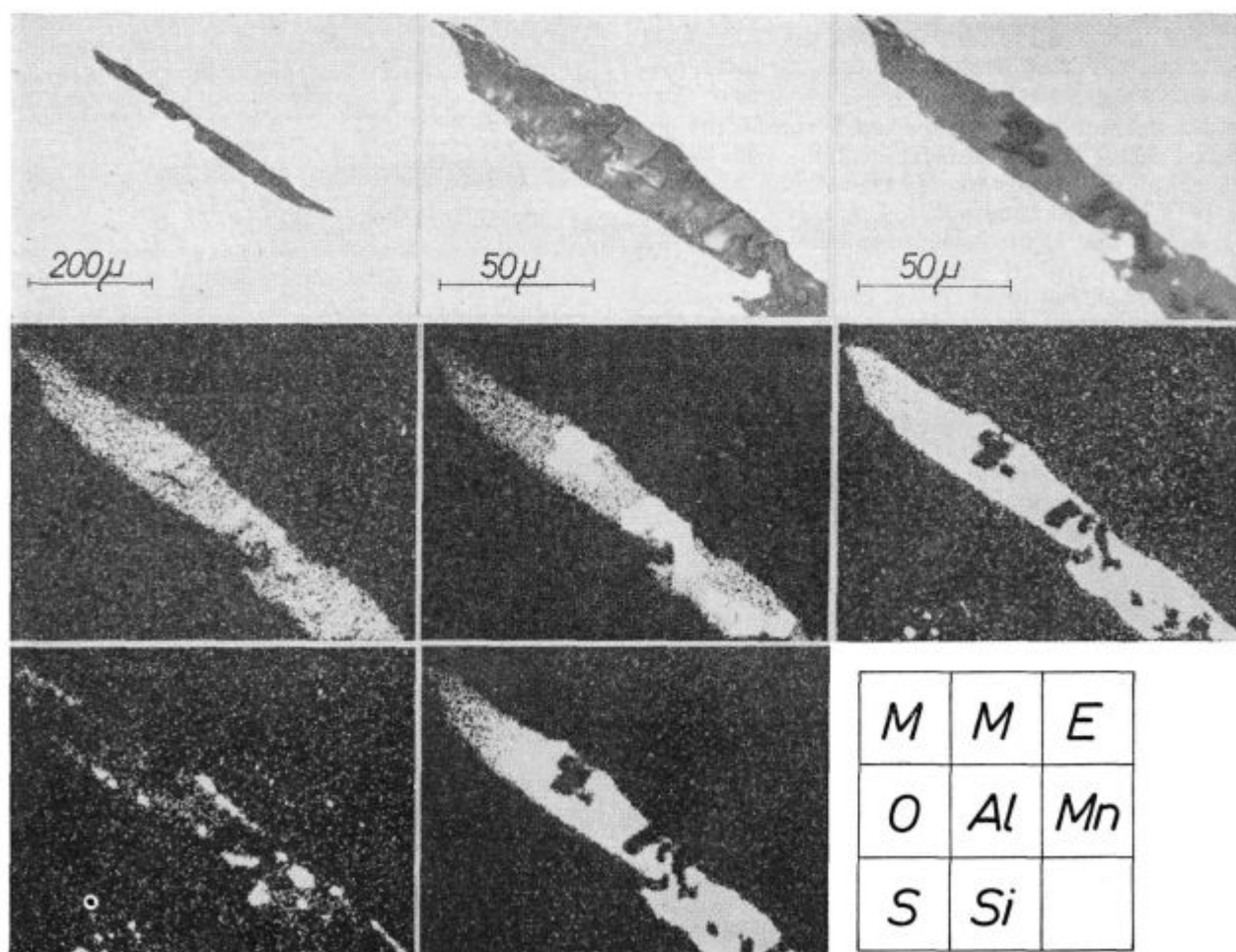


Nekatere pripombe k indentifikaciji in sestavi nekovinskih vključkov v jeklih

Opis povezave med videzom vključkov oksidnega tipa v metalografskem mikroskopu in njihovo realno sestavo, določeno s površinsko analizo v elektronskem mikroanalizatorju; zanesljivost optične identifikacije na osnovi barve, oblike, prosojnosti in ponašanja v polarizirani svetlobi; značilnosti analize na elektronskem mikroanalizatorju, predvsem geometrična ločljivost in napake pri analizi majhnih nekovinskih vključkov in demonstracija heterogenosti v sestavi mikroskopskih nekovinskih vključkov alumosilikatnega porekla.

Naše izkušnje in izkušnje, katere povzemamo iz tujih strokovnih publikacij, kažejo, da je elektronski mikroanalizator sedanje najboljše orodje za določitev resnične sestave nekovinskih vključkov v jeklih. Na osnovi rezultatov analiz v elektronskem mikroanalizatorju je bilo potrebno spremeniti nekatere nazore o nekovinskih vključkih, ki so bili osnovani na rezultatih analiz po drugih metodah.

V tem sestavku želimo pokazati na osnovi naših eksperimentalnih rezultatov in na primerih, kate-



Priloga 1*

Zraščen vključek v valjanem jeklu: osnova manganovega alumosilikata z zrnji aluminijevega oksida in manganovega sulfida

* Na tej in na naslednjih prilogah pomenijo: M — mikroposnetek; MP — mikroposnetek pod dvakrat prekrizanimi nikoloma; E, ES — elektronski posnetek sestave, ET — elektronski posnetek topografije; Al, Mn, Si — specifični X posnetki za Al, Mn in Si.

re smo povzeli iz strokovnega tiska, možnosti mikroanalizatorja za analizo vključkov in na primerih pokazati kolikšna je zanesljivost mikroskopske določitve narave nekovinskih vključkov. V prispevku uporabljamo metode za analize, katere smo opisali v že objavljenem delu¹.

Praktični primeri v sestavku so vzeti iz analiz, katere smo na Metalurškem inštitutu opravili za slovenske železarne in preiskav, katere smo opravili s pomočjo sredstev Udruženja Jugoslovenskih Željezara Beograd.

1. Sestava nekovinskih vključkov in njihov videz v metalografskem mikroskopu

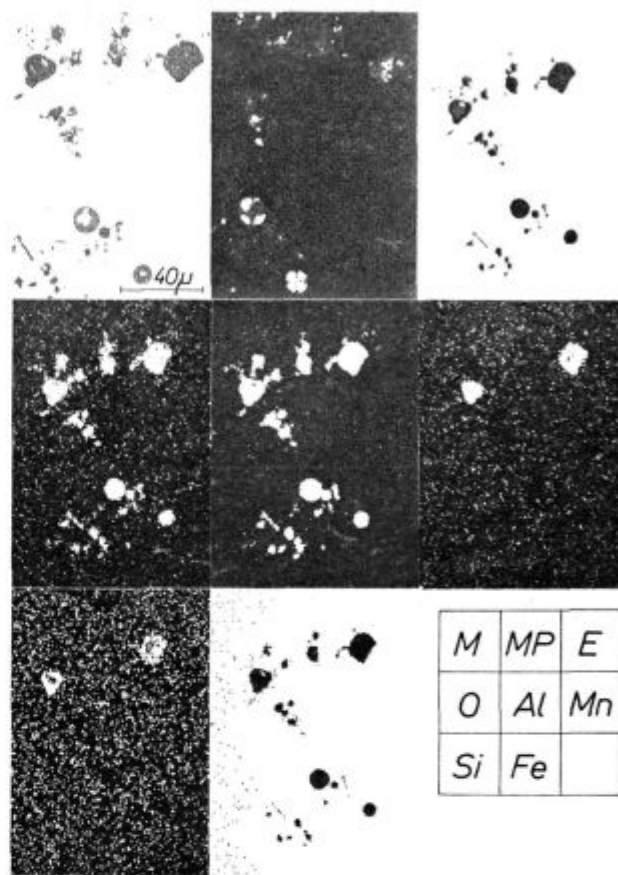
Geometrična ločljivost je pri analizi nekovinskih vključkov v elektronskem mikroanalizatorju bolj važna kot koncentracijska občutljivost. Praksa kaže, da nimamo praktično nikdar opravka z vključki, v katerih bi bile vsebnosti sestavnih elementov ali nečistoč tako nizke (pod 0,1 %), da bi nastale težave pri analizi na elektronskem mikroanalizatorju.

Naše izkušnje kažejo, da so vsebnosti primesi praktično vedno nad 1 %. Pač pa so pogosto vključki tako majhni, ali pa so tako majhni njihovi sestavni deli, da so na meji geometrične ločljivosti elektronskega mikroanalizatorja.

Na mikroposnetku na prilogi 1 vidimo pri povečavi $500\times$ v sivi osnovi* drobne svetlejšje lamele, katerih širina v ravnini obruska na posnetku je ca. 0,5 mm ali v naravi 0,001 mm. Te lamele še razločimo na elektronskem posnetku, ki je bil posnet pri povečavi $600\times$ in tudi na specifičnih X posnetkih za mangan in žveplo. Primerjava posnetkov površinske analize pokaže, da so lamele manganov sulfid, temnejša siva zrna so vključki aluminijevega oksida, osnova pa je manganov aluminosilikat, ki vsebuje nekaj železa.

Lahko torej trdimo, da je s površinsko analizo mogoče v elektronskem mikroanalizatorju razločiti nekovinske vključke z linearno dimenzijo 0,001 mm v ravnini opazovanja.

Metalograf oceni tip nekovinskih vključkov na osnovi oblike in barve. Če je v dvomu si pomaga še s polarizirano svetlobo in mikrotrdoto. Analize v elektronskem mikroanalizatorju pa kažejo, da oblika in barva nista zanesljiva kriterija za identifikacijo, prav tako ni zanesljivo ponašanje pri opazovanju pod navzkrižnimi nikoli. Na primer vključke aluminijevega oksida vidimo v obruskah litega jekla lahko kot siva zrna, ki pokažejo ali ne notranje odseve pri opazovanju pod navzkrižnimi nikoli, ali pa kot kroglice (priloga 2), ki pokažejo pod navzkrižnimi nikoli odseve ali celo značilni križ. O tem več nekoliko dalje. Zelo pogosto so vključki aluminijevega oksida zraščeni z vključki manganovega sulfida.



Priloga 2

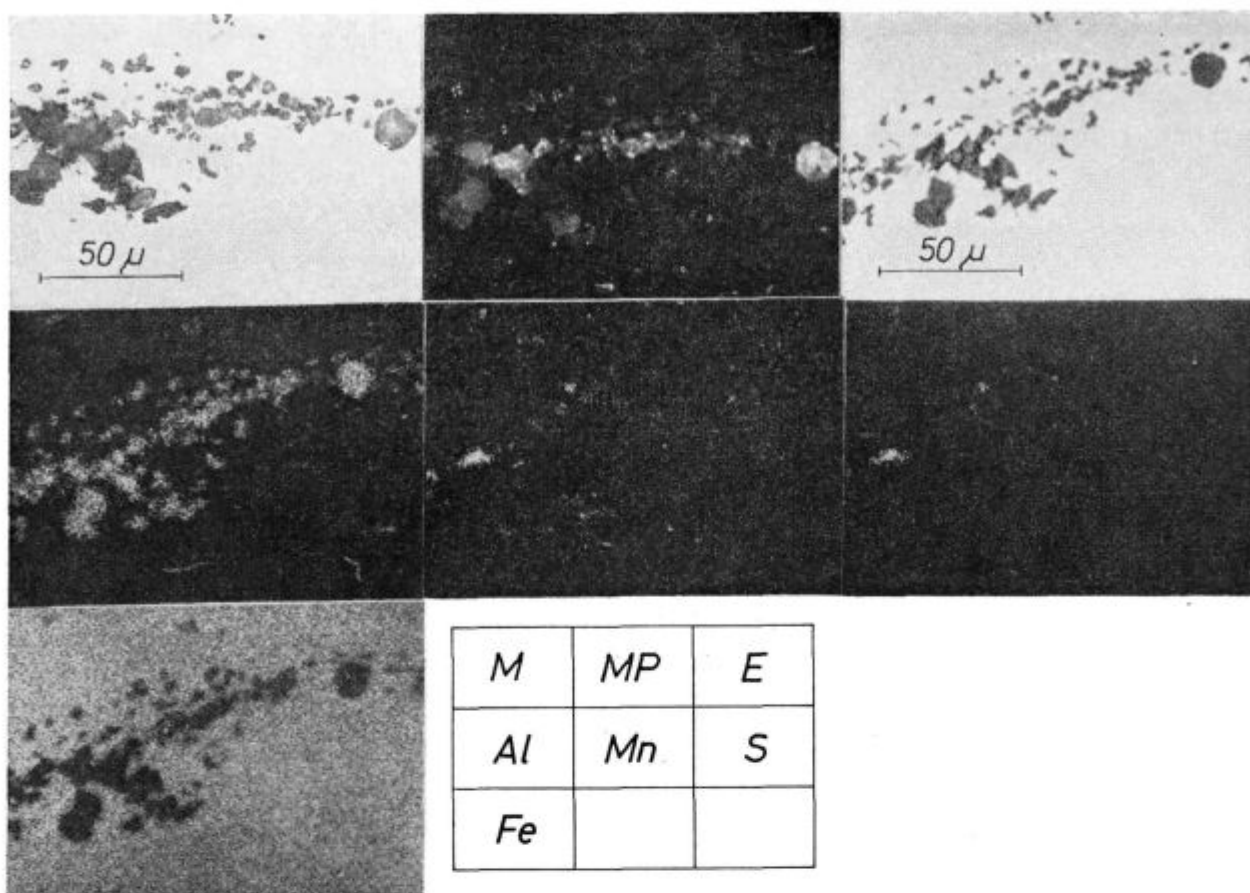
Okrogli vključki aluminijevega oksida in zrnati vključki, ki vsebujejo okside aluminija, mangana in silicija v litem jeklu

V valjanem jeklu imajo nezraščeni vključki aluminijevega oksida navadno ostre robove, so sive barve in nastopajo v skupinah ali nizih, ki so potegnjeni v smeri valjanja. Vključki so bolj ali manj prosojni ter dajo različen odsev pri opazovanju pod navzkrižnimi nikoli (priloga 3). Večinoma imajo zrnato obliko, najdejo pa se tudi krogličasti vključki (priloga 4).

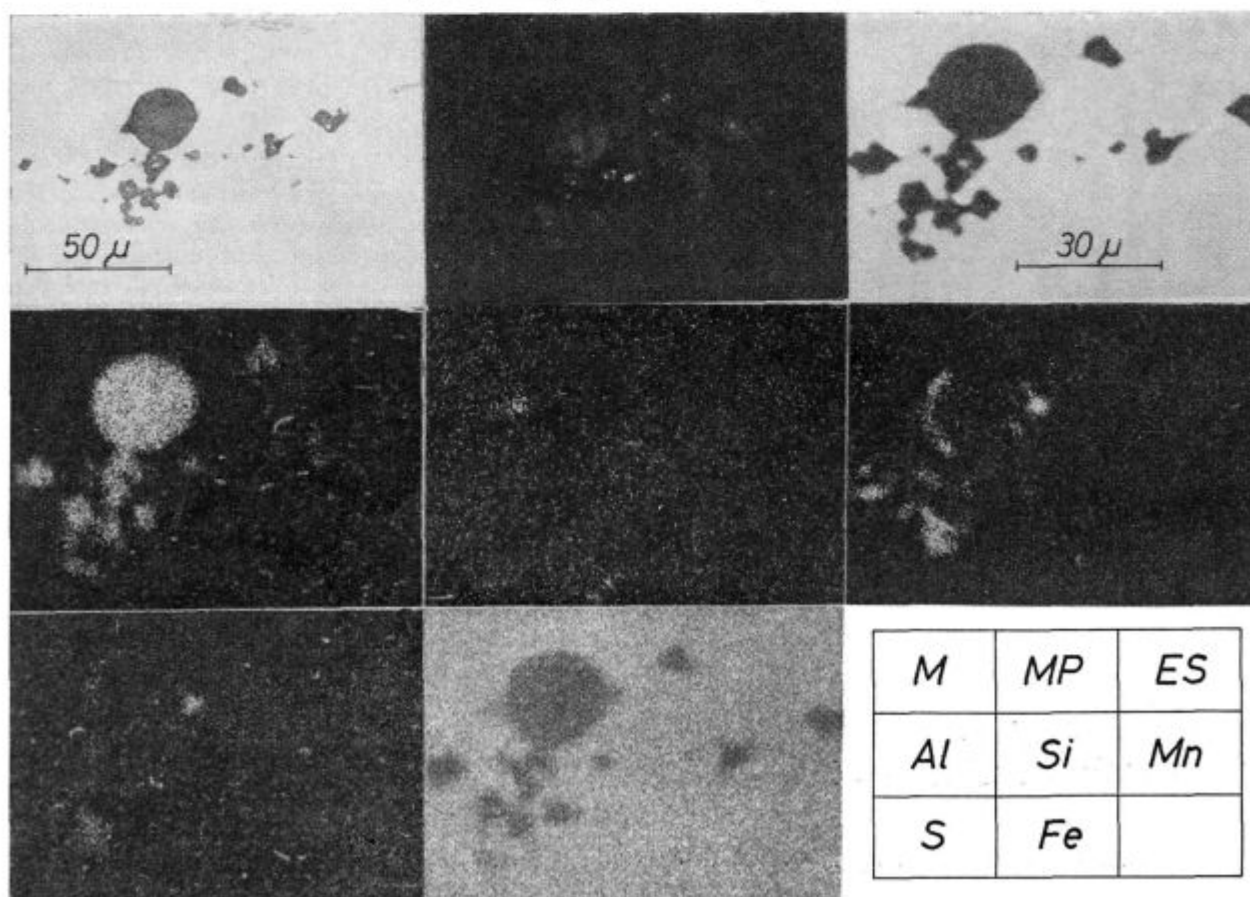
V močno onečiščenih jeklih so lahko vključki aluminijevega oksida zbrani v večjih skupkih, ki so bolj ali manj sploščeni. Posamezna zrna v takih skupkih so slabo zraščena, zato se odluščijo pri pripravi obruskov. Često so posamezna zrna v zraščeni tvorbi na obruskah močno reliefna in imajo modrikast odtenek.

Vključki mangan-železovega silikata so v litem jeklu, sive barve, okrogle oblike in več ali manj prosojni (priloga 5). Zelo redko so aluminosilikatni vključki prozorni. Pri opazovanju pod navzkrižnimi nikoli pokažejo značilen križ tem jasneje, čim bolj so prosojni ali prozorni. Čisti aluminijev silikat ne pokaže križa, čeprav je prozoren. Križ pa ni značilen samo za aluminosilikate, marveč ga dobimo lahko tudi na vključkih aluminijevega oksida (priloga 2 in 3), ki lahko vsebujejo do 2 % mangana in podobno železa in so krogličaste ali zaoblje-

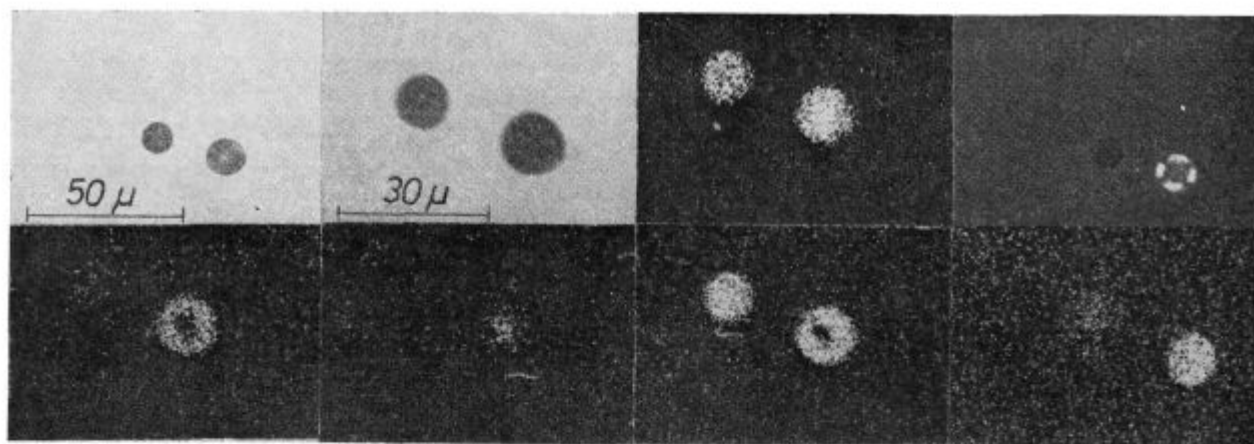
* Vse oznake o barvi veljajo za opazovanje v metalografskem mikroskopu z uporabo zelenega filtra in obvestitve z navadno žarnico.



Priloga 3
Vključki aluminijevega oksida v valjanem jeklu



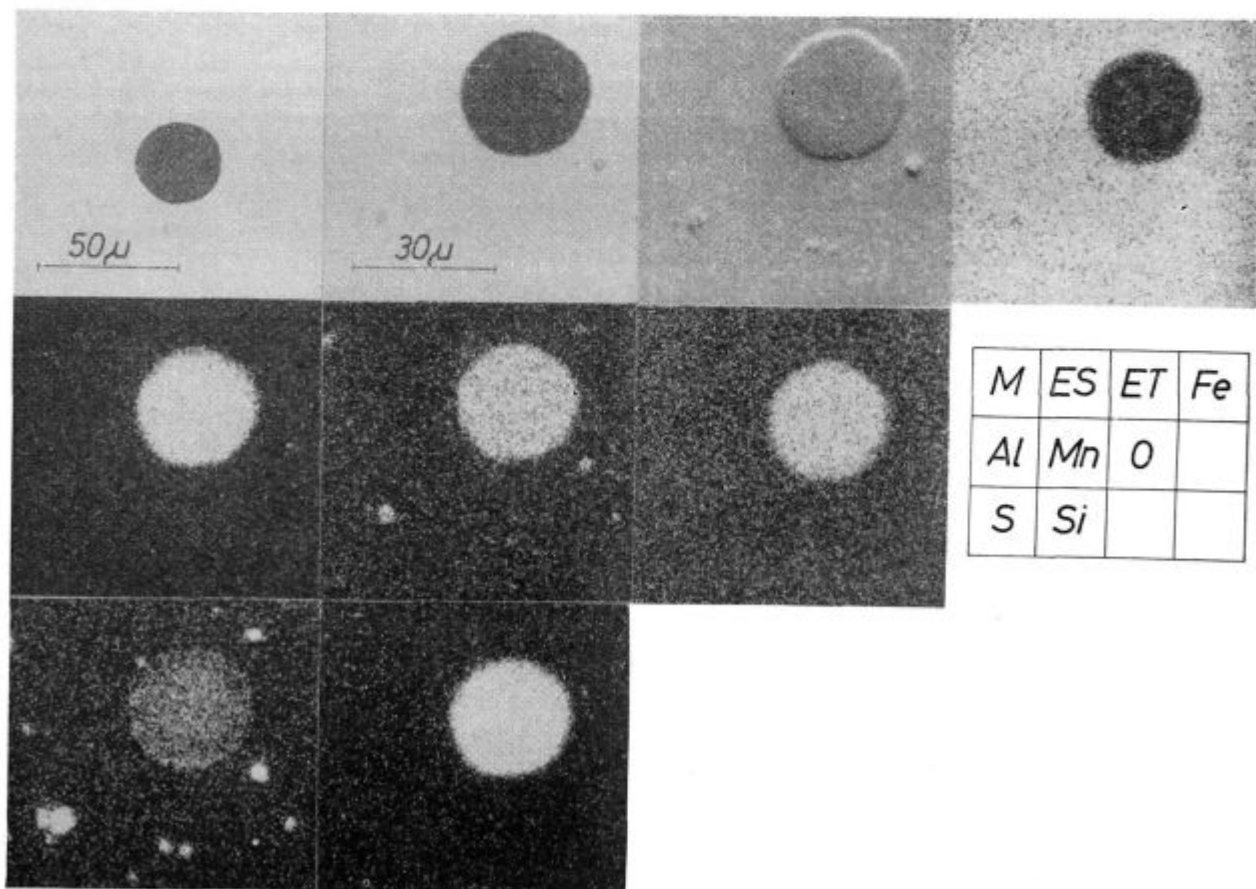
Priloga 4
Okrogli in zrnati vključki manganovega oksida ter vključki manganovega sulfida v valjanem jeklu



<i>M</i>	<i>ES</i>	<i>Al</i>	<i>MP</i>
<i>Ca</i>	<i>Mg</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>

Priloga 5

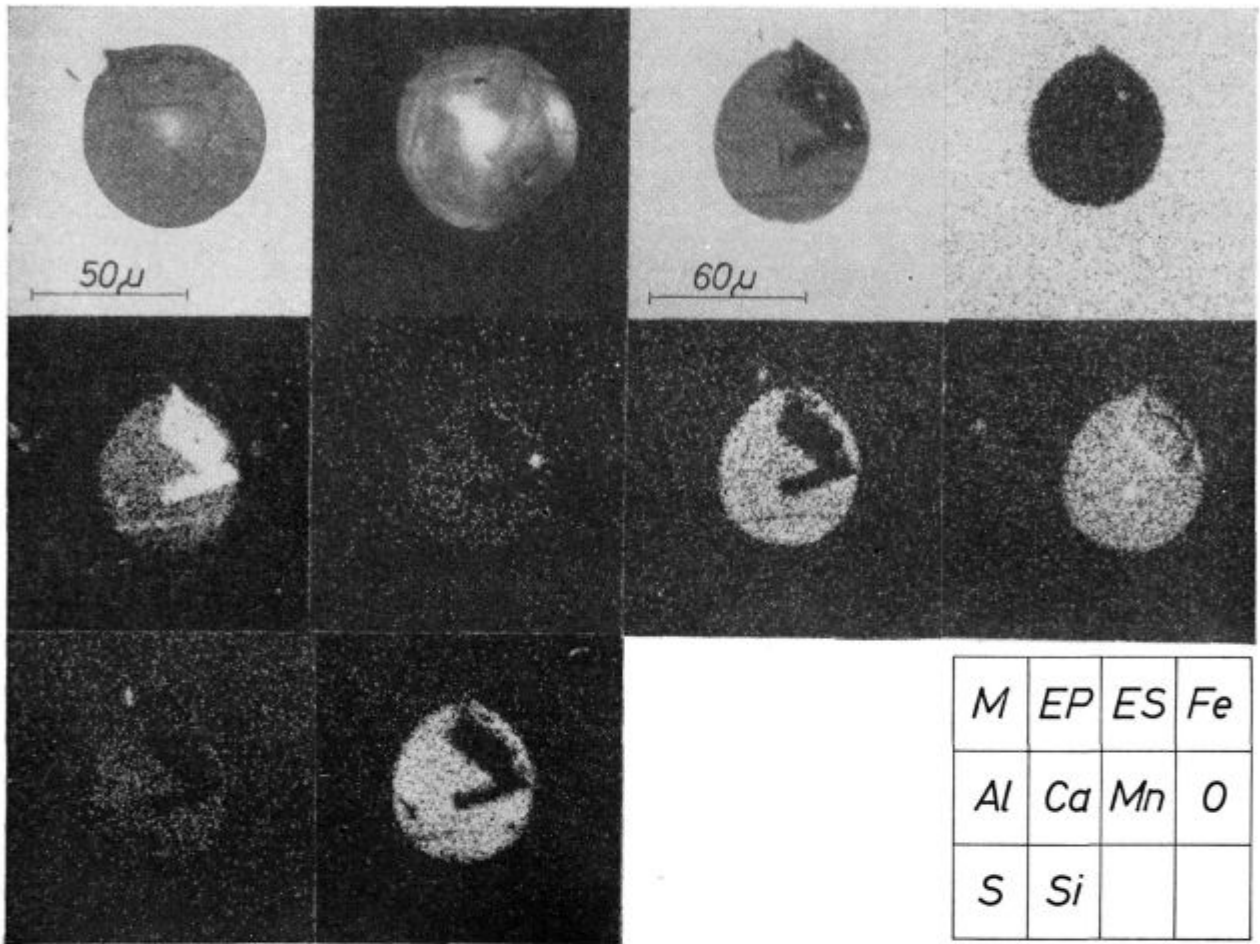
Okrogla vključka v litem jeklu; manganov alumosilikat, ki vsebuje kalcij in sled magnezija ter aluminijev silikat, ki vsebuje sled mangana in kalcija



<i>M</i>	<i>ES</i>	<i>ET</i>	<i>Fe</i>
<i>Al</i>	<i>Mn</i>	<i>O</i>	
<i>S</i>	<i>Si</i>		

Priloga 6

Okrogel vključek manganovega alumosilikata, ki vsebuje žveplo, obdan z drobnimi vključki sulfidne narave v litem jeklu



Priloga 7

Zraščen vključek v litem jeklu, osnova je manganov alumosilikat, ki vsebuje sled kalcija in žvepla, zrastek je zrno aluminijevega oksida

ne oblike. Teh dveh elementov ne najdemo v zrnatih vključkih aluminijevega oksida. Razlika v obliki in sestavi je dokaz za različno poreklo vključkov. Očitno je namreč, da so bili zaobljeni vključki staljeni v staljenem jeklu in da so s kristalizacijo iz taline dobili značilno teksturo, katere znak je križ pri opazovanju v mikroskopu pod navzkrižnimi nikoli. V optično izotropnih in homogenih vključkih manganovega alumosilikata, ki so bili temno sive barve in neprosojni smo našli tudi kalcij in magnezij ter celo žveplo (priloga 5). Po videzu v metalografskem mikroskopu in po rezultatih analize v elektronskem mikroanalizatorju ni mogoče razločiti kako je žveplo vgrajeno v vključek. Malo se nam zdi verjetno, da bi bilo raztopljeno v manganovem alumosilikatu, verjetneje so taki vključki fino dispergirana zmes oksidne sestavine in manganovega sulfida. Često so vključki manganovega alumosilikata zraščeni s poligonalnimi zrna aluminijevega oksida (priloga 7).

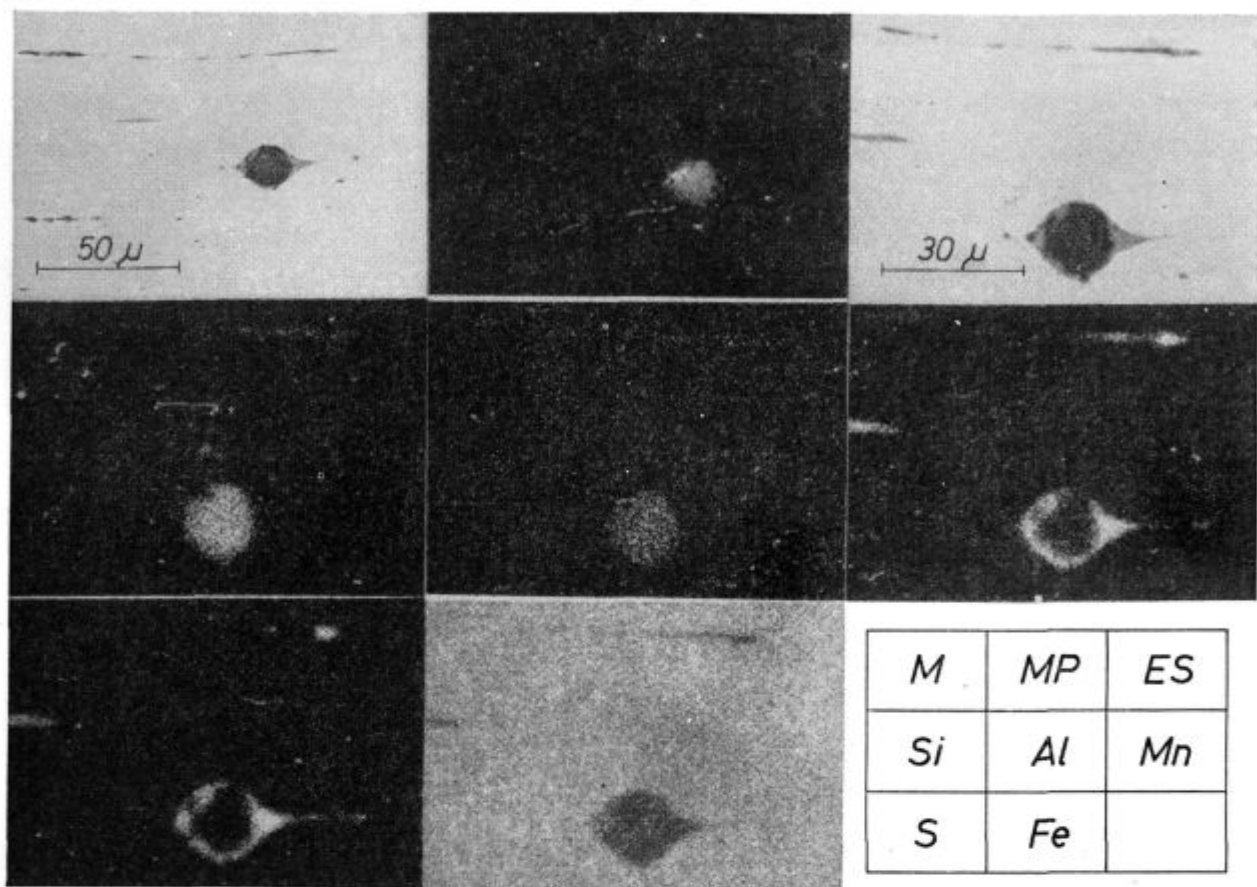
Tudi v valjanem jeklu pri našem delu še nismo naleteli na čiste manganove silikate, marveč le na manganove alumosilikate in redko na vključke

aluminijevega silikata, ki ohranijo krogličasto ali zrnato obliko iz litega jekla tudi v valjenem jeklu (priloga 8) ter so često obdani še z manganovim sulfidom.

V alumosilikatih je tudi železo, vendar je njegova vsebnost približno 10-krat nižja od vsebnosti mangana, zato jih označujemo kot manganove alumosilikate. So temno sive barve in slabo prosojni. Pri opazovanju pod navzkrižnimi nikoli pokažejo le bolj ali manj intenziven odsev, pogosto pa ostanejo temni (priloga 9). Imajo značilno razpotegnjeno obliko z nitastimi podaljškami in so pri isti stopnji vroče predelave in isti vsebnosti železa in mangana tem tanjši čimveč je v njih silicija in čim manj aluminija. Po obliki jih je v nekaterih primerih mogoče zamenjati s sulfidnimi vključki, vendar se eni od drugih zelo jasno ločijo po barvi, saj imajo sulfidi vedno značilno golobje sivo barvo. Zelo pogosto so vključki manganovega alumosilikata zraščeni z vključki manganovega sulfida.

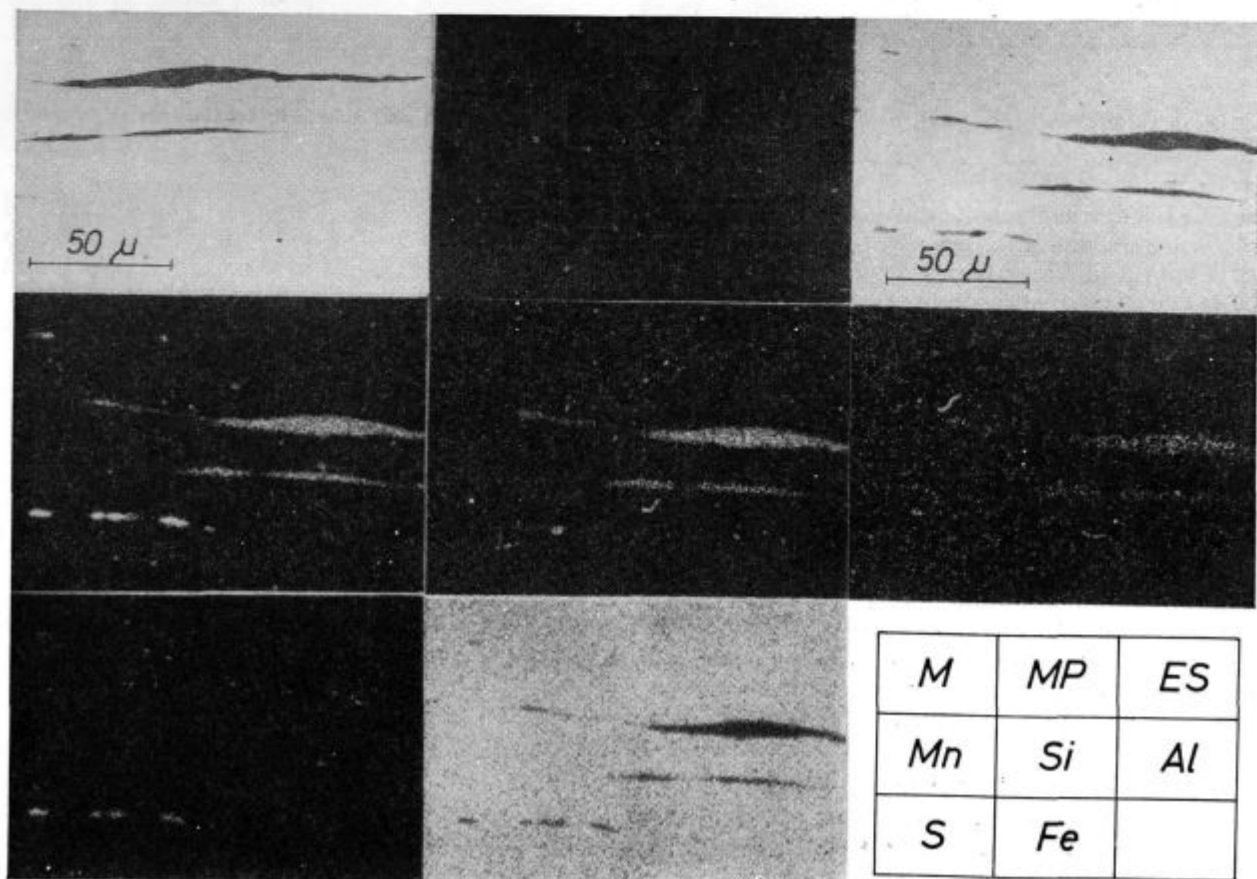
V litem jeklu so vključki kalcijevega aluminata lahko v obliki bolj ali manj prosojnih ali celo prozornih lamel (priloga 10) ali zrn, katera po videzu

<i>M</i>	<i>EP</i>	<i>ES</i>	<i>Fe</i>
<i>Al</i>	<i>Ca</i>	<i>Mn</i>	<i>O</i>
<i>S</i>	<i>Si</i>		



Priloga 8

Krogličast vključek, zrno aluminijevega silikata, obdano z manganovim sulfidom

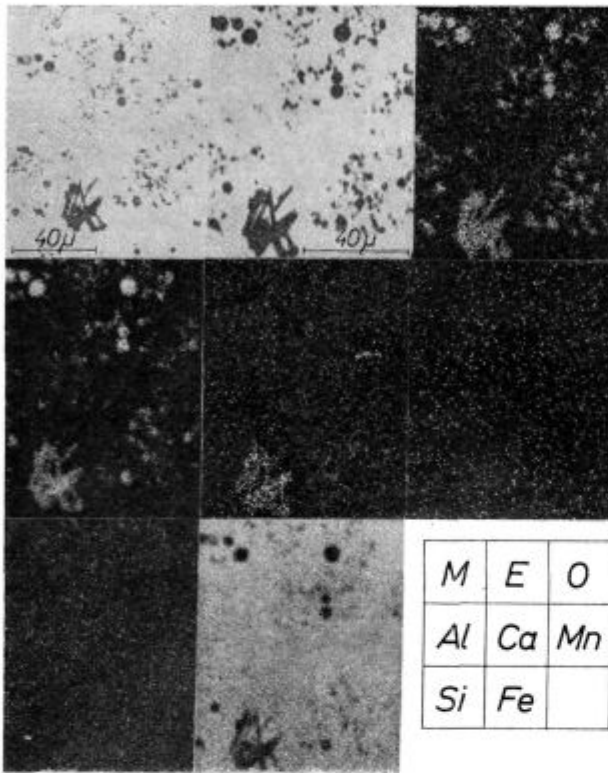


Priloga 9

Temno sivj vključki plastičnega manganovega alumosilikata in svetlo sivj vključki manganovega sulfida

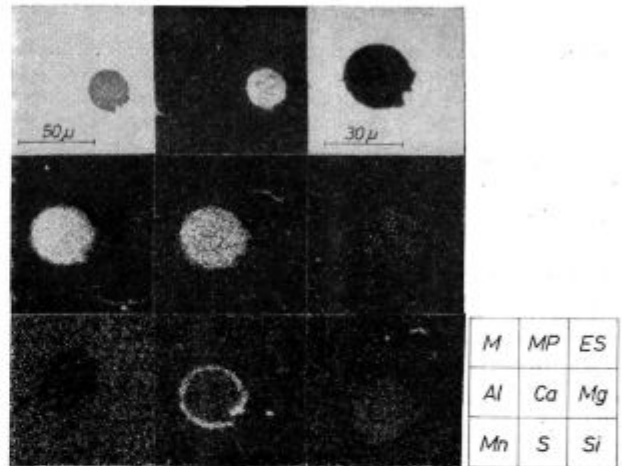
v mikroskopu težko ločimo od vključkov aluminijevega oksida (priloga 11). Po Salterju in Picceringu² nastaja v jeklu za kroglične ležaje v obliki lamel aluminat $CaO \cdot Al_2O_3$, ki ima najvišje tališče od vseh spojin obeh oksidov. Pri našem delu smo

zelo redko naleteli na kristalaste vključke kalcijevega aluminata. Pogostejši so krogličasti vključki, ki vsebujejo kalcij. Pogosto ima oksidna notranjost takih vključkov, ki je sive barve in ima pod navzkrižnimi nikoli rumen odsev, obod sulfidne narave, kjer je žveplo vezano s kalcijem ali manganom (prilogi 12 in 13). Značilna za take vključke je drobno nagubana površina, kar jih loči od krogličastih vključkov aluminijevega oksida, manganovega alumosilikata in aluminijevega silikata. Taki aluminati so verjetno steklasti in po sestavi ne ustrezajo nobeni definirani stehiometrični spojini. Čiste steklaste vključke najdemo redko, čisti pa so aluminatni vključki, ki so zraščeni z zrni aluminijevega oksida, zrni aluminatov z več alumi-



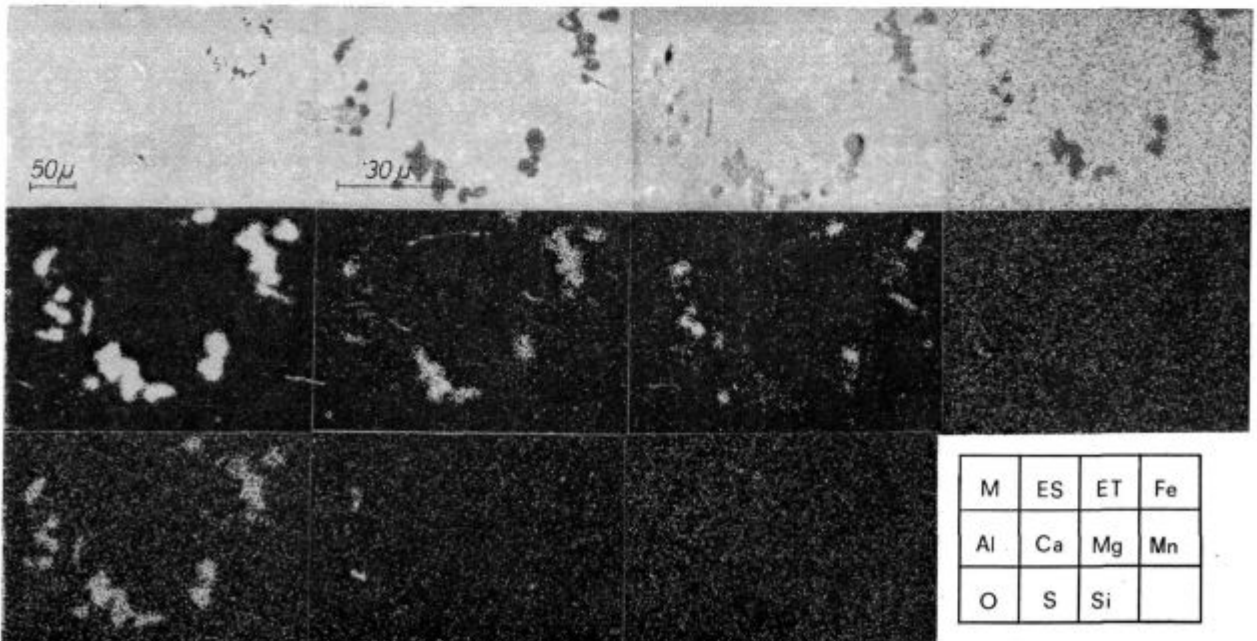
Priloga 10

Okrogli vključki aluminijevega oksida in zrna kalcijevega aluminata



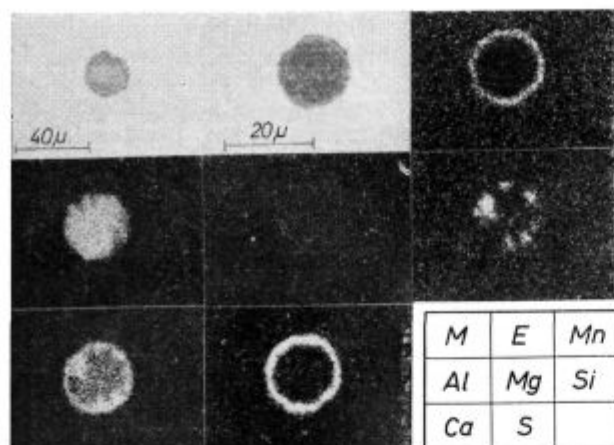
Priloga 12

Vključek kalcijevega aluminata steklaste narave obdan z vencem kalcijevega oksida. V aluminatu je sled magnezija in aluminija



Priloga 11

Zrnatni vključki aluminijevega oksida in kalcijevega aluminata v litem jeklu



Priloga 13

Vključek sestavljen iz različnih kalcijevih aluminatov, zraščeni z zrnji aluminijevega silikata in obdar z vencem kalcijevega sulfida

nija (priloga 13), redko pa zraščeni z zrnji magnezijevega oksida ali magnezijevega aluminata (priloga 14). Najpogosteje pa so v aluminatnem steklu zrna aluminatov z več aluminijevega oksida, ki so kristalizirana in imajo višje tališče ter so najverjetneje definirane spojine.

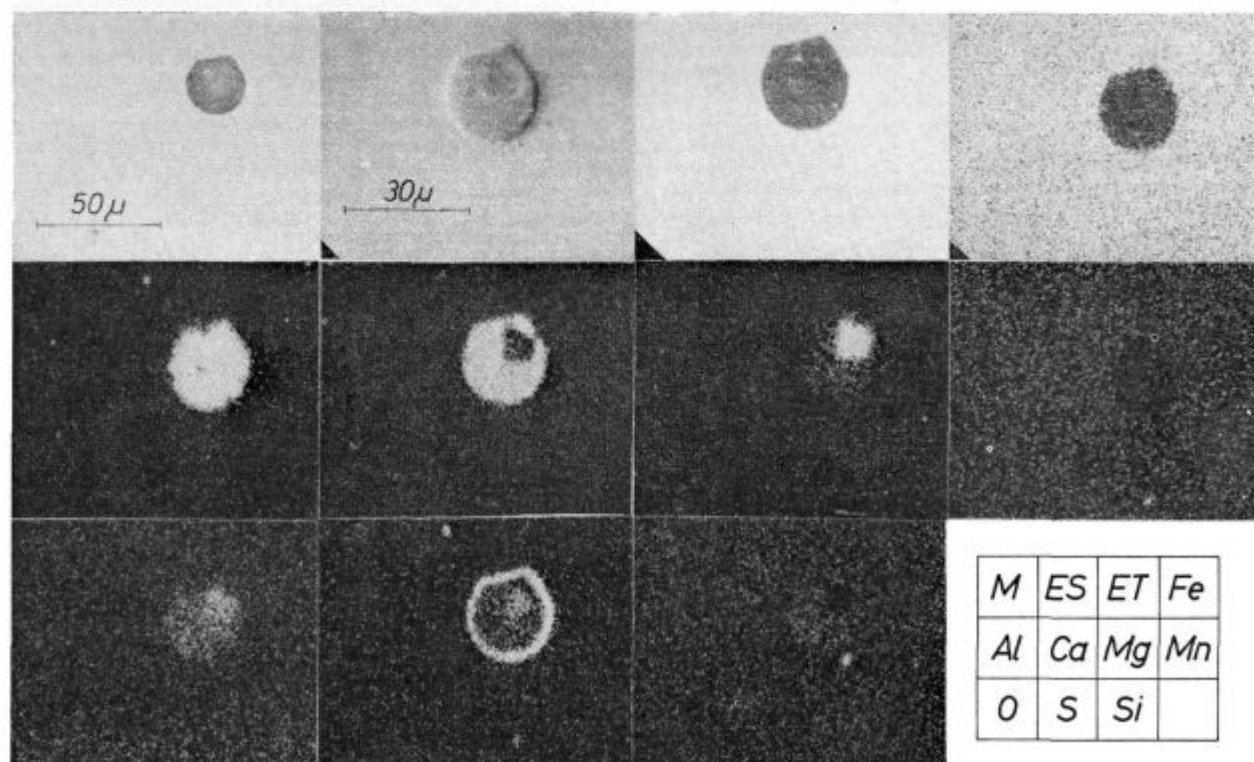
Okrogli vključki kalcijevega aluminata so manj plastični od po obliki podobnih vključkov manganovega alumosilikata, zato se pri valjanju le malo deformirajo in dobijo ovalno obliko (priloga 15 in 16) ali pa se zdrobijo v nize zrn, ki se po barvi

in obliki ne razlikujejo od vključkov aluminijevega oksida (priloga 17). Taki vključki pogosto vsebujejo tudi magnezij. Z razliko od vključkov aluminijevega oksida imajo kdaj pa kdaj rahlo ovalno ali drobno nagubano površino (priloga 18). V valjanem jeklu se vključki kalcijevega aluminata v večjih skupkih slabo držijo skupaj, zato se posamezna zrna luščijo pri pripravi obruskov.

Vključki manganovega aluminata (galaksita) so redki. V litem jeklu imajo okroglasto obliko in heterogen videz. Pogosto so obdani s plaščem aluminijevega oksida (priloga 19), kar je znak da je vključek reagiral z aluminijem v talini. Vključke galaksita najdemo v valjanih jeklih redko. Pri opazovanju v mikroskopu so podobni kot vključki aluminijevega oksida, le da imajo rjav odtonek (priloga 20). V nerjavni jeklih najdemo podobne vključke galaksita, v katerih pa je del aluminija izomorfno nadomeščen s kromom (priloga 21).

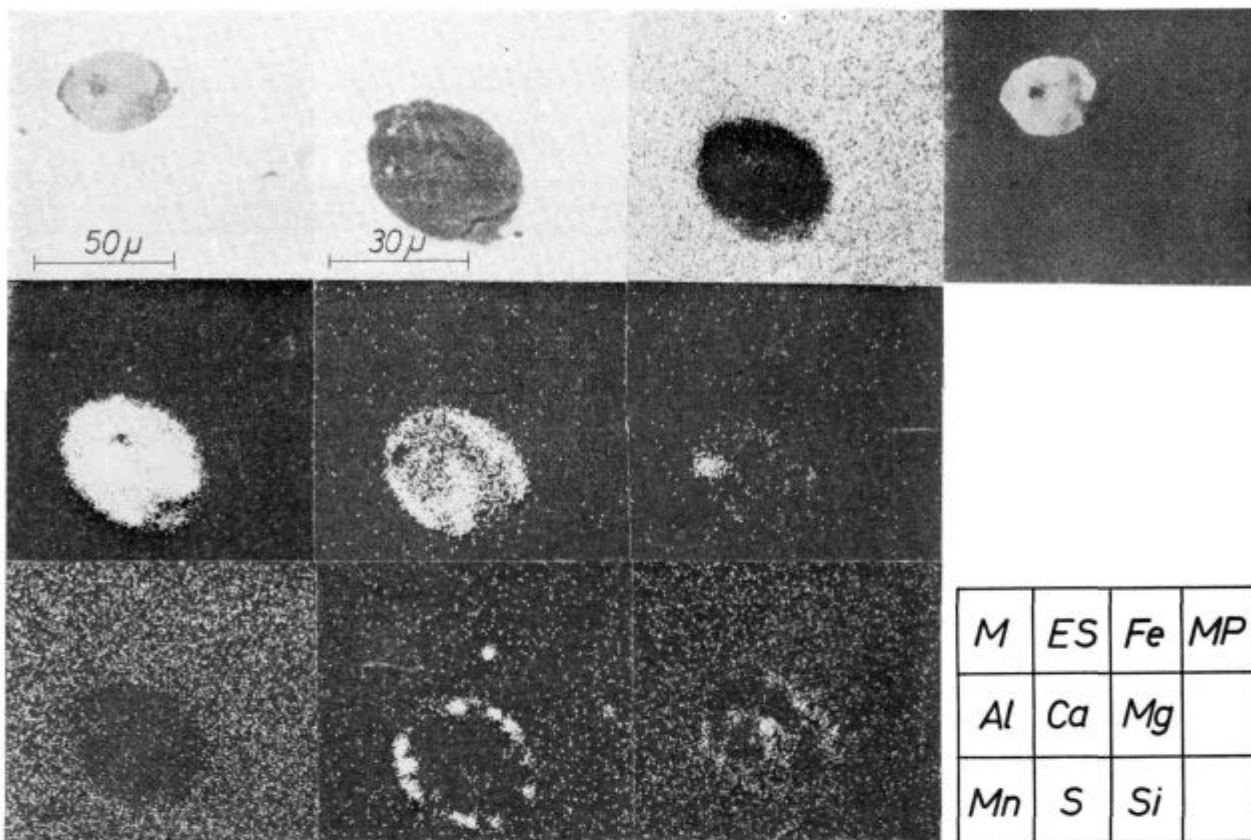
2. Kvantitativna analiza nekovinskih vključkov

Omenili smo že možnost, da je v nekovinskih vključkih manganovega alumosilikata dispergirana tudi sulfidna faza. Razumljivo je, da sestave takih vključkov ni mogoče določiti po nobeni metodi razen z »in situ« analizo na elektronskem mikroanalizatorju. Vse metode, ki slonijo na izolaciji vključkov, dajo namreč le poprečno sestavo, rezultati rentgenske analize pa nam odkrijejo posamezne faze, ne povedo pa ničesar o tem kako so faze med seboj povezane.

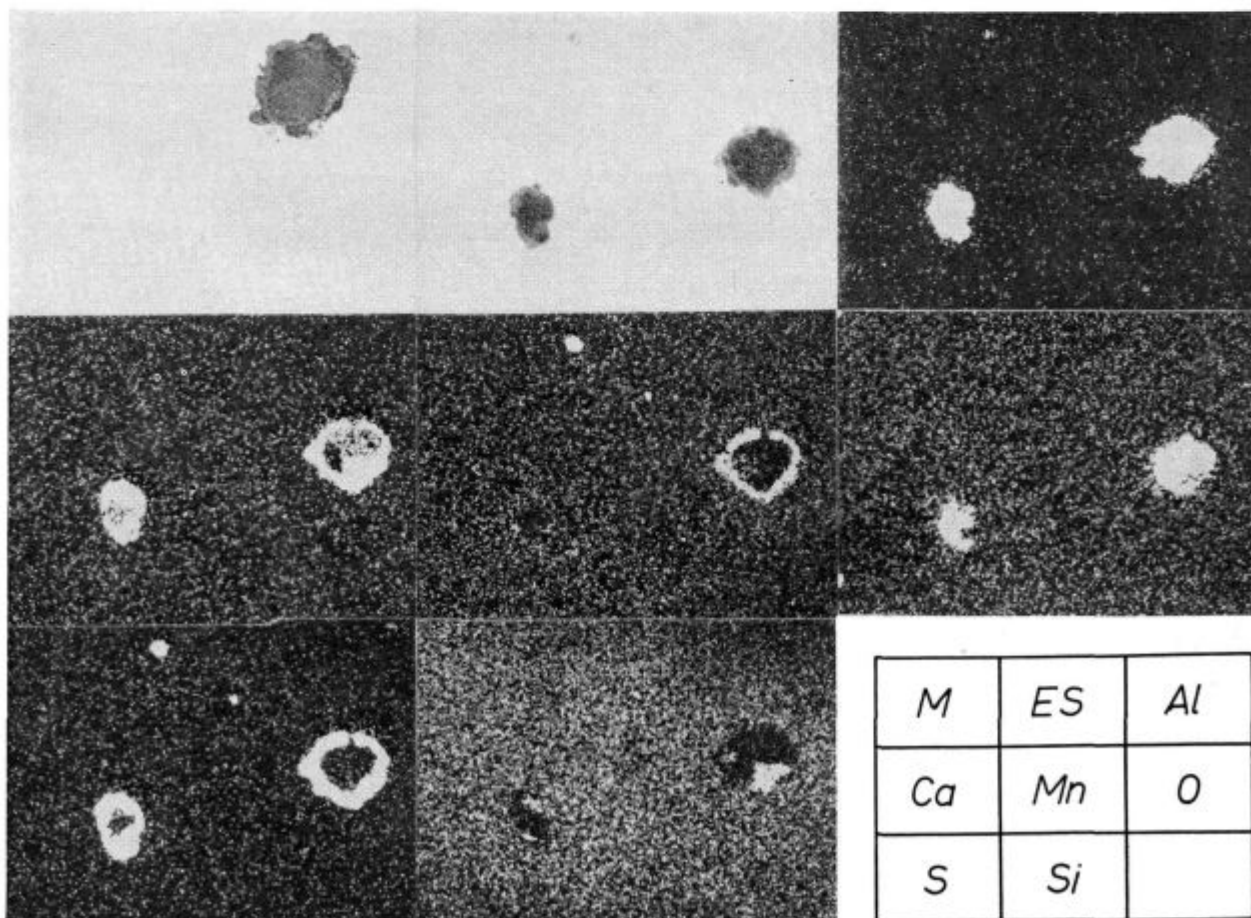


Priloga 14

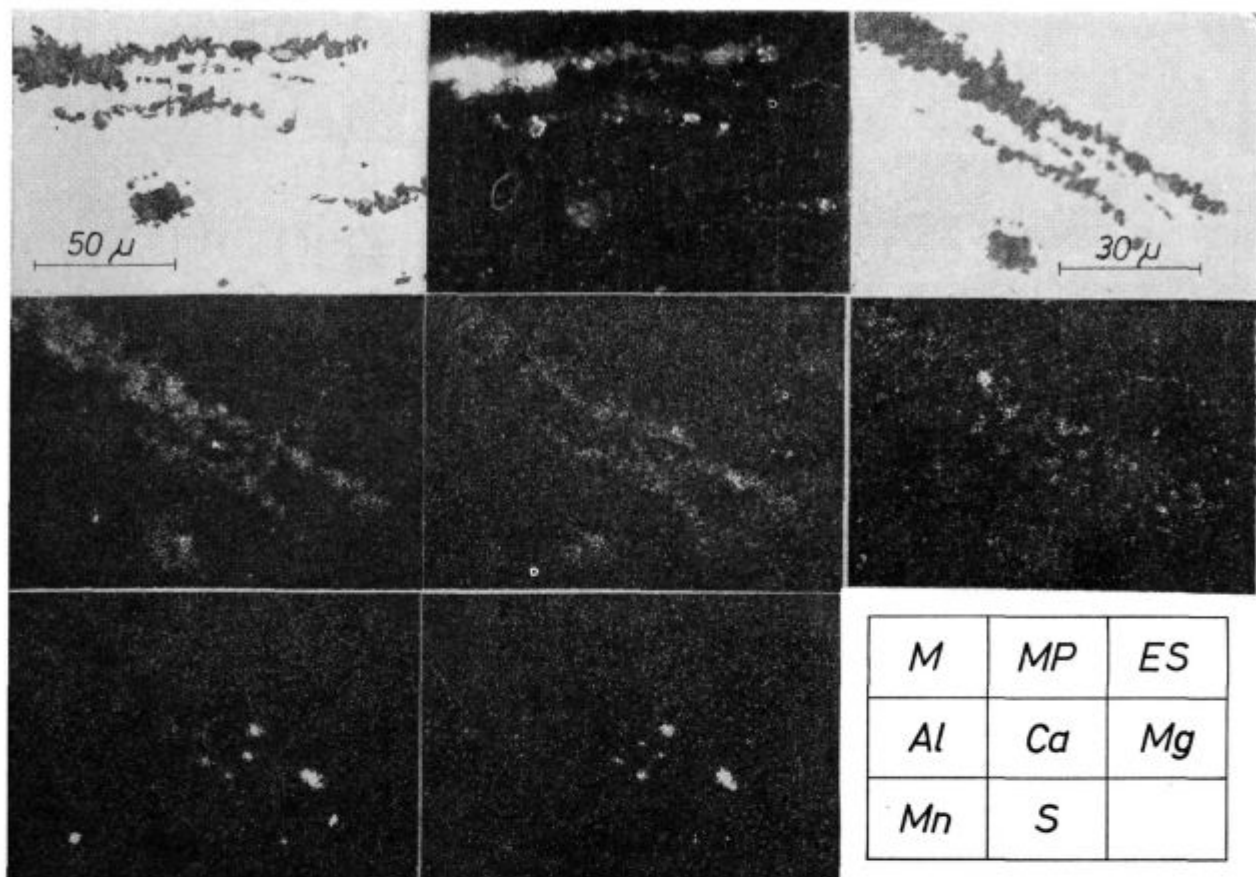
Vključek kalcijevega aluminata z zrnjem magnezijevega aluminata in obdar z vencem kalcijevega sulfida



Priloga 15
Vključek kalcijevega aluminata v valjanem jeklu. Po obodu vključka so sulfidna zrna

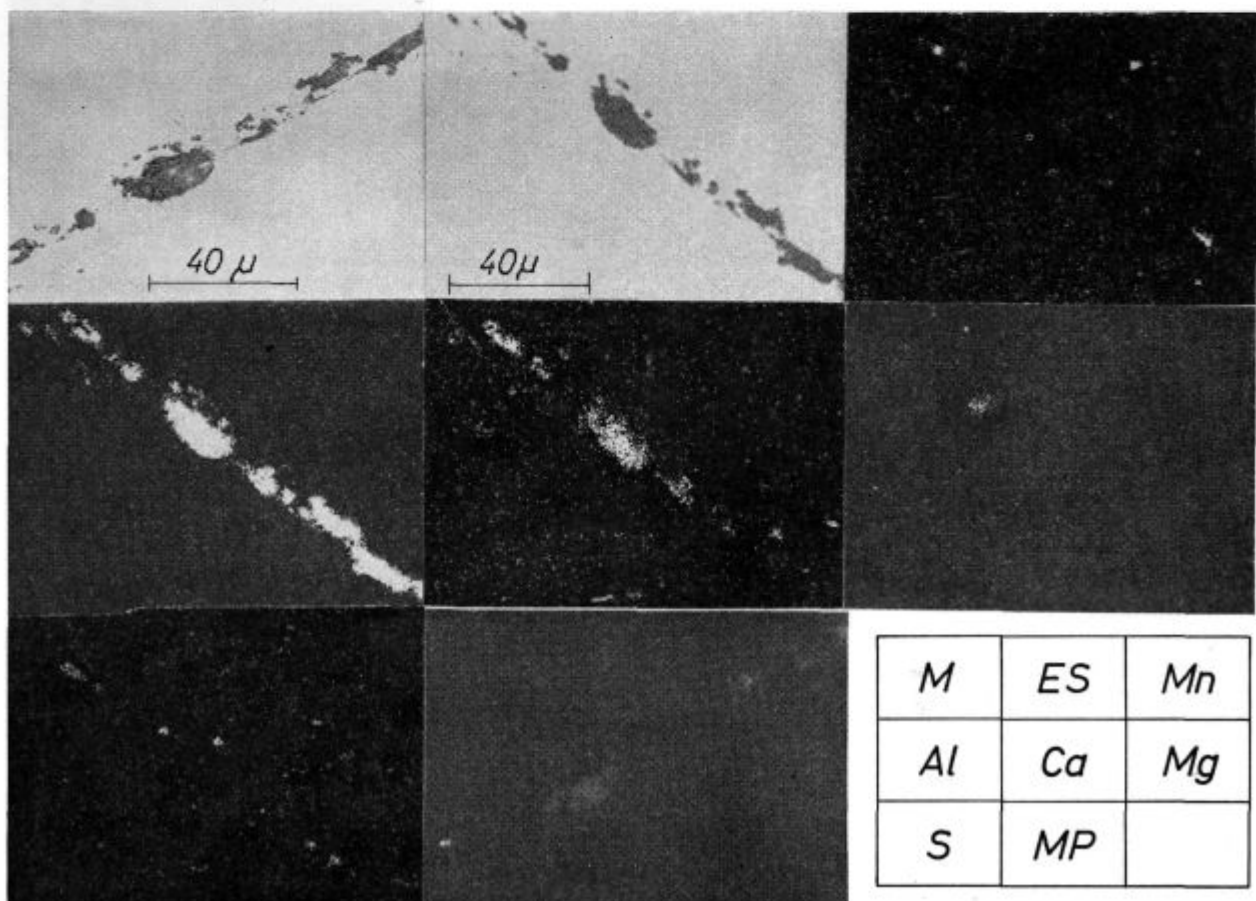


Priloga 16
Vključki kalcijevega aluminata, zraščeni z zrnji aluminijevega silikata in sulfidnim vencem



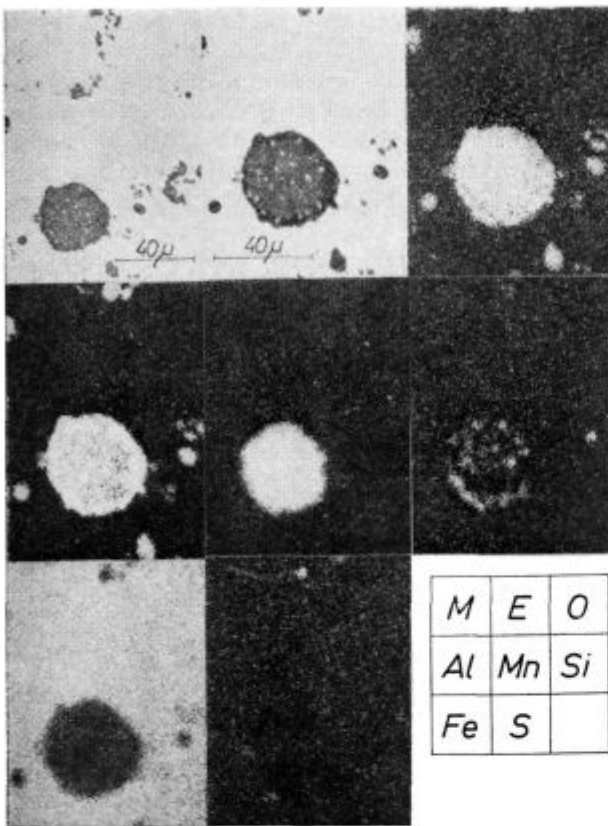
Priloga 17

Niz oksidnih vključkov, ki vsebujejo aluminij, kalcij in magnezij, med njimi so zrna manganovega sulfida



Priloga 18

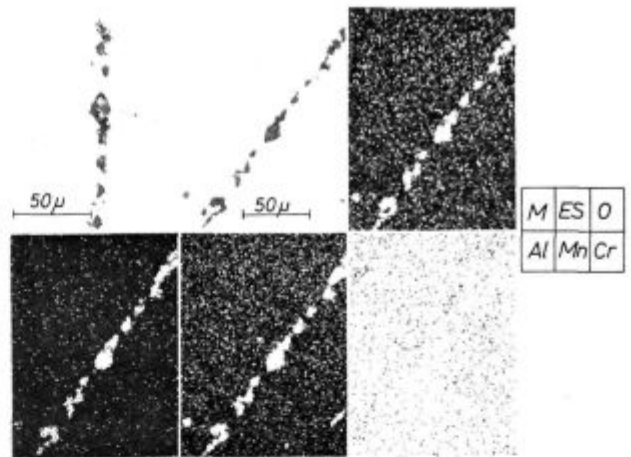
Niz vključkov aluminijevega oksida in kalcijevega aluminata



Priloga 19

Večji vključek, sestavljen iz galaksitne notranjosti z zrni aluminijevega silikata in obdan z vencem aluminijevega oksida

Enofazni vključki, na primer zrna aluminijevega oksida, imajo po vsej prostornini enako sestavo. Vprašanje pa je, če je sestava vključkov povsod enaka, če vsebujejo majhne primese drugih elementov, na primer mangana, kalcija in magnezija.



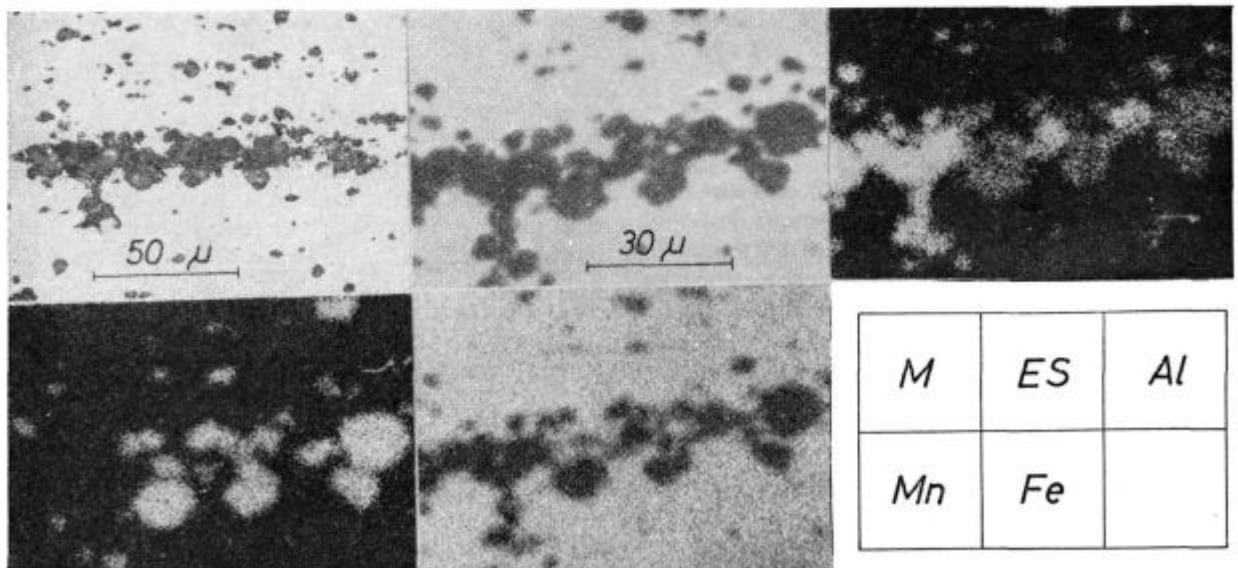
Priloga 21

Niz vključkov galaksita v nerjavnem jeklu

Najlažje je odkriti heterogenost v sestavi na alumosilikatnih vključkih. Za primer, ki naj pokaže analitske možnosti elektronskega mikroanalizatorja in demonstira mikroheterogenost vključkov smo izbrali vključek na prilogi 22, to je vključek sestavljen iz osnove manganovega alumosilikata in zrastkov manganovega sulfida.

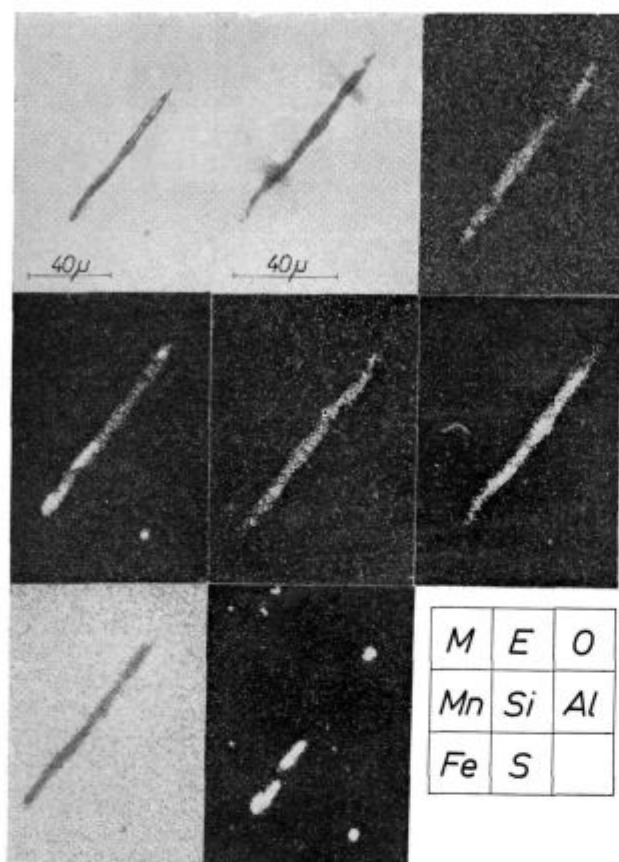
Poglejmo najprej kakšna je napaka pri analizi tako majhnih vključkov na elektronskem mikroanalizatorju.

Na sliki 1 prikazujemo profile koncentracije, ki so bili posneti pri petih zaporednih prehodih čez isto mesto. Tri serije takih meritev so pokazale, da so odstopanja intenzitete na istih mestih manjša od 2 % od srednje vrednosti, razlike med najnižjo in najvišjo vrednostjo intenzitete za oba elementa pa manjše od 4 %. Pri absolutnih koncentracijah 5 % Al in 20 % Si, kolikor imamo na



Priloga 20

Skupina vključkov aluminijevega oksida in galaksita



Priloga 22

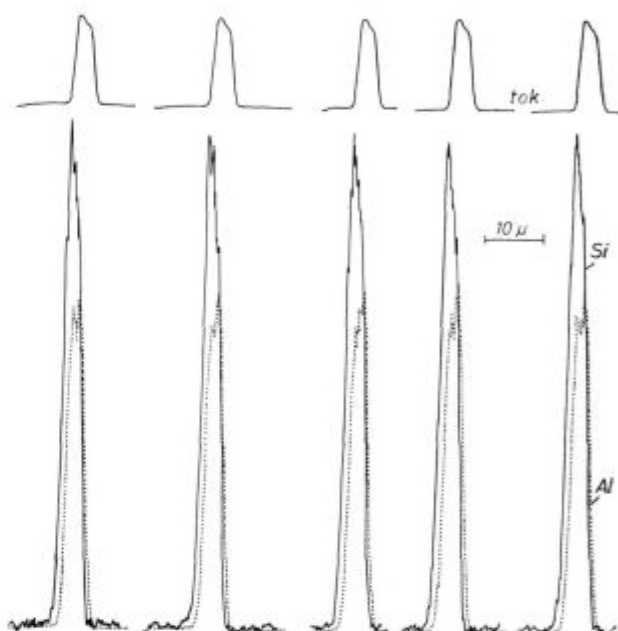
Vključek manganovega silikata, zraščen z zrni manganovega sulfida

vadno v vključkih manganovega aluminata, so torej razlike med najvišjo in najnižjo vrednostjo 0,2 % pri Al in 0,8 % pri Si, kar je zadovoljiva natančnost, tudi če presojamo s stališča drugih načinov analize. Pri standardnem delu pa cenimo, da so odstopanja pri analizi večja in razlike popolnoma zanesljive tedaj, ko odstopajo več od 10 % od povprečja, na primer manjše od 4,5 % in večje od 5,5 % za Al in manjše od 18 % in večje od 22 % za Si. Tudi te tolerance so zadovoljive s stališča mikrokemijske analize nekovinskih vključkov.

Predno preidemo na prikaz mikroheterogenosti posameznih vključkov še nekaj o tem kako na natančnost analize na elektronskem mikroanalizatorju vpliva velikost vključkov v ravnini obruska. Elektroni z energijo 20 kV lahko vzbujajo v alumosilikatnem vključku X žarke do globine 0,0029 mm za aluminij, 0,00285 mm za silicij, 0,0025 mm za mangan in 0,00245 mm za železo. Če je globina vključka manjša, potem ne dobimo pravih vrednosti za kvantitativno analizo, kajti elektroni prodirajo skozi vključek, vzbujajo jekleno osnovo in intenzitete rentgenskih žarkov za posamezne elemente ni mogoče primerjati z intenzitetami, katero v istih pogojih izmerimo na masivnih standardih. Vemo pa, da določimo kvantitativno sestavo prav s primerjavo obeh intenzitet. Na srečo imata

aluminij in silicij podoben koeficient za absorpcijo rentgenskih žarkov v alumosilikatih.

Zaradi tega lahko v prvem približku smatramo, da je razmerje AL : Si konstantno ne glede na to, ali elektroni prodirajo skozi vključek ali pa se X žarki obeh elementov ustvarjajo samo v vključku. Ta predpostavka je dovoljena, ker je vsebnost obeh elementov v jekleni matici zanemarljivo majhna v primerjavi z njuno vsebnostjo v vključkih.

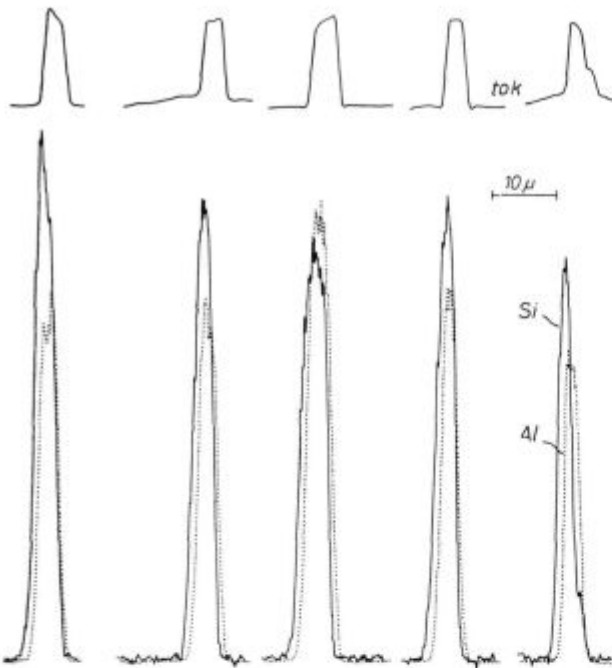


Slika 1

Profil koncentracije za Al in Si pri 5 zaporednih prehodih po isti črti čez vključek na prilogi 22

Profile koncentracije, katere smo določili na petih različnih mestih preje omenjenega vključka kaže slika 2. Analiza krivulj kaže, da se spreminja razmerje intenzitet X žarkov: Si : Al, ki je po primerjavi s standardi sorazmerno s koncentracijami obeh elementov, med 0,31 in 0,47, kar je $\pm 20\%$ od povprečja. V istem vključku niha razmerje $MnO/SiO_2 + Al_2O_3$ med 0,36 in 0,52 oz. $\pm 22\%$ od srednje vrednosti. Eno in drugo odstopanje je mnogo večje kot preje omenjeno analitsko odstopanje in je dokaz, da mikroskopski vključki nimajo enake sestave po celi prostornini in da je mikroanalizator zadosti fino orodje, da je mogoče ugotoviti razlike v koncentraciji v tako majhni prostornini.

Sistematično smo analizirali samo en vključek, ni pa razloga, da bi bili drugi alumosilikatni vključki bolj enakomerni. Zato smatramo, da je pri navajanju sestave potrebno navesti interval vsebnosti posameznih elementov, ne pa poprečno sestavo. Tudi bo razumljiva trditev, da je problematična razlaga pomena poprečne sestave, katero daje analiza vključkov, ki so bili izolirani iz jekla in analizirani po klasičnih mikrokemijskih metodah.



Slika 2

Profil koncentracije za Al in Si pri prehodih na 5 različnih mestih preko vključka na prilogi 22

Na voljo imamo še en dokaz za heterogenost v sestavi vključkov manganovega alumosilikata. V jeklu, v katerem smo našli vključek na prilogi 22 in katerega smo sistematično analizirali, smo analizirali še 17 vključkov, ki so bili v ravnini obruska širši od 0,005 mm. V njih smo določili maksimalne vsebnosti silicija, aluminijskega in mangana ter minimalno vsebnost železa ter jih preračunali v okside, ne da bi upoštevali korekture zaradi razlike v sestavi med vključki in standardi. Vsebnost aluminijskega oksida je bila v mejah od 21 do 56 %, vsebnost silicijevega dioksida je bila v mejah med 26 in 65 %, vsebnost manganovega oksida pa v intervalu 26 do 36 %. Vsota največjih koncentracij teh treh oksidov samo v enem primeru ni presegala 100 %. Edina razlaga za to je, da posamezni vključki nimajo enake sestave po vsej prostornini.

Te ugotovitve veljajo za alumosilikatne vključke. Sulfidnih vključkov nismo tako sistematično analizirali. Opazili pa smo, da je v sulfidnih vključkih, ki imajo obliko podolgovatih kapljic, na odebeljenem koncu vsebnost železa tudi za 100 % višja kot na tanjšem koncu. Pri delu smo naleteli že na vključke manganovega sulfida, ki so vsebovali aluminij (priloga 23), krom, niob, titan in vanadij, pa se po mikroskopskem videzu niso bistveno razlikovali od vključkov manganovega sulfida, ki vedno vsebuje tudi nekaj železa. Ugotovili smo celo, da se z žarjenjem pri 850 °C znižuje vsebnost železa v vključkih manganovega sulfida v jeklu za avtomate⁴.

Na osnovi opisanih ugotovitev nam bodo lažje razumljivi in sprejemljivi podatki iz strokovnega tiska o tem, kakšno sestavo imajo lahko nekovinski

vključki, ki dajejo enake difrakcijske diagrame rentgenskih žarkov in pripadajo zato isti mineralni spojini. V tabeli 1 navajamo nekaj takih spojin po Salterju in Pickeringu ter Kiesslingu in Langeju³.

Tabela 1 — Sestava mineralnih faz v nekovinskih vključkih

Faza	Teoretična sestava	Praktične meritve
Galaksit $MnOAl_2O_3$	59 % MnO 41 % Al_2O_3	35 do 66 % MnO 65 do 34 % Al_2O_3
Spessartit $3MnOAl_2O_3SiO_2$	43 % MnO 36 % SiO_2 21 % Al_2O_3	37 do 46 % MnO 30 do 45 % SiO_2 13 do 19 % Al_2O_3
$CaO \cdot 2Al_2O_3$	79 % Al_2O_3	78 do 89 % Al_2O_3
$CaO \cdot Al_2O_3$	65 % Al_2O_3	58 do 75 % Al_2O_3
$MgO \cdot Al_2O_3$	71,5 % Al_2O_3	do 90 % Al_2O_3

Mineralne spojine, ne steklaste zmesi, ki sestavljajo nekovinske vključke, nimajo torej stehiometrične sestave in v njih se topijo različni elementi ali oksidi, čeprav iz ustreznih faznih diagramov ni mogoče sklepati o medsebojni topnosti. Zaradi specifičnosti vključkov, najdemo lahko v istem vzorcu jekla različne mineralne spojine, ki so sestavljene iz istih osnovnih oksidov med seboj povezanih v različnih razmerjih. Tak primer smo našli, ko smo analizirali vključke manganovega alumosilikata v probah litega jekla. Analizirali smo 8 velikih okroglih vključkov in dobili sestave, ki so podane v tabeli 2. Da bi dobili predstavbo o velikosti korektur pri kvantitativni analizi ne navajamo v tabeli ne samo prave sestave vključkov, marveč tudi sestave izračunane na osnovi razmerja intenzitet (prvi približek po Castaingu) in korekturne faktorje izračunane po metodi Büchnerja in Pitscha.⁵ Vidimo, da vključki ne ustrezajo točno nobeni stehiometrični mineralni spojini, pač pa je mogoče na osnovi preje omenjenih področij obstojnosti posameznih mineralnih spojin sklepati da je večina vključkov spessartitnega tipa, ki ima stehiometrično sestavo $3MnOAl_2O_3SiO_2$, vključek 4 pa je verjetno anortitne narave in bi imel stehiometrično sestavo $MnOAl_2O_3SiO_2$. V vseh vključkih je del manganovega oksida izomorfno nadomeščen za železovim oksidom.

SKLEP

V tem zapisu smo poizkusili na kratko opisati značilnosti v sestavi nekovinskih vključkov v jeklih in možnosti, katere nam nudi za njihovo identifikacijo elektronski mikroanalizator. Na osnovi opisanih rezultatov bi lahko oblikovali naslednje sklepe:

Tabela 2

Vključek	Razmerje intenzitet					Korekturni faktor			
	MnO*	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Vsota	MnO	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃
1	33,2	4,4	24,1	11,1	72,8	1,01	1,0	1,77	1,67
2	24,7	3,1	20,2	22,3	70,3	1,01	1,0	1,98	1,40
3	28,5	3,3	25,4	16,1	73,3	1,01	1,0	1,80	1,45
4	30,0	4,4	27,8	11,3	73,5	1,01	1,0	1,71	1,60
5	32,8	4,6	32,0	7,7	79,1	1,01	1,0	1,61	1,55

Vključek	Sestava vključkov v %					Molarno razmerje			
	MnO*	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Vsota	MnO	FeO	SiO ₂	Al ₂ O ₃
1	33,8	4,4	42,6	18,5	99,3	0,68	0,09	1	0,25
2	25,0	3,1	40,0	31,2	99,3	0,52	0,06	1	0,46
3	29,0	3,3	45,8	23,3	101,4	0,54	0,06	1	0,30
4	30,5	4,4	47,5	18,1	100,5	0,54	0,08	1	0,23
5	33,3	4,6	51,4	11,9	101,2	0,55	0,07	1	0,14

Vsebnosti oksidov so izračunane iz izmerjenih vsebnosti posameznih elementov.

a) Ocena vrste vključkov na osnovi mikroskopskega videza ni enostavna, problematično pa je sklepati o točni sestavi vključkov samo na osnovi podatkov, katere nudi opazovanje v metalografskem mikroskopu.

b) V primeru, da je sestava vključkov večfazna, na primer ko vključki vsebujejo istočasno okside kalcija, aluminija in magnezija, ali pa okside mangana, silicija in aluminija, se posamezni vključki toliko razlikujejo po sestavi, da poprečna sestava, katero dobimo na osnovi analize velikega števila vključkov, ki so izolirani iz jekla, ne daje prave predstave o dejanski sestavi vključkov.

c) Pri presoji mineralne pripadnosti posameznih vključkov moramo upoštevati dejstvo, da zaradi specifičnih pogojev nastanka mineralne faze v vključkih lahko močno odstopajo od stehiometričnih sestav po razmerju med osnovnimi kompo-

nentami ter so v njih raztopljeni še drugi elementi. Zato lahko najdemo v nekovinskih vključkih mineralne spojine, katerih ne najdemo v naravi.

Literatura

1. F. Vodopivec: »Elektronska mikroanaliza kovinskih in nekovinskih snovi«. Zvezarski zbornik, bo objavljeno.
2. W. J. Salter in F. B. Pickering: Journal of the Iron and Steel Institute 207, julij 1969, str. 992–1002.
3. R. Kiessling in N. Lange: Non Metallic Inclusion in steel, ISI Publication 90, 100 in 115, Iron and Steel Institute, London, 1964, 1966 in 1968.
4. T. Lavrič in F. Vodopivec: Studij izolacije sulfidnih vključkov iz nelegiranega in legiranega jekla; Poročilo MI Ljubljana, november 1969.
5. A. R. Büchner in W. Pitsch: A new correction for absorption and atomic number in quantitative microprobe analysis of metals: Z. Metall Kunde 62, 1971, št. 5, 392–400.

ZUSAMMENFASSUNG

Das Aussehen nichtmetallischer Einschlüsse im Lichtmikroskop ist kein zuverlässiges Mittel für eine sichere Identifizierung der Einschlüsse.

Die parallelen Untersuchungen am Lichtmikroskop und Elektronenmikroanalysator zeigen, dass die Einschlüsse von einem Aluminiumoxid und die Einschlüsse einiger Kalziumaluminat und Magnesiumaluminat, der Farbe und Form nach sehr ähnlich sind. Die galaksitischen Einschlüsse unterscheiden sich nach dem mikroskopischen Aussehen nur wenig. Dasselbe gilt auch für Galaksit in dem Chrom einen Teil von Aluminium ersetzt hat. Auf Grund der Reaktion im polarisiertem Licht ist es nicht möglich zwischen runden Einschlüssen des Aluminiumoxid, welche etwas Mangan und Eisen enthalten, und den Einschlüssen von Manganalumosilikat ähnlicher Form zu

unterscheiden, da die beiden Einschlussarten den charakterischen Kreuz bilden.

Bei der Analyse der nichtmetallischen Einschlüsse im Elektronenmikroanalysator ist wichtig nur die geometrische Trennbarkeit dieser Einrichtung. Es ist dabei noch nie passiert, das irgendein Einschluss so einen kleinen Gehalt von einem Elementen hätte, dass seine Bestimmung am Mikroanalysator schwierig sein würde. Die alumosilikatischen Einschlüsse sind im gesamten Volumen nicht derselben Zusammensetzung. Einen starken Unterschied zeigen im Gehalt der Kationen und Anionen im selben Stahl auch die gleichartigen Einschlüsse. Diese Tatsache erschwert sehr die richtige Beurteilung über die durchschnittliche Zusammensetzung der Einschlüsse, welche sonst einfach durch die chemische Analyse der aus dem Stahl isolierten Einschlüsse erhältlich ist.

SUMMARY

Appearance in optical microscope is not a reliable basis for secure identification of non-metallic inclusions as parallel investigations by optical microscope and electron microanalyzer showed that inclusions of pure alumina and of some calcium aluminates, and of magnesium aluminate have very similar shape and colour. Inclusions of galaxite differ very little by microscope appearance. The same is valid for galaxite in which some aluminium was substituted by chromium. Polarized light does not give a distinction between the round inclusions of alumina containing some manganese and iron, and the inclusions of manganese aluminosilicate of similar shape as both types of inclusions give the characteristic cross.

In analysis of non-metallic inclusions by electron microanalyzer only geometrical resolving power of apparatus is important. Till now no case appeared that an inclusion contained so little of an element that its determination by microanalyzer could cause difficulties. Aluminosilicate inclusions have not uniform composition over the volume and even the inclusions of the same kind in the same steel highly differ in content of cations and anions. This renders exact estimation of the mean composition of inclusions more difficult but the mean composition can be obtained by analysis of inclusions which were beforehand isolated from steel.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Конфигурация неметаллических включений в стали исследованном в оптическом микроскопе не достаточно надёжное основание для их идентификации. Сравнительные исследования при помощи оптического микроскопа и электронного микроанализатора показали, что обнаружено очень большое сходство что касается цвета и конфигурации между чистой окисью алюминия и включениями некоторых алюминатов элементов кальция и магния. Под микроскопом по виду также незначительно отличаются включения галаксита, также включения галаксита в котором элемент хром заменён с алюминием. На основании реакции в поляризованном свете нет возможности различить кругловатые включения окиси алюминия которые содержат небольшое количество марганца и железа от включений кремнекислота алюминия с содержанием марганца, так как оба вида этих включений пока-

зывают выразительно характерный крест. При определении неметаллических включений при помощи электронного микроанализатора имеет значение только геометрическая способность отдельности этого прибора. При исследовании не было ни разу случая затруднения определить либо какое включение несмотря на незначительное содержание какого нибудь элемента. Включения силикатов алюминия не имеют один и тот же состав по всей ёмкости. По содержанию катионов и анионов небольшое сходство обнаружено также в одном и том же сорте стали в включениях одного и того же вида. Этот факт затрудняет правильную оценку данных о среднем составе включений которое можно определить на основании анализа включений предварительно изолированных из стали.