

Uporaba rastrske elektronske mikroskopije pri raziskavah ledeburitnih orodnih jekel

UDK: 620.187 : 669.15-194.58

ASM/SLA: TSh, M 21 e

Jože Rodič

Rastrska elektronska mikroskopija (REM) predstavlja novo in zelo zanimivo področje, ki ima velik pomen za raziskave visokolegiranih orodnih jekel ledeburitnega tipa.

Opisana je uporabnost REM pri raziskavah značilnosti in morfologije prelomov, pri raziskavah mikrostruktur na jedkanih metalografskih obrusih, pri študiju karbidnih izolatov in konfiguracije površine preizkušancev po elektrolitski izolaciji.

Za povezavo z dokumentacijo klasičnih metalografskih preiskav so bile izvršene REM preiskave po sistemu matričnega programa za vse variante toplotne obdelave, od žarjenega in izrazitega podkaljenega stanja do popolnega pregretja na izjemno visokih temperaturah avstenitizacije, od nizkotemperaturnega do visokotemperaturnega popuščanja pri enakih stopnjah direktne povečave.

V članku so navedene samo glavne zanimivosti iz tega obširnega programa in podani predlogi za tipizacijo pogojev preiskovanja pri nadaljnjih raziskavah tovrstnih jekel.

UVOD

Najpomembnejša prednost rastrske elektronske mikroskopije je velika globinska ostrina tudi pri velikih povečavah, ki nam pri posnetkih prelomnih površin mikromorfoloških preiskav odkriva značilnosti morfologije v odvisnosti od makro in mikrostrukture. Razumljivo je, da je že zaradi tega želja po uporabi te metodike upravičena posebno pri raziskavah ledeburitnih orodnih jekel, pri katerih je stopnja heterogenosti strukture zelo odvisna od pogojev izdelave, predelave in toplotne obdelave jekla. Podobne možnosti nudi pri mikrofraktografskih preiskavah tudi presevalni elektronski mikroskop, ki ima celo nekatere prednosti, vendar je rastrski elektronski mikroskop večkrat primernejši zaradi preprostejše priprave preizkusnih vzorcev in možnosti neposrednega opazovanja večjih površin, kar predstavlja veliko prednost v neposredni povezavi s klasičnimi metalografskimi preiskavami.

Zgradbo in način delovanja rastrskega elektronskega mikroskopa je v *Železarskem zborniku*¹ že

opisal S. Kimoto, zato lahko povzamemo¹⁻⁴ le nekaj najpomembnejših ugotovitev in osnovnih informacij:

Rastrski elektronski mikroskop, ki ga bomo v nadaljnjem imenovali kar s kratico REM (nemško: Raster Elektronen Mikroskop, angleško: Scanning electron microscope, francosko: Microscope électronique par balayage), deluje v principu enako kot nam bolj poznani elektronski mikroanalizator. REM lahko postane elektronski mikroanalizator v splošnem pomenu, če omogoča rentgensko spektroskopijo.

Začetki razvoja REM segajo skoraj tako daleč nazaj kot razvoj običajnega transmisijskega elektronskega mikroskopa. Kljub temu pa je REM postal trgovsko uporaben instrument mnogo kasneje kot elektronski mikroanalizator in se širše uporablja šele v obdobju zadnjega desetletja.

V REM bombardiramo vzorec s finim fokusiranim elektronskim snopom, katerega presek zmanjšujeta elektromagnetni leči. Snop s premerom reda velikosti 100 Å ali manj udarja le ob eno točko vzorca, zato moramo zbrati podatke s številnih točk, da dobimo podobo površine vzorca.

Bistveni signal, ki ga daje bombardiranje vzorca z elektronskim snopom, so pri REM sekundarni elektroni, pri elektronskem mikroanalizatorju pa rentgenski žarki.

Med običajnimi načini delovanja je rastriranje elektronskega snopa po površini vzorca. Hkrati poteka tudi rastriranje na katodni cevi, ki je sinhronizirana z elektronskim snopom tako, da vsaka točka na katodni cevi ustreza točki na vzorcu.

Imamo seveda različne načine delovanja — črtno rastriranje, stacionarno obsevanje določenega mesta, ipd. — ki so bistveni za rentgensko mikroanalizo kot dopolnilo rastriranju. Vse možnosti uporabe REM podrobno obravnavata Reimer in Pfeferkorn³.

Pri različnih izvedbah aparatov imamo detektorje za več različnih vrst informacij po izbiri. Dvoje katodnih cevi za prikazovanje različnih slik ene poleg druge lahko zelo olajša interpretacijo, ko primerjamo različne vrste informacij.

S stališča ločilne zmožnosti ca 50 — 200 Å je REM most med optičnim mikroskopom in običajnim transmisijskim elektronskim mikroskopom, vendar je popolnoma edinstven instrument za stereoskopsko tridimenzionalno opazovanje z veliko globinsko ostrino in mnogostranostjo.

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

Pri preiskavi hrapave površine je REM nepogrešljiv. Ne zahteva nobene priprave vzorca, oziroma kvečjemu, da naparimo tanko (100 Å) plast kovine in tako omogočimo prevajanje na izolacijski površini. Zamudna tehnika replik za običajni transmissijski mikroskop ne daje boljše ločljivosti, ampak pogosto povzroča popačenje. Te tehnike pa tudi ne moremo uporabiti pri zelo hrapavih, drobljivih in posebnih površinah.

REM lahko dodamo še napravo, ki omogoča rentgensko mikroanalizo. To odpira še nove možnosti izredno zanimivih raziskav.

PREISKAVE JEKLA Č 4850 — OCR 12 VM Z RASTRSKIM ELEKTRONSKIM MIKROSKOPOM*

Z rastrskim elektronskim mikroskopom (REM) smo izvršili sistematične preiskave ledeburitnega orodnega jekla Č.4850 — OCR 12 VM v okviru širokega programa raziskovalno razvojnega projekta ledeburitnih orodnih jekel v Železarni Ravne. Program raziskovalne naloge za uvajanje rastrske elektronske mikroskopije na področju metalografske orodnih jekel je obsegal preiskave.

- prelomnih ploskev,
- metalografskih obruskov,
- izoliranih karbidov in
- površine preizkušancev po elektrolitski izolaciji karbidov.

Za te preiskave smo izbrali vzorce v različnih stanjih toplotne obdelave, ki jih podaja tabela 1.

Tabela 1 — Pregled oznak vzorcev »P« Č.4850 — OCR 12 VM pri preiskavah na rastrskem elektronskem mikroskopu

Temperatura kaljenja °C	Kaljeno stanje	Popuščano 1 uro na:			
		250° C	500° C	600° C	700° C
900	P 1	P 4	P 7	P 9	P 10
980	P 21	P 24	P 27	P 29	P 30
1040	P 51	P 54	P 57	P 59	P 60
1080	P 61				
1240	P 101	P 104	P 107	P 109	P 110

PŽ 5 — mehko žarjeno stanje

Sestava jekla: 1,52 % C, 11,4 % Cr, 0,82 % Mo, 0,92 % V

Ta izbira vzorcev, s katerimi so bile izvršene preiskave vplivov toplotne obdelave na trdoto in

*REM posnetke na prelomnih ploskvah in na jedkanih metalografskih obruskah je izvršil mag. Vili Bukošek, dipl. inž. z rastrskim elektronskim mikroskopom JEOL JSM-U 2 na Inštitutu za tekstilno tehnologijo Univerze v Ljubljani. Za ta pomemben prispevek k raziskovalnemu projektu ledeburitnih orodnih jekel se mu ob tej priliki posebej zahvaljujemo.

žilavost ter karakteristike mikrostruktur, omogoča neposredno povezavo vseh ugotovitev mehaniških in metalografskih preiskav v okviru omenjenega raziskovalnega projekta.

Rastrska elektronska mikroskopija je bila pri nas na tem področju prvič uporabljena, zato smo poleg omenjenih ciljev raziskave to priliko izkoristili predvsem za ustrezen razvoj metodike tovrstnih preiskav. Želeli smo izbrati optimalne preiskovalne pogoje in izdelati nekeke primerjalne standarde, ki bi pri bodočih preiskavah te skupine jekel lahko služili kot solidna osnova na čimkrajši poti do zanesljivih ugotovitev. V nadaljevanju bomo podali le kratek povzetek tega obsežnega dokumentacijskega gradiva.

Prelome žilavostnih preizkušancev smo preiskovali neposredno ter poskrbeli za kontinuirno povezavo s klasičnimi fotografskimi posnetki prelomov v merilu 1 : 1 in pri povečavah 5× in 10×. Pri REM posnetkih smo uporabili povečave 100 ×, 300 ×, 1.000 ×, 3.000 ×, (6.000 ×), 10.000 × in 20.000 ×. S sistematičnim povečevanjem detajlov je zagotovljena zelena povezava s klasičnimi preiskavami, obenem pa je bilo mogoče izbrati optimalne povečave, ki naj bi jih uporabili pri nadaljnjih preiskavah, tako da bi bili stroški v bodoče čim manjši in čas preiskave čim krajši. Z nadaljnjo vsebino in z zaključki bo dokumentirano, v kolikšni meri nam je to uspelo.

Podobno smo postopali pri REM posnetkih metalografskih obruskov. Preizkusili smo različne načine jedkanja in ugotovili, da jedkanje z nitalom in z Vilello, ki ga uporabljamo pri standardni metalografski tehniki tovrstnih jekel, povsem ustreza tudi za REM preiskave mikrostruktur. Če želimo posebej raziskovati karbide, njihovo velikost in obliko ter količino, pa je zelo primerno jedkalo Groesbeck (glej sliko 25).

Za povezavo s klasično metalografijo smo na istih obrusih izdelali posnetke mikrostruktur z navadnim optičnim mikroskopom pri povečavah 100 ×, 300 ×, 500 × in 1000 ×, nato pa nadaljevali z REM pri povečavah 300 ×, 1.000 ×, 3.000 ×, (6.000 ×), 10.000 × in 20.000 ×. Tudi ta dokumentacija omogoča interesantne primerjave in predstavlja solidno primerjalno osnovo za bodoče posebne raziskave ter hitro rutinsko preiskovanje.

Poizkusili smo tudi uporabnost REM pri raziskavah in razvoju tehnike elektrolitske izolacije karbidov. Izvršenih je bilo le nekaj uvodnih preiskav karbidnih izolatov in površine vzorcev po elektrolitski izolaciji karbidov, ki jih bomo za ilustracijo prikazali. Raziskave na tem področju bomo nadaljevali. Posebno zanimive ugotovitve pričakujemo z nadaljnjimi REM preiskavami površine vzorcev po izvršeni izolaciji karbidov v povezavi s preiskavami na elektronskem mikroanalizatorju in z rezultati mikrokemijskih analiz izolatov.

Vsi REM posnetki so bili izdelani pri direktni povečavi. Uporabljena je bila tehnika opazovanja

s sekundarnimi elektroni pri naslednjih pogojih opazovanja:

- pospeševalna napetost 25 kV (10 kV),
- vpadni kot — naklon 45° (20°),
- delovna razdalja 12 mm.

Slika 1 kaže prelomno ploskev po zlomu žilavostnega vzorca v mehko žarjenem stanju. Makrostruktura prelomne ploskve je na tisti strani preizkušanca, ki je izpostavljena udarcu kladiva, do-

kaj enakomerna in kaže značilnosti prelomne ploskve, nastale pri trganju pod vplivom nateznih napetosti.

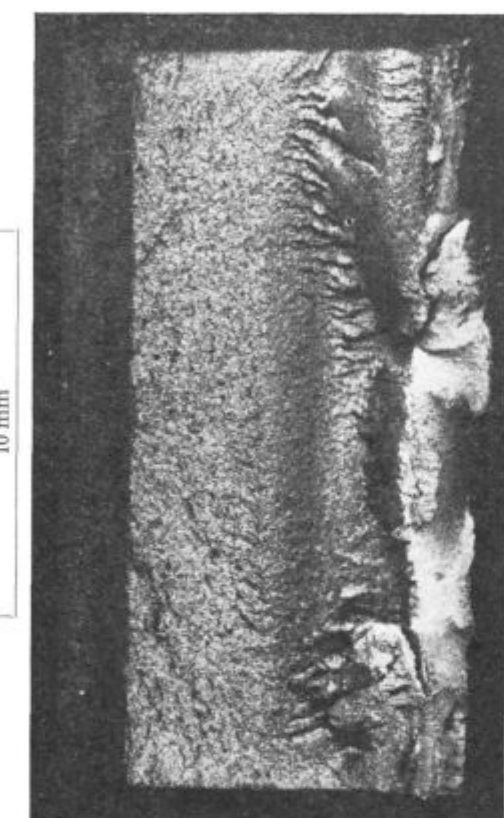
Druga polovica prelomne ploskve je močno deformirana in ima globoke razpoke, visoke ter ostre grebene, iztrganine in velike deformirane ter odrgnjene ploskve z jasno nakazano smerjo deformacij. To so značilnosti preloma pri upogibanju, ki s trenjem in deformiranjem porabi veliko delo, največja sila loma pa je razmeroma majhna in časovni potek sile loma kaže značilno obliko z dvema fazama v časovnem poteku loma.

V prvi fazi narašča sila do pojava prve porušitve — razpoke ($P'_{\max}$, $\tau'_{\max}$), druga faza pa kaže naraščanje sile pri lomljenju preizkušanca, za kar je potrebno premagati odpor plastičnega deformiranja in trenje pri upogibanju. Pri sili $P_{\max}$ in po času $\tau_{\max}$ se preizkušanec dokončno prelomi.

Za žilavost preizkušanca je vsekakor merodajna sila $P'_{\max}$ in čas $\tau'_{\max}$, saj izmerjena največja sila in celotna poraba dela za zlom že prej nepravilno porušenega vzorca nima nikakršnega pomena, ker je po prvem inicialu porušitve dokončen zlom le še vprašanje časa, je pa neizogiben.

Vse te ugotovitve pri makroskopskem pregledu prelomne ploskve moramo z vso pozornostjo upoštevati ob preiskavi z rastrsko elektronsko mikroskopijo pri večjih povečavah. Pri pregledu prelomne ploskve ali pa na klasičnem makroskopskem posnetku moramo izbrati in ustrezno identificirati tisto mesto, ki ga preiskujemo z REM. Brez take identifikacijske povezave so lahko ob takih razlikah na prelomnih ploskvah REM preiskave z večjimi povečavami povsem nesmiselne in nas lahko zavedejo tudi do napačnih ugotovitev.

Poglejmo samo primer na sliki 2. V zvezi s komentarjem k sliki 1 kažeta REM posnetka dve mesti na prelomni ploskvi istega preizkušanca zlomljenega v mehko žarjenem stanju. Ti dve mesti sta si v neposredni bližini v srednjem območju prelomne ploskve na sliki 1, vendar sta posnetka zelo različna kljub razmeroma majhni povečavi. Levi posnetek kaže enakomerno površino preloma, desni pa eno od manjših razpok ob grebenih.

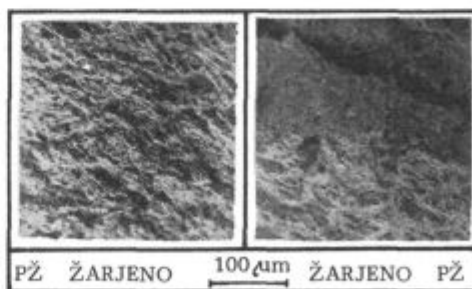


Slika 1

Prelomna ploskev probe za preizkušanje žilavosti in krivulja časovnega poteka sile pri lomu te probe v žarjenem stanju po metodi Železarne Ravne (Trdota 220 HB - 18 HRC)

Fig. 1

Fracture surface of the probe for toughness test, and the time-force curve during breaking the probe, as annealed, according to the method by Ravne Ironworks



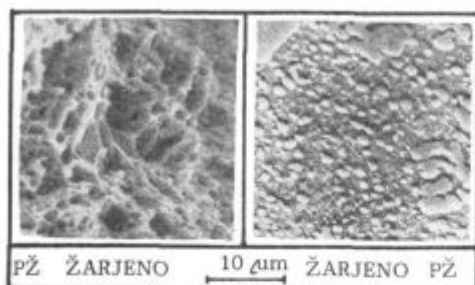
Slika 2

REM posnetka na dveh mestih prelomne ploskve probe zlomljene v žarjenem stanju.

Fig. 2

SEM picture of two spots of the fracture surface of the probe broken, as annealed

Ob razpoki je ploskev odrgnjena zaradi iztrgavanja in trenja pri upogibanju preizkušanca med potekom loma. Nesistematično povečevanje takih detajlov bi nam pri velikih povečavah povsem onemogočilo kakršne koli medsebojne primerjave ali pa bi nas lahko privedlo do napačnih ali neupravičenih sklepov.



Slika 3

REM posnetka preloma in metallografskega obrusa probe v mehko žarjenem stanju.

Fig. 3

SEM picture of the fracture and the metallographic specimen of the soft annealed probe

Levi REM posnetek na sliki 3 kaže pri originalni povečavi $3000\times$ tipično sliko prelomne ploskve dokaj žilavega vzorca v žarjenem stanju. Razmeroma zelo mehka osnova se pri porušitvi deformira — razpotegne pri iztrgavanju karbidnih zrn, ki večinoma ostanejo v jamicah, na vrhovih pa ostanejo vdolbine v obliki kraterjev. Trdnost osnove je premajhna, da bi v kraterjih vrhov obdržala karbide, zato jih na tem mestu opazimo le izjemno. Karbidi, ki niso dovolj trdno obdani z osnovo, v kateri so vloženi, izpadejo med lomljenjem preizkušanca. Pri večji trdoti kaljenih in

kaljenih ter popuščanih vzorcev bomo v potrditev te domneve opazili mnogo karbidov, ki so ostali v kraterjih vrhov.

Na desni strani slike 3 REM posnetek metalografskega obrusa pri enaki povečavi kaže razporeditev karbidov. Jamice in kraterji na vrhovih zelo dobro ustrezajo razporeditvi in različnim velikostim karbidov.

Ob tem posnetku dobimo tudi pojasnilo za presenetljivo majhno količino karbidov, ki smo jo določili pri preiskavah teh jekel na kvantitativnem mikroskopu⁵. Pri meritvah z različnimi povečavami na TV zaslonu smo lahko detektirali samo karbide, ki so večji od premerov, podanih na sliki 4, npr. $1\mu\text{m}$ pri povečavi $3000\times$. Če te velikosti najmanjših še merljivih karbidov primerjamo z merilom na sliki 3, vidimo, da ostane zelo velika količina karbidov zunaj območja sposobnosti detektiranja, in je razumljivo, da so ugotovljene količine karbidov zelo nerealne in mnogo manjše od dejanskih. Ob tako drobnih karbidih bi se samo z največjimi možnimi povečavami približali ugotavljanju realne količine karbidov. To pa je zopet zvezano s številnimi drugimi težavami⁵. Zato lahko trdimo na osnovi številnih ugotovitev, da določanje absolutne količine karbidov v teh jeklih s kvantitativnim mikroskopom nima praktičnega pomena, v kolikor ne izvajamo meritev z določeno omejitvijo, s katero določamo količino karbidov, ki je »nad neko mejno velikostjo karbidov«. Le tako lahko ugotovljene relativne količine primerjamo. Zelo interesantne pa so vsekakor meritve s klasifikacijo karbidov po velikosti.

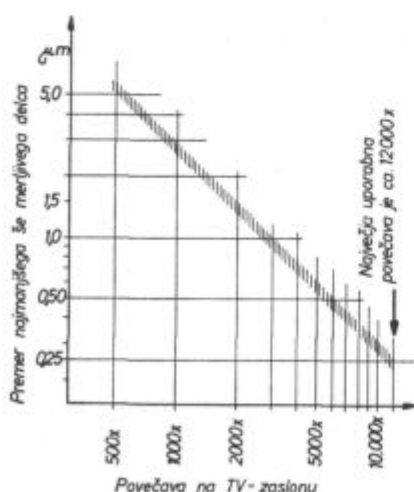
Slika 5 podaja primerjavo izbranih prelomov v različnih toplotno obdelanih stanjih.

Primerjava prelomov v kaljenem stanju nazorno prikazuje vpliv temperature kaljenja na zrna-tost in konfiguracijo prelomne ploskve.

Pri ledeburitnih jeklih z močnimi karbidnimi izcejami ne moremo pričakovati tako finih »žametnih« prelomov kot pri nelegiranih in malolegiranih orodnih jeklih. Med izbranimi prelomi jasno vidimo, da je kalilna temperatura 900°C prenizka, 980°C pa že precej sprejemljiva, čeprav je prelom pri 1040°C očitno finejši. Kaljenje 1080°C daje še tudi povsem normalen videz preloma v kaljenem stanju, pri 1120°C postane prelom že nekoliko bolj grob, pri 1200°C pa so jasni znaki pregretja, medtem ko je prelom pri 1240°C zelo grobozrnat.

Prelomi pri nižjih temperaturah kaljenja in visokih temperaturah popuščanja, npr. $900^\circ\text{C}/700^\circ\text{C}$ in $980^\circ\text{C}/700^\circ\text{C}$, tako po videzu kot po karakterističnem poteku sile v odvisnosti od časa (glej P 10 na sliki 6) spominjajo na karakteristike preloma preizkušancev v žarjenem stanju (slika 1). Za oceno žilavosti je odločilna sila P_{max} , ki jo označuje odklon od premice naraščanja sile v prvi fazi loma.

Pri višjih temperaturah kaljenja tega značilnega pojava ne opazimo več v taki obliki niti pri visokem popuščanju (glej P 60 na sliki 6).

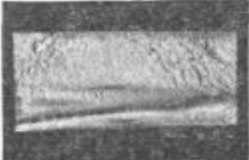
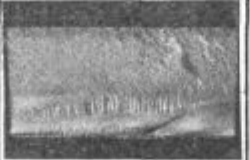
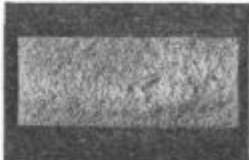
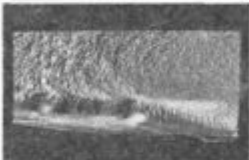
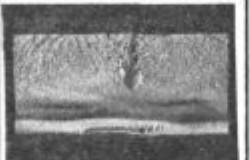
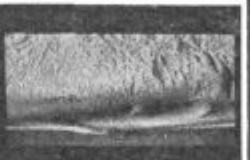
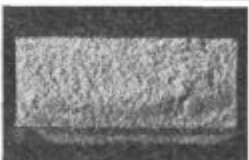
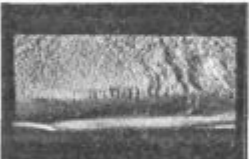
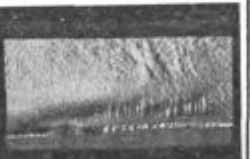
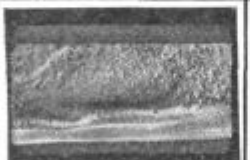
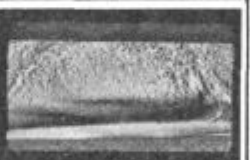
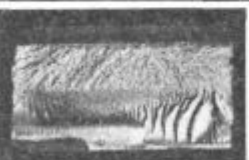
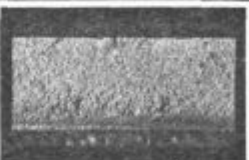
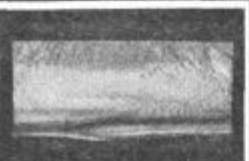
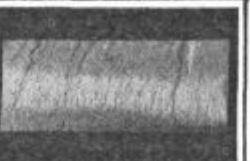
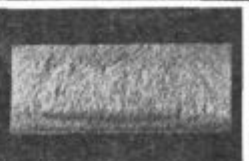


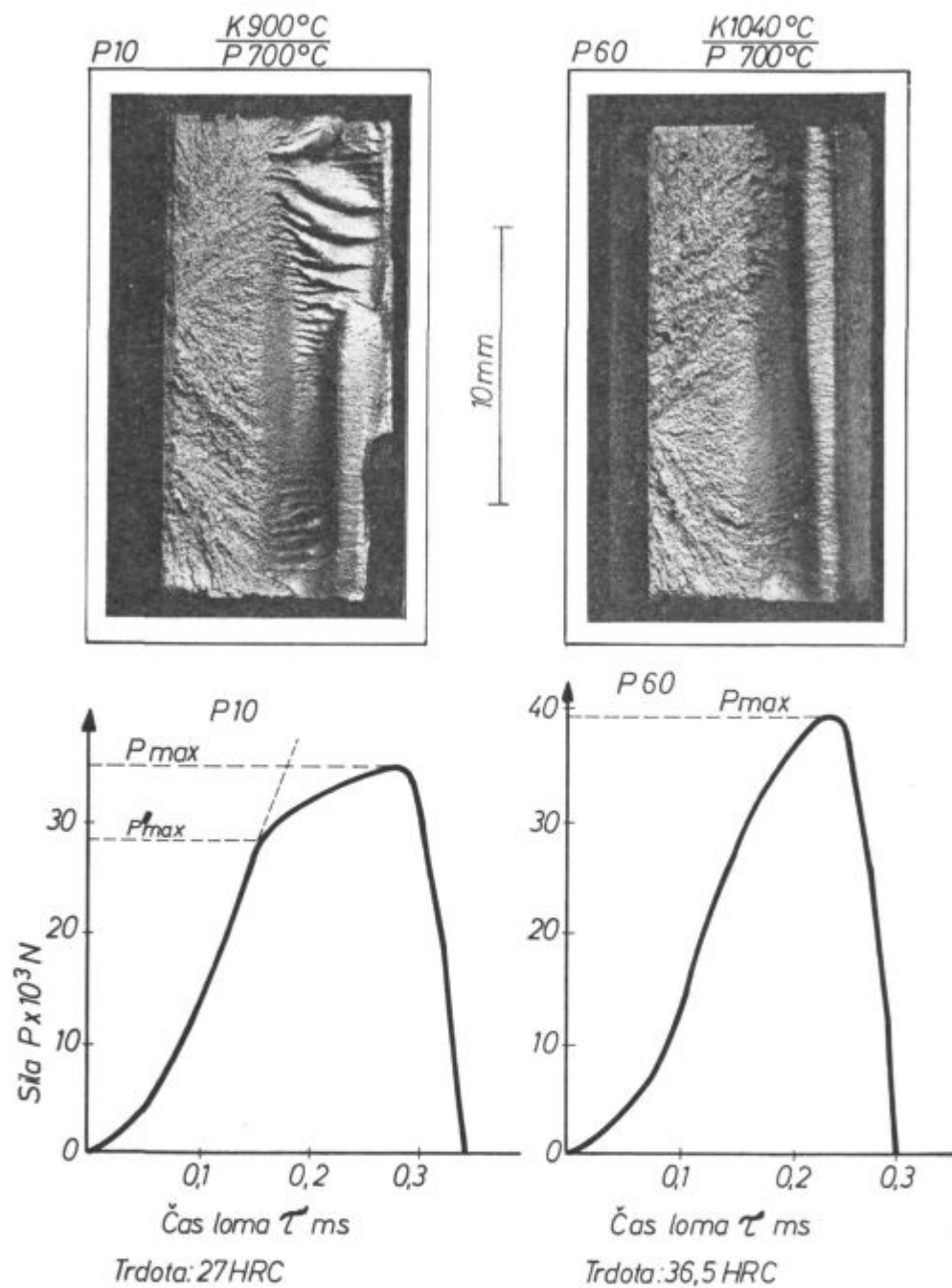
Slika 4

Velikost najmanjših še merljivih delcev v odvisnosti od povečave.

Fig. 4

The size of the smallest still detectable particles depending on magnification

		Slika 5 Prelomi prob pro preizkušanju žilavosti po metodi Železarne Ravne. Fig. 5 Fractures of probes after toughness tests according to the method by Ravne Ironworks	
			
ZARJENO 18 - 19,5 -	Kaljeno/Popuščano HRC-Pmax[10 ⁻³ Nw]		
			
K 900°C/P - 54 - 30 - 52	K 980°C/P - 63 - 18 - 10	K 1040°C/P - 64,5 - 15 - 18	K 1240°C/P - 33,5 - 14,5 - 6
			
K 900°C/P 250°C 52,5 - 29 - 20	K 980°C/P 250°C 56 - 30 - 20	K 1040°C/P 250°C 59 - 30 - 21	K 1240°C/P 250°C 33,5 - 16 - 10
			
K 900°C/P 500°C 50 - 31 - 20	K 980°C/P 500°C 55,5 - 28 - 17	K 1040°C/P 500°C 60 - 23 - 10	K 1240°C/P 500°C 36 - 23 - 13
			
K 900°C/P 600°C 41 - 38 - 30	K 980°C/P 600°C 47 - 34 - 22	K 1040°C/P 600°C 50,5 - 34 - 21	K 1240°C/P 600°C 44,5 - 12 - 4
			
K 900°C/P 700°C 27 - 35 - 55	K 980°C/P 700°C 34 - 38 - 49	K 1040°C/P 700°C 36,5 - 39,5 - 45	K 1240°C/P 700°C 41 - 9 - 2
			
K 1020°C/P - 65 - 17 - 18	K 1080°C/P - 62 - 16 - 14	K 1120°C/P - 52,5 - 22 - 24	K 1200°C/P - 35,5 - 29 - 28



Slika 6
popušcanju na 700° C.
Značilnosti prelomov in meritev žilavosti podkaljene in normalno kaljene probe po visokem

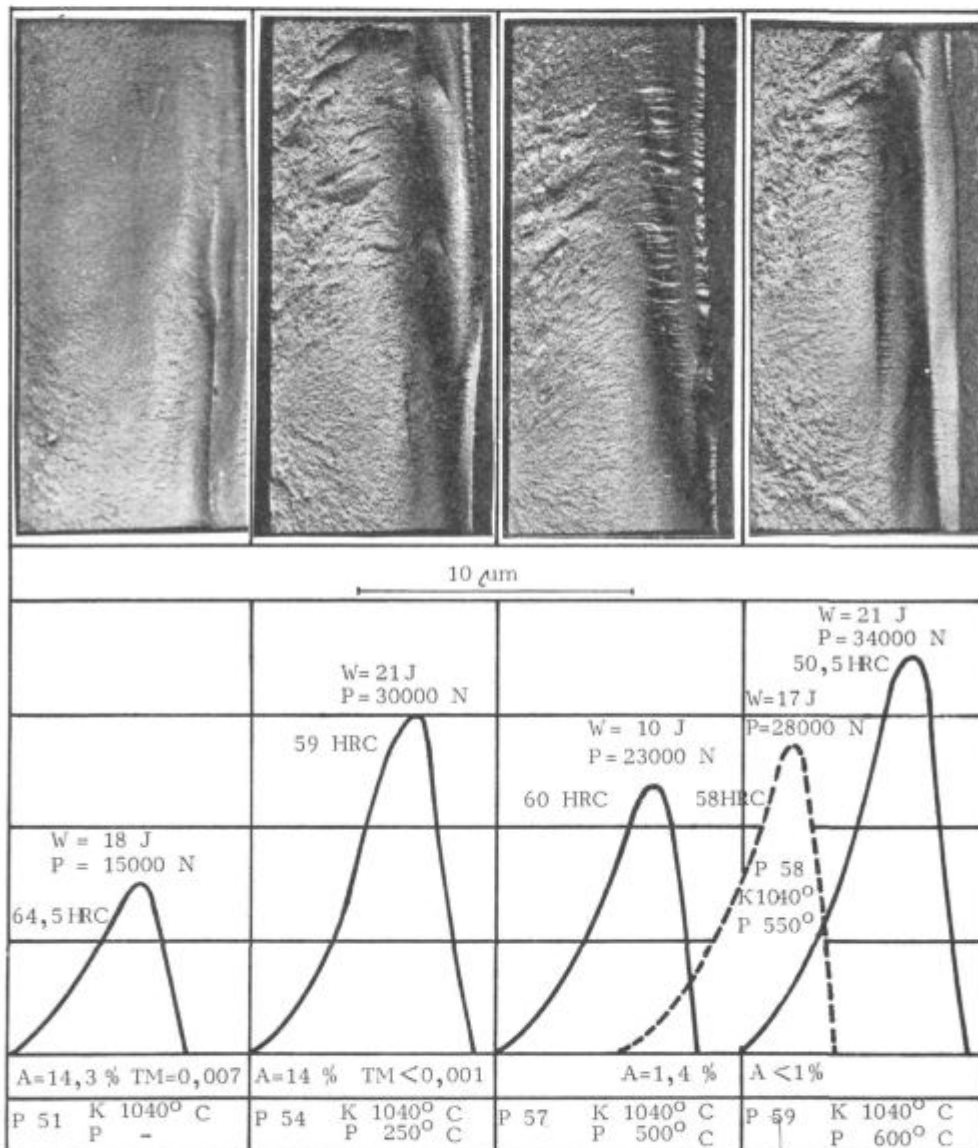
Fig. 6
Characteristics of fractures and toughness measurements of probes, underquenched and normally quenched and tempered at 700° C

Žilavost normalno kaljenih preizkušancev je v kaljenem stanju nizka. Maksimalna sila loma P je manjša od 20000 N in porabljeno delo W je manjše od 20 J (glej P 51 na sliki 7). Že popuščanje na 250°C poveča maksimalno silo loma kar na dvojno vrednost. Porabljeno delo se ne poveča enako, kar potrjuje znano dejstvo, da je jeklo v kaljenem stanju izredno krhko (glej P 54 na sliki 7). Na sliki 7 so podane še primerjave za preizkušance, popuščane na višjih temperaturah. Pri tem moramo seveda upoštevati tudi spremembe trdot. Žilavost je pri popuščanju na 500°C nekoliko manjša, zelo nizka vrednost porabljenega dela pa nas posebej opozarja na pojav krhkosti v območju maksima sekundarne trdote. Že na

550°C je v splošnem žilavost zopet boljša. Pri 600°C pa že trdota preveč pade. V glavnem daje nizko temperaturno popuščanje nekoliko boljše splošne karakteristike žilavosti in je zato ugodnejše od visokotemperaturnega popuščanja.

Preizkušanci v območju normalne toplotne obdelave

Na REM posnetkih prelomov v kaljenem stanju in v nizko ter visoko popuščanem stanju do 600°C ni opaziti bistvenih razlik v tipu preloma niti pri direktni povečavi 300 × niti pri 3000 ×. V tem področju variacij toplotne obdelave je tudi klasična metalografska preiskava pokazala, da ve-



Slika 7

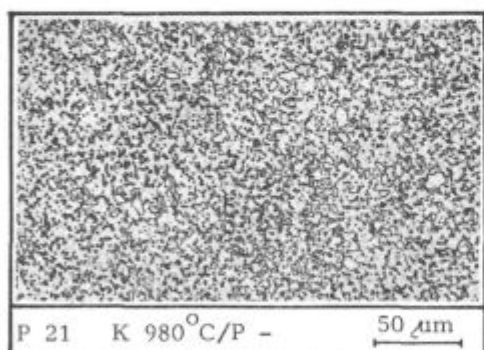
Značilnosti prelomov in meritev žilavosti prob kaljenih na 1040°C v olju in popuščanih na različne temperature v območju normalnih delovnih trdot.

Fig. 7

Characteristic of fractures and toughness measurements of probes, quenched from 1040°C in oil and tempered at various temperatures in the interval of normal production hardnesses

likost avstenitnega zrna ni izražena z izrazitimi mejami (slika 8).

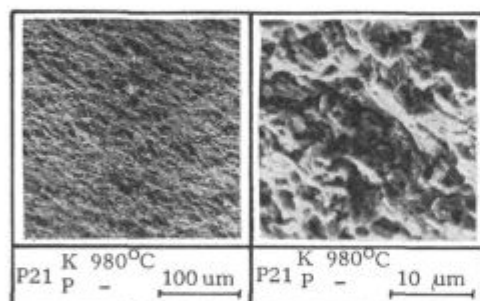
Zato v tem področju toplotne obdelave ne gre za razlikovanje interkristalnega ali intrakristalnega poteka preloma, ampak o konfiguraciji prelomne ploskve in doseženih lastnostih pri prelomu preizkušanca odloča mehanizem iztrgavanja karbidov iz bolj ali manj žilave, oziroma trdne osnove.



Slika 8
Klasičen metalografski posnetek mikrostrukture po kaljenju 980°C v olju.

Fig. 8
Usual metallographic picture of the microstructure after quenching from 980°C in oil

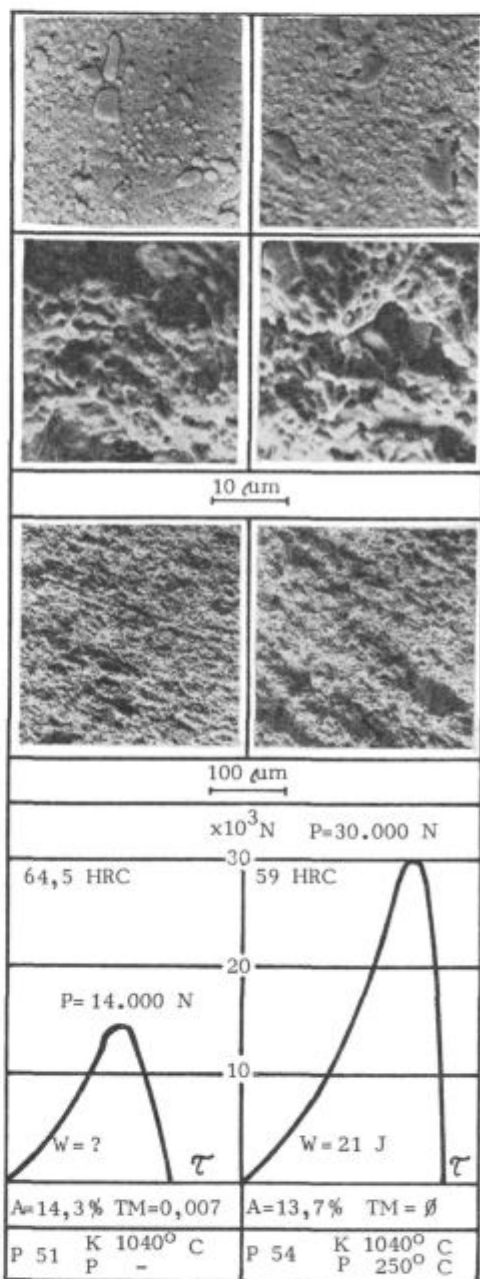
Ločljivost pri direktni povečavi 300 × je premajhna, da bi na prelomih pokazala bistvene značilnosti in odkrila ležišča karbidnih zrn. Ta so pri teh preizkušancih izredno fina ter vložena v vdolbinah in kraterjih vrhov ali grebenov, kar lepo pokaže REM posnetek pri večji direktni povečavi 3000 × (primerjaj levi in desni posnetek na sliki 9). Na mnogih mestih so vidni drobni karbidi, ponekod pa so vdolbinice prazne, ker so se karbidi izluščili in izpadli. Za podrobnejše raziskave značilnih konfiguracij prelomne ploskve je direktna povečava 300 × večinoma premajhna. Edino, kar pri teh povečavah lahko z neposrednimi primerjavami REM posnetkov že zaznamo, so manjše razlike finosti preloma pri različnih kalilnih temperaturah, ki potrjujejo pričakovano in že poznano odvisnost.



Slika 9
REM posnetka prelomne ploskve probe kaljene z 980°C v olju.

Fig. 9
SEM pictures of the fracture surface of probe, quenched from 980°C in oil

Posamezne primerjave prelomov lahko tudi prav dobro povezujemo z ugotovljeno žilavostjo in trdoto. Tako ima npr. preizkušane, ki je zlomljen v kaljenem stanju, gladek prelom, visoko trdoto in majhno žilavost, popuščanje na 250°C pa je nekoliko znižalo trdoto in močno povečalo žilavost preizkušanca. Te razlike potrjuje primerjava REM posnetkov vzorcev P 51 in P 54 na sliki 10 že pri manjši povečavi. Pri popuščanem vzorcu je bila potrebna za zlom večja sila in porabljen je bilo večje delo. Tak zlom je vsekakor bolj žilav od



Slika 10
Primerjava dveh prob v kaljenem in nizko popuščanem stanju.

Fig. 10
Comparison of two probes, as quenched, and tempered at low temperatures

tistega z enakomerno gladko prelomno ploskvijo. Na nekaterih drugih posnetkih so vidne še bolj izrazite razpoke. Po njihovem videzu bi sklepali, da je potekal lom intergranularno — po mejah zrn. Tega pa z metalografsko preiskavo ni bilo mogoče potrditi. Zato lahko sklepamo, da ciklasti potek razpok nastane tako, da razpoka »išče svojo pot« skozi šibka mesta od karbida do karbida. Za ta dva primerjana vzorca sta prikazana na sliki 10 v zgornjem delu še REM posnetka prelomov pri večji povečavi in REM posnetka mikrostruktur na metalografskem obrusu, prav tako pri direktni povečavi 3000 $\times$.

Medtem ko vidimo pri REM posnetkih s povečavo 300 $\times$ le osnovno obliko prelomne ploskve, nam povečava 3000 $\times$ odkrije zanimive detajle z ležišči karbidov, ki jih lahko neposredno povežemo s karbidi na REM posnetkih metalografskih obrusov. REM posnetki jedkanih metalografskih obrusov pa nam odkrijejo še zanimive spremembe osnovne mikrostrukture. V prikazanem primeru je s spremembo osnovne mikrostrukture neposredno izražena odprava tetragonalnosti martenzita (TM) pri popuščanju na 250⁰ C, ki smo jo izmerili z rentgenskim difraktometrom⁶. Mimogrede naj omenimo, da pri popuščanju na 200—250⁰ C nastopijo tudi znatne dimenzijske spremembe⁷ (glej slika 11), ki jih zaradi skrčka lahko povežemo z omenjeno spremembo kaljenega martenzita pri nizkotemperaturnem popuščanju. Iglasto strukturo, ki smo jo opazili po normalnem kaljenju pri popuščanju na 250⁰ C na sliki 10, smo še bolj jasno identificirali pri povečavi 10000 $\times$. Iglasta oblika osnovne mikrostrukture je vidna še

pri popuščanju na 500⁰ C, vendar se pri tej temperaturi že kaže ob iglah začetek sferodizacije. Pri popuščanju na 600⁰ C imamo že zgornji, popolnoma sferoidizirani popuščni bainit.

Popuščanje na 700⁰ C v območju normalnih kalilnih temperatur zaradi nizke trdote niti pri orodjih za delo v vročem nima praktičnega pomena, zato naj omenimo samo to, da pri tako visokem popuščanju prelomi kažejo zopet rahlo izražene značilnosti preloma v žarjenem stanju, le da so v splošnem zaradi postopka poboljšanja po videzu finejši in imajo znatno večjo žilavost. Karakteristike so toliko bližje žarjenemu stanju, kolikor je kalilna temperatura nižja in učinek poboljšanja šibkejši.

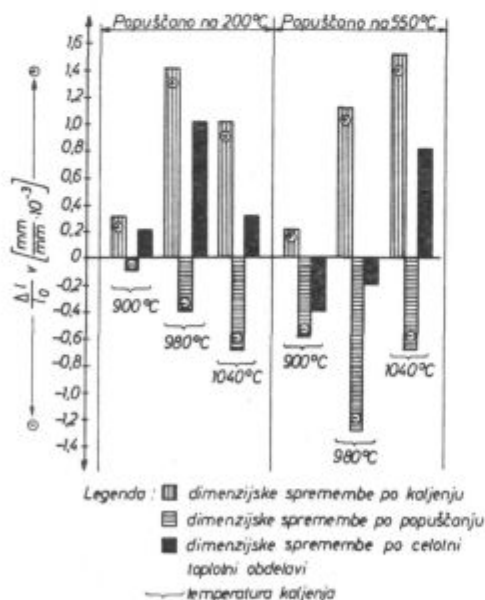
REM posnetki mikrostruktur na jedkanih metalografskih obrusih pri 3000 $\times$ direktni povečavi zelo jasno kažejo vpliv temperature kaljenja na stopnjo raztapljanja drobnih karbidov v osnovi med avstenitizacijo. Pri temperaturi kaljenja 900⁰ C, ki je daleč prenizka (podkaljeno!), ostane ogromna količina neraztopljenih drobnih karbidov v slabo legirani osnovni matici. Pri temperaturah kaljenja v normalnem območju je neraztopljenih drobnih karbidov bistveno manj. Najboljša je med preizkušanimi temperaturami 1040⁰ C, pri čemer moramo omeniti, da temperatur 1060 in 1080⁰ C nismo preizkušali. V visoko pregretilih mikrostrukturah, razen v ledeburitnem evtektiku, skoraj ni več neraztopljenih karbidov.

Pri visokotemperaturnem popuščanju je opaziti povečanje količine drobnih karbidov zaradi izločanja pri popuščanju. To pa opazamo samo pri večjih povečavah, pri čemer bi morali za povprečne ugotovitve izdelati veliko število posnetkov, ker so razlike med posnetki na različnih mestih precej velike in predstavljajo v bistvu posnetke detajlov. Pri višjih temperaturah popuščanja nad 500⁰ C v odvisnosti od različnih kalilnih temperatur ni bistvenih razlik v količini drobnih karbidov zato, ker se raztopljeni karbidi pri višji kalilni temperaturi ob višjih popuščnih temperaturah zopet v večji količini izločajo.

Preizkušanci kaljeni s 1240⁰ C

Teoretično zanimiva je raziskava prelomov pri vzorcih, ki so bili kaljeni z ekstremno visoko temperaturo avstenitizacije:

Serija dilatometrijskih meritev⁷ na sliki 12 je pokazala vpliv temperature avstenitizacije v območju od 900⁰ C do 1090⁰ C na temperaturo začetka tvorbe martenzita — točko M_s . Ta točka je pri normalni temperaturi kaljenja 1040⁰ C pri ca. 180⁰ C. Če pri temperaturi kaljenja ca 1150⁰ C pa z ekstrapoliranjem pričakujemo temperaturo M_s okrog 0⁰ C, pri višjih temperaturah kaljenja pa se temperatura točke M_s še dalje znižuje, tako da je pri avstenitizaciji 1240⁰ C daleč pod sobno temperaturo. Tako je povsem razumljivo, da je po taki avstenitizaciji v mikrostrukturi poleg ledebu-



Slika 11

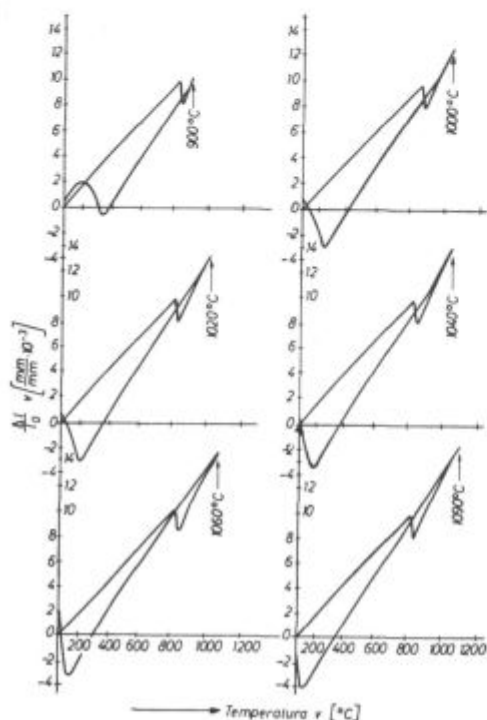
Dimenzijske spremembe jekla Č. 4850 — OCR 12 VM pri toplotni obdelavi.

Fig. 11

Dimensional changes of Č. 4850 — OCR 12 VM steel in heat treatment

ritnih karbidov 80—85 % zaostalega avstenita, ki je tudi zelo stabilen do visokih temperatur popuščanja⁶. (Slika 13)

Slika 14 z dilatometrijskimi meritvami popuščnih efektov⁷ kaže območje razpada zaostalega avstenita, ki se z zviševanjem temperature kaljenja pomika k višjemu temperaturnemu območju popuščanja.

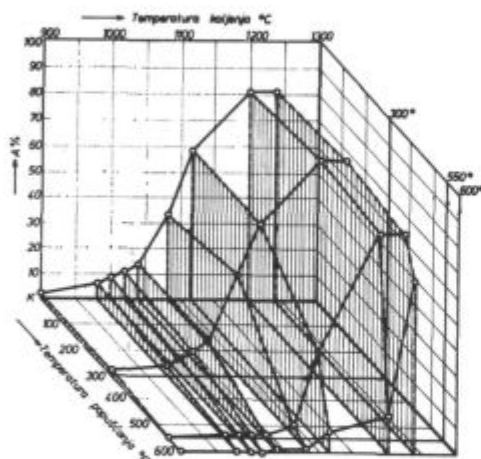


Slika 12

Dilatometrijske krivulje jekla Č.4850 — OCR 12 VM za različne temperature avstenitizacije.

Fig. 12

Dilatometric curves of Č.4850 — OCR 12 VM steel for various temperatures of austenitization



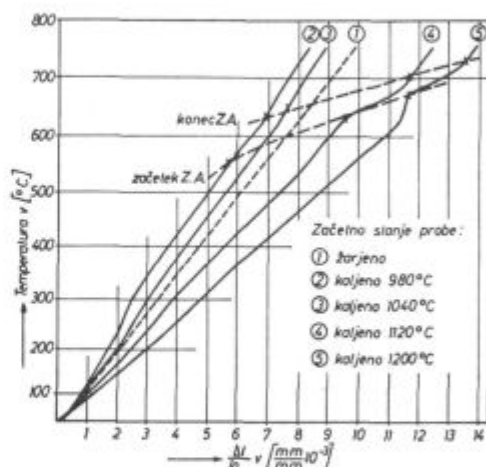
Slika 13

Zaostali avstenit v jeklu Č.4850 — OCR 12 VM (probe skupne P).

Fig. 13

Retained austenite in Č.4850 — OCR 12 VM steel (probes of group P)

REM posnetki preloma preizkušanca, kaljenega s 1240°C pri različnih povečavah na sliki 15 kažejo zrna zaostalega avstenita, obdana s krhkim

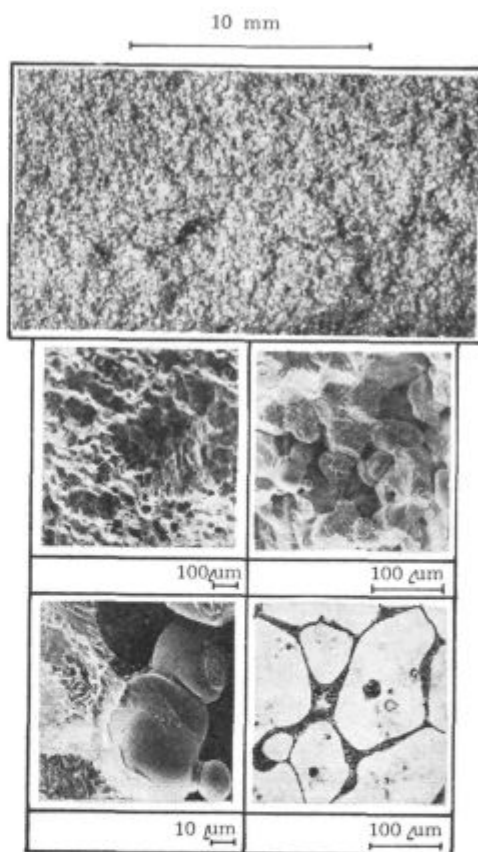


Slika 14

Dilatometrijske krivulje popuščnih efektov za jeklo Č.4850 — OCR 12 VM z območjem spremembe zaostalega avstenita.

Fig. 14

Dilatometric curves of tempering effects in Č.4850 — OCR 12 VM steel in the interval of changed amount of retained austenite



Slika 15

REM posnetki preloma in mikrostruktura probe P 101, kaljene s 1240°C v olju.

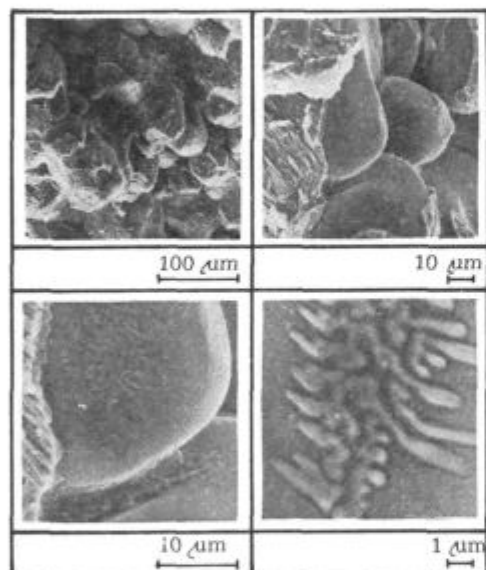
Fig. 15

SEM pictures of the fracture and the microstructure of the P 101 probe, quenched from 1240°C in oil

ledeburitnim evtektikom, po katerem tudi poteka prelom izključno interkristalno. Jasno vidimo, kako se pri prelomu zrna ločijo po mreži evtektika, s katero so zrna popolnoma obdana, ker je ob pregretju pri kaljenju prišlo do nataljevanja evtektika po mejah avstenitnih zrn.

Pri ločenju zrn z razpokami med potekom preloma ledeburitni evtektik ostane na površini enega od obeh sosednjih zrn, drugo avstenitno zrno pa kaže svojo površino povsem gladko — čisto. Kjer je plast evtektika po mejah zrn oz. evtektična mreža debelejša, lahko poteka razpoka tudi po karbidnih vejah evtektika v notranjosti mreže, tako da sta na prelomni ploskvi površini obeh sosednjih avstenitnih zrn obdani s plastjo evtektika.

Kako poteka lom z luščenjem in drobljenjem evtektika ter odkrivanjem čistih površin posameznih avstenitnih zrn, kažejo detajli preloma preiz-



Slika 16

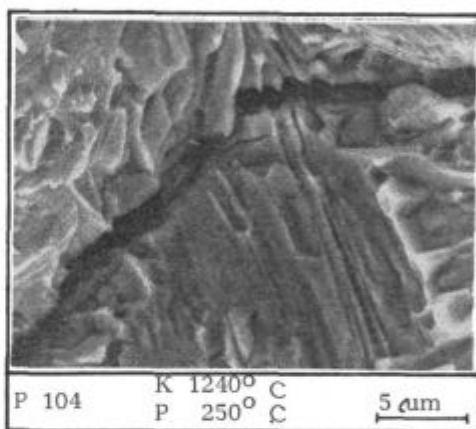
REM posnetki detajlov prelomne ploskve na probi P 104, kaljeni s 1240° C v olju in popuščani na 250° C.

Fig. 16

SEM pictures of details of the fracture surface of the P 104 probe, quenched from 1240° C in oil and tempered at 250° C

kušanca kaljenega s 1240° C in popuščanega na 250° C pri različnih povečavah na sliki 16. Lepo je viden tudi potek razpok med zrn. Na površini avstenitnega zrna vidimo značilno obliko evtektika. To bi bil lahko odtisek evtektika na površini avstenitnega zrna, vendar je po primerjavi s številnimi drugimi oblikami in predvsem na osnovi posnetka pri večji povečavi bolj verjetno, da je to na površini zrna ostanek gama faze kot sestavnega dela tistega evtektika, ki je zrno neposredno obdajal.

REM posnetek preloma preizkušanca, kaljenega s 1240° C in popuščanega na 250° C prikazuje na sliki 17 pri povečavi 3000 × zanimiv primer, kako poteka intergranularni prelom z razpoko po stičiščih evtektičnih oblog, ki obdajajo avstenitna zrna.



Slika 17

REM posnetek preloma probe kaljene s 1240° C in popuščane 250° C.

Fig. 17

SEM picture of the fracture of probe, quenched from 1240° C and tempered at 250° C

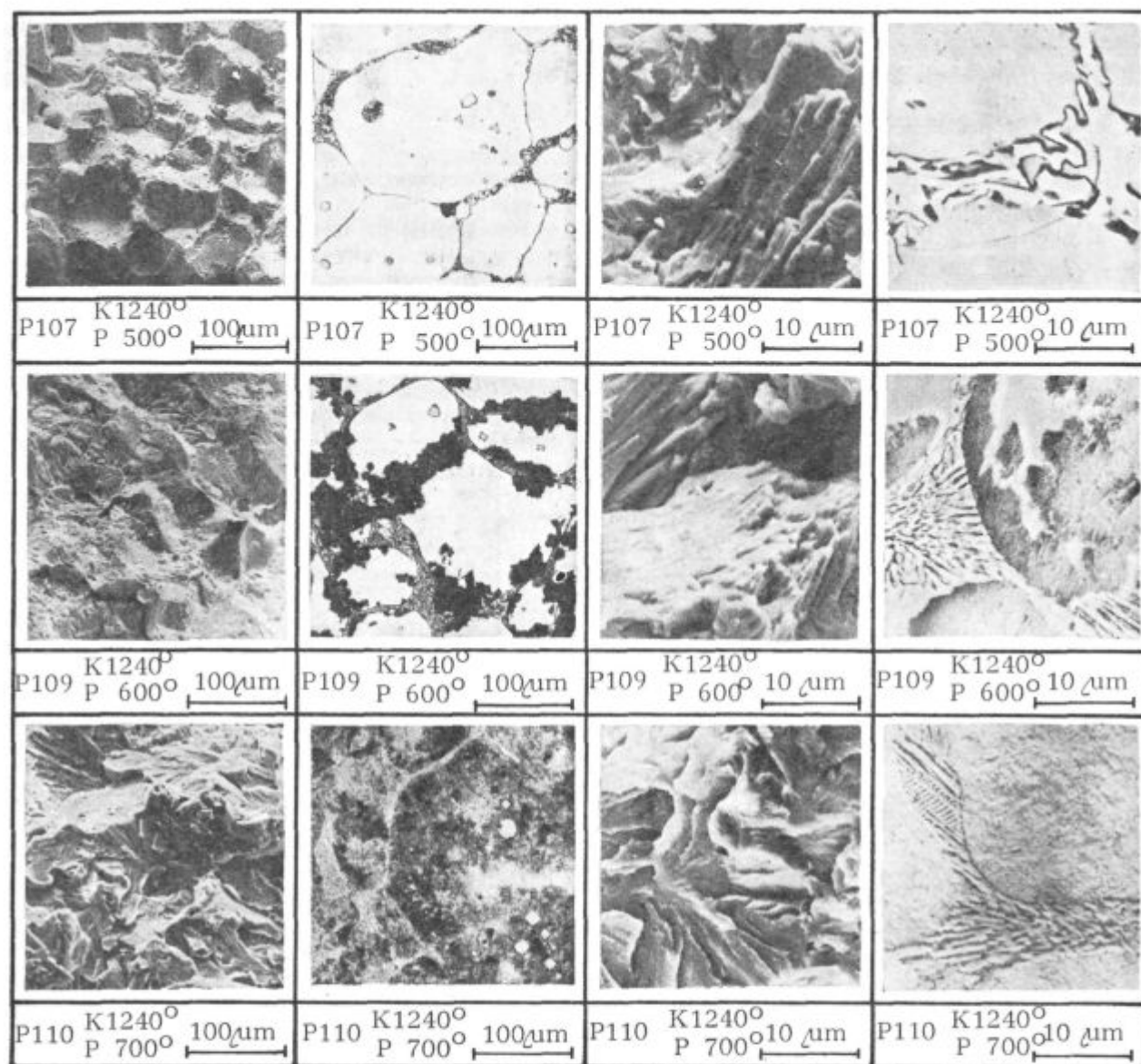
Zaradi krhkega ledeburita po mejah zrn je pri kalilni temperaturi 1240° C žilavost zelo majhna kljub nizki trdoti in veliki količini zaostalega avstenita.

Žilavost teh preizkušancev je največja pri popuščanju na 500° C, kar je razumljivo v zvezi z naslednjimi rezultati meritev:

	Kaljeno 1240° C	Popuščano				
		250° C	500° C	600° C	650° C	700° C
Trdota (HRC)	33,5	33,5	36	44,5	52	41
Sila P_{max} (N×10 ³)	14,5	17	23	12	—	9,5
Avstenit A (%)	81	81	80	72,2	?	?
Tetragonalnost martenzita	0,025	0,019 (300° C)	0,004	nič	—	—

Tudi pri preizkušancih, popuščanih do 500° C, poteka prelom izključno po mejah zrn, oziroma po mreži ledeburitnega evtektika med zrn. To kaže konfiguracija preloma, ki zavzema izrazito

obliko avstenitnih zrn, čeprav ponekod ni odkrita njihova čista površina (glej P 107 na sliki 18), še bolj pa to trditev potrjujejo številne tipične intergranularne razpoke.



Slika 18

Primerjava prelomov in mikrostruktur prob kaljenih s 1240° C v olju in popušanih v območju 500–700° C.

Fig. 18

Comparison of fractures and microstructures of probes, quenched from 1240° C in oil and tempered in the interval 500–700° C

Pri popuščanju na 600° C je prelom kljub znatno spremenjenemu videzu še vedno pretežno intergranularen, kar lahko trdimo delno zaradi prej omenjene konfiguracije prelomne površine, bolj zanesljivo pa na osnovi poteka številnih opazovanih razpok in primerjav s klasičnimi metalografskimi posnetki. Ti namreč kažejo nastajanje popuščnega bainita ob mejah avstenitnih zrn. Zato seveda ni mogoče več pričakovati tako gladke površine avstenitnih zrn na površini prelomne ploskve (glej P 109 na sliki 18).

Popuščni diagrami so popolnoma potrdili ta zapažanja: pri temperaturi kaljenja 1240° C začne pri popuščanju na 600° C trdota naraščati in doseže zelo izrazit vrh pojava sekundarne trdote v zelo ozkem področju pri 650° C, kjer se izvrši

popoln razpad zaostalega avstenita v martenzit, ki se že na tej in malo višji temperaturi intenzivno popuša.

Pri popuščanju na 700° C je v notranjosti zrn popuščni martenzit. Razlike trdote in žilavosti, oz. krhkosti med ledeburitno mrežo in notranjostjo zrn so se znatno zmanjšale, zato je pojav intrakristalnega loma pri tej temperaturi popuščanja povsem razumljiv. Delno zapažamo še vedno tudi interkristalni prelom na tistih mestih, kjer je mreža evtektika zelo izrazita in popolnoma sklenjena, kar je tudi razumljivo. REM posnetki prelomov v neposredni povezavi s klasičnimi metalografskimi posnetki pri enakih povečavah 300 × oz. 3000 × to domnevo lepo ilustrirajo (glej P 110 na sliki 18).

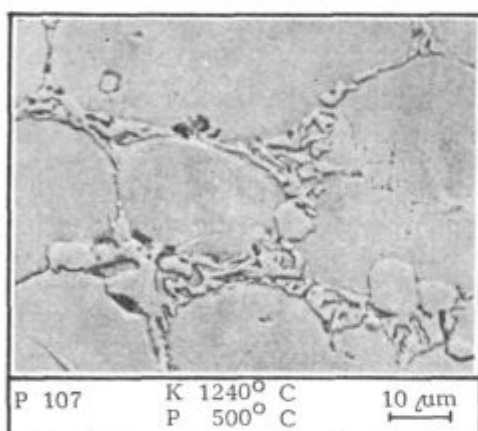
REM posnetki v desni koloni slike 18 na jedkanih metalografskih obrusih dopolnjujejo ugotovitve klasičnega mikroskopiranja in kažejo zanimive detajle:

- P 107 — čisti zaostali avstenit in evtektik,
- P 109 — zaostali avstenit, popuščni bainit in evtektik,
- P 110 — popuščni bainit in evtektik.

K REM posnetku preizkušanca P 107 na metalografskem obrusu, prikazanem na sliki 18 dodajamo še posnetek istega mesta pri manjši direktni povečavi 1000 $\times$, ki prikazuje na sliki 19 celotno ledeburitno mrežo v tipični obliki.

K metalografskemu posnetku preizkušanca P 109 na sliki 18 podajamo na sliki 20 levo za ilustracijo še klasičen mikroskopski posnetek podobnega mesta z bolj izrazitimi iglami v notranjosti zrna in na sliki 20 desno dodatno še posnetek pri večji povečavi z ledeburitnim karbidom v notranjosti zrna.

REM posnetka pri povečavi 1000 $\times$ na sliki 21 kažeta k sliki 18 nekaj dodatnih detajlov preizku-

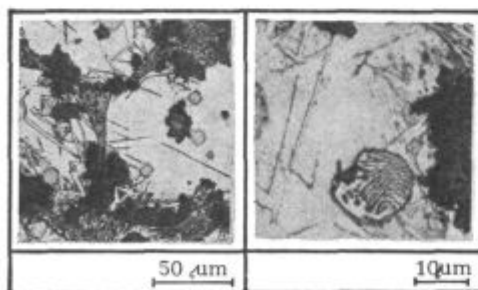


Slika 19

REM posnetek detajla mikrostrukture na sliki 18 pri manjši povečavi.

Fig. 19

SEM picture of a microstructure detail in Fig. 18 at lower magnification

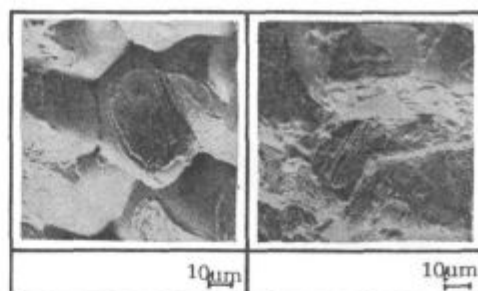


Slika 20

Mikrostruktura dveh detajlov na probi P 109 kaljeni s 1240°C in popuščani na 600°C.

Fig. 20

Microstructure of two details in the P 109 probe, quenched from 1240°C and tempered at 600°C

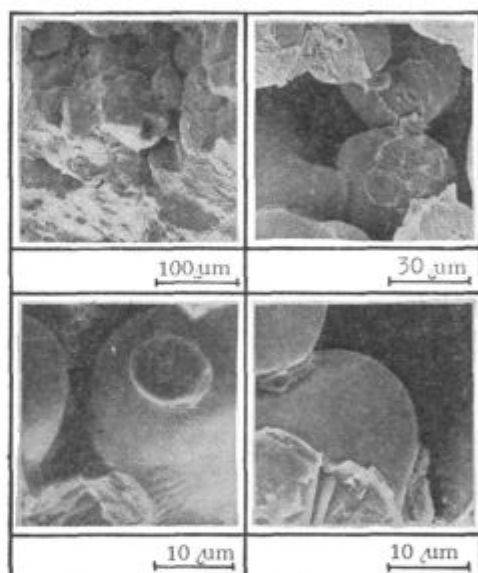


Slika 21

Primerjava dveh detajlov na prelomni ploskvi iste probe P 107 kaljene s 1240°C in popuščane na 500°C.

Fig. 21

Comparison of two details on the fracture surface of the same P 107 probe, quenched from 1240°C and tempered at 500°C

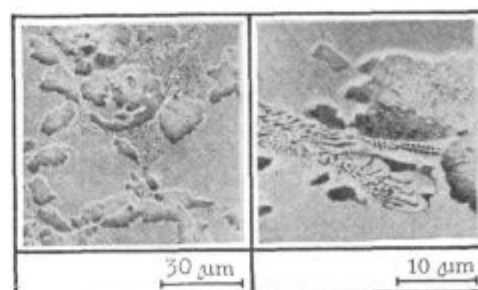


Slika 22

Nekaj detajlov preloma probe P 109 kaljene s 1240°C v olju in popuščane na 600°C.

Fig. 22

Some details of the fracture of the P 109 probe, quenched from 1240°C in oil and tempered at 600°C



Slika 23

REM posnetka mikrostrukture probe P 109 kaljene s 1240°C in popuščane na 600°C.

Fig. 23

SEM pictures of the microstructure of the P 109 probe, quenched from 1240°C and tempered at 600°C



a) 300 x



b) 300 x



c) 3000 x

Slika 24

REM posnetki prelomne ploskve jekla Č.4850 — OCR 12 VM v surovem litem stanju (EPZ ingot Ø 110 mm). Posnetka a in b predstavljata dve različni mesti na prelomu pri enaki povečavi 300 ×, posnetek c pa je detajl posnetka b pri večji povečavi 3000 ×.

Fig. 24

SEM pictures of the fracture surface of Č.4850 — OCR 12 VM steel as cast (ESR ingot Ø 110 mm). Pictures a. and b. present two different spots on the fracture at the same magnification 300 x, picture c. is a detail from picture b. at magnification 3,000 x

šanca P 107 na drugih mestih. Vidimo torej, da imamo na tem preizkušancu zelo različne detaje s čistimi avstenitnimi zrni in z oblogo eutektika.

Prav tako kaže slika 22 nekaj REM detajlov preizkušanca P 109, kaljenega na 1240° C in popuščanega na 600° C pri različnih povečavah na drugem tipičnem mestu.

Dodatno k REM posnetku metalografskega obrusa preizkušanca P 109 na sliki 18 predstavljata zanimivo ilustracijo popuščenega bainita ob mejah zrn še dva posnetka na sliki 23.

Za primerjavo z opisanimi REM posnetki prelomov smo izvršili še preiskavo prelomnih ploskev v surovem litem — nepredelanem stanju. Na sliki 24 je nekaj značilnih detajlov pri različnih povečavah.

Jedkanje metalografskih obrusov za preiskave z REM

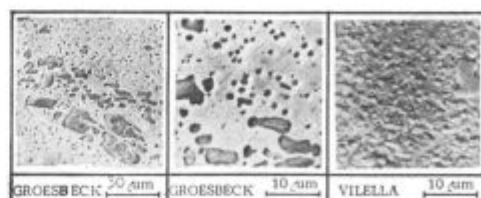
Pri REM posnetkih mikrostruktur na metalografskih obrusih smo preizkusili različne načine jedkanja. Ker je bil osnovni namen teh preiskav, da bi čimbolj neposredno navezali REM na klasično normalno uporabljano metodo metalografskih preiskav, smo najprej preizkusili standardna jedkala, ki jih uporabljamo v metalografski tehniki za to vrsto jekla. Ugotovili smo, da običajno jedkanje z nitalom in z Vilello povsem ustreza tudi za REM preiskave mikrostruktur.

Če želimo posebej raziskovati karbide, ne glede na značilnosti osnovne mikrostrukture, pa je priporočljivo uporabiti jedkalo Groesbeck.

Primerjave mikrostrukture istega obrusa po različnem jedkanju kaže slika 25.

Jedkalo Groesbeck (4 g kalijevega permangana, 4 g natrijevega hidroksida, 100 ml destilirane vode) pusti osnovno strukturo skoraj popolnoma nedotaknjeno, kar kažejo ostanki raz na obrusu, ki so tako tanke, da jih pri 1000-kratni povečavi skoraj ne opazimo, pri 3000-kratni povečavi pa so jasno vidne. Karbidi so po jedkanju temni in zelo jasno izraženi. Zato je to jedkalo zelo primerno za raziskave količine karbidov, oblike in klasifikacije po velikosti s pomočjo kvantitativne mikroskopije.

Jedkalo Vilella (1 g pikrinske kisline, 5 ml perklorne kisline, 100 ml alkohola) lepo pokaže detajle osnovne mikrostrukture in obliko karbidov, zato je za splošne raziskave mikrostruktur primernejše jedkalo in smo ga uporabljali pri vseh opisanih preiskavah.



Slika 25

Primerjava mikrostrukture istega obrusa po različnem jedkanju.

Fig. 25

Comparison of microstructures of the same specimen at different etching

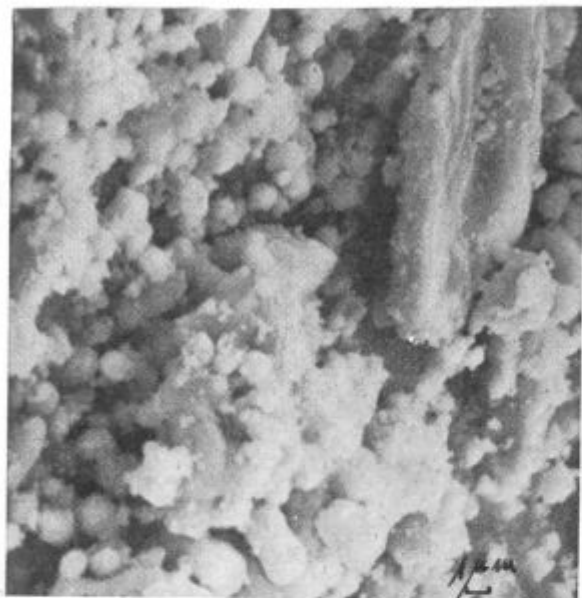
REM preiskave izoliranih karbidov

V povezavi z raziskovalno nalogo razvoja optimalne tehnike elektrolitske izolacije karbidov, ki jo izvajata metalurški inštitut v Ljubljani in železarna Ravne, smo izvršili nekaj preiskav karbidnih izolatov z REM. S temi uvodnimi preiskavami smo želeli samo preizkusiti uporabnost REM in smisel-

nost vključitve tovrstnih preiskav v nadaljnji program omenjene raziskovalne naloge o izolaciji karbidov. Po različnih kriterijih smo izbrali nekaj ekstremnih vzorcev in pod REM opazovali razlike izoliranih karbidov po videzu. Z naslednjimi slikami podajamo le s tem namenom nekaj primerov za ilustracijo, komentar pa prepuščamo kasnejšim publikacijam s področja izolacije karbidov, ko bo

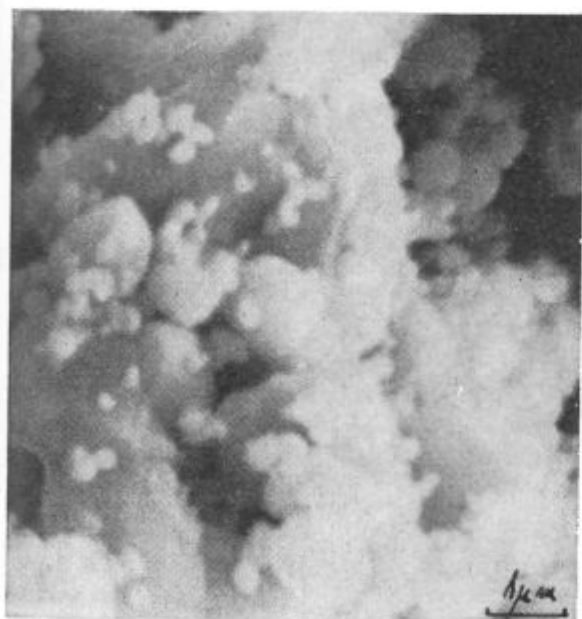
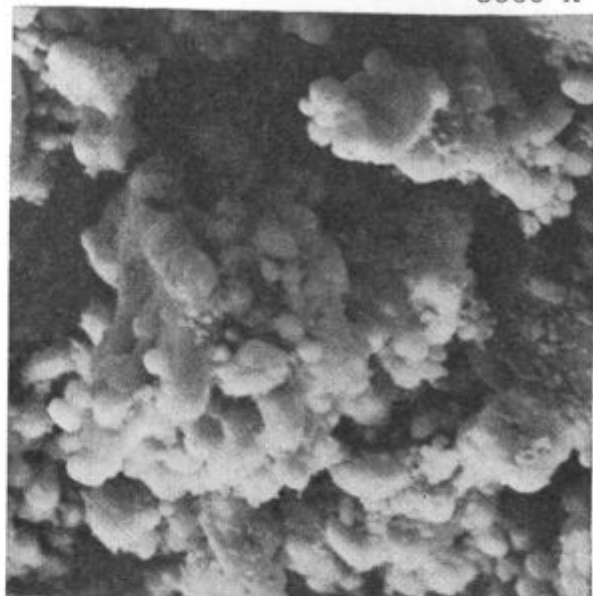
A

3000 x



B

3000 x



10000 x



10000 x

Slika 26

Izolat karbidov jekla Č.4850 — OCR 12 VM v žarjenem stanju A — proba JŽ, pogoji izolacije uporabljeni na MI 3. 2. 1975.
B — proba JŽ, pogoji izolacije uporabljeni v Z. R. 5. 2. 1975.

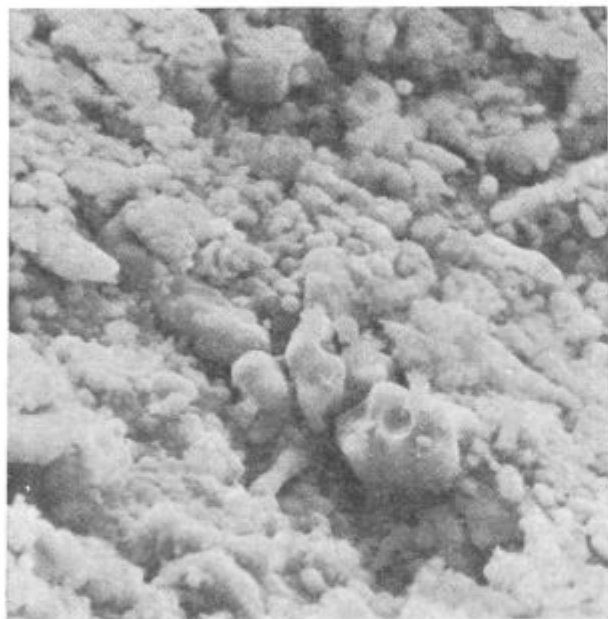
Fig. 26

Carbide isolate of C. 4850 — OCR 12 VM steel, as annealed. A — JŽ probe, isolation made at MI on February 3, 1975
B — JŽ probe, isolation made in R. I. on February 5, 1975

izvršenih še več sistematičnih preiskav. Vsekakor značilnosti in ugotovljene razlike med izolati karbidov opravičujejo primerno vključitev REM v raziskovalni program.

Na sliki 26 lahko primerjamo izolata, pridobljena iz istega preizkušanca po dveh različnih postopkih A in B, preizkušanih v toku raziskovanja optimalne metode.

Slika 27 kaže karbidni izolat preizkušanca, kaljenega z 900° C. Zelo nizka temperatura kaljenja še ne omogoča zadovoljive stopnje raztapljanja drobnih karbidov v avstenitu, zato najdemo v izolatu veliko količino zelo finih karbidnih zrn.



3000 x



10.000 x

Slika 27

REM posnetka karbidnega izolata probe P1 kaljene z 900° C v olju pri dveh različnih povečavah. Jeklo Č.4850 — OCR 12 VM.

Fig. 27

SEM pictures of carbide isolate of the P1 probe, quenched from 900° C in oil, two different magnifications, Č.4850 — OCR 12 VM steel

Slika 28 kaže zelo zanimivo primerjavo izolatov za štiri različno toplotno obdelane preizkušance pri enaki povečavi. Za pravilno komentiranje takih razlik bo potrebno več sistematičnih preiskav in primerjanje rezultatov mikrokemijskih ter rentgenskih analiz ter meritev količin.

Izolati za REM preiskavo so bili naparjeni s C + Au, pospeševalna napetost je bila 25 kV, vpadni kot — naklon 45° in delovna razdalja 12 mm.

Med različnimi povečavami sta bili najprimernejši direktni povečavi 3000 × in 10.000 ×, ki jih bomo uporabili tudi v nadaljnjih preiskavah za medsebojne primerjave izolatov.

REM preiskave površine prob po elektrolitski izolaciji karbidov

Po prvih orientacijskih preiskavah lahko pričakujemo, da bomo s pomočjo REM posnetkov površine preizkušancev po izvršeni elektrolitski izolaciji lahko prišli do nekaterih zanimivih ugotovitev o mikromorfologiji karbidov v ledeburitnih jeklih in pojasnili marsikateri problem v zvezi s količinami in sestavo izolatov. Za ilustracijo so podani na sliki 29 REM posnetki dveh preizkušancev pri različnih povečavah istih mest. Preizkušane A je bil kaljen z 900° C, torej podkaljen, preiz-

kušane B pa pregret pri kaljenju na 1200° C in popuščan na 550° C. Slika 30 pa prikazuje klasična metalografska posnetka obeh preizkušancev pri povečavi 500 ×.

ZAKLJUČKI

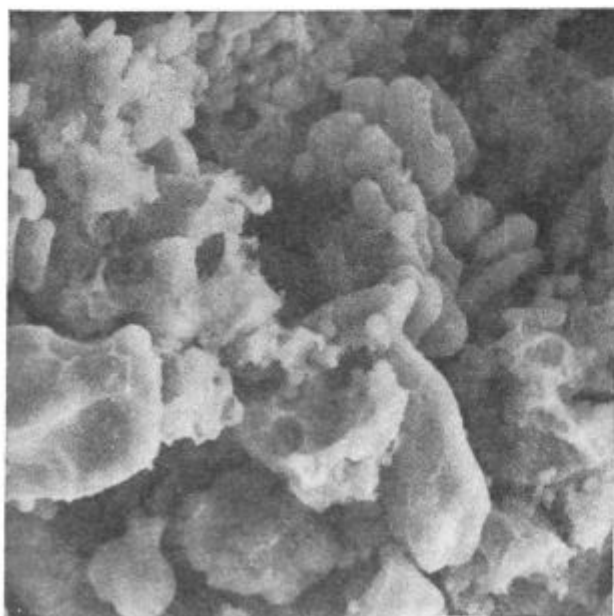
Praktične preiskave so nas privedle do zaključka, da na prelomnih ploskvah preizkušancev dobimo z REM uporabne posnetke v celotnem območju direktnih povečav od 20 ×, kar ustreza območju povečave z ročno lupo, do 20.000 ×.

S širokim programom preiskav in posnetkov z rastrskim elektronskim mikroskopom smo želeli

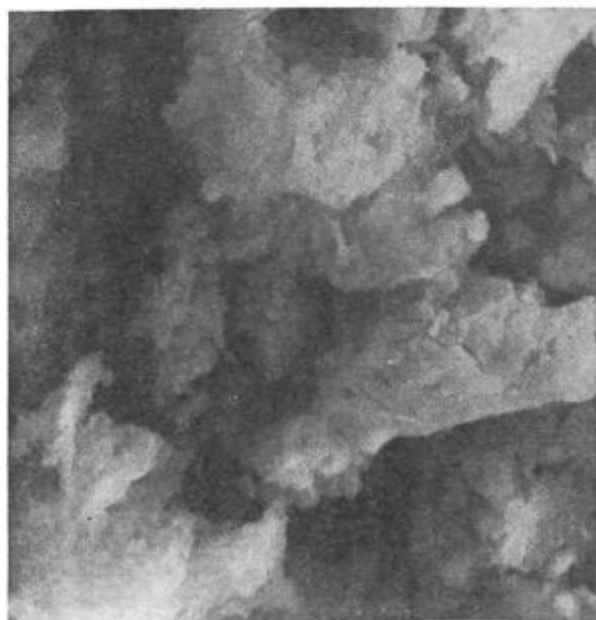
med drugim tudi opredeliti optimalne do neke mere tipizirane pogoje uporabe REM v nadaljnjem programu raziskovanja ledeburitnih orodnih jekel. Izkazalo se je, da je za preiskave prelomov in metalografskih obrusov ledeburitnih orodnih jekel

najugodnejša direktna povečava $3000\times$ za preiskave strukturnih podrobnosti in $1000\times$ za medsebojne primerjave. Za neposredno povezavo s klasično mikroskopijo je zelo primerna povečava $500\times$. Izkušnje vseh dosedanjih preiskav so po-

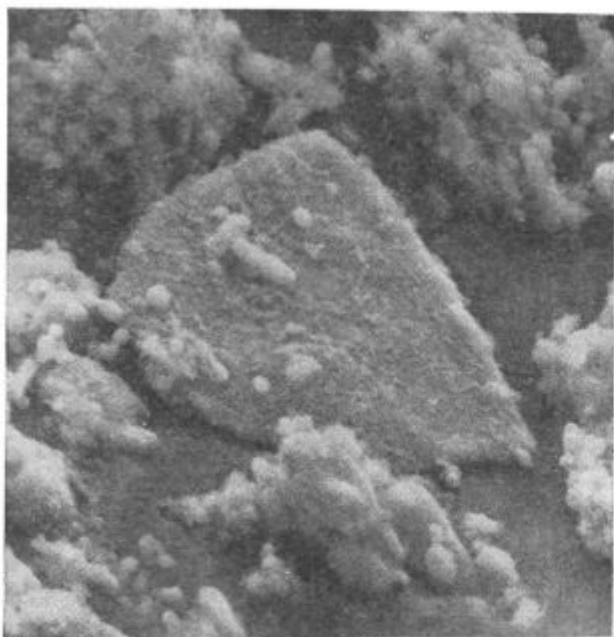
3000 $\times$



P 52 K $1040^{\circ}\text{C}/\text{P}$ -



P 91 K $1200^{\circ}\text{C}/\text{P}$ -



P 58 K $1040^{\circ}\text{C}/\text{P } 550^{\circ}\text{C}$



P 98 K $1200^{\circ}\text{C}/\text{P } 550^{\circ}\text{C}$

Slika 28

Primerjava izolatov različno toplotno obdelanih prob jekla Č.4850 — OCR 12 VM.

Fig. 28

Comparison of isolates of differently heat treated probes of Č.4850 — OCR 12 VM steel

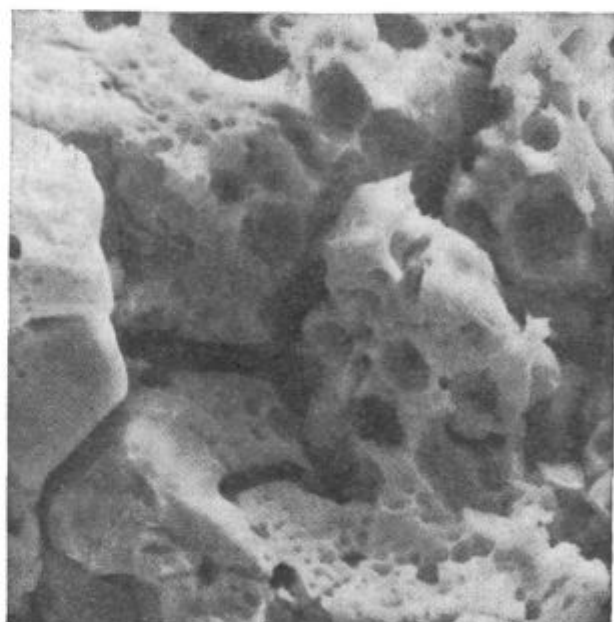
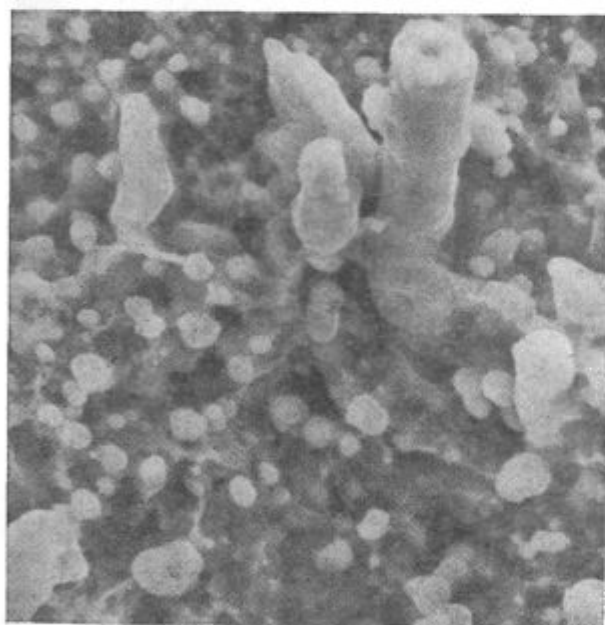
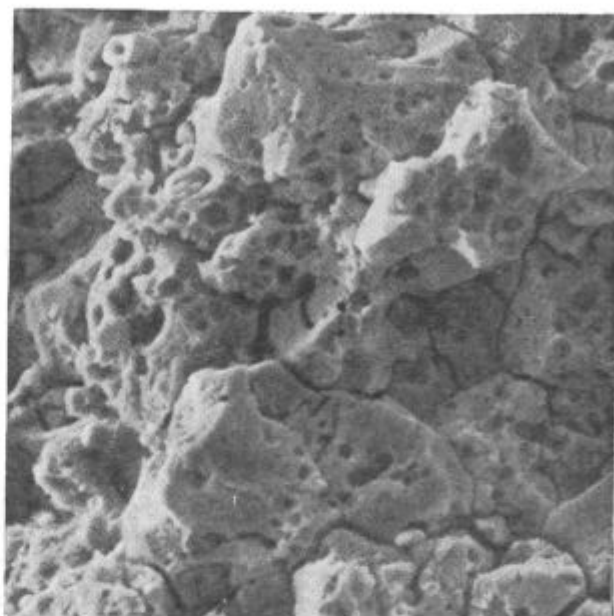
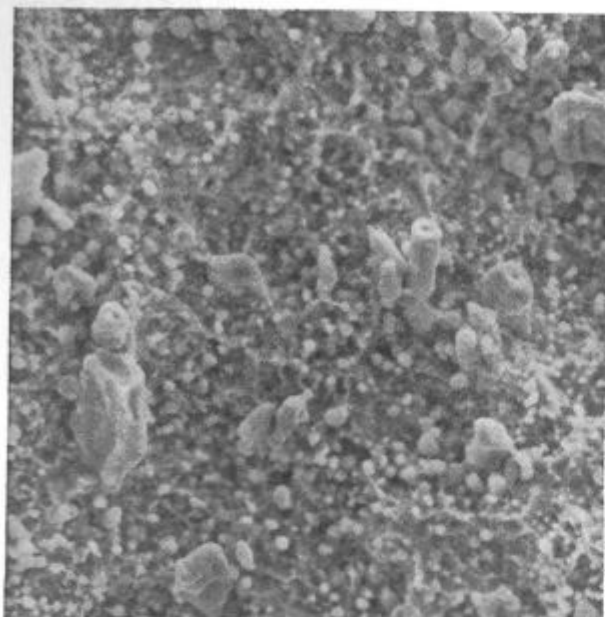
PROBA A

Č.4850 - OCR 12 VM

PROBA B

3000 x K 900⁰ C/P -

K 1200⁰ C/P 550⁰ C 3000 x



10.000 x

10.000 x

Slika 29

Površina prob jekla Č.4850 — OCR 12 VM po elektrolitski izolaciji karbidov. Pogoji opazovanja:

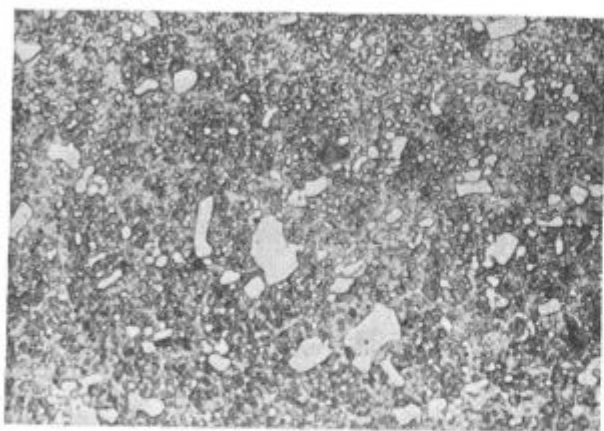
- pospeševalna napetost 25 kV,
- vpadni kot — naklon 30°,
- delovna razdalja 12 mm.

Fig. 29

Surface of probes of Č.4850 — OCR 12 VM steel after electrolytic isolation of carbides. Conditions of observation:

- acceleration voltage 25 kV,
- angle of incidence 30°,
- working distance 12 mm

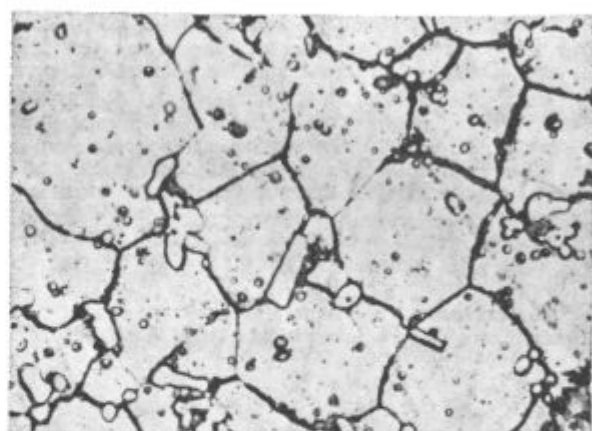
PROBA A



500 x

K 900°C/P -

PROBA B



K 1200°C/P 550°C

500 x

Slika 30

Klasična metalografska posnetka mikrostrukture prob prikazanih na sliki 29.

Fig. 30

Usual metallographic pictures of the microstructure of probes shown in Fig. 29

kazale, da so za to področje raziskovanja z rastrskim elektronskim mikroskopom povečave nad 5000 x neprimerne, skrajna meja povečav pri danih možnostih pa je bila 10000 x.

Na področju REM preiskav karbidnih izolatov in površine preizkušancev po elektrolitski izolaciji, ki smo jih šele začeli, se odpirajo obetajoče možnosti uporabe te metalografske tehnike.

Literatura:

1. Kimoto S.: O rastrski elektronski mikroskopiji in rentgenski mikroanalizi; Zelezarski zbornik (Jesenice), IV., 1970, št. 2, str. 121—131.
2. Vodopivec F.: Sodobne metode metalografske preiskave in smeri njihovega razvoja; Zelezarski zbornik (Jesenice), V., 1971, št. 1., str. 1—10.
3. Reimer L., G. Pfefferkorn: Raster — Elektronenmikroskopie, Springer — Verlag, Berlin — Heidelberg — New York 1973.
4. Engel, Klingele: Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen von Metallschäden, Gerling — Institut für Schadensforschung und Schadensverhütung GmbH., Köln 1974, izdaja J. P. Bachem KG Köln, Bestellnummer GK 600.
5. Rodič J.: Praktične izkušnje pri raziskavah ledeburitnih orodnih jekel z uporabo kvantitativne metalografije; Zelezarski zbornik (Jesenice), IX., 1975, št. 4, str. 217—238.
6. Rodič J. in sodelavci: Razvoj metodike raziskav ... visokolegiranih orodnih jekel ledeburitnega tipa, Poročila Metalurškega inštituta v Ljubljani in Zvezarne Ravne, I. del — naloga MI-237, junij 1974, II. del — naloga My-298, september 1975.
7. Rodič J. in sodelavci: Kompleksne raziskave ledeburitnih orodnih jekel, Interna raziskovalna naloga Zvezarne Ravne R-7221.

ZUSAMMENFASSUNG

Die Rasterelektronenmikroskopie (REM) stellt ein neues sehr interessantes Bereich von grosser Bedeutung für die Untersuchungen der hochlegierten Werkzeugstähle des ledeburitischen Types dar.

Die Anwendbarkeit der REM bei den Untersuchungen der Eigenheiten und der Morphologie der Brüche, bei den Untersuchungen des Mikrogefüges der geätzten metallographischen Schliffe, beim Studium der Karbidisolationen und der Oberflächenkonfiguration nach der elektrolytischen Isolation.

Alle Untersuchungen sind an einem Stahl Č 4850 — OCR 12 VM mit der Zusammensetzung: 1.52 % C, 11.4 % Cr, 0.82 % Mo, 0.92 % V durchgeführt worden.

Die mit der REM durchgeführten Untersuchungen sind ein Bestandteil des Untersuchungsprojektes der ledeburitischen Werkzeugstähle, deshalb ist da auch eine Verbin-

dung mit anderen Untersuchungen, vor allem der Zähigkeitsuntersuchungen und der dilatometrischen Messungen angezeigt.

Um eine Verbindung mit der Dokumentation der klassischen metallographischen Untersuchungen zu gewährleisten, sind die REM Untersuchungen nach einem System des »matrix programm« für alle Varianten der Wärmebehandlung von dem gegliederten und ausserordentlich untergeordneten Zustand, bis zu der vollkommenen Überhitzung auf ausserordentlich hohen Austenitisierungstemperaturen, von dem Anlassen bei niedrigen und hohen Temperaturen bei demselben Grad der direkten Vergrösserung.

Im Artikel sind nur die wichtigsten Interessantheiten aus diesem umfangreichen Programm angegeben, so wie auch die Vorschläge für eine Typisierung der Untersuchungsbedingungen bei den weiteren Untersuchungen derartiger Stähle.

SUMMARY

Scanning electron microscopy (SEM) represents a new and very interested field of great importance for investigations of high-alloyed tool steel of ledeburite type.

The applicability of SEM for investigation of characteristics and morphology of fractures, for investigation of microstructures on etched metallographic specimen, and for study of carbide isolates and the configuration of the probe surfaces after electrolytic isolation is described in the paper.

All the investigations were made on Č.4850 — OCR 12 VM steel with composition 1.52 % C, 11.4 % Cr, 0.82 % Mo, 0.92 % V.

The performed SEM investigations are a part of the research project on ledeburite tool steel, therefore the con-

nection with other investigations is indicated, mainly with the toughness tests and dilatometric measurements.

For connection with data of usual metallographic investigations, the SEM tests were performed according to the matrix system for all possibilities of heat treatment from annealed and underhardened slope, to extremely high austenitization temperatures, from tempering at low temperatures to tempering at high temperatures. The same degrees of direct magnification were used.

Only the most important characteristics from this extensive program are given in the paper. Proposals are made for standardization of test conditions in further investigations of those steels.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Растровая электронная микроскопия (РЭМ) представляет собой новую и очень интересную область большого значения при исследовании высоколегированных инструментальных сталей ледебуритного типа.

Приведено применение РЭМ при исследовании характеристик и морфологии изломов, исследования микроструктуры на травленых фигурах металлографических шлифах, при изучении изолированных карбидов а также при конфигурации поверхности образцов после электролитической изоляции.

Все упомянутые исследования выполнены на стали марки

Č. 4850 — OCR 12 VM

состава: 1,52 %C, 11,4 %Cr, 0,82 %Mo, 0,92 %V.

Исследования выполненные с РЭМ представляют собой составную часть проекта о исследовании ледебуритных инструменталь-

ных сталей. По этой причине намечена также связь этих исследований с другими исследованиями, в особенности испытание вязкости и пояснение дилатметрических измерений. При учете связи с документацией классических металлографических исследований, исследования с РЭМ были выполнены по системе матричной программе при всех разновидностях термической обработки, от отжига и выразительной недодежки до полного прогрева на крайне высоких t-ax аустенизации, также от низко- до высокотемпературного отпуска при одинаковых температурных интервалах повышения. В работе приведены только существенные информации из этой обширной программы, поданы также предложения о типизации условий исследования для дальнейших исследованиях этих сортов стали.