

Metallographische Prüfverfahren

# Mikroskopische Prüfung von Edelstählen auf nichtmetallische Einschlüsse mit Bildreihen

**DIN**  
**50 602**

Metallographic test methods; microscopic examination of special steels using standard diagrams to assess the content of non-metallic inclusions

Méthodes d'essai métallographiques; examen microscopique des aciers fins pour déterminer de la teneur en inclusions non métalliques à l'aide d'images types

## Inhalt

|                                           | Seite |                                                   | Seite |
|-------------------------------------------|-------|---------------------------------------------------|-------|
| 1 Anwendungsbereich und Zweck .....       | 1     | 6 Aufbau und Anwendung der Bildreihentafeln ..... | 3     |
| 2 Begriffe .....                          | 2     | 7 Durchführung der Prüfung .....                  | 5     |
| 3 Bezeichnung der Verfahren .....         | 3     | 8 Auswertung nach Verfahren M und K .....         | 6     |
| 4 Prüfumfang .....                        | 3     | 9 Prüfbericht .....                               | 7     |
| 5 Probenahme und Probenvorbereitung ..... | 3     |                                                   |       |

## 1 Anwendungsbereich und Zweck

**1.1** In der vorliegenden Norm wird die Prüfung von Edelstählen auf nichtmetallische Einschlüsse in Form von Sulfiden und Oxiden beschrieben. Hierfür kommen makroskopische und mikroskopische Verfahren zur Anwendung. Die mikroskopische Prüfung kann am Metallmikroskop und mit automatischen Geräten durchgeführt werden. Automatische Bildauswertungen können von der Geräteseite her gegenwärtig noch nicht genormt werden, weil ihre Entwicklung noch nicht abgeschlossen ist. In dieser Norm wird ein Verfahren zur mikroskopischen Prüfung am Metallmikroskop festgelegt, das eine Bildreihentafel von systematischem Aufbau benutzt und eine Beschreibung nach Einschlusstyp, Einschlußgröße (Länge und Breite bzw. Durchmesser) und Häufigkeit erlaubt (Bildreihentafel 1). Ein Kennwert, der proportional zum Gehalt an Einschlüssen ab einer festzulegenden Grenzgröße ist, kann getrennt nach oxidischen und sulfidischen Anteilen oder als Gesamtwert errechnet werden. Die Ermittlung maximaler Größen ist ebenfalls vorgesehen.

**1.2** Nach Vereinbarung kann die Norm auch auf andere Stähle angewendet werden.

Bei kohlenstoffarmen Stählen und bei nichtrostenden, umwandlungsfreien Stählen sind deren Besonderheiten zu beachten (siehe Abschnitt 5.4).

**1.3** Die Norm gilt für die in Tabelle 1 und Bild 1 aufgeführten, umgeformten Profilerzeugnisse. Für Flachzeug in Form von Blechen und Bändern und andere Erzeugnisse geringer Dicke sowie Schmiedestücke mit nicht geradlinigem Faserverlauf sind Besonderheiten zu beachten und Vereinbarungen für die Probenahme und Auswertung zu treffen.

**1.4** Für sulfidform-beeinflußte Stähle ist das Stahl-Eisen-Prüfblatt 1575 in Vorbereitung, das das Verhältnis von Länge : Breite der Sulfide berücksichtigt.

**1.5** Für eine Prüfung von „Automatenstählen“ nach Form, Größe und Verteilung der nichtmetallischen Einschlüsse ist das Stahl-Eisen-Prüfblatt 1572 – Mikroskopische Prüfung von Automatenstählen auf sulfidische, nichtmetallische Einschlüsse mit Bildreihen<sup>1)</sup> – anzuwenden.

**1.6** Die Festlegung höchstzulässiger Gehalte und eine Beurteilung nichtmetallischer Einschlüsse im Hinblick auf die Gebrauchseignung von Bauteilen ist nicht Gegenstand dieser Norm. Sie erfolgt in Werkstoffnormen oder Lieferbedingungen.

<sup>1)</sup> Zu beziehen beim Verlag Stahleisen mbH, Postfach 8229, 4000 Düsseldorf

Fortsetzung Seite 2 bis 12

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.  
 Normenausschuß Eisen und Stahl (FES) im DIN

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

## 2 Begriffe

### 2.1 Nichtmetallische Einschlüsse

Die nach dieser Norm zu beurteilenden nichtmetallischen Einschlüsse sind stahltypische Bestandteile sulfidischer oder oxidischer Zusammensetzung, die von der Erschmelzung im Kontakt mit der nichtmetallischen Auskleidung der Öfen, Pfannen und Gießwege, von Oxidation durch Luft oder Schlackenabdeckungen herrühren und auch eine Folge der Desoxidation und der absichtlichen Zugabe von Schwefel sein können.

Art, Größe, Gestalt und Menge der nichtmetallischen Einschlüsse hängen von der Stahlsorte, dem Erschmelzungs- und Gießverfahren, der Desoxidationsmethode, den Maßen des Gußblockes oder Gießstranges und vom Umformgrad ab. Ihre Verteilung ist selbst in den aus einer Schmelze gefertigten Erzeugnissen niemals gleichmäßig.

### 2.2 Mikroskopische Einschlüsse

Sie haben eine maximale Fläche im Schliff von  $0,03 \text{ mm}^2$ . Dieser Flächengrenzwert entspricht im Mikroskop bei einer Vergrößerung von  $100:1$  einer Einschluslänge von  $100 \text{ mm}$  bei  $3 \text{ mm}$  Breite oder – unter Berücksichtigung anderer Verformungsgrade mit entsprechendem Längen-Breiten-Verhältnis bei gleichem Flächeninhalt der Einschlüsse – einer kleineren oder größeren Länge (siehe Abschnitt 6).

### 2.3 Makroskopische Einschlüsse

Makroskopische Einschlüsse überschreiten den Flächengrenzwert für mikroskopische Einschlüsse. Die Bild-

reihentafel dieser Norm enthält teilweise ab Bildzeile 8 makroskopische Einschlüsse und ermöglicht bei der Berechnung eines Kennwertes eine Angabe für den gesamten Reinheitsgrad.

### 2.4 Reinheitsgrad

Reinheitsgrad ist im Sinne dieser Norm eine Angabe über den Gehalt an nichtmetallischen Einschlüssen in Form von Sulfiden und Oxiden entsprechend einem der folgenden Ermittlungsverfahren.

- Maximale Größenwerte** von unterschiedlichen Einschlusstypen (Verfahren M).
- Kennwert des Flächenanteils** der nichtmetallischen Einschlüsse im Gefüge als Summenwert der flächenproportionalen Auszählung ab einer festgelegten Einschlusgröße, bezogen auf eine Fläche von  $1000 \text{ mm}^2$ . Dieser Kennwert ist eine Maßzahl für den Gehalt dieser Einschlüsse im Erzeugnis (Verfahren K).

### 2.5 Bildreihentafel

Die Bildreihentafel 1 ist eine nach der geometrischen Zahlenreihe  $2^n$  für den Flächeninhalt der nichtmetallischen Einschlüsse je Zeile aufgebaute Bildtafel, die stahltypische Einschlusformen mit Flächenverdoppelung von Bild zu Bild in Reihen (senkrecht) wiedergibt. Abwandlungen nach Länge  $\times$  Breite bzw. Häufigkeit sind für gleiche Flächeninhalte innerhalb einer Zeile (waagrecht) neben den Hauptreihen für die Einschlusstypen als Beispiele für die Beurteilung dargestellt.

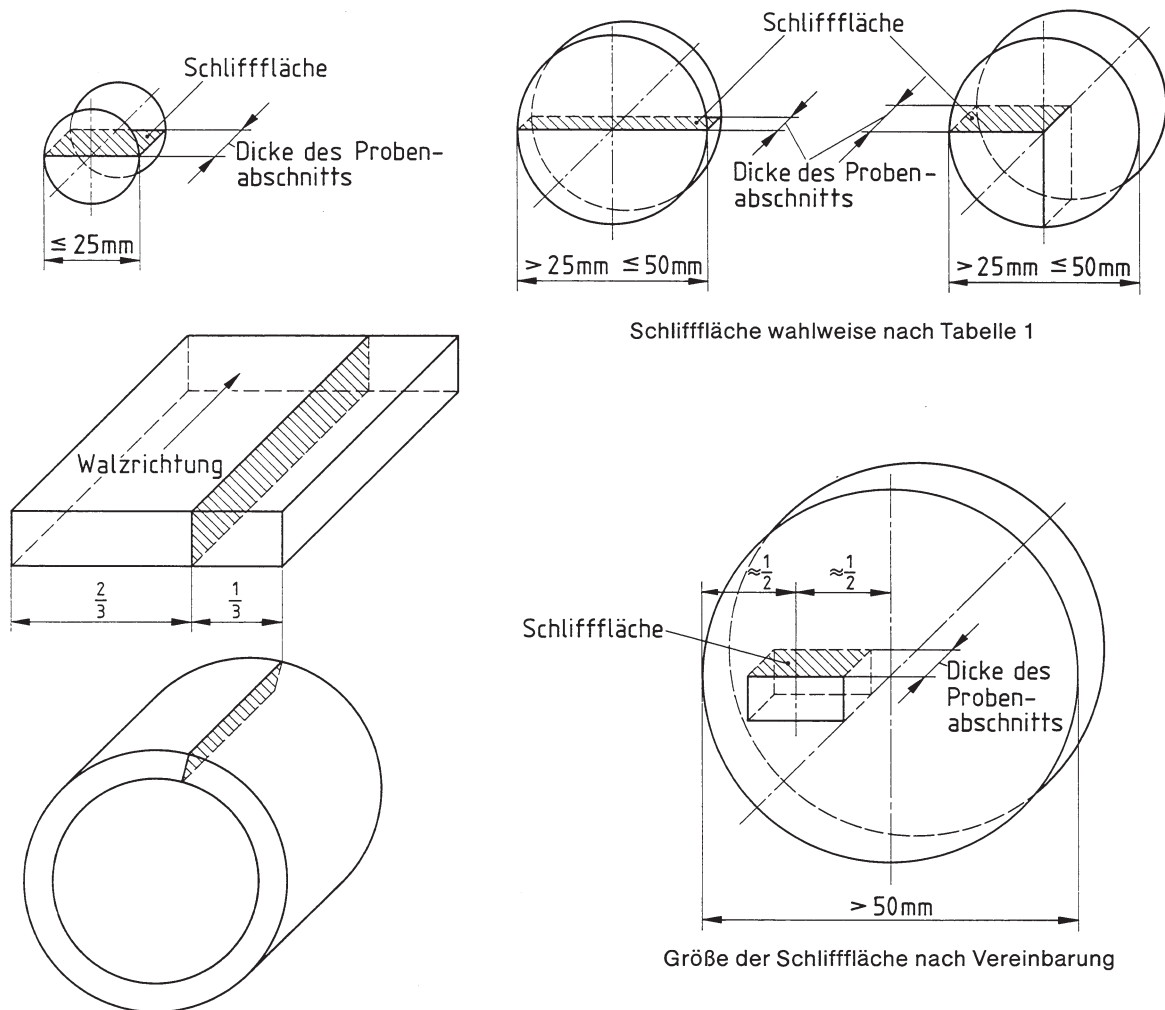


Bild 1. Probenahme aus Erzeugnissen unterschiedlicher Abmessung

Tabelle 1. Lage der Schlißfläche bei verschiedenen Abmessungen

| Maße (Durchmesser, kleinere Seitenlänge oder Wanddicke)                                                                                                                                                                                                                                                                                         | Lage der Schlißfläche im Probenabschnitt                         |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|
| bis 25 mm                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | über den ganzen Querschnitt                                      |
| über 25 mm bis 50 mm                                                                                                                                                                                                                                                                                                                            | über den ganzen Querschnitt oder vom Rand bis zur Längsachse     |
| über 50 mm                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | in der Mitte zwischen Rand und Längsachse oder nach Vereinbarung |
| Bei Breit-Flachstahl soll die Schlißfläche der Proben senkrecht zur Oberfläche nach dem ersten Drittel der Erzeugnisbreite in Dicken- und Walzrichtung liegen, bei Rohren in Wanddicken- und Walz- bzw. Achsrichtung (siehe Bild 1). Bei Schmiedestücken mit nicht geradlinigem Faserverlauf sind bei der Bestellung Vereinbarungen zu treffen. |                                                                  |

### 3 Bezeichnung der Verfahren

Bezeichnung der Prüfung auf nichtmetallische Einschlüsse nach dieser Norm, Verfahren K, Zählung von Einschlüssen ab Größenkennziffer 4:

Prüfung DIN 50 602 – K4

### 4 Prüfumfang

**4.1** Die Ermittlung des Reinheitsgrades einer Schmelze oder eines Lieferloses ist an Einzelproben nicht kennzeichnend und muß aus diesem Grunde an mehreren Proben vorgenommen werden. Im allgemeinen wird der Reinheitsgrad an mindestens 6 Proben geprüft.

**4.2** Bei jeder Bestellung muß geprüft werden, ob die Umstände eine Verringerung der Probenanzahl auf weniger als sechs erlauben, wobei die Größe der Lieferung, gegebenenfalls die vorangehende Formgebung und die Lage der Probe in bezug auf das Ausgangsmaterial zu berücksichtigen sind. Ein von „mindestens 6 Proben“ abweichender Prüfumfang kann in Liefervorschriften vereinbart werden.

**4.3** Wenn die zur Prüfung vorgelegte Werkstoffmenge Besonderheiten aufweist, wenn z. B. die Stücke nicht derselben Schmelze entstammen oder wenn die Maße der einzelnen Stücke wesentlich voneinander abweichen, sind diese Besonderheiten bei der Vereinbarung des Prüfumfanges (siehe Abschnitt 4.2) zu berücksichtigen.

### 5 Probenahme und Probenvorbereitung

**5.1** Die Proben sind so zu entnehmen, daß die auszuwertende Schlißfläche möglichst genau parallel zur Hauptstreckungsrichtung und bei rotationssymmetrischen Querschnitten in der Ebene durch die Achse des Erzeugnisses liegt. Somit sind einwandfreie Voraussetzungen für den Vergleich der nichtmetallischen Einschlüsse in ihrer Längenausdehnung gegeben.

**5.2** Tabelle 1 in Verbindung mit Bild 1 enthält Regeln für die Anordnung (Entnahmestellen) der Proben in Rund- und Vierkant-Stahl, Rohren und Breitflachstahl mit kleinerem Verhältnis von Breite : Dicke.

**5.3** Die Größe der Schlißfläche der Proben einer zur Prüfung vorgelegten Werkstoffmenge (Schmelze oder Los) hängt von verschiedenen Umständen ab, z. B. von der Art

und den Querschnittsmaßen des Erzeugnisses und vom Auswertungsverfahren (siehe die betreffenden Hinweise in den Abschnitten 8.2.1 und 8.2.2). Auch sollte sie unter dem Gesichtspunkt des Arbeitsaufwandes bei der Probenahme und bei der Prüfung gesehen werden. Deshalb sind nach Bild 1 bezüglich der Größe der Schlißfläche bei Maßen > 50 mm Vereinbarungen zu treffen, z. B. 12 mm × 18 mm entsprechend ½ inch × ¾ inch nach ASTM E 45 oder vom Rand bis zur Längsachse. Nach Möglichkeit sollen die Schlißflächen der Proben einer Prüfeinheit hinsichtlich ihrer Maße einander entsprechen.

**5.4** Beim Schleifen der Proben dürfen die Einschlüsse nicht herausgerissen oder in ihrer Gestalt verändert werden, und es dürfen keine Teilchen des Schleif- oder Poliermittels in die Schlißfläche eingedrückt werden. Erforderlichenfalls ist der Schliff zu härten. Die Proben sind deshalb sorgfältig zu schleifen und möglichst kurzzeitig zu polieren.

## 6 Aufbau und Anwendung der Bildreihentafeln

### 6.1 Bildreihentafel 1

**6.1.1** Die Grundlage der Bildreihentafel 1 bilden 4 Bildreihen (senkrecht) der am häufigsten beobachteten Ausbildungsformen der Einschlüsse mit den Typkennziffern 1, 3, 6 und 8 (Grundreihen) von je 9 Bildern mit den Größenkennziffern 0 bis 8. Der Abbildungsmaßstab der Bildreihentafel 1 ist 100 : 1. Folgende Einschlußtypen werden unterschieden:

Einschlußtyp SS Sulfidische Einschlüsse in Strichform

Einschlußtyp OA Oxidische Einschlüsse in aufgelöster Form (Aluminium-Oxide)

Einschlußtyp OS Oxidische Einschlüsse in Strichform (Silikate)

Einschlußtyp OG Oxidische Einschlüsse in globularer Form.

Die abgeleiteten Bildreihen 0, 2, 4, 5, 7 und 9 sind in den Abschnitten 6.1.2 und 6.1.3 beschrieben.

Die neun Bilder einer Bildreihe mit den Größenkennziffern 0 bis 8 zeigen unter der Größenkennziffer 0 den kleinsten bei Vergrößerungen 100 : 1 auswertbaren mikroskopischen Einschluß und unter der Größenkennziffer 8 teilweise Einschlüsse im bereits makroskopischen Bereich des jeweiligen Einschlußtyps. Der Flächeninhalt der dargestellten Einschlüsse verdoppelt sich von Bild zu Bild entsprechend der geometrischen Reihe  $2^n$ , wobei  $n$  die Größenkennziffer bedeutet.

Die Länge des maßgeblichen Einschlusses vergrößert sich von Bild zu Bild um das 1,5fache bei gleichzeitiger Zunahme der mittleren Breite der Zeilen, damit die Grundformel für die Steigerung des Flächeninhalts eingehalten bleibt. Die Länge und in Reihe 6 auch die Breite sind zur Erleichterung der Messung an den Bildern der Bildreihentafel 1 vermerkt. Die Länge eines Oxides ist bei der aufgelösten Form OA größer als bei der geschlossenen Strichform OS bei gleicher Breite, da der Flächeninhalt bei gleicher Größenkennziffer sonst unterschiedlich wäre.

Die Größenkennziffer 9 ist makroskopischen Einschlüssen vorbehalten, die bildlich nicht dargestellt sind, weil sie über die Bildfeldbegrenzung hinausreichen.

**6.1.2** Wenn ein einzelner Einschluß bei gleicher Länge halb so breit ist wie im Vergleichsbild der Grundreihen 1, 3 bzw. 6, so beträgt der Flächeninhalt nur den halben Wert, die Größenkennziffer ist also um 1 verkleinert. Dieses ist durch die jeweilige Bildreihe (0, 2, 5) links von der Grundreihe dargestellt. Analog gilt dieses Vorgehen bei der Bewertung auch für dickere Einschlüsse mit doppelt so großem Flächeninhalt. Dann ist die Größenkennziffer um 1 erhöht.

**6.1.3** Sind im Blickfeld weitere, bis 2 Größenkennziffern kleinere nichtmetallische Einschlüsse sichtbar, so vergrößert sich ihr Flächeninhalt im Teilkreis ebenfalls, und es wird die Größenkennziffer um 1 vergrößert, wie in den Bildreihen 4 und 7 rechts von der jeweiligen Grundreihe dargestellt. Sulfide treten meist nestförmig auf, so daß auf die Darstellung von Einzelsulfiden verzichtet werden konnte. Wenn Sulfide vereinzelt auftreten, werden für die Längen- bzw. Flächenabschätzung die Maße des längsten Einschlusses in den SS-Bildreihen zugrundegelegt und wird die Größenkennziffer um 1 vermindert.

## 6.2 Bildreihentafeln 2 und 3

**6.2.1** Das Prinzip gleicher Größenkennziffern für gleiche Flächeninhalte der Einschlüsse gilt auch für dünnere, stärker gestreckte Einschlüsse und solche mit höherem Grad der Auflösung als in der Bildreihentafel 1 angegeben. Da

diese Einschlüsse in ihrer Längenausdehnung meistens über die Bildfeldbegrenzung (Teilkreis) im Mikroskop hinausgehen, werden sie in den Tabellen 2 und 3 zahlenmäßig beschrieben, mit Angabe der jeweiligen Größenkennziffer für unterschiedliche Kombinationen von Länge und Breite.

Im Bild 2 sind diese zahlenmäßigen Zusammenhänge graphisch dargestellt. Es kann besonders für die einfache Ablesung von Zwischenwerten der Länge und Breite dieser Einschlüsse verwendet werden.

Die die Bildreihentafel 1 ergänzenden Bildreihentafeln 2 und 3 sollen Hilfen bei der Zuordnung zu einer zu verkleinernden bzw. zu vergrößernden Größenkennziffer leisten für dünnere und stärker aufgelöste, sowie für stärker gehäufte Einschlußformen, als sie den Bildern der Grundreihen entsprechen. Das Prinzip einer Anpassung der Größenkennziffer entsprechend dem Flächeninhalt der

**Tabelle 2. Schema für die Zuordnung schmaler langgestreckter nichtmetallischer Einschlüsse nach ihrer Breite und Länge zu den Zeilen der Bildreihentafel 1 (d. h. zu den Größenkennziffern)**

| Kennziffer<br>der Zeile ( $n$ ):<br>Größen-<br>kennziffer                                                                                                                                                                                                | Mittlere wahre Breite ( $\bar{b}$ ) der nichtmetallischen Einschlüsse in $\mu\text{m}$ |      |      |                |      |                |      | Flächeninhalt ( $A$ ) <sup>1)</sup><br>(Vergrößerung<br>100 : 1)<br>$\text{mm}^2$ |       |                |      |                |     |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------|------|------|----------------|------|----------------|------|-----------------------------------------------------------------------------------|-------|----------------|------|----------------|-----|
|                                                                                                                                                                                                                                                          | 0,5 <sup>2)</sup>                                                                      | 1    | 2    | 3              | 5    | 7              | 10   |                                                                                   |       |                |      |                |     |
|                                                                                                                                                                                                                                                          | Mittlere wahre Länge ( $\bar{l}$ ) in mm                                               |      |      |                |      |                |      |                                                                                   |       |                |      |                |     |
| 0                                                                                                                                                                                                                                                        | 0,20                                                                                   | 0,10 | 0,05 | <div>3,0</div> | 0,03 | <div>6,0</div> | 0,02 | 0,014                                                                             | 0,01  | 1              |      |                |     |
| 1                                                                                                                                                                                                                                                        | 0,40                                                                                   | 0,20 | 0,10 |                | 0,06 | <div>3,1</div> | 0,04 | <div>6,1</div>                                                                    | 0,028 | 0,02           | 2    |                |     |
| 2                                                                                                                                                                                                                                                        | 0,80                                                                                   | 0,40 | 0,20 |                | 0,12 | <div>3,2</div> | 0,08 | <div>6,2</div>                                                                    | 0,056 | 0,04           | 4    |                |     |
| 3                                                                                                                                                                                                                                                        | 1,60                                                                                   | 0,80 | 0,40 |                | 0,25 |                | 0,16 | <div>3,3</div>                                                                    | 0,11  | <div>6,3</div> | 0,08 | 8              |     |
| 4                                                                                                                                                                                                                                                        | 3,20                                                                                   | 1,60 | 0,80 |                | 0,50 |                | 0,32 |                                                                                   | 0,22  | <div>3,4</div> | 0,16 | <div>6,4</div> | 16  |
| 5                                                                                                                                                                                                                                                        | 6,40                                                                                   | 3,20 | 1,60 |                | 1,00 |                | 0,64 |                                                                                   | 0,44  |                | 0,32 | <div>3,5</div> | 32  |
| 6                                                                                                                                                                                                                                                        |                                                                                        | 6,40 | 3,20 |                | 2,00 |                | 1,28 |                                                                                   | 0,88  |                | 0,64 |                | 64  |
| 7                                                                                                                                                                                                                                                        |                                                                                        |      | 6,40 |                | 4,00 |                | 2,56 |                                                                                   | 1,76  |                | 1,28 |                | 128 |
| 8                                                                                                                                                                                                                                                        |                                                                                        |      |      |                | 8,00 |                | 5,12 |                                                                                   | 3,52  |                | 2,56 |                | 256 |
| Die Zahlenpaare in den Kästchen geben Beispiele für entsprechende Bilder in der Bildreihentafel 1 an.                                                                                                                                                    |                                                                                        |      |      |                |      |                |      |                                                                                   |       |                |      |                |     |
| <div>1) Es gilt (auch hier) <math>A = 2^n</math>.</div> <div>2) Infolge der Annäherung an die Grenze des lichteoptischen Auflösungsvermögens ist eine genaue Angabe der wahren Breite der Einschlüsse in diesem Größenbereich nicht mehr sinnvoll.</div> |                                                                                        |      |      |                |      |                |      |                                                                                   |       |                |      |                |     |

**Tabelle 3. Bereiche der in Tabelle 2 angegebenen mittleren Längen der nichtmetallischen Einschlüsse**

| Kennziffer der Zeile ( $n$ );<br>Größenkennziffer                                                                                                                                                | Mittlere wahre Breite ( $b$ ) der nichtmetallischen Einschlüsse in $\mu\text{m}$ |            |             |             |            |            |              |  |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------|------------|-------------|-------------|------------|------------|--------------|--|
|                                                                                                                                                                                                  | 0,5 <sup>1)</sup>                                                                | 1          | 2           | 3           | 5          | 7          | 10           |  |
|                                                                                                                                                                                                  | Bereich der mittleren wahren Länge ( $l$ ) in mm                                 |            |             |             |            |            |              |  |
|                                                                                                                                                                                                  | über bis                                                                         | über bis   | über bis    | über bis    | über bis   | über bis   | über bis     |  |
| 0                                                                                                                                                                                                | 0,15 0,29                                                                        | 0,065 0,15 | 0,033 0,065 | 0,022 0,045 | 0,015 0,03 | 0,010 0,02 | 0,0065 0,015 |  |
| 1                                                                                                                                                                                                | 0,29 0,56                                                                        | 0,15 0,29  | 0,065 0,15  | 0,045 0,09  | 0,03 0,06  | 0,02 0,04  | 0,015 0,029  |  |
| 2                                                                                                                                                                                                | 0,56 1,10                                                                        | 0,29 0,56  | 0,15 0,29   | 0,09 0,15   | 0,06 0,12  | 0,04 0,08  | 0,029 0,051  |  |
| 3                                                                                                                                                                                                | 1,10 2,20                                                                        | 0,56 1,10  | 0,29 0,56   | 0,15 0,35   | 0,12 0,22  | 0,08 0,16  | 0,051 0,11   |  |
| 4                                                                                                                                                                                                | 2,20 4,40                                                                        | 1,10 2,20  | 0,56 1,10   | 0,35 0,66   | 0,22 0,44  | 0,16 0,32  | 0,11 0,22    |  |
| 5                                                                                                                                                                                                | 4,40 8,80                                                                        | 2,20 4,40  | 1,10 2,20   | 0,66 1,40   | 0,44 0,88  | 0,32 0,60  | 0,22 0,44    |  |
| 6                                                                                                                                                                                                |                                                                                  | 4,40 8,80  | 2,20 4,40   | 1,40 2,80   | 0,88 1,66  | 0,60 1,20  | 0,44 0,88    |  |
| 7                                                                                                                                                                                                |                                                                                  |            | 4,40 8,80   | 2,80 5,60   | 1,66 3,32  | 1,20 2,40  | 0,88 1,66    |  |
| 8                                                                                                                                                                                                |                                                                                  |            |             | 5,60 11,20  | 3,32 6,64  | 2,40 4,80  | 1,66 3,32    |  |
| <sup>1)</sup> Infolge der Annäherung an die Grenze des lichteoptischen Auflösungsvermögens ist eine genaue Angabe der wahren Breite der Einschlüsse in diesem Größenbereich nicht mehr sinnvoll. |                                                                                  |            |             |             |            |            |              |  |