

Kvantitativna metalografija ledeburitnih orodnih jekel

DK: 620.18:669.14.018.25

ASM/SLA: M21c; TSh

Jože Rodič

V okviru obsežnega raziskovalnega projekta *Zelezarne Ravne na področju ledeburitnih orodnih jekel* je s posebno pozornostjo obravnavana kvantitativna metalografija teh jekel.

Omenjeni projekt obsega v prvi fazi predvsem razvoj metodike raziskav in kvantitativno analizo vplivov kemijske sestave, pogojev izdelave in predelave ter toplotne obdelave na karakteristične lastnosti visokolegiranih orodnih jekel ledeburitnega tipa¹³⁵.

Kvantitativna metalografija ima prav pri takem raziskovalnem programu zelo pomembno mesto, predstavlja pa za nas novo področje preiskav. Iz objavljenih del in tudi iz skromnih lastnih izkušenj vemo, da današnjih možnosti kvantitativne metalografije še zdaleč ne izkoriščamo in tudi njene vloge pri raziskovalno razvojnem delu ne upoštevamo dovolj. Nasprotno pa zopet od kvantitativne metalografije včasih preveč pričakujemo in se s prevelikim zaupanjem predajamo rezultatom avtomatiziranih meritev. Spoznati moramo številne nevarnosti grobih napak, če želimo od teh preiskav res pridobiti to, kar nam lahko nudijo.

Zelezarna Ravne na Koroškem v kratkem pričakuje opremo za kvantitativno metalografijo, zato je za slovenske železarne ta tematika prav posebno zanimiva.

Zaradi teh ugotovitev so v članku zbrane in dokaj podrobno obravnavane vse razpoložljive informacije iz literature.

Paralelno z drugimi raziskovalnimi metodami smo skušali objektivno ugotoviti današnje možnosti kvantitativne metalografije in s praktičnimi izkušnjami ugotoviti vlogo ter uporabnost takih preiskav pri raziskovanju lastnosti ledeburitnih orodnih jekel. V tem članku se omejujemo na pregled publiciranih del, s čimer je podan kratek pregled razvoja kvantitativne metalografije in kritična ocena problematike na današnji stopnji razvoja. V nadaljevanju tega članka bodo podani še rezultati lastnih meritev in kritična zapažanja na osnovi izkušenj, pridobljenih s preiskavami v letu 1974. Te preiskave sta nam v okviru sodelovanja Zelezarne Ravne z Max Planck inštitutom v Düsseldorfu omogočila pokojni prof. A. Rose in dr. H. P. Hougardy na njihovih aparaturah. Za sodelovanje in cenjeno pomoč se jim avtor v imenu Zelezarne Ravne ob tej priliki najlepše zahvaljuje.

Jože Rodič je diplomirani inženir metalurgije in vodja službe za razvoj tehnologije, izdelkov in metalurške raziskave v Zelezarni Ravne.

UVOD

Jekla večinoma klasificiramo po lastnostih, ki so odvisne od njihove mikrostrukture, t. j. tipa, stanja, količine, oblike in prostorske porazdelitve različnih faz. Zato je pazljivo karakteriziranje mikrostruktur zelo pomembno v kontroli kakovosti in v razvoju jekel.

Pri vseh delih, ki obravnavajo uporabne lastnosti brzoreznil in ledeburitnih orodnih jekel, najdemo povezovanje teh s pomembnimi vplivi stopnje enakomernosti porazdelitve karbidov, z vplivi trakovosti karbidov, ostankov ledeburitne mreže ter z vplivi količine karbidov in velikosti karbidnih zrn.

Znatne so razlike med vzdolžno in prečno smerjo glede na usmerjenost deformacij pri vroči predelavi. Z razlikami v količini karbidov in z njihovo razporeditvijo ne povezujejo samo odporosti proti obrabi ali obstojnosti orodij, ampak tudi mehanske lastnosti pri upogibnem in torzijskem poizkusu ter mnoge druge tehnološke in fizikalne karakteristike. Kvantitativnih vrednosti o velikosti teh vplivov, posebno o vplivu neenakomernosti porazdelitve karbidov, pa v literaturi skoraj ne najdemo. Nekaj več vemo o vplivu prisotnosti grobih karbidov v defektnih strukturah brzoreznil jekel^{130, 131}. Do nedavnega je bilo namreč za tako ugotavljanje in kvantitativno izražanje zelo malo možnosti in še te so bile omejene na uporabo primerjalnih tabel, na določanje povprečne količine karbidov s pomočjo elektro-kemične izolacije in na različne načine meritev velikosti karbidnih zrn.

Tako se danes še vedno vprašujemo:

Kako delujejo karbidi vloženi v trdo osnovo? Kakšne količine, kakšne velikosti in kakšne porazdelitve karbidov so optimalne in kakšne so škodljive? Kako so odgovori na ta vprašanja povezani z vrsto orodja in njegovo uporabo? Ali so danes upoštevana mnenja o porazdelitvi in velikosti karbidov v brzoreznil in ledeburitnih orodnih jeklih pravilna in ali je ves trud za njihovo izboljšavo upravičen? Kako deluje karbidna trakovost kot posledica izdelave jekla, strjevanja in vroče predelave na uporabne lastnosti jekla?

Se več takih vprašanj bi lahko naštevali, za odgovor pa potrebujemo obsežne sistematične meritve količin, velikosti, oblik in porazdelitev karbidov.

S klasičnimi metalografskimi metodami je število faz v mikrostrukturi v splošnem lahko določiti. Tudi določitev vrste faz izkušenemu metalografu ne predstavlja posebnih težav. Že z opazovanjem nejedkanega obrusa spoznamo večje karbide, okside ali sulfide. Običajno pa je za razlikovanje faz potrebno ustrezno jedkanje. Za posebne primere so poznani še specialni postopki metalografske tehnike. Z optičnim mikroskopom dosežemo mejo ločljivosti najmanjših delcev s premerom okrog $0,2 \mu\text{m}$.

Določevanje količin, oblik in porazdelitev faz na metalografskem obrusu je že znatno bolj problematično, za oceno kakovosti jekla pa je prav to zelo pomembno. Dolgo za take določitve ni bilo primernih merilnih aparatov, zato je bilo to določanje precej subjektivno, odvisno od metalografa. Na tem področju so zelo pomemben pripomoček številne primerjalne tabele mikrostruktur v tehniki komparativne metalografije. Če jih uporabljajo izkušeni metalografi, omogočajo dokaj enotne določitve.

Primerjalne tabele, ki so danes pri metalografskih preiskavah široko uporabljane in splošno poznane, lahko smatramo za polkvantitativno opisovanje struktur. Že to je omogočilo velik napredek z možnostjo uporabe statističnih analiz na osnovi številčnega karakteriziranja značilnih struktur.

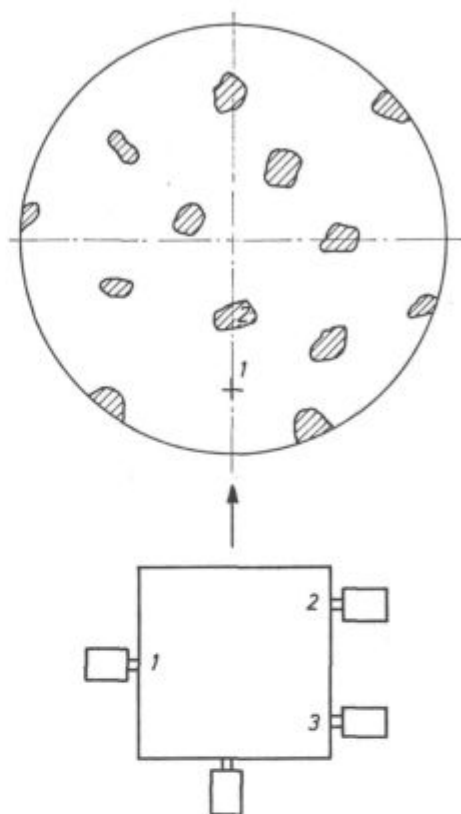
Večkrat zahtevamo na enem metalografskem obrusu v kratkem času toliko posameznih in različnih izvednotenj, da se zdi avtomatiziranje komaj mogoče, po drugi strani pa bi prav na tem področju bilo avtomatično izvednotenje najbolj potrebno. Posebna prednost avtomatične analize je reproduktivnost, ki je lahko pri pazljivem in strokovnem delu znatno boljša kot pri klasičnih analizah. Kvantitativna metalografija predstavlja velik napredek in odpira z možnostmi avtomatizacije in krmiljenja meritev nove možnosti na področju raziskav in razvoja orodnih jekel.

Vse od začetkov metalografije je potreba po čimboljšem izražanju strukturne zgradbe predstavljala gonilno silo v razvoju novih postopkov in aparatov. Ta razvoj danes nikakor še ni zaključen, je pa vsekakor dosegel že visoko stopnjo kakovosti in avtomatizacije s posebnimi aparaturnimi, med katerimi zavzema kvantitativni televizijski mikroskop zelo pomembno mesto.

OSNOVE KVANTITATIVNE MIKROSKOPIJE, PREGLED RAZVOJA IN DANASNJE MOŽNOSTI MERITEV

Avtomatični merilni postopki za izvednotenje mikrostruktur temeljijo večinoma na klasični linearni analizi, ki pri pravilni izvedbi daje informacije o razporedu faz, vendar je pri ročni izvedbi taka meritev zelo zamudna.

Prvi korak pri poenostavitvi izvedbe linearne analize za določitev količinskih deležev faz je predstavljal uporaba tako imenovane integracijske mizice, ki je v principu prikazana na sliki 1.



Slika 1
Princip integracijskega postopka¹⁾.

Fig. 1
Principle of the integration process¹⁾.

Mizica mikroskopa se lahko pomika v eni smeri z dvema mikrometrskima vijakoma 1 in 2. Dokler se nitni križ nahaja na področju faze 1, se pomika mizica z vijakom 1, ko pa preide nitni križ v fazo 2, se nadaljnje pomikanje mizice izvaja z mikrometrskim vijakom 2. Ko je meritev v eni merilni liniji končana, se mizica vrne v začetni položaj z vijakom 3 in paralelno premakne na naslednjo merilno linijo. Ploščinski delež faze 2 dobimo iz razmerja, ki ga odčitamo na mikrometrskih vijakih

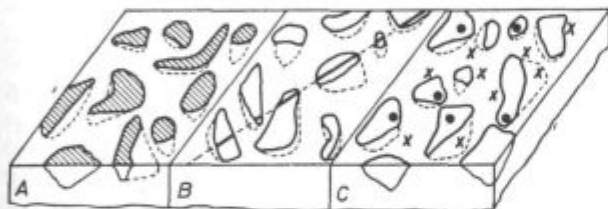
$$F_2 = \frac{L_2}{L_1 + L_2}$$

Merilne mizice po takem principu so lahko opremljene s šestimi mikrometrskimi vijaki.

Nadaljnji korak v avtomatizaciji je bil pomik mizice z motorčkom, katerega število vrtljajev je bilo registrirano s stikali za različne faze in s pripadajočimi števci. Izvednotenje s takim pripomočkom je bilo že mnogo hitrejše. V naslednji fazi je bilo mogoče na opisano napravo priključiti še posebno napravo za elektronsko izvednotenje

porazdelitve velikosti. To je edeno od principov, v toku razvoja pa so bile izvedene še naprave na nekoliko drugačnih osnovah. Pri vseh teh napravah je bilo tudi pri avtomatskem klasiranju delcev vse vezano na nastavitev metalografa. Za popolno avtomatizacijo izvedenja je bilo potrebno nastaviti otipavanje stopnje svetlosti in s tem ugotavljati razliko med fazami.

Osnovo številnih izvedb aparatov za kvantitativno metalografijo predstavlja metodika stereometrične analize. Naloga stereometrične analize je kvantitativno zajemati in s številčnimi vrednostmi izražati geometrijsko zgradbo strukture. Analitične in statistične osnove za določanje prostorskih vrednosti iz opazovanj na ploskvi obrusa so bile delno že pred daljšim obdobjem obdelane v zvezi s petrografskimi problemi. Danes je zaradi velikega števila razpoložljivih postopkov potrebna kritična izbira, da bi lahko enotno definirali in medsebojno primerjali karakteristične vrednosti. V nadaljnjem naj bi spregovorili o merilnih postopkih in nato o možnostih napak ter končno o tistih karakterističnih vrednostih, ki naj bi optimalno opisale strukturo.



Slika 2
Določevanje količinskih deležev v strukturi²²
— A) Analiza plosčin, — B) Linearna analiza — C) Točkovna analiza.

Fig. 2
Determination of the quantitative fraction in the strukture²²
A — Analysis of areas, B — Linear analysis, C — Point analysis.

Na sliki 2 so prikazane tri možnosti izvedenja na ravnem obrusu. Pri analizi plosčin merimo in štejemo ploskve presekov strukturnih elementov. Pri linearni analizi položimo preko ploskve obrusa merilno linijo. Preseke izmerimo in štejemo presečne točke merilne linije z mejami faz ali zrn. Pri točkovni analizi ploskev obrusa prekrijemo s točkovnim rasterjem in ugotavljamo število točk, ki padejo v določeno fazo. Pri tem imamo na razpolago naslednje merilne vrednosti (tabela 1):

Kako dobimo podatke o prostorskih količinskih deležih in o prostorski porazdelitvi delcev na osnovi meritev v ravnini — na metalografskem obrusu^{72, 74}, na tem mestu posebej ne obravnavamo. Hougardy⁷⁹ podaja podroben in kritičen pregled z opisi značilnosti aparatov za kvantitativno metalografijo, ki so bile ob začetku leta 1974 na razpolago. Ob različnih izvedbah posameznih proizvajalcev so principi zgradbe in delovanja dokaj enotni.

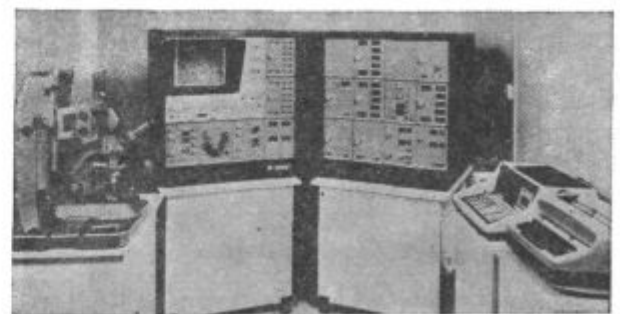
Tabela 1: Merjene vrednosti strukturne analize⁷²

Točkovna analiza (za P merilnih točk)	Linearna analiza (za merilno dolžino L)	Analiza plosčin (za merilno ploskev A)
P_P	L_L	A_A
	N_L	N_A
	$n = f(l)$	$m = f(d)$
	Z_{KG}	
	Z_{PG}	

- P_P = Število merilnih točk, ki padejo v določeno fazo.
- L_L = Dolžina merilne linije v opazovani fazi.
- A_A = Ploskev, ki pripada opazovani fazi.
- N_L = Število tetiv v opazovani fazi na merilni dolžini L.
- N_A = Število presečnih ploskev v merilni ploskvi A.
- n = Število tetiv kot funkcija njihove dolžine l.
- m = Število presečnih ploskev kot funkcija njihovega poprečnega premera d.
- Z_{KG} = Število presečnih točk merilne dolžine z mejami zrn opazovane faze.
- Z_{PG} = Število presečnih točk merilne dolžine z mejami faz.

Pri opisovanju uporabnosti in merilnih možnosti na današnji stopnji razvoja se bomo v nadaljnjem pač omejili na kvantitativni televizijski mikroskop »Quantimet«, ki se je za to področje na tržišču pojavil prvi in se danes v močno izpopolnjeni izvedbi tudi največ uporablja^{126, 79}. Kvantitativni TV mikroskop »Quantimet 720« firme Imanco je prikazan na sliki 3.

Iz kvantitativnega TV mikroskopa se mikroskopska slika s TV kamero prenese na monitor. Dodatno se električni signali, ki posredujejo vsebino slike in izhajajo iz kamere, izvedotijo z logično enoto. Prenajanje slike z električnimi signali



Slika 3
Kvantitativni TV mikroskop QUANTIMET 720 firme IMANCO — Image Analysing Computer Ltd.

Fig. 3
Quantitative TV microscope QUANTIMET 720 manufactured by IMANCO — Image Analysing Computer Ltd.

omogoča obenem registriranje in iz vrednotenje vseh meritev v smislu linearne ali točkovne analize s pomočjo ustrezne elektronike. Aparat zajame vse tiste dele slike, katerih sivi ton je temnejši ali svetlejši od neke določene nastavljive sive vrednosti. S pomočjo jedkanja, neparjanja in istočasnega izkoriščanja svetlobno optičnih možnosti je treba doseči zadovoljiv kontrast med fazami.

Zahteve po zadostnih kontrastih med fazami so razvile posebne postopke jedkanja ali pa posebne postopke mikroskopiranja ali uporabo pomožnih fotografskih postopkov.

Določevanje porazdelitve velikosti karbidov v orodnih jeklih je zahtevalo še dodatno povečavo.

Na osnovi vseh teh postopkov in zbranih praktičnih izkušenj v razvoju je kvantitativni televizijski mikroskop zadovoljil večino zahtev.

S tem aparatom lahko menjamo različne načine meritev, kot npr.:

- ploščinski deleži posameznih faz,
- število delcev v merilnem polju,
- porazdelitev velikosti delcev,
- karakteriziranje oblike, oz. sploščenosti.

Iz teh merjenih vrednosti z nadaljnjim izračunavanjem lahko dobimo številne karakteristične vrednosti za strukturno zgradbo ali velikost zrn. Predpogoj za vse te meritve pa je vedno zadosten kontrast svetlosti faz, ki jih med seboj želimo razlikovati. Na tej osnovi nudi razvoj kvantitativne televizijske mikroskopije pot od subjektivnih metalografskih ocen k objektivnim merjenim vrednostim.

Oglejmo si prav na kratko možnosti meritev od tistih, ki so možne, a najmanj interesantne in jih v nadaljnjem ne bomo obravnavali, do tistih, katerim se bomo kasneje še posebej posvetili.

Mikrovključki:

Pri ledeburitnih orodnih in brzoreznih jeklih kvantitativne analize mikrovključkov niso posebno interesantne, pa tudi ustrezne metodike za zanesljivo izvedbo takih meritev še ne poznamo. Zato naj samo omenimo, da je pri mnogih drugih vrstah jekel prav analiziranje nečistoč eno najzanimivejših področij kvantitativne metalografije. Za meritve količin, oblik in porazdelitve vključkov so razvite celo specializirane aparature.

Velikost zrn:

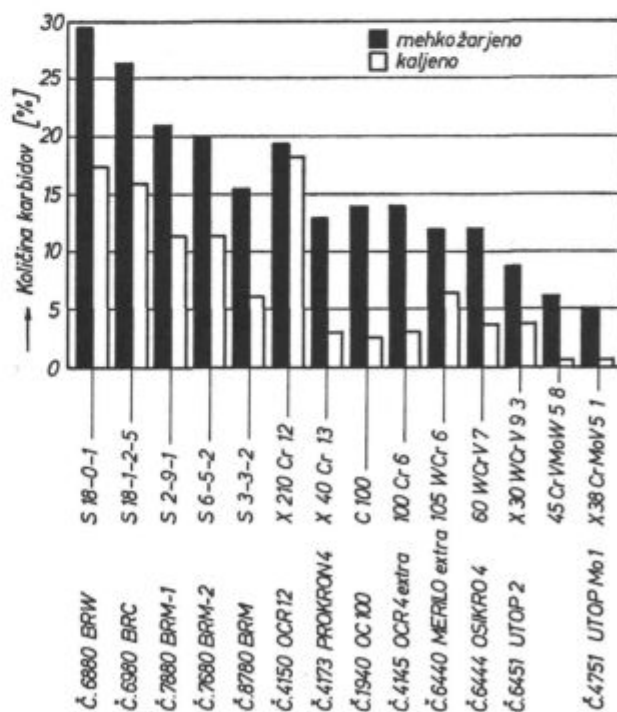
S kvantitativnim mikroskopom je tudi mogoče neposredno meriti velikost zrn v jeklih pod pogojem, da so meje zrn v primerjavi z osnovno strukturo temno jedkane in da ni nobene druge enako temne faze na obrusu. Če poznamo z današnjo običajno tehniko jedkane mikrostrukture ledeburitnih in brzoreznih jekel¹²⁸, si lahko pred-

stavlamo, da je določanje velikosti zrn pri teh jeklih še dokaj problematično. Lahko rečemo, da je danes merjenje velikosti zrn v glavnem še omejeno na mehka jekla in jekla za poboljšanje s feritno perlitno strukturo. Se pri tem si moramo pomagati tako, da izberemo povečavo tako nizko, da ostanejo nemetalni vključki pod sposobnostjo ločevanja mikroskopa in se pojavljajo v aparaturi na zaslonu samo meje zrn.

Količine strukturnih faz:

Zelo interesantno področje uporabnosti kvantitativnega TV mikroskopa predstavlja merjenje količine karbidov in porazdelitve karbidov v orodnih jeklih, kjer so zbrane že dokaj dobre izkušnje. Različne vrste karbidov so po jedkanju z natrijevim pikratom, z nekoliko modificiranim jedkalom Murakami ali z jedkalom Grosbeck zelo temni, tako da zagotavljajo dober kontrast v primerjavi z osnovno mikrostrukturo. Količina karbidov se lahko na kvantitativnem mikroskopu določa z relativno napako $\pm 3\%$ pod pogojem, da je povečava tako velika, da so vsi karbidni delci vidni na zaslonu⁷¹.

Ko je bilo zagotovljeno registriranje delcev s premerom $0,2\ \mu\text{m}$, so ugotovljene količine karbidov v orodnih jeklih dokaj dobro sovpadale z rezultati meritev na osnovi kemične izolacije karbidov, analiza pa je izvršena mnogo hitreje po poti kvantitativne mikroskopije⁷¹. Sistematične primerjave rezultatov kvantitativne metalografije in gra-



Slika 4 Vsebnosti karbidov v nekaterih orodnih jeklih (Rose).

Fig. 4 Carbide contents in some tool steels (Rose).

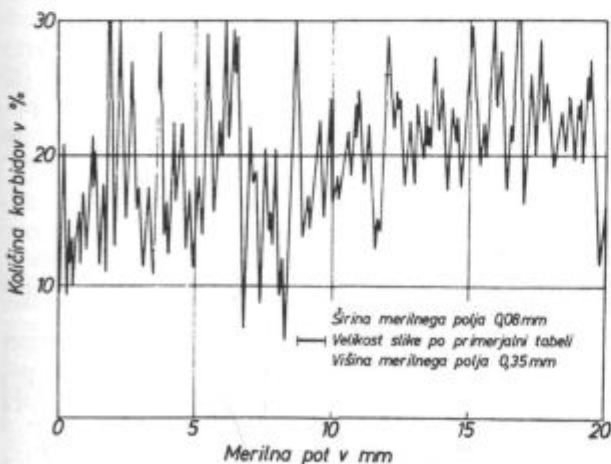
vimetričnega ugotavljanja količin elektrolitsko izoliranih karbidov pa še niso bile zadovoljivo opravljene.

S kvantitativnim mikroskopom določimo pre-majhne količine karbidov, če je znaten delež karbidov take velikosti, ki je pod zmogljivostjo zaznavanja sistema. Napaka je toliko večja, kolikor več je takih finih karbidov. Slika 4 prikazuje nekaj rezultatov posebnih preiskav⁷¹, pri katerih je bila posebna pozornost usmerjena v zagotavljanje največje sposobnosti zaznavanja sistema kvantitativnega mikroskopa.

Praktična uporaba teh meritev je pri določanju količine in porazdelitve neraztopljenih karbidov po kaljenju orodnih jekel. Na tem področju so velike možnosti uporabe te aparature.

Trakavost:

Pri orodnih jeklih zelo pogosto zahtevamo za oceno kakovosti med drugim tudi oceno trakavosti karbidov. Če delamo s kvantitativnim TV mikroskopom pri majhni povečavi, bomo merili samo velike karbide in s tem dobimo informacijo o karbidni trakavosti, ki jo lahko vzporejamo s poznanim določevanjem po primerjalnih tabelah. Če določamo količino karbidov v ledeburitnem orodnem jeklu, vidimo, da vsebnosti lokalno zelo nihajo. Slika 5 kaže te spremembe količine karbidov na merilni poti 20 mm. V spodnjem delu slike je prikazana velikost slike na primerjalni tabeli za karbidno trakavost. Če to primerjamo z nihanjem, prav lahko ugotovimo, v kolikšni meri lahko ocene po primerjalnih tabelah smatramo za reprezentativno srednjo vrednost. Z nadaljnjim razvojem uporabe kvantitativne TV mikroskopije bo vsekakor mogoče priti do objektivnejših meril in natančnejšega vrednotenja porazdelitve karbidov.

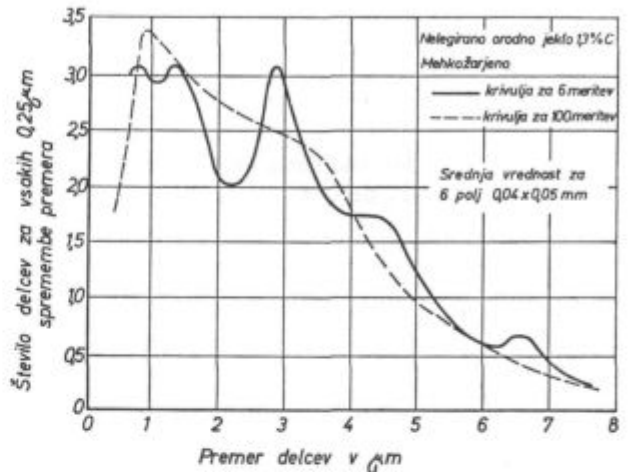


Slika 5
Nihanja količine karbidov⁷¹ v ledeburitnem orodnem jeklu, tipa 2 % C, 12 % Cr.

Fig. 5
Variations of carbide amounts⁷¹ in ledeburitic tool steel with 2 % C, and 12 % Cr.

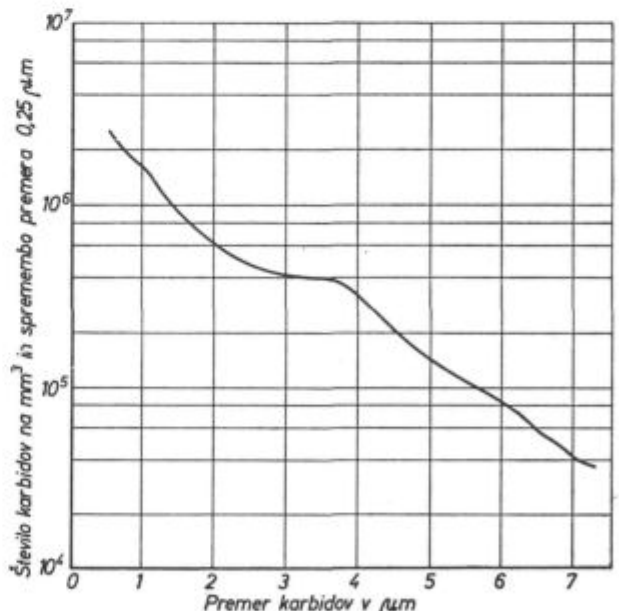
Velikost delcev:

Pri raziskavah orodnih jekel je skoraj najpomembnejša možnost uporabe kvantitativne TV mikroskopije za meritve in ugotavljanje porazdelitve velikosti karbidov. To je zelo pomembno pri raziskavah raztapljanja in izločanja karbidov. Slika 6 kaže porazdelitev pogostosti v odvisnosti



Slika 6
Porazdelitev velikosti karbidov⁷¹ na osnovi krožnih odsekov karbidov v nadevtektoidnem nelegiranem orodnem jeklu z 1,3 % C.

Fig. 6
Size distribution of carbides⁷¹ based on circle segments of carbides in a hypereutectoid unalloyed tool steel with 1.3 % C.



Slika 7
Prostorska porazdelitev velikosti krogljastih karbidov⁷¹ mehkožarjenega nelegiranega nadevtektoidnega orodnega jekla z 1,3 % C. Preračunano iz vrednosti na sliki 6 po metodi Saltykov⁷².

Fig. 7
Space size distribution of spheroidal carbides⁷¹ in a soft annealed unalloyed hypereutectoid tool steel with 1.3 % C. Values from Figure 6 were calculated by Saltykov method⁷².

od premerov karbidov na obrusu mehko žarjenega nadevtektoidnega jekla z 1,3 % C. V teh meritvah se kaže tudi nehomogenost preizkušanca. Izvlečena krivulja kaže poprečje šestih meritev. Posebne raziskave⁷¹ pa so pokazale, da je potrebno za zanesljivo poprečno krivuljo vsaj 100 meritev, kar prikazuje črtkana krivulja na sliki 6. Dejansko porazdelitev velikosti v prostoru dobimo s pomočjo posebne metodike preračunavanja¹²⁷ — glej slika 7.

Ta krivulja ne daje v primerjavi s sliko 6 kake bistveno različne informacije. Seveda pa take porazdelitve v prostoru potrebujemo, če želimo raziskovati zakonitosti mehanizmov raztapljanja ali izločanja karbidnih delcev.

Analize s pomočjo modelov mikrostruktur

Homogenost, oziroma heterogenost struktur s pomočjo stereometrične analize so na zanimiv način raziskovali Swoboda, Mitsche, Malissa, Staska in Kulmburg^{123–125}.

Posebno zanimiv je poskus Kulmburga⁸⁵, da bi s pomočjo modelnih slik podajal karakteristike mikrostruktur in porazdelitve karbidov v ledeburitnih orodnih jeklih. Ker gre pri tem predvsem za »homogenost položaja«, so linearno analizo modelnih slik izvajali v treh smereh in nato medsebojno primerjali krivulje porazdelitev presekov določene faze. Pri ledeburitnih orodnih jeklih lahko mikrostrukture primerjamo z modeli, prikazanimi na sliki 8.

Enakoosna mreža (A) ustreza nepredelanemu litemu stanju, splošena mreža (B) rahlo predelanemu litemu ingotu, trakasta porazdelitev (C) pa močno predelanemu končnemu izdelku. Enakomerna porazdelitev (F) daje sliko dvofazne strukture, ki skoraj ne kaže teksturiranosti. Porazdelitve redkejših (E) ali gostejših zgostitev (D) pa kažejo vmesne možne primere.

Namen Kulmburgovega dela je bil predvsem v tem, da bi ugotovili, kako krivulje porazdelitve določenih modelnih slik ustrezajo krivuljam porazdelitve za realne strukture, ki tem modelnim slikam ustrezajo. Poleg tega je avtor želel najti najustreznejši način, s katerim bi številčno, npr. s številčnimi matrikami izrazil značilnosti porazdelitve realne strukture.

Za poizkuse so uporabili kot preizkusni material jeklo, tipa OCR 12, in brzorezno molibdenovo jeklo.

Raziskavo z linearno analizo so izvajali na avtomatičnem aparatu Digiscan-Phasenintegrator und Gruppendiskriminator firme Kontron, pri katerem je optični mikroskop z elektronsko avtomatskimi napravami vezan z raster fotometrom. Sposobnost ločevanja tega aparata znaša 0,5 μm . Slika 9 shematično prikazuje princip uporabljene metode linearne analize¹²⁵.

Na abscisi je razdelitev dolžin presekov logaritmična, tako da so to logaritmično normalne porazdelitve.

Vrednosti, ki so jih dobili v smeri pod 45°, se od tistih, ki so jih dobili v smeri 0° in 90°, nepomembno razlikujejo ali pa padajo v vmesno področje, zato jih avtor v članku ne obravnava.

Slika 10 podaja krivulje relativne pogostosti, slika 11 pa kumulativne pogostosti v verjetnostni mreži za porazdelitve dolžin presekov posameznih faz pri orodnem jeklu z 2 % C in 12 % Cr. Slika 12 podaja za primerjavo analizo ustrezne modelne strukture za lito stanje z enakoosno fino mrežo.

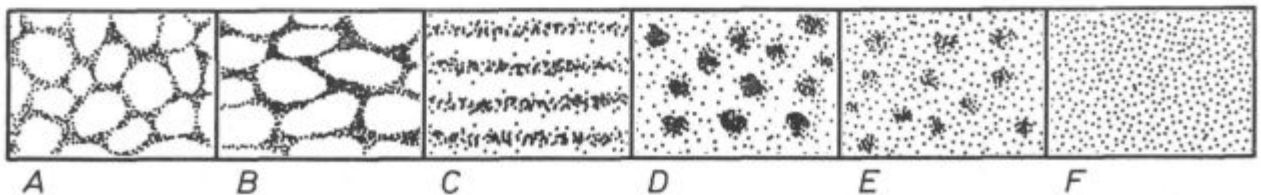
Smer meritve skoraj ne kaže razlik, zato ugotavljamo, da pri taki strukturi ni neke prednostne smeri. Napaka pri takih meritvah pa nastopa v tem, da celotno polje ledeburita štejemo kot ploščino karbidov in tako dobimo prevelik odstotek karbidov. Točkovna analiza ima v takih primerih določene prednosti pred linearno, ker ta napaka ne nastopa v taki meri.

Pri trakasti porazdelitvi karbidov so razumljivo ugotovili precej drugačne karakteristike, ki jih prikazujejo slike 13, 14, 15. Razlika med smerjo linearne analize je jasno izražena.

Pri brzoreznem jeklu, tipa 6-5-2, na slikah 16 in 17 so ugotovili enakomernejšo porazdelitev karbidov.

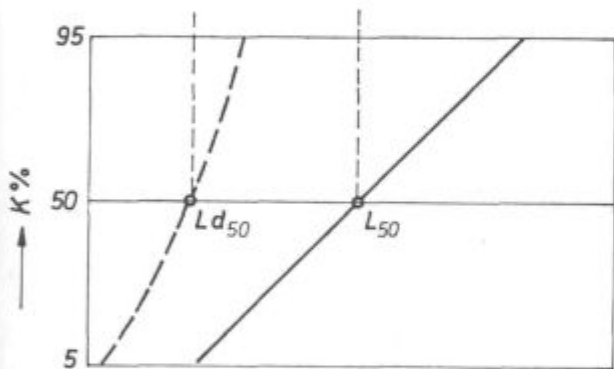
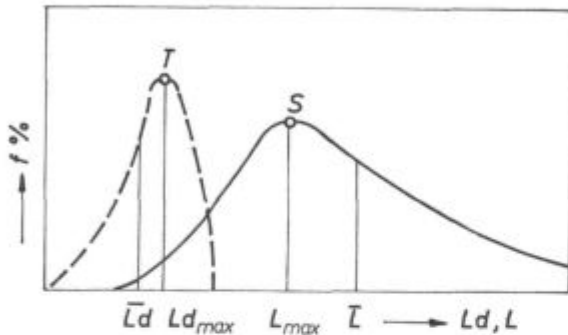
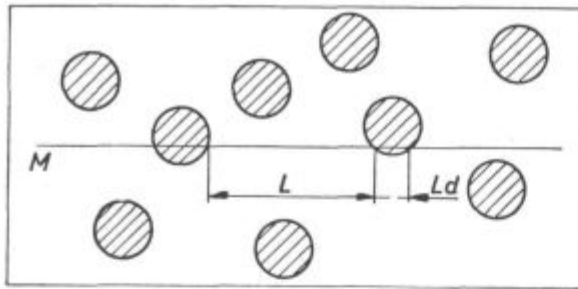
Na podoben način je obravnavano še brzorezno jeklo, tipa 6-5-2, z enakomernejšo porazdelitvijo, pri čemer so prikazane kumulativne krivulje porazdelitve dolžin presekov karbidov in osnovne matice na sliki 17.

Avtor podaja nato predlog številčnega karakteriziranja porazdelitve strukturne faze, pri čemer posebej za osnovno matico in za karbide podaja številčne pare za poprečno dolžino preseka v mi-



Slika 8
Modeli dvofazne strukture z enakimi količinskimi deleži in različno porazdelitvijo faz⁸⁵.

Fig. 8
Models of two-phase structure with equal fractions and various phase distributions⁸⁵.



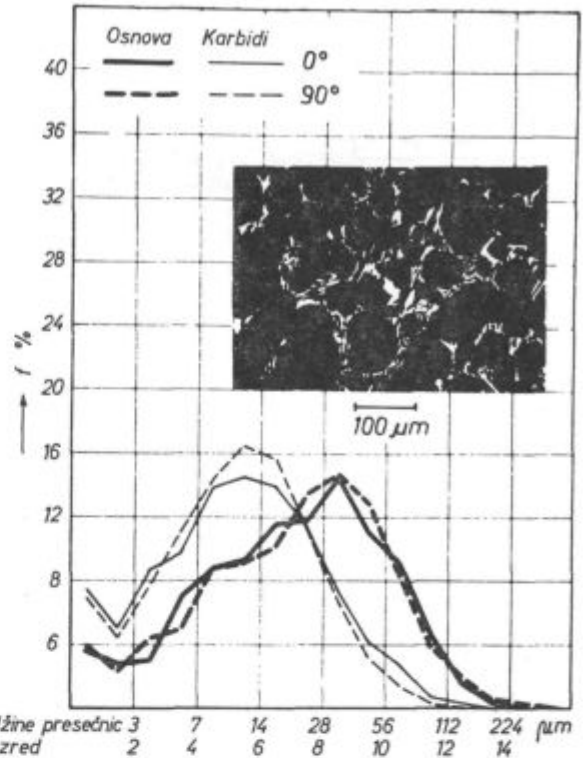
Slika 9

Merjenje vrednosti linearne analize in krivulje porazdelitve dolžin presečnic v dvofazni strukturi (shema¹⁰). Oznake pomenijo: L — dolžina presečnice v svetli fazi, Ld — dolžina presečnice v temni fazi, M — merilna linija, T — temna faza, S — svetla faza, f% — relativna pogostost, L, Ld — poprečne dolžine presečnic, L_{max}, Ld_{max} — najpogostejše dolžine presečnic, K% — kumulativna pogostost, L₅₀, Ld₅₀ — centralne vrednosti za kumulativno pogostost 50%.

Fig. 9

Measured values of linear analysis and distribution curves of lengths of intersection lines in the two-phase structure (scheme¹⁰). L — length of the intersection line in the bright phase, Ld — length of the intersection line in the dark phase, M — measuring line, T — dark phase, S — bright phase, f% — relative frequency, L, Ld — mean lengths of the intersection lines, L_{max}, Ld_{max} — most frequent lengths of intersection lines, K% — cumulative frequency, L₅₀, Ld₅₀ — central values for cumulative frequency 50%.

krometrih in poprečno pogostost v odstotkih z označenjem, da se to nanaša na maksimum ali na minimum. Nato podaja še v mikrometrih vrednosti prehoda kumulativne krivulje skozi karakteristične kumulativne frekvence 15,9 — 50 — 84,1 in 98%.



Dolžine presečnic 3 7 14 28 56 112 224 μm
Razred 2 4 6 8 10 12 14

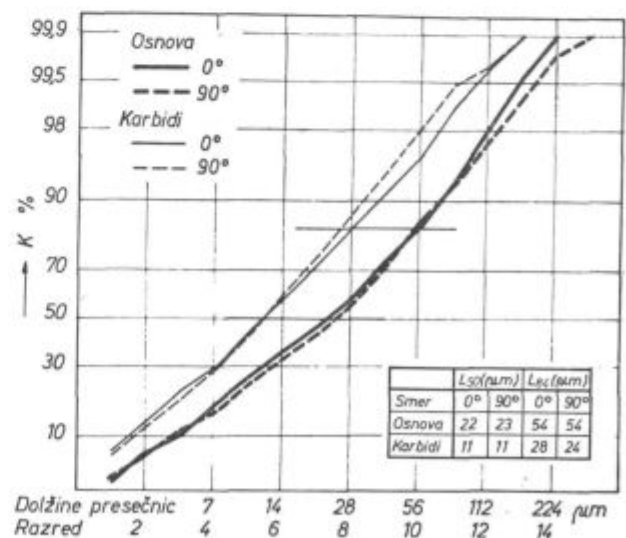
Slika 10

Porazdelitve dolžin presečnic v dvofazni strukturi litega — nepredelanega ledeburitnega orodnega jekla z 2% C in 12% Cr¹⁵.

Fig. 10

Distribution of lengths of intersection lines in the two-phase structure of cast — unworked ledeburite tool steel with 2% C, and 12% Cr¹⁵.

V tej smeri je potrebno še precej raziskovalnega dela in razčiščevanja medsebojnih odvisnosti, predlog karakteriziranja karbidnih mikrostruktur pa je vsekakor zanimiv.



Dolžine presečnic 7 14 28 56 112 224 μm
Razred 2 4 6 8 10 12 14

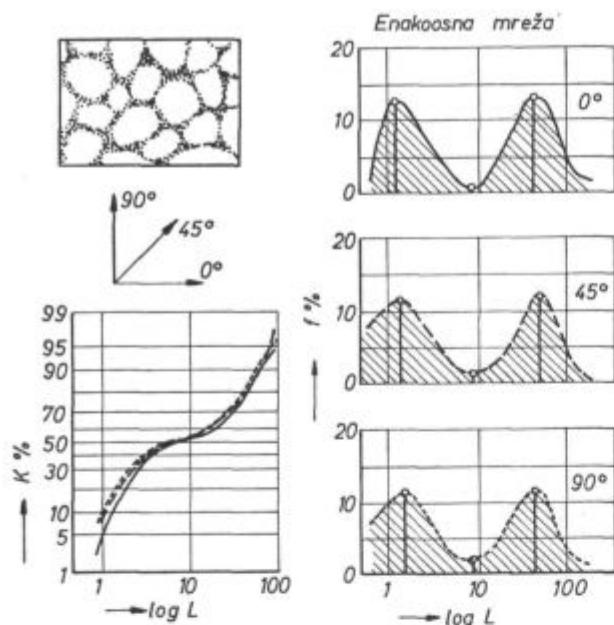
Slika 11

Porazdelitev slike 10 v verjetnostni mreži.

Fig. 11

Distribution on Figure 10 in the probability net.

	L ₅₀ (μm)		L ₉₈ (μm)	
	0°	90°	0°	90°
Simer	22	23	54	54
Osnova	22	23	54	54
Karbidi	11	11	28	24

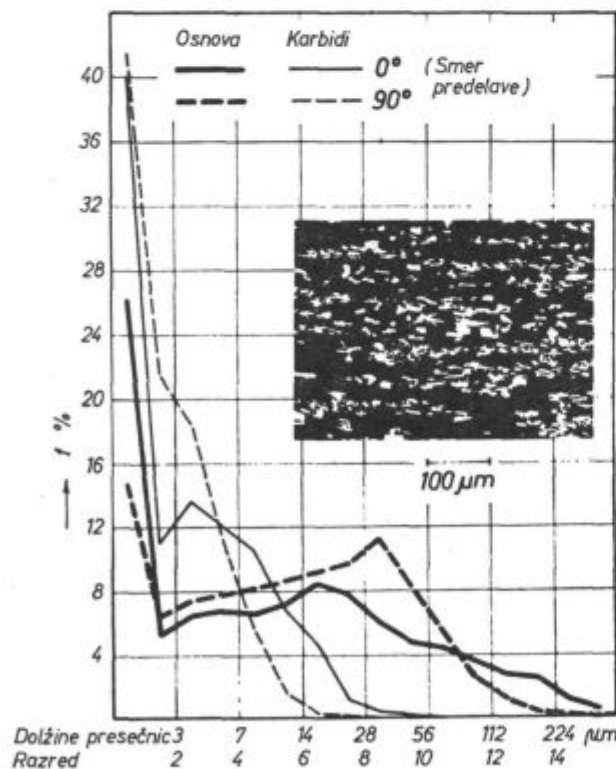


Slika 12

Analize porazdelitev strukturnega modela enakoosne mreže¹⁵.

Fig. 12

Analyses of distributions of the structure model in the equiaxial net¹⁵.

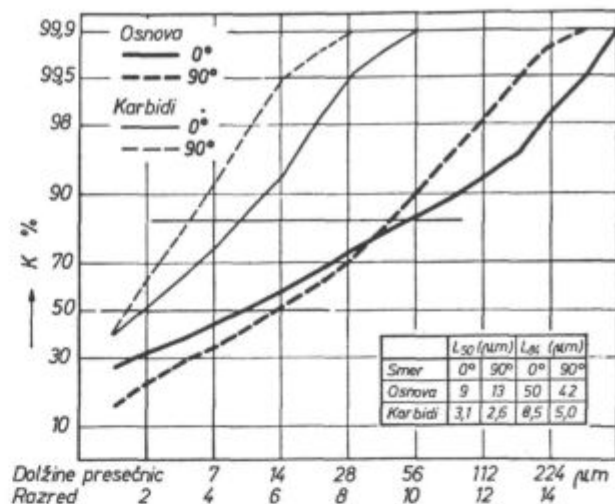


Slika 13

Porazdelitve dolžin presečnic v dvofazni trakasti strukturi ledeburitnega orodnega jekla z 2,9 % C in 12 % Cr¹⁵.

Fig. 13

Distribution of lengths of intersection lines in the two-phase band structure of ledeburite tool steel with 2,9 % C, and 12 % Cr¹⁵.

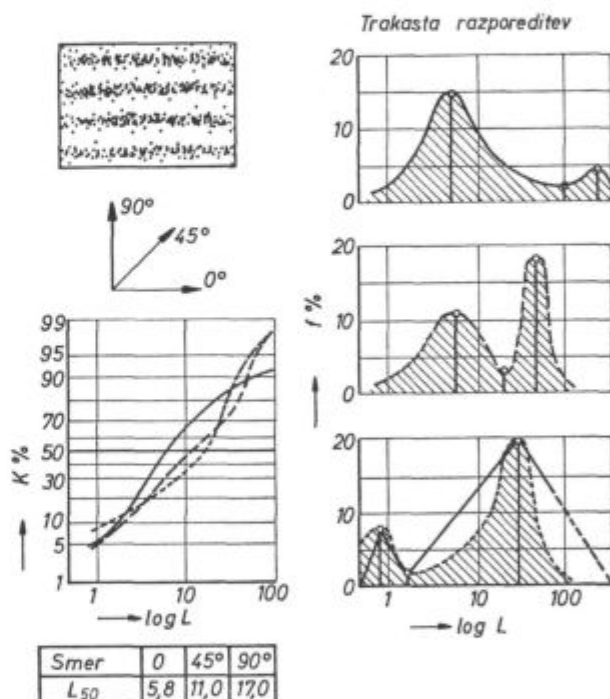


Slika 14

Porazdelitev slike 13 v verjetnostni mreži.

Fig. 14

Distribution on Figure 13 in the probability net.



Slika 15

Analize porazdelitev modela trakaste strukture¹⁵.

Fig. 15

Analyses of distributions of the band structure model¹⁵.

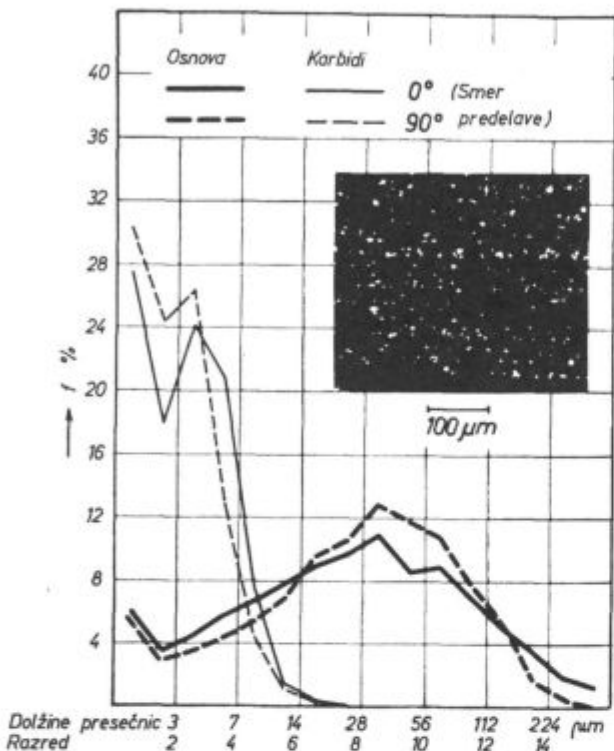
AVTOMATIZACIJA MERITEV IN AVTOMATSKA OBDELAVA PODATKOV

Za popolno karakteriziranje mikrostrukture je potrebno meriti mnogo parametrov in številne podrobnosti. Take meritve predstavljajo tako zahtevno in obsežno delo, da sistematične raziskave na področju kvantitativne metalografije skoraj niso izvedljive brez visoke stopnje avtomatizacije in povezave z računalniškim sistemom. Vse te ob-

sežne meritve pa je treba zgostiti v čim manjšo reprezentativno serijo števil, če želimo karakteristike mikrostrukture povezovati z lastnostmi jekla. Prav to pa je zopet zahtevna naloga, ki bo v nadaljnjem razvoju zahtevala še mnogo sistematično povezanih raziskav.

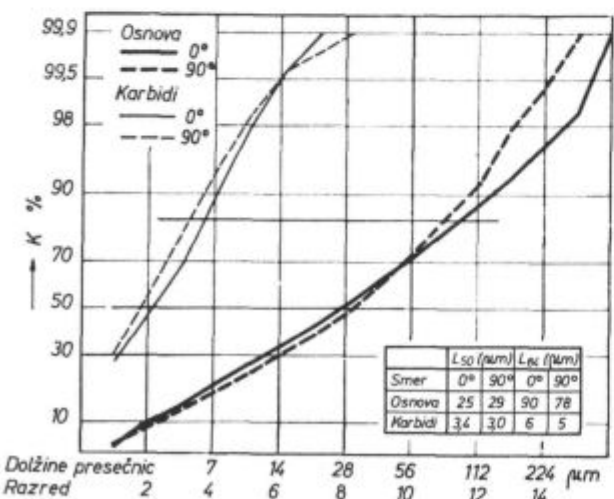
Sistem povezave kvantitativnega TV mikroskopa z računalnikom ter visoko stopnjo avtomatizacije meritev sta že pred leti izvedla Hougardy in Rose⁷⁷ na Max Planck Institutu v Düsseldorfu. Uporabila sta osnovni sistem Quantimet B firme Metals Research Ltd.¹²⁶, pri čemer sta standardni vgrajeni mikroskop zamenjala z mikroskopom večje zmogljivosti, na katerega sta neposredno montirala TV kamero. Ta merilni sistem sta povezala preko »interface« enote s procesnim računalnikom DIGITAL PDP-9, firme Digital Equipment Corporation Maynard. Razvila sta serijo ustreznih računalniških programov. V zadnjih letih sta s sodelavci sistem izpopolnila^{74, 84} in v letu 1974 je bil v sistem vključen novi Quantimet 720 IMANCO s konfiguracijo na sliki 18, katerega so povezali z istim računalnikom preko novega, močno izpopolnjenega »interface« sistema.

tizacije meritev sta že pred leti izvedla Hougardy in Rose⁷⁷ na Max Planck Institutu v Düsseldorfu. Uporabila sta osnovni sistem Quantimet B firme Metals Research Ltd.¹²⁶, pri čemer sta standardni vgrajeni mikroskop zamenjala z mikroskopom večje zmogljivosti, na katerega sta neposredno montirala TV kamero. Ta merilni sistem sta povezala preko »interface« enote s procesnim računalnikom DIGITAL PDP-9, firme Digital Equipment Corporation Maynard. Razvila sta serijo ustreznih računalniških programov. V zadnjih letih sta s sodelavci sistem izpopolnila^{74, 84} in v letu 1974 je bil v sistem vključen novi Quantimet 720 IMANCO s konfiguracijo na sliki 18, katerega so povezali z istim računalnikom preko novega, močno izpopolnjenega »interface« sistema.

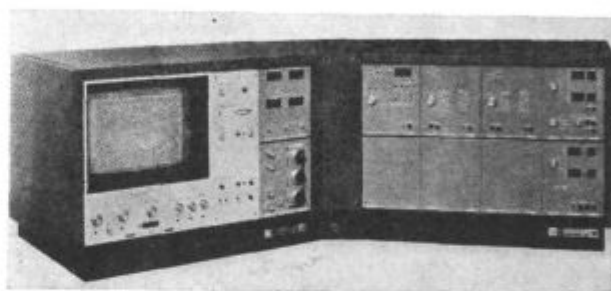


Slika 16
Porazdelitve dolžin presečnic v dvofazni trakasti strukturi
brzoreznega jekla, tipa 6-5-2⁸⁵.

Fig. 16
Distribution of lengths of intersection lines in the two-
phase band structure of high-speed steel, type 6-5-2⁸⁵.



Slika 17
Porazdelitev slike 16 v verjetnostni mreži.
Fig. 17
Distribution on Figure 16 in the probability net.



Slika 18
IMANCO QUANTIMET 720 v konfiguraciji, kakršna je bila
uporabljena pri kasneje opisanih praktičnih meritvah.
Na to osnovno enoto je vezan klasičen mikroskop velike
zmogljivosti s televizijsko snemalno kamero in avtomatsko
manipulacijo. Quantimet je vezan na ustrezen procesni
računalnik.

Fig. 18
IMANCO QUANTIMET 720 in the set-up used for later
described practical measurements.
Usual optical microscope with high resolution power, with
a TV camera and an automatic manipulation is connected
to the basic unit. Quantimet is connected to a suitable
process computer.

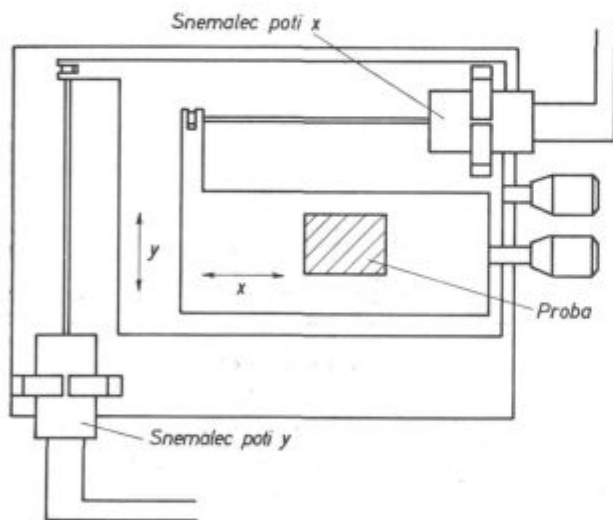
Proizvajalci kvantitativnih mikroskopov so že izkoristili mnogo takih raziskovalno-razvojnih dosežkov in svoje aparate v zadnjih letih močno izpopolnili. Tako imajo najnovejši kvantitativni mikroskopi že v komercialni izvedbi za osnovo mikroskope visoke kakovosti z avtomatizirano manipulacijo. Za osnovna izrednotenja meritev imajo že vgrajene manjše računalnike, poleg tega pa imajo direktne izhodne enote prirejene za povezavo z zmogljivejšim računalniškim sistemom.

V nadaljevanju bodo podani principi delovanja takega sistema za avtomatizirano kvantitativno mikroskopiranje. Moramo pa ob tem posebej poudariti, da je kvantitativna metalografija res dosegla visoko stopnjo razvoja, ki že odpira pota novi raziskovalni dejavnosti in učinkovitejšemu razvoju specialnih jekel in zlitin na osnovi vse boljšega obvladanja korelacij med strukturo in uporabnimi lastnostmi. Pretežno pa je — ne samo zaradi dragih aparatov — uporaba kvantitativne metalografije le še omejena na področje razisko-

valne dejavnosti, medtem ko je kontrola kakovosti še vedno vezana na metalografa in standardne primerjalne tabele, z izjemo ožjih specializiranih področij, za katera so celo že v prodaji posebej prilagojene kompletne aparature. Potrebno bo še mnogo raziskav, preden bomo klasične metalografske preiskave v kontroli kakovosti lahko nadomestili z objektivnejšimi, avtomatiziranimi in zanesljivimi meritvami.

Avtomatično krmiljenje mizice mikroskopa in nastavljanje ostrine²⁴

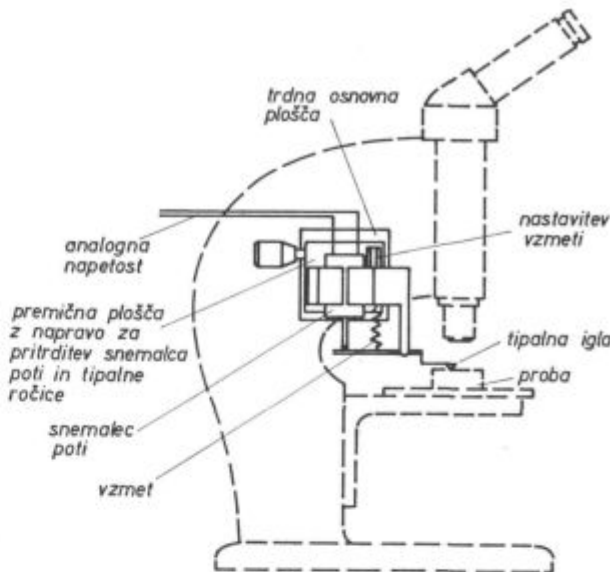
V primerjavi z običajnim krmiljenjem mikroskopske mizice s koračnimi stikali, je krmiljenje položaja preizkušanca z induktivnim snemalcem poti natančnejše in preprostejše. Čim manj naj bo dodatnih mehanskih delov. Ker se položaj preizkušanca meri neposredno na držalu objektiva, odpadejo napake nastavitve zaradi mrtvega hoda navojev. Vsak najmanjši premik preizkušanca se izraža s spremembo napetosti na izhodu snemalca poti. Mizica se pomika s pomočjo nastavitve finega pomika, povezanega z motorčkom, ki ga vklaplja in izklaplja računalnik. Slika 19 prikazuje shemo krmiljenja mikroskopske mizice.



Slika 19
Krmiljenje mikroskopske mizice²⁴.
Fig. 19
Regulation of the microscope table²⁴.

Preizkušanec je pritrjen v držalu, ki se pomika v x in y smeri. Prav tako se preizkušanec lahko regulirano pomika v z-smeri navzgor in navzdol. Slika ostane ostra, če je razdalja med površino obrusa in objektivom konstantna. Pomikanje površine obrusa se preko tipalne igle prenaša na feritno jedro snemalca poti, tako da lahko merimo razdaljo med objektivom in površino obrusa. Tipalna igla se lahko izmenjava in je prilagojena posameznim objektivom (slika 20).

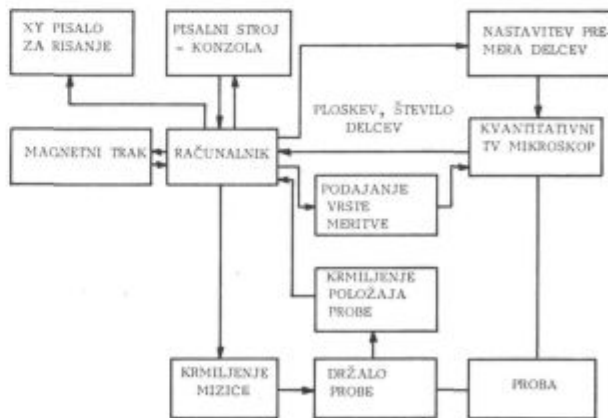
Vsakovratnemu položaju mikroskopske mizice (xy) ustrezajoča izhodna napetost snemalca poti



Slika 20
Shema naprave za nastavitev ostrine na mikroskopu²⁴.
Fig. 20
Scheme of arrangement for adjusting edge on microscope²⁴.

pride preko prilagojevalnega stikala na preklopnik merilnega mesta k analogno digitalnemu konverterju in od tam k računalniku. Ta povezava je v poenostavljeni obliki razvidna iz blok sheme na sliki 21.

Največje možne poti mikroskopske mizice, ki so omejene z občutljivostjo analogno-digitalnega konverterja (sprememba 1 Bit za 2,5 mV spremembe napetosti), kakor tudi z delovnim področjem snemalca poti, znašajo 3 cm pri najmanjšem še merljivem premiku 1 μm. Obstaja pač možnost, da pri delu z velikimi povečavami izhodno napetost snemalca poti v x smeri 5-krat pojačamo. S tem bo sicer delovno področje snemalca poti omejeno na 0,6 cm, pač pa je na ta način mogoče nastaviti zelo majhne poti na preizkušancu 0,2 μm



Slika 21
Blok shema poti merilnih in krmilnih signalov²⁴.
Fig. 21
Paths of measuring and controlling signals²⁴.

z zadovoljivo natančnostjo. Ta naprava deluje na Max Planck inštitutu v Düsseldorfu od sredine 1969. leta brezhibno.

Krmiljenje »Quantimeta« in registriranje merjenih vrednosti z računalnikom:

»Quantimet« ima stikalo za nastavitve osnovnih merilnih načinov, z ozirom na željeno vrsto uporabe aparata za merjenje ploskev, števila in projekcij delcev. Na os tega stikala so pritrjili preklopni motorček.

Določevanje porazdelitve velikosti premerov najmanjših še upoštevanih delcev je mogoče nastaviti s položajem »Minimum Chord Potentiometers«. Sam način meritve podrobneje opisujejo Rose, Mathesius in Hougardy^{80, 122}.

Računalnik ne sprejema analogne napetosti od merilnega instrumenta Quantimeta, ampak se merilne vrednosti neposredno pred integracijsko stopnjo Quantimeta posnamejo v obliki impulzov. Ti impulzi se integrirajo v impulzno napetostnih pretvornikih. Meritve so optimirane na osnovi prilagoditve merilnim pogojem. Tako na primer pri načinu meritev »merjenje ploščin« pri merilnem polju, velikosti 20 cm × 20 cm, na zaslonu pri 100 % ploskve analogno digitalni konverter doseže polno umeritev. Pri večjih merilnih poljih nastane nadnapetost, kar program pokaže operaterju. Pri zelo majhnih merilnih poljih bo napetost 100 % ploskve odgovarjajoče majhna, tako da se število digitalnih korakov na odstotek površine zmanjšuje in bo s tem natančnost merjenja manjša.

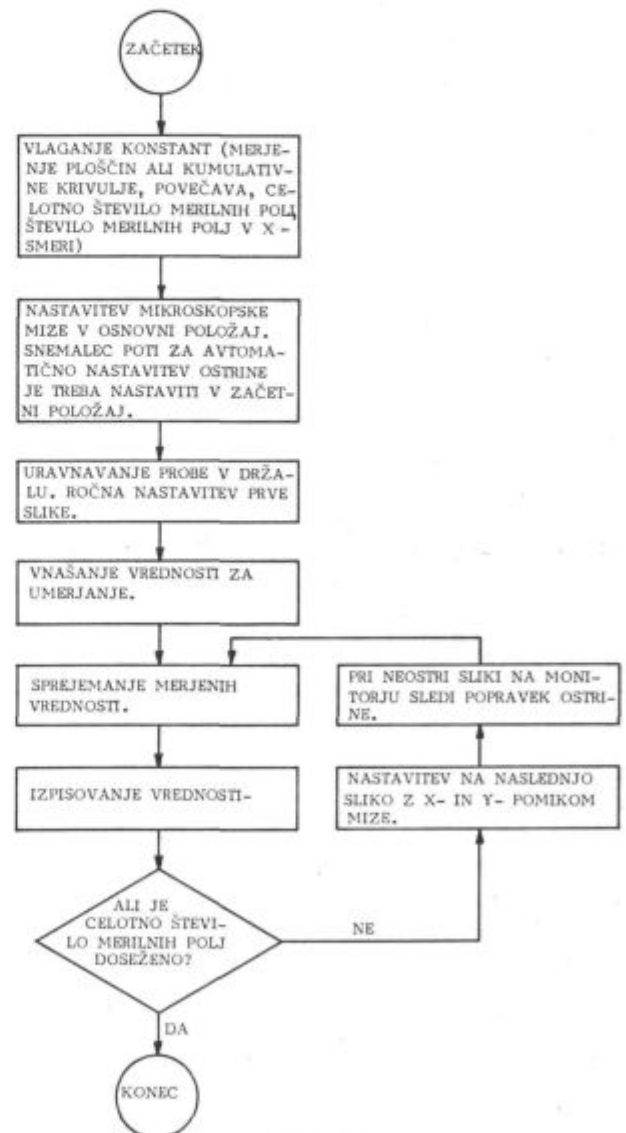
Pri načinu merjenja »štetje delcev« bo pri 35 delcih na merilno polje dosežena največja izhodna napetost. Večje število delcev povzroča povečanje napetosti preko merilnega območja, kar pokaže program. Če je v enem merilnem polju več kot 35 delcev, je treba povečati povečavo toliko, da v toku poizkusa ne bomo prekoračili 35 delcev na merilno polje.

Na ta način dobljene analogne vrednosti napetosti preko preklopnega stikala merilnega položaja privedemo na analogno digitalni konverter in nato na računalnik za nadaljnjo obdelavo in shranjevanje.

Zajemanje merjenih vrednosti^{74, 84}:

Programi za snemanje in iz vrednotenje merjenih vrednosti so napisani v tako imenovanem Assembler-jeziku MACRO 9 uporabljanega računalnika PDP 9. Samo za numerične izračune so uporabljeni podprogrami v jeziku Fortran IV. Program zajemanja in vrednotenja podatkov obsega vključno Fortran — podrutine ca. 6000 posameznih navodil. Začne se z dialogom, v katerem se določi vrsta sprejemanja meritev. To so na primer vprašanja o osnovni vrsti meritve, povečavi, obseženi dolžini poti in številu slik. Shranjevalci podatkov so organizirani tako, da vsakokrat dva bloka

po 240 besed tvorita eno enoto. Vsak od teh blokov ima skupino 15 besed, ki obsegajo v dialogu z računalnikom določene informacije, in konstante, potrebne za sprejemanje merjenih vrednosti in iz vrednotenje. Dodatne informacije se lahko vnašajo preko stikalne plošče in konzole računalnika. Glavne korake dialoga podaja slika 22. Poleg vpraševanja po konstantah so podane tudi zahteve za določene nastavitve na aparatih. S tem naj bi preprečili, da bi bile zaradi napake pri uporabljanju aparatov meritve neuporabne. Po vsaki taki zahtevi se program ustavi, dokler operater ne pritisne stikala »continue« in s tem potrdi, da je nastavitev pravilna. V nadaljnjem bodo samo tisti deli programa, ki so najpomembnejši, na kratko dodatno opisani.



Slika 22

Shema poteka za sprejemanje in shranjevanje merjenih vrednosti.

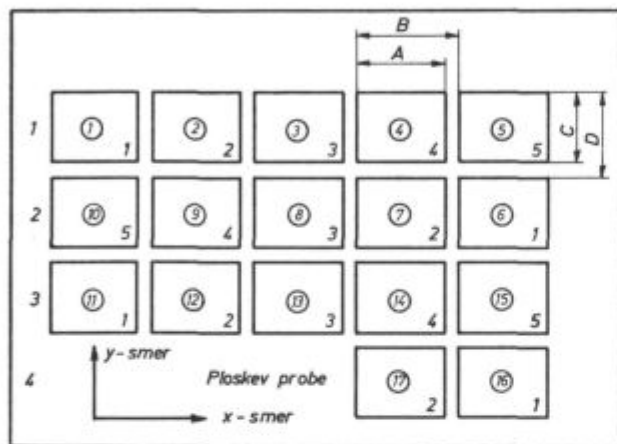
Fig. 22

Scheme of courses for reception and storage of measured values⁸⁴.

Določitev preiskovanja probe

Po odgovorih na ustrezna vprašanja v dialogu z računalnikom lahko izberemo najprimernejšo obliko rastriranja preizkušanca. Izbrani način določimo v programiranem dialogu računalnika s pomočjo konstant, podanih na slikah 23 in 24, ki prikazujeta možnosti razporeditve merilnih polj na preizkušancu.

Slika 23 prikazuje shemo običajnega rastriranja preiskovane ploskve preizkušanca pri meritvah s Quantimetom.



- ① Celotno število slik
- 1,2,5 Številka slike v x-smeri v eni slikovni vrsti
- A Dolžina slike v x-smeri
- B Razdalja slik v x-smeri
- C Širina slike v y-smeri
- D Razdalja slik v y-smeri

Slika 23

Shema razdelitve merilnih polj na ploskvi preizkušanca⁷⁴.

Fig. 23

Scheme of distribution of measuring fields on the probe⁷⁴.

Velikost merilnega polja se določi pred začetkom meritev na zaslonu kvantitativnega TV mikroskopa in je podana s konstantama A in C. Položaj merilnih polj je podan v računalniku s konstantama B in D. Če je $A = B$ in $C = D$, je ploskev zaprta.

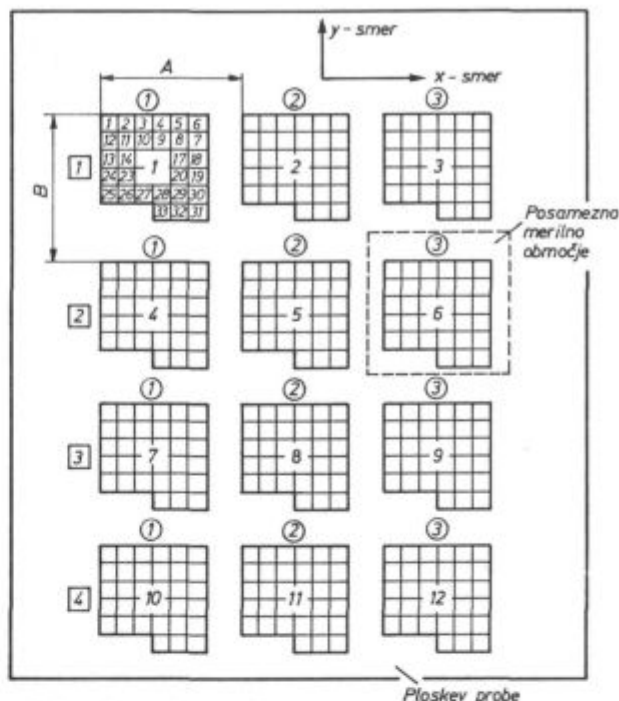
Pri obsežnejših meritvah je mogoče celotno ploskev preizkušanca razdeliti na posamezna merilna območja, kakor kaže slika 24.

Pri statističnih preiskavah je mogoče polja izbrati tudi na osnovi slučajnostnih števil.

Po pregledu vnaprej določenega števila merilnih polj se preizkus avtomatično zaključuje.

Izbira ustrezne povečave

Pred začetkom poizkusa je treba za vsakokratno meritev določiti najprimernejšo povečavo mikroskopa s kombinacijo objektiv in okularja. Pripadajoča lastna povečava je podana v dialogu, nakar računalnik izračuna in izpiše efektivno



- A = Razdalja merilnih območij v x-smeri
- B = Razdalja merilnih območij v y-smeri
- ①,...,③ = Število merilnih območij v x-smeri
- ①,...,④ = Število merilnih območij v y-smeri
- 1,2,...,12 = Celotno število merilnih območij

Slika 24

Razdelitev celotne ploskve preizkušanca na posamezna merilna območja⁷⁴.

Fig. 24

Partition of the total probe area on single measuring regions⁷⁴.

celotno povečavo z upoštevanjem dolžine tubusa in elektronske dodatne povečave. Dalje določi računalnik z upoštevanjem sposobnosti uporabljene objektivne premer najmanjšega delca, ki ga še zaznavamo.

Določitev premera najmanjšega merljivega delca⁷⁴

Delec mora imeti na monitorju premer najmanj ca. 3 mm, da bi dobili v elektronskem sistemu kvantitativnega mikroskopa registrirano merjeno vrednost. Za merjenje najmanjšega delca, ki ga z optičnim mikroskopom še razločimo, moramo v sistemu kvantitativnega mikroskopa izbrati povečavo tako, da bo delec s premerom $0,175 \mu\text{m}$ v naravni velikosti (t. j. teoretična sposobnost ločljivosti optičnega mikroskopa pri uporabi zelene svetlobe) na TV zaslonu dosegel premer 3 mm. Za to potrebna povečava je torej

$$\frac{3000 \mu\text{m}}{0,175 \mu\text{m}} = 17000 \times$$

Kot maksimalno uporabno povečavo na TV sistemu lahko računamo največ $12000 \times$, ker je pri

večjih povečavah mogoče doseči zadovoljivo ostrino samo na manjšem izrezu slike na zaslonu. Tako ima najmanjši merljivi delec teoretično premer

$$\frac{17000}{12000} \cdot 0,175 \mu\text{m} = 0,25 \mu\text{m}.$$

Delce s premerom, večjim od $0,3 \mu\text{m}$, že lahko zanesljivo merimo.

Operater lahko v dialogu računalniku vnaprej poda premer najmanjšega delca, ki naj ga še upoštevamo. Ker so v spominu računalnika shranjeni vsi potrebni podatki, računalnik za postavljeno zahtevo določi objektiv in okular, ki naj ga uporabimo, in ta odgovor tudi v protokolu dialoga zapiše.

Pri teh meritvah moramo razlikovati dva pojma: »upoštevani delci« in »merjeni delci«. Merjen je tisti del delca, ki je markiran z nastavitveno vrednostjo (Schwellwert, Threshold). Pri tem gre za umeritev pred začetkom merjenja z nastavitvijo nivoja sive vrednosti, ki odloča o elektronskem zaznavanju temno jedkane faze na TV zaslonu. Pri velikih razlikah premerov merjenih delcev pride lahko v zvezi s tem do velikih napak, o čemer več poročamo na drugih mestih.

Nastavitev mikroskopa

Ko so računalniku podane konstante poizkusa, preidemo na pripravo za meritev z avtomatično regulacijo ostrine in nastavimo začetni položaj. Nato vključi računalnik avtomatično sistem za krmiljenje pomika mizice v x in y smeri, tako da se mikroskopska mizica pomakne v njen začetni položaj.

S premikom obrusa lahko operater sedaj nastavi želeno merilno cono. Nato eventualno na zaslonu korigiramo nastavitev ostrine in nastavitev zelene velikosti polja. Sledi kontrola občutljivosti in ostrine. Do tu je nastavitev in program za vse vrste registriranja enak. Naprej pa nastopajo razlike glede na vrsto merjenih količin. Potek programa se ureja s položaji stikal na komandni plošči.

Obdelava podatkov meritve⁸⁴

Program za iz vrednotenje podatkov se začne tako kakor program za zajemanje podatkov z dialogom, s katerim se določi način iz vrednotenja. K temu pripadajo na primer vprašanja o merilu in razdelitvi osi za grafično prikazovanje, kakor tudi širine intervalov za krivulje porazdelitev. Te informacije se podajajo s pomočjo stikal, ki se v toku odvijanja programa na določenih točkah poteka programa uporabljajo. Kot prvi delni korak se vse merjene vrednosti preračunajo v pripadajoče analogne napetosti. Iz teh vrednosti se določijo konstante za umerjanje premerov ali števil delcev in deležev ploščin posameznih faz.



Slika 25

Shema poteka obdelave in izpisa merjenih vrednosti.

Fig. 25

Scheme of treatment and expunging of measured values.

Najvažnejši koraki programov za obdelavo podatkov so podani na sliki 25.

Merjene vrednosti za deleže ploščin lahko kot posamezne vrednosti ali pa kot srednje vrednosti kadar koli v toku zajemanja merjenih vrednosti izpisujemo.

PROBLEMI KVANTITATIVNE METALOGRAFIJE NA DANASJNI STOPNJI RAZVOJA

Avtomatizacija pri kvantitativni mikroskopiji omogoča meritve številnih parametrov mikrostrukture z zelo kratkim časom in z razmeroma veliko zanesljivostjo. Te možnosti in najnovejši razvoj na teoretičnem področju stereometrične analize predstavljajo pomemben napredek v znanosti materialov. Seveda pa je še mnogo problemov nerešenih in v nadaljnjem bomo najpomembnejše nekoliko podrobneje opisali.

Zagotavljanje kontrasta

Prvi problem predstavlja vsekakor jedkanje. Jedkala in metode jedkanja, ki se uporabljajo običajno v metalografskih laboratorijih in omogočajo zadosten kontrast med različnimi fazami za običajno opazovanje, večkrat ne dajejo zadostnih kontrastov za avtomatsko merjenje in snemanje s televizijsko kamero.

Pri razvoju kvantitativne metalografije z avtomatskim merjenjem se je pokazala potreba po bistvenih izpopolnitvah metod jedkanja. Zato pa moramo biti na današnji stopnji razvoja kvantitativne metalografije še dokaj previdni in kritični. Zaupamo lahko le meritvam tistih faz, pri katerih lahko z jedkanjem zagotovimo zadosten kontrast, kakršnega zahteva televizijski sistem. Tak primer so vsekakor karbidi v orodnih jeklih.

Različne orientacije in različne nianse, s katerimi se lahko pojavlja ista faza, lahko povzročajo v določenih primerih velike težave ali pa zaradi napačnih registriranj meritve te vrste praktično onemogočajo. Precej je težav pri meritvah velikosti zrna, kjer je še mnogo problemov nerešenih v zvezi z ugotovitvijo, da avtomat danes še ne more v celoti zamenjati metalografa.

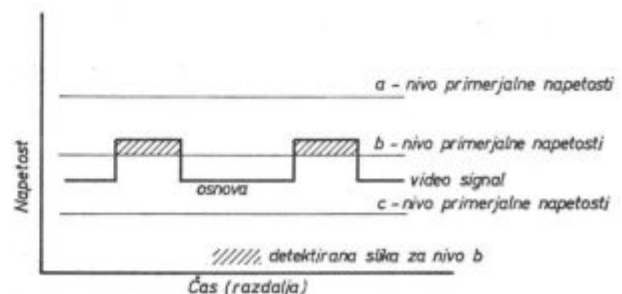
Na številne možne napake kvantitativne mikroskopije opozarja predvsem Hougardy⁷⁹ na podlagi bogatih izkušenj. V svojem delu podaja opis razvoja aparatov za kvantitativno metalografijo v zadnjih treh letih, kar ob izredno hitrem napredku predstavlja povsem zadostno obdobje.

Utemeljena je ugotovitev, da so naprave za kvantitativno metalografijo odprle nova pomembna pota razvoja, imajo pa seveda tudi precej slabih strani. Vsaka od teh aparatov ima številne gumbje in stikala za optimalno nastavitvev, kar je vse zelo dobrodošlo pri raziskovalnih preiskavah, pri rutinski kontroli kakovosti pa je glavna slaba stran teh širokih možnosti umerjanj in nastavitvev v tem,

da lahko neusposobljen in neizkušen operater povzroči napake, ki so lahko večje od 100 %, samo z nepravilno umeritvijo in nastavitvijo mnogih spremenljivk.

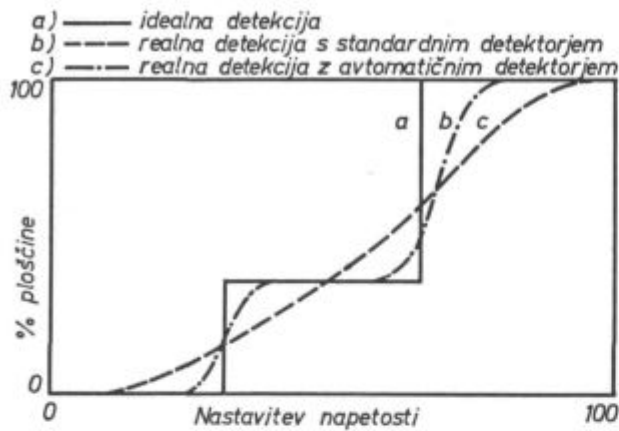
Pri ročni kvantitativni slikovni analizi detektiranje struktur ne predstavlja problemov, ker človek — metalograf lahko strukture odlično razpozna in med seboj razločuje. Meritve in izračuni zbranih podatkov pa predstavljajo veliko porabo časa in so v mnogih primerih celo nemogoče. Pri avtomatskih kvantitativnih slikovnih analizah pa velika hitrost meritev in obdelave podatkov ne predstavljajo problema, pač pa je pri tem pravilno detektiranje struktur zelo težavno. Zaradi tega predstavlja uporaba polavtomatskih naprav često najboljšo izbiro, ker pri tem ročno spoznavamo in izbiramo vzorec, avtomatsko pa izvajamo meritve in obdelavo podatkov. Večina avtomatskih aparatov ima modul, ki dopušča tudi polavtomatsko delovanje. Seveda gre razvoj z izpopolnjevanjem delovanja aparatov in postopnim odstranjevanjem ali zmanjševanjem napak v smeri povečevanja uporabe avtomatskih naprav.

Avtomska detekcija se običajno izvaja na osnovi diskriminacije intenzitete video signala. Na sliki 26 je podana idealna napetost video signala za eno scanning linijo. Na tej liniji sta dve sliki, ki sta označeni z višjo napetostjo kot osnova. Pri merjenju ploščine npr. merimo čas, v toku katerega je video signal višji kot pri začetni nastavljeni napetosti. Če je nastavitvena napetost na nivoju a, ne bomo ničesar detektirali. Pri nastavitvi na nivoju b bodo slike pravilno detektirane in izmerjena ploščina bo pravilna. Pri nastavitvi na nivoju c bodo detektirani vsi delci določene faze skupaj z osnovo in izmerili bomo celotno ploskev merilnega polja. Zato se ploskev kot procentualni delež celotnega merilnega polja spreminja z nastavitvijo napetosti, kakor prikazuje slika 27 s krivuljo a. Žal pa je realna krivulja, ki jo merimo s standardnim detektorjem, prikazana s krivuljo b, iz katere pa ne moremo dobiti kriterija za pravilno nastavitvev napetosti. Zato lahko pravilno nastavitvev izvršimo samo z vizuelno primerjavo originalne in detektirane slike na moni-



Slika 26
Idealni video signal in detekcija⁷⁹.
Fig. 26
Ideal video signal and detection⁷⁹.

torju. To pa ne omogoča visoke stopnje natančnosti in avtomatizacije ter je nastavitev izrazito subjektivna.



Slika 27
Idealna in realna detekcija⁹.

Fig. 27
Ideal and real detection⁹.

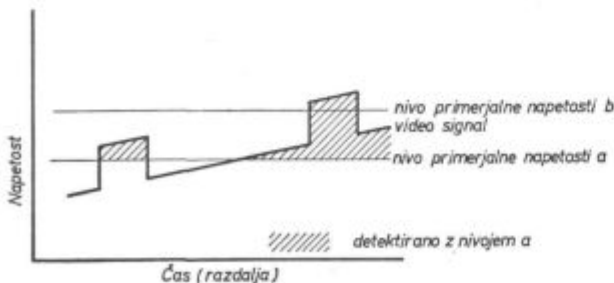
Razlika med krivuljama a in b na sliki 27 je povzročena s senčenjem, s spremembo v modulaciji s prenosom frekvence in končne velikosti slikovne točke.

Senčenje

Senčenje je sprememba v video napetosti, ki ustreza osnovi s pozicijo slike, kakor je prikazana na sliki 28. Vidimo, da ni mogoče nastaviti takega nivoja napetosti, ki bi omogočil pravilno detekcijo, kakor na sliki 26. Ali je detektirana osnova (nivo a), ali pa je ena slika izgubljena (nivo b)?

Izvori senčenja so naslednji:

1. Neenakomerna občutljivost kamere. Senčenje lahko zmanjšamo z ustrezno izbiro cevi za kamero, dandanes pa tega še ne moremo popolnoma eliminirati.
2. Neenakomerna osvetlitev fotografije v epidiaskopu ali vzorca na mikroskopu. Senčenju se lahko izognemo s pazljivo osvetlitvijo, vendar je v praksi zelo težko nastaviti



Slika 28
Nepravilna detekcija zaradi močnega senčenja⁹.

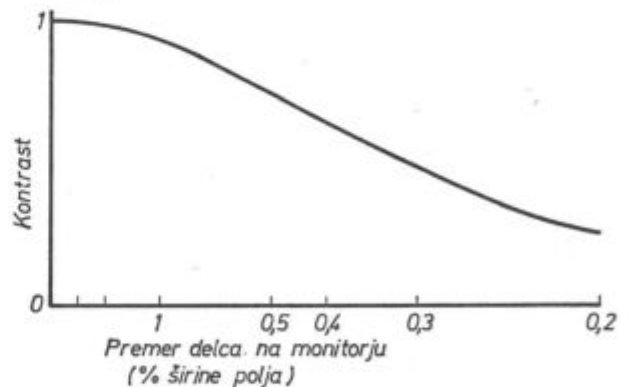
Fig. 28
Wrong detection because of heavy shading⁹.

osvetlitev do takega nivoja enakomernosti, kakršnega bi zahteval visok nivo diskriminacijske sposobnosti sistema. Zato bi bilo treba izdelati foto posnetke in jih preizkusiti, ker je film mnogo bolj občutljiv na neenakomernost osvetlitve kot človeško oko. Neenakomerna osvetlitev omogoča relativne razlike meritev 10 % in več.

3. Neenakomerna refleksija vzorca. Ta vpliv senčenja lahko povzroča priprava obrusov. Zelo težko je npr. jedkati veliko ploskev metalografskega obrusa popolnoma enakomerno.

Zaradi različnih virov senčenja ni mogoče dobiti video signala, kakršen je prikazan na sliki 26. Nekatere naprave, kot so npr. Micro — Videomat, firme Zeiss, in Quantimet 720, firme Imanco, imajo korektor senčenja. Napake 1 in 2 se lahko odstranijo, če ne presegajo določene meje. Napako 3 prav tako lahko korigiramo za eno vidno polje. Quantimet 720 izkorišča za korekture video signala tudi digitalni spomin, ki ga lahko napolnimo s porazdelitvijo občutljivosti vzorcev z enakomerno refleksijo.

Drugo pot za zmanjševanje napak senčenja pa predstavljajo specialni detektorji. Precejšnja napaka v detekciji tako imenovanega sivega nivoja izhaja iz samega prenosa informacije. Osnovni zakon v teoriji informacij je, da se z naraščajočo frekvenco modulacija zmanjšuje. Za slikovne analize je to prikazano na sliki 29, ki podaja tako imenovano funkcijo modulacije prenosa za TV scannerje.

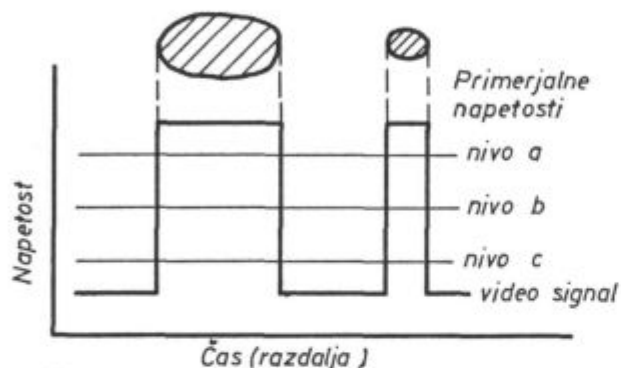


Slika 29
Funkcija modulacije prenosa za TV sistem.

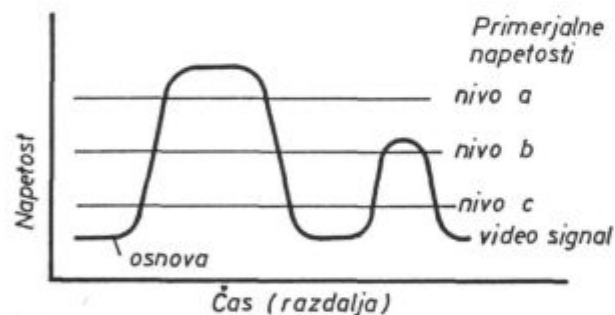
Fig. 29
Function of modulation in transmission to TV system.

Za enako razliko v svetlobni intenziteti med slikovnimi deli in ozadjem amplituda video signala pada s padajočo velikostjo slikovnih delov. Tako dobimo namesto idealnega signala slike 30 A realni signal, ki je nekako shematsko prikazan na sliki 30 B. Maksimalna amplituda za majhne dele je manjša kot za velike. Rob slikovnega dela je podan na sliki 30 A ustrezno neskončni frekvenci, ki tako zmanjša amplitudo na robu. Dodatno k temu elek-

tronski snop cevi, uporabljene za raster, poseduje končni premer, ki zaokrožuje robove, kakor prikazuje slika 30 B. Kot rezultat je detekcija in z njo dolžina presekov slikovnih delov odvisna od nastavitvene napetosti. Če je nastavitvena napetost podana z nivojem a v sliki 30, majhni delci ne bodo detektirani. Če pa izboljšamo detekcijo majhnih delcev z izbiro nivoja b ali c, pa bo povečana presečna dolžina pri velikih. Ti vplivi lahko povzročajo napake v določevanju ploščinskih deležev za več kot 100 %, kar pa ni tipično samo za TV sisteme, ampak tudi za aparature, ki uporabljajo foto detektorje.



A)



B)

Slika 30

Idealni in realni video signal za velik in majhen delec

A) idealni video signal

B) realni video signal.

Fig. 30

Ideal and real video signal for a big and small particle

A. Ideal video signal, B. real video signal.

Da bi zmanjšali te napake, so bili razviti tako imenovani avtomatski detektorji.

Meritve so pokazale, da ploskve s premerom 4,5 mm na zaslonu merimo z napako $\pm 6\%$. Čim manjši so delci, tem večja je napaka in pri zelo majhnih je lahko napaka 100 do 200 %.

Prednost najnovjših avtomatskih detektorjev je v tem, da se približujejo krivulji c na sliki 27. Pri avtomatskih detektorjih je iz krivulje mogoče presoditi položaj pravilne primerjalne napetosti. Glavna prednost pri tem pa je v izboljšanju detekcije majhnih ploskev poleg velikih. Seveda mora

imeti najmanjši del slike, ki ga merimo z natančnostjo 10 %, dimenzije najmanj 10 slikovnih točk.

Seveda pa so vsi ti napredki v detekciji samo del naporov za zmanjšanje napak pri merjenju — tisti, za katerega so odgovorni proizvajalci naprav. Uporabnik mora prispevati svoj delež, ki je čisto še precej večji, z napredkom v pripravi obrusov in z zagotavljanjem homogenega kontrasta.

Danes je razvoj dosegel tako stopnjo, da v aparaturah ni pričakovati bistvenih novosti v nekaj naslednjih letih. Vsi naporji so usmerjeni v izboljševanje in povečevanje zanesljivosti sedanjih aparatov. Zato je danes odločilna pravilna uporaba razpoložljivih aparatov.

Nadaljnji napredek v bližnji bodočnosti bo imel težišče pri uporabnikih teh aparatov, seveda bolj ali manj v ozkem sodelovanju s proizvajalci. Treba bo razviti in izpopolniti metode priprave vzorcev, ki bodo zagotavljale zadosten kontrast za detekcijo.

Izvedniti bo treba sposobnosti in omejitve za spoznavanje vzorcev slikovnih delcev pri specialni uporabi in točno bo treba definirati parametre specialnih slikovnih delcev, ki morajo biti merjeni v odnosu s fizikalnimi lastnostmi. Povratne informacije od uporabnika k proizvajalcu bodo v tem razvoju odločilne.

Zaključki

Članek obravnava doslej publicirane možnosti in metodiko kvantitativne metalografije na današnji stopnji razvoja, ki odpira nove možnosti pri raziskavah lastnosti jekel v odvisnosti od njihove mikrostrukture.

Učinkovita uporaba kvantitativne mikroskopije je praktično mogoča le v povezavi kvantitativnega mikroskopa z ustreznim računalnikom, ki prihrani mnogo časa pri meritvah in izvednotenju, obenem pa lahko tudi krmili izvajanje meritev po ustreznem programu. S polavtomatiziranim ali polno avtomatiziranim delovanjem lahko izvršimo toliko meritev, da zanesljivo karakteriziramo značilnosti mikrostrukture. Kriteriji za karakteriziranje mikrostruktur doslej, razen v nekaterih izjemnih primerih, še niso poznani, tako da bi jih lahko enotno uporabljali pri povezovanju z uporabnimi lastnostmi jekel.

Meritve so izpostavljene nevarnostim napak, ki so podrobneje obravnavane, da bi jih lahko upoštevali, odpravljali ali vsaj delno kompenzirali.

Pri povezavi z računalnikom je mogoče med samim izvajanjem upoštevati zanesljivost podatkov in nekatere sistematične napake odpraviti ali vsaj zmanjšati.

Medtem ko je v tem članku podan le splošen pregled literature o razvoju in današnjih možnostih kvantitativne metalografije, bodo v nadaljevanju tega članka obravnavane praktične izkušnje pri raziskavah ledeburitnih orodnih jekel in rezultati lastnih meritev.

Literatura

- Izveček literature projekta »Raziskave ledeburitnih orodnih jekel« za področje kvantitativne metalografije:
1. Alatni čelici za rad u hladnom stanju, Katalog Zelezarne Ravne — izdaja 1974.
 9. Rose A.: Konstitution und Eigenschaften der Werkzeugstähle AMAX — Climax Molybdenum Co. Symposium: Die Verfestigung von Stahl, Zürich 5.—6. 5. 1969., str. 135—145.
 69. Modin H., S. Modin: Metallurgical microscopy str. 148—180, 5. pogl. — Quantitative microscopy. London Butterworths, 1973.
 71. Dudek M. B., W. Knorr, H. P. Hougardy, A. Rose: Quantitative **Metallographie Verfahren** und betriebliche Erfahrungen. Verlag Stahleisen, Düsseldorf, 1970. Neuere metallkundliche Untersuchungsverfahren, poglavje 6., str. 67—77.
 72. Exner H. E.: Quantitative Metallographie — Statistische Grundlagen und Verteilungsanalyse. Verlag Stahleisen, Düsseldorf, 1970. Neuere metallkundliche Untersuchungsverfahren, pogl. 7, str. 78—97.
 74. Grefen K.: Beitrag zur quantitativen Bestimmung des Stahlgefüges — insbesondere in Werkzeugstählen. Fakultät für Maschinenwesen der Technischen Universität (Hannover); 1971, str. 1—81 + priloge (doktorska disertacija)
 77. Hougardy H. P., A. Rose: Quantitative Image Analysis in the Field of Commercial Metallic Materials. The Microscope, 19 (1971) s. 31/9
 78. Vodopivec F.: Sodobne metode metalografske preiskave in smeri njihovega razvoja. Zelezarski zbornik, IV (1970) 4, str. 1—10.
 79. Hougardy H. P.: Instrumentation in Automatic Image Analysis Microscope, (1974) 22, str. 5—26.
 80. Rose A., H. A. Mathesius, H. P. Hougardy: Karbidmengen und ihre örtliche Verteilung in Werkzeugstählen. Archiv für das Eisenhüttenwesen, 38 (1967) 6, Juni, str. 460—463.
 81. Rose A., H. A. Mathesius, H. P. Hougardy: Messung von Karbidmengen und Grössenverteilungen der Karbide in einigen Werkzeugstählen mit dem quantitativen Fernsch — mikroskop. Archiv für das Eisenhüttenwesen, 40 (1969) 4, April, str. 323—331.
 82. Rose A.: Karbidzeilen in Werkzeugstählen. Kleipzig Fachberichte, 77 (1969) 8, August, str. 503-509
 83. Bühler H., F. Pollmar, A. Rose: Einfluss von Werkzeugstoff und seiner Wärmebehandlung auf das Schneiden von Feinblech. Archiv für Eisenhüttenwesen, 41 (1970) 10, Oktober, str. 989—996
 84. Grefen K., H. P. Hougardy, A. Rose: Ein digitales Messsystem zur Gefügebildanalyse mit Quantitativen Fernsehmikroskopen. Archiv für das Eisenhüttenwesen, 45 (1974) 2, Februar, str. 137—144
 85. Kulmburg A.: Beitrag zur Kennzeichnung der Karbidverteilung in ledeburitischen Stählen mit Hilfe der stereometrischen Analyse. Praktische Metallographie, 10 (1973), str. 183—209.
 121. Rose A., H. A. Mathesius: Berg und Hüttenmännische Monatshefte 109 (1964), str. 135—138.
 122. Mathesius H. A.: Karbidmengen und -verteilungen in Werkzeugstählen, gemessen mit dem Quantitativen Fernsehmikroskop. Hannover 1967 (Diss. Techn. Univ. Hannover).
 123. Swoboda K., R. Mitsche, H. Malissa: Über die Kennzeichnung von Gefügen durch Angabe der Heterogenität oder der Homogenität. Radex — Rundschau 1966, str. 233—239.
 124. Malissa H., K. Swoboda: Zur Frage der Heterogenität in der metallkundlichen Analyse. Radex — Rundschau 1963, str. 494—498.
 125. Swoboda K., A. Kulmburg, E. Staska: Beitrag zur Erarbeitung von Zahlenwerten zur Kennzeichnung von Gefügen mit Hilfe der stereometrischen Analyse. Praktische Metallographie Sonderband 3 (1972), str. 317—327.
 126. Fischer C., M. Cole: The Metals Research Image Analysing Computer. The Microscope 16 (1968), str. 81-94.
 127. Saltykov S. A.: Stereometrische Metallographic, Leipzig 1974, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie
 128. Rodič A., J. Rodič: Brzorezna jekla, I. del: Značilnosti metalografije brzoreznih jekel. Zelezarski zbornik I (1967), št. 3, str. 177—187.
 129. Rodič A., J. Rodič: Brzorezna jekla, II. del: Velikost karbidov v brzoreznih jeklih pred toplotno obdelavo. Zelezarski zbornik II (1968), št. 1, str. 1—20.
 130. Rodič J., A. Rodič: Brzorezna jekla, III. del: Vpliv velikosti karbidov na mehanske in tehnološke lastnosti brzoreznega jekla 6-5-2 (BRM-2). Zelezarski zbornik II (1968) št. 3, str. 165—184.
 131. Rodič A., J. Rodič: Influenza delle dimensioni o della distribuzione dei segregati di carburi sulla proprietà degli acciai rapidi. La metallurgia italiana n. 3 — 1971, str. 112—120.
 132. Segel J.: Vpliv toplotne obdelave na žilavost brzoreznih jekel. Zelezarski zbornik IV (1970), št. 1, str. 39—50
 133. Segel J.: Vpliv hrapavosti površine na udarno žilavost orodnega jekla. Zelezarski zbornik V (1971), št. 4, str. 199—202.
 134. Segel J.: Uporabnost magnetne analize za kontrolo toplotne obdelave brzoreznih jekel. Zelezarski zbornik 6 (1972), št. 3, str. 165—174.
 135. Rodič J. in sodelavci: Raziskave ledeburitnih orodnih jekel. Poročila Metalurškega inštituta v Ljubljani in Zelezarne Ravne — naloga 237, september 1974.
 136. Quantitative Analyse von Gefügen... Sonderbände der Praktischen Metallographie 5; Dr. Riederer-Verlag GmbH, Stuttgart

ZUSAMMENFASSUNG

Im Artikel werden die bisher veröffentlichten Möglichkeiten und die Methodik der quantitativen Metallographie auf dem heutigen Entwicklungsstand behandelt. Durch diese ergeben sich neue Möglichkeiten bei den Untersuchungen der Stahleigenschaften in der Abhängigkeit von deren Gefügebildung.

Eine leistungsfähige Anwendung der quantitativen Mikroskopie ist praktisch nur in der Verbindung des quantitativen Mikroskopes mit dem entsprechenden Computer möglich. Dieser erspart uns viel Zeit bei den Messungen und der Auswertung der Ergebnisse, es kann aber auch selbst die Messungen nach einem entsprechenden Programm führen und regeln. Mit einem halbautomatischen oder vollautomatischen Verfahren kann eine solche Menge von Messungen ausgeführt werden, dass das Mikrogefüge ganz sicher gekennzeichnet werden kann. Die Kriterien für die Kennzeichnung des Mikrogefüges sind bis

jetzt, ausser in einigen Ausnahmefällen, noch nicht bekannt, so dass diese einheitlich bei der Untersuchung der Gebrauchseigenschaften angewendet werden könnten.

Die Messungen sind der Fehlergefahr ausgesetzt, welche näher behandelt werden, um diese zu berücksichtigen, zu beseitigen oder wenigstens teilweise zu kompensieren.

Bei der Verbindung mit dem Computer ist es möglich, während der Ausführung, die Zuverlässigkeit der Daten zu berücksichtigen und einige systematische Fehler zu beseitigen oder wenigstens zu vermindern.

Während in diesem Artikel nur eine Literaturübersicht über die Entwicklung und die heutigen Möglichkeiten der quantitativen Metallographie gegeben wird, werden in der Fortsetzung die praktischen Erfahrungen bei den Untersuchungen der ledeburitischen Werkzeugstähle und die Ergebnisse der eigenen Messungen mitgeteilt.

SUMMARY

Possibility and methods of quantitative metallography at the present stage of development enabling further possibilities in investigations of steel properties which depend on their microstructure, published in various references, are shortly reviewed in the paper.

Effective use of quantitative microscopy is practically possible only if a quantitative microscope is connected to a suitable computer which saves a lot of time needed for measurements and evaluations, and it can also simultaneously regulate the course of measurements according to the prescribed program. Semi-automatic or automatic operation can enable the sufficient number of measurements that characteristics of microstructure can be reliably determined. Criteria for characterization of microstructures are not yet known (with some exceptions) that they

could be uniformly used in analyzing important steel properties.

Measurements are exposed to danger of making errors and it is treated separately in the paper so that they could be taken in to account, possibly avoided, or at least partially compensated.

Connection to the computer enables that reliability of data can be taken in account already during the measurement and thus some systematic errors can be avoided or reduced.

While this paper presents only a general review on development and present possibilities of quantitative metallography, the instalments of the paper will present practical experiences in investigations on ledeburite tool steel and results of own measurements.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе рассмотрены до сих пор опубликованные возможности и метод количественной металлографии в теперешней фазы развития, что открывает новые возможности при исследовании свойств сталей в зависимости от их микроструктуры.

Эффективное употребление количественной микроскопии практически возможна лишь в связи количественного микроскопа с соответствующим счётчиком. Как результат такого сочетания значительная экономия времени при измерении и оценки. Такое сочетание позволяет также выполнять управление измерений по соответственной программе. С автоматическим или полуавтоматическим действием можно выполнить достаточное число измерений, необходимое для того, чтобы дать надёжную характеристику микроструктуры. Критерии для охарактеризования микроструктуры пока ещё, кроме некоторых исключении, не разработаны и поэтому неизвестны. Вследствии этого, пока ещё нет возмож-

ности уникального способа употребления в связи с свойствами которые находятся в применении.

Более подробно подана опасность ошибок при измерении и рассмотрены возможности о их устранению, согласиться на допуск или, в крайней мере, частичной компенсации.

В связи с употреблением счётчика есть возможность во время исполнения учесть надёжность полученных данных, устранить, или, по крайней мере, уменьшить некоторые систематические ошибки.

В прочем, в этой работе подан только общий обзор опубликованной литературы о развитии и нынешних возможностей количественной металлографии но, в продолжении будут рассмотрены практические опыты достижения исследований ледебуритных инструментальных сталей и результаты собственных измерений.