УДК 620.186.82
А.В. Шостак, В.М.Мельник
Луцький національний технічний університет

# ОЦІНКА МІКРОРЕЛЬЄФУ ПОВЕРХОНЬ НА ОСНОВІ ОРІЄНТАЦІЙНИХ ХАРАКТЕРИСТИК

*В статті запропоновано метод оцінки мікрорельєфу поверхонь за РЕМ зображеннями на основі орієнтаційних характеристик.*

Ключові слова: *РЕМ-зображення, поверхні, мікрорельєф, коефіцієнт кореляції, анізотропія.*

Відомі в металознавстві феноменологічні теоретичні моделі не завжди відповідають експериментальним даним, особливо коли морфологія і характеристики поверхонь руйнування відомі приблизково. Водночас класичний напрямок стереологічної металографії, як метод реконструкції тривимірних параметрів із двомірних січень, знаходиться в кризовому стані [I]. Останнє обумовлено головним чином необхідністю прийняття апріорі некоректних припущень. Цього можна запобігти, якщо тривимірні величини, що необхідні для оцінки властивостей матеріалів, отримувати безпосередньо, тобто без постулювання будь-якої попередньої гіпотези.

Одним із таких методів, на нашу думку, є дослідження РЕМ- зображень, тобто зображень, одержаних на растровому електронному мікроскопі, як вихідної інформації, методами РЕМ-стереометрії [2]. Пропонується оцінювати мікрорельєф поверхні, зокрема на основі орієнтаційних характеристик.

Нехай поверхня зламу, яка вивчається стереометодом, поділена, наприклад, методом тріангулятора, сіткою трикутних фасеток, яке може бути реалізоване розбиттям за характерними точками або регулярним чином вздовж паралельних профілів.

Припустимо також, що потрібно оцінити гістограмний розподіл площ цих фасеток як функцій нахилу кутів $\alpha_x, \alpha_y, \alpha_z$. Розрахунок гістограм очевидний і визначається виразом:

$$H_j = \sum_{i,j} S_{ij} \Big/ \left( 10 \cdot \sum_{ij} S_{ij} \right) \qquad (1)$$

де $S_{ij}$ – площа *i*-го трикутника в *j*-ому класі із *k* класів кутів нахилу $\alpha_x, \alpha_y$ і *r* класів кутів нахилу $\alpha_z$. Для побудови відповідних гістограм потрібно визначити за координатами вершин трикутних фасеток, їх площу і знайти кути $\alpha_x, \alpha_y, \alpha_z$. нахилу їх нормалей до координатних осей.

Для відповідних обчислень була розроблена оригінальна програма HISTO, яка за масивом вихідних стереовимірювань дозволяє визначати просторові координати вектора $\overrightarrow{N}$ нормалі як векторний добуток пари сторін трикутника. Площа *S* і кути нахилу $\alpha_x, \alpha_y, \alpha_z$ визначаються із відомих виразів аналітичної геометрії:

$$S = 0.5 \cdot \left|\overrightarrow{N}\right| : \left( \cos\alpha_x \frac{\overrightarrow{N}\overrightarrow{e_x}}{\left|\overrightarrow{N}\right|}, \cos\alpha_y \frac{\overrightarrow{N}\overrightarrow{e_y}}{\left|\overrightarrow{N}\right|}, \cos\alpha_z \frac{\overrightarrow{N}\overrightarrow{e_z}}{\left|\overrightarrow{N}\right|} \right).$$

Якщо $\cos\alpha_z < 0$, то за вектор нормалі приймається вектор $-\overline{N}$. Після цього, для кожного інтервалу кутів нахилу проводиться підрахунок сумарної площі трикутних фасеток, кут нахилу нормалей яких до відповідних осей лежить в цьому інтервалі. Як результат, для кожного з кутів нахилу одержуємо відповідну гістограму (рис. 1).

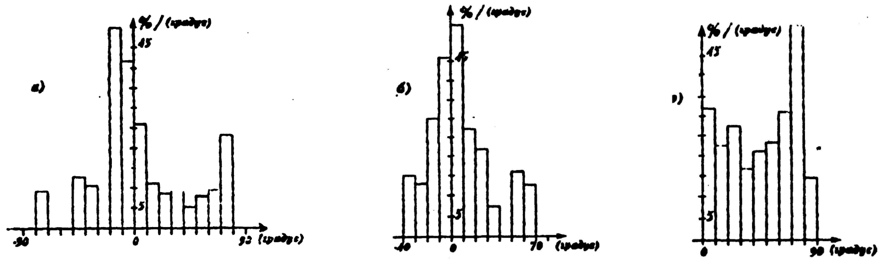

Рис.1. Гістограми розподілу граней (фасеток) зламу за розмірами площі відносно кутів нахилу: а, б, в - відносно осей $\alpha x, \alpha y, \alpha z$ відповідно.

Як показали чисельні експерименти, одержані таким чином гістограми відображають вплив різних умов та режимів формування мікрорельєфу фрактографічної поверхні.

Згідно програми HISTO припускається, що поверхня поділена регулярною сіткою точок, а точки сітки вибираються вздовж паралельних профілів і віддаль між точками на профілі - *Dx*, а число профілів - *NP*.

Гістограмна просторова характеристика мікрорельєфу поверхні може служити також для визначення її просторової анізотропії. Для цього в структурному кубі вибирається *n* векторів-напрямків. Після цього для кожного з векторів-напрямків знаходяться і сумуються площі проекцій трикутних фасеток, які розбивають поверхню на площини, перпендикулярні цьому вектору. Одержані після сумування площі проекцій діляться на загальну площу всіх трикутних фасеток. Потім одержані величини можна нормувати відносно напрямку осі *OZ* і щільність перетинів в *i-му* напрямку ($i$=1,...$n$) визначається за формулою:

$$K_i = \sum_i S_{ij} \Bigg/ \left( K_0 \cdot \sum_i S_i \right), \tag{2}$$

де $S_{ij}$ – площа проекції $i$-ої фасетки нашому напрямку , $S_i$ - площа $i$-ої фасетки, $K_o$ - нормуючий множник.

У відповідності з цією формулою будується на відомій в кристалографії сітці Вульфа стереографічне зображення щільностей перетинів для досліджуваного зразка (рис. 2), а напрямок характеризується індексами Міллера. Нормування виконується за умовою рівності одиниці щільності відрізків у напрямку осі *Z*, тобто [001].

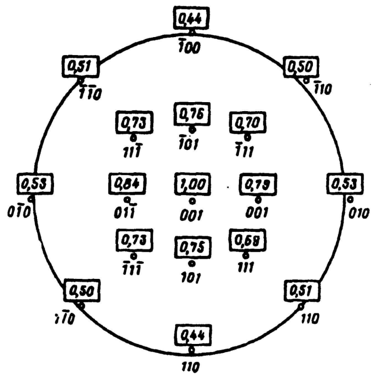

Рис. 2. Стереографічна проекція щільностей перетинів нормалей фасеток ЦММР зразка при кімнатній температурі.

Кількісна оцінка ступеню анізотропії здійснюється за допомогою дещо видозмінених показників орієнтації Салтикова [2], зокрема лінійно-плоска орієнтація розраховується за формулою:

$$I_{S-L} = \frac{P_L[001] - (\pi/2)P_L[100] + (\pi/2 - 1)P_L[010]}{P_L[001] + (2 - \pi/2)P_L[100] + (\pi/2 - 1)P_L[010]} \tag{3}$$

де $P_L[001], P_L[010], P_L[100]$, - щільність векторів, нормальних до осі координат *X,Y,Z* відповідно.

Просторова ступінь орієнтації передбачає визначення планарної орієнтації:

$$I_S = \frac{P_L[001] - P_L[010]}{P_L[001] + (2-\pi/2)P_L[100] + (\pi/2-1)\pi/2-1)P_L[010]}, \tag{4}$$

яка характеризує ступінь переважної орієнтації, нормальної до осі $Z$; та лінійної орієнтації:

$$I_L = \frac{(\pi/2)P_L[010] - P_L[100]}{P_L[001] + \left(2-\pi/2)P_L[100]\right) + \left(\pi/2-1)P_L[010]\right)} \tag{5}$$

Якщо $I_L$ дорівнює нулю, то це свідчить про те, що поверхня зламу є асиметрична відносно осі $Z$. Якщо $I_L$ додатна, то є переважна орієнтація граней зламу в певному напрямку, наприклад, в напрямку поширення тріщини.

Для прикладу, приведеного на рис.2, $I_{S\text{-}L}$ =0,407; $I_S$ =0,313 і $I_L$=0,094, тобто тривимірна поверхня зламу при кімнатній температурі має чітко виражену планарну орієнтацію.

Для виконання відповідних розрахунків розроблена програма ANIS0, яка також припускає регулярну сітку висот, побудовану за паралельними профілями. Її структура і вихідні ті ж, що і в програмі HISTO.

Інша важлива в матеріалознавстві задача - це визначення ступеня однорідності, ізотропності чи анізотропії, причому не тільки для двомірного, але і для тривимірного випадку. Розглянемо спочатку геометрію ідеальної модельної структури. Однорідність простору елементів структури в $R^3$ відповідає випадку, коли число елементів кожного класу $A_i$, $i$=1, $n$ для любої фіксованої одиниці тривимірного простору постійне і залежить в загальному випадку тільки від $i$, а під ізотропністю розуміється відсутність у розглядуваному фізичному просторі якихось переважаючих напрямків.

Одним з таких просторів є система рівновіддалених точок. Ідеальний випадок у $R^2$ , тобто на площині, матиме місце, коли три найближчих один до одного елементів знаходяться у вершинах рівностороннього трикутника зі стороною $c$.

У тривимірному випадку $R^3$ система рівновіддалених точок виникає, коли чотири найближчих один до одного елементи знаходяться у вершинах тетраедра зі стороною $c$. Іншими словами, простір "забудовується" тетраедрами, у яких всі сторони рівні $c$, але так, щоб евклідова відстань між любими вершинами, які належать різним тетраедрам, була більша $c$ хоч би на малу додатну величину $\varepsilon$ «$c$.

Геометричну побудову однорідної ізотропної системи точок можна здійснити наступним чином [4]. Виберемо декартову систему координат ($X$, $У$, $Z$). В цій системі розглянемо точки, що мають цілочислові координати (включаючи і початок координат). Навколо кожної точки описуємо кулю з центром, що має координати даної точки, з радіусом $r = \frac{6}{2}\sqrt{6}+4$ (очевидно, що відстань між центрами найближчих куль, розміщених на лінії паралельно любій із осей координат, дорівнює 1). Впишемо в кожну таку кулю рівносторонній тетраедр. Як відомо, це завжди можна зробити, причому сторона $c$ тетраедра буде дорівнювати $4r/\sqrt{6}$. В кожну вершину тетраедра необхідно помістити матеріальну точку (куля з центром у вершині тетраедра і з діаметром $d << c = 4r/\sqrt{6}$ ). Очевидно, ці точки будуть знаходитися в середині "великих" куль (з радіусом $r$) на однаковій відстані, рівній $c = 4r/\sqrt{6}$, а матеріальні точки, які належать різним таким кулям (і, відповідно, різним тетраедрам), на відстані більшій, ніж с .

Ступінь однорідності і ізотропності розподілу елементів у тривимірному просторі означає ступінь близькості (в деякій метриці) просторового розподілу цих елементів до еталону. За такий еталон можна використати побудований вище простір, який можна інтерпретувати як однорідний і ізотропний простір.

Крім геометричної інтерпретації, анізотропія мікроструктури може характеризуватись як залежність між орієнтацією контрольної системи і деякою вимірюваною випадковою величиною за допомогою статистичної регресійно-кореляційної теорії .

Нехай $Y$ буде вимірюваною величиною ($P_L$ або $P_A$) – орієнтації деякої системи,

$$Y = A \cdot t(l) + c, \tag{6}$$

є лінійна модель, що задана параметрами $A$=($a_1$,...,$a_к$),$c$ і векторною функцією $t$=($t_1$,…,$t_k$ ).

Наприклад, у двовимірному випадку $t(l)=(cos2l,\ sin2l)$ і модель (6) є лінійною функцією параметрів. Традиційний спосіб оцінки невідомих параметрів $B=(a_1,\ldots,a_k$ , c) спостережень $\left(y_i, l_i\right)_{i=1}^{n}$ є спосіб найменших квадратів:

$$Y = T \cdot B \text{ або } T^T Y = T^T TB \text{, звідки } (T^T T)^{-1} T^T Y = (T^T T)^{-1} \cdot (T^T T)B = B \tag{7}$$

де $Y=(y_1,\ldots,y_n)$ і

$$T = \begin{pmatrix} t_1(l_1) & \ldots & t_k(l_1) & 1 \\ . & & . & . \\ . & & . & . \\ t_1(l_n) & \ldots & t_k(l_n) & 1 \end{pmatrix} \tag{8}$$

матриця орієнтацій $l_1,\ldots,l_n$; $T^T$ – транспонована матриця.

Коефіцієнт кореляції визначається як траса (*tr* - сума елементів головної діагоналі) матричного добутку: $Q^2 = \sigma^{-2} tr\left(\sum_{Yt} \sum_{t,t}^{-1} \sum_{t,Y}\right)$ (9)

де $\sigma^2$ – дисперсія $Y$, $\sum_{t,t}$ – коваріаційна матриця $t(l)$, а $\sum_{Y,t}$ і $\sum_{t,Y}$ –коваріаційні вектори між $t(l)$ і $Y$.

Якщо $Y$ і $l$ статистично незалежні, тоді $Q^2=0$ (випадок ізотропності), а $nr^2$ асимптотично розподілені зі статистикою $\chi_v^2$, де $v$ - ранг матриці $\sum_{t,t}$;

$r^2$ – вибірковий коефіцієнт кореляції, що відповідає $Q^2$, і одержується заміною теоретичних дисперсій і коваріацій в (9) їх емпіричними значеннями, враховуючи розмір $n$. Якщо $nr^2 > \chi_v^2(\alpha)$, де $\chi_v^2(\alpha)$ є $\alpha$ -квантіль розподілу $\chi_v^2$, то структура може вважатися анізотропною при рівні $\alpha$.

Статистичний критерій анізотропії є достовірний тільки в тому випадку, коли довільна орієнтація контрольної системи співставляється із різними реалізаціями досліджуваної мікроструктури, а сукупності $(y_i, l_i)$, $(i=l,\ldots,n)$ є випадкова вибірка. Тоді якщо відома параметрична форма $P_L(l)$ – "рози" параметрів перетину структури поверхні із контрольними лініями, коефіцієнт анізотропії $D$ визначається за формулою: $D = \inf_l r_S(l) \big/ \sup_l r_S(l)$, (10)

де

$$r_S(l) = 1/2 P_L(l). \tag{11}$$

В роботі [5] для просторового розподілу орієнтацій пропонується використовувати сферичні полярні координати $l = (\theta, \Phi), \theta \in (0, \pi/2), \quad \Phi \in (0, \pi), \quad l \in L$. Для сфери рівномірний розподіл ймовірностей $\alpha$ за $L$, є $\alpha[d(\theta,\Phi)] = (1/2\pi)\sin\theta d\theta d\Phi$.

Підстановкою $t(l) = (\sin 2\theta \cos\Phi, \quad \sin 2\theta \sin\Phi, \cos 2\theta)$ в (6) одержується проста регресійна модель для $P_L(l)$:

$$P_L(\theta,\Phi) = a\sin 2\theta\cos\Phi + b\sin 2\theta\sin\Phi + c\cos 2\theta + d \tag{12}$$

де $a,b,c,d$ – коефіцієнти, які визначаються емпірично.

Використовуючи вимірювальні величини $(\theta_r, \Phi_k, P_L^k, \quad k=1,\ldots,n)$ і алгоритми оцінки за методом найменших квадратів параметрів на основі рівнянь (7) і (8), коефіцієнт кореляції згідно рівняння (9) матиме вигляд:

$$\begin{aligned} r^2 = {} & \left(1 + 2r_{12}r_{13}r_{23} - r_{12}^2 - r_{13}^2 - r_{23}^2\right)^{-1}[r_{Y1}^2(1-r_{23}^2) + r_{Y2}^2(1-r_{13}^2) + r_{Y3}^2(1-r_{12}^2) + \\ & + 2r_{Y1}r_{Y2}(r_{13}r_{23} - r_{12}) + 2r_{Y1}r_{Y3}(r_{12}r_{23} - r_{13}) + 2r_{Y2}r_{Y3}(r_{12}r_{13} - r_{23})], \end{aligned} \tag{13}$$

де $r_{ij}^2$ – часткові коефіцієнти кореляції між $t_i$ і $t_j$, а $r_{Yj}^2$ – між $P_L$ і $t_j$ $(i,j=1,2,3)$.

Для моделі (12) коефіцієнт анізотропії (10) визначається простим виразом:

$$D = \frac{d - \sqrt{a^2 + b^2 + c^2}}{d + \sqrt{a^2 + b^2 + c^2}}\,. \qquad (14)$$

В растровій електронній мікроскопії практична реалізація регресійно-кореляційної моделі анізотропії може здійснюватися комплексом РЕМ – персональний комп'ютер – програмний продукт "STIMAN". При цьому забезпечується стереологічний аналіз в трьох координатних площинах, як це показано на рис.3 а,б.

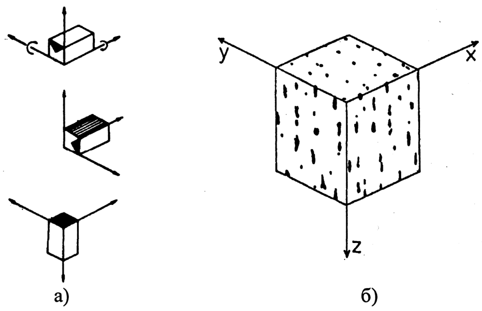


Рис.3 а,б. Послідовність $\varpi$ і $\varphi$ поворотів РЕМ для стереологічних досліджень (а); приклад анізотропної 3-D структури (б).


1. Хасьянова А.А. Возможности стереологической реконструкции распределения размеров частиц в консолидированных структурах //Зав.лаб., 1988. – Т.54. – С.52-58.
2. Мельник В.Н., Соколов В.Н., Юрковец Д.И. Анализ РЭМ-стереоизображений // Изв. РАН, сер.физ., 1996. – Т.60. – №2. – С.55-64.
3. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. – М.: Металлургия, 1970. – 375 с.
4. Ковбаса С.И., Соколов В.Н. К измерению степени однородности и изотропности у трехмерных объектов по РЭМ-изображениям // Изв. РАН, сер.физ., 1992. – Т.56. – №3. – С.127-131.
5. Benes V. A practical approach to the stereological of anisotropic structures // J.of Microscopy, 1989. – V.154. – Pt.2. – P.165-175.