



Wykorzystanie metody Rietvelda w rentgenowskiej analizie fazowej stali wielofazowych

M. Morawiec^a, A. Grajcar^b, A. Płachcińska^b

^a Student Politechniki Śląskiej, Wydział Mechaniczny Technologiczny
email: mateuszmorawiec0@gmail.com

^b Politechnika Śląska, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Zakład Inżynierii Materiałów Konstrukcyjnych i Specjalnych
email: adam.grajcar@polsl.pl, aleksandra.plachcinska@polsl.pl

Streszczenie: W pracy zaprezentowano wykorzystanie metody Rietvelda w rentgenowskiej analizie fazowej stali wielofazowych. Przedstawiono zagadnienia dotyczące stali wielofazowych oraz znaczenia udziału austenitu szczątkowego w ich strukturze. Praca zawiera podstawy metody Rietvelda oraz metodykę badań dla stali wykazujących oraz niewykazujących tekstury. Zaprezentowano wyniki ilościowej analizy fazowej udziału austenitu szczątkowego w stali TRIP walcowanej na gorąco oraz poddanej odkształceniu plastycznemu na zimno.

Abstract: The work addresses the use of the Rietveld refinement in the X-ray analysis of multiphase steels. Issues related to multiphase steels and the importance of the retained austenite quantity in their microstructure are presented. The paper includes the fundamentals of the Rietveld refinement and the methodology of the refinement for steels with and without a preferred orientation. Selected results of the quantitative analysis of the determination of retained austenite in hot-rolled and cold-strained TRIP steels are presented.

Słowa kluczowe: ilościowa analiza rentgenowska, metoda Rietvelda, stale wielofazowe, austenit szczątkowy, tekstura

1. WSTĘP

Stale wielofazowe należą do grupy materiałów stosowanych na elementy nadwozi samochodów osobowych. Wynika to z ich bardzo dobrych właściwości mechanicznych jak i dużej podatności na kształtowanie technologiczne. W grupie tych stali można wyróżnić stale dwufazowe (DP), wykazujące efekt TRIP (ang. *transformation induced plasticity*) oraz stale wielofazowe (CP). Jedną z ciekawszych stali wielofazowych jest stal TRIP. Stale wykazujące efekt TRIP charakteryzują się wysokimi właściwościami wytrzymałościowymi przy zachowaniu dużego wydłużenia. Jest to wynikiem występowania temperaturowo-stabilnego austenitu szczątkowego w ich strukturze. Austenit ten jest jednak metastabilny podczas odkształcenia plastycznego na zimno i w tych warunkach ulega przemianie martenzytycznej. Otrzymany

martenzyt umacnia stopniowo stal dzięki utrzymującej się na dużym poziomie szybkości umocnienia odkształceniowego [1,2]. Przemiana ta trwa zazwyczaj do momentu, kiedy w strukturze występuje austenit szczałkowy. W związku z tym dokładne określenie udziału austenitu szczałkowego jest jednym z najważniejszych elementów metodycznych w stalach wielofazowych. Jedną z powszechnie stosowanych do tego celu metod jest rentgenowska analiza fazowa [2,3], pozwalająca na identyfikację faz występujących w mikrostrukturze oraz określenie ich udziału. Do określenia udziału austenitu szczałkowego w stali coraz częściej jest stosowana metoda Rietvelda [3,4]. Jest to metoda polegająca na dopasowaniu dyfraktogramu obliczeniowego do otrzymanego dyfraktogramu eksperymentalnego. Na podstawie dopasowania oblicza się udział poszczególnych faz występujących w stali [4,5].

2. PODSTAWY METODY RIETVELDA

Metoda Rietvelda jest metodą komputerową służącą do ilościowej analizy fazowej materiałów. Metoda ta opiera się na analizie pełnego profilu otrzymanego dyfraktogramu. Początkowo metoda ta była stosowana w celu udokładnienia parametru sieciowego analizowanego materiału. Obecnie znajduje również zastosowanie w ilościowej analizie fazowej. Metoda ta polega na dopasowywaniu eksperymentalnego dyfraktogramu rentgenowskiego do dyfraktogramu teoretycznego. Proces dopasowywania opiera się na metodzie najmniejszych kwadratów [6,7]. Dopasowanie dyfraktogramu teoretycznego polega na udokładnianiu wielu różnych parametrów, jak: parametr sieci dla każdej fazy, czynnik skali, czynniki aparaturowe, tło, czynniki odpowiadające za profil piku (asymetria itd.), uprzywilejowana orientacja krystalograficzna wynikająca np. z obróbki plastycznej badanego materiału, wielkość cząstek, itd. Innym, istotnym parametrem w analizie jest podstawa szerokości połówkowej piku. Parametr tej jest bardzo ważny, ponieważ jego zmiana wymaga rozpoczęcia całej analizy od początku [8].

Analiza metodą Rietvelda jest procesem czasochłonnym ze względu na ilość kroków potrzebnych do uzyskania poprawnych wyników. Pierwszym z etapów jest otrzymanie dyfraktogramu analizowanego materiału, przy właściwie dobranych parametrach eksperymentu [6]. Następnie należy zidentyfikować wszystkie fazy w nim występujące. Po identyfikacji można rozpocząć analizę ilościową. Na początku należy wprowadzić do programu występujące w materiale fazy. Polega to na wprowadzeniu nazwy danej fazy, określeniu jej grupy przestrzennej, parametru sieci oraz pierwiastków z jakich dana faza się składa. Gdy zostaną określone pierwiastki należy również określić prawdopodobieństwo wystąpienia pierwiastka w danej pozycji węzłowej [7,8].

Następnym krokiem w analizie jest udokładnienie czynnika skali odpowiadającego za dopasowanie intensywności pików dyfraktogramu teoretycznego z dyfraktogramem eksperymentalnym. Czynnik skali powinien być udokładniany za każdym razem, kiedy udokładniany jest inny parametr. Należy również pamiętać, że podczas analizy należy udokładniać parametr po parametrze. Można udokładniać kilka parametrów jednocześnie, lecz dodanie nowego parametru powinno być poprzedzone udokładnieniem ostatnio dodanego. Po czynniku skali udokładnić należy parametry aparaturowe. Do parametrów aparaturowych można zaliczyć przesunięcie się próbki podczas analizy. Wynikiem przesunięcia próbki podczas analizy może być przesunięcie pików na dyfraktogramie. Kolejnym parametrem poddawany udokładnianiu jest tło [9-11].

W kolejnym etapie udokładnianiu poddaje się położenie oraz kształt piku. Czynniki te są bardzo ważne gdyż istotnie wpływają na ostateczny wynik analizy. Najczęściej używaną

funkcją do określenia kształtu pików jest funkcja pseudo-Voigt. Funkcja ta jest liniową kombinacją składowych funkcji Lorentza i Gaussa. Podejście to pozwala na dobre opisanie symetrii otrzymanych pików dyfrakcyjnych. Podczas analizy ważnym może być określenie dodatkowej funkcji opisującej asymetrię wynikającą z rozbieżności osi wiązki przy niskich kątach. Przed rozpoczęciem udokładniania parametrów strukturalnych oraz związanych z profilem pików należy upewnić się, że położenie pików teoretycznych i eksperymentalnych jest zgodne. Jest to związane z parametrem sieci oraz czynnikami aparaturowymi (np. przemieszczenie próbki). Jeśli położenie pików się nie zgadza parametry te powinny zostać udokładnione w pierwszej kolejności [7-10].

Gdy pozycje pików są zgodne można przejść do udokładniania parametrów takich jak: szerokość, wysokość oraz asymetria pików. W przypadku udokładniania szerokości połówkowej pików (FWHM), funkcja za to odpowiedzialna opisywana jest równaniem Caglioti [7,9]:

$$FWHM^2 = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W \quad (1)$$

gdzie:

FWHM – szerokość połówkowa pików,

U, V, W – udokładniane parametry (zmiennie).

Najpierw należy udokładniać zmienną W, następnie V i ostatecznie U. Gdy podczas analizy udokładnianie poszczególnych zmiennych nie wprowadzi zmian w dopasowaniu, należy udokładniać je wspólnie: najpierw WV, następnie VU, a ostatecznie UVW [7-9].

3. METODYKA OBLICZEŃ

Obsługa programu jest dosyć skomplikowana i wymaga poświęcenia dużej ilości czasu do wykonania pełnej analizy. Rentgenowska analiza ilościowa stali wielofazowej składa się z wielu etapów. Zależy ona również od tego czy w badanym materiale występuje tekstura czy nie. W rozdziale tym zostanie przedstawiona metodyka obliczeń w przypadku braku tekstury, jak i jej występowania. W przypadku stali wyżarzonych i walcowanych na gorąco istnieje duże prawdopodobieństwo, że materiał nie będzie wykazywał uprzywilejowanej orientacji (lub będzie ona ograniczona). W tym wypadku należy [8-10]:

- zarejestrować dyfraktogram rentgenowski analizowanego materiału,
- określić położenie wszystkich pików branych pod uwagę w analizie,
- zidentyfikować fazy występujące w materiale,
- określić fazy biorące udział w ilościowej analizie rentgenowskiej (nazwać fazę, określić jej grupę przestrzenną, parametr sieci oraz pierwiastki z jakich dana faza się składa),
- określić podstawę szerokości połówkowej pików,
- udokładnić czynnik skali,
- udokładnić tło,
- udokładnić czynniki aparaturowe,
- udokładnić parametr sieci (umożliwia dopasowanie pików wynikające z przesunięcia w kącie 2θ),
- udokładnić zmiennie określające szerokość połówkową pików (W, V, U),
- udokładnić zmienną wpływającą na kształt pików,
- udokładnić asymetrię pików.

W przypadku udokładniania szerokości połówkowej pików, kształtu pików oraz asymetrii, cykl ten powtarza się tak długo, jak długo zachodzą widoczne zmiany na dyfraktogramie oraz

w parametrach udokładniania. Gdy analiza dobiegnie końca należy w pierwszej kolejności porównać dopasowanie dyfraktogramu teoretycznego do eksperymentalnego na podstawie krzywej różnicowej. Dodatkowo program daje informację statystyczną określającą jakość dopasowania. Zmienna ta to GOF (ang. *goodness of fit*). Im bliżej wartości 1 tym większe dopasowanie [7].

W przypadku stali poddanych odkształceniu plastycznemu na zimno występuje w nich uprzywilejowana orientacja krystalograficzna [10,12]. Zjawisko to jest widoczne jako różnica w intensywności pików pomiędzy dyfraktogramem teoretycznym a eksperymentalnym. Gdy podczas analizy różnica w intensywności nie znika należy przeprowadzić udokładnianie tekstury. W tym celu należy określić, który pik charakteryzuje się największą różnicą intensywności. Następnie należy zidentyfikować płaszczyznę steksturyzowania. Gdy już określono płaszczyznę oraz fazę, w której występuje tekstura należy wejść w zakładkę udokładniania. Z analizowanych faz wybrać tę, w której stwierdzono teksturę a następnie ustawić płaszczyznę tekstury. Po tym należy przystąpić do udokładniania tekstury [7,8,10].

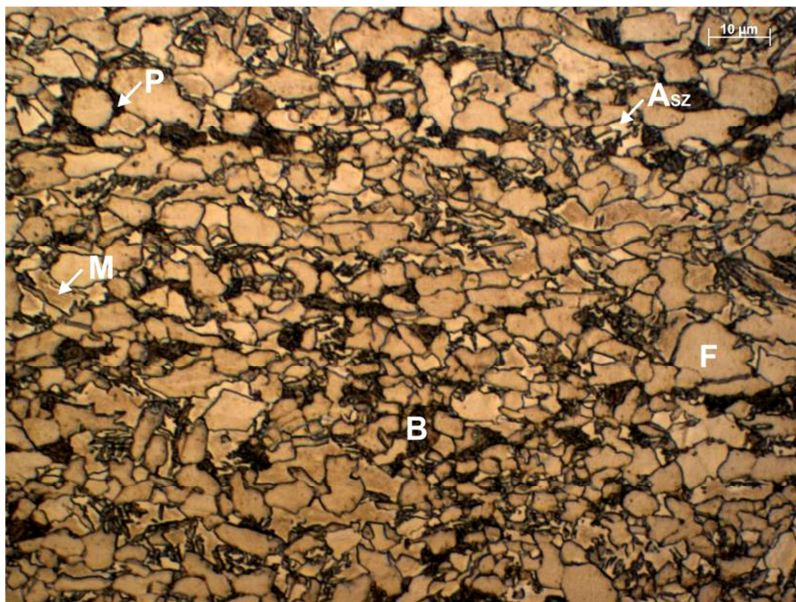
Należy pamiętać, że na wynik analizy wpływają takie czynniki jak: podstawa szerokości połówkowej piku oraz rodzaj pierwiastków występujących w analizowanej fazie. Podstawę szerokości połówkowej piku określa się na początku analizy. Niestety sprawdzenie czy podstawa ta została dobrana poprawnie jest możliwe dopiero po zakończeniu udokładniania. Polega to na sprawdzeniu dopasowania piku teoretycznego do eksperymentalnego przy jego podstawie. Jeśli dopasowanie nie występuje, oznacza to, że podstawa szerokości została źle dobrana. Czasami zdarza się – zwłaszcza przy próbkach silnie odkształconych – że program traktuje piki leżące obok siebie jako jeden pik. Powoduje to, że nie uwzględnia on piku mniejszego w analizie. Dlatego dla uzyskania dobrego wyniku należy ustawić mniejszą podstawę szerokości połówkowej piku. Powoduje to, że podstawa piku jest węższa i możliwe jest uwzględnienie mniejszego piku w analizie. Zmiana tego parametru wymaga rozpoczęcia całej analizy od początku. Istotne jest określenie, które z występujących w fazie pierwiastków znajdują się w pozycji węzłowej oraz jakie jest prawdopodobieństwo wystąpienia danego atomu w pozycji węzłowej.

4. WYZNACZANIE UDZIAŁU AUSTENITU SZCZĄTKOWEGO W STALI WALCOWANEJ NA GORĄCO

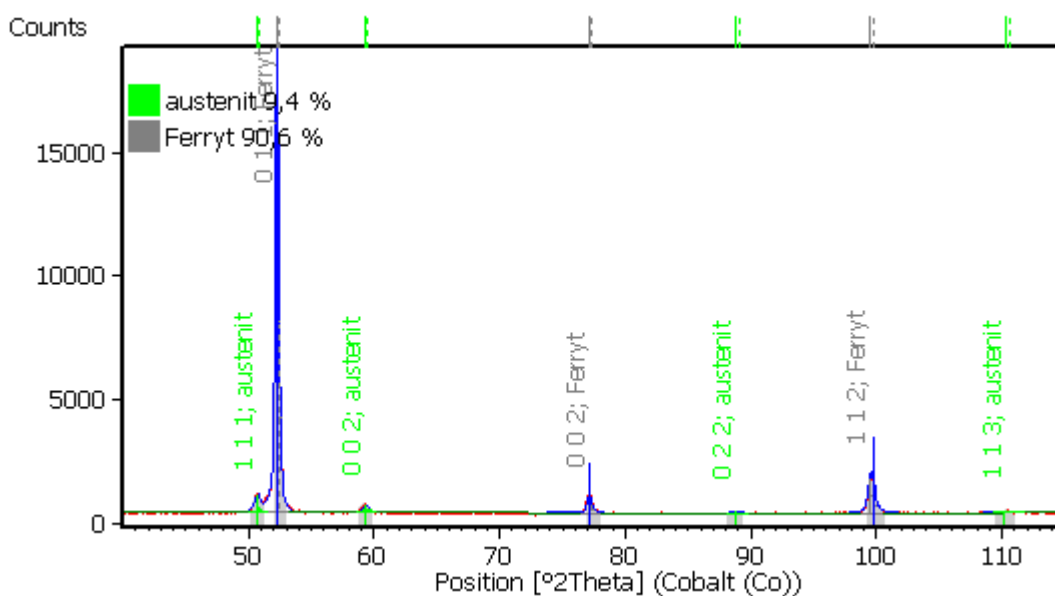
Udział austenitu szczątkowego określono w stali typu 0,24C-1,55Mn-0,87Si-0,40Al wykazującej efekt TRIP, którą otrzymano w wyniku walcowania na gorąco i kontrolowanego chłodzenia. Zasadniczymi etapami chłodzenia po zakończeniu walcowania w temperaturze 850°C było wolne chłodzenie stali przez 60 s w zakresie przemiany $\gamma \rightarrow \alpha$, dla wytworzenia pożądanego udziału ferrytu oraz wytrzymanie izotermiczne blachy w temperaturze 400°C przez 600 s, dla wzbogacenia austenitu w węgiel [1]. Stal po walcowaniu na gorąco ma mikrostrukturę składającą się z ziarn osnowy ferrytycznej (F) oraz wysepek o złożonej budowie mikrostrukturalnej (rys. 1). W skład wysp wchodzi bainit (B), perlit (P) oraz martenzyt (M) i austenit szczątkowy (A_{SZ}). Wydłużenie ziarn w kierunku walcowania nie jest znaczące, co świadczy o ograniczonej teksturze w stali po obróbce plastycznej na gorąco.

Ilościową analizę rentgenowską wykonano przy użyciu oprogramowania HighScore zawierającego pakiet Rietvelda. Analizę przeprowadzono w trybie półautomatycznym. Zasadniczą analizę wykonano dla podstawy szerokości połówkowej równej 10. Po kolejnych etapach udokładniania zgodnie z tokiem postępowania zaprezentowanym w rozdziale 3, udział

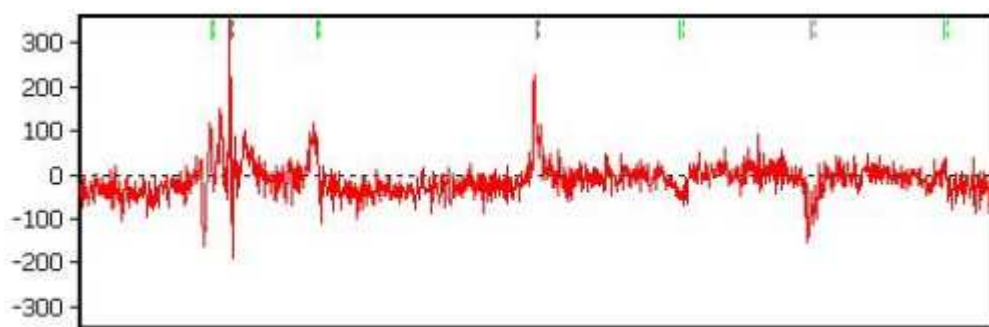
austenitu szczątkowego w stali wynosi 9,4%, co jest w dobrej zgodności z rysunkiem 1, gdzie austenit szczątkowy występuje jako jasne ziarna. Rysunek 2 przedstawia dopasowany dyfraktogram teoretyczny oraz eksperymentalny analizowanej stali. Natomiast na rysunku 3 przedstawiono krzywą różnicową dopasowania obu dyfraktogramów.



Rysunek 1. Mikrostruktura badanej stali wielofazowej po walcowaniu na gorąco i kontrolowanym chłodzeniu; F – ferryt, B – bainit, M – martenzyt, ASz – austenit szczątkowy
Figure 1. Microstructure of the investigated multiphase steel after hot rolling and controlled cooling; F – ferrite, B – bainite, M – martensite, ASz – retained austenite



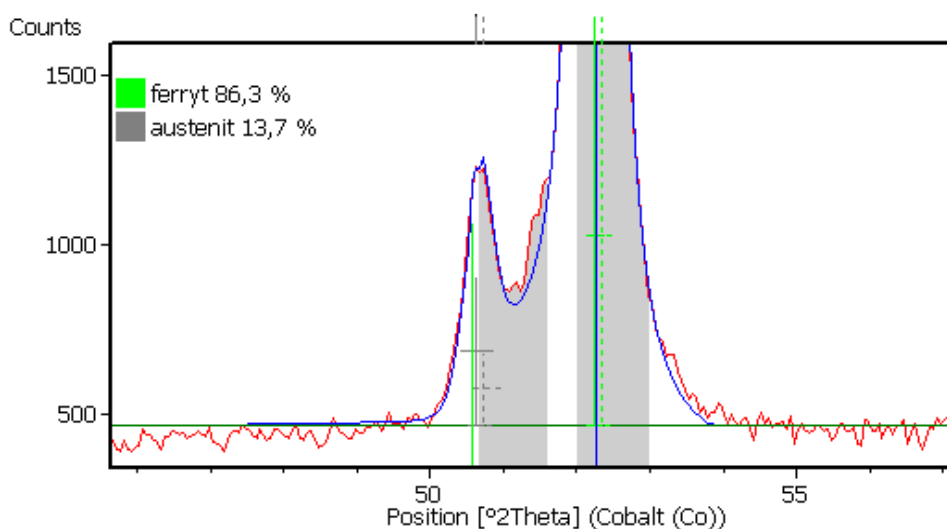
Rysunek 2. Dopasowanie dyfraktogramu teoretycznego do eksperymentalnego dla stali walcowanej na gorąco
Figure 2. The fit of theoretical and experimental diffraction patterns for the hot-rolled steel



Rysunek 3. Krzywa różnicowa dopasowania dla stali walcowanej na gorąco
 Figure 3. The difference profile for the hot-rolled steel

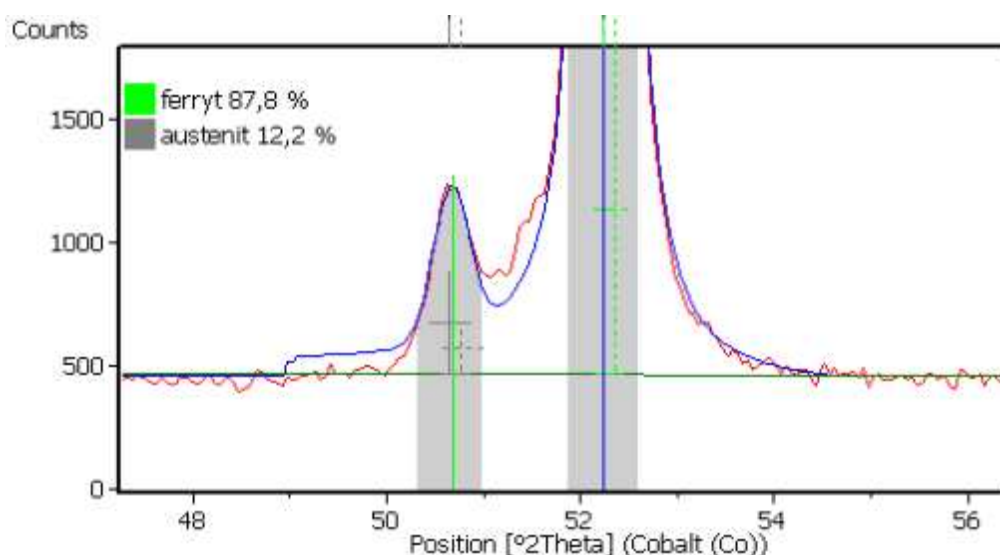
Na podstawie przedstawionej krzywej różnicowej widać, że otrzymane dopasowanie jest duże (początkowa wartość na osi Y wynosiła ok. 3000 zliczeń). Widoczne różnice na krzywej różnicowej mogą wynikać z przesunięcia pików o kąt 2θ , którego nie można w pełni udokładować lub z czynników aparaturowych. Inną przyczyną otrzymanych różnic może być również nieznaczne niedopasowanie intensywności. Dodatkowo wartość GOF w przypadku tej analizy była na poziomie 2,23, co świadczy o całkiem dobrym dopasowaniu.

Jednym z głównych czynników wpływających na wynik analizy jest podstawa szerokości połówkowej piku. W celu przedstawienia wpływu tego parametru na wynik, wykonano dodatkowo dwie analizy dla różnej podstawy szerokości piku (7 i 14). Rysunek 4 przedstawia analizę wykonaną dla podstawy szerokości piku równej 7. Jak widać dopasowanie podstawy piku teoretycznego do eksperymentalnego jest dobre z lewej strony mniejszego piku. Natomiast nie ma pełnego dopasowania od strony prawej dużego piku. Brak dopasowania wpływa znacząco na wynik analizy. Należy jednak pamiętać, że na rys. 4 przedstawiono jedynie fragment całego spektrum. Podstawa szerokości piku również nie była w pełni dopasowana dla innych pików. W tym przypadku ilość austenitu szcążkowego obliczona przez program wynosi 13,7%, czyli około 4% więcej niż przy analizie wykonanej dla optymalnej szerokości piku.



Rysunek 4. Brak dopasowania podstawy piku spowodowany zbyt małą szerokością
 Figure 4. Lack of the base width fit caused by too small profile base width

Rysunek 5 przedstawia przypadek, w którym podstawa szerokości połówkowej piku była zbyt duża. W tym przypadku podstawa szerokości wynosiła 14. Jak widać podstawa piku jest dopasowana z prawej strony dużego piku, jednak z lewej strony małego piku widać charakterystyczny schodek. Przy tak dobranym parametrze udział austenitu szczątkowego wynosi 12,2%.



Rysunek 5. Brak dopasowania podstawy piku spowodowany zbyt dużą szerokością
Figure 5. Lack of the base width fit caused by too large profile base width

W tabelicy 1 zestawiono wybrane parametry analizy oraz obliczony udział austenitu szczątkowego. Widoczne jest, że podstawa szerokości połówkowej piku ma istotny wpływ na wynik analizy. Na podstawie wartości GOF można stwierdzić, że najlepszą jakością dopasowania charakteryzuje się analiza pierwsza. Należy jednak pamiętać, że poza wartością GOF należy zwrócić uwagę na rzeczywiste dopasowanie piku i dopiero wtedy finalnie podjąć decyzję o zakończeniu procesu udokładniania.

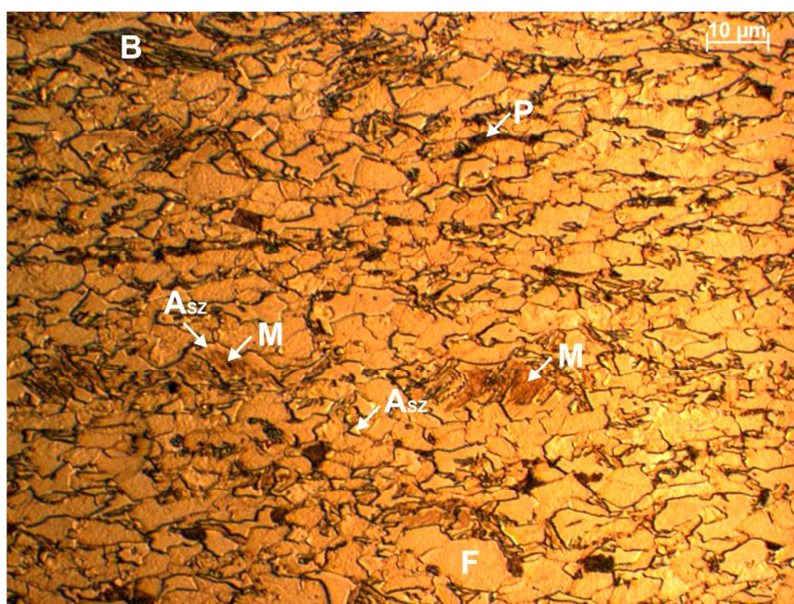
Tablica 1. Wartości podstawy szerokości połówkowej piku, udziału austenitu szczątkowego oraz jakości dopasowania (GOF) dla przeprowadzonych analiz

Table 1. Values of the profile base width, amount of retained austenite and goodness of fit (GOF) for the performed analyses

Nr analizy	Podstawa szerokości	Udział austenitu szczątkowego, %	GOF
1	10	9,4	2,23
2	7	13,7	2,76
3	14	12,2	2,95

5. WYZNACZANIE UDZIAŁU AUSTENITU SZCZĄTKOWEGO W STALI PO ODKSZTAŁCENIU PLASTYCZNYM NA ZIMNO

W tym przypadku analizie poddano tą samą stal. Jednak po walcowaniu na gorąco przeprowadzono statyczną próbę rozciągania w temperaturze pokojowej do wartości wydłużenia równej 15%. Odształcenie to wprowadziło do analizowanej próbki teksturę, która w znacznym stopniu komplikuje analizę i często wyniki są obarczone znacznym błędem pomiarowym (duże różnice w intensywności pików). Najbardziej uprzywilejowaną orientację krystalograficzną wykazują płaszczyzny (011) Fe α . Podstawa szerokości połówkowej pików w tym wypadku wynosiła 7. Zmiana tego parametru (z 10 na 7) wynikała z bardzo małych pików od austenitu. Na podstawie badań mikrostruktury widać (rys. 6), że ziarna wszystkich składników strukturalnych ukierunkowane są w kierunku rozciągania próbki. Mały udział austenitu szczątkowego jest wynikiem postępującej przemiany austenitu w martenzyt, indukowanej odkształceniem plastycznym na zimno.

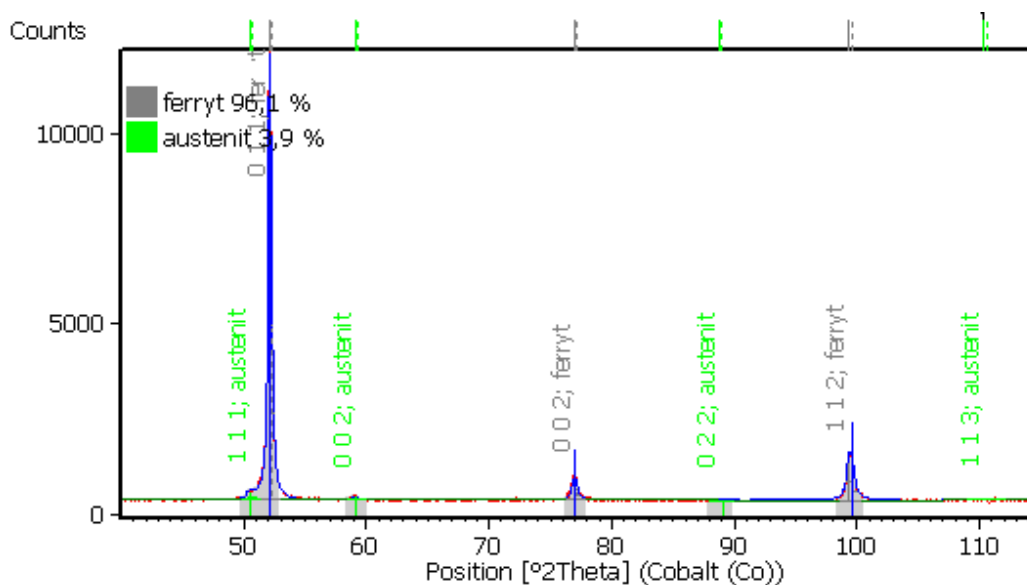


Rysunek 6. Mikrostruktura badanej stali wielofazowej po walcowaniu na gorąco i rozciąganiu do wydłużenia 15%; F – ferryt, B – bainit, M – martenzyt, A_{SZ} – austenit szczątkowy
Figure 6. Microstructure of the investigated multiphase steel after hot rolling and stretching to the elongation of 15%; F – ferrite, B – bainite, M – martensite, A_{SZ} – retained austenite

Zasadniczym elementem analizy ilościowej w przypadku próbki odkształconej plastycznie na zimno jest udokładnianie tekstury. Rysunek 7 przedstawia dopasowanie dyfraktogramu teoretycznego do eksperymentalnego dla analizowanej stali po rozciąganiu na zimno. Po przeprowadzeniu udokładniania z uwzględnieniem tekstury udział austenitu szczątkowego wynosi 3,9%. Rysunek 8 przedstawia krzywą różnicową dopasowania dla analizowanego przypadku.

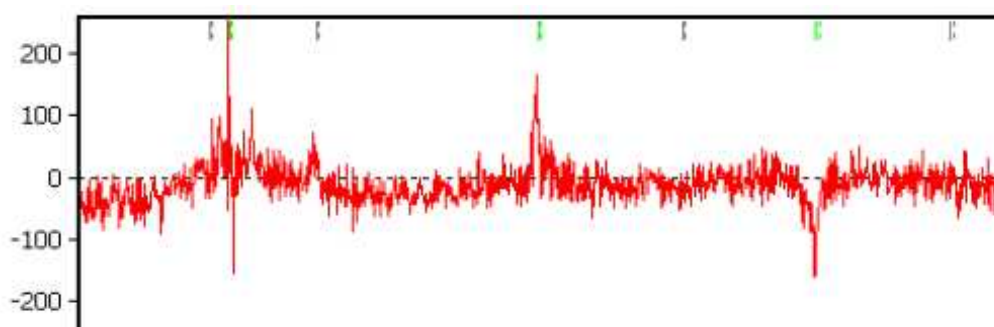
Jak widać z przedstawionej krzywej różnicowej (rys. 8) dopasowanie jest dobre. Różnica w intensywności jest nieznacznie powyżej wartości 200. Tak jak w poprzednim przypadku,

niedopasowanie spowodowane jest głównie przesunięciem położenia pików o kąt 2θ . Wartość GOF dla analizowanego przypadku wynosi 2,45, co świadczy o poprawnym dopasowaniu dyfraktogramów.



Rysunek 7. Dopasowanie dyfraktogramu teoretycznego do eksperymentalnego dla stali odkształconej plastycznie na zimno

Figure 7. The fit of theoretical and experimental diffraction patterns for the cold-deformed steel



Rysunek 8. Krzywa różnicowa dopasowania dla stali odkształconej plastycznie na zimno

Figure 8. The difference profile for the cold-deformed steel

6. WNIOSKI

Analiza przy wykorzystaniu metody Rietvelda jest dosyć skomplikowana i czasochłonna, ale po uwzględnieniu wszystkich istotnych parametrów udokładniania daje wyniki o dużej dokładności. Metoda ta z powodzeniem może być stosowana do określania udziału austenitu

szczątkowego w stalach wielofazowych, zarówno po odkształceniu plastycznym na gorąco, jak i po odkształceniu plastycznym na zimno. Udział austenitu szczątkowego w badanej stali po walcowaniu na gorąco wynosi 10% i maleje do około 4% po odkształceniu plastycznym na zimno. Spadek udziału tej fazy świadczy o zajściu indukowanej odkształceniem przemiany martenzytycznej, co związane jest z efektem TRIP w tej stali. Jednym z najważniejszych parametrów, które należy uwzględnić w analizie ilościowej jest podstawa szerokości połówkowej piku, która w decydujący sposób wpływa na udział austenitu szczątkowego. W przypadku stali odkształconej plastycznie na zimno określenie miarodajnych wyników wymaga w każdym przypadku udokładnienia tekstury.

LITERATURA

1. A. Grajcar, Struktura stali C-Mn-Si-Al kształtowana z udziałem przemiany martenzytycznej indukowanej odkształceniem plastycznym, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice, 2009.
2. A. Grajcar, H. Krztoń, Effect of isothermal bainitic transformation temperature on retained austenite fraction in C-Mn-Si-Al-Nb-Ti TRIP-type steel, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 35/2 (2009) 169-176.
3. A. Grajcar, H. Krztoń, Effect of isothermal holding temperature on retained austenite fraction in medium-carbon Nb/Ti-microalloyed TRIP steel, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 49/2 (2011) 391-399.
4. A. Grajcar, W. Kwaśny, Microstructural study on retained austenite in advanced high-strength multiphase 3Mn-1.5Al and 5Mn-1.5Al steels, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 54/2 (2012) 168-177.
5. S. Das, A. Haldar, Continuously cooled ultrafine bainitic steel with excellent strength-elongation combination, *Metallurgical and Materials Transactions* 45 (2014) 1844-1854.
6. H. Krztoń, Metoda Rietvelda i jej zastosowania, *Prace IMŻ* 3-4 (1999) 42-46.
7. L.B. McCusker, R.B. Von Dreele, D.E. Cox, D. Louer, P. Scardi, Rietveld refinement guidelines, *Journal of Applied Crystallography* 32 (1999) 36-50.
8. A. Le Bail, Advances in microstructure analysis by the Rietveld method, Sixth International School and Workshop of Crystallography, Ismailia, 2000.
9. E. Dova, Structure determination of Fe(II) spin-crossover complexes from powder diffraction data with direct-space methods, Van't Hoff Institute for Molecular Sciences, 2003, 25-34.
10. B.D. Cullity, Elements of X-ray diffraction, Addison-Wesley Publishing Company, Massachusetts, 1999.
11. J. Rodriguez-Carvajal, Structural analysis from powder diffraction data. The Rietveld method, *Cristallographie et Neutrons*, 1997.
12. Z. Bojarski, E. Łągiewka, Materiały do ćwiczeń z rentgenowskiej analizy strukturalnej, Uniwersytet Śląski, Katowice, 1982.