

POLITECHNIKA LUBELSKA
WYDZIAŁ MECHANICZNY
KATEDRA INŻYNIERII
MATERIAŁOWEJ

Laboratorium
Inżynierii
Materiałowej

11. ILOŚCIOWA OCENA MIKROSTRUKTURY METALI I STOPÓW

Własności stopów zależą w znacznej mierze od ilości i stopnia dyspersji faz wchodzących w ich skład oraz od wielkości ziarna osnowy. Dlatego też ilościowa ocena parametrów określających przestrzenną budowę struktury stopów jest bardzo ważna dla przemysłu. Najczęściej stosowaną metodą jest porównanie obserwowanej pod mikroskopem struktury stopu z mniej lub bardziej racjonalną skalą wzorców. Porównawcza metoda oceny struktury, choć szybka i prosta, nie może być nazwana metodą w pełni ilościową, ponieważ subiektywizm ocen oraz sposób sporządzania skal wzorców powodują, że jest ona w zasadzie mało odtwarzalna (przy badaniach prowadzonych przez to samo laboratorium) i mało powtarzalna (przy badaniach prowadzonych przez różne laboratoria). W związku z tym konieczne jest stosowanie ilościowych i w pełni obiektywnych metod pomiaru struktury.

Nauka, która zajmuje się określaniem przestrzennych wielkości danego ciała w oparciu o dane otrzymane z płaskich przekrojów, posługując się w tym celu znalezionymi zależnościami geometryczno-statystycznymi, nazywa się stereologią, a w odniesieniu do badań metali i stopów metalografią ilościową.

Wykorzystanie zależności statystycznych przy określaniu wielkości przestrzennych z płaskich przekrojów opiera się na założeniu, że struktura nie wykazuje orientacji, w przeciwnym razie należy wykonać wystarczająco dużą liczbę zgładów, ażeby uwzględnić wpływ orientacji struktury [1, 2].

Elementy budowy stopu charakteryzują się tymi samymi wielkościami, którymi opisuje się bryły geometryczne, a więc: wymiarami liniowymi, powierzchnią, objętością, kształtem itp., a ponadto liczbą cząstek. Wielkości te odnosi się do jednostki powierzchni zgładu lub do jednostki objętości stopu. Wybór parametru mikrostruktury stopu, który należy w toku analizy określić, jest uzależniony od roli tego parametru w procesach przemian fazowych lub od jego wpływu na własności stopu.

11.1. Podstawowe parametry stereologiczne mikrostruktury metali i stopów

Stereologia pozwala ocenić parametry przestrzeni trójwymiarowej $R^{(3)}$, wykorzystując wielkości mierzone na płaskim obrazie. Wielkości te mogą być dwuwymiarowe

$R^{(2)}$, na przykład pola przekrojów ziarn, jednowymiarowe $R^{(1)}$, na przykład cięciwy odcięte przez granice ziarn na siecznych, lub zerowymiarowe $R^{(0)}$, którymi będą punkty.

Parametry trójwymiarowe $R^{(3)}$

V_V – objętość względna składnika, tj. objętość cząstek przypadająca na jednostkę objętości stopu, [$\text{mm}^3 \cdot \text{mm}^{-3}$],

S_V – powierzchnia względna, tj. powierzchnia cząstek przypadająca na jednostkę objętości stopu [$\text{mm}^2 \cdot \text{mm}^{-3}$],

L_V – długość względna w przestrzeni, tj. długość elementów liniowych przypadająca na jednostkę objętości stopu, [$\text{mm} \cdot \text{mm}^{-3}$],

N_V – liczba względna cząstek, tj. liczba cząstek przypadająca na jednostkę objętości stopu, [mm^{-3}],

\bar{K}_m – średnia krzywizna powierzchni.

Parametry dwuwymiarowe $R^{(2)}$

A_A – ułamek powierzchni zajęty przez dany składnik, [$\text{mm}^2 \cdot \text{mm}^{-2}$],

L_A – długość względna linii, tj. długość elementów liniowych przypadająca na jednostkę pola powierzchni zglądu, [$\text{mm} \cdot \text{mm}^{-2}$],

N_A – liczba cząstek na płaszczyźnie jednostkowej, [mm^{-2}],

\bar{K} – średnia krzywizna krzywej płaskiej.

Parametry jednowymiarowe $R^{(1)}$

L_L – ułamek długości cięciw, tj. długość cięciw przypadająca na jednostkę długości siecznej, [$\text{mm} \cdot \text{mm}^{-1}$],

N_L – liczba przeciętych cząstek przypadająca na jednostkę długości siecznej, [mm^{-1}],

Parametry zerowymiarowe $R^{(0)}$

P_P – ułamek punktów padających na wybrany składnik,

P_L – liczba punktów przecięć przypadająca na jednostkę długości siecznej, [mm^{-1}],

P_A – liczba punktów przypadająca na jednostkę pola powierzchni zglądu, [mm^{-2}],

Parametry geometryczne przekrojów cząstek zmierzone na zglądzie metalograficznym lub zdjęciu stanowią punkt wyjścia do obliczeń parametrów geometrycznych struktury przestrzennej. I tak objętość względną V_V danej fazy lub składnika obliczamy, wychodząc z następującej zależności (patrz podrozdz. 11.2.):

$$V_V = A_A = L_L = P_P \quad (11.1.)$$

Wyrażając V_V w procentach otrzymujemy skład objętościowy stopu.

Zmiana objętości względnej w czasie jest zasadniczym i nieodzownym wskaźnikiem ilościowego opisu kinetyki przemian strukturalnych. Znając skład objętościowy stopu

można określić w pewnym przybliżeniu, posługując się prostymi wzorami, niektóre własności mechaniczne stopu np. twardość. W tym przypadku oczywiście oprócz fazowego składu objętościowego stopu, powinny być znane odpowiednie wartości własności mechanicznych każdej z faz. Na tej samej zasadzie można określić i inne własności fizyczne stopu np. gęstość. W ten sposób znajomość fazowego składu objętościowego umożliwia przybliżoną ilościową ocenę własności fizycznych i mechanicznych stopu.

Powierzchnię względną S_V , tj. powierzchnię graniczną rozdzielającą ziarna szacuje się metodą siecznych Sałtykowa [1 – 3], zgodnie z którą:

$$S_V = 2 P_L \quad (11.2.)$$

Powyższą formułę można stosować do pomiaru izometrycznych układów powierzchni granicznych (ziarna równoosiowe), określając średnią liczbę przecięć P_L na 1 mm długości siecznych, przeprowadzonych w sposób losowy przez płaski obraz mikrostruktury.

Powierzchnia względna granic ziarn S_V jest bardzo ważnym parametrem tak w procesach przemian fazowych, jak i przy określaniu rozlicznych własności stopów. Wiadomo, że granicom ziarn przypada główna rola w procesach przemian fazowych, wzrostu ziarn, pełzania metali, dyfuzji, tworzenia się zarodków nowej fazy itp. Własności stopu są funkcją nie tylko jego składu fazowego ale i rozdrobnienia. Przy tej samej objętości względnej danej fazy wielkość powierzchni względnej jej granic jest miarą jej dyspersji.

Wielkością związaną liniową zależnością z powierzchnią względną jest długość względna L_A granic ziarn, która podaje długość linii granic na jednostkę powierzchni zglądu.

$$L_A = \frac{\pi}{2} \cdot P_L \quad (11.3.)$$

Średnią krzywiznę krzywej płaskiej \bar{k} określa się z formuły:

$$\bar{k} = \frac{2 \pi \cdot N_A}{L_A} \quad (11.4.)$$

Ze wzoru (11.4.) wynika, że krzywizna krzywych płaskich może być wyznaczona za pomocą dwóch prostych parametrów N_A i L_A mierzonych na zglądzie.

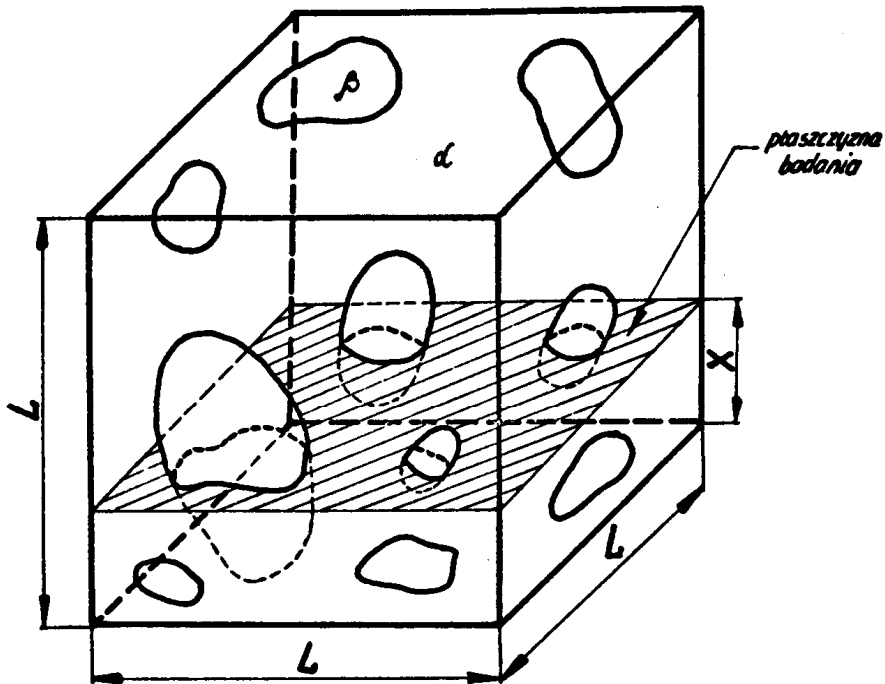
Średnią krzywiznę powierzchni \bar{K}_m określa się na podstawie zależności:

$$\bar{K}_m = \frac{\pi \cdot N_A}{2 \cdot N_L} \quad (11.5.)$$

Wzór ten jest słuszny jedynie dla krzywych zamkniętych o dodatniej krzywiznie.

11.2. Wyznaczanie objętościowego udziału faz lub składników mikrostruktury

Typowym problemem w metalografii ilościowej jest określenie na podstawie zwykłej mikrofotografii ilości fazy β w mieszaninie faz α i β (rys. 11.1.). Na rysunku pokazana jest tylko jedna analizowana płaszczyna (to znaczy jedna mikrofotografia),



Rys. 11.1. Struktura przestrzenna składająca się z cząstek fazy β w osnowie α

zwykle jednak w celu przeprowadzenia pełnej analizy trójwymiarowej struktury wymagana jest większa liczba analizowanych płaszczyn, aby próbka mogła być reprezentatywna w stosunku do obserwowanej struktury. Załóżmy, że analizowana płaszczyna z rys. 11.1. jest typową, jedną z wielu badanych płaszczyn, równoległych i jednakowo odwzorowujących strukturę w całej objętości. Jeśli $(\Delta x)_i$ jest grubością warstwy materiału, zawartą między i-tą analizowaną płaszczyną a następną, to objętość fazy β w tej warstwie jest w przybliżeniu równa $V_i = A_i (\Delta x)_i$, gdzie A_i jest powierzchnią fazy β , zmierzoną na mikrofotografii i-tej płaszczyny. Przybliżenie staje się tym dokładniejsze, im więcej płaszczyn będziemy analizowali (tzn., że grubość warstwy między płaszczynami będzie coraz mniejsza), co jest określone zależnością:

$$V_V = \frac{\int V_i}{L^3} = \int_{x=0}^{x=L} \frac{Ax \cdot dx}{L^2 L} \quad (11.6.)$$

Jest to wyrażenie, pozwalające na obliczenie objętości względnej danej fazy. Wielkość Ax/L^2 określa ułamek powierzchni badanej płaszczyzny przypadającej na fazę β na grubości x , to jest A_i/L^2 . Wielkość dx/L jest ułamkiem całkowitej objętości zajętej przez badaną warstwę o grubości dx . W konsekwencji całka w równaniu (11.6.) reprezentuje średnią wartość A_A ułamka powierzchni, stąd:

$$V_V = A_A \quad (11.7.)$$

Z zależności (11.7.) wynika, że udział objętościowy V_V fazy β w strukturze trójwymiarowej możemy określić za pomocą prostego pomiaru udziału powierzchniowego fazy β na płaskim przekroju, oczywiście przy założeniu, że struktura nie wykazuje orientacji.

Rozumowanie podobne do poprzedniego pozwala sprowadzić problem wyznaczania V_V do pomiarów długości cięciw odciętych przez granice płaskich przekrojów fazy β , lub do zliczania punktów trafiających w płaskie przekroje fazy β , co możemy zapisać (wzór 11.1.):

$$V_V = A_A = L_L = P_P$$

11.2.1. Metoda planimetryczna

Przyjmijmy, że w wybranych do analizy polach widzenia o łącznej powierzchni A mamy: n_1 ziarn fazy β o powierzchni a_1 , n_2 ziarn o powierzchni a_2 , ogólnie n_i ziarn o powierzchni a_i ; wówczas objętość względna V_V ziarn β rozmieszczonych losowo w osnowie a oceniamy za pomocą ułamka powierzchni A_A

$$V_V = A_A = \frac{1}{A} \sum_i n_i a_i \quad (11.8.)$$

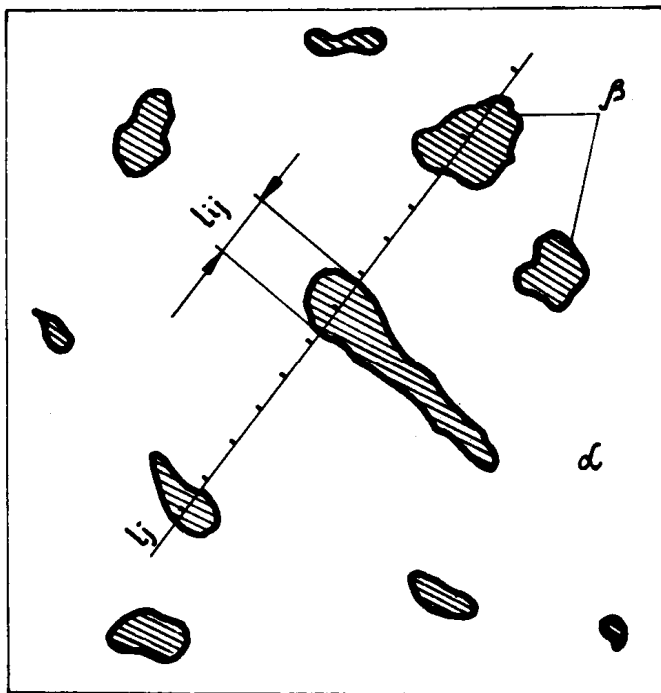
Określanie zatem udziału objętościowego danej fazy (składnika) w stopie sprowadza się do zmierzenia powierzchni fazy na szlifie, a następnie odniesienia jej do całej mierzonej powierzchni zglądu. Stosowane są obecnie następujące sposoby pomiaru powierzchni analizowanej fazy:

- pomiar powierzchni poszczególnych ziarn, mikrocząstek za pomocą planimetru,
- indywidualny pomiar wymiarów przekrojów ziarn, mikrocząsteczek za pomocą okularu z podziałką mikrometryczną z następnym obliczeniem powierzchni każdego z przekrojów i ich zsumowaniem; przyjmuje się przybliżone proste geometrycznie kształty poszczególnych przekrojów (koła, kwadraty, prostokąty itp.),
- określenie powierzchni zajętej przez badaną fazę za pomocą drobnej, kwadratowej siatki naciętej w okularze lub przezroczystej płytce, przy czym pomiar polega

- na policzeniu kwadracików przypadających na powierzchnię analizowanej fazy, a następnie odniesieniu tej liczby kwadracików do liczby kwadracików całej siatki,
- metoda wagowa, która polega na wycięciu powierzchni analizowanego składnika z fotografii i zważeniu; stosunek ciężarów wyciętych powierzchni do ciężaru całkowitej powierzchni fotografii określa udział badanego składnika w stopie.
- Zasadniczą wadą metody planimetrycznej jest pracochłonność analizy i niemożność jej zmechanizowania.

11.2.2. Metoda liniowa

Określenie objętości względnej fazy β (składnika) rozmieszczonej losowo w osnowie α metodą liniową polega na tym, że przez obraz mikrostruktury prowadzi się proste o jednakowej długości l (sieczne). Każda z prostych l przecina n_j ziarn fazy β , których granice odcinają na prostych cięciwy l_{ij} (rys. 11.2.).



Rys. 11.2. Zasada metody liniowej

jednakowa),

$i = 1, 2, 3, \dots$, – numer cięciwy (ziarna na siecznej).

Zamiast linii prostej można posługiwać się dowolną krzywą. Metoda liniowa może być stosowana tak przy badaniu mikrostruktur sfotografowanych, jak i przy bezpośred-

Objętość względną V_V fazy β można wyrazić jako stosunek zsumowanej długości cięciw do długości całkowitej wszystkich rzuconych losowo k siecznych. Estymatorem objętości względnej V_V fazy β jest zatem ułamek L_L , określony wzorem:

$$V_V = L_L = \frac{1}{k \cdot l} \sum_i \sum_j l_{ij} \quad (11.9.)$$

gdzie:

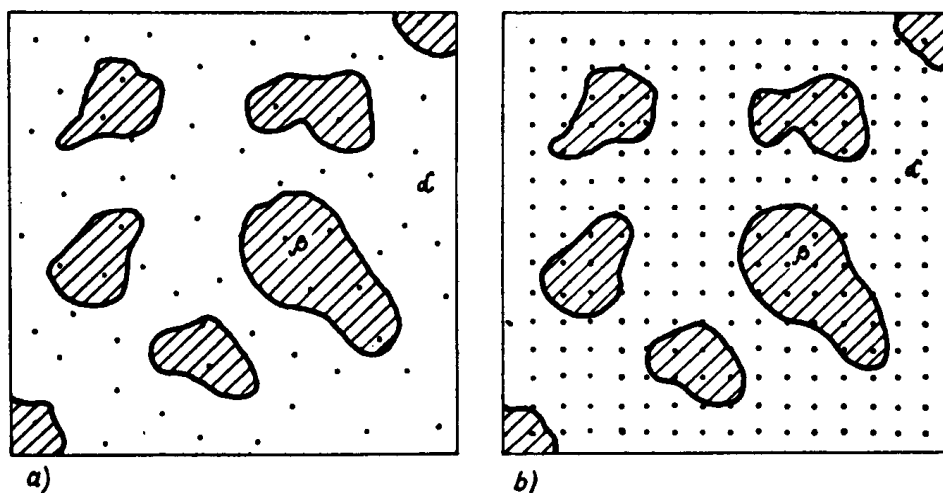
$j = 1, 2, \dots, k$ – numer siecznej ($k \cdot l = L$ jest zatem sumą długości wszystkich siecznych, gdy długość pojedynczych siecznych jest

nim określaniu składników stopu pod mikroskopem. Liniowa analiza mikrostruktury pod mikroskopem jest przeprowadzana za pomocą podziałki mikrometrycznej okularu. Ponieważ metoda ta jest stosunkowo pracochłonna, stosuje się przy tych badaniach specjalne integratory, mające na celu zmechanizowanie pomiarów, jak np.: automatyczny analizator struktury EPIQUANT, QUANTIMET [3, 6] .

11.2.3. Metoda punktowa

Gdy płaszczyzny szlifu z uwidocznionymi cząstkami fazy β pokryjemy stacystycznie równomiernie rozmieszczonymi P punktami, to liczba P_β punktów trafiających w cząstki β jest równa $P \cdot V_V$ (rys. 11.3a.). W metodzie punktowej estymator P_p objętości względnej wyraża się zatem stosunkiem liczby P_β punktów trafiających w cząstki β do liczby P wszystkich punktów rzuconych

$$V_V = P_p = \frac{P_\beta}{P} \quad (11.10.)$$



Rys. 11.3. Zasady metody punktowej: a/ metoda punktów losowych, b/ metoda siatkowa

Jednym z najczęściej stosowanych sposobów metody punktowej jest sposób siatkowy (rys. 11.3.b). Polega on na tym, że przykładana się do obrazu mikrostruktury siatka kwadratowa. Punktami „rzucanymi” są wtedy węzły siatki. Estymator V_V wyraża się wtedy formułą

$$V_V = P_p = \frac{\sum_{i=1}^k P_{\beta i}}{k \cdot z} \quad (11.11.)$$

gdzie:

k – krotność przyłożenia siatki,

$P_{\beta i}$ – liczba węzłów siatki, padających na przekroje fazy β w i -tym przyłożeniu siatki ($i = 1, 2, \dots, k$),

z – liczba węzłów siatki.

Jeżeli przez δ oznaczymy błąd bezwzględny analizy i przyjmiemy, że rozkład błędów jest rozkładem normalnym [4, 5], wówczas

$$\delta \leq u_a \sqrt{\frac{P_p (1 - P_p)}{k \cdot z}} \quad (11.12.)$$

Współczynnik u_a określony jest całką Gaussa dla przyjętego prawdopodobieństwa $(1 - \alpha)$, że rzeczywisty błąd bezwzględny nie będzie przewyższał obliczonej wielkości δ .

α	0,10	0,05	0,01	0,001
u_a	1,65	1,96	2,58	3,29

11.3. Mikroskopowe metody określania wielkości ziarna na płaskim przekroju

Ocena wielkości ziarna należy do najczęściej stosowanych ocen ilościowych w metalografii. Tym niemniej pomiar wielkości ziarna naraża wiele trudności. Trudności te w większości wynikają z tej przyczyny, że ziarna metali są trójwymiarowe, podczas gdy pomiary są przeprowadzane na płaskich (dwuwymiarowych) szlifach. W praktyce laboratoryjnej najczęściej mierzy się przekrój ziarna na płaszczyźnie, a jego wielkość określa się przez podanie jednego parametru tej wielkości.

Samo pojęcie „wielkości ziarna” nie jest pojęciem jednoznacznie określonym i może być różnie interpretowane. Wielkość ziarna ocenia się za pomocą takich parametrów jak:

- średnia powierzchnia przekroju ziarna \bar{a} ,
- jej odwrotność, to jest średnia liczba ziarn N_A na jednostkę powierzchni,
- długość względna granic ziarn L_A ,
- średnia cięciwa ziarna \bar{l} .

11.3.1. Metody określania średniej liczby płaskich ziarn N_A

Najczęściej ziarno jest oceniane za pomocą średniej powierzchni ziarna \bar{a} mierzonej w μm^2 . W jednofazowej strukturze równoosiowych ziarn między liczbą N_A ziarn na powierzchni 1mm^2 szlifu a ich średnią powierzchnią \bar{a} zachodzi zależność

$$N_A = \frac{10^6}{\bar{a}} \quad (11.13.)$$

Jeżeli w strukturze występuje kilka faz, to zależność między liczbą ziarn N_A danej fazy a ich średnią powierzchnią \bar{a} jest następująca:

$$N_A = \frac{10^6}{\bar{a}} \cdot V_V \quad (11.14.)$$

gdzie:

V_V – wielkość bezwymiarowa, wyrażająca udział objętościowy ziarn danej fazy w jednostce objętości stopu.

Do określania średniej liczby ziarn na powierzchni szlifu stosowane są następujące metody:

- porównawcza (skala ASTM, PN-66/H-04507),
- Jeffriesa-Sałytkowa,
- punktów węzłowych,
- planimetryczna.

Metoda Jeffriesa-Sałytkowa

Metoda Jeffriesa, poprawiona przez Sałytkowa jest podstawową metodą służącą do określania średniej liczby ziarn N_A na jednostkę pola powierzchni zglądu. Metoda ta posiada dwa warianty. W pierwszym z nich na obraz mikrostruktury nakłada się okrąg o znanej rzeczywistej średnicy D i zlicza się liczbę N_w ziarn leżących całkowicie wewnątrz okręgu oraz liczbę N_i ziarn przeciętych przez okrąg, a następnie oblicza się całkowitą liczbę N_T ziarn na powierzchni A okręgu

$$N_T = N_w + k \cdot N_i \quad (11.15.)$$

przy czym wartość współczynnika k dla ziarn równoosiowych wynosi:

$$k = 0,5 - \frac{\bar{d}}{4D} \quad (11.16.)$$

gdzie: \bar{d} – średnia średnica ziarna.

Wartość N_A otrzymuje się z ilorazu:

$$N_A = \frac{N_T}{A} \quad (11.17.)$$

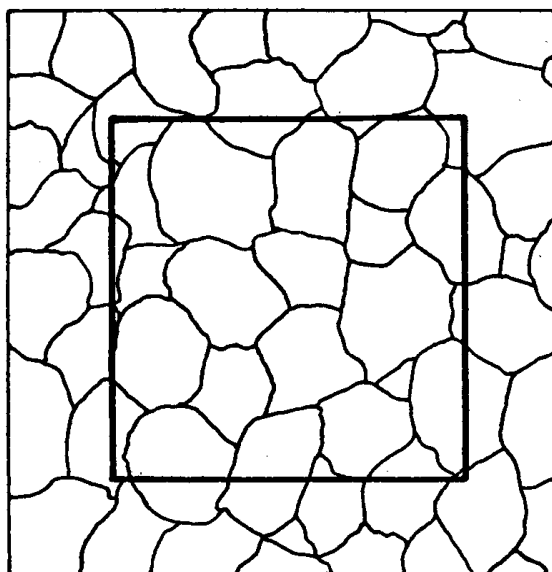
W drugim wariancie metody Jeffriesa-Sałytkowa obliczenia przeprowadza się na powierzchni kwadratu lub prostokąta o znanej rzeczywistej powierzchni A (rys. 11.4.). Celem otrzymania poprawnej liczby ziarn znajdujących się wewnątrz czworokąta pomiarowego, należy ziarna leżące całkowicie wewnątrz czworokąta uwzględniać ze współczynnikiem 1, ziarna przecięte przez boki – bez ziarn narożnych – ze współczynnikiem 0,5, a ziarna narożne ze współczynnikiem 0,25. Ponieważ ziarn narożnych jest zawsze cztery, wobec tego liczba ziarn na powierzchni czworokąta pomiarowego wynosi:

$$N_T = N_w + 0,5 N_i + 1 \quad (11.18.)$$

gdzie:

N_w – liczba ziarn leżących całkowicie wewnątrz kwadratu lub prostokąta,

N_i – liczba ziarn przeciętych bokami, bez czterech ziarn narożnych.



Rys. 11.4. Schemat ilustrujący II wariant metody Jeffriesa-Sałytkowa

Podstawiając wartości N_T do wzoru (11.17.) otrzymujemy szukaną wielkość N_A . W wariancie tym nie czyni się żadnych założeń co do kształtu i ilości analizowanych składników struktury. W większości przypadków wystarczy tyle razy powtórzyć analizę, aby ilość zliczonych ziarn była w granicach 200–250.

11.3.2. Metody zliczania przeciętych ziarn albo przecięć z granicami ziarn

Wyznaczanie długości względnej granic ziarn L_A

Metoda siecznych Sałytkowa pozwala łatwo określić powierzchnię względną S_V , tj. powierzchnię graniczną rozdzielającą ziarna w jednostce objętości stopu (wzór 11.2.)

$$S_V = 2 P_L$$

Wielkością charakteryzującą przekrój ziarna, a związaną liniową zależnością z powierzchnią względną jest długość względna granic ziarn L_A , która podaje długość linii granic ziarn na jednostkę powierzchni zglądu (wzór 11.3.).

$$L_A = \frac{\pi}{2} \cdot P_L$$

Z podanych zależności wynika, że średnia liczba przecięć na jednostkę długości siecznej P_L jest wielkością charakteryzującą tak przestrzenną, jak i płaską strukturę stopu:

$$P_L = \frac{1}{2} S_V = \frac{2}{\pi} \cdot L_A \quad (11.19.)$$

Pomiar średniej cięciwy \bar{l}

Cięciwą nazywamy odległość między granicami ziarna wzdłuż linii prostej (siecznej) położonej na płaszczyźnie zglądu. Średnią długość cięciwy \bar{l} ziarna płaskiego można wyznaczyć zarówno przez pomiar długości cięciw określonej liczby ziarn, jak również przez policzenie liczby przeciętych ziarn n_a z sieczną o określonej długości L . Sposób pierwszy jest pracochłonny, ale podaje w sposób bezpośredni oszacowanie \bar{l} , natomiast sposób drugi w przypadku struktur jednofazowych podaje P_L i przyjmuje się, że

$$\bar{l} \cong \frac{1}{P_L} \cong \frac{L}{n_a} \quad (11.20.)$$

co nie odpowiada prawdzie nawet wtedy, gdy sieczna jest kołowa, chyba, że liczba przecięć jest nieskończenie wielka. Jednakże różnica jest nieistotna w porównaniu z wahaniami średniej cięciwy w różnych polach widzenia [2].

W rezultacie pomiar średniej cięciwy ziarna polega na zliczeniu ziarn przeciętych przez nakreślone (na matówce lub mikrofotografii) odcinki, z tym że dwa ziarna krańcowe, nie przecięte przez dany odcinek na całej długości, liczy się jako jedno ziarno. Iloraz łącznej, rzeczywistej długości odcinków L (siecznych), wyrażonej w mm, przez ogólną liczbę przeciętych ziarn n_a daje średnią długość cięciwy ziarna w mm. Porównując formuły na obliczanie S_V i \bar{l} widzimy, że

$$S_V \cong \frac{2}{\bar{l}} \quad (11.21.)$$

co stanowi uzasadnienie w posługiwaniu się średnią cięciwą jako miarą wielkości ziarna.

Wyżej opisany sposób stosuje się dla struktur izometrycznych (o równoosiowym ziarnie). Jeżeli ziarna są wyraźnie wydłużone, jak to ma miejsce w materiałach przerabianych plastycznie na zimno, należy określić średnią długość cięciwy w kierunku wydłużenia (kierunku przeróbki plastycznej) i w kierunku do niego prostopadłym [2].

W przypadku struktur kilkufazowych, gdy ziarna innych faz są rozmieszczone losowo w osnowie (np. węgliki w martenzytcie lub perlit w ferrycie), postępujemy w następujący sposób:

Oznaczamy badaną fazę przez α , wszystkie pozostałe przez β . Na długości L siecznych znajduje się n_α ziarn α i n_β ziarn β . Zatem

$$\bar{V}_\alpha = \frac{L}{n_\alpha} \cdot V_V(\alpha) \quad (11.22.)$$

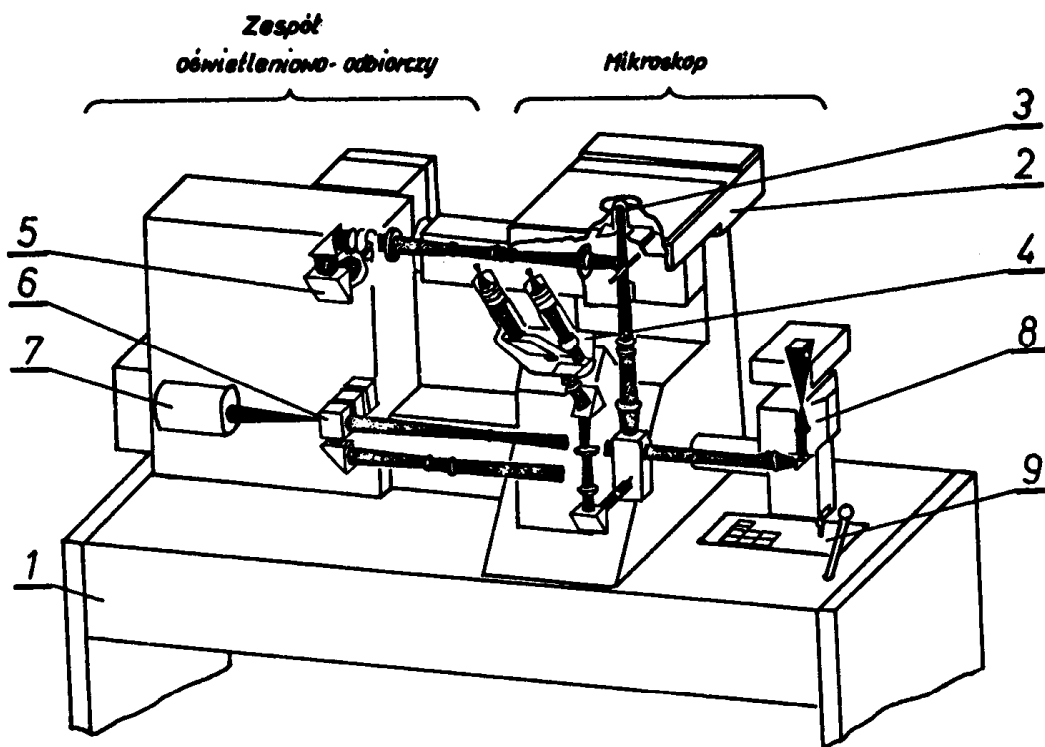
Objętość względną fazy α określamy metodą liniową lub punktową.

11.4. Automatyczny analizator struktur EPIQUANT

Składniki strukturalne obserwowane na obrazie mikroskopowym można zliczać w sposób automatyczny, jeżeli wszystkie interesujące nas składniki posiadają różne współczynniki odbicia. Takim automatycznym analizatorem jest EPIQUANT, pracujący w oparciu o zasadę analizy liniowej. W urządzeniu tym stolik mikroskopu typu skaning przesuwają próbkę względem nieruchomego obiektywu (rys. 11.5.). Rozmieszczenie linii pomiarowych ustalono w ten sposób, że można wykorzystać 25 równoległych linii na jednym polu pomiarowym. Z powierzchni obrazu pośredniego powstającego w mikroskopie przysłona z otworem wycina niewielkie pole pomiarowe (rys. 11.6.). Strumień światła przechodzący przez przysłonę pomiarową jest wtedy miarą intensywności odbijania danego wycinka obrazu. Fotoelektryczny przetwornik o dużej czułości (fotopowielacz), znajdujący się za przysłoną pomiarową zamienia strumień światła na proporcjonalny prąd elektryczny (sygnał analogowy). Analogowy cyfrowy przetwornik zamienia pomierzone wartości na wartości cyfrowe, które są doprowadzane do liczników. Strumienie świetlne otrzymane z różnych składników strukturalnych (rys. 11.6.) dają wzdłuż badanej linii pomiarowej rozróżnialne sygnały, a długość sygnału jest miarą długości mierzonego obiektu. W ten sposób możliwe jest określenie wszystkich ważniejszych parametrów przestrzennej mikrostruktury metali i stopów (za wyjątkiem N_A).

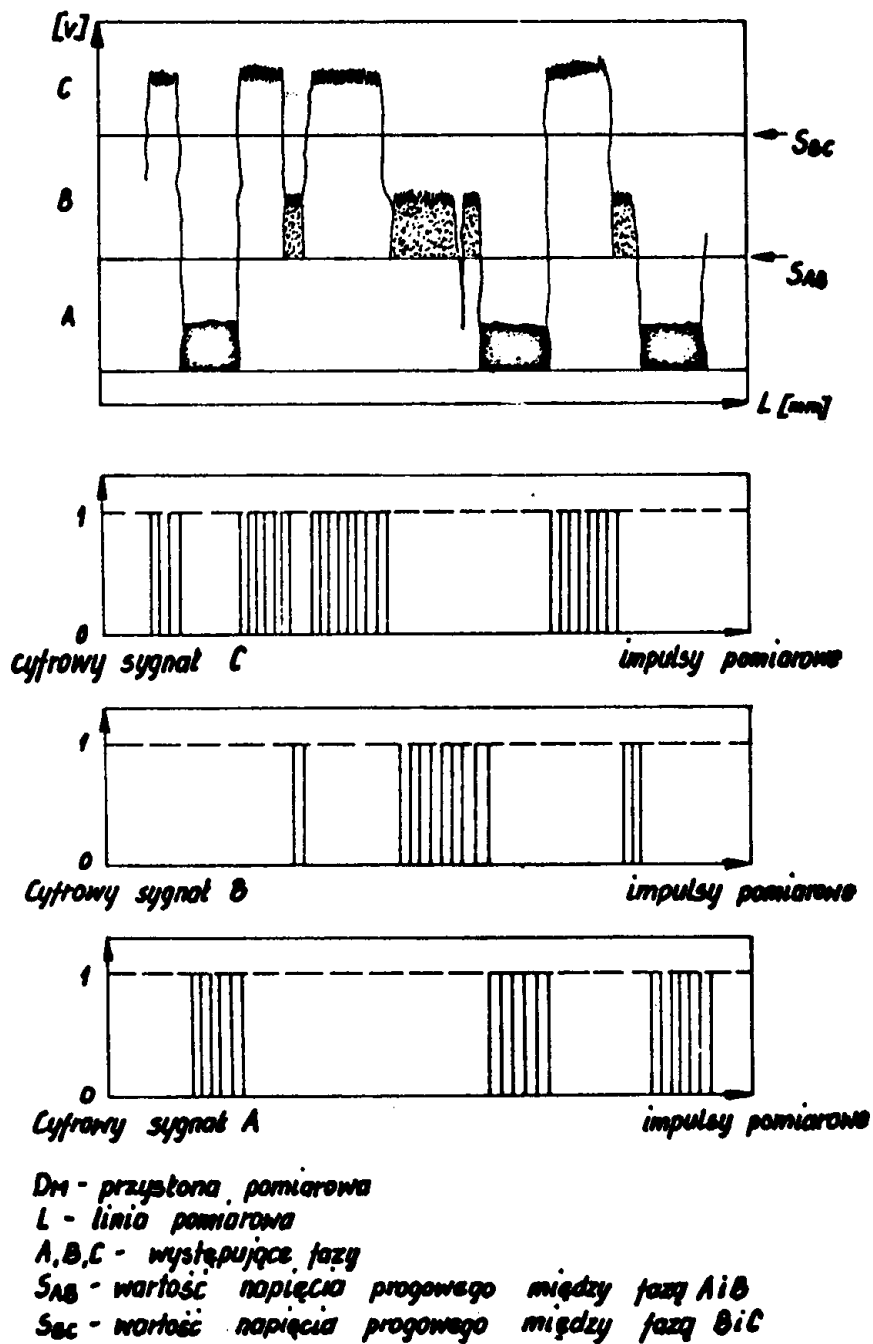
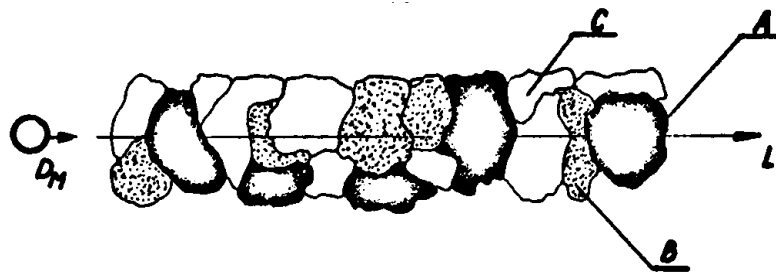
Przed przystąpieniem do badań należy określić, który z istniejących składników strukturalnych ma być zmierzony oraz jakie dane pomiarowe mają związek z fizycznymi i technologicznymi właściwościami badanego materiału. Ważną rolę odgrywa jakość przygotowanego zglądu, gdyż rysy po szlifowaniu mogą być zliczane jako granice ziarn, a wykruszenie i wewnętrzne refleksy mogą zostać pomyłone z nieobecnymi fazami. Ilościową analizę strukturalną na aparacie EPIQUANT prowadzimy według następującego programu:

- 1/ wybrać przysłonę otworową stołu (zależnie od wielkości przedmiotu),
- 2/ założyć i zamocować preparat,
- 3/ dobrać powiększenie mikroskopu,
- 4/ sprawdzić jakość przygotowania preparatu,



Rys. 11.5. Bieg promieni w automatycznym analizatorze struktur EPIQUANT: 1/ płyta podstawowa, 2/ stolik mikroskopu, 3/ obiektyw, 4/ tubus dwuokularowy, 5/ przystona wstępna, 6/ przystona pomiarowa, 7/ fotonowielacz, 8/ przystawka do mikrografii, 9/ pulpitan obsługi

- 5/ zmierzyć największe istniejące w preparacie elementy (przy użyciu okularu z podziałką),
- 6/ ustalić wielkość pola pomiarowego (w zależności od wielkości zmierzonych elementów i powiększenia),
- 7/ dobrać wielkość przystony pomiarowej i odpowiedniej przystony wstępnej,
- 8/ włączyć sterowanie ręczne stołu skaning,
- 9/ oświetlacz włączyć na pełne obciążenie,
- 10/ zastosować obserwację przystony miernicznej,
- 11/ wyłączyć filtr,
- 12/ nastawić wzmocnienie sygnału jasnej fazy,
- 13/ przeprowadzić kompensację prądu ciemnego,
- 14/ ustalić stosunek szumów do sygnału,
- 15/ nastawić szerokość pasma,
- 16/ ustalić pozostałe sygnały analogowe,
- 17/ ustawić na potencjometrach wartości progowe dla badanych faz,
- 18/ nastawić ogranicznik wielkości ziarn,
- 19/ ustalić klasyfikator,
- 20/ nastawić dekady kodujące,



Rys. 11.6. Schemat ilustrujący zasadę działania analizatora EPIQUANT

- 21/ włączyć automatyczne sterowanie stołu,
- 22/ stół przesunąć w róg pola pomiarowego,
- 23/ ustalić kierunek analizowania,
- 24/ skasować liczniki,
- 25/ włączyć przebieg analizy,
- 26/ wydrukować wyniki pomiaru.

Wyniki: zliczania ilości przeciętych ziarn, zliczania punktów pomiarowych, klasyfikacja cięciw oraz zakodowane parametry przyrządu gromadzone są w 24 kanałach liczących. Przyporządkowanie wskaźników liczników do adresów numerycznych odbywa się według tablicy 11.1.

Tablica 11.1.

Przyporządkowanie wskaźników liczników do adresów numerycznych

Adres numeryczny	Wskazania liczników		Druk
00 01 02 03	dekada 5 – blokowa dekada 3 – blokowa dekada 5 – blokowa dekada 3 – blokowa	kodowanie parametrów przyrządu	czarny czarny czarny czarny
04	ilość pomiarów		czarny
05 06 07	ilość ziarn danej fazy przeciętych przez linię pomiarową	faza A faza B faza C	czerwony/czarny czerwony/czarny czerwony/czarny
08 09 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20	Ilość ziarn fazy A, B lub C sklasyfikowanych w klasie i. (Po zliczeniu 1000 ziarn adresy numeryczne "08 do 20" drukowane są na czerwono, w pozostałych wypadkach na czarno)		czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony czarny/czerwony
21 22 23	Suma punktów pomiarowych fazy A Suma punktów pomiarowych fazy B Suma punktów pomiarowych fazy C		czarny czarny czarny

Na każdym polu pomiarowym rejestrowanych jest 10^4 względnie 10^5 punktów pomiarowych tak, że wszystkie wyniki oznaczania objętości względnej składników struktury otrzymujemy w % (adresy numeryczne "21" do "23"). Długości cięciw jednej z wybranych faz A, B lub C klasyfikowane są w 13 klasach z geometrycznym podziałem o module $\sqrt{2}$ (adresy "08 do 20"). Wartość dolnej granicy pierwszej klasy $l_i = 1, 2, 4, 8, 16 \mu\text{m}$ można nastawić za pomocą klasyfikatora wstępnego.

11.5. Przebieg ćwiczenia

A. Cel ćwiczenia

Zapoznanie się z metodami badawczymi umożliwiającymi ilościową i w pełni obiektywną ocenę mikrostruktury metali i stopów. Podstawowe parametry stereologiczne struktury takie jak: V_V , S_V , L_A zostaną wyznaczone w oparciu o pomiary na automatycznym analizatorze struktur Epiquant.

B. Urządzenia i materiały do badań:

- automatyczny analizator struktur Epiquant,
- instrukcja obsługi urządzenia Epiquant,
- komplet zgródów metalograficznych żeliw i stali w stanie wyżarzonym,
- fotografie mikrostruktur żeliw i stali w stanie wyżarzonym.

C. Przebieg badań

Zapoznać się z budową i zasadą działania urządzenia Epiquant. Przed przystąpieniem do badań określić, który z obserwowanych składników strukturalnych ma być mierzony oraz jakie dane pomiarowe mają związek z fizycznymi i technologicznymi właściwościami badanego materiału. Sprawdzić jakość przygotowanego zgrądu.

Warunki pomiarów należy dobrać zgodnie z zaleceniami podanymi w instrukcji obsługi urządzenia. Dokonać pomiarów wybranych parametrów stereologicznych struktury. I tak np.:

- 1/ Dokonać pomiaru objętości względnej V_V perlitu w stali podeutektoidalnej wyżarzonej. Znając zawartość perlitu w stali, określić zawartość w niej węgla.
- 2/ Określić wielkość ziarna płaskiego w żelazie Armco po wyżarzeniu (\bar{l} i L_A).
- 3/ Wyznaczyć udział objętościowy grafitu w żelowie sferoidalnym, określić powierzchnię względną S_V wydzielań grafitu.
- 4/ Określić długość względną L_A płatków grafitu w żelowie szarym.

D. Opracowanie wyników i sprawozdania

Sprawozdanie z badań powinno zawierać następujące punkty:

- cel badań, przedmiot badań, spis literatury pomocniczej,
- schemat ilustrujący zasadę działania urządzenia Epiquant,

- krótki opis przebiegu ćwiczenia, warunki pomiarów, rysunki badanych mikrostruktur,
- zestawienie otrzymanych wyników,
- wyliczoną wartość błędu bezwzględnego dla udziału objętościowego , histogram obrazujący rozkład długości cięciw dla analizowanej fazy,
- wnioski dotyczące przeprowadzonych badań i możliwości zastosowania urządzenia Epiquant.

Pytania kontrolne

1. Podstawowe parametry określające przestrzenną budowę metali i stopów oraz ich znaczenie.
2. Co to jest objętość względna V_V i jakie mamy metody jej określania?
3. Zasada metody planimetrycznej, liniowej i punktowej.
4. Jak zależy błąd pomiaru V_V od liczby "rzuconych" punktów?
5. Jakie parametry służą do oceny ziarna na płaskim zgładzie metalograficznym?
6. Metoda Jeffriesa.
7. Ocena wielkości ziarna metodą siecznych.
8. Co to jest długość względna linii granic ziarn?
9. Co to jest powierzchnia względna granic ziarn?
10. Ocena wielkości ziarna płaskiego za pomocą średniej cięciwy.

Literatura

1. Sałtykow S. A. – Stiereometriczeskaja mietałografija. Miettałurgija. Moskwa 1970
2. Ryś J. – Wstęp do metalografii ilościowej. Wyd. Śląsk, Katowice 1970
3. Sokołowski J., Hübner K., Nosiła M., Pluta B. – Metalografia ilościowa, automatyczne metody pomiarów. Politechnika Śląska, skrypty uczelniane nr 839, Gliwice, 1979
4. Fisz M. – Rachunek prawdopodobieństwa i statystyka matematyczne. PWN, Warszawa 1967
5. Kotlarski J. – Rachunek prawdopodobieństwa dla inżynierów. WNT, Warszawa 1966
6. Szewczyk S. – Wstęp do ćwiczeń laboratoryjnych z materiałoznawstwa pt. "Analiza stereometryczna". Politechnika Lubelska, ITiEM, Lublin 1979
7. Instrukcja obsługi urządzenia EPIQUANT f- my Carl Zeiss, Jena NRD.