

ANETA GADEK, STANISŁAW KUCIEL, LESZEK WOJNAR, WIESŁAW DZIADUR

Politechnika Krakowska

Wydział Mechaniczny

Al. Jana Pawła II 37, 31-864 Kraków

Zastosowanie komputerowej analizy obrazu do oceny struktur polimerów wzmacnianych^{*)}

Streszczenie — Przedmiotem analizy komputerowej były zdjęcia mikrostruktury kompozytów polimerowych: poliamidu 6 (PA6) i poliacetalu (POM) wzmacnianych włóknami szklanymi oraz politetrafluoroetylen (PTFE) napełnianego proszkiem brązu cynowego (CuSn). Zastosowana metoda komputerowa polegała na ilościowej ocenie mikrostruktury kompozytów w wyniku wyznaczenia następujących parametrów stereologicznych: udziału napełniacza, wymiarów i położenia prostokątów opisanych na cząstkach, najdłuższych cięciw cząstek oraz średnich powierzchni stref wpływów. Zapropozowany sposób analizy wykorzystano do oceny zmiany mikrostruktury badanych kompozytów w wyniku oddziaływań mechanicznych. Oddziaływania te polegały na poddawaniu próbek POM oraz PA6 dynamicznym naprężeniom rozciągającym oraz próbek PTFE — dynamicznym i statycznym naprężeniom ściskającym. W wyniku tego stwierdzono m.in., że długotrwałe obciążenia zmęczeniowe powodują zwiększenie średniej liczby cząstek napełniacza. Omawiana metoda pozwala na ilościową ocenę obszarów pęknięcia kruchej.

Słowa kluczowe: komputerowa analiza obrazu, kompozyty polimerowe, mikrostruktura, politetrafluoroetylen, poliacetal, poliamid 6, napełniacze, naprężenia mechaniczne.

APPLICATION OF COMPUTER-AIDED ANALYSIS OF AN IMAGE FOR ASSESSMENT OF REINFORCED POLYMERS STRUCTURES

Summary — The images of microstructures of polymer composites: polyamide 6 (PA 6) and polyacetal (POM) reinforced with glass fiber as well as polytetrafluoroethylene (PTFE) filled with bronze (CuSn) powder were the subjects of computer-aided analyses. The computer method used based on quantitative evaluation of composite microstructure as a result of the following parameters' determinations: filler part, dimensions and positions of rectangles described onto the particles (Fig. 1a), the longest chords of particles (Fig. 1b) and average surfaces of zones of influence (Fig. 1c). The proposed way of analysis has been applied to evaluate the effects of mechanical interactions on the microstructures of composites investigated. These interactions were as follows: POM samples (Fig. 4 and 5) and PA 6 samples (Fig. 6) were subjected to dynamic tensile stress while PTFE samples were subjected to dynamic and static compressive stress (Fig. 3). It was found, between others, that long-lasting fatigue load causes increase in average number of filler particles. The method discussed allows evaluating quantitatively the areas of brittle cracking.

Key words: computer-aided analysis of an image, polymer composites, microstructure, polytetrafluoroethylene, polyacetal, polyamide 6, fillers, mechanical stresses.

W ostatnich latach obserwuje się wzrost zapotrzebowania na materiały polimerowe modyfikowane napełniaczami, które polepszając właściwości (przede wszystkim mechaniczne) polimerów, poszerzają obszar ich zastosowań. Szczegółowa analiza struktury napełnionych polimerów ułatwia wybór sposobu skutecznego sterowania właściwościami użytkowymi takich tworzyw, a także wskazanie nowych kierunków ich modyfikacji [1]. Wykorzystanie metod komputerowej analizy obrazu,

obiektywizujących wykonywanie i wyniki badań oraz umożliwiających ilościową ocenę wybranych elementów badanych struktur, pozwala na wykrycie nawet subtelnych zmian zachodzących w materiale w wyniku jego modyfikacji bądź podczas eksploatacji [2].

W naszej obecnej pracy, na wybranych przykładach, przedstawiliśmy możliwości komputerowej analizy struktury modyfikowanych tworzyw oraz trudności związane z jej praktycznym zastosowaniem. Celem tych badań było opracowanie algorytmu służącego do analizy zdjęć mikrostruktury kompozytowych materiałów polimerowych wykorzystującego narzędzia komputerowej analizy obrazu. W opisywanym przypadku analiza

^{*)} Artykuł przedstawia treść wykładu wygłoszonego na konferencji „Materiały Polimerowe, Pomerania-Plast 2004”, Międzyzdroje, 2—4 czerwca 2004 r.

taka powinna dostarczyć obiektywnych i powtarzalnych informacji na temat zmian zachodzących w mikrostrukturze kompozytów po badaniach wyężeniowych, symulujących warunki eksploatacji.

Badania dotyczyły trzech wzmacnianych napełniaczami handlowych polimerów produkowanych przez Zakłady Azotowe SA w Tarnowie-Mościcach: poliamidu 6 (PA 6), kopolimeru acetalowego (POM) oraz politetrafluoroetyleny (PTFE).

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Badane tworzywa

Przedmiotem badań były następujące polimery:

— PA 6 typu „Tarnamid T-27” — odmiana przeznaczona do wtryskiwania,

— POM typu „Tarnoform 400” — standardowa, szybko zestalająca się odmiana przeznaczona do wtryskiwania,

— PTFE „Tarflen”.

PA 6 i POM napełniano włóknem szklanym [cięty roving szklany średnicy 13 mm (w przypadku POM) lub 10 μm (w przypadku PA 6), średniej długości $\sim 150 \mu\text{m}$; zawartość rovingu dochodziła do 40 %].

Napełniacz PTFE stanowił proszek brązu cynowego z dodatkiem cynku ($\text{Cu}_{90}\text{Sn}_9\text{Zn}_1-2$) dodawany w ilościach 30, 40 lub 60 % mas.

PA 6 i POM napełniano włóknem szklanym w linii kompowania w Zakładach Azotowych SA w Tarnowie-Mościcach uzyskując granulaty do wtryskiwania próbek.

Otrzymywanie próbek do badań

Do badań mechanicznych [3] wykorzystywano próbki wiósełkowe wtryskiwane w Z.A. Tarnów z granulatu PA 6 i POM.

Kształtki PTFE otrzymywano metodą prasowania w prasach hydraulicznych z zastosowaniem odpowiednich matryc metalowych (temp. 20–30 $^{\circ}\text{C}$, ciśnienie 10–70 MPa). Uformowane w ten sposób kształtki poddawano spiekaniu w piecach z wewnętrznym obiegiem powietrza, w temp. 360–380 $^{\circ}\text{C}$, uzyskując prostopadłościennie próbki o wymiarach 50 \times 12,5 \times 12,5 mm.

Mechaniczne oddziaływanie na próbki

Dynamiczną próbę rozciągania próbek POM i PA 6 realizowano w maszynie wytrzymałościowej „Instron typ 8511.20” (częstotliwość 5 Hz, 50 000 cykli).

Kompozyt PTFE poddawano próbom ściskania w wariacie zarówno statycznym, jak i dynamicznym, stosując do tego celu wspomnianą już maszynę wytrzymałościową.

Dynamiczne próby ściskania prowadzono z częstotliwością 10 Hz; obejmowały one 100 000 cykli.

Pętle histerezy mechanicznej w badaniach dynamicznych wszystkich próbek zapisywano w układzie siła—odkształcenie. Stosując opracowany do tego celu w programie komputerowym algorytm obliczaliśmy energię mechaniczną rozproszoną w każdym cyklu oraz moduł sprężystości (sieczny i styczny). Ocena zmiany położenia środka pętli histerezy pozwoliła na obliczenie średniego odkształcenia w funkcji czasu [5, 6] dając pogląd o dynamicznych efektach reologicznych.

Ocena mikrostruktury

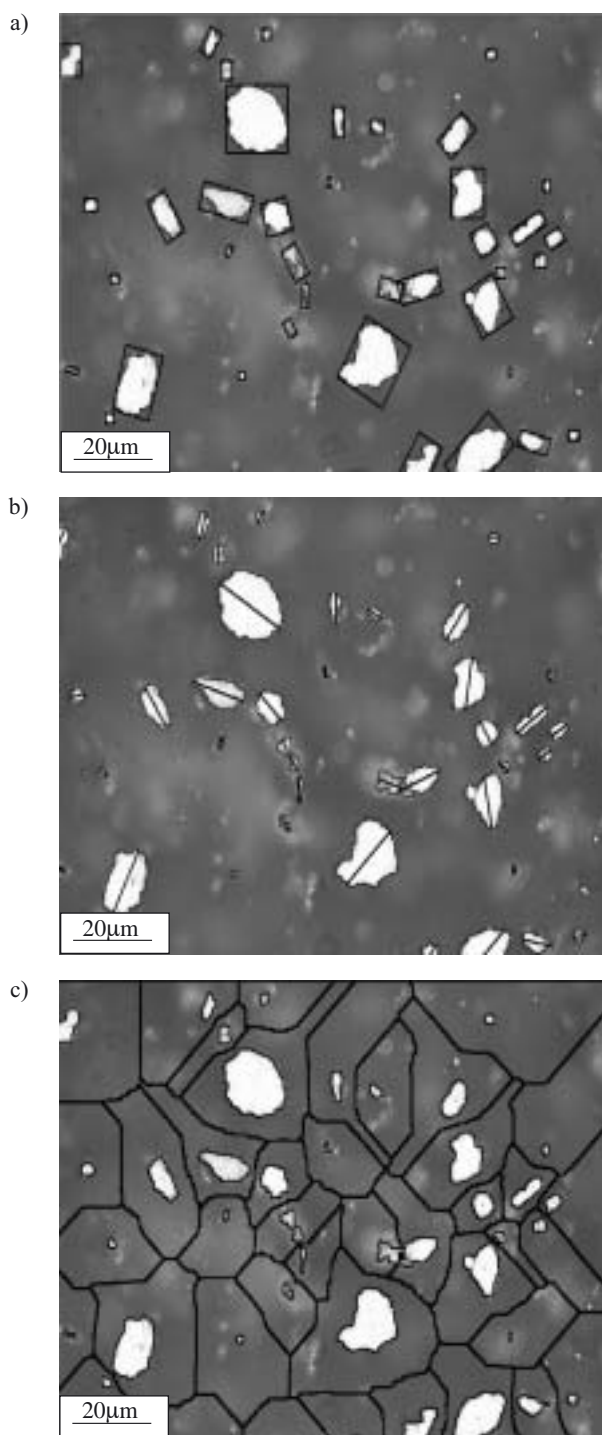
Obrazy mikrostruktury kompozytów PTFE z proszkiem brązu uzyskiwano za pomocą metalograficznego mikroskopu optycznego „Nikon Eclipse ME 600” z kamerą cyfrową umożliwiającą bezpośredni zapis (w postaci plików graficznych) kolejnych pól widzenia. Zdjęcia kompozytów PA 6 oraz POM z włóknem szklanym wykonywano stosując mikroskop skaningowy „Joel JSM5510LV” z zapisem cyfrowym. Otrzymywano obrazy przedstawiające mikrostruktury kompozytów z różną zawartością napełniacza przed i po badaniach zmęczenia, pozwalające na ocenę zmian wywołanych tymi badaniami.

WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

Ilościową ocenę mikrostruktury kompozytów przeprowadzono z zastosowaniem programu do przetwarzania i analizy obrazów „Aphelion v. 3.2”. Wykorzystując zaimplementowaną bazę filtrów i bibliotekę poleceń, stworzyliśmy autorski algorytm do analizy badanych zdjęć. Umożliwia on automatyczną detekcję cząstek, a następnie wyznaczenie następujących parametrów stereologicznych: udziału objętościowego napełniacza w kompozycie, pola powierzchni cząstek, średnic Fereta $F(0)$ i $F(90)$, wymiarów i położenia prostokątów opisanych na cząstce (rys. 1a), maksymalnych cięciw (rys. 1b), średnich pól powierzchni stref wpływów (rys. 1c) oraz średnich dróg swobodnych [1, 2].

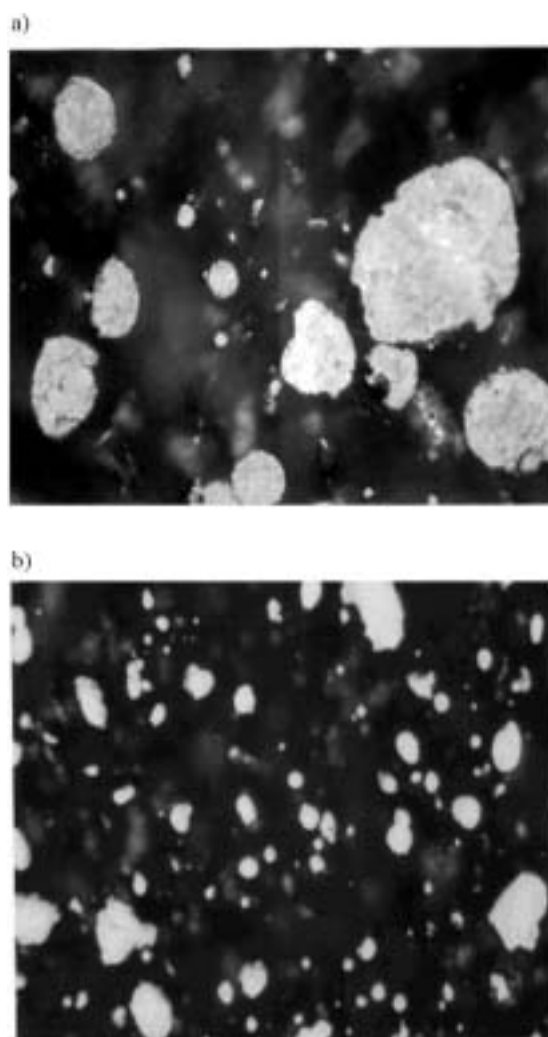
Nasz algorytm umożliwia całkowicie automatyczną analizę całej sekwencji zdjęć zapisanych w jednym katalogu. Dzięki pojawiającym się oknom dialogowym możliwe jest ustawienie odpowiednich parametrów analizy, takich jak powiększenie, wymiary obiektów poddawanych analizie, ścieżki dostępu katalogu, z którego program będzie odczytywał kolejne zdjęcia oraz nazwa pliku, w którym automatycznie zostaną zapisane wyniki pomiarów. Takie rozwiązanie znacznie przyspiesza analizę, ułatwia również opracowanie uzyskanych wyników.

Wczytany przez algorytm obraz jest poddawany filtracji medianowej w celu obniżenia poziomu szumów mogących przyczynić się do nieprawidłowej detekcji obiektów. Detekcja obiektów — w tym przypadku przekrojów wydzielen proszku brązu w matrycy PTFE — stanowi pierwszy i najważniejszy etap analizy. Obiekty nieprawidłowo wykryte przez algorytm powodują, że



Rys. 1. Obrazy po analizie komputerowej: a) wyznaczone minimalne prostokąty opisane na cząstce, b) zaznaczone najdłuższe cięciwy cząstek, c) nakreślone „strefy wpływu” cząstek
 Fig. 1. Images after computer-aided analyses: a) determined as minimal rectangles described onto the particles, b) denoted by the longest chords of particles, c) marked “zones of influence” of particles

ich analiza jest błędna lub co najmniej niedokładna. Standardowe algorytmy do automatycznej binaryzacji (binaryzacja — przekształcenie wyodrębniające obiekty z tła poprzez przypisanie wartości „0” pikselom reprezentującym tło i „1” przedstawiającym obiekty) nie da-



Rys. 2. Typowe kształty napełniacza (proszku CuSn) w kompozycji z PTFE (pow. 1000 \times , zgląd nietrawiony): a) przed badaniami, b) po badaniach ściskania dynamicznego
 Fig. 2. Typical shapes of filler particles (CuSn powder) in PTFE composite. Magnification 1000 times, non-etched polished section: a) before test, b) after dynamic compression test

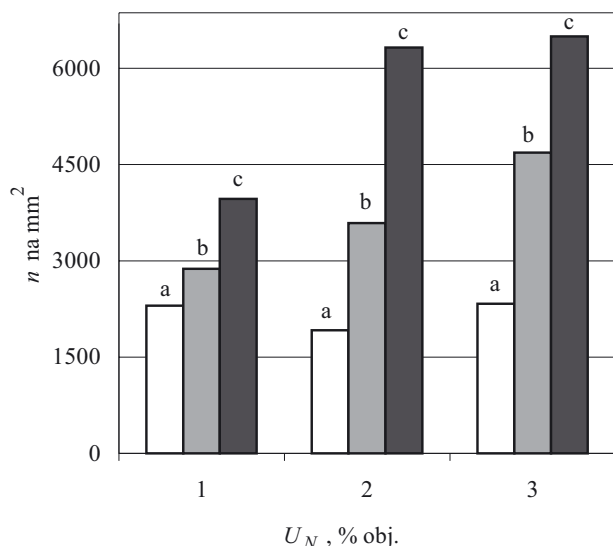
wały satysfakcjonujących rezultatów. Ze względu na rozmycie krawędzi cząstek oraz widoczne (dzięki przezroczystości osnowy) cząstki brązu znajdujące się pod płaszczyzną zglądu, opracowaliśmy specjalną metodę binaryzacji, w której progi wyznacza się na podstawie rozkładu stopni szarości indywidualnego zdjęcia. W celu weryfikacji poprawności detekcji obiektów na ostatnim etapie obliczeń, algorytm wyświetla na zdjęciu początkowym granice analizowanych obiektów. Dzięki temu, osoba obsługująca program może szybko ocenić poprawność detekcji obiektów, a pośrednio także i poprawność przeprowadzonej analizy.

Po detekcji obraz poddaje się standardowym przekształceniom morfologii matematycznej, mianowicie otwarciu mającemu na celu usunięcie wszystkich pojedynczych punktów, które są wynikiem szumu tła i nie opisują interesujących nas obiektów, oraz zamknięciu wygładzającemu brzegi wykrytych obiektów.

Bardzo użyteczny jest algorytm do rozdzielania sklejonych ze sobą cząstek — w naszym przypadku proszków brązu lub włókien szklanych. Program wykorzystuje funkcję odległości punktów reprezentujących obiekt oraz filtr o nazwie „działy wodne” poddający detekcji lokalne minima. Minima te wyznaczają granice między połączonymi obiektami. W niektórych przypadkach, zwłaszcza zdjęć kompozytów z dużą zawartością napelnacza bądź też po badaniach zmęczeniowych, niezbędne jest przeprowadzenie takiego rozdzielania w celu uniknięcia artefaktów i dużych błędów w analizie.

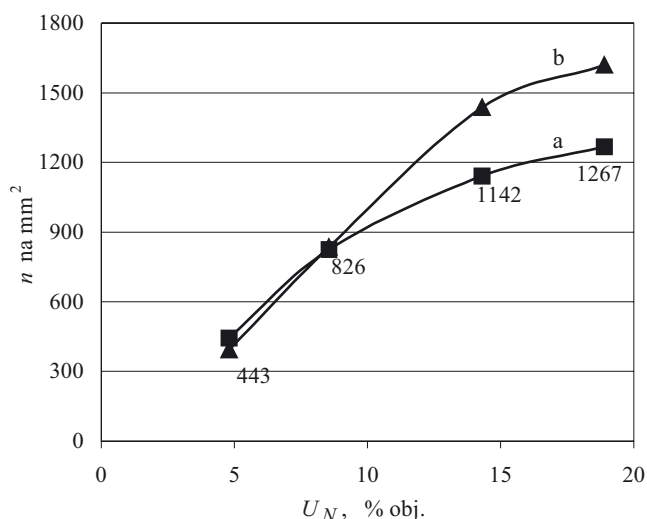
Na następnym etapie dokonuje się pomiarów i obliczeń. Wszystkie wyniki analizy każdej serii zdjęć (20 pól widzenia) dotyczących jednej próbki są przeliczane automatycznie z wartości podanych w pikselach na odpowiednie jednostki miary z wykorzystaniem zadeklarowanych informacji o użytym powiększeniu, a następnie automatycznie eksportowane do arkusza kalkulacyjnego Excel.

Przykłady zdjęć obrazujących zmiany kształtu cząstek napelnacza i jego morfologii w wyniku długotrwałego oddziaływania obciążeń ściskających na kompozyty PTFE z proszkiem brązu przedstawiają rys. 2a, b. Przeprowadzoną metodą komputerowej analizy obrazu ocenę takich zmian parametrów stereologicznych PTFE i POM poddanych działaniu długotrwałych obciążeń w funkcji udziału objętościowego napelnacza pokazano



Rys. 3. Wpływ objętościowego udziału napelnacza (U_N) na średnią liczbę jego cząstek (n) w kompozycie PTFE + CuSn przypadającą na jednostkę powierzchni przed badaniami (1), po próbie ściskania (2) oraz po obciążeniach zmęczeniowych (3) (częstotliwość 10 Hz, 100 000 cykli); udział CuSn: a) — 30 %, b) — 40 %, c) — 60 %

Fig. 3. Effect of volume part of filler (U_N) on average number of its particles (n) falling to surface unit, in PTFE + CuSn composite, before test (1), after compression test (2) and after fatigue loadings (3) (frequency 10 Hz, 100,000 cycles): a) 30 % of CuSn, b) 40 % of CuSn, c) 60 % of CuSn



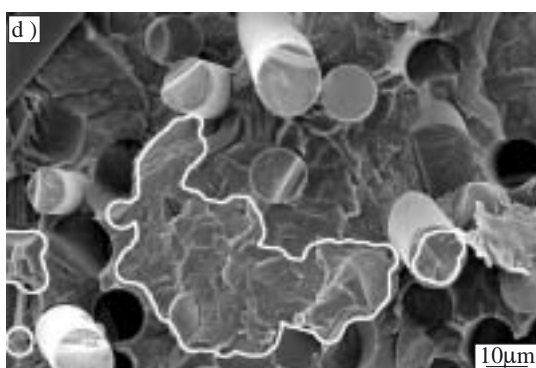
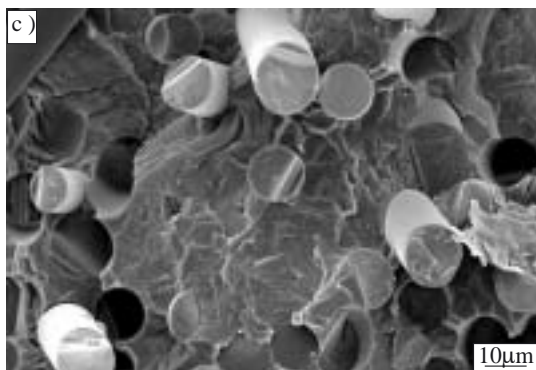
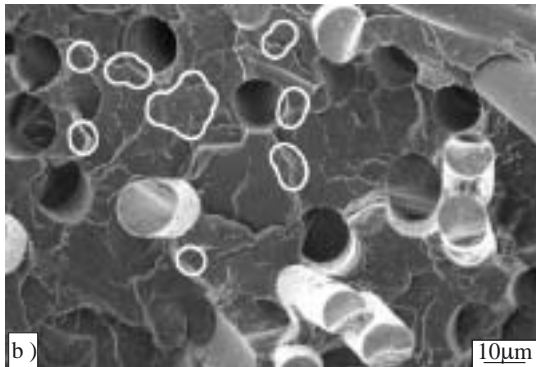
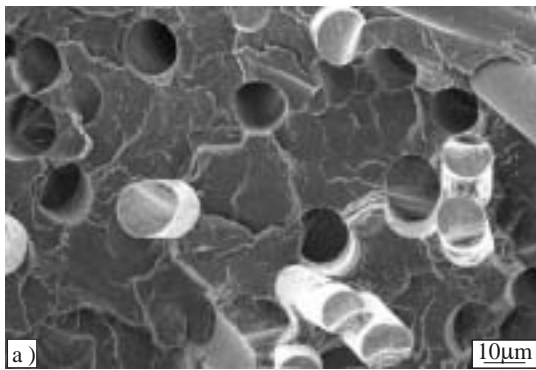
Rys. 4. Wpływ objętościowego udziału napelnacza (U_N) na średnią liczbę jego cząstek (n) przypadającą na jednostkę powierzchni w kompozycie POM + włókna szklane przed (a) i po obciążeniach zmęczeniowych przy rozciąganiu (b) (60 000 cykli, 5 Hz)

Fig. 4. Effect of volume part of filler (U_N) on average number of its particles (n) falling to surface unit, in POM + glass fiber composite, before (a) and after tensile fatigue loadings (b) (60,000 cycles, 5 Hz)

odpowiednio na rys. 3 i 4. Jak można zauważyć, proszek brązu w kompozycie PTFE z CuSn uległ rozdrobnieniu w wyniku prób zmęczeniowych, o czym świadczy znaczny wzrost średniej liczby cząstek na jednostkę powierzchni. Tendencja ta jest szczególnie wyraźna w przypadku kompozytów o większym udziale napelnacza.

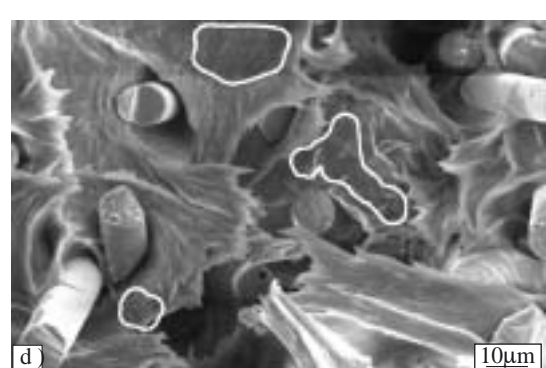
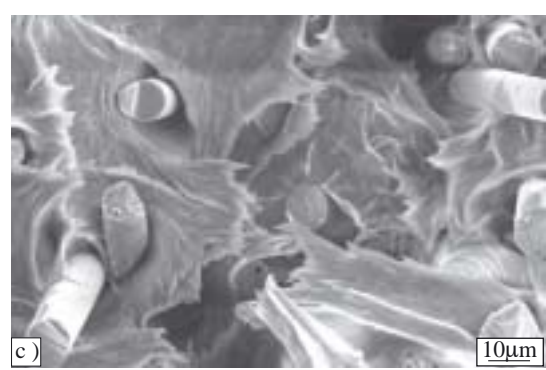
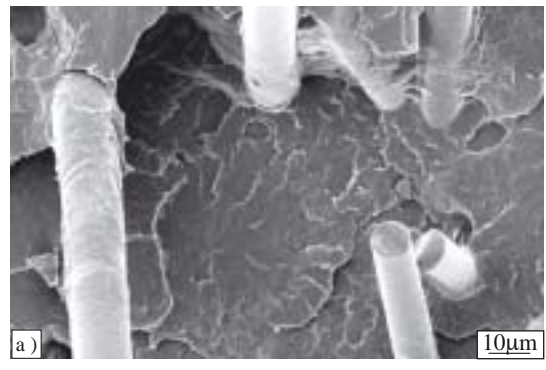
Podobne zjawisko obserwujemy również w kompozytach na podstawie POM — wskutek postępujących procesów zmęczeniowych wzrasta w nich średnia liczba cząstek ze względu na pękanie włókien szklanych (napelnacza) — por. rys. 4.

Rysunki 5 (POM) i 6 (PA 6) pokazują zmianę charakteru powierzchni przelomu materiału w wyniku badań obciążeniowych. Aby ocenić udział kruchej powierzchni pęknięcia dokonano automatycznej detekcji tych obszarów metodami komputerowej analizy obrazu. W tym celu wykorzystano obraz wzorcowy, tj. wybrany fragment zdjęcia początkowego, przedstawiającego strukturę przelomu. Następnie, z zastosowaniem algorytmu, przeprowadzono analizę całego obrazu z zakreśleniem obszarów przedstawiających strukturę analogiczną do wskazanej na obrazie wzorcowym. Efekt takiej analizy przedstawiają rys. 5b, d i 6b, d. Wykryte obszary można poddać analizie ilościowej poprzez pomiar pola powierzchni wyznaczonych obszarów pęknięcia kruchego bądź określenie zależności procentowego udziału przelomów kruchych od stopnia wyężenia materiału. To zagadnienie będzie właśnie przedmiotem naszych dalszych badań.



Rys. 5. Mikrostruktury POM z 40-proc. (masowo) zawartością włókna szklanego: a) próbka wyjściowa, b) próbka z a) z zaznaczonym obszarem przelomu kruchego, c) próbka po 60 000 cykli, d) próbka z c) z zaznaczonym obszarem przelomu kruchego; przelomy wykonane w ciekłym azocie

Fig. 5. Microstructure of POM with 40 wt. % of glass fiber content: a) initial sample, b) sample from a) with marked area of brittle fracture, c) sample after 60,000 cycles, d) sample from c) with marked area of brittle fracture; fractures prepared in liquid nitrogen



Rys. 6. Mikrostruktury PA 6 z 30-proc. (masowo) zawartością włókna szklanego: a) przelom próbki wyjściowej, b) próbka z a) z zaznaczonymi obszarami przelomu kruchego, c) przelomy po rozciągnięciu wykonane w ciekłym azocie, d) próbka z c) z zaznaczonymi obszarami przelomu kruchego

Fig. 6. Microstructure of PA 6 with 30 wt. % of glass fiber content: a) initial sample fracture, b) sample from a) with marked areas of brittle fracture, c) fractures after tension, prepared in liquid nitrogen, d) sample from c) with marked areas of brittle fracture

WNIOSKI

Komputerową analizę obrazu powszechnie wykorzystuje się w badaniach mikrostruktury metali. Interdyscyplinarność i elastyczność w dostosowywaniu się do różnorodnych obiektów badań pozwala na zastosowanie tej metody także w analizie innych tworzyw, na przykład do oceny zmian mikrostruktury kompozytów polimerowych. Umożliwiło to uzyskanie bardziej obiektywnych i powtarzalnych wyników, a zatem wychwytywanie subtelnych zmian dokonujących się w mikrostrukturze materiału, np. już na początkowym etapie procesu jego zmęczenia.

Analiza obrazów i obliczenia stereologiczne wskazują na dobrą homogenizację badanych przez nas kompozytów i równomierne rozłożenie w nich napełniaczy. W kompozytach o wyższym stopniu napełnienia w wyniku długotrwałych obciążeń zmęczeniowych następuje, w zależności od udziału objętościowego napełniacza, wzrost średniej liczby cząstek oraz średniej drogi swobodnej i średniego pola powierzchni strefy wpływów. Spowodowane to jest pękaniem i rozdrabnianiem cząstek napełniacza w polimeryzowanej matrycy poddanej próbom zmęczeniowym.

Praca została zrealizowana w ramach projektu badawczego KBN — PB-850/T08/2002/22.

LITERATURA

1. Wojnar L.: „Image analysis. Applications in materials engineering”, CRC Press Boca Raton, FL, 1999.
2. Wojnar L., Kurzydłowski K. J., Szala J.: „Praktyka analizy obrazu”, Wyd. PTS, Kraków 2002.
3. Bakar M.: „Właściwości mechaniczne materiałów polimerowych”, Politechnika Radomska, Radom 2000.
4. Dziadur W., Gądek A., Gałgan R., Kuciel S., Liber A.: „Ocena zmian właściwości i struktury kompozytów POM z włóknem szklanym pod wpływem obciążeń zmiennych w czasie”, Materiały konferencji „Nowe kierunki modyfikacji i zastosowań tworzyw sztucznych”, Rydzyna 2004.
5. Garbarski J.: „Materiały i kompozyty niemetalowe”, PWN, Warszawa 2001.
6. Jamróz M., Kuciel S., Kurowska D.: „Ocena skuteczności wzmocnień włóknem szklanym PA 6 i POM”, Materiały X Seminarium „Tworzywa sztuczne w budowie maszyn”, Kraków 2003.

Otrzymano 9 VII 2004 r.