

Wydział Inżynierii Materiałowej
Politechniki Śląskiej

Praca zbiorowa pod redakcją
Marii SOZAŃSKIEJ i Stanisława ROSKOSZA

METODY I TECHNIKI BADAŃ



GLIWICE 2020

MONOGRAFIA



**Praca zbiorowa pod redakcją
Marii SOZAŃSKIEJ i Stanisława ROSKOSZA**

METODY I TECHNIKI BADAŃ

**WYDAWNICTWO POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ
GLIWICE 2020
UIW 48600**

Opiniodawcy

Prof. dr hab. inż. Jarosław MIZERA

Prof. dr hab. inż. Andrzej ZIELIŃSKI

Kolegium redakcyjne

REDAKTOR NACZELNY – Prof. dr hab. inż. Andrzej BUCHACZ

REDAKTOR DZIAŁU – Dr hab. inż. Magdalena JABŁOŃSKA, prof. PŚ

SEKRETARZ REDAKCJI – Mgr Jolanta NIDERLA-WITKOWSKA

Wydano za zgodą

Rektora Politechniki Śląskiej

Projekt okładki

Tomasz LAMORSKI

e-ISBN 978-83-7880-752-0

© Copyright by

Wydawnictwo Politechniki Śląskiej

Gliwice 2020

SPIS TREŚCI

WPROWADZENIE	5
Maria SOZAŃSKA – METODY I TECHNIKI BADAŃ	
Rozdział 1	7
Andrzej WYCIŚLIK – OKREŚLANIE SKŁADU CHEMICZNEGO I FAZOWEGO TWORZYW METALURGICZNYCH TECHNIKĄ ATOMOWEJ SPEKTROMETRII ABSORPCYJNEJ	
Rozdział 2	51
Kinga RODAK – MIKROSKOPIA ELEKTRONOWA (TRANSMISYJNA ORAZ SKANINGOWA TRANSMISYJNA) JAKO GŁÓWNE TECHNIKI BADAWCZE MIKROSTRUKTURY STOSOWANE W INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ	
Rozdział 3	79
Bartosz CHMIELA – ZASTOSOWANIE TECHNIKI EBSD W BADANIACH MATERIAŁÓW	
Rozdział 4	112
Janusz SZALA – STEREOLOGIA ZE ZNAKIEM JAKOŚCI Q	
Rozdział 5	138
Jerzy OKRAJNI – MECHANIKA W BADANIACH NAUKOWYCH Z ZAKRESU INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ I METALURGII	
Rozdział 6	165
Monika HYRCZA-MICHALSKA – BADANIA TECHNOLOGICZNEJ PLASTYCZNOŚCI BLACH Z NOWOCZESNYCH MATERIAŁÓW WYSOKOWYTRZYMAŁYCH	
Rozdział 7	181
Grzegorz MOSKAL – ZASTOSOWANIE METODY LASEROWEJ IMPULSOWEJ DO CHARAKTERYSTYKI WŁAŚCIWOŚCI IZOLACYJNYCH POWŁOKOWYCH BARIER CIEPLNYCH	
Rozdział 8	214
Bożena GAJDZIK, Sandra GRABOWSKA, Krzysztof NOWACKI – ZAKRES METODYKI BADAŃ INŻYNIERII PRODUKCJI W DOBIE ROZWOJU KONCEPCJI PRZEMYSŁ 4.0 – WYZWANIA	

TABLE OF CONTENTS

INTRODUCTION	5
Maria SOZAŃSKA – RESEARCH METHODS AND TECHNIQUES	
Chapter 1	7
Andrzej WYCIŚLIK – DETERMINATION OF THE CHEMICAL AND PHASE COMPOSITION OF METALLURGICAL MATERIALS BY THE TECHNIQUE OF ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY	
Chapter 2	51
Kinga RODAK – ELECTRON MICROSCOPY (TRANSMISSION AND SCANNING TRANSMISSION) AS THE MAIN MICROSTRUCTURE RESEARCH TECHNIQUES USED IN MATERIALS ENGINEERING	
Chapter 3	79
Bartosz CHMIELA – APPLICATION OF THE EBSD TECHNIQUE IN MATERIALS RESEARCH	
Chapter 4	112
Janusz SZALA – STEREOLOGY WITH THE QUALITY MARK Q	
Chapter 5	138
Jerzy OKRAJNI – MECHANICS IN SCIENTIFIC RESEARCH IN THE FIELD OF MATERIALS ENGINEERING AND METALLURGY	
Chapter 6	165
Monika HYRCZA-MICHALSKA – RESEARCH ON TECHNOLOGICAL PLASTICITY OF SHEETS MADE OF MODERN HIGH-STRENGTH MATERIALS	
Chapter 7	181
Grzegorz MOSKAL – APPLICATION OF THE PULSED LASER METHOD TO CHARACTERIZE THE INSULATING PROPERTIES OF COATING THERMAL BARRIERS	
Chapter 8	214
Bożena GAJDZIK, Sandra GRABOWSKA, Krzysztof NOWACKI – THE SCOPE OF PRODUCTION ENGINEERING RESEARCH METHODOLOGY IN THE ERA OF THE DEVELOPMENT OF THE CONCEPT OF INDUSTRY 4.0 - CHALLENGES	

WPROWADZENIE

METODY I TECHNIKI BADAŃ

W monografii pt. „**Metody i techniki badań**”, prezentującej osiągnięcia naukowe pracowników Wydziału Inżynierii Materiałowej, przedstawiono wybrane techniki badawcze rozwijane od wielu lat na Wydziale i wykorzystywane w realizacji licznych prac a także projektów o charakterze naukowym we współpracy z przemysłem. W monografii zaprezentowano w 8 rozdziałach krótkie charakterystyki wybranych metod i technik badawczych, ich stan aktualny oraz perspektywy rozwoju na najbliższe lata wraz z przykładami ich zastosowania w badaniach materiałowych. Tematyka rozdziałów jest następująca:

- Określanie składu chemicznego i fazowego tworzyw metalurgicznych techniką atomowej spektrometrii absorpcyjnej.
- Mikroskopia elektronowa (transmisyjna oraz skaningowa transmisyjna) jako główne techniki badawcze mikrostruktury stosowane w inżynierii materiałowej,
- Zastosowanie techniki EBSD w badaniach materiałów.
- Stereologia ze znakiem jakości Q.
- Mechanika w badaniach naukowych z zakresu inżynierii materiałowej i metalurgii.
- Badania technologicznej plastyczności blach z nowoczesnych materiałów wysokowytrzymałych.
- Zastosowanie metody laserowej impulsowej do charakterystyki właściwości izolacyjnych powłokowych barier cieplnych.
- Zakres metodyki badań inżynierii produkcji w dobie rozwoju koncepcji przemysł 4.0 – wyzwania.

Analiza niniejszego tomu umożliwia poznanie wielu interesujących przykładów wykorzystania powszechnie stosowanych metod badań, ale czasami niekonwencjonalnie użytych, do określenia struktury, składu chemicznego i fazowego oraz innych właściwości fizykochemicznych materiałów. Przykłady otrzymanych wyników są najbardziej interesującą częścią tego opracowania z punktu widzenia

zarówno naukowego, jak i praktycznego. Fascynujące jest prześledzenie drogi ewolucji opisywanych metod, rozwijanych przez wszystkie lata od początku powstania Wydziału, pod względem możliwości technicznych aparatury oraz aplikacji kolejnych osiągnięć teoretycznych nauk podstawowych. Jednak większe uznanie budzą dociekliwość, wiedza i kompetencje Autorów, którzy przedstawiają swoje wybrane osiągnięcia na wysokim stopniu zrozumienia problemów materiałowych i technologicznych. Każdy Czytelnik monografii interesujący się metodami badań materiałów może znaleźć w niej zagadnienia metodyczne poparte wieloma przykładami dotyczącymi oceny właściwości materiałów i zrozumienia procesów technologicznych.

prof. dr hab. inż. Maria Sozańska
Przewodnicząca Rady Dyscypliny
Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej

Andrzej WYCIŚLIK ¹

Rozdział 1

OKREŚLANIE SKŁADU CHEMICZNEGO I FAZOWEGO TWORZYW METALURGICZNYCH TECHNIKĄ ATOMOWEJ SPEKTROMETRII ABSORPCYJNEJ

1.1. Wprowadzenie

Rozwój analityki hutniczej jest ściśle powiązany z obecnie stosowanymi technologiami wytwarzania stali i stopów metali oraz wzrastającymi wymogami dotyczącymi jakości wyrobów hutniczych. Stal wciąż stanowi podstawowy materiał konstrukcyjny i jest najbardziej trwałym, odtwarzalnym i innowacyjnym tworzywem. Dobitnie podkreśla to wzrost produkcji stali na świecie z 200 milionów ton w 1950 roku do 1,8 miliarda ton obecnie. Analityka hutnicza oraz pozostałe obszary aplikacyjne w chemii analitycznej, zwłaszcza analityka materiałowa czy środowiskowa, korzysta z ogólnego postępu w zakresie metodologii badań oraz nowych rozwiązań techniczno-aparaturowych. Badania nad nowymi gatunkami stali i stopów były też istotnym elementem w rozwoju technik i metod analitycznych, a także nowych rozwiązań w konstruowaniu aparatury laboratoryjnej i sprzętu kontrolno-pomiarowego.

1.2. Krótki rys historyczny rozwoju analityki hutniczej

F. Harkort, pierwszy historycznie odnotowany w źródłach literaturowych chemik (*metallurgical chemist*), został zatrudniony w 1826 roku w branży hutniczej. W latach następnych liczba chemików pracujących w przemyśle hutniczym (wielkie piece, stalownie, odlewnie) zaczęła systematycznie rosnąć. Pierwsze laboratorium chemiczne

¹Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej

do badań surowców, materiałów pomocniczych i wyrobów gotowych powstało w 1863 roku w Gussstahlfabrik w Essen. W 1879 roku wprowadzono w hutach stali proces Bessemera, a następnie proces Siemens-Martina. Dzięki tym rozwiązaniom zaczęto wytwarzać nowe gatunki stali – powstawały kolejne zakłady wytwórcze i niewielkie laboratoria hutnicze, rozwijając „mokre” metody analizy chemicznej do konkretnych zastosowań przemysłowych. Odnotowano również wyraźny wzrost zatrudnienia chemików w laboratoriach hutniczych [1–3].

Warto podkreślić, że już w ostatniej dekadzie XIX wieku w Niemczech, a więc w kraju, w którym hutnictwo i odlewnictwo były na najwyższym poziomie technicznym oraz technologicznym i rozwijały się najszybciej w Europie, pojawiły się tendencje dotyczące standaryzacji metod stosowanych w laboratoriach hutniczych. Te zadania powierzono Komisji – Vereinanalytischer Chemiker w Berlinie. W 1911 roku powstała organizacja Chemikerausschuss des Vereins Deutscher Eisenhüttenleute VDEh (*Chemists Committee of the VDEh*). Jej główne zadania obejmowały między innymi normowanie metod analiz, usystematyzowanie i ograniczanie liczby metod wprowadzonych do prac laboratoryjnych, rozwój metod wagowych, opracowanie metod analizy gazów, a także zapewnienie wiarygodności (poprawności) wyników z wykorzystaniem próbek odniesienia oraz badań porównawczych. Ponadto artykułowano też, że wiele stosowanych metod było bardzo praco- i czasochłonnnych. Poprawę w tym zakresie uzyskano dzięki stopniowemu wprowadzaniu metod instrumentalnych, zwłaszcza spektrofotometrii. Efektem tych działań było również obniżenie granic wykrywalności i oznaczalności analizowanych pierwiastków. W latach 1920-1940 odnotowano dalszy rozwój metod analiz stali i stopów metali (analiza dodatków stopowych), wprowadzając do praktyki analitycznej metody polarograficzne, potencjometryczne, systematycznie rozwijane spektrofotometryczne, a także spektrograficzne [1–4].

W kolejnej dekadzie nastąpił dalszy wszechstronny rozwój analityki hutniczej, a jego dynamika wyraźnie nabrała tempa po II wojnie światowej. Chemicy analitycy wskazywali już wówczas na konieczność stopniowej automatyzacji procesu analizy. Zasadniczy postęp w latach pięćdziesiątych XX wieku w obszarze rozwoju metod i technik analiz chemicznych stali i stopów związany był z aplikacją procedur analitycznych, wynikających z rozwoju optycznej spektrometrii emisyjnej ze wzbudzeniem iskrowym (OES) i fluorescencji rentgenowskiej (XRF). We współczesnych hutniczych laboratoriach analitycznych, w związku z rozwojem metod pozapiecowej obróbki stali, wykorzystuje się już skomputeryzowane systemy analizy

spektrometrycznej (OES i XRF). Oznaczanie składu chemicznego stali i surówki, także stopów na osnowie metali nieżelaznych trwa zwykle od 2 do 4 minut [4].

W latach pięćdziesiątych nastąpił też postęp technik rentgenowskich w analizach chemicznych rud i topników. Wcześniej opierano się głównie na klasycznych czaso- i pracochłonnych metodach wagowych i miareczkowych, ograniczając się jedynie do oznaczania kilku podstawowych pierwiastków, takich jak żelazo, węgiel, siarka i fosfor, a także tlenków: SiO_2 , CaO , MgO oraz Al_2O_3 . Obecnie pełna analiza chemiczna rud żelaza techniką fluorescencji rentgenowskiej trwa od 10 do 20 minut w zależności od zastosowanej metodyki przygotowania próbek [1–4]

Już w latach trzydziestych dyskutowano o znaczeniu określenia wpływu zasadowości żużli metalurgicznych, zwłaszcza stalowniczych, na przebieg procesu technologicznego wytwarzania stali. Na opracowanie szybkich metod umożliwiających obliczenie tego parametru, trzeba było dwóch dekad badań, dopiero bowiem w latach pięćdziesiątych opracowano „szybkie” metody miareczkowe oznaczania zasadowości żużli stalowniczych. Obecnie analiza żużli stalowniczych i wielkopieczowych techniką XRF trwa zaledwie 6 minut [4].

Kolejnymi technikami, które zapewniły sobie trwałe miejsce w rutynowej działalności metalurgicznych laboratoriów analitycznych, były od lat sześćdziesiątych atomowa spektrometria absorpcyjna (AAS) i od końca lat siedemdziesiątych atomowa spektrometria emisyjna ze wzbudzeniem w plazmie sprzężonej indukcyjnie (ICP-AES), stosowane głównie do oznaczania mikrododatków oraz szkodliwych zanieczyszczeń, a później również do określania zawartości głównych składników stopowych. Obecnie techniki te oprócz optycznej spektrometrii emisyjnej i rentgenowskiej fluorescencji stanowią podstawowe narzędzia, służące do określania składu chemicznego surowców, półproduktów i wyrobów gotowych [5].

Znaczący postęp, zwłaszcza w drugiej połowie XX wieku, odnotowano w badaniach i wytwarzaniu różnorodnych certyfikowanych materiałów odniesienia w obszarze metalurgii. W ostatnich czterech dekadach XX wieku nastąpił też dynamiczny rozwój w wytwarzaniu bardzo nowoczesnych analizatorów stosowanych do szybkiego oznaczania zawartości węgla i siarki oraz azotu, tlenu i wodoru w stalach i stopach.

W latach dziewięćdziesiątych XX wieku w specjalistycznych laboratoriach analitycznych hutniczych zakładów wytwarzających wieloskładnikowe stale i stopy, przeznaczone na najbardziej odpowiedzialne elementy maszyn i urządzeń, do oznaczania mikrododatków i pierwiastków „szkodliwych”, tworzących niskotopliwe

fazy, wykorzystuje się technikę spektrometrii mas połączonej z plazmą sprzężoną indukcyjnie (ICP-MS – *inductively coupled plasma – mass spektrometry*).

Z punktu widzenia kształtowania jakości wyrobów metalurgicznych ważną dziedziną funkcjonowania laboratoriów chemicznych i metaloznawczych jest identyfikacja faz i wtrąceń oraz ich analiza. Bezpośrednią identyfikację faz umożliwia zastosowanie następujących metod: dyfrakcji promieni rentgenowskich, dyfrakcji elektronowej, skaningowej mikroskopii elektronowej, mikroanalizy rentgenowskiej, spektroskopii elektronów Augera, a także techniki EBSP (*electron backscattered pattern*). Z kolei do badań składu chemicznego wykorzystuje się techniki EPMA (*electron probe micro-analyzer*), ESCA (*electron spectroscopy for chemical analysis*) i CMA (*chemical micro-analysis*), a w przypadku analizy chemicznej elektrolitycznie wyizolowanych faz głównie techniki AAS i ICP [1–3, 5]. Ten zakres badań wpisuje się w obecnie szeroko rozwijany obszar badań, obejmujący specjację i analizę specjacyjną. Identyfikacja faz spełnia w zasadzie kryteria dotyczące specjacji. Znacznie trudniejszą i bardziej złożoną kwestią jest analiza specjacyjna w konfrontacji z analizą fazową. Problemy dotyczą tutaj wymogów ilościowych, tj. określenia udziału (masy) poszczególnych faz (wydzielen), a przede wszystkim dokładnego oznaczania ich składu chemicznego.

W badaniach powierzchni pierwszoplanową rolę odgrywa technika optycznej spektrometrii emisyjnej ze wzbudzeniem jarzeniowym (GDS), a w analizie organicznej w hutnictwie najczęściej wykorzystuje się technikę chromatografii gazowej sprzężonej ze spektrometrią mas (GC-MS) i spektroskopię magnetycznego rezonansu jądrowego (NMR). Postęp odnotowuje się też w badaniach składu chemicznego odpadów hutniczych. Szczególnie intensywnie w ostatnich latach rozwijają się badania zanieczyszczeń pyłowych i gazowych w procesach spawalniczych [6–8].

1.3. Zasada techniki atomowej spektrometrii absorpcyjnej (AAS)

Atomowa spektrometria absorpcyjna (AAS) opiera się na prawie Kirchoffa, zgodnie z którym każda substancja absorbuje promieniowanie o takiej długości fali, jakie sama może wypromieniować. Zasadą AAS (ang. *Atomic Absorption Spectrometry*) jest pomiar ubytku promieniowania, spowodowanego absorpcją przez swobodne atomy oznaczanego pierwiastka, proporcjonalnego do jego stężenia. Mimo prostoty założeń tej techniki dopiero przy obecnym stanie wiedzy z zakresu fizyki,

chemii i elektroniki udało się ją praktycznie wykorzystać. Początki tej dynamicznie rozwijającej się technice analitycznej dały prace A. Walsha oraz C. Alkemade i J. Milatza [9], opublikowane w 1955 roku. Przeprowadzenie metalicznych pierwiastków próbki z roztworu do stanu gazu atomowego odbywa się przeważnie kosztem energii cieplnej dostarczonej przez płomień lub grzejnik elektryczny. Najczęściej używanym gazem utleniającym w technice AAS jest sprężone powietrze, a gazem palnym acetylen. Umożliwia to uzyskanie maksymalnej temperatury ok. 2500 K. Przekłada się to na oznaczanie zawartości 35 pierwiastków metalicznych. Jeżeli potrzebna jest wyższa temperatura, tj. 3200 K, zamiast powietrza stosuje się tlenek diazotu (N_2O). W płomieniu tym oznacza się między innymi Ti, Nb, Ta, Al, V, W, Zr, Be i Si. Granica oznaczalności przy użyciu atomizerów płomieniowych dla wielu pierwiastków wynosi ułamki mikrogramów w mililitrze. Jeszcze mniejsze stężenia można oznaczać za pomocą techniki AAS, stosując atomizery elektrotermiczne [9–11], w których próbka wprowadzana jest do ogrzewanej elektrycznie rurki grafitowej umieszczonej współosiowo z biegiem wiązki promieniowania. Oprócz tych wariantów techniki AAS wykorzystuje się również inne modyfikacje, np. generowanie lotnych wodorków. Generatorami promieniowania stosowanymi w technice AAS są lampy z katodą wnątkową i bezelektrodowe lampy wyładowcze [9, 12].

1.4. Technika atomowej spektrometrii absorpcyjnej w metalurgii

Atomowa spektrometria absorpcyjna została wprowadzona do chemicznych laboratoriów metalurgicznych w latach sześćdziesiątych, a już począwszy od lat siedemdziesiątych naszego wieku oprócz optycznej spektrometrii emisyjnej i rentgenowskiej fluorescencji stanowi jedną z podstawowych metod, służących do określania składu chemicznego surowców, półproduktów i wyrobów gotowych [1-5, 9-16]. W analizach metalurgicznych, zwłaszcza w hutnictwie stali, wymagania dotyczące stosowanych metod obejmują dwa rodzaje czynników, tj. maksymalnie możliwa dokładność oraz jak najkrótszy czas wykonania oznaczeń poszczególnych pierwiastków. Ten drugi czynnik jest niezmiernie istotny podczas prowadzenia procesów wytapiania stali i stopów, gdzie czas wykonania analiz i przekazania wyników do stalowni czy odlewni powinien umożliwić dokonanie ewentualnych korekt składu chemicznego produkowanych tworzyw. Chociaż pod względem szybkości wykonania analiz atomowa spektrometria absorpcyjna, z uwagi na

konieczność przeprowadzenia badanych materiałów do roztworu, nie może konkurować z optyczną spektrometrią emisyjną i rentgenowską fluorescencją, to jednak przy prowadzeniu analiz wytopowych, kontrolnych i rozjemczych, a także w przypadku próbek wykazujących silne skłonności do segregacji składników stopowych oddaje nieocenione usługi analitykom [9–16]. Związane to jest z możliwością pobrania próbek wiórowych z różnych, zwykle ściśle ustalonych bądź wytypowanych miejsc analizowanego materiału, stosownie do zakresu realizowanych badań. Ponadto w bardzo wielu laboratoriach metalurgicznych metodę atomowej spektrometrii absorpcyjnej stosuje się do określania składu chemicznego własnych próbek wzorcowych i korekcyjnych na potrzeby optycznej spektrometrii emisyjnej i rentgenowskiej fluorescencji. W niektórych mniejszych laboratoriach hutniczych o skromniejszym wyposażeniu aparaturowym metodę AAS wykorzystuje się również do kontroli składu chemicznego próbek stali i stopów pobieranych w czasie trwania wytopu. Warunkiem niezbędnym w tym przypadku jest jednak opracowanie szybkiej procedury roztwarzania danej grupy stali czy stopów.

Oznaczenia ilościowe pierwiastków w stalach i innych materiałach hutniczych metodą AAS przeprowadza się, opierając się na wyznaczonych wykresach wzorcowych [9–13, 16] bądź stosując technikę dodatków standardowych czy też wykorzystując, opracowany przez autora tego rozdziału na Wydziale Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej, sposób wzorcowania z zastosowaniem jednego wzorca podstawowego [17–19].

Różnorodność i złożoność wielu gatunków stali i stopów stosowanych w różnych gałęziach przemysłu, jak też wprowadzanie do produkcji nowych tworzyw, przeznaczonych na najbardziej odpowiedzialne elementy maszyn, o bardzo złożonym składzie chemicznym wymaga opracowania licznych procedur analitycznych. Umożliwiają one oznaczanie zawartości zarówno głównych składników stopowych, zmieniających się nierzadko w bardzo szerokich granicach, jak i pierwiastków towarzyszących oraz szkodliwych zanieczyszczeń z zapewnieniem dużej dokładności i precyzji uzyskanych rezultatów. W takich przypadkach, zwłaszcza gdy nowe tworzywa znajdują jeszcze w stadium badań, technika AAS jest niezwykle przydatna. Należy jednak zaznaczyć, że AAS mimo niewątpliwych zalet, takich jak: duża czułość i dokładność wykonywanych oznaczeń wielu pierwiastków, możliwość przeprowadzania analiz w dosyć szerokim zakresie stężeń analitów oraz – co jest szczególnie godne podkreślenia – selektywność, umożliwiająca oznaczanie zawartości wielu pierwiastków z jednej wyjściowej odważki próbki, nie jest metodą uniwersalną. Technika AAS ma również pewne ograniczenia związane zarówno z opracowaniem

sposobów i warunków roztwarzania złożonych próbek metalurgicznych, jak i granicami oznaczalności niektórych mikrodotyków i składników stopowych, a także korygowaniem licznych oddziaływań międzypierwiastkowych. Dotyczy to w szczególności takich pierwiastków jak B, W, Nb, Ta, La, Ce, Zr i Hf. Ponadto technika AAS nie pozwala na oznaczanie węgla i siarki, a określanie zawartości krzemu i zwłaszcza fosforu może być wykonywane jedynie w ograniczonym zakresie [9-12, 16]. Granice oznaczalności wybranych pierwiastków metalicznych, oznaczanych techniką AAS, można pogrupować w następujących przedziałach stężeń: $10^{-5}\%$ - Mg; $10^{-4}\%$ - Ag, Be, Ca, Li, Mn, Zn; 10^{-3} - $10^{-2}\%$ - Al, As, Ba, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, In, Mo, Ni, Pb, Pd, Rh, Ru, Sb, Sr, Te, Tl, Yb; 10^{-2} - $10^{-1}\%$ - Ga, Ge, Hg, Se, Si, Sm, Sn, Ti, V, Y i Zr; powyżej 0,10% - B, Ce, Gd, Hf, Ir, La, Nb, Nd, Re, Ta, U, W [9-12, 16]. Z uwagi na fakt, że w próbkach metalurgicznych zakres oznaczania zawartości pierwiastków metalicznych obejmuje szeroki przedział stężeń, trudno jednoznacznie ocenić dokładność i precyzję uzyskanych rezultatów. W odniesieniu do zdecydowanej większości pierwiastków oznaczanych metodą AAS względne odchylenia standardowe wynoszą od 0,2% do 5%. Jedynie przy oznaczaniu pierwiastków węglilotwórczych, takich jak niob, tantal, cyrkon, wolfram, tytan czy wanad, względne odchylenia standardowe mogą przekraczać te wartości nawet dwukrotnie. Chociaż zastosowanie metody AAS w analityce materiałowej, w przeważającej części, dotyczy obszaru niskich i śladowych zawartości pierwiastków, można dodać, że w wyniku ustawicznego rozwoju spektrometrów absorpcji atomowej w zakresie optyki i elektroniki możliwe jest również oznaczanie wysokich zawartości pierwiastków w stalach i stopach metali z dokładnością zbliżoną do metod klasycznych [5, 9–13, 20].

Istotną z punktu widzenia oznaczania szkodliwych zanieczyszczeń w stalach i stopach metali techniką AAS jest wariant wzbogacania i oddzielania niektórych pierwiastków drogą przeprowadzenia ich w wodorki [9–13]. Stosuje się ją do oznaczania selenu, telluru, ołowiu, cyny, germanu, antymonu i arsenu.

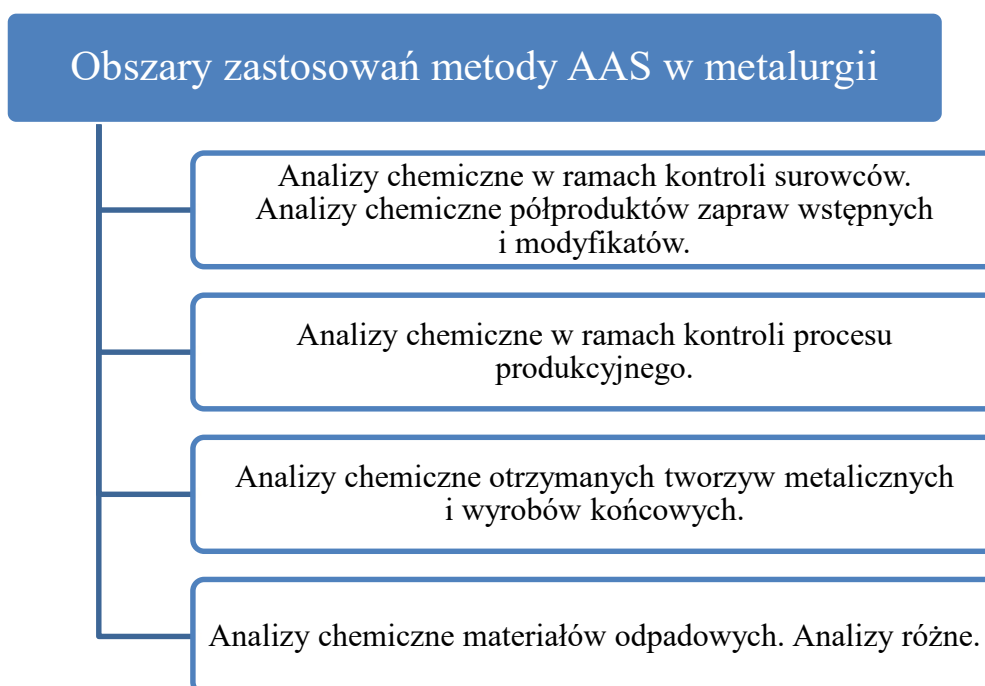
1.5. Obszary zastosowań metody AAS w metalurgii

Zastosowanie atomowej spektrometrii absorpcyjnej do rutynowych analiz w metalurgii obejmuje cztery podstawowe obszary:

- kontrolę dostarczanych surowców,
- kontrolę procesu produkcyjnego,

- końcową kontroli produktów, a ponadto
- w analizie materiałów odpadowych i ubocznych oraz innych.

Zilustrowano to na rys. 1.1, wyodrębniając dodatkowo obszar badania półproduktów, modyfikatorów i zapraw wstępnych. W zależności od specyfiki, profilu i wielkości produkcji danego zakładu ten zakres badań może być umiejscowiony zarówno w obszarze kontroli dostarczanych surowców, jak i w ramach kontroli procesu produkcyjnego. Uzależnione to jest od tego, czy materiały te są kupowane, czy wytwarzane w danym zakładzie w ramach planowego cyklu produkcyjnego. Częściej jednak ten obszar jest umiejscowiony w dziale kontroli dostarczanych surowców.

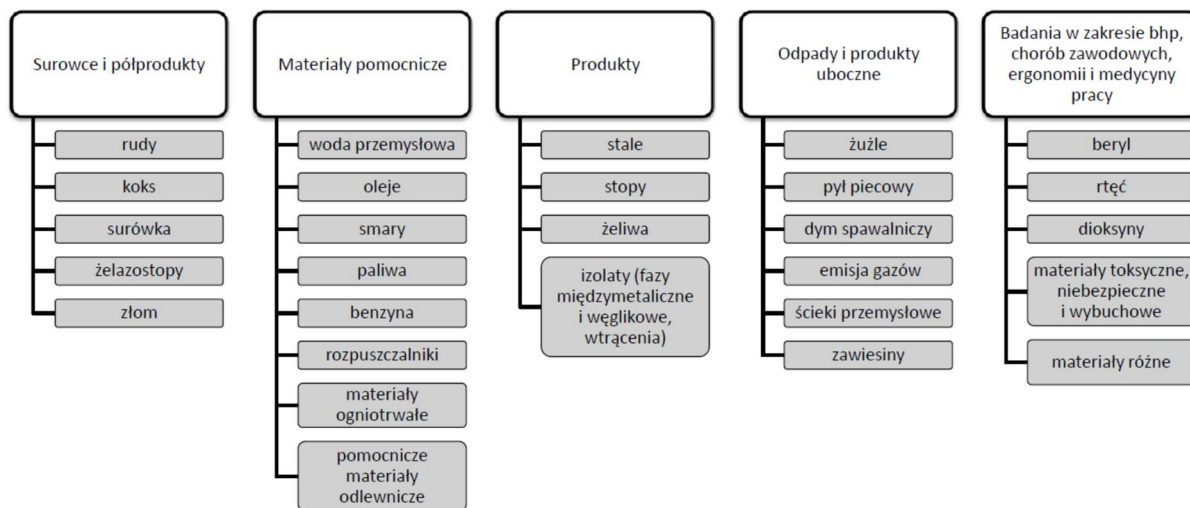


Rys. 1.1. Obszary zastosowań metody AAS w metalurgii [5]

1.6. Asortyment materiałowy

Szczegółowy wykaz analizowanych materiałów w metalurgicznych laboratoriach analitycznych przedstawiono na rys. 1.2, grupując je w czterech następujących segmentach: surowce i półprodukty, materiały pomocnicze, produkty oraz odpady i produkty uboczne. Dodatkowo do tego zestawienia włączono też, zyskujący ostatnio na znaczeniu, obszar badań w zakresie bezpieczeństwa i higieny pracy, ergonomii i medycyny pracy, a także profilaktyki chorób zawodowych [5, 6–8, 13, 21]. Z punktu widzenia kształtowania jakości wyrobów ważną dziedziną zastosowań techniki AAS w metalurgii jest również oznaczanie zawartości pierwiastków metalicznych

w wyizolowanych na drodze chemicznej lub elektrochemicznej fazach i wtrąceniach – izolatach [5, 13, 17, 21–48], również z uwzględnieniem pewnych modyfikacji, związanych z wykorzystaniem techniki iniekcyjnej z użyciem małych objętości roztworów próbek w połączeniu z płomieniowym wariantem absorpcji atomowej [5, 21, 44, 49–57].



Rys. 1.2. Zastosowanie analiz chemicznych w metalurgii [21]

Wzrastająca liczba spektrometrów absorpcji atomowej, stosowanych w badaniach prowadzonych w obszarach inżynierii materiałowej, metalurgii, odlewnictwa i przetwórstwa metali, a także w ośrodkach zaplecza naukowo-badawczego tych gałęzi przemysłu, stwarza konieczność usystematyzowania, a nawet pewnej unifikacji różnorodnych procedur analitycznych służących analizie chemicznej i fazowej wieloskładnikowych tworzyw metalicznych, jak też dalszego prowadzenia badań w tej niezwykle ważnej dziedzinie, służącej poprawie jakości nie tylko już produkowanych materiałów, lecz także nowych stopów znajdujących się dopiero w fazie projektowania lub opracowywania technologii ich wytwarzania. Określanie składu chemicznego wyizolowanych faz międzymetalicznych i węglkowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej wpisuje się w obszar analizy specyjnej tworzyw metalicznych. Niewielka masa materiałów do badań, szeroki zakres stężeń oznaczanych pierwiastków oraz brak certyfikowanych materiałów odniesienia stwarzają dodatkowe trudności w określaniu zawartości pierwiastków w izolatach, i to bez względu na wybór zastosowanych metod i technik analitycznych. Dlatego też stosując technikę atomowej spektrometrii absorpcyjnej w tym obszarze badawczym, aby jak najefektywniej wykorzystać zalety absorpcji atomowej, zastosowano kilka dodatkowych modyfikacji techniczno-metodycznych, które omówiono w dalszej części.

1.7. Badania i opracowania własne – zastosowanie techniki AAS w metalurgii i inżynierii materiałowej

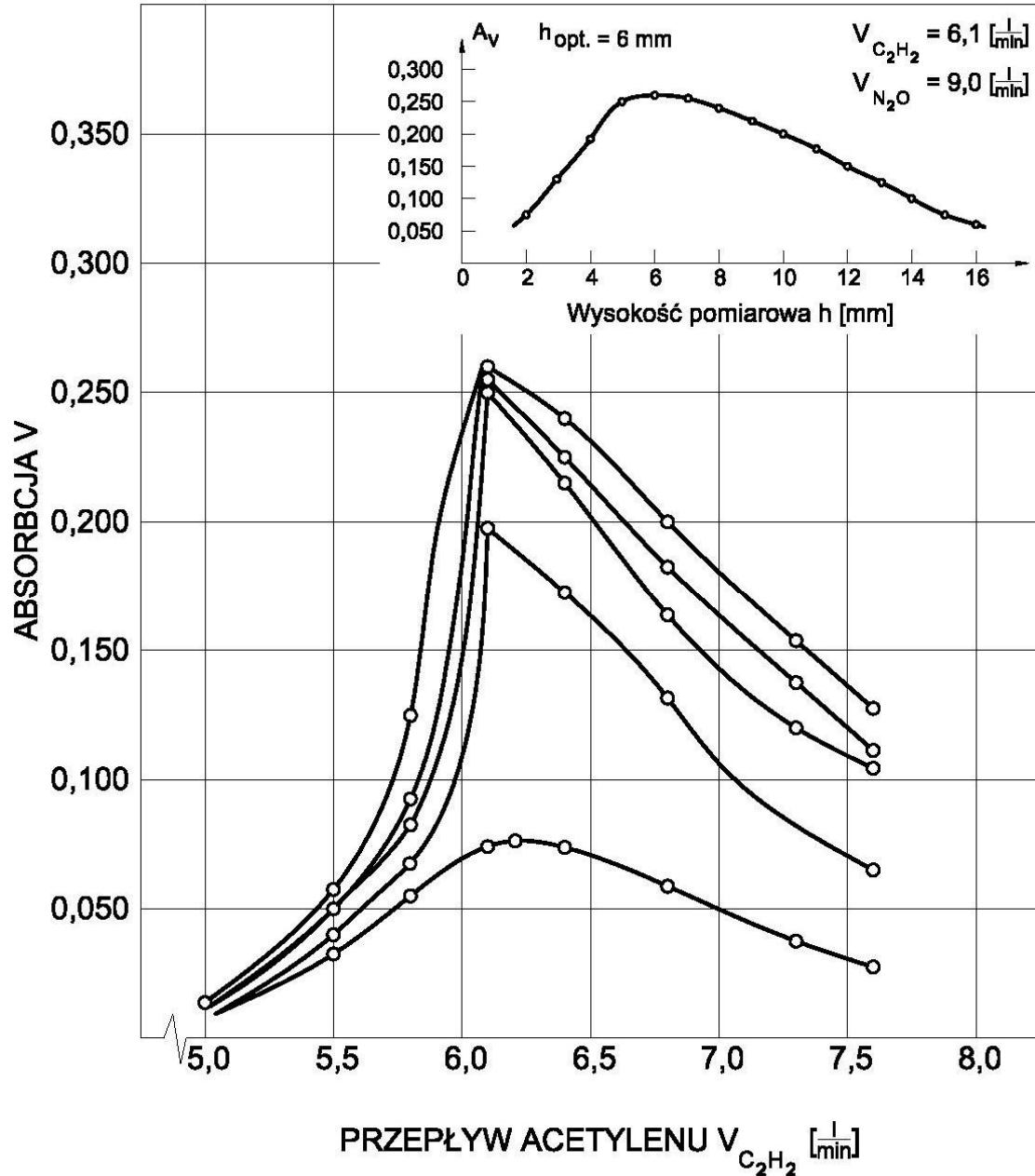
1.7.1 Aparatura i warunki pomiarów

Badania składu chemicznego stopów metali oraz wyizolowanych faz przeprowadzono z zastosowaniem spektrometrów absorpcji atomowej firmy Perkin-Elmer modele 503 i 603 z wyposażeniem do pracy zarówno w płomieniu acetylen – powietrze, jak i acetylen – tlenek diazotu (podtlenek azotu). Zastosowano ciśnienia wyjściowe i przepływy gazów zgodnie z instrukcją producenta aparatury, każdorazowo jednak regulowano ich przepływy tak, aby uzyskać maksymalne stabilne odczyty absorbancji analizowanych pierwiastków. Ustawiając optymalne wysokości pomiarowe (wysokość palnika w stosunku do wiązki promieniowania), posługiwano się własnymi opracowaniami [5, 21, 31, 42]. W niniejszej pracy zilustrowano to na przykładzie wanadu (rys. 1.3). Badania mające na celu znalezienie optymalnych warunków pomiarowych oznaczania wanadu metodą AAS realizowano, stosując linię analityczną 318,4 nm oraz szerokość szczeliny monochromatora 0,7 nm, a roztwór roboczy zawierał 100 µg V/ml. W celu wyznaczenia optymalnego przepływu acetyleny (przepływ podtlenku azotu wynosił 9,0 l/min) i położenia strefy pomiarowej dokonano pomiarów absorbancji wanadu dla pięciu różnych wysokości pomiarowych (wysokość palnika), przy czym dla każdej z tych wartości stosowano różne przepływy acetyleny. Z przedstawionych na rys. 1.3 wyników, dotyczących wielkości sygnałów absorbancji, najkorzystniejsze rezultaty osiągnęto wówczas, gdy przepływ acetyleny wynosił 6,1 l/min, a wysokość palnika 6 mm. W górnej części rys. 1.3 przedstawiono dodatkowo, przy wyznaczonych optymalnych szybkościach przepływu gazów, wpływ położenia palnika w stosunku do wiązki promieniowania emitowanego przez lampę na absorbancję wanadu. Z przedstawionych na rys. 1.3 zależności wynika także, że nawet niewielkie zmiany w pionowym położeniu głowicy palnika wyraźnie obniżają absorbancję wanadu; podkreśla to wyjątkową wagę przeprowadzenia optymalizacji warunków pomiarowych przy oznaczaniu tego pierwiastka.

Na rys. 1.4 przedstawiono wpływ zmian wysokości palnika na absorbancję wolframu. Do oznaczania zawartości wolframu w stopach metali i izolatach faz węglkowych i międzymetalicznych stosuje się często mniej czułą linię analityczną 400,9 nm, z uwagi na korzystny stosunek sygnału do szumu. Dlatego w odniesieniu do tego pierwiastka pokazano wpływ zmian wysokości palnika, stosując zarówno linię analityczną 255,1 nm, jak i 400,9 nm. Po ustawieniu optymalnej wysokości głowicy

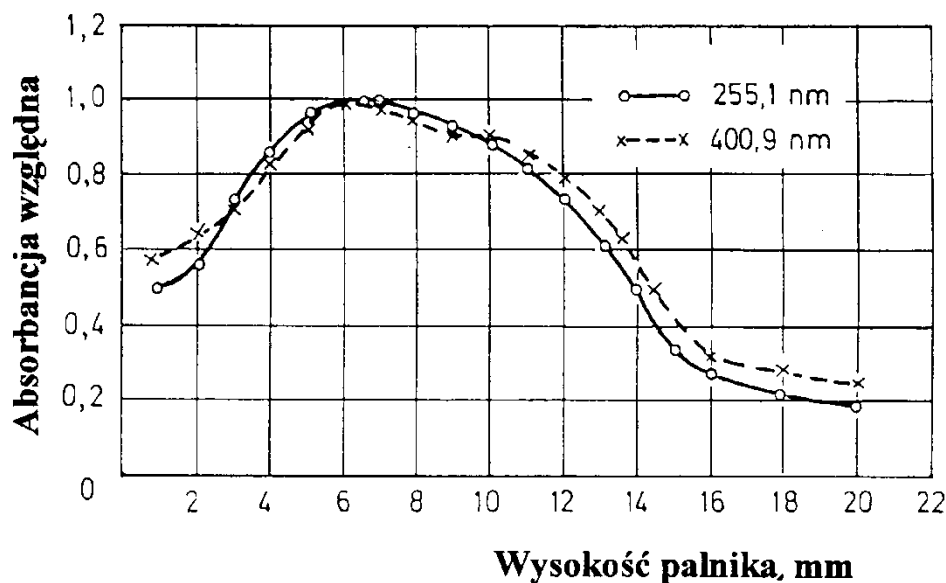
palnika regulowano przepływy gazów (acetyleny i tlenku diazotu), aby uzyskać maksymalne stabilne odczyty absorbcji wolframu.

Dane te mają szczególne znaczenie przy oznaczaniu zawartości wielu pierwiastków, zwłaszcza węglotwórczych.



Rys. 1.3. Optymalizacja warunków pomiarowych przy oznaczaniu zawartości wanadu metodą AAS [39, 40]

Tego rodzaju badania, dotyczące ustalenia zależności pionowego ustawienia głowicy palnika w stosunku do wiązki promieniowania emitowanego przez poszczególne lampy z katodami wnękowymi, zrealizowano również dla innych oznaczanych pierwiastków.



Rys. 1.4. Wpływ zmian wysokości palnika na absorbancję wolframu [20]

1.7.2. Zastosowanie alternatywnych linii analitycznych

Przy określaniu składu chemicznego między innymi stopów metali, wyizolowanych faz węglkowych i międzymetalicznych, kąpeli galwanicznych oraz odpadów przemysłowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej istnieje bardzo często konieczność oznaczania zawartości głównych składników występujących w szerokim zakresie stężeń, niejednokrotnie znacznie przewyższających kilka, kilkanaście, a nawet i kilkadziesiąt procent masowych.

Wykorzystanie metody AAS do oznaczania wysokich (znaczących) zawartości pierwiastków występujących w badanych próbkach wymaga zastosowania jednej lub kilku podanych niżej operacji [5, 9, 12, 20, 21]:

- wykonanie odpowiednich rozcieńczeń roztworów próbek,
- zmniejszenie (o ile jest to możliwe) odważki badanych próbek,
- zmniejszenie grubości warstwy pochłaniającej płomienia (mniejsza główica palnika lub jej obrót),
- wykorzystanie „różnicowej” metody pomiaru,
- wykorzystanie stref płomienia uboższych w pierwiastek oznaczany,
- zmiana płomienia lub zmiana charakteru płomienia,
- zmniejszenie natężenia prądu lampy,
- substechiometria (połączenie metod klasycznych z techniką AAS) [57],
- wykorzystanie mniej czułych linii analitycznych.

Jednym z efektywnych wariantów rozwiązania tego problemu może być zastosowanie mniej czułych linii analitycznych [5, 9, 12, 20, 21]. W tabeli 1.1,

uwzględniając wyniki badań własnych [5, 20, 21], zestawiono granice prostoliniowości wykresów wzorcowych dla najczęściej oznaczanych pierwiastków w bogatym asortymencie próbek. Użycie mniej czułych linii analitycznych umożliwia oznaczanie poszczególnych pierwiastków w szerokim zakresie stężeń przy uniknięciu bardzo często czasochłonnych operacji rozcieńczania roztworów próbek i wzorców. Analizując dane zamieszczone w tabeli 1.1, można zasugerować kilka praktycznych uwag i wskazówek.

Wysokie zawartości manganu (15–30% masowych) można określać, stosując oprócz - dosyć często używanej mniej czulej linii 403,1 nm – również 2450 razy słabszą linię 321,7 nm, która zapewnia prostoliniowość wykresów wzorcowych aż do 7500 $\mu\text{g/ml}$.

Przy wykorzystaniu najbardziej czulej linii analitycznej kobaltu przedział mierzonych stężeń nie przekracza 5 $\mu\text{g/ml}$. Przy oznaczaniu kobaltu z użyciem linii 352,7 nm możliwe jest jego analizowanie nawet do 200 $\mu\text{g/ml}$. Przy zmianie płomienia acetylen - powietrze, stosowanego zwykle do określania zawartości kobaltu, na acetylen - tlenek diazotu (podtlenek azotu) prostoliniowy zakres wykresu wzorcowego wydłuża się aż do 500 $\mu\text{g/ml}$, a więc przy odważce próbki 0,5 g i objętości końcowej roztworu 100 ml można oznaczać kobalt np. w stopach na osnowie niklu do zawartości 10% masowych bez konieczności rozcieńczania roztworów próbek. Również w izolatach fazy γ' (odważka 20 mg i objętość końcowa 25 mL) możliwe jest oznaczanie zawartości kobaltu do 10% masowych. Do określania zawartości żelaza w stopach niklu, kobaltu i izolatach węglkowych w zakresie 20 - 60 $\mu\text{g/mL}$ można zastosować linię 372,0 nm. Wyższe stężenia żelaza można oznaczać z wykorzystaniem linii 305,9 nm (23 razy mniej czulej od głównej linii Fe, tj. 248,3 nm). W tym przypadku prostoliniowy odcinek krzywej wzorcowej wydłuża się do 120 $\mu\text{g/mL}$.

Cztery podane w tabeli 1.2 linie analityczne dla niklu obejmują zakres jego oznaczania od 5 do 120 $\mu\text{g/ml}$. Zestawione alternatywne linie dla miedzi i chromu umożliwiają określanie ich zawartości odpowiednio od 5 do 2700 $\mu\text{g/ml}$ (Cu) i od 5 do 80 $\mu\text{g/ml}$ (Cr).

Warto jeszcze odnotować, że użycie linii 317,0 nm przy oznaczaniu molibdenu wydłuża prostoliniowy odcinek wykresu wzorcowego z 60 $\mu\text{g/ml}$ (główna linia Mo 313,3 nm) do 80 $\mu\text{g/ml}$. W przypadku glinu zastosowanie linii 394,4 nm podwaja zakres jego oznaczania z 60 $\mu\text{g/ml}$ (linia 309,3 nm) do 120 $\mu\text{g/ml}$. Wysokie stężenia cynku, ponad 5 mg/ml, można mierzyć, wykorzystując linię 307,6 nm.

Tabela 1.1.

Alternatywne linie analityczne do oznaczania Al, Mn, Mo Fe, Ni, Co, Cu, Cr i Zn
[5, 20, 21]

Pierwiastek	Linia analityczna, nm	Zakres prostoliniowości wykresów wzorcowych, $\mu\text{g/ml}$
Al	309,3	60
	394,4	120
	237,3	160
Mn	279,5	3
	403,1	25
	321,7	7500
Mo	313,3	60
	317,0	80
	319,4	100
Fe	248,3	5
	372,0	60
	305,9	120
Ni	232,0	5
	341,5	25
	352,5	60
	351,5	120
Co	240,7	5
	352,7	200 (500 w pł. $\text{C}_2\text{H}_2\text{-N}_2\text{O}$)
Cu	324,8	5
	327,4	25
	244,2	2700
Cr	357,9	5
	359,4	15
	429,0	80
Zn	213,9	1
	307,6	5200

Należy jeszcze w tym miejscu zaznaczyć, że dla niektórych pierwiastków, np. wolframu, charakteryzujących się stosunkowo niską czułością oznaczania, często w analizach rutynowych stosuje się mniej czułą linię analityczną 400,9 nm, a nie główną linię 255,1 nm. Wiąże się to z faktem, że wykorzystując linię 400,9 nm, uzyskuje się korzystniejszy stosunek sygnału absorpcji do szumu fotonowego (fluktuacje obniżające precyzję oznaczeń).

Dokładność i precyzja oznaczeń tych pierwiastków, zarówno przy użyciu najbardziej czułych linii analitycznych i rozcieńczania roztworów, jak i mniej czułych linii analitycznych, były bardzo zbliżone. Precyzja oznaczeń analizowanych pierwiastków konwencjonalną metodą AAS wynosiła odpowiednio: Cr 0,9-1,4%, Ni 0,7-1,3%, Mn 0,8-1,2%, Mo 0,9-1,6%, Co 1,0-1,3% i Cu 0,4-0,9%.

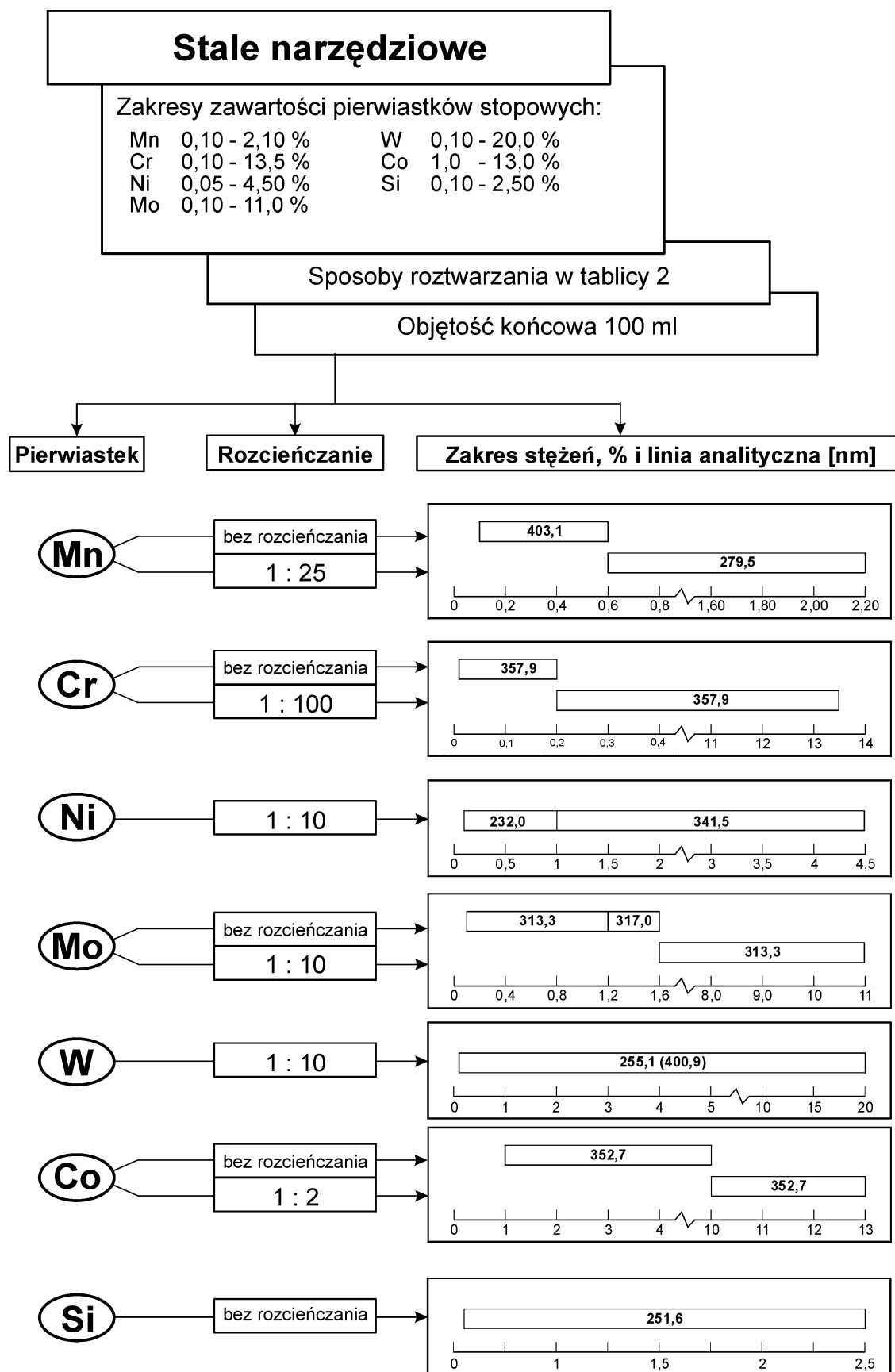
1.7.3. Określanie składu chemicznego stali i stopów

W wyniku zrealizowanych projektów badawczych, prac naukowo-badawczych, ekspertyz, a także badań wykonanych w ramach stypendiów zagranicznych oraz współpracy międzynarodowej opracowano konkretne schematy analityczne i procedury postępowania analitycznego przy oznaczaniu głównych składników stopowych, pierwiastków stopowych, mikrodotyków i zanieczyszczeń, dotyczących różnych gatunków stali i stopów. Opracowania własne obejmują następujące rodzaje tworzyw metalurgicznych: stale nisko- i średniostopowe [58], stale manganowo-aluminiowe [59], stale narzędziowe (rys. 1.5) [60], stale wysokostopowe chromowo-niklowe [61], stopy Fe-Ni-Co [62], żeliwa [63], żelazostopy (Fe-Si) [64–66], wieloskładnikowe stopy na osnowie niklu [67, 68] i kobaltu [19, 69], stopy na osnowie miedzi (Cu-Cr-Ni-Si) [70] oraz stopy na osnowie tytanu (Ti-Al-V) [18], a także dodatkowo kąpiele galwaniczne [71]. Szczególną uwagę poświęcono również oznaczaniu krzemu w stopach na osnowie niklu i tytanu techniką AAS [72, 73].

We współpracy z Laboratorium Chemicznym Huty Baildon opracowano też procedurę oznaczania zawartości szkodliwych zanieczyszczeń w stalach i stopach na osnowie niklu [74–76].

Na Wydziale Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej opracowano sposób kalibracji w płomieniowej technice AAS z wykorzystaniem jednego wzorca podstawowego [5, 17–19, 21]. Sposób ten polega na zastosowaniu kilku różnych odważek jednego wzorca podstawowego (wyjściowego), do których po roztworzeniu lub w trakcie roztwarzania wprowadza się odpowiednie ilości głównego składnika osnowy w celu wyrównania jego zawartości we wzorcach i próbkach analizowanych do podobnego (z pewną tolerancją) poziomu, równoważąc tym samym jego wpływ na pierwiastek oznaczany. Wzorzec podstawowy dobiera się gatunkowo do próbki analizowanej. Rzeczą istotną jest również to, by górne i dolne wartości stężeń poszczególnych pierwiastków znajdowały się na prostoliniowej części wykresów wzorcowych [5, 21].

Z uwagi na brak certyfikowanych materiałów odniesienia (wzorców chemicznych) opracowano też kompleksometryczną metodę oznaczania glinu w stopach Fe-Al i Fe-Al-C jako metodę alternatywną, umożliwiającą określanie zawartości tego pierwiastka w zakresie stężenia od 5% do 50% [77], a we współpracy z Hutą Baildon - zmodyfikowaną metodę oznaczania glinu w stalach, stopach Fe-Al i Ni-Al o zawartości powyżej 0,1% masowych.



Rys. 1.5. Schemat analityczny określania składu chemicznego stali narzędziowych techniką AAS [60]

Polega ona na roztworzeniu próbki w kwasie chlorowodorowym, wydzieleniu i oddzieleniu SiO_2 , redukcji żelaza (III) do żelaza (II) za pomocą tiosiarczanu (VI) amonu i wydzieleniu glinu w postaci ortofosforanu (V) glinu.

Ponadto w badaniach własnych wiele miejsca poświęcono określaniu składu chemicznego wyizolowanych faz i wtrąceń – izolatów (specjacja i analiza specjacyjna), a także analityce odpadów przemysłowych.

1.7.4. Specjacja i analiza specjacyjna w metalurgii i inżynierii materiałowej

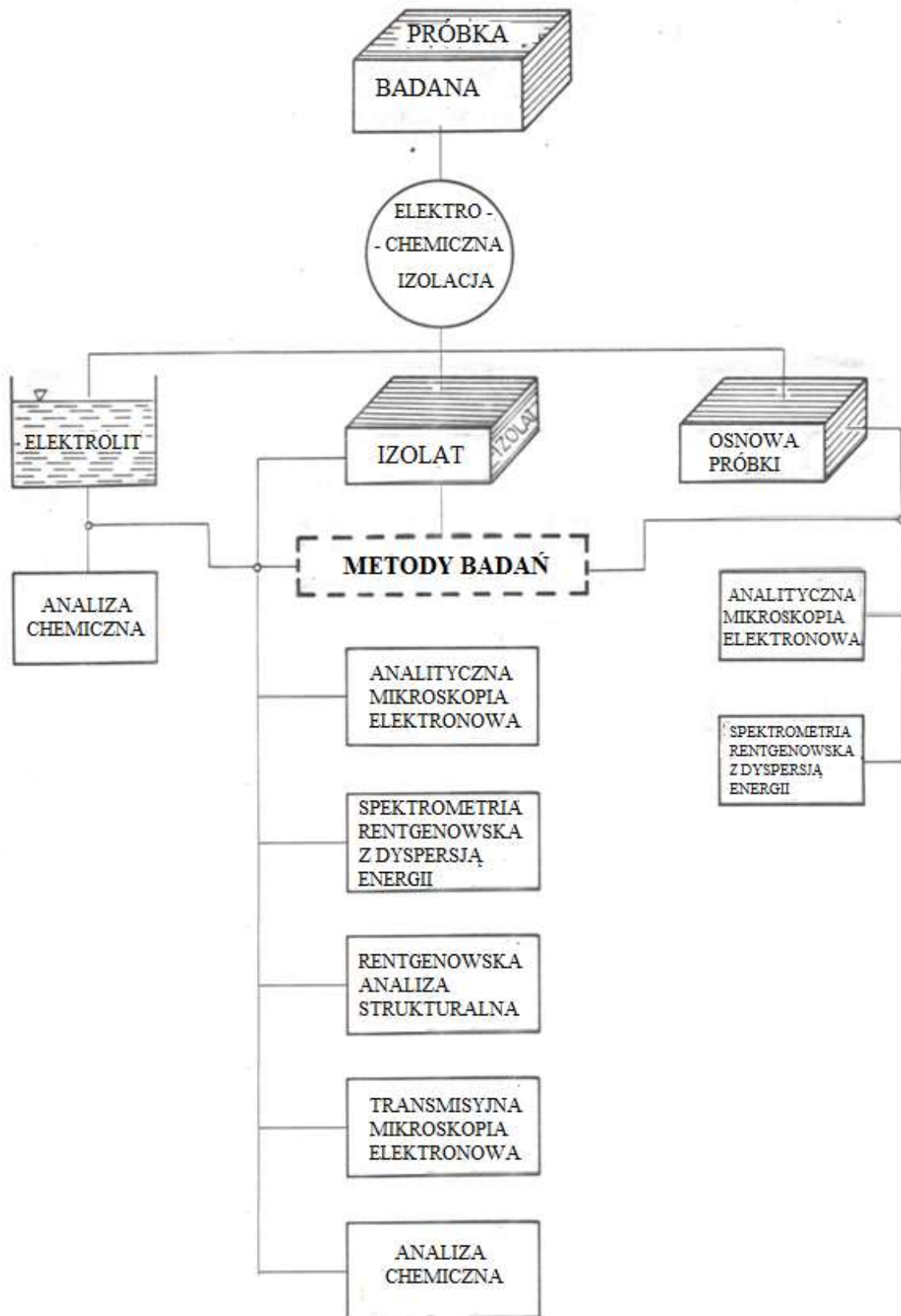
Problem specjacji i analizy specjacyjnej jest obecnie przedmiotem bardzo wielu badań w różnych dziedzinach nauki i techniki, zwłaszcza w chemii, metalurgii, inżynierii materiałowej, geologii, medycynie, toksykologii i ochronie środowiska, i stanowi istotny czynnik rozwoju analityki materiałowej i środowiskowej. Przyjmując, że specjacja to obecność różnych „form chemicznych” pierwiastka w próbce, a analiza specjacyjna służy do identyfikacji tych form i ich ilościowego oznaczania, przez analogię w odniesieniu do próbek metalurgicznych stosuje się równoważne określenia identyfikacji faz i analizy fazowej, obejmujące również analizę chemiczną [5, 21]. Nie zawsze i nie w pełni pojęcia te się pokrywają lub są tożsame. Biorąc pod uwagę specyfikę tworzyw metalurgicznych, złożoność ich składu chemicznego i fazowego, wskazano na podobieństwa i różnice w aplikacji specjacji i analizy specjacyjnej w metalurgii. W tym kontekście krótko przedstawiono proces chemicznej i elektrochemicznej izolacji faz w tym obszarze badań, eksponując zarówno jego zasadę, znaczenie, możliwości, jak i ograniczenia. Badania wyizolowanych faz są ściśle związane z systematycznie wzrastającymi wymaganiami w zakresie jakości wyrobów hutniczych. W tym rozdziale przedstawiono niektóre zagadnienia z tego obszaru charakterystyczne dla metalurgii oraz inżynierii materiałowej, koncentrując się głównie na określaniu składu chemicznego elektrolitycznie wyizolowanych faz węglkowych ze stali narzędziowych oraz izolatów fazy międzymetalicznej γ' z zastosowaniem płomieniowej techniki AAS. Wskazano też możliwości wykorzystania własnych rozwiązań i modyfikacji technicznych, związanych z wykorzystaniem techniki iniekcyjnej z użyciem małych objętości roztworów próbek w połączeniu z płomieniową techniką absorpcji atomowej [4, 5]. Przedstawiono ważniejsze sposoby przygotowania wyizolowanych faz do badań wraz z opracowanymi schematami analitycznymi.

Chemiczną lub elektrochemiczną – anodową izolację faz i wtrąceń wykorzystuje się do określenia ich ilości, struktury i składu chemicznego [5, 21–27, 35–37]. Chemiczne metody izolacji ze względu na wiele ograniczeń i niedostatków,

związanych przede wszystkim z bardzo długim czasem trwania procesu rozpuszczania, trudnościami w doborze odpowiednich mieszanin roztwarzających i warunków selektywnego przeprowadzenia osnowy próbki do roztworu oraz zapewnieniem wymaganego stopnia czystości otrzymanego izolatu, stosowane są obecnie dość rzadko. Metody te są wykorzystywane jedynie do oddzielenia najbardziej odpornych chemicznie faz, np. węglików typu NbC, TaC, TiC.

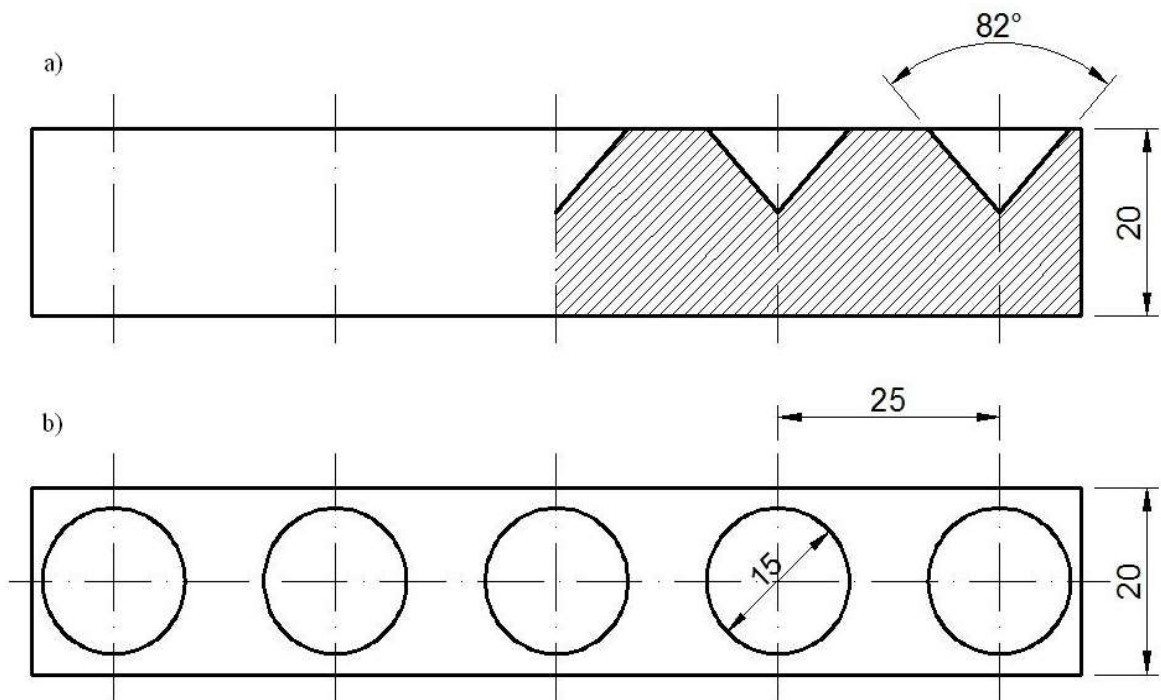
Elektrochemiczne rozdzielenie faz można przeprowadzić dwoma sposobami: galwanostaticznym, tj. przy stałej gęstości prądu, i częściej potencjostaticznym – przy stałym potencjale [5, 21–27]. W tym drugim przypadku stosuje się elektroniczne potencjostaty, automatycznie podtrzymujące potencjał elektrody. W procesie anodowego rozdzielenia faz musi być spełniony następujący warunek: potencjał rozpuszczania podstawowej metalicznej fazy (roztworu stałego) powinien być bardziej ujemny niż potencjał rozpuszczenia fazy izolowanej. Zwykle izolowana faza wydziela się na anodzie w postaci drobnodispersyjnego proszku. Próbkę badaną podłącza się jako anodę, odpowiednio dobierając elektrolit i napięcie. Końcowym etapem prowadzącym do otrzymania izolatu jest odwirowanie elektrolitu.

Elektrochemiczna izolacja wydzieleni jako jeden z podstawowych elementów analizy fazowej umożliwia, dzięki zastosowaniu nowoczesnych metod badawczych, uzyskanie bardzo wielu cennych informacji dotyczących morfologii stopów metali oraz kinetyki zachodzących w nich reakcji chemicznych. Otrzymywanie izolatów i metody ich badania przedstawiono na rys. 1.6. Określanie składu chemicznego wyizolowanych faz w badaniach tworzyw metalurgicznych jest odpowiednikiem analizy specyjacyjnej w chemii analitycznej. Przy chemicznym lub elektrochemicznym wydzieleniu składników strukturalnych otrzymuje się bardzo małe masy izolatów, od kilku do kilkudziesięciu miligramów, a nierzadko nawet 0,5 mg. Ta właśnie ilość materiału do badań stwarza wiele trudności analitykom zajmującym się analizą chemiczną izolatów, bez względu na wybór metod i technik analitycznych. W analizie chemicznej, w zależności od liczby oznaczanych składników i ilości otrzymanego izolatu, oprócz metod spektrofotometrycznych, rzadko wagowych i miareczkowych, stosuje się spektrometrię rentgenowską (XRF, EDX), atomową spektrometrię absorpcyjną – płomieniową i bezpłomieniową (FAAS, GFAAS), optyczną spektrometrię emisyjną z plazmą sprzężoną indukcyjnie (OES-ICP), spektrometrię mas połączoną z plazmą sprzężoną indukcyjnie (ICP-MS), metodę spektralną ze wzbudzeniem jarzeniowym (GDS) i inne [5, 13, 17, 21–48]. Jedną z metod, która w badaniach składu chemicznego izolatów okazała się bardzo przydatna, jest technika AAS [5, 21, 44, 49–57].



Rys. 1.6. Otrzymywanie izolatów i metody ich badań [5, 21, 39]

W niektórych przypadkach w analizie specjacyjnej (fazowej) stali i stopów, z różnych zresztą przyczyn, otrzymuje się niewystarczające masy izolatów do przeprowadzenia analizy chemicznej metodami konwencjonalnymi. Zdarza się tak najczęściej podczas prowadzenia prac badawczo-doświadczalnych nad stopami będącymi w trakcie opracowywania technologii ich wytwarzania bądź optymalizacji warunków obróbki cieplnej lub cieplno-chemicznej. Wówczas bowiem analiza chemiczna wydzielonych faz lub wtrąceń powinna być poprzedzona badaniami jakościowymi i rentgenodyfrakcyjnymi, pochłaniającymi dodatkowo i tak już znikome ilości izolatów. Niekiedy uzyskanie zbyt małej masy izolatów jest związane z trudnościami wynikającymi z samego procesu elektrochemicznej izolacji faz [5, 21].

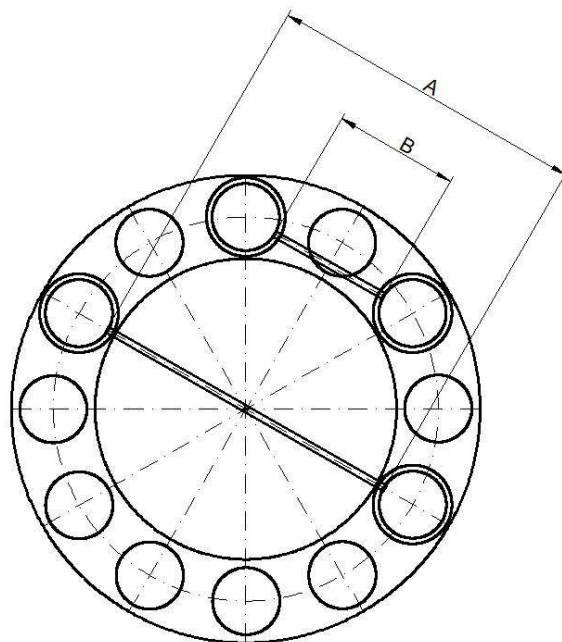


Rys. 1.7. Schemat teflonowego naczynia kraterowego, a) widok z boku, b) widok z góry [52]

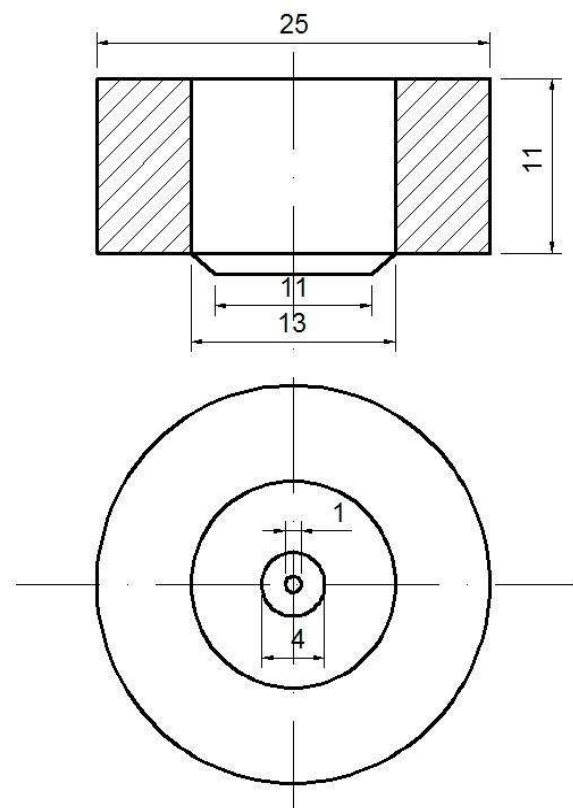
W takich więc przypadkach bardzo pomocnym rozwiązaniem okazuje się zastosowanie zmodyfikowanej wersji metody absorpcji atomowej, tj. techniki iniekcyjnej, polegającej na skonstruowaniu specjalnych naczyń teflonowych wraz z określoną techniką analizy, która umożliwia wprowadzenie małych ilości próbek, rzędu 50–100 μl , bez strat do płomienia [5, 21, 44, 49, 55]. Wprowadzenie odmierzonej porcji roztworów analizowanych do płomienia zamiast zasysania ciągłego, jak w konwencjonalnej metodzie AAS, umożliwia przeprowadzanie analiz w sposób bardzo oszczędny. W tym celu jednak należy skonstruować specjalne naczynia typu kraterowego (rys. 1.7) albo lejkowego wykonane z teflonu, ponieważ tworzywo to umożliwia przeprowadzenie badań z roztworami zawierającymi między

innymi kwas fluorowodorowy i fluorek amonu. Wgłębienia w naczyniach napełniano roztworami w następującej kolejności: próbka ślepa, roztwór wzorcowy, a następnie na przemian próbka badana, próbka ślepa i co pięć pomiarów znowu roztwór wzorcowy. Zamiast naczynia kraterowego w technice iniekcijnej można również posłużyć się układem lejkowym. W tym celu z naczynia typu kraterowego odcięto kostkę z jednym tylko wgłębieniem, a następnie przewiercono w wierzchołku tego krateru otwór o średnicy umożliwiającej wprowadzenie na głębokość 1 mm końca kapilary. Wsunętą końcówkę kapilary przyklejono do odciętego krateru. Do umocowania lejka wystarczy mały statyw lub uchwyt. Stosując zarówno naczynia kraterowe, jak i lejkowe, do analiz odmierzano 100-mililitrowe porcje roztworów. Na podstawie przeprowadzonych badań okazało się, że czynnikami decydującymi zarówno o dokładności, precyzji, jak i powtarzalności uzyskiwanych rezultatów są przede wszystkim kwestie techniczne. W przypadku naczyń lejkowych są one związane z zapewnieniem pionowego ustawienia mikropipety i wyznaczonej doświadczalnie odległości od lejka, aby wprowadzony roztwór nie uległ rozbryzgiwaniu, powodując tym samym nieciągłość zasysania. Z kolei przy użyciu naczynia kraterowego, wygodniejszego w praktyce, końcówka kapilary musi być utrzymana w położeniu pionowym – prostopadłym do wgłębienia. Zbyt energiczne włożenie kapilary może spowodować jej zagięcie, co od razu objawia się zmianą wysokości mierzonego sygnału, rejestrowanego w kształcie piku. Spośród kilku wypróbowanych rozwiązań najkorzystniejszym okazało się skonstruowanie przenośnej przewodnicy kapilary wykonanej z pleksi (rys. 1.8 i 1.9) [5, 21, 53]. Zastosowanie tej przewodnicy poprawiło precyzję i powtarzalność uzyskiwanych wyników badań oraz w znacznym stopniu ułatwiło wykonywanie analiz rutynowych, zwłaszcza izolatów międzymetalicznej fazy γ' [5, 21].

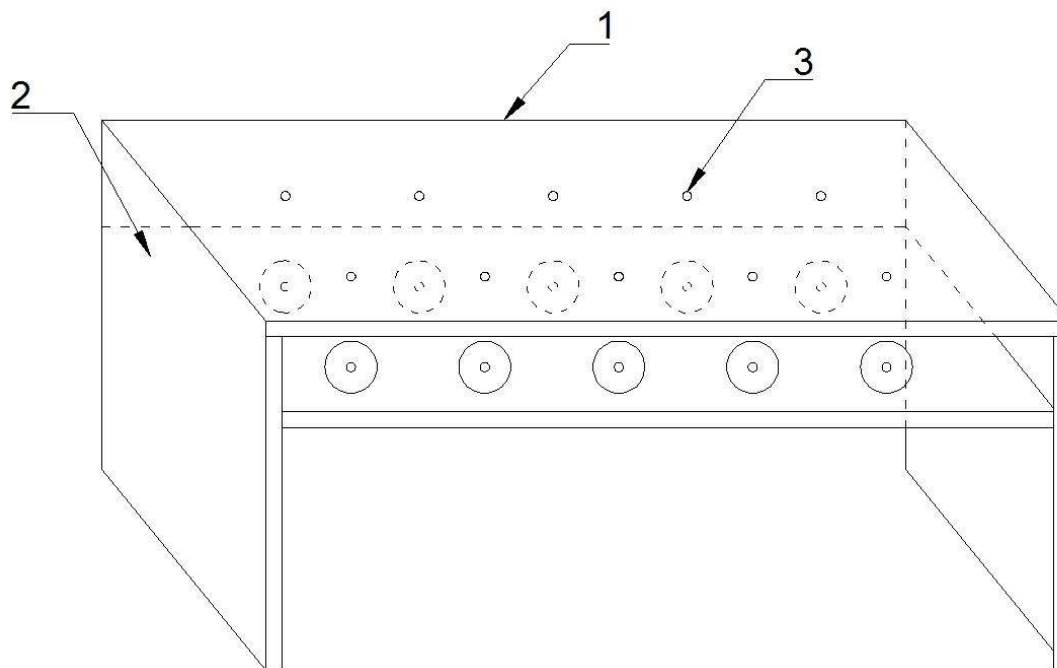
Alternatywnym rozwiązaniem w odniesieniu do przenośnej przewodnicy kapilary jest pokrywka (przykrywka) w kształcie mostka, wykonana z PMMA lub polistyrenu z odpowiednio wywierconymi otworami. Charakteryzuje się tym, że wywiercone otwory znajdują się dokładnie nad środkami wgłębień w naczyniu z PTFE, a ściany boczne przykrywki, obejmujące naczynie z PTFE, zapewniają stałe i stabilne położenie przykrywki [40, 67]. Schematycznie przedstawiono to na rys. 1.10 (kształt przykrywki w rzucie poziomym, przykrywka nałożona na naczynie teflonowe). Zastosowanie techniki iniekcijnej w połączeniu z płomieniową metodą AAS w określaniu składu chemicznego izolatów okazało się rozwiązaniem skutecznym i stosunkowo niedrogim.



Rys. 1.8. Rodzaje teflonowych naczyń kraterowych z nałożonymi przenośnymi przewodnikami kapilary: a) zestaw kilku kraterowych naczyń teflonowych, b) teflonowe naczynie kraterowe o kształcie wydrążonego walca (A – dwie przewodnice nałożone na wgłębienia znajdujące się po przeciwnych stronach, według długości średnicy; B – dwie przewodnice nałożone na co drugie wgłębienie)



Rys. 1.9. Schemat przenośnej przewodnicy kapilary [47, 66]



Rys. 1.10. Schematyczne przedstawienie przykrywki (pokrywki) z precyzyjnie wywierconymi otworami do pionowego wprowadzania kapilary spektrometru do naczynia (naczyn) teflonowego; 1. przykrywka, 2. ściany boczne, 3. wywiercone otwory do wprowadzania kapilary do wgłębień naczynia teflonowego [40, 67]

Pierwiastkowy schemat do analizy chemicznej izolatów fazy γ' techniką AAS przedstawiono na rys. 1.11, a część uzyskanych wyników - w tabeli 1.2.

Na Wydziale opracowano również program badawczy poświęcony stworzeniu koncepcji stopów narzędziowych o śladowej segregacji rozmieszczenia węglików oraz opracowaniu i wdrożeniu technologii wytwarzania półwyrobów i narzędzi z tych materiałów. W badanej grupie nieledeburytycznych stali narzędziowych, dzięki istotnej zmianie składu chemicznego w stosunku do konwencjonalnych stali szybko tnących, uzyskano zarówno zmniejszenie segregacji, jak i zmianę składu fazowego węglików. Istotą rozwiązania było zastąpienie klasycznych węglików pierwotnych w stalach szybko tnących, typu M_6C , M_2C i MC , węglkami typu MC tworzonymi przez pierwiastki o większym powinowactwie do węgla niż wolfram, molibden i wanad, tj. tytan i niob [31–34]. Skład chemiczny badanej stali, oznaczonej $SM5Ti3Nb2$, przedstawiono w tabeli 1.3. W tej nieledeburytycznej stali szybko tnącej, w której wolfram oraz część molibdenu i wanadu zastąpiono tytanem i niobem, uzyskano odmienny od typowych stali tej grupy skład fazowy i inną mikrostrukturę. Dominujące były duże (powyżej $10 \mu m$) węgliki typu MC w kształcie wielościanów, często oktaedrów równomiernie rozmieszczonych w osnowie, oprócz których występowały węgliki typu M_6C i $M_{23}C_6$ [31–34].

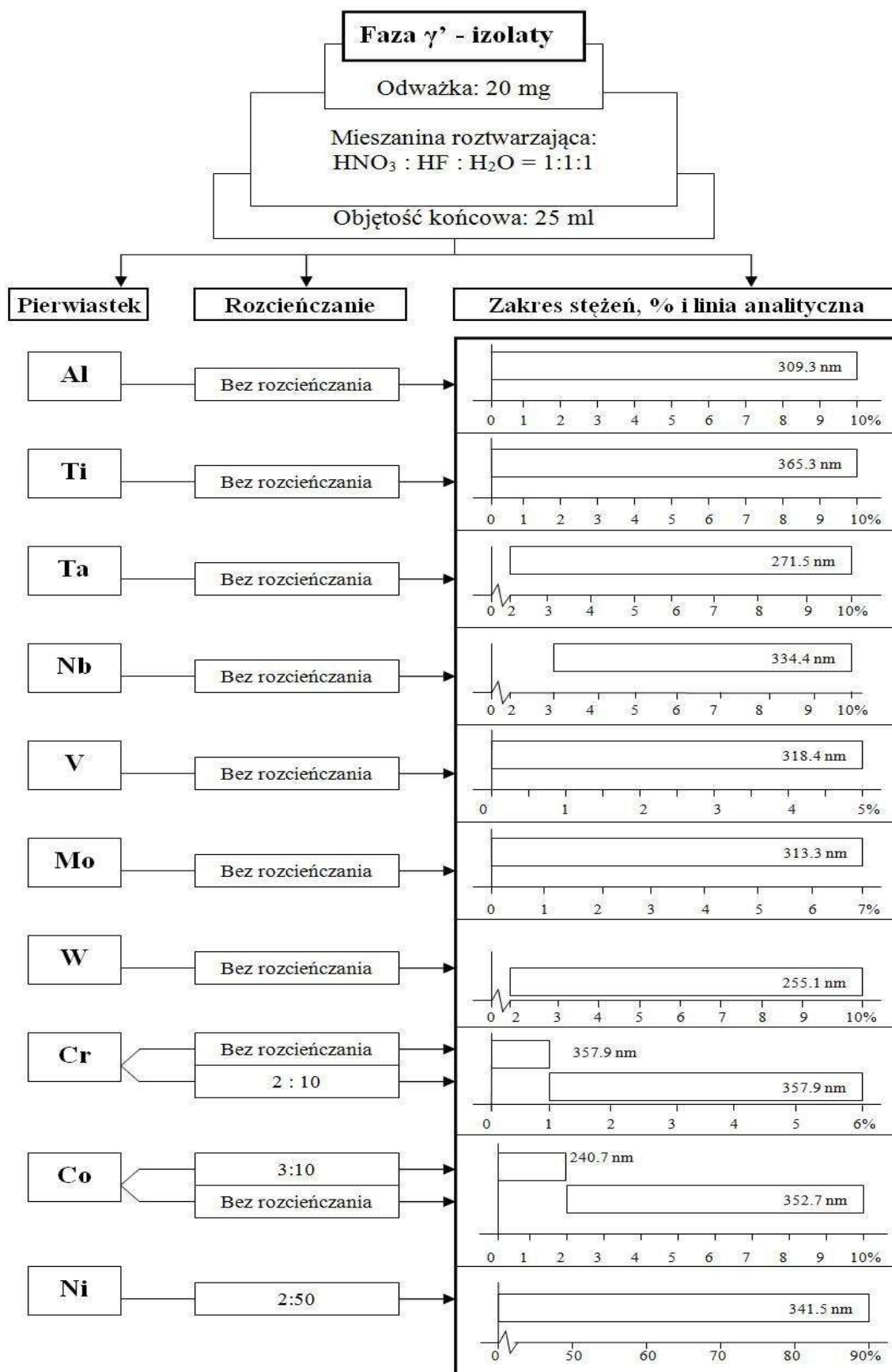
Rys. 1.11. Pierwiastkowy schemat do analizy chemicznej izolatów fazy γ' techniką AAS [5]

Tabela 1.2

Skład chemiczny badanych stopów oraz wyniki analizy chemicznej izolatów fazy γ'
[5]

Gatunek stopu		Zawartość pierwiastków												Jedn. stężeń		
		C	Cr	Co	Ti	Al	Ta	W	Mo	B	Zr	Fe	Nb	Ni		
Stop 1		0,13	10,50	6,52	3,00	4,60	-	3,99	4,99	0,03	-	2,00	-	64,24	% wag.	
		0,61	11,45	6,27	3,55	9,66	-	1,23	2,95	0,15	-	2,03	-	62,05	% at.	
Gat. stopu	Temp. starzenia, K	Skład chemiczny fazy γ'												Jedn. stężeń		
Stop 1	1123	-	3,02	3,08	3,71	6,10	-	4,56	1,98	-	-	-	-	-	R	% wag.
		-	3,23	2,91	4,34	12,61	-	1,38	1,15	-	-	-	-	-	R	% at.
	1223	-	4,73	3,09	3,84	6,56	-	4,97	2,32	-	-	-	-	-	R	% wag.
		-	5,10	2,94	4,50	13,65	-	1,51	1,35	-	-	-	-	-	R	% at.
	1323	-	3,88	3,28	5,41	6,49	-	5,22	2,62	-	-	-	-	-	R	% wag.
		-	4,19	3,12	6,34	13,51	-	1,59	1,53	-	-	-	-	-	R	% at.
Gatunek stopu		Zawartość pierwiastków												Jedn. stężeń		
		C	Cr	Co	Ti	Al	Ta	W	Mo	B	Zr	Fe	Nb	Ni		
Stop 2		0,15	11,69	6,78	2,89	4,37	2,03	5,20	4,65	0,01	0,09	0,02	-	62,12	% wag.	
		0,73	13,04	6,67	3,50	9,41	0,65	1,64	2,81	0,08	0,06	0,02	-	61,41	% at.	
Gat. stopu	Temp. starzenia, K	Skład chemiczny fazy γ'												Jedn. stężeń		
Stop 2	1123	-	2,70	2,81	4,87	7,24	1,16	4,49	1,79	-	-	-	-	-	R	% wag.
		-	2,88	2,65	5,65	14,92	1,16	1,35	0,98	-	-	-	-	-	R	% at.
	1223	-	2,87	2,98	5,11	6,95	1,08	4,55	1,46	-	-	-	-	-	R	% wag.
		-	3,07	2,81	5,93	14,32	1,08	1,37	0,84	-	-	-	-	-	R	% at.
	1323	-	3,18	2,98	5,31	7,16	1,00	4,81	1,62	-	-	-	-	-	R	% wag.
		-	3,40	2,81	6,16	14,75	1,00	1,45	0,93	-	-	-	-	-	R	% at.
Gatunek stopu		Zawartość pierwiastków												Jedn. stężeń		
		C	Cr	Co	Ti	Al	Ta	W	Mo	B	Zr	Fe	Nb	Ni		
Stop 3		0,17	13,17	-	0,88	6,69	-	-	4,44	0,01	0,07	1,00	2,32	71,25	% wag.	
		0,78	13,68	-	0,99	13,4	-	-	2,5	0,07	0,04	0,97	1,35	65,61	% at.	
Gat. stopu	Temp. starzenia, K	Skład chemiczny fazy γ'												Jedn. stężeń		
Stop 3	1123	-	4,06	-	1,12	7,62	-	-	3,06	-	-	-	3,78	R	% wag.	
		-	4,29	-	1,28	15,54	-	-	1,75	-	-	-	2,23	R	% at.	
	1223	-	4,30	-	1,16	7,25	-	-	2,82	-	-	-	3,81	R	% wag.	
		-	4,56	-	1,33	14,82	-	-	1,62	-	-	-	2,26	R	% at.	
	1323	-	4,52	-	1,29	7,67	-	-	2,56	-	-	-	4,51	R	% wag.	
		-	4,77	-	1,47	15,61	-	-	1,46	-	-	-	2,66	R	% at.	
Gatunek stopu		Zawartość pierwiastków												Jedn. stężeń		
		C	Cr	Co	Ti	Al	Ta	W	Mo	B	Zr	Fe	Nb	Ni		
Stop 4		0,07	12,35	-	0,64	6,69	-	-	4,58	0,01	0,094	0,98	2,22	72,36	% wag.	
		0,31	12,92	-	0,73	13,5	-	-	2,6	0,06	0,056	0,96	1,30	67,11	% at.	
Gat. stopu	Temp. starzenia, K	Skład chemiczny fazy γ'												Jedn. stężeń		
Stop 4	1123	-	3,50	-	1,23	8,11	-	-	2,65	-	-	-	4,71	R	% wag.	
		-	3,69	-	1,40	16,47	-	-	1,51	-	-	-	2,77	R	% at.	
	1223	-	3,66	-	1,30	8,04	-	-	2,51	-	-	-	4,56	R	% wag.	
		-	3,86	-	1,49	16,35	-	-	1,43	-	-	-	2,69	R	% at.	
	1323	-	4,20	-	1,51	7,98	-	-	2,37	-	-	-	4,99	R	% wag.	
		-	4,43	-	1,73	16,23	-	-	1,35	-	-	-	2,94	R	% at.	

R - reszta

Potwierdziły to wyniki rentgenowskiej analizy fazowej, wykazujące obecność węglików typu M_6C , M_6C i $M_{23}C_6$ [31–34]. Węgliki wtórne (drugorzędowe) typu M_6C i $M_{23}C_6$ występowały w strukturze jako sferoidalne cząstki lub skoagulowane konglomeraty. Opierając się na wynikach analizy EDX, stwierdzono, że węgliki

z przewagą molibdenu i wolframu były węglnikami M_6C , natomiast bogate w chrom – $M_{23}C_6$ (cząstki z przewagą Ti, Nb i V były węglnikami typu MC).

Tabela 1.3

Skład chemiczny badanej stali narzędziowej SM5Ti3Nb2 [40]

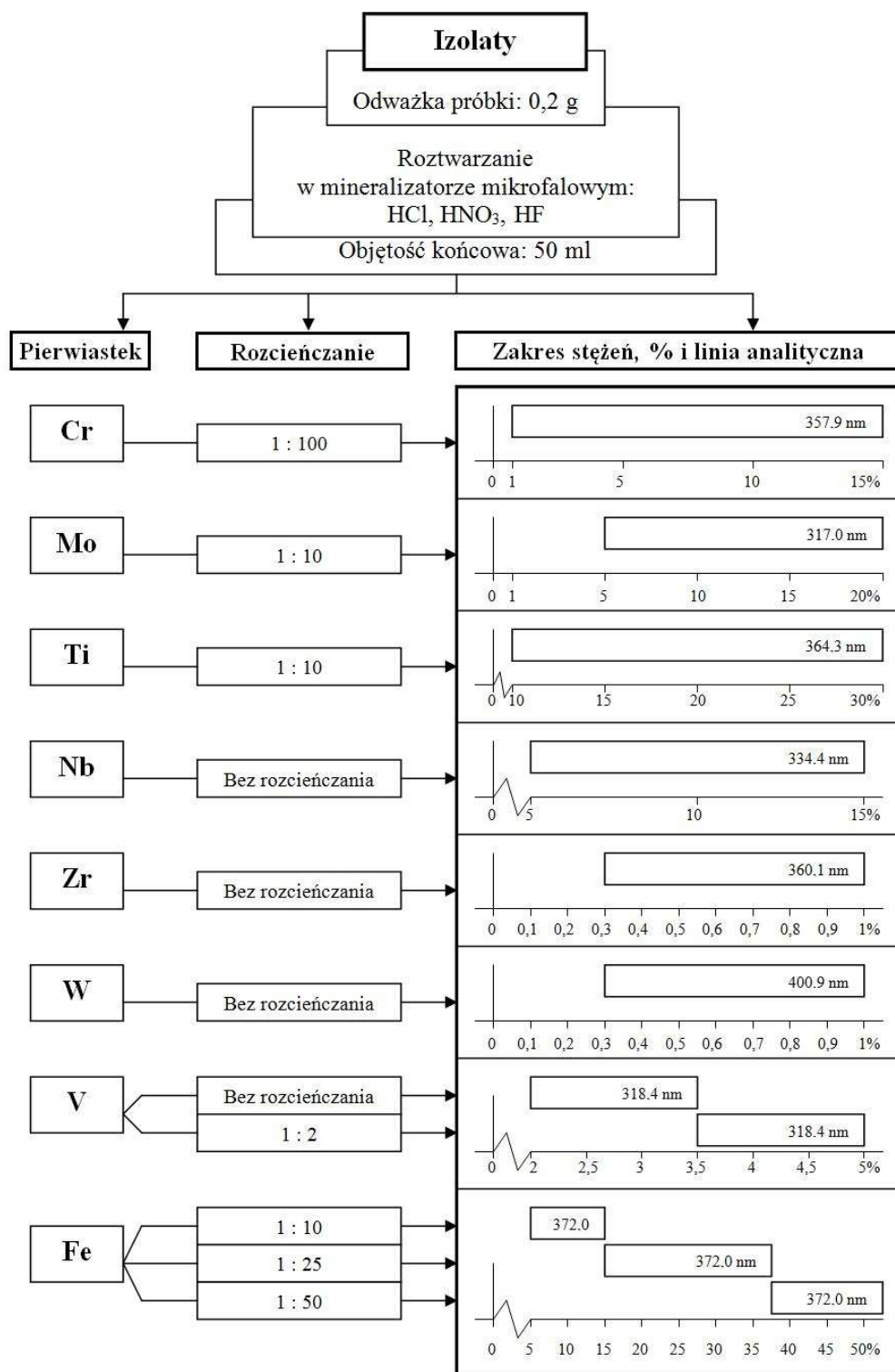
Pierwiastek	Zawartość, % mas.
C	1,98
Mn	0,46
Si	0,54
P	0,016
S	0,017
Cr	4,26
W	0,10
V	1,16
Mo	5,25
Nb	2,10
Ti	3,19
Al.	0,30
Zr	0,18
Fe	Osnowa

Gdy zna się średni skład chemiczny fazy węglkowej, w przypadku występowania w mikrostrukturze stali więcej niż jednego typu węglika i tworzenia przez nie stałych roztworów wtórnych praktycznie nie jest możliwe ustalenie ich wzorów stechiometrycznych. Możliwe jest natomiast wnioskowanie o wydzielaniu i rozpuszczaniu węglików lub o ich przemianach podczas zabiegów obróbki cieplnej oraz pośrednio ustalenie składu chemicznego osnowy. Do tych badań wykorzystano izolaty węglkowe, które uzyskano drogą elektrochemicznej izolacji (5% HCl, 20°C, 20 mA/cm²) z odcinków pręta o średnicy 25 mm badanej stali poddanej uprzednio różnym zabiegom obróbki cieplnej. Schemat analityczny oznaczania pierwiastków w izolatach węglkowych przedstawiono na rys. 1.12. Zawartość węgla określono metodą kulometryczną z użyciem Coulomatu firmy Strohleim. Uzyskane wyniki zamieszczono w tabeli 1.4. Z uwagi na to, że w analizowanych izolatach węglkowych, przy wykorzystaniu metody rentgenowskiej analizy fazowej oraz przy użyciu niewielkich magnesów, stwierdzono obecność składników metalicznych,

podjęto badania nad usunięciem niewęglkowej części izolatów. W tym celu zastosowano dwie metody: użycie niewielkich magnesów i selektywne rozpuszczanie pozostałości metalicznej. Wykorzystanie niewielkich magnesów wydawało się z praktycznego punktu widzenia bardzo wygodnym i łatwym w realizacji sposobem do usuwania metalicznych cząstek w izolatach węglkowych. Niestety przeprowadzone badania wykazały, że nie można jednak tej procedury zaliczyć do efektywnych sposobów oddzielania pozostałości metalicznej osnowy. Duże bowiem rozdrobnienie izolatów powoduje, że magnes, przyciągając metaliczne składniki, „porywał” również drobne cząstki fazy węglkowej. Znacznie skuteczniejszym sposobem usuwania pozostałości metalicznej było zastosowanie selektywnego jej rozpuszczania w kwasie nieroztworającym węglików. Kierując się wynikami własnych doświadczeń nad roztwarzaniem próbek metalurgicznych, a także sugestiami literaturowymi [31], do dalszych badań wytypowano rozcieńczony w stosunku 2:1 kwas ortofosforowy (V), który dosyć często wchodzi w skład mieszanin roztwarzających próbki stali.

Następnie izolaty odwirowano, przepłukano wodą destylowaną, alkoholem metylowym, suszono i ważono. Pozwoliło to określić skorygowany udział masowy izolatów. Ubytek masy izolatów oznacza, że przed działaniem kwasu ortofosforowego (V) w izolacie znajdowała się część osnowy. W tabeli 1.4 przedstawiono wyniki badań składu chemicznego izolatów zarówno wyjściowych, jak i poddanych działaniu kwasu ortofosforowego (V). Proces „dotrawiania” izolatu kwasem ortofosforowym (V) okazał się bardzo efektywny, np. udział masowy izolatu otrzymanego ze stali w stanie hartowanym zmniejszył się pod wpływem działania kwasu ortofosforowego (V) z 15,8% do 8,3%. W konsekwencji również średni skład chemiczny fazy węglkowej uległ istotnym zmianom i np. zawartość węgla wzrosła z 8,29% do 15,62%, a chromu obniżyła się z 4,92% do 1,85%. Na rys. 1.13 i 1.14 pokazano izolat z pozostałością osnowy i po trawieniu kwasem ortofosforowym (V).

Z uwagi na obecność w wyizolowanych fazach węglkowych różnych typów węglików, które zostały zidentyfikowane, natomiast nie jest możliwe ich ilościowe wydzielenie, podano jedynie średni skład chemiczny wyizolowanych faz węglkowych. Tak więc w tych badaniach spełniony został tylko aspekt specjacji.

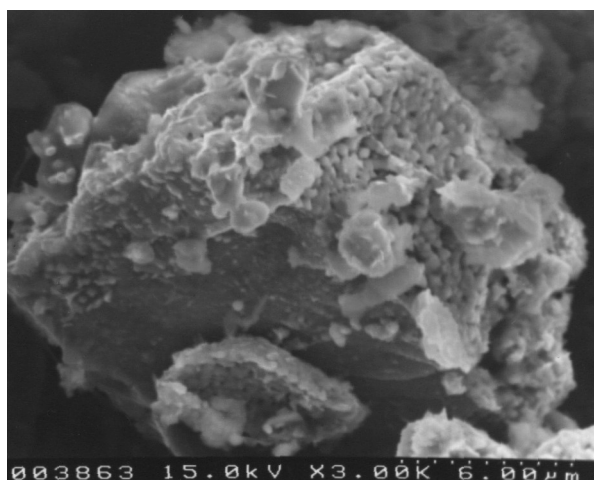


Rys. 1.12. Schemat analityczny oznaczania pierwiastków w izolatach węglkowych [40]

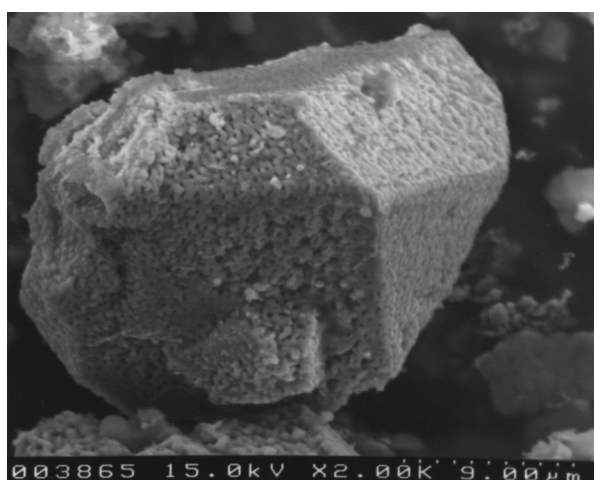
Wyniki analizy chemicznej izolatów faz węglkowych techniką AAS

Izolat ¹⁾	Zawartość pierwiastków w % masowych									
	C ²⁾	Mn	Ti	Cr	Fe	Mo	V	W	Zr	Nb
1	10,52	0,41	12,60	13,30	19,90	18,40	3,96	0,85	0,65	9,35
1' ³⁾	9,54	0,41	13,70	14,00	21,50	19,70	4,30	0,86	0,62	9,40
2	8,29	0,19	16,60	4,92	25,00	12,90	3,24	0,84	0,75	12,21
2'	15,62	0,09	26,20	1,85	8,76	13,30	3,97	0,90	0,72	14,70
3	8,94	0,09	15,20	8,31	10,50	14,40	3,60	0,86	0,61	9,10
3'	9,19	0,08	18,80	7,21	8,10	16,80	3,72	0,90	0,55	11,30

¹⁾ 1 – stal wyżarzona (850°C/4 godz.)
 2 – stal hartowana (1150°C/7 min)
 3 – stal hartowana (jw.) i odpuszczona (2 x 540°C/1 godz.)
²⁾ zawartość węgla oznaczono metodą kulometryczną
³⁾ skład chemiczny izolatu poddanego działaniu kwasu ortofosforowego (V)



Rys. 1.13. Izolat węglkowy typu MC z metaliczną pozostałością osnowy – SEM



Rys. 1.14. Izolat węglkowy typu MC po trawieniu kwasem ortofosforowym (V) – SEM

1.7.5. Określanie składu chemicznego odpadów przemysłowych

Określanie składu chemicznego odpadów przemysłowych ma podstawowe znaczenie dla ich wykorzystania jako surowców wtórnych lub odzyskiwania z nich składników potrzebnych w różnych dziedzinach produkcji. Ma także zastosowanie w doborze sposobu ich unieszkodliwiania, a przede wszystkim gromadzenia na składowiskach w dłuższym czasie. To z kolei związane jest z wykonywaniem ocen wpływu odpadów na środowisko, w tym również wysokości opłat za ich składowanie, a także wskazanie warunków ich bezpiecznego składowania. Tak więc, oprócz składu chemicznego odpadów (całkowita zawartość składników i zanieczyszczeń), przy ocenie stopnia ich szkodliwości zasadniczym elementem (parametrem) badań odpadów jest również wymywalność poszczególnych zanieczyszczeń z matrycy materiału odpadowego. Parametr wymywalności stanowi w wielu przypadkach główne kryterium oceny wpływu szkodliwości odpadów na środowisko przyrodnicze. Te kwestie były przedmiotem wybranych prac autorskich. Wyeksponowano również problematykę pobierania próbek odpadów do badań składu chemicznego [78-80]. W badaniach realizowanych na Wydziale koncentrowano się na określaniu składu chemicznego różnych grup odpadów hutniczych, między innymi zgorzeli i pyłu poszlifierskiego [81].

Spawanie wraz z technikami pokrewnymi jest najbardziej rozwiniętą i ugruntowaną technologią łączenia przy wytwarzaniu konstrukcji oraz wyrobów w różnych dziedzinach przemysłu. Podczas spawania wydzielane są do środowiska pracy zanieczyszczenia pyłowe i gazowe, które zawierają liczne substancje niebezpieczne dla zdrowia pracowników. Toksyczność tych zanieczyszczeń, związana z niepożądanymi reakcjami fizykochemicznymi, które zachodzą po wnikięciu ich do organizmu człowieka, stwarza poważne zagrożenie i jest przyczyną wielu chorób o charakterze zawodowym w środowisku spawaczy. Szczególne zagrożenie zdrowia spawaczy towarzyszy procesom spawania stali nierdzewnych. W stalach nierdzewnych wszystkich grup podstawowym składnikiem stopowym jest chrom, decydujący o odporności na korozję. Większość z tych stali zawiera również nikiel. Związki tych pierwiastków występujące w pyłach spawalniczych zaliczane są do substancji o udowodnionym lub prawdopodobnym działaniu rakotwórczym. Z tego powodu na całym świecie w dużej skali prowadzone są badania relacji pomiędzy warunkami technologicznymi procesów spawalniczych a zawartością wymienionych, rakotwórczych metali i ich związków w pyłach spawalniczych. We współpracy z Instytutem Spawalnictwa w Gliwicach koncentrowano się na określaniu wielkości

emisji pyłu spawalniczego oraz zawartości chromu całkowitego, chromu (VI) i niklu w pyle [6-8, 82].

1.8. Podsumowanie

Wyszczególnione obszary badawcze i aplikacje techniki AAS w określaniu składu chemicznego tworzyw metalurgicznych, tj. stali, stopów metali, wyizolowanych faz międzymetalicznych i węglkowych w ramach specjacji i analizy specjacyjnej, kąpeli galwanicznych i odpadów przemysłowych, nie wyczerpują całego asortymentu próbek badanych w laboratorium analitycznym na Wydziale Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej. Ważnym segmentem materiałowym były badania realizowane w obszarze metalurgii proszków. Dotyczyło to określania składu chemicznego techniką AAS mieszanin proszków metali w procesach prasowania i spiekania, a także otrzymanych spieków. Ponadto analizowano skład chemiczny roztworów wykorzystywanych do otrzymywania, metodą elektrolityczną, proszków metali. Technikę AAS stosowano także do określania składu chemicznego różnych modyfikatorów i zapraw wstępnych, wprowadzanych do kąpeli metalowej, np. boru w postaci Ni - B. W ramach prac badawczych i ekspertyz wykonano również obszerny zakres badań składu chemicznego różnego rodzaju próbek geologicznych [83].

Wykorzystując znane procedury metodyczne, wykonywano też oznaczanie glinu rozpuszczalnego w kwasach (glin metaliczny) i glinu całkowitego (glin w postaci tlenku), co w praktyce można określać analizą specjacyjną. Jednak i w tym przypadku sytuacja jest bardziej złożona, ponieważ w zakresie oznaczania różnych form chemicznych glinu w stalach nie zawsze rozróżnia się tylko te dwa indywidualia; niekiedy istnieje konieczność oznaczania również azotku glinu AlN [5].

Należy jeszcze podkreślić, że pełny cykl badań obejmujący specjację (identyfikację faz) i analizę specjacyjną (badania składu chemicznego wytypowanych faz) realizuje się głównie w przypadku tworzyw metalicznych przeznaczonych na najbardziej odpowiedzialne elementy maszyn i urządzeń, a także w przypadku projektowania i opracowywania technologii wytwarzania nowych materiałów o określonych właściwościach i konkretnych aplikacjach.

W innych przypadkach, np. w badaniach nad stopami żarowytrzymałymi na osnowie niklu, a więc tworzywami stosowanymi np. w lotnictwie, niektóre badania, między innymi analizę izolatów fazy γ' , można zakwalifikować do analizy specjacyjnej, inne natomiast „ocierają się” o analizę specjacyjną. Typowym

przykładem w tym obszarze jest wykorzystanie cyrkonu jako mikrodotatku lub pierwiastka stopowego, odgrywającego rolę rafinującą (wiążącego siarkę). Cyrkon w tych stopach tworzy połączenia z siarką typu ZrS_x , przy czym nie zawsze można dokładnie określić wielkość x ; czasem podaje się, że x jest mniejsze lub równe dwa. Nie można więc w takim układzie mówić o analizie specjacyjnej w rozumieniu chemii analitycznej.

Oprócz konwencjonalnej metodyki AAS wskazano również możliwości zastosowania techniki iniekcyjnej w połączeniu z płomieniową metodą absorpcji atomowej do określania zawartości pierwiastków metalicznych wraz z opisem własnych rozwiązań technicznych w tym zakresie. Technikę iniekcijną wykorzystywano w badaniach tych izolatów, których ilość uzyskana w wyniku izolacji elektrochemicznej nie wystarczała do rutynowych analiz konwencjonalnymi metodami AAS. Do analizy izolatów fazy γ' metodą AAS wykorzystano również nowy sposób wzorcowania, opierając się na jednym wzorcu podstawowym [17]. Zastosowanie techniki iniekcyjnej w połączeniu z płomieniową techniką AAS w określaniu składu chemicznego izolatów okazało się rozwiązaniem skutecznym i stosunkowo niedrogim.

Głównym problemem w analizie chemicznej wyizolowanych faz w ogóle, a w fazie γ' w szczególności, jest zwykle niewielka masa materiału do badań. Jakakolwiek nieprawidłowość w cyklu analitycznym wiąże się z ponowną izolacją badanej fazy. Ponadto w analizach izolatów dodatkowym problemem jest brak certyfikowanych materiałów odniesienia, które są niezbędne zarówno w sprawdzeniu poprawności wszystkich operacji analitycznych, jak i w statystycznych ocenach uzyskanych wyników badań. Stąd też w tym obszarze badawczym, tj. w analizie fazowej, bardzo pomocne są matematyczne metody prognozowania składu chemicznego izolatów przy wzięciu za punkt wyjścia zawartości składników stopowych w wyjściowych (badanych) stopach. W tym obszarze, przy wykorzystaniu już uzyskanych wyników badań, będą realizowane prace związane z opracowaniem zależności matematycznych dotyczących prognozowania zawartości głównych składników w izolatach faz międzymetalicznych typu γ' .

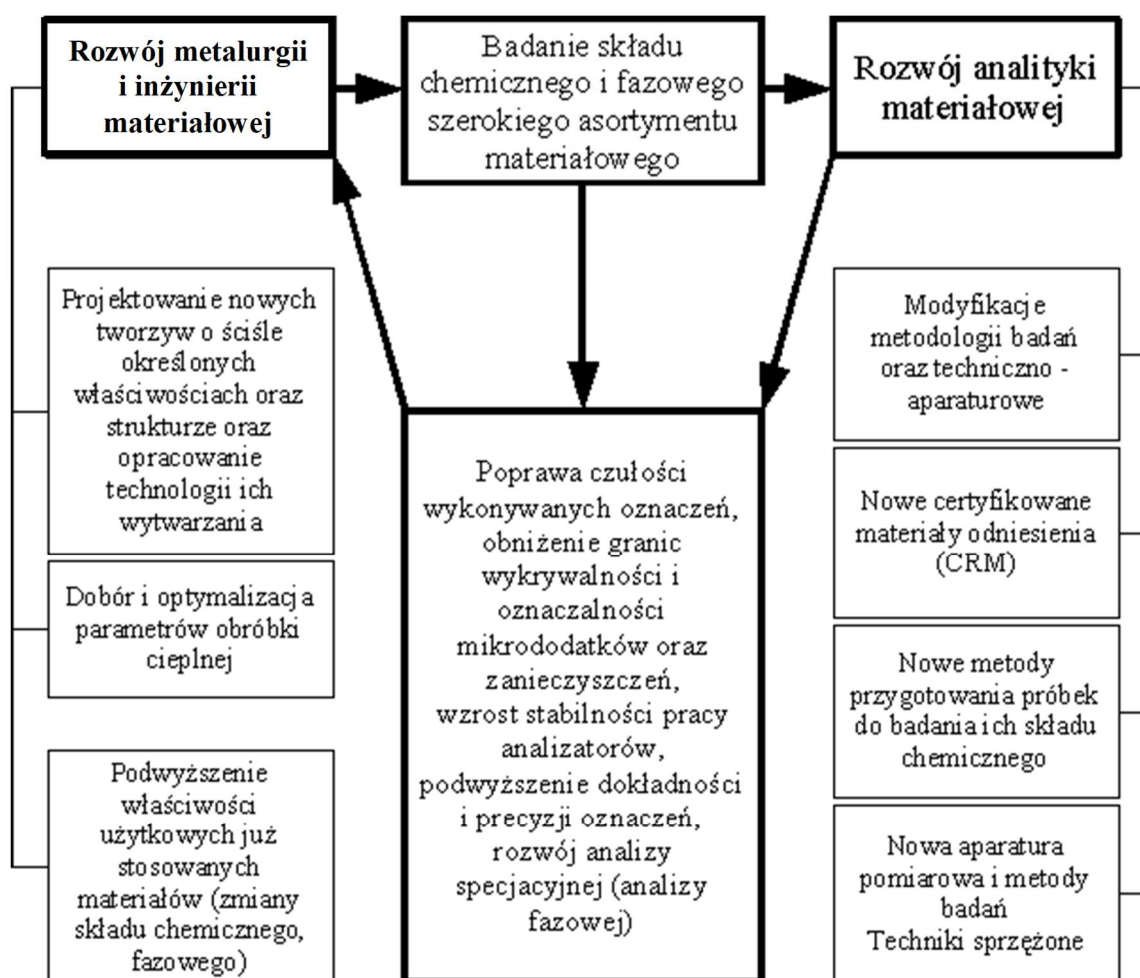
Intensywne prace prowadzone są nadal w dziedzinie opracowywania nowych sposobów elektrochemicznej izolacji faz, między innymi przez zastosowanie elektrolitów niewodnych. Możliwości szerszego wykorzystania techniki AAS w analizach wyizolowanych faz wiążą się zarówno z zastosowaniem w budowie spektrometrów absorpcji atomowej najnowszych rozwiązań technicznych w zakresie optyki, elektroniki, generatorów promieniowania i systemów sterowania przyrządem,

jak i wdrażania do praktyki analitycznej aktualnych wyników badań dotyczących korekcji tła, sposobów korygowania oddziaływań międzypierwiastkowych (interferencji chemicznych i fizycznych), sposobów wzorcowania oraz innych modyfikacji metodycznych. Ponadto w wielu ośrodkach naukowych i czołowych laboratoriach przemysłowych prowadzone są badania dotyczące opracowania uniwersalnych procedur analitycznych umożliwiających oznaczenie z jednego roztworu (jednej wyjściowej odważki próbki analizowanego materiału) maksymalnej ilości pierwiastków występujących niejednokrotnie w bardzo szerokim zakresie stężeń. Pełne wykorzystanie zalet techniki AAS w badaniach składu chemicznego wyizolowanych faz jest także ściśle związane z prowadzonymi badaniami nad nowymi sposobami roztwarzania próbek, między innymi dzięki wykorzystaniu do tych celów techniki mikrofalowej.

Biorąc pod uwagę ocenę szkodliwego oddziaływania pyłu spawalniczego na zdrowie spawaczy, zaprezentowano uniwersalną metodykę oznaczania emisji pyłu całkowitego podczas procesów spawania. Metodyka ta umożliwia przeprowadzenie kompleksowych badań pyłu zarówno w odniesieniu do masy, jak i jego składu chemicznego. Pozwala to na określenie wielu relacji dotyczących emisji pyłu w aspekcie stosowanych metod spawania, doboru spawalniczych materiałów dodatkowych i warunków technologicznych procesu. Opracowane na tej podstawie ilościowe zależności i ich wnikliwa analiza stanowią podstawę do przeprowadzenia modyfikacji technologii poszczególnych procesów spawalniczych w aspekcie ograniczenia emisji pyłu całkowitego, a także zmniejszenia zawartości szkodliwych substancji, zwłaszcza tych, które szczególnie zagrażają zdrowiu spawaczy [6-8], jak również negatywnego oddziaływania na środowisko przyrodnicze. We współpracy z Instytutem Spawalnictwa opracowano procedury oznaczania zawartości niklu oraz chromu całkowitego i chromu (VI) w pyłe spawalniczym jako przykład specjacji i analizy specjacyjnej w spawalnictwie.

Warto jeszcze na zakończenie podkreślić, że potrzeby aplikacyjne w dziedzinie metalurgii i inżynierii materiałowej w bardzo wielu przypadkach wyznaczały, a właściwie wymuszały kierunki badań w obszarze analityki materiałowej, stanowiąc jednocześnie siłę napędową w rozwoju metod analitycznych. Również odwrotnie - nowe metody badań, coraz nowocześniejsze rozwiązania aparaturowe, zapewniające stabilność, wysoką czułość, obniżenie granic wykrywalności i oznaczalności analizowanych mikrododatków i zanieczyszczeń oraz wysoką dokładność i precyzję uzyskiwanych rezultatów, a także rozwój analizy fazowej jako odpowiednika analizy specjacyjnej w dziedzinie metalurgii i inżynierii materiałowej, umożliwiają

przekazywanie dodatkowych informacji technologom i materiałoznawcom, które z kolei pozwalają na lepsze kształtowanie właściwości już wykorzystywanych tworzyw, przez zmianę ich składu chemicznego, wprowadzanie modyfikatorów i/lub odpowiedni dobór parametrów obróbki cieplnej, cieplno-chemicznej lub cieplno-mechanicznej. Powyższe fakty można zilustrować (rys. 1.15) jako klasyczny przykład sprzężenia zwrotnego „rozwój analityki materiałowej - rozwój metalurgii i inżynierii materiałowej” [5, 21]. W ten schemat w sposób niemal modelowy wpisuje się analiza specyjacyjna tworzyw metalurgicznych.



Rys. 1.15. Współzależność rozwoju analityki materiałowej i metalurgii oraz inżynierii materiałowej [5, 21]

Obecnie realizowane prace są związane z problematyką prawidłowego funkcjonowania nowoczesnych chemicznych laboratoriów badawczych i przemysłowych, w świetle wymogów zasad GLP (Good Laboratory Practice) i normy PN-ISO 17025:2018, dotyczących zarówno przygotowania placówek

laboratoryjnych do procesu akredytacji, jak i zapewnienia wysokiego poziomu wykonywanych prac badawczych i usługowych w laboratoriach mających stosowne uprawnienia i certyfikaty [84–96]. Problematyka ta będzie przedstawiona w przygotowywanej do druku monografii.

Bibliografia

1. Sommer D., Mertens R., Schlothmann B.J., Thiemann E., Von Wachtendonk H.J., Aufgaben der Stahl analytik für die Qualitätssicherung bei der Stahlerzeugung, *Stahl und Eisen* 119 (6/7), 1999, 109–112.
2. Koch K.H., Fortschritte und Zukunft der metallurgischen Analytik, *Stahl und Eisen* 122 (8), 2002, 59–65.
3. Sommer D., Flock J., Thiemann, E., Schlothmann B.J., Die analytische Chemie in der Stahlindustrie, *Stahl und Eisen* 130 (10), 2010, 30–42.
4. Jurczyk J., Automatyizacja analizy chemicznej w hutnictwie żelaza ze szczególnym uwzględnieniem emisyjnej i rentgenofluorescencyjnej spektrometrii, w pracy zb. *Nowe kierunki w analitycznej spektrometrii atomowej*. Wydawnictwo Ossolineum, Warszawa 1978.
5. Wyciślik A., Wprowadzenie do problematyki specjacji i analizy specjacyjnej w metalurgii oraz inżynierii materiałowej, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej. Gliwice 2013.
6. Matusiak J., Wyciślik A., Wpływ pyłu spawalniczego i gazów wydzielających się w procesach spawalniczych na organizm człowieka, *Środowisko i Rozwój* 19 (1), 2009, 154–170.
7. Matusiak J., Wyciślik A., Methodology and laboratory testing stands for determination the welding fumes due to arc welding of steels, *Journal of Engineering* VII (1), 2009, 21–26.
8. Matusiak J., Wyciślik A., The influence of technological conditions on the emission of welding fume due to welding of stainless steels, *Metalurgija (Metallurgy)* 49 (4), 2010, 307–311.
9. Welz B., *Atom–Absorptions–Spektrometrie*, Verlag Chemie, Weinheim Deerfield Beach, Florida, Basel 1999.
10. Cantle J.E. (ed.), *Atomic Absorption Spectrometry*, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam–Oxford–New York 1982.
11. Van Loon J.C., *Analytical Atomic Absorption Spectroscopy, Selected Methods*, Academic Press, New York London Toronto Sydney San Francisco 1980.

12. Price W.J., *Analytical Atomic Absorption Spectrometry*, Heyden Son Ltd London–New York 1978.
13. Ohls K., Sommer D., *Application of Atomic Absorption Spectrometry in Ferrous Metallurgy*, [in:] Haswell S.J. (ed.) *Atomic Absorption Spectrometry, Theory, Design and Applications*. Elsevier, Amsterdam – Oxford – New York – Tokyo 1991.
14. Koch K.H., *Fortschritte und Zukunft der metallurgischen Analytik*, *Stahl und Eisen* 122, 2002, 59–65.
15. Wyciślik A., *Zastosowanie płomieniowej metody atomowej spektrometrii absorpcyjnej w badaniach materiałoznawczych*, *Hutnik–Wiadomości Hutnicze* 66, 1999, 479–501.
16. Charlamov I.P., Eremina G.V., *Atomno–absorbjonnyj analiz v cernoj metallurgii*, izd. Metallurgija, Moskwa 1982.
17. Wyciślik A., *Determination of the chemical composition of intermetallic γ' phase isolates by AAS method using a single specific standard*, *Analytical Chemistry (Warsaw)* 44, 1999, 755–761.
18. Wyciślik A., *Sposób wzorcowania w płomieniowej metodzie absorpcji atomowej z wykorzystaniem jednego wzorca podstawowego na przykładzie stopu Ti–Al–V*, *Rudy i Metale Nieżelazne* 49, 2004, 189–192.
19. Wyciślik A., *The use a single specific standard for the determination of chemical composition of cobalt – base alloys by atomic absorption spectrometry method*, *Journal of Engineering* V, 2007, 148–151.
20. Wyciślik A., *Use of Secondary Spectral Lines in the Analysis of Alloy–Steels and Electrochemically Isolated Structural Constituents by AAS Method*, w książce R. Nauche (ed.) *Progress of Analytical Chemistry in the Iron and Steel Industry*, Commission of the European Communities, Directorate–General Science, Research and Development EUR 14113 EN, Brussels Luxembourg 1992, 542–546.
21. Wyciślik A., *Industrial Analysis and Speciation (rozdział w monografii): Inorganic Trace Analytics*, ed. H. Matusiewicz and E. Bulska, p. 302–373, wyd. De Gruyter Berlin/Boston 2018.
22. Wyciślik A., *Zasada elektrochemicznej izolacji faz i metody badań izolatów*, *Hutnik–Wiadomości Hutnicze* 75 (2), 2008, 60–66.
23. Richter J., Wyciślik A., *Isolation techniques and methods for isolated phases investigation*, *Acta Metallurgica Slovaca* 7, 2001, 481–485.

24. Kirchhofer H., Rottmann J., Schubert F., Nickel H., Untersuchungen zum isothermen Ausscheidungsverhalten von Nickelbasislegierungen mit Hilfe der elektrochemischen Phasenisolierung, Institut für Reaktorwerkstoffe, Berichte der Kernforschungsanlage Jülich GmbH, nr 1903 (1984).
25. Golubcova R.B.: Fazovyj analiz nikelovykh splavov, izd. Nauka, Moskwa 1969.
26. Kunath J., Stahlberg R., Methodische Untersuchungen zur metallkundlichen Analyse mittels elektrochemischer Phasenisolierung, Archiv Eisenhüttenwesen 54, 1983, 31–38.
27. Šapovalov Ė.T., Baranova L.I., Zekcer G.O., Elektrochimičeskie metody v metallovedenii i fazovom analize, izd. Metallurgija, Moskwa 1988.
28. Schubert F., Kontrolle der chemischen Zusammensetzung hochwarmfester Nickellegierungen im Hinblick auf ihre Gefügestabilität, Bundesministerium für Forschung und Technologie, Forschungsbericht 79–147, Thyssen Edelstahlwerke AG, Forschungsinstitut Krefeld 1979.
29. Ducki K. J.: Mikrostrukturalne aspekty procesów odkształcania, wydzielenia i umacniania w austenitycznym nadstopie Fe–Ni, Wyd. Politechniki Śląskiej, Gliwice 2010.
30. Wyciślik A., Some aspects of chemical analysis of isolates by AAS, Mikrochimica Acta, II, 1990, 287–294.
31. Richter J., Hetmańczyk M., Cwajna J., Charakterization of carbide phase in nonledeburic high–speed steel containing Ti and Nb, Journal of Materials Processing Technology 53, 1995, 341–348.
32. Richter J., Wyciślik A., Cwajna J., Investigations of carbide phase and matrix of nonledeburitic high–speed steel with Ti and Nb by atomic absorption spectrometry and EDX methods, Fresenius' Journal of Analytical Chemistry, 349, 1994, 153–154.
33. Richter J., Wyciślik A., Cwajna J., Preparation s of carbide isolates of new high–speed steel by atomic absorption spectrometry, Mikrochimica Acta, 130, 1998, 117–122.
34. Richter J., Strukturalne czynniki mikrościerania i dekohezji stopów narzędziowych o zróżnicowanej fazie dyspersyjnej, Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej, Z. 1674, Gliwice 2005.
35. Wyciślik A., Zagadnienia metodyczne zastosowania atomowej spektrometrii absorpcyjnej do określania składu chemicznego izolatów, Rudy i Metale Nieżelazne. 40, 1995, 194–198.

36. Jurczyk J., Jagiełło–Puczka W., Łysakowska M., Badanie izolatów wtrąceń niemetalicznych w stalach metodą spektralną ze wzbudzeniem jarzeniowym, *Inżynieria Materiałowa* 14, 1993, 88–93.
37. Sauer K.H., Nitsche M., Atom absorptions spektrometrische Analyse von oxydischen und karbidischen Isolaten aus Stählen, *Archiv Eisenhüttenwes.* 40, 1969, 891–893.
38. Gomišček S., Span M., Lavric T., Hudnik V., Beitrag zur Mikroanalyse von Einschlüssen in Stählen mit Hilfe der Atomabsorptionsspektrometrie, *Mikrochimica Acta* (4), 1974, 567–576.
39. Tuma H., Slama J., Rozbor izolátu po elektrolytické separaci metodou AAS, *Hutnicke Listy* 35, 1980, 658–661.
40. Wyciślik A., Alternatywne linie analityczne i ich praktyczne wykorzystanie, *LAB* (4), 2003, 26–27.
41. Stahlberg R., Steglich F., Zieger M., Zur Genauigkeit sequentieller AAS–Elementbestimmungen in elektro–chemisch isolierter Gefüge bestandteilen differenziert behandelter Stähle, *Fresenius Zeitschrift Analytische Chemie* 306, 1981, 365–371.
42. Wyciślik A., Some interelement interferences in the chemical analysis of intermetallic γ' phase isolates using AAS method, *Mikrochimica Acta*, 125, 1997, 297–300.
43. Wyciślik A., The analysis of carbide and intermetallic phase γ' isolates in nickel alloys by means of injection method of flame atomic absorption spectrometry, *Mikrochimica Acta* I, 1987, 201–209.
44. Bosch H., Büschel E., Lohau K.H., Schnellbestimmung des säurelöslichen Aluminiums in Stählen, *Analysentechnische Berichte Z.* 20 (1970).
45. Wyciślik A., Richter J., The Role of Metallic Constituents Removal in Investigations of the Chemical Composition of Isolated Carbide Phases, *Analytical Chemistry (Warsaw)* 46, 2001, 207–214.
46. Wyciślik A., Dobór kwasów do roztwarzania izolatów faz węglkowych, *Hutnik–Wiadomości Hutnicze* 75 (9), 2008, 556–559.
47. Perina L., Analýza karbidických izolátu metodou „OES–ICP”, *Hutnicke Listy* (1), 1986, 50–52.
48. Matusiewicz H., A simple PTFE microsampling device for discrete injection, *International Laboratory* 13, 1983, 24–26.

49. Sebastiani E., Ohls K., Riemer G., Results of the atomizing method using measured volumes of liquid sample by AAS, *Fresenius Zeitschrift Analytische Chemie* 264, 1973, 105–108.
50. Manning D.C., Aspirating small volume samples in flame atomic absorption spectroscopy, *Atomic Absorption Newsletter* 14, 1975, 99.–102.
51. Berndt H., Jackwerth E., Atomic absorption spectrometric determination of small amounts of substances and analysis of trace element concentrates by the injection method, *Spectrochimica Acta* 30 B, 1975, 169–174.
52. Eaton A., Schiemer E., A simple Teflon sampling manifold for use with small injections, *Atomic Absorption Newsletter* 17, 1978, 113–114.
53. Wyciślik A., Jurczyk J., Albrecht H., Prowadnica kapilary do oznaczania zawartości pierwiastków za pomocą techniki iniekcyjnej, Patent PL W–79212.
54. Wyciślik A., Sosnowski R., Pokrywka do pionowego wprowadzania kapilary spektrometru absorpcji atomowej podczas analiz małych objętości roztworów próbek, Patent PL W – 107 301.
55. Wyciślik A., Przykrywka do pionowego wprowadzania kapilary absorpcyjometru do teflonowego naczynia kraterowego i jej rola w analizach izolatów węglkowych i międzymetalicznej fazy γ' metodą AAS, *Krzepnięcie Metali i Stopów*, 36, 1998, 301–308.
56. Wyciślik A., Richter J., Dissolution of carbide isolates in acids using microwave technique, *Solid State Phenomena* 92, 2014, 39–44.
57. Moreiskaya L.V., Nemodruk A.A., Substoichiometry in atomic absorption spectrophotometry. Determination of nickel in nickel and copper–nickel alloys, *Journal Analiticeskoj Chimii*. 35, 1980, 1310–1313.
58. Gregorczyk S., Wyciślik A., Oznaczanie manganu, chromu, niklu, molibdenu, kobaltu i miedzi w stalach nisko– i średniostopowych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej w płomieniu acetylen powietrze, *Analytical Chemistry (Warsaw)* 24, 1979, 529–531.
59. Gregorczyk S., Wyciślik A., Analiza chemiczna wysokostopowych stali manganowo-aluminiowych metodą absorpcji atomowej, *Wiadomości Hutnicze* 35 (7–8), 1979, 261–263.
60. Wyciślik A., Kilka praktycznych wskazówek pomocnych w analizie chemicznej stali narzędziowych metodą absorpcji atomowej, *Hutnik–Wiadomości Hutnicze* 72 (12), 2005, 593–598.

61. Gregorczyk S., Wyciślik A., Nowy sposób wzorcowania w atomowej spektrometrii absorpcyjnej z wykorzystaniem jednego wzorca podstawowego w zastosowaniu do analiz stali, *Hutnik* 47 (12), 1980, 514–517.
62. Wyciślik A., Wskazówki dotyczące określania składu chemicznego stopów Fe–Ni–Co metodą absorpcji atomowej, *Hutnik–Wiadomości Hutnicze* 71 (2), 2004, 71–73.
63. Gregorczyk S., Wyciślik A., Szybka i dokładna metoda analizy chemicznej żeliwa na drodze absorpcji atomowej, *Przegląd Odlewnictwa* 30 (1), 1980, 21–23.
64. Sosnowski R., Wycislik A., Podbiół S., Machulec B., Badania wpływu składu granulometrycznego na własności chemiczne i temperaturę topnienia wybranych frakcji żelazokrzemu o uziarnieniu do 10 mm, *Hutnik* 54 (10), 1987, 275–280.
65. Wyciślik A., Machulec B., Sosnowski R., Główne czynniki określające trwałość żelazokrzemu granulowanego mechanicznie, *Hutnik–Wiadomości Hutnicze* 61(7), 1994, 216–219.
66. Wyciślik A., Machulec B., Sosnowski R., Some problems of chemical analysis of ferrosilicon, *Conference Proceedings 15th Conference on Materials Testing in Metallurgy, 11th Congress on Materials Testing (EUROMAT 94)* ed. B. Vorsatz and E. Szoke, Balatonszeplak 1994, Vol.III, 991–995.
67. Wyciślik A., Sposoby roztwarzania próbek żarowytrzymałych stopów na osnowie niklu do analizy chemicznej metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej (AAS), *Inżynieria Materiałowa*, 13 (4/5), 1992, 115–119.
68. Gregorczyk S., Wyciślik A., Determination of silicon in high-temperature nickel-base alloys by atomic absorption spectrometry, *Analytical Chemistry (Warsaw)* 24, 1979, 1071–1073.
69. Gregorczyk S., Matysik S., Wyciślik A., Analiza chemiczna stopów na osnowie kobaltu i żelaza metodą absorpcji atomowej, *Wiadomości Hutnicze* 37 (9–10), 1981, 248–251.
70. Mikuszewski T., Wyciślik A., Pucka G., Änderung des Chromgehalts im Kupfer während des Vakuumschmelzens einer Cu–Cr–Ni–Si Legierung, *Neue Hütte*, 35 (12), 1990, 459–461.
71. Wyciślik A., Sosnowski R., Niektóre aspekty oznaczania wysokich zawartości miedzi, niklu i cynku w kąpielach galwanicznych metodą atomowej spektrometrii absorpcyjnej (AAS), *Mat. II Kongresu Technologii Chemicznej*, Wrocław 1997 t. II, 591. Ponadto w materiałach pokongresowych: *Mat.*

- II Kongresu Technologii Chemicznej, Wrocław 1998 s. 1977–1980, Dolnośląskie Wydawnictwo Edukacyjne Wrocław 1998.
72. Wyciślik A., Bestimmung von Silizium in Nickel- und Titanlegierungen mit Hilfe der Atom absorptions spektrometrie, w monografii: D. Hirschfeld (Hrsg.) Nichtmetalle in Metallen, DGM Informationsgesellschaft Verlag, Münster 1988, 167–174.
 73. Wyciślik A., Kilka uwag o oznaczaniu krzemu w stopach metali metodą absorpcji atomowej, Przegląd Odlewnictwa 32 (1–3), 1982, 28–30.
 74. Gregorczyk B., Gralewska K., Wyciślik A., Oznaczanie śladowych ilości Pb, As, Bi, Sb i Sn w stalach stopowych oraz stopach na osnowie niklu bezpłomieniową metodą absorpcji atomowej, Mat. II Poznańskiego Konwersatorium Analitycznego, Poznań 1993, 20.
 75. Gralewska K., Wyciślik A., Gregorczyk B.: Determination of microgram amounts of lead, arsenic, bismuth, antimony and tin in alloy-steels and nickel-based alloys by ETA-AAS, (przetłumaczony przez Komitet Naukowy konferencji na język czeski) Stanoveni mikrogramov'ych mnozstvi olova, arzenu, bismutu, antimonu a cinu v legovanych ocelich a niklovych slitinach metodou ETA-AAS, Mat. 14 Konferencji Hutni Analytika '94, Reca 1994, 79–83.
 76. Matysik S., Wyciślik A., Oznaczanie śladowych zawartości bizmutu w stopach niklu, Rudy i Metale Nieżelazne 27 (4), 1982, 180–182.
 77. Wyciślik A., Oznaczanie wysokich zawartości aluminium w stalach wysokostopowych, stopach Fe-Al i Ni-Al, Hutnik-Wiadomości Hutnicze 77 (2), 2010, 61–63.
 78. Miroń M.I., Wyciślik A., Some analytical problems in waste investigation, Analytical Chemistry (Warsaw) 41, 1996, 437–446.
 79. Wyciślik A., Wojtynek L., Sosnowski R., Niektóre aspekty analityki odpadów przemysłowych, Hutnik-Wiadomości Hutnicze 69 (3), 2002, 96–100.
 80. Wyciślik A., Pobieranie próbek środowiskowych do badań składu chemicznego – praktyczne wskazówki i źródła błędów, Środowisko i Rozwój 17 (1), 2008, 67–76.
 81. Wyciślik A., Wilczek I., Jędrzejczak A., Sposoby roztwarzania próbek zgorzeliny i pyłu poszlifierskiego do analizy chemicznej metodą absorpcji atomowej, Hutnik-Wiadomości Hutnicze 70 (5), 2003, 223–229.
 82. Matusiak J., Wyciślik A., Determination of nickel in welding fume by gravimetric method using dimethylglyoxime, Solid State Phenomena 226, 2015, 7–10.

83. Wyciślik A., Praca czteroetapowa: Oznaczanie zawartości 9 pierwiastków: Ag, Cd, Te, Cr, Sn, Mo, As, Bi i Sb w próbkach skał osadowych. Oznaczanie zawartości 18 pierwiastków: V, Mn, Co, Ni, Cu, Zn, As, Mo, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Ba, Pb, Bi, Cr i S w 102 próbkach skał magmowych (porfirach, granitoidach i diabazach) z różnych otworów NE obrzeżenia GZW. Oznaczanie zawartości 4 pierwiastków: Be, B, F i Hg w 40 wytypowanych próbkach skał magmowych i osadowych. Rozdrobnienie 162 próbek o masie ok. 1 kg do frakcji 2 mm, pokwartowanie próbek oraz utarcie w pulweryzatorze do frakcji poniżej 0,06 mm. Zleceniodawca: Państwowy Instytut Geologiczny, Warszawa, Oddział Górnośląski, Sosnowiec. Ekspertyza wykonana w ramach pracy naukowo-badawczej realizowanej w CPBR – 46/87/88. SITPH, Katowice, Ekspertyza nr 304/87).
84. Wyciślik A., Gajdzik B., Podwykonawstwo badań w świetle zadań i powinności współczesnych chemicznych laboratoriów badawczych, *Przemysł Chemiczny* 87 (4), 2008, 321–324.
85. Wyciślik A., Gajdzik B., Kwalifikacje personelu w karcie stanowiskowej pracowników chemicznych laboratoriów badawczych z uwzględnieniem wymogów systemu zapewnienia jakości, *Przemysł Chemiczny* 87 (11), 2008, 2–8.
86. Gajdzik B., Wyciślik A., Założenia do konstruowania systemów wiedzy w chemicznych laboratoriach badawczych, *Przemysł Chemiczny* 89 (2), 2010, 86–90.
87. Gajdzik B., Wyciślik A., Kompleksowa obsługa klienta w laboratorium chemicznym – implikacje systemowe, proceduralne i narzędziowe, *Przemysł Chemiczny* 90 (8), 2011, 1467–1472.
88. Gajdzik B., Wyciślik A., Trójsegmentowa analiza kompetencji w chemicznym laboratorium badawczym. Ujęcie personalne, techniczno-metodologiczne i organizacyjne, *Przemysł Chemiczny* 91 (6), 2012, 1119–1123.
89. Gajdzik B., Wyciślik A., Planowanie i realizacja inwestycji w chemicznym laboratorium badawczym – wytyczne do kompleksowego zarządzania projektami na przykładzie zakupu aparatury i urządzeń laboratoryjnych, *Przemysł Chemiczny* 91 (10), 2012, 1002–1009.
90. Gajdzik B., Wyciślik A., Wprowadzenie do problematyki crossingu stanowiskowego w chemicznych laboratoriach badawczych, *Przemysł Chemiczny* 92 (7), 2013, 1000–1003.

91. Gajdzik B., Wyciślik A., Etyka w funkcjonowaniu chemicznych laboratoriów badawczych, *Przemysł Chemiczny* 94 (9), 2015, 1001–1006.
92. Gajdzik B., Wyciślik A., Ramowe zasady implementacji metody 5S w laboratorium chemicznym, *Przemysł Chemiczny* 95 (2), 2016, 1000–1003.
93. Wyciślik A., Gajdzik B., Usystematyzowanie ramowych zasad bezpiecznej pracy w chemicznych laboratoriach badawczych i przemysłowych, *Przemysł Chemiczny* 96 (3), 2017, 482–486.
94. Wyciślik A., Gajdzik B., Strzelczyk J., Gajdzik K., Ramowe zasady programu „Świadomość i Troska” w odniesieniu do odczynników chemicznych wykorzystywanych w laboratoriach badawczych i przemysłowych, *Przemysł Chemiczny* 96 (12), 2017, 1000–1004.
95. Gajdzik B., Wyciślik A., Ogólne zasady postępowania z dokumentacją w chemicznym laboratorium badawczym z uwzględnieniem wymogów ochrony danych osobowych – RODO, *Przemysł Chemiczny* 97 (11), 2018, 1000–1004.
96. Gajdzik B., Wyciślik A., Dokumentacja w systemie jakości laboratorium badawczego, *Problemy Jakości* (2), 2019, 28–37.

List of figures

Fig. 1.1. The areas of AAS method application in metallurgy [5]

Fig. 1.2. Application of chemical analysis in metallurgy [21]

Fig. 1.3. Optimization of measuring conditions for determination of vanadium [39, 40]

Fig. 1.4. The effect of burner height on the absorbance of tungsten [20]

Fig. 1.5. The analytical diagram for determination of tool steel chemical composition by AAS [60]

Fig. 1.6. The receiving of isolates and techniques for investigating isolates [5, 21, 39]

Fig. 1.7. The scheme of teflon sampling crater manifold a) side view, b) view from the top [52]

Fig. 1.8. Types of teflon sampling manifolds with the portable capillary bearing : a) a set of several crater teflon sampling manifolds b) teflon crater sampling manifold a hollow cylindrical shape (A - two portable capillary bearings placed on craters provided on opposite sides, according to the diameter, B - the two portable capillary bearings superimposed every second craters).

Fig. 1.9. The scheme of portable capillary bearing [47,66]

Fig. 1.10. Schematic presentation of the cover (lid) with precisely milled to a vertical input spectrometer capillary teflon sampling manifold (manifolds), 1.cover, 2.side walls 3.drilled holes for introducing the capillary into the craters of teflon sampling manifold [40,67]

Fig. 1.11. Elemental diagram for chemical analysis of γ' phase isolates by AAS technique [5]

Fig. 1.12. Analytical diagram for the determination of elements in carbide phase isolates [40]

Fig. 1.13. Carbide isolate of MC type with metallic matrix residue – SEM

Fig. 1.14. Treated carbide isolate of MC type after etching with orthophosphoric (V) acid – SEM

Fig. 1.15. The interdependences of material analytics and metallurgy and material engineering development [5, 21]

Kinga RODAK ¹

Rozdział 2

MIKROSKOPIA ELEKTRONOWA (TRANSMISYJNA ORAZ SKANINGOWA TRANSMISYJNA) JAKO GŁÓWNE TECHNIKI BADAWCZE MIKROSTRUKTURY STOSOWANE W INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ

2.1. Wstęp

W obszarze jednej z najbardziej interdyscyplinarnych dziedzin nauki, jaką jest inżynieria materiałowa, szczególne miejsce zajmują badania strukturalne. Badania te wymagają czułych i precyzyjnych urządzeń, dzięki którym istnieje możliwość dokładnego scharakteryzowania struktury w wybranym mikroobszarze, a nawet nanoobszarze. Nowoczesna aparatura badawcza wytworzona w ostatnich latach wychodzi naprzeciw oczekiwaniom naukowców, oferując doskonałe narzędzia do analizy struktury o dużym poziomie szczegółowości. Niewątpliwie jednym z najważniejszych urządzeń jest transmisyjna mikroskopia elektronowa (TEM).

Szczególnym natomiast przypadkiem mikroskopii elektronowej jest mikroskop skaningowy transmisyjny (STEM). Instrument ten jest w stanie zapewnić porównywalną, a nawet taką samą zdolność rozdzielczą (poniżej 0,1 nm), jaką ma transmisyjny mikroskop elektronowy. Wystarczająco jednak różni się konstrukcją i zasadą działania od TEM i skaningowego mikroskopu elektronowego (SEM), co może być uzasadnieniem podjętej problematyki niniejszego opracowania.

W niniejszej pracy przedstawiono krótki rys historyczny mikroskopii elektronowej. Ze względu na jej objętość, zostały przedstawione najważniejsze aspekty budowy i zasady działania mikroskopu STEM z uwzględnieniem zasad tworzenia obrazu. W przypadku mikroskopii TEM zarówno aspekty budowy, jak i zasada działania urządzenia są powszechnie znane, ponadto literatura z tego obszaru jest znacznie

¹Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej

bogatsza niż w przypadku mikroskopii STEM. W związku z tym te aspekty zostaną pominięte. Niemniej jednak zostaną przedstawione wybrane przykłady badań strukturalnych przeprowadzone na Wydziale Inżynierii Materiałowej Politechniki Śląskiej przy wykorzystaniu zarówno mikroskopii TEM, jak i STEM.

2.2. Krótki rys historyczny rozwoju mikroskopii elektronowej

Mikroskopia elektronowa jest niezwykle ważną techniką badawczą pozwalającą na obserwowanie struktury materiałów na różnym poziomie szczegółowości. Przyczynkiem do rozwoju mikroskopii elektronowej były rewolucje naukowo-techniczne, które zdominowały wiele nauk w tym obszarze badawczym. Mowa tutaj o teorii zdolności rozdzielczej układów optycznych rozwiniętej przez E. Abbego w 1878 roku [1], hipotezie L. De Broglie'a dotyczącej dwoistej (falowo-korpuskularnej) natury wiązki elektronów o długości fali znacznie mniejszej niż światło widzialne wysuniętej w 1924 roku [2] oraz rozważaniach E. Schrödingera nad mechaniką kwantową [3], które pozwoliły na praktyczne wykorzystanie wiązki elektronów jako źródła światła do badań struktury materiałów.

Pierwszym narzędziem, w którym wykorzystano wiązkę elektronów do oświetlania próbki, był transmisyjny mikroskop elektronowy (TEM) zbudowany przez niemieckiego fizyka E. Ruska w 1931 roku. Ponad pół wieku później (w 1986 roku) otrzymał Nagrodę Nobla za swoje osiągnięcia nad konstrukcją mikroskopu [4, 5]. Trochę młodszym natomiast urządzeniem badawczym jest skaningowy mikroskop elektronowy (SEM), działający na podobnej zasadzie, jeśli chodzi o sposób oświetlania próbki, lecz cechujący się niższą rozdzielczością (ok. 1 nm) od TEM. Twórcą koncepcji mikroskopu SEM był niemiecki fizyk M. Knoll, który w 1935 roku skonstruował pierwszy mikroskop o zdolności rozdzielczej ok. 100 μm [6]. W 1940 roku skonstruowano detektor elektronów wtórnych, a następnie zbudowano pierwszy mikroskop SEM w USA o zdolności rozdzielczej ok. 1 μm [7]. Pierwsze urządzenie na skalę produkcyjną zostało zbudowane w 1965 roku, po wynalezieniu przez T.E. Everharta i R.F. Thornleya detektora scyntylacyjnego [8].

Ciekawym narzędziem do odwzorowania struktury, a jednocześnie mniej powszechnie stosowanym, szczególnie w Polsce, jest skaningowy transmisyjny mikroskop elektronowy (STEM), choć historia powstania tego urządzenia jest równie odległa jak mikroskopu TEM.

Pierwszy STEM został zbudowany w 1938 roku przez barona Manfreda von Ardenego [9, 10], pracującego w Berlinie dla firmy Siemens. Jednakże uzyskane w tym czasie wyniki badań eksperymentalnych były gorsze od wyników uzyskanych dla TEM. Mikroskop został zniszczony podczas nalotu w 1944 roku, a Manfred von Ardenne nie powrócił do pracy nad rozpoczętą konstrukcją po zakończeniu II wojny światowej. Technika ta nie była rozwijana aż do lat 70. XX wieku. W tym czasie Albert Crewe z University of Chicago opracował działło z emisją polową [11–13] i dodał wysokiej jakości obiektyw do skonstruowania nowoczesnego STEM. Wraz ze współpracownikami wykazał zdolność obrazowania atomów za pomocą pierścieniowego detektora pola ciemnego [14]. Zbudowany STEM był zdolny do wizualizacji pojedynczych atomów pierwiastków ciężkich na cienkim węglowym podłożu [15]. Na początku lat 90. usprawnienia w technologii STEM pozwoliły na obrazowanie próbek z rozdzielczością lepszą niż 0,2 nm, co oznaczało, że dla niektórych materiałów mogła być obrazowana struktura atomowa.

2.3. Mikroskopia elektronowa w badaniach strukturalnych

Na przestrzeni ostatnich kilkunastu lat nastąpił duży postęp techniczny w dziedzinie konstrukcji mikroskopów elektronowych transmisyjnych. Wysoka jakość optyki elektronowej, dzięki opracowaniu precyzyjnych korektorów aberracji sferycznej soczewki obiektywowej, duża stabilność napięcia przyspieszającego wiązkę elektronów oraz opanowanie metod powstawania koherentnej wiązki elektronów dzięki zastosowaniu dział elektronowych typu FEG (ang. Field Emission Gun) spowodowały, że współczesne mikroskopy transmisyjne gwarantują bardzo dobre parametry techniczne.

2.3.1. Transmisyjny mikroskop elektronowy - obszary zastosowań na wybranych przykładach

Transmisyjny mikroskop elektronowy od dawna zajmuje pierwsze miejsce, jeśli chodzi o wysoką wartość zdolności rozdzielczej. Jest ona wynikiem właściwości soczewek magnetycznych oraz falowego charakteru elektronów. Urządzenia te z powodzeniem osiągają zdolność rozdzielczą dużo poniżej 0,1 nm oraz duży zakres powiększeń w zależności od trybu pracy. Współczesne mikroskopy transmisyjne oprócz normalnego (konwencjonalnego) trybu pracy mogą pracować w trybie HR TEM (ang. High Resolution Transmission Elektron Microscopy) lub UHR TEM (ang. Ultra High Resolution Transmission Elektron Microscopy). Z udoskonalaniem

układu elektronooptycznego mikroskopów transmisyjnych powstały nowoczesne metody pomiarowe, które rozszerzyły zakres możliwości badawczych konwencjonalnej mikroskopii transmisyjnej o możliwość analizy składu chemicznego w mikro-nano obszarach. Zastosowanie spektroskopu promieniowania rentgenowskiego z dyspersją energii (EDS) w mikroskopach transmisyjnych stanowiło podstawę do stworzenia analitycznej mikroskopii elektronowej. Analityczne mikroskopy transmisyjne (ATEM) wyposażone są w moduł STEM, który przejmuje funkcję skanowania wiązką i ułatwia przeprowadzenie dokładnej analizy składu chemicznego w badanym mikroobszarze.

W niniejszym rozdziale przedstawiono wybrane przykłady zastosowania konwencjonalnego mikroskopu TEM (Jeol 100B) będącego na wyposażeniu Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej. Urządzenie to było wykorzystywane do badań strukturalnych do roku 2011. Mikroskop zawierał goniometr, który umożliwiał obrót próbki w zakresie 0° – 60° wokół dwóch wzajemnie prostopadłych osi. W związku z tym badania strukturalne z wykorzystaniem TEM pozwalały na precyzyjne jakościowe i ilościowe charakteryzowanie struktury dyslokacyjnej, procesów wydzieleniowych, określenia dezorientacji krystalograficznej mikroobszarów itp.

Jako przykład można podać metodę wyznaczania wektorów Burgersa stopu Fe-38Al. Badania zostały przeprowadzone z użyciem techniki cienkich folii. Istotne dla wyznaczenia tego parametru było uzyskanie takich warunków dyfrakcyjnych, przy których występowało wygaszenie obrazu dyslokacji dla trzech różnych wektorów odbicia g_{hkl} , z których przynajmniej jeden należy do innej osi pasa. Równoznaczne jest to ze zmianą kierunku wiązki padającej B. Wektor Burgersa dyslokacji wyznaczono na podstawie kryterium niewidoczności (2.1) przy spełnionych warunkach dyfrakcji dwuwiazkowej w jasnym polu widzenia. Szczegóły procedury zostały opisane w pracach [16, 17].

$$|g \times b| = 0 \quad (2.1)$$

Przykłady wyznaczania wektora Burgersa w stopie Fe-38Al po odkształcaniu na gorąco pokazano w tabeli 2.1, natomiast na rys. 2.1 przedstawiono dyslokacje, dla których wyznaczono wektory Burgersa.

Na podstawie przeprowadzonych badań sformułowano istotne wnioski będące podstawą pracy doktorskiej [18]. Wykazano między innymi, że w przypadku stopu Fe-38Al po odkształcaniu w zakresie temperatury 850°C – 1000°C w strukturze występowały dyslokacje o wektorach Burgersa $a[111]$, $a[110]$ i $a[100]$. W strukturze

stopu Fe-38Al odkształcanego w temperaturze 1100°C ujawniono dyslokacje o wektorze Burgersa $a[111]$ lub $a[100]$ (tabela 2.1). Stwierdzono obecność licznych dipoli dyslokacyjnych, progów dyslokacyjnych oraz uskoków. Wykazano, że takie układy dyslokacji stanowiły przeszkody dla ruchu innych dyslokacji, co w konsekwencji było przyczyną umocnienia stopu w temperaturze 1100°C. Dla stopu odkształcanego w temperaturze 1250°C wykazano obecność nieruchliwych segmentów dyslokacji $a[100]$, które prawdopodobnie tworzyły się wskutek procesu wspinania. Szczegółowe badania i opis uzyskanych wyników zostały przedstawione we wspomnianej pracy.

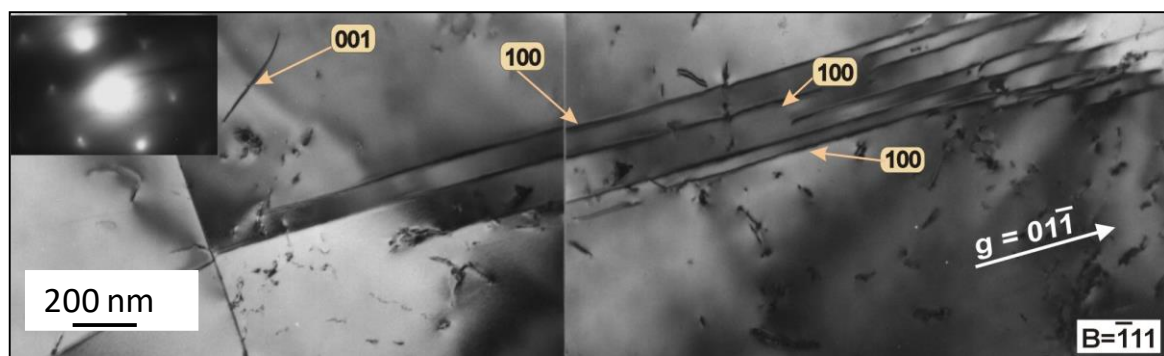
Tabela 2.1

Przykłady wyznaczania wektorów Burgersa w stopie Fe-38Al po odkształcaniu na gorąco [18]

Temperatura odkształcania T [°C]	Warunki dyfrakcji dwuwieżkowej [B – oś pasa krystalograficznego, g – płaszczyzna odbicia]					Wektor Burgersa
900°C	$B = [\bar{1}00]$ $g = (00\bar{1})$	$B = [\bar{1}00]$ $g = (01\bar{1})$	$B = [\bar{1}00]$ $g = (110)$	$B = [111]$ $g = (110)$	$B = [\bar{1}11]$ $g = (1\bar{1}0)$	$\left\{ \begin{array}{l} [100], [001], [011], \\ [\bar{1}00], [\bar{1}01], [111], \\ [11\bar{1}], [\bar{1}10], [1\bar{1}0] \end{array} \right\}$
1100°C	$B = [\bar{1}00]$ $g = (00\bar{1})$	$B = [\bar{1}00]$ $g = (110)$	$B = [\bar{1}00]$ $g = (110)$	$B = [111]$ $g = (01\bar{1})$	$B = [111]$ $g = (110)$	$\left\{ \begin{array}{l} [100], [001], \\ [011], [\bar{1}00], \\ [010], [11\bar{1}], \\ [\bar{1}11] \end{array} \right\}$
	$B = [111]$ $g = (1\bar{1}2)$	$B = [\bar{1}12]$ $g = (110)$	$B = [\bar{1}11]$ $g = (01\bar{1})$	$B = [\bar{1}11]$ $g = (1\bar{1}2)$	$B = [\bar{1}13]$ $g = (110)$	
	$B = [023]$ $g = (\bar{3}12)$					
1250°C	$B = [111]$ $g = (12\bar{1})$	$B = [11\bar{1}]$ $g = (110)$	$B = [11\bar{1}]$ $g = (101)$	$B = [11\bar{1}]$ $g = (01\bar{1})$		$\left\{ \begin{array}{l} [100], [001], \\ [010] \end{array} \right\}$

Innym parametrem struktury dyslokacyjnej, który można było analizować przy wykorzystaniu mikroskopu TEM, było określenie gęstości dyslokacji w mikroobszarach. Przykładem może być praca [19], w której analizowano gęstości dyslokacji dla stali austenitycznej po przeprowadzeniu procesów rekrytalizacji dynamicznej.

Gęstość dyslokacji wyznaczono na cienkich foliach według zależności (2.2) podanej w pracach [20, 21]:



Rys. 2.1. Mikrostruktura stopu Fe-38Al odkształcanego w temperaturze 1250°C z prędkością 1 s⁻¹, linie dyslokacji a[100] równoległe do kierunku (01 $\bar{1}$) przy $B = [\bar{1}11]$ (segmenty dyslokacji opisano wektorami Burgersa) [18]

$$\rho = \frac{x \cdot (n_1 / l_1 + n_2 / l_2)}{t} \quad [\text{m}^{-2}] \quad (2.2)$$

gdzie:

ρ - gęstość dyslokacji,

x - współczynnik określający ułamek dyslokacji niewidocznych o wektorach Burgersa $a/2 < 111 >$ dla sieci krystalicznej Al [20, 21].

Współczynnik ten zależy od warunków dyfrakcyjnych, w związku z tym ważnym zagadnieniem przy określaniu gęstości dyslokacji jest warunek dyfrakcji dwuwiązkowej, prezentowany m.in. w pracy [16]. W zależności od warunków dyfrakcyjnych współczynnik x przyjmuje różne wartości: $x = 2$ dla obrazów dyslokacji obserwowanych w refleksie (111), $x = 1,5$ dla obrazów dyslokacji obserwowanych w refleksie (200), $x = 1,5$ dla obrazów dyslokacji obserwowanych w refleksie (220), $l_{1(2)}$ - całkowita długość linii poziomych (pionowych) siatki, $n_{1(2)}$ - liczba przecięć linii poziomych (pionowych) siatki z dyslokacjami.

Procedura wyznaczenia gęstości dyslokacji metodami TEM wymagała określenia grubości folii, gdyż m.in. od niej zależy dokładność pomiaru. Stosowane metody przygotowywania preparatów do badań za pomocą transmisyjnej mikroskopii elektronowej pozwalają na określenie grubości folii jedynie w konkretnym miejscu. Powoduje to, że określona gęstość dyslokacji odnosi się tylko do badanego mikroobszaru. Istnieje kilka metod pomiaru grubości cienkich folii. W przeprowadzonych badaniach zastosowano metodę konturów ekstynkcyjnych [20, 21], gdyż technika ta cechuje się dużą dokładnością pomiaru. Dokładność metody wyznaczania gęstości dyslokacji zależy przede wszystkim od precyzyjnego wyznaczenia grubości folii i według [17] mieści się w granicach $\pm 5\%$ do $\pm 8\%$.

Grubość folii w badanych miejscach określano z zależności:

$$t = n \cdot \zeta_{hkl} \quad (2.3)$$

gdzie:

t - grubość folii;

n - liczba prążków ekstynkcyjnych;

ζ_{hkl} - wartość ekstynkcji.

Wartości ekstynkcyjne ζ_{hkl} dla poszczególnych wektorów dyfrakcyjnych g_{hkl} przedstawiono w tabeli 2.2

.2.

Tabela 2.2

Wartość ζ_{hkl} [nm] przy podanych wartościach napięcia przyspieszającego [17]

ζ_{hkl}	{111}	{200}	{220}
100kV	25,6	29,6	44,6
200kV	32,5	37,5	56,5

Prążki ekstynkcyjne występują w kontraście dyslokacji przy ściśle określonych warunkach dyfrakcyjnych i nachyleniu dyslokacji względem powierzchni preparatu.

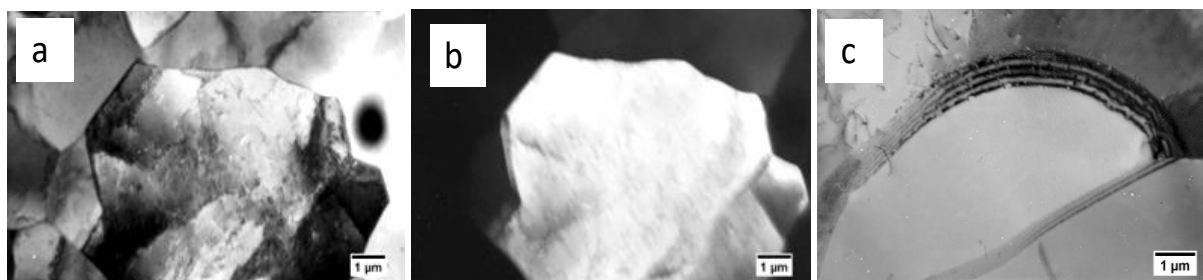
W tabeli 2.3 zamieszczono wyniki pomiaru gęstości dyslokacji dla stali austenitycznej 0H18N9 odkształcanej z różnymi prędkościami. Szczegóły na temat zrealizowanych badań dostępne są w pracy [19].

Tabela 2.3

Wpływ parametrów odkształcania (temperatura i prędkość odkształcania) na zmiany gęstości dyslokacji wewnątrz podziarn stali 0H18N9 [19]

Parametry odkształcania stali 0H18N9	Zakres zmian gęstości dyslokacji [m ⁻²]	Średnia gęstość dyslokacji [m ⁻²]
Stan wyjściowy (przesycanie/1150°C/h/woda)	-	4,45x10 ¹³
900°C; $\dot{\epsilon} = 0,04 \text{ s}^{-1}$	8,75x10 ¹³ ÷ 2,30x10 ¹⁴	1,40x10 ¹⁴
900°C; $\dot{\epsilon} = 0,46 \text{ s}^{-1}$	8,30x10 ¹³ ÷ 3,40x10 ¹⁴	1,87x10 ¹⁴
900°C; $\dot{\epsilon} = 1,10 \text{ s}^{-1}$	6,30x10 ¹³ ÷ 3,50x10 ¹⁴	1,98x10 ¹⁴
1000°C; $\dot{\epsilon} = 0,04 \text{ s}^{-1}$	3,40x10 ¹² ÷ 2,78x10 ¹⁴	9,52x10 ¹³
1000°C; $\dot{\epsilon} = 0,46 \text{ s}^{-1}$	1,40x10 ¹⁴ ÷ 2,73x10 ¹⁴	2,17x10 ¹⁴
1000°C; $\dot{\epsilon} = 1,10 \text{ s}^{-1}$	2,20x10 ¹³ ÷ 4,58x10 ¹³	3,44x10 ¹³
1100°C; $\dot{\epsilon} = 0,04 \text{ s}^{-1}$	8,42x10 ¹² ÷ 2,52x10 ¹³	1,76x10 ¹³
1100°C; $\dot{\epsilon} = 0,46 \text{ s}^{-1}$	8,73x10 ¹³ ÷ 1,27x10 ¹⁴	1,09x10 ¹⁴
1100°C; $\dot{\epsilon} = 1,10 \text{ s}^{-1}$	3,15x10 ¹³ ÷ 2,27x10 ¹⁴	1,25x10 ¹⁴
1200°C; $\dot{\epsilon} = 0,04 \text{ s}^{-1}$	3,27x10 ¹³ ÷ 8,35x10 ¹³	5,56x10 ¹³
1200°C; $\dot{\epsilon} = 0,46 \text{ s}^{-1}$	5,10x10 ¹³ ÷ 1,27x10 ¹⁴	7,84x10 ¹³
1200°C; $\dot{\epsilon} = 1,10 \text{ s}^{-1}$	1,40x10 ¹³ ÷ 2,26x10 ¹⁴	1,10x10 ¹⁴

Możliwość analizy struktury z wykorzystaniem techniki pól jasnego i ciemnego pozwala na precyzyjne określenie mechanizmów odkształcenia plastycznego (rys. 2.2). Obserwacja struktury w polu jasnym jest najczęściej stosowanym sposobem pracy mikroskopu. Podczas pracy w polu ciemnym przesłona obiektywu przepuszcza jedną z wiązek ugiętych. Cechą charakterystyczną pola ciemnego jest duży kontrast. Jasne obszary na cienkiej folii pochodzą od wybranej wiązki ugiętej, która uległa dyfrakcji. Technika pola ciemnego jest pomocna przy identyfikacji faz występujących w osnowie, ale również w określeniu dezorientacji mikroobszarów.



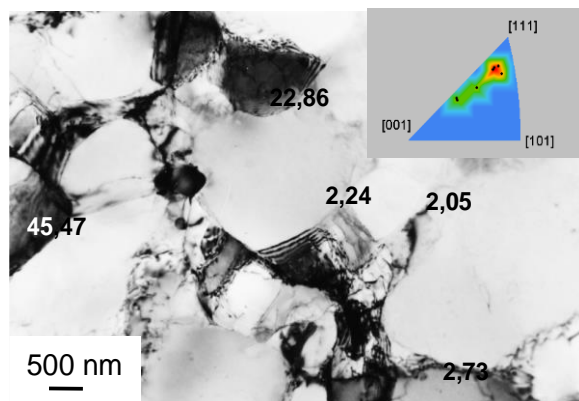
Rys. 2.2. Mikrostruktura stopu Fe-28Al5Cr po odkształcaniu na gorąco - koalescencja podziarn, a) pole jasne, b) pole ciemne, c) mikrostruktura stopu Fe-38Al po odkształcaniu na gorąco - migracja granicy ziarna [22]

Przeprowadzone w pracy [22] badania strukturalne z wykorzystaniem techniki pól jasnego oraz ciemnego ujawniły mechanizmy odbudowy struktury. Wskazano bowiem na zjawiska migracji granic szerokokątowych w strukturze stopu Fe-38Al po odkształceniu na gorąco oraz koalescencję podziarn w przypadku stopu Fe-28Al5Cr.

Mikroskop skaningowy wyposażony w moduł EBSD (ang. Elektron Back Scattering Diffraction) jest niezastąpionym narzędziem do szybkiej analizy orientacji, dezorientacji i wielkości krystalitów dzięki wykorzystaniu dyfrakcji linii Kikuchiego. Wykorzystanie tego urządzenia daje również możliwość przeprowadzenia analiz statystycznych wybranych mikroobszarów.

Najdokładniejszą metodą bazującą na wykorzystaniu technik TEM, którą stosuje się do określania wzajemnej orientacji podziarn/ziarn, oparta jest również na wykorzystaniu linii Kikuchiego, które występują na obrazie dyfrakcyjnym [23]. Położenie linii Kikuchiego jest czułe na orientację próbki, z tego powodu linii tych używa się do precyzyjnego wyznaczenia orientacji próbki. Wykazano, że dokładność tej metody wynosi ok. $0,2^\circ$ [24]. Warunek ostrości i widoczności linii Kikuchiego jest dobrze spełniony w przypadku materiałów nieodkształconych. Badania strukturalne z wykorzystaniem mikroskopu JEOL 100B umożliwiały uzyskanie tego typu dyfrakcji przy odpowiednio spełnionym warunku grubości preparatu. Za pomocą programu komputerowego [25] istniała możliwość oceny orientacji i dezorientacji w lokalnych

obszarach cienkiej folii. Jednakże takie badania są bardzo żmudne i długotrwałe, a możliwość oceny struktury sprowadza się jedynie do wybranych mikroobszarów (rys. 2.3). Szczegółowe badania wyznaczania orientacji i dezorientacji z wykorzystaniem TEM zawarto w pracy [26].



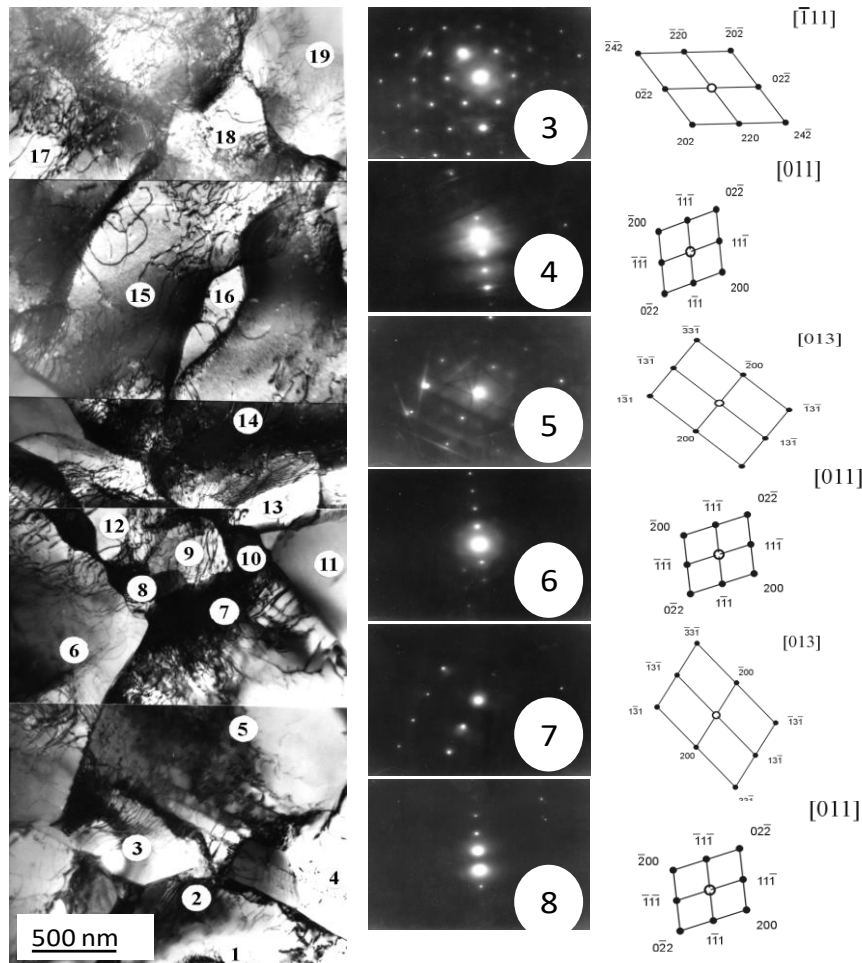
Rys. 2.3. Obraz TEM rozdrobionej struktury Al. Przy wykorzystaniu dyfrakcji Kikuchi wyznaczono dezorientację i mikroteksturę [26]

W sytuacji gdy próbki podlegają ciągłemu odkształceniu lub grubość preparatu jest niewystarczająca, obrazy dyfrakcyjne w większości przypadków nie wykazują linii Kikuchiego. Można wtedy wyznaczać dezorientacje krystalograficzne z dyfrakcji punktowej, niemniej jednak ten sposób określenia dezorientacji obarczony jest sporym błędem. Jak podaje Pumphrey [27], użycie prostej metody pomiaru dezorientacji krystalograficznej daje średni błąd rzędu $3^{\circ}25'$. Maksymalne odchylenie ok. 7° rejestruje się dla refleksów niskich rzędów, minimalne wartości odchylenia ok. $1^{\circ}5'$ są charakterystyczne dla refleksów wysokich rzędów. Przykład określenia dezorientacji krystalograficznej podano w pracy [19], a wybrane wyniki odnoszące się do struktury podziarnowej stali austenitycznej zamieszczono na rys. 2.4.

W celu oszacowania wzajemnej dezorientacji podziarn wybrano dobrze ukształtowane obszary struktury. Dla sąsiednich podziarn wykonano dyfrakcje dla określenia osi pasa. Dla układu regularnego RSC kąty międzypłaszczyznowe, które posłużyły do oszacowania kątów dezorientacji podziarn, liczone z zależności [28]:

$$\cos \varphi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \cdot \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}} \quad (2.4)$$

Dyfrakcje z poszczególnych podziarn wykonywano przy identycznym ustawieniu próbki względem wiązki elektronów.



Rys. 2.4. Struktura stali 5H17G17 po odkształceniu w temperaturze 1000°C z prędkością $0,23\text{s}^{-1}$. Cyfry 1÷19 oznaczają miejsca z których wykonano dyfrakcje. Na granicach podziarn podano wartości dezorientacji krystalograficznej [19]

2.3.2. Skaningowy transmisyjny mikroskop elektronowy - STEM

Skaningowy transmisyjny mikroskop elektronowy (STEM) stanowi wielofunkcyjne narzędzie pozwalające na wszechstronne zobrazowanie struktury materiału w zależności od rodzaju użytego detektora. STEM łączy cechy wspólne, które są charakterystyczne dla mikroskopu TEM oraz SEM. W przypadku konwencjonalnych mikroskopów TEM cały obszar próbki oświetlany jest wiązką elektronów równocześnie o średnicy wiązki większej od pola obserwacji (kilka milimetrów). Z kolei w przypadku STEM bardzo mała część obszaru jest oświetlana wiązką o średnicy znacznie mniejszej (ok. kilka tysięcznych milimetrów) od pola obserwacji. Wiązka jest przemieszczana (skanowana) po próbce, w związku z czym obraz nie powstaje równocześnie. O ile sposób powstawania obrazu jest typowy dla mikroskopu skaningowego, o tyle analizy struktury dokonuje się opierając się na cienkich foliach. Mikroskopy STEM działają przy napięciu przyspieszającym ok. 200 kV, podobnie jak mikroskopy TEM. Obrazy STEM nie są przekształcane przez




soczewki, w związku z czym nie występują wady związane z odwzorowaniem optycznym soczewek powiększających utworzony obraz. Urządzeniu temu przypisuje się dużą łatwość i szybkość obsługi. Od 2011 roku Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej wyposażony jest w Skaningowy Transmisyjny Mikroskop Elektronowy, który pracuje przy napięciu przyspieszającym 200 kV, wyposażony jest w działło FEG z emiterym Schottky'ego, ma niezbędne detektory umożliwiające analizę struktury i składu chemicznego. Obrót próbki możliwy jest w jednym kierunku w zakresie od 0° – 20° .

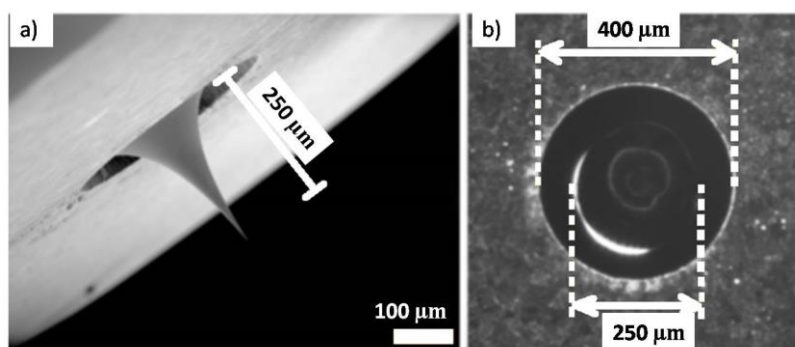
2.3.2.1. Źródło elektronów w STEM

W STEM wiązka elektronowa może zostać skupiona do średnicy ok. 0,05-0,2 nm. Gwarantuje to uzyskanie odpowiedniej zdolności rozdzielczej, co jest możliwe dzięki zastosowaniu odpowiedniego działła elektronowego. Istnieją dwa główne typy działł elektronowych, w których wykorzystuje się zjawisko termoemisji lub emisji polowej (FEG - ang. Field Emission Gun). Szczególnie działła z emisją polową elektronów znalazły zastosowanie jako źródło elektronów we współczesnych mikroskopach elektronowych, w tym STEM., między innymi dlatego, że działła FEG charakteryzują się najmniejszym rozmiarem źródła elektronów. Działła z emisją polową wyróżniają się najdłuższym czasem eksploatacji. Emitują elektrony koherentne o małym odchyleniu energetycznym, co bezpośrednio wpływa na poprawę zdolności rozdzielczej, gdyż wysoka stabilność energetyczna zmniejsza niekorzystny wpływ aberracji chromatycznej [29]. Głównym parametrem charakteryzującym działło elektronowe jest jasność źródła wiązki β (parametr ten definiuje się jako gęstość prądu do jednostkowego kąta bryłowego). Zwiększona jasność β jest efektem wytworzenia pola elektrycznego o dużym natężeniu, co bezpośrednio wpływa na uzyskanie odpowiedniej zdolności rozdzielczej [30]. W tabeli 2.4 zestawiono parametry różnych typów działł elektronowych.

Istota działła FEG tkwi w budowie igły (tipa), która jest niezwykle cienka na końcu (rys. 2.5). Dla igły o średnicy ostrza 100 nm przyłożenie napięcia 1 kV powoduje wygenerowanie pola elektrycznego skoncentrowanego na ostrzu tipa o natężeniu $E = 10^{10}$ V/m. Skoncentrowane pole elektryczne o dużym natężeniu może powodować naprężenia w emitującym elektrony ostrzu, dlatego materiał z jakiego wykonana jest katoda. musi cechować się odpowiednimi parametrami mechanicznymi. Najczęściej stosuje się krystaliczną igłę wolframową o orientacji kryształu $\langle 310 \rangle$.

Zestawienie parametrów dział elektronowych [30, 31]

Parametr	Jednostka	Katoda wolframowa	LaB ₆	Działo z emisją Schotky'ego	Działo z zimną emisją polową
					
Jednostka wyjścia	eV	4,5	2,4	3,0	4,5
Stała Richardsona	A/m ² K ²	6x10 ⁹	4x10 ⁹		
Temperatura pracy	K	2700	1700	1700	300
Gęstość prądu	A/m ²	5	10 ²	10 ⁵	10 ⁶
Jasność	A/m ² sr	10 ¹⁰	5x10 ¹¹	5x10 ¹²	10 ¹³
Rozmycie energetyczne	eV	3	1,5	0,7	0,3
Stabilność prądu emisji	%/h	<1	<1	<1	5
Próżnia	Pa	10 ⁻²	10 ⁻⁴	10 ⁻⁶	10 ⁻⁹
Czas życia	h	100	1000	>5000	>5000



Rys. 2.5. Obraz SEM supresora z zainstalowaną igłą, a) widok z boku, b) widok z góry [30]

Elektrony są emitowane z wierzchołka tipa przez zjawisko tunelowania. Efekt tunelowy zachodzi w przypadku źródeł FEG w temperaturze pokojowej – nie ma więc konieczności ogrzewania katody do wysokich temperatur jak w przypadku dział z termoemisją, przy czym powierzchnia ostrza powinna być czysta. W związku z tym źródła FEG powinny działać w bardzo restrykcyjnych warunkach próżniowych (10⁻⁹ Pa). Ewentualnie źródło może być podgrzewane. Podgrzanie katody powoduje usunięcie zanieczyszczeń i umożliwia pracę działu w mniej restrykcyjnych warunkach próżniowych (10⁻⁵ Pa). Zwilżanie ostrza ciekłym ZrO₂ poprawia stabilność pracy

działa FEG. Połączenie emisji polowej FEG z podgrzewaniem katody i zwilżanie jej ZrO_2 stanowi podstawę działania emiterów Schottky'ego. Działa tego typu są uważane za najbardziej optymalne rozwiązanie emisji elektronów w mikroskopii elektronowej. Działo z emisją polową (emiter Schottky'ego) charakteryzuje się wiązką elektronów o wysokiej stabilności w długim okresie ($<0,4\%/10$ godz.) przy jednoczesnym zapewnieniu wysokiej wartości prądu wiązki (200 nA).

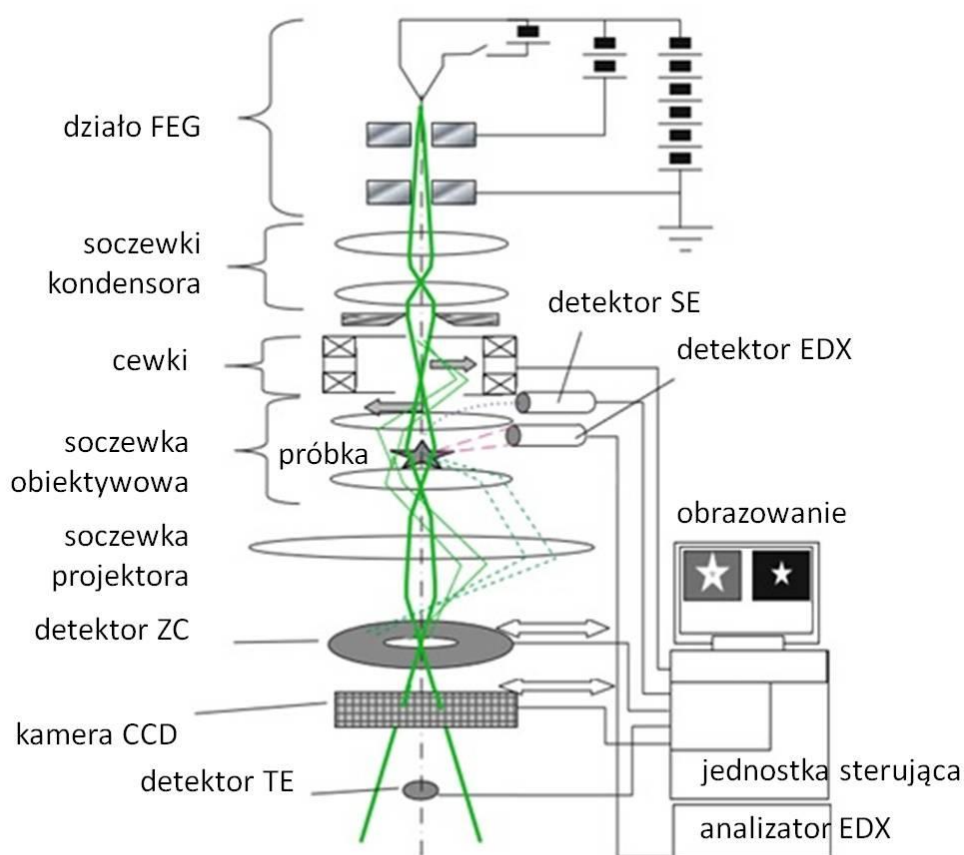
2.3.2.2. Detektory w STEM i obrazowanie struktury

Wiązka pierwotna elektronów wygenerowana z działa (FEG), a następnie ukształtowana przez układ optyczny, składający się z soczewek kondensora oraz obiektywu (rys. 2.6), skanuje powierzchnię preparatu (podobnie jak w przypadku SEM) [31]. Sygnały emitowane z próbki (energie elektronów) docierają do odpowiednich detektorów. Rozwiązania konstrukcje typowych mikroskopów STEM przewidują następujące detektory:

- SE (Secondary Electron) - detektor elektronów wtórnych pozwalający na obserwację powierzchni próbki,
- EDX (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) - detektor promieniowania rentgenowskiego pozwalający na analizę składu chemicznego,
- TE (Transmitted Electron) - detektor elektronów przechodzących, tzw. pole jasne STEM,
- ZC (Kontrast Detektor) - detektor elektronów rozproszonych, tzw. pole ciemne STEM.

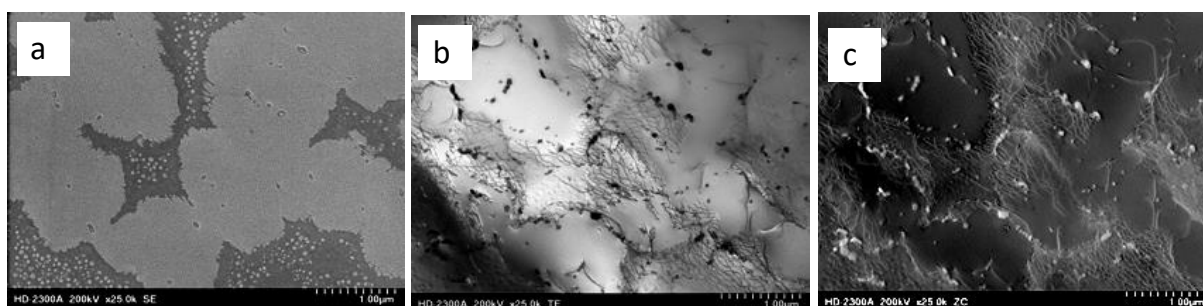
Powstający sygnał z oddziaływania wiązki elektronów z materiałem jest rejestrowany (zapisywany cyfrowo) i wyświetlany na monitorze w postaci obrazu.

Mikroskop STEM Hitachi HD-2300A pracuje w trzech trybach: w trybie klasycznym z możliwością powiększania struktury do 600 tys. razy, w trybie HR TEM, w którym obraz może być powiększony 2 miliony razy, oraz w trybie UHR TEM z możliwością powiększania obrazu struktury do 6 milionów razy. Istotna dla tej grupy mikroskopów jest prosta obsługa. Najczęściej stosowanymi preparatami do analizy struktury są cienkie folie.



Rys. 2.6. Składowe mikroskopu STEM [31]

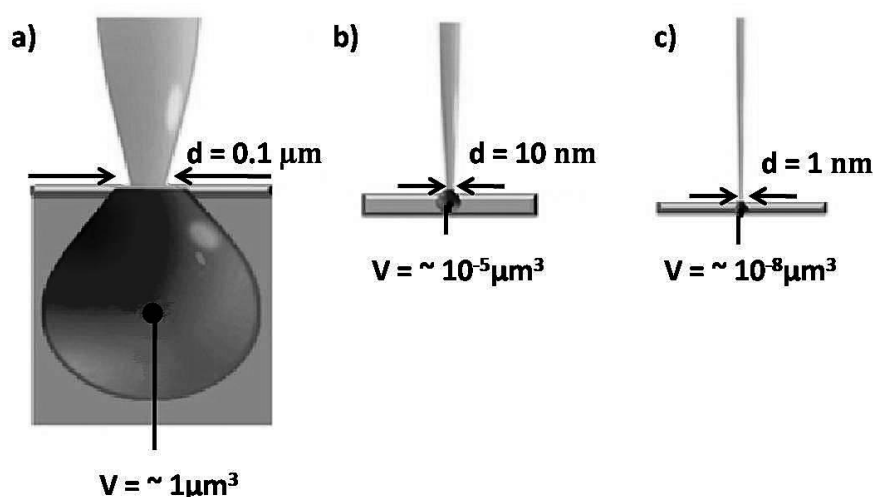
Sygnaly SE, BF oraz ZC w STEM można uzyskać jednocześnie; umożliwia to bezpośrednią korelację obrazów (rys. 2.7).



Rys. 2.7. Mikrostruktura nadstopu niklu a) obraz utworzony z wykorzystaniem detektora SE, b) obraz utworzony z wykorzystaniem detektora BF, c) obraz utworzony z wykorzystaniem detektora ZC, badania własne

Detektor EDS. Ważnym elementem składowym mikroskopu STEM jest analizator EDX (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy). Wysyłane przez próbkę promieniowanie X zbierane jest w detektorze EDS, a następnie sygnał jest przetwarzany i wyświetlany w postaci widma będącego zależnością licznych zliczeń

w funkcji energii promieniowania. Wartości energii promieniowania charakterystycznego pozwalają na identyfikację pierwiastków w próbce, podczas gdy intensywność (wysokość pików) umożliwia analizę ilościową [32, 33]. Analiza EDS pozwala na identyfikację pierwiastków o liczbie atomowej Z większej od 3 (czyli od boru, dla którego $Z=4$). Detektor EDS zapewnia możliwość rejestracji promieniowania rentgenowskiego: z punktu, wzdłuż dowolnie poprowadzonej linii (tzw. linescan), z obszaru skanowanego wiązką elektronową (tzw. mapping). Gwarancja wykrywalności pierwiastka wynosi ok. 0,1% [14]. Zasada generowania promieniowania X i jego detekcja przez detektor EDS jest taka sama jak w mikroskopie SEM. Z uwagi jednak na pewne odrębności konstrukcyjne mikroskopów i zastosowane napięcia przyspieszające można zauważyć znaczące różnice, dotyczące m.in. rozdzielczości analizy EDS i głębokości penetracji próbki [34]. Analizator pozwala na określenie składu chemicznego z wysoką zdolnością rozdzielczą, która zależy od średnicy wytworzonej wiązki.

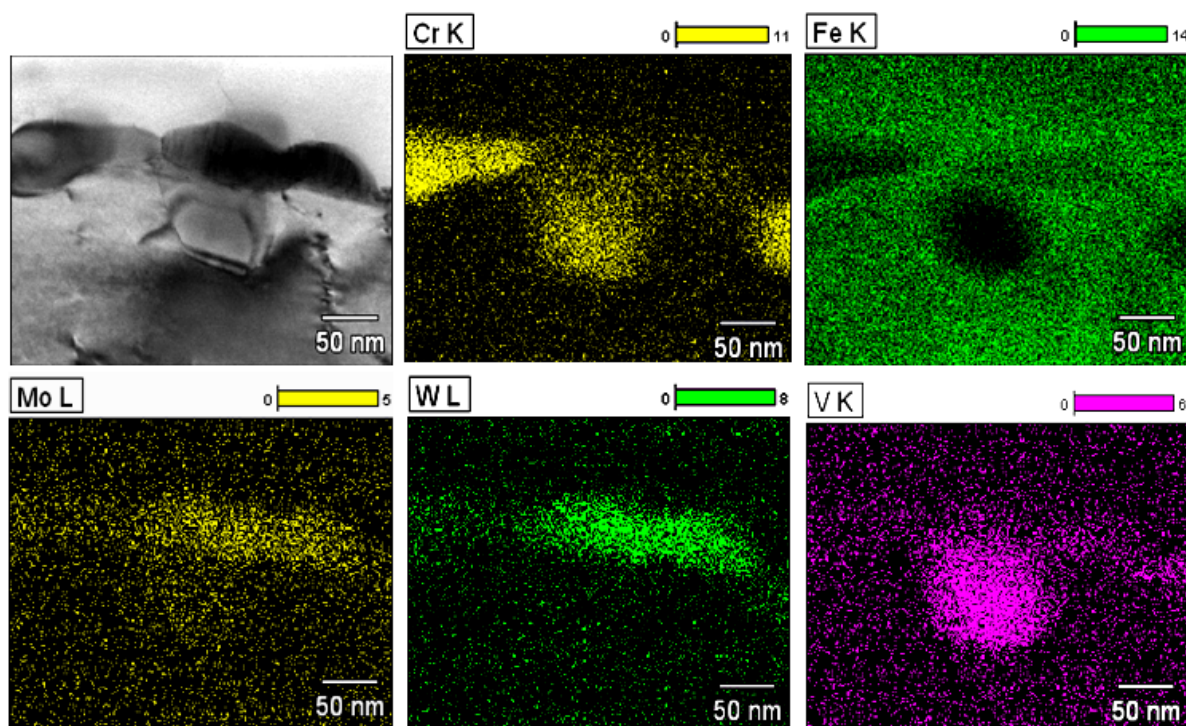


Rys. 2.8. Objętość aktywowana, a) próbka masywna w SEM, b) cienka folia w przypadku katody typu LaB6, c) cienka folia w przypadku katody typu FEG [16]

Z rys. 2.8 wynika, że obszar wzbudzenia w cienkiej folii jest porównywalny ze średnicą utworzonej wiązki z wykorzystaniem działa FEG. Ze względu na niewielką grubość preparatu (100 nm – 200 nm) wiązka prawie wcale nie ulega rozproszeniu. Mała objętość wzbudzanego materiału wymaga użycia czułych detektorów EDS.

Zastosowany system skanowania wiązki oznacza, że STEM nadaje się do technik analitycznych. Analiza taka pozwala na ocenę ilości i rodzaju pierwiastków (analiza składu jakościowego i ilościowego) znajdujących się w badanej próbce z dużą dokładnością i precyzją. Przykład zastosowania mikroskopu STEM i EDS zobrazowano na rys. 2.9 i w tabeli 2.5. Do analizy składu chemicznego w stali

12CrMoWCuVNb po zastosowaniu 100 000 godz. ekspozycji, wykorzystano analizę z punktu, a dodatkowo przeprowadzono analizę z powierzchni próbki w postaci cienkiej folii [35]. Zrealizowane badania pozwoliły sklasyfikować skład chemiczny wydzieliń, a dodatkowo dzięki mapowaniu powierzchni określono morfologię oraz wielkość wydzieliń. Zastosowanie tej techniki badawczej z dużą dokładnością pozwala na scharakteryzowanie nanobszarów różniących się składem chemicznym (rys. 2.9).



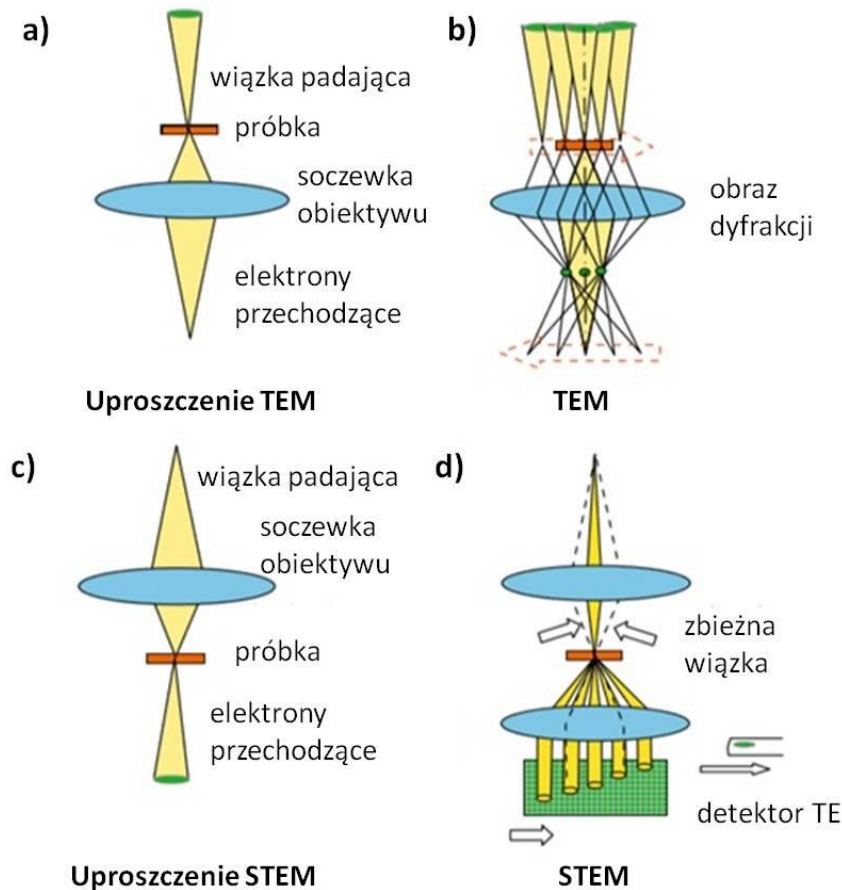
Rys. 2.9. STEM- EDS mapping wydzieliń M₂₃C₆, MX i fazy Lavesa w stali 12CrMoWCuVNb [35]

Tabela 2.5

Skład chemiczny wydzieliń w stali 12CrMoWCuVNb [35]

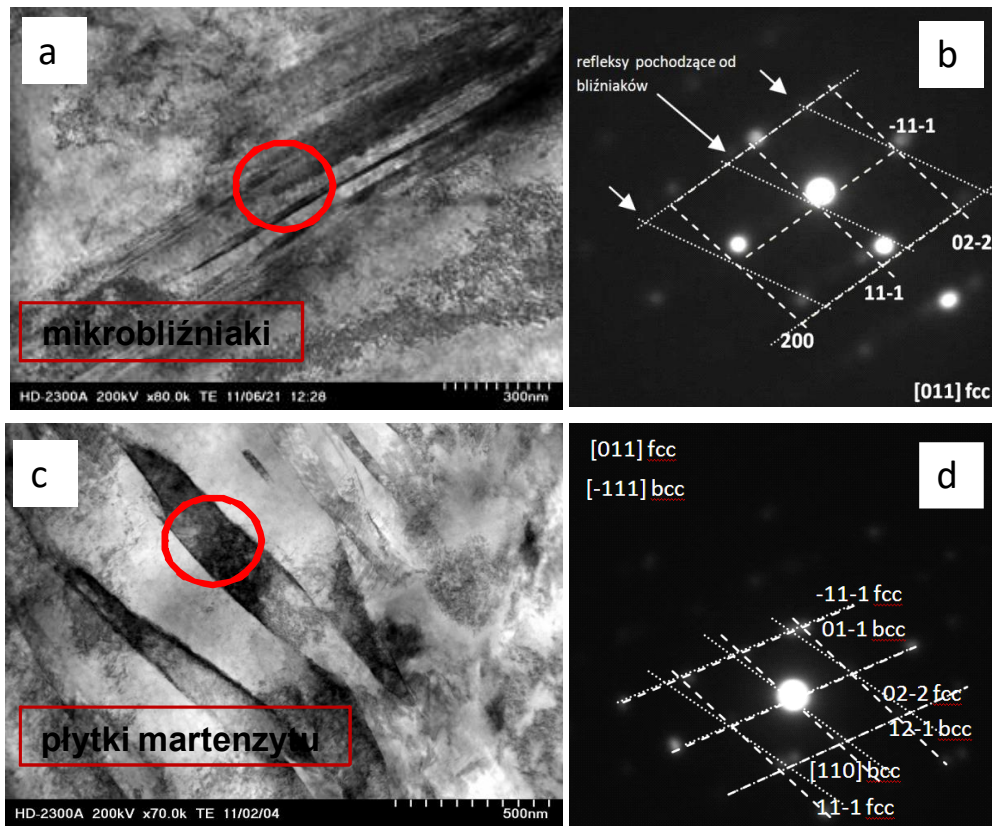
12CrMoWCuVNb		Skład chemiczny wt. %						
		Cr	Fe	Mo	V	Nb	W	
M ₂₃ C ₆	Nieregularne o średnicy ok. 200 -300 nm obserwowane w sąsiedztwie fazy Lavesa phase i/lub MC(X)	53,4	29,0	1,9	3,5	-	12,0	
		56,5	26,8	2,2	0,4	-	14,0	
		69,5	17,9	-	-	-	12,4	
		73,3	17,1	-	-	-	9,6	
		70,7	18,7	-	-	-	10,4	
		64,4	24,3	10,0	-	-	1,3	
		63,9	24,9	9,8	0,7	-	0,6	
		55,5	26,4	18,1	-	-	-	
		63,1	26,0	10,9	-	-	-	
		69,3	17,5	4,0	-	-	9,2	
		61,5	16,0	4,3	0,6	-	17,5	
		66,0	14,9	4,4	-	-	14,6	
		64,0	18,3	3,7	0,8	-	13,2	
		66,7	15,6	3,4	-	-	14,3	
	68,7	15,1	4,0	0,2	-	12,0		
	Średnia	64,4	20,6	5,1	0,4	-	9,4	
Płytkowe O średnicy ok. 100 nm -200 nm	60,9	25,7	-	0,5	-	12,8		
	57,7	28,8	-	-	-	13,2		
	51,9	32,9	-	-	-	15,1		
	69,4	19,1	-	-	-	11,4		
	62,6	15,9	3,8	0,5	-	17,0		
	67,7	20,8	2,3	0,3	-	8,8		
	63,8	15,9	3,7	-	-	16,6		
	67,9	15,8	3,7	-	-	12,4		
	62,8	14,7	3,6	0,7	-	18,1		
	64,2	13,9	3,1	3,6	-	15,1		
	Średnia	62,9	20,3	2,0	0,6	-	14,0	
Sferoidalne o średnicy ok. 50 nm	55,3	10,6	-	-	-	34,1		
	60,1	10,1	-	8,8	-	20,9		
	60,6	13,8	4,0	-	-	21,6		
		Średnia	58,7	11,5	1,3	2,9	-	25,5
Z phase	46,3	5,8	-	30,9	16,9	-		
	49,5	5,7	-	37,4	7,4	-		
	47,7	4,5	-	30,7	17,0	-		
	53,1	10,5	-	36,4	-	-		
	48,1	10,7	-	35,3	5,8	-		
		Średnia	49,0	7,4	-	34,1	9,4	-
Laves phase	11,9	54,6	4,6	-	-	28,8		
	8,6	28,7	10,7	-	-	52,0		
	11,1	52,8	3,4	-	-	32,6		
	21,4	24,9	9,9	-	-	43,8		
	7,8	27,9	10,9	-	-	53,4		
	7,7	26,7	8,4	-	-	56,9		
	6,1	31,4	9,9	-	-	52,4		
		Średnia	10,6	35,3	8,3	-	-	45,7
Prawie równoosiowe o średnicy ok. 50 nm	10,5	25,4	9,2	-	-	54,9		
	10,0	24,4	12,7	-	-	52,9		
		Średnia	10,2	24,9	11,0	-	-	53,9
MC(X)	Sferoidalne o średnicy ok. 50 nm	13,0	6,7	3,1	41,4	34,1	1,7	
		16,5	-	3,2	71,7	-	8,6	
		8,0	21,3	7,6	-	50,3	12,8	
		Średnia	12,5	9,3	4,6	37,7	28,1	7,7
	Romboedryczne o średnicy ok. 50 nm	3,1	1,5	-	95,4	-	-	
		2,9	1,4	-	95,4	-	-	
6,0		-	-	94,0	-	-		
3,5		1,9	-	94,5	-	-		
	Średnia	3,7	1,0	-	95,2	-	-	

Dyfrakcja elektronowa. Obraz dyfrakcji elektronów można również rejestrować w STEM. Wiązka elektronów w odróżnieniu od TEM jest ogniskowana na preparacie (rys. 2.10) do obszaru o średnicy kilku nanometrów [31, 36]. W związku z tym powstający obraz dyfrakcji przypomina dyfrakcję uzyskaną w zbieżnej wiązce CBED (ang. Convergent Beam Electron Diffraction) (rys. 2.10). Na charakter dyfrakcji wpływają m.in. kąt zbieżności wiązki, średnica wiązki, a także rozdzielczość kamery CCD.



Rys. 2.10. Obrazy dyfrakcji utworzone w: a), b) TEM i c), d) STEM [31]

Technika ta umożliwia identyfikację fazową nanoobjektów o średnicy ok. 1 nm. Przykład badań z wykorzystaniem analizy dyfrakcyjnej w nanoobszarach pokazano na rys. 2.11.

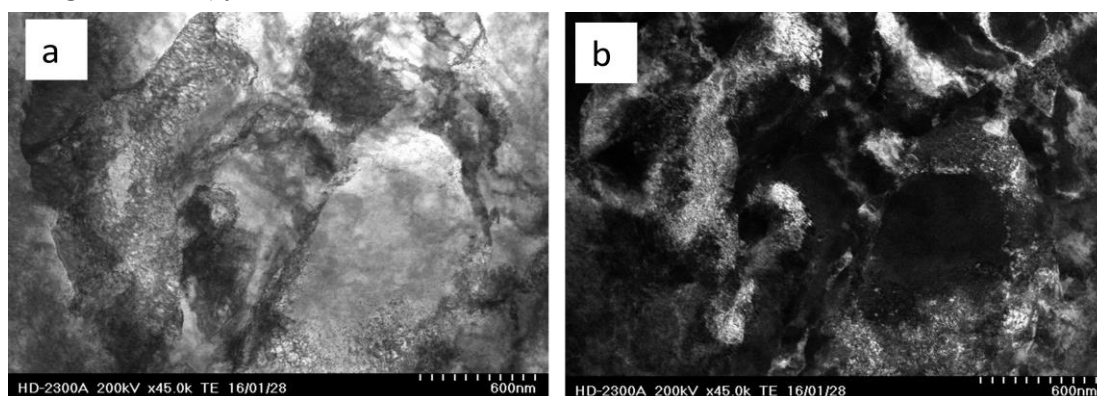


Rys. 2.11. Mikrostruktura stali: a) z efektem TWIP, b) nanodyfrakcja elektronowa, c) z efektem TRIP, d) nanodyfrakcja elektronowa, badania własne

Detektor SE. Detektor ten pozwala na analizę powierzchni materiału przy wykorzystaniu cienkich folii lub materiałów proszkowych, które uprzednio muszą zostać naniesione na siateczki z powłoką węglową. Można również stosować w badaniach preparaty grubsze (ok. 1 mm), które mocowane są w specjalnych uchwytach.

Detektor TE. Dzięki użyciu detektora (TE) położonego osiowo do przechodzącej wiązki elektronów rejestrowany jest sygnał pochodzący od elektronów odbitych pod niewielkimi kątami, co w efekcie daje obraz w polu jasnym. Ten typ obrazowania jest często wykorzystywany do tworzenia tzw. obrazów uzupełniających dla obrazowania z zastosowaniem detektora ZC. Oznacza to, że w przypadku obrazowania STEM głównej roli w badaniach strukturalnych nie przypisuje się właśnie temu detektorowi, choć detektor TE, może być również wykorzystany do uzyskania obrazów o rozdzielczości atomowej. Powstający obraz jest typowy dla obrazu BF (pole jasne) mikroskopii transmisyjnej. Do tworzenia takich obrazów stosuje się przede wszystkim kontrast dyfrakcyjny. Istota tego kontrastu wynika z faktu, że niektóre mikroobszary w próbce (spełniające warunek Bragga) rozpraszają padającą wiązkę elektronów o wiele bardziej niż inne mikroobszary [37]. Dzięki temu kontrastowi możliwa jest obserwacja defektów struktury krystalicznej, takich jak dyslokacje [38] (rys. 2.11,

2.12), granice ziaren czy wydzielen. W TEM przy idealnie spełnionym warunku odbicia Bragga (gdy $s=0$) kontrast jest najlepszy (gdy s odbiega od 0, to kontrast jest mniejszy). Jeśli w danych warunkach nie dochodzi do rozpraszania wiązki, oznacza to, że warunek Bragga nie jest spełniony [37, 38]. Dlatego konieczne jest pochylenie próbki z wykorzystaniem goniometru, tak aby ustawić próbkę w odpowiedniej orientacji, spełniającej warunek odbicia. Mikroskopy TEM wykazują lepszy kontrast dyfrakcyjny niż obrazy uzyskane w STEM. W TEM aperturą obiektywu wybiera się jedną rozproszoną wiązkę spełniającą warunek Bragga [38], natomiast w przypadku mikroskopów STEM detektor zbiera kilka wiązek rozproszonych [31], co istotnie zmniejsza kontrast dyfrakcyjny. Uzyskanie pola ciemnego w STEM odbywa się przez nachylenie wiązki. W tym przypadku widoczne są obszary różniące się dezorientacją krystalograficzną (rys. 2.12).



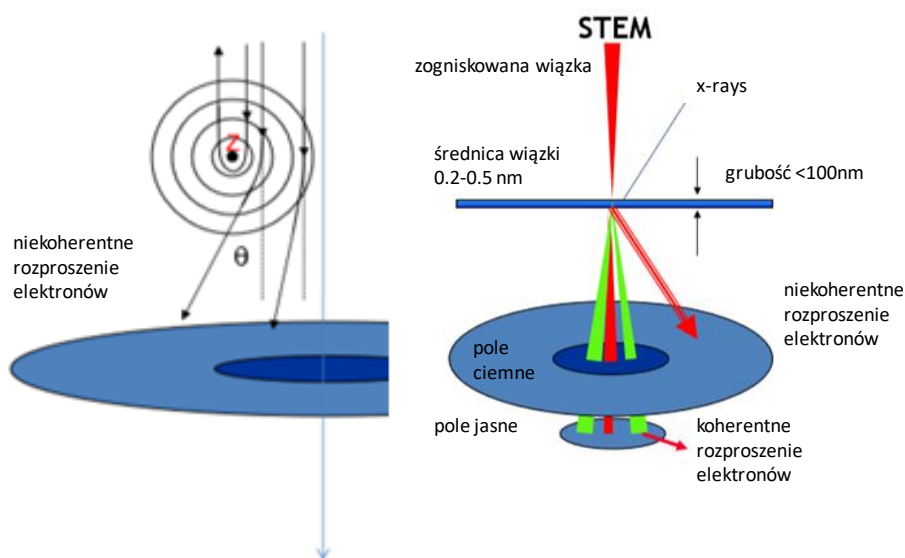
Rys. 2.12. Mikrostruktura stopu CuCr_{0,6} po odkształcaniu SPD: a) w jasnym polu b) w ciemnym polu widzenia, badania własne

Detektor ZC. Tworzenie obrazu w polu ciemnym wymaga zastosowania detektora pierścieniowego (HAADF - high angle annular dark field) [31, 40]. Do tworzenia obrazów w polu ciemnym (ZC) wykorzystuje się zjawisko rozpraszania sprężystego, podczas którego dochodzi do zmiany trajektorii poruszających się elektronów bez zmian energii elektronów. Kąt rozproszenia może mieścić się w zakresie $0 < \theta < 180^\circ$. Gdy elektron zbliża się do jądra atomowego, siła oddziaływania wzrasta, zwiększa się również kąt rozproszenia θ . Wyróżnia się dwa mechanizmy, w wyniku których dochodzi do zmiany trajektorii elektronu [41]:

- skutek kulombowskiego oddziaływania z dodatnim potencjałem jąder atomowych – znaczna zmiana trajektorii elektronu. Niekiedy możliwe jest nawet całkowite wsteczne rozproszenie elektronu na jądrze atomowym $\theta = 180^\circ$;
- skutek kulombowskiego odpychania z chmurą elektronów wokół jąder atomowych – zmiana toru elektronu rozpraszanego jest niewielka. Jest to tzw. niskokątowe rozproszenie sprężyste (rozpraszanie niekoherentne).

Prawdopodobieństwo, że wskutek rozproszenia sprężystego dojdzie do odchylenia wiązki pierwotnej o kąt θ , określa tzw. przekrój czynny σ [39], który zależy od ładunku jądra atomowego Z , kąta rozpraszania i energii elektronów wiązki pierwotnej. Wynika z tego, że prawdopodobieństwo rozpraszania sprężystego elektronów na atomach próbki jest większe dla próbek zawierających pierwiastki o większej liczbie atomowej Z . Im mniejszy jest kąt rozpraszania θ , tym mniej elektronów zmieni trajektorie pod kątem wyższym niż 5° . Zatem rozpraszanie sprężyste przeważać będzie dla pierwiastków o większej liczbie atomowej Z .

Idea obrazowania struktury z wykorzystaniem oddziaływania sprężystego niekoherentnego (rozpraszanie pod kątami większymi niż 5°) z użyciem szerokątowego pierścieniowego detektora HAADF do obrazowania struktury materiału różniącej się składem chemicznym, gdzie uzyskany kontrast jest proporcjonalny do kwadratu liczby atomowej Z , stała się znaną techniką w mikroskopach STEM (rys. 2.13). Jeśli różnica w liczbie atomowej pierwiastków, z których składa się próbka, jest zbyt mała, interpretacja obrazów może być niemożliwa [42].



Rys. 2.13. Schematyczna interpretacja koherentnego i niekoherentnego rozproszenia elektronów na cienkiej próbce z wykorzystaniem detektora TE i ZC [31]

Do tworzenia obrazów z wykorzystaniem ZC ma zastosowanie kontrast rozprozeniowy (mass-thickness kontrast). Kontrast ten jest efektem niespójnego (niekoherentnego) rozpraszania sprężystego. W obszarach o większej liczbie atomowej i większej grubości dochodzi do silniejszego rozpraszania elektronów. Ten typ kontrastu do odwzorowania struktury pozwala na tworzenie obrazów o wysokiej rozdzielczości, szczególnie tych faz, które różnią się składem chemicznym [41]. Ten

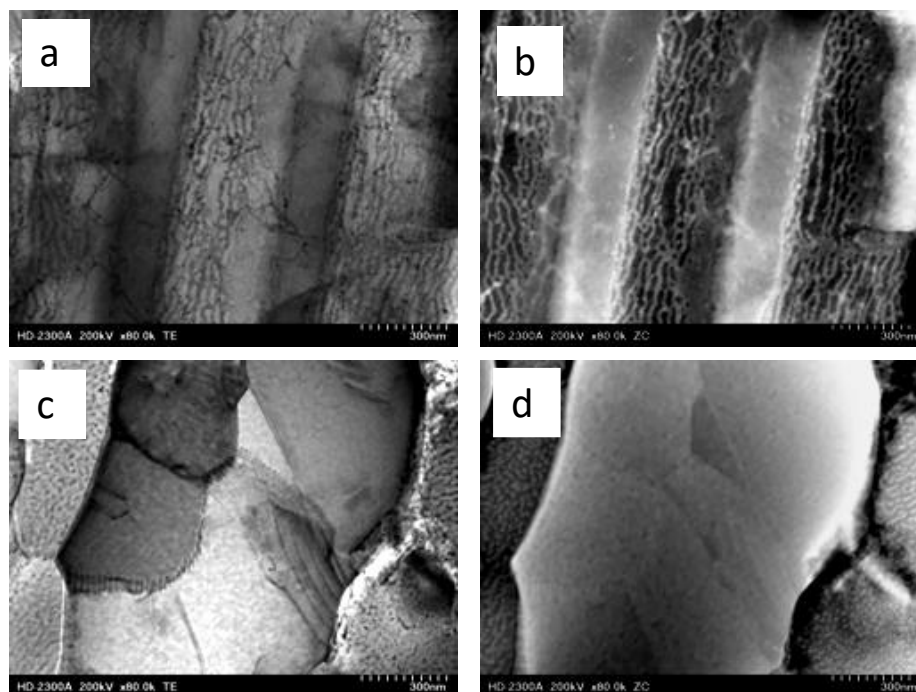
typ kontrastu jest wykorzystywany również w badaniu preparatów biologicznych czy tworzyw polimerowych [40]. Z tego względu przez wiele lat metody kontrastu ZC znalazły zastosowanie prawie wyłącznie w naukach biologicznych.

W STEM obraz uzyskany dzięki kontrastowi rozproszeniowemu jest szczególnie przydatny w przypadku próbek grubych i/lub czułych na wiązkę.

Obrazowanie struktury przy wykorzystaniu rozpraszania niekoherentnego cechuje się lepszą rozdzielczością niż koherentne odwzorowanie struktury z zastosowaniem kontrastu fazowego [31, 39]. Obrazy utworzone dzięki kontrastowi ZC mogą wykazywać rozdzielczość na poziomie atomowym [43, 44]. Zatem obrazowanie STEM za pomocą detektora ZC stało się atrakcyjną techniką w mikroskopii wysokorozdzielczej UHR dzięki możliwości bezpośredniej interpretacji struktury. W przypadku kontrastu fazowego grubość preparatu, orientacja, współczynnik rozproszenia i astygmatyzm będą wpływały na uzyskanie obrazu sieci krystalicznej o rozdzielczości atomowej. Wynika z tego, że w mikroskopii TEM UHR efekty strukturalne wynikające z kontrastu fazowego nie będą jednoznaczne i obrazy takie o rozdzielczości atomowej należy porównać z symulacjami w celu umożliwienia interpretacji. Tymczasem zaletą obrazowania ZC w trybie UHR jest możliwość wizualnego odróżnienia odmiennych płaszczyzn atomowych różniących się składem chemicznym. Dodanie korektora aberracji sferycznej do STEM umożliwiło skupienie wiązki elektronów do średnic poniżej 1 nm, co jednocześnie pozwoliło na uzyskanie obrazów o porównywalnej zdolności rozdzielczej. Dzięki temu możliwa była identyfikacja pojedynczych kolumn atomowych. Pierwszy mikroskop STEM zawierający korektor aberracji sferycznej został zademonstrowany w 1997 r. [31], o rozdzielczości 0,19 nm, a wkrótce potem w 2000 r. o rozdzielczości ok. 0,136 nm [31, 39]. Od tego czasu opracowano zaawansowane mikroskopy STEM z aberracją sferyczną i chromatyczną, z rozdzielczością poniżej 50 pm [31]. Należy dodać, że obraz ZC słabo zależy od grubości próbki i ostrości obiektywu. Zmienia się powoli i płynnie z grubością próbki. Przy stosunkowo grubych próbkach dochodzi do utraty kontrastu.

Niekoherentny sygnał ZC w dużym stopniu zachowuje kontrast dyfrakcyjny obrazu BF (rys. 2.14). Widać, że detektor zbiera również wiązki ugięte pod małymi kątami, a obraz dyslokacyjny widoczny na obrazach ZC jest częściowo także tworzony dzięki kontrastowi dyfrakcyjnemu. Dzięki temu uzyskany obraz jest podobny do obrazów konwencjonalnych utworzonych dzięki detektorowi TE. Dzięki obrazom ZC interpretacja strukturalna jest dużo łatwiejsza. Z rys. 2.14 wynika, że obraz uzyskany dzięki ZC wpływa na poprawę widoczności poszczególnych składników

strukturalnych. W przypadku najmniejszych elementów struktury można z łatwością otrzymać dokładne dane o rozmiarach faz i ich morfologii w przeciwieństwie do obrazów tworzonych z wykorzystaniem detektora TE.



Rys. 2.14. Mikrostruktura stopu Al-Cu po odkształceniu: a, c) obraz BF b, d) obraz ZC, badania własne

2.4. Uwagi końcowe

Na Wydziale Inżynierii Materiałowej Politechniki Śląskiej badania strukturalne z wykorzystaniem TEM zostały zapoczątkowane wraz z zakupem mikroskopu TESLA BS613, który pracował przy napięciu przyspieszającym 120 kV. Mikroskop został zainstalowany w ówczesnym Instytucie Inżynierii Materiałowej Politechniki Śląskiej. To nowoczesne urządzenie jak na owe czasy było szczególnie przydatne do analizy struktury metodą replik, w tym replik ekstrakcyjnych. Pionierem w prowadzeniu badań był wówczas Wojciech Szkliniarz. W 1972 roku uruchomiono w Zakładzie Materiałoznawstwa Instytutu Inżynierii Materiałowej Politechniki Śląskiej jeden z pierwszych w kraju, nowoczesny konwencjonalny mikroskop TEM JEM Jeol 100B pracujący przy napięciu przyspieszającym 100 kV. Do badania struktury głównie metali i stopów wykorzystywano techniki badawcze, które mikroskop oferował, a były to techniki pola jasnego, pola ciemnego oraz dyfrakcja elektronów (dyfrakcja selektywna oraz mikrodyfrakcja). Tą techniką badawczą przez wiele lat zajmowali się

wówczas Wojciech Szkliniarz, Adam Hernas oraz Krystyna Zębała. Wnieśli oni liczne zasługi w zakresie analizy zjawisk strukturalnych z wykorzystaniem tej niezwykle trudnej i żmudnej techniki badawczej materiałów inżynierskich. W ramach badań z użyciem TEM zrealizowano liczne prace naukowo-badawcze, opracowano rozprawy doktorskie, a także habilitacyjne.

Początkowo cienkie folie wykonywano metodą nowatorską, wykorzystując technikę polerowania elektrolitycznego na opracowanym stanowisku laboratoryjnym. Następnie pojawiły się urządzenia do przygotowywania cienkich folii: były to ścienniarki elektrolityczne Tenupol 3 i Tenupol 3 Firmy Struers. W przygotowanie preparatyki do badań TEM, nieocenione zasługi miał zespół obsługi technicznej, głównie Teresa Gaska, która przez wiele lat zajmowała się przygotowywaniem preparatów do TEM, ustalając warunki metodyczne zapewniające powtarzalność wyników badań. Prace badawcze na mikroskopie TEM były prowadzone do 2011 roku.

W roku 2009 na wydziale został zainstalowany mikroskop STEM - Hitachi HD-2300A, pracujący przy napięciu 200 kV z działem typu FEG o zdolności rozdzielczej 0,2 nm. Zastosowanie tego typu mikroskopu w badaniach strukturalnych poszerzyło możliwości badawcze (wykorzystanie potencjału mikroskopu do obrazowania struktury w trybie tzw. ZC, analiza składu chemicznego i fazowego w nanoobszarach) i dało szansę na precyzyjne badanie struktury z odpowiednio dużą zdolnością rozdzielczą. Przez zastosowanie badań z wykorzystaniem TEM oraz STEM były m.in. wspomagane następujące grupy zagadnień:

- mikrostrukturalne podstawy procesów odkształcania oraz umacniania stali i stopów, w tym procesy odkształcania SPD,
- problematyka trwałości resztkowej elementów instalacji energetycznej po długotrwałej eksploatacji,
- strukturalne i metalurgiczne czynniki decydujące o jakości i właściwościach użytkowych nadstopów na osnowie niklu.

Badania z wykorzystaniem TEM i STEM były prowadzone dla różnych materiałów, m.in. były to metale: Fe, Ti, Mg, Al, Cu oraz ich stopy; stopy na osnowie faz międzymetalicznych Fe-Al, Ni-Al; nadstopy Ni i Co; stale austenityczne, ferrytyczne, stale typu DUPLEX, stale typu TRIPLEX, TWIP i TRIP.

Obecnie techniką badawczą STEM zajmują się Iwona Bednarczyk, Bartosz Chmiela, Jacek Chrapoński i Kinga Rodak.

Pięćdziesięcioletni dorobek zespołów badawczych w zakresie mikroskopii TEM/STEM zaowocował licznymi osiągnięciami dotyczącymi przedstawionej

problematyki. Od roku 2010, czyli od momentu zainstalowania mikroskopu STEM dorobek obejmuje: 111 prac naukowych w postaci artykułów opublikowanych w czasopismach polskich oraz zagranicznych, 24 projekty badawcze, 10 prac doktorskich, 3 prace habilitacyjne, ponadto inne liczne prace naukowo-badawcze.

Bibliografia

1. Abbe E., Die optischen Hilfsmitteln der Mikroskopie, Braunschweig, 1878.
2. de Broglie L., Recherches sur la Theorie des Quanta, Annales de Physique, 3, 22, 1925.
3. Schrodinger E., Quantisierung als Eigenwert problem, Annalen der Physik, 384, 273, 1926.
4. Hawkes P.W., The beginning of electron microscopy, Academic Press, New York, 1985.
5. Marton L., Early history of electron microscope, San Francisco Press, 1968.
6. Knoll M., Ruska E., Das Elektronenmikroskop, Zeitschrift für Physik, 78, 318, 1932.
7. J.H. Reisner, An Early History of the Electron Microscope in the United States, Advances in Electronics and Electron Physics, 73, 133, 1989.
8. Everhart T.E., Thornley R.F.M., Journal of Scientific Instruments, 37, 246, 1960.
9. von Ardenne M., Das Elektronen-Rastermikroskop. Praktische Ausführung, Z. Technical Physics, 19, 4.07, 1938.
10. von Ardenne M., Das Elektronen-Rastermikroskop, Theoretische Grundlagen, Zeitschrift für Physik (in German), 109, 553, 1938.
11. Crewe A.V., Field emission and an electron gun, Microscope design using field emission and Contrast mechanisms in a high resolution scanning microscope. Electron Microscopy in Materials Science (Ed. by. U. Valdre), Academic press, New York, 1970.
12. Crewe A.V., Scanning transmission electron microscopy, Journal of Microscopy, 100, 247, 1974.
13. Crewe A.V., Wall J., Welter L.M., A high-resolution scanning transmission electron microscope. Journal of Applied Physics, 39, 586, 1968.
14. Crewe A.V., Wall J., Contrast in a high resolution scanning electron microscope, Optik 30, 461, 1970.
15. Crewe A.V., Towards the ultimate scanning electron microscope, in Scanning Electron Microscopy 1985 II. Chicago: SEM Inc., 467, 1985.

16. Williams D.B, Carter C.B, Transmission electron microscopy- a textbook for Materials science, Plenum Press, 1996.
17. Head A.K., Computed Electron Micrographs and Defect Identification, University of Melbourne, Australia, 1973.
18. Jabłońska M., Wpływ parametrów odkształcania plastycznego na gorąco na strukturę i właściwości stopu Fe-38Al, Rozprawa doktorska, Katowice, 2005.
19. Rodak K., Procesy dynamicznej odbudowy struktury stali austenitycznych odkształczanych na gorąco, Rozprawa doktorska, Katowice, 2000.
20. Martin U., Mühle U., Oettel H., The quantitative measurement of dislocation density in the transmission electron microscope, *Praktische Metallographie* 32, 467, 1995.
21. Ham R.K., The determination of dislocation densities in thin films, *Philosophical Magazine*, 6, 1183, 1961.
22. Bednarczyk I., Mechanizmy odbudowy struktury stopów na podstawie faz międzymetalicznych z układu Fe-Al po odkształceniu plastycznym na gorąco, Rozprawa doktorska, Katowice, 2010.
23. Bradley E.R., *Materials Science and Engineering*; 63, 239, 1984.
24. Kozubowski J.A., *Metody transmisyjnej mikroskopii elektronowej*, Wydawnictwo Śląsk, 1975.
25. Richert M., Chruściel K., Długopolski J., Baczmański A., Program Kilin. Orientacja, dezorientacja i makrotekstura (program komputerowy).
26. Praca własna niepublikowana, Raport NCN UMO-2013/09/B/ST8/01695.
27. Pumphrey P.H., Bowkett K.M., Electron diffraction in the electron microscope, *Phys. Stat. Sol. A*, 2, 33, 1970.
28. Andrews K. W. i wsp.; *Interpretation of electron diffraction patterns*, A. Hilger LTD, 1971.
29. Crewe A.V., Field emission and an electron gun, *Microscope design using field emission and Contrast mechanisms in a high resolution scanning microscope*, *Electron Microscopy in Materials Science* (Ed. by. U. Valdre) Academic press, New York, 1972.
30. Bormann R., Development and characterization of an electron gun for ultrafast electron microscopy, Rozprawa doktorska, Gottingen, 2015.
31. *Advances in Imaging and Electron Physics*, vol.159, Ed. P.W. Hawkes, Toulouse, France, 2009.
32. Zięba P., Gustaw W., Analytical Electron microscopy of discontinuous solid state reactions, *International Materials Review*, 43, 70, 1989.

33. Reimer L., *Transmission Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis*, 3rd edition, Springer Verlag, New York, 1993.
34. Science N.D, Browning E.M., James K., Kishida I., Arslan J.P., Buban J., Zaborac A., Pennycook S.J., Xin Y., Duscher G., *Scanning Transmission Electron Microscopy: an Experimental Tool for Atomic Scale Interface*, *Rev. Mat. Science* 1, 2000.
35. Rodak K., Hernas A., Vodarek V., *Microstructural characterization of second phases in X10CrMoVNb9-1 and 12CrMoWCuVNb steels after long steam exposure time at 550oC*, *Journal of Materials Research*, 7, 793, 2015.
36. Amelinck S., Gevers R., Remaut G., van Landuyt J., *Modern Diffraction and Imaging techniques in Materials Science*, North Holland Publishing Comp. Amsterdam, 1970.
37. Hirsh P.B., Howie A., Whelan M.J., *A kinematical theory of diffraction contrast of electron transmission microscope images of dislocations and another defects*, *Philosophical Transactions of the Royal Society*, London, 1965.
38. Hirsh P.B., Howie A., Whelan M.J., *Electron microscopy of thin crystals*, Butterworths, London, 1965.
39. Klaar H.J., Schwaab P., Werner Ö, Robin R., *Investigation into the quantitative measurement od dislocation density in the electron microscope*, *Praktische Metallographie* 29, 3, 1992.
40. Pennycook S.J., *Z-contrast STEM for materials science*, *Ultramicroscopy* 30, 58, North-Holland, Amsterdam, 1989.
41. Hashimoto H., Howie A., Whelan M.J., *Anomalous electron absorption effects in metals foils: theory and comparision with experiment*, *Proceedings Royal Society*, London A 269, 80, 1962.
42. Crewe A.V., Langmore J.P., Isaacson M.S., in: *Physi- cal Aspects of Electron Microscopy and Microbeam Analysis*, Eds. B.M. Siegel and D.R. Beaman, Wiley, New York, 1975.
43. Crewe A.V., Wall J., Langmore J., *High resolution scanning electron microscopy of nucleic acid salts*, *Microscopie Electronique (Grenoble)* 1, 467,1970.
44. Crewe A.V., Wall J., Langmore J., *The visibility of single atoms*. *Science* 168, 1338, 1970.

List of figures

Fig. 2.1. Microstructure of the Fe-38Al alloy deformed at 1250°C with rate of 1s^{-1} , dislocation lines a $[100]$ are parallel to the $(01\bar{1})$ direction at $B = [\bar{1}11]$, (the dislocation segments are described by Burgers vectors) [18]

Fig. 2.2. Microstructure of Fe-28Al5Cr alloy after hot deformation – subgrain coalescence, a) bright field, b) dark field, c) Fe-38Al alloy microstructure after hot deformation- grain boundary migration [22]

Fig. 2.3. TEM image of refined Al structure. By using Kikuchy diffraction, the misorientation and microtexture were determined [26]

Fig. 2.4. Structure of 5H17G17 steel after deformation at 1000°C at a rate of 0.23s^{-1} . The numbers 1 ÷ 19 indicate the places from which the diffraction was made. The crystallographic misorientation values were given at the grain boundaries [19]

Fig. 2.5. SEM image of suppressor with installed needle, a) side view, b) top view [30]

Fig. 2.6. Components of STEM microscope [31]

Fig. 2.7. Microstructure of Ni superalloy a) image created using the SE detector, b) image created using the BF detector, c) image created using the ZC detector

Fig. 2.8. Activated volume, a) massive sample in SEM, b) thin foil in case of LaB6 cathode, c) thin foil in case of FEG type cathode [16]

Fig. 2.9. STEM - EDS mapping of $M_{23}C_6$, MX and Laves phase particles in 12CrMoWCuVNb steel [35]

Fig. 2.10. Diffraction patterns formed in a, b) TEM and c, d) STEM [31]

Fig. 2.11. Steel microstructure: a) with the TWIP effect and b) electron diffraction, c) with the TRIP effect and d) electronic nanodiffraction. Own research

Fig. 2.12. Microstructure of CuCr0,6 alloy after SPD processing a) in bright field b) and dark field of view. Own research

Fig. 2.13. Schematic interpretation of coherent and non coherent electron scattering on a thin sample using a TE and ZC detector [31]

Fig. 2.14. Microstructure of Al-Cu alloy after deformation, a,c) BF image b,d) ZC image. Own research

Bartosz CHMIELA ¹

Rozdział 3

ZASTOSOWANIE TECHNIKI EBSD W BADANIACH MATERIAŁÓW

3.1. Techniki EBSD w badaniach materiałów

Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej w listopadzie 2008 roku został doposażony w nową aparaturę badawczą – detektor INCA HKL Nordlys II wraz z oprogramowaniem Channel 5, umożliwiający wykonywanie badań techniką dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych EBSD (*Electron Backscatter Diffraction*). Detektor ten został zamontowany w elektronowym mikroskopie skaningowym Hitachi S-3400N, dając narzędzie do kompleksowej oceny mikrostruktury materiałów inżynierskich (rys. 3.1).

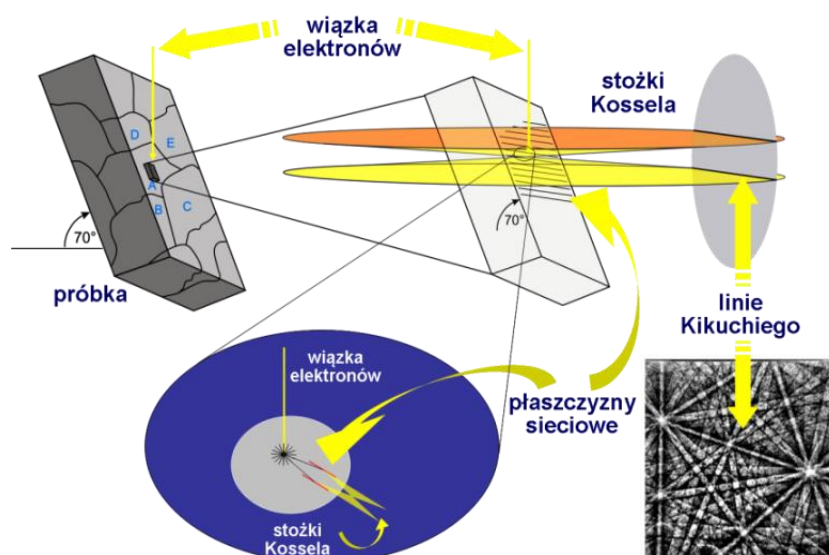


Rys. 3.1. Elektronowy mikroskop skaningowy Hitachi S-3400N wyposażony w system INCA HKL Nordlys II (Channel 5)

Podstawą techniki EBSD jest oddziaływanie w elektronowym mikroskopie skaningowym wiązki elektronów z powierzchnią próbki nachyloną w stosunku do osi elektronoptycznej o kąt $70,53^\circ$ [1–10]. Wśród wielu efektów związanych

¹Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej

z oddziaływaniem elektronów z materiałem próbki podstawowe znaczenie ma dyfrakcja elektronów na płaszczyznach krystalograficznych w warstwie wierzchniej materiału. Grubość tej warstwy, dającej mierzalny sygnał, jest bardzo mała i zazwyczaj nie większa niż 100 nm. Tylko niewielka część elektronów wstecznie sprężycie rozproszonych spełnia prawo Bragga i elektrony te tworzą dwa stożki rozpraszania, zwane stożkami Kossela [1–10]. Stożki Kossela, przecinając płaszczyznę ekranu pokrytego luminoforem, tworzą charakterystyczny układ pasm zwany liniami Kikuchiego (rys. 3.2). Choć efektem przecięcia powierzchni bocznej stożków z płaszczyzną jest hiperbola, linie Kikuchiego są widoczne jako linie proste ze względu na bardzo duże wartości kątów wierzchołkowych stożków – bliskie 180° . Wzajemne położenie poszczególnych pasm Kikuchiego jest unikatowe dla każdego układu krystalograficznego i każdej orientacji danego mikroobszaru w badanym materiale.



Rys. 3.2. Schemat powstawania linii Kikuchiego [10]

Dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych charakteryzuje się małą wydajnością i niskim stosunkiem sygnału do szumów. Dlatego jako detektory stosowane są powszechnie kamery CCD wysokiej czułości, a pierwotny obraz w nich uzyskany jest poddawany procedurom uśredniania, korekcji tła i kompresji [6-10].

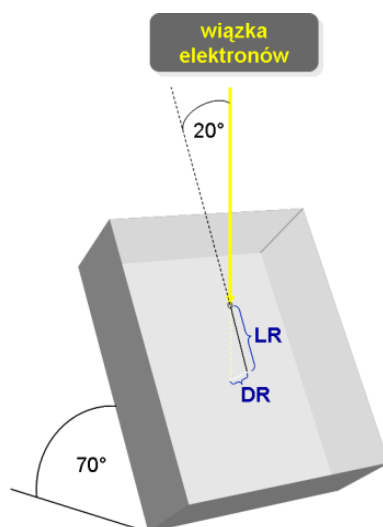
Działanie procedur uśredniania i korekcji tła skutkuje usunięciem zmian intensywności na obrazie i znaczącą poprawą intensywności linii Kikuchiego, natomiast kompresja obrazu, polegająca na grupowaniu pikseli, przyspiesza detekcję i identyfikację linii Kikuchiego. Detekcja pasm Kikuchiego jest wykonywana przez zastosowanie transformaty Hougha, która polega na sprowadzeniu linii na obrazie (w układzie $X - Y$) do punktów w przestrzeni Hougha (w układzie $\theta - \rho$) [6-10].

Zwiększając rozdzielczość transformaty Hougha w programie komputerowym sterującym systemem EBSD, można skutecznie wykonać detekcję pasm Kikuchiego o małej intensywności, charakterystycznej dla materiałów o zaburzonej sieci krystalicznej (np. skutek naprężeń).

Otrzymany doświadczalnie obraz pasm Kikuchiego i poddany wszystkim procedurom korekcyjnym jest następnie porównywany z obrazem generowanym dla danej fazy przez program indeksujący w celu określenia parametru dopasowania. W przypadku powszechnie stosowanego systemu firmy HKL parametrem tym jest średnie odchylenie kątowe pomiędzy porównywanymi układami pasm Kikuchiego (MAD – *Mean Angle Deviation*). Wartość tego parametru powinna być zawsze mniejsza niż 1° [7–10].

Podstawową cechą metody EBSD jest zdolność rozdzielcza i wyróżnia się dwa jej rodzaje: przestrzenna zdolność rozdzielcza (*spatial resolution*) i kątowa zdolność rozdzielcza (*angular resolution*). Przestrzenna zdolność rozdzielcza (rys. 3.3) charakteryzuje się następującymi cechami [1–10]:

- jest w przybliżeniu trzykrotnie lepsza w kierunku równoległym do osi obrotu próbki niż w kierunku prostopadłym do tej osi (LR – *lateral resolution*);
- zwiększa się dla mniejszych wartości energii wiązki elektronów (niemniej w celu uzyskania dobrego stosunku sygnału do szumów optymalna wartość energii wiązki elektronów to 20 keV) i większej średniej liczby atomowej materiału próbki (DR – *depth resolution*);
- zależy od rodzaju działa elektronowego mikroskopu skaningowego (w przypadku działa z emisją polową jest o około rząd wielkości lepsza niż dla działa z katodą żarzoną).



Rys. 3.3. Przestrzenna zdolność rozdzielcza techniki EBSD [10]

Kątowa zdolność rozdzielcza osiąga natomiast wartość około 1° i ma szczególne znaczenie podczas określania małych zmian orientacji w podziarnach lub monokryształach. Należy zaznaczyć, że przestrzenna zdolność rozdzielcza jest cechą złożoną i jej efektywną wartość należy wyznaczyć indywidualnie dla każdego zestawu SEM/EBSD, niemniej w przypadku powszechnie stosowanych mikroskopów z katodą żarzoną najlepsza osiągnięta w praktyce wartość to około 200 nm [7–10].

3.2. Zastosowanie mikroskopii orientacji w badaniach odlewów precyzyjnych z nadstopów niklu

Pierwszą grupą materiałów inżynierskich badanych za pomocą techniki EBSD na Wydziale Inżynierii Materiałowej i Metalurgii były nadstopy niklu, przeznaczone do wykonywania odlewów precyzyjnych dla przemysłu lotniczego (łopatki turbin i łopatkowe segmenty kierujące dla odrzutowych silników lotniczych). Badania te były wykonywane w ramach projektów naukowo-badawczych, realizowanych wspólnie z Wydziałem Budowy Maszyn i Lotnictwa Politechniki Rzeszowskiej oraz ówczesną Wytwórnią Sprzętu Komunikacyjnego WSK PZL Rzeszów S.A. (obecnie Consolidated Precision Products CPP Poland):

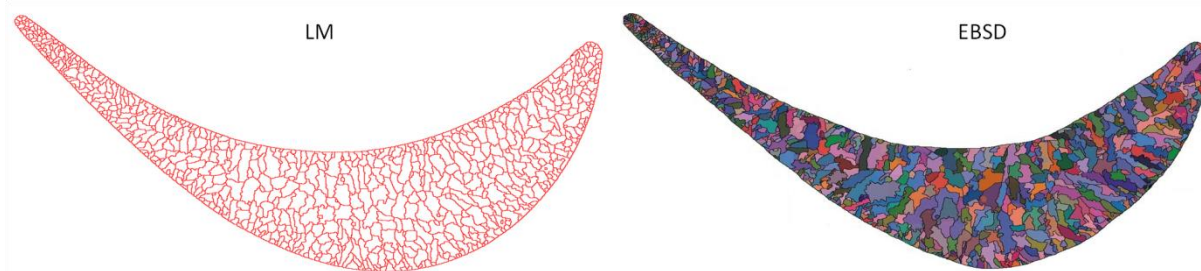
- PBZ-11/RM-7/2007 (PBZ-MNiSW-03/I/2007): „Opracowanie technologii wytwarzania elementów konstrukcyjnych części gorącej silników lotniczych metodą krystalizacji kierunkowej”;
- FSB-34/RM-2/2009 (POIG.0101.02-00-015/08): Indywidualny Projekt Kluczowy „Nowoczesne technologie materiałowe stosowane w przemyśle lotniczym”; w ramach projektu zrealizowany został przewód doktorski autora niniejszego rozdziału [10] pod kierunkiem prof. dr hab. inż. Marii Sozańskiej, zakończony publiczną obroną rozprawy w dniu 7.05.2013;
- INNOTECH K2/IN2/8/181849/NCBR/13: „Technologia wytwarzania typoszeregu precyzyjnych, polikrystalicznych, rdzeniowanych odlewów cienkościennych, wielkogabarytowych łopatek rotora niskiego ciśnienia turbiny nowej generacji silnika lotniczego GP7200”;
- INNOLOT/1/8/NCBR/2013 „Zaawansowane technologie odlewnicze”.

Zadania badawcze wymienionych projektów realizowane były po kierunkiem prof. dra hab. inż. Jana Cwajny.

Wielkość i orientacja ziaren oraz skład fazowy mają podstawowy wpływ na właściwości nowoczesnych materiałów inżynierskich takich jak nadstopy niklu.

Technika EBSD umożliwia jednoczesną ocenę: kształtu i wielkości ziaren pierwotnych, orientacji krystalograficznej (szczególnie ważne w odlewach kierunkowo krystalizowanych z ziarnami kolumnowymi DS – *Directionally Solidified* i monokrystalicznych SX - *Single Crystal*) oraz identyfikację faz (takich jak fazy topologicznie zwarte czy wtrącenia niemetaliczne).

Ocena wielkości i kształtu ziaren pierwotnych za pomocą techniki EBSD w polikrystalicznych odlewach o ziarnach równoosiowych (EQ – *Equiaxed Grains*) wykazuje wiele zalet w porównaniu z techniką mikroskopii świetlnej (LM – *Light Microscopy*). Szczególnie widoczne jest to w przypadku badania odlewów drobnokrystalicznych, gdy nieraz dużą trudność stanowi dobór właściwego odczynnika trawiącego, pozwalającego ujawnić w sposób jednoznaczny wszystkie ziarna [11]. Na rys. 3.4 przedstawiono rezultat rekonstrukcji ziaren na przekroju poprzecznym łopatkki turbiny, wykonany za pomocą mikroskopii świetlnej (LM) oraz techniki EBSD; w obydwu przypadkach obrazy całych przekrojów poprzecznych powstały przez złożenie wielu obrazów składowych.



Rys. 3.4. Rekonstrukcja ziaren na przekroju poprzecznym łopatkki turbiny z nadstopu niklu MAR-M247

Wyniki oceny wielkości ziarna otrzymywane za pomocą technik LM i EBSD są bardzo zbliżone [11]. W tabeli 3.1 przedstawiono porównanie wyników ilościowej oceny ziaren wykonanej na przekroju poprzecznym łopatkki turbiny z nadstopu niklu MAR-M247 za pomocą obrazowania optycznego oraz techniki EBSD [11].

Ponadto możliwa jest ocena orientacji krystalograficznej i ujawnianie obszarów lokalnej tekstury [1, 11, 12]. Technika EBSD charakteryzuje się w tym przypadku dużą czasochłonnością.

Możliwość identyfikacji faz za pomocą techniki EBSD pozwala na określanie faz w wydzieleniach o niewielkich rozmiarach (rzędu 1 μm) [1, 12], jak wtrącenia niemetaliczne czy wydzielenia faz topologicznie zwartych TCP. W przypadku faz TCP analiza EBSD często nie jest jednoznaczna [1, 10, 12] i poprawną identyfikację można uzyskać dopiero za pomocą dyfrakcji elektronowej w elektronowym mikroskopie transmisyjnym (TEM – *Transmission Electron Microscope*) [10, 12–14].

Tabela 3.1.

Wyniki ilościowej oceny ziaren na przekroju poprzecznym łopatki turbiny z nadstopu MAR-M247 [11]

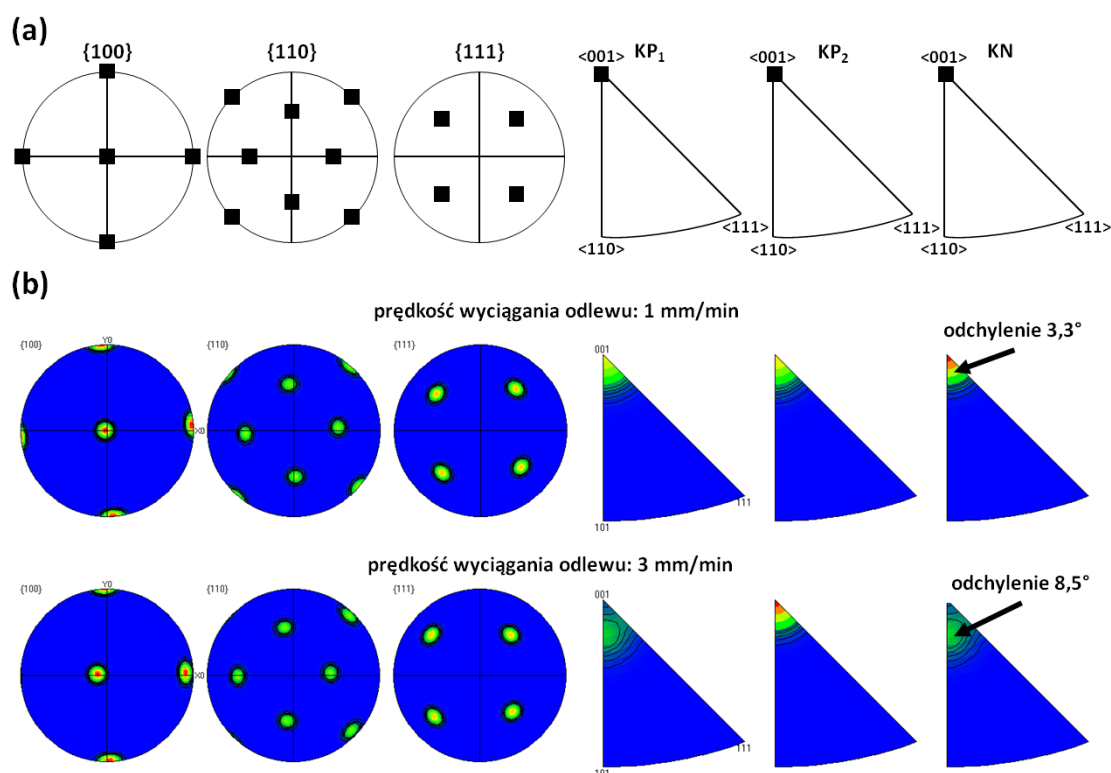
	LM	EBS
średnia wielkość ziarna (mm^2)	0,04	0,03
współczynnik zmienności wielkości ziarna (%)	116,1	124,6
współczynnik kształtu ziaren	0,69	0,72
współczynnik zmienności współczynnika kształtu (%)	25,5	24,8
średni współczynnik wydłużenia ziaren	1,84	1,85
współczynnik zmienności współczynnika wydłużenia ziaren (%)	31,4	32,2

Ocena orientacji krystalograficznej w odlewach DS i SX to najważniejsze zastosowanie techniki EBSD w badaniach odlewanych precyzyjnie elementów z nadstopów niklu, umożliwiające w szczególności:

- określanie orientacji ziaren kolumnowych odlewów DS względem osi odlewu (odchylenie kierunku [001] poszczególnych ziaren od kierunku krystalizacji) oraz względnej dezorientacji ziaren sąsiadujących (w tym wykrywanie i opis granic ziaren małego i dużego kąta) [10, 13, 16, 17];
- określanie orientacji odlewów SX (pomiar odchylenia kierunku [001] monokryształu od kierunku krystalizacji w różnych jego strefach) [10, 19];
- identyfikację i opis wady *freckles* (w połączeniu z techniką EDS) w odlewach DS i SX – w tym składu chemicznego, wielkości, kształtu i orientacji obszarów *freckles* [10, 19–26] (na różnych poziomach skali obserwacji) względem całego odlewu oraz weryfikację przyjmowanych mechanizmów ich powstawania;
- badanie mechanizmów powstawania i ewolucji obcych ziaren (*stray grains*) w odlewach SX przez ocenę liczby, wielkości i orientacji ziaren w starterze, selektorze i odlewie, a tym samym badanie konkurencyjnego wzrostu ziaren w powiązaniu z czynnikami geometrycznymi [10, 27–30].

Monokrystaliczne odlewy z nadstopów niklu znalazły zastosowanie w części gorącej silników odrzutowych jako łopatki turbin wysokiego ciśnienia – brak granic ziaren skutkuje otrzymaniem bardzo dużej odporności na pełzanie. Dla uzyskania optymalnych właściwości mechanicznych, krystalizację kierunkową prowadzi się tak, aby kierunek $\langle 001 \rangle$ był równoległy do kierunku krystalizacji (dopuszczalne odchylenie to 15°). Wyznaczanie orientacji krystalograficznej odlewów monokrystalicznych wykonuje się na podstawie figur biegunowych (stanowiących projekcje stereograficzne wybranych kierunków z górnej półsfery projekcji na płaszczyznę próbki) oraz odwrotnych figur biegunowych (przedstawiających

informację o tym, w jaki sposób poszczególne kierunki krystalograficzne są zorientowane względem normalnej do próbki). Na rys. 3.5a przedstawiono teoretyczne figury biegunowe $\{100\}$, $\{110\}$ i $\{111\}$ oraz teoretyczne odwrotne figury biegunowe dla idealnego monokryształu nadstopu niklu o orientacji $\langle 001 \rangle$. Figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe dla odlewów monokrystalicznych z nadstopu CMSX-4 krystalizowanych z prędkościami 1 mm/min i 3 mm/min pokazano na rys. 3.5b. Wykonane pomiary wskazują, że dla prędkości krystalizacji 1 mm/min odchylenie kierunku $\langle 001 \rangle$ od kierunku krystalizacji miało wartość $3,3^\circ$, a dla odlewu krystalizowanego z prędkością 3 mm/min było to $8,5^\circ$. Jest to ogólna tendencja: ze wzrostem prędkości krystalizacji zwiększa się odchylenie katowe kierunku $\langle 001 \rangle$ od kierunku krystalizacji [10].



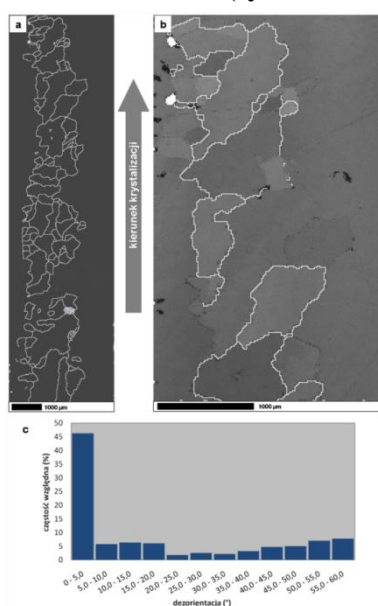
Rys. 3.5. Figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe: (a) dla idealnego monokryształu nadstopu niklu o orientacji $\langle 001 \rangle$ (KP1, KP2 – ortogonalne kierunki poprzeczne; KN – kierunek normalny); (b) dla rzeczywistego monokryształu z nadstopu niklu

Poważnym problemem towarzyszącym procesowi kierunkowej krystalizacji nadstopów niklu są wady charakterystyczne dla tego procesu. Jedną z takich wad jest wada *freckles*: są to łańcuchy równoosiowych ziaren ułożone równoległe do kierunku działania siły grawitacji, wzbogaconych w pierwiastki segregujące do fazy ciekłej (Al, Ti, Ta, Nb) podczas krystalizacji kierunkowej [10, 31–43]. Okolice wady *freckles* w nadstopach niklu charakteryzują się zwiększoną liczbą węglików, eutektyk $\gamma+\gamma'$

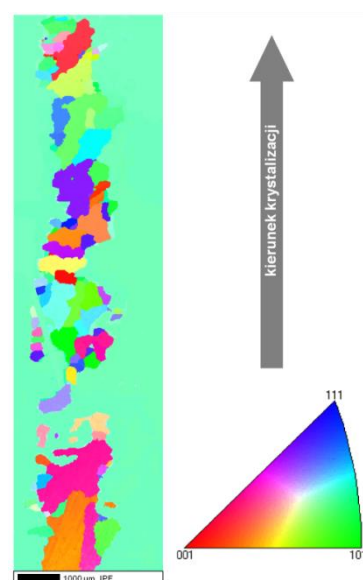
i porowatością w stosunku do pozostałej części odlewu, wolnej od wad. Wada *freckles* występuje zawsze w obszarach międzydendrytycznych i jest widoczna zwykle na powierzchniach odlewów – przeciętna wielkość waha się od kilku milimetrów do kilkudziesięciu centymetrów długości oraz około 1 mm szerokości. Jedne z pierwszych badań ujawniły, że liczba wad *freckles* zwiększa się ze wzrostem wielkości odlewu i występują one praktycznie równomiernie na całym obwodzie odlewu [30]. Najnowsze badania dowodzą jednak, że wielkość powierzchni zewnętrznej odlewu nie ma związku z występowaniem tych wad i mogą się one pojawić w odlewach o średnicy około 10 mm [10, 20–22], co wcześniej uznawano za bardzo mało prawdopodobne lub niemożliwe. Analiza przyczyn powstawania wady *freckles* pozwala stwierdzić, że wada ta jest wynikiem sprzężonego działania następujących czynników: silnej segregacji niektórych pierwiastków do fazy stałej (W, Re) powodującej inwersję gęstości ciekłego stopu w obszarze międzydendrytycznym i w rezultacie powstania siły wyporu hydrostatycznego oraz konwekcji [10, 31–44]. W procesie krystalizacji kierunkowej metodą Bridgmana wolfram i ren ulegają segregacji do rdzeni dendrytów, natomiast aluminium, tytan, tantal i niob ulegają segregacji do fazy ciekłej. Inne pierwiastki, jak chrom, kobalt czy ruten, nie wykazują tak silnej tendencji do segregacji i występują w porównywalnym stężeniu zarówno w dendrytach, jak i w obszarach między dendrytami [10, 31–44].

Gdy zawartość wolframu i renu jest wysoka, ciekły stop w obszarach międzydendrytycznych zostaje zubożony w te pierwiastki podczas krystalizacji i charakteryzuje się mniejszą gęstością niż stop w temperaturze likwidus. Zjawisko to nosi nazwę inwersji gęstości. Skutkiem tej inwersji jest pojawienie się sił wyporu hydrostatycznego wymuszających ruch ciekłego stopu ku górze, przeciwnie do wektora gradientu temperatury. Różnica temperatury pomiędzy dolną częścią odlewu w strefie ciekło-stałej (*mushy zone*) a górną w strefie ciekłej i ruch fazy ciekłej przyczyniają się ponadto do powstania zjawiska konwekcji [10, 31–43]. Wada *freckles* pojawia się dla pewnych określonych kombinacji gradientu temperatury G i prędkości wyciągania R . Dla bardzo małych wartości R (poniżej $2 \cdot 10^{-6} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} = 0,12 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$) następuje krystalizacja z płaskim frontem, komórkowa lub komórkowo-dendrytyczna, praktycznie niezależnie od wartości gradientu temperatury. W przypadku bardzo małej wartości gradientu temperatury zachodzi krystalizacja objętościowa z utworzeniem ziaren równoosiowych. Pozostały obszar to obszar krystalizacji dendrytycznej, w którym prawdopodobieństwo wystąpienia wady *freckles* jest największe dla małych prędkości wyciągania (około $0,2 \cdot 10^{-5} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} = 0,12 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1} \div 1,5 \cdot 10^{-5} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1} = 0,9 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$) oraz gradientu o wartości mniejszej od $8000 \text{ K} \cdot \text{m}^{-1}$ (przy czym im

mniejsza jest wartość gradientu temperatury, tym większa musi być prędkość wyciągania, aby powstała ta wada). Charakterystyczny jest obszar małego gradientu temperatury (mniejszy od $500 \text{ K} \cdot \text{m}^{-1}$) i prędkości wyciągania powyżej $1,67 \cdot 10^{-5} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ ($1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$), w którym wada ta może się pojawić pomimo krystalizacji objętościowej [21]. Badanie orientacji krystalograficznej wady *freckles* za pomocą techniki EBSD umożliwiło szczegółowy opis tej wady oraz wnioskowanie na temat mechanizmu jej powstawania. W odlewie z nadstopu CMSX-4 ujawniono obecność wad *freckles* mimo dużego odchylenia kierunku [001] od kierunku krystalizacji. Na rys. 3.6 przedstawiono obraz granic ziaren wady *freckles* w badanym odlewie oraz obraz fragmentu powierzchni odlewu uzyskany na podstawie średniej intensywności linii dyfrakcyjnych (BC). Zaznaczono granice ziaren o dezorientacji większej niż 5° . Wyznaczony rozkład dezorientacji ziaren wady ujawnił, że największą częstością występowania charakteryzowały się granice o dezorientacji w zakresie $1^\circ \div 5^\circ$, $10^\circ \div 20^\circ$ oraz $50^\circ \div 60^\circ$ (rys. 3.6).



Rys. 3.6. Obraz wady *freckles* w odlewie z nadstopu CMSX-4: a) obraz granic ziarn; b) obraz BC fragmentu wady z zaznaczonymi granicami ziaren; c) rozkład dezorientacji granic ziaren [10]

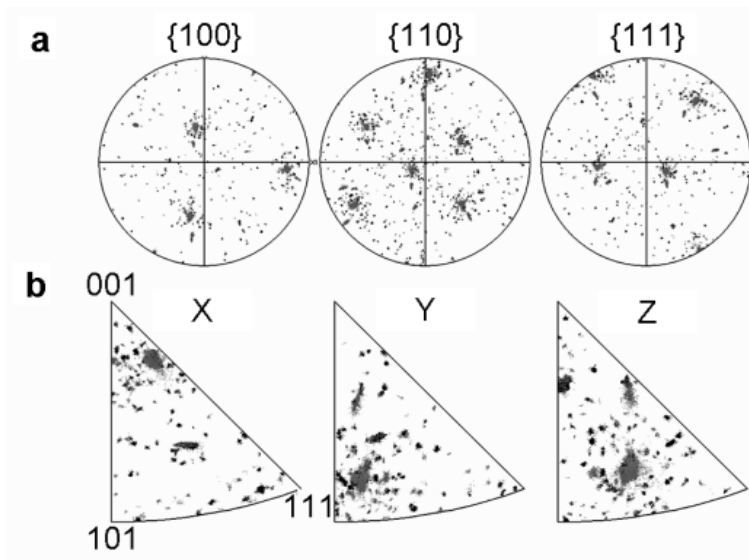


Rys. 3.7. Mapa orientacji krystalograficznej wady *freckles* w odlewie z nadstopu CMSX-4 [10]

Łańcuch ziaren wady *freckles* miał szerokość około 1 mm. Widoczny był charakterystyczny brak jego ciągłości w jednym obszarze. Niektóre ziarna miały kształt wydłużony, ale większość to ziarna o kształcie zbliżonym do równoosiowego. Orientacja krystalograficzna ziaren wady *freckles* w odlewie z nadstopu CMSX-4 była zróżnicowana. Istniały ziarna o orientacji zbliżonej do

orientacji monokrystalicznej części odlewu oraz ziarna o orientacji znacznie różniącej się od SX (rys. 3.7).

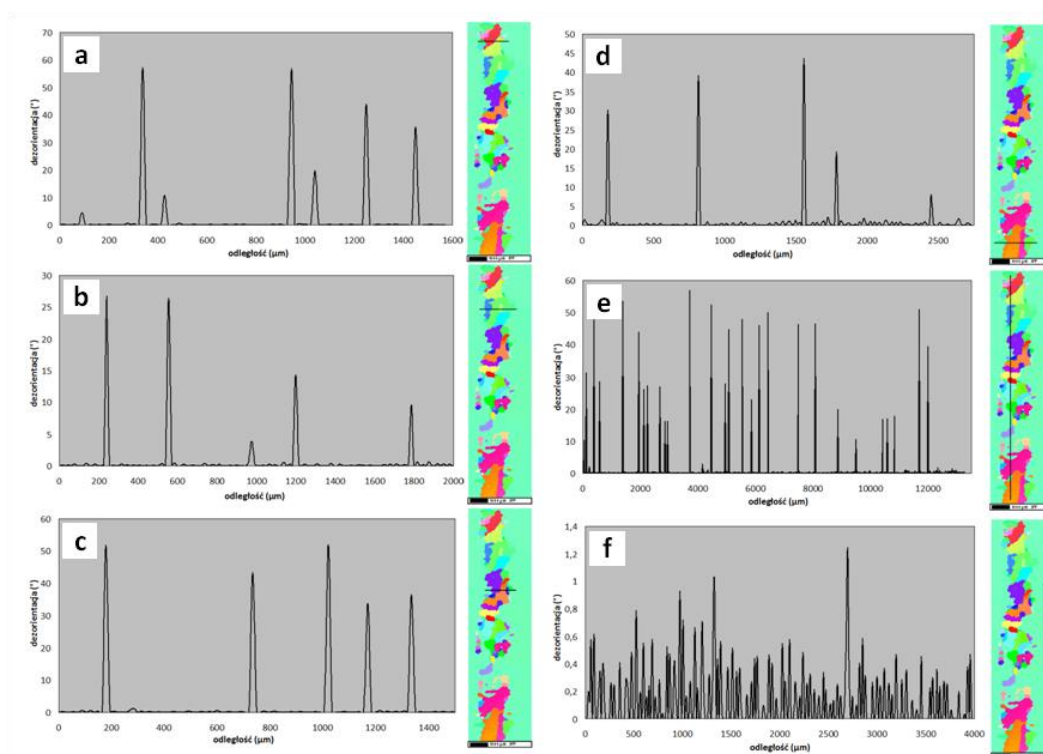
Przypadkowa orientacja ziaren w całym obszarze badanej wady została ujawniona na figurach biegunowych i odwrotnych figurach biegunowych (rys. 3.8). Duże skupiska punktów widoczne na figurach biegunowych dotyczą monokrystalicznej części odlewu.



Rys. 3.8. Figury biegunowe (a) i odwrotne figury biegunowe (b) z obszaru wady freckles w odlewie z nadstopu CMSX-4 [10]

Profile dezorientacji potwierdziły obecność granic małego i dużego kąta pomiędzy ziarnami oraz pomiędzy ziarnami a monokryształem (rys. 3.9): największa zaobserwowana wartość dezorientacji zawierała się w przedziale $50^{\circ}\div 60^{\circ}$. Cechą charakterystyczną było również naprzemienne występowanie grup ziaren *freckles* o małej dezorientacji ($10^{\circ}\div 30^{\circ}$) i dużej dezorientacji ($45^{\circ}\div 57^{\circ}$) wzdłuż kierunku krystalizacji.

Zastosowanie techniki EBSD w badaniu wady *freckles* umożliwiło jednoznaczną identyfikację i szczegółowy opis tej wady w monokrystalicznych nadstopach niklu oraz wnioskowanie o mechanizmach jej powstawania podczas kierunkowej krystalizacji. Badanie tej wady za pomocą techniki EBSD w sposób bezpośredni potwierdziło przypadkową orientację krystalograficzną jej ziaren oraz umożliwiło przedstawienie tego w postaci map orientacji. Ponadto widoczne były charakterystyczne cechy wady *freckles*: część ziaren wykazywała orientację zbliżoną do monokrystalicznej części odlewu, a inne - całkiem odmienną. Wyznaczone profile dezorientacji i rozkłady dezorientacji ujawniły obecność przede wszystkim granic dużego kąta pomiędzy ziarnami wady *freckles* oraz pomiędzy tymi ziarnami a resztą odlewu [10].



Rys. 3.9. Profile dezorientacji w obszarze wady freckles (CMSX-4) [10]

3.3. Zastosowanie mikroskopii orientacji w badaniach powłok ochronnych TBC

Łopatkę turbin silników lotniczych wykonywane są z nadstopów niklu o dużej odporności na pełzanie i wytrzymałości zmęczeniowej. Doskonałe właściwości mechaniczne nadstopów determinowane są odpowiednią mikrostrukturą osiąganą dzięki właściwemu składowi chemicznemu i fazowemu, który jednak nie zapewnia wystarczającej stabilności strukturalnej i odporności na korozję wysokotemperaturową w warunkach eksploatacji. Dlatego stosowane są różne powłoki ochronne. Ceramiczne powłoki ochronne typu TBC (*Thermal Barrier Coatings*) natryskiwane plazmowo techniką APS (*Air Plasma Spraying*) używane są do zabezpieczania powierzchni elementów gorących części silników lotniczych przed niszczącym oddziaływaniem gazów spalinowych i wysokiej temperatury. Wykorzystanie techniki natryskiwania plazmowego zapewnia silne związanie warstw z podłożem i otrzymanie porowatej mikrostruktury, gwarantującej zmniejszenie przewodności cieplnej powłoki i poprawę tolerancji na odkształcenia. Powłoki takie składają się z ceramicznej warstwy wierzchniej (*Top Coat*), zbudowanej z tlenku cyrkonu ZrO_2 stabilizowanego tlenkiem

itru Y_2O_3 w ilości 8% mas. - 8YSZ (*Yttria-Stabilized Zirconia*), nałożonej na warstwę podkładową (*Bond Coat*) ze stopu MCrAlY (M – Ni, Co, Fe). Podczas nanoszenia i eksploatacji powłoki TBC na granicy międzyfazowej warstwa wierzchnia/warstwa podkładowa tworzy się warstwa tlenków TGO (*Thermally Grown Oxides*) jako wynik utleniania zewnętrznej części warstwy podkładowej i innych reakcji chemicznych. Warstwa TGO składa się głównie z $\alpha-Al_2O_3$ oraz spineli $Ni(Al, Cr)_2O_4$. Ze względu na obecność itru w warstwie podkładowej warstwa TGO może zawierać fazy o różnej zawartości tego pierwiastka [45].

Badania nad materiałami ceramicznymi o jeszcze lepszych właściwościach niż YSZ doprowadziły do zastosowania cyrkonianów lantanowców $RE_2Zr_2O_7$ (RE = La, Nd, Sm, Gd) o strukturze pirochloru. Związki $RE_2Zr_2O_7$ charakteryzują się przewodnością cieplną mniejszą niż YSZ oraz bardzo dobrą odpornością na korozję wysokotemperaturową i szok termiczny. Jednak badania doświadczalnych powłok TBC opartych na tych związkach wskazują na możliwość przebiegu niekorzystnych reakcji chemicznych na granicy faz warstwa wierzchnia/TGO podczas długotrwałej ekspozycji w wysokiej temperaturze, symulującej rzeczywiste warunki termiczne pracy powłoki. Reakcje te prowadzą do powstawania nowych faz i towarzyszą im zmiany objętości, co przyczynia się do przedwczesnego niszczenia powłoki. Wskutek reakcji chemicznych pomiędzy cyrkonianem gadolinu a $\alpha-Al_2O_3$ może powstać faza $GdAlO_3$ [45]. Dla poznania mechanizmów degradacji powłok TBC wykonano badania składu fazowego i rozkładu faz na przekroju poprzecznym powłok za pomocą techniki EBSD. Do badań wybrano następujące fazy (tabela 3.2).

Tabela 3.2

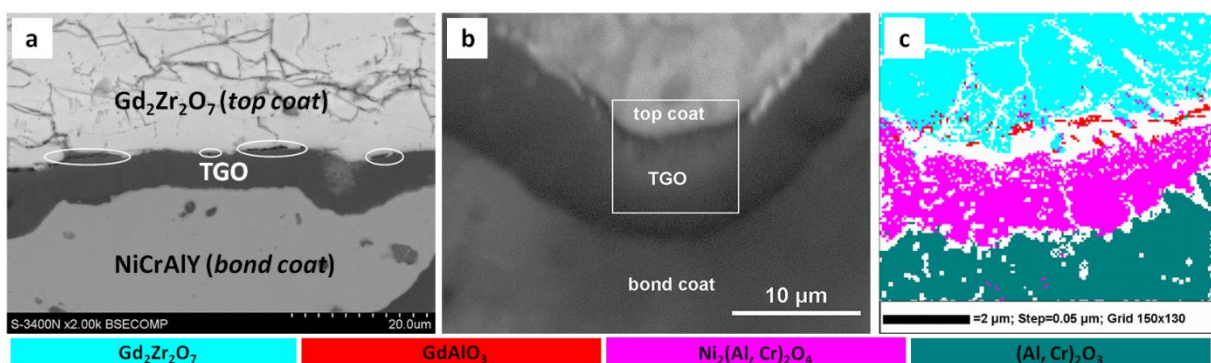
Fazy wybrane do analizy EBSD dla powłoki TBC [45]

Nazwa	Wzór chemiczny	Układ krystalograficzny	Grupa przestrzenna
Cyrkonian gadolinu	$Gd_2Zr_2O_7$	regularny	$Fd\bar{3}m$
Glinian gadolinu (GAP)	$GdAlO_3$	rombowy	$Pbnm$
Tlenek glinu	Al_2O_3	trygonalny	$R\bar{3}c$
Spinel niklowo-glinowy	$NiAl_2O_4$	regularny	$Fd\bar{3}m$
Granat itrowo-glinowy (YAG)	$Y_3Al_5O_{12}$	regularny	$Ia\bar{3}d$

Na przekroju poprzecznym, w obszarze na granicy warstw TGO i warstwy wierzchniej, została wykonana mapa składu fazowego (rys. 3.10). Mapa ta przedstawia rozkład poszczególnych faz na przekroju powłoki TBC. Tuż pod warstwą wierzchnią (*Top Coat*) widoczna jest obecność fazy $GdAlO_3$. Ilość tej fazy jest nieznaczna i nie tworzy ona warstwy ciągłej. Oznacza to, że w zadanych warunkach temperatury

i czasu wygrzewania reakcja chemiczna pomiędzy $Gd_2Zr_2O_7$ i Al_2O_3 przebiega z zauważalną wydajnością tylko w niektórych obszarach na styku tych dwóch faz. Może to wynikać ze wzrostu dyfuzyjności cieplnej warstwy wierzchniej (*Top Coat*) spowodowanej zmniejszeniem jej grubości wskutek wykruszania i łączenia się pęknięć umożliwiających bezpośrednie oddziaływanie wysokiej temperatury na granicę faz. Poniżej drobnych wydzieleni fazy GAP zostały zidentyfikowane głównie spinel oraz niewielkie ilości fazy YAG. Ostatnią strefę wewnątrz TGO stanowią głównie tlenek glinu $(Al, Cr)_2O_3$ oraz pewne ilości spinelu i YAG. Białe obszary na mapie składu fazowego oznaczają brak możliwości jednoznacznej identyfikacji którejkolwiek fazy. Przyczynami są głównie niedostateczna jakość powierzchni materiału (zbyt duża chropowatość powierzchni), naprężenia i odkształcenia sieci krystalicznej [45].

Obserwowany rozkład faz na przekroju poprzecznym umożliwia sformułowanie przypuszczalnego mechanizmu wzrostu warstwy TGO w TBC zawierających cyrkonian gadolinu. Warstwa TGO o bardzo małej grubości występuje tuż po natryskiwaniu w powietrzu. Podczas wygrzewania powłoki TBC w atmosferze powietrza $Gd_2Zr_2O_7$ jako przewodnik jonowy oraz dzięki obecności mikropęknięć umożliwia dostarczanie tlenu do granicy faz warstwa wierzchnia/TGO. Powoduje to utlenianie glinu i chromu z warstwy podkładowej i przyrost $(Al, Cr)_2O_3$ kosztem górnej części warstwy podkładowej. Następnie $Gd_2Zr_2O_7$ reaguje w nielicznych obszarach z $(Al, Cr)_2O_3$, dając fazę $GdAlO_3$, natomiast reakcja niklu z tlenem i $(Al, Cr)_2O_3$ prowadzi do powstania spinelu. Tworzeniu się fazy $GdAlO_3$ towarzyszy ujemna zmiana objętości i występowanie dodatkowych porów w powłoce [45].



Rys. 3.10. Analiza składu fazowego na przekroju powłoki TBC: (a) obraz SEM przekroju powłoki; (b) obraz SEM warstwy TGO; (c) mapa składu fazowego na przekroju powłoki [45]

3.4. Zastosowanie mikroskopii orientacji w badaniach materiałów odkształczanych plastycznie

Technika EBSD znajduje szerokie zastosowanie w badaniach tekstur odkształcenia plastycznego. Tekstura to wymuszona, nieprzypadkowa orientacja krystalograficzna ziaren materiału polikrystalicznego. Wyraźna tekstura skutkuje silną anizotropią właściwości materiału (mechanicznych, elektrycznych, magnetycznych) i jest często podstawowym czynnikiem określającym możliwość zastosowania materiału w danym przypadku [47–50].

Najpowszechniejszym sposobem uzyskiwania tekstury materiałów metalicznych jest przeróbka plastyczna, a w szczególności ciągnięcie drutów (pozwalające otrzymać teksturę włóknistą) oraz walcowanie blach i taśm (pozwalające otrzymać teksturę walcowania) [47–50].

Teksturę walcowania opisuje się najczęściej za pomocą orientacji idealnych $\{hkl\}\langle uvw \rangle$, gdzie $\{hkl\}$ to symbol płaszczyzny krystalograficznej równoległej do płaszczyzny walcowania, a $\langle uvw \rangle$ to symbol kierunku krystalograficznego równoległego do kierunku walcowania. Graficznym przedstawieniem tekstur są figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe [47–50].

Wśród materiałów konstrukcyjnych przerabianych plastycznie największe znaczenie mają stale o strukturze ferrytycznej, austenitycznej i ferrytyczno-austenitycznej. Walcowanie stali austenitycznych (o sieci regularnej ściennie centrowanej A1) pozwala uzyskać różne typy tekstur w zależności od składu chemicznego stali, energii błędu ułożenia, warunków walcowania (stopnia gniotu i temperatury - na zimno lub na gorąco). Ponadto jeżeli po walcowaniu na zimno wykonywane jest wyżarzanie prowadzące do rekrytalizacji, proces ten może uzyskaną teksturę walcowania wzmocnić, osłabić lub pozostawić bez zmian. Dwa podstawowe typy tekstur walcowania dla materiałów o sieci A1 to [47–50]:

- tekstura typu miedzi (dla dużej wartości energii błędu ułożenia), której nie można opisać pojedynczą orientacją idealną, dlatego najczęściej przedstawiana jest jako suma kilku orientacji: $\{146\}\langle 211 \rangle$, $\{123\}\langle 412 \rangle$, $\{112\}\langle 111 \rangle$, $\{011\}\langle 211 \rangle$;
- tekstura typu mosiądzu (dla małej wartości energii błędu ułożenia), która jest opisywana orientacją idealną $\{110\}\langle 112 \rangle$ oraz dodatkowo $\{110\}\langle 001 \rangle$.

Ponadto możliwe jest pojawienie się innych tekstur walcowania:

- tekstura sześcienna, opisywana orientacją idealną $\{100\}\langle 001 \rangle$;
- tekstura typu S, opisywana orientacją idealną $\{123\}\langle 634 \rangle$;

- tekstury ścinania, opisywane orientacjami idealnymi $\{111\}\langle 110\rangle$, $\{111\}\langle 112\rangle$, $\{001\}\langle 110\rangle$ [47].

Na rys. 3.11 przedstawiono sposób prezentacji tekstur walcowania stali austenitycznych (oraz innych materiałów o sieci A1) za pomocą figury biegunowej $\{111\}$ oraz odwrotnych figur biegunowych dla kierunku walcowania (KW) i kierunku normalnego (KN). Na figurze biegunowej $\{111\}$ zaznaczono punkty odpowiadające dziewięciu orientacjom idealnym. Ponadto przedstawiono ułożenie komórki elementarnej względem płaszczyzny walcowania dla dwóch orientacji idealnych tekstury typu miedzi oraz orientacji idealnej tekstury typu mosiądz.

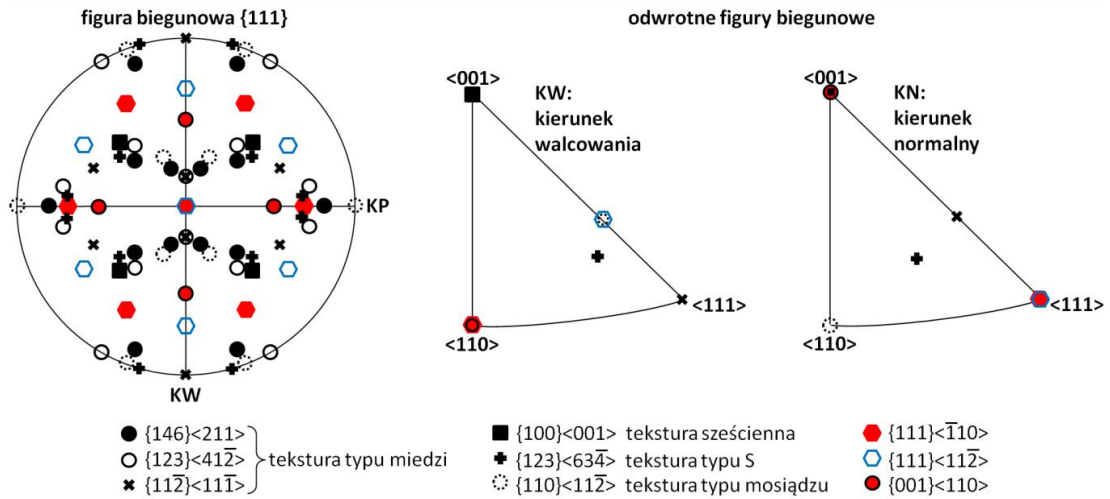
Walcowanie stali ferrytycznych (o sieci regularnej przestrzennie centrowanej A2) również pozwala na uzyskanie kilku rodzajów tekstury [47–50]:

- tekstura $\{001\}\langle 110\rangle$;
- tekstura $\{112\}\langle 110\rangle$;
- tekstura sześcienna, opisywana orientacją idealną $\{100\}\langle 001\rangle$;
- tekstura Gossa, opisywana orientacją idealną $\{110\}\langle 001\rangle$;
- tekstury ścinania, opisywane orientacjami idealnymi $\{111\}\langle 110\rangle$ oraz $\{111\}\langle 112\rangle$.

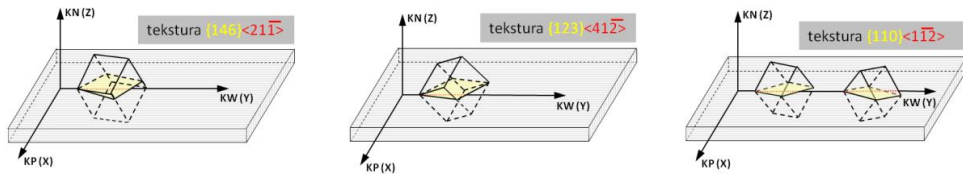
Na rys. 3.12 przedstawiono sposób prezentacji tekstur stali ferrytycznych (oraz innych materiałów o sieci A2) za pomocą figury biegunowej $\{110\}$ oraz odwrotnych figur biegunowych dla kierunku walcowania i kierunku normalnego.

Analiza tekstur walcowania oraz rekrytalizacji została wykonana na przykładzie dwufazowej, wysokomanganowej stali ferrytyczno-austenitycznej. Blachy z badanej stali były walcowane na zimno, a następnie wyżarzane w temperaturze 800°C, 850°C i 900°C w czasie 15 minut. Badania za pomocą techniki EBSD zostały wykonane na przekrojach poprzecznych blach.

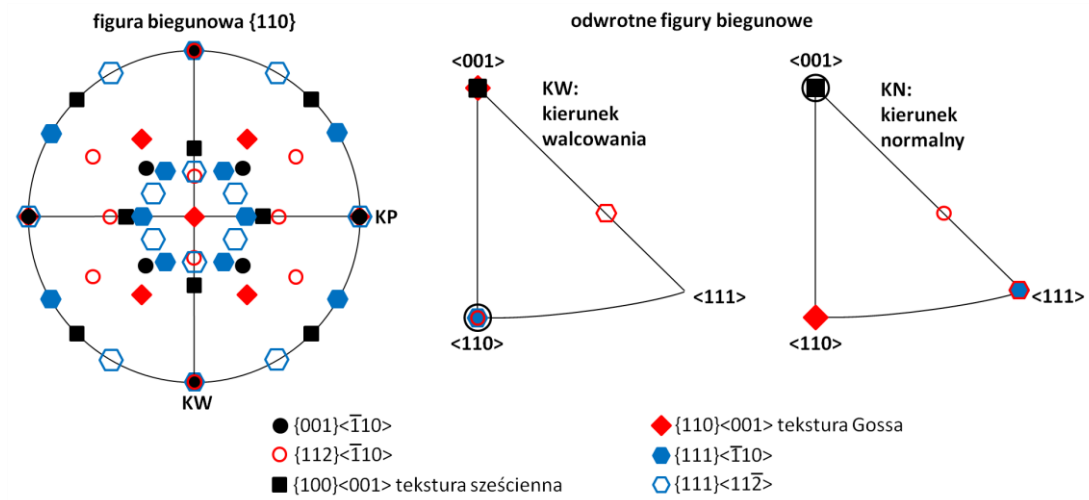
Na rys. 3.13 przedstawiono mapę składu fazowego badanej stali po walcowaniu na zimno i wyżarzaniu w temperaturze 800°C w czasie 15 minut. Ziarna austenitu miały kształt zbliżony do równoosiowego, natomiast ferryt charakteryzował się strukturą pasmową o pasmach równoległych do kierunku walcowania. Rozkład wielkości ziarna austenitu w badanym obszarze ujawnił, że 70% ziaren cechowało się wielkością (rozumianą jako powierzchnia płaskiego przekroju) mniejszą niż 10 μm^2 , natomiast pozostałe 30% ziaren charakteryzowało się wielkością zawartą w przedziale 10 $\mu\text{m}^2 \div 70 \mu\text{m}^2$. W przypadku ferrytu 92,5% ziaren miało wielkość mniejszą niż 5 μm^2 .



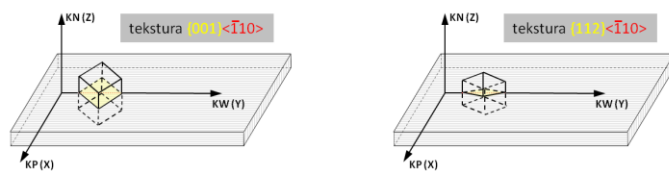
Ułożenie komórki elementarnej względem płaszczyzny walcowania



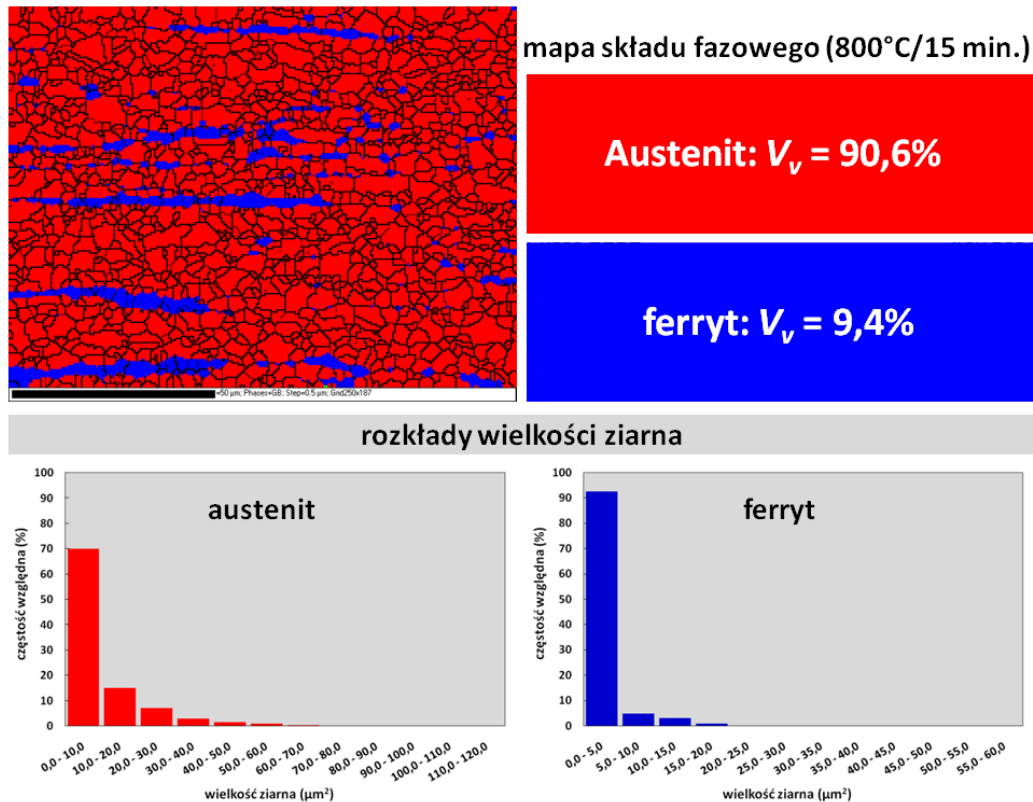
Rys. 3.11. Graficzne przedstawienie tekstur dla metali i stopów o sieci regularnej ściennie centrowanej (A1): KW – kierunek walcowania; KP – kierunek poprzeczny; KN – kierunek normalny



Ułożenie komórki elementarnej względem płaszczyzny walcowania



Rys. 3.12. Graficzne przedstawienie tekstur dla metali i stopów o sieci regularnej przestrzennie centrowanej (A2): KW – kierunek walcowania; KP – kierunek poprzeczny; KN – kierunek normalny



Rys. 3.13. Mapa składu fazowego oraz rozkłady wielkości ziaren dla stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 800°C w czasie 15 minut

W tabeli 3.3 przedstawiono parametry ziaren badanej stali: średnie pole ziarna austenitu wynosiło $9,7 \mu\text{m}^2$, natomiast średnie pole ziarna ferrytu miało wartość $1,9 \mu\text{m}^2$.

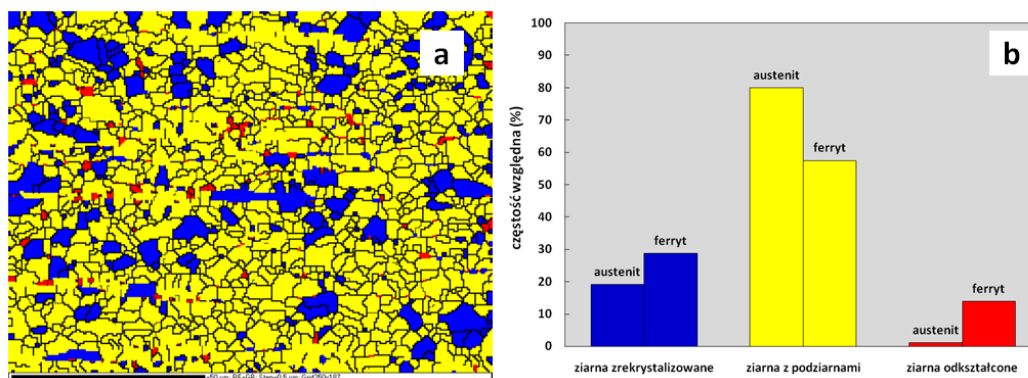
Tabela 3.3

Parametry ziaren austenitu i ferrytu dla stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 800°C w czasie 15 minut

	średnia wielkość ziarna (μm^2)	odchylenie standardowe (μm^2)	współczynnik zmienności (%)	liczność zbioru ziaren
austenit	9,7	15,3	158,9	1090
ferryt	1,9	5,1	266,1	605

W przypadku zarówno austenitu, jak i ferrytu wartość odchylenia standardowego była znacznie większa od średniej wielkości ziarna, co ilościowo ujmuje współczynnik zmienności. Duża wartość tego parametru (158,9% dla austenitu oraz 266,1% dla ferrytu) świadczyła o sporym zróżnicowaniu wielkości ziarna w przypadku obydwu faz.

Mapa ziaren zrekrystalizowanych (rys. 3.14) ujawniła, że po wyżarzaniu w temperaturze 800°C w czasie 15 minut zaszła częściowa rekrytalizacja: 19% ziaren austenitu oraz 28,7% ziaren ferrytu. Większa część ziaren (80% ziaren austenitu oraz 57,4% ziaren ferrytu) to ziarna, w których rozpoczął się proces rekrytalizacji przez koalescencję podziaren (tzw. ziarna z podziarnami), natomiast 1% ziaren austenitu oraz 14% ziaren ferrytu nie uległo rekrytalizacji.

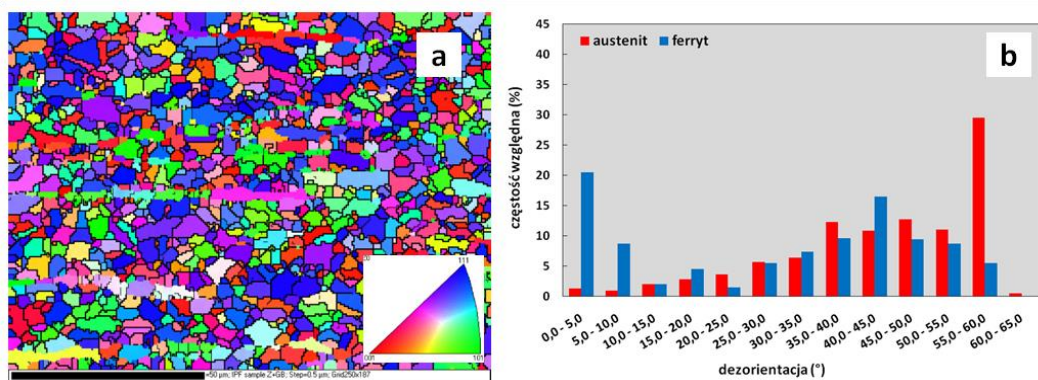


Rys. 3.14. Mapa ziaren zrekrystalizowanych oraz ich rozkład dla stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 800°C w czasie 15 minut

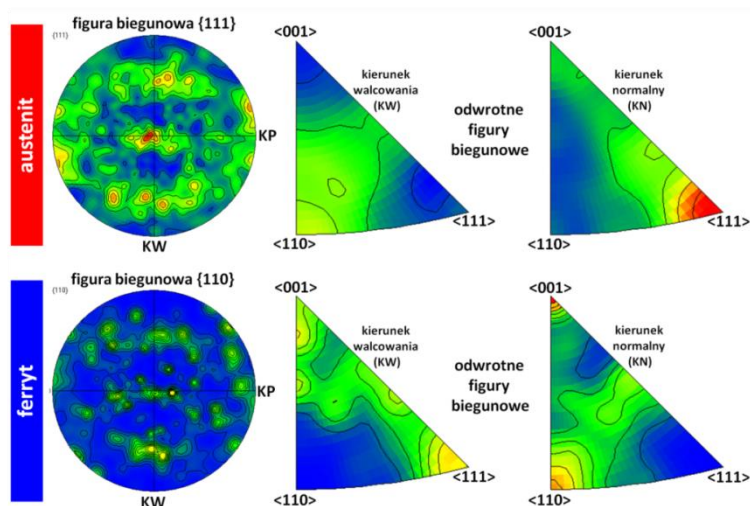
Mapa orientacji krystalograficznej (rys. 3.15a) ujawniła zróżnicowaną orientację ziaren. W przypadku austenitu dominowały granice ziaren dużego kąta, przy czym 29,6% granic ziaren stanowiły granice o dezorientacji w przedziale 55°÷60° (granice bliźniacze – rys. 3.15b). Dla ferrytu natomiast 31% granic ziaren to granice małego kąta o dezorientacji mniejszej niż 15°; ponadto 16,5% granic ziaren charakteryzowało się znacznie większą dezorientacją w przedziale 40°÷45° (rys. 3.15b).

Wyznaczone figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe (rys. 3.16) ujawniły obecność kilku rodzajów tekstur walcowania i rekrytalizacji. Porównanie teoretycznych figur biegunowych oraz odwrotnych figur biegunowych (rys. 3.11 i rys. 3.12) z figurami otrzymanymi eksperymentalnie za pomocą techniki EBSD (rys. 3.17) pozwala wyróżnić kilka orientacji idealnych odpowiadających następującym teksturom:

- dla austenitu: tekstury ścinania opisywanych orientacjami idealnymi $\{111\}\langle 110\rangle$ oraz $\{111\}\langle 112\rangle$;
- dla ferrytu: tekstury sześcienniej o orientacji idealnej $\{100\}\langle 001\rangle$ oraz tekstury Gossa o orientacji idealnej $\{110\}\langle 001\rangle$.

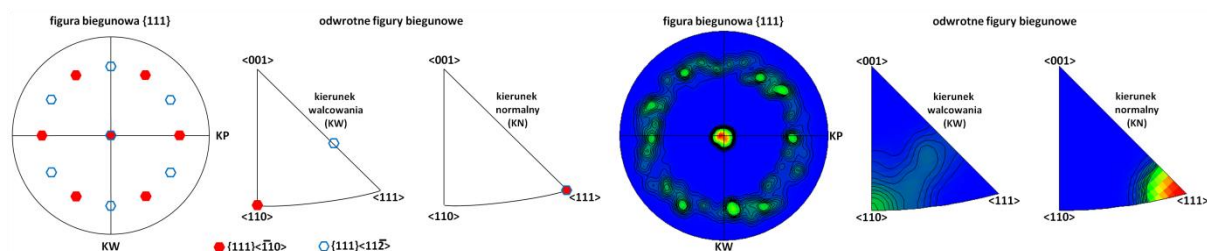


Rys. 3.15. Mapa orientacji krystalograficznej oraz rozkład dezorientacji granic ziarn dla stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 800°C w czasie 15 minut



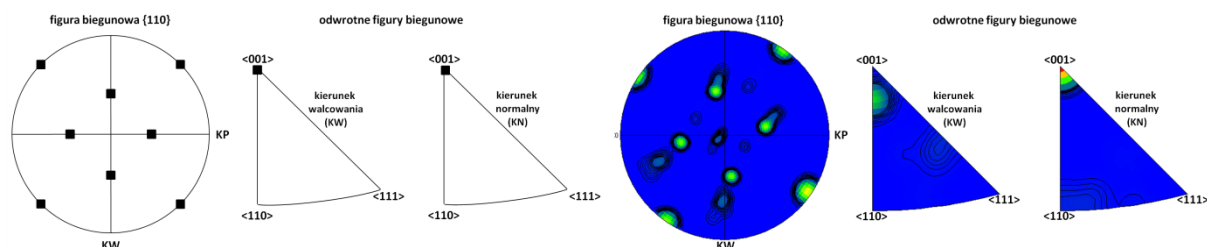
Rys. 3.16. Figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe dla stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 800°C w czasie 15 minut

Wyodrębnienie z figur biegunowych oraz odwrotnych figur biegunowych podzbiorów normalnych do płaszczyzn krystalograficznych odpowiadających poszczególnym orientacjom idealnym umożliwia przedstawienie tekstur w bardziej czytelnej formie dla każdej z faz. Na rys. 3.17 przedstawiono teoretyczne i eksperymentalne figury biegunowe $\{111\}$ oraz odwrotne figury biegunowe (dla kierunku walcowania i kierunku normalnego) dla austenitu w badanej stali. Figury otrzymane eksperymentalnie odpowiadają figurom teoretycznym dla tekstur ścinania o orientacjach idealnych $\{111\}\langle 110\rangle$ (kolor czerwony) oraz $\{111\}\langle 112\rangle$ (kolor niebieski); świadczy to jednoznacznie o obecności wymienionej tekstury austenitu.



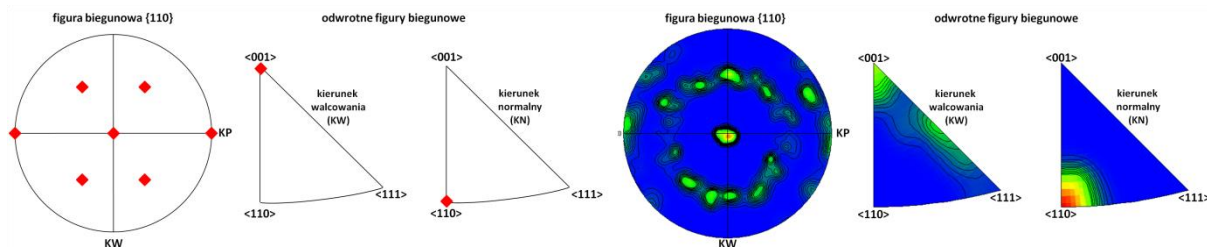
Rys. 3.17. Figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe dla tekstury austenitu $\{111\}\langle 110\rangle$ i $\{111\}\langle 112\rangle$ w stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 800°C w czasie 15 minut

Dla ferrytu wyodrębniono dwie tekstury: teksturę sześcienną (rys. 3.18) oraz teksturę Gossa (rys. 3.19). W przypadku tekstury sześcienniej widoczne jest odchylenie kątowe kierunku $\langle 001\rangle$ od kierunku walcowania o wartości około 10° .



Rys. 3.18. Figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe dla tekstury sześcienniej ferrytu w stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 800°C w czasie 15 minut

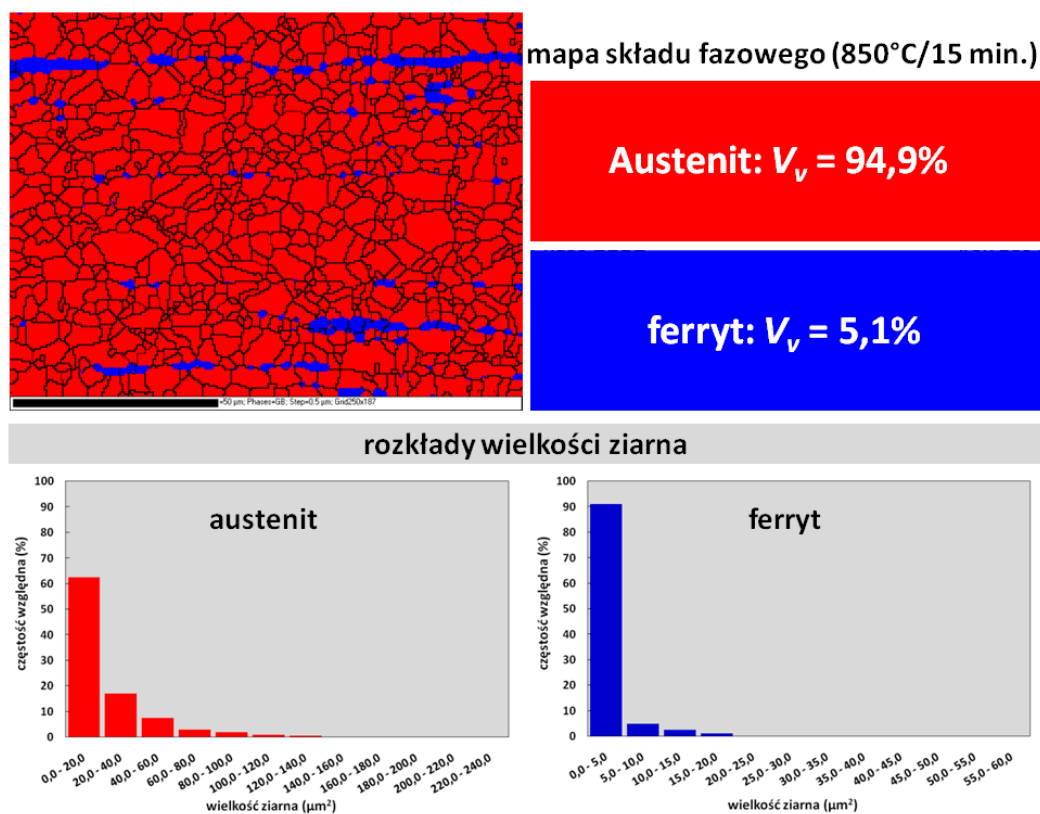
Dla tekstury Gossa również widoczne jest pewne odchylenie kierunku $\langle 001\rangle$ od kierunku walcowania, czemu odpowiadają dodatkowe maksima na eksperymentalnej figurze biegunowej $\{110\}$ oraz na odwrotnej figurze biegunowej dla kierunku walcowania niewystępujące na figurach teoretycznych. Najbardziej intensywne maksimum na odwrotnej figurze biegunowej (KW) odpowiada odchyleniu kierunku $\langle 001\rangle$ od kierunku walcowania o kąt 23° (rys. 3.19).



Rys. 3.19. Figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe dla tekstury Gossa ferrytu w stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 800°C w czasie 15 minut

Po wyżarzaniu walcowanej stali ferrytyczno-austenitycznej w temperaturze 850°C w czasie 15 minut stwierdzono mniejszą ilość ferrytu (5,1% - rys. 3.20) niż po

wyżarzaniu w temperaturze 800°C. Należy jednak zaznaczyć, że najbardziej prawdopodobną przyczyną jest wybór obszaru analizy, która ma charakter lokalny i nie musi być całkowicie reprezentatywna dla całego materiału. Ziarna austenitu mają kształt zbliżony do równoosiowego, natomiast ferryt tworzy nieciągłe pasma równoległe do kierunku walcowania (rys. 3.20). Rozkład wielkości ziarna austenitu ujawnił dużo większe pole płaskiego przekroju ziaren niż po wyżarzaniu w temperaturze 800°C: 62,5% ziaren austenitu w badanym obszarze miało wielkość mniejszą niż 20 μm^2 , a największe ziarna miały powierzchnię płaskiego przekroju zawierającą się w przedziale 120 μm^2 ÷140 μm^2 . Rozkład wielkości ziarna dla ferrytu był bardzo podobny jak po wyżarzaniu w niższej temperaturze.



Rys. 3.20. Mapa składu fazowego oraz rozkłady wielkości ziaren dla stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 850°C w czasie 15 minut

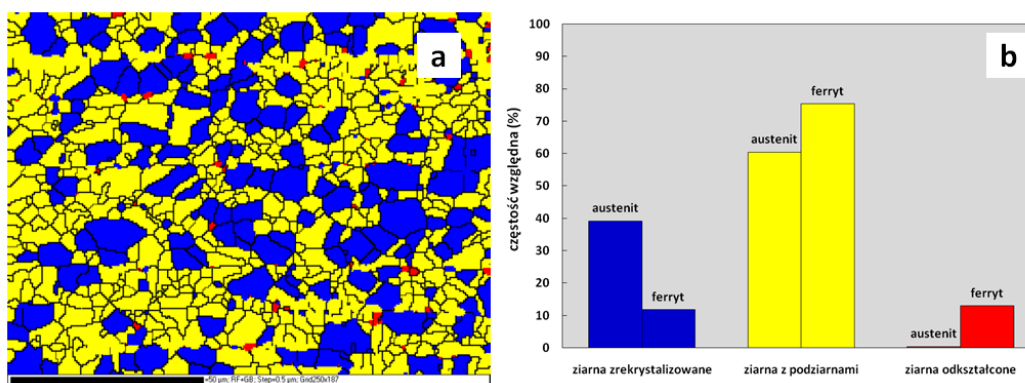
Parametry ziaren przedstawiono w tabeli 3.4. Średnia wielkość ziarna austenitu miała wartość 19,8 μm^2 , a średnia wielkość ziarna ferrytu to 1,8 μm^2 . Podobnie jak po wyżarzaniu w niższej temperaturze, odchylenie standardowe i współczynnik zmienności miały dużą wartość, co świadczy o mocno zróżnicowanej wielkości ziarna w badanej stali.

Tabela 3.4

Parametry ziaren austenitu i ferrytu dla stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 850°C w czasie 15 minut

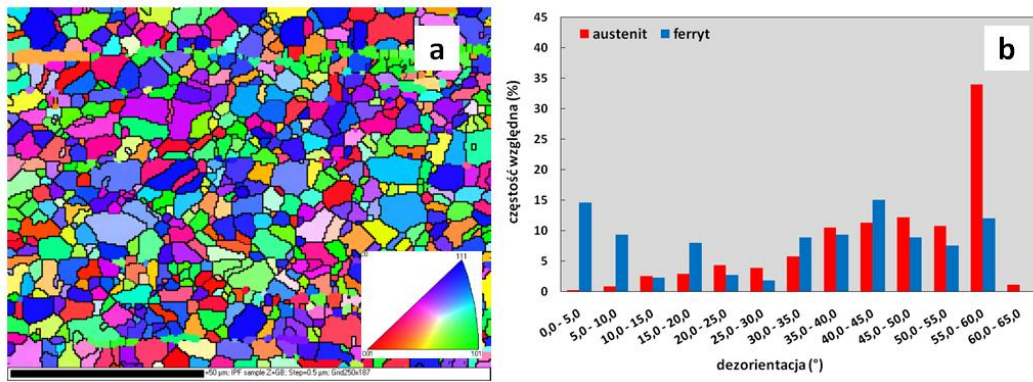
	średnia wielkość ziarna (μm^2)	odchylenie standardowe (μm^2)	współczynnik zmienności (%)	liczność zbioru ziaren
austenit	19,8	30,3	153,3	561
ferryt	1,8	3,7	201,4	327

Mapa ziaren zrekrystalizowanych (rys. 3.21) ujawniła, że po wyżarzaniu w temperaturze 850°C w czasie 15 minut zaszła częściowa rekrystalizacja: 39,1% ziaren austenitu oraz 11,8% ziaren ferrytu (rekrystalizacja austenitu zaszła w większym stopniu, a ferrytu w mniejszym niż po wyżarzaniu w temperaturze 800°C). Większa część ziaren (60,3% ziaren austenitu oraz 75,3% ziaren ferrytu) to ziarna, w których rozpoczął się proces rekrystalizacji przez koalescencję podziaren (tzw. ziarna z podziarnami), natomiast 0,5% ziaren austenitu oraz 13% ziaren ferrytu nie uległo rekrystalizacji.



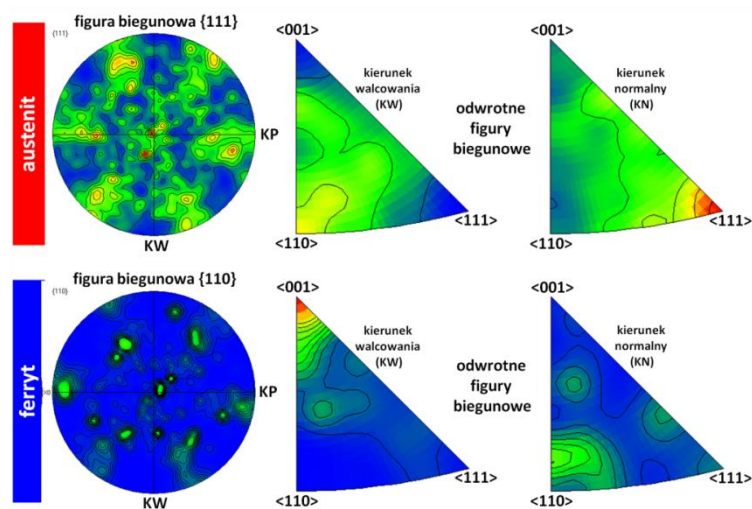
Rys. 3.21. Mapa ziaren zrekrystalizowanych oraz ich rozkład dla stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 850°C w czasie 15 minut

Mapa orientacji krystalograficznej (rys. 3.22a) ujawniła zróżnicowaną orientację ziaren. W przypadku austenitu dominowały granice ziaren dużego kąta, przy czym 34% granic ziaren stanowiły granice o dezorientacji w przedziale 55°÷60° (granice bliźniacze – rys. 3.22b). W przypadku ferrytu 26% granic ziaren to granice małego kąta o dezorientacji mniejszej niż 15°; ponadto 15% granic ziaren charakteryzowało się znacznie większą dezorientacją w przedziale 40°÷45° (rys. 3.22b).



Rys. 3.22. Mapa orientacji krystalograficznej oraz rozkład dezorientacji granic ziarn dla stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 850°C w czasie 15 minut

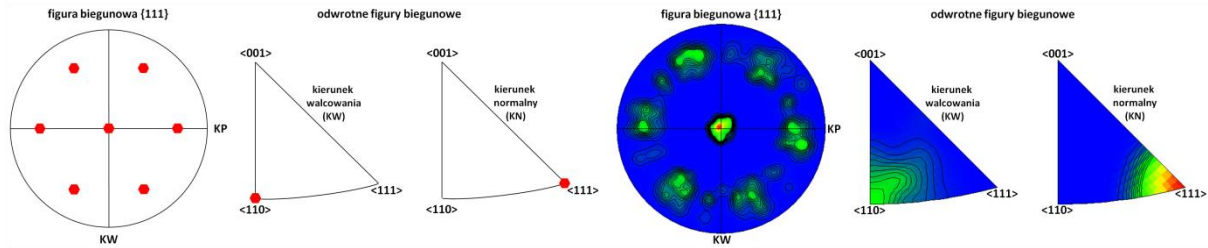
Wyznaczone figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe (rys. 3.23) ujawniły obecność kilku rodzajów tekstur walcowania i rekrytalizacji. Porównanie teoretycznych figur biegunowych oraz odwrotnych figur biegunowych (rys. 3.11 i rys. 3.12) z figurami otrzymanymi eksperymentalnie za pomocą techniki EBSD (rys. 3.23) pozwala wyróżnić kilka orientacji idealnych odpowiadających teksturze $\{111\}\langle 110\rangle$ austenitu oraz teksturze Gossa w przypadku ferrytu.



Rys. 3.23. Figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe dla stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 850°C w czasie 15 minut

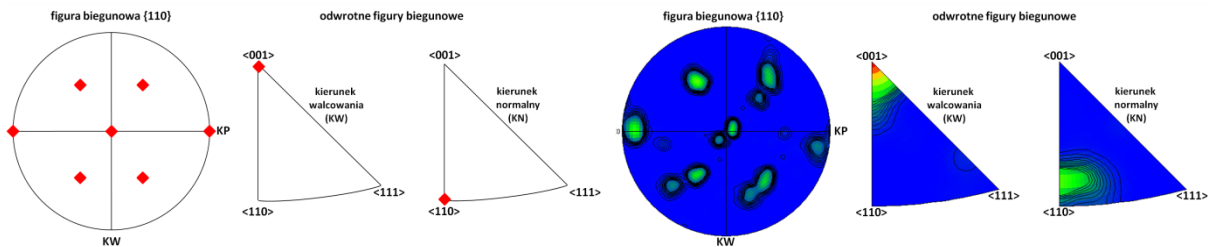
Na rys. 3.24 przedstawiono teoretyczne i eksperymentalne figury biegunowe $\{111\}$ oraz odwrotne figury biegunowe (dla kierunku walcowania i kierunku normalnego) dla austenitu w badanej stali, wyznaczone na podstawie wyodrębnionych normalnych do płaszczyzn $\{111\}$ austenitu. Figury otrzymane eksperymentalnie odpowiadają figurom teoretycznym dla tekstur ścinania o orientacji idealnej $\{111\}\langle 110\rangle$. Na figurze $\{111\}$

wyznaczonej eksperymentalnie widoczne są maksima o małej intensywności odpowiadające słabej teksturze $\{111\}\langle 112\rangle$.



Rys. 3.24. Figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe dla tekstury austenitu $\{111\}\langle 110\rangle$ w stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 850°C w czasie 15 minut

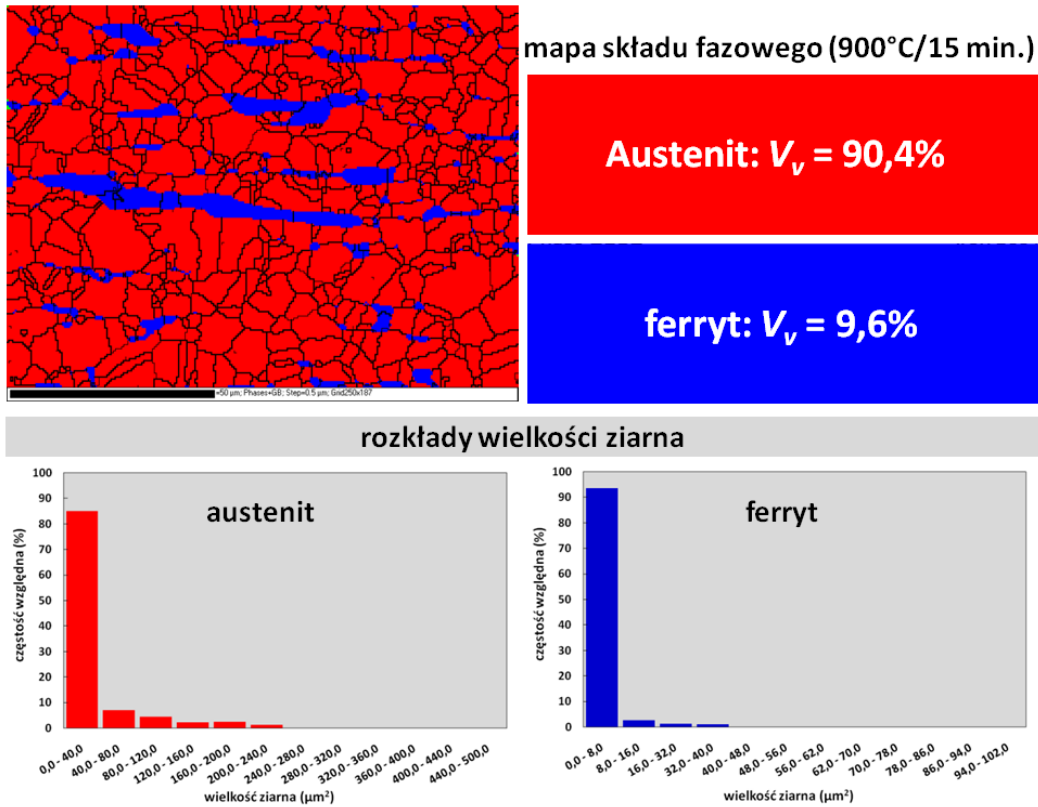
Dla ferrytu stwierdzono obecność tekstury Gossa (rys. 3.25), przy czym na odwrotnej figurze biegunowej (KN) widoczne jest odchylenie kierunku $\{110\}$ ziaren ferrytu od kierunku normalnego o maksymalny kąt 8° .



Rys. 3.25. Figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe dla tekstury Gossa ferrytu w stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 850°C w czasie 15 minut

Wyżarzanie badanej stali w temperaturze 900°C przez 15 minut spowodowało pewne zmiany w mikrostrukturze względem wyżarzania w temperaturze 850°C . Ziarna austenitu miały kształt równoosiowy z granicami bliźniaczymi, natomiast ferryt tworzył pasma równoległe do kierunku walcowania (rys. 3.26); obecne także były niewielkie skupiska ziaren ferrytu nietworzące pasm. Rozkład wielkości ziarna dla austenitu w badanym obszarze ujawnił, że 85% ziaren austenitu miało wielkość mniejszą niż $40\ \mu\text{m}^2$, natomiast 93% ziaren ferrytu miało wielkość nie większą niż $8\ \mu\text{m}^2$. Zaobserwowano także obecność ziaren austenitu o dużo większej wielkości (do $240\ \mu\text{m}^2$) niż po wyżarzaniu w niższej temperaturze.

Średnia wielkość ziarna austenitu miała wartość $19,7\ \mu\text{m}^2$ (tabela 3.5) – prawie taką samą jak po wyżarzaniu w temperaturze 850°C . Znacznie większa jednak była wartość odchylenia standardowego i współczynnika zmienności, co świadczy o większym zróżnicowaniu wielkości ziarna. Średnia wielkość ziarna ferrytu również była większa niż po wyżarzaniu w niższej temperaturze.

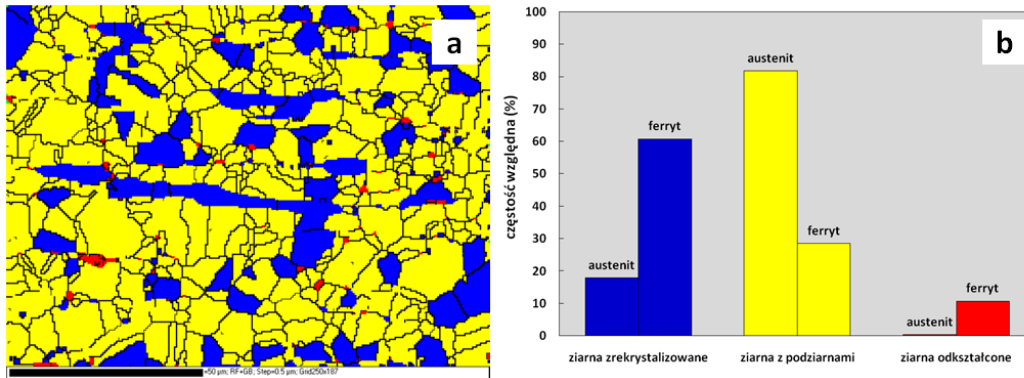


Rys. 3.26. Mapa składu fazowego oraz rozkłady wielkości ziaren dla stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 900°C w czasie 15 minut

Tabela 3.5
Parametry ziaren austenitu i ferrytu dla stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 900°C w czasie 15 minut

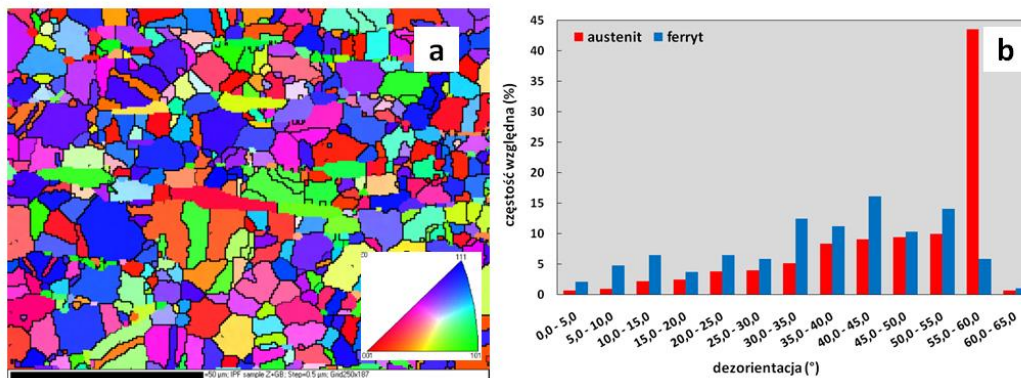
	średnia wielkość ziarna (μm^2)	odchylenie standardowe (μm^2)	współczynnik zmienności (%)	liczność zbioru ziaren
austenit	19,7	44,8	227,8	531
feryt	2,4	6,7	285,4	523

Mapa ziaren zrekrystalizowanych (rys. 3.27) ujawniła, że po wyżarzaniu w temperaturze 900°C w czasie 15 minut zaszła częściowa rekrytalizacja: 18% ziaren austenitu oraz 61% ziaren ferrytu (rekrytalizacja austenitu zaszła w większym stopniu, a ferrytu w mniejszym niż po wyżarzaniu w temperaturze 850°C). Większa część ziaren austenitu (82%) oraz 28% ziaren ferrytu to ziarna, w których rozpoczął się proces rekrytalizacji przez koalescencję podziaren (tzw. ziarna z podziarnami), natomiast 0,3% ziaren austenitu oraz 11% ziaren ferrytu nie uległo rekrytalizacji.



Rys. 3.27. Mapa ziaren zrekrystalizowanych oraz ich rozkład dla stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 900°C w czasie 15 minut

Mapa orientacji krystalograficznej (rys. 3.28a) ujawniła zróżnicowaną orientację ziaren. W przypadku austenitu dominowały granice ziaren dużego kąta, przy czym ponad 43% granic ziaren stanowiły granice o dezorientacji w przedziale 55°÷60° (granice bliźniacze – rys. 3.28b). W przypadku ferrytu tylko 13% granic ziaren to granice małego kąta o dezorientacji mniejszej niż 15°; ponadto 9,4% granic ziaren charakteryzowało się znacznie większą dezorientacją w przedziale 40°÷45° (rys. 3.27b).

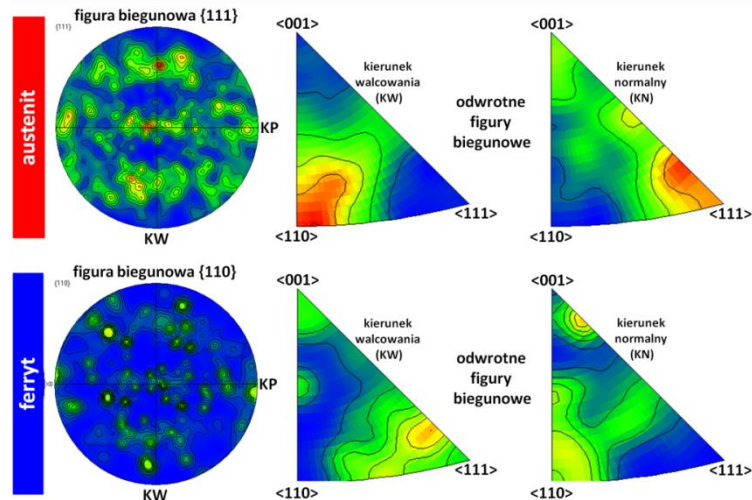


Rys. 3.28. Mapa orientacji krystalograficznej oraz rozkład dezorientacji granic ziaren dla stali ferrytyczno-austenitycznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 900°C w czasie 15 minut

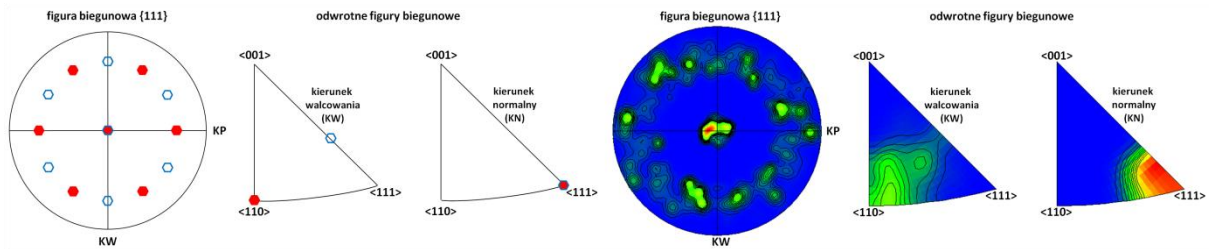
Wyznaczone eksperymentalnie za pomocą techniki EBSD (rys. 3.29) figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe pozwoliły wyróżnić kilka orientacji idealnych odpowiadających teksturze {111}<110> oraz {111}<112> austenitu oraz teksturze Gossa w przypadku ferrytu.

Na rys. 3.30 przedstawiono teoretyczne i eksperymentalne figury biegunowe {111} oraz odwrotne figury biegunowe (dla kierunku walcowania i kierunku normalnego) dla austenitu w badanej stali, wyznaczone na podstawie wyodrębnionych normalnych do płaszczyzn {111} austenitu. Figury otrzymane eksperymentalnie odpowiadają figurom

teoretycznym dla tekstur ścinania o orientacjach idealnych $\{111\}\langle 110\rangle$ oraz $\{111\}\langle 112\rangle$.

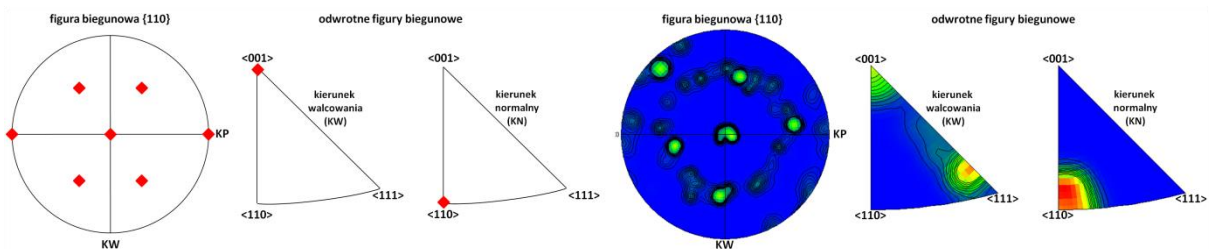


Rys. 3.29. Figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe dla stali ferrytyczno-austenicznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 900°C w czasie 15 minut



Rys. 3.30. Figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe dla tekstury austenitu $\{111\}\langle 110\rangle$ i $\{111\}\langle 112\rangle$ w stali ferrytyczno-austenicznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 900°C w czasie 15 minut

W przypadku ferrytu stwierdzono obecność tekstury Gossa (rys. 3.31), przy czym widoczne jest znaczne odchylenie kierunku $\langle 001\rangle$ od kierunku walcowania.



Rys. 3.31. Figury biegunowe i odwrotne figury biegunowe dla tekstury Gossa ferrytu w stali ferrytyczno-austenicznej walcowanej na zimno oraz wyżarzanej w temperaturze 900°C w czasie 15 minut

Na wyznaczonej eksperymentalnie figurze biegunowej $\{110\}$ widoczne są maksima przemieszczone względem pozycji teoretycznych o kąt 45°; potwierdzeniem takiego odchylenia jest również dodatkowe maksimum na odwrotnej figurze biegunowej dla kierunku walcowania w pobliżu bieguna $\langle 111\rangle$.

Walcowanie blach z wysokomanganowej stali ferrytyczno-austenitycznej, a następnie ich wyżarzanie w temperaturze 800°C, 850°C i 900°C w czasie 15 minut spowodowało znaczny rozrost ziarna: średnia wielkość ziarna austenitu zwiększyła się z 9,7 μm^2 do 19,7 μm^2 , natomiast w przypadku ferrytu średnia wielkość ziarna zwiększyła się z 1,9 μm^2 do 2,4 μm^2 .

Wyżarzanie po walcowaniu spowodowało rekrytalizację badanej stali, przy czym najwięcej ziaren w pełni zrekrystalizowanych zaobserwowano w temperaturze 850°C. W każdej temperaturze zachodził proces rekrytalizacji przez koalescencję podziaren, jednak nie zakończył się on całkowicie.

Analiza orientacji krystalograficznej wykazała obecność w badanych blachach tekstury: w przypadku austenitu była to tekstura ścinania o orientacjach idealnych $\{111\}\langle 110\rangle$ i $\{111\}\langle 112\rangle$, a w przypadku ferrytu tekstura Gossa oraz tekstura sześcienna (po wyżarzaniu w temperaturze 800°C). Im wyższa była temperatura wyżarzania, tym większe obserwowano odchylenia od orientacji idealnych w teksturze ferrytu.

Bibliografia

1. Schwartz A. J., Kumar M., Adams B. L., Field D. P., *Electron Backscatter Diffraction In Materials Science. Second Edition*, Springer, (2009).
2. Baba-Kishi K. Z.: Electron backscatter Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope for crystallographic analysis, *J. Mater. Sci.*, (2002), 37, 1715–1746.
3. Zaefferer S.: On the formation mechanisms, spatial resolution and intensity of backscatter Kikuchi patterns, *Ultramicroscopy*, (2007), 107, 254–266.
4. Gourgues-Lorenzon A. F., Application of electron backscatter diffraction to the study of phase transformations, *Int. Mat. Rev.*, (2007), 52(2), 65–128.
5. Wynick G. L., Boehlert C. J., Use of electropolishing for enhanced metallic specimen preparation for backscatter diffraction analysis, *Mat. Charact.*, (2005), 55, 190–202.
6. Randle V., Electron backscatter diffraction: Strategies for reliable data acquisition and processing, *Mat. Charact.*, (2009), 60, 913–922.
7. HKL Channel 5, Oxford Instruments, Electron Backscatter Diffraction Company, Denmark, (2006).
8. Faryna M., Analiza zależności krystalograficznych faz składowych w kompozytach z osnową ceramiczną, Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN, Kraków, (2003).

9. Faryna M., Dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych – kilka uwag praktycznych, *Inż. Mater.*, (2009), 1 (167), 5–11.
10. Chmiela B., Zastosowanie techniki EBSD do identyfikacji i opisu wad odlewniczych elementów z nadstopów niklu, rozprawa doktorska, Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii, Katowice 2012.
11. Szczotok A., Chmiela B., Sozańska M., Grain imaging and measurement on cross-section of turbine blade using EBSD and optical methods, *Inż. Mater.*, (2010), 3(175), 695–698.
12. Shollock B. A., Solidification defects in directionally solidified nickel-base superalloys: problem solving using electron backscatter diffraction, *Mater. Sci. Tech.*, (2006), 22(11), 1338–1342.
13. Chmiela B., Sozańska M., Rodak K., Phase identification in nickel-based superalloys using EBSD/SEM and electron diffraction in STEM, *Solid State Phen.* (2012), 186, 58–61.
14. Long F., Yoo Y. S., Jo C. Y., Seo S. M., Song Y. S., Jin T., Hu Z. Q., Formation of η and σ phase in three polycrystalline superalloys and their impact on tensile properties, *Mater. Sci. Eng. A*, (2009), 527, 361–369.
15. Long F., Yoo Y. S., Jo C. Y., Seo S. M., Jeong H. W., Song Y. S., Jin T., Hu Z. Q., Phase transformation of η and σ phases in an experimental nickel-based superalloy, *J. Alloys and Comp.*, (2009), 478, 181–187.
16. D'Souza N., Newell M., Devendra K., Jennings P. A., Ardakani M. G., Shollock B. A., Formation of low angle boundaries in Ni-based superalloys, *Mater. Sci. Eng. A*, (2005), 413–414, 567–570.
17. Newell M. Devendra K., Jennings P. A., D'Souza N., Role of dendrite branching and growth kinetics in the formation of low angle boundaries in Ni-based superalloys, *Mater. Sci. Eng.*, (2005), 412, 307–315.
18. Chmiela B., Szeliga D., Sozańska M., Jarczyk J., Cwajna J., Analysis of stray grain formation in single crystal CMSX-4 superalloy, *Solid State Phen.* (2012).
19. Mueller E. M., The characterization of freckle casting defects in directionally solidified nickel-base superalloy turbine blades, (2003), MSc Thesis, University of Florida.
20. Ma D., Wu Q., Bührig-Polaczek A., Some new observations on freckle formation in directionally solidified superalloy components, *Metal. Mater. Trans. B*, (2011), DOI: 10.1007/s11663-011-9608-0.
21. Ma D., Zhou B., Bührig-Polaczek A., Investigation of freckle formation under various solidification conditions, *Adv. Mater. Res.*, (2011), 278, 428–433.

22. Ma D., Mathes M., Zhou B., Bührig-Polaczek A., Influence of crystal orientation on the freckle formation in directionally solidified superalloys, *Adv. Mater. Res.*, (2011), 278, 114–119.
23. Pollock T. M., Murphy W. H., Goldman E. H., Uram D. L., Tu J. S., Grain defect formation during directional solidification of nickel base single crystals, *Superalloys*, (1992), The Minerals, Metals & Materials Society, 125–134.
24. Sozańska M., Chmiela B., Zastosowanie dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych w badaniach nadstopów niklu, *Materiały Konferencyjne XXXVII Szkoły Inżynierii Materiałowej*, Kraków – Krynica, (2009).
25. Chmiela B., Ocena wad odlewów precyzyjnych z nadstopów niklu za pomocą technik SEM-EDS-EBSD, *Materiały Konferencyjne XXXIX Szkoły Inżynierii Materiałowej*, Kraków – Krynica, (2011).
26. Chmiela B., Sozańska M., Cwajna J., Identification and evaluation of freckles in directionally solidified casting made of PWA 1426 nickel-based superalloy, *Arch. Metall. Mater.*, (2012), 57(2), 567–572.
27. Dai H. J., A study of solidification structure evolution during investment casting of Ni-based superalloy for aero-engine turbine blades, PhD Thesis, (2008), Department of Engineering, University of Leicester.
28. Dai H. J., Gebelin J.-C., D'Souza N., Brown P. D., Dong H. B., Effect of spiral shape on grain selection during casting of single crystal turbine blades, *Int. J. Cast. Met. Res.*, (2009), 22, 55–57.
29. Dai H. J., D'Souza N., Dong H. B., Grain selection in spiral selectors during investment casting of single crystal turbine blades: Part I. Experimental investigation, *Metal. Mater. Trans. A*, (2011), 42A, 3430–3438.
30. Dai H. J., Dong H. B., D'Souza N., Gebelin J.-C., Reed R. C., Grain selection in spiral selectors during investment casting of single crystal components: Part II. Numerical modeling, *Metal. Mater. Trans. A*, (2011), 42A, 3439–3446.
31. Giamei A. F., Kear B. H., On the nature of freckles in nickel base superalloys, *Metall Trans.*, (1970), 1, 2185–2192.
32. Al-Jarba K. A., Fuchs G. E., Effect of carbon additions on the as-cast microstructure and defect formation of a single crystal Ni-based superalloy, *Mater. Sci. Eng. A*, (2004), 373, 255–267.
33. Yang W., Chen W., Chang K., Mannan S., deBarbadillo J., Freckle criteria for the upward directional solidification of alloys, *Metall. Mater. Trans. A*, (2001), 32A, 397–406.

34. Tin S., Pollock T. M., Predicting freckle formation in single crystal Ni-base superalloys, *J. Mater. Sci.*, (2003), 39, 7199–7205.
35. Beckermann C., Gu J. P., Boettinger W. J., Development of a freckle predictor via Rayleigh number method for single-crystal nickel-base superalloy castings, *Metall. Mater. Trans. A*, (2000), 31A, 2545–2557.
36. Auburtin P., Wang T., Cockroft S. L., Mitchell A., Freckle formation and freckle criterion in superalloy castings, *Metall. Mater. Trans. A*, (2000), 31B, 801–811.
37. Yang W-H., deBarbadillo J., Morita K., Suzuki T., Chen W., Chang K-M., A freckle criterion for the solidification of superalloys with a tilted solidification front, *JOM*, (2004), 56–61.
38. Tin S., Pollock T. M., Murphy W., Stabilization of thermosolutal convective instabilities in Ni-based single-crystal superalloys: carbon additions and freckle formation, *Metall. Mater. Trans. A*, (2001), 32A, 1743–1753.
39. Long Z., Liu X., Yang W., Chang K-M., Barbero E., Thermodynamic assessment of liquid composition change during solidification and its effect on freckle formation in superalloys, *Mater. Sci. Eng. A*, (2004), 386, 254–261.
40. Lesoult G., Combeau H., Moukassi M., Interactions between solidification and fluid flow. Effects on cast structures and segregations, *J. de Physique III*, (1993), 3, 813–822.
41. Yu J., Xu Q., Liu B., Li J., Yuan H., Jin H., Experimental study and numerical simulation of directionally solidified turbine blade casting, *J. Mater. Sci. Technol.*, (2008), 24, 369–373.
42. Amouyal Y., Sediman D. N., The role of hafnium in the formation of misoriented defects in Ni-based superalloys: an atom-probe tomographic study, *Acta Mater.*, (2011), 59, 3321–3333.
43. Amouyal Y., Sediman D. N., An atom-probe tomographic study of freckle formation in a nickel-based superalloy:, *Acta Mater.*, (2011), 59, 6729–6742.
44. Reed R. C., *The superalloys. Fundamentals and applications*, Cambridge University Press, (2006), ISBN 978-0-521-85904.
45. Chmiela B., Sozańska M., Moskal G., Application of EBSD method for the investigation of microstructure and crystallographic orientation in RE₂Zr₂O₇ TBC; *Mat. Sci. Eng.* (2012), 32, doi: 10.1088/1757-899X/32/1/012006.
46. Chmiela B., Sozańska M., Cwajna J. (2013). Application of EBSD technique to investigation of modern materials for aero engines turbine blades. *Inżynieria Materiałowa* 3:140–4.

47. Tatschl A, Kolednik O (2003). On the experimental characterization of crystal plasticity in polycrystals. *Mat Sci Eng A* 342:152–68.
48. Coulomb P., *Tekstura w metalach o sieci regularnej*, PWN, Warszawa 1977.
49. Major B., *Rola ścinania w procesie tworzenia się tekstur w metalach i stopach o sieci A1*, Zeszyty Naukowe Akademii Górniczo-Hutniczej, Kraków 1987.
50. Stalony-Dobrzański F., *Stereologiczna analiza tekstury w badaniach strukturalnych*, Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne AGH, Kraków 2008.

List of figures

Fig. 3.1. Scanning electron microscope Hitachi S-3400N equipped with INCA HKL Nordlys II (Channel 5) system

Fig. 3.2. Schematic formation of Kikuchi lines [10]

Fig. 3.3. Spatial resolution of EBSD technique [10]

Fig. 3.4. Grain reconstruction on the cross section of turbine blade made of MAR-M247 nickel-base superalloy

Fig. 3.5. Pole figures and inverse pole figures: (a) for ideal nickel-base superalloy single crystal with orientation $\langle 001 \rangle$ (KP1, KP2 – orthogonal transverse directions; KN – normal direction); (b) for real nickel-base superalloy single crystal

Fig. 3.6. Image of *freckles* defect in casting made of CMSX-4 superalloy: (a) grain boundaries; (b) BC image of defect fragment with grain boundaries; (c) grain boundaries misorientation distribution [10]

Fig. 3.7. Orientation map of *freckles* defect in casting made od CMSX-4 superalloy [10].

Fig. 3.8. Pole figures and inverse pole figures for *freckles* defect in CMSX-4 superalloy [10]

Fig. 3.9. Misorientation profiles in freckles defect (CMSX-4) [10]

Fig. 3.10. Phase composition analysis on the cross section of the TBC coating: (a) SEM image of coating cross section; (b) SEM image of TGO layer; (c) phase map on the cross section of the coating [45]

Fig. 3.11. Graphic presentation of the textures for metals and alloys with face centered cubic crystal lattice (A1): KW – rolling direction; KP – transverse direction; ND – normal direction

Fig. 3.12. Graphic presentation of the textures for metals and alloys with body centered cubic crystal lattice (A2): KW – rolling direction; KP – transverse direction; ND – normal direction

Fig. 3.13. Phase map composition and grain size distributions for ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 800°C within 15 minutes

Fig. 3.14. Recrystallized factor map and distribution of recrystallized grains for ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 800°C within 15 minutes

Fig. 3.15. Orientation map and misorientation distribution ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 800°C within 15 minutes

Fig. 3.16. Pole figures and inverse pole figures for ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 800°C within 15 minutes

Fig. 3.17. Pole figures and inverse pole figures for austenite texture $\{111\}\langle 110\rangle$ and $\{111\}\langle 112\rangle$ in ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 800°C within 15 minutes

Fig. 3.18. Pole figures and inverse pole figures for ferrite cubic texture in ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 800°C within 15 minutes

Fig. 3.19. Pole figures and inverse pole figures for ferrite Goss texture in ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 800°C within 15 minutes

Fig. 3.20. Phase map composition and grain size distributions for ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 850°C within 15 minutes

Fig. 3.21. Recrystallized factor map and distribution of recrystallized grains for ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 850°C within 15 minutes

Fig. 3.22. Orientation map and misorientation distribution ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 850°C within 15 minutes

Fig. 3.23. Pole figures and inverse pole figures for ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 850°C within 15 minutes

Fig. 3.24. Pole figures and inverse pole figures for austenite texture $\{111\}\langle 110\rangle$ in ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 800°C within 15 minutes

Fig. 3.25. Pole figures and inverse pole figures for ferrite Goss texture in ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 850°C within 15 minutes

Fig. 3.26. Phase map composition and grain size distributions for ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 900°C within 15 minutes

Fig. 3.27. Recrystallized factor map and distribution of recrystallized grains for ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 900°C within 15 minutes

Fig. 3.28. Orientation map and misorientation distribution ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 900°C within 15 minutes

Fig. 3.29. Pole figures and inverse pole figures for ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 900°C within 15 minutes

Fig. 3.30. Pole figures and inverse pole figures for austenite texture $\{111\}\langle 110\rangle$ and $\{111\}\langle 112\rangle$ in ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 900°C within 15 minutes

Fig. 3.31. Pole figures and inverse pole figures for ferrite Goss texture in ferritic-austenitic steel after cold rolling and annealing at the temperature of 900°C within 15 minutes

Janusz SZALA ¹

Rozdział 4

STEREOLOGIA ZE ZNAKIEM JAKOŚCI Q

4.1. Wprowadzenie

Początki stereologii na Wydziale Inżynierii Materiałowej i Metalurgii są nierozdzielnie związane z powołaniem w roku 1971 na ówczesnym Wydziale Metalurgicznym Instytutu Inżynierii Materiałowej (IIM) oraz podjęciem w nim działalności naukowo-dydaktycznej w obszarze nauki o materiałach i inżynierii materiałowej. Był to początkowy okres rozwoju tych dziedzin wiedzy w Polsce. Ich twórcy uznali, że istotą nauki o materiałach i inżynierii materiałowej jest analiza oraz określenie związków i zależności w łańcuchu przyczynowo – skutkowym: skład chemiczny – parametry technologiczne – struktura – właściwości – funkcje i cechy użytkowe materiałów. Optymalizacja składu chemicznego oraz parametrów procesów technologicznych zapewniających uzyskanie tworzywa o zakładanych właściwościach wymaga zastosowania do charakteryzowania wszystkich ogniw w tym łańcuchu metod ilościowych. Najślabiej pod tym względem prezentował się w tamtym czasie opis struktury, gdzie dominowały metody jakościowe bądź półilościowe oparte na skali wzorców m.in. stopnia zanieczyszczenia stali wtrąceniami niemetalicznymi, rozmiarów ziarna, kształtu, rozmiarów i rozmieszczenia grafitu w żeliwach, segregacji węglików w stalach narzędziowych i łożyskowych. Metody te charakteryzowały się dużym subiektywizmem oraz małą dokładnością. Jedynym sposobem wyeliminowania tych wad było zastosowanie do opisu struktury tworzyw metod ilościowych.

Podstawowe elementy struktury tworzyw, takie jak: ziarna, wydzielения, wtrącenia itp., można traktować jako bryły w określony sposób rozmieszczone w przestrzeni trójwymiarowej. Pełna ilościowa charakterystyka struktury jest zatem możliwa tylko

¹Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej

wtedy, gdy dysponuje się parametrami opisującymi je w tej przestrzeni. W przypadku próbek nieprzeźroczystych, a takie dominują w materiałoznawstwie, bezpośrednie wyznaczenie tych parametrów jest praktycznie niemożliwe. Podstawowym narzędziem stosowanym w badaniach materiałoznawczych są bowiem mikroskopy dające jedynie obraz płaskiego przekroju lub płaskiej projekcji tych brył. Najdoskonalszą metodą pozwalającą na ilościowy opis struktury w przestrzeni trójwymiarowej na podstawie wyników uzyskanych na tych obrazach jest stereologia, zwana również stereometryczną metalografią ilościową. Wychodząc z tego założenia, władze IIM umożliwiły w latach siedemdziesiątych ubiegłego wieku grupie młodych pracowników naukowych skupionych wokół prof. Adolfa Maciejnego podjęcie badań w zakresie zastosowania mało dotąd znanej w środowisku materiałoznawców stereologii do ilościowej oceny struktury tworzyw. Decyzja ta była dalekowzroczna, gdyż, jak się później okazało, stwierdzenie dotyczące wiodącej roli stereologii w metalografii ilościowej było aktualne nie tylko wtedy, lecz nie straciło nic na aktualności także dzisiaj, mimo że w międzyczasie pojawiły się nowoczesne techniki obrazowania struktury w przestrzeni 3D, takie jak np. mikrotomografia komputerowa, mikrotomografia elektronowa czy SEM+FIB.

Istotną rolę w podjęciu tej decyzji bez wątpienia odegrała pierwsza w krajowej literaturze monografia autorstwa jednego z ojców polskiej powojennej metalografii ilościowej prof. Jerzego Rysia, dotycząca ilościowej oceny struktury materiałów metodami stereologicznymi [1]. Przedstawiała ona aktualny stan wiedzy dotyczącej ilościowego opisu struktury materiałów i jej znaczenia dla rozwoju teorii przemian fazowych oraz teorii właściwości materiałów. Zwracała także uwagę na perspektywy rozwoju zarówno teorii, jak i praktycznego wykorzystania stereologii w nowoczesnym materiałoznawstwie. Autor zdefiniował również główne przyczyny znikomego wykorzystania osiągnięć stereologii teoretycznej w badaniach materiałoznawczych o charakterze poznawczym oraz w przemysłowych systemach kontroli jakości wyrobów, za które uznał: niedostateczną znajomość metod metalografii ilościowej w środowisku materiałoznawczym oraz dużą pracochłonność stosowanych wtedy manualnych i półautomatycznych metod pomiarów i zliczeń.

Wspominany wcześniej zespół naukowców za motto swojej działalności przyjął pokonanie barier wymienionych w poprzednim akapicie przez wypracowanie skutecznych form popularyzacji metod stereologicznych, opracowanie zautomatyzowanych metod pomiarów oraz wykazanie praktycznej przydatności metalografii ilościowej w badaniach poznawczych i stosowanych. Działania te zakończyły się sukcesem, o czym świadczyć może to, że nieznana wcześniej nikomu

grupa entuzjastów stereologii zaczęła być rozpoznawalna w środowisku materiałoznawców stosujących metody stereologiczne. Można nawet zaryzykować stwierdzenie, że z czasem zaczęła w nim dominować. Złożyło się na to wiele przyczyn. Bez wątplenia jednak najważniejszą była wieloletnia wytężona praca wszystkich członków tej grupy zafascynowanych stereologią, otwartych na nowe dostępne w niej metody i narzędzia badawcze, potrafiących swoją wiedzę i umiejętności nie tylko zastosować w praktyce, lecz także zarazić nią młodszych kolegów. Przegląd niektórych najważniejszych efektów tej pracy zamieszczono w dalszej części niniejszego opracowania.

4.2. Początki stereologii w Instytucie Inżynierii Materiałowej

Jak się wydaje, metody stereologiczne były obecne w działalności badawczej Instytutu Inżynierii Materiałowej od momentu jego powstania. Odgrywały jednak w nich marginalną rolę, głównie ze względu na niewielkie doświadczenie stosujących je osób oraz brak odpowiedniej aparatury. Systematyczne studiowanie wiedzy stereologicznej oraz zastosowanie jej metod w praktyce zapoczątkował na naszym wydziale Jan Cwajna, który w roku 1975 poświęcił temu zagadnieniu swoją pracę dyplomową magisterską [2]. Jako materiał do badań wybrał stal szybkotnącą. Uznał bowiem, że doświadczenia metodyczne nabyte w wyznaczaniu ilościowych zależności pomiędzy parametrami technologicznymi, strukturą pierwotną i właściwościami takiego materiału mogą być wykorzystane w badaniach innych materiałów zawierających cząstki fazy dyspersyjnej. Nie bez znaczenia był również fakt, że węgliki pierwotne we wlewkach wytworzonych z tej stali w warunkach przemysłowych były na tyle duże, że można było je stosunkowo łatwo odróżnić na obrazach z mikroskopu świetlnego od metalicznej osnowy, co ułatwiło dokonanie ich ilościowej oceny metodami manualnymi. Praca ta pokazała, że nawet bez specjalistycznej aparatury możliwe jest, co prawda w ograniczonym zakresie, wzbogacenie jakościowego opisu struktury o elementy metalografii ilościowej. Zainspirowało to innych dyplomantów, którzy w tym okresie realizowali swoje prace dyplomowe do szerszego niż do tej pory wykorzystania w nich metod ilościowych. W tej grupie znalazł się m.in. także Janusz Szala, który do opisu zmian rozmiarów ziarna austenitu pod wpływem obróbki cieplnej stali Ferchroman zastosował zliczeniową metodę Jeffriesa-Sałytkowa oraz metodę porównawczą opartą na wzorcach ASTM [3].

Rosnące zainteresowanie stereologią, szczególnie wśród świeżo upieczonych absolwentów kierunku inżynieria materiałowa, stało się impulsem do rozpoczęcia prac organizacyjnych mających na celu stworzenie w Instytucie Inżynierii Materiałowej laboratorium metalografii ilościowej, które po kolejnych reorganizacjach stało się trzonem obecnego Zakładu Badań i Mechaniki Materiałów. Zadanie to powierzono Janowi Cwajnie, do którego wkrótce dołączyli m.in. Janusz Szala i Marian Maliński. W pierwszych latach w pracach tych aktywnie uczestniczył Marek Hetmańczyk, który w późniejszych latach, będąc już dyrektorem instytutu, zawsze wspierał działania tej grupy. Głównym problemem, który należało w pierwszej kolejności rozwiązać, było pozyskanie nowoczesnej aparatury do ilościowej oceny struktury, bez której dalszy rozwój metalografii ilościowej na naszym wydziale byłby niemożliwy. Nie było to łatwe zadanie, ale mimo obiektywnych trudności udało się pod koniec lat 70. ubiegłego wieku zakupić nowoczesne jak na ówczesne lata analizatory obrazu: półautomatyczny MOP-AMO3 pracujący w trybie 2D oraz automatyczny Epiquant – realizujący pomiary metodą liniową. Opiekę nad tymi urządzeniami, podobnie zresztą jak nad później nabywaną aparaturą, powierzono autorowi niniejszego opracowania. Pomiar i wyprowadzenie wyników w tych urządzeniach odbywały się w oparciu o rozwiązania hardwarowe, dlatego praktycznie niemożliwa była jakakolwiek ingerencja mająca na celu poszerzenie ich możliwości badawczych. Niemniej udało się opracować uniwersalną procedurę, która na podstawie wyników pomiaru liniowego prowadzonego z zastosowaniem analizatora Epiquant pozwalała scharakteryzować parametry płaskich przekrojów cząstek kulistych na powierzchni zglądu (N_A i \bar{d}) bez względu na typ ich rozkładu [4].

Tematyka ilościowej oceny struktury stali szybko tnących zapoczątkowana w pracy dyplomowej Jana Cwajny kontynuowana była także w dalszych latach przy współpracy z zespołem opracowującym w Hucie Batory technologię know-how kucia w kowarkach wyrobów hutniczych o dużych przekrojach z wysokostopowych stali narzędziowych. Na uwagę zasługuje wykorzystanie unikatowego materiału do badań w postaci tarcz poprzecznych i wzdłużnych wyciętych z wlewków przeznaczonych do kucia w kowarkach, z tzw. kęsów składanych pozwalających na wyznaczenie rozkładu odkształceń lokalnych oraz z kęsów i prętów o dużych przekrojach ze stali SW18. W trakcie pomiarów dysponowano analizatorem obrazu Quantimet 720, co pozwoliło na wyznaczenie szerokiego spektrum parametrów stereologicznych i morfologicznych komórek eutektycznych, eutektyk węglkowych i węglików pierwotnych po kolejnych zabiegach technologicznych oraz ziarna osnowy w stanie hartowanym. Opracowano ponadto metodykę wykreślania na podstawie wyników ilościowej oceny struktury

w kilkudziesięciu mikroobszarach różnie oddalonych od osi i stopy wlewków oraz prętów, tzw. map strukturalnych, czytelnie pokazujących zróżnicowanie struktury na ich przekrojach wzdłużnych i poprzecznych. Był to nowy, w pełni oryginalny sposób przedstawiania struktury wyrobów o dużych wymiarach, który nie stracił nic na aktualności i także dzisiaj jest chętnie stosowany do przedstawiania zróżnicowania struktury na przekrojach półproduktów i gotowych wyrobów. Podsumowaniem tych prac była rozprawa doktorska [5] stanowiąca z dwiema komplementarnymi rozprawami autorstwa specjalistów z Huty Batory w Chorzowie: Eugeniusza Pustówki i Jana Onderki element wspólnego, większego opracowania. Obrona tej rozprawy nastąpiła w roku 1978 (rys. 4.1).



Rys. 4.1. Publiczna obrona rozprawy doktorskiej Jana Cwajny

Praca ta zapoczątkowała wieloletnią współpracę grupy naukowców skupionych wokół Jana Cwajny z Hutą Batory oraz Hutą Baildon w zakresie wykorzystania metod metalografii ilościowej do charakteryzowania struktury szeroko rozumianych tworzyw narzędziowych. Prace te kontynuował Franciszek Grosman w rozprawie habilitacyjnej [6], poszukując m.in. zależności między parametrami kucia w kowarce prętów ze stali szybko tnących SKC, rozkładem odkształceń lokalnych na ich przekrojach poprzecznych a morfologią fazy węglikowej. Na podstawie tych zależności

opracowano oryginalny program doboru parametrów kucia prętów z wysokostopowych stali narzędziowych w zależności od ich przeznaczenia na różnorodne narzędzia skrawające i narzędzia do przeróbki plastycznej na zimno. Opracowane algorytmy zostały wdrożone w komputerowych metodach sterowania procesami technologicznymi w Hucie Batory S.A. Te i inne prace dotyczące podobnej tematyki dowiodły, że inwestowanie w rozwój stereologii i metalografii ilościowej jest ze wszech miar opłacalne.

Władze Instytutu Inżynierii Materiałowej popierały wszelkie inicjatywy mające na celu pozyskiwanie nowych zleceń na wykonywanie badań naukowych. Nie zapominały wszakże o innej bardzo ważnej roli każdej jednostki naukowej, jaką było doskonalenie warsztatu badawczego oraz rozwój kadry przez zdobywanie kolejnych szczebli kariery naukowej. Osoby, które w stereologii oraz jej praktycznym wykorzystaniu w metalografii i fraktografii ilościowej dostrzegły możliwość swojego rozwoju zawodowego, w pełni wykorzystały tę szansę. Dowodem tego są uzyskane przez nie liczne stopnie naukowe doktora, stopnie doktora habilitowanego oraz dwa tytuły profesora nauk technicznych.

4.3. Rozwój kadry naukowej

Jednym z istotniejszych wniosków o charakterze metodycznym wynikających z prac Jana Cwajny było stwierdzenie, że powszechnie stosowany wówczas opis wielkości ziarna materiałów polikrystalicznych jedynie za pomocą jej średniej wartości jest niewystarczający i należy go uzupełnić o parametry charakteryzujące niejednorodność wielkości ziarna. Za modelową jednorodną strukturę tworzyw polikrystalicznych jednofazowych lub z niewielkim udziałem drugiej fazy przyjmowano w tym czasie zbiór sześciokątów foremnych o tych samych wymiarach. Weryfikacji słuszności tego założenia podjął się Marian Maliński. W tym celu zbudował nowe trójwymiarowe modele takiej struktury złożone z brył o jednakowych rozmiarach całkowicie wypełniających przestrzeń. Jak wykazał, warunki te spełniają czternastościany Kelwina, czternastościany Williama i dwunastościany rombów. Następnie modele te były cięte przypadkowo zorientowanymi płaszczyznami w celu wyznaczenia ich reprezentatywnych płaskich przekrojów. Na nich wyznaczano rozkłady wybranych parametrów opisujących wielkość płaskiego przekroju ziaren tych modeli, stanowiących podstawę nowych, stereologicznych kryteriów jednorodności i miar niejednorodności wielkości ziarna materiałów polikrystalicznych. Wyniki

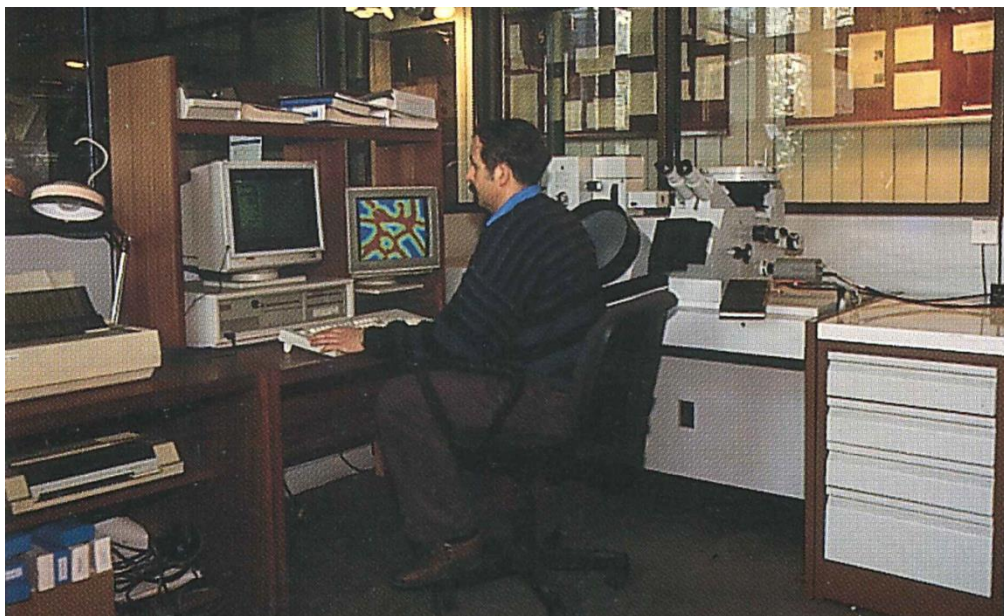
wszystkich badań z tego zakresu zebrał w rozprawie doktorskiej obronionej w roku 1985 [7].

W latach 70. XX-wieku w IIM pod kierunkiem profesora Adolfa Maciejnego uruchomiony został szeroko zakrojony program badań zjawiska dekohezji w stalach oraz w nadstopach niklu. Prace te wykazały, że rozwój fraktografii, zdominowany ujęciem jakościowym, przyniósł pokaźny zasób informacji o mechanizmach pękania materiałów i morfologii przełomów. Dane te w wielu przypadkach były wystarczające do określenia przyczyn zniszczenia materiału. Warunkiem koniecznym dalszego postępu w badaniach mechanizmów dekohezji materiałów było jednak opracowanie metod obiektywnej, ilościowej charakterystyki przełomów. Czynniki te zadecydowały o podjęciu badań dotyczących fraktografii ilościowej. Ich ukoronowaniem była rozprawa doktorska Janusza Szali z roku 1985 [8]. Autor, stosując metody symulacji komputerowej, wykazał, że istniejące do tej pory wzory do wyznaczania wskaźnika rozwinięcia pola powierzchni przełomu R_A obarczone są dużymi błędami. Zaproponował własne rozwiązania w tym zakresie.

W obydwu wymienionych rozprawach doktorskich do modelowania struktur oraz przełomów użyte zostały nowoczesne jak na ówczesne czasy narzędzia informatyczne. Kolejne lata pokazały, że dalszy rozwój stereologii i metalografii ilościowej bez tych narzędzi jest praktycznie niemożliwy, m.in. dlatego, że pojawiające się na rynku nowe analizatory obrazu wyposażone były w komputery sterujące ich pracą. Coraz więcej dostępnych w nich procedur realizowanych było nie hardwarowo, lecz w oparciu o specjalistyczne oprogramowanie. W ten sposób pojawiła się szansa na przystosowanie tych procedur do własnych potrzeb. Najpełniej udało się to zrealizować w przypadku analizatora Morphopericolor (rys. 4.2).

W urządzeniu tym były dostępne przekształcenia oparte na morfologii matematycznej. W ograniczonym stopniu można zatem było prowadzić przy jego użyciu komputerowe przekształcenia i analizę obrazu. Pełen rozkwit tych metod nastąpił na naszym wydziale nieco później wraz z pojawieniem się szybszych komputerów osobistych. Wybrane osiągnięcia w tym zakresie przedstawione zostaną w dalszej części opracowania. Istotną wadą analizatora Morphopericolor było to, że standardowe oprogramowanie pozwalało na wyznaczenie jedynie podstawowych parametrów stereologicznych. Nie uwzględniono w nim natomiast specyficznych cech mikrostruktury tworzyw metalicznych. W związku z tym opracowano pakiet własnych programów rozwiązujących ten problem. Najważniejszy z nich, o nazwie Morfo [9], został zainstalowany w macierzystej jednostce autora oraz w Zakładzie Doświadczalnym Huty Batory. Cechami charakterystycznymi tego programu były:

prosta obsługa oraz duża elastyczność przejawiająca się możliwością dołączania do niego dodatkowych modułów realizujących specjalistyczne pomiary. Jeden z tych modułów, o nazwie Profil, pozwalał np. na prowadzenie pomiarów fraktograficznych na profilu przełomu. Drugi – INCLUS, charakteryzował wtrącenia niemetaliczne zgodnie z normami ASTM: E 1122-86 i E 1245-89 oraz ilościowo.



Rys. 4.2. Janusz Szala przy analizatorze obrazu Morphopercolor

Wymienione wcześniej rozprawy doktorskie koncentrowały się na zagadnieniach stereologii teoretycznej. Podobny charakter miała praca doktorska Jacka Chrapońskiego z roku 1997 [10]. Jej autor słusznie uznał, że najbardziej naturalnym parametrem stereologicznym opisującym rozmiary ziaren jest ich objętość lub średnica przestrzenna. Wyznaczenie tych parametrów metodami stereologicznymi jest bardzo trudne. Analitycznie udało się do tej pory rozwiązać ten problem jedynie dla obiektów w kształcie kuli. Obserwowany w tamtych latach szybki wzrost mocy obliczeniowej komputerów osobistych spowodował, że podejmowano próby wyznaczenia na symulowanych komputerowo strukturach równań empirycznych pozwalających na obliczanie parametrów rozkładu objętości elementów struktury o bardziej złożonych kształtach na podstawie pomiarów pola powierzchni ich płaskich przekrojów. Tę ideę wykorzystano w omawianym doktoracie. W pierwszej kolejności wygenerowano - według mechanizmu Williama, komórkowego oraz Johnsona-Mehla, duży zbiór struktur modelowych o założonych parametrach przestrzennych. Następnie każda ze struktur była cięta przypadkowo zorientowanymi płaszczyznami. W dalszej kolejności mierzono pole powierzchni płaskich przekrojów ziaren i poszukiwano korelacji

otrzymanych wyników z parametrami przestrzennymi wygenerowanej struktury modelowej. Na podstawie uzyskanych wyników wyznaczono empiryczne zależności między parametrami tych struktur w przestrzeniach 2D i 3D przedstawione w równaniu (4.1).

$$\begin{aligned} \bar{V} &= 1,6276 \cdot (\bar{A})^{1,5067} \\ CV_N(V) &= 2,074 \cdot \ln(CV_N(A)) + 1,216 \end{aligned} \quad (4.1)$$

gdzie:

\bar{V} – średnia objętość ziaren,

\bar{A} – średnia powierzchnia płaskiego przekroju ziaren,

$CV_N(V)$ – współczynnik zmienności objętości ziaren,

$CV_N(A)$ – współczynnik zmienności powierzchni płaskiego przekroju ziaren.

Prawdziwość tych zależności została później potwierdzona przez innych naukowców.

Działalność zespołu dotycząca poszukiwania nowych, dokładniejszych zależności stereologicznych nie kończyła się na wymienionych rozprawach, lecz była także kontynuowana w innych pracach, głównie o charakterze użytkowym. Przykładem może być opracowanie metod: ilościowego opisu mikrostruktury materiałów zawierających cząstki fazy dyspersyjnej o silnie zróżnicowanej wielkości z zastosowaniem mikroskopu świetlnego, elektronowego skaningowego i transmisyjnego (metoda LM+SEM+TEM) [11] oraz skaningu systematycznego i analizy wariancyjnej do oceny niejednorodności rozmieszczenia cząstek fazy dyspersyjnej [12].

Metody stereologiczne do ilościowego opisu struktury bądź przełomu tworzyw użyte zostały także m.in. w rozprawach doktorskich: Dariusza Kuca [13], Stanisława Roskosza [14], Agnieszki Szczotok [15], Joanny Michalskiej [16], Tomasza Rzychonia [17], Barbary Kościelniak [18]. Agnieszka Szczotok i Tomasz Rzychoń otrzymali za nie nagrody PTM za najlepszą pracę doktorską z zakresu inżynierii materiałowej odpowiednio w roku 2007 i 2009 (rys. 4.3).

Sukcesy naukowców zajmujących się w Instytucie Inżynierii Materiałowej stereologią i zastosowaniem jej metod w metalografii i fraktografii ilościowej nie kończyły się na zdobyciu przez nich stopnia naukowego doktora. Już w roku 1991 Jan Cwajna opublikował monografię habilitacyjną [19], w której podsumował wyniki badań klasycznych stali szybkochnących i opracowanych przez siebie narzędziowych stopów nieledeburytycznych. Z punktu widzenia metalografii ilościowej najistotniejszymi elementami tej monografii były opracowanie ilościowych kryteriów oceny jakości wlewków, wyrobów hutniczych i narzędzi z tych tworzyw, stworzenie

kompleksowych procedur ich wyznaczenia oraz wykazanie na podstawie map strukturalnych dziedziczenia cech struktury pierwotnej przez strukturę wtórną. Niemniej ważne były także wnioski o charakterze użytkowym, mówiące o możliwości istotnej poprawy struktury stosowanych od wielu lat materiałów w wyniku optymalizacji parametrów wieloetapowego procesu technologicznego pod warunkiem zastosowania w doświadczeniach optymalizacyjnych dokładnych, ilościowych metod oceny struktury. Rozprawa ta została nagrodzona w roku 1993 przez sekretarza Wydziału IV Polskiej Akademii Nauk.



Rys. 4.3. Dyplomy za najlepsze rozprawy doktorskie z inżynierii materiałowej

Metody stereologiczne były także stosowane w innych jednostkach wewnętrznych naszego wydziału. Przykładem tego może być praca [20], w której użyto je zarówno do opisu zmian morfologii wtrąceń niemetalicznych w stali konstrukcyjnej 45 pod wpływem rafinacji wapniem lub magnezem, jak i do obliczenia pola powierzchni reakcji odsiarczania przy wykorzystaniu metody Sałtykowa standardowo stosowanej do wyznaczania parametrów rozkładu polidispersyjnego układu kul w przestrzeni 3D.

W roku 1994 Instytut Inżynierii Materiałowej został jednym z laureatów konkursu Fundacji na Rzecz Nauki Polskiej w ramach programu „Sezam’94”, w wyniku czego zakupiony został jeden z pierwszych w Polsce elektronowy mikroskop skaningowy z tzw. zimną katodą HITACHI S-4200 z systemem EDS. Otworzyło to nowe możliwości

badawcze w obszarze metalografii zarówno jakościowej, jak i ilościowej. Do tej pory bowiem obrazy struktur ocenianych w IIM z użyciem metod metalografii ilościowej pochodziły, z małymi wyjątkami, z mikroskopów świetlnych.

Rok później ukazała się praca poświęcona aktualnemu stanowi i uwarunkowaniom rozwoju metalografii ilościowej stali [21]. Stwierdzono w niej m.in., że konieczne jest szerokie wykorzystanie technik informatycznych do modelowania struktur i wyznaczania dla nich zależności stereologicznych, podstawowym zaś warunkiem upowszechnienia metod metalografii ilościowej w nauce o materiałach, inżynierii materiałowej oraz kontroli jakości wyrobów jest wprowadzenie do praktyki skutecznych narzędzi pomiarowych opartych na komputerowej analizie obrazu.

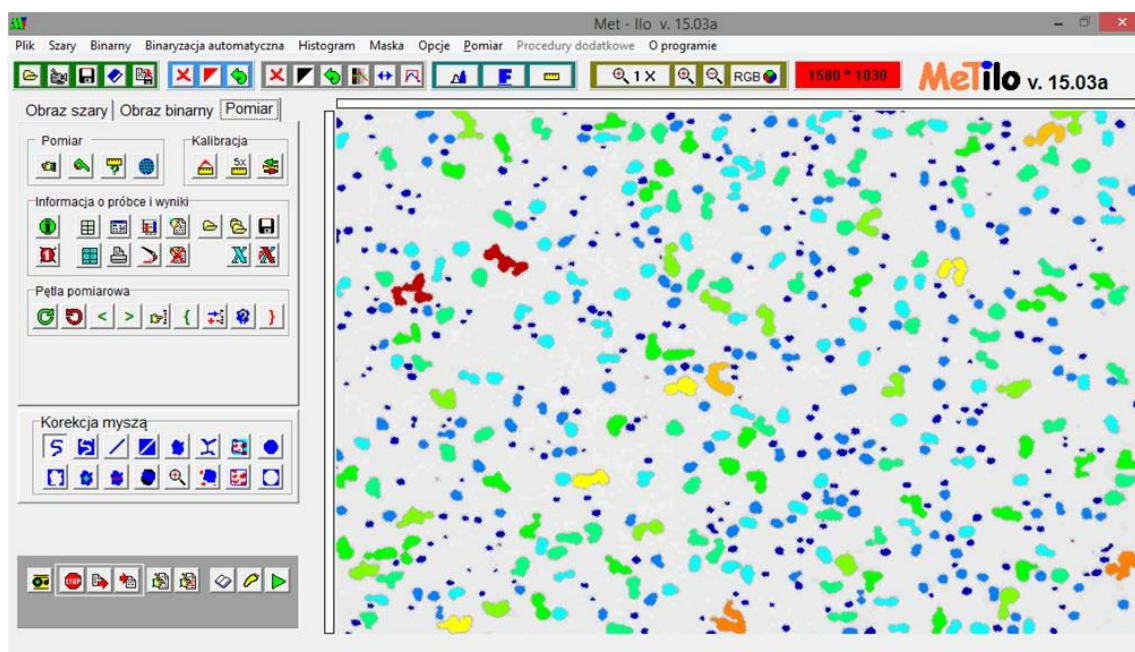
Na tej właśnie problematyce skoncentrowano się w kolejnych latach. Efektem działań w zakresie modelowania struktur były m.in. wspomniana wcześniej rozprawa doktorska Jacka Chrapońskiego oraz powstałe później programy do generowania struktur materiałów jednofazowych oraz z cząstkami dyspersyjnymi o zróżnicowanej niejednorodności.

Prowadzenie badań w dziedzinie doskonalenia narzędzi dostępnych w komputerowej analizie obrazu i dostosowania ich do wymagań metalografii ilościowej powierzono Januszowi Szali, który już wcześniej miał styczność z podobną problematyką z racji obsługi i programowania analizatorów obrazu. Opracowane dla tych analizatorów programy funkcjonowały na podstawie dostępnych w nich hardwarowych przekształceń obrazu. Przyjęcie takiego rozwiązania zapewniało większą szybkość tych programów, niż gdyby przekształcenia te były realizowane softwarowo przez komputer. Zawężało to jednak istotnie krąg potencjalnych użytkowników tych programów.

Proces upowszechniania metod komputerowej analizy obrazu zapoczątkowało pojawienie się szybkich, stosunkowo niedrogich komputerów osobistych, które były w stanie realizować z akceptowalną szybkością zadania dostępne do tej pory jedynie dla specjalistycznych analizatorów obrazu. Pierwsze efekty prac w tym zakresie prowadzonych przez naukowców IIM zostały przedstawione w trakcie konferencji STERMAT'94 [22]. Dotyczyły one głównie metod korekcji cienia będącego efektem nierównomiernego oświetlenia próbki w mikroskopie świetlnym oraz artefaktów w postaci rys powstałych w trakcie preparatyki. Zaproponowane rozwiązania charakteryzowały się znacznie większą efektywnością od dotychczas stosowanych. Każdy z tych programów koncentrował się jedynie na bardzo wąskich fragmentach procesu pomiarowego, na który składa się całość działań od akwizycji obrazu po wyprowadzenie wyników. Ponieważ liczba programów dedykowanych kolejnym

elementom tego procesu rosła, pojawiła się idea stworzenia jednego, w miarę uniwersalnego programu, do którego zostałyby zaimplementowane dotychczas opracowane procedury. Idea ta została zmaterializowana w programie Met-Ilo, którego pierwsze wersja pojawiła się w roku 1999. Program ten jest cały czas doskonały. Nie uległ zmianie jedynie ogólny układ okna głównego, który zachował swoją prostotę z pierwszych wersji (rys. 4.4), dzięki czemu cały interfejs jest przyjazny użytkownikowi.

Podsumowaniem prac Janusza Szali dotyczących doskonalenia narzędzi komputerowej analizy obrazu z punktu widzenia potrzeb metalografii ilościowej była rozprawa habilitacyjna z roku 2001 [23]. W tej pracy skoncentrowano się na ustaleniu tych elementów procesu pomiarowego, których siła oddziaływania na szybkość i dokładność ilościowego opisu struktury jest największa oraz na wprowadzeniu do sposobu ich realizacji takich zmian, które umożliwią zminimalizowanie wywołanych przez nie błędów. Wykazano, że najtrudniejszym elementem procesu pomiarowego prowadzonego metodami automatycznymi jest poprawna detekcja mierzonych obiektów. Procedura ta nie przedstawia żadnych trudności jedynie wtedy, gdy na analizowanym obrazie poziom szarości mierzonych elementów struktury jest istotnie różny od poziomu szarości niepodlegającego analizie tła. W rozprawie wykazano, że właściwa preparatyka i akwizycja mogą w wielu przypadkach zapewnić uzyskanie obrazów w znacznym stopniu spełniających te warunki. Oznacza to, że detekcja zazwyczaj złożona jest z przekształceń obrazu wyjściowego, binaryzacji oraz przekształceń otrzymanego obrazu binarnego.



Rys. 4.4. Okno główne programu Met-Ilo

Za jeden z najważniejszych celów rozprawy uznano udoskonalenie narzędzi pozwalających na rekonstrukcję granic ziaren. Powstałe w wyniku tych prac procedury: segmentacja kontrolowana oraz rekonstrukcja warunkowa, pozwalają na poprawną detekcję granic ziaren w strukturze tworzyw zarówno jedno-, jak i wielofazowych. Opracowano również metody ujawniania granic bliźniaków oraz kolonii wydzieleni płytkowych.

Działania podjęte w rozprawie pozwoliły także na rozbudowę o kolejne elementy istniejącego od roku 1994 w jednostce macierzystej autora atlasu przekształceń morfologicznych wybranych tworzyw metalicznych, ceramicznych i kompozytów. Złożoność procedur zastosowanych w atlasie do rozwiązania określonego zagadnienia uzależniona jest od jakości wyjściowego obrazu szarego. Potwierdzona została zatem teza o dziedziczeniu cech obrazu wyjściowego przez kolejne obrazy będące wynikiem zastosowanych przekształceń. Uzyskane we wszystkich przypadkach dobre odwzorowanie mierzonych obiektów w finalnym obrazie binarnym, mimo niespełnienia w wielu przypadkach przez wyjściowy obraz szary podstawowych wymagań stawianych mu przez komputerowe metody pomiaru, jest potwierdzeniem podstawowej roli, jaką we współczesnej metalografii ilościowej odgrywa komputerowa analiza obrazu.

Wszystkie przekształcenia użyte w rozprawie realizowano za pomocą programu Met-Ilo. Także efektywność metod detekcji wymienionych wcześniej elementów struktury weryfikowano przy użyciu tego narzędzia.

Program Met-Ilo był tworzony głównie z myślą o wykorzystaniu go w metalografii ilościowej i w takim charakterze był zazwyczaj stosowany. W podstawowej wersji pozwalał na wyznaczenie około 25 parametrów, co w przypadku rutynowych badań wystarczało do pełnego ilościowego scharakteryzowania struktury. Czasami jednak pojawiała się potrzeba wyznaczenia bardzo specyficznych wielkości, co wymagało wprowadzenia do programu dodatkowych modułów pozwalających np. na ilościowy opis niejednorodności rozmieszczenia cząstek dyspersyjnych w oparciu o metodę skaningu systematycznego [24], pomiar grubości warstw [25] bądź krzywizny dna szyjki tworzącej się w trakcie próby rozciągania [26].

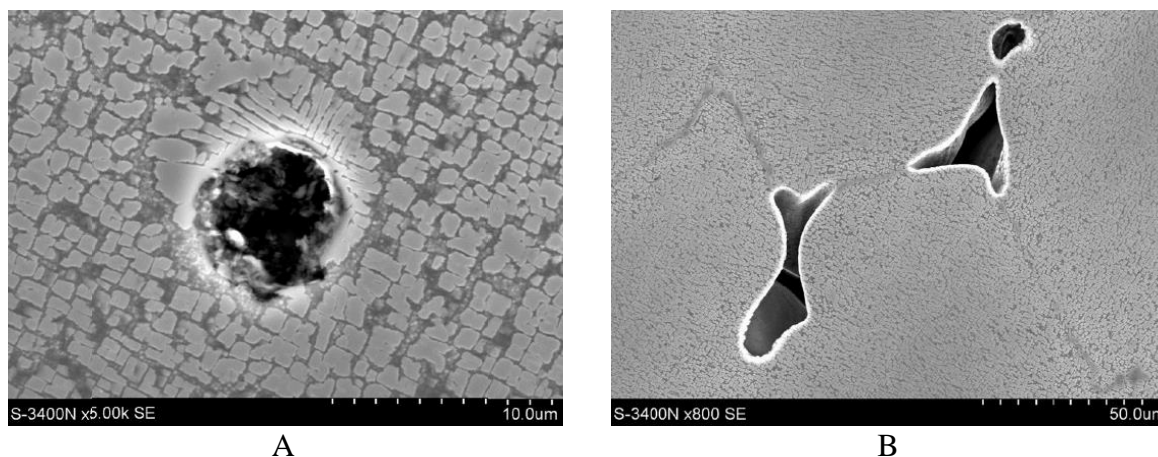
Program Met-Ilo był i jest z powodzeniem wykorzystywany w procesie dydaktycznym w oraz w projektach realizowanych nie tylko w Instytucie Inżynierii Materiałowej. Około 30 egzemplarzy znalazło bowiem zastosowanie w innych krajowych jednostkach naukowo-badawczych oraz takich firmach jak: WSK PZL Rzeszów S.A., Hydro Vacuum S.A., AcelorMittal czy Tenneco.

Na jego bazie powstał także m.in. program PILS do wyznaczania odległości między płytkowej w strukturze perlitycznej [27]. Standardowo odległość ta wyznaczana jest na podstawie liczby przecięć płytek cementytu z okręgiem o określonej średnicy. Jest to wartość uśredniona, która nie uwzględnia tego, że odległość ta w różnych miejscach płytki cementytu może być różna. Dlatego w programie PILS założono, że odległość ta będzie wyznaczana dla wszystkich punktów tzw. szkieletu danej płytki. Pod pojęciem szkieletu obiektu w komputerowej analizie obrazu rozumie się zbiór punktów środkowych tego obiektów, tj. punktów jednakowo odległych od jego konturu. Zbiór lokalnych odległości między płytkowych uzyskany dla wszystkich punktów środkowych danej płytki pozwala na obliczenie dla niej minimalnej, maksymalnej i średniej odległości między płytkowej oraz wskaźnika zmienności tej odległości, przez co opis struktury płytkowej jest pełniejszy od uzyskiwanego przy zastosowaniu standardowych metod pomiaru.

Rozwiązania w zakresie fraktografii ilościowej zaproponowane w rozprawie doktorskiej Janusza Szali zostały z powodzeniem zastosowane w licznych pracach dotyczących opisu zjawiska niszczenia wodorowego w wybranych stalach dla energetyki. Ich podsumowaniem była rozprawa habilitacyjna Marii Sozańskiej z roku 2006 [28]. Wykazano w niej, że powstawanie w procesie niszczenia wodorowego efektu "rybie oczy" na powierzchni przełomów jest determinowane nie tylko stężeniem wodoru, ale przede wszystkim rozmiarami i morfologią wtrąceń niemetalicznych, wartością obciążeń zewnętrznych oraz temperaturą. Zastosowanie metod stereologicznych opartych na komputerowej analizie obrazów struktury i przełomu umożliwiło ustalenie ilościowych zależności między mikrostrukturą, typem przełomu oraz właściwościami mechanicznymi stali po nawodorowaniu.

Ostatnią jak do tej pory rozprawą habilitacyjną poświęconą zagadnieniom stereologicznym jest praca Stanisława Roskosza z roku 2011 [29]. Autor zajął się w niej pozornie trywialnym, jak się wydaje, zagadnieniem ilościowej oceny porowatości w odlewach stosowanych w przemyśle lotniczym. Wykazał, że nawet niewielkie błędy metodyczne na etapie preparatyki oraz detekcji porów mogą zawyżać ich udział objętościowy, czego konsekwencją jest brakowanie wyrobów, które w rzeczywistości są zgodne z odpowiednimi normami. Do takich sytuacji dochodziło zazwyczaj wówczas, gdy detekcja porów i ocena porowatości były prowadzone manualnie. Aby uniknąć tego w przyszłości, Stanisław Roskosz zaproponował własną, autorską procedurę automatycznej detekcji wszystkich porów oraz ich podziału na pory gazowe i skurczowe na podstawie wskaźnika kształtu (rys. 4.5). Przyjęto, że wskaźnik ten w przypadku porów gazowych jest równy lub większy od 0,8, dla porów

skurczowych jest zaś mniejszy od tej wartości. Poprawność opracowanych procedur weryfikowano na obrazach 3D uzyskanych za pomocą mikrotomografu komputerowego. Potwierdzona została duża zbieżność wyników otrzymanych obydwoma metodami.



Rys. 4.5. Porowatość gazowa (A) i skurczowa (B) w odlewie z nadstopu IN 713C [30]

Ukoronowaniem pracy naukowej jest tytuł naukowy profesora. Za wieloletnią działalność naukową w obszarze stereologii i jej zastosowań w inżynierii materiałowej i nauce o materiałach, której efektem były m.in. liczne prace naukowo-badawcze stanowiące istotny wkład w rozwój tych dziedzin wiedzy, wykształcenie nowych kadr i integracja środowiska stereologicznego, Jan Cwajna w roku 2002, a Janusz Szala w roku 2011 uzyskali tytuły profesora nauk technicznych.

4.4. Projekty badawcze

Przedstawione rozprawy były w większości przypadków wynikiem wieloletnich badań ich autorów realizowanych w ramach projektów badawczych. Projekty te można podzielić na dwie zasadnicze grupy. W pierwszej grupie znalazły się prace o charakterze poznawczym poświęcone zagadnieniom stricte związanym z szeroko rozumianą stereologią. Realizowano je głównie w ramach działalności statutowej oraz badań własnych. Specyfika Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii sprawiła, że dominują nie te prace, lecz projekty o charakterze użytkowym, w których metody stereologiczne były narzędziami stosowanymi do wyjaśnienia zależności w łańcuchu przyczynowo-skutkowym: skład chemiczny – technologia – struktura – właściwości tworzyw. Były wśród nich duże projekty finansowane z budżetu państwa oraz liczne prace zlecane przez przemysł. Ze względu na ograniczoną objętość niniejszego opracowania wymienione zostaną jedynie te prace, które zdaniem autora miały

największe znaczenie z punktu widzenia doskonalenia metod metalografii ilościowej. Początkowo były to prace poświęcone klasycznym oraz nieledeburytycznym stalom szybkoctnym. Wymienić tu można m.in.:

- NB-458/RM-2/83: *Ocena wielkości węglików w prętach ze stali szybkoctnej SW7M*, lata 1984-1986,
- NB 65/RM-2/83: *Ilościowa ocena segregacji węglików w półwyrobach ze stali szybkoctnej SW7M*, 1984-1986,
- CPBR 2.4 cel B.1.4.3: *Podstawy stereologiczne projektowania składu chemicznego i technologii wytwarzania nowoczesnych, spiekanych tworzyw narzędziowych*, lata 1986-1990,
- NB 162/RM-2/89: *Analiza wpływu kucia w kowarkach na fazę węglkową stali szybkoctnych przy wykorzystaniu metod metalografii ilościowej i symulacji komputerowej*, 1989-1990,
- PBU-608/RM-7/92: *Mikromechanizmy dekohezji wielofazowych, metalicznych materiałów narzędziowych w ujęciu metod metalografii ilościowej*, lata 1991-1995,
- 7 T08A 043 15: *Analiza zjawiska dekohezji materiałów o dużej twardości z wykorzystaniem metod metalografii i fraktografii ilościowej*, lata 1998-2000.

Wśród prac poświęconych stricte stereologii zrealizowanych w tym samym okresie wymienić można:

- 7 T08A 029 10: *Opis struktury materiałów polikrystalicznych*, lata 1996-1999,
- 7 T08A 025 09: *Zastosowanie metod analizy obrazu w nauce o materiałach i inżynierii materiałowej*, lata 1995-1998.

Nowe obszary działalności badawczej w zakresie praktycznego wykorzystania metod stereologicznych w materiałoznawstwie pojawiły się na przełomie XX i XXI wieku, gdy okazało się, że wyniki oceny porowatości oraz wtrąceń niemetalicznych otrzymane metodami metalografii ilościowej miały decydujący wpływ na podpisanie przez WSK Rzeszów korzystnego kontraktu na wieloletnią dostawę odlewów z nadstopów niklu dla przemysłu lotniczego. Kierownictwo ww. firmy uznało wtedy, że warto zainwestować w rozwój tych metod pod kątem ich wykorzystania do badania struktury produkowanych przez nich wyrobów, aby uniknąć niepotrzebnych sporów wynikających z subiektywizmu dotychczas stosowanych rozwiązań.

Badania w tym zakresie prowadzono m.in. w następujących projektach KBN realizowanych wspólnie z firmami wywodzącymi się z WSK Rzeszów:

- 6 T08 2003 C/06083: *Opracowanie i wdrożenie technologii wytwarzania krytycznych stacjonarnych części silników lotniczych z przetapianych i odlewanych próżniowo nadstopów kobaltu*, lata 2003-2006,

- 6 T08 2003 C/06084: *Opracowanie i wdrożenie technologii wytwarzania krytycznych części silników lotniczych ze stopów niklu z podwyższoną zawartością hafnu*, lata 2003-2006,
- 6 ZR7 2005 C/06609: *Opracowanie i wdrożenie technologii wytwarzania ze stopu magnezu GA8 odlewów kadłuba przekładni głównej i odlewów kadłuba silnika zmodernizowanego śmigłowca Sokół*, lata 2005-2007,
- 6 ZR7 2009 C/07354: *Opracowanie technologii i uruchomienie produkcji odlewów ze stopów magnezu nowej generacji, przeznaczonych do silników turbinowych produkowanych w WSK PZL-Rzeszów S.A.*, lata 2010-2013.

Tematyka stopów stosowanych w przemyśle lotniczym przewijała się także w projektach realizowanych w późniejszych latach. Wymienić tu można m.in.:

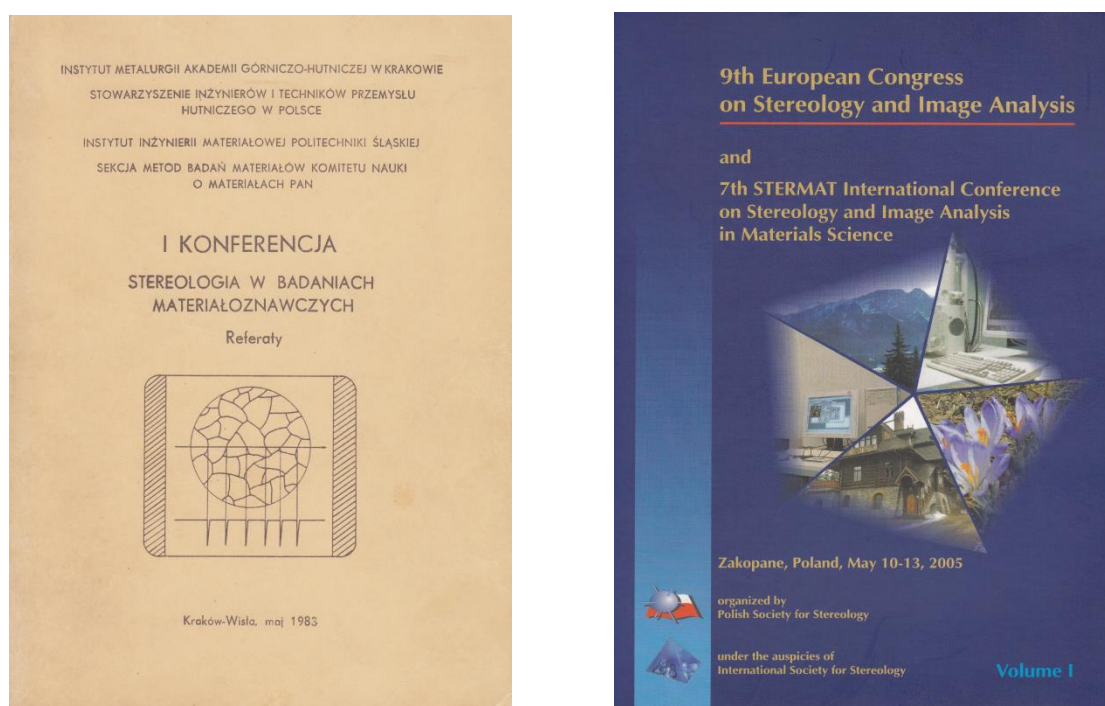
- temat badawczy Nr 12: *Odlewanie precyzyjne stopów Ni na krytyczne części silników lotniczych* w ramach projektu kluczowego: *Nowoczesne technologie materiałowe stosowane w przemyśle lotniczym*, lata 2009-2015,
- projekt w ramach Programu INNOTECH: *Technologia wytwarzania typoszeregu precyzyjnych, polikrystalicznych, rdzeniowanych odlewów cienkościennych, wielkogabarytowych łopatek rotora niskiego ciśnienia turbiny nowej generacji silnika lotniczego GP7200*, lata 2013-2016,
- zadania Nr 7: *Optymalizacja operacji poodlewniczych, kontrolnych oraz opracowanie procedur* i Nr 8: *Optymalizacja operacji naprawczych (spawanie, HIP)* realizowane w ramach projektu INNOLOT/I/8/NCBR/13, lata 2013- 2018.

Udało się także pozyskać finansowanie dla projektu PBZ-KBN-100/T08/2003: *Projektowanie i wytwarzanie funkcjonalnych materiałów gradientowych*, w ramach którego nasz zespół realizował w latach 2004-2007 zadanie dotyczące charakteryzowania struktury tej grupy materiałów. Efekty tych badań przedstawiono w formie referatów na 9th ECSIA & 7th STERMA International Conference on Stereology and Image Analysis in Materials Science w roku 2005.

4.5. Współpraca krajowa i międzynarodowa

Zainspirowana przez profesorów Jerzego Rysia i Adolfa Maciejnego ścisła współpraca działających na AGH oraz na naszym wydziale zespołów zajmujących się metodami stereologicznymi w metalografii ilościowej umożliwiła zorganizowanie w roku 1983 pierwszej krajowej konferencji poświęconej stereologii w badaniach materiałoznawczych. Dorobek kolejnych konferencji z tego cyklu oraz włączenie się

do współpracy Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej, Instytutu Mechaniki Górotworu PAN, Politechnik: Częstochowskiej i Krakowskiej umożliwiły przekształcenie jej od 1990 roku w międzynarodową konferencję Stereology and Image Analysis in Materials Science - STERMAT. W roku 2005 była równocześnie 9. Europejskim Kongresem Stereologii i Analizy Obrazu z udziałem licznej rzeszy specjalistów z kraju i zagranicy. Okładki materiałów konferencyjnych tego kongresu i konferencji z roku 1983 przedstawiono na rys. 4.6. Ostatnia, jak do tej pory edycja konferencji STERMAT odbyła się w roku 2016.



Rys. 4.6. Okładka materiałów konferencji stereologicznych z lat 1983 i 2005

Mimo że współpracę nawiązały wszystkie ośrodki naukowe stosujące metody stereologiczne w materiałoznawstwie, szczególne więzy połączyły początkowo dwa, a nieco później trzy spośród nich: katowicki, krakowski i warszawski. Jednym z wyników tej współpracy były wspólne obszerne publikacje naukowców z tych ośrodków. W roku 1995 ukazała się monografia prof. Jerzy Rysia dotycząca stereologii [31]. Na prośbę autora opracowałem, wraz z Leszkiem Wojnarem (Politechnika Krakowska), rozdział poświęcony fraktografii ilościowej. Na początku 2002 roku z inspiracji Leszka Wojnara autor niniejszego opracowania wraz z Krzysztofem J. Kurzydłowskim (Politechnika Warszawska) podjęli trud wspólnego przygotowania monografii i cyklu artykułów propagujących szersze wykorzystanie metod komputerowej analizy obrazu w metalografii i fraktografii ilościowej. Monografia ta ukazała się jeszcze w tym samym roku [32]. Dwa lata później na

zaproszenie AMS (American Society for Materials, obecnie The Materials Information Society) ten sam zespół autorski napisał rozdział w monografii „ASM Handbook Volume 9 Metallography and Microstructures” [33] zatytułowany Quantitative Image Analysis.

Wymownym symbolem tego, że współpraca ta miała i ma szczególny charakter, jest to, że wszyscy dotychczasowi prezesi powołanego do życia w roku 1988 Polskiego Towarzystwa Stereologicznego pochodzą z tych trzech ośrodków. Należy przy tym podkreślić, że połowa z nich to pracownicy Instytutu Inżynierii Materiałowej. Jest to bez wątpienia dowód siły i wysokiej pozycji naukowej ośrodka katowickiego oraz wyrazem uznania dla naszych dokonań w zakresie integracji polskiego środowiska stereologicznego. W roku 2013 w trakcie obchodów 25-lecia istnienia PTSt udało się uwiecznić na zdjęciu (rys. 4.7) wszystkich (z wyjątkiem prof. Krzysztofa J. Kurzydłowskiego) prezesów, którzy kierowali Towarzystwem do tego momentu. Od roku 2017 prezesem Polskiego Towarzystwa Stereologicznego jest dr inż. Agnieszka Szczotok.



Rys. 4.7. Prezesi Polskiego Towarzystwa Stereologicznego w czasie spotkania w dniu 7.11.2013 r. [34]

Jednym z istotnych obszarów działalności Polskiego Towarzystwa Stereologicznego było kształcenie młodych kadr. Największą rolę odgrywały tu Jesienne Szkoły Stereologii i Analizy Obrazu przeznaczone dla studentów

i doktorantów głównie uczelni technicznych, chociaż wśród uczestników byli także medycy. W trakcie tych trwających kilka dni spotkań, które odbywały się w ośrodkach wypoczynkowych, prowadzone były wykłady dotyczące różnych aspektów stereologii oraz warsztaty poświęcone rozwiązywaniu konkretnych problemów, jakie pojawiają się w trakcie stosowania jej metod w praktyce laboratoryjnej. W sumie zorganizowano 14 takich spotkań; ostatnie jak do tej pory w roku 2015. Naukowcy z naszego wydziału byli na nich wielokrotnie wykładowcami (rys. 4.8).



Rys. 4.8. Wykład M. Malińskiego w czasie V Jesiennej Szkoły Stereologii i Analizy Obrazu

Instytut Inżynierii Materiałowej współpracował i w dalszym ciągu współpracuje w dziedzinie metalografii i fraktografii ilościowej oraz komputerowej analizy obrazu nie tylko z naukowcami reprezentującymi krajowe ośrodki stosujące te metody badawcze, lecz także z uczonymi z tak zasłużonych dla światowej stereologii jednostek, jak: Brunel, The University of West London, Department of Materials Technology, LERMAT, ISMRa Universite, Caen-Cedex, Ecole de Mines de Paris – Centre de Morphologie Mathematique i Centre de Geostatique, Fontainebleau czy Buehler Ltd. Ich przedstawiciele aktywnie uczestniczyli w wielu konferencjach STERMAT, a niektórzy, jak np. George Vander Voort, także jako wykładowcy na Jesiennych Szkołach Stereologii i Analizy Obrazu.

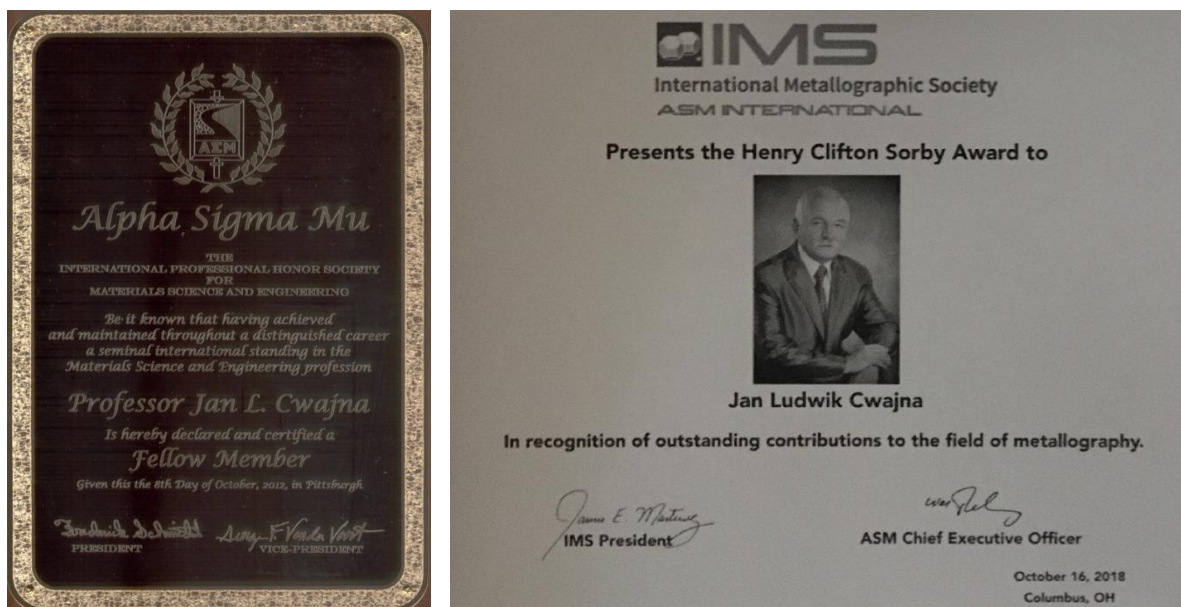
4.6. Podsumowanie

W tak krótkim opracowaniu trudno przedstawić nawet w telegraficznym skrócie cały dorobek zespołu zajmującego się w Instytucie Inżynierii Materiałowej zastosowaniem stereologii do ilościowego opisu struktury tworzyw. Zwrócono jedynie uwagę na te osiągnięcia, które bezpośrednio przekładały się na zdobywanie przez ich autorów kolejnych szczebli kariery naukowej. Liczebność, skład osobowy, a także nazwa tego zespołu na przestrzeni lat ulegały istotnym zmianom. Jednak praktycznie od samego początku jego tron tworzyły trzy osoby: Jan Cwajna, Marian Maliński oraz autor niniejszego opracowania, którzy całe swoje życie zawodowe związali z tą dziedziną wiedzy i czynili wszystko, by doskonalić jej metody.

Przedstawiony dorobek naukowo-badawczy oraz przedsięwzięcia o charakterze organizacyjnym, które doprowadziły do integracji polskiego środowiska materiałoznawców stosujących metody stereologiczne, jest zdaniem autora tego rozdziału wystarczającym dowodem na to, że postawiona w tytule teza o tym, że stereologia w Instytucie Inżynierii Materiałowej powinna mieć znak jakości Q, jest uzasadniona. Aby uprzedzić zarzuty, że opinia ta nie jest obiektywna, gdyż jej autor jest osobiście zainteresowany, by rzeczona stereologia była tak postrzegana, przedstawione zostaną wyróżnienia, jakie zostały przyznane członkom naszego zespołu przez cenione stowarzyszenia naukowe działające w obszarze inżynierii materiałowej i nauki o materiałach. W czasie trwania konferencji STERMAT 2012 Jan Cwajna odebrał z rąk prezydenta stowarzyszenia Alpha Sigma Mu dr. Fredericka E. Schmidta prestiżowe wyróżnienie Fellow Member, w 2018 roku zaś International Metallographic Society przyznało Mu nagrodę Henry'ego Cliftona Sorby'ego (rys. 4.9).

Wcześniej w opracowaniu zwrócono uwagę na rozprawy doktorskie nagrodzone przez Polskie Towarzystwo Materiałoznawcze. Polskie Towarzystwo Stereologiczne z kolei przyznało honorowe członkostwo profesorom Markowi Hetmańczykowi i Adolfowi Maciejnemu za znaczny wkład w rozwój stereologii w Polsce. Bardzo cenna jest również nagroda firmy Buehler oraz International Metallographic Society, jaką uzyskały Maria Sozańska oraz Joanna Michalska za najlepszą publikację roku 2006 w prestiżowym czasopiśmie *Materials Characterization* [35]. W publikacji tej przedstawiono m.in. wyniki ilościowej oceny faz σ i χ w stali duplex 2205. Niezbędne pomiary i obliczenia wykonano za pomocą programu Met-Ilo. W roku 2015 zespół Jana Cwajny uzyskał certyfikat doskonałości za najlepsze opracowania technologiczne

(łopatki GP 7200) w firmie Pratt and Whitney Canada. O pozycji katowickiej stereologii świadczyć może także powierzanie jej przedstawicielom opiniowania rozpraw doktorskich i habilitacyjnych oraz wniosków profesorskich naukowców stosujących w swojej działalności naukowo-badawczej metody stereologiczne.



Rys. 4.9. Wyróżnienia dla Jana Cwajny przyznane przez stowarzyszenie Alpha Sigma Mu i Międzynarodowe Towarzystwo Metalograficzne

Symbolicznym, ale jakże wymownym potwierdzeniem wysokiej oceny przez środowisko stereologiczne dokonań naukowców skupionych wokół Jana Cwajny w zakresie wykorzystania stereologii i komputerowej analizy obrazu do ilościowej oceny struktury może być jeden z rysunków, jakie tradycyjnie na zakończenie kolejnych konferencji STERMAT przedstawiał prof. Leszek Wojnar. Na rysunku tym widniały dwa drogowskazy: jeden z napisem Katowice, drugi z napisem Reszta Świata (rys. 4.10). Było to nawiązanie do zdominowania tej konferencji zarówno od strony organizacyjnej, jak i merytorycznej przez przedstawicieli Instytutu Inżynierii Materiałowej Politechniki Śląskiej.

Podziękowanie

Serdeczne podziękowania chciałbym przekazać prof. Janowi Cwajnie, doc. Marianowi Malińskiemu i dr. Jackowi Chrapońskiemu za udostępnione dane oraz materiały, bez których powstanie niniejszego opracowania byłoby niemożliwe.

Janusz Szala



Rys. 4.10. Rysunek autorstwa prof. Leszka Wojnara na zakończenie 9-tego Europejskiego Kongresu Stereologii i Analizy Obrazu w roku 2005

Bibliografia

1. Ryś J., Wstęp do metalografii ilościowej, Wyd. „Śląsk”, Katowice 1970.
2. Cwajna J., Ocena metod metalografii ilościowej stosowanych w badaniach stali szybkoctnących typu S 6-5-2, praca dyplomowa magisterska, Instytut Inżynierii Materiałowej Politechniki Śląskiej, Katowice 1975.
3. Szala J., Badanie mechanizmu umocnienia stali Cr-Mn, praca dyplomowa magisterska, Instytut Inżynierii Materiałowej Politechniki Śląskiej, Katowice 1977.
4. Szala J., Borowiecka A., Partyka A., Zastosowanie analizatora Epiquant do wyznaczania liczby cząstek na powierzchni jednostkowej, I Krajowa Konferencja: "Stereologia w badaniach materiałoznawczych", Kraków Wisła 1983, s. 246–255.
5. Cwajna J., Opracowanie i dobór ilościowych metod oceny struktury pierwotnej i wtórnej stali szybkoctnących – analiza oddziaływania stosowanych procesów technologicznych na strukturę i własności stali SW18 po obróbce cieplnej, rozprawa doktorska, Wydział Metalurgiczny Politechniki Śląskiej, Katowice 1978.
6. Grosman F., Analiza wpływu procesu kucia w kowarkach na własności wyrobu, Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej, Nr 676, Gliwice 1980.
7. Maliński M., Stereologiczne kryteria jednorodności wielkości ziarna tworzyw jednofazowych, rozprawa doktorska, Wydział Metalurgiczny Politechniki Śląskiej, Katowice 1985.

8. Szala J., Podstawy fraktografii ilościowej w zastosowaniu do oceny przełomów tworzyw metalicznych, rozprawa doktorska, Wydział Metalurgiczny Politechniki Śląskiej, Katowice 1978.
9. Szala J., Modernizacja analizatora obrazu Morphopercolor oraz jego szersze wykorzystanie w procesie dydaktycznym Katedry Nauki o Materiałach, praca niepublikowana, Politechnika Śląska, Katowice 1992.
10. Chrapoński J., Ocena przydatności metod stereologicznych stosowanych do opisu wielkości ziarna materiałów polikrystalicznych, rozprawa doktorska, Wydział Inżynierii Materiałowej, Metalurgii i Transportu, Katowice 1997.
11. Richter J., Kształtowanie struktury i własności nieledeburytycznych stali szybkotnących w procesach obróbki cieplnej, rozprawa doktorska, Wydział Inżynierii Materiałowej, Metalurgii, Transportu i Zarządzania Politechniki Śląskiej, Katowice 1994.
12. Szala J., Cwajna J., Wiśniewski A., The Systematic Scanning and Variance Analysis Method for the Evaluation of Carbide Particles Distribution, *Acta Stereologica*, vol.8, no 2/1, 1989, 237–242.
13. Kuc D., Zastosowanie metod stereologicznych do oceny zmian mikrostruktury stali austenitycznych odkształczanych na gorąco, rozprawa doktorska, Wydział Inżynierii Materiałowej, Metalurgii i Transportu, Katowice 2000.
14. Roskosz S., Zastosowanie metod stereologicznych w ocenie dekohezji węglików spiekanych, rozprawa doktorska, Wydział Inżynierii Materiałowej, Metalurgii i Transportu, Katowice 2000.
15. Szczotok A., Zastosowanie nowych procedur ilościowej oceny struktury w badaniach odlewanych precyzyjnie łopatek z nadstopu niklu MAR M247, Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii, Katowice 2007.
16. Michalska J., Ocena odporności na zniszczenia wodorowe stali austenityczno-ferrytycznej typu duplex. Rozprawa doktorska, Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Politechniki Śląskiej, Katowice 2007.
17. Rzychoń T., Struktura i właściwości odlewniczego stopu magnezu AE44, rozprawa doktorska, Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii, Katowice 2009.
18. Kościelniak B., Charakterystyka warstwy wierzchniej i struktury nadstopów IN 740H i DMV 617 mod. w warunkach oddziaływania pary wodnej rozprawa doktorska, Wydział Inżynierii Materiałowej i Metalurgii, Katowice 2017.
19. Cwajna J., Ilościowy opis struktury materiałów narzędziowych i jego zastosowanie, *Zeszyty Naukowe Pol. Śl.* nr 39, Gliwice 1991.

20. Lis T., Odsiarczanie stali wapniem i magnezem z udziałem tlenkowej fazy dyspersyjnej, Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej, z. 49, Hutnictwo, Gliwice 1995.
21. Cwajna J., Maliński M., Szala J., Aktualny stan i uwarunkowania rozwoju metalografii ilościowej stali, Inżynieria Materiałowa, Nr 6(89) 1995, 159–171.
22. Cwajna J., Szala J., Maliński M., Image processing and image analysis in materials science: atlas - part 1, STERMAT'94 IV International Conference "Stereology and Image Analysis in Materials Science", Proceedings, Beskid Śląski, 3-6.10.1994, 137–146.
23. Szala J., Zastosowanie metod komputerowej analizy obrazu do ilościowej oceny struktury materiałów, Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej, s. Hutnictwo z. 61, Gliwice 2001.
24. Olszówka-Myalska A., Szala J., Cwajna J., Characterization of reinforcement distribution in Al/(Al₂O₃)P composites obtained from composite powder, Materials Characterization, 46(2001), 189–195.
25. Szala J., Methods for Thickness Measurement on Zinc Coatings Dip Plated on Spheroidal Cast Iron, Proceedings of Sixth International Conference "Stereology and Image Analysis in Materials Science" STERMAT 2000, Kraków 20-23.09.2000, 403–408.
26. Grosman F., Hadasik E., Pawlicki J., Szala J., Zastosowanie automatycznej analizy obrazu do wyznaczania wskaźników odkształcalności granicznej z próby rozciągania, Międzynarodowa Konferencja Forming 2000 Plastyczność Materiałów, Ustroń 19-22.09.2000, 45–50.
27. Szala J., Kuc D., Determination of Pearlite Morphology in High-Carbon Hot Rolled Steel, Archives of Metallurgy and Materials, 62 (2017), 1, 2017, s. 313–318.
28. Sozańska M., Niszczenie wodorowe typu "rybie oczy" wybranych stali dla energetyki, Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej Nr 1705, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2006.
29. Roskosz S., Kompleksowa ocena porowatości odlewów precyzyjnych z żarowytrzymałych nadstopów niklu, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2011.
30. Roskosz S., Quantitative Evaluation of Porosity in Turbine Blades Made of IN713C Superalloy after Hot Isostatic Pressing, Archives of Metallurgy and Materials, 62, 2017, 263-268.
31. Ryś J., Stereologia materiałów, Fotobit Design, Kraków 1995.

32. Wojnar L., Kurzydłowski K. J., Szala J., Praktyka analizy obrazu, Polskie Towarzystwo Stereologiczne, Kraków 2002.
33. Wojnar L., Kurzydłowski K. J., Szala J., Quantitative Image Analysis w: ASM Handbook Volume 9 Metallography and Microstructures, ASM International, Ohio 2004, 403–427.
34. Wojnar L., 25 Years of the Polish Society for Stereology, Image Anal. Stereol., 32, 2013, 127–133.
35. Michalska J., Sozańska M., Qualitative and quantitative analysis of sigma and khi phases in 2205 duplex stainless steel, Materials Characterization vol. 56, 2006, 355-362.

List of figures

Fig. 4.1. Public defense of the doctoral dissertation of Jan Cwajna

Fig. 1.2. Janusz Szala at the Morphopercolor image analyzer

Fig. 1.3. Diplomas for the best doctoral dissertations on materials science

Fig. 1.4. Main window of the Met-Ilo software

Fig. 1.5. Gas (A) and shrinkage porosity (B) in castings made of IN 713C superalloy [30]

Fig. 1.6. Cover of stereological conference materials from the years 1983 and 2005

Fig. 1.7. Presidents of the Polish Society for Stereology during a meeting on November 7, 2013 [34]

Fig. 1.8. Lecture by M. Maliński during the 5th Autumn School of Stereology and Image Analysis

Fig. 1.9. Honorable mentions for Jan Cwajna awarded by the Alpha Sigma Mu association and the International Metallographic Society

Fig. 1.10. Sketch drawn by prof. Leszek Wojnar at the end of the 9th European Congress of Stereology and Image Analysis in 2005

Jerzy OKRAJNI ¹

Rozdział 5

MECHANIKA W BADANIACH NAUKOWYCH Z ZAKRESU INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ I METALURGII

5.1. Wprowadzenie

Powstanie zespołu osób zajmujących się mechaniką na Wydziale Metalurgicznym Politechniki Śląskiej wiąże się z osobą prof. Tadeusza Lambera. Profesor Tadeusz Lamber był jednym z pierwszych studentów, a później pracowników naukowych w Politechnice Śląskiej, którzy po drugiej wojnie światowej opuścili Lwów i wraz z falą emigracji przybyli do Gliwic. Wśród osób, które wówczas znalazły się w Gliwicach, byli również profesorowie Politechniki Lwowskiej, w tym znani mechanicy: prof. Włodzimierz Burzyński i prof. Stanisław Bodaszewski, należący do grona osób organizujących wówczas kształcenie na nowej uczelni - Politechnice Śląskiej. To w zespole prof. Burzyńskiego rozpoczął pracę prof. Tadeusz Lamber oraz inni znani później profesorowie, jak prof. Zbigniew Orłoś i prof. Antoni Jakubowicz, którzy rozpoczęli studia w Politechnice Lwowskiej, a kontynuując je w Politechnice Śląskiej, jeszcze w okresie studiów zostali zatrudnieni jako asystenci i prowadzili zajęcia z mechaniki z młodszymi kolegami studiującymi na Wydziale Mechanicznym tej uczelni. Każda z wymienionych osób wniosła istotny wkład w rozwój nauki w Polsce w różnych aspektach tego rozwoju, w sensie organizacyjnym, dydaktycznym, kształcenia kadry i badań naukowych. Profesor Tadeusz Lamber do 1968 roku pracował na Wydziale Mechanicznym Politechniki Śląskiej, a w późniejszych latach związał swoją karierę naukową z tworzonym wówczas Wydziałem Metalurgicznym.

Jedną z pierwszych jednostek dydaktycznych i naukowych na Wydziale Metalurgicznym Politechniki Śląskiej był Zakład Mechaniki, jego założycielem

¹Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej

i wieloletnim kierownikiem był prof. Tadeusz Lamber, pierwszy dziekan Wydziału Metalurgicznego w latach 1969-1980, który ukształtował profil naukowy i dydaktyczny zespołu, wpisując zagadnienia mechaniki w badania naukowe i kształcenie studentów na kierunku inżynieria materiałowa i metalurgia.

W początkowym okresie istnienia Wydziału Metalurgicznego Zakład Mechaniki wchodził w skład Katedry Technologii Metali kierowanej przez docenta Adama Gierka. Pierwszymi pracownikami Zakładu byli wówczas: doc. Tadeusz Lamber, dr Izabella Hyla, dr Adam Kwaśnicki i dr Andrzej Kowalski. W roku 1970 do zespołu zostali przyjęci: dr hab. Jerzy Białkiewicz, mgr Grażyna Ober i mgr Andrzej Warchoń. Zespół prowadził wówczas zajęcia dydaktyczne z zakresu podstawowych przedmiotów związanych z mechaniką techniczną i wytrzymałością materiałów oraz przedmiotów uwzględniających specyfikę kształcenia na Wydziale Metalurgicznym, takich jak teoria sprężystości i plastyczności oraz mechanika płynów. Powstało w tym okresie Laboratorium Mechaniki wyposażone w maszyny wytrzymałościowe, przede wszystkim w urządzenia służące do prób zmęczenia i pełzania. W późniejszym okresie Katedra Technologii Metali została przekształcona w Instytut Inżynierii Materiałowej, w którego skład wchodził Zakład Mechaniki. Lata siedemdziesiąte to okres rozwoju Instytutu, a w nim Zakładu Mechaniki. Do zakładu zostały przyjęte nowe osoby: w roku 1972 mgr Wiesław Chladek, mgr Maciej Puchała, mgr Stanisław Węgrzyniak i technik Bogumiła Mróz, w roku 1974 mgr Krystyna Czaplicka, mgr Jerzy Okrajni, mgr Donat Renowicz oraz technik Andrzej Gloger, w roku 1976 mgr Marek Cieśla i mgr Marek Plaza.

W 1974 roku z Zakładu Mechaniki został wydzielony Zakład Materiałów Kompozytowych pod kierownictwem doc. Izabelli Hyli, w którego skład weszli mgr Krystyna Czaplicka i mgr Stanisław Węgrzyniak. W krótkim czasie zatrudnione zostały w tym zakładzie kolejne osoby: mgr Józef Śleziona i mgr Jerzy Myalski.

Oba zakłady rozwijały się kształtując swoją specyfikę badań naukowych i kompetencji dydaktycznych. W odpowiedzi na rosnące wówczas zainteresowanie kierunkiem inżynieria materiałowa i wzrost liczby studentów na Wydziale Metalurgicznym zmieniał się skład osobowy Zakładu Mechaniki, zatrudnione zostały nowe osoby: w roku 1977 mgr Dorota Didik, mgr Alicja Balin i mgr Tomasz Marcinkowski, w roku 1979 mgr Jolanta Flaumen.

Rok 1978 to okres budowy i uruchomienia Laboratorium Badań Zmęczeniowych wyposażonego w system serwohydrauliczny MTS do badań zmęczenia i odporności na pękanie materiałów. Było to wówczas jedno z trzech laboratoriów w Polsce wyposażonych w tego typu urządzenia. Pozostałe systemy pracowały w Raciborskiej

Fabryce Kotłów w Raciborzu oraz w Fabryce Samochodów Osobowych na Żeraniu w Warszawie. Uruchomienie laboratorium w istotnym stopniu wpłynęło na poszerzenie możliwości i kompetencji badawczych zespołu zajmującego się mechaniką oraz na jego rozwój ukierunkowany wówczas na zagadnienia odporności materiałów na pękanie i zmęczenie. Badania uwzględniały wpływ rodzaju materiałów oraz technologii wytwarzania na ich trwałość w warunkach oddziaływań mechanicznych i cieplnych. Realizowano badania nowych stali projektowanych w Instytucie Inżynierii Materiałowej oraz materiałów z powłokami, których przeznaczeniem było polepszenie żaroodporności i odporności korozyjnej.

W roku 1991 w wyniku reorganizacji Wydziału Metalurgicznego z Instytutu Inżynierii Materiałowej zostały wydzielone cztery katedry: Katedra Nauki o Materiałach, Katedra Mechaniki i Technologii Przeróbki Plastycznej, Katedra Technologii Metali i Katedra Materiałów Kompozytowych. Pracownicy Zakładu Mechaniki weszli w skład Katedry Mechaniki i Technologii Przeróbki Plastycznej kierowanej przez prof. dr. hab. inż. Franciszka Grosmana, do której dołączony został istniejący wcześniej na Wydziale Metalurgicznym Zakład Podstaw Konstrukcji Maszyn kierowany przez dr. Macieja Makomaskiego. W katedrze tej wydzielone zostały zespoły dydaktyczne oraz laboratoria, w ramach których funkcjonowały pracownie zajmujące się badaniami własności mechanicznych materiałów, badaniami technologicznej plastyczności materiałów, badaniami modelowymi, technologią walcownictwa i ciągarstwa, kształtowaniem własności materiałów porowatych, wibroakustyką i biotechniką. Pracownicy wcześniej istniejącego Zakładu Mechaniki weszli w skład Laboratorium Mechaniki Materiałów. W roku 1994 laboratorium zostało przekształcone w Zakład Mechaniki Materiałów, w skład którego weszli również konstruktorzy: dr Maciej Makomaski, dr Wiesław Chodasewicz, dr Stanisław Zysk oraz mgr Kazimierz Mutwil. Zakład ten, kierowany przez dr. hab. Jerzego Okrajni, prof. Pol. Śl., istniał do 2003 roku.

W różnych latach w Zakładzie Mechaniki zatrudnione były osoby, które po krótkim okresie zmieniły miejsce pracy. Przez niedługi czas pracownikami Zakładu Mechaniki Materiałów byli mgr Grzegorz Szypcio i Jan Tyburczy, mgr Krystyna Prabudzka i mgr Łukasz Barciaga. Od 1996 roku w Zakładzie pracował jako doktorant mgr Jarosław Żmudzki. Jako pracownik techniczny w roku 1997 został zatrudniony technik Krystian Bąk. W roku 1998 pracę w Zakładzie Mechaniki Materiałów podjął mgr Grzegorz Junak, a 2000 mgr Anna Jasik. Rok później do Zakładu Mechaniki przejęte zostały mgr Anżelina Marek i mgr Sylwia Ziemba.

W 2002 roku z Zakładu Mechaniki Materiałów został wyodrębniony Zakład Biomechaniki i Inżynierii Medycznej kierowany przez dr. hab. Wiesława Chładka. Ten rodzaj badań stał się w tamtym okresie ważnym kierunkiem w rozwoju naukowym wielu osób na Wydziale, który nosił wówczas nazwę Wydziału Inżynierii Materiałowej Metalurgii i Transportu. Pozostała część zespołu zajmującego się mechaniką utworzyła rok później Katedrę Mechaniki Materiałów kierowaną przez prof. Jerzego Okrajnego. W Katedrze Mechaniki Materiałów zatrudnieni zostali dr inż. Grzegorz Chladek jako adiunkt w 2006 roku i mgr Dorota Płocha od 2008 roku jako pracownik administracyjny.

Po 2009 roku w wyniku reorganizacji Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii Katedra Mechaniki Materiałów została włączona do Instytutu Technologii Materiałów, kierowanego przez prof. Józefa Ślezione, a w późniejszym okresie do Katedry Technologii Metali, kierowanej przez prof. Eugeniusza Hadasika. Od 2017 roku zespół osób zajmujących się mechaniką wchodzi w skład Instytutu Inżynierii Materiałowej, w którym utworzony został Zakład Badań i Mechaniki Materiałów kierowany przez dr. hab. Andrzeja Kiełbusa, prof. Pol. Śl.

Pracownicy Zakładu Mechaniki, Katedry Mechaniki Materiałów, a ogólnie zespołu osób związanych z mechaniką w różnych latach uzyskiwali tytuły i stopnie naukowe. W krótkim ujęciu chronologicznym zmian organizacyjnych i personalnych w tej części opracowania przedstawione zostały stopnie i tytuły w chwili, która jest omawiana w danym miejscu tekstu. Przepraszam osoby, których te fragmenty dotyczą i których stopnie i tytuły zamieszczone w tekście z uwagi na awans zawodowy są w oczywisty sposób nieaktualne. Starłem się bowiem odnaleźć w mojej pamięci i odnotować wszystkie osoby związane z historią zespołu mechaniki, nie czyniąc z tekstu jedynie wykazu osób i opisu ich kariery naukowej.

W dalszej części powrócę do cytowanych nazwisk, dokonując próby charakterystyki specyfiki badań naukowych realizowanych przez zespół, jego współpracy z innymi ośrodkami i dorobku naukowego oraz dydaktycznego.

5.2. Pierwsze prace badawcze

Organizowane laboratorium badań własności mechanicznych wyposażone zostało w pierwszym okresie swojej działalności między innymi w maszyny wytrzymałościowe o napędzie hydraulicznym i mechanicznym, rezonansową maszynę zmęczeniową, defektoskopy oraz mostki tensometryczne do pomiarów odkształceń

w elementach maszyn i urządzeń. Ten rodzaj wyposażenia umożliwił w początkowym okresie istnienia Zakładu Mechaniki realizację badań na potrzeby przemysłu. Do badań, które w szczególny sposób zostały odnotowane w pamięci pracowników Zakładu, należą prace związane z wyznaczaniem charakterystyk sprężystych elementów zawieszonych wagonów kolejowych. Prace te, nadzorowane przez dr. Adama Kwaśnickiego, dla nowych pracowników zespołu mechaniki stanowiły okazję do nauki obsługi maszyn wytrzymałościowych i opracowywania rezultatów badań.

Na początku lat siedemdziesiątych ubiegłego wieku ważnym zagadnieniem dla bezpieczeństwa w przemyśle górnym było pękanie elementów urządzeń pracujących w kopalniach w warunkach oddziaływania zmiennych obciążeń. Do urządzeń tego rodzaju należały przenośniki zgrzebłowe, w których w ich układzie napędowym występowały łańcuchy o zgrzewanych ogniwach. Łańcuchy w wyniku zmęczenia i obciążeń o udarowym charakterze często ulegały uszkodzeniom. W laboratorium Zakładu Mechaniki poddano je wstępnie badaniom wytrzymałościowym, oceniając wartości dopuszczalnych obciążeń. Badano wpływ gięcia i zgrzewania oraz obróbki cieplnej ogniw łańcuchów na występujące w nich naprężenia własne oraz ich wytrzymałość. Prace prowadzone były przez dr. A. Kwaśnickiego i mgr. A. Warchoła. W późniejszym okresie proces pękania łańcuchów badano przy zastosowaniu kryteriów z zakresu mechaniki pękania, wyznaczając odporność na pękanie materiału, z którego były wykonywane.

Na początku lat siedemdziesiątych zespół osób współpracujących z doc. Izabellą Hylą rozpoczął prace związane z badaniami tworzyw sztucznych, w tym z odpornością na korozję elementów, których powierzchnia została zabezpieczona warstwą tworzywa, między innymi polietylenu. Badania wykonywane były przez mgr. Stanisława Węgrzyniaka i mgr. Macieja Puchałę. Stanowiły one początek kształtowania warsztatu naukowego powstałego w późniejszym okresie Zakładu Materiałów Kompozytowych, kierowanego przez prof. Izabellę Hylę, zajmującego się zagadnieniami projektowania i oceny własności tworzyw sztucznych oraz materiałów kompozytowych.

5.3. Własności materiałów z powłokami

Jednym z ważnych kierunków badań rozwijanych w Instytucie Inżynierii Materiałowej były kwestie dotyczące technologii wytwarzania powłok oraz kształtowania własności warstwy wierzchniej. Zagadnienia te były obecne również

w programach kształcenia. Zakład Mechaniki wpisywał się w ten zakres badawczy w początkowym okresie pracami mgr Grażyny Ober i mgr. Wiesława Chładka. Były to między innymi badania własności powłok aluminiowych nanoszonych na elementy technologią ogniowo-zanurzeniową. Określano własności mechaniczne powłok oraz stan naprężeń własnych w elementach z naniesionymi powłokami. Badano również ich własności zmęczeniowe. Badania te były przedmiotem pracy doktorskiej dr Grażyny Ober.

Na początku lat siedemdziesiątych mgr Wiesław Chladek nawiązał współpracę z Fabryką Palenisk Mechanicznych w Mikołowie. Jej owocem było sformułowanie i rozwiązanie problemów badawczych związanych z trwałością metalowych form stosowanych w procesie odlewania. Wówczas po raz pierwszy wśród problemów badawczych Zakładu pojawiły się zagadnienia zmęczenia cieplnego i cieplno-mechanicznego. W analizie mechanizmów powstawania i roli naprężeń cieplnych w procesie zmęczenia narzędzi hutniczych uczestniczyli wówczas również mgr Jerzy Okrajni i mgr Donat Renowicz. Opracowana została metodyka badań odporności na zmęczenie cieplno-mechaniczne uwzględniająca indukcyjne metody nagrzewania w procesie kształtowania wielkości naprężeń cieplnych w próbkach umożliwiającym symulowanie zjawisk zachodzących w warunkach eksploatacji na powierzchni metalowych form trwałych. Badania na próbkach realizowane były przez mgr. Marka Plazę również w warunkach przemysłowych, w bezpośrednim kontakcie z ciekłym metalem. Mgr Wiesław Chladek opracował metodę nanoszenia powłok na powierzchni form w celu zwiększenia ich odporności na zmęczenie cieplno-mechaniczne. Technologia oraz metodyka i wyniki badań własności powłok nanoszonych na metalowe formy trwałe stanowiły przedmiot rozprawy doktorskiej dr. Wiesława Chładka.

W tym czasie opracowany został skrypt, dotyczący zagadnień związanych z technologią kształtowania własności warstwy wierzchniej i jej własnościami, pod redakcją dr. Grzegorza Pucki, w którym prof. Tadeusz Lamber opracował obszerną część opierającą się na analizie teoretycznej i własnych badaniach, stanowiącą pomoc do zajęć dydaktycznych, między innymi z przedmiotu mechanika warstwy wierzchniej.

5.4. Pierwsze badania zmęczenia cieplno-mechanicznego

Problem zmęczenia cieplno-mechanicznego związany jest z powstawaniem i rozwojem pęknięć na powierzchni narzędzi hutniczych takich jak matryce, kowadła, walce pracujące w walcarkach do blach i rur itp. Przykładem elementów, w których obserwuje się narastające w funkcji kolejnych cykli pracy uszkodzenie ich powierzchni, są trzpienie walcarek pielgrzymowych. Uszkodzenia te spowodowane są oddziaływaniem zarówno obciążeń zewnętrznych, jak i nierównomiernego pola temperatury wywołującego cyklicznie zmienne naprężenia cieplne. Pod koniec lat siedemdziesiątych ubiegłego wieku w Instytucie Inżynierii Materiałowej badano zjawiska związane z tym procesem powstawania uszkodzeń. Efektem współpracy inżynierów pracujących w przemyśle i specjalistów z zakresu nauki o materiałach oraz mechaniki z Instytutu Inżynierii Materiałowej było opracowanie metody obróbki cieplnej trzpieni zapewniającej polepszenie odporności materiału na zmęczenie cieplno-mechaniczne. Ujęcie metodyki oceny trwałości trzpieni w zależności od parametrów eksploatacji oraz własności materiału, stanowiące jeden z elementów tego opracowania było przedmiotem rozprawy doktorskiej dr. Macieja Puchały.

Opracowane zostały wówczas pierwsze publikacje zespołu dotyczące zmęczenia cieplno-mechanicznego i związanych z nim zagadnień [1–4]. Były to prace prof. Tadeusza Lambersa, dr. Wiesława Chładka, mgr. Jerzego Okrajni i mgr. Donata Renowicza, związane z metodyką badań tego procesu, opracowaniem sposobu obliczeń naprężeń cieplnych w próbkach i elementach urządzeń poddanych zmęczeniu oraz technologiami poprawiającymi odporność materiałów na ten rodzaj ich zmęczenia.

5.5. Mechanika pęknięcia

Istotnym krokiem w rozwoju zespołu zajmującego się mechaniką był zakup przez Instytut Inżynierii Materiałowej nowej aparatury badawczej w postaci systemu serwohydraulicznego MTS, służącego do złożonych testów materiałowych z uwzględnieniem oddziaływania podwyższonej temperatury, zmiennych w czasie obciążeń oraz obecności wad materiałowych w postaci szczelin. System ten pojawił się w Zakładzie Mechaniki w 1978 roku. Do chwili obecnej każda z osób, które wówczas pracowały w Zakładzie, pamięta rozładowywanie na dworcu kolejowym, transport, montowanie i uruchamianie systemu. Większość tych operacji wykonywana

była przez asystentów, którymi wówczas byliśmy, z pomocą studentów. Biorąc pod uwagę brak doświadczenia i odpowiedniego sprzętu nie obyło się bez drobnych wypadków, jak na przykład przygnięcie stopy mgr. Andrzeja Warchoła przez opakowanie z dużym i ciężkim elementem maszyny wytrzymałościowej. Inny to był czas, a zasady BHP przestrzegane były mniej rygorystycznie.

Budując zaplecze aparaturowe oraz kadrowe Zakładu Mechaniki, prof. Tadeusz Lamber tworzył jednostkę, ukierunkowując jej specjalizację na zagadnienia inżynierii materiałowej, uwzględniając możliwość badań podstawowych własności mechanicznych materiałów, ale równocześnie zwracając szczególną uwagę na najnowocześniejsze wówczas trendy w badaniach własności materiałowych, w tym badania z zakresu mechaniki pękania i zmęczenia niskocyklowego. W 1977 roku szkolenie dotyczące obsługi systemu MTS w Mineapolis w Stanach Zjednoczonych odbył mgr Wiesław Chladek i mgr Donat Renowicz. Magister Wiesław Chadek wykorzystał zdobytą w ten sposób wiedzę w badaniach zmęczenia cieplno-mechanicznego. Magister Donat Renowicz wyspecjalizował się w badaniu odporności na pęknięcie. Ten rodzaj badań jest do chwili obecnej jednym z podstawowych testów wykonywanych w Laboratorium Mechaniki Materiałów.

Pęknięcie jest zjawiskiem, z którym ludzie spotykają się od chwili powstania pierwszych wytworów ludzkiej inteligencji. Jego rola rośnie jednakże wraz ze wzrostem stopnia złożoności współczesnych urządzeń technicznych. Prawdopodobieństwo zniszczenia w wyniku powstawania i rozwoju pęknięć jest bowiem większe dla złożonych obiektów, duży stopień niepewności wiąże się także z wprowadzaniem nowych technologii materiałowych. Wiele lotniczych katastrof było skutkiem zastosowania nowych rozwiązań technologicznych. Mechanika pęknięcia pojawiła się jako odpowiedź na potrzebę zapewnienia bezpieczeństwa użytkowania środków technicznych podlegających ciągłemu procesowi rozwoju.

Istnieją dwie główne przyczyny pęknięcia:

- zaniedbania w procesie projektowania, wytwarzania lub użytkowania wytworu,
- zastosowanie nowych rozwiązań konstrukcyjnych lub nowych materiałów.

W pierwszym przypadku obowiązujące procedury projektowania, wytwarzania i użytkowania są wystarczające, aby uniknąć pęknięcia. Zniszczenie spowodowane jest ludzkimi błędami.

Drugi z przypadków jest znacznie bardziej złożony. Wówczas gdy wprowadzane są nowe procedury projektowania lub nowe materiały, można oczekiwać wynikających z nich korzyści, lecz jednocześnie należy brać pod uwagę ryzyko związane z niepewnością co do ich właściwości użytkowych. Wyczerpujące testy i analizy

powinny poprzedzać w takim przypadku praktyczne zastosowanie danego rozwiązania. Mechanika pękania tworzy podstawy teoretyczne dla takich analiz. Pomimo że pierwsze prace z zakresu problematyki pękania pojawiły się już na początku XX wieku [5–7], to intensywny rozwój tej dziedziny wiedzy nastąpił w drugiej połowie ubiegłego wieku. Fundamentalne prace z tego zakresu powstały w latach 1940-1970.

Już pod koniec lat siedemdziesiątych specjalizację laboratorium Zakładu Mechaniki stanowiły badania materiałów przeznaczonych do pracy w podwyższonej temperaturze. Badania te w zespole zajmującym się mechaniką kontynuowane są do chwili obecnej. Na początku lat osiemdziesiątych podjęte zostały analizy odporności na pęknięcie wybranych gatunków stali żarowytrzymałych z uwzględnieniem wpływu obróbki cieplnej na krytyczne wartości współczynników intensywności naprężeń i rozwarcia szczeliny, których podsumowaniem była rozprawa doktorska dr. Donata Renowicza. Wykonywane były również badania odporności na pęknięcie materiału przeznaczonego na łańcuchy górnicze. Oceniano wpływ wielkości odkształcenia wprowadzanego w procesie wytwarzania łańcuchów na ich odporność na pęknięcie na specjalnie wytworzonych i wstępnie odkształconych próbkach.

Warsztat naukowy z zakresu mechaniki pękania mógł być później wykorzystany w pracach realizowanych na potrzeby przemysłu oraz nawiązana została międzynarodowa współpraca pomiędzy Politechniką Śląską i Wyższą Szkołą Techniczną w Magdeburgu, której zakres obejmował staże naukowe pracowników Wyższej Szkoły Technicznej w Magdeburgu na Politechnice Śląskiej.

W latach osiemdziesiątych kontynuowana była, nawiązana przez dr. Wiesława Chładka, współpraca pomiędzy Politechniką Śląską i Fabryką Palenisk Mechanicznych w Mikołowie. Specjalnością tego zakładu była produkcja urządzeń dla przemysłu energetycznego, w tym młynów wentylatorowych. Fabryka Palenisk Mechanicznych, produkująca w tym okresie młyny m.in. dla Elektrowni Bełchatów, zwracała szczególną uwagę na trwałość ich elementów. Współpraca zespołu technologów z Politechniki Śląskiej, Fabryki Palenisk Mechanicznych i Elektrowni Bełchatów zaowocowała nowym rozwiązaniem regeneracji zużywających się płyt bijaków młynów wentylatorowych. Technologia ta polegała na napawaniu ubytków w płytach. Pojawił się jednak problem bezpieczeństwa eksploatacji młynów z tak zregenerowanymi płytami, z uwagi na obecność i możliwość powstawania wad w rozpatrywanych płytach. Narzędziami, którymi można się było posłużyć w tym wypadku, były mechanika pękania i metody modelowania komputerowego stanów naprężeń występujących w warunkach eksploatacji. W laboratorium Zakładu

Mechaniki wykonane zostały wówczas badania odporności na pękanie elementów z napoiną na specjalnie zaprojektowanych i wykonanych w tym celu próbkach. W badaniach tych uczestniczyła obecna wówczas na stażu w Politechnice Śląskiej doktorantka z Wyższej Szkoły Technicznej w Magdeburgu Anette Weiss, której opiekunami w Politechnice Śląskiej byli prof. Tadeusz Lamber i dr Donat Renowicz.

W tym samym czasie prowadzone były badania wpływu technologii wytwarzania szyn kolejowych na ich odporność na pękanie. Badania te realizowano na potrzeby Huty Katowice, oceniając możliwość modyfikacji procesu technologicznego wytwarzania szyn w celu polepszenia ich własności i związanego z nimi bezpieczeństwa ich użytkowania. Badania koordynowane były przez prof. Tadeusza Lambara oraz dr. inż. Donata Renowicza.

W wieloletnim okresie doświadczeń zespołu mechaniki analizowano własności i zachowanie się różnych materiałów i przy użyciu różnych kryteriów oceny ich wytrzymałości. W latach osiemdziesiątych badano między innymi materiały narzędziowe, oceniając ich odporność na pękanie przy użyciu kryteriów uwzględniających I i III model pękania (współczynniki K_I i K_{III}). Badania stali narzędziowych były przedmiotem rozprawy doktorskiej dr Alicji Balin.

W późniejszym okresie, w latach dziewięćdziesiątych, realizowane były przez dr. hab. Jerzego Okrajniego, prof. Pol. Śl. i dr. Donata Renowicza badania odporności na pękanie materiałów żarowytrzymałych stosowanych na rurociągi w przemyśle chemicznym. Badania te związane były ze współpracą Politechniki Śląskiej z Zakładami Azotowymi w Puławach, a ich celem była ocena wpływu warunków eksploatacji materiału na proces powstawania i rozwój pęknięć.

Odrębnym działem mechaniki pękania jest badanie i opis zjawisk związanych ze strukturalnymi uwarunkowaniami procesu pękania materiałów, w tym zagadnienia powstawania lokalnych oddziaływań o dystorsyjnym charakterze, które wywołują lub intensyfikują proces powstawania lub rozwoju szczelin. Badania tych zjawisk rozpoczęto w latach dziewięćdziesiątych, publikując ich częściowe wyniki [8, 9]. W chwili obecnej problem jest w dalszym ciągu aktualny i pozostaje mieć nadzieję, że badania będą ponownie podjęte z uwagi na znaczenie rozpatrywanych zjawisk dla takich technicznie ważnych procesów jak zmęczenie cieplno-mechaniczne i pękanie uwarunkowane oddziaływaniem wodoru.

5.6. Zmęczenie niskocyklowe i zmęczenie cieplno-mechaniczne

Charakterystyki zmęczeniowe wyznaczone w próbach laboratoryjnych wykorzystywane są do porównywania właściwości różnych materiałów, lecz podstawowym celem ich wyznaczania jest ocena trwałości i wytrzymałości elementów maszyn i urządzeń poddanych zmęczeniu. Do chwili obecnej najczęściej stosuje się w tym wypadku krzywą Wöhlera w postaci zależności pomiędzy naprężeniami i liczbą cykli do zniszczenia, oznaczaną także w literaturze jako krzywa S-N [10, 11]. Na charakterystyce tej opierają się normy projektowania niektórych urządzeń [12]. Krzywa Wöhlera opisuje właściwości materiałowe w zakresie ograniczonej wytrzymałości zmęczeniowej do punktu określającego wytrzymałość zmęczeniową materiału.

W latach sześćdziesiątych w badaniach procesów zmęczenia pojawiło się nowe ujęcie charakterystyk zmęczeniowych w postaci zależności pomiędzy odkształceniami i liczbą cykli do zniszczenia – krzywa ε -N. Tego typu ujęcie związane było z zainteresowaniem nowym zakresem prób zmęczeniowych – zakresem małej liczby cykli. Badania zmęczenia w zakresie małej liczby cykli umożliwiają ocenę trwałości materiału poddanego wysokim obciążeniom powodującym odkształcenia plastyczne w każdym cyklu. Zainteresowanie tym zakresem obciążeń pojawiło się w okresie budowy statków kosmicznych, nowych rozwiązań samolotów oraz rozwoju energetyki jądrowej. Jedne z pierwszych badań wykonane zostały w Stanach Zjednoczonych. Krzywa ε -N i równanie opisujące zależność pomiędzy odkształceniami i liczbą cykli do zniszczenia nazywane jest równaniem Coffina–Mansona [13, 14].

Badania zmęczenia niskocyklowego w Zakładzie Mechaniki rozpoczęto na początku lat osiemdziesiątych. Wówczas przedmiotem badań były zachowanie i trwałość stali żarowytrzymałych w warunkach oddziaływania stałej podwyższonej temperatury i cyklicznie zmiennego obciążenia. Badania zmęczeniowe realizowano z równoczesnym śledzeniem zmian zachodzących w strukturze dyslokacyjnej próbek poddanych zmęczeniu. Efektem pracy była próba opracowania kryterium trwałości uwzględniającego wpływ temperatury na liczbę cykli do zniszczenia, a uzyskane rezultaty stanowiły podstawę rozprawy doktorskiej dr. Jerzego Okrajniego.

Zmęczenie niskocyklowe różnego rodzaju materiałów było wielokrotnie przedmiotem badań w zespole mechaniki. Dotyczy to w szczególności stali pracujących w przemyśle energetycznym. Z uwagi na warunki pracy materiałów stosowanych w energetyce, gdzie istotną rolę odgrywa oddziaływanie podwyższonej

temperatury, badania realizowano, stosując nagrzewanie próbek w piecu oporowym lub nagrzewanie indukcyjne. Celem tych badań było porównanie ze sobą własności różnych materiałów z uwagi na ich trwałość w warunkach oddziaływania cyklicznych odkształceń plastycznych wywołujących zmęczenie. Oceniano wpływ procesu eksploatacji na własności zmęczeniowe materiałów realizując badania na próbkach pobranych z instalacji energetycznych po wieloletnim okresie użytkowania.

Współpraca z Elektrownią Bełchatów pozwoliła na zdobycie doświadczeń w zakresie oceny zmian zachodzących w strukturze i własnościach materiałów stosowanych na rurociągi energetyczne w wyniku oddziaływania temperatury i zmiennych w czasie obciążeń. Szczególne znaczenie miało w tym wypadku osobiste zaangażowanie pracowników Elektrowni Bełchatów w badania o charakterze rozwojowym i badania podstawowe. Zrealizowane wspólnie prace umożliwiły rozpoznanie mechanizmów powstawania uszkodzeń w elementach kotłów energetycznych oraz czynników odpowiedzialnych za zachodzące w tych elementach procesy zmęczeniowe. Badania realizowane w warunkach przemysłowych umożliwiły uzyskanie stopni naukowych przez pracowników Elektrowni, czego przykładem może być praca doktorska dr. inż. Wiesława Nowaka. Tego rodzaju rezultaty wydają się być szczególnie istotne z uwagi na coraz większe znaczenie kooperacji pomiędzy nauką i przemysłem w rozwoju i modernizacji przemysłu, w tym szczególnie przemysłu energetycznego.

Równolegle z badaniami przeprowadzanymi na materiałach pobranych z instalacji przemysłowych realizowano również prace o podstawowym charakterze w celu opracowania i weryfikacji kryteriów zmęczeniowej trwałości materiałów przeznaczonych do pracy w temperaturze podwyższonej. Przykładem takich badań jest praca doktorska dr. Grzegorza Junaka, w której przedstawiono próbę energetycznego ujęcia procesu akumulacji uszkodzeń w stalach żarowytrzymałych poddanych zmęczeniu niskocyklowemu.

Należy przy tym zauważyć, że badania zmęczenia niskocyklowego materiałów realizowane były łącznie z analizą wytrzymałościową rozpatrywanych obiektów przemysłowych. Wyniki badań zmęczeniowych stanowiły bowiem jeden z elementów procedur oceny zachowania się i wytrzymałości elementów urządzeń poddanych oddziaływaniom mechanicznym oraz cieplnym. Procedury te obejmowały zarówno badania materiałowe, jak i modelowanie komputerowe pól temperatury, naprężeń i odkształceń z wykorzystaniem metody elementów skończonych.

Obecnie jednym z najbardziej aktualnych technicznych zagadnień jest zmęczenie cieplno-mechaniczne, które z uwagi na znaczenie i odmienny charakter w porównaniu

ze zmęczeniem w stałych temperaturach powinno być potraktowane w odrębny sposób. Od wczesnych lat dziewięćdziesiątych ubiegłego wieku w literaturze technicznej wykazywane jest, że wyniki badań izotermicznych, jakkolwiek niezbędne z wielu powodów, nie zapewniają informacji potrzebnych do projektowania i prognozowania trwałości elementów poddanych obciążeniom mechanicznym i cieplnym. Zostało to stwierdzone wcześniej, w latach siedemdziesiątych [15, 16], w Stanach Zjednoczonych, co doprowadziło do rozwoju prostych metod badań zmęczenia cieplno–mechanicznego, które nie zapewniały jednak możliwości wyznaczania charakterystyk odpowiednich dla danych warunków użytkowania.

Rozwój metod badania zmęczenia cieplno–mechanicznego rozpoczął się w latach pięćdziesiątych ubiegłego wieku w Stanach Zjednoczonych. Pierwsze publikowane opracowania wiążą się z nazwiskiem Coffina [17]. W okresie lat siedemdziesiątych i osiemdziesiątych ukazało się wiele prac na temat zmęczenia cieplno-mechanicznego w literaturze publikowanej w języku rosyjskim [18–21]. Badania tego typu procesów zmęczeniowych prowadzono w tym okresie w Związku Radzieckim w wielu ośrodkach naukowych. Również w Polsce podjęto wówczas prace na temat zjawisk zmęczenia materiałów wywołanego oddziaływaniami mechanicznymi i cieplnymi [22, 23]. Koncepcje opracowane w Stanach Zjednoczonych zostały przeniesione do krajów Unii Europejskiej w połowie lat osiemdziesiątych. Upłynęło jednak następne 10 lat, zanim badania zmęczenia cieplno–mechanicznego zastosowano w szerokim zakresie w ośrodkach naukowo–badawczych, uczelniach oraz laboratoriach przemysłowych, co było spowodowane zarówno rozpoznaniem potrzeb, jak i szerokim zastosowaniem sterowanych komputerowo maszyn wytrzymałościowych. Wzrastająca świadomość co do tego, że wzajemnego oddziaływania pomiędzy uszkodzeniami wywołanymi obciążeniami mechanicznymi lub cieplnymi nie można odwzorować przez testy izotermiczne, spowodowała szybki wzrost liczby stanowisk do badań zmęczenia cieplno–mechanicznego. Obecnie liczba laboratoriów w państwach Unii Europejskiej, które mogą realizować badania zmęczenia cieplno–mechanicznego wynosi około 50, z czego ponad jedna czwarta to przemysłowe ośrodki naukowo – badawcze, a większość, jeśli nie wszystkie, laboratoria niebędące przemysłowymi realizują badania na potrzeby przemysłu.

Jak wspomniałem na początku, zmęczenie cieplno-mechaniczne było jednym z pierwszych zagadnień technicznych rozpatrywanych w Zakładzie Mechaniki kierowanym przez prof. Tadeusza Lambera. Do chwili obecnej badania tego rodzaju mechanizmów powstawania uszkodzeń stanowią specjalność zespołu mechaniki

[24–26] i wyróżniają go wśród innych jednostek specjalizujących się w kraju w zagadnieniach z zakresu zmęczenia materiałów.

Opisując badania zmęczenia cieplno-mechanicznego realizowane w Zakładzie Mechaniki, należy zauważyć, że ich historia rozpoczyna się w latach siedemdziesiątych pierwszymi pracami realizowanymi na potrzeby Fabryki Palenisk Mechanicznych w Mikołowie. Łącznie z badaniami prowadzonymi dla przemysłu Zakład Mechaniki uczestniczył wówczas w Międzyresortowym Problemie Badań, w którym realizowane były analizy zjawisk zmęczenia cieplno-mechanicznego w ujęciu komplementarnym - badania w warunkach przemysłowych połączone były z opracowaniem metodyki badań laboratoryjnych, analizą pól temperatury i naprężeń metodami analitycznymi w próbkach i narzędziach hutniczych oraz opracowaniem technologii poprawy odporności na zmęczenie metalowych form trwałych. Prace realizowane były przez zespół kierowany przez prof. Tadeusza Lambera, składający się z mgr. Wiesława Chładka, mgr. Jerzego Okrajniego, mgr. Donata Renowicza, mgr. Marka Plazy i mgr. Marka Cieśli.

Wówczas jeszcze z uwagi na brak powszechnie dostępnych narzędzi informatycznych stosowaliśmy metody analityczne, uzyskując rozwiązania dla prostych przypadków w sensie geometrycznym i warunków brzegowych przy użyciu funkcji Bessela [2, 27]. W późniejszym okresie przez wzgląd na powszechne zastosowanie metod komputerowych tego typu rozwiązania wykorzystywane były zazwyczaj w przypadku walidacji użytego sposobu obliczeń. Kontynuacja badań zmęczenia cieplno-mechanicznego metalowych form trwałych była przedmiotem rozprawy doktorskiej dr. Marka Plazy. W pracy dokonano próby opracowania procedury oceny trwałości form na podstawie badań materiałowych i metod komputerowego modelowania. Na podkreślenie zasługuje sposób wyznaczania pól naprężeń i odkształceń opierający się na metodzie różnic skończonych i użyciu własnego oprogramowania komputerowego.

Zmęczenie cieplno-mechaniczne zarówno w odniesieniu do badań materiałowych, jak i badań właściwości elementów urządzeń poddanych oddziaływaniom mechanicznym i cieplnym przez cały okres mojej pracy w zespole mechaniki było jedną z wyróżniających go specjalizacji. W roku 2000 z inicjatywy prof. Franciszka Grosmana, kierownika Katedry Mechaniki i Technologii Przeróbki Plastycznej pracownicy Laboratorium Mechaniki Materiałów wzięli udział w trwającym cztery lata europejskim projekcie dotyczącym opracowania normy przedstawiającej metodykę badań odporności materiałów na zmęczenie cieplno-mechaniczne. W badaniach wzięli udział: dr hab. Jerzy Okrajni, prof. Pol. Śl. oraz dr Grzegorz

Junak. Udział w projekcie Thermo-Mechanical Fatigue the Route to Standardisation stanowił ważny etap rozwoju metodyki badań materiałowych realizowanych w zespole mechaniki. Badania wykonywane były na stopie niklu przez kilkanaście ośrodków z różnych krajów Europy. Projekt koordynowany był przez Joint Research Centre w Petten w Holandii.

Tamte badania, realizowane kilkanaście lat temu w zupełnie innych warunkach, umożliwiły porównanie własnych możliwości z doświadczeniem nowoczesnych i znanych w świecie ośrodków zajmujących się zmęczeniem cieplno-mechanicznym. Wyniki badań zmęczenia cieplno-mechanicznego nie znalazły wprawdzie jeszcze w kraju szerokiego zainteresowania przemysłu, niemniej jednak doświadczenia krajów rozwiniętych wykazują, że ich znaczenie będzie rosło w zależności od stopnia innowacyjności gospodarki, a rozwijający się przemysł energetyczny, w tym energetyka konwencjonalna o wysokiej sprawności i energetyka jądrowa, stworzy konieczność sprawdzania własności materiałów w warunkach zmieniającej się temperatury i naprężeń.

Obecnie analiza zjawisk zmęczenia cieplno-mechanicznego dotyczy raczej opisu mechanizmów powstawania uszkodzeń w wybranych elementach urządzeń przemysłu metalurgicznego i energetyki. Zapotrzebowanie na wyniki badań zmęczeniowych materiałów jest niezmiernie rzadkie.

5.7. Badania obiektów i modelowanie komputerowe

Ostatnie trzydziestolecie to okres intensywnych zmian w sposobie podejścia do zagadnień projektowania, wytrzymałości i stanu technicznego elementów maszyn i urządzeń. Postęp w tym zakresie jest szczególnie widoczny między innymi w przypadku urządzeń energetycznych. Ocena wytrzymałości i trwałości elementów maszyn i urządzeń w procesie ich projektowania wymaga połączenia wielu różnego typu danych na temat ich właściwości materiałowych, rodzajów i wielkości obciążeń oraz cech geometrycznych. Niezbędne są także kryteria wytrzymałości i trwałości. Tak więc równoległe z pracami, których celem jest pogłębienie wiedzy na temat fizykalnych podstaw procesów niszczenia, dokonywane są próby uogólnień i opracowania kryteriów, na podstawie których wyniki badań laboratoryjnych zapewniłyby możliwość prognozowania zachowania się elementów o złożonym kształcie w warunkach ich użytkowania. Stosowane są w tym wypadku najczęściej

metody komputerowe analizy pól naprężeń i odkształceń, na podstawie których oblicza się wielkości kryterialne.

Zagadnienie prognozowania trwałości obiektów poddanych wieloletnim oddziaływaniom o charakterze mechanicznym i cieplnym zyskało w ostatnim okresie istotne znaczenie w bieżącej eksploatacji urządzeń pracujących w energetyce. Na zagadnienie to zwrócono szczególną uwagę ze względu na określony przez projektantów stopień zużycia wielu urządzeń, który determinuje w chwili obecnej konieczność podjęcia decyzji odnośnie do możliwości ich dalszej eksploatacji. Wynika to głównie ze względów bezpieczeństwa, biorąc pod uwagę fakt, że wiele spośród tych obiektów przekroczyło tzw. obliczeniowy czas pracy, określony przez projektanta jako okres ich sprawnego i bezawaryjnego działania. Czas ten wyznaczany był na podstawie przyjmowanych w projektach wartości granicy pełzania. Do urządzeń tego typu można zaliczyć między innymi rurociągi pary, walczaki i przegrzewacze występujące w kotłach na węgiel kamienny i brunatny. Ocena stanu technicznego tego typu obiektów stała się możliwa dopiero w ostatnim okresie w związku z rozwojem narzędzi informatycznych, umożliwiających dokładną analizę wytrzymałościową w ujęciu globalnym i lokalnym oraz symulację ich warunków użytkowania przy zmieniających się parametrach pracy.

Jak wspomniano wcześniej, nasze pierwsze badania zachowania się elementów urządzeń i próbek poddanych oddziaływaniu zmiennego pola temperatury i obciążeń były metodami analitycznymi, które z trudnością odzwierciedlały zjawiska zachodzące w elementach o złożonym kształcie. Dopiero zastosowanie metod komputerowego modelowania umożliwiło badania rzeczywistych obiektów pracujących w warunkach przemysłowych z uwzględnieniem złożoności i zmienności w czasie ich obciążeń i własności materiałowych. Ważnym krokiem w rozwoju tego obszaru mechaniki materiałów był zakup w 1993 roku oprogramowania komputerowego firmy ALGOR do analizy pól temperatury, naprężeń i odkształceń metodą elementów skończonych (MES).

Kilka lat później nawiązana została współpraca z Zakładami Azotowymi w Puławach i na ich potrzeby wykonane zostały badania procesu powstawania uszkodzeń w rurociągach pracujących w instalacjach do produkcji metanu. Wówczas badania realizowane w warunkach przemysłowych połączone zostały z analizą pól naprężeń wykonanych metodą elementów skończonych. Określono przyczynę powstawania pęknięć w instalacjach, uwzględniając zmiany charakterystyk zamocowań rurociągów zachodzące w wyniku procesu eksploatacji. W badaniach tych uczestniczyli pracownicy Zakładów Azotowych, w tym mgr Marta Wojas

reprezentująca służby eksploatacji i nadzoru oraz dr hab. Jerzy Okrajni, prof. Pol. Śl., dr Marek Cieśla i dr Kazimierz Mutwil z Politechniki Śląskiej.

Tak uzyskane doświadczenie w odniesieniu do obiektów o stosunkowo małym stopniu złożoności umożliwiło później badania o wiele bardziej złożonych urządzeń, jakimi były na przykład rurociągi pary pracujące w blokach energetycznych Elektrowni Bełchatów. Badania takie realizowano pod koniec lat dziewięćdziesiątych ubiegłego wieku. Dokonując oceny stanu technicznego rurociągów pary świeżej, pary wtórnie przegrzanej i pary do wtórnego przegrzewu, w obliczeniach wytrzymałościowych uwzględniono w tym przypadku wpływ niedokładności działania zamocowań na przebieg osi rurociągów oraz opisano możliwe konsekwencje losowych wartości parametrów histerezy zamocowań dla pracy bloku energetycznego. Oprócz tych wielkich obiektów, jakimi były liczące kilkadziesiąt metrów wysokości rurociągi pary w bloku energetycznym, w Zakładzie Mechaniki Materiałów wykonywane były na początku obecnego wieku również badania rurociągów znacznie mniejszych i o mniejszym stopniu złożoności, w tym rurociągów pośrednich pracujących w różnych krajowych elektrowniach. Badania te realizowano przy współpracy z firmami ALSTOM, IMŻ, Zakładami Azotowymi we Włocławku i RAFAKO.

W latach 2010-2015 pracownicy zespołu mechaniki uczestniczyli w projekcie strategicznym Zaawansowane Technologie Pozyskiwania Energii, w którym realizowane było zadanie *Nowe procedury diagnostycznej oceny stanu technicznego i szacowania trwałości rurociągów*, stanowiące podsumowanie wieloletnich doświadczeń zespołu zajmującego się zagadnieniami trwałości instalacji energetycznych. Efektem projektu jest, opierająca się na metodach komputerowego modelowania i badaniach zmęczenia niskocyklowego oraz badaniach zmęczenia cieplno-mechanicznego, procedura oceny stopnia zmian własności instalacji energetycznych w wyniku wieloletniej eksploatacji oraz szacowania na tej podstawie trwałości resztkowej ich poszczególnych elementów.

Istotną częścią działalności zespołu mechaniki jest współpraca z przemysłem. Inspiracją dla realizowanych badań są aktualne potrzeby przemysłu, a badania te stanowią często próbę implementacji najnowszych metod stosowanych w badaniach materiałowych do oceny zagrożeń wynikających z nierozpoznanych w dostatecznym stopniu procesów powstawania uszkodzeń w elementach urządzeń energetycznych. Ostatnie lata to okres współpracy z zakładami przemysłu energetycznego w rozwiązywaniu zagadnień o znaczeniu praktycznym, związanych ze zmęczeniem cieplno-mechanicznym elementów nowych instalacji o podwyższonych parametrach

pracy, w tym z Raciborską Fabryką Kotłów (RAFAKO). W badaniach tych jednym z najistotniejszych zagadnień okazuje się wpływ warunków wymiany ciepła na stan naprężenia w instalacjach energetycznych poddanych oddziaływaniu zmiennych w czasie obciążeń o cieplnym charakterze. Rezultatem tych prac jest między innymi rozprawa doktorska dr. Mariusza Twardawy z firmy RAFAKO. Prace kontynuowane przy współudziale dr. Mariusza Twardawy, dr. hab. Krzysztofa Waclawiaka i prof. Jerzego Okrajnego mają na celu określenie relacji pomiędzy warunkami wymiany ciepła w nowych instalacjach energetycznych a zachodzącymi w nich procesami zmęczeniowymi odpowiedzialnymi za bezpieczeństwo ich eksploatacji i trwałość.

Funkcjonującym od wielu lat forum wymiany doświadczeń jest konferencja PIRE (Projektowanie, Innowacje Remontowe i Modernizacje w Energetyce) organizowana od 2007 roku przez Politechnikę Śląską i Politechnikę Opolską. Przewodniczącymi Komitetu Naukowego tej konferencji są prof. Jerzy Okrajni z Politechniki Śląskiej i dr hab. Zdzisław Śloderbach z Politechniki Opolskiej. Komitet Organizacyjny składa się z pracowników Politechniki Śląskiej i działa w składzie: dr Anżelina Marek, dr Grzegorz Junak, dr hab. Marek Cieśla, prof. Pol. Śl., dr Kazimierz Mutiwil i dr Anna Jasik. Wiele lat corocznie organizowanych konferencji zaowocowało nawiązaniem trwałej współpracy Politechniki z przemysłem. Każdego roku na konferencji obecni są przedstawiciele przemysłu energetycznego, którzy dzielą się swoim doświadczeniem z zakresu technologii remontowych, diagnostyki urządzeń, ich modernizacji oraz metod zapewnienia bezpieczeństwa eksploatacji. Przedstawiciele Politechniki Śląskiej zapraszani są również jako wykładowcy na szkolenia organizowane przez Urząd Dozoru Technicznego dla pracowników nadzoru eksploatacyjnego elektrowni.

5.8. Biomechanika

W okresie ostatnich dwudziestu kilku lat pojawiło się wiele publikacji, w których przedstawiono zastosowanie osiągnięć mechaniki materiałów do rozwiązywania problemów z obszaru nauk medycznych. Okazało się bowiem, że analiza oddziaływań wewnętrznych w ciałach materialnych, stanowiąca podstawowe zagadnienie w mechanice materiałów, może mieć istotne znaczenie w badaniu zachowania się organizmu człowieka. Dotyczy to zwłaszcza tych przypadków, w których następuje ingerencja chirurga i zastąpienie uszkodzonych struktur organizmu elementami sztucznymi, jakimi są implanty. Opracowanie nowych rozwiązań implantów

stosowanych np. w ortopedii lub stomatologii wymaga opanowania umiejętności prognozowania ich zachowania się w organizmie człowieka. Ważną rolę mogą odgrywać w tym wypadku metody mechaniki ośrodków ciągłych, w tym metody numeryczne wyznaczania pól fizycznych w ciałach materialnych.

Podjęcie decyzji o zastosowaniu implantów kostnych, które zyskują coraz większe uznanie [28–33], umożliwiając przywrócenie funkcji naturalnych układów, wymaga wnikliwej analizy w celu prognozowania efektów leczenia uwarunkowanych procesami osteointegracji determinującej jakość ich trwałego wkomponowania w żywą tkankę organizmu. Implanty kostne podlegają obciążeniom mechanicznym, które przenoszone na kość, zazwyczaj odbiegają od obciążeń, jakie występują w naturalnym układzie. Układ kostny człowieka, w tym na przykład części zdrowego stawu biodrowego, stawu kolanowego czy też układu stomatognatycznego, przystosowane są do przenoszenia stosunkowo dużych obciążeń statycznych i dynamicznych oraz amortyzacji chwilowych przeciążeń [34–36]. Materia nieożywiona, jaką stanowi implant, nie może przywrócić funkcji życiowych naturalnego układu. We współczesnej implantologii dąży się więc do takiego odtworzenia uszkodzonych struktur, aby zapewniały w określonym zakresie niektóre najważniejsze własności, jakie mają części organizmu rekonstruowane za pomocą implantów.

Trzeba również pamiętać, że zrekonstruowany z wykorzystaniem implantów układ podlega procesowi starzenia i zużycia, co prowadzi często do jego ponownej niewydolności. Zmiany mogą zachodzić w kości w postaci jej resorpcji, zmniejszenia lub zwiększenia masy kostnej wokół implantu zarówno pod wpływem czynników biologicznych, jak i mechanicznych, co prowadzi do jego obłuzowania. Podstawowym zagadnieniem jest trwałe zakotwiczenie wszczepu w kości przy jednoczesnej optymalizacji rozkładów sił wewnętrznych w ich otoczeniu. Prace realizowane w celu opracowania metod takiego kotwiczenia doprowadziły do zaprojektowania różnorodnych rozwiązań konstrukcyjnych wszczepów. Stale powstające nowe rozwiązania obejmują modyfikacje cech zarówno geometrycznych, jak i materiałowych.

Rozkład naprężeń w otoczeniu implantów odbiega od naturalnego, do którego przenoszenia przystosowany jest zdrowy organizm [37, 38], co prowadzi często do zaniku tkanki kostnej (osteopenii) lub osteolizy. Zjawisko to znane jest w ortopedii i decyduje w sposób istotny o trwałości sztucznego stawu, jak również w stomatologii, gdzie prowadzi do obłuzowywania wszczepów stomatologicznych. W układzie stomatognatycznym zrekonstruowanym za pomocą implantoprotezy jak i na przykład

w sztucznym stawie biodrowym z endoprotezą dochodzić może niekiedy do krótkotrwałego znacznego obciążenia dynamicznego niektórych ich elementów. Ważną własnością wszczepów okazuje się wówczas zdolność do tłumienia obciążeń dynamicznych. Czynniki dynamiczne uwarunkowań biofunkcjonalności związanej z własnościami tłumiącymi jest coraz częściej uwzględniany w procesie konstruowania endoprotez. Uwzględnienie tego czynnika wydaje się celowe również w nowych konstrukcjach implantoprotez stomatologicznych.

Próbując zdefiniować wymagania, które spełniać powinny współczesne implanty, można wśród nich wyróżnić dwie główne grupy. Pierwsza określa warunki sukcesu zgodne z kryteriami gwarantującymi uzyskanie trwałego połączenia wszczepu z kością, zwracając szczególną uwagę na wpływ cech geometrycznych implantu na rozłożenie obciążenia w kości. Druga grupa obejmuje odwzorowywanie charakterystyk podatności naturalnego układu. Powinny tu znaleźć swoje miejsce zagadnienia tłumienia obciążeń dynamicznych i łagodzenia przeciążeń statycznych. Cechy te muszą być rozpatrywane w powiązaniu z biogodnością materiałów stosowanych na implanty [28] oraz przy uwzględnieniu reakcji organizmu w układzie sprzężenia pomiędzy czynnikami o charakterze mechanicznym oraz fizjologicznym. Wymienione cechy w różnym stopniu uwzględnione zostały w poszczególnych rozwiązaniach stosowanych dziś wszczepów.

Charakterystycznym elementem wyszczególnionych wymagań jest istotna rola czynnika mechanicznego w kotwiczeniu implantów. Stąd też metody oceny jakości kotwiczenia powinny w znaczącej części opierać się na prawach z obszaru mechaniki. Najbardziej odpowiednie, niebudzące zastrzeżeń natury etycznej, są w tym wypadku badania na modelach. Najczęściej stosowana jest metoda elementów skończonych (MES). Intensywny rozwój zastosowań tej metody stał się możliwy w ostatnich latach w związku z postępem w technice komputerów o odpowiedniej mocy obliczeniowej. Do numerycznej symulacji niezbędne są dane odnośnie do obciążeń oraz własności ciał ożywionych i nieożywionych, stanowiących komponenty biomechanicznych układów.

O ile w odniesieniu do komponentów samych implantów dysponujemy danymi na temat ich własności mechanicznych i fizycznych, o tyle brak jest wielu takich danych dla tkanki kości gąbczastej i korowej. Przeprowadzenie badań własności tkanek ludzkiego organizmu jest skomplikowanym zagadnieniem budzącym często sprzeciw natury etycznej. Stąd też takie eksperymenty prowadzone były często na wypreparowanych tkankach zwierzęcych. Ranga problemu wymusza jednak konieczność precyzyjnych badań na kościach ludzkich [39]. Można wyznaczyć na tej

podstawie niektóre własności mechaniczne i fizyczne niezbędne do stworzenia modelu fizycznego, będącego myślową abstrakcją uwzględniającą najistotniejsze cechy badanego układu. Do podstawowych własności decydujących o zachowaniu się implantu w organizmie człowieka należą moduł sprężystości, liczba Poissona oraz cechy wytrzymałościowe kości korowej i gąbczastej. Ostatnio bada się również tłumienie drgań [40] tak kości jak, i innych komponentów organizmu.

Badania z zakresu biomechaniki zainicjowane były w zespole mechaniki przez prof. Tadeusza Lambera na początku lat pięćdziesiątych ubiegłego wieku. W tamtym okresie rozpoczęta została współpraca ze szpitalem w Siemianowicach Śląskich, dotycząca zagadnień biofunkcjonalności implantów ortopedycznych, której efektem były pierwsze publikacje pracowników zespołu mechaniki. Badania realizowane przez lek. med. Jerzego Toborka ze szpitala w Siemianowicach Śląskich oraz prof. Tadeusza Lambera, dr inż. Alicję Balin, mgr. Marka Plazę i dr. hab. Jerzego Okrajniego, prof. Pol Śl., umożliwiły uzyskanie doświadczenia i zdobycie podstaw nowego warsztatu naukowego z obszaru inżynierii medycznej, które zaowocowały wieloma kolejnymi pracami realizowanymi wspólnie przez pracowników Politechniki Śląskiej i lekarzy specjalizujących się w zagadnieniach ortopedii i rehabilitacji narządów ruchu.

Badania z zakresu biomechaniki przez długi czas stanowiły jeden z głównych kierunków badań realizowanych w Zakładzie Mechaniki Materiałów w latach pięćdziesiątych. W tym okresie jednym z pionierskich kierunków badań były prace związane z wyznaczeniem relacji pomiędzy stanem tkanki kostnej po zabiegu wszczepienia endoprotezy stawu biodrowego i rozkładem naprężeń wokół implantu. Wynikiem współpracy dr. n. med. Damiana Kusza, dr. hab. inż. Jerzego Okrajniego, prof. Pol Śl. i mgr. Jarosława Żmudzkiego były publikacje, które po raz pierwszy stanowiły próbę ilościowego ujęcia tych relacji. Badania densytometryczne pacjentów po zabiegu endoprotezoplastyki w połączeniu z analizą pól naprężeń stanowiły podstawę rozprawy habilitacyjnej dr. hab. n. med. Damiana Kusza.

Relacje pomiędzy procesami biologicznymi i stanem naprężenia w kości udowej były przedmiotem dwóch rozpraw doktorskich na Akademii Medycznej: rozprawy dr. n. med. Zbigniewa Gajdy i dr. n. med. Krzysztofa Moćki. W tym przypadku zagadnienia wyznaczania pól naprężeń i odkształceń w niejednorodnej w sensie własności mechanicznych kości udowej konsultowane były z pracownikami Zakładu Mechaniki Materiałów. Naprężenia w kości udowej z endoprotezą w warunkach ruchu człowieka były również przedmiotem rozprawy doktorskiej dr. Anny Jasik.

Lata dziewięćdziesiąte i początek obecnego wieku to również rozwój metod badań układu stomatognatycznego i prace z zakresu biomechaniki tego układu. Wówczas zrealizowana została praca doktorska dr. Jarosława Żmudzkiego i rozprawa habilitacyjna dr. hab. Wiesława Chladka.

Adaptacja organizmu człowieka po zabiegu endoprotezoplastyki przez wiele lat była przedmiotem badań przy wzięciu pod uwagę różnych aspektów tego złożonego procesu. Zagadnienia trwałego połączenia endoprotezy z kością udową z użyciem cementu chirurgicznego były tematem rozprawy habilitacyjnej dr. hab. Alicji Balin.

Endoprotezoplastyka i jej mechaniczne uwarunkowania oraz biomechanika układu stomatognatycznego to główne obszary badań z zakresu inżynierii medycznej realizowanych w zespole mechaniki.

Pracownicy Zakładu Mechaniki Materiałów, a później Katedry Mechaniki Materiałów współpracowali również z Kliniką Rehabilitacji Śląskiej Akademii Medycznej. Wspólne opracowania dotyczyły zagadnień biomechaniki narządu ruchu i schorzeń spowodowanych нефизjologicznymi obciążeniami układu kostnego i mięśni. Uczestniczyli w nich między innymi: prof. Krystyna Dobosiewicz, dr n. med. Joanna Wawrzyczek, dr Ryszard Gerber oraz prof. Jerzy Okrajni.

Zdobyte stopnie naukowe i warsztat badawczy umożliwiły wielu osobom z Zakładu Mechaniki Materiałów znalezienie w późniejszym okresie zatrudnienia w jednostkach specjalizujących się w problematyce inżynierii medycznej. Katedra Mechaniki i Przeróbki Plastycznej, a w niej Zakład Mechaniki Materiałów i Katedra Mechaniki Materiałów mają dorobek w zakresie podstaw metodycznych badania biomateriałów i oceny ich zachowania się w organizmie człowieka oraz w obszarze kształcenia kadr na potrzeby medycyny w Śląskim Uniwersytecie Medycznym i na potrzeby inżynierii medycznej w Politechnice Śląskiej.

5.9. Podsumowanie

Rozwój mechaniki, w tym mechaniki materiałów, w ostatnich dziesięcioleciach odzwierciedla postęp, który dokonał się w technice. Wiele wymienionych wcześniej osiągnięć z zakresu mechaniki pęknięcia i zmęczenia nie byłoby możliwych bez zastosowania nowej aparatury naukowej opartej na osiągnięciach fizyki oraz nowych technologiach, umożliwiających wytwarzanie komputerów o powszechnej dostępności i dużej mocy obliczeniowej. Nowe narzędzia informatyczne w postaci programów komputerowych zmieniają metody badań naukowych i diagnostyki medycznej.

Wykorzystanie informatyki staje się powszechne, poszerza się w ten sposób obszar zastosowań metod mechaniki, które wcześniej używane były przez wąski krąg specjalistów. Dotyczy to w szczególności metod analizy pól naprężeń i odkształceń. Opracowane przez specjalistów programy komputerowe mogą obecnie być wykorzystywane zarówno w projektowaniu konstrukcyjnym i technologicznym, jak i w zagadnieniach z pogranicza medycyny i techniki, jakimi są na przykład problemy implantologii. Powstają w ten sposób możliwości analizy zachowania się układów mechanicznych o dużym stopniu złożoności. Metody modelowania z użyciem komputerów pozwalają na badania zjawisk, które nie są możliwe do bezpośredniej weryfikacji eksperymentalnej.

Nowe techniczne możliwości pozwalają także na weryfikację istniejących rozwiązań konstrukcyjnych przy wzięciu pod uwagę bezpieczeństwa ich obsługi. Dotyczy to w szczególności przemysłów energetycznego i chemicznego, w których większość zakładów powstawała kilkanaście lub kilkadziesiąt lat temu, a opracowania konstrukcyjne przygotowywane były przy użyciu uproszczonych metod obliczeń wytrzymałościowych.

Oprócz dostrzeganej i eksponowanej problematyki oceny wytrzymałości i projektowania konstrukcyjnego za pomocą nowych narzędzi informatycznych istnieje, jakby mniej atrakcyjny w sensie naukowym, problem wyznaczenia charakterystyk materiałowych niezbędnych w przypadku zastosowania nowych metod oceny bezpieczeństwa użytkowania i trwałości obiektów technicznych. Wynika to między innymi ze względów ekonomicznych i związane jest z kosztownością prób z zakresu mechaniki pękania i zmęczenia. Tego typu prace prowadzone są w związku z tym przez międzynarodowe zespoły w ramach dużych programów badawczych.

Podsumowując krótką prezentację historii i dorobku zespołu zajmującego się mechaniką na Wydziale Inżynierii Materiałowej i Metalurgii, chciałbym podkreślić znaczenie kierunków badań z dziedziny mechaniki zdefiniowanych wiele lat temu przez prof. Tadeusza Lambera w taki sposób, aby mogły być komplementarne z programami badań i kształcenia na kierunkach inżynieria materiałowa i metalurgia. Zespół mechaniki, realizując badania naukowe, uzyskał specjalizację w zakresie oceny własności zmęczeniowych i odporności na pęknięcie materiałów przeznaczonych do pracy w podwyższonej temperaturze. Ma dorobek związany ze współpracą z przemysłem. Ma również wkład w rozwój inżynierii medycznej w Politechnice Śląskiej. Dorobku tego nie można mierzyć kryteriami organizacyjnymi, związany jest bowiem w głównej mierze z opracowaniem nowych sposobów ujęcia metod oceny własności materiałów przy wzięciu pod uwagę modelowania ich zachowania się

w różnych środowiskach i pod wpływem różnych oddziaływań. Zespół zaznaczył swoją obecność w wielu środowiskach naukowych i technicznych, w tym związanych z mechaniką pękania, ze zmęczeniem materiałów, z inżynierią materiałową, energetyką i biomechaniką. W każdym z tych środowisk można znaleźć osoby, które współpracowały z Zakładem lub Katedrą Mechaniki Materiałów, a wspólnie realizowane prace stanowiły wsparcie dla ich kariery naukowej i zawodowej.

5.10. Posłowie

Chciałbym podziękować dr Grażynie Ober, dr. hab. Markowi Cieśli, dr. Markowi Plazie i dr. Donatowi Renowiczowi z zespołu mechaniki za pomoc i wsparcie podczas przygotowania tekstu opracowania. Spojrzenie na dorobek zespołu z perspektywy 50 lat stanowiło dla mnie duże wyzwanie i zapewne nie wszystkie zdarzenia udało mi się dokładnie i chronologicznie przedstawić. Było również okazją do próby uporządkowania opisu przeszłości. Teraz mogłem ocenić, co udało się wspólnie w zespole mechaniki zrealizować, a co pozostało w sferze planów i zamierzeń. Mogłem również przeżyć chwile wzruszenia, przeglądając stare opracowania i fotografie.

Rozdział ten chciałbym poświęcić pamięci mojego Nauczyciela Pana Profesora Tadeusza Lambera. Bez Jego wiedzy i umiejętności motywowania współpracowników do podejmowania trudnych zadań nie byłoby tych wszystkich drobnych i większych osiągnięć, które były udziałem pracowników zespołu mechaniki, a które starałem się przedstawić w tym krótkim tekście.

Bibliografia

1. Lamber T., Chladek W., Renowicz D., Okrajni J., Analiza czynników decydujących o trwałości kokil wykonanych z żeliwa ZL25, ZN Pol.Śl., Hutnictwo z.15/78, 51–60, Gliwice 1978.
2. Lamber T., Chladek W., Okrajni J., Renowicz D., Modelowanie pól temperatur i naprężeń w kokilach wywołanych udarem cieplnym, ZN Pol. Śl.,Hutnictwo z.19/78, 251–261, Gliwice 1979.
3. Lamber T., Chladek W., Okrajni J., Renowicz D., Badania przydatności materiału na kokile odlewnicze na przykładzie żeliwa ZL25 z dodatkiem cyny, ZN Pol.Śl. z.19/79, 332–343, Gliwice 1979.

4. Okrajni J., Wpływ parametrów technologii upłynniania węgla na proces zmęczenia cieplnego na przykładzie nagrzewnicy ze stali austenitycznej, *Inżynieria Materiałowa* 4/11, 342–345, Warszawa 1982.
5. Griffith A.A. (1921), *The Phenomena of Rupture and Flow in Solids*, *Philos. Trans. Royal Soc. London Ser. A*, 221, 163–198.
6. Inglis, C.E. (1913), *Stresses in a Plate Due to the Presence of Cracks and Sharp Corners*. *Transactions of Institute of Naval Architects*, vol. 55, 1913, 219-241.
7. Westergard, H.M. (1939) *Bearing Pressure and Crack*, *Trans. ASME J. Appl. Mech.*, vol. 61, A49–A53.
8. Renowicz D., *Influence of Original State of Mikrostruktura on Fracture of Metals*. *The 3rd International Conference on Quenching and Control of Distortion*, ASM Heat Treating Society, Prague 1999, 277–287.
9. Renowicz D., Sozańska M., *Conditions of the “fish eyes” formation in the process of hydrogen induced destruction*. *Conference “ECF–14”, Proceedings ESIS – ASTM*, September 2002.
10. Miller K.J. (1991), *An introductory lecture on fatigue of metals*, *Course of Metal Fatigue*, University of Sheffield.
11. Kocańda S., Kocańda A. (1989) *Low-cycle endurance of metal*, PWN Warszawa.
12. Norma PN-EN 12952-3.
13. Coffin jr. L.F. (1962) *Low Cycle Fatigue – a Review*. *Appl. Mat. Research*, vol. 1, 129.
14. Manson S.S. and Hirschberg M. H. (1964), *Fatigue Behaviour in Strain Cycling in the Low- and Intermediate-cycle range*. *Fatigue an Interdisciplinary Approach*, Syracuse Un. Press, 133–178.
15. Coffin L.F. (1973), *Fatigue at high temperatures in Fatigue at Elevated temperatures*, *ASTM STP 520*, 5–34.
16. Manson S.S. (1973), *A challenge of unity treatment of high temperature fatigue – a partisan proposal based on strain range partitioning in fatigue at elevated temperatures*, in *fatigue at elevated Temperatures*, *ASTM STP 520*, 744–775.
17. Coffin L. F. (1954), *Study of Cyclic-Thermal Stress in a Ductile Metals*. *Trans. ASME*, v. 76.
18. Dulniew R. A., Kotov P. J. (1980) *Termiczeskaja ustałost' mietalłow*, *Maszynostrojenije*, Moskwa.
19. Gusenkov A. P., Kotov P. J. (1983), *Małocikłowaja ustałost' pri nieizotiermiczeskom nagruzenii*, *Maszynostrojenije*, Moskwa.

20. Troszczenko W. T. (1985), *Cykliczeskije deformacji i ustałost' mietalłow*, Naukowa Dumka, Kijów.
21. Pisarienko G. S., Możarowski N. S., Antipow (1974), *Soprotiwlenije żaroprocnych materiałow niestacjonarnym siłowym i tiempieraturnym wozdiejstwijam*. Izd. Naukowa Dumka, Kijów.
22. Żuchowski R. (1981), *Zmęczenie cieplne metali i elementów konstrukcji*, Prace Nauk. Inst. Mater. i Mech. Technicznej Pol. Wrocławskiej, nr 46, Monografie nr 18, Wrocław.
23. Weroński A. (1983), *Zmęczenie cieplne metali*, WNT, Warszawa.
24. Okrajni J, Plaza M., *Simulation of the fracture process of materials subjected to low-cycle fatigue of mechanical and thermal character*. Journal of Material Processing Technology 1995; 53:311–8.
25. Okrajni J, Junak G, Marek A., *Modelling of the deformation process under thermo-mechanical fatigue conditions*. International Journal of Fatigue 2008; 30(2), 324–329.
26. Okrajni J., *Zmęczenie cieplno-mechaniczne oraz wytrzymałość i trwałość instalacji energetycznych*, Wyd. Politechniki Śląskiej, Gliwice 2011.
27. Okrajni J., Puchała M., Renowicz D., *Metoda oceny trwałości elementów walcowych poddanych oddziaływaniu cyklicznych zmian temperatur*, ZN Pol. Śl., Hutnictwo z.26/85, 87–94, Gliwice 1985.
28. Marciniak J. (1992), *Biomateriały w chirurgii kostnej*, Wyd. Politechniki Śląskiej, Gliwice.
29. Bombelli R. (1983), *Osteoarthritis of the hip*. Springer-Verlag. Berlin-Heidelberg-New York.
30. Tylman D., Orłoś Z., Muszyński W., *Nietypowe endoprotezoplastyki stawów biodrowych ze skróceniem i osteotomią kości udowych oraz przedłużeniem trzpieni endoprotez gwoździami Kuntschera*. Chir.Narz. Ruchu Ortop.Pol., 1987, LII, 277–283.
31. Charnley J., *Acrylic Cement in Orthopaedic Surgery*. Edinburgh, Livingstone, 1970.
32. Pichut M., Wiśniewska G. (1995), *Współczesne poglądy na temat osteointegracji i zastosowania biomateriałów w stomatologii*. Mat. I Konferencji nt. Biomateriały w stomatologii, Ustroń, 1995, 105-109.
33. Grotowski T., *Atlas wszczepów dentystycznych*. Bellona, Warszawa, 1992.
34. Toborek J. (1992), *Wczesne wyniki stabilno odciążeniowej metody kotwiczenia trzpienia endoprotezy w cementowej alloplastyce stawu biodrowego*. Rozprawa doktorska, Biblioteka Śląskiej Akademii Medycznej w Katowicach.

35. Grosman F., Hetmańczyk M., Balin A., Toborek J. (1994), Mechaniczne i materiałowe uwarunkowania rozwoju endoprotezoplastyki. Inżynieria Materiałowa 3–4 (80–81), Wyd. NOT SIGMA, 73–76.
36. Dobosiewicz K., Toborek J., Lamber T., Okrajni J., Balin A. (1994), Kryteria oceny trwałości sztucznego stawu biodrowego. Inżynieria Materiałowa 6(83), Wyd. NOT SIGMA, 154–158.
37. Kusz D., Okrajni J. (1997), Próba zastosowania modelu stawu biodrowego do oceny stanu tkanki kostnej po implantacji endoprotezy. XXXVI Sympozjon „Modelowanie w mechanice” ZN Katedry Mechaniki Technicznej, Gliwice, 205–210.
38. Tuszuński W. (1986), Obrotowa endoproteza stawu biodrowego BHH Mikromed. Chirurgia Narządów Ruchu i Ortop.Polska, 1986, LI5.
39. Yuichi Tamatsu, Koichiro Kaimoto, Masato Arai, Youshinobu Ide (1996) Properties of the elastic moduls from buccal compact bone of human mandible. The Bulletin of Tokyo Dental College, vol.37 no.2. 1996.
40. Nowara T., Balin, A., Toborek J. (1996), Rola parametrów tłumienia drgań przez komponenty sztucznego stawu biodrowego w zagadnieniu jego modelowania. Materiały XXXV Sympozjonu „Modelowanie w Mechanice”, Gliwice, Wiśła, 165–169.

Monika HYRCZA-MICHALSKA ¹

Rozdział 6

BADANIA TECHNOLOGICZNEJ PLASTYCZNOŚCI BLACH Z NOWOCZESNYCH MATERIAŁÓW WYSOKOWYTRZYMAŁYCH

6.1. Wprowadzenie

W niniejszym rozdziale zebrano doświadczenia z badań technologicznej plastyczności materiałów metalicznych w postaci blach. Materiałom tym, przez specjalny dobór składu chemicznego, struktury, sposobu wytwarzania i obróbki cieplnej, nadaje się zestaw szczególnych właściwości. Następnie przez przeróbkę plastyczną metodami tłoczenia otrzymują one postać elementów konstrukcyjnych o różnej funkcjonalności. We współczesnych konstrukcjach jedną z najważniejszych cech jest ich wysoka wytrzymałość. Z tego powodu najważniejszym zadaniem staje się ocena technologicznej plastyczności tych materiałów, gdyż wysoka wytrzymałość silnie ogranicza właściwości plastyczne, a tym samym ich podatność na kształtowanie i sukces wytwórczy. Pytania: czy z sukcesem wytworzymy zadany element z wybranego materiału metodami tłoczenia i czy spełni on swoją funkcję w gotowej konstrukcji np. pojazdu nurtują technologów i badaczy nieustannie. Poszukiwaniem odpowiedzi na te pytania zajmują się pracownicy Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii od lat 70. XX wieku. Metodyka oceny tłoczności blach i taśm była tu doskonalona w Katedrze Modelowania Procesów Przeróbki Plastycznej i Inżynierii Medycznej, Katedrze Technologii Materiałów, Instytucie Technologii Metali, a obecnie w Instytucie Inżynierii Materiałowej. W niniejszym rozdziale zostaną przedstawione najnowsze osiągnięcia z zakresu zagadnienia oceny technologicznej plastyczności blach, które obejmują ostatnich 15 lat.

Wykazane zostanie, jak istotną kwestią jest technologiczna plastyczność we współczesnym wytwarzaniu. Poparte zostanie to przykładami z przemysłu zarówno

¹Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej

samochodowego, jak i lotniczego. Zaprezentowane zostaną nowoczesne techniki badawcze, stosowane w ocenie tłoczności blach, takie jak: komputerowe modelowanie procesu tłoczenia, numeryczna symulacja zjawisk ograniczających tłoczenie blach oraz budowanie modeli materiałowych przy wykorzystaniu badań fizycznych i numerycznych. Ponadto przedstawione zostaną możliwości wykorzystania automatycznego analizatora odkształceń AutoGrid i komputerowo wspomaganym metod analizy obrazu siatek podziałowych do budowania kompleksowych charakterystyk technologicznej podatności do tłoczenia materiałów metalicznych, a głównie granicznych krzywych tłoczenia. Wszystkie prezentowane wyniki badań i analiz uzyskano w oparciu o posiadane na Wydziale zasoby aparaturowe.

6.2. Technologiczna plastyczność i badania tłoczności

Podstawą prawidłowej symulacji i projektowania procesów technologicznych jest znajomość charakterystyk opisujących właściwości technologiczne materiału w trakcie prowadzenia procesu. Dla każdego procesu technologicznego można określić zestaw cech, które dobrze opisują podatność do danego procesu. Dla kształtowania objętościowego podstawowymi cechami, charakteryzującymi podatność materiału do kształtowania plastycznego, są naprężenie uplastyczniające σ_p i odkształcenie graniczne ε_g . W przypadku kształtowania powłok (wytłoczek) stan mechaniczny procesu, czyli lokalny stan naprężenia i odkształcenia, może zmieniać się w czasie kształtowania. Szczególnego rozpoznania wymagają te warunki technologiczne, które mogą zmieniać stan mechaniczny procesu tłoczenia, a ich oddziaływanie może prowadzić do koncentracji naprężenia w blasze i lokalnej utraty stateczności odkształcenia lub utraty spójności. Ocena wsadu obejmuje wyznaczenie możliwie najprostszej charakterystyki właściwości blach, pozwalającej na ich klasyfikację i określenie *a priori*, dla bliżej nieokreślonych wytłoczek, czy dana blacha nadaje się do ich wykonania. Tłoczność blachy jest to cecha charakteryzująca jej podatność do tłoczenia i wyrażona przez właściwości plastyczne odniesione do różnych, zróżnicowanych lokalnie, stanów naprężenia oraz występujących w praktyce ruchowej warunków technologicznych [1]. Przykładowo podatność do procesu tłoczenia opisują kompleksowe charakterystyki właściwości tłocznych w postaci krzywych odkształcalności granicznej dla procesów tłoczenia, tzw. granicznych krzywych tłoczności.

Znaczący wkład w rozwój zastosowań nowych gatunków stali na blachy dla motoryzacji wniosły projekty badawcze ULSAB (Ultra Light Steel Auto Body) i ULSAB-AVC (Advanced Vehicle Components), które stanowią ofertę światowego przemysłu stalowego i wezwanie dla projektantów i producentów do zwiększania sprawności samochodów przez zmniejszenie zużycia paliwa, poprawę bezpieczeństwa jazdy i niezawodności samochodów [2]. Projekty te pobudziły wzrost zastosowań nowoczesnych stali wysoko wytrzymałych na konstrukcje tłoczone. Przemysł samochodowy stał się największym odbiorcą myśli technologicznej inżynierów wytwarzania, zaadaptowano w nim najnowocześniejsze rozwiązania z dziedziny techniki i informatyki do rozwiązywania problemów wytwórczych, a zagadnienie technologicznej podatności – tłoczności blach - stało się priorytetowe w ciągu ostatnich 20 lat. Stąd naukowcy i badacze Wydziału Inżynierii Materiałowej i Metalurgii zrealizowali wiele projektów naukowo-badawczych krajowych i europejskich, aby sprostać zapotrzebowaniu i rozwiązać problemy wytwórcze przemysłu samochodowego. Czołowymi projektami europejskimi realizowanymi w Instytucie Inżynierii Materiałowej w tym zakresie były SIM-TWB [3] oraz FUTURA. Ponadto tym tematом poświęcono dwie rozprawy doktorskie [4, 5].

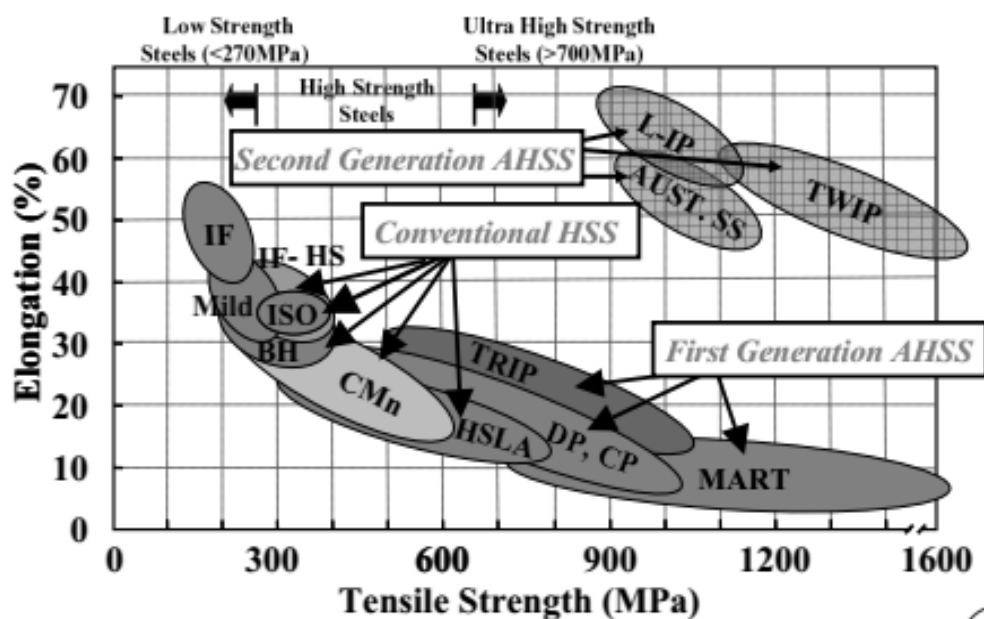
Obecnie to przemysł lotniczy jest jedną z najbardziej wymagających pod względem technicznym gałęzi światowego przemysłu. Przy zastosowaniu coraz trudniejszych w obróbce materiałów, bardzo rygorystycznych norm i stałych reżimów czasowych produkcja części dla przemysłu lotniczego charakteryzuje się wieloma ograniczeniami przy jednoczesnym dążeniu do jej ciągłego wzrostu. Współczesna budowa samolotów przesuwają granice inżynierii i zapotrzebowania na właściwości materiałów. Poziomy precyzji w produkcji samolotów pozwalają na lżejsze konstrukcje, a więc oszczędzają czas i pieniądze, redukując ilość kosztownych materiałów i poprawiając warunki ostatecznego montażu. Elementy dla przemysłu lotniczego, podobnie jak elementy dla przemysłu motoryzacyjnego, z uwagi na kształt są wytworami wyobraźni projektantów. W takich sytuacjach często wykonywany jest projekt wyrobu na podstawie istniejącego już modelu. W trakcie projektowania, oprócz klasycznego sprostania zaleceniom mechaniki konstrukcji, kluczowe są dwa aspekty: aspekt estetyczno-artystyczny wyrobu oraz aspekt aerodynamiczny. Złożoność tworzonych projektów w zakresie geometrii wyrobów, wytrzymałości, specjalnych właściwości użytkowych czy jakości powierzchni wytwarzanych elementów stanowi wyzwanie dla inżynierów w zakresie zarówno projektowania, jak i wytwarzania materiałów o specjalnych właściwościach oraz technologii ich przetwarzania. Najbardziej złożone i zaawansowane pod względem technologii ich

wytwarzania są następujące pojazdy: samochody, samoloty, statki czy pojazdy hybrydowe, np. amfibie, wodoloty i poduszkowce. Wśród tworzyw stosowanych do ich budowy dominujące miejsce zajmują materiały metaliczne w postaci taśm, blach, folii oraz kształtowników o przekrojach zamkniętych, jak rury o przekrojach: kołowych, prostokątnych i złożonego kształtu. Najbardziej wydajną technologią przetwarzania wymienionych materiałów jest tłoczenie. W przypadku masowej produkcji to efektywna ekonomicznie technologia przeróbki plastycznej, pozwalająca uzyskać elementy o wysokich walorach konstrukcyjnych i użytkowych. Technologia ta jest stale rozwijana, jednak ocena tworzyw konstrukcyjnych pod względem podatności do kształtowania metodami tłoczenia, pozostawia wiele niedookreślonych kwestii. Złożoność stanów mechanicznych, jakie występują w operacjach tłoczenia, jest przyczyną trudności z opracowaniem jednoznacznej metody oceny tłoczności wsadów, a tym samym określeniem technologicznej plastyczności blach wsadowych. Stąd doraźnie stosowane są liczne próby tłoczności symulujące wybrane stany mechaniczne operacji tłoczenia. Próby te są słabo zunifikowane i znormalizowane. Jednak złożoność realizowanych procesów kształtowania stawia wysokie wymagania wsadom co do właściwości plastycznych. Opracowanie metod wyznaczania krzywych odkształcalności granicznej wychodzi naprzeciw tym rozwiniętym potrzebom kompleksowej oceny tłoczności. Jednak z uwagi na długotrwały i kosztowny sposób wyznaczania tych krzywych nie są one zbyt powszechnie stosowane w praktyce przemysłowej. Dodatkowo wsady lub wytłoczki są łączone różnymi metodami. Sposoby łączenia tych elementów nie pozostają bez wpływu na dobór metod ich kształtowania oraz na rezultaty ich łączenia. W taki sposób zastosowanie znalazły wsady spawane laserowo (z ang. *tailor welded blanks*) używane do tłoczenia. Wykorzystując tego typu wsady, inżynierowie projektu mają możliwość niemal dowolnego łączenia blach stalowych, a nawet blach z różnych materiałów żelaznych i nieżelaznych, tworzenia złożonych konstrukcji zaprojektowanych precyzyjnie do potrzeb. Tym samym te niejednorodne wsady trudno ocenić i określić ich plastyczność, nie mówiąc już o odkształcalności granicznej. Stąd można powiedzieć, że są to materiały trudno odkształcalne.

Projektant, technolog, inżynier produktu czy procesu wspierają się w swych działaniach metodami komputerowymi. Jednak zastosowanie tych metod ogranicza się zwykle do wytworzenia zapisu cech konstrukcji wyrobów czy narzędzi w oprogramowaniu typu CAD. Obecny rozwój technik komputerowych umożliwia ich szersze wykorzystanie i obliuguje do opanowania złożonych metod modelowania procesów, a tym samym do wykorzystania technik symulacyjnych, połączenia

projektowania wyrobu z docelowym projektowaniem sposobu jego wytwarzania czy sporządzenia gotowych programów do sterowania obrabiarkami numerycznymi (programy CAM). Jeszcze szerzej i w bardziej zaawansowanym technologicznie stopniu wspomaganie komputerowe wykorzystują metody szybkiego prototypowania, czyli jednostkowego wytwarzania modeli rzeczywistych wyrobów tłoczonych, czy narzędzi. Utrudnienia w zakresie kształtowania tworzyw przeznaczonych na konstrukcje tłoczone w przemyśle lotniczym, czyli trudna odkształcalność materiału będzie rozumiana jako złożenie takich właściwości fizycznych i mechanicznych, które ograniczają technologiczną plastyczność materiału wsadowego najczęściej w postaci blach. Dla wsadów do tłoczenia będzie to się wiązać z występowaniem chociaż jednej z cech jak: wysoka wytrzymałość, niejednorodność geometryczna lub mechaniczna wsadu, pokrycie powierzchni powłoką o specjalnych właściwościach czy duża twardość. Naprzeciw potrzebom oceny tłoczności, projektowania technologii wytwarzania z trudno odkształcalnych wsadów i prognozowania efektów wytwarzania wychodzą techniki wspomaganie komputerowe. Umożliwiają one projektowanie konstrukcji wytłoczek, dobór geometrii wsadów, symulację procesu kształtowania, dobór liczby operacji technologicznych oraz projektowanie kształtu narzędzi i ocenę ich trwałości. Te zagadnienia badali naukowcy Instytutu Inżynierii Materiałowej realizując projekt rozwojowy N R15 0042 06 pt. *Opracowanie metod komputerowego wspomaganie projektowania procesów tłoczenia wyrobów dla przemysłu lotniczego* [6]. W projekcie przedstawiono analizę teoretyczną dostępnej wiedzy oraz podstawy stworzenia wytycznych dla określania podatności do kształtowania plastycznego materiałów charakteryzujących się trudnościami w tym zakresie, a stosowanych na wspomniane konstrukcje powłokowe, wykonywane z taśm, blach i kształtowników o zamkniętych przekrojach. Jednakże głównym zadaniem realizowanego projektu była ocena możliwości zastosowania technik modelowania fizycznego i numerycznego oraz symulacji komputerowej w połączeniu z wykorzystaniem baz charakterystyk materiałów do rozwiązywania problemów projektowania wytwarzania, pojawiających się w praktyce przemysłowej. Opracowane w ramach projektu metody komputerowego wspomaganie projektowania procesu tłoczenia wyrobów przeznaczono na potrzeby przemysłu lotniczego. Jednakże rezultaty projektu mają charakter uniwersalny i mogą być stosowane dla wyrobów tłoczonych innego rodzaju, a charakteryzujących się podobnymi założeniami konstrukcyjnymi. Projekt dostarczył również narzędzie wspomagające projektantów i technologów, gdyż na potrzeby projektu opracowano bazę charakterystyk materiałowych ESIOB (Elektroniczny System Informacji o Blachach), która dostępna jest w wersji sieci Internetowej.

Wyznaczone eksperymentalnie charakterystyki technologicznej plastyczności blach, ze szczególnym uwzględnieniem gatunków wysoko wytrzymałych stali umieszczono w bazie ESIOB. Na rys. 6.1 przedstawiono zestawienie typów materiałów uwzględnionych w bazie oraz ich orientacyjne właściwości. Oprócz stali badano możliwość aplikacji stopów metali nieżelaznych. Z uwagi na zapotrzebowanie na materiały żaroodporne i żarowytrzymałe badano nadstopy niklu do przeróbki plastycznej, które kształtuje się na zimno i na gorąco.



Rys. 6.1. Zależność wytrzymałości na rozciąganie w funkcji wydłużenia dla stali wysoko wytrzymałych z uwzględnieniem ich pierwszej i drugiej generacji [8]

Tabela 6.1

Orientacyjny skład chemiczny badanych nadstopów niklu wg [7]

Stop	Zawartość pierwiastków %					
	Cr	Ni	Co	Mo	W	Nb
Inconel 625	21,5	61,0	...	9,0	...	3,6
Inconel 718	19,0	52,5	...	3,0	...	5,1
	Nb	Ti	Al	Fe	C	Inne
Inconel 625	3,6	0,2	0,2	2,5	0,05	...
Inconel 718	5,1	0,9	0,5	18,5	0,08	0,15 Cu

W zależności od rodzaju nadstopy te stosuje się również w określonej temperaturze. Najwyższa temperatura pracy dla nadstopów do przeróbki plastycznej wynosi 816°C. Powyżej tej temperatury stosuje się już odlewnicze nadstopy niklu. Większość nadstopów przerabianych plastycznie może pracować w temperaturze 649-704°C. Nadstopy, dla których początkowy zakres temperatury pracy wynosi 427°C, używane są jako zamienniki stopów tytanowych w turbinach gazowych [7]. Przykłady

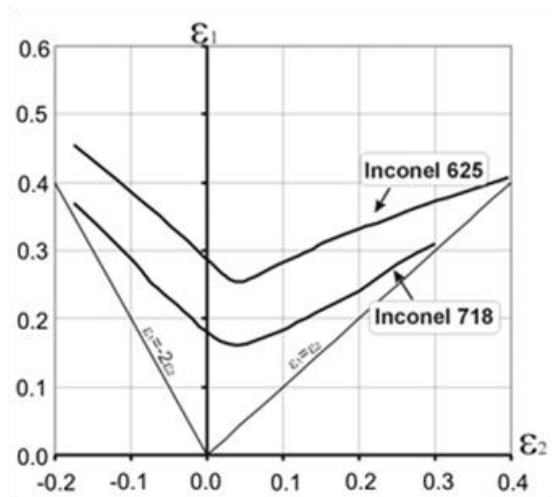
orientacyjnego składu chemicznego wybranych do badań nadstopów niklu zawarto w tabeli 6.1.

6.3. Wybrane przykłady oceny technologicznej plastyczności blach wysoko wytrzymałych

Badania technologicznej plastyczności blach metodami fizycznego modelowania wykonano w laboratorium badań tłoczności blach i taśm. Tor rejestracyjno-pomiarowy stanowiska laboratoryjnego do badań tłoczności został wyposażony w nowoczesny, stacjonarny system pomiarowy do analizy odkształceń lokalnych AutoGrid® firmy Vialux. System ten zabudowano na uniwersalnej prasie hydraulicznej Erichsen model 145-60. Przy jego zastosowaniu i metody siatek podziałowych, nanoszonych metodą elektrochemiczną na powierzchnię blach, wykonano pomiary odkształceń lokalnych na wytłoczkach laboratoryjnych oraz wyznaczono graniczne krzywe tłoczenia dla pozyskania charakterystyk odkształcalności badanych materiałów (np. nadstopów niklu). Charakterystyki te wykorzystano w sporządzaniu modeli materiałowych w zadaniach symulacyjnych, a także do uzupełnienia danymi tworzonej bazy ESIOB. Fotografie instalacji pomiarowej zawarto na rys. 6.2. Z kolei graniczne krzywe tłoczenia wyznaczone eksperymentalnie przedstawiono na rys. 6.3. Do ich opracowania wykorzystano autorsko udoskonaloną metodykę ich wyznaczania [9–19], opartą na kryterium pęknięcia, metodyce Heckera [20] i wykorzystaniu oprogramowania systemu analizatora odkształceń AutoGrid.

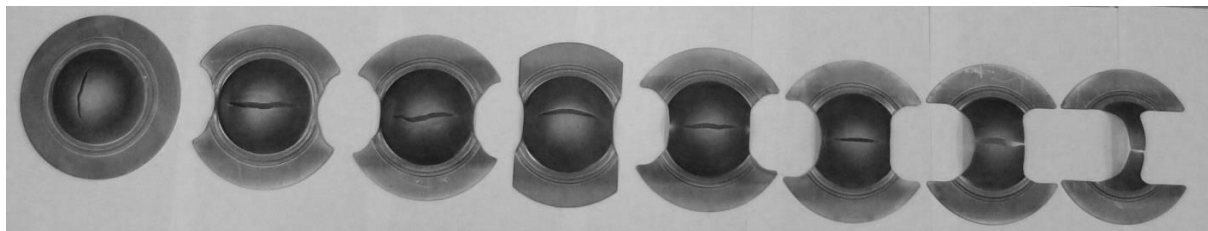


Rys. 6.2. Fotografia: a) stacjonarnego, b) przenośnego systemu pomiarowego do analizy odkształceń lokalnych AutoGrid firmy Vialux, zabudowanego na uniwersalnej prasie hydraulicznej Erichsen model 145-60 w laboratorium badań tłoczności

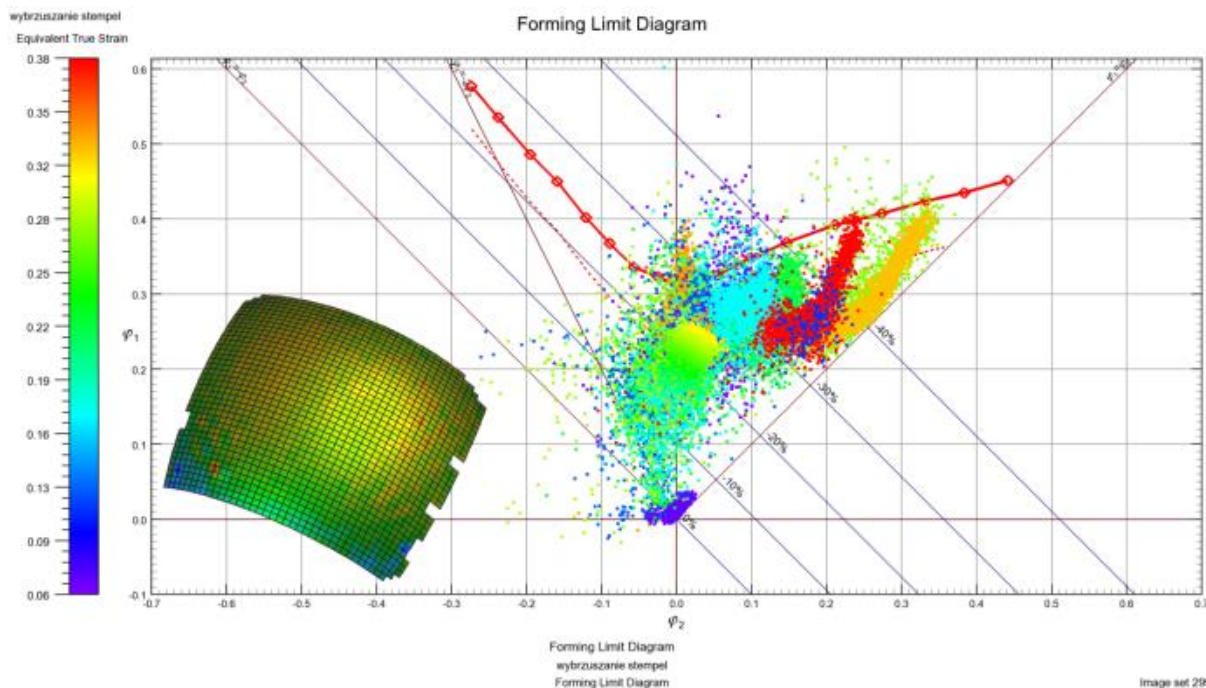


Rys. 6.3. Graniczne krzywe tłochności nadstopów niklu typu Inconel wyznaczone eksperymentalnie przy użyciu stacjonarnego systemu pomiarowego do analizy odkształceń lokalnych AutoGrid firmy Vialux

Do sporządzenia krzywych przedstawionych na rys. 6.3. wykorzystano zestaw próbek wybruszanych stemplem (rys. 6.4) ze specjalnymi podcięciami i siatkami koordynacyjnymi kwadratowymi o boku 1 mm, naniesionymi metodą elektrochemiczną. Badania odkształcalności granicznej przeprowadzono w temperaturze otoczenia. Graniczne krzywe tłochności sporządzono dla blach o grubości 0,6 mm, a ostateczny wynik opracowania przykładowej krzywej z systemu AutoGrid zawarto na rys. 6.5.



Rys. 6.4. Fotografia przykładowego zestawu próbek do wyznaczenia granicznej krzywej tłochności – pasy o szerokości począwszy od lewej strony: 160 mm, 112 mm, 104 mm, 100 mm, 88 mm, 77 mm, 60 mm i 20 mm

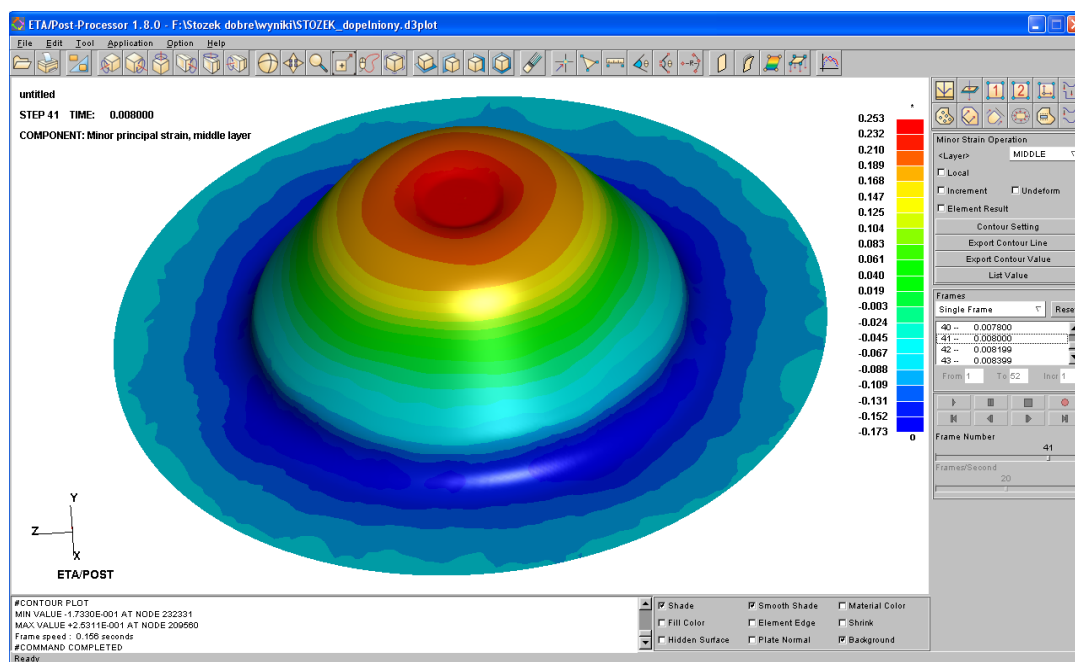


Rys. 6.5. Wykres granicznej krzywej tłoczenia dla blachy z stopu Inconel 718 o grubości 0,60 mm uzyskany przy zastosowaniu analizatora odkształceń AutoGrid

6.4. Komputerowe wspomaganie procesu wytwarzania wyrobów tłoczonych

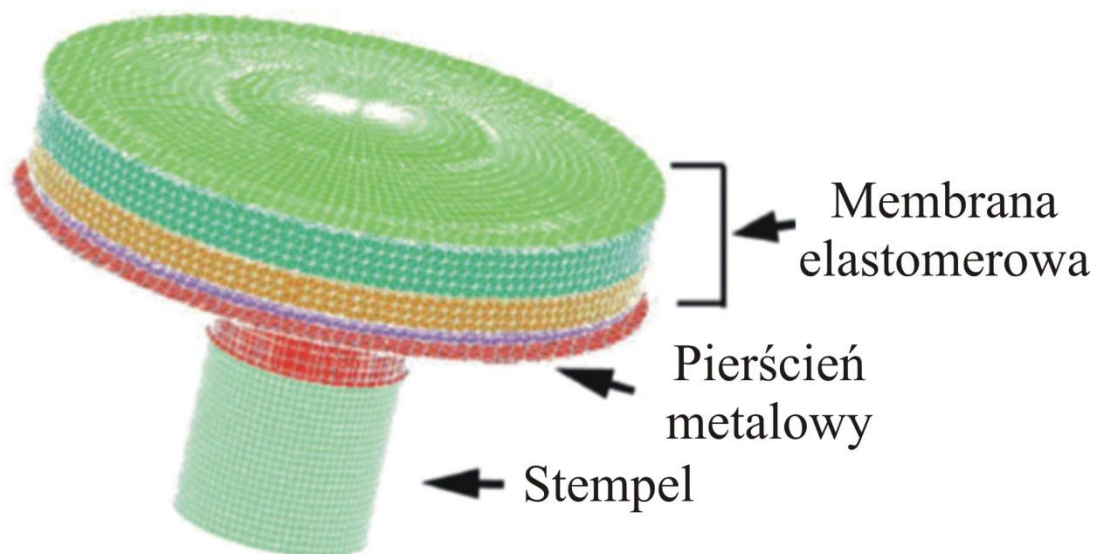
Do wspomagania procesu projektowania wyrobów tłoczonych z blach wysoko wytrzymałych wykorzystano nowoczesne programy symulacyjne jak ETA/Dynaform wersji 5.7-5.9. Testowano również inne programy, jak Pam Stamp 2G, Ansys, Forge, Stampack, Catia V5. Oceniono, że wykorzystanie do projektowania konstrukcji tłoczonych metodą kształtowania hydromechanicznego, np. blach z nadstopów niklu, oprogramowania do symulacji stanowi jedyną efektywną drogę do wykonania tego zadania. Dokonano analiz wpływu oddziaływania odkształcenia plastycznego na strukturę i właściwości mechaniczne wyrobów gotowych. Z cienkich blach z nadstopu niklu Inconel 625 wytłoczono ciecżą wyroby w postaci stożków. Wytłoczki podzielono mechanicznie na przekroje poprzeczne główne. Dokonano analizy rozkładów odkształceń lokalnych, oceniono poziom deformacji struktury oraz dystrybucję stężenia składników stopowych na tych przekrojach. Wykazano, że odkształcenie plastyczne realizowane metodą kształtowania ciecżą lub ciecżą za pośrednictwem membran elastomerowych pozwala na zachowanie pierwotnej struktury oraz właściwości blach wsadowych na poziomie zbliżonym do początkowego, jedynie z efektem umocnienia odkształceniowego badanych stopów.

Wyniki tych badań zebrano w licznych publikacjach [9, 12, 21, 22]. Przykładowy wynik z badań symulacyjnych dla procesu hydroformowania stożka ze stopu Inconel 625 zawarto na rys. 6.6. W badaniach symulacyjnych wykorzystywano różne modele materiałowe dostępne w oprogramowaniu Eta/Dynaform, najbardziej dokładnym modelem dla blach wysoko wytrzymałych okazał się model 36*MAT_3 PARAMETER_BARLAT. Uwzględniono w nim anizotropowe właściwości odkształcanych blach oraz wprowadzono eksperymentalne krzywe umocnienia i graniczne krzywe tłoczości modelowanych materiałów.



Rys. 6.6. Przykładowy wynik z badań symulacyjnych dla procesu hydroformowania stożka ze stopu Inconel 625 z oprogramowania Eta/Dynaform

Specyficznym trudnym zagadnieniem w modelowaniu procesu tłoczenia przy użyciu cieczy są elastomerowe elementy narzędzi, np. membrany. Rozwiązanie tego problemu modelowego wymaga uwzględnienia cech materiałowych materiałów elastycznych. Bez tego wynik modelowania jest niskiej zgodności w porównaniu z próbami ruchowymi tłoczenia. Przykład modelowania narzędzi z membraną elastomerową, która pośredniczy w przenoszeniu siły nacisku cieczy na wsad w procesie hydromechanicznego kształtowania stożka, przedstawiono na rys. 6.7. Wyniki rozwiązanych zadań symulacyjnych prezentowane w pracach [5, 6] wykorzystano i wdrożono w produkcji przemysłowej zakładu PZL – WSK Rzeszów, obecnie Pratt & Whitney Rzeszów S.A.



Siatka elementów skończonych dla:	Liczba elementów	Liczba węzłów siatki
Stempel	3195	3206
Pierścień metalowy	3072	2912
Błacha wsadowa	6001	6072
Membrana elastomerowa: 1-warstawa	29 958	8239
Membrana elastomerowa: 2-warstawa	60 700	13 586
Membrana elastomerowa: 3-warstawa	86 212	17 297
Łączna liczba elementów modelu	189 138	51 312

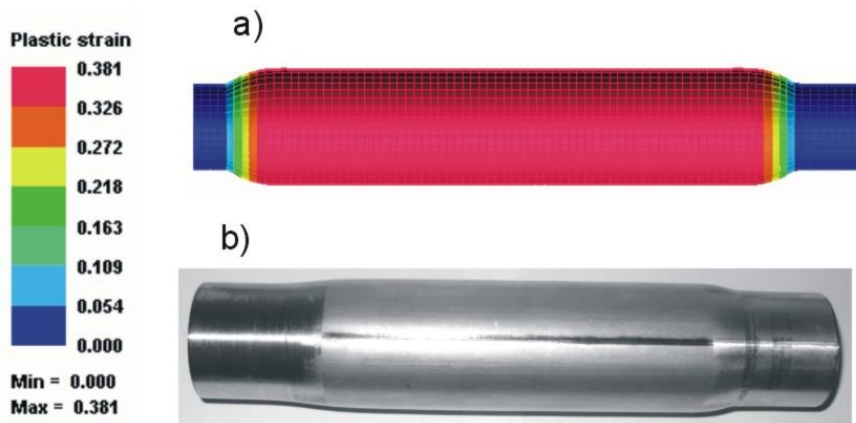
Rys. 6.7. Modelowania narzędzi z membraną elastomerową w procesie hydromechanicznego kształtowania stożka, podano liczbę elementów i węzłów siatki

Nawet gdy nie występuje problem membrany w tłoczeniu cieczą, to postać geometryczna może wносить liczne problemy z odkształcaniem wsadów. Występuje to w przypadku półwyrobów w postaci rur i profili kształtowych o przekroju zamkniętym. Na potrzeby badania rur z materiałów wysokowytrzymałych, poddawanych procesowi tłoczenia cieczą, w Instytucie Inżynierii Materiałowej zbudowano specjalne stanowisko do hydroformingu rur (rys. 6.8).

Stanowisko jest dostosowane obecnie do badania rur o średnicy nieprzekraczającej 45 mm i ciśnieniu cieczy roboczej 100 MPa. Na tym stanowisku zrealizowano wiele eksperymentów umożliwiającą zaadaptowanie tej innowacyjnej metody kształtowania w warunkach przemysłowych. Częściowo zostały one wykorzystane przez firmę TENNECO. Przeprowadzono również liczne badania symulacyjne. Przykładowe wyniki z badania stali wysoko wytrzymałych przedstawiono na rys. 6.9, a szczegóły zebrano w pracach [4, 23].



Rys. 6.8. Stanowisko do hydroformingu rur



Rys. 6.9. Przykładowy wynik z badań symulacyjnych dla procesu hydroformowania ze stali DP 450 z oprogramowania Pam-Stamp 2G: a) symulacja, b) eksperyment

6.5. Podsumowanie

Umiejętność i doświadczenie dotyczące wyznaczania charakterystyk technologicznej plastyczności, w tym tłoczności blach wysoko wytrzymałych, umożliwiają bezpieczne projektowanie procesów wytwórczych. Położenie granicznej krzywej tłoczności jest zależne od grubości materiału wsadowego i jego składu chemicznego. Nawet jeżeli skład chemiczny badanej blachy mieści się w zakresie opisywanym przez normę, to zwykle jest różny od orientacyjnego, dla którego producenci podają parametry granicznej krzywej tłoczenia. Nadstopy niklu są materiałami o specjalnych właściwościach (są żaroodporne i żarowytrzymałe), stąd trudno jest odnaleźć dane dotyczące ich granicznych krzywych tłoczenia. Tym bardziej zasadne staje się dostarczenie praktycznego narzędzia i sprawdzonej metody do sporządzania charakterystyk odkształcalności granicznej tego rodzaju materiałów stosowanych do tłoczenia.

Prezentowane wyniki badań wskazują, jak ważne jest przeprowadzanie badań oceny tłoczności i sporządzenie kompleksowej charakterystyki właściwości tłocznych, a tym samym bieżąca kontrola parametrów materiałów wsadowych dostarczanych do produkcji wytłoczek. Może się okazać, że zmiana dostawcy danego materiału, a nie samego materiału, spowoduje trudności w wykonywaniu elementów i konieczność korekty stosowanych nastaw narzędzi realizujących proces odkształcenia. Dzięki użyciu automatycznego analizatora odkształceń AutoGrid wykonywanie takich badań jest szybsze i bardziej efektywne. Opracowanie granicznej krzywej tłoczenia zabiera tym samym nie kilka dni, ale parę godzin. Stąd niezbędnie należy stosować cyfrową analizę obrazu do oceny tłoczności i badania odkształcalności materiałów stosowanych do przeróbki plastycznej metodami tłoczenia. Wynika to z wymogów produkcji masowej i potrzeby uzyskania szybkiej informacji o cechach wsadu istotnych do jego przetwarzania na potrzeby produkcji pojazdów, czy samolotów. Zastosowanie tego rodzaju metody pozwala na ocenę odkształcalności granicznej nie tylko ze względu na kryterium pęknięcia – jak starsze metody, lecz także przez wzgląd na kryterium przewężenia.

Badania prowadzone w ramach symulacji procesów tłoczenia są obecnie standardem zarówno w projektowaniu wyrobów tłoczonych, jak i technologii ich wytwarzania. Nowoczesne i innowacyjne procesy wytwórcze nie mogą się obyć bez nich, a doświadczenia badaczy Instytutu Inżynierii Materiałowej wpisują się w światowe trendy i stanowią wsparcie dla przedsiębiorstw przemysłu samochodowego

i lotniczego, a także wszelkich firm zajmujących się przetórstwem materiałów metalicznych.

Bibliografia

1. Praca zbiorowa pod redakcją F. Grosmana, Technologia metali, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2010.
2. Praca pod redakcją E. Hadasika, Przetwórstwo metali. Plastyczność a struktura, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2006.
3. Projekt Europejski FP6-SME-COOP pt. "Accurate simulation of tailor-welded-blanks to reduce process design time for the sheet pressing industry" (Precyzyjna symulacja wsadów spawanych laserem dla skrócenia czasu projektowania procesu w tłocznich)", nr umowy 32657, akronim SIM-TWB, 2006-2008.
4. Sikorski S., Analiza wpływu strefy połączenia na podatność spawanych laserowo wsadów rurowych do hydromechanicznego kształtowania, Rozprawa doktorska, Politechnika Śląska, Katowice 2010.
5. Gołębiowska-Kurzawska J., Projektowanie technologii wytwarzania elementów przepływowych silnika lotniczego wspomagane technikami skanowania przestrzennego i szybkiego prototypowania, Rozprawa doktorska, Politechnika Śląska, Katowice 2010.
6. Sprawozdanie merytoryczne z projektu rozwojowego N R15 0042 06 pt. „Opracowanie metod komputerowego wspomaganie projektowania procesów tłoczenia wyrobów dla przemysłu lotniczego” za lata od 31.08.2009 do 30.08.2013, Politechnika Śląska, Katowice 2013 (materiały niepublikowane).
7. Szkliniarz W., Nowoczesne materiały metaliczne - terażniejszość i przyszłość, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2009.
8. Aydin H., Essadiqi E., Jung I. H., Yue S., Development of 3rd generation AHSS with medium Mn content alloying compositions, Materials Science and Engineering: A, Vol. 564, 2013, 501–508.
9. Hycza-Michalska M., Drawability of advanced high strength steel and creep-resisting nickel superalloys, Steel Research International, Vol. 81, 2010, No. 9, Special Edition 2010 Including computer files, 817–820.
10. Hycza-Michalska M., Wybrane problemy plastycznego kształtowania stali żarowytrzymałych i żaroodpornych stopów niklu, Konferencja Forming 2010, Hutnik-Wiadomości Hutnicze, rok 77, 8, 2010, 394–397.

11. Hycza-Michalska M., Płonka P., Mrugała T., Analiza podatności do tłoczenia stali żarowytrzymałych i żaroodpornych stopów niklu stosowanych na konstrukcje silników lotniczych, *Polska Metalurgia w latach 2006-2010*, Komitet Metalurgii Polskiej Akademii Nauk, Kraków, 2010, 607–614.
12. Hycza-Michalska M., Physical and Numerical Research on Drawability of Nickel Superalloys, *Steel Research International*, Vol. 83, 2012, No. 9, Special Edition: 14th International Conference Metal Forming 2012, 663–666.
13. Hycza-Michalska M., The use of computer techniques to evaluate drawability of the thin sheet metal, *22nd International Conference on Metallurgy and Materials Metal 2013*, 15-17.05.2013 Brno, Czech Republic (Proceedings dedicated for publishing in Thomson Reuters Database).
14. Hycza-Michalska M., Badania technologicznej plastyczności blach cienkich przy zastosowaniu analizatora odkształceń AutoGrid, *Konferencja Forming 2013*, *Hutnik-Wiadomości Hutnicze*, rok 80, 8, 2013, 545–549.
15. Hycza-Michalska M., Application of a digital strain analyzer Auto Grid at thin sheet metals mechanical characteristics preparation and assessment of their drawability, *Solid State Phenomena*. Vol. 246, 2016, 75–78.
16. Hycza-Michalska M., Badania odkształcalności blach cienkich ze stali i stopów wysokowytrzymałych”. *Hutnik-Wiadomości Hutnicze*. t.83(3), 2016, 105–111.
17. Hycza-Michalska M., Problemy oceny tłoczności materiałów metalicznych, *Hutnik-Wiadomości Hutnicze*. t. 83 (9), 2016, 398–400.
18. Hycza-Michalska M., Metodyka oceny tłoczności wysokowytrzymałych blach cienkich, *Hutnik-Wiadomości Hutnicze*. t. 84 (8), 2017, 310–312.
19. Hycza-Michalska M., Research on liquid forming process of nickel superalloys thin sheet metals“. *Arch. Metall. Mater.* Vol. 62 (4), 2017, 2355–2358.
20. Hecker S.S.: Simple technique for determining limit curves, *Sheet Metal Ind.*, 1975, 11, 671–677.
21. Hycza-Michalska M., Badania technologicznej plastyczności nadstopów niklu w procesie hydromechanicznego kształtowania stożka, *Konferencja Forming 2011*, *Hutnik-Wiadomości Hutnicze*, rok 78, 8, 2011, 625–628.
22. Hycza-Michalska M., Wpływ warunków smarowania i chropowatości powierzchni wsadu na rezultaty hydromechanicznego kształtowania blach z nadstopów niklu, *Konferencja Forming 2012*, *Hutnik-Wiadomości Hutnicze*, rok 79, 8, 2012, 595–599.

23. Hycza-Michalska M., Badania symulacyjne swobodnego rozciągania ciecżą rur ze stali niskowęglowych oraz nadstopów niklu, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Prace Naukowe, Mechanika, zeszyt 238, Materiały Konferencji FIMM 2011, 51–58

List of figures

Fig. 6.1. Dependence of tensile strength as a function of elongation for high strength steels, including their first and second generation [8]

Fig. 6.2. A photo of: A) a stationary, B) movable measuring system Vialux's Auto Grid for local deformation analysis, installed on the Erichsen universal model 145-60 hydraulic press in a drawability research laboratory

Fig. 6.3. The forming limit curves of nickel superalloys Inconel type determined experimentally using a stationary measuring system Auto Grid by Vialux to analyze local deformation

Fig. 6.4. Photography of exemplary set of samples to determine the forming limit curve - strips of width from left to right: 160mm, 112mm, 104mm, 100mm, 88mm, 77mm, 60 mm i 20 mm

Fig. 6.5. Forming limit diagram of sheet metal thickness of 0.60 mm of Inconel 718, obtained using the strain analyzer AutoGrid

Fig. 6.6. A sample result from simulation tests for cone hydroforming process of Inconel 625 alloy from Eta / Dynaform software

Fig. 6.7. Modeling of tools with an elastomeric membrane in the hydromechanical forming of a cone; the number of grid elements and nodes is provided

Fig. 6.8. A laboratory stand for tube hydroforming

Fig. 6.9. An exemplary result from simulation tests for the hydroforming process made of DP 450 steel in Pam-Stamp 2Gsoftware: a) simulation, b) experiment

Grzegorz MOSKAL ¹

Rozdział 7

ZASTOSOWANIE METODY LASEROWEJ IMPULSOWEJ DO CHARAKTERYSTYKI WŁAŚCIWOŚCI IZOLACYJNYCH POWŁOKOWYCH BARIER CIEPLNYCH

7.1. Wprowadzenie

Zjawisko przewodzenia ciepła polega na przenoszeniu energii wewnątrz ośrodka materialnego z miejsc o temperaturze wyższej do miejsc o temperaturze niższej, przy czym poszczególne cząstki rozpatrywanego układu nie wykazują większych zmian położenia. Przewodzenie ciepła jest opisane prawem Fouriera, zgodnie z którym gęstość strumienia ciepła jest proporcjonalna do gradientu temperatury mierzonego wzdłuż kierunku przepływu ciepła. Prawo to wyrażone jest wzorem [1–3]:

$$q = -\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \left[\frac{W}{m^2} \right] \quad (7.1)$$

gdzie:

q - gęstość strumienia ciepła [W/m^2],

λ - współczynnik przewodnictwa cieplnego [W/mK],

T - temperatura [K],

x - współrzędna liniowa [m]

Współczynnik przewodnictwa cieplnego λ jest lokalnie określoną własnością termodynamiczną ośrodka. Jest to ilość ciepła przepływającego w jednostce czasu przez jednostkową powierzchnię przy spadku temperatury wynoszącym 1 K. Współczynnik ten zawiera się w bardzo szerokich granicach: od 0,04 dla dobrych izolatorów cieplnych do 420 W/m^2 dla srebra.

Pomiary przewodnictwa cieplnego mogą być przeprowadzone w stanie nieustalonym i ustalonym dla różnych geometrii badanych próbek. Przy pomiarach

¹Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej

w stanie ustalonym określa się bezpośrednio przewodnictwo cieplne. Wybór metody pomiarowej zależy od stanu skupienia badanej substancji, od jej własności cieplno-fizycznych, możliwości wykonania określonej próbki, dostępnej aparatury oraz zakresu temperatury, w którym należy wyznaczyć przewodnictwo cieplne. Podstawą metod z przepływem ustalonym jest prawo Fouriera, wielkościami mierzonymi są zaś strumień ciepła oraz gradient temperatury. Podstawowym założeniem jest też, aby rozkład temperatury wewnątrz próbki substancji użytej do pomiaru nie zmieniał się w czasie. Wartością wyznaczaną jest współczynnik przewodnictwa cieplnego λ .

Do metod standaryzowanych pomiaru przewodnictwa cieplnego zalicza się:

- metody bezpośrednie:

- Guarded-Hot-Plate Method:
 - ISO 22007-2: Plastics - Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity - Part 2: Transient plane heat source (hot disk) method;
 - ASTM: C177-04 Standard Test Method for Steady-State Heat Flux Measurements and Thermal Transmission Properties by Means of the Guarded- Hot-Plate Apparatus;
 - ISO: 8302:1991 Thermal Insulation – Determination of Steady-State Thermal Resistance and Related Properties – Guarded Hot Plate Apparatus;
- Heat-Flow-Meter Technique:
 - C518-04 Standard Test Method for Steady-State Thermal Transmission Properties by Means of the Heat Flow Meter Technique;
 - ASTM: E1530-04 Standard Test Method for Evaluating the Resistance to Thermal Transmission of Materials by the Guarded Heat Flow Meter Technique;

- metody porównawcze:

- Guarded-Comparative-Longitudinal Heat Flow Technique:
 - ASTM: E1225-04 Standard Test Method for Thermal Conductivity of Solids by Means of the Guarded-Comparative-Longitudinal Heat Flow Technique.

W przypadku zmiennego w czasie gradientu temperatury mamy do czynienia z warunkami niestalonymi. W ogólnym przypadku temperatura T w różnych punktach ciała zmienia się z upływem czasu $T = f(X, Y, Z, t)$. Stan taki wystąpi, np. gdy szybkość dostarczania ciepła i odbierania z drugiej strony rozpatrywanej warstwy są różne. Funkcję T określa się, rozwiązując równanie przewodnictwa cieplnego, które dla jednorodnego izotropowego ciała bez wewnętrznych źródeł ciepła przyjmuje postać [1–3]:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \alpha \left[\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right] \quad (7.2)$$

Wielkość α charakteryzuje szybkość wyrównania się temperatury i nosi nazwę współczynnika wyrównania temperatury, współczynnika przewodzenia temperatury lub dyfuzyjności cieplnej. Współczynnik α ma znaczenie fizyczne zredukowanego współczynnika przewodnictwa cieplnego i związany jest z wielkością λ następującym wzorem:

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho c_w} \left[\frac{m^2}{s} \right] \quad (7.3)$$

W stanach nieustalonych najczęściej określa się właśnie dyfuzyjność cieplną α , co przy znanej gęstości ρ i cieple właściwym c_w pozwala na określenie przewodnictwa cieplnego λ . Prawem, które w tych warunkach opisuje przewodzenie ciepła to prawo Fouriera-Kirchoffa.

$$\nabla^2 T + \frac{1}{\lambda} q_v = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (7.4)$$

gdzie q_v - moc albo wydajność wewnętrznego źródła ciepła [W].

Do metod standaryzowanych pomiaru dyfuzyjności cieplnej α zalicza się:

- metody impulsowe:

- Laser Flash (Heat Pulse)
 - ASTM E1461-01 Standard Test Method For Thermal Diffusivity of Solids By The Flash Method
 - ISO 18755 Fine Ceramics (Advanced Ceramics, Advanced Technical Ceramics) - Determination Of Thermal Diffusivity Of Monolithic Ceramics By Laser Flash Method
 - ISO DIS 22007-4 Plastics - Determination Of Thermal Conductivity And Thermal Diffusivity - Part 4: Laser Flash Method
 - BS 7134 P4 S4.2 Testing Of Engineering Ceramics - Thermo-Mechanical Properties - Method For The Determination Of Thermal Diffusivity, By The Laser Flash (Or Heat Pulse) Method
 - BS EN 821-2 Advanced Technical Ceramics - Monolithic Ceramics - Thermo-Physical Properties - Part 2. Determination Of Thermal Diffusivity by The Laser Flash (Or Heat Pulse) Method
 - JIS R 1667 Determination Of Thermal Diffusivity Of Continuous Fiber-Reinforced Ceramic Matrix Composites By The Laser Flash Method
 - JIS R 1611 Test Methods Of Thermal Diffusivity, Specific Heat Capacity, And Thermal Conductivity For Fine Ceramics By Laser Flash Method

- DIN EN 1159-2 Advanced Technical Ceramics – Ceramic Composites; Thermophysical Properties - Part 2: Determination Of Thermal Diffusivity (Foreign Standard)

- metody pośrednie:

- Hot-wire metod
 - ISO 8894-2:2007 Refractory materials - Determination of Thermal Conductivity – Part 2: Hot-wire method

- metody falowe:

- Angström's Metod
 - ISO/DIS 22007-3: Plastics - Determination of Thermal Conductivity and Diffusivity - Part 3: Temperature wave analysis method;
- Thermal Wave Metod
 - DIN 50992-2: Determination of the layer thickness.

Istnieje jeszcze wiele innych niestandardyzowanych metod pomiarów przewodnictwa cieplnego i temperaturowego, np. metoda impulsowa TTG czy falowa 3ω .

7.2. Charakterystyka metody laserowej impulsowej (*Laser Flash - LF*)

Metoda laserowa impulsowa została po raz pierwszy zaprezentowana w 1960 roku przez Parkera, Butlera, Jenkinsa i Abbotta z Wojskowego Laboratorium Obrony Radiologicznej [4]. Jest jedną z najpopularniejszych metod mierzenia przewodnictwa temperaturowego ciał stałych, a zarazem jedyną znormalizowaną metodą mierzenia przewodnictwa temperaturowego w przejściowych warunkach. Opiera się na analitycznym rozwiązaniu równania Fouriera z adiabatycznymi warunkami brzegowymi dla nieskończonej płaskiej próbki wystawionej na działanie termicznego impulsu Diraca. Głównymi jej zaletami są:

- łatwość i wydajność dokonywania pomiarów;
- dokładność, wiarygodność i niezawodność wyników;
- możliwość stosowania w szerokim zakresie warunków i wobec licznych rodzajów materiałów.

Najważniejsze założenia metody LF to:

- próbka jest homogeniczna i izotropowa, jej właściwości termofizyczne oraz gęstość są zaś niezmiennie i stałe (nie zmieniają się wraz z temperaturą w warunkach przeprowadzanego badania);

- próbka jest termicznie izolowana – nie występują straty ciepła na powierzchni płytki;
- impuls ciepła jest jednakowo rozprawdany na powierzchni płytki i absorbowany przez warstwę materiału znacznie cieńszą w porównaniu z grubością próbki;
- impuls ciepła jest natychmiastowy, a jego trwanie jest nieistotne w porównaniu z termiczną reakcją płytki.

Podstawowymi urządzeniami w aparaturze pomiarowej w metodzie LF są:

- laser/ksenonowa lampa typu flash,
- termograficzny detektor fal podczerwonych IR,
- komputer PC,
- wzmacniacz,
- komora próżniowa,
- układ kontrolny.

Metoda impulsowa LF opiera się na pomiarze przepływu ciepła rejestrowanego na tylnej powierzchni analizowanej próbki, a będącego efektem oddziaływania impulsu laserowego na przednią stronę próbki. Od strony fizycznej model tej metody zakłada oddziaływanie źródła ciepła o możliwości emisji pojedynczych impulsów, np. impuls laserowy, na jedną z powierzchni. Analiza przepływu ciepła na przeciwległą stronę próbki pozwala na określenie wymaganych własności cieplnych. Przyjmując, że wiązka laserowa omiata front próbki w sposób jednorodny, następuje wówczas wygenerowanie jednowymiarowego gradientu temperatury, który w związku z tym może być opisany jednowymiarowym równaniem dyfuzji ciepła, będącego rozwiązaniem równania Fouriera [4–7].

Zasada działania aparatury w metodzie jest następująca. Próbka jest ustawiona w komorze pieca. Odbywa się tam izotermiczne ogrzewanie do zadanej temperatury. Następnie krótki impuls laserowy „uderza” jedną ze stron próbki, skutkiem czego generuje się gradient temperatury. Zmiana ta jest mierzona przez detektor podczerwieni na przeciwległej powierzchni próbki. Wyniki są zbierane przez rejestrator i przekazywane do komputera. Przewodność temperaturowa jest wyznaczana z krzywej zmiany w czasie temperatury na powierzchni płytki, tzw. termogramu, oraz z grubości próbki. Przewodność wylicza się ze wzoru, który jako pierwszy przedstawił Parker:

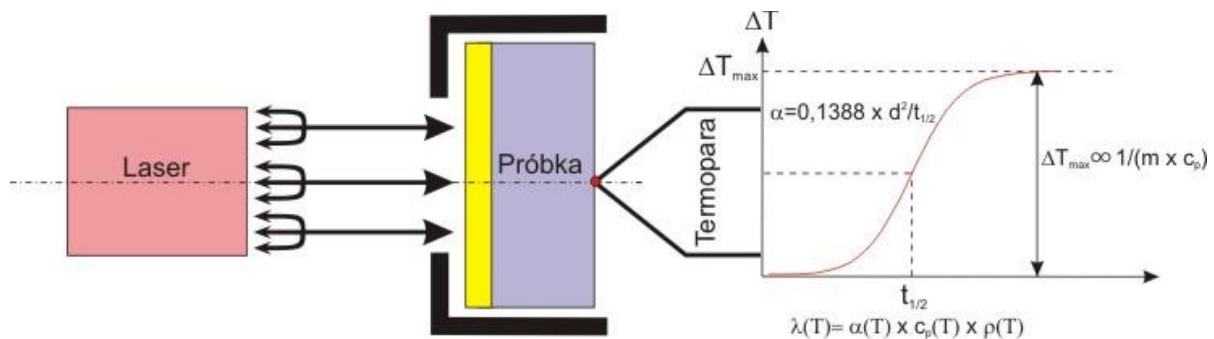
$$a = 0,1388 \frac{g^2}{t_{0,5}} \quad (7.5)$$

gdzie:

g – grubość próbki [mm];

$t_{0,5}$ – czas [s], w którym zmiana temperatury na drugiej powierzchni płytki osiąga połowę wartości maksymalnej.

Bezpośrednim rezultatem wykonanego pomiaru jest określenie dyfuzyjności cieplnej, czyli współczynnika wyrównywania temperatury, który jest otrzymywany na podstawie analizy zmian temperatury nieoświetlonej wiązką tylnej powierzchni próbki. Rejestrowane zmiany temperatury materiału są efektem pochłonięcia przez powierzchnię czołową krótkiego impulsu promieniowania laserowego, a uzyskana charakterystyka przebiegu temperatury zwana jest historią temperatury. Schematycznie przebieg pomiaru przedstawiony został na rys. 7.1.



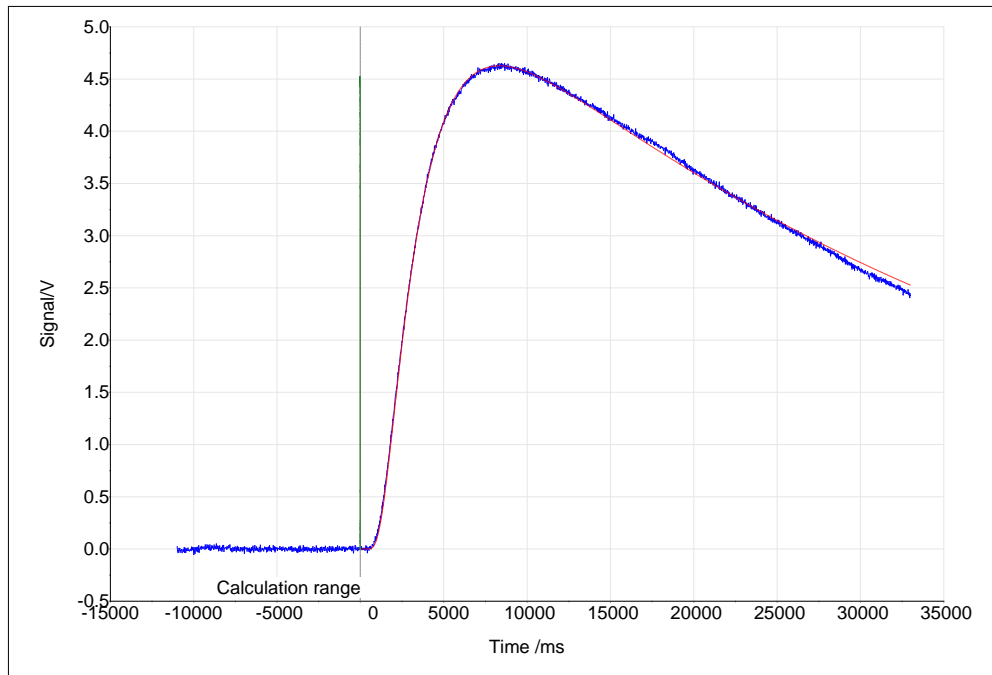
Rys. 7.1. Schematyczne ujęcie zasady pomiaru metodą laser flash

Wynikiem pochłonięcia inicjującego pomiar impulsu laserowego (z założenia jest to nieskończenie krótki impuls Diraca) o odpowiednio dobranych parametrach (czas trwania, energia) jest wzrost temperatury na powierzchni czołowej próbki. Z kolei historia temperatury rejestrowana na powierzchni tylnej próbki opisuje zmiany temperatury w funkcji czasu, będące efektem przewodzenia ciepła. Przykładową historię temperatury przedstawiono na rys 7.2. Widoczna w punkcie „0” linia odpowiada impulsowi laserowemu, którego rzeczywisty przebieg (0,60 ms) pokazano na rys. 7.3.

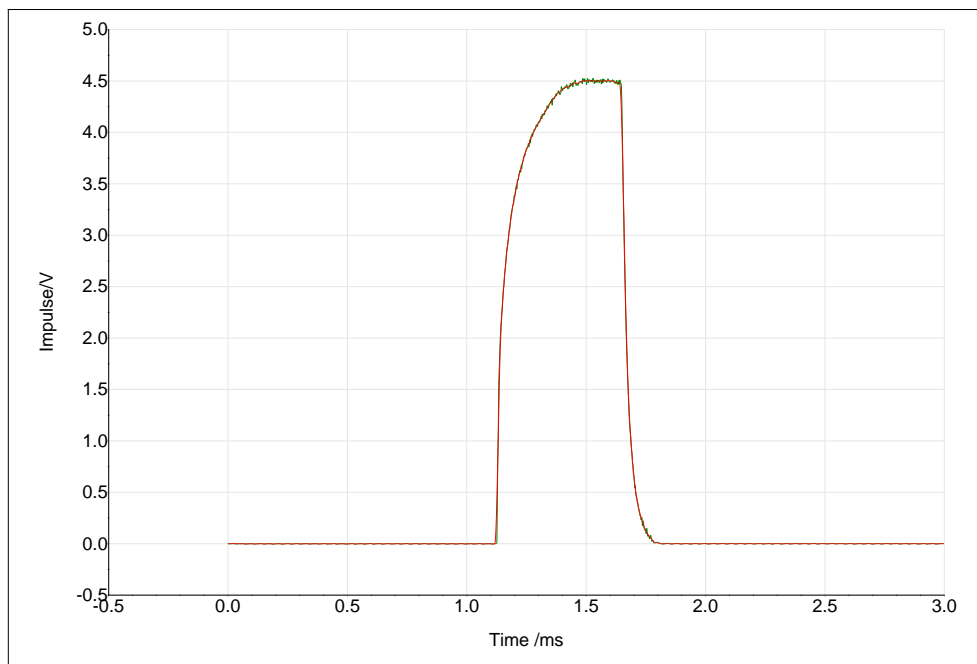
Ze względu na dość restrykcyjne założenia pomiarowe, w praktyce nie do zrealizowania w warunkach laboratoryjnych (np. wymagania dotyczące pobudzenia nieskończenie krótkim impulsem energii - impuls Diraca), wyniki uzyskane bezpośrednio na podstawie tej teorii obarczone są zwykle błędami. Podstawowe wymagania modelu opisującego transport ciepła, jakie są wymagane dla uzyskania idealnych warunków pomiaru w metodzie LF, można sklasyfikować następująco [8]:

- nieskończenie krótki czas trwania impulsu,
- brak strat ciepła (zarówno konwekcyjnych jak i radiacyjnych),

- bardzo mała grubość próbki w porównaniu z pozostałymi wymiarami (a więc również w porównaniu ze średnicą wiązki promieniowania laserowego),
- źródło ciepła nieskończenie cienkie w porównaniu z grubością próbki,
- jednorodny (izotropowy) materiał,
- jednorodne (w czasie i przestrzeni) źródło ciepła.



Rys. 7.2. Przykładowa historia temperatury przedstawiająca prawidłową detekcję sygnału



Rys. 7.3. Widok impulsu laserowego stanowiącego czynnik wzbudzający falę sprężystą w materiale badanym

Zbyt duże odstępstwa od tych warunków powodują powstawanie znaczących błędów w obliczanych wartościach dyfuzyjności cieplnej. Do głównych efektów nie uwzględnianych przez ten model należy zaliczyć [8]:

- efekty skończonego czasu trwania impulsu ciepła (impulsu laserowego) występujące głównie dla cienkich próbek materiałów dobrze przewodzących ciepło. Z obliczeń przedstawionych przez Heckmana [9] wynika, że wystarcza, aby impuls promieniowania był krótszy 20 razy od czasu $t_{0,5}$, żeby można było pominąć te efekty;
- radiacyjne straty ciepła z powierzchni (szczególnie frontowej) próbki - zjawisko to występuje głównie w przypadku masywnych próbek znajdujących się w wysokiej temperaturze lub absorbujących znaczne ilości ciepła (co powoduje znaczny wzrost temperatury w warstwie będącej źródłem ciepła);
- konwekcyjne straty ciepła występujące w przypadku grubych próbek materiałów o stosunkowo małym współczynniku wyrównywania temperatury, czyli wtedy, gdy czas potrzebny tylnej powierzchni do osiągnięcia swojej maksymalnej temperatury jest bardzo długi;
- efekty związane z niejednorodnością przestrzenną powierzchniowego źródła ciepła, której przyczynami mogą być niejednorodność wiązki promieniowania laserowego, nierówna (chropowata lub falista) powierzchnia frontowa, niejednorodna przypowierzchniowa warstwa materiału (pory, mikropęknięcia itp.);
- zakłócenia w polu temperatury wywołane przemianami fazowymi;
- zmiany kształtu historii temperatury spowodowane transportem masy we wnętrzu próbki (np. pary wodnej w cieple porowatym);
- obecność pasożytniczych pojemności cieplnych źródła ciepła oraz czujnika temperatury, występująca głównie dla małych próbek materiałów o stosunkowo małym cieple właściwym i dużym współczynniku wyrównywania temperatury.

W pracy [8] przedstawiono zestawienie dotyczące prac badawczych w zakresie metod korekcji błędów. W przypadku radiacyjnych strat ciepła metody korekcji zostały opracowane przez Cowana [10], Heckmana [9], Clarka i Taylora [11] Cape'a i Lehmana [12] oraz Jamesa [13]. Badania nad tym problemem trwają w dalszym ciągu (np. [14]). Z kolei wystąpienie efektu skończonego czasu trwania impulsu analizowali Cape i Lehman [12] oraz Clark i Taylor [15]. Beedham i Dalrymple [16], MacKay i Schriempf [17] oraz Taylor [18] badali również wpływ niejednorodnego powierzchniowego źródła ciepła na kształt historii temperatury oraz dokładność wyznaczenia współczynnika wyrównywania temperatury i stwierdzili, że dla

poprawności osiągniętych wyników istotna jest jedynie jednorodność źródła ciepła w jego centralnej części. Pierwsze analizy teoretyczne zjawiska transportu laserowo generowanego impulsu ciepła w materiale niejednorodnym przeprowadził Kerrisk [19, 20], określając kryterium homogeniczności dla materiałów badanych za pomocą metody LF.

7.3. Wpływ warunków pomiarowych na pomiary dyfuzyjności cieplnej materiałów ceramicznych metodą laserową impulsową

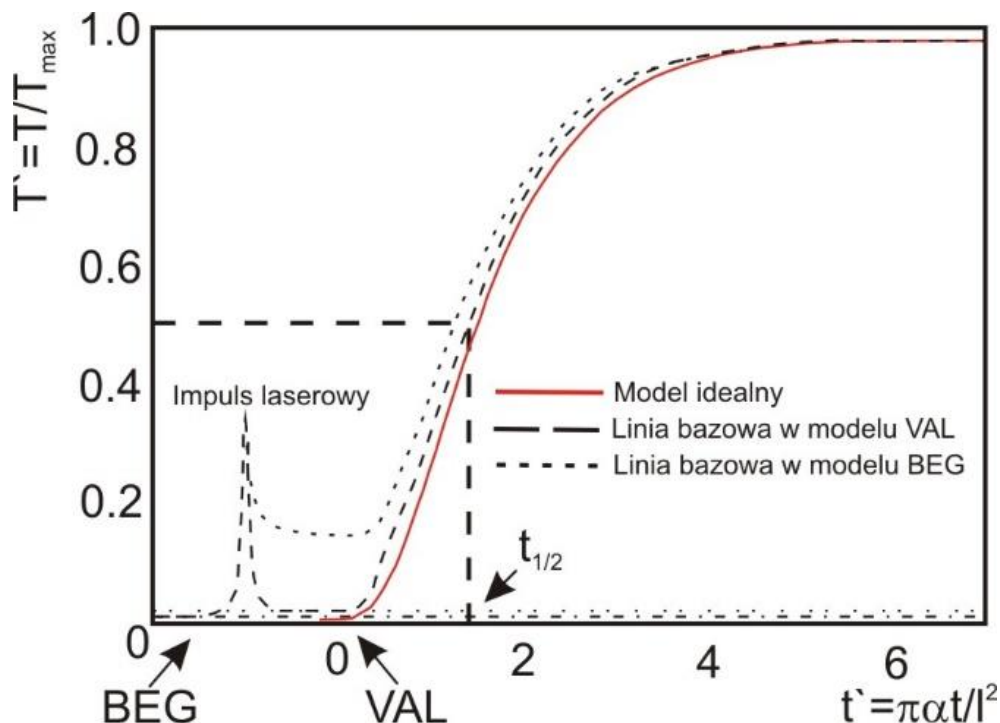
W przeciwieństwie do metod korekcji błędów w literaturze istnieje stosunkowo niewiele informacji na temat wpływu warunków pomiaru na wyniki dyfuzyjności cieplnej. W pozycji [21] dokonano oceny wpływu na wyniki następujących parametrów procesu pomiarowego:

- doboru linii odniesienia,
- grubości próbki,
- metody korekcji błędów,
- mocy lasera i czasu trwania impulsu,
- obecności lub nie warstwy grafitu na wybranych powierzchniach.

Wpływ linii odniesienia analizowano na przykładzie próbek ceramicznych typu Al_2O_3 , UO_2 i pyroceram 9606. Z zależności matematycznych przedstawionych w pozycji [21] wynika, że rozkład temperatury T w izolowanej cieplnie próbce o grubości l w funkcji czasu t ma charakter pokazany na rys. 7.4 [21].

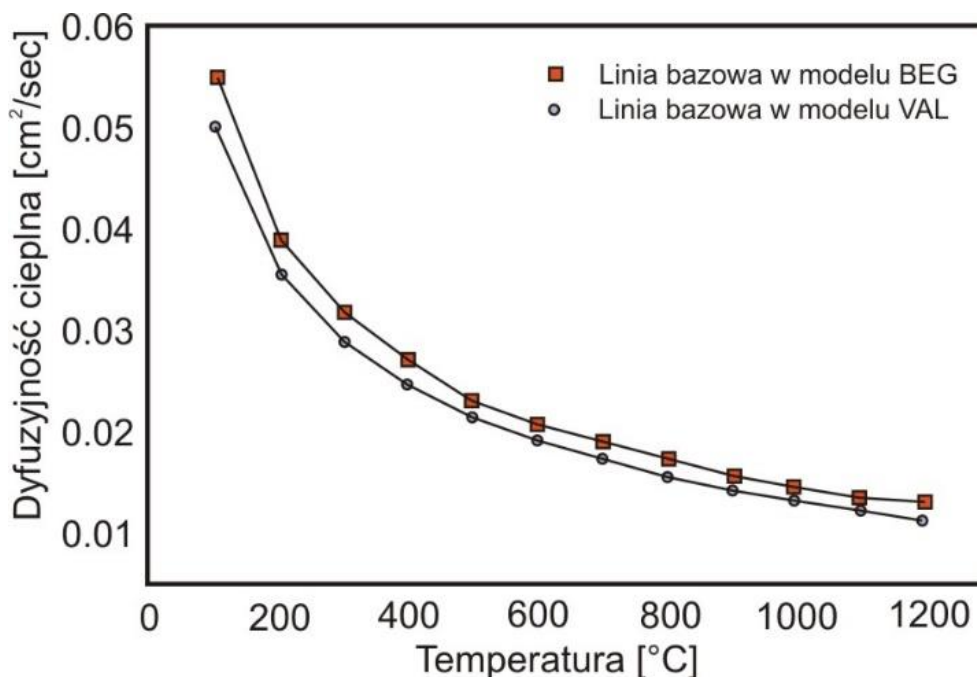
Linia ciągła wskazuje idealny rozkład temperatury znormalizowanej w funkcji czasu i w tym przypadku obliczenie czasu połówkowego $t_{1/2}$ nie jest problematyczne. Natomiast w rzeczywistych warunkach pomiaru wynikiem wygenerowania impulsu laserowego może być pojawienie się odchyłeń od założonego przebiegu, które objawiają się wzrostem temperatury powierzchni oświetlanej. Zasadniczym problemem w korekcji błędów staje się wówczas prawidłowy dobór wartości odniesienia. Jeżeli za linię odniesienia przyjmie się tzw. wartość VAL (*value after laser pulse*), oznacza to, że początek obliczania czasu połówkowego rozpoczyna się po zakończeniu impulsu wzbudzającego. Oznacza to również, że temperatura powierzchni oświetlonej (przodu próbki) jest stała, a efekt cieplny obserwowany jest po zakończeniu impulsu. W przypadku gdy takiego wzrostu temperatury nie obserwuje się, proponowana jest metoda korekcji na podstawie wartości temperatury odniesienia przed inicjacją impulsu laserowego (BEG - *value before laser pulse*), co

wskazuje na początek wzrostu temperatury tylnej powierzchni próbki jeszcze przed zakończeniem działania impulsu. W tym przypadku obliczanie czasu połówkowego rozpoczyna się również przed zakończeniem impulsu wzbudzającego.



Rys. 7.4. Historia temperaturowa próbki w warunkach idealnych i rzeczywistych oraz linie bazowe w modelach korekcji VAL i BEG

Badania przeprowadzone na pyroceram 9606 wykazały, że w tym przypadku temperatura tylnej ściany próbki rośnie po zakończeniu impulsu i wymaga zastosowania korekcji metodą VAL, natomiast próbka z Al_2O_3 wykazuje odmienny charakter przyrostu temperatury, która zaczyna rosnać jeszcze przed zakończeniem impulsu, co wymaga zastosowania korekcji metodą BEG. Przeprowadzona analiza wyników wykazała, że w przypadku materiałów, w których obserwowano wzrost temperatury po zakończeniu impulsu i wskazana jest korekcja metodą VAL, również korekcja metodą BEG daje bardzo podobne rezultaty. W sytuacji odwrotnej z kolei, gdzie wzrost temperatury obserwowany jest jeszcze przed zakończeniem impulsu, zastosowanie metody BEG (wskazanej) i VAL daje duże rozbieżności w uzyskanych wynikach, co przedstawiono na rys. 7.5 [21].

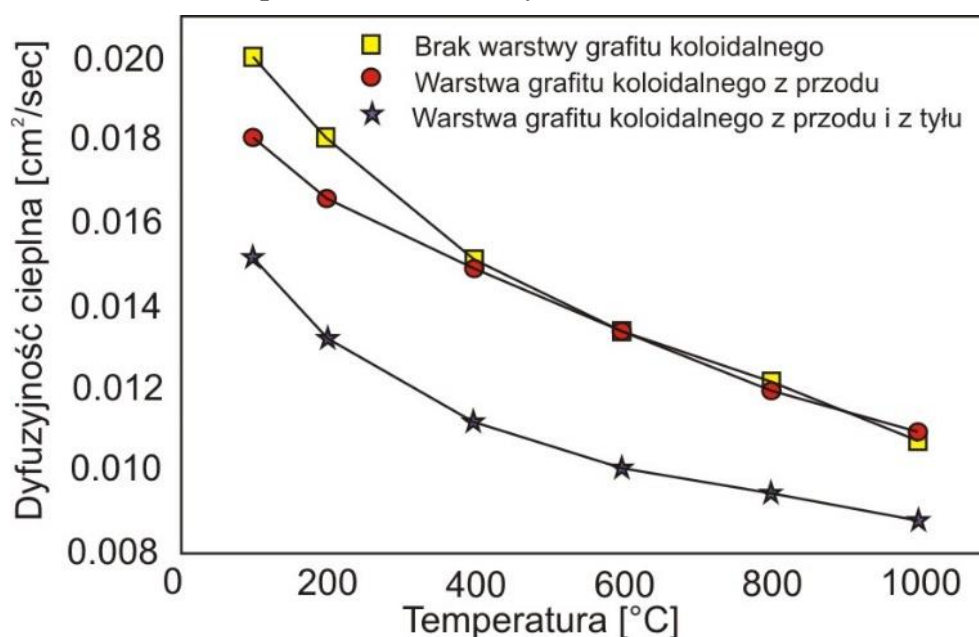


Rys. 7.5. Wpływ doboru linii bazowej w modelach korekcji VAL i BEG na dyfuzyjność cieplną

Wpływ grubości próbki badano na próbkach ze spiekane go tlenku aluminium o grubości rzędu 1 i 3 mm. Nie wykazano wpływu grubości próbki na różnice w wynikach dyfuzyjności, co wskazuje na skuteczną korekcję metodą Cowana efektów konwekcyjnej straty ciepła [21]. Przeprowadzona analiza wykazała, że z zastosowanych metod korekcji błędów najskuteczniejsza jest metoda Cowana, co w pewnej części wynika z faktu, że nie ma ograniczeń co do doboru typu linii odniesienia. W pozostałych przypadkach, tj. metodach korekcji Clarka i Tayolora oraz Degiovanniego, takie ograniczenia występują. Badania mocy lasera, którą zmieniano od 10%, 50% i 100% wartości nominalnej, podobnie jak zmiana czasu trwania impulsu od 0,2 do 0,8 ms nie wykazały wpływu na wartość uzyskanej dyfuzyjności cieplnej w całym zakresie temperatury pomiaru.

Główną rolą pokrycia powierzchni koloidalnym grafitem jest zwiększenie absorpcji ciepła przez powierzchnię próbki i utrzymanie jej na stałym poziomie, w przypadku gdy w trakcie próby wraz ze wzrostem temperatury następuje zmiana barwy powierzchni próbki. Ponadto warstwa taka powoduje znaczne zmniejszenie chropowatości oświetlanej powierzchni. W przypadku próbek częściowo transparentnych rola warstwy grafitowej na powierzchni oświetlanej związana jest z uniemożliwieniem wiązce swobodnego przejścia przez próbkę. Natomiast grafit na tylnej powierzchni ma chronić detektor podczerwieni, zanim impuls cieplny dotrze do powierzchni tylnej.

W przeprowadzonych badaniach stwierdzono, że w przypadku ceramiki „czarnej”, tj. tlenku uranu, obecność warstwy grafitowej lub jej brak nie wpływa na wynik pomiarów. Z kolei dla ceramiki typu pyroceram 9606 dyfuzyjność bardzo silnie zależy od obecności grafitu na przedniej lub/i tylnej powierzchni próbki. Stwierdzono, że obecność grafitu na powierzchni oświetlanej powoduje uzyskanie wyników zbliżonych do wyników dla próbki bez grafitu, natomiast zastosowanie warstwy grafitowej na tylnej powierzchni znacznie obniża wartość dyfuzyjności. Wynika z tego, że w przypadku ceramiki częściowo transparentnej brak warstwy grafitu na powierzchni tylnej powoduje zwiększenie wartości dyfuzyjności cieplnej w wyniku emitowania dodatkowego ciepła radiacyjnego, które nie może być absorbowane przez warstwę grafitu (a właściwy impuls ciepły nie dotarł jeszcze do powierzchni tylnej). Powoduje to zmniejszenie czasu połówkowego i w konsekwencji wirtualne zwiększenie dyfuzyjności. W przypadku próbek z białej ceramiki należy stosować obustronną warstwę grafitu, ponieważ ten typ materiałów jest całkowicie przezroczysty dla promieniowania laserowego. Wpływ obecności warstwy grafitu na dyfuzyjność cieplną tlenku aluminium przedstawiono na rys. 7.6 [21].



Rys. 7.6. Wpływ warstwy grafitu koloidalnego na dyfuzyjność cieplną

Głównym celem badań własnych realizowanych w ramach badań statutowych Instytutu Inżynierii Materiałowej było określenie podstawowych zagadnień związanych z metodyką oceny dyfuzyjności cieplnej metodą LF przy użyciu urządzenia LFA427 firmy Netzsch, zakupionego w ramach projektu zamawianego MNiSW nr 01/I/2007 pt.: *Technologia modyfikacji warstwy wierzchniej zaawansowanych materiałów konstrukcyjnych*, zadania pt.: *Opracowanie podstaw*

technologii otrzymywania, metodą natryskiwania cieplnego, powłokowych barier cieplnych (TBC) z wykorzystaniem nowych materiałów ceramicznych oraz charakterystyka ich właściwości, którego kierownikiem był dr inż. Grzegorz Moskal. Projekt realizowany był w latach 2007-2010.

Podstawę prowadzonych działań stanowiła instrukcja stanowiskowa określająca podstawowe operacje związane z zalecanym przez producenta sposobem wykonania badań. Przeprowadzone prace rozpoznawcze wykazały, że głównymi czynnikami wpływającymi na uzyskanie wiarygodnych i powtarzalnych pomiarów dyfuzyjności cieplnej metodą laser–flash (poza standardowymi procedurami) przy użyciu aparatury LFA427 firmy Netzsch są:

- grubość i kształt próbki,
- prawidłowy dobór czasu pomiaru,
- prawidłowy dobór czasu pomiędzy poszczególnymi „strzałami” lasera,
- uzyskanie odpowiedniej warstwy grafitu na powierzchni badanej próbki,
- ustalenie dynamicznych warunków pomiaru.

Oczywistą sprawą jest, że podstawowym zagadnieniem jest również przestrzeganie procedur badawczych opracowanych przez producenta urządzenia, a wspomniane czynniki wymagają tylko doprecyzowania z punktu widzenia specyfiki badanego materiału, którym były materiały ceramiczne o wysokich właściwościach izolacyjnych.

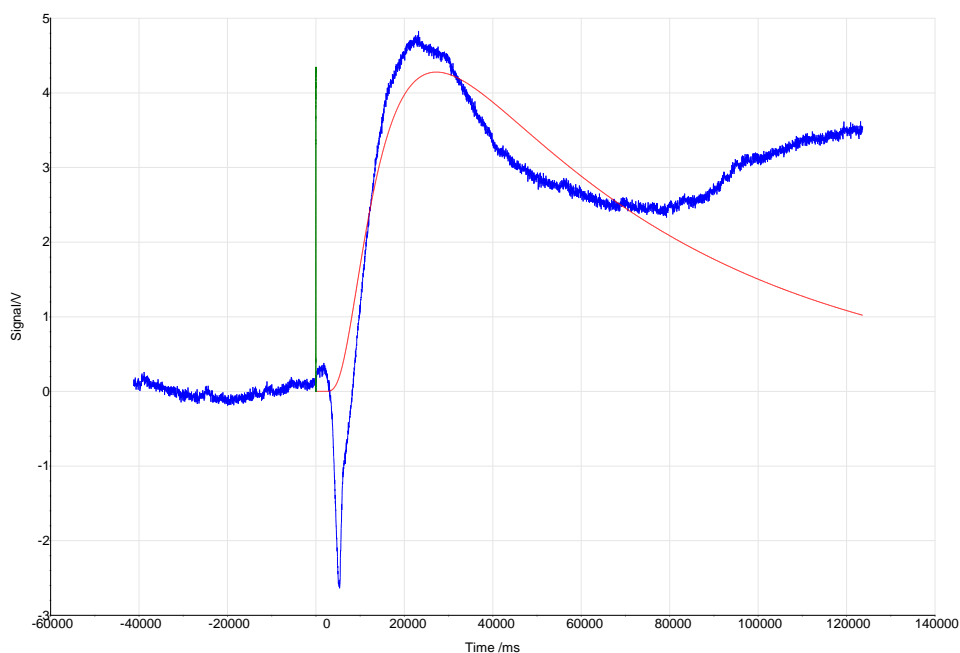
Pierwszym z omawianych czynników była grubość próbki. Jej znaczenie jest wbrew pozorom niezwykle istotne. Aparaturowo możliwe jest zastosowanie próbek o grubości rzędu do 99 mm, jednakże w praktyce wykazano, że dla materiałów ceramicznych o stosunkowo dobrych własnościach izolacyjnych wskazane jest zastosowanie próbek okrągłych lub kwadratowych o grubości nieprzekraczającej 5 mm (maksymalna grubość, o ile nie istnieją możliwości techniczne wykonania próbek o mniejszej grubości). Wynika to z prostego faktu, że wraz ze wzrostem grubości gwałtownie wydłuża się czas pomiaru (w skrajnych przypadkach nawet do 100 000 ms – dla porównania dla stopów magnezu jest to ok. 1000 ms). W rezultacie w praktyce niemożliwe staje się uzyskanie stabilnych warunków wyjściowych - odniesienia (tzw. linii bazowej, która musi wykazać się liniową stabilnością napięcia przez czas odpowiadający 25% łącznego czasu akwizycji). W efekcie nie jest spełniony warunek brzegowy pozwalający na wykonanie strzału (impulsu) laserowego, którego rolą jest wygenerowanie w materiale badanym fali sprężystej (mierzona wielkość) i określenie czasu jej propagacji przez próbkę (czas połówkowy). Przy tak długim okresie pomiarze stabilności linii bazowej bardzo trudno jest uzyskać

warunki pozwalające na wykonanie właściwego i powtarzalnego pomiaru. Zastosowanie próbek o mniejszej grubości zdecydowanie skraca okres pomiaru stabilności. Oczywisty jest również fakt występowania strat ciepła w wyniku procesów konwekcyjnych.

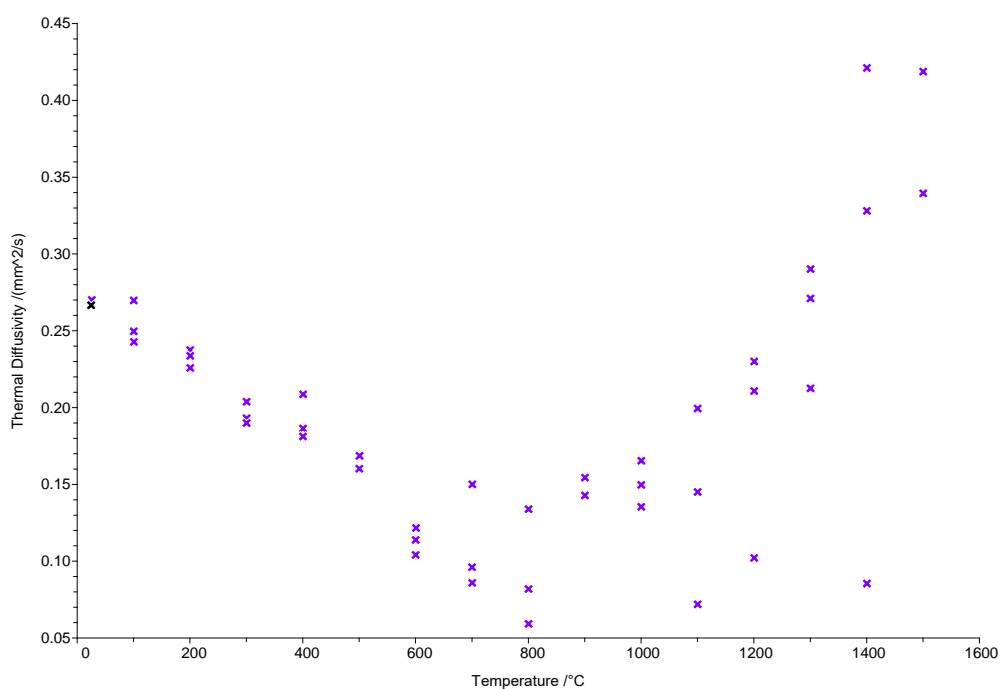
Grubość próbki związana jest bezpośrednio z zachowaniem równoległości dolnej i górnej powierzchni pomiarowej. Powierzchnie nierównoległe i o dużej chropowatości powodują, że grubość rzeczywista może być różna od wartości pomiarowej. Wymaga to bardzo dokładnego i delikatnego (zwłaszcza w przypadku porowatych materiałów ceramicznych przeznaczonych na formy) przygotowania powierzchni próbek. Powstanie w trakcie obróbki mechanicznej pęknięć i rozwarstwień zasadniczo wpływać będzie na uzyskany wynik pomiarów dyfuzyjności i brak ich dokładności.

Prawidłowy dobór grubości próbki wiąże się bezpośrednio z doбором czasu pomiaru. Zastosowanie cienkich próbek pozwala na zmniejszenie czasu akwizycji. Przykładowy wynik zbyt długiego czasu akwizycji danych w temperaturze 900°C oraz jego wpływ na obliczony model przedstawiono na rys. 7.7. W tym przypadku powinien on być zmniejszony z wartości 120 000 do 60 000 ms, co pozwoliłoby na lepsze dopasowanie modelu. Z drugiej strony zbyt krótki czas akwizycji może doprowadzić do błędnych wyników, związanych z błędną interpretacją uzyskanej krzywej.

Wyniki uzyskane w temperaturze otoczenia i 1100°C wskazują na istotny wpływ temperatury na charakter otrzymanego sygnału. Wzrost temperatury powoduje bowiem uruchomienie mechanizmu radiacyjnego przewodzenia ciepła, co wpływa na zwiększenie dyfuzyjności cieplnej. Przy tym efekt ten nasila się wraz ze wzrostem temperatury, co w połączeniu z innymi wspomnianymi czynnikami utrudnia wykonanie pomiarów w temperaturze od ok. 1300 do 1550°C. Generowanie wtórnego promieniowania, będącego efektem wzbudzenia wiązką laserową atomów, powoduje zatem pojawienie się kolejnych problemów metodycznych. Wynikają one nie tylko z konieczności dopasowania czasu akwizycji, ale przede wszystkim potrzeby doboru wystarczająco długiego czasu pomiędzy poszczególnymi strzałami w zadanej temperaturze. Standardowo stosowane są trzy strzały laserowe w każdej temperaturze pomiaru. Przerwa pomiędzy nimi nie przekraczała 1 minuty. Przeprowadzone badania wykazały jednak, że dla tworzyw ceramicznych o dobrych właściwościach izolacyjnych wskazane jest zastosowanie 10 minut przerwy między poszczególnymi strzałami, co pozwala na uzyskanie powtarzalnych wyników. Rezultat zbyt krótkiego czasu między poszczególnymi strzałami przedstawiono na rys. 7.8.



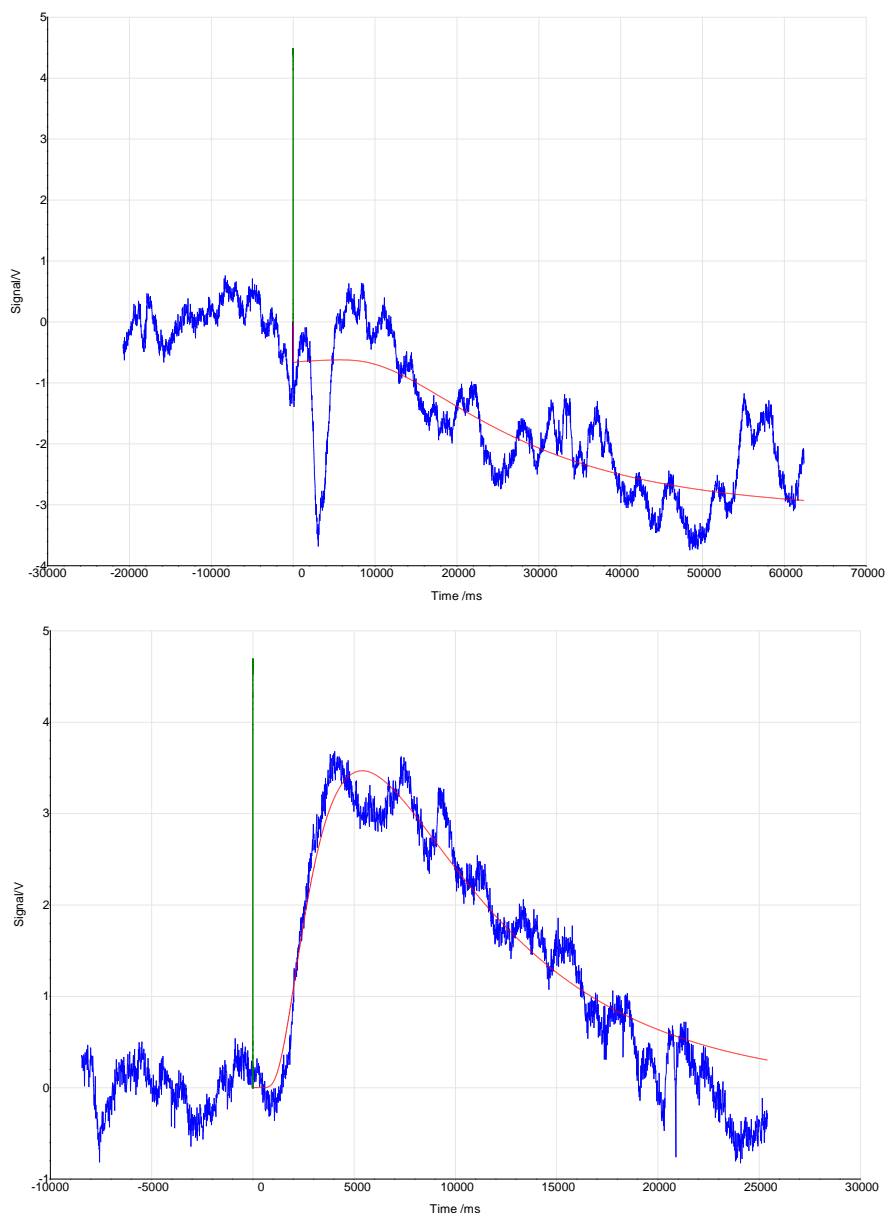
Rys. 7.7. Przykładowy wynik przedstawiający detekcję sygnału o zbyt długim czasie akwizycji



Rys. 7.8. Przykładowy wynik dyfuzyjności z widocznym rozrzutem wyników w wysokiej temperaturze pomiaru

Wyniki te wskazują, że przy zbyt krótkim czasie przerwy wraz ze wzrostem temperatury rośnie rozrzut pojedynczych pomiarów w zadanej wysokiej temperaturze. Zwiększenie temperatury pomiaru powoduje również osłabienie tego sygnału i jego nieustabilizowanie. Przeprowadzone próby wykazały, że poprawę jakości sygnału można uzyskać przez zastosowanie zewnętrznej warstwy grafitowej o dużej grubości, co pozwala nie tylko na poprawę transmisji impulsu laserowego i zmniejszenie jego

rozpraszania, lecz także na jego penetrację w głąb porowatej struktury próbek. W wyniku tego wzrost temperatury nie powoduje całkowitego odparowania grafitu, a jego pozostałości zmniejszają rozpraszanie impulsu na powierzchni, przez co uzyskany sygnał jest zdecydowanie mocniejszy i stabilniejszy. Przykładowy wynik otrzymany dla formy mulitowej pokrytej zbyt małą i odpowiednią ilością grafitu oraz krzywą modelową przedstawiono na rys. 7.9. Uzyskany współczynnik dopasowania był jak na te warunki stosunkowo wysoki i wynosił 0,96555.

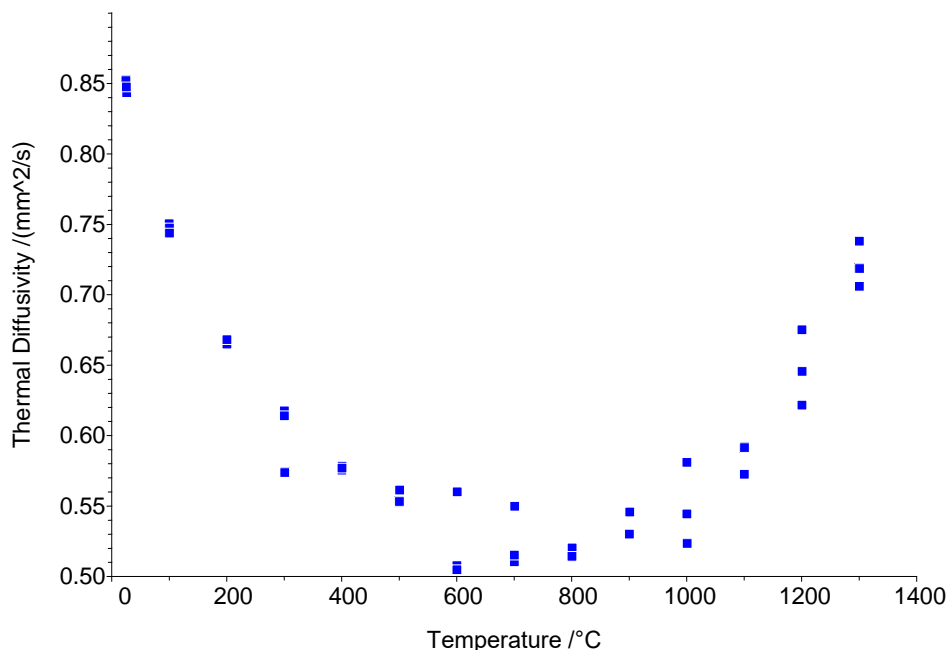


Rys. 7.9. Wpływ warstwy grafitowej na kształt uzyskanych historii temperaturowych (u góry – zbyt mało grafitu, na dole - wystarczająca grubość warstwy)

Ostatnim z czynników, który zidentyfikowano w trakcie badań rozpoznawczych, jest dobór dynamicznych warunków pomiaru, związanych z przepływem gazów

ochronnych. Pozwala to na uniknięcie wpływu wydzielających się gazów na uzyskane wyniki, a z drugiej strony umożliwia zwiększenie trwałości termopar.

Uwzględniając wszystkie wspomniane czynniki, tj. dobierając w praktyce indywidualnie dla każdego strzału czas detekcji, przyjmując za najkorzystniejszą grubość poniżej 5 mm oraz czas pomiędzy impulsami rzędu 5 – 10 minut, a także obustronne pokrycie próbek grafitem, udało się uzyskać zadowalający efekt związany z powtarzalnością uzyskanych wyników (rys. 7.10). Przy tym dotyczy to tylko parametrów związanych z technicznym wykonaniem pomiaru na urządzeniu LFA 427.



Rys. 7.10. Wyniki pomiarów dyfuzyjności cieplnej próbek ceramicznych po zastosowaniu zoptymalizowanych parametrów testu LF - powtarzalność pomiarów

Celem opisanych badań było doprecyzowanie procedur pomiaru dyfuzyjności cieplnej z punktu widzenia uzyskania powtarzalnych wyników dla materiałów ceramicznych. Przeprowadzone badania wykazały, że konieczne jest maksymalne pocienienie próbki do wymiarów rzędu 5 mm, w celu skrócenia czasu pomiaru. Równocześnie czas akwizycji powinien być tak dobrany, aby dobrze dopasowywał model matematyczny opisujący historię temperatury. Wskazane jest również zastosowanie obustronnego pokrywania próbki grafitem oraz wydłużenie do 10 minut czasu pomiędzy poszczególnymi strzałami w zadanej temperaturze.

7.4. Przewodnictwo cieplne w powłokowych barierach cieplnych

Przewodnictwo cieplne w powłokowych barierach cieplnych stanowi krytyczny parametr decydujący o przydatności materiału do pełnienia tej funkcji. Nadrzędnym celem powłok TBC jest bowiem obniżanie temperatury na powierzchni pokrywanego materiału. Przewodność cieplna w powłokach typu TBC jest zjawiskiem złożonym. Zależy od kilku czynników, wśród których wyróżnić można czynniki materiałowe i morfologiczne mikrostruktury, te drugie wynikające z technologii wytwarzania natryśniętej warstwy. Czynniki materiałowe związane jest w głównej mierze ze składem chemicznym proszku ceramicznego oraz z jego składem fazowym i występowaniem defektów sieci krystalograficznej. Każdy materiał ma bowiem unikalny dla niego zestaw właściwości termochemicznych takich jak rozszerzalność cieplna, ciepło właściwe, dyfuzyjność termiczna czy przewodność cieplna. Każdy z tych parametrów opisuje materiał w funkcji temperatury. Dlatego też tak ważne jest znalezienie fazy, która odznacza się stabilnością właściwości w całym zakresie temperatury pracy. Czynniki technologiczne związane jest z kolei z takimi parametrami jak występowanie granic międzyfazowych, obecność nieprzetopionych cząstek, nieciągłości i porowatości w strukturze. Kształt, wielkość, orientacja i udział poszczególnych elementów mikrostruktury zależą zarówno od metody wykorzystanej do wytworzenia warstwy, jak i od morfologii proszków, z których bariera cieplna ma być wykonana [22, 23–25].

Rozważając czynniki materiałowe, można założyć, że transport ciepła w ciałach stałych spowodowany jest przez kierunkowy ruch gazu fononowego przenoszącego energię [24]. Mechanizm fononowy obejmuje przenoszenie wzbudzonej energii termicznej w atomach przez wzbudzenie fali sprężystej w materiale pomiędzy sąsiednimi atomami (fononów). Przewodnictwo cieplne (λ) i związany z nim transport ciepła w fazie stałej są zależne od średniej drogi swobodnej fononów (\bar{l}), ciepła właściwego (C_v) i średniej prędkości fononów (\bar{v}) i określone jest to równaniem (7.6). Najistotniejszym spośród wymienionych czynników, najsilniej wpływającym na obniżenie przewodności cieplnej, jest skrócenie średniej drogi swobodnej fononów.

$$\lambda = \frac{1}{3} C_v \bar{v} \bar{l} \quad (7.6)$$

Prędkość propagacji fali w ciałach stałych wynosi w przybliżeniu kilka km/s, a szybkość przenikania ciepła jest proporcjonalna do gradientu temperatury. Wydajność transportu ciepła regulowana jest przez opór stawiany przez strukturę krystaliczną, wpływający na rozpraszanie fononów. W krystalicznych materiałach

dielektrycznych, jakimi są omawiane ceramiki natryskiwane cieplnie, defekty punktowe, takie jak atomy międzywęzłowe i substytucyjne oraz wakanse, wpływają na drgania sieci, a przez to prowadzą do rozpraszania fononów. Innym aspektem jest występowanie anharmonicznych drgań sieci krystalicznej, również mających konsekwencje w rozpraszaniu fononowym, których intensywność rośnie wraz ze wzrostem temperatury. Skala przytoczonych efektów zależna jest od występujących w sieci fluktuacji masy (różnice mas atomowych) oraz fluktuacji pola odkształceń (na skutek różnych wielkości atomów oraz różnic w energii wiązań międzyatomowych). Wszystkie wspomniane czynniki prowadzą do skrócenia średniej drogi swobodnej fononów [22, 23, 25].

Z technologicznego punktu widzenia głównymi czynnikami wpływającymi na przewodnictwo cieplne w warstwie ceramicznej są aspekty związane z mikrostrukturą i obejmują porowatość, poziom zanieczyszczeń, obecność granic międzyfazowych oraz wielkość ziaren. Podobnie jak w przypadku wad sieci krystalograficznej, pory stanowią przeszkodę dla propagacji fali cieplnej, a tym samym wpływają na obniżenie przewodności cieplnej materiału. Jednak w materiałach porowatych wymiana ciepła przebiega nie tylko przez przewodzenie ciepła, lecz także na zasadzie konwekcji oraz promieniowania cieplnego. Udział promieniowania cieplnego w całkowitym przenikaniu ciepła jest proporcjonalny do wielkości porów i do czwartej potęgi temperatury. Skutkuje to tym, że w wysokiej temperaturze duże pory sprzyjają wzrostowi współczynnika przewodzenia ciepła, gdyż wraz ze wzrostem temperatury prowadzą do zwiększonego przepływu ciepła przez materiał, stanowiąc obszary wzbudzenia promieniowania cieplnego. Z drugiej strony, obecność małych porów, o wymiarach mikrometrycznych, utrudnia przenoszenie ciepła, i to niezależnie od temperatury [22, 23, 25–28].

Z punktu widzenia porowatości powłokowej bariery cieplnej można przyjąć, że spadek przewodności cieplnej jest związany w głównej mierze z udziałem objętościowym porów oraz ich rozmiarem. Empiryczna formuła korelacji pomiędzy porowatością a wymianą ciepła zaproponowana przez [29, 30] nie uwzględnia różnorodności morfologii porów, która ma zasadniczy wpływ na właściwości izolacyjne powłok TBC. Efekt ten uwzględniony został w pracy [31], w której wprowadzono równania uwzględniające kształty porów występujących w powłokach natryskiwanych plazmowo. Określony został wpływ porów horyzontalnych oraz sferycznych oraz wyprowadzono równania opisujące ten wpływ. Założono, że rola porów o charakterze wertykalnym jest pomijalnie mała. We wzorach nie uwzględniony został jednak udział promieniowania cieplnego, które w temperaturze

powyżej 700°C zaczyna odgrywać znaczącą rolę, co wpływa na dokładność podczas stosowania współczynników korelacji w wyżej temperaturze. Sama formuła opiera się na dwóch funkcjach składowych. Pierwszą z nich jest równanie Maxwella (7.7) dotyczące wzajemnie odizolowanych porów o sferycznym kształcie bądź zbliżonym do niego (Ps) [31].

$$\frac{\lambda_{sfer}}{\lambda_{lita}} = 1 - \frac{3}{2} \Phi_{sfer} \quad (7.7)$$

gdzie:

λ_{sfer} – przewodność cieplna uwzględniająca udział porowatości sferycznej,

λ_{lita} – empiryczna przewodność cieplna,

Φ_{sfer} – udział objętościowy porowatości sferycznej.

Drugi element funkcji składowej, równanie (7.8), został opracowany przez Kachanova i uwzględnia wpływ porów horyzontalnych [32, 33]

$$\frac{\lambda_{hor}}{\lambda_{lita}} = 1 - \left(\frac{2\Phi_{hor}}{\pi} \right) \left(\frac{d}{t} \right) \quad (7.8)$$

gdzie:

λ_{hor} – przewodność cieplna uwzględniająca udział porowatości horyzontalnej,

Φ_{hor} – udział objętościowy porowatości sferycznej,

d/t – współczynnik średniej długość do szerokości porów horyzontalnych.

Efektywna wartość przewodnictwa cieplnego zaproponowana przez Scardiego, zmodyfikowana w pracy Jadhowa, przedstawia się równaniem (7.9) [31, 34, 35].

$$\frac{\lambda_{skor}}{\lambda_{lita}} = \frac{1}{2} \left[f_2 \left(\frac{\Phi_{hor}}{1 - \Phi_{sfer}} \right) \cdot f_1(\Phi_{sfer}) + f_1 \left(\frac{\Phi_{sfer}}{1 - \Phi_{hor}} \right) \cdot f_2(\Phi_{hor}) \right] \quad (7.9)$$

gdzie:

λ_{skor} – przewodność cieplna skorygowana uwzględniająca udział porowatości horyzontalnej oraz sferycznej,

f_1 i f_2 – stanowią odpowiednio równania (7.7) i (7.8).

Dokładność zaprezentowanych równań została potwierdzona eksperymentalnie m.in. w pracach [31, 34, 35] odnoszących się do modelowania porów o różnej geometrii w powłokach natryskiwanych cieplnie na przewodnictwo cieplne.

Kolejnym z czynników technologicznych wpływających na właściwości izolacyjne natryskiwanej warstwy jest udział granic ziarn oraz w większym stopniu granic międzyfazowych. Rozpraszanie fononów na granicach wpływa na obniżenie przewodnictwa cieplnego przez zmniejszenie średniej drogi swobodnej fononów. Efekt zależy od wielkości ziaren faz tworzących powłokę bądź wielkości wtrąceń.

Badania określają zależność, w której drobne wtrącenia powodują większy spadek przewodnictwa cieplnego, co ma związek ze zwiększonym udziałem granic [36, 37].

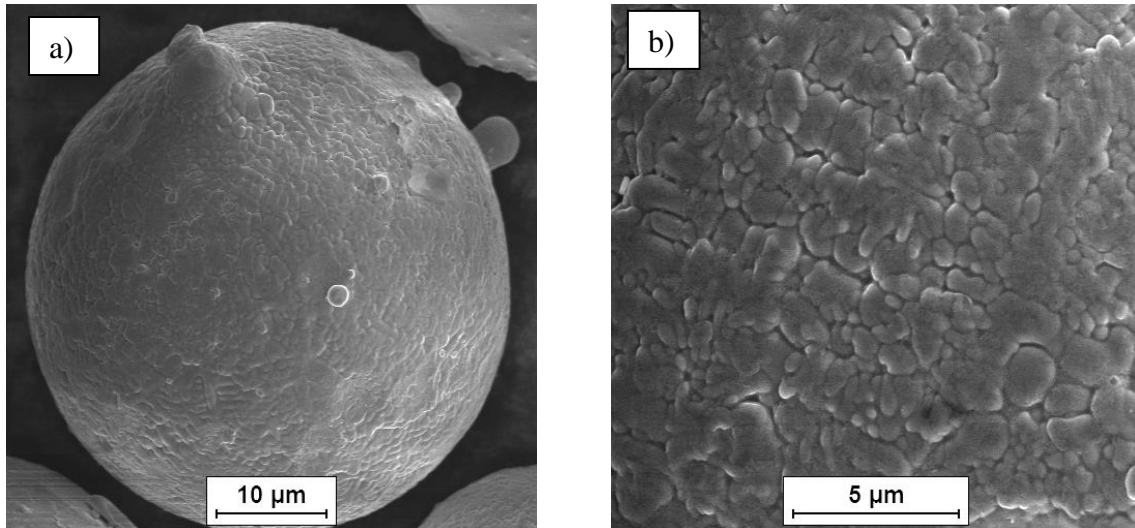
Wiążąc wszystkie rozpatrywane aspekty materiałowe i technologiczne, zaproponowano równanie, w którym średnia droga swobodna fononów w materiałach dielektrycznych (l) wyrażona jest zależnością (10) wynikającą z addytywności dla odwrotności wszystkich efektów rozpraszających przewodzenie ciepła. W przypadku powłok ceramicznych natrykiwanych cieplnie opór jednostkowy dla przewodzenia fononowego stanowi sumę oporów będących zarówno czynnikami materiałowymi, takimi jak l_i – średnia droga swobodna związana z rozpraszaniem anharmonicznym (rozpraszanie Umklapp) i l_d – średnia droga swobodna związana z rozpraszaniem na defektach punktowych, jak i czynnikami wynikającymi z technologii a wpływających na strukturę materiału, czyli l_b – średnia droga swobodna związana z rozpraszaniem na granicach ziarn oraz granicach międzyfazowych czy l_p – średnia droga swobodna związana z rozpraszaniem na drobnych porach w materiale [36-39].

$$\frac{1}{l} = \frac{1}{l_i} + \frac{1}{l_d} + \frac{1}{l_b} + \frac{1}{l_p} \quad (7.10)$$

7.5. Pomiar dyfuzyjności cieplnej powłokowych barier cieplnych – warstwa podkładowa (międzywarstwa)

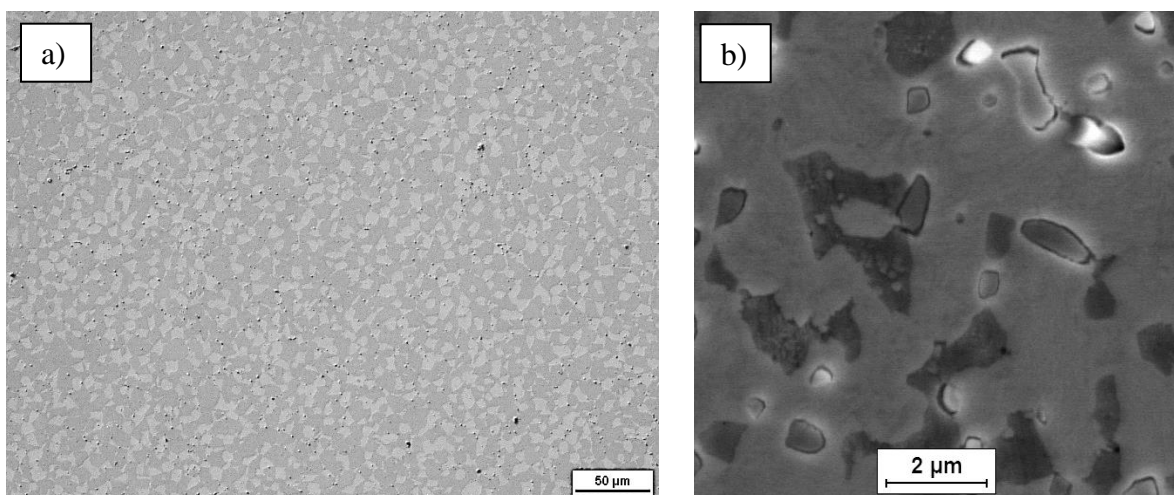
Pomiar dyfuzyjności cieplnej międzywarstwy jest praktycznie niespotykany w literaturze fachowej. Wynika to z trudności wykonania próbek, grubość takiej powłoki bowiem to maksymalnie 200-300 μm . W ramach badań Instytutu Inżynierii Materiałowej badania polegające na ocenie dyfuzyjności cieplnej metodą LF wykonano na powłoce otrzymanej metodą natrysku plazmowego z proszku typu Ni-22Cr-10Al-Y. Dla porównania zrealizowano badania bezpośrednio na proszku tego samego typu po prasowaniu oraz na materiale masywnym otrzymanym metodą metalurgii proszków. Zakres temperaturowy pomiaru wynosił od 25°C do 1200°C. Morfologię zastosowanego materiału wyjściowego przedstawiono na rys. 7.11.

Użyty proszek to materiał dostępny komercyjnie, przeznaczony do natrysku plazmowego powłok żaroodpornych metodami plazmowymi, charakteryzujący się sferycznym kształtem. Wyniki badań składu fazowego wskazują na obecność dominującej fazy Ni_3Al oraz Ni i prawdopodobnie NiAl.

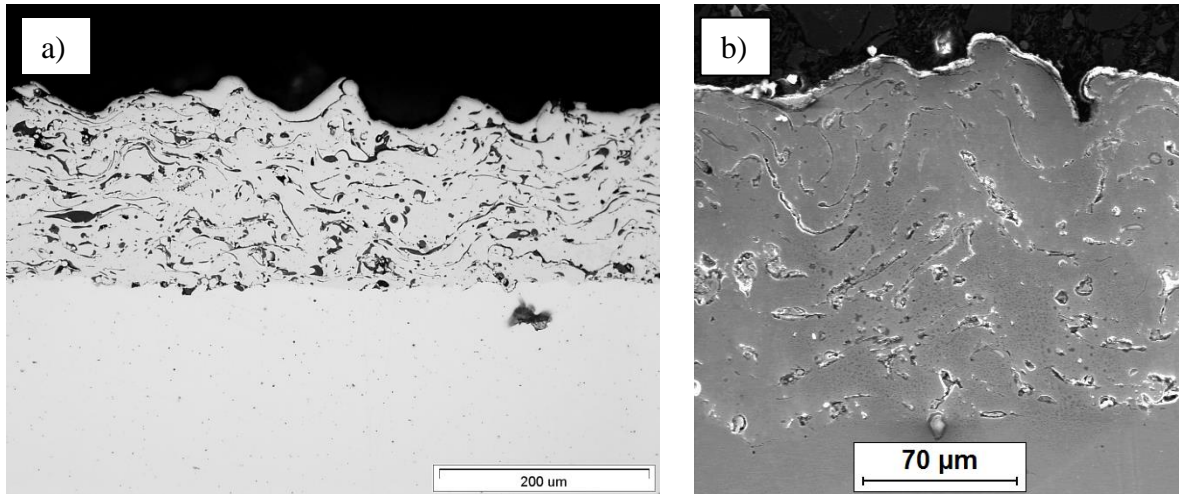


Rys. 7.11. Morfologia proszku typu Ni-22Cr-10Al-Y a) powierzchnia, b) struktura wewnętrzna

Drugim typem materiału był stop otrzymany w wyniku spiekania proszków bazowych w temperaturze 950°C. Ze strukturalnego punktu widzenia materiał ten najbardziej przypomina stopy masywne i stanowić będzie najbardziej realny punkt odniesienia. Wyniki badań strukturalnych tego materiału przedstawiono na rys. 7.12. Ostatnim typem analizowanego materiału była powłoka otrzymana metodą natrysku plazmowego na podłożu typu IN 625. Grubość powłoki wynosiła 125 μm, a jej budowa wewnętrzna przedstawiona została na rys. 7.13. Z punktu widzenia fazowego powłoka po procesie natrysku charakteryzuje się obecnością wtrąceń tlenkowych, niewielką porowatością oraz obecnością faz analogicznych do przypadku stopu masywnego. Sugeruje to, zwłaszcza obecność tlenków i pustek, niższe wartości przewodnictwa cieplnego.

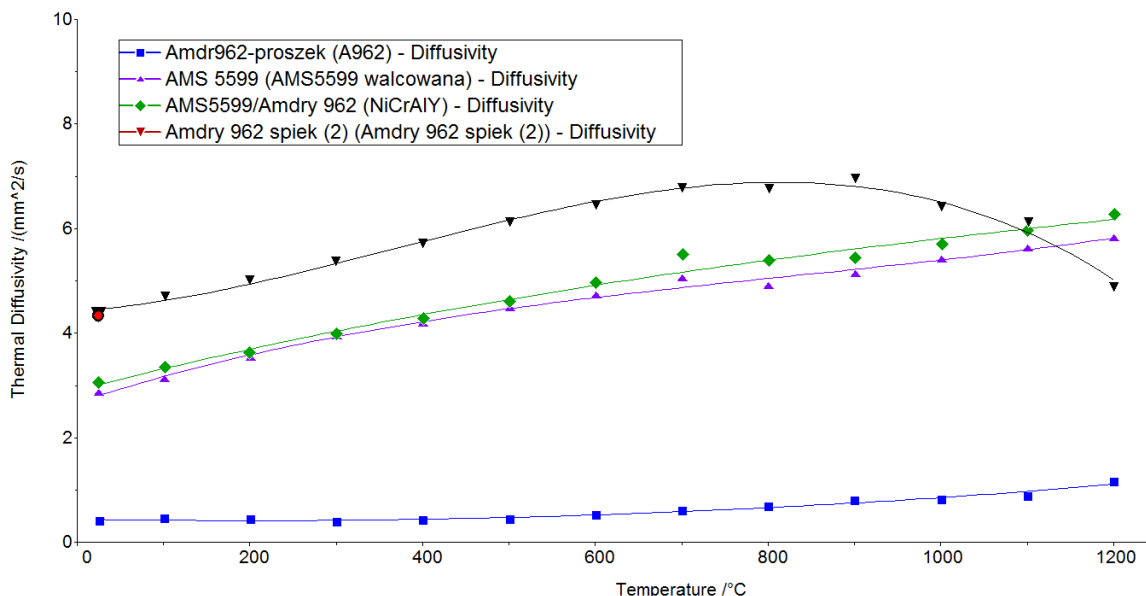


Rys. 7.12. Morfologia stopu typu Ni-22Cr-10Al-Y a) mikroskop świetlny, b) mikroskop skaningowy



Rys. 7.13. Morfologia powłoki typu Ni-22Cr-10Al-Y a) mikroskop świetlny, b) mikroskop skaningowy

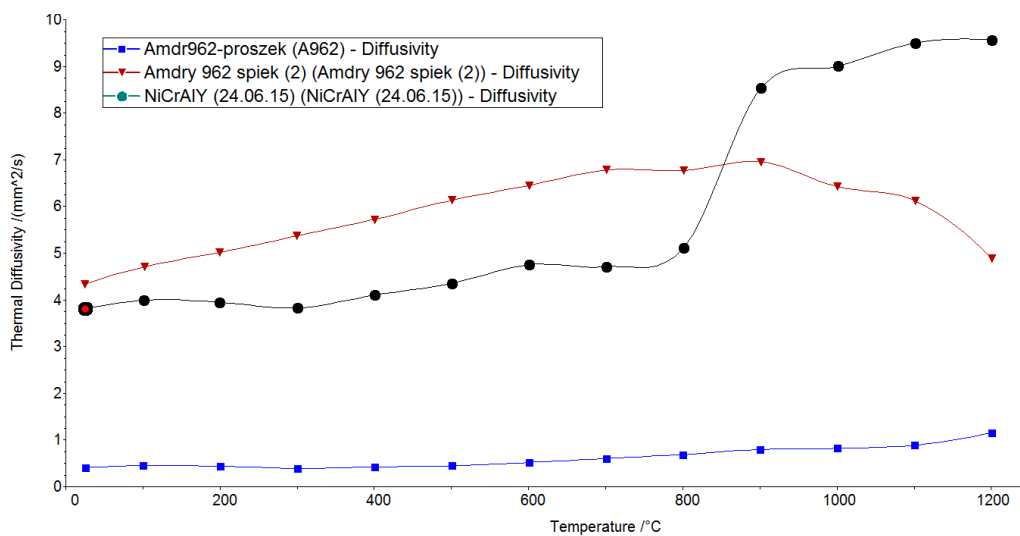
Badania dyfuzyjności cieplnej zrealizowano w zakresie temperatury 25-1200°C z krokiem co 100°C. Pomiary wykonano na próbkach kwadratowych o grubości ok. 2 mm. Analizie poddano następujące formy morfologiczne stopu Ni-22Cr-10Al-Y. Pierwsza z nich to proszek po procesie prasowania, druga stop otrzymany drogą metalurgii proszków z analogicznego proszku, w trzecim przypadku ocenie poddano blachy walcowane ze stopu In 625 z natryśkaną powłoką Ni-22Cr-10Al-Y. Szczegółowe wyniki badań dyfuzyjności cieplnej dla tych materiałów przedstawiono na rys. 7.14.



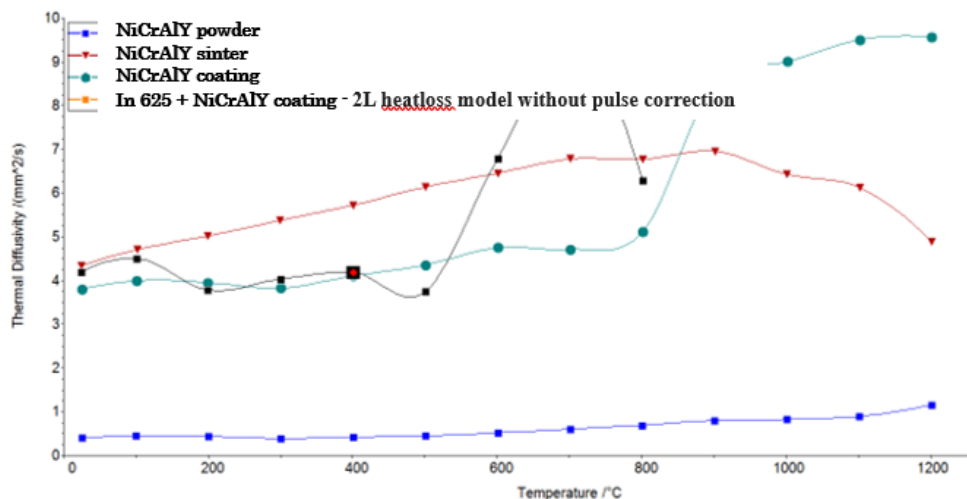
Rys. 7.14. Dyfuzyjność cieplna badanych materiałów

Z uzyskanych danych wynika, że materiał w postaci proszku najbardziej odbiega od pozostałych wyników, co jest rezultatem obecności licznych pustek w próbce. Wynik ten jest błędny i nie odpowiada rzeczywistym właściwościom fizycznym

materiału bazowego. W pozostałych przypadkach można zauważyć, że materiał w postaci spieku charakteryzuje się znacznie wyższą dyfuzyjnością cieplną w stosunku do próbki proszkowej. W celu porównania tego wyniku z próbką w postaci powłokowej usunięto materiał podłoża In 625 i badaniom poddano warstwę w postaci jedynie samodzielnej powłoki. Wyniki tych analiz przedstawiono na rys. 7.15. Z danych tych wynika, że dyfuzyjność cieplna powłoki jest znacznie niższa od dyfuzyjności stopu podstawowego do temperatury ok. 800°C, powyżej następuje zaś jej skokowy wzrost. Obserwowane efekty są związane z obecnością tlenków i porów w strukturze powłoki (zwiększenie właściwości izolacyjnych) oraz silnego wzrostu radiacyjnej składowej transportu ciepła w wyższej temperaturze.



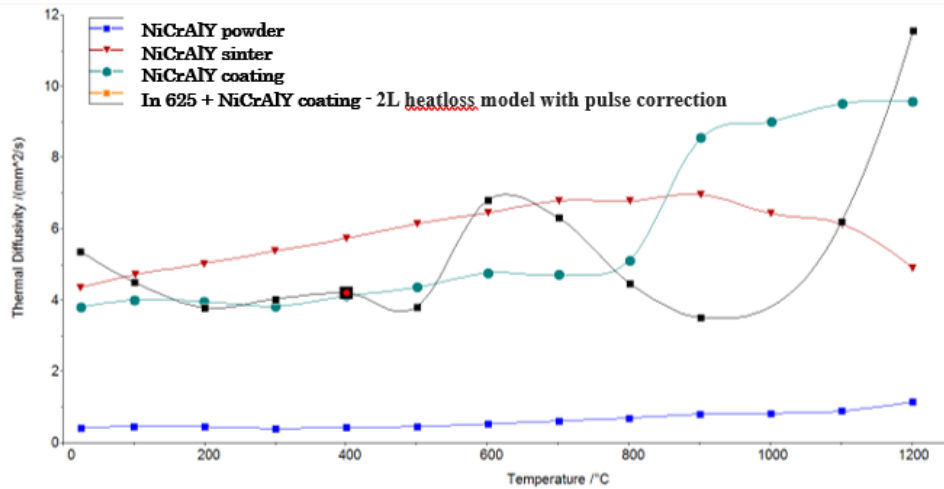
Rys. 7.15. Dyfuzyjność cieplna stopu masywnego i powłoki typu NiCrAlY



Rys. 7.16. Dyfuzyjność cieplna powłoki typu NiCrAlY po obliczeniach modelowych

Oprogramowanie ProteusTM urządzenia LFA 427 pozwala na zastosowanie modelu dwuwarstwowego i obliczenie wartości dyfuzyjności cieplnej relatywnie cienkich

powłok. W tym celu analizie poddano wyniki pomiarów dla próbki In 625 bez warstwy i z warstwą Ni-22Cr-10Al-Y. Zastosowano model dwuwarstwowy bez korekcji i z korekcją impulsu (*2L heatloos*) (rys. 7.16 i 7.17).



Rys. 7.17. Dyfuzyjność cieplna powłoki typu NiCrAlY po obliczeniach modelowych

W przypadku modelu z korekcją impulsu laserowego bardzo dobre przybliżenie danych do modelu uzyskano dla zakresu temperatury do 500°C, podobny efekt otrzymano dla modelu bez korekcji impulsu. W tym drugim przypadku dodatkowo pewne zbliżone wartości uzyskano dla temperatury powyżej 500°C.

Przedstawione badania jednoznacznie wskazują, że morfologia materiałów użytych do badań ma zasadniczy wpływ na wyniki pomiarów dyfuzyjności cieplnej otrzymywanych metodą laserową impulsową, co związane jest z obecnością czynników strukturalnych wpływających na skuteczność transportu ciepła. Jednakże podstawową konkluzją jest stwierdzenie, że najlepsze rezultaty daje bezpośrednie wyznaczenie wartości dyfuzyjności cieplnej powłoki w funkcji temperatury, co może być jednak zadaniem trudnym technicznie do wykonania. Wartości otrzymane dla materiału litego (masywnego) są jedynie zbliżone do rzeczywistych danych uzyskanych dla powłok.

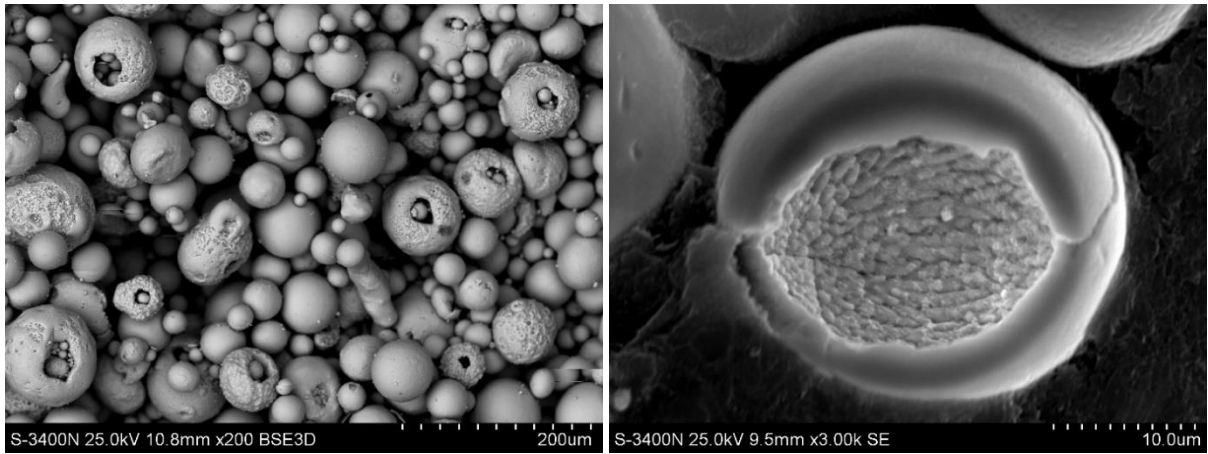
7.6. Pomiar dyfuzyjności cieplnej powłokowych barier cieplnych – warstwa ceramiczna

Znacznie więcej danych literaturowych obecnych jest w zakresie charakterystyki właściwości izolacyjnych materiałów ceramicznych przeznaczonych do natrysku cieplnego warstwy zewnętrznej w powłokowych barierach cieplnych, jak również

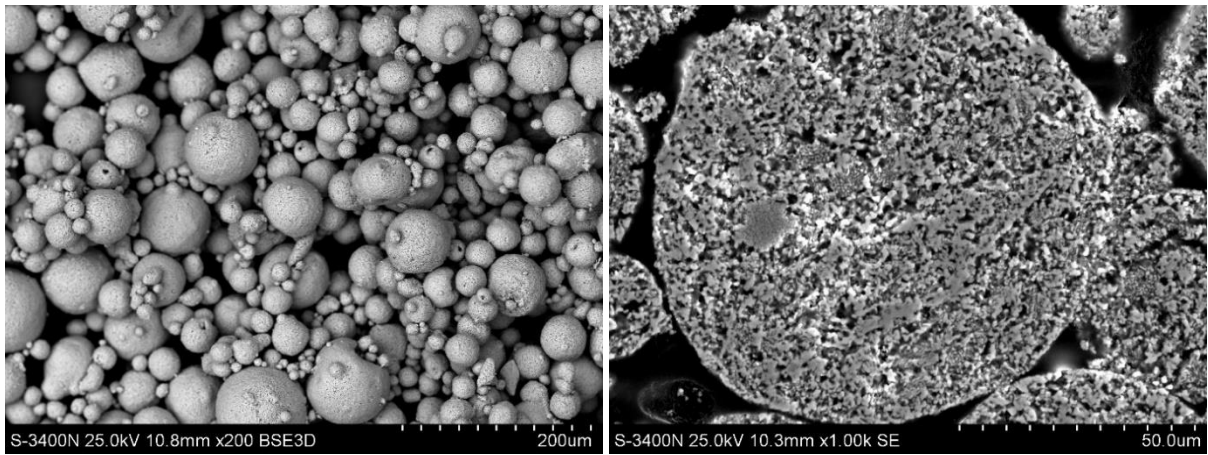
wyników odnoszących się do dyfuzyjności cieplnej samych powłok ceramicznych w postaci wolnej (tzw. *free standing*), a także w układach dwuwarstwowych. W konsekwencji rozrzut danych dotyczących chociażby podstawowego materiału przeznaczonego na warstwę izolacyjną, tj. tlenku cyrkonu modyfikowanego tlenkiem itru (YSZ), jest bardzo duży, co sprawia pewne trudności, np. w doborze parametrów procesu modelowania stanu naprężeń w powłokach TBC. Wskazane jest zatem opracowanie procedury wyznaczania wartości dyfuzyjności cieplnej lub przewodnictwa cieplnego w sposób względnie jednoznaczny i możliwie zbliżony do realnych wartości. W ramach badań realizowanych przez Instytut Inżynierii Materiałowej podjęto tego typu analizy, które wykazały duże różnice w wartościach dyfuzyjności cieplnej w zależności od morfologii i formy przetworzenia bazowych materiałów ceramicznych. Wykazano to na przykładzie proszków ceramicznych otrzymywanych różnymi metodami takimi jak przetapianie plazmowe (HOSPTM), suszenie rozpyłowe (SD) czy też mielenie do wymiarów zbliżonych do tzw. nano. Wyniki tych badań przedstawiono na rys. 7.18, gdzie wykazano, że technologia produkcji ma zasadniczy wpływ na morfologię proszków wyjściowych, a to ma przełożenie na wyniki pomiarów dyfuzyjności cieplnej, które skorygowane o porowatość zgodnie ze wzorem (7.9) przedstawiono na rys. 7.19.

Z kolei na rys. 7.20a przedstawiono porównanie dyfuzyjności cieplnej w zależności od zastosowanych zabiegów, tj. prasowania i prasowania wraz ze spiekaniem. Z danych tych wynika, że wartość skorygowana dyfuzyjności cieplnej zgodnie z równaniem (7.9) jest najbardziej zbliżona do wyników uzyskanych dla próbek prasowanych i spiekanych.

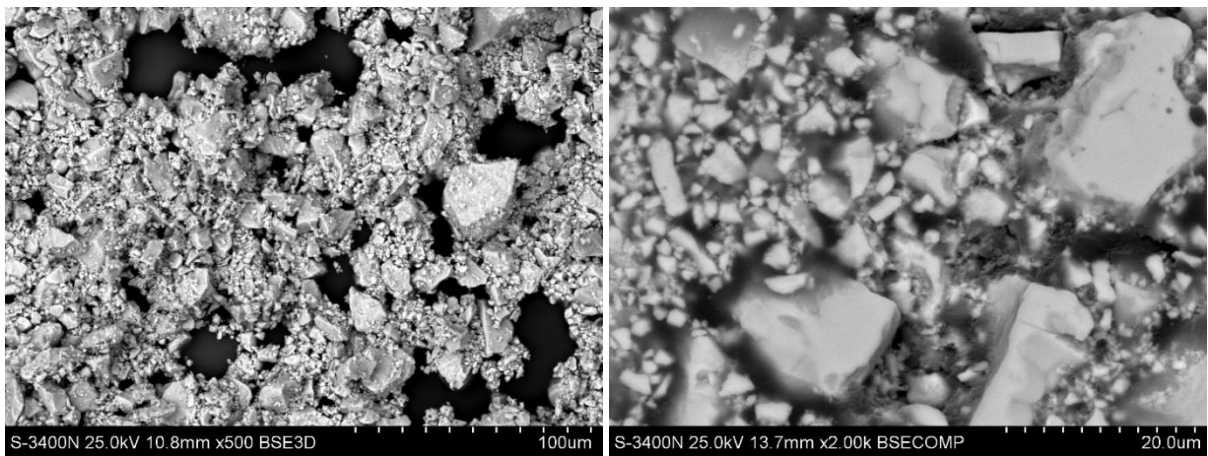
Wykazano również bardzo silny wpływ samej metody syntezy. Najwyższą dyfuzyjność zanotowano w tym przypadku dla prasowanych i spiekanych proszków YSZ otrzymanych metodą chemiczną na mokro (C-P), niższe wartości uzyskano dla proszków otrzymanych na drodze syntezy w stanie stałym. Próbką otrzymana w wyniku prasowania i spiekania proszków komercyjnych wykazała natomiast najniższe wartości tego parametru w całym zakresie pomiarowym (rys. 7.20b). Różnice te wynikają ze struktury wewnętrznej otrzymanych spieków, w tym w szczególności wewnętrznej porowatości stanowiącej podstawową przyczynę obserwowanych zjawisk.



HOSP™

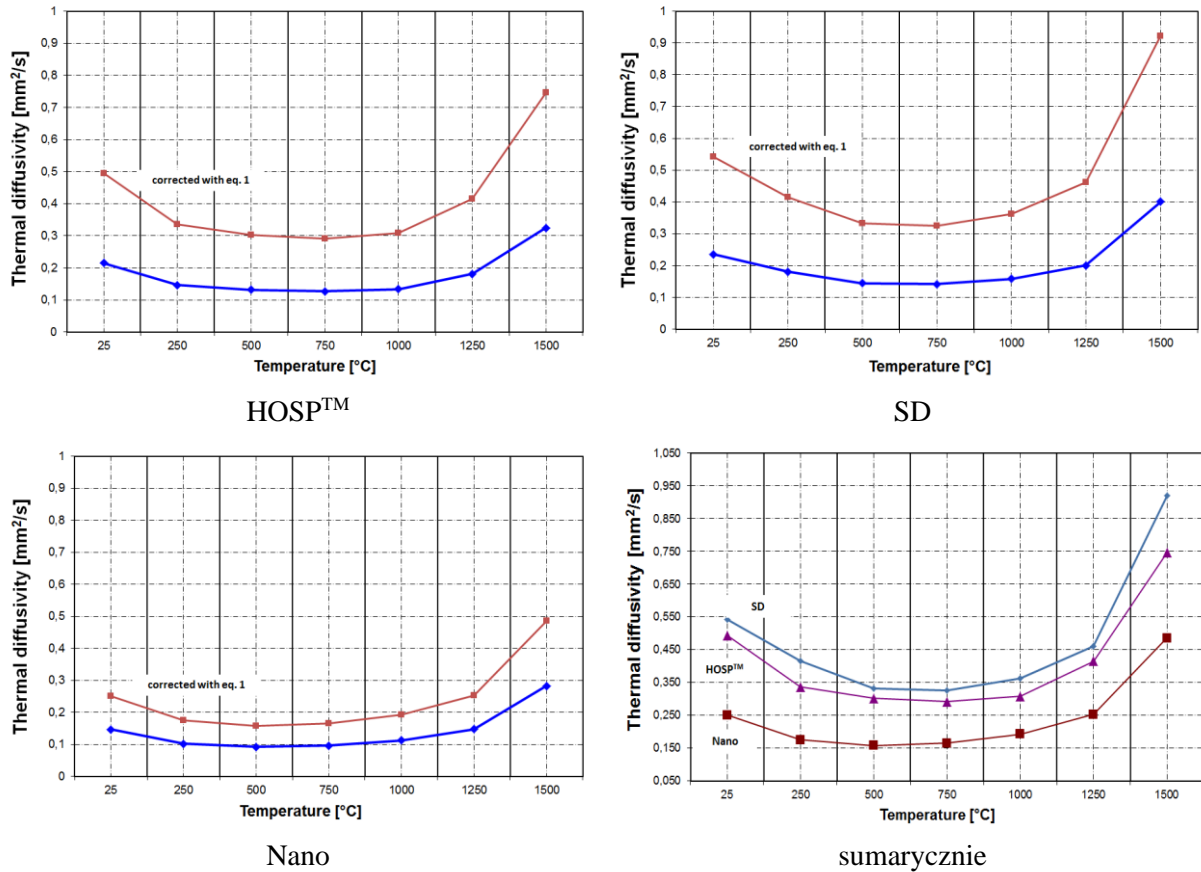


SD

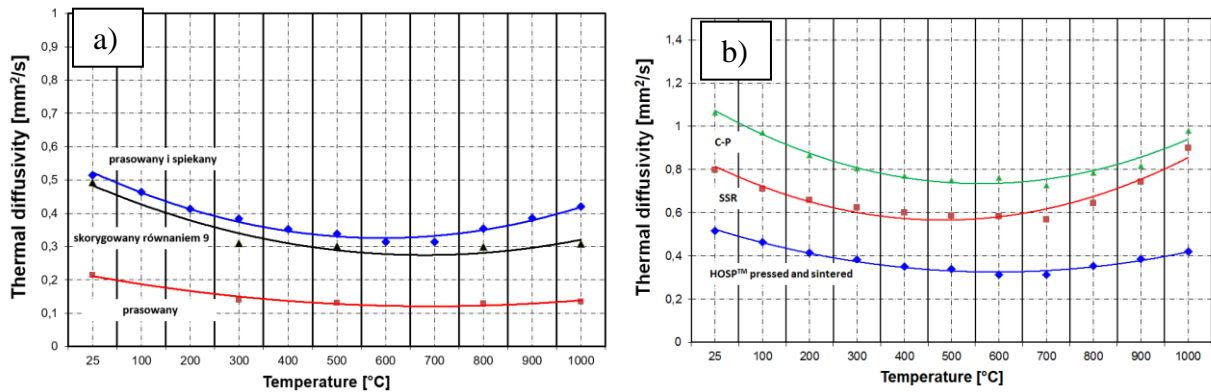


Nano

Rys. 7.18. Morfologia proszków YSZ przeznaczonych do natrysku plazmowego powłok TBC

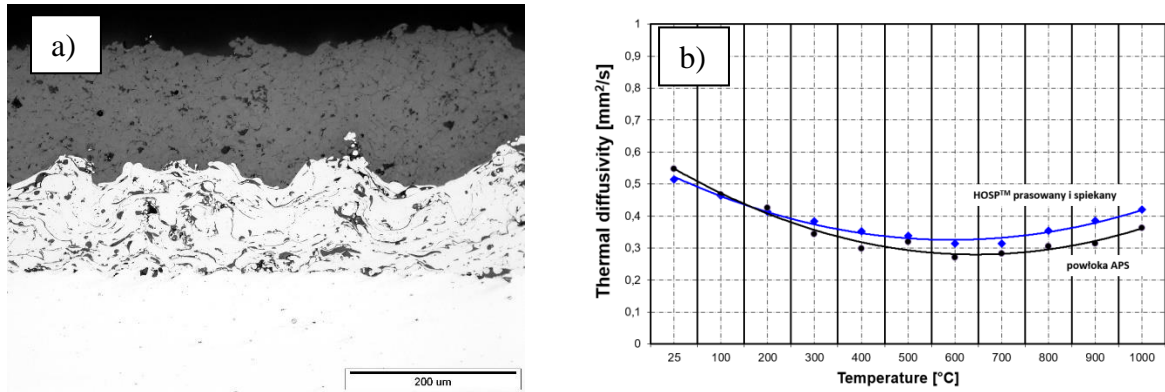


Rys. 7.19. Dyfuzyjność cieplna proszków YSZ przeznaczonych do natrysku plazmowego powłok TBC, skorygowana wzorem (9)



Rys. 7.20. Dyfuzyjność cieplna proszków YSZ przeznaczonych do natrysku plazmowego powłok TBC prasowanych i spiekanych (a) oraz otrzymanych różnymi procesami syntezy (b)

W finalnym przypadku porównano dyfuzyjność cieplną rzeczywistej powłoki, którą to wyznaczono, stosując wspomniany model dwuwarstwowy. Stwierdzono, że uzyskane wartości są bardzo dobrze porównywalne z wynikami otrzymanymi dla proszków wyjściowych HOSPTM poddanych prasowaniu i spiekaniu, co przedstawiono na rys. 7.21.



Rys. 7.21. Mikrostruktura (a) i dyfuzyjność cieplna proszku YSZ typu HOSPTM po prasowaniu i spiekaniu oraz powłoki po procesie natrysku APS

7.7. Podsumowanie

Metodyka pomiarów dyfuzyjności cieplnej opracowania została w ramach pierwotnego projektu zamawianego MNiSW nr 01/I/2007 pt.: *Technologia modyfikacji warstwy wierzchniej zaawansowanych materiałów konstrukcyjnych*, zadania pt.: *Opracowanie podstaw technologii otrzymywania, metodą natryskiwania cieplnego, powłokowych barier cieplnych (TBC) z wykorzystaniem nowych materiałów ceramicznych oraz charakterystyka ich właściwości*, realizowanego w latach 2007–2010. Badanie to następnie kontynuowano w ramach projektu strategicznego pt.: *Zaawansowane materiały i technologie ich wytwarzania* (nr wniosku: POIG.01.01.02-00-015/09) w latach 2010-2015 oraz projektu NCN pt.: *Nieniszcząca metoda wyznaczania przewodności cieplnej ciał stałych*, realizowanego w latach 2014–2017.

Wyniki badań właściwości izolacyjnych powłok TBC opierające się na opracowanych zasadach opublikowane zostały w wielu pracach naukowych, w tym np. w *Journal of European Ceramic Society*. Weryfikacji naukowej poddano również samą metodologię pomiaru dyfuzyjności cieplnej, która szczegółowo została opisana w czasopiśmie *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*.

Ponadto wykorzystano je w badaniach stanowiących podstawę rozpraw doktorskich i rozprawy habilitacyjnej zatytułowanych:

- „Odporność korozyjna powłokowych barier cieplnych na bazie pierwiastków ziem rzadkich” – Sebastian Jucha;
- „Struktura i właściwości cieplne tlenków $A_2B_2O_7$ o sieci krystalicznej typu pirochloru” – Michał Stopyra;
- „Mikrostruktura i właściwości natryskiwanych plazmowo powłokowych barier cieplnych na bazie cyrkonianu gadolinu” – Grzegorz Moskal.

Bibliografia

1. Pluta M., *Advanced Light Microscopy*, vol. 2, Specialized Methods, PWN - Elsevier, Warszawa - Amsterdam, 1989.
2. Parker W.J., Jenkins R.J., Butler C.P., Abbott G.L., Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity and Thermal Conductivity, *Japan Journal of Applied Physic* 32, 1961, 1679.
3. Parker W.J., Jenkins R.J., Thermal Conductivity Measurements of Bismuth Telluride in the Presence of a 2 MeV Electron Beam, *Advances in Energy Conversion* 2, 1962, 872.
4. Nasu S., Fukushima S., Ohmichi T., Kikuchi T., Thermal Diffusivity of Uranium by Laser Pulse Method from 20 to 650°C, *Japapan Journal of Applied Physic* 7, 1968, 662.
5. Balageas D.L. , *Techniques de l'Ingenieur* 10, (1986), R2, 955.
6. Watt D.A., Theory of Thermal Diffusivity by Pulse Technique, *British Journal of Applied Physic* 17, (1986), 231.
7. Taylor R.E., Critical Evaluation of Flash Method for Measuring Thermal Conductivity, *Revue Internationale des Hautes Températures et des Réfractaires* 12, 1975, 141.
8. Wojtatowicz T.W., *Badania właściwości fizycznych ciał porowatych przy pomocy promieniowania laserowego*, Praca doktorska, Uniwersytet Łódzki, Łódź, 1996.
9. Heckman R.C., Finite Pulse-Time and Heat-Loss Effects in Pulse Thermal Diffusivity Measurements, *Journal of Applied Physic* 44, 1973, 1455.
10. Cowan R.D., Pulse Method of Measuring Thermal Diffusivity at High Temperatures, *Journal of Applied Physic* 14, 1963, 926.
11. Clark J.C., Taylor R.E., Radiation Loss in the Flash Method for Thermal Diffusivity, *Journal of Applied Physic* 46, 1975, 714.
12. Cape J.A., Lehman G.W., Temperature and Finite-Time Effects in the Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity, *Journal of Applied Physic* 34, (1963), 1909.
13. H.M. James: Some extensions of the Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity, *Journal of Applied Physic* 1980, 4666.
14. Srivasan N.S., Xiao X.G., Seetharaman S., Radiation Effects in High-Temperature Thermal Diffusion Measurements using the Laser Flash Method, *Journal of Applied Physic* 75, 1994, 2325.
15. Taylor R.E., Clark III L.M., *High Temperature - High Pressure* 6, 1974, 62.

16. Beedham K., Dalrymple I.P., The measurement of thermal diffusivity by the flash method. An Investigation into Errors Arising from the Boundary Conditions, *Revue Internationale des Hautes Températures et des Réfractaires* 7, 1970, 278.
17. MacKay J.A., Schriempf J.T., Corrections for nonuniform surface-heating errors in flash-method thermal-diffusivity measurements, *Journal of Applied Physics* 47, 1976, 1668.
18. Taylor R.E., Critical Evaluation of Flash Method for Measuring Thermal Diffusivity, *Revue Internationale des Hautes Températures et des Réfractaires* 12, 1975, 141.
19. Kerrisk J.F., Thermal Diffusivity of Heterogenous Materials, *Journal of Applied Physics* 42, 1971, 267.
20. Kerrisk J.F., Thermal Diffusivity of Heterogenous Materials. II. Limits of the Steady-State Approximation, *Journal of Applied Physics* 43, 1972, 112.
21. Albers A.P., Restivo T.A.G., Pagano L., Baldo J.B., Effect of testing conditions on the laser flash thermal diffusivity measurement of ceramics, *Termochimica Acta* 370, 2001, 111.
22. Wang Z., Kulkarni A., Deshpande S., Nakamura T., & Herman, H., Effects of pores and interfaces on effective properties of plasma sprayed zirconia coatings. *Acta Materialia*, 51, 2003, 5319-5334.
23. Herman H., Plasma sprayed coatings, *Scientific American*, 259, 1998, 112-117.
24. Kittel, C., *Introduction to Solid State Physics*, New York: Wiley 1996.
25. Kulkarni A., Wang Z., Nakamura T., Sampath S., Goland A., Herman, H., Steinbrecht R.W., Comprehensive microstructural characterization and predictive property modelling of plasma-sprayed zirconia coatings, *Acta Materialia* 5, 2003, 2457-2475.
26. Abeles B., Lattice thermal conductivity of disordered semiconductor alloys at high temperatures, *Physical Review* 131, 1963, 1906-1911.
27. Slack G. A., Effect of isotopes on low-temperature thermal conductivity, *Physical Review* 105, 1957, 829-831.
28. Yang J., Meisner G. P., Chen L., Strain field fluctuation effects on lattice thermal conductivity of ZrNiSn-based thermoelectric compounds, *Applied Physical Letters* 85, 2004, 1140-1142.
29. Klemens, P. G., Thermal conductivity of inhomogeneous media, *High Temperatures-High Pressures* 23, 1991, 241-248.

30. Schlichting K. W., Padture N. P., Klemens P. G., Thermal conductivity of dense and porous yttria stabilized zirconia, *Journal of Materials Science* 36, 2001, 3003-3010.
31. Jadhav, A.D., Padture, N.P., Jordan, E.H., Gell, M., Miranzo, P., Fuller, Jr., E.R., Low thermal conductivity plasma-sprayed thermal barrier coatings with engineered microstructures, *Acta Materialia* 54, 2006, 3343-3349.
32. Seviostanov, I., Kachanov, M., Plasma-sprayed ceramic coatings: Anisotropic elastic and conductive properties in relation to the microstructure. Cross-property correlations, *Materials Science Engineering A* 297, 2001, 235-243.
33. Shafiro, B., Kachanov, M., Anisotropic effective conductivity of materials with nonrandomly oriented inclusions of diverse ellipsoidal shapes, *Journal of Applied Physic* 87, 2000, 8561-8569.
34. Scardi, P., Cernuschi, F., Leoni, M. Figari, A., Microstructure and Heat transfer phenomena in ceramic thermal barrier coatings, *Journal of American Ceramic Society* 84, 2001, 827-835.
35. Cernuschi, F., Ahmaniemi, S., Vuoristo, P., & Mantyla, T. J., Modelling of thermal conductivity of porous materials: application to thick thermal barrier coatings, *Journal of European Ceramic Society* 24, 2004, 2657-2667.
36. Klemens P.G., Theory of Thermal Conduction in Thin Ceramic Films, *International Journal of Thermophysics* 22, 2001, 265–275.
37. Lehmann, H., Pitzer, D., Pracht, G., Vassen, R., Stover, D., Thermal Conductivity and Thermal Expansion Coefficients of the Lanthanum Rare-Earth-Element Zirconate System, *Journal of the American Ceramic Society* 86, 2003, 1338-1344.
38. Wan C.L, Pan W., Xu Q., Qin Y.X., Wang J.D., Qu Z.X., Fang M.H., Effect of point defects on the thermal transport properties of $(\text{La}_x\text{Gd}_{1-x})_2\text{Zr}_2\text{O}_7$: Experiment and theoretical model, *Physical Review B* 74, 2006, 144109.
39. Berman R., *Thermal Conduction in Solids*, Clarendon Press, Oxford, 1976.

List of figures

Fig. 7.1. Schematic idea of laser-flash method

Fig. 7.2. An example of temperature history with correct detection of measured signal

Fig. 7.3. The main view of laser impulse inducing of elastic wave in analysed material

Fig. 7.4. The history of temperature in an ideal and real condition of measurement and correction lines in Val and BEG models

Fig. 7.5. The influence of base line in VAL and BEG corrections models on thermal diffusivity value

Fig. 7.6. The influence of colloidal graphite of thermal diffusivity value

Fig. 7.7. An example result of signal detection with too long acquisition time

Fig. 7.8. An example result of thermal diffusivity measurement with high level of dispersion at high temperature

Fig. 7.9. The influence of graphite layer on the shape of history of temperature (up – to low graphite, down – correct thickness of graphite layer)

Fig. 7.10. Results of thermal diffusivity measurement after LF measurement parameters optimization – repeatability of measurements

Fig. 7.11. Morphology of Ni-22Cr-10Al-Y powder: a) top surface of granule, b) internal structure in the core of granule

Fig. 7.12. Morphology of Ni-22Cr-10Al-Y massive alloy: a) OM picture, b) SEM microstructure

Fig. 7.13. Morphology of Ni-22Cr-10Al-Y coating: a) OM picture, b) SEM microstructure

Fig. 7.14. Thermal diffusivity results for analysed materials

Fig. 7.15. Thermal diffusivity results for massive alloy and coating of NiCrAlY type

Fig. 7.16. Thermal diffusivity results for NiCrAlY after re-calculating with Proteus models

Fig. 7.17. Thermal diffusivity results for NiCrAlY after re-calculating with Proteus models

Fig. 7.18. Morphology of YSZ powders dedicated to plasma spraying of TBC

Fig. 7.19. Thermal diffusivity of YSZ powders dedicated to plasma spraying of TBC, corrected by equation (9)

Fig. 7.20. Thermal diffusivity of YSZ powders dedicated to plasma spraying of TBC after pressing and sintering (a) and synthesized by different routes (b)

Fig. 7.21. Microstructure (a) and thermal diffusivity of HOSP™ YSZ powder after pressing and sintering and coating after APS process

Bożena GAJDZIK ¹, Sandra GRABOWSKA ¹, Krzysztof NOWACKI ¹

Rozdział 8

ZAKRES METODYKI BADAŃ INŻYNIERII PRODUKCJI W DOBIE ROZWOJU KONCEPCJI PRZEMYSŁ 4.0 – WYZWANIA

8.1. Wprowadzenie

Przemysł 4.0 to określenie stosowane dla zmian wdrażanych w poszczególnych branżach w związku z czwartą rewolucją przemysłową, którą cechują robotyzacja procesów wytwarzania i informatyzacja przepływów. W przemyśle 4.0 następuje zintegrowanie technologii informatycznej (IT) i technologii przemysłowej na poziomie operacyjnym przedsiębiorstw (OT). Rozwiązania stosowane w przedsiębiorstwach na poziomie 4.0 są udoskonaloną formą powiązań cybernetycznych (świata wirtualnego) i fizycznych (świata realnego).

Początki przemysłu 4.0 datuje się od 2011 roku. Krajem, który zapoczątkował wdrożenie najnowszych rozwiązań cyberfizycznych w przemyśle, były Niemcy. W roku 2011 na Targach Hanowerskich określenie to zostało użyte po raz pierwszy przy prezentacjach dotyczących przyszłości przemysłu. W wyniku prac grupy roboczej reprezentantów niemieckiego biznesu, przemysłu i nauki powstał opublikowany w 2013 roku dokument przedstawiający rekomendacje dla wdrożenia programu nazwanego „Strategiczną inicjatywą INDUSTRIE 4.0”, w którym przedstawiono obraz nowej rzeczywistości, kształtowanej przez rewolucyjne zmiany w przemyśle. Określenie Industrie 4.0 pojawiło się również w opracowanym przez rząd Niemiec planie działań High-Tech Strategy 2020 jako jeden z kluczowych obszarów tej strategii o nazwie: „Cyfrowa gospodarka i społeczeństwo”. W Polsce koncepcja przemysłu 4.0 pojawiła się za sprawą polityków i naukowców. W polityce gospodarczej kraju stawia się od kilku lat na rozwój cyfryzacji (digitalizacji). Przedsiębiorstwa funkcjonujące na polskim rynku, a należące do kapitału

¹Politechnika Śląska, Wydział Inżynierii Materiałowej

zagranicznego (filie, oddziały przedsiębiorstw międzynarodowych) w niektórych branżach przemysłu (motoryzacja, sprzęt gospodarstwa domowego) osiągnęły już poziom 3.0 rewolucji przemysłowej, czyli pełnej automatyzacji czynności wytwórczych (podstawowych i pomocniczych) i wkraczają na poziom 4.0. W ostatnich latach odbyło się wiele konferencji poświęconych tematyce Przemysłu 4.0, a wyspecjalizowane firmy konsultingowo-doradcze i ośrodki naukowe opublikowały pierwsze raporty o przygotowaniu przemysłu w Polsce (poszczególnych branż) do osiągnięcia poziomu 4.0.

W świetle powyższych faktów przytoczono wyzwania stawiane inżynierii produkcji (w ramach poszczególnych obszarów badawczych) i procesom produkcyjnym wybranych branż przemysłu, umożliwiające ich rozwój w perspektywie Przemysłu 4.0.

Niniejsza publikacja powstała na podstawie studium literaturowego i wiedzy eksperckiej autorów oraz pięcioletniego doświadczenia pracowników Katedry Inżynierii Produkcji stanowi istotny wkład w rozwój naukowy inżynierii produkcji w zakresie jej adaptacji do nowych wymogów inteligentnej produkcji, funkcjonującej w układzie cyberfizycznych systemów przy szerokim dostępie do możliwości, jakie daje Internet, w postaci Internetu Rzeczy (*Internet of Things* - IoT).

8.2. Czwarta rewolucja przemysłowa

Warunki gospodarki rynkowej i dokonujące się zmiany w systemie społecznym i gospodarczym w kraju, w Europie i na świecie spowodowały przeobrażenia na rynku pracy. Postępująca koncentracja kapitału w rękach międzynarodowych korporacji i rosnąca rola silnych międzynarodowych grup kapitałowych spowodowały globalizację produkcji i globalizację dostępu do informacji. Cechami charakterystycznymi przemysłu współczesnego wieku są wzrost produkcji, duża liczba produktów, szeroki dostęp do ofert sprzedaży, łatwość zakupu wyrobów, krótki czas realizacji zamówień, szybka dostawa wyrobów do finalnych klientów itp. W globalnej gospodarce informacje, pracownicy, materiały, produkty, kapitał przemieszczają się po całym świecie w coraz większych ilościach i z coraz większą szybkością. Produkty oferowane na rynku dają się pogrupować w dwie kategorie: produkty masowe i produkty indywidualne (spersonalizowane). W odniesieniu do jednej oraz drugiej kategorii produktów stawia się na budowanie wartości dla klientów (przez cechy materialne i niematerialne oferowanych do sprzedaży wyrobów). Wraz z rozwojem IT

rośnie w wydatkach na produkcję udział kosztów działań związanych z pozyskiwaniem i przetwarzaniem informacji dotyczących projektowania, wytwarzania oraz sprzedaży. Powstają nowe, „niematerialne” składniki kosztów, związane z pojawieniem się nowych, „intelektualnych” kosztów rodzajowych [1] związanych z przygotowaniem kadry do obsługi cyberfizycznych systemów wytwarzania (ang. *cyber-physical production system* – CPPS) w ramach Przemysłu 4.0 [2].

Przemysł 4.0 to zbiorcze pojęcie oznaczające integrację inteligentnych maszyn, systemów oraz wprowadzanie zmian w procesach produkcyjnych, mających na celu zwiększenie wydajności wytwarzania oraz wprowadzenie możliwości elastycznych zmian asortymentu. Przemysł 4.0 odnosi się nie tylko do technologii, lecz także do nowych sposobów pracy i nowej roli ludzi w przemyśle. Nurt ten znajduje wyraz w konieczności ciągłego doskonalenia produkcji i szybkiej reorganizacji oraz wdrażania innowacji technologicznych [3, 4]. W innowacyjnych systemach produkcyjnych opartych na inteligentnej technologii dąży się do wypracowania konkurencyjności i zysku firm (ang. *smart factory*) między innymi poprzez ograniczenie kadr na rzecz zastosowania robotów na liniach produkcyjnych oraz ogólnego dostępu do danych i informacji przez platformy biznesowe w ramach Internetu Rzeczy (ang. *Internet of Things* – IoT) i Internetu Usług (ang. *Internet of Services* – IoS). Aby uzyskać przewagę konkurencyjną, nie wystarczy jednak zaprojektować cyberfizyczny system produkcyjny, który będzie produkował wyroby bez udziału ludzi, lecz trzeba go wdrożyć w istniejących strukturach organizacji i ukierunkować na wytwarzanie wyrobów i świadczenie usług o wyższych standardach jakości oraz szybciej i taniej niż konkurencja, a przede wszystkim zgodnie z oczekiwaniami klientów. Istotą przemysłu 4.0 jest wysoka personalizacja wyrobów. W ramach cyberfizycznych systemów CPS, będących połączeniem elementów cybernetycznych i fizycznych, można otrzymywać produkty lepsze niż dotychczas (dokładność i precyzja wykonania czynności przez roboty jest większa niż pracowników), jak i jest gwarancją powtarzalności poszczególnych operacji. Kładąc nacisk na doskonalenie robotów uzyskuje się tym samym doskonalszy przebieg produkcji.

Komponenty materialne tworzące nowe linie technologiczne to produkty inteligentne – mają one dodatkowe funkcje w ramach systemu czy też Internetu Rzeczy, np. informują o stopniu zużycia urządzenia, śledzą na bieżąco (w czasie rzeczywistym) parametry techniczne. Są również w stanie odbierać dane na wejściu do urządzenia i przekazywać informacje zwrotne do systemu bazowego [5]. W Przemysle 4.0 dostęp do danych jest możliwy z dowolnego miejsca na świecie. Decydenci nie muszą podejmować decyzji zza biurka. Przedsiębiorstwa we współpracy z firmami

branży IT po zamontowaniu czujników i przekaźników na poszczególnych urządzeniach śledzą na bieżąco przebieg procesu produkcyjnego przez urządzenia mobilne. Również odbiorcy mają nieograniczony czasowo i przestrzennie dostęp do oferty firmy. Zamawianie produktów zostało uproszczone, dzięki komunikacji internetowej i zintegrowanym systemom informatycznym. Skróceniu ulega również czas realizacji zamówień. W logistyce końca ubiegłego wieku przyjmowano, że zgodnie z zasadą kompresji czasu od chwili złożenia zamówienia do jego realizacji powinny upłynąć nie więcej niż 24 godziny [6]. W Przemysłe 4.0, a właściwie logistyce 4.0, zakłada się limit 1 godziny na realizację zamówienia, zwłaszcza w dużych ośrodkach przemysłowych o silnym zagęszczeniu ludzi i prawie nieograniczonym dostępie do surowców i komponentów.

W sytuacji gdy firmy i odbiorcy mają dostęp do Internetu Rzeczy, firmy konkurować mogą ze sobą jedynie w szybszej realizacji spersonalizowanych zamówień klientów. Dotyczy to zarówno sektorów przemysłu obsługujących klienta fizycznego, np. przemysł odzieżowy, obuwniczy, samochodowy, sprzętu gospodarstwa domowego, jak i sektorów przemysłu tradycyjnego, w tym hutniczego [7]. Wizja Przemysłu 4.0 to inteligentne fabryki zbudowane z inteligentnych systemów cyberfizycznych, które są autonomiczne (nie wymagają bezpośredniego sterowania urządzeniami przez ludzi) i mają właściwości samokonfiguracji oraz samokontroli czy naprawiania się, a przede wszystkim samouczenia się na podstawie realizowanych operacji. Każde zatem indywidualne zlecenie klienta jest wyzwaniem dla cyberfizycznych systemów wytwarzania. Realizacja spersonalizowanych zamówień dostarcza urządzeniom informacji, a właściwie wiedzy, która powstała w odpowiedzi na pytanie: wiedzieć jak? (ang. *know-how?*).

Aby sprostać wyzwaniom Przemysłu 4.0, w przedsiębiorstwach pojawiło się zapotrzebowanie na wysoko wykwalifikowane kadry, gotowe podejmować nowe, złożone zadania w szybko zmieniających się warunkach działania przedsiębiorstw, na pracowników gotowych przeobrażać firmy w elastyczne, inteligentne fabryki, dostosowywać je do ciągle pojawiających się nowych wyzwań na rynku wyrobów i usług.

Dotychczasowa struktura kadr w przedsiębiorstwach, które pretendują do smart factory, została zmieniona. Poza redukcją zatrudnienia powstały nowe stanowiska pracy, zwłaszcza w dziale IT. Komórki IT w przedsiębiorstwach międzynarodowych z kilku osób rozrosły się do kilkuset. Praca działu IT to także w firmach forma outsourcingu (świadczenie usług przez firmy zewnętrzne, niezależne lub zależne kapitałowo). Przedsiębiorstwa zgłaszają zapotrzebowanie na inżynierów po

kierunkach: mechatronika, automatyka i robotyzacja, informatyka przemysłowa i inżyniera produkcji [8].

Inżynieria produkcji może pomóc sprostać wymaganiom stawianym kadrze operacyjnej zatrudnionej w smart factory [9]. Jej początki sięgają okresu rewolucyjnego podejścia do zarządzania produkcją, jakim była przed 100 laty filozofia „naukowego zarządzania” Fredericka Taylora, skoncentrowana na poprawie wydajności pracy. Współczesna inżynieria produkcji nadal skupia się na produktywności, a wskaźniki wydajności pracy urządzeń (ang *Key Performance Indicators* – KPI) są użyte w platformie sterowania liniami produkcyjnymi. KPI opisują produkcję przemysłową w systemach cyberfizycznych, w których optymalizuje się proces wytwarzania z uwzględnieniem zasobów wytwórczych i oczekiwań klienta. Operatorzy urządzeń w przedsiębiorstwach przekształcających się w smart factory nabywają nowego zakresu wiedzy planistyczno-analitycznej. Z kolei kadra zarządzająca w smart factory skupia się na myśleniu strategicznym (ang. *Disruptive thinking*). W Przemysle 4.0 uznaje się, że największym wyzwaniem liderów (menedżerów) jest oddelegowanie czynności operacyjnych (przekazanie sterowania procesem produkcji urządzeniom) i skupienie się na myśleniu rozrywającym/niszczącym dotychczasowe systemy zarządzania [10, 11].

Inżynieria produkcji jest pojęciem bardzo szerokim i obejmuje m.in. zagadnienia planowania, projektowania, implementowania i zarządzania systemami produkcyjnymi, systemami logistycznymi i pokrewnymi [8]. Zajmuje się ona np. organizacją i zarządzaniem produkcją oraz usługami, inżynierią procesów wytwarzania, zarządzaniem innowacjami, zarządzaniem projektami produkcyjnymi i usługowymi, optymalizacją łańcuchów dostaw i logistyką, zarządzaniem jakością, metodami wspomagania decyzji, zarządzaniem wiedzą produkcyjną, prognozowaniem w przedsiębiorstwie, modelowaniem i symulacją komputerową, kształtowaniem środowiska pracy, bezpieczeństwem pracy, pomiarem efektywności, produktywnością i organizacją przedsiębiorstw. Inżynieria produkcji opiera się na naukach technicznych, ekonomicznych, humanistycznych i społecznych, wykorzystując wiedzę teleinformatyczną, wiedzę o zarządzaniu, komunikacji społecznej i pobudzaniu kreatywności pracowniczej [8].

Przy realizacji reformy szkolnictwa wyższego (Ustawa 2.0 obowiązująca od 1 października 2018 roku) w Polsce dyscyplina naukowa „inżynieria produkcji” nie została wyartykułowana jak odrębna dyscyplina w naukach technicznych, lecz włączono ją do inżynierii mechanicznej.

8.3. Wyzwania dla rozwoju inżynierii produkcji w Przemysle 4.0

Hasło „Industrie 4.0” po raz pierwszy publicznie pojawiło się już kilka lat temu – a dokładniej w 2011 roku, gdy na targach Hannover Messe kanclerz Angela Merkel mówiła o czwartej rewolucji przemysłowej. Przemysł 4.0 to pojęcie związane z integracją maszyn i systemów informatycznych oraz wprowadzaniem zmian w procesach produkcyjnych, które mają na celu zwiększenie wydajności wytwarzania oraz wprowadzenie elastycznych zmian w procesach produkcyjnych [12]. Największą popularność koncepcja zyskała w Niemczech, a Industrie 4.0 to platforma łącząca przedstawicieli z różnych obszarów, m.in. przemysłu, polityki, biznesu i R&D, której celem jest: standaryzacja i normalizacja, zwiększanie bezpieczeństwa systemów sieciowych, tworzenie ram prawnych, promocja badań i innowacyjności. W Polsce trudno jeszcze mówić o Przemysle 4.0, ponieważ współczesny stan robotyzacji krajowego przemysłu odbiega od średniej europejskiej. W zakresie robotyzacji Polska ma niższy poziom od przemysłów chociażby Czech, Słowacji i Węgier. Polski przemysł charakteryzuje się umiarkowanie słabym stanem automatyzacji produkcji (mniej niż 15% fabryk jest w pełni zautomatyzowanych, 76% częściowo). Aby można było pomyślnie przeprowadzić transformację firmy na poziom 4.0, w produkcji musi dojść do licznych zmian. Istotą obecnych przemian produkcji przemysłowej są informatyzacja i internetyzacja wyrażające się w zwiększeniu elastyczności operacji produkcyjnych i okołoprodukcyjnych. Dla zapewnienia konkurencyjności przemysłu należy sięgać do zasobów wynalazczości, aby móc tworzyć całkowicie nowe rozwiązania techniczne i organizacyjne. Nawet kraje wysokorozwinięte mają problemy z stworzeniem w pełni cyfrowego przedsiębiorstwa. Przyjmuje się, że w perspektywie 2030 roku pojawią się bezzałogowe *smart factory* [13]. Cyfryzacja produkcji jest konieczna i nieunikniona w mobilnym społeczeństwie. Firmy powinny stopniowo wdrażać rozwiązania integrujące systemy IT i OT: informatyczne/biuro (IT) i operacyjne/produkcyjne (OT). Systemy IT w przemyśle służą do planowania logistyki, zarządzania relacjami z klientami i wspomagają podejmowanie kluczowych decyzji na temat sposobu działania przedsiębiorstwa, systemy operacyjne służą natomiast do monitorowania warunków pracy urządzeń, sterowania nimi oraz do kontroli procesów. Różnice pomiędzy IT i OT leżą nie tylko w odmiennym oprogramowaniu, lecz także w wymaganiach stawianych tym systemom, implementowanych standardach, a nawet w sposobie pracy osób obsługujących poszczególne systemy. W ramach Przemysłowego Internetu Rzeczy konieczne staje

się połączenie tych dwóch światów – wymaga to działań w postaci modernizacji osprzętu oraz zmian proceduralnych. Dla zapewnienia elastyczności instalacji systemy informatyczne muszą pracować w ramach tych samych sieci na bazie tych samych serwerów co systemy operacyjne. Stawia to natomiast nowe wymagania odnośnie do komponentów sieciowych, wykorzystywanych do transmisji danych. Powstają nowe standardy, które wprowadzane stopniowo, pozwolą zespójnić ze sobą te dwie grupy rozwiązań, np. technologia *Time Sensitive Networking*, opracowywana w ramach IEEE przez firmy takie jak Cisco i Intel, pozwala na synchronizację pracy urządzeń podłączonych do jednej, klasycznej sieci *Ethernet* bez konieczności stosowania jej przemysłowych odpowiedników. Przez wykorzystanie routerów ethernetowych wspierających nowy standard jest możliwa transmisja danych w sieciach przemysłowych (OT), które łączą się z sieciami biurowymi (IT). Integracja systemów IT i OT jest dzisiaj główną drogą do zwiększania wartości dodanej dla klientów i bycia firmą konkurencyjną na rynku. Nie ma zatem współczesnej inżynierii produkcji bez wspomagania komputerowego, bez dostępu do platform biznesowych, handlowych, bez obsługi online, bez szybkiej logistyki, bez automatyzacji i robotyzacji linii produkcyjnych, bez pracowników umiejących nadzorować nowoczesne linie produkcyjne i śledzić pracę urządzeń oraz analizować dane z cloud computing i w rezultacie na podstawie posiadanych danych doskonalić proces produkcyjny i procesy pomocnicze [14].

Postęp technologiczny na poziomie 4.0 spowodował dynamiczny rozwój zagadnień związanych z zarządzaniem cyberfizycznymi projektami. Rosnąca popularność Przemysłu 4.0 w rzeczywistości oznacza prowadzenie wielu nowych inwestycji technologicznych, nowych projektów innowacyjnych w procesach produkcji i poza nią. Nowa rzeczywistość pociąga za sobą rozwój metod harmonogramowania i kontrolowania realizacji projektów oraz oceny ryzyka projektów nowych rozwiązań cyberfizycznych. Duże znaczenie praktyczne w świetle dynamicznie zmieniających się warunków realizacji projektów ma zarządzanie zmianami z zakresu wykonywanych poszczególnych prac, aktualizacji zadań w projekcie, określenia odchylenia w stosunku do harmonogramu bazowego, kontrola kosztów projektu, a także zarządzanie ryzykiem w fazie wykonawstwa. Transformacja przedsiębiorstw do wymogów poziomu 4.0 wymaga ogromnych nakładów finansowych związanych bezpośrednio z warstwą techniczną produkcji, czyli automatyzacją i robotyzacją procesów oraz wirtualizacją [15].

Wyzwaniem dla organizacji produkcji na poziomie 4.0 jest nie tylko stworzenie nowych układów cyberfizycznych jako systemów łączących rozwiązania rzeczywiste z

wirtualnym światem i kwestia wyboru programów komputerowych obsługujących linie produkcyjne i dostarczających danych, ale przede wszystkim optymalizacja przebiegu czynności. Learning robots (bo tak określa się samouczące się urządzenia) nie powinny pozostawać poza kontrolą człowieka. Systemy informatyczno-komputerowe obsługujące urządzenia powinny ułatwiać wykonywanie czynności, a nie je utrudniać.

Opracowania opierające się na cyfrowym modelowaniu powstają dzięki wiedzy ludzi. Cyfrowe spojrzenie na proces produkcyjny jest nowym wyzwaniem dla kadry operacyjnej i zarządzającej. Zagadnienia projektowania cyberfizycznych systemów produkcji, organizacji systemu przekazywania danych z urządzeń do chmury (ang. cloud computing), korzystania z dostępu do danych (ang. Big Data) w celach doskonalenia produkcji, w tym elastycznego zarządzania zasobami i czasem pracy, a co za tym idzie, optymalizacji kosztów produkcji to tylko niektóre wyzwania, które stawiane są kadrze w smart factory. Dotychczasowe zastosowania informatycznych systemów zarządzania w przedsiębiorstwie będą ewoluować w kierunku współpracy z platformami P. 4.0 w układzie współpracujących ze sobą przedsiębiorstw, początkowo w ramach łączącej je grupy kapitałowej, a z czasem w całym łańcuchu dostaw, rozprzestrzeniającym się w nieograniczonym układzie przestrzennym i czasowym [9].

W dziedzinie inżynierii wytwarzania wyzwaniem są nowe procesy zarządzania przetwarzaniem materiałów na wyroby użytkowe i poszukiwania nowych, oryginalnych, inteligentnych materiałów, które już na wejściu do systemów cyberfizycznych dają wytwarzanie przyrostowe (ang. *Advanced Manufacturing*). W metalurgii nadal doskonalone będą technologie: metalurgii proszków, odlewnictwa, obróbki plastycznej, spawalnictwa, nanoszenia powłok ochronnych itp. Innowacje na poziomie 4.0 będą w centrum zainteresowań naukowców i praktyków biznesu. W Przemysle 4.0 tworzone są rozwiązania, określane jako cyfrowy bliźniak (ang. *Digital Twin*), które są matematycznymi odwzorowaniami (modelami matematycznymi) obiektów fizycznych w warstwie wirtualnej w ramach systemów cyberfizycznych. Wyzwaniem dla naukowców i kadry zarządzającej przedsiębiorstwami staje się obszar modelowania matematycznego, prognozowania statystyki i ekonometrii. Modelowanie i symulacje znajdują zastosowanie przy projektowaniu nowych systemów produkcyjnych. Zbudowanie cyfrowego bliźniaka usprawnia sterowanie produkcją. Wprowadzenie zmian będzie wiązało się z modyfikacją modelu, a tym samym funkcjonowaniem systemu produkcyjnego [11].

Tematyka wspomaganie procesu decyzyjnego na poziomie Przemysłu 4.0 obejmuje między innymi zastosowanie metod prognozowania, planowania scenariuszowego, metod analizy decyzyjnej wspomaganie operacyjnego, modeli matematycznych oraz instrumentów sztucznej inteligencji (sieci neuronowych, algorytmów genetycznych, systemów ekspertowych, rozwiązań hybrydowych) do realizacji finansowych i operacyjnych celów zarządzania produkcją przez łączenie ilościowych oraz jakościowych metod planowania zasobów oraz otoczenia systemu produkcyjnego.

Problemy badawcze w Przemysle 4.0 będą skupione wokół pomiaru efektywności i produktywności cyberfizycznych systemów produkcji. Danych do badań dostarczają same urządzenia, a rola użytkowników danych skupiona będzie wokół problemów badawczych koncentrujących się na działaniach doskonalących przebieg procesu, zastosowania nowych modeli biznesowych, nowych systemów i metod zarządzania, które kształtują nowe rozwiązania organizacyjne w smart factory, wpływają na kształtowanie się relacji między inteligentnymi przedsiębiorstwami, stymulują wzrost produktywności i efektywności oraz ułatwiają adaptację do zmian zachodzących w różnych segmentach otoczenia: technologicznym, ekonomicznym i socjalnym [16].

W Przemysle 4.0 zyskają na sile narzędzia zarządzania jakością, które będą miały nadal za zadanie zbieranie oraz przetwarzanie danych, aby nadzorować proces dążący do uzyskania jak najlepszej jakości. Służą do monitorowania, analizowania, mają wpływ na procesy podczas całego cyklu produkcyjnego danego wyrobu. Narzędzia te służą także do wykrywania wad i błędów podczas trwania procesów, w wyrobach lub w usługach. Mają za zadanie wizualizację danych w całym cyklu życia wyrobu. Analiza danych z produkcji – zaawansowane oprogramowanie do przetwarzania i analizy danych i analiza w czasie rzeczywistym przy użyciu zaawansowanych algorytmów zapewnią utrzymanie założonej jakości wyrobu. Tematyka zarządzania jakością ukierunkowana na doskonalenie funkcjonowania smart factory będzie jak najbardziej aktualna na poziomie 4.0.

Bezpieczeństwo produktu i odpowiedzialność producentów za niebezpiecznie wadliwy produkt (ang. *product liability*) zyskają na znaczeniu. W przetwórstwie rolno-spożywczym bezpieczeństwo żywności, zarządzanie jakością to już dzisiaj bardzo ważne zagadnienia dla tego sektora inżynierii produkcji ze względu na wprowadzanie nowych technologii (genetyki i biotechnologii). Wyzwaniem dla naukowców będzie opracowanie nowych założeń analizy cyklu życia z uwzględnieniem zarówno produkcji bezodpadowej, jak i bezpieczeństwa oraz przydatności do spożycia wyrobów. Konstruktorzy maszyn będą skupiać się na konstruowaniu elementów zapewniających bezpieczeństwo produktów, zwłaszcza spożywczych. Park

maszynowy, roboty to w przeważającej mierze konstrukcje metalowe, ich uszkodzenie, nawet nieznaczne, może skutkować zanieczyszczeniem produktu odłamkiem metalu (stąd coraz więcej firm stosuje magnesy magnetyczne w zapobieganiu takowym zdarzeniom) [10].

W Przemysle 4.0 zakłada się, że maszyny przez umieszczenie w nich czujników będą informować operatorów o stopniu zużycia danego układu i przekazywać informacje do miejsc zakupu części zamiennych, aby w porę otrzymać nowy układ. TPM, czyli rozbudowane utrzymanie ruchu w przedsiębiorstwach na poziomie 4.0, będzie równie istotne jak dotychczas, chociaż w nieco zmienionej formie, wynikając przede wszystkim z interaktywności urządzeń. Urządzenia udostępniają swoją reprezentację wirtualną w systemie IT (przez przekaźniki), a przez kod (QR) można zidentyfikować każdy element urządzenia (cyberlinii produkcyjnej). Zeskanowanie kodu umożliwi uzyskanie informacji o miejscu, czasie i sposobie produkcji oraz o drodze, jaką przebył wyrób do urządzenia końcowego (śledzenie genealogii produktu). System kontrolny rejestruje działania urządzeń i przewiduje zgodnie z przyjętymi prognozami czas eksploatacji (ang. *predictive maintenance*). Kiedy pojawi się zwiększone ryzyko awarii, system będzie automatycznie zamawiał urządzenie zastępcze. Nowy element będzie zainstalowany w trakcie najbliższej konserwacji maszyny, co pozwoli uniknąć zbędnego przestoju i strat w produkcji w razie awarii (ang. *professional maintenance*) [12]. Na poziomie Przemysłu 4.0 funkcjonują, nie jak dotychczas dwa obszary utrzymania ruchu, czyli operacyjne (ang. *autonomous maintenance*) i profesjonalne, lecz w świecie uczących się urządzeń (ang. *learning machines*) i digitalizacji ważnego znaczenia nabiera prognostyczne, wyprzedzające utrzymanie ruchu (ang. *predictive*). Duże ilości danych przekazywane przez urządzenia można przetwarzać autonomicznie w celu zapewnienia lepszych i bardziej użytecznych usług – inteligentnych, między innymi w zakresie konserwacji prewencyjnej i predykcyjnej. Inteligentne urządzenia w dobie Przemysłu 4.0 zmniejszą zapotrzebowanie na prace w ramach konserwacji operacyjnej (ang. *autonomous*), ze względu na dłuższy okres eksploatacji urządzeń (niezawodność) i wysoki ich poziom innowacyjności i złożoności konstrukcyjnej, uniemożliwiający wykonywanie przez operatorów tradycyjnych przeglądów stanu urządzeń. Operatorzy urządzeń cyberfizycznych przekażą większą część operacji profesjonalnym służbom UR [17].

W Przemysle 4.0 nowego wymiaru nabiera tematyka kształtowania środowiska pracy. Digitalizacja i robotyzacja zmieniają warunki produkcji. Bezpieczeństwo pracy w inteligentnych przedsiębiorstwach skupia się wokół kształtowania bezpiecznego

środowiska pracy metodami komputerowego modelowania i symulacji systemów antropotechnicznych, występujących w obszarze inżynierii produkcji. Obejmuje takie szczegółowe zagadnienia jak: wczesna identyfikacja oraz predykcja zagrożeń technicznych i zdrowotnych w środowisku pracy, ergonomia pracy w cyberfizycznym środowisku, wartościowanie pracy w cyberfizycznych systemach produkcyjnych, oddziaływanie wirtualne środowiska pracy i technologii wirtualnych na funkcjonowanie człowieka (np. wirtualna i rozszerzona rzeczywistość), ocena warunków pracy w świetle nowych kryteriów bezpieczeństwa i ochrony zdrowia, zastosowanie komputerów do rekonstrukcji wypadków w cyberfizycznym środowisku pracy itp. [11]. W *smart factory* występują nowe problemy, dotychczas nie pojawiające się w tradycyjnych zakładach produkcyjnych lub pojawiające się sporadycznie, a związane bezpośrednio z zarządzaniem zasobami czasu pracy – pracownikami i środkami produkcji, przepływem materiału i informacji. Lepszy dostęp do obsługi urządzeń mobilnych, a tym samym dostęp do informacji powoduje, że pracownicy oraz użytkownicy systemów tracą kontrolę nad czasem poświęconym na pracę zawodową i czasem przeznaczonym dla rodziny. Praca zdalna realizowana jest z dowolnego miejsca. Popularyzowany przez lata model zachowania równowagi między pracą a życiem rodzinnym (ang. *work-life balance*) zmienia się na rzecz osiągnięcia harmonii między użytkowaniem technologii a czasem dla siebie (ang. *tech-life harmony*) [18].

Wraz z popularyzacją koncepcji Przemysłu 4.0 rośnie również znaczenie operacji logistycznych, i to zarówno w zakresie logistyki wewnętrznej, jak i logistyki w ramach łańcucha dostaw. Logistyka 4.0 jest określeniem dla operacji logistycznych realizowanych na poziomie 4.0. Logistykę 4.0 tworzą inteligentne (cyfrowe) łańcuchy dostaw (ang. *Smart Chain Supply*) z innowacyjnymi rozwiązaniami na etapie poszczególnych procesów: zaopatrzenia, dostaw i sprzedaży. Nowoczesne łańcuchy dostaw budowane są z wykorzystaniem technologii oprogramowania komputerowego systemów zarządzania i internetowej komunikacji oraz inteligentnego świata usług [14]. Cyfryzacja prowadzi do wzrostu liczby dostawców 4PL (ang. *four party logistics*) [15]. Podmioty logistyczne przejmują od producentów wszystkie procesy dystrybucji, a także negocjacje cenowe czy ubezpieczenia produktów. Technologie i wartość w nowej logistyce i cyfrowym zarządzaniu łańcuchem dostaw (ang. *Smart Chain Management – SCM*) zapewniają: elastyczność, szybkość i jakość obsługi klienta na miarę XXI wieku. Połączenie rozwiązań technologicznych i sieciowych pozwala na budowanie takiego poziomu integracji (współpracy) łańcucha, która pozwoli na skrócenie czasu wprowadzania nowych produktów na rynek (*Time-To-*

Market) i personalizację zamówień, a także skrócenie czasu obsługi klienta i zwiększenie dostępności usług logistycznych [19]. Tematyka logistyki 4.0 skupiona jest wokół optymalizacji przepływów materiałowych, informacyjnych i finansowych przez sieć organizacji w celu wytworzenia i dostarczenia konsumentowi spersonalizowanego produktu lub usługi oraz zapewnienia rentowności i ciągłości procesów przez koordynację działań i współpracę pomiędzy partnerami w sieci dysponującymi najnowszymi rozwiązaniami techniczno-technologicznymi i z dostępem do kompatybilnych systemów komputerowo-informatycznych sterujących procesami i wspomagających zarządzanie.

Wyzwaniem dla naukowców na etapie adaptowania inżynierii produkcji do poziomu 4.0 jest między innymi opracowanie nowych modeli biznesowych, będących uproszczoną formą odwzorowania biznesu 4.0 i logistyki 4.0. Modele biznesowe ulegają ciągłym przeobrażeniom. To, co stanowiło dobre rozwiązanie kilka lat temu, może nie sprawdzić się w obecnych realiach, dlatego tak ważne jest, aby na bieżąco śledzić zmiany i trendy zachodzące w otoczeniu przedsiębiorstw. Należy pamiętać, że każde nowo powstałe modele są początkowo testowane przez przedsiębiorstwa i bardzo często podlegają zmianom. Modele biznesowe odgrywają ważną rolę dla przedsiębiorstw, ponieważ dobrze opracowane, decydują o efektywności przedsiębiorstw, które realizują z powodzeniem założenia przyjęte w modelu i stanowią niejako kopię przyjętego modelu [20]. Niemal wszystkie modele biznesowe są budowane, jako sposób na osiągnięcie przewagi konkurencyjnej przez ustalenie grupy docelowej produktu, wartości (korzyści) produktu, strategii dostarczania tych wartości oraz sposobów wytworzenia wartości. Wartość (*value*) jest kwestią faktów (realizowanych działań przedsiębiorstwa) oraz ich oceny w danych warunkach [21]. W świecie opartym na koncepcji *Industry 4.0* zadanie tworzenia wyjątkowych wartości jest o tyle trudne, że wymaga radykalnych zmian w dotychczasowym funkcjonowaniu przedsiębiorstw i znacznych nakładów finansowych. Można by się pokusić o stwierdzenie, że rewolucja 4.0 jest początkiem nowych modeli biznesu z nowymi artefaktami architektury społecznej – „miękkiej”, którą tworzą między innymi zasoby wiedzy, systemy zarządzania i organizacji, unikatowe kompetencje pracownicze, kreatywność pracowników – jako niekonwencjonalny sposób myślenia oraz architektury technicznej – „twardej”: z urządzeniami informatycznymi i telekomunikacyjnymi, rozwiązaniami komputerowymi, samouczącymi się maszynami, robotami, taśmociągami, czujnikami, przekaźnikami, chobotami, przenośnikami taśmowymi, drukarkami 3D, bezzałogowymi pojazdami itd. Procesy biznesowe będące połączeniem architektury społecznej (miękkiej) i technicznej

(twardej) będą umożliwiać realizację odpowiednich produktów tworzących wartość dla indywidualnego klienta o bardzo unikatowych i niepowtarzalnych oczekiwaniach, tworzącego swój smart dom, smart samochód itd. [16].

Rozwój logistyki 4.0 prowadzi do zmiany modeli biznesowych z orientacji produktowej na orientację serwisową, czyli oferowanie w sieci najlepszej w swojej specjalności usługi dla zrealizowania danego fragmentu procesu logistycznego. W odniesieniu do łańcucha wartości w ujęciu M. Portera, w którym produkt lub serwis przemieszcza się jednowymiarowo do kolejnych jednostek organizacyjnych (a każda dodaje wartość), w nowej rzeczywistości przemysłowej mówi się o sieciach wartości, które są wielowymiarowe. Źródłem wartości jest tu kombinacja ogniw sieci, oparta na współdziałaniu. Funkcjonowanie sieci wartości opiera się na platformach [19]. Platforma biznesowa łączy dostawców i odbiorców lub samych wytwórców oraz umożliwia wymianę wartości tworzonej przez uczestników sieci i ułatwia współdziałanie. Współczesne pojęcie platformy odnosi się do cyfrowej warstwy, która pozwala partnerom biznesowym łączyć się i współdziałać z dowolnych aplikacji i urządzeń (komputerów, telefonów, monitorów, kamer itp.). Systemy informatyczne umożliwiają kontakt podmiotom we właściwym czasie i miejscu (*right person, right time, right place*). Współpraca oparta jest na cyfryzacji, dzięki której następuje przepływ informacji w sieci wartości – od klienta poprzez producenta do dostawcy i odwrotnie [22].

Wraz z rozwojem systemów ICT (*Inteligentnej Cyber Technologii*) i doskonaleniem CPPS (cyberfizycznych produkcyjnych systemów) wyzwaniem dla naukowców będzie również udział w upowszechnianiu *best practice* między innymi w formie *case study* w opracowaniach naukowych. Współczesne przedsiębiorstwa stopniowo będą się uczyć nowych rozwiązań stosowanych w Przemysle 4.0 i korzystać przy tym ze współpracy z ośrodkami naukowymi. Z czasem trzeba będzie rozszerzyć zakres pomiaru innowacji, a już teraz ustalić kryteria pozwalające firmy klasyfikować do kategorii „smart”.

8.4. Metodyka badań inżynierii produkcji w Przemysle 4.0

Wraz z rozwojem technologii informatycznych pojawia się holistyczne podejście do produkcji, szczególnie w obszarach przetwarzania elementów na wejściu w elementy na wyjściu procesu i zabezpieczania produkcji (zapewnienie ciągłości produkcji przez likwidację „wąskich gardeł”). Współczesna inżynieria produkcji jest

interdyscyplinarna ze względu na wieloaspektowe uwarunkowania systemu produkcyjnego. Obszary naukowo-badawcze podejmowane przez inżynierię produkcji są bardzo zróżnicowane. Można wyróżnić dwa aspekty kluczowe badań: techniczny i ekonomiczny. Pierwszy z aspektów ma dominujący zakres techniczny badań produkcji, drugi jest bardziej interdyscyplinarny, a aspekt techniczny w znacznym zakresie zrównoważony jest przez wymiar ekonomiczny [23]. Obszar badań o charakterze hybrydowym jest połączeniem aspektów technicznych i ekonomicznych w ramach badanego procesu produkcyjnego. Badania realizowane w odniesieniu do produkcji są umiejscowione najczęściej na poziomie operacyjnym przedsiębiorstwa (chyba że produkcję ujmuje się jako sumę produkcji cząstkowych poszczególnych przedsiębiorstw – ujęcie sektorowe lub produkcję łączną przemysłu). Badania o charakterze strategicznym są rzadziej realizowane przez inżynierię produkcji, chociaż coraz częściej ostatnio stosowane w obszarze badań technologii przyszłości.

Szeroki zakres tematyki badań inżynierii produkcji wynika z faktu pozostawiania jej w różnych relacjach z innymi dyscyplinami naukowymi, np. matematyką, ekonometrią, informatyką, ekonomią, zarządzaniem, psychologią, socjologią. Specyfiką metodyki badań inżynierii produkcji jest duża rola narzędzi badawczych, które wywodzą się z wielu dziedzin nie tylko technicznych, lecz także ekonomicznych (np. wskaźniki produktywności) czy też nauk o zarządzaniu (np. narzędzia projekcyjne). Stosowane narzędzia mają przede wszystkim charakter metod. Wykorzystywane w inżynierii produkcji metody mogą być metodami ilościowymi oraz wartościowymi, jakościowymi, mają charakter sformalizowany lub niesformalizowany. Są metodami matematycznymi lub heurystycznymi, należą do grupy metod klasycznych lub nowych. Stosowane metody i narzędzia badań można uporządkować w następujące bloki:

- metody i narzędzia gromadzenia, przechowywania i udostępniania danych,
- metody i narzędzia „klasycznej” optymalizacji,
- metody i narzędzia symulacji i modelowania,
- metody i narzędzia prognozowania.

Jednym z wyróżników podkreślanych zwykle w czasie określania specyfiki badań inżynierii produkcji jest bardzo znacząca rola metod komputerowego wspomaganie. Nowoczesną inżynierię produkcji charakteryzują między innymi zintegrowane modele produktu, modele procesów jego wytwarzania, modele środków (zasobów) produkcji. Narzędzia komputerowe pomagają sprostać wyzwaniom produkcyjnym szybko zmieniającej się gospodarki rynkowej, szczególnie w pracy inżynierów. Modele produkcyjne najczęściej zapisywane są za pomocą różnych technik komputerowych,

np. zaliczanych do kategorii *Computer Aided* – CA. Wraz ze wzrostem liczby danych większego znaczenia w przedsiębiorstwach nabierają metody inżynierskiego zarządzania danymi (*Engineering Data Management*), a w szczególności zarządzanie danymi technicznymi pochodzącymi z czujników urządzeń, które funkcjonują w hali produkcyjnej. Zakres tych badań jest przede wszystkim stosowany w *predictive maintenance*.

W Przemysle 4.0 rośnie znaczenie metod numerycznych w symulacjach inżynierskich w aspekcie optymalizacji systemu produkcji. Niskie koszty produkcji, wysoka jakość produktów oraz krótkie cykle produkcyjne wymagają odpowiedniego podejścia do organizacji pracy i zarządzania produkcją. Powiązanie funkcjonalne i przez modele danych z użyciem oprogramowania umożliwiają realizację procesów wytwarzania według koncepcji CIM (*Computer Integrated Manufacturing*) - komputerowo zintegrowanego wytwarzania.

W inżynierii produkcji na poziomie 4.0 stosowane są metody sztucznej inteligencji. „W aspekcie technicznym sztuczna inteligencja przyjmuje postać komputerowych baz wiedzy i faktów, inteligentnych czujników, urządzeń rozpoznawania i syntezy mowy oraz zobrazowania graficznego” [24, 25]. Nowoczesna metodyka badań to także modelowanie produkcji i wizualizacja opracowanych modeli. Metody w inżynierii produkcji to m.in.: systemy eksperckie (ang. *expert systems*), sieci neuronowe (ang. *neural networks*), algorytmy genetyczne (ang. *genetic algorithms*), sieci semantyczne (ang. *semantic web*) [26, 27].

Naukowcy i praktycy biznesu coraz częściej stosują najnowsze osiągnięcia technologiczne do badań produktu, np. *Rapid Prototyping* [28], co związane jest z koniecznością szybkiego dostosowywania wyrobu do nowych potrzeb klientów, a zmiany wyrobów podyktowane są ich personalizacją i kastomizacją.

Rozwój obszarów badawczych i metodyki badań w kontekście popularyzacji Przemysłu 4.0 będzie zmierzał w kierunku dalszej optymalizacji produkcji (optymalizacji w nowych warunkach funkcjonowania systemu produkcyjnego) i personalizacji wyrobów. Przedsiębiorstwa wielu branż przemysłu na obecnym etapie zmian produkują wyroby w sposób tradycyjny, a *smart production* jest dodatkowym (alternatywnym) rozwiązaniem w ramach realizowanych startupów lub zamierzeniem przyszłościowym (strategicznym). Na rynku są jednak sektory przemysłu, w których robotyzacja i IT są zastosowane w szerszym zakresie niż w innych sektorach, np. w branży Automotive. Przewiduje się, że rozwój *smart factory* uwidoczni się znacznie za 10 lat (2030 rok) (Raport PWC) [29].

8.5. Podsumowanie

Inżynieria produkcji opiera się na naukach technicznych, ekonomicznych, humanistycznych i społecznych, wykorzystując wiedzę teleinformatyczną, wiedzę o zarządzaniu, komunikacji społecznej i pobudzaniu kreatywności pracowniczej. Podstawą ewolucji prowadzącej do Przemysłu 4.0 jest cyfryzacja pozwalająca na wzajemne połączenie w produkcji przemysłowej świata wirtualnego i realnego, co stanowi główne wyzwanie dla inżynierii produkcji. Ponadto poważnym wyzwaniem dla niej w aspekcie koncepcji Przemysłu 4.0 staje się też konieczność zmiany charakteru świata pracy i zdobywania przez niego ciągle nowych umiejętności. Katedra Inżynierii Produkcji uczestniczy w tym procesie przez przygotowaną ofertę edukacyjną i osiągnięcia naukowe pracowników.

Bibliografia

1. Gajdzik B., Concentration on knowledge and change management at metallurgical company. *Metalurgija*, Vol. 47, Issue: 2, 142–144.
2. Hermann M., Pentek T., Otto B., Design Principles for Industrie 4.0 Scenarios. A Literature Review. Dortmund: Technische Universität; Kagermann H., W. Wahlster and J. Helbig, pod red. Recommendations for implementing the strategic initiative Industrie 4.0: Final report of the Industrie 4.0 Working Group; Industrie 4.0: Mit dem Internet der Dinge auf dem Weg zur 4. industriellen Revolution, VDI-Nachrichten, April 2011.
3. Grabowska S., Doskonalenie procesu produkcyjnego w nurcie koncepcji Przemysłu 4.0, *Hutnik-Wiadomości Hutnicze* R. 85, nr 7, 2018, 227–231.
4. Grabowska S., Improvement of the production process in the Industry 4.0 context. MAPE 2018. XV International Conference Multidisciplinary Aspects of Production Engineering, 05-08 September 2018, Zawiercie, Poland. Conference proceedings. Vol. 1, iss. 1. [B.m.] : Wydaw. PANOVA, 2018, 55–62.
5. Bentyn Z., Adaptacja łańcuchów dostaw do potrzeb przemysłu 4.0. *Autobusy*, 6, 2017, 1317–1321.
6. Bujak A., Rewolucja przemysłowa – 4.0” i jej wpływ na logistykę XXI wieku. *Autobusy*, 6, 2017, 1338–1344.
7. Gajdzik B., Przemysł 4.0 – wyzwaniem dla przedsiębiorstw w sektorze hutniczym, *Hutnik- Wiadomości Hutnicze*, R. 84 nr 6, 2018, 186–190.
8. Istota inżynierii produkcji, Komitet Inżynierii Produkcji Polska Akademia Nauk, Warszawa, czerwiec 2012, 3–6.

9. Industrie 4.0 Plattform, odwiedziono 28.01.2019, <http://przemysl-40.pl/index.php/2017/03/22/czym-jest-przemysl-4-0>.
10. Mechatronizacja produktu i produkcji przemysłu 4.0, odwiedziono 28.01.2019, https://www.wnp.pl/tech/mechatronizacja-produktu-i-produkcji-przemysl-4-0,286167_2_0_23.html.
11. Lasi H., Fettke P., Feld T., Hoffmann M., *Industry 4.0. Business & Information Systems Engineering*, 6, 2014, 239–242.
12. Rewolucja Przemysł 4.0 odbywa się na naszych oczach, odwiedziono 03.01.2019, <http://www.controlengineering.pl/przemysl-4-0-rewolucja-odbywa-sie-na-naszach-oczach>.
13. Raport ASTOR 2016, Przemysł 4.0, odwiedziono 29.01.2019 www.astor.com.pl/industry4.
14. Ingo J., Lorig F., *Logistics 4.0 – a challenge for simulation*, odwiedziono 20.01.2019, <https://www.informs-sim.org/wsc15papers/320.pdf>.
15. Szymańska O., Adamczak M., Cyplik P., *Logistics 4.0 – A new paradigm or set of known solutions?*, *Research in Logistics and Production*, Poznań: Univeristy of Technology 30 August, 4 (7), 299–310, DOI:10.21008/j.2083-4950.2017.7.4.2.
16. Afuah A., Tucci C., *Internet Business Models and Strategies*, New York: McGraw-Hill Companies, 2001, 18–32.
17. Gajdzik B., *Autonomous and professional maintenance in metallurgical enterprises as activities within Total Productive Maintenance*, *Metalurgija*, No. 1 (53), April-June, ISSN 0543-5846, 2014, 269–272.
18. Gajdzik B., *Przejście od „work-life balance” do „tech-life harmony” w przemyśle 4.0*, *Zeszyty Naukowe Wyższej szkoły Zarządzania Ochroną Pracy w Katowicach*, 2018.
19. Gajdzik B., *Logistyka na poziomie przemysłu 4.0 - kluczowe (przykładowe) kierunki zmian*, *Modern management : logistics and education*. Ed. by Marek Piałucha, Oleksandr Nestorenko. Opole: Wyższa Szkoła Zarządzania i Administracji, 2018, 143–151.
20. Gajdzik B., Grabowska S., *Modele biznesowe w przedsiębiorstwach 4.0 – próba identyfikacji założeń użytych do wyznaczenia modeli biznesu w Industry 4.0*. *Zarządzanie Przedsiębiorstwem*, 2019.
21. Šmid A., *Leksykon menedżera*, Kraków: Wydawnictwo Profesjonalnej Szkoły Biznesu, 2010, 389.

22. Saniuk S., Komputerowy system wspomagający planowanie zleceń produkcyjnych w wirtualnych sieciach produkcyjnych przedsiębiorstw w klastrach. W: Wybrane zagadnienia logistyki stosowanej, pod red. A. Lichota, K. Majewska. T.1. Kraków, Wydaw. Akademii Górniczo-Hutniczej, 2013, s. 295-307. ISBN: 9788374646468.
23. Marciniak S., Rola ekonomii i zarządzania w inżynierii produkcji, Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej 2017, Z. 108 Nr kol. 1983, 255–262.
24. Kazimierczak J., Uwagi na temat metod i narzędzi oceny oddziaływań społecznych innowacyjnych technologii i produktów („Technology Assessment”) w: Systemy wspomagania w inżynierii produkcji. Innowacyjność, jakość, zarządzanie, 2013 (red). Biały W., Midor K., 47–54.
25. Jagielski J., Inżynieria Wiedzy, Zielona Góra: Oficyna Wydawnicza Uniwersytetu Zielonogórskiego, 2005.
26. Lipski J., Pizoń J., Sztuczna inteligencja w inżynierii produkcji w: Innowacyjne metody w inżynierii produkcji (Red.) Lipski J., Świć A., Bojanowska A., Lublin: Politechnika Lubelska, 2014, 11–24.
27. Knosala R., Zastosowania metod sztucznej inteligencji w inżynierii produkcji. Warszawa: Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, 2002.
28. Babirecki W., Wykorzystanie technik Rapid Prototyping do modernizacji urządzeń wytwórczych przemysłu spożywczego, w: Metody i narzędzia w inżynierii produkcji (red.) Nahirny T, Belica T., Zielona Góra: Instytut Informatyki i Zarządzania Produkcją, Oficyna Wydawnicza Uniwersytetu Zielonogórskiego, 2016, 7–19.
29. Przemysł 4.0 czyli wyzwania współczesnej produkcji. Raport PWC [online]: <https://www.pwc.pl/pl/pdf/przemysl-4-0-raport.pdf>.

RESEARCH METHODS AND TECHNIQUES

Abstract

In the monograph "Research methods and techniques", presenting the scientific achievements of the employees of the Faculty of Materials Engineering, presents selected research techniques developed for many years at the Faculty and used in the implementation of numerous works, also projects of a scientific nature in cooperation with industry. The monograph presents in 8 chapters short characteristics of selected research methods and techniques, their current state and development prospects for the coming years, along with examples of their application in material research. The topics of the chapters are as follows:

- Determination of the chemical and phase composition of metallurgical materials by the technique of atomic absorption spectrometry.
- Electron microscopy (transmission and scanning transmission) as the main microstructure research techniques used in materials engineering.
- Application of the EBSD technique in materials research.
- Stereology with the quality mark Q.
- Mechanics in scientific research in the field of materials engineering and metallurgy.
- Research on technological plasticity of sheets made of modern high-strength materials.
- Application of the pulsed laser method to characterize the insulating properties of coating thermal barriers.
- The scope of production engineering research methodology in the era of the development of the concept of industry 4.0 - challenges.

The analysis of this volume makes it possible to discover many interesting examples of the use of commonly used research methods, but sometimes unconventionally used, to determine the structure, chemical and phase composition, and other physicochemical properties of materials. The examples of the results

obtained are the most interesting part of this study from both a scientific and practical point of view. It is fascinating to trace the path of evolution of the described methods, developed over the years since the foundation of the Faculty, in terms of technical capabilities in the apparatus and the application of further theoretical achievements of basic sciences. However, more recognition is aroused by the inquisitiveness, knowledge, and competence of the Authors, who present their selected achievements with a high level of understanding of material and technological problems. Every reader of the monograph interested in material research methods can find in it methodological issues supported by many examples concerning the assessment of material properties and understanding of technological processes.

WYDAWNICTWO POLITECHNIKI ŚLĄSKIEJ
ul. Akademicka 5, 44-100 Gliwice
tel. (32) 237-13-81, faks (32) 237-15-02
www.wydawnictwopolitechniki.pl

Sprzedaż i Marketing
tel. (32) 237-18-48
wydawnictwo_mark@polsl.pl

Sprawy wydawnicze
tel. (32) 237-13-81
wydawnictwo@polsl.pl

25 ark. wyd.

e-wydanie



**UCZELNIA
BADAWCZA**
INICJATYWA DOSKONAŁOŚCI



Wydawnictwo Politechniki Śląskiej
44-100 Gliwice, ul. Akademicka 5
tel. (32) 237-13-81, faks (32) 237-15-02
www.wydawnictwopolitechniki.pl

Dział Sprzedaży i Reklamy
tel. (32) 237-18-48
e-mail: wydawnictwo_mark@polsl.pl
<http://www.polsl.pl/Jednostki/RJO2-WPS>

e-ISBN 978-83-7880-752-0 884