

2. Vybrané metodiky hodnotenia štruktúry materiálov a povrchov

Hodnotenie štruktúry materiálov a povrchov je nevyhnutné z hľadiska optimálneho využitia výrobkov z daných materiálov, resp. výrobkov s daným povrchom. Ak chceme vyjadriť súvislosti medzi štruktúrou a vlastnosťami, ktoré sú východiskom pre ich optimálne využívanie, je potrebné kvantifikovať nielen vlastnosti (tie sa bežne merajú a vyjadrujú v číselných hodnotách), ale aj štruktúru materiálu. Hodnotenie súvislostí fyzikálno-mechanických vlastností povrchových vrstiev je zas východiskom pre optimálne využitie daných materiálov z hľadiska odolnosti voči opotrebeniu, zvýšeniu koróznej odolnosti, tvrdosti, a pod. V súčasnosti sa za najviac využívanú metódu hodnotenia štruktúry materiálov označuje *kvantitatívna metalografia*. Kvantitatívna metalografia zahŕňa metódy kvantifikácie štruktúrnych parametrov (hodnotenie za pomoci etalónov, meranie štruktúrnych parametrov, automatická analýza obrazu).

Hodnotenie pomocou etalónov. Ide o hrubé kvantifikovanie štruktúrnych parametrov, založené na porovnávaní hodnotenej štruktúry so štandardnými stupnicami (etalónmi). Je bežne používaným rutinným postupom, ktorý je normovaný. Pri liatinách obsahujú normy aj etalóny pre triedenie tvaru, rozloženia a veľkosti grafítu. Výsledky majú zvyčajne tvar popisného kódu a nie sú priamo použiteľné do matematických výrazov, vyjadrujúcich vzťahy medzi štruktúrou a vlastnosťami.

Meranie štruktúrnych parametrov. Priame merania štruktúrnych parametrov (pri použití okulárových stupnic priamo pri hodnotení, na matnici mikroskopu, alebo z fotografií) umožňujú stanoviť číselné hodnoty štruktúrnych parametrov. Konkrétnym príkladom môže byť hodnotenie veľkosti zrna alebo stanovenie objemového podielu fázy.

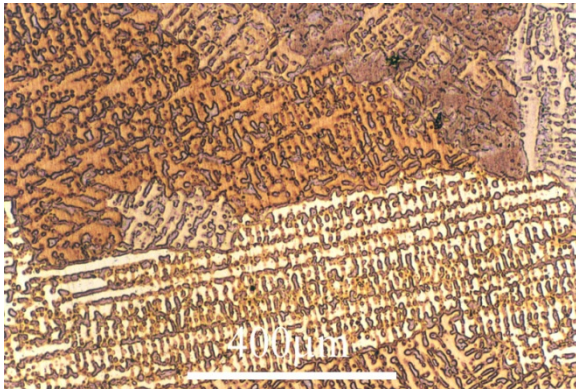
Automatická analýza obrazu. Začiatky využívania automatickej analýzy obrazu siahajú do 60. rokov 20. storočia. V dôsledku zložitosti a nedostupnosti potrebných softwarových a hardwarových vybavení sa táto metóda nevyužívala. V súčasnosti vďaka novému vývoju a výrobe hardwarových a softwarových vybavení je možné touto metódou zabezpečiť objektívnu kontrolu kvality výroby a výrobkov v rôznych oblastiach. Systém pre automatickú analýzu obrazu je zložený z digitálneho zariadenia a počítača. Počítač musí obsahovať príslušný softvér využívaný pre hodnotenie štruktúrnych parametrov v konkrétnej oblasti využitia (strojárstvo, stavebníctvo, medicína, potravinárstvo a pod.).

2.1. Hodnotenie veľkosti zrna

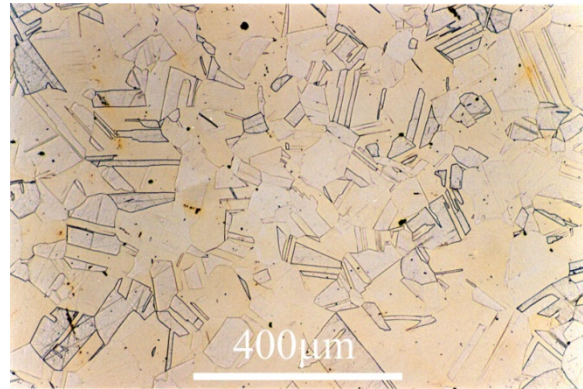
Na lome aj na leptanom výbruse je často aj voľným okom vidieť, že štruktúra je tvorená veľkým počtom zrn. Veľkosť týchto zrn má vplyv nielen na mechanické vlastnosti materiálu ale aj na prekaliteľnosť, tepelnú odolnosť zliatiny a pod. Tepelným spracovaním je možné na veľkosť zrna pôsobiť. Rozlišuje sa **zrno austenitické (primárne** - je to **zrno** vzniknuté pri **kryštalizácii**) a **zrno reálne (sekundárne** - je to **zrno** vzniknuté **po tepelnom spracovaní, tvárnení** - obr. 1). Veľkosť austenitického zrna sa zväčšuje so zvyšovaním teploty a s predlžovaním výdrže na teplote. Zvyšovanie rýchlosti ohrevu pôsobí proti zhrubnutiu zrna.

Pre stanovenie veľkosti zrna sa vzorky odoberajú priamo z výrobku a veľkosť zrna sa hodnotí na leptanom metalografickom výbruse na matnici mikroskopu (metóda hodnotenia podľa Jefferies, Saltykova a metóda planimetrická) alebo porovnaním mikroštruktúry v okulári s etalónmi (porovnávací metóda), pri **100 - násobnom zväčšení**. Taktiež sa veľkosť zrna môže stanoviť využitím metód automatickej analýzy obrazu, kedy je potrebné naleptať

štruktúru na hranice zŕn. Pri tomto hodnotení je použitie zväčšenia rôzne, pretože softvér dokáže prepočítať hodnotu veľkosti zrna k danému zväčšeniu automaticky.



a) liaty stav, dendritická segregácia



b) rekryštalizačné žihanie, žihacie dvojčatá

Obr. 1. Porovnanie veľkosti zrna a zmeny štruktúry po tepelnom spracovaní, Ms70, lept. persulfát amónny

Najrýchlejšie hodnotenie veľkosti zrna je tzv. **porovnávacou metódou**. Podstatou tejto metódy je *porovnanie mikroštruktúry s obrazom normalizovanej mikroštruktúry, spracovanej do etalónovej stupnice*. Základné nedostatky porovnávacíj metódy vyplývajú zo spôsobu výberu a usporiadania etalónov (pomerné hrubé odstupňovanie etalónov) a zo spôsobu samotného hodnotenia porovnávaním (subjektivita hodnotenia). Metóda sa dá použiť len pre tie materiály, pre ktoré boli vypracované porovnávacíe stupnice. Hodnotenie sa robí 10 krát na jednej vzorke (v jednej oblasti) a výsledok sa udáva ako stredná hodnota všetkých meraní. S ohľadom na presnosť meraní sa odporúča, aby v zornom poli bolo 50 až 100 zŕn. Zvláštnym prípadom štruktúry je štruktúra s väčšími dobre rozoznateľnými oblasťami zŕn s rôznymi priemernými veľkosťami. Ak oblasť s určitou veľkosťou zrna dosahuje 90 % celkového zorného poľa, uvádza sa vo výsledku len priemerná veľkosť prevládajúceho zrna (napr. 5). Na vzorkách s dvoma oblasťami s rôznou veľkosťou zrna sa hodnotia priemerné veľkosti zrna v oboch oblastiach zvlášť a výsledok sa uvádza v tvare zlomku, kde v čitateli je číslo zrna prevládajúcej oblasti a v menovateli číslo zrna menšej oblasti a pripojí sa do zátvorčky plošné percentuálne vyjadrenie tejto oblasti napr. 9/5 (25 %).

Spôľahlivejšie a objektívnejšie výsledky dáva **lineárna metóda**. Dá sa použiť v prípade nerovnoosých štruktúr, pre ktoré porovnávacía metóda neposkytuje vhodnú porovnávacíu stupnicu. Lineárnou metódou sa hodnotí veľkosť zrna *ako stredná dĺžka úseku*. Pri meraní sa postupuje tak, že na štruktúru sa položí úsečka so známou dĺžkou a počítajú sa počet zŕn preťatých touto úsečkou. Pretože prvé a posledné zŕno nebýva celkom preťaté, postupuje sa pri počítaní preťatých zŕn tak, že prvé nie celkom preťaté zŕno sa nepočíta a posledné áno, alebo naopak. Stredná dĺžka úseku v μ sa určuje zo vzťahu:

$$d = \frac{\sum L}{Z \cdot \sum n}, \quad (1)$$

kde d je stredná dĺžka úseku v μ , L je celková dĺžka úsečky v μ , z je lineárne zväčšenie a n je celkový počet úsečkami preťatých zŕn.

Najvhodnejší spôsob merania je pre počet 12 až 20 zŕn na úsečke, ktorej dĺžka sa volí tak, aby bola minimálne 50 % priemeru zorného poľa okulára alebo 75 % dlhšej strany matnice (obrázku

mikroštruktúry). Pre hodnotu strednej dĺžky úseku d (stanovená z 10 meraní) sa v tabuľke nájde číslo odpovedajúce veľkosti zrna, ktoré sa uvádza ako výsledok merania (napr. L7).

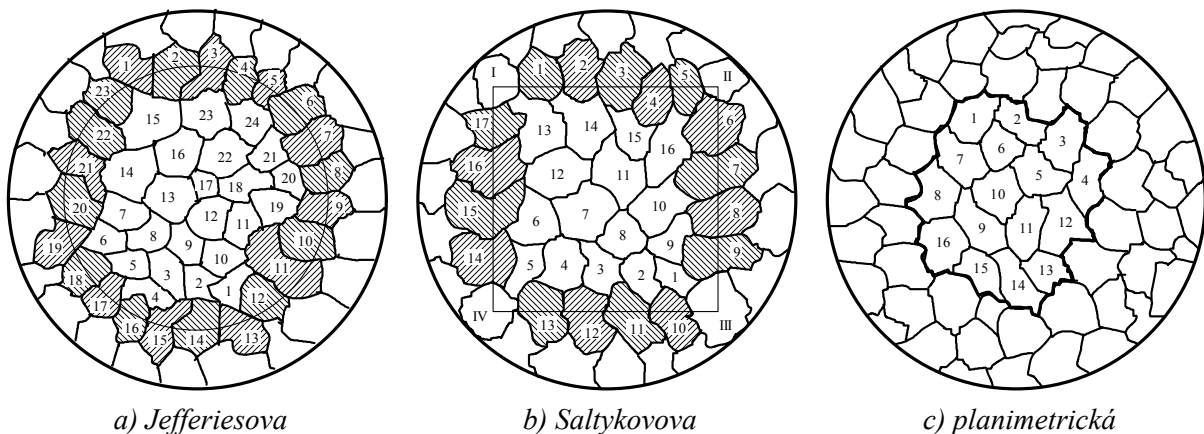
Ďalej môžeme veľkosť zrna hodnotiť ako strednú hodnotu a plochy rezu zrnom v μm^2 . Vzťah medzi počtom zrn n_s na povrchu 1 mm^2 výbrusu a strednou hodnotou ich plochy a_s (pri zväčšení 100 x) je:

$$\text{- v jednofázovej štruktúre} \quad n_s = 10^6 \cdot (a_s)^{-1}, \quad (2)$$

$$\text{- vo viacfázovej štruktúre} \quad n_{xs} = 10^6 \cdot (a_{sx})^{-1} \cdot V_x, \quad (3)$$

kde V_x je objemový podiel fázy x .

Prakticky sa stanovuje počet zrn n_{100} (pri zv.100 x) na obraze štruktúry niektorou z metód podľa **Jefferies**a, **Saltykova** a metódou **planimetrickou**.



Obr. 2. Metódy hodnotenia veľkosti zrna

Pri **Jefferiesovej metóde** sa počíta počet zrn z vo vnútri kružnice s polomerom 39,9 mm (zodpovedá 0,5 mm^2 na výbruse) a počet zrn v preťatých kružnicou a vypočíta sa podľa vzťahu:

$$n_{100} = z + 0,5 v, \quad (4)$$

Pri **Saltykovovej metóde** sa počíta počet zrn z vo vnútri štvorca so stranou 70,7 mm alebo obdĺžnika 59,8 x 83,6 mm a počet zrn v preťatých stranami (okrem 4 zrn I - IV pripadajúcich na rohy štvorca alebo obdĺžnika) a vypočíta sa podľa vzťahu:

$$n_{100} = z + 0,5 v - 1, \quad (5)$$

Pri **planimetrickej metóde** sa planimetrom zmeria plocha A , ktorú zaujíma zvolený známy počet zrn z a s prihliadnutím na zväčšenie obrazu sa prepočíta:

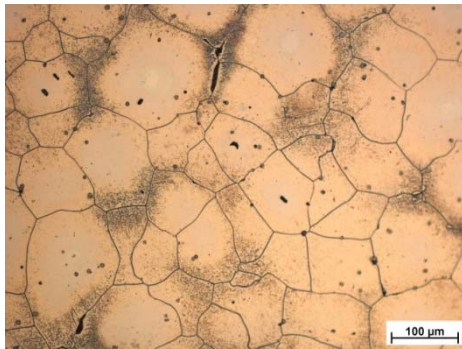
$$n_{100} = 10^4 \cdot z \cdot A^{-1}, \quad (6)$$

Počet zrn m pripadajúcich na 1 mm^2 plochy výbrusu je $m = 2 \cdot n_{100}$ (resp. $m = 8 \cdot 2^G$; kde G je číslo veľkosti zrna). Strednú veľkosť plochy zrna a alebo stredný rozmer zrna d_m vypočítame:

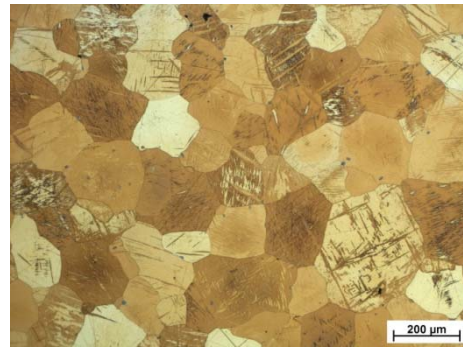
$$a = \frac{1}{m}, \quad (7); \quad d_m = \frac{1}{\sqrt{m}}, \quad (8)$$

Hodnotenie veľkosti zrna s využitím automatickej analýzy obrazu je možné vďaka programu, ktorý sa využíva pre nasnímanie, digitálne spracovanie obrazu, meranie štruktúrnych parametrov a tvorbu databázy (archivovanie informácií). Hodnotenie veľkosti zrna s využitím obrazovej analýzy sa na Katedre materiálového inžinierstva Sjf ŽU v Žiline uskutočňuje využitím softvéru NIS Elements. Postup spočíva v nasnímaní mikroštruktúry pomocou

svetelného mikroskopu NEOPHOT 32 (obr. 3), ktorý je pomocou digitálnej kamery spojenej s mikroskopom prenášaný do počítača a v programe NIS Elements následne spracovávaný (obr. 4). Pre správny výpočet hodnoty veľkosti zrna je potrebné nasnímať obraz v programe zamraziť, označiť použité zväčšenie a operáciami pre hodnotenie veľkosti plochy vyhodnotiť veľkosť zrna konkrétneho materiálu. Tento postup sa opakuje na niekoľkých náhodne vybraných miestach danej mikroštruktúry. Výsledky merania sú znázornené na meranej mikroštruktúre, prípadne sa dajú exportovať do programu Excel, kde sú znázornené počty meraní a ich konkrétne výsledky, ako aj stredná hodnota merania veľkosti zrn.



AZ 91 po T6

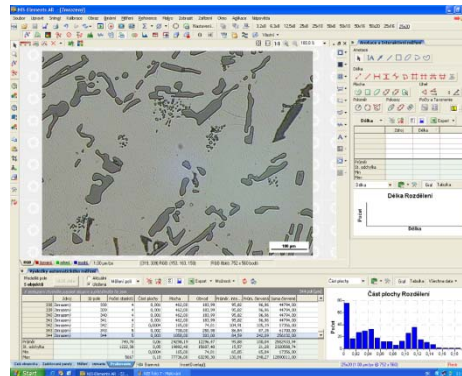


AZ 31, východiskový stav

Obr. 3. Príklad zobrazenia zrna pre hodnotenie s využitím metód automatickej analýzy obrazu



a) pracovisko obrazovej analýzy



b) pracovné okno programu

Obr. 4. Využitie automatickej analýzy obrazu