

Автоматизація кількісного аналізу структури композиційних матеріалів

У роботі запропоновано метод автоматизованого кількісного аналізу структури композиційних матеріалів, який відрізняється меншою трудомісткістю та більшою високою точністю порівняно з традиційним металографічним методом. Суть методу полягає в обробці цифрових мікрофотографій структури за допомогою спеціальної комп'ютерної програми та подальшою побудовою двомірних і тривимірних моделей зон контактної взаємодії композиційних матеріалів. Аналіз структури зон контактної взаємодії виконано шляхом розкладання кривої розподілу густини імовірності коефіцієнтів відбиття світла від поверхні шліфа на окремі гаусіани і розрахунку параметрів для гаусіан. Розкладання сумарної кривої зроблено методом поетапного вилучення гаусіан з сумарного розподілу. Вилучені ділянки розподілу після логарифмування мали вигляд квадратичної функції. Тому після апроксимації цих ділянок квадратичною функцією знаходили параметри та будували окремі гаусіани. Відношення площі окремих гаусіан до їх сумарної площі дорівнювало відносному вмісту відповідної фази у структурі композиційних матеріалів. Ширину зон контактної взаємодії визначали за найбільшою осцилюючою ділянкою на графіках залежності коефіцієнтів відбиття світла від координати перерізу в декартових координатах.

Ключові слова: композиційні матеріали; коефіцієнти відбиття світла; густина імовірності; гаусіана; відносний вміст фаз; ширина зон контактної взаємодії.

Постановка проблеми. Проблема подовження терміну роботи деталей швидкозношуваного обладнання вимагає постійного пошуку нових матеріалів, що мають підвищену стійкість за конкретних умов експлуатації. У теперішній час широко застосовують макрогетерогенні композиційні матеріали. За умови правильного вибору їх структурних складових – наповнювача і металевої зв'язки – можна отримати матеріал із унікальними властивостями, що поєднує, наприклад, високу твердість і пластичність. У зв'язку з цим виникає питання розробки нових методів, що визначають склад фаз та їх кількісне відношення у структурі. Також потребують уваги методи якісного вимірювання ширини зон контактної взаємодії (ЗКВ) між наповнювачем і матрицею композиційних матеріалів.

Аналіз останніх досліджень і публікацій. Управління властивостями композиційних матеріалів досягається за рахунок правильного визначення характеристик його структури. А саме ширини та відносного вмісту фаз у зонах контактної взаємодії між наповнювачем і зв'язкою. Це дозволяє з'ясувати, які процеси проходять на границях поділу композиційних матеріалів під час просочення та прогнозувати ці процеси [1, 2]. На цей час для дослідження структури композиційних матеріалів широко застосовують методи кількісної металографії [3, 4]. Проте ці методи мають невисоку точність через те, що людське око не в змозі якісно відрізнити відтінки зображення. Також цей метод доволі трудомісткий. Для ідентифікації фаз, вимірювання ширини і відносного вмісту фаз у структурі зон контактної взаємодії, визначення фізичних характеристик структурних складових композиційних матеріалів можна використати автоматизований метод аналізу зображень. Цей метод уже успішно застосовують, наприклад в тонкошаровій хроматографії для аналізу сумішей фаз та вивчення фізико-хімічних властивостей [5, 6]. Завдяки тому, що в цьому методі програма враховує відтінки сірого, точність його може бути вищою, ніж традиційного металографічного методу. Однак у літературі практично відсутні відомості про застосування методу автоматизованого кількісного аналізу структури композиційних матеріалів на практиці. У зв'язку з цим потребує вивчення можливість визначення структурних характеристик складових композиційних матеріалів за допомогою цього методу.

Мета дослідження. Розробити метод автоматизованого кількісного аналізу для визначення структурних характеристик зон контактної взаємодії на границях поділу композиційного матеріалу зі зв'язкою Fe–C–B–P–Mo, зміцненого сплавом-наповнювачем W–C.

Викладення основного матеріалу. Цифрові мікрофотографії поверхні шліфів композиційних матеріалів W–C/Fe–C–B–P–Mo отримували на мікроскопі «Неофот» (рис. 1). Оцифровані зображення у форматі jpg сканували за допомогою програми ТСХ-менеджер [7, 8]. У програмі формувалась відповідна матриця, число значень якої дорівнювало кількості пікселів, що відображають відповідний знімок.

Сканування мікрофотографій структури композиційних матеріалів проводили наступним чином. За допомогою меню, яке міститься в програмі, обирали певну ділянку на мікрофотографії та обмежували її за контуром. При скануванні піксель виражався через rgb-функцію [9], тобто функцію співвідношення

красного, зеленого і синього кольорів, кожний з яких мав власну інтенсивність за яскравістю. Програма, що використовувалася, підсумовувала інтенсивність трьох кольорів і представляла її як коефіцієнт відбиття світла від поверхні шліфа. Також програма пропонувала відповідні усереднення. В меню даний показник визначався від 1 до 15. Залежно від вибору програма трансформувала інтенсивність кожного пікселя. Якщо вибрано 1, то усереднення виконувалося за одним пікселем, якщо 15, то – за 15 пікселями. Усереднення є корисним у тому випадку, коли потрібно зменшити матриці інтенсивності світлового відбиття або поглинання.

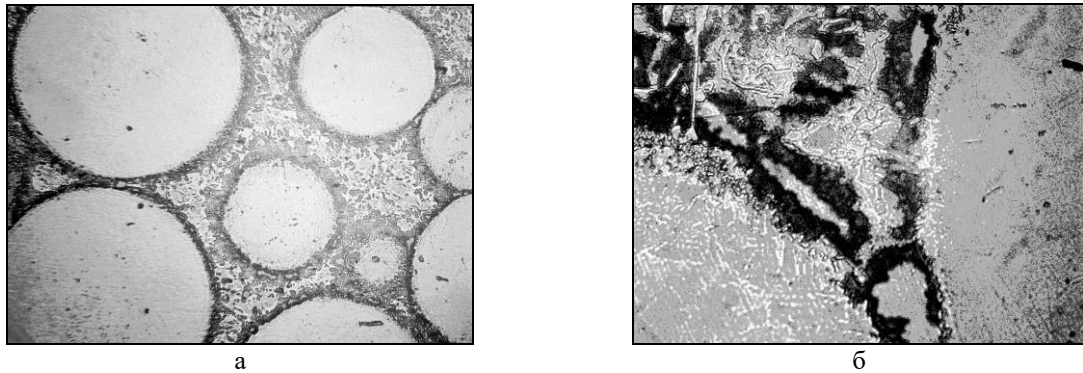


Рис. 1. Фотографії композиційного матеріалу $W-C/Fe-C-B-P-Mo$, зроблені на мікроскопі «Неофот»: а – $\times 100$; б – $\times 400$

Таким чином оцифрований знімок ділянки зони контактної взаємодії трансформували у двовірну цифрову матрицю. Для того, щоб уникнути похибок при експерименті (фотографуванні), всі значення матриці виражали у відносних до максимального значення, тобто нормували до максимальних. Таким чином, максимальне значення складало 1, а мінімальне – 0. Розподіл коефіцієнтів відбиття світла від поверхні шліфа визначалося розташуванням фаз у структурі границі поділу між наповнювачем і зв'язкою композиційного матеріалу. Отриману матрицю коефіцієнтів відбиття світла розглядали як певну статистичну систему, елементи якої відображують просторову конфігурацію фаз. У деяких випадках для полегшення розрахунків використовували обернену до коефіцієнта відбиття світла величину – коефіцієнт поглинання світла.

Побудовані тривимірні і двовірні згладжені графічні моделі зон контактної взаємодії у структурі композиційного матеріалу $W-C/Fe-C-B-P-Mo$ наведені на рис. 2, 3.

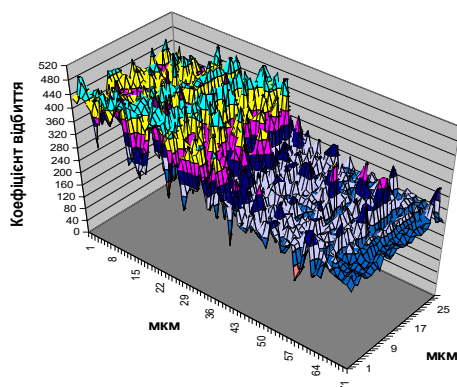


Рис. 2. Тривимірні графічна модель зони контактної взаємодії композиційного матеріалу

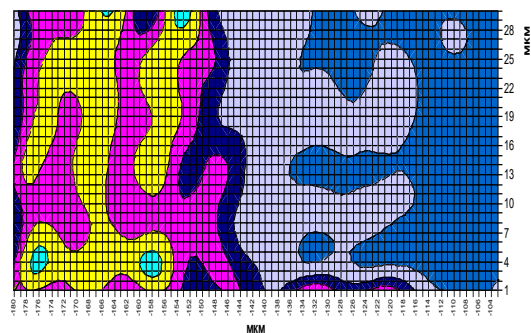


Рис. 3. Двовірні графічна модель зони контактної взаємодії композиційного матеріалу

Можна побачити, що поверхня наведених моделей не є згладженою і має багато нерівностей, тобто флуктуацій значень коефіцієнтів відбиття світла. Для того, щоб поверхня була більш згладженою використовували програму «Гусениця» [10] (рис. 4). Даний метод розкладає просторові ряди на складові, такі як тренд, коливальні компоненти та шум. На першому етапі просторовий ряд розкладається на елементарні складові, за виглядом яких можна визначити, до якої складової вихідного ряду вони відносяться. Також при ідентифікації складових можна скористатися тим, що вони впорядковані за величиною їх внеску у вихідний ряд. Після ідентифікації компонент розкладання обираються ті, які ідентифіковані як пов'язані зі складовою вихідного ряду. Далі ця складова відновлюється з урахуванням обраних компонент розкладання.

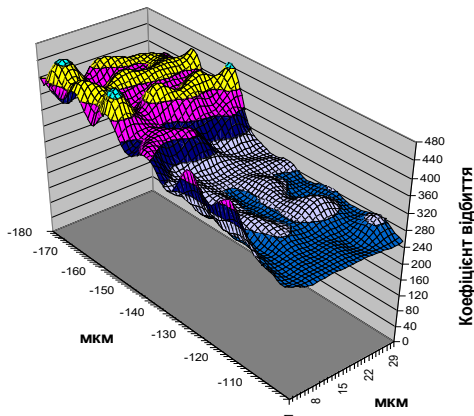


Рис. 4. Тривимірна згладжена графічна модель зони контактної взаємодії композиційного матеріалу

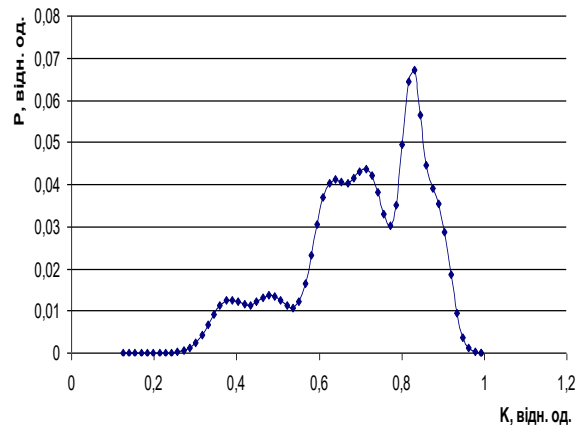


Рис. 5. Сумарний розподіл густини імовірності P коефіцієнтів відбиття світла

Після обробки даних матриці програмою «Гусениця» будували розподіл густини імовірності коефіцієнтів відбиття світла (рис. 5) за допомогою вбудованих функцій програми ТСХ-менеджер. Кожна гаусіана розподілу відповідала певній фазі структури границі поділу композиційного матеріалу. Для того, щоб провести ідентифікацію гаусіан до певних фаз та визначити їх відносний вміст, необхідно було розкласти сумарний розподіл густини ймовірності на окремі гаусіани. За явно вираженими ділянками гаусіан розподілу визначали параметри гаусіани та відновлювали її. Для цього виділяли на кривій розподілу явно виражені значення гаусіани, логарифмували їх та апроксимували квадратичною функцією (рис. 6). Коефіцієнт регресії, близький до одиниці, вказує на те, що обрана ділянка з сумарного розподілу є функцією Гауса. Слід зауважити, що виділення складових гаусіан стає можливим, оскільки усі фрагменти зображення на оцифрованому знімку чітко виражені.

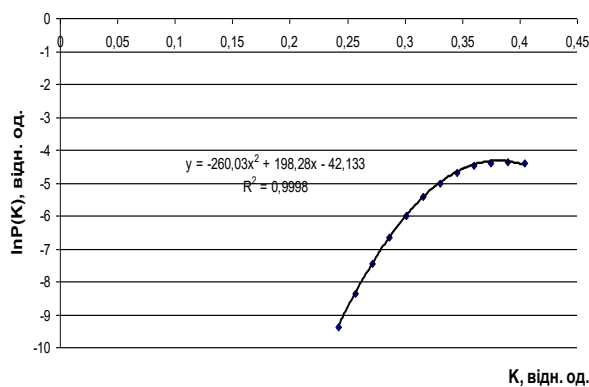


Рис. 6. Квадратична апроксимація логарифма густини імовірності коефіцієнтів відбиття світла

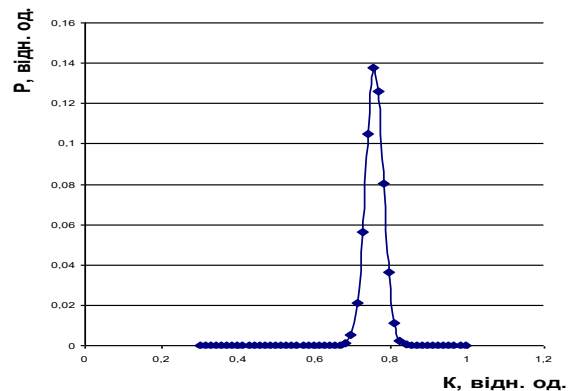


Рис. 7. Побудована окрема гаусіана

Потім враховували те, що

$$\ln f(K_i) = a_2 K_i^2 + a_1 K_i + a_0,$$

$$a_2 = -\frac{1}{2\sigma^2}; a_1 = \frac{I}{\sigma^2}; a_0 = \left(\ln A - \frac{1}{2\sigma^2} \bar{K}^2 \right), \quad (1)$$

де K – поточне значення коефіцієнта відбиття; \bar{K} – середнє арифметичне значення; σ – середнє квадратичне відхилення; A – амплітуда (максимальне значення імовірності знаходження значень коефіцієнтів відбиття в інтервалі з середнім значенням \bar{K}). Логарифмічне представлення функції нормального розподілу має таку квадратичну залежність:

$$f(K) = A e^{-\frac{(\bar{K}-K)^2}{2\sigma^2}}, \quad (2)$$

$$\ln f(K_i) = \ln A - \frac{1}{2\sigma^2} (K_i - \bar{K})^2 = -\frac{1}{2\sigma^2} K_i^2 + \frac{\bar{K} K_i}{\sigma^2} + \left(\ln A - \frac{1}{2\sigma^2} \bar{K}^2 \right). \quad (3)$$

За значеннями коефіцієнтів a_0, a_1, a_2 знаходили A, σ, \bar{K} і будували відповідну гаусіану (рис. 7). Вилучивши дану складову з усіх значень, таким самим чином будували наступну гаусіану. На рис. 8 показаний загальний розподіл густини імовірності після вилучення першої гаусіани. Визначивши складові теоретичного розподілу, додавали їх і отримували сумарні криві теоретичного розподілу [11,12] (рис. 9). Цей розподіл отриманий з фотографії структури зон контактної взаємодії, фази якої ідентифікували за допомогою методу рентгеноспектрального мікроаналізу [13].

Для визначення відносного вмісту фаз у структурі границь поділу між наповнювачем і зв'язкою композиційного матеріалу вимірювали частку площі відповідної гаусіани по відношенню до сумарної площі гаусіан. Ідентифікацію фаз (відповідних гаусіан) проводили шляхом порівняння середнього значення даної гаусіани з середніми значеннями гаусіан еталонного розподілу.

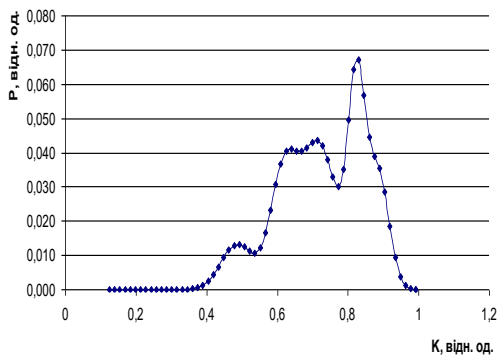


Рис. 8. Сумарний розподіл густини імовірності P коефіцієнтів відбиття після вилучення першої гаусіани

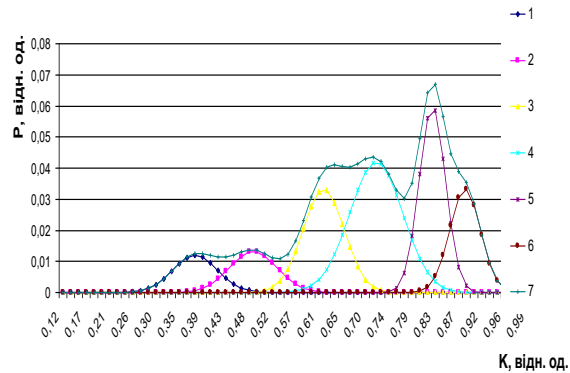


Рис. 9. Складові сумарного розподілу густини імовірності коефіцієнтів відбиття світла для структурних складових ЗКВ [13]: 1 – W_2C ; 2 – WC ; 3 – евтектика $Fe-Fe_3C$; 4 – аустеніт; 5,6 – Fe_3W_3C ; 7 – сумарний розподіл.

Результати сканування використовували також для вимірювання ширини зон контактної взаємодії. Для цього будували графіки залежності коефіцієнтів відбиття світла від координати перерізу в декартових координатах. Отримані графіки обробляли за допомогою програми сингулярного аналізу числових рядів «Гусениця» з виділенням трендової кривої. Найбільш осцилююча ділянка кривої відповідала багатofазній структурі зони контактної взаємодії композиційних матеріалів. На рис. 10. показано дві осцилюючі ділянки кривої, які відповідають зонам контактної взаємодії.

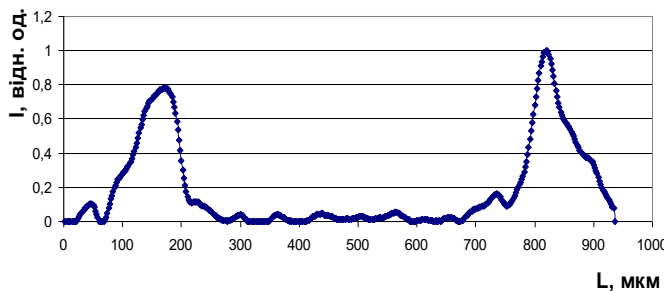


Рис. 10. Залежність коефіцієнтів відбиття світла від координати шліфа

Слід зазначити, що знайдений параметр гаусіани σ (середнє квадратичне відхилення) може знадобитися при розрахунку такої характеристики фази, як ентропія. Це дозволяє розрахувати

середньгеометричні частоти коливань фаз, а отже і швидкість розчинення фаз наповнювача в розплавленій зв'язці під час просочування композиційних матеріалів [14].

Результати визначення відносного вмісту фаз і ширини зон контактної взаємодії, вимірянних металографічним та автоматизованим методами, наведено в таблицях 1 і 2. Порівняльний аналіз методів показав, що похибка визначення вмісту фаз автоматизованим методом на порядок менша, ніж металографічним. Значення відносного вмісту фаз та ширини зон контактної взаємодії, визначені автоматизованим методом, відповідно в середньому на 97 та 83 % співпадають з цими величинами, виміряними кількісним металографічним методом.

Таблиця 1

Відносний вміст фаз у зонах контактної взаємодії композиційного матеріалу W-C/Fe-C-B-P-Mo, об. %

Метод дослідження	Вміст структурної складової [9]				
	WC	W ₂ C	Евтектика Fe-Fe ₃ (C,B)	Fe ₃ W ₃ C	Аустеніт
Металографічний	35,0 ±5,3	12,8 ±3,0	12,8 ±3,0	23,7 ±5,4	23,4 ±5,5
Автоматизований	33,3 ±0,7	14,2 ±0,8	14,2 ±0,8	19,4 ±0,6	21,3 ±0,7

Таблиця 2

Ширина зон контактної взаємодії композиційних матеріалів, мкм

Композиційний матеріал	Метод	Металографічний	Автоматизований
W-C/Fe-C-B-P		88,16±11,44	53,67±9,54
W-C/Fe-C-B-P-Mo		66,07±7,61	48,45±5,67

Висновки:

За результатами роботи можна зробити наступні висновки:

- для визначення структурних характеристик фаз у зонах контактної взаємодії композиційних матеріалів можна застосувати запропонований автоматизований метод кількісного аналізу структури, що є більш точний і менш трудомісткий, ніж відомий металографічний метод;
- автоматизований метод базується на скануванні оригінальною програмою фотографій мікроструктури зон контактної взаємодії композиційних матеріалів та подальшому розкладанні розподілу густини імовірності коефіцієнтів відбиття світла від шліфа на окремі гаусіани;
- застосування автоматизованого методу дозволить визначати фізичні характеристики фаз, такі як ентропія, теплоємність й інші та прогнозувати характер процесів контактної взаємодії між наповнювачем та зв'язкою композиційних матеріалів під час просочення.

Список використаної літератури:

1. Суховая Е.В. Влияние фосфора и молибдена на структуру и свойства сплавов Fe-C-B / Е.В. Суховая, Ю.В. Сыроватко, Н.В. Карпенко // Вісник Дніпропетр. ун-ту. Серія : Фізика. Радіоелектроніка. – 2010. – Вип. 17. – Т. 18. – № 2 – С. 69–73.
2. Суховая Е.В. Влияние фосфора и молибдена механизм и кинетику формирования границ раздела в композиционных материалах со связкой Fe-B-C / Е.В. Суховая, Ю.В. Сыроватко // Вісник Дніпропетр. націон. ун-ту залізничного транспорту ім. акад. В.Лазаряна. – 2010. – Вип. 34. – С. 219–225.
3. Laplanche G. Microstructures and mechanical properties of Al-base composite materials reinforced by Al-Cu-Fe particles / G.Laplanche, A.Joulain, J.Bonneville // Journal of Alloys and Compounds. – 2010. – No. 493. – P. 453–460.
4. Zhenyuan L. Microstructures and mechanical properties of Al-7%Si matrix composites reinforced by Al₆₃Cu₂₅Fe₁₂ icosahedral quasicrystal particles / L.Zhenyuan, G.Haoran, Q.Haiou // Applied Mechanics and Materials. – 2011. – Vol. 55–57. – Pp. 1022–1027.
5. Zaitseva I. Molecular Diffusion Water Exchange in Compartments of Tissue Water of Maze / I.Zaitseva // International Letters of Natural Sciences. – 2016. – Vol. 51. – Pp. 21–28.
6. Просторова агроекологія та рекультивация земель / О.А. Демидов, А.С. Кобець, Ю.І. Грицан, О.В. Жуков. – Дніпропетровськ : Вид-во «Свідлер А.Л.», 2013. – 560 с.
7. Башев В.Ф. Статистический анализ микроструктуры композиционных материалов / В.Ф. Башев, Е.В. Суховая, Ю.В. Сыроватко // Строительство, материаловедение, машиностроение : сб. науч. трудов. – Вип. 64. – Днепропетровск : ПГАСА, 2012. – С. 53–57.
8. Сыроватко Ю.В. Статистический анализ напряжений у структурі просочених композиційних матеріалів / Ю.В. Сыроватко, О.В. Сухова // Вісник Дніпропетр. ун-ту. Серія : Ракетно-космічна техніка. – 2012. – Вип. 16 (2). – Т. 20. – № 4. – С. 258–263.
9. Функция rgb [Электронный ресурс]. – Режим доступа : <https://html5book.ru/funkciya-rgb/>.

10. Голяндина Н.Э. Метод «Гусеница»-SSA: анализ временных рядов: учеб. пособие / Н.Э. Голяндина. – СПб., 2004. – 76 с.
11. Суховая Е.В. Закономерности структурообразования межфазных границ раздела в композиционных материалах / Е.В. Суховая, Ю.В. Сыроватко // Вісник Східноукраїнського націон. ун-ту ім. В.Даля. – 2011. – № 8 (162). – С. 177–184.
12. Суховая Е.В. Процессы контактного взаимодействия в композиционных материалах с микрокристаллическим наполнителем / Е.В. Суховая, В.А. Сыроватко, Ю.В. Сыроватко // Физическая инженерия поверхности. – 2011. – Т. 9. – № 3. – С. 269–273.
13. Суховая Е.В. Особенности структурообразования композиционных материалов растворно-диффузионного типа / Е.В. Суховая, Ю.В. Сыроватко // Металлофизика и новейшие технологии. – 2012. – Т. 33. – С. 371–378.
14. Сухова О.В. Особливості процесів розчинення евтектичних фаз WC і W₂C у зонах контактної взаємодії композиційних матеріалів / О.В. Сухова, Ю.В. Сыроватко // Фізика і хімія твердого тіла. – 2016. – Т. 17. – № 3. – С. 363–367.

References:

1. Sukhovaya, E.V., Syrovatko, Yu.V. and Karpenko N.V. (2010), «Vliyanie fosfora i molibdena na strukturu i svoystva splavov Fe–C–B», *Visnik Dnipropetr. un-tu, Seriya Fizika, Radioelektronika*, Iss. 17, Vol. 18, No. 2, pp. 69–73.
2. Sukhovaya, E.V. and Syrovatko, Yu.V. (2010), «Vliyanie fosfora i molibdena mehanizm i kinetiku formirovaniya granic razdela v kompozicionnyh materialah so svyazkoy Fe–B–C», *Visnik Dnipropetr. nacion. un-tu zaliznichnogo transportu im. akad. V.Lazaryana*, Iss. 34, Pp. 219–225.
3. Laplanche, G., Joulain, A., Bonneville, J. and others (2010), «Microstructures and mechanical properties of Al-base composite materials reinforced by Al-Cu-Fe particles», *Journal of Alloys and Compounds*, No. 493, Pp. 453–460.
4. Zhenyuan, L., Haoran, G. and Haiou, Q. (2011), «Microstructures and mechanical properties of Al-7%Si matrix composites reinforced by Al₆₃Cu₂₅Fe₁₂ icosahedral quasicrystal particles», *Applied Mechanics and Materials*, Vol. 55–57, Pp. 1022–1027.
5. Zaitseva, I. (2016), «Molecular Diffusion Water Exchange in Compartments of Tissue Water of Maze», *International Letters of Natural Sciences*, Vol. 51, Pp. 21–28.
6. Demidov, O.A., Kobets', A.S., Grytsan, Yu.I. and Zhukov, O.V. (2013), *Prostorova agroekologiya ta rekul'tivatsiya zemel'*, Dnipropetrovs'k, Vyd-vo «Svidler A.L.», 560 p.
7. Bashev V.F., Sukhovaya, E.V., and Syrovatko, Yu.V. (2012), «Statisticheskii analiz mikrostruktury kompozicionnyh materialov, Stroitel'stvo, materialovedenie, mashinostroenie», *Sb. nauch. Trudov*, Iss. 64, Dnepropetrovsk, PGASA, Pp. 53–57.
8. Syrovatko, Yu.V. and Sukhova, O.V. (2012), «Statystychnyi analiz napruzhen u strukturi prosochenykh kompozytsiinykh materialiv» *Visnyk Dnipropetr. un-tu. Seriya Raketno-kosmichna tekhnika*, Iss. 16 (2), Vol. 20, No. 4, Pp. 258–263.
9. Funkciya rgb, available at: <https://html5book.ru/funkciya-rgb/>
10. Golyandina, N.E. (2004), *Metod «Gusenica»- SSA: analiz vremennykh ryadov*, 76 p.
11. Sukhovaya, E.V. and Syrovatko, Yu.V. (2011), «Zakonomernosti strukturoobrazovaniya mezhfaznykh granic razdela v kompozicionnyh materialah», *Visnik Shidnoukraïns'kogo nacion. un-tu im. V.Dalya*, No. 8 (162), Pp. 177–184.
12. Suvovaya, E.V., Syrovatko, V.A. and Syrovatko, Yu.V. (2011), «Processy kontaktnogo vzaimodeystviya v kompozicionnyh materialah s mikrokrystalicheskim napolnitelem», *Fizicheskaya inzheneriya poverhnosti*, Vol. 9, No. 3, Pp. 269–273.
13. Sukhovaya, E.V. and Syrovatko, Yu.V. (2012), «Osobennosti strukturoobrazovaniya kompozicionnyh materialov, rastvorno-diffuzionnogo tipa», *Metallofizika i noveishie tekhnologii*, Vol. 33, Pp. 371–378.
14. Sukhova, O.V. and Syrovatko, Yu.V. (2016), «Osoblyvosti protsesiv rozchynennia evtektichnykh faz WC i W₂C u zonakh kontaktnoi vzaiemodii kompozytsiinykh materialiv», *Fizyka i khimiiia tverdoho tila*, Vol. 17, No. 3, Pp. 363–367.

Сухова Олена Вікторівна – доктор технічних наук, професор кафедри експериментальної фізики та фізики металів Дніпровського національного університету імені Олеся Гончара.

Наукові інтереси:

- композиційні матеріали;
- фазові перетворення.

E-mail: sukhovaya@ukr.net.

Сыроватко Юлія Володимирівна – кандидат фізико-математичних наук, провідний фахівець лабораторії екологічної безпеки та якості продукції ДУ «Інститут охорони ґрунтів України».

Наукові інтереси:

- фізика поверхонь;
- комп'ютерна інженерія.

E-mail: syr_ula_vlad@ukr.net.

Стаття надійшла до редакції 01.08.2018.