ŽELEZARNE JESENICE, RAVNE, ŠTORE IN METALURŠKI INŠTITUT

LETNIK IV

SEPTEMBER 1970

ŠT. 3

Dr. Franc Vodopivec, dipl. inž. Metalurški inštitut DK: 620.18 ASM/SLA: M21e

Nekateri primeri preiskav z elektronskim mikroanalizatorjem na metalurškem inštitutu v Ljubljani

V članku so v močno poenostavljeni obliki opisani zgradba elektronskega mikroanalizatorja in princip njegovega delovanja. V nadaljevanju so opisani sledeči primeri analiz: analiza silikatnih in aluminatnih vključkov ter izcej kroma v jeklih, analiza razdelitve izločkov bogatih s titanom, sestava sulfidnih vključkov pred in po žarjenju jekla za avtomate, analiza korozijskih produktov, analiza nehomogenosti v litem duralu in analiza razdelitve elementov v kontaktnem sloju.

1. ZGRADBA IN DELO ELEKTRONSKEGA MIKROANALIZATORJA

Elektronski mikroanalizator je v rabi okoli 15 let. Na osnovi sedanjih izkušenj in rezultatov dela z njim ni pretirano, če trdimo, da ima podoben pomen za obogatitev našega znanja o kovinskih gradivih, kot elektronski mikroskop in strukturni rentgen. Geometrična ločljivost elektronskega mikroanalizatorja je približno 1 mikron, masna občutljivost pa 10-14 g, zato je z njim mogoče določiti kvaliteativno in kvantitativno elementno sestavo vseh mikrostrukturnih sestavin, katere še jasno vidimo v optičnem mikroskopu in od katerih so v največji meri odvisne lastnosti tehnično najbolj pomembnih kovinskih gradiv. Z njim je torej mogoče analizirati razne nekovinske vključke, karbide, nitride, intermetalne spojine, izceje, mikroskopske faze v mineralih, rudah, ognjevarnih gradivih in drugo.

Elektronski mikroanalizator ne more nadomestiti elektronskega mikroskopa in z dopolnili le deloma lahko opravi delo strukturnega rentgena. Je instrument, katerega so posebno metalografi želeli že več kot tri četrt stoletja, da bi analize s pomočjo metalografskega mikroskopa, s katero so dognali fazno in morfološko sestavo vzorca, dopolnili s kvantitativnimi meritvami in tako dobili popolno sliko o mikrostrukturni zgradbi kovin. Izkušnje metalografov in različne tehnike jedkanja površine kovinskih gradiv so omogočale, da se je določilo kvalitativno sestavo mikrostrukturnih sestavin s pomočjo optičnega mikroskopa, ni pa bilo mogoče na situ določiti njihove elementne sestave. Tudi najzahtevnejši postopki, na primer autoradiografska ali mikroradiografska preiskava, so dajali le kvalitativne ali v najboljšem primeru semikvantitativne podatke.

Oče elektronskega mikroanalizatorja je francoski inženir Castaing, ki je do leta 1951 razvil teorijo, leta 1954 pa izdelal prvi uporabni aparat. Elektronski mikroanalizator so razvili v glavnem za potrebe metalurgije, svojo vsesplošno uporabnost pa je dokazal s tem, da so ga hitro prevzele razne naravoslovne veje na primer fizika trdnih snovi, mineralogija, organska in neorganska kemija in celo biologija in medicina. Danes je v uporabi nekaj 100 mikroanalizatorjev. Najdemo jih po raziskovalnih, razvojnih in proizvodnih ustanovah v vseh tehnično naprednih državah.

V elektronskem mikroanalizatorju obsevamo površino preizkušanca s snopom elektronov z visoko energijo in z ustreznimi aparaturami ugotavljamo karakteristike interakcije med temi elektroni in atomi v preizkušancu. Elektroni izhajajo iz elektronske puške, ki jim da energijo, ki je potrebna, da z interakcijo z atomi v obsevani snovi nastajajo X žarki (rentgenski žarki). Elektronske leče zberejo elektrone v ozek snop, ki ima premer približno 1 mikron. Valovna dolžina X-žarkov, katere emitira obsevana tarča, je odvisna od zgradbe elektronske lupine, to je od vrste atomov, in je specifična za vsak element. Žarki, ki izhajajo iz obsevane tarče padajo na kristal, tu se po Braggovem kriteriju za uklon X žarkov od kristalnih ravnin, ločijo po valovni dolžini in usmerijo v števno pripravo, v kateri ugotovimo njihovo intenziteto. Kvalitativno sestavo analizirane snovi določimo s tem, da ugotovimo valovno dolžino žarkov, kvantitativno pa s tem, da izmerimo njihovo intenziteto in jo primerjamo intenziteti, ki jo oddaja primerjalni etalon z znano koncentracijo iskanega elementa. Intenziteto žarkov določamo navadno s proporcionalnim števcem. Napravo, ki jo sestavljajo kristal, števec, in naprave za registracijo števila impulzov imenujemo kristalni spektrometer. Večina mikrosond ima dva neodvisna spektrometra, mogoče torej analizirati istočasno dva elementa. Z njimi pa je mogoče kvali in kvantitativno analizirati vse elemente od berilija do urana, izjemi sta torej le vodik in helij.

Intenziteto X žarkov registriramo s proporcionalnim števcem. Okno tega števca zavzema le majhen del prostorskega kota 4π , pod katerim rentgenski žarki izhajajo iz točke na katero padajo elektroni. Zato je izkoristek števne priprave reda velikosti 10⁻⁵, kar pomeni, da registriramo le približno stotisoči del ustvarjenih X žarkov. Da bi zmanjšali absorpcijske izgube žarkov z veliko valovno dolžino, katere oddajajo nekateri metalurško zelo važni elementi, na primer ogljik, kisik, dušik in bor, so vzorec, kristal in proporcionalni števec pod vakuumom reda velikosti 10⁻⁵ torra.

Primer elektronskega snopa s katerim obsevamo analizirano snov je mogoče zmanjšati tudi pod 1 mikron, vendar s tem ni mogoče uspešno povečati geometrične ločljivosti analize, kajti v tem primeru postane ločljivost odvisna od penetracije elektronov v analizirano snov. Ta pa je pri normalni energiji elektronov približno 20 KV, v večini tehničnih kovin med 1 in 2 mikrona.

Če bi zmanjšali energijo incidenčnih elektronov, bi se zmanjšala tudi globina penetracije v snov in bi se teoretično lahko povečala ločljivost. Nedostatek tega ukrepa pa je, da se pri majhni energiji incidenčnih elektronov močno poveča intenziteta kontinuirnega spektra X žarkov, ki nastaja s preskoki elektronov med nivoji z manjšo razliko v energiji in temu ustrezno se močno zmanjša relativna intenziteta valovnih dolžin, ki so značilne za posamezne elemente in s tem natančnost dela spektrometrov in seveda točnost analize.

Iz tarče pa ne izhajajo samo X žarki, od njega se tudi elastično odbijajo incidenčni elektroni in iz nje se izbijajo sekundarni elektroni. Intenziteta sekundarnih, ki imajo energijo do 100 eV, je v zvezi z reljefom površine vzorca, intenziteta odbitih elektronov pa s fizikalno kemično naravo vzorca. Čim večja je atomska teža analizirane snovi, tem več elektronov se odbija.

Kvantitativna analiza na mikrosondi je točkovna, če pa vzorec avtomatsko premikamo pod mirujočim elektronskim snopom s hitrostjo nekaj 10 mikronov na minuto, dobimo linijsko analizo. Grafični zapis te analize kaže semikvantitativno razdelitev elementa na določeni črti. S primerjavo takih zapisov za več elementov lahko večjo relativno napako ugotovimo s kvantitativno sestavo analizirane faze.

Elektronski mikroanalizator ima še napravo s katero spreminja razlike v intenziteti katerekoli od izmerjenih količin, na primer razlike v intenziteti X-žarkov ali elektronov, v črnobele točke na ekranu katodne cevi. Če stoji vzorec na mestu, na njem pa se premika elektronski snop po zaporednih črtah na določeni površini, podobno kot v televizijski kameri, dobimo na spominskem ekranu katodne cevi črnobelo sliko intenzitete merjene količine na opazovani površini, na primer razdelitve elementa. Analizirana površina navadno ni večja od 500 \times 500 μ . Tak način analize je poznan pod angleškim imenom scanning ali francoskim nazivom balayage.

Slika, ki jo dobimo na osnovi sekundarnih elektronov je odvisna od reljefa in ima precejšnjo globinsko ostrino, zato ima lahko elektronski mikroanalizator posebno pripravo, ki je namenjena za neposredno opazovanje reljefnih površin, na primer prelomov, površina različnih vlaken in žic itd. Elektronska slika, ki jo dobimo z odbitimi elektroni pa kaže kakšna je razdelitev povprečnih atomskih tež na analizirani površini in nam tako odkrije njeno fazno sestavo. Elektronske mikrosonde imajo še različne dopolnilne naprave, ki razširjajo njihovo delovno področje, npr. kamere za rentgenostrukturno analizo, napravo za segrevanje vzorcev in drugo.

Elektronski mikroanalizator, ki ga izdeluje francoska tovarna CAMECA, ima še posebno pripravo, ki je namenjena za opazovanje zelo majhnih delcev na ekstrakcijskih replikah elektronskega mikroskopa ali pa na preizkušancih, ki so presevni za elektrone. V tej napravi se izkoriščajo presevni elektroni za oblikovanje slike, podobno kot v elektronskem mikroskopu in je mogoče opazovati pri povečavah do 10000 krat. Ta naprava je namenjena za specializirane študije.

Proizvajalci elektronskih mikroanalizatorjev proizvajajo ali razvijajo tudi posebne priprave za avtomatsko fazno analizo. S tako napravo je mogoče določiti kolikšen je kvantitativni površinski delež določene faze, npr. nekovinskih vključkov ali karbidnih zrn, ki se po kemični sestavi razlikujejo od osnove. Naprava deluje na osnovi istočasne analize dveh merjenih količin, na primer intenzitete X žarkov. Pri analizi avtomatsko planimetrira le površino faze, ki daje signal obeh merjenih količin, npr. X žarke mangana in žvepla v vključkih manganovega sulfida.

V elektronskem mikroanalizatorju je mogoče opazovati tudi katodno luminiscenco, to je svetlobo značilne barve, katero oddaja snov, ki jo obsevamo z elektroni. Za analizo na mikroanalizatorju je potrebno vzorce pripraviti na isti način kot za preiskavo na optičnem mikroskopu, če pa nas zanima le kvalitativna sestava lahko neposredno opazujemo tudi nepolirane površine, na primer korodirane površine. Na sliki 1 so prikazane shematično vse eksperimentalne možnosti elektronskih mikroanalizatorjev.



Shematični prikaz analitskih možnosti elektronskega mikroanalizatorja

2. NEKATERI PRIMERI PREISKAV Z ELEKTRONSKO MIKROSONDO

2.1. Silikatni in aluminatni nekovinski vključki v nizkoogljičnem jeklu¹

V jeklu smo našli vključke manganovega sulfida, v katerih je bilo 8 do 12 % Fe in silikatne vključke. Silikatni vključki so bili temno sive barve in nekoliko prosojni. Nekateri so bili bolj ali manj plastično razpotegnjeni v smeri valjanja, drugi pa so imeli lečasto obliko in so bili pogosto zraščeni s sulfidom. Analiza je v vseh silikatih pokazala silicij, aluminij, mangan in železo, ki so bili seveda vezani v okside.

Trikoten (označen z 1 na posnetku na prilogi A), deloma plastičen vključek je imel 27 do 33 % Mn, 28 % Al₂O₃ in okoli 8 % FeO, v zelo plastičnem vključku, označenem z 2 je bilo 33 do 37 % MnO, 20 % Al₂O₃ in okoli 12 % FeO. Povečana plastičnost je bila v tem primeru posledica večje množine manganovega in železovega oksida in zmanjšane vsebnosti aluminijevega oksida ob praktično nezmanjšani vsebnosti silicijevega oksida. S sulfidom zraščeni lečasti vključki na elektronskem posnetku na prilogi B imajo naslednjo sestavo:

Vključek 3: 12 % MnO, 8 do 12 % FeO in 18 do 28 % Al₂O₃, Vključek 4: 13 % MnO, 8 % FeO in 18 % Al₂O₃ in vključek 5: 7 % MnO, 12 % FeO in 25 % Al₂O₃. V lečastih vključkih je torej precej več silicijevega oksida kot v razpotegnjenih in v tem je tudi vzrok za njihovo manjšo plastičnost. Na osnovi elementne sestave ni mogoče opredeliti v vključkih definiranih spojin silikatne in aluminatne tipe. Verjetno so vključki zmesi zrn manganželezovih in aluminijevih silikatov, mogoče tudi aluminatov železa in mangana, ki so blizu evtektičnim sestavam v ustreznih faznih sistemih oksidov.

V drugem jeklu s podobno sestavo smo našli sulfidne in oksidne vključke z normalnim videzom in velikostjo ter skupine zrnatih oksidnih vključkov, ki so bile pogosto zraščeni v večje bolj ali manj podolgovate vključke z razcefranimi konturami. Vključke vidimo na posnetkih na prilogi C. Nekatera zrna so bila v mikroskopu siva in so imela svetel notranji odsev, ki je značilen za aluminijev oksid, druga zrna so imela podobno obliko in barvo, bila pa so neprosojna in brez odseva. Zveza med zrni je bil cement, ki je imel v zelo velikih vključkih videz razpokane gline. Pri obsevanju z elektroni so nekateri vključki pokazali katodno luminiscenco rdeče barve, drugi modre barve in tretji luminiscenco zelene barve. Analiza je pokazala, da so vključki z rdečo luminiscenco Al2O3, modro katodno luminiscenco pa dajejo zrna aluminata s 64 do 65 % Al₂O₃, kar ustreza aluminatu CaO Al₂O₃. V veznem cementu je analiza pokazala med 58 in 62 % Al₂O₃. Iz tega sklepamo, da je cement verjetno evtektična zmes dveh aluminatov, ki imata razmeroma nizko tališče. V drugem vključku istega tipa smo v cementu našli tudi sledove cinka.

2.2. Vsebnost železa v vključkih manganovega sulfida v jeklu za avtomate

Na našem inštitutu smo se ukvarjali s ponašanjem sulfidnih vključkov pri elektrolitski izolaciji² in v okviru tega dela določili vsebnost železa v sulfidnih vključkih v jeklu za avtomate v valjanem stanju in po 48 urnem žarjenju pri 800° C. Namen žarjenja je bil razogljičenje jekla. Rezultate teh preizkusov prikazujemo v tabeli 1.

Tabela 1 — Vsebnost železa v sulfidnih vključkih v jeklu za avtomate v %

Zap.	Valjano	Żarjeno
štev.	stanje	stanje
1	15	0,70
2	14,5	4,0
3	9,1	3,0
4	17.5	15,2
5	15	8,9
6	14.9	2,9
7	4.8	5,7
8	3.9	3,2
9	17.9	5,6
10	12	15,6
11	17.3	8,7
12	14.9	4,7
13	18	5,9
14	13.5	5,4
15		4,5
Poprečje:		6,2

V valjanem stanju je bilo v vključkih poprečno 13,5 % Fe, v posameznih vključkih pa med 3,9 in 18 % Fe. Vključki z malo železa so bili redki. Po žarjenju se je poprečna vsebnost železa zmanjšala za več kot dvakrat na 6,1 %, kljub temu pa smo



Elektronski posnetek sestave (ES) ter specifične X slike za plastične silikatne vključke

v redkih primerih našli vključke s podobno vsebnostjo železa kot pred žarjenjem. Lahko torej trdimo, da se železo, ki je prišlo v sulfidne vključke pri strjenju jekla, nadomešča med žarjenjem z manganom, ki prihaja iz raztopine v feritu ali avstenitu.

2.3. Sestava karbidnih izcej in sulfidnih vključkov v jeklu za kroglične ležaje⁵

V jeklu za kroglične ležaje smo našli karbidne izceje in nekovinske vključke sulfidnega in oksidnega tipa ter karbidne izceje⁵. Mikrosonda je pokazala mangan praktično le v vključkih sulfida in močne izceje kroma. Elektronska in X slika ter linijska porazdelitev pokažejo (priloga D), da s kromom bogato področje precej zvezno prehaja v jeklo z normalno množino kroma, zato na osnovi videza elektronske slike in X slike ni mogoče natančno opredeliti oblike karbidne segregacije, ki leži v srednjem delu s kromom bogatega področja. Kvantitativna analiza je pokazala, da je v karbidnih zrnih, ki oblikujejo segregacijo 19,1 do 19,5 % kroma in okoli 75 % železa. Vsebnosti ogljika v karbidih ni bilo mogoče določiti, zato smo vrsto karbida identificirali indirektno. Po bibliografskih podatkih³ topi cementit do 18 % kroma, karbid vrste $M_{23}C_6$ pa do 35 % železa. Primerjava izmerjenih in teh podatkov kaže, da je



Elektronski posnetek sestave (ES) ter specifične X slike za lečaste silikatne vključke

karbid cementitne vrste. V njem pa je raztopljeno precej kroma. Zanimivo je, da smo našli v sulfidnih vključkih, ki praviloma ležijo v kromovih izcejah poleg 2,5 do 9 % železa, še 0,3 do 1 % kroma.

2.4. Razdelitev izločkov titanovega nitrida ali karbonitrida in heterogenost v velikosti kristalnih zrn v nerjavem avstenitnem jeklu vrste 18/105

Metalografska preiskava je pokazala, da se kristalna zrna v jeklu zelo razlikujejo (priloga E) in

da jeklo vsebuje skupine precej velikih izločkov titanovega nitrida ali karbonitrida.

Na osnovi videza specifične X slike za titan je bilo mogoče sklepati, da so v poljih drobnih kristalnih zrn zelo fini izločki bogati s titanom, katere v optičnem mikroskopu praktično komaj vidimo. Linijska analiza (sl. 2) je pokazala, da sta titan in aluminij enakomerno razdeljena v polju grobih kristalnih zrn, v drobnozrnatih poljih pa so številne točke bogate s titanom, ni pa nobenih sprememb v koncentraciji aluminija.



Mikrografija (M) in specifični X sliki za vključek kalcijevega aluminata

Na osnovi teh ugotovitev je bilo mogoče razložiti heterogenost v velikosti kristalnih zrn na naslednji način. V poljih drobnih zrn so oblaki drobnih izločkov titanovega nitrida ali karbonitrida, ki zavirajo migracijo kristalnih mej in rast kristalnih zrn med in po vroči predelavi.

с

2.5. Izceje in homogenizacije zlitine aluminija s 4,8 % Cu in 1,35 % Mg4

Metalografska preiskava je pokazala v hitro ohlajenem vzorcu mnogo manjša kristalna zrna kot v počasi ohlajenem vzorcu. Analiza na mikrosondi je pokazala, da sta ob mejah izcejana oba



Slika 2 Profil koncentracije Ti in Al pri prehodu skozi grobozrnatoln finozrnato področje na elektronskem posnetku na prilogi E



Slika 3 a Profil koncentracije Mg in Cu pri prehodu skozi grobe dendrite v počasi ohlajeni zlitini

Slika 3 b skozi drobne dendrite v hitro ohlajeni zlitini

159





legirana elementa in železo. Baker je skupaj z magnezijem ali železom, nikoli pa nista skupaj železo in magnezij. V notranjosti dendritnih zrn je malo legirnih elementov, vendar več v notranjosti drobnih zrn hitro ohlajene zlitine. Vsebnost legirnih elementov začne rasti šele v bližini mej primarnih zrn (slika 3). Tu je gradient posebno velik v hitro strjeni zlitini z drobnimi dendriti. Že po 4 urah homogenizacije pri 504°C, se je koncentracijska razlika bakra in magnezija precej zmanjšala, po 16 urah homogenizacije pa že ni bilo nobenih izmerljivih izcej (slika 5). Tudi po tej homo-

genizaciji pa je ostala praktično nespremenjena ob mejah dendritnih zrn intermetalna spojina, sestavljena iz aluminija, bakra in železa.

2.6. Razdelitev elementov v kontaktnem sloju

Za Inštitut za elektroniko in vakuumsko tehniko v Ljubljani smo določili razdelitev elementov v galvansko nanešenih kontatnem in veznem sloju kontaktov. Kontaktni sloj je bil zlat, vezni sloj bakren ali nikljast, nosilno pero pa iz jekla OC 80. Na osnovi razdelitve elementov oziroma oblike njihovega koncentracijskega profila, je mogoče oceniti

Au N Fe 15 μ ES

F

Elektronska posnetka sestave ter specifične X slike za mikrokontaktni sloj po kratkem (zgornja vrsta) in po daljšem žarjenju (spodnja vrsta)

161

kakšna naj bo termična obdelava po galvanskem nanosu slojev, da bo prišlo do takega mešanja med bakrom in zlatom oziroma med nikljem in zlatom, da bo metalurška zveza med njimi dobra ter da bo v zlati kontaktni sloj prišlo toliko bakra ali niklja, da bo sloj utrjen in njegova obrabna obstojnost večja, da pa ne bo teh elementov preveč, da se ne bi pokvarile njegove električne lastnosti.



Slika 4 a Profil koncentracije za železo, nikelj in zlato ter absorpcijski tok pri prehodu od desne na levo v posnetkih v zgornji vrsti v prilogi A

V prilogi F kaže zgornja vrsta elektronsko sliko ter specifične X slike za zlato, nikelj in železo po kratki termični obdelavi pri sorazmerno nizki temperaturi, spodnja vrsta posnetkov pa iste stvari po daljši termični obdelavi. Slika 4a in b prikazujeta profilne koncentracije za oba vzorca, slika 5 pa profilne koncentracije po podobnih obdelavah za sistem zlato-baker-železo. Na osnovi profila po kratkem žarjenju ni mogoče presoditi smeri difu-



Isto za posnetke v spodnji vrsti



Slika 5 Profil koncentracije za železo, baker in zlato po krajšem b) in po daljšem a) žarjenju

zijskega mešanja med nikljem, železom in zlatom, po daljšem žarjenju pa se pokaže, da sta se z difuzijo med seboj zmešala nikelj in železo, katero najdemo tudi v zlatem sloju, praktično pa ni zlata v jeklu in v nikelj-železovem sloju.

Difuzija bakra v zlati sloj je mnogo bolj intenzivna kot difuzija v jeklo, saj celo po tem, ko je koncentracija bakra v zlatem sloju praktično izenačena, v jeklu praktično ni bakra. To je lep dokaz, da je razdelitev elementov pri difuziji odvisna od njihove aktivnosti v različnih fazah ne pa od njihove koncentracije, zaradi česar je bilo lahko pri izbrani temperaturi žarjenja v ravnotežju zlato z več procenti Cu z jeklom, ki ima le okoli 0,1 % Cu.

2.7. Preiskava korodirane površine litoželezne cevi in vijaka iz nerjavnega feritnega jekla⁷

Na dveh zgradbah so se nepričakovano pojavile korozijske poškodbe na odtočnih ceveh iz sive litine in na fasadnih vijakih. Na osnovi videza korodirane površine je dipl. ing. Exlova z Zavoda za raziskavo materiala in konstrukcij v Ljubljani



Elektronska posnetka topografije in specifična X posnetka za baker na korodirani površini

domnevala, da je vzrok korozije notranje površine odtočne cevi nepravilna izvedba, zaradi katere je prišlo do električno prevodne zveze med cevmi in bakreno streho. Preiskavo smo napravili na drobnih luskinah, katere smo odluščili od močno razžrte notranje površine. Našli smo zelo številna mesta z veliko bakra (priloga G). Vsebnost tega elementa je dosegala tudi 60 %, kar je potrdilo domnevo naročnika preiskave o vzrokih korozije.

G

Na korodirani površini vijaka so bile številne mikroskopske in semimikroskopske kraste in zajede. Predpostavljalo se je, da so poškodbe posledica endogenih ali eksogenih heterogenosti, to je izcej kroma ali pri izdelavi vijakov v površino vtisnjenih korozijskih manj odpornih zrn orodja. S preiskavo na elektronskem mikroanalizatorju nismo našli takih endogenih ali eksogenih korozijsko, manj odpornih siromašenj na kromu, pač pa smo v korozijskih poškodbah ali ob njih našli zelo številne lise bogate z žveplom ali kalcijem (priloga H). Bogata področja obeh elementov so se v nekaterih primerih prekrivala, v drugih ne.

Opisana primera sta dokaz, da je mogoče z mikrosondo uspešno preiskati tudi neobdelane korodirane površine in tako dobiti podatke, potrebne za presojo vzrokov korozije.

Literatura

- F. Vodopivec, B. Ralić: »Studij geneze vključkov s pomočjo elektronske mikrosonde«, Poročilo Metalurškega inštituta v Ljubljani, september 1969
- T. Lavrič in F. Vodopivec: »Studij izolacije sulfidnih vključkov iz nelegiranega in nizkolegiranega jekla«, Poročilo Metalurškega inštituta v Ljubljani, september 1969



Elektronski posnetek topografije in specifični X posnetki korodirane površine vijaka

- F. Vodopivec, J. Sinkovec, T. Lavrič in A. Urbanc: »O sestavi karbidov v nekaterih legiranih jeklih«, Železarski zbornik 3, 1969, št. 1, 15–31
- L. Kosec in B. Ralić: "Analiza nehomogenosti v aluminijevih zlitinah", Predavanje na Jugoslovanskem simpoziju o aluminiju, Ljubljana, september 1969.
- 5., 6. Strokovna poročila Metalurškega inštituta Železarnam Ravne in Jesenice ter Inštitutu za elektroniko in vakuumsko tehniko v Ljubljani, 1969
- N. Exel: »Primeri korozije v gradbeništvu«, Predavanje na XIII. Kongresu Saveza Jugoslovanskih laboratorija za ispitivanje i istraživanje materiala, Bled, november 1969.

ZUSAMMENFASSUNG

Im ersten Teil dieses Artikels sind auf eine vereinfachte Art die Konstruktion der Elektronenmikrosonde, das Prinzip der Arbeitsweise, die analytischen Methoden und die analytischen Möglichkeiten, beschrieben. Im zweiten Teil sind einige am Hütteninstitut in Ljubljana ausgeführten Untersuchungen beschrieben. Es wurde festgestellt, dass eine grössere Plastizität der Silikatenschlüsse eine Folge des grösseren Anteils von FeO und MnO statt Al₂O₃ und SiO₂ sein könnte. Die Analyse hat gezeigt, dass bei einem nichtrostenden Stahl die Tendenz zu einem lokalen Kornwachstum der nichthomogenen Verteilung der feinen Titanausscheidungen zugeschrieben werden kann. Im Kugellagerstahl seigert Chrom sehr stark. Die Konzentration von Cr wächst von der Grundmasse mit rund 1.5 % Cr in die Karbidgeseigerte Zone des Zementittypes mit rund 15 % Cr praktisch kontinuirlich. Beim Glühen hat sich der Inhalt an Fe im Automatenstahl von 13.5 % auf durchschnittlich 6.1 % herabgesetzt, ein Beweiss dafür, dass beim Glühen das Eisen durch Mangan ersetzt wird. Im Innern der Dendritte welche beim schnellen abkühlen der Dural Aluminiumlegierung entstehen, gibt es weniger Kupfer als in den grossen Dendritten, welche beim langsamen Abkühlen entstanden sind. In beiden Fällen seigert Kupfer zusammen mit Eisen. Nie aber finden wird eine paralelle Seigerung von Magnesium und Eisen. Es sind auch einige Beispiele der Verteilung von Nickel Gold und Eisen bzw. Kupfer Gold und Eisen in den galvanisierten Kontakten nach verschiedenen Glühungen erläutert. Am letzten Beispiel is eine Analyse von zwei karrodierten Elementen aus Gusseisen und Stahl gezeigt.

SUMMARY

In the first part of the paper construction of the electron probe X-ray microanalyzer, principles of its operation, methods of analysis, and analytical possibilities are described in a simplified form. In the second part the author describes some analyses made at the Metallurgical Institute in Ljubljana. It was found that increased plasticity of silicate inclusions can be caused by the increased amount of FeO and MnO on the expense of Al₂O₃ or SiO₂. The analysis showed that tendency of local growth of crystal grains in rustless steel can be caused by nonhomogenous distribution of fine precipitates rich in titanium. In ball bearing steels chromium segregates a great deal and its concentration practically continuously changes from about 1.5 % Cr in matrix to about 18 % Cr in the carbide segregation of the cementite type. In annealing the iron content in machine-steel was reduced from an average of 13.5 % to an average of 6.1 %, i.e. the proof that iron is substituted by manganese during the annealing. Inside the dendrites formed during fast cooling of aluminium alloy duralumin copper content is lower than in big dendrites formed at slow cooling. In both cases copper segregates together with iron and magnesium, but never parallel segregations of magnesium and iron were found. Some examples of nickel, gold and iron, and copper, gold and iron distribution respectively in layers of galvanized contacts are shown after different annealings. The last example describes analysis of the surface of two corroded metal parts.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В первой части статьи в весьма однообразной форме дано описание микроанализатора, принцип его действия, методы анализа и аналитические возможности.

В другой части статьи автор описывает некоторые примеры анализ которые были выполнены на Металлургическом заводе в Любляне (Югославия). Утверждено, что увеличение пластичности силикатных включений возможно последствие увеличения количества FeO и MnO на счёт Al₂O₃ а также и SiO₂. Анализ показал, что склонность к локальному увеличению кристаллических зёрен в нержавеющей стали можно приписать негомогенном разпределению мелких осадков богатых на Ti. В стали для шарикоподшипников Cr из основной массы в концентрации 1.5 % переходит в сегрегационую форму вида в которой прибл. 18 % Сг. При нагреву содержание Fe в автоматкой стали уменьшилось в среднем с 13.5 % из 6.1 %; это доказывает, что при этом процессе Fe заменим с Мп. В нутренности дендритов которые получаются при быстром охлаждении Al-сплава Dural меньше Cu чем в больших дендритов получения при медленом охлаждении. Сегрегацию в обех случаих представляют Cu вместе с Fe и Mg; ни в одном случае не обнаружена сегрегация этих элементов паралельно. Приведены некоторые примеры разпределения Ni, Au и Fe a также Cu, Au и Fe в контактных слоях (гальванизованые контакты Au, Cu. В последием примере описан анадиз поверхности двух короднрованных металлических изделий.