Фізико-хімічна механіка матеріалів. – 2021. – № 1. – Physicochemical Mechanics of Materials

УДК 621.325:669.539.43

ВИКОРИСТАННЯ ЗАКОНУ МАНДЕЛЬБРОТА–ЦИПФА Для кількісного оцінювання усередненого розміру зерен сталі

I. М. ЖУРАВЕЛЬ, Л. З. МИЧУДА

Національний університет "Львівська політехніка"

Запропоновано метод комп'ютеризованого обчислення усередненого діаметра зерен мікроструктури сталі за її металографічним зображенням, який враховує розподіл зерен за площею, що описує закон Мандельброта–Ципфа, забезпечуючи так вищу достовірність результатів проти одержаних подібними відомими підходами. Це важливо під час розв'язування задач неруйнівного контролю та вирішення проблем довговічності металоконструкцій.

Ключові слова: металографічне зображення, усереднений діаметр зерна металу, закон Мандельброта–Ципфа, неруйнівний контроль.

A method of computerized calculation of the average grain diameter of the metal microstructure based on its metallographic images that considers grain distribution by area, described by the Mandelbrot–Zipf law, is proposed. This method provides a higher reliability of calculations obtained by known approaches. This is very important in solving problems of non-destructive testing and durability of metal structures.

Keywords: *metallographic image, average metal grain diameter, Mandelbrot–Zipf law, non-destructive testing.*

Вступ. Кількість потенційно небезпечних дороговартісних металоконструкцій – кранів, трубопроводів, корпусів літаків тощо, які не можна вчасно модернізувати, постійно зростає. Ці об'єкти відслужили свій термін експлуатації чи наближаються до його завершення, тому подальша їх безпечна експлуатація можлива за умови постійного моніторингу рівня деградації матеріалу та встановлення залишкового ресурсу. Однією з найуживаніших ознак деградації є динаміка зміни усередненого діаметра зерен мікроструктури таких матеріалів. Створення нових видів матеріалів, прогнозування їх характеристик тісно пов'язане із метричним аналізом мікроструктури, тобто зі статистичною оцінкою геометричних розмірів зерен металу.

Обчислити метричні характеристики мікроструктури важливо під час неруйнівного контролю та визначення довговічності металоконструкцій [1, 2]. Це віддзеркалює закон Холла–Петча, який описує залежність міцності матеріалу від усередненого діаметра зерна. Тому, від точності обчислення геометрії зерен металу залежатиме точність оцінки фізико-механічних властивостей металу, зокрема, границі плинності і мікротвердості.

Формулювання задачі та об'єкт дослідження. Відомо багато методів аналізу геометрії зерен металу, заснованих на уточненні виділення їх меж [3], на розпізнаванні образів із машинним навчанням [5], використанні опорних векторів регресії [6] тощо, деякі з них є у міжнародних та європейських нормативних документах ASTM E 112, DIN 50601, ISO 643 тощо [6–11]. Спільний їх недолік – використання для вимірювань лише плоского зрізу металу та неврахування просторової його структури. За модельного подання мікроструктури матеріалу виникають

Контактна особа: І. М. ЖУРАВЕЛЬ, e-mail: izhuravel@ukr.net

суттєві неточності в аналізі метричних характеристик зерен металу та потрібні коригувальні коефіцієнти. Такі моделі базуються на вимогах нормативних документів [10], де зазначено, що під час обчислень усередненого діаметра зерна металу мають бути рівновеликими. Але насправді в мікроструктурі виробів з металу є зерна, геометричні параметри яких, наприклад, діаметри, можуть відрізнятися у кілька разів. Таким чином, встановили [3–6] низку недоліків аналізу тривимірної структури за її двовимірним поданням та відсутність моделей, які б враховували зерна різного діаметра. Тому актуально побудувати метод оцінювання метричних розмірів зерен металу на основі нової моделі, яка б враховувала його різнозернистість.

Досліджували мікроструктуру сталі 12Х1МФ з зони розтягу гину головного парогону ТЕС, експлуатованого ~13·10⁴ h (температура 540°С, тиск технологічного середовища 14 МРа). Для випроб застосовували серію цифрових зображень мікроструктури шліфів, вирізаних на різній відстані від зовнішньої стінки труби (рис. 1).



Рис. 1. Зображення мікроструктури сталі 12Х1МФ (*a–c*) та відповідні гістограми розподілу зерен за площами (*d–f*).

Fig. 1. Images of the microstructure of $12X1M\Phi$ steel (*a–c*) and the corresponding histograms of grain distribution by areas (*d–f*).

Обчислення усередненого діаметра зерен сталі з використанням закону Мандельброта–Ципфа. Усереднений діаметр зерен сталі не надає інформації про різнозернистість мікроструктури, але саме вона є суперечливим аспектом під час вибору методу обчислення усереднених параметрів елементів мікроструктури. Тому спочатку виконаємо кількісний гістограмний аналіз зерен за площами. Вхідні зображення (рис. 1a-c) ілюструють мікроструктуру шліфів, вирізаних на різній відстані від внутрішньої стінки труби в зоні гину (біля внутрішньої стінки, посередині та біля зовнішньої стінки) із різними усередненими діаметрами зерен металу. Детально вивчено локалізацію зерен мікроструктури матеріалу та обчислено їх метричні параметри раніше [8], тому наведемо результати обчислень розподілу кількості зерен N_i за площами S_i перерізу у площині шліфа (рис. 1d-f). На рисунку подано лише три зображення мікроструктури, а під час експериментів застосовували значно більшу їх кількість. Як бачимо, розподіл зерен за площами для шліфів з різними усередненими діаметрами подібний (рис. 2).

Апроксимація цих результатів підтвердила гіперболічний розподіл площ зерен металу у площині шліфа. Тому отримані розподіли (рис. 2) можна описати законом Мандельброта–Ципфа [12], згідно з яким добуток рангу об'єкта на частоту його появи є постійною величиною, тобто C = const:

$$\mathbf{N}_i \cdot \mathbf{S}_i = C \,. \tag{1}$$

У нашому випадку зерна ранжували за площами S_i , а частота їх появи відповідала кількості зерен зі заданою площею N_i . Зазначимо, що параметр C постійний для зображень одного шліфа. Для інших він різнитиметься, що пояснюють незначною варіацією форми розподілу, яка, у свою чергу, обумовлена зміною усереднених площі \overline{S} та діаметра \overline{d} зерен.

Зазначимо, що такий гіперболічний розподіл площ зерен (рис. 2) має пояснення. Відомо, що гіпербола в логарифмічному масштабі за двома осями трансформується в пряму, яка згідно з теорією Мандельброта свідчить про фрактальність досліджуваних об'єктів [12], зокрема, мікроструктури шліфа. Застосуємо отриманий розподіл складників мікроструктури, щоб обчислити усереднений діаметр зерен металу. Для цього подамо графік їх розподілу в іншому вигляді (рис. 3).



Рис. 2. Розподіл зерен мікроструктури (див. рис. 1*а–с*) за площами їх перерізу (див. рис. 1*d–f*). (Пояснення див. таблицю).

Fig. 2. Distribution of grains of microstructure (see Fig. 1a-c) by the areas of their section (see Fig. 1d-f). (see explanations in Table).

Рис. 3. Схема гіперболічного розподілу зерен мікроструктури металу за їх площами.

Fig. 3. Scheme of the hyperbolic distribution of grains of the metal microstructure by their areas.

3 урахуванням виразу (1) гіперболічний розподіл на рис. 3 можна подати так:

$$\int_{1}^{N_{\text{max}}} \frac{C}{N} dN = \overline{S} \cdot N_{\text{max}} , \qquad (2)$$

де $N_{\rm max}$ – максимальна кількість зерен з деякою площею; \overline{S} – усереднена їх площа.

Звілси

$$\overline{S} = \frac{C \cdot \ln N_{\max}}{N_{\max}}.$$
(3)

Отже, з виразу (3) можна обчислити усереднену площу зерна металу за зображенням мікроструктури шліфа. Перевагою запропонованого методу ϵ те, що він врахову ϵ різнозернистість мікроструктури.

Апробація методу. Обчислимо усереднені площі зерен за металографічними зображеннями на рис. 1a-c, використовуючи підхід (1). Параметр *C* у виразі (3) визначимо експериментально з графіка на рис. 2 та з урахуванням виразу (1). Він залежить від форми розподілу (рис. 4) та придатний для опису різнозернистості металу. Рис. 4. Взаємозв'язок параметра С у виразі (1) та форми розподілу зерен мікроструктури металу за їх площами.





Припускаючи, що зерна мають округлу форму, за площею \overline{S} обчислимо їх усереднений діаметр \overline{d} , застосовуючи відомий вираз $\overline{d} = \sqrt{(4 \cdot \overline{S} / \pi)}$ (див. таблицю).

Результати обчислень геометричних параметрів зерен мікроструктури шліфа металу

Параметри	Зображення на рис. 1		
Геометричні параметри зерен мікрострук- тури металу	а	b	С
Усереднена площа \overline{S} , μm^2	1000,5	912,8	543,0
Усереднений діаметр \overline{d} , μ m, обчислений за запропонованим методом	35,7	34,1	26,3
Усереднений діаметр <i>d</i> , µm, знайдений методом січних [8]	37,1	37,4	29
Відносна похибка під час обчислення усе- редненого діаметра, %	3,8%	8,8%	9,3%

Проаналізуємо результати кількісної оцінки усередненого діаметра d зерен металу за запропонованим методом. Тенденція його зміни корелює з даними, наведеними раніше [8]. Мінімальне значення зафіксували поблизу зовнішньої поверхні труби (див. рис. 1) у розтягнутій зоні гину внаслідок тріщин повзучості.

Порівняємо наші результати (див. рис. 1a-c) з одержаними дослідникамиматеріалознавцями методом січних [8]. Вони дещо відрізняються від наведених у праці [8] (максимальне відхилення становить 9,3%). Це пояснюють тим, що модельне подання мікроструктури металу зі застосуванням закону Мандельброта– Ципфа надає повнішу та точнішу інформацію про розподіл зерен, яка є основою для обчислення усередненого діаметра за виразами (2) та (3). Перевагою запропонованого методу є те, що розподіл Мандельброта–Ципфа можна сформувати, апроксимуючи усереднені діаметри невеликої кількості зерен на шліфі, що доцільно для металографічних зображень з низькою візуальною якістю. Важлива перевага методу – можливість обчислити усереднений діаметр зерен у автоматизованому режимі, а отже, опрацювати більше металографічних зображень та усереднити результати великої кількості вимірювань, чого важко досягнути вручну. Підвищуючи точність кількісного оцінювання усередненого діаметра зерен, який застосовують у законі Холла–Петча, можна достовірніше визначати характеристики міцності, зокрема, границю плинності і мікротвердість металу.

висновки

Запропоновано метод комп'ютеризованого обчислення усередненого діаметра зерен мікроструктури металу за його металографічними зображеннями на прикладі експлуатованої паропровідної сталі 12Х1МФ. Під час побудови методу застосовано модель розподілу зерен за площею, яка грунтується на законі Мандельброта–Ципфа. Таке модельне подання дає можливість врахувати різнозернистість мікроструктури та забезпечує вищу достовірність обчислень усередненого діаметра зерен металу порівняно з відомими підходами. Застосовуючи одержані результати у законі Холла–Петча, можна збільшити точність вимірювання характеристик міцності, зокрема, границі плинності і мікротвердості сталі, що важливо для розв'язання задач неруйнівного контролю та визначення довговічності металоконструкцій.

1. Втомна довговічність сталей залізничних коліс / О. П. Осташ, І. М. Андрейко, В. В. Кулик, І. Г. Узлов, О. І. Бабаченко // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2007. – **43**, № 3. – С. 93–102.

(*Fatigue* durability of steels of railroed wheels / O. P. Ostash, I. M. Andreiko, V. V. Kulyk, I. H, Uzlov, and O. I. Babachenko // Materials Science. – 2007. – **43**, № 3. – P. 403–441).

 Неруйнівний контроль стану поверхонь, уражених корозійними пітингами / Б. П. Русин, Н. П. Ануфрієва, Н. Р. Грабовська, В. Г. Іванюк // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2013. – 49, № 4. – С. 90–96.

(*Nondestructive* testing of the state of surfaces damaged by corrosion pitting / B. P. Rusyn, N. P. Anufrieva, N. R. Hrabovs'Ka, and V. H. Ivanyuk // Materials Science. – 2014. – **49**, № 4. – P. 516–524. https://doi.org/10.1007/s11003-014-9644-4)

- Influence of grain size distribution on the Hall–Petch relationship of welded structural steel / P. Lehto, H. Remes, T. Saukkonen, H. Hänninen, and J. Romano // Mat. Sci. Eng. A. - 2014. - 592. - P. 28-39.
- Determination of the grain size in single-phase materials by edge detection and concatenation / L. Berus, P. Skakun, D. Rajnovic, P. Janjatovic, L. Sidjanin, and M. Ficko // Metals. - 2020. - 10. - 1381 p.
- Pattern recognition with machine learning on optical microscopy images of typical metallurgical microstructures / D. S. Bulgarevich, S. Tsukamoto, T. Kasuya, M. Demura, M. Watanabe // Sci. Rep. – 2018. – 8 (1). – 2078 p.
- Grain size measurement in optical microstructure using support vector regression / K. Gajalakshmi, S. Palanivel, N. J. Nalini, S. Saravanan, and K. Raghukandan // Optik. – 2017. – 138. – P. 320–327.
- 7. *Комп'ютерний* аналіз характерних елементів фрактографічних зображень / Р. Я. Косаревич, О. З. Студент, Л. М. Свірська, Б. П. Русин, Г. М. Никифорчин // Фіз.-хім. механіка матеріалів. 2012. **48**, № 4. С. 53–60.

(*Computer* analysis of characteristic elements of fractographic images / R. Ya. Kosarevych, O. Z. Student, L. M. Svirs'ka, B. P. Rysyn, and H. M. Nykyforchyn // Materials Science. -2013. -48, $N \ge 4. - P. 474-481.$)

 Автоматизоване визначення геометрії зерен в експлуатованій паропровідній сталі / І. М. Журавель, Л. М. Свірська, О. З. Студент, Р. А. Воробель, Г. М. Никифорчин // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2009. – 45, № 3. – С. 23–29. (Automated determination of grain geometry in an exploited steam-pipeline steel / I. M. Zhu-

(*Automated* determination of grain geometry in an exploited steam-pipeline steel / I. M. Zhuravel', L. M. Svirs'ka, O. Z. Student, R. A. Vorobel', and H. M. Nykyforchyn // Materials Science. -2009. -45, $N_{2} 3. - P. 350-357.$)

 Журавель І. М., Свірська Л. М. Вимірювання усередненого розміру зерен металу з використанням фрактальної розмірності // Фіз.-хім. механіка матеріалів. – 2010. – 46, № 3. – С. 126–128.

(*Zhuravel'I. M., Svirs'ka L. M.* Measurement of the mean grain size in a metal by using fractal dimensions // Materials Science. – 2010. – **46**, № 3. – P. 418–420.)

- 10. *ASTM Е 112-96*. Стандартный метод испытаний по определению среднего размера зерна. 38 с.
- 11. Большаков В., Волчук В., Дубров Ю. Пути применения теории фракталов. Саарбрюккен: Palmarium Acad. Publ., 2016. – 146 р.
- 12. Бенуа Б. Мандельброт. Фрактальная геометрия природы. М.: Ин-т компьютерных исследований, 2002. 656 с.

Одержано 19.05.2020