

**APARATUROWE I METODOLOGICZNE ASPEKTY ILOŚCIOWEJ
ANALIZY MIKROSTRUKTURY ŻELIWA****QUANTITATIVE ANALYSIS OF CAST IRON MICROSTRUCTURE
IN TERMS OF THE APPARATUS AND METHODOLOGY**

Małgorzata Warmuzek, Łukasz Boroń, Adam Tchórz

Instytut Odlewnictwa, ul. Zakopiańska 73, 30-418 Kraków

Streszczenie

W pracy porównano wyniki zastosowania różnych systemów obrazowania mikrostruktury (mikroskop świetlny oraz tomograf rentgenowski) oraz różnych systemów analizy obrazu do pomiaru wybranych parametrów stereologicznych i geometrycznych dla dwóch modeli morfologicznych, występujących w stopach odlewniczych, na przykładzie żeliwa z grafitem sferoidalnym i krętkowym. Wykazano statystycznie istotne różnice pomiędzy uzyskanymi wynikami pomiarów, spowodowane przede wszystkim jakością obrazu poddanego analizie oraz lokalnymi cechami geometrycznymi analizowanych obiektów. Porównano wyniki klasyfikacji wydzieleń grafitu według klas wielkości przyjętych w obowiązującej normie PN-EN ISO 945-1, przeprowadzonej na podstawie różnych procedur obrazowania.

Słowa kluczowe: mikrostruktura, analiza obrazu, grafit, żeliwo, parametry stereologiczne, klasyfikacja grafitu

Abstract

In this work the results of the application of different imaging techniques and image analysis systems for measurements of chosen either stereological parameters or geometrical features for some of morphology models occurring in the cast alloys, especially taking into account cast iron with either spheroidal or vermicular graphite have been compared and interpreted. The statistical important difference of the obtained results have been stated and recognized as caused first of all by quality of analyzed images and local geometry features of the analyzed objects. The results of the graphite particles classification according to the size class in the actual standard PN-EN ISO 945-1, using different imaging and analysis procedures.

Key words: microstructure, image analysis, graphite, cast iron, stereological parameters, graphite classification

1. Wstęp

1.1. Ilościowe kryteria materiałowe w kontroli jakości stopów wielofazowych

W związku z wprowadzaniem „kultury jakości” w wielu obszarach życia codziennego, rosną oczekiwania i wymagania rynku dotyczące zarówno tradycyjnych, jak i zaawansowanych technologii. Tendencja ta wyraża się we wzroście popytu na takie towary i usługi, których jakość spełnia nowe i coraz bardziej wyrafinowane kryteria

Badania materiałowe, które stają się w tym kontekście niezbędnym elementem procedur zapewnienia jakości. Laboratoria badawcze ubiegając się o certyfikaty akredytacji, by poprawić swój wizerunek i pozycje na rynku usług badań laboratoryjnych, zwykle posługują się procedurami, które w całości oparte są na obowiązujących normach. Jest to taktyka optymalna, z punktu widzenia sprostania kryteriom i wymaganiom normy PN-EN ISO 17025 [1], jednak pozostawiająca mały margines dla poprawy konkurencyjności oferty względem innych uczestników rynku badań laboratoryjnych. Dodatkowym aspektem ciągłego rozwoju i doskonalenia procedur laboratoryjnych jest wyzwanie, jakie stawia wprowadzanie nowoczesnej aparatury badawczej, pozwalającej uzyskać skokową poprawę precyzji i dokładności wyników.

Obecny poziom oczekiwań wobec materiałów konstrukcyjnych, wymaga wprowadzenia ich oceny i klasyfikacji materiałów według kryteriów ilościowych, w oparciu o nowe techniki pozyskiwania, gromadzenia i udostępniania danych [2–4].

Przejawem tendencji do kwantyfikacji kryteriów klasyfikacyjnych dla stopów i materiałów polikrystalicznych są wskaźniki jakości, uwzględniające pośrednio lub bezpośrednio parametry mikrostrukturalne, scharakteryzowane ilościowo poprzez parametry stereologiczne [5–8].

Obecnie niemal wszystkie urządzenia zapisujące obrazy, w tym mikroskopowe, w postaci cyfrowej posiadają moduły analizy ilościowej, jednak wielu z nich nie można bezpośrednio zastosować w praktyce metalograficznej bez uprzedniego określenia obszaru powtarzalności i precyzji wyników. Konieczne jest więc opracowanie kryteriów doboru warunków akwizycji obrazu i zakresu możliwych modyfikacji, w zależności od modelu morfologicznego mikrostruktury, stopnia dyspersji oraz techniki obrazowania.

Zagadnienia te wpisują się w obszar prac nad wprowadzeniem metod ilościowej analizy obrazu mikrostruktury do norm materiałowych, klasyfikujących gatunki oraz do sformułowania ilościowych kryteriów standaryzacji materiałów odlewniczych. Przykład mogą stanowić prace prowadzone przez Grupę Roboczą Komitetu Technicznego ISO/TC025/WG03/T, które dotyczą jednego z najbardziej upowszechnionych tworzyw odlewniczych, jakim jest żeliwo.

Przedstawione powyżej zagadnienia były przesłanką do podjęcia pracy nad aplikacją ilościowej analizy obrazu do klasyfikacji wydzielań grafitu w żeliwie, z uwzględnieniem kryteriów zawartych w normie PN-EN ISO 945-1 [9].

1.2. Znormalizowane metody oceny mikrostruktury stopów metali

Znormalizowane metody oceny mikrostruktury, odwołując się do analizy wizualnej obrazu mikroskopowego pozwalają ją scharakteryzować w oparciu o zbiory obrazów wzorcowych.

Analiza ilościowa obrazu pozwala wyznaczyć liczbowe wartości parametrów charakteryzujących mikrostrukturę [2,10,11]:

- globalnych parametrów stereologicznych,
- lokalnych parametrów stereologicznych.

Podstawowym parametrem globalnym, którego ocena została uwzględniona w obowiązujących normach, jest średnia wielkość ziarna.

Metody oceny tego parametru na podstawie analizy porównawczej, w oparciu o zestaw obrazów wzorcowych oraz ilościowe kryteria klasyfikacyjne zawarte są w normie ASTM E 112 [12]. Jest ona przeznaczona przede wszystkim do oceny mikrostruktury materiałów jednofazowych lub typu duplex. Metodologia prezentowana w normach europejskich, dedykowanych do określonych grup materiałów, takich jak np.: PN-EN ISO 643 (04.2005), p.7.2.1 (stopy żelaza) [13] oraz PN-EN ISO 2624:1997, p.4.2 i 5.2 (stopy miedzi) [14], jest bezpośrednio wzorowana na założeniach teoretycznych i procedurach badawczych normy E112.

Materiały wielofazowe, w których występuje dyspersyjny lub siatkowy model morfologiczny mikrostruktury, zwłaszcza w przypadku bardzo dużej różnicy pomiędzy właściwościami fizycznymi i mechanicznymi poszczególnych faz, wymagają uwzględnienia parametrów lokalnych, charakteryzujących poszczególne wydzielenia składników mikrostruktury.

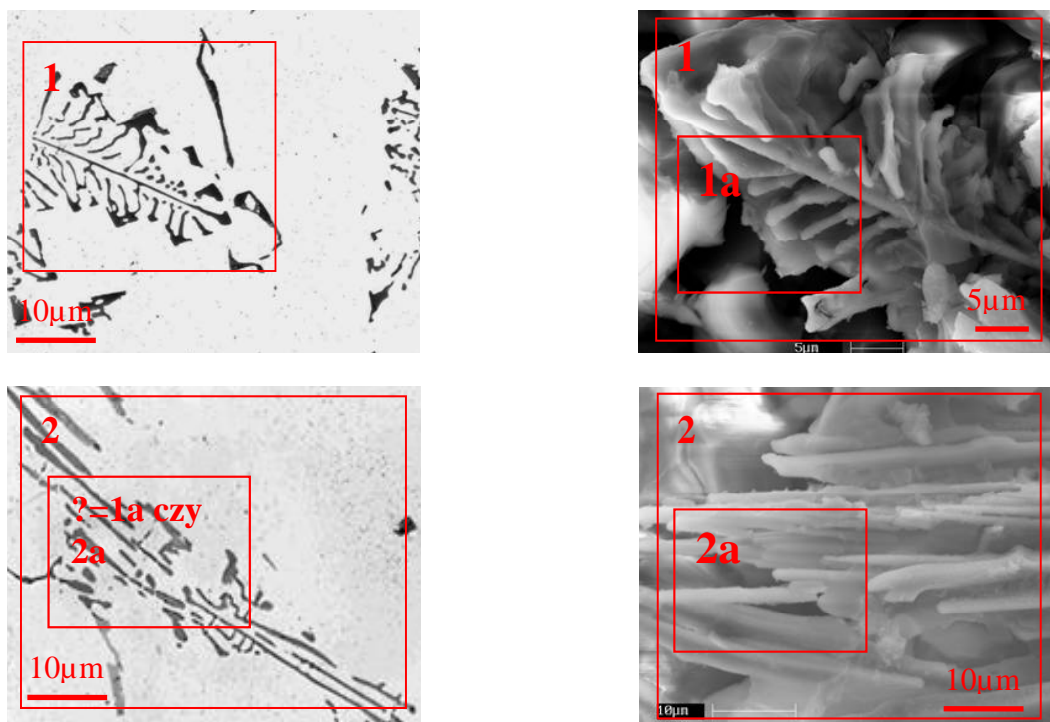
Przykładem takiego podejścia jest procedura klasyfikacji wydzielen grafitu, reprezentowana w normie PN-EN ISO 945-1. Jest to procedura oparta o jakościową analizę wizualną, w której klasyfikacja grafitu dokonywana jest w oparciu o odpowiednio dobrane zestawy wzorców na podstawie dwóch cech geometrycznych:

- kształtu wydzielen grafitu,
- wielkości wydzielen grafitu.

Ocena wielkości wydzielen grafitu jest wspomagana pomiarem wielkości jego wybranych wydzielen, a właściwie ich przypadkowych przekrojów obserwowanych na zglądach metalograficznych, z założeniem, że w przestrzeni 3D (a jest to rzeczywista skala obrazu mikrostruktury) mierzone wydzielenia są bryłami wypukłymi.

1.3. Interpretacja mikroskopowych obrazów mikrostruktury wielofazowych stopów metali

Poprawna interpretacja obrazu mikroskopowego, uwzględniająca kształt i wielkość indywidualnych elementów mikrostruktury, wymaga nie tylko ścisłego określenia jej modelu morfologicznego, ale często także jej wizualizacji w skali 3D. Problem ten jest o tyle istotny, że bardzo liczną reprezentację wśród składników mikrostruktury stopów odlewniczych stanowią obiekty o charakterze brył wklęsłych. Bezpośrednie relacje stereologiczne, bez prawidłowego rozpoznania kształtu wydzielenia, mogą być wtedy zawodne, nawet na poziomie jakościowym (rys. 1).



Rys. 1. Przykłady niejednoznacznych relacji obrazów mikrostruktury w skali 2D (płaski zgląd metalograficzny, mikroskop świetlny, lewa kolumna) i 3D (zgląd po głębokim trawieniu, SEM, prawa kolumna), na przykładzie eutektyk międzydendrytycznych w technicznym stopie Al [15]

Fig. 1. Examples of ambiguous relationships between the microstructure images in 2D (planar metallographic section, light microscope, left column) and 3D (deep-etched section, SEM, right column) on the example of interdendritic eutectics in a commercial Al alloy [15]

Szereg problemów technologicznych, takich jak:

- modyfikacja stopu w stanie ciekłym,
- homogenizacja i obróbka cieplna stopu w stanie stałym,
- sterowanie krystalizacją odlewu,
- projektowanie technologii odlewniczych i przeróbki plastycznej,

których celem jest modyfikacja lub optymalizacja właściwości materiału, wymaga uwzględnienia lokalnych relacji mikrostrukturalnych i to nie tylko w aspekcie jakościowym, ale także ilościowym.

1.4. Rekonstrukcja obrazów mikrostruktury w skali 3D

Funkcjonał matematyczny realizujący zadanie rekonstrukcji wewnętrznej budowy obiektu w skali 3D oparty jest na twierdzeniu Radona, który wykazał, że obraz trójwymiarowego obiektu można odtworzyć z nieskończonej liczby jego rzutów (projekcji) na płaszczyznę [16, 17].

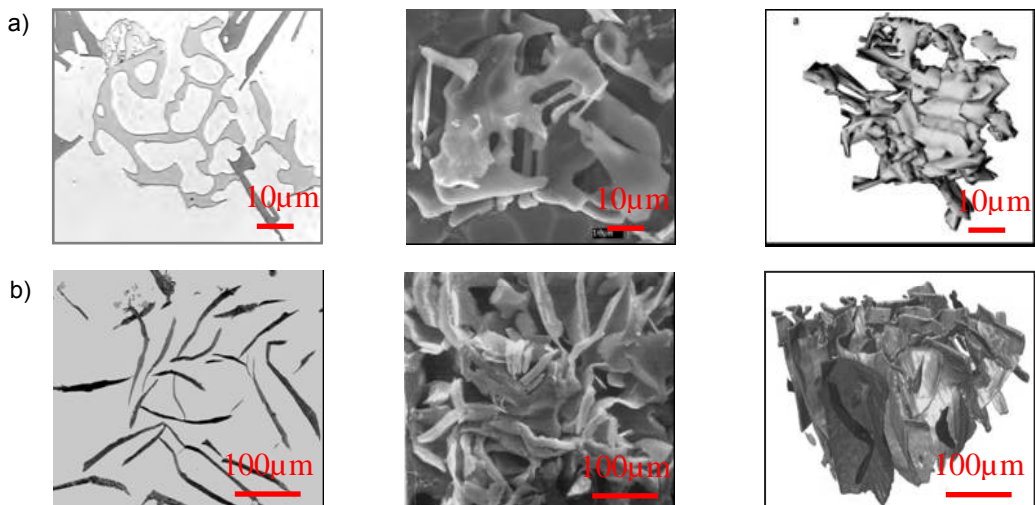
Procedury dostarczające informacje, niezbędne do rekonstrukcji budowy wewnętrznej materiałów nieprzezroczystych, można sklasyfikować w dwóch grupach:

- 1) procedury niszczące:
 - metoda sekwencji zglądów (obserwacje za pomocą mikroskopu świetlnego) [18,19],
 - metoda trawienia za pomocą zorientowanej wiązki jonów FIB (obserwacje za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego) [20].
- 2) procedury nieniszczące [16, 17, 21, 22]:
 - tomografia komputerowa (z wykorzystaniem promieniowania jonizującego).

1.5. Metalograficzne metody niszczące rekonstrukcji mikrostruktury 3D

Metoda sekwencji zglądów metalograficznych

Technika sekwencji zglądów (przekrojów 2D) jest znaną procedurą rekonstrukcji mikrostruktury w skali 3D, stanowiącą podstawowe narzędzie, na którym bazuje metalografia ilościowa przy wyznaczaniu rozkładu wielkości cząstek sferycznych, w zbiorze o różnych średnicach (metoda Scheila-Sałytkowa). Jest to metoda pracochłonna i niezbyt powtarzalna w odniesieniu do precyzji i wierności odwzorowania. Dopiero ostatnio opracowano takie techniki stabilizacji wykonywania serii zglądów, realizowane w zrobotyzowanych systemach polerskich, które w sposób automatyczny gromadzą obrazy serii przekrojów. Dzięki temu, że kolejne przekroje mogą być z dużą precyzją sytuowane w odległości 0,5–5 μm , możliwe stało się objęcie obserwacją większych obszarów mikrostruktury. Przykładem zastosowania tej metody jest odtworzenie przestrzennych obrazów wydzielen fazy międzymetalicznych w stopach aluminium (rys. 2a) [19].

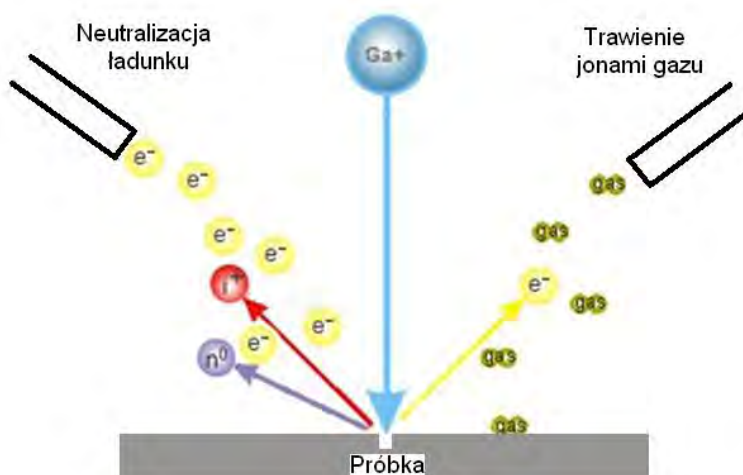


Rys. 2. Wyniki rekonstrukcji 3D kształtu wybranych składników mikrostruktury stopów odlewniczych: a) sekwencja zlokalizowanych zglądów, faza α -AlFeMnSi w stopie Al [19]; b) trawienie metodą FIB grafit płatkowy w żelwie [20] (1 kolumna - LM, płaski zgląd metalograficzny, badania własne, 2 kolumna - SEM, zgląd głęboko trawiony; badania własne, 3 kolumna - rekonstrukcja 3D)

Fig. 2. The results of 3D shape reconstruction of selected microstructural constituents of cast alloys: a) sequence of localised sections; α -AlFeMnSi phase in Al alloy [19]; b) etching by FIB technique; flake graphite in cast iron [20] (1 column - LM, planar metallographic section, own studies, 2 column - SEM, deep-etched section; own studies, 3 column - 3D reconstruction)

Metoda trawienia za pomocą zorientowanej wiązki jonów FIB

Metoda trawienia FIB jest techniką wizualizacji opartą o podobną zasadę co procedura serii zglądów sekwencyjnych, przy czym kolejne warstwy obiektu są odsłaniane w wyniku trawienia (usuwania kolejnych warstw materiału) pod wpływem oddziaływania zlokalizowanej wiązki jonów (rys. 3). Kolejne obrazy odsłanianych powierzchni są tworzone w elektronowym mikroskopie skaningowym i rejestrowane, w zależności od stosowanego detektora, jako obrazy SE (elektrony wtórne) lub BSE (elektrony wstecznie rozproszone).



Rys. 3. Schemat obrazujący przebieg zlokalizowanego trawienia wybranego mikroobszaru z wykorzystaniem metody FIB (Focused Ions Beam)

Fig. 3. Schematic representation illustrating the course of localised etching in selected microregion using FIB (Focused Ions Beam) technique

Obszar analizy musi być wstępnie oznakowany na zglądzie metalograficznym za pomocą markera. Podstawowe parametry procedury są zdeterminowane obszarem analizy i stopniem dyspersji mikrostruktury. W przypadku analizowania większych obiektów ($>100 \mu m$), zalecane jest wstępne głębokie trawienie, w celu ograniczenia zjawiska kontaminacji.

W zależności od liniowej zdolności rozdzielczej SEM i szybkości ścinania materiału przez FIB, rozdzielczość dla dwóch ujawnionych elementów obrazu może wynosić nawet 10 nm [17].

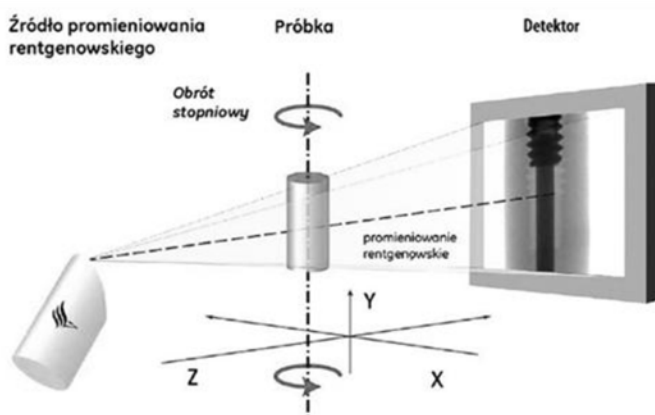
Przygotowanie zgromadzonego zbioru obrazów kolejnych ujawnionych powierzchni do rekonstrukcji obrazu mikrostruktury w skali 3D wymaga szeregu dalszych transformacji i modyfikacji, niemniej jednak przynosi zadowalające efekty, nawet w przypadku obiektów o tak rozbudowanej powierzchni i rozmiarach, jak płatkowy grafit w kolonii eutektycznej w żeliwie szarym (rys. 2b).

1.6. Metody nieniszczące

Rentgenowska tomografia komputerowa (CT) [16, 17, 21, 22]

Rentgenowska tomografia komputerowa (CT) jest nieniszczącą techniką wizualizacji wewnętrznej budowy nieprzezroczystych ciał stałych, z uwzględnieniem informacji o ich trójwymiarowej geometrii i właściwościach, która wykorzystuje złożenie zbioru rzutów dwuwymiarowych, zarejestrowanych pod różnymi kątami względem przyjętego układu współrzędnych (rys. 4). Występuje tu wyraźna analogia do wymienionych poprzednio technik niszczących, gdyż kolejne projekcje reprezentują określone warstwy obiektu o skończonej grubości (rys. 5a).

Mechanizm tworzenia obrazu w każdej warstwie, w przypadku tomografii rentgenowskiej bazuje na zjawisku osłabienia intensywności promieniowania, jakie ma miejsce w każdym z voxeli (rys. 5a), przetworzonego na kontrast (w skali szarości), widoczny na obrazach 2D. Na podstawie bezpośredniej relacji pomiędzy lokalnym poziomem szarości a stopniem osłabienia promieniowania zostaje odtworzony odpowiadający mu rozkład masy w analizowanej objętości.



Rys. 4. Schemat procedury rejestracji serii projekcji 2D w obrazowaniu w tomografii rentgenowskiej

Fig. 4. Schematic representation of the recording procedure for a series of 2D projections in X-ray CT imaging

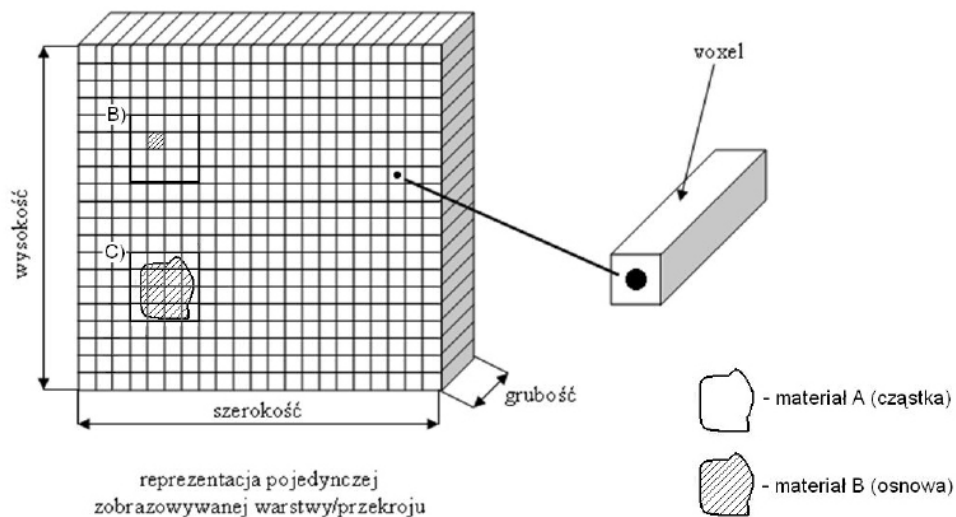
Prawo Beera charakteryzuje osłabienie wiązki promieniowania rentgenowskiego następujące w wyniku jej przejścia przez warstwę materiału. Redukcja intensywności wiązki I wychodzącej z wyodrębnionego mikroobszaru próbki jest wyrażona w funkcji energii wiązki pierwotnej I_0 , długości jej drogi w materiale x i materiałowego liniowego współczynnika osłabienia μ [21, 23, 24].

Dla wiązki monochromatycznej, przechodzącej przez materiał homogeniczny, prawo Beera jest wyrażone następującym wzorem:

$$I = I_0 \exp [-\mu x] \quad (1)$$

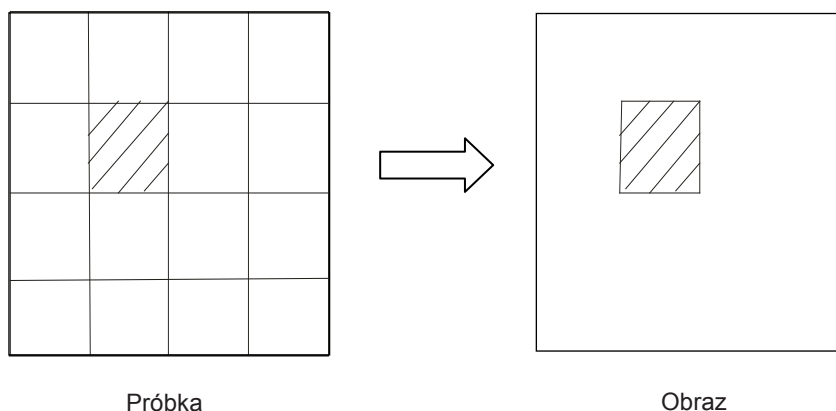
Większość strategii rekonstrukcyjnych koncentruje się na wyznaczeniu na podstawie tego wzoru pojedynczych wartości I dla każdej przestrzennej pozycji voxela. W takim przypadku należy liczyć się z błędami w odtworzeniu lokalnego poziomu szarości na obrazach, spowodowanymi głównie uprzywilejowanym osłabieniem niskoenergetycznej części widma.

a)



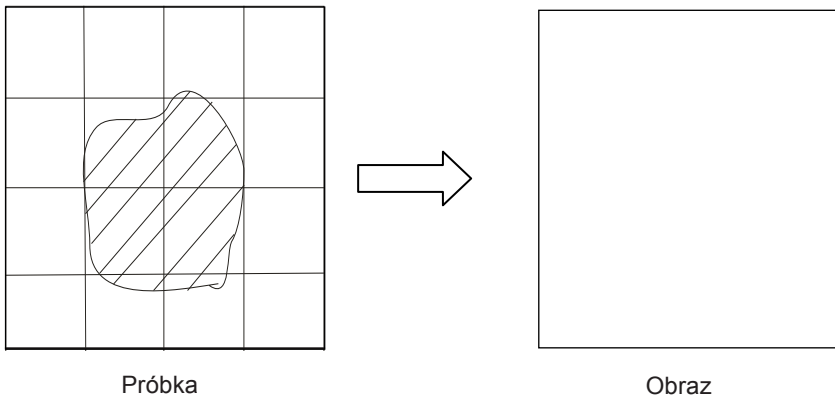
b)

$$|I_A - I_B| > \Delta P$$



c)

$$|IA - IB| > \Delta P$$



Rys. 5. Schemat powstawania kontrastu w pojedynczym przekroju (złożonym z elementarnych obiektów – voxelii): a) kontrast aparaturowy, ujawniona różnica kontrastu pomiędzy poszczególnymi voxelami, dla granicznej zdolności przestrzennej rozdzielczej detektora; b) kontrast materiałowy, brak kontrastu na obrazie, mimo że rozmiary obiektu znacznie przekraczają przestrzenną zdolność rozdzielczą detektora

Fig. 5. Schematic representation of contrast formation in a single section (made up of elementary objects - voxels): a) apparatus contrast, difference revealed between individual voxels for the spatial resolving power limit of detector, b) material contrast, lack of contrast in the image despite the fact that the size of the object considerably exceeds the spatial resolving power of detector

W materiale wieloskładnikowym równanie Beera ma postać:

$$I = I_0 \exp [\Sigma (-\mu_i x_i)] \quad (2)$$

gdzie każdy index i odnosi się do składnika i , o współczynniku osłabienia μ_i na liniowym odcinku x_i .

Liniowy współczynnik osłabienia jest sumą współczynników rozpraszania i pochłaniania promieniowania.

Wprowadzenie do równania Beera masowego współczynnika osłabienia μ/ρ pozwala uwzględnić wpływ lokalnego składu chemicznego na kontrast obrazu (w pojedynczym voxelu), tworzonego w kolejnych warstwach (przekrojach):

$$I/I_0 = \exp [-(\mu/\rho)x] \quad (3)$$

gdzie: ρ - gęstość

Masowy współczynnik osłabienia promieniowania z równania (3) jest wprost proporcjonalny do czynnego przekroju jonizacji σ :

$$\mu/\rho = \sigma_{tot}/uA \quad (4)$$

gdzie: u = atomowa jednostka masy ($1,6605402 \times 10^{-24}$ g = 1/12 masy atomowej izotopu węgla ^{12}C), A – uśredniona masa atomowa obiektu (w mikroobjętości reprezentowanej przez jeden voxel).

Całkowity przekrój czynny jonizacji σ_{tot} jest sumą cząstkowych przekrojów, związanych ze specyficznymi oddziaływaniami promieniowania z materią:

$$\sigma_{tot} = \sigma_{pe} + \sigma_{coh} + \sigma_{incoh} + \sigma_{pair} + \sigma_{trip} + \sigma_{ph.n} \quad (5)$$

gdzie: σ_{pe} – przekrój dla efektu fotoelektrycznego, σ_{coh} i σ_{incoh} przekroje dla rozpraszania koherentnego (Rayleigh'a) i niekoherentnego (Comptona), odpowiednio, σ_{pair} and σ_{trip} – przekroje dla produkcji par elektron-pozyton w polu jądra i w polu orbity elektronowej, odpowiednio, $\sigma_{ph.n}$ - przekrój fotojądrowy.

W świetle powyższych rozważań można sformułować ogólne zasady powstawania kontrastu w wyniku obrazowania w tomografii rentgenowskiej:

1. intensywność promieniowania I_a przechodząca przez voxel a musi być różna od intensywności promieniowania I_b przechodzącej przez voxel b :

$$I_a \neq I_b \quad (6)$$

2. różnica intensywności ΔI musi być powyżej progu czułości detektora ΔP :

$$\Delta I = (I_a - I_b) \geq \Delta P \quad (7)$$

Jak widać, ujawnienie kontrastu odzwierciedlającego lokalny stan mikrostruktury na zarejestrowanym obrazie ma aspekt materiałowy (tab. 1) i aparaturowy.

Aspekt materiałowy odnosi się do zróżnicowania intensywności wiązki, wychodzącej z poszczególnych mikroobjętości materiału, natomiast aspekt aparaturowy - do relacji pomiędzy wymiarem voxela a wymiarem elementu mikrostruktury (rys. 5b).

Rekonstrukcja 3D pozwala niekiedy ujawnić elementy mniejsze od pojedynczego voxela, dzięki odpowiedniej transformacji zapisu lokalnej skali osłabienia. W dużym uproszczeniu można jednak uznać, że im większa różnica liczby atomowej występującej w sąsiednich mikroobszarach, tym kontrast uzyskany na pojedynczych projekcjach i na rekonstrukcji przestrzennej tych mikroobszarów będzie bardziej widoczny.

Tabela 1. Masowe współczynniki osłabienia promieniowania rentgenowskiego μ/ρ dla wybranych pierwiastków [24]Table 1. X-ray mass attenuation coefficients μ/ρ for selected elements [24]

Energia wiązki promieniowania X, MeV	$\mu/\rho, \text{cm}^2/\text{g}$						
	C	Al	Si	Fe	Cu	Zn	Sn
1×10^{-3}	$2,211 \times 10^3$	$1,185 \times 10^3$	$1,57 \times 10^3$	$9,085 \times 10^3$	$1,057 \times 10^4$	$1,553 \times 10^4$	$8,157 \times 10^3$
1×10^{-2}	$2,373 \times 10$	$2,623 \times 10$	$3,389 \times 10$	$1,706 \times 10^2$	$2,154 \times 10^2$	$2,331 \times 10^2$	$1,384 \times 10^2$
2×10^{-2}	$4,42 \times 10^{-1}$	3,44	4,464	$2,568 \times 10$	$3,379 \times 10$	$3,719 \times 10$	$2,146 \times 10$
5×10^{-2}	$1,871 \times 10^{-1}$	$3,681 \times 10^{-1}$	$4,385 \times 10^{-1}$	1,958	2,613	$2,892 \times 10$	$1,070 \times 10$

W niemal wszystkich współczesnych tomografach do rekonstrukcji obrazu stosowane są metody analityczne, wymagające co prawda większych mocy obliczeniowych niż metody sumacyjne i iteracyjne, ale dające zdecydowanie najlepsze wyniki. Wśród nich najbardziej efektywne są:

- dwuwymiarowa analiza Fourierska – wykorzystuje transformatę Fouriera do opisanie otrzymanych profili pochłaniania w każdej z projekcji, dzięki temu zostają wyznaczone współczynniki pochłaniania w każdym z voxelów;
- metoda sumacyjna z filtrowaniem – bazuje na filtrowaniu obrazu, usuwającym efekty skokowej zmiany gęstości w badanym obiekcie.

Charakterystykę możliwości wizualizacji wewnętrznej budowy stopów w tomografii rentgenowskiej można podsumować następująco:

- powiększenie uzyskanego obrazu wynosi 1000–2000x, przy czym im większa jest wymagana rozdzielczość obrazowania tym próbka musi być mniejsza;
- poprawna kalibracja skali szarości względem współczynnika osłabienia, w przypadku wiązki polichromatycznej, nie zawsze jest możliwa, a na etapie akwizycji i interpretacji danych występują liczne, trudne do usunięcia artefakty;
- przedmiotem rekonstrukcji w skali 3D mogą być tylko te elementy mikrostruktury, które wytwarzają wystarczający kontrast materiałowy, i to niezależnie od mocy obliczeniowych komputera i stosowanych metod analitycznych (ograniczenie to dotyczy np. wydzielenia krzemu eutektycznego w stopach Al-Si);
- dane są gromadzone w postaci bardzo dużych plików, co wymaga odpowiednich parametrów komputera w celu ich analizy i wizualizacji;
- zastosowanie tomografii rentgenowskiej do badań dyspersyjnych składników mikrostrukturalnych, przynosi zazwyczaj zadowalające efekty tylko wtedy, gdy droga promieniowania w próbce jest krótka, a więc próbki są wystarczająco małe (rzędu kilku mm grubości), co oznacza konieczność wycinania ich z większych elementów, nie jest to więc uniwersalną metodą nieniszczącą.

Alternatywne techniki obrazowania wykorzystywane w tomografii komputerowej [25, 26, 27]

Zastosowanie innych źródeł kontrastu, takich jak np. wiązka elektronów w transmisyjnym mikroskopie elektronowym [25] czy promieniowanie synchrotronowe, umożliwia

częściowe zredukowanie ograniczeń występujących w tomografii rentgenowskiej oraz poprawę rozdzielczości wizualizacji [19, 26, 27].

Wykorzystanie promieniowania, uzyskiwanego w synchrotronie (*Synchrotron-based X-ray Tomographic Microscopy – SRXTM*), przy identycznym mechanizmie powstania kontrastu, daje dużo lepszą rozdzielczość przestrzenną, a w szczególnych przypadkach można uzyskać submikronową rozdzielczość materiałową. Dzięki wysokiej energii i monochromatyzacji wiązki, czas ekspozycji jest krótki, a obrazy charakteryzują się niskim poziomem szumów i dobrym kontrastem. Wyeliminowane są także wady obrazu związane ze stożkowatością wiązki wytwarzanej w standardowych tomografach rentgenowskich. Przykładem zastosowania tomografii synchrotronowej do obrazowania mikrostruktury stopów metali jest praca Rappazza, w której ujawnił on siatkową morfologię fazy β w stopie Cu-Sn, powstającej podczas przemiany perytektycznej, badając próbki o grubości około 0,3 mm [27].

Zastosowanie synchrotronu, jako źródła promieniowania elektromagnetycznego w badaniach strukturalnych, pozwala także na wykorzystanie innych mechanizmów tworzenia kontrastu materiałowego niż klasyczne osłabienie promieni X, a mianowicie:

- kontrast fazowy (*holotomography*),
- mapowanie składu chemicznego (*fluorescence tomography*),
- wewnętrzne oddziaływania na powierzchniach międzyfazowych (*refraction enhanced tomography*),
- lokalne zmiany sieci krystalicznej (*topotomography*).

2. Badania własne

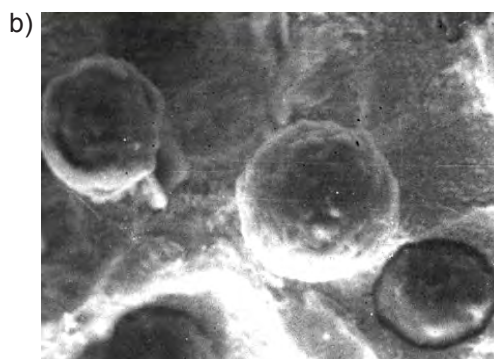
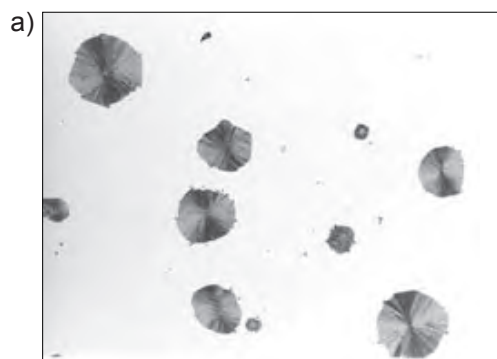
2.1. Materiał badań

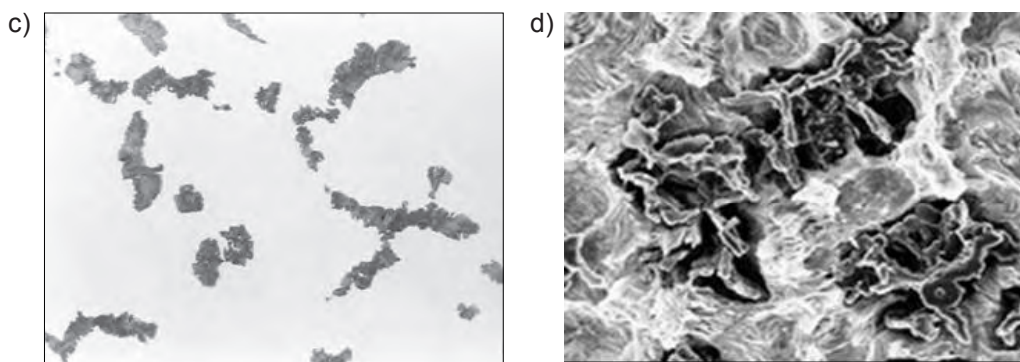
Jako materiał badawczy wykorzystano próbki typowych stopów odlewniczych:

- żeliwo z grafitem sferoidalnym (próbki 1, 2, 3),
- żeliwo z grafitem krętkowym (próbka 4).

Ich mikrostruktura reprezentowała następujące modele morfologiczne w skali 2D [28]:

- M1-osnowa jednolita + cząstki dyspersyjne, równoosiowe, wypukłe – żeliwo z grafitem sferoidalnym (rys. 6a,b),
- M2-osnowa jednolita + cząstki dyspersyjne, nierównoosiowe, wklęsłe – żeliwo z grafitem krętkowym (rys. 6c,d).





Rys. 6. Obraz mikrostruktury badanych stopów: a) M1-grafit sferoidalny, LM, pow. 100x; b) M1-grafit sferoidalny, SEM, pow. 500x; c) M2-grafit krętkowy, LM, pow. 500x, d) M2-grafit krętkowy, SEM, pow. 500x

Fig. 6. Microstructure image of the examined alloys: a) M1- spheroidal graphite, LM, 100x; b) M1- spheroidal graphite, SEM, 500x; c) M2-vermicular graphite, LM, 500x, d) M2-vermicular graphite, SEM, 500x

2.2. Metody badawcze

Obserwacje oraz pomiary wybranych cech geometrycznych składników mikrostruktury badanych próbek wykonano na polerowanych zglądach metalograficznych, przygotowanych metodą standardową.

Wykorzystano obrazy z metalograficznego mikroskopu świetlnego AxioOZ1m. Do analizy obrazu zastosowano dwa systemy pomiarowe: AxioVision [29] oraz Aphelion 3.2 [30].

Progi detekcji przed binaryzacją obrazu były ustalane manualnie (AxioVision) oraz automatycznie, w ramach testowanego makropolecenia (Aphelion).

Cyfrowe obrazy mikrostruktury zostały wyskalowane z uwzględnieniem parametrów zamieszczonych w tabeli 2.

Wykonano pomiary udziału objętościowego V_v oraz maksymalnej średnicy lub cięciwy cząstek dyspersyjnych.

Tabela 2. Zestawienie charakterystyki analizowanych cyfrowych obrazów mikrostruktury

Table 2. Summary of the characteristics of the analysed digital images of microstructure

Urządzenie obrazujące	Powiększenie obrazu w układzie optycznym	Obraz cyfrowy, piksel x piksel	Piksel, μm
AxioOZ1m	100x	1430 x 1060	1,45 x 1,45
	500x	262 x 212	6,26 x 6,26
NANOTOM	100x	1370 x 1270	1,25 x 1,25

Do badań mikrostruktury za pomocą rentgenowskiego tomografu NANOTOM, firmy PHOENIX, przygotowano próbki w postaci kostki o wymiarach 2 x 2 x 2 mm i wykorzystano 6 przekrojów 2D, pokrywających całą objętość próbki.

Rejestrację serii obrazów 2D w tomografii rentgenowskiej wykonano przy następujących parametrach pomiarowych:

- napięcie lampy 130 kV,
- odległość robocza: 5 mm/200 mm,
- czas ekspozycji: 500 ms,
- charakterystyka obrazowania:
 - liczba przekrojów do rekonstrukcji: 2200,
 - wymiar voxela (w próbce): 0,87 x 0,87 x 0,91 μm ,
 - wielkość piksela detektora: 50 μm .

Oznaczenie stosowanej procedury badawczej zawiera identyfikator metody O oraz systemu analizy obrazu S (tab. 3).

Tabela 3. Identyfikatory procedur badawczych

Table 3. Identifiers of test procedures

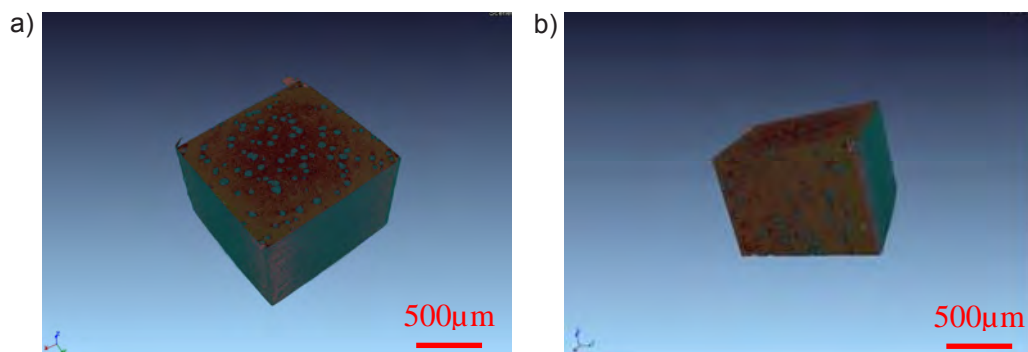
Obrazowanie	Mikroskop świetlny	Tomograf
oznaczenie	O1, LM	O2, TOMO
system analizy obrazu	AxioVision	Aphelion 3.2
oznaczenie	S1 (AXIO)	S2 (AP)

Analizę statystyczną uzyskanych wyników wykonano za pomocą pakietu statystycznego Statistica 8.0 oraz testu Studenta (t).

3. Wyniki badań

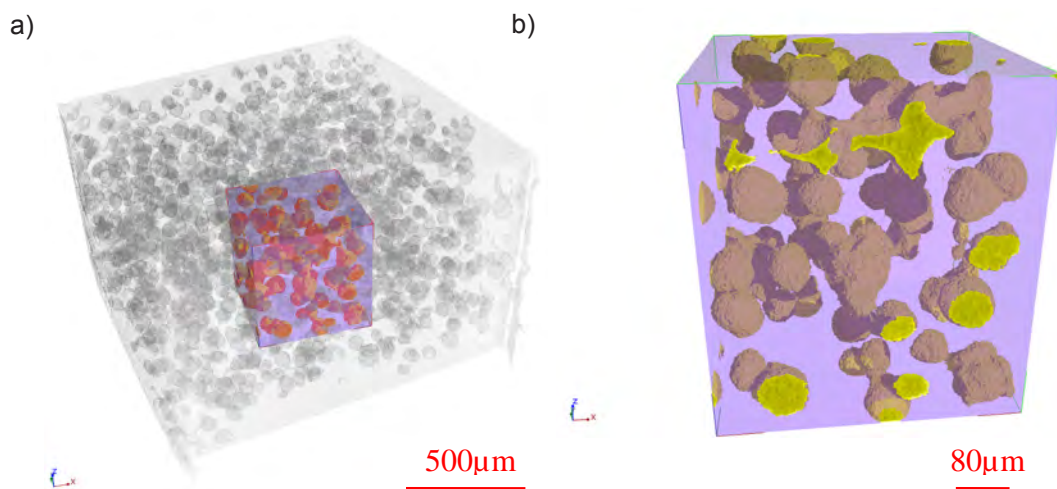
3.1 Wyniki obrazowania mikrostruktury w tomografii rentgenowskiej NANOTOM

Wyniki obrazowania mikrostruktury w tomografii rentgenowskiej oraz rekonstrukcję 3D jej przestrzennej budowy przedstawiono na rysunku 7 i 8 (próbka 3, grafit sferoidalny) oraz na rysunku 9 (próbka 4, grafit krętkowy).



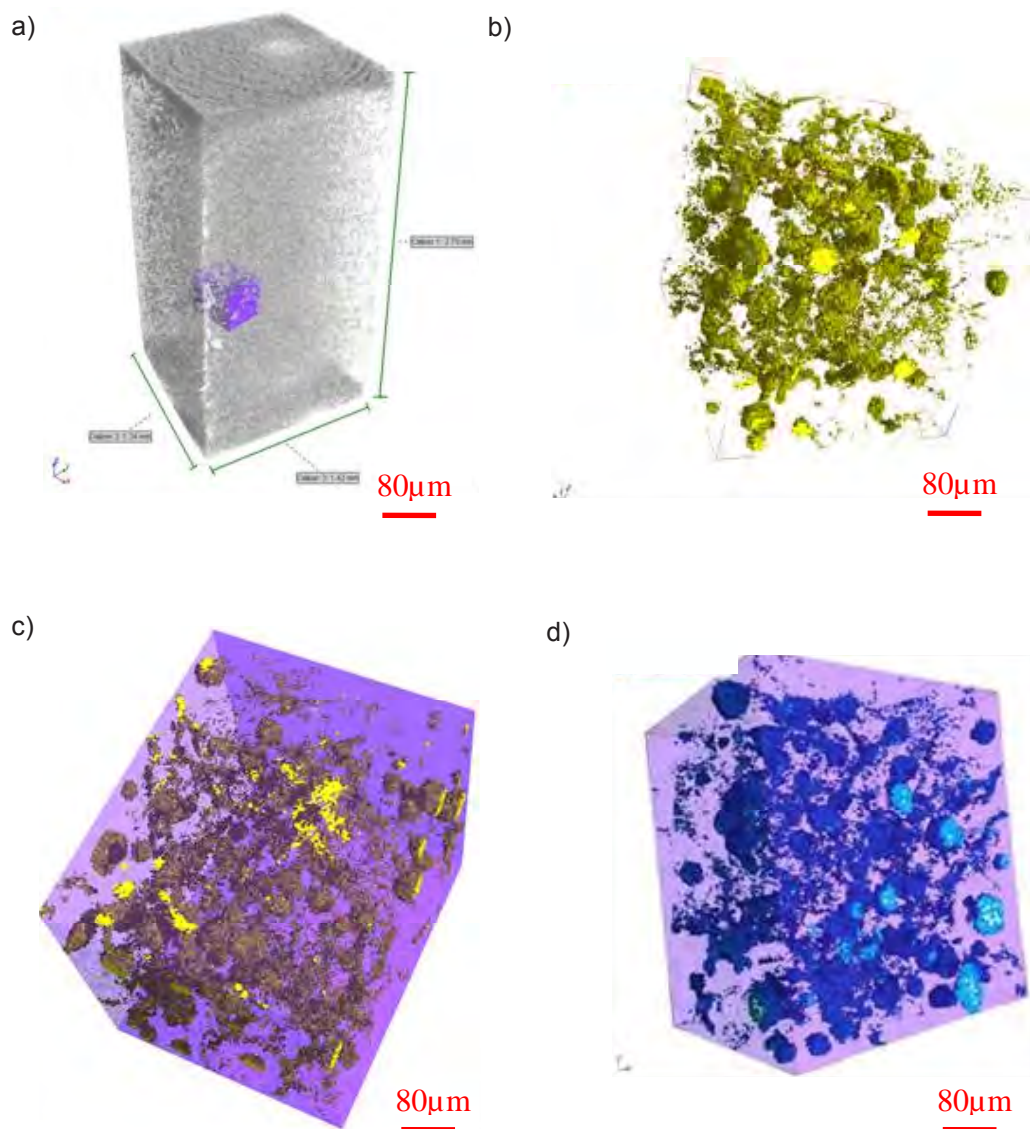
Rys. 7. Obrazowanie kolejnych przekrojów w badanej próbce żeliwa sferoidalnego (próbka 3):
a) płaszczyzna xy; b) płaszczyzna xz

Fig. 7. Imaging of consecutive sections in the examined specimen of ductile iron (specimen 3):
a) plane xy; b) plane xz



Rys. 8. Rekonstrukcja 3D rozkładu grafitu w badanej próbce żeliwa sferoidalnego (próbka 3):
a) widok przestrzenny badanej próbki; b) wizualizacja wydzieli grafitu w skali 3D
w mikroobszarze zaznaczonym na rysunku 8a

Fig. 8. 3D reconstruction of graphite distribution in the examined specimen of ductile iron
(specimen 3): a) spatial view of the specimen, b) visualisation of graphite precipitates in 3D scale
in a microregion marked in Figure 8a



Rys. 9. Wynik obrazowania próbki żeliwa z grafitem krętkowym (próbka 4): a) usytuowanie mikroobszaru rekonstrukcji w badanej próbce; b) rekonstrukcja 3D, rozmieszczenia grafitu w mikroobszarze c, d) widok mikroobszaru w zależności od kąta obserwacji

Fig. 9. The result of imaging a specimen of cast iron with vermicular graphite (specimen 4): a) location of reconstruction microregion in the examined specimen, b) 3D reconstruction of graphite distribution in microregion, c, d) view of microregion depending on the angle of observation

Próbka żeliwa sferoidalnego reprezentowała model mikrostruktury sprzyjający uzyskaniu zadowalającego efektu rekonstrukcji obrazu 3D wydzielań grafitu w badanej mikroobjętości (rys. 7, 8), zarówno pod względem morfologicznym (wydzielenia dyspersyjne równoosiowe, o średnicy ok. 80 μm), jak i fazowym (duża różnica masowego współczynnika osłabienia μ/ρ wydzielań i osnowy, tab. 1). W wyniku badań uwidoczniono odseparowane sferoidy, jak i takie skupiska, które są niewidoczne na obrazach mikroskopowych LM i SEM.

Obrazy poszczególnych przekrojów odseparowanych sferoidów cechowały się kontrastem wystarczającym, by oszacować i porównać średnicę poszczególnych obiektów (rys. 8b), co wskazuje na możliwość uzyskania danych niezbędnych do wykonania rozkładu średnic metodą Scheila-Sałytkowa.

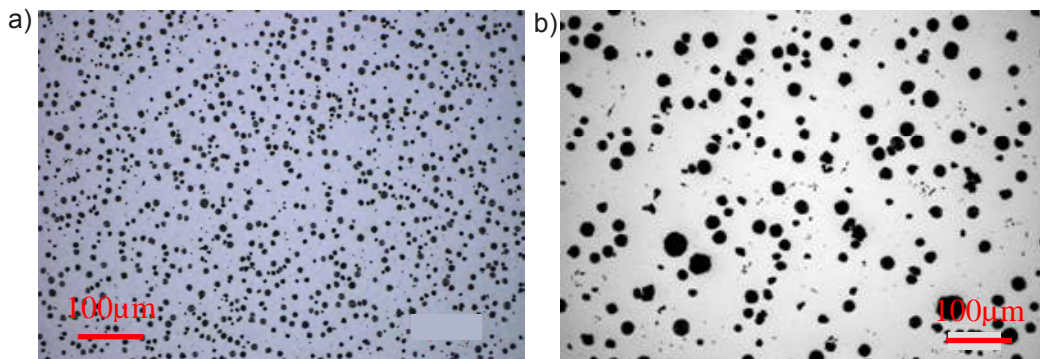
Obrazy skupisk (szacunkowo zawierających więcej niż 4 sferoidy) były mało skonstrastowane wewnątrznie, tak, że wyodrębnienie poszczególnych sferoidów nie było możliwe.

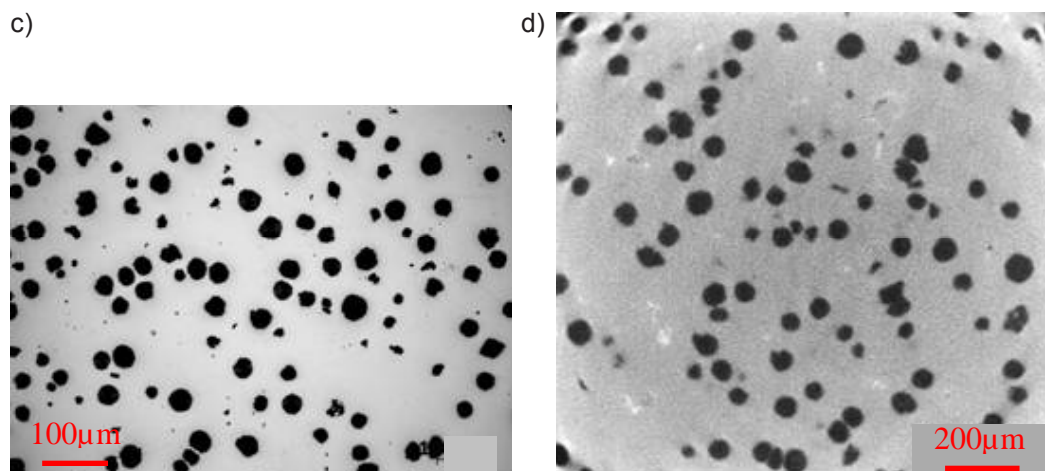
Rekonstrukcja 3D mikrostruktury próbki z grafitem krętkowym (model morfologiczny quasi-siatkowy, bryły wklęsłe) miała na celu ujawnienie przestrzennych relacji oraz stopnia ciągłości siatki w skupiskach grafitu przewidywanej na podstawie obserwacji w skaningowym mikroskopie elektronowym. Uzyskany wynik nie jest jednak zadowalający i wskazuje na ograniczenia wizualizacji w tomografii rentgenowskiej w odniesieniu do tego modelu mikrostruktury (rys. 9). Obraz uzyskany w wyniku rekonstrukcji 3D (rys. 9b-d) świadczy o tym, że zarówno wewnątrz pojedynczego voxelu, jak i pomiędzy sąsiednimi voxelami dochodziło do takiego uśrednienia masowego współczynnika osłabienia μ/ρ , że zarejestrowanie ewentualnego kontrastu było poza zdolnością rozdzielczą detektora. Wynik ten stanowi potwierdzenie wcześniejszych opinii o ograniczeniu rozdzielczości tomografii rentgenowskiej do obiektów o rozmiarach kilkudziesięciu mikrometrów. Do obrazowania morfologii rozbudowanych struktur siatkowych powinna być zatem stosowana tomografia o większej rozdzielczości materiałowej, np. wykorzystująca promieniowanie synchrotronowe.

3.2. Analiza obrazu mikrostruktury w skali 2D

Mikrostruktura badanych próbek

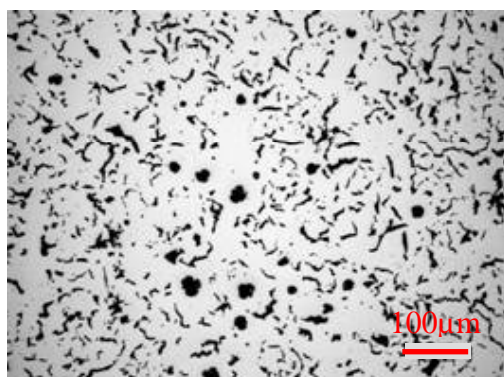
Mikrostrukturę badanych próbek z grafitem sferoidalnym i krętkowym przedstawiono na rysunku 10 (grafit sferoidalny) oraz na rysunku 11 (grafit krętkowy).





Rys. 10. Mikrostruktura próbek z grafitem sferoidalnym, zglądy metalograficzne nietrawione; a) próbka 1, mikroskop AxioOZ1m, pow. 100x; b) próbka 2, mikroskop AxioOZ1m, pow. 100x; c) próbka 3, mikroskop AxioOZ1m, pow. 100x; d) próbka 3, obraz 2D z tomografu rentgenowskiego NANOTOM, pow. 100x

Fig. 10. Microstructure of specimens with spheroidal graphite, metallographic sections unetched; a) specimen 1, AxioOZ1m microscope, 100x; b) specimen 2, AxioOZ1m microscope, 100x; c) specimen 3, AxioOZ1m microscope, 100x; d) specimen 3, 2D image from NANOTOM X-ray CT, 100x



Rys. 11. Mikrostruktura próbki 4, mikroskop AxioOZ1m, zgląd metalograficzny nietrawiony, pow. 100x

Fig. 11. Microstructure of specimen 4, AxioOZ1m microscope, unetched metallographic section, 100x

Ilościowa charakterystyka wydzielań grafitu w żeliwie

Wyniki pomiarów udziału objętościowego grafitu sferoidalnego V_v , %

Do porównania statystycznej istotności wyników pomiarów wybranych parametrów stereologicznych grafitu sferoidalnego, uzyskanych z wykorzystaniem różnych metod obrazowania i systemów pomiarowych zastosowano dwustronny test t_r . Została przyjęta następująca hipoteza zerowa:

$$H_0 = V_v(Oi1/Sj1) = V_v(Oi2/Sj2)$$

gdzie:

o - rodzaj obrazowania;

S - metoda analizy obrazu;

i, j - oznaczenie procedury wg tab. 3 ($i = 1, 2, j = 1, 2$).

zakładając, że w określonej próbce wyniki pomiaru V_v , wykonane za pomocą dwóch procedur, zdefiniowanych poprzez system obrazowania O_i oraz system analizy obrazu S_j , są jednakowe.

Falsyfikacja tej hipotezy oznacza, że porównywane procedury prowadzą do uzyskania wyników statystycznie różnych. Potwierdzenie prawdziwości hipotezy oznacza, że wyniki uzyskane za pomocą dwóch procedur pomiarowych nie są statystycznie różne.

Przyjętą hipotezę zerową sprawdzano za pomocą testu Studenta (t), przy założonym poziomie ufności (95%).

O jej przyjęciu lub odrzuceniu decydowało porównanie wartości t z pomiaru t_{pom} i z tablic t_{tab} , dla aktualnej liczby stopni swobody: $t_{pom} > t_{tab}$ oznacza odrzucenie hipotezy, $t_{pom} < t_{tab}$ - oznacza jej przyjęcie.

Wyniki testu t dla wybranych procedur pomiarowych zamieszczono w tabeli 4.

Wyniki testu t dla wybranych procedur pomiarowych wskazują, że w próbce 1 i 2 wyniki pomiaru udziału objętościowego V_v grafitu sferoidalnego nie różnią się w sposób statystycznie istotny (przy założonym poziomie ufności 95%, tab. 4). Istotnie różne wyniki uzyskano natomiast w próbce 3 i to zarówno w odniesieniu do tych uzyskanych dzięki zastosowaniu procedur różniących się sposobem obrazowania, jak i systemem analizy obrazu. Zestawienie wyników pomiarów V_v , [%], przedstawione w tabeli 4, pozwala wytłumaczyć pozornie przypadkowe wyniki testu t (tab. 4). Jak się okazuje, w przypadku porównania dwóch systemów analizy obrazu rozbieżności są pochodną małej liczby pól widzenia, zastosowanej w procedurze {LM,AXIO/O1,S1}. Rozproszenie wyników, mierzone wielkością odchylenia standardowego, w przypadku 3 pól widzenia jest 2-3 razy większe niż uzyskane już po zwiększeniu liczby pól widzenia do 6. Niejednorodność rozmieszczenia grafitu na analizowanym przekroju była więc w badanych próbkach zbyt duża, by wartość średnia V_v z 3 pól widzenia mogła być uznana za reprezentatywną, przy założonym poziomie ufności. Potwierdzeniem tej tezy są także wyniki uzyskane przy powiększeniu mikroskopowym 500x, których rozproszenie jest wyraźnie większe, w porównaniu z występującym w zbiorach, uzyskanych dla obrazów zarejestrowanych przy powiększeniu 100x. Wynik taki uzyskano mimo jednakowej liczby porównywanych pól widzenia, wystarczającej by uzyskać nieobciążoną estymację wartości oczekiwanej V_v przez średnią arytmetyczną z poszczególnych zbiorów (tab. 4).

W próbce 1 uzyskano najmniejsze rozproszenie wyników, niezależnie od stosowanej procedury (tzn. metody obrazowania i systemu analizy obrazu), co można wytłumaczyć

tym, że wydzielenia grafitu charakteryzowały się w tej próbce największym stopniem dyspersji.

Z kolei udział objętościowy grafitu V_v , wyznaczony na obrazach uzyskanych z tomografu rentgenowskiego jest istotnie różny od wyniku odnoszącego się do obrazów z mikroskopu świetlnego, niezależnie od systemu analizy i powiększenia mikroskopowego. Można to tłumaczyć tym, że część wydzieleni nie została ujawniona na obrazie lub wykazywała kontrast zbyt niski, by przekroczyć założony próg detekcji, o czym świadczy gorsza jakość kontrastu obrazów z tomografu (rys. 10d).

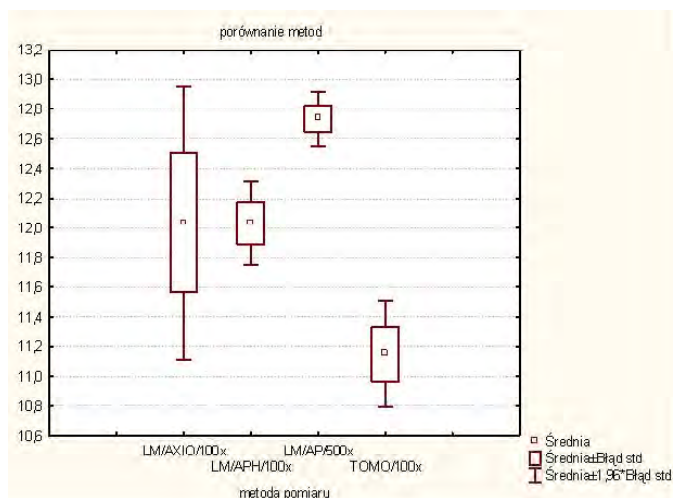
W pracy nie rozpatrywano wpływu parametrów obrazowania w tomografii rentgenowskiej na wizualną granicę wykrywalności w odniesieniu do grafitu sferoidalnego.

Tabela 4. Porównanie wyników pomiaru V_v (w %) przy powiększeniu 100x, z zastosowaniem systemu AxioVision oraz Aphelion 3.2

Table 4. Comparison of the results of the V_v measurement in% at a magnification of 100x using AxioVision and Aphelion 3.2 systems

Próbka	Metoda	Średnia Grupa 1	Średnia Grupa 2	t_{pom}	t_{tabl} [31]	N Grupa 1	N Grupa 2	Iloraz F - wariacje
1	LM-AXIO vs. LM-AP	9,4	10,1	1,46816	2,365	3	6	4,439103
2	LM-AXIO vs. LM-AP	9,4	10,10	1,46816	2,365	3	6	4,439103
3	LM-AXIO vs. LM-AP	12,03	10,1	4,702212	2,365	3	6	3,189103
3	LM-AXIO100x, vs. TOMO-AXIO	12,0	11,2	3,178549	2,365	3	6	3,401709
3	LM-AP,500x, vs. LM-AP,100x	12,7	12,0	4,118439	2,228	6	6	2,421053

Na rysunku 12 przedstawiono sumaryczne zestawienie wyników uzyskanych w próbce 3, wskazujące, że zastosowanie zobjektywizowanej procedury transformacji obrazu, realizowane w zautomatyzowanej procedurze systemu komercyjnego Aphelion pozwoliło uzyskać wyniki o większej precyzji (mniejszym rozproszeniu), przy porównywalnej średniej wartości udziału objętościowego grafitu.



Rys. 12. Próbka 3, porównanie wyników analizy statystycznej pomiarów udziału objętościowego grafitu sferoidalnego V_v w %, z wykorzystaniem różnych metod obrazowania i systemów pomiarowych

Fig. 12. Specimen 3, a comparison of the results of statistical analysis of the measurements of the volume fraction of spheroidal graphite V_v in %, using different methods of imaging and measurement systems

Pomiar cech geometrycznych wydzielań grafitu

Grafit sferoidalny

Oszacowanie średnicy wydzielań grafitu sferoidalnego wykonano na podstawie zbioru wyników pomiaru średnic poszczególnych cząstek w polu widzenia. Wybór takiej metodyki był uzasadniony późniejszym wykorzystaniem pomiaru do klasyfikacji grafitu według kryterium klas wielkości z normy PN-EN ISO 945-1.

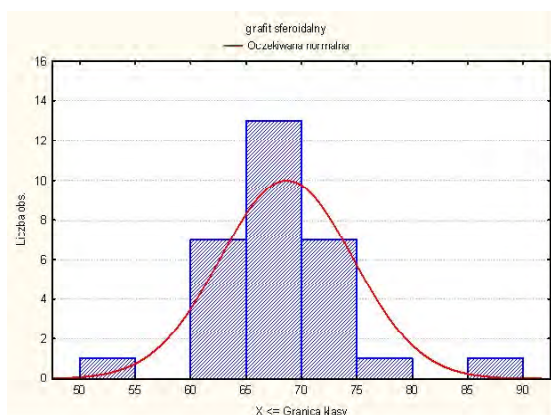
Wyniki pomiaru średnicy wydzielań grafitu sferoidalnego, uzyskane za pomocą różnych technik obrazowania oraz systemów analizy obrazu zamieszczono w tabeli 5 oraz na rysunkach 13–14. Mimo, że rozkłady średnicy cząstek, przedstawione na rysunku 13, wykazują różnice związane z techniką obrazowania, to wartości średniej średnicy wydzielań grafitu, wyznaczone na obrazach z mikroskopu świetlnego oraz z tomografu rentgenowskiego nie różnią się w sposób statystycznie istotny (tab. 5, rys. 14). Niemniej jednak, obecność większych wydzielań zaobserwowanych na obrazach z tomografu w porównaniu z widocznymi na badanym zglądzie metalograficznym pojedynczym przekroju, została wykazana także w wynikach przeprowadzonych pomiarów. Fakt ten można przypisać albo efektom związanym z obrazowaniem (różnica widoczna tylko na obrazach) albo z rzeczywistą niejednorodnością zbioru wydzielań grafitu, nieujawnioną na pojedynczym zglądzie, a widoczną na rekonstrukcji 3D (rys. 8b).

Do zaobserwowanych defektów obrazu grafitu sferoidalnego, związanych z obrazowaniem za pomocą tomografu rentgenowskiego, należą przede wszystkim:

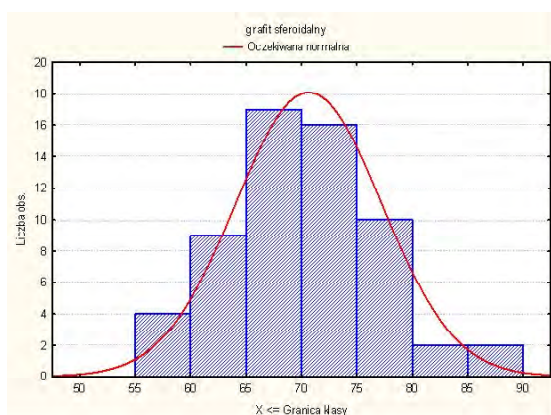
- nieskorygowana deformacja obrazu (rys. 10d),
- rozmycie granic grafit/osnowa, utrudniające ustawienie prawidłowego progu detekcji (rys. 10d).

Należy natomiast podkreślić fakt ujawnienia na obrazach z tomografu komputerowego wydzielen grafitu, większych od tych, których przekroje były widoczne na zglądzie metalograficznym. Analizowane obrazy pochodzą bowiem z sześciu kolejnych warstw próbki, istnieje więc sześciokrotnie większe prawdopodobieństwo wystąpienia na którymś z nich największego wydzielenia grafitu niż na pojedynczym zglądzie metalograficznym.

a)



b)



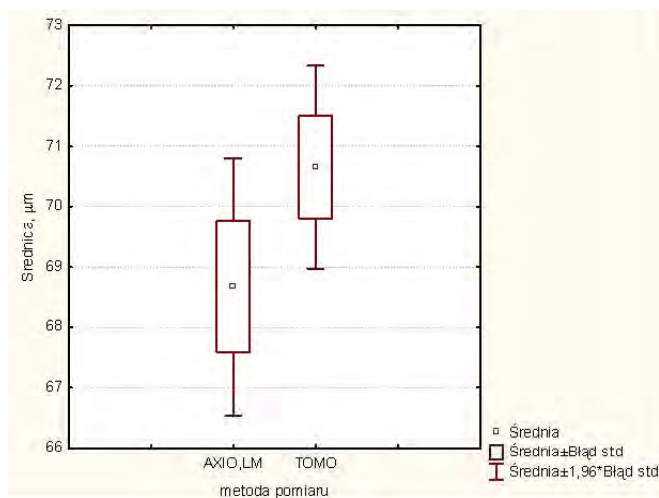
Rys. 13. Próbkę 3, rozkład licznosci wydzielen grafitu sferoidalnego w klasach średnicy D (w μm): a) pomiar obrazu z mikroskopu świetlnego, system AxioVision, pow. 100x; b) pomiar obrazu z tomografu rentgenowskiego, system AxioVision, pow. 100x

Fig. 13. Specimen 3, distribution of the spheroidal graphite precipitates quantity in classes of diameter D in μm: a) measurement of LM image, an AxioVision system, 100x b) measurement of X-ray CT image, an AxioVision system, 100x

Tabela 5. Próbką 3, porównanie wyników pomiaru średnicy wydzielań grafitu D w μm , z zastosowaniem systemu AxioVision, przy obrazowaniu za pomocą mikroskopu świetlnego oraz tomografu rentgenowskiego

Table 5. Specimen 3, a comparison of the results of measurements of the graphite precipitates diameter D in μm , using an AxioVision system with LM and X-ray CT imaging

Próbka	Metoda	Średnia Grupa 1	Średnia Grupa 2	t_{pom}	t_{tabl} [31]	N Grupa 1	N Grupa 2	Iloraz F - wariacje
1	LM-AXIO vs. Tomo AXIO	68,7	70,7	1,38286	2,000	30	60	1,218415



Rys. 14. Próbką 3, porównanie wyników analizy statystycznej pomiarów średnicy wydzielań grafitu D (w μm) grafitu sferoidalnego z wykorzystaniem różnych metod obrazowania i systemów pomiarowych

Fig. 14. Specimen 3, a comparison of the results of the statistical analysis of the measurements of the spheroidal graphite precipitates diameter D (in μm) using different imaging methods and measurement systems

Grafit krętkowy

Jako parametr charakteryzujący wielkość wydzieli grafitu krętkowego przyjęto średnią cięciwę największego wydzielenia, według standardowej definicji analizy obrazu [11, 12]. Należy bowiem zdawać sobie sprawę, że jest to miara wielkości tego typu cząstek jedynie przybliżona, mamy bowiem do czynienia z obiektami, które w skali 3D należą do grupy brył wklęsłych.

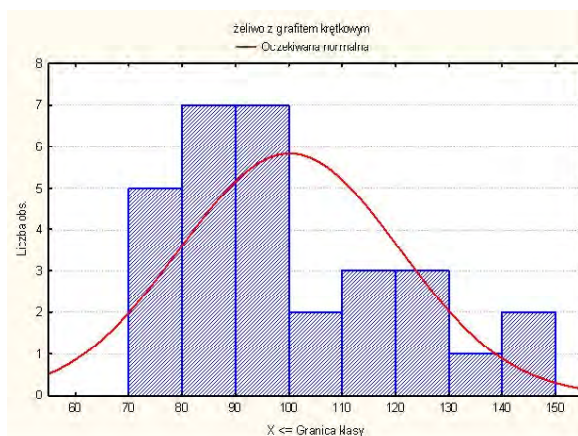
Wyniki pomiaru średniej cięciwy wydzieli grafitu krętkowego zamieszczono w tabeli 6.

Tabela 6. Próbką 4, wielkość średniej cięciwy grafitu krętkowego L , μm

Table 6. Specimen 4, the size of an average vermicular graphite chord L , μm

Nr pola pomiaru	N	Średnia	Granice przedziału ufności – 95%		Odchylenie standardowe	Średnia cięciwa trzech największych wydzieli w polu widzenia
1	10	94,7	83,1	106,3	16,2	116,0
2	10	96,3	84,2	108,4	16,9	117,0
3	10	109,5	91,1	127,9	25,7	141,0

Rozkład wielkości średniej cięciwy wydzieli dla całego zbioru wyników przedstawiono na rysunku 15. Rozkład ma charakter bimodalny (2 maksima), z większym skupieniem cząstek w obszarze niskich wartości cięciw. Średnia arytmetyczna wartość cięciwy nie jest więc reprezentatywna dla scharakteryzowania zbioru takich cząstek.



Rys. 15. Próbką 4, rozkład licznosci wydzieli grafitu krętkowego w klasach długości cięciwy L , μm

Fig. 15. Specimen 4, the distribution of vermicular graphite precipitates quantity in classes of the chord length L , μm

Rozproszenie wyników (tab. 6, rys. 15) związana jest przede wszystkim, z niedokreśleniem relacji pomiędzy obrazami 2D i 3D, charakterystycznym dla brył wklęsłych, a w następnej kolejności jest związane z metodologią pomiaru.

3.3. Klasyfikacja wydzieleni grafitu według założeń normy PN-EN ISO 945

Wyznaczenie średnicy cząstek określonej fazy, nawet w przypadku tak prostego modelu morfologicznego mikrostruktury, jaki reprezentuje żeliwo z grafitem sferoidalnym, musi być poprzedzone dodatkowymi założeniami.

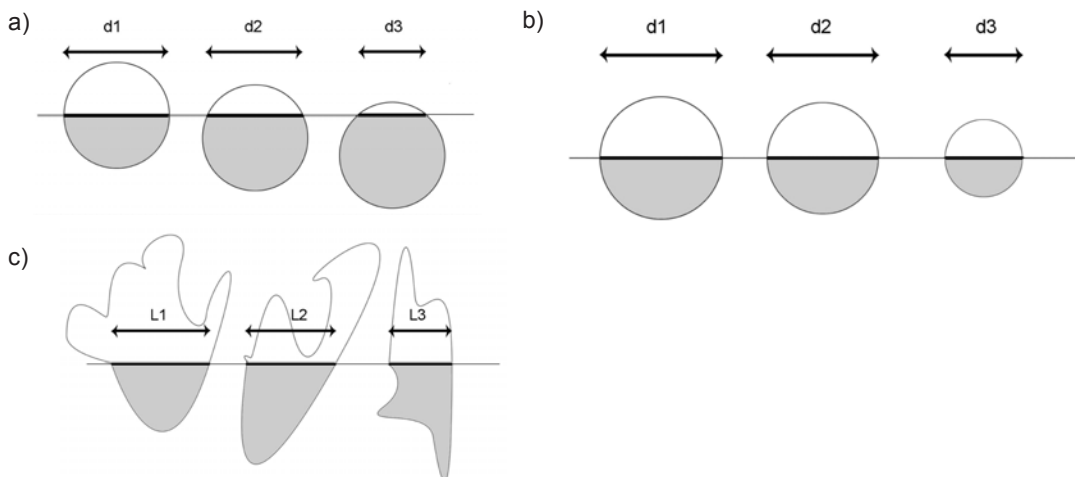
Należy wstępnie przyjąć jeden z dwóch, bardziej szczegółowych modeli morfologicznych:

- cząstki grafitu o jednakowej średnicy,
- cząstki grafitu o różnej średnicy.

W obu modelach rozkład średnic przekrojów 2D, uzyskany na przypadkowo usytuowanym zglądzie metalograficznym, może być jednakowy (rys. 16a,b), co nie pozwala na jednoznaczne zidentyfikowanie rzeczywistego obrazu wydzielenia grafitu w skali 3D.

Jeszcze bardziej skomplikowana relacja pomiędzy obrazami 2D i 3D występuje w przypadku grafitu krętowego (rys. 16c).

Posługiwanie się średnią wartością średnicy przekroju 2D, może prowadzić do błędnej oceny populacji sferoidów. W przypadku modelu 1. (sferoidy o jednakowej średnicy), oznacza zaniżenie wyniku w stosunku do wartości rzeczywistej, a w przypadku modelu 2. (sferoidy o różnej średnicy) i grafitu krętowego prowadzi do wyraźnie nieprawidłowej klasyfikacji (tab. 7 i 8).



Rys. 16. Relacje pomiędzy obrazem 2D i 3D dla różnych modeli struktur dyspersyjnych: a) kule o jednakowej średnicy, widok 2D, płaszczyzna prostopadła do zglądu metalograficznego; b) kule o niejednakowej średnicy, widok 2D, płaszczyzna prostopadła do zglądu metalograficznego; c) bryły wklęsłe, widok 2D, prostopadła do zglądu metalograficznego

Fig. 16. The relationships between 2D and 3D images for various models of dispersive structures: a) spheres of equal diameter, 2D view, the plane normal to metallographic section, b) spheres of unequal diameter, 2D view, the plane normal to metallographic section, c) hollow blocks, 2D view, the plane normal to metallographic section

Porównanie wyniku klasyfikacji wielkości wydzieli grafitu w próbce 3, według kryterium normy PN-EN ISO 945-1, z uwzględnieniem różnych metod obrazowania oraz systemów analizy obrazu, zamieszczono w tabeli 7. W tabeli 8 zamieszczono wyniki klasyfikacji wielkości grafitu w próbkach 1, 2, 4, w oparciu o wyniki analizy obrazu z wykorzystaniem systemu AxioVision.

Tabela 7. Klasyfikacja grafitu z wykorzystaniem obrazowania w tomografii rentgenowskiej oraz systemu analizy AxioVision

Table 7. Classification of graphite using X-ray CT imaging and AxioVision analysis system

Średnica wydzieli	Nr próbki	3, AXIO		3, TOMO	
		Wartość	Klasa	Wartość	Klasa
$D_{\text{sr}3}$		75,7	2	85	2
D_{sr}		68,7	2	77	2
D_{max}		80	2	87	2

Tabela 8. Klasyfikacja grafitu z wykorzystaniem obrazowania w mikroskopie świetlnym oraz systemu analizy AxioVison

Table 8. Classification of graphite using LM imaging and AxioVision analysis system

Średnica wydzieli	Nr próbki	1		2		4	
		Wartość	Klasa	Wartość	Klasa	Wartość	Klasa
$D_{\text{sr}3}$		26	3	70,3	2	124	1
D_{sr}		21,7	4	49,3	3	98	2
D_{max}		27	3	77	2	150	1

Wyniki zamieszczone w tabelach 7 i 8 wskazują, że w przypadku badanych próbek z grafitem sferoidalnym, przyjmując średnią średnicę wydzieli grafitu jako kryterium klasyfikacji, uzyskamy atrybucję grafitu do klasy o co najmniej jeden rząd wielkości wyższej, niż gdy posłużymy się wartością średnią średnicy, wyznaczonej dla trzech największych wydzieli, obserwowanych na pojedynczym zglądzie, czy też na przekrojach, zobrazowanych w tomografii rentgenowskiej. Podobna zależność została zidentyfikowana w przypadku grafitu krętkowego. Jest to wynik istotny dla wyznaczenia kierunku prac nad procedurami, wprowadzającymi analizę obrazu jako narzędzie klasyfikacji grafitu, w oparciu o znormalizowane kryteria.

4. Podsumowanie

W ramach pracy wykonano pomiary dwóch parametrów, charakteryzujących mikrostrukturę i morfologię składników mikrostrukturalnych, występujących w typowych stopach odlewniczych:

- udział objętościowy V_v wybranego składnika mikrostruktury – stereologiczny parametr globalny,
- wielkość indywidualnego wydzielenia określonego składnika mikrostrukturalnego – stereologiczny parametr lokalny (przy założeniu, że przedmiotem oceny jest populacja przekrojów 2D, widocznych na zglądzie metalograficznym).

Porównywano wyniki pomiarów, przeprowadzonych z wykorzystaniem obrazów mikroskopowych oraz z tomografu rentgenowskiego, a także różnych systemów analizy obrazu: AxioVision oraz Aphelion 3.2.

W przypadku obu systemów analizy obrazu, w zastosowaniu do pomiaru udziału objętościowego V_v , przyjęty sposób ustalenia progu detekcji – manualny i zautomatyzowany, był wystarczająco powtarzalny, by dla wydzielen dyspersyjnych (grafit) można było uzyskać wyniki o niewielkim stopniu rozproszenia (błąd standardowy 1–6%) oraz porównywalne (nieistotnie różne, na poziomie ufności 95%).

Pomiar parametru lokalnego, czyli wielkości określonej cząstki, estymowanego średnicą lub cięciwą, w dużym stopniu zależał od kategorii brył, do której można było ją przypisać: wypukłe lub wklęsłe.

W każdym przypadku, zwiększenie populacji mierzonych obiektów sprzyjało wzrostowi precyzji pomiaru (zmniejszeniu rozproszenia wyników).

Na podstawie przeprowadzonych badań i analizy uzyskanych wyników sformułowano następujące wnioski końcowe:

- Obrazowanie grafitu sferoidalnego za pomocą tomografu rentgenowskiego zwiększa prawdopodobieństwo ujawnienia cząstek o maksymalnej średnicy, dzięki czemu można dokonać poprawnej klasyfikacji jego wielkości według założeń normy PN-EN ISO 945-1.
- Zidentyfikowanie rozkładu wielkości wydzielen cząstek dyspersyjnych w przestrzeni 3D wymaga wykonania pełnej rekonstrukcji obrazu z tomografu rentgenowskiego lub zwiększenia zagęszczenia obrazowanych przekrojów (zmniejszenie odległości poszczególnych przekrojów poniżej 10 μm).
- Ze względu na znikomą kohezję na granicy grafit/osnowa i nieistotną w porównaniu z osnową wytrzymałość, każde wydzielenie grafitu stanowi osłabienie obciążonego przekroju proporcjonalne do swojego maksymalnego przekroju. Dane eksperymentalne wskazują na nasilający się efekt osłabienia materiału wraz ze wzrostem wielkości wydzielen grafitu [32]. W kontekście oceny właściwości mechanicznych materiału, klasyfikacja wydzielen grafitu, przeprowadzona zgodnie z procedurą ustanowioną w normie PN-EN ISO 945-1, daje większy margines bezpieczeństwa niż wyznaczanie parametru globalnego.

Podziękowanie

Praca została wykonana w ramach finansowania działalności statutowej Instytutu Odlewnictwa w roku 2010, zlec. 9018/00.

Literatura

1. Ogólne wymagania dotyczące kompetencji laboratoriów badawczych i wzorcujących – PN-EN ISO/IEC 17025 wraz projektem nowelizacji przewodnika ISO/IEC 25.
2. Kurzydłowski K.J.: Microstructural: Applications of the quantitative characterization of microstructures to engineering materials, Science, Volume 27, 31.10–03.11.1999.
3. Progress in characterizing materials using image analysis, George F. Vander Voort, New developments in Materials Characterization Technologies; Albuquerque, New Mexico, USA; 23-24 July 1995, pp. 23–32.
4. The Image Processing Handbook 2nd. Edition John C. Russ.
5. Warmuzek M. et al.: Les modeles physiques et la simulation de la formation de la morphologie de la microstructure d'un alliage Al-Si, Fonderie Fondateur d'aujourd'hui, Mars 2003, No. 223, pp. 26–37.
6. Arbenz H.: The use of structural features to determine the quality of aluminium castings, Gieserei, 1979, Vol. 66, pp. 702–711.
7. Cacere M. and al.: Alloy selection for die casting using quality index, AFS Trans., 1999, Vol. 107, pp. 239–247.
8. Tensi H.M., Hogerl J.: Metallographische Gefüge Untersuchungen zur Qualitätssicherung von AlSi-Gussbauteilen, Metall, 1994, Vol. 48, pp. 776–781.
9. PN-EN ISO 945-1 Mikrostruktura żeliwa – cz. 1: Klasyfikacja grafitu za pomocą analizy wizualnej.
10. Ryś J.: Stereologia materiałów, Fotobit Design, Kraków, 1995.
11. Wojnar L.: Image Analysis Applications in Materials Engineering, N. York, CRC Press, 1999.
12. ASTM E 112 Standard Test Method for Determining Average Grain Size.
13. PN-EN ISO 643 Stopy żelaza – określanie średniej wielkości ziarna.
14. PN-EN ISO 2624 Miedź i stopy miedzi – określanie średniej wielkości ziarna.
15. Warmuzek M., Gazda A.: An analysis of cooling rate influence on the sequence of intermetallic phases precipitation in some commercial aluminium alloys, Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 1999, Vol. 14, pp. 535–537.
16. Todd Quinta E.: An introduction to X-ray tomography and Radon transformation, Proc. of Symposia of Applied Mathematics, 2005, American Mathematics Society, pp. 1–23.
17. Ohser J., Schladitz K.: 3D images of material structures, processing and analysis, Wiley-VCH, 2009.
18. Singh H. et al.: Reconstruction and quantitative characterization of multiphase, multiscale three-dimensional microstructure of a cast Al-Si base alloy, Met. and Mat. Trans. B, 2009, Vol. 40B, pp. 859–870.
19. Dinnis C.M., Taylor J.A., Dahle A.K.: Interaction between iron manganese and the Al-Si eutectic in Al-Si alloys, Met. and Mat Trans. A, 2006, V37A, pp. 3283–3291.
20. Velichko A.: Quantitative 3D Characterization of Graphite Morphologies in Cast Iron using FIB Microstructure Tomography, Dissertation, Saarbrücken, 2008.
21. Derruves J., Viaggini G., Bessuel P.: Advances in X-ray tomography for geomaterials, J. Wiley & Sons, 2006.
22. Krajewski W.K., Lelito J., Suchy J.S., Schumacher P.: Computed tomography – a new tool in structural examinations of castings, Archives of Met. and Mat. 54(2009), pp. 335–338.
23. Chojnacki J.: Metalografia strukturalna, Wyd. Śląsk, Katowice, 1966.
24. <http://www.nist.gov/pml/data/xraycoef/index.cfm>
25. Kruk A. i in.: Zastosowanie tomografii elektronicznej do przestrzennego obrazowania mikro- i nanocząstek w stopach metali, Inż. Mat., 2010, nr 2 (174), s. 86–93.
26. Stampanoni M. et al.: TOMCAT: A beamline for Tomographic Microscopy and Coherent radiology experiments, AIP Ninth International Conference on Synchrotron Radiation Instrumentation, Conf. Proc.-January 19, 2007, Vol. 879, pp. 848–851.

27. Rappaz M. et al: Connectivity of phases and growth mechanisms in peritectic alloys solidified at low speed: an X-ray tomography-study on Cu-Sn, *Met. and Mat. Trans.A*, 2010, Vol. 41A, pp. 563–567.
28. Warmuzek M.: Mikrostrukturalny aspekt kształtowania użytkowych własności odlewniczych stopów Al, *Odlewnictwo-Nauka i Praktyka*, 2006, nr 5–6, s. 27–35.
29. Aphelion ImagingSoftware, Instalation Software, October 1, 2005, Amerinex Applied Imaging and ADCIS.
30. AxioVision User's Guide, Release 4.6.3.
31. Volk W.: *Statystyka stosowana dla inżynierów*, WNT, Warszawa, 1973.
32. Costa N. et al.: Influence of graphite nodules geometrical features on fatigue life of high-strength nodular cast iron, *J. of Materials Engineering and Performance*, 2008, Vol. 17, pp. 352–362.