

## Застосування стереології до аналізу металевих зеренних структур

Т. П. Даніленко, кандидат технічних наук

Державний економіко-технологічний університет транспорту, Київ

*Представлено методику урахування геометричної форми зерен-поліедрів у стереологічній реконструкції розподілу їх розмірів. Шляхом математичного моделювання досліджено зв'язок розподілу розмірів зерен і сферичних частинок з розподілами розмірів їх плоских і лінійних перерізів. Показана некоректність використання сферичної моделі зерна для стереологічної реконструкції розподілень розмірів зерен-поліедрів.*

Взаємозв'язки розподілень розмірів тривимірних структурних складових з розподіленнями розмірів їх плоских і лінійних перерізів вивчає наука стереологія, яка розглядає структуру на плоскому перерізі (шліфі) не як самостійний об'єкт аналізу, а як джерело вихідної інформації для стереологічної реконструкції просторової структури [1].

Найбільш відомі методи стереологічної реконструкції розподілу розмірів тривимірних структурних складових (назвемо ці розподілення 3-D структурою – від англ. *three-dimensional*) розроблені у застосуванні до сферичних об'єктів і описані в [1 – 4]. Описання форми несферичних складових продовжує лишатися ключовою проблемою стереології [5].

Результатом даного дослідження, початкові положення якого опубліковані в [6 – 9], стала розробка методики стереологічної реконструкції 3-D структури, яка дозволяє враховувати форму реальних зерен-поліедрів рекристалізованих металевих структур.

Перший етап розробки стосувався полідисперсної системи частинок сферичної форми (далі будемо називати їх сферами) діаметрами від  $D_1$  до  $D_n$ , яку умовно поділяли на  $n$  дискретних розмірних груп, вважаючи, що всі частинки  $i$ -тої розмірної групи є монодисперсною системою сфер, які мають діаметр  $D_i$ . Для такої системи встановлено зв'язок між розподілами розмірів сфер  $P(D_i)$  і їх плоских перерізів  $P_i(d)$ , тобто зв'язок між тривимірними і двовимірними (3-D і 2-D) полідисперсними структурами. Вихідними положеннями для цього були такі:

1) вірогідність відстані будь-яких січних площин (наприклад,  $F_1$  і  $F_2$  на рис. 1) від центра сфери є однаковою і тоді відносна частка (вірогідність) появи плоских перерізів певної розмірної групи ( $d_{i-1} \dots d_i$ ) від сфери діаметром

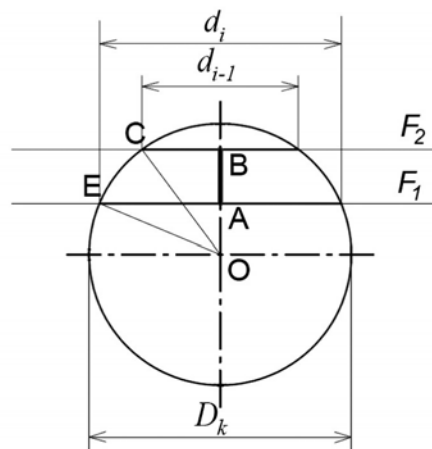


Рис. 1. Схема для визначення часток  $P(d)$  плоских перерізів діаметрами  $d_{i-1} \dots d_i$  від сфери діаметром  $D_k$ .

$D_k$  відповідає відношенню довжин  $2AB/D_k$ ; де  $AB$  розраховується з простих геометричних відношень як різниця катетів  $OB$  і  $OA$  відповідних трикутників;

2) відносну частку  $P_i(d)$  плоских перерізів ( $d_{i-1}...d_i$ ) від полідисперсної системи сфер слід знаходити як суму таких часток від кожної монодисперсної групи сфер, яка може давати плоскі перерізи розміром ( $d_{i-1}...d_i$ );

3) вірогідність попадання сфери на січну площину прямо пропорційна її діаметру, що було доведено в [7 – 9].

Наступний етап розробки стосувався сукупності зерен-поліедрів, для яких були застосовані ті ж вихідні положення, що і для сукупності сфер, за виключенням того, що розподіл розмірів плоских перерізів  $P(d)_{\text{зерна}}$  від зерна діаметром  $D_k$  був встановлений експериментально за способом [11], відповідно до якого для знаходження розподілу  $P(d)_{\text{зерна}}$  від будь-якого зерна-поліедра достатньо встановити розподіл хорд  $P_i(l)$  на максимальному для цього зерна плоскому перерізі і приймати його за  $P_i(d)_{\text{зерна}}$ , оскільки ці розподіли є близькими.

Незначна розбіжність розподілу  $P(d)$  і  $P(l)$  була продемонстрована в роботі [7] для трьох поліедрів, форму яких вважають наближеною до реальних зерен [1] (рис. 2). Експериментально були знайдені  $P_i(l)$  на максимальних плоских перерізах цих поліедрів, а для знаходження  $P_i(d)$  використані дані роботи [12], автори якої виконали прямий експеримент з розсічення моделей названих поліедрів і встановлення  $P_i(d)$  для них.

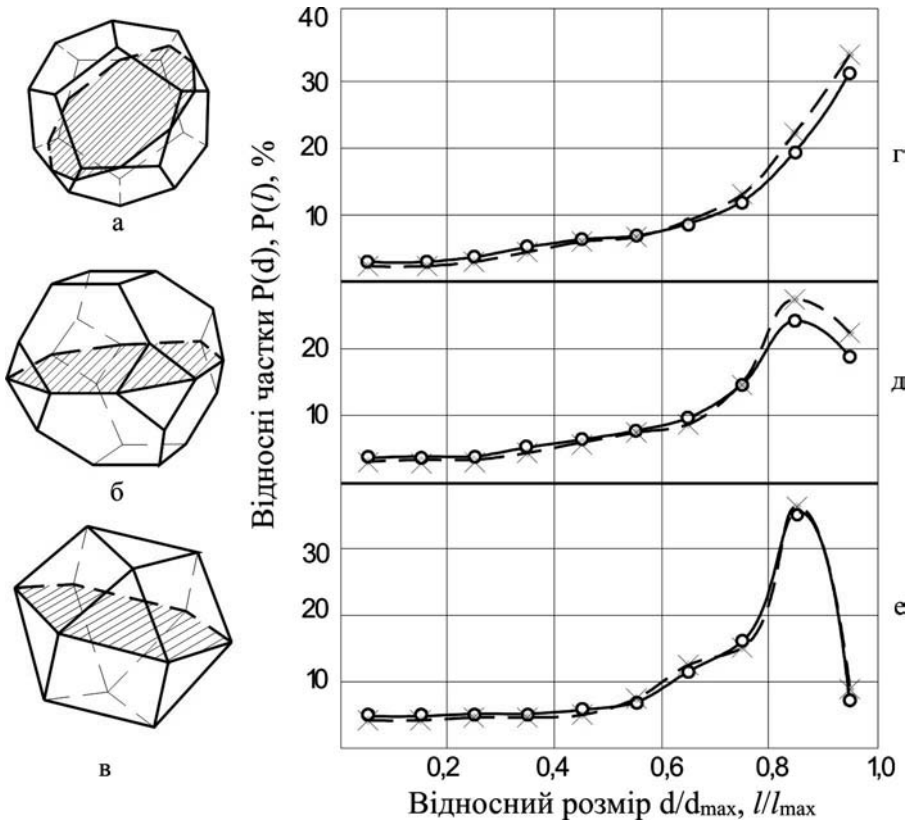


Рис. 2. Моделі поліедрів пентагонального додекаедра (а), кубічного октаедра (б), спеціального поліедра (в) і відповідні їм розподіли розмірів (г, д, е) діаметрів  $P(d)$  кругів (●—●), рівновеликих плоским перерізам поліедрів, і довжин хорд  $P(l)$  (×—×), отриманих на максимальних плоских перерізах поліедрів (заштриховані перерізи).

Таким чином, для встановлення розподілу плоских перерізів  $P_i(d)$  від зерна-поліедра достатньо встановити розподіл хорд  $P_i(l)$  на максимальному плоскому перерізі цього зерна і прийняти його за  $P_i(d)$ .

Була проаналізована форма близько 3000 плоских зерен на шліфах в аустенітних рекристалізованих структурах і з них обрані 20 різновидів найбільш характерних форм максимальних плоских зерен. На рис. 3 наведені різновиди проаналізованих зерен. Для кожного з 20-ти плоских зерен відповідно до [11] встановлено  $P_i(l)$ , потім розраховано середнє  $P_i(l)$  для кожного розмірного інтервалу по цих 20-ти зернах, яке й приймали за  $P_i(d)$  зерна для зерна-поліедра середньостатистичної форми.

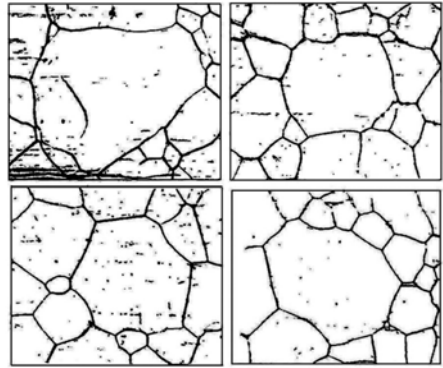


Рис. 3. Найбільш характерні форми максимальних плоских перерізів зерен аустеніту (по центру кожної фотографії), для яких встановлювали розподіл хорд  $P(l)$ .

Для дослідження була обрана рівномірна розмірна шкала з 10-ти інтервалів (хоча кількість інтервалів за цією методикою не обмежена).

Порівняння знайденого розподілу  $P_i(d)$  зерна з розрахованим розподілом  $P_i(d)$  сфери показало їх значну розбіжність (рис. 4). Встановлені розподіли дозволили розрахувати коефіцієнти форми  $\beta_i$  для кожного розмірного інтервалу шкали за формулою:

$$\alpha_i = P_i(d)_{\text{зерна}} / P_i(d)_{\text{сфери}} \quad (1)$$

Коефіцієнти  $\beta_i$  були введені в кінцеву формулу метода

$$P_i(d) = \sum_{k=i}^n \alpha_{k-i+1} P(D_k) \left( \sqrt{D_k^2 - d_{i-1}^2} - \sqrt{D_k^2 - d_i^2} \right), \quad (2)$$

яка встановлює співвідношення розподілу розмірів зерен-поліедрів  $P(D_k)$  у полідисперсній системі з розподілом їх плоских перерізів  $P_i(d)$ .

Співвідношення між розподілом розмірів плоских перерізів  $P_i(d)$  і розподілом довжин хорд  $P_i(l)$  описується рівнянням

$$P_i(l) = \sum_{k=i}^n \beta_{k-i+1} P_k(d) \left( \sqrt{d_k^2 - l_{i-1}^2} - \sqrt{d_k^2 - l_i^2} \right), \quad (3)$$

в якому присутні коефіцієнти форми  $\beta_i$  переходу від 1-D до 2-D структури.

Коефіцієнти форми  $\beta_i$  визначали із співвідношення

$$\beta_i = P_i(l)_{\text{плоского зерна}} / P_i(l)_{\text{кола}} \quad (4)$$

Для встановлення  $P(l)_{\text{плоского зерна}}$  проаналізували 40 типових плоских зерен різного розміру.

Таким чином, за даною методикою для реконструкції розподілу розмірів зерен-поліедрів  $P(D_k)$  можливо використовувати два види вихідної інформації – розподіл розмірів їх плоских перерізів  $P_i(d)$  і розподіл розмірів хорд  $P(l)$ .

У першому випадку шляхом вимірювання діаметрів  $d$  плоских зерен на шліфі (зображені структури) встановлюють розподіл  $P_i(d)$ , після чого складають систему рівнянь за формулою (2) і, вирішуючи цю систему, знаходять  $P(D_k)$ , тобто знаходять розподіл розмірів зерен-поліедрів.

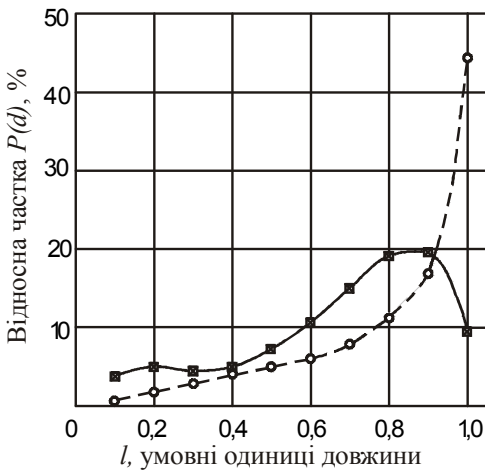


Рис. 4. Розподіл плоских перерізів  $P(d)$  від середньостатистичного за формою зерна-поліедра (■—■) і від сфери (○--○).

У другому випадку на плоскому перерізі зеренної структури на шліфі встановлюють розподіл хорд  $P(l)$ , які отримують в результаті пересічення з границями плоских зерен січних ліній, нанесених на зображенні структури. Отриманий розподіл  $P(l)$  є вихідною інформацією для реконструкції розподілу плоских зерен  $P_i(d)$  (перехід від 1-D до 2-D структури). Реконструкція здійснюється в результаті вирішення системи рівнянь, складених за формулою (3) для кожного розмірного інтервалу. Після цього складають систему рівнянь за формулою (2) і, вирішуючи її, знаходять  $P(D_k)$ .

Вихідну інформацію для реконструкції можливо отримати також із застосуванням сучасних автоматичних аналізаторів зображення – Квантимета, Епікванта та ін.

Встановлено також [7 – 9], що розраховані  $P_i(d)$  мають бути нормовані за формулою

$$P'_i(d) = P_i(d) / \sum_{i=1}^n P_i(d), \quad (5)$$

а знайдені  $P(D_i)$  мають бути нормовані за формулою:

$$P'(D_i) = P(D_i) / \sum_{i=1}^n P(D_i). \quad (6)$$

Методика може бути застосована і до сферичних складових структури, в цьому випадку коефіцієнти форми в рівняннях (2) і (3) дорівнюють одиниці.

Важливою перевагою даного методу реконструкції є те, що він дозволяє не тільки реконструювати просторову структуру, а й вивчати взаємний зв'язок цієї структури з її плоскими і лінійними перерізами шляхом моделювання, а саме задаючи різні типи розподілу  $P(D_i)$ , розраховувати, користуючись формулами (2) і (3), відповідні їм розподіли  $P_i(d)$  і  $P_i(l)$ . Рівняння в цьому випадку вирішуються не в системі, а кожне окремо.

Для проведення відповідних розрахунків за представленими рівняннями розроблена комп'ютерна програма, яка дозволяє здійснювати реконструкцію або моделювання розподілу розмірів зерен або сферичних частинок і їх плоских і лінійних перерізів, а за розподілом розраховувати такі важливі характеристики структури, як середній розмір об'єктів аналізу, середню кількість зерен або сферичних частинок в  $1 \text{ мм}^3$ , їх плоских перерізів на  $1 \text{ мм}^2$  і кількість хорд на  $1 \text{ мм}$ , а також показники, що характеризують ступінь «розкиданості» [13], неоднорідності (різнозернистості) полідисперсної структури, а саме – середньоквадратичне відхилення  $\sigma$  і коефіцієнт варіації  $K$  розмірів.

Таке моделювання було виконано для полідисперсних зеренних структур і структур зі сферичними частинками, результати якого представлені на рис. 5 і в таблиці. Аналізували модельні структури з максимальним розміром зерен і сферичних частинок  $45 \text{ мкм}$ , який відповідає ~ 6-му номеру зерна за ГОСТ 5639-82 ( $44 \text{ мкм}$ ).

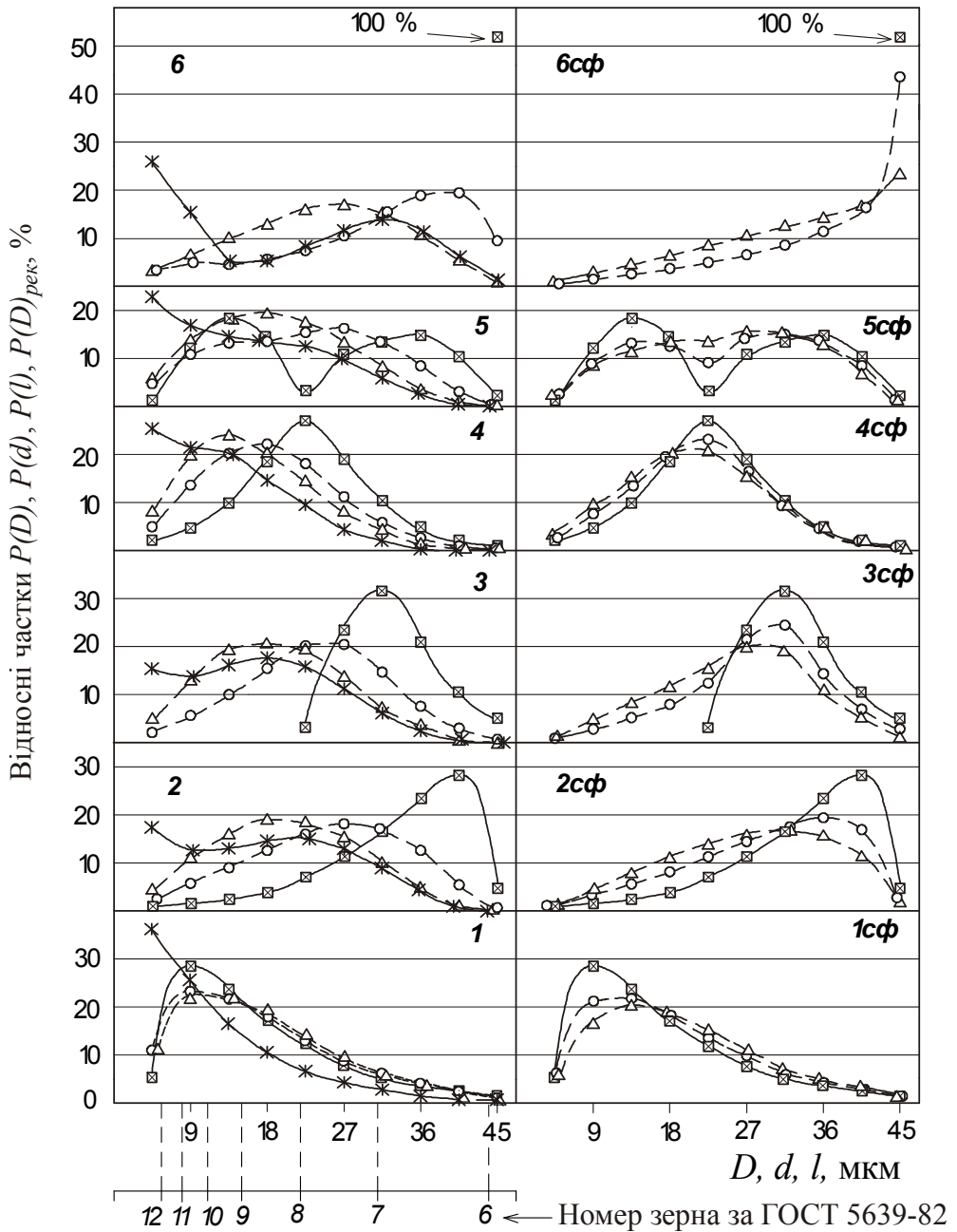


Рис. 5. Модельні розподіли діаметрів  $P(D)$  (■—■) зерен (1–5) і сферичних частинок (1сф – 5сф) і відповідні їм розподіли діаметрів їх плоских перерізів  $P(d)$  (○--○) і довжин хорд  $P(l)$  (Δ--Δ); розподіл зерен  $P(D)_{рек}$  (×—×), реконструйований за сферичною моделлю зерна;  $D, d, l$  – середні значення, відповідно, діаметрів зерен або сфер, діаметрів їх плоских перерізів і довжин хорд.

Проведені дослідження дозволили зробити такі висновки:

Структури з різним характером розподілу розмірів  $P(D)_i$  зерен і сферичних частинок (варіанти розподілень 2 – 5 і 2сф – 4сф на рис. 5) мають досить подібні графіки розподілу їх плоских  $P_i(d)$  і лінійних  $P_i(l)$  перерізів, тобто останні не відображають особливості розподілу розмірів тривимірних об'єктів у структурі.

## Методи дослідження та контролю якості металів

Параметри модельних розподілень  $P(D)$  зерен і сферичних частинок, їх плоских перерізів  $P(d)$  і хорд  $P(l)$ , а також розподілення  $P(D)_{рек}$ , реконструйованого за сферичною моделлю зерна

Схема розподілення в об'ємі $P(D)$	Параметри розподілень									
	зерен					сферичних частинок				
	варіант	вид розподілу	середній розмір, $D, d, l$ , мкм	* $\sigma$ , мкм	** $K$	варіант	вид розподілу	середній розмір, $D, d, l$ , мкм	* $\sigma$ , мкм	** $K$
	1	$P(D)$	16,5	8,5	0,51	1sf	$P(D)$	16,5	8,5	0,51
		$P(d)$	16,5	8,7	0,53		$P(d)$	17,9	9,1	0,51
		$P(l)$	16,4	8,3	0,50		$P(l)$	19,3	9,3	0,48
		$P(D)_{рек}$	<b>11,3</b>	<b>7,5</b>	<b>0,67</b>					
	2	$P(D)$	33,0	8,5	0,26	2sf	$P(D)$	30,0	8,5	0,26
		$P(d)$	25,1	9,1	0,36		$P(d)$	29,4	9,4	0,32
		$P(l)$	20,4	8,4	0,41		$P(l)$	27,2	9,6	0,35
		$P(D)_{рек}$	<b>18,2</b>	<b>9,8</b>	<b>0,54</b>					
	3	$P(D)$	32,7	5,2	0,16	3sf	$P(D)$	32,7	5,2	0,16
		$P(d)$	23,7	8,4	0,35		$P(d)$	28,1	8,4	0,30
		$P(l)$	19,2	8,1	0,42		$P(l)$	25,8	8,9	0,35
		$P(D)_{рек}$	<b>17,1</b>	<b>8,9</b>	<b>0,52</b>					
	4	$P(D)$	22,8	7,8	0,34	4sf	$P(D)$	22,8	7,8	0,34
		$P(d)$	18,6	7,9	0,43		$P(d)$	21,7	8,2	0,38
		$P(l)$	16,4	7,6	0,46		$P(l)$	21,1	8,4	0,40
		$P(D)_{рек}$	<b>12,8</b>	<b>7,5</b>	<b>0,58</b>					
	5	$P(D)$	24,5	11,2	0,46	5sf	$P(D)$	24,5	11,2	0,46
		$P(d)$	22,2	9,6	0,43		$P(d)$	24,9	10,4	0,42
		$P(l)$	19,3	8,4	0,43		$P(l)$	24,7	9,9	0,40
		$P(D)_{рек}$	<b>15,7</b>	<b>9,4</b>	<b>0,60</b>					
	6	$P(D)$	45	0,0	0,0	6sf	$P(D)$	45,0	0,0	0,00
		$P(d)$	30,6	10,9	0,36		$P(d)$	37,2	9,7	0,26
		$P(l)$	24,4	9,6	0,39		$P(l)$	33,0	10,6	0,32
		$P(D)_{рек}$	<b>20,6</b>	<b>13,0</b>	<b>0,63</b>					

\*  $\sigma$  – середньо-квадратичне відхилення, \*\* $K$  – коефіцієнт варіації

Середні розміри сукупностей сферичних частинок або зерен ( $D$ ) відрізняються від середніх розмірів їх плоских ( $d$ ) і лінійних ( $l$ ) перерізів (таблиця) і особливо суттєво відрізняються у структурах крупнозернистих (варіанти розподілень 2, 3, 6), оскільки в розподіленнях  $P_i(d)$  і  $P_i(l)$  спостерігається значне збільшення плоских і лінійних перерізів малих розмірів; в той же час для структур зі сферичними частинками (2sf, 3sf, 6sf) різниця між  $D$ ,  $d$  і  $l$  значно менша, ніж у зерених структурах; для структури 1sf з переважною кількістю дрібних сфер спостерігається збільшення середніх розмірів їх перерізів  $d$  і  $l$  у порівнянні з середнім розміром  $D$  самих частинок, що пояснюється більшою вірогідністю попадання у переріз крупних частинок у порівнянні з дрібними.

Як для зерених структур, так і структур із сферичними частинками найбільші значення коефіцієнту варіації  $K$  спостерігаються у структур дрібнозернистої і бімодальної (варіанти 1 і 5), а найменші – у крупнозернистих (варіанти 2, 3 і 6, остання складається з зерен тільки одного розміру, тому для неї  $K=0$ ); приблизно така ж тенденція спостерігається і для розподілень плоских перерізів названих структур; різниця між значеннями  $K$  хорд структур 2 – 6 ( $2сф$  –  $6сф$ ) незначна, а найбільшим  $K$  характеризується дрібнозерниста структура 1.

Для розподілень  $P(D)$  середньо-квадратичне відхилення є найменшим (5,2 мкм) для крупнозернистої структури 3 і найбільшим (11,2 мкм) для бімодальної структури 5; для плоских перерізів найменше відповідає структурі 4 ( $4сф$ ) з нормальним розподілом, а найбільші – бімодальній структурі 5 ( $5сф$ ) і структурі 6 ( $6сф$ ), яка в об'ємі складається з зерен тільки одного розміру; різниця в значеннях у для розподілень хорд усіх модельних структур є незначною:  $\sigma = 7,6 \dots 9,6$  мкм для зерен,  $\sigma = 8,4 \dots 10,6$  мкм для сферичних частинок, тобто не відображає достатньо існуючої різниці для просторових структур.

Криві розподілу  $P_i(d)$  і  $P_i(l)$  для сфер значно відрізняються від аналогічного розподілу для зерен, також значно відрізняються і їх параметри, що свідчить про некоректність використання сферичної моделі до аналізу складових несферичної форми.

Для підтвердження останнього висновку було виконано наступне дослідження. За даними  $P_i(l)$ , розрахованими за рівняннями (2) і (3) для наведених на рис. 5 модельних розподілень зерен, були реконструйовані  $P(D_i)$ , але вже за системами рівнянь, в яких коефіцієнти форми дорівнювали одиниці, тобто була реконструйована зеренна структура за сферичною моделлю зерна. В результаті такий реконструйований розподіл  $P(D)_{рек}$  зовсім не співпадає з вихідним  $P(D)$  (рис. 5), що підтвердило висновок про некоректність використання сферичної моделі зерна для стереологічної реконструкції зеренної 3-D структури. В той же час розподіл зерен  $P(D_i)$ , реконструйований за системами рівнянь з коефіцієнтами форми, повністю співпав з вихідним розподілом  $P(D_i)$  і тому на рис. 5 окремо не наведений.

Отже, представлена методика реконструкції розподілу розмірів тривимірних структурних складових є такою, що враховує форму реальних зерен-полієдрів у металевих рекристалізованих структурах, на відміну від раніше відомих. У той же час її можливо застосовувати і до сферичних складових структури.

Широкі можливості надає методиці також розроблений з використанням роботи [11] спосіб знаходження коефіцієнтів форми, який може бути застосований і до структурних складових іншої форми в металевих і неметалевих структурах.

## Література

1. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. – М.: Металлургия, 1976. – 375 с.
2. Чернявский К.С. Стереология в металловедении. – М.: Металлургия, 1977. – 280 с.
3. Underwood E. Quantitative Stereology. Addison-Wesley Publishing Comp. – Massachusetts, 1970. – 274 p.
4. Russ J.C., Dehoff R.T. Practical Stereology. – Springer, 2001. – 381 p.
5. Ехнер Н.Е. // Acta Stereol. – 1987. – 6/III. – P. 1023 – 1028.
6. Таран-Жовнир Ю.Н., Даниленко Т.П., Лезинская Е.Я. Новый метод реконструкции объемной структуры по плоскому срезу. – Деп. «Черметинформация» 17.12.1984. – № 2694 чм-84 Деп.
7. Даниленко Т.П. Оптимизация режимов термической обработки на основе разработки нового метода определения параметров пространственной зеренной структуры. Дис. ... канд. техн. наук / ДМетИ. – Днепропетровск, 1988. – 227 с.

8. Danilenko T. Proc. 1-st Int. Conf. "Development, Testing and Application of Materials". – Croatia, 1996. – P. 89 – 95.
9. Danilenko T., Danilenko E. Proc. 2-nd RILEM Int. Conf. "Diagnosis of Concrete Structures". – Slovakia, 1996. – P. 28 – 33.
10. Timchak G.M., Jones M.P. // J. Microscopy. – 1972. – № 95. – P. 301 – 307.
11. А.с. 1397832 СССР. Способ определения распределения размеров плоских сечений зерна металлографических образцов / Е.Я.Лезинская, Т.П. Даниленко // Бюл. изобретений. – 1988. – № 19.
12. Hull F.C., Nauk W.J. // J. Metals. – 1953. – 197. – P. 565 – 572.
13. Вентцель Е.С., Овчаров Л.А. Теория вероятностей и ее инженерные приложения. – М.: Наука, 1988. – 480 с.

Одержано 22.02.10

**Т. П. Даниленко**

### **Применение стереологии к анализу металлических зеренных структур**

#### **Резюме**

Представлена методика учета геометрической формы зерен-полиэдров в стереологической реконструкции распределения их размеров. Путем математического моделирования исследованы распределения размеров зерен и сферических частиц во взаимосвязи с распределениями размеров их плоских и линейных сечений. Показана некорректность использования сферической модели зерна для стереологической реконструкции распределения размеров зерен-полиэдров.

**T. P. Danilenko**

### **Application of stereology to analysis of the metallic grain structures**

#### **Summary**

The method to account of the polyhedral grain geometrical shape for stereological reconstruction of size distribution is presented. Relations between grain size and intercept length or plane section diameter with size distribution were investigated by mathematical simulation. It is demonstrated that using of the spherical model for stereological reconstruction of the metallic polyhedral grain size distributions is not correct.