



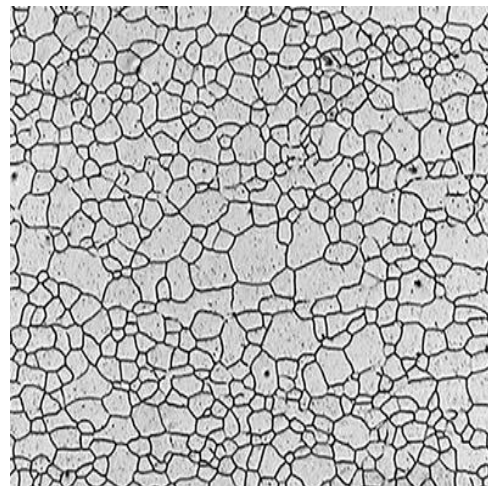
Analýza velikosti zrn v kovech a slitinách

Základní informace o analýze velikosti zrn v kovech a slitinách

V metalografické laboratoři je analýza zrn ve vzorcích kovů a slitin, například hliníku nebo oceli, důležitá pro řízení kvality. Většina kovů je krystalické povahy a součástí jejich struktury jsou vnitřní hranice, známé jako hranice zrn. Při zpracování kovu nebo slitiny jsou atomy uvnitř každého rostoucího zrna uspořádány v určitém obrazci, který je dán krystalickou strukturou vzorku. Během růstu na sebe jednotlivá zrna nakonec narazí a vytvoří rozhraní oddělující oblasti s odlišnou orientací atomů. Je prokázáno, že se zmenšující se velikostí zrn se zlepšují mechanické vlastnosti vzorku. Z tohoto důvodu musí být složení a zpracování slitin pečlivě řízeno, aby bylo zajištěno dosažení požadované velikosti zrn.

Po přípravě metalografického vzorku často následuje analýza zrn konkrétní slitiny pomocí mikroskopu. Tou se zjistí velikost a rozložení struktur zrn kovu, díky čemuž lze prokázat integritu a kvalitu vzorku.

V mnoha odvětvích je pro zajištění bezpečnosti výrobku tato kontrola zcela zásadní. Například z důvodu možného ohrožení lidských životů zkoumají výrobci automobilů u konkrétních slitin velikost a rozložení zrn, aby určili, zda nově navržená automobilová součástka bude dostatečně odolná i v extrémních podmínkách. Obdobně také výrobci leteckých komponent musí věnovat velkou pozornost vlastnostem zrn hliníkových dílů používaných v přístávacích podvozcích komerčních letadel. Kromě analýzy trendů ve struktuře zrn kovových materiálů, může být na základě přísných interních postupů řízení kvality od kontrolorů vyžadováno důkladné dokumentování výsledků a jejich archivování pro budoucí potřeby.



Mikroskopický snímek struktury zrn v oceli při 100násobném zvětšení

Problémy analýzy struktury zrn kovů a slitin kovů

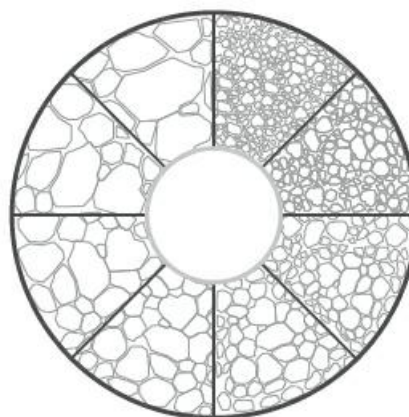
Často používanými mezinárodními normami pro analýzu litiny jsou normy ASTM E112 (USA), ISO 643 (celosvětová), JIS G 0551 (Japonsko), JIS G 0552 (Japonsko), GOST 5639 (Rusko), GB/T 6394 (Čína), DIN 50601 (Německo) a ASTM E1382 (USA).

I když existuje celá řada mezinárodních norem týkajících se analýzy zrn, v Severní a Jižní Americe je v této oblasti uplatňována především norma ASTM E112 (standardní zkušební metody k určení průměrné velikosti zrn). Laboratoře řízení kvality k analýze zrn používaly, a stále používají, metodu referenčního porovnání dle normy ASTM. Tato metoda spočívá v tom, že operátoři provádí vizuální odhad velikosti zrn porovnáním živého obrazu z optického mikroskopu s referenčními grafy, často zobrazenými na plakátu zavěšeném na zdi v blízkosti mikroskopu.

Alternativním způsobem provedení této metody je, že se namísto plakátu s referenčními grafy použije mřížka obsahující obrazy předdefinovaných obrazců velikostí zrn, kterou operátor vloží do okuláru, přímo do optické dráhy mikroskopu. Tímto způsobem se porovnání provádí přímo v mikroskopu, kde operátor vidí daný vzorek i „zlatý“ referenční obrazec najednou.

Protože metoda je založena na odhadu operátora, jsou výsledky získané tímto postupem nepřesné a neopakovatelné a často není možné je ověřit jiným operátorem. Technici řízení kvality také musí ručně zadávat výsledky do tabulky nebo protokolu v počítači, což vytváří další prostor pro vznik chyb.

Na základě těchto problémů vyvstávají otázky: Jak může metalurgická laboratoř řízení kvality zavést k použití připravené automatizované řešení analýzy zrn, které pomůže eliminovat případné nepřesnosti a subjektivitu vnášenou operátorem při postupu podle normy ASTM E112 nebo jiných mezinárodních norem? A navíc, jak lze automaticky archivovat data a vytvářet protokoly a přitom šetřit drahocenným časem a snižovat náklady?

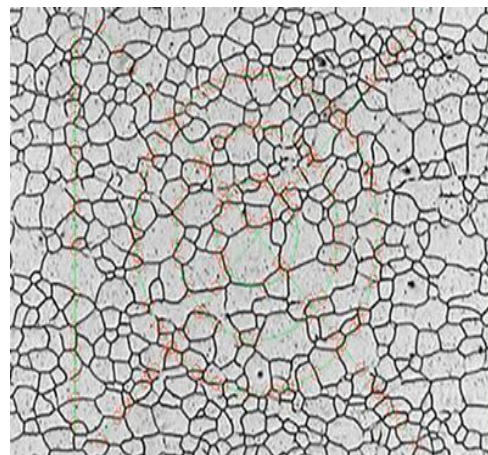


Analýza struktury kovových zrn pomocí mřížky v okuláru obsahující předem definované vzory velikosti zrn

Metody analýzy zrn vyhovující normě ASTM E112 a dalším normám

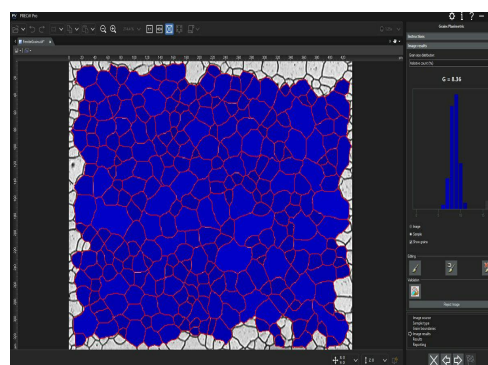
Vstupte do moderní digitální metalurgické laboratoře řízení kvality (QC). Díky pokrokům dosaženým u speciálních softwarů pro mikroskopii v oblasti materiálových věd mohou operátoři používat analýzu obrazu k analyzování zrn podle požadavků normy ASTM E112 a celé řady dalších mezinárodních norem.

Jednou z oblíbených digitálních metod, která vede k tomuto cíli, je průsečková metoda. Tato metoda spočívá v tom, že se na digitální obraz (živý obraz nebo snímek) umístí obrazec (kruhy, kříž a kruhy, čáry atd.). Vždy, když obrazec umístěný na obraze protne hranici zrna, nakreslí se na obraze průsečík a zaznamená se (viz příklad značek na obrázku vpravo). Software pro analýzu obrazu automaticky vypočítá, se zohledněním kalibrace systému, číslo G velikosti zrna dle normy ASTM a střední délku průsečíku jako funkci počtu průsečíků a délky obrazce.



Analýza zrn průsečkovou metodou

Další oblíbenou metodou výpočtu velikosti zrn v digitální metalurgické laboratoři je postup známý jako planimetrická metoda. Planimetrická metoda, na rozdíl od průsečkové metody, určuje velikost zrn v obraze (živém obraze nebo snímku) spočítáním počtu zrn na jednotku plochy.



Analýza velikosti zrn planimetrickou metodou

Protože výsledky jsou vypočítávány softwarem na analýzu obrazu, odpadá pracovní zátěž kladená na operátora. V mnoha případech se touto metodou dosáhne lepší přesnosti, opakovatelnosti i reprodukovatelnosti. Navíc u některých metalurgických mikroskopů lze software pro analýzu obrazu nakonfigurovat tak, aby výsledky analýzy zrn byly automaticky archivovány do tabulky nebo do volitelně integrované databáze.

Protokoly obsahující příslušné údaje z analýzy a související snímky lze vygenerovat stisknutím tlačítka – to vše s minimální potřebou školení.

EVIDENT		PRECIV Report	
Grain Size according to Intercept Method ASTM E 112-13 (Summary)			
Analysis Summary:			
Reference	Sample 01		
Group			
Sample Comment			
Date	11/7/2023 15:20		
Standard	ASTM E 112-13		
Grain Size Number G	9.05		+/- 0
Mean Intercept Length [µm]			13.90
Average Number of Intercepts			193.00
Number of Intercepts per Unit Length [1/mm]			71.95

Výsledky analýzy dle normy ASTM E112

Doporučené vybavení pro analýzu struktury zrn kovů a slitin

Typická konfigurace vybavení pro analýzu struktury zrn kovů a jejich slitin analýzou digitálního obrazu sestává z těchto komponent:

1. Invertovaný metalurgický mikroskop:

Zpravidla se dává přednost invertovanému mikroskopu před vzpřímeným modelem, protože rovný leštěný vzorek leží přímo na mechanickém stolku. To pomáhá zajistit konzistentní zaostření při manévrování se skenovacím stolkem.

2. Speciální software pro analýzu obrazu, určený pro metalurgii

Software pro analýzu obrazu určený pro materiálové vědy často nabízí volitelné přídavné moduly pro konkrétní metalurgické pracovní postupy. Pomocí těchto pracovních postupů může uživatel analyzovat zrna struktury ve shodě s požadavky normy ASTM E112 i různých jiných mezinárodních norem. Při nákupu by si uživatel měl určit, zda je pro něj vhodnější metoda průsečková nebo planimetrická.



Typická konfigurace vybavení: invertovaný metalurgický mikroskop, objektiv s 10násobným zvětšením a digitální mikroskopová kamera s vysokým rozlišením

3. Objektiv pro metalurgii s 10násobným zvětšením

Toto je požadované zvětšení objektivu pro analýzu struktury zrn kovů a jejich slitin.

4. CCD nebo CMOS digitální mikroskopová kamera s vysokým rozlišením

Při zvažování digitální kamery pro analýzu struktury zrn kovů a jejich slitin byste měli dát přednost digitálnímu rozlišení před velikostí pixelu nebo výslednou hustotou pixelů. Pro zaručení dostatečného počtu pixelů pro vzorkování a digitální rekonstrukci i těch nejmenších detailů využívá mnoho mikroskopiků „Nyquistův teorém“. Ten říká, že pro vzorkování těch nejmenších detailů, neboli optické rozlišení, jsou třeba 2 až 3 pixely. Vezmeme-li v úvahu, že analýza zrn je vždy prováděna objektivem s 10násobným zvětšením (ve spojení s okuláry s 10násobným zvětšením je celkové zvětšení 100násobné), je optické rozlišení typického objektivu střední úrovně zhruba 1,1 μm . To znamená, že skutečná kalibrovaná velikost pixelu musí být menší než 366 nm (což poskytuje požadované 3 pixely na nejmenší rozlišitelný prvek).

Například 8,9 megapixelová kamera s velikostí pixelu 3,45 μm vede ke kalibrované velikosti pixelu 345 nm (skutečná velikost pixelu vydělená 10 (zvětšení objektivu), při použití adaptéru kamery se zvětšením 1x). Rozlišení čočky (1,1

μm) vydělené kalibrovanou velikostí pixelu (345 nm) se rovná 3,2. V tomto příkladu jsou k dispozici 3,2 pixely pro vzorkování nejmenšího rozlišitelného prvku, čímž je splněno Nyquistovo kritérium 2 až 3 pixely na rozlišitelný prvek. Obecně jsou pro analýzu struktury zrn kovů a jejich slitin doporučeny mikroskopové kamery určené pro materiálové vědy s hodnotou 3 megapixely nebo více (uvažujeme velikost pixelu větší než běžných CCD a CMOS snímačů).

Protože analýzu velikost zrn lze spolehlivě provádět i v režimu ve stupnici šedi (ve kterém je nastavení parametrů prahů jednodušší než v barevném režimu), měla by být vybraná kamera vybavená možností režimu ve stupnici šedi. Je vhodné také vybrat kameru, která je schopna dosáhnout rychlé obnovovací frekvence v živém režimu, tato výhoda se projeví při zaostřování nebo polohování vzorku.

Doporučujeme použít kódovanou ruční nebo motorizovanou otočnou hlavici objektivů. Zvolený software pro analýzu obrazu by měl být vždy schopen automaticky načítat zvětšení objektivu. Tak je zajištěna maximální úroveň přesnosti měření, protože automatické rozpoznání objektivu pomáhá vyloučit riziko zadání nesprávného zvětšení objektivu do softwaru.

Pro manipulaci se vzorkem a pro vymezení oblasti zájmu při pozorování a analýze je vyžadován manuální nebo motorizovaný XY stolek.

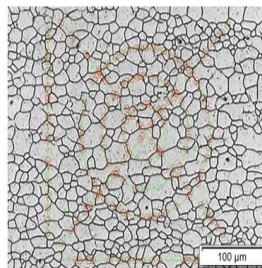
Počítač, který si vyberete, musí splňovat minimální systémové požadavky kamery a softwaru pro analýzu obrazu. Nutný je také monitor s vysokým rozlišením.

Postup analýzy struktury zrn kovů a jejich slitin

Typický postup provedení analýzy zrn pomocí doporučeného mikroskopového vybavení pro metalurgii je tento:

1. Vyberte objektiv s 10násobným zvětšením. Za podmínek pozorování v odraženém světle a při použití metody světlého pole posouvejte vzorkem na stolku XY tak, abyste zobrazili oblast zájmu.
2. Softwarem na analýzu obrazu pořídte digitální snímek pozorovaného obrazu. Poznámka: Jestliže softwarová platforma nabízí možnost analýzy živého obrazu, můžete namísto pořízeného snímku pozorovat živý obraz.
3. V softwaru na analýzu obrazu použijte vhodné filtry a potvrďte, že průsečíky jsou v obraze reprezentovány přesně. V mnoha softwarových balíčcích je tato možnost poskytována interaktivně, takže operátor může sledovat účinky filtru na výsledné průniky.
4. Software zanalyzuje obraz podle zvolené normy. Výsledné údaje jsou zapsány do tabulky přímo v softwaru pro analýzu obrazu.
5. U analýzy zrn není nikterak neobvyklé, že se provádí v 5 náhodných polích. V takovém případě opakujte kroky 1 až 4 celkem pětkrát po sobě.
6. Na základě uživatelem předem definované šablony je automaticky vygenerován protokol obsahující výsledky analýzy, doplněný snímky zrn a příslušnými údaji.

Grain Size according to Intercept Method ASTM E 112-13
(Image Results)



Sample Information:

Reference : Sample 01
Group :

Image Results:

Image Name	FerriteGrains.tif	
Number of Intercepts	193	
Pattern Length	2682.41	
Grain Size Number G	9.05	
Image Comment		

Další způsoby zefektivnění procesu analýzy zrn

Na rozdíl od manuálních metod, kdy operátor provádí vizuální odhad velikosti zrn, neboli čísla G, moderní software pro analýzu obrazu pro materiálové vědy umožňuje vypočítat velikost zrn přesně a opakovaně, protože zásahy operátora jsou minimalizovány.

Mnohé softwarové balíčky jsou navrženy tak, aby splňovaly normu ASTM E112 a celou řadu dalších mezinárodních norem a aby jejich použití bylo možné zavést s jen minimálním úsilím. Mnoho softwarových programů jde nad rámec samotné analýzy zrn kovových struktury a nabízí příhodnou konektivitu, možnosti tvorby protokolů a správy dat, což vede k úsporám času. Software s automatickou tvorbou protokolů, archivací a sdílením dat, rychlým vyhledáváním snímků a souvisejících dat zajistí vyšší efektivitu vašeho týmu.

Při zvažování řešení připraveného k použití pro automatickou analýzu zrn je skutečně důležité spolupracovat přímo se zkušeným výrobcem mikroskopů, protože ten vám může pomoci v každém kroku tohoto procesu, od výběru zařízení až po jeho nasazení.

Reference

Carmo Pellicciari, Dr. Ing., Konzultant pro metalurgii

Norma Americké společnosti pro zkoušení a materiály (American Society for Testing and Materials, ASTM) E112-13

ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700,

West Conshohocken, PA, 19428-2959 USA

„Committee E-4 and Grain Size Measurements: 75 years of progress.“

ASTM Standardization News, May, 1991, George Vander Voort

Související produkty



MPLFLN-BD

The MPLFLN-BD lens has semi apochromat color correction and is suitable for the widest range of applications. Especially designed for darkfield observation and the examination of scratches or etchings on polished surfaces.

Zjistěte více ► <https://www.olympus-ims.com/microscope/mplfln-bd/>



GX53

The GX53 inverted microscope features exceptional image clarity and excellent resolution at high magnifications. With accessories including a coded revolving nosepiece and software, the microscope's modular design makes it easy to customize for your requirements.

Zjistěte více ► <https://www.olympus-ims.com/microscope/gx53/>



PRECiV

Jednoduše použitelný Software PRECiV™ vám poskytne kontrolu nad vaším mikroskopem, abyste mohli provádět opakovatelná 2D měření během výroby, kontroly kvality a inspekčních činností.

Zjistěte více ► <https://www.olympus-ims.com/microscope/preciv/>