

УДК 549.08

## АВТОМАТИЗАЦИЯ ПЕТРОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА КЛИНКЕРА

В.В.Гайдуков, Ю.Р.Яковлев, В.М.Алиевский, Р.М.Кадушников  
ООО «СИАМС»

620062, Екатеринбург, Мира 19/5 – 218  
*Vladimir@siams.com*

Поступила в редакцию 1 июня 2005 г.

В статье описывается комплекс анализа изображений, предназначенный для автоматизации микроскопических исследований клинкера. Комплекс автоматизирует задачи определения фазового и гранулометрического состава клинкера. Приведены результаты вычислительного эксперимента, показывающие сходимость данных, полученных с помощью разработанного комплекса и традиционными методами петрографического анализа.

### Введение

В последние годы, в связи с возрастающими требованиями к качеству производимого цемента, отмечается повышение интереса к методам петрографического анализа клинкера.

Этот интерес связан с повышением технологической значимости результатов петрографического анализа, интерпретация которых дает информацию о режиме спекания клинкера, о составе и помоле сырьевой смеси [1]. Получаемая информация позволяет использовать петрографический анализ на предприятии как метод оперативного контроля качества клинкера и цемента.

Петрографический анализ основан на методах оптической микроскопии в отраженном и проходящем свете. При этом возможно определение кристаллооптических свойств минералов клинкера. Но, для задач оперативного контроля качества, полное исследование этих свойств является избыточным. На практике чаще всего ограничиваются анализом следующих основных параметров микроструктуры [2] в отраженном свете:

- Вещественный состав клинкера: объемная доля альта, белита, промежуточной фазы, состав промежуточной фазы;
- Размер зерна альта и белита;
- Форма зерен альта и белита;
- Равномерность распределения альта и белита по шлифу;
- Наличие свободной окиси кальция;

Традиционные методы петрографического анализа обладают рядом недостатков:

- Трудоемкость и низкая скорость анализа;
- Высокие требования к квалификации персонала;

**Гайдуков В.В. - сотрудник ООО «СИАМС».**  
Область научных интересов: анализ изображений  
Автор 7 работ.

**Яковлев Ю.Р. - технический директор**  
директор ООО «СИАМС», кандидат технических наук.  
Область научных интересов: информатика, молекулярная физика  
Автор 65 работ.

**Алиевский В.М. - сотрудник ООО «СИАМС».**  
Область научных интересов: прикладная математика.  
Автор 42 работ.

**Кадушников Р.М. - директор ООО «СИАМС»**, кандидат технических наук.  
Область научных интересов: компьютерное моделирование в материаловедении  
Автор 100 работ.

- Субъективность анализа;
- Низкая эргономичность, большая нагрузка на зрение;

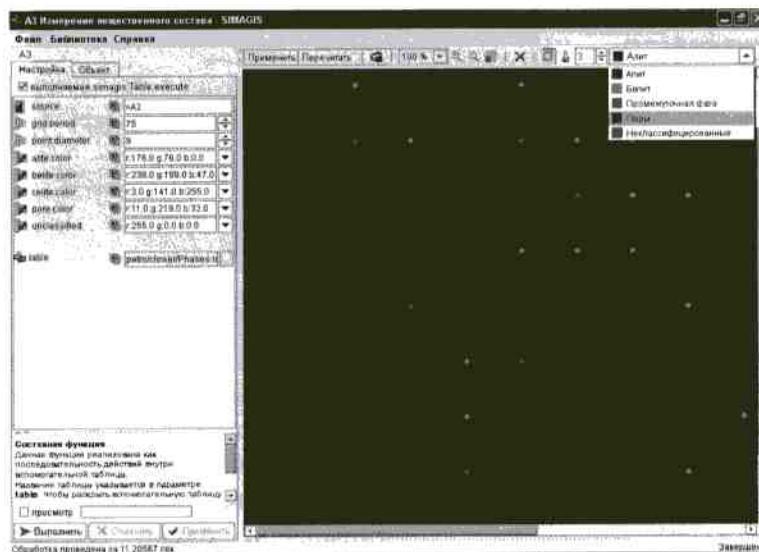
В условиях современных требований к оперативности работы петрографической лаборатории и точности получаемых данных, приобретает актуальность задача автоматизации и объективизации количественного петрографического анализа и устранения перечисленных недостатков.

Автоматизированное решение для микроскопического анализа на современном предприятии может быть реализовано в виде компьютерного комплекса анализа изображений. В настоящее время существует множество отечественных и зарубежных систем анализа изображений, но исследование заявленных возможностей этих систем, проведенное авторами, показало отсутствие комплексных решений для задач автоматизации петрографических исследований клинкера. В предлагаемой статье рассматривается решение этих задач на основе анализатора фраг-

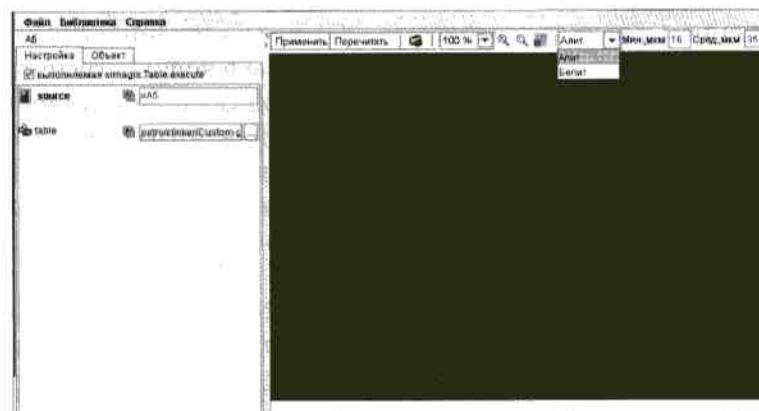
ментов микроструктуры твердых тел SIAMS700, на базе которого разработан специализированный программно-аппаратный комплекс "Клинкер С7". Аппаратная часть комплекса в статье не рассматривается, так как авторы полагают, что проблема оснащения материаловедческой лаборатории оборудованием для микроскопических наблюдений и оцифровки изображений в настоящее время решена [4], [5].

В настоящее время "Клинкер С7" автоматизирует определение вещественного и гранулометрического состава клинкера по изображениям шлифа, полученным в отраженном свете. Комплекс обладает следующими возможностями:

- Проведение анализа в полуавтоматическом варианте: при помощи компьютеризированных традиционных методов количественного микроскопического анализа – метода подсчета точек для определения вещественного состава и метода секущих для определение гранулометрического состава, см.рис. 1 а, б;



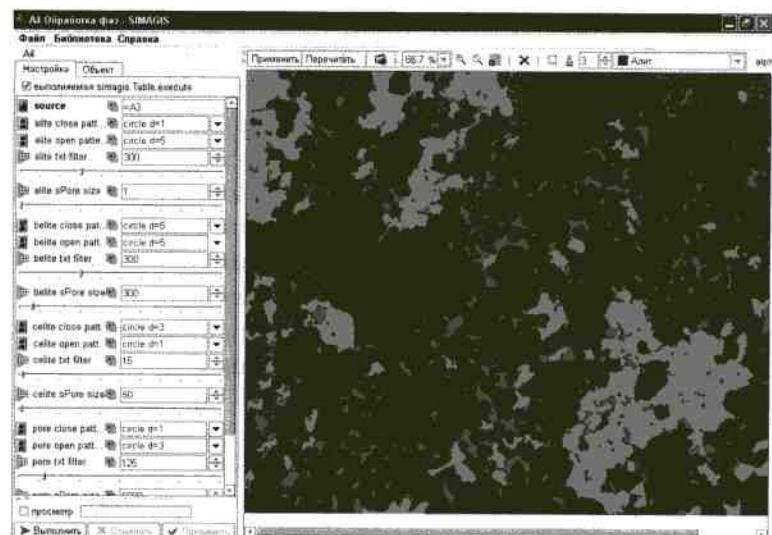
**Рис.1, а.** Определение вещественного состава методом подсчета точек



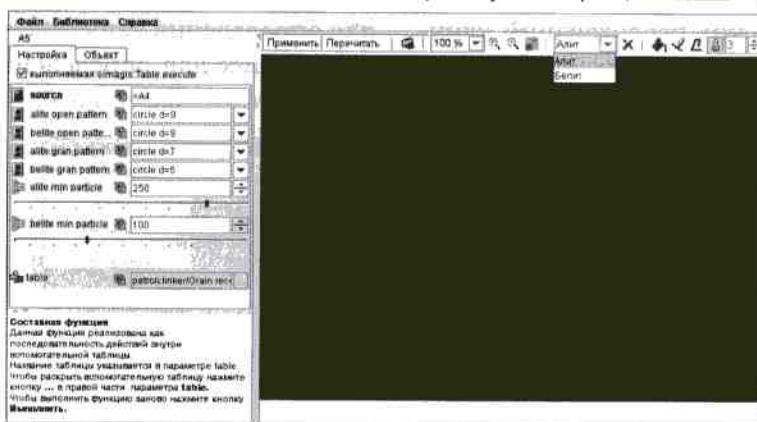
**Рис.1, б.** Определение гранулометрического состава методом секущих

- Проведение анализа в автоматическом варианте: автоматическое определение содержа-

ния алита, белита, промежуточной фазы и пор, см.рис. 2 а, б;



**Рис.2, а.** Автоматическое определение вещественного состава:  
Алит; Белит; Промежуточная фаза; Поры



**Рис.2, б.** Автоматическое выделение зерен

- Автоматическое измерение гранулометрического состава алита и белита;
- Замена оптических наблюдений просмотром видеоизображения поверхности шлифа в режиме реального времени и ввод в компьютер цифровых изображений;
- Сохранение результатов анализа в исследовательской базе данных SIAMS DC. На основе базы данных, с привлечением результатов анализа других лабораторий, может быть построена информационная система, позволяющая формировать и исследовать зависимости между комплексом физико-химических и структурных характеристик клинкера и параметрами технологического процесса производства клинкера, а также характеристиками качества конечного продукта, то есть цемента;
- Создание электронных петрографических атласов и галерей изображений.

#### Определение вещественного состава клинкера

В случае определения состава клинкера объ-

ектами для измерения являются структурные составляющие клинкера – аллит, белит, промежуточная фаза и поры. В процессе анализа необходимо определить объемные доли этих составляющих (далее – фаз). В соответствии с принципом Кавальери – Акера – Глаголева [6] объемная доля фазы равна доле площади, занимаемой этой фазой на изображении.

Одним из традиционных методов определения доли фазы в количественной микроскопии является использование окулярной вставки в виде сетки. При просмотре шлифа под микроскопом оператор подсчитывает количество узлов сетки, попавших на ту или иную фазу. Отношение количества узлов, принадлежащих фазе, к общему количеству узлов дает долю данной фазы. При условии безошибочности оператора, абсолютная погрешность измерения зависит только от количества узлов сетки и определяется как  $\varepsilon = \pm t \sqrt{\frac{f(1-f)}{N}}$ , [8], где  $\varepsilon$  – абсолютная погрешность;  $f$  – доля фазы, определенная экспериментально;  $N$  – общее количество точек, использованных при измерении;  $t$  –

множитель Стюдента для заданного уровня доверительной вероятности. Практически, погрешность зависит от следующего комплекса факторов:

- Дефекты пробоподготовки – царапины, микрорельеф, неровность поверхности;
- Загрязненность поверхности шлифа (рис. 3, а);
- Эффекты травления – недотравленность (недостаточная проявленность структуры), зональность (рис. 3, б);
- Качество оптики - неоднородность освещенности поля зрения (рис. 3в). нерезкость.

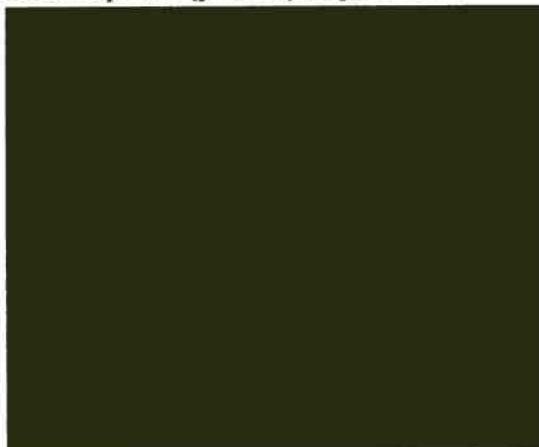


Рис.3, а. Загрязненная поверхность



Рис.3, б. Неравномерная протравленность альта

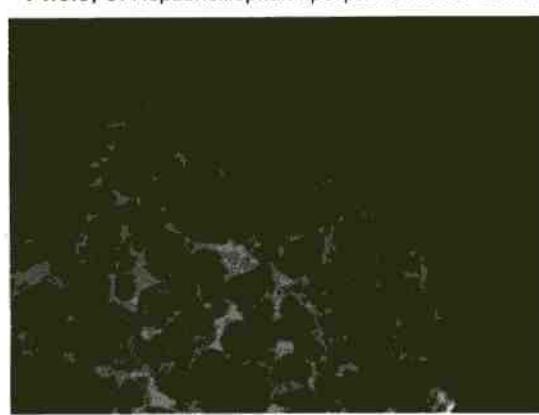


Рис.3, в. "Купол" освещенности

Если анализировать точечным методом изображение, т. е. цифровое представление поля зрения,

то естественно располагать узлы сетки в пикселях изображения. При этом на точность метода накладывается дополнительное ограничение, связанное с конечным числом пикселов изображения. Если узлы сетки расположить в каждом пикселе, то мы перейдем к планиметрическому методу. Автоматический метод определения вещественного состава, реализованный в "Клинкер С7" – это планиметрический метод, или, что то же самое, метод подсчета точек, когда узлы сетки располагаются в каждом пикселе изображения. Каждый пиксель изображения, на основании запрограммированных правил относится к той или иной фазе. Таким образом, погрешность автоматического метода анализа доли фазы зависит от тех же факторов, что и традиционный метод количественного микроскопического анализа.

Результаты автоматического метода анализа являются более чувствительными к влиянию искажающих факторов, чем метод подсчета точек (это естественно, человек – гораздо лучший анализатор, чем компьютер). Поэтому, для получения корректных количественных данных необходимо соблюдение следующих условий:

- Хорошее качество пробоподготовки: отсутствие "завалов резкости", постоянство визуальных характеристик микрорельефа в пределах образца. Для этого необходимо использовать автоматические шлифовально-полировальные станки;
- Подбор реагентов и режимов травления, так, чтобы составляющие клинкера были однозначно разделимы по цвету или по интенсивности;
- Отсутствие оптических aberrаций – качественная оптика;

Опыт решения задач фазового анализа, накопленный нашим предприятием, позволяет утверждать, что при условии выполнения приведенных рекомендаций результаты ручного и автоматического методов сходятся. Для портландцементного клинкера был проведен статистический эксперимент, в котором проверялась гипотеза об однородности 2-х выборок. Выборки представляют собой результаты определения доли альта по 30 полям зрения при увеличении  $\times 100$  методом подсчета точек и автоматическим методом. Количество узлов сетки составляло  $N=108$ .

В таблице приводятся результаты определения доли альта методом подсчета точек и автоматическим методом.

Проведем сравнение выборок  $X_a$ ,  $X_p$  на однородность. Не предполагая нормальности распределения указанных величин используем критерий Вилкоксона [8].

$u = \frac{\bar{R} - M(\bar{R})}{\sigma(\bar{R})}$ , где  $\bar{R}$  - средний ранг объединенной выборки;  $M(\bar{R}) = \frac{n_1 + n_2 + 1}{2}$  - мат. ожидание среднего ранга;  $\sigma(\bar{R}) = \sqrt{\frac{(n^2 - 1) \cdot n - \sum T_i \cdot n^2}{12 \cdot n_1 \cdot n}} \cdot \frac{n^2}{n-1}$  - СКО среднего ранга;  $T = (t-1) \cdot t \cdot (t, 1)$ ,  $t$  - число связанных рангов.

При  $n_1$  и  $n_2 > 25$  критерий  $u$  приближенно подчиняется нормированному нормальному распределению  $\Phi(z)$ . Вычисленное значение критерия составило  $u_a = -1,04977$ ,  $u_p = -0,1789$

С использованием рангового критерия парных сопоставлений вычисленная величина критерия  $u = 0,874154$ . Для объема выборки  $> 25$  ранговый критерий парных сопоставлений также подчиняется нормированномуциальному

распределению. Для уровня значимости  $\alpha=0.05$  значение  $z_{\alpha/2} = 1.96$ , вычисленные значения критериев получились гораздо меньше. По результатам статистической проверки вероятность отбросить предположение об однородности выборок составляет 5%. Практически можно считать, что выборки однородны и средние значения доли фазы, найденные автоматическим и точечным методами, являются оценками одной и той же генеральной средней. Таким образом, автоматический метод анализа дает те же количественные данные, что и традиционный метод. При этом, автоматический метод отличается объективностью измерения, воспроизводимостью результатов и более низкими требованиями к квалификации персонала.

Таблица Результаты определения содержания алита автоматическим методом и методом подсчета точек

Автоматические измерения, X <sub>a</sub>	Измерения методом подсчета точек, X <sub>p</sub>	Автоматические измерения, X <sub>a</sub>	Измерения методом подсчета точек, X <sub>p</sub>	Автоматические измерения, X <sub>a</sub>	Измерения методом подсчета точек, X <sub>p</sub>
0,478429	0,485839	0,564191	0,548293	0,612001	0,606391
0,433413	0,435004	0,582147	0,548293	0,577474	0,576616
0,457613	0,488744	0,446991	0,442266	0,553592	0,559913
0,555551	0,564996	0,55096	0,546115	0,567234	0,592593
0,517042	0,541757	0,563879	0,530138	0,53795	0,5374
0,551242	0,555556	0,565786	0,578794	0,576779	0,592593
0,579685	0,576616	0,545471	0,562818	0,613274	0,578794
0,590221	0,631808	0,522572	0,522876	0,570095	0,576616
0,633354	0,666667	0,587625	0,590414	0,568923	0,553377
0,559397	0,569354	0,56355	0,578794	0,599563	0,604212

### Определение гранулометрического состава клинкера

Для определения размеров зерен алита и белита по изображению, необходимо выбрать размерную характеристику, максимально информативно оценивающую величину зерна. Анализ ли-

тературы по петрографии и петрографическому контролю клинкера и цемента [1-3], а также методам стереологической реконструкции [6]. [7] показал отсутствие методов математически строгого описания трехмерных зерен сложной, несферической формы по их плоским случайным сече-

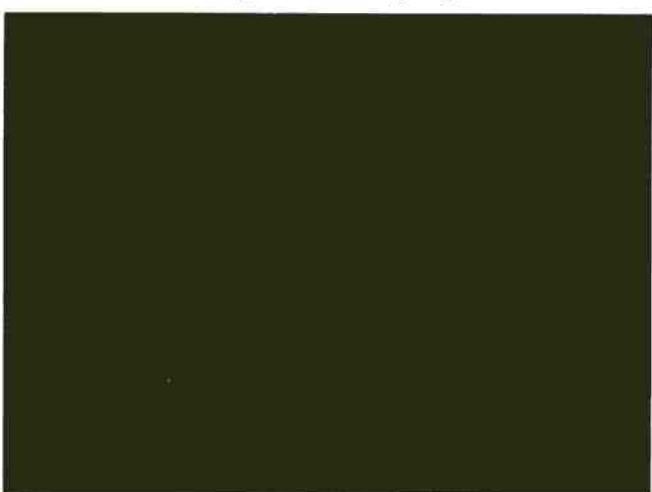


Рис.4, а. Спеченная масса зерен алита и белита

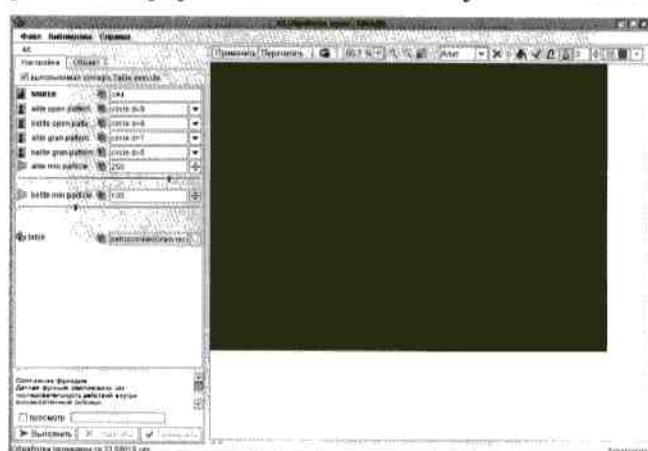


Рис.4, б. Результат автоматического разделения зерен алита

ниям. То есть, характеристики размеров зерен, используемые в практике петрографического анализа, не учитывают реальной трехмерной формы зерен, следовательно, формируют искаженное представление об их реальных размерах. В частности, в качестве характеристики размера зерна используется максимальная сторона описанного вокруг зерна прямоугольника [3]. С другой стороны, исследователями накоплен значительный эмпирический опыт, позволяющий связать размер сечений зерен альта и белита, определяемых по шлифу, с показателями качества цемента. Учитывая приведенные соображения, авторами, при разработке решения по анализу размера зерна альта и белита, в качестве размера зерна, был выбран средний диаметр Фере [9], определяемый как среднее из 128 сечений зерна в разных направлениях.

Определение величины зерна затруднено тем, что микроструктура клинкера часто представляет собой спеченную массу зерен альта и белита, рис. 4а. Решение, предлагаемое авторами, заключается в выборочном анализе участков изображения, где зерна могут быть разделены на отдельные объекты автоматически. Участок изображения, в пределах которого происходит выделение и измерение зерна определяется пользователем. Метод разделения спеченных зерен, реализованный в рамках решения этой задачи, базируется на алгоритме гранулометрической реконструкции [10]. На рис 4б. приведен пример разделения зерен альта и белита в автоматическом режиме. Как видно из приведенной иллюстрации, особенностью работы данной процедуры является небольшое искажение (сглаживание) формы зерен. Влияние этого искажения на определяемую величину зерна пренебрежимо мало, однако может иметь существенное значение для определения формы зерен.

### **Заключение**

Автоматизация задач петрографической лаборатории предполагает с одной стороны минимальное участие пользователя в процессе контроля, с другой же должна гарантировать досто-

верность результатов, полученных в процессе анализа. Другими словами "интеллект" анализатора изображений должен обеспечивать устойчивость результатов анализа к изменениям условий съемки изображений и пробоподготовки, а также позволять пользователю в конце анализа принять окончательное решение (то есть обеспечивать возможность ручной коррекции результатов). В процессе построения системы автоматического анализа микроструктуры клинкера было установлено, что некоторые аспекты задачи требуют дополнительного исследования и разработки более эффективных подходов и алгоритмов. Например:

- необходимо обеспечить большую устойчивость алгоритма определения вещественного состава при отсутствии качественной пробоподготовки;
- необходим алгоритм разделения зерен альта и белита, не искажающий форму зерен;

Вместе с тем, использование автоматизированной системы анализа изображений позволяет решать задачи контроля клинкера на новом уровне. Как было показано, с точки зрения количественного анализа микроструктуры, использование автоматизированного решения позволяет получить те же количественные результаты, что и традиционным методом, но с большей эффективностью. Преимуществами автоматизированной системы являются:

- Повышение скорости и объективности контроля;
- Автоматическое построение отчетов по результатам измерений, расчет статистики;
- Повышение эргономичности, в сравнении с традиционным наблюдением микроструктуры под микроскопом;
- Накапливание результатов в структурированной форме в базе данных. Впоследствии возможно интегрирование данных, хранящихся в базе, в единую информационную систему подразделения управления качеством;
- Возможность создания атласов и галерей аттестованных изображений, которые могут использоваться для обучения новых сотрудников лаборатории.

### **ЛИТЕРАТУРА**

1. Контроль цементного производства. Т. 1. Под ред. А.Ф. Семеняева. Ленинград, Изд-во литературы по строительству, 1972. 280 с.
2. Ларионова З.М., Виноградов Б.Н. Петрография цементов и бетонов. М.: Стройиздат, 1974. 347 с. ил.
3. Коновалов П.Ф., Волконский Б.В., Хашковская А.П. Атлас микроструктур цементных клинкеров, оgneупо-  
ров и шлаков. М.: Стройиздат 1962. 204 с.
4. Яковлев Ю.Р. Компьютерные системы анализа изображений в металлографических лабораториях: проблематика эффективности. Цифровая микроскопия: Материалы школы – семинара. Екатеринбург: УГТУ-УПИ 2001. с. 3.
5. Егорова О.В., Егоров М.Ю. Современные металло-

графические микроскопы и методы исследования материалов // Цифровая микроскопия: Материалы школы – семинара. Екатеринбург: УГТУ-УПИ 2001, с.23.  
6. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. М.: Металлургия, 1970, 376 с. ил.  
7. Чернявский К.С. Стереология в материаловедении. М.: Металлургия 1977, 280 с. ил.  
8. Гмурман В.Е. Теория вероятностей и математическая статистика. Учебное пособие для вузов. М.:

Высшая школа, 2001. – 479 с. ил.  
9. SIAMS Photolab Руководство пользователя./Екатеринбург Изд-во УМЦ-УПИ, 235 с.  
10. Кадушников Р.М., Каменин И.Г., Алиевский В.М., Черных С.Е., Сомина С.В., Негашев В.С., Петров М.С. Метод морфологического восстановления сетки границ зерен. // Цифровая микроскопия: Материалы школы – семинара. Екатеринбург: УГТУ-УПИ 2001. с.32.

\* \* \* \*

---

**AUTOMATION OF CLINKER PETROGRAPHIC ANALYSIS**

*V.V.Gaidukov, Y.R.Yakovlev, V.M.Alievskiy, R.M.Kadushnikov*

*Abstract. The article describes the image analysis complex, designed by authors to automate clinker microscopic research. The complex automates the tasks of determining clinker phase and granulometric content. Provided are the results of computational experiment that demonstrate convergence of data obtained using the designed complex with data obtained using traditional petrographic methods.*

---