

Praktične izkušnje pri raziskavah ledeburitnih orodnih jekel z uporabo kvantitativne metalografije

UDK: 620.18 : 669.14.018.25

ASM/SLA: M 21c; TSh

Jože Rodič

V prvem delu članka o kvantitativni metalografiji ledeburitnih orodnih jekel je bil opisan splošen razvoj kvantitativne metalografije zadnjega obdobja do današnje stopnje. Podrobneje so bile prikazane splošne možnosti, in pomen metodike kvantitativnih metalografskih preiskav pri metalurškem raziskovalno razvojnem delu. Medtem ko je bil prvi del omejen na povzetek obširne literature, so v tem nadaljevanju zbrane praktične izkušnje pri raziskavah ledeburitnih orodnih jekel z uporabo kvantitativne metalografije. Za ožja področja, kot so določevanje količinskih deležev in razporeditve karbidov ter kvantitativno ugotavljanje porazdelitve velikosti karbidov, so podrobneje podane primerjave publiciranih ugotovitev z rezultati lastnih preiskav. Te so bile izvršene v laboratorijih Max Planck Instituta v Düsseldorfu z vzorci jekel Železarne Ravne iz raziskovalnega projekta za ledeburitna orodna jekla, kakor je bilo že v prvem delu navedeno. Ob tem je podan pregled uporabljenih metod s kritičnimi ocenami uporabnosti posameznih variant za nadaljnje raziskave. Specifičnim možnostim in potrebam je bil prilagojen sistem dokumentiranja meritev in statističnih analiz pri vrednotenju rezultatov.

Ob rezultatih meritev količine karbidov je treba posebej opozoriti, da so ugotovljene količine razmeroma zelo majhne, ker so bili karbidi v vzorcih izredno fini z večjim deležem pod sposobnostjo detektiranja ob preiskovalnih pogojih. Razen tega tudi tehniki jedkanja ni bila posvečena posebna pozornost.

Vse izvršene preiskave so bile namenjene predvsem oblikovanju standardizirane metodike, ki bo v nadaljnjem raziskovalnem programu omogočala kvantitativne medsebojne primerjave. Obenem naj bi bila vsaj delno uporabna za neposredno uvedbo v kontrolo kakovosti redne proizvodnje ledeburitnih orodnih jekel. Gre torej predvsem za medsebojne primerjave rezultatov, ne pa za ugotavljanje reprezentativnih karakteristik posameznih vrst jekel, ker bo to šele cilj nadaljnjih raziskav.

Na koncu je podanih nekaj osnovnih informacij o ugotavljanju prostorske porazdelitve velikosti karbidov.

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

UVOD

V programu raziskovalno razvojnega projekta ledeburitnih orodnih jekel, ki ga izvaja Železarna Ravne, so planirane tudi obsežne sistematične raziskave vplivov mikrostrukture na lastnosti orodnih jekel omenjene skupine. Pri tem predstavljajo preiskave s kvantitativno metalografijo zelo pomemben delež.

Ker predstavlja kvantitativna metalografija za nas novo, razvijajoče se področje raziskav, je razumljivo, da smo najprej zbrali vse razpoložljive informacije o splošnem razvoju in današnjih možnostih te nove veje metalografije^{1,2}. V prvi fazi projekta smo želeli na osnovi praktičnih izkušenj in upoštevajoč dane možnosti osvojiti metodiko preiskav v taki obliki, da bi bile v nadaljnjem programu izvedljive obsežnejše primerjalne meritve z enakimi pogoji in ocenjevalnimi kriteriji.

Pokojni prof. A. Rose in dr. H. P. Hougardy sta nam v okviru sodelovanja Železarne Ravne z Max Planck Institutom v Düsseldorfu omogočila v juliju 1974 številne meritve in nam pri osvajanju metodike pomagala z dragocenimi nasveti.

Na razpolago smo imeli popolno avtomatizirano napravo, povezano z računalnikom, s katero smo izvajali meritve na vzorcih naših jekel. Namenoma smo opravili tudi meritve brez računalniških programov in avtomatizacije, da bi ustrezno osvojili metodiko preiskav, kakršna nam bo pristopna že v začetku pri postopnem uvajanju kvantitativne metalografije. Pri tem smo metodiko oblikovali tako, da se meritve izvajajo v okviru možnosti standardne osnovne konfiguracije kvantitativnega TV mikroskopa, za obdelavo podatkov pa smo izkoristili programe, ki so za metode matematične statistike na razpolago v računskem centru Železarne Ravne.

Rezultate lastnih meritev smo primerjali z doslej publiciranimi rezultati o raziskavah ledeburitnih orodnih jekel. Na ta način smo skušali rezultate in uporabljeno metodiko preiskav kritično oceniti ter izbrati optimalne pogoje za nadaljnje preiskave v raziskovalnem projektu.

Uporabo kvantitativne metalografije pri raziskavah ledeburitnih orodnih jekel smo usmerili predvsem k:

— določanju količinskih deležev in razporeditve karbidov ter h

— klasifikaciji karbidov po velikosti karbidnih zrn.

Za meritve na kvantitativnem TV mikroskopu smo uporabili metalografske obruse, kakršne pripravljam pri normalnih metalografskih preiskavah za potrebe kontrole kakovosti in raziskav. S tem smo želeli kvantitativne in klasične metalografske preiskave med seboj neposredno čim bolj povezati. Skrbeli smo za maksimalni kontrast med karbidi in osnovo, nismo pa uporabili posebne metode in tehnike jedkanja. V zvezi s tem posebej opozarjamo na ugotovitve, ki jih podajamo v zaključkih in komentiranju rezultatov.

Izrednega pomena je nastavitev stopnje detekcije pred meritvijo, zato smo to prepustili izkušenemu metalografu na MPI za delo s Quantimetom in smatramo, da pri tem ni bilo večjih napak, oziroma neenakomernosti nastavitve. Prav nastavitev je najbolj subjektivna in moramo zato za primerjalne meritve zagotoviti kolikor mogoče enak kriterij, kar pa je brez ustreznih izkušenj težko.

O napakah meritev in splošno o metodiki na današnji stopnji razvoja je bilo dovolj povedanega v predhodnih poglavjih. Kolikor je bilo mogoče, smo vse poznano pri praktičnih meritvah skušali upoštevati.

Meritve na Quantimetu so torej kvantitativne, ne smemo pa jih jemati kot absolutne, ker so odvisne močno od kriterijev in rutine metalografa ter objektivnih pogojev pri meritvah. Pri enaki povečavi ter pri enakem kriteriju nastavljanja ostrine in stopnje detektiranja pa so meritve zelo natančne in imajo pri medsebojnih primerjavah veliko vrednost.

Vežanje Quantimeta na računalniški sistem zahteva dokaj obsežno in zahtevno dokumentacijo

računalniških programov in tudi specialni sistem povezave med mikroskopom, TV kamero, ekranom in računalnikom. Potreben je ustrezen razvoj sistema za določeno področje z jasno definiranimi cilji, če hočemo optimalen učinek.

V času izvajanja preiskav je bil dobavljen Max Planck Institutu nov aparat Quantimet 720, ki je v primerjavi s starim modelom močno izboljšan. Žal pa še ni bilo mogoče izkoristiti vseh računalniških programov, ki so bili razviti in prirejeni za starejši model. To nas pri izbiri metode ni motilo, v nadaljnjem programu raziskav pa bo problem povezave med Quantimetom 720 in računalniškim sistemom že v veliki meri rešen, kar bo odprlo nove možnosti.

Preiskovana jekla

Pri kvantitativnih metalografskih meritvah, ki jih obravnavamo pri rezultatih lastnih preiskav, smo uporabili vzorce jekel, za katera so vsebnosti glavnih elementov podane v tabeli 2.

DOLOČANJE KOLIČINSKIH DELEŽEV IN RAZPOREDITVE KARBIDOV

Dosedanje publicirane izkušnje

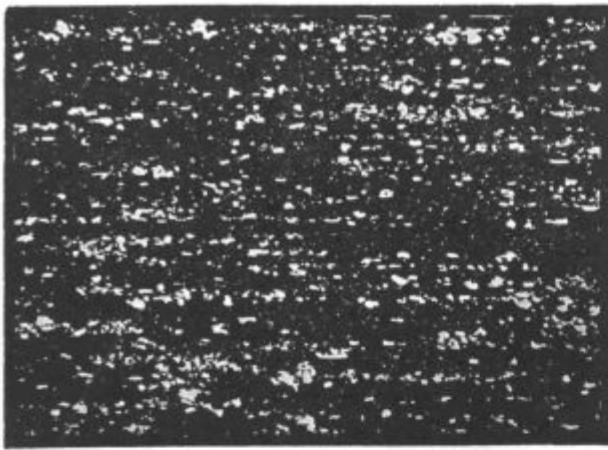
Karbidi v orodnih jeklih nimajo slučajnostne prostorske porazdelitve. Značilnosti mikrostruktur, ki so prikazane s primeri na sliki 31, so posledica procesov izcejanja med strjevanjem in pogojev plastične predelave v vročem.

V različnih pogojih dobimo lahko vse mogoče vmesne stopnje, od mrežaste razporeditve do rahlo trakaste ali skoraj idealno enakomerne porazdelitve karbidnih zrn.

Ce bi želeli pravilno izmeriti količino karbidov kot ploščinski delež te faze v mikrostrukturi, bi

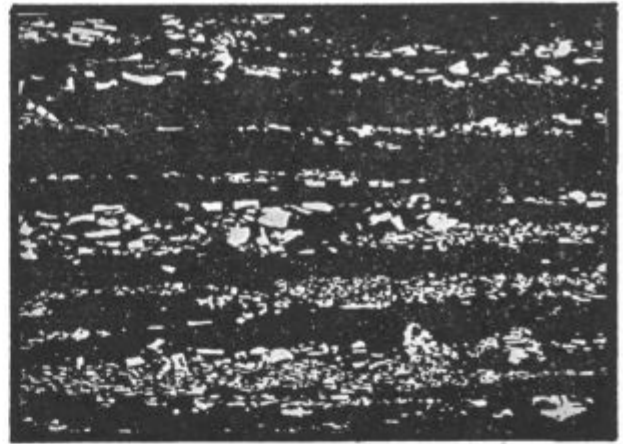
Tabela 2 — Kemijske sestave preiskovanih jekel

Skupina	vrsta jekla	oznaka	C %	Cr %	W %	Mo %	V %
I.	2 C — 12 Cr	J	2,01	12,3	—	0,05	0,06
	1,5 C — 12 Cr	K	1,58	12,7	—	0,01	0,01
	1,5 C — 12 Cr — 1 V	L	1,56	12,3	—	0,01	1,05
	1,5 C — 12 Cr — 1 Mo	M	1,57	12,0	—	0,99	0,06
	1,5 C — 12 Cr — 1 V — 1 Mo	N	1,58	12,0	—	0,94	1,15
II.	Č.4150 OCR 12	R	2,03	11,3	0,10	0,06	0,13
	Č.4650 OCR 12 special	S	2,08	11,8	0,85	0,10	0,12
	Č.4750 OCR 12 extra	T	1,59	11,8	1,11	0,66	0,16
	Č.4750 OCR 12 extra	U	1,59	11,9	1,11	0,68	0,18
	Č.4850 OCR 12 VM	P	1,52	11,4	0,10	0,82	0,92
III.	Č.4754 CRV	V	0,91	10,6	0,10	1,05	0,25
IV.	Č.7680 BRM-2	Z	0,82	4,25	6,34	5,07	1,92

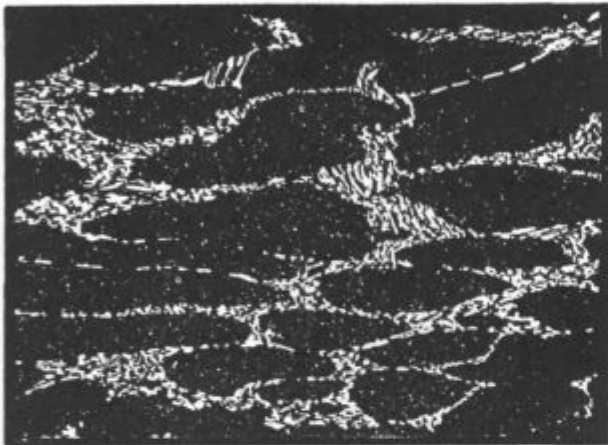


STOPNJA 1ŽR

0,2mm

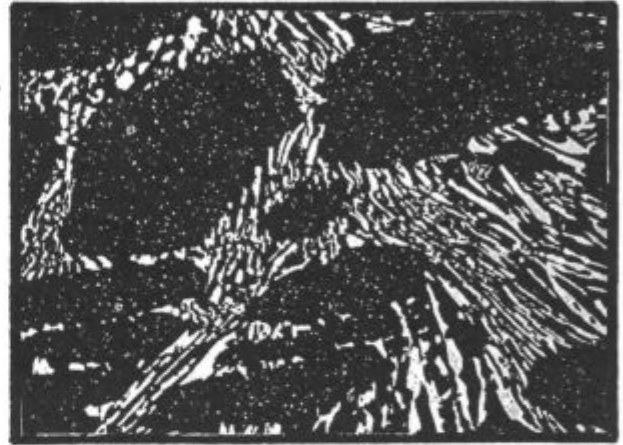


STOPNJA 4ŽR



STOPNJA 6ŽR

Slika 31



STOPNJA 8ŽR

Fig. 31

Tipični primeri razporeditve karbidov v ledeburitnih orodnih jeklih iz primerjalne tabele za metodo metalografske kontrole kakovosti v Železarni Ravne¹³⁵

Typical examples of carbide distribution in ledeburite tool steel from the comparative table for the method of metallographic quality control in Ravne ironworks¹³⁵

morali izbrati tolikšno povečavo, da bi zadovoljivo registrirali vse karbidne delce. Te zahteve sicer ne moremo popolnoma zadovoljiti, lahko pa dosežemo take pogoje meritve, da bo napaka zanemarljivo majhna. Obenem pa se moramo zavedati, da je pri navečji povečavi merilno polje zelo majhno. Če hočemo zagotoviti reprezentativnost meritve, mora biti po izkušnjah vzorčenja število merilnih polj dovolj veliko in tem večje, kolikor je večja povečava. S tem se sama po sebi vsiljuje zahteva po avtomatiziranih meritvah s posebnimi instrumenti.

Po dosedanjih publikacijah, ki na tem področju niso posebno številne, so ugotovljene količine karbidov pri najrazličnejših vrstah ledeburitnih orodnih jekel v območju 5–30%. Največ je podatkov za količine karbidov v mehkožarjenem stanju, manj pa za druga stanja toplotne obdelave. Pri večini orodnih jekel lahko računamo, da se pri avstenitizaciji raztopi približno 10% prej prisotnih karbidov.^{9,77,80} Prav pri kromovih ledeburitnih orodnih jeklih pa je ta odstotek znatno manjši⁸²,

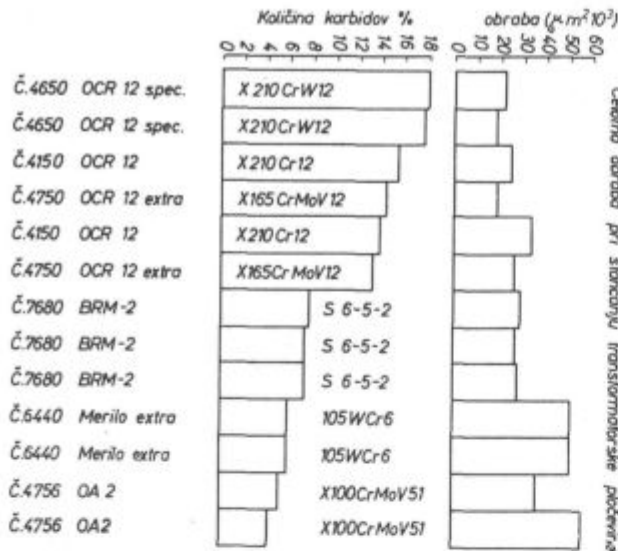
kar je tudi pričakovati glede na ravnotežni diagram stanja.

Pollmar⁸³ je z enotnimi poizkusi štančanja zanesljivo ugotovil, da pod pogojem zadovoljive trdote osnovne strukture večja količina karbidov v jeklu omogoča boljšo odpornost proti obrabi. Tako mu je uspelo razvrstiti jekla po količini karbidov v neposredni zvezi z odpornostjo proti obrabi (slika 32).

Kvantitativnih ugotovitev o vplivih količine karbidov na značilne uporabne lastnosti orodnih jekel pa doslej še ni na razpolago.

Pri ugotavljanju količine karbidov smatramo, da je delež ene faze izražen v odstotkih celotnega volumna preizkušanca pri enem obrusu in dovolj veliki preiskovani ploskvi z zadovoljivo natančnostjo enak ploščinskemu deležu faze. Pri tem moramo seveda nanizati zadostno število merilnih polj na večjem številu paralelnih poti.

Hougardy in Rose⁷⁷ sta izvajala te meritve avtomatično na kvantitativnem TV mikroskopu, pri če-



Slika 32

Količine karbidov v orodnih jeklih in njihova odpornost proti obrabi (Pollmar⁹³)

Fig. 32

Amounts of carbides in tool steel and their wear resistance (Pollmar⁹³)

mer elektronski snop po principu linearne analize v času 0,02 sekunde opravi meritve, ki obsega na TV zaslonu več kot 300 črt, širine 1 mm in dolžine 250 mm. Za ustrezno jedkanje faz M_7C_3 , $M_{23}C_6$, M_6C in kromovega karbida M_3C priporočata nekoliko spremenjeno sestavo jedkala Murakami¹²¹. Uspešno pa je tudi potenciostatsko jedkanje z 10 n NaOH pri napetosti od - 700 mV do + 400 mV proti nasičeni kalomel elektrodi.

Po izkušnjah v metalografskih laboratorijih Železarne Ravne omogoča zelo dobro kontrastno jedkanje karbidov v teh jeklih nekoliko modificirano jedkalo Groesbeck.

Pri preizkušanju reproduktivnosti meritve ploščinskih deležev karbidov na istem preizkušancu brzoreznega jekla, tipa 6-5-2, z enakomerno velikostjo karbidov, sta Hougardy in Rose⁷⁷ ugotovila pri 2100-kratni povečavi povprečno vrednost 12,5 % z relativno napako $\pm 1,3$ %, ko je isti metalograf meritve osemkrat ponovil. Pri meritvah, ki so jih izvršile štiri različne osebe, je bila na istem preizkušancu napaka ± 3 %. Glavni izvor napake je v tem, da z nastavitvijo kontrasta slika delca ni najbolj prilagojena dejanski velikosti. To je tipična subjektivna napaka, ki jo je težko kontrolirati. Ta napaka je tem večja, čim večja je razlika velikosti med največjimi in najmanjšimi delci. Ugotovljeni red velikosti napake velja seveda za izkušenega metalografa — operaterja, ob neizkušenem ali nevestnem delu pa so napake pri TV mikroskopu lahko ogromne.

Primerjali so tudi meritve, izvršene na Quantimetu z gravimetričnim določevanjem količine karbidov po elektrokemični izolaciji.⁸⁰ Srednje vrednosti za 20 meritve kažejo v splošnem nekoliko nižje vrednosti, kot jih dobimo pri tehtanju izoli-

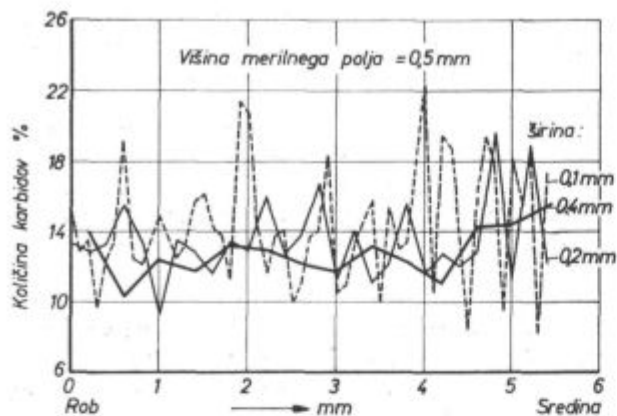
ranih karbidov. Pri tem je mogoče, da najmanjši delci, ki so se še izolirali, optično v danem primeru niso bili detektirani, ker je meja ločljivosti mikroskopa pri izbrani 5100-kratni povečavi na TV zaslonu približno pri 0,5 μm .

Upoštevati moramo tudi, da Quantimet določa deleže ploščin, pri izolaciji pa določamo utežni delež, pri čemer že v osnovi nastopajo odstopanja, ker se merjene faze v odnosu na osnovno matico znatno razlikujejo po specifični teži. Te razlike bi lahko služile za določanje specifične teže, če bi razlika med ploščinskim in utežnim deležem ležala izven meje napak merilnega postopka. Nadaljnji pridržek, ki ga moramo upoštevati, je tudi v tem, da nastopa samo ena karbidna faza, ali pa je količinsko razmerje pri več nastopajočih fazah poznano. Na osnovi obsežnejših meritev v območjih različnih deležev karbidov se je izkazala upravičena trditev,⁸⁰ da je količina karbidov, določena na Quantimetu, toliko manjša od količine, določene z elektrokemično izolacijo, kolikor je večji delež karbidov tipa M_3C . S tem je potrjeno, da ima ta karbidna faza znatno večjo specifično težo od osnovne mase. Merilne točke za preizkušance s pretežnim deležem karbidov tipa M_3C , $M_{23}C_6$ in M_7C_3 so kazale mnogo boljše sovpadanje obeh meritev.

Zanimive so izkušnje pri preiskavah trakavosti ledeburitnega orodnega jekla z 2 % C in 12 % Cr, ki jih je izvajal Rose⁸⁰ s sodelavci pri razmeroma zelo majhni 580-kratni povečavi na TV zaslonu z meritvami prečno na smer karbidne trakavosti. Pri tej povečavi so upoštevani samo večji, trakavo razporejeni karbidi s premerom nad ca. 5 μm , medtem ko vsi finejši karbidi, ki so enakomerno porazdeljeni v osnovi, sploh niso detektirani. Pri takih preiskavah je za prikaz lokalne porazdelitve zelo pomembna uskladitev velikosti merilnega polja z značilno razporeditvijo trakov.

Slika 33 kaže primerjavo »profila« trakavosti karbidov za tri različne dimenzije merilnega polja. Višina polja v smeri trakov je bila enotna, 0,5 mm v naravni velikosti.

Sirina merilnega polja prečno na smer trakov pa je bila 0,1 — 0,2 — 0,4 mm v naravni velikosti. Merilno polje so diskontinuirno pomikali vsakokrat za polovico širine od roba do sredine preizkušanca in rezultate meritev vnašali v diagram. Z razširitvijo merilnega polja se nihanje »deleža karbidov na merilni ploskvi« postopoma izgublja zaradi približevanja povprečnemu nivoju količine karbidov. S tem pa izgubimo sliko trakavosti, ki smo jo želeli s preiskavo ugotoviti in prikazati. V tem primeru je širina merilnega polja 0,1 mm najbolj ustrezala za prikazovanje nihanja v vsebnosti karbidov zaradi trakaste razporeditve. Če primerjamo te dimenzije merilnega polja s tipičnimi slikami mikrostruktur in merilom na sliki 31, so te ugotovitve povsem razumljive. Za raziskave trakavosti naj bo širina merilnega polja približno enaka povprečni širini karbidnih trakov, kar lahko pred serijskimi meritvami ugotovimo.



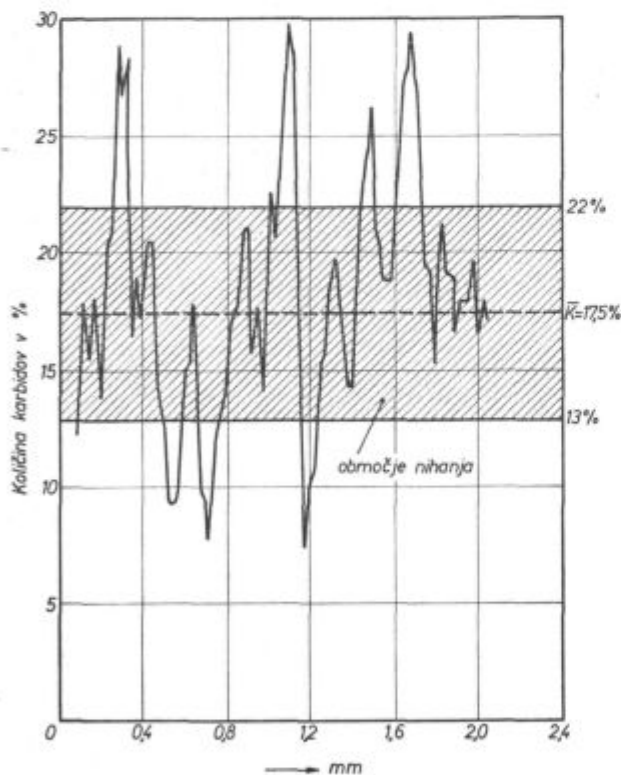
Slika 33

Profil trakavosti v kovani palici ledeburitnega orodnega jekla z 2 % C in 12 % Cr v odvisnosti od izbrane velikosti merilnega polja

Fig. 33

Band structure profile in a forged rod of ledeburite tool steel with 2 % C and 12 % Cr depending on the chosen size of test area

Pri kontinuirnem merjenju so izbrali kvadratno merilno polje $0,1 \times 0,1 \text{ mm}^2$, da ne bi dajali pri meritvi prednosti določeni smeri.



Slika 34

Del profila trakavosti kovane palice kv. 25 mm iz ledeburitnega orodnega jekla z 2 % C in 12 % Cr, registriranega s kontinuirnim merjenjem⁶⁶

Fig. 34

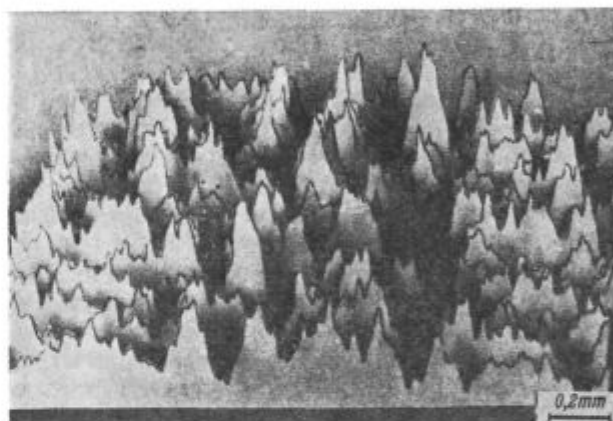
Part of the band structure profile in the forged 25 × 25 mm rod of ledeburite tool steel with 2 % C and 12 % Cr registered by continuous measurement⁶⁶

Slika 34 prikazuje del profila trakavosti v območju četrtine premera kovane palice kv. 25 mm orodnega jekla z 2 % C in 12 % Cr.

Ugotovljene količine karbidov nihajo celo med 8 in 30 %. Območja velikih nihanj se menjajo z območji majhnih nihanj. Pregled nad porazdelitvijo karbidov v ploskvi nazorno podaja prikaz registriranja za 19 paralelnih poti pomikanja merilnih polj na sliki 35.

Če želimo rezultate meritev porazdelitve karbidov povezati s kakršnimikoli uporabnimi lastnostmi jekla, moramo iz registriranih krivulj dobiti neko številko kot karakteristično mero.

Na sliki 34 je s šrafiranim območjem podan predlog, kako naj bi označevali karakteristično stopnjo neenakomernosti. Rose⁸⁰ je predlagal za določitev območja normalnih nihanj količine karbidov izračun zgornje in spodnje meje z izrazom



Slika 35

Primer lokalne porazdelitve količine karbidov v orodnem jeklu z 2 % C in 12 % Cr, na katerem višina reliefa ustreza količini karbidov.

Fig. 35

Example of local distribution of carbides in tool steel with 2 % C and 12 % Cr where height of relief corresponds to the amount of carbides

$$\bar{K} \pm (0,125 \cdot \bar{K} + 2,35),$$

pri čemer pomeni \bar{K} izračunano srednjo vrednost količine karbidov.

V tem območju naj bi nihanja pomembno ne vplivala na uporabne lastnosti jekla. Odstopanja iz tega območja vrednotimo po višini, širini in pogostosti. Ko so taka vrednotenja primerjali z ocenami po primerjalnih tabelah, ni bilo mogoče ugotoviti pričakovane povezave. Upravičeno se vzbujajo dvomi v zvezi z reprezentativnostjo ocen po primerjalnih tabelah.⁷⁷

Ta način označevanja karakteristične stopnje neenakomernosti še ni širše osvojen in tudi predlagani kriteriji niso potrjeni s praktičnimi poizkusi ali izkušnjami. Ko bo način vrednotenja utemeljen in sprejet, ne bo težko te kriterije uporabiti tako, da bomo dobili značilne vrednosti neposredno v izpisu rezultatov avtomatskega merjenja in vrednotenja poizkusov.

Vrednost \bar{K} bi služila tudi karakteriziranju vrste jekla, stopnje predelave in stanja toplotne obdelave.

Pregled uporabljenih metod pri lastnih preiskavah

Pri meritvah količine posameznih faz na novem aparatu Quantimet 720 Imanco se levo nad zgornjim robom merilnega polja v enakih časovnih presledkih prikazujejo številke, ki podajajo število detektiranih slikovnih točk na merilnem polju.

Pri ročnem izvajanju meritev za vsako merilno polje zapišemo približno srednjo vrednost vsaj petih odčitkov, pri čemer obenem tudi kontroliramo trošenje številčnih vrednosti za merilno polje.

Pri velikem številu meritev lahko z zadovoljivo natančnostjo enačimo izmerjeni ploščinski delež karbidne faze v mikrostrukturi z volumskim deležem karbidov v jeklu.

Pri ugotavljanju količine karbidov v jeklu ne smemo pozabiti razlik med specifično težo karbidov in osnovne mase kakor tudi dejstva, da karbidov pod določeno velikostjo, ki je odvisna od pogojev metalografskih meritev, na Quantimetu sploh ne detektiramo. Finih karbidov pa je v jeklu relativno veliko in celo želimo, da bi jih bilo čimveč.

Na osnovi serije predpoizkusov smo za meritve količine karbidov izbrali več različnih variant metodike z namenom, da bi ugotovili vplive pogojev meritve na rezultate in za nadaljnji program raziskovalne naloge optimalne pogoje meritev standardizirali. Le tako bi bilo mogoče ugotavljati vplive predelovalnih pogojev in pogojev toplotne

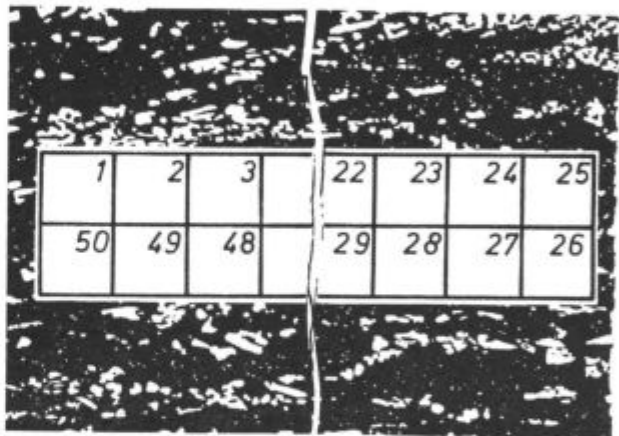
obdelave na količino karbidov ter te ugotovitve za različne vrste jekel neposredno primerjati. V nadaljnjem navajamo pogoje meritev za posamezne variante, ki jih kasneje pri rezultatih omenjamo. Po zbranih izkušnjah, opravljenih izračunih in v skladu s podatki v literaturi moramo pri praktičnih meritvah upoštevati omejitve za sposobnost detekcije najmanjših delcev (karbidov) v odvisnosti od povečave. Te omejitve podaja slika 36.

Značilnosti 1. variante:

— Normalno merilno polje na TV ekranu velikosti $570 \times 460 = 262.200$ slikovnih točk.

— Objektiv $40\times$, okular $5\times$ (po oceni pri teh pogojih karbidov velikosti pod 4 slikovne točke ne detektiramo!).

— Skupno število merilnih polj je 50 v smeri karbidne trakavosti. V eni smeri nanizamo z ročnim pomikom mikroskopske mizice 25 merilnih polj, nato pa premaknemo sliko po višini za eno polje in v nasprotni smeri nanizamo naslednjih 25 merilnih polj.



Slika 37
Shema 1. variante meritev
Fig. 37

Scheme of the 1st variant of measurements

— Velikost merilne ploskve je: $25 \times 570 \times 2 \times 460 = 13.110.000$ slikovnih točk.

— Naravna velikost merilne ploskve je $1,63 \text{ mm} \times 0,105 \text{ mm} = 0,17 \text{ mm}^2$.

— Povečava na TV ekranu je $2600\times$.

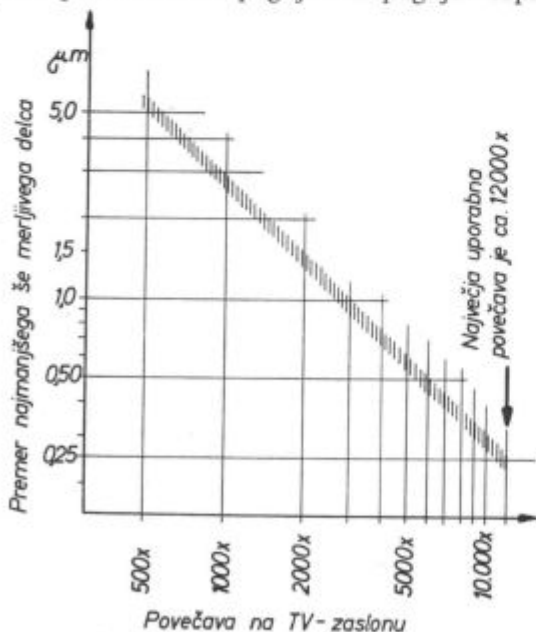
— Za vsako merilno polje upoštevamo približno srednjo vrednost vsaj petih odčitkov. Tako je ob upoštevanju 50 merilnih polj število odčitkov najmanj 250, kar vsekakor predstavlja reprezentančni podatek.

— Primer rezultatov ene takih meritev prikazuje slika 43.

Značilnosti 2. variante:

— Normalno merilno polje na TV ekranu velikosti $570 \times 460 = 262.200$ slikovnih točk.

— Objektiv $40\times$, okular $5\times$ (po oceni pri teh pogojih karbidov velikosti pod 4 slikovne točke ne detektiramo!).



Slika 36

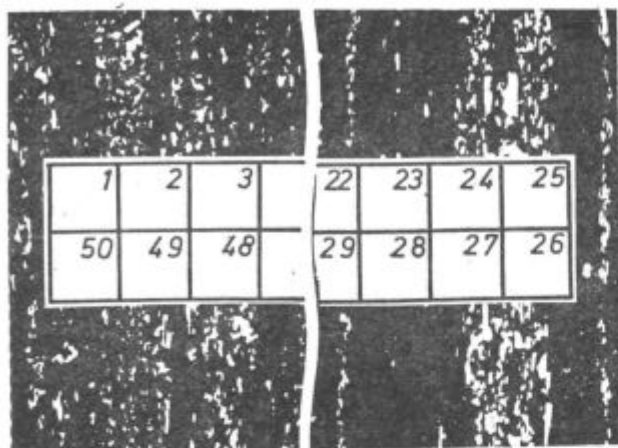
Velikost najmanjših še merljivih delcev v odvisnosti od povečave

Fig. 36

Size of the smallest measurable particles depending on the magnification



— Skupno število merilnih polj je 50 prečno na smer karbidne trakavosti. Merilna polja nanizamo 25 v eno smer in 25 poleg njih v nasprotno smer.



Slika 38

Shema 2. variante meritev

Fig. 38

Scheme of the 2nd variant of measurements

— Velikost merilne ploskve je $25 \times 570 \times 2 \times 460 = 13,110.000$ slikovnih točk.

— Naravna velikost merilne ploskve je $1,63 \text{ mm} \times 0,105 \text{ mm} = 0,17 \text{ mm}^2$.

— Povečava na TV ekranu je $2600\times$.

Za vsako merilno polje upoštevamo približno srednjo vrednost vsaj petih odčitkov, kar predstavlja pri 50 merilnih poljih 250 odčitkov.

— Primer rezultatov ene takih meritev prikazuje slika 44.

Značilnosti 3. variante:

Pri tej varianti dobimo poleg podatkov o količini karbidov tudi dobro predstavbo profila gostote karbidnih trakov (po količini karbidov na merilnih poljih, ki ležijo drug poleg drugega).

Za meritve izberemo naslednje pogoje:

— majhno pokončno merilno polje na TV ekranu velikosti $140 \times 460 = 64.400$ slikovnih točk;

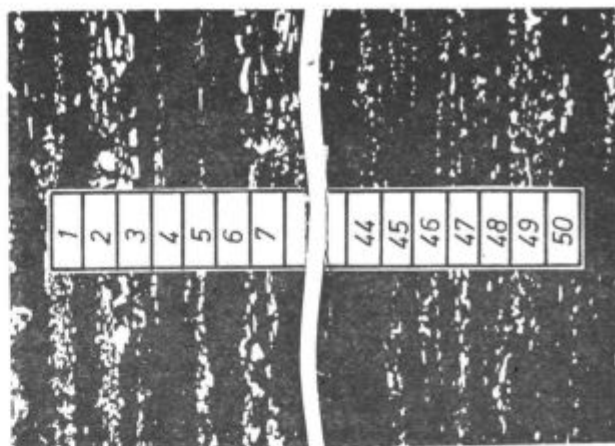
— objektiv $40\times$, okular $5\times$ (po oceni pri teh pogojih karbidov velikosti pod 4 slikovne točke ne detektiramo);

— skupno število merilnih polj je 50 prečno na smer karbidnih trakov. Ker želimo ugotoviti profil karbidnih trakov, nanizamo merilna polja samo v eni smeri.

— Velikost merilne ploskve je $50 \times 140 \times 460 = 3,220.000$ slikovnih točk.

— Naravna velikost merilne ploskve je $0,8 \times 0,052 = 0,042 \text{ mm}^2$.

— Povečava na TV ekranu je $2600\times$.



Slika 39

Shema 3. variante meritev

Fig. 39

Scheme of the 3rd variant of measurements

Za vsako merilno polje upoštevamo približno srednjo vrednost vsaj petih odčitkov, kar predstavlja pri 50 poljih 250 odčitkov.

— Primer rezultatov ene takih meritev prikazuje slika 45.

Ta 3. varianta z nizanjem ožjih polj prečno na smer karbidnih trakov je posebno primerna za ugotavljanje karbidne trakavosti. Posnemanje profila gostote karbidnih trakov se lahko izvaja s pomočjo računalniškega programa, pri čemer računalnik vodi celotno meritev, povezan z x-y pisalom pa tudi grafično prikaže profil gostote karbidnih trakov. Izbira formata merilnega polja je pri tem izredno pomembna in odločilna za uporabnost meritve.

Značilnosti 4. variante:

— Vsi pogoji so enaki kot pri 1. varianti, le da je povečava večja:

— objektiv $100\times$,

— okular $5\times$,

— povečava na TV ekranu $6262\times$.

Zaradi večje povečave je priporočljivo povečanje števila merilnih polj.

Značilnosti 5. in 6. variante:

Kot 5. varianto smo uporabili kontinuirno avtomatsko meritev ploskovnega deleža karbidov z avtomatičnim pomikom mizice mikroskopa po programu računalnika PDP-9 na MPI — Düsseldorf za »6 polj«. Število polj lahko v programu izberemo po želji.

Kot 6. varianto smo opravili meritve za »2 polji«.

Značilnosti 7. variante:

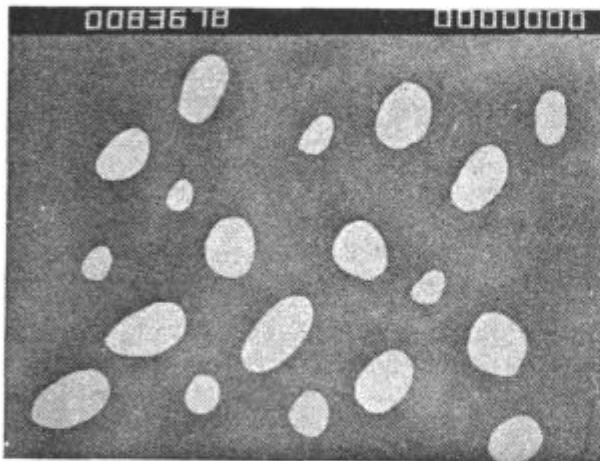
Za ilustracijo smo opravili tudi avtomatično snemanje porazdelitvene krivulje na MPI Düsseldorf, ker pa so v času meritev program izpopol-

njevali in adaptirali za uporabo na novem Quantimet 720, teh meritev nismo izvajali v širšem obsegu, zato značilnosti 7. variante ne opisujemo podrobneje.

Dokumentacija meritev in sistem obdelave podatkov v Železarni Ravne

Ceprav obstajajo na MPI — Düsseldorf, kjer smo vse meritve izvršili, programi in vsa potrebna oprema za avtomatično izvedbo meritev, smo se, upoštevajoč svoje sedanje in bližnje možnosti, omejili na ročno registriranje meritev, ki pa dovoljujejo nadaljnjo računalniško obdelavo po programih, ki so nam na razpolago.

Vse posamezne meritve smo v obliki neposrednih odčitkov števila slikovnih točk iz števca nad merilnim poljem na TV zaslonu (slika 40) vpisovali neposredno v »zbirne liste podatkov«, kakršne v AOP Železarne Ravne uporabljamo za vhodne podatke pri matematično statističnih analizah.



Slika 40

Števec slikovnih točk nad merilnim poljem na TV zaslonu

Fig. 40

Counter of points above the test area on TV screen

Na ta način smo te originalne podatke meritev lahko uporabili za statistične analize porazdelitev, regresij in primerjav serij, kakor tudi za statistične kontrolne karte. Posebno uporabna sta se na tem področju izvedenosti kvantitativnih metalografskih analiz izkazala razpoložljiva programa za analizo porazdelitve in statistične kontrolne karte x-R, ki vključujeta tudi grafični prikaz (glej slike 41—42).

Rezultati meritev in statističnih analiz

Rezultate meritev in statistične parametre porazdelitev ploščinskih deležev karbidov podaja naslednja tabela 3, pri čemer so zanimive predvsem primerjave rezultatov, dobljenih po različnih variantah meritev pri istih preizkušancih in med različnimi vrstami jekel ob enakih pogojih meritev.

ZELEZARNA RAVNE - AOP OZNAKA MSP/II DATUM: 20. 9. 74 STRAN: 6

OBDELAVA: 1594 ANALIZA PORAZDELITVE MONTIČI: A

OBDELAVA ZA: RAZISKAVE LEDEBURITNIH JEKEL

VRSTA MERITVE: KOLIČINA KARBIDOV (E) KOD: 15262

ŠTEVILN PODATKOV N = 40

SREDNJA VREDNOST $\bar{x} = 6,72$

STANDARDE POKLON S = 1,5122

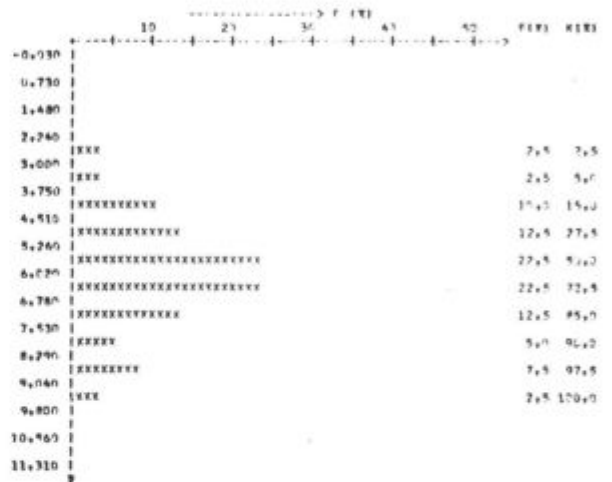
KOEFICIENT VARIACIJE V = 22,17 %

SPONJNA MEJA $\bar{x} - 3 \cdot S = 1,682$ $\bar{x} + 3 \cdot S = 11,758$

PGORNJA MEJA $\bar{x} + 3 \cdot S = 11,758$ $\bar{x} - 3 \cdot S = 1,682$

VSE VREDNOSTI SO V MEJAH $\bar{x} \pm 3S$

PORAZDELITVA JE NORMALNA GAUSSOVA



Slika 41

Primer protokola rezultatov analize porazdelitve

Fig. 41

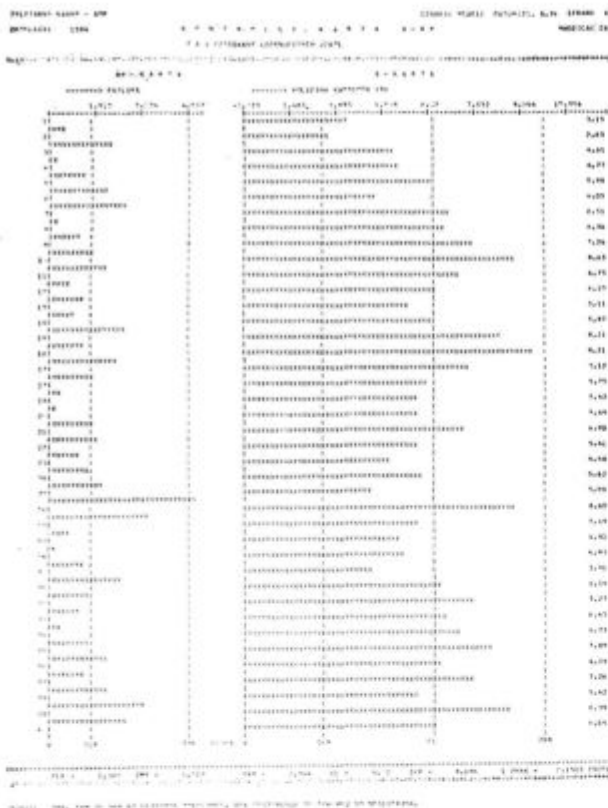
Example of the record of the results of the distribution analysis

Ugotovljene količinske deleže karbidov so v glavnem potrdile tudi paralelne meritve na istih vzorcih v laboratorijih VEB Edelmetallwerk »8. Mai 1945« Freital NDR v oktobru 1974.

S posebnimi meritvami velikosti karbidov smo lahko utemeljili, da so ugotovljeni količinski deleži zato tako majhni, ker je velika količina karbidov pod še merljivo velikostjo pri pogojih izvršenih meritev.

Primerjavo treh variant meritev količine karbidov na enem preizkušancu prikazujejo slike 43 do 45.

Pri 1. varianti (slika 43) na vzdolžnem obrusu nizamo merilna polja v vzdolžni smeri. Slabost pri tem je, da lahko vsa polja ali pa veliko število polj zaporedoma leži v traku velike koncentracije karbidov ali pa nasprotno v območju minimalne koncentracije karbidnih izcej. Na sliki vidimo primer, ki je lahko pogost, da je bilo prvih 13 polj v območju močnejšega traku karbidov s krajšo prekinitvijo od 7. do 9. polja, nato pa je karbidni trak končan in naslednja serija meritev ima bistveno manjši delež karbidov. Razlike med sosednjimi polji so razmeroma majhne, v celotnem območju meritev pa opazamo velike spremembe nivojev, ki povzro-

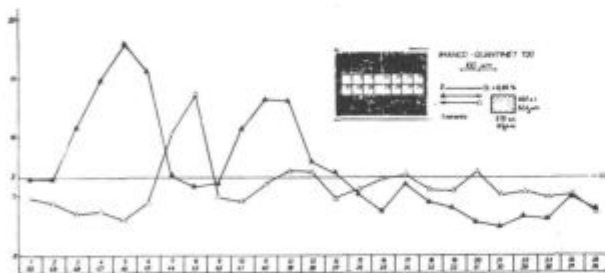


Slika 42

Primer protokola kontrolne karte

Fig. 42

Example of the record on the control card



Slika 43

Primer rezultatov meritve količine in razporeditve karbidov v vzorcu K 49 z 1,5 % C in 12 % Cr po 1. varianti. Kontrolna karta »NI V STATISTIČNI KONTROLI« ZKM = 11,4 %, SKM = 1,9 %

Fig. 43

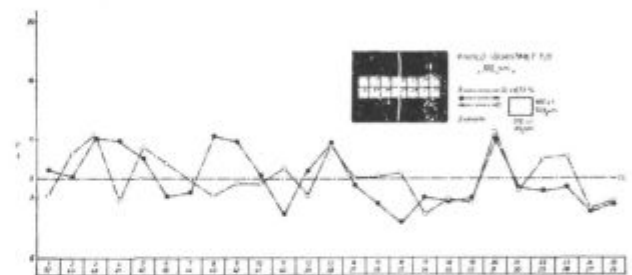
Example of results of measuring the quantity and the distribution of carbides in the K 49 sample with 1.5 % C and 12 % Cr by the 1st variant. Control card »Not in the statistical control« ZKM = 11.4 %, SKM = 1.9 %

čajo situacijo »izven statistične kontrole«. V statistični kontrolni karti so zaradi manjšega povprečnega razpona kontrolne meje razmeroma ozke, kar pa zaradi sprememb nivoja povzroča veliko število meritev izven statističnih kontrolnih mej.

Ta metoda z vzdolžnim nizanjem merilnih polj ni priporočljiva niti za ugotavljanje ploščinskega deleža, še manj pa za spoznavanje profila koncentracij karbidnih izcejev.

Značilno je veliko nihanje ugotovljenih ploščinskih deležev karbidov in razmeroma majhne razlike med sosednjimi meritvami, kar vnaša v rezultat precejšnje sistematične napake. Napake so toliko manjše, kolikor so karbidi enakomerneje porazdeljeni. Pri velikih presekih in velikih izhodnih formatih ingotov pa so včasih karbidne izceje tako grobe, da bi lahko dobili s takimi meritvami povsem neuporabne rezultate.

Za zadovoljivo uporabnost rezultatov bi morali opraviti precej večje število meritev, predvsem pa je treba pri vzdolžnem nizanju merilnih polj povečati število paralelnih poti, tako da zajamemo dovolj veliko celotno merilno ploskev preko večjega števila paralelnih karbidnih trakov. To pa zahteva brezpogojno avtomatski pomik in računalniško vrednotenje meritev, saj potrebujemo pri ročnem premikanju obrusa in pri zapisovanju števila slikovnih točk pri vsakem merilnem področju za pregled in izrednotenje meritev pri 50 merilnih poljih približno 30–60 minut za en metalografski obrus.

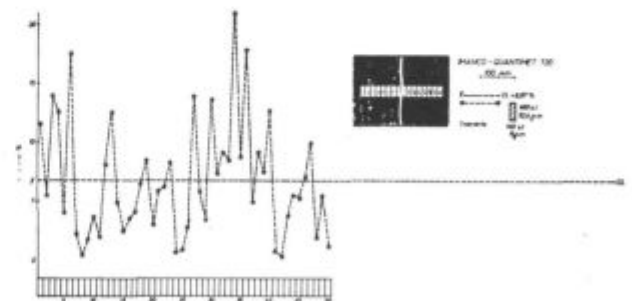


Slika 44

Primer rezultatov meritve količine in razporeditve karbidov v vzorcu K 49 z 1,5 % C in 12 % Cr po 2. varianti. Kontrolna karta »JE V STATISTIČNI KONTROLI« ZKM = 12,4 %, SKM = 1,1 %

Fig. 44

Example of results of measuring the quantity and the distribution of carbides in the K 49 sample with 1.5 % C and 12 % Cr by the 2nd variant. Control card »In the statistical control« ZKM = 12.4 %, SKM = 1.1 %.



Slika 45

Primer rezultatov meritve količine in razporeditve karbidov v vzorcu K 49 z 1,5 % C in 12 % Cr po 3. varianti. Kontrolna karta »NI V STATISTIČNI KONTROLI« ZKM = 20,2 %, SKM = 0 %

Fig. 45

Example of results of measuring the quantity and the distribution of carbides in the K 49 sample with 1.5 % C and 12 % Cr by the 3rd variant. Control card »Not in the statistical control« ZKM = 20.2 %, SKM = 0 %.

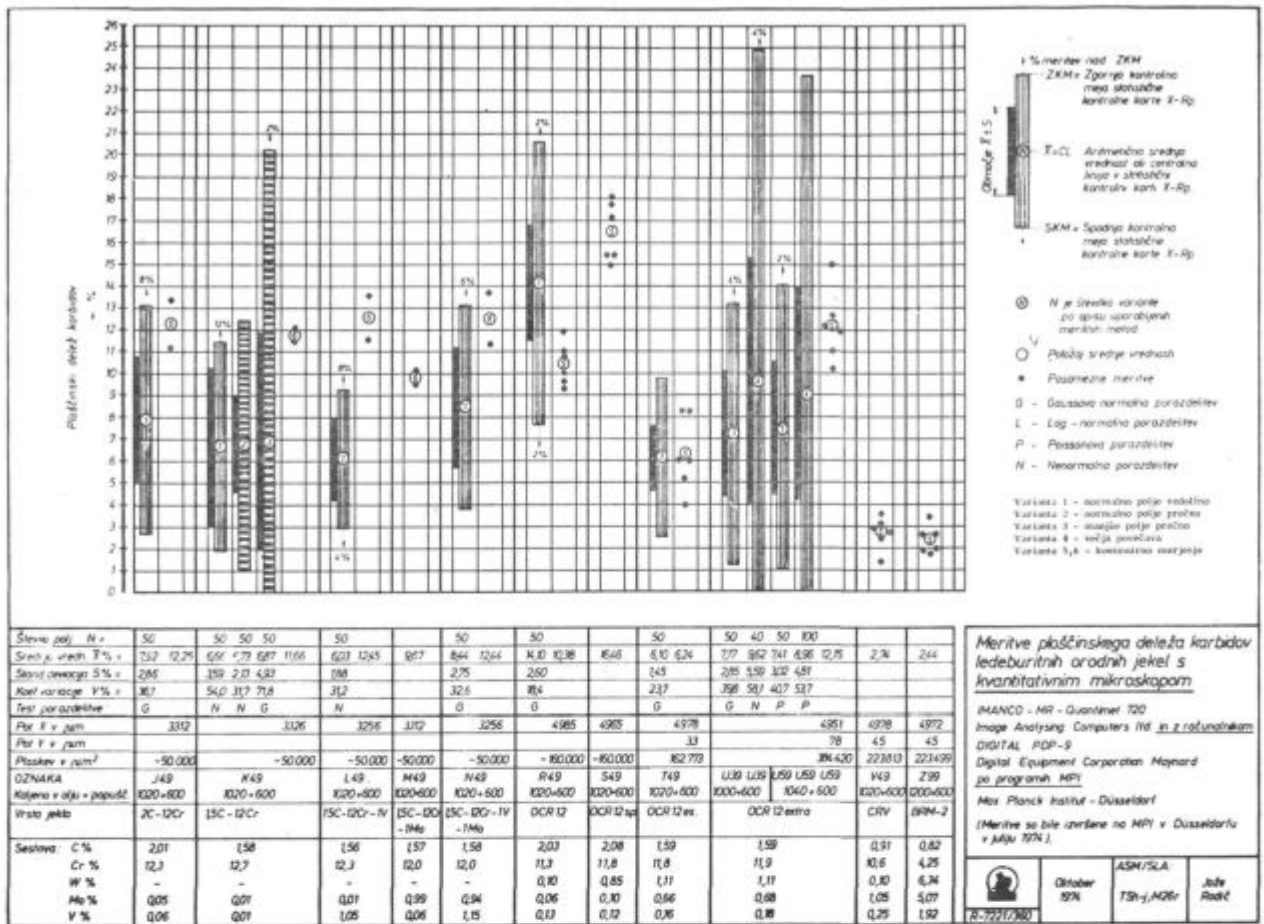


Tabela 3
Dokumentacija meritev z grafikonom

Table 3
Graph record of measurements

Statistična analiza je potrdila, da je 2. varianta (slika 44) precej zanesljivejša. S kontrolno karto lahko prikazemo nazorno tudi profil karbidne trakovosti, in če obdelamo zadostno število merilnih polj, lahko dokaj natančno izrazimo povprečno širino karbidnih trakov in njihovo povprečno medsebojno oddaljenost, kar je pomembno kakovostno merilo za medsebojne primerjave.

Če si ogledamo karbidne trakove, skoraj nima pravega pomena meritve izvajati v dveh paralelnih poteh drugo poleg druge, ampak je bolje izvršiti daljšo pot meritev preko obrusa ali pa paralelni poti izbrati z večjo medsebojno razdaljo.

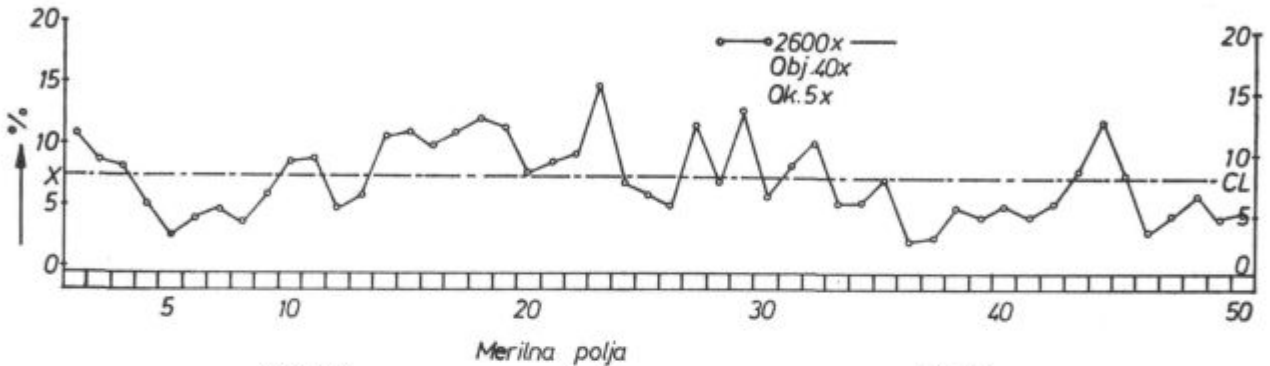
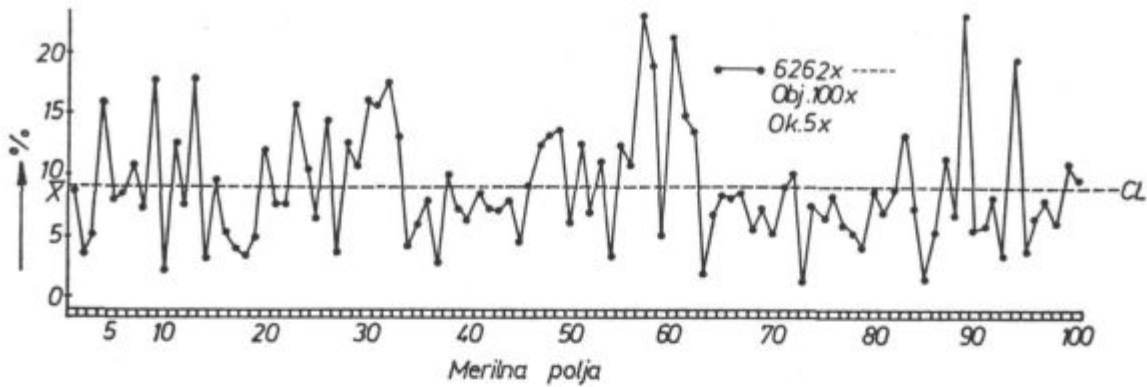
Priporočljivo je tudi položaj merilnega polja obrniti tako, da je daljša stranica paralelna s smerjo trakov, polja pa nizamo drugo poleg drugega v smeri krajše stranice merilnega polja.

Rezultati kažejo, da 3. varianta (slika 45) ni priporočljiva, ker je polje premajhno. Nihanja so zelo velika, saj nam že en sam večji karbid zavzame večji del polja, lahko pa naletimo na polje, ki je sploh brez karbidov. To jasno kaže statistična analiza. Že sama meritve je izpostavljena napakam, ker je na vsakem merilnem polju več posameznih karbidov delno izven merilne ploskve. To

daje napačno sliko predvsem pri klasifikaciji velikosti karbidov po razredih.

V okviru obstoječih možnosti brez upoštevanja polne avtomatizacije meritev je najugodnejša 2. varianta z omenjeno spremembo lege merilnega polja. Pri tem je priporočljivo izvesti vsaj 50 meritev merilnih polj v eni vrsti, kar predstavlja na obrusu naravno ploskev 2,62 mm x 0,065 mm. Pri večjih presekih je priporočljivo tako serijo meritev izvršiti na različnih mestih obrusa ali pa še na obrusih iz različnih položajev v preseku.

Na sliki 46 je nazorno prikazan vpliv izbrane povečave na ugotovljeno količino in »profil« trakovosti karbidov istega preizkušanca (U 59) jekla Č.4850 — OCR 12 VM. Na zgornjem delu slike so prikazani ploščinski deleži karbidov za 100 merilnih polj pri povečavi 6262x, na spodnjem delu slike pa pri povečavi 2600x. Razumljivo je zaradi detekcije finejših karbidov pri večji povečavi ugotovljena količina znatno večja. Spremembe koncentracije karbidov v trakovih, t. i. »profil trakovosti«, je bolj primerno prikazan pri manjši povečavi. Ti dve sliki predstavljata x — statistično kontrolno karto, ki nam jo nariše računalnik (glej sl. 42).



Slika 46

Vpliv povečave na določitev ploščinskega deleža in profila trakavosti karbidov v jeklu C. 4850 — OCR 12 VM

Fig. 46

Influence of magnification on the determination of area portion and on the band structure profile of carbides in steel C. 4850 — OCR 12 VM

Za karakteriziranje trakavosti bi lahko neposredno v kontrolno karto vrisali kriterije po Roseju, kakršne podaja slika 34. Seveda bi bilo za zanesljivo karakteriziranje trakavosti potrebno znatno večje število merilnih polj, za kar pa je že skoraj nujno potrebna avtomatizacija meritve.

Meritve pri različnih povečavah so jasno pokazale, kolikšen je vpliv povečave na ugotovljeno količino karbidov. Razumljivo je, da moramo za medsebojne primerjave to upoštevati in ne smemo nikoli ugotovljenih količinskih deležev absolutno upoštevati. Razmeroma majhne vsebnosti karbidov so bile v splošnem pojasnjene z veliko količino finih karbidov. Nepojasnjene pa so zaenkrat ostale razlike med količinami pri nekontinuirnih in kontinuirnih meritvah. Verjetno gre največji delež teh razlik pripisati pomanjkljivi tehniki jedkanja in različnim nastavitvenim vrednostim. To pa nas opozarja na veliko previdnost pri ocenjevanju rezultatov in na potrebo po izpopolnitvi eksperimentalne tehnike na tem zanimivem in obetajočem področju.

PORAZDELITEV VELIKOSTI KARBIDOV

Dosedanje publicirane izkušnje

Pomembno merilo pri določevanju uporabnih lastnosti orodnih jekel vsekakor predstavlja porazdelitev velikosti karbidov. Obstojnost orodij po

dosedanjih izkušnjah ni toliko odvisna od trdote martenzitne osnovne mase, ampak mnogo bolj od količine in prostorske porazdelitve velikosti karbidov. Medsebojna zveza doslej ni natančno poznana, ker je pogojena z meritvijo porazdelitve velikosti karbidov. Doslej poznani postopki za take meritve so bili ali preveč nezanesljivi pri sprejemljivi izvedbi ali pa so po izvedbi in obsegu preveč zahtevni. Zato tudi ni mogoče neposredno odgovoriti na vprašanje, če lahko porazdelitev velikosti bolj kot doslej prilagodimo namenu uporabe s pomočjo toplotne obdelave, s katero bi spremenili delno ali popolno raztapljanje in izločanje karbidov.

Meritve velikosti karbidov in njihove porazdelitve so pri klasični metalografski tehniki zelo zamudne in problematične za izvedbo v širšem obsegu. Zato so večinoma omejene na manj obsežne raziskovalne naloge.

V Železarni Ravne smo razvili metodo za rutinske preiskave z določanjem velikosti karbidov, ki se že več let uspešno uporablja v redni kontroli brzoreznih in ledeburitnih orodnih jekel. Metodo smo podrobneje opisali v Železarskem zborniku¹²⁹. Seveda ta metoda ne predstavlja analize porazdelitve velikosti karbidov, ampak podaja le karakteristično povprečno velikost največjih karbidov v vzorcu jekla.

Obsežnejše raziskave s statističnimi analizami odvisnosti mehanskih in tehnoloških lastnosti

ter drugih metalografskih karakteristik brzoreznih jekel od velikosti karbidov so zelo nazorno pokazale, kako pomemben vplivni faktor je pri brzoreznih jeklih porazdelitev velikosti karbidov^{130,131}. Prav gotovo lahko to trdimo tudi za vsa ledeburitna orodna jekla z visoko vsebnostjo ogljika in kroma, pri katerih pa je to področje še mnogo bolj neraziskano.

Z novimi avtomatskimi instrumenti na področju kvantitativne mikroskopije je merjenje porazdelitve velikosti karbidov zelo lahko izvedljivo, posebno če se delci približujejo krogličasti obliki⁷⁷.

Razni avtorji so ugotovili,⁸¹ da porazdelitev karbidov v jeklu ustreza Gaussovi normalni porazdelitvi z logaritmčno razdelitvijo x osi. Če to velja, lahko ob primernem nanašanju porazdelitvene funkcije dobimo premico, tako da bi bilo za porazdelitev karbidov potrebno določiti samo še dve merilni točki. Ugotovitve navedenih avtorjev pa so osnovane prav zaradi zahtevnosti meritev na premajhnem številu meritev, tako da splošno veljavni zaključki o vrsti porazdelitvene funkcije niso dovolj zanesljivi.

Kvantitativni TV mikroskop omogoča brez večjih težav obsežne analize porazdelitve velikosti. Aparat deluje po principu linearne analize in obtipa 300 na TV zaslonu vidnih črt v 0,02 sekunde. Ob elektronskem vrednotenju skoraj ni več mogoča primerjava možnosti s klasično, doslej uporabljano linearno analizo. Meritve so lahko podane v obliki luknjanega traku ali na kak drug način, ki omogoča zelo hitro nadaljnjo računsko obdelavo. Brez večjih težav je mogoče na osnovi izmerjenih porazdelitev izračunati dokaj zanesljivo prostorsko porazdelitev velikosti^{72,127}. Vse to omogoča, da na tehnično interesantnih preizkušancih iz teh orodnih jekel izvršimo v bodoče široke in za osnovne ugotovitve merodajne porazdelitve velikosti karbidov.

S kvantitativnim TV mikroskopom lahko poleg meritev, ki smo jih doslej spoznali, tudi preštevamo delce, ki so večji od določenega izbranega najmanjšega premera. Pri običajnih meritvah postopoma z enakimi koraki povečujemo najmanjši premer, dokler ni nobenega delca več, ki bi bil večji od postavljene minimalne velikosti. Nanašanje prešteti delcev v odvisnosti od vsakokratnega pripadajočega najmanjšega premera daje krivuljo kumulativne pogostosti za premere delcev. Če pa nanašamo spremembe števila delcev med dvema premeroma po razredih oz. intervalih pripadajočih premerov, dobimo krivuljo porazdelitve velikosti.

Za poenostavitev tega nanašanja so razvili dodatno napravo h kvantitativnemu TV mikroskopu, ki avtomatično riše krivuljo kumulativne pogostosti. Na x os dvokoordinatnega pisala je vezana napetost, ki je proporcionalna prej omenjenim minimalnim premerom. Na y os pisala pa je vezana napetost, ki kot analogna vrednost številu delcev

v merilnemu polju omogoča pri izhodu iz aparature končni prikaz. Če s sinhronskim motorjem potenciometer za nastavitev minimalnega premera kontinuirno premikamo, riše xy pisalo željeno krivuljo kumulativne pogostosti. Snemanje ene take krivulje traja približno 30 sekund⁸¹.

V mnogih primerih precej bolj želimo krivuljo porazdelitve velikosti kot pa krivuljo kumulativne pogostosti. Tudi to obliko prikaza lahko neposredno z xy pisalom narišemo, ker pač ustreza diferenciaciji krivulje kumulativne pogostosti. Z diferencialnim ojačevalom je mogoče napetost po času električno diferencirati. Casovno konstantna sprememba podanega minimalnega premera D delcev dD/dt pomeni konstantno širino intervala. Napetost, ki je analogna številu delcev, se veže po električnem diferenciranju na y os xy pisala. V tej smeri se s spremembo števila delcev s časom riše diagram. Na x os se veže napetost, ki je tako kot pri snemanju krivulj kumulativne pogostosti proporcionalna premeru delcev. S spreminjanjem minimalnega premera s pomočjo sinhronskega motorja nastaja na papirju xy pisala krivulja, ki podaja število delcev v intervalih premerov kot funkcijo premera delcev. Odklon pisala v y smeri je odvisen od velikosti intervala premerov, to pomeni od vrednosti dD/dt in s tem od hitrosti spremembe minimalnega premera. Ta mora biti za izbrano hitrost spreminjanja umerjena. Neposredno merjenje vrednosti dD/dt ni bilo mogoče z zadovoljivo natančnostjo. Zato se za nastavljen hitrost spreminjanja minimalnega premera istega mesta strukture nariše krivulja kumulativne pogostosti in krivulja porazdelitve ter se z grafičnim diferenciranjem kumulativne krivulje za določeno širino intervala registrirana krivulja porazdelitve umeri⁸¹.

Merilni postopek kaže svoje meje, če je velikost delcev na meji ločljivosti kvantitativnega TV mikroskopa ali pa če je razlika svetlosti v primerjavi z osnovno maso premajhna, tako da je detektiranje realizirano samo pri nekem delu otipavanja. V drugem primeru bo merjena vrednost manjša za delež, ki ga ni mogoče kontrolirati. S posebnoupravitvijo mikroskopa so dosegli mejo ločljivosti pri ca. $0,2 \mu\text{m}$, ki je tudi za svetlobno optične aparate običajna meja.

Sistematična napaka lahko nastopa pri meritvah razpotegnjenih delcev⁷⁷. Ti delci imajo često v sredini manjšo debelino kot na koncih. Če doseže v toku meritve nastavljeni minimalni premer vrednost, ki je večja kot premer v sredini, vendar manjša kot debelina na koncih, potem se delec razdeli v dva delčka, kar pomeni, da aparat šteje sedaj dva delca namesto enega. V takih primerih prav lahko ugotovimo na tak način v intervalu število, ki je celo do 50 % večje od dejanskega števila delcev. Čim bolj so delci sploščeni, tembolj se merjene vrednosti oddaljujejo od prave krivulje porazdelitve. Za ugotovitev take napake je možna računaska metoda.

Posebna primerjalna raziskava je pokazala, da je bila prav zaradi neustreznega kontrasta na kvantimetru v območju manjših premerov določena manjša količina karbidov v primerjavi s planimetričnim iz fotografij, posnetih z optičnim mikroskopom. Čeprav delec namreč jasno vidimo, je često kontrast za štetje preslab. Zato se moramo pri kvantitativni mikroskopiji kontrastnemu jedkanju posebej posvetiti in se ne moremo zadovoljiti s tistim načinom, ki za normalno optično mikroskopijo metalografu povsem zadošča.

Primerjalno določevanje števila delcev v posameznih razredih je pri ugotavljanju subjektivnega vpliva na meritev pokazalo⁸¹, da je treba računati z natančnostjo $\pm 10\%$.

Napake in trosenja so bila pri delcih, velikosti nad $0,8\ \mu\text{m}$, malenkostna, pri manjših pa lahko pričakujemo vse večja odstopanja.

Pri nelegiranem orodnem jeklu z $1,35\ \text{\% C}$ so v petih vrstah izvajali meritve za 20 polj in za vsako posamezno polje določali krivuljo porazdelitve — skupaj torej 100 krivulj. Izkazalo se je, da 25 krivulj v tem primeru še ne zadošča za dejansko povprečje, medtem ko je pri 100 krivuljah srednja vrednost, oz. povprečna krivulja res reprezentančna. Vendar lahko celo v tem primeru dvomimo v statistično zadovoljivost, ker krivulja še vedno kaže lokalno grbe, ki se, kakor je znano, s povečevanjem števila meritev izgajujejo. V tem primeru je eno merilno polje znašalo $0,04 \times 0,05\ \text{mm}^2$ in celotna ploskev pri 100 meritvah, torej $0,2\ \text{mm}^2$ pri meji ločljivosti $0,6\ \mu\text{m}$. Celotno število izmerjenih delcev je bilo ca. 4000.

Za zaključek teh poskusov je bila krivulja za 100 meritev prikazana v Gaussovi verjetnostni mreži z logaritmično razdelitvijo x osi. Ker ni bila tako dobljena premica, ampak nekaka S krivulja, lahko iz tega zaključimo, da porazdelitev le ni normalna, logaritmična in zato ne zadoščajo meritve v dveh točkah za določitev premice porazdelitve v verjetnostni mreži, kakor je bila v začetku izražena ideja, ki se je izkazala za nezadostno zanesljivo in neopravičeno.

Raziskave v zvezi s hitrostjo raztapljanja karbidnih delcev različnih velikosti so privedle do precejšnjih protislovij v primerjavi z dosedanjimi predstavami prevladujočega vpliva velikosti površin na pojave rasti in raztapljanja, tako da je treba na drugačen način poskušati iskati možnosti, da bomo na te pojave lahko močneje vplivali.

Raztapljanje karbidov je v splošnem določeno z difuzijo ogljika iz karbida v obdajajoči zmesni kristal. Zakonitosti difuzije glede temperature, časa in koncentracijskih gradientov se morajo pri poteku raztapljanja opazovati. Če predpostavimo, da so karbidi med seboj precej oddaljeni, tako da koncentracijski gradienti pri raztapljanju ne morejo medsebojno vplivati, bi moralo biti raztapljanje reducirano na premer, proporcionalno od-

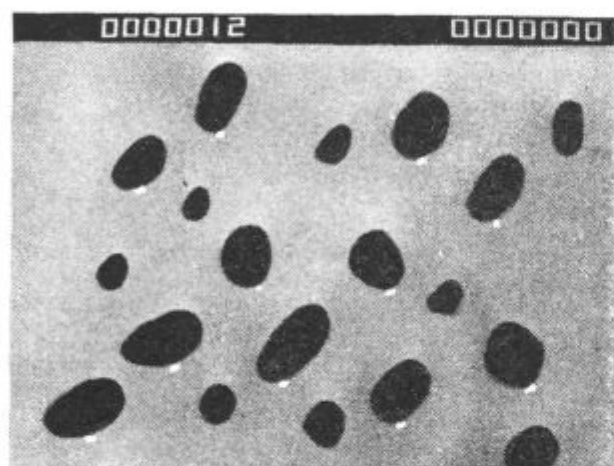
nosu površine proti volumnu. To pomeni, da mora biti za manjše karbide hitrost spreminjanja premera večja kot pri grobih karbidih. Ta zaključek pa je v nasprotju z rezultati meritev na vseh preizkušancih. Nespremenjena difuzijska hitrost torej s tega gledišča ni tista veličina, ki odloča o hitrosti. V literaturi⁸¹ najdemo ugotovitve, da velikost karbidov sama vpliva na potek difuzije. Če opazujemo sistem iz dveh karbidov različnih velikosti v enem zmesnem kristalu, potem je v neposredni okolici manjšega karbida zaradi njegove večje energije površine koncentracija nasičenosti zmesnega kristala višja kot pri velikem karbidu. Razlika v koncentraciji nasičenosti bo z naraščajočo razliko velikosti obeh karbidov vedno večja. Pri neki temperaturi, ki omogoča zadostno difuzijo, bo zaradi tega sistem poskušal te odnose izenačiti, kar pomeni, da bodo večji karbidi rasli pri konstantni temperaturi na račun manjših. Tako nastopa koagulacija.

To razmišljanje lahko razširimo tudi na pojave pri spremembah temperature. Če se temperatura sistema poviša, raste tudi v trdem stanju koncentracija nasičenosti zmesnega kristala. S povišanjem temperature sistema bo odaljenost trenutne koncentracije zmesnih kristalov od ravnotežja v bližini večjega karbida večja kot pri majhnem karbidu. Padec koncentracije med karbidom in okolico bo s tem pri večjih karbidih večji in lahko smatramo, da bodo šli ti karbidi hitreje v raztopino. Če se bo temperatura sistema znižala, se s tem zmanjša koncentracija nasičenosti zmesnega kristala. Karbidi morajo rasti. Za začetek zniževanja temperature se pojavi v bližini manjših karbidov večja razlika med koncentracijo nasičenosti in dejansko vsebnostjo zmesnih kristalov. Majhen karbid bo zato hitreje rasel kot večji. S tako predstavo lahko razumemo, da pri zvišanju temperature večji karbidi hitreje gredo v raztopino kot manjši, pri zniževanju temperature pa nasprotno naraščanje premera pri manjših karbidih hitreje poteka kot pri večjih. Če je to res, mora z večkratnim menjanjem temperature znotraj dvofaznega območja zmesni kristal — karbid manjši karbid na račun večjega rasti. To velja seveda samo, dokler ne nastopa nikakršno preoblikovanje. S serijo poizkusov je bilo to razmišljanje preizkušeno⁸¹.

Na Max Planck Institutu v Düsseldorfu so za avtomatične meritve v zvezi s porazdelitvijo velikosti karbidov razvili⁷⁴ dva programa za procesni računalnik PDP-9, vezan na kvantitativni TV mikroskop z avtomatičnim krmiljenjem poteka preizkusa. Oba programa sta izdelana v obliki dialoga, v katerem so zagotovljene vse potrebne informacije in potrebne konstante. Posebej pa je treba opozoriti, da so avtomatične meritve še prav posebno izpostavljene številnim napakam, ki jih moramo čim bolj poznati in obvladati. Zato je izkušnost metalografa — operaterja na tem področju izredno pomembna, da ne omenjamo posebej pomena kvalitetne priprave obrusov.

Opis uporabljene metode pri lastnih preiskavah

Za meritev porazdelitve velikosti karbidov smo uporabili klasificiranje velikosti karbidov po razredih; katero omogoča posebni potenciometer Quantimeta 720 po območjih števila registriranih slikovnih točk. Opravili smo večjo serijo meritev s postopnim ročnim nastavljanjem klasifikatorja in vpisovanjem registriranega števila karbidov, ki so večji od delca z nastavljenim minimalnim številom slikovnih točk. Na zaslonu so označeni vsi karbidi, ki so večji od nastavljene velikosti in števec levo zgoraj pokaže, koliko je takih karbidov v merilnem polju (glej sliko 47)).



Slika 47

Meritev porazdelitev karbidov po razredih velikosti

Fig. 47

Measurement of the carbide distribution according to the size classes.

Te meritve omogočajo zelo interesantne pri-merjave, so pa pri ročnem nastavljanju in zapisovanju precej zamudne, ker je treba vse meritve izvršiti na večjem številu merilnih mest. Ta metoda dobi pravi pomen šele z računalniškim krmiljenjem celotne meritve, registriranja in vrednotenja.

Pri naših meritvah (na MPI — Düsseldorf) smo uporabljali za klasifikacijo velikosti karbidov stopnje po številu slikovnih točk, ki so navedene v tabeli 3 za povečavo 2600 × pri uporabi objek-tiva 40 × in okularja 5 ×.

Pri povečanju stopenj po 10 slikovnih točk smo vsakokrat zapisali število karbidov, ki so bili večji od nastavljene minimalne velikosti, nato pa smo kot velikost največjega karbida zapisali še mejno velikost, pri kateri ni bilo več nobenega večjega karbida.

Na vsakem preizkušancu smo opravili celotno meritev s klasifikacijo karbidov za 20 merilnih mest.

Dokumentacija meritev in sistem obdelave podatkov v Železarni Ravne

Vse rezultate meritev smo vpisovali v zbirne liste AOP Železarne Ravne, ki predstavlja vhodno listo podatkov za vse nadaljnje matematično sta-tistične analize, ki smo jih že opisali.

Tabela 3: Uporabljene stopnje za klasifikacijo velikosti karbidov na QUANTIMET 720 IMANCO — objektiv 40 ×, okular 5 ×

Slikovnih točk	Na monitorju	Na probi
5	1,47 mm	0,57 μm
10	2,94 mm	1,14 μm
20	5,88 mm	2,28 μm
30	8,82 mm	3,42 μm
40	11,76 mm	4,56 μm
50	14,7 mm	5,7 μm
60	17,64 mm	6,8 μm
70	20,58 mm	7,98 μm
80	23,52 mm	9,12 μm
90	26,46 mm	10,26 μm
100	29,40 mm	11,40 μm
110	32,34 mm	12,54 μm
120	35,28 mm	13,68 μm

Rezultati meritev in statističnih analiz

Tabela 4 podaja pregled meritev klasifikacije velikosti karbidov v obliki števila karbidov ob postopnih omejitvah minimalnega števila slikovnih točk. Podane so aritmetične srednje vrednosti, standardne deviacije, koeficienti variacije in tipi porazdelitve.

V spodnji vrstici so podani rezultati statistične analize velikosti največjih karbidov za 20 merilnih polj. Vidimo, da od jekel na osnovi 2 % C in 12 % Cr bistveno odstopata jekli CRV (1 % C in 10 % Cr) in brzorezno jeklo tipa 6-5-2 z oznako C.7680 — BRM-2. Odstopanje teh dveh vrst jekel od ostalih je očitno tudi na sliki 48, kjer so porazdelitve velikosti karbidov iz tabele 4 grafično prikazane.

Naslednja tabela 5 podaja število in delež karbidov v odstotkih po posameznih razredih izraženih s številom slikovnih točk.

Na sliki 49 so vrste jekel razvrščene po po-prečnih velikostih največjega karbida za 20 me-ričnih polj (beli stolpci), poleg tega pa je s črnimi stolpci prikazano povprečno število karbidov, ki so večji od 5 slikovnih točk.

Tabela 4: Klasifikacija velikosti karbidov po razredih (metoda: 11. varianta — 20 polj)

Vrsta jekla	2 C- -12 Cr	1,5 C- -12 Cr	1,5 C- -12 Cr- -1 V	1,5 C- -12 Cr- -1 Mo	1,5 C- -12 Cr- -1 V- -1 Mo	OCR-12	OCR-12 spec.	OCR-12 ex.	OCR-12 ex.	OCR-12 ex.	CRV	BRM-2		
Oznake	J 49	K 49	L 49	M 49	N 49	R 49	S 49	T 49	U 39	U' 59	V 49	Z 99		
D	min 00 S.T.													
	x̄	137,5	125,0	107,4	195,8	74,6	85,1	169,3	83,1	170,4	151,6	161,4		
	S	22,10	26,46	24,50	62,59	22,5	29,9	59,97	37,45	98,7	47,56	60,98		
	V	16,07	21,17	22,82	31,97	30,17	35,13	35,42	45,06	57,9	31,4	37,8		
	Test	G	G	-	G	P	G	G	G	G	G	P		
	x̄	86,8	60,7	42,4	79,3	37,5	49,4	71,0	40,8	60,9	71,2	35,0		
	S	12,05	18,19	13,82	18,89	15,89	16,9	26,01	15,76	21,37	23,1	14,6		
	V	13,89	29,99	32,59	23,82	42,4	34,25	36,66	38,69	35,1	32,5	41,8		
	Test	G	G	-	G	G	G	G	G	G	G	G		
	x̄	38,1	27,5	18,7	33,6	23,1	26,3	34,2	22,2	27,1	30,2	10,3		
	S	13,54	11,34	8,18	10,48	9,93	7,14	8,94	6,48	9,37	10,35	5,1		
	V	35,55	41,31	43,74	31,24	42,99	27,2	26,13	29,27	34,6	34,3	49,9		
Test	G	P	-	G	G	P	G	G	G	G	G			
E	min 28 S.T.													
	x̄	16,9	8,9	7,3	9,4	8,0	11,4	14,1	8,1	10,1	11,3	2,5		
	S	8,08	5,06	3,59	4,83	3,72	4,34	4,6	2,77	4,96	5,2	1,8		
	V	47,84	57,18	49,2	51,4	46,8	38,27	32,78	34,20	49,13	46,2	74,3		
	Test	G	P	-	G	G	G	G	G	G	G	N		
	min 30 S.T.													
	x̄	7,6	3,5	3,4	3,7	3,0	5,1	7,5	3,9	4,3	5,3	0,9		
	S	4,77	2,84	1,84	2,75	2,08	2,69	3,56	1,75	2,99	3,85	0,99		
	V	62,80	81,08	54,06	74,5	69,25	52,8	47,5	45,6	70,33	73,35	116,2		
	Test	P	P	-	G	P	G	G	G	G	G	P		
	Z	min 40 S.T.												
		x̄	3,7	1,1	1,2	1,5	1,0	2,6	3,8	1,6	1,6	2,6	0,4	
S		2,30	1,23	1,13	1,26	0,89	2,14	1,93	0,89	1,43	2,35	0,59		
V		63,03	117,56	94,61	93,5	93,37	82,2	50,94	57,23	92,4	90,33	167,8		
Test		G	P	-	P	P	G	G	P	P	G	N		
A		min 50 S.T.												
		x̄	1,6	0,4	0,4	0,4	0,4	1,1	2,1	0,6	0,4	1,2	0,1	
		S	1,1	0,49	0,97	0,5	0,5	1,47	1,43	0,82	0,67	1,24	0,31	
		V	70,91	139,82	241,5	125,7	125,7	139,8	69,8	150,1	191,7	103,3	307,8	
		Test	P	N	-	N	N	N	P	N	N	P	N	
		B	min 50 S.T.											
			x̄	69,0	49,5	52,0	52,0	51,0	63,0	73,5	56,0	56,5	59,5	38,5
	S _{S.T.}		17,4	13,17	13,16	13,6	11,6	22,96	18,14	15,01	23,7	16,4	15,3	
	V %		25,28	26,60	25,3	26,2	22,8	36,45	24,69	26,8	41,9	27,5	39,8	
	Test		P	P	-	P	P	G	G	P	P	P	G	
	Mejvečji karbidi		x̄	69,0	49,5	52,0	52,0	51,0	63,0	73,5	56,0	56,5	59,5	38,5
			S _{S.T.}	17,4	13,17	13,16	13,6	11,6	22,96	18,14	15,01	23,7	16,4	15,3
V %			25,28	26,60	25,3	26,2	22,8	36,45	24,69	26,8	41,9	27,5	39,8	
Test			P	P	-	P	P	G	G	P	P	P	G	

Opomba: G - Normalna Gaussova porazdelitev
P - Poissonova porazdelitev
N - Nenormalna porazdelitev
- - Premalo podatkov za test

Zaradi napake pri najmanjših karbidih smo v naslednjem pregledu zanemarili vse karbide, manjše od 5 slikovnih točk (0,57 μm) in ugotavljali odstotke od celotnega števila karbidov, večjih od 5 slikovnih točk po razredih. Slika 50 kaže primerjavo porazdelitve karbidov za posamezne vrste jekel.

Z analizo regresije smo ugotavljali odvisnost povprečnega števila karbidov od kemijske sestave (C, Cr, W, Mo, V) in omejitve minimalnega števila slikovnih točk.

Za odvisnost $\log \bar{N}_K = f(\log S. T._{min}, Cr, W, Mo, V)$ druge stopnje smo ugotovili s statistično pomembnostjo nad 99,9 % naslednjo enačbo regresije:

$$\log \bar{N}_K = 1,096 - 0,766 \cdot (\log S. T._{min})^2 + 0,647 \% C$$

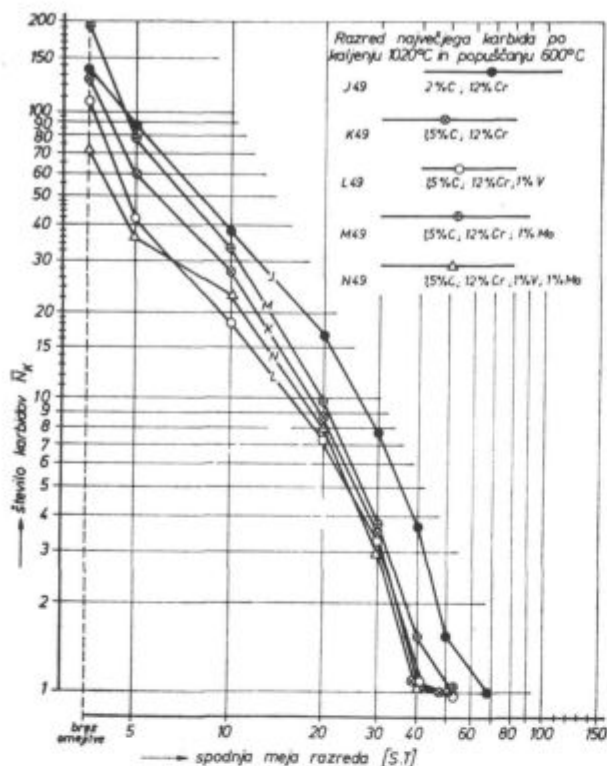
— število podatkov v eni množici $N_2 = 70$

— koeficient determinacije $R^2 = 0,95$

— koeficient multikorelacije $R = 0,975$

— standardna napaka odvisne spremenljivke

$$S_{yx} = 0,168$$



Slika 48

Porazdelitev velikosti karbidov
Preiskave: Qantimet 720 — MPI
metoda: 11. varianta
Število pregledanih polj ... 20

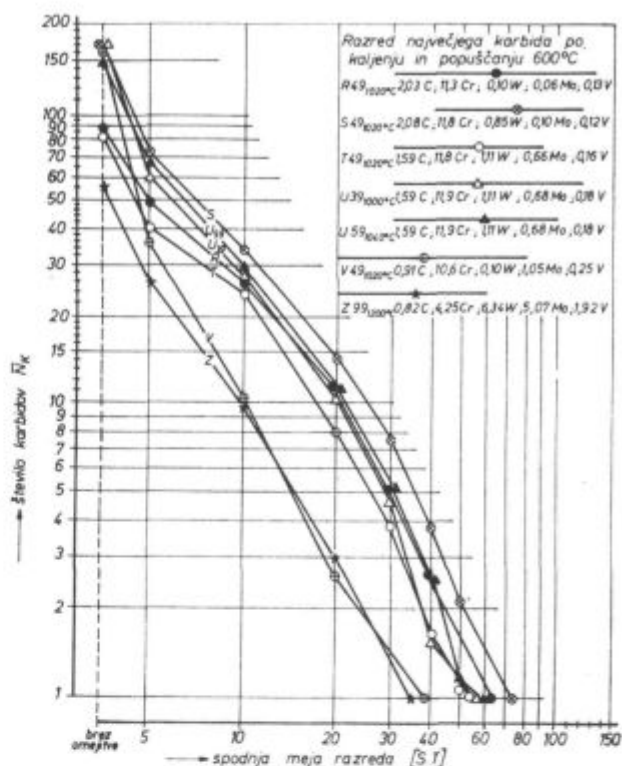
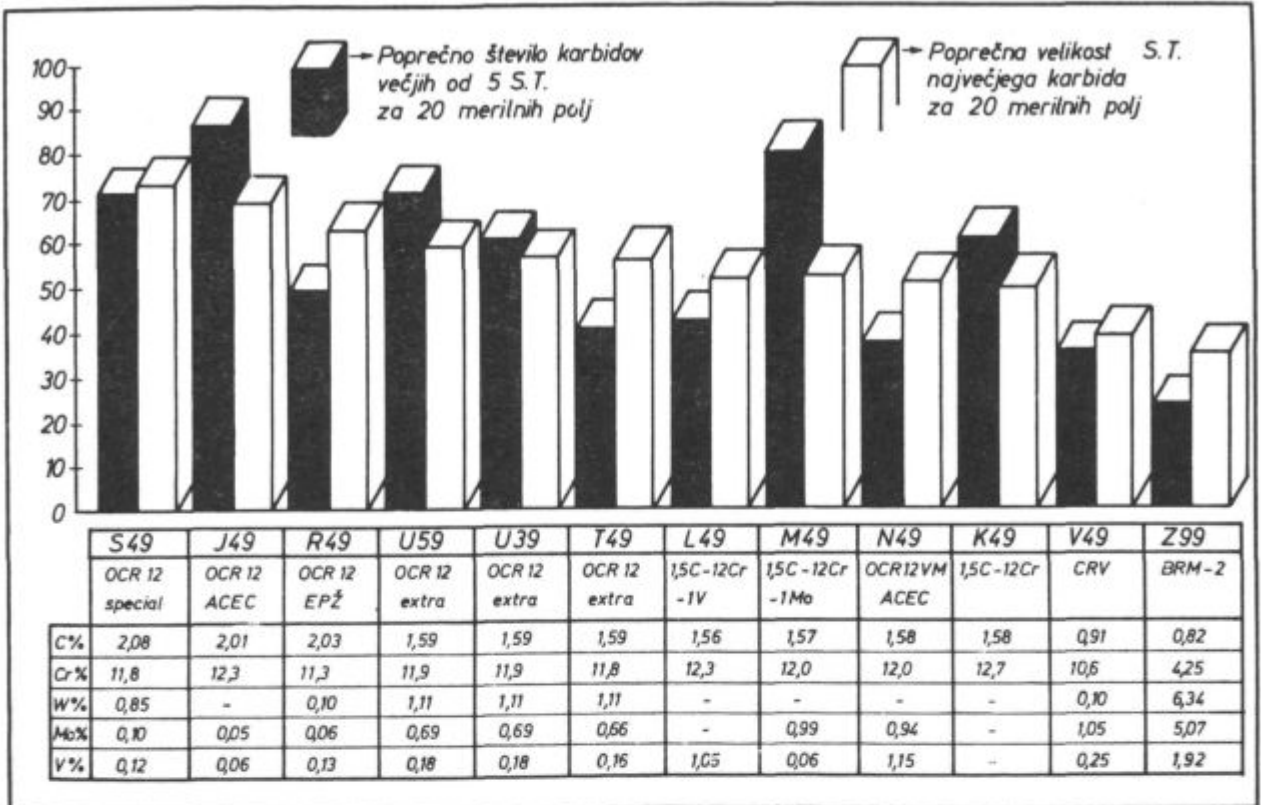


Fig. 48

Size distribution of carbides
Investigations: Qantimet 720 — MPI
method: 11th variant
Number of investigated areas 20

Tabela 5: Število in % delež karbidov po razredih (srednje vrednosti 20 polj)

ŠTEVILO KARBIDOV V RAZREDIH													
Razred	J 49 N %	K 49 N %	L 49 N %	M 49 N %	N 49 N %	R 49 N %	S 49 N %	T 49 N %	U 39 N %	U 59 N %	V 49 N %	Z 99 N %	
pod 5 s. t.	10,7	14,3	11,0	116,3	37,1	15,7	98,3	42,3	109,5	80,4	126,4	31,8	
5 - 10 s. t.	18,7	11,2	21,7	45,7	14,4	23,1	16,8	18,6	33,8	41,0	24,7	12,5	
	15,97	14,71	15,61	17,91	18,72	16,76	15,84	15,41	15,35	17,69	10,57	14,28	
10 - 20 s. t.	21,2	18,6	11,4	24,2	15,1	14,9	20,1	14,1	17,0	18,9	7,8	7,1	
	24,5	16,60	17,10	10,50	10,02	10,10	10,4	11,7	10,00	10,49	10,10	10,60	
20 - 30 s. t.	9,3	5,4	3,9	5,7	5,0	6,3	6,6	4,2	5,8	6,0	1,6	2,1	
	10,73	8,90	9,22	6,93	13,29	12,79	9,3	10,28	9,53	8,40	4,36	9,12	
30 - 40 s. t.	3,9	2,4	2,2	2,2	2,0	2,5	3,7	2,3	2,7	2,7	0,5	0,6	
	4,50	3,95	5,22	2,77	5,31	3,08	5,1	3,65	4,46	3,78	1,43	2,59	
40 - 50 s. t.	2,1	0,7	0,8	1,1	0,6	1,5	1,7	1,0	1,2	1,1	0,3	0,2	
	2,43	1,16	1,90	1,39	1,60	3,04	2,4	2,46	1,98	1,96	0,85	0,87	
nad 50 s. t.	1,6	0,4	0,4	0,4	0,4	1,1	2,1	0,6	0,4	1,2	0,1	0,1	
	1,85	0,66	0,95	0,50	1,06	2,23	2,96	1,47	0,66	1,68	0,29	0,44	
$\sum \geq 5 = 100\%$	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	

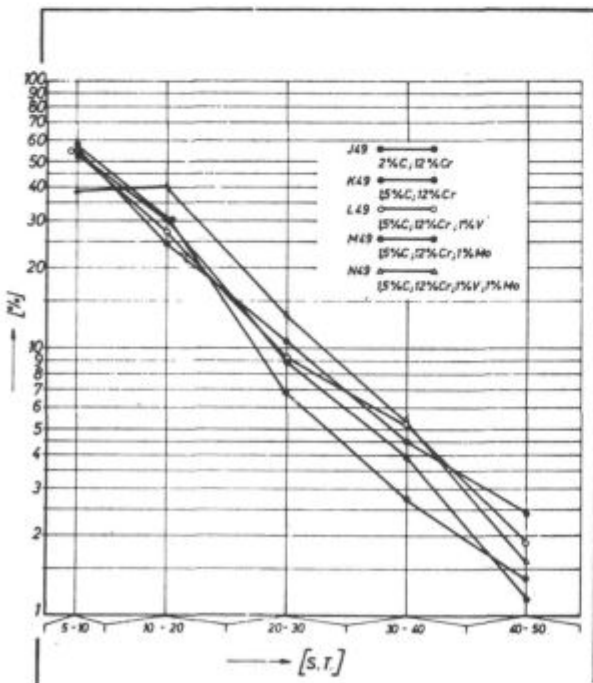


Slika 49

Število karbidov, večjih od 5 slikovnih točk in poprečne velikosti največjega karbida za 20 merilnih polj

Fig. 49

Number of carbides bigger than 5 points, and the average sizes of the biggest carbide for 20 test areas



Slika 50

Delež (%) od celotnega števila karbidov velikosti nad 5 slikovnih točk (0,57 μm) po razredih (S. T.)

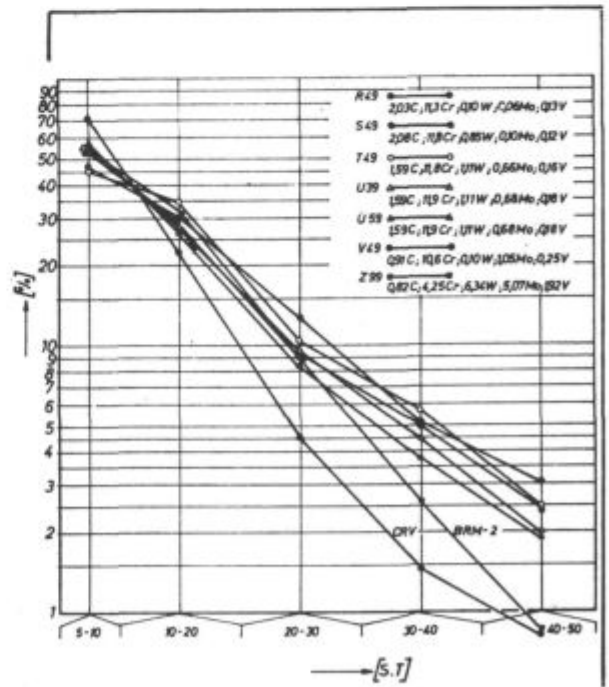


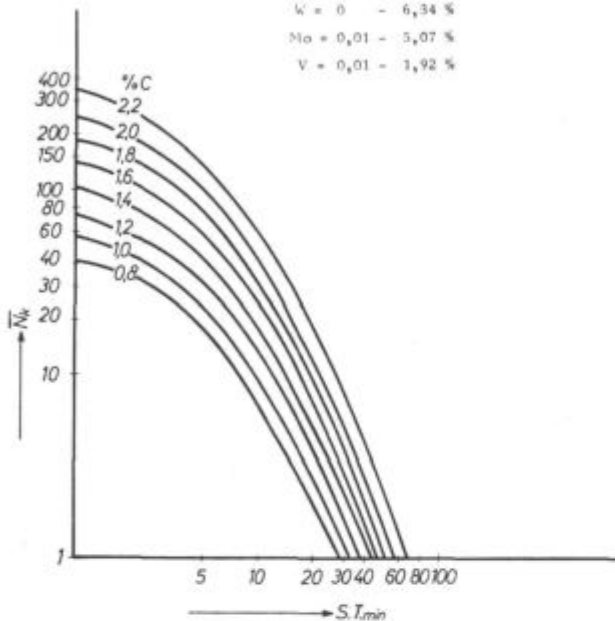
Fig. 50

Portion (%) of the total number of carbides of the size over 5 points (0,57 μm) according to the classes (S. T.)

$\log \bar{N}_K = f(\log S, T_{min}, C, Cr, W, Mo, V)$ 2. stopnje
 $N = 70$ $R = 0,975$ $R^2 = 0,95$ $S_{yx} = 0,168$
 ENAČBA REGRESIJE $P > 99,9\%$:
 $\log \bar{N}_K = 1,096 - 0,766 (\log S, T_{min})^2 + 0,647, \% C$

OMEJITVE NEPOMEMBNIH SPREMENLJIVK:

- Cr = 4,25 - 12,7 %
- W = 0 - 6,34 %
- Mo = 0,01 - 5,07 %
- V = 0,01 - 1,92 %



Slika 51

Odvisnost poprečnega števila karbidov od omejitve minimalne velikosti karbidov ($S.T._{min}$) in kemijske sestave

Fig. 51

Relationship between the average number of carbides, the limitation of the minimal carbide size ($S.T._{min}$), and the chemical composition

Ta odvisnost je prikazana na sliki 51.

Pri tem je zanimiva ugotovitev k analizi regresije, da so si vplivi vseh štirih karbidotvornih elementov po jakosti enakovredni, čeprav so vplivi W, Mo in V nasprotni vplivu Cr. Postavljenega kriterija za statistično pomembnost vpliva v enačbi karbidotvorni elementi sicer ne presegajo, pač pa ta vpliv ni dosti manjši od vpliva ogljika, ki se je izkazal za »statistično pomembnega«. To lepo kažejo parcialni koeficienti korelacije v odnosu na velikost karbidov za:

- minimalno velikost $S.T._{min}$. . . $R_p = -0,7243$
- vsebnost ogljika $R_p = 0,2111$
- vsebnost kroma $R_p = 0,1529$
- vsebnost volframa $R_p = -0,1289$
- vsebnost molibdena $R_p = -0,1535$
- vsebnost vanadija $R_p = -0,1746$

Prostorska porazdelitev velikosti karbidov 72, 74, 127, 136

Vedno bolj se za realno kvantitativno določevanje strukturnega stanja zahteva poznavanje dejanske prostorske porazdelitve velikosti zrn in iz-

ločenih delcev. Prenašanje rezultatov linearne analize na prostorske predstave se v zadnjem času intenzivno raziskuje. Potrebno je pri tem opozoriti na nekatere značilne napake. Dejstvo je, da bodo velika zrna precej pogosteje presejana, kot pa je njihova lastna pogostost pojavljanja. To predstavlja pri ugotavljanju prostorske porazdelitve napako, kar pomeni, da porazdelitev velikosti zrn, ki jo ugotovimo na dvodimenzionalni sliki metalografskega obrusa, dejansko ni nujno identična s tridimenzionalno porazdelitvijo velikosti zrn.

V postopku določanja so mogoče postopne korekture. V programiranem delu dialoga namreč podamo velikost največjega delca, ki jo pač predpostavimo. Na osnovi te velikosti se potem celoten interval razdeli v razrede. Kolikor bolj smo se s to predpostavko oddaljili od dejanske velikosti, tem večjo napako lahko povzroči nepravilna razdelitev razredov. Seveda v postopku meritve in izračunov ugotovimo dejansko velikost največjih delcev, ki jo pri ponovnem izračunu lahko upoštevamo in s tem dosežemo pravilnejšo porazdelitev razredov.

Kot najboljša osnova za preizkušanje območja veljavnosti takih programov preračunavanja služijo meritve na modelnih preizkušancih z znanim številom in znano velikostjo vložnih kroglic. S takimi primerjavami modelov lahko študiramo vpliv različnih porazdelitev razredov. Modelne porazdelitve okroglih ploskev znanega števila in znane velikosti so natančno narisane, nato pa preslikane in z diapozitivom zmanjšane, nakar se s presevajajočo svetlobo prenese posnetek diapozitiva preko mikroskopa na TV zaslon.

Predstavljamo si strukturo, ki ima več faz slučajnostno porazdeljenih, kar pomeni brez teksture, brez prednostne usmerjenosti in brez izcej. Katere karakteristične vrednosti smiselno opišejo tako strukturo? Take karakteristične vrednosti naj bi bile lahko merljive, primerne za izračunavanje, za nedvoumno definiranje, kolikor mogoče splošno uporabne in neodvisne od oblike. Te zahteve izpolnjujejo naslednji parametri²²:

- V_V = prostorninski delež opazovane faze;
- S = specifična površina;
- S_{KG} = specifična površina mej zrn;
- S_{PG} = specifična površina faz;
- K = parameter za odreditev strukture (razmerje med površino mej zrn proti celotni površini);
- D_m = povprečna velikost zrn;
- $N = f(D)$ = porazdelitev velikosti zrn, število zrn kot funkcija njihove velikosti.

Tabela 6 kaže, katere od teh prostorskih parametrov lahko izračunamo iz podatkov meritev pri točkovni — linearni — ali plosčinski analizi. Linearna analiza daje največ parametrov. Pri parametrih, ki so označeni s (+), morajo biti struk-

turni deli geometrično podobni, kar je tudi praktično najpogostejše. Pri ploščinski analizi pa mora biti nasprotno pri vrednostih, ki so označene s ((+)), struktura s sestavnimi deli nedvoumno definirana. Izračun parametrov do volumskega deleža je pri odstopanju od kroglaste oblike kompliciran. Ker je planimetriranje zelo zamudno in poenostavljeno vrednotenje s pomočjo šablon zelo izpostavljeno napakam, postopki z upoštevanjem ploščin niso priporočljivi, razen v posebnih primerih. Medtem ko so stare metode osnovane na ploščinskih postopkih, se moderne metode meritev usmerjajo vse na linearno analizo ali točkovno štetje, ker je te načine lahko avtomatizirati in obvladati.

Tabela 6: Prostorski strukturni parametri iz meritev na ploskvi obrusa

Parameter	Točkovna analiza	Linearna analiza	Ploskovna analiza
Volumski delež V_V	+	+	+
Specifična površina S	—	+	((+))
Specifična površina mej zrn S_{KG}	—	+	—
Specifična površina faznih mej S_{PG}	—	+	—
Kontinuiteta K	—	+	—
Poprečni premer D_m	—	(+)	((+))
Porazdelitev velikosti zrna $f(D)$	—	(+)	((+))

Odstopanje izračunanih prostorskih parametrov od dejanskih vrednosti lahko določajo naslednji izvori napak:

— 1. Napake zaradi nepravilne priprave (tvorba reliefa, slabo razlikovanje faz). Te napake pridejo predvsem do odločilnega izraza pri polno avtomatskih aparataturah.

— 2. Nezadostna občutljivost — sposobnost ločevanja in napake merjenja. Če imajo delci velikosti pod $1 \mu\text{m}$ znaten delež v strukturi, je treba vrednotenje vezati na slike elektronske mikroskopije. Podobne napake so tudi zaradi neustreznih aparaturov ali nepravilne uporabe merilnih aparaturov.

— 3. Odstopanje merilnega polja od »statističnega preseka«. To napako kompenziramo s tem, da izvršimo meritve na velikem številu merjenih polj, sistematično razporejenih po ploskvi obrusa.

— 4. Statistično trosenje. Potrebno je obdržati določeno natančnost.

— 5. Napake preračunavanja so toliko izrazitejše, kolikor večja so odstopanja od določenih predpostavk (npr. krogličasta oblika strukturnih delov).

Tabela 7: Napake pri kvantitativnih metalografskih meritvah²²

Vrsta napake	Praktično območje napak	Možne napake
Napake priprave	0 do 10 %	100 %
Nezadovoljiva zmogljivost	0 do 10 %	50 %
Nehomogenosti	1 do 5 %	100 %
Statistične napake	0,1 do 10 %	20 %
Napake preračunavanja	0 do 5 %	10 %

Meritve prostornin:

Presenetljivo, a vendar razmeroma lahko je preizkusiti in dokazati, da ploščinski delež ene faze ustreza ploskovnemu, linearnemu ali točkovnemu deležu. Torej je

$$V_V = A_A = L_L = P_{pf} = \sqrt{(1 + F_A^2)/N} \text{ ali } \sqrt{(1 + F_L^2)/N} \text{ ali } \sqrt{1/N} \pm \bar{f}$$

Napaka se v vseh primerih zmanjšuje s kvadratnim korenem iz števila N izmerjenih ploskev, tetiv ali točk, ki zadenejo določeno fazo. Relativne napake f_A in f_L imajo majhen vpliv. Da bi dosegli enako natančnost, moramo izmeriti prav toliko ploskev in tetiv, kolikor točkovnih zadetkov pade v opazovano fazo. Jasno je, da je štetje zadetkov daleč najhitrejše. Kadar moramo torej določati volumske deleže, bo točkovna analiza vsekakor najboljši postopek. S polno avtomatskimi števničnimi aparaturovami, ki delujejo analogno otipavanju slike pri televiziji, lahko dosežemo hitrost štetja do milijon točk na minuto.

Specifična površina:

Na volumsko enoto reducirana površina ene faze je na osnovi merjenih podatkov z linearno analizo na preprost način izražena z

$$S = \frac{4 N_L}{L_L}$$

Specifična površina označuje stopnjo disperznosti ene faze na nedvoumen način in je za mnoge metalurško znanstvene pojave odločujoča vplivna veličina. Meje faz in zrn so v neposredni zvezi z difuzijo, deformacijo z lezenjem, plastičnim deformiranjem, lomom in z drugimi fenomeni. Površinska energija je gonilna sila pri rasti zrn. Velik pomen ima specifična površina. Pri večfaznih strukturah obstaja tudi možnost fazne meje in meje zrn posebej obravnavati. Specifična površina faznih mej je namreč

$$S_{PG} = 4 Z_{KG}/L_L$$

in specifična površina mej zrn

$$S_{KG} = 2 Z_{PG}/L_L$$

Pri tem so meje zrn upoštevane kot dvojne ploskve, ker vsaka meja pripada dvema zrnoma. Merilna napaka znaša pri linearno analitičnih standardnih postopkih do ca. 5 % merjene vred-

nosti, če je upoštevanih 1000 elementov ene faze. S površinami mej zrn in faz lahko kvantitativno označujemo tudi razpored faz, to je prostorsko mrežo. Ta parameter, ki ga označujemo kot kontinuiteto, predstavlja razmerje ploskev mej zrn proti celotni površini. Izražen je z

$$K = \frac{S_{KG}}{S} = \frac{2 Z_{KG}}{2 Z_{KG} + Z_{PG}}$$

Povprečna velikost zrn:

Za označevanje velikosti zrn uporabljamo več različnih značilnih vrednosti. Primerjava struktur s primerjalnimi tabelami daje subjektivno oceno, ki pa za čiste kontrolne namene običajno zadošča. Pri merilnih postopkih prideta v poštev dve metodi. Po metodi Jeffries je kvadratni koren iz srednje presečne ploskve definiran kot povprečni premer. Ta vrednost pa pride v poštev za uporabo samo s pogojem, da je geometrijska oblika prostorskih zrn enakomerna in enaka. Primernejša je uporaba metode določanja velikosti zrna po Heynu. Ta je definirana kot aritmetična sredina tetiv:

$$D_m = L_t / N_t$$

Pri tem obstaja tudi preprosta zveza s prostorsko velikostjo, in sicer s specifično površino

$$D_m = 4/S$$

Heynovo velikost zrna je priporočljivo uporabljati kot merilo za velikost zrna, ker ta kot specifična površina obsega tudi prostorsko disperzijsko stanje, je preprosta za merjenje in preračunavanje. Napaka merjenja se obvlada na najpreprostejši način z večkratnim merjenjem in izračunavanjem napake. Tako kakor Heynovo velikost delcev lahko računamo tudi povprečno medsebojno razdaljo delcev v večfaznih strukturah kot prostorsko veličino, kar tudi lahko povezujemo s specifično površino osnovne matice. Povprečno razdaljo med delci največkrat označujemo kot povprečno prosto pot, ki je podana z

$$L_m = 2 \cdot (1 - L_t) / Z_{PG}$$

Doslej opisani strukturni parametri v večini primerov zadoščajo za opis strukturne zgradbe. Ti so neodvisni od oblike, razporeda in porazdelitve velikosti strukturnih elementov in so med seboj preprosto povezani. Te karakteristične vrednosti so statistične srednje vrednosti, ki o porazdelitvi velikosti še nič ne povedo. Na tem področju je bilo več različnih metod, v zadnjem času pa se je pokazalo, da preprosto preračunavanje v prostorske porazdelitve velikosti ni mogoče. Pred kratkim pa je bil, izhajajoč iz porazdelitve presečnih tetiv, opisan postopek, s katerim je prostorska porazdelitev velikosti preprosta in hitra ter natančno določljiva. V naslednjem podajamo glavne korake tega postopka.

Dolžine tetiv so že pri meritvi stopenjsko razporejene v razrede geometrično z modulom $\sqrt{2}$. V finem območju, kjer je največ prirodnih kolek-

tivov z največjo pogostostjo, ležijo meje razredov ožje kot v grobem območju, tako da meritev 1000 do 2000 tetiv zadošča in je 10 do 15 razredov dovolj. Preračunavanje porazdelitve dolžine tetiv v prostorsko porazdelitev zrn sledi po izredno preprosti zvezi, pri čemer konstante $C = 2/\pi$ pri izračunavanju procentualne pogostosti ni treba upoštevati:

$$N_i + 1/2 = 2^{-i} \cdot (2n_i - n_i + 1) \cdot C$$

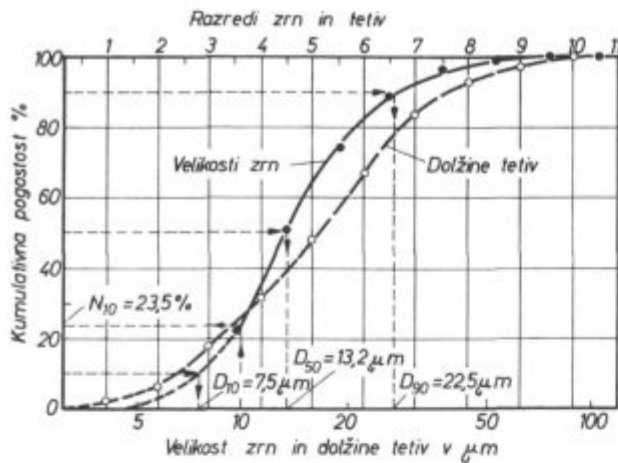
Shematično prikazuje to vrednotenje tabela 8.

Tabela 8: Izračun prostorske porazdelitve velikosti (primer)

i	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI
	σ^2	σ^2	σ^2	$\sigma^2 + 1$	$2n_i - n_i + 1$	2^i	$2^i (2n_i - n_i + 1)$	$N_i + 1/2$	$\sum_{j=1}^i N_j + 1/2$	$D_{PG} + 1/2$
	μm	%			%			%	%	μm
0		0	0	1,8	-1,8					
1	4	1,8	3,6	4,1	-0,5					
2	5,6	4,1	8,2	11,4	-3,2					
3	8	11,4	22,8	13,6	+9,2	1/8	0,6625	21,4	21,4	9,5
4	11,2	13,6	27,2	17,1	10,1	1/16	0,6312	29,2	50,6	13,3
5	16	17,1	34,2	18,4	15,8	1/32	0,4938	22,8	73,4	19,0
6	22,4	18,4	36,8	16,0	20,8	1/64	0,3250	15,0	88,4	26,7
7	32	16,0	32,0	10,1	21,9	1/128	0,1709	7,9	96,3	38,1
8	45	10,1	20,2	4,8	15,4	1/256	0,0602	2,8	99,1	53,6
9	64	4,8	9,6	2,5	7,1	1/512	0,0139	0,67	99,77	76,2
10	90	2,5	5,0	0,2	4,8	1/1024	0,0047	0,22	99,99	107,1
11	128	0,2	0,4		0,4	1/2048	0,0007	0,01	100,00	152,3
$\frac{k}{N} \cdot 1$		100,0	200,0		100,0		2,1624	100,00		

Prvih pet kolon podaja merjene vrednosti, ki so porazdeljene v 11 geometrično porazdeljenih razredov i — po velikosti, n_i so pogostosti tetiv v vsakem razredu v %. Koloni IV in VIII dajeta izračunane vmesne vrednosti, v koloni IX pa so pogostosti velikosti zrn v odstotkih. V koloni X so kumulativne pogostosti. Za izračunavanje potrebujemo samo ca. 15 minut, natančnost pa je taka kot pri vseh drugih postopkih, ki brez elektronskega računalnika zahtevajo zelo veliko časa. Rezultat tega prikazanega preračunavanja je tudi pri nekroglasti obliki zrn nedvoumno definiran. To je porazdelitev premerov krogel z realnim zrnom odgovarjajočim volumnom.

Rezultat meritev prikazuje slika 52, v kateri so prikazane kumulativne pogostosti iz predzadnje kolone tabele 8, nanesene nad logaritmom meje razredov. Porazdelitev dolžine tetiv precej odstopa od porazdelitve velikosti zrn, poteka bolj položno. Ta način prikazovanja v primerjavi z običajnimi histogrami ali poznano zvonasto krivuljo ima dve prednosti, logaritmično razdeljena abscisa daje možnost, da primerjamo porazdelitve popolnoma različnih območij velikosti med seboj. Pri linearni razdelitvi moramo izbrati različna merila. Razen tega so porazdelitvene krivulje zaradi omenjene večje pogostosti v finem območju logaritmično simetrične. Drugič se dajo te kumulativne krivulje



Slika 52

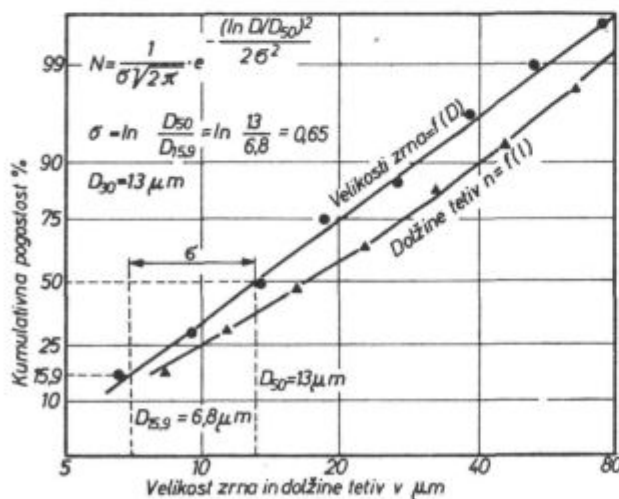
Prikaz porazdelitve velikosti zrn in dolžine tetiv

Fig. 52

Presentation of the distribution of grain sizes, and lengths of chords

pogostosti direktno odčitavati, medtem ko histogramski način prikazovanja tega ne omogoča. Na sliki 52 je na primer 23,5 % vseh delcev pod $10 \mu\text{m}$ in 10, 50 in 90 % pripadajoči premeri so 7,5, 13,2 oz. $22,5 \mu\text{m}$.

Pri mnogih materialih je prostorska porazdelitev premerov strukturnih delov normalno porazdeljena. V logaritemski verjetnostni mreži dobimo premico, prikazani za primer na sliki 53. Taka premica je definirana z enačbo, ki je na sliki podana. Natančnost porazdelitve analize je odvisna od števila izmerjenih tetiv. Za običajne širine razdelitve je trosenje za 1000 tetiv manjše kot polovica širine razreda, kar pomeni, da so odstopanja v smeri abscise manjša od 20 % navedenega premera.



Slika 53

Določanje parametrov prostorske porazdelitve velikosti pri logaritemsko-normalni statistični porazdelitvi

Fig. 53

Determination of parameters for the space size distribution in logarithmic — normal statistical distribution.

ZAKLJUČKI

Dosedanje izkušnje so pokazale, da nudi kvantitativna metalografija veliko pomoč pri razvoju in zagotavljanju kakovosti ledeburitnih orodnih jekel. Meritve so kvantitativne, izpostavljene pa so številnim možnostim napak, tako da moramo biti pri meritvah zelo previdni, toliko bolj, kolikor bolj so meritve avtomatizirane in jih moramo z eksperimentalno tehniko primerno obvladati.

Standardna tehnika priprave metalografskih obrusov ni dovolj zanesljiva za meritve s kvantitativnim TV mikroskopom, čeprav dokaj kontrastno izraža karbide v osnovi. V nadaljnjih raziskavah bo treba z izpopolnjeno tehniko jedkanja zagotoviti predvsem enakomernjši maksimalni kontrast.

Možnosti subjektivnih vplivov pri meritvah je treba kolikor mogoče zmanjšati, predvsem z zagotovitvijo enakomernih kriterijev za nastavitev stopnje detektiranja pred meritvijo.

Kljub vsemu temu moramo pri ugotavljanju količinskih deležev vedno upoštevati omejitve pri sposobnosti detektiranja najmanjših delcev. Pri meritvah količine karbidov rezultatov ne moremo jemati absolutno, ker večji ali manjši delež drobnih karbidov ostane neupoštevani.

Velikega pomena so predvsem meritve z metodiko klasifikacije in porazdelitve velikosti karbidnih zrn. Te meritve skupaj z ugotavljanjem profila porazdelitve karbidov obetajo zelo pomemben prispevek h karakteriziranju strukturnih značilnosti v povezavi z uporabnimi lastnostmi orodij.

Doslej žal še nimamo enotno osvojenega načina in kriterijev za komparativno izražanje strukturnih karakteristik v taki obliki, da bi jih lahko sistematično uporabljali pri povezovanju z obnašanjem orodij pri praktični uporabi. Pri tem ne gre samo za izražanje z nekim karakterističnim indeksom, ampak tudi za enotno metodiko primerjalnih preiskav. V članku so na osnovi kritične ocene rezultatov podani predlogi standardizirane eksperimentalne tehnike za nadaljnje preiskave v okviru omenjenega raziskovalnega projekta.

Osvojena standardizirana tehnika postopoma izpopolnjena z avtomatiziranimi programiranimi meritvami bi imela v redni kontroli kakovosti zelo veliko vrednost in v povezavi z dokumentacijo v uporabi orodij neprecenljiv pomen za nadaljnji razvoj. Zato se bomo morali sistematično lotiti zahtevnega dela na tem področju, ki obeta pomemben napredek.

Literatura

Pregled literature do številke 136 je naveden v članku Zelezarski zbornik 9 (1975) št. 2, str. 87—104.

137. Rodič J.: Kvantitativna metalografija ledeburitnih orodnih jekel, Zelezarski zbornik 9 (1975), št. 2, str. 87—104.

ZUSAMMENFASSUNG

Im ersten Teil dieses Artikels (ZZB 9, 1975, Nr. 2) über die quantitative Metallographie der ledeburitischen Werkzeugstähle ist eine allgemeine Entwicklung der quantitativen Metallographie in der letzten Zeit bis zur heutigen Entwicklungsstufe beschrieben worden. Eingehend sind die allgemeinen Möglichkeiten und die Bedeutung der Methodik der quantitativen metallographischen Untersuchungen bei der metallurgischen Forschungs- und Entwicklungsarbeit dargestellt worden. Währendem der erste Teil auf einen Auszug der umfangreichen Fachliteratur begrenzt war, sind in dieser Fortsetzung die praktischen Erfahrungen von den Untersuchungen der ledeburitischen Werkzeugstähle mit der Anwendung der quantitativen Metallographie zusammengefasst. Für engere Gebiete, wie die Bestimmung der Mengenanteile und die Verteilung der Karbide, und die quantitative Feststellung der Verteilung der Karbidgrösse, ist im einzelnen der Vergleich der veröffentlichten Feststellungen mit den Ergebnissen der eigenen Untersuchungen gegeben. Diese sind in den Laboratorien des Max Planck Institutes in Düsseldorf an den Stahlproben des Hüttenwerkes Ravne aus dem Forschungsprojekt für ledeburitische Werkzeugstähle, wie es schon im ersten Teil angewendet worden ist, durchgeführt worden. Auch eine Übersicht der angewendeten Methoden mit kritischer Bewertung der Anwendbarkeit der einzelnen Varianten für die weitere Forschung ist angegeben. Den

spezifischen Möglichkeiten und Bedürfnissen ist das System der Dokumentierung der Messungen und statistischen Analysen bei der Bewertung der Ergebnisse angepasst worden.

Bei den Ergebnissen der Karbidmengenmessung ist besonders darauf zu deuten, dass die festgestellten Mengen verhältnismässig klein sind, da die Karbide in den Proben sehr fein waren, mit einem grossen Anteil unter der Bestimmungsgrenze bei den Untersuchungsbedingungen. Ausserdem ist auch der Ätztechnik keine besondere Aufmerksamkeit gewidmet worden.

Zweck der ausgeführten Untersuchungen war eine standardisierte Methodik zu formen, welche bei dem folgenden Forschungsprogramm quantitative gegenseitige Vergleichen ermöglichen wird. Diese sollte wenigstens teilweise bei der unmittelbaren Qualitätskontrolle in der regelmässigen Produktion der ledeburitischen Werkzeugstähle anwendbar sein. Es handelt sich vor allem um die gegenseitige Vergleichung der Ergebnisse und nicht um die Feststellung der repräsentativen Charakteristiken der einzelnen Stahlorten, da dieses erst das Ziel weiterer Forschungen ist.

Zum Schluss sind noch einige Grundinformationen über die Feststellung der Raumverteilung der Karbidgrösse gegeben.

SUMMARY

In the first part of the paper on quantitative metallography of ledeburite tool steel the general development of quantitative metallography in the recent time was described. General possibilities and importance of this investigation method in metallurgical research and development were shown in details. While the first part was limited to the review of a great number of references the second part represents the practical experiences in investigation of ledeburite tool steel by mean of quantitative metallography. For some narrow test like determination of the quantity portions and the distribution of carbides, and quantitative determination of the size distribution of carbides the own investigations are compared with data from references. Own investigations were made in laboratories of Max Planck Institute in Düsseldorf, the samples were taken from the development project of ledeburite tool steel in Ravne ironworks, as mentioned in the first part of the paper. Review of the used methods with critical estimation of usability of single

variants for further investigations is given. The system of recording and statistical analysis in data treatment were adapted to specific possibilities and needs.

Measurements of the amount of carbides give relatively low values because the carbides in the samples were very fine and their greater part was below the resolution point at the investigation conditions. Besides, also no special attention was attributed to the etching techniques.

All the performed investigations had intention to form a standard method which will enable in further research program mutual quantitative comparison. Simultaneously, it should be also at least partially applicable for direct introduction in the quality control of the regular production of ledeburite tool steel. Basis is mutual comparison of results without determining representative characteristics of single steel which is the aim of further investigations.

At the end some basic informations on determining the space distribution of size of carbides are given.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В первой части статьи о количественной металлографии ледебуритных инструментальных сталей было дано описание общего развития количественной металлографии новейшего периода до настоящей фазы. Подробно рассмотрены общие возможности и значение методики количественных металлографических исследований работ развития исследования в металлургии. Между тем первая часть статьи была ограничена на подведение итогов из обширной специальной литературы, в этом продолжении работы собраны и поданы практические опыты собственных исследований ледебуритных сталей с применением количественной металлографии.

Для более узких областей, как напр. определение количественной доли, распределения карбидов а также распределения их величины подробно рассмотрено сравнение известных опубликованных результатов с результатами собственных исследований, которые были выполнены в институте Max Planck в Düsseldorf-е на образцах стали Металлургического завода Равне из общего проекта исследований ледебуритных инструментальных сталей, как уже выше упомянуто. При этом подан обзор употребленных способов с критической оценкой применимости отсадных вариант для последующих исследований. Система документации измерения

и статистический анализ при оценке результатов был согласован требованиям и специфическим возможностям.

При оценки результатов измерений количества карбидов надо взять во внимание, что полученные количества сравнительно очень небольшие. Причина этого в том, что в образцах карбиды были очень мелки и, при данных условиях исследования, в большинстве случаев под пределом возможности детектирования.

Кроме этого недостаточное внимание было уделено травлению образцов.

Цель выполнения исследований состоялась главным образом в том, чтобы создать стандартную методику, которая в последующей программе исследований даст возможность взаимного количественного сравнения. Кроме этого выработана методика, хотя частично, была бы непосредственно применима при контроле качества ледебуритных инструментальных сталей во время нормального производства. Следует, что цель исследований была главным образом установить возможность взаимного сравнения результатов а не определения репрезентативных характеристик отдельных сортов стали; это будет задачей последующих исследований.

В заключении поданы некоторые основные информации о объемном распределении величины карбидов.