ZESZYTY NAUKOWE POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ

Seria: HUTNICTWO z. 20

Nr kol. 636

Janusz SZALA, Jan CWAJNA, Marek HETMAŃCZYK

Politechnika Śląska - Gliwice Instytut Inżynierii Materiałowej - Katowice

AUTOMATYCZNY ANALIZATOR STRUKTURY "EPIQUANT"

Streszozenie. Budowa i zasada działania automatycznego analizatora struktury "EPIQUANT". Główne źródła błędów. Prawidłowy dobór progu dyskryminacji. Amaliza stereometryczna wyników pomiarów.

1. LSTEP

Ilościowa analiza struktury jest procesem długotrwałym, wymagającym dużej ilości pomiarów. Skrócenie czasu analizy stało się możliwe dzięki automatyzacji pomiarów. Jednym z najnowszych urządzeń awtomatycznych wykorzystywanych w metalografii ilościowej jest pracujący na zasadzie skanowania mechanicznego analizator struktury "EPIQUANT", produkowany przez firmę VEB Carl Zeiss Jena (NRD). Opracowanie przedstawia budowę i zasadę działania, możliwości badawcze oraz czynniki wpływające na dokładność pracy tego urządzenia.

2. BUDOWA I ZASADA DZIAŁANIA

Schemat blokowy automatycznego analizatora struktury "EPIQUANT" przedstawia rysanek 1. Podstawowym elementem analizatora jest mikroskop metalograficzny Neophot 2 ze stelikiem skanującym oraz układem fotometrycznym. Zadaniem tych elementów jest analiza próbki wsdłuż zaprogramowanej linii oraz zamiana promieni świetlnych odbitych od próbki na elektryczny sygnał analogowy, podlegający dalszej ebróbce w części elektronicznej analizatora. Analiza próbki odbywa się na drodze skanowania mechanicznego, podczas którego stolik skanujący (b) z próbką (a) wykonuje ruch względem przysłony analizującej (e). Długość linii pomiarowej, wzdłuż której odbywa się analiza, może być zmieniana skokowo w szerokich graniczeh (0,1 - 800 mm). Linie pomiarowe o długości ≥ 10 mm są dzielone na 25 jednakowych odcinków analizowanych w sposób meandryczny (rys. 2). Istnieje możliwość skanowania w kierunku X i Y. Szybkość skanowania może być zmieniana skokowo



Rys. 1. Schemat blokowy analizatora "Epiquant"

a - próbka, b - stolik skanujący, c - oświetlacz, d - obiektyw, e - przysłona analizująca, f - fotopowielacz, g - wzmacniacze, h - sygnał analogowy, i - dyskryminator, j - wynik analizy

> $(0,1; 0,2; 0,5; 1,0 \text{ mm s}^{-1})$ lub płynnie ($\leq 0,1 \text{ mm.s}^{-1}$). Dobór szybkości skanowania jest uzależniony od szeregu czynników i zostanie omówiony w pkt.3.

Podozas skanowania promienie świetlne padające z oświetlacza (c, rys.1) na przemieszczającą się próbkę (d) odbijają się od niewielkiego obszaru leżącego wzdłuż linii pomiarowej i padają przez przysłonę analizującą (e) na fotopowielacz (f) [1]. Średnica tego obszaru uzależniona jest od powiększenia liniowego mikroskopu V_p oraz wielkości średnicy przysłony analizującej d_w i wynosi [1]:



Skończona średnica przysłony analizującej sprawia, że analiza struktury odbywa się nie wzdłuż linii pomiarowej lecz w "korytarzu analizy" o szerokości d_a, leżącym wzdłuż tej linii. Optymalną dla danego przypadku wiel-





Rys. 3. Schemat transformacji obrazu struktury na impulsy elektryczne realizowanej w urządzeniu EPIQUANT

a - schemat struktury, b - idealmy sygnał analogowy, c - rzeczywisty sygnał analogowy, d - sygnał zamieniony na impulsy

kość obszaru analizy uzyskuje się przez odpowiedni dobór średnicy przyslony analizującej d_p i powiększenia V_p. Promienie świetlne padające na fotopowielacz zamieniane są na elektryczny sygnał analogowy. którego wartość zależy od natężenia światła, co związane jest z rodzajem składnika strukturalnego analizowanego w danej chwili (rys. 3a). Otrzymany sygnal elektryczny kierowany jest do części elektronicznej analizatora, gdzie ulega dalszym przekształceniom. Podstawowym zadaniem układów logioznych jest rozdzielenie sumarycznego sygnału analogowego na składowe pochodzące od różnych składników strukturalnych i skierowanie ich do odpowiednich sumatorów. Zadanie to realizowane jest przez układ dyskryminatorów. które sprawiają, że sygnał analogowy zamieniany jest na impulsy elektryczne kierowane do sumatorów fazy np. A jedynie wtedy, gdy wartość tego sygnału leży w obszarze amplitud przyporządkowanym tej fazie (rys. 3b).

W omawianym urządzeniu rejestrowane są jedynie te elementy struktury, które są większe od wcześniej założonej wielkości minimalnej oznaczanej dalej symbolem "KGU" (od niem. Korngrenzenunterdruckung). Wobec tego przejście sygnału analogowego przez próg dyskryminacji S_{AB} między fazą A i B (pkt 1 na rys. 4) nie jest równoznaczne z rejestracją cząstki fazy A. Cząstka ta zostanie zarejestrowana dopiero w punkcie 2 po przebyciu przez sygnał analogowy odcinka 12 = KGU. Równocześnie impulsy sterujące ruchem



faza ciemna (A) faza jasma (B)



Rys. 4. Zasada rejestracji oząstek

torach rejestrujących długość cięciw odcinanych granicami ziarn analizowanej fezy na linii pomiarowej-siecznej [2]. Umożliwia to przy zastosowaniu w analizatorze EPIQUANT trzech par sumatorów równoczesną rejestrację liczby cząstek trzech różniących się "stopniem szarości" faz oraz ułamków długości cięciw odciętych przez granice tych cząstek na siecznej pomiarowej. Układ logiczny umożliwia również lo-

stolika są zliczane w suma-

garytmiczny podział długości cięciw na 13 klas wielkości w pięciu zakresach: 1-64, 2-128, 4-256, 8-512, 16-1024 µm. EPIQUANT umożliwia przeprowadzanie analiz struktury zarówno automatycznie jak i półautomatycznie.

W drugim przypadku układ dyskryminatorów zastąpiony jest przez ozłowieka, który sam ocenia i analizuje strukturę; operacje logiczne dokonywane są natomiast automatycznie w układach logicznych analizatora. Analiza półautomatyczna znajduje szerokie zastosowanie szczególnie w przypadku struktur charakteryzujących się małym kontrastem oraz miejednorodmością stopnia szarości danej fazy na całej powierzchni zgładu [1].

V wyniku operacji logioznych uzyskuje się w formie wydruku następujące parametry będące podstawą analizy stereometrycznej:

- calkewitą długość linii pomiarowej-siecznej (L),
- liczbę przecięć granie ziarn faz A, B, C z sieczną L, (P(L)),
- całkowitą długość cięciw odciętych przez cząstki analizowanych faz na linii pomiawowej-siecznej ∑l,
- lienbę eięciw e długości $L_i \leq 1 \leq L_{i+1}$ odciętych na siecznej L przez gramice siarn wybranej fazy $N_L(L_i)$.

3. CZYNNIKI WPŁYWAJĄCE NA DOKŁADNOŚĆ POMIARU

Metody metalografii ilościowej są metodami statystycznymi, co sprawia, że otrzymywane wyniki są obarczone większym lub mniejszym błędem. Zastosowana w analizatorze "EPIQUANT" metoda liniowa jest stosunkowo mało dokładna, szczególnie przy wykorzystaniu jej do wyznaczania parametrów rozkładu kul w przestrzeni [4]. Prawidłowy dobór długeści siecznej oraz ilości pól analizy pozwala na uzyskanie wyników z założoną dokładnością. Przykładowo liczbę cięciw n_o (wielkość ta jest proporcjonalna do długości siecznej L), zapewniającą wyznaczenie objętości względnej $V_{\rm V}$ przy założonym poziomie ufności Of z błędem względnym $T_{\rm L}$, określa się (dla płaskich zgładów) z zależności [6]:

$$n_o = 2 \frac{\mu_o^2}{\eta_L^2} (1 - L_L)^2$$

gdz4e:

μ_{oç} - współczynnik ufności, L₁ - estymator objętości względnej.

Podobne zależności wyznaczono do określania immych wielkości charakteryzujących strukturę. Prawidłowy debér długości siecznej pozwala również w zneczny sposób obniżyć błędy związane z niedokładną analizą cząstek leżących na końcach siecznej. Stwierdzono [2], że wartość tego błędu, zwanego "błędem brzegowym", jest dla praktycznych celów pomijalnie mała (<4%), gdy długość siecznej (odcinka pomiarowego - dla siecznej dzielonej na odcinki) jest 25 x większa od średnicy największej analizowanej cząstki. W omawianym analizatorze warunek ten jest realizowany przez taki dobór pola analizy, by odległość między odcinkami siecznej ("z" z rys. 2) była większa od średnicy największej analizowanej cząstki [2].

Główne źródło błędów powstających w urządzeniu "EPIQUANT" leży poza przyjętą metodą analizy i tkwi w niedoskonałości konstrukcji samego analizatora wodchylenia w ruchu stolika, jakość układów optycznych itp.) oraz w niedokładnym przekształceniu sygnału świetlnego na elektryczny oraz jege dalszej obróbce. Podczas transformacji strumienia świetlnego na sygnał

(2)

(3)

elektryozny i jego wzmoonienia sygnał ten jest zniekształcany przez szumy mające swe źródło w układach elektronicznych analizatora, głównie w fotopowielaczu. Stwierdzono [1], że wpływ szumów na charakter sygnału wyjściowego jest pomijalnie mały, jeżeli stosunek η sygnału do amplitudy szumu jest większy niż 20:1. Tak wysoką wartość η można uzyskać przez zawężenie pasma przenoszenia wzmacniacza. Zbyt silne zawężenie tego pasma może prowadzić do fałszowania wyników, gdyż sygnały analogowe pochodzące od bardzo drobnych cząstek mogą być przy dużych prędkościach skanowania traktowane jako zakłócenia, a tym samym pomijane przy analizie. Aby cząstka o średnicy d była prawidłowo analizowana, częstotliwość sygnału analogowego musi leżeć w paśmie przenoszenia wzmacniacza. Wobec tego [3]:

$$\frac{V}{2d} \leq f$$
,

gdzie:

- V szybkość skanowania /Lm/s ,
- d średnica najmniejszej analizowanej cząstki µm ,
- f maksymalna częstotliwość przenoszona przez wzmacniacz.

Podczas analizy drobnych cząstek należy więc stosować stosunkowo małe szybkości skanowania, co prowadzi do znacznego wydłużenia czasu pomiarów. Istotnym parametrem wpływającym na poprawność otrzymywanych wyników jest



Rys. 5. Zmiana wartości sygnału analogowego przy przejściu granicy "faza jasna - faza ciemna"

Automatyozny analizator struktury "Epiquant"

dobór napięcia dyskryminacji. Trudność ustalenia tej wielkości spowodowana jest w głównej mierze skończonymi wymiarami przysłony analizującej. Skutkiem tego przy przejściu granicy "światło-cień" rzeczywisty sygnał analogowy nie zmienia się skokowo ale w sposób ciągły. Zmiana sygnału analogowego jest funkcją U = f(a) = U_a przemieszczania się przysłony analizującej względem tej granicy. Rysunek 5 przedstawia wykres tej funkcji dla różnych wielkości przysłon analizujących. Granica światło-cień zostanie prawidłowo zarejestrowana, jeżeli napięcie dyskryminacji S_{AB} będzie średnią artymetyczną napięcia sygnału fazy jasnej (U_B) i ciemnej (U_A) [3]:





Zależność ta jest prawdziwa w przypadku cząstek, których wymiary są znaoznie większe od śradnicy d_g . W przypadku cząstek o wymiarach porównywalnych z d_g zmienia się zarówno postać funkcji U(a) jak i wartość S_{AB} [3]. Na rys. 6a przedstawiono przebieg tej funkcji przy analizie cząstki o średnicy równej d_g . Gdy kierunek analizy nie pokrywa się ze średnicą analizowanej cząstki, następuje zmiana kształtu krzywej U_a, co ilustruje rys. 6b [3]. Wartość S_{AB} pozostaje jednak dla danego stosunku d_g/d stała (rys. 6).

Na rys. 7 przedstawiono zmianę wartości S_{AB} w funkcji d_s/d; wartość S_{AB} rośnie od 0,398 (U_A + U_B) dla d_s/d = 1 do 0,5(U_A + U_B) dla d_s/d \ll 1.



Z przedstawionych rozważań wynika, że niemożliwy jest dobór wartości S_{AB} która zapewnia bardzo dokładną ecenę cząstek o różnej wielkości. Powstający błąd można zmniejszyć poprzez zmniejszenie wartości d_s/d, co uzyskuje się przez zmniejszenie d lub zwiększenie powiększenia. Przy określaniu napięcia dyskryminacji należy kierować się przedstawionymi wytycznymi z uwzględnieniem występującego w strukturach wielofazowych zjawiska tzw. "pseudofazy B". Zjawisko to polega na rejestrowaniu fazy B (szarej) w miejscu, gdzie w rzeczywistości nie występuje (rys. 8). Ma to miejmce wtedy, gdy rzut odcinka sygnału analogowego fazy C, przechodzącego przez zakres amplitud fazy B ($1^{\prime}2^{\prime}$ lub $3^{\prime}4^{\prime}$), jest większy od wartości KGU.Sprawia to, że odcinek ten jest odczytywany przez układ logiczny gnalizatora EPIQUANT jako faza B (pseudofaza). Zjawisko to można łatwo usunąć zwiększając KGU lub zmniejszając średnicę obszaru analizy d_s. Z prostych zależności geometrycznych wynika bowiem, że maksymalna różnica napięć dy-

skryminacji S_B faz A i C, przy której zjawisko to jeszoze nie występuje, jest, przy założonych wartościach U_{c} i U_{A} , funkcją KGU i d_a [1]:



 $S_{B_{AC}} = \frac{KGU(U_{C} - U_{A})}{d_{B}}$

Rys. 8. Zjawisko tzw. "pseudofazy B"

Bardzo duże znaczenie z punktu widzenia dokładności badań posiada jakość analizowanego zgładu [4]. Trawienie powinno zapewnić uzyskanie obrazu struktury, w której składniki strukturalne różnią się znacznie stopniem szarości. Korzystniejsze jest trawienie osnowy na czarno, a analizowanych drobnych wydzieleń na biało; zapewnia to korzystną wartość stosunku ? "sygnal-szum" [2]. Stopień szarości poszczególnych składników strukturalnych powinien być stały na całej analizowanej powierzonni próbki [4]. Prawidłowy dobór przedstawionych parametrów zapewnia pełne wykorzystanie możliwości badawczych analizatora struktury EPIQUANT.

4. ANALIZA STEREOMETRYCZNA DANYCH POMIAROWYCH

Otrzymany w wyniku skanowania próbki rozkład cięciw płaskich przekrojów cząstek stanowić może podstawę do wyznaczania podstawowych charakterystyk składników struktury. EPIQUANT umożliwia wyznaczenie prawie wszystpodstawowych parametrów stereologicznych, co ilustruje rys. 9 [7,8]. W szczególności możliwe jest wyznaczenie funkcji rozkładu wielkości polidyspersyjnego układu cząstek N_u(D), parametrów rozkładu (D, 6) oraz li-



Rys. 9. Podstawowe parametry stereologicane i ich estymacja - (e - możliwość wyznaczenia ża pomocą analizatora EPIQUANT) 92

J. Szala i inni

Automatyozny analizator struktury "Epiquant"

ozby oząstek N_V w jednostce objętości. Wyznaczenie tych obarakterystyk sprowadza się do rozwiązania podstawowego równania stereometrii,które dla stosowanej w omawianym analizatorze metody liniowej można zapisać w postaci [4]:

$$N_L(L)dL = \int_{D=L}^{\infty} p(D,L) dL \cdot N_V(D)dD$$
 (5)

Równanie (5) wiąże (w metodzie liniowej) ilość względną cząstek $N_V(D)$ o średnicy D+dD z ilością cięciw $N_L(L)$ o długości L+dL, odciętych na płaskim przekroju cząstki sieczną jednostkową. Współczynnikiem jest prawdopodobieństwo p(D,L) otrzymania w wyniku przecięcia cząstki o średnicy D+dD cięciwy o długości L+dL. Równanie (5) przy założeniu kulistości cząstek i logarytmicznego podziału na klasy długości cięciw zostało rozwiązane przez Bookstiegela [4], [5]. Pisząc równanie (5) w postaci:

$$N_{L}(L)dL = \frac{\pi}{2} LdL \int_{L}^{D_{max}} N_{V}(D)dD$$
 (6)

1 calkując po jednym przedziale klasowym od L_{i-1} do L_i , uzyskuje się:

$$\int_{L_{i-1}}^{L_{1}} N_{L}(L) dL = \frac{\pi}{4} (L_{1}^{2} - L_{1-1}^{2}) \int_{L_{1-\ell}}^{D_{max}} N_{V}(D) dD, \qquad (7)$$

gdzie:

$$L_{i-1} < L_{i-\ell} < L_i$$

Podobnie:

$$L_{1}^{L_{i+1}} N_{L}^{i}(L) dL = \frac{1}{4} (L_{i+1}^{2} - L_{i}^{2}) \int_{L_{i+\ell'}}^{D_{max}} N_{V}(D) dD, \qquad (8)$$

gdzie:

$$L_i < L_{i+\ell'} < L_{i+1}$$

Lewe strony równań (7) i (8) przedstawiają ilości (liozby) $N_L(L_1)$ i $N_L(L_{1+1})$ cięciw o długości odpowiednio $L_{i-1} < L < L_i$ oraz $L_i < L < L_{i+1}$. Z różnicy równań (7) i (8) przy uwzględnieniu, że dla urządzenia EPIQUANT $L_1^2 = 2L_{i-1}^2$ otrzymuje się:

$$N_{V}(L_{i} + \frac{1}{2}) = \frac{4}{\pi L_{0}^{2}} \frac{2N_{L}(L_{i}) - N_{L}(L_{i+1})}{2^{i}}, \qquad (9)$$

gdzie:

$$N_V(L_i + \frac{1}{2})$$
 - liozba cząstek o średnicy $L_i - \frac{1}{2} \leq D \leq L_i + \frac{1}{2}$

Lo - górna granica najnižszej klasy długości cięciw.

Istotną zaletą metody Bockstiegela jest to, że do wyznaczenia liczby cząstek w danej klasie wielkości nie trzeba znać liczby cząstek w innej klasie. Wadę tę posiadają niektóre inne metody analizy stereometrycznej (np. Sohwartza, Sohwartza-Sałtykowa) [4]. Opisana metoda pozwala również na wyznaczenie mediany D_{50} oraz odohylenia standardowego G_D . W tym celu wykonuje się wykres w skali prawdopodobieństwa częstości skumulowanej w funkoji D lub lnD. Wartość D_{50} odczytuje się bezpośrednio z wykresu a odohylenie standardowe wyznacza się z zależności [1]:



Liozbę cząstek N_V wyznaczyć można ze wzoru [1]:

 $N_{V} = \sum_{i=1}^{n} N_{V}(L_{i+\frac{1}{2}})$ (11)

lub z zależności [4]:

Rys. 10. Obraz struktury austenitycznej stali Cr-Mn (x 50)

$$\mathbf{H}_{\mathbf{V}} = \frac{2}{\pi} \left[\frac{\mathrm{d}\mathbf{N}_{\mathrm{L}}(\mathbf{L})}{\mathrm{d}\mathbf{L}} \right]_{\mathbf{L}=0} = \frac{4}{\pi} \frac{\mathbf{N}_{\mathrm{L}}(\mathbf{L}_{1})}{\mathbf{L}_{0}^{2}}, \quad (12)$$

gdsier

W_L(L₁) - ilość cięciw w najmiżsnej klasie.

W tablicy 1 oraz na rysunku 11 przedstawiono wyniki analizy stwrecmetrycznej danych pomiarcwych uzyskanych na urządzeniu EPIQUANT dla stali austenitycznej typu "ferchroman" (rys. 10).

Szeroki zakres możliwości badawczych analizatora struktury EPIQUANT (por. rys. 9) w połączeniu z łatwością obsługi i stosunkowo niską ceną pozwala przypuszczać, że urządzenie to znajdzie coraz większe zastosowanie w laboratoriach naukowo-badawczych.



Tablica 1

1	^L i [µm]	$N_{L}(L_{i})$ [mm ⁻¹]	$ \begin{bmatrix} N_{V} (L_{i+\frac{1}{2}}) \\ [mm^{-3}] \end{bmatrix} $	$\begin{bmatrix} N_V (L_{1+\frac{1}{2}}) \\ [\%] \end{bmatrix}$	Parametry integralne i lokalne
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11	5,6 8,0 11,2 16,0 22,4 32,0 44,8 64,0 89,6 128,0 179,2	0,115 0,320 0,410 0,660 0,850 1,375 1,610 2,425 2,320 1,920 1,070	254,0 812,4 1194,3 412,7 723,1 251,9 402,2 219,4 109,7 37,4	5,7 24,1 51,2 60,5 76,8 82,5 91,6 96,6 99,06 99,89	$N_{L} [mm^{-1}]$ 13,38 $N_{V} [mm^{-3}]$ 4421,2 6D 0,742 $D_{50} [\mu m]$
12	256,0	0,265	4,1	99,999	20,5

Wyniki analizy stereologicznej danych pomiarowych uzyskanych dla stali przedstawionej na rys. 10



Rys. 11. Metoda grafic**ana** wyznaczania D₅₀ oraz Ó_D ziarn austenitu stali przedstawionej na rys. 10

LITERATURA

- 1 EPIQUANT Instrukcja obsługi (do wglądu w IIM).
- [2] Praktische Metallographie T14, Juni 1977, s. 299-309.
- [3] Praktische Metallographie T14, August 1977, ss. 410-423.
- [4] Czerniawski K.S. "Stereollogija w Mistallowiedienii" Wyd. "Mietallurgia" 1977.
- [5] "Proceedings of the Second International Congress for Stereology, Chicago _ April 8-13, 1967", Springer-Verlag, Berlin, Meidelberg, New York 1967, ss. 193-194.
- [6] Ryá J. Wstęp do metalografii ilościowej. Wyd. "Śląsk", Katowice, 1970.
- [7] Cwajna J., Hetmańczyk M. Metody ilościoweg, opisu struktury oraz ich wykorzystanie w planowaniu eksperymentu i ocenie wyników. (Materiały II Szkoły Podstaw Inżynierii Systemów MON).
- [8] Ryś J., Fiencek K. Systematyka stereologiczna parametrów struktur stopów i ich estymacja. Archiwum Hutnictwa t. XXII z.3, 1977, ss. 461-468.

АВТОМАТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗАТОР СТРУКТУРЫ ЕР IQUANT

Резрие

Устройство и принцип действия автоматического анализатора отруктуры ЕРІ-QUANT. Основные источники погрепностей. Правильная установка порога диокриминации. Стереодогический анализ измерений.

EPIQUANT AUTOMATIC MICROSTRUCTURE ANALYSER

Summary

Construction and principle of operation of the EPIQUANT Automatic Microstructure Analyser. Mean sources of errors. Correct choice of threshold. Stereometric analysis of measuring data.