

3.2 KOHERENTNÉ TESTOVACIE MRIEŽKY

Kvantitatívna metalografia sa zameriava na meranie štruktúrnych parametrov a ich vyjadrenie vo forme číselnej hodnoty. Takto definované štruktúrne parametre je možné použiť na vyjadrenie vzťahov medzi štruktúrou (vyplývajúcou z chemického zloženia a histórie spracovania materiálu) a vlastnosťami (fyzikálnymi, mechanickými a pod.) kovov a zliatin vo forme matematického vzťahu.

Parametre kvantitatívnej metalografie sa prevažne určujú prostredníctvom *koherentných testovacích mriežok*, ktoré je možné definovať ako mriežky s množinou pravidelne rozložených testovacích sond. Druh použitej metódy je pomenovaný podľa geometrického tvaru sondy a môže ňou byť:

- a) bod - bodová metóda,
- b) priamka (úsečka) - priamková metóda,
- c) plošný (rovinný) útvar - rovinná metóda.

Pomocou sond príslušného geometrického tvaru (tvoriacich koherentnú testovaciu mriežku) hodnotíme štruktúrne parametre v časti štruktúry, ktorá je geometrickým výberom z celku. Takýmto spôsobom môžeme charakterizovať štruktúru objektu na základe pozorovania jeho častí, preto merania v kvantitatívnej metalografii majú štatistický charakter. Väčšina vyvinutých testovacích systémov je založená na pozorovaniach dvojrozmerných rovinných rezov. V tejto kapitole a v niektorých ďalších sa zameriame na konkrétne postupy merania a praktické aplikácie metód hodnotenia na dvojrozmerných štruktúrach.

Téma koherentných testovacích mriežok je rozsiahla, a preto nie je možné uviesť v jednej kapitole všetky druhy mriežok, metód a ich aplikácie na jednotlivé úlohy kvantitatívnej metalografie. V tejto kapitole sú vybrané a podrobne rozpracované dve základné úlohy kvantitatívnej metalografie:

- 1) hodnotenie objemového podielu skúmanej fázy,
- 2) hodnotenie počtu častíc skúmanej fázy.

3.2.1 Hodnotenie objemového podielu (V) skúmanej fázy

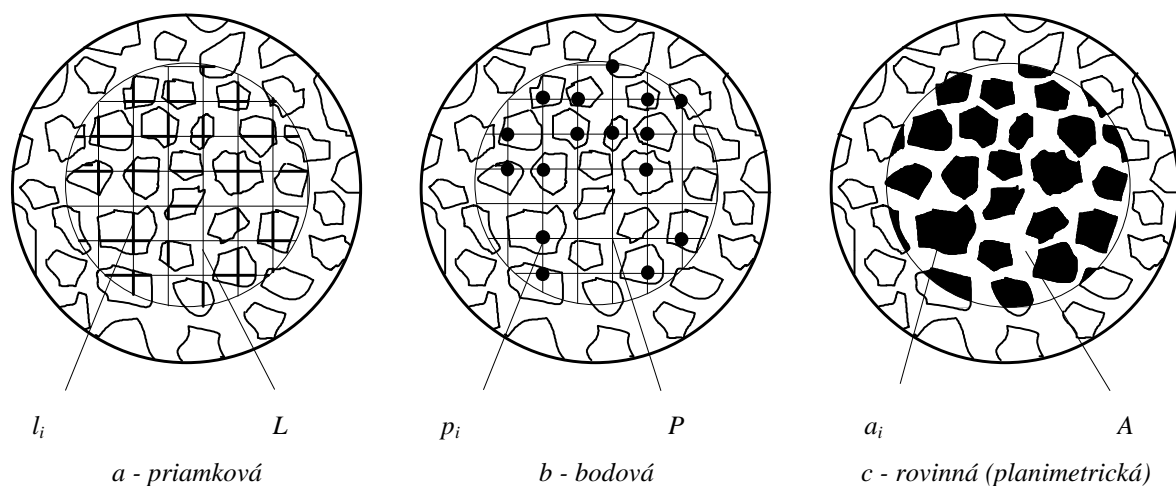
Pri určení objemového podielu fázy v štruktúre vychádzame z *Cavalieriho - Hacquetovho zákona*, z ktorého vyplýva, že objemový podiel skúmanej fázy v štruktúre je totožný s jej plošným podielom v rovinnom reze štruktúrou a pri určovaní je možné použiť niektorú z nasledujúcich metód (*obr.1*):

a) priamková metóda

Podstata metódy je znázornená na *obr.1a* a spočíva v meraní dĺžky l_i úsečiek mriežky (silnejšie vytiahnuté úseky), ktoré sa nachádzajú vo vnútri útvarov hodnotenej fázy. Objemový podiel fázy sa potom určí podľa vzťahu:

$$V = \frac{\sum l_i}{L} \cdot 100 \quad [\%], \quad (1)$$

kde L je celková dĺžka úsečiek testovacej mriežky (celková dĺžka úsečkových sond).



Obr.1 Metódy hodnotenia objemového podielu skúmanej fázy

b) bodová metóda

Princíp metódy je znázornený na obr.1b a hodnotenie spočíva v určení počtu priesečníkov p_i mriežky (označené tmavým krúžkom), ktoré sa nachádzajú vo vnútri útvarov hodnotenej fázy. Objemový podiel fázy sa potom určí podľa vzťahu:

$$V = \frac{\sum p_i}{P} \cdot 100 [\%], \quad (2)$$

kde P je celkový počet priesečníkov testovacej mriežky (celkový počet bodových sond).

c) rovinná metóda - planimetrická

Princíp hodnotenia touto metódou je znázornený na obr.1c a spočíva v meraní plochy a_i útvarov hodnotenej fázy (tmavé útvary), ktoré sa nachádzajú vo vnútri testovacieho obrazca. Objemový podiel fázy sa potom určí podľa vzťahu:

$$V = \frac{\sum a_i}{A} \cdot 100 [\%], \quad (3)$$

kde A je celková plocha testovacieho obrazca.

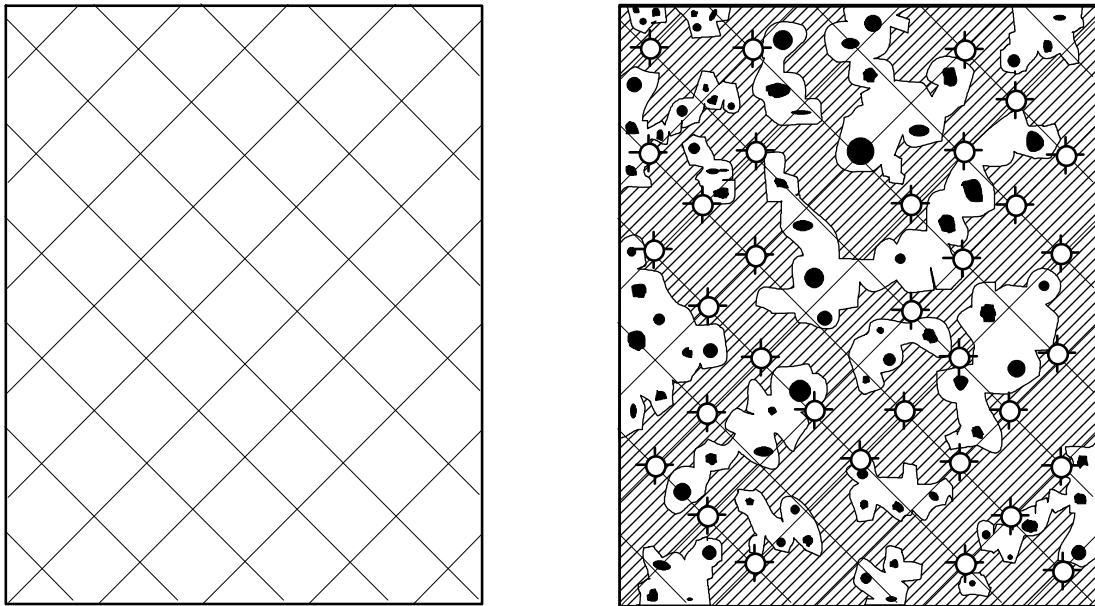
Konkrétny príklad testovacej mriežky s bodovými sondami na hodnotenie objemového podielu skúmanej fázy bodovou metódou je znázornený na obr.2 - vľavo. Mriežka má 50 bodových sond, ktorými sú priesečníky šikmých čiar. Konkrétna aplikácia mriežky je znázornená na obr.2 - vpravo. Táto mriežka je používaná na KMI ŽU Žilina na meranie objemového podielu perlitu v liatinách s veľkou presnosťou. Prieniky bodových sond s perlitom sú označené terčíkom s krúžkom. Meranie je potrebné opakovať na rôznych miestach štruktúry a určiť strednú hodnotu počtu prienikov p_s na jedno hodnotenie. Potom objemový podiel hodnotenej fázy sa určí podľa vzťahu:

$$V = \frac{p_s}{P} \cdot 100 [\%], \quad (4)$$

kde P je celkový počet bodových sond testovacej mriežky. Pre uvedenú mriežku s $P = 50$:

$$V = 2 \cdot p_s [\%]. \quad (5)$$

Zo štatistických výskumov chýb vyplýva, že vo všeobecnosti presnosť analýzy závisí od počtu pozorovaní. Bodová metóda je charakteristická najmenšou prácnosťou a je najmenej zaťažovaná prístrojovými chybami a chybou hodnotiaceho subjektu, a je preto vhodná pre manuálne spracovanie analýzy. Priamková a rovinná metóda sú z tohto hľadiska vhodnejšie pre automatickú obrazovú analýzu riadenú pomocou PC.



Obr.2 Príklad testovacej mriežky s bodovými sondami (vľavo) a jej aplikácia (vpravo)

3.2.2 Hodnotenie počtu častíc skúmanej fázy

Vzťah pre počet častíc skúmanej fázy v objeme na základe merania na rovinnom reze nie je zatiaľ zovšeobecnený a zahŕňa vlastnosti častíc závislé od ich tvaru a veľkosti. Z tohto hľadiska existujú vzťahy len pre špeciálne prípady, a to je keď:

- častice v štruktúre majú rovnaký tvar a veľkosť;
- častice majú rovnaký tvar, ale veľkosť sa náhodne mení;
- častice majú jedinú preferenčnú orientáciu.

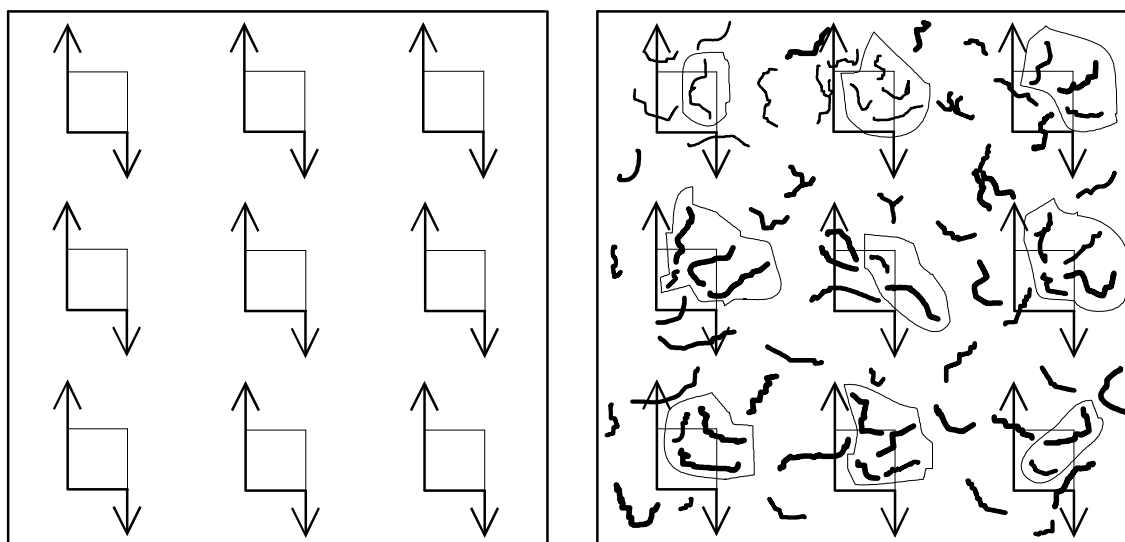
Ani tieto prípady však nie je možné zovšeobecniť a riešenie je vhodné pre geometrické tvary konvexných častíc guľovitých, doskovitých a valcovitých.

Konkrétny príklad testovacej mriežky s plošnými sondami tvaru štvorca na stanovenie počtu častíc skúmanej fázy v jednotke plochy výbrusu je znázornený na obr.3 - vľavo. Mriežka má štvorcový tvar veľkosti 90 x 90 mm. Je rozdelená na 81 rovnakých štvorcov, z ktorých 9 symetricky rozložených štvorcov plní funkciu plošných sond. Súčet plôch sond je rovný 1/9 celkovej plochy mriežky. Konkrétna aplikácia mriežky je znázornená na obr.3 - vpravo. Princíp hodnotenia spočíva v stanovení počtu častíc zasiahnutých plošnými sondami. Počítajú sa častice spadajúce do vnútra plošnej sondy a častice preťaté tenkou čiarou sondy (na obr.3 častice obkreslené krivkou okolo nich). Častice započítavame celé, nielen ich časti. Nepočítajú sa častice, ktoré pretínajú tzv. vylučovacie čiary (na obr.3 hrubšie čiary so šípkami na koncoch). Takto sa stanoví počet častíc zasiahnutých všetkými deviatimi plošnými sondami pri jednej polohe testovacej mriežky. Meranie je potom potrebné opakovať na rôznych miestach štruktúry (minimálne na troch miestach) a určiť strednú hodnotu počtu častíc n_s pripadajúcich na 1 hodnotenie.

Počet častíc N pripadajúci na plochu jedného mm^2 sa určí podľa vzťahu:

$$N = 9 \cdot Z^2 \cdot n_s \cdot a^2 \quad [\text{mm}^{-2}], \quad (6)$$

kde Z je použité zväčšenie, a v [mm] je dĺžka strany štvorca ohraničujúceho testovaciu mriežku. Pre uvedenú mriežku 90 x 90 mm: $N = 1,11 \cdot Z^2 \cdot n_s \cdot 10^{-3} \quad [\text{mm}^{-2}]. \quad (7)$



Obr.3 Príklad testovacej mriežky s plošnými sondami (vľavo) a jej aplikácia (vpravo)

3.2.3 Postup práce na cvičení

1. Na základe pozorovania mikrofotografií sa oboznámte s mikroštruktúrou: a) niklovej zliatiny ŽS6U - vo východiskovom stave, b) niklovej zliatiny VŽL14 - po tepelnom spracovaní a s technológiou jej tepelného spracovania na základe výkladu učiteľa a štúdia teoretického úvodu priloženého v zadaní.
2. Určíte objemový podiel γ -fázy pri oboch niklových zliatinách prostredníctvom bodovej metódy použitím testovacej mriežky s 50-timi bodovými sondami. Určíte počet častíc γ -fázy pri oboch niklových zliatinách prostredníctvom testovacej mriežky s plošnými sondami tvaru štvorca. Merania je potrebné uskutočniť na 4 miestach mikroštruktúry, výsledky jednotlivých meraní zapísať do tabuľky, požadované hodnoty (objemový podiel a počet častíc γ -fázy) vypočítať zo stredných hodnôt zásahov testovacích sond v hodnotenej fáze a výsledky zapísať do tabuľky.
3. Z hodnôt objemového podielu a počtu častíc γ -fázy určíte priemernú plochu a lineárny rozmer jednej častice γ -fázy pri oboch niklových zliatinách.
4. Na základe získaných výsledkov spracujte záver o vplyve tepelného spracovania na charakter γ -fázy v niklových zliatinách.

3.2.4 Kontrolné otázky

1. Definujte pojem koherentná testovacia mriežka.
2. Akými druhmi testovacích sond môže byť testovacia mriežka tvorená ?
3. Vymenujte metódy vhodné na určenie objemového podielu skúmanej fázy v štruktúre a vysvetlite ich princíp.
4. V ktorých prípadoch má opodstatnenie hodnotenie počtu častíc skúmanej fázy ?

3.2.5 Použitá literatúra

- [1] Skočovský,P. - Šiman,I.: Štruktúrna analýza liatin. 1.vydanie, Bratislava, ALFA, 1989.
- [2] Skočovský,P. - Matejka,M.: Mikroštruktúra liatin (metalografická príručka). 1.vydanie, Žilina, ES VŠDS, Žilina, 1994.