

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI **FAKULTA STROJNÍ**

Studijní program: B2301 Strojní inženýrství
Studijní zaměření: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Hodnocení mikrostruktury litin pro velké odlitky pomocí obrazové analýzy

Autor: **Jan PALÁN**

Vedoucí práce: **Doc. RNDr. Josef KASL, CSc.**

Akademický rok 2012/2013

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
Fakulta strojní
Akademický rok: 2012/2013

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Jan PALÁN**
Osobní číslo: **S09B0415P**
Studijní program: **B2301 Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie**
Název tématu: **Hodnocení mikrostruktury litin pro hmotné odlitky pomocí
obrazové analýzy**
Zadávající katedra: **Katedra materiálu a strojírenské metalurgie**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Literární rešerše: Mikrostruktura litiny s kuličkovým grafitem v hmotných odlitcích
2. Metody hodnocení litiny s kuličkovým grafitem - norma DIN ENISO 945-1
3. Metody obrazové analýzy a kvantitativní hodnocení struktur pomocí systému NIS ELEMENTS
4. Sestavení programu pro kvantitativní hodnocení struktur LKG v odlitcích CASTOR
5. Srovnání výsledků manuálního a automatizovaného hodnocení struktur
6. Zhodnocení možností (přesnosti, spolehlivosti, reprodukovatelnosti) hodnocení mikrostruktury metodami obrazové analýzy
7. Diskuse výsledků
8. Závěr



Rozsah grafických prací: fotodokumentace, obrázky

Rozsah pracovní zprávy: 30-40 stran

Forma zpracování bakalářské práce: tištěná/elektronická

Seznam odborné literatury:

- Píšek, F. et al.: Nauka o materiálu, I/4. Praha 1975
- Pluhař, J., Koritta, J.: Strojírenské materiály. 2. vyd., SNTL Praha, 1977
- Ptáček, L. a kol.: Nauka o materiálu II. CERM, s.r.o., Brno 2002
- Skočovský, P., Šimann, I.: Štruktúrna analýza liatin. ALFA Bratislava, 1989
- Skočovský, P., Podrábský, T.: Grafitické liatiny. EDIS ŽU, Žilina 2005
- Norma DIN ENISO 945-1
- NIS-Elements 3.0, uživatelská příručka programu obrazové analýzy, Laboratory Imaging, s.r.o.

Vedoucí bakalářské práce: Doc. RNDr. Josef Kasl, CSc.


Škoda Výzkum, s. r. o.

Konzultant bakalářské práce: Doc. RNDr. Dagmar Jandová, Ph.D.


Katedra materiálu a strojírenské metalurgie

Datum zadání bakalářské práce: 24. září 2012

Termín odevzdání bakalářské práce: 28. června 2013


Doc. Ing. Jiří Staněk, CSc.
děkan




Prof. Ing. Václav Mentl, CSc.
vedoucí katedry

V Plzni dne 24. září 2012

ANOTAČNÍ LIST BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

AUTOR	Příjmení Palán	Jméno Jan	
STUDIJNÍ OBOR	3911T016 „Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie“		
VEDOUCÍ PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Doc. RNDr.KASL, CSc.	Jméno Josef	
PRACOVISŤE	ZČU - FST - KMM		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Hodnocení mikrostruktury litin pro velké odlitky pomocí obrazové analýzy		

FAKULTA	Strojní	KATEDRA	Katedra materiálu a strojírenské metalurgie	ROK ODEVZD.	2013
----------------	---------	----------------	------------------------------------------------------	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	64	TEXTOVÁ ČÁST	64	GRAFICKÁ ČÁST	0
---------------	----	---------------------	----	----------------------	---

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Bakalářská práce ověřuje možnosti použití metod obrazové analýzy, které slouží k určení jakosti ve hmotných odlitcích. Poznátky slouží především jako návod pro správné použití softwaru. Práce byla vytvořena na základě značné subjektivity vizuální kontroly.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	Litina s kuličkovým grafitem, obrazová analýza, manuální hodnocení struktur, automatizované hodnocení struktur.

SUMMARY OF BACHELOR SHEET

AUTHOR	Surname Palán	Name Jan	
FIELD OF STUDY	3911T016 „Materials Engineering and Engineering Metallurgy”		
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Doc. RNDr.KASL, CSc.	Name Josef	
INSTITUTION	Faculty of Mechanical Engineering		
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	Cast-irons mikrostructure evaluation for large castings whit a help of the image analysis		

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	Material Science and Techology	SUBMITTED IN	2013
----------------	------------------------	-------------------	--------------------------------	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	64	TEXT PART	64	GRAPHICAL PART	0
----------------	----	------------------	----	-----------------------	---

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	This bachelor project verifies possibilities of using the methods of image analysis which is used to determine the quality of the tangible castings. The finding primarily serves as a guide for proper use of the software. The work was created on the basis of significant bias of visual control.
KEY WORDS	Cast iron with spheroidal graphite, image analysis, manual evaluation of structures, automated structure evaluation.

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě bakalářskou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni. Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně, s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské/diplomové práce.

V Plzni dne:

.....
podpis autora

Obsah

1. Úvod.....	5
2 Mikrostruktura litiny s kuličkovým grafitem v hmotných odlitcích	7
1.1 Krystalizace litiny s kuličkovým grafitem a její vliv na mikrostrukturu.....	8
1.1.1 Nukleace primárního austenitu.....	9
1.1.2 Nukleace grafitického eutektika s kuličkovým grafitem.....	9
1.1.3 Grafitizace v tuhém stavu.....	11
1.2 Vliv strukturních složek na vlastnosti litiny	15
1.2.1 Činitelé ovlivňující mikrostrukturu tvárné litiny	15
1.3 Struktura matrice litiny s kuličkovým grafitem.....	23
1.3.1 Rozdělení dle druhu matrice	24
1.4 Hodnocení struktury dle ČSN EN ISO 945 a ČSN 42 0461	28
1.4.1 Hodnocení grafitu ČSN EN ISO 945	28
1.4.2 Hodnocení perlitu a cementitu ČSN 42 0461.....	29
1.5 Příklady struktury tvárné litiny	30
2. Metody hodnocení litiny s kuličkovým grafitem – DIN EN ISO 945 – 1	32
2.1 Příprava vzorků.....	32
2.2 Hodnocení litiny s kuličkovým grafitem dle normy ASTM 562 08 DIN EN ISO 945-1	33
a. Hodnocení formy grafitu.....	33
b. „Špatné“ oblasti – strukturální heterogenity.....	33
c. Velikost grafitu	33
d. Plošný podíl perlitu.....	34
3. Metody obrazové analýzy a kvantitativní hodnocení struktur pomocí systému NIS ELEMENTS	34
3.1 Příprava snímků před hodnocením	34
3.1.1 Vliv nasvícení snímku na funkci programu	34
3.1.2 Vliv rozlišení.....	35
3.1.3 Nastavení binárního obrazu.....	35
3.2 Hodnocení struktury v odlitcích CASTOR pomocí softwaru obrazové analýzy	36
3.2.1 Hodnocení formy grafitu	36
3.2.2 „Špatné“ oblasti – strukturální heterogenity	43

3.2.3	Hodnocení velikosti grafitu	46
3.2.4	Hodnocení plošného podílu perlitu	47
4	Sestavení programu pro kvantitativní hodnocení struktur v odlitcích CASTOR.....	54
4.2	Předmět postupu	54
4.3	Termíny a definice potřebné pro ovládání programu	54
4.4	Hodnocení v programu NIS Elements AR 4.11	55
5	Srovnání výsledků manuálního a automatizovaného hodnocení struktur v LKG v odlitcích CASTOR	56
	Hodnocení struktury LKG v odlitcích CASTOR.....	56
5.1	Srovnání výsledků měření formy grafitu v odlitcích CASTOR	57
	Výsledky vizuální komparativní metody	57
5.2	Srovnání výsledků měření heterogenit a „špatných oblastí“ v odlitcích CASTOR ..	58
5.3	Srovnání výsledků měření velikosti grafitu v odlitcích CASTOR	58
5.3.1	Výsledky hodnocení velikosti grafitu	59
5.4	Srovnání výsledků měření plošného podílu perlitu v odlitcích CASTOR	59
5.4.1	Výsledky manuálního hodnocení plošného podílu perlitu	60
5.4.2	Srovnání výsledků automatizované a vizuální kontroly plošného podílu perlitu	61
6	Zhodnocení možností hodnocení mikrostruktury metodami obrazové analýzy	61
7	Shrnutí výsledků.....	62
8	Závěr.....	63

Přehled použitých zkratk a symbolů

LKG – Litina s kuličkovým grafitem

ŘEM – Řádkovací elektronový mikroskop

EDX – Elektronová energiově disperzní mikroanalýza rentgenového záření

LLG – Litina s lupínkovým grafitem

VZÚ- Výzkumný a zkušební ústav

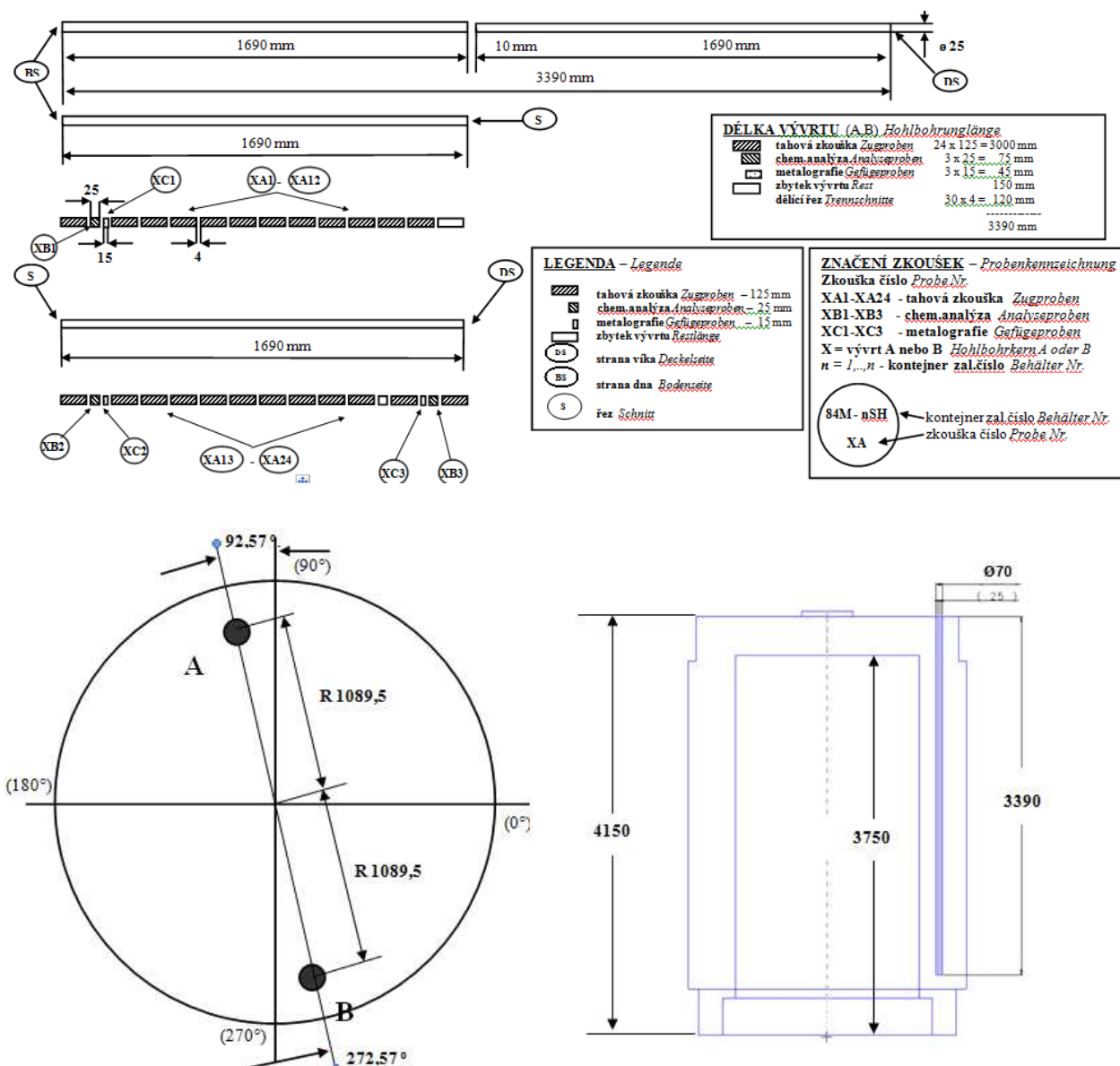
Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat všem osobám, jenž se podíleli jakkoli při zpracování této bakalářské práce. V první řadě panu Doc. RNDr. Josefu Kaslovi, CSc. a paní Bc. Evě Fikrlové, tito lidé mi byli nápomocni v rámci celé bakalářské práce a poskytli veškeré potřebné materiály pro zpracování daného tématu.

1. Úvod

Cílem bakalářské práce je porovnání dvou metod kontroly mikrostruktury litiny v odlitcích CASTOR. V technické praxi je především využívána manuální, neboli vizuální komparativní kontrola. Jak již název předznamenává, kontrola je založena na porovnávání vzorků s normou. Tato metoda je značně nedokonalá, neboť výsledky jsou závislé na konkrétním hodnotiteli a jeho zkušenostech. V závislosti na nedokonalosti a zastaralosti vizuální metody, je vytvářen nátlak ze strany zákazníka na objektivizaci výsledků, která spočívá ve vývoji nových softwarů obrazové analýzy (automatizovaná kontrola). Automatizovaná kontrola LKG v odlitcích CASTOR, by měla celý proces objektivizovat a částečně eliminovat lidský faktor. Pro automatizovanou kontrolu byl použit software NIS ELEMENTS AR 4.11. Makro programu bylo navrženo panem inženýrem Brandem ze společnosti LIM pro potřeby VZÚ Plzeň. Práce by neměla obsahovat pouze srovnání těchto metod, ale i návrhy na zlepšení použitelnosti softwaru, neboť tato metoda není zcela definovaná ve smyslu normy. Norma obsahuje pouze dovětek pro automatizovanou kontrolu, který shromažďuje posbírané poznatky a doporučení. Tato doporučení byly sepsány na základě zkušeností, které byly posbírány v praxi a týkají se především přípravy snímků před samotnou automatizovanou kontrolou. Ovládání samotného softwaru není složité, avšak je třeba dobře poznat prostředí programu, zvláště z hlediska přípravy snímků.

Jak již bylo zmíněno, porovnání bylo provedeno na zkušebních vzorcích z odlitku CASTOR, jež slouží jako kontejner na ukládání vyhořelého jaderného paliva. Odlitek je vyráběn z litiny s kuličkovým grafitem. Tento druh litiny má velice dobré vlastnosti, neboť grafitické částice jsou vyloučeny ve formě kuliček a nepůsobí vrubovým účinkem na feritickou matici. Kuličkový tvar grafitu je především ovlivněn modifikací hořčíkem. Vzorky pro kontrolu mikrostruktury jsou odebírány z různých částí odlitku a musí dávat informace o dané části odlitku. Odběr vzorků je závislý na domluvě mezi zákazníkem a výrobcem a je dán výkresem, který obsahuje informace o rozložení zkoušek v odlitku (viz obrázek 1). Kontrola mikrostruktury v odlitcích CASTOR byla prováděna na devíti vzorcích ze čtyř různých částí odlitku (viz obrázek 1).



Obrázek 1: Informace o rozložení zkoušek v odlitku CASTOR – podélné vývrty z odlitku.

Na odlitku jsou vytvořeny dva podélné vývrty BS a DS (viz obrázek 1). Tyto vývrty jsou následně rozřezány pro potřeby zkoušek. Metalografickým zkouškám jsou podrobeny vývrty XC1 a XC2.

2 Mikrostruktura litiny s kuličkovým grafitem v hmotných odlitcích

Základním předpokladem pro studium krystalizace tvárné šedé litiny je rovnovážný diagram železa s uhlíkem (při koncentraci křemíku nad 2 % se uplatňuje stabilní rovnováha Fe-C-Si), jenž dává informace o rovnovážném fázovém složení daného materiálu. Struktura litiny s kuličkovým grafitem je charakteristická formou vyloučeného grafitu, který má kuličkový tvar. Jejich tvar je výsledkem modifikace a vzniku povrchového napětí mezi taveninou a grafitem. Jako modifikátor se používá hořčík nebo jeho slitiny. Hořčík však zvyšuje stabilitu karbidů, proto musí následovat grafitizační očkování. Kuličkový tvar zaručuje, že ve srovnání s litinou s lupínkovým grafitem, má litina výrazně lepší mechanické vlastnosti, jelikož částice grafitu nepůsobí vrubovým účinkem. Při dostatečném množství prvků, které podporují grafitizaci (např. Si, Al, Ni, O), grafit vzniká velice snadno. Ve větším množství se v litinách objevuje především křemík jakožto nutná grafitizační a očkovací přísada, jež se projevuje ve formě diagramu stabilní rovnováhy. Rovnovážné stavy lze sledovat dle diagramu Fe-C (viz obrázek 2), ale při větším množství Si je vhodnější použít ternární rovnovážný diagram soustavy Fe-Si-C, jak již bylo zmíněno. Ve stabilní rovnováze Fe-C-Si se uhlík vylučuje ve formě grafitu a s feritem jsou v termodynamické rovnováze. Křemík s feritem tvoří tuhý roztok, který se označuje názvem silikoferit. Množství křemíku v litině do značné míry ovlivňuje polohu eutektického bodu. Při vyšším obsahu křemíku se eutektický bod posouvá směrem doleva k nižší koncentraci uhlíku. Z praktického hlediska má tento jev význam u litin eutektických a lehce podeutektických, neboť litiny s vyšším obsahem Si a obsahem C pod 4,23 % se stávají nadeutektickými. Litina se dá posoudit dle vzorce pro stupeň eutektičnosti.

$$S_E = \frac{\%C}{4,23 - 0,27\%P - 0,297Si}$$

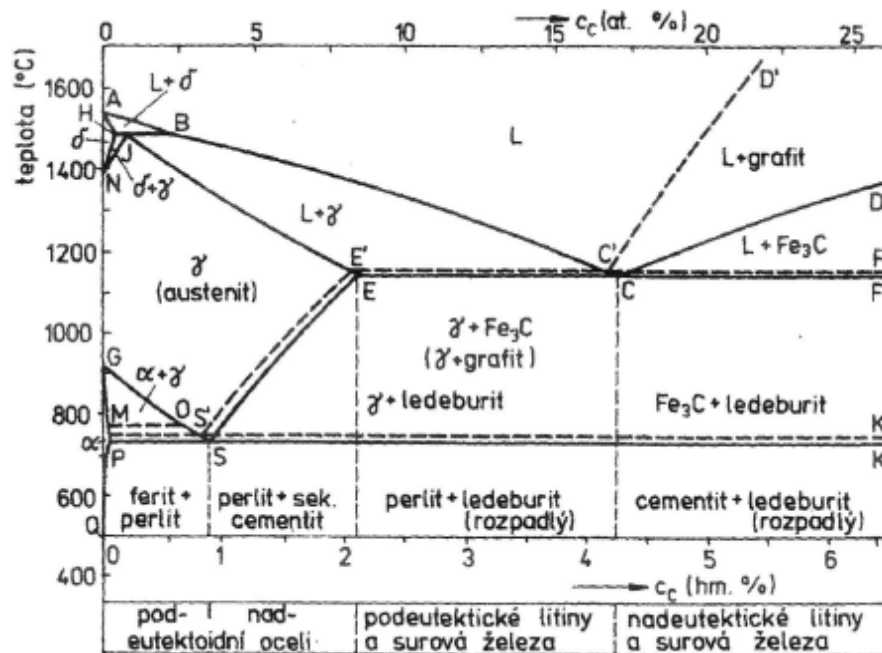
- kde C, P, Si značí obsahy příslušných prvků v hm. %

- $SE = 1$ eutektická litina
- $SE > 1$ nadeutektická litina
- $SE < 1$ podeutektická litina

Dalším kritériem pro hodnocení litin je tzv. uhlíkový ekvivalent

$$C_E = \%C + 0,3(\%Si + \%P)$$

- $CE = 4,3$ eutektická litina
- $CE > 4,3$ nadeutektická litina
- $CE < 4,3$ podeutektická litina



Obrázek 2: Rovnovážný fázový diagram Fe-C (čárkovaně) [4].

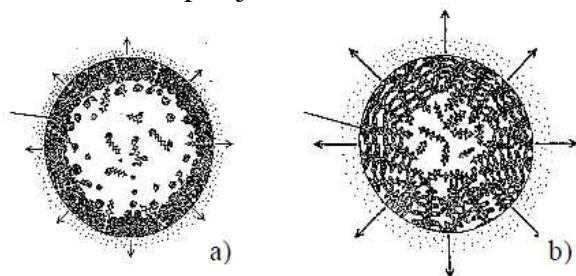
1.1 Krystalizace litiny s kuličkovým grafitem a její vliv na mikrostrukturu

Při zkoumání rovnovážné binární soustavy železo-uhlík při teplotě přibližně 20°C nad teplotou likvidu, můžeme sledovat různé rozložení částic tekutého železa a změnu jejich vzájemné vzdálenosti v závislosti na koncentraci uhlíku. Pomocí rentgenové difrakce bylo vypočteno, že do obsahu 1,8 % uhlíku v tavenině se vzdálenost a počet nejbližších sousedních částic ve vytknutém objemu zvětšuje. Tato tendence se ovšem mění s narůstajícím obsahem uhlíku. Při překročení 1,8 % C dochází k ustálení vzdálenosti sousedních částic v daném objemu, avšak počet sousedících částic se nadále zvětšuje. K zastavení zvyšujícího se počtu částic dochází při koncentraci 3,5 % C a tento stav se v intervalu do 5,5 % C nemění. Pro zpřesnění je nutno dodat, že i vzdálenost sousedních částic je v daném intervalu konstantní. Jestliže je dosaženo 3,5 % C, vznikají tzv. drobné uspořádané oblasti, které jsou bohaté na uhlík. Uspořádané oblasti (short range order regions) mají za následek zvyšování hustoty taveniny a přebytek uhlíku vytváří nehomogenitu v tavenině. Taveninu je tedy možno rozdělit do dvou pomyslných skupin v závislosti na koncentraci uhlíku v tavenině a jeho vlivu na homogenitu taveniny. Je-li obsah uhlíku v tavenině železo-uhlík menší než 3,5 %, oceli a litiny jsou v tekutém stavu mikroskopicky homogenní. Je-li obsah uhlíku v tavenině železo-uhlík větší než 3,5 %, litiny mají velké množství uhlíku, a tudíž se jedná o disperzní koloidní systémy s mikrouskupením uhlíku v tekutém roztoku. Bohužel vznik koloidních systému není zcela objasněn a předpokládá se, že se jedná o shluky (clusters) Fe_3C , či C_n , které jsou termodynamicky rovnovážné a difundují v tavenině. Zvyšující se obsah uhlíku v tavenině rovněž zpřičňuje zvýšení viskozity, což bylo potvrzeno měřeními[2].

Na tuhnutí litiny je možno nahlížet ve dvou následně jdoucích procesech. Prvním procesem je krystalizace primární fáze (austenit, grafit) a druhým procesem je krystalizace eutektika. Krystalizaci eutektika nelze považovat za pokračování primární fáze, neboť se jedná o samostatný proces, který je ovlivněn primární fází. Ovlivněn může být například vymezením prostoru pro eutektikum nebo obohacením zbylé litiny o některé prvky, které byly segregovány z primární fáze apod.

1.1.1 Nukleace primárního austenitu

Pochod je doprovázen heterogenní nukleací na cizích vměstcích a na stěnách formy. Při tuhnutí austenit vyžaduje relativně malé potřebné přechlazení a následně vytváří dendrity, které rostou od stěny odlitku směrem k tepelné ose odlitku. Tento jev se nazývá vrstvené tuhnutí. Následně mezi dendrity dochází ke vzniku grafitického eutektika. V částech, kde nedochází k dostatečně rychlému ochlazení, což můžou být střední části u tlustostěnných odlitků, roste pevná fáze v objemu taveniny před frontou tuhnutí. Ve výsledku dochází k postupnému zhušťování taveniny, až ztrácí tekutost, čili dochází k tzv. objemovému tuhnutí. Tato skutečnost vede ke vzniku mikrostaženin v dosud neztuhlé tavenině. Sklon k tzv. exogennímu (od stěny), či endogennímu (v objemu) tuhnutí je závislý na počtu krystalizačních zárodků a dalších vlivech (viz obrázek 3). Tvárná litina má větší sklon k objemovému tuhnutí, a tudíž obvykle obsahuje větší množství ředin. Během tuhnutí a krystalizace austenitu dochází k obohacování taveniny uhlíkem a její složení se stává eutektickým. V důsledku rozdílné rozpustnosti uhlíku v tavenině a austenitu vzniká koncentrační spád. Jedná se o menší koncentraci uhlíku v austenitu oproti tavenině. Koncentrační spád je dán rozdělovacím koeficientem[4, 1].



Obrázek 3: a. exogenní tuhnutí, b. endogenní tuhnutí [4].

1.1.2 Nukleace grafitického eutektika s kuličkovým grafitem

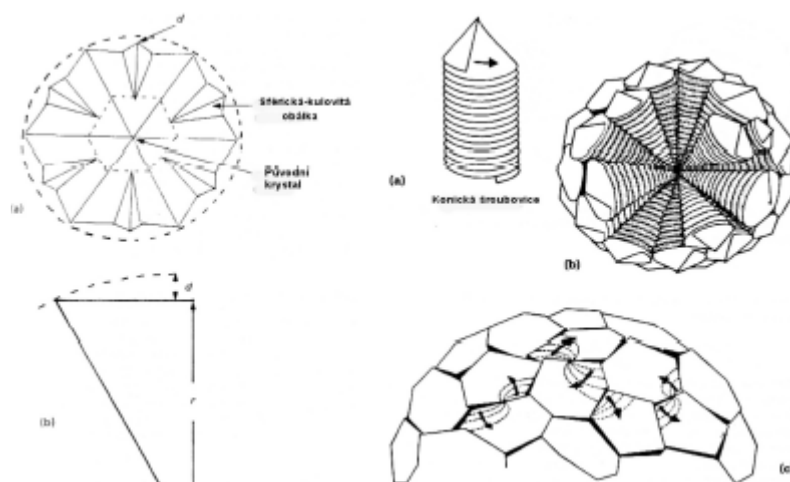
Je velice důležité sledovat problematiku nukleace a růstu grafitu. U grafitických litin mají podmínky eutektické krystalizace značný vliv také na var a rozložení grafitu a tím i na jejich vlastnosti. Při nevhodném průběhu tuhnutí může dojít k nerovnoměrnému vyloučení grafitu v celém průřezu odlitku, či ke vzniku zákalky. Všechny tyto odchylky do značné míry zhoršují kvalitu výsledné litiny, a proto je nutno předejít nevhodné nukleaci grafitu. Tuhnutí grafitického eutektika probíhá heterogenní nukleací, při níž je vedoucí fází grafit. Důležitou roli při vzniku grafitu mají zárodky na bázi oxidů, sulfidů nebo karbidů, z nichž jsou především důležité sulfidy a oxidy. Ve většině případů se používá stejného očkovačla, což ve výsledku zapříčiňuje podobný průběh mechanismu vzniku grafitického eutektika jak u litiny s grafitem lupínkovým, tak kuličkovým. K identifikaci zárodků kuličkového grafitu byla použita transmisní a skenovací mikroskopie, která měla za úkol identifikovat jednotlivé zárodky zrnitého grafitu. Tato studie prokázala existenci řady komponent, jež se vyskytují v pomyslném středu. Logicky to vedlo k závěru, že tyto komponenty mohou být hypoteticky zárodky grafitových zrn. Zde je výčet některých sloučenin, které byly vysledovány[2].

- 1) $3\text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (krystobalit)
- 2) $x\text{MgO} \cdot y\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot z\text{SiO}_2$
- 3) $x\text{MgO} \cdot y\text{SiO}_2 \cdot x\text{MgO} \cdot y\text{SiO}_2 \cdot z\text{MgS}$
- 4) MgS
- 5) $\text{Te} + \text{Mn} + \text{S}$
- 6) Sulfidy lanthanidů

Kalící zkoušky následně ukázaly, že zárodky grafitu se skládají s tzv. duplexních sulfidicko-oxidických vměstků. Velikost vměstků se pohybuje okolo 1 μ m. Při detailnějším pohledu na složení a strukturu vměstků je patrné, že vnější část je sulfidická a vnitřní oxidická. Sulfidy se vážou s prvky Ca-Mg nebo Ca-Mg-Sr. Vnější část vměstek je tvořena oxidickou vrstvou, již vykazuje složení na bázi komplexních oxidů Mg-Al-Si-Ti se spinelovou strukturou. Dalším pozoruhodným jevem bylo zjištění, že několik počátečních vrstev grafitu, které se vyskytují poblíž oxidické vrstvy, vykazují dilatovanou mřížku, což vysvětluje zvýšený počet dislokací v matici. Při shrnutí poznatků lze vyslovit obdobnou teorii pro nukleaci grafitu, jako je teorie nukleace lupínkového grafitu na oxidu křemičitém[2].

Zárodky SiO₂ vznikají vzájemnou interakcí křemíku a kyslíku v tavenině. Důležitým faktorem pro tvorbu oxidů je množství kyslíku v tavenině. Množství kyslíku je závislé na způsobu výroby taveniny. Při tavení v kuplovnách dochází k intenzivnímu okysličování kapek taveniny a v kovu je rozpuštěno podstatně více kyslíku než např. při tavení v elektrických indukčních pecích. U litin vyráběných v kuplovnách dochází snáze k nukleaci grafitu. Je důležité, aby nedošlo k přehřátí litiny, to má za následek redukci zárodků SiO₂. Tím se sníží počet grafitizačních zárodků a zvýší se sklon k zakálce. Samotné zárodky SiO₂ s výhodou vznikají na malých cizích zárodcích oxidů kovů se silnou afinitou ke kyslíku především na oxidech Al, Zr, Ca, Sr nebo Ba. Z tohoto důvodu je nutné, aby očkovač FeSi obsahoval některé z těchto prvků.

Vznik kuličkových zrn je doprovázen energeticky málo náročným pochodem vzniku jednotlivých kuliček grafitu. Každá část grafitu je postupně vytvořena jehlicovými krystaly rostoucími na všechny strany, které mají základní roviny (0001) orientovány kolmo na poloměr zrna (viz obrázek 4). Zrnitý grafit tedy nenarůstá klasickým způsobem, kde dochází k jednotlivému připojování atomů C k bazálním rovinám, ale energeticky velice nevhodným způsobem, kdy dochází k vytváření nových bazálních rovin, což je velice pomalé. Schéma růstu kuličkovitého grafitu je popsáno dle H. Morrogha a Williamse[1].



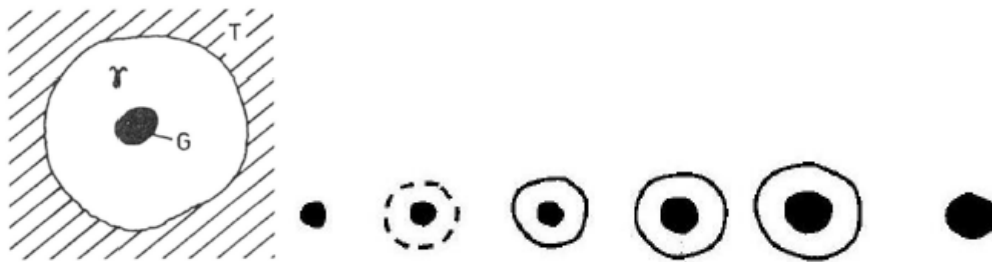
Obrázek 4: Růst zrnitého grafitu z krystalů konické šroubovice, (a) struktura konické šroubovice, (b) růst jednotek (konických šroubovic) z pomyslného středu, (c) hranice zapletené mezi jednotlivé krystalické segmenty na povrchu grafitu[2].

Pro tvorbu eutektika s kuličkovým grafitem je charakteristické větší přechlazení, které může vést k nedostatku vhodných zárodků, které vyvolávají krystalizaci lamelárního grafitu.

Větší přechlazení dále zvyšuje povrchové napětí taveniny, což bylo prokázáno Marinčekem[1]. Skutečnost, že vzniká větší povrchové napětí, je z energetického hlediska velice důležitou a nutnou podmínkou pro vznik zrnitého grafitu.

Jiný pohled na teorii vzniku zrnitého grafitu se opírá nepřímo o vznik zrnitého grafitu z cementitu. Podle této teorie nejdříve krystalizuje eutektikum austenit cementit a při jeho rozpadu vzniká zrnitý grafit. Jako hlavní důkaz relevantnosti této teorie je především možnost velice rychlého rozpadu cementitu na zrnitý grafit u temperované litiny. Tento jev je zřetelný při rychlém přechlazení litiny, kdy se projeví sklon k metastabilnímu tuhnutí. Přísady typu hořčíku a ferocilia vytváří vhodné zárodky (vměstky) k podpoře rozpadu cementitu na zrnitý grafit.

Závěrem bude popsán jasně a zřetelně průběh vzniku grafitu a následně vznik grafitického eutektika. Tvorba grafitu je podmíněna značným přechlazením pod rovnovážnou eutektickou teplotu stabilní rovnováhy pro aktivaci zárodků. Grafitové zrno začíná růst v místech, která jsou přesycena uhlíkem (např. místa, která byla podrobena primární dendritické krystalizaci austenitu). Na zárodku se utvoří sfelurický útvar, který následně slouží pro tvorbu dalších bazálních rovin. Tato skutečnost zapříčiní místní ochuzení o uhlík, což vede ke krystalizaci austenitu, jenž v sobě dokáže rozpouštět jen menší množství uhlíku v porovnání s taveninou. Austenit vytvoří jakousi obálku a oddělí tak grafit od zbylé taveniny. Tento útvar, který se skládá z grafitového jádra a austenitické obálky, se nazývá grafitické eutektikum (viz obrázek 5).



Obrázek 5: Vnik eutektické buňky[4].

Difuze nadále probíhá ve směru koncentračního spádu. Nukleace a počátek vzniku grafitu dále probíhá v tavenině, ale dále také roste grafitové zrno uprostřed eutektika. Mechanismus růstu grafitového zrna probíhá difuzí a je porovnatelný s grafitizací v tuhém stavu. Každé grafitické zrno má své pole působnosti, a pokud dojde k překrytí jednotlivých zrn, bude se dále eutektický uhlík ukládat na tato zrna. Jsou-li v tavenině oblasti, které nejsou pokryty zrny, bude zbylá tavenina tuhnout ledeburiticky. Cementitická složka ledeburitu se dále může rozpadat a vytvářet další formy přechodného grafitu. Ledeburitické oblasti se ovšem mohou zachovat a je třeba se jich zbavit, neboť jsou to koncentrátoři napětí a značně snižují kvalitu litiny.

1.1.3 Grafitizace v tuhém stavu

V dalším průběhu vzniku grafitu je nutné zmínit grafitizaci v tuhém stavu, která se také projevuje na výsledné mikrostrukturu materiálu. Mechanismus lze popsat jako přeměnu struktury metastabilní ve strukturu stabilní. V grafitických litinách je to spíše řídkým jevem a vzniká při nesprávném pochodu očkování. Pochod má hlavně význam při výrobě temperované litiny, ale hraje také roli při tepelném zpracování šedé litiny zejména pro odstranění strukturně volného cementitu. V zásadě jde o získání termodynamické rovnováhy,

kteřá je stabilnější v tuhém roztoku železa s grafitem než s cementitem. Ve stabilní rovnováze Fe-C-Si křemík dále zvětšuje nestabilitu zbytkového cementitu. Růst grafitu je složitým pochodem a můžeme ho nazvat rozpadem přesyceného tuhého roztoku, který se skládá ze čtyř po sobě jdoucích dějích[1].

1. Rozklad karbidů Fe_3C nebo i podvojných karbidů typu $(\text{Fe},\text{Me})_3\text{C}$ [1].
 - $\text{Fe}_3\text{C} \rightarrow 3\text{Fe}_a + \text{C}_{\text{gr}}$ při podeutektoidních teplotách[1].
 - $\text{Fe}_3\text{C} \rightarrow 3\text{Fe}_\gamma(\text{C}) + \text{C}_{\text{gr}}$ při nadeutektoidních teplotách[1].
2. Rozpouštění uhlíku v tuhém roztoku[1].
3. Difúze atomů tuhým roztokem ve směru koncentračního spádu[1].
4. Krystalizace grafitu na zárodcích[1].

Na grafitizaci se lze dívat jako na rozpad přesyceného tuhého roztoku, ke kterému dochází díky vyšší rovnovážné koncentraci uhlíku v tuhém roztoku, který je v rovnováze s cementitem, než je koncentrace uhlíku tuhého roztoku v rovnováze s grafitem. Existuje tedy trvalý koncentrační spád v tuhém roztoku od mezifázové hranice tuhý roztok- cementit k hranici tuhý roztok-grafit. Průběh je podobný, jako při tvorbě zrnitého grafitu. Krystalizací grafitu se odčerpávají atomy C z tuhého roztoku, který se na straně cementitu znovu sytí uhlíkem rozpouštěním cementitu. Atomy uhlíku difundují tuhým roztokem ve směru koncentračního spádu, tj. od hranice s cementitem k hranici s grafitem. Pro průběh grafitizace však může být významná také skutečnost, že měrný objem slitiny při vylučování grafitu stoupá. Difúze proto neprobíhá za izobarických podmínek, ale pod napětím, které má značný vliv na její průběh. Je však také třeba uvážit, že grafit, jehož měrný objem je ve srovnání s cementitem značně větší, tudíž potřebuje prostor pro svůj růst. Grafitizace cementitu může probíhat v teplotní oblasti rovnovážné existence austenitu podle rovnice $\text{Fe}_3\text{C} \rightarrow 3\text{Fe}_\gamma(\text{C}) + \text{C}_{\text{gr}}$ a označuje se jako první stupeň grafitizace. Jeho produktem je heterogenní struktura stabilní rovnováhy, tj. směs austenitu a temperového grafitu. Při teplotách podeutektoidních probíhá v souladu s rovnicí $\text{Fe}_3\text{C} \rightarrow 3\text{Fe}_a + \text{C}_{\text{gr}}$ druhý stupeň grafitizace, kterým vzniká rovnovážná struktura, tvořená směsí grafitu a feritu[1, str. 470, 471].

Nukleace grafitu je především závislá na stavu kovové matrice, ve které výskyt vad a defektů vytváří vhodná místa pro tvorbu grafitu. Tato místa jsou bohatší na uhlík a také představují volný prostor.

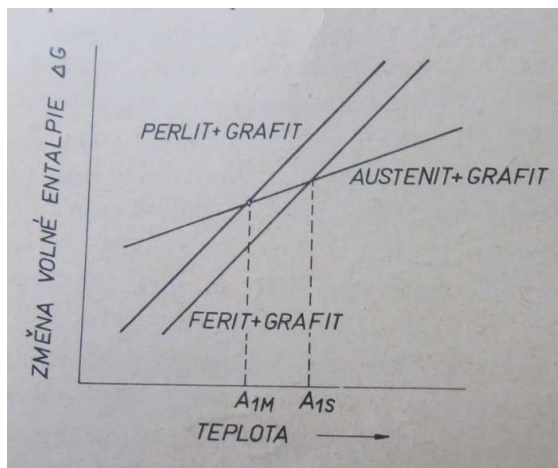
Nukleace ovšem není závislá pouze na aktuálním stavu matrice, ale také na teplotě a času. Nukleační rychlost je největší na začátku pochodu. Postupně se však zmenšuje nejen rychlost nukleace, ale dokonce i počet grafitových útvarů, což lze vysvětlit tak, že počet efektivních zárodků je výsledkem nukleace a rozpouštění zárodků. Druhý pochod v průběhu grafitizace nabývá převahy a vede ke zmenšení počtu grafitových vloček a ke zvětšení jejich velikosti. Také v těchto jevech lze spatřovat analogii s precipitačním rozpadem přesyceného tuhého roztoku. Na pochod růstu grafitu má vliv difúze, a proto jeho rychlost vzrůstá s teplotou grafitizace. Vliv rychlosti růstu grafitu na kinetiku grafitizace se zvětšuje s klesající nukleační schopností matrice. Rychlost izotermického rozpadu cementitu bývá zpravidla na začátku malá, rychle vrůstá a v převažující části pochodu zachovává konstantní hodnotu. Ke konci pochodu se rychlost grafitizace opět zmenšuje. Grafitizační pochod se však může prakticky zastavit ještě před úplným rozpadem veškerého cementitu, např. tehdy, když v průběhu grafitizace následkem vzrůstající koncentrace karbidotvorných prvků (Mn,Cr) se zbylé částice stanou termodynamicky stabilní[1, str. 472, 473].

Grafitizace se tedy skládá z dvou stupňů. V prvním stupni dochází k rozpadu ledeburitického cementitu dle zmíněné rovnice $Fe_3C \rightarrow 3Fe_7(C) + C_{gr}$. Rozpadem led. cementitu vzniká struktura, která se skládá z austenitu a grafitu. Pochod je významný zvláště pro výrobu temperované litiny; u litiny tvárné má význam při tepelném zpracování, při němž dochází k rozpadu zbylého cementitu ve struktuře. Pochod je doprovázen především tvorbou zárodků grafitu na hranici cementit-austenit. Rozpad probíhá dle exponenciální funkce, kde čas je exponenciální funkcí teploty, tudíž je snaha zvolit co nejvyšší teplotu a celý proces zrychlit. Problém však nastává při překročení $1000^\circ C$, kdy začíná vznikat nepříznivě tvarovaný temperovaný grafit lupínkového typu. Ten zhoršuje kvalitu díky jeho nepříznivému tvaru, jenž může působit vrubovým účinkem. Teplota se volí do $975^\circ C$ a v průběhu procesu se postupně snižuje.

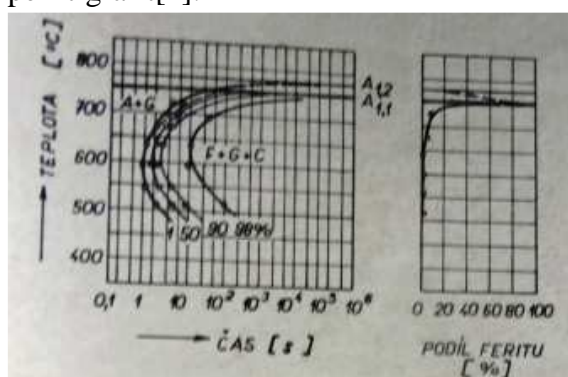
Významnou roli také hraje množství uhlíku, kdy při větším množství C vzniká také větší množství cementitu, což zhoršuje nukleační podmínky (méně hranic). Při očkování litiny se volí větší množství Si, které podmiňuje vznik zárodků a menší množství C. Významně do prvního stupně grafitizace taktéž zasahuje mangan a síra. Mangan je karbidotvorným a stabilizuje led. cementit, a tím zpomaluje celý proces. Síra se nerozpouští významně v austenitu ani v cementitu a ukládá se na hranicích zrn, čímž ztěžuje růst grafitu. Při větším množství síry má grafit velice kompaktní tvar. Rozpad, podle Drápala, je nejrychlejší při obsahu manganu cca 3 %. Rychlost grafitizace je např. zpomalována chromem, který zároveň zvyšuje stabilitu cementitu a v určitých případech brání zcela v rozpadu[1].

Druhý stupeň grafitizace hraje velice významnou roli u grafitických litin, neboť se od něj čeká výsledná struktura litiny. Druhý stupeň grafitizace dále označuje rozpad cementitu probíhající při podeutektoidních teplotách, jehož konečným výsledkem je struktura tvořená feritem a grafitem. Tuto strukturu lze ovšem také dosáhnout přímou eutektoidní přeměnou austenitu, jenž je považována za druhý stupeň grafitizace. Strukturně volný cementit se snadněji rozpadá při vyšších teplotách, tudíž ve druhém stupni grafitizace hraje spíše minoritní roli.

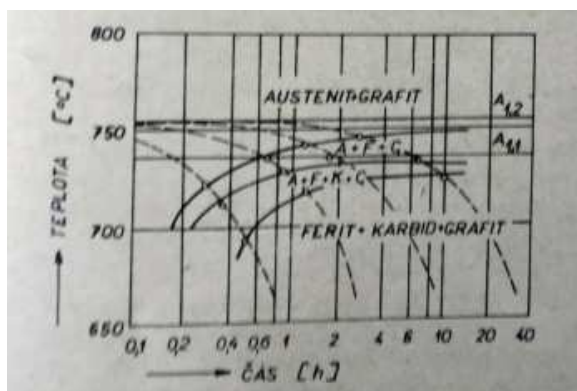
Eutektoidní přeměna austenitu s tvorbou grafitu má svůj základ opět v existenci dvojí rovnováhy v soustavě železo-uhlík. V rovnováze stabilní leží kritická hodnota teplota A_1 výše než v rovnováze metastabilní, a proto existuje teplotní oblast, ve které z hlediska termodynamické stability ještě není možný rozpad austenitu na perlit, ale je možný jeho rozpad na směs feritu a grafitu. V rozmezí teplot A_{S1} A_{1M} může se tvořit rozpadem austenitu jen směs feritu a grafitu. Při teplotách pod A_{1M} je tato směs termodynamicky rovněž příznivější, avšak z kinetických důvodů může vznikat perlit. V soustavě Fe-C-Si ještě přistupuje skutečnost, že eutektoidní teplota A_1 je u litin nahrazena oblastí rovnovážné koexistence austenitu, feritu a grafitu, jež se růstem obsahu Si rozšiřuje: vylučování feritu může začít tedy již při teplotách pod $A_{1,2}$ [1].



Obrázek 6: Schéma závislosti volné entalpie na teplotě u soustav austenit-grafit, ferit-grafit, perlit-grafit[1].



Obrázek 7: Diagram IRA litiny s 2,21% C, 1,04%Si,0,5%Mn[1]



Obrázek 8: Diagram ARA litiny s 2,63% C, 1,07%Si,0,52%Mn[1]

Kinetiku rozpadu austenitu lze sledovat obdobně jako u ocelí, pomocí transformačních diagramů izotermických nebo anizotermických[1, str. 474].

Diagram anizotropického rozpadu má ovšem větší praktický význam a dává nám možnost sledovat, jakým způsobem bude výsledná struktura vypadat. Se vzrůstající rychlostí ochlazování se teplotní interval zmenšuje a podíl feritu se též zmenšuje. Při velmi pomalém ochlazování je možno dosáhnout zcela feritické matrice. Austenitická přeměna začíná v blízkosti grafitických zrn, a to vytvářením feritických dvorců. Jestliže dojde k dosažení určitého stupně rozpadu, je možné utváření perlitu. Dalšími významné aspekty, které ovlivňují tvorbu feritu v litině, je chemické složení. Křemík význačně podporuje tvorbu feritu.

Mangan je karbidotvorný a tvorbu feritu potlačuje, přičemž podněcuje přeměnu austenitu na perlit. Síra potlačuje tvorbu feritu a rozpad austenitu začíná vylučováním cementitu. Rozpad perlitického cementitu probíhá při eutektoidních teplotách. Pochod rozpadu je doprovázen sferoidizací a hrubnutím před grafitizačním přechodem. Grafitizační pochod dále pokračuje na již existujících grafitických útvarech a atomy uhlíku se ukládají na těchto útvarech. Okolní matrice se začíná ochuzovat uhlíkem, což zapříčiňuje rozpad cementitu. Část karbidů může být zachována v přítomnosti karbidotvorných prvků. Tyto karbidy mohou být velice stabilní a část karbidů může být zachována po velmi dlouhé době žhání. Rychlost grafitizace je výraznější při teplotách $A_{1,1}$. Karbidotvorné prvky značně prodlužují proces grafitizace, protože koncentrace těchto prvků je v perlitickém cementitu větší než v ledeburitickém. Značně odlišný průběh druhého stupně nastává při kalení, kdy se vytvářejí nové zárodky grafitu. Vznikají velmi drobná uskupení grafitu, která jsou nepříznivá pro tvárnou litinu. Tento jev značně snižuje houževnatost, tvrdost a pevnostní hodnoty u tvárné a šedé litiny[1].

Grafitizaci ve druhém stupni lze tedy ať přímým rozpadem austenitu nebo nepřímo rozpadem perlitického cementitu vytvořit strukturu ve stabilní rovnováze. Vhodnou volbou chemického složení a podmínek ochlazování lze dosáhnout požadované struktury matrice: mezní požadavky jsou buď feritická nebo perlitická struktura. Pro vznik litiny s feritickou strukturou musí být dostatečně vysoký obsah Si při nízkém obsahu Mn a pokud možno bez dalších karbidotvorných prvků. Po dostatečně pomalém ochlazování nebo po izotermické prodlevě při teplotách $A_{1,1}$ vznikne litina s feritickou maticí. Přímá přeměna austenitu vyžaduje kratší dobu, než nepřímá přeměna rozpadem cementitu, vzniklého eutektoidní přeměnou austenitu[1, str. 477].

1.2 Vliv strukturních složek na vlastnosti litiny

Při posuzování vlivu feritu na mechanické vlastnosti je důležité si uvědomit, že při větším obsahu křemíku se nejedná o čistý ferit, nýbrž o substitučně zpevněný tuhý roztok křemíku ve feritu nazývaný silikoferit. Vlastnosti perlitu v litinách jsou analogické s vlastnostmi perlitu v ocelích, avšak perlit v litinách je relativně hrubší. Volný cementit je téměř vždy nežádoucí fází, která zhoršuje houževnatost a zvyšuje tvrdost. Při pohledu na strukturu litiny jakožto na kompozitní strukturu musíme uvážit, v jaké formě se ferit v kovové matici konkrétně nachází. Jestliže se nachází v eutektiku, může být z hlediska relaxace napětí užitečný, ale v primárních dendritech oslabuje pevnost, a tím pevnost litiny celé.

1.2.1 Činitelé ovlivňující mikrostrukturu tvárné litiny

Činitelů je více, z nichž nejvýznamnější jsou tři: 1. Chemické složení, 2. Zpracování roztavené litiny, 3. Rychlost tuhnutí a ochlazování pevné fáze. Jednotlivé prvky mají rozličný vliv na formu mikrostruktury litiny a dle vlivu je možno je klasifikovat[2, str. 23].

1. Primární prvky - C, Si, Mn, P a S
2. Sferoidizační (modifikační) – Mg
3. Legující prvky – Cu, Ni, Sn, Cr a Mo
4. Prvky stopové a speciálně zaměřené – As, Bi, Pb, Sb atd.
5. Perlitotvorné a karbidotvorné prvky – As, B, Cr, Sn a V
6. Plyny - H, N a O

Jakožto hlavní prvky se ve slitině vyskytují: uhlík, křemík, železo, mangan, fosfor, síra, očukující přísady a modifikační přísady. Toto řazení není však úplně exaktní, jelikož litina může být např. vyráběna z předslitin, pak se ve struktuře může objevit nikl a měď (předslitiny typu Ni – Mg A Cu – Mg). Ni a Cu mohou rovněž do litiny přejít, jako prvky legující. Mezi

hlavními prvky může být také cer (očkovadlo), či molybden, cín, titan a chrom. Poslední zmíněné prvky se mohou v litině vyskytovat jako stabilizátory perlitu, nebo jako legující přísady. Nežádoucí skupinu prvků tvoří olovo, antimon, arsen, bor, hliník, vanad, zirkon a nejdná-li se o legující přísadu též chrom, cín a titan.

Primární prvky, respektive rozhodující prvky mají nejmarkantnější vliv na mikrostrukturu tvárné litiny. Vliv jednotlivých prvků byl povětšinou sledován individuálně, přičemž vzájemné působení hraje též neméně významnou roli. Je tedy nutno se zaměřit i na komplexnější pojetí působení prvků zároveň. V následujícím textu bude chronologicky popsán vliv prvků na mikrostrukturu litiny.

1.2.1.1 Primární prvky

Uhlík

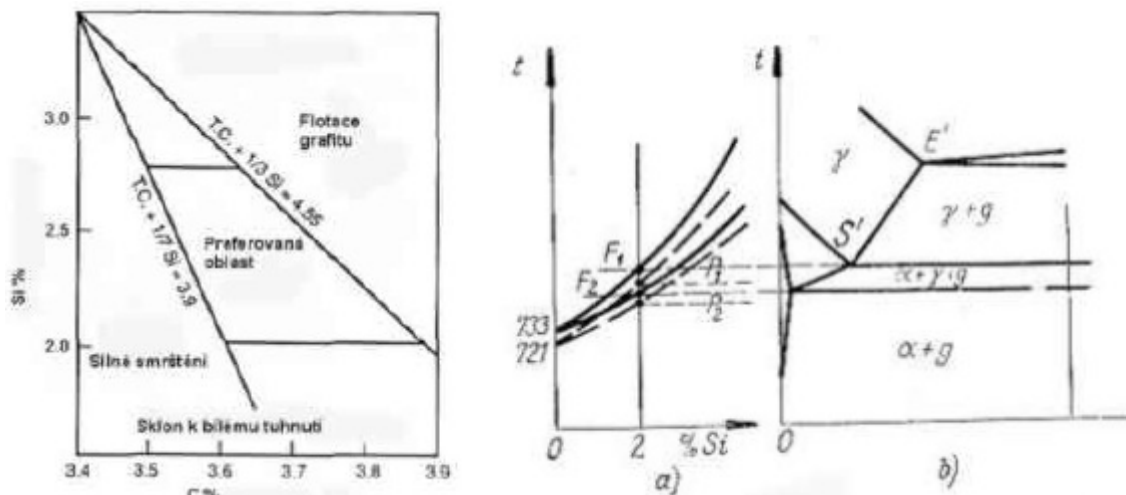
Společně s křemíkem má nejvýznamnější vliv na strukturu a vlastnosti litiny. Jak již bylo několikrát zmíněno, uhlík se vylučuje ve tvárné litině ve formě kuliček a nepůsobí tak vrubovým účinkem na základní kovovou hmotu. Uhlík značně podporuje grafitizaci a jeho větší množství značně zlepšuje útlumové vlastnosti. Čím více uhlíku se vylučuje, tím méně dochází ke smršťování, což za určitých podmínek dovoluje omezit počet nálitků, či úplně eliminovat jejich počet. Pokud tedy klesá množství uhlíku (křemíku) v litině, zvětšuje se smršťování, což klade nárok na doplňování tekutého kovu. Je možno se orientačně řídit dle Hendersonova diagramu, kdy minimální smršťování je docíleno okolo 3,9 CE (uhlíkový ekvivalent). Vysoký obsah však může zapříčinit zhrubnutí grafitu. Velikost jednotlivých zrn bývá též dosti různá a většinou nepřekročí velikost 0,4 μm [2,3].

Křemík

Prvek silně podporující grafitizaci, snižuje velikost buněk a potlačuje vznik karbidů (tento jev je však časově omezen). Při eutektoidní přeměně podporuje vznik feritu. Přítomnost křemíku snižuje eutektickou koncentraci a zmenšuje oblast stability austenitu. Křemík dále podněcuje vznik tzv. třífázového pásma, kde spolu koexistuje ferit, grafit a austenit. Též zvyšuje teploty eutektoidní transformace, což je třeba brát v úvahu u tepelného zpracování[2,3].

Uhlík a křemík (vzájemné působení)

Tyto prvky jsou silně grafitizační, tudíž větší množství zapříčiňuje růst lupínků grafitu, čímž se zhoršují mechanické vlastnosti. Uhlíkový ekvivalent má být u těchto litin, co nejmenší. Tak tomu není u litin tvárných, kde se grafit vylučuje ve formě kuliček, které nepůsobí vrubovým účinkem. Vzájemný účinek těchto prvků jde částečně popsat Hendersonovým diagramem. Tuhnutí litiny je doprovázeno objemovými změnami. Při poklesu obsahu uhlíku a křemíku v litině dochází ke smršťování a je nutno doplňovat tekutý kov. Je tedy nutné dodržovat určité množství těchto prvků[2].

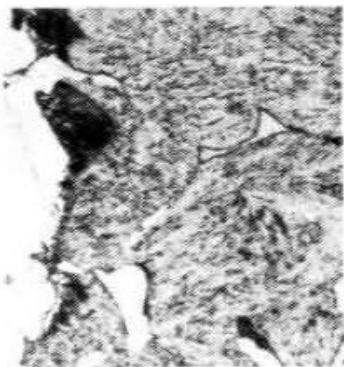


Obrázek 9: Hranice optimálního obsahu uhlíku a křemíku v tvárné litině a soustava Fe – C – Si[2]

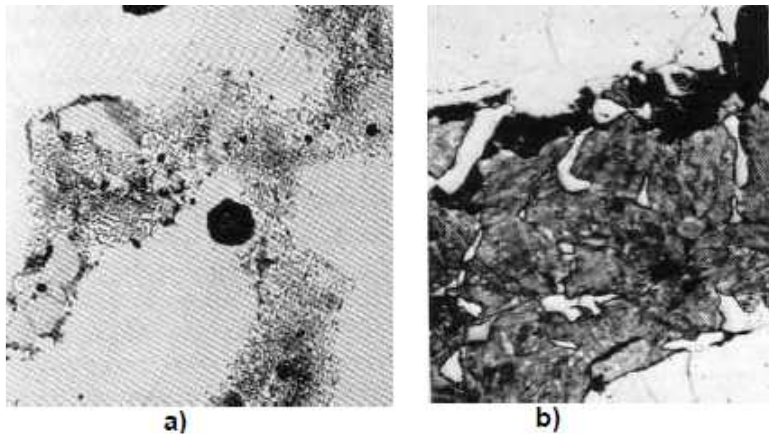
Pro tenkostěnné odlitky (pod cca 12 mm) se doporučuje CE = 4,55 %,
Pro střední tloušťku stěn (12 až 40 mm) se doporučuje CE = 4,35 až 4,45 % a
Pro tlustostěnné odlitky (nad 40 mm) se doporučuje CE = max. 4,3 %.
Pro odstředivě lité odlitky měl by být CE limitován na hodnotu max. 3,5 % , aby se zamezilo povrchovému hromadění grafitu a tím i povrchovým vadám (vrásnění) na odlitku[2].

Mangan

Pouze minimálním způsobem vstupuje do grafitizačních pochodů a při obsahu nad 0,5 % působí antigrafitizačně. Vyšší obsah, cca nad 1 %, může podporovat vznik přechlazeného grafitu. Pomalé ochlazování (u silnostěnných odlitků) může způsobit segregaci manganu v tavenině, tento mangan je afinní k uhlíku, a proto mohou vznikat tvrdé karbidy. Mangan významným způsobem ovlivňuje eutektoidní transformaci. Stabilizuje perlit, zvyšuje pevnost a odolnost proti ořezu. Tento jev se vyskytuje zejména u litin s kuličkovým grafitem. Mangan je taktéž velmi účinný a nenákladný pro zvýšení tvrdosti perlitu po normalizaci a martenzitu při kalení a popouštění tvárné litiny. Například legování 1,0 % Mn a 1,0 % Ni umožňuje normalizaci tvárné litiny s až 180 mm tloušťkou stěn na tvrdost 300 HB. Tato kombinace utváří jemné síťové karbidy na hranici austenitických buněk, které snižuje hodnoty tažnosti. Při překročení obsahu manganu nad 0,70 % (což však závisí na počtu grafitových zrn a přítomnosti dalších legujících prvků) lze vyskyt karbidického síťové očekávat[2].



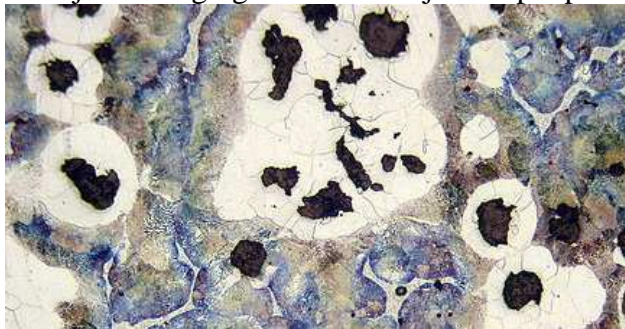
Obrázek 10: Tvorba karbidu na hranici eutektických buněk (1,02%Mn, 1,0%Ni, tloušťka stěny 180 mm), 2000 x; [2].



Obrázek 11: a, b – vzorek z tvárné litiny (Mn 1,18 %,.) ilustruje stabilitu karbidického síťoví na hranicích zrn austenitu po 4 hodinovém ohřevu na teplotě 930°C, a) – 250x, b) – leptáno 1000x; [2].

Fosfor

Fosfor jen minimálně podporuje grafitizaci. Fosfor se segreguje na hranicích zrn, kde vytváří fosfidické síťoví. Fosfidické eutektikum neboli steadit značně zvyšuje křehkost slitiny. Vznik fosfidického eutektika je značně podmíněn obsahem fosforu v tavenině. Kritické množství musí být vyšší než 0,02 % fosforu. Je tedy nutné udržovat obsah fosforu co nejnižší. Segregace eutektika je dále podporována Mo, Cr, W a V[1,2,3].



Obrázek 12: Velké množství steaditu v litině s kuličkovým grafitem[5].

Síra

Síra má značně omezenou rozpustnost a vylučuje se na hranicích zrn, kde tvoří se železem siričky FeS. Tyto siričky mají vysokou teplotu tavení a zvyšují křehkost litiny. Mn je taktéž velmi afinní k síře a vytváří se sírou MnS, tento siriček však vzniká uvnitř zrn a není nepříznivý[1,2,3].

1.2.1.2 Sferoidizační prvky

Hořčík

Přísada hořčíku vytváří vhodné vměstky, které slouží pro tvorbu kuličkového grafitu heterogenní nukleací [2].

1.2.1.3 Legující prvky

Měď

Měď mírně podporuje grafitizaci. V množství 0,5-1,5 % se používá pro stabilizaci perlitu v LKG, zvýšení mechanických vlastností a tvrdosti litiny. Zejména u LKG se s výhodou kombinuje s chromem, obvykle v poměru Cu:Cr=4:1, kdy se dosahuje perlitické struktury s jemným grafitem a vysokými mechanickými vlastnostmi. Pro legování je nutno používat velmi čistou měď bez příměsí prvků, které způsobují degeneraci grafitu[4, str. 18].

Nikl

Nikl má podobné účinky jako měď - působí mírně grafitizačně, stabilizuje perlit, zvyšuje mechanické vlastnosti, rovněž při nízkých teplotách. Pro tyto účely se přidává do obsahu až 4 %. Při obsahu nad asi 18 % (za přítomnosti Cu již od asi 13 %) nikl stabilizuje ve struktuře austenit[4, str. 18].

Chrom

Chrom je silně karbidotvorný prvek. Podporuje metastabilní tuhnutí. Zdrojem chromu bývají vsázkové suroviny - surové železo a zejména ocelový nebo litinový šrot. Chrom zjemňuje grafit, často však způsobuje vznik mezidendritického grafitu. Zvyšuje pevnost a tvrdost litiny. Pokud ve struktuře vzniknou volné karbidy, významně se zhoršuje obrobitelnost. Pro zvýšení mechanických vlastností se leguje obvykle v množství do 0,3-0,5 % Cr, sklon ke vzniku karbidů se kompenzuje mědí. Ve feritických litinách má být obsah Cr co nejnižší (< 0,04 %)[4, str. 18].

Molybden

Velmi významná, avšak velmi drahá legura. Používá se v kombinaci s jinými perlitotvornými prvky (zejména s Cr), a dále s Cu a Ni. Zvyšuje pevnost perlitické základní kovové hmoty a stabilizuje strukturu a vlastnosti litin za vyšších teplot. Snižuje citlivost struktury na rychlost ochlazování, uplatňuje se proto u odlitků s nestejně tlustými stěnami. Leguje se v množství do maximálně 0,8-1,0 % [4, str. 18].

Cín

Cín se používá se pro stabilizaci perlitické struktury zvláště u odlitků z LLG, je ho však možné použít i u LKG. Pro dosažení zcela perlitické struktury obvykle stačí množství do 0,1 - max. 0,15 % Sn. Cín zvyšuje hustotu perlitu, zvyšuje pevnost a tvrdost litiny. U LKG se pro dosažení perlitické struktury místo cínu leguje obvykle mědí do 1-1,5 % [4, str. 18].

1.2.1.4 Prvky stopové a speciálně zaměřené

Olovo a vizmut

Jsou jedněmi z nejškodlivějších prvků v grafitických litinách. Již v množství setin procenta způsobují degradaci lupínkového a v množství tisícín procenta kuličkového grafitu a snižují mechanické vlastnosti až několikanásobně. Škodlivý účinek v litinách má rovněž arsen a kadmium. Nároky na nízký obsah nečistot jsou u litin s kuličkovým grafitem podstatně vyšší, než u ostatních litin[4, str.18].

1.2.1.5 Perlitotvorné a karbidotvorné prvky

Perlitotvorné prvky

Výsledkem působení perlitotvorných prvků je zvýšení podílu perlitu ve struktuře a snížení kritické rychlosti chladnutí, nutné pro dosažení perlitické struktury. To může být zejména důležité u silnostěnných odlitků, u nichž by v důsledku pomalého ochlazení nebylo dosažení perlitické struktury možné.

Karbidotvorné prvky

Karbidotvorné prvky jako Cr, V a další s velkou afinitou k uhlíku, snižují aktivitu uhlíku v austenitu, udržují ho v tuhém roztoku až do eutektoidní teploty, a tím zabraňují vzniku feritu.

1.2.1.6 Plyny

Dusík

Do obsahu 0,002 % působí perlitotvorně, zjemňuje grafit, a tím příznivě ovlivňuje mechanické vlastnosti. Při vyšším obsahu podporuje vznik nitridů a může být příčinou bodlinatosti odlitků. Dusík bývá přítomen v kovových surovinách (zejména v ocelové složce vsázky) a legurách.

Kyslík

Kyslík je v litinách rozpuštěn do obsahu 0,01 %. Kyslík je nezbytný pro tvorbu oxidických zárodků. Jeho obsah a tedy i sklon litiny ke grafitizaci jsou do značné míry závislé na způsobu tavení. Z tohoto důvodu mívají litiny tavené v kuplovných obvykle lepší grafitizační schopnost, než při tavení v indukčních pecích.

Vodík

Podporuje vznik hrubého grafitu a zvyšuje dispersitu perlitu. Při vyšším obsahu podporuje vznik pórovitosti a zkřehnutí litiny.

V předchozí části práce byl zmíněn vliv jednotlivých prvků na litinu s kuličkovým grafitem, a to pouze v obecném měřítku. Větší pozornost je věnována vlivu mědi a manganu na parametry grafitu a mikrostrukturu tvárné litiny (LKG).

1.2.1.7 Vliv mědi a manganu na parametry grafitu a mikrostrukturu tvárné litiny (LKG).

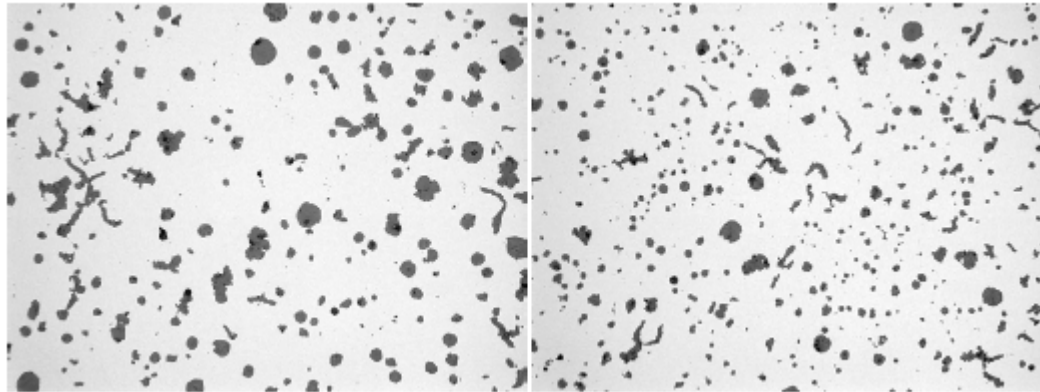
Charakteristika grafitu

EN 1563 – typ II		Parametry grafitu			Obsah prvků			
Tavba	Blok	r	R	L	C	Mn	Si	Cu
1	1	17,3	58,6	117,1	3,58	0,07	1,89	0,019
1	3	13,1	45,3	90,6	3,58	0,07	1,89	0,019
2	4	21,1	68,3	136,6	3,53	0,08	1,98	0,394
3	9	11,3	40,5	80,9	3,56	0,07	1,96	0,709
4	12	17,8	57,1	114,3	3,69	0,46	1,97	0,026
5	15	23,9	81,6	163,1	3,43	0,75	1,94	0,026

Tabulka 1: Parametry grafitu [μm] a chemické složení C, Mn, Si a Cu [hm.%] [5].

Z parametrů grafitu uvedených v tabulce 1, značí r průměrný poloměr částic grafitu, R průměrný poloměr grafitické buňky a L průměrnou vzdálenost mezi středy částic grafitu. Z měření plyne, že u nelegované tavby číslo 1 jsou střední hodnoty následující (v μm): poloměr grafitu $r = 15,2$; poloměr grafitické buňky $R = 52,0$ a vzdálenost mezi částicemi činí $L =$

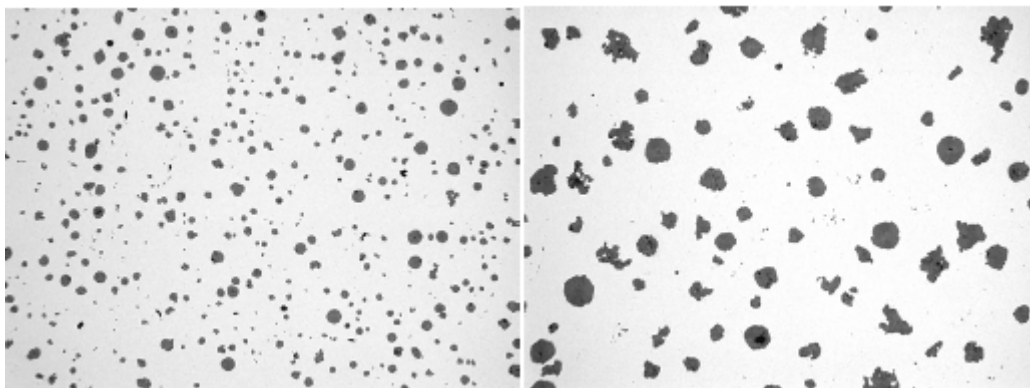
103,9. Je zajímavé, že tavenina LKG, která nebyla při odlití bloku 3 očkována, má poněkud větší hustotu částic grafitu, avšak rozdíly jsou v mezích chyb měření. Rozdíl v rozložení grafitu se mezi taveninami, z nichž byly odlity bloky 1 a 3 projevuje spíše v tom, že ve struktuře LKG, která nebyla na filtru očkována, je větší počet degenerovaných forem grafitu. Na snímcích je možné sledovat také grafit červíkový. (porovnej obrázek 13 a obrázek 14) [5].



Obrázek 13: Tavba 1/blok1: Optigran (očkovadlo) 0,3% 65x [5].

Obrázek 14: Tavba 2/blok2: Optigran (očkovadlo) 0% 65x [5].

Vliv legování taveniny LKG mědi má za následek mírné snížení hustoty částic grafitu (tj. zvýšení poloměru kuliček $r = 21,1 \mu\text{m}$ – při 0,394 hm. % Cu), avšak vyšší přísada mědi vede k výraznému zvýšení hustoty grafitických částic (tj. ke zmenšení poloměru kuliček $r = 11,3 \mu\text{m}$ – při 0,709 hm. % Cu). Vliv legování LKG manganem se projevuje tím, že hustota částic grafitu s jeho rostoucí přísadou klesá, tj. poloměr částic grafitu se zvyšuje, a to na $r = 17,8 \mu\text{m}$ – při 0,46 hm. % Mn až na $r = 23,9 \mu\text{m}$ při 0,75 hm. % Mn. Rozdíly v hustotě částic grafitu při nejvyšší přísadě mědi a nejvyšší přísadě manganu jsou názorně patrné na snímcích znázorňujících rozložení částic grafitu (viz obrázek 15 a 16 [5]).



Obrázek 15: Tavba 3/blok9: 0,71hm% Cu 65x [5].

Obrázek 16: Tavba 5/blok15: 0,75hm%Mn 65x [5].

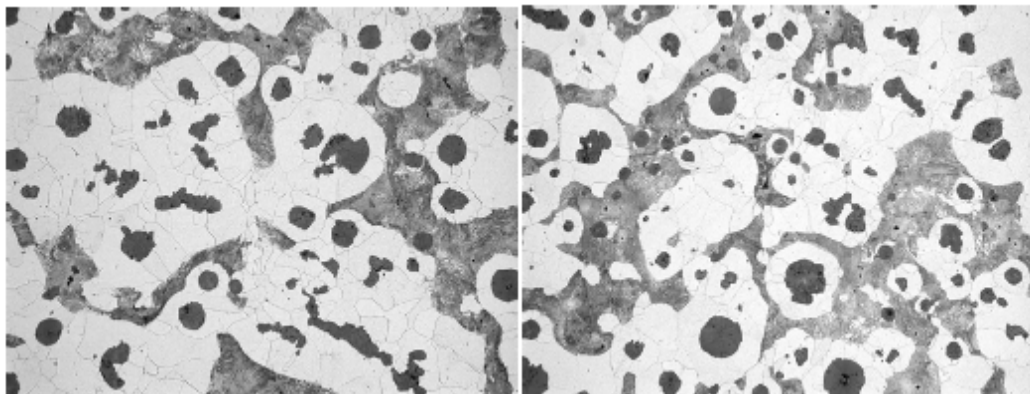
Zároveň je vidět, že při vyšších obsazích manganu jsou útvary kuličkového grafitu provázeny ve větší míře degenerovanými tvary grafitu. Výsledky experimentu tedy ukazují, že měď a mangan působí na vylučování grafitu a jeho tvorbu v tavenině LKG rozdílnými účinky [5].

Objemový podíl strukturních složek

EN 1563 – typ II		Ferit		Perlit		Grafit + mikrostaženiny		Grafit*
Tavba	Blok	x	s _x	x	s _x	x	s _x	x
1	1	69,5	3,5	19,2	3,6	11,3	1,0	8,8
1	3	66,9	2,6	21,5	2,8	11,6	0,9	8,3
2	4	21,3	3,1	68,2	3,5	10,5	1,3	9,5
3	9	9,7	0,9	80,2	1,1	10,1	0,6	7,7
4	12	48,8	2,6	40,3	2,7	10,9	1,0	9,7
5	15	19,7	2,8	71,0	3,5	9,7	1,4	8,6

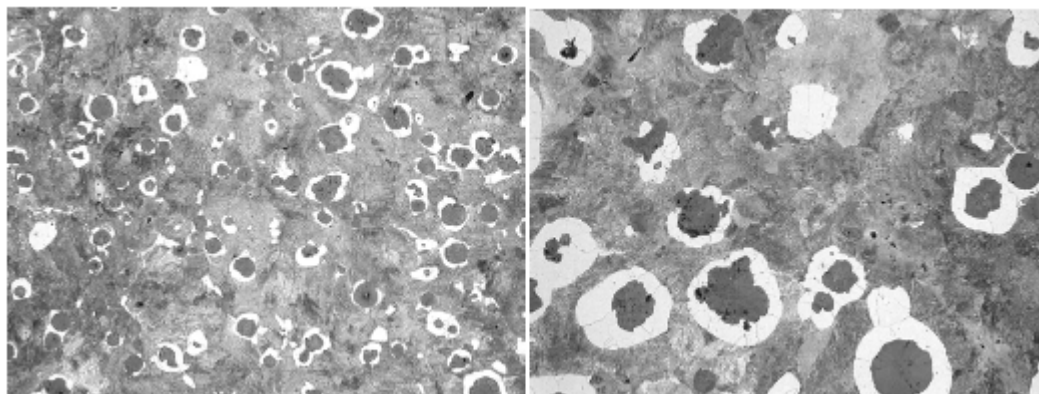
Tabulka 2.: Mikrostrukturní analýzy objemových podílů složek tvárné litiny [obj. %] [5].

Z tabulky 2 plyne, že přísada mědi do taveniny LKG má velmi silný perlitotvorný účinek. Již pouhých 0,39 hm. % Cu zvýší objemový podíl perlitu ve struktuře LKG z průměrné hodnoty 20,4 obj. %, který je charakteristický pro nelegovanou LKG, na 68,2 obj. %. Tento efekt se projeví ještě výrazněji při přísadě 0,71 hm. % Cu, které odpovídá zvýšení objemového podílu perlitu ve struktuře LKG na hodnotu 80,2 obj. % (tabulka 2, viz obrázek 18). Také přísada manganu podporuje tvorbu perlitu, avšak výsledný efekt je menší, než je tomu při přísadě mědi. Například přísadou 0,46 hm. % Mn se zvýší podíl perlitu ve struktuře nelegované LKG z 20,4 obj. % na 40,3 obj. %, tj. přibližně dvakrát, zatímco při přísadě pouhých 0,39 hm. % Cu se zvýší objemový podíl perlitu více než třikrát. Legovací přísadou 0,75 hm. % Mn k nelegované LKG se zvýší podíl perlitu za jinak stejných podmínek na 71,0 obj. %, tj. asi 3,5krát, zatímco přísadou 0,71 hm. % Cu, k téže nelegované tavenině LKG se zvyšuje podíl perlitu téměř čtyřikrát. Vliv obou prvků, tj. mědi a manganu, na tvar a hustotu částic grafitu a objemový podíl perlitu ve struktuře LKG ve stavu po odlití a ztuhnutí ve formě, tj. bez dalšího tepelného zpracování, plyne z porovnání struktur na obrázek 19 a 20. Při téměř shodném obsahu každého z prvků (0,71 hm.% Cu a 0,75 hm.% Mn) a stejném zvětšení 130×, je rozdíl v působení Cu a Mn názorně patrný. Mikrostruktura LKG byla vyvolána chemickým činidlem *Nital*[5].



Obrázek 17:Tavba 1/blok1: Optigram 0,3% 130x [5].

Obrázek 18:Tavba 2/blok2: Optigram 0% 130x [5].



Obrázek 19:Tavba 3/blok9: 0,71hm%Cu 130x [5].

Obrázek 20:Tavba 5/blok15: 0,75hm%Mn 130x [5].

1.3 Struktura matrice litiny s kuličkovým grafitem

Ze shrnutí jednotlivých poznatků vyplývá, že lze vhodným způsobem ovlivňovat výslednou strukturu a tím i mechanické vlastnosti litiny. Litiny s kuličkovým grafitem obvykle obsahují 3,2 až 4,2 % C, 1,5 až 4 % Si, 0,4 až 0,8 % Mn, pod 0,1 % P, pod 0,02 % S. Struktura matrice může být perlitická, tvořená směsí feritu a perlitu, nebo feritická. Struktura matrice je ovlivňována různorodými faktory, ze kterých jsou důležité především: složení tekutého kovu, rychlost ochlazování. Tyto faktory předurčují průběh eutektické transformace. Struktura je dále ovlivňována modifikací a očkováním, tyto procesy primárně ovlivňují krystalizaci grafitu, ale sekundárně i chemické složení. Struktura je dále ovlivňována tepelným zpracováním, kterým je možno docílit různorodých struktur. Výrazně negativním způsobem ovlivňují kovovou matici karbidické fáze (sekundární cementit). Při výrobě je nutné zvolit dobře chemické složení výchozí slitiny (která se dále modifikuje Mg) tak, aby se zabezpečila vysoká grafitizační schopnost taveniny. Tyto požadavky je možné splnit volbou vysokého množství grafitotvorných prvků – uhlíku a křemíku. Za optimální hodnoty se považuje stupeň eutektičnosti v rozmezí 0,98 a 1,05 (přibližně eutektické složení) a uhlíkový ekvivalent CE = 4,2 až 4,4 %. Informace o složení nelegovaných litin s kuličkovým grafitem z hlediska požadavků na výslednou strukturu jsou uvedené v tabulce 3 [3].

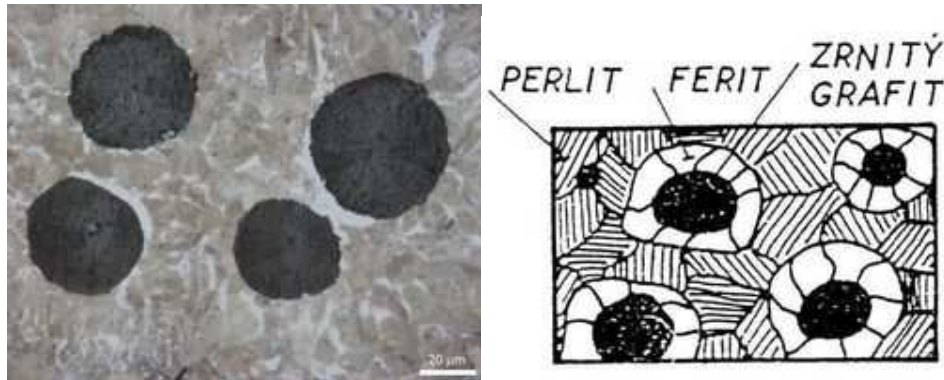
Struktura	%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Mg
Ferit v litém stavu, nebo feritizačně žíhané	<4,00	<2,5	<0,2	<0,05	<0,01	0,03 až 0,06
Ferit / perlit v litém stavu nebo po žíhání	<4,00	1,7 až 2,8	<0,3	<0,1	<0,01	0,03 až 0,06
Perlit v litém stavu nebo po normalizačním žíhání	<4,00	1,7 až 2,8	0,5 až 0,25	<0,1	<0,01	0,03 až 0,06

Tabulka 3: Struktury[3].

1.3.1 Rozdělení dle druhu matrice

1.3.1.1 Feriticko - perlitická struktura

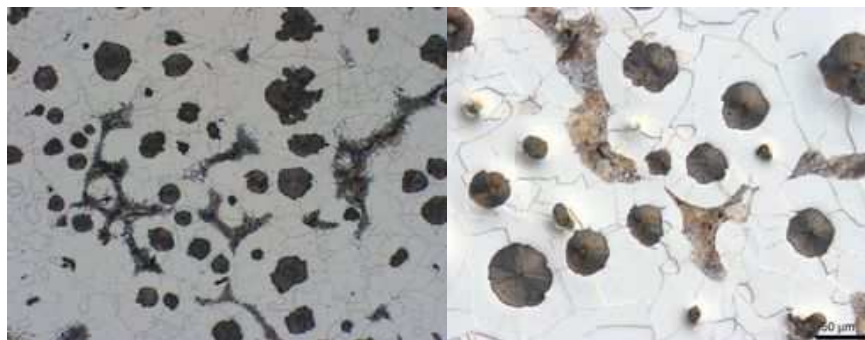
Tuto strukturu lze nazvat, vzhledem k použití, jakožto nejobvyklejší strukturu tvárné litiny. Druh feriticko-perlitické struktury vzniká běžně při tomto chemickém složení: 2,8 až 4,0 % C, 1,8 až 3,0 % Si, 0,2 až 0,8 % Mn, max. 0,2 % P, 0,01 až 0,007 % S a 0,04 až 0,12 % Mg. Feriticko-perlitická struktura se vyznačuje tím, že obsahuje větší množství křemíku a menší množství manganu. Křemík se vyskytuje v procentuelním množství v intervalu ; a mangan od 0,2 do 0,5 %. Feritická struktura se vyznačuje značnější tažností a menší pevností v porovnání s perlitickou matricí. Při zvyšování obsahu křemíku a manganu dochází ke zvyšování pevnosti, ale klesá tažnost a vrubová houževnatost. Tyto jevy probíhají, aniž by se měnila původní struktura. Naopak snižující se obsah křemíku a manganu zapříčiňuje pokles pevnosti, přičemž tažnost společně vrubovou houževnatostí roste. Z těchto poznatků lze usoudit, že optimální množství křemíku je cca 2,8 % a manganu cca 0,3 % pro feriticko-perlitickou tvárnou litinu. Litinu s takovou matricí lze používat jak v litém stavu, tak ve stavu po feritizačním vyžhání. Perliticko-feritická struktura, v níž převažující složkou je perlit, obsahuje menší množství křemíku (1,8 až 2,6 %) a větší množství manganu (0,4 až 0,8 %). Litina s takovým to podílem manganu a křemíku vykazuje velice vyrovnané mechanické vlastnosti. Zvyšuje-li se obsah křemíku i manganu tak, aby původní struktura zůstala zachována, roste poněkud pevnost litiny a tvrdost, ale snižuje se její tažnost a houževnatost. Snižuje-li se naopak mangan i křemík, pevnost nepatrně klesá, ale zvyšuje se tažnost a houževnatost. Z toho tedy plyne, že optimální množství křemíku je cca 2,4 % a optimální množství manganu je 0,6 %. Perliticko - feritickou tvárnou litinu je možno používat ve stavu po odlití, nebo je možno ji tepelně zpracovávat[2].



Obrázek 21: Litina s kuličkovým grafitem s matricí feriticko-perlitickou, s min. množstvím feritu[6].



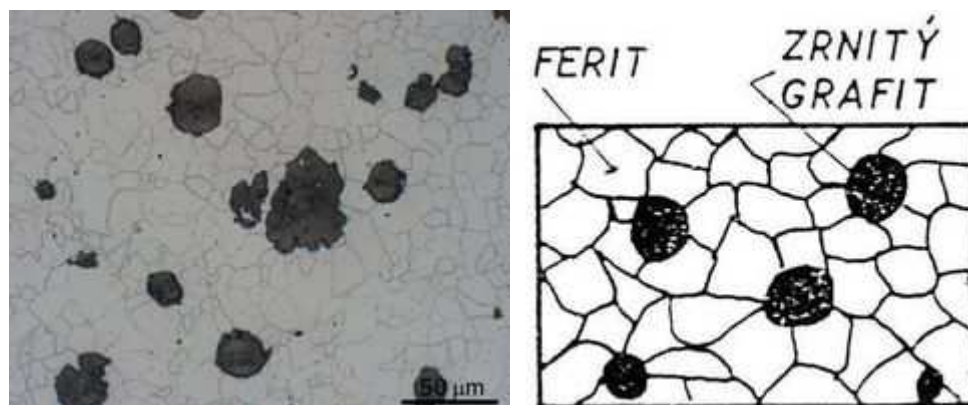
Obrázek 22: Litina s kuličkovým grafitem s matricí feriticko-perlitickou[6].



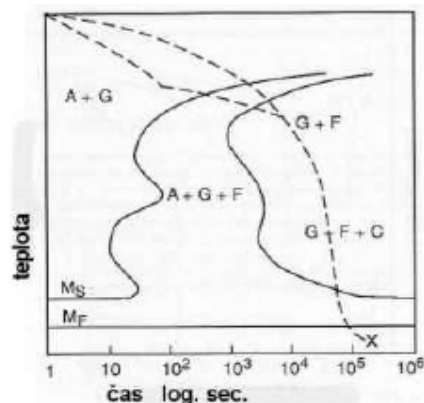
Obrázek 23: Litina s kuličkovým grafitem s matricí feriticko-perlitickou, s menším množstvím perlitu[6].

1.3.1.2 Feritická struktura

Vznik čistě feritické matrice je podmíněn zvýšeným obsahem křemíku, nebo tepelným zpracováním. Větší, či menší množství křemíku má významný vliv na pevnost litiny. Zvýšený obsah křemíku má vliv na zesílení pevnosti a tvrdosti litiny. Litiny s vyšším obsahem křemíku mají tedy vyšší pevnost a tvrdost, než-li litiny s nižším obsahem křemíku, získané po feritizačním žhání. Chceme-li naopak docílit litiny tažné a tvárné, musí být obsah křemíku, manganu a fosforu co nejmenší. Běžné feritické tvárné litiny mají následující složení: 3,2 až 3,7 % C, 1,8 až 3,0 % Si, max. 0,4 % Mn, max. 0,1 % P.



Obrázek 24: Litina s kuličkovým grafitem s matricí feritickou[6].

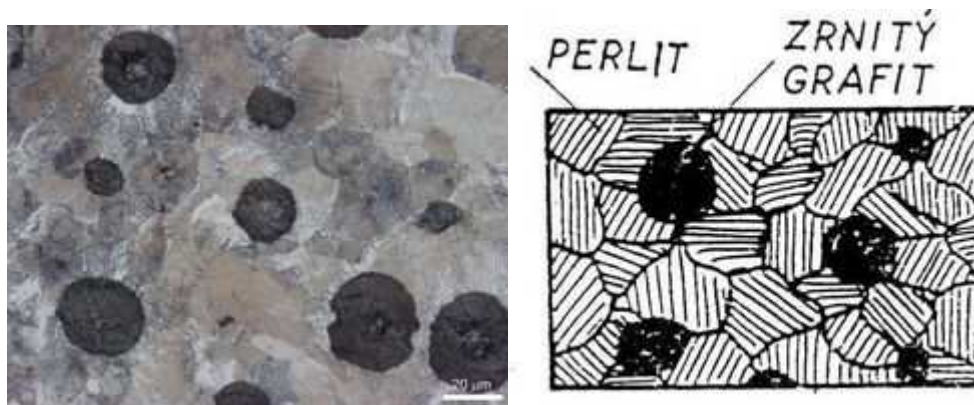


Obrázek 25: Průběh ochlazování a výsledná struktura feritické litiny[2].

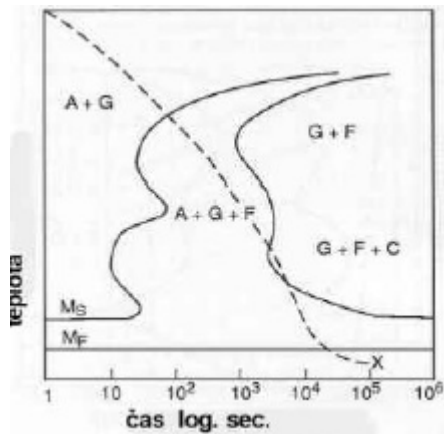
1.3.1.3 Perlitická struktura

Při pohledu na perlitickou matici je možné konstatovat, že kolem grafitových zrn (kuliček) se vyskytují tzv. feritické dvorce. Velikost těchto dvorců je závislá na chladnutí litiny. Čím pomaleji je litina ochlazována, tím jsou feritické dvorce větší. Čistě perlitickou strukturu lze získat, ale jen za velmi specifických podmínek. Aby bylo docíleno čistě perlitické struktury je nutné rychlé ochlazování a specifické složení litiny. Litina by měla mít nízký obsah křemíku a vyšší obsah manganu. Pokud jsou splněny tyto podmínky, může být matrice čistě perlitická, a to spíše v tenkých průřezích odlitku. Lze tedy tvrdit, že čistě perlitické struktury nelze docílit v rozsahu celého odlitku bez použití některých prvků. Pokud tedy dochází k rychlému ochlazování litiny, přičemž obsah křemíku a manganu je nízký, je možný vznik perlitické struktury, ale zároveň vzrůstá nebezpečí vzniku karbidů. Karbidy mají tendenci vznikat ve slabších částech odlitku, kde dochází ke značnému přechlazení, což může vést například ke vzniku cementitu. Zcela perlitické struktury bez karbidů lze docílit přísadovými prvky Cu a Sn. Tyto prvky značně potlačují přímou i nepřímou feritizaci. Účinek prvků může být popsán takto.

Měď a cín se lépe rozpouštějí v železe γ než v železe α . To znamená, že vyloučený ferit je chudší na měď a cín, než byl původní austenit. Naopak křemík je v železe α rozpustnější než v železe γ , takže vyloučený ferit obsahuje více křemíku, než ho obsahoval původní austenit. Měď nebo cín se hromadí v austenitu v těsném styku. Tím se na hranici austenitu snižuje aktivnost železa a zároveň i vylučování feritu. Jakmile dosáhne nahromadění atomů Cu nebo Sn stavu koloidního roztoku, může být zabráněno přímé feritizaci. Není-li překročena hranice rozpustnosti, může teoreticky nastat homogenizace. Pokus se týká nepřímé feritizace, je její brždění mědi a cínem mnohem méně důležité. Možná, že zpomalení nepřímé feritizace je způsobeno nahromaděním mědi nebo cínu na hranicích grafit – ferit. Toto nahromadění je způsobeno velmi pomalou difúzí mědi nebo cínu ve feritu a může brzdit růst grafitových krystalů, tj. grafitizaci a tím i feritizaci. Tento předpoklad je podporován touto okolností, že v tvárných litinách, obsahujících měď nebo cín, byla nalezena mnohem menší a méně zaoblená zrna grafitu než v tvárných litinách bez přísady těchto prvků[2, str.29].



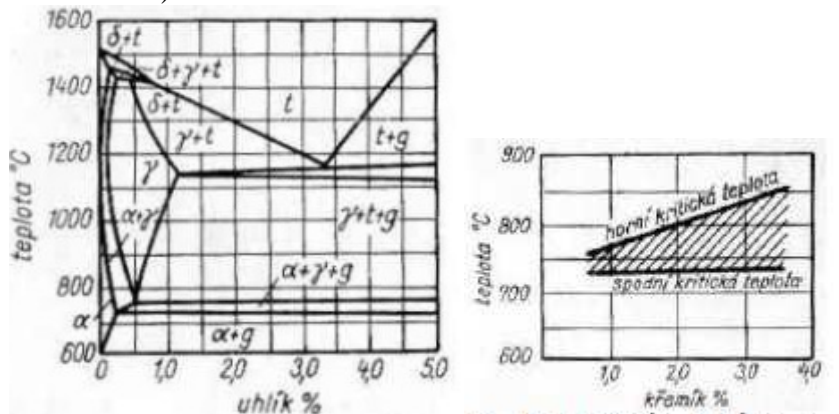
Obrázek 26: Litina s kuličkovým grafitem s matricí perlitickou[6].



Obrázek 27: Průběh ochlazování perlitické litiny[2].

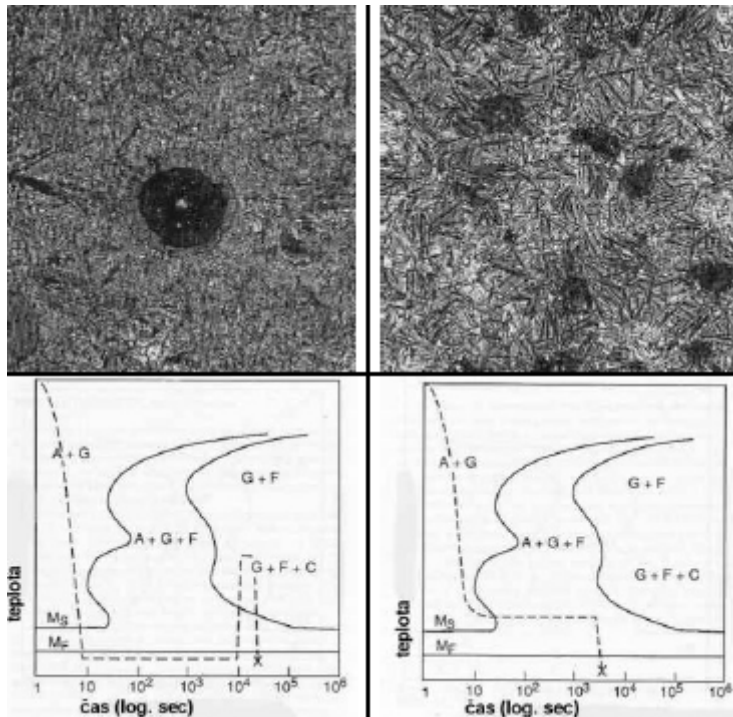
1.3.1.4 Struktura litiny po tepelném zpracování

Výběrem vhodného tepelného zpracování, či volbou vhodné legury je možné u litin dosáhnout znatelně lepší tažnosti, pevnosti a tvrdosti. Tepelné zpracování litin probíhá podobně, jako tepelné zpracování ocelí, avšak teploty se liší. Rozdíl je dán především chemickým složením, protože obsah uhlíku a křemíku je u litin jiný. Vychází se z diagramu Fe-C. V litině má podstatnou roli křemík a většinu grafitických litin je možno brát jako ternární soustavu Fe-C-Si. V takovéto soustavě je nutno uvažovat kritické teplotní rozmezí (viz obrázek 28).



Obrázek 28: Rovnovážný diagram Fe-C-Si pro 2,0 až 2,5 % Si a kritická teplotní oblast slitiny[2].

Přeměna austenitu probíhá v teplotním intervalu, v němž jsou obsaženy současně tři fáze: austenit, ferit a grafit. Uhlík kritické rozmezí moc nemění. „Zato křemík má velký vliv na horní kritickou teplotu, kdy se z austenitu začínají vylučovat ferit a grafit. Tato teplota se lineárně zvyšuje se stoupajícím obsahem křemíku. Při obsahu 0,8% Si činí horní kritická teplota 754C a při obsahu 3,2% Si již 837C. Spodní kritická teplota, při které mizí poslední zbytky austenitu, je přibližně stálá a činí 721 až 750C“[6, str. 30].



Obrázek 29: Martenzitická struktura[2].

Obrázek 30: Baititická struktura[2].

1.4 Hodnocení struktury dle ČSN EN ISO 945 a ČSN 42 0461

Norma stanovuje porovnávací etalony a způsob hodnocení struktury. Tato norma není jedinou a je vybrána vzhledem k její komplexnosti.

Norma dále stanovuje:

1. Způsob odběru a přípravy vzorku: Vzorky je možné odebírat buď z vhodného místa odlitku, ze zkušebních těles přilítých k odlitku nebo z odděleně litých těles určených pro zjišťování vlastností dané litiny [7, str.55].
2. Je-li odlitek tepelně zpracováván, odebírá se zkušební vzorek až po tepelném zpracování [7, str.55].
3. Při odebírání vzorku nesmí dojít ke změně ve struktuře zkušební vzorku [7, str.55].
4. Velikost výbrusu musí mít dostatečnou velikost, která záleží na původních rozměrech odlitku [7, str.55].
5. Výbrus musí být dokonale připraven, označen a evidován [7, str.55].
6. Místo hodnocení struktury [7, str.55].
7. Doporučená leptadla [7, str.55].

1.4.1 Hodnocení grafitu ČSN EN ISO 945

Tvar grafitu

Grafit je hodnocen dle svého tvaru do šesti základních skupin. Každému tvaru je přiřazena římská číslice, avšak ve struktuře se může vyskytovat i jiný tvar grafitu [7, str.55].

Rozložení grafitu

Norma rozlišuje pět příkladů rozložení grafitu, avšak není vyloučeno i jiné rozložení. Rozložení je děleno do pěti skupin, které jsou označeny písmeny A až E [7, str.55].

Velikost grafitu

Velikost je určována při 100x zvětšení do osmi skupin. Skupiny jsou označeny číslovkami 1 až 8 [7, str.55].

1.4.2 Hodnocení perlitu a cementitu ČSN 42 0461

Perlit se může ve struktuře vyskytovat ve dvou tvarech. Ve tvaru lamelárního perlitu označovaného P1 nebo ve tvaru zrnitého perlitu označovaného P2. Tvar se určuje podle etalonové řady 4. Obsah perlitu nebo feritu se zjišťuje při stonásobném zvětšení na třech různých místech vzorku. Z těchto tří hodnot se potom spočítá průměrná hodnota. Při výskytu obou druhů perlitu se jejich obsah stanovuje odděleně. Hodnoty se vyjadřují v procentech celkové plochy zmenšené o plochu zabírající grafitem. Hodnocení se provádí podle etalonové řady 5. Disperzita lamelárního perlitu, což je vzdálenost dvou sousedních lamel cementitu. Tato hodnota se určuje při tisícinásobném zvětšení, jako průměr tří hodnot zjištěných na třech různých místech vzorku. Disperzita se určuje podle etalonové řady 6 a určuje se u zna s největší disperzitou [7, str. 56].

Hodnocení cementitu

Obsah cementitu se také určuje na třech různých místech při stonásobném zvětšení. Stanovení se provádí podle etalonové řady 7. Obsah se určuje v procentech vztažených na celkovou plochu výbrusu [7, str. 56].

Velikost útvarů cementitu

Určuje se také jako průměrná hodnota ze tří největších útvarů na třech různých místech vzorku. Hodnocení se provádí podle etalonové řady 8 [7, str. 56].

1.4.3 Hodnocení fosfidického eutektika

Typy fosfidového eutektika

Typy fosfidového eutektika se určují při pětisetnásobném zvětšení podle etalonové řady 9 [7, str. 56].

Rozložení fosfidového eutektika

Rozložení se hodnotí při dvacetinásobném až padesátinásobném zvětšení podle etalonové řady podle etalonové řady 10 [7, str. 56].

Velikost síťové fosfidového eutektika

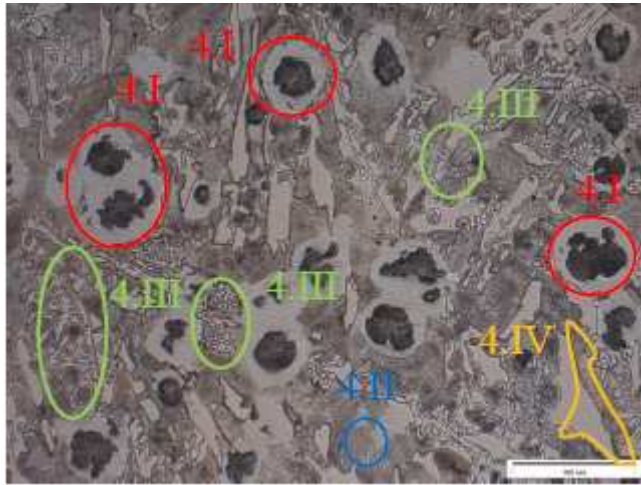
Určuje se při dvacetinásobném zvětšení podle etalonové řady 11 [7, str. 56].

Velikost útvarů fosfidového eutektika

Určuje se jako průměrná *hodnota* plochy tří největších útvarů na třech místech výbrusu při stonásobném zvětšení podle etalonové řady 12 [7, str. 56].

1.5 Příklady struktury tvárné litiny

Tvárná litina s feiticko-perlitickou matricí



Litina nevykazuje ve struktuře ideálně kuličkový tvar (4 I). Okolo zrn je vidět znatelné oduhličení, což má za následek vznik feritu viz pozice 4.IV. Ve struktuře se vyskytuje i perlit viz pozice 4. II a ledeburit viz pozice 4. III.

Obrázek 31: Tvárná litina s feriticko-perlitickou matricí[7].

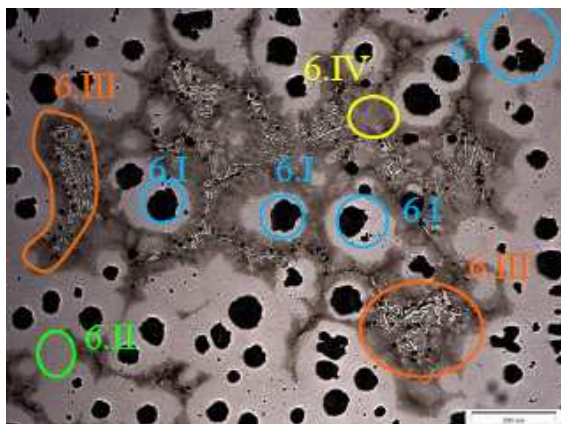
Licí vada



Vznik mikroředin je podmíněn nedostatečnou dodávkou tekutého kovu.

Obrázek 32: Licí vada[7].

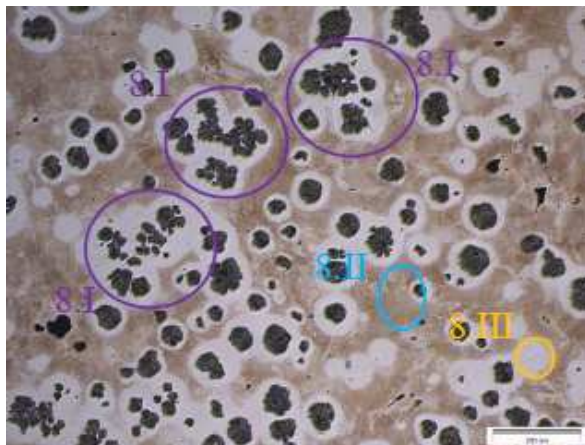
Tvárná litina s matricí feritickou



Na snímku je možno pozorovat strukturu s feritickou matricí viz pozice 6.II. Při odlévání ovšem došlo k rychlému ochlazení, což vedlo ke vzniku perlitu 6.IV a v některých částech ke vzniku karbidů(6. III).

Obrázek 33: Tvárná litina s matricí feritickou[7].

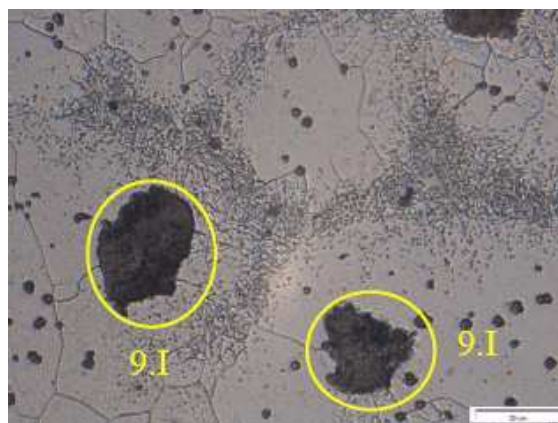
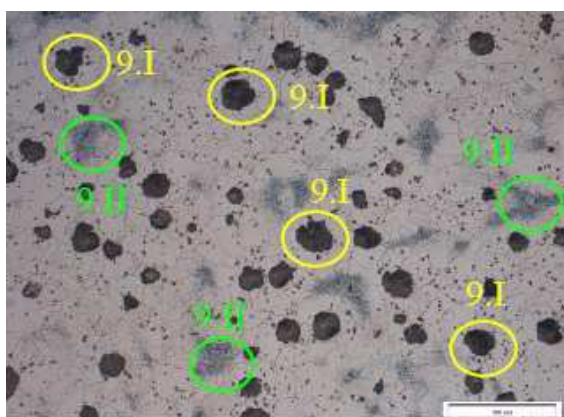
Tvárná litina s matricí perliticko-feritickou



Rozložení grafitu je relativně rovnoměrné. Pozice 8.I zobrazuje odchylku od kuličkového grafitu. Tvar je možno hodnotit jako rozpadnutý, či explodovaný. Takovýto tvar vzniká většinou špatnou modifikací. Na pozici 8. II je možno vidět perlit s malou disperzitou lamel. Pozice 8.III zobrazuje ferit.

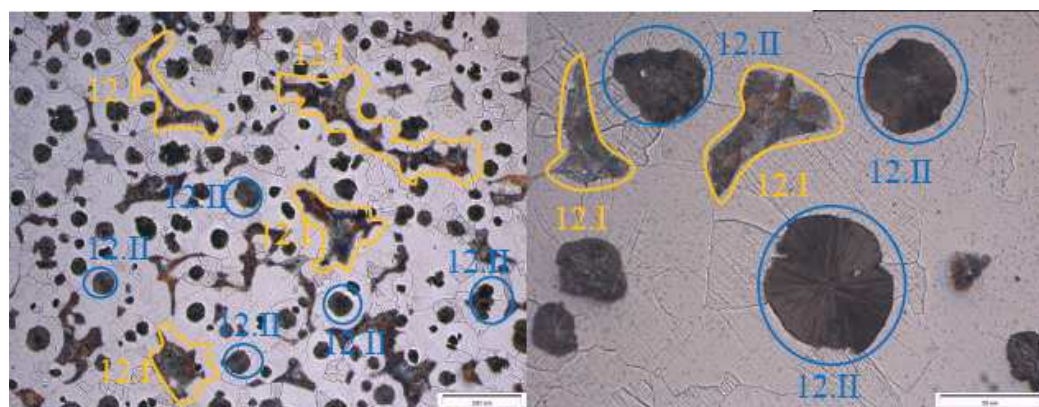
Obrázek 34: Tvárná litina s matricí perliticko-feritickou[7].

Tvárná litina s matricí feriticko-perlitickou



Obrázek 35: Tvárná litina s matricí feriticko-perlitickou[7].

Pozice 9.I zobrazuje kuličkový grafit, který je nerovnoměrně rozložen. Pozice 9.II vyobrazuje ostrůvky perlitu. Vedlejší obrázek zobrazuje detail perlitu, na kterém je vidět tepelné ovlivnění. Došlo k tzv. koagulaci lamelárního perlitu. Lamelární perlit se vlivem tepla rozpadl a vytvořil mále kulovité útvary, které ovlivňují negativně pevnost litiny



Obrázek 36: Tvárná litina s matricí feriticko-perlitickou[7].

2. Metody hodnocení litiny s kuličkovým grafitem – DIN EN ISO 945 – 1

Hodnocení litiny s kuličkovým grafitem je prováděno dle normy DIN EN ISO 945-1. Je třeba v úvodu zmínit, že norma EN ISO 945 se skládá ze dvou částí, přitom každá z nich má specifický symbol ve formě číslice za pomlčkou.

- Část 1: Klasifikace grafitu pomocí vizuální analýzy.
- Část 2: Klasifikace grafitu pomocí obrazové analýzy (Technická zpráva – jedná se pouze o návrh normy).

Úkolem práce je právě porovnání těchto dvou metod hodnocení litiny. Kontrola grafitu v litině je zpravidla prováděna vizuální metodou, která je velice subjektivní a hodnocení je ve většině případů závislé na konkrétním hodnotiteli. Na základě subjektivnosti vizuální metody jsou vytvářeny softwary obrazové analýzy, které mají lidský faktor do jisté míry eliminovat, celou proceduru zrychlit a zpřesnit. Toto zefektivnění je zvláště důležité pro technickou praxi, kde čas hraje významnou roli.

První část normy specifikuje kriteria, která slouží ke klasifikaci mikrostruktury v litině pomocí komparativní vizuální analýzy. Norma stanovuje optimální podmínky, které jsou nutné pro správné hodnocení vzorku. Jednotlivé vzorky jsou porovnávány vizuálně s normou při stonásobném zvětšení.

Smyslem druhé části normy je dát představu o tom, jakým způsobem lze postupovat při hodnocení litiny pomocí obrazové analýzy. Dovětek normy (DIN EN ISO 945-2) není matematickým vzorcem pro hodnocení litiny, nýbrž slouží jako souhrn znalostí, které mají pomoci při hodnocení. Dále obsahuje poznatky, které jsou směrodatné pro správnou funkčnost programu (vliv nasvícení, expozice, příprava snímku apod.).

2.1 Příprava vzorků

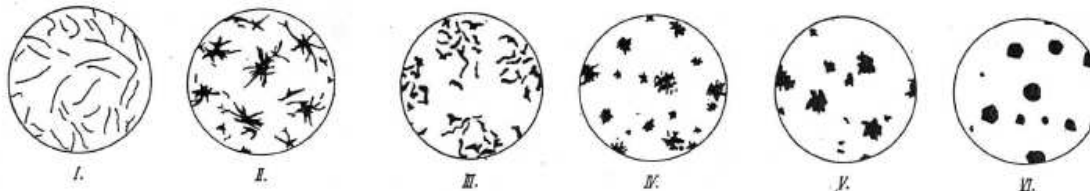
Poznatky o přípravě vzorku jsou rovněž zahrnuty v normě a je důležité tyto podmínky dodržet. V první řadě je třeba vhodným způsobem zvolit kontrolovaný vzorek. Volba vzorku závisí na domluvě mezi zákazníkem a výrobcem. Vzorek musí mít dostatečnou plochu, aby výsledek hodnocení opravdu vypovídal o dané části odlitku. Po odebrání vzorku následuje leštění, leptání a doleštění. Tato fáze je velice důležitá, protože při špatné přípravě vzorků nelze přesně rozeznávat útvary grafitu a další části, jenž jsou v litině obsažené. Software obrazové analýzy může případné nečistoty a rýhy považovat za částice grafitu vzhledem ke stejné barvě, což je nežádoucí. Přípravu vzorku lze shrnout do šesti následujících bodů:

1. Rozřez vzorku
2. Broušení
3. Leštění
4. Leptání v 3% Nitalu
5. Doleštění (při použití diamantové pasty s velikostí brusných částic 1 μm)
6. Prohlídka celého vzorku při 50x zvětšení

2.2 Hodnocení litiny s kuličkovým grafitem dle normy ASTM 562 08 DIN EN ISO 945-1

a. Hodnocení formy grafitu

Grafit je hodnocen dle dvou základních hledisek. Prvním hlediskem je jeho forma a druhým je jeho velikost. Norma DIN EN ISO 945 rozeznává šest forem grafitu (viz obrázek 39).



Obrázek 37: FORMY GRAFITU: I - lupínkový grafit, II - pavoučkový grafit, III - červíkovitý grafit, IV - vločkový grafit, V - nedokonale zrnitý grafit, VI - pravidelně zrnitý [11].

Hodnocení je prováděno na nenaleptaném výbruse. Kvalifikovaným odhadem (pomocí softwaru obrazové analýzy) se rozdělí částice do skupin dle následujících kritérií.

Kritéria: V a VI více jak 50 %, I+II+III méně jak 4 %, IV zbytek (do této skupiny patří všechny částice grafitu, které nelze zařadit do předchozích dvou skupin).

Toto hodnocení je prováděno na deseti snímcích při stejném zvětšení a osvětlení. Celkový počet částic by se měl pohybovat kolem tisíce.

b. „Špatné“ oblasti – strukturální heterogenity

Na nenaleptaném vzorku se vydělí oblasti s výskytem grafitu „IV“ s póry, vměšky a heterogenitami a stanoví se jejich plošný podíl z celkové pozorované plochy

Kritéria: méně jak 4 %

c. Velikost grafitu

Druhým hlediskem hodnocení grafitu je zařazení grafitických částic dle velikosti. Rozeznáváme osm tříd velikosti (tabulka). Tyto třídy jsou značeny arabskými číslicemi, na rozdíl od tříd forem grafitu, které jsou značeny římskými číslicemi. Norma DIN EN ISO 945-1 používá k hodnocení porovnávací snímky, které jsou srovnávány při 100x násobném zvětšení.

Třída velikosti	Rozměr při 100x zvětšení [mm]
1	≥ 100
2	50 do <100
3	25 do <50
4	12 do <25
5	6 do <12
6	3 do <6
7	1,5 do <3
8	<1,5

Tabulka 4: Rozdělení velikosti grafitu při 100x zvětšení [11].

Kritéria: 4 až 6 více jak 50%

d. Plošný podíl perlitu

Na naleptaném vzorku se vybere vhodný počet polí pro stanovení plošného podílu perlitu, přičemž jeho hodnota nesmí překročit hranici 20%.

Kritéria: méně jak 20%

3. Metody obrazové analýzy a kvantitativní hodnocení struktur pomocí systému NIS ELEMENTS

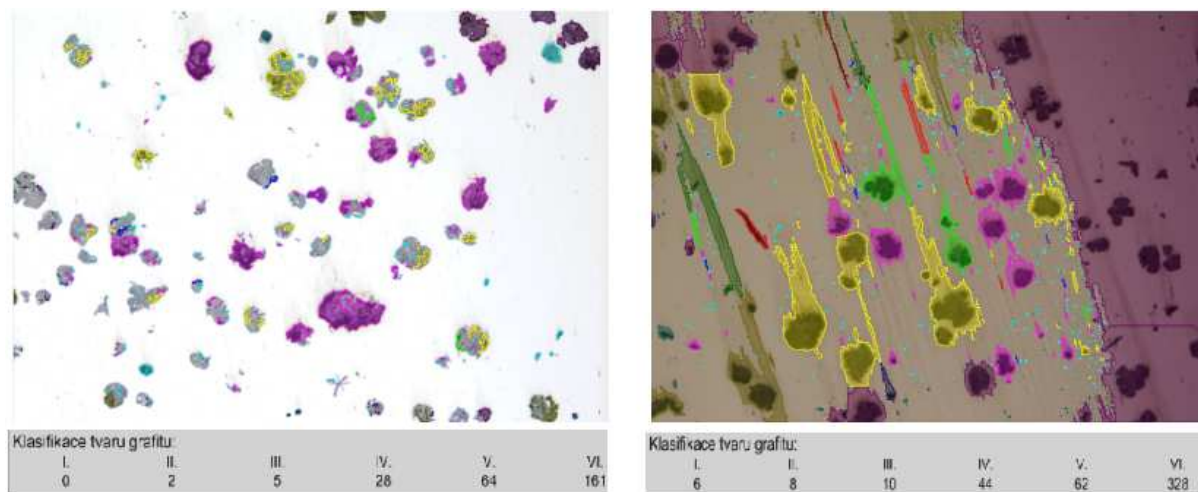
Metody obrazové analýzy jsou v praxi běžně používány, jakožto ukazatel kvality. Kvalita je předem definována jasně formulovanou normou. Kontrola kvality je často prováděna vizuálně a je třeba říci, že výsledky jsou často ovlivněny konkrétním hodnotitelem. Subjektivní charakter výsledků byl potvrzen kruhovými testy, které probíhaly v různých akreditovaných laboratořích na stejných vzorcích nezávisle na sobě. Tyto skutečnosti, do jisté míry, vyvolávají rozpaky nad relevantností výsledků vizuální kontroly, což vede k vývoji softwarů obrazové analýzy, které mají procedury objektivizovat a zrychlit. Dále je třeba zmínit, že pro potřeby vizuální kontroly v litině nebyla vydána standardní norma, ale pouze technická zpráva. Technická zpráva má označení EN ISO/TR 945 – 2 a slouží jako informativní pomůcka pro hodnocení litiny.

3.1 Příprava snímků před hodnocením

Hodnocení pomocí obrazové analýzy je prováděno pomocí metalografického mikroskopu, digitální kamery a systému NIS ELEMENTS AR 3.10. Doplněk softwaru pro hodnocení (Makro) struktury v odlitcích CASTOR, byl navržen panem inženýrem Brandem ze společnosti LIM.

3.1.1 Vliv nasvícení snímku na funkci programu

Tento faktor je velice důležitý a má významný vliv na schopnost programu identifikovat různé grafitické formy. Při různém nasvícení na nenaleptaném vzorku může být tatáž částice grafitu klasifikována různě, nebo se vlivem velkého nasvícení může ztotožnit s feritickou maticí (např. tenké částice lupínkového grafitu). Na následujícím obrázku (viz obrázek 38) je vidět dva extrémní případy nasvícení. Na prvním snímku zleva je vidět přesvícený vzorek a je patrné, že program obrazové analýzy částečně ztotožňuje matici s grafitickými zrny. Tento poznatek je možno vyzorovat i z tabulky pod obrázkem, protože počet částic grafitu na pravém snímku je značně menší v porovnání s obrázkem vpravo. Malé nasvícení způsobuje velice špatnou rozlišovací schopnost softwaru, což je možno zpozorovat na pravém obrázku. Tmavší oblasti jsou automaticky brány jakožto grafitické částice. Je tedy nutné vyzkoušet a porovnat hodnocení grafitu při různých nasvíceních a stanovit tak optimální nasvícení. V tomto ohledu lze zpozorovat jistou analogii s vizuálním hodnocením struktury, protože vliv nasvícení je opět subjektivně ovlivněn hodnotitelem. Zmíněný poznatek či fakt by mohl vést ke stanovení striktně daných podmínek nasvícení, které by byly definovány normou. Stanovení takovýchto podmínek není v zásadě složité. Jediné co by mohlo komplikovat definování nasvícení je software, který je pro danou analýzu používán. Samozřejmě v praxi je používána spousta softwarů pro hodnocení vzorků a každý může rozlišovat formu grafitu dle jiné definice. Avšak při správné definici výchozích podmínek by se subjektivnost dala do značné míry eliminovat.



Obrázek 38: Vliv špatného nasvícení při použití obrazové analýzy.

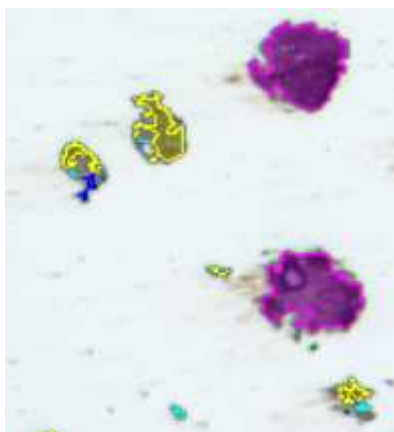
3.1.2 Vliv rozlišení

Rozlišení mikroskopu je velice důležitým faktorem pro rozlišení formy grafitu. Obecně lze říci, že by mělo být co největší. Software rozlišuje jednotlivé části grafitu na základě jejich obvodového tvaru. Při malém rozlišení jsou malé částice špatně rozlišitelné a hodnocení není relevantní (jeví se jako soubor malého počtu pixelů).

3.1.3 Nastavení binárního obrazu

3.1.3.1 Nastavení expozice

Nastavením expozice můžeme rovněž ovlivňovat schopnost programu rozlišovat detaily na sledovaném vzorku. Pokud je snímek vystaven světlu delší dobu (je přexponován), je často zahlcen světlem v jasných oblastech expozice, což vede ke ztrátě kontrastu a ostrosti. V litině se skryjí jemné detaily grafitických částic. Na obrázku 39 byla nastavena chybně expozice, a proto došlo k přexponování. Sledované detaily se pak stávají pro software špatně rozlišitelné.



Obrázek 39: Špatná expozice (přexponování).

3.1.3.2 Nastavení ostrosti

Snímek je zaostřen před vytvořením snímku. Programy obrazové analýzy ovšem umožňují zvýšit ostrost mezi bílou a černou zónou. Šedá přechodová zóna se tímto zmenšuje. Snímky,

kteří mají ostré hrany, jsou méně náchylné na změny v šedé zóně, protože jsou transformovány na černo-bílý obrázek. Tím lze zvýšit rozlišovací efektivitu.

3.1.3.3 *Nastavení snímání kamery*

Nenaleptané vzorky litiny nejsou vhodné pro barevné snímání. Snímky, které jsou snímány v šedé stupnici, mají dostačující počet detailů pro hodnocení. Pokud je používán binární obraz, potom bílá zastupuje matici a černá grafit.

3.1.3.4 *Nastavení datového formátu snímků*

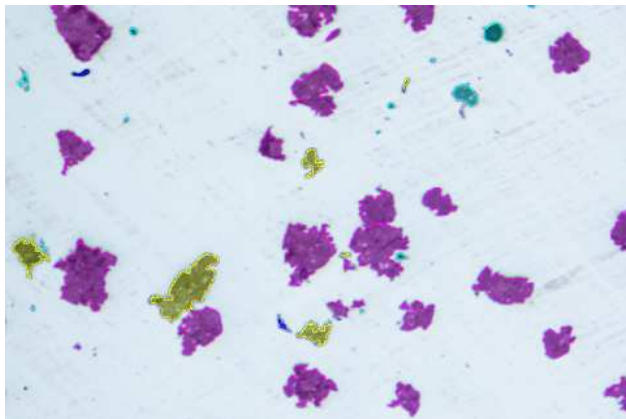
Je důležité používat formáty, které neeliminují detaily. Snímky ve formátu „tif“ nebo „bmp“ nekomprimují data a zachovávají všechny detaily, které jsou nutné pro správnou funkčnost softwaru obrazové analýzy.

3.2 **Hodnocení struktury v odlitcích CASTOR pomocí softwaru obrazové analýzy**

3.2.1 **Hodnocení formy grafitu**

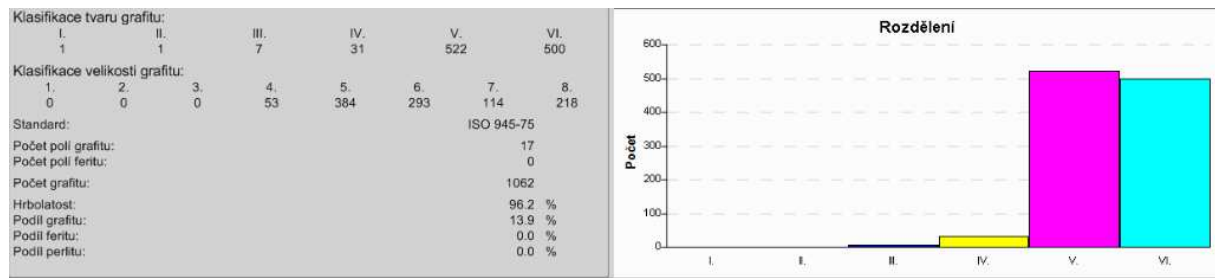
Hodnocení bylo prováděno na devíti nenaleptaných vzorcích, které byly odebrány z různých částí odlitku. Při pohledu na jednotlivé vzorky, lze pozorovat různorodé rozložení a velikost grafitických částic, což je ovlivněno především způsobem tuhnutí a chemickým složením v dané části odlitku. Rozložení grafitu se v tomto případě nehodnotí, protože není stanoveno normou DIN EN ISO 945-1.

Samotné hodnocení pomocí softwaru není složité. Prvním bodem procedury je výběr náhodného místa na sledovaném vzorku. Počet sledovaných oblastí není striktně dán, avšak počet hodnocených částic by neměl být menší než tisíc. Hodnocených oblastí (polí) bývá zpravidla kolem deseti v závislosti na rozložení a velikosti grafitických částic. Po vybrání sledované oblasti následuje příprava snímku. Tento bod procedury je velice důležitý, neboť nesprávná příprava snímku značně zkresluje výsledek měření. Je tedy důležité dodržet postup přípravy snímku. Posledním bodem procedury je vyhodnocení sledované oblasti, který probíhá zcela automaticky, nezávisle na hodnotiteli. Program automaticky provede naprahování sledované oblasti. Jednotlivé částice jsou dle svého tvaru a velikosti rozříděny do skupin, přičemž každá ze skupin má svou specifickou barvu. To nám umožňuje snadný náhled na rozřídění grafitických částic (viz obrázek 40). Je třeba zkontrolovat sledovanou oblast, protože se na snímku mohou vyskytovat jiné částice než grafit (nečistoty, vměstky, heterogenity,...), které by se nesprávně započítávaly do měření. Tyto částice se snadno z měření odstraní.



Obrázek 40: Naprahování grafitických částic a jejich rozdělení dle formy – Modrá III., Žlutá IV., Fialová V., Tyrkysová VI.

Výsledky z jednotlivých měření jsou postupně přičítány a program automaticky generuje statistiku měření, kterou je možno průběžně sledovat (viz obrázek 41).



Obrázek 41: Výsledky měření

Po dosažení patřičného množství částic, lze využít funkci export. Tato funkce slouží pro snadné extrahování výsledků z daného počtu měření. Je možno vybrat typ tohoto souboru. Pro potřeby mé bakalářské práce byla vybrána přípona pdf. Export obsahuje všechna potřebná data k určení jakosti vzorku dle normy.

3.2.1.1 Výsledky měření formy grafitu v odlitku CASTOR pomocí softwaru obrazové analýzy NIS ELEMENTS AR 4.11.

Materiál: Litina s kuličkovým grafitem

Zařízení: NIKON Epiphot 300

Hodnocení dle normy ASTM 562 08 DIN EN ISO 945-1

Kritéria: V a VI více jak 50%, I+II+III méně jak 4%, IV zbytek.

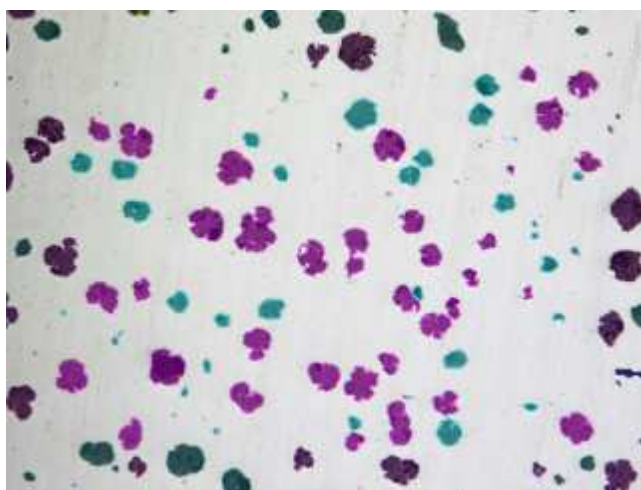
1) Vzorek 023SH L1

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Lišta“



Obrázek 42: Nenaleptaný vzorek 023SH L1 při 100x zvětšení.

Vzorek 023SH L1		
Tvar	Počet	Podíl [%]
I.	1	0,063
II.	0	0
III.	8	0,203
IV.	33	2,513
V.	358	53,805
VI.	638	43,417
VII.	0	0
Počet měřených polí		14
Počet částic		1038



Tabulka 5: Výsledky měření formy grafitu.

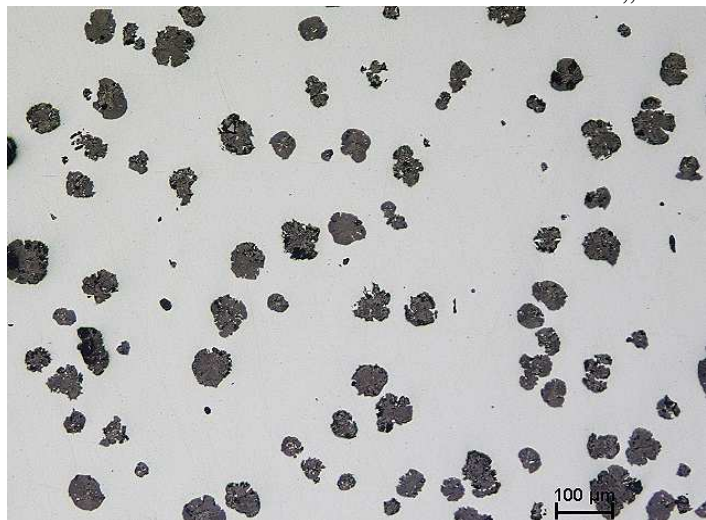
Obrázek 43: Rozdělení grafitických částic.

Výsledek hodnocení: Forma V a VI přesahuje 50% a další grafitické částice nepřesahují 4%, kritérium normy je tedy **splněno**.

Po dokončení kontroly je uživateli nabídnuta možnost exportu, kde jsou kompletně shrnuty výsledky. Export obsahuje výsledky podílu formy grafitu a výsledky hodnocení velikosti grafitu. Každý arch exportu obsahuje snímek, který byl pořízen při posledním měření a ukázkou rozdělení částic grafitu.

2) Vzorek 023SH L4

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Lišta“



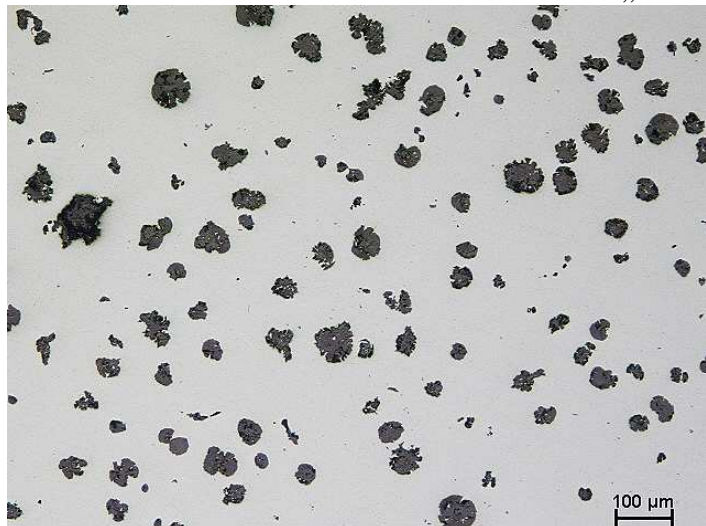
Vzorek 023SH L4		
Tvar	Počet	Podíl [%]
I.	1	0,017
II.	6	0,176
III.	9	0,321
IV.	43	1,901
V.	514	65,866
VI.	432	31,718
VII.	0	0
Počet měřených polí		12
Počet měřených		1005

Obrázek 44: Nenaleptaný vzorek 023SH L1.
Výsledek hodnocení: VYHOVUJE

Tabulka 6: Výsledky měření formy.

3) Vzorek 023SH Z1

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Z3“



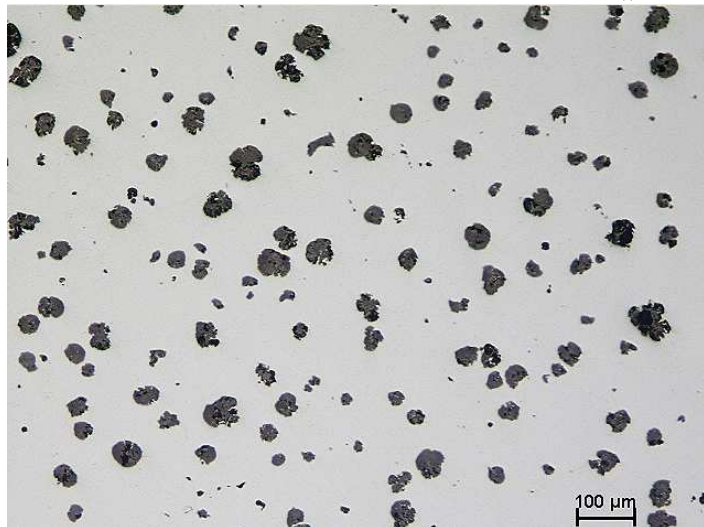
Vzorek 023SH Z1		
Tvar	Počet	Podíl [%]
I.	0	0
II.	0	0
III.	8	0,266
IV.	36	3,465
V.	384	60,02
VI.	573	36,249
VII.	0	0
Počet měřených polí		8
Počet částic		1001

Obrázek 45: Nenaleptaný vzorek 023SH Z1.
Výsledek hodnocení: VYHOVUJE

Tabulka 7: Výsledky měření formy.

4) Vzorek 023SH Z4

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Z3“



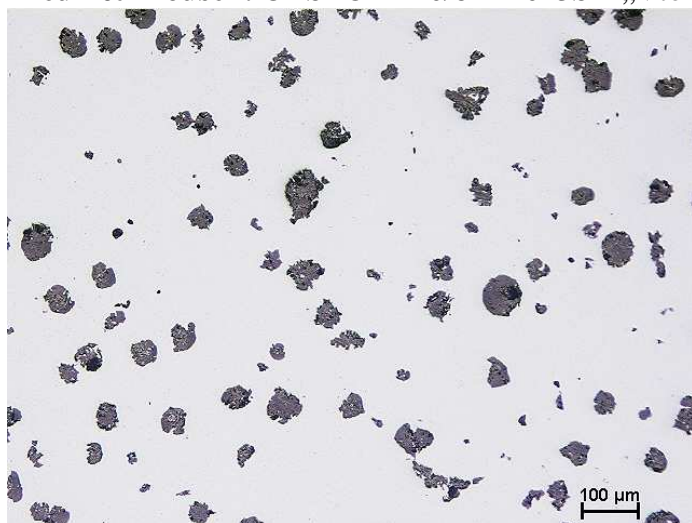
Obrázek 46: Nenaleptaný vzorek 023SH Z4.
Výsledek hodnocení: VYHOVUJE

Vzorek 023SH Z4		
Tvar	Počet	Podíl [%]
I.	0	0
II.	0	0
III.	10	0,453
IV.	32	2,943
V.	387	49,73
VI.	631	46,884
VII.	0	0
Počet měřených polí		8
Počet částic		1060

Tabulka 8: Výsledky měření formy.

5) Vzorek 023SH V1

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Vtok“



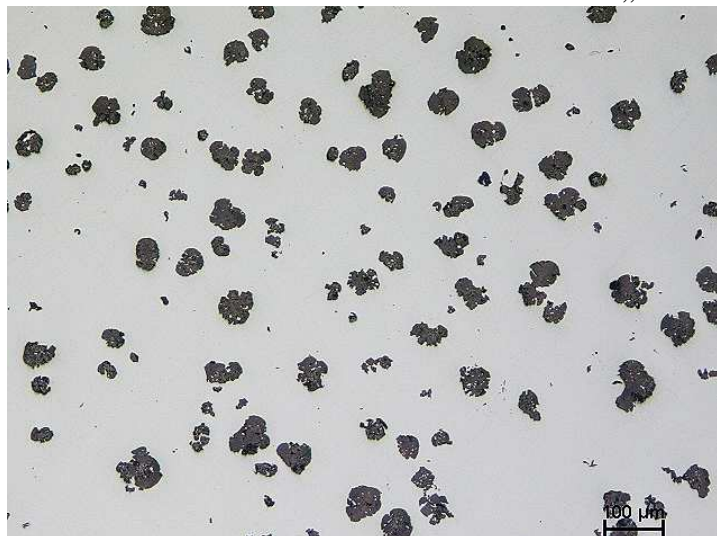
Obrázek 47: Nenaleptaný vzorek 023SH Z1.
Výsledek hodnocení: VYHOVUJE

Vzorek 023SH V1		
Tvar	Počet	Podíl [%]
I.	0	0
II.	0	0
III.	8	0,266
IV.	36	3,465
V.	384	60,02
VI.	573	36,249
VII.	0	0
Počet měřených polí		8
Počet částic		1001

Tabulka 9: Výsledky měření formy.

6) Vzorek 023SH V4

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Vtok“



Vzorek 023SH V4		
Tvar	Počet	Podíl [%]
I.	0	0
II.	2	0,061
III.	20	0,437
IV.	74	3,716
V.	559	77,415
VI.	357	18,371
VII.	0	0
Počet měřených polí		12
Počet částic		1012

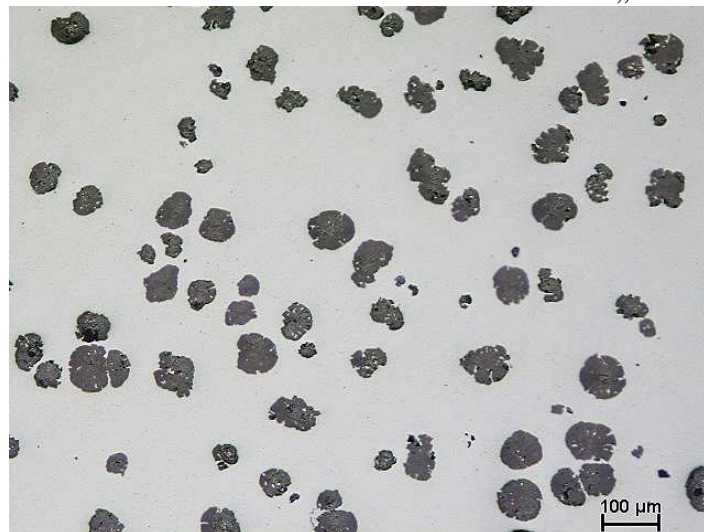
Obrázek 48: Nenaleptaný vzorek 023SH V4.
formy.

Výsledek hodnocení: VYHOVUJE

Tabulka 10: Výsledky měření

7) Vzorek 023SH AC1

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Hohlbohkern“



Vzorek 023SH AC1		
Tvar	Počet	Podíl [%]
I.	1	0,008
II.	1	0,003
III.	7	0,091
IV.	31	2,364
V.	522	64,564
VI.	500	32,97
VII.	0	0
Počet měřených polí		17
Počet částic		1062

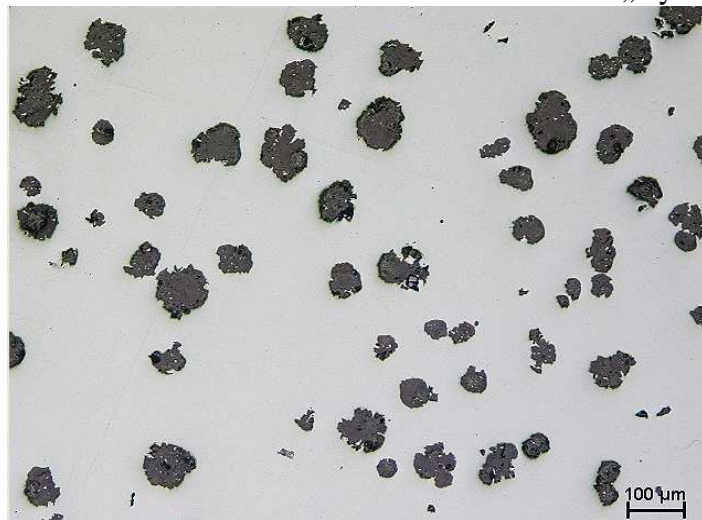
Obrázek 49: Nenaleptaný vzorek 023SH AC2.

Výsledek hodnocení: VYHOVUJE

Tabulka 11: Výsledky měření formy.

8) Vzorek 023SH AC2

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Vývrt podélný“



Vzorek 023SH AC2		
Tvar	Počet	Podíl [%]
I.	0	0
II.	0	0
III.	15	0,155
IV.	51	3,136
V.	533	64,691
VI.	437	32,018
VII.	0	0
Počet měřených polí		17
Počet částic		1036

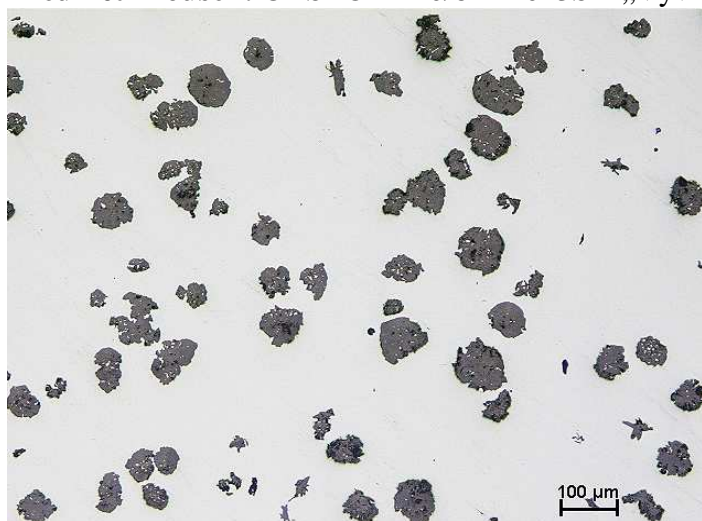
Obrázek 50: Nenaleptaný vzorek 023SH AC2.

Výsledek hodnocení: **VYHOVUJE**

Tabulka 12: Výsledky měření formy.

9) Vzorek 023SH AC3

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Vývrt podélný“



Vzorek 023SH AC3		
Tvar	Počet	Podíl [%]
I.	0	0
II.	3	0,075
III.	6	0,255
IV.	37	2,502
V.	407	60,673
VI.	560	36,496
VII.	0	0
Počet měřených polí		17
Počet částic		1013

Obrázek 51: Nenaleptaný vzorek 023SH AC3.

Výsledek hodnocení: **VYHOVUJE**

Tabulka 13: Výsledky měření formy.

3.2.1.2 Shrnutí výsledků měření formy grafitu

Výsledky ve všech případech splnily kritérium normy.

Vzorek	Plošný podíl dané formy grafitu [%]						
	I	II	III	VI	V	VI	VII
023SH L1	0,063	0	0,203	2,513	53,805	43,417	0
023SH L4	0,017	0,176	0,321	1,901	65,866	31,718	0
023SH V1	0	0,036	0,874	3,978	72,942	22,169	0
023SH V4	0	0,061	0,437	3,716	77,415	18,371	0
023SH Z1	0	0	0,266	3,465	60,02	36,249	0
023SH Z4	0	0	0,453	2,934	49,73	46,884	0
023SH AC1	0,008	0,003	0,091	2,364	64,564	32,97	0
023SH AC2	0	0	0,155	3,136	64,691	32,018	0
023SH AC3	0	0,075	0,255	2,502	60,673	36,496	0
Průměr	0,009778	0,039	0,339444	2,945444	63,30067	33,36578	0

Tabulka 14: Shrnutí výsledků měření formy grafitu.

3.2.2 „Špatné“ oblasti – strukturální heterogenity

Kontrola se provádí na nenaleptaných vzorcích. Ručně se na snímcích vydělí oblasti s výskytem grafitu „IV“, s póry, s vměsky a heterogenitami. Následně se stanoví jejich plošný podíl z celkové pozorované plochy. Plošný podíl těchto špatných oblastí nesmí překročit 4 %.

Plošný podíl je dobré stanovovat na snímcích, které byly použity pro hodnocení grafitu, neboť můžeme k plošnému podílu špatných oblastí přičíst plošný podíl grafitu IV. Tento postup zkrátí celkový čas, protože není třeba vydělovat grafit typu IV. Hodnocení probíhá velice jednoduše. Hodnotitel vydělí na snímku špatné oblasti, u kterých se specifickou funkcí stanoví plošný podíl. Tento plošný podíl přičteme k plošnému podílu grafitu typu čtyři, přičemž celková hodnota nesmí překročit 4%. Metody obrazové analýzy by měly objektivizovat a zrychlit danou kontrolu. Tyto faktory jsou u kontroly heterogenit splněny jen částečně, protože hodnotitel hodnotí špatné oblasti především na základě své zkušenosti. Vydělení oblastí je objektivizováno jen částečně, protože program vydělí automaticky pouze grafitické částice typu IV. Ostatní špatné oblasti jsou vyhodnoceny především na základě vlastní zkušenosti. Není tedy vyloučeno, že různí hodnotitelé dosáhnou různých hodnot. U tohoto bodu měření můžeme spatřovat výhody především v tom, že se rychlost procedury zrychlí a zjednoduší, avšak výsledek není zcela objektivní.

3.2.2.1 Výsledky měření heterogenity a „špatných“ oblastí v odlitku CASTOR

Materiál: Litina s kuličkovým grafitem

Zařízení: NIKON Epiphot 300

Hodnocení dle normy ASTM 562 08 DIN EN ISO 945-1

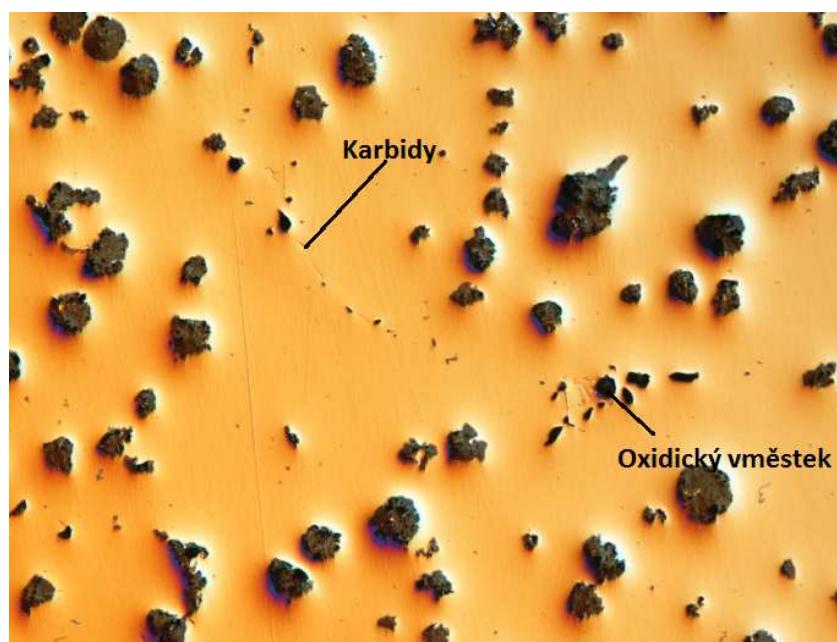
Kritéria: Plošný podíl méně jak 4%.

Vzorek	Špatné oblasti + heterogenity [%]	Grafit IV [%]	Celkový plošný podíl [%]
023SH L1	0,02	2,513	2,533
023SH L4	0,005	1,901	1,906
023SH V1	0	3,978	3,978
023SH V4	0,0003	3,716	3,7163
023SH Z1	0,01	3,465	3,475
023SH Z4	0,005	2,934	2,939
023SH AC1	0,01	2,364	2,374
023SH AC2	0,35	3,136	3,486
023SHAC3	0	2,502	2,502

Tabulka 15: Výsledky měření heterogenity a „špatných“ oblastí.

Kontrola neprokázala žádné významné množství „špatných“ oblastí a heterogenit (viz tabulka 15), avšak při kontrole na řádkovacím elektronovém mikroskopu byl prokázán výskyt oxidů na bázi MgO a karbidů převážně titanu. Tyto strukturní složky bylo možné identifikovat na základě EDX analýzy, avšak při běžném hodnocení dle normy nezaujímají významné množství a mají spíše informativní charakter.

Odhalit špatné oblasti není obecně jednoduchým úkolem a je dobré například použít nomarskiho metodu (viz obrázek 52). Metoda je výhodná pro zviditelnění nepatrných reliéfních stupňů a nerovností. Metoda fázového kontrastu je založená na skutečnosti, že světelné vlny odražené od nerovností povrchu se odlišují v délce dráhy, případně intenzitě. Tento postup umožňuje rozlišení jednotlivých částic na základě jejich reliéfu.



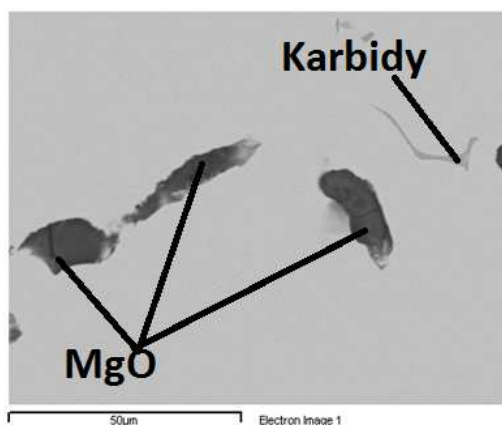
Obrázek 52: Použití nomarskiho metody.

3.2.2.2 Výsledky EDX analýzy

Jak již bylo řečeno, tato kontrola měla za úkol identifikovat nežádoucí strukturní složky. Výskyt těchto složek má pouze občasný charakter a neměl by významným způsobem ovlivňovat jakost litiny. V protokolu o zkoušce je však dobré uvést výskyt nežádoucích složek.

První oblast

Tmavší oblasti na snímku (viz obrázek 53) reprezentují oxidické vměstky. Karbidy jsou světlejší barvy. V tabulce pod snímkem lze zpozorovat výsledky EDX analýzy, podle kterých je možné identifikovat jednotlivé heterogenity. Hodnoty jsou vyjádřeny v hmotnostních procentech a hovoří o složení sledované částice.

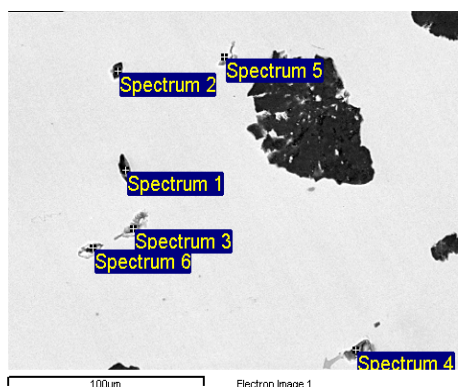


Obrázek 53: Ukázka heterogenit, snímek pořízen pomocí EDX analýzy.

Spectrum Label	O	Mg	P	Cl	Ti	V	Cr	Fe	Nb	Mo	Sn	La	Ce	W	Total
Spectrum 1	55,81	41,59						2,6							100
Spectrum 2	33,69	29,43		3,32				31,8			1,76				100
Spectrum 3	23,41	19,28	9,81	1,45				8,86			1,33	11,1	24,7		100
Spectrum 4			0,99		56,34	13	1,56	6,67	10,4	8,98				2,1	100
Spectrum 5			0,99		50,43	11,67	1,09	16,62	9,55	7,78				1,9	100
Max.	55,81	41,59	9,81	3,32	56,34	13	1,56	31,8	10,4	8,98	1,76	11,1	24,7	2,1	
Min.	23,41	19,28	0,99	1,45	50,43	11,67	1,09	2,6	9,55	7,78	1,33	11,1	24,7	1,9	

Tabulka 16: Výsledky měření REM analýzy.

Druhá oblast - Označené polohy získaných spekter.



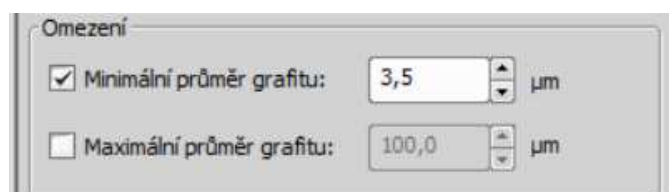
Obrázek 54: Ukázka heterogenit, snímek pořízen pomocí EDX analýzy.

Spectrum Label	O	Mg	Si	P	Cl	Cr	Fe	La	Ce	Total
Spectrum 1	36,5	26,92		4,26	0,71		9,64		21,94	100
Spectrum 2	21,5	10,8	0,54	2,51	0,48		34,37	18,54	11,24	100
Spectrum 3	6,45	0,48	1,93			0,44	90,7			100
Spectrum 4	29,5	27,48			1,05		41,98			100
Spectrum 5	1,88		1,99				96,13			100
Spectrum 6	8,61	5,06	2,22				84,12			100
Max.	36,5	27,48	2,22	4,26	1,05	0,44	96,13	18,54	21,94	
Min.	1,88	0,48	0,54	2,51	0,48	0,44	9,64	18,54	11,24	

Tabulka 17: Výsledky měření EDX analýzy.

3.2.3 Hodnocení velikosti grafitu

Provádí se na nenaleptaném výbruse. Vyloučí se malé částice a vyloučí se z obrazu „špatné oblasti“, provede se separace částic, které se překrývají. Spočte se počet částic v každé velikostní třídě (viz norma). Součet všech částic je 100%. Při použití softwaru obrazové analýzy se nastaví v prvním bodě měření parametry (Hodnocení formy grafitu), které definují výběr částic pro měření, tzn. nastaví se jejich spodní mez (viz obrázek 55). Grafitické částice, které mají menší průměr než $2,5\mu\text{m}$ a menší plochu než $25\mu\text{m}^2$ se z měření automaticky vyloučí.



Obrázek 55: Nastavení parametrů pro měření velikosti grafitu.

Měření velikosti grafitu je zahrnuto v prvním bodě kontroly „Hodnocení formy grafitu“. Program automaticky detekuje grafitické částice, které jsou následně rozděleny dle své formy a velikosti do skupin. Měření je prováděno přibližně na deseti snímcích, tyto snímky by měly obsahovat minimálně tisíc grafitických částic. Pokud je dosaženo patřičného množství grafitických částic, program umožňuje vytvoření exportu, jenž zahrnuje výsledky měření formy grafitu a velikosti grafitu. Před spuštěním kontrolní procedury je kladen důraz na správnou přípravu snímku, protože nesprávné nastavení značně zkresluje výsledky měření. Nastavení by mělo být totožné pro každý snímek, aby bylo dosaženo maximální objektivit.

3.2.3.1 Výsledky měření velikosti grafitu

Kritéria: 4 až 6 více jak 50%

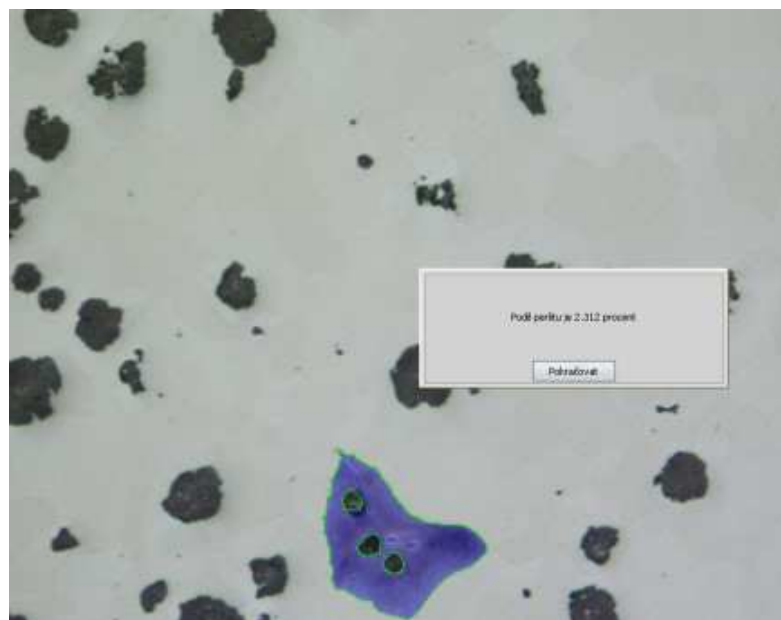
Vzorek	Hodnocení velikosti grafitu							
	1	2	3	4	5	6	7	8
023SH V1	0	1	19	57	468	467	0	0
023SH V4	0	2	20	74	559	357	0	0
023SH L1	1	0	8	33	358	638	0	0
023SH L4	1	6	9	43	514	432	0	0
023SH Z1	0	0	8	36	384	573	0	0
023SH Z4	0	0	10	32	387	631	0	0
023SH AC1	1	1	7	31	522	500	0	0
023SH AC2	0	0	15	51	533	437	0	0
023SH AC3	0	3	6	37	407	560	0	0

Tabulka 18: Výsledky hodnocení velikosti grafitu.

Vzorky ve všech případech vyhovují, neboť velikosti 5 a 6 ve vzorcích značně převažují.

3.2.4 Hodnocení plošného podílu perlitu

Měření plošného podílu perlitu se provádí na naleptaném vzorku. Vzorek se naleptá ve 3% Nitalu. Na snímcích se ručně vydělí perlitické oblasti, tyto oblasti však nemusí být zcela perlitické a je třeba jiné složky z měření vyřadit. Program svou softwarovou vybaveností umožňuje vydělit perlitické oblasti velice snadno a rychle. Vyhodnocení probíhá zcela automaticky a uživateli je nabídnuta možnost vytvořit export. Export obsahuje jednotlivé hodnoty měření a automaticky je z těchto hodnot vytvořena statistika.



Obrázek 56: Měření plošného podílu perlitu pomocí softwaru obrazové analýzy.

Pro hodnocení plošného podílu perlitu v LKG je vhodné používat funkci „Měření více polí“. Tato funkce umožňuje naprahování perlitu na vícero polích a program automaticky generuje statistiku.

Příznak	Průměr	St. odchylka	Minimum	Maximum
Počet objektů	7,74	9,34	1	39
Část binární plochy	0,123	0,036	0,077	0,223
Binární plocha	142424,94	41027,15	89166,92	256658,51
Plosny_podil	12,35	3,56	7,73	22,25

Tabulka 19: Statistika vytvořená při měření plošného podílu perlitu.

3.2.4.1 Výsledky hodnocení plošného podílu perlitu

Materiál: Litina s kuličkovým grafitem

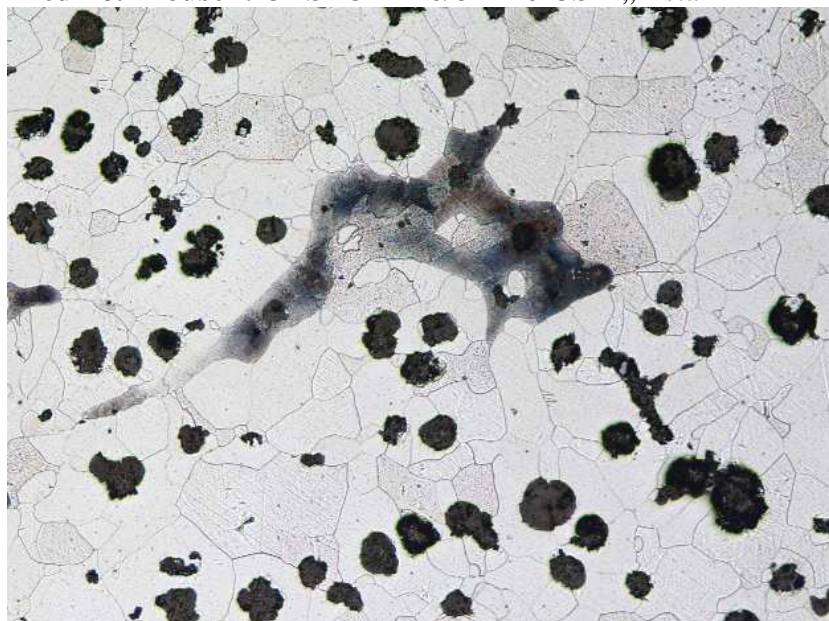
Zařízení: NIKON Epiphot 300

Hodnocení dle normy ASTM 562 08 DIN EN ISO 945-1

Kritéria: méně jak 20% plošného podílu perlitu

1) Vzorek 023SH L1

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Lišta“



Obrázek 57: Naleptaný vzorek 023SH L1.

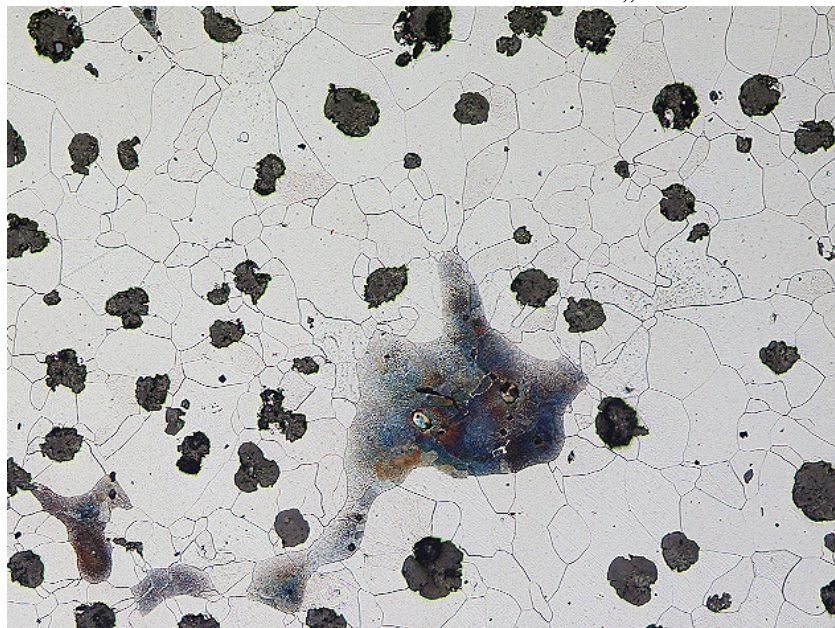
Vzorek 023SH L1				
Příznak	Průměr	St. Odchylka	Minimum	Maximum
Počet objektů	5,95	4,6	1	22
Plošný podíl[%]	6,79	2,3	2,62	10,42

Tabulka 20: Výsledky měření plošného podílu perlitu.

Výsledek hodnocení: VYHOVUJE, jelikož plošný podíl perlitu je menší než 20%.

2) Vzorek 023SH L4

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Lišta“



Obrázek 58: Naleptaný vzorek 023SH L4.

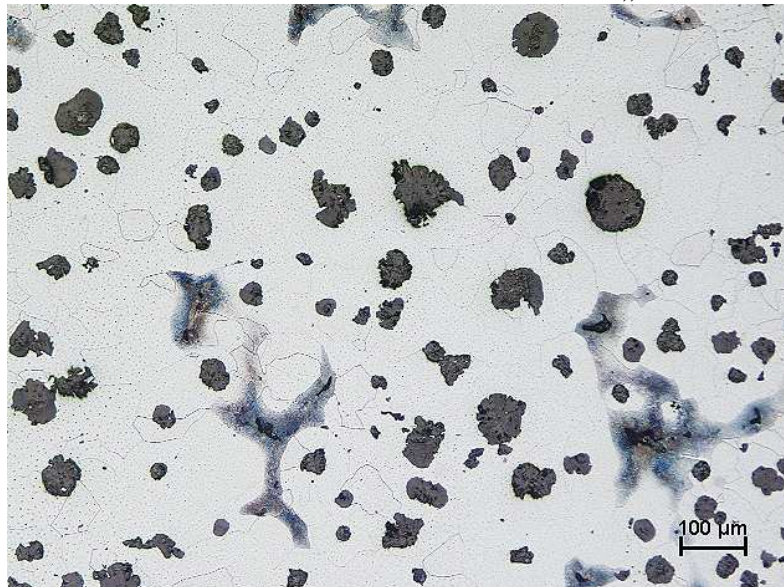
Vzorek 023SH L4				
Příznak	Průměr	St. Odchylka	Minimum	Maximum
Počet objektů	7,35	9,02	1	42
Plošný podíl[%]	9,42	2,89	1,21	15,55

Tabulka 21: Výsledky měření plošného podílu perlitu.

Výsledek hodnocení: VYHOVUJE

3) Vzorek 023SH Z1

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Z3“



Obrázek 59: Naleptaný vzorek 023SH Z1.

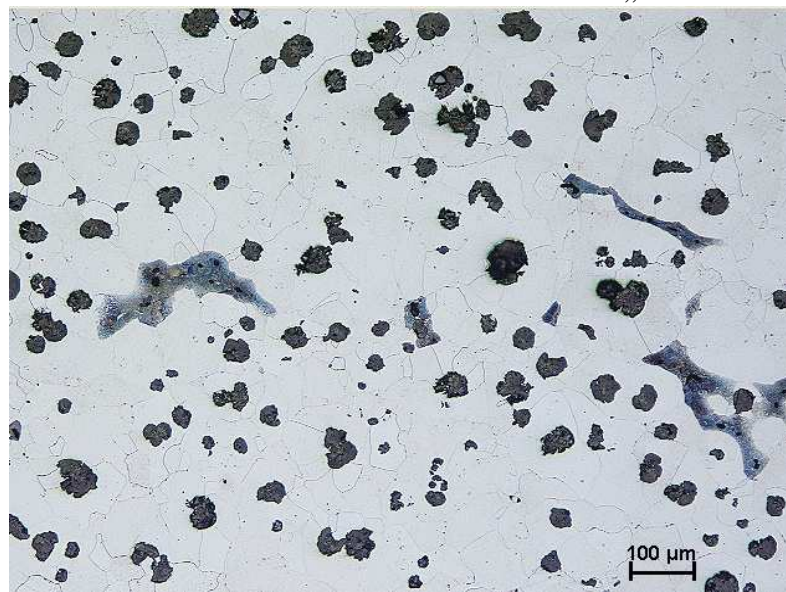
Vzorek 023SH Z1				
Příznak	Průměr	St. Odchylka	Minimum	Maximum
Počet objektů	9,00	3,56	3	17
Plošný podíl[%]	6,52	2,20	3,13	12,65

Tabulka 22: Výsledky měření plošného podílu perlitu.

Výsledek hodnocení: VYHOVUJE

4) Vzorek 023SH Z4

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Z3“



Obrázek 60: Naleptaný vzorek 023SH Z4.

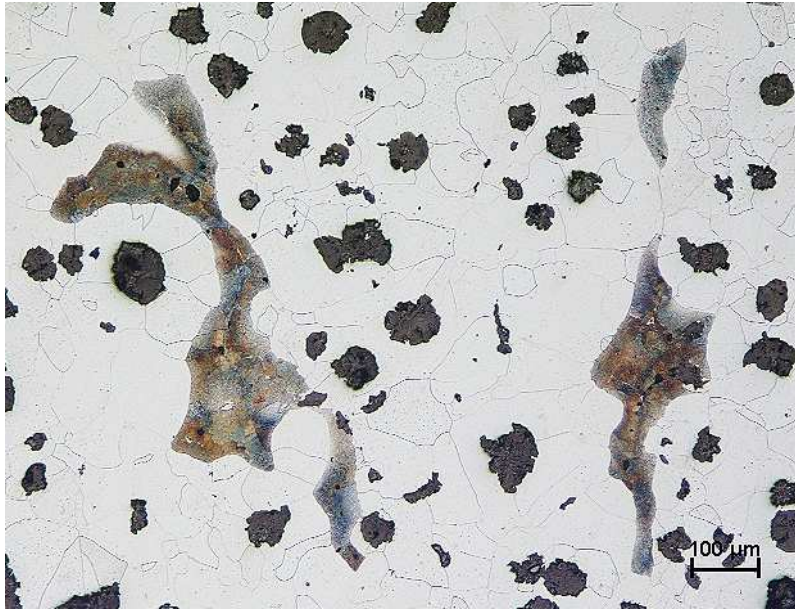
Vzorek 023SH Z4				
Příznak	Průměr	St. Odchylka	Minimum	Maximum
Počet objektů	9,00	3,56	3	17
Plošný podíl[%]	3,85	0,92	2,49	5,48

Tabulka 23: Výsledky měření plošného podílu perlitu.

Výsledek hodnocení: VYHOVUJE

5) Vzorek 023SH V1

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Vtok“



Obrázek 61: Naleptaný vzorek 023SH V1.

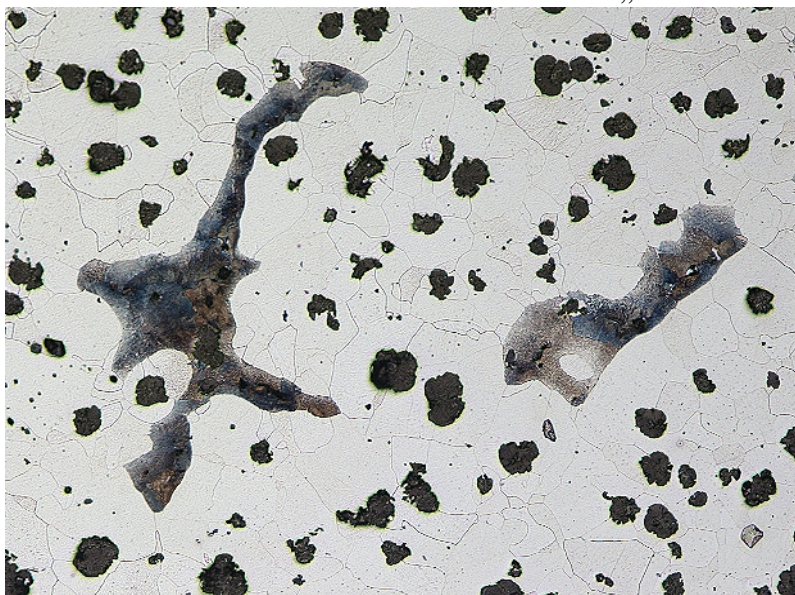
Vzorek 023SH V1				
Příznak	Průměr	St. Odchylka	Minimum	Maximum
Počet objektů	9,43	8,66	2	35
Plošný podíl[%]	10,30	2,99	1,27	14,62

Tabulka 24: Výsledky měření plošného podílu perlitu.

Výsledek hodnocení: VYHOVUJE

6) Vzorek 023SH V4

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Vtok“



Obrázek 62: Naleptaný vzorek 023SH V4.

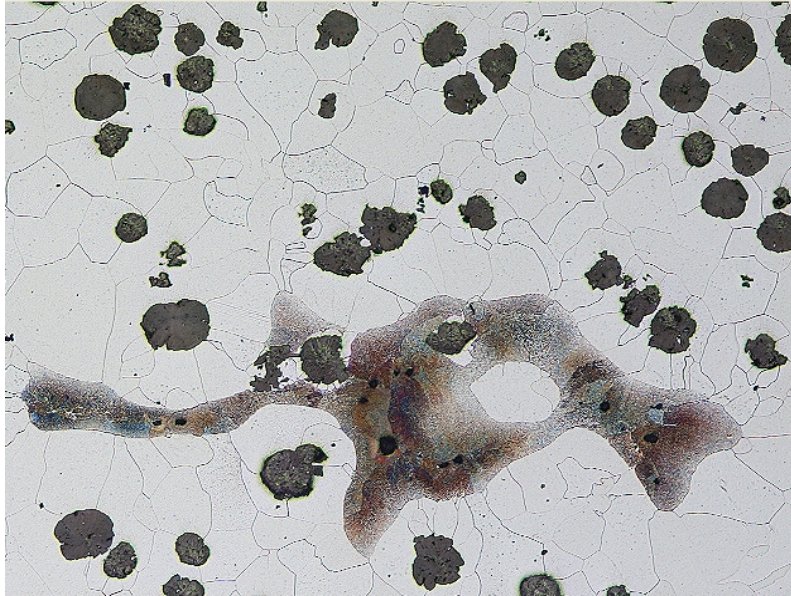
Vzorek 023SH V4				
Příznak	Průměr	St. Odchylka	Minimum	Maximum
Počet objektů	12,00	8,01	2	26
Plošný podíl[%]	9,18	1,6	5,43	11,02

Tabulka 25: Výsledky měření plošného podílu perlitu.

Výsledek hodnocení: VYHOVUJE

7) Vzorek 023SH AC1

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Hohlbohkern“



Obrázek 63: Naleptaný vzorek 023SH AC1.

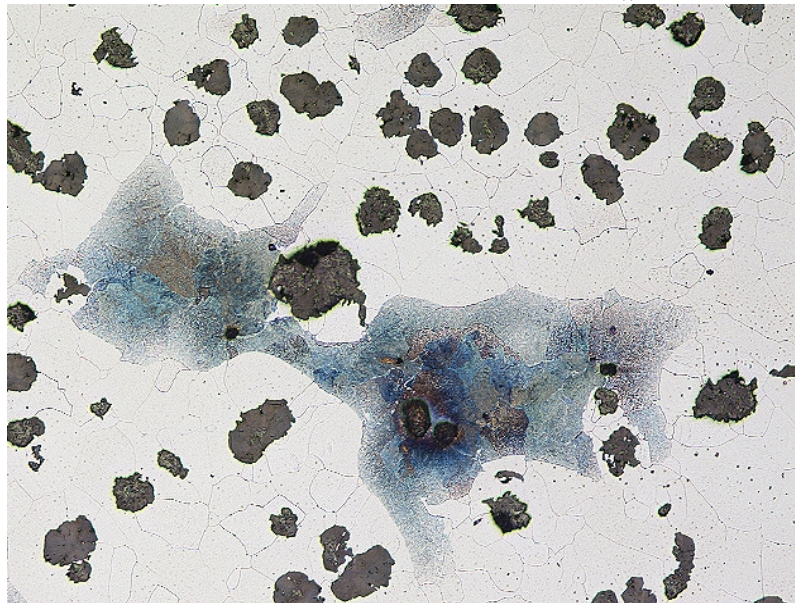
Vzorek 023SH AC1				
Příznak	Průměr	St. Odchylka	Minimum	Maximum
Počet objektů	7,74	9,34	1	39
Plošný podíl[%]	12,35	3,56	7,73	22,25

Tabulka 26: Výsledky měření plošného podílu perlitu.

Výsledek hodnocení: VYHOVUJE

8) Vzorek 023SH AC2

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Hohlbohkern“



Obrázek 64: Naleptaný vzorek 023SH AC2.

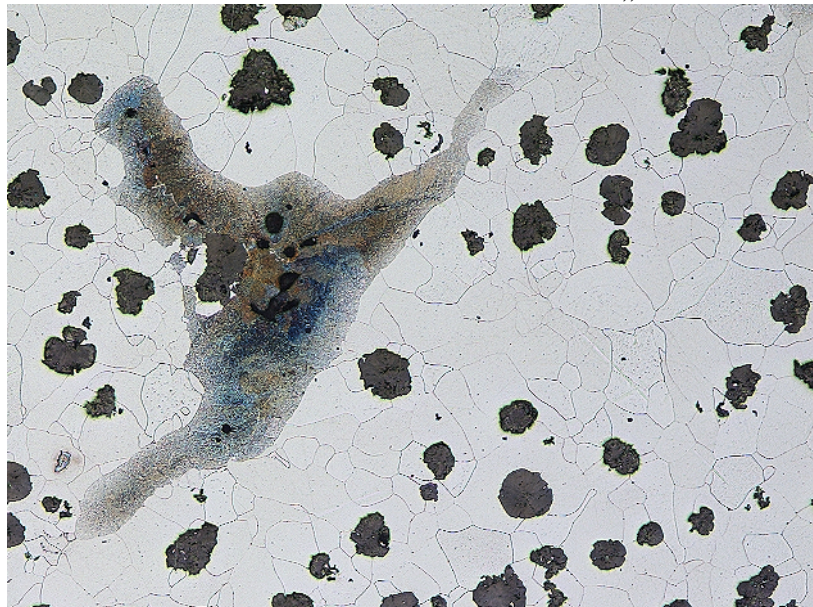
Vzorek 023SH AC2				
Příznak	Průměr	St. Odchylka	Minimum	Maximum
Počet objektů	4,15	7,10	1	30
Plošný podíl[%]	17,11	4,65	9,40	29,30

Tabulka 27: Výsledky měření plošného podílu perlitu.

Výsledek hodnocení: VYHOVUJE

9) Vzorek 023SH AC3

Předmět zkoušek: CASTOR 440/84M-023SH „Hohlbohkern“



Obrázek 64: Naleptaný vzorek 023SH AC3.

Vzorek 023SH AC3				
Příznak	Průměr	St. Odchylka	Minimum	Maximum
Počet objektů	5,05	6,90	1	27
Plošný podíl[%]	12,87	3,76	4,08	19,00

Tabulka 28: Výsledky měření plošného podílu perlitu.

Výsledek hodnocení: VYHOVUJE

3.2.4.2 Shrnutí výsledků hodnocení plošného podílu grafitu

Vzorek	Plošný podíl perlitu [%]
023SH L1	6,79
023SH L4	9,42
023SH Z1	6,52
023SH Z4	3,85
023SH V1	10,3
023SH V4	9,18
023SH AC1	12,35
023SH AC2	17,11
023SHAC3	12,87

Tabulka 29: Výsledky měření plošného podílu perlitu.

Vzorky ve všech případech vyhovují.

4 Sestavení programu pro kvantitativní hodnocení struktur v odlitcích CASTOR

4.2 Předmět postupu

Tento pracovní postup se zabývá dvourozměrným hodnocením formy (tvaru) grafitu a velikosti grafitu a obsahem perlitu a tzv. strukturních heterogenit v oblastech zbytkového tuhnutí u litin s kuličkovým grafitem. Pro charakterizaci se využívá metalografický mikroskop NIKON Epiphot 300 spojený se systémem obrazové analýzy NIS Elements AR 4.11.

4.3 Termíny a definice potřebné pro ovládání programu

Forma (tvar) grafitu – typ částic grafitu je rozdělen do šesti tříd označených římskými číslicemi I – IV v souladu s normou ČSN EN ISO 845-1.

Velikost grafitu – velikost částic grafitu je rozdělena do osmi velikostních tříd označených arabskými číslicemi 1 – 8 v souladu s tabulkou uvedenou v normě ČSN EN ISO 945-1.

MaxFeret diameter – maximální délka objektu bez ohledu na jeho orientaci.

Kruhovitost objektu - 4π násobek plochy objektu dělený druhou mocninou jeho obvodu.

Ekvivalentní průměr – průměr kružnice, která má stejnou plochu jako měřený objekt.

Perimetr – celková délka hranice objektu.

Obsah grafitických částic dané formy – plocha částic grafitu vyjádřena jako procentuální podíl plochy částic grafitu dané formy a celkové plochy částic grafitu všech forem.

Obsah perlitu – plocha oblastí perlitu vyjádřena jako procentuální podíl z celkové měřené plochy.

Obsah oblastí zbytkového tuhnutí – plocha oblastí zbytkového tuhnutí vyjádřena jako procentuální podíl z celkové měřené plochy.

4.4 Hodnocení v programu NIS Elements AR 4.11

V následujícím textu bude přesně popsán postup pro hodnocení litiny pomocí softwaru obrazové analýzy. Po spuštění programu nastaví uživatel záložku CASTOR.

A. Hodnocení formy grafitu

1. Uživatel otevře v horní liště ikonu APLIKACE a vybere možnost LITINA
2. V levé liště klikne na ikonu PROVÉST MĚŘENÍ (zelená šipka) – program automaticky změří a rozčlení částice grafitu.
3. Opět v levé liště klikne na ikonu POTVRDIT MĚŘENÍ (zelená zátržka).
4. V levé liště UKONČIT MĚŘENÍ (červená ikona).
5. Zjištění výsledků je prováděno pomocí funkce EXPORT. Tato funkce automaticky generuje textový soubor s výsledky.
6. Opakovat potřebný počet měření.

B. Hodnocení oblastí zbytkového tuhnutí

1. Uživatel otevře v horní liště ikonu PRAHOVÁNÍ a vybere možnost EDITACE BINÁRNÍHO OBRAZU.
2. V levé liště se zobrazí nabídka pro prahování. Uživatel označí oblasti s výskytem pórů, vměsků a heterogenit.
3. V levé liště klikne na ikonu UKONČIT EDITOR.
4. Po označení oblastí uživatel vybere v horní liště ikonu MĚŘENÍ a v ní možnost PROVÉST MĚŘENÍ – program automaticky změří označené oblasti.
5. Po dokončení měření je třeba ukončit měření ikonou UKONČENÍ MĚŘENÍ v levé liště.
6. Zjištění výsledků je prováděno pomocí funkce EXPORT. Tato funkce automaticky generuje textový soubor s výsledky.

C. Hodnocení velikosti grafitu

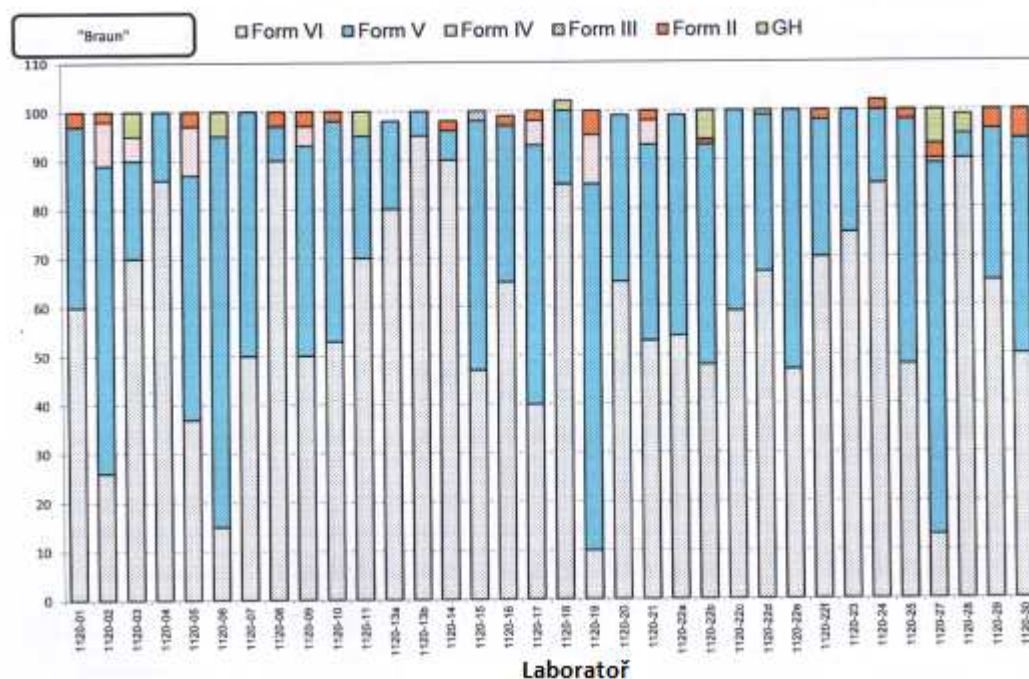
1. Zahrnuto v hodnocení formy grafitu

D. Plošný podíl perlitu

1. V horní liště uživatel otevře ikonu ŠKODA VÝZKUM MAKRA a vybere možnost MĚŘENÍ VÍCERO POLÍ
2. Označí perlitické oblasti pomocí funkcí, které se nachází v levé liště.
3. V horní liště klikne na ikonu UKONČIT EDITOR.
4. Měření se přidá do dat měření pomocí funkce PŘIDAT DO DAT MĚŘIT DÁL.
5. Uživatel klikne na ikonu RESUME MAKRO a vybere další oblast kde detekuje perlitickou oblast.
6. Pokud se jednalo o poslední měření, uživatel využije možnost PŘIDAT DO DAT A UKONČIT.
7. Zjištění výsledků je prováděno pomocí funkce EXPORT. Tato funkce automaticky generuje textový soubor s výsledky.

5 Srovnání výsledků manuálního a automatizovaného hodnocení struktur v LKG v odlitcích CASTOR

Manuální a automatizované hodnocení struktur se v provedení značně liší, avšak výsledky by měly být podobné v rámci stanovené tolerance. To ovšem zcela neplatí a výsledky bývají diametrálně jiné, zvláště u manuálního hodnocení struktur. Například, v roce 2011 byl proveden kruhový test mezi dvaceti akreditovanými laboratořemi, právě na vizuální (manuální) kontrolu v LKG (litina s kuličkovým grafitem). Každá z laboratoří obdržela stejné snímky pro hodnocení formy grafitu v LKG a předpokládalo se podobné vyhodnocení daných vzorků. Tento předpoklad byl zcela mylný, neboť získané výsledky se lišily prakticky ve všech případech. Vyhodnocení jednoho ze vzorků je zobrazeno na obrázku (viz obrázek 65) a každý může vidět, že hodnocení je dosti subjektivní.



Obrázek 65: Procentuální podíl grafitu na snímku “Braun“.

Výsledky takového ražení samozřejmě vedou k zamyšlení nad použitelností manuální metody. Nyní je kladen důraz na objektivizaci hodnocení mikrostruktury v LKG, která by měla spočívat v používání softwaru obrazové analýzy. Avšak softwarů pro automatizovanou kontrolu je více a výsledky jsou tedy závislé na použitém softwaru. Pro akceptovatelnost výsledků získaných metodou obrazové analýzy je tedy stále významné její srovnání s výsledky vizuálního pozorování prováděného pomocí normy ČSN EN ISO 945-1. Akceptovatelnost procedury hodnocení by měla být odsouhlasena výrobcem odlitku a kupujícím na základě stanovených kritérií (poloha odběru vzorků, počet vzorků, počet zorných polí hodnocených na vzorku atd.).

Hodnocení struktury LKG v odlitcích CASTOR

Pro hodnocení LKG v odlitku CASTOR byl použit program NIS Elements AR 4.11 a výsledky z automatizovaného hodnocení jsou popsány v předešlé části práce. Aby mohlo dojít ke srovnání dvou zmiňovaných metod, musela být rovněž provedena vizuální metoda na vzorcích, které byly podrobeny automatizované kontrole. Vizuální metoda byla prováděna

čtyřmi hodnotiteli nezávisle na sobě, přičemž každý z hodnotitelů prováděl kontrolu na stejných vzorcích.

5.1 Srovnání výsledků měření formy grafitu v odlitcích CASTOR

Výsledky vizuální komparativní metody

Kritéria: V a VI více jak 50%, I+II+III méně jak 4%, IV zbytek.

Vzorek	Hodnotitel A				Hodnotitel B			
	Podíl grafitu [%]				Podíl grafitu [%]			
	III.	IV.	V.	VI.	III.	IV.	V.	VI.
023SH V1	0	0	30	70	0	0	30	70
023SH V4	0	0	20	80	0	0	20	80
023SH L1	0	0	20	80	0	0	20	80
023SH L4	0	0	30	70	0	0	30	70
023SH Z1	0	0	25	75	0	0	25	75
023SH Z4	0	0	10	90	0	0	15	85
023SH AC1	0	0	10	90	0	0	10	90
023SH AC2	3	2	40	55	1	4	35	60
023SHAC3	0	5	40	60	0	5	35	60
Vzorek	Hodnotitel C				Hodnotitel D			
	Podíl grafitu [%]				Podíl grafitu [%]			
	III.	IV.	V.	VI.	III.	IV.	V.	VI.
023SH V1	0	0	35	65	0	0	30	70
023SH V4	0	5	15	80	0	0	30	70
023SH L1	0	2	18	80	0	0	30	70
023SH L4	0	0	30	70	0	0	30	70
023SH Z1	0	0	20	80	0	0	20	80
023SH Z4	0	0	15	85	0	0	20	80
023SH AC1	0	0	5	95	0	0	20	80
023SH AC2	2	3	35	65	0	0	20	80
023SHAC3	0	5	35	60	0	0	30	70

Tabulka 30: Výsledky vizuální kontroly formy grafitu v odlitku CASTOR.

V tabulce 30 jsou zaznamenány výsledky z vizuálního hodnocení. Výsledky vykazují relativní shodu s obrazovou analýzou (viz tabulka 14), což samozřejmě koliduje s kruhovým testem, který vyšel značně nepříznivě. Tento fakt lze vysvětlit tím, že každá laboratoř je ovlivněna faktorem zkušenosti, která je specifická pro dané prostředí. Relativní shoda při vizuálním hodnocení by v tomto případě neměla být brána směrodatně, nýbrž by měla sloužit, jako podmět pro akceptovatelnost automatizované metody. Při pohledu na tabulku lze vidět, že vzorek 023SH AC3 ve třech případech nevyhověl, vzhledem k velkému plošnému podílu grafitu „IV“, avšak v jednom případě vyhověl. Takovýto výsledek samozřejmě vyvolává opodstatněné spekulace o jakosti dané části odlitku. Jistým východiskem z této situace by mělo být hodnocení automatizovanou metodou, která se opírá o předem nadefinované postupy hodnocení. Faktor zkušenosti a subjektivnosti se tímto způsobem do jisté míry eliminuje, avšak hodnotitel by měl disponovat znalostí vizuální metody pro pochopení problematiky. Při pohledu na výsledky z vizuální a automatizované kontroly LKG, lze spatřit značné difference ve vyhodnocení grafitické formy. Podobných výsledků v podstatě docíleno nebylo. Hodnotitelé a program se liší zvláště při pohledu na formy grafitu „V“, „VI“, kdy vychází někdy až v obráceném poměru (viz vzorek 023SH V1). Tento fakt lze do jisté

míry vysvětlit rozlišovací schopností programu, která je značně vyšší než u člověka. To však nelze považovat zcela za chybu, neboť norma nepracuje se zvláště přesnými kontrolními procedurami. Obrazová analýza přesně analyzuje každou grafitickou částici, což se projevuje výskytem téměř všech forem grafitu. Vizualní metoda rozhodně není, tak exaktní a neumožňuje, tak přesnou analýzu grafitických částí, jako metoda obrazové analýzy. Metoda obrazové analýzy ovšem vyžaduje správné nastavení výchozích podmínek, které jsou směrodatné pro správné určení grafitické formy. Je však třeba říci, že automatizováním procesu se docílí potřebné objektivitu, která již nebude závislá na dané laboratoři.

Ačkoli se výsledky měření rozlišnými metodami liší, tak kritériu normy vyhověly téměř všechny měřené vzorky.

5.2 Srovnání výsledků měření heterogenit a „špatných oblastí“ v odlitcích CASTOR

Výsledky se v tomto bodě měření shodují jen částečně. Norma definuje kritérium, které určuje, že plošný podíl „špatných“ oblastí nesmí překročit 4%. Vizualní kontrola neprokázala ani v jednom případě výskyt nežádoucích oblastí (vměšky, heterogenity, řediny atd), avšak u vzorků O23SH AC2 a O23SHAC3 byl prokázán výskyt grafitu „IV“, který je zahrnut do již dříve zmíněného 4% podílu. Vzorek O23SH AC3 by ve třech případech nesplnil toto kritérium, vzhledem k 5% plošnému podílu grafitu „IV“. Metoda obrazové analýzy ovšem nepotvrdila nadkritické množství tohoto typu grafitu a vzhledem k přesnosti dané metody, bych nepovažoval vzorek za nevyhovující a spíše bych se přikláněl k tomu, že je vyhovující. Při pohledu na tabulku 14 je zřejmé, že metoda obrazové analýzy prokázala výskyt grafitu typu „IV“ ve všech případech a výsledky se v tomto případě značně rozcházejí s metodou vizualní. Možnosti programu umožňují zhodnotit exaktně každou částici ve sledovaném poli, což vizualní metoda zcela neumožňuje a výsledky jsou spíše rámcové. Exaktnost automatizované metody vede ke zpřesnění měření a norma se stává přísnější pro daný typ hodnocení.

Metoda obrazové analýzy umožňuje velice přesné stanovení plošného podílu nežádoucích oblastí, což lze vidět v tabulce 15. Takto malé hodnoty nemohou ovlivnit funkčnost odlitku v žádném směru, ale poukazují na možnosti programu, které jsou značně vyšší a přesnější v porovnání s metodou vizualní. Hodnoty „špatných oblastí“ a heterogenit se přibližují nule a tudíž lze tvrdit, že výsledky se v rámci tolerance shodují s výsledky, které byly vyhodnoceny vizualní metodou.

5.3 Srovnání výsledků měření velikosti grafitu v odlitcích CASTOR

Metody určení velikosti se v provedení zásadním způsobem liší. Metoda vizualní využívá k určení velikosti grafitu porovnávací snímky, které jsou obsaženy v normě. Hodnotitel postupně srovnává jednotlivé oblasti na vzorku právě s normou. Výsledky tudíž nemohou vykazovat značnou přesnost, protože není hodnocena každá grafitická částice individuálně. Do měření zásadním způsobem vstupuje lidský faktor, neboť každý z hodnotitelů se může v hodnocení lišit. Program obrazové analýzy hodnotí individuálně každou grafitickou částici ve sledovaném poli, tudíž výsledek je tedy velice přesný a přesně vypovídá o velikosti grafitu. Přesné hodnocení programu je závislé na správném nastavení snímku před kontrolou, jak již bylo zmíněno. Kontrola velikosti grafitu vizualní metodou je prováděna ve třetím bodě normy individuálně, kdežto automatizované měření grafitu je zahrnuto v bodě jedna (Hodnocení formy grafitu). Tento fakt samozřejmě značně zkracuje čas kontroly. Automatizovaná kontrola velikosti grafitu značně objektivizuje a zrychluje proceduru a lze ji brát, jako metodu výhodnější.

5.3.1 Výsledky hodnocení velikosti grafitu (Porovnávací metodou)

Tabulka 31 zobrazuje výsledky vizuální kontroly velikosti grafitu. Tučně podtržené číslice mají význam převažující velikosti grafitu v daném vzorku. Přesné procentuální množství se při vizuální nevyjadřuje a výsledky poukazují na výskyt velikost grafitu 5 a 6. Při takovémto výskytu je podmínka normy splněna. Výsledky se ve většině případů shodují, avšak hodnocení D vykazuje relativně značné rozdíly. To poukazuje na subjektivnost metody.

Vzorek	Hodnotitel A	Hodnotitel B
	Velikost grafitu	Velikost grafitu
023SH V1	5/6	5/6
023SH V4	<u>5</u> /6	<u>5</u> /6
023SH L1	<u>5</u> /6	<u>5</u> /6
023SH L4	<u>5</u> /6	<u>5</u> /6
023SH Z1	5/ <u>6</u>	5/ <u>6</u>
023SH Z4	6	6
023SH AC1	<u>5</u> /6	<u>5</u> /6
023SH AC2	<u>5</u> /6	<u>5</u> /6
023SHAC3	<u>5</u> /6	<u>5</u> /6
Vzorek	Hodnotitel C	Hodnotitel D
	Velikost grafitu	Velikost grafitu
023SH V1	5/6	5/ <u>6</u>
023SH V4	<u>5</u> /6	5/ <u>6</u>
023SH L1	<u>5</u> /6	6
023SH L4	5/6 (4 ojediněle)	5/ <u>6</u>
023SH Z1	5/ <u>6</u>	6
023SH Z4	5/ <u>6</u>	6/7
023SH AC1	<u>5</u> /6	5/6
023SH AC2	<u>5</u> /6	5/ <u>6</u>
023SHAC3	<u>5</u> /6	5/ <u>6</u>

Tabulka 31: Výsledky vizuální kontroly hodnocení velikosti grafitu v odlitku CASTOR.

Při srovnání výsledků manuální (tabulka 31) a automatizované (tabulka 18) kontroly velikosti grafitických částic, lze vidět relativní shodu v hodnocení. Obě metody především poukazují na výskyt velikosti 5 a 6, které v odlitku převažují. Takovýto výskyt samozřejmě splňuje kritérium normy, výsledky se však v některých případech liší. Rozdíly je především možné spatřit v převažující velikostní třídě, kdy výsledky nejsou zcela totožné. Ačkoli je kritérium normy ve všech případech splněno, tendence by měla být taková, aby výsledky vykazovaly maximální přesnost. To lze zajistit automatizovanou kontrolou, kdy je každá částice kontrolována zvláště. Procedura probíhá automaticky a velice rychle, nezávisle na pohledu hodnotitele. Automatizovaná kontrola velikosti grafitických částic probíhá souběžně s kontrolou formy grafitu, což redukuje výsledný čas.

5.4 Srovnání výsledků měření plošného podílu perlitu v odlitcích CASTOR

Vizuální metoda využívá k měření plošného podílu perlitu bodovou analýzu, která je značně odlišná od automatizované metody (obrazová analýza), avšak výsledky by se neměly

zásadním způsobem lišit. Měření perlitických oblastí bylo prováděno na stejném počtu polí a výsledky by měly mít ve všech případech vypovídající hodnotu.

5.4.1 Výsledky manuálního hodnocení plošného podílu perlitu

Přes obraz mikrostruktury se přiloží testovací síť bodů (mřížka) a počítají se body, které se nacházejí v hodnocené strukturní složce nebo překrývají s vybraným mikrostrukturním prvkem (objektem). Mřížka se vkládá do okuláru, promítá se přes obraz na stínítko nebo se překrývá přes snímek na obrazovce.

$$\text{Plošný podíl} = \frac{P_P}{P_T}$$

P_P...počet bodů v částicích

P_T...celkový počet bodů mřížky (10x10)

Vzorek	Hodnotitel A		Hodnotitel B	
	Plošný podíl perlitu[%]	St. Odchylka [%]	Plošný podíl perlitu[%]	St. Odchylka [%]
023SH V1	6,55	3,51	6,45	3,57
023SH V4	6,7	3,72	6,6	3,29
023SH L1	4	3,19	3,6	2,57
023SH L4	6,5	5,72	6,25	2,75
023SH Z1	7,2	2,82	7,5	2,77
023SH Z4	3,55	1,69	3,75	1,69
023SH AC1	11,2	10,3	11,6	10,66
023SH AC2	8,45	12,06	7,95	12,87
023SHAC3	13,65	10,77	13,45	10,89
Vzorek	Hodnotitel C		Hodnotitel D	
	Plošný podíl perlitu[%]	St. Odchylka [%]	Plošný podíl perlitu[%]	St. Odchylka [%]
023SH V1	6	3,72	8,4	4,26
023SH V4	6,85	3,72	10,3	3,56
023SH L1	3,85	2,89	5,7	3,98
023SH L4	6,5	5,67	7,9	4,72
023SH Z1	7,7	2,79	6,1	5,42
023SH Z4	3,6	1,77	3,7	2,29
023SH AC1	10,55	9,45	11,5	11,4
023SH AC2	10,65	12,68	16,2	12,06
023SHAC3	14,6	10,95	12,7	11,47

Tabulka 32: Výsledky vizuální kontroly hodnocení plošného podílu perlitu v odlitku CASTOR.

Hodnotitelé určovali plošný podíl perlitu na totožných polích, a přesto je možné sledovat rozdíly ve výsledcích. Diference se v tomto případě vyskytovat mohou, neboť vznikají případy, kdy průsečíky leží na hraně určované fáze a záleží na úsudku hodnotitele. Rozdíly by ovšem neměly být nějak znatelné, což lze vidět v tabulce 29. Vzorky ve všech případech vyhověly kritériu normy, tedy plošný podíl perlitu nepřesáhl 20%.

5.4.2 Srovnání výsledků automatizované a vizuální kontroly plošného podílu perlitu

Výsledky plošného podílu perlitu by neměly být závislé na použité metodě a každá z použitých metod musí dát vypovídající informace o podílu fází v daném vzorku (porovnání tabulek 29 a 32). Přesto se výsledky shodují jen v některých případech, to je dáno především volbou polí pro měření plošného podílu perlitu. Hodnocení pomocí obrazové analýzy probíhalo na jiných náhodně vybraných polích, než u analýzy vizuální, tudíž se výsledky mohou částečně lišit. Srovnání by nemělo v tomto případě spočívat v porovnání výsledků, nýbrž v porovnání samotných kontrolních procedur. V praxi jsou kladeny nároky především na rychlost, náročnost a přesnost metody. Při takovémto pohledu na problematiku, nelze zcela jasně určit výhodnější metodu, neboť každá z metod má své pro i proti a spíše záleží na situaci. Bodová analýza umožňuje velice rychle stanovit plošný podíl, a to především díky své nenáročnosti při určování průsečíků s určovanou fází. Procedura tedy probíhá velice rychle, avšak přesnost není tak dobrá, v porovnání s metodou automatizovanou (obrazová analýza). Pojem „automatizovaná kontrola“ není v tomto bodě měření zcela správný, neboť hodnotitel vyděluje perlitické oblasti ručně. Automaticky probíhá pouze vyhodnocení, které je závislé na vstupních hodnotách. Přesné vydělování perlitických oblastí u obrazové analýzy probíhá déle, než u bodové analýzy, avšak takto stanovený plošný podíl je velice přesný, neboť program disponuje značným množstvím funkcí pro přesnou detekci určované fáze. Ani jedna z metod není obtížná, co se samotného procesu týká a spíše záleží na podmínkách, které si zákazník stanoví. Přednost obrazové analýzy tkví především v přesnosti určování plošného podílu perlitu.

6 Zhodnocení možností hodnocení mikrostruktury metodami obrazové analýzy

Možnosti jsou u metod obrazové analýzy značné a je třeba jít touto cestou dál, neboť to znamená značné zkvalitnění a zpřesnění kontrolních procedur obecně. Je však potřeba pokračovat ve vývoji těchto softwarů, aby se maximálním způsobem eliminovaly jejich nedostatky, které samozřejmě existují. Software NIS Elements s doplňkem pro kontrolu mikrostruktury v odlitcích CASTOR, je konkrétním případem použití obrazové analýzy v praxi. Programový doplněk AR 4.11. byl vyvinut na základě subjektivnosti vizuální kontroly a doznal nezbytných změn během používání. Samotné nedostatky byly indikovány a ihned řešeny za asistence tvůrce programu. Tato tendence musí být aplikována obecně za předpokladu, že se tyto informace budou sdílet v daném odvětví. Tímto způsobem bude dosaženo maximální objektivity a přesnosti.

Spolehlivost programu (NIS ELEMENTS AR 4.11.) je stále dosti závislá na uživateli a je schopnostech operovat v daném programovém prostředí. Klade se zvláště důraz na správnou přípravu snímků před samotným hodnocením. Nesprávné vstupní hodnoty značně zkreslují výsledky a znevěrohodňují danou kontrolní metodu. Z toho tedy plyne, že přesnost dané metody je přímo úměrná přípravě snímků. Pokud jsou kontrolní snímky dobře připraveny, pak metoda automaticky a velice přesně hodnotí formu a velikost grafitických částic v odlitku. Tyto body měření jsou kontrolovány (hodnoceny) souběžně a zcela automaticky, jak již bylo zmíněno v práci. Jen tento fakt je velice pozitivní, jelikož se procedura zkracuje a zároveň objektivizuje měření. Vzniká však otázka, jakým způsobem eliminovat lidský faktor a jestli to má vůbec smysl v těchto bodech měření. Jedním řešením by bylo nadefinování výchozích podmínek pro daný typ materiálu. To by samozřejmě vyžadovalo značné úsilí a zkoušení, avšak dosáhlo by se potřebné objektivity. S tímto řešením vzniká samozřejmě mnoho problému, které by se musely řešit. Například, je možné nadefinovat

stejně výchozí podmínky přípravy snímků před hodnocením, když rozlišné programy mohou využívat jiných postupů při vyhodnocování. To je samozřejmě pravda a spíše by bylo lepší nadefinovat výchozí podmínky v daném prostředí (akreditovaná laboratoř). Při pravidelné kontrole by se výsledný čas zkrátil, neboť by byly přednastaveny výchozí podmínky před samotným aktem hodnocení. Samotný proces by tak doznal značné přesnosti a spolehlivosti.

Dalšími body měření v odlitku CASTOR jsou kontrola „špatných oblastí“ a měření plošného podílu perlitu. Jak již bylo řečeno tyto procedury nelze zcela automatizovat a bylo by to dosti obtížné a ne zcela potřebné, neboť v těchto bodech měření nedochází ke značnému rozkolu při pohledu na výsledky hodnocení. V principu se procedury neliší, jelikož uživatel ručně vydělí oblasti a program následně určí plošný podíl označených oblastí. Program s maximální přesností určí plošný podíl vydělených oblastí a výsledky nevykazují téměř žádnou chybu měření. Spolehlivost a přesnost je tedy dána uživatelem, který zadává vstupní hodnoty, program pouze vyhodnocuje. V tomto ohledu (měření plošného podílu perlitu a kontrola „špatných oblastí“) nevyžaduje metoda obrazové analýzy nějaké výrazné zdokonalení, neboť zdokonalení, především ve zpřesnění měření plošného podílu, je již dosaženo, v porovnání s metodou vizuální a spíše záleží na domluvě mezi výrobcem a zákazníkem.

Metody obrazové analýzy přes své nedostatky značně zpřesňují a objektivizují měřící procedury.

7 Shrnutí výsledků (rozběr výsledků)

Výsledky hodnocení mikrostruktury litiny s kuličkovým grafitem v odlitcích CASTOR poukazují na vhodnost automatizované metody (obrazová analýza). Je však důležité si uvědomit, že tento závěr nelze aplikovat plošně, poněvadž hodnocení bylo prováděno na konkrétním druhu litiny s kuličkovým grafitem. Mikrostruktura v této litině je velice zřetelná, tím je myšleno, že všechny strukturní složky jsou snadno rozeznatelné a hodnocení není v tomto ohledu náročné. V technické praxi rozeznáváme značné množství litin a jejich mikrostruktura se samozřejmě liší. Vhodnost automatizované metody není ve všech případech prokázána a tato problematika by měla být dále zkoumána ve smyslu zkvalitnění měřících procedur.

Pojem „automatizovaná kontrola,“ jak již bylo řečeno, není v tomto případě zcela exaktní, protože je automaticky hodnocena litina pouze ve dvou bodech měření, a to v bodech hodnocení velikosti a tvaru grafitu. Tyto body měření jsou u vizuální metody značně ovlivněny lidským faktorem, což bylo potvrzeno nejen výsledky měření v rámci této bakalářské práce, ale i výše zmíněným kruhovým testem. Automatizovaná metoda v tomto ohledu značně objektivizuje hodnocení a výsledky nejsou v takové míře ovlivněny danou lokalitou. V tomto ohledu lze spatřit značný posun kupředu, poněvadž výsledky mohou být srovnány napříč laboratořemi. Měření plošného podílu heterogenit a špatných oblastí je v obou případech hodnocení závislé na hodnotiteli a jeho zkušenostech. Nežádoucí strukturní složky nemusí být snadno rozeznatelné a hodnocení je třeba provádět velice důkladně. Obrazová analýza potvrdila zanedbatelný výskyt nežádoucích složek v odlitku, avšak výskyt těchto složek neovlivňuje funkčnost odlitku. Hodnocení pomocí vizuální analýzy neprokázalo výskyt heterogenit ani nežádoucích složek. Obrazová analýza umožňuje přesné naprahování nežádoucích oblastí ve srovnání s vizuální analýzou a přesnost měření je závislá pouze na správném vyznačení špatných oblastí. Měření plošného podílu perlitu vyhovělo v obou případech měření. Výsledky jsou v tomto ohledu srovnatelné a v obou případech je přesnost

měření závislá na počtu měřených polí. Obrazová analýza je však přesnější, jelikož perlitické oblasti jsou přesně vytyčeny.

8 Závěr

Úkolem práce bylo porovnat metody automatizovaného a vizuálního hodnocení mikrostruktury litiny s kuličkovým grafitem v odlitcích CASTOR. Práce především poukazuje na možnosti automatizované kontroly v porovnání s metodou vizuální. Automatizovaná metoda není exaktně definována normou a je důležité výsledky a poznatky navzájem srovnávat, aby bylo docíleno maximální objektivity.

Hodnocení litiny bylo zprvu prováděnou automatizovanou metodou, dle daných kritérií (Norma DIN EN ISO 945 – 1). Uživatelské prostředí se u jednotlivých softwarů liší, a proto bylo třeba dobře stanovit výchozí podmínky pro daný software (NIS ELEMENTS). Výchozí podmínky byly nastavovány postupným zkoušením a je třeba tyto podmínky exaktně dodržet, aby byly výsledky srovnatelné, reprodukovatelné a relevantní. Následně probíhaly jednotlivé body měření, přičemž hodnocení velikosti a formy grafitu probíhalo první. Výsledný čas se při této proceduře zkracuje, protože měření probíhá souběžně a výsledky jsou relevantnější v porovnání s vizuální metodou, jelikož každá grafitická částice je kontrolována individuálně. Tento fakt je v podstatě nejdůležitějším vyústěním celé práce, a to především kvůli značné nejednotnosti v pohledu na formu grafitu při vizuální kontrole. Hodnotitelé při použití porovnávacích snímků z normy dochází v mnohých případech k rozdílnému výsledku, což potvrzují výsledky jejich měření. Aby bylo docíleno objektivního automatizovaného hodnocení, je třeba správně nastavit jednotlivé parametry před hodnocením. Software při špatném nastavení hodnotí formu a velikost grafitu naprosto v nesouladu s normou a výsledky nejsou v žádném ohledu použitelné. Tato problematika mě vedla k částečné definici výchozích podmínek, které je třeba dodržet při použití softwaru. Tyto podmínky však nelze exaktně aplikovat na všechny softwary, poněvadž každý software funguje poněkud jiným způsobem. Například při špatném nastavení nasvícení dochází ke ztotožňování grafitických částic s feritickou maticí. Důležité je se přesvědčit, zda program hodnotí v souladu s normou, pokud tomu tak není, je důležité najít optimální podmínky. Při správném nastavení atributů měření jsou výsledky však velice přesné a jsou jasným ukazatelem kvality dané části odlitku. V dalších bodech byl hodnocen plošný podíl perlitu a plošný podíl heterogenit a „špatných“ oblastí. U těchto bodů měření probíhalo automaticky pouze samotné vyhodnocení plošného podílu, avšak vytyčení zkoumaných oblastí je dále závislé na hodnotiteli. Plošný podíl perlitu je stanovován s velkou přesností a výsledky vykazují lepší přesnost než u metody vizuální. Vizuální metoda je však v tomto případě dostačující a záleží na možnostech daného pracoviště. Hodnocení plošného podílu pomocí obrazové analýzy je velice podobné jako u stanovování plošného podílu perlitu, avšak rozpoznávání těchto oblastí není jednoduchou záležitostí. Ve zkoumaném odlitku byl prokázán výskyt karbidů a oxidů, tento výskyt byl prokázán EDX mikroanalýzou. Výskyt není nikterak značný a k samotné detekci byla použita Nomarského metoda, která zvýrazňuje mikrostrukturní reliéf.

V rámci bakalářské práce byla rovněž navržena uživatelská příručka, v níž je detailně popsán postup hodnocení pomocí obrazové analýzy. Při správném nastavení výchozích podmínek a při dodržení postupu vykazují výsledky značnou přesnost, a tyto výsledky jsou velice dobře srovnatelné.

Použitá literatura

- [1] PÍŠEK, F., JENÍČEK, L., RYŠ, P. *Nauka o materiálu I - Nauka o kovech 4. svazek*. Praha: ACADEMIA, 1975.
- [2] OTÁHAL, Vlastislav. *Tvárná litina*. Brno : [s.n.], 2006.
- [3] SKOČOVSKÝ, Petr., PODRÁBSKÝ, Tomáš . *Grafitické liatiny*. 1.vydanie. Žilina : Edis, 2005. 168 s. ISBN 80-8070-390-6.
- [4] ROUČKA, J. *Metalurgie litin*, VUT FSI, vydal PC-DIR Real, s.r.o., Brno, 1998.
- [5] STRÁNSKÝ, K.,BAŽAN, J.,ŠENBERGER, J., DOBROVSKÁ, J., MUSILOVÁ, I., KAVIČKA, F., BELKO, J. Vliv mědi a manganu na parametry grafitu a mikrostrukturu tvárné litiny. *Metal 2005-Konference*. 24.-26.5.2005, Hradec nad Moravicí.
- [6] *Ústav materiálových věd a inženýrství* [online]. 2006 [cit. 2012-26-11]. Struktura a vlastnosti grafitických litin. Dostupné z WWW: <<http://ime.fme.vutbr.cz/>>.
- [7] SOLDÁT, R. *Sortiment grafitických litin v konstrukci automobilu*. Pardubice: Univerzita Pardubice, 2011.
- [8] SKOČOVSKÝ, P.; ŠIMAN, I. *Štruktúrna analýza liatin*. 1.vydanie. Bratislava: Alfa, 1989. 249 s. ISBN 80-05-00092-8.
- [9] PTÁČEK, Luděk , et al. *Nauka o materiálu II.*. Brno: Akademické nakladatelství CERM.s.r.o., 1999. 349 s. ISBN 80-7204-130-4.
- [10] ČSN 42 0461. *Hodnocení metalografické struktury litin*. Praha: Český normalizační institut, 1978. 34 s.
- [11] ČSN EN ISO 945-1. *Mikrostruktura litin – Klasifikace grafitu vizuální kontrolou*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2011.