

FUNKCYJNY OPIS MIKROSTRUKTURY MATERIAŁÓWJ. CYBO¹, S. JURA², J. MASZYBROCKA³, J. CHMIELA⁴^{1,3,4} Katedra Materiałoznawstwa Zakład Badań Warstwy Wierzchniej
Uniwersytetu Śląskiego² Katedra Odlewnictwa Politechniki Śląskiej

STRESZCZENIE

W pracy podano metodykę funkcyjnego opisu mikrostruktury materiałów. Opis zastępuje budowę i analizę histogramów funkcją całkowalną o trzech parametrach, które definiują zarazem wszystkie zależności stereologiczne. Zamieszczono przykładowy protokół opisu funkcyjnego oraz wykazano jego zgodność z konstrukcją skali wzorców wielkości ziarna PN, a także z parametrami badanej mikrostruktury jedno- i wielofazowej oraz obiektów izolowanych w osnowie.

1. WPROWADZENIE

Parametry integralne są uznawane w stereologii za podstawową charakterystykę ilościową mikrostruktury. Jednak wyniki opisu rozkładu wielkości jej elementów stanowią równoprawną charakterystykę. Oprócz tego, momenty rozkładu pozwalają wyznaczyć parametry stereologiczne. Ponieważ w dominującej liczbie przypadków rozkład wielkości (D , d) składników mikrostruktury spełnia rozkład logarytmiczno-normalny, do określenia liczby cząstek $N_A(d)$, $N_V(D)$ można stosować funkcję Gaussa. Pewną niedogodność natury metodyczno-interpretacyjnej stanowi jej niecałkowalność. W przypadku aproksymacji danych empirycznych statystyka w pełni aprobuje zastępowanie wzoru Gaussa formułą symulującą rozkład normalny. Na tej podstawie najistotniejsze parametry stereologiczne zdefiniowano za pomocą trzech, zawsze tych samych wielkości, będących parametrami całkowalnej funkcji rozkładu badanych obiektów mikrostruktury [1].

¹ Dr hab. Profesor Uniwersytetu, e-mail: jcybo@metrolo1.tech.us.edu.pl² Prof. dr hab. inż., e-mail: sekrmt3@zeus.polsl.gliwice.pl³ Mgr⁴ Dr

2. FUNKCJA ROZKŁADU WIELKOŚCI BADANYCH OBIEKTÓW

Uzasadnienie teoretyczne i warunki zbieżności zastosowanej funkcji z formułą Gaussa przedstawiono w [1]. Parametry funkcji U , Z , $\overline{\ln d}$ (rys. 1, 2) są wyznaczone przy zastosowaniu programu optymalizacji na podstawie pomiaru $N_A(d)$ wg (1):

$$N_A(d) = U \cdot Z \exp[Z(\overline{\ln d} - \ln d)] / \left\{ 1 + \exp[Z(\overline{\ln d} - \ln d)] \right\}^2 \quad (1)$$

gdzie:

U [mm/mm²], Z [mm⁻¹], $\overline{\ln d}$ [mm] - parametry funkcji opisującej zbiór cząstek,

$\overline{\ln d}$ - wartość średnia zmiennej $X = \ln d$,

Z - zróżnicowanie wielkości cząstek zdefiniowane przez punkty przegięcia (Λ) $f(\ln d)$:

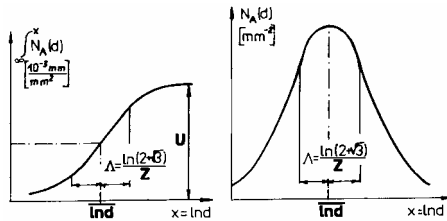
$$f(\ln d) = \left\{ Z \exp[Z(\overline{\ln d} - \ln d)] \right\} / \left\{ 1 + \exp[Z(\overline{\ln d} - \ln d)] \right\}^2 \quad (2)$$

$$Z = \left[\ln(2 + \sqrt{3}) \right] / \Lambda \quad (3)$$

$$U = \int_{-\infty}^{+\infty} N_A(d) d(\ln d) = \sum N_A(d) \Delta = N_A \Delta \quad (4)$$

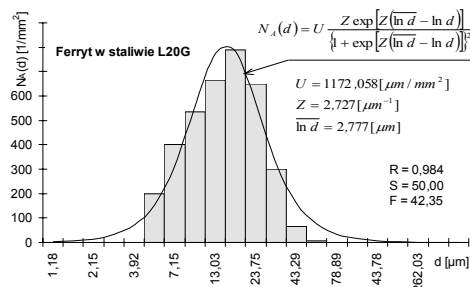
$$\Delta = \ln(d_2 / d_1) - \text{szerokość klas, w których badano zbiór cząstek,} \quad (5)$$

$$N_A = \sum N_A(d) - \text{suma cząstek na jednostkowej powierzchni.} \quad (6)$$



Rys. 1. Funkcja rozkładu liczby cząstek w klasach wielkości

Fig. 1. Distribution function of number of particles in size grades



Rys. 2. Rozkład statystyczny ziarn w klasach wielkości (histogram - badania stereologiczne; krzywa - funkcyjny opis)

Fig. 2. Statistical distribution of grains in size grades (histogram - stereological investigations; curve - functional description)

3. PARAMETRY W FUNKCJI WIELKOŚCI I LICZBY CZĄSTEK

Zdefiniowanie parametrów stereologicznych za pomocą tych samych trzech parametrów (U , Z , $\overline{\ln d}$) funkcji opisującej rozkład $N_A(d)$ wymaga wcześniejszego wyrażenia analizowanych cech stereologicznych w ujęciu liczby oraz wielkości cząstek. Transformację taką można przeprowadzić w oparciu o prawa i zasady metalografii, określające ich związek z liczbą przecięć N_L i liczbą punktów przecięć P_L obiektów z prostą skanującą [1], (7) ÷ (16), tabela 1.

Tabela 1. Parametry stereologiczne wg definicji metalografii oraz po transformacji
Table 1. Stereological parameters according to definition of metallography as well as after transformation

Względna długość granic elementów struktury, L_A :	$L_A = \frac{\pi}{2} P_L = \frac{\pi}{2} \alpha N_L = \frac{\pi}{2} \alpha \overline{d} N_A$	(7)
Względna powierzchnia granic cząstek, S_V :	$S_V = 2P_L = 2\alpha N_L = 2\alpha \overline{d} N_A$	(8)
Udział względny badanej fazy, V_V :	$V_V = \frac{\pi}{4} \overline{d}^2 N_A$	(9)
Średnia odległość między cząstkami izolowanymi, $\overline{\lambda}$:	$\overline{\lambda} = \frac{\pi(1-V_V)}{L_A} = \frac{1}{\overline{d} N_A}$	(10)
Lub dla bardzo małych obiektów, np. wtrąceń niemetalicznych:	$\overline{\lambda} = \frac{1}{\overline{d} N_A}$	(11)
Liczba cząstek w objętości 1mm^3 , N_V :	$N_V = 6\pi^2 V_V \left(\frac{N_A}{\frac{2}{\alpha} S_V} \right)^3 = \frac{3\pi^3}{2^7} \frac{\overline{d}^2}{(\overline{d})^3} N_A$	(12)
Średnia średnica cząstek w objętości, \overline{D} :	$\overline{D} = \frac{N_A}{N_V} = \frac{2^7}{3\pi^3} \frac{(\overline{d})^3}{\overline{d}^2}$	(13)
Średnia krzywizna granic cząstek na zglądzie, \overline{K}_L :	$\overline{K}_L = 2\pi \frac{N_A}{L_A} = \frac{4}{\alpha} \frac{1}{\overline{d}}$	(14)
Średnia krzywizna powierzchni cząstek, \overline{K}_S :	$\overline{K}_S = \frac{\pi}{4} \overline{K}_L = \frac{\pi}{\alpha} \frac{1}{\overline{d}}$	(15)
Całkowita średnia krzywizna względna powierzchni cząstek, \overline{K}_V :	$\overline{K}_V = 2\pi N_A$	(16)

gdzie: α - wskaźnik typu struktury (p. rozdz. 3.1)

3.1. Wskaźnik typu struktury

Występujący we wzorach (7)÷(15) wskaźnik typu struktury α określa wielkość wspólnej części granic ziarn tej samej fazy. Przy analizie struktur jednofazowych lub cząstek izolowanych w osnowie zachodzi logiczna zbieżność długości granic cząstek L_A z mierzonym automatycznie obwodem tych elementów L_O :

$L_A=L_O$ - cząstki izolowane, dla których granica międzyfazowa stanowi zarazem obwód cząstki,

$L_A=0,5L_O$ -struktura jednofazowa, dla której granice są mierzone dwukrotnie jako obwody sąsiadujących cząstek.

Tabela 2. Estymatory wskaźnika typu struktury
Table 2. Estimators of the type structure index

$\alpha_t = \frac{P_L}{N_L} = 2 \frac{L_A}{L_O}$	obiekty	struktury
	izolowane	jednofazowe
	2	1
Estymatory wskaźnika α dla struktur wielofazowych		
$\alpha = 2 - V_V$	dla fazy o udziale V_V (17)	
$\alpha_1 = \frac{\pi}{2d} \sqrt[3]{\frac{3V_V}{d^{-1} N_A \cdot 10^{-6}}}$	dla fazy mniejszościowej (18)	
$\alpha'_1 = 3 - \alpha_1$	dla fazy większościowej (19)	
$\alpha_2 = \frac{\pi}{2d} \sqrt[3]{\frac{3V_V}{d^{-1} N_A \cdot 10^{-6}}} - 1$	dla fazy większ (20)	
$\alpha'_2 = 3 - \alpha_2$	dla fazy mniejsz. (21)	
$\alpha_3 = \frac{\pi}{2d} \sqrt[3]{\frac{3\pi d^2}{4d^{-1}}}$	dla fazy mniejszościowej (22)	
$\alpha'_3 = 3 - \alpha_3$	dla fazy większościowej (23)	

W przypadku struktur wielofazowych, pomiar obwodu cząstek jednej z faz nie może być wykorzystany bezpośrednio do wyznaczania L_A , S_V , gdyż w czasie pomiaru obwodów pewna część granic jest mierzona dwukrotnie, a pozostała część jednokrotnie. Wymaga tego również przejście od realizowanej w analizatorach zasady interceptów do metalograficznego pojęcia liczby punktów przecięć z granicami. Należy wtedy wprowadzić wskaźnik typu struktury α [1], tab. 2.

4. PARAMETRY STEREOLOGICZNE I ROZKŁADY ICH WIELKOŚCI W UJĘCIU FUNKCYJNYM

W wyniku podstawienia formuły (1) do relacji (7) ÷ (16) oraz ich przekształceń uzyskuje się wzory (24) ÷ (40), definiujące zależności stereologiczne w ujęciu parametrów (U , Z , $\overline{\ln d}$) funkcji opisującej rozkład wielkości badanych obiektów mikrostruktury, tab. 3. W oparciu o (1) ÷ (40) program komputerowy realizuje funkcyjny opis mikrostruktury, którego przykładowy wydruk dla ceramiki piezoelektrycznej (struktura jednofazowa) przedstawia tabela 4.

Tabela 3. Zestawienie wzorów do aproksymacji parametrów stereologicznych
 Table 3. Specification of formulae for approximation of stereological parameters

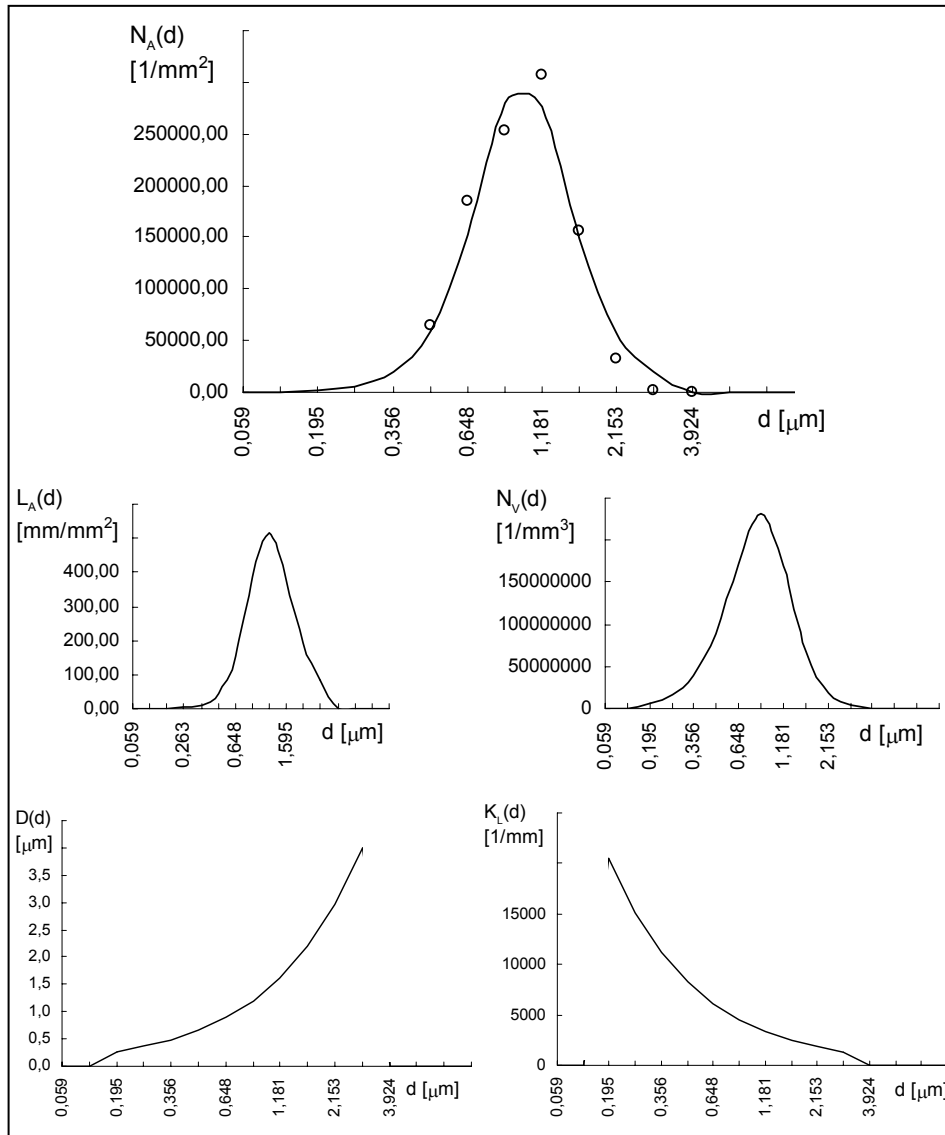
Względna długość granic elementów struktury:	$L_A = \frac{\pi\alpha}{2\Delta} U \exp\left[\overline{\ln d} + \frac{1}{2}\left(\frac{\ln B}{Z}\right)^2\right] \left[\frac{mm}{mm^2}\right] \quad (24)$
	$L_A(d) = \frac{\pi\alpha}{2} d \frac{UZ \exp\left[Z(\overline{\ln d} - \ln d)\right]}{\left\{1 + \exp\left[Z(\overline{\ln d} - \ln d)\right]\right\}^2} \left[\frac{mm}{mm^2}\right] \quad (25)$
Względna powierzchnia granic cząstek:	$S_V = \frac{2\alpha}{\Delta} U \exp\left[\overline{\ln d} + \frac{1}{2}\left(\frac{\ln B}{Z}\right)^2\right] \left[\frac{mm^2}{mm^3}\right] \quad (26)$
	$S_V(d) = 2\alpha d \frac{UZ \exp\left[Z(\overline{\ln d} - \ln d)\right]}{\left\{1 + \exp\left[Z(\overline{\ln d} - \ln d)\right]\right\}^2} \left[\frac{mm^2}{mm^3}\right] \quad (27)$
Względny udział badanej fazy:	$V_V = \frac{\pi}{4\Delta} U \exp 2\left[\overline{\ln d} + \left(\frac{\ln B}{Z}\right)^2\right] [\%obj] \quad (28)$
	$V_V(d) = \frac{\pi}{4} d^2 \frac{UZ \exp\left[Z(\overline{\ln d} - \ln d)\right]}{\left\{1 + \exp\left[Z(\overline{\ln d} - \ln d)\right]\right\}^2} [\%obj] \quad (29)$
Średnia odległość między cząstkami izolowanymi:	$\bar{\lambda} = \Delta \left[U \exp\left[\overline{\ln d} + \frac{1}{2}\left(\frac{\ln B}{Z}\right)^2\right] \right]^{-1} [mm] \quad (30)$
	$\bar{\lambda}(d) = \frac{\left\{1 + \exp\left[Z(\overline{\ln d} - \ln d)\right]\right\}^2}{dUZ \exp\left[Z(\overline{\ln d} - \ln d)\right]} [mm] \quad (31)$
Liczba cząstek w objętości 1 mm ³ :	$N_V = \frac{3\pi^3}{2^7\Delta} U \exp\left[\frac{1}{2}\left(\frac{\ln B}{Z}\right)^2 - \overline{\ln d}\right] \left[\frac{1}{mm^3}\right] \quad (32)$
	$N_V(d) = \frac{3\pi}{2^7} \frac{UZ \exp\left[Z(\overline{\ln d} - \ln d)\right]}{d \left\{1 + \exp\left[Z(\overline{\ln d} - \ln d)\right]\right\}^2} \left[\frac{1}{mm^3}\right] \quad (33)$
Średnica cząstek w objętości:	$\bar{D} = \frac{2^7}{3\pi^3} \exp\left[\overline{\ln d} - \frac{1}{2}\left(\frac{\ln B}{Z}\right)^2\right] [\mu m] \quad (34)$
	$\bar{D}(d) = \frac{2^7}{3\pi^3} d [\mu m] \quad (35)$
Średnia krzywizna granic cząstek:	$\bar{K}_L = \frac{4}{\alpha} \left[\exp\left[\overline{\ln d} + \frac{1}{2}\left(\frac{\ln B}{Z}\right)^2\right] \right]^{-1} \left[\frac{1}{mm}\right] \quad (36)$
	$\bar{K}_L(d) = \frac{4}{\alpha d} \left[\frac{1}{mm}\right] \quad (37)$
Średnia krzywizna powierzchni cząstek :	$\bar{K}_S = \frac{\pi}{\alpha} \left[\exp\left[\overline{\ln d} + \frac{1}{2}\left(\frac{\ln B}{Z}\right)^2\right] \right]^{-1} \left[\frac{1}{mm}\right] \quad (38)$
	$\bar{K}_S(d) = \frac{\pi}{\alpha d} \left[\frac{1}{mm}\right] \quad (39)$
Całkowita średnia krzywizna względna powierzchni cząstek:	$\bar{K}_V = 2 \frac{\pi}{\Delta} U \left[\frac{1}{mm}\right] \quad (40)$

Weryfikacji zgodności z klasycznymi pomiarami stereologicznymi dokonano w ok. 20 przypadkach struktur jedno- i dwufazowych oraz obiektów izolowanych dla stopów metali, kompozytów i materiałów ceramicznych. Jakościową ocenę zgodności z konstrukcją PN wg skali A dla wzorców Nr 1÷10 przedstawiono na rys. 3. Ilościową analizę oparto o równania regresji. Dla każdego z rozpatrywanych parametrów współczynnik regresji między wartościami z pomiarów stereologicznych i opisu funkcyjnego przekracza 0,99, a względny błąd oszacowania jest mniejszy od 1,2%, rys. 4.

Tabela 4. Przykładowy protokół funkcyjnego opisu mikrostruktury
Table 4. Typical protocol of the functional description of microstructure

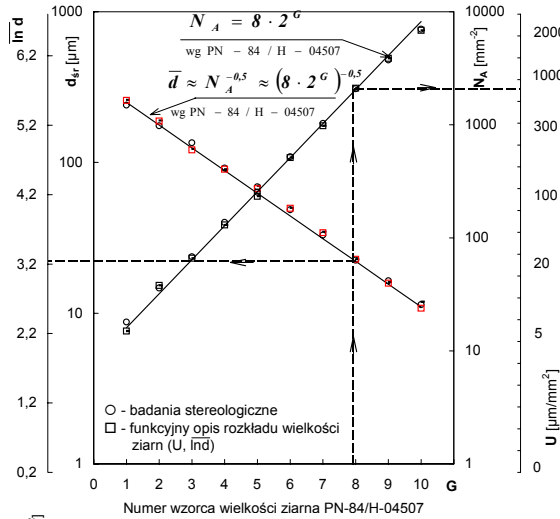
		University of Silesia – Faculty of Engineering Uniwersytet Śląski – Wydział Techniki KATEDRA MATERIAŁOZNAWSTWA ZAKŁAD BADAŃ WARSTWY WIERZCHNIEJ ul. Śnieżna 2, 41-200 Sosnowiec tel. (0-32) 291-83-81 (do 9) wew.572, fax. (0-32) 291-82-43 e-mail: jcybo@metrolo1.tech.us.edu.pl						
PRACOWNIA ANALIZY STEREOLOGICZNEJ I FRAKTALNEJ MIKROSTRUKTURY MATERIAŁÓW ORAZ WARSTWY WIERZCHNIEJ								
Protokół funkcyjnej aproksymacji parametrów stereologicznych								
1. Nr próbek i rodzaj badanej struktury: CER-MAT J4								
2. Wskaźnik typu struktury: $\alpha = 1$								
3. Średnia średnica równoważnych przekrojów cząstek \bar{d} , średnia kwadratów średnic \bar{d}^2 i średnia odwrotności średnic \bar{d}^{-1} :								
$\bar{d} = 1,03 \text{ } [\mu\text{m}]$		$\bar{d}^2 = 1,234 \text{ } [\mu\text{m}^2]$		$\bar{d}^{-1} = 1,139 \text{ } [\mu\text{m}^{-1}]$				
4. Parametry funkcji rozkładu wielkości cząstek:								
$U = 321888,5 \text{ } [\mu\text{m}/\text{mm}^2]$		$\ln \bar{d} = 0,01196 \text{ } [\mu\text{m}]$		$Z = 3,91699 \text{ } [\mu\text{m}^{-1}]$				
(S = 18033,662 F = 62,992 R = 0,987)								
5. Parametry stereologiczne:								
Klasy d	Sr. klasy	$N_A(d)p.$	$N_A(d)$	$L_A(d)$	$K_L(d)$	$S_V(d)$	$N_V(d)$	D(d)
0,12-0,17	0,145	0	1910,28	0	0	0	0	0
0,17-0,22	0,195	6402,52	6122,79	1,88	20498,26	2,39	22801707	0,27
0,22-0,30	0,263	4801,89	19590,49	8,11	15183,90	10,32	54041765	0,36
0,30-0,41	0,356	16006,30	58786,05	32,84	11247,33	41,81	120122603	0,49
0,41-0,55	0,480	64025,18	153352,49	115,65	8331,36	147,25	232117288	0,66
0,55-0,74	0,648	184072,40	279826,17	284,90	6171,38	362,74	313740958	0,89
0,74-1,01	0,875	252899,47	277052,87	380,80	4571,39	484,85	230097431	1,20
1,01-1,36	1,181	307320,87	149539,87	277,47	3386,21	353,29	91996718	1,63
1,36-1,83	1,595	155261,06	56957,30	142,68	2508,31	181,66	25955595	2,19
1,83-2,47	2,153	32012,59	18859,66	63,78	1858,01	81,20	6366219	2,96
2,47-3,34	2,906	1600,63	5945,28	27,14	1376,30	34,56	1486574	4,00
3,34-4,51	3,924	0	0	0	0	0	0	0
[mm]	[mm]	[1/mm ²]	1028543,1	1335,24	-	1700,08	1098726859	-
Parametry integralne:			N_A [1/mm ²]	L_A [mm/mm ²]	K_L [1/mm]	S_V [mm ² /mm ³]	N_V [1/mm ³]	D [μm]
			1031977,5	1735,93	3735,25	2210,25	700309927	1,47

cd. Tab. 4



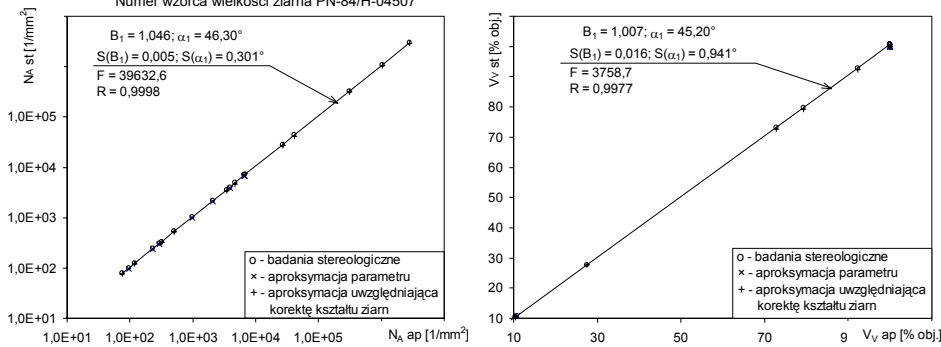
LITERATURA

- [1] Cybo J., Jura S.: Funkcyjny opis struktur izometrycznych w metalografii. Wyd. Pol. Śl., Gliwice (1995)



Rys. 3 Współzależność wyników badań stereologicznych i funkcyjnego opisu z ustaleniami PN-84/H-04507

Fig. 3 Correlation between results of stereological investigations, functional description and settlements of standard PN/H-04507



Rys. 4 Korelacja parametrów stereologicznych z badań i aproksymacji funkcyjnej

Fig. 4. Correlation of stereological parameters obtained from investigation and functional approximation

FUNCTIONAL DESCRIPTION OF MICROSTRUCTURE OF MATERIALS

SUMMARY

The method of functional description of microstructure of materials is given. The functional description substitutes construction and analysis of histograms with three parameters integrable function. The parameters define all stereological dependencies. The protocol of functional description is cited by way of example. A good agreement between the description and construction of scale of PN grain dimension standards, parameters of investigated single- or a multi-phase microstructure as well as isolated object in matrix has been stated.

Reviewed by prof. Stanisław Pietrowski