

**KVANTITATIVNA ANALIZA SLIKE SULFIDNIH NEMETALNIH
UKLJUČAKA PRIMJENOM KOMPJUTERSKOG PROGRAMA
"LUCIA M" ZA FRAKTALNU ANALIZU**

**QUANTITATIVE IMAGE ANALYZIS OF SULPHIDE NONMETALLIC
INCLUSIONS BY "LUCIA M" COMPUTER'S PROGRAM FOR
FRACTAL ANALYZIS**

**Dr. Nadija Haračić, viši asistent,
Mašinski fakultet u Zenici, Univerzitet u Sarajevu,
Fakultetska 1 - 72 000 Zenica**

Ključne riječi: sulfidi, fraktalna analiza, kvantitativna analiza slike

REZIME

U ovom radu je prikazano ispitivanje sulfidnih nemetalnih uključaka na kompjuteriziranom optičkom mikroskopu primjenom korisničkog programa za fraktalnu analizu, pod komercijalnim nazivom "Lucia M". Dobijeni rezultati ispitivanja nemetalnih uključaka automatskom analizom slike u korisničkom programu "Lucia M" su obrađeni u Microsoft Excel-u.

Grafička interpretacija obuhvata prikaz veličine površine nemetalnih uključaka, njihove dužine, cirkularnosti i izduženosti, prema definicijama datim u korisničkom softveru "Lucia M", a koji su dobijeni ispitivanjem uzoraka čelika 20MnCrB5 za cementaciju i direktno kaljenje u cilju provjere utjecaja sulfidnih nemetalnih uključaka na gradijent ugljika ispitivanog čelika.

Key words: sulfides, fractal analysis, quantitative image analysis

ABSTRACT

Quantitative image analysis of sulfide nonmetallic inclusions is presented in this paper. The results of nonmetallic inclusions investigations obtained by "Lucia M" computer's program for fractal analysis are analysed in Microsoft-Excel.

The graphic interpretation shows the values of nonmetallic inclusions area, the length, circularity and elongation in accordance with the "Lucia M" software definitions. The obtained results refer to 20MnCrB 5 steel for carburisation and direct quenching. The aim was to find the influence of sulphide nonmetallic inclusions on the carbon layer gradient of carburised steel.

1. UVOD

Poznato je da se elementi mikrostrukture materijala prostiru u tri dimenzije volumena uzorka. To znači da se karakterizacija mikrostrukturnih elemenata treba zasnivati na 3-D modelu proučavanog materijala. S druge strane, pri eksperimentalnom prikazu obično se ispitivanje vrši na 2-D poprečnom presjeku ili ispitivanjem tankih presjeka. Naprimjer: metalografska ispitivanja se vrše na poprečnom presjeku reflektiranjem padajuće svjetlosti od površine uzorka. Skanirajuća elektronska mikroskopija (SEM) se bazira na analizi signala koji su sa površine aktivirani

elektronskim snopom. S druge strane, veliki broj osobina je povezan sa mikrostrukturnim elementima koji su raspoređeni u volumenu materijala. U ovom slučaju traženi 3-D opis strukture se izvodi iz 2-D slike pomoću metode kvantitativne stereologije.

Izraz stereologija je uveden ranih šezdesetih godina. Međutim osnovne discipline datiraju od kraja 19. stoljeća, kada je Delesse riješio problem mjerenja volumskog udjela preko mjerenja površinske gustoće karakteristika profila (features-ficera). Godine 1920. Wicksell je razvio formulu za procjenu broja čestica u volumenu materijala, na osnovu mjerenja gustoće njihovih presjeka, a 1940. Soltykov je izveo formulu koja se može koristiti za određivanje specifične površine čestica u datom volumenu. Na polju teoretskih rezultata, u početku nije bilo podjele na različite grane nauke, dok su istovremeno stalno otkrivani novi, specifični metodi [2].

U ovom radu su prikazani neki rezultati ispitivanja sulfidnih nemetalnih uključaka u cementiranom čeliku oznake 20MnCrB5 prema DIN standardu, dobijeni ispitivanjem na kompjuteriziranom optičkom mikroskopu primjenom korisničkog programa "Lucia M", a koji su obrađeni u Microsoft Excelu a u sklopu ispitivanja koja su vršena u cilju izračunavanja parametara kinetičke ravnoteže između sredstva za cementaciju na povišenim temperaturama i površinskog sadržaja ugljika u niskolegiranim čelicima za cementaciju.

2. POJAM FRAKTALNIH OBJEKATA

Izraz mikrostruktura opisuje skup karakterističnih elemenata koji se mogu identifikovati u rasporedu atoma / molekula koji grade dati materijal [2]. To je veoma uopštena definicija i u naročitim primjenama može se definisati skoro neograničen broj različitih mikrostrukturnih elemenata. Kao primjeri mikrostrukturnih elemenata mogu se navesti: nečistoće u kristalnim materijalima, vlakna u kompozitima, pore u betonu i pukotine u staklu.

Polikristali sadrže "finostrukturne" defekte kao što su dislokacije i grube defekte, kao što su površinski slojevi, pukotine i čestice sekundarnih faza. Skup mikrostrukturnih elemenata koji se nalaze u polikristalu čine ga pogodnim za karakterizaciju mikrostrukture. Međutim, treba naglasiti da se rezultati postignuti na polikristalima, mogu generalizirati zamjenom specifičnih defekata u polikristalima sa geometrijski ekvivalentnim elementima drugih materijala. Na primjer zrna u polikristalima, mogu se zamijeniti bilo kojim česticama, dislokacije vlaknima itd.

Postoji izvjestan broj različitih klasifikacija mikrostrukturnih elemenata korišćenih u različitim tekstovima. Međutim, najopštija i najpodobnija u ovom slučaju izgleda da je ona bazirana na analizi njihovih dimenzija, prema kojoj se mikrostrukturni elementi općenito dijele na:

- a) tačkaste - 0 - dimenzionalne, 0-D
- b) linearne -1 - dimenzionalne, 1-D
- c) površinske - 2 - dimenzionalne, 2-D
- d) volumske - 3 - dimenzionalne, 3-D.

Predložena klasifikacija je u skladu sa shvatanjima nastalim na osnovu svakodnevnih zapažanja. Međutim, novi pronalasci u matematici pokazuju da je ova karakterizacija nekompletna i mogu se definirati neke nove karakteristike (feature) koje izražavaju njihovu dimenzionalnost u dijelovima (razlomcima). Ove karakteristike se zovu fraktali i iako su ih pronašli matematičari, dokazano je da su značajni i u nauci o materijalima.

Da bi se objasnio koncept fraktalne dimenzionalnosti treba napomenuti da se parametar dimenzionalnosti, d , pojavljuje kao odnos između veličine objekta, s , (s je volumen za 3-D elemente, površina za 2-D itd.), i njegove linearne dimenzije, L :

$$s = L^d \quad (1)$$

2.1. Veličina i oblik mikrostrukturnih elemenata

Kvantitativni opis osobina 2-D slika mikrostrukture je potreban za kvantitativni zaključak o osobinama 3-D strukture. U prošlosti su razvijene brojne metode koje obezbjeđuju kvantitativnu karakterizaciju 2-D slika pomoću jednostavnih metoda brojanja. Međutim, treba istaći da je posljednjih godina napravljen značajan napredak razvojem kompjuterski podržanih postupaka. Mogu biti proučavani različiti tipovi materijala, bez ograničenja postupka sve dok se on odnosi na osnovne zahtjeve stereologije.

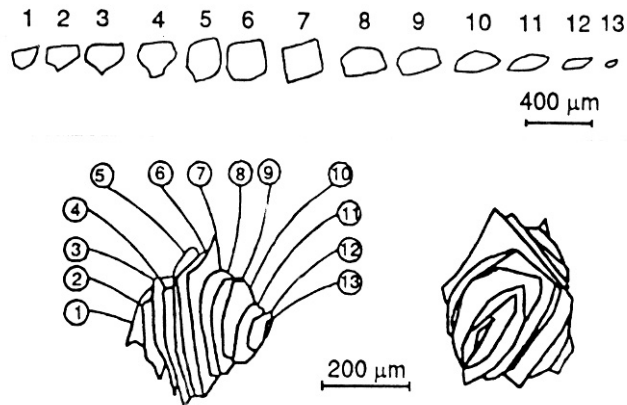
Karakterizacija mikrostrukture materijala uključuje identifikaciju glavnih prisutnih mikrostrukturnih elemenata i kvantitativni opis njihove veličine, oblika, broja i položaja unutar uzorka proučavanog materijala. Drugim riječima, ovo je proces koji daje odgovore na sljedeća pitanja:

1. Koji su elementi u unutrašnjoj strukturi datog materijala koji ga razlikuju od drugih materijala ove vrste, tj. sličnog hemijskog sastava?
2. Gdje su ti elementi locirani i u kojoj količini?
3. Koja im je veličina i oblik?

Odgovori na sva ova pitanja osiguravaju jedan obuhvatan opis mikrostrukture materijala koji se može koristiti za objašnjenje njegovih osobina i omogućavanja bolje kontrole kod njihove tehnološke primjene.

Količina i oblik su atributi 1-, 2- i 3-D elemenata mikrostrukture. Veličina 1-D elemenata može biti kvantitativno opisana njihovom dužinom, L ; 2-D elementa njihovom površinom, A , i 3-D elementa njihovim volumenom V . Međutim, direktno mjerenje dužine, površine ili volumena mikrostrukturnih elemenata je rijetko moguće. Kao posljedica toga, mjerenja su obično izvode na datom presjeku ili projekciji mikrostrukturnih elemenata. Rezultati takvog mjerenja karakterišu veličinu proučavanih elemenata, ali ne definišu njihov volumen, površinu i dužinu.

Na slici 1. prikazano je slučajno odabrano zrno iz populacije zrna u jednofaznom metalu. Geometrija zrna je rekonstruirana slaganjem mikrofotografija dobijenih od serije presjeka debljine 10 μm .



SLIKA 1. REKONSTRUKCIJA 3-D GEOMETRIJE ZRNA [2].

Proučena je serija 13 paralelnih, odvojenih presjeka zrna. Ovaj primjer pokazuje da se na presjeku kroz materijal 3-D karakteristike otkrivaju kao 2-D elementi. Zbog pojednostavljenja napravljena je klasifikacija mikrostrukturnih elemenata. Kad god je moguće, izgleda da je mnogo razumnije izvesti odgovarajuću formulu za slučaj opšteg tipa defekta ili mikrostrukturnog elementa, nego posebno razmatrati defekte istog geometrijskog tipa, pronađene u različitim materijalima. Npr. i dislokacije u kristalima i karbonska vlakna u kompozitima mogu se smatrati linearnim elementima premda se njihove dimenzije razlikuju za nekoliko redova povećanja. Koeficijent uopštavanja usvojen u tehnikama mikrostrukturne karakterizacije zasniva se na pretpostavci da su nivo posmatranja i fizičke osobine proučavanih elemenata, manje važni nego geometrijske karakteristike, naročito veličina. Izvjestan broj oblika je katalogiziran i matematički opisan i neki od njih imaju dobru, približnu morfologiju za mikrostrukturne elemente zapažene u materijalu. Kvantitativni opis osobina 2-D slika mikrostrukture je potreban za kvantitativni zaključak o osobinama 3-D strukture. U prošlosti su razvijene brojne metode koje obezbjeđuju kvantitativnu karakterizaciju 2-D slika pomoću jednostavnih metoda brojanja.

3. ISPITIVANJE NEMETALNIH UKLJUČAKA KVANTITATIVNOM ANALIZOM SLIKE U KORISNIČKOM PROGRAMU "LUCIA M"

Ispitivanja nemetalnih uključaka prikazana u ovom radu su izvršena na uzorcima veličine ϕ 32x5mm izrezanim iz kovanih šipki od čelika 20MnCrB5. Uzorci su cementirani u čvrstom sredstvu za cementaciju CMD070, na 940⁰ C u trajanju od 8 sati, kaljeni u ulju i popušteni. Ispitivanje na kompjuteriziranom optičkom mikroskopu primjenom korisničkog programa za fraktalnu analizu, pod komercijalnim nazivom "Lucia M" se koristi za izvođenje stereoloških mjerenja kojim se opisuju količina, broj, veličina i raspodjela posmatranih "fićera", odnosno prema standardu ASTM E 1245-95 endogenih nemetalnih uključaka (sulfida i oksida) u čeliku.

Ispitivanjem mikrostrukture u nenagriženom stanju ustanovljeno je prisustvo znatne količine, naročito sulfidnih nemetalnih uključaka od kojih su u najvećoj mjeri prisutni: izduženi sulfidni uključci, homogeni i kompleksni u nizovima i ovalni / globularni homogeni sulfidni uključci raspoređeni takođe u nizovima. Ispitivanja na kompjuteriziranom optičkom mikroskopu, pokazala su pri većim povećanjima da kod ispitivanih uzoraka preovladavaju izduženi homogeni i kompleksni sulfidni uključci (sl.2.).



SLIKA 2. KOMPJUTERSKA ANALIZA NEMETALNIH UKLJUČAKA
ČELIK 20 MnCrB 5 (CEMENTACIJA: 940⁰ C, 8h) [1]

Dobijeni rezultati ispitivanja nemetalnih uključaka automatskom analizom slike u korisničkom programu "Lucia M" su obrađeni u Microsoft Excel-u. Grafička interpretacija obuhvata prikaz vrijednosti površine nemetalnih uključaka, dužine nemetalnih uključaka, cirkularnosti i izduženosti nemetalnih uključaka, prema definicijama datim u korisničkom softveru " Lucia M". Rezultati ispitivanja su prikazani na sl.3.

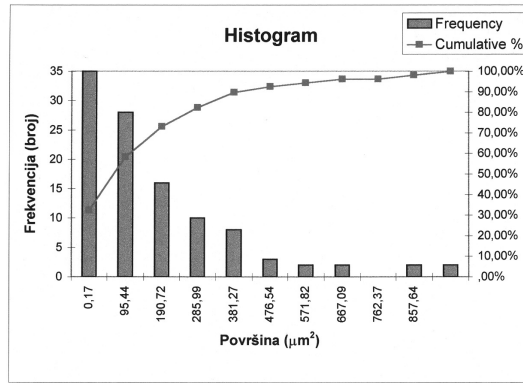
Histogram frekvencija površine nemetalnih uključaka kod uzoraka čelika 20MnCrB5 cementiranih na 940⁰ C, 8h prikazan je na slici 3a. Distribucija pokazuje opadanje broja uključaka sa povećanjem njihove površine. Naime, površina nemetalnih uključaka u ovom slučaju prikazana je potpuno desnostrano asimetričnom distribucijom oblika zvona, tako da lijeve strane zvona uopće nema (L - distribucija). Prikazani rezultati pokazuju dominirajuće prisustvo najsitnijih nemetalnih uključaka: naime 31,42 % prisutnih nemetalnih uključaka ima površinu 0,17 μm^2 i manju.

Distribucija frekvencija dužine nemetalnih uključaka kod čelika 20MnCrB5 cementiranog na 940⁰ C u trajanju od 8 sati takođe je potpuno desnostrano asimetrična, a prikazana je histogramom na slici 36. Grafikon oblika zvona pokazuje prisustvo dva vrha i to kod vrijednosti dužine 0,28 μm i 364 μm , tj. distribucija je bimodalna. Prikazani grafikon pokazuje da je prisutno mnogo više kraćih uzoraka: 63,89% je dužine 73,12 μm i manjih, a njihov broj opada prema većim dužinama.

Na slici 37 je prikazan histogram cirkularnosti nemetalnih uključaka kod čelika 20MnCrB5 cementiranog na 940⁰ C. Prikazana distribucija takođe je u obliku zvona. Međutim, u ovom slučaju se radi o lijevostrano toliko asimetričnom zvonu, da desne strane uopće nema, što znači da je raspodjela cirkularnosti nemetalnih uključaka prikazana J- distribucijom. U posmatranom slučaju 60,19% prisutnih uključaka imali su cirkularnost iznad 0,91.

Na kraju, kod ispitivanih uzoraka cementiranog čelika 20MnCrB5 na 940⁰ C u trajanju od 8 sati, distribucija izduženosti nemetalnih uključaka ima oblik veoma desnostrano asimetričnog zvona (sl. 3d), ali ne tako kao što je asimetričan oblik distribucije tog istog statističkog skupa, prema veličini površine i dužine nemetalnih uključaka.

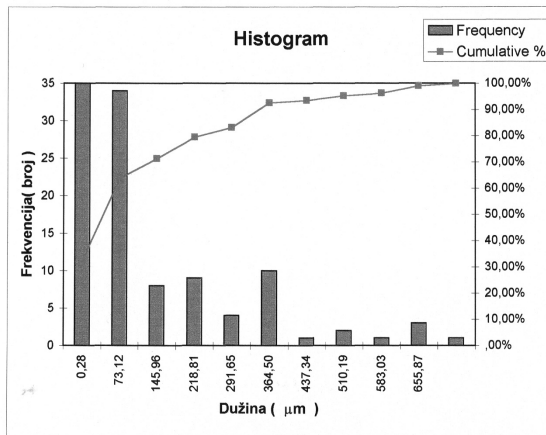
a)



Interval	Frekvencija	Kumulativno %
0,17	35	32,41%
95,44	28	58,33%
190,72	16	73,15%
285,99	10	82,41%
381,27	8	89,81%
476,54	3	92,59%
571,82	2	94,44%
667,09	2	96,30%
762,37	0	96,30%
857,64	2	98,15%
Iznad	2	100,00%

Čelik 20MnCrB5
Temperatura 940 ° C
Vrijeme 8h

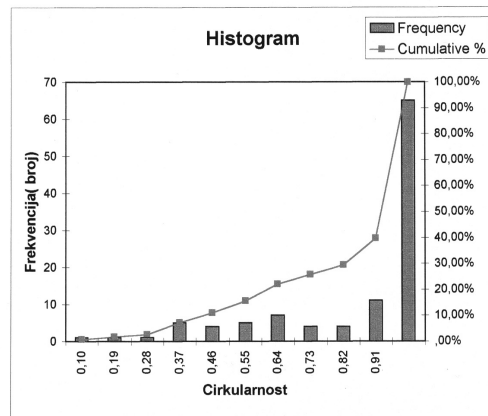
b)



Interval	Frekvencija	Kumulativno %
0,28	35	32,41%
73,12	34	63,59%
145,96	8	71,30%
218,81	9	79,63%
291,65	4	83,33%
364,50	10	92,59%
437,34	1	93,52%
510,19	2	95,37%
583,03	1	96,30%
655,87	3	99,07%
Iznad	1	100,00%

Čelik 20MnCrB5
Temperatura 940 ° C
Vrijeme 8h

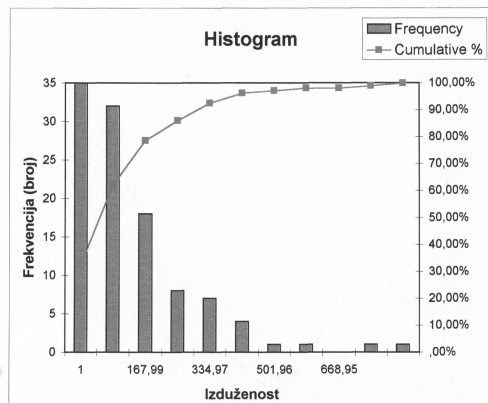
c)



Interval	Frekvencija	Kumulativno %
0,10	1	93%
0,19	1	1,85%
0,28	1	2,78%
0,37	5	7,41%
0,46	4	11,11%
0,55	5	15,74%
0,64	7	22,22%
0,73	4	25,93%
0,82	4	29,63%
0,91	11	39,81%
Iznad	65	100,00%

Čelik 20MnCrB5
Temperatura 940 ° C
Vrijeme 8h

d)



Interval	Frekvencija	Kumulativno %
1	35	32,41%
84,49	32	62,04%
167,99	18	78,70%
251,48	8	86,11%
334,97	7	92,59%
418,47	4	96,30%
501,96	1	97,22%
585,46	1	98,15%
668,95	0	98,15%
752,44	1	99,07%
Iznad	1	100,00%

Čelik 20MnCrB5
Temperatura 940 ° C
Vrijeme 8h

SLIKA3. KVANTITATIVNA ANALIZA SLIKE NEMETALNIH UKLJUČAKA [1]

4. ZAKLJUČCI

Ispitivanja nemetalnih uključaka prikazana u ovom radu su izvršena na uzorcima veličine ϕ 32x5mm izrezanim iz kovanih šipki od čelika 20MnCrB5. Uzorci su cementirani u čvrstom sredstvu za cementaciju CMD070, na 940⁰ C u trajanju od 8 sati, kaljeni u ulju i popušteni. Ispitivanje je izvršeno na kompjuteriziranom optičkom mikroskopu automatskom analizom slike u korisničkom programu "Lucia M" za fraktalnu analizu, a obrađeni su u Microsoft – Excelu. Analiza dobijenih rezultata ispitivanja pokazala sljedeće:

- Distribucije površine i dužine nemetalnih uključaka kod navedenih uzoraka cementiranog čelika su gotovo identičnog oblika i potpuno su desnostrano asimetrične. Distribucije frekvencije dužine nemetalnih uključaka kod istog uzorka pokazuju u globalu iste karakteristike kao i distribucije izduženosti nemetalnih uključaka. Distribucije izduženosti nemetalnih uključaka takođe imaju oblik izraženog desnostrano asimetričnog zvona.
- Distribucija cirkularnosti nemetalnih uključaka ima oblik potpuno lijevostrane J-distribucije i pokazuje da većina uključaka ima cirkularnost veću od 0,9. Na osnovu navedenih činjenica može se zaključiti da su prisutni izduženi, sulfidni uključci u ispitivanim uzorcima ustvari veoma tanke, zaokrugljene pločice, odnosno morfološkog tipa poznatog pod imenom "platelike".

Na kraju se na osnovu prikazanih rezultata ispitivanja nemetalnih uključaka dobijenih kvantitativnom analizom slike u korisničkom programu "Lucia M" za fraktalnu analizu, može zaključiti da mnogobrojne metode za određivanje jedne ili više karakteristika nemetalnih uključaka (tip, veličina, mjesto nalaženja), a koje se zasnivaju na kvantitativnoj karakterizaciji 2-D slika pomoću jednostavnih metoda brojanja i poređenja sa standardnim etalonskim skalama npr. ASTM metod A-E 45/ 86 ne daju potpunu informaciju o prisutnosti nemetalnih uključaka u čeliku te se preporučuje shodno mogućnostima i provjera prema navedenoj metodi a ovisno o zahtjevima za kvalitetu čelika.

LITERATURA

- [1] N. Haračić.: - Doprinos studiji prijenosa ugljika iz čvrstog sredstva za naugljičenje u čelik pri njegovoj obradi cementacijom, Zenica, 2000. (87 bibliografskih referenci)
- [2] Kurzydłowski J., Ralph B.: The Quantitative Description of the Microstructure of Materials, Brunel University, United Kingdom 1995.
- [3] Vander Voort G.: Using Microstructural Analysis to solve Practical Problems – Introduction to Quantitative Metallography, Tech – Notes Volume 1, Issue 5, Published by Buehler Ltd.USA 1997.
- [4] * * * Standard Practice for Determining the Inclusion or Second – Phase Constituent of Metals by Automatic Image Analysis, ASTM E 1245 –95

