

## Ćwiczenie 5

### Ilościowa analiza mikrostruktury materiałów

#### 1.1 CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z opisem mikrostruktury materiałów oraz metodami pomiaru charakterystycznych parametrów na przykładzie wyznaczania udziału objętościowego faz w materiałach wielofazowych (kompozytach, materiałach ceramicznych, materiałach porowatych i naturalnych).

#### 1.2 WPROWADZENIE

Właściwości fizyczne materiałów (mechaniczne, elektryczne, magnetyczne, optyczne, reologiczne), decydujące o ich praktycznym zastosowaniu zależą bardzo silnie od sposobu jego otrzymania, budowy wewnętrznej rozpatrywanej na różnych poziomach: począwszy od atomowego poprzez mikro i makroskopowy. Korelacje pomiędzy właściwościami materiału, jego budową a sposobem wytwarzania stara się wyjaśnić dziedzina nauki zwana materiałoznawstwem. W kontekście zastosowania materiału, opis jego budowy wydaje się być sprawą bardzo istotną, stąd rozpatruje się go na różnych poziomach, zależnych od rozmiarów elementów składających się na budowę materiału.

W zależności od rozpatrywanej skali możemy wyróżnić kilka poziomów budowy materiału. W skali atomowej mówimy o **strukturze materiału** tj. przestrzennym rozkładzie cząstek materii (atomów, jonów, cząsteczek), typie i symetrii sieci przestrzennej, rozkładzie cząstek w komórce elementarnej i jej wymiarach. Wymienione cechy struktury krystalicznej można określić ze znaczną dokładnością posługując się metodami dyfrakcji rentgenowskiej lub elektronowej. Wreszcie w skali mikroskopowej albo makroskopowej mówi się odpowiednio o **mikrostrukturze**. Jej opis obejmuje w materiałach jednofazowych kształt, wielkość i orientację poszczególnych ziaren, a w materiałach wielofazowych ponadto rodzaj, udział i wzajemne usytuowanie faz składowych. W obu przypadkach opis obejmuje również ewentualne wady materiałowe: wtrącenia niemetaliczne (kształt i rozkład wydzielen), pęknięcia, pory itp.

Metody mikroskopii świetlnej i elektronowej umożliwiają bezpośrednią obserwację makrostruktury (stosując na mikroskopy stereoskopowe) i mikrostruktury materiału. Reasumując pełny opis budowy materiału wymaga, zatem znajomości składu fazowego materiału oraz jego mikrostruktury.

Warto również pamiętać, że zarówno skład fazowy jak i mikrostruktura materiałów jest stabilna w określonych warunkach zewnętrznych (temperatura, ciśnienie). Zmiana tych warunków może wywołać w materiale przemianę fazową, zmiany mikrostrukturalne a w konsekwencji zmianę jego właściwości. Analogiczny skutek można uzyskać poddając materiał odpowiednim procesom technologicznym, takim jak obróbka plastyczna czy obróbka cieplna.

##### 1.2.1 MIKROSTRUKTURA

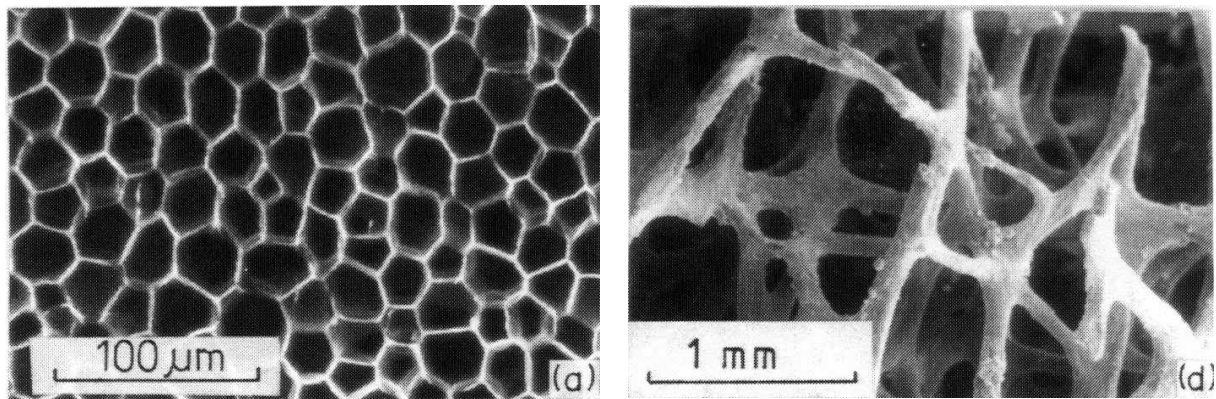
**Mikrostrukturą** materiału nazywa się budowę materiału widoczną pod mikroskopem. W zależności od zastosowanego rodzaju mikroskopii możemy obserwować mikrostrukturę materiału na różnym poziomie. Mikroskopia optyczna pozwala na obserwacje obiektów o wielkości rzędu  $1\mu\text{m} = 10^{-6}\text{m}$ . jest to skala odpowiednia do obserwacji mikrostruktury klasycznych materiałów ceramicznych i metalicznych. W przypadku nowoczesnych materiałów (w tym nanomateriałów) metody tradycyjnej mikroskopii okazują się być

niewystarczające, stąd do obserwacji mikrostruktur o wielkościach rzędu  $1\text{nm} = 10^{-9}\text{m}$  stosuje się metody mikroskopii elektronowej: skaningowej (SEM) i transmisyjnej (TEM).

Na postać mikrostruktury wpływa wiele czynników, a do najważniejszych (z nich) należą:

- niemieszalność (odrębność) składników tworzących materiał,
- zatrzymanie przemian fazowych, w wyniku czego, w tym samym materiale jednorodnym pod względem chemicznym występują dwie fazy fizyczne,
- powstanie słabych wiązań chemicznych pomiędzy powierzchniami różnych składników (faz).

Wyżej wymienione zjawiska zachodzą najczęściej jednocześnie w tym samym materiale. Szczególnie złożone mikrostruktury obserwuje się w przypadku wielu materiałów naturalnych takich jak drewno, włókna naturalne czy kości (rys 1).



**Rysunek 1.** Fotografie mikrostruktur drewna korkowego (*Quercus suber*) i kości gąbczastej (*Trabecular ossa*). Sanders, W.S. and Gibson, L.J., (2003) "Mechanics of BCC and FCC Hollow Sphere Foams." Mat. Science and Eng., A352, 150-161.

## 1.2.2 METODY ILOŚCIOWEGO OPISU MIKROSTRUKTURY

Mikrostrukturę opisuje się za pomocą ilościowej analizy obrazu. Jej celem jest udzielenie w sposób liczbowy odpowiedzi na pytania dotyczące: liczby widzianych obiektów, ich wielkości, kształtu, rozmieszczenia. Efektem analizy ilościowej jest zestaw liczb, które opisują wybrane cechy ocenianej mikrostruktury (tab. 1).

Parametry opisujące mikrostrukturę materiału można uzyskać przez pomiar i wtedy mają one **wymiar metryczny** (średnica, pole powierzchni itp.). Parametry zliczane mają natomiast **charakter topologiczny** (podawane są w liczbach obiektów przypadających na jednostkę powierzchni).

W zależności od rodzaju materiału analizę ilościową prowadzi się w przypadku materiałów ceramicznych i metalicznych na **zglądzie** lub na powierzchni bądź przekroju materiału polimerowego lub kompozytowego.

Zgląd to specjalnie przygotowany preparat materiału (szlifowany, polerowany i trawiony), obrazujący jego płaski przekrój wraz z fazami, porami i defektami widocznymi pod mikroskopem. Prawidłowo przygotowany zgląd powinien odpowiadać statystycznemu rozkładowi elementów prawdopodobnemu w całej objętości materiału.

Powierzchnia preparatu mikroskopowego powinna być równa, gładka tak by dokładnie przedstawiała powierzchnię badanego materiału w świetle odbitym a także ograniczała regulację głębi ostrości. Wymogi te mogą, bowiem wpływać w sposób istotny na błąd oceny ilościowej mikrostruktury.

**Tabela 1.** Podstawowe oznaczenia i definicje (stosowane w stereologii)

<i>Symbol</i>	<i>Wymiar</i>	<i>Definicja</i>
<b>P</b>	-	Liczba punktów „rzuconych” na analizowaną powierzchnię (zgląd) lub liczba elementów punktowych struktury.
<b>P<sub>P</sub></b>	-	Ułamek punktów „trafiających” w przekroje fazy (składnika). Liczba względna punktów.
<b>P<sub>L</sub></b>	mm <sup>-1</sup>	Liczba punktów przecięć na 1 mm długości siecznych.
<b>P<sub>A</sub></b>	mm <sup>-2</sup>	Liczba elementów punktowych na powierzchni jednostkowej.
<b>P<sub>V</sub></b>	mm <sup>-3</sup>	Liczba elementów punktowych w objętości jednostkowej.
<b>L</b>	mm	Długość elementu liniowego struktury lub długość siecznych "rzuconych" na analizowaną powierzchnię (zgląd).
<b>L<sub>L</sub></b>	mm/mm	Ułamek długości cięciw (długość cięciw przypadająca na 1 mm długości siecznej).
<b>L<sub>A</sub></b>	mm/mm <sup>2</sup>	Długość względna; długość elementów liniowych na powierzchni jednostkowej.
<b>L<sub>V</sub></b>	mm/mm <sup>3</sup>	Długość względna w przestrzeni; długość elementów liniowych w objętości jednostkowej.
<b>A</b>	mm <sup>2</sup>	Analizowane pole płaszczyzny lub pole powierzchni płaskich przekrojów analizowanej fazy (składnika).
<b>S</b>	mm <sup>2</sup>	Pole powierzchni rozdziału faz (składników).
<b>A<sub>A</sub></b>	mm <sup>2</sup> /mm <sup>2</sup>	Ułamek powierzchni płaskiej zajęty przez daną fazę (składnik).
<b>S<sub>V</sub></b>	mm <sup>2</sup> /mm <sup>3</sup>	Powierzchnia względna; pole powierzchni rozdziału faz (składników) w objętości jednostkowej.
<b>V</b>	mm <sup>3</sup>	Objętość analizowanej przestrzeni lub objętość analizowanej fazy (składnika).
<b>V<sub>V</sub></b>	mm <sup>3</sup> /mm <sup>3</sup>	Objętość względna fazy (składnika); objętość fazy (składnika) w objętości jednostkowej stopu.
<b>N</b>	-	Liczba cząstek lub ziarn.
<b>N<sub>L</sub></b>	mm <sup>-1</sup>	Liczba cząstek lub ziarn na 1 mm długości siecznych.
<b>N<sub>A</sub></b>	mm <sup>-2</sup>	Liczba przekrojów cząstek lub ziarn na płaszczyźnie jednostkowej.
<b>N<sub>V</sub></b>	mm <sup>-3</sup>	Liczba względna cząstek lub ziarn; liczba cząstek (ziarn) w objętości jednostkowej.

Zbiorem metod służących do opisu trójwymiarowej struktury za pomocą płaskich przekrojów zajmuje się **stereologia**. Zadaniem stereologii jest rekonstruowanie tej części informacji, która została utracona w trakcie uzyskiwania obrazów struktur trójwymiarowych. Stereologia pozwala ocenić parametry przestrzeni trójwymiarowej  $R_3$ , wykorzystując wielkości mierzone na płaskim obrazie. Wielkości te mogą być dwuwymiarowe  $R_2$ , np. pola przekroju ziarn, jednowymiarowe  $R_1$ , na przykład cięciwy odcięte przez granicę ziarn na siecznych, lub zerowymiarowe  $R_0$ , którymi będą punkty. Parametry geometryczne przekrojów

elementów zmierzone na zglądzie stanowią punkty wyjścia do obliczeń parametrów geometrycznych budowy przestrzennej materiału.

Wyniki pomiarów wskaźników jednowymiarowych (np. odległości) i dwuwymiarowych (pola powierzchni) mogą być przeliczone na wskaźniki przestrzenne (trójwymiarowe) bez istotnych zniekształceń i błędów, o ile nie wymagają przyjęcia określonych założeń dotyczących kształtów, rozmieszczenia i wielkości cząstek.

Istotą pomiaru stereologicznego jest to, że ustalanie proporcji pomiędzy układem odniesienia a badaną mikrostrukturą nie jest dokonywane bezpośrednio, ale poprzez wykonanie innego pomiaru względnego wobec wspólnego dla nich układu testowego.

Układ testowy jest konstruowanym, abstrakcyjnym zbiorem płaszczyzn (przekrojów), linii oraz punktów. Linie i punkty układu testowego mogą być nanoszone na obraz w postaci siatki pomiarowej. Polem pomiarowym jest obszar określony wielkością siatki pomiarowej.

Jednym z podstawowych związków stereologicznych jest zależność **Cavalierii-Hacquetta** (1):

$$V_V = A_A = P_P \quad (1)$$

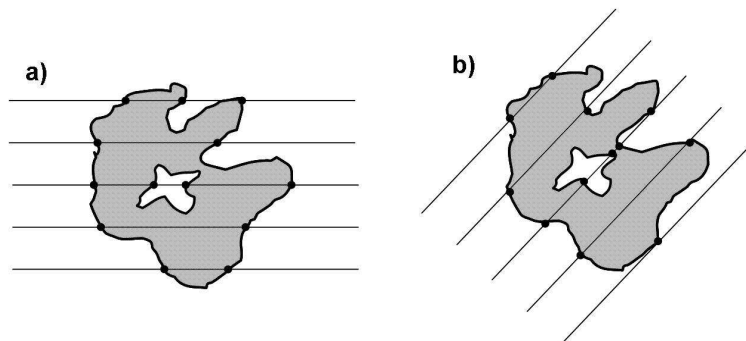
Zależność ta stanowi podstawę wyznaczania udziału objętościowego danej fazy ( $V_V$ ) na przy pomocy prostych metod planimetrycznych. W celu zapewnienia statystycznej reprezentatywności, analizowane obrazy muszą być uzyskiwane dla przypadkowo wybranych fragmentów badanej próbki oraz przy przypadkowej orientacji płaszczyzny przekroju lub rzutowania.

Kolejną wielkością jest parametr  $S_V$ , który określa pole (powierzchni) dwuwymiarowych elementów struktury w jednostce objętości materiału. Parametr ten wykorzystuje się często do opisu struktur komórkowych, traktując jako przedmiot analizy powierzchnię komórek lub cząstek, która na obrazach odwzorowywana jest jako siatka linii granicznych między obrazem cząstki (komórki) i jej otoczeniem.

W celu obliczenia  $S_V$  stosuje się tzw. **metodę siecznych (Sałtykowa)**. Polega ona na tym, że na obrazie prowadzi się dodatkowe linie testowe (sieczne) i wyznacza się gęstość punktów przecięcia tych linii z siatką będącą obrazem badanych cząstek (rys. 2).  $S_V$  wyznacza się z zależności (2):

$$S_V = 2 P_L \quad [\text{mm}^2/\text{mm}^3] \quad (2)$$

gdzie:  $P_L = n/L$  - jest to średnia liczba punktów przecięć przypadających na jednostkę długości siecznych (linii testowych).



**Rysunek 2.** Metoda siecznych; a) układ testowy poziomy, b) układ testowy ukośny

Elementy budowy materiału (ziarna, wtrącenia, pory) charakteryzują się takimi wielkościami geometrycznymi jak: wymiary liniowe, powierzchnia właściwa oraz kształt i

liczba elementów (ziarna, wtrącenia, pory). Wielkości te, odnosi się do jednostki powierzchni zglądu (np.  $\text{mm}^2$ ) lub objętości materiału ( $\text{mm}^3$ ).

### 1.2.3 METODY WYZNACZANIA UDZIAŁU OBJĘTOŚCIOWEGO FAZ

Udział objętościowy faz można wyznaczyć jedną z poniższych metod:

- metoda planimetryczna,
- metoda liniowa,
- metoda punktowa.

#### a) Metoda planimetryczna

Metoda ta sprowadza się do dokładnego pomiaru powierzchni fazy na zglądzie i odniesienia jej do całej powierzchni analizowanego zglądu. „Ręczne” wykonywanie analizy planimetrycznej jest bardzo praco- i czasochłonne, jednak jest ona obecnie wykorzystywana we wszystkich specjalistycznych programach komputerowych służących do analizy obrazu.

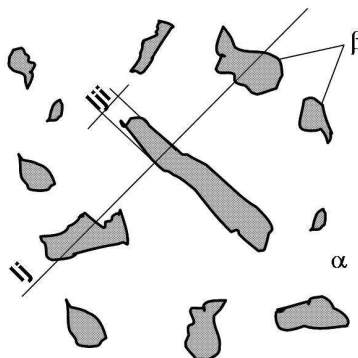
#### b) Metoda liniowa

W tym przypadku określenie objętości względnej fazy  $\beta$  (składnika) rozmieszczonej losowo w osnowie  $\alpha$  polega na losowym poprowadzeniu przez obraz mikrostruktury  $k$  prostych o jednakowej długości  $l$  (siecznych). Każda z prostych  $l$  przecina  $n_j$  ziarn fazy  $\beta$ , których granice odcinają na prostych cięciwy  $l_{ij}$  (Rys. 3).

Objętość względną  $V_V$  fazy  $\beta$  można wyrazić jako stosunek zsumowanej długości cięciw  $l_{ij}$  do długości całkowitej wszystkich rzuconych losowo  $k$  siecznych. Estymatorem objętości względnej  $V_V$  fazy  $\beta$  jest ułamek  $L_L$  określony wzorem:

$$V_V = L_L = \frac{1}{k-1} \sum l_{ij} \quad (3)$$

gdzie:  $j = 1, 2, \dots, k$  - numer siecznej ( $k \cdot l = L$  jest zatem sumą długości wszystkich siecznych,  $i = 1, 2, 3, \dots$ , - numer cięciwy (ziarna na siecznej).



Rysunek 3. Zasady metod liniowej

Zamiast linii prostej można posługiwać się dowolną krzywą. Metoda liniowa może być stosowana zarówno przy badaniu mikrostruktur sfotografowanych, jak i przy bezpośrednim

określaniu składników stopu pod mikroskopem. Liniowa analiza mikrostruktury pod mikroskopem jest przeprowadzana za pomocą podziałki mikrometrycznej okularu.

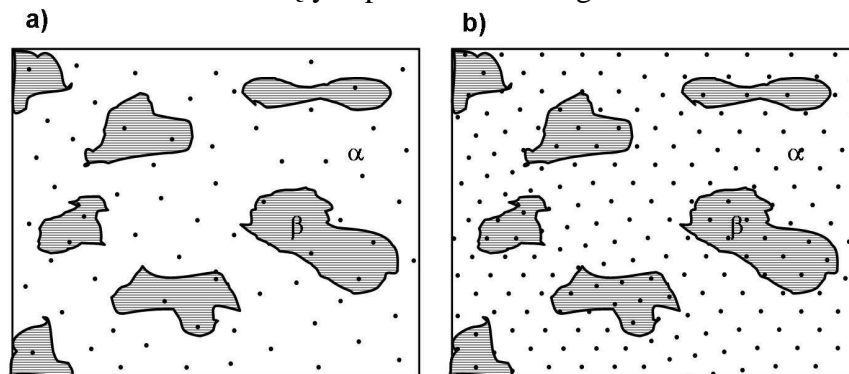
### c) Metoda punktowa

Metoda ta opiera się na rachunku prawdopodobieństwa trafienia punktu rzuconego losowo na powierzchnię zglądu (rys. 4). Prawdopodobieństwo trafienia punktu rzuconego losowo na powierzchnię zglądu w daną fazę jest równe stosunkowi powierzchni zajmowanej przez tę fazę do całej powierzchni zglądu i nie zależy od kształtu oraz rozmieszczenia badanej fazy.

Metoda ta ma dwa warianty:

- metoda punktów losowych
- metoda punktów rozłożonych systematycznie (metoda siatkowa)

Zakładając, że elementy mikrostruktury są rozłożone statystycznie w przestrzeni materiału, metodę punktów losowych można zastąpić metodą punktów rozmieszczonych systematycznie na płaszczyźnie lub wzdłuż linii. Obie z wymienionych wyżej metod są aproksymacjami metody powierzchniowej lub liniowej o ile odległość między punktami pomiarowymi jest mniejsza od rozmiarów elementów faz. Metoda punktów rozłożonych systematycznie jest najczęściej stosowaną metodą pomiaru udziału objętościowego faz, zwłaszcza tekstur bardzo dyspersyjnych lub o bardzo rozwiniętych powierzchniach granic faz.



**Rysunek 4.** Zasada metody punktowej; a) metoda punktów losowych, b) metoda siatkowa

W ujęciu stereologicznym gdyby płaszczyzny zglądu z uwidocznionymi cząstkami fazy  $\beta$  pokryć statystycznie równomiernie rozmieszczonymi  $P$  punktami, to liczba  $P_\beta$  punktów trafiających w cząstki fazy  $\beta$  jest równa  $P \cdot V_v$  (rys. 4a). W metodzie punktowej estymator  $P_p$  objętości względnej wyraża się, zatem stosunkiem liczby  $P_\beta$  punktów trafiających w cząstki  $\beta$  do liczby  $P$  wszystkich rzuconych punktów

$$V_v = P_p = P_\beta/P \quad (4)$$

Sposób siatkowy (rys. 4b), polega na tym, że do obrazu mikrostruktury ( $k$  - krotnie) przykładana się siatkę kwadratową. Punktami "rzucanymi" są wtedy węzły siatki. Estymator  $V_v$  wyraża się wtedy formułą (można by trochę zmodyfikować rysunek 4b – żeby ta siatka była faktycznie kwadratowa) (5):

$$V_V = P_p = \frac{\sum_{i=1}^k P_{\beta i}}{k \cdot z} \quad (5)$$

gdzie:  $k$  - krotność przyłożenia siatki,  $P_{\beta i}$  - liczba węzłów siatki, padających na przekroje fazy  $\beta$  w  $i$ -tym przyłożeniu siatki ( $i = 1, 2, \dots, k$ ),  $z$  - liczba węzłów siatki.

#### 1.2.4 MIKROSKOPOWE METODY OKREŚLANIA WIELKOŚCI ZIARNA NA PŁASKIM PRZEKROJU

Ocena wielkości ziarna lub poru w materiale należy do jednej z najczęściej stosowanych ocen ilościowych. Niestety pomiary te następują wielu trudności, związanych z faktem że zarówno ziarna jak i pory są trójwymiarowe, podczas gdy pomiary są przeprowadzane na płaskich, dwuwymiarowych powierzchniach. W praktyce laboratoryjnej najczęściej mierzy się przekrój ziarna/poru na płaszczyźnie, a jego wielkość określa się przez podanie jednego parametru tej wielkości. Samo pojęcie „wielkości ziarna” lub „wielkość poru” nie jest pojęciem jednoznacznie określonym i może być różnie interpretowane.

Wielkość ziarna opisuje się za pomocy takich parametrów jak:

- średnia średnica ziarna  $D$ ,
- liczba ziarn przypadająca na jednostkę powierzchni zglądu  $N_A$ ,
- liczba ziarn w jednostce objętości  $N_V$ ,
- średnie odchylenie średnic  $\sigma_D$ .

Jeżeli w materiale nie zauważa się wydłużonego kształtu ziaren i jeżeli te elementy mają kształt brył wypukłych, to najczęściej pod pojęciem wielkości elementów rozumie się równoważną średnicę kuli, której objętość jest równa objętości badanego elementu.

W przypadku układu (ziaren) monodispersyjnego (jednakowa średnica ziarn), lub polidispersyjnego (ziarna o różnej średnicy) wyżej wymienione parametry są ze sobą powiązane **wzorem Mirkina**:

$$D = N_A / N_V \quad (6)$$

Najprostszą metodą określenia parametru  $N_A$  jest **metoda Jeffrissa**. Według tej metody na mikrofotografii nanosi się prostokąt o wymiarach  $a$  i  $b$  (rys.5), który dzieli nam ziarna na trzy grupy – leżące całkowicie wewnątrz prostokąta o liczbie ziarn  $z$ , przecięte przez brzegi o liczbie ziarn  $w$  i ziarna leżące w narożach o liczbie  $u$ .

$$N_A = \frac{p^2}{a \cdot b} (z + 0,5w + 0,25u) \quad (7)$$

Dla monodispersyjnego układu kul parametr  $N_V$  możemy wyznaczyć z zależności:

$$N_V = \frac{\pi \cdot N_A^2}{4 \cdot N_L} \quad (8)$$

Natomiast w przypadku polidispersyjnego układu kul przy określaniu  $N_V$ , posługujemy się

metodą odwrotności średnic (tzw. średnic Fereta). W tym celu mierzymy wszystkie średnice  $d$  badanych ziarn (jest to wartość średnia z wymiarów prostokąta opisanego na ziarnie  $d = (i + m)/2$ ). Następnie liczbę  $N_V$  oblicza się ze wzoru:

$$N_V = 0,6366 \cdot N_A / d \quad (9)$$

Ostatni parametr budowy przestrzennej  $\sigma_D$ , charakteryzujący pod względem wielkości kulistopodobnych ziaren obliczymy z równania:

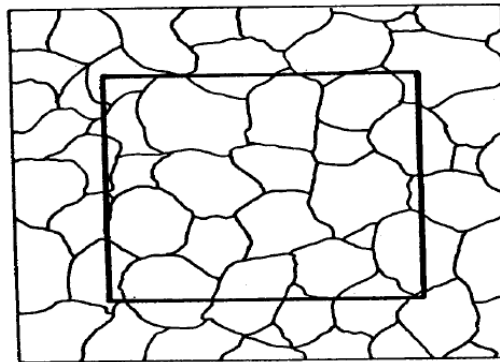
$$\sigma_D = \sqrt{\frac{4}{\pi} d \cdot D - (D^2)} \quad (10)$$

Metoda odwrotności średnic nie pozwala jednak na zbudowanie z danych eksperymentalnych krzywej rozkładu wielkości ziaren, natomiast średnią średnicę ziaren mierzoną z powierzchni zglądu można szybko określić ze wzoru:

$$d = N_L / N_A \quad (11)$$

Parametr  $N_L$  jest liczbą przecięć ziaren  $N$  przez sieczną o długości jednostkowej  $L$  na mikrofotografii o powiększeniu  $P$ .

$$N_L = N \cdot P / L \quad (12)$$



Rys 5. Schemat ilustrujący metodę Jeffersa

### 1.3 WYKONANIE ĆWICZENIA I OPRACOWANIE ĆWICZANIA

**1.** Dokonać obserwacji w mikroskopie stereoskopowym mikrostruktur podanych materiałów (zgląd trawiony, spiek ceramiczny, materiał kompozytowo-włóknisty, kompozyt polimerowo dyspersyjny). Obserwacje zanotować w tabeli uwzględniając ilość faz, którą można wyróżnić w materiale, jej kształt, o wzajemne ułożenie ziaren, np. przypadkowe lub posiadające jakieś prawidłowości.

**2.** Dokonać pomiaru metodą liniowa udziału objętościowego wybranej fazy na fotografii zglądów, w tym celu należy narysować linie dostosowane do wielkości fotografii a następnie wykonać 20 pomiarów (liczba przyłożeń siecznej  $n=20$ ) w różnych miejscach przygotowanej fotografii zglądów materiału. Dla każdego pojedynczego pomiaru pomierzyć cięciwy przecinające ziarna wybranej fazy. Wyniki pomiarów długości cięciw przedstawić w tabeli:



Numer siecznej	Długość cięciwy

Wyliczyć udział objętościowy wybranej fazy  $\beta$   $L_L$  zgodnie ze wzorem

$$V_v = L_L = \frac{1}{k \cdot l} \sum l_{ij}$$

3. Dokonać pomiaru metoda siatkową, udziału objętościowego wybranej fazy na fotografii zglądź materiału. W tym celu należy narysować na folii kwadratową siatkę punktów o wymiarach 10x10 punktów ( $s=100$ ) w odstępach dopasowanych do wielkości fotografii i charakteru badanej mikrostruktury. Wykonać 20 pomiarów (liczba przyłożeń siatki  $k=20$ ) w różnych miejscach przygotowanej fotografii zglądź materiału. Dla każdego pojedynczego pomiaru zliczyć liczbę punktów, które trafiły w wybrana fazę. Przedstawić wyniki pomiarów w tabeli.

Numer przyłożonej siatki	Liczba punktów padających na fazę $\beta$

Wyliczyć udział objętościowy wybranej fazy  $\beta$   $P_p$  zgodnie ze wzorem

$$V_v = P_p = \frac{\sum_{i=1}^k P_{\beta i}}{k \cdot z}$$

### 1.3.5. OSZACOWANIE DOKŁADNOŚCI POMIARU UDZIAŁU OBJĘTOŚCIOWEGO

Jeżeli potraktujemy każde przyłożenie linii lub siatki jako pojedynczy pomiar i dla każdego przyłożenia wyliczymy wartość udziału objętościowego, to możemy obliczyć wartość średnią  $\bar{x}$   $\zeta$  tych pomiarów i następnie oszacować odchylenie standardowe wartości średniej  $s(\bar{x})$  oraz przedział ufności wartości średniej, korzystając z następujących wzorów:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (9)$$

$$s(\bar{x}) = \left[ \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n \cdot (n-1)} \right]^{0,5} = \left[ \frac{\sum_{i=1}^n x_i^2 - \bar{x} \sum_{i=1}^n x_i}{n \cdot (n-1)} \right]^{0,5} \quad (10)$$

$$\mu = \bar{x} \pm t \cdot s(\bar{x}) \quad (11)$$

gdzie:

- $x$  — pojedynczy pomiar  $V_v$ ,
- $n$  — całkowita liczba pomiarów (przyłożeń),
- $\mu$  — estymowana wartość średnia.

Wartość parametru  $t$  odczytujemy z tablicy rozkładu  $t$  dla odpowiedniej liczby stopni swobody (równiej  $n - 1$ ) oraz dla założonego poziomu istotności  $\alpha$ , który w naszym przypadku wynosi  $0,05$ . Dla  $n = 20$  i  $\alpha = 0,05$  parametr  $t = 2,093$ .

W opisany powyżej sposób należy obliczyć przedział ufności średniego udziału objętościowego dla obu stosowanych metod pomiarowych: liniowej i siatkowej.

Porównać wyliczone wartości udziałów objętościowych zmierzonych metodą liniową i siatkową. Czy wyniki uzyskane obu metodami są zgodne ze sobą?

Aby odpowiedzieć na to pytanie, obliczamy wartość  $t$  według wzoru

$$t = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{\bar{S}(x) \cdot \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}\right)^{0,5}} \quad (12)$$

gdzie:

$\bar{x}_1, \bar{x}_2$  — dwie odrębne średnie,

$n_1, n_2$  — liczba pomiarów, z których wyliczono średnie  $\bar{x}_1, \bar{x}_2$ ,

$\bar{S}(x)$  — łączne oszacowanie odchylenia standardowego z obu zbiorów danych

$$\bar{S}(x) = \left[ \frac{\sum_{i=1}^{n_1} (x_i - \bar{x}_1)^2 + \sum_{j=1}^{n_2} (x_j - \bar{x}_2)^2}{n_1 + n_2 - 2} \right]^{0,5} \quad (13)$$

Kolejnym krokiem jest porównanie obliczonej wartości  $t$  z wartością tabelaryczną, wziętą na wybranym poziomie ufności (np.  $0,95$ ) i przy liczbie stopni swobody równej  $(n_1 + n_2 - 2)$ . Jeżeli obliczona wartość  $f_{obl} > f_{tabe}$ , mamy 95-procentową pewność, że obie średnie różnią się w istotnym stopniu. W przeciwnym przypadku ( $f_{obl} \leq f_{tabe}$ ) mamy podstawę twierdzić, że obie średnie pochodzą z tej samej populacji. Upoważnia to do obliczenia wspólnej średniej i przedziału ufności z obu zbiorów danych.

#### 1.4 MATERIAŁ DO SAMODZIELNEGO OPRACOWANIA

- różnica pomiędzy strukturą a mikrostrukturą
- parametry charakteryzujące wielkości ziaren/porów w materiałach
- metody ilościowej analizy obrazu
- inne metody badawcze służące do opisu mikrostruktury materiałów
- skąd wynika różnica w wielkościach parametrów obserwowanych dla płaskich przekrojów ziaren a wielkości rzeczywistych ziaren występujących w materiale

#### Literatura

- [1] Ryś J.: "Stereologia materiałów" Fotobit Design, Kraków 1995.
- [2] Wojnar L., Kurzydłowski K. J., Szala J.: Praktyka analizy obrazu. Polskie Towarzystwo Stereologiczne, Kraków 2002.
- [3] Piekarczyk J.: Skrypt AGH, Kraków 1990, Część B – Stereologia

## ZAŁĄCZNIK

Wartości krytyczne  $t_{r,\alpha}$  rozkładu Studenta

$r = n - 1$	$\alpha$				
	0,2	0,1	0,05	0,02	0,01
1	3,0777	6,3138	<b>12,7062</b>	31,8205	63,6567
2	1,8856	2,9200	<b>4,3027</b>	6,9646	9,9248
3	1,6377	2,3534	<b>3,1824</b>	4,5407	5,8409
4	1,5332	2,1318	<b>2,7764</b>	3,7469	4,6041
5	1,4759	2,0150	<b>2,5706</b>	3,3649	4,0321
6	1,4398	1,9432	<b>2,4469</b>	3,1427	3,7074
7	1,4149	1,8946	<b>2,3646</b>	2,9980	3,4995
8	1,3968	1,8595	<b>2,3060</b>	2,8965	3,3554
9	1,3830	1,8331	<b>2,2622</b>	2,8214	3,2498
10	1,3722	1,8125	<b>2,2281</b>	2,7638	3,1693
11	1,3634	1,7959	<b>2,2010</b>	2,7181	3,1058
12	1,3562	1,7823	<b>2,1788</b>	2,6810	3,0545
13	1,3502	1,7709	<b>2,1604</b>	2,6503	3,0123
14	1,3450	1,7613	<b>2,1448</b>	2,6245	2,9768
15	1,3406	1,7531	<b>2,1314</b>	2,6025	2,9467
16	1,3368	1,7459	<b>2,1199</b>	2,5835	2,9208
17	1,3334	1,7396	<b>2,1098</b>	2,5669	2,8982
18	1,3304	1,7341	<b>2,1009</b>	2,5524	2,8784
19	1,3277	1,7291	<b>2,0930</b>	2,5395	2,8609
20	1,3253	1,7247	<b>2,0860</b>	2,5280	2,8453
21	1,3232	1,7207	<b>2,0796</b>	2,5176	2,8314
22	1,3212	1,7171	<b>2,0739</b>	2,5083	2,8188
23	1,3195	1,7139	<b>2,0687</b>	2,4999	2,8073
24	1,3178	1,7109	<b>2,0639</b>	2,4922	2,7969
25	1,3163	1,7081	<b>2,0595</b>	2,4851	2,7874
26	1,3150	1,7056	<b>2,0555</b>	2,4786	2,7787
27	1,3137	1,7033	<b>2,0518</b>	2,4727	2,7707
28	1,3125	1,7011	<b>2,0484</b>	2,4671	2,7633
29	1,3114	1,6991	<b>2,0452</b>	2,4620	2,7564
30	1,3104	1,6973	<b>2,0423</b>	2,4573	2,7500
40	1,3031	1,6839	<b>2,0211</b>	2,4233	2,7045
50	1,2987	1,6759	<b>2,0086</b>	2,4033	2,6778
100	1,2901	1,6602	<b>1,9840</b>	2,3642	2,6259
1000	1,2824	1,6464	<b>1,9623</b>	2,3301	2,5808
$\infty$	1,2816	1,6449	<b>1,9600</b>	2,3263	2,5760