

**ČESKÉ VYSOKÉ  
UČENÍ TECHNICKÉ  
V PRAZE**

**FAKULTA  
STROJNÍ**



**BAKALÁŘSKÁ  
PRÁCE**

**2021**

**VOJTĚCH  
DEDEK**

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE  
FAKULTA STROJNÍ  
ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

MATEMATICKÁ ANALÝZA DAT Z PRECIPITACE SIGMA FÁZE  
V PROGRESIVNÍ OCELI SUPER 304H

MATHEMATICAL ANALYSIS OF DATA FROM SIGMA PHASE  
PRECIPITATION IN SUPER 304H PROGRESSIVE STEEL

AUTOR: Vojtěch Dedek

STUDIJNÍ PROGRAM: Výroba a ekonomika ve strojírenství

VEDOUCÍ PRÁCE: Ing. Jakub Horváth, Ph.D., IWE

PRAHA 2021

## I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Dedek** Jméno: **Vojtěch** Osobní číslo: **483342**  
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**  
Zadávající katedra/ústav: **Ústav materiálového inženýrství**  
Studijní program: **Výroba a ekonomika ve strojírenství**  
Studijní obor: **Technologie, materiály a ekonomika strojírenství**

## II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

**Matematická analýza dat z precipitace sigma fáze v progresivní oceli SUPER 304H**

Název bakalářské práce anglicky:

**Mathematical analysis of data from sigma phase precipitation in SUPER 304H progressive steel**

Pokyny pro vypracování:

- Vypracování rešeršní části
  - Ocel SUPER 304H
  - Sigma fáze a její růst
  - Matematické metody popisu dat z obrazové analýzy
- Praktická aplikace matematické analýzy pro data z precipitace sigma fáze v oceli SUPER 304H
- Zhodnocení možností aplikace

Seznam doporučené literatury:

- [1] ABE, Fujio. Creep-resistant steels. Editor Torsten-Ulf KERN, editor Ramaswamy VISWANATHAN. Cambridge: Woodhead, 2008. ISBN 978-1-84569-178-3.
- [2] GOLANŠKI, Grzegorz, Adam ZIELIŃSKI a Hanna PURZYŃSKA. Precipitation Processes in Creep-Resistant Austenitic Steels. BOREK, Wojciech, Tomasz TANSKI a Zbigniew BRYTAN, ed. Austenitic Stainless Steels - New Aspects [online]. InTech, 2017, 2017-12-20 [cit. 2021-03-20]. ISBN 978-953-51-3701-6. Dostupné z: doi:10.5772/intechopen.70941
- [3] Modern Physical Metallurgy: 8th Edition. 8. England: Butterworth-Heinemann, 2013. ISBN 9780080982045.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

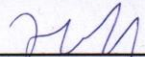
**Ing. Jakub Horváth, Ph.D., ústav materiálového inženýrství FS**


Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalářské práce:

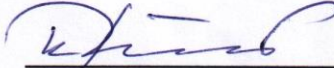
Datum zadání bakalářské práce: **04.04.2021**

Termín odevzdání bakalářské práce: **25.07.2021**

Platnost zadání bakalářské práce: \_\_\_\_\_

  
Ing. Jakub Horváth, Ph.D.  
podpis vedoucí(ho) práce

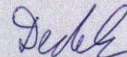
  
prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.  
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

  
prof. Ing. Michael Valášek, DrSc.  
podpis děkana(ky)

## III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Student bere na vědomí, že je povinen vypracovat bakalářskou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v bakalářské práci.

20.4.2021  
Datum převzetí zadání

  
Podpis studenta

## Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracoval samostatně a to výhradně s použitím pramenů a literatury, uvedených v seznamu citovaných zdrojů.

V Praze dne: .....

.....  
Podpis

# Anotace

Předmětem této práce je analýza dat precipitace sigma fáze v oceli SUPER 304H a ověření na základě porovnání s pořízenými snímky, zdali je analýza vhodná k popisu precipitace sigma fáze anebo není. Data použitá pro analýzu byla pořízena programem NIS-Elements AR a porovnána se snímky pořízenými světelným mikroskopem na barevně leptaných vzorcích.

## Klíčová slova

Ocel SUPER 304H, sigma fáze, ukazatelé, analýza

## Annotation

The subject of this thesis is an analysis of data from sigma phase precipitation in SUPER 304H steel and a verification based on a comparison of the taken images, determining whether the analysis is suitable for the description of the sigma phase precipitation. The data used for the analysis were taken by a program called NIS-Elements AR and compared with images taken by light microscope using colour etched samples.

## Keywords

SUPER 304H steel, sigma phase, indicators, analysis

## Poděkování

V rámci tvorby této bakalářské práce bych tímto rád poděkoval vedoucímu práce Ing. Jakubu Horváthovi, Ph.D., IWE za vstřícné jednání, poskytnuté rady a veškerou pomoc při zhotovování mé bakalářské práce. Dále bych rád poděkoval své rodině za podporu a trpělivost potřebnou pro vznik této práce.

# Obsah

1	Úvod.....	9
2	Teoretická část.....	10
2.1	Vývoj austenitických ocelí .....	10
2.2	Vliv přídatných prvků na vlastnosti austenitických ocelí.....	11
2.3	Ocel SUPER 304H.....	14
2.4	Proces precipitace u žárupevných austenitických ocelí.....	15
2.4.1	$M_{23}C_6$ karbid.....	15
2.4.2	MX precipitáty.....	16
2.4.3	$\epsilon$ -Cu precipitát.....	17
2.4.4	Z fáze .....	17
2.4.5	Lavesovy fáze .....	18
2.4.6	G fáze .....	18
2.4.7	$\chi$ fáze .....	18
2.5	$\sigma$ fáze .....	19
2.5.1	Precipitace $\sigma$ fáze.....	19
2.5.2	Predikce vzniku sigma fáze .....	22
2.5.3	Negativní dopady $\sigma$ fáze na vlastnosti ocelí .....	23
2.5.4	Používané metody k odstranění $\sigma$ fáze.....	23
2.6	Obrazová analýza programu NIS-Elements AR .....	24
3	Praktická část.....	28
3.1	Ověření predikce vzniku sigma fáze.....	28
3.2	Hodnocení použitelnosti ukazatelů obrazové analýzy.....	29
3.2.1	Vyhodnocení .....	38
3.3	Hodnocení dat více částic.....	39
3.4	Hodnocení reálných dat z precipitace sigma fáze.....	39
3.5	Porovnání hodnocených dat a reálných snímků .....	48
4	Závěr .....	50
5	Seznam použité literatury .....	51
6	Seznam obrázků.....	54
7	Seznam tabulek .....	56
8	Seznam grafů .....	57



# 1 Úvod

Na základě novodobých požadavků na množství a efektivnost získávání elektrické energie, kde primárními zdroji stále zůstávají tepelné a jaderné elektrárny, je nutné pracovat v náročnějších podmínkách, tzn. s vyššími, nadkritickými až ultra-super-kritickými parametry (teplotami a tlaky). Tyto tzv. ultra-super-kritické parametry mohou u vodní páry dosahovat teploty až 650 °C a tlaku až 35 MPa. Klasické materiály by na takto vysoké parametry nestačily, proto je nutné využití nových materiálů, které dokážou s těmito hodnotami pracovat. Mezi tyto materiály se například řadí austenitické nerezové oceli Tempaloy AA-1 a SUPER 304H nebo také slitiny s vysokým obsahem niklu jako jsou například Haynes 230, HR6W a INCO 740. Z hlediska poměru mezi užitnými vlastnostmi a cenou je z těchto materiálů nejpoužívanější zmiňovaná ocel SUPER 304H [1],[2],[3].

S využitím těchto novodobých materiálů je možné zvýšit účinnost parních bloků o 6 až 8% a snížit emise oxidu uhličitého až o 20%. Využití těchto materiálů je ale také doprovázeno zvýšenou degradací důsledkem vyššího zatížení způsobeného kritickými parametry páry. Termodynamickým působením této páry dochází ve strukturách materiálu ke vzniku křehkých fází, které mají za následek právě zmíněnou nežádoucí degradaci [3]. Jednou z křehkých fází je i sigma fáze.

Tato práce má za úkol analyzovat data z precipitace sigma fáze naměřená pomocí programu NIS-Elements AR a porovnat je s reálnými snímky a ověřit, zdali analyzovaná data interpretují realitu.

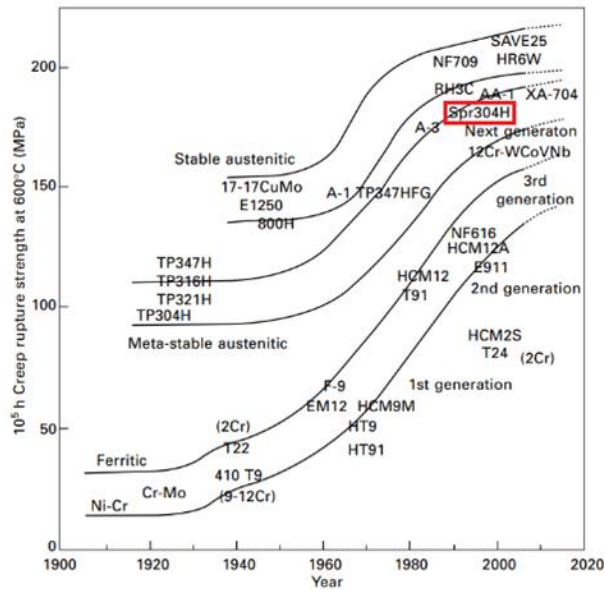
## 2 Teoretická část

Teoretická část je rešeršní částí této práce popisující důležité informace o zkoumané problematice. Teoretická část se nejprve zabývá vývojem austenitických ocelí, který předcházela vývoji zkoumaného materiálu oceli SUPER 304H. Pro pochopení zkoumané oceli je popsán vliv přídavných prvků a vznik precipitátů se zaměřením na precipitaci sigma fáze, která je objektem zkoumání v praktické části bakalářské práce. V závěru teoretické části je popsána problematika obrazové analýzy programu NIS-Elements AR.

### 2.1 Vývoj austenitických ocelí

Prvotním vývojem austenitických ocelí se zabývala firma Krupp, která přišla s legováním ocelí niklem a chromem. První slitina obsahovala 25% niklu a 5 až 8% chromu a byla vyvinuta v roce 1893. Dnes již tradiční 18%Cr–8%Ni austenitická ocel byla vyvinuta ve 20. letech minulého století a stala se základem pro další vývoj. Poměr 18%Cr–8%Ni zaručoval austenitickou strukturu a ekonomický benefit snížením obsahu niklu. Jediným problémem zůstávala mezikrystalová koroze (MKK). Přidáním legur Ti, V, Nb a Ta, snížením obsahu uhlíku maximálně na 0,07% a zjemněním struktury s jemnými karbidy chromu bylo dosaženo vyšší korozivzdornosti. Dalším legováním, a to zejména Mo, Cu a Mn bylo dosaženo nejen vyšší korozivzdornosti proti kyselině sírové, ale především bylo zjištěno, že takto legované oceli mají vysokou odolnost vůči vyšším teplotám a tečení (creepu). Další vývoj směřoval právě na tyto žárupevné (odolné proti tečení) a žáruvzdorné (odolné proti vysokým teplotám) oceli [4].

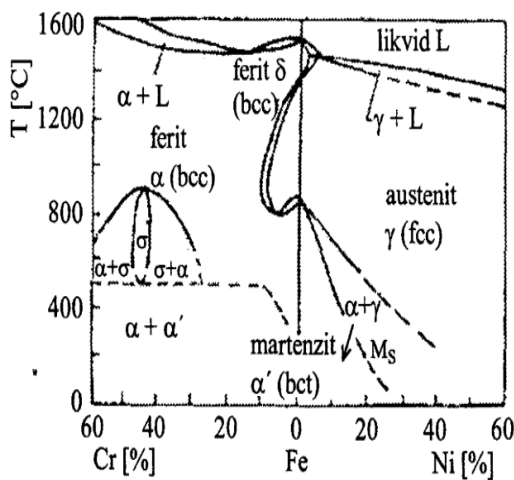
Na obrázku 1 je vidět vývoj žárupevných ocelí ve 20. století a jejich mez pevnosti při tečení za působení teploty 600 °C ve 100 000 hodinách. Na obrázku je označená zkoumaná ocel SUPER 304H. Základem téměř všech vyvíjených korozivzdorných a žárupevných ocelí byl systém 18%Cr–8%Ni. V 70. letech 20. století se na trh dostává ocel Tempaloy A-1 s přídavnými prvky Ti a Nb. Následují oceli TP347H, TP347HFG, SUPER 304H, Tempaloy AA-1 vyvíjené především pro využití v parních kotlech pracujících s nadkritickými parametry [4].



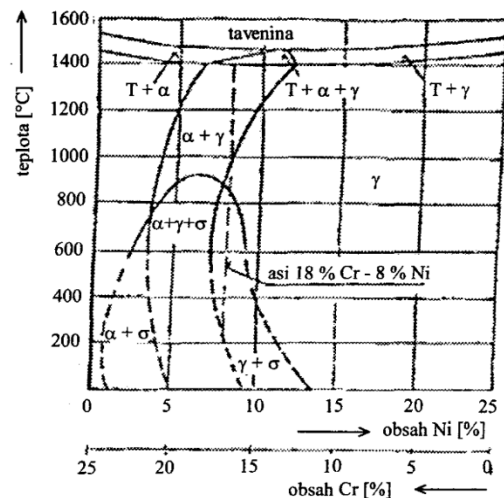
Obrázek 1: Historický vývoj žárupevných ocelí vzhledem k jejich mezi pevnosti při tečení [4]

## 2.2 Vliv přídavných prvků na vlastnosti austenitických ocelí

**Cr, Ni** Hlavními garanty korozivzdornosti v ocelích jsou Cr a Ni. Cr je feritotvorný prvek, který v oceli zaručuje pasivnost a odolnost proti oxidaci za zvýšených teplot. Aby však bylo těchto vlastností dosaženo je ho v matici nutno rozpustit minimálně 11,7 %. Ni je austenitotvorný prvek. Má příznivý vliv na korozní odolnost, a to zejména v redukčních vodných prostředích. Pro zaručení austeniticky stabilní oceli je Ni potřeba alespoň 14%. Má také pozitivní vliv na mez kluzu a houževnatost [5]. Vlivem těchto dvou prvků vzniká tzv. ternární systém, jehož podstatu vysvětluje dvoubinární rovnovážný diagramy (obrázek 2), popřípadě řez v ternárním systému (obrázek 3) [6].



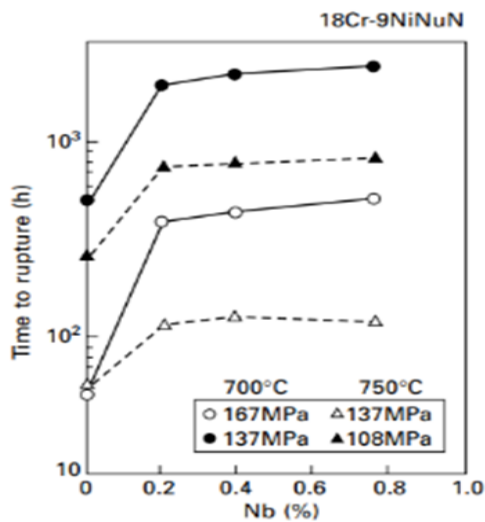
Obrázek 2: Dvoubinární rovnovážný diagram Fe-Cr a Fe-Ni [6]



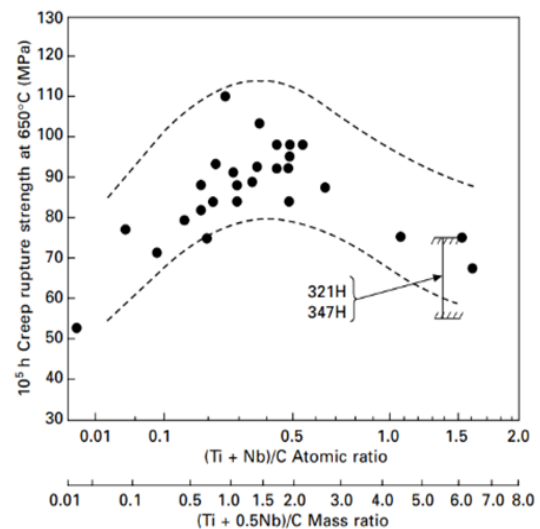
Obrázek 3: Rovnovážný diagram tříložkového systému Fe-Cr-Ni [6]

**Ti, Nb** Oceli legované pouze Cr a Ni jsou odolné proti běžné elektrochemické korozi, avšak při vyšších teplotách (425-815°C) dochází k precipitaci karbidů chrómu ( $M_{23}C_6$ ) na hranicích zrn a tyto oceli se stávají náchylnými k MKK. Tato koroze se dá potlačit dvěma způsoby, buďto tepelným zpracováním (konkrétně rozpouštěcím žíháním) anebo legováním Ti či Nb, pak mluvíme o tzv. stabilizovaných ocelích. Ti a Nb reagují s C a tvoří s ním karbidy. Precipitace těchto karbidů poté zabraňuje nežádoucí precipitaci karbidů chrómu na hranicích zrn. Díky Ti a Nb jsou oceli precipitačně vytvrditelné, a tak se dosahuje dobrých mechanických vlastností. Legování těmito prvky je typické pro konvenční oceli 321H a 347H. Vliv niobu na žárupevnost je vidět na obrázku 4 [4],[5],[7].

Ocel SUPER 304H byla navržena především aby odolávala creepu, MKK řeší až jako druhotný problém. Zvyšování žárupevnosti řeší pomocí tzv. 'under-stabilising' techniky. Tato technika je založená na optimalizaci obsahu Ti a Nb do takových hodnot, kde bude dosaženo maximální žárupevnosti. Na obrázku 5 je vidět vliv množství Ti a Nb na mez pevnosti při tečení (650 °C,  $10^5$  h) [4].

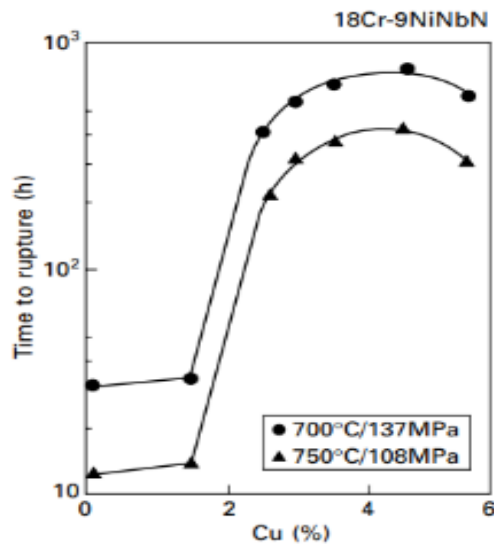


Obrázek 4: Vliv obsahu Nb na žárupevnost [4]



Obrázek 5: Vliv poměru (Ti+Nb)/C na žárupevnost u oceli 18Cr10NiNbTi [4]

**Cu** Měď kolem 3% výrazně zvyšuje odolnost proti tečení. Její vliv na žárupevnost je vidět na obrázku 6. Ačkoli žárupevnost roste až do nějakých 5% Cu, při překročení obsahu 3% Cu se výrazně snižuje houževnatost, proto je 3% obsah nevhodnější [1],[4]. Ve struktuře austenitu se vyskytuje jako jemné fáze o ní obohacené, které se dále dají precipitačně vytvrzovat [4],[8]. Cu také zlepšuje obrobiteľnosť [5].



Obrázek 6: Vliv Cu na žárupevnost [4]

**C, N** Tyto prvky se ve struktuře vylučují jako intersticiály a v sekundárních fázích. C vytváří karbidy a společně s N může vytvářet karbo-nitridy. Oba rozšiřují oblast austenitu. Vyšší obsahy C mají negativní vliv na technologické vlastnosti, avšak do určité míry zvyšují žárupevnost. N se přidává k zabránění bodové a šterbinové koroze. Jeho přítomnost zvyšuje mez pevnosti [5],[7],[9].

**B** Bór se přidává v malém množství kolem 0.003–0.012% k stabilizaci karbidů  $M_{23}C_6$  tím, že vytváří komplexní sloučeniny typu  $M_{23}(C, B)_6$ . V malém množství zlepšuje tvařitelnost a zvyšuje žárupevnost. Vyšší obsahy zhoršují tvařitelnost a u svařování může jeho vlivem docházet k praskání [7],[10].

**Al** Hliník zvyšuje žáruvzdornost a společně s niklem tvoří intermediální fáze, ty slouží k precipitačnímu vytvrzování [5],[10].

**Mn** Mangan je austenitotvorný prvek často nahrazující nikl kvůli jeho ceně. Obvykle se ho přidává nad 3% k snížení korozního praskání u svarů. Jeho legováním se snižuje obrobiteľnosť [5].

## 2.3 Ocel SUPER 304H

Nerezová ocel SUPER 304H je relativně nová jemnozrnná austenitická ocel, vyvinutá koncem 80. let 20. století. Řadí se mezi žárupevné oceli založené na systému 18%Cr–8%Ni. V současné době je široce využívána u vysokoteplotních přehříváků, výměníků tepla a vysokotlakých parních kotlů v tepelných a výjimečně jaderných elektrárnách. Její využití je odvozeno od jejích vlastností, mezi které patří především vysoká žárupevnost, vysoká odolnost vůči korozi a oxidaci [8].

Její chemické složení je uvedeno v tabulce 1. Vlivy jednotlivých prvků byly zmíněny o kapitulu výše a platí obecně pro všechny austenitické žárupevné oceli, takže i pro ocel SUPER 304H. V tabulce 2 jsou uvedena ekvivalentní značení pro normy JIS (Japanese Industrial Standards), ASTM (American Society For Testing And Materials), DIN (Deutsches Institut für Normung), EN (European Standards) a UNS (Unified numbering system) [11],[12].

Tabulka 1: Chemické složení oceli SUPER 304H podle ASME [13]

Ocel SUPER 304H	Chemické složení [%]											
	C	Cr	Ni	Cu	Mn	S	N	P	Si	Nb	Al	B
ASME Code	0,07	17,0	7,5	2,50	max	max	0,05	max	max	0,30	0,003	0,001
Case 2328-1	0,13	19,0	10,5	3,50	1,00	0,01	0,12	0,04	0,30	0,60	0,030	0,010

Tabulka 2: Ekvivalentní oceli k oceli SUPER 304H dle norem (ASTM, DIN, EN, UNS) [13],[14]

JIS	ASTM	DIN	EN	UNS
SUPER 304H	A213	1.4907	X10CrNiCuNb18-9-3	S30432

V tabulce 3 jsou shrnuté základní mechanické parametry oceli SUPER 304H. Jednotlivé hodnoty byly naměřeny za běžné pokojové teploty (20 °C).

Tabulka 3: Mechanické vlastnosti dle Werkstoffblatt 550 [14],[15]

R <sub>p0,2</sub> [Mpa]	R <sub>m</sub> [Mpa]	R <sub>p0,2</sub> <sup>1</sup> [Mpa]	A <sub>50</sub> [%]	KV [J]	E [Gpa]	HB [-]	HRB [-]	HV [-]
≥235	590-850	≥140	≥35	≥85	195	219	95	230

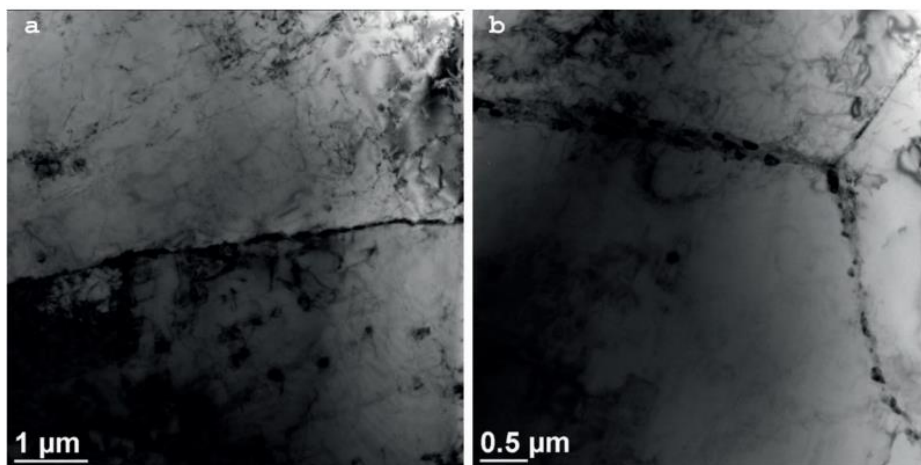
<sup>1</sup> R<sub>p0,2</sub> při teplotě 600 °C

## 2.4 Proces precipitace u žárupevných austenitických ocelí

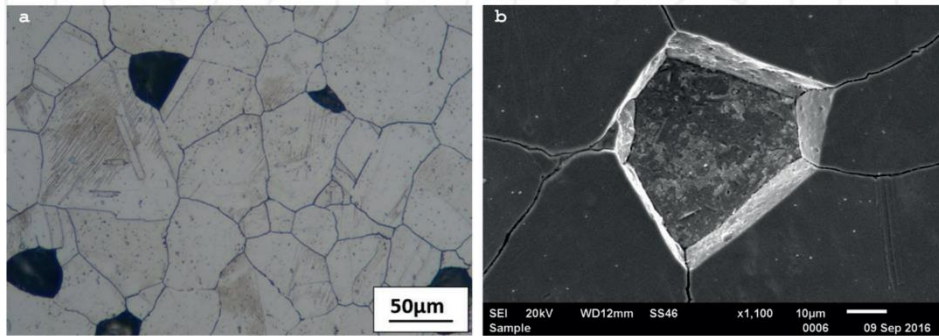
Jak již bylo zmíněno ocel SUPER 304H a obecně všechny žárupevné austenitické oceli pracují za velmi náročných podmínek. Při těchto podmínkách obvykle dochází k degradačním mechanismům materiálu, které mají výrazný vliv na mnohé vlastnosti samotného materiálu. Mezi tyto degradační procesy se řadí i precipitace sekundárních fází ve struktuře oceli. Na základě typu oceli, její mikrostruktury a zpracování mohou precipitovat tyto sekundární fáze:  $M_{23}C_6$ , MX,  $\epsilon$ -Cu, Z fáze,  $\sigma$  fáze, Lavesovy fáze, G fáze a  $\chi$  fáze [16].

### 2.4.1 $M_{23}C_6$ karbid

Karbidy chromu jsou nejběžnější sekundární fáze, které precipitují uvnitř austenitických ocelí. Vyskytují se především na hranicích zrn, na obrázku 7 je tento výskyt znatelný. Ve stavu vzniku fáze (iniciační fázi) zvyšují nepropustnost skluzu a tím zvyšují i mechanické vlastnosti. Avšak tyto karbidy jsou tepelně velmi nestabilní a během tepelného zpracování dochází k výraznému snížení obsahu Cr v přilehlé struktuře, to má za následek náchylnost k MKK. Pokud dojde k tomuto ochuzení pod 12% Cr materiál ztrácí schopnost pasivace a chová se jako korozní makročlánek s malou anodou (ochuzená oblast) a velkou katodou (základní materiál). MKK je zvláště nebezpečná degradace materiálu, která prostupuje skrz materiál velmi rychle a běžně není zpozorovatelná. Při metalografickém výbrusu může dokonce dojít k vyloupnutí celého zrna ze struktury (obrázek 8) [16],[17].



Obrázek 7: Výskyt  $M_{23}C_6$  karbidů na hranicích zrn u oceli TP347HFG [16]



Obrázek 8: Vyloupenutí austenitického zrna [16]

O pozitivním vlivu B na MKK byla zmínka již v předešlých odstavcích. Jeho legováním dochází k precipitaci  $M_{23}(C, B)_6$  bórkarbidů namísto  $M_{23}C_6$  karbidů. Tyto karbidy jsou tepelně stálější, a tudíž mají pozitivní dopad na MKK [16].

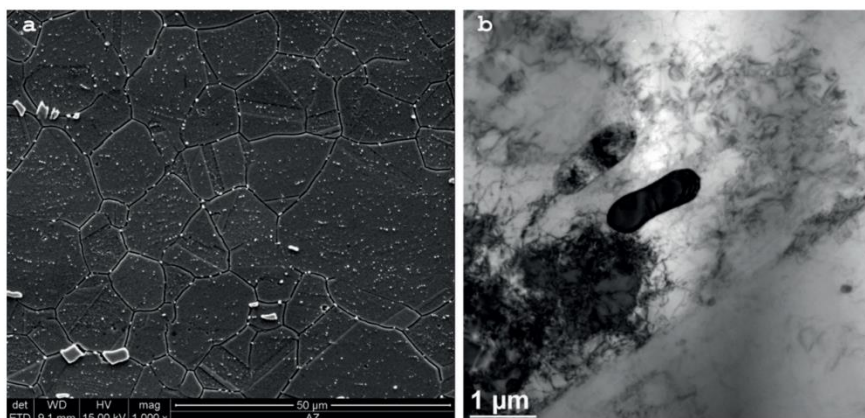
#### 2.4.2 MX precipitáty

MX sekundární fáze jsou vyvolané karbidotvornými prvky jako jsou Ti, Nb nebo Hf. Oproti dalším sekundárním fázím mají tyto fáze více žádoucích než nežádoucích vlastností. Vyskytují se uvnitř zrn. U austenitických ocelí mají tyto dva hlavní cíle:

- Vázání C a tím zabránění precipitace karbidů chromu na hranicích zrn
- Precipitační vytvrzování

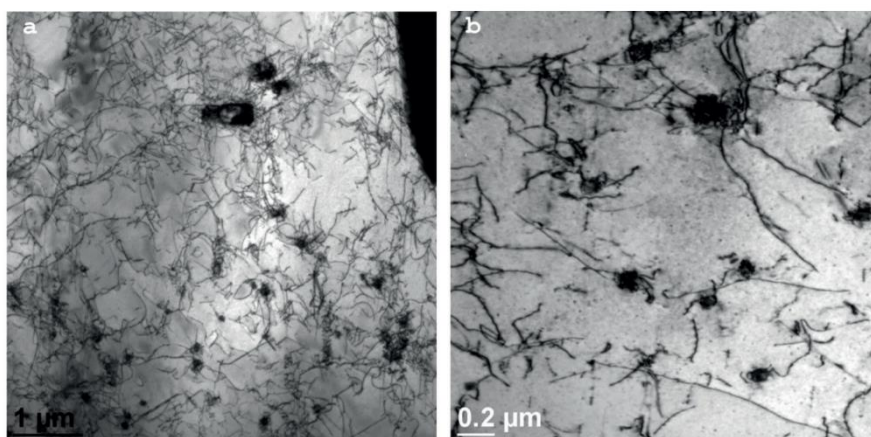
U niobem stabilizovaných ocelí vznikají dva typy MX (MC) precipitátů: mikroskopické primární karbidy (obrázek 9) a nanoskopické sekundární precipitáty (obrázek 10). Primární NbC karbid zabraňuje hrubnutí zrna při tepelném zpracování, avšak jeho rozhraní s matrixem je iniciátorem creepových trhlin. Sekundární precipitát NbX zabraňuje pohybu dislokací a výrazně zpevňuje celou strukturu.

MX precipitáty také mohou vázat atomy N a tím zvýšit sklon k bodové korozi [16].



Obrázek 9: Primární karbidy NbC u oceli TP347HFG [16]





Obrázek 10: Sekundární precipitáty NbX u oceli TP347HFG [16]

### 2.4.3 $\epsilon$ -Cu precipitát

Austenitické oceli legované Cu (například zkoumaná ocel SUPER 304H nebo Sanicro 25) vytváří ve svých strukturách jemné  $\epsilon$ -Cu fáze rozptýlené uvnitř austenitických zrn. Vznik těchto precipitátů je založen na procesu zvaném stárnutí. V počáteční fázi stárnutí vznikají tyto precipitáty asi jen s 20% obsahem Cu. Po přibližně 500 hodinách stárnutí při teplotě 650°C se obsah Cu ve fázi zvýší až na 90%. Precipitace této fáze probíhá velmi rychle, u oceli SUPER 304H bylo zjištěno, že první částice vznikají již po 1h při stárnutí na 650°C. Jejich velikost (obvykle několik desítek nanometrů) a jejich rozptýlení efektivně zabraňuje pohybu dislokací.  $\epsilon$ -Cu precipitáty jsou poměrně vysoce stabilní, a i při dlouhodobém stárnutí při 650°C nedochází k jejich výraznému hrubnutí. To je dáno koherentním rozhraním mezi precipitátem a maticí. Avšak tyto fáze mají nepříznivý efekt na korozní odolnost materiálu [16].

### 2.4.4 Z fáze

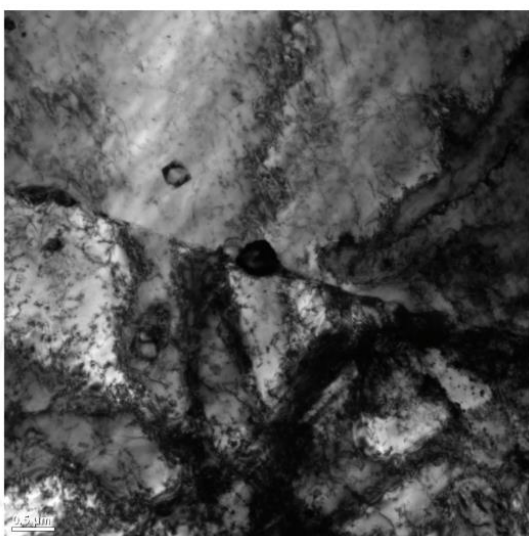
Z fáze (NbCrN) precipitují převážně u austenitických ocelí obsahujících vyšší množství Nb a N. Mohou se vyskytovat nejen uvnitř zrn, ale i na jejich hranicích. Vyloučení této fáze na hranici zrna u oceli SUPER 304H je vidět na obrázku 11. Na rozdíl například od martenzitické oceli, Z fáze u austenitických ocelí zvyšuje mechanické vlastnosti. NbCrN precipitáty jsou termodynamicky stabilní až do 700°C, tudíž do těchto teplot nedochází k jejich výraznému růstu. Jejich výskyt uvnitř zrn způsobuje precipitační vytvrzení a s tím spojený nárůst mechanických vlastností [16].

### 2.4.5 Lavesovy fáze

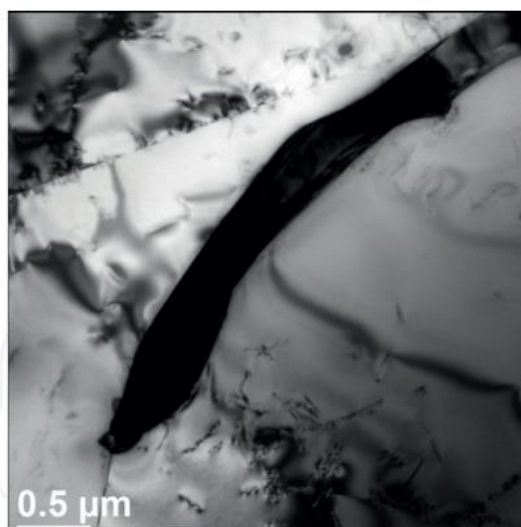
K precipitaci Lavesových fází ( $\text{Fe}_2\text{Nb}$ ,  $\text{Fe}_2\text{Ti}$ ,  $\text{Fe}_2\text{Mo}$ ) dochází nad teplotou  $600^\circ\text{C}$ . Tyto fáze se primárně nacházejí na hranicích zrn a až na druhém místě uvnitř zrn. Jejich vliv na vlastnosti je odvozen od objemového podílu na hranicích zrn. Čím je tento podíl větší, tím roste žárupevnost. Jejich výskyt uvnitř zrn opět zabraňuje skluzu dislokací, zvyšuje pevnost, tvrdost, žárupevnost ale snižuje tažnost a houževnatost [16],[18].

### 2.4.6 G fáze

G fáze je komplexní silicid precipitující u stabilizovaných ocelí. Komplexní silicid se vyskytuje ve složení  $\text{A}_{16}\text{D}_6\text{Si}$ , kde A je Ni a D je Nb nebo Ti (např.  $\text{Ni}_{16}\text{Nb}_6\text{Si}_7$ ,  $\text{Ni}_{16}\text{Ti}_6\text{Si}_7$ ). Jako většina předešlých fází se vylučuje na hranicích zrn (obrázek 12). Výskyt těchto precipitátů má pozitivní vliv na tažnost při creepových testech, avšak jeho výskyt na hranicích zrn je doprovázen s klesající houževnatostí a snižující se korozivzdorností [16].



Obrázek 11: Precipitát Z fáze na hranici zrna u oceli Super 304H [16]



Obrázek 12: G fáze na hranici zrna u oceli T321H [16]

### 2.4.7 $\chi$ fáze

Intermetalická  $\chi$  fáze se vyskytuje u ocelí s vysokým obsahem N a příměsí Mo. Precipituje podobně jako  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  na hranicích zrn a v menším množství i uvnitř zrn. Precipitáty na hranicích zrn mají pozitivní dopad na žárupevnost, avšak snižují houževnatost a zvyšují sklon k MKK. Samotný vliv  $\chi$  fáze na vlastnosti materiálu je velmi spjat s intermetalickou  $\sigma$  fází [16].

## 2.5 $\sigma$ fáze

Sigma fáze je sekundární intermetalická fáze s tetragonální krystalovou mřížkou precipitující převážně na hranicích zrn s vyšší koncentrací Cr či přeměnou z  $\delta$ -feritu při teplotách 600 až 1000°C. Vznik  $\sigma$  fáze, pozorovatelný především u nerezových ocelí, je spjat s mnoha negativními vlivy na vlastnosti materiálu. Příkladem je zhoršení mechanických vlastností, nižší odolnost proti korozi nebo také horší svařitelnost. Pozitivní vliv je dán jejím možným vytvrzením [19]. Stabilita  $\sigma$  fáze je dána především jejím chemickým složením (příklady složení jsou v tabulce 4) a přítomností nečistot. Její vznik je ovlivněn přítomností některých prvků. Cr, Si nebo Mo výrazně zvyšují možnost precipitace  $\sigma$  fáze, kdežto N a C brání jejímu vzniku [16],[19].

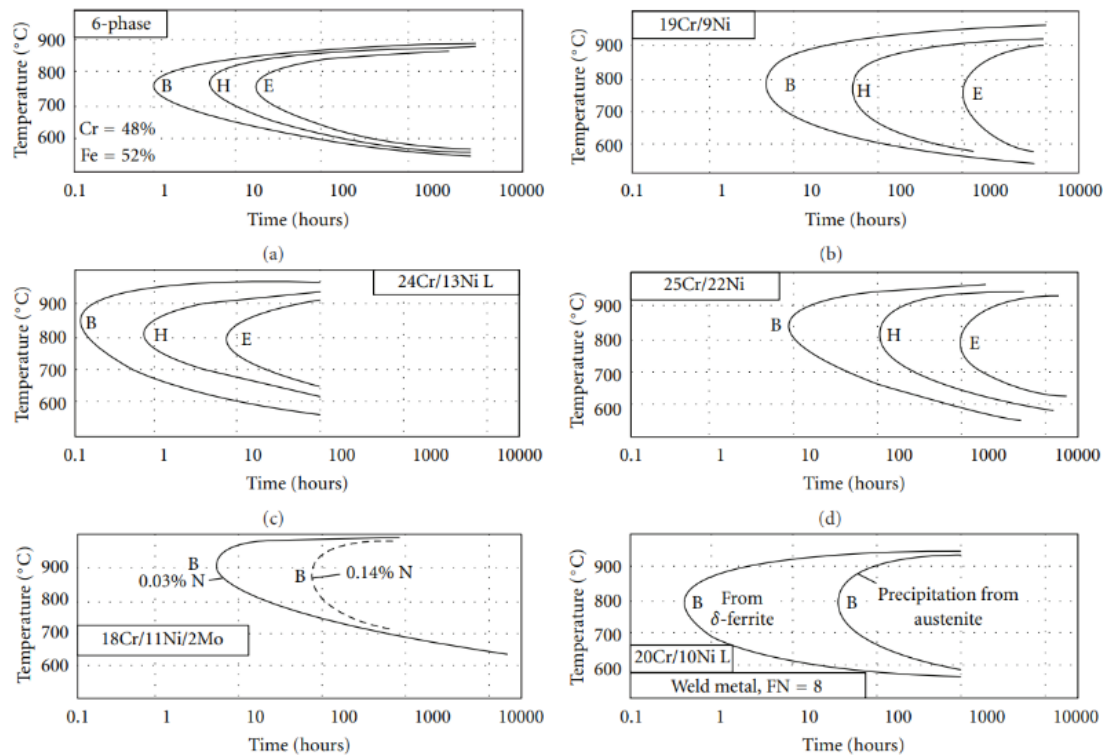
Tabulka 4: Chemické složení a mřížkový parametr sigma fáze u různých ocelí [19]

Slitina	Mřížkový parametr (Å)	Chemické složení fáze (%)				
		Fe	Cr	Ni	Mo	Si
Fe-Cr	$a_0 = 8.799, c_0 = 4.544$					
Fe-Mo	$a_0 = 9.188, c_0 = 4.812$					
17Cr-11Ni-2Mo-0,4Ti	-		30	4,3	9	0,8
17Cr-11Ni-0,9Mo-0,5Ti	-		33	4,5	5,4	0,7
Typ 316	$a_0 = 8.28 \sim 8.38, c_0 = 4.597 \sim 4.599$	55	29	5	11	-
Typ 316L	$a_0 = 9.21, c_0 = 4.78$					
20Cr-25-34Ni-6,5-8Mo	$a_0 = 8.87, c_0 = 4.61$	35/37	17/26	15/21	21/28	-
25Cr-20Ni	-	40	46	9,4	-	3

### 2.5.1 Precipitace $\sigma$ fáze

Precipitace sigma fáze vychází z transformace  $\delta \rightarrow \sigma$  (delta feritu na sigma fázi). Vznik  $\sigma$  fáze pak nejprve nastává v oblasti s vyšší koncentrací Cr přímo uvnitř  $\delta$  feritu. Obdobně může sigma fáze vznikat z transformace  $\gamma$  austenitu, pokud se ve struktuře nenachází žádný  $\delta$  ferit, ale je to nepravděpodobné. Takto probíhá precipitace například právě u oceli SUPER 304H. Dobré podmínky pro vznik fáze vznikají na rozhraní  $\delta/\gamma$  [19].

Na obrázku 13 je vidět vznik  $\sigma$  fáze v tzv. TTT křivkách (Time-Temperature-Transformation). U oceli 24Cr/13Ni L je vidět vznik fáze již v 0,1 h. To je dáno vysokým obsahem Cr, nízkým obsahem C a velkým podílem  $\delta$  feritické struktury. Z obrázku je také vidět vliv N na rychlost vzniku  $\sigma$  fáze a přibližně 100krát pomalejší vznik z  $\gamma$  austenitu než z  $\delta$  feritu [19].



Obrázek 13: TTT křivky  $\sigma$  fáze u rozdílných nerezových ocelí (B: iniciační stádium precipitace, H: střední stádium, E: finální precipitační stádium) [19]

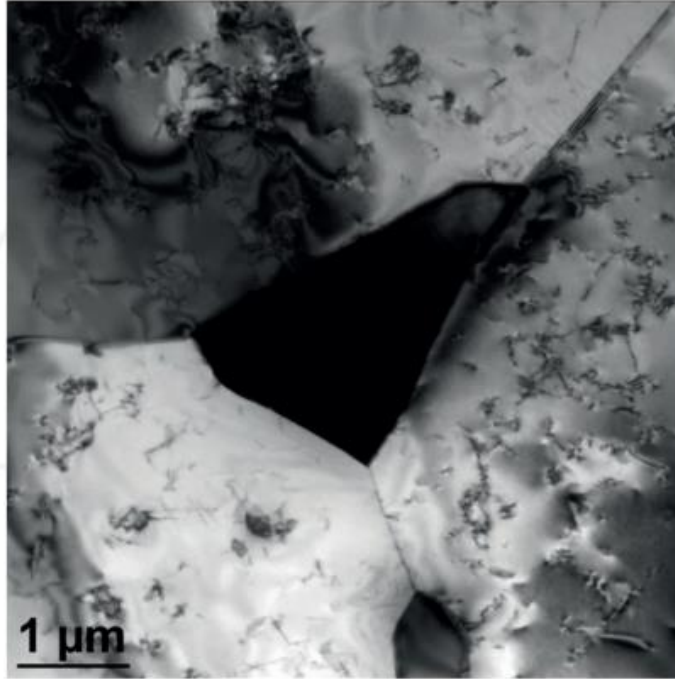
K nukleaci sigma fáze může docházet na několika různých místech. Obvykle dochází k precipitaci na hranicích zrn či na trojném styku zrn, dále však rozlišujeme i tzv. rohovou precipitaci a celulární precipitaci [19].

### Precipitace na hranicích zrn

Jak již bylo zmíněno  $\sigma$  fáze může vznikat na hranici feritu a austenitu, což je oblast s vysokým obsahem Cr. V této oblasti je koncentrováno velké množství energie, a proto zde vznikají různé vady, které mají pozitivní vliv k nukleaci  $\sigma$  fáze. Samotný vznik je také doprovázen ochuzením okolní struktury o Cr a jak již víme to má zásadní vliv na zhoršení korozivzdornosti [19].

### Precipitace na trojném styku zrn

Vhodné podmínky pro vznik  $\sigma$  fáze na trojném styku zrn jsou při dlouhodobém stárnutí (10000 až 15000 h) pod teplotou 600°C. Trojný styk obvykle vzniká mezi třemi zrny  $\delta$  feritu. Na obrázku 14 je vidět tento typ výskytu [19].



Obrázek 14: Výskyt  $\sigma$  fáze na trojném styku zrn u oceli T321H [16]

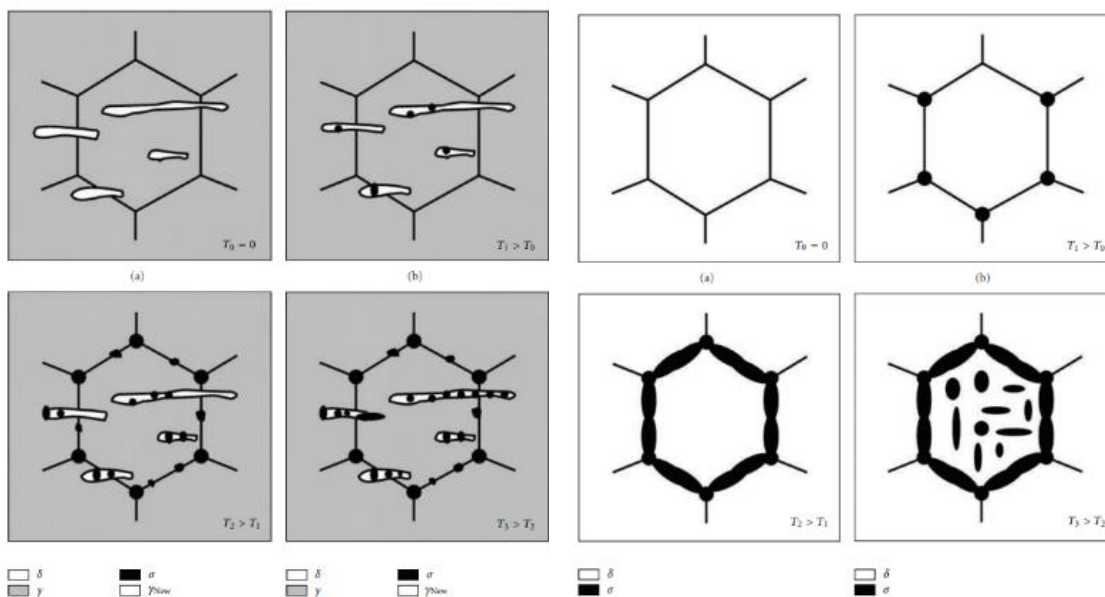
### Rohová precipitace

Rohová precipitace znamená, že  $\sigma$  fáze se formuje přímo na rohu zrna  $\delta$  feritu. Podobně jako na hranicích zrn i na rohu je vyšší obsah Cr a je zde vhodné prostředí pro nukleaci  $\sigma$  fáze. Opět však dochází k ochuzení okolní struktury o Cr a opět je zde riziko ke korozi [19].

### Celulární precipitace

Poslední možností nukleace sigma fáze je celulární precipitace. Ta je založena na tzv. eutektoidním rozpadu  $\delta$  feritu na  $\sigma$  fázi a sekundární austenit ( $\delta \rightarrow \sigma + \gamma_2$ ).  $\sigma + \gamma_2$  vznikají jako lamely ve struktuře  $\delta$  feritu a pohlcují prvky Cr, Mo a Si z jeho struktury [19].

Proces precipitace u austenitické a feritické oceli je vidět na obrázku 15 a 16.



Obrázek 15: Precipitační mechanismus  $\sigma$  fáze u austenitické oceli AISI 316L [19]

Obrázek 16: Precipitační mechanismus  $\sigma$  fáze u feritické oceli DIN 1.4575 [19]

## 2.5.2 Predikce vzniku sigma fáze

Předpoklad vzniku  $\sigma$  fáze je odvozen hlavně od chemického složení oceli.

Dle empirických pozorování byl odvozen vzorec:

$$\text{Poměrový faktor} = \frac{\%Cr - 16\%C}{\%Ni} \quad (2.1)$$

Pokud je dle rovnice poměrový faktor  $> 1.7$ ,  $\sigma$  fáze může precipitovat u korozivzdorných ocelí. Z rovnice je patrné, že na precipitaci mají zásadní vliv 3 základní prvky a to Cr, C a Ni [19].

Jiné zdroje uvádí jinou rovnici založenou na počtu elektronových vakancí (kladně nabitých děr) označovaných pod číslem  $N_v$ . Rovnice je zobrazena níže:

$$N_v = 0.66\%Ni + 2.66\%Fe + 4.66\%(Cr + Mo) + 5.6\%Nb + 6.66\%Si + 7.66\%Al \quad (2.2)$$

Pokud je hodnota  $N_v$  větší než 2.52 je tendence ke vzniku  $\sigma$  fáze. Například u oceli AISI 310 je  $N_v$  rovno 2.88, tedy dochází k precipitaci  $\sigma$  fáze [16],[19].

Nejužívanější rovnicí k predikci vzniku  $\sigma$  fáze je empirická rovnice:

$$\begin{aligned} Cr_{eq} = & Cr + 0.31Mn + 1.76Mo + 0.97W + 2.02V \\ & + 1.58Si + 2.4Ti + 1.76Nb + 1.22Ta \\ & - 0.226Ni - 0.177Co \end{aligned} \quad (2.3)$$

Je široce využívaná především proto, že bere v potaz nejvíce přídavných prvků. Pokud je číslo  $Cr_{eq}$  větší než 17-18% dochází ke vzniku  $\sigma$  fáze [16],[19].

### 2.5.3 Negativní dopady $\sigma$ fáze na vlastnosti ocelí

Existují tři nejčastější problémy spojené se vznikem  $\sigma$  fáze. Mezi tyto problémy se řadí lokální křehnutí, vznik trhlin za zvýšených teplot a snížení korozivzdornosti [19].

Lokální křehnutí spojené se sigma fází vzniká při teplotách v rozmezí 650-900 °C obvykle během nevhodně zvolených parametrů svařovacího procesu anebo v atmosféře parních kotlů. Při křehnutí dochází k výraznému snížení tvrdosti a tažnosti [19].

Vznik trhlin za zvýšených teplot je způsoben transformací delta feritu na sigma fázi. Tento proces je obvykle pozorován u svařování [19].

Snížení korozivzdornosti je opět dáno vlivem ochuzení Cr prostřednictvím vzniku  $\sigma$  fáze. Mezi obvyklé typy korozního napadení patří MKK, bodová a štěrbinová koroze [19].

### 2.5.4 Používané metody k odstranění $\sigma$ fáze

Existují zatím tři vhodné metody k odstranění či zamezení vzniku nežádoucí  $\sigma$  fáze. Mezi tyto metody se řadí tepelné zpracování rozpouštěcím žíháním, válcování obvykle přímo navazující na TZ a předcházení vzniku  $\sigma$  fáze chemickým složením materiálu [19],[20].

Při rozpouštěcím žíhání na teplotě vyšší než 1050°C dochází k difúzi  $\sigma$  fáze a jejímu rozpouštění v matici  $\gamma$  austenitu. Ochlazování materiálu je prováděno do vody. Takto provedeným TZ dochází k výraznému snížení procentuálního obsahu  $\sigma$  fáze a jejímu negativnímu vlivu na některé vlastnosti [19],[20].

Sigma fáze vzniká ve dvou možných morfologiích. Dendritická morfologie je velmi nestabilní a způsobuje křehkost materiálu. Naopak globulární tvar  $\sigma$  fáze je stabilní a méně nežádoucí. Dosáhnout změny morfologie z dendritické na globulární je možné díky dlouhodobému stárnutí nebo pomocí válcování, které je efektivnější volbou k odstranění nežádoucích vlastností [19],[20].

Úplně nečastějším způsobem, jak se vyhnout nežádoucí  $\sigma$  fázi je vhodné zvolení chemického složení oceli. Legováním dusíku je možné snížit vznik delta feritu při TZ nebo

stárnutí a tím pádem snížit transformaci  $\delta \rightarrow \sigma$ . Uhlík má podobný vliv jako N. Při vyšších obsazích C precipitují přednostně karbidické fáze ( $M_{23}C_6$ ) a vznik  $\sigma$  fáze je potlačen. Výrazný dopad na růst  $\sigma$  fáze má také Cu. Měď vytváří  $\epsilon$ -Cu precipitáty, které brání růstu  $\sigma$  fáze na rozhraní  $\delta/\gamma$  [19],[20].

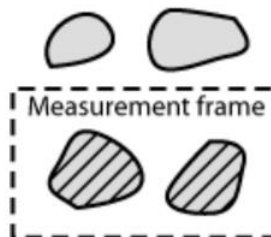
## 2.6 Obrazová analýza programu NIS-Elements AR

Program NIS-Elements AR je software využívaný ke zpracování a analýze obrazu určený pro výzkumná pracoviště, univerzity i průmyslová prostředí. Prostřednictvím funkcí tohoto programu lze analyzovat 2D i 3D objekty na pořízených snímcích a určit jejich základní parametry. V následujících odstavcích jsou popsány některé z vyhodnocovaných charakteristik a jejich možné výpočty [19].

Základním měřeným parametrem programu NIS-Elements AR je plocha zkoumaných objektů. Ta se dá vyhodnocovat v tzv. zkalibrovaném a nezkalibrovaném typu, u nezkalibrovaného typu představuje plochu objektu počet jeho pixelů, u zkalibrovaného typu poté reálnou velikost plochy [21].

Další měřenou charakteristikou vhodnou k dalšímu zkoumání je podíl plochy zkoumaného objektu, či více objektů k celé měřené ploše obrazu ohraničené rámečkem. Výpočet tohoto parametru je zobrazen v rovnici (2.4) a názorný obrázek k tomuto výpočtu je vidět na obrázku 17 [21].

$$AreaFraction = Area/MeasuredArea \quad (2.4)$$



Obrázek 17: Podíl plochy objektu k celkové zkoumané ploše [21]

Obvod objektu je dalším důležitým ukazatelem, který je možný programem NIS-Elements AR vyhodnocovat. Zahrnuje vnější i vnitřní obvod obrazce (pokud jsou v něm nějaké díry). Obvod je vyhodnocován ze 4 projekcí ve směrech 0, 45, 90 a 135 stupňů s využitím Croftonovy rovnice:

$$Perimeter = \pi \cdot (Pr_0 + Pr_{45} + Pr_{90} + Pr_{135})/4 \quad (2.5)$$

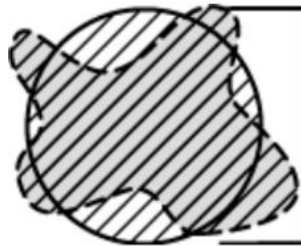


Kruhovitost objektů je odvozený parametr z charakteristik plochy a obvodu. Výpočet kruhovitosti je zobrazen v rovnici (2.6). Je-li kruhovitost rovna 1 jedná se o dokonalý kruh, pro ostatní tvary je tato hodnota vždy menší než 1 [21].

$$Circularity = 4 \cdot \pi \cdot Area / Perimeter^2 \quad (2.6)$$

Ekvivalentní průměr je ukazatel odvozený z plochy objektu a určuje nám průměr kružnice, která má stejnou plochu jako měřený objekt. Výpočet tohoto průměru je uveden v rovnici (2.7) a schématický obrázek k tomuto výpočtu je na obrázku 18 [21].

$$Eqdia = \sqrt{(4 \cdot Area / \pi)} \quad (2.7)$$



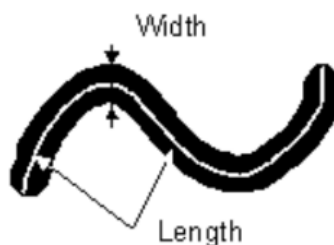
Obrázek 18: Ekvivalentní kružnice ke zkoumanému objektu [21]

Délka je odvozenou charakteristikou vhodnou pro prodloužené či úzké objekty. Její stanovení vychází z tzv. tyčinkového modelu, kde měřenou délkou je osa tenké tyčinky. Znázornění tohoto modelu je na obrázku 19 a výpočet délky je:

$$Lenght = (Perimeter + \sqrt{Perimeter^2 - 16 \cdot Area}) / 4 \quad (2.8)$$

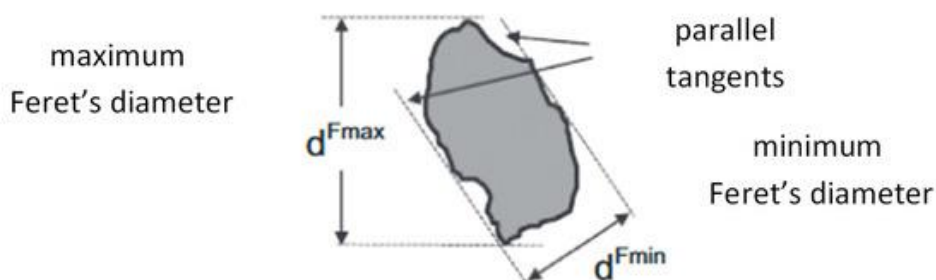
Šířka měřeného objektu je jako délka závislá charakteristika vhodná k popisu tenkých prodloužených struktur. Je opět založená na tyčinkovém modelu a její výpočtový vztah je vidět v rovnici (2.9). Na obrázku 19 je jako u délky vidět její vyhodnocení [21].

$$Width = Area / Lenght \quad (2.9)$$



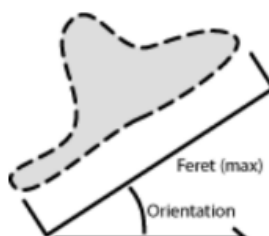
Obrázek 19: Délka a šířka zkoumaného objektu v podobě tyčinky [21]

Mezi důležité funkce, které nám popisují zkoumané objekty jsou funkce MaxFeret a MinFeret. Jedná se o maximální/minimální hodnotu ze sady tzv. Feretových průměrů, tj. vzdálenostmi mezi rovnoběžnými tečnami dotýkajícími se na opačných koncích částice. NIS-Elements AR počítá ze sady Feretových průměrů pootočených vždy o úhel  $\alpha$ ,  $\alpha \in (0,180)$ ,  $\alpha = 0, 10, 20, 30, \dots, 180$  stupňů. Na obrázku 20 je znázorněno vyhodnocení Feretových průměrů [21],[22].



Obrázek 20: Maximální a minimální Feretův průměr [23]

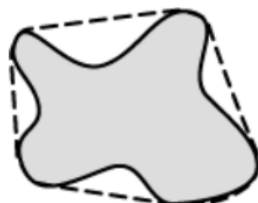
Z Feretových průměrů poté vychází několik dalších charakteristik. Jednou z nich je orientace objektu, která udává úhel, při kterém je Feretův průměr největší. Na obrázku 21 je ukazatel orientace znázorněn [21].



Obrázek 21: Orientace objektu [21]

Velmi důležitým ukazatel k popisu částic je drsnost. Ta nabývá hodnot od 0 do 1, je-li drsnost rovna 1, jedná se o hladký (kruhový) objekt. Rovnice výpočtu (2.10) a schématický obrázek 22 jsou vidět níže [21].

$$\text{Roughness} = \text{Convex hull perimeter} / \text{Perimeter} \quad (2.10)$$

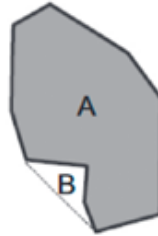


Obrázek 22: Schématické znázornění vyhodnocení drsnosti povrchu [21]

Dalšími možnými parametry vhodnými k vyhodnocování, především ve speciálních případech mohou být např. konvexnost nebo prodloužení [21].

Konvexnost určuje, jak je zkoumaný objekt konvexní na jeho hranách. Vzorec pro výpočet je v rovnici (2.11) a názorný obrázek 23 hned pod rovnicí [21].

$$\textit{Convexity} = \textit{Area}/\textit{Convex Hull Area} \quad (2.11)$$



Obrázek 23:  
Vyhodnocení  
konvexnosti [23]

Prodloužení lze odvodit od zjištěných hodnot MaxFeret a MinFeret. Tato charakteristika je užitečný ukazatel tvaru objektu. Hodnotu prodloužení lze snadno vypočítat dle následujícího vztahu [21]:

$$\textit{Elongation} = \textit{MaxFeret}/\textit{MinFeret} \quad (2.12)$$

### 3 Praktická část

Praktická část přímo navazuje na teoretickou část ověřením predikce vzniku sigma fáze podle tří zmíněných vztahů. Dále jsou zde zhodnoceny ukazatelé obrazové analýzy v rámci jejich použitelnosti na několika modelových situacích a jak se hodnotí data více částic najednou. Praktická část je zakončena hodnocením reálných dat z precipitace sigma fáze na třech expozičních vzorcích.

#### 3.1 Ověření predikce vzniku sigma fáze

Pro zkoumanou ocel SUPER 304H konkrétního chemického složení (tabulka 5) byl predikován vznik  $\sigma$  fáze dle rovnic (2.1), (2.2), (2.3).

Tabulka 5: Konkrétní chemické složení vyrobené oceli SUPER 304H [1]

	Chemické složení [%]												
	C	Si	Mn	P	S	Cu	Cr	Ni	Nb	B	N	Al	Fe
S304H	0,09	0,2	0,8	0,032	0	2,99	18,4	8,8	0,48	0,004	0,11	0,006	68,094

$$\begin{aligned}
 \text{Poměrový faktor} &= \frac{\%Cr - 16\%C}{\%Ni} = \frac{18,4 - 16 \cdot 0,09}{8,8} & (3.1) \\
 &= 1,9\overline{27} > 1,7
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 N_v &= 0.66\%Ni + 2.66\%Fe + 4.66\%(Cr + Mo) & (3.2) \\
 &+ 5.6\%Nb + 6.66\%Si + 7.66\%Al \\
 &= (0,66 \cdot 8,8 + 2,66 \cdot 68,094 + 4,66 \\
 &\cdot (18,4 + 0) + 5,6 \cdot 0,48 + 6,66 \cdot 0,2 \\
 &+ 7,66 \cdot 0,006)/100 \doteq 2,77 > 2,52
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 Cr_{eq} &= Cr + 0.31Mn + 1.76Mo + 0.97W + 2.02V & (3.3) \\
 &+ 1.58Si + 2.4Ti + 1.76Nb + 1.22Ta \\
 &- 0.226Ni - 0.177Co \\
 &= 18,4 + 0,31 \cdot 0,8 + 1,76 \cdot 0 + 0,97 \cdot 0 \\
 &+ 2,02 \cdot 0 + 1,58 \cdot 0,2 + 2,4 \cdot 0 + 1,76 \\
 &\cdot 0,48 + 1,22 \cdot 0 - 0,226 \cdot 8,8 - 0,177 \cdot 0 \\
 &= 17,82 \% > 17\%
 \end{aligned}$$

U všech tří rovnic vyšly hodnoty vždy větší než minimální požadované, a tudíž je jisté, že u oceli SUPER 304H bude docházet k precipitaci  $\sigma$  fáze.

## 3.2 Hodnocení použitelnosti ukazatelů obrazové analýzy

Při hodnocení dat z obrazové analýzy není nutné použití všech ukazatelů, které jsou sumarizovány v předchozí kapitole. Některé ukazatele závisí na jiných, a proto se při hodnocení dat využije jen těch, které jsou nezávislé a pro analýzu důležité.

Při hodnocení použitelnosti obrazových ukazatelů jsem využil modelových situací pro osm rozdílných typů (tvar a růst) modelové částice. Pro jednotlivé typy modelových částic jsem vždy vyhodnotil parametry plochy, obvodu, kruhovitosti, ekvivalentního průměru, délky, šířky, MinFeretu, MaxFeretu a prodloužení. Některé ukazatele, jako je například drsnost nebo konvexnost jsem při hodnocení použitelnosti vynechal, jelikož se v našem případě nejedná o parametry, které bychom chtěli sledovat.

Všech osm modelových situací je zpracováno v následujících obrázcích a tabulkách. Na obrázku 24 je schematicky znázorněn objemový růst kruhové modelové částice a v tabulce 6 jsou vyhodnoceny hodnoty ukazatelů pro tuto modelovou situaci.



Obrázek 24: Tvar a růst 1. modelové situace

Tabulka 6: Hodnoty ukazatelů pro 1. modelovou situaci (kruhový tvar, objemový růst)

1. Kruh	Plocha	Obvod	Kruhovitost	Ekv. průměr	Délka	Šířka	Min Feret	Max Feret	Prodloužení
1. měř.	1	3,54	1	1,13	<sup>-2</sup>	<sup>-3</sup>	1,13	1,13	1
2. měř.	2	5,01	1	1,60	-	-	1,60	1,60	1
3. měř.	3	6,14	1	1,95	-	-	1,95	1,95	1
4. měř.	4	7,09	1	2,26	-	-	2,26	2,26	1
5. měř.	5	7,93	1	2,52	-	-	2,52	2,52	1
6. měř.	6	8,68	1	2,76	-	-	2,76	2,76	1
7. měř.	7	9,38	1	2,99	-	-	2,99	2,99	1
8. měř.	8	10,03	1	3,19	-	-	3,19	3,19	1
9. měř.	9	10,63	1	3,39	-	-	3,39	3,39	1
10. měř.	10	11,21	1	3,57	-	-	3,57	3,57	1

<sup>2</sup> Na základě vztahu:  $Lenght = (Perimeter + \sqrt{Perimeter^2 - 16 \cdot Area})/4$ , nelze délka vyhodnotit. Pod odmocninou vychází záporné číslo.

<sup>3</sup> Jelikož šířka závisí na délce podle vztahu:  $Width = Area/Lenght$ , nelze ani tento parametr vyhodnotit.

Na následujícím obrázku 24 je schematicky znázorněn délkový růst eliptické modelové částice v rámci její hlavní osy a v tabulce 7 jsou hodnoty ukazatelů pro tuto modelovou situaci.



Obrázek 25: Tvar a růst 2. modelové situace

Tabulka 7: Hodnoty ukazatelů pro 2. modelovou situaci (elipsovitý tvar, růst do délky)

2. Elipsa	Plocha	Obvod	Kruhovitost	Ekv. průměr	Délka	Šířka	Min Feret	Max Feret	Prodloužení
1. měř.	1	4,66	0,58	1,13	1,76	0,57	0,32	1,00	3,14
2. měř.	2	9,00	0,31	1,60	4,00	0,50	0,32	2,00	6,28
3. měř.	3	13,40	0,21	1,95	6,22	0,48	0,32	3,00	9,42
4. měř.	4	17,83	0,16	2,26	8,44	0,47	0,32	4,00	12,57
5. měř.	5	22,26	0,13	2,52	10,66	0,47	0,32	5,00	15,71
6. měř.	6	26,69	0,11	2,76	12,88	0,47	0,32	6,00	18,85
7. měř.	7	31,13	0,09	2,99	15,10	0,46	0,32	7,00	21,99
8. měř.	8	35,57	0,08	3,19	17,32	0,46	0,32	8,00	25,13
9. měř.	9	40,01	0,07	3,39	19,54	0,46	0,32	9,00	28,27
10. měř.	10	44,45	0,06	3,57	21,77	0,46	0,32	10,00	31,42

Obrázek 26 schematicky znázorňuje objemový růst čtvercové modelové částice a v tabulce 8 jsou hodnoty ukazatelů pro tuto modelovou situaci.



Obrázek 26: Tvar a růst 3. modelové situace

Tabulka 8: Hodnoty ukazatelů pro 3. modelovou situaci (čtvercový tvar, objemový růst)

3. Čtverec	Plocha	Obvod	Kruhovitost	Ekv. průměr	Délka	Šířka	Min Feret	Max Feret	Prodloužení
1. měř.	1,00	4,00	0,79	1,13	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
2. měř.	2,00	5,66	0,79	1,60	1,41	1,41	1,41	1,41	1,00
3. měř.	3,00	6,93	0,79	1,95	-	-	1,73	1,73	1,00
4. měř.	4,00	8,00	0,79	2,26	2,00	2,00	2,00	2,00	1,00
5. měř.	5,00	8,94	0,79	2,52	2,24	2,24	2,24	2,24	1,00
6. měř.	6,00	9,80	0,79	2,76	-	-	2,45	2,45	1,00
7. měř.	7,00	10,58	0,79	2,99	2,65	2,65	2,65	2,65	1,00
8. měř.	8,00	11,31	0,79	3,19	2,83	2,83	2,83	2,83	1,00
9. měř.	9,00	12,00	0,79	3,39	3,00	3,00	3,00	3,00	1,00
10. měř.	10,00	12,65	0,79	3,57	3,16	3,16	3,16	3,16	1,00

Hodnoty ukazatelů zapsané v tabulce 9 popisují 4. modelovou situaci, kde tvar a růst částice je znázorněn na obrázku 27.



Obrázek 27: Tvar a růst 4. modelové situace

Tabulka 9: Hodnoty ukazatelů pro 4. modelovou situaci (obdélníkový tvar, objemový růst)

4. Obdélník	Plocha	Obvod	Kruhovitost	Ekv. průměr	Délka	Šířka	Min Feret	Max Feret	Prodloužení
1. měř.	1,00	5,00	0,50	1,13	2,00	0,50	0,50	2,00	4,00
2. měř.	2,00	7,07	0,50	1,60	2,83	0,71	0,71	2,83	4,00
3. měř.	3,00	8,66	0,50	1,95	3,46	0,87	0,87	3,46	4,00
4. měř.	4,00	10,00	0,50	2,26	4,00	1,00	1,00	4,00	4,00
5. měř.	5,00	11,18	0,50	2,52	4,47	1,12	1,12	4,47	4,00
6. měř.	6,00	12,25	0,50	2,76	4,90	1,22	1,22	4,90	4,00
7. měř.	7,00	13,23	0,50	2,99	5,29	1,32	1,32	5,29	4,00
8. měř.	8,00	14,14	0,50	3,19	5,66	1,41	1,41	5,66	4,00
9. měř.	9,00	15,00	0,50	3,39	6,00	1,50	1,50	6,00	4,00
10. měř.	10,00	15,81	0,50	3,57	6,32	1,58	1,58	6,32	4,00

Následující modelová situace je znázorněna na obrázku 28 a hodnoty ukazatelů jsou v tabulce 10.



Obrázek 28: Tvar a růst 5. modelové situace

Tabulka 10: Hodnoty ukazatelů pro 5. modelovou situaci (trojúhelníkový tvar, objemový růst)

5. Trojúhel.	Plocha	Obvod	Kruhovitost	Ekv. průměr	Délka	Šířka	Min Feret	Max Feret	Prodloužení
1. měř.	1,00	4,56	0,60	1,13	1,69	0,59	1,32	1,52	1,15
2. měř.	2,00	6,45	0,60	1,60	2,39	0,84	1,86	2,15	1,15
3. měř.	3,00	7,90	0,60	1,95	2,92	1,03	2,28	2,63	1,15
4. měř.	4,00	9,12	0,60	2,26	3,37	1,19	2,63	3,04	1,15
5. měř.	5,00	10,19	0,60	2,52	3,77	1,33	2,94	3,40	1,15
6. měř.	6,00	11,17	0,60	2,76	4,13	1,45	3,22	3,72	1,15
7. měř.	7,00	12,06	0,60	2,99	4,46	1,57	3,48	4,02	1,15
8. měř.	8,00	12,89	0,60	3,19	4,77	1,68	3,72	4,30	1,15
9. měř.	9,00	13,68	0,60	3,39	5,06	1,78	3,95	4,56	1,15
10. měř.	10,00	14,42	0,60	3,57	5,33	1,87	4,16	4,81	1,15

Šestá modelová situace je znázorněna na obrázku 29 a hodnoty k ní stanovené jsou zapsány v tabulce 11.



Obrázek 29: Tvar a růst 6. modelové situace

Tabulka 11: Hodnoty ukazatelů pro 6. modelovou situaci (obdélníkový tvar, růst do délky)

6. Obdélník 2	Plocha	Obvod	Kruhovitost	Ekv. průměr	Délka	Šířka	Min Feret	Max Feret	Prodloužení
1. měř.	1,00	4,00	0,79	1,13	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00
2. měř.	2,00	6,00	0,70	1,60	2,00	1,00	1,00	2,00	2,00
3. měř.	3,00	8,00	0,59	1,95	3,00	1,00	1,00	3,00	3,00
4. měř.	4,00	10,00	0,50	2,26	4,00	1,00	1,00	4,00	4,00
5. měř.	5,00	12,00	0,44	2,52	5,00	1,00	1,00	5,00	5,00
6. měř.	6,00	14,00	0,38	2,76	6,00	1,00	1,00	6,00	6,00
7. měř.	7,00	16,00	0,34	2,99	7,00	1,00	1,00	7,00	7,00
8. měř.	8,00	18,00	0,31	3,19	8,00	1,00	1,00	8,00	8,00
9. měř.	9,00	20,00	0,28	3,39	9,00	1,00	1,00	9,00	9,00
10. měř.	10,00	22,00	0,26	3,57	10,00	1,00	1,00	10,00	10,00

Sedmou modelovou situaci představuje objemový růst šestiúhelníku (obrázek 30). V tabulce 12 jsou zapsány hodnoty ukazatelů vyhodnocených pro tento modelový tvar a růst.



Obrázek 30: Tvar a růst 7. modelové situace

Tabulka 12: Hodnoty ukazatelů pro 7. modelovou situaci (šestiúhelníkový tvar, objemový růst)

7. Šestiúhel.	Plocha	Obvod	Kruhovitost	Ekv. Průměr	Délka	Šířka	Min Feret	Max Feret	Prodloužení
1. měř.	1,00	3,72	0,91	1,13	-	-	1,07	1,24	1,15
2. měř.	2,00	5,26	0,91	1,60	-	-	1,52	1,75	1,15
3. měř.	3,00	6,45	0,91	1,95	-	-	1,86	2,15	1,15
4. měř.	4,00	7,44	0,91	2,26	-	-	2,15	2,48	1,15
5. měř.	5,00	8,32	0,91	2,52	-	-	2,40	2,77	1,15
6. měř.	6,00	9,12	0,91	2,76	-	-	2,63	3,04	1,15
7. měř.	7,00	9,85	0,91	2,99	-	-	2,84	3,28	1,15
8. měř.	8,00	10,53	0,91	3,19	-	-	3,04	3,51	1,15
9. měř.	9,00	11,17	0,91	3,39	-	-	3,22	3,72	1,15
10. měř.	10,00	11,77	0,91	3,57	-	-	3,40	3,92	1,15



Poslední modelovou situaci představuje růst obdélníku do jeho šířky (obrázek 31). Hodnoty ukazatelů jsou zapsány v tabulce 13.



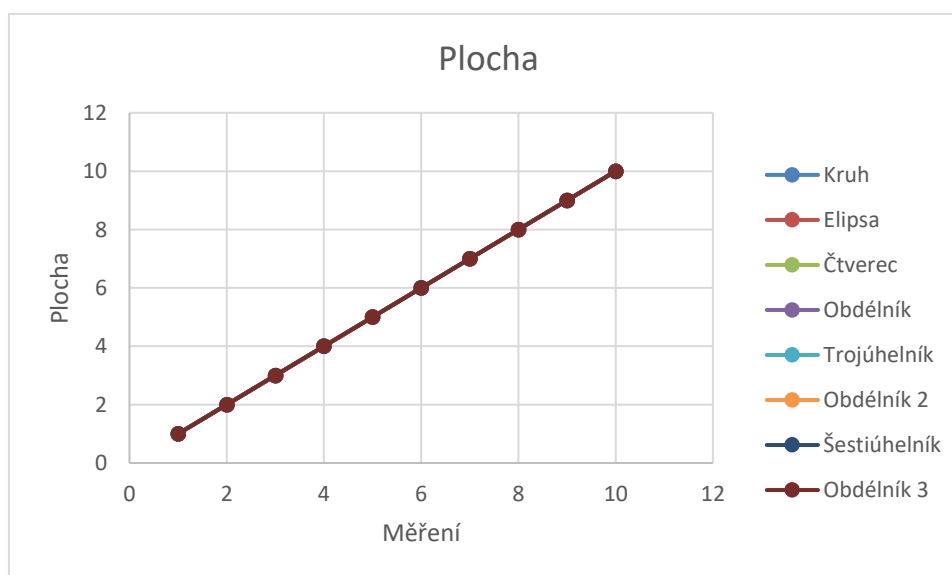
Obrázek 31: Tvar a růst 8. modelové situace

Tabulka 13: Hodnoty ukazatelů pro 8. modelovou situaci (obdélníkový tvar, růst do šířky)

8. Obdélník 3	Plocha	Obvod	Kruhovitost	Ekv. Průměr	Délka	Šířka	Min Feret	Max Feret	Prodloužení
1. měř.	1,00	10,40	0,12	1,13	5,00	0,20	0,20	5,00	25,00
2. měř.	2,00	10,80	0,22	1,60	5,00	0,40	0,40	5,00	12,50
3. měř.	3,00	11,20	0,30	1,95	5,00	0,60	0,60	5,00	8,33
4. měř.	4,00	11,60	0,37	2,26	5,00	0,80	0,80	5,00	6,25
5. měř.	5,00	12,00	0,44	2,52	5,00	1,00	1,00	5,00	5,00
6. měř.	6,00	12,40	0,49	2,76	5,00	1,20	1,20	5,00	4,17
7. měř.	7,00	12,80	0,54	2,99	5,00	1,40	1,40	5,00	3,57
8. měř.	8,00	13,20	0,58	3,19	5,00	1,60	1,60	5,00	3,13
9. měř.	9,00	13,60	0,61	3,39	5,00	1,80	1,80	5,00	2,78
10. měř.	10,00	14,00	0,64	3,57	5,00	2,00	2,00	5,00	2,50

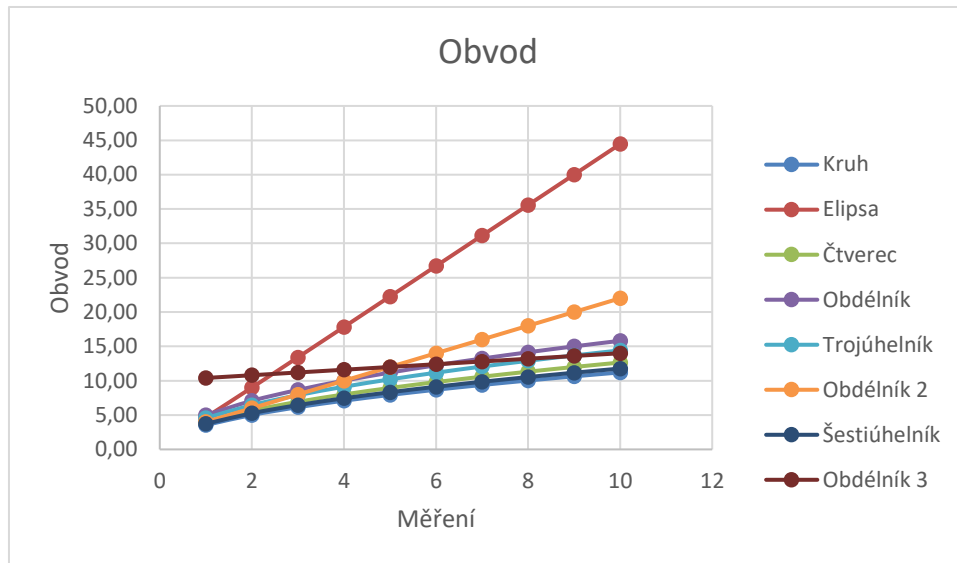
Při vyhodnocování použitelnosti ukazatelů obrazové analýzy jsem vycházel ze vztahů uváděných v kapitole 2.6 a ze závislostí daných parametrů na čase (pořadí měření).

Jelikož jsem vycházel z rovnoměrného růstu částice v rámci její plochy je závislost plochy na čase pro všechny modelové situace stejná, lineárně rostoucí (graf 1).



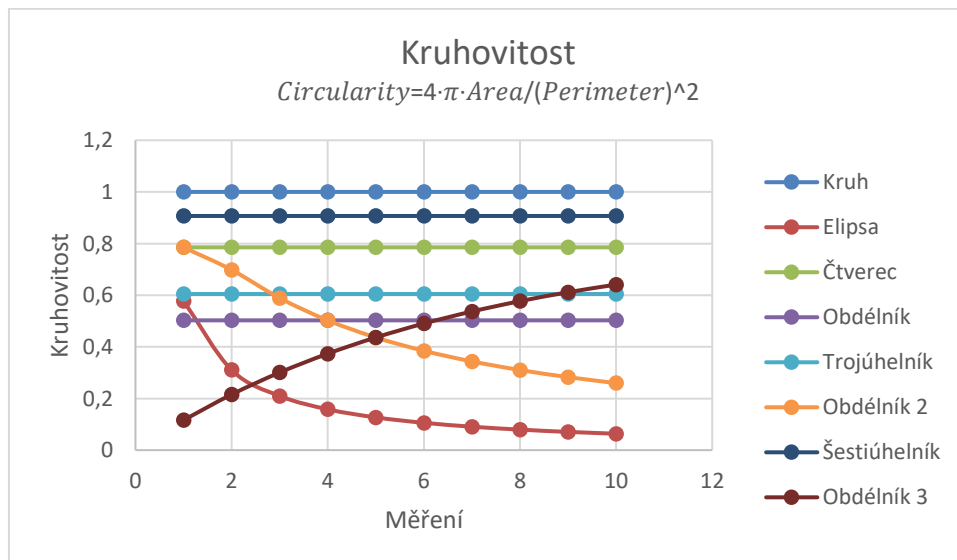
Graf 1: Závislost plochy na čase (pořadí měření)

Graf 2 zobrazuje závislost obvodu na čase. Obvod částice s časem vždy roste. Rosteli částice převážně do délky, její obvod se zvyšuje několikanásobně rychleji než při objemovém růstu či růstu do šířky.



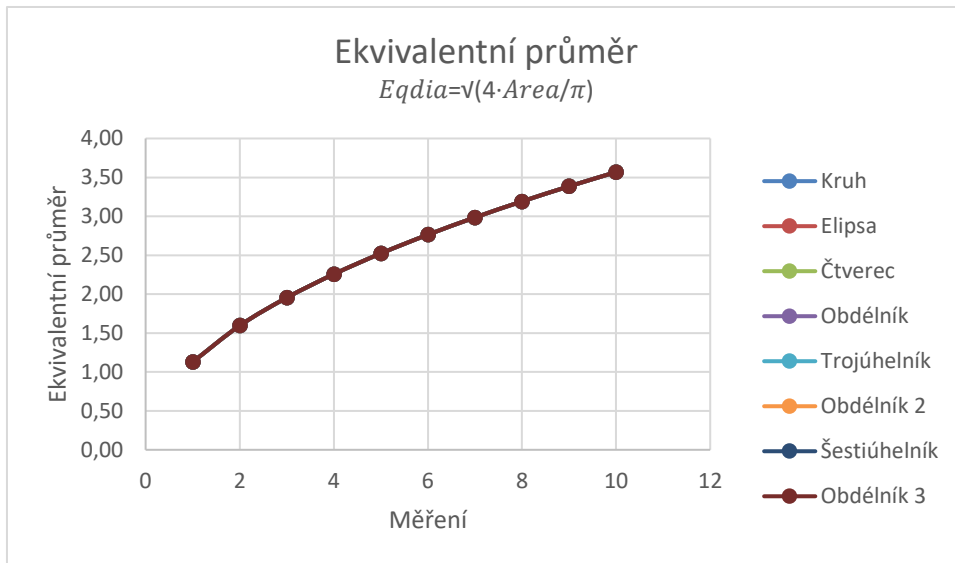
Graf 2: Závislost obvodu na čase (pořadí měření)

Pro ukazatel kruhovitosti platí vztah (2.6), je tedy zřejmé, že závisí na ploše a obvodu částice. Při objemovém růstu se kruhovitosť částice nemění a zůstává konstantní, při růstu do délky se s časem snižuje, a naopak při růstu do šířky pro modelovou situaci „obdélník 3“ se zvyšuje. Závislost kruhovitosti na čase zobrazuje graf 3.



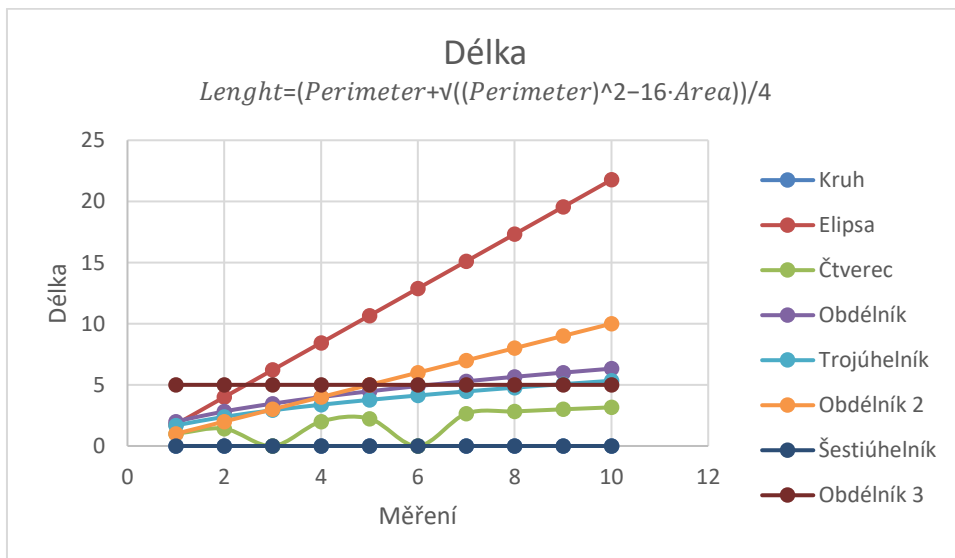
Graf 3: Závislost kruhovitosti na čase (pořadí měření)

Graf 4 představuje závislost ukazatele ekvivalentní průměru na čase. Jelikož ekvivalentní průměr přímo vychází z plochy, je graf 4 téměř totožný s grafem 1. Nejedná se však o lineární závislost, ale o mocninou.



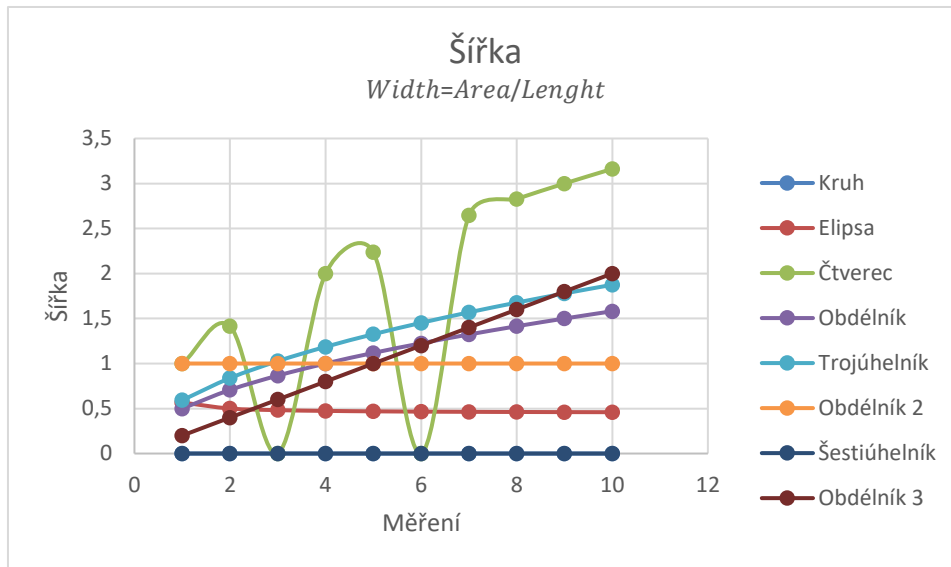
Graf 4: Závislost ekvivalentního průměru na čase (pořadí měření)

Parametr délky je funkcí obvodu a plochy. V některých případech ho dokonce nelze vyhodnotit. Pro modelové situace kruhu a šestiúhelníku nevychází žádná hodnota délky a pro růst čtvercové částice 3. a 6. měření. Ukazatel délky výrazně roste jen tehdy roste-li částice do délky. Závislost délky na čase je zobrazena v grafu 5.



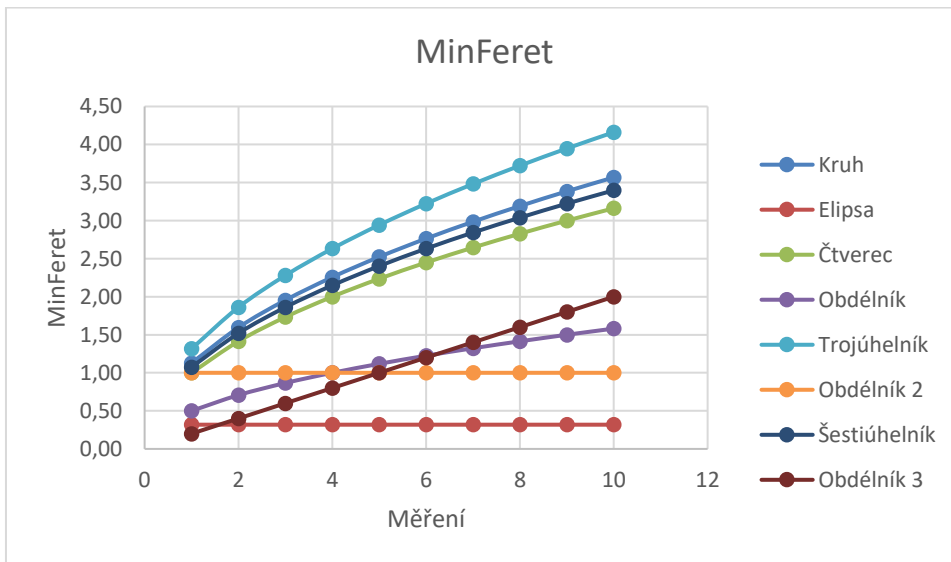
Graf 5: Závislost délky na čase (pořadí měření)

Ukazatel šířky se chová podobně jako ukazatel délky. Jelikož závisí na délce ani u šířky nelze vyhodnotit některé situace (kruh, šestiúhelník a 3. a 6. měření čtverce). Graf 6 představuje závislost šířky na čase.



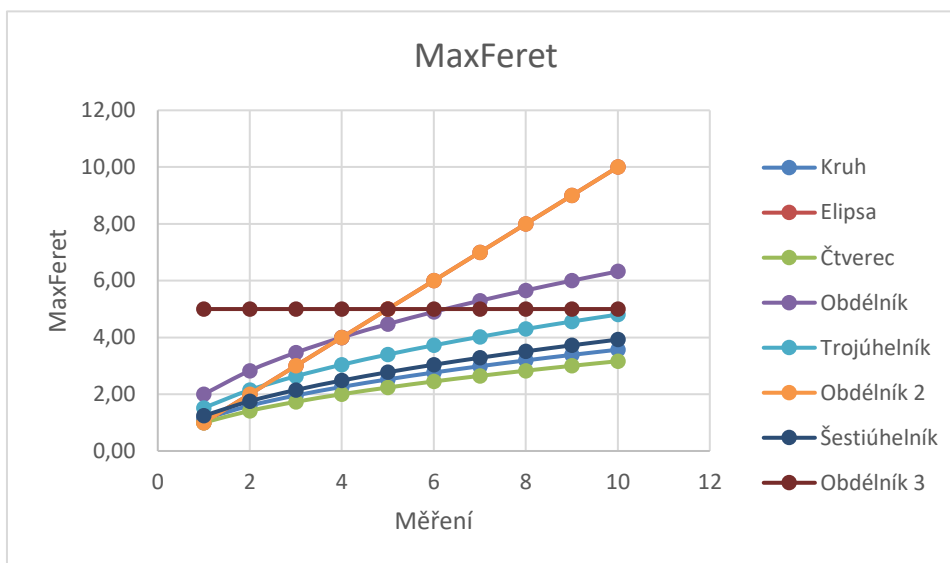
Graf 6: Závislost šířky na čase (pořadí měření)

Ukazatel MinFeret je obdobou ukazatele šířky. Na rozdíl od šířky jsou však všechny měření vyhodnotitelné. Graf 7 představuje závislost ukazatele MinFeret na čase.



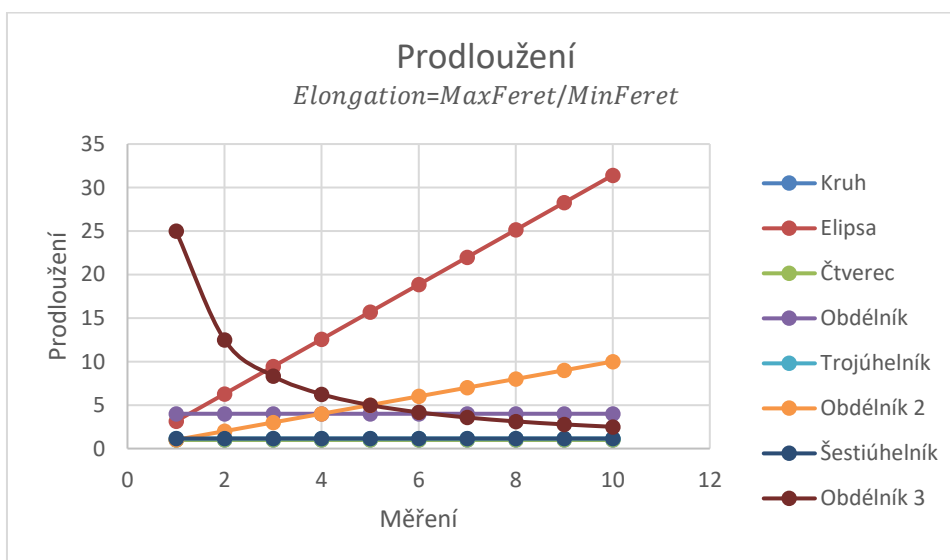
Graf 7: Závislost parametru MinFeret na čase (pořadí měření)

Jako MinFeret je obdobou šířky tak MaxFeret je obdobou délky. Závislost MaxFeretu na čase je zobrazena v grafu 8.



Graf 8: Závislost parametru MaxFeret na čase (pořadí měření)

Ukazatel prodloužení je pro modelové situace, rostoucí jen objemově, konstantní. Mění se tehdy roste-li částice do délky nebo se rozšiřuje. Graf 9 představuje závislost prodloužení na čase.



Graf 9: Závislost prodloužení na čase (pořadí měření)

### 3.2.1 Vyhodnocení

Důležitými parametry, které je nutné si stanovit jako první je obsah a obvod zkoumaného objektu. U jednoduchých geometrických tvarů mohou být obsah a obvod zároveň na sobě závislé, obecně však platí, že jsou tyto parametry nezávislé a je tedy vhodné stanovit oba parametry.

Kruhovitost objektu je podle zmíněného vztahu závislá na ploše a obvodu. Při různém růstu částice se však chová jinak. Roste-li částice jen objemově, kruhovitost částice se v čase nemění, roste-li však do délky kruhovitost výrazně klesá. Chceme-li tedy popsat částici co nejpřesněji, je vhodné tento parametr vyhodnocovat.

Ekvivalentní průměr je přímo závislý na ploše objektu a neříká nám příliš mnoho, jen jaký je ekvivalentní průměr kružnice, která má stejnou plochu, jako zkoumaný objekt. Tento parametr tedy vynecháme.

Délka je dle vztahu podle NIS-Elements AR závislá na obvodu a ploše objektu. Je-li zkoumaný objekt krátký, a ne příliš protáhlý, parametr délky nejde ani vyhodnotit (pod odmocninou je záporné znaménko). Délka je vhodným parametrem k určení délkového rozměru objektu, pokud nevyjde žádná hodnota, víme, že objekt není protáhlý, naopak pokud vyjde nějaké číslo, zkoumaný objekt je nějakým způsobem protáhlý. K určení délkových rozměrů jsou vhodné i parametry MinFeret a Maxferet, kde MaxFeret se chová obdobně jako parametr délky. Jsou-li zkoumané objekty protáhlé bez záhybů, je vhodnější zvolit parametr MaxFeret, avšak pokud máme protáhlý objekt s řadou ohybů a záhybů je vhodnější zvolit parametr délky.

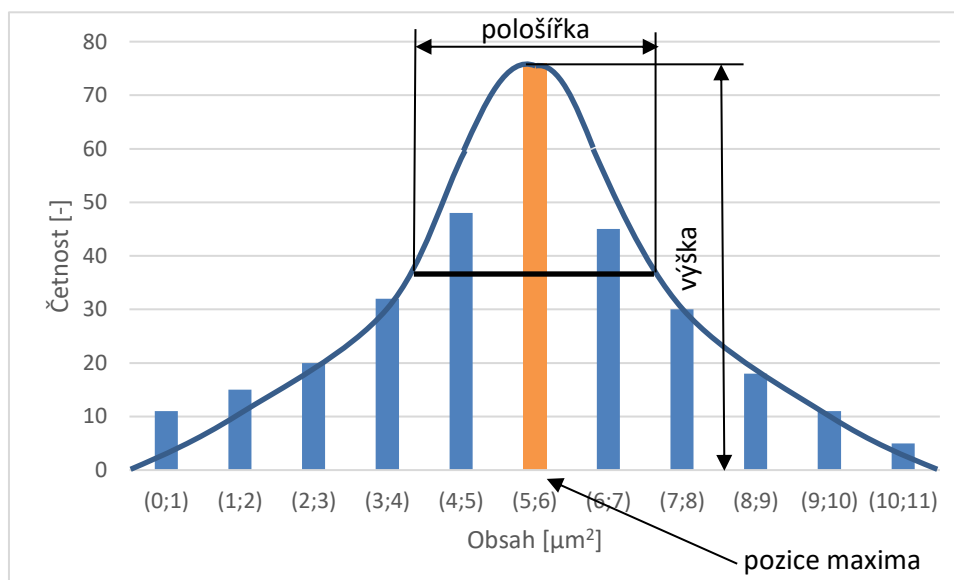
Šířka přímo navazuje na délku a je na ní závislá jako je závislá i na ploše. Vyhodnocujeme-li délku objektu, je dobré vyhodnotit i šířku, která nám řekne, jak se objekt chová v dalším směru růstu. Obdobně jako u délky je i u šířky obdobný parametr, a to MinFeret, který popisuje obdobný rozměr objektu. Stejně jako u délky, platí že pokud je objekt protáhlý se záhyby je vhodnější využít parametr šířky, pokud je protáhlý bez záhybů je lepší využití parametru MinFeret.

Prodloužení je závislá proměnná odvozená od MinFeret a MaxFeret a chová se podobně jako délka objektu, proto je vhodné volit jen jeden z těchto parametrů. Jak již bylo zmíněno výše, délka a šířka se hodí pro jiný tvar částic než MaxFeret a MinFeret spojené s parametrem prodloužení.

### 3.3 Hodnocení dat více částic

V předešlých kapitolách jsme se zabývali popisem vždy jen jedné částice sigma fáze. V realu je však potřeba sledovat celý soubor těchto částic a jejich popis bude tedy náročnější.

Pro popis dat jednotlivých skupin částic budeme předpokládat Gaussovo rozdělení, data budeme hodnotit pomocí pološířky, výšky a pozice maxima. Pološířka představuje interval, ve kterém četnost nabývá minimálně polovinu ze své maximální hodnoty. Pološířka odpovídá směrodatné odchylce. Výška představuje počet částic, u histogramu je to výška jednotlivých sloupečků. Pozice maxima je hodnota zkoumané charakteristiky, která má největší četnost. Metriky hodnocení jsou zobrazeny na obrázku 32 [24],[25].

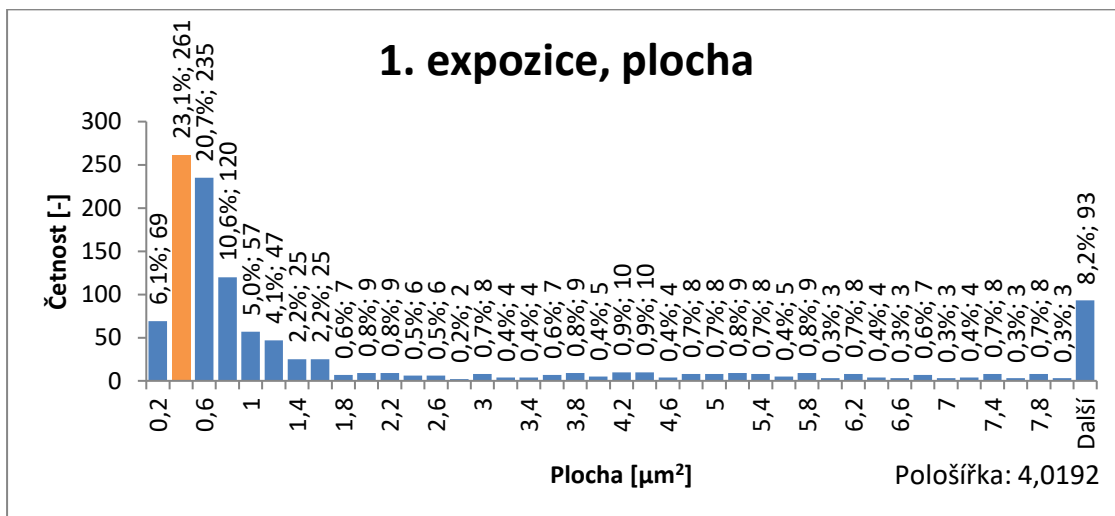


Obrázek 32: Hodnocení dat pomocí pološířky, výšky a pozice maxima

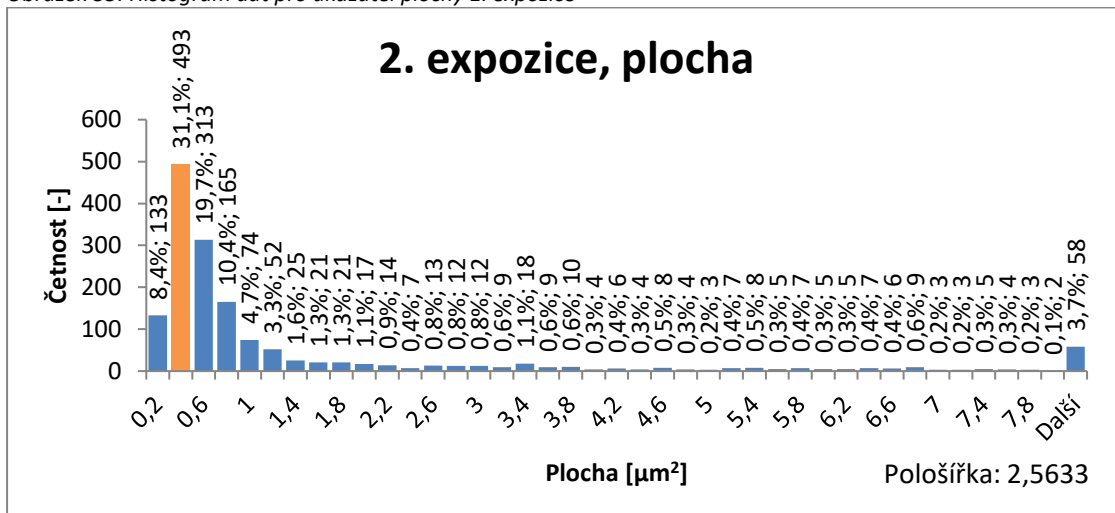
### 3.4 Hodnocení reálných dat z precipitace sigma fáze

Reálná data z precipitace sigma fáze byla naměřena na barevně leptaných vzorcích v kombinaci s prahováním obrazu. Pomocí programu NIS-Elements AR byla zjištěna data na třech expozičních vzorcích a byli vyhodnoceny ukazatele plochy, délky, šířky a kruhovitosti. Vzorky byly exponovány laboratorně bez tlaku při konstantní teplotě 675°C vždy s vyšší dobou expozice (1. expozice – 12 000 hodin, 2. expozice – 20 000 hodin, 3. expozice – 27 000 hodin). Takto naměřená data byla poskytnuta k zhodnocení. Pro samotné zhodnocení bylo nutné data převést do histogramů a vyhodnotit metriky pološířky, výšky a pozice maxima.

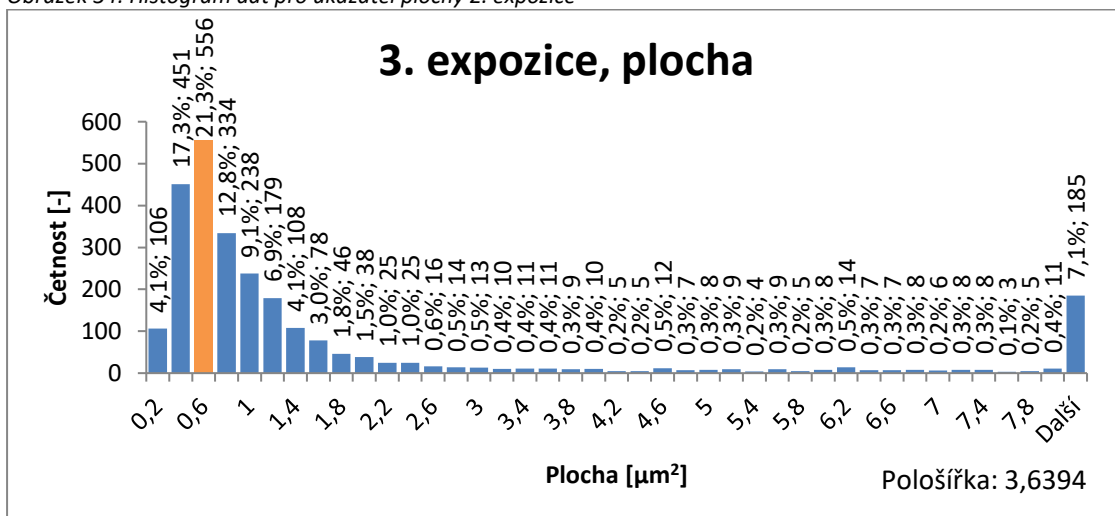
Na obrázcích 33, 34 a 35 jsou histogramy dat ukazatele plochy pro vzorky první, druhé a třetí expozice.



Obrázek 33: Histogram dat pro ukazatel plochy 1. expozice



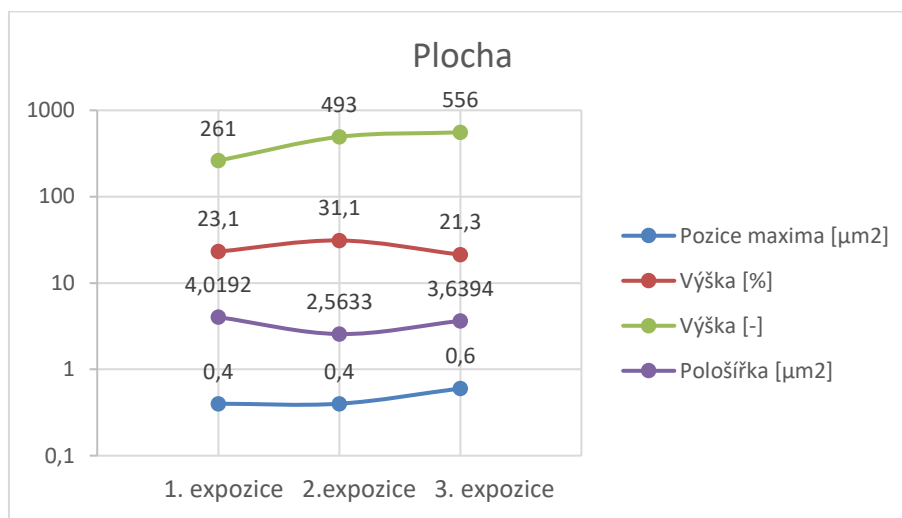
Obrázek 34: Histogram dat pro ukazatel plochy 2. expozice



Obrázek 35: Histogram dat pro ukazatel plochy 3. expozice



Hodnoty pološířky, výšky a pozice maxima byly odečteny z obrázků 33, 34 a 35 a porovnány podle grafu 10.



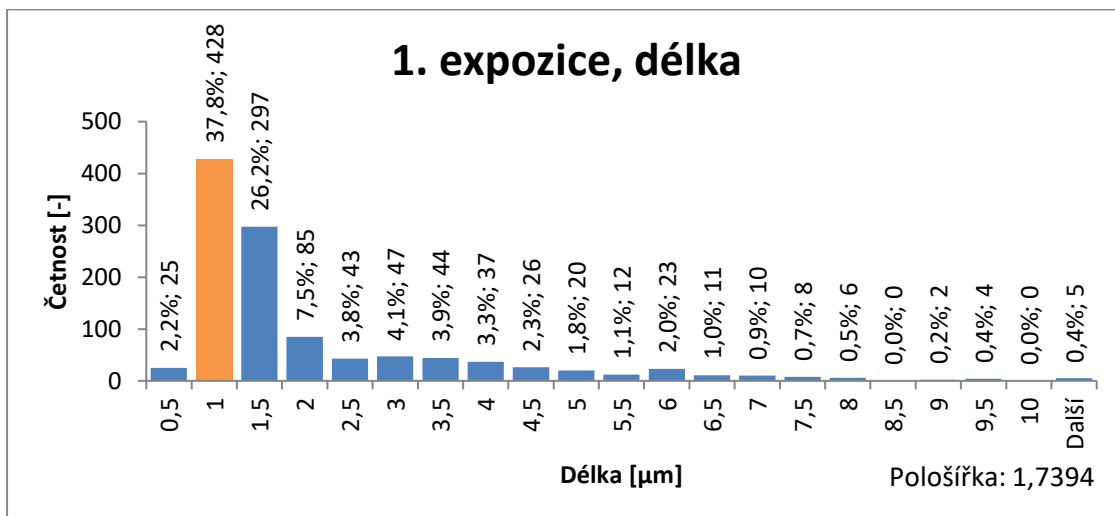
Graf 10: Hodnoty pološířky, výšky a pozice maxima pro tři doby expozice u ukazatele plochy

Podle polohy maxima lze konstatovat, že ve všech třech expozicích se vyskytují především malé částičky sigma fáze. Hodnoty zobrazené v grafu představují horní interval plochy, tzn. hodnota  $0,4 \mu\text{m}^2$  představuje interval  $(0,2 \mu\text{m}^2; 0,4 \mu\text{m}^2>$ . Pro první dvě expozice se hodnota pozice maxima nemění, tudíž nejvyšší počet částic je velikosti  $0,2$  až  $0,4 \mu\text{m}^2$ . Pro třetí expozici je hodnota maxima  $0,6 \mu\text{m}^2$ , lze tedy předpokládat hrubnutí sigma fáze se zvyšující se dobou expozice.

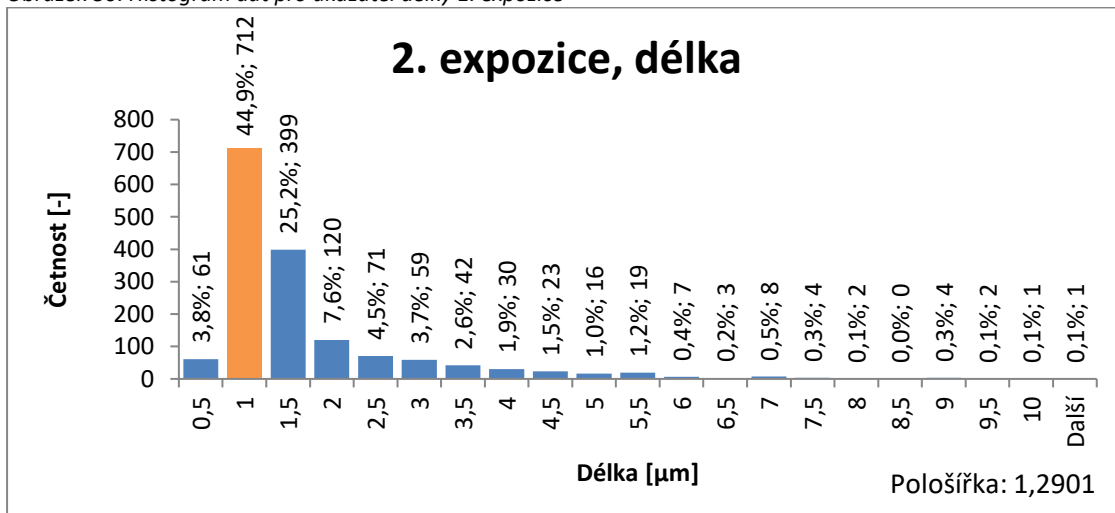
Výška představuje četnost částic sigma fáze v pozici maxima. Při první expozici je absolutní četnost 261 sigma fází a relativní četnost 23,1 %. Při druhé expozici se relativní četnost zvětšila na 31,1 %, lze tedy předpokládat nárůst sigma fází stejné velikosti přibližně  $0,4 \mu\text{m}^2$  a zároveň nepředpokládat růst počtu sigma fází větší velikosti. Při třetí expozici roste absolutní četnost, ale relativní četnost klesá. To znamená, že stále roste počet spíše menších částic, ale jelikož relativní četnost klesla na 21,3 % lze tvrdit, že v materiálu vzniká i více větších fází, dochází k hrubnutí.

Pološířka představuje interval, ve kterém je zahrnut většinový podíl sigma fází. Při první expozici je tento interval poměrně široký, a to  $4,0192 \mu\text{m}^2$ . To znamená, že sigma fáze jsou, co se týče jejich velikosti docela rozptýleny. Pro druhou expozici je šířka intervalu  $2,5633 \mu\text{m}^2$ . Jak již bylo zmíněno pro druhou expozici se předpokládá velký nárůst sigma fází stejné velikosti, to má za vliv i zúžení intervalu pološířky. Pro třetí expozici pološířka roste, to znamená opět větší rozptýl velikostí sigma fází.

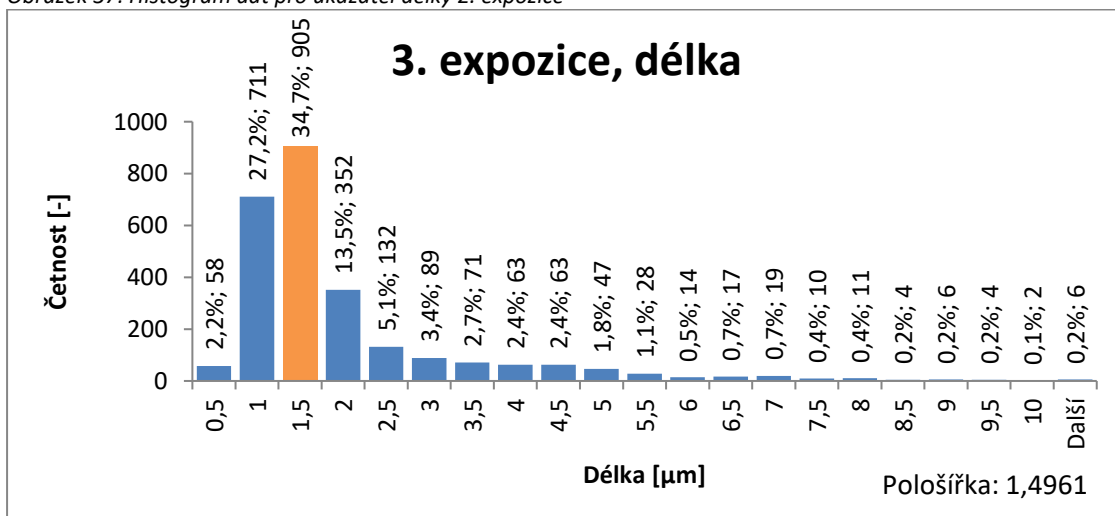
Na obrázcích 36, 37 a 38 jsou histogramy dat ukazatele délky pro vzorky první, druhé a třetí expozice.



Obrázek 36: Histogram dat pro ukazatel délky 1. expozice

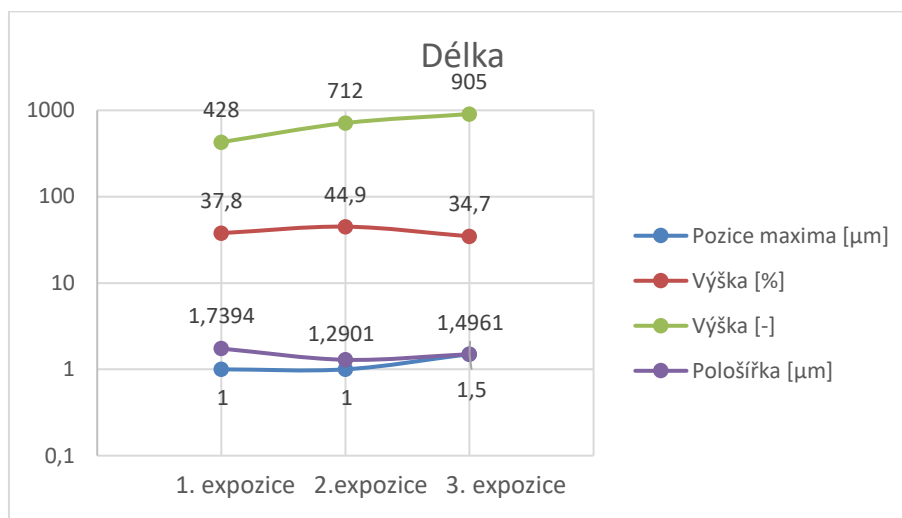


Obrázek 37: Histogram dat pro ukazatel délky 2. expozice



Obrázek 38: Histogram dat pro ukazatel délky 3. expozice

Hodnoty pološířky, výšky a pozice maxima byly odečteny z histogramů na obrázcích 36, 37 a 38 a porovnány podle grafu 11.



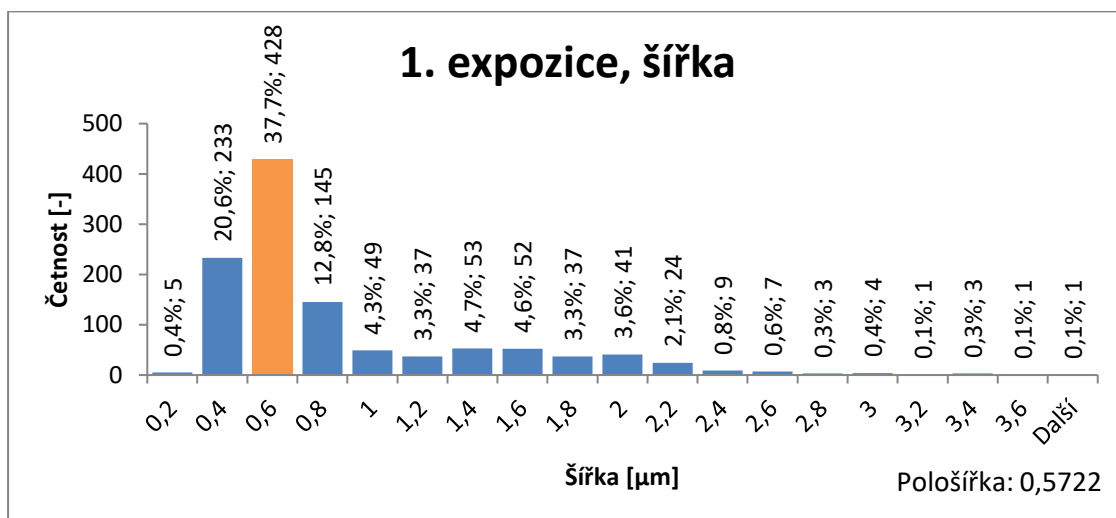
Graf 11: Hodnoty pološířky, výšky a pozice maxima pro tři doby expozice u ukazatele délky

Pozice maxim jsou pro první dvě expozice intervaly 0,5 až 1  $\mu\text{m}$ . Jako u ukazatele plochy lze i u délky tvrdit, že se v materiálu budou objevovat především malé a zároveň krátké částičky sigma fáze. U třetí expozice vrostla pozice maxima na interval 1 až 1,5  $\mu\text{m}$ . Růst maxima znamená růst sigma fází do délky.

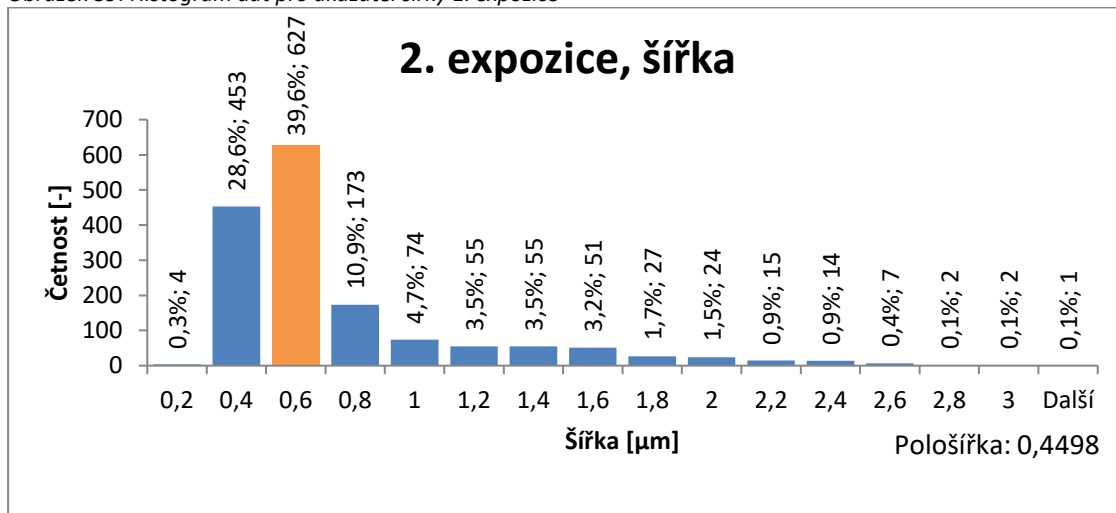
Výška a četnosti ukazatele délky mají obdobný scénář jako u plochy. První expozice vykazuje absolutní četnost 428 a relativní četnost 37,8 %. To znamená že více než třetina sigma fází se nachází v intervalu 0,5 až 1  $\mu\text{m}$  délky. Při druhé expozici vzroste podíl těchto délek sigma fází až téměř na 45 %. Nebude tedy docházet k výraznému nárůstu delších částic sigma fáze, ale spíše přibude na množství stejně dlouhých částic. Pro třetí expozici klesne relativní četnost na 34,7 %. Množství krátkých částic je pořád výrazné, ale dochází k prodlužování a růstu částic.

Pološířky jednotlivých expozic se od sebe příliš neliší a jejich intervaly jsou relativně úzké. To znamená, že budou převládat kratší délky v intervalu kolem pozice maxima.

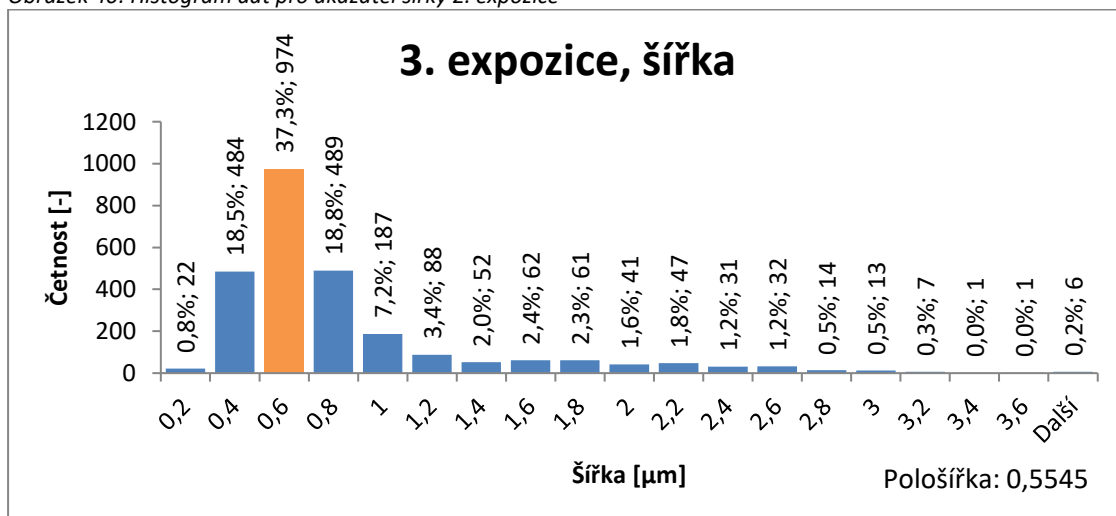
Na následujících obrázcích 39, 40 a 41 jsou histogramy dat ukazatele šířky pro vzorky první, druhé a třetí expozice.



Obrázek 39: Histogram dat pro ukazatel šířky 1. expozice

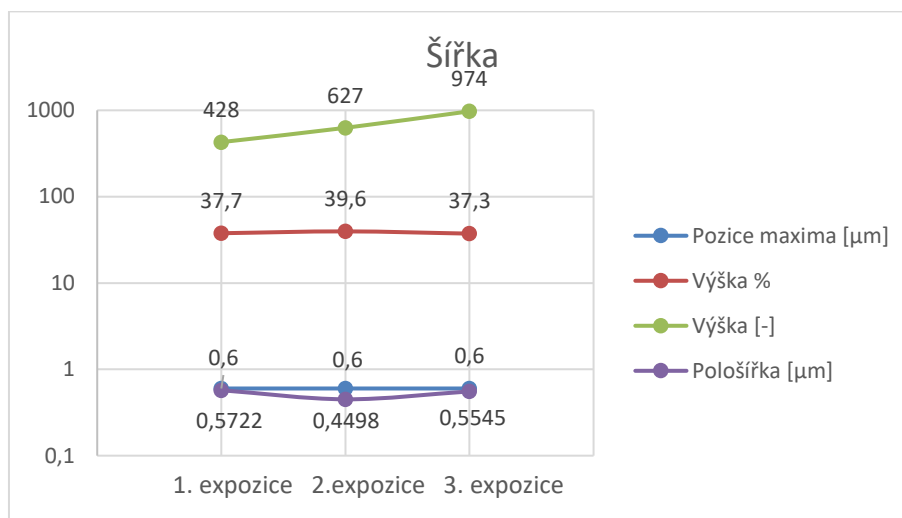


Obrázek 40: Histogram dat pro ukazatel šířky 2. expozice



Obrázek 41: Histogram dat pro ukazatel šířky 3. expozice

Jako v předchozích případech byly z histogramů 39, 40 a 41 zjištěny hodnoty pološířky, výšky a pozice maxima a porovnány podle grafu 12.



Graf 12: Hodnoty pološířky, výšky a pozice maxima pro tři doby expozice u ukazatele šířky

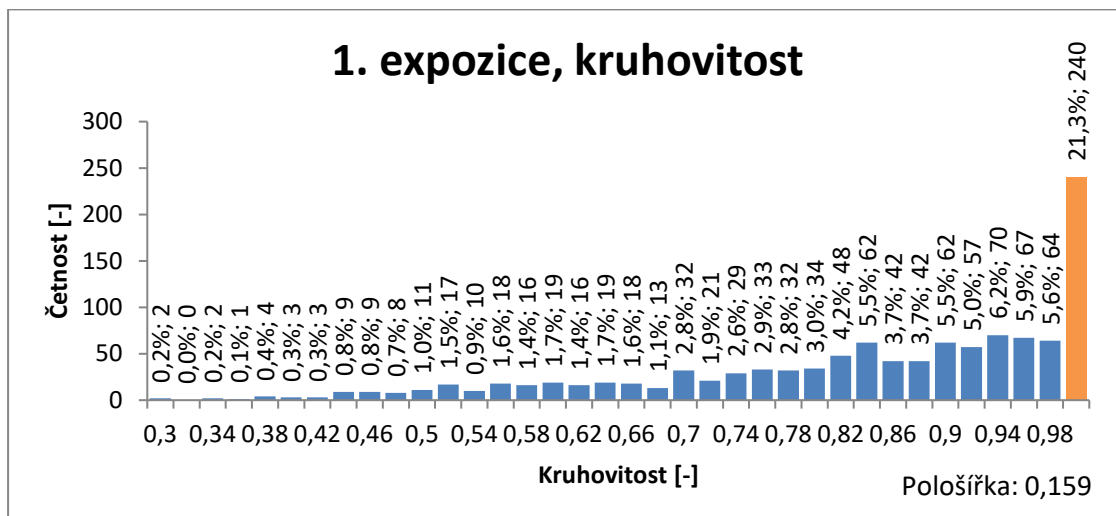
Hodnoty pozice maxim se u ukazatele šířky nemění a jsou na stálém intervalu 0,4 až 0,6  $\mu\text{m}$ . Lze tedy pro všechny expozice očekávat největší množství právě takto širokých částic sigma fáze.

Výška se v procentuálním vyjádření příliš nemění, a tak lze u všech třech expozicích očekávat asi 38 procentuální dominanci šířek sigma fází v intervalu 0,4 až 0,6  $\mu\text{m}$ . Absolutně se však výška mění výrazně, kde při první expozici je jen 428 částic sigma fáze širokých 0,4 až 0,6  $\mu\text{m}$ . Při druhé expozici vrostle tento počet na 627 a u třetí expozice je takto širokých částic sigma fáze už 974.

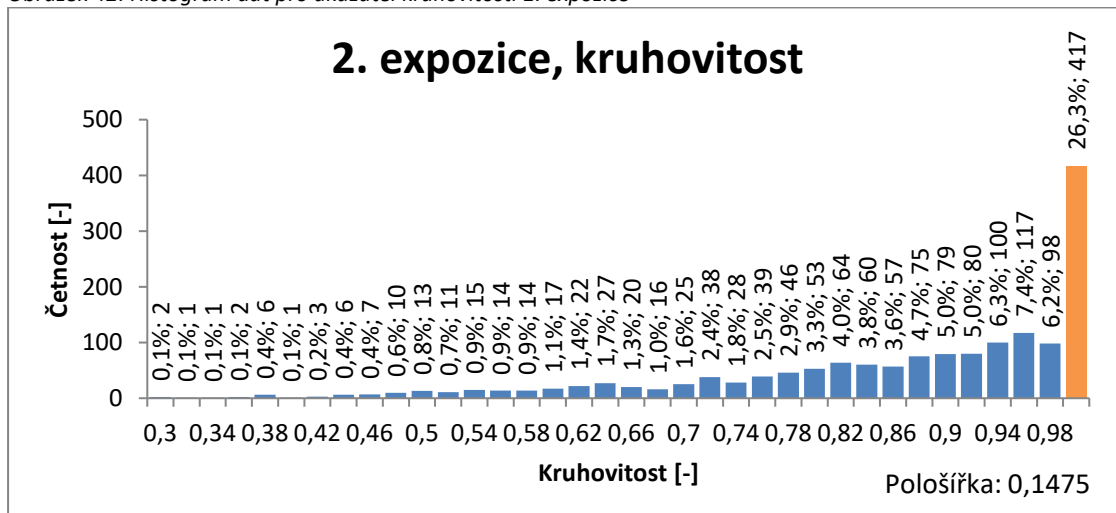
Pološířky se u jednotlivých expozicích příliš neliší a jejich hodnoty jsou relativně malé, tudíž lze očekávat výraznou dominanci ne moc širokých částic sigma fáze.

Jelikož se hodnoty pozice maxim u ukazatele délky a šířky při prvních dvou expozicích nemění a hodnoty šířky jsou nižší (0,4 až 0,6  $\mu\text{m}$ ) než hodnoty délky (0,5 až 1  $\mu\text{m}$ ) bude se jednat o mírně protáhlé částice sigma fáze. U třetí expozice se pozice maxima u délky změní na 1 až 1,5  $\mu\text{m}$ , a tudíž lze očekávat více protáhlých sigma fází.

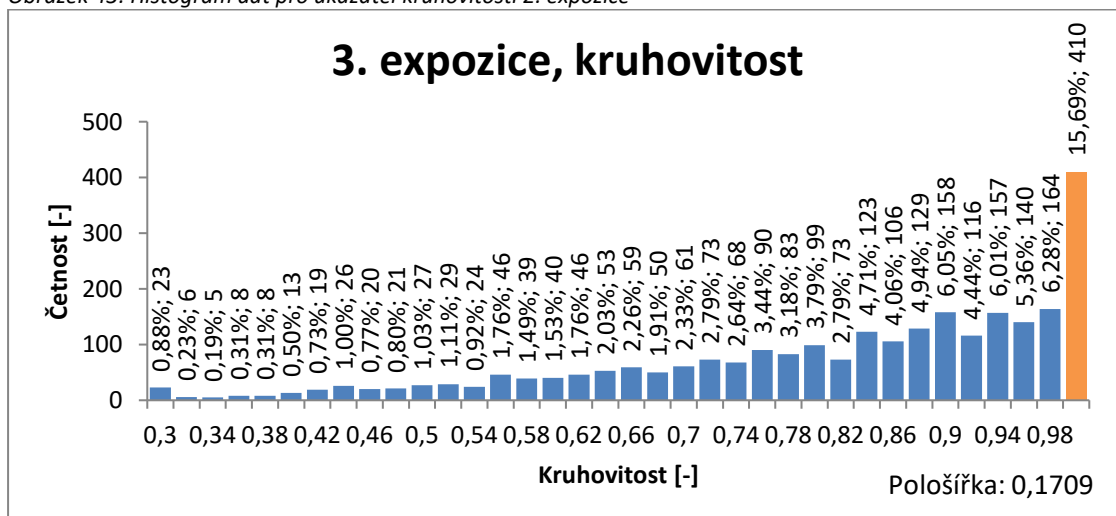
Obrázky histogramů 42, 43 a 44 představují souhrn dat pro ukazatel kruhovitosti u třech expozičních vzorků.



Obrázek 42: Histogram dat pro ukazatel kruhovitosti 1. expozice

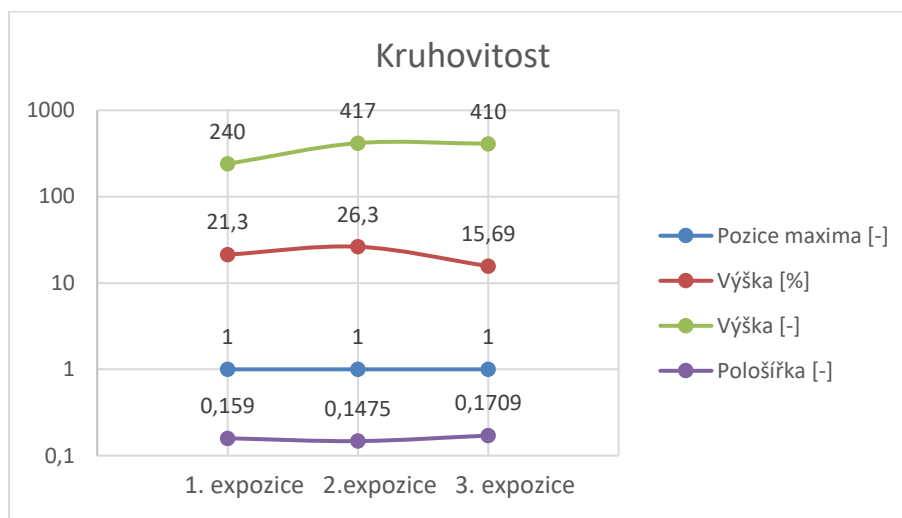


Obrázek 43: Histogram dat pro ukazatel kruhovitosti 2. expozice



Obrázek 44: Histogram dat pro ukazatel kruhovitosti 3. expozice

Hodnoty pološířky, výšky a pozice maxima byly zjištěny z histogramů 42, 43 a 44 a porovnány podle grafu 13.



Graf 13: Hodnoty pološířky, výšky a pozice maxima pro tři doby expozice u ukazatele kruhovitosti

Pozice maxim vykazuje jasnou dominanci kruhových částic sigma fáze u všech tří expozic. Všechny tři expozice vykazují pozici maxima jako interval 0,98 až 1.

Výška je při první expozici 21,3 % a je vidět, že převažují kruhové částice, ale jsou zde zastoupeny i nekruhové částice sigma fáze. Při druhé expozici dochází k nárůstu kruhových sigma fází na 26,3 % avšak při třetí expozici je zde výrazný pokles výšky na 15,69 % a v materiálu se začínají vyskytovat i méně kulaté částice. V předchozích odstavcích u ukazatele šířky jsme předpokládali, že při třetí expozici dochází k protažení sigma fází, to by souviselo i s poklesem převážně kruhovitých částic.

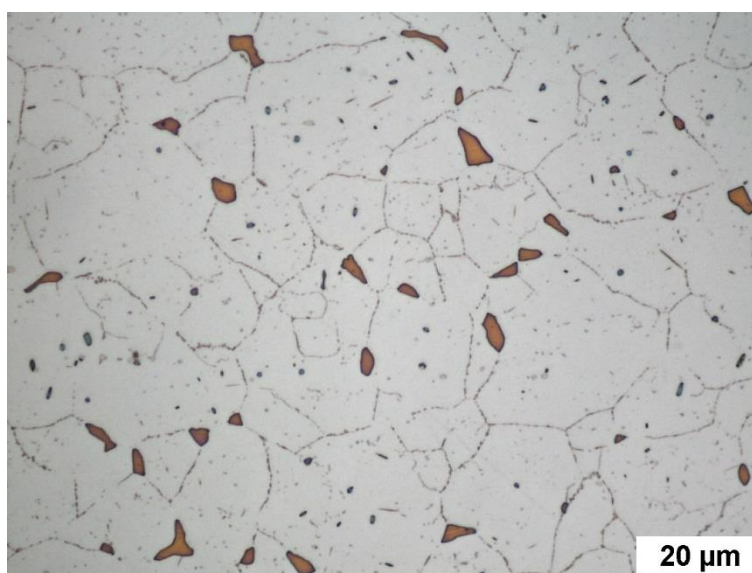
Pološířka se u jednotlivých expozic příliš neliší. U poslední expozice je hodnota pološířky mírně větší, to znamená že se dominance kruhových sigma fází mírně zmenšila.

### 3.5 Porovnání hodnocených dat a reálných snímků

Pro porovnání naměřených dat byly pořízeny tři snímky exponovaných vzorků. Tyto snímky jsou na obrázcích 45, 46 a 47. Sigma fáze jsou na obrázcích barevně rozlišeny od ostatních fází.

Na obrázku 45 lze vidět první expozici. Z obrázku je patrné velké množství malých částic sigma fáze, ale i několik velkých částic. Fáze jsou vesměs jen mírně protáhlé, přičemž malé částice se jeví spíše jako kruhové.

Při hodnocení dat jsme došli k závěru, že se v materiálu budou nacházet především malé částečky, ale na obrázku 33 je vidět i poměrně velký podíl částic sigma fáze s plochou  $8 \mu\text{m}^2$  a větší. To souhlasí s obrázkem 45. Z naměřených dat jsme předpokládali jemně protažené sigma fáze či kruhové částečky. Naměřená data souhlasí s realitou.

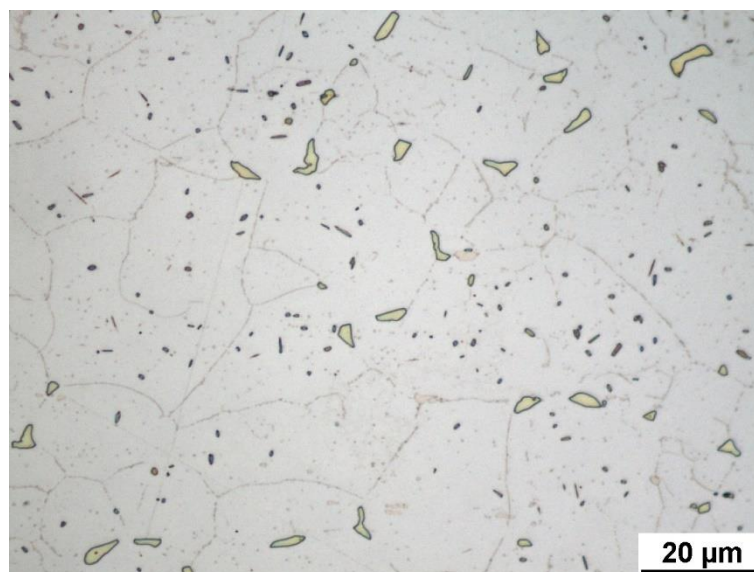


Obrázek 45: Snímek 1. exponovaného vzorku

Pro druhou expozici zobrazenou na obrázku 46 jsme z naměřených dat očekávali nárůst malých částic sigma fáze a zároveň jsme nepředpokládali nárůst počtu větších částic. Co se týče délky a šířky, tak tam jsme neočekávali žádnou změnu oproti první expozici. Kruhovitost nám z naměřených dat vyšla vyšší u druhé expozice a mělo by se zde nacházet více kruhových sigma fází.

Na obrázku 46 je vidět na rozdíl od obrázku 45 velký nárůst malých částeček sigma fáze, ale velkých částic příliš nepřibýlo. Malé částečky se zdají spíše kruhové, ale jsou zde vidět i poměrně dlouhé sigma fáze. Výrazný rozdíl oproti předchozí expozici však vidět není. Naměřená data odpovídají reálnému snímku.

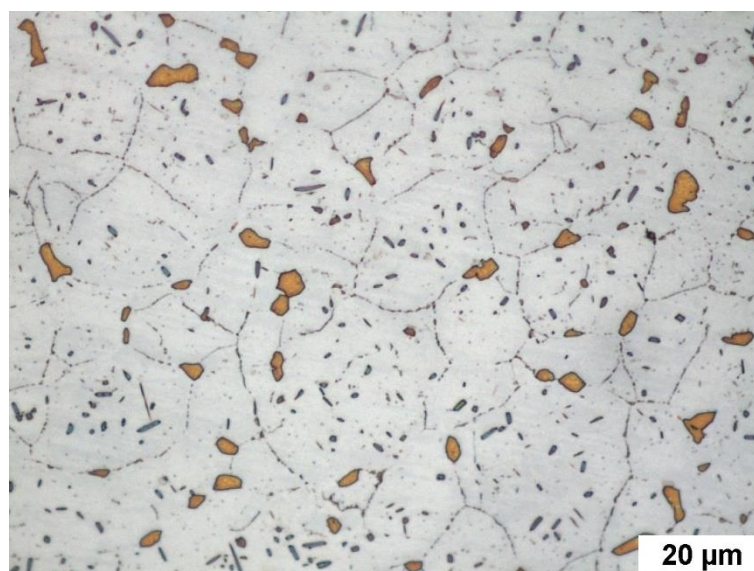




Obrázek 46: Snímek 2. exponovaného vzorku

Pro třetí expozici jsme podle naměřených dat opět předpokládali nárůst malých sigma fází, ale i nárůst počtu větších částic a hrubnutí sigma fáze. Sigma fáze u třetí expozice by měly být více protáhlé než při předchozích expozicích. Podle naměřených dat by měli převládat kruhové částice sigma fáze.

Obrázek 47 představuje třetí exponovaný vzorek. Na první pohled je patrný nárůst velkého množství malých částeček sigma fáze. Lze vidět i větší počet větších sigma fází. U malých fází se nachází jak kruhové, tak i poměrně velké množství protáhlých částic. Větší sigma fáze se zdají být spíše kruhové. Naměřená data odpovídají obrázku 47.



Obrázek 47: Snímek 3. exponovaného vzorku

## 4 Závěr

Cílem práce bylo analyzovat data z precipitace sigma fáze naměřená na třech expozičních vzorcích a ověřit, zdali tato analýza dat souhlasí s realitou a dokáže ji věrohodně interpretovat.

První část práce byla věnována teoretické části sdělující důležité informace potřebné k pochopení praktické části.

Praktická část přímo navázala na teoretickou část, a to ověřením predikce vzniku sigma fáze v oceli SUPER 304H. Před samotnou analýzou reálných dat bylo důležité rozhodnout o použitelnosti ukazatelů obrazové analýzy. Použitelnost byla ověřena na osmi modelových situacích. Jako vhodné ukazatele se jeví ukazatele plochy, obvodu, kruhovitosti, délky a šířky nebo MinFeretu a MaxFeretu jako náhrada délky a šířky. Nakonec bylo využito ukazatelů plochy, kruhovitosti, délky a šířky. K úspěšné analýze dat si bylo potřeba ještě stanovit metriky hodnocení dat více částic. Pro popis dat bylo využito pološířky, výšky a pozice maxima. Aby bylo možné provést analýzu reálných dat, bylo nutné tato data převést do histogramů a odečíst hodnoty zmíněných metrik. Na základě těchto hodnot bylo možné provést analýzu a v závěru jí srovnat s reálnými snímky vyloučené sigma fáze v oceli SUPER 304H.

Při porovnávání analýzy dat a snímků jednotlivých exponovaných vzorků byl potvrzen soulad výsledků a analýza byla vyhodnocena jako věrohodně interpretující realitu a vhodná k popisu precipitace sigma fáze v oceli SUPER 304H. Analýza dat z precipitace sigma fáze může dále fungovat jako metoda pro automatické hodnocení precipitace sigma fáze v budoucích pracích.

## 5 Seznam použité literatury

- [1] PRABHA, B., P. SUNDARAMOORTHY, S. SURESH, S. MANIMOZHI a B. RAVISHANKAR. Studies on Stress Corrosion Cracking of Super 304H Austenitic Stainless Steel. *Journal of Materials Engineering and Performance* [online]. 2009, **18**(9), 1294-1299 [cit. 2021-7-25]. ISSN 1059-9495. Dostupné z: doi:10.1007/s11665-008-9347-9
- [2] ZIELIŃSKI, A. Structure and properties of Super 304H steel for pressure elements of boilers with ultra-supercritical parameters. *Journal of Achievements of Materials and Manufacturing Engineering* [online]. 2012, **55**(2), 403-409 [cit. 2021-7-4]. ISSN 1059-9495. Dostupné z: [https://www.researchgate.net/publication/268443636\\_Structure\\_and\\_properties\\_of\\_Super\\_304H\\_steel\\_for\\_pressure\\_elements\\_of\\_boilers\\_with\\_ultra-supercritical\\_parameters](https://www.researchgate.net/publication/268443636_Structure_and_properties_of_Super_304H_steel_for_pressure_elements_of_boilers_with_ultra-supercritical_parameters)
- [3] Oceli pro nadkritické bloky tepelných elektráren a jejich svařitelnost. *All for power* [online]. 2014, **8**(3), 81-83 [cit. 2021-7-6]. Dostupné z: <https://digiport.digitania.eu/235/103234/1>
- [4] FUJIO, ABE. *Creep-resistant steels*. Cambridge England: Woodhead Publishing Limited, 2008. ISBN 978-1-84569-178-3.
- [5] ČÍHAL, Vladimír. *Korozivzdorné oceli a slitiny*. Praha: Academia, 1999. Česká matice technická (Academia). ISBN 80-200-0671-0.
- [6] JANOVEC, Jiří, Jiří CEJP a Josef STEIDL. *Perspektivní materiály*. Vyd. 3., přeprac. V Praze: České vysoké učení technické, 2008. Česká matice technická (Academia). ISBN 978-800-1041-673.
- [7] HORVÁTH, Jakub. *The structural stability of creep resistant austenitic steels SUPER 304H and Tp 347HFG* [online]. Prague, 2018 [cit. 2021-7-4]. Dostupné z: [https://dspace.cvut.cz/bitstream/handle/10467/78610/F2-D-2018-Horvath-Jakub-Disertace\\_Horvath\\_Jakub.pdf?sequence=-1&isAllowed=y](https://dspace.cvut.cz/bitstream/handle/10467/78610/F2-D-2018-Horvath-Jakub-Disertace_Horvath_Jakub.pdf?sequence=-1&isAllowed=y).  
Doctoral thesis. Czech technical university in Prague.

- [8] SAN, X.Y., B. ZHANG, B. WU, X.X. WEI, E.E. OGUZIE a X.L. MA. Investigating the effect of Cu-rich phase on the corrosion behavior of Super 304H austenitic stainless steel by TEM. *Corrosion Science* [online]. 2018, 2018, 130(1), 143-152 [cit. 2021-7-4]. ISSN 0010-938X. Dostupné z: <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2017.11.001>
- [9] VODÁREK, Vlastimil. *Fyzikální metalurgie modifikovaných (9-12)%Cr ocelí*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava, 2003. ISBN 80-248-0329-1.
- [10] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-720-4248-3.
- [11] Zahraniční technické normy. *NORMY.biz* [online]. [cit. 2021-7-8]. Dostupné z: <https://www.normy.biz/zahranicni-normy>
- [12] PŘEVODNÍ TABULKA NOREM AISI, DIN, UNS, AFNOR, BS. *IC Praha* [online]. [cit. 2021-7-8]. Dostupné z: <https://www.icpraha.cz/61-aisi-din-uns-afnor-bs.html>
- [13] S30432 Super 304H Stainless Steel ASTM A213 ASME SA 213 S30432 Super 304H 1.4907 Stainless Steel Tubes Manufacturer. *Guaynyu Tube* [online]. [cit. 2021-7-5]. Dostupné z: <https://tubingchina.com/ASTM-A213-ASME-SA213-S30432-Super-304H-1.4907-Stainless-Steel-Tube-Pipe-Tubing.html>
- [14] ASTM A213 Grade S30432 Heat-Treated. *Matmatch* [online]. Munich [cit. 2021-7-5]. Dostupné z: <https://matmatch.com/materials/minfm67364-astm-a213-grade-s30432-heat-treated>
- [15] CIZNER, J., J. HRUŠKA a J. MLNAŘÍK. Operation corrosion test of austenitic steel bends for supercritical coal boilers. *Koroze a ochrana materialu* [online]. 2016, **60**(1), 21-27 [cit. 2021-7-5]. ISSN 1804-1213. Dostupné z: [doi:10.1515/kom-2016-0005](https://doi.org/10.1515/kom-2016-0005)
- [16] GOLANŃSKI, Grzegorz, Adam ZIELIŃSKI a Hanna PURZYŃSKA. Precipitation Processes in Creep-Resistant Austenitic Steels. *Austenitic Stainless Steels - New Aspects* [online]. InTech, 2017, 2017-12-20, , 92-112 [cit. 2021-7-4]. ISBN 978-953-51-3701-6. Dostupné z: [doi:10.5772/intechopen.70941](https://doi.org/10.5772/intechopen.70941)
- [17] Mezikrytalová koroze [online]. In: . [cit. 2021-7-4]. Dostupné z: [http://ukmki.vscht.cz/files/uzel/0016736/Mezikrytalov%C3%A1%20koroze%20I%20\(Strauss\).pdf?redirected](http://ukmki.vscht.cz/files/uzel/0016736/Mezikrytalov%C3%A1%20koroze%20I%20(Strauss).pdf?redirected)

- [18] MACEK, Karel a Petr ZUNA. *Nauka o materiálu*. Praha: České vysoké učení technické, 1996. ISBN 80-010-1507-6.
- [19] HSIEH, Chih-Chun a Weite WU. Overview of Intermetallic Sigma ( $\sigma$ ) Phase Precipitation in Stainless Steels. *ISRN Metallurgy* [online]. 2012, 2012, 1-16 [cit. 2021-7-4]. ISSN 2090-8717. Dostupné z: doi:10.5402/2012/732471
- [20] PILSOVÁ, Lucie. *Návrh a ověření tepelného zpracování pro odstranění zkřehnutí oceli SUPER 304H způsobeného precipitací sigma fáze*. Praha, 2019. Diplomová práce. ČVUT v Praze, Fakulta strojní. Vedoucí práce Jakub Horváth.
- [21] NIS-Elements AR. Uživatelská příručka [online]. *Version 4.11.00*. Praha, 2012. Dostupné z:  
[http://www.ueb.cas.cz/cs/system/files/users/public/01\\_common/imaging\\_facility/Nikon\\_Spinning\\_Disc\\_Microscope/other\\_manuals/nis-elements\\_ar\\_manual-cs-4.11.00.pdf](http://www.ueb.cas.cz/cs/system/files/users/public/01_common/imaging_facility/Nikon_Spinning_Disc_Microscope/other_manuals/nis-elements_ar_manual-cs-4.11.00.pdf)
- [22] SEDLÁČEK, Petr. *Hodnocení mikročástic připravených sprejovým sušením analýzou obrazu* [online]. Praha, 2006 [cit. 2021-7-4]. Dostupné z: [https://dspace.cuni.cz/bitstream/handle/20.500.11956/6013/DPTX\\_0\\_0\\_1116\\_0\\_0\\_53630\\_0\\_17449.pdf?sequence=1&isAllowed=y](https://dspace.cuni.cz/bitstream/handle/20.500.11956/6013/DPTX_0_0_1116_0_0_53630_0_17449.pdf?sequence=1&isAllowed=y). Diplomová práce. Univerzita Karlova v Praze. Vedoucí práce Doc. RNDr. Milan Dittrich, CSc.
- [23] GAWENDA, Tomasz, Damian KRAWCZYKOWSKI, Aldona KRAWCZYKOWSKA, Agnieszka SARAMAK a Alona NAD. Application of Dynamic Analysis Methods into Assessment of Geometric Properties of Chalcedonite Aggregates Obtained by Means of Gravitational Upgrading Operations. *Minerals* [online]. 2020, , 1-17 [cit. 2021-7-4]. Dostupné z: <https://www.mdpi.com/2075-163X/10/2/180/html>
- [24] , -red-. Pološířka. *CoJeCo* [online]. 2006 [cit. 2021-7-23]. Dostupné z: <https://www.cojeco.cz/polosirka>
- [25] Normální (Gaussovo) rozdělení. *Kompendium statistického zpracování dat* [online]. Praha: Karolinum, 2012 [cit. 2021-7-23]. ISBN 978-80-246-2196-8. Dostupné z: [http://ufmi.ft.utb.cz/texty/zprac\\_exp/ZE3.pdf](http://ufmi.ft.utb.cz/texty/zprac_exp/ZE3.pdf)

## 6 Seznam obrázků

Obrázek 1: Historický vývoj žárupevných ocelí vzhledem k jejich mezi pevnosti při tečení [4] .....	11
Obrázek 2: Dvoubinární rovnovážný diagram Fe-Cr a Fe-Ni [6] .....	11
Obrázek 3: Rovnovážný diagram třísloužkového systému Fe-Cr-Ni [6].....	11
Obrázek 4: Vliv obsahu Nb na žárupevnost [4].....	12
Obrázek 5: Vliv poměru (Ti+Nb)/C na žárupevnost u oceli 18Cr10NiNbTi [4] .....	12
Obrázek 6: Vliv Cu na žárupevnost [4].....	13
Obrázek 7: Výskyt M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> karbidů na hranicích zrn u oceli TP347HFG [16] .....	15
Obrázek 8: Vyloupenutí austenitického zrna [16] .....	16
Obrázek 9: Primární karbidy NbC u oceli TP347HFG [16].....	16
Obrázek 10: Sekundární precipitáty NbX u oceli TP347HFG [16].....	17
Obrázek 11: Precipitát Z fáze na hranici zrna u oceli Super 304H [16] .....	18
Obrázek 12: G fáze na hranici zrna u oceli T321H [16].....	18
Obrázek 13: TTT křivky $\sigma$ fáze u rozdílných nerezových ocelí (B: iniciační stádium precipitace, H: střední stádium, E: finální precipitační stádium) [19] .....	20
Obrázek 14: Výskyt $\sigma$ fáze na trojném styku zrn u oceli T321H [16] .....	21
Obrázek 15: Precipitační mechanismus $\sigma$ fáze u austenitické oceli AISI 316L [19].....	22
Obrázek 16: Precipitační mechanismus $\sigma$ fáze u feritické oceli DIN 1.4575 [19].....	22
Obrázek 17: Podíl plochy objektu k celkové zkoumané ploše [21] .....	24
Obrázek 18: Ekvivalentní kružnice ke zkoumanému objektu [21] .....	25
Obrázek 19: Délka a šířka zkoumaného objektu v podobě tyčinky [21] .....	25
Obrázek 20: Maximální a minimální Feretův průměr [23] .....	26
Obrázek 21: Orientace objektu [21] .....	26
Obrázek 22: Schématické znázornění vyhodnocení drsnosti povrchu [21] .....	26
Obrázek 23: Vyhodnocení konvexnosti [23].....	27
Obrázek 24: Tvar a růst 1. modelové situace .....	29
Obrázek 25: Tvar a růst 2. modelové situace .....	30
Obrázek 26: Tvar a růst 3. modelové situace .....	30
Obrázek 27: Tvar a růst 4. modelové situace .....	31
Obrázek 28: Tvar a růst 5. modelové situace .....	31
Obrázek 29: Tvar a růst 6. modelové situace .....	32
Obrázek 30: Tvar a růst 7. modelové situace .....	32
Obrázek 31: Tvar a růst 8. modelové situace .....	33
Obrázek 32: Hodnocení dat pomocí pološířky, výšky a pozice maxima .....	39
Obrázek 33: Histogram dat pro ukazatel plochy 1. expozice .....	40
Obrázek 34: Histogram dat pro ukazatel plochy 2. expozice .....	40
Obrázek 35: Histogram dat pro ukazatel plochy 3. expozice .....	40
Obrázek 36: Histogram dat pro ukazatel délky 1. expozice .....	42
Obrázek 37: Histogram dat pro ukazatel délky 2. expozice .....	42

Obrázek 38: Histogram dat pro ukazatel délky 3. expozice .....	42
Obrázek 39: Histogram dat pro ukazatel šířky 1. expozice.....	44
Obrázek 40: Histogram dat pro ukazatel šířky 2. expozice.....	44
Obrázek 41: Histogram dat pro ukazatel šířky 3. expozice.....	44
Obrázek 42: Histogram dat pro ukazatel kruhovitosti 1. expozice.....	46
Obrázek 43: Histogram dat pro ukazatel kruhovitosti 2. expozice.....	46
Obrázek 44: Histogram dat pro ukazatel kruhovitosti 3. expozice.....	46
Obrázek 45: Snímek 1. exponovaného vzorku .....	48
Obrázek 46: Snímek 2. exponovaného vzorku .....	49
Obrázek 47: Snímek 3. exponovaného vzorku .....	49

## 7 Seznam tabulek

Tabulka 1: Chemické složení oceli SUPER 304H podle ASME [13] .....	14
Tabulka 2: Ekvivalentní oceli k oceli SUPER 304H dle norem (ASTM, DIN, EN, UNS) [13],[14] .....	14
Tabulka 3: Mechanické vlastnosti dle Werkstoffblatt 550 [14],[15] .....	14
Tabulka 4: Chemické složení a mřížkový parametr sigma fáze u různých ocelí [19].....	19
Tabulka 5: Konkrétní chemické složení vyrobené oceli SUPER 304H [2] .....	28
Tabulka 6: Hodnoty ukazatelů pro 1. modelovou situaci (kruhový tvar, objemový růst) .....	29
Tabulka 7: Hodnoty ukazatelů pro 2. modelovou situaci (elipsovité tvar, růst do délky) .....	30
Tabulka 8: Hodnoty ukazatelů pro 3. modelovou situaci (čtvercový tvar, objemový růst) .....	30
Tabulka 9: Hodnoty ukazatelů pro 4. modelovou situaci (obdélníkový tvar, objemový růst).....	31
Tabulka 10: Hodnoty ukazatelů pro 5. modelovou situaci (trojúhelníkový tvar, objemový růst).....	31
Tabulka 11: Hodnoty ukazatelů pro 6. modelovou situaci (obdélníkový tvar, růst do délky).....	32
Tabulka 12: Hodnoty ukazatelů pro 7. modelovou situaci (šestiúhelníkový tvar, objemový růst).....	32
Tabulka 13: Hodnoty ukazatelů pro 8. modelovou situaci (obdélníkový tvar, růst do šířky).....	33



## 8 Seznam grafů

Graf 1: Závislost plochy na čase (pořadí měření) .....	33
Graf 2: Závislost obvodu na čase (pořadí měření).....	34
Graf 3: Závislost kruhovitosti na čase (pořadí měření).....	34
Graf 4: Závislost ekvivalentního průměru na čase (pořadí měření) .....	35
Graf 5: Závislost délky na čase (pořadí měření).....	35
Graf 6: Závislost šířky na čase (pořadí měření).....	36
Graf 7: Závislost parametru MinFeret na čase (pořadí měření) .....	36
Graf 8: Závislost parametru MaxFeret na čase (pořadí měření) .....	37
Graf 9: Závislost prodloužení na čase (pořadí měření).....	37
Graf 10: Hodnoty pološířky, výšky a pozice maxima pro tři doby expozice u ukazatele plochy.....	41
Graf 11: Hodnoty pološířky, výšky a pozice maxima pro tři doby expozice u ukazatele délky.....	43
Graf 12: Hodnoty pološířky, výšky a pozice maxima pro tři doby expozice u ukazatele šířky.....	45
Graf 13: Hodnoty pološířky, výšky a pozice maxima pro tři doby expozice u ukazatele kruhovitosti.....	47