

УДК 621.762

Радченко О. К., Гогаєв К. О., Ковальченко М. С.

ПОРІВНЯННЯ ФУР'Є ТА МЕТАЛОГРАФІЧНОГО АНАЛІЗУ ФОРМИ ЧАСТИНОК

Проблема опису морфологічних характеристик частинок порошків є однією з центральних тем технологій матеріалів, заснованих на використанні порошків як вихідних компонентів. Знання характеристик форми частинок дає змогу передбачувати як їх індивідуальну поведінку, так і поведінку в порошковій масі в процесах технологічної переробки порошку у виробі, що застосовуються в різних галузях сучасної техніки. Розвиток уявлень і знань про форму, розмір, будову, фізичні та хімічні властивості частинок, що утворюються внаслідок різних технологічних процесів їх одержання, привів до формування нової галузі знань, яка дістала назву морфології частинок [1, 2]. Морфологічний аналіз вивчає співвідношення між аморфними властивостями частинок і способом їх зародження або утворення, а також взаємозв'язок між морфними властивостями окремих частинок з фізико-хімічними та об'ємними властивостями порошкового середовища. Для морфологічного аналізу головним є аналіз геометричних характеристик, тобто аналіз форми та розміру частинок порошку. Фактори форми частинок детально розглянуті Чернявським [3], а стосовно до формування порошків – у роботі [4]. Широко використовується кілька напрямків аналізу морфології частинок – комп'ютерний (SIAMS) [5], стереометричний аналіз Салтикова, Чернявського [6, 7], фрактальний аналіз та математичний дискретний Фур'є аналіз. В усіх випадках аналізують контур частинки – це може бути тіньова проекція частинки на предметному склі чи контур перетину частинок на шліфах.

Фур'є аналіз.

Сучасні методи аналізу форми частинок розробляються вже на протязі останнього півстоліття і спеціалісти з теорії зображень, зокрема і цифрових, дійшли висновку, що ефективними методами є такі, що засновані на застосуванні дискретного аналізу Фур'є [1, 2, 8–12, 13]. Якщо контур зображення має складки або западини при обході контуру проти годинникової стрілки, то для аналізу форми застосовують радіально-дуговий метод, де радіус-вектор R виражають як функцію нормалізованої довжини дуги s [14]:

$$s = 2p \left(\frac{l}{L} \right); \quad l_i = \sum_{i=1}^m \sqrt{(\Delta x_i)^2 + (\Delta y_i)^2}; \quad L = \sum_{i=1}^m l_i, \quad (1)$$

де l – довжина дуги; L – периметр замкнутого профілю зображення, x_i та y_i – координати i -тої точки контуру частинки.

Контур зображення апроксимують дискретним рядом Фур'є:

$$R(s) = a_0 + \sum_{k=1}^n (a_k \cos ks + b_k \sin ks), \quad (2)$$

де:

$$a_0 = \frac{2}{n} \sum_{i=1}^n R_i; \quad a_k = \frac{2}{n} \sum_{i=1}^n R_i \cos(ks_i); \quad b_k = \frac{2}{n} \sum_{i=1}^n R_i \sin(ks_i). \quad (3)$$

Визначають інваріантні дескриптори Фур'є, що характеризують форму частинки.

Фактор форми:

$$L_0 = \frac{a_0}{r_0}; \quad (4)$$

(L_0 показує, наскільки сильно виступи віддалені, а западини наближені по відношенню до центру мас перетину частинки), де a_0 – середній радіус частинки, r_0 – еквівалентний радіус, що відповідає радіусу кола з площею контуру частинки;

$$r_0 = \sqrt{a_0^2 + \frac{1}{2} \sum_{k=1}^{16} (a_k^2 + b_k^2)}. \quad (5)$$

Дескриптори форми:

$$C_k = \frac{1}{2a_0} \sqrt{a_k^2 + b_k^2}, \quad (6)$$

які є інваріантними що до положення зображення в полі зору. Низькочастотні компоненти C_k визначають загальне відхилення форми зображення частинки від форми кола, а високочастотні характеризують шорсткість контуру.

Комп'ютерний металографічний аналіз.

Одним показником форми, наприклад, фактором Салтикова [6]:

$$\Phi_c = \frac{4pS}{P^2}; \quad (7)$$

де S та P – площа та периметр проекції частинки, не вдається однозначно і повно характеризувати контур частинки, тому використовують кілька показників або факторів форми, наприклад таких нормованих макропоказників форми частинок як фактори круглості, компактності, подовження та фактора порізаності (останній можна віднести до мікропоказників, що характеризують рельєф контуру) [5].

Фактор круглості:

$$F_c = \frac{2\sqrt{pS}}{P}, \quad (8)$$

показує яку долю від периметра частинки становить довжина кола з площею, що дорівнює площі проекції частинки. Фактор круглості зв'язаний з фактором Салтикова:

$$F_c = \sqrt{\Phi_c}. \quad (9)$$

Фактор подовження у нашому випадку виражається наступним чином:

$$F_l = \frac{D_{forto}}{D_{fmax}}, \quad (10)$$

де D_{fmax} – максимальний діаметр Фере, а D_{forto} – діаметр перпендикулярний до D_{fmax} .

Фактор компактності:

$$F_k = \frac{4S}{pD_{fcp}^2}, \quad (11)$$

де D_{fcp} – середній діаметр Фере частинки, розраховується як середнє арифметичне проєкцій плоского зображення частинки на 60 напрямків (від 0° до 177° із кроком 3°), показує, яка частина площі кола діаметром Фере відповідає площі проєкції частинки.

Фактор порізаності:

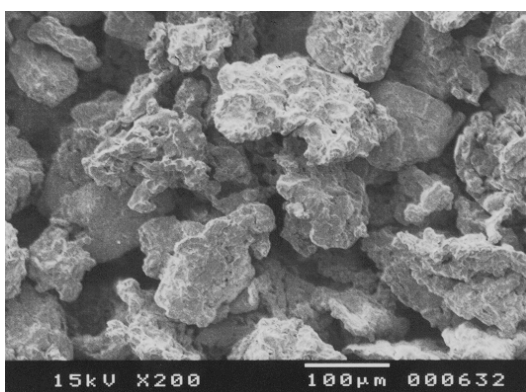
$$F_g = \frac{pD_{fcp}}{P}, \quad (12)$$

є відношенням периметра кола з діаметром, що дорівнює середньому діаметру Фере, до периметру частинки. Для кола всі фактори форми дорівнюють одиниці, а дескриптори нулю. При віддаленні форми контуру від кола фактори (8), (10), (11) та (12) зменшуються від 1 до 0, фактор $L_0 \geq 1$, а дескриптори C_k збільшуються від 0 до 1.

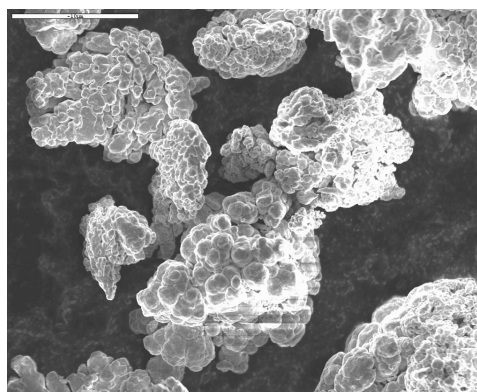
Досі не встановлено однозначного зв'язку між математичними параметрами контуру та вищеописаними співвідношеннями, що характеризують певні аспекти форми часток, які зв'язані з технологічними властивостями порошків [15, 16]. Знаходження таких зв'язків, а також взаємозв'язків між різними методами вимірювання вказаних параметрів форми або хоча б кореляцій є актуальною задачею теорії порошкової металургії, технології керамічних матеріалів, механіки сипких середовищ та інших суміжних дисциплін.

Метою роботи є знаходження зв'язку між величинами дескрипторів форми частинок різних гармонік, що одержують при апроксимації розвиненого контуру частинки за допомогою тригонометричного ряду Фур'є та величинами факторів форми визначеними по методиці SIAMS.

Об'єктом дослідження були порошки нікелю марки ПНЭ1 ГОСТ 9722-79 та заліза [17, 18, 19], що отримані електролітичним методом та відновлення відповідно (рис. 1, а та б).



а



б

Рис. 1. РЕМ зображення частинок порошків заліза (а) та нікелю (б)

Форму частинок визначали на шліфах по контуру перерізу частинок. Фактори форми частинок розраховували за допомогою комп'ютерної програми розробленої М. С. Ковальченком [14] та програми SIAMS [5].

Частинки обох порошків мають форму відмінну від сферичної та складну внутрішню будову (рис. 1, а, б). Слід відзначити, що зображення частинки на шліфах є більш об'єктивним у порівнянні з її тінвою проєкцією у положенні найбільшої стійкості [15].

Перерізи досліджених частинок показані на рис. 2. Величини факторів форми L_0 , F_c , F_k , F_l , F_g , а також дескрипторів форми C_k перших 16 гармонік ряду Фур'є наведені в табл. 1, а залежності між ними показані на рис. 3–5. Бачимо (рис. 2), що контур перерізу частинки Fe порошку є більш компактним ($F_k = 0,810$) та менш витягнутим ($F_l = 0,912$) ніж контур частинки Ni порошку ($F_k = 0,688$ та $F_l = 0,578$). Витягнутість частинки Ni порошку обумовлена способом його виготовлення (швидший ріст дендриту по осі першого порядку [17]), залізний же порошок одержують обкаткою агломератів частинок [19] і їх форма ближча до сферичної.

Це забезпечує більш суттєву різницю у відстанях точок контуру від центру у частинки Ni ніж у Fe порошку і збільшує величину L_0 (1,496 та 1,247 для Ni та Fe відповідно). Контур частинки Ni порошку також є менш круглим (F_c дорівнює 0,664 та 0,717 для Ni та Fe відповідно). Менше всього відрізняються фактори порізаності (0,776 та 0,797 для Ni та Fe відповідно). Для правильних геометричних фігур спостерігається аналогічна картина (табл.1). Якщо провести умовний поділ дескрипторів на дві групи які відповідають за макро- (C_1-C_8) та мікрорельєф (C_9-C_{16}), що формально є припустимим, то порівнювати з макропоказниками контуру є сенс лише дескриптори з номером менше 9.

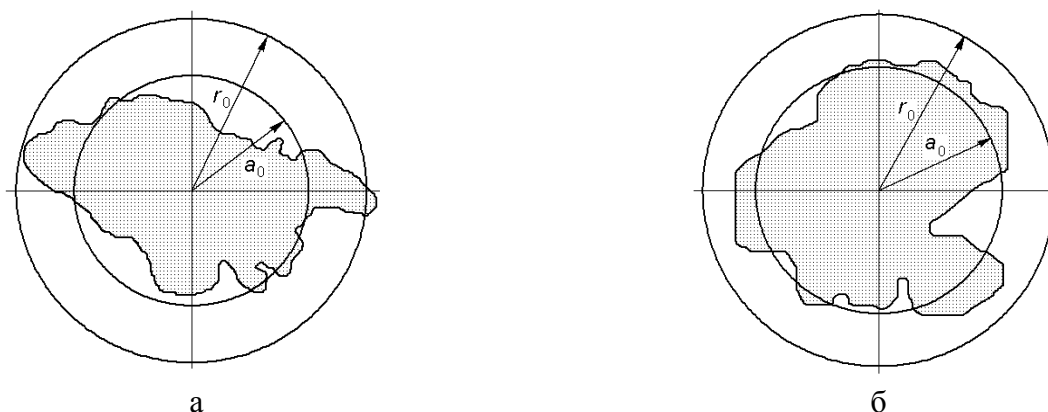


Рис. 2. Зображення контуру часток Ni (а) та Fe (б) порошків та відповідних середніх (a_0) та еквівалентних (r_0) радіусів

Таблиця 1

Величини факторів та дескрипторів форми контуру частинок залізного та нікелевого порошків, кола та прямокутників зі співвідношенням сторін 1 : 1, 1 : 2 та 1 : 4

Параметр форми	Коло	Квадрат	Прямокутник (1 : 2)	Прямокутник (1 : 4)	Fe	Ni
F_c	1,000	0,887	0,837	0,769	0,717	0,644
F_k	1,000	0,786	0,699	0,590	0,810	0,688
F_l	1,000	1,000	0,788	0,618	0,912	0,578
F_r	1,000	1,000	1,000	1,000	0,797	0,776
L_0	1,000	1,109	1,138	1,171	1,247	1,496
C_1	0,000	0,002	0,003	0,002	0,027	0,026
C_2	0,000	0,000	0,169	0,248	0,025	0,142
C_3	0,000	0,000	0,000	0,000	0,093	0,075
C_4	0,000	0,076	0,050	0,027	0,038	0,030
C_5	0,000	0,000	0,000	0,000	0,056	0,034
C_6	0,000	0,000	0,025	0,017	0,006	0,034
C_7	0,000	0,000	0,000	0,000	0,008	0,015
C_8	0,000	0,016	0,007	0,017	0,006	0,013
C_9	0,000	0,000	0,000	0,000	0,004	0,019
C_{10}	0,000	0,000	0,005	0,006	0,017	0,017
C_{11}	0,000	0,000	0,000	0,000	0,009	0,010
C_{12}	0,000	0,008	0,007	0,000	0,014	0,003
C_{13}	0,000	0,000	0,000	0,000	0,005	0,013
C_{14}	0,000	0,000	0,002	0,004	0,003	0,008
C_{15}	0,000	0,000	0,000	0,000	0,003	0,003
C_{16}	0,000	0,005	0,002	0,004	0,005	0,005

Зв'язок дескрипторів з фактором витягнутості.

Розглянемо як змінюються дескриптори C_k зі зміною макропоказника форми частинок фактору витягнутості (F_l), який є чутливим лише до максимального подовжнього розміру контуру та розміру перпендикулярного до нього (формула (10)). До наявності виступів та западин, що не виходять за рамки вище означених величин, а також до наявності мікрорельєфу цей фактор нечутливий. Для частинок нікелевого та залізного порошоків значущими є дескриптори C_2, C_3, C_5, C_6 та C_8 (рис. 3). Найбільшими за величиною є дескриптори C_2, C_3 та C_5 , а відрізняються найбільше один від одного дескриптори C_2, C_6, C_8 , причому для Ni вони більші (табл. 1, колонки 6 та 7), що підтверджує наявність їх зв'язку з факторами форми. Для з'ясування остаточного зв'язку між C_k та F_l розглянемо як змінюються дескриптори у правильних геометричних фігур (прямокутників) зі зміною їх витягнутості (рис. 4). Значущими для квадрата є C_4, C_8 , для прямокутників зі співвідношенням сторін 1 : 2 та 1 : 4 – C_2, C_4, C_6 та C_2, C_4, C_6, C_8 , відповідно. Величина дескриптора C_2 збільшується з ростом витягнутості, величина дескриптора C_4 зменшується, а зміна дескрипторів C_6, C_8 не має стійкого характеру, тобто вони не корелюють з фактором подовження. Таким чином, лише дескриптор C_2 в усіх розглянутих випадках корелює з фактором подовження F_l (рис. 4).

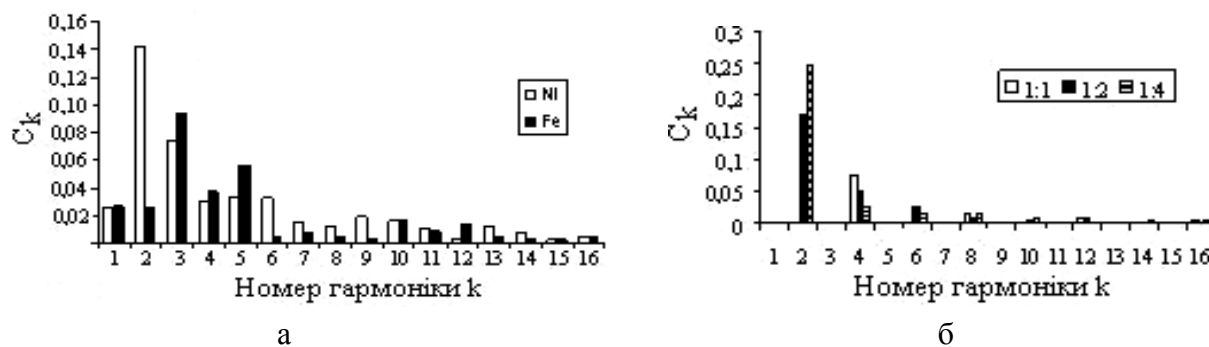


Рис. 3. Величини дескрипторів форми C_k 16 перших гармонік для частинок Ni та Fe порошоків (а) та прямокутників зі співвідношенням сторін 1 : 1, 1 : 2 та 1 : 4

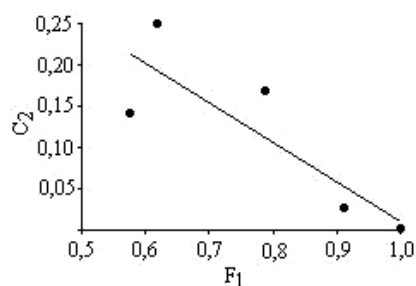


Рис. 4. Залежність між дескриптором форми C_2 та фактором подовження

Одержані результати були апроксимовані за методом найменших квадратів лінійною залежністю, що описується формулою:

$$C_2 = -0,479F_1 + 0,490. \quad (13)$$

Величина достовірності апроксимації (R^2) становить 0,7166. Причиною такої низької достовірності апроксимації напевне є нечутливість фактора F_l до рельєфу контуру, тоді як дескриптор C_2 його враховує. На підтвердження цього окремо були побудовані залежності для правильних фігур та контурів частинок з западинами. Для правильних фігур залежність ($R^2 = 0,9802$) має вигляд:

$$C_2 = -0,6554F_1 + 0,6645. \quad (14)$$

Для фігур з западинами залежність має вигляд:

$$C_2 = -0,3484F_l + 0,3431. \tag{15}$$

Графіки залежностей (14) та (15) перетинають вісь F_l в точках 1,014 та 0,984 відповідно, що близько до 1 (для кола $F_l = 1$). Таким чином різна чутливість до рельєфу контуру у C_2 та F_l призводить до виникнення похибки та зниження величини R^2 .

Зв'язок дескрипторів з фактором компактності.

Існує корелятивний зв'язок між дескриптором C_2 та фактором компактності (рис. 5, а). Залежності для контурів правильних фігур ($R^2 = 0,929$) та частинок порошків майже співпадають (рис. 5, б), але якщо залежність C_2-F_l (рис. 4) перетинає вісь F_l у точці $F \cong 1$, що відповідає дійсності (C_2 для кола дорівнює 0, а $F_l = 1$ – табл. 2 стовбець 7), то залежність C_2-F_k перетинає вісь F_k в точці $F = 0,920$, що вказує на досить високу похибку.

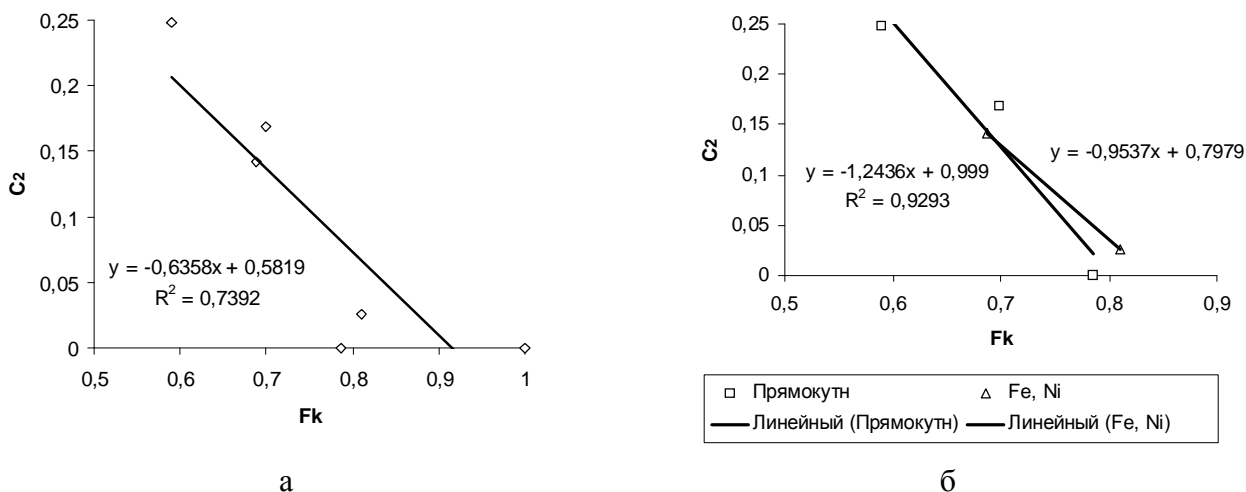


Рис. 5. Загальна залежність між дескриптором форми C_2 та фактором компактності контурного зображення (а) та окремі залежності для геометричних фігур та часток (б)

F_k прямо пропорційний квадрату F_c та обернено пропорційний квадрату F_g – формула (12), але у F_g не існує кореляційного зв'язку з C_2 .

$$F_k = \left(\frac{F_c}{F_g} \right)^2. \tag{16}$$

Зв'язок дескрипторів з фактором круглості.

Аналогічна залежність простежується між C_2 та F_c (рис. 6). Для правильних фігур вона має вигляд:

$$C_2 = -2,048F_l + 1,841. \tag{17}$$

Величина достовірності апроксимації 0,917.

Для контурів частинок Fe та Ni вона має вигляд:

$$C_2 = -1,594F_l + 1,168; \tag{18}$$

Графіки залежностей (16) та (17) перетинають вісь F_l в точках 0,899 та 0,733 відповідно. Спроба об'єднати ці графіки в один призводить до величини достовірності апроксимації $R^2 = 0,220$, що є явно незадовільним.

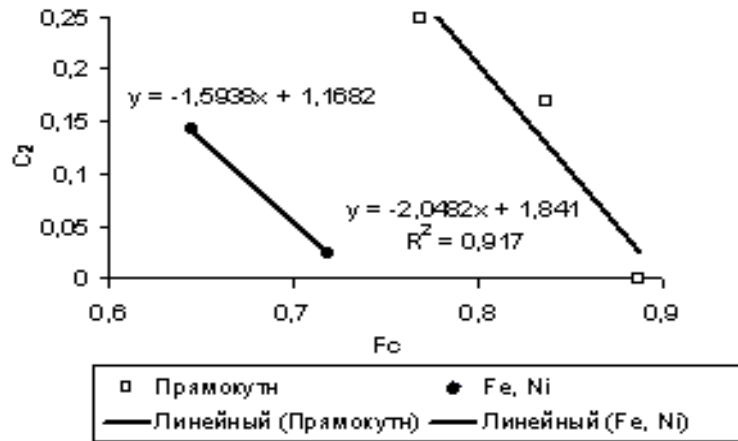


Рис. 6. Залежність між дескриптором форми C_2 та фактором круглості

Низька достовірність апроксимації напевне зв'язана з різними підходами до розвинення контуру та розрахунку фактору форми F_c та дескриптору C_2 . При розвиненні контуру частинки з використанням радіально-дугового методу за допомогою виразу (1) на етапі розрахунку l_i по формулі (1), Δx при обході контуру проти часової стрілки буде завжди негативним, а Δy у випадку виступу буде позитивним, а у випадку западини – негативним, але $(\Delta x)^2$ та $(\Delta y)^2$ завжди даватимуть позитивну величину. Тому контури без западин даватимуть точнішу корелятивну залежність, а частинки з западинами будуть змінювати залежність і знижувати R^2 . Таким чином наявність частинок з западинами буде змінювати коефіцієнти при невідомих (залежності (13) та (15)), а також знижувати R^2 .

Зв'язок дескрипторів з фактором порізаності.

Існує кореляційний зв'язок між дескрипторами C_7, C_9, C_{11} та C_{13} та фактором порізаності F_g рис. 7, а, але лише залежність $C_{11}-F_g$ вдається апроксимувати лінійною функцією (рис. 7, б).

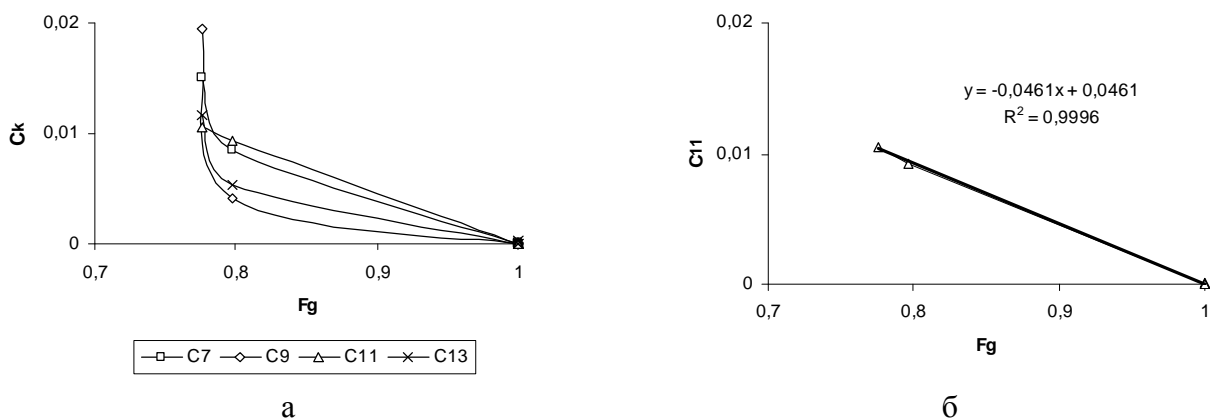


Рис. 7. Залежність між дескрипторами форми C_7, C_9, C_{11} та C_{13} та фактором порізаності F_g (а) та апроксимація лінійною функцією залежності $C_{11}-F_g$ (б).

ВИСНОВКИ

Не зважаючи на різні підходи до відтворення та розрахунку факторів та дескрипторів форми між факторами подовження, круглості та компактності (F_b, F_c, F_k), які є макропоказниками форми контуру, та дескриптором форми C_2 , що визначає загальне відхилення форми

зображення частинки від форми кола, існує корелятивний зв'язок, що може бути виражений лінійною залежністю. Наявність виступів та западин на контурах частинок знижує величину достовірності апроксимації та впливає на коефіцієнти у формулах апроксимації. Між фактором порізаності, що може бути віднесений до мікропоказників (характеристик) контуру, та дескриптором форми C_{13} , що характеризує шорсткість контуру, також існує корелятивний зв'язок, але він не є лінійним, а близький до гіперболічного. Враховуючи невеликий експериментальний матеріал на основі якого були зроблені попередні висновки, автори сподіваються, що зі збільшенням експериментального матеріалу (результатів експериментів) наведені в роботі залежності будуть уточнені, але вже зараз вони можуть використовуватися для наближеної оцінки величин дескриптора C_2 по величинах одержаних факторів форми, або величин факторів форми та зв'язаних з ними технологічних властивостей порошків [15, 16, 20] по величині дескриптора C_2 в залежності від методики яку будуть використовувати в майбутньому.

ЛІТЕРАТУРА

1. *Particle Characterization in Technology. Volume I. Microanalysis. Ed. J. K. Beddow.* – CRC Press, Boca Raton, Florida, USA, 1984. – 240 p.
2. *Particle Characterization in Technology. Volume II. Morphological Analysis. Ed. J. K. Beddow* – CRC Press, Boca Raton, Florida, USA, 1984. – 265 p.
3. Чернявский К. С. *Современные методы микроскопического анализа формы частиц в порошках и компактных металлах (обзор) / К. С. Чернявский // Завод. лаборатория.* – 1981. – № 4. – С. 44–54.
4. Радченко О. К. *Выбор критерия формы частиц порошка применительно к его формуемости / О. К. Радченко // Современные проблемы физического материаловедения.* – Киев: ИПМ НАН Украины, 2002. – С. 42–51.
5. *SIAMS – 600. Анализатор изображения.* – Екатеринбург, 1998. – 120 с.
6. Салтыков С. А. *Стереометрическая металлография (стереология металлических материалов) / С. А. Салтыков.* – М.: Металлургия, 1976. – 272 с.
7. Чернявский К. С. *Стереология в металлургии / К. С. Чернявский.* – М.: Металлургия, 1977. – 280 с.
8. *Particle shape characterization using image analysis and neural networks / Hundal H. S., Rohani S., Wood H. S., Pons M. N. // Powder Technology.* – 1997. – 91. – P. 217–227.
9. Фихтенгольц Г. М. *Курс дифференциального и интегрального исчисления. Том III / Г. М. Фихтенгольц.* – Физматгиз, 1960. – С. 563–573.
10. Смирнов В. И. *Курс высшей математики. Том II. / В. И. Смирнов.* – М.: Гостехтеориздат, 1956. – С. 424–430.
11. Анго А. *Математика для электро- и радиоинженеров / Анго А.; пер. с франц.* – М.: Наука, 1965. – С. 85–98, 705–711.
12. Бронштейн И. Н. *Справочник по математике для инженеров и учащихся втузов / И. Н. Бронштейн, К. А. Семендяев.* – М.: Наука, 1986. – С. 418–425.
13. *Вибрані питання елементарної математики / В. А. Вишенський, А. Я. Дороговцев, Ш. Ш. Єжов, А. В. Скороход, М. Й. Ядренко.* – К.: Вища школа, 1972. – С. 94.
14. Ковальченко М. С. *Компьютерний аналіз форми частинки порошка / М. С. Ковальченко // Математические модели и вычислительный эксперимент в материаловедении.* – ИПМНАН Украины, Киев. – 2003. – Вып. 6. – С. 17–26.
15. Радченко О. К. *Вплив форми частинок на технологічні властивості газорозпиленних порошків швидкоріжучої сталі / О. К. Радченко, О. І. Гетьман // Порошковая металлургия.* – 2006. – № 1/2. – С. 12–18.
16. *Пористые порошковые материалы и изделия из них / П. А. Витязь, В. М. Капцевич, В. К. Шелег.* – Мн.: Выш. шк., 1987. – С. 31.
17. *Спеченные материалы для электротехники и электроники: справочник / Г. Г. Гнесин, В. А. Дубок, Г. Н. Братерская и др.* – М.: Металлургия, 1981. – 344 с.
18. *Влияние параметров отжига на свойства железного порошка, полученного из индийского суперконцентрата / Федоров Д. Н., Бондаренко Б. И., Покотило Е. П. и др. // Экотехнологии и ресурсосбережение.* – 1999. – № 5. – С. 20–27.
19. *Изменение свойств железных порошков при их обкатке в валках / О. А. Катрус, А. К. Радченко, Д. Н. Федоров, Б. И. Бондаренко, А. М. Святенко, Е. П. Покотило // Порошковая металлургия.* – 2005. – № 3/4. – С. 12–16.
20. Balasubramanian Y. *Effect of Some Particle Characteristics on the Bulk Properties of Powders / Y. Balasubramanian, P. N. Singh, P. Ramakrishnan // Powder Metallurgy International.* – 1984. – V.16. – № 2. – P. 56–59.