

ЧЕБЫШЕВСКИЙ СБОРНИК

Том 24. Выпуск 5.

УДК 669.537.7:621.357.5:552.08

DOI 10.22405/2226-8383-2023-24-5-357-372

Метод Оцу в оценке пористости и распределении структурных дефектов по изображению компьютерной томографии изделий SLM^{1 2}

А. Н. Чуканов, А. Я. Канель-Белов, А. А. Яковенко, Е. В. Цой, М. Ю. Моденов

Чуканов Александр Николаевич — доктор технических наук, Тульский государственный педагогический университет им. Л. Н. Толстого (г. Тула).

e-mail: alexchukanov@yandex.ru

Канель-Белов Алексей Яковлевич — доктор физико-математических наук, профессор, Магнитогорский государственный технический университет им. Г. И. Носова (г. Магнитогорск).

e-mail: kanelster@gmail.com

Яковенко Александра Александровна — кандидат технических наук, ООО «Металлург-Туламаш» (г. Тула).

e-mail: despozisiya100@yandex.ru

Цой Евгений Владимирович — аспирант, Тульский государственный педагогический университет им. Л. Н. Толстого (г. Тула).

e-mail: tsoyev@tspu.ru

Моденов Михаил Юрьевич — генеральный директор, ООО «Тульские мехатронные системы» (г. Тула).

e-mail: m.modenov@yandex.ru

Аннотация

Описана методика наблюдения и статистического анализа количества и расположения структурных дефектов (неплотностей различной морфологии и неметаллических включений) в объёме нагруженных образцов порошковых нержавеющей и жаропрочных сплавов систем Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Ni-Mo, изготовленных по аддитивной технологии SLM.

Задача оценки пористости по изображению компьютерной томографии (КТ) сводится к установлению наличия на изображении элементов (объектов), с некоторыми индивидуальными характеристиками. Такой характеристикой принята яркость элементов изображения. Наиболее простым и естественным способом обнаружения объекта/объектов является выбор порога яркости или пороговая классификация (thresholding). В работе для указанных целей использовали метод Нобуюки Оцу, разработанный в 1979 году.

Представлено сравнение информативности результатов пористости по анализу изображений, полученных при помощи методик рентгеновской компьютерной томографии и металлографического анализа (оптического, РЭМ). Наибольшее содержание пористости

¹Представленные в данной статье исследования выполнены на средства гранта 2022 г. по приоритетному направлению деятельности Российского научного фонда «Проведение фундаментальных научных исследований и поисковых научных исследований малыми отдельными научными группами» по научному проекту: «Волновая деформация и ее взаимосвязь с ортотропией структуры и физико-механических свойств в изделиях селективного лазерного сплавления» (соглашение № 23-29-00433 от 13.01.2023 г.) (<https://rscf.ru/project/№23-29-00433/>).

²А.Я. Канель-Белов был поддержан грантом РНФ 22-19-20073 «Комплексное исследование возможности применения самозаклинивающихся структур для повышения жесткости материалов и конструкций» (<https://rscf.ru/project/No22-19-20073>). Ему принадлежит только раздел постановка задач.

в образце, отсканированном методом КТ, составило $\sim 0,61-0,82\%$. Поры в образцах SLM сплавов в обоих случаях (при оптической микроскопии и компьютерной томографии) распределены неравномерно. Анализируются проблемы, оказывающие влияние на объём информации и количественные характеристики концентраторов напряжений, фиксируемых в объектах.

Показана перспективность применения алгоритма Оцу для обработки изображений КТ и оценки распределения пористости в образцах аддитивного производства, позволившего детально визуализировать внутренние поры в образцах в 3D без их физического и химического разрушения по сравнению с металлографической подготовкой.

Ключевые слова: порошковые сплавы, Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Ni-Mo, технология SLM, растяжение, микроструктура, рентгеновская компьютерная томография, пористость, метод Оцу.

Библиография: 32 названия.

Для цитирования:

А. Н. Чуканов, А. Я. Канель-Белов, А. А. Яковенко, Е. В. Цой, М. Ю. Моденов. Метод Оцу в оценке пористости и распределении структурных дефектов по изображению компьютерной томографии изделий SLM // Чебышевский сборник, 2023, т. 24, вып. 5, с. 357–372.

CHEBYSHEVSKII SBORNIK

Vol. 24. No. 5.

UDC 669.537.7:621.357.5:552.08

DOI 10.22405/2226-8383-2023-24-5-357-372

The Otsu method for assessing porosity and distribution of structural defects in the image of computed tomography of SLM products^{3 4}

A. N. Chukanov, A. Y. Kanel-Belov, A. A. Yakovenko, E. V. Tsoi, M. Y. Modenov

Chukanov Alexander Nikolaevich — doctor of technical sciences, Tula State Lev Tolstoy Pedagogical University (Tula).

e-mail: alexchukanov@yandex.ru

Kanel-Belov Alexey Yakovlevich — doctor of physical and mathematical sciences, professor, Magnitogorsk State Nosov Technical University (Magnitogorsk).

e-mail: kanelster@gmail.com

Yakovenko Alexandra Alexandrovna — candidate of technical sciences, Metallurg-Tulamash LLC (Tula).

e-mail: despozisiya100@yandex.ru

Tsoi Evgeny Vladimirovich — postgraduate student, Tula State Lev Tolstoy Pedagogical University (Tula).

e-mail: tsojev@tspu.ru

Mikhail Yuryevich Modenov — general director, Tula Mechatronic Systems LLC (Tula).

e-mail: m.modenov@yandex.ru

³The research presented in this article was carried out with the funds of a 2022 grant in the priority area of activity of the Russian Science Foundation “Conducting fundamental scientific research and exploratory scientific research by small individual scientific groups” under the scientific project: “Wave deformation and its relationship with orthotropy of structure and physico-mechanical properties in selective laser fusion products” (Agreement № . 23-29-00433 dated 01/13/2023) (<https://rscf.ru/project/№.23-29-00433/>).

⁴A.Ya. Kanel-Belov was supported by the grant of the Russian Academy of Sciences 22-19-20073 “Comprehensive investigation of the possibility of using self-locking structures to increase the rigidity of materials and structures” (<https://rscf.ru/project/№.22-19-20073/>). He owns only the setting tasks section.

Abstract

The method of observation and statistical analysis of the number and distribution of structural defects (discontinuities of various morphologies and non-metallic inclusions) in the volume of loaded samples of powder stainless and high-strength alloys of Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Ni-Mo systems manufactured according to additive technology SLM is described.

The task of assessing porosity from a computed tomography (CT) image is to determine the presence of elements (objects) in the image with certain individual characteristics. This characteristic is the brightness of the image elements. The simplest and most natural way to detect an object/objects is to select a brightness threshold or threshold classification (thresholding). In the work, the Nobuyuki Otsu method, developed in 1979, was used for these purposes.

A comparison of the informative value of porosity results for the analysis of images obtained using X-ray computed tomography and metallographic analysis (optical, SEM) techniques is presented. The highest porosity content in the CT scanned sample was ~0.61-0.82%. The pores in the samples of SLM alloys in both cases (optical microscopy and computed tomography) are unevenly distributed. The problems affecting the amount of information and quantitative characteristics of stress concentrators recorded in objects are analyzed.

The prospects of using the Ots algorithm for processing CT images and estimating the porosity distribution in samples of additive manufacturing are shown, which made it possible to visualize in detail the internal pores in samples in 3D without their physical and chemical destruction compared with metallographic preparation.

Keywords: powder alloys, Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Ni-Mo, SLM technology, stretching, microstructure, X-ray computed tomography, porosity, the Otsu method.

Bibliography: 32 titles.

For citation:

A. N. Chukanov, A. Y. Kanel-Belov, A. A. Yakovenko, E. V. Tsoi, M. Y. Modenov, 2023, "The Otsu method for assessing porosity and distribution of structural defects in the image of computed tomography of SLM products", *Chebyshevskii sbornik*, vol. 24, no. 5, pp. 357–372.

1. Введение

Недостатком изделий из порошковых коррозионностойких и жаропрочных сталей и сплавов систем Fe-Cr-Ni, Fe-Cr-Ni-Mo, изготовленных с помощью технологии послойного лазерного сплавления (SLM), является анизотропия их физико-механических свойств, сформированная структурной анизотропией [1-5]. Она связана с формированием неравновесной микроструктуры и её отдельных элементов: сферических и плоских пор, а также нерасплавившихся неметаллических включений. Перечисленные структурные дефекты являются концентраторами напряжений и могут стимулировать при нагружении в окружающем их микрообъёме развитие локализованной пластичности в виде автоволнового процесса [6-10], который при эксплуатационном температурно-силовом воздействии может приводить к фрагментации изделия и его разрушению.

Традиционным методами структурного и фазового анализа в металловедении являются микроскопия и рентгеновский анализ и их разновидности: РЭМ и рентгеновская компьютерная томография (КТ). Эти методы наиболее апробированы и перспективны для слитковых изделий, а также порошковой металлургии и аддитивных производств.

Постановка задачи исследования. При оценке пористости, формирующейся в процессе SLM, анализируют как сферические поры, вызванные защитными газами, так и пористость, обусловленную технологическим процессом непроплавления последовательно наносимых слоёв порошка. При этом возникает ряд вопросов, связанных с разработкой эффективных характеристик выращиваемого материала. Требуется найти как распределение пор по природе

их происхождения, так распределение по морфологии. Кроме того, необходимо выяснить перспективу эволюции указанных несплошностей в процессе нагрузки. Требуется выбрать математические характеристики, наиболее точно характеризующие несплошности.

Такого рода вопросы исследуются в стохастической геометрии. В частности, в трудах [11-13]. В этих работах строится математический аппарат для исследования случайных прерывистых сред (суммы Минковского, дилатации Минковского), описания разного рода сред.

В этой связи возникает следующая задача. Разработать математические модели неоднородных сред и выбора их численных характеристик, в том числе применительно к исследованным металлическим средам.

Суть задачи - определение свойств несплошностей по имеющимся экспериментальным данным: изображениям, полученным в ходе металлографического анализа и компьютерной томографии. Задача стереологии в данных условиях состоит в том, чтобы сделать выводы о геометрических свойствах трехмерных структур по их плоским и линейным сечениям. Такая постановка возникает, в частности, если необходимо восстановить геометрические образы внутри непрозрачных тел (включений, пор в металлах, горных породах, искусственных веществах, и т.д.). Все это задачи томографии.

Один из подходов для решения описанной задачи состоит в рассмотрении таких классических алгоритмов распознавания линий (LSD), как преобразование Радона. Оно позволяет по интегралам вдоль прямых восстанавливать значение функции. При этом используется обратное преобразование Фурье. Однако при работе с реальными растровыми изображениями эта задача является некорректной и возникает необходимость разработки численных методов.

Решавшаяся в данной работе задача оценки пористости по изображению КТ сводилась к установлению порогового значения яркости, разграничивающего матрицу и поры. Выбор порога яркости осуществляли с использованием пороговой классификации по методу Н. Оцу.

Цель работы – проведение методами рентгеновской компьютерной томографии (КТ) и микроструктурного анализа (оптического, РЭМ) статистического анализа распределения структурных дефектов типа несплошностей различной морфологии и неметаллических включений в изделиях SLM технологии с использованием метода Н. Оцу.

Самостоятельный интерес у авторов вызывали последствия реакции структурных дефектов изделий SLM технологии и анизотропии их механических свойств при контакте с коррозионными средами. В ходе нагружения он стимулирует развитие несплошностей (пор), ведет к накоплению в них газов (например, водорода) и увеличению внутреннего давления. В объёме пор возможно химическое взаимодействие водорода и углерода с образованием метана, увеличивающего давление в порах. Описанные процессы ведут к обезуглероживанию и формированию зон пластичности в прилегающих к порам областях [14]. Они могут играть существенную роль в анизотропии механических свойств. Изучение эволюции зон пластичности важно для прогнозирования работоспособности изделий из порошков SLM производства [15].

Подобно деталям, изготовленным традиционным способом, на механические свойства компонентов, изготовленных методом SLM, влияют результирующие профили микроструктуры и пористости (размер и морфология).

Несмотря на большое количество микроструктурных и рентгеноструктурных исследований анизотропии структуры и свойств в изделиях SLM технологии, её связь с распределением пористости и способы контроля до конца не выявлены.

Материал и методики исследования. Объектами исследований являлись образцы (ГОСТ 1497-84, плоские тип I, 160x30x7 мм) порошковой нержавеющей стали марки 03X18H12M2 (аналог *AISI 316L*) и жаропрочного сплава 08XH53БМТЮ (аналог *Inconel 718*), изготовленные по SLM-технологии на 3d-принтере *SLM280 2.0HL*. Анализ микроструктуры образцов проводили на оптическом микроскопе *Meiji MT8100*, растровом электронном микроскопе *Jeol JSM-6390* и инвертированном микроскопе *Altami MET-1C*. Исследования рентгеновской компьютерной томографии проводили на импульсном рентгеновском дефектоскопе

семейства АРИНА компании ООО «Продис НДТ» с использованием программного обеспечения *X-Vizor Viewer* (версия 07.10.2200) компании «Ньюком-НДТ».

Выполняли анализ микроструктуры различных участков образцов до и после испытаний при помощи КТ и микроскопии.

2. Анализ результатов эксперимента

Технологии микрофокусной рентгенографии и КТ быстро развиваются и получили статус метрологических [16]. Рентгеновские системы КТ обеспечивают высокую точность и возможность измерения внутренних и внешних габаритов исследуемого образца и элементов его структуры, а также получать информацию о плотности объекта. Преимуществом КТ является прямая трёхмерная визуализация пористой структуры в сочетании с данными объёма и геометрии [17-19].

Использованный метод КТ основан на получении в детекторе серии рентгеновских изображений объекта, из которых с помощью ПО *X-Vizor Viewer* получали объёмное изображение. Образец помещали в держатель, который вращался вокруг вертикальной оси на 360° . Снимок формировали на цифровой кремниевой матрице, установленной напротив рентгеновской пушки. Он представлял собой пиксельное полутоновое изображение, в котором яркость характеризовала степень поглощения рентгеновского излучения. Степень поглощения зависела от физических свойств материала (плотности). Для преобразования двумерных снимков в трёхмерное изображение использовали алгоритмы, основанные на преобразовании Радона [20,21].

Согласно классификации уровней структуры вещества в КТ выделяют четыре масштабных уровня детализации: макроструктурный (> 1 мм), мезоструктурный (0,2–1 мм), микроструктурный (1–100 мкм) и наноструктурный (< 1 мкм). Согласно ей тип исследованных в работе микроструктурных дефектов по соответствию нано- и микроуровням. Выполнили съёмку с использованием рентгеновских трубок с фильтрами из разных материалов при напряжении от 80 до 130 кВ. С помощью ПО *X-Vizor Viewer* обрабатывали статические и динамические радиографические изображения структурных дефектов с импульсного рентгеновского дефектоскопа семейства АРИНА. Оценивали линейные размеры и интенсивность/оптическую плотность объектов (рис.1а-в).

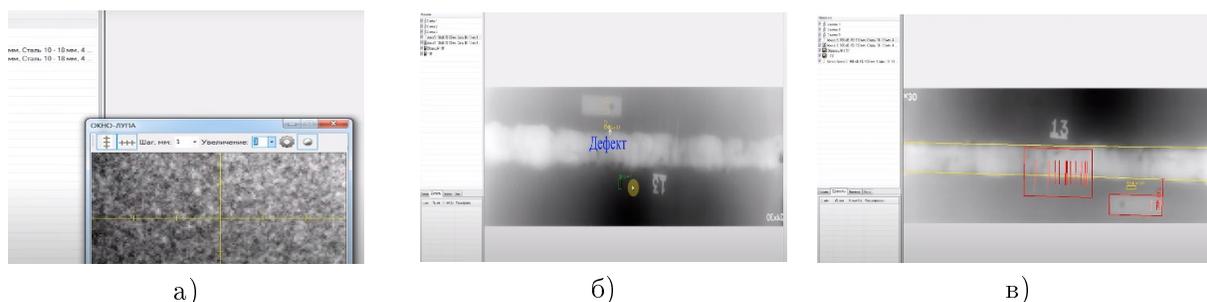


Рис. 1: Структура (а) и обнаружение дефектов (типа пора) (а) по заданной толщине (б) в стали 03X18H12M2 после растяжения (ПО «X-Vizor («Newcom-Ndt»))

На КТ снимках (рис. 1а-в) фиксировали дефекты в виде пор. Оценили геометрические характеристики исследованных образцов в процедуре измерения размеров дефекта (рис. 1в). Пористость образцов, отсканированных методом КТ, определяли с использованием метода Otsu [22].

Параллельно с КТ проводили металлографические исследования образцов в продольном и поперечном направлении (перпендикулярно направлению выращивания образца) (рис. 2). Поверхность образцов исследовали на электронном микроскопе (РЭМ) JOEL «JSM 6390» с

энергодисперсионным рентгеновским спектрометром BRUKER «QUANTEX QX1». Образцы имели шероховатую поверхность со значительным количеством сферических частиц, на которой наблюдаются микротрещины (рис. 2в). Количество сферических частиц на поверхности как горизонтальных, так и вертикальных образцов было идентичным.

В плоскости шлифов наблюдали множественные оксидные включения вермикулярной формы (непроплавленные фрагменты частиц порошка) и упорядоченно расположенные оксидные включения округлой формы (рис. 2 а,б). После травления структура на образцах была однородной по сечению образца и представляла собой расплав, разделённый на фрагменты, состоящие из ячеек.

В структуре горизонтально выращенных образцов сплава 08ХН53БМТЮ в нетравленном состоянии границы неспеченных частиц обнаружены не были. На площади шлифа размером $\sim 177 \text{ мм}^2$ фиксировали более 10 пор размером до 80 мкм и включения оксидного характера размером до 10 мкм (рис. 1а-в). Полуколичественный химический анализ определил данные включения как оксиды на основе *Al* и *Ti*. Кроме того, в плоскости шлифа обнаружено много беспорядочно расположенных включений светлого-серого цвета геометрической и неправильной формы, идентифицированных как включения на основе *Ti*.

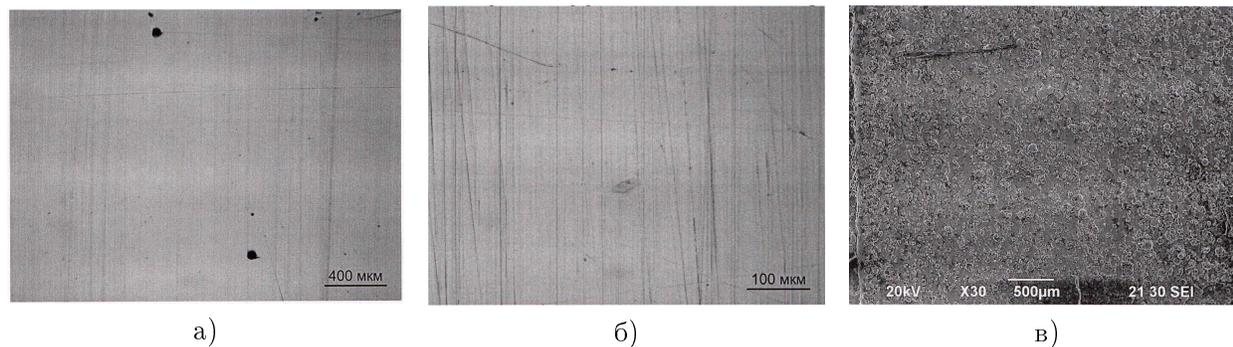


Рис. 2: Поры (а), оксидные включения на основе *Al* и *Ti* (б) и микротрещины (в) в сплаве 08ХН53БМТЮ, образец горизонтальный (шлиф нетравленный в продольном направлении; $\times 50$ (а), $\times 200$ (б), $\times 30$ (РЭМ) (в))

После травления структура горизонтальных образцов однородная в продольном и поперечном сечениях. В продольном направлении (по длине образца) микроструктура представляла собой ванны расплава, разделённые на фрагменты. Микроструктура в поперечном направлении горизонтальных образцов представляла ванны расплава, в форме сегментов круга, дуги которых являлись фронтами кристаллизации.

Анализ пористости. Пористость является распространенным дефектом при изготовлении SLM металлических деталей и ею можно управлять, регулируя скорость сканирования, мощность лазера и толщину слоя порошка. Несмотря на способность технологию SLM создавать детали с высокой плотностью ($\sim 98\%-99\%$), наличие остаточной пористости в них, препятствует использованию в качестве деталей с высокой прочностью и усталостной стойкостью [23].

Метод Оцу. Объект изображения (пора) с определённой яркостью в алгоритме Оцу - это совокупность тех пикселей, яркость которых превышает порог ($I > T$), а фон (матрица) - совокупность остальных пикселей, яркость которых ниже порога ($I < T$). Таким образом, ключевым параметром является порог T . Быстрым и эффективным методом реализации метода Оцу [22] является следующая последовательность шагов.

Рассматривают изображение в градациях серого и решают вопрос о приведении его к бинарному виду. Например, изображение может представлять собой результат классификации, когда «чёрные» пиксели относятся к одному классу, а «белые» к другому, и возникает вопрос,

как автоматически провести границу между классами, т.е. как выбрать такой порог яркости, ниже которого пиксели будут считаться первым классом, а выше - вторым.

Пусть L - число возможных градаций серого на изображении ($[1, 2, \dots, L]$), n_i - число пикселей для каждой градации и $N = n_1 + \dots + n_L$.

Пусть $p_i = n_i/N$ - частоты, с которыми встречаются соответствующие яркости пикселей.

Пусть k - граница между классами (искомый порог яркости), тогда C_0 - пиксели с яркостью, не превышающей порога ($[1, 2.. k]$), а C_1 - пиксели с яркостями выше порога ($[k + 1 + 1, \dots L]$).

Изображение делят на два класса в соответствии с порогом k . Для пикселей каждого класса по отдельности рассчитывают частоту их встречаемости, а также выборочные средние и дисперсии.

Частоты: $\omega_0(k) = \sum i = p_i$, $\sum = 1$; $\omega_1(k) = \sum i = p_i$.

Средние по классам: $\mu_0(k) = \sum iPr(i|C_0)$, $\mu_1(k) = \sum iPr(i|C_1)$.

Общее среднее: $\mu(k) = \sum ip_i$.

Дисперсии $\sigma_0(k) = \sum (i - \mu_0)Pr(i|C_0)$; $\sigma_1(k) = \sum (i - \mu_1)Pr(i|C_1)$.

Далее применяют подход, используемый в дискриминантном и кластерном анализах. Выбирают такую величину k , которая позволяет максимально чётко отделить друг от друга классы C_0 и C_1 . То есть, порог выбирают таким образом, чтобы внутриклассовая дисперсия была как можно меньше по сравнению с общей дисперсией или межклассовой дисперсией.

Оцу рассматривал три критерия и показывал, что они эквивалентны между собой (для краткости записи опустим функциональную зависимость дисперсий от k):

$\lambda(k) = \sigma_b^2/\sigma_\omega^2 \rightarrow \max(1 \leq k \leq L)$, $\kappa(k) = \sigma_t^2/\sigma_\omega^2 2\omega \rightarrow \max(1 \leq k \leq L)$, $\eta(k) = \sigma_b^2/\sigma_t^2 \rightarrow$

$\rightarrow \max(1 \leq k \leq L)$, где σ_b , σ_ω и σ_t - соответственно межклассовая, внутриклассовая и общая дисперсии, которые можно вычислить по формулам:

$$\sigma_b^2 = \omega_0\omega_1(\mu_1 - \mu_0)^2, \sigma_\omega^2 = \omega_0\sigma_0^2 + \omega_1\sigma_1^2, \sigma_t^2 = \sum (i - \mu_t)^2.$$

По мнению авторов представленной работы задача поиска максимума по данным критериям в конечном итоге эквивалентна задаче максимизации величины σ_b и, таким образом, оптимальный порог k должен быть выбран таким, чтобы он давал максимум величины σ_b .

ЗАМЕЧАНИЕ. Данный подход подразумевает присутствие на изображении пикселей двух классов. То есть, он будет хорошо работать в случае бимодальной функции распределения яркостей пикселей изображения. Возникают сомнения о возможности использования данного подхода для решения задачи бинаризации растровых изображений.

Пусть в случае анализа изображения, полученного методом КТ, имеется 8-битное изображение, для которого требуется вычислить порог T . В случае 24-битной картинки, ее легко трансформировать в 8-битную с помощью приведения к серому (grayscale) (1):

$$I = 0.2125 R + 0.7154 G + 0.0721 B \quad (1)$$

Метод Оцу (Otsu's Method) для расчета порога использует гистограмму изображения (рис.3,4). Гистограмма - это набор бинов, каждый из которых характеризует количество попаданий в него элементов выборки. В нашем случае выборка - это пиксели различной яркости, которая может принимать целые значения от 0 до 255.

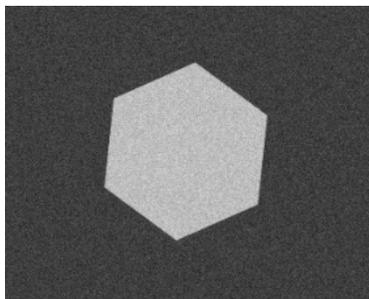


Рис. 3: Пример изображения с объектом

На гистограмме (рис. 4) четко видны два разделяющихся класса. Суть метода Оцу заключается в том, чтобы установить порог между классами, когда каждый из них был как можно более «плотным». Это сводится к минимизации внутриклассовой дисперсии, которая определяется как взвешенная сумма дисперсий двух классов:

$$\sigma_w^2 = \omega_1 \sigma_1^2 + \omega_2 \sigma_2^2 \quad (2)$$

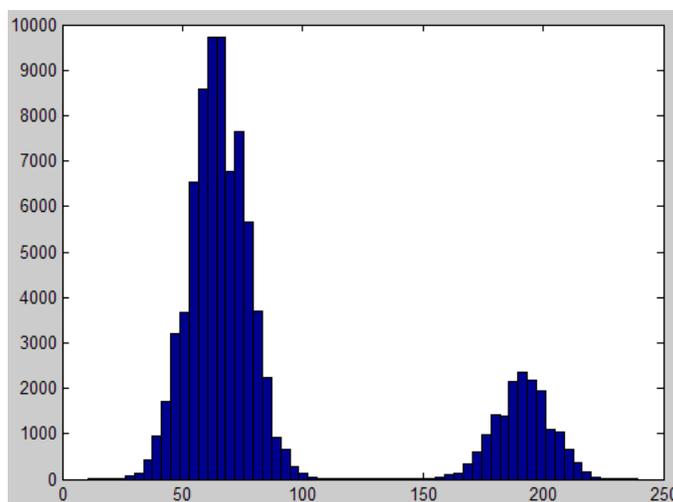


Рис. 4: Гистограмма изображения, приведенного на рис. 3.

Здесь ω_1 и ω_2 - вероятности первого и второго классов соответственно. В своей работе Оцу показывает, что минимизация внутриклассовой дисперсии эквивалентна максимизации межклассовой дисперсии, которая равна:

$$\sigma_b^2 = \omega_1 \omega_2 (a_1 - a_2)^2 \quad (3)$$

где a_1 и a_2 — средние арифметические значения для каждого из классов. Особенность выражения (3) заключается в том, что $\omega_1(t+1)$, $\omega_2(t+1)$, $a_1(t+1)$, $a_2(t+1)$ легко выражаются через предыдущие значения $\omega_1(t)$, $\omega_2(t)$, $a_1(t)$, $a_2(t)$ (t - текущий порог).

Эта особенность позволяет использовать следующий быстрый алгоритм:

1. Вычисляем гистограмму (один проход через массив пикселей). Используем гистограмму (проходов по всему изображению больше не требуется);
2. Начиная с порога $t = 1$, проходим через всю гистограмму, на каждом шаге пересчитывая дисперсию $\sigma_b(t)$. Если на каком-то из шагов дисперсия оказалась больше максимума, то обновляем дисперсию и $T = t$;

3. Искомый порог равен T .

В точной реализации алгоритма осуществляют много дополнительных оптимизаций. Например, проход через гистограмму делают не от 1 до 254, а от минимальной до максимальной яркости минус единица. В использованной в данной работе версиях метод Оцу реализован на языке C++ с учетом некоторых подобных оптимизаций. На рис. 5 представлена реализация вышеописанного алгоритма относительно примера на рис. 3,4.

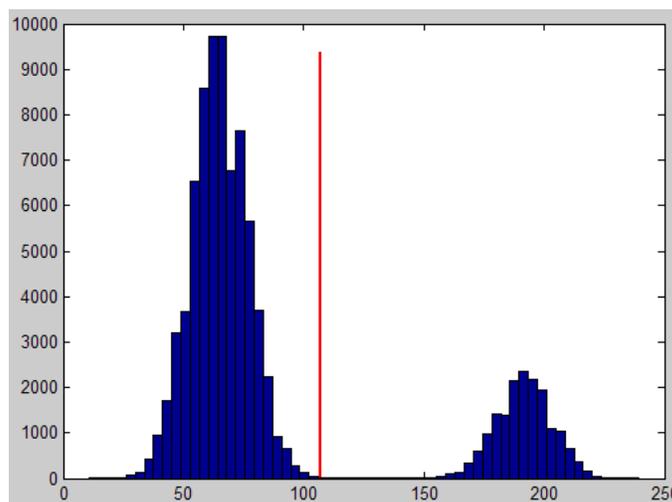


Рис. 5: Гистограмма с рассчитанным порогом

На рис. 6 показано среднее распределение пор по размерам в образцах стали 03X18H12M2 (316L), полученное методом оптической микроскопии при реализации метода Оцу. Размеры пор варьировались от ~ 5 мкм до ~ 45 мкм. На мелкие поры (≤ 5 мкм) приходилось до $\sim 60\%$, а на более крупные поры (> 30 мкм) приходилось менее 3%.

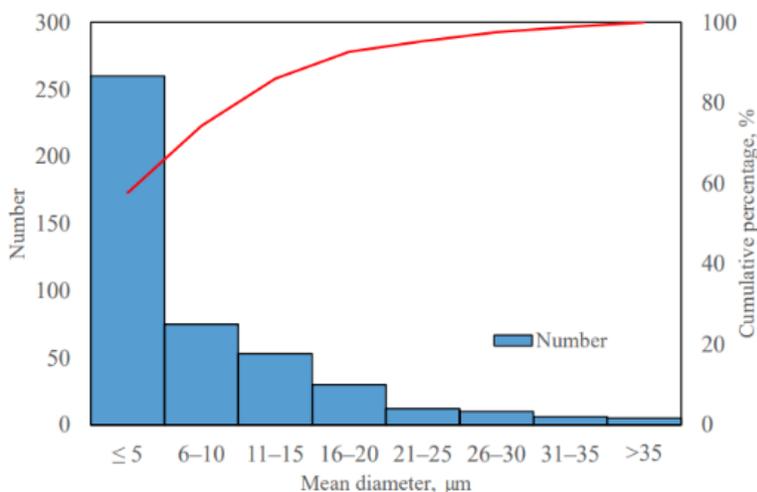


Рис. 6: Распределение пор по размерам в образцах 316L SLM, полученных с помощью оптической микроскопии. Красная кривая - суммарное распределение пор

Средняя пористость образцов SLM, по расчетам, составила $0,82\% \pm 0,36\%$, что означает достижение высокого уровня уплотнения ($\geq 99\%$). Поры были распределены не равномерно по всем образцам, и некоторые из них были сконцентрированы в большей степени в определенных областях по сравнению с другими (рис.7).

Было замечено, что для образцов, разрезанных вдоль плоскости $x-y$ (вдоль направления сканирования), поры были в основном сосредоточены на границе «островка», использованного в качестве стратегии сканирования входе SLM в этом исследовании (рис. 7).

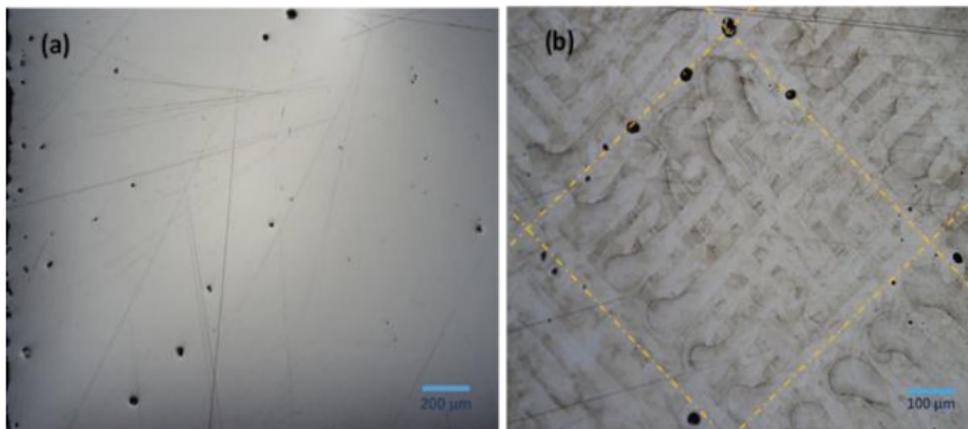


Рис. 7: Распределение пористости в (а) неотравленном и (б) протравленном срезах образца, вырезанного вдоль плоскости $x-y$.

Поры располагались в области перекрытия между двумя «островками», аналогично данным Густмана и др. [24]. Выровненные поры регулярно фиксировали вдоль направление среза образцов вдоль плоскостей $x-z$ и $y-z$.

По результатам КТ с низким разрешением, было обнаружено, что небольшая область вблизи профиля внутренней окружности образца имеет самое высокое содержание пористости по сравнению с другими областями по всей выборке.

При детальном сканировании этой области с высоким разрешением было обнаружено, что содержание пористости составляет 0,61%, а размеры пор варьируются от 5 мкм до ~ 74 мкм.

Пористость в отсканированной области также не была равномерно распределена. При этом большинство пор сосредоточено близко к поверхности (внутренней стенке) сканируемой области. Однако сравнительное исследование пористости провести не удалось, поскольку рентгеновскому сканированию был подвергнут только один образец. Полученные результаты были ограниченно репрезентативны для большего количества образцов 316L, изготовленных SLM.

Аналогичные результаты наблюдали для образцов в плоскости $y-z$. Это может быть результатом включений, таких как оксиды, присутствующие при затвердевании расплавленной ванны [25-27]. Пористость в этих областях с высокой концентрацией пор составила $\sim 1,68\%$, что все является небольшим показателем в целом, но относительно более высоким, чем рассчитанное среднее содержание пористости (рис. 8,9).

В работе были выявлены два типа пористости. Поры, вызванные действием защитного газа, и пористость, вызванная технологическим процессом [28]. Газовые поры сферической формы могут образоваться во время распыления газом исходного материала (порошка 316L) из сопла дозатора перед обработкой SLM или из-за присутствия влаги или загрязняющих веществ на поверхности частиц порошка [29]. Поры, образующиеся в результате технологии SLM, обычно несферические. Они формируются при недостатке приложенной энергии для полного расплавления порошка (отсутствует слияние между последовательно наносимыми слоями порошка [30] или в ходе приложения чрезмерной энергии, приводящей к формированию брызг [31]).

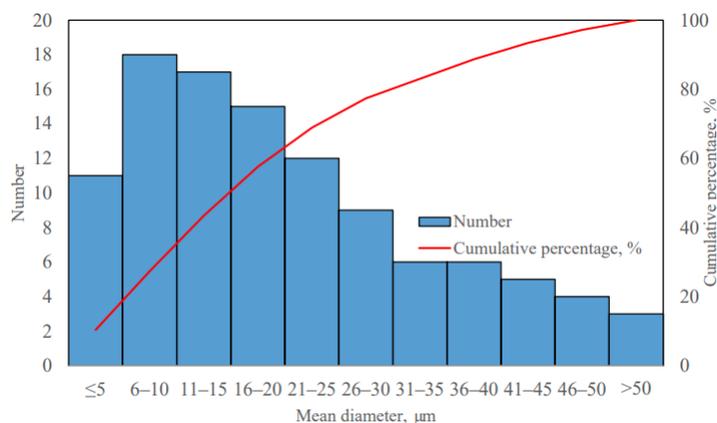


Рис. 8: Распределение пор по размерам для образца SLM в плоскости $y - z$ (КТ). Красная кривая - суммарное распределение пор

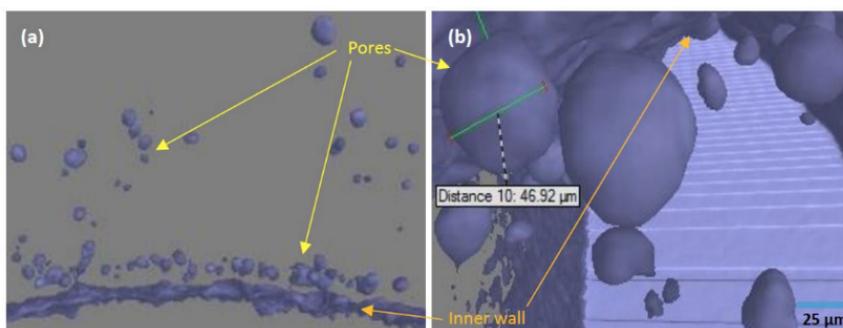


Рис. 9: Поры вблизи поверхности (а) исследуемой области и моделирование их формы и размера (б) в образце 316L (КТ)

В данном исследовании сферические поры преобладали над несферическими, где поры прямоугольной формы были видны только вблизи краев срезаемых образцов. Это указывает на то, что большинство дефектов пористости в образцах SLM были вызваны газовыми порами во время распыления порошков 316L газом, аналогично работе, проведенной Таммасом-Уильямсом и др. [32].

3. Заключение

Наличие пор и трещин отрицательно сказывается на качестве металлических деталей, изготовленных методом SLM, поскольку они снижают механические свойства, такие как предел текучести и прочность на растяжение.

Представленные в данной работе результаты исследований эволюции структурных дефектов в изделиях SLM технологии с помощью метода КТ показали его высокие возможности и хорошие перспективы. Средняя пористость образцов SLM, по расчетам, составила $0,82\% \pm 0,36\%$, что означает достижение высокого уровня уплотнения ($\geq 99\%$).

При сканировании КТ приповерхностных областей с высоким разрешением было обнаружено, что содержание пористости составляет 0,61%, а размеры пор варьируются от 5 мкм до ~ 74 мкм. Характер технологического воздействия при выращивании образцов определял морфологию структурных дефектов (неплотностей) и влиял на последующее их развитие в ходе нагружения.

Метод обработки изображений КТ с использованием алгоритма Оцу перспективен для изучения распределения пористости в образцах аддитивного производства. Он позволил детально визуализировать внутренние поры в образцах в 3D без их физического и химического разрушения по сравнению с металлографической подготовкой для оптической микроскопии или РЭМ. Лишь небольшой процент пор малого размера (средний диаметр < 5 мкм) сложно зафиксировать КТ с разрешением 3,2 мкм по сравнению с результатами оптической микроскопии. Для получения более высокого разрешения и обнаружения пор меньшего размера КТ требуются высокие существенные затраты и больше времени, что ограничивает использование описанной технологии.

Параллельно выполненные металлографические исследования дополнили результаты КТ и подтвердили наличие и параметры зафиксированных на томограммах структурных дефектов. Проведённый совместный анализ может использоваться для уточнения параметров кинетики процессов деструкции изделий из порошковых сталей, изготовленных по SLM технологии.

СПИСОК ЦИТИРОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Попович А.А., Суфияров В.Ш., Борисов Е.В., Полозов И.А., Масайло Д.В., Григорьев А.В. Анизотропия механических свойств изделий, изготовленных методом селективного лазерного плавления порошковых материалов // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. - 2016. - Вып. 3. - С. 4 - 11.
2. Simonelli M., Tse Y.Y., Tuck C. Effect of the build orientation on the Mechanical Properties and Fracture Modes of SLM Ti-6Al-4V // Mater. Sci. Eng. A. 2014. Vol. 616. Pp. 1-11.
3. Vroncken B., Thijs L., Kruth J.P., Van Hambeeck J. Microstructure and Mechanical Properties of novel β titanium metallic composite by selective laser melting // Acta Mater. 2014/ Vol. 68. Pp. 150-158.
4. Frazier W.E., Metal additive manufacturing // A review. J. Mater. Eng. Perform. 2014. Vol. 23. No 6. Pp. 1917-1928.
5. Wu M.W., Lai P.H., Chen J.K. Anisotropy in the impact toughness of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy // Mater.Sci. Eng.: A. 2016. Vol. 650. P. 295-299.
6. Чуканов А.Н. Анизотропия деформации при послойном лазерном синтезе изделий // «Перспективные технологии и материалы». Матер. Всеросс. НПК с межд. уч., (Севастополь, 14–16.10.2020 г.), Научное изд. - Севастополь, СевГУ. 222с., С. 169 -174.
7. Чуканов А.Н. Влияние ориентации изделий аддитивных технологий на их анизотропию деформации // Научные чтения им. чл.-корр. РАН И.А. Одингга «Механические свойства современных конструкционных материалов». - Москва. 17-18 сентября 2020 г./ Сб. матер. - М: ИМЕТ РАН, 2020, 194 с. С. 79-80. (<http://odin.imetran.ru/>)
8. Чуканов А.Н. Анизотропия физико-механических свойств при послойном лазерном синтезе // МНТК «Современные проблемы и направления развития металлургии и термической обработки металлов и сплавов», посвящ. 150-лет. со дня рожд. акад. А.А. Байкова: Сб. научн. статей (18.09.2020 г.)/ Юго-Зап. гос. ун-т. Курск: ЮЗГУ, 2020. - 271 с. - С. 244-247.
9. Чуканов А.Н., Терёшин В.А., Цой Е.В. Свойства изделий, полученных селективным лазерным синтезом. 2. Изделия ячеистых структур // XIII-я МНТК «Современные авто-

- мобильные материалы и технологии (САМИТ-2021)», (20.11.2021 г.), Сб. статей., Курск: Юго-Зап. гос. ун-т, 2021. С. 338-340.
10. Чуканов А.Н., Терёшин В.А., Цой Е.В. Свойства изделий, полученных селективным лазерным синтезом. 1. «Сплошные» изделия // XIII-я МНТК «Современные автомобильные материалы и технологии (САМИТ-2021)», (20.11.2021 г.), Сб. статей., Курск: Юго-Зап. гос. ун-т, 2021. С. 341-346.
 11. Маттерона Ж. Случайные множества и интегральная геометрия. М.: Мир. 1978 год, 320 с.
 12. Сантало Л. Интегральная геометрия и геометрические вероятности. М.: Наука, 1983, 360 с.
 13. Амбарцумян Р.В., Мекке Й., Штойян Д. Введение в стохастическую геометрию. М.: Наука, 1989, 400 с.
 14. Sergeev N.N., Tereshin V.A., Chukanov A.N., Kolmakov A.G., Yakovenko A.A., Sergeev A.N., Leontiev I.M., Khonelidze D.M., Gvozdev A.E., Formation of plastic zones near spherical cavity in hardened low-carbon steels under conditions of hydrogen stress corrosion // *Inorganic Materials: Applied Research*. 2018. Т. 9. № 4. С. 663-669.
 15. Чуканов А.Н., Терёшин В.А., Цой Е.В. Математическое моделирование полей напряжений у стресс-коррозионных дефектов // *Современные материалы, техника и технологии*. 2021.- т.6 (39) -. С. 65 -70.
 16. Hounsfield G.N. Computerized transverse axia scanning (tomography). Part 1: Description of system // *British Journal of Radiology*. – 1973. – № 46. – P. 1016–1022. DOI: 10.1259/0007-1285-46-552-1016
 17. Ketcham R.A., Carlson W.D. Acquisition, optimization and interpretation of X-ray computed tomographic imagery: applications to the geosciences // *Computers & Geosciences – Special issue on three-dimensional reconstruction, modelling and visualization of geologic materials*. – 2001. – Vol. 27, iss. 4. – P. 381–400. DOI: 10.1016/S0098-3004(00)00116-3
 18. Van Geet M., Swennen R., Wevers M. Quantitative analysis of reservoir rocks by microfocus X-ray computerised tomography // *Sedimentary Geology*. – 2000. – № 132. – P. 25–36. DOI: 10.1016/S0037-0738(99)00127-X
 19. Еременко Н.М., Муравьева Ю.А. Применение методов рентгеновской микротомографии для определения пористости в керне скважин [Электронный ресурс] // *Нефтегазовая геология. Теория и практика*. – 2012. – Т. 7, № 3. URL: https://ngtp.ru/rub/2/35_2012.pdf (дата обращения: 15.02.2015).
 20. Брандон Д., Каплан У. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. – М.: Техносфера, 2004. – 384 с.
 21. Van Geet M., Swennen R., David P. Quantitative coal characterisation by means of microfocus X-ray computer tomography, colour image analysis and back scatter scanning electron microscopy // *International Journal of Coal Geology*. – 2001. – Vol. 46, iss. 1. – P. 11–25. DOI: 10.1016/S0166-5162(01)00006-4
 22. Otsu, N. A threshold selection method from gray-level histograms // *IEEE Trans. Syst. Man. Cybern.* 1979, 9, 62–66.

23. Yasa, E.; Kruth, J.P. Microstructural investigation of Selective Laser Melting 316L stainless steel parts exposed to laser re-melting // *Proced. Eng.* 2011, 19, 389–395.
24. Gustmann, T.; Neves, A.; Kühn, U.; Gargarella, P.; Kiminami, C.S.; Bolfarini, C.; Eckert, J.; Pauly, S. Influence of processing parameters on the fabrication of a Cu-Al-Ni-Mn shape-memory alloy by selective laser melting // *Addit. Manuf.* 2016, 11, 23–31.
25. Marya, M.; Singh, V.; Marya, S.; Hascoet, J.Y. Microstructural Development and Technical Challenges in Laser Additive Manufacturing: Case Study with a 316L Industrial Part // *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.* 2015, 46, 1654–1665.
26. Liu, Z.H.; Zhang, D.Q.; Sing, S.L.; Chua, C.K.; Loh, L.E. Interfacial characterization of SLM parts in multi-material processing: Metallurgical diffusion between 316L stainless steel and C18400 copper alloy // *Mater. Charact.* 2014, 94, 116–125.
27. Dadbakhsh, S.; Hao, S. Effect of Al alloys on selective laser melting behaviour and microstructure of in situ formed particle reinforced composites // *J. Alloy. Compd.* 2012, 541, 328–334.
28. Sames, W.J.; List, F.A.; Pannala, S.; Dehoff, R.R.; Babu, S.S. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing // *Int. Mater. Rev.* 2016, 6608, 1–46.
29. Frazier, W.E. Direct digital manufacturing of metallic components: Vision and roadmap // In *Proceedings of the 21st Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium, Austin, TX, USA, 9–11 August 2010*; pp. 717–732.
30. King, W.E.; Barth, H.D.; Castillo, V.M.; Gallegos, G.F.; Gibbs, J.W.; Hahn, D.E.; Kamath, C.; Rubenchik, A.M. Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing // *J. Mater. Process. Technol.* 2014, 214, 2915–2925.
31. Körner, C.; Bauereiß, A.; Attar, E. Fundamental consolidation mechanisms during selective beam melting of powders // *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.* 2013, 21, 1–18.
32. Zhong, Y.; Liu, L.; Wikman, S.; Cui, D.; Shen, Z. Intragranular cellular segregation network structure strengthening 316L stainless steel prepared by selective laser melting // *J. Nucl. Mater.* 2016, 470, 170–178.

REFERENCES

1. Popovich A.A., Sufiyarov V.Sh., Borisov E.V., Polozov I.A., Masailo D.V., Grigoriev A.V. 2016, “Anisotropy of mechanical properties of products manufactured by selective laser melting of powder materials”, *News of universities. Powder metallurgy and functional coatings*. - Issue 3. - pp. 4-11.
2. Simonelli M., Tse Yu.Yu., Tuk S. 2014, “Influence of assembly orientation on mechanical properties and failure modes of SLM Ti-6Al-4V”, *Mater. of sciences. English A.*, vol. 616. pp. 1-11.
3. Vronken B., Thijs L., Krut J.P., Van Hambeck J. 2014, “Microstructure and mechanical properties of a new metal composite of β -titanium by selective laser melting”, *Acta Mater*/ vol. 68, pp. 150-158.
4. Fraser W.E., 2014, “Production of metal additives: a review”, *J. Mater. Eng. Performance*. Volume 23. No. 6. pp. 1917-1928.

5. Wu M.V., Lai P.H., Chen J.K. 2016, "Anisotropy of the toughness of Ti-6Al-4V alloy melted by a selective laser", *Mater. of sciences. English: A.* vol. 650. pp. 295-299.
6. Chukanov A.N. Anisotropy of deformation in layered laser synthesis of elements // «*Promising technologies and materials. Mater. All-Russian. SPC with international studies*», (Sevastopol, 14-16.10.2020), Scientific publishing house - Sevastopol, SevSU. 222s., pp. 169 -174.
7. Chukanov A.N. 2020, "Influence of orientation of products of additive technologies on their deformation anisotropy", *Scientific readings named after chl.-corr. RAS I.A. Odina "Mechanical properties of modern structural materials"*. - Moscow. September 17-18, 2020/ Sat. mater. – M: IMET RAS, 194 p. 79-80. (<http://odin.imetran.ru/>)
8. Chukanov A.N. 2020, "Anisotropy of physico-mechanical properties in layered grain synthesis», *ISTC "Modern problems and directions of development of metallurgy and heat treatment of metals and alloys"*, dedicated. 150 years old. since the day of birth. Academician A.A. Baykova: Collection of scientific papers. articles (09/18/2020)/ South-West State University. Kursk: South Ural State University, - 271 p. - pp. 244-247.
9. Chukanov A.N., Tereshin V.A., Tsoi E.V. 2021, "Sequence of actions obtained by selective laser synthesis. 2. Publishing of cellular structures», *XIII ISTC "Modern automated systems and technologies (SAMIT-2021)"*, (11.20.2021), Sat. stat., Kursk: Ugo-zap. State University, pp. 338-340.
10. Chukanov A.N., Tereshin V.A., Tsoi E.V., "Svyaz end obtained by selective laser synthesis. 1. Complex ed.", *XIII ISTC "Modern Information Technologies (SAMIT-2021)"*, (11.20.2021), Sat. stat., Kursk: Ugo-zap. State University, 2021. pp. 341-346.
11. Matheron J. 1978, "Random sets and integral geometry", *Moscow: Mir*, 320 p.
12. Santalo L, 1983, "Integral geometry and geometric probabilities", *M.: Nauka*, 360 p.
13. Ambartsumyan R.V., Mekke Y., Shtoyan D. 1989, "Introduction to stochastic geometry", *Moscow: Nauka*, 400 p.
14. Sergeev N.N., Tereshin V.A., Chukanov A.N., Kolmakov A.G., Yakovenko A.A., Sergeev A.N., Leontiev I.M., Honelidze D.M., Gvozdev A.E. 2018, "Formation of plastic zones near a spherical cavity in hardened low-carbon steels under stress corrosion by hydrogen", *Inorganic materials: applied research.* vol. 9. No. 4. pp. 663-669.
15. Chukanov A.N., Tereshin V.A., Tsoi E.V. 2021, "Mathematical modeling of stress fields in stress-corrosion defects", *Modern materials, technique and technologies.* -vol.6 (39) -. pp. 65-70.
16. Hounsfield G.N. 1973, "Computerized scanning of the transverse axis (tomography). Part 1: Description of the system", *British Journal of Radiology.* - no. 46.– pp. 1016-1022. DOI: 10.1259/0007-1285-46-552-1016
17. Ketcham R.A., Carlson W.D. 2001, "Obtaining, optimization and interpretation of X-ray computed tomographic images: applications to Earth sciences", *Computers and Earth Sciences – Special issue dedicated to three-dimensional reconstruction, modeling and visualization of geological materials.* - vol. 27, iss. 4.– pp. 381-400. DOI: 10.1016/S0098-3004(00)00116-3
18. Van Git M., Svennen R., Vevers M. 2000, "Quantitative analysis of reservoir rocks by microfocus X-ray computed tomography", *Sedimentary geology.* — no. 132. – Pp. 25-36. DOI: 10.1016/S0037-0738(99)00127-X

19. Eremenko N.M., Muravyeva Yu.A. 2012, "Application of X-ray micromography methods for determining porosity in the core of wells", *Oil and Gas Geology. Theory and Practice*. - vol. 7, no. 3. – URL: http://www.ngtp.ru/rub/2/35_2012.pdf (date of publication: 02/15/2015).
20. Brandon D., Kaplan U. 2004, "Microstructure of materials. Methods of research and control", *M.: Technosphere*. – 384 p.
21. Van Git M., Svennen R., David P. 2001, "Quantitative characterization of coal using microfocus X-ray computed tomography, color image analysis and backscattering scanning electron microscopy", *International Journal of Coal Geology*. – vol. 46, issue 1. – pp. 11-25. DOI: 10.1016/S0166-5162(01)00006-4
22. Otsu, N. 1979, "A threshold selection method from gray-level histograms", *IEEE Trans. Syst. Man. Cybern.*, vol.9, pp. 62–66.
23. Yasa, E.; Kruth, J.P. 2011, "Microstructural investigation of Selective Laser Melting 316L stainless steel parts exposed to laser re-melting", *Proced. Eng.* vol. 19, pp. 389–395.
24. Gustmann, T.; Neves, A.; Kühn, U.; Gargarella, P.; Kiminami, C.S.; Bolfarini, C.; Eckert, J.; Pauly, S. 2016, "Influence of processing parameters on the fabrication of a Cu-Al-Ni-Mn shape-memory alloy by selective laser melting", *Addit. Manuf.* - vol. 11, pp. 23–31.
25. Marya, M.; Singh, V.; Marya, S.; Hascoet, J.Y. 2015, "Microstructural Development and Technical Challenges in Laser Additive Manufacturing: Case Study with a 316L Industrial Part. Metall", *Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.* vol. 46, pp. 1654–1665.
26. Liu, Z.H.; Zhang, D.Q.; Sing, S.L.; Chua, C.K.; Loh, L.E. 2014, "Interfacial characterization of SLM parts in multi-material processing: Metallurgical diffusion between 316L stainless steel and C18400 copper alloy", *Mater. Charact.* - vol. 94, pp. 116–125.
27. Dadbakhsh, S.; Hao, S. 2012, "Effect of Al alloys on selective laser melting behaviour and microstructure of in situ formed particle reinforced composites", *J. Alloy. Compd.* vol. no 541, pp. 328–334.
28. Sames, W.J.; List, F.A.; Pannala, S.; Dehoff, R.R.; Babu, S.S. 2016, "The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing", *Int. Mater. Rev.* vol. 6608, pp. 1–46.
29. Frazier, W.E. 2010, "Direct digital manufacturing of metallic components: Vision and roadmap", *In Proceedings of the 21-st Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium*, Austin, TX, USA, 9–11 August pp. 717–732.
30. King, W.E.; Barth, H.D.; Castillo, V.M.; Gallegos, G.F.; Gibbs, J.W.; Hahn, D.E.; Kamath, C.; Rubenchik, A.M. 2014, "Observation of keyhole-mode laser melting in laser powder-bed fusion additive manufacturing", *J. Mater. Process. Technol.* 214, 2915–2925.
31. Körner, C.; Bauereiß, A.; Attar, E. 2013, "Fundamental consolidation mechanisms during selective beam melting of powders", *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.*, vol. 21, pp. 1–18.
32. Zhong, Y.; Liu, L.; Wikman, S.; Cui, D.; Shen, Z. 2016, "Intragranular cellular segregation network structure strengthening 316L stainless steel prepared by selective laser melting", *J. Nucl. Mater.* vol. 470, pp. 170–178.

Получено: 18.10.2023

Принято в печать: 21.12.2023