

# ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗ МИКРОФОТОГРАФИЙ ОБРАЗЦОВ БАЗАЛЬТОПЛАСТИКА В ИСХОДНОМ СОСТОЯНИИ И ПОСЛЕ КЛИМАТИЧЕСКОГО СТАРЕНИЯ

А.Н. Блазнов<sup>1</sup>, А.С. Кротов, В.Б. Маркин<sup>2</sup>, В.В. Фирсов<sup>1</sup>, М.Е. Журковский<sup>1</sup>,  
Н.В. Бычин<sup>1</sup>, З.Г. Сакошев<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем химико-энергетических технологий Сибирского отделения Российской академии наук, г. Бийск

<sup>2</sup>Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова», г. Барнаул

<sup>3</sup>Бийский технологический институт (филиал) АлтГТУ им. И.И. Ползунова, г. Бийск

Предложен метод анализа влияния изменения свойств образцов базальтопластика в исходном состоянии и после выдержки в климатической камере при температуре 60 °С и влажности 100 % в течении 1 месяца на основе сравнения микрофотографий поверхности образцов. Сущность метода заключается в цифровой обработке микрофотографий поверхности с помощью комплекса программ Anaconda3, и преобразовании в гистограмму распределения градаций серого. Обработаны микрофотографии поверхности образцов в исходном состоянии и после климатического старения при увеличении в 100, 500, 1000, 2000 и 3000 раз. Различия между состояниями экспонирования (исходное, после климата) оценивалось с помощью сравнения кумулятивной функции распределения. Наибольшее различие поверхностей образцов наблюдается при обработке фотографий с увеличением в 500, 1000 и 2000 раз. Выявлено существенное изменение поверхности после первого месяца экспонирования образцов и менее существенное – после второго месяца.

*Ключевые слова:* экспресс-анализ, микрофотографии поверхности, полимерные композиционные материалы, климатическое старение, деструкция, базальтопластик, гистограмма

## ВВЕДЕНИЕ

Актуальность климатических испытаний вызвана увеличением объемов использования полимерных композиционных материалов (ПКМ) в авиастроении, атомной промышленности, космической технике, судостроении, автомобилестроении, строительстве и различных отраслях машиностроения [1]. В условиях эксплуатации происходит старение ПКМ, представляющее собой результат разнообразных физико-химических и структурных превращений на поверхности и в глубине конструктивных элементов. До настоящего времени не удается достоверно прогнозировать изменение механических показателей ПКМ на сроки эксплуатации 30-50 и более лет из-за недостатка знаний о закономерностях старения ПКМ, учитывающих синергизм воздействия наиболее значимых факторов (суточных и сезонных циклов температуры, влажности, солнечной радиации, осадков, ветра) и механических нагрузок [2].

Поскольку прямые экспериментальные исследования на длительный срок (до 30-50 лет) чрезвычайно трудоемки [3] и не могут учесть комбинации воздействия всех факторов [4], а результат прогнозирования долговечности ПКМ необходим уже сегодня, современной мировой практикой является установление зависимостей между деструкцией поверхности и изменением свойств материала [5-10]. Это позволяет неразрушающим способом проводить экспресс-анализ состояния материала и оценивать критическое

изменение его свойств в результате климатического старения.

Экспресс-метод анализа поверхности образцов основан на преобразовании микрофотографий поверхности исходных образцов и после климатического воздействия в цифровой вид – гистограмму, для последующего анализа и установления изменения (деструкции) поверхности образца.

Гистограмма представляет собой диаграмму, где по горизонтальной шкале откладываются градации серого от 0 (черный) до 255 (белый), а по вертикальной – количество точек соответствующей градации в этом изображении. Чем выше столбец, тем больше точек соответствующего оттенка серого содержится в изображении. С точки зрения статистики гистограмма – это множество значений, которое может принимать элемент выборки, разбивается на несколько интервалов ( $\text{bins}=[0..255]$ ). Высота каждого прямоугольника пропорциональна числу элементов выборки, попадающих в соответствующий интервал.

Рассмотрим дискретное изображение в градациях серого  $\{x\}$ , и пусть  $n_i$  будет количеством вхождений уровня серого  $i$ . Вероятность появления пикселя уровня  $i$  в изображении  $p_x(i)$  равна [11]

$$p_x(i) = p(x=i) = \frac{n_i}{n}, 0 \leq i < L, \quad (1)$$

где  $L$  – общее количество уровней серого в изображении ( $L = 256$ ),  $n$  – общее количество пикселей в изображении.

Тогда кумулятивная функция распределения соответствует  $p_x$  как

$$cdf_x(i) = \sum_{j=0}^i p_x(j), \quad (2)$$

которая также является накопленной нормализованной гистограммой изображения.

Продемонстрируем метод обработки микрофотографий на примере однонаправленных базальтопластиков, подвергнутых климатическому старению

**ОСНОВНАЯ ЧАСТЬ**

Материал для исследования: микрофотографии при различном увеличении (x100, x500, x1000, x2000, x3000) поверхности образцов базальтопластика в исходном состоянии (обозначение init – 0) и после экспонирования в климатической камере при температуре 60 °С и влажности 100 % в течении 1 месяца (обозначение climat – 1), таблица 1.

С помощью среды разработки anaconda (<https://www.anaconda.com/>) построены гистограммы распределения градации серого микрофотографий образцов базальтопластика в исходном состоянии и после климатического старения.

Табл. 1. Образцы для исследования

Имя файла	Тип	Состояние	Увеличение
./P1018020.JPG	4	1	100
./P1018021.JPG	4	1	500
./P1018022.JPG	4	1	1000
./P1018023.JPG	4	1	2000
./P1018025.JPG	4	1	3000
./P1018037.JPG	4	0	100
./P1018038.JPG	4	0	500
./P1018039.JPG	4	0	1000
./P1018040.JPG	4	0	2000
./P1018041.JPG	4	0	3000

Примеры гистограмм представлены на рисунках 1-5. В верхней части рисунка исходное изображение, под ним гистограмма распределения оттенков серого (синие столбики) и кумулятивная функция распределения (красная кривая) ([https://en.wikipedia.org/wiki/Cumulative\\_distribution\\_function](https://en.wikipedia.org/wiki/Cumulative_distribution_function)). Размеры изображений 2125x2886 точек.

Также собрана статистика распределения оттенков серого для каждого изображения (Таблицы 2, 3).

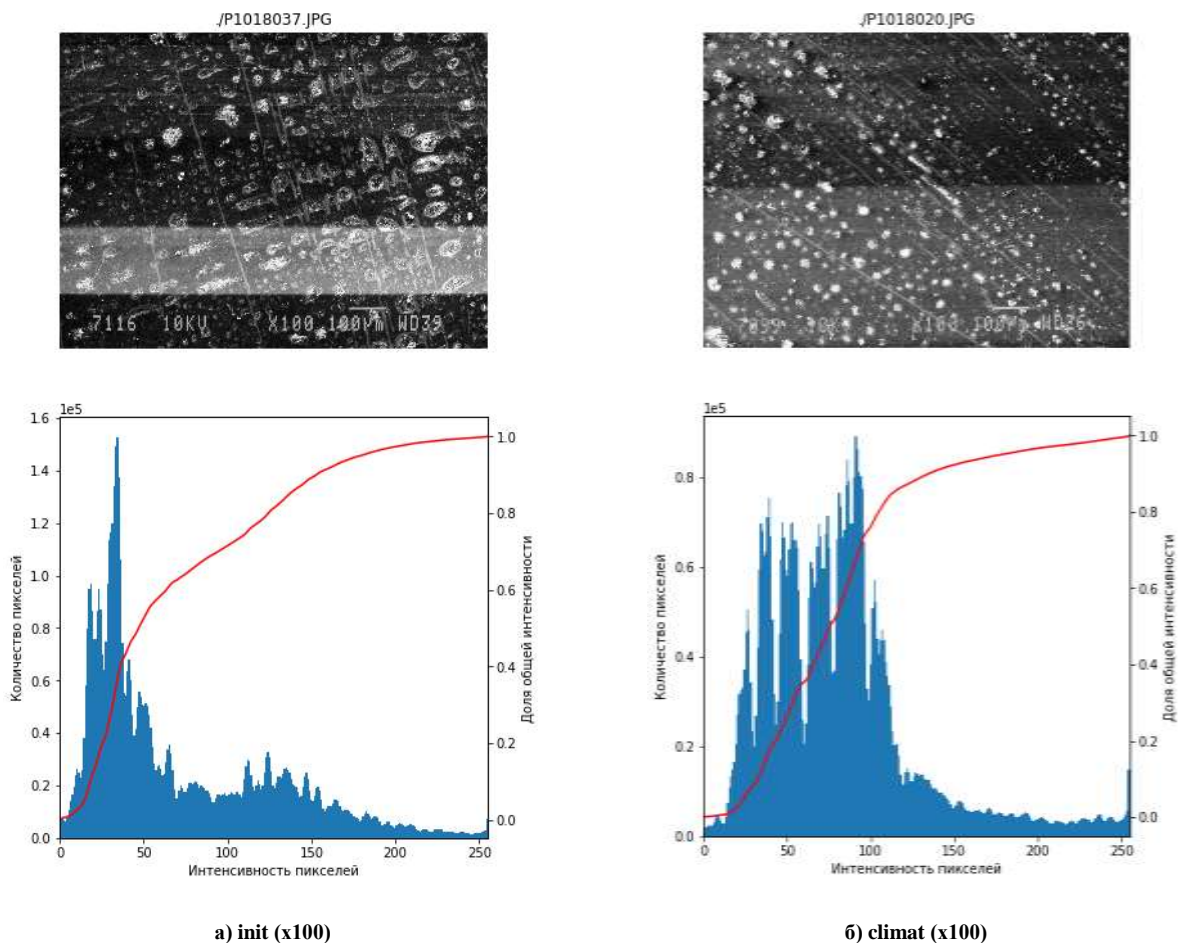


Рис. 1. Образцы базальтопластика при 100-кратном увеличении





Табл. 2. Статистика градации серого изображений

type	stage	score	mean	std	min	25%	50%	75%	max	Mean-50%	75%-25%	Max-min
4	0	100	70.9109	53.6227	0.4810	29.4217	48.2144	112.1321	248.6375	22.6966	82.7104	248.1565
4	0	500	90.3616	47.6685	0.6678	59.2450	84.4197	118.8961	242.8487	5.9420	59.6511	242.1809
4	0	1000	91.6368	53.7742	1.7044	50.9261	80.0450	123.1509	240.5016	11.5918	72.2248	238.7971
4	0	2000	101.1051	46.7157	2.6187	63.4008	102.2781	133.2290	236.2370	-1.1731	69.8282	233.6183
4	0	3000	69.6250	47.2735	0.3601	34.3785	55.1579	97.3371	218.0356	14.4671	62.9585	217.6755
4	1	100	81.4238	43.2755	1.9993	50.3475	77.1670	96.9941	252.7051	4.2569	46.6466	250.7058
4	1	500	69.8592	49.9372	0.4001	36.3283	51.8703	87.0523	243.4977	17.9888	50.7239	243.0976
4	1	1000	69.5854	46.3896	0.0408	37.0934	55.2478	89.5200	228.5772	14.3375	52.4266	228.5364
4	1	2000	61.2564	43.4422	0.6689	30.7100	44.7354	82.1795	214.3608	16.5209	51.4695	213.6919
4	1	3000	60.2249	43.7233	0.4193	20.5818	57.5569	87.8721	192.7073	2.6680	67.2903	192.2880

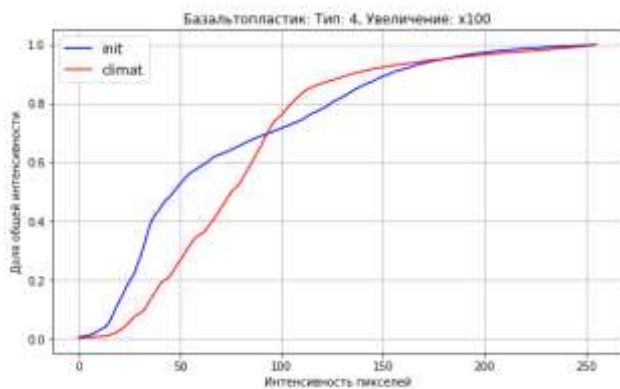
Табл.3. Обозначения колонок таблицы 2

Название	Описание
type	Тип базальтопластика (табл.1)
stage	Стадия экспонирования (табл.1)
score	Увеличение (табл.1)
mean	Среднее значение
std	Стандартное отклонение
min	Минимальное значение
25%	25% квантиль распределения
50%	Медиана
75%	75% квантиль распределения
max	Максимальное значение
Mean-50%	Разность между средним значением и медианой
75%-25%	Разность между квантилями (25% и 75%)
Max-min	Разность между максимальным и минимальным значением

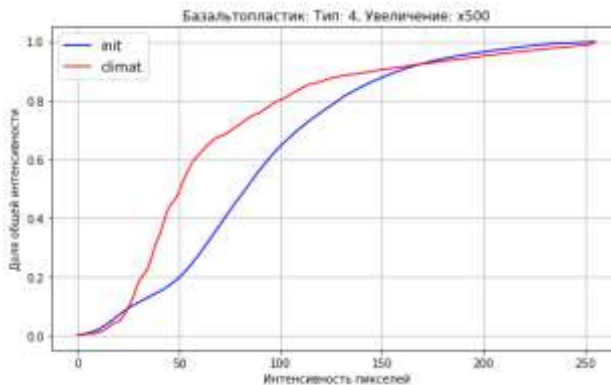
Различия между состояниями экспонирования (исходное, после климатического воздействия) оценивали с помощью сравнения кумулятивной функции распределения (CDF) ([https://en.wikipedia.org/wiki/Cumulative\\_distribution\\_function](https://en.wikipedia.org/wiki/Cumulative_distribution_function)). На рисунке 6 представлены сравнительные графики CDF.

Сравнение графика функции CDF в исходном состоянии и после климатического воздействия (рисунок 6) показало, что наибольшее различие между состояниями наблюдается при увеличении x500, x1000, x2000.

Далее образцы базальтопластика выдерживали в климатической камере при температуре 60 °C и влажности 100 % еще один месяц, после чего снова сделали микрофотографии поверхности образцов при увеличении x500. На рисунке 6б показана динамика изменения кривой функции CDF после двух сроков старения.

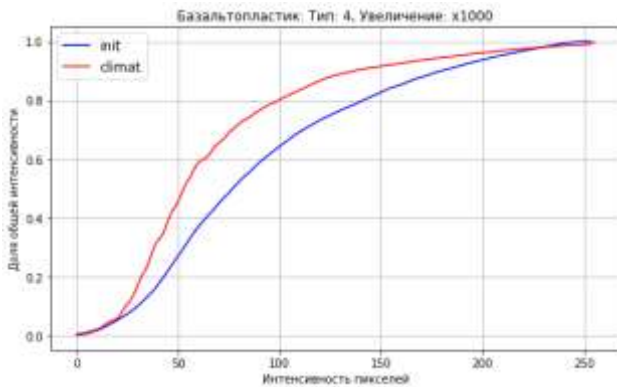


а) увеличение: x100

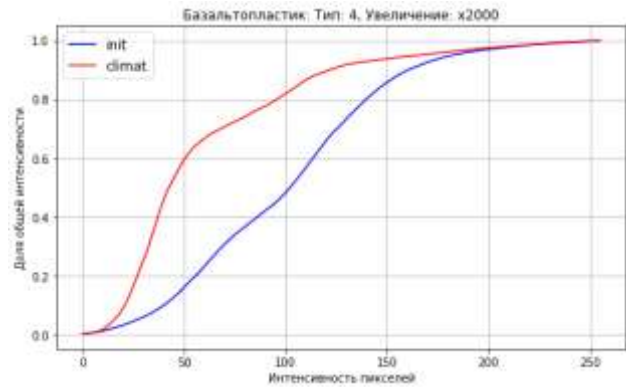


б) увеличение: x500

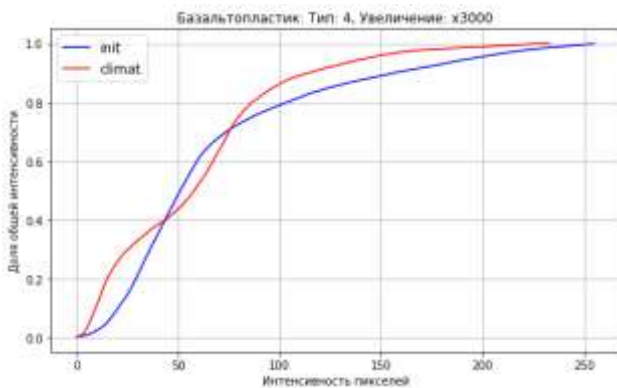




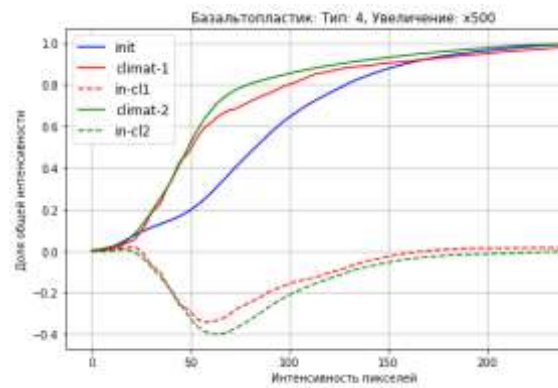
в) увеличение: x1000



г) увеличение: x2000



д) увеличение: x3000



е) сравнение двух сроков старения

**Рис. 6.** Сравнение функции CDF в исходном состоянии и после климатического старения при обработке микрофотографий с разным увеличением (а-д) и после двух сроков старения (е): сплошные кривые – функция CDF, пунктирные кривые – разница функции CDF в исходном состоянии и после климатического старения

Из анализа рисунка 6е можно заключить, что наиболее существенное изменение поверхности образца происходит после первого месяца климатического старения. Изменение состояния поверхности во втором месяце экспонирования по общей интенсивности составляет 10-12 % от изменения поверхности в результате первого месяца старения.

**ЗАКЛЮЧЕНИЕ**

1. С помощью комплекса программ Anaconda3 обработаны микрофотографии образцов базальтопластика трех типов в исходном состоянии и после климатического старения при увеличении 100, 500, 1000, 2000 и 3000.
2. Собрана статистика распределения градаций серого для каждого изображения. Построены гистограммы рассеяния и кумулятивная функция распределения (CDF).
3. Сравнение графиков функции CDF в исходном состоянии и после климатического старения показало, что наибольшее различие между состояниями наблюдается при увеличении x500, x1000, x2000.

4. Критерий сравнения функции CDF подтверждает тенденцию изменения состояния поверхности образца после двух сроков старения, причем наиболее интенсивное изменение поверхности происходит в первый месяц экспонирования.

Работа выполнена при использовании оборудования Бийского регионального центра коллективного пользования СО РАН (ИПХЭТ СО РАН, г. Бийск).

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Администрации Алтайского края в рамках научного проекта «Физико-химические основы создания и исследований полимерных композиционных материалов и разработка технологии изготовления композитных баллонов на их основе» № 18-48-220008-р\_а*

**СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ**

1. Старцев В.О. Климатическая стойкость полимерных композиционных материалов и защитных покрытий в умеренно-теплом климате: автореферат дисс. ... докт. техн. наук. – 05.16.09 / Старцев Валерий Олегович. – М., 2018. – 48 с.

2. Каблов Е.Н. Климатическое старение композиционных материалов авиационного назначения. III. Значимые факторы старения / Е.Н. Каблов, О.В. Старцев, А.С. Кротов, В.Н. Кириллов // Деформация и разрушение материалов. – 2011. – № 1. – С. 34-40.
3. Старцев О.В. Исследование долговечности полимерных композиционных материалов при статических нагрузках / О.В. Старцев, А.Н. Блазнов, М.Г. Петров, Е.В. Атясова // Все материалы. Энциклопедический справочник. – 2019. – № 6. – С. 9-20.
4. Блазнов А.Н. Исследование долговечности композитов под воздействием нагрузки и повышенной влажности / А.Н. Блазнов, Д.Е. Зимин, Е.Э. Анисимов, А.В. Синицин, М.Е. Журковский // Научно-технический вестник Поволжья. – 2018. – № 11. – С. 98-101.
5. Старцев В.О. Влияние климатического воздействия на фрактографию разрушения эпоксидных полимеров / В.О. Старцев, М.П. Лебедев, А.С. Фролов // Пластические массы. – 2018. – № 11-12. – С. 36-41.
6. Старцев В.О. Взаимосвязь деформативности и фрактографических характеристик поверхностей разрушения эпоксидных полимеров / В.О. Старцев, М.П. Лебедев, А.С. Фролов, Т.А. Низина // Доклады Академии Наук. – 2017. – Т. 476. – № 1. – С. 55-58.
7. Старцев В.О. Влияние алифатического разбавителя ЭТАЛ-1 на климатическую стойкость эпоксидных полимеров на основе смолы ЭД-20 / В.О. Старцев, М.В. Молоков, О.В. Старцев, Т.А. Низина, Д.Р. Низин // Все материалы. Энциклопедический справочник. – 2016. – № 12. – С. 26-36.
8. Старцев В.О. Цветовой критерий климатического старения эпоксидного полимера / В.О. Старцев, Т.А. Низина, О.В. Старцев // Пластические массы. – 2015. – № 7-8. – С. 45-47.
9. Панин С.В. Коррозия и старение поверхности конструкционных материалов по данным 3D микроскопии / С.В. Панин, О.В. Старцев, А.С. Кротов, И.М. Медведев, А.С. Фролов // Труды ВИ-АМ. – 2014. – №12. – С.12
10. Старцев О.В. Зависимость температуры поверхности образцов от характеристик климата при экспозиции в природных условиях / О.В. Старцев, И.М. Медведев, А.С. Кротов, С.В. Панин // Коррозия: материалы и защита. – 2013. – №7. – С.43-47.
11. R.C. Gonzalez and R. E. Woods, Digital Image Processing, Third Edition, Pearson Education, Inc. 2008, 976 p.
- Блазнов Алексей Николаевич – д.т.н., доцент, заведующий лабораторией материаловедения минерального сырья, ИПХЭТ СО РАН, тел. (3854)305882, e-mail: blaznov74@mail.ru.*
- Кротов Анатолий Сергеевич – к.ф.-м.н., askrotov@list.ru*
- Маркин Виктор Борисович – д.т.н., профессор, профессор кафедры современных специальных материалов АлтГТУ, тел. (3852)290896, e-mail: mvb1942@mail.ru*
- Фирсов Вячеслав Викторович – ведущий инженер лаборатории материаловедения минерального сырья, ИПХЭТ СО РАН, тел. (3854)305906, e-mail: labmineral@mail.ru*
- Журковский Максим Евгеньевич – аспирант, младший научный сотрудник лаборатории материаловедения минерального сырья, ИПХЭТ СО РАН, тел. (3854)305906, e-mail: makhimik@mail.ru*
- Бычин Николай Валерьевич - старший научный сотрудник лаборатории материаловедения минерального сырья, ИПХЭТ СО РАН, тел. (3854)305906, e-mail: labmineral@mail.ru*
- Сакошев Захар Германович – студент гр. АПХП-41 БТИ АлтГТУ, тел. (3854)305906, e-mail: fak1\_00@mail.ru*

# QUICK ANALYSIS OF MICROGRAPHS OF BASALT PLASTIC SPECIMENS BEFORE AND AFTER WEATHERING

A.N. Blaznov<sup>1</sup>, A.S. Krotov, V.B. Markin<sup>2</sup>, V.V. Firsov<sup>1</sup>, M.E. Zhurkovsky<sup>1</sup>,  
N.V. Bychin<sup>1</sup>, Z.G. Sakoshev<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Institute for Problems of Chemical and Energetic Technologies, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences (IPCET SB RAS), Biysk

<sup>2</sup>Polzunov Altai State Technical University (AltSTU), Barnaul

<sup>3</sup>Biysk Technological Institute, Polzunov Altai State Technical University (BTI AltSTU), Biysk

An analysis method for the effect of change in behavior of basalt fiber-reinforced plastic specimens in initial state and after residence in a climatic chamber at 60 °C and 100 % humidity for 1 month by comparing micrographs of specimen surfaces is suggested herein. This technique involves digital processing of surface micrographs in Anaconda3 software package and rendering them into a grey-shade distribution histogram. Surface micrographs of specimens before and after weathering at 100, 500, 1000, 2000 and 3000 zooms were processed. The difference between the states (initial state and after ageing) was evaluated by comparing the cumulative distribution function. The greatest difference in surfaces of the specimens was observed when processing the micrographs at 500, 1000 and 2000 zooms. A major change in the surface of specimens was observed after 1-month exposure and a minor change was noticed in two months.

*Index words: quick analysis, surface micrographs, polymer composite materials, weathering, destruction, basalt fiber-reinforced plastic, histogram*

## REFERENCES

1. Startsev V.O. Climatic resistance of polymer composite materials and protective coatings in the moderately warm climate: Candidate of Engineering Science dissertation. – 05.16.09 / Startsev Valery Olegovich. – M., 2018. – 48 p.
2. Kablov E.N. Climatic ageing of aviation composite materials. III. Significant ageing factors / E.N. Kablov, O.V. Startsev, A.S. Krotov, V.N. Kirillov // Deformatsiya i Razrusheniye Materialov. – 2011. – No. 1. – P. 34–40.
3. O.V. Startsev, A.N. Blaznov, M.G. Petrov and E.V. Atyasova. A Study of the Durability of Polymer Composites under Static Loads // Polymer Science, Series D, 2019, Vol. 12, No. 4, pp. 440–448. DOI: 10.1134/S1995421219040166
4. Blaznov A.N. Durability study of composites under load and elevated humidity / A.N. Blaznov, D.E. Zimin, Ye.E. Anisimov, A.V. Sinitsin, M.E. Zhurkovsky // Scientific and Technical Volga region Bulletin. – 2018. – No.11. – P. 98–101.
5. Startsev V.O. Effect of climatic ageing on destruction fractography of epoxy polymers / V.O. Startsev, M.P. Lebedev, A.S. Frolov // Plasticheskie Massy. – 2018. – No. 11–12. – P. 36–41.
6. Startsev V.O. Relationship between deformability and fractography of destruction surfaces of epoxy polymers / V.O. Startsev, M.P. Lebedev, A.S. Frolov, T.A. Nizina // Doklady Akademii Nauk. – 2017. – V. 476. – No. 1. – P. 55–58.
7. Startsev V.O. Effect of Etal-1 aliphatic diluent of climatic resistance of epoxy polymers based on ED-20 resin / V.O. Startsev, M.V. Molokov, O.V. Startsev, T.A. Nizina, D.R. Nizin // All the Materials. Encyclopaedic Reference Book. – 2016. – No. 12. – P. 26–36.
8. Startsev V.O. Color criterion in climatic ageing of epoxy / V.O. Startsev, T.A. Nizina, O.V. Startsev // Plasticheskie Massy. – 2015. – No. 7–8. – P. 45–47.
9. Panin S.V. Surface corrosion and ageing of construction materials by 3D microscopic data / S.V. Panin, O.V. Startsev, A.S. Krotov, I.M. Medvedev, A.S. Frolov // Proceedings of VIAM. – 2014. – No.12. – P.12
10. Startsev O.V. Temperature dependence of specimen surface on climate characteristics when exposed under full-scale test conditions / O.V. Startsev, I.M. Medvedev, A.S. Krotov, S.V. Panin // Corrosion: materials and protection. – 2013. – No.7. – P.43–47.
11. R.C. Gonzalez and R. E. Woods, Digital Image Processing, Third Edition, Pearson Education, Inc. 2008, 976 p.

*Blaznov Alexey Nikolayevich – Dr. (Engin.), Assoc. Prof., Head of the Laboratory of Materials Science and Mineral Raw Materials, IPCET SB RAS, tel. (3854)305882, e-mail: blaznov74@mail.ru.*

*Krotov Anatoly Sergeevich – Cand.Sci. (Phys.-Math.), e-mail: askrotov@list.ru*

*Markin Viktor Borisovich – Dr. (Engin.), Prof. At the Department of Advanced Special Materials, AltSTU, tel. (3852)290896, e-mail: mvb1942@mail.ru*

*Firsov Vyacheslav Viktorovich – Lead Engineer at the Laboratory of Materials Science and Mineral Raw Materials, IPCET SB RAS, tel. (3854)305906, e-mail: labmineral@mail.ru*

*Zhurkovsky Maxim Evgenyevich – postgraduate, Junior Research Scientist at the Laboratory of Materials Science and Mineral Raw Materials, IPCET SB RAS, tel. (3854)305906, e-mail: labmineral@mail.ru*

*Bychin Nikolay Valeryevich – Senior Research Scientist at the Laboratory of Materials Science and Mineral Raw Materials, IPCET SB RAS, tel.*

*Sakoshev Zakhar Germanovich – undergraduate at APKhp-41 BTI AltSTU, tel. (3854)305906, e-mail: fak1\_00@mail.ru*