

Krystyna Pietrzak¹, Dariusz Rudnik², Andrzej Wojciechowski³, Piotr Lasota⁴

Instytut Transportu Samochodowego, ul. Jagiellońska 80, 03-301 Warszawa

Jerzy Sobczak⁵

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

RELACJE W UKŁADZIE STRUKTURA-WŁAŚCIWOŚCI MATERIAŁÓW KOMPOZYTOWYCH

W pracy przedstawiono przykład zastosowania komputerowej analizy obrazu do oceny jakości materiałów kompozytowych z punktu widzenia ich wytrzymałości na rozciąganie (R_m). Wyznaczono szereg parametrów geometrycznych fazy zbrojącej (SiC) oraz osnowy kompozytu. Określono istotność korelacji dla wybranych parametrów geometrycznych struktury i R_m . Stwierdzono brak istotnej korelacji pomiędzy R_m a parametrami geometrycznymi wydzielen osnowy kompozytu oraz istotną korelację ujemną na poziomie $\alpha = 0,05$ (w badanym zakresie zmian strukturalnych) pomiędzy liczbą wydzielen SiC przypadającą na 1 mm^2 zglądu oraz podobną zależność pomiędzy R_m a sformułowanym syntetycznym wskaźnikiem postaci fazy zbrojącej χ uwzględniającym liczbę wydzielen SiC, przypadającą na 1 mm^2 zglądu, i ich rozmiar.

RELATIONS BETWEEN STRUCTURE AND PROPERTIES FOR METAL MATRIX COMPOSITES

In this research work the example of computer image analysis for quality composite materials assessment, from the point of view of their ultimate tensile strength has been presented. Some geometrical parameters of reinforcing phase (SiC) and composite matrix have been determined. It was determined the correlation significance for chosen geometrical structure parameters and UTS. Non significant correlation between UTS and the geometrical parameters of the matrix precipitates have been founded. The significant, on the level $\alpha = 0,05$, negative correlation (in the investigated structure range changes) between the UTS and the number of SiC precipitates related to the 1 mm^2 of sample has been shown. It was obtained the similar relation between the UTS and the formulated synthetic parameter of reinforcing phase form χ including number of SiC precipitates related to the 1 mm^2 of sample and their size.

WSTĘP

Praca stanowi przykład zastosowania komputerowej analizy obrazu w ocenie jakości nowoczesnych materiałów kompozytowych z punktu widzenia ich właściwości użytkowych. Wszędzie tam, gdzie materiały te stanowią swoistego rodzaju *novum* niezbędne jest szczegółowe i możliwie kompleksowe ich badanie. Dotyczy to zarówno samych materiałów, jak i wyrobów końcowych, dla których w zależności od potrzeb bada się odpowiednie właściwości użytkowe określone w warunkach eksploatacyjnych.

Pogłębieniu analizy wielu charakterystyk materiałowych sprzyjają możliwości, jakie występują w zakresie badań strukturalnych wykonywanych metodami metalografii ilościowej. Wiadomo, że celem podstawowym wszystkich zabiegów technologicznych stosowanych w trakcie wytwarzania, zwłaszcza nowych materiałów, jest optymalizacja ich właściwości użytkowych. Udaje się to uzyskiwać jedynie poprzez świadome kształtowanie struktury materiału. Stąd niezbędna jest, zarówno z poznawczego, jak i praktycznego punktu widzenia, ilo-

ściowa ocena struktury materiału. W takim przypadku opisuje się ją za pomocą zespołu parametrów geometrycznych występujących w niej faz/składników na podstawie metody metalografii ilościowej [1, 2]. Stanowi to zarazem punkt wyjścia do poznania fenomenologii szeregu zjawisk występujących w warunkach eksploatacyjnych.

Obecnie badania takie wykonuje się, wykorzystując do tego celu komputerowy analizator obrazu sprzężony z mikroskopem optycznym, stosując, zależnie od potrzeb, oprogramowanie firmowe lub własne, opracowane stosownie do napotykaných problemów merytorycznych.

Ilościowe metalograficzne metody oceny struktury są już bardzo rozpowszechnione, ponieważ stanowią jedyny obiektywny sposób opisu struktury. Wizualna, jakościowa ocena struktury przy opracowywaniu zależności w relacji właściwości-struktura jest nieprzydatna z uwagi na fakt, iż drogą odpowiednich procesów technologicznych uzyskuje się jednocześnie ciągłą zmianę wielu parametrów strukturalnych, stąd tylko ilościowe okre-

¹ dr inż., ^{2,4} mgr inż., ³ inż., ⁵ dr hab. inż., prof. I. Odl.

ślenie zespołu parametrów stereologicznych może stanowić punkt wyjścia do opracowania syntetycznego wskaźnika struktury, jednoznacznie definiującego zawartość i morfologię poszczególnych jej faz/składników, a w konsekwencji do sformułowania określonych zależności ilościowych [3-12].

Niniejsze opracowanie ma na celu przedstawienie przykładu możliwości zastosowania komputerowej analizy obrazu w opisie struktury metalowych materiałów kompozytowych w celu określenia wzajemnych relacji: doraźna wytrzymałość na rozciąganie (R_m) a struktura kompozytu ujęta w kategoriach stereologicznych.

MATERIAŁY I METODYKI BADAWCZE

Materiał badawczy stanowiły dwie grupy próbek: odlane na gotowo w postaci próbek wytrzymałościowych, z których pobrano próbki do wykonania złądów metalograficznych oraz próbki po powierzchniowej obróbce mechanicznej (skórowaniu).

Poniżej podano szczegółowe informacje dotyczące rodzaju, pochodzenia i sposobu otrzymania próbek do badań.

Próbki odlane na gotowo: numery próbek 1÷10

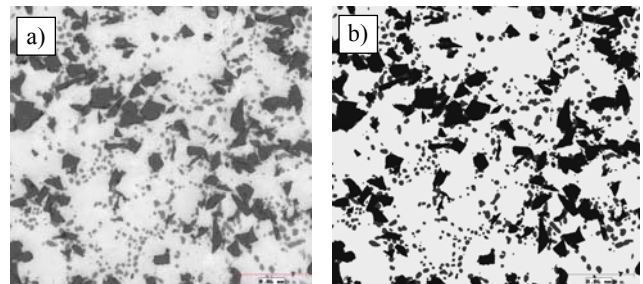
- 2CP46 (nr próbki 1) i 2CP53 (nr próbki 2), kompozyt F3S.20S, czyli stop A359 (8,50÷9,50 Si, 0,45÷0,65 Mg, max. 0,20 Fe, max. 0,20 Ti) zawierający 20% obj. SiC otrzymany w firmie DURALCAN, odlany w postaci próbek wytrzymałościowych w formie metalowej (kokili).
- 2DP10 (nr próbki 3) i 2DP20 (nr próbki 4), kompozyt F3S.20S, otrzymany z firmy ECK Industries, odlany do kokili.
- 3CS12 (nr próbki 5) i 3CS52 (nr próbki 6), kompozyt F3S.30S (stop A359) zawierający 30% obj. SiC (DURALCAN) odlany w formie piaskowej.
- 3CP14 (nr próbki 7) i 3CP29 (nr próbki 8), kompozyt F3S.30S (stop A359) zawierający 30% obj. SiC (DURALCAN) odlany w formie metalowej.
- 1EP7 (nr próbki 9) i 1EP14 (nr próbki 10), kompozyt 4040.30P zawierający 30% fazy zbrojącej, otrzymany w firmie LANXIDE, odlany w formie metalowej.

Próbki po obróbce mechanicznej (skórowaniu): numery próbek 11÷20

- 2CP1 (nr próbki 11) i 2CP38 (nr próbki 12), kompozyt F3S.20S, otrzymany w firmie DURALCAN, odlany w postaci próbek wytrzymałościowych w kokili.
- 2DP4 (nr próbki 13) i 2DP19 (nr próbki 14), kompozyt F3S.20S, otrzymany z firmy ECK Industries odlany do kokili.
- 3CS14 (nr próbki 15) i 3CS32 (nr próbki 16), kompozyt F3S.30S odlany w formie piaskowej.

- 3CP51 (nr próbki 17) i 3CP59 (nr próbki 18), kompozyt F3S.30S odlany w formie metalowej.
- 1EP12 (nr próbki 19) i 1EP52 (nr próbki 20), kompozyt 4040.30P, otrzymany w firmie LANXIDE, odlany w formie metalowej.

Zgłądy metalograficzne, przygotowane na automatycznej szlifierko-polerce (RotoPol 21) z regulowanym dociskiem głowicy dociskowej (RotoForce 4) i automatycznym dozowaniem zawieszin polerskich (Multidoser), poddano ilościowym badaniom metalograficznym na komputerowym analizatorze obrazu CLEMEX sprzężonym z metalograficznym mikroskopem optycznym OLYMPUS PMG3. Przykładową mikrostrukturę badanego kompozytu pokazano na rysunku 1.



Rys. 1. Mikrostruktura badanego kompozytu F3S.30S, pow. 200x: a) obraz rzeczywisty, b) obraz przygotowany do analizy ilościowej z wyróżnioną fazą zbrojącą SiC i wydzieleniami eutektycznymi

Fig. 1. Microstructure of F3S.30S investigated composite, 200x: a) real image, b) image prepared to quantitative analysis with marked reinforcing phase and with eutectic precipitates

Wszystkie pomiary wykonano w następujących warunkach pomiarowych:

- stan materiału nietrawiony,
- powiększenie mikroskopowe x200,
- analizy wykonywano w 100 polach pomiarowych,
- powierzchnia pola jednostkowego: 6,5 mm².

Określono szereg parametrów geometrycznych zarówno dla fazy zbrojącej (SiC), jak i krzemu eutektycznego występującego w eutektyce Al-Si osnowy metalowej. Ponadto w celu stwierdzenia ewentualnej anizotropii strukturalnej pomiary parametru N_L wykonano w dwóch wzajemnie prostopadłych kierunkach.

Wykorzystano do tego celu firmowe oprogramowanie, wprowadzając następujące oznaczenia poszczególnych parametrów geometrycznych fazy zbrojącej SiC oraz krzemu eutektycznego:

- V_v [%] - udział objętościowy obiektów,
- N_L [mm⁻¹] - średni (z $N_{L||}$ oraz $N_{L\perp}$) estymator powierzchni,
- N_A [mm⁻²] - gęstość (liczba obiektów przypadająca na 1 mm² zgłądu),
- F_{sr} [mm] - średni rozmiar obiektów zdefiniowany jako średnia średnica Fereta.

Otrzymane wyniki pomiarów, dotyczące fazy zbrojącej, zestawiono w tabeli 1. Z danych liczbowych zawartych w tabeli wynika, że wielkości estymatorów rozdza-

łu $N_{L||}$ i $N_{L\perp}$ przyjmują wartości zbliżone, co świadczy o $\alpha = 0,05$ korelacja ujemna między wytrzymałością na

TABELA 1. Wyniki metalograficznych analiz ilościowych fazy zbrojącej

TABLE 1. Results of the quantitative metallographic analyses of reinforcing phase

Nr próbki	R_m , MPa	Parametry stereologiczne fazy zbrojącej (SiC)						
		A_A , %	$N_{L }$, 1/mm ²	$N_{L\perp}$, 1/mm ²	N_L , 1/mm ²	N_A , 1/mm ²	F_{sr} , μm	$\chi = \sqrt{\frac{N_A}{F_{sr}}}$
1 2CP46	348,34	32,88 (3,04)	134,76 (5,60)	134,31 (5,43)	134,54	3898 (423)	8,20 (11,0)	689,47
2 2CP53	378,31	24,34 (4,06)	168,36 (8,77)	167,45 (8,85)	167,91	3750 (622)	7,6 (9,3)	702,44
3 2DP10	327,19	21,70 (3,48)	195,83 (12,59)	194,79 (12,70)	195,31	3497 (458)	7,8 (8,7)	669,58
4 2DP20	363,11	31,98 (3,76)	182,70 (24,25)	181,28 (23,65)	181,99	4282 (624)	5,8 (12,4)	859,23
5 3CS12	267,49	39,09 (3,80)	190,57 (12,04)	189,66 (12,21)	190,12	5011 (466)	7,0 (12,8)	846,08
6 3CS52	335,19	35,88 (5,54)	235,12 (34,90)	233,80 (35,24)	234,46	5510 (803)	6,0 (12,3)	958,3
7 3CP14	371,54	38,67 (4,37)	161,32 (9,38)	159,24 (8,93)	160,28	4695 (363)	7,5 (12,3)	791,2
8 3CP29	322,6	32,69 (2,86)	194,74 (14,22)	194,90 (14,18)	194,82	4703 (401)	7,7 (9,9)	781,52
9 1EP7	339,87	35,37 (3,50)	130,28 (10,46)	130,25 (11,05)	130,27	4407 (489)	6,9 (12,0)	799,18
10 1EP14	378,55	29,56 (3,08)	136,26 (5,79)	136,67 (5,54)	136,47	3753 (538)	7,5 (11,0)	707,39
11 2CP1	338,15	32,96 (3,37)	112,83 (6,40)	112,17 (6,23)	112,5	2744 (369)	8,9 (14,0)	555,26
12 2CP38	365,41	23,49 (2,86)	178,87 (10,30)	177,81 (9,46)	178,34	3206 (352)	8,5 (10,2)	614,15
13 2DP4	330,58	34,89 (3,94)	119,41 (9,98)	118,07 (9,84)	118,74	3949 (586)	6,4 (13,1)	785,51
14 2DP19	343,82	22,31 (2,67)	188,03 (15,35)	189,15 (15,73)	188,59	3355 (298)	8,0 (9,2)	647,59
15 3CS14	276,11	24,06 (3,12)	256,69 (7,14)	158,07 (7,13)	207,38	4562 (652)	5,6 (9,5)	902,58
16 3CS32	328,95	24,29 (2,93)	168,33 (6,34)	170,18 (6,13)	169,26	4915 (521)	5,5 (9,5)	945,32
17 3CP51	293,5	25,68 (2,82)	164,56 (8,29)	165,85 (8,43)	160,21	5088 (515)	5,5 (9,6)	961,82
18 3CP59	351,46	34,54 (4,38)	104,95 (7,98)	106,59 (8,24)	105,77	4058 (493)	5,4 (13,4)	866,88
19 1EP12	357,74	24,02 (2,65)	165,74 (7,40)	170,62 (7,03)	168,18	3610 (467)	7,4 (10,3)	698,45
20 1EP52	308,93	35,35 (3,07)	126,45 (6,90)	127,21 (6,63)	126,83	4346 (711)	6,7 (12,5)	805,39

braku ukierunkowania strukturalnego. Stąd też do dalszych obliczeń wykorzystywano wielkość N_L rozumianą jako średni estymator rozdziału.

W tabelach 2 i 3 zamieszczono wyniki podstawowych obliczeń statystycznych, które odpowiednio dotyczą: fazy zbrojącej (tab. 2) i osnowy kompozytu (tab. 3).

Z danych liczbowych zawartych w tabeli 2 wynika, że w badanym zakresie zmian strukturalnych, dotyczących fazy zbrojącej, zachodzi istotna na poziomie

rozciągania (R_m) a liczbą wydzieleni fazy zbrojącej przypadającą na 1 mm² zglądu (N_A) oraz sformułowanym wskaźnikiem ilościowym χ , gdzie: $\chi = (N_A/F_{sr})^{1/2}$, uwzględniającym zarówno liczbę wydzieleni (N_A), jak i ich rozmiar wyrażony przez średnią średnicę Fereta (F_{sr}).

Zwraca uwagę fakt, że wspomniana korelacja zachodzi dla całego zbioru próbek (próbki oznaczone numerami 1÷20) oraz dla próbek poddanych powierz-

chniowej obróbce mechanicznej (skórowaniu) próbki oznaczone numerami 11÷20. Stwierdzono natomiast brak takiej korelacji dla zbioru próbek odlanych na gotowo (oznaczonych numerami 1÷10). Może to świadczyć o niejednorodnościach strukturalnych na obrzeżach próbek, które zostały usunięte w wyniku obróbki skrawaniem. Nie uzyskano również istotnych korelacji między wytrzymałością na rozciąganie (R_m) a którymkolwiek z parametrów geometrycznych dotyczącym osnowy kompozytu. W związku z tym zrezygnowano z zamieszczenia w niniejszej pracy szczegółowych danych pomiarowych dotyczących osnowy kompozytu i ograniczono się jedynie do podania wartości odpowiednich współczynników korelacji (tab. 3).

Do obliczenia parametru χ użyto wartości F_{sr} wyrażonej w milimetrach (w nawiasach podano wartości odchyłeń standardowych).

Brak istotnych korelacji dowodzi, iż w badanym zakresie zmian strukturalnych o wytrzymałości na rozciąganie bardziej niż osnowa kompozytu decyduje faza zbrojąca, a ściślej biorąc liczba jej wydzielen

przypadająca na 1 mm² zglądu i rozmiary (bowiem w badanym zakresie udziałów powierzchniowych - wielkość A_A - stwierdzono brak istotnej korelacji).

WNIOSKI

W wyniku przeprowadzonych metalograficznych analiz ilościowych i odpowiednich obliczeń stwierdzono, że w badanym zakresie zmian strukturalnych występuje:

1. Brak istotnej korelacji między wytrzymałością na rozciąganie (R_m) a wszystkimi wyznaczonymi parametrami geometrycznymi struktury dotyczącymi osnowy stopu.
2. Istotna na poziomie $\alpha = 0,05$ korelacja ujemna między sformułowanym syntetycznym wskaźnikiem ilościowym χ (uwzględniającym liczbę wydzielen fazy zbrojącej oraz jej rozmiary) a wytrzymałością na rozciąganie (R_m) dla całego zbioru próbek (próbki oznaczone numerami 1÷20).
3. Istotna na poziomie $\alpha = 0,05$ korelacja ujemna między

TABELA 2. Współczynniki korelacji (r) między wytrzymałością na rozciąganie (R_m) a wyznaczonymi parametrami geometrycznymi fazy zbrojącej

TABLE 2. Correlation coefficients (r) between the ultimate tensile strength (R_m) and determined geometrical parameters of reinforcing phase

Wsp. korelacji R_m /parametr stereologiczny dla próbek 1÷20	A_A %	$N_{L }$ 1/mm ²	N_{LL} 1/mm ²	N_L 1/mm ²	N_A 1/mm ²	F_{sr} μm	$\chi = \sqrt{\frac{N_A}{F_{sr}}}$
r	-0,09482	-0,35621	-0,1258	-0,25232	-0,47197	0,37285	-0,46542
Obliczone kryterium istotności, t_o	nieistotny				2,271 istotny dla $\alpha = 0,05$	1,706 istotny dla $\alpha = 0,20$	2,231 istotny dla $\alpha = 0,05$
Wsp. korelacji R_m /parametr stereologiczny dla próbek 1÷10	-0,34182	-0,42428	-0,42984	-0,42709	-0,4604	0,068805	-0,3125
t_o	nieistotny						
Wsp. korelacji R_m /parametr stereologiczny dla próbek 11÷20	-0,01203	-0,43054	0,036004	-0,28397	-0,68596	0,567389	-0,64336
t_o	nieistotny				2,666 istotny dla $\alpha = 0,05$	1,949 istotny dla $\alpha = 0,10$	2,376 istotny dla $\alpha = 0,05$
Teoretyczne kryterium istotności t_i dla $\alpha = 0,05$	2,101 n = 20						
t_i dla $\alpha = 0,10$	1,734 n = 20						
t_i dla $\alpha = 0,20$	1,330 n = 20						
t_i dla $\alpha = 0,05$	2,306 n = 10						
t_i dla $\alpha = 0,10$	1,860 n = 10						
t_i dla $\alpha = 0,20$	1,397 n = 10						

TABELA 3. Współczynniki korelacji (r) między wytrzymałością na rozciąganie (R_m) a wyznaczonymi parametrami geometrycznymi wydzielen eutektycznych w osnowie kompozytu

TABLE 3. Correlation coefficients (r) between the ultimate tensile strength (R_m) and determined geometrical parameters of eutectic precipitates in composite matrix

Współczynniki korelacji R_m /parametr stereologiczny	A_A , %	$N_{L }$, 1/mm ²	N_{LL} , 1/mm ²	N_L , 1/mm ²	N_A , 1/mm ²	F_{sr} , μm
r	0,116022	-0,07332	-0,08401	-0,07879	0,038929	-0,08609

dzy wskaźnikiem ilościowym χ (uwzględniającym liczbę wydzieleni fazy zbrojącej oraz jej rozmiary) a wytrzymałością na rozciąganie (R_m) dla próbek poddanych obróbce skrawaniem (próbki oznaczone numerami 11÷20).

4. Brak istotnej korelacji między wszystkimi wyznaczonymi parametrami geometrycznymi fazy zbrojącej a wytrzymałością na rozciąganie (R_m) dla próbek odlewanych na gotowo (próbki oznaczone numerami 1÷10).

Niniejszą pracę wykonano w ramach realizacji projektu badawczego finansowanego przez Komitet Badań Naukowych, nr 9T12C01218. Autorzy pragną również wyrazić wdzięczność Prof. P.K. Rohatgiemu z Uniwersytetu Stanu Wisconsin oraz przedstawicielom firmy DURALCAN, ECK Industries i LANXIDE za pomoc w przygotowaniu kompozytowych materiałów do badań.

LITERATURA

- [1] Ryś J., Stereologia materiałów, Fotobit Design, Kraków 1995.
- [2] Underwood E., Quantitative Stereology, Addison-Wesley Publishing Company 1981.
- [3] Pietrzak K., Ilościowa zależność między skłonnością do tłumienia drgań a parametrami geometrycznymi grafitu sferoidalnego i płatkowego w żeliwach, praca doktorska, Warszawa 1989.
- [4] Pietrzak K., Ryś J., Quantitative Relationships between the Damping Capacity and the Graphite form in Cast Iron, III International Conference on Stereology in Materials Science, Szczyrk 1990, 190-195.
- [5] Karamara A., Pietrzak K., Quantitative Relations between the Structure of Cast Iron and its Mechanical Properties Obtained by Means of Modified LCF Method to Determine Allowable Strains, III International Conference on Low Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials, Berlin 1992.
- [6] Pietrzak K., Kasprzycka E., Karamara A., Matrix Composition of Carbon Steels as a Factor Causing the Changes of Vibrations Damping Capacity, International Conference STERMAT'94, Beskid Śląski 1994, 403-408.
- [7] Pietrzak K., Quantitative Relations between the Corrosion Resistance in 0,01 N H₂SO₄ and Stereological Parameters of Carbon Steels, EUROCORR'96, Nice 1996, VIII P7.1-P7.4.
- [8] Pietrzak K., Phase Dispersibility in Steels Affecting their Vibration Damping Capacity, XIV International Scientific Conference-Advanced Materials and Technologies, Zakopane 1995, 361-364.
- [9] Pietrzak K., Kalinowska G., Hitzenko D., Structural Aspects of Corrosion Behaviour of Annealed by Spheroidizing Bearing Steel in 0.01N H₂SO₄, EUROMAT 95, 4th European Conference on Advanced Materials and Processes, Venice-Padua 1995, 437-440.
- [10] Pietrzak K., Karamara K., Wojciechowski A., Phase Dispersibility in Annealed Steels as a Factor Changing Their Mechanical Properties, 10th Congress of the International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering, Brighton 1996, 161-162.
- [11] Pietrzak K., Quantitative Metallographic Method in Some Physical Metallurgy and Corrosion Problems, EURO-MAT'97, Maastricht 1997.
- [12] Pietrzak K., Wojciechowski A., Meaning of the Carbide Banding in the Vibration Damping Phenomenon AMT'98, XVth Physical Metallurgy and Materials Science Conference on Advanced Materials and Technologies, Kraków-Krynica 1998, 1183-1186.

Recenzent
Jan Cwajna