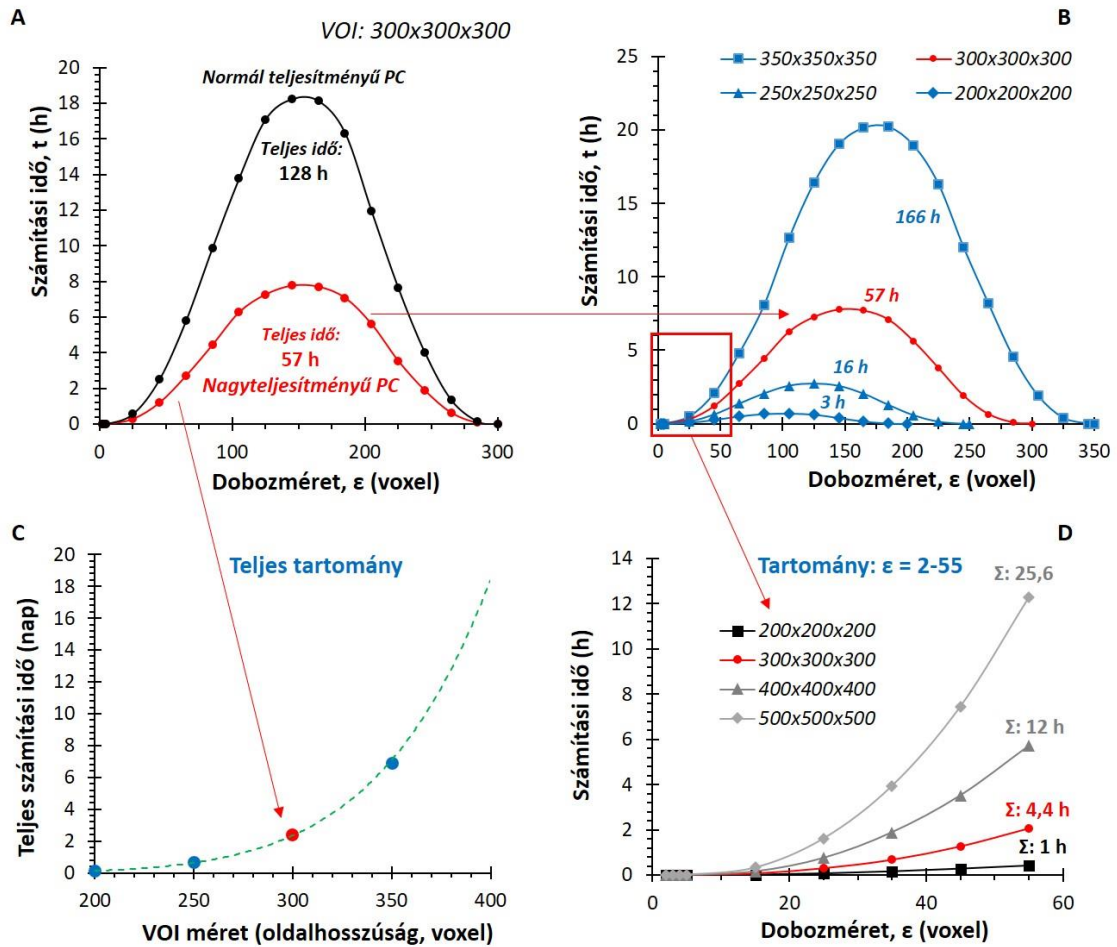
\*Vizsgált dobozméretek: 2, 3, 4, 5, 15, 25, 35, 45, 55 voxel.

\*\*Az illesztett lineáris görbe  $R^2$  értéke, amikor a GBM adatpontokat az FGM adatpontok függvényében ábrázoljuk.

#### 4.1.4.1. A mért számítási idők elemzése GB módszer esetén

A számítási idők összehasonlítása különböző számítási rendszerek és növekvő VOI méretek esetén a **16. ábrán** látható. Az ábrán látható összes számolást a GB módszerrel

végeztük és az ábra minden részén pirossal jelöltük az  $M = 300$  voxel méretű VOI-hoz tartozó eredményeket a jobb összehasonlíthatóság kedvéért.



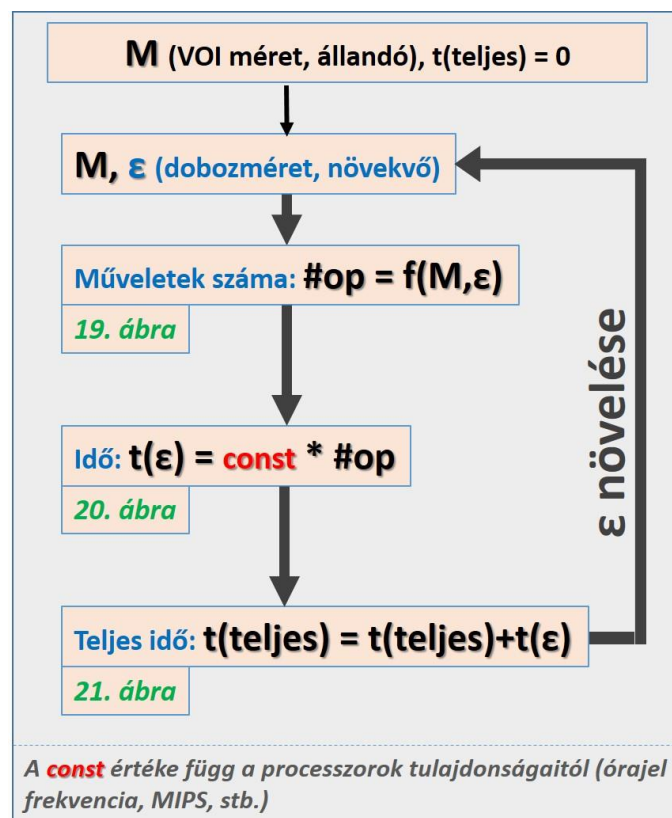
**17. ábra** A csúszódobozmódszer számítási ideje: (A) számítási idők összehasonlítása  $300 \times 300 \times 300$  voxel VOI esetén normál (nPC) és nagyteljesítményű (hpPC) PC használata esetén a teljes dobozméret-tartományra; (B) számítási idők 200 és 350 voxel oldalhosszúság közötti VOI-k esetén hpPC használatával; (C) a teljes számítási idő növekedése a teljes dobozméret-tartományra a VOI növekedésével hpPC használatával; (D) számítási idők 200 és 500 voxel oldalhosszúság közötti VOI-k esetén szűkebb ( $\epsilon = 2-55$  voxel) dobozméret-tartományra.

A **17.A ábrán** két különböző teljesítményű személyi számítógép (PC) esetén kapott számítási idők láthatók  $M = 300$  voxel VOI méret esetén. Jól látható, hogy a normál teljesítményű PC (Intel® Core™ i3-2348M @ 2,3 GHz processzor) esetén a számítási idők jelentősen hosszabbak, mint a nagyteljesítményű PC (Intel® XEON® E5-2640 v4 @ 2,4 GHz processzor) esetén. A **17.B ábra** a nagyteljesítményű PC számítási ideit mutatja különböző VOI méretek ( $M = 200, 250, 300$  és  $350$  voxel) esetén. A korábbi eredményeinkkel megegyező módon azt találtuk, hogy kis térfogatnövekedés is hatalmas

időbeli eltérést jelent: a növekvő VOI-k számolási ideje 3, 16, 57 és 166 óra volt. A **17.C ábrán** a teljes dobozméret-tartományra vonatkozó számítási idők ugrásszerű növekedése figyelhető meg növekvő VOI méretek esetén, amely jól mutatja, hogy miért van szükség arra, hogy a GB módszerrel csak szűkebb dobozméret-tartományokat vizsgáljunk és arra, hogy nagy méretű mikro-CT adatsorok esetén az FG módszert alkalmazzuk.

#### 4.1.4.2. A GBM és az FGM számolási idejének becslése és összehasonlítása

Ahogy korábban említettük, a teljes számítási idő adott VOI méretre számítható adott  $\varepsilon$  értéktartományra a dobozok és az egy dobozra jutó műveletek számából (a számítási idő a műveletek számával arányos)(lásd **18. ábra**).



**18. ábra** A műveletek számának és a számítási idők meghatározási módjának vázlata.

Egy adott VOI méret ( $M$ ) és dobozméret ( $\varepsilon$ ) esetén a műveletek száma, amely arányos a VOI-ban található dobozok számának és az egy dobozra eső voxelek számának szorzatával meghatározható ( $\#op$ ): a dobozok száma FGM esetén  $(M/\varepsilon)^3$ , GBM esetén pedig  $(M-\varepsilon+1)^3$ , míg a voxelek szám a dobozban  $\varepsilon^3$  ( $\varepsilon$  oldalhosszúságú kocka), ahol  $M$  és

$\varepsilon$  egész számok. Így ezek a szorzatok FGM esetén  $M^3$ , GBM esetén pedig  $\varepsilon^3(M-\varepsilon+1)^3$  (#op független a dobozmérettől FGM esetén).

Így a műveletek száma:

$$\#op(FGM) = const \cdot M^3 \quad (7)$$

$$\#op(GBM) = const \cdot \varepsilon^3(M - \varepsilon + 1)^3 \cong const \cdot \varepsilon^3(M - \varepsilon)^3 \quad (8)$$

További műveletekkel (GBM esetén):

$$\varepsilon^3(M - \varepsilon)^3 = \varepsilon^3[M^3 - \varepsilon^3 - 3M\varepsilon(M - \varepsilon)] = M^3\varepsilon^3 - \varepsilon^6 - 3M^2\varepsilon^4 + 3M\varepsilon^5 \quad (9)$$

Ha feltesszük, hogy  $x = M/\varepsilon$ , az előző egyenlet így módosul:

$$M^3M^3 \left( \frac{1}{x^3} - \frac{1}{x^6} - \frac{3}{x^4} + \frac{3}{x^5} \right) = k \cdot M^3 \quad (10)$$

ahol

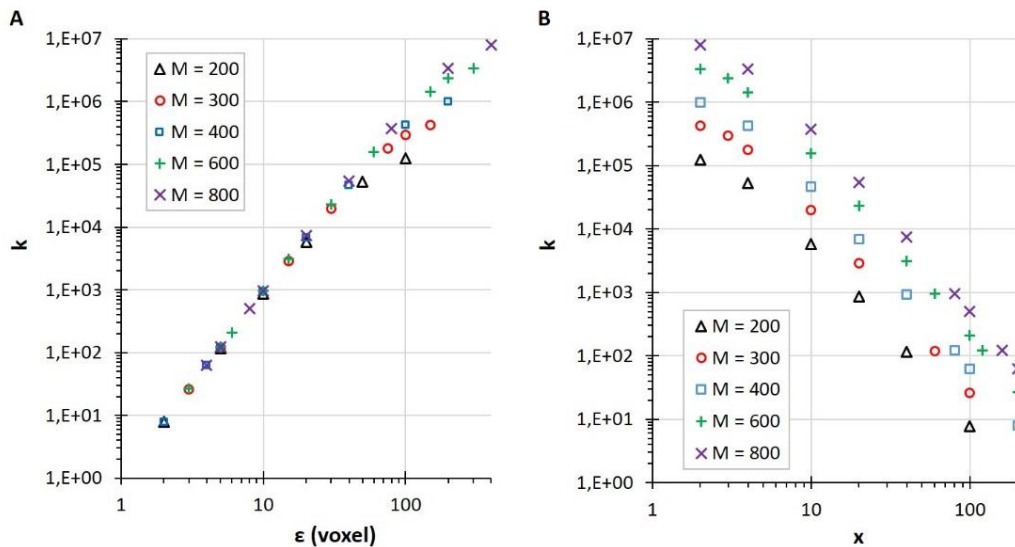
$$k = M^3 \left( \frac{1}{x^3} - \frac{1}{x^6} - \frac{3}{x^4} + \frac{3}{x^5} \right) \quad (11)$$

$k$  megadja a műveletek számának különbségét a két módszer (FGM és GBM) között:

$$\#op(FGM) = const \cdot M^3 \quad (12)$$

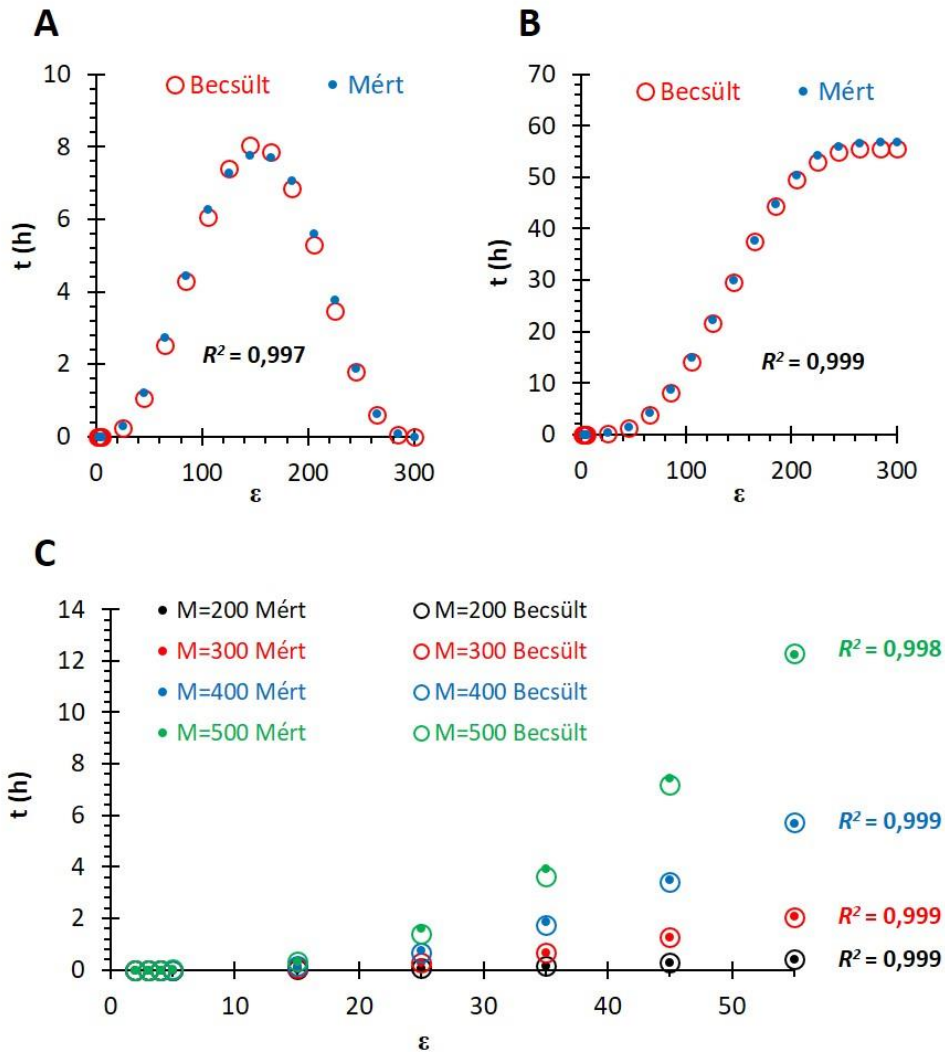
$$\#op(GBM) = const \cdot M^3 \cdot k \quad (13)$$

A  $k$  vs.  $\varepsilon$  (19.A ábra) és a  $k$  vs.  $x$  (19.B ábra) függvényeken jól látható a növekvő trend a növekvő VOI és dobozmérettel ( $M$  és  $\varepsilon$ ;  $M \geq \varepsilon$ ) és a csökkenő  $x$  értékekkel. Megfigyelhető, hogy a növekvő dobozmérettel és a csökkenő  $x = M/\varepsilon$  aránnyal a műveletek számának különbsége és így a számítási idők különbsége az FG és a GB módszer esetén több nagyságrend is lehet. Ez okozza, hogy nagy méretű adatsorok esetén a GBM számolási ideje napokban vagy akár hetekben mérhető.



19. ábra A  $k$  vs.  $\varepsilon$  (A) és  $k$  vs.  $x$  (B) görbék kettős logaritmusos skálán ábrázolva ( $x = M/\varepsilon$ ), amelyen megfigyelhető, hogy a műveletek száma növekszik a növekvő VOI ( $M$ ) és dobozmérettel ( $\varepsilon$ ).

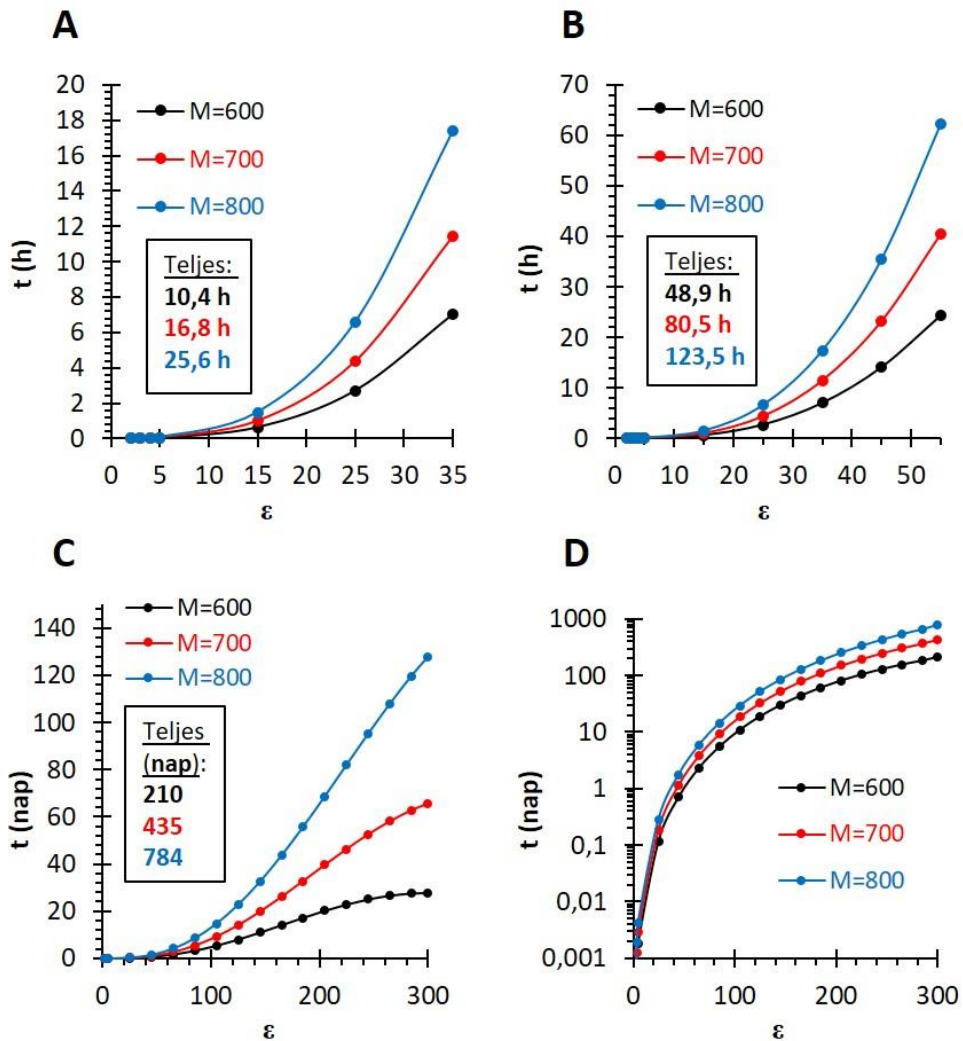
A **20. ábra** számolási példákat mutat be, amelyeken összehasonlíthatjuk a becült és a mért számítási időket a GB módszer esetén. Az eredmények jó közelítéssel megegyeznek ( $R^2 > 0.997$ ). Ez a jó egyezés lehetővé teszi, hogy nagy biztonsággal becsljük a számítási időket nagyobb VOI méretek esetén is.



**20. ábra** Mért és becült számítási idők a csúszódobozmódszer esetén: (A) a becült (piros körök) és a mért (kék pontok) számítási idők összehasonlítása adott dobozméretek esetén ( $\epsilon = 2, 3, 4, 5, 25, 45, \dots, 265, 285, 300$  voxel)  $300 \times 300 \times 300$  voxel VOI méretre a teljes dobozméret-tartományon; (B) a becült (piros körök) és a mért (kék pontok) integrált számítási idők  $300 \times 300 \times 300$  voxel VOI méretre a teljes dobozméret-tartományon az (A) részben bemutatott dobozméreteket vizsgálva; (C) mért (pontok) és becült (üres körök) számítási idők növekvő  $\epsilon$  és  $M$  értékek esetén ( $\epsilon = 2, 3, 4, 5, 15, 25, 35, 45, 55$  voxel).

Ezt követően nagyobb térfogatok esetén is becsltük a számítási időket: a **21. ábrán** a becült számítási időket jelenítettük meg a dobozméret függvényében  $M = 600, 700$  illetve  $800$  voxel VOI méretek esetén szűkebb ( $\epsilon = 2-35$  és  $2-55$  voxel,  $10$  voxeles lépésközzel) és tágabb ( $\epsilon = 2-300$  voxel,  $20$  voxeles lépésközzel) dobozméret-

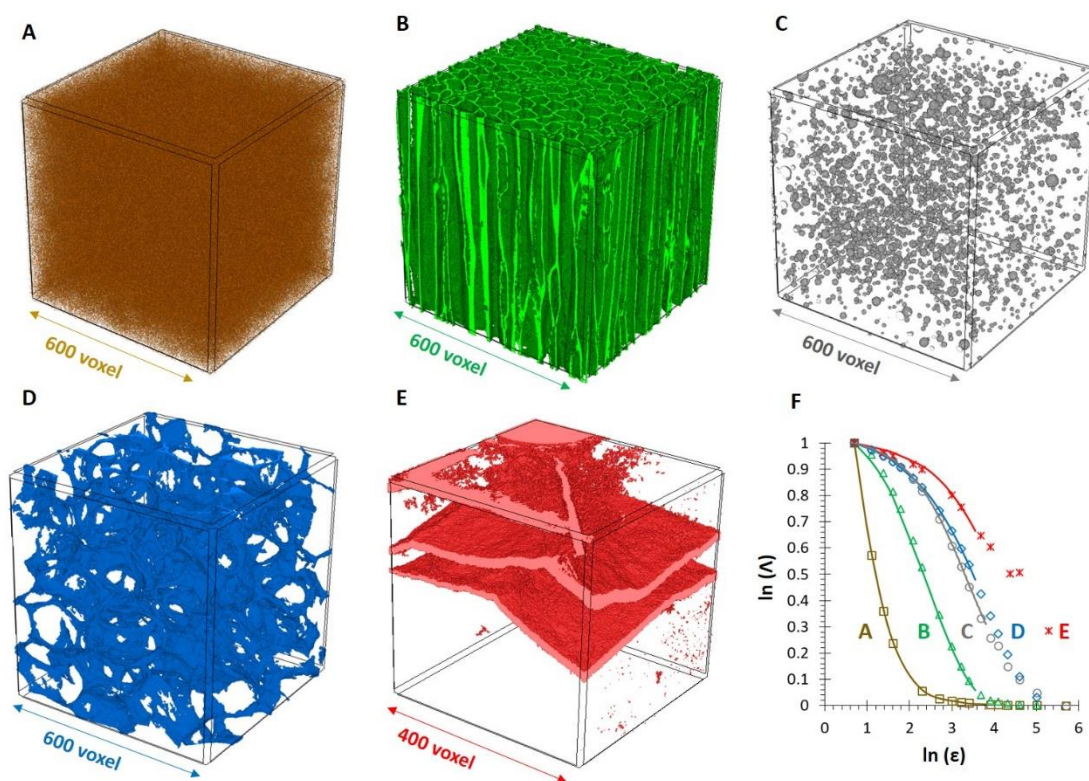
tartományokon. A haranggörbe jellegzetességei miatt a teljes számítási idő a teljes tartományra a fél tartomány kétszerese.



**21. ábra** Becsült számítási idők  $M = 600, 700$  és  $800$  voxel oldalhosszúságú VOI-k esetén (A)  $\varepsilon = 2-35$  voxel, (B)  $\varepsilon = 2-55$  voxel és (C)  $\varepsilon = 2-300$  voxel dobozméret-tartományokon; (D) az összesített számítási időket mutatja a C ábrán bemutatott adatsorokra. A szövegdoxok (A-C) a teljes számítási időket tartalmazzák.

#### 4.1.5. Tipikus anyagtudományi példák bemutatása

Az FG módszer alkalmazhatóságát való életből vett példákon is bizonyítottuk. Ehhez lakunaritászámításokat végeztünk tipikus anyagtudományi mintákon, közel homogén szerkezettől egészen heterogénig.



**22. ábra** Reprezentatív térfogatok öt különböző minta 3D mikro-CT felvételeiből ((A) egy mészkőminta pórusrendszere, (B) a rendezett rostok egy faipari minta belsejében, (C) egy habarcsminta pórusrendszere, (D) egy Al hab váza és (E) egy andezit kőzetminta belsejében található töréshálózat) és (F) a hozzájuk tartozó csúszódobozmódszerrel (folytonos vonal) és a rögzítetttrács-módszerrel (pontok) számított lakunaritásgörbék.

A **22.A-E ábrán** láthatók az öt különböző mintából kiválasztott VOI-k, amelyeken a lakunaritásszámításokat elvégeztük (VOI méret  $M = 400$  és  $600$  voxel közötti): az **A** egy mészkő minta pórusszerkezete, a **B** egy faipari termék rendezett rostjai, a **C** egy habarcs minta pórusszerkezete, a **D** egy alumínium hab váza, az **E** pedig egy andezit kőzetben található repedéshálózat. A **22.F ábrán** a mintákhoz tartozó normált lakunaritásgörbék láthatók. Az egymással való könnyebb összehasonlíthatóság érdekében a lakunaritásértékeket minden esetben a legnagyobb értékre normáltuk. A minták **A-E**-ig növekvő heterogenitás szerint vannak sorba rendezve, amely szabad szemmel is jól látható. A lakunaritásgörbék kiváló lehetőséget nyújtanak a különbségek számszerűsítésére: a lakunaritásérték  $\ln(\epsilon) = 3,219$  ( $\epsilon = 25$  voxel) dobozméretnél  $\ln(A) = 0,058, 0,149, 0,529, 0,597$  és  $0,755$ . A heterogenitást emellett jól jellemzi, hogy mekkora dobozméretnél veszi fel először a nulla értéket a lakunaritásgörbe, amely a növekvő heterogenitással a mintáink esetében növekszik. Ezt a megközelítést csak akkor alkalmazhatjuk, ha a minta nem tartalmaz rejtett mintázatokat, tehát a lakunaritásgörbe

szigorúan monoton csökkenő. A **22.F ábrán** a folytonos vonalak a GB módszer eredményeit, a pontok pedig az FG módszer eredményeit mutatják; egyértelműen látszik, hogy a két módszer eredményei jó egyezést mutatnak. Fontos megjegyezni, hogy további következtetéseket ezen minták szerkezetével vagy tulajdonságaival kapcsolatban nem tudunk levonni ezek alapján a mérések alapján, hiszen az egyes mintákat különböző pixelfelbontással vettük fel. Ez a fejezet egy áttekintést biztosít a különböző heterogenitású szerkezetek megjelenésének és a lakunaritásgörbék alakjának összehasonlítására.

#### **4.1.6. Összegzés**

Sikeresen alkalmaztuk az rögzítetrács-módszert mikro-CT-alapú lakunaritás ( $A$ ) meghatározására különböző anyagtudományi minták esetén és összehasonlítottuk az eredményeket az elterjedten használt csúszódobozmódszer eredményeivel. Az FGM legnagyobb előnye, hogy jelentősen kevesebb dobozt használ a számításokhoz, így a számítási ideje nagyságrendekkel rövidebb. A különbség annyira jelentős (több száz óra helyett másodpercek), hogy az új módszer lehetővé teszi valós 3D mikro-CT adatsorokon lakunaritás meghatározását, amely korábban az óriási számítási igény miatt elérhetetlennek tűnt. Az FGM hátlütője, hogy a kevesebb adatpont ronthatja a pontosságot, azonban ez főként kis méretű adatsorok esetén jelenik meg, nagy méretű adatsorok esetén gyakorlatilag elhanyagolható. A pontosság  $R^2 = 0,991$ -ről  $0,999$ -re nő a növekvő mérettel és homogenitással, tehát az FGM rutinszerűen alkalmazható nagy méretű (nagyobb, mint  $M = 200$  voxel oldalhosszúságú kocka alakú térfogatok) 3D adatsorokon lakunaritászámításra gyorsan és nagy pontossággal. Az eredményeink alapján azt javasoljuk, hogy a lakunaritászámítást a mindennapi mikro-CT vizsgálatok részévé kellene tenni. Kisebb adatsorok esetén a lakunaritást célszerű a hagyományos csúszódoboz-algoritmus segítségével számolni, de nagyobb mikro-CT adatsorok esetén a rögzítetrács-módszerét érdemes alkalmazni. A lakunaritászámítás a 3D mikro-CT mellett más 3D képalkotó eljárásokkal (pl. kétsugaras pásztázó elektronmikroszkópia, mágneses rezonancia képalkotás, konfokális mikroszkópia) nyert adatsorok esetén is alkalmazható, nem csak anyagtudományi felhasználásra.

## **4.2. Lakunaritás a gyakorlatban**

Tekintettel arra, hogy a lakunaritás anyagtudományi szempontból rendkívül fontos, hiszen például a pórusok térbeli eloszlása hatással van a mechanikai tulajdonságokra és a

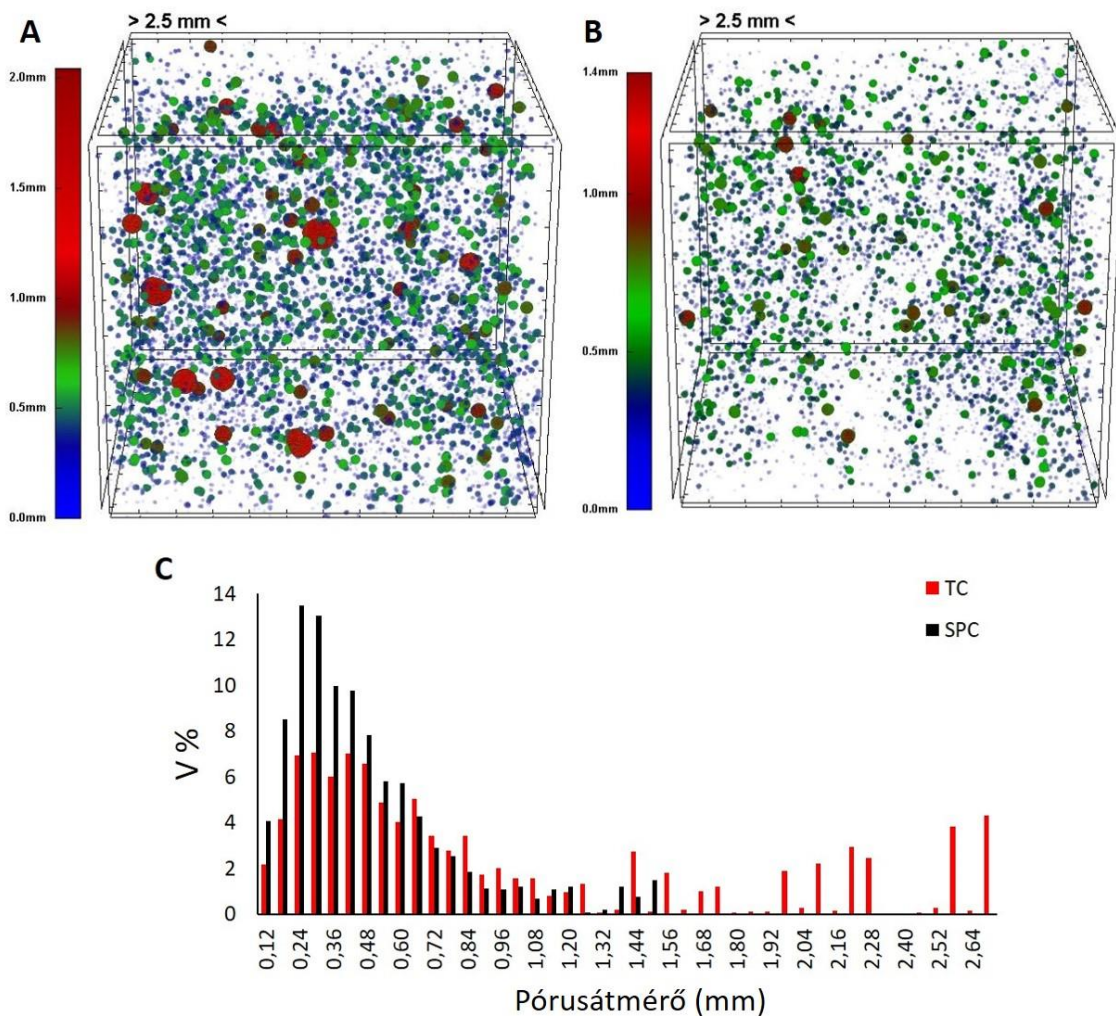
hővezetőképességre, valós rendszerek esetén is vizsgáltuk a lakunaritást. Ehhez kétféle típusú rendszert vizsgáltunk: az egyik esetben különböző tulajdonságokkal bíró minták összehasonlítására használtuk a lakunaritást (hagyományos és szuperfolyósító adalékanyag hozzáadásával készült betonkockák), a másik esetben pedig egy folyamat nyomon követésére alkalmaztuk (kétkomponensű szemcsés rendszer keverése). Mindkét esetben részt vettem a kísérletek megtervezésében és az én feladatomból volt a mikro-CT mérések elvégzése, a felvételek rekonstrukciója, a képfeldolgozás, a lakunaritászámítások elvégzése és az eredmények elemzése. A keverési kísérletek eredményeit 2023-ban az *Oxford Open Materials Science* nevű folyóiratban közzétettük [167], a betonmintákkal kapcsolatos eredményeinket pedig az idei évben nyújtottuk be közlésre a *Composite Structures* nevű folyóiratba.

#### **4.2.1. Különböző porozitású betonminták vizsgálata**

Mivel a beton mikro-CT-vel széles körben vizsgált anyag, és a pórusszerkezete nagy hatással van a különböző tulajdonságaira, ezt választottuk modellrendszernek a részletes porozitás-elemzéshez, különös tekintettel a pórusok térbeli eloszlására. Az adalékanyagok, például a szuperfolyósítók befolyásolhatják a beton pórusszerkezetét [168,169] (azaz csökkentik a porozitást és a pórusméretet és egyenletesebb pórusméret-eloszlást hoznak létre), ezért két különböző típusú betont hasonlítottunk össze: hagyományos receptúrával (TC) és szuperfolyósító adalékanyag hozzáadásával (SPC) készültet, a porozitásuk alapján, több különböző szempontot vizsgálva.

##### *4.2.1.1. A betonminták pórusszerkezetének részletes elemzése*

A hagyományos módon és a szuperfolyósító adalékanyag hozzáadásával készült betonminták összehasonlításához és a pórusszerkezet részletes jellemzéséhez mindkét mintatípusból öt-öt mintát vizsgáltunk mikro-CT technikával. A **23. ábrán** egy-egy reprezentatív minta 3D pórusszerkezete látható. A pórusokat méret szerinti színezéssel láttuk el a jobb átláthatóság kedvéért. A két típus közötti különbségek már ezen ábra alapján egyértelműen láthatók: a hagyományos módon készült beton esetében sokkal magasabb a porozitás és nagyobb az átlagos pórusméret.



**23. ábra** A hagyományos módon (TC)(A) és a szuperfolyósító adalékanyag hozzáadásával (SPC)(B) készült betonminták pórusszerkezete és pórusméret-eloszlása (C). A színskála a pórusátmérőket mutatja.

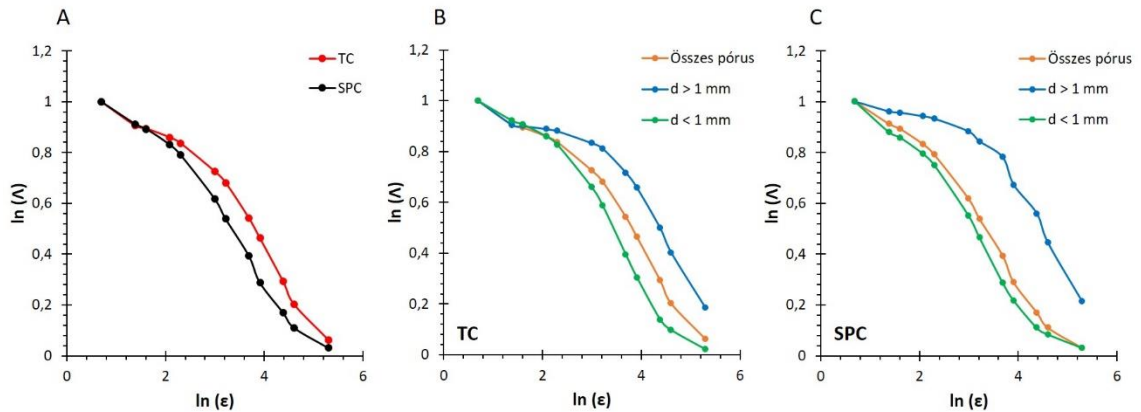
A képi megjelenítés mellett a mikro-CT hatalmas mennyiségű kvantitatív adatot is szolgáltat, ennek köszönhetően a szuperfolyósító adalékanyag pórusokra gyakorolt hatásait számszerűen is jellemezni tudjuk (**6. táblázat**). A TC 1,46%-os átlagos porozitása az adalékanyag hatására 1,19%-ra csökken, amely közel 20%-os csökkenést jelent. A pórustérfogaton kívül a pórusok száma és mérete is jelentős mértékben változik: az átlagos pórusszám a TC esetén 4191, míg az SPC esetén 7294, és a méreteloszlás is homogénebb az adalékolt mintáknál. A csökkent porozitás növekvő pórusszám mellett átlagos pórusméret-csökkenést jelez: 0,51 mm-ről (ami gömb alakú pórusok esetén  $V = 0,07 \text{ mm}^3$ -nek felel meg) 0,4 mm-re ( $V = 0,033 \text{ mm}^3$ ) változik; a pórusok méreteloszlása is homogénebb az SPC esetén (**23.C ábra**). Ezek az adatok összhangban vannak az szakirodalommal [168,170]. A legnagyobb egyedi pórus, amit a hagyományos módon elkészített minták esetén találtunk  $22,9 \text{ mm}^3$  ( $d = 3,5 \text{ mm}$ ) volt, míg a

szuperfolyósítóval készített minták esetén a legnagyobb pórus mindössze 4,9 mm<sup>3</sup> ( $d = 2,1$  mm). Átlagosan a legnagyobb pórus mérete 10,85 mm<sup>3</sup> a TC esetén és 3,98 mm<sup>3</sup> az SPC esetén. Extrém nagy méretű pórusokból ( $d > 1$  mm, ami gömb alakú pórusok esetén  $V = 0,52$  mm<sup>3</sup>-nek felel meg) a hagyományos minták esetén átlagosan 87,4 darabot találtunk mintánként. Ennyire nagy pórusok jelenléte sokkal ritkább a szuperfolyósítóval készült minták esetén: átlagosan 28,4 darab mintánként. Ez azt jelenti, hogy a TC minták esetén a pórusok 2,08%-a, az SPC minták esetén viszont csak a pórusok 0,41%-a számít különösen nagyoknak.

**6. táblázat** A hagyományos módon előállított (TC) és a szuperfolyósító adalékanyag hozzáadásával készült (SPC) betonminták porozitás-elemzése. A táblázat típusonként öt-öt minta átlagos adatait és a hozzájuk tartozó szórásértékeket tartalmazza.

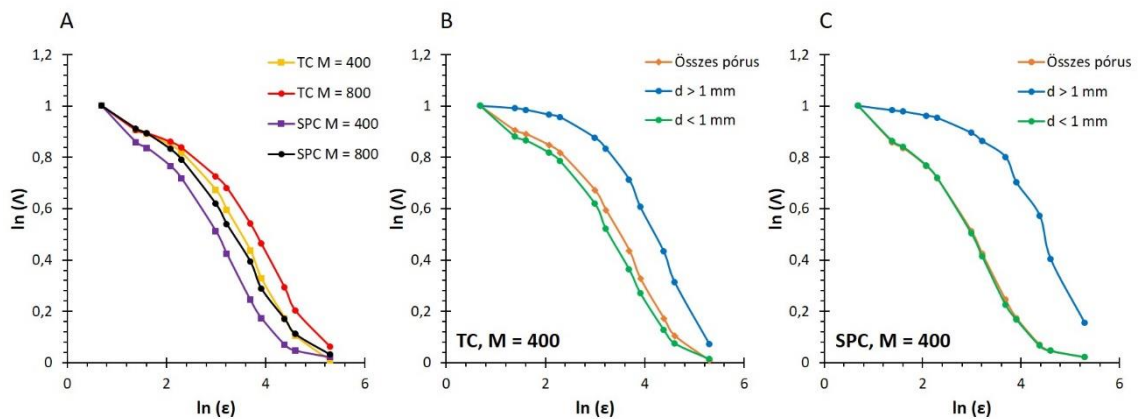
	TC	SPC
<b>Teljes porozitás (%)</b>	1,46±0,11	1,20±0,10
<b>Zárt pórusok száma</b>	4191±232	7294±511
<b>Zárt pórusok össztérfogata (mm<sup>3</sup>)</b>	294,2±21,8	241,7±19,8
<b>Pórusok száma/mm<sup>3</sup></b>	0,19±0,01	0,32±0,022
<b>Átlagos pórustérfogat (mm<sup>3</sup>)</b>	0,070±0,004	0,033±0,002
<b>Átlagos pórusátmérő (mm)</b>	0,51±0,03	0,40±0,02

Egy másik fontos változás, amit megfigyeltünk, a pórusok térbeli eloszlásával kapcsolatos, amelyet a lakunaritással jellemezhetünk (**24. ábra**). Mindkét típus esetén viszonylag heterogén póruseloszlás tapasztalható, lassan csökkenő görbékkel, de az SPC esetén homogénebb eloszlást tapasztaltunk. A lakunaritásgörbe alakja fontos információt hordoz a pórusszerkezet homogenitásával kapcsolatban. Az SPC-hez tartozó lakunaritásgörbe értékei gyorsabban csökkennek (**24.A ábra**), amely homogénebb eloszlást jelez. Megfigyelhető, hogy a különösen nagy méretű pórusok sokkal heterogénebb eloszlást mutatnak a kisebb méretű pórusokkal összehasonlítva (**24.B és C ábra**). Az SPC esetén a nagy pórusok heterogénebben oszlanak el, míg az összes pórus és a kis pórusok lakunaritásgörbéi közelebb esnek egymáshoz, amely a nagy mennyiségű kis méretű pórus dominanciáját és a kevés nagy méretű pórus kisebb relevanciáját mutatja a teljes lakunaritásra nézve. Ezzel szemben a TC esetén a nagy és a kis pórusok egyenlő arányban járulnak hozzá a teljes lakunaritáshoz.



**24. ábra** A TC és SPC mintákhoz tartozó reprezentatív lakunaritásgörbék (A) és a térbeli heterogenitás különbségei kis ( $d < 1$  mm) és nagy méretű ( $d > 1$  mm) pórusok esetén a TC (B) és az SPC (C) minták esetén.

Következő lépésben a minták különböző régiói közötti különbségek feltérképezését tűztük ki célul: megvizsgáltuk a teljes minta ( $M = 800$  voxel) és a minta közepén egy kocka alakú kiválasztott térfogat ( $M = 400$  voxel) közötti különbségeket. Ezek a belső térfogatok körülbelül egy nyolcadát tették ki a teljes térfogatnak. Érdekes különbségek figyelhetők meg és nem csak a pórusok térbeli eloszlásával kapcsolatban. A TC esetén a minta belsejében csak 0,47 mm volt az átlagos pórusátmérő (a teljes mintára 0,51 mm) és csak a pórusok 1,7%-a volt nagy méretű (a teljes mintánál 2,08%), amely azt mutatja, hogy a nagyobb méretű pórusok hajlamosak a kocka alakú mintadarab külső részein megjelenni. Hasonló tendenciát figyeltünk meg az SPC esetén is, ahol a belső részben csak a pórusok 0,32%-a volt nagy méretű (a teljes minta 0,4%-ához képest). Az átlagos pórusátmérő csak kismértékű csökkenést mutatott (0,4 mm-ről 0,39 mm-re csökkent). Ez ismételten azt mutatja, hogy a kisebb méretű pórusok hajlamosak homogénebben elhelyezkedni, mint a nagyobbak. A legnagyobb pórus egyik minta esetén sem esett bele a belső kis térfogatba és az átlagos legnagyobb pórus térfogata 3,13 mm<sup>3</sup>-re csökkent (10,85 mm<sup>3</sup>-ről) a TC és 1,03 mm<sup>3</sup>-re (3,98 mm<sup>3</sup>-ről) az SPC esetén. Az összes minta esetén megfigyelhető egy eltolódás a térbeli heterogenításban: a belső kis térfogatok jelentősen homogénebbek voltak (**25.A ábra**, TC sárga, SPC kék), mint a teljes minta (**25.A ábra**; TC narancssárga, SPC szürke). Megállapítható továbbá, hogy még az SPC teljes térfogata (**25.A ábra**, szürke) is homogénebb, mint a TC belső kis térfogata (**25.A ábra**, sárga). A teljes térfogathoz hasonlóan a kis belső térfogaton belül is eltérő a nagy és a kis pórusok lakunaritása; a teljes lakunaritás értéke azonban közelebb van (**25.B ábra**) vagy majdnem azonos (**25.C ábra**) a kis pórusok lakunaritásához viszonyítva, ami a nagy pórusok kisebb számának tudható be.

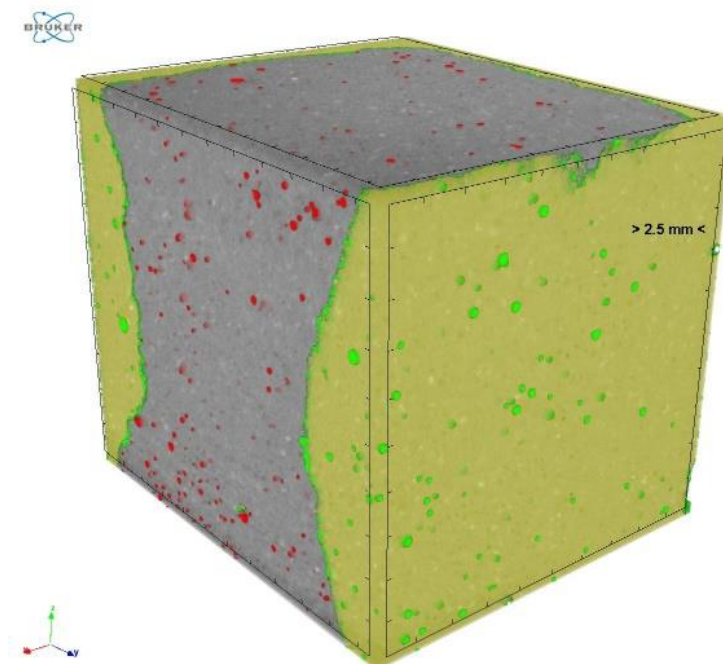


**25. ábra** A teljes térfogat ( $M = 800$  voxel) és a belső kis térfogat ( $M = 400$  voxel) lakunaritásának összehasonlítása (A): és a kis méretű ( $d < 1$  mm), nagy méretű ( $d > 1$  mm) és összes pórus lakunarítása a TC (B) és SPC (C) minták esetén a belső kis térfogatra.

Ezen eredmények tükrében végeztünk összenyomás-vizsgálatokat is a mintákon, hogy megfigyelhessük a tényleges különbségeket a törésvizsgálat során letörő és megmaradó részek között. Megismételtünk a mikro-CT vizsgálatokat a minták törését követően és több szempont szerint összehasonlítottuk a leeső és a megmaradó részek porozitását.

#### 4.2.1.2. A betonminták vizsgálata a töréstesztet követően

A mikro-CT technika egyik legnagyobb előnye, hogy roncsolásmentes vizsgálati módszer, így a mintákat különböző állapotukban megvizsgálhatjuk és a változásokat nyomon követhetjük, például betonkockákat vizsgálhatunk összenyomás-vizsgálat előtt és után is (**26. ábra**). A törés után megmaradt, homokóra-alakú mintadarab vizsgálata lehetővé teszi, hogy vizsgáljuk a letört (sárga alapon zöld pórusok) és a megmaradt (szürke alapon piros pórusok) részek pórusszerzetének különbözőségeit. Ennek megvalósításához szükség volt a mintadarabok becsomagolására parafilmbe, hogy a repedések megjelenése ellenére egyben maradjanak a betonkockák és a repedések vizsgálhatók legyenek mikro-CT technikával.



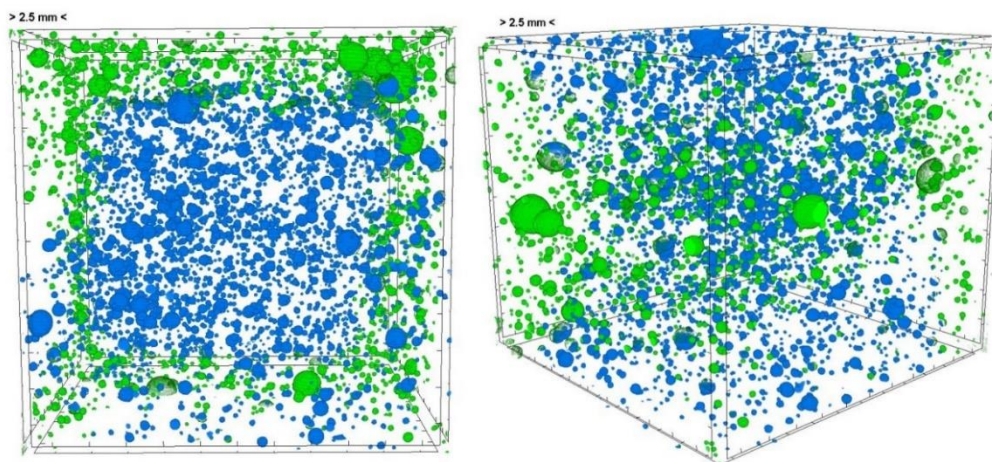
**26. ábra** 3D térfogat-renderelt mikro-CT felvétel egy reprezentatív betonmintáról, amelyen jól megfigyelhető a homokóra-alakú törésmintázat. A szürke alapon piros pórások a megmaradó, míg a sárga alapon zöld pórások a letört részeket jelölik.

A letört és megmaradt (külső és belső) darabok porozitásában jelentős különbségeket figyelhetünk meg (**7. táblázat**). A letört (külső) részek porozitása nagyobb, mint a megmaradó homokóra-alakú részek porozitása: a TC esetén 18, az SPC esetén pedig 24%-kal. Az átlagos pórusméret is nagyobb a külső részeken:  $0,08 \text{ mm}^3$  ( $0,06 \text{ mm}^3$  helyett) a TC és  $0,04 \text{ mm}^3$  ( $0,03 \text{ mm}^3$  helyett) az SPC minta esetén, míg a térfogategységenkénti pórusok száma nem változik jelentősen egyik mintatípus esetén sem. Tekintettel arra, hogy a megmaradt és a letört darabok térfogata különböző, az egyes részekben található pórusok pontos számának ebben az esetben kisebb a jelentősége.

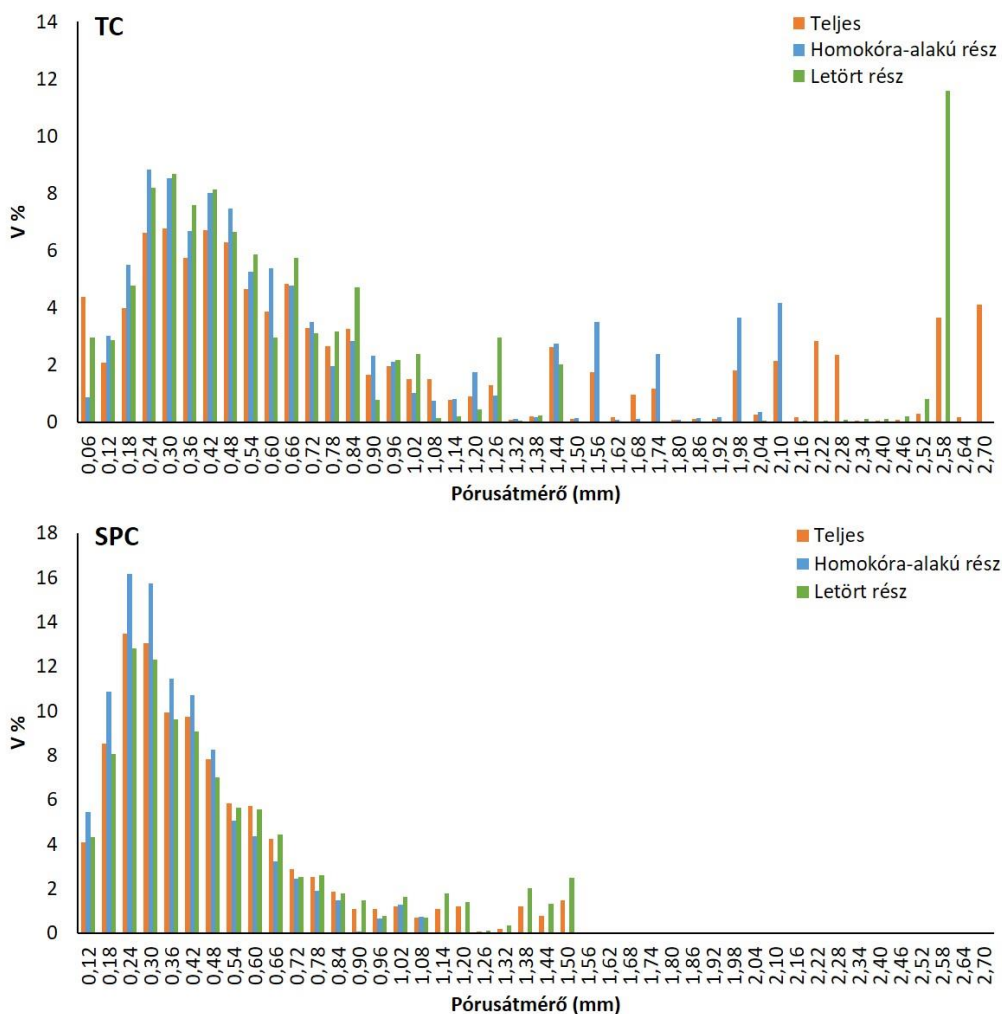
**7. táblázat** A hagyományos módon előállított (TC) és a szuperfolyósító adalékanyag hozzáadásával készült (SPC) betonminták porozitás-elemzése, a letört, a megmaradó homokóra-alakú részek és a teljes minták összehasonlítása. A táblázat típusonként öt-öt minta átlagos adatait és a hozzájuk tartozó szórásértékeket tartalmazza.

	TC			SPC		
	Teljes	Homokóra-alakú rész	Letört rész	Teljes	Homokóra-alakú rész	Letört rész
<b>Teljes porozitás (%)</b>	<b>1,46±0,11</b>	1,35±0,17	1,65±0,08	<b>1,20±0,10</b>	1,04±0,13	1,36±0,07
<b>Zárt pórusok száma</b>	<b>4191±232</b>	2510±74	1548±165	<b>7294±511</b>	3713±141	3306±324
<b>Zárt pórusok ösztérfogata (mm<sup>3</sup>)</b>	<b>294,2±21,8</b>	154,2±20,5	139,9±9,4	<b>241,7±19,8</b>	110,9±13,3	130,9±9,3
<b>Pórusok száma/mm<sup>3</sup></b>	<b>0,19±0,01</b>	0,18±0,005	0,18±0,018	<b>0,32±0,022</b>	0,30±0,012	0,31±0,031
<b>Átlagos pórustérfogat (mm<sup>3</sup>)</b>	<b>0,07±0,004</b>	0,061±0,006	0,084±0,009	<b>0,033±0,002</b>	0,03±0,003	0,04±0,003
<b>Átlagos pórusátmérő (mm)</b>	<b>0,51±0,03</b>	0,49±0,05	0,54±0,06	<b>0,40±0,02</b>	0,39±0,04	0,42±0,03

Általánosságban elmondható, hogy a legnagyobb méretű pórusok a letörő részekre esnek (**27. ábra**). A megmaradó homokóra-alakú részekben a pórusok átlagosan kisebbek, mint akár a leeső részek, akár a teljes minta esetén. Egy másik megfigyelésünk volt, hogy a törési felszín gyakran halad keresztül a legnagyobb méretű pórusokon, ezek a pórusok ugyanis csak a sértetlen kockák esetén találhatóak meg (ahogyan ez a **28. ábrán** található hisztogramokon is megfigyelhető). A TC esetén a nagy pórusok ( $d > 1$  mm) 13,7%-a, az SPC esetén pedig 12,7%-uk törik el az összenyomás során. A legnagyobb pórus az esetek 80%-ában vagy eltörik, vagy a letörő részbe kerül a töréskereszttek során. Az SPC minták egyenletesebben törnek és a megmaradó homokóra-alakú darab kisebb méretű (átlagosan 13 666,63 mm<sup>3</sup> TC és 12 084,22 mm<sup>3</sup> SPC esetén), de szimmetrikusabb alakú. A törési mintázat és a pórusok eloszlása közötti kapcsolatot korábban is vizsgálták [171–173] és az irodalmi adatok alátámasztják a megfigyelésünket.



**27. ábra** Egy reprezentatív TC minta pórus szerkezete felülnézetből (bal oldalon) és oldalnézetből (jobb oldalon): zölddel a letört részek pórusait, míg a kékekkel a megmaradt homokóra-alakú rész pórusait jelöljük.



**28. ábra** Egy TC (A) és egy SPC (B) minta pórusméret-eloszlása a teljes minta, a letört részek és a megmaradt homokóra-alakú részek esetében.

#### 4.2.1.3. Összegzés

Különböző pórusszerkezetű modellrendszerek összehasonlításához hagyományos módon előállított és szuperfolyósító adalékanyag hozzáadásával készült betonkockákat vizsgáltunk, hiszen ismert, hogy eltérő ezek porozitása és átlagos pórusmérete. A pórusszerkezetek részletes jellemzéséhez 3D-s képalkotó eszközként a mikro-CT-t használtuk. A két mintatípus porozitásában, pórusszámában és pórusméret-eloszlásában jelentős különbségeket találtunk. A hagyományos recept szerint előállított mintáknak nagyobb volt a porozitása és az átlagos pórusmérete, de a pórusszám kisebb volt, mint a szuperfolyósító hozzáadásával készült minták esetén. Emellett a pórusok térbeli heterogenitását is vizsgáltuk és elsőként alkalmaztuk a lakunaritást ennek számszerű leírására betonminták esetén. A pórusméret és a pórusok heterogenitása között összefüggést állapítottunk meg. A kis pórusok homogénebb eloszlást mutattak, mint a nagy pórusok. Azt találtuk továbbá, hogy a nagy pórusok hajlamosak a minták szélein elhelyezkedni, a kockák belsejében a pórusok kisebbek és egyenletesebben oszlanak el. A szuperfolyósító adalékanyag hozzáadásával készült minták esetén a teljes lakunaritást főképp a kis pórusok eloszlása határozta meg, míg a hagyományos beton esetén a kis és nagy pórusok eloszlása egyenlő arányban befolyásolta a teljes lakunaritást. A lakunaritás ebben az esetben is a térbeli heterogenitás értékes leírójának bizonyult és jól használható különböző minták pórusszerkezetének összehasonlítására.

Ezt követően a betonmintákat törésteszteknél is alávetettük, és a törött mintákat mikro-CT-vel újra megvizsgáltuk. Kapcsolatot találtunk a pórusok heterogenitása és a törési tulajdonságok között. Vizsgáltuk a minták belső és külső részei közötti különbségeket porozitás szempontjából. Mindkét mintatípus esetében nagyobb porozitást találtunk a letört részekben, mint a minta egészén, és az átlagos pórusméret is nagyobb volt ezeken a részekben. A legnagyobb egyedi pórusok is általában a minták leeső részein találhatóak, vagy áthaladt rajtuk a törésfelület. Megállapítottuk emellett, hogy a szuperfolyósító adalékanyaggal készült minták egyenletesebben törtek, mint a hagyományos betonminták.

A vizsgálataink egyik fontos célja volt, hogy felhívjuk a figyelmet arra, hogy egy "egyszerű" mikro-CT porozitásvizsgálat milyen sokrétű információval bír, és hogy a lakunaritászámítások milyen értéket adhatnak hozzá az anyagtudományi kutatásokhoz, mivel úgy tűnik, hogy jelenleg a kutatások többsége csak a mintákban lévő pórusok százalékos arányára koncentrál, és számos olyan jellemzőt figyelmen kívül hagy,

amelyek gazdagíthatnák eredményeiket, és segíthetnének az anyagok szerkezetének és tulajdonságainak mélyebb megértésében.

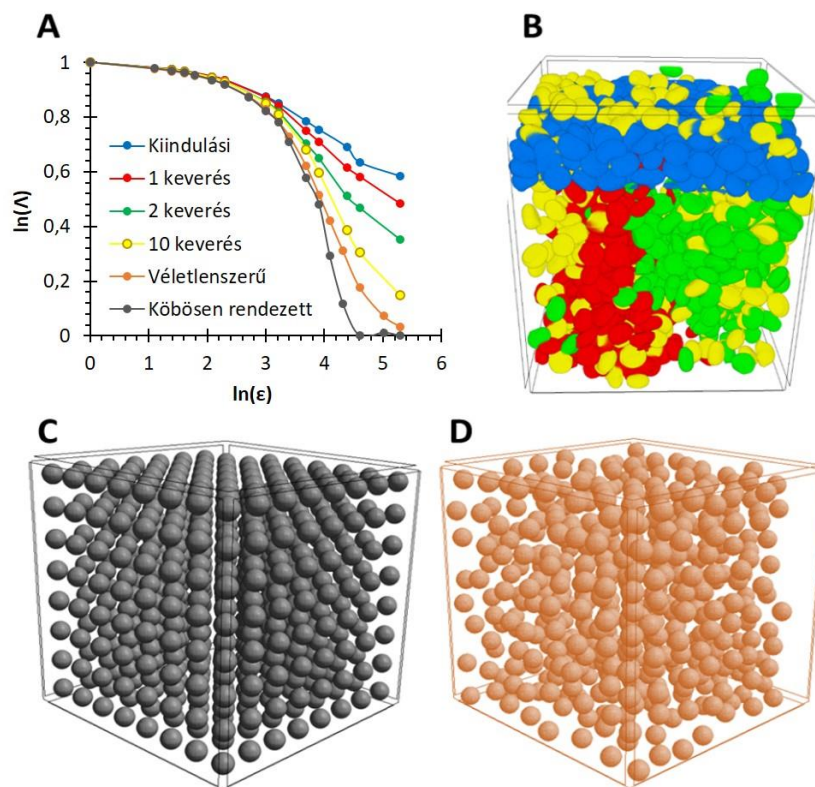
#### ***4.2.2. Keverési folyamatok kvantitatív jellemzése***

A keverés az ipar gyakorlatilag minden területén alapvető műveletnek számít, a 3D képalkotó módszerrel történő vizsgálata azonban csak nagyon ritkán jelenik meg az irodalomban. A mikro-CT tökéletes röntgen képalkotó eljárás szemcsés anyagok keveredésének vizsgálatára. Minőségi vizsgálaton felül a 3D mikro-CT mennyiségi analízisre is lehetőséget biztosít, ami nagyon fontos a keverés hatékonysága (idő és pénz) és környezetvédelmi szempontok tekintetében is.

##### *4.2.2.1. A keverés leírása*

A lakunaritás a térbeli heterogenitás leírására használható mennyiség, amely elméletileg alkalmas lehet a keverés kvantitatív leírására. Ennek bizonyítására keverési kísérleteket végeztünk kétkomponensű szemcsés rendszerben és az egyes keverési ciklusok között mikro-CT felvételeket készítettünk. A 3D felvételek alapján meghatároztuk a keverés egyik komponensének (kalcium-alginát gyöngyök) térbeli eloszlását, és a heterogenitás jellemzésére a lakunaritást javasoltuk. A **29. ábrán** a keverési folyamat egyes lépéseihez tartozó lakunaritásgörbéket szimulált adatsorok (**29.A ábra**) lakunaritásgörbéihez hasonlítottuk. A kísérleti rész esetén négy különböző keverési állapotot jelenítettünk meg mikro-CT felvételeken és a hozzájuk tartozó lakunaritásgörbék segítségével (**29.B ábra**): egy keverési folyamatot a kiindulási állapottól a teljesen kevert állapotig (az adott kísérletben elérhető leghomogénebb állapotig) bemutatva. Összehasonlításként létrehoztunk két, nagymértékben homogén szemcsés rendszert: egy köbösen rendezett (**29.C ábra**) és egy véletlenszerű (**29.D ábra**) elrendezést. Ezekben az esetekben a szemcseméret megegyezik a kísérletben használt kalcium-alginát gyöngyök méretével. A különbségek a lakunaritásgörbéken egyértelműen megfigyelhetők. Minél nagyobbak a lakunaritásértékek, annál heterogénebb a rendszer. A növekvő dobozmérettel a homogenitás javul. A vártnak megfelelően a legheterogénebb állapotot mutató görbe a kiindulási, teljesen szeparált állapothoz tartozik, és a keverési folyamat előrehaladtával a lakunaritásértékek csökkennek. A véletlenszerű és a köbös elrendezések voltak a leghomogénebbek, nagyobb dobozméretetek esetén a teljes homogenitást is elértük ezekben az esetekben a lakunaritásgörbék alapján. A hozzájuk tartozó lakunaritásgörbék nagyon hasonló alakúak

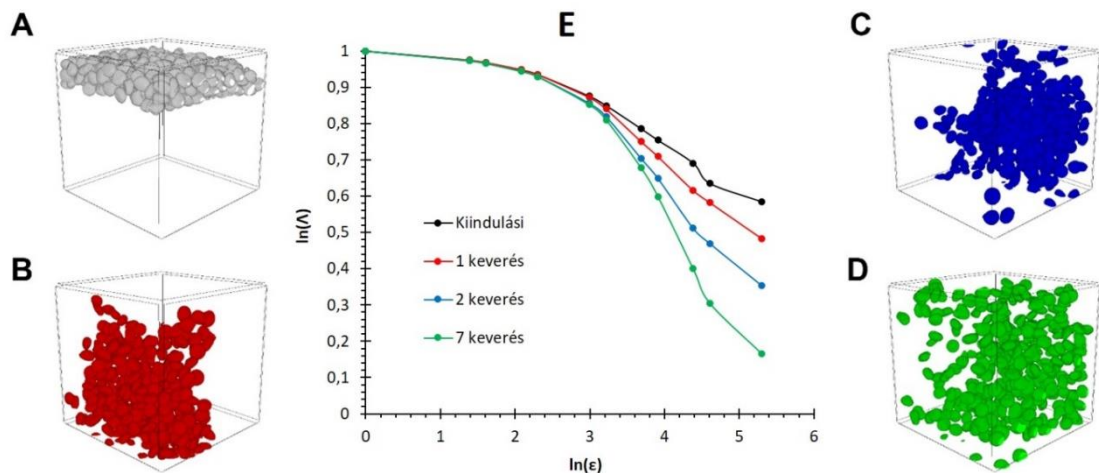
voltak. A teljesen kevert esetben a lakunaritásgörbe egy sokkal heterogénebb állapotot mutat a kísérleti elrendezés tökéletlen mivoltából kifolyólag. A lakunaritásgörbék alakja is fontos információkat hordoz. Az összes görbe gyakorlatilag megegyezik addig, amíg a dobozméret összemérhetővé nem válik a keverékben lévő szemcsék méretével. Az ennél nagyobb dobozméretetek esetén láthatók a tényleges különbségek az állapotok között, ahogy a görbék szétválnak, ugyanis a növekvő dobozmérettel egyre jobban függ a lakunaritás a szemcsék tényleges elhelyezkedésétől. E példa alapján annak a jelentősége, hogy a lakunaritást függvényként és ne egy számként írjuk le könnyen megérthető, hiszen ha kis dobozméreteket választunk az összehasonlításra, akkor semmilyen különbséget nem látunk az egyes állapotok között, míg a növekvő dobozmérettel a különbségek is nőnek.



**29. ábra** Lakunaritásgörbék (A) és a hozzájuk tartozó 3D mikro-CT felvételek (B-D) a keverési folyamat különböző fázisaiban: kísérleti eredmények (B) a keverési folyamat kezdetén (kék) és 1 (piros), 2 (zöld) és 10 (sárga) keverési ciklust követően, és szimulált eredmények egy köbösen rendezett (C, sötét szürke) és egy véletlenszerű (D, narancssárga) adatsor esetén.

A **30. ábrán** egy keverési kísérlet eredményeit mutatjuk be. A bemutatott mikro-CT felvételek (**30.A-D ábra**) alapján jól látszik, hogy a keverék egyszerű vizuális megfigyelése nem ad megfelelő információt a keverési állapotokkal kapcsolatban. Ezen

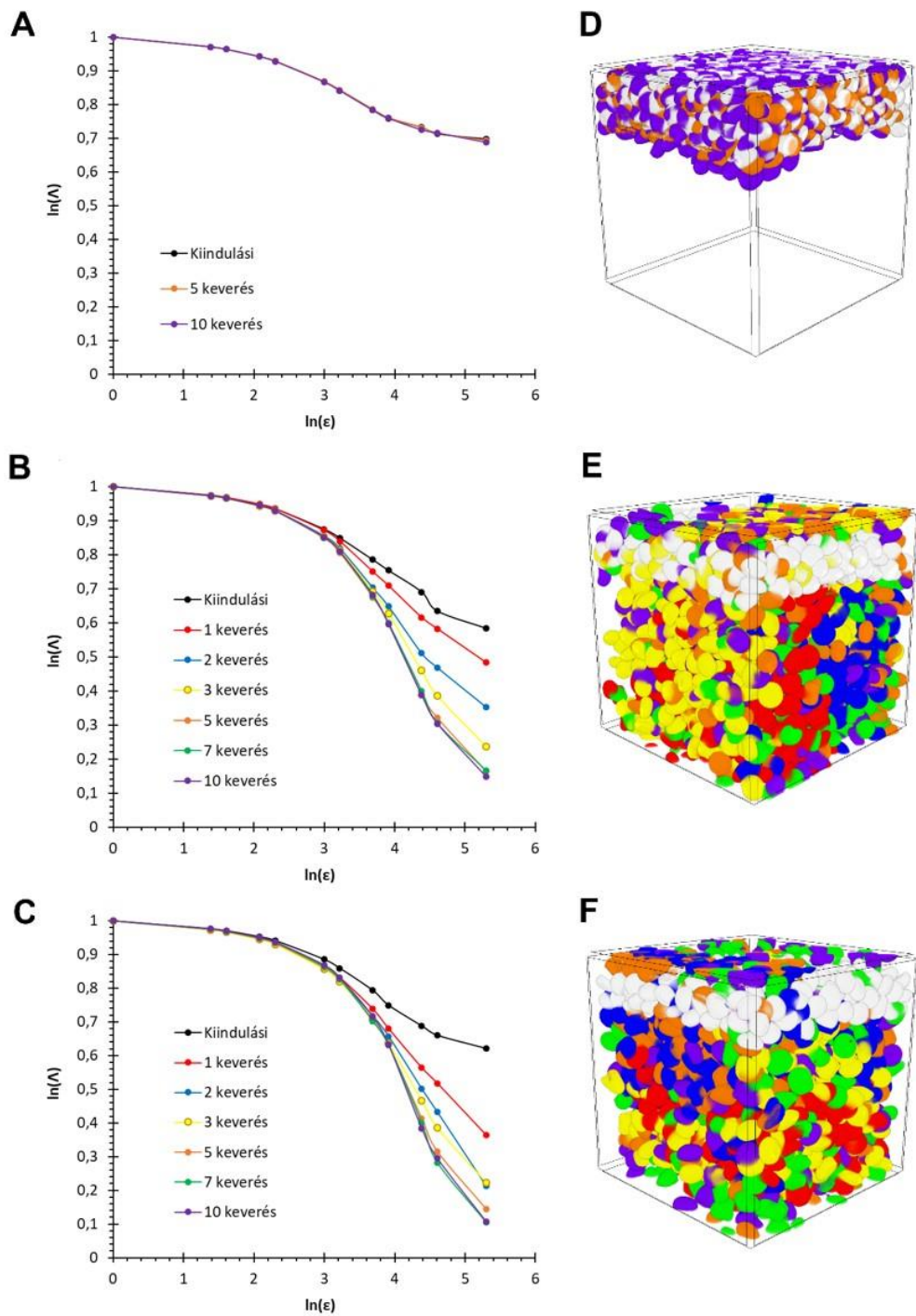
felvételek alapján az egyes állapotok közötti különbségek nem állapíthatók meg pontosan. A hozzájuk tartozó lakunaritásgörbék (**30.E ábra**) azonban pontos képet adnak a keverék homogenizálásáról a keverési folyamat során, az idő előrehaladtával. Ahogy az várható, a keverési ciklusok számának növekedésével a keverék egyre homogénebbé válik. A görbék minden állapotban hasonló alakúak és a legalacsonyabb lakunaritásértéket (tehát a leghomogénebb állapotot) hét keverési ciklus után értük el.



**30. ábra** 3D térfogat-renderelt mikro-CT felvételek egy keverési kísérlet kezdetén (A) és 1 (B), 2 (C) és 7 (D) keverési ciklust követően, és a hozzájuk tartozó lakunaritásgörbék (E).

#### 4.2.2.2. A keverőedény méretének hatása a keveredésre

A keveredés folyamatát rengeteg paraméter befolyásolja, többek között a keverőedény mérete. A következőkben ennek a hatását vizsgáltuk. Ehhez a keverési kísérleteinket három különböző méretű keverőedényben is elvégeztük. Azt is ismételtén bizonyíthatjuk ezáltal, hogy a lakunaritás megbízhatóan jellemzi a különbséget egyes rendszerek között. Az eredményeket a **31. ábrán** mutatjuk be.



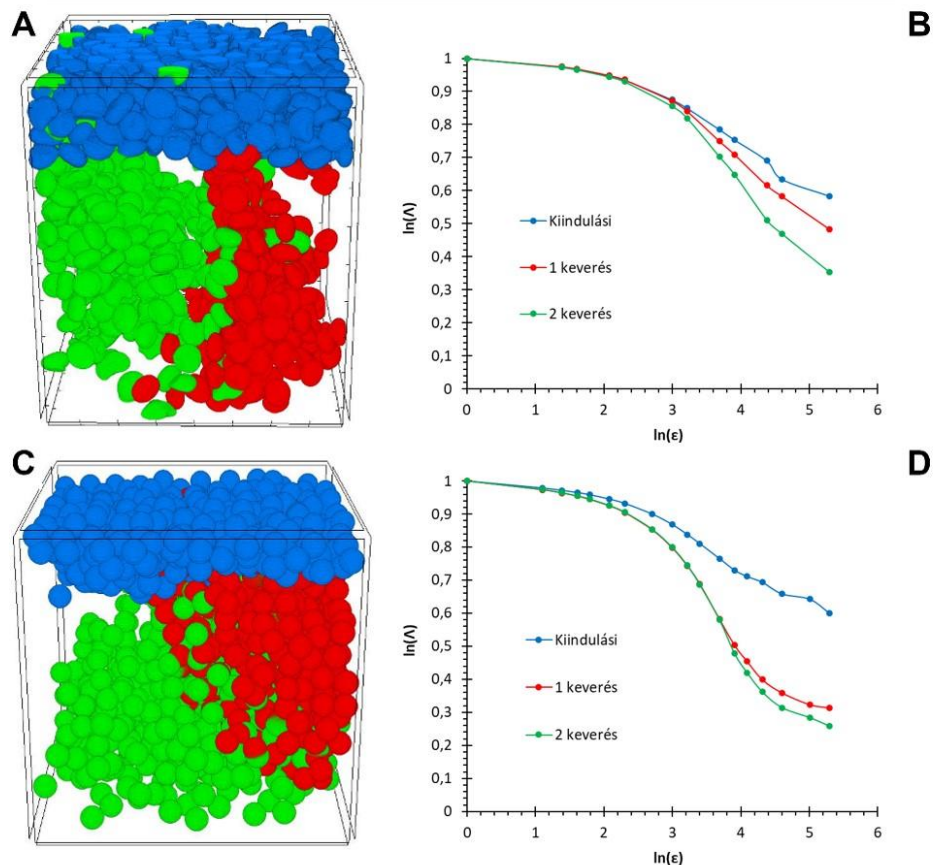
**31.ábra** A három különböző méretű keverőedényhez tartozó lakunaritásgörbék (A-C) és a hozzájuk tartozó 3D mikro-CT felvételek (D-F) a legkisebb (A és D;  $20 \times 20 \times 25 \text{ mm}^3$ ), a közepes (B és E;  $20 \times 20 \times 35 \text{ mm}^3$ ) és a legnagyobb (C és F;  $20 \times 20 \times 40 \text{ mm}^3$ ) keverőedény esetén, a kiindulási állapotban (fekete) és 1 (piros), 2 (kék), 3 (sárga), 5 (narancssárga), 7 (zöld), és 10 (lila) keverési ciklust követően.

A kísérletek a várt eredményt hozták. A legkisebb keverőedényben (31.A és D ábra) gyakorlatilag nem volt hely a keveredésnek, így nem láthatunk valós eltéréseket az egyes állapotok között. Ez a mikro-CT felvételek és a hozzájuk tartozó lakunaritásgörbék

alapján is jól megfigyelhető. A különböző keverési állapotokat különböző színekkel jelenítettük meg minden kísérlet esetén. A legkisebb keverőedény esetén az egyes állapotok átfednek egymással, amely további bizonyítéka a lakunaritás számítás megbízhatóságának, hiszen a lakunaritás görbék is egymáson futnak. A másik két keverőedény-méret esetén az egyszerű képi ábrázolás nem elegendő a keverési állapotok közötti különbségek bemutatására. A lakunaritás görbék ezzel szemben tökéletesen mutatják a változást a keverés előrehaladtával. Mindkét kísérlet esetén egy folyamatos homogenizációt figyeltünk meg a keverés során, amíg el nem értük az adott rendszer esetén elérhető leghomogénebb állapotot. A várakozásoknak megfelelően a legnagyobb keverőedény (**31.C** és **F ábra**) esetén a keverés gyorsabb és hatékonyabb, mint a közepes méretű edény (**31.B** és **E ábra**) esetén. Hét keverési ciklus után azonban egyik minta esetén sem figyeltünk meg további homogenizációt. A kísérlet végén a legnagyobb dobozméret esetén a lakunaritás értékek a legkisebb keverőedénynél 0,688, a közepes keverőedénynél 0,148, a legnagyobb keverőedénynél pedig 0,108 voltak. A teljesen homogén állapot elérését a kísérleti elrendezés tökéletlensége akadályozta, többek között, hogy nem tökéletesen gömb alakúak a kevert szemcsék, hogy nem egyezett meg a két komponens sűrűsége és hogy a keveréshez nem ideális a keverőedény alakja (a hatékony keveréshez henger alak megfelelőbb lenne, a rendszert viszont a számolásokhoz optimalizáltuk).

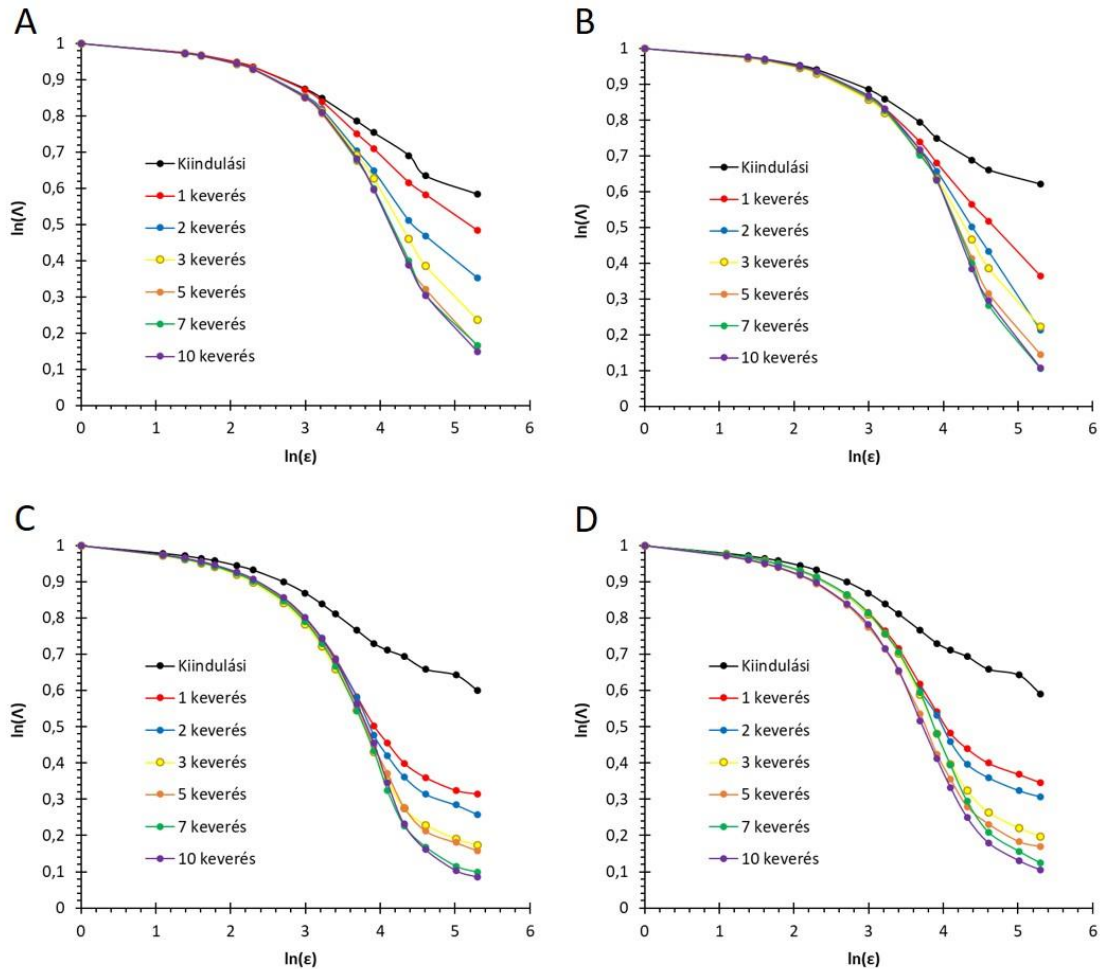
#### *4.2.2.3. Összehasonlítás szimulált eredményekkel*

Ezt követően a keverési kísérleteket diszkrét elemes módszert alkalmazva, szimulálva is elvégeztük és a kísérleti eredményeinket összehasonlítottuk a szimulált eredményekkel (**32.** és **33. ábra**). Bemutattuk, hogy a lakunaritás alkalmas a kísérleti és szimulált eredmények összehasonlítására. A szimulációkat kizárólag a közepes és a nagy keverőedény esetén végeztük el, a legkisebb keverőedénnyel végzett kísérletek eredménytelensége miatt.



**32.ábra** A kísérleti (A-B) és a szimulált (C-D) eredmények összehasonlítása 3D mikro-CT felvételek (A), a szimulációk térfogat-renderelt megjelenítése (C) és a hozzájuk tartozó lakunaritásgörbék (B, D) alapján a közepes méretű keverőedény esetén.

A **32. ábrán** a keverési kísérletekről készült mikro-CT felvételek (**32.A ábra**), a szimulált adatsorok 3D térfogat-renderelt megjelenítése (**32.C ábra**) és a hozzájuk tartozó lakunaritásgörbék (**32.B és D ábra**) láthatók a közepes dobozméret esetén. A kísérleti (**32.A-B ábra**) és a szimulált eredmények (**32.C-D ábra**) nagy hasonlóságot mutatnak, bizonyítva ezzel a szimulációk alkalmazhatóságát a valós kísérleti eredmények kiegészítésére, vagy akár potenciálisan a jövőbeli kiváltására. A vizuális megjelenésben és a lakunaritásgörbék alakjában is felfedezhetők a hasonlóságok. A szimulált minták esetén homogénebb állapot elérése vált lehetővé a kísérleti elrendezéshez képest, amely a szimuláció ideális természetéből fakad (tökéletesen gömbölyű részecskék, egyenletes részecskeméret, környezeti hatások teljes kizárása). A lakunaritásgörbék alakja nagyon hasonló mindkét esetben. A kezdeti lakunaritás a legnagyobb dobozméret esetén 0,57 a kísérleti és 0,59 a szimulált adatok esetén. Két keverési ciklust követően ezek az értékek 0,353-ra és 0,307-re csökkentek.



**33.ábra** A kísérleti (A-B) és a szimulált (C-D) adatsorokhoz tartozó lakunaritásgörbék a közepes (A, C) és a legnagyobb (B, D) méretű keverőedény esetén.

A **33. ábra** a teljes keverési kísérlet eredményét mutatja mindkét keverőedény esetén. A közepes keverőedény (**33.A** és **C ábra**) esetén a végső lakunaritásértékek a legnagyobb dobozméret esetén 0,148 a kísérleti és 0,104 a szimulált adatok esetén. A legnagyobb keverőedény (**33.B** és **D ábra**) esetén ezek az értékek 0,108 és 0,086 voltak a kísérleti és a szimulált adatok esetén. A különbségek jól láthatók, de nem túlzottan nagyok és azonos tendenciák figyelhetők meg, újra bizonyítva a szimulációk hasznosságát. Véleményünk szerint a szimulációs algoritmus további finomhangolásával a szimulált eredmények még jobban megközelíthetik a való életből vett kísérleti eredményeket.

#### 4.2.2.4. Összegzés

Vizsgáltuk a mikro-CT mérések és lakunaritásshámítások keverési kísérletekben való alkalmazhatóságát kétkomponensű szemcsés rendszerek esetén. Mi voltunk az elsők, akik vizsgálták a keverékek 3D lakunaritását. A keverési indexekkel foglalkozó tanulmányok nagy része kizárólag szimulált adatokkal dolgozik, ezzel szemben mi valós 3D mikro-CT

felvételek alapján jellemeztük a keverési folyamatot. Az eredmények azt mutatták, hogy a mikro-CT tökéletesen alkalmas a keverési folyamat vizsgálatára megfelelő rendszerekben mind kvalitatív, mind kvantitatív módon. A lakunaritás egy megfelelő és könnyen alkalmazható leírónak bizonyult a keverés hatékonyságának jellemzésére. A keverőedény méretének hatását is vizsgáltuk a keverési folyamatra és azt találtuk, hogy a növekvő mérettel javult a keverés hatékonysága. Az általunk vizsgált rendszerben a leghomogénebb állapotot hét keverési ciklus után értük el; további keveréssel nem javult a keverék homogenitása. Tekintve, hogy a lakunaritás könnyen számítható szimulált adatsorokon is, összehasonlíthatjuk általa a szimulált és a kísérleti adatokat, így a kísérletek egy részét a jövőben akár ki is válthatjuk szimulációkkal. A szimulációk homogénebb eredményt hoztak a kísérletekhez képest az ideális mivoltukból kifolyólag, de a szimulált és a kísérletes eredmények összevethetőek voltak.

## 5. Összefoglalás

Doktori munkám során a térbeli heterogenitás leírására használatos lakunaritás gyors és pontos kiszámításához hoztunk létre egy módszert és vizsgáltuk a lakunaritás, mint mennyiség alkalmazhatóságát és hasznosságát anyagtudományi rendszerekben, mikro-CT felvételek alapján.

Először bemutattam az általunk létrehozott rögzítetrács-módszer (FGM) alapjait, bizonyítottam a számításokhoz használt szoftverünk alkalmazhatóságát jól ismert 2D adatsorok esetén, majd valós 3D mikro-CT adatsorokon vizsgáltuk a rögzítetrács-módszert pontosság és számítási idő szempontjából, a legismertebb csúszódobozmódszerhez (GBM) viszonyítva. Ehhez egy közel homogén (homokkő fűrómagminta homokszemcse eloszlása) és egy heterogén (betonkocka pórusai) modellrendszert választottunk ki. Bizonyítottuk, hogy homogén minták esetén már egészen kis térfogatok ( $M = 50$  voxel) esetén jó közelítéssel megegyeztek az FG és GB módszerrel számolt lakunaritásértékek ( $R^2 = 0,999$ ), míg heterogén minta esetén ilyen kis VOI méretnél az eltérés jelentősebb volt ( $R^2 = 0,991$ ). Nagyobb ( $M \geq 200$  voxel) térfogatok esetén a heterogén mintáknál is jó egyezést ( $R^2 = 0,999$ ) mutattak a két módszerrel számolt eredmények. Ezzel párhuzamosan a számítási idő drasztikusan csökkent az FGM esetén a GBM-hez viszonyítva. Ez már egészen kis térfogatok esetén is látszik ( $M = 100$  voxel esetén az FGM 1 s, míg a GBM 158 s), azonban a térfogat növelésével egyre jelentősebbé válik. Ennek fő oka, hogy a GBM esetén a méretnövekedéssel együtt köbösen skálázódik a vizsgált dobozok száma és ezzel együtt a számítási idő. Nagy méretű ( $M = 800$  voxel) VOI esetén a GB módszerrel 423 564 751 doboz esetén kell elvégeznünk a lakunaritászámításokat, ami 784 napot venne igénybe. Ezzel szemben az FGM mindössze 4096 dobozra végzi el ugyanazt a számítást, összesen 47 másodperc alatt,  $R^2 = 0,999$  pontossággal. Az FG módszer hátránya tehát, hogy viszonylag kis adathalmazból számítja a lakunaritást, így az értékek pontatlanabban közelítik a GB módszerrel számított értékeket, a kis dobozszámból kifolyólag. Nagyobb méretű adatsorok esetén azonban az FG módszer  $R^2 = 0,999$  pontossággal határozza meg a lakunaritást kevesebb, mint egy perc alatt, míg ugyanez a számítás napokat, vagy akár heteket is igénybe vehet a GB módszer esetén. A két módszer tehát tökéletesen kiegészíti egymást, hiszen kis méretű adathalmazok esetén még a GBM is viszonylag gyorsan számítható, ahol pedig a számítási idők közötti különbségek már jelentős mértékűvé válnak, ott már az FGM nagy pontossággal működik. A rögzítetrács-módszer

anyagtudományi kutatásokban való alkalmazhatóságának bizonyítására tipikus anyagtudományi példákon is végzünk lakunaritásszámításokat.

A lakunaritás jól alkalmazható különböző módokon előállított minták összehasonlítására és jellemzésére, illetve a pórusszerkezet térbeli heterogenitásának leírására. Ennek bemutatására hagyományos módon és szuperfolyósító adalékanyag hozzáadásával készült betonmintákat állítottunk elő. Elvégeztünk mindkét mintatípus esetén egy részletes porozitáselemzést, és összehasonlítottuk az eredményeket. Vizsgáltuk a pórusok térbeli eloszlásának különbségeit is, és elsőként alkalmaztuk a 3D lakunaritást beton pórusszerkezetének leírására. A szuperfolyósító adalékanyag hatására a porozitás és az átlagos pórusméret csökkent, míg a pórusok száma növekedett. A lakunaritásgörbék alapján a hagyományos betonban a pórusok heterogénebb eloszlást mutattak. A kis méretű pórusok mindkét mintatípus esetén homogénebben helyezkedtek el a mintán belül, mint a nagy méretűek. Bemutattuk, hogy a pórusok homogénebb eloszlást mutatnak a minta belsejében, mint a külső részeken. A mintákat töréstesztnek vetettük alá és vizsgáltuk a leeső és a megmaradt homokóra-alakú részeken a pórusok különbözőségeit. Megfigyeltük, hogy a törési felület hajlamos a legnagyobb pórusokon keresztülhaladni, és a nagy méretű pórusok általában a leeső részeken találhatóak. A megmaradt homokóra-alakú darab porozitása és az átlagos pórusméret is kisebb.

Kétkomponensű szemcsés rendszer keverése esetén vizsgáltuk a lakunaritás alkalmazhatóságát folyamatok nyomon követésére ex-situ 4D mikro-CT mérések alapján. Az ismételt mikro-CT felvételeken végzett lakunaritásszámításokkal időben nyomon követtük a keveredés folyamatát 3D-ban. Vizsgáltuk a keverőedény méretének hatását a keveredésre. A lakunaritás tökéletesen alkalmasnak bizonyult a keverési folyamat jellemzésére és nyomon követésére. Meghatároztuk, hogy hét keverési ciklust követően az adott rendszer elérte a lehető leghomogénebb állapotot és további keveréssel már a lakunaritás nem változott. Nagyobb keverőedényben gyorsabb homogenizálódást figyeltünk meg. Elsőként vizsgáltuk a keveredést 3D mikro-CT felvételek alapján, és használtuk a lakunaritást a folyamat leírására. A keverési rendszerünk kellően egyszerű volt ahhoz, hogy jól modellezhessük szimulációkkal, így a kísérleti eredményeket összehasonlítottuk DEM szimulációkból nyert eredményekkel. Bizonyítottuk, hogy a lakunaritás alkalmas kísérleti és szimulált eredmények kvantitatív összehasonlítására. A szimulációink jól modellezték a valós kísérleteinket, de további finomhangolást igényelnek.

## 6. Summary

In my doctoral research, we have developed a method for the fast and accurate calculation of lacunarity as a measure of spatial heterogeneity and investigated the applicability and usefulness of lacunarity in material science systems using micro-CT images.

First, I presented the basics of our fixed-grid method (FGM), demonstrated the applicability of our computational software on well-known 2D datasets, and then tested the fixed-grid method on real 3D micro-CT datasets in terms of accuracy and computational time, compared to the best-known gliding box method (GBM). For this purpose, a near-homogeneous (sand grain distribution of a sandstone drill core sample) and a heterogeneous (pores of a concrete cube) model system were selected. It was demonstrated that for homogeneous samples, even for very small volumes ( $M = 50$  voxels), the lacunarity values calculated by the FG and GB methods were approximately equal ( $R^2 = 0.999$ ), whereas for heterogeneous samples the differences were more significant for such small VOI sizes ( $R^2 = 0.991$ ). For larger volumes ( $M \geq 200$  voxels), the results calculated by the two methods also showed good agreement ( $R^2 = 0.999$ ) for heterogeneous samples. In parallel, the computational time for FGM was drastically reduced compared to GBM. This can be seen even for very small volumes (in the case of  $M = 100$  voxels FGM is 1 s compared to 158 s for GBM) but becomes even more significant as the volume increases. The main reason for this is that with GBM, the number of boxes to be calculated and thus the computational time scales cubically with the increase in VOI size. For a large VOI ( $M = 800$  voxels), the GB method requires us to perform the lacunarity calculations for 423 564 751 boxes, which would take 784 days. In contrast, FGM performs the same calculations for only 4096 boxes, in a total of 47 seconds, with an accuracy of  $R^2 = 0.999$ . The disadvantage of the FG method is that it calculates the lacunarity from a relatively small dataset, so the values may be slightly inaccurate compared to the GB method, due to the small number of boxes. However, for larger datasets, the FG method determines the lacunarity with an accuracy of  $R^2 = 0.999$  in less than a minute, whereas the same calculation can take days or even weeks for the GB method. The two methods are therefore perfectly complementary since even the GBM can be calculated relatively quickly for small datasets, and where the differences in calculation times become significant, the FGM can be used with high accuracy.

To demonstrate the applicability of the fixed-grid method in materials science research, we also performed lacunarity calculations on archetypal materials science examples.

Lacunarity can be used to compare and characterize samples prepared by different methods and to describe the spatial heterogeneity of the pore structure. To demonstrate this, concrete specimens prepared by conventional methods and with the addition of a superplasticizer were used. For both types of samples, a detailed porosity analysis was performed and the results were compared. We also investigated differences in the spatial distribution of pores and, for the first time, used 3D lacunarity to describe the pore structure of concrete. The superplasticizer additive caused a decrease in porosity and average pore size, while the number of pores increased. The lacunarity curves showed a more heterogeneous distribution of pores in conventional concrete. Small pores were more homogeneously distributed within the sample than large pores for both sample types. We demonstrated that the pores are more homogeneously distributed in the inner parts of the sample compared to the outer parts. The samples were subjected to a fracture test and the differences in pore size between the parts that broke off and the remaining hourglass-shaped parts were investigated. We observed that the fracture surface tends to propagate through the largest pores, and large pores tend to be found in the broken-off parts. The porosity of the remaining hourglass-shaped piece and the average pore size are also smaller.

We investigated the applicability of lacunarity for process monitoring the mixing of two-component granular systems based on ex-situ 4D micro-CT measurements. We monitored the time evolution of the mixing process in 3D by performing lacunarity calculations on repeated micro-CT scans. The effect of the size of the mixing container on the mixing was investigated. Lacunarity was found to be perfectly suitable for characterizing and monitoring the mixing process. We determined that after seven mixing cycles, the systems had reached the most homogeneous state possible and that with further mixing the lacunarity did not change. Faster homogenization was observed in a larger mixing container. We were the first to investigate mixing based on 3D micro-CT images and used lacunarity to describe the process. Our mixing system was simple enough to be well-modeled by simulations, so we compared the experimental results with results from DEM simulations. We demonstrated that lacunarity is suitable for quantitative comparison of experimental and simulated results. Our simulations modeled our real experiments well, but require further fine-tuning.

## 7. Köszönetnyilvánítás

Elsősorban köszönettel tartozom témavezetőimnek, *Prof. Dr. Kónya Zoltán* tanszékvezető egyetemi tanárnak és *Prof. Dr. Kukovecz Ákos* egyetemi tanárnak, akik a tanulmányaim alatt végig segítettek, támogattak és rengeteg jó tanáccsal láttak el a munkámmal kapcsolatban. Szeretném továbbá megköszönni *Prof. Dr. Kónya Zoltán* tanszékvezetőnek, hogy lehetővé tette, hogy az Alkalmazott és Környezeti Kémiai Tanszéken kezdhessem tudományos pályafutásomat, illetve hogy a mai napig is ugyanitt dolgozhatok.

Hálás köszönettel tartozom emellett a „CT-s csapatnak”, *Dr. Sebők Dánielnek* és *Dr. Szent Imrének* a közös munkáért, a barátságukért és a felbecsülhetetlen értékű szakmai támogatásukért, amely nélkül ez a dolgozat nem készülhetett volna el. Külön köszönöm *Imrének* a folyamatos biztatást a disszertáció megírása közben.

Köszönöm a korábbi és jelenlegi „nanolaboros” irodatársaimnak, barátaimnak a támogató szavakat, segítséget és megértést, illetve a jó hangulatot, amivel körülvettek a mindennapokban és a dolgozat megírása közben is. Köszönöm *Ballai Gergőnek* és *Deák Corának* a barátságukat, támogatásukat és, hogy együtt haladtunk végig ezen a hosszú úton.

Köszönettel tartozom *Prof. Dr. Kukovecz Ákosnak* és *Dr. Vajtai Róbertnek* a „csütörtöki meetingeken” nyújtott hasznos szakmai tanácsaikért.

Köszönöm *Nagy László* tanszéki mérnöknek, *Szép Orsolya* és *Tóth Ádám* hallgatóknak a kísérletek elvégzésben, *Dr. Lévy Sárának* pedig a szimulációs kísérletekben nyújtott segítségüket. Köszönöm *Sándor Zitának* és *Dr. Bélteky Péternek* az angol nyelvi lektorálást. Szeretnék köszönetet mondani továbbá az Alkalmazott és Környezeti Kémiai Tanszék összes volt és jelenlegi dolgozójának, akik valamilyen formában hozzájárultak a munkám eredményességéhez.

Végezetül köszönöm a családomnak, a szüleimnek, de legfőképpen a férjemnek és a kisfiamnak a szeretet, támogatást és türelmet, amivel körülvettek, hogy biztattak és tartották bennem a lelket akkor is, amikor úgy éreztem, hogy ez a disszertáció soha nem fog elkészülni.

## 8. Irodalomjegyzék

- [1] G.N. Hounsfield, *Br. J. Radiol.* 46 (1973) 1016–1022.
- [2] J. Deng, Y.H. Lo, M. Gallagher-Jones, S. Chen, A. Pryor, Q. Jin, Y.P. Hong, Y.S.G. Nashed, S. Vogt, J. Miao, C. Jacobsen, *Sci. Adv.* 4 (2018) eaau4548.
- [3] C.T. Badea, S.M. Johnston, Y. Qi, K. Ghaghada, G.A. Johnson, in: *Med. Imaging 2011 Phys. Med. Imaging*, 2011, p. 79611X.
- [4] S.C. Mayo, A.W. Stevenson, S.W. Wilkins, *Materials (Basel)*. 5 (2012) 937–965.
- [5] W. Ludwig, S. Schmidt, E.M. Lauridsen, H.F. Poulsen, *J. Appl. Crystallogr.* 41 (2008) 302–309.
- [6] W.C. Röntgen, *Science* 3 (1896) 227–231.
- [7] J.C. Elliott, S.D. Dover, *J. Microsc.* 126 (1982) 211–213.
- [8] L. Vásárhelyi, Z. Kónya, Á. Kukovecz, R. Vajtai, *Mater. Today Adv.* 8 (2020) 100084.
- [9] S.R. Stock, *Int. Mater. Rev.* 44 (1999) 141–164.
- [10] A. du Plessis, W.P. Boshoff, *Constr. Build. Mater.* 199 (2019) 637–651.
- [11] B. Niemann, D. Rudolph, G. Schmahl, *Appl. Opt.* 15 (1976) 1883–1884.
- [12] A. Sasov, in: *Dev. X-Ray Tomogr. IV*, 2004, pp. 201–211.
- [13] W. Chao, J. Kim, S. Rekawa, P. Fischer, E.H. Anderson, *Opt. Express* 17 (2009) 17669–17677.
- [14] A. Sakdinawat, D. Attwood, *Nat. Photonics* 4 (2010) 840–848.
- [15] Y. Arai, A. Yamada, T. Ninomiya, T. Kato, Y. Masuda, *Oral Radiol.* 21 (2005) 14–18.
- [16] A. Kohlbrenner, S. Hämmerle, A. Laib, P. Rügsegger, *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip.* 443 (2000) 531–539.
- [17] R.T. Lopes, H.S. Rocha, E.F.O. De Jesus, R.C. Barroso, L.F. De Oliveira, M.J. Anjos, D. Braz, S. Moreira, *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. A Accel. Spectrometers, Detect. Assoc. Equip.* 505 (2003) 604–607.

- [18] L.A. Feldkamp, L.C. Davis, J.W. Kress, *J. Opt. Soc. Am. A* 1 (1984) 612–619.
- [19] J.E. Elkhoury, R. Shankar, T.S. Ramakrishnan, *Transp. Porous Media* 129 (2019) 413–425.
- [20] N. Ibrahim, A. Parsa, B. Hassan, P. van der Stelt, R.A. Rahmat, S.M. Ismail, I.H.A. Aartman, *BMC Oral Health* 21 (2021) 249.
- [21] A.S. Papazoglou, E. Karagiannidis, A. Liatsos, A. Bompoti, D. V. Moysidis, C. Arvanitidis, F. Tsolaki, S. Tsagkaropoulos, S. Theocharis, G. Tagarakis, J.S. Michaelson, M.D. Herrmann, *Am. J. Clin. Pathol.* 159 (2023) 242–254.
- [22] E. Vincenzi, A. Fantazzini, C. Basso, A. Barla, F. Odone, L. Leo, L. Mecozzi, M. Mambrini, E. Ferrini, N. Sverzellati, F.F. Stellari, *Respir. Res.* 23 (2022) 308.
- [23] Y. Zhu, E. Xu, J. Yin, W. Xu, D. Liu, *Food Struct.* 37 (2023) 100325.
- [24] H. Xiao, P. Verboven, J. Šalagovič, B. Nicolaï, *J. Food Eng.* 346 (2023) 111432.
- [25] I. Netinger Grubeša, M. Vračević, V. Ducman, B. Marković, I. Szenti, Á. Kukovecz, *Materials (Basel)*. 13 (2020) 3717.
- [26] I. Netinger Grubeša, B. Marković, M. Vračević, M. Tunkiewicz, I. Szenti, Á. Kukovecz, *Materials (Basel)*. 12 (2019) 3196.
- [27] A. du Plessis, B.J. Olawuyi, W.P. Boshoff, S.G. le Roux, *Mater. Struct. Constr.* 49 (2016) 553–562.
- [28] S.Y. Chung, J.S. Kim, D. Stephan, T.S. Han, *Constr. Build. Mater.* 229 (2019) 1–13.
- [29] Í.B. da Silva, *Micron* 107 (2018) 1–8.
- [30] S. Brisard, M. Serdar, P.J.M. Monteiro, *Cem. Concr. Res.* 128 (2020) 105824.
- [31] S.M. Sajadi, L. Vásárhelyi, R. Mousavi, A.H. Rahmati, Z. Kónya, Á. Kukovecz, T. Arif, T. Filleter, R. Vajtai, P. Boul, Z. Pang, T. Li, C.S. Tiwary, M.M. Rahman, P.M. Ajayan, *Sci. Adv.* 7 (2021) 1–11.
- [32] A. Du Plessis, I. Yadroitsev, I. Yadroitsava, S.G. Le Roux, *3D Print. Addit. Manuf.* 5 (2018) 227–247.
- [33] L. Geng, W. Wu, L. Sun, D. Fang, *Int. J. Mech. Sci.* 157–158 (2019) 231–242.
- [34] X. Ding, Y. Sun, C. Dong, M. Guo, L. Chen, *Text. Res. J.* 92 (2022) 1344–1354.

- [35] W. Huang, P. Causse, V. Brailovski, H. Hu, F. Trochu, *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 124 (2019) 105481.
- [36] A. Grießer, R. Westerteiger, E. Glatt, H. Hagen, A. Wiegmann, *J. Text. Inst.* 114 (2023) 1647–1657.
- [37] E. Maire, P.J. Withers, *Int. Mater. Rev.* 59 (2014) 1–43.
- [38] L. Salvo, M. Suéry, A. Marmottant, N. Limodin, D. Bernard, *Comptes Rendus Phys.* 11 (2010) 641–649.
- [39] Y. Liu, D. Xie, R. Zhou, Y. Zhang, *Micron* 142 (2021) 102994.
- [40] O.M. Oliveira de Araújo, O. Aguilera, G. Coletti, F.L. Valencia, L.A. Buatois, R. Lopes, *Mar. Pet. Geol.* 127 (2021) 104966.
- [41] S. Praneeth, L. Saavedra, M. Zeng, B.K. Dubey, A.K. Sarmah, *Sci. Total Environ.* 750 (2021) 142327.
- [42] R. Zhang, W. Li, Y. Jiao, C. Paniagua, Y. Ren, H. Lu, *Scr. Mater.* 225 (2023) 115172.
- [43] N. Jasrasaria, A.P. Tikku, R. Bharti, *J. Oral Biol. Craniofacial Res.* 13 (2023) 495–499.
- [44] M. Zhang, B. Clark, A.J. King, S.S. Russell, Y. Lin, *Meteorit. Planet. Sci.* 56 (2021) 500–514.
- [45] A. Rawal, S. Sharma, D. Singh, N.K. Jangir, H. Saraswat, D. Sebők, A. Kukovecz, D. Hietel, M. Dauner, L. Onal, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 112 (2020) 104069.
- [46] A. Rawal, S. Shukla, S. Sharma, D. Singh, Y.-M. Lin, J. Hao, G.C. Rutledge, L. Vásárhelyi, G. Kozma, A. Kukovecz, L. Janovák, *Appl. Surf. Sci.* 551 (2021) 149147.
- [47] S. Sharma, A. Rawal, I.Y. Tóth, L. Vásárhelyi, G. Kozma, Á. Kukovecz, S. Jee, F. Ayaydin, *J. Colloid Interface Sci.* 598 (2021) 93–103.
- [48] F. Rezaei, H. Izadi, H. Memarian, M. Baniassadi, *J. Pet. Sci. Eng.* 177 (2019) 518–527.
- [49] N. Otsu, *IEEE Trans. Syst. Man. Cybern.* 9 (1979) 62–66.

- [50] C. Van Steen, L. Pahlavan, M. Wevers, E. Verstryngge, *Constr. Build. Mater.* 197 (2019) 21–29.
- [51] B. Dong, G. Fang, Y. Liu, P. Dong, J. Zhang, F. Xing, S. Hong, *Cem. Concr. Res.* 100 (2017) 311–321.
- [52] S.M. Sajadi, S. Enayat, L. Vásárhelyi, A. Alabastri, M. Lou, L.M. Sassi, A. Kutana, S. Bhowmick, C. Durante, Á. Kukovecz, A.B. Puthirath, Z. Kónya, R. Vajtai, P. Boul, C.S. Tiwary, M.M. Rahman, P.M. Ajayan, *Carbon* 181 (2021) 260–269.
- [53] Y. Ni, H. Liao, Q. Zhao, W. Wu, Y. Shi, S. Wu, *Eng. Fract. Mech.* 263 (2022) 108323.
- [54] B. Niu, H. Zhang, Z. Qian, H. Shen, Z. Jiang, X. Zhang, Y. Cao, Y. Zhang, D. Long, *Compos. Commun.* 33 (2022) 101224.
- [55] Ł. Skarżyński, J. Tejchman, *Constr. Build. Mater.* 284 (2021) 122796.
- [56] T. Lowe, E. Avcu, E. Bousser, W. Sellers, P. Withers, *Materials (Basel)*. 11 (2018) 2533.
- [57] C. Confalonieri, E. Boller, Y. Cheng, E. Gariboldi, *Mater. Charact.* 193 (2022) 112302.
- [58] J. Martinez-Garcia, D. Gwerder, F. Wahli, D. Guarda, B. Fenk, A. Stamatou, J. Worlitschek, P. Schuetz, *J. Energy Storage* 61 (2023) 106726.
- [59] R. Liu, X. Yin, H. Li, Q. Shao, P. York, Y. He, T. Xiao, J. Zhang, *Int. J. Pharm.* 445 (2013) 125–133.
- [60] T. De Schryver, M. Dierick, M. Heyndrickx, J. Van Stappen, M.A. Boone, L. Van Hoorebeke, M.N. Boone, *Sci. Rep.* 8 (2018) 7655.
- [61] X. Peng, D. Kulkarni, Y. Huang, T.J. Omasta, B. Ng, Y. Zheng, L. Wang, J.M. LaManna, D.S. Hussey, J.R. Varcoe, I. V. Zenyuk, W.E. Mustain, *Nat. Commun.* 11 (2020) 3561.
- [62] Y. Huang, D. Perlmutter, A. Fei-Huei Su, J. Quenum, P. Shevchenko, D.Y. Parkinson, I. V. Zenyuk, D. Ushizima, *Npj Comput. Mater.* 9 (2023) 93.
- [63] D. Kulkarni, S.J. Normile, L.G. Connolly, I. V. Zenyuk, *J. Phys. Energy* 2 (2020) 044005.

- [64] M.J. Sabti, A.H. Alizadeh, M. Piri, *Adv. Water Resour.* 131 (2019) 103344.
- [65] Q. Cao, Y. Gong, T. Fan, J. Wu, *J. Nat. Gas Sci. Eng.* 64 (2019) 15–27.
- [66] Y.A. Alzahid, P. Mostaghimi, N.J. Alqahtani, C. Sun, X. Lu, R.T. Armstrong, *J. Colloid Interface Sci.* 554 (2019) 554–564.
- [67] J. Li, Y. Gao, H. Jiang, Y. Liu, H. Dong, *Geofluids* 2018 (2018) 7679607.
- [68] A. Sheppard, S. Latham, J. Middleton, A. Kingston, G. Myers, T. Varslot, A. Fogden, T. Sawkins, R. Cruikshank, M. Saadatfar, N. Francois, C. Arns, T. Senden, *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms* 324 (2014) 49–56.
- [69] S. Latham, T. Varslot, A. Sheppard, in: *Proc. Soc. Core Anal.*, 2008, pp. 1–12.
- [70] H. Li, J.F. Reynolds, *Oikos* 73 (1995) 280–284.
- [71] C. Lian, Y. Zhuge, S. Beecham, *Constr. Build. Mater.* 25 (2011) 4294–4298.
- [72] R.A. Dorey, J.A. Yeomans, P.A. Smith, *J. Eur. Ceram. Soc.* 22 (2002) 403–409.
- [73] S.-Y. Chung, J.-S. Kim, T.-S. Han, *Multiscale Sci. Eng.* 1 (2019) 196–209.
- [74] M. Zhang, *Cem. Concr. Res.* 95 (2017) 18–29.
- [75] J.-S. Kim, S.-Y. Chung, T.-S. Han, D. Stephan, M.A. Elrahman, *Cem. Concr. Compos.* 112 (2020) 103657.
- [76] T.T. Nguyen, H.H. Bui, T.D. Ngo, G.D. Nguyen, *Mater. Des.* 130 (2017) 103–119.
- [77] S.-Y. Chung, C. Lehmann, M. Abd Elrahman, D. Stephan, *Appl. Sci.* 7 (2017) 550.
- [78] W. Lin, Z. Wu, X. Li, Z. Yang, M. Hu, D. Han, C. Wang, J. Zhang, *J. Pet. Explor. Prod. Technol.* 12 (2022) 2565–2575.
- [79] B.B. Mandelbrot, *The Fractal Geometry of Nature*, Freeman, San Francisco, 1982.
- [80] J.E. Cutting, J.J. Garvin, *Percept. Psychophys.* 42 (1987) 365–370.
- [81] T.G. Smith, G.D. Lange, W.B. Marks, *J. Neurosci. Methods* 69 (1996) 123–136.
- [82] R.E. Plotnick, R.H. Gardner, R. V. O’Neill, *Landsc. Ecol.* 8 (1993) 201–211.

- [83] R.H.C. de Melo, A. Conci, *Telecommun. Syst.* 52 (2013) 1643–1655.
- [84] Y. Gefen, Y. Meir, B.B. Mandelbrot, A. Aharony, *Phys. Rev. Lett.* 50 (1983) 145–148.
- [85] N. Sarkar, B.B. Chaudhuri, *IEEE Trans. Syst. Man Cybern.* 24 (1994) 115–120.
- [86] S.R. Majumder, T. Bandyopadhyay, S.K. Ghosh, *Radiat. Phys. Chem.* 74 (2005) 252–260.
- [87] S.R. Majumder, S. Mazumdar, *Phys. A Stat. Mech. Its Appl.* 377 (2007) 559–564.
- [88] Y. Liu, D.-S. Jeng, *Materials (Basel)*. 12 (2019) 2053.
- [89] C.R. Dos Santos, A.C.D. Antonino, R.J. Heck, L.R.R. de Lucena, A.C.H. de Oliveira, A.S.A. da Silva, B. Stosic, R.S.C. Menezes, *Acta Sci. - Agron.* 42 (2020) 1–9.
- [90] K. Liu, M. Ostadhassan, *J. Nat. Gas Sci. Eng.* 39 (2017) 62–71.
- [91] Y. Xia, J. Cai, E. Perfect, W. Wei, Q. Zhang, Q. Meng, *J. Hydrol.* 579 (2019) 124198.
- [92] M. N'Diaye, C. Degeratu, J.M. Bouler, D. Chappard, *Mater. Sci. Eng. C* 33 (2013) 2025–2030.
- [93] D. Massai, F. Pennella, P. Gentile, D. Gallo, G. Ciardelli, C. Bignardi, A. Audenino, U. Morbiducci, *Biomed Res. Int.* 2014 (2014) 1–8.
- [94] R. Smajda, Á. Kukovecz, Z. Kónya, I. Kiricsi, *Carbon* 45 (2007) 1176–1184.
- [95] A. Pander, T. Onishi, A. Hatta, H. Furuta, *Mater. Charact.* 160 (2020) 110086.
- [96] F. Imani, B. Yao, R. Chen, P. Rao, H. Yang, *J. Manuf. Sci. Eng.* 141 (2019) 044501.
- [97] A. Carpinteri, B. Chiaia, S. Invernizzi, *Theor. Appl. Fract. Mech.* 31 (1999) 163–172.
- [98] A. Carpinteri, B. Chiaia, S. Invernizzi, in: *Fract. Mech. Concr. Struct.*, 1994, pp. 281–292.
- [99] F. Pennella, M. Rossi, S. Ripandelli, M. Rasponi, F. Mastrangelo, M.A. Deriu, L. Ridolfi, C.J. Kähler, U. Morbiducci, *Biomed. Microdevices* 14 (2012) 849–862.

- [100] Y. Liu, D.-S. Jeng, *Materials (Basel)*. 12 (2019) 2053.
- [101] T.A. Cousins, B. Ghanbarian, H. Daigle, *Transp. Porous Media* 122 (2018) 527–546.
- [102] R.E. Plotnick, R.H. Gardner, W.W. Hargrove, K. Prestegard, M. Perlmutter, *Phys. Rev. E* 53 (1996) 5461–5468.
- [103] A. Roy, E. Perfect, W.M. Dunne, L.D. McKay, *J. Geophys. Res. Solid Earth* 119 (2014) 5979–5986.
- [104] F. San José Martínez, F.J. Caniego, C. García-Gutiérrez, *Geoderma* 287 (2017) 80–89.
- [105] A.L. Karperien, H.F. Jelinek, N.T. Milosevic, *Proc. 8th Eur. Conf. Math. Theor. Biol.* (2011) MS88.
- [106] A.R. Backes, *Pattern Recognit. Lett.* 34 (2013) 1455–1461.
- [107] P. Dong, *Int. J. Remote Sens.* 21 (2000) 3369–3373.
- [108] Gan Du, Tat Soon Yeo, *IEEE Trans. Geosci. Remote Sens.* 40 (2002) 2687–2691.
- [109] S.W. Myint, N. Lam, *Comput. Environ. Urban Syst.* 29 (2005) 501–523.
- [110] C. Allain, M. Cloitre, *Phys. Rev. A* 44 (1991) 3552–3558.
- [111] D. Sebők, L. Vásárhelyi, I. Szenti, R. Vajtai, Z. Kónya, Á. Kukovecz, *Acta Mater.* 214 (2021) 116970.
- [112] A. Hanen, B. Imen, B.A. Asma, D. Patrick, B.M. Hédi, *Phys. Lett. Sect. A Gen. At. Solid State Phys.* 373 (2009) 3604–3609.
- [113] C.R. Tolle, T.R. McJunkin, D.T. Rohrbaugh, R.A. LaViolette, *Phys. D Nonlinear Phenom.* 179 (2003) 129–152.
- [114] C.R. Tolle, T.R. McJunkin, D.J. Gorsich, *Phys. D Nonlinear Phenom.* 237 (2008) 306–315.
- [115] M.A. Reiss, B. Lemmerer, A. Hanslmeier, H. Ahammer, *Chaos An Interdiscip. J. Nonlinear Sci.* 26 (2016) 113102.
- [116] B.B.H. Kovács, D. Varga, D. Sebők, H. Majoros, R. Polanek, T. Pankotai, K. Hideghéty, Á. Kukovecz, M. Erdélyi, *Cells* 11 (2022) 1–14.

- [117] A. Karperien, *FracLac for ImageJ*, 2014.
- [118] P. Cullen, S. Bakalis, C. Sullivan, *Curr. Opin. Food Sci.* 17 (2017) 89–93.
- [119] I. Gijón-Arreortúa, A. Tecante, *J. Food Eng.* 149 (2015) 144–152.
- [120] J.O. Lerch, H.L. Bester, A.S. Van Rooyen, R. Combrinck, W.I. de Villiers, W.P. Boshoff, *Cem. Concr. Res.* 103 (2018) 130–139.
- [121] H.A. Elaqla, M.A.A. Haloub, R.N. Rustom, *Constr. Build. Mater.* 203 (2019) 75–82.
- [122] M. Sarkar, Y. M, M. M, N. Sharmin, *Natl. J. Physiol. Pharm. Pharmacol.* 11 (2020) 216–221.
- [123] M. Peterwitz, G. Schembecker, *Comput. Chem. Eng.* 147 (2021) 107251.
- [124] K.M. Kim, H.M. Oh, J.H. Lee, *Korea Aust. Rheol. J.* 32 (2020) 243–249.
- [125] U. Lappan, C. Naas, U. Scheler, *Macromol. Chem. Phys.* 222 (2021) 2000445.
- [126] L.P.B. Reddy, H.G.R. Prakash, Y.T. Ravikiran, S.K. Ganiger, V.J. Angadi, *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 31 (2020) 21981–21999.
- [127] B. Bánfai, K. Ganzler, S. Kemény, *J. Chromatogr. A* 1156 (2007) 206–212.
- [128] P.M. Portillo, M.G. Ierapetritou, F.J. Muzzio, *Powder Technol.* 182 (2008) 368–378.
- [129] J.M. Ottino, D. V Khakhar, *Annu. Rev. Fluid Mech.* 32 (2000) 55–91.
- [130] M. Schröter, S. Ulrich, J. Kreft, J.B. Swift, H.L. Swinney, *Phys. Rev. E* 74 (2006) 011307.
- [131] N. Jain, J.M. Ottino, R.M. Lueptow, *Granul. Matter* 7 (2005) 69–81.
- [132] H. Nadeem, T.J. Heindel, *Powder Technol.* 332 (2018) 331–350.
- [133] P. Porion, N. Sommer, A.-M. Faugère, P. Evesque, *Powder Technol.* 141 (2004) 55–68.
- [134] T. Finger, F. von Rüling, S. Lévy, B. Szabó, T. Börzsönyi, R. Stannarius, *Phys. Rev. E* 93 (2016) 032903.
- [135] J.J. McCarthy, D. V. Khakhar, J.M. Ottino, *Powder Technol.* 109 (2000) 72–82.
- [136] J.J. McCarthy, T. Shinbrot, G. Metcalfe, J.E. Wolf, J.M. Ottino, *AIChE J.* 42

- (1996) 3351–3363.
- [137] J. Bridgwater, *Particuology* 10 (2012) 397–427.
- [138] F. Bertrand, L.-A. Leclaire, G. Levecque, *Chem. Eng. Sci.* 60 (2005) 2517–2531.
- [139] N. Gui, X. Yang, J. Tu, S. Jiang, *Powder Technol.* 335 (2018) 235–249.
- [140] Z. Zhang, N. Gui, X. Yang, J. Tu, S. Jiang, Z. Li, *Ind. Eng. Chem. Res.* 59 (2020) 19438–19448.
- [141] R. Chandratilleke, A. Yu, J. Bridgwater, K. Shinohara, *Ind. Eng. Chem. Res.* 53 (2014) 4119–4130.
- [142] N.G. Deen, G. Willem, G. Sander, J.A.M. Kuipers, *Ind. Eng. Chem. Res.* 49 (2010) 5246–5253.
- [143] P.M.C. Lacey, *J. Appl. Chem.* 4 (2007) 257–268.
- [144] S. Siiriä, J. Yliruusi, *Powder Technol.* 196 (2009) 309–317.
- [145] Y. Wen, M. Liu, B. Liu, Y. Shao, *Procedia Eng.* 102 (2015) 1630–1642.
- [146] M. Cho, P. Dutta, J. Shim, *Powder Technol.* 319 (2017) 434–444.
- [147] P.M.C. Lacey, *Chem. Eng. Res. Des.* 75 (1997) S49–S55.
- [148] Y.Q. Feng, B.H. Xu, S.J. Zhang, A.B. Yu, P. Zulli, *AIChE J.* 50 (2004) 1713–1728.
- [149] B.N. Asmar, P.A. Langston, A.J. Matchett, *Granul. Matter* 4 (2002) 129–138.
- [150] M.S. Siraj, S. Radl, B.J. Glasser, J.G. Khinast, *Powder Technol.* 211 (2011) 100–113.
- [151] G.R. Chandratilleke, A.B. Yu, J. Bridgwater, K. Shinohara, *AIChE J.* 58 (2012) 1099–1118.
- [152] M. Asachi, E. Nourafkan, A. Hassanpour, *Adv. Powder Technol.* 29 (2018) 1525–1549.
- [153] S. Poutiainen, J. Pajander, A. Savolainen, J. Ketolainen, K. Järvinen, *J. Pharm. Sci.* 100 (2011) 5254–5269.
- [154] H. Nadeem, T.J. Heindel, *Powder Technol.* 332 (2018) 331–350.
- [155] N. Govender, D.N. Wilke, C.Y. Wu, R. Rajamani, J. Khinast, B.J. Glasser, *Adv.*

- Powder Technol. 29 (2018) 2476–2490.
- [156] M.K. Saeed, M.S. Siraj, Powder Technol. 344 (2019) 617–627.
- [157] X. Jin, G.R. Chandratilleke, S. Wang, Y. Shen, Particuology 60 (2022) 37–47.
- [158] Z. Zuo, S. Gong, G. Xie, J. Zhang, Powder Technol. 383 (2021) 454–470.
- [159] Y. Tsunazawa, N. Soma, M. Sakai, Adv. Powder Technol. 33 (2022) 103337.
- [160] S. Li, S. Kajiwara, M. Sakai, Powder Technol. 377 (2021) 89–102.
- [161] G.R. Chandratilleke, A.B. Yu, J. Bridgwater, Chem. Eng. Sci. 79 (2012) 54–74.
- [162] R.K. Soni, R. Mohanty, S. Mohanty, B.K. Mishra, Adv. Powder Technol. 27 (2016) 531–540.
- [163] X. Liu, Z. Hu, W. Wu, J. Zhan, F. Herz, E. Specht, Powder Technol. 315 (2017) 438–444.
- [164] S. Lévy, D. Fischer, R. Stannarius, B. Szabó, T. Börzsönyi, J. Török, Soft Matter 14 (2018) 396–404.
- [165] S. Lévy, D. Fischer, R. Stannarius, E. Somfai, T. Börzsönyi, L. Brendel, J. Török, Phys. Rev. E 103 (2021) 042901.
- [166] C. Kloss, C. Goniva, A. Hager, S. Amberger, S. Pirker, Prog. Comput. Fluid Dyn. An Int. J. 12 (2012) 140–152.
- [167] L. Vásárhelyi, D. Sebök, I. Szent, Á. Tóth, S. Lévy, R. Vajtai, Z. Kónya, Á. Kukovecz, Oxford Open Mater. Sci. 3 (2023) itad014.
- [168] H. Huang, C. Qian, F. Zhao, J. Qu, J. Guo, M. Danzinger, Constr. Build. Mater. 110 (2016) 293–299.
- [169] M.H.R. Khudhair, M.S. Elyoubi, A. Elharfi, J. Mater. Environ. Sci. 9 (2018) 56–65.
- [170] Y. Zhang, X. Kong, Constr. Build. Mater. 53 (2014) 392–402.
- [171] Y. Huang, Z. Yang, W. Ren, G. Liu, C. Zhang, Int. J. Solids Struct. 67–68 (2015) 340–352.
- [172] C.-C. Vu, O. Plé, J. Weiss, D. Amitrano, Constr. Build. Mater. 263 (2020) 120126.

[173] Q. Yang, Y. Yu, W. Cheng, W. Cui, Q. Xin, C. Gao, L. Zheng, *Energy & Fuels* 36 (2022) 320–332.