



УДК 669.01:539.215.2:006.354

Поступила 23.06.2014

Е. В. КОЛЕСНИК, Украинский государственный химико-технологический университет

АВТОМАТИЗИРОВАННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАЗМЕРА КРИСТАЛЛОВ В ЭЛЕКТРООСАЖДЕННЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ

Предложена методика автоматизированного определения размера кристаллов в электроосажденных металлических материалах, включающая цифровую обработку электронно-микроскопического изображения структуры с последовательным применением полосно-пропускающего фильтра, основанного на быстром преобразовании Фурье, Watershed-алгоритма и разбиения Вороного, с дальнейшим измерением размера кристаллов одним из традиционных методов.

Methods of automated determination of the crystals size in the electrodeposited metal materials including digital processing of the electronic and microscopic image of the structure with sequential use of the low-and-high-leaky filter based on fast transformation of Fourier, Watershed-algorithm and decomposing of Voronoi with further measurement of the crystal size with one of the traditional methods is offered.

Одним из основных параметров, влияющих на свойства металлических материалов, является размер структурных составляющих. Поэтому достоверное определение их размера остается достаточно актуальной задачей. Применение компьютерной техники и современных программных продуктов позволяет повысить эффективность и производительность измерений, а также в той или иной мере автоматизировать этот процесс, что дает возможность исследовать большую площадь образцов, повышая, тем самым, достоверность результатов. Несмотря на наличие достаточно эффективных разработок [1–5], тем не менее, ряд вопросов в данной области требует дополнительных исследований. Так, определенную сложность при автоматизированной обработке изображений структуры представляет выявление границ структурных составляющих [1, 6, 7], что может быть вызвано низким качеством цифрового изображения (слабая освещенность, низкий контраст, зашумленность) [1], недостаточной глубиной резкости оптической системы, а также недостатками в подготовке образцов [6].

Кроме того, специфика исследуемого объекта часто требует специальной методики обработки изображения. В частности, электроосажденные металлические материалы, широко применяемые в виде покрытий металлоизделий различного назначения, имеют ряд особенностей, которые необходимо учитывать при автоматизированной обработке изображений их структуры. Необходимость

экономии дорогостоящих цветных металлов (особенно хрома, никеля, олова, благородных металлов), достаточно широко применяемых в качестве покрытий, заставляет постоянно снижать их толщину, которая в ряде случаев может составлять десятки и сотни доли микрометра. При исследовании таких образцов в связи с малой толщиной покрытия шлифы не готовятся, а определение размеров структурных составляющих часто производится методом растровой электронной микроскопии, не требующей специальной подготовки образцов. Однако в этом случае автоматизированное измерение структурных составляющих затрудняется, так как изображение структуры является трехмерным и, как правило, не содержит достаточно четких и контрастных границ элементов структуры, характерных, например, для традиционных травленных металлографических шлифов.

Поскольку электроосаждаемые покрытия формируются в условиях высокоэнергетического воздействия на материал (катодная плотность тока может достигать десятков А/дм² и более), т. е. в термодинамически неравновесных условиях, для которых, как правило, характерна неравновесная структура [8]. В этом случае использование в качестве характеристики структуры только среднего размера кристаллов, очевидно, не достаточно. Поэтому представляет интерес исследование статистического распределения кристаллов по размерам, что еще раз подтверждает необходимость автоматизированной обработки изображений в связи с трудоемкостью данного вида исследований.

Современные графические программные пакеты общего назначения предлагают широкий спектр встроенных алгоритмов цифровой обработки изображений [9, 10], что, с одной стороны, создает широкое поле деятельности для исследователя, но с другой – несколько затрудняет выбор подходящей методики для конкретного объекта исследования.

Цель данной работы – разработка методики автоматизированной обработки растровых электронно-микроскопических изображений структуры электроосажденных металлических материалов для достоверного определения размера кристаллов.

Предварительный опыт автора по исследованию структуры электроосажденных материалов позволил сформулировать основные задачи данной методики:

- повышение контрастности границ кристаллов;
- разделение смежных кристаллов с нечеткой границей раздела;
- преобразование трехмерного изображения в плоскую сетку границ кристаллов;
- дальнейшее измерение и статистическая обработка размеров кристаллов одним из традиционных методов.

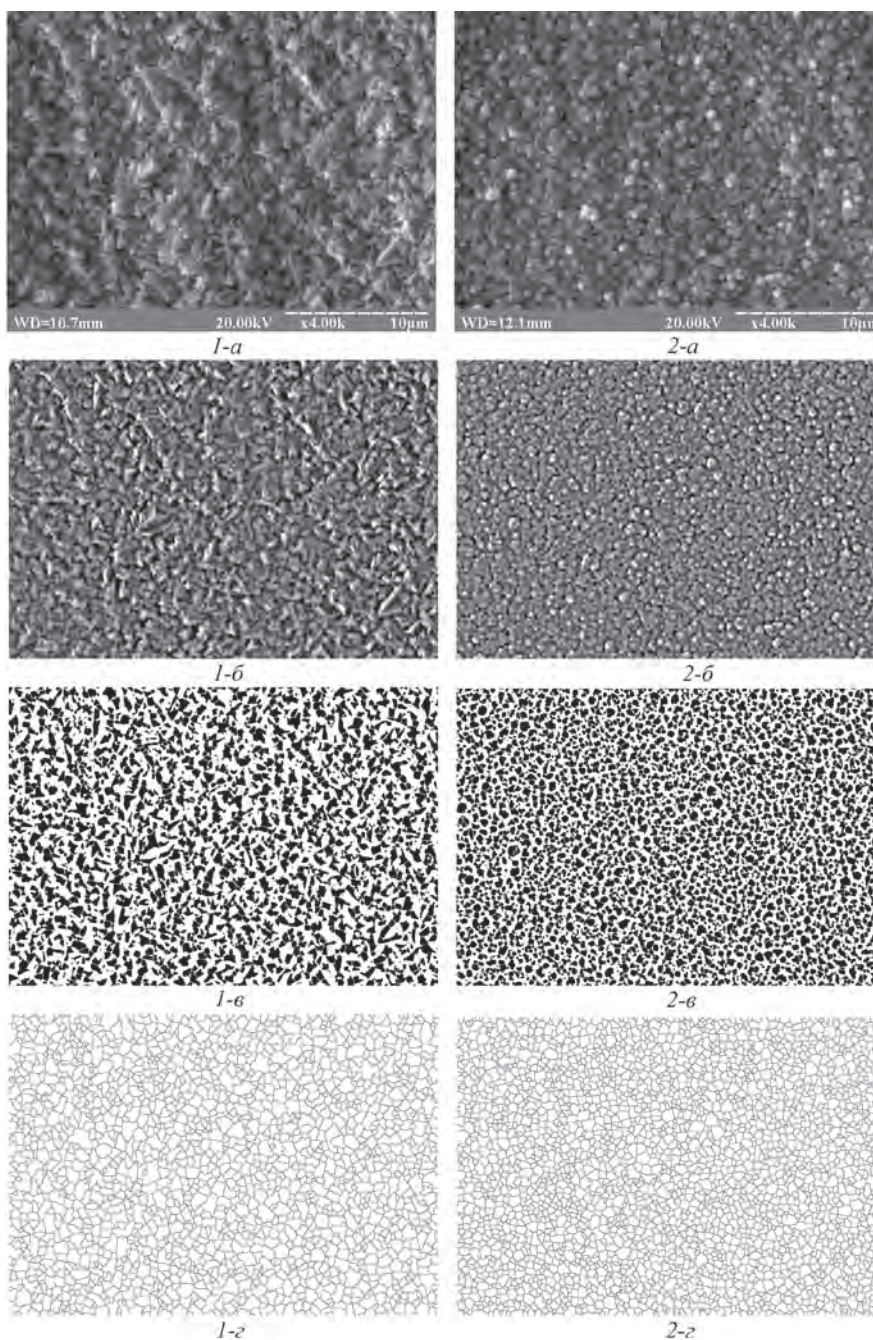


Рис. 1. Результаты последовательной обработки электронно-микроскопических изображений структур электроосажденных покрытий сплавами Fe-Zn с разным содержанием Zn (1 – 10% Zn, толщина 15 мкм; 2 – 90% Zn, толщина 5 мкм): а – исходное изображение (x4000); б – полосно-пропускающий фильтр; в – бинаризация и Watershed-алгоритм; г – разбиение Вороного

Анализ доступных алгоритмов обработки изображений современных программных пакетов и их практическая отработка на структурах электроосажденного железа [11–13] и сплавов на его основе [14–16] позволили выявить и предложить оптимальное сочетание операций цифровой обработки электронно-микроскопических изображений электроосажденных материалов (рис. 1). Фотографии микроструктуры поверхности были получены на растровом электронном микроскопе РЭМ-106И в режиме вторичных электронов при ускоряющем напряжении 20 кВ (рис. 1, а).

Для повышения контрастности границ кристаллов предлагается использовать полосно-пропускающий (Bandpass) фильтр, реализованный, в частности, в пакете ImageJ [17, 18] и использующий быстрое преобразование Фурье [19], позволяющий удалять как высокие, так и низкие пространственные частоты в изображении. При этом необходимо экспериментально подобрать уровни отсекаемых частот, обеспечивающие наиболее контрастное изображение границ (рис. 1, б). В некоторых случаях для равноосных кристаллов с достаточно четкими границами данный фильтр можно не использовать, однако, как показала практика, подавляющее большинство исследованных структур требуют его применения.

Для разделения смежных кристаллов с нечеткой границей раздела предлагается использовать одну из разновидностей Watershed-алгоритма [20], предложенную в работе [21]. Перед обработкой изображения по данному алгоритму фотография предварительно подвергается бинаризации для перехода от оттенков серого к двухцветному изображению (рис. 1, в).

Для преобразования полученного изображения в плоскую сетку границ кристаллов предлагается использовать известное в математике разбиение

Вороного [22]. Это такое разбиение плоскости, содержащей конечное множество точек, на выпуклые многоугольники, при котором каждый многоугольник содержит только одну такую образующую точку и любая другая точка в данном многоугольнике расположена ближе к его образующей точке, чем к любым другим образующим точкам соседних многоугольников. Watershed-алгоритм и разбиение Вороного также реализованы в пакете ImageJ.

После разбиения Вороного, на завершающем этапе одним из традиционных методов [23] определяется средний размер кристаллов, например, методом секущих или методом подсчета количества зерен, приходящихся на единицу поверхности, либо с применением численных методов определяются характеристики статистического распределения размеров кристаллов, что не представляет особых трудностей для подготовленного по предложенной методике изображения сетки границ кристаллов. Так, для структур, представленных на рис. 1, а, б, средний размер кристаллов составил 0,60 и 0,47 мкм соответственно. Статистическое распределение размеров кристаллов в этих структурах показано на рис. 2.

При практическом использовании данной методики рекомендуется на начальном этапе в ручном режиме на одном-двух изображениях структуры подобрать значения пороговых частот полосно-пропускающего фильтра, которые обеспечивают получение приемлемого изображения плоской сетки границ. В дальнейшем, пользуясь этими значениями, проводят автоматизированную обработку серии изображений данного образца, а возможно и других однотипных образцов при условии достаточного подобия структуры.

Следует отметить, что предложенная методика не претендует на безупречное определение разме-

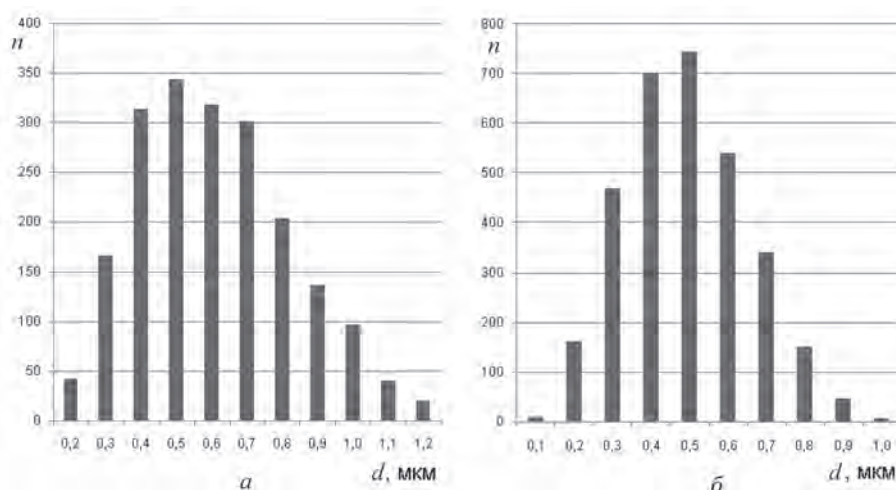


Рис. 2. Распределение размеров кристаллов в структуре электроосажденных покрытий сплавами Fe-Zn: а – 10% Zn, толщина 15 мкм; б – 90% Zn, толщина 5 мкм

ров кристаллов, однако позволяет существенно ускорить процесс измерений с приемлемым, по мнению автора, уровнем достоверности результатов, особенно для сравнительного анализа нескольких образцов с подобной структурой.

Выводы

Для автоматизации процесса определения размера кристаллов в электроосажденных металлических материалах предлагается использовать методику цифровой обработки растровых электронно-микроскопических изображений их структуры, включающую следующие операции:

- повышение контрастности границ кристаллов при помощи полосно-пропускающего

фильтра, основанного на быстром преобразовании Фурье;

- разделение смежных кристаллов с нечеткой границей раздела при помощи Watershed-алгоритма;
- преобразование изображения в плоскую сетку границ кристаллов при помощи разбиения Вороного;
- дальнейшее измерение и статистическую обработку размеров кристаллов одним из традиционных методов.

Данная методика может быть использована также для определения размеров структурных составляющих на электронно-микроскопических изображениях структуры других материалов и покрытий.

Литература

1. Peregrina-Barreto H., Terol-Villalobos I.R., Rangel-Magdaleno J.J., Herrera-Navarro A.M., Morales-Hernandez L.A., Manriquez-Guerrero F. Automatic grain size determination in microstructures using image processing // *Measurement*. 2013. № 1 (46). P. 249–258.
2. Benesova W., Rinnohofer A., Jakob G. Determining the average grain size of super-alloy micrographs // 2006 IEEE International Conference on Image Processing, 8–11 Oct. 2006. Atlanta, USA. P. 2749–2752.
3. Diogenes A.N., Huff E.A., Fernandes C.P. Grain size measurement by image analysis: an application in the ceramic and in the metallic industries // *Proceedings of COBEM 2005. 18th International Congress of Mechanical Engineering*, 6–11 Nov 2005. Ouro Preto, Brazil.
4. Пронищев А. Н. Метод автоматизированного измерения размера зерна микроструктуры топливных таблеток // *Инженерная физика*. 2005. № 3. С. 60–64.
5. Latala Z., Wojnar L. Computer-aided versus manual grain size assessment in a single phase material // *Materials Characterization*. 2001. № 2–3 (46). P. 227–233.
6. Никитаев В. Г., Погорелов А. К., Пронищев А. Н. Выделение границ зерен на изображениях микроструктуры материалов методом адаптивной бинаризации // *Научная сессия МИФИ-2000: Сб. науч. тр. М.: МИФИ, 2000. Т. 1. С. 198–199.*
7. Пронищев А. Н. Метод автоматизированного построения границ зерен при обработке изображений микроструктуры керамических материалов // *Научная сессия МИФИ-2000: Сб. науч. тр. М.: МИФИ, 2000. Т. 1. С. 210.*
8. Ковенский, И. М., Поветкин В. В. *Металловедение покрытий*. М.: СП Интермет Инжиниринг, 1999.
9. Гонсалес Р., Вудс Р. *Цифровая обработка изображений*. М.: Техносфера, 2005.
10. Яне Б. *Цифровая обработка изображений*. М.: Техносфера, 2007.
11. Колесник Е. В., Овчаренко В. И. Морфология поверхности железа, электроосажденного из сульфатного электролита // *Теория и практика металлургии*. 2011. № 5–6. Ч. 2. С. 99–102.
12. Колесник Е. В., Величко М. Т. Влияние плотности тока на кристаллографическую текстуру электроосажденного железа // *Металознавство та термічна обробка металів*. 2011. № 3. С. 26–30.
13. Колесник Е. В. Изменение совершенства кристаллографической текстуры по толщине электроосажденных железных покрытий // *Металлофизика и новейшие технологии*. 2011. Спецвыпуск. С. 401–406.
14. Колесник Е. В. Особенности структурообразования электроосажденных сплавов Fe-Ni // *Науковий вісник Національного гірничого університету*. 2013. № 5. С. 62–66.
15. Колесник Е. В., Захаров И. Д. Структура электроосажденного железа, легированного марганцем // *Металознавство та термічна обробка металів*. 2013. № 1. С. 69–72.
16. Колесник Е. В., Величко М. Т. Особенности формирования структуры электроосажденных Fe-Cr покрытий // *Металознавство та термічна обробка металів*. 2013. № 4. С. 64–68.
17. Abramoff M. D., Magalhães P. J., Ram S. J. Image processing with ImageJ // *Biophotonics International*. 2004. № 7 (11). P. 36–42.
18. Ferreira T., Rasband W. The ImageJ User Guide – IJ 1.45, imagej.nih.gov/ij/docs/guide/.
19. Brigham E. O. *The fast Fourier transform and its applications*. – New York: Prentice-Hall, 1988.
20. Roerdink J. B. T. M., Meijster A. The Watershed Transform: Definitions, Algorithms and Parallelization Strategies // *Fundamenta Informatica*. 2001. № 1–2 (41). P. 187–228.
21. Vincent L., Soille P. Watersheds in digital spaces: An efficient algorithm based on immersion simulations // *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence*. 1991. № 6 (13). P. 583–598.
22. Okabe A., Boots B., Sugihara K., Chiu S. N. (2000). *Spatial tessellations – concepts and applications of Voronoi diagrams*. – New York: John Wiley, 2000.
23. ГОСТ 5639-82. Стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна. М.: Изд-во стандартов, 1994.