

**PROCEDURA ILOŚCIOWEGO OPISU STRUKTURY
ODLEWNICZYCH STOPÓW MAGNEZU**J. ADAMIEC¹, A. KIELBUS², J. CWAJNA³¹Politechnika Śląska, Katedra Nauki o Materiałach, Katowice, ul. Krasińskiego 8**STRESZCZENIE**

Celem wykonanych badań było opracowanie kompleksowej procedury ilościowej oceny mikrostruktury odlewniczego stopu magnezu (GA8) w stanie dostawy. Procedura ta obejmuje: dobór parametrów morfologicznych i stereologicznych do ilościowego opisu udziału objętościowego, wielkości i kształtu faz i składników strukturalnych stopu GA8 w stanie lanym, metodykę przygotowania zglądów metalograficznych, metody ujawnienia mikrostruktury, dobór metody akwizycji obrazu, metodykę analizy obrazów, oraz analizę powtarzalność wyników ilościowej oceny mikrostruktury.

Key words: stop magnezu GA8, mikrostruktura, analiza ilościowa.

1. WPROWADZENIE

Stopy Mg-Al oprócz dwóch podstawowych pierwiastków (magnez i aluminium) zawierają dodatkowo mangan, cynk oraz krzem. W mikrostrukturze odlewniczego stopu GA8 (AZ91D) w stanie lanym występują: roztwór stały α z wydzieleniami fazy β ($Mg_{17}Al_{12}$) na granicach ziaren oraz obszary mieszaniny płytkowej $\alpha+\beta$. Obserwuje się ponadto obszary tzw. eutektyki anormalnej (divorced eutectic), wydzielenia faz $MnAl_4$, Al_8Mn_5 oraz fazy Laves'a Mg_2Si .

Brak jest jednoznacznych danych na temat wpływu parametrów technologicznych na mikrostrukturę i oddziaływania mikrostruktury na właściwości technologiczne, mechaniczne i fizyko-chemiczne stopu GA8. Postęp w tym zakresie może być osiągnięty w wyniku udoskonalenia opisu mikrostruktury stopu. Ilościowy opis mikrostruktury jest

¹ dr inż., janusz.adamiec@polsl.pl

² dr inż., andrzej.kielbus@polsl.pl

³ prof. dr hab. inż., jan.cwajna@polsl.pl

niezbędny do wyznaczenia jednoznacznych zależności w łańcuchu przyczynowo skutkowym: skład chemiczny - technologia wytwarzania - struktura - właściwości użytkowe. Procedura ilościowego opisu struktury musi jednak zapewniać powtarzalne wyniki badań.

2. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Próbki do opracowania procedury ilościowej oceny mikrostruktury pobrano z gąsek ze stopu GA8. Skład chemiczny stopu był zgodny z wymaganiami norm przedmiotowych: 7,5÷9% Al, 0,2÷0,8% Zn, 0,15÷0,5% Mn.

Cięcie zgrubne próbek z gąski wykonano na przecinarce Phoenix. Cięcie precyzyjne wykonano na przecinarce firmy *BUEHLER* Isomet 5000. Próbki szlifowano, a następnie polerowano zgodnie z zaleceniami firmy *BUEHLER* [1] oraz firmy *STRUERS* [2].

Na powierzchni zglądu metalograficznego wykonanego zgodnie z zaleceniami firmy *BUEHLER* ujawniono nieliczne rysy oraz efekty związane z podtrawieniem struktury. Na powierzchni zglądu wykonanego zgodnie z zaleceniami firmy *STRUERS* ujawniono liczne rysy. Poprawną powierzchnię zglądu uzyskano stosując oryginalną sześciostopniową procedurę opracowaną w Katedrze Nauki o Materiałach Politechniki Śląskiej [3].

Tak przygotowane szlify metalograficzne trawiono w 11 odczynnikach dobranych na podstawie analizy literatury [2,4,5]. Obraz mikrostruktury uzyskany na mikroskopie metalograficznym *OLYMPUS GX71* przy wykorzystaniu pola jasnego pokazano na rysunku 1.

Stwierdzono, że fazy i składniki strukturalne stopu magnezu GA8 w stanie lanym najlepiej selektywnie ujawniania odczynnik zawierający 10 ml HF oraz 96 ml wody destylowanej (rys. 1).

3. METODYKA ILOŚCIOWEJ OCENY FAZ W STOPIE GA8

Badania przeprowadzono na stanowisku do automatycznej analizy obrazu wyposażonym: w mikroskop świetlny odwrócony *OLYMPUS GX71*, kamerę wysokiej rozdzielczości DP70 oraz specjalistyczne programy do akwizycji i analizy obrazu *AnalysisPro*® oraz *Metilo*®.

Akwizycję obrazu na mikroskopie świetlnym wykonano przy powiększeniu 200x, stosując techniki pola jasnego, pola ciemnego, światła spolaryzowanego oraz dodatkowe filtry np. $\lambda/4$ tzw. ćwierćfalówkę. Najlepsze obrazy mikrostruktury stopu GA8 w stanie lanym, z punktu widzenia selektywnej detekcji faz i składników strukturalnych otrzymano stosując technikę pola jasnego oraz pola ciemnego. Zestawy przekształceń obrazów wyjściowych w binarne obrazy pomiarowe, przygotowano w programie *Met-ilo*®, przedstawiono na:

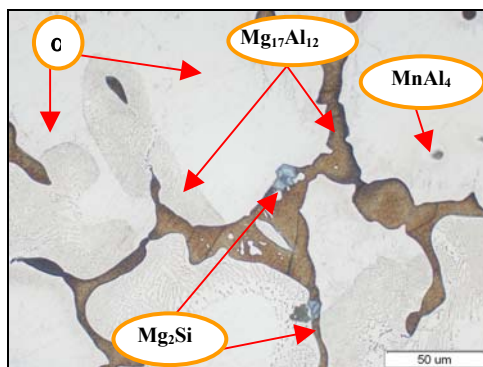
- rys. 2 dla wydzieleni masywnych fazy $Mg_{17}Al_{12}$,
- rys. 3 dla obszarów mieszaniny płytkowej ($\alpha + \beta$ - $Mg_{17}Al_{12}$),
- rys. 4 dla roztworu stałego α (Al w Mg).

Selektywna detekcja i ilościowa charakterystyka fazy Mg_2Si jest możliwa przy wykorzystaniu programów do analizy obrazów umożliwiających pracę na obrazach kolorowych. W badaniach wykorzystano program *AnalysisPro*® w wersji 5.0. Podsta-

wowe przekształcenia obrazu wejściowego w binarny obraz pomiarowy pokazano na rys. 5. Wyniki ilościowej oceny struktury stopu GA8 pokazano w tabl.1

Do wyznaczenia parametrów lokalnych dla fazy $Mg_{17}Al_{12}$ o morfologii płytkowej, oraz $MgAl_4$ należy stosować obrazy uzyskane na mikroskopie skaningowym w technice BSE. Przykładowe obrazy wejściowe oraz binarne obrazy pomiarowe pokazano na rys. 6. Analiza obrazu została wykonana w programie *Metllo*®.

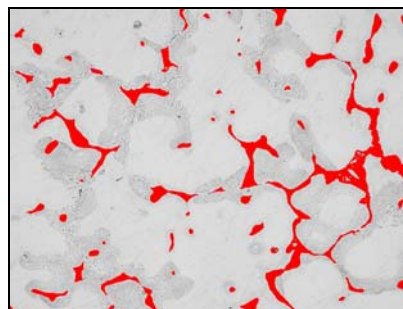
Stwierdzono, że powtarzalne wyniki ilościowej oceny udziału objętościowego, wielkości i kształtu faz i składników strukturalnych stopu GA8 w stanie lanym uzyskuje się wykonując pomiary co najmniej [Projekt PC-7]: 300 wydzieleni fazy masywnej $Mg_{17}Al_{12}$, 300 obszarów mieszaniny płytkowej ($\alpha + \beta$ - $Mg_{17}Al_{12}$), 500 płytek fazy $Mg_{17}Al_{12}$, oraz 150 wydzieleni fazy Mg_2Si .



Rys. 1. Mikrostruktura stopu GA8 w stanie lanym. Trawienie: 10 ml HF + 96 ml H_2O . Mikroskop świetlny, pole jasne
Fig. 1. GA8 alloy as cast microstructure. Etching: 10 ml HF + 96 ml H_2O . Light microscope, bright field technique

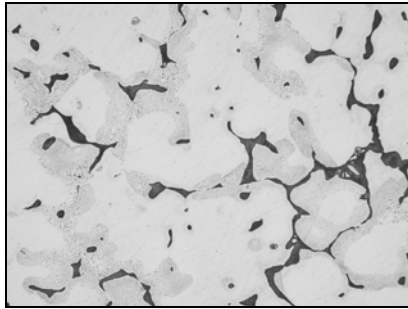


Obraz A: kolorowy obraz mikrostruktury GA8, pow. 200x

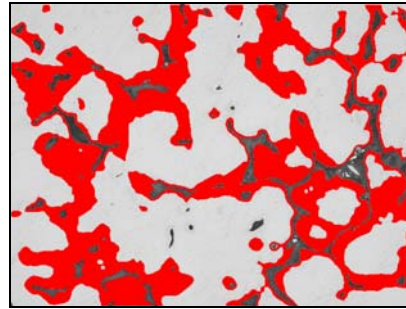


Obraz B: przekształcenie w obraz szary, Obraz c: detekcja obrazu szarego, Obraz d: negatyw obrazu, Obraz e: erozja (d,2), Obraz f: rekonstrukcja (e,d), Obraz pomiarowy

Rys. 2. Zestaw przekształceń do oceny fazy $Mg_{17}Al_{12}$ o morfologii masywnej
Fig. 2. Set of transformations used for the evaluation of the massive $Mg_{17}Al_{12}$ phase

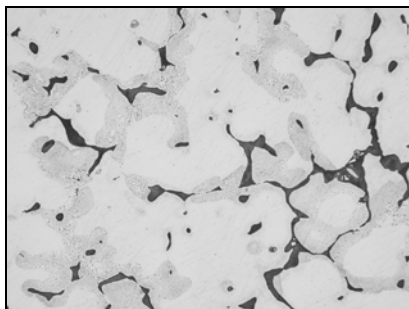


Obraz A: szary obraz mikrostruktury GA8, pow. 200x

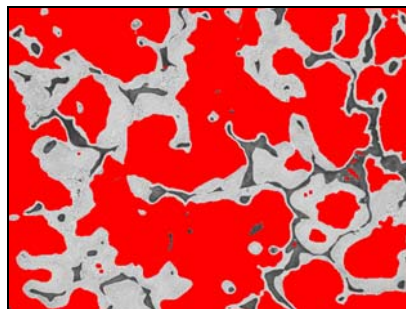


Obraz B: B= korekcja cienia (A,5), B= and (A,B), Obraz C: średnia (3,3,9), Obraz d: detekcja (C,0,195), Obraz e: erozja (d,2), e= xor (C, obraz wynikowy z rys 2) Obraz f: usuwanie małych, f=rekonstrukcja (e,d), Obraz pomiarowy

Rys. 3. Zestaw przekształceń do oceny obszarów fazy $Mg_{17}Al_{12}$ o morfologii płytkowej
 Fig. 3. Set of transformations used for the evaluation of the plate $Mg_{17}Al_{12}$ phase

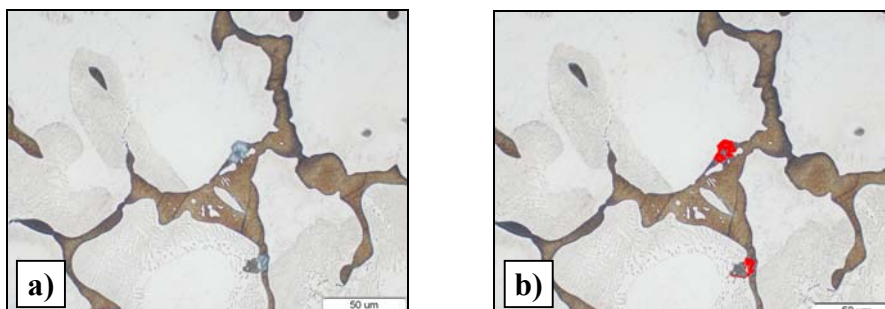


Obraz A: szary obraz mikrostruktury GA8, pow. 200x



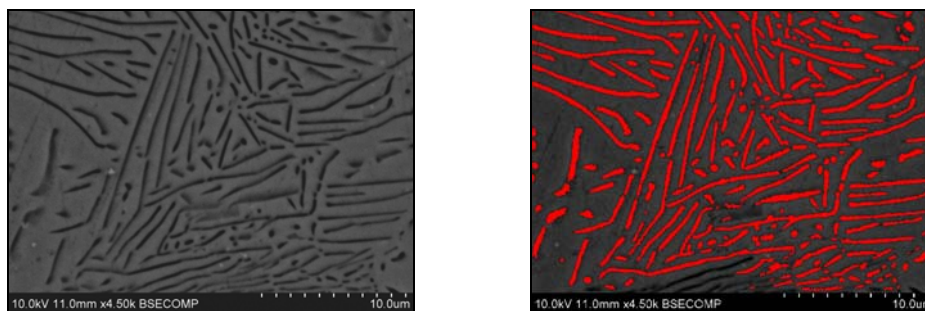
Obraz b: obraz binarny wyselekcjonowanej fazy $Mg_{17}Al_{12}$ o morfologii masywnej, Obraz c: obraz binarny wyselekcjonowanych obszarów fazy $Mg_{17}Al_{12}$ o morfologii płytkowej, Obraz d: suma obrazów (b,c), Obraz pomiarowy

Rys. 4. Zestaw przekształceń do oceny obszarów roztworu α (Mg)
 Fig. 4. Set of transformations used for the evaluation of the α solution (Mg) areas



Rys. 5. Schemat przekształceń i parametry wykorzystane dla selektywnej detekcji fazy Mg_2Si na obrazie kolorowym: a) obraz wejściowy, pow. 500x, b) ustalenie progu detekcji poszczególnych kolorów, detekcja, obraz wynikowy

Fig. 5. Transformation algorithm and the parameters used for the selective detection of the Mg_2Si phase on a color image



Rys. 6. Obrazy wejściowe (BSE) i pomiarowe do ilościowego opisu fazy $Mg_{17}Al_{12}$ o morfologii płytkowej w strukturze stopu GA8

Fig. 6. The input (BSE) and measurement images for the qualitative description of plate $Mg_{17}Al_{12}$ phase in GA8 alloy

Tabela 1. Wyniki oceny mikrostruktury stopu GA8

Table 1. The results of quantitative evaluation of GA8 alloy microstructure.

Faza	Roztwór α (Mg)		Mg_2Si		$Mg_{17}Al_{12}$ o morfologii masywnej		$Mg_{17}Al_{12}$ o morfologii płytkowej	
	średnia arytmet.	CV	średnia arytmet.	CV	średnia arytmet.	CV	średnia arytmet.	CV
A_A [%]	68,07	7,25	0,29	-	16,83	5,03	26,61	17,28
A [μm^2]	-	-	78,2	-	-	-	0,50	122,8
f	-	-	1,52	-	-	-	4,13	80,34
ξ	-	-	0,45	-	-	-	0,36	60,38

gdzie: A_A – udział powierzchniowy analizowany faz struktury, A – pole płaskiego przekroju fazy, f – wskaźnik wydłużenia = F_x/F_y ($F_{x,y}$ – średnice Ferreta w kierunku x i y), ξ – wskaźnik kształtu ($\xi = 4\pi A/L^2$, L – obwód cząstki), Cv – wskaźnik zmienności (= empiryczne odchylenie standardowe / średnia arytmetyczna · 100%)

Przy zastosowanej metodyce badań błąd względny estymacji udziału objętościowego faz i składników strukturalnych V_V za pomocą ułamka powierzchni A_A nie przekracza 5%.

4. PODSUMOWANIE

Opracowano kompleksową procedurę ilościowego opisu struktury stopu GA8 w stanie lanym. Procedura ta obejmuje: dobór parametrów morfologicznych i stereologicznych do ilościowego opisu udziału objętościowego, wielkości oraz kształtu faz i składników strukturalnych stopu GA8 w stanie lanym, pobranie próbki do badań, przygotowanie zglądu metalograficznego, ujawnianie faz i składników strukturalnych, metody akwizycji obrazu oraz zestaw przekształceń obrazów niezbędny do prawidłowej detekcji mierzonych faz i składników strukturalnych. Ustalono warunki metodyczne zapewniające otrzymywanie powtarzalnych wyników ilościowej oceny mikrostruktury stopu GA8 w stanie lanym.

PODZIĘKOWANIA

Praca naukowa finansowana ze środków budżetowych na naukę w latach 2005-2007 jako projekt celowy Nr 3 T08C 060 28.

LITERATURA

- [1] Buehler SUM-MET "The science behind materials preparation", Buehler LTD, 2004
- [2] e-Metalog, www.struers.com
- [3] Szczotok A., Adamiec J., Cwana J., Bąk S., Borla K.: Quantitative evaluation of primary grains of MAR-M509 Co-base superalloy, Grains revealed on transverse cross section of precisely cast elements. 9th ECSIA, Zakopane, 10-13.05.2005
- [4] Vander Voort G.F.: "ASTM Handbook Vol. 9" ASM International 2004
- [5] Avedesian M.: ASM Speciality Handbook "Magnesium and Magnesium Alloys", ASM International 1999.

PROCEDURE FOR QUANTITATIVE DESCRIPTION OF CAST MAGNESIUM ALLOYS MICROSTRUCTURE

SUMMARY

The purpose of the investigations executed was to design a complex procedure for quantitative evaluation of the microstructure of magnesium alloy (GA8) in its as-cast state. The procedure contains: selection of morphological and stereological parameters for quantitative description of volume fraction, size and shape of phases and structural constituents, the suitable method of metallographical sample preparation method, etching methods for selective revealing of method phases, the choice of an image acquisition method, image processing and analysis methods and the analysis of repeatability of the results of quantitative description of primary microstructure of GA8 alloy.

Recenzował: Prof. Marek Hetmańczyk