

MIKROANALIZA FAZ V JEKLIH IN NIKLJEVIH ZLITINAH S POVRATNO SIPANIMI ELEKTRONI V VRSTIČNEM ELEKTRONSKEM MIKROSKOPU

PHASE MICROANALYSIS IN STEELS AND NICKEL ALLOYS BY BACKSCATTERED ELECTRONS IN THE SCANNING ELECTRON MICROSCOPE

HENRIK KAKER¹, V. MARINKOVIĆ²

¹SŽ-Metal Ravne, d.o.o., SEM-EDS Laboratorij, Koroška cesta 14, 2390 Ravne na Koroškem

²Institut Jožef Stefan, 1000 Ljubljana

Prejem rokopisa - received: 1997-10-01; sprejem za objavo - accepted for publication: 1997-12-19

V članku obravnavamo uporabo povratno sipanih elektronov v vrstičnem elektronskem mikroskopu za mikroanalizo binarnih in psevdo-binarnih faz v jeklih in nikljevih zlitinah. Z meritvijo koeficienta povratnega sipanja in v kombinaciji z rezultati mikroanalize EDS je možno identificirati faze z lahкими elementi, kot so karbidi, karbonitridi, nitridi in boridi, ter ugotoviti njihovo sestavo.

Ključne besede: vrstični elektronski mikroskop, povratno sipani elektroni, koeficient povratnega sipanja, mikroanaliza, faze v jeklih in nikljevih zlitinah

The use of backscattered electrons in the scanning electron microscope for microanalysis of binary and pseudo-binary phases in steels and nickel alloys is described. By measurements of backscattering coefficients in combination with the EDS analysis the presence of light elements can be detected in phases like carbides, carbonitrides, nitrides and borides.

Key words: scanning electron microscope, backscattered electrons, backscattering coefficients, microanalysis, phases in steels and nickel alloys

1 UVOD

Osnova za analizo kemijske sestave materialov z uporabo povratno sipanih elektronov (PSE) v vrstičnem elektronskem mikroskopu (SEM)¹⁻³ je monoton porast koeficienta PSE z atomskim številom elementov, in sicer je ta porast za lažje elemente ($Z < 30$) nekoliko hitrejši kot za težje (slika 1). Taka odvisnost koeficienta PSE, ki je definiran z razmerjem med tokom PSE in tokom vpadnih elektronov, se lahko uporabi za identifikacijo in kvantitativno analizo binarnih in psevdo - binarnih faz³.

Analiza s PSE ne more nadomestiti rentgenske mikroanalize z energijsko disperzivnim (EDS) spektrometrom, ampak je predvsem dopolnilna metoda k analizi EDS faz z lahкими elementi z atomskimi števili pod 11, ki jih z EDS-detektorji z berilijevim oknom ni mogoče analizirati zaradi absorpcije rentgenske svetlobe v oknu detektorja. Kombinacija EDS-analize in analize s PSE omogoča identifikacijo in določitev sestave faz, kot so karbidi, karbonitridi, nitridi, boridi in oksidi, vendar pa je kvantitativna analiza omejena na binarne in psevdo-binarne faze. Poleg hitre kvalitativne in kvantitativne analize teh faz omogoča analiza s PSE tudi meritve debeline delcev v matricah ter debeline in sestave površinskih tankih plasti.

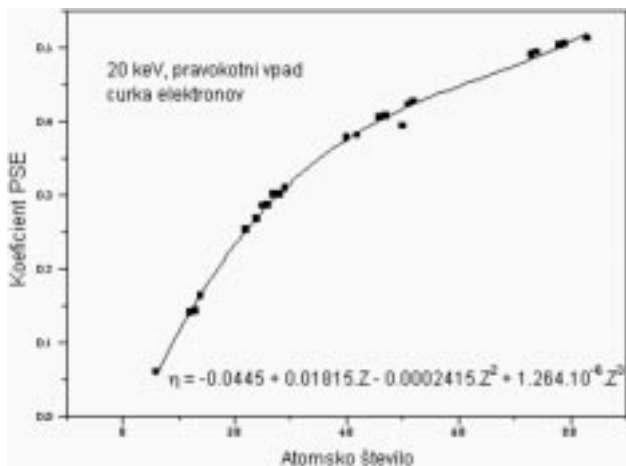
V vseh omenjenih primerih je za analize potrebno poznavanje odvisnosti koeficientov PSE od atomskega števila. V literaturi so podani razni analitični modeli pa tudi empirične enačbe za izračun koeficientov PSE⁴. Za

teoretične izračune je zaradi narave sipalnega procesa posebej primerna metoda simulacije Monte Carlo (MC)⁵.

V članku so prikazani rezultati MC-izračunov globin in premerov interakcijskih volumnov v zvezi z analizo problematiko, specifičnosti meritev relativnih koeficientov PSE ter postopek in rezultati analize nekaterih faz, ki vsebujejo lahke elemente.

2 SIMULACIJA MONTE CARLO

Interakcije elektronov z atomi vzorca so zelo kompleksne narave. Preden elektron izgubi svojo energijo ali izstopi iz vzorca, doživi mnoge elastične in neelastične trke. Za obravnavo interakcij vpadnega elektrona se uporablja metoda Monte Carlo⁵, s katero simuliramo tridimenzionalne trajektorije vpadnega elektrona v vzorcu. Realni curek elektronov je sestavljen iz mnogih elektronov, zato moramo v izračunu simulirati veliko število elektronov. Simulacija Monte Carlo se v elektronski mikroskopiji uporablja za določitev velikosti primarnega interakcijskega volumna, kotne in energijske porazdelitve in interakcijskih volumnov povratno sipanih in sekundarnih elektronov, izračun koeficientov transmisije, porazdelitve rentgenskega signala z globino in simulacijo katodne luminiscence. Programi za MC-simulacije so fleksibilni glede definiranja instrumentalnih parametrov in relevantnih karakteristik vzorca⁶, zato je metoda pomemben pripomoček pri analizi meritev povratnega sipanja elektronov. Uporaba MC simulacije

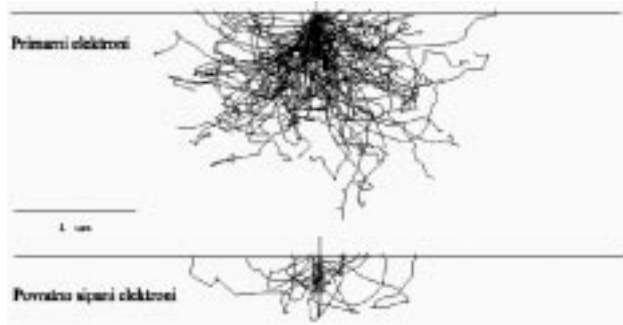


Slika 1: Odvisnost koeficienta PSE od atomskega števila vzorca¹²
Figure 1: Variation of backscattered electron coefficient with atomic number¹²

je še posebej nepogrešljiva v primerih, ko so lateralne dimenzije analiziranih področij, npr. izločkov v matricah, primerljive s premeri interakcijskih volumnov elektronov.

Za simulacijo sipanja elektronov z metodo Monte Carlo so v rabi različni modeli, ki se med seboj razlikujejo po načinu opisa trajektorij elektronov v vzorcu. Za izračune, potrebne pri analiznih meritvah, smo uporabili model večkratnega sipanja⁶, ki je primeren za opis karakteristik PSE v SEM v energijskem območju med 5 in 40 keV. Zanimaritev neelastičnega sipanja v modelu povzroči le majhno napako, zelo pa poenostavi in za pet- do osemkrat skrajša izračune v primerjavi z modelom enkratnega sipanja⁶.

Za uporabljeni model smo napisali računalniški program v programskem jeziku Power Basic verzija 2.0 (Spectra Publishing, ZDA) za IBM PC ali kompatibilni računalnik. Pri izračunih smo simulirali od 1000 do 5000 trajektorij elektronov na računalniku IBM PC s 75 MHz Pentium-procesorjem. Potreben čas za simulacijo 5000 elektronov je okrog 6 minut. Pri simulaciji 5000 elektronov je relativna napaka rezultata simulacije 1,4%.



Slika 2: Interakcijski volumen za primarne elektrone in PSE za Fe pri 25 keV in pravokotnem vpadu elektronov (simulacija 100 elektronov)
Figure 2: Interaction volume of primary electrons and backscattered electrons at 25 keV in Fe, normal incidence, (simulation of 100 electrons)

V **tabeli 1** so podani tako izračunani premeri in globine interakcijskih volumnov v Fe za primarne in PS elektrone ter za karakteristično rentgensko sevanje FeK_α v odvisnosti od energije pri pravokotnem vpadu elektronov. Za 25 keV elektrone sta interakcijska volumna za primarne in PS-elektrone prikazana tudi grafično na **sliki 2**. Izračuni so tudi pokazali, da 90% PSE izstopa s površine, katere premer je okrog 30% dosega elektronov⁷. Iz rezultatov v tabeli izhaja, da so izstopni volumni za PSE manjši od ustreznih vrednosti za FeK_α, oziroma, da je prostorska ločljivost⁷ analize s PSE boljša kot pri rentgenski mikroanalizi.

Tabela 1: Izračunane dimenzije (μm) interakcijskih volumnov v Fe v odvisnosti od energije

Table 1: Dependence of energy and calculated dimensions (μm) of interaction volumes in Fe

Ener-gija E ₀ (keV)	Primarni elektroni		Fe K _α		Povratno sipani elektroni	
	premer (μm)	globina (μm)	premer (μm)	globina (μm)	premer (μm)	globina (μm)
1	0,06	0,04	-	-	0,04	0,02
5	0,22	0,17	-	-	0,14	0,07
10	0,67	0,54	0,61	0,49	0,41	0,12
15	1,37	1,12	1,26	0,99	0,93	0,41
20	2,22	1,84	2,20	1,80	1,46	0,80
25	3,36	2,67	3,25	2,63	2,07	0,96
30	4,54	3,66	4,51	3,58	3,54	1,44
35	6,30	4,83	6,26	4,72	4,08	1,81
40	7,57	6,10	7,36	5,90	5,84	2,25

3 MERITVE RELATIVNEGA KOEFICIENTA POVRATNEGA SIPANJA

Za detekcijo PSE v SEM se uporabljajo polprevodniški detektorji⁸, ki so navadno izdelani kot simetrični elementi s centralno odprtino in omogočajo detekcijo PSE z energijami okrog 1 keV in ločljivostjo 0,2 atomskega števila.

Za meritve koeficientov PSE s polprevodniškim detektorjem je treba poznati karakteristike detektorja (spodnji prag detekcije, izkoristek) ter kotne in energijske porazdelitve PSE, ki pa so odvisne od sestave vzorca. Ker ti parametri večinoma niso poznani, so za analize meritve pri uporabi polprevodniškega detektorja primerne le meritve relativnih koeficientov PSE. Ta je definiran kot razmerje med signalom vzorca in standarda. Meritev je uspešna pri pogoju, da so vse nastavitve na SEM konstantne za vzorec in standard. Ker na meritve relativnih koeficientov vpliva več eksperimentalnih faktorjev, je treba zvezo med koeficienti PSE in Z določiti eksperimentalno s primerno kalibracijo. Glavni faktorji, ki vplivajo na meritev relativnega koeficienta PSE, so:

- Geometrija vzorec - detektor: Razdalja med vzorcem in detektorjem je kritična, ker določa prostorski kot detekcije PSE. Pri uporabi polprevodniškega detektorja, nameščenega pod polove čevlje objektivne leče

- (slika 3), je razdalja med vzorcem in detektorjem zelo natančno nastavljiva z Z - goniometriško stopnjo.
- b) Meritev signala: Ojačeni napetostni signal iz detektorja PSE se vodi na SEM monitor in se lahko uporabi za meritev relativnega koeficienta PSE. Vendar je treba v tem primeru zagotoviti konstantnost preveč parametrov, kot so razdalja vzorec - detektor, tok curka elektronov in nastavitve na ojačevalniku. Zaradi tega smo vse meritve signala opravili neposredno na izhodu detektorja z merilnikom toka.
- c) Tok curka in odziv detektorja: Ker je merjeni signal sorazmeren toku curka, so meritve relativnih koeficientov PSE reproducibilne samo, če je tok curka med meritvijo konstanten na vzorcu in standardu. Tok curka smo merili s Faradayevo kletko, vgrajeno v nosilec vzorca. Preizkušanje odziva detektorja s serijo meritev na bakrovem standardu v območju med 6 in 30 keV je pokazalo, da je v območju nad 13 keV odziv detektorja linearen (slika 4).
- d) Topografija vzorca: Signal PSE je odvisen od variacij topografije vzorca². Prispevek zaradi topografije vzorca se eliminira z zelo skrbno pripravo vzorcev in končnim poliranjem z 1/4 μm diamantno pasto. Meritev hrapavosti poliranega vzorca je bila opravljena z merilnikom Panthometer 5SP v metrološkem laboratoriju firme SŽ-STO Ravne, d.o.o. Za polirani vzorec jekla OCR 12 je povprečna vrednost petih meritev $R_a = 0,03 \mu\text{m}$ (aritmetično srednje odstopanje od izmerjenega profila hrapavosti).
- e) Kontaminacija površine vzorca: V mnogih primerih na sveže poliranih vzorcih zelo hitro zraste na zraku oksidna plast² debeline do 5 nm. Dodatna plast kontaminacije se lahko nabere na površini vzorca v SEM kot posledica interakcije med curkom elektronov in ogljikovodikovimi komponentami preostale atmosfere. Vpliv kontaminacije se lahko ugotovi z opazovanjem spremembe signala PSE v odvisnosti od časa. V 200 sekundah se merjeni signal PSE od bakrovega standarda, obsevanega z 20 keV curkom,

zmanjša za 0,5%. Ker pa je navadno čas analize krajši od 5 sekund, je vpliv kontaminacije zanemarljiv.

4 EKSPERIMENTALNO DELO

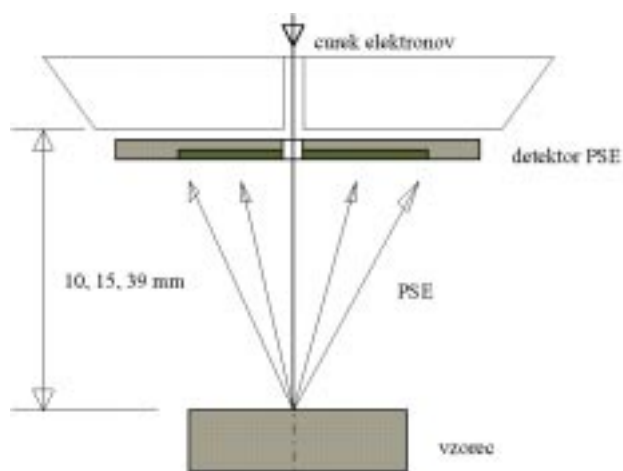
4.1 Priprava vzorcev

Uporabljeni standardi (čistota 99,9 mas.%) elementov za pripravo kalibracijske krivulje, vzorci jekel in nikljevih zlitin so bili kemično analizirani v kemijskem laboratoriju firme SŽ - Metal Ravne, d.o.o. z rentgenskim kvantometrom firme ARL. Vse vzorce smo skupaj z bakrovim standardom (čistota 99,9 mas.%) zalili v hladno strjevalno maso in jih pripravili kot je potrebno za opazovanje v mikroskopu. Vse vzorce smo pred meritvijo kratek čas odpolirali z 1/4 μm diamantno pasto, da smo odstranili eventualno oksidno plast in jih takoj vstavili v SEM. Sestava preiskovanih vzorcev je podana v tabeli 2, njihove oznake so v skladu z razvrstitvijo jekel firme SŽ - Metal Ravne, d.o.o.

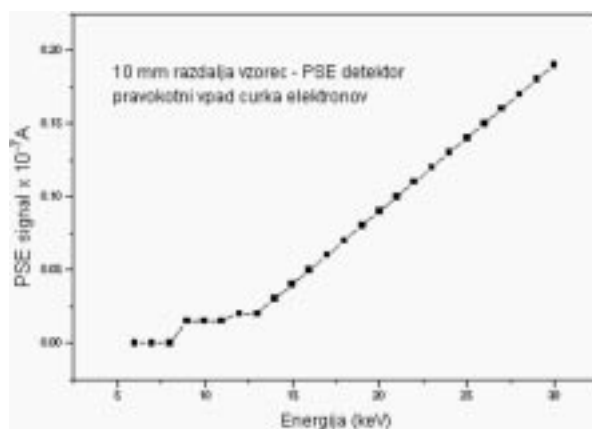
Tabela 2: Kemijska sestava vzorcev (v mas.%)

Table 2: Chemical composition of samples (in weight %)

	C 45	OC120	OCR12	OCR12VM	PK 924	N80A
C	0,44	1,05	2,02	1,56	0,08	0,03
Al	-	-	0,019	0,042	0,69	1,26
Si	0,24	0,15	0,25	0,24	0,87	0,19
P	0,022	0,017	0,021	0,034	0,025	-
S	0,073	0,020	0,08	0,020	0,018	0,002
Ti	-	-	-	0,017	-	2,28
V	-	0,02	-	0,99	-	-
Cr	0,23	0,08	11,72	11,58	17,42	19,40
Mn	0,48	0,22	0,32	1,65	0,57	0,07
Fe	97,98	98,19	85,16	81,26	79,92	1,21
Co	-	-	-	0,078	-	-
Ni	0,23	0,02	0,21	0,11	0,13	75,55
Cu	0,27	0,23	0,12	0,21	0,20	0,01
Mo	0,03	-	0,08	2,11	0,08	-
W	-	-	-	0,10	-	-



Slika 3: Shema meritve relativnega koeficienta PSE
Figure 3: Backscattered coefficient measurement arrangement



Slika 4: Izhod iz detektorja v odvisnosti od energije elektronskega curka
Figure 4: Variation of detector output signal with the energy of electron beam

4.2 Meritve

Vse meritve smo opravili z instrumentom SEM JEOL 35 - CF. Relativne koeficiente PSE smo merili s polprevodniškim detektorjem JEOL 35 - BEI, tokove pa z merilnikom toka firme K.E. Developments⁹ z merilnim območjem 1.10^{-6} do 1.10^{-10} A (točnost +/- 2% v območju 1.10^{-6} do 1.10^{-9} A in +/- 5% v območju 1.10^{-9} do 1.10^{-10} A). Pri vseh meritvah smo kot standard uporabil baker. Zaradi težav, omenjenih v točki 3.b, smo signal PSE merili neposredno na izhodu detektorja PSE.

Vse analize smo opravili na 5 naključno izbranih mestih vzorcev z metodo točkovne analize pri pravokotnem vpadu elektronov in 10 mm razdalji vzorec - detektor ter v analiznem času 3 s. Pospeševalne napetosti pri meritvah so bile izbrane v skladu z velikostjo analiziranih delcev, tako da ni prišlo do prodiranja elektronov v matrico in lateralnega sipanja elektronov. Premer curka elektronov se v SEM meri z linijskim rastriranjem preko roba zlomljene rezine Si in meritvijo signala presevnih elektronov. Ker SEM JEOL JSM 35 - CF ni opremljen z detektorjem presevnih elektronov, smo premer curka elektronov ocenil z uporabo Smithovega¹⁰ diagrama. Za pospeševalne napetosti med 10 in 30 keV, tokove 10^{-8} do 10^{-10} A in volframovo nitko je ocenjeni premer curka elektronov med 10 in 200 nm in je bistveno manjši od premera analiziranih faz. Za analize EDS smo uporabili energijski spektrometer EDAX 9100/40, za rentgensko uklonsko analizo (XRD) pa strukturni rentgen Siemens Kristalloflex 4. SEM-slike so bile posnete z uporabo povratno sipanih elektronov in prikazujejo Z-contrast, to je kontrast zaradi razlik v poprečnem atomskem številu prisotnih faz.

4.3 Kalibracija

Za kalibracijo smo uporabili številne vzorce čistih elementov, ki smo jih analizirali pri 15, 20 in 25 keV in pravokotnem vpadu elektronov, 10 mm razdalji vzorec - detektor in konstantnem toku curka. Vse vrednosti izmerjenih signalov so normalizirane glede na vrednost, dobljeno na bakrovem standardu. Z metodo najmanjših kvadratov smo dobili enačbe za odvisnost relativnega koeficienta PSE od atomskega števila pri 15, 20 in 25 keV za območje od $Z = 6$ do $Z = 83$:

$$\eta_r = a + b \cdot 10^{-2} \cdot Z + c \cdot 10^{-4} \cdot Z^2 + d \cdot 10^{-6} \cdot Z^3, \quad (1)$$

kjer je η_r relativni koeficient PSE in Z atomsko število. Vrednosti koeficientov a , b , c in d za vse tri energije so podane v **tabeli 3**.

Tabela 3: Koeficienti a , b , c in d v enačbi (3)

Table 3: Coefficients a , b , c in equation (3)

keV	a	b	c
15	-0,220	6,325	-9,135
20	-0,223	6,383	-9,348
25	-0,223	6,385	-9,237

5 ANALIZA FAZ, KI VSEBUJEJO LAHKE ELEMENTE S KOMBINACIJO ANALIZE S PSE IN EDS

5.1 Opis postopka

Pri analizi s PSE ugotovimo povprečno atomsko število faze $Z_{p(PSE)}$ iz izmerjenega relativnega koeficienta PSE in ustrezne kalibracijske krivulje. V primeru, da je razlika vrednosti povprečnih atomskih števil dveh faz manjša od ločilne zmožnosti polprevodniškega detektorja, (po podatkih iz literature⁸ je $\Delta Z \approx 0,2$) ju samo s PSE ni mogoče razlikovati. Vendar pa ju v takem primeru, kot npr: AlN z $Z_p = 10,9$ in SiO₂ z $Z_p = 10,8$ v SEM lahko identificiramo z EDS. V splošnem lahko sestavo faz z lahkimi elementi ugotovimo s kombinacijo podatkov EDS-analize in analize s PSE. Pri tem je strategija analize naslednja. Analizi s PSE in EDS dajeta podatke o povprečnem atomskem številu faze, prisotnih elementih in njihovi količini oziroma relativnih deležih teh elementov. Povprečno atomsko število faze $Z_{p(EDS)}$ izračunamo iz podatkov EDS-analize in je po enačbi Danguya in Quivya²:

$$Z = \frac{\sum_{i=1}^n \alpha_i \cdot Z_i^2}{\sum_{i=1}^n \alpha_i \cdot Z_i} \quad (2)$$

kjer je α_i - število atomov in Z_i - atomsko število i - te komponente v fazi. V primerih, ko je $Z_{p(EDS)} \approx Z_{p(PSE)}$, faza ne vsebuje lahkih elementov, $Z_{p(EDS)}$ večji od $Z_{p(PSE)}$ pa pomeni, da analizirana faza vsebuje lahke elemente. Iz tako dobljenih podatkov nato sestavo faze izračunamo z uporabo Castaingove enačbe⁴, po kateri je koeficient PSE večkomponentnega vzorca η_p enak vsoti produktov masnih koncentracij elementov c_i , ki sestavljajo vzorec, in njihovih koeficientov PSE η_i :

$$\eta_p = \sum_{i=1}^n c_i \cdot \eta_i, \quad \sum_{i=1}^n c_i = 1 \quad (3)$$

in ki omogoča določitev sestave binarnih in psevdobinarnih faz.

5.2 Rezultati analize faz v jeklih in nikljevih zlitinah

Uporabnost PSE za analizo faz, ki vsebujejo lahke elemente, smo preizkusili na sulfidnih in oksidnih vključkih ter na karbidu in karbonitridu v vzorcih orodnih in nerjavnih jeklih ter nikljevih zlitin. Za analizo so bili izbrani le delci faz s premeri, večjimi od premerov interakcijskih območij izračunanih z Monte Carlo simulacijo, ki so podani v **tabeli 4a**. Sestavo faz pri EDS in PSE-analizi smo izračunali po metodi ZAF (program CITZAF¹¹) in rešitvijo enačbe (3), kot je opisano v prejšnji točki.

Tabela 4a: Rezultati izračuna Monte Carlo vzbujevalnih volumnov za analizirane faze
Table 4a: Results of Monte Carlo calculation of interaction volumens for the phases

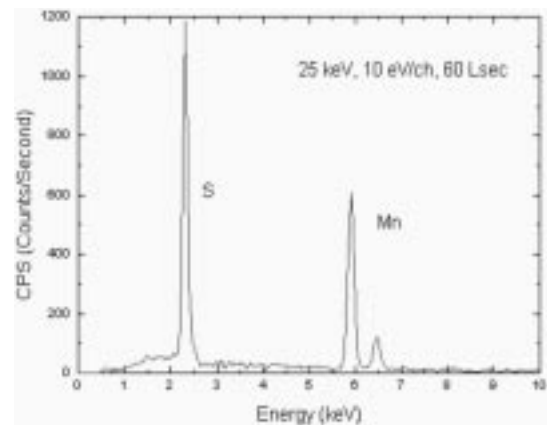
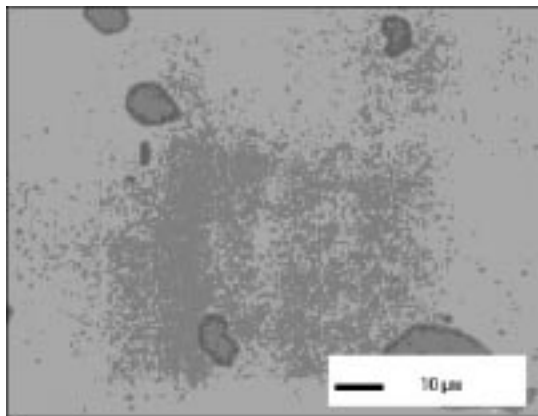
Analizirana faza	Vzorec	Posp. napetost (kV)	Premer faze (μm)	Vzbujevalni volumen primarnih elektronov		Vzbujevalni volumen povratno sipanih elektronov	
				premer (μm)	globina (μm)	premer (μm)	globina (μm)
MnS	CK 45	25	2,5-35	5,58	2,58	4,58	0,83
Fe ₃ C	OC 120	15	0,4-2	0,98	0,40	0,64	0,15
M ₇ C ₃	OCR 12	25	1-10	3,45	1,50	2,45	0,55
SiO ₂	OCR 12VM	25	10-200	8,23	3,80	4,94	1,29
Al ₂ O ₃	PK 924	25	10-50	4,64	2,35	3,35	0,71
Ti(C,N)	N80A	25	5-10	4,57	2,14	3,07	0,78

Tabela 4b: Izračunani in izmerjeni relativni koeficienti PSE in povprečna atomska števila analiziranih faz
Table 4b: Calculated and measured relative backscattered electron coefficients and averaged atomic numbers of analyzed phases

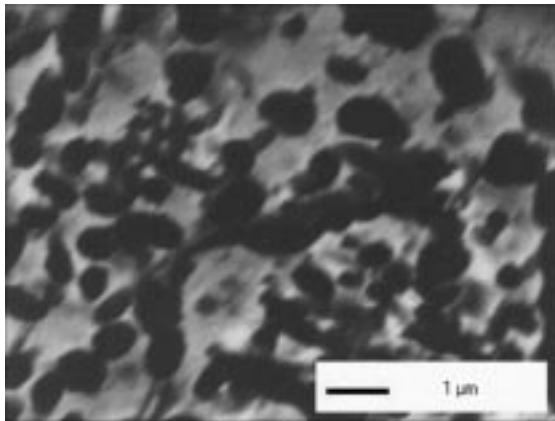
Analizirana faza	Relativni koeficient PSE (MC) η_r	Relativni koeficient PSE (izmerjen) η_r	Atomsko število dobljeno s PSE Z_p	Atomsko število dobljeno s EDS Z_p	EDS sestava v mas. %
MnS	0,78	0,76	21,10	21,51	38,8% S, 61,2% Mn
Fe ₃ C	0,93	0,86	24,71	26	100% Fe
M ₇ C ₃	0,88	0,81	22,86	24,90	55,1% Cr, 44,9% Fe
SiO ₂	0,39	0,37	9,78	14	100% Si
Al ₂ O ₃	0,38	0,36	9,53	13	100% Al
Ti(C,N)	0,59	0,60	16,02	22	100% Ti

Tabela 4c: Korigirane sestave faz
Table 4c: Corrected phase composition

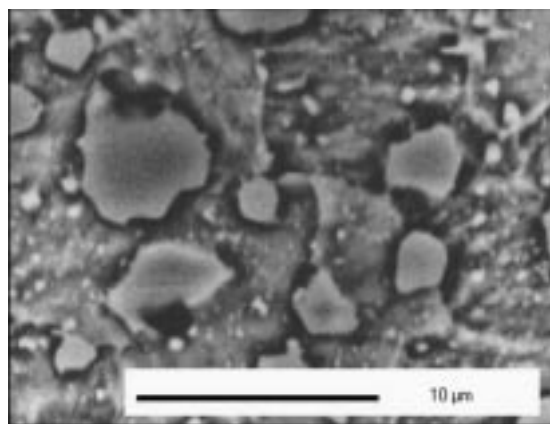
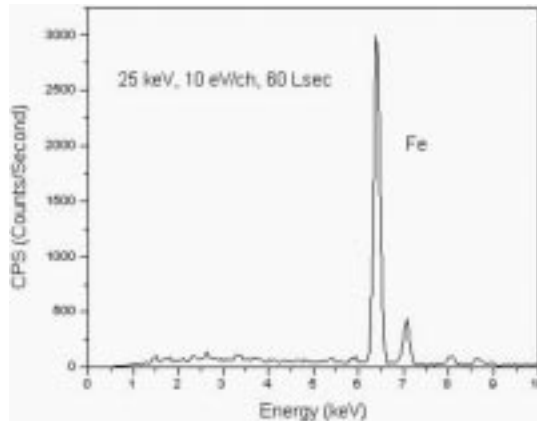
Analizirana faza	Korigirana sestava v mas. %	Korigirana sestava v mas. %	Korigirano atomsko število Z_p
MnS	39,8% S, 60,2% Mn	52,6% S, 47,4% Mn	21,42
Fe ₃ C	4,7% C, 95,3% Fe	18,6% C, 81,4% Fe	25,06
M ₇ C ₃	8,7% C, 50,3% Cr, 40,9% Fe	29,8% C, 39,1% Cr, 30,3% Fe	23,3
SiO ₂	49,1% O, 50,9% Si	63,4% O, 36,6% Si	11,05
Al ₂ O ₃	44,2% O, 55,8% Al	57,8% O, 42,2% Al	10,79
Ti(C,N)	13,9% C, 16,1% N, 70,0% Ti	30,7% C, 30,5% N, 38,8% Ti	17,36



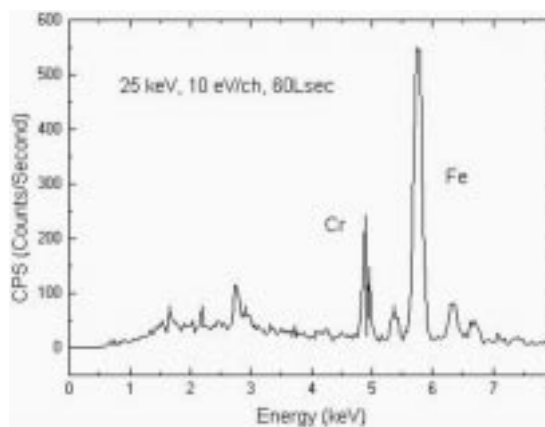
Slika 5: MnS vključki, Z-contrast in EDS-spekter
Figure 5: MnS inclusions, Z-contrast and EDS spekter



Slika 6: Fe₃C faze, Z-contrast in EDS-spekter
Figure 6: Fe₃C phases, Z-contrast and EDS specter



Slika 7: M₇C₃ faze, Z-contrast in EDS spekter
Figure 7: M₇C₃ phases, Z-contrast and EDS specter



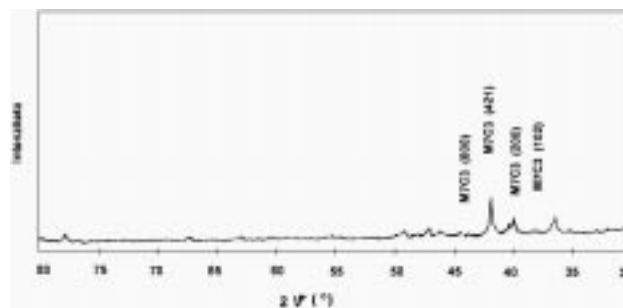
V **tabeli 4a** so zbrani podatki o pospeševalnih napestih, območjih velikosti delcev analiziranih faz in izračunani premeri in globine interakcijskih volumnov za primarne in povratno sipane elektrone. V **tabeli 4b** so primerjani izračunani izmerjeni relativni koeficienti PSE in poprečna atomska števila iz PSE in iz EDS-analiz ter sestava faz, določena z EDS-analizo. Korigirane vrednosti sestav v masnih in atomskih odstotkih in korigirana atomska števila vsebuje **tabela 4c**. Relativne napake analize smo izračunali po enačbi:

$$r_n = \frac{C_{KA} - C_{PSE,EDS}}{C_{KA}} \cdot 100, \quad (4)$$

kjer je r_n - relativna napaka analize, $C_{PSE,EDS}$ - masna koncentracija elementa, ugotovljena s PSE ali EDS, in C_{KA} - masna koncentracija elementa, določena s kemijsko analizo (KA).

Delci in EDS-spektri ter rentgenograma so prikazani na **slikah 5 do 9**.

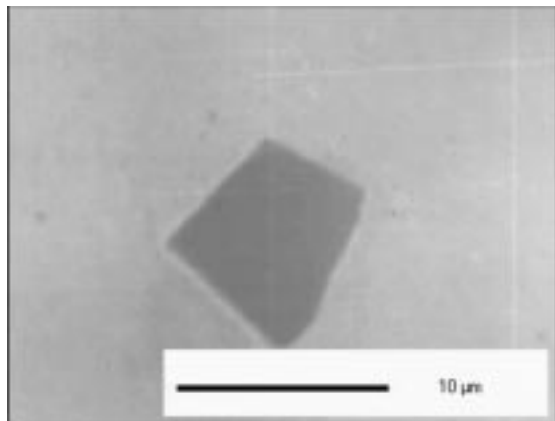
Rezultat PSE-analize MnS v jeklu CK45 se precej dobro ujema z rezultati EDS-analize in stehiometrično sestavo (36,8 mas.% S in 63,2 mas.% Mn). Relativna napaka analize, izračunana po enačbi (4), je v primerjavi s



Slika 8: Rentgenogram karbidne faze M₇C₃ v jeklu OCR12
Figure 8: X-Ray diffraction spectrum of M₇C₃ phase in steel OCR12

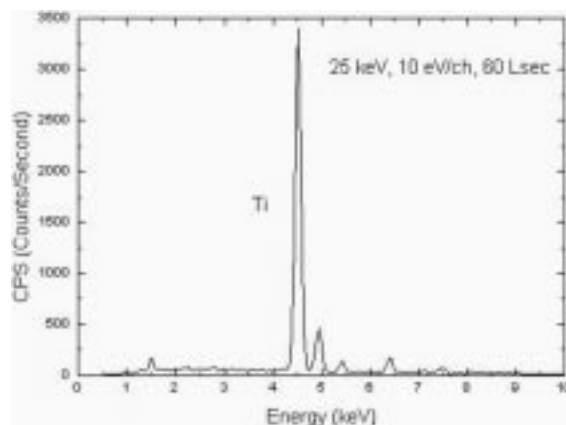
stehiometrično sestavo: 8,1 mas.% za S in 4,9 mas.% za Mn. Sestava faze se tudi dobro ujema z objavljenim eksperimentalnim podatkom Schwaaba¹² (39,8 mas.% S in 60,2 mas.% Mn).

Sestava faze Fe₃C v jeklu OC120 se slabo ujema s stehiometrično sestavo (6,7 mas.% C in 93,3 mas.% Fe). Relativna napaka analize je v primerjavi s stehiometrično sestavo: 29,8 mas.% za C in 2,1 mas.% za Fe. Russ¹³ je v jeklu s krogličnim perlitom dobil sestavo Fe₃C (anali-



Slika 9: Ti(C, N) faza, Z-kontrast in EDS spekter

Figure 9: Ti(C, N) phase, Z-contrast and EDS spekter



zirano z EDS za detekcijo lahkih elementov): 6,50 mas.% C in 93,02 mas.% Fe s točnostjo +/- 10%.

Izračunana empirična formula karbidne faze ($\text{Cr}_{4,02}\text{Fe}_{3,03}\text{C}_{3,00}$ v jeklu OCR12 ($M/C = 2,35$) se dobro ujema z rezultatom XRD analize ($M/C = 2,33$).

Sestava faze SiO_2 v jeklu OCR12VM se dobro ujema s stehiometrično sestavo (46,7 mas.% O in 53,3 mas.% Si). Relativna napaka analize je v primerjavi s stehiometrično sestavo: 5,1 mas.% za O in 4,5 mas.% za Si. Analizirana faza je glede na svojo velikost (dolžine do 200 in širine do 50 μm) verjetno endogenega¹⁴ izvora.

Sestava faze Al_2O_3 v jeklu PK924 se dobro ujema s stehiometrično sestavo (47,1 mas.% O in 52,9 mas.% Al). Relativna napaka analize je v primerjavi s stehiometrično sestavo: 1,3 mas.% za O in 5,5 mas.% za Al. V analiziranem jeklu X10CrAl8 z vsebnostjo 0,69 mas.% Al pride, po podatkih iz literature¹⁴ do nastanka čiste faze Al_2O_3 , kar je potrdila tudi analiza z EDS in PSE.

Sestava faze Ti(C, N) v zlitini N80A je izračunana s predpostavko, da je razmerje atomskih procentov ogljika in dušika približno enako 50:50 in ustreza empirični formuli $\text{Ti}_{1,00}(\text{C}_{1,009}, \text{N}_{1,002})$.

6 SKLEPI

Povprečna relativna napaka analize s PSE je +/- 7,6% in s stališča EDS mikroanalize ustreza rezultatom semi kvantitativne mikroanalize¹⁵ (+/- 10%). Odmiki rezultatov od dejanske sestave so lahko posledica netočnosti merilne opreme (+/- 5%), nestabilnosti elektronskega toka (večina SEM nima vgrajenih naprav za stabilizacijo toka) in karakteristik uporabljenega detektorja PSE (izk-

oristik). Poleg uporabnosti za analizo snovi z majhnim atomskim številom sta prednosti metode boljša lateralna ločljivost v primeri z rentgensko mikroanalizo in relativno velika hitrost meritev, saj so podatki od vsake analizne točke zbrani v nekaj sekundah.

7 LITERATURA

- ¹ Goldstein J. I., Jakowitz H., Practical Scanning Electron Microscopy, Plenum Press, (1977) 57-64, 119
- ² Ball M. D., McCartney D. G., *Journal of Microscopy*, 124 (1981) 57-68
- ³ Heinrich K. F. J., in *Proceedings of the 4th International Congress on X-Ray Optics and Microanalysis*, Paris 1965, Hermann Press, 159-167
- ⁴ Niedrig H., *J. Appl. Phys.*, 53 (1982) 4, R15-R30
- ⁵ NBS SP 460, Use of Monte Carlo Calculations in Electron Probe Microanalysis and Scanning Electron Microscopy, Gaithersburg, 1975, 1-164
- ⁶ Joy D. C., Monte Carlo Modeling for Electron Microscopy, Oxford University Press, 1995, 25-111
- ⁷ Joy D. C., *Journal of Microscopy*, 136 (1984) 241-258
- ⁸ Newbury D. E., *Microbeam Analysis - 1981*, San Francisco Press, 1981, 1-8
- ⁹ Komercialni prospekt, Probe Current Meter, K. E. Developments td., Toft, Cambridge, CB3 9RL, Anglija
- ¹⁰ Smith K. C. A., Ph.D. Dissertation, University of Cambridge, 1956
- ¹¹ Armstrong J. T., Program CITZAF, MAS software library, University of Michigan, USA, (FTP: freebie.engin.umich.edu)
- ¹² Schwaab P., *Practical Metallography*, 23 (1986) 15-25
- ¹³ Russ J. C., in *Energy Dispersive X-Ray Spectrometry*, Ed. K. F. J. Heinrich, NBS SP 604, Gaithersburg, USA, 1981, 91
- ¹⁴ Kiessling R., Lange N., Non-metallic inclusions in steel, I, II, III, The Iron and Steel Institute London, 1964, 1966, 1968, I: 1-92, II: 1-163, III: 1-118
- ¹⁵ Russ J. C., Principles of Edax Analysis in the Electron Microscope, Edax International Inc., 1978, 52