



УДК 620.192.47

Поступила 12.01.2015

О НЕОБХОДИМОСТИ РАЗРАБОТКИ СОВРЕМЕННЫХ МЕТОДОВ ОЦЕНКИ ПОРИСТОСТИ МАТЕРИАЛОВ

ABOUT NECESSITY OF DEVELOPMENT OF ADVANCED METHODS FOR ASSESSMENT OF MATERIALS POROSITY

*А. Г. АНИСОВИЧ, А. С. БУЙНИЦКАЯ, ГНУ «Физико-технический институт НАН Беларуси»,
Минск, Беларусь*

*A. ANISOVICH, A. BUINITSKAYA, SSI «Physical and Technical Institute of NAS of Belarus»,
Minsk, Belarus*

Рассматривается определение пористости материалов методом сравнения по ГОСТ 9391–80 «Сплавы твердые спеченные. Методы определения пористости и микроструктуры». Показана необходимость и возможность оценки пористости методом компьютерного планиметрирования. На эталонных шкалах ГОСТ 9391 проведено определение пористости в программе обработки изображений Image SP. Показано, что ошибка определения пористости связана с низким качеством графического материала, что затрудняет также и определение пористости методом сравнения.

The paper discusses determination of materials porosity by the method of comparison defined in the standard GOST 9391–80 «Hard sintered alloys. Methods used for porosity and microstructure determination». The necessity and possibility of porosity assessment by the method of computer planimetry are shown. Using GOST 9391 standard scales the porosity was determined by means of the «Image SP» program for processing of images. It is shown that the error of determining the porosity is associated with a low quality of graphic material which also makes difficult determination of porosity by the method of comparison.

Ключевые слова. Пористость, стереометрическая металлография, стандарты, количественная металлография.

Key words. Porosity, stereometric metallography, standards, quantitative metallography.

Для оценки пористости существует набор стандартных методов. В частности, для оценки пористости металлов и сплавов применяются стандарты: ГОСТ 10243-75 «Сталь. Методы испытаний и оценки макроструктуры» и ГОСТ 9391-80 «Сплавы твердые спеченные. Методы определения пористости и микроструктуры». Эти стандарты предполагают визуальный метод оценки пористости, суть которого состоит в сравнении со шкалой эталонов пористости образцов при наблюдении как невооруженным глазом, так и с помощью микроскопов. Для этой цели в ГОСТ 9391-80 и 10243-75 предусмотрены стандартные шкалы.

В настоящее время методы сравнения при определении пористости можно считать морально устаревшими, поскольку с развитием цифровых методов обработки данных возможно определение состояния пористости многих классов материалов непосредственно по изображению структуры, что намного удобнее и точнее. Кроме того, есть и иная причина пересмотра существующих стандартов. Во-первых, развитие материаловедения и технологий получения разнообразных материалов с измененной или принципиально новой структурой требует обновления нормативной базы для их анализа металлографическими методами. Этот вопрос применительно к некоторым материалам рассматривается в [1, 2]. Во-вторых, эталоны структур к металлографическим ГОСТ разрабатывались давно (60-е – 70-е годы прошлого века) и в течение прошедшего времени неоднократно воспроизводились простым копированием. По этой причине качество печатных материалов некоторых стандартов таково, что пользоваться ими бывает затруднительно. Пример приведен на рис. 1.

В данной статье на основе методов стереометрической металлографии проведен расчет пористости на стандартных шкалах по ГОСТ 9391-80 «Сплавы твердые спеченные. Методы определения пористости и микроструктуры».

Принципы и система методов стереометрической металлографии – это методы объективной, строго количественной оценки геометрических параметров пространственного строения металлов сплавов. Применительно к объекту исследования настоящей статьи пористость возможно рассматривать как фазовую составляющую. Согласно первому основному стереометрическому соотношению [3], объемная доля структурной составляющей в сплаве равна доле площади, занимаемой ею на шлифе. Таким образом, задача сводится в определению площадей, т. е. использованию планиметрического метода. Метод отличается высокой точностью, но первоначально использовался для низкодисперсных структур в силу его высокой трудоемкости. Поэтому планиметрирование применялось только для точной оценки площадей структурных составляющих на эталонных микрофотографиях стандартных структур. В других случаях использовали линейный и точечный методы определения объемной доли фазы.

Принцип планиметрирования возможно реализовать методами компьютерного анализа в программах обработки изображений. Правомочность применения планиметрического метода доказана точными математическими соотношениями между площадью фазы на шлифе и ее объемной долей.

Определение объемной доли фазы или структурной составляющей в сплаве рассмотрено в [3]. В данной работе воспроизводится фрагмент текста из [3] в целях удобства изложения материала. Если пространственную микроструктуру двухфазного сплава представить в виде куба (рис. 2) с ребром, равным 1 мм, структура которого состоит из микрочастиц фазы α внутри матричной фазы β , то на передней грани рассматриваемого куба фиксируется двумерная структура сплава, состоящая из α - и β - фаз.

При вертикальном разбиении объема куба на z частей получаем z плоскопараллельных пластинок толщиной $\Delta = 1/z$ каждая и площадью 1 мм^2 . Поскольку число сечений может быть сколь угодно большим, а толщина пластинок Δ сколь угодно малой, то объем фазы α внутри первой пластинки равен $\Delta \Sigma F_{\alpha_1}$, во второй $\Delta \Sigma F_{\alpha_2}$ и т. д. Суммарный объем фазы α внутри всех пластинок (1 мм^3 структуры) будет равен [3]:

$$\Sigma V_{\alpha} = \Delta \Sigma F_{\alpha_1} + \Delta \Sigma F_{\alpha_2} + \dots + \Delta \Sigma F_{\alpha_z} = \frac{\Sigma F_{\alpha_1} + \Sigma F_{\alpha_2} + \dots + \Sigma F_{\alpha_z}}{z} = \Sigma F_{\alpha}, \quad (1)$$

где ΣF_{α} – средняя величина площади, занятой фазой α на единице площади двумерной структуры, $\text{мм}^2/\text{мм}^2$; ΣV_{α} – доля фазы α в сплаве или суммарный объем всех микрочастиц этой фазы в единице объема микроструктуры, $\text{мм}^3/\text{мм}^3$.

Это соотношение показывает, что доля фазы в объеме сплава и доля площади двумерной структуры (шлифа), занятая этой фазой, численно равны.

При разбиении передней грани куба на множество равноотстоящих горизонтальных прямых (секущих) получим z узких полос шириной $\Delta = 1/z$ и длиной 1 мм каждая (например, AB на рис. 2), то суммарная площадь фазы α на всех z полосках, т. е. на 1 мм^2 двумерной структуры, будет равна

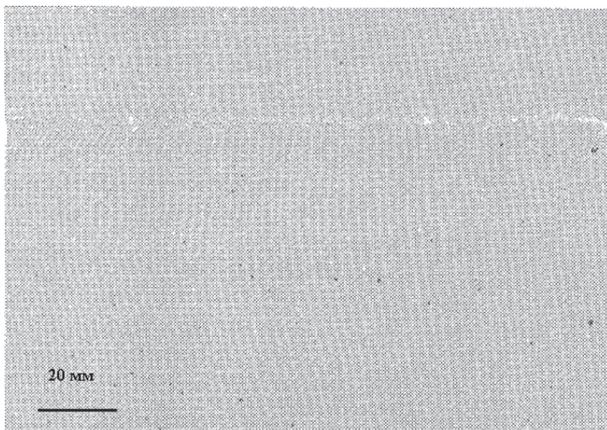


Рис.1. Эталон пористости по ГОСТ 9391-80. Сплавы твердые спеченные. Методы определения пористости и микроструктуры

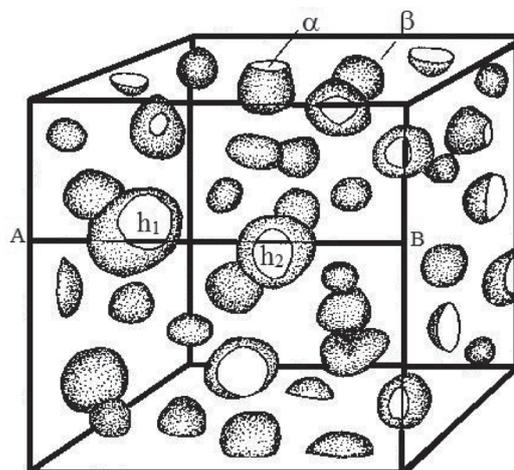


Рис. 2. Пространственная структура, состоящая из микрочастиц фазы α в матричной фазе β [3]

$$\Sigma F_a = \Delta \Sigma h_{a1} + \Delta \Sigma h_{a2} + \dots + \Delta \Sigma h_{az} = \frac{\Sigma h_{a1} + \Sigma h_{a2} + \dots + \Sigma h_{az}}{z} = \Sigma h_a, \quad (2)$$

где Σh_a – средняя суммарная длина отрезков, проходящих по фазе α , на единице длины секущей, мм/мм. Из (2) следует, что доля фазы на площади двумерной структуры (шлифа) численно равна доле длины секущей линии, проходящей через эту фазу.

Если на ту же двумерную структуру нанести большое число z точек, которые располагаются на площади структуры случайно, но статистически равномерно, то из общего числа точек z некоторая доля точек z_α попадает на участки фазы α , а остальные – на фазу β . Из теории вероятностей известно, что если на некоторую площадь бросить наудачу точку, то вероятность попадания точки на какую-либо часть этой площади пропорциональна площади этой части и не зависит от ее формы и расположения. В рассматриваемом случае вся площадь равна 1 мм², а часть площади, занятая фазой α , равна ΣF_α , мм². Следовательно, [3]:

$$\frac{z_\alpha}{z} = \frac{\Sigma F_\alpha}{1}, \text{ т. е. } \Sigma F_\alpha = \frac{z_\alpha}{z}, \text{ мм}^2/\text{мм}^2. \quad (3)$$

Согласно полученному соотношению (3), доля фазы на площади двумерной структуры (шлифа) численно равна доле числа случайных точек, попавших на эту фазу.

Из (1)–(3) следует первое основное стереометрическое соотношение, согласно которому доля фазы в объеме сплава, на площади шлифа, на секущей линии и доля случайных точек, попавших на фазу, равны друг другу [3]:

$$\Sigma V_a = \Sigma F_a = \Sigma h_a = \frac{z_a}{z}. \quad (4)$$

Соотношение (4) показывает, что измерение относительного объема фазы (или структурной составляющей) в сплаве можно заменить измерением и суммированием площадей на единице площади шлифа, длин отрезков на единице длины секущей линии или подсчетом числа случайных точек на шлифе. Определение объемной доли фаз сплава можно выполнять по одному из этих трех вариантов независимо от общего числа фаз или структурных составляющих сплава. Это позволяет применить данный метод при подсчете пористости в программе обработки изображений.

Был проведен количественный анализ эталонных шкал по ГОСТ 9391-80 в программе Image SP. Микрофотографии стандартных шкал без редактирования были сохранены в формате jpg. После чего был проведен их количественный анализ. Для каждого эталона были определены площадь кадра, а также суммарная площадь пор. Пример выделения площадей поровой фазы показан на рис. 3.

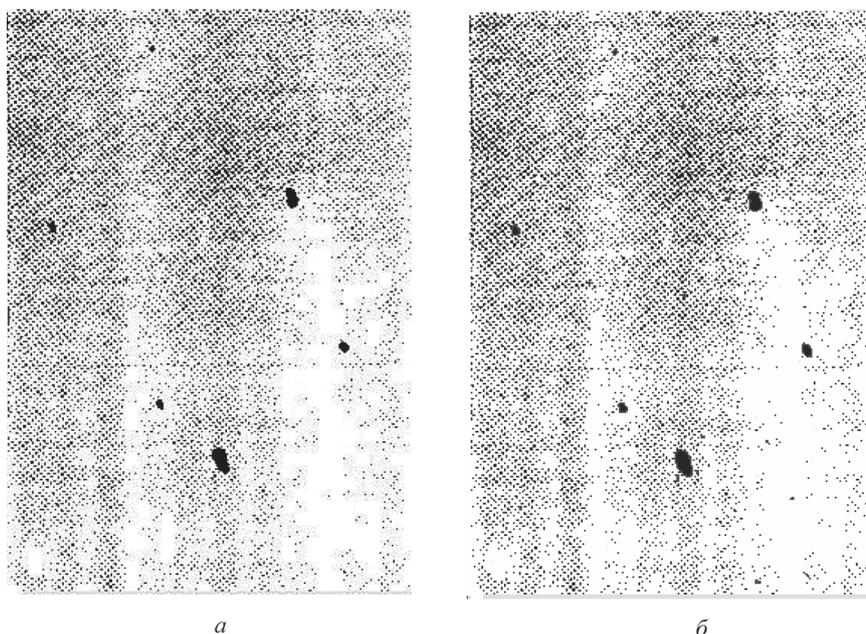


Рис. 3. Эталон № 3, шкала Д, ГОСТ 9391-80 (а), маска изображения в программе «Image SP» (б)

Пористость определялась по соотношению:

$$F = (S_1/S) \cdot 100\%, \quad (5)$$

где S_1 – площадь, занимаемая порами; S – площадь кадра.

Была определена пористость на изображениях эталонов, а также относительная ошибка измерения по сравнению с данными ГОСТ 9391-80. Результаты расчета приведены в таблице.

Пористость по ГОСТ 9391-80 и результаты определения пористости программой Image SP

Номер эталона	Пористость, данные ГОСТ, %	Результаты определения пористости программой Image SP, %	Относительная ошибка, %
Шкала А			
1	0,02	0,022	10
2	0,04	0,064	62
3	0,08	0,095	18,75
4	0,2	0,26	30
5	0,4	0,487	21,75
6	0,8	1,37	71,25
Шкала А1			
1	0,02	0,0268	34
2	0,04	0,0548	37
3	0,08	0,16	100
4	0,2	0,21	5
5	0,4	0,45	12,5
6	0,8	0,72	10
Шкала В			
1	0,02	0,0298	49
2	0,04	0,049	22,5
3	0,08	0,099	23,75
4	0,2	0,17	15
5	0,4	0,36	10
6	0,8	0,84	5
Шкала Д			
1	0,1	0,16	60
2	0,2	0,3	50
3	0,4	0,41	2,5
4	0,8	0,8	0
Шкала Е			
1	0,02	0,025	25
2	0,06	0,096	60
3	0,2	0,32	60
4	0,6	0,94	57

При подсчете пористости в программе Image SP относительная ошибка определения составила от 0 до 100%. При небольшой величине пористости (< 0,1%) площадь, занимаемая порами (рис. 4) невелика и составляет несколько пикселей растрового изображения. В целом с повышением величины пористости относительная ошибка ее определения снижается (рис. 4). Большие величины относительной ошибки связаны прежде всего с низким качеством графического материала стандартных шкал.

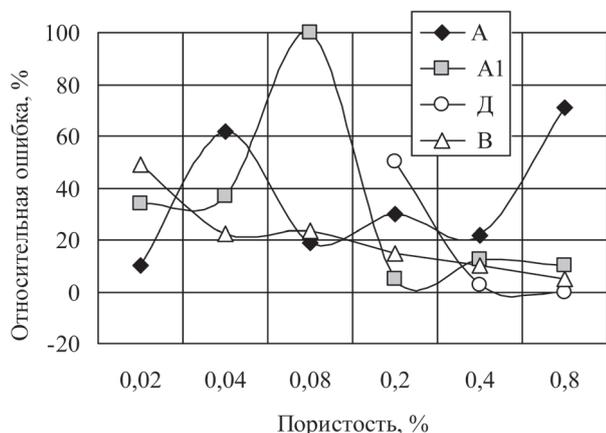


Рис. 4. Ошибка определения пористости при компьютерном планиметрировании для шкал А, А1, В, Д

При подчете пористости в программе Image SP относительная ошибка определения составила от 0 до 100%. При небольшой величине пористости (< 0,1%) площадь, занимаемая порами (рис. 4) невелика и составляет несколько пикселей растрового изображения. В целом с повышением величины пористости относительная ошибка ее определения снижается (рис. 4). Большие величины относительной ошибки связаны прежде всего с низким качеством графического материала стандартных шкал.

Качество графического материала ГОСТ на бумажном носителе неудовлетворительно также и при определении пористости методом сравнения. В этом смысле нет разницы с компьютерным анализом, поскольку процесс идентификации объектов при компьютерном анализе и при использовании метода сравнения является прежде всего визуальным. И при компьютерном анализе, и при визуальном сравнении глаз оператора различает объекты с одинаковой ошиб-

кой. Поэтому необходимы прямые методы анализа пористости непосредственно по изображению структуры. Современные средства компьютерной обработки данных позволяют определить площадь пор на изображении и пористость в соответствии законами стереометрической металлографии. Широкое применение этих средств позволит повысить точность результатов и сделать процесс подсчета более удобным.

Литература

1. А н и с о в и ч А. Г., Р у м я н ц е в а И. Н. Практика металлографического исследования материалов. Минск: Беларуская наука, 2013. 221 с.
2. А н и с о в и ч А. Г. Определение содержания кислорода в меди методом компьютерного анализа изображений / А. Г. Анисович, И. Н. Румянцева, П. Н. Мисуно // Литье и металлургия. 2010. № 1–2. С. 306–310.
3. С а л т ы к о в С. А. Стереометрическая металлография. М.: Металлургия, 1976.

References

1. A n i s o v i c h A. G., R u m y a n t s e v a I. N. *Praktika metallograficheskogo issledovaniya materialov* [Practice of metallographic investigation]. Minsk, Belaruskaja navuka Publ., 2013.
2. A n i s o v i c h A. G., R u m y a n t s e v a I. N., M i s u n o P. N. *Opređenje soderžanija kisloroda v medi metodom komp'juternogo analiza izobrazhenij* [Determination of oxygen content in copper by means of computer analysis of images]. *Lit'e i metallurgija* [Foundry production and metallurgy], 2010, no. 1–2, pp. 306–310.
3. S a l t y k o v S. A. *Stereometricheskaja metallografija* [Stereometric metallography]. Moscow, Metallurgy Publ., 1976.

Сведения об авторах

Анисович Анна Геннадьевна, д-р физ.-мат. наук, ведущий научный сотрудник, Физико-технический институт НАН Беларуси, Беларусь, Минск, ул. Купревича, 10, тел. раб. (+375-17) 237-06-13. E-mail: anna-anisovich@yandex.ru.

Information about the authors

Anisovich Anna, Doctor of Physical and Mathematical, SSI «Physical and Technical Institute of NAS of Belarus», Belarus, Minsk, Kuprevicha str., 10, tel. (+375-17) 237-06-13. E-mail: anna-anisovich@yandex.ru.