

Stereologie anisotropních materiálů

Stereology of anisotropic materials

Jaroslav Procházka

Diplomová práce
2005



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně
Fakulta Technologická

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav fyziky a mater. inženýrství

akademický rok: 2004/2005

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Jaroslav PROCHÁZKA**
Studijní program: **M 2808 Chemie a technologie materiálů**
Studijní obor: **Materiálové inženýrství**

Téma práce: **Stereologie anisotropních materiálů**
Stereology of anisotropic materials

Zásady pro vypracování:

Ověření metodiky odhadu velikosti zrna izotropních materiálů podle ASTM E 112
Modifikace normy pro anisotropní materiály
Ověření metodiky odhadu velikosti zrna izotropních materiálů podle ČSN 42 0462
Modifikace normy pro anisotropní materiály
Odhad velikosti zrna pomocí počítačové simulace
Příprava anisotropního vzorku
Srovnání odhadu zrna různými metodami se skutečnou velikostí

Rozsah práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

ASTM E 112

ČSN 42 0462

VANDER VOORT F.G.: Grain Size Measurement. American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1984.

ŠEVČÍK A., SÚLLEIOVÁ K., BESTERCI M., KOHÚTEK I., SAXL I.: Grain Size Estimation in Steels, Mathematical Institute, Academy of Sciences of Czech Republic, 2002.

Vedoucí diplomové práce:

doc. RNDr. Petr Ponížil, Ph.D.

Ústav fyziky a mater. inženýrství

Datum zadání diplomové práce:

15. února 2005

Termín odevzdání diplomové práce:

31. května 2005

Ve Zlíně dne 15. února 2005


prof. Ing. Josef Šimoník, CSc.
děkan



 15.2.2005
prof. Ing. Lubomír Lapčík, Ph.D.
ředitel ústavu

Na tomto místě bych chtěl poděkovat vedoucímu diplomové práce doc. RNDr. Petru Ponížilovi, Ph.D., za vedení diplomové práce a za pomoc při získávání informací potřebných k jejímu vypracování. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Radimu Dubcovi za rady a revize formální stránky této práce.

Tato diplomová práce o názvu: STEREOLOGIE ANISOTROPNÍCH MATERIÁLŮ byla vypracována na Ústavu fyziky a materiálového inženýrství Fakulty technologické Univerzity Tomáše Bati ve Zlíně za pomoci finančního zabezpečení této instituce. Je proto jejím majetkem a jakékoliv údaje v této diplomové práci obsažené mohou být využity literárně, technicky a technologicky jen po společném souhlasu ředitele uvedeného ústavu a vedoucího diplomové práce. V případě publikování výsledků v odborných časopisech budu uveden jako spoluautor.

Prohlašuji, že jsem na celé diplomové práci pracoval samostatně a použitou literaturu jsem citoval.

Ve Zlíně, 28. 05. 2005

.....

jméno diplomanta

Abstrakt

Tato práce se zabývá ověřením přesnosti norem ASTM E 112 a ČSN 42 0462 a počítačové simulace pro odhad velikosti zrna. K ověření zde posloužil model kostky PVC, jež byl vylisován z granulí obalených v černých sazích. Velikost těchto granulí byla přesně známa. Na jednotlivých rovinných plochách tohoto hranolku bylo možno pozorovat profily zrn (granulí), které byly podrobeny rovinným analýzám a z nich byl podle norem a počítačové simulace odhadnut střední objem zrna (granulí). Výsledky byly porovnány s jejich skutečnou velikostí.

This work concerns the exact estimation of grain size which are used by Standards ASTM E 112 and ČSN 42 0462 for anisotropic materials. The other way of grain size estimation, which was used, was a computer database. To compare theoretical formulae there was tested an anisotropic material represented by compression-moulded pellets of PVC. The pellets were covered by carbon paste to highlight borders of the grain in final specimen and then the pellets were moulded to the shape rectangular prism. The volume of this pellets was exactly known. On the planar face there was count number of grain profiles per unit area and number of profiles grain intercept by unit length of test line. From this planar values and using standard procedure and procedure of computer database there was estimated mean grain volume and this estimation of volume was compared with real volume.

OBSAH

Úvod.....	8
1 Teoretická část.....	10
1.1 Stereologické rovnice.....	10
1.2 Tvar zrna.....	11
1.3 Odhad koeficientů c , c' , c'' pro sférický tvar zrna	11
1.4 Norma ASTM E 112 a ČSN 42 0462	13
1.4.1 Odhalení zrnité struktury	14
1.4.2 Definice čísla velikosti zrna	14
1.4.3 Analýza konstant c , c' , c'' pro normu ASTM E 112 a ČSN 42 0462	17
1.4.4 Měřicí metody	20
1.4.5 Metoda srovnávací.....	20
1.4.6 Rovinná (Jeffriesova) metoda	22
1.4.7 Lineární metody	24
1.4.8 Určení velikosti zrna při obsahu více fází.....	28
1.4.9 Určení velikosti zrna v duplicitní struktuře	29
1.5 Teselace	31
1.5.1 Voronoiova teselace.....	32
1.5.2 Johnsonova- Mehlova teselace	33
1.6 Odhady parametrů c , c' , c'' pomocí počítačové databáze	33
2 Experimentální část.....	35
2.1 Příprava vzorku	35
2.2 Měření distribuce velikosti zrn	37
2.3 Příprava povrchu vzorku pro vyhodnocování	37
2.4 Vyhodnocení isotropní plochy	38
2.4.1 Lineární metody	38
2.4.2 Rovinné metody.....	40
2.4.3 Určení obsahu největšího profilu.....	44
2.5 Vyhodnocení anisotropního vzorku	45
2.5.1 Vyhodnocení plošných vlastností vzorku ruční metodou	45
2.5.2 Vyhodnocení plošných vlastností vzorku počítačovým programem.....	47
3 Diskuze výsledků	51

3.1	<i>Diskuze výsledků vyhodnocení isotropní plochy.....</i>	51
3.1.1	<i>Lineární metody</i>	51
3.1.2	<i>Rovinné metody.....</i>	52
3.2	<i>Diskuze výsledků vyhodnocení anisotropního vzorku.....</i>	53
3.2.1	<i>Výsledky standardních odhadů</i>	53
3.2.2	<i>Výsledky užitím počítačové databáze a w-s diagramu.....</i>	54
3.2.3	<i>Srovnání výsledků počítačové databáze a standardních odhadů.....</i>	57
	<i>Závěr</i>	58
	<i>Seznam použitých zdrojů.....</i>	60
	<i>Seznam použitých symbolů a zkratk.....</i>	62
	<i>Seznam obrázků</i>	64
	<i>Seznam tabulek</i>	65
	<i>Seznam příloh</i>	67

ÚVOD

Jednou z nejdůležitějších vlastností, která popisuje pevné látky a materiály, je jejich struktura. Člověk měl vždy touhu poznávat mikro a nano strukturu různých materiálů, aby mohl hlouběji pochopit a porozumět jejich makroskopickým vlastnostem.

Vlastnosti každé látky jsou ovlivněny nejen druhem molekul, které látku tvoří, ale také uspořádáním zrnité struktury tohoto materiálu, velikostí a provázaností i tvarem jednotlivých zrn. K charakterizaci různých materiálů potřebujeme určit velikost zrn a krystalických zárodků, což je často velmi obtížné. Materiál nelze vůbec nebo lze jen velmi obtížně preparovat a získat tak popis velikosti jeho zrn a polykrystalů, ale i jiných zrnitých útvarů. Proto musí přijít na řadu metody nepřímé. Jsou to metody založené na principu rovinných řezů, ve kterých se zrnitá struktura jeví jako 2D plochy jednotlivých zrn. Tyto plochy zrnité struktury se mohou proměřovat a získá se tak analýza dvojrozměrné struktury zrna.

Je mnoho publikací, vztahů a postupů pro odhad střední velikosti zrna z její dvojrozměrné struktury. Pro každý tvar zrna a uspořádání zrnité struktury platí tyto vztahy s větší či menší přesností. Na nás je, abychom jejich přesnost ověřili a řekli, který vztah nebo metodu použijeme, aby získané výsledky co nejlépe odpovídaly skutečnosti námi zkoušeného vzorku. Různé vztahy a stereologické tabulky, ze kterých můžeme určit velikost zrnité struktury z rovinných řezů, jsou publikovány např. normou ASTM E 112, normou ČSN 42 0462 a dalšími normami. Pro odhad velikosti zrna lze použít i zdokonalené postupy na základě počítačové databáze teselací. Počítačová databáze poskytuje nejpresnější výsledky, protože bere ohled na určitý typ zrnité struktury.

Naším úkolem je ověřit přesnost stereologických vztahů u norem ASTM E 112 a ČSN 42 0462 na modelu kostky PVC, jehož granule obalené v černých sazích představují zrnitou strukturu. Tyto granule jsou před lisováním kostky zváženy a přepočtem přes hustotu je tak získána jejich skutečná velikost. Tak je možno porovnávat odhady velikosti zrn s jejich skutečnou velikostí. Na rovinném řezu tohoto hranolu lze pozorovat jeho zrnitou strukturu, jejíž hranice jsou tvořeny černými sazemi. Tato plocha řezu se jeví jako nejběžnější typ užívané podlahoviny. Na základě počtu profilů zrn uzavřených v určité oblasti plochy tohoto hranolku nebo počtu profilů zachycených jednotkou délky přímky na

této ploše a užitím tabulky uvedené v příslušné normě nebo počítačové databáze odhadneme střední velikost zrna.

Porovnáváme tak různé normy, metody, postupy a zjistíme, který z nich je pro naši strukturu nejpříznivější.

Normy ASTM E 112 a ČSN 42 0462 jsou tvořeny především pro kovové materiály. V praxi se ale mohou použít i pro nekovové materiály, a to zejména pro semikrystalické a krystalické polymery a keramiku. Obecně lze říci, že tyto normy lze použít pro všechny materiály, jež tvoří zrnitou strukturu a dokonale vyplňují celý prostor.

V teoretické části této diplomové práce byl užit fond písma ARIAL k zvýraznění odlišností normy ČSN 42 0462 od normy ASTM E 112.

1 TEORETICKÁ ČÁST

1.1 Stereologické rovnice

Na analýzu rovinných řezů lze použít tři základní stereologické rovnice, jež vyjadřují vztah mezi počtem profilů N_A jednotkové plochy roviny řezu vzorku a počtem profilů zachycených jednotkovou délkou přímky N_L tohoto řezu (1.4). Vztah mezi počtem profilů jednotkové plochy vzorku v rovině řezu N_A a počtem zrn v objemové jednotce vzorku N_V (1.2) a vztah mezi počtem profilů zachycených jednotkovou délkou přímky N_L v rovině řezu a počtem zrn v objemové jednotce vzorku N_V (1.3) [21]. Další používané veličiny pro odhad velikosti zrna jsou:

- v objem zrna
- s povrch zrna v prostoru
- w šířka zrna v prostoru
- v' plocha profilu zrna v rovině
- v'' délka tětiny zrna

Veličiny N_V , N_A , N_L jsou reciproké veličiny ve stejném pořadí k veličinám v , v' , v'' . Veličina $E \bullet$ představuje odhad veličiny $\bullet$. Dále je podstatné určit variační koeficienty veličiny v' jako $CV_{v'}$ a veličiny v'' jako $CV_{v''}$. Pak jsou publikovány již zmíněné stereologické rovnice, jež vyjadřují vztahy mezi jednotlivými proměnnými [15]:

$$Ev = Ew \cdot Ev' = Es \cdot Ev'' / 4 \quad (1.1)$$

Tyto rovnice lze přepsat za použití reciprokých veličin jako:

$$EN_V = c'(EN_A)^{\frac{3}{2}} \quad (1.2)$$

$$EN_V = c''(EN_L)^3 \quad (1.3)$$

$$EN_A = c(EN_L)^2 \quad (1.4)$$

kde c , c' , c'' jsou různé konstanty pro danou zrnitou strukturu. Tyto konstanty lze přepsat jako poměry různých prostorových a plošných vlastností zrn:

$$c' = \sqrt{\frac{Ev}{(Ew)^2}}, c'' = \frac{(Ev)^2}{(Es/4)^3}, c = \frac{Ew \cdot Ev}{(Es/4)^2} = \left(\frac{c''}{c'}\right)^{\frac{2}{3}} \quad (1.5)$$

Důležité je také uvést, že stereologické rovnice (1.2), (1.3), (1.4) normy ve skutečnosti neuvádí, ale tyto rovnice jsou skryty v jejich tabulkách. U různých norem se tyto

stereologické rovnice liší různými koeficienty c , c' , c'' . Při užití počítačové databáze (počítačové simulace) se tyto koeficienty určí individuálně pro každou strukturu z hodnot koeficientu c , hodnot variačních koeficientů CVv' nebo CVv'' a w -s diagramu počítačové databáze [15].

1.2 Tvar zrna

Tvar zrna musí být schopný vyplnit celý prostor vzorku a povrch zrna vzniklý krystalizací či shlukováním musí odpovídat teorii o minimální povrchové energii, což je při konstantním objemu tvar koule. Koule ale není schopna vyplnit celý prostor. Naopak krychlemi či kvádry lze vyplnit celý prostor, ale povrch je u těchto těles značně větší [23]. V roce 1887 Lord Kelvin ukázal, že těmto podmínkám se blíží mnohostěn skládající se ze 14 stěn, 24 vrcholů a 36 hran [11]. Lépe ale koreluje se skutečnými zrny v oceli dvanáctistěn se stěnami pětistranu, i když ani tento prostorový útvar nemůže dokonale vyplnit prostor [12].

Ve třídimensionální struktuře jsou zrna navzájem v kontaktu svými stěnami, hranami a vrcholy. Energeticky nejvýhodnější stav při plném vyplnění prostoru nastane, pokud hrany stěny budou svírat v průměru $109,5^0$ a úhel rozpětí stěn bude 120^0 , průměrný počet hran na stěnu bude 5,1043, průměrný počet stěn bude 13,394, průměrný počet hran bude 34,195 a průměrný počet vrcholů bude 22,789. Toto je optimální mnohostěn vyplňující prostor a splňující podmínku minimálního povrchu na určitý objem. Je to ale pouze matematický model, který ve skutečnosti neexistuje [20].

Optimální tvar byl hledán i experimentálně pomocí Beta mosazi, kdy zkřehnutý vzorek byl podrcen a byly analyzovány jednotlivé úlomky. Bylo zjištěno, že průměrný počet stěn zrn je 14,5, přičemž větší zrna měla zpravidla vyšší počet stěn a menší zrna měla nižší počet stěn. Průměrný počet hran na stěnu byl 5,14, což se shoduje s teoretickým modelem [7]. Další studie, které byly podniknuty např. pomocí stereomikroradiografu, tyto výsledky jen potvrzují [24].

1.3 Odhad koeficientů c , c' , c'' pro sférický tvar zrna

Tento odhad koeficientů c , c' , c'' stereologických rovnic je založen na modelu zrna, který je tvaru koule. Dále je zde zaveden zjednodušující předpoklad uniformní struktury, tzn. takové struktury, kdy jsou všechna zrna stejně veliká.

Konstanta c se odvodí pomocí průměrně zachycené délky v kruhu při proložení roviny přímkou. Toto zachycení představuje střední délku tětivy:

$$Ev'' = \frac{pr^2}{2r} = \frac{pr}{2} \quad (1.6)$$

Po dosazení do rovnice (1.4):

$$\frac{1}{Ev'} = c \left(\frac{1}{Ev''} \right)^2 \Rightarrow c = \frac{Ev''^2}{A} = \frac{(pr)^2 / 4}{pr^2} = \frac{p}{4} = 0,7854 \quad (1.7)$$

Odvození konstanty c' je poněkud komplikovanější. Je potřeba nalézt průměrnou plochu řezu koule. Na modelu osamocené koule, jejíž střed je umístěn do počátku kartézské soustavy souřadnic v prostoru, je třeba najít funkci, která bude vyjadřovat plochu řezu kolmou na osu z v závislosti na jeho výšce. Nejspodnější části koule (vrchlíku) je přiřazena hodnota $z = -r$, nejvrchnější části koule (vrchlíku) je přiřazena hodnota $z = r$. Nekonečně mnoho paralelních řezů tuto kouli rozdělí na nekonečně mnoho částí s průměrnou tloušťkou dz . Funkce poloměru řezu v závislosti na jeho výšce bude mít tvar:

$$r_z = \sqrt{r^2 - z^2} \quad (1.8)$$

kde z aktuální výška řezu

r_z poloměr kruhového profilu ve výšce z

Poté pro plochu kruhového řezu ve výšce z platí:

$$A_z = pr_z^2 = p(r^2 - z^2) \quad (1.9)$$

Protože při užití nekonečně mnoho řezů budou statisticky tyto řezy ve stejné vzdálenosti dz od sebe, může se tedy vyjádřit průměrná plocha profilu koule integrálem:

$$Ev' = \frac{\int_{-r}^r p(r^2 - z^2) dz}{2r} = \frac{2}{3} pr^2 \quad (1.10)$$

Po dosazení do rovnice (1.2):

$$\frac{1}{Ev} = c' \left(\frac{1}{Ev'} \right)^{\frac{3}{2}} \Rightarrow c' = \frac{Ev'^{\frac{3}{2}}}{Ev} = \frac{(2/3 pr^2)^{\frac{3}{2}}}{4/3 pr^3} = \sqrt{\frac{p}{6}} = 0,7236 \quad (1.11)$$

Pro odvození konstanty c'' je třeba si představit kouli, jež má opět svůj střed v počátku kartézské soustavy souřadnic. Průměrná délka tětivy potom bude odvozena z představy, že řez této koule v rovině $[x,y]$ je rozdělen na nekonečně mnoho čtverečků (diferencí ploch) o stranách dx a dy . Potom ke každé diferencii plochy dx, dy je přiřazena průměrná funkční hodnota na vrchlících koule. Takto je tato koule rozdělena na nekonečně mnoho

rovnoběžných hranolků. Těchto nekonečně mnoho hranolků o podstavě blížící se nule představují tětivy. Suma těchto hranolků představuje objem koule a jejich počet plochu řezu koule v rovině $[x,y]$. Proto průměrná výška hranolku se spočítá z podílu objemu koule ku povrchu podstavy koule a vyjadřuje střední délku tětív v kouli:

$$Ev'' = \frac{4/3pr^3}{pr^2} = \frac{4}{3}r \quad (1.12)$$

Po dosazení do rovnice (1.3) platí:

$$\frac{1}{Ev} = c'' \frac{1}{Ev''^3} \Rightarrow c'' = \frac{Ev''^3}{Ev} = \frac{(4/3r)^3}{4/3pr^3} = \frac{16}{9p} = 0,5659 \quad (1.13)$$

Sférický model zrna je nejjednodušší případ tvaru zrna. Tento model však neodpovídá skutečnosti, protože koule nemohou vyplnit celý prostor. Lze ještě teoreticky odvodit další modely jako pravidelný čtrnáctistěn nebo dvanáctistěn, ale odvození konstant je u nich matematicky mnohem komplikovanější [23].

1.4 Norma ASTM E 112 a ČSN 42 0462

Tyto normy umožňují určení odhadu velikosti zrna v kovových materiálech a jejich slitinách. Dále tyto normy mohou být použity pro odhad velikosti zrna, polykrystalů či shluků v nekovových materiálech. K odhadu velikosti zrna používají tyto normy tři základní postupy:

1. metody srovnávací
2. rovinné metody
3. metody tětív (lineární metody)

Metody srovnávací mohou být užity vždy, pokud odpovídá zrnitá struktura některé standardní struktury uvedené v přílohách norem. Metody založené na počtu částic uzavřených v určité oblasti rovinného řezu (rovinné metody) a metody tětív (lineární metody) mohou být užity vždy, pokud lze rozpoznat jednotlivé hranice zrn v rovinném řezu.

Dále tyto normy řeší přípravu vzorků, typy oceli a jejich sloučenin, jejich vizualizaci přes žíhání, leptání, frakcionizaci zrn přes prudké zchlazení atd.

1.4.1 Odhalení zrnité struktury

Aby mohla být zrna podrobena rovinné analýze, musí být na ploše přesně a výrazně ohraničena. Existuje mnoho technik k zvýraznění hranic mezi jednotlivými zrny v rovinném řezu. Jednotlivé normy přesně popisují různé leptací roztoky a techniky pro odhalení zrnité struktury v oceli, železných materiálech a jejich slitinách. Pro austenitické a feritické oceli jsou používány především techniky leptání. V oceli s malým obsahem uhlíku původní martenzitická struktura nejde téměř vůbec odhalit. Proto se většinou měří menší feritová struktura. Výsledky výzkumu uvádějí, že feritová zrna pochází z austenitických zrn [4]. Počet feritových zrn na jednotku plochy je větší, když jsou zformovány z jemných austenitických zrn než z velkých austenitických zrn. Další problém je, že při žíhání dochází k tzv. tvorbě krystalových dvojčat, které by neměly být do výsledku zaneseny [17].

1.4.2 Definice čísla velikosti zrna

Pro velikost zrna platí vztah:

$$n = 2^{G-1} \quad (1.14)$$

kde n počet zrn na jeden čtvereční palec na obrazu ve 100 násobném zvětšení

G číslo velikosti zrna normy ASTM E 112

po úpravě:

$$G = \frac{\log n}{\log 2} + 1 \quad (1.15)$$

V zemích užívajících metrický systém, které převzali normu ASTM E 112, jako Švédsko (SIS 11 11 01), Itálie (UNI 3245), Rusko (GOST 5639), Francie (NF A04 - 102) a ISO (R643) a Česká republika (ČSN 42 0462) definují číslo velikosti zrna G_m jako [23]:

$$N_A = 8(2^{G_m}) \quad (1.16)$$

kde N_A počet zrn na 1 mm^2

G_m číslo velikosti zrna pro SI jednotky

po úpravě:

$$G_m = \frac{\log N_A}{\log 2} - 3 \quad (1.17)$$

Tab. č. 1.1: Vztahy mezi různými charakteristikami velikosti rovnoosých zrn a mikro čísla velikosti zrna normy ASTM E 112

G	d_n [mm]	d_f [mm]	Ev'' [mm]	EN_L [mm ⁻¹]	Ev' [mm ²]	EN_V [mm ⁻³]	EN_A [mm ⁻²]	$n^{1)}$ [in ²] x10 ⁴
-1	0,510	0,570	0,453	2,21	0,258	6,11	3,88	0,250
0,0	0,360	0,403	0,320	3,125	0,129	17,3	7,75	0,500
1,0	0,250	0,285	0,226	4,42	0,0645	48,8	15,5	1,000
2,0	0,180	0,202	0,160	6,25	0,0323	138	31,0	2,000
3,0	0,125	0,143	0,113	8,84	0,0161	391	62,0	4,000
	[μm]	[μm]	[μm]		[mm ²]x10 ⁻³			
4,0	90	101	80,0	12,5	8,07	1105	124	8,00
5,0	65	71	56,6	17,7	4,03	3126	248	16,00
6,0	45	50	40,0	25,0	2,20	8842	496	32,00
7,0	32	36	28,3	35,4	1,008	25010	992	64,00
					[mm ²]x10 ⁻⁶	[mm ⁻³]x10 ⁺⁶	[mm ⁻²]x10 ³	
8,0	22	25	20,00	50,0	504	0,0707	1,98	128,0
9,0	16	18	14,10	70,7	252	0,200	3,97	256,0
10,0	11	13	10,00	100	126	0,566	7,94	512,0
11,0	8,0	8,9	7,07	141	63,0	1,600	15,87	1024
12,0	5,6	6,3	5,00	200	31,5	4,527	31,7	2048
13,0	4,0	4,5	3,54	283	15,8	12,80	63,5	4096
14,0	2,8	3,2	2,50	400	7,88	36,20	127	8192

Tab. č. 1.2: Vztahy mezi různými charakteristikami velikosti rovnoosých zrn a makro čísla velikosti zrna normy ASTM E 112

M	d_n [mm]	d_f [mm]	Ev'' [mm]	Ev' [mm ²]	EN_A [mm ²] x10 ⁻³	G	$n^{1)}$ [in ²]
0,0	36	40,3	32,00	1290	0,775	-13,3	0,50
1,0	25	28,5	22,63	645	1,55	-12,3	1,00
2,0	18	20,1	16,00	323	3,10	-11,3	2,00
3,0	13	14,3	11,31	161	6,20	-10,3	4,00
4,0	9,0	10,1	8,000	80,6	12,40	-9,3	8,00
5,0	6,5	7,1	5,657	40,3	24,80	-8,3	16,0
6,0	4,5	5,0	4,000	20,2	49,60	-7,3	32,0
7,0	3,2	3,6	2,828	10,1	99,20	-6,3	64,0
8,0	2,2	2,5	2,000	5,04	198,4	-5,3	128
9,0	1,6	1,8	1,414	2,52	396,8	-4,3	256
10,0	1,1	1,26	1,000	1,26	793,6	-3,3	512
11,0	0,80	0,89	0,707	0,630	1587	-2,3	1024
12,0	0,56	0,63	0,500	0,315	3174	-1,3	2048
13,0	0,40	0,45	0,354	0,158	6349	-0,3	4096
14,0	0,28	0,32	0,250	0,0788	12698	0,7	8192

Pro přepočítání mezi čísly makro a mikro čísla velikosti zrna platí vztah:

$$M = G + 13,288 \quad (1.18)$$

Tab. č. 1.3 Vztahy mezi různými charakteristikami velikosti rovnoosých zrn a čísla velikosti zrna normy ČSN 42 0462

G_m	Ev' [mm]	EN_A [mm ⁻²]	EN_V [mm ⁻³]	d_n [mm]	Ev'' [mm]	S_V [mm ² /mm ³]
-6	8	0,125	0,044	2,820	2,51	0,797
-5	4	0,25	0,125	2,000	1,776	1,126
-4	2	0,5	0,354	1,410	1,255	1,594
-3	1	1	1,0	1,000	0,888	2,252
-2	0,5	2	2,8	0,707	0,627	3,190
-1	0,25	4	8,0	0,500	0,444	4,504
0	0,125	8	22,6	0,353	0,313	6,390
1	0,0625	16	64,0	0,250	0,222	9,009
2	0,0312	32	181	0,177	0,157	12,74
3	0,0156	64	512	0,125	0,111	18,02
4	0,00781	128	1448	0,088	0,0785	25,48
5	0,00390	256	4096	0,062	0,0555	36,04
6	0,00195	512	11585	0,044	0,0392	51,02
7	0,00098	1024	32768	0,031	0,0277	72,20
8	0,00049	2048	92682	0,022	0,0196	102,0
9	0,000244	4096	262144	0,016	0,0139	143,9
10	0,000122	8192	741485	0,011	0,0098	204,1
11	0,000061	16384	2097152	0,0078	0,00693	288,6
12	0,000030	32768	5931008	0,0055	0,00489	409,0
13	0,000015	65536	16777216	0,0039	0,00345	579,7
14	0,0000075	131072	47449064	0,0027	0,00244	819,7

kde M makro číslo velikosti zrna ASTM E 112

G mikro číslo velikosti zrna ASTM E 112

G_m číslo velikosti zrna ČSN 42 0462

d_n nominální průměr zrna definován jako $\sqrt{Ev'}$

d_f Feretův průměr zrna definován jako podíl Ev' / Ev''

S_V plocha zrn v 1 mm³

$n^{1)}$ počet zrn na jeden palec ve zvětšení 1:1

Odhad čísla velikosti zrna spočítaný metrickým systémem je asi o 0,045 nižší než hodnota spočítaná podle normy ASTM E 112 pro stejný případ. Vztah, který je mezi číslem G velikosti zrna užitým ASTM E 112 a velikostí zrna G_m , které užívají státy, jež používají metrický systém, lze odvodit ze vztahu (1.14) a (1.16) a jeho výsledná hodnota je:

$$G = G_m + 0,04485 \quad (1.19)$$

Tabulky č. 1.1 1.2 a 1.3 jsou pouze pro vybrané hodnoty a ve skutečnosti jsou v normách uvedeny po menších dílcích čísla G , M a G_m .

Číslo velikosti zrna G normy ASTM E 112 a G_m normy ČSN 42 0462 je uvedeno v logaritmickém měřítku vzhledem plošným a objemovým vlastnostem zrna. Proto malé změny velikosti čísla zrna G nebo G_m představují velké změny plošných a objemových hodnot zrna.

1.4.3 Analýza konstant c , c' , c'' pro normu ASTM E 112 a ČSN 42 0462

Tyto konstanty závisí na struktuře a druhu daného materiálu. Norma tyto konstanty neuvádí, ale jejich hodnoty jsou skryty v jejich tabulkách. Pro normu ASTM E 112 jsou tyto hodnoty skryty v tabulce č. 1.1 a č. 1.2 a pro normu ČSN 42 0462 jsou tyto hodnoty skryty v tabulce č. 1.3. Po dosazení stereologických rovnic do těchto tabulek se získají přesné hodnoty těchto konstant. Pro různé normy vychází různé hodnoty těchto konstant. V tabulce č. 1.4, 1.5, 1.6 je řešení, jak by vypadaly koeficienty rovnic (1.2), (1.3), (1.4) po dosazení hodnot z těchto tabulek.

Tab. č. 1.4: Vypočtené hodnoty koeficientů c , c' a c'' tabulky č. 1.1 pro mikro číslo velikosti zrna G normy ASTM E 112

G	c	c'	c''	G	c	c'	c''
-1,0	0,7944	0,7995	0,5661	7,5	0,7954	0,7813	0,5542
0,0	0,7936	0,8019	0,5669	7,7	0,7866	0,8000	0,5581
0,5	0,7966	0,7949	0,5652	8,0	0,7920	0,8025	0,5656
1,0	0,7934	0,7997	0,5651	8,4	0,7859	0,8000	0,5574
1,5	0,7915	0,8001	0,5635	8,5	0,7937	0,7989	0,5649
2,0	0,7936	0,7995	0,5652	9,0	0,7942	0,7995	0,5659
2,5	0,7934	0,8003	0,5656	9,2	0,7851	0,8011	0,5573
3,0	0,7934	0,8009	0,5660	9,5	0,7932	0,7996	0,5649
3,2	0,7838	0,8008	0,5557	10,0	0,7940	0,8000	0,5660
3,5	0,7940	0,8000	0,5659	10,3	0,7831	0,8000	0,5544
3,7	0,7845	0,8000	0,5559	10,5	0,7923	0,8010	0,5649
4,0	0,7936	0,8003	0,5658	10,7	0,7904	0,7993	0,5617
4,5	0,7883	0,8030	0,5620	11,0	0,7982	0,8003	0,5708
4,7	0,7870	0,8000	0,5586	11,4	0,7874	0,7998	0,5588
5,0	0,7916	0,8004	0,5637	11,5	0,7954	0,8003	0,5677
5,2	0,7866	0,8000	0,5580	11,8	0,7860	0,8000	0,5574
5,5	0,7959	0,7996	0,5678	12,0	0,7925	0,8021	0,5659
5,7	0,7831	0,8000	0,5236	12,3	0,7831	0,8000	0,5544
6,0	0,7936	0,8004	0,5659	12,5	0,7927	0,7999	0,5645
6,4	0,7859	0,8000	0,5574	13,0	0,7929	0,7999	0,5647
6,5	0,7947	0,8012	0,5676	13,5	0,7954	0,8004	0,5678
6,7	0,7870	0,8005	0,5589	13,8	0,7851	0,8004	0,5568
7,0	0,7916	0,8005	0,5638	14,0	0,7938	0,7998	0,5656
7,2	0,7858	0,8001	0,5574	14,3	0,7866	0,8000	0,5581

Tab. č. 1.5: Vypočtené hodnoty koeficientů c , c' a c'' tabulky č. 1.2 pro makro číslo velikosti zrna M normy ASTM E 112

M	c	M	c	M	c
0,0	0,7936	5,5	0,7938	11,0	0,7933
0,5	0,7966	6,0	0,7936	11,5	0,7944
1,0	0,7938	6,5	0,7937	12,0	0,7935
1,5	0,7931	7,0	0,7934	12,3	0,7952
2,0	0,7936	7,5	0,7934	12,5	0,7919
2,5	0,7942	8,0	0,7936	13,0	0,7956
3,0	0,7931	8,5	0,7939	13,3	0,7936
3,5	0,7932	9,0	0,7934	13,5	0,7920
4,0	0,7936	9,5	0,7932	13,8	0,7931
4,5	0,7930	10,0	0,7936	14,0	0,7936
5,0	0,7936	10,5	0,7936	14,3	0,7917

Tab. č. 1.6 Vypočtené hodnoty koeficientů c , c' a c'' tabulky č. 1.3 pro číslo velikosti zrna G_m normy ČSN 42 0462

G_m	c	c'	c''	G_m	c	c'	c''
-6	0,7875	0,9956	0,6958	5	0,7885	1,0000	0,7002
-5	0,7885	1,0000	0,7002	6	0,7868	1,0000	0,6978
-4	0,7875	1,0013	0,6997	7	0,7857	1,0000	0,6964
-3	0,7885	1,0000	0,7002	8	0,7868	1,0000	0,6979
-2	0,7863	0,9899	0,6902	9	0,7914	1,0000	0,7040
-1	0,7885	1,0000	0,7002	10	0,7868	1,0000	0,6979
0	0,7838	0,9988	0,6930	11	0,7868	1,0000	0,6980
1	0,7885	1,0000	0,7002	12	0,7836	0,9999	0,6935
2	0,7888	0,9999	0,7005	13	0,7800	1,0000	0,6889
3	0,7885	1,0000	0,7002	14	0,7804	0,9999	0,6893
4	0,7888	0,9999	0,7005				

Tabulka č. 1.5 poskytuje pouze hodnoty pro koeficient c , který vyjadřuje vztah mezi počtem tětív na jednotku délky a počtem zrn na jednotku plochy. Odhad objemu neposkytuje, takže zbývající koeficienty nemohou být vyhodnoceny. Z tabulky č. 1.4 lze odhadnout všechny tři stereologické koeficienty, se kterými norma ASTM E 112 počítá. U tabulky č. 1.5 budou tyto koeficienty shodné s tabulkou č. 1.4, protože pokud se vynásobí lineární rozměr u tabulky č. 1.1 100x, výsledek je tabulka č.1.2 se stejným číslem velikosti zrna. Tudiž vyhodnocení vzorku podle tabulky č. 1.1 poskytne stejné hodnoty, jako když bude tento vzorek ve 100 násobném zvětšení vyhodnocen podle tabulky č.1.2. Tabulka č.1.6 poskytuje vyhodnocení stereologických koeficientů pro normu ČSN 42 0462.

Tab. č. 1.7: Výsledné stereologické koeficienty normy ASTM E 112

	tabulka č. 1.1			tabulka č. 1.2
	c	c'	c''	c
průměr	0,7907	0,7998	0,5617	0,7935
směrodatná odchylka souboru	0,0043	0,0029	0,0072	0,0009
variační koeficient [%]	0,54	0,37	1,27	0,12

Tyto stereologické koeficienty nabízí norma po přepočtu tabulek č. 1.1 a č. 1.2. Pro koeficient c'' se dá předpokládat, že byl odvozen ze sférického modelu zrna. U ostatních koeficientů to předpokládat nelze, protože se značně liší od hodnot, jež charakterizují sférický model.

Tab. č. 1.8: Výsledné stereologické koeficienty normy ČSN 42 0462

	tabulka č. 1.3		
	c	c'	c''
průměr	0,7868	0,9993	0,6974
směrodatná odchylka souboru	0,0028	0,0024	0,0041
variační koeficient [%]	0,36	0,24	0,60

U této české normy ČSN 42 0462 vychází koeficienty výrazně odlišně od normy ASTM E 112. Zejména se liší koeficienty c' a c'' . Hodnoty těchto koeficientů jsou výrazně vyšší, takže odhady počtu zrn v objemové jednotce EN_V budou výrazně vyšší, a proto reciproká hodnota Ev bude menší. Z toho vyplývá, že odhad podle normy ČSN 42 0462 bude poskytovat menší zrna.

1.4.4 Měřící metody

Měření je založeno na měření leštěných, broušených a leptaných částí rovinných ploch kovového i nekovového vzorku. K popsání velikosti zrna jsou získány parametry Ev' , EN_A , Ev'' , EN_L , Ev a EN_V .

Z těchto parametrů pouze dva poslední poskytují představu o trojrozměrné velikosti zrna. Měřící metody jsou založeny na měření různých geometrických parametrů rovinné plochy zrnité struktury zkoumaného materiálu, na základě kterých se získá prostorový obraz zrna. K analýze roviny slouží parametry Ev' , EN_A , Ev'' , EN_L . Z nich jsou pak odhadnuty veličiny prostorové Ev a EN_V tak, že při užití hodnot Ev' , EN_A se jedná o metody rovinné a hodnot Ev'' , EN_L se jedná o metody lineární. Metodou srovnávací se velikost zrna získá přímo.

1.4.5 Metoda srovnávací

Tato metoda je vhodná na ohodnocování rovnoosých zrn, tzn. zrn, jejichž rozměr je ve všech směrech na sebe kolmých stejný. Předností této metody je dostatečná rychlost. Tato metoda je založena na principu vizuálního srovnávání mikrofotografií plochy vzorku s určitými standardními mikrofotografiemi. Je zejména používána na ohodnocování

materiálů, jejichž mikrofotografie odpovídají standardům. Tyto srovnávací standardy jsou presentovány pouze pro kovy a jejich slitiny. Srovnávací grafy jsou presentovány ve čtyřech kategoriích:

kategorie I

nezdvojené zrna

G -1 0 0,5 1 1,5 2 2,5 3 3,5 4 4,5 5 5,5 6 6,5 7 7,5 8 8,4 9 9,5 10

ve zvětšení 100 násobném

kategorie II

zdvojené zrna

G 1 2 3 4 5 6 7 8

ve zvětšení 100 násobném

kategorie III

zdvojené zrna

nominální průměr d_n [mm] 0,200 0,150 0,120 0,070 0,060 0,050 0,045 0,035 0,025
0,020 0,015 0,010 0,005

ve zvětšení ve 75 násobném

kategorie IV

austentické zrna oceli

G 1 2 3 4 5 6 7 8

ve zvětšení 100 násobném

Při užití srovnávací metody je vždy potřeba vybrat nezaujatě pole tak, aby odpovídalo reprezentativní části vzorku. Většinou se porovnává 5 polí, ke kterým je přiřazena vhodná mikrofotografie standardu. Poté je určeno číslo G a z něho nominální průměr d_n , v případě kategorie III je určen nominální průměr d_n a z něho G a další hodnoty.

Nejlepších hodnot u metody srovnávací je dosaženo, pokud jsou k dispozici průhledné mikrofotografie vzorku a standardů a tyto mikrofotografie jsou promítány na jednu obrazovku projektoru, kde se spolu překrývají.

Pokud je velikost zrna mimo standardní rozpětí velikosti zrn standardu nebo pokud standardní zvětšení 75x nebo 100x není dostatečné, může být použito i jiné zvětšení, které je celonásobkem nebo celodělitelem standardního zvětšení [23].

$$G = G_{est} + Q \quad (1.20)$$

$$Q = 6,64 \log \frac{M}{M_b} \quad (1.21)$$

kde G_{est} je odhad velikosti čísla zrna G

Q je korekční faktor

M je aktuální zvětšení

M_b je standardní zvětšení mikrofotografie, se kterou je vzorek porovnáván

Do této srovnávací metody dále patří analýza lomové plochy. Jedná se o metodu, kdy při lomu vzorku jsou vyvinuta austenitická zrna v martenzitické oceli, zejména tzv. nářad'ové oceli velké tvrdosti. Tato nářad'ová ocel je značně křehká. Tato metoda je schopna ohodnotit frakce o velikosti čísla zrna G mezi 1 a 10. Vzorek je napřed temperován při teplotě 800°C a poté je prudce zchlazen. Dále následuje jeho rozlomení a zkoumá se drsnost jeho povrchu, která je porovnávána se standardy normy ASTM E 112. Číslo G menší jak 10 nemůže být ohodnoceno. Číslo G hrubší než 1 může být ohodnoceno extrapolací [23].

Metoda srovnávací u ČSN 4204 62 je založena na srovnávání povrchu zkoumaného vzorku s referenčním vzorkem. To jsou obrazy normalizovaných struktur ve zvětšení 100 násobném. Jestliže hodnocené zrno je příliš hrubé nebo jemné, zvětšení mikroskopu se úměrně zvětšuje nebo zmenšuje. Poté se použije vztah (1.21). Referenční vzorky jsou uvedeny v přílohách A, B, C, D této normy. Pro různé kovy a druhy železa jsou doporučeny různé typy srovnávacích mikrofotografií. Výsledek stanovení je dán průměrnou hodnotou ze všech stanovení a udává se na jedno desetinné místo. Číslo velikosti zrna se pak zaokrouhluje po 0,5. (U výsledku 5,2 se uvede 5, při 5,3 se uvede 5,5 a při 5,8 se uvede 6).

Metody srovnávací jsou používány k hrubému odhadu velikosti zrna, který poskytuje pouze orientační hodnotu. Většinou předcházejí metodám rovinným nebo lineárním, které poskytují přesnější výsledky.

1.4.6 Rovinná (Jeffriesova) metoda

Tato metoda doporučuje použití kruhu nebo pravoúhlého čtyřúhelníku na mikrofotografii v určitém zvětšení či na projekční obrazovku projektoru tak, aby plocha tohoto útvaru byla 5000 mm². Tento geometrický útvar by měl selektovat nejméně 50 zrn

v jeho poli. Po správném získání obrazu v určitém zvětšení budou zrna uvnitř tohoto útvaru přesně spočítána. Následně budou spočítána všechna zrna, která jsou protnuta hranicí útvaru a jejich počet je pak vydělen dvěma [2]. Vydělen dvěma je proto, že polovina zrn protnutá hranicí statisticky leží uvnitř útvaru pouze z jedné poloviny [13]. Jsou zde i jiné zdokonalené postupy započítání hraničních zrn jako je Gundersenovo pravidlo nebo metoda počítání uzlů, které jsou podrobněji rozebrány v praktické části. U této metody se doporučuje spočítat minimálně tři pole a jejich výsledky zprůměrovat. Pro vztah mezi počtem zrn uzavřených v geometrickém útvaru a jejich počtem na jednotku plochy platí:

$$\mathbf{EN}_A = f \left(n_1 + \frac{n_2}{2} \right) \quad (1.22)$$

kde pro hodnotu f platí

$$f = \frac{M^2}{S} \quad (1.23)$$

kde n_1 počet zrn uzavřených v geometrickém útvaru

n_2 počet zrn protnutých hranicí útvaru

M zvětšení obrazu

S plocha geometrického útvaru

Hodnota G je následně zjištěna z hodnoty $\mathbf{EN}_A$ v tabulce č. 1.1 a nebo může být určena pomocí vztahu [23]:

$$G = (3,322 \log \mathbf{EN}_A) - 2,954 \quad (1.24)$$

Číslo G se používá zaokrouhlené na polovinu celého čísla [2].

Stupeň uniformity velikosti zrn může být získán z poměru plochy největšího zrna v rovině $\mathbf{Ev}'_{max}$ ku ploše průměrného zrna v rovině $\mathbf{Ev}' = 1/\mathbf{EN}_A$. Pro stejně veliké čtrnáctistěny platí, že tento poměr je 1,856 [16]. Struktura se považuje za uniformní, pokud tento poměr leží v rozmezí hodnot 1,8 až 2 [12].

Pokud je struktura anisotropní, je třeba vzorek vyhodnotit ve třech navzájem kolmých rovinách. Výsledný vztah pro počet zrn v objemové jednotce je dán:

$$\mathbf{EN}_V = 0,8 \cdot \sqrt{\mathbf{EN}_{Al} \cdot \mathbf{EN}_{At} \cdot \mathbf{EN}_{An}} \quad (1.25)$$

kde $\mathbf{EN}_{Al}$ počet zrn na jednotkovou plochu kolmou v longitudálním směru

$\mathbf{EN}_{At}$ počet zrn na jednotkovou plochu kolmou v transversálním směru

$\mathbf{EN}_{An}$ počet zrn na jednotkovou plochu kolmou v normálovém směru

Norma ČSN 42 0462 doporučuje rovněž použití kruhu o průměru 79,8 mm, čtverce nebo obdélníku o stranách 59,8 x 83,6 mm. Všechny tyto útvary mají

jednotnou plochu 5000 mm². Platí tu rovněž vztah (1.22) pro výpočet zrn v daném kruhu. Pro čtverec a obdélník platí:

$$N_A = f \cdot \left(n_1 + \frac{n_2}{2} - 1 \right) \quad (1.26)$$

Rozdíl počtu zrn mezi jednotlivými stanoveními různých polí nesmí činit více jak 50%.

Norma ČSN 42 0462 sice neposkytuje vztah pro ohodnocení nerovnoosých zrn u rovinné metody, ale po užití matematické transformace a převedení na rovnoosý tvar zrna se dá předpokládat, že platí:

$$EN_V = c' \cdot \sqrt{EN_{Al} \cdot EN_{At} \cdot EN_{An}} \quad (1.27)$$

kde c' je konstanta s hodnotou pro tuto normu 0,9993

1.4.7 Lineární metody

Lineární metody jsou obvykle používány více, než rovinné metody. Tyto metody jsou přístupné pro různé typy strojového a automatického počítání, proto nejsou časově tak náročné. Metody jsou doporučeny především pro všechny uniformní struktury. Pro anisotropní struktury (způsobeny např. deformací) se doporučuje zpracovávat data ze tří význačných rovin navzájem kolmých. U všech lineárních metod musí být na obraz plochy vzorku v určitém zvětšení nakreslena nebo jinak opatřena testovací přímka (křivka) nebo série testovacích přímek (křivek) označených přesnou délkou.

Metoda přímek (Heynova)

Odhad je založen na počítání zrn na skleněné obrazovce projektoru či mikrofotografii v určitém zvětšení reprezentativní oblasti plochy povrchu vzorku nebo vzorku samotném. Testuje se počet zachycených zrn testovací přímkou nebo sérií přímek, které tvoří testovací pole. Počet zachycení (tětiv) by měl být v daném testovacím poli alespoň 50. Pro vyhodnocování vzorků se používá 3 až 5 testovacích polí. Ke zvýšení přesnosti vede zvýšení počtu polí, pokud možno co nejvíce rozložených na ploše vzorku [2].

Tětiva (protnutí) je segment testovací přímky ohraničený hranicí zrna. Intersekce je bod, kdy testovací křivka protíná ohraničení zrna. Obě tyto veličiny mohou být v jednofázové struktuře spočítány se stejnými výsledky. Při počítání tětiv na testovací přímce se konec testovací přímky, který proniká do dalšího zrna započítá jako ½ tětivy. Pokud se počítají intersekce na testovací přímce, poslední bod testovací přímky není

intersekce a není akceptován, s výjimkou případu, kdy testovací přímka končí přesně na hranici zrna. Potom je ale započítán jako $\frac{1}{2}$ intersekce. Tangenciální protnutí zrna testovací přímkou je započítáno jako $\frac{1}{2}$ intersekce. Pokud testovací přímka protíná bod křížení tří zrn, je tato intersekce započítána jako $1\frac{1}{2}$. Pokud zrno má irregulární tvar, pak jsou započítány dvě intersekce zrna irregulárního a dvě intersekce vniknutého zrna [8].

Heynova metoda může být uskutečněna pomocí manuálního počítání protnutých zrn přímkou přesně definované délky nebo může být užito plně automatického skenovacího zařízení. Takto se dosáhne vysoké statistické přesnosti při relativně malé námaze. Při užití plně automatického skenovacího zařízení je třeba odstranit chyby vlivem inkusů dalších fází, které se tam mohou nacházet. Chyby se musí po použití tohoto plně automatického zařízení vyhodnotit a držet v určitých hranicích. Pokud toto nemůže být upraveno nastavením automatického zařízení či přípravou vzorku, vzorek se musí vyhodnocovat jako dvojfázový. Počítání při použití plně automatického skenovacího zařízení může být navíc komplikováno malým kontrastem zrna a jeho hranic nebo pokud jsou hranice příliš tenké. Pro obdržení akceptovatelných výsledků se musí použít vhodná příprava vzorku, správné zvětšení a nastavení plně automatického skenovacího zařízení. S těmito dvěma chybami se musí počítat a celková chyba nesmí překročit 5% k získání přesnosti čísla velikosti zrna na $\frac{1}{2} G$ a 1% pro získání přesnosti na 0,1 G .

Efekt orientace zrn může být odstraněn při použití přímek s několika orientacemi. Přesná forma těchto přímek není rozhodující. Důležité je, aby každý směr a každá část pole byla vyhodnocena se stejnou váhou. Není proto vhodný případ radiálního modelu, kdy vycházejí všechny přímky z jednoho bodu. Tento model totiž upřednostňuje oblast, která je kolem tohoto bodu. Počet tětiv je tak spočítán dohromady pro celou sérii přímek v poli. Potom průměrná délka tětivy v poli je dána vztahem:

$$Ev'' = L_T / N \quad (1.28)$$

kde L_T je celková délka přímek ve všech směrech v daném poli

N celkový počet protnutých zrn

Při vyhodnocování vzorku s deformovanou strukturou (nerovnoosých zrn) mohou být použity tři význačné roviny, kde se sestojí série paralelních křivek. Bývá použit longitudální směr, transversální a normálový směr. Norma ASTM E 112 doporučuje použít na jedné ploše série 100 mm přímek v počtu 5 vedle sebe. Pro odhad počtu zrn v jednotce objemu norma ASTM E 112 doporučuje vztah:

$$EN_V = 0,566 \cdot EN_{Ll} \cdot EN_{Lt} \cdot EN_{Ln} \quad (1.29)$$

kde EN_{Ll} počet zrn na jednotkovou délky přímky v longitudálním směru

EN_{Lt} počet zrn na jednotkovou délku přímky v transversálním směru

EN_{Ln} počet zrn na jednotkovou délku přímky v normálovém směru

Tento vztah vyjadřuje průměrný počet zrn v jednotce objemu. Z této hodnoty se pak může získat hodnota čísla G z tabulky č. 1.1. Dále může být určen tvarový faktor, který je dán poměrem EN_{Ll}/EN_{Lt} a EN_{Ln}/EN_{Lt} . Konstanta 0,566 znamená hodnotu c'' pro tuto normu. Průměrné číslo počtu tětív přes všechny tři význačné roviny je dán vztahem:

$$EN_L = (EN_{Ll} \cdot EN_{Lt} \cdot EN_{Ln})^{1/3} \quad (1.30)$$

Podle normy ČSN 42 0462 se u lineární metody používají dvě vzájemně kolmé úsečky, přičemž každá úsečka musí protínat alespoň 10 zrn. Měření se provádí alespoň na pěti místech povrchu plochy vzorku. U rovnoosých struktur materiálů lze provádět měření pouze v jednom směru. Dále pro povrch zrna v prostoru tato norma doporučuje použít vztah:

$$S_V = \frac{2}{EV''} = 2EN_L \quad (1.31)$$

kde S_V plocha zrn v jednotce objemu

Pro nerovnoosé materiály podle normy ČSN 42 0462 lze pomocí transformace souřadnic a užitím rovněž koeficientu c'' odvodit ze stereologické rovnice (1.2) stejný vztah jako u normy ASTM E 112, lišící se pouze hodnotou tohoto koeficientu.

$$EN_V = 0,697 \cdot EN_{Ll} \cdot EN_{Lt} \cdot EN_{Ln} \quad (1.32)$$

Metoda kruhových tětív

Tato metoda je založena na užití kruhových testovacích křivek. Tyto kruhové křivky umožňují automaticky kompenzovat orientované struktury. Je zde i odstraněn problém s konci testovací křivky, takže odpadá přičtení poloviny zrna.

U této metody je ale problém s mírným zkreslením délky tětivy, protože tato tětíva při protnutí zrna není ideálně rovná. Toto může být odstraněno použitím obecného polygonu o N stranách. Každá strana zachycuje 1 zrno, tzn. strany jsou uzpůsobené tak, že jedna strana je právě jedna tětíva polygonu. Pak celková délka testovací křivky je suma stran polygonů a je o málo kratší, než by odpovídalo kruhu. Chyba kruhu se šesti tětívami přibližně odpovídá zkreslení 0,5 čísla velikosti zrna G . Chyba ale rychle klesá s vyšším

počtem tětív. U počtu $N = 18$ je menší jak 0,5%. Chyba může být např. eliminována počítáním intersekcí při protnutí bodu se třemi hranicemi. Místo $1\frac{1}{2}$ intersekce se započítají intersekce 2. Není ale vhodné používat kruh s méně než s 15 protnutími.

Jednokruhová (Hilliardova) metoda

Tato metoda je založena na měření relativně velkého pole, kde se velikost zrn značně liší. Jsou zde doporučeny jednotlivé kruhy s obvody 100, 200 nebo 250 mm [2]. Pole, kde bude kruh umístěn je vybráno nezaujatě s dostatečným počtem zachycení. Počet zachycení tímto kruhem by měl být alespoň 35 [9].

Tříkruhová (Abramsova) metoda

Při této metodě je použita série tří kruhů, které jsou rozprostřeny do 5 polí. Celkově poskytují více jak 500 tětív na daný testovaný vzorek. Testované pole se skládá ze tří soustředných kruhů úplné délky 500 mm. Používá se pět náhodně vybraných a široce rozprostřených polí na povrchu vzorku.

Před užitím této metody se napřed použije metoda srovnávací či metoda jednokruhová k získání hrubého odhadu čísla G . Poté se vybere testovací pole a přiloží se tři kruhy v celkové délce 500 mm na obraz vzorku v požadovaném zvětšení, aby se na jejich celkové délce se nacházelo 100 zachycení. Testovací kruhy jsou nakresleny na průhledné fólie a jsou přiloženy na obrazovku projekčního zařízení či na mikrofotografii vzorku[1].

Pokud je při testování prvního pole napočítáno méně jak 70 nebo více jak 150 tětív, testování se zruší a zvolí se jiné zvětšení. Pokud první pole vyhovuje, pak se výsledek zaznamená a zvolí se náhodně další testovací pole. Pro celkový počet zrn zachycených jednotkovou délkou testovací křivky platí vztah:

$$EN_L = \frac{N}{\frac{L_T}{M}} \quad (1.33)$$

kde M aktuálně použité zvětšení

N počet zachycených zrn

L_T délka testovací křivky (u této metody vždy 500 mm)

Dále lze uvést vztah, který platí pro číslo velikosti zrna G [23]:

$$G = -6,6457 \log Ev'' - 3,298 \quad (1.34)$$

Dále se může definovat uniformita zrnité struktury. Ta je definována jako poměr Ev''_{max}/Ev'' , kde Ev'' je průměrná délka tětivy zrna a Ev''_{max} je maximální délka tětivy.

1.4.8 Určení velikosti zrna při obsahu více fází

Pokud těleso obsahuje kromě své původní fáze matrice i fázi odlišnou, musí se změnit postup odhadu zrna. Pokud není určeno jinak, termín velikosti zrna předpokládá velikost zrna matrice. Termín velikost částic naopak znamená celková velikost částičky druhé fáze.

Termín částice druhé fáze zahrnuje tuto fázi zformovanou do mikrostruktury první fáze (matrice). Plochu rovinného řezu vzorku tvoří zrna matrice a zrna druhé fáze. Na řezu se objevují tři různé typy hranic, a to hranice matrice - matrice, matrice - částice a částice - částice.

Mohou se zde rozeznat ostrovy druhé fáze mající svoji vnitřní strukturu, v některých případech obsahující i částičky matrice. Každý takový ostrov je řešen jako celek, se zanedbáním jeho vnitřní struktury. Ostrov druhé fáze může být zpracován samostatně stejným způsobem jako struktura celková a jeho zrnitá struktura je presentována samostatně. Většinou je při určení struktury druhé fáze zapotřebí použít větší rozlišení.

Cílem měření je identifikovat každou fázi a určit procento, které tato fáze zaujímá v celkovém poli vzorku.

Procento, které zaujímají jednotlivé typy zrn v daném poli a tím i jejich objemový podíl, může být určeno modifikovanou metodou lineární, která zahrnuje odhad frakce určité fáze. Procento obsahu určité fáze bude určeno jako délka zachycené sledované fáze na určité délce testovací přímky (křivky).

Procedura je podobná jako u metody lineární popsané v části (1.4.7). Testovací přímky jsou po délce označeny po stejných úsecích. Tyto úseky mají obvykle délku 1 mm a jsou tak uzpůsobeny pro vizuální počítání zachycených zrn. Tato testovací přímka zachytí určitý počet zrn sledované fáze a její určitou délku, kterou daná fáze zaujímá na této testovací přímce. Toto je uděláno pro každou fázi zvlášť. Seznam tedy obsahuje hodnotu EN_{Li} , což představuje počet zrn i -té fáze na jednotku délky testovací přímky, která zachytí pouze tuto fázi. Po zprůměrování výsledků jsou hodnoty EN_{Li} zpracovány jako v části (1.4.7). Podíl délky testovací přímky, na které byla zachycena i -tá fáze ku celkové délce testovací přímky dává podíl i -té fáze.

Znalost distribuce délky tětív bývá taky požadována jednak pro vlastní informaci, také proto, aby se při automatickém počítání oddělily krátké tětivy struktury ostrovů druhé fáze. Dále je potřeba ošetřit zachycení na konci testovací přímky. Jsou dva postupy, které norma

ASTM E 112 doporučuje. Zrno na konci testovací přímky je přičteno k určité fázi jako $\frac{1}{2}$, zatímco délka frakce vniknutá do posledního zrna je vynásobena dvakrát. Toto sice poskytuje správný počet zachycení určitého zrna, ale na druhou stranu může indikovat větší délku než aktuálně má být. Další metoda ošetření konce testovací přímky je, že zrna jsou náhodně opatřena kontrolními body. Pokud tyto kontrolní body zapadnou do měřeného pole nebo testovací přímky, pak je toto zrno plnohodnotně započítáno a celá délka zrna je určena nástavbou přímky. Tato část, která je změřena vně přímky se nazývá *střeženou oblastí*. V opačném případě tato zrna nejsou vůbec brána k úvahu. Zrna na konci testovacího pole na opačné straně přímky nejsou vůbec započítána. V důsledku toho jsou tato měření prováděna na nepravidelném tvaru pole, jehož plocha je neznámá a má sklon vyřadit delší a větší zrna. Proto se dá hůř použít pro vyhodnocení střední délky tětivy a určení procenta jisté fáze.

Pro vyhodnocení anisotropních materiálů je zapotřebí opatřit povrch vzorku testovacími přímkami navzájem kolmými a opatřit vzorek další rovinou kolmou k té původní a ji opatřit další testovací přímkou ve třetím význačném směru.

Při statistickém vyhodnocení je zapotřebí brát k úvahu dostatečný počet zachycení (tětiv), aby bylo možno s dostatečnou přesností statisticky vyhodnotit obě fáze. Protože s rostoucím počtem fází roste variabilita systému, k dosažení stejné přesnosti musí být počet zachycení vyšší než u jednofázové struktury. Počet zachycení by měl být rovněž vyšší, pokud struktura není uniformní.

Početní vyhodnocování u vícefázové struktury je založeno na podobném principu jako u odhadu velikosti zrna v duplicitní struktuře v části (1.4.9).

1.4.9 Určení velikosti zrna v duplicitní struktuře

Duplicitní struktura zrna znamená strukturu, u níž je distribuce délky tětiv zachycena dvěma výraznými vrcholy na distribuční křivce. Tato struktura se vyskytuje zejména při rekrytalizaci nebo na počátku růstu krystalů. Pokud jsou jednotlivé oblasti velikosti zrn v aglomerátu, je vyhodnocování této struktury snazší. Pak je u každé oblasti zrn (buď větších nebo menších) určena velikost zrna lineární či rovinnou metodou. Dále je zapotřebí určit procento, které zaujímají jednotlivé oblasti zrn.

Analýza povrchu vzorku v dobře dispergované struktuře je mnohem komplikovanější. Jde většinou o sérii testovacích přímek oddělené od sebe 5 mm v orientacích 0° 45° 90°

135⁰. Délka tětív je změřena, sečtena a roztříděna do jednotlivých délkových intervalů a orientací. Takto se získá distribuční křivka délky tětív. Z této distribuční křivky se určí oblasti obou typů zrn. Poté se zvolí vhodné dělení do tříd intervalů a vyplní se následující tabulka [23]:

Tab. č. 1.9: Počet zrn v určité orientaci a intervalu, podle zachycené délky

interval [mm]	počet zrn v orientaci a zachycené délce			
orientace	0 ⁰	45 ⁰	90 ⁰	135 ⁰
	jemná zrna			
x_1	$EN_{1,0}$	$EN_{1,45}$	$EN_{1,90}$	$EN_{1,135}$
x_2	$EN_{2,0}$	$EN_{2,45}$	$EN_{2,90}$	$EN_{2,135}$
x_m	$EN_{m,0}$	$EN_{m,45}$	$EN_{m,90}$	$EN_{m,135}$
	hrubá zrna			
x_{m+1}	$EN_{m+1,0}$	$EN_{m+1,45}$	$EN_{m+1,90}$	$EN_{m+1,135}$
x_{m+2}	$EN_{m+2,0}$	$EN_{m+2,45}$	$EN_{m+2,90}$	$EN_{m+2,135}$
x_n	$EN_{n,0}$	$EN_{n,45}$	$EN_{n,90}$	$EN_{n,135}$

Kde EN_{ij} značí počet zachycení v i -tém intervalu a j -té orientaci. Poté se učiní jednotlivé průměry jednotlivých hodnot řádků EN_i . Pak se vynásobí jednotlivé střední hodnoty intervalu x_i s hodnotou průměru řádků EN_i pro jednotlivé řádky a získá se tak střední hodnota l_i , kde $i \in \langle 1; n \rangle$. Dále se určí hodnoty

$\sum_{i=1}^n EN_{i,0}; \sum_{i=1}^n EN_{i,45}; \sum_{i=1}^n EN_{i,90}; \sum_{i=1}^n EN_{i,135}$ a z jejich hodnot se vyhodnotí míra anisotropie

v jednotlivých směrech. Poté se určí hodnoty $L_{T1} = \sum_{i=1}^m l_i$ a $L_{T2} = \sum_{i=m}^n l_i$, přičemž platí

$L_{T1} + L_{T2} = L_T$. Index 1 znamená jemná (menší) zrna a index 2 znamená hrubá (větší) zrna.

Pro celkovou zachycenou délku jemných zrn platí:

$$l_{T1} = L_{T1} / M \quad (1.35)$$

Pro celkovou zachycenou délku hrubých zrn platí:

$$l_{T2} = L_{T2} / M \quad (1.36)$$

kde M hodnota zvětšení daného obrazu.

Dále se musí určit hodnoty počtu zrn v jemné a hrubé oblasti jako $N_1 = \sum_{i=1}^m N_i$ a $N_2 = \sum_{i=m+1}^n N_i$ přičemž platí $N_1 + N_2 = N$. Pro celkový počet zachycených jemných zrn jednotkou délky platí:

$$EN_{L1} = N_1 / l_{T1} \quad (1.37)$$

Pro celkový počet zachycených hrubých zrn platí:

$$EN_{L2} = N_2 / l_{T2} \quad (1.38)$$

Reciproké hodnoty rovnic (1.37) a (1.38) představují střední hodnoty délky tětív pro jednotlivé oblasti zrn jako Ev'_1 a Ev'_2 . Pomocí rovnice (1.34) se dále získá číslo velikosti zrna G .

Hodnoty objemového podílu x_1 se určí pro jemná zrna:

$$x_1 = l_{T1} / (l_{T1} + l_{T2}) = l_{T1} / l_T \quad (1.39)$$

Hodnoty objemového podílu x_2 se určí pro hrubá zrna:

$$x_2 = l_{T2} / (l_{T1} + l_{T2}) = l_{T2} / l_T \quad (1.40)$$

Přičemž musí platit:

$$x_1 + x_2 \cong 1 \quad (1.41)$$

1.5 Teselace

Každý prostor lze rozdělit do jednotlivých cel, které částečně nebo úplně vyplňují tento prostor a které mají nejvýše společné svoje hranice. Pokud je to případ úplného vyplnění prostoru, potom tento prostor vyplněný celami se nazve teselací. Pokud se jedná o částečně vyplnění prostoru, nazve se toto dělení neúplnou teselací. Nejjednodušší přirozené dělení je založeno na vzdálenostech bodů prostoru od center. Vnitřek buňky je pak vytvořen těmi body prostoru, které mají k danému centru blíže, než k centrům jiným, hranice cel jsou tvořeny body, které jsou stejně vzdáleny od center [21].

Rozložení center v prostoru se nazve bodovým procesem. Pomocí rozložení center v prostoru a jejich počtu se může charakterizovat zrnitá struktura daného materiálu. Může vygenerovat rozložení center v prostoru buď náhodně, tzn. navzájem nezávisle v d -

rozměrném prostoru, nebo heterogenně, kdy jsou tato centra rozmístěna nepravidelně, nebo tvoří různé shluky, působí na ně různé odpudivé a přitažlivé síly. Pro tato centra platí $P = \{x_1, \dots, x_n\}$, kde P je konečná množina bodů v omezené oblasti. Shluk buněk (cel) tvoří teselaci a případ teselace v rovině se nazývá mozaika [21].

1.5.1 Voronoiova teselace

Každému bodovému systému můžeme přiřadit *Voronoiovu teselaci*, která většinou má pro daný systém jednoznačné řešení. Důležitou vlastností této teselace je, že její cely jsou konvexní.

Definice cely V_i obyčejné *Voronoiovy teselace* generované konečným či spočetným bodovým systémem $P = \{x_1, \dots, x_n\}$ d -rozměrného euklidovského prostoru je $V_i = \{x \in R^d, \|x - x_i\| \leq \|x - x_j\|, \text{ pro } j \neq i\}$, kde $\| \cdot \|$ vyjadřuje prostorovou vzdálenost a musí dále platit podmínka $2 \leq n < \infty, x_i \neq x_j, i \neq j, 1 \leq i \leq n, 1 \leq j \leq n$. Sjednocení všech cel V_i je *obyčejná Voronoiova teselace* a P je množina generátorů (bodů).

Další definice *Voronoiovy teselace* je, že je n poloprostorů rovin symetrie bodů x_i, x_j . Potom průnik všech těchto poloprostorů definuje cel *Voronoiovy teselace*. Jiná definice *Voronoiovy teselace* je založena na tzv. růstovém modelu. Předpokládá se vygenerovaný bodový systém s n body. V určitém čase z těchto bodů začnou růst konstantní rychlostí buňky, jejichž růst se zastaví až při dotyku buňky, a to pouze v místě dotyku. Celý růst buňky je ukončen až při styku celého objemu buňky s okolními celami. Ve stádiu růstu se systém může nazvat neúplnou *Voronoiovou teselací*. Pro využití v materiálové oblasti, zejména krystalických a semikrystalických strukturách se dají růstová stádia úspěšně využít. Tento model nemusí definovat jen konečnou strukturu, ale může vyjadřovat např. jednotlivá stádia růstu krystalů v určitém čase [5].

Poisson Voronoiova teselace je založena na vygenerování bodů náhodným procesem, tudíž tyto body jsou homogenně a nezávisle rozmístěny v prostoru. Tomuto rozložení odpovídají cely teselace [21].

Teselace generovaná *Booksteinovým modelem* je teselace, u níž body jsou rozmístěny v pravidelné mřížce a na každý bod může být aplikováno posunutí. V případě nulového posunutí tvoří body mřížku, v případě velkého posunutí bodové rozložení blíží *Poisson-Voronoiovy teselaci* [3].

Teselace generované shlukovými poli je taková teselace, při které je použit jakýkoliv model, a to jak *Booksteinův* tak i *Poisson Voronoiův* model rozmístění bodů. Do každého bodu nebo do určité části bodů je pak vložen další shluk bodů, a to jednak body rozmístěné na povrchu koule, tak body, které jsou umístěny uvnitř koule tvořící shlukový model. Tomu bude pak odpovídat daná teselace [18].

1.5.2 Johnsonova- Mehlova teselace

Tato teselace není konvexní, její stěny mohou být i zakřivené a dokonce nastává případ, kdy jedna cela je tvořena pouze dvěma stěnami [14]. Cely jsou konvexní vzhledem ke svému počátečnímu bodu, tzn. že bod lze vidět z každého místa povrchu stěny. Tento model se úspěšně uplatňuje při velmi nepravidelných tvarech jako je široká distribuce zrn, či výskytu různých tvarových rovin z malých zrn, v jejichž sousedství jsou zrna větší, která tento prostor nedokážou vyplnit. Tento model je nejobecnějším modelem teselace [19].

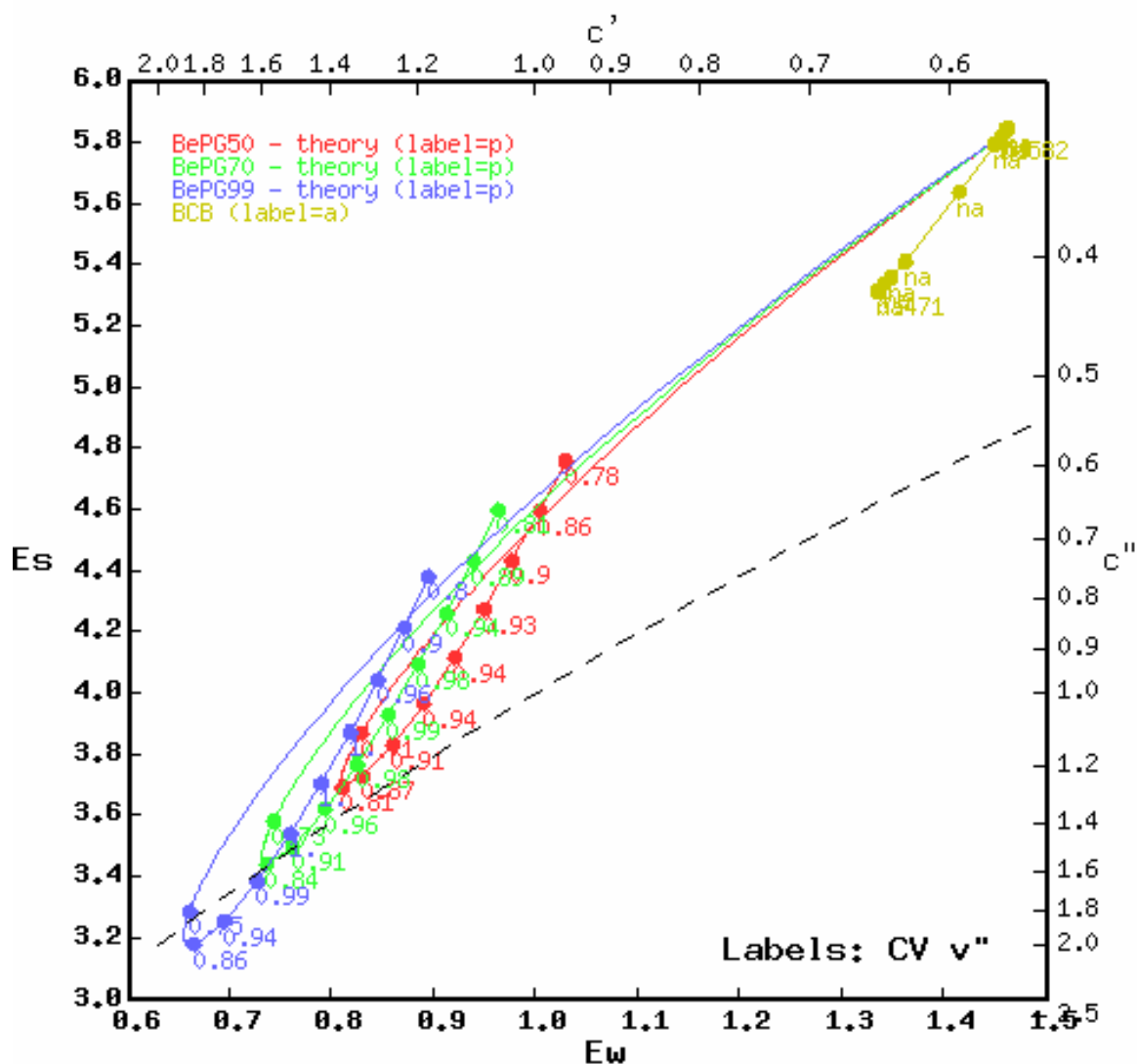
Velký význam má nehomogenní *Johnsonova-Mehlova teselace*. Na základě analýzy norem ASTM bylo totiž dokázáno, že diagramy a grafy těchto norem lze interpretovat jako řezy jediné speciální nehomogenní *Johnsonovy-Mehlovy teselace* s rychlosti růstu nepřímo úměrnou času [10].

1.6 Odhady parametrů c , c' , c'' pomocí počítačové databáze

Mnoho autorů a norem se snažilo získat pro tyto konstanty univerzální hodnoty, které by vyhovovaly všem případům. Tyto konstanty stereologických rovnic se totiž značně liší v závislosti na druhu teselace, takže každému případu vyhovují jiné hodnoty. K odhadu veličin slouží tzv. *w-s diagram*, který je výstupem z počítačové databáze teselací. Tento diagram je závislostí *Voronoiovy* a jimi indukovanými teselacemi a jiných teselací na středním povrchu zrna E_s a na střední šířce zrna E_w [28].

Parametr c lze odhadnout z roviny řezu, protože vyjadřuje závislost mezi střední délkou tětiny a střední plochou zrna v rovině. Poté počítačová simulace vygeneruje křivku v tomto diagramu odpovídající určitému parametru c . Někde na této křivce leží bod, který odpovídá určité teselaci. Dále se do programu zadávají hodnoty variačního koeficientu střední plochy zrna nebo střední délky tětiny a různé typy *Voronoiových* a jiných teselací. Program ke každému typu vygeneruje křivky (teselace), které jsou opatřeny body s čísly, která představují hodnoty variačního koeficientu CV_v' nebo CV_v'' . Nejlépe odpovídá

Výstupem z této počítačové simulace jsou odečtené hodnoty střední plochy zrna E_s a střední šířky zrna v prostoru E_w vztáhnuté na jednotkový střední objem zrna E_v . Z grafu nebo výpočtem z rovnice (1.5) se získají rovněž hodnoty c' , c'' . Tyto hodnoty nejlépe odpovídají dané struktuře a poté se mohou pomoci stereologických rovnic využít k výpočtu středního objemu zrna.

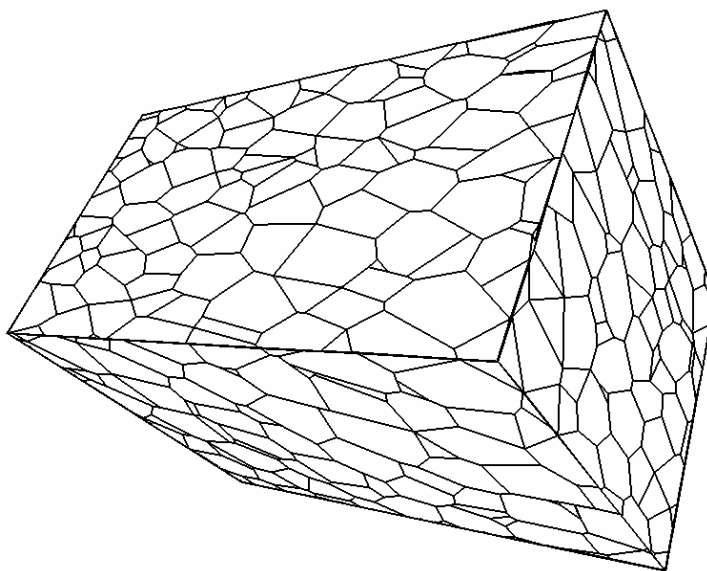


Obr. č. 1.1: W-s diagram s osami c' , c'' , E_s , E_w . Uvnitř diagramu je čárkovaná přímka znázorňující hodnotu $c = 0,95$ a plné přímky znázorňující různé typy teselací opatřené hodnotami variačního koeficientu CV_v [28]

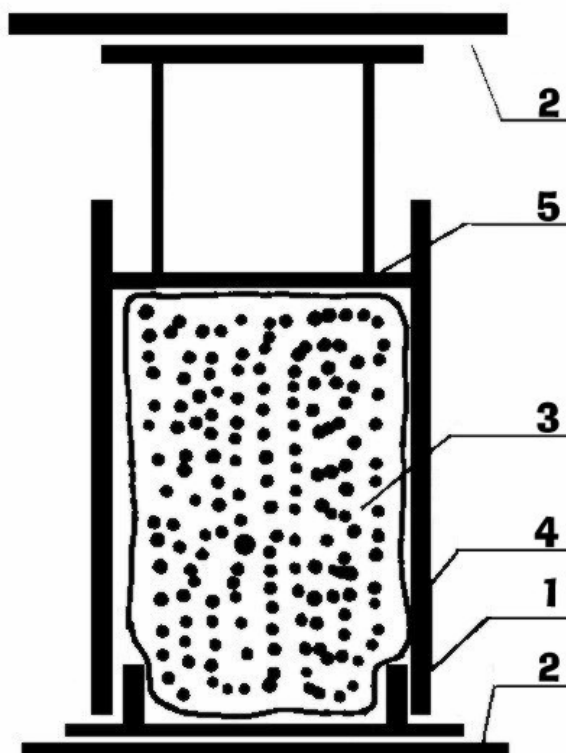
2 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

2.1 Příprava vzorku

K vymodelování zrnité struktury nám posloužily granule PVC z firmy ALIACHEM FATRA Napajedla. Reprezentativní vzorek těchto granulí byl zvážen na 4 desetinná místa gramu. Poté byly tyto granule vloženy do 2l PET láhve spolu s 1%-ním podílem sazí. Láhev byla uzavřena a za intenzivního protřepávání byly jednotlivé granule dokonale obaleny těmito sazemi. Protřepávání láhve jsme ukončili až v okamžiku, kdy granule byly dokonale obaleny v černých sazích a nebylo vůbec možno rozeznat jejich původní barvu. Poté byly tyto granule zabaleny do hliníkové fólie (alobalu) a temperovány při teplotě 170⁰C po dobu 1 hodiny. Následně byly granule vloženy do kovového válce. Tento kovový válec je zespodu opatřen kovovým snímatelným víkem. Dále byl na vrch válce vložen další válec (horní víko), který přesně zapadal svým průměrem do nitra válce se vzorkem a posloužil jako přítlačný píst při lisování. Následně byla celá tato aparatura vložena do ručního lisu a ponechána pod tlakem. Po hodině byl výlisek vyňat a po vychlazení byl z cylindrického výlisku vyřezán kvádr. Jednotlivé plochy tohoto kváдру byly vyleštěny a vyhlazeny za pomoci brusných kotoučů opatřených jemným smirkovým papírem. Nakonec tak byl získán hranolek o rozměrech 52x36x28 mm (viz. Obr. č. 2.1).



Obr. č. 2.1: Počítačový 3D model našeho vzorku, jehož jednotlivé profily zrn jsou oklikané v programu Sférolit



Obr. č. 2.2: Schéma lisu pro přípravu anizotropního vzorku: (1) spodní víko lisu, (2) čelisti lisu, (3) granule PVC, (4) válec lisu, (5) horní víko lisu

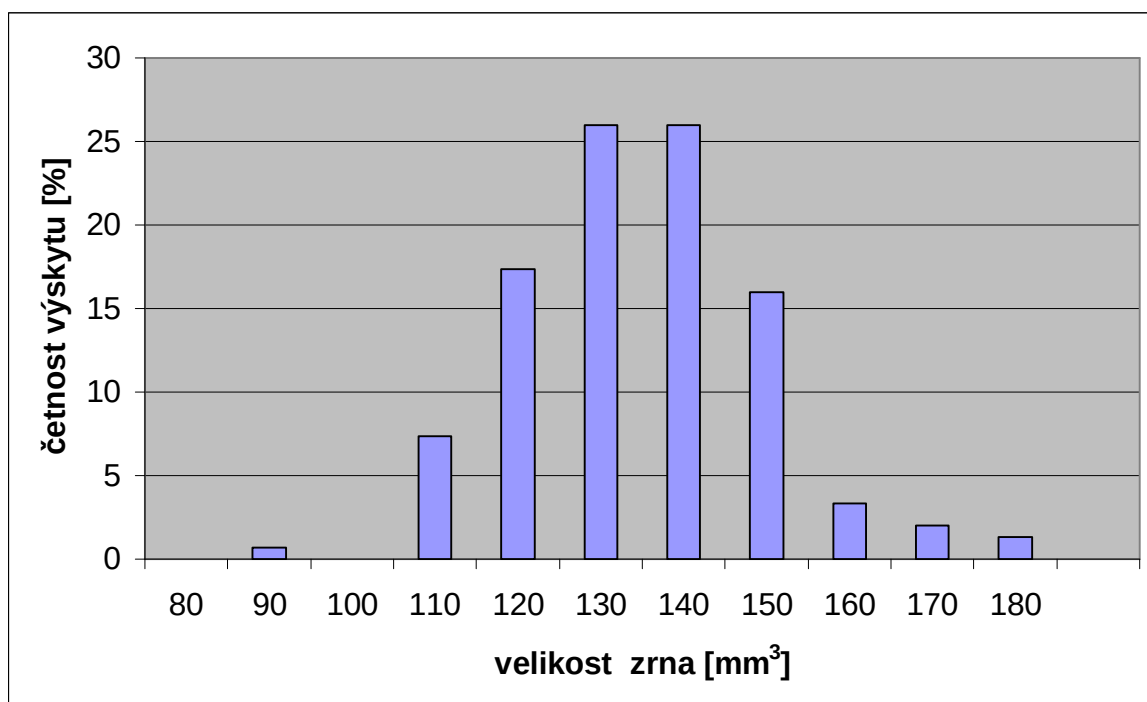
Jednotlivé plochy hranolku jsme označili symboly +, ++, ●, ●●, -, --. Dále jsme zavedli kartézský souřadný systém s osami x , y , z a střed hranolku umístili do jeho počátku. Vzorek byl lisován tlakem, který působil ve směru osy z . Jednotlivé plochy jsou kolmé na osy tak, že plochy označené symboly ●, ●● jsou kolmé na osu z . Dále plochy +, ++ jsou kolmé na osu x a plochy -, -- jsou kolmé na osu y . Z toho vyplývá, že plochy označené symboly ●, ●● jsou kolmé na směr deformace a plochy označené symboly +, ++, -, -- jsou rovnoběžné se směrem deformace.

Směr deformace byl ve směru osy z , proto profily zrn ploch kolmých na osu z by měly být nedeformované a u ploch paralelních s osou z jsou profily zrn v těchto plochách deformované ve směru osy z . Proto plochy označené symboly ●, ●● jsou isotropní a plochy označené symboly +, ++, -, -- jsou anizotropní. V celém objemu jsou zrna našeho vzorku deformované ve směru osy z .

2.2 Měření distribuce velikosti zrn

K určení velikosti jednotlivých zrn před vlastním lisováním jsme použili 150 náhodně vybraných granulí. Tato zrna byla zvážena na 4 desetinná místa a přepočtem přes hustotu byla určena jejich skutečná velikost. Jejich hustota je $1,4 \text{ g/cm}^3$. Dále byla určena průměrná hodnota velikosti zrna, která je $129,70 \text{ mm}^3$ a směrodatná odchylka $14,22 \text{ mm}^3$.

Podle obr. č. 2.3 můžeme pozorovat, že distribuce zrn je velmi úzká. Lze konstatovat, že histogram je symetrický podle průměru, z čehož vyplývá, že distribuce velikosti zrn by měla mít charakter normálního rozdělení.



Obr. č. 2.3: Histogram četnosti výskytu zrn v procentech v závislosti na intervalu velikosti zrna po 10 mm^3

2.3 Příprava povrchu vzorku pro vyhodnocování

Všechny plochy našeho kvádrů byly naskenovány a dále zpracovávány v grafických programech. Obrazy těchto ploch byly zvětšeny v poměru 3:1. Obrazy ploch označené symboly ●, ●● mají rozměr $156 \times 107 \text{ mm}$, obrazy označené symboly +, ++ $156 \times 84 \text{ mm}$ a obrazy označené symboly -, -- $107 \times 84 \text{ mm}$. Jednotlivé naskenované obrazy byly v těchto programech dále opatřeny přímkami, kružnicemi a obdélníky definovaných rozměrů. Tyto geometrické útvary dále posloužily k jejich rovinnému vyhodnocování.

2.4 Vyhodnocení isotropní plochy

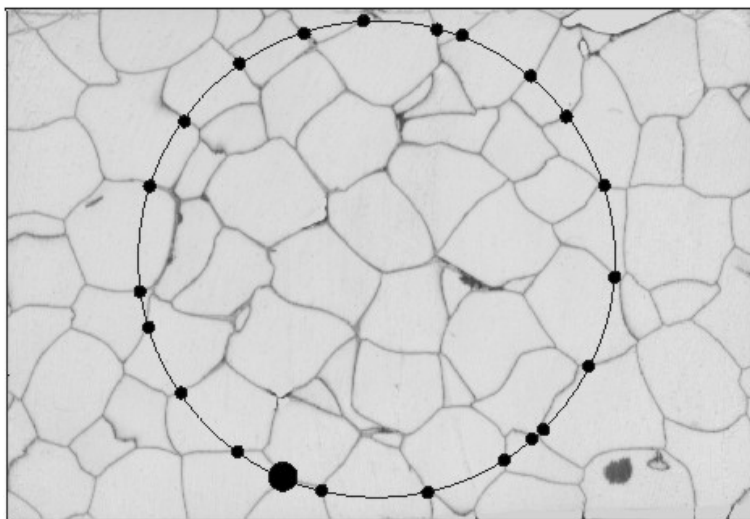
K porovnání jednotlivých metod odhadu velikosti zrna nám bude sloužit isotropní plocha označená symbolem $\bullet$. Tato plocha je opatřena přímkami, kružnicemi a obdélníky a jsou použity různé metody k získání plošných charakteristik profilů zrn jako je Ev' a Ev'' a ty se pak vzájemně porovnávají.

2.4.1 Lineární metody

U těchto metod jsme porovnávali dva její typy, a to lineární metody jednokruhové a metody užívající série paralelních a na ně kolmých křivek. Metoda tříkruhová nemohla být vyzkoušena, protože bychom nedosáhli dostatečného počtu tětiv a výsledky by tak byly značně zkreslené. Výsledkem lineárních metod je hodnota střední délky tětivy profilu zrna Ev'' a její reciproká hodnota EN_L počet zrn na jednotku délky přímky.

Jednokruhová metoda

Obraz povrchu plochy vzorku ve zvětšení 3:1 jsme opatřili kruhem o průměru 100 mm, tedy obvod tohoto kruhu L je 314 mm. Poté jsme spočítali protnutí hranic zrn tímto kruhem. Pokud křivka kruhu procházela hranicí dvou zrn tak, že se tato křivka této hranice pouze dotýkala, bylo tato protnutí započítáno jako $\frac{1}{2}$ a při průchodu hranicí tří zrn bylo toto protnutí započítáno jako $1\frac{1}{2}$. Norma ASTM E 112 doporučuje užití kruhu o obvodech 100, 200 nebo 250 mm, ale tyto kruhy by neposkytovaly dostatečné množství protnutí, proto jsme zvolili maximálně možný průměr.

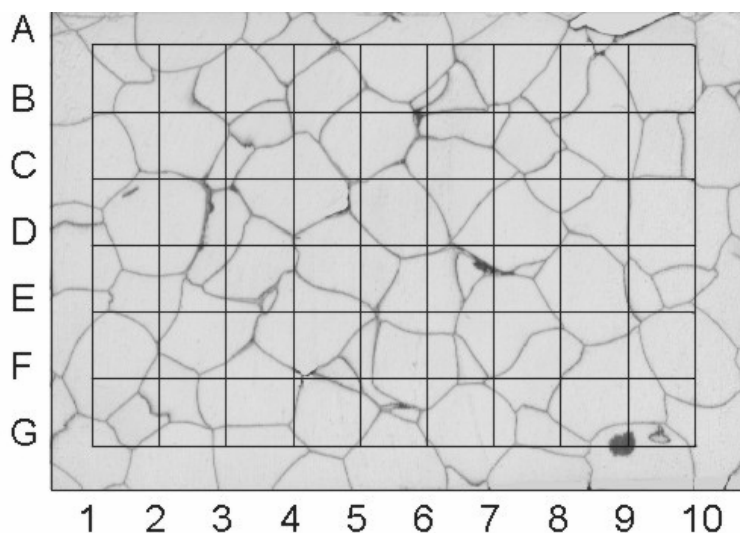


Obr. č. 2.4: Jednokruhová metoda aplikovaná na náš obraz plochy vzorku

Způsob počítání protnutí jednotlivých zrn je znázorněn na obr. č. 2.4. Velký puntík značí protnutí kruhu s místem se třemi hranicemi a započítá se jako $1\frac{1}{2}$ a malý puntík znamená protnutí s jednou hranicí a započítá se jako 1. Pokud se budou počítat tětivy zrn, je výsledek u kruhové metody shodný s výsledkem počítání protnutí hranic. Počet protnutí (tětiv) se tedy rovná $N = 21 \times 1 + 1 \times 1,5 = 22,5$.

Metoda přímek

Tuto metodu jsme užili tak, že jsme opatřili obraz isotropní plochy vzorku označenou symbolem ● ve zvětšení 3:1 sérií testovacích přímek navzájem kolmých. Přímký paralelní s osou x jsme označili čísly 1-10 a přímký paralelní s osou y jsme označili písmeny A-G (viz obr č. 2.5). Dále jsme protnutí (tětivy) jednotlivých profilů spočítali tak, že zrno, které bylo protnuto celé, bylo započítáno jako 1, kdežto zrno, které bylo na konci testovací přímký a bylo protnuto jen částečně, bylo započítáno jako $\frac{1}{2}$. Přímký opatřené písmeny mají na obrazu ve zvětšení 3:1 délku 13,5 cm a přímký opatřené číslicemi mají délku 9 cm. Vypočtené hodnoty počtu tětiv pro jednotlivé přímký jsme uspořádali do tabulky č. 2.1.



Obr. č. 2.5: Série testovacích přímek aplikovaných na náš obraz povrchu vzorku

Tab. č. 2.1: Výsledné počty protnutí pro jednotlivé přímký obr. č. 2.5

přímka	délka přímky [cm]	počet protnutí
A	13,5	11,5
B	13,5	13
C	13,5	13
D	13,5	10
E	13,5	10
F	13,5	10
G	13,5	10
1	9,5	7
2	9,5	7
3	9,5	8
4	9,5	8
5	9,5	9
6	9,5	9
7	9,5	8
8	9,5	9
9	9,5	7
10	9,5	6

2.4.2 Rovinné metody

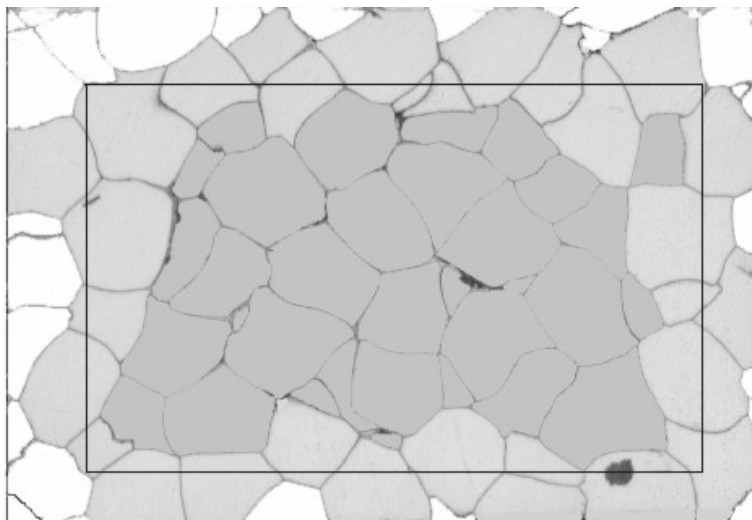
Tyto metody jsou založeny na odhadu velikosti obsahu profilu zrna na dané ploše. Obrázek vzorku jsme opatřili testovacím geometrickým útvarem tvaru obdélníku a kružnice a spočítali jsme zrna patřící do tohoto útvaru různými metodami. Poté jsme vydělili tento počet plochou daného útvaru a získali tak odhad plochy zrna E_v' a jeho reciprokou hodnotu EN_A .

Opět jsme měli obrázek řezu paralelní roviny označené symbolem ● kolmé na směr deformace. U metody počítání Gundersenovým pravidlem, u metody počítání poloviny zrna na hranici obdélníku a metody počítání uzlů jsme povrch obrázku ve zvětšení 3:1 opatřili přesně definovaným obdélníkem o rozměrech 128,9x80,7 mm. Obdélníky byly vždy umístěny do stejného místa obrázku plochy vzorku. Obsahy obdélníků se liší od norem ASTM E 112 a ČSN 42 0462, které doporučují geometrické útvary o ploše 5000 mm². Na druhou stranu je důležité uvést, že zkreslení vlivem nedostatečného počtu zrn je značné, proto jsme použili větší útvary. Dále jsme použili obrázek plochy vzorku ve zvětšení 3:1 opatřený kruhem, jež byl definován průměrem 79,8 mm, což se shoduje s doporučením norem.

Normy ASTM E 112 a ČSN 42 0462 doporučují použít takové zvětšení, aby v těchto útvarech bylo napočítáno alespoň 50 profilů zrna.

Metoda počítání poloviny profilu na hranici obdélníku

Tato metoda je založena na počítání jednotlivých zrn uvnitř obdélníku. Zrna, která jsou uvnitř obdélníku a nejsou protnuty jeho hranicí, jsou započítána jako 1 a zrna, jež jsou protnuta hranicí obdélníku, jsou započítána jako $\frac{1}{2}$.

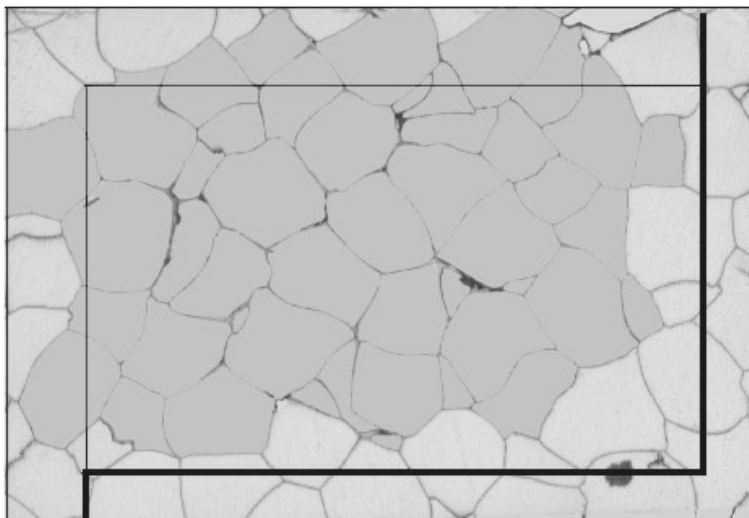


Obr. č. 2.6: Metoda počítání poloviny profilu na hranici obdélníku na povrchu obrazu našeho vzorku

Na obrázku č. 2.6 zrna, jež mají nejtmavší odstín, se započítají jako 1 zrno. Těch jsme napočítali 33 a zrna jež mají světlejší odstín, jsou započítána jako $\frac{1}{2}$. Těch jsme napočítali 30. Zrna s nesvětlejším odstínem jsme nezapočítali vůbec.

Metoda počítání Gundersenovým pravidlem

Toto je nejobektivnější počítání zrn v daném útvaru. Při představě nekonečně velké plochy vzorku a pokrytí této plochy nekonečným počtem obdélníků tak, že tyto obdélníky mají společné hranice, musí každé zrno patřit právě do jednoho obdélníku. Vytvořili jsme si vylučovací rovinnou křivku na sledované oblasti (viz. tlustá čára obr. č. 2.7 tvaru stoličky). Profily, které leží mimo obdélník nebo leží na hranici obdélníku a protínají tlustou čáru, se vůbec nezapočítávají. Profily, které leží na hranici obdélníku a nejsou protnuty tlustou čarou nebo profily uvnitř obdélníku, se započítají plně. Počítání zrn tímto způsobem se nazývá Gundersenovo pravidlo.



Obr. č. 2.7: Počítání profilů Gundersenovým pravidlem na povrchu obrazu našeho vzorku

Světlejší zrna obrázku č. 2.7 nebyly započítány a tmavší zrna byly započítány plně. Celkem jsme tímto způsobem napočítali 45 profilů zrn.

Metoda počítání uzlů

Obdobně jako metodu počítání zrn Gundersenovým pravidlem ani tuto metodu normy ASTM E112 a ČSN E 112 nezahrnují. Metoda je založena na principu počítání uzlů hranic zrn v dané oblasti. K odvození této metody nám posloužila představa nahrazení jednotlivých zrn stejně velikými n -úhelníky. Pro součet vnitřních úhlů n -úhelníku platí výraz $(n-2) \times 180$. Pokud všechny velikosti úhlů n -úhelníků sečteme a vydělíme počtem všech úhlů, získáme tak průměrnou velikost úhlu, který svírají jednotlivé hranice zrna.

Pro případ uzlu se třemi hranicemi platí:

$$\frac{\sum_{i=1}^N (n_i - 2) \cdot 180}{\sum_{i=1}^N n_i} = 120 \quad (2.1)$$

Pro případ uzlu se čtyřmi hranicemi platí:

$$\frac{\sum_{i=1}^N (n_i - 2) \cdot 180}{\sum_{i=1}^N n_i} = 90 \quad (2.2)$$

Pro případ uzlu s pěti hranicemi platí:

$$\frac{\sum_{i=1}^N (n_i - 2) \cdot 180}{\sum_{i=1}^N n_i} = 72 \quad (2.3)$$

kde N je počet n -úhelníků

Po matematických úpravách rovnic (2.1), (2.2) a (2.3) ve stejném pořadí platí vztahy:

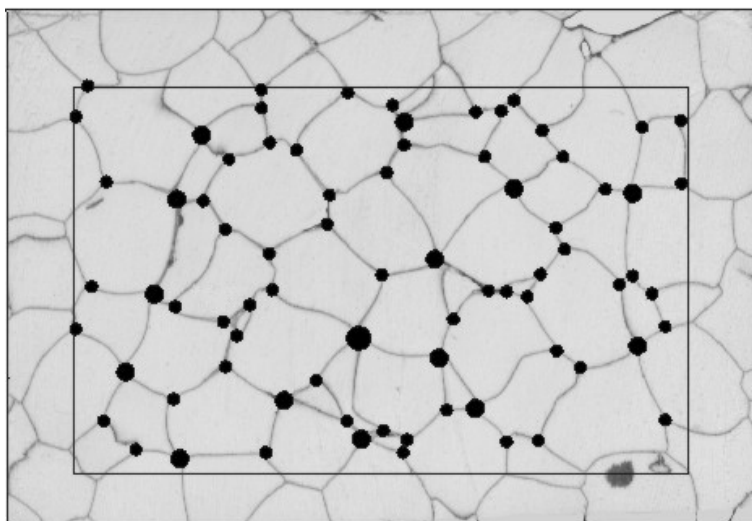
$$\sum_{i=1}^N n_i = 6 \cdot N, \quad \sum_{i=1}^N n_i = 4 \cdot N, \quad \sum_{i=1}^N n_i = \frac{10}{3} \cdot N \quad (2.5)$$

kde $\sum_{i=1}^N n_i$ je počet všech úhlů

Pro vztah mezi počtem profilů zrn a uzlů z rovnic (2.5) vyplývá: pro případ tří hranic v uzlu platí $N = 0,5u_1$, pro případ čtyř hranic v uzlu $N = u_2$, pro případ pěti hranic v uzlu $N = 1,5u_3$. Při kombinaci všech možných případů je výsledná hodnota počtu zrn (profilů) dána vztahem [15]:

$$N = 0,5u_1 + u_2 + 1,5u_3 \quad (2.6)$$

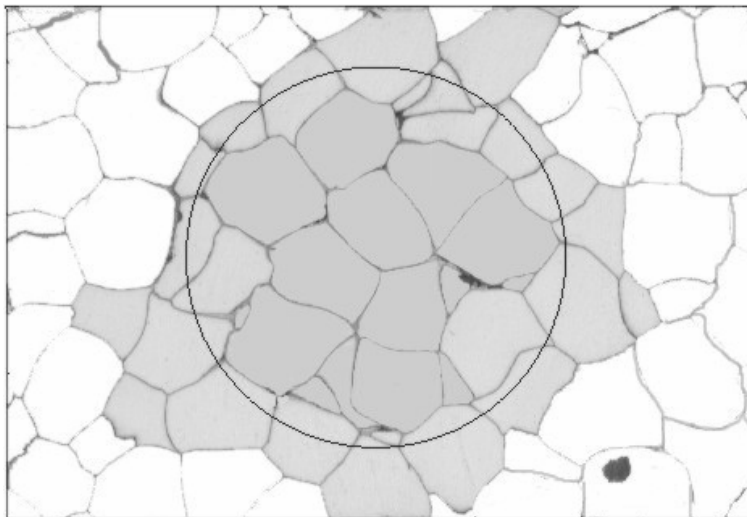
Obraz našeho vzorku byl opatřen obdélníkem. Spočítali jsme všechny uzly hranic uvnitř tohoto útvaru (viz. obr. č. 2.8). Nejmenší puntík představuje typ uzlu pro případ tří hranic v uzlu, kterých jsme napočítali 62. Prostřední puntík představuje čtyři hranice v uzlu, kterých jsme napočítali 14 a největší puntík představuje pět hranic v uzlu, který jsme zjistili pouze 1 případ. Dohromady jsme po dosazení do rovnice (2.6) zjistili v daném obdélníku 46,5 profilu.



Obr. č. 2.8: Metoda počítání uzlů na povrchu obrazu našeho vzorku

Metoda počítání zrn v kruhovém útvaru

Obráz plochy našeho vzorku jsme opatřili kruhem o průměru 79,78, což představuje kruh o ploše 5000 mm². Na obrázku č. 2.9 znázorňuje nejtmavší odstín zrna, jež jsou svým celým obsahem uvnitř kruhu a započítají se jako jedna, světlejší odstín představují zrna protnuté kruhovým útvarem, ta se započítají jako 1/2 a zrna vně útvaru mají nejsvětlejší odstín a ta nejsou započítána vůbec.



Obr. č. 2.9: Metoda počítání zrn v kruhovém útvaru na povrchu obrazu našeho vzorku

V tomto kruhovém útvaru jsme napočítali 15 zrn uvnitř kruhu a 22 zrn zachycených na hranici kruhu.

2.4.3 Určení obsahu největšího profilu

Na isotropní ploše našeho vzorku jsme vizuálně odhadli největší zrna. Tyto profily jsme označili a jejich obrazy v počítačovém programu vhodně zvětšili. Poté jsme jednotlivé obrazy profilů v tomto programu nechali pokrýt hustou čtvercovou sítí a pomocí sítě odhadli jejich obsah. U největšího profilu tento obsah činil 47,08 mm².

2.5 Vyhodnocení anisotropního vzorku

2.5.1 Vyhodnocení plošných vlastností vzorku ruční metodou

Metoda lineární

Obdobně jako jsme vyhodnotili isotropní plochu našeho vzorku, opatřili jsme všech šest obrazů ploch našeho anisotropního vzorku ve zvětšení 3:1 sérií paralelních přímk a na ně kolmých přímk ve směru jednotlivých os a výsledné hodnoty uspořádali do tabulek č. 2.2 a 2.3.

Tab. č. 2.2: Průměrná délka tětiny a počtu profilů na jednotku délky přímky v určitém směru a na určité ploše

přímky rovnoběžné s	plocha	délka přímek [mm]	počet tětin	EN_L [mm ⁻¹]	Ev'' [mm]
<i>x</i>	●	950	78	0,2463	4,0598
<i>x</i>	●●	875	66	0,2263	4,4192
<i>x</i>	-	437,5	42	0,2880	3,4722
<i>x</i>	--	437,5	37	0,2537	3,9414
<i>y</i>	●	945	77,5	0,2460	4,0645
<i>y</i>	●●	959	71	0,2221	4,5023
<i>y</i>	+	687,5	55	0,2400	4,1667
<i>y</i>	++	687,5	50	0,2182	4,5833
<i>z</i>	+	640	85	0,3984	2,5098
<i>z</i>	++	640	91	0,4266	2,3443
<i>z</i>	-	448	59	0,3951	2,5311
<i>z</i>	--	448	61	0,4085	2,4481

Tab. č. 2.3: Průměrná délka tětiny a počtu profilů na jednotku délky přímky v určitém směru

přímky rovnoběžné s	délka přímek [mm]	počet tětív	EN_L [mm ⁻¹]	Ev'' [mm]
<i>x</i>	2700	223	0,2478	4,0359
<i>y</i>	3279	253,5	0,2319	4,3116
<i>z</i>	2176	296	0,4081	2,4505

Délka přímek je uvedena ve zvětšení 3:1

Jak si lze všimnout z tabulky č. 2.3, hodnota počtu zrn na jednotku délky přímky EN_L a hodnota střední délky tětiny Ev'' ve směru osy *z* se zde výrazně liší od těchto hodnot ve směru osy *x* a *y*, což je způsobeno deformací.

Metoda rovinná

Pro vyhodnocení našeho vzorku u metody rovinné jsme použili obdélníky definovaných velikostí a jimi jsme opatřili všech šest obrazů ploch anisotropního vzorku. Počítání zrn v obdélníku jsme vyhodnotili Gundersenovým pravidlem. Výsledné hodnoty jsme uspořádali do tabulky č. 2.4 a 2.5.

Tab. č. 2.4: Průměrný obsah a počet zrn na jednotku plochy v určitém směru a na určité ploše

plocha kolmá k	plocha	obsah obdélníku [mm ²]	počet zrn	EN_A [mm ⁻²]	Ev' [mm ²]
<i>z</i>	●	10400	47	0,04067	24,59
<i>z</i>	●●	10400	39	0,03375	29,63
<i>y</i>	-	4800	34	0,06375	15,69
<i>y</i>	--	4800	34	0,06375	15,69
<i>x</i>	+	7800	52	0,06000	16,66
<i>x</i>	++	7800	57	0,06576	15,20

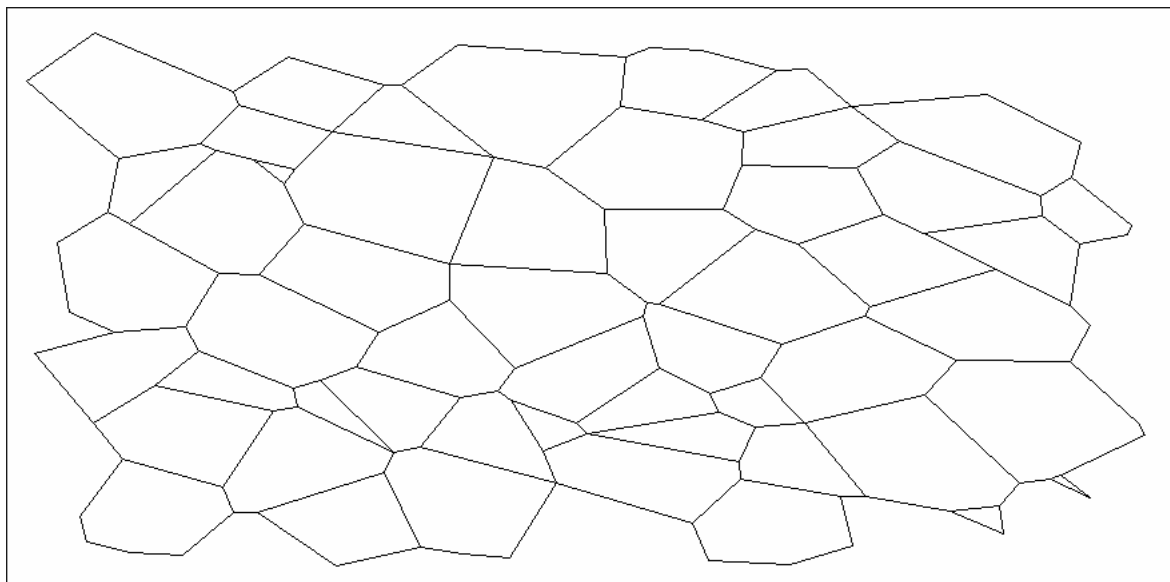
Tab. č. 2.5: Průměrný obsah a počet zrn na jednotku plochy v určitém směru

plochy kolmé k	úplný obsah obdélníků [mm ²]	počet zrn	EN_A [mm ⁻²]	Ev' [mm ²]
z	20800	86	0,03721	26,87
x	9600	68	0,06375	15,69
y	15600	109	0,06288	15,90

Hodnoty obsahu obdélníku a úplného obsahu obdélníku jsou opět uvedeny ve zvětšení 3:1. Dále si můžeme z tabulky č. 2.5 všimnout, že plochy kolmé k ose z mají výrazně odlišné střední hodnoty počtu zrn na jednotku plochy EN_A a střední hodnoty plochy zrna Ev' , což je způsobeno deformací vzorku.

2.5.2 Vyhodnocení plošných vlastností vzorku počítačovým programem

K vyhodnocení nám posloužil program Sférolit. V pozadí pracovní plochy tohoto programu byl otevřen obraz plochy našeho vzorku. Jednotlivé hranice zrn povrchu tohoto vzorku jsme oklikávali konvexními polygony (Obr. č. 2.10). Museli jsme si dát pozor, aby se žádné zrno nenacházelo na okraji pracovní plochy našeho vzorku, jinak by mohlo dojít ke zkreslení jeho skutečného obsahu. Výstupem z tohoto programu jsou soubory s příponou „pol“, které obsahují souřadnice vrcholů pro každý polygon. Tento soubor je dále podroben zpracování jiným počítačovým programem, který spočítá střední plochu zrna Ev' ze všech oklikaných profilů a dále oklikané profily opatří sérií paralelních a na ně kolmých přímk a určí střední délku tětiny Ev'' na dané ploše. Dále program k hodnotám Ev' a Ev'' spočítá příslušné variační koeficienty CVv' a CVv'' . Celý postup jsme provedli pro všech šest ploch našeho vzorku.



Obr. č. 2.10: Příklad oklikané plochy označené symbolem ++ v programu Sférolit

Metoda lineární

Soubory jednotlivých oklikaných ploch jsme podrobili analýze počítačovému programu, který každý obraz opatřil sérií navzájem kolmých přímk a spočítal hodnoty, které jsme uspořádali do následující tabulky.

Tab. č. 2.6: Výsledné hodnoty lineární metody vyhodnocené počítačovým programem pro určitou plochu a směr

přímky rovnoběžné s	plocha	E_v'' [mm]	EN_L [mm ⁻¹]	CV_v''
x	•	4,0567	0,2465	0,5367
x	••	4,7697	0,2097	0,4783
x	-	4,2167	0,2372	0,5376
x	--	4,3111	0,2320	0,4988
y	•	4,0026	0,2498	0,5671
y	••	4,5940	0,2177	0,5427
y	+	4,4170	0,2264	0,5203
y	++	4,1167	0,2429	0,5963
z	+	2,4867	0,4021	0,5512
z	++	2,5220	0,3965	0,4798
z	-	2,6294	0,3803	0,5113
z	--	2,4851	0,4024	0,5662

Dále jsme jednotlivé hodnoty tabulky č. 2.6 zprůměrovali do jednotlivých směrů a seřadili do následující tabulky.

Tab. č. 2.7: Výsledné hodnoty lineární metody vyhodnocené počítačovým programem pro určitý směr

přímky rovnoběžné s	Ev'' [mm]	EN_L [mm ⁻¹]	CV_v''
x	4,3386	0,2305	0,5129
y	4,2826	0,2335	0,5566
z	2,5308	0,3951	0,5271

Metoda rovinná

Opět jsme oklikané plochy podrobili analýze programu, který tentokrát vyhodnotil střední plochy těchto polygonů a jejich variační koeficienty. Jednotlivé hodnoty jsme uspořádali do následující tabulky.

Tab. č. 2.8: Výsledné hodnoty rovinné metody vyhodnocené počítačovým programem pro určitou plochu

plocha kolmá k	plocha	Ev' [mm ²]	EN_A [mm ⁻²]	CV_v'
z	•	24,57	0,04069	0,57
z	••	28,70	0,03484	0,57
x	+	16,45	0,06078	0,52
x	++	16,84	0,05939	0,51
y	-	15,65	0,06390	0,57
y	--	15,38	0,06502	0,62

Dále jsme jednotlivé hodnoty tabulky č. 2.8 zprůměrovali do jednotlivých směrů a seřadili do následující tabulky.

Tab. č. 2.9: Výsledné hodnoty rovinné metody vyhodnocené počítačovým programem pro určitý směr

plochy kolmé k	Ev' [mm ²]	EN_A [mm ⁻²]	CV_v'
z	26,64	0,03754	0,57
y	15,51	0,06446	0,51
x	16,65	0,06008	0,60

Při srovnání vyhodnocení ploch ruční metodou a počítačovým programem můžeme pozorovat, že hodnoty se příliš neliší. Tím se nám potvrdilo, že výsledky jsou správné. Důležitými hodnotami, které jsou výstupem z počítačového programu, jsou variační koeficienty jednotlivých zrn CV_v' a CV_v'' , které dále poslouží k vyhodnocení ve w-s diagramu počítačové databáze.

3 DISKUZE VÝSLEDKŮ

3.1 Diskuze výsledků vyhodnocení isotropní plochy

3.1.1 Lineární metody

U lineární metody jsme užili jednokruhovú metody a metody přímek. Pro případ jednokruhovú metody normy ASTM E 112 a ČSN 42 0462 doporučují použít vztahy:

Jednokruhovú metoda:

$$\text{počet zrn na jednotku délky: } EN_A = \frac{M}{L} \cdot N = \frac{3}{3,14} \cdot 22,5 = 0,2149 \text{ mm}^{-1}$$

$$\text{střední délka tětiny zrna: } Ev'' = 1 / EN_A = 4,6533 \text{ mm}$$

Metoda přímek:

Pro metodu přímek byly použity identické vztahy jako pro metodu kružnic. Výsledky jsme uspořádali do následující tabulky.

Tab. č. 3.1: Výsledné hodnoty pro jednotlivé orientace přímek obr.č. 2.5 a výsledné hodnoty pro obě orientace

přímka	A-G	1-10	A-G, 1-10
L [mm]	945	950	1895
N	77,5	78,0	155,5
Ev'' [mm]	4,0645	4,0598	4,0622

Jak si můžeme všimnout v tabulce č. 3.1, výsledné hodnoty střední délky tětiny zrna Ev'' orientace ve směru osy x (přímky 1 - 10) se liší od orientace přímek ve směru y (přímky A-G) pouze o 0,12%. Toto zjištění jen potvrzuje předpoklad, že tato plocha kolmá na směr deformace je isotropní.

Závěrem lze dodat, že problém u kruhovú metody je ten, že nadhodnocuje skutečnou délku tětiny, protože zachycený profil není protnutý přímkou ale křivkou. Tato chyba je eliminována zvýšením počtem protnutí zrn. Naše výsledky to jen potvrzují.

3.1.2 Rovinné metody

Metoda počítání poloviny profilu na hranici obdélníku

Norma ČSN 42 0462 doporučuje vztah:

$$EN_A = \frac{M^2}{S} \left(n_1 + \frac{n_2}{2} - 1 \right) = \frac{3^2}{10408 \text{ mm}^2} \cdot \left(33 + \frac{30}{2} - 1 \right) = 0,04064 \text{ mm}^{-2}$$

$$Ev' = 1 / EN_A = 24,61 \text{ mm}^2$$

Norma ASTM E 112 doporučuje vztah:

$$EN_A = \frac{M^2}{S} \left(n_1 + \frac{n_2}{2} \right) = \frac{3^2}{10408 \text{ mm}^2} \cdot \left(33 + \frac{30}{2} \right) = 0,04151 \text{ mm}^{-2}$$

$$Ev' = 1 / EN_A = 24,09 \text{ mm}^2$$

Metoda počítání Gundersenovým pravidlem

$$EN_A = \frac{M^2}{S} \cdot N = \frac{3^2}{10408 \text{ mm}^2} \cdot 45 = 0,03891 \text{ mm}^{-2}$$

$$Ev' = 1 / EN_A = 25,70 \text{ mm}^2$$

Metoda počítání uzlů

$$EN_A = \frac{M^2}{S} \cdot N = \frac{3^2}{10408 \text{ mm}^2} \cdot 46,5 = 0,04021 \text{ mm}^{-2}$$

$$Ev' = 1 / EN_A = 24,87 \text{ mm}^2$$

Metoda počítání zrn v kruhovém útvaru

$$EN_A = \frac{M^2}{S} \cdot N = \frac{3^2}{5000 \text{ mm}^2} \cdot 26 = 0,04680 \text{ mm}^{-2}$$

$$Ev' = 1 / EN_A = 21,37 \text{ mm}^2$$

Obecně lze dodat, že tyto rovinné metody jsou méně přesné s menším obsahem geometrického útvaru. Zejména metoda počítání zrn v kruhovém útvaru a metoda počítání poloviny profilu na hranici obdélníku mají tendenci nezapočítat větší zrna. Tato tendence se ještě zvyrazňuje při užití útvaru s menší plochou, což je náš poslední případ.

Nejobektivnější se tedy jeví metody založené na počítání Gundersenovým pravidlem a počítání uzlů. Proto jsme se rozhodli v kapitole (2.5) použít právě metodu počítání zrn Gundersenovým pravidlem.

Vyhodnocení stupně uniformity

$$Ev'_{max} / Ev' = 47,08\text{mm}^2 / 25,29\text{mm}^2 = 1,86$$

Přičemž Ev' je průměr hodnot průměrů ploch profilů zrn získaných metodou počítání uzlů a metodou počítání Gundersenovým pravidlem. Číslo 1,86 leží mezi hodnotami 1,8 až 2,0, což značí, že se jedná o uniformní strukturu. Z toho vyplývá, že vzorek byl ulisován ze stejně velkých granulí.

3.2 Diskuze výsledků vyhodnocení anisotropního vzorku

3.2.1 Výsledky standardních odhadů

V této kapitole jsme se pokusili odhadnout velikost zrna z dosud získaných výsledků části (2.5.1) a použili k tomu stereologické rovnice normy ASTM E 112 a ČSN 42 0462. Tyto normy doporučují použít vztah v případě lineární metody $EN_V = c'' \cdot EN_{Lx} \cdot EN_{Ly} \cdot EN_{Lz}$ a v případě rovinné metody $EN_V = c' \cdot \sqrt{EN_{Ax} \cdot EN_{Ay} \cdot EN_{Az}}$, kde jednotlivé proměnné se shodují s proměnnými rovnic (1.25) a (1.29). Poté jsme do těchto rovnic dosadili různé stereologické koeficienty c' a c'' pro normy ASTM E 112, ČSN 42 0462 a sférický model zrna a vyhodnotili EN_V počet zrn v jednotce objemu a střední objem zrna Ev . Výsledné hodnoty jsme pak uspořádali do tabulky č. 3.2 a 3.3.

Tab. č. 3.2: Odhad hodnot počtu zrn na jednotku objemu a středního objemu zrna spočítaný ze střední délky tětiny zrna

	c''	$EN_V [\text{mm}^{-3}]$	$Ev[\text{mm}^3]$
norma ASTM E 112	0,5617	0,01317	75,91
norma ČSN 42 0462	0,6974	0,01635	61,14
sférický model zrna	0,5659	0,01327	75,35

Tab. č. 3.3: Odhad hodnot počtu zrn na jednotku objemu a středního objemu zrna ze střední plochy zrna

	c'	$EN_V [\text{mm}^{-3}]$	$Ev [\text{mm}^3]$
norma ASTM E 112	0,7998	0,00977	102,33
norma ČSN 42 0462	0,9993	0,01221	81,90
sférický model zrna	0,7236	0,00884	113,11

Skutečná hodnota středního objemu zrna, která je uvedena v kapitole (2.2), je $129,70 \text{ mm}^3$. Námi publikované výsledky ukazují, že se těmto hodnotám nejvíce přibližují hodnoty odhadu zrna ze střední plochy zrna tabulky č. 3.3, a to zejména pro stereologické koeficienty normy ASTM E 112 a sférického modelu zrna. Naproti tomu hodnoty středního objemu zrna získané ze střední délky tětiny zrna výslednou hodnotu podceňují dvakrát.

3.2.2 Výsledky užitím počítačové databáze a w-s diagramu

Protože naše struktura je značně deformovaná a počítačová databáze a následný w-s diagram jsou vytvořeny pro nedeformovaný stav, musíme zavést koeficienty transformace, které naší deformovanou strukturu převedou na strukturu nedeformovanou. Tyto koeficienty transformace definujeme jako poměry $t_y = EN_{Ly}/EN_{Lx}$, $t_z = EN_{Lz}/EN_{Lx}$. Dále transformujeme hodnoty střední délky tětiny ve směru osy x, pro které platí vztah $Ev''_{xt} = Ev''_x (EN_{Lxt} = EN_{Lx})$, ve směru osy y platí vztah $Ev''_{yt} = t_y \cdot Ev''_y (EN_{Ly} = EN_{Ly} / t_y)$ a ve směru osy z platí vztah $Ev''_{zt} = t_z \cdot Ev''_z (EN_{Lz} = EN_{Lz} / t_z)$. Po transformaci střední délky tětiny musí platit $Ev''_{xt} = Ev''_{yt} = Ev''_{zt} (EN_{Lxt} = EN_{Ly} = EN_{Lz})$. Pro transformaci střední plochy zrna pro směr kolmý k ose x platí vztah $Ev'_{xt} = t_y t_z \cdot Ev' (EN_{Axt} = EN_{Ax} / (t_y t_z))$, pro směr kolmý k ose y platí vztah $Ev'_{yt} = t_z \cdot Ev' (EN_{Ayt} = EN_{Ay} / t_z)$ a pro směr kolmý k ose z platí vztah $Ev'_{zt} = t_y \cdot Ev' (EN_{Azt} = EN_{Az} / t_y)$. Po transformaci střední plochy profilu zrna musí platit $Ev'_{xt} = Ev'_{yt} = Ev'_{zt} (EN_{At} = EN_{Axt} = EN_{Ayt} = EN_{Azt})$. Pro transformaci středního objemu zrna platí $Ev_t = t_y t_z \cdot Ev (EN_{Vt} = EN_V / (t_y t_z))$.

Hodnoty koeficientů transformace jsou $t_y = 1,0131$ a $t_x = 1,7143$. Dále jsme spočítali hodnoty transformovaných veličin a uspořádali do tabulky č. 3.4. Jak si můžeme všimnout,

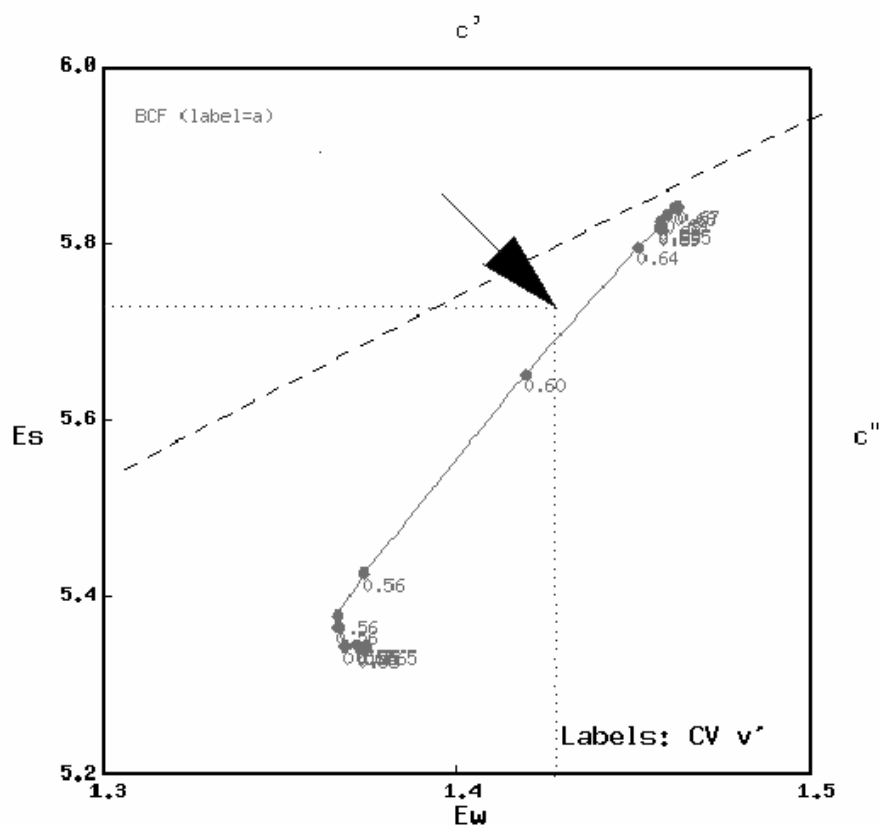
tak v této tabulce jsou různé hodnoty pro EN_{At} a Ev_t' což odporuje předpokladu o rovnosti transformovaných veličin. Toto je způsobeno hlavně tím, že jsou to pouze odhady těchto veličin, které se mohou lišit od skutečné hodnoty. Stejně tak koeficienty transformace jsou spočítány z odhadu počtu tětív, takže tyto koeficienty jsou také odhadem, který se nemusí shodovat s jejich skutečnou hodnotou.

W-s diagram je grafickým výstupem z počítačové databáze, která je sestavená pro různé typy teselací. Do této databáze se zadá předpokládaný typ teselace. Protože distribuce našich zrn byla poměrně úzká a variační koeficienty poměrně nízké ($CVv' = 0,56$ a $CVv'' = 0,53$), rozhodli jsme se použít teselaci odpovídající plošně centrované kubické mřížce *bcf*.

Tab. č. 3.4: Tabulka různých plošných vlastností po transformaci na nedeformovanou strukturu

	$EN_{Lt} [mm^{-1}]$	$Ev_t'' [mm]$	$EN_{At} [mm^{-2}]$	$Ev_t' [mm^2]$
<i>x</i>	0,2305	4,3384	0,03459	28,91
<i>y</i>	0,2305	4,3384	0,03760	26,60
<i>z</i>	0,2305	4,3384	0,03706	26,98
průměr	0,2305	4,3384	0,03642	27,50

Dále jsme vyčíslili z rovnice $EN_{At} = c \cdot EN_{Lt}^2$ hodnotu stereologického koeficientu $c = 0,6854$. Do databáze jsme tedy zadali hodnotu c , zaškrtnuli jsme oceňování křivky dané teselace hodnotami CVv' a zaškrtnuli jsme druh teselace *bcf*. Výstupem těchto parametrů je následující graf (obr. č. 3.1).



Obr. č. 3.1: Výstup pro teselaci bcf s hodnotami CVv' a křivky $c = 0,6854$ [28]

Šipka v našem grafu ukazuje bod, který by mohl odpovídat naší struktuře. Dále jsme odečetli hodnoty $E_w = 1,428$ a $E_s = 5,730$, které jsou standardizované pro střední objem zrna $E_v = 1$. Ještě je nutno poznamenat, že jsme trochu navýšili odhad koeficientu CVv' , protože v dané struktuře se pravděpodobně nacházela zrna, jejichž velikost je značně malá a tato zrna nebylo možno rozeznat. Reálná struktura ale s těmito zrny musí počítat, proto je skutečný koeficient CVv' o něco vyšší než skutečně vyčíslená hodnota. Pomoci rovnic (1.5) jsme vyčíslili koeficienty c' a c'' . Dále jsme do stereologických rovnic (1.2) a (1.3) dosadili hodnoty EN_{At} a EN_{Lt} z tabulky č. 3.4 a koeficienty c' a c'' a získali jsme odhad transformovaného počtu zrn na objemovou jednotku EN_{Vt} . Tuto hodnotu jsme dále transformovali pomoci koeficientů transformace t_y a t_z na skutečnou hodnotu počtu zrn na objemovou jednotku EN_V a získali tak odhad střední velikosti zrna E_v . Tyto vyčíslené hodnoty jsme uspořádali do následující tabulky.

Tab. č. 3.5: Výsledné hodnoty stereologických koeficientů c' a c'' , odhadu počtu zrn na jednotku objemu a středního objemu zrna získané z počítačové databáze

	stereologický koeficient	EN_v [mm ⁻³]	EN_v [mm ⁻³]	Ev [mm ³]
c''	0,3402	0,00417	0,00724	138,20
c'	0,5860	0,00407	0,00707	141,37

3.2.3 Srovnání výsledků počítačové databáze a standardních odhadů

Tab. č. 3.6: Výsledné hodnoty středního objemu zrna pro různé postupy a metody

	lineární metody		rovinné metody	
	c''	Ev [mm ³]	c'	Ev [mm ³]
ASTM E 112	0,5617	75,91	0,7998	102,33
ČSN 42 0462	0,6974	61,14	0,9993	81,90
sférický model	0,5659	75,35	0,7236	113,11
počítačová databáze	0,3402	138,20	0,5860	141,37

Na závěr můžeme srovnat výsledné hodnoty pro různé postupy a metody vyhodnocení anisotropního vzorku s jeho skutečnou hodnotou, která je 129,70 mm³. Podle tabulky č. 3.6 vidíme, že užití počítačové simulace a následné užití w-s diagramu poskytuje nejlepší hodnoty středního objemu zrna Ev . Dále vidíme, že jeho hodnoty jsou u počítačové databáze teselací téměř shodné jak pro metodu lineární, tak pro metodu rovinnou. Naopak odhad velikosti zrna podle postupu normy ČSN 42 0462 a užitím lineární metody výsledek více jak dvakrát podhodnocuje. Lepších výsledků u standardních postupů dosáhneme, pokud použijeme odhad velikosti zrna Ev z rovinné metody.

ZÁVĚR

Na závěr si zopakujme princip postupu a jednotlivé dílčí výsledky. Naším úkolem bylo srovnat výsledky dosažené podle normy ASTM E 112 a ČSN 42 0462 a vylepšené postupy s využitím počítačové databáze a užitím w-s diagramu pro odhad střední velikosti zrna.

K vymodelování zrnité struktury nám posloužily granule PVC, ze kterých byl vylišován cylindrický útvar. Ještě před lisováním hranolku jsme zvážili 150 náhodně vybraných granulí a přepočtem přes hustotu získali jejich skutečnou velikost, která je $129,70 \text{ mm}^3$. Z tohoto cylindrického útvaru byl vyřezán hranolek. Jeho jednotlivé plochy byly vyleštěny a na těchto plochách bylo možno rozeznat jednotlivé zrna. Tyto plochy jsme naskenovali a získali tak jejich obrazy ve zvětšení 3:1. Tyto obrazy jsme dále podrobili rovinné analýze.

Nejprve jsme srovnávali různé metody počítání zrn na isotropní rovině, tj. rovině kolmé na směr deformace. Napřed jsme porovnávali metody lineární. Isotropní rovinu jsme opatřili kruhem a vyhodnotili střední délku tětivy $E_v'' = 4,6553 \text{ mm}$ a počet zachycených zrn jednotkou délky přímky $EN_L = 0,2149 \text{ mm}^{-1}$. Dále jsme tuto plochu opatřili sérií paralelních přímek a na ně kolmých přímek a zjistili hodnoty $E_v'' = 4,0622 \text{ mm}$ a $EN_L = 0,2462 \text{ mm}^{-1}$. Dále jsme zjistili, že tato rovina je skutečně isotropní a že užití testovacího útvaru kruhu nadhodnocuje skutečnou délku tětivy oproti metodě přímek.

Poté jsme porovnávali různé metody počítání profilů (zrn) uzavřené v geometrickém útvaru (rovinné metody). Napřed jsme použili metodu počítání poloviny profilu na hranici obdélníku a zjistili hodnoty střední plochy zrna postupem podle normy ASTM E 112 $E_v' = 24,09 \text{ mm}^2$ a počtu zrn na jednotku plochy $EN_A = 0,04151 \text{ mm}^{-2}$ a podle normy ČSN 42 0462 $E_v' = 24,61 \text{ mm}^2$ a $EN_A = 0,04064 \text{ mm}^{-2}$. Tentýž obdélník jsme vyhodnotili Gundersenovým pravidlem a získali hodnoty $E_v' = 25,70 \text{ mm}^2$ a $EN_A = 0,03891 \text{ mm}^{-2}$, metodou počítání uzlů $E_v' = 24,87 \text{ mm}^2$ a $EN_A = 0,04021 \text{ mm}^{-2}$. Dále jsme užili metodu počítání zrn v kruhu a získali hodnoty $E_v' = 21,37 \text{ mm}^2$ a $EN_A = 0,04680 \text{ mm}^{-2}$. Analýzou jednotlivých rovinných metod jsme usoudili, že nejobjektivnější je metoda počítání uzlů a metoda počítání Gundersenovým pravidlem, protože ostatní postupy mají sklon vyřadit z počítání větší zrna.

Dále jsme podrobili vyhodnocování celý náš anisotropní vzorek. Do stereologických rovnic jsme dosadili různé stereologické koeficienty pro normu ASTM E 112,

ČSN 42 0462 a sférický model zrna. Použili jsme opět dva postupy, a to metodu lineární (metoda přímek) a metodu rovinnou (metoda počítání Gundersenovým pravidlem). Metoda lineární pro všechny tři postupy podceňuje velikost zrna téměř dvakrát ($ASTM\ E\ 112\ E_v = 75,91\ mm^3$, ČSN 42 0462 $E_v = 61,14\ mm^3$ a sférický model zrna $E_v = 75,35\ mm^3$). Metoda rovinná lépe koreluje se skutečnými výsledky, ale i tak se hodnoty značně liší od skutečné hodnoty. ($ASTM\ E\ 112\ E_v = 102,33\ mm^3$, ČSN 42 0462 $E_v = 81,90\ mm^3$ a sférický model zrna $E_v = 113,11\ mm^3$).

K odhadu velikosti zrna nám dále posloužila počítačová databáze různých teselací a jimi indukovanými veličinami E_s a E_w . Protože jsme věděli, že velikost zrn se příliš neliší, zadrželi jsme v databázi teselaci *bcf*. Dále jsme do databáze zadali hodnotu stereologického koeficientu c , kterou jsme získali z plošných vlastností zrna a zadrželi jsme označení křivky dané teselace hodnotami CV_v . Poté jsme touto databází nechali vykreslit výstupní graf, z něhož jsme odečetli hodnoty E_s a E_w , ze kterých jsme následně spočítali stereologické koeficienty a z nich pak určili odhad středního objemu zrna E_v . Odhad středního objemu zrna E_v pro případ odhadu ze střední plochy zrna je $141,37\ mm^3$ a ze střední délky tětiny je $138,20\ mm^3$. Skutečná hodnota objemu zrna je $129,70\ mm^3$.

Srovnáním výsledků dosažených standardními postupy a pomocí počítačové databáze teselací je zřejmé, že hodnoty získané z počítačové databáze se nejlépe shodují se skutečnou hodnotou středního objemu zrna. Dále můžeme pozorovat, že výsledky metody rovinné a lineární pro odhad velikosti zrna se při užití počítačové databáze téměř shodují, zatímco při užití standardních postupů se značně liší.

Na závěr můžeme dodat, že počítačová databáze teselací je nejpřesnější metodou odhadu velikosti zrna, protože bere k úvahu vždy danou strukturu, kdežto standardní postupy popisují pouze určitý typ struktury.

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

- [1] ABRAMS, H. Metallography. 1971, vol.4, p. 59 – 78.
- [2] ASTM E 112 Standard Methods for determining Average Grain Size. 1982.
- [3] BERNDT, S., BRETSCHEIDER, J., HELM, H. and STOYAN, D. Characterization of the degree of regularity of two-dimensional random quasi-lattice structures. Materials Characterization. 1996, vol. 36, p. 93 – 101.
- [4] CARPENTER, H. C. H. and ROBERTSON, J. M. Journal of the Iron and Steel Institute. 1931, vol. 123, p. 345 – 394.
- [5] ČERMÁK, R. Rovinné teselace jako model růstu sférolitů. Diplomová práce. FT UTB Zlín, 2001.
- [6] ČSN 42 0462 Stanovení velikosti zrna ocelí a neželezných kovů. 1983.
- [7] DESCH, C. H. Journal of the Institute of Metals. 1919, č. 22, p. 241 – 276.
- [8] HEYN, E. The Metallographist. 1903, vol. 5, p. 39 – 64.
- [9] HILLIARD, J. Metal Progress, April 1964, p. 99 – 100, 102.
- [10] HORÁLEK, V. ASTM Grain Size Model and Related Random Tessellation Models. Materials Characterization. 1990, vol. 25, p. 263 – 284.
- [11] HUCHER, M., and GROlier, J. Journal of Microscopy. December 1977, vol. 111, p. 329 – 337.
- [12] HULL, F. C. and HOUK, W., J. Transaction of the A. I. M. E. April 1953, vol. 241 – 257.
- [13] JEFFRIES, Z., KLINE, A. H. AND ZIMMER, E. B., Transaction of the A. I. M. E. 1916, vol. 54, p. 594 – 607.
- [14] MØLLER, J. Random Johnson-Mehl tessellations. Adv. Appl. Prob. 1992, vol. 24 p. 814 – 844.
- [15] OLŠAN, P. Počítačová rekonstrukce prostorové makrostruktury sférolitů. Diplomová práce. FT UTB Zlín, 2002.
- [16] PEREIRA DA SILVA. Grain Size Measurement. Master Thesis. University of Sheffield, England, 1996.
- [17] PTÁČEK, L. a kol. Nauka o materiálu II. Brno, Akademické nakladatelství CERM, s. r. o., 1999. 305 s. ISBN: 80-7204-130-4.

- [18] SAXL, I. AND KOHÚTEK I. Voronoi tessellations generated by Boolean cluster fields. In Wojnar L., Rożniatowski, K., Kurzydłowski K. J. (eds.): Proc. Int. Conf. on The Quantitative Description of Materials Microstructure. Warsaw 1997, p. 481 – 488.
- [19] SCHWERTEL, J. AND STAMM, H. Analysis and modelling of tessellations by mean of image analysis methods. Journal of Microscopy. 1997, vol. 186, p. 198 – 209.
- [20] SMITH, C. S. Metallurgical Reviews. 1964, vol. 9, p. 1 – 48.
- [21] SPÁČIL, O. Stereologie polymerních materiálů. Diplomová práce. FT UTB Zlín, 2003.
- [22] ŠEVČÍK, A., SÜLLEIOVÁ, K., BESTERCI, M., KOHÚTEK, I. AND SAXL I. Grain Size Estimation in Steels. Kovové materiály. 2002, vol. 2, p. 85 – 98.
- [23] VANDER VOORT, G. F. Grain Size Measurement. In Practiacal Applicationns of Quantitative Metallography, American Society for Testing and Materials, Philadephia 1984, p. 84 – 131.
- [24] WILLIAMS, W. M. AND SMITH, C. S. Transactions of the A. I. M. E. July 1952, p. 755 – 765 a May 1953, vol. 197, p. 741 – 743.
- [25] ASTM Grain Size Measurements [online] Dostupný z URL: <<http://www.metallography.com/grain.htm>>
- [26] Grain Size Distributions [online] Dostupný z URL: <<http://www.metallography.com/dist.htm>>
- [27] Grain Size Types [online] Dostupný z URL: <<http://www.metallography.com/types.htm>>
- [28] PONÍŽIL, P., SAXL, I. [online] Dostupný z URL: <<http://fyzika.ft.utb.cz/voronoi/index.htm>>

SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK

PVC	polvinylchlorid
$E\bullet$	odhad veličiny $\bullet$
v	objem zrna
s	plocha zrna v prostoru
w	šířka zrna
v'	plocha profilu zrna
v'' ,	délka tětiny
N_V, N_A, N_L	reciproké veličiny k veličinám v, v', v''
c, c', c''	bezrozměrné koeficienty stereologických rovnic
G, M, G_m	čísla velikosti zrna norem ASTM E 112 a ČSN 42 0462
d_n	nominální průměr zrna
d_f	Feretův průměr zrna
n	počet zrn na 1 palec ve 100 násobném zvětšení
S_V	plocha povrchu zrn v 1 mm^3
M	zvětšení dané plochy obrazu vzorku
n_1	zrna, jež se nacházejí uvnitř testovacího útvaru
n_2	zrna, jež jsou protnuta hranicí testovacího útvaru
S	plocha daného testovacího útvaru
L_T	délka testovací přímky (křivky)
x_i	objemový podíl i -té fáze
$CV\bullet$	koeficient variace veličiny $\bullet$
s_0	výběrová směrodatná odchylka
P	bodový systém
V_i	celá Voronoivovy teselace
u	počet uzlů
x, y, z	souřadnice kartéské soustavy souřadnic
$d\bullet$	diference veličiny $\bullet$
N	počet určitého jevu
t_y, t_z	koeficient transformace pro směr y, z
$\bullet_l (\bullet_x)$	sledovaná veličina $\bullet$ ve směru longitudálním (ve směru osy x)
$\bullet_t (\bullet_y)$	sledovaná veličina $\bullet$ ve směru transversálním (ve směru osy y)

$\bullet_n (\bullet_z)$	sledovaná veličina $\bullet$ ve směru normálovém (ve směru osy z)
$\bullet_t$	transformovaná veličina $\bullet$ na rovnoosý tvar zrna
b_{cf}	plošně centrovaná kubická mřížka

SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. č. 1.1: W-s diagram s osami c' , c'' , E_s , E_w . Uvnitř diagramu je čárkovaná přímka znázorňující hodnotu $c = 0,95$ a plné přímky znázorňující různé typy teselací opatřené hodnotami variačního koeficientu CV_v [28]	34
Obr. č. 2.1: Počítačový 3D model našeho vzorku, jehož jednotlivé profily zrn jsou oklikané v programu Sférolit	35
Obr. č. 2.2: Schéma lisu pro přípravu anizotropního vzorku: (1) spodní víko lisu, (2) čelisti lisu, (3) granule PVC, (4) válec lisu, (5) horní víko lisu	36
Obr. č. 2.3: Histogram četnosti výskytu zrn v procentech v závislosti na intervalu velikosti zrna po 10 mm^3	37
Obr. č. 2.4: Jednokruhová metoda aplikovaná na náš obraz plochy vzorku	38
Obr. č. 2.5: Série testovacích přímek aplikovaných na náš obraz povrchu vzorku	39
Obr. č. 2.6: Metoda počítání poloviny profilu na hranici obdélníku na povrchu obrazu našeho vzorku	41
Obr. č. 2.7: Počítání profilů Gundersenovým pravidlem na povrchu obrazu našeho vzorku	42
Obr. č. 2.8: Metoda počítání uzlů na povrchu obrazu našeho vzorku	43
Obr. č. 2.9: Metoda počítání zrn v kruhovém útvaru na povrchu obrazu našeho vzorku ...	44
Obr. č. 2.10: Příklad oklikané plochy označené symbolem ++ v programu Sférolit	48
Obr. č. 3.1: Výstup pro teselaci bcf s hodnotami CV_v a křivky $c = 0,6854$ [28]	56

SEZNAM TABULEK

Tab. č. 1.1: Vztahy mezi různými charakteristikami velikosti rovnoosých zrn a mikro čísla velikosti zrna normy ASTM E 112	15
Tab. č. 1.2: Vztahy mezi různými charakteristikami velikosti rovnoosých zrn a makro čísla velikosti zrna normy ASTM E 112	15
Tab. č. 1.3 Vztahy mezi různými charakteristikami velikosti rovnoosých zrn a čísla velikosti zrna normy ČSN 42 0462.....	16
Tab. č. 1.4: Vypočtené hodnoty koeficientů c , c' a c'' tabulky č. 1.1 pro mikro číslo velikosti zrna G normy ASTM E 112.....	18
Tab. č. 1.5: Vypočtené hodnoty koeficientů c , c' a c'' tabulky č. 1.2 pro makro číslo velikosti zrna M normy ASTM E 112	18
Tab. č. 1.6 Vypočtené hodnoty koeficientů c , c' a c'' tabulky č. 1.3 pro číslo velikosti zrna G_m normy ČSN 42 0462	19
Tab. č. 1.7: Výsledné stereologické koeficienty normy ASTM E 112.....	19
Tab. č. 1.8: Výsledné stereologické koeficienty normy ČSN 42 0462.....	20
Tab. č. 1.9: Počet zrn v určité orientaci a intervalu, podle zachycené délky	30
Tab. č. 2.1: Výsledné počty protnutí pro jednotlivé přímky obr. č. 2.5	40
Tab. č. 2.2: Průměrná délka tětiny a počtu profilů na jednotku délky přímky v určitém směru a na určité ploše.....	45
Tab. č. 2.3: Průměrná délka tětiny a počtu profilů na jednotku délky přímky v určitém směru.....	46
Tab. č. 2.4: Průměrný obsah a počet zrn na jednotku plochy v určitém směru a na určité ploše.....	46
Tab. č. 2.5: Průměrný obsah a počet zrn na jednotku plochy v určitém směru.....	47
Tab. č. 2.6: Výsledné hodnoty lineární metody vyhodnocené počítačovým programem pro určitou plochu a směr	48
Tab. č. 2.7: Výsledné hodnoty lineární metody vyhodnocené počítačovým programem pro určitý směr	49
Tab. č. 2.8: Výsledné hodnoty rovinné metody vyhodnocené počítačovým programem pro určitou plochu.....	49
Tab. č. 2.9: Výsledné hodnoty rovinné metody vyhodnocené počítačovým programem pro určitý směr	49

Tab. č. 3.1: Výsledné hodnoty pro jednotlivé orientace přímek obr.č. 2.5 a výsledné hodnoty pro obě orientace	51
Tab. č. 3.2: Odhad hodnot počtu zrn na jednotku objemu a středního objemu zrna spočítaný ze střední délky tětiny zrna	53
Tab. č. 3.3: Odhad hodnot počtu zrn na jednotku objemu a středního objemu zrna ze střední plochy zrna.....	54
Tab. č. 3.4: Tabulka různých plošných vlastností po transformaci na nedeformovanou strukturu.....	55
Tab. č. 3.5: Výsledné hodnoty stereologických koeficientů c' a c'' , odhadu počtu zrn na jednotku objemu a středního objemu zrna získané z počítačové databáze.....	57
Tab. č. 3.6: Výsledné hodnoty středního objemu zrna pro různé postupy a metody	57

SEZNAM PŘÍLOH

- P 1 : PONÍŽIL P., PROCHÁZKA J., ČERMÁK R. AND SAXL I. Grain Size Estimation in Anisotropic Materials. In Ekinovic, S., Brdarevic, S., Calvet, J. V., Sales, F. P. Trends in the Development of Machinery and Associated Technology TMT 2004, 8th International Research/Expert Conference. 1 st ed. Zenica: Faculty of Mechanical Engineering, 2004, p. 223-226. ISBN: 9985-617-21-8.
- P 2 : PONÍŽIL P., PROCHÁZKA J., ČERMÁK R. AND SAXL I. Anisotropic Grain Size Estimation Using Computer Simulations. 9th WSEAS CISC Multiconference. Vouliagmeni, Athens, Greece, July 11.-16. 2005. 9 th WSEAS Int. Conf. on COMPUTERS July 14.-16. 2005. Přijato k publikaci.

P 1

PONÍŽIL P., PROCHÁZKA J., ČERMÁK R. AND SAXL I. Grain
Size Estimation in Anisotropic Materials



UNIVERSITY OF ZENICA -



FACULTY OF MECHANICAL
ENGINEERING IN ZENICA
(Bosnia and Herzegovina)



UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA

ESCOLA TÈCNICA SUPERIOR
D'ENGINYERIA INDUSTRIAL
DE BARCELONA



DEPARTAMENT
D'ENGINYERIA MECÀNICA
(Spain)



8th International Research/Expert Conference

TRENDS IN THE DEVELOPMENT OF MACHINERY AND ASSOCIATED TECHNOLOGY TMT 2004

PROCEEDINGS

Editors:

Dr. Sabahudin Ekinović

Dr. Safet Brdarević

Dr. Joan Vivancos Calvet

Dr. Ferran Puerta Sales

Neum, Bosnia and Herzegovina, 15-19 September, 2004.

GRAIN SIZE ESTIMATION IN ANISOTROPIC MATERIALS

Petr Ponížil, Jaroslav Procházka, Roman Čermák
 Tomas Bata University in Zlín, Faculty of Technology, TGM 275, 762 72 Zlín
 Czech Republic

Ivan Saxl
 Mathematical Institute of AS CR, Žitná 25, 115 67 Prague
 Czech Republic

ABSTRACT

A method for the estimation of grain size in an anisotropic grain material from planar and linear sections in main directions is suggested in this paper. The derived theoretical formulae were tested on an anisotropic material represented by compression-moulded pellets. Properties of its planar and linear sections were known and also the grain volume was measured for comparison with computed values.

Keywords: grain size estimation, anisotropic material, tessellation

1. INTRODUCTION

The basic characteristic of the grain structure is its grain size, which means, in the 3D context, the mean grain volume E_V ($E_V = 1/N_V$, N_V is number of grains per unit volume) or the mean grain width E_W (the mean calliper or Feret diameter). As these quantities are inaccessible by a simple measurement, the 2D and 1D approaches prevail and the “size” is represented by the mean planar profile area E_A ($E_A = 1/N_A$, N_A is the number of profiles per unit area) or by the mean intercept length E_L ($E_L = 1/N_L$, N_L is the number of grain intercepts per unit length). Ordinarily, the recommendations of the Standard ASTM E 112 are used for estimation of the mean grain volume from planar or linear sections. General stereological relations between N_V , N_A and N_L can be written as follows:

$$N_V = c' (N_A)^{3/2}, \quad (1)$$

$$N_V = c'' (N_L)^3, \quad (2)$$

$$N_A = c (N_L)^2. \quad (3)$$

Scale invariant factors c , c' and c'' depend on the type of grain structure. For isotropic materials, the ASTM Standard assumes universal values $c=0.788$, $c'=0.80$ and $c''=0.566$.

In the case of anisotropic materials, the planar and linear sections in main directions significantly differ and the grain size estimation is more difficult. Quantities N_{Lx} , N_{Ly} , N_{Lz} – numbers of grain intercepts per unit length parallel to x , y , z axes – should be measured. Similarly, quantities N_{Ax} , N_{Ay} , N_{Az} characterize the numbers of profiles per unit area perpendicular to the x , y , z axes. Then the corresponding anisotropic intercept lengths $E_{L\bullet} = 1/N_{L\bullet}$, and the anisotropic mean profile area $E_{A\bullet} = 1/N_{A\bullet}$ can be approximately evaluated. Standard ASTM E 112 then recommends to estimate the mean cell volume by the formula

$$1/E_V = N_V = 0.8 N_{Lx} N_{Ly} N_{Lz}. \quad (4)$$

A novel approach to the grain size estimation suggested in this paper is based on an idea that it is possible to convert a homogeneous anisotropic tessellation to isotropic one by a simple transformation. Firstly, let us to define ratios $t_y = N_{Ly}/N_{Lx}$ and $t_z = N_{Lz}/N_{Lx}$. Conversion to the isotropic tessellation can be achieved by the elongation of the anisotropic tessellation t_y -times in y direction and t_z -times in z direction. Using this transformation, the mean intercept length parallel with the x axis, $E_{L_{xt}}$, remains the same, $E_{L_{xt}} = E_{L_x}$ ($N_{L_{xt}} = N_{L_x}$), whereas the mean intercept lengths in other directions change: $E_{L_{yt}} = t_y E_{L_y}$ ($N_{L_{yt}} = N_{L_y}/t_y$) and $E_{L_{zt}} = t_z E_{L_z}$ ($N_{L_{zt}} = N_{L_z}/t_z$). For the mean profile areas after

transformation holds $\mathbf{E}a_{xt}=t_y t_z \mathbf{E}a_x$, $\mathbf{E}a_{yt}=t_z \mathbf{E}a_y$ and $\mathbf{E}a_{zt}=t_y \mathbf{E}a_z$. Then for the corresponding numbers of profiles per unit area can be written: $N_{Axt}=N_{Ax}/(t_y t_z)$, $N_{Ayt}=N_{Ay}/t_z$ and $N_{Azt}=N_{Az}/t_y$. The mean grain volume changes by this transformation as well: $\mathbf{E}v_t=t_y t_z \mathbf{E}v$ and for number of grains per unit volume can be written $N_{Vt}=N_V/(t_y t_z)$. After this procedure we get an isotropic tessellation and can use formulas (1-3) for the transformed quantities. Formula (1) estimates the grain size from the planar sections (note $N_{Axt}=N_{Ayt}=N_{Azt}$):

$$N_V = N_{Vt} t_y t_z = c' (N_{Axt})^{3/2} t_y t_z = c' (N_{Axt} N_{Ayt} N_{Azt} (t_y t_z)^2)^{1/2} = c' (N_{Axt} t_y t_z N_{Ayt} t_z N_{Azt} t_y)^{1/2}$$

resulting in

$$N_V = c' (N_{Ax} N_{Ay} N_{Az})^{1/2}. \quad (5)$$

Similarly, formula (2) estimates grain size from linear sections (note $N_{Lxt}=N_{Lyt}=N_{Lzt}$):

$$N_V = N_{Vt} t_y t_z = c'' (N_{Lxt})^3 t_y t_z = c'' N_{Lxt} N_{Lyt} t_y N_{Lzt} t_z$$

resulting in

$$N_V = c'' N_{Lx} N_{Ly} N_{Lz}. \quad (6)$$

It is evident from comparison of formulae (4) and (6) that different constants are used for the relation between grain size and intercept length ($c'=0.566$ or 0.80).

2. EXPERIMENTAL

2.1. Material

As a model of anisotropic material compression-moulded pellets were applied; namely plasticized PVC pellets manufactured by Aliachem j.c., Subsidiary Fatra were used. This material is formed by two basic components – paste-forming PVC and plasticizer. In order to improve the recognition of pellet boundaries in the final product, the pellet surfaces were covered by carbon paste in the concentration of 1 wt. %. Prepared blend was isothermally annealed at 170°C for 1 hour and subsequently compression-moulded in the cylindrical mould using a manual press. From the resulting moulding, a rectangular prism specimen with dimension of 5.0×5.0×2.7 cm was cut. Specimen sides were either perpendicular or parallel to the direction of deformation. Finally, surface of the specimen was polished and scanned by a computer scanner. Obtained images of the surface structure were used as a base for the following analysis.

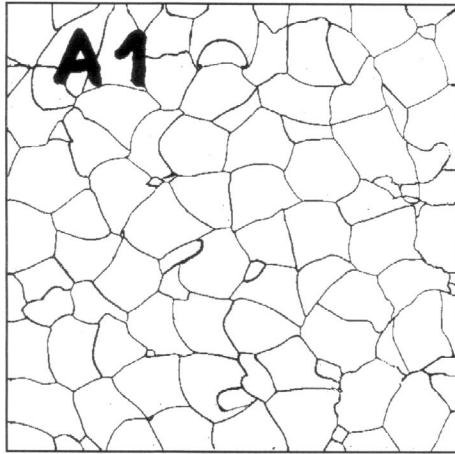


Figure 1. The horizontal surface of specimen

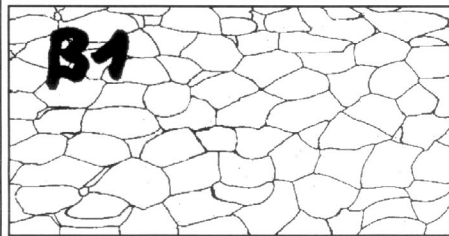


Figure 2. The vertical surface of specimen

Let xyz be a coordinate system, axes x and y are horizontal and axis z is vertical. The compression was vertical, parallel to the axis z . Thus, horizontal surfaces A1 and A2 (see Figure 1) of the specimen were perpendicular to the compression (z axis), whereas surfaces B1, B2 (perpendicular to y) and C1, C2 (perpendicular to x) were parallel with the compression direction (see Figure 2).

2.2. Grain volume measurement

To determine a volume of separate pellets, weights of randomly chosen 147 items were measured. Then, from these weights and known specific gravity of 1.40 g/cm³, pellet volumes were estimated.

As shown in Figure 3, the corresponding volume distribution is very narrow; the true mean pellet size is 130 mm^3 with the standard deviation of 16 mm^3 .

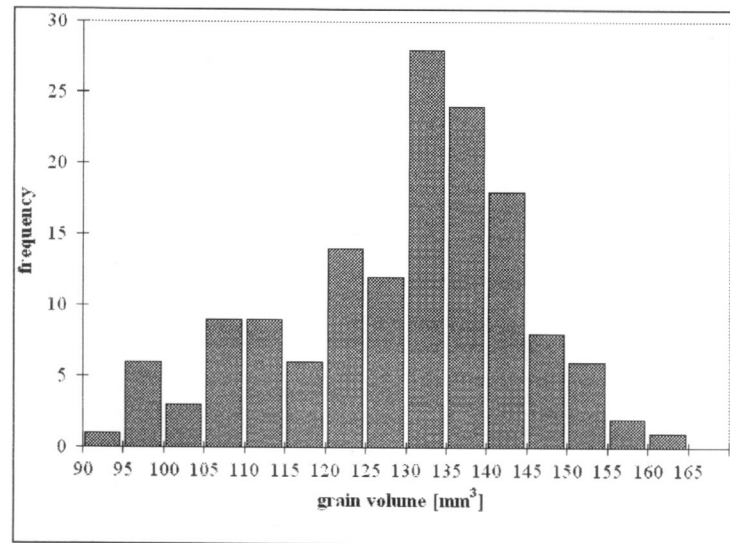


Figure 3. The histogram of the grain volumes

2.3. Profile area measurement

Images of sample sides were magnified $3\times$, a rectangular region of suitable area was selected and the number of profiles inside of this region was counted. The Gundersen rule was used for the edge correction. Tables 1 and 2 display mean results of this analysis.

Table 1. The mean profile areas for all faces of the sample

face	perpendicular to	area [mm^2]	number of profiles	mean profile area Ea [mm^2]
A1	z	1344	50	26.9
A2	z	1344	37	36.3
B1	y	556	33	16.8
B2	y	556	31	17.9
C1	x	611	39	15.7
C2	x	611	44	13.9

Table 2. The total profile area for different directions

perpendicular to	mean profile area Ea [mm^2]	number of profiles per unit area N_A [mm^{-2}]
x	14.7	0.068
y	17.3	0.058
z	30.9	0.032

2.4. Intercept length measurement

In surface images, grids with a line distance of 3.3 mm (in the sample unit, in $3\times$ magnified image it was 1 cm) were drawn. The number of intercepts for each line was counted. Results are summarized in Tables 3 and 4.

We know that grain size distribution in our material is very narrow. This information is also noticeable from the measurement of the profile area distribution as well. It allows us to find parameters c' and c'' for some similar structure from the Internet database (see <http://fyzika.ft.utb.cz/voronoi/>). As a structure with narrow grain size distribution, a Voronoi tessellation, based on the cubic face centred lattice with small random shifts applied to each point, was chosen. This tessellation is a nearly isohedral tiling (a tessellation with translation equivalent cells) by the rhombic dodecahedrons. It is denoted by Bcf (Bcf means *Bookstein model on a cubic face centred lattice*). For such a tessellation, parameters $c'=0.62$ and $c''=0.41$ are available on Internet (<http://fyzika.ft.utb.cz/voronoi/>).

Table 3. The mean intercept length for all faces of the sample

line direction	face	total line length [mm]	total number of intercepts	intercept length $EL_{\bullet}$ [mm]	numbers of intercepts per unit length $N_{\bullet}$ [mm ⁻¹]
x	A1	450	98	4.59	0.218
x	A2	444	89	4.99	0.200
x	B1	200	47	4.26	0.235
x	B2	250	58	4.31	0.232
y	A1	444	101	4.40	0.227
y	A2	438	91	4.81	0.208
y	C1	250	63	3.97	0.252
y	C2	200	46	4.35	0.230
z	B1	228	98	2.33	0.429
z	B2	243	97	2.51	0.398
z	C1	240	89	2.70	0.370
z	C2	234	98	2.39	0.418

Table 4. The total intercept length for different directions

lines parallel	intercept length $EL_{\bullet}$ [mm]	numbers of intercepts per unit length $N_{\bullet}$ [mm ⁻¹]
x	4.60	0.217
y	4.43	0.226
z	2.47	0.404

3. RESULTS & DISCUSSION

3.1. Grain size estimation based on profile area measurement

Formula (5) suggests the method for grain size estimation from planar sections by characteristic planes of the grain structure. The necessary values of $N_{A\bullet}$ are available in the Table 2.

Table 5. The estimated grain size by different methods from planar sections

method	c'	N_V [mm ⁻³]	E_V [mm ³]
formula (5), ASTM – universal c'	0.80	0.00899	111
formula (5), Internet database, Bfc c'	0.62	0.00697	144

3.2. Estimation from intercept lengths

The ASTM Standards suggests formula (4) for estimation of the grain size from intercept lengths. It is possible to use formula (6) with value $c''=0.556$ (general value suggested by ASTM E 112) or c'' obtained from computer simulations of Voronoi tessellations which are more similar to measured structure. The necessary values of N_L are available in the Table 4.

Table 6. The estimated grain size by different methods from intercept lengths

method	c''	N_V [mm ⁻³]	E_V [mm ³]
ASTM, formula (4)	0.80	0.0159	63
formula (6), ASTM, universal c''	0.556	0.0110	90
formula (6), Internet database, Bfc c''	0.41	0.0081	123

4. CONCLUSIONS

The true mean grain volume as measured directly was 130 mm³. In the Table 5 are the values estimated from planar sections. It is obvious that the derived formula (5) combined with c' value suggested in ASTM E 112 gives a satisfactory result and using the value of c' from the Internet database brings, in this case, only a small improvement.

Values in the table 6 are based on intercept length measurement. It is evident that using formula (4), recommended in ASTM E 112 for anisotropic materials, returns two times underestimated result. The utilization of formula (6) and ASTM universal c'' value gives better result. Nevertheless, the best result returns formula (6) combined with c'' from the Internet database.

P 2

PONÍŽIL P., PROCHÁZKA J., ČERMÁK R. AND SAXL I.
Anisotropic Grain Size Estimation Using Computer Simulations

Anisotropic Grain Size Estimation Using Computer Simulations

PETR PONÍŽIL¹, JAROSLAV PROCHÁZKA¹, ROMAN ČERMÁK¹ AND IVAN SAXL²

¹Tomas Bata University in Zlín, Faculty of Technology, TGM 275, 762 72 Zlín,

²Mathematical Institute, Czech Acad. Sci. and Faculty of Mathematics and Physics,

²Dept. of Probability and Mathematical Statistics, Charles University, Praha,

CZECH REPUBLIC,

ponizil@centrum.cz http://fyzika.ft.utb.cz/voronoi/

Abstract: - A method for the grain size estimation of an anisotropic polycrystalline material from planar and linear sections in the main anisotropy directions is suggested. The derived formulae were tested on an anisotropic material represented by compression-moulded pellets. Properties of its planar and linear sections were known and also the grain volume was measured for comparison with computed values.

Key-Words: - grain size estimation, anisotropic material, tessellation, computer simulations

1 Introduction

1.1 Isotropic structure

The basic characteristic of the grain structure is its grain size, which means, in the 3D context, the mean grain volume E_V ($E_V=1/N_V$, N_V is number of grains per unit volume) or the mean grain width E_W (the mean calliper or Feret diameter). As these quantities are inaccessible by a direct measurement, the 2D and 1D approaches prevail and the "size" is represented by the mean planar profile area E_a ($E_a=1/N_A$, N_A is the number of profiles per unit area) or by the mean intercept length EL ($EL=1/N_L$, N_L is the number of grain intercepts per unit length of the test line). Ordinarily, the recommendations of the Standard ASTM E 112 [1] or similar EN ISO 643 [2] are used for an estimation of the mean grain volume from planar or linear sections. General stereological relations between N_V , N_A and N_L can be written as follows:

$$N_V = c'(N_A)^{3/2}, \quad (1)$$

$$N_V = c''(N_L)^3, \quad (2)$$

$$N_A = c(N_L)^2. \quad (3)$$

The dimensionless scale invariant factors c , c' and c'' depend on the type of grain structure. For isotropic materials, the ASTM Standard assumes universal values $c=0.788$, $c'=0.80$ and $c''=0.566$. However, in general the factors c , c' and c'' depend on the structure characteristics, namely

$$c' = \sqrt{\frac{E_V}{(E_W)^3}}, \quad (4)$$

$$c'' = \frac{E_V^2}{(E_S/4)^3}, \quad (5)$$

$$c = \frac{E_W E_V}{(E_S/4)^2} = \left(\frac{c''}{c'}\right)^{2/3}, \quad (6)$$

where E_W is the mean calliper diameter and E_S is the mean cell surface.

1.2 Anisotropic extension

In the case of linear-planar anisotropic grain system, the plane and line sections in the main directions significantly differ and the grain size estimation is more difficult. Quantities N_{Lx} , N_{Ly} , N_{Lz} – numbers of grain intercepts per unit length parallel to x , y , z axes – should be measured. Similarly, quantities N_{Ax} , N_{Ay} , N_{Az} characterize the numbers of profiles per unit area perpendicular to the x , y , z -axes. Then the corresponding mean intercept lengths $EL_x=1/N_{Lx}$ and the mean profile areas $Ea_x=1/N_{Ax}$ can be approximately evaluated. Standard ASTM E 112 recommends estimating the mean cell volume by the formula

$$1/E_V = N_V = 0.566 N_{Lx} N_{Ly} N_{Lz}. \quad (7)$$

A novel approach to the grain size estimation suggested in this paper is based on an idea that it is possible to convert a homogeneous strongly anisotropic tessellation to an "equiaxial" one by a simple transformation. Firstly, let us to define the

ratios $t_y = N_{Ly}/N_{Lx}$ and $t_z = N_{Lz}/N_{Lx}$. Conversion to the equiaxial tessellation can be achieved by the elongation of the anisotropic tessellation t_y -times in y direction and t_z -times in z direction. Using this transformation, the mean intercept length parallel to the x -axis, EL_{xt} , remains the same, $EL_{xt} = EL_x$ ($N_{Lxt} = N_{Lx}$), whereas the mean intercept lengths in other directions change: $EL_{yt} = t_y EL_y$ ($N_{Lyt} = N_{Ly}/t_y$) and $EL_{zt} = t_z EL_z$ ($N_{Lzt} = N_{Lz}/t_z$). For the mean profile areas after transformation holds $Ea_{xt} = t_y t_z Ea_x$, $Ea_{yt} = t_z Ea_y$ and $Ea_{zt} = t_y Ea_z$. Then for the corresponding numbers of profiles per unit area can be written: $N_{Axt} = N_{Ax}/(t_y t_z)$, $N_{Ayt} = N_{Ay}/t_z$ and $N_{Azt} = N_{Az}/t_y$. The mean grain volume changes by this transformation as well: $Ev_t = t_y t_z Ev$ and for number of grains per unit volume can be written $N_{Vt} = N_V/(t_y t_z)$. After this procedure we obtain an equiaxial tessellation and can use formulas (1-3) for the transformed quantities. Formula (1) estimates the grain size from the planar sections (note $N_{Axt} = N_{Ayt} = N_{Azt}$):

$$\begin{aligned} N_V &= N_{Vt} t_y t_z = c' (N_{Axt})^{3/2} t_y t_z = \\ &= c' (N_{Axt} N_{Ayt} N_{Azt} (t_y t_z)^2)^{1/2} = \\ &= c' (N_{Axt} t_y t_z N_{Ayt} t_z N_{Azt} t_y)^{1/2}. \end{aligned}$$

Hence

$$N_V = c' (N_{Ax} N_{Ay} N_{Az})^{1/2}. \quad (8)$$

Similarly, formula (2) estimates grain size from linear sections (note $N_{Lxt} = N_{Lyt} = N_{Lzt}$):

$$N_V = N_{Vt} t_y t_z = c'' (N_{Lxt})^3 t_y t_z = c'' N_{Lxt} N_{Lyt} t_y N_{Lzt} t_z.$$

Hence

$$N_V = c'' N_{Lx} N_{Ly} N_{Lz}. \quad (9)$$

It is evident from comparison of the formulae (7) and (9) that the same constant is used for the relation between the grain size and intercept length ($c'' = 0.566$).

Or, in other words, instead of the arithmetic means of measured quantities, their geometric means are used.

1.3 Voronoi tessellations

A tessellation is the space filling system of cells (grains). The standard Voronoi tessellations is the result simultaneous isotropic radial growth with constant rate v from point nuclei (germs) arbitrarily arranged in the space. The growth is locally stopped whenever adjacent grains come into contact. Voronoi tessellations are good models of polycrystalline grain structures or cellular tissues.

Properties of the Voronoi tessellation are defined by the spatial distribution of points (generators) of the generating point process. By changing its type, tessellations with a narrow (generators are point and displaced point lattices), medium (Poisson Voronoi tessellation – PVT – generators are distributed uniformly at random) and broad distribution of cell sizes (generators are cluster fields) are obtained.

A spatial tessellation generate in its 2D and 1D sections the induced planar or linear tessellations. Only such induced tessellations are available for an examination in the case of a real opaque material and the properties of the original spatial tessellation must be estimated by means of suitable stereological formulas. However, all parameters of computer simulated tessellations can be determined with an arbitrary accuracy. Then it is possible to look for a simulated structure with similar properties of sections and to expect that also the relations between the induced and spatial structures will be similar.

1.4 w-s diagram

It follows from equations (1-6) that the important size characteristics influencing the relations between induced and spatial tessellations are the mean calliper diameter EW and the mean cell surface Es . They determine the intensities of induced Voronoi tessellations and, consequently, are the most natural parameters characterising and classifying any spatial tessellation. For model tessellations, they can be found with an arbitrary accuracy by computer simulation.

This is the basic idea of the w - s diagram (fig. 1), which is a graphical representation of the proposed classification. It was originally introduced in [3] as a useful tool for the grain size estimation from planar and line sections. In the w - s diagram, any unit (i.e. $Ev=1$) tessellation is represented by the point $\{EW, Es\}$ in the $\{w, s\}$ plane and the position of this point directly determines also the values of the c , c' and c'' parameters used in equations (1-3). Other characteristics of the examined tessellations (shape factors, quantiles, and, in particular, coefficients of variation CV_v , $CV_{v'}$, $CV_{v''}$ of the cell volume, profile area and chord length, resp., are evaluated simultaneously and can be plotted as labels (marks) in selected points.

Various w - s diagrams based on computer simulations are presented on the Internet page <http://fyzika.ft.utb.cz/voronoi/ws/ws.htm>.

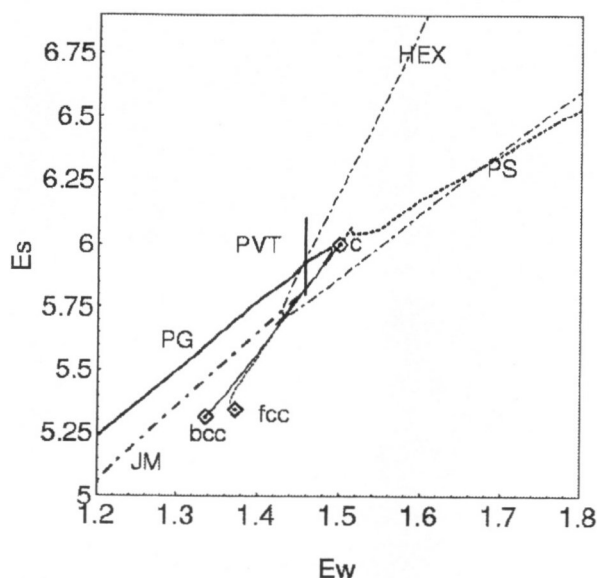


Fig 1.: Central part of the w - s diagram: tessellations generated by displaced lattices (simple cubic - c , cubic body centred - bcc and face centred - fcc), Johnson-Mehl model (JM) and Neyman-Scott cluster fields (PG for Poisson-globular fields, PS for Poisson spherical fields). HEX denotes the tessellations by regular hexagonal prisms (upper branch describes plates, the lower one rods) and PVT denotes the Poisson-Voronoi tessellation.

2 Experimental

2.1. Material

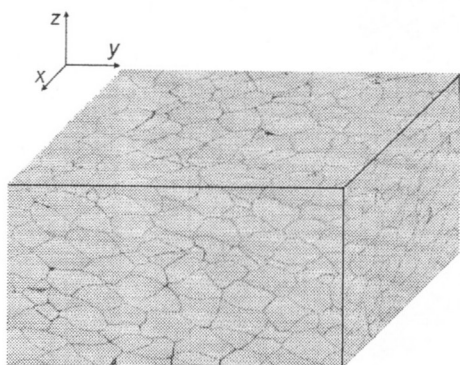


Fig. 2.: Sample system of coordinates

Compression-moulded pellets were used as a real anisotropic material suitable for examination. Plasticized PVC pellets were manufactured by Aliachem j.c., Subsidiary Fatra. This material is formed by two basic components – paste-forming PVC and plasticizer. In order to improve the

recognition of pellet boundaries in the final product, the pellet surfaces were covered by carbon paste in the concentration of 1 wt. %. Prepared blend was isothermally annealed at 170°C for 1 hour and subsequently compression-moulded in the cylindrical mould using a manual press. From the resulting cylindrical moulding with diameter 10.5 cm and height 6 cm, a rectangular prism specimen with dimension of 5.0×5.0×2.7 cm was cut (fig. 2). Specimen sides were either perpendicular or parallel to the direction of deformation. Finally, surface of the specimen was polished and scanned by a computer scanner. Obtained images of the surface structure were used as a base for the following analysis.

Let xyz be a coordinate system, axes x and y are horizontal and axis z is vertical. The compression was vertical, parallel to the axis z (fig. 2). Thus, horizontal surfaces z_1 and z_2 (see Figure 3- z_2 is the central face) of the specimen were perpendicular to the compression (z axis), whereas surfaces y_1 , y_2 (perpendicular to y) and x_1 , x_2 (perpendicular to x) were parallel with the compression direction (see Figure 3).

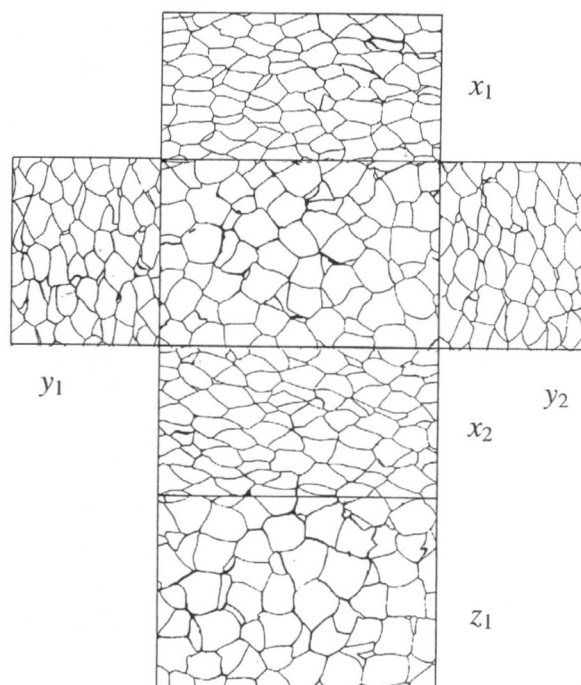


Fig. 3: Unfolded surface of sample B.

2.2 Grain volume measurement

In order to determine the volume distribution of pellets, weights of randomly chosen 147 items were measured. From these weights and known specific gravity of 1.40 g/cm³, pellet volumes were estimated. As shown in Figure 4, the corresponding volume distribution is rather

narrow; the true mean pellet size is 133 mm^3 with the standard deviation of 16 mm^3 . Pellets are incompressible.

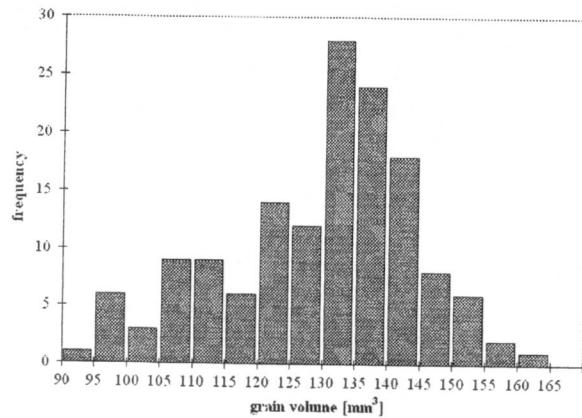


Fig. 4.: The histogram of the grain volumes

2.3 Profile area measurement

Images of sample sides were magnified $3\times$, a rectangular region of suitable area was selected and the number of profiles inside of this region was counted.

Table 1. The mean profile areas for all faces of the both sample

face	area [mm ²]	number of profiles	mean profile area Ea [mm ²]
sample A			
z_1	1344	50	26.9
z_2	1344	37	36.3
y_1	556	33	16.8
y_2	556	31	17.9
x_1	611	39	15.7
x_2	611	44	13.9
sample B			
z_1	1156	47	24.6
z_2	1156	39	29.6
y_1	533	34	15.7
y_2	533	34	15.7
x_1	867	52	16.7
x_2	867	57	15.2

Table 2. The total profile area for different directions

perpendicular to	mean profile area Ea , [mm ²]	number of profiles per unit area N_A , [mm ⁻²]
sample A		
x	14.8	0.068
y	17.3	0.058
z	31.6	0.032

sample B		
x	15.7	0.064
y	15.9	0.063
z	27.1	0.037

The Gundersen rule was used for the edge correction. Tables 1 and 2 display the results of this analysis.

The mean (geometric) number of profiles for sample A resp. B is 0.050 resp. 0.053 mm^{-2} . The corresponding profile area is 19.9 resp. 18.9 mm^2 .

2.4. Intercept length measurement

In surface images, grids with a line distance of 3.3 mm (in the sample unit, in $3\times$ magnified image it was 1 cm) were drawn. The number of intercepts for each line was counted. Results are summarized in Tables 3 and 4.

Table 3. The mean intercept length for all faces of the both samples

line direction	face	total line length [mm]	total number of intercepts	intercept length EL , [mm]	numbers of intercepts per unit length N , [mm ⁻¹]
sample A					
x	z_1	450	98	4.59	0.218
x	z_2	444	89	4.99	0.200
x	y_1	200	47	4.26	0.235
x	y_2	250	58	4.31	0.232
y	z_1	444	101	4.40	0.227
y	z_2	438	91	4.81	0.208
y	x_1	250	63	3.97	0.252
y	x_2	200	46	4.35	0.230
z	y_1	228	98	2.33	0.429
z	y_2	243	97	2.51	0.398
z	x_1	240	89	2.70	0.370
z	x_2	234	98	2.39	0.418
sample B					
x	z_1	317	78	4.06	0.246
x	z_2	317	66	4.42	0.226
x	y_1	146	42	3.47	0.288
x	y_2	146	37	3.94	0.254
y	z_1	315	77.5	4.06	0.246
y	z_2	320	71	4.50	0.222
y	x_1	229	55	4.17	0.240
y	x_2	229	50	4.58	0.218
z	y_1	149	59	2.53	0.395
z	y_2	149	61	2.45	0.409
z	x_1	213	85	2.52	0.398
z	x_2	213	91	2.34	0.427

Table 4. The total intercept length for different directions

lines parallel	intercept length EL , [mm]	numbers of intercepts per unit length N , [mm ⁻¹]
sample A		
x	4.54	0.220
y	4.38	0.228
z	2.48	0.403
sample B		
x	3.97	0.252
y	4.33	0.231
z	2.46	0.407

The mean (geometric) number of intercepts for sample A resp. B is 0.272 resp. 0.287 mm⁻¹. The corresponding intercept length is 3.67 resp. 3.48 mm.

2.5. Image analysis

Surfaces of sample B were digitalised and processed by a image analysis program. The area of each profile and length of each intercept were computed. Knowing these numbers we are able to estimate other characteristics of structure - CV a and CV L .

Table 5. The variation of profile areas for different directions

perpendicular to	coefficient of variation of profile area CV a .
sample B	
x	0,57
y	0,51
z	0,60

Table 6. The variation of intercept lengths for different directions

lines parallel	coefficient of variation of intercept length CV L .
sample B	
x	0,51
y	0,56
z	0,53

Values of CVs for Poisson-Voronoi tessellation are CV $a = 0.69$ and CV $L = 0.58$. Our values are less - according to fact that distribution of grain volumes is only narrow.

3. Results & Discussion

Now we must to estimate proper c' and c'' values. Using equations (3) we are able to compute corresponding c value. Mean value of parameter c for sample A is 0.657 and for sample B is 0.642.

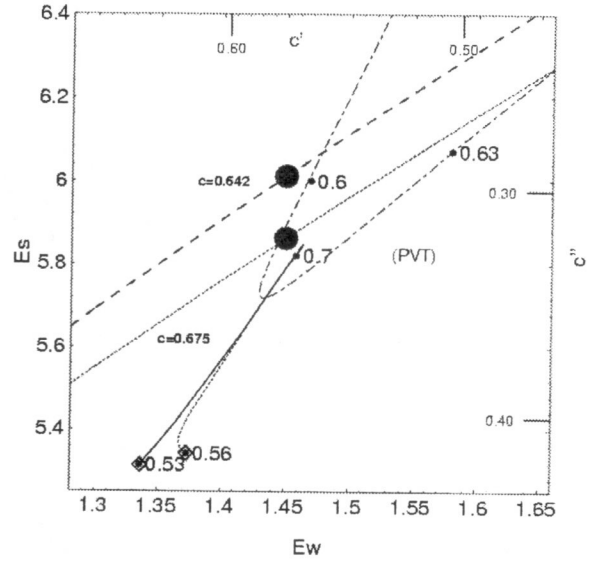


Fig. 5: Part of the w - s diagram. Lines denotes tessellations based on different point processes. Line labels defines CV a . Top dashed resp. bottom line corresponds with $c = 0.675$ (sample A - bottom line) resp. $c = 0.642$ (sample B - top line). The circles indicate points in w - s diagram corresponding with our experimental structures. The point of ASTM is away from this diagram at position $Ew = 1.16$ and $Es = 4.84$.

On the w - s diagram we can read $Ew = 1.45$ for both samples and $Es = 5.86$ (sample A) resp. 6.01 (sample B). Corresponding c' and c'' values (using equations (4) and (5) and $Ev = 1$) are $c' = 0.572$ and $c'' = 0.317$ resp. 0.294.

3.1. Grain size estimation based on profile area measurement

Formula (5) suggests the method for grain size estimation from planar sections by characteristic planes of the grain structure. The necessary values of N_A are available in the Table 2. Results for different c' (ASTM or w - s based) computed from equation (8) are presented in table 7:

Table 7. The estimated grain size by different methods from planar sections

method	c'	$N_V[\text{mm}^{-3}]$	$E_V[\text{mm}^3]$
sample A			
ASTM	0.80	0.0090	111
w-s	0.586	0.0066	154
sample B			
ASTM	0.80	0.0098	102
w-s	0.586	0.0072	141

3.2 Estimation from intercept lengths

The ASTM Standards suggests formula (7) for estimation of the grain size from intercept lengths. It is possible to use formula (9) with the value of c'' obtained from computer simulations of Voronoi tessellations similar to the examined structure. The necessary values of N_L are available in the Table 4.

Table 8. The estimated grain size by different methods from intercept lengths

method	c''	$N_V[\text{mm}^{-3}]$	$E_V[\text{mm}^3]$
sample A			
ASTM	0.566	0.0114	87
w-s	0.317	0.0064	154
sample B			
ASTM	0.566	0.0134	75
w-s	0.294	0.0070	141

4. Conclusions

The true mean grain volume as measured directly was 133 mm^3 . In the Table 8 are the values estimated from planar sections. It is obvious that the derived formula (8) combined with c' value suggested in ASTM E 112 gives a satisfactory result and using the value of c' from the Internet database brings, in this case, only a small improvement.

Values in the table 9 are based on intercept length measurement. The utilization of formula (9) and ASTM universal c'' value gives strongly underestimated result. Nevertheless, the best result returns formula (6) combined with c'' from the Internet database.

Acknowledgment

The support of the Grant Agency of the Czech Republic (grant numbers 201/03/0946 – I.S., 106/05/0550 – P.P.), of the Academy of Sciences of the Czech Republic (Institutional Research Plan

No. AV0Z10190503) and of the project MSM708835201 is gratefully acknowledged.

References:

- [1] ASTM E 112 (1996) Standard Methods for Determining Average Grain Size.
- [2] EN ISO 643 (2003) Steels - Micrographic determination of apparent grain size
- [3] Saxl I., Ponížil P.: Grain size estimation: w - s diagram. Materials Characterization 46 (2001), 113 - 118.