

INSTITUTTET FOR METALLÆRE

DANMARKS TEKNISKE HØJSKOLE

BYGNING 204 - 2800 LYNGBY

MÅLING AF STÅLS RENHED FOR
INDESLUTNINGER

E.W. LANGER

1986

Begrundelsen for at måle indholdet af indeslutninger i stål er, at der formenes at være en sammenhæng mellem antallet af indeslutninger, deres form og størrelse og stålets kvalitet. Kort sagt: Jo renere stål, jo bedre stål.

Dette er ved nærmere eftersyn en sandhed med modifikationer. Det skal derfor nedenfor anføres, hvad der idag er bred enighed om m. h. t. den antydede sammenhæng.

Følgende af stålets egenskaber afhænger af dets renhed(1):

- A. formbarheden ved koldformgivningsprocesser
- B. brudsejheden
- C. følsomheden for brintskader
- D. udmattelsesstyrken
- E. bearbejdéligheden ved skærende bearbejdning
- F. korrosionsmodstandsdygtigheden

Enkelte bemærkninger skal knyttes til de enkelte punkter, der er nævnt ovenfor, til nærmere belysning.

A. Formbarheden begrænses af sejt brud i materialet. Indeslutningerne danner hulrum omkring sig under deformationen, og disse hulrum forener sig til sidst i det seje brud ("dimples"). Antal, mængde og form af partiklerne er afgørende for, hvornår det seje brud indtræder og for indsnøringens størrelse, hvorimod deres absolutte størrelse er mindre væsentlig.

B. Indeslutninger kan fungere som "revner", der kan udløse brud, hvis de har de kritiske størrelse, men deres tilstedeværelse kan også ændre materialets brudsejhed, dels ved at lette det seje brud som antydet under A., og dels ved at fremme tilbøjeligheden til sprøbrud, idet indeslutningerne selv som sprøde faser kan revne, hvorefter revnerne løber videre ud i grundmassen.

I det første tilfælde er virkningen som "revne" klart afhængig af tilstedeværelsen af den enkelte, store indeslutning, medens det i det andet tilfælde er antal, fordeling og spredthed af indeslutningerne, der er afgørende.

C. Brintrevner induceres af sulfidslagge i "sour-gas" miljø. Slaggerne kimdanner udskillelse af gasformig brint under højt tryk; derfor er analyse, størrelse og geometrisk fordeling vigtig her.

D. Udmattelsesstyrken er afhængig af kærsvirkningen fra indeslutningerne. Partikler med mindre termisk udvidelseskoefficient end grundmassen som f. eks de fleste oxidiske indeslutninger, er her farlige, idet der vil være trækspændinger omkring dem af denne grund, hvorimod sulfidiske indeslutninger med en større udvidelseskoefficient end det omgivende materiale giver anledning til trykspændinger og er derfor ikke så farlige for udmattelsesstyrken. Her er således sammensætning, størrelse, form og geometrisk placering i forhold til de ydre spændinger afgørende for indeslutningernes effekt.

E. Bearbejdelighed ved skærende bearbejdning har relation til slid på værktøjet og til spånernes evne til brække af. Bløde indeslutninger med lavt smeltepunkt giver god bearbejdelighed, jvf. automatstål med højt indhold af MnS og CaSi-behandlede stål. Det er her art og mængde af indeslutningerne, der er afgørende.

F. Sulfidindeslutninger er angrebepunkter for korrosionsangreb i syrer, hvilket især gør sig bemærket i syrefaste stålkvaliteter.

-----0-----

Det fremgår af ovenstående, at bestemmelse af slaggeindholdet i stål efter omstændighederne skal omfatte:

- antal
- størrelsesfordeling
- størst tænkelige partikel i emnet
- geometrisk fordeling
- form
- art, d.v.s. sammensætning og egenskaber

Følgelig vil en sådan bestemmelse i 3 dimensioner og på de relevante steder i emnet, hvadenten dette er et halvfabrikat eller et færdigt produkt, ud fra undersøgelser af 2-dimensionale snit være en ofte meget vanskelig opgave. Denne bliver iøvrigt heller ikke lettere af, at renhedsgraden ved de moderne stålfremstillingsmetoder bliver større og større.

Målemetoder.

I det følgende skal de principper, der anvendes ved den mikroskopiske bestemmelse af slaggeindeslutninger, skitseres, idet makrometoder som: trinvis eller konisk afdrejning af stangformet materiale, dybætsning af tværsnit m.v. ikke vil blive omtalt.

Man kan foretage:

1. en kemisk opløsning af den metalliske grundmasse uden at indeslutningerne angribes, hvorefter disse kan undersøges for mængde, form, størrelse og kemisk sammensætning. Deres geometriske fordeling i stålet er selvfølgelig gået tabt ved denne fremgangsmåde.
2. en bestemmelse af mængde, størrelse og fordeling ved kvantitativ billedanalyse, der kan udføres enten manuelt eller automatisk.

3. en karakterisering af den aktuelle slaggepopulation ved hjælp af standardiserede sammenligningsbilleder.

Kemisk opløsning.

Denne metode må betragtes som en laboratoriemæssig, videnskabeligt set særdeles interessant metode, der tillader måling af kemisk sammensætning og af krystallografiske data for indeslutningerne i stålet.

Den er uegnet til driftsmæssig kontrol af renhed og vil derfor ikke blive nærmere omtalt.

En særdeles grundig monografi, forsynet med et atlas over de almindelige indeslutningers krystallografiske data og deres udseende i TEM, er (2). Se endvidere (7).

Kvantitativ billedanalyse.

Billedanalyse kan udføres manuelt med en forsvindende indsats af måleudrustning og med et tilsvarende stort tidsforbrug. Man kan også vælge halvautomatisk billedanalyse, hvor en del apparatur er nødvendigt, og hvor de vanskelige afgørelser af, hvad man egentlig ser i de undersøgte synsfelter, er overladt til operatøren.

Den helautomatiske billedanalyse, der af indlysende grunde forekommer attraktiv, kræver et idag ganske kostbart apparatur, men frigør samtidigt operatøren for det ensformige og trættende arbejde at skulle tælle og vurdere et stort antal synsfelter i mikroskopet. Metoden kan give svar på: arealandelen af indeslutninger, længden pr. arealenhed, antallet pr. arealenhed, men det er vanskeligt at få apparaturet til at behandle slaggestrøg, d.v.s. linieformet fordelte enkeltpartikler. Fejl ved præparationen må undgås, da de vil blive regnet med som strukturkomponenter, og de resultater, man kan få, afhænger ofte af den tærskelværdi for gråhed, d.v.s. gråtone, der indstilles på apparaturet. Dette sidste kan have betydning, når der skal skelnes mellem sulfider og silikater, af hvilke de første vil være væsentlig mere lysegrå end de sidste. Det

er dog næppe muligt at "forklare" maskinen, hvordan den skal se forskel på en "hård" og en "blød" partikel.

Gode beskrivelser af kvantitativ billedanalyse findes i (5) og (6).

Svensk standard SS 11 11 14.

11 11 10 se s. 156

Denne standard, der udsendtes i 1984, benytter sig af kvantitativ billedanalyse, den er baseret på en beretning fra Jernkontoret fra 1965 (7).

Ideen i standarden er, at man manuelt aftegner de slagger, der observeres i 100 synsfelter, projiceret på papir, samlet i et enkelt synsfelt. Dette tegnede billede underkastes derefter billedanalyse, f.eks. manuelt ved hjælp af et rudenet, der lægges over, så at antallet af "træffere" kan noteres.

Resultaterne kan enten gives som: antal slagger i tre forskellige størrelsesklasser, svarende til tre forskellige forstørrelser, eller som: areal- eller volumenandele, antal pr. mm^2 eller længde pr. mm^2 .

Se figur 1, der viser et sådant "opsummeret" synsfelt.

Svensk standard SS 11 11 15.

Denne standard er fra 1985, og metoden er også baseret på kvantitativ udmåling af et antal synsfelter. Der benyttes måleokular, og resultaterne kan være: størrelsesfordelinger af slaggepartikler, arealandel og længde pr. arealenhed.

Umiddelbart virker standardens angivelser meget komplicerede og tidsrøvende.

ASTM E 45 - 84, Method B.

Metoden er nyudgivet i 1984, men er af ældre dato, der anvendes måleokular, og resultaterne er ikke baseret på det matematiske grundlag for billedanalysen, men på mere arbitrære valg. Først findes den længste slagge, dernæst anføres et midtalt for længden af de øvrige, og endelig beskrives det gene-

relle udseende af grundmassens øvrige småindeslutninger ved sammenligning med 4 fotos. Metoden kan næppe anbefales til almindeligt brug. A,B,C,D

Sammenligningsbilleder.

Anvendelsen af sammenligningsbilleder er den ældste metode til bestemmelse af ståls mikroskopiske renhed. Her er Jernkontorets Slaggeskala fra 1936 den første standardiserede, (den bygger iøvrigt selv på en intern skala fra 1927, brugt på Hofors Bruk).

Ideen i JK-skalaen(3) er, at et antal tegnede billeder, "frit efter naturen", bruges som sammenligning med de i mikroskopet iagttagne synsfelter og afgør klassificeringen. Der opereres med 4 formtyper, A,B,C og D, (svarende groft til typiske udseender af sulfider, oxider, silikater og punktformede partikler), hver type i to tykkelses kategorier, og endelig hver af disse otte grupper i 5 mængdegrader, hvor '1' svarer til det meget rene stål og '5' det meget forurenede.

Se figur 2 ; måling udføres ved 100 x og med en synsfeltdiameter på 0,8 mm. Vigtigheden af prøveudtagning på det "værste" sted i det valsede produkt og med den undersøgte flade nøjagtigt parallel med valseretningen understreges.

Der er tydeligvis ved tegningen af typebillederne ikke gjort noget for at afpasse arealandelene mellem billederne indbyrdes eller for at sætte længderne af indeslutningerne i noget bestemt forhold til hinanden. At man intuitivt har haft dette problem i baghovedet, ses deraf, at det tilrådes ved den samlede vurdering af en given prøve e n t e n at tælle andelene af synsfelter, der kan klassificeres som: '1', '2', hvilket giver kurver som vist i fig. 3 som resultat e l l e r at tillægge de synsfelter med høje indhold af slagger en større vægt ved hjælp af arbitrært valgte vægtningskoefficienter. Det anføres eksempelvis, at man kan vælge rækken: 1,2,4,8,16 for de 5 mængdegrader.

Vi skal se nedenfor, at denne vægtning i senere systemer bliver drevet næsten til fuldkommenhed og baseres på kvantitativ billedanalyse i disse.

Som en interessant detalje, baseret på praktiske forsøg, nævnes det i (3), at nedvalsningsgraden, d.v.s. dimensionen af det valsede stål er helt afgørende for den målte renhedsgrad, hvilket umiddelbart kunne synes ulogisk. Ved udvalsnings af et og samme stål til aftagende dimensioner fås fordelinger som vist i fig. 4, idet slaggerne strækkes og hermed kommer til fylde mindre og mindre pr. synsfelt.

JK-skalaen som her skitseret danner grundlaget for svensk standard:SS 11 11 11 fra 1974 og for USA standard:ASTM E 45 - 84, Method A.

Betinget af den høje grad af renhed, det nu er muligt at opnå i industriel målestok, er der i de to nævnte standarder indført supplerende billeder til mængdegraderne 0.5 - 2.5. De betegnes i SS 11 11 11 som: Bildserie II og i ASTM E 45 -84 som Method D. Målingerne udføres iøvrigt på samme måde som før nævnt. I disse to supplerende sæt sammenligningsbilleder er angivet den totale slagglængde pr. synsfelt for hvert billede.

Noget yngre end JK-skalaen er den, der findes i det tyske Stahl-Eisen Prüfblatt 1570-61, der ikke benyttes mere, men som er blevet revideret til SEP 1560-71. Billederne i 61-udgaven havde 6 formtyper og 8 mængdegrader, og de var baserede på fotos af "naturlige" slagger. Dette medførte imidlertid, at de kvantitative forhold såsom springene mellem mængdegraderne var afpasset på øjemål og derfor ikke var jævne.

Da revisionen skulle foretages i 1971, blev der taget vidtgående hensyn til den udvikling, der var sket på området kvantitativ automatisk billedanalyse, men princippet om anvendelse af sammenligningsbilleder blev opretholdt. Man forudså apparaturudviklingen og har søgt at indbygge "fremtid" i normen, så at den vil kunne fungere også ved ren automatisk drift.

I (4) er der givet en udførlig beskrivelse af de overvejelser, der lå til grund for konstruktionen af billedrækken.

Se fig. 5.

Indledningsvis valgte man 100 x og synsfeltdiameter på 0,8 mm. Dernæst blev følgende formtyper fastlagte:

SS = <u>S</u> ulfider, <u>S</u> trakte
OA = <u>O</u> xider, <u>A</u> luminiumoxidtype
OS = <u>O</u> xider, <u>S</u> ilikattype
OG = <u>O</u> xider, <u>G</u> lobulare

Så tykkelser og fordeling:

tynde partikler	normale partikler	flere partikler
SS 0	SS 1	-
OA 2	OA 3	OA 4
OS 5	OS 6	OS 7
-	OG 8	OG 9

Til sidst mængder, der for den normale række baseres strengt på arealprocenter i de 8 mængdegrader. Der er valgt således:

fladeandel i $\text{mm}^2/\text{synsfelt}$ $F = 2^n$, hvor n er nummeret på graden (0...8), hvilket bliver:
 1, 2, 4, 8, 16, 32, 64, 128 (samt for ekstra store slagge: grad 9 med $256 \text{ mm}^2/\text{synsfelt}$.)

For de globulære, d.v.s. de kugleformede slagge i OG 8 omsættes dette let til diameter for en enkelt, cirkelformet slagge således:

$$F = 2^n \text{ mm}^2/\text{synsfelt} = \pi/4 \cdot d^2(8)$$

$$\text{heraf: } d(8) = \sqrt{4/\pi} \cdot \sqrt{2^n}$$

Den videre filosofi er nu, at de øvrige normalgrupper, d.v.s. SS 1, OA 3 og OS 6, skal have samme fladeandel af slagger i $\text{mm}^2/\text{synsfelt}$ som dem, der er beregnet for hver grad for OG 8.

Da slaggerne i OS 6 er langstrakte, vælger man et passende længde/bredde forhold, (for graden 0 er det lig 11), og derudover vedtager man, at længderne fra grad til grad skal stige med en faktor på $3/2$. Når arealerne således fordobles og længderne stiger med $(3/2)$, stiger strækningen af slaggerne selvfølgelig også.

For $n=0$ vælger man $l(6) = 10/3$ mm og $b(6) = 3/10$ mm, hvoraf:

$$F = 2^n = l(6) \cdot b(6) \quad \text{Heraf}$$

$$l(6) = 10/3 \cdot (3/2)^n \quad \text{mm} \quad \text{og}$$

$$b(6) = 3/10 \cdot (4/2)^n \quad \text{mm}$$

Af disse udtryk kan de aktuelle længder og bredder beregnes for alle grader under OS 6.

I rækkerne SS 1 og OA 3 ønsker man at have samme fladeandel for et givet n som i OS 6, men samtidig har man valgt længder, der er $1\frac{1}{2}$ gang større end i OS 6, fordi slaggerne kom til at se lidt korte ud i forhold til naturen. Dette betyder, at $l(1)$ og $l(3)$ kan findes ud fra:

$$l(1) = l(3) = (3/2) \cdot l(6) = 5 \cdot (3/2)^n \text{ mm}$$

For de tyndere rækker: SS 0, OA 2 og OS 5 rykker man l mængdegrad opad i skemaet, (altså 1 nummer ned), således at længden af den længste indeslutning er nøjagtig den samme i sammenligningsbilledet SS 0.2 som i SS 1.3. Det sammen gælder f. eks. OA 2.4. og OA 3.5.

I de rækker, hvor der i hvert sammenligningsbillede er flere slaggestrøg eller -partikler, d.v.s. OA 4 og OS 7, går man på tilsvarende måde l mængdegrad nedad i skemaet (altså 1 nummer op); længste indeslutning er ens i f. eks. OA 3.5 og OA 4.6. For de globulære indeslutninger rykker man 2 grader nedad; største diameter er den samme i OG 8.6 som i OG 9.8.

En illustration af disse forhold er vist i tabellen nedenfor fra (4).

Tafel I. Schema für die Einteilung der Bildreihentafel nach Art und Größe der nichtmetallischen Einschlüsse¹⁾ (Maßangaben in mm; gültig für den Abbildungsmaßstab 100:1)

Einteilung nach der Einschluß-Größe Kennzahl der Zeile (n)	Einteilung nach der Einschlußart (Bildreihen)												Flächeninhalt F (in mm ²) der Einschlüsse in der jeweiligen Zeile ²⁾	Strekungsgrad (Verhältnis von Länge l zu Breite b) der Einschlüsse in Grundreihe 6	Einteilung nach der Einschluß-Größe Kennzahl der Zeile (n)
	Sulfide, Strichform SS		Oxide, aufgelöste Form (Tonerdetyt) OA				Oxide, Strichform (Silicattyp) OS				Oxide, globulare Form OG				
	Kennzahl der Reihe														
0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	d	d				
0	7,5	5,0	7,5	5,0	3,3	5,0	0,3	3,3	2,2	1,1	0,6	1	11	0	
1	11	7,5	11	7,5	5,0	7,5	0,4	5,0	3,3	1,6	0,8	2	12	1	
2	17	11	17	11	7,5	11	0,5	7,5	5,0	2,3	1,1	4	14	2	
3	25	17	25	17	11	17	0,7	11	7,5	3,2	1,6	8	16	3	
4	38	25	38	25	17	25	1	17	11	4,5	2,3	16	18	4	
5	57	38	57	38	25	38	1,3	25	17	6,4	3,2	32	20	5	
6	85	57	85	57	38	57	1,7	38	25	9,0	4,5	64	22	6	
7	128	85	128	85	57	85	2,2	57	38	13	6,4	128	25	7	
8	192	128	192	128	85	128	3	85	57	18	9,0	256	28	8	
9	288	192	288	192	128	192	4	128	85	25	13	512	32	9	

¹⁾ Mittelwerte in den Vergleichsbildern für l Länge, b Breite, d Durchmesser des kennzeichnenden nichtmetallischen Einschlusses. — ²⁾ Für die Abstufung der Größenmerkmale in den einzelnen Reihen gelten folgende Formeln:

$l(0) = 5 \cdot 1,5^{n-1}$	$l(3) = 5 \cdot 1,5^n$	$b(6) = 3/10 \cdot (4/3)^n = 0,3 \cdot 1,33^n$	$d(8) = \sqrt{4/\pi} \cdot \sqrt{2^{n-2}}$
$l(1) = 5 \cdot 1,5^n$	$l(4) = 5 \cdot 1,5^{n-1}$	$l(6) = 10/3 \cdot (3/2)^n = 3,3 \cdot 1,5^n$	$d(9) = \sqrt{4/\pi} \cdot \sqrt{2^{n-2}}$
$l(2) = 5 \cdot 1,5^{n+1}$	$l(5) = 3,3 \cdot 1,5^{n+1}$	$l(7) = 3,3 \cdot 1,5^{n-1}$	$F = 2^n - \pi/4 \cdot d(8)^2 = l(6) \cdot b(6)$

³⁾ Der Definition nach genau gültig für die Grundreihen 1, 3, 6 und 8.

Det synes ret indlysende, at metoderne i SEP 1570-71 ikke er særlig "brugervenlige"; bl.a. dette har givet stødet til, at der i Sverige er blevet udarbejdet en ny svensk standard SS 11 11 16. Stig Johansson, Sandvik Steel, har beskrevet de tanker og ideer, der ligger bag dens udformning, i (8), og han beskriver den i sit foredrag, trykt andet steds i denne årbog. Derfor skal jeg ikke berøre denne standard nærmere, men nøjes med at understrege, at den er baseret på en kombination af sammenligningsbilleder, kvantitativ billedanalyse og statistik. Det er min opfattelse, at denne nye metode repræsenterer det bedste, der endnu er lavet på området: driftsmæssig karakterisering af indeslutninger i stål.

Der findes andre nationale standarder i udlandet til slaggebestemmelse; de er omtalt i (4), men er ikke aktuelle.

Tilbage står efter denne skitse af situationen på området: måling af ståls renhed for slagger, følgende spørgsmål:

- A. Hvilken metode skal man vælge at bruge?
- B. Hvilken grad af automatisering skal man vælge?
- C. Hvordan står resultaterne opnået i 2-D snit i relation til de sande 3-D fordelinger af indeslutninger?

ad A. Det er forfatterens indtryk, at kun producenter og aftagere af kuglelejestål og dermed sammenlignelige kvaliteter behøver at bruge og kan udnytte de mest detaljerede og præcise metoder.

For producenter og aftagere af bygningsstål og maskinstål vil de enkleste udførelsesformer for slaggebestemmelse være helt tilstrækkelige.

ad B. Af det ovenfor anførte følger, at hel- og halvautomatiske billedanalyseudstyr i det væsentlige vil være nødvendige i forbindelse med kuglelejestål og andre ståltyper, hvor den højeste kvalitet m.h.til slaggerenhed kræves, hvorimod de manuelle metoder i de allerfleste tilfælde vil kunne dække almindelige stålproducenters og -forbrugers krav.

ad C. Dette problem har man søgt at tage højde for ved den måde, prøveudtagningen skal finde sted i de her nævnte standarder, idet prøver udtrykkelig skal tages de steder, hvor der er flest slagger erfaringsmæssigt.

En mere generel behandling af dette problem kan findes i (5).

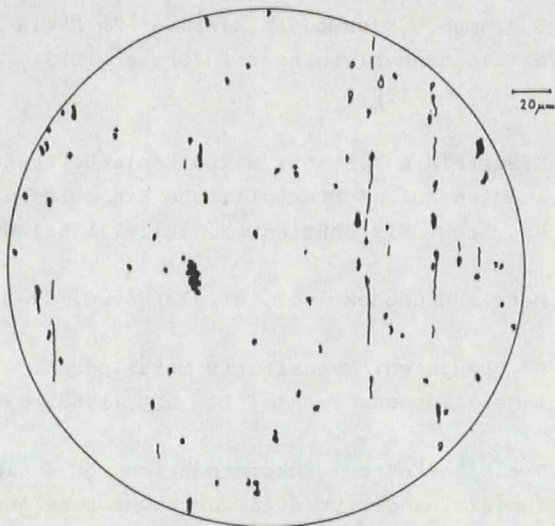
Referencer.

- (1) Swedish Symposium on Non-Metallic Inclusions in Steel, (1981) R. Lagneborg, 285-352
- (2) Walter Koch: Metallkundliche Analyse, (1965) StahlEisen Verlag, 497 pp.
- (3) B.Rinman, H.Kjerman & B.Kjerman: En Skala för Bedömning af Slagginneslutninger i Järn och Stål, Jernkont. Ann. 120(1936) 199-226
- (4) K.Barteld & A.Stanz: Mikroskopische Prüfung von Edeltählen auf nichtmetallische Einschlüsse mit Bildreihen. Arch. Eisenhüttenwes. 42(1971) 581-597
- (5) Metals Handbook, vol. 8(1973) 8.ed., 37-47
- (6) P. Brøndsted: Kvantitativ Metallografi - Billedanalyse i: Metallurgens Værktøj II, DMS, (1983) 63-74
- (7) Niels Bäckström: Rekommendation för Isolering af Slagginneslutninger ur Stål, Jernkontorets Ann. 149(1965) 174-187
- (8) Stig Johansson: Jernkontoret Quantitative Comparative Chart, JQCC, Scan. J. Metallurgy 14(1985) 44-48

KOMPLETTERANDE UPPLYSNINGAR

Nedanstående upplysningar är ej fastställda som svensk standard och får ej anses bindande.

Exempel på avritningar av projicerade slagginneslutningar från 100 synfält.



Förstoringsgrad 500x
Observera att i standardens A5-format är bilden förminskad.
Bilden återges i full skala i standardens A4-format.

Figur 1. SS 11 11 14.

Bildserie 1 (Jernkontoret)
(Förstoring här 50x. Vid bedömning 100x)

Grupp A

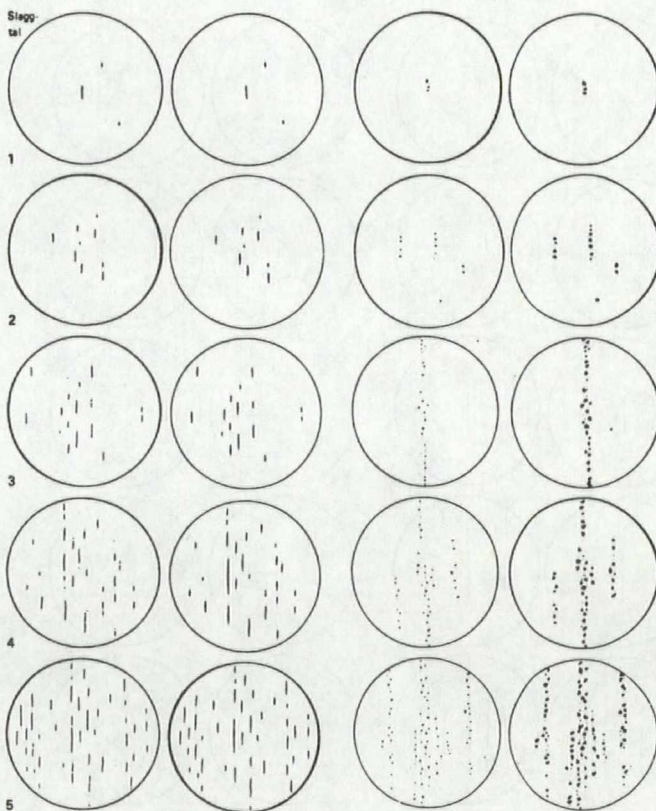
Typ sulfider
Tjocklek
≈ 4 μm

Tjocklek
≈ 6 μm

Grupp B

Typ Al-oxider
Tjocklek
≈ 9 μm

Tjocklek
≈ 15 μm



Figur 2 a. JK-skalaen.

Bildserie 1 (Jernkontoret)
(Förstoring här 50x. Vid bedömning 100x)

Grupp C

Typ silikater

Tjocklek

≈ 5 μm

Tjocklek

≈ 9 μm

Grupp D

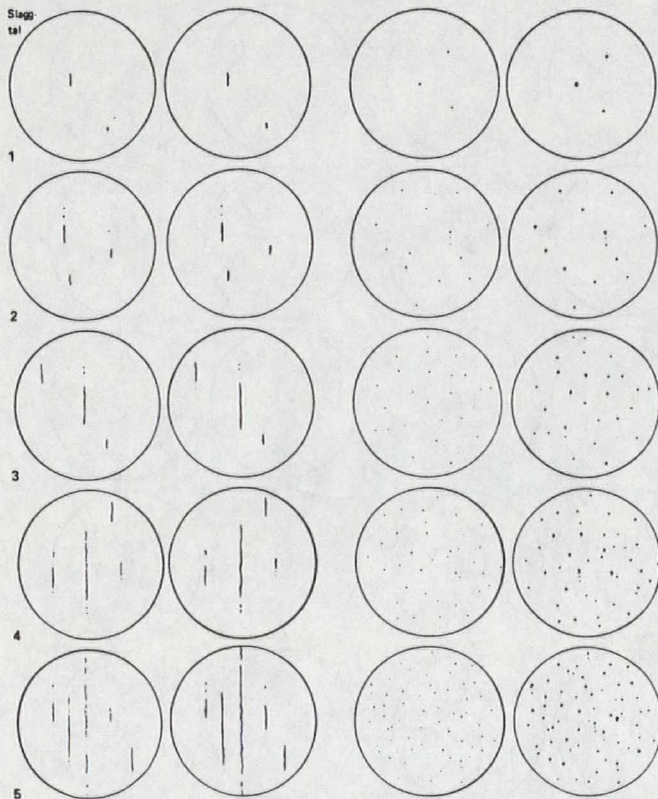
Globulara inneslutningar

Diameter

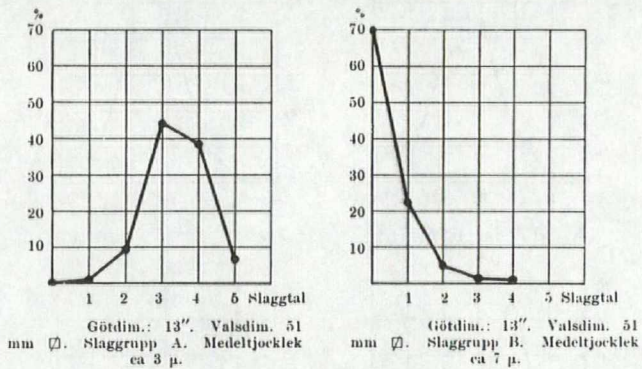
≈ 8 μm

Diameter

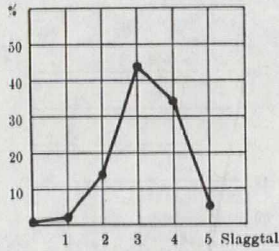
≈ 12 μm



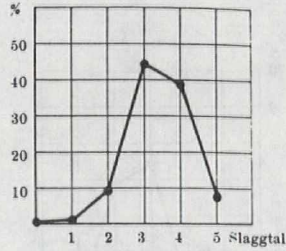
Figur 2 b. JK-skalaen.



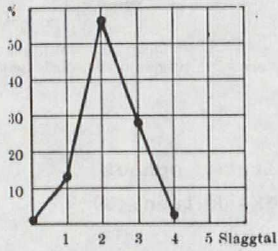
Figur 3. Resultater opnået ved hjælp af JK-skalaen. (3)



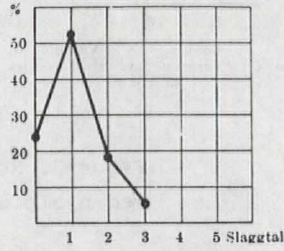
A. 87 mm firkant



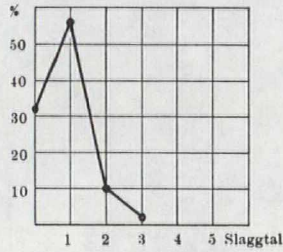
A. 51 mm firkant



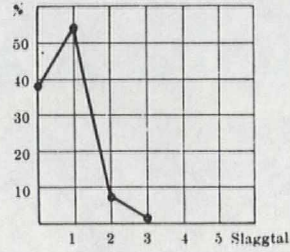
A. 28 mm firkant



A. 15 mm firkant

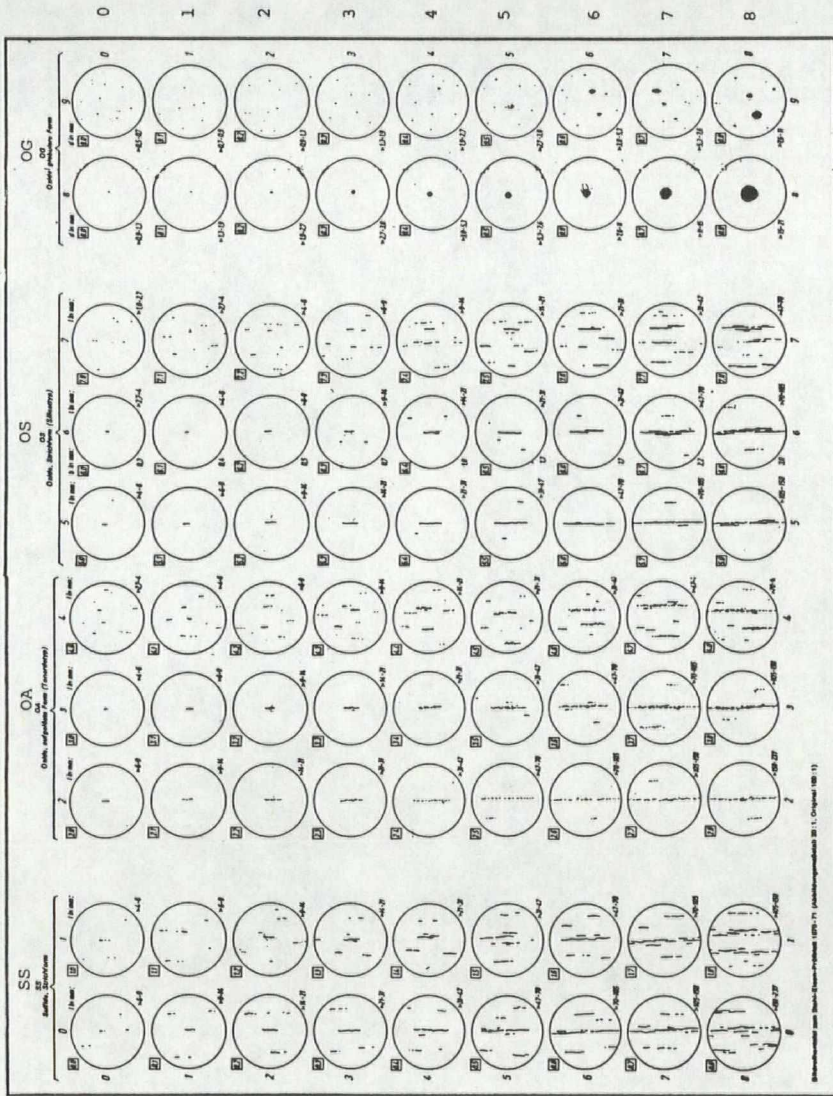


A. 9 mm firkant



A. 6,5 mm ø

Figur 4 . Dimensionens indflydelse på slaggebedømmelsen efter JK-skalaen. Type A. Samme materiale, nedvalset fra blok 330 mm firkant. (3)



Figur 5. SEP 1570-71

