

М.Д. Борча¹, М.С. Солодкий¹, С.В. Баловсяк¹, І.М. Фодчук¹, А.Р. Кузьмін¹
В.М. Ткач², К.А. Ющенко³, А.В. Звягінцева³

Визначення локальних деформацій в околі зварного шва нікелевого сплаву за даними енергетичних Фур'є спектрів картин Кікучі

¹Чернівецький національний університет імені Юрія Федьковича, вул. Коцюбинського, 2, 58012, м. Чернівці, Україна, e-mail: ifodchuk@ukr.net

²Інститут надтвердих матеріалів імені В.М. Бакуля НАН України вул. Автозаводська, 2; 03142, м. Київ, Україна

³Інститут електрозварювання ім. Є. О. Патона НАН України, вул. Боженко, 11, 03680, м. Київ, Україна

Для визначення значень середніх деформацій в локальних областях поблизу тріщин зварного шва нікелевого сплаву NiCrFe при аналізі картин Кікучі використано методи енергетичного Фур'є спектру та дискретного двомірного Фур'є перетворення. Суміщення зображень Кікучі за допомогою генетичних алгоритмів та виділення білого гаусівського шуму дало можливість більш повно врахувати вплив інструментальних факторів на формування картин дифракції відбитих електронів.

Ключові слова: сплави типу Ni-Cr-Fe, зварні шви, метод Кікучі, Фур'є перетворення, деформації.

Стаття постуила до редакції 04.12.2018; прийнята до друку 15.12.2018.

Вступ

Структурні порушення ґратки в околі зварювального шва нікелевого сплаву проявляються в характерній зміні просторового розподілу яскравості електронно-дифракційних зображень (картин Кікучі): в зміні відстані між осями зон [1-3] і кутів між смугами Кікучі [4], а також зі зміни ширини [3, 5] і інтегральної інтенсивності [3, 6] профілів смуг Кікучі. Визначити точні геометричні параметри смуг Кікучі досить складно [2, 7], оскільки межі смуг описуються непрямыми лініями, а гіперболами [1]. Крім того, експериментальні зображення смуг Кікучі в більшій чи меншій мірі розмиті, що значно обмежує точність зчитування профілів смуг. За результатами робіт [8, 9] відомо, що ступінь розмиття електронно-дифракційного зображення, а відповідно і його спектр, залежать від деформацій дослідженого кристалу. Якщо картини Кікучі отримані в однакових умовах, то вважається, що їх розмиття (згладжування) викликано виключно деформаціями кристалічної ґратки. Для визначення степені розмиття картин дифракції найбільш підходящим є двовимірне перетворення Фур'є [10].

В даній роботі для визначення локальних деформацій кристалів запропоновано аналізувати

енергетичний спектр зображень смуг Кікучі, який розраховується на підставі двомірного перетворення Фур'є. Енергетичний спектр розраховується для всього зображення, що зменшує вплив спотворень експериментальних картин Кікучі на точність визначення локальних деформацій кристалів. Експресність підходу і його інтегральний характер є вагомим доповненням до існуючих методів визначення деформацій з картин Кікучі.

I. Експериментальна частина

Експериментальні дослідження поверхні двох зразків (А і Б) зварного шва нікелевого сплаву проводилися за допомогою скануючого растрового електронного мікроскопа фірми «Zeiss» EVO-50 з використанням CCD-детектора [10]. Зображення дифракції зворотно відбитих електронів (рис. 2) отримані в локальних областях для кожного досліджуваного зразка (рис. 1). Кут падіння пучка електронів на поверхню кристалу становив 70°. Визначалися величини деформацій в окремих субзернах та на границях між ними. Використані способи і методики дають підвищену точність і надійність результату.

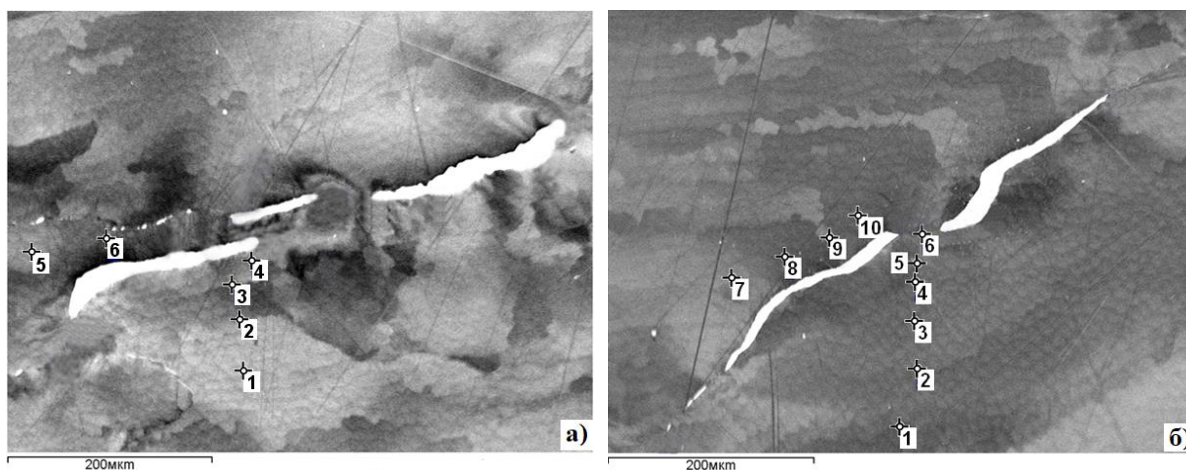


Рис. 1. Фрагменти (580×440 мкм) топографічних зображень поверхні зразка зварного шва нікелевого сплаву: а) зразок А; б) зразок Б; маркерами вказані області № 1-№ 6 (зразок А) і №1-№10 (зразок Б), в яких отримані картини Кікучі [10].

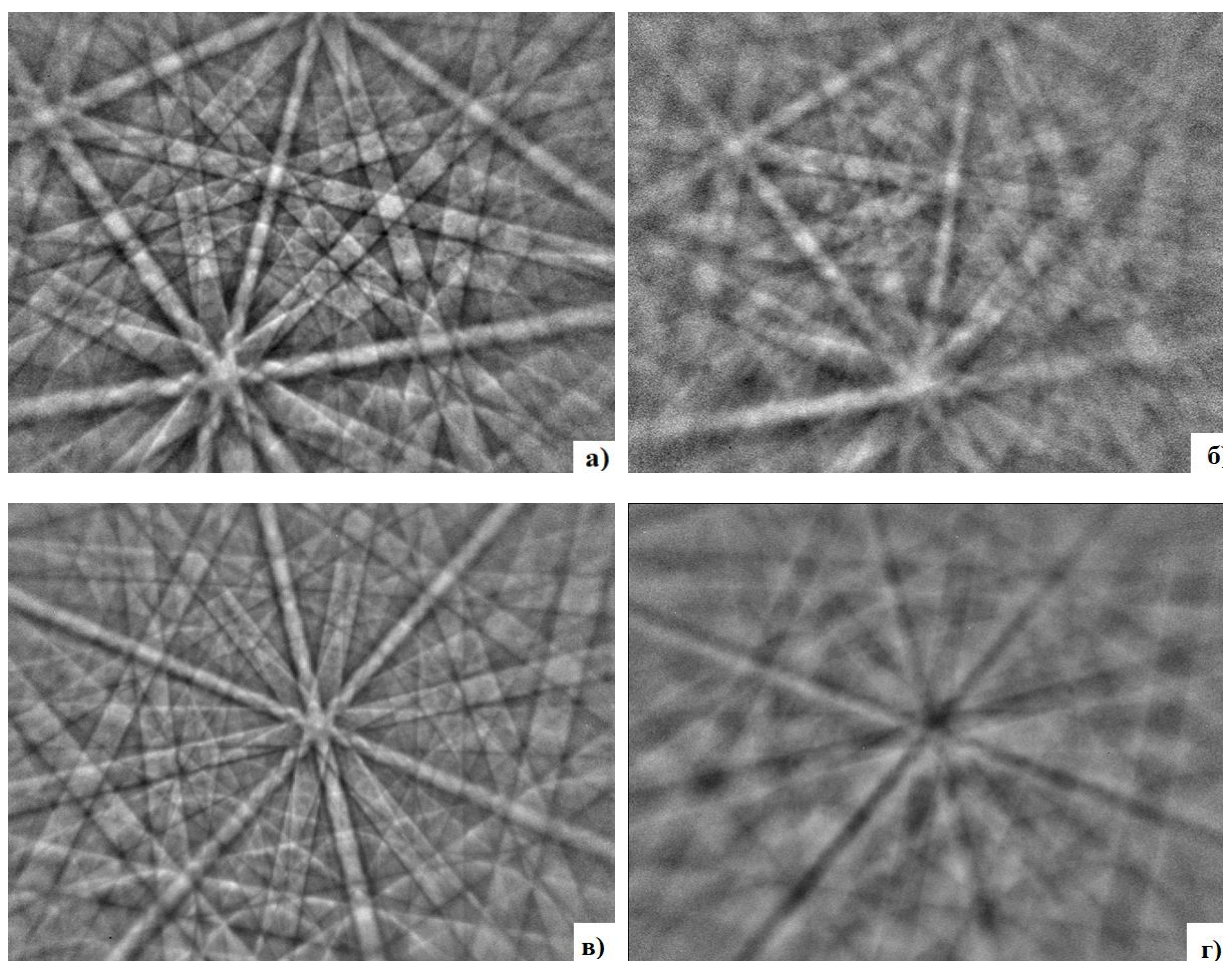


Рис. 2. Зображення f смуг Кікучі, отримані від різних областей кристалів (рис. 1): а) область № 1 зразка А; б) область № 4 зразка А; в) область № 8 зразка Б; г) область № 6 зразка Б; розмір зображень $M \times N = 1006 \times 766$ пікселів.

Експериментальні картини Кікучі (рис. 2) від різних ділянок одного і того ж зразка характеризуються різним ступенем розмиття дифракційних смуг. Очевидно, що чим більше деформації в певній ділянці зразка, тим більш розмитою є відповідна картина Кікучі. Допускається, що сума амплітуд просторових частот двовірного

Фур'є перетворення картин Кікучі (ступінь розмиття зображення) взаємопов'язана з розподілом інтенсивності по перетину смуг Кікучі.

II. Теоретичні співвідношення. Енергетичний Фур'є спектр зображення смуг Кікучі

Цифрове зображення смуг Кікучі записується в прямокутну матрицю $f = f(i, k)$, де i – номер рядка, k – номер стовпця; $i = 1, \dots, M$, $k = 1, \dots, N$; M – висота зображення в пікселях (кількість значень сигналу за висотою), N – ширина зображення в пікселях. Обробка зображень виконується в програмному

середовищі MatLab [11, 12], яскравість початкового зображення у відтинках сірого нормується в діапазоні від 0 до 1. Ступінь розмиття картин Кікучі, отриманих від різних областей кристала, істотно різняться (рис. 2), тому для кількісної оцінки ступеня розмиття зображень смуг Кікучі в даній роботі використані їх спектри.

Спектр Фур'є F зображення смуг Кікучі f розраховується за допомогою швидкого двовимірного дискретного Фур'є перетворення (Discrete Fast Fourier Transform) за формулою [11]:

$$F(m, n) = \sum_{i=0}^M \sum_{k=0}^N f(i, k) \cdot \exp\left(-2\pi \cdot j \left(\frac{m \cdot (i-1)}{M} + \frac{n \cdot (k-1)}{N}\right)\right), \quad (1)$$

де m, n – номери частот по висоті і по ширині, $m = 1, 2, \dots, M$; $n = 1, 2, \dots, N$; j – уявна одиниця.

Номерами частот (m, n) відповідають значення їх просторових частот (u, v) на спектрі за висотою і шириною відповідно, які розраховуються за формулою:

$$u = \frac{m}{M}, \quad v = \frac{n}{N}, \quad (2)$$

Аналіз спектру спрощується, якщо перемістити початок координат змінних m і n в центр (M_C, N_C) частотного прямокутника. В результаті такого зміщення початку системи координат mn спектр Фур'є F перетворюється в центрований спектр Фур'є F_C , центру якого відповідають нульові частоти ($u = 0, v = 0$).

Частотні параметри зображень (наприклад, середню просторову частоту) прийнято розраховувати для енергетичного спектра P_S зображень. Для позначення енергетичного спектра P_S також використовуються терміни «спектральна функція» або «спектральна густина» [11-13]. Енергетичний спектр P_S зображення смуг Кікучі f дорівнює квадрату модуля F_C :

$$P_S = |F_C|^2, \quad (3)$$

Для подальшої обробки енергетичні спектри картин Кікучі представлені в логарифмічному

масштабі, що дозволяє обробляти складові спектра з незначною амплітудою. Енергетичний спектр P_S перетворюється до логарифмічного масштабу за формулою:

$$P_{SL} = \ln(C_L + P_S), \quad (4)$$

де C_L – константа, якою можна регулювати контраст і колірну гамму при візуалізації (за замовчуванням $C_L = 1$).

Отримані енергетичні спектри P_S істотно залежать від розмиття смуг Кікучі на зображеннях, а відповідно і від деформацій досліджених кристалів. Енергетичний спектр описується середнім арифметичним значенням $m_{P_{sg}}$, яке визначається без врахування постійної складової яскравості зображення (нульової частоти). Значення $m_{P_{sg}}$ залежить від амплітудних параметрів зображення, а відповідно частково залежить від експериментальних умов отримання зображення. Тому для визначення деформацій досліджених кристалів в роботі використано частотні параметри зображень, які залежать тільки від параметрів досліджених об'єктів

На основі енергетичного спектра P_S шляхом лінійної інтерполяції розраховується його радіальний розподіл $P_R(d)$, де d – цілочисельні значення відстані від елемента спектра (m, n) до його центру (M_C, N_C) , $d = 1, \dots, N_R$, $N_R = [N_{min}/2]$, $N_{min} = \min(M, N)$ –

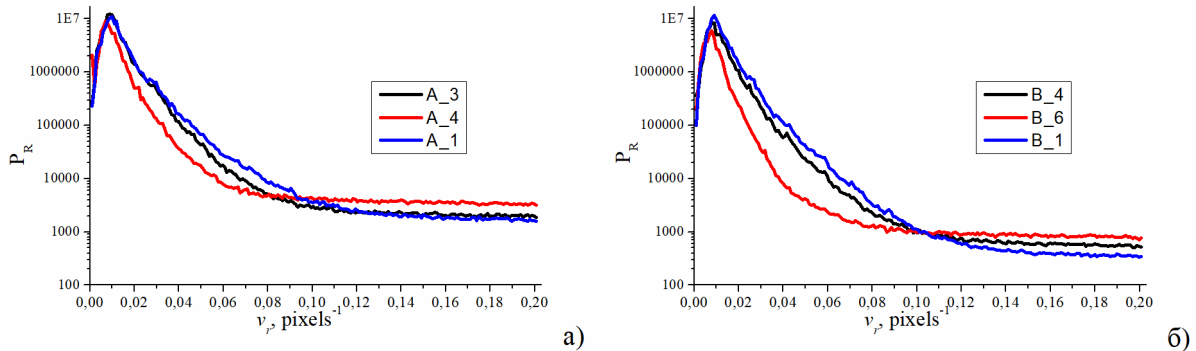


Рис. 3. Фрагменти радіальних розподілів $P_R(v_r)$ енергетичних спектрів P_S для низьких і середніх просторових частот; а) для зразка А для областей № 1, № 3 та № 4; б) зразка В для областей № 1, № 4 та № 6.

мінімальний розмір зображення f (рис. 2). Значення $P_R(d)$ рівні середньому арифметичному $P_S(m, n)$ для дискретних значень d . Кожному значенню відстані d (номеру просторової радіальної частоти) відповідає значення просторової радіальної частоти

$$v_r = \frac{d}{N_{\max}}, \quad (5)$$

де $N_{\max} = \max(M, N)$ – максимальний розмір зображення f .

Згідно (5) максимальне значення радіальної частоти $v_{r\max} = N_{\min} / 2N_{\max}$; для досліджених зображень $v_{r\max} = 0.38$.

Отримані радіальні розподіли P_R мають характерну форму для кожної дослідженої області і, також як і енергетичні спектри P_S , описують деформації досліджених кристалів (рис. 3). На рис. 3 наведено характерні фрагменти радіальних розподілів $P_R(v_r)$ енергетичних спектрів P_S для трьох областей кожного зразка. Розподіл інтенсивності радіального енергетичного спектра залежить від розподілу інтенсивності ліній Кікучі, а відповідно, і від структурних параметрів досліджуваної області зразка.

У даній роботі не враховується кутовий розподіл енергетичного спектра P_S (оскільки аналізуються смуги Кікучі для всіх напрямків), тому для подальшого аналізу використано радіальні розподіли P_R енергетичного спектра. Розподіл P_R в нашому випадку несе практично ту ж інформацію про частотні параметри зображення, що і енергетичні спектри, але має меншу розмірність.

Середня просторова частота v_{CR0} зображення f розраховується на основі радіального розподілу $P_R(d)$ без врахування постійної складової (нульової частоти з номером $d = 1$) за формулою [14]

$$v_{CR0} = \frac{\sum_{d=2}^{d=N_R} P_R(d) \cdot v_r(d)}{\sum_{d=2}^{d=N_R} P_R(d)}, \quad (6)$$

Середній просторовий частоті v_{CR0} відповідає середній просторовий період:

$$T_{CR0} = \frac{1}{v_{CR0}}, \quad (7)$$

Відзначимо, що чим більше розміте зображення смуг Кікучі f , тим більший просторовий період T_{CR0} відповідає такому зображенню.

На експериментальних зображеннях картин Кікучі присутній значний рівень височастотного шуму, який проявляється на радіальних розподілах P_R у вигляді фону, особливо при високих просторових частотах $v_r > 0,2$ пікселів⁻¹. Така шумова складова радіальних розподілів P_R призводить до спотворення розрахованих значень середньої просторової частоти v_{CR0} . Тому для обчислення уточненої середньої частоти v_{CR} на радіальних розподілах P_R шумова складова видаляється.

Експериментальні зображення смуг Кікучі отримані при відносно низькій освітленості, тому в якості моделі шуму використано адитивний білий гаусівський шум (Additive White Gaussian Noise – AWGN) [11, 15]. Шум в моделі AWGN далі будемо спрощено називати гаусовим шумом. Рівень

гаусівського шуму описується його середнім квадратичним відхиленням (СКВ) σ_N . Згідно з моделлю AWGN щільність розподілу ймовірності шуму описується формулою:

$$P_{DF}(z) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma_N} \exp\left(-\frac{(z-z_C)^2}{2\sigma_N^2}\right), \quad (8)$$

де z – яскравість зображення, z_C – математичне очікування шуму, σ_N – СКВ шуму.

III. Оцінка величини локальних деформацій

В роботі [10] локальні деформації в околі тріщини зварювального шва нікелевого сплаву оцінювалася за допомогою суми S_F амплітуд гармоніки для відповідного діапазону просторових частот Фур'є-перетворення картини Кікучі. В даній роботі деформації кристалів $\Delta d/d$ (відносні зміни міжплощинних відстаней) визначаються на основі радіальних розподілів P_R їх енергетичних спектрів для радіальних просторових періодів

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} = k_{TR} \cdot \frac{\Delta T_{CR}}{T_{CR\min}} = k_{TR} \cdot \frac{(T_{CR} - T_{CR\min})}{T_{CR\min}}, \quad (9)$$

де $k_{TR} = 14.0$ – коефіцієнт пропорційності, $T_{CR\min}$ – мінімальний середній просторовий період картин Кікучі для всіх досліджених областей зразка.

Коефіцієнт пропорційності k_{TR} визначено з урахуванням значень ε , отриманих для досліджених областей кристалів методом, в якому аналізується площа під профілем інтенсивності лінії Кікучі [16]. Значення коефіцієнта k_{TR} вибрано з умови рівності СКВ значень, отриманих з використанням енергетичного спектру і методом аналізу площі під профілем смуги Кікучі [16]. Оскільки у формулі (9) використовується відносна зміна періоду T_{CR} , то коефіцієнт k_{TR} не залежить від розмірів зображення смуг Кікучі.

На рис. 4 наведені значення деформацій для кожної ділянки обох зразків. Для зразка Б величини ε значно більші, ніж для зразка А, що імовірно пов'язане з більш яскраво вираженою зернистістю структури.

Для зразка А (рис. 4, а, для областей № 1-4) зміна величини деформації при наближенні до тріщини відповідає, у більшій мірі, експоненційній залежності. Зазначимо, що досліджувані локальні області знаходяться на великому зерні однієї кристалографічної орієнтації. Такі зерна, в залежності від кристалографічної орієнтації, характеризуються різними за величиною областями пружної та пластичної деформації. Отримані результати добре корелюють з даними роботи [10]. Це свідчить на користь використання енергетичного спектра Фур'є для аналізу картин Кікучі.

Для областей № 1 - 6 зразка Б, що розміщені до тріщини, залежність ε (r_{\min}) є іншою, зокрема, для області № 2 значення ε , значно більше, чим для областей № 1 і № 3 та майже співмірне для області № 4 (рис. 4, б). Це пояснюється тим, що область № 2

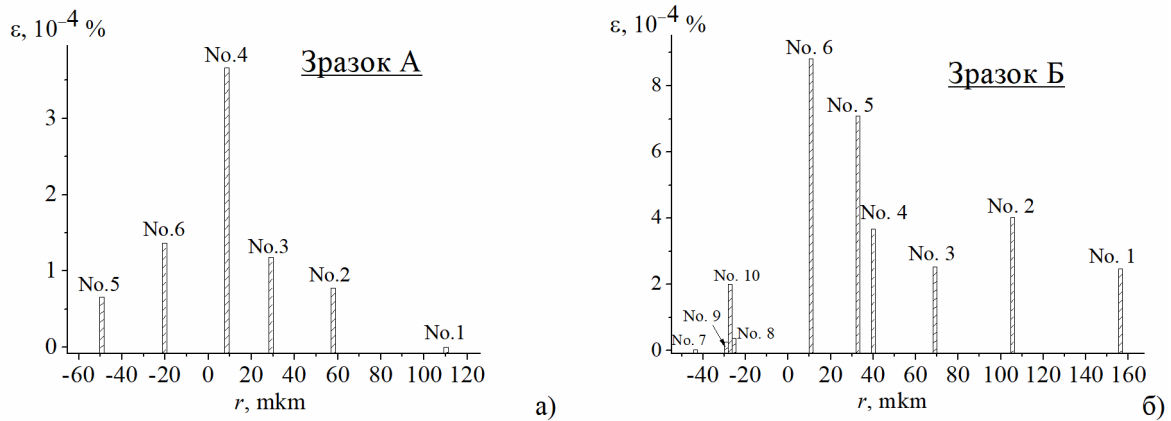


Рис. 4. Розподіл значень середніх деформацій в локальних областях тріщини зварного шва нікелевого сплаву: а) зразок А, області № 1-№ 6; б) зразок Б, області № 1-№ 10.

лежить на межі двох субзерен (рис. 2, б).

Значення ε для області № 6 (зразка Б) майже у 2.5 рази перевищує відповідне значення деформації для області № 4 зразка А. При цьому, область знаходиться, по суті, на границі проходження тріщини між обома субзернами. Таке значення деформації може свідчити про те, що в межах області № 6 не відбулось, у повній мірі, релаксації напруг, які виникли в процесі пластичної деформації зразка Б.

В межах області № 9 є більш розвиненою мікроструктура зерен, чим для областей № 8 та 10, тому тут значення ε більші за величиною ніж для сусідніх областей (рис. 4, б).

Отже, застосування суміщення зображень Кікучі за допомогою генетичних алгоритмів [17] та виділення білого гаусівського шуму для аналізу отриманих картин Кікучі різного ступеню розмиття дало можливість більш повно врахувати вплив інструментальних факторів на формування картин дифракції відбитими електронами. Крім того, використання методу енергетичного спектру в доповнення до методу Фур'є спектру при аналізі картин Кікучі створило додаткові можливості для більш точного визначення значень деформацій в локальних областях поблизу тріщин. При суміщенні зображень мінімізуються їх основні спотворення, такі як: зсув, масштабування за шириною та висотою, поворот, зміна інтенсивності й контрасту. Гаусівський шум на експериментальних зображеннях смуг Кікучі збільшує відхилення від істинного значення вносячи додаткову похибку в отримані результати в процесі обробки зображень. Результати досліджень вказують на слабку кореляцію між значеннями середніх деформацій ε і рівнем гаусівського шуму σ_{NE} . Це можна пояснити залежністю рівня гаусівського шуму σ_{NE} від експериментальних умов отримання зображень. Водночас, положення просторової частоти на радіальних розподілах енергетичного спектру дає можливість більш наглядно і точніше визначити різницю у ступені напруження окремих локальних областей в досліджуваних зразках.

Висновки

1. Використання методу енергетичного Фур'є спектру в доповнення до методу дискретного двомірного Фур'є перетворення картин дифракції зворотного розсіювання електронів створило додаткові можливості для більш точного визначення значень середніх деформацій в локальних областях поблизу тріщин зварного шва нікелевого сплаву NiCrFe. Значення просторової частоти на радіальних розподілах енергетичного спектру дає можливість більш наглядно і точніше визначити різницю у ступені напруження окремих локальних областей в досліджуваних зразках.

2. Рівень гаусівського шуму на експериментальних зображеннях смуг Кікучі визначено за допомогою апроксимації радіального розподілу енергетичного спектра зображень.

3. Суміщення зображень Кікучі за допомогою генетичних алгоритмів та виділення білого гаусівського шуму для аналізу отриманих картин Кікучі різного ступеню розмиття дало можливість більш повно врахувати вплив інструментальних факторів на формування картин дифракції відбитих електронів.

Борча М.Д. – професор, доктор фізико-математичних наук, завідувач кафедри фізики твердого тіла;

Солодкий М.С. – аспірант кафедри фізики твердого тіла;

Баловсяк С.В. – кандидат фізико-математичних наук, доцент кафедри комп'ютерних систем та мереж;

Фодчук І.М. – доктор фізико-математичних наук, професор кафедри фізики твердого тіла;

Кузьмін А.Р. – аспірант кафедри фізики твердого тіла;

Ткач В.М. – доктор фізико-математичних наук, завідувач лабораторії наноструктурних кристалофізичних досліджень та спектрального аналізу;

Ющенко К.А. – доктор технічних наук, академік НАН України, заступник директора з наукової роботи;

Звягінцева Г.В. – доктор технічних наук, провідний науковий співробітник відділу металургії і технології зварювання високолегованих сталей і сплавів.

- [1] A. Wilkinson, B. Britton, *Mater. Today* 15(9), 366 (2012) (doi:10.1016/S1369-7021(12)70163-3).
- [2] I. M. Fodchuk, V.M. Tkach, V.G. Ralchenko, A.P. Bolshakov, E.E. Ashkinazi, I.I. Vlasov, Y.D. Garabzhiv, S.V. Balovsyak, S.V. Tkach, O.M. Kutsay, *Diamond Relat. Mater.* 19(5-6), 409 (2010) (doi:10.1016/j.diamond.2010.01.020).
- [3] I. M. Fodchuk, M.D. Borcha, V. Y. Khomenko, V. M. Tkach, O. O. Statsenko, K. A. Yushchenko, A. V. Zvyagintseva, N. O. Chervyakov, *Metal Phys. Nov. Tech.* 38(10), 1321 (2016).
- [4] T.B. Britton, A.J. Wilkinson, *Ultramicroscopy* 114, 82 (2012) (doi:10.1016/j.ultramic.2012.01.004).
- [5] I.M. Fodchuk, S.V. Balovsyak, M.D. Borcha, Ya.D. Garabzhiv, V.M. Tkach, *Semiconductor physics, quantum electronics and optoelectronics* 13(1), 262 (2010).
- [6] M.D. Borcha, S.V. Balovsyak, I.M. Fodchuk, V.Yu. Khomenko, V.N. Tkach, *J. Superhard Materials* 35(4), 220 (2013) (doi:10.3103/S1063457613040035).
- [7] I.M. Fodchuk, S.V. Balovsyak, M.D. Borcha, Ya.D. Garabzhiv, V.M. Tkach, *Phys. Status Solidi A* 208(11), 2591 (2011) (doi:10.1002/pssa.201184266).
- [8] D.L. Davidson, *J. Mater. Sci. Lett.* 1(6), 236(1982) (doi:10.1007/BF00727843).
- [9] Y. Yoshitomi, K. Ohta, J. Harase, Y. Suga, *Textures and Microstructures* 22(4), 199 (1994).
- [10] M.D. Borcha, A. V. Zvyagintseva, V. M. Tkach, K. A. Yushchenko, S. V. Balovsyak, I. M. Fodchuk, V. Y. Khomenko, *Metal Phys. Nov. Tech.* 35(10), 1359 (2013).
- [11] R. Gonzalez, R. Woods, *Digital image processing* (Technosphere, Moscow, 2005).
- [12] R. Gonzalez, R. Woods, S. Eddins, *Digital image processing in the MatLab environment* (Technosphere, Moscow, 2006).
- [13] R. Gonzalez, R. Woods, *Digital image processing* (Prentice Hall, New Jersey, 2002).
- [14] S. Thonhpanja, A. Phinyomark, P. Phukpattaranont, C. Limsakul, *Elektronika IR Elektrotehnika* 19(3), 51 (2013).
- [15] A. L. Bovik, *The Essential Guide to Image Processing* (Elsevier Inc., San Diego, 2009).
- [16] Y. Sasaki, M. Igushi, M. Hino, *Key Engineering materials* 326-328, 237 (2006) (doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.326-328.237).
- [17] S. V. Balovsyak, I. M. Fodchuk, *Computing* 12(2), 160 (2013) (doi:10.1111/j.0022-2720.2004.01321.x).

M.D. Borcha¹, M.S. Solodkyi¹, S.V. Balovsyak¹, I.M. Fodchuk¹, A.R. Kuzmin¹,
V.M. Tkach², K.A. Yuschenko³, A.V. Zviagintseva³

Determination of local strains in a neighborhood of cracks in a welded seam of Ni-Cr-Fe according to the power Fourier spectrum of Kikuchi patterns

¹*Yuriy Fedkovych Chernivtsi National University, 2 Kotsiubynsky Str., 58012 Chernivtsi, Ukraine, e-mail: ifodchuk@ukr.net*

²*V. M. Bakul Institute for Superhard Materials, N.A.S. of Ukraine, 2 Avtozavods'ka Str., 04074 Kyiv, Ukraine*

³*E. O. Paton Electric Welding Institute, N.A.S. of Ukraine, 11 Kazimir Malevich Str., 03150 Kyiv, Ukraine*

A discrete two-dimensional Fourier transform and the power Fourier spectrum are used for determination of average strains near cracks in a welded seam of Ni-Cr-Fe alloy. The alignment of Kikuchi images with the help of genetic algorithms and subtraction of white Gaussian noise made it possible to more fully take into account the influence of instrumental factors on the formation of electron backscatter diffraction patterns.

Keywords: Ni—Cr—Fe alloy, welded seam, Kikuchi method, Fourier transform, deformation.