

国内外钢中非金属夹杂物检验标准解析

马芳^{1,2}, 王滨^{1,2}

(1. 上海材料研究所, 上海 200437; 2. 上海市工程材料应用与评价重点实验室, 上海 200437)

摘要:介绍了国内外主要的钢中非金属夹杂物检验标准, 并对其进行了分析比较。结果表明: 国内外非金属夹杂物检验标准虽然很多, 但其评价方法基本可归纳为两大类, 即最差视场法和平均视场法, 前者较适用于夹杂物的常规检验, 后者则适用于特殊重要件或纯净度较高钢中夹杂物的检验; 然而对于同一视场中的非金属夹杂物含量, 不同标准得到的评估结果基本一致。

关键词:钢; 非金属夹杂物; 检验标准; 最差视场法; 平均视场法

中图分类号: TG115.21 文献标志码: A 文章编号: 1001-4012(2016)06-0405-04

Analysis on Domestic and International Standards for Determination of Non-metallic Inclusions in Steels

MA Fang^{1,2}, WANG Bin^{1,2}

(1. Shanghai Research Institute of Materials, Shanghai 200437, China;

2. Shanghai Key Laboratory of Engineering Materials Application and Evaluation, Shanghai 200437, China)

Abstract: The main domestic and international standards for determination of non-metallic inclusions in steels were introduced, analyzed and compared. The results show that there were a lot of standards for determination of non-metallic inclusions, but the evaluation methods could be classified into two categories, namely, the worst field method and the average field method. The former could be applicable to the conventional detection of inclusions, and the latter could be suitable for the detection of inclusions in steel for special important part or with high purity. However, for the same field of view, the contents of non-metallic inclusions evaluated according to different standards were basically consistent.

Keywords: steel; non-metallic inclusions; testing standard; worst field method; average field method

非金属夹杂物对钢的强度、塑性、断裂韧性、切削、疲劳、热脆以及耐腐蚀等性能都有很大影响^[1], 其影响程度取决于夹杂物类型、数量、尺寸、形状及分布等诸多因素。因此, 正确实施非金属夹杂物检验直接关系到材料的质量控制, 尤其是对于高品质钢材, 非金属夹杂物的检验标准更是被列为关键的配套技术标准之一。

钢中非金属夹杂物一般分为外生夹杂物和内生夹杂物两种^[2], 笔者主要对国内外钢中内生夹杂物的检验标准体系进行了研究, 为相关材料研究者和检验工作者提供参考。

1 中国非金属夹杂物检验标准

我国现行有效的非金属夹杂物检验标准主要有 5 个: GB/T 10561—2005, GB/T 18876.1—2002, GB/T 18876.2—2006, GB/T 18876.3—2008, GB/T 30834—2014。以下对这 5 个标准逐一进行介绍。

(1) GB/T 10561—2005

GB/T 10561—2005《钢中非金属夹杂物含量的测定——标准评级图显微检验法》, 等同采用 ISO 4967:1998(ISO 4967:1998 已被 ISO 4967:2013^[3]《钢 非金属夹杂物含量的测定 标准评级图显微检验法》替代)制定, 规定了用标准图谱评定压缩比大于或等于 3 的轧制或锻制钢材中的非金属夹杂物的显微评定方法。该标准在给定用途钢的适应性评估方面具有广泛应用。

收稿日期: 2016-04-01

基金项目: 上海市科委技术平台专项资助项目(15DZ2260302)

作者简介: 马芳(1983—), 女, 工程师, 主要从事标准化管理工作, ma1099@163.com。

GB/T 10561—2005 将钢中非金属夹杂物分为 A, B, C, D 4 个基本类型,其表示的夹杂物类型分别为:硫化物类型、氧化铝类型、硅酸盐类型、球状氧化物类型。标准给出了 JK 和 ASTM 两种夹杂物含量评级图谱:①根据夹杂物的厚度或直径差异,JK 图谱分为粗系、细系两个系列,每个系列由 5 级(1~5 级)图片组成,图谱中给出了每类夹杂物粗系和细系的宽度,长度没有标出;②ASTM 图谱中夹杂物分类划分与 JK 标准评级图相同,同样分为 5 个级别组,但评定级别由 0.5~2.5 级,每类夹杂物粗系和细系的宽度以及长度都有给出,适用于高纯净度钢中非金属夹杂物含量的评定。另有第 5 类夹杂物:DS 类,即单颗粒球状类,为圆形或近似圆形、直径 $\geq 13 \mu\text{m}$ 的单颗粒夹杂物。DS 类夹杂物使用 ISO 评级图进行评定,从 0.5~3 级共 6 个级别,这些级别随着夹杂物直径的增加而递增。

GB/T 10561—2005 给出了 A 法和 B 法两种评定夹杂物含量的方法。其中,A 法^[4]是根据细系和粗系记下与检验面上最恶劣的视场相符合的标准级别数。B 法又称比较法,是将试样的每个视场与标准图谱比较,对于各类夹杂物,按细系或粗系记下与检验面相符合的标准评级图的级别数;检验视场一般不少于 100 个,记下每个视场的数据后,计算出平均级别数 m ,且粗系和细系分开计算。

(2) GB/T 18876.1—2002

GB/T 18876.1—2002《应用自动图像分析测定钢和其它金属中金相组织、夹杂物含量和级别的标准试验方法 第 1 部分:钢和其它金属中夹杂物或第二相组织含量的图像分析与体视学测定》,修改采用 ASTM E1245—2000^[5]制定,规定了应用自动图像分析对钢和其他金属中内生非金属夹杂物的基本形貌特征进行体视学测定的方法,该方法也适用于任何离散第二相组织的测定,其着重解决了被测量的组织特征在难以获得可靠的统计学数据时,如何获得体视学数据的问题。

(3) GB/T 18876.2—2006

GB/T 18876.2—2006《应用自动图像分析测定钢和其它金属中金相组织、夹杂物含量和级别的标准试验方法 第 2 部分:钢中夹杂物级别的图像分析与体视学测定》,修改采用 ASTM E1122—1996^[6]制定,规定了依据 GB/T 10561 应用自动图像分析对钢和其他金属中金相组织、夹杂物含量和级别进行测定的各种步骤,同时以附录 A 和附录 B 的形式给出按 GB/T

18254—2002^[7]或 ASTM E45—1997(2002)^[8]测定非金属夹杂物级别所需的参数及公式。

(4) GB/T 18876.3—2008

GB/T 18876.3—2008《应用自动图像分析测定钢和其它金属中金相组织、夹杂物含量和级别的标准试验方法 第 3 部分:钢中碳化物级别的图像分析与体视学测定》,规定了依据 GB/T 18254—2002 对高碳铬轴承钢中碳化物液析、碳化物带状的级别进行自动图像分析测定的各种步骤,同时也描述了应用 ISO 5949:1983^[9]对工具钢、轴承钢中碳化物带状级别和按 SEP 1520—1998 对特殊钢中碳化物带状级别进行自动图像分析测定的方法。

(5) GB/T 30834—2014

GB/T 30834—2014《钢中非金属夹杂物的评定和统计 扫描电镜法》,介绍了利用扫描电镜(SEM,配置 X 射线能谱分析和自动图像分析功能)对钢中非金属夹杂物进行尺寸分布统计、化学分类及评级的程序,其推荐了 3 种检验方法:方法一主要依据形态对夹杂物进行分类;方法二主要依据化学组成对夹杂物进行分类;方法一和二适用于压缩比大于或等于 3 的轧制或锻制钢材中 $2 \mu\text{m}$ 以上非金属夹杂物的显微评定;方法三用来确定某类夹杂物的具体细节,如体积分数、数量分数等体视学参数,适用于各种铸坯或钢材中所有尺寸(包括 $2 \mu\text{m}$ 以下)夹杂物的统计分类。GB/T 30834—2014 为新制订的检验方法标准,尚未被产品标准引用。

2 ISO 非金属夹杂物检验标准

(1) ISO 4967:2013

ISO 4967:2013《钢 非金属夹杂物含量的测定 标准评级图显微检验法》,替代 ISO 4967:1998,但其内容仅有极少变化,其检验方法及评级图均未改变。该标准的 1998 版已被 GB/T 10561—2005 等同采用,应用范围在上文中已有详细介绍。

(2) ISO 9341—1996

ISO 9341—1996《光学和光学仪器 接触镜 固定接触镜中夹杂物和表面缺陷不完备性的测定》,介绍了使用固定接触镜检测夹杂物和表面缺陷的方法和步骤,已于 2006 年废止,并由 ISO 18369.3:2006《光学和光学仪器 接触镜 第 3 部分:测试方法》替代。

3 美国非金属夹杂物检验标准

(1) ASTM B796—2014

ASTM B796—2014《粉末锻造件非金属夹杂物



含量测试方法》,替代 ASTM B796—2007,适用于粉末锻造件中非金属夹杂物级别金相法测定,要求试样核心区域 100% 无孔隙检出。如有孔隙存在,则残余的孔隙很难与氧化物夹杂区分。

(2) ASTM E45—2013

ASTM E45—2013《测定钢材夹杂物含量的试验方法》,是应用相当广泛的非金属夹杂物检验标准,其中的检验方法包括 4 种宏观检验方法和 5 种微观检验方法(手动和图像分析),用来描述钢中夹杂物的含量和检验结果的报告方法,其中 5 种微观检验方法包括:A 法(最差视场法)、B 法(长度法)、C 法(氧化物和硅酸盐法)、D 法(低夹杂物含量法)和 E 法(SAM 评级法);ASTM E45 建立了一系列描述典型夹杂物特征(尺寸、类型和数量)的标准参考图谱(JK 图谱和 SAE 图谱),其中 SAE 图谱见 SAE 手册上推荐的 J422 操作规程;A 法(最差视场法)、D 法(低夹杂物含量法)和 E 法(SAM 评级法)的图谱是以 JK 图谱为基础开发的,而 C 法(氧化物和硅酸盐法)使用 SAE 图谱。

(3) ASTM E1122—1996

ASTM E1122—1996《应用自动图象分析测定 JK 夹杂物级别的标准试验方法》,已于 2006 年作废,相关内容融合到新修订的 ASTM E45—2013 中的 A 法和 D 法中。

(4) ASTM E1245—2003(2008)

ASTM E1245—2003(2008)《应用自动图像分析测定金属中夹杂物或第二相组织含量的标准试验方法》,适用于运用自动图像法评定金属中内生夹杂物和第二相组织含量。因外生夹杂物分布的零散性、不可预测性,该标准不适用于评估钢或其他金属中的外生夹杂物。

(5) ASTM E2142—2008

ASTM E2142—2008《用扫描电子显微镜评定和分类钢中夹杂物的试验方法》,按照 ASTM E45 和 ASTM E1245 中规定的程序,用扫描电子显微镜进行钢中夹杂物含量的定量评定;夹杂物的数量、尺寸和形态分布的测定按照化学法分类。

(6) ASTM E2283—2008(2014)

众所周知,齿轮和轴承等机械部件的失效,往往是由非金属氧化物夹杂的大量存在引起的。对失效部件进行微观观察,也常常可以追溯到夹杂物的存在。对于失效部件疲劳寿命的预测,诸如 ASTM E45,ASTM E1122,ASTM E1245 等夹杂物检验标

准均不能提供合理的评价。ASTM E2283—2008(2014)《钢内非金属夹杂物和其它显微结构特点极端值的分析规程》,在此条件下应运而生。该标准创建了一个使用极端值分析的标准化方法,极端值的分析与部件寿命和夹杂物尺寸分布相关。与 ASTM E1245—2003(2008)一样,该标准不适用于钢和其他金属中外生夹杂物的评估。

4 德国非金属夹杂物检验标准

(1) DIN 50602—1985

DIN 50602—1985《用金相图谱评定优质钢中非金属夹杂物含量的显微检验法》,被 120 多个产品标准引用,是应用十分广泛的优质钢中非金属夹杂物含量的显微检验方法标准。该标准将钢中非金属夹杂物分为 SS 型、OA 型、OS 型和 OG 型 4 大类,分别对应硫化物夹杂、氧化物夹杂、硅酸盐类夹杂和球状氧化物夹杂。这 4 类夹杂物被分为 9 个级别,用 0~8 表示,相邻级别,夹杂物面积相差两倍。其取样数量为一炉或一批材料,通常情况下试样数量不少于 6 个,使用 3 个图谱评定夹杂物的级别。在同一级别中,根据夹杂物宽度、厚度差异,将硫化物夹杂(SS 型)、球状氧化物夹杂(OG 型)分为 2 个系列,将氧化物夹杂(OA 型)、硅酸盐类夹杂(OS 型)分为 3 个系列。在每种夹杂物、每个系列中,都给出了对应的夹杂物长度范围,也给出了不同宽度夹杂物对应的长度范围表。DIN 50602—1985 的评定方法有 M 法和 K 法两种。M 法是记录整个受检面积上最高级别的夹杂物级别,经过对所取样品中各种夹杂进行单独评定记录后,统计计算算数平均值。K 法是从规定级别起计算夹杂物,因此标准特指适用于特殊钢,故评定的最低级别取决于钢的冶炼过程、材料用途和产品尺寸。K 后数字为用图谱评定时使用的最小级别数,如 K4 指夹杂物从第 4 级别算起,表示夹杂物级别出现的频次。夹杂物级别不同,其夹杂物危害系数也不同,频次乘以系数得单个试样的夹杂物总数,将试样组中所有试样的夹杂物总数相加,结果再转换到 $1\ 000\ \text{mm}^2$,即为夹杂物总指数。K4 用的比较多,计算时,一般将 OS 型夹杂归入了 OA 类中。目前,该标准已作废,并且没有新修订的标准替代,其技术委员会推荐采用 DIN EN 10247—2007 进行钢中非金属夹杂物含量的检验。

(2) DIN EN 10247—2007

DIN EN 10247—2007《使用标准图片对钢的非金属夹杂物含量的显微图检验》,是在试行版标准 DIN V ENV 10247—1998《使用标准图片对钢的非金属夹杂物含量的显微图检验》的基础上发展起来的非金属夹杂物含量的金相检验方法标准,该标准将钢中非金属夹杂物分为 6 个基本类型,分别以 EA,EB,EC,ED,EF,AD 表示,评定方法分为 P 法(最差夹杂物法)、M 法(最差视场法)和 K 法(平均视场法),其中 M 法和 K 法与 DIN 50602—1985 中的描述基本一致,欧洲许多新制订的产品标准已开始引用该标准。

(3) 其他

与非金属夹杂物检验相关的检测标准还有:SEP 1570—1971《特殊钢非金属夹杂物含量评级图显微检验法》、SEP 1570—1971(补充件)《特殊钢细而长的非金属夹杂物含量评级图显微检验法》、SEP 1572—1971《易切削钢硫化物评级图显微检验法》。

5 其他国家的非金属夹杂物检验标准

JIS G0555:2003《钢中非金属夹杂物的显微镜试验方法》(日本标准),是一种测定轧制或锻造钢铁产品(压缩比至少为 3)中非金属夹杂物的显微试验方法标准。该标准中夹杂物的实际检验方法分为 A 法、B 法和点算显微检验方法,其中 A 法和 B 法与 ISO 4967:2013 中的表示方法完全一致,点算法是用夹杂物所占面积的百分比来表示钢的纯净度。该标准广泛应用于评估钢材的应用适配度,但是由于受试验人员的主观影响,该方法很难达到令人满意的结果,所以应用时需要大量的样品和预测。

BS 7926—1998(R2014)《铸钢中非金属夹杂物百分比含量测定的定量显微照相法》(英国标准),详细说明了铸钢中确定非金属夹杂物含量的两种显微照相法,规定了铸钢试样中非金属夹杂物的面积分数,还指定了钢铁铸造厂使用的 4 种熔化和精炼方法中的非金属夹杂物含量的百分比范围。

6 分析与讨论

国内外非金属夹杂物检验标准虽然多种多样,但其评价方法基本可归纳为两大类,即最差视场法(或最差夹杂物法)和平均视场法。最差视场法(或最差夹杂物法),因夹杂物分布、试样选取和检测视场选取的不确定性,每人或每次所选取的检验面不

一致等原因,具有重现性差的特点;平均视场法是基于众多视场的统计值,其检测结果的重复性和再现性大幅度提高。

通过对不同标准的分析比较,发现无论采用何种方法,对同一视场,不同标准都能对材料中的非金属夹杂物含量给出基本一致的鉴定结果,详见表 1。

表 1 不同标准规定的夹杂物类型

标准号	同一视场夹杂物类型						
	A	C	B	D	DS	—	—
GB/T 10561—2005	A	C	B	D	DS	—	—
ISO 4967:2013	A	C	B	D	DS	—	—
ASTM E45—2013	A	C	B	D	DS	—	—
DIN 50602—1985	SS	OS	OA	OG	—	—	—
DIN EN 10247—2007	EA	EC	EB	ED	—	EAD	EF

7 结论

最差视场法,较适用于非金属夹杂物的常规检测;平均视场法,适用于特殊重要件或纯净度较高钢中非金属夹杂物的检测。试验人员应根据实际需要,结合标准的适用范围,选取合适的非金属夹杂物评价方法。

参考文献:

- [1] 莫根源,严斌,犹公.非金属夹杂物对 P91 钢管分层缺陷的影响[J].理化检验-物理分册,2015,51(4):267-269.
- [2] 吕建刚,肖李鹏.钢中非金属夹杂物及其金相检验[J].理化检验-物理分册,2015,51(4):229-233.
- [3] ISO 4967:2013 Steel—Determination of content of non-metallic inclusions—Micrographic method using standard diagrams[S].
- [4] 刘明辉,古兵平,陶勇,等.使用 A 法和 K 法检测帘线钢中非金属夹杂物含量的探讨[J].理化检验-物理分册,2016,52(1):21-24.
- [5] ASTM E1245—2000 Standard practice for determining the inclusion or second-phase constituent content of metals by automatic image analysis[S].
- [6] ASTM E1122—1996 Standard practice for obtaining JK inclusion ratings using automatic image analysis[S].
- [7] GB/T 18254—2002 高碳铬轴承钢[S].
- [8] ASTM E45—1997(2002) Standard test methods for determining the inclusion content of steel[S].
- [9] ISO 5949:1983 Tool steels and bearing steels—Micrographic method for assessing the distribution of carbides using reference photomicrographs[S].