

Značilnosti kvantitativne metalografske analize s sprego raster-elektronskega mikroskopa in naprave za analizo slike

UDK: 620.187
ASM/SLA: Tsh

F. Vodopivec in M. Jakupovič

Opis značilnosti naprave in njenih prednosti pred napravami, ki analizirajo optično sliko vzorca. Analiza dosegljive natančnosti dela naprave in njene ločljivosti. Analiza subjektivnih analitskih napak. Razprava o obsegu analize, ki da realno sliko analiziranega vzorca.

UVOD

Lastnosti kovinskih gradiv so odvisne od sestave in mikrostrukture. S pomočjo različnih postopkov za kemično analizo se določa količina posamičnih elementov v gradivih, po posebnih metodah tudi količina posamičnih faz, npr. nekovinskih vključkov, karbidov in podobno. Tako dobljene številčne vrednosti se uporabljajo kot parameter pri iskanju korelacij z uporabnimi in predelovalnimi lastnostmi gradiv.

Metalografija se je dolgo časa razvijala predvsem v smeri kvalitativnega spoznavanja mikrostrukture kovin. Velika raznovrstnost mikrostruktur tudi pri enaki osnovni sestavi kovinskih gradiv je bila vzrok, da se razmeroma dolgo časa niso razvile rutinske metode za kvantitativno ovrednotenje mikrostrukture. Zadovoljevali smo se s tem, da smo s pomočjo optičnega mikroskopa (OM) ovrednotili najbolj značilne parametre mikrostrukture (velikost zrn, količina in velikost vključkov, trakavost in podobno) po primerjalni metodi in pri tem uporabljali etalone, ki so najbolj popolni v ASTM in GOST standardih. Ta način ovrednotenja mikrostrukture je subjektiven, zato ima za posledico precejšnje razlike pri oceni istega vzorca v različnih laboratorijih; razlika je celo med oceno, ki jo izvršijo različne osebe v istem laboratoriju. Ruddlestone in sodelavci navajajo na osnovi BISRA izkušenj¹, da subjektivna napaka onemogoča, da bi se izboljšale sedanje primerjalne metode, zato nima pravega smisla naprej razvijati take metode. Pred leti so v okviru UJŽ (Udruženje jugoslovenskih železara) v 11 laboratorijih v Jugoslaviji določili količine vključkov v 11 identičnih vzorcih jekla. Rezultati so se razlikovali za 50 % od

aritmetičnega povprečja pri ovrednotenju sulfidnih vključkov². To potrjuje angleške izkušnje.

Zato je razvoj metod za kvantitativno analizo mikrostrukture (kvantitativna metalografija — KM) usmerjala potreba po numeričnem ovrednotenju in potreba po večji točnosti in ponovljivosti. KM seveda ni nič novega. V preteklosti so bile poznane in z uspehom uporabljene tudi pri različne metode za kvantitativno ovrednotenje posamičnih parametrov mikrostrukture. Naj navedemo nekaj primerov: raziskava raztapljanja in tvorbe karbidov v jeklu za kroglične ležaje³, dogajanja pri ogrevanju dinamo jekla⁴, korelacija med količino sulfidnih vključkov in lastnostmi jekel^{5,6,7}, dogajanja pri rekristalizaciji in normalizaciji mikrolegiranega jekla^{8,9}, kinetika premene avstenita v mikrolegiranih jeklih^{10,11}, raziskave statične in dinamične rekristalizacije feritnih in avstenitnih jekel¹² in drugo.

Vendar je razširjenje metod za KM omogočil šele razvoj avtomatičnih naprav za analizo slike. Historiat razvoja teh naprav, od intergracijskih mizic do sodobnih naprav, najdemo v delu J. Rodiča¹³, ki poroča tudi o uporabnih izkušnjah pri raziskavah ledeburitnega jekla z 1,5 % C in 12 % Cr¹⁴. Obe razpravi sta lahko dostopni, zato njune vsebine ne bomo ponavljali.

Za kvantitativno ovrednotenje mikrostrukture so potrebni naslednji podatki: volumski delež posamičnih sestavnih faz (vključki, karbidi itd.), povprečna velikost kristalnih zrn matriksa, povprečna velikost zrn sestavnih faz, histogram porazdelitve velikosti zrn teh faz in enakomernost v porazdelitvi posamičnih komponent v mikrostrukturi (izceje, trakavost itd.).

Osnova za moderno KM so naprave za analizo slike. O napravah, ki delujejo na osnovi OM, je poročal J. Rodič, zato bomo le na kratko povzeli njihovo zgradbo. Televizijska kamera posname sliko OM ali posnetek, televizijska slika se nato diskriminira v odvisnosti od svetilnosti posamičnih faz, nato se avtomatično preštejejo in izmerijo zrna teh faz, podatki se vodijo v računalnik, ki jih uredi, računsko obdela in odtipka rezultate ali jih pokaže na zaslonu v odvisnosti od vrste programa, začetnih pogojev in posebnih vprašanj.

Natančnost dela IMA naprave (naprave za analizo slike) je odvisna od kontrasta posamičnih faz

dr. Franc Vodopivec, dipl. inž., je samostojni raziskovalec na Metalurškem inštitutu v Ljubljani

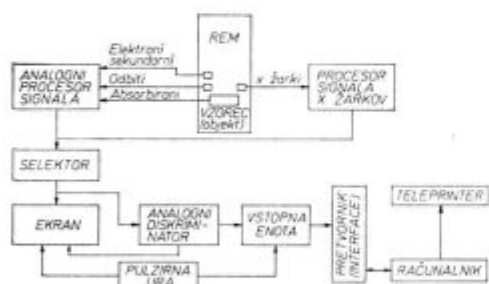
M. Jakupovič, met. tehn., je sodelavec na Metalurškem inštitutu v Ljubljani

v mikrostrukturi in od ločljivosti mikroskopa. Lahko pričakujemo zato večjo natančnost tam, kjer so velike razlike v optičnem kontrastu (na primer nekovinski vključki v jeklu) in večje težave tam, kjer je majhen svetlobni kontrast (na primer karbidi in intermetalne faze v jeklih). Zato pravilno ugotavlja Rodič, da je potrebno vložiti mnogo dela pri razvoju KM v izboljšanje priprave obruskov in povečanje svetlobnega kontrasta med fazami, ki oblikujejo mikrostrukturo gradiv.

Drugi parameter kvalitete KM je ločljivost mikroskopa. Teoretična ločljivost optičnega mikroskopa pri opazovanju v zeleni svetlobi je $0,175 \mu\text{m}^{15}$. Izkušen metalograf ve povedati, da je taka ločljivost nedosegljiva pri rutinskem delu z OM in da je potrebna posebna skrb že tedaj, ko opazujemo delce z velikostjo okoli mikrona, še posebej pa je potrebno pazljivo delo, če hočemo izmeriti njihovo velikost s sprejemljivo napako.

Televizijska kamera sicer nekajkrat poveča sliko OM, zato na ekranu opazujemo pri povečavi do 10000 krat, vendar to ne more odpraviti napake, ki nastane zaradi omejene ločljivosti OM, ki da osnovno sliko. Za tvorbo slike mikrostrukture pa je mogoče uporabiti tudi drugačne mikroskope, predvsem elektronske mikroskope, tako presevalne kot rasterske (REM). Za večino metalurških laboratorijev je posebno zanimiv REM zato, ker omogoča, da neposredno opazujemo površino obruskov, ki so pripravljene za OM.

REM ima teoretično ločljivost pod $0,01 \mu\text{m}$, torej za več kot red velikosti boljšo ločljivost kot OM. REM ima tudi zelo veliko globinsko ostrino, zato je mogoče celo neposredno opazovanje zelo reliefnih prelomnih površin. Tretja prednost REM je možnost opazovanja z več vrstami elektronov: sekundarnimi, odbitimi in absorbiranimi. Intenziteta sekundarnih elektronov je odvisna od topografije in deloma od kemijske sestave, intenziteta odbitih in absorbiranih elektronov pa je odvisna neposredno od povprečne atomske teže opazovane faze. Je torej sorazmerna elementni sestavi faze. Zato lahko na osnovi slike odbitih elektronov ločimo posamične faze, ki se razlikujejo po kemični sestavi, četudi med njimi ni optič-

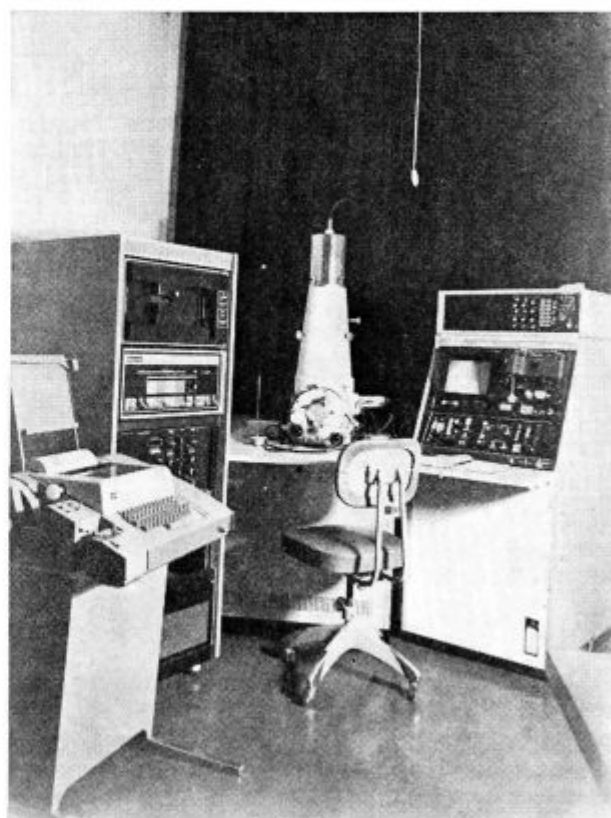


Slika 1

Blok shema sklopa raster mikroskopa — naprava za analizo slike

Fig. 1

Block scheme of the scanning microscope image analyzer combination



Slika 2

Videz sklopa raster mikroskop — naprava za analizo slike na Metalurškem inštitutu v Ljubljani

Fig. 2

Picture of the scanning microscope image analyzer combination in the Institute of Metallurgy in Ljubljana

nega kontrasta. Ločljivost REM je manjša, če opazujemo površino s pomočjo odbitih elektronov. REM je mogoče opremiti tudi z rentgenskimi spektrometri in nato uporabljati specifične X posnetke kot signal za KM. Pri povezavi REM + IMA ni pretvorbe slike, ampak se signal zajema neposredno na vzorcu. To odpravi eno od metodoloških napak.

Menili smo, da ima sklop REM + IMA nekatere prednosti pred sklopom OM + IMA. Zato je bilo odločeno, da na metalurškem inštitutu v Ljubljani nabavimo sprego REM + IMA, čeprav so take naprave danes še razmeroma redke tudi v razvitih državah.

Zgradba in delo sprega REM + IMA

Blok shemo naprave REM + IMA prikazuje sl. 1¹⁶. Signal se iz REM vodi skozi analogni procesor in selektor na slikovni ekran, kjer opazujemo normalno (analogno) sliko. Pred ekranom se prestreže signal za IMA in vodi skozi procesor, kjer se pretvori v binarno (črno-belo) sliko. Ekran IMA naprave je sestavljen iz 500 paralelnih črt (lahko tudi več), vsaka od teh pa iz 500 točk, zato obsega celotna površina ekrana 250000 točk (lahko tudi več), oz. digitalnih impulzov. Pri avtomatični ana-

lizi računalnik prešteje število impulzov, ki ustreza diskriminirani fazi in jih razvrsti v razrede. Na zahtevo operaterja podatke, zbrane z enega ali več vidnih polj, računsko obdela in jih prikaže po navodilih operaterja in programu analize. Slika 2 prikazuje napravo na metalurškem inštitutu. Na sliki 3 vidimo, kako se normalna (analogna) slika pretvori z diskriminacijo naprej v binarni signal (črno-belo sliko), nato se ta s pomočjo ure digitira in spravi v obliko, ki jo lahko sprejme računalnik. Računalnik ima posebne logične enote, ki obdelujejo zaporedje prihoda signalov ter omogočajo pravilno ovrednotenje točk, ki oblikujejo ravninsko sliko določene mikrostrukturne faze.

Diskriminator ima dva nivoja. Na diskriminirani sliki se pojavi le faza, ki ustreza določeni intenziteti elektronov, v OM bi rekli določeni svetlosti.

Na MI je naprava opremljena s standardnimi programi: za količino posamičnih faz, za histogram velikostne porazdelitve zrn po dolžini tetive, za histogram velikostne porazdelitve po površini in za medlamelarno razdaljo. V pogosti uporabi so predvsem prvi trije. Pred analizo operater vstavi v računalnik tudi posebne zahteve in podatke: mikroskopsko povečavo; najmanjše zrno, ki ga je potrebno še upoštevati; interval porazdelitve v histogramih in drugo.

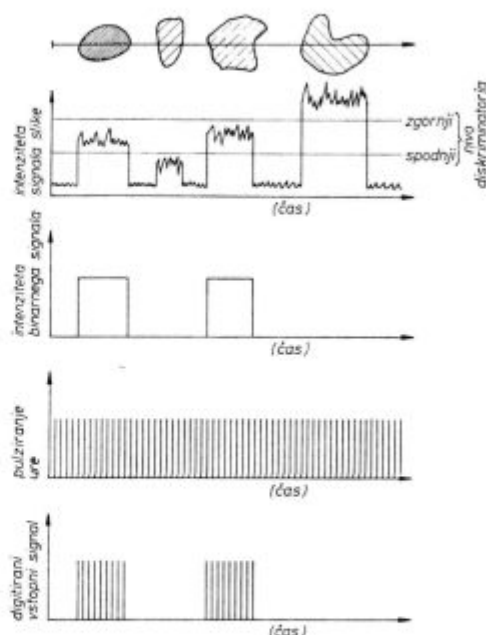
Za tvorbo slike in njeno analizo na zaslonu je na voljo 250000 točk, ne glede na povečavo, zato je ločljivost IMA naprave odvisna od povečave in ločljivosti mikroskopa. Po podatkih proizvajalca dosega ločljivost naprave eno točko na zaslonu. To seveda ne pomeni, da je taka tudi realna ločljivost naprave. Površina zrn različnih faz, ki oblikujejo mikrostrukturo gradiva, se ne ujema s celim številom slikovnih točk. Iz čim več točk je ta slika sestavljena, tem manjša je napaka zaradi nepopolnega prekrivanja točkovne (binarne) slike in realne slike in tem manjša je tudi napaka operaterja pri nastavitvi nivojev diskriminacije.

Točnost rezultatov in ločljivost sta odvisna od kvalitete in stabilnosti naprave, predvsem elektronike in precej tudi od dela operaterja. Vpliv operaterja se kaže v kvaliteti pripravljenega vzorca, v fokusiranju REM in v nastavitvi diskriminacije. Ločljivost je seveda odvisna predvsem od fokusiranja mikroskopa. Premer snopa v REM mora biti pod $0,01 \mu\text{m}$, sicer ne moremo pričakovati dobre slike in velike ločljivosti. Iz podatkov, katere navaja že omenjeni Ruddlestone, je razvidno, da so podobni problemi tudi pri uporabi sprege OM + IMA.

METODOLOŠKE ZNAČILNOSTI DELA S SPREGO REM + IMA

Točnost analize

Analize zmogljivosti bi ocenili najlaže, če bi imeli na voljo primerjalne etalone. Teh ni, zato ta možnost odpade. Druga možnost je primerjava



Slika 3

Shematičen prikaz pretvorbe analogne slike v binarno in digitiranja binarne slike z visokofrekvenčno uro

Fig. 3

Schematic presentation of the transformation of the analogue image into a binary one, and digiting binary image by a high-frequency counter

z drugimi aparaturami z analizo identičnih vzorcev. Tega ni bilo mogoče uresničiti, zato se opiramo pri razpravi o točnosti analize in ločljivosti naprave (sposobnosti, da pokaže v realni velikosti tudi najmanjše delce) na večkratno analizo istih vzorcev na osnovi dveh metod za oblikovanje slike vzorca: sekundarnih in odbitih elektronov (SE in BE).

Pred razpravo o ločljivosti, ki je eden od kazalcev kvalitete vseh IMA naprav, moramo oceniti napako zaradi nepopolne stabilnosti elektronike in subjektivno napako operaterja.

Večkratne analize istih vzorcev so pokazale, da je ponovljivost meritev relativno zelo dobra. V jeklu za avtomate s ca. 2 % vključkov MnS je relativno odstopanje pri analizah istega mesta manjše od 0,5 %. Podobno velja za jeklo s ca. 7,4 % karbida M_6C . Odstopanje zraste preko 1 %, če se diskriminacijski nivoji ohranijo nedotaknjeni več kot 5 minut. Ponovljivost 1 % zaradi nestabilnosti aparature je zelo dobra. Pri 2 % vključkov MnS v jeklu za avtomate je absolutno odstopanje 0,04 %, kar je mnogo manj od razlik v količini vključkov v posamičnih mikroskopskih vidnih poljih. Ta odstopanja so prikazana v tabeli 1. Kljub temu se nam zdi, da ne bi bilo umestno, da se analiza zadostnega števila vidnih polj, ki je potrebna, da bi se opredelilo zanesljivo povprečje, izvrši, ne da bi operater občasno nastavljal diskriminacijske nivoje.

Pri zelo kratkotrajnih analizah je večja subjektivna napaka operaterja pri delu, kot napaka zaradi nestabilnosti naprave. To napako smo pre-

Tabela 1: Količina vključkov MnS v jeklu za avtomate in količina karbidov tipa M_6C v brzoreznem jeklu (v %)

Polje	Jeklo za avtomate a			Brzorezno jeklo b	
	pov. $300\times$	pov. $1200\times$		BE pov. $4000\times$	SE
1	1,336	0,658	3,258	8,203	7,070
2	1,986	0,705	1,677	7,390	8,265
3	2,198	1,980	1,892	9,565	7,178
4	1,987	1,587	2,123	5,755	7,210
5	2,017	1,233	1,900	7,700	6,576
6	1,869	1,969	2,853	5,229	7,870
7	2,736	2,495	1,441	5,953	11,943
8	2,457	1,600	0,706	6,010	5,914
9	2,207	2,470	1,632	9,726	8,393
10	1,886	1,521	1,177	5,277	8,376
11	2,040	3,469	1,491	9,407	5,208
12	1,463	1,489	1,432	7,476	9,526
13	2,408	4,095	2,266	2,887	6,268
14	1,537	2,263	2,306	7,844	7,588
15	2,105	0,825	1,377	5,923	6,768
16	2,750	0,360	0,228	6,908	3,726
17	1,958	2,227	4,648	6,891	11,575
18	1,794	2,298	1,160	7,287	7,385
19	1,451	0,795	1,261	5,501	8,185
20	1,859	3,154	1,898	10,501	6,381
21	1,424	1,627	1,592	6,216	7,815
22	1,499	1,862	1,887	8,066	4,990
23	1,245	1,827	0,542	8,196	8,573
24	2,258	1,808	0,794	7,181	7,095
25	1,876	0,881	2,679	9,509	7,856
arit.					
pop.	1,934	1,808	1,769	7,380	7,510
stan.					
dev.	0,410	0,902	0,928	1,500	1,800

a — serija meritev

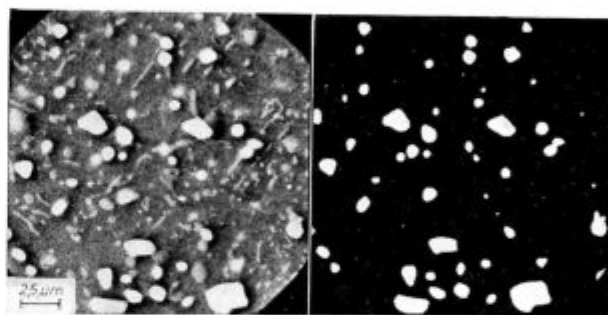
b, c — analizirano na osnovi slike sekundarnih in odbitih elektronov

verili s ponavljanjem analize karbidov tipa M_6C v istem vidnem polju. Operater je po vsaki analizi ponovno nastavil ostrino slike in diskriminacijska nivoja. Relativno odstopanje pri 10 zaporednih analizah, ki so bile izvršene v serijah ob različnih datumih, je bilo v povprečju pod 5 %. Če upoštevamo, da ima jeklo v povprečju 7,4 % karbidov tipa M_6C , je torej absolutna napaka 0,37 %. Napaka je bila dvakrat manjša pri analizi količine vključkov MnS v jeklu za avtomate zaradi večjega kontrasta slike in ostrejših kontur vključkov. Lahko zaključimo razpravo o točnosti analize z ugotovitvijo, da relativna napaka ne presega 5 % pri dobrem operaterju in standardni stabilnosti elektronike. Odstopanje se zdi veliko, vendar je majhno, če ga primerjamo z razlikami v količini karbidov in vključkov med različnimi vidnimi polji. Te razlike dosegajo pri karbidnih 50 %, pri vključkih pa celo 100 %. Analitska napaka je tem večja, čim manjši je kontrast med ana-

lizirano fazo in matriksom, zato se mora operater pri izbiri načina oblikovanja slike vzorca ravnati po največjem dosegljivem kontrastu. To se seveda ne sme zgoditi na račun ločljivosti slike. Vir 17 navaja podatek, da je pri spreji OM + IMA subjektivno odstopanje 10 %.

Geometrična ločljivost

Geometrično ločljivost sprege REM + IMA smo preverili na brzoreznem jeklu, v katerem so bila relativno drobna zrna karbida tipa M_6C , pa tudi drobna karbidna zrna tipa M_3C . Meritve so bile časovno premaknjene za ca. 6 mesecev. Prve so bile izvršene kmalu po montaži, druge po presledku ca. 3 mesecev in tretje po ponovnem podobnem presledku. Analize smo izvršili pri enotni povečavi 4000 na osnovi SE in BE slike.

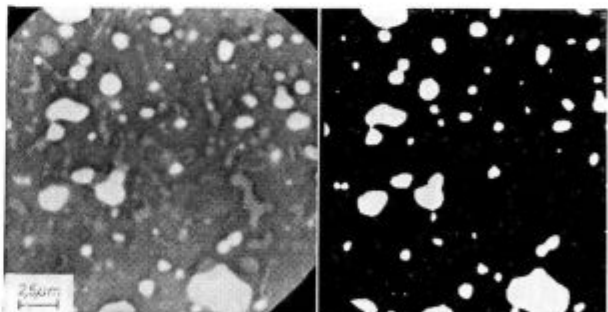


Slika 4

Posnetek karbidov v brzoreznem jeklu s pomočjo sekundarnih elektronov. Karbidna zrna tipa M_6C so diskriminirana na desni sliki

Fig. 4

Image of carbides in high-speed steel taken by secondary electrons. M_6C carbide grains are discriminated on the right side of the picture



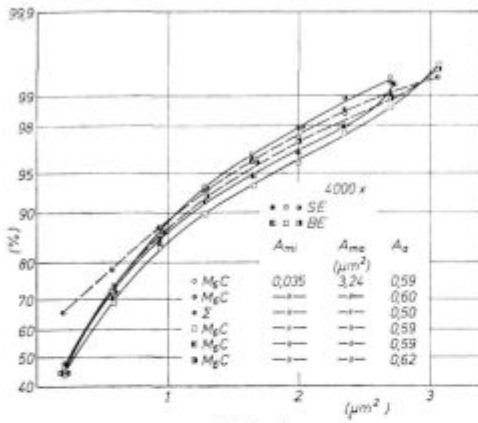
Slika 5

Posnetek karbidov s pomočjo odbitih elektronov v istem jeklu kot. sl. 5

Fig. 5

Image of carbides taken by reflected electrons in the same steel as in Fig. 4

Sliki 4 in 5 prikazujeta normalno in diskriminirano SE in BE sliko karbidov v jeklu. Karbidi tipa M_6C so bogati z volframom, zato močneje odbijajo elektrone in so na slikah svetlejši. Drugi karbidi so tipa M_3C in po kontrastu relativno malo odstopajo od matriksa.



Slika 6

Histogrami velikostne porazdelitve karbidov v brzoreznem jeklu, ki je prikazano na sl. 5 in 6. SE-analiza na osnovi slike sekundarnih elektronov; BE-analiza na osnovi slike odbitih elektronov

Fig. 6

Size distribution curve of carbides in high-speed steel shown in Figs. 4 and 5. SE-analysis based on the secondary electrons image; BE — analysis based on the reflected electrons image

Grafikoni kumulativne pogostosti na sl. 6 prikazujejo porazdelitev karbidnih zrn tipa M_6C in v enem primeru porazdelitev vseh karbidov. V grafikonu so za vsako serijo meritev navedene še velikosti najmanjših in največjih karbidnih zrn, ki so bile upoštevane pri analizi, in aritmetična povprečna velikost vseh izmerjenih zrn. Porazdelitve so bile določene na osnovi meritev ca. 1500 karbidnih zrn.

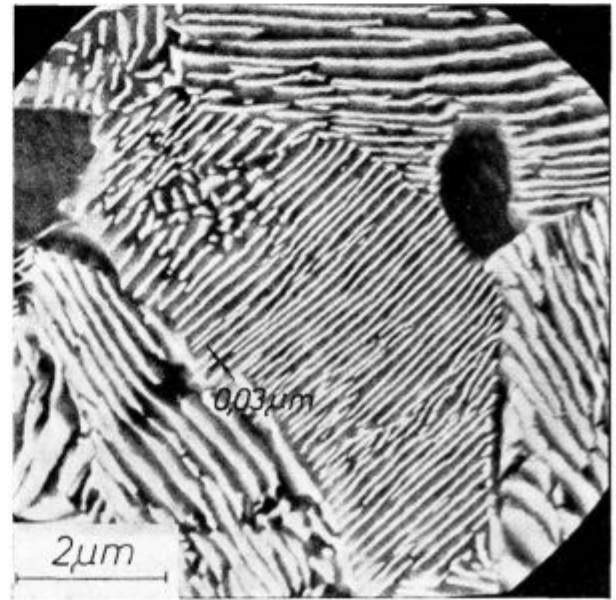
Histogrami nimajo oblike premic. To pove, da porazdelitev, vsaj taka, ki jo določimo na osnovi merjenja velikosti 1500 karbidnih zrn, ne ustreza Gaussovi normalni porazdelitvi (17). Temu je vsaj deloma vzrok metodološki pristop k določanju histogramov. Pri analizi namreč niso bila upoštevana karbidna zrna, katerih binarna slika ni bila sestavljena vsaj iz 10 slikovnih točk na zaslonu, kar ustreza realni velikosti zrna $0,023 \mu m^2$. Pri izračunu porazdelitve niso bila upoštevana karbidna zrna, ki so bila manjša od spodnje meje in karbidna zrna, ki so bila večja od zgornje meje histograma. Na primer: v analizi je bilo prešteti 1500 zrn. Pri izračunu porazdelitve ni bilo upoštevanih 64 premajhnih in 30 prevelikih karbidnih zrn. Ni znano, kolikšno je bilo število zrn, manjših od 10 slikovnih točk.

Število karbidnih zrn, ki niso bila upoštevana pri izračunu porazdelitve, je torej precejšnje, in to gotovo nekoliko spači obliko porazdelitve. Ta torej velja le za pogoje, v katerih je bila določena.

S primerjavo posamičnih krivulj na sl. 6 ugotovimo, da dosega relativno odstopanje največ 4 % od povprečne vrednosti, odstopanje od povprečne velikosti zrn pa je celo manjše od 2 %. Pri tem velja poudariti, da so povprečne velikosti karbidnih zrn blizu $0,6 \mu m^2$, kar ustreza karbidnim zrnom

s premerom $0,87 \mu m$. Slika 7 nam torej pove, da je mogoče s sprego REM + IMA doseči geometrično ločljivost najmanj $0,2 \mu m$, kar ustreza površini $0,035 \mu m^2$. Na sliki 7 pa vidimo, da je ločljivost SE slike boljša od $0,05 \mu m$, zato je zelo verjetno mogoče doseči boljšo ločljivost ob primernem vzorcu.

Slika 8 prikazuje normalno BE sliko in binarno sliko vključkov manganovega sulfida v jeklu na prečnem preseku valjane palice. Histogrami velikosti porazdelitve vključkov (sl. 9), določeni pri različnih povečavah na osnovi ca. 1000 vključkov, odstopajo od povprečne vrednosti največ 4 %. Napaka je torej podobna kot pri porazdelitvi karbidov. Tudi odstopanje pri povprečni velikosti je pod 4 %. Povprečna velikost vključkov se močno

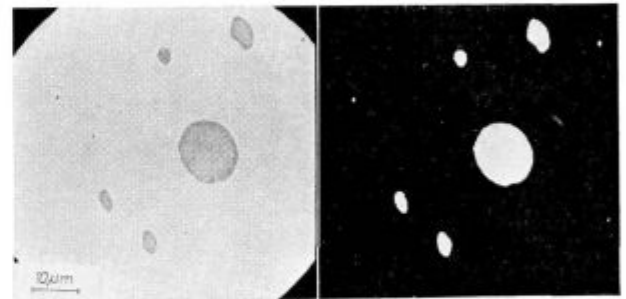


Slika 7

Posnetek lamelnarnega perlita v raster mikroskopu. Označena je cementitna lamela z debelino $0,03 \mu m$

Fig. 7

Image of lamellar pearlite in the scanning microscope. Cementite lamella with thickness $0.03 \mu m$ is marked

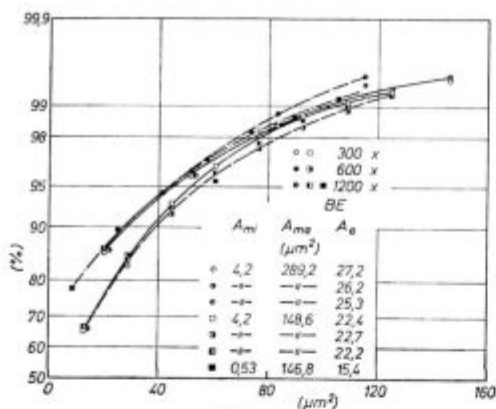


Slika 8

Posnetek vključkov manganovega sulfida na prečnem preseku jekla za avtomate s pomočjo odbitih elektronov

Fig. 8

Image of inclusion of manganese sulphide on the transverse section of free-cutting steel taken by reflected electrons



Slika 9

Histogrami velikostne porazdelitve vključkov manganovega sulfida na prečnem preseku jekla na sl. 9

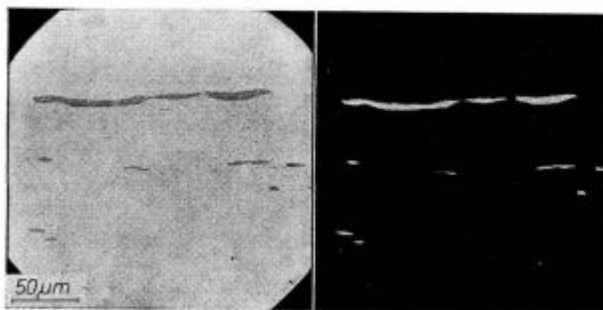
Fig. 9

Size distribution curve of manganese sulphide inclusions on the transverse section of steel in Fig. 8.

spremeni, ko se spremeni zgornja ali spodnja meja velikosti vključkov, ki so bili upoštevani pri analizi.

Obseg potrebne analize:

Pri rutinskem delu ni mogoče posvetiti analizi enega vzorca toliko časa, da bi dobili idealno porazdelitev. V skoraj nobenem primeru tudi ni mogoče iz eksperimentalnih razlogov analizirati vključkov in karbidnih zrn v vsem intervalu velikosti, v katerem so prisotni v jeklu, zato je pri analizi potrebno najti optimum, da je mogoče izvršiti analizo v razumnem času in pri tem dobiti zadosti objektivno ovrednotenje vzorca. Rezultati, ki so prikazani na slikah 6 in 9, kažejo, da je mogoče dobiti sliko o velikostni porazdelitvi zrn posamične faze v jeklih, že če analiziramo 1000 do 1500 zrn te faze. Porazdelitev zrn posamičnih faz v kovinskem matriksu ni enakomerna, zato je na različnih mestih površine istega obruska različno število in površina zrn analizirane faze. Zato je



Slika 10

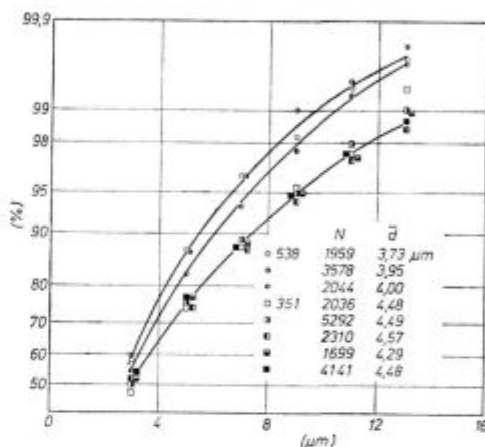
Vključki manganovega sulfida na vzdolžnem preseku jekla za avtomate. Analize, katerih rezultati so na slikah 11 in 12, so bile izvršene na jeklih s podobnimi vključki

Fig. 10

Manganese sulphide inclusions on the longitudinal section of free-cutting steel. Analyses which results are presented in Figs. 11 and 12 were made with steel having similar inclusions

potrebno določiti količino te faze v tem več poljih, čim bolj je porazdelitev neenakomerna, če hočemo dobiti realno povprečje.

Na jeklu za avtomate smo izvršili serijo analiz, na osnovi katerih lahko približno odgovorimo, koliko vidnih polj mikroskopa je potrebno analizirati, da dobimo zadovoljivo povprečje. Povprečna količina vključkov je zadovoljivo definirana, če analiziramo 25 vidnih polj pri povečavah 300 x ali 1200 x na istem vzorcu. Vidno polje ima pri povečavi 300 x 16-krat večjo površino, kot pri povečavi 1200 x. Zato je v prvem primeru povprečna količina določena z analizo približno 2300 vključkov, v drugem primeru pa le z analizo 140 vključkov. Kljub tako veliki razliki med številom izmerjenih vključkov, oz. veliki razliki med analizirano povr-



Slika 11

Histogrami porazdelitve vključkov po debelini na dveh jeklih za avtomate. Porazdelitev je bila določena z neodvisnimi analizami na osnovi različnega števila vključkov: N — število izmerjenih vključkov, d — povprečna debelina izmerjenih vključkov

Fig. 11

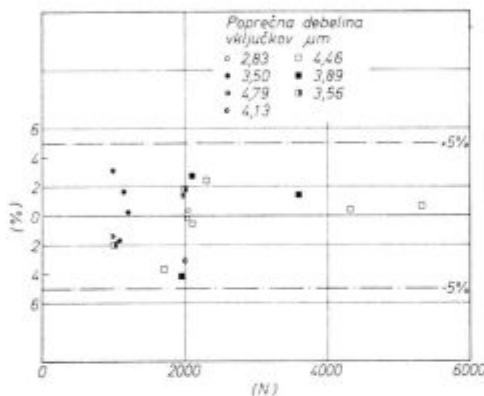
Size distribution curves of inclusions in the thickness direction for two free-cutting steel. The distribution was determined by independent analyses based on various amounts of inclusions: N — number of measured inclusions, d — average thickness of measured inclusions

šino, se povprečni vrednosti zadovoljivo ujemata. Lahko torej sklepamo, da zadostuje pri serijskem delu podobne naprave, kot so nekovinski vključki v jeklu, analiza toliko polj, da je celotno izmerjeno število vključkov najmanj 200. V tem primeru bomo dobili povprečje, ki ne bo pomembno odstopalo od povprečja, ki ga dobimo z meritvijo površine, na kateri je desetkrat več vključkov. Analizirana polja morajo biti enakomerno porazdeljena po vzorcu, če le ni izrazite neenakomernosti, na primer: analiza pločevine, v kateri so zaradi dvoplastnosti verige zrnatih oksidnih vključkov. Ta ugotovitev omogoča, da se opredeli čas za analizo vzorca v odvisnosti od točnosti, s katero naj bo definirana povprečna vrednost.

Izvršili smo več paralelnih serij meritev povprečne debeline sulfidnih vključkov v 7 različnih jeklih za avtomate s ciljem, da preverimo, koliko

meritev je potrebnih, da bi opredelili sprejemljivo napako povprečno debelino vključkov, ki so debelejši od $2\ \mu\text{m}$. Vključki so bili podobni tistim, ki jih prikazuje sl. 10. Rezultati teh meritev so prikazani v slikah 11 in 12. Na sliki 11 so za dve šarži histogrami kumulativne pogostosti, ki so bili določeni z neodvisnimi analizami, ki so zajemale od 1699 do 5292 vključkov. Iz povprečja vseh neodvisnih meritev smo določili povprečno debelino vključkov, nato pa definirali kot relativno napako odstopanje povprečne vrednosti posamičnih neodvisnih meritev od te povprečne debeline. Rezultati teh meritev so prikazani v grafikonu na sliki 12.

Relativna odstopanja v posamičnih razredih histogramov na sl. 11 so v intervalu 5 %, neodvisno od števila vključkov, na osnovi katere je bila določena debelinska porazdelitev. Enako drži za re-



Slika 12

Na abscisi je število sulfidnih vključkov, katerih debelina je bila izmerjena v vsaki neodvisni seriji. Na ordinati je relativno odstopanje med rezultatom vsake analize in debelino, določeno kot povprečje vseh analiz na istem vzorcu

Fig. 12

Number of sulphide inclusions is plotted on the abscissa. Their thickness was measured in each independent series. Relative deviation of results of each analysis and of thickness determined as an average of all the analyses in the same sample was plotted on the ordinate

lativno odstopanje pri opredelitvi povprečne debeline, na osnovi analize 1000 do 5292 vključkov. Velja torej, da je mogoče pričakovati od avtomatične določitve debeline točnost $\pm 5\%$ že tedaj, ko analiza zajema ca. 1000 vključkov.

V brzoreznem jeklu smo izvršili več analiz količine karbidov M_6C na osnovi BE in SE slike. Rezultati so prikazani v tabeli 1. Povprečji iz 25 analiziranih polj se razlikujeta med seboj za manj kot 4 %. Vse primerjalne meritve so pokazale, da so razlike med neodvisnimi analizami istih vzorcev v intervalu $\pm 5\%$, ob pogoju seveda, da je izvršena analiza toliko polj, ki zagotavlja objektivno povprečje, pri povprečnih vzorcih je to ca. 25 polj. V poglavju **Točnost analize** smo omenili, da je napaka zaradi netočnosti in nestabilnosti aparature manjša od 1 %, subjektivna napaka operaterja pa je v intervalu $\pm 5\%$. Podobna so odstopanja pri

paralelnih meritvah. Zato je logično sklepati, da je točnost in reproduktibilnost analize odvisna predvsem od subjektivne napake operaterja. To opravičuje zahtevo, da je za kvalitetno delo s sprejo REM + IMA potreben dober operater.

ZAKLJUČEK

Na kratko smo opisali zgradbo sprege raster elektronskega mikroskopa in naprave za analizo slike in razpravljali o prednostih, ki jih nudi pred sprejo med optičnim mikroskopom in napravo za analizo slike. Zaradi večje ločljivosti rasterskega elektronskega mikroskopa je mogoče doseči večjo ločljivost. Uporaba sekundarnih elektronov in odbitih elektronov za tvorbo slike omogoča, da se laže kot v optičnem mikroskopu razločijo posamične faze od matriksa. Čeprav je naprava avtomatizirana, pa je potreben dober operater za uspešno delo z njo. V tem primeru je mogoče določiti povprečno količino posamične faze, histogram velikostne porazdelitve zrn te faze in povprečno velikost zrn te faze z napako, ki ni večja od 5 % pri geometrični ločljivosti $0,2\ \mu\text{m}$ kar pa ni spodnja meja zmogljivosti naprave. Da bi dobili realne histograme za velikostne porazdelitve in realne povprečne vrednosti pri analizi vključkov in karbidov v jeklih, zadostuje analiza 1000 do 1500 delcev. Že na osnovi analize najmanj 200 vključkov pa je mogoče z zadovoljivo natančnostjo opredeliti količino sulfidnih vključkov v jeklu, kjer ni segregiranja in pretirane neenakomernosti v porazdelitvi vključkov.

Literatura:

1. R. Ruddlestone, J. D. Thornton in M. D. Bowers: Metals Technology 3, št. 9, 422—432, 1976
2. Vodopivec F.: Interno poročilo Metalurškega inštituta v Ljubljani, junij 1974
3. Vodopivec F.: Archiv Eisenhüttenwesens 42, 1971, št. 4, 1971
4. Vodopivec F., Arh J. in Ralič B.: Zelezarski zbornik 9, 1975, št. 3, 167—179
5. Vodopivec F., Arh J., Ralič B. in Lavrič T.: Revue de Metallurgie, v tisku
6. Vodopivec F., Gabrovšek M., Rak I., Ralič B. in Zvočelj J.: Zelezarski zbornik 12, 1978, št. 1, 1—16
7. Vodopivec F. in Ralič B.: Zelezarski zbornik 8, 1974, št. 3, 165—169
8. Vodopivec F. in Gabrovšek M.: Härtereitechnische Mitteilungen 31, 1976, št. 4, 183—187
9. Vodopivec F., Gabrovšek M. in Kmetič M.: Zelezarski zbornik 11, 1977, št. 1, 13—28
10. Vodopivec F., Gabrovšek M. in Kmetič M.: Härtereitechnische Mitteilungen 32, 1977, št. 6, 284—291
11. Kmetič M., Vodopivec F. in Gabrovšek M.: Poročilo Metalurškega inštituta v Ljubljani 492/1976
12. Kveder A.: disertacija na Univerzi v Ljubljani
13. Rodič J.: Zelezarski zbornik 9, 1975, št. 2, 89—106
14. Rodič J.: Zelezarski zbornik 9, 1975, št. 4, 217—238
15. Greffan K.: Disertacija na Univerzi v Hannoverju, 1971, Citirano po ref. 13
16. N. N.: JEOL News 11, 1973, št. 1, 1—12
17. Rose A., Mathesius H. A. in Hougardy H. O.: Archiv Eisenhüttenwesen 40, 1969, št. 4, 323—331

ZUSAMMENFASSUNG

Bei der Zusammensetzung eines Rasterbildes, welches in dem empfangsteil mit den elektronischen Bedienungseinrichtungen für die automatische Bildanalyse analysiert wird, hat die Anwendung des Rasterelektronenmikroskops einige Vorteile im Vergleich mit dem Lichtmikroskop.

Die laterale Punktauflösung von Rasterelektronenmikroskop ist grösser, die Elektronenintensität, die Intensität der rückgestreuten Elektronen ist aber von der chemischen Zusammensetzung der analysierten Phase abhängig. Das bedeutet, dass es möglich ist am Bild Phasen zu unterscheiden, welche sich in der chemischen Zusammensetzung von der Matrix unterscheiden obwohl keine optische Kontraste da sind.

Ein zweiter Vorteil ist in dem, dass unmittelbar das Primärbild der Probe analysiert wird. Es sind mehrere Vergleichsanalysen gemacht worden um die Auflösung des REM, die Analysenreproduzierbarkeit, die Fehler wegen der Unstabilität, der subjektiven Fehler des Operateurs zu bestimmen und schliesslich den Umfang der Analyse zu bewerten deren Durchschnittswerte eine noch annehmbare Genauigkeit haben können.

Diese Vergleichsuntersuchungen zeigten, dass der Fehler wegen der Unstabilität der Anlage kleiner als 1% beträgt, der subjektive Fehler des Operateurs bei der Bild-

analyse mit genügendem Kontrast bewegt sich in einem Intervall von 5% vom Durchschnitt. Eine mehrfache Analyse der Karbide an einem Werkzeugstahl hat mit Hilfe des Bildes der sekundären und rückgestreuten Elektronen eine durchschnittliche Karbidgrösse von $0,6 \mu\text{m}^2$ mit einer Abweichung kleiner als 5% ergeben, wobei die untere Grösse bei der Analyse berücksichtigten Körner $0,2 \mu\text{m}^2$ betragen hat. Die Histogramme der Verteilung der Karbidkorngrösse zwischen $0,2$ und $3,2 \mu\text{m}^2$ weichen gegenseitig um weniger als 5% ab. In Automatenstählen hat die Abweichung der durchschnittlichen Einschlussgrösse und der Histogramme der Einschlussgrößenverteilung nicht grösser als 5% betragen, wenn die Analyse auf Grund von 1000 oder 5000 Einschlüssen durchgeführt worden ist. Die Abweichung des Volumenanteils der Einschlüsse war nicht grösser als 5%, wenn dieser auf Grund der Analyse einer solchen Feldzahl bestimmt worden ist, dass einmal ca 150 Einschlüsse und das nächstmal ca 1500 Einschlüsse berücksichtigt worden sind. Dieses bedeutet, dass es möglich ist eine Genauigkeit im Intervall von $\pm 5\%$ zu erreichen, welche dem subjektiven Fehler des Operateurs entspricht, mit verhältnismässig kurzdauernden Analysen der Proben in welchen die Verteilung der einzelnen Phasen nicht zu ungleichmässig ist.

SUMMARY

Scanning electron microscope has some advantages over the optical microscope in formation of the image which is analyzed by the automatic image analyzer. Scanning electron microscope has higher resolving power and the electron intensity especially that of reflected electrons depends on the chemical composition of the analyzed phase. It means that phases on the image can be resolved if they have different chemical composition than the matrix though their optical contrast is the same. The second advantage is that primary image of the sample is directly analyzed. Numerous comparative analyses were made in order to determine the resolving power of the analyzer, the reproducibility of analyses, the errors due to the instability, the subjective error of the operator, and finally to estimate the extent of analysis which gives average results with acceptable accuracy. It was found that the error due to the instability of the analyzer is less than 1% while the subjective error of the operator analysing images with

sufficient contrast is about 5% of the average values. In analysis of carbides in tool steel the average carbide size of $0,6 \mu\text{m}^2$ was determined by repeated analyses and by taking images with secondary and reflected electrons. Deviation was less than 5% while the lower size of considered grain was $0,2 \mu\text{m}^2$. Particle size distribution curves of carbide grains with the sizes between $0,2$ and $3,2 \mu\text{m}^2$ varied for less than 5%. Particle size distribution curves and the average size did not vary more than 5% in free-cutting steel if the analysis was made with 1000 to 5000 inclusions. The volume portion of inclusions deviate less than 5% if it was determined by the analysis of such a number of fields that once about 150 and then 1500 inclusions were taken in account. It means that the accuracy in the $\pm 5\%$ range can be obtained which corresponds to the subjective error of the operator while analyses are relatively short, and distribution of single phases in the samples was not extremely ununiform.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

При образовании фазового портрета, анализ которого выполняется в приборе автоматического анализа растрового изображения, применение растрового электронного микроскопа имеет при сравнении с применением оптического микроскопа некоторые преимущества. Растровый электронный микроскоп имеет более лучшую способность разрешения интенсивности электронов. При этом надо взять во внимание, что интенсивность отклоненных электронов зависит от химического состава анализируемой фазы. Это значит, что можно различать фазы, которые отступают от химического состава матрицы не смотря на то, что изображение не различается что касается оптической контрастности. Следующее преимущество в том, что анализ первичного изображения образца выполняется непосредственно. Выполнен целый ряд сравнительных анализов с целью, чтобы определить: способность прибора разрешения интенсивности электронов, воспроизводительности анализа, погрешности вследствие нестабильности, субъективную погрешность оператора и, наконец, общую оценку анализа, средние результаты которого находятся в пределах приемленной точ-

ности. Оказалось, что погрешность из-за нестабильности прибора не превышает 1%, а субъективная погрешность оператора при анализе фазового портрета с достаточным контрастом находится в пределах 5-ти % среднего значения. При анализе карбидов в инструментальной стали, при помощи фазового портрета вторичных и отклоненных электронов определяли среднюю величину карбидов, которая составляет $0,6 \mu\text{m}^2$ с погрешностью, которая не превышала 5-ти %, при чем, как нижний предел взяты зерна величины $0,2 \mu\text{m}^2$. Гистограммы градаций по размерам зерен величины в пределах между $0,2$ и $3,2 \mu\text{m}^2$ различались между собой не более, чем на 5%. Объемная доля включений также не отклонялась более чем на 5%, когда это определение было основано при анализе такого количества полей, что отвечало в одном случае 150-ти, а в другом случае прб. 1500 включением. Это значит, точность определения можно получить в интервале 5-ти % с сравнительно непродолжительными анализами образцов, в которых распределение отдельных фаз не слишком неравномерно.