
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО
4967—
2015

СТАЛЬ

Определение содержания неметаллических включений.
Металлографический метод с использованием
эталонных шкал

ISO 4967:2013
Steel — Determination of content of nonmetallic inclusions —
Micrographic method using standard diagrams
(IDT)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 145 «Методы контроля металлопродукции»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 16 октября 2015 г. № 1569-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 4967:2013 «Сталь. Определение содержания неметаллических включений. Металлографический метод с использованием эталонных шкал» (ISO 4967:2013 «Steel — Determination of content of nonmetallic inclusions — Micrographic method using standard diagrams»).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (подраздел 3.5)

5 ВЗАМЕН ГОСТ Р ИСО 4967—2009

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

Содержание

1 Область применения	1
2 Сущность метода	1
3 Отбор образцов	2
4 Подготовка образцов	5
5 Определение содержания включений	5
6 Обработка результатов	7
7 Протокол испытаний	8
Приложение А (обязательное) Эталонные шкалы ИСО для включений типов А, В, С, D и DS	9
Приложение В (справочное) Оценка поля и сверхразмерных включений или строчек	24
Приложение С (справочное) Типичный пример представления результатов (полное число полей, оцененных каждым баллом для каждого типа включений, при данном количестве исследованных полей)	27
Приложение D (справочное) Зависимость между баллами эталонной шкалы и измерениями включений	30

СТАЛЬ

**Определение содержания неметаллических включений.
Металлографический метод с использованием эталонных шкал**

Steel. Determination of content of nonmetallic inclusions.
Micrographic method using standard diagrams

Дата введения — 2016—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает металлографический метод определения неметаллических включений в катаной или ковальной стали, имеющей степень обжатия не менее 3, с использованием эталонных шкал.

Для автоматных сталей и сталей с контролируемой формой сульфидов эталонные шкалы, приведенные в настоящем стандарте (приложение А), неприменимы.

Допускается определение содержания неметаллических включений с использованием методов автоматического анализа изображений (приложение D).

2 Сущность метода

Метод заключается в сравнении наблюдаемого поля зрения с эталонной шкалой, приведенной в приложении А, и оценке каждого типа включений в отдельности. В случае использования анализа изображений поля оцениваются в соответствии с зависимостями, приведенными в приложении D.

Изображения на эталонной шкале соответствуют квадратным полям зрения площадью 0,5 мм² каждое, наблюдаемым на продольной полированной плоскости при 100[×].

В соответствии с формой и распределением включений эталонные изображения делятся на пять основных групп, обозначенных буквами А, В, С, D и DS.

Эти пять групп характеризуют наиболее часто наблюдаемые типы и морфологические признаки включений:

- группа А (включения типа сульфидов): сильно деформированные отдельные частицы серого цвета с широким диапазоном коэффициентов формы (отношения длина/ширина) и обычно закругленными концами;

- группа В (включения типа алюминатов): многочисленные недеформируемые частицы (не менее трех) многоугольной формы с низким коэффициентом формы (менее трех), черного или голубоватого цвета, ориентированные в направлении деформации;

- группа С (включения типа силикатов): сильно деформированные отдельные черные или темно-серые частицы, с широким диапазоном коэффициентов формы (не менее трех) и, как правило, острыми концами;

- группа D (включения типа глобулярных оксидов): недеформируемые, угловатые или круглые, черные или голубоватые, беспорядочно распределенные частицы с низким коэффициентом формы (менее трех);

- группа DS (включения типа одиночных глобулярных оксидов): круглые или почти круглые одиночные частицы диаметром не менее 13 мкм.

По приведенным эталонным шкалам могут быть также оценены и другие (нетрадиционные) типы включений, при условии сходства их морфологии (формы, размеров, распределения и количества) с перечисленными выше пятью типами включений и указания их химической природы. Например, глобулярные сульфиды следует оценивать как включения типа D, с указанием в протоколе испытаний обозначения их состава с использованием нижнего индекса (например, D_{sulf}). Обозначение D_{cas} означает включения сульфидов кальция; D_{res} — глобулярные включения сульфидов редкоземельных элементов; D_{dup} — глобулярные двухфазные включения, например алюминат, окруженный сульфидом кальция.

Такие соединения, как бориды, карбиды, нитриды и карбонитриды, также могут быть оценены по этим шкалам, при условии сходства их морфологии с перечисленными выше пятью типами включений и указания их химической природы, как было описано в предыдущем абзаце.

Примечание — Для установления природы нетрадиционных включений перед проведением испытания целесообразно провести их исследование при более высоком увеличении, чем $100\times$.

Каждая основная группа включений, показанных на шкале, состоит из двух подгрупп, каждая из которых содержит шесть эталонных изображений, характеризующих увеличение содержания включений. Деление на подгруппы проведено с целью дать примеры различной толщины неметаллических включений.

Эталонные шкалы для различных групп включений приведены в приложении А.

Слева от каждого эталонного изображения указан балл включений i , увеличивающийся от 0,5 до 3 с увеличением длины включения или строчки включений (групп А, В и С), или количества включений (группа D), или их диаметра (группа DS), как указано в таблице 1, а также толщины, как указано в таблице 2. Например, обозначение эталонного изображения A2 указывает, что форма включений, наблюдаемых под микроскопом, соответствует группе А и что их распределение и количество соответствуют баллу 2.

Т а б л и ц а 1 — Предельные минимальные значения для балльной оценки

Балл, указанный на шкале, i	Группа включений				
	А	В	С	D	DS
	полная длина, мкм	полная длина, мкм	полная длина, мкм	количество	диаметр, мкм
0,5	37	17	18	1	13
1,0	127	77	76	4	19
1,5	261	184	176	9	27
2,0	436	342	320	16	38
2,5	649	555	510	25	53
3,0	898 (< 1181)	822 (< 1147)	746 (< 1029)	36 (< 49)	76 (< 107)

Примечание — Приведенные в настоящей таблице значения длины для включений групп А, В и С были вычислены по формулам, приведенным в приложении D, и затем округлены до ближайшего целого числа.

Т а б л и ц а 2 — Параметры толщины включений

В микрометрах

Тип включения	Тонкие включения		Толстые включения	
	Минимальная ширина	Максимальная ширина	Минимальная ширина	Максимальная ширина
А	2	4	4	12
В	2	9	9	15
С	2	5	5	12
D	3	8	8	13

Примечание — Для включений типа DS максимальный размер определяется диаметром.

3 Отбор образцов

Форма включений в значительной степени зависит от степени деформации стали, поэтому сравнительные измерения можно проводить только на образцах, отобранных от продукции с одинаковой

степенью деформации. Полированная поверхность образца, используемого для определения содержания включений, должна составлять приблизительно 200 мм^2 ($20 \times 10 \text{ мм}$). Она должна быть параллельна продольной оси изделия и расположена в середине расстояния между его наружной поверхностью и центром.

Методика отбора образцов должна быть указана в стандартах и технической документации на металлопродукцию. В случае листового проката полированная поверхность образца должна находиться на расстоянии, равном приблизительно $1/4$ ширины листа от его края.

При отсутствии таких указаний должна быть использована следующая методика отбора образцов:

- для прутка или заготовки диаметром свыше 40 мм исследуют поверхность части диаметрального сечения, расположенную посередине между наружной поверхностью и центром (рисунок 1);
- для прутка диаметром свыше 25 до 40 мм включительно исследуют поверхность половины диаметрального сечения (от центра до края образца) (рисунок 2);
- для прутка диаметром не более 25 мм исследуют поверхность полного диаметрального сечения, длина которой достаточна для получения площади примерно 200 мм^2 (рисунок 3);
- для листов толщиной не более 25 мм исследуют поверхность всего продольного сечения, расположенную на расстоянии, равном $1/4$ ширины листа r от его края (рисунок 4);
- для листов толщиной свыше 25 до 50 мм включительно исследуют поверхность половины толщины листа от его наружной поверхности до центра, расположенную на расстоянии, равном $1/4$ ширины листа r от его края (рисунок 5);
- для листов толщиной свыше 50 мм исследуют поверхность $1/4$ толщины листа, расположенную на половине расстояния между наружной поверхностью и серединой толщины и на расстоянии, равном $1/4$ ширины листа r от его края (рисунок 6). Количество отбираемых образцов определяют в соответствии со стандартами на продукцию или специальным соглашением.

Для любой другой продукции методика отбора образцов должна быть оговорена в соглашении между сторонами.

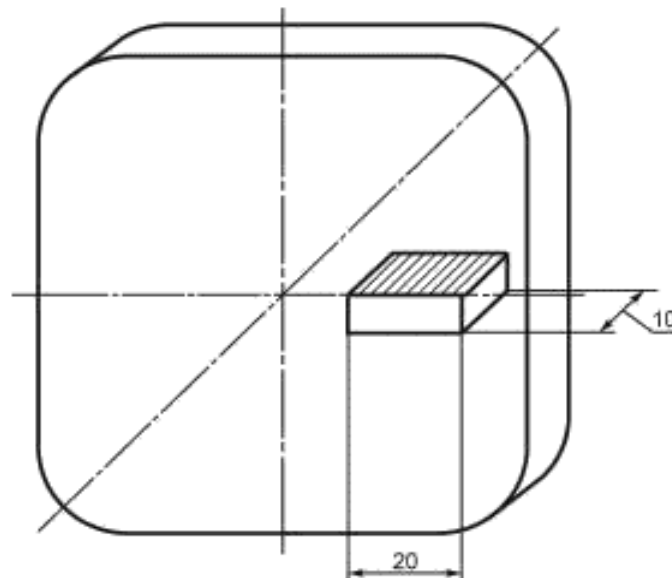


Рисунок 1 — Образец от прутка или заготовки с диаметром или длиной стороны свыше 40 мм

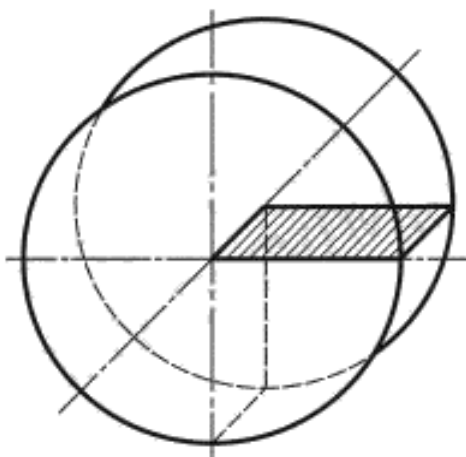


Рисунок 2 — Образец от прутка или заготовки с диаметром или длиной стороны свыше 25 до 40 мм включительно

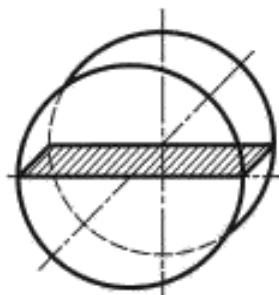


Рисунок 3 — Образец от прутка диаметром не более 25 мм



Рисунок 4 — Образец от листа толщиной не более 25 мм

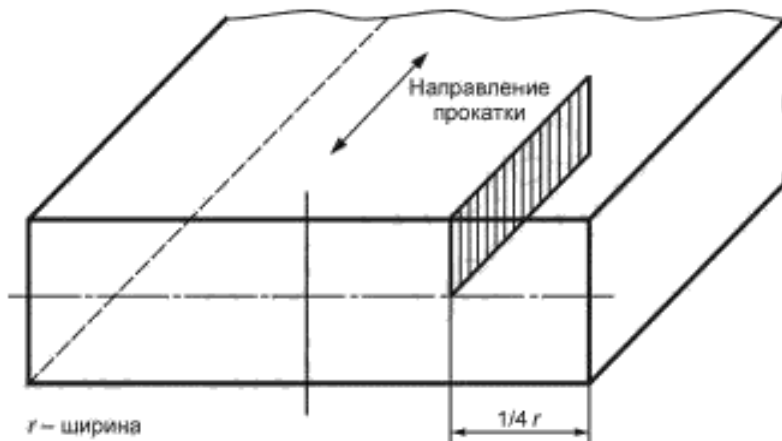


Рисунок 5 — Образец от листа толщиной свыше 25 до 50 мм включительно

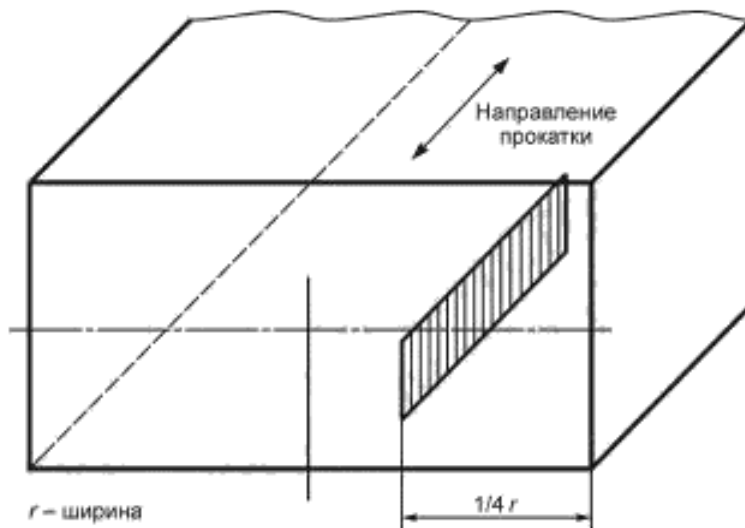


Рисунок 6 — Образец от листа толщиной свыше 50 мм

4 Подготовка образцов

Образец вырезают таким образом, чтобы получить требуемую поверхность для исследования. Чтобы получить плоскую поверхность и исключить закругление кромок образца при полировании, образец может быть установлен в зажимное приспособление или подвергнут монтировке.

При полировании образцов важно исключить выкрашивание или деформацию включений, а также загрязнение полированной поверхности, чтобы поверхность имела максимально возможную чистоту, а форма включений не изменялась. Эти предосторожности особенно важно соблюдать, когда включения имеют малые размеры. Для полирования рекомендуется использовать алмазные пасты. В некоторых случаях может потребоваться термическая обработка образца перед полированием, чтобы придать ему максимально возможную твердость.

5 Определение содержания включений

5.1 Метод наблюдения

Исследование с использованием микроскопа проводят одним из двух методов:

- путем проецирования изображения на матовое стекло;
- путем наблюдения через окуляр.

Выбранный метод наблюдения следует сохранять в течение всего испытания.

Если изображение проецируется на матовое стекло или аналогичное устройство, то увеличение на матовом стекле должно быть в пределах $(100 \pm 2)^{\times}$. На проекционный экран из матового стекла или за экраном помещают нанесенный на прозрачную пластиковую накладку (рисунок 7) квадрат со стороной, равной 71 мм, площадь которого соответствует истинной площади $0,5 \text{ мм}^2$. Изображение, наблюдаемое внутри квадрата, сравнивают с изображениями на эталонной шкале (приложение А).

В случае исследования включений через окуляры микроскопа следует установить в микроскоп окулярную вставку с картинкой, приведенной на рисунке 7, располагая ее таким образом, чтобы квадрат площадью $0,5 \text{ мм}^2$ находился в плоскости изображения.

Примечание — В отдельных случаях может быть использовано увеличение более 100^{\times} при условии, что такое же увеличение использовано для эталонных шкал, о чем указано в протоколе испытания.

5.2 Методы оценки

Для оценки включений применяют два метода.

5.2.1 Метод А

Исследуют всю полированную поверхность образца и для каждого типа включений, как тонких, так и толстых, определяют наихудшее поле, т. е. поле, соответствующее наиболее высокому баллу эталонной шкалы.

5.2.2 Метод В

Исследуют всю полированную поверхность образца и каждое поле сравнивают с эталонной шкалой. Регистрируют балл каждого типа включений как тонких, так и толстых (указанный с левой стороны эталонных изображений), который в наибольшей степени соответствует исследуемому полю.

Допускается по соглашению с потребителем проводить частичное исследование образца путем оценки уменьшенного числа полей, распределенных по определенной схеме. Как число исследованных полей, так и их распределение должны быть оговорены в соглашении между сторонами.

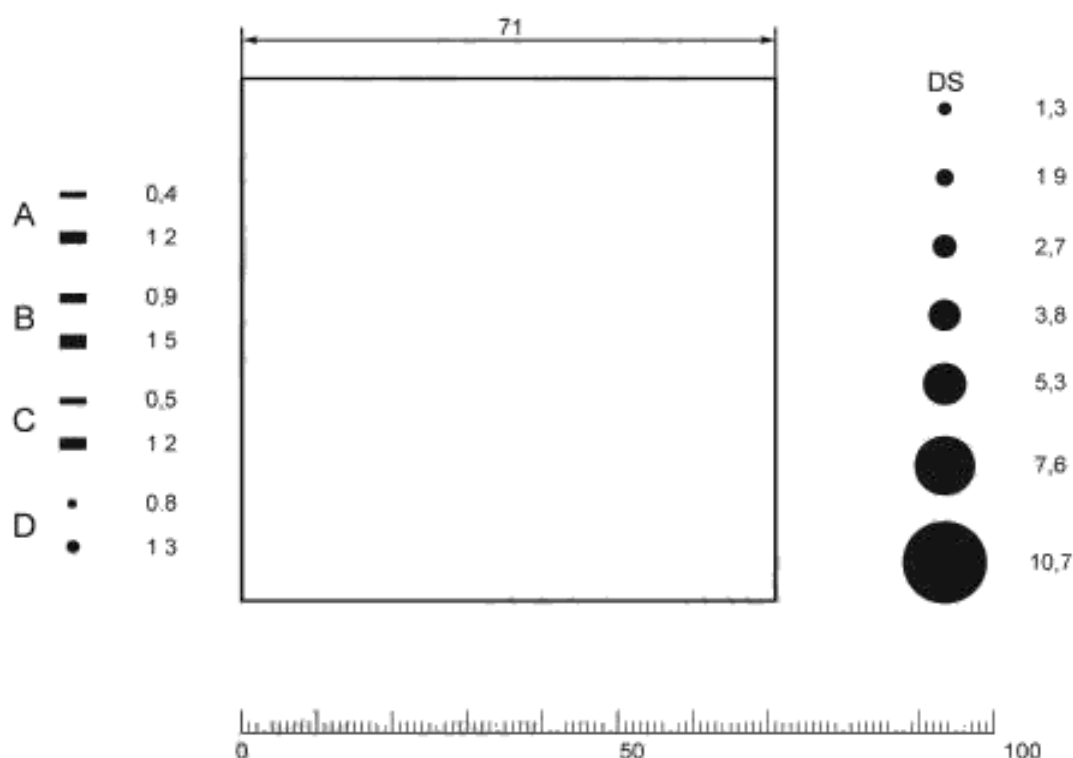


Рисунок 7 — Измерительная сетка для прозрачных накладок или окулярных вставок

5.2.3 Общие правила для методов А и В

Каждое наблюдаемое поле сравнивают с эталонными изображениями. Если оценка включений в наблюдаемом поле находится между двумя эталонными изображениями, то ее округляют до более низкого балла.

Если наблюдаются отдельные включения или строчки включений, длина которых превышает ширину поля 0,71 мм, а также если ширина или диаметр включений превышают максимальные значения для толстых включений (таблица 2), то такие включения следует оценивать как сверхразмерные по длине, ширине или диаметру. Размеры таких включений или строчек должны быть указаны в протоколе испытаний отдельно. Однако эти включения следует учитывать в общей оценке данного поля.

Воспроизводимость измерений улучшается при проведении фактических измерений (длины включений типов А, В и С, диаметра включений типа DS) и подсчета включений (типа D). Для таких измерений следует использовать прозрачную накладку или окулярную вставку (см. рисунок 7), предельные значения, приведенные в таблицах 1 и 2, а также морфологические описания по разделу 2.

Нетрадиционные типы включений оценивают по эталонным изображениям той группы (А, В, С, D, DS), которая в наибольшей степени соответствует их морфологии. Длину, количество, ширину или диаметр включений сравнивают с эталонными изображениями каждой группы включений, приведенными в приложении А, или определяют суммарную длину, количество, толщину или диаметр включений и используют таблицы 1 и 2 для установления балла, характеризующего содержание включений, и класса толщины (тонкие, толстые или сверхразмерные). Затем указывают природу нетрадиционных включений посредством нижнего индекса в обозначении типа включений. Определение нижнего индекса проводится в протоколе испытаний.

Для включений типов А, В и С два отдельных включения или две строчки включений длиной l_1 и l_2 , расположенные или не расположенные на одной линии, рассматривают как одно включение или одну строчку, если расстояние d менее или равно 40 мкм, а расстояние s (расстояние между центрами включений или строчек) менее или равно 10 мкм (рисунки 8 и 9).

В случае строчки, содержащей включения различной ширины, ширина строчки считается равной ширине наибольшего включения.

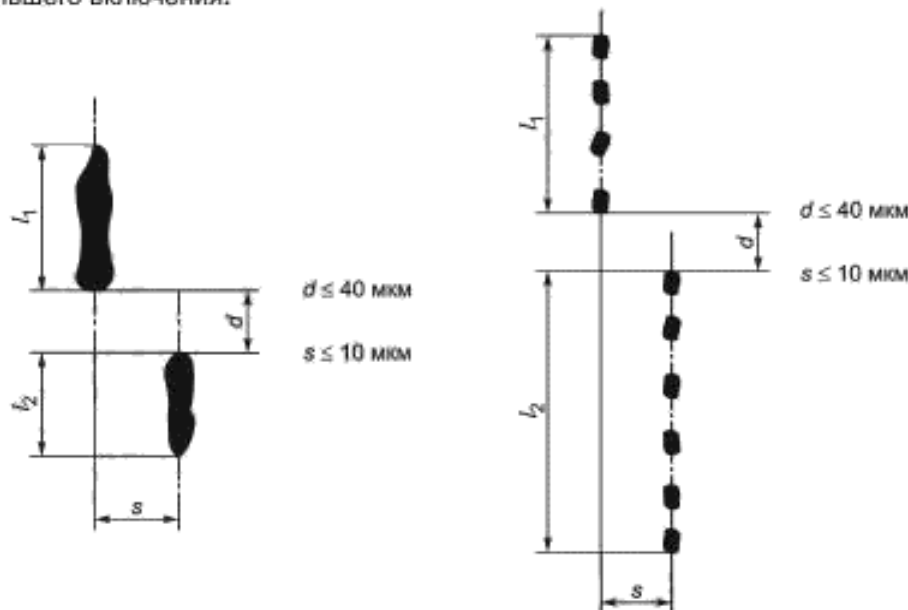


Рисунок 8 — Включения типов А и С

Рисунок 9 — Включения типа В

6 Обработка результатов

6.1 Общие положения

Если в стандартах на продукцию не оговорено иное, то результаты испытания могут быть представлены следующим образом.

Результаты выражают номерами баллов, относящимися к каждому образцу, на основе которых вычисляют среднеарифметическое значение балла для плавки для каждого типа и каждой толщины включений. Этот метод используют в сочетании с методом, приведенным в 5.2.1.

6.2 Метод А

Приводят балл, соответствующий наихудшему полю, для каждого типа и каждой толщины включений (приложение В).

После стандартного обозначения типа включений указывают балл наихудшего поля. Присутствие толстых включений указывают буквой *e*, а присутствие сверхразмерных включений (5.2.3) — буквой *s*.

Примеры: *A 2, B 1e, C 3, D 1, B 2s, DS 0,5*.

Для каждого нижнего индекса, использованного для идентификации нетрадиционных типов включений, в протоколе испытаний должны быть приведены определения.

6.3 Метод В

Определяют полное количество полей, оцененных каждым баллом, для каждого типа и каждой толщины включений при данном числе исследованных полей *N*.

По соглашению сторон для представления результатов может быть использован полный набор значений числа полей, соответствующих каждому баллу, для различных типов включений, например в виде суммарного показателя содержания включений i_{tot} или показателя среднего содержания включений $i_{ moy}$.

Пример — Для включений типа А принимают:

n_1 — число полей, оцененных баллом 0,5;

n_2 — число полей, оцененных баллом 1;

n_3 — число полей, оцененных баллом 1,5;

n_4 — число полей, оцененных баллом 2;

n_5 — число полей, оцененных баллом 2,5;

n_6 — число полей, оцененных баллом 3.

Тогда

$$i_{tot} = (n_1 \times 0,5) + (n_2 \times 1) + (n_3 \times 1,5) + (n_4 \times 2) + (n_5 \times 2,5) + (n_6 \times 3); \quad (1)$$

$$i_{ moy} = \frac{i_{tot}}{N}. \quad (2)$$

где *N* — полное число исследованных полей.

Типичные примеры представления результатов приведены в приложении С.

7 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать:

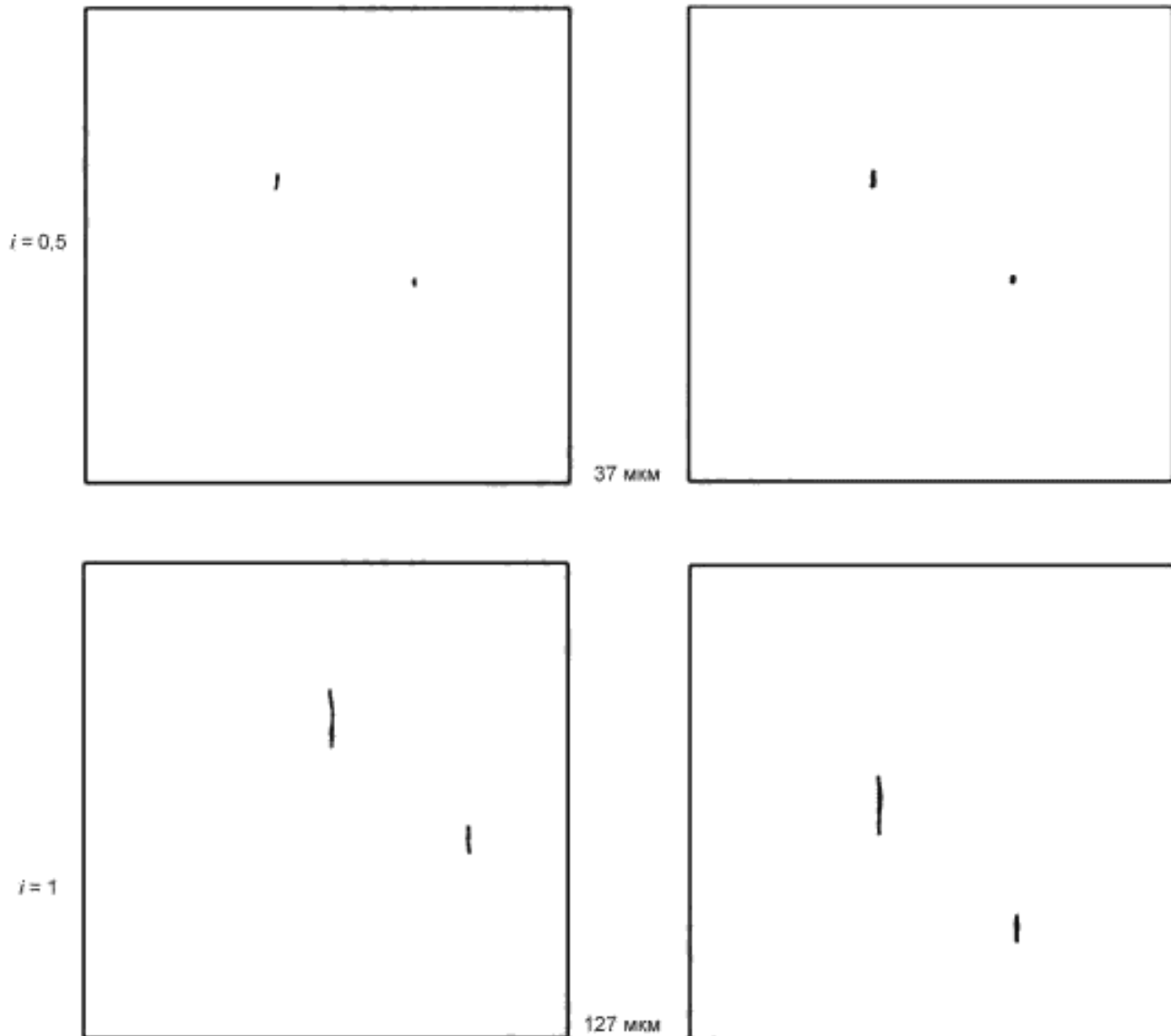
- a) ссылку на настоящий стандарт;
- b) марку стали и номер плавки;
- c) вид продукции и ее размеры;
- d) тип образца и расположение исследованной плоскости;
- e) выбранные методы (метод наблюдения, метод оценки, метод обработки результатов);
- f) увеличение, если оно более, чем 100^x;
- g) число исследованных полей или полную исследованную площадь;
- h) результаты исследования (включая количество, размер и тип сверхразмерных включений или строчек);
- i) определения нижних индексов, использованных для нетрадиционных типов включений.

Приложение А
(обязательное)

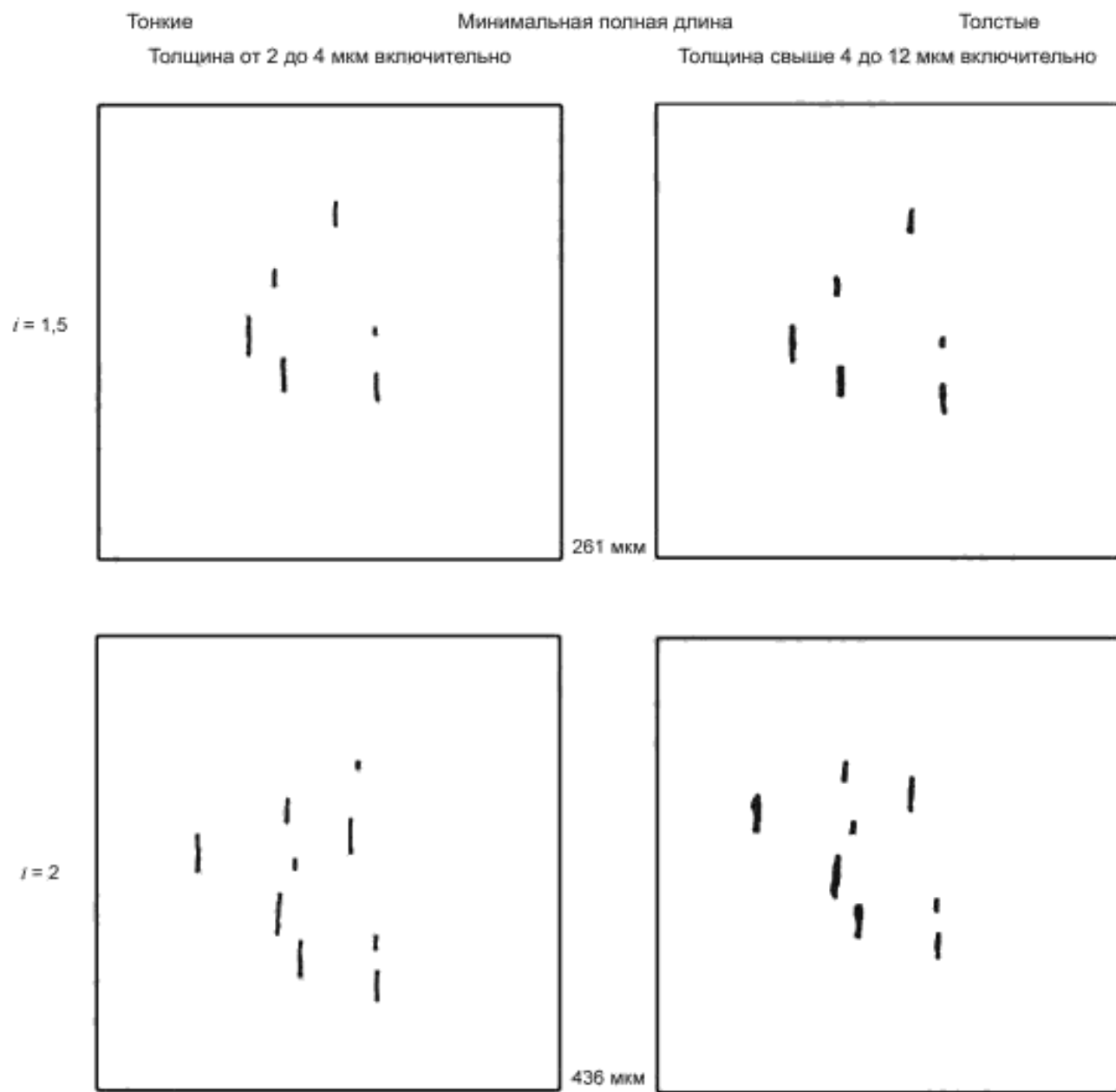
Эталонные шкалы ИСО для включений типов А, В, С, D и DS

А
(включения типа сульфидов)

Тонкие	Минимальная полная длина	Толстые
Толщина от 2 до 4 мкм включительно		Толщина свыше 4 до 12 мкм включительно



Увеличение $100\times$



Увеличение 100^x

Тонкие

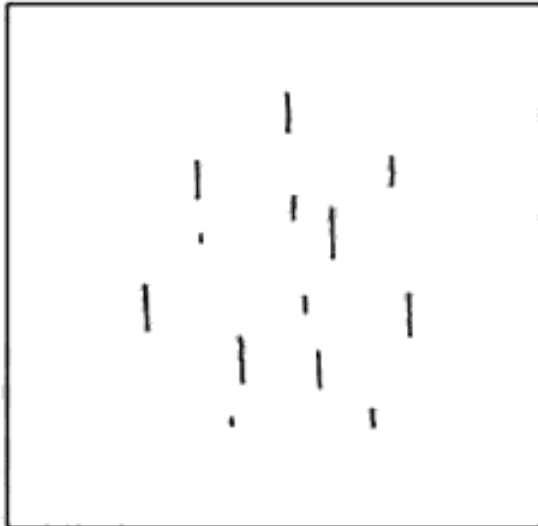
Минимальная полная длина

Толстые

Толщина от 2 до 4 мкм включительно

Толщина свыше 4 до 12 мкм включительно

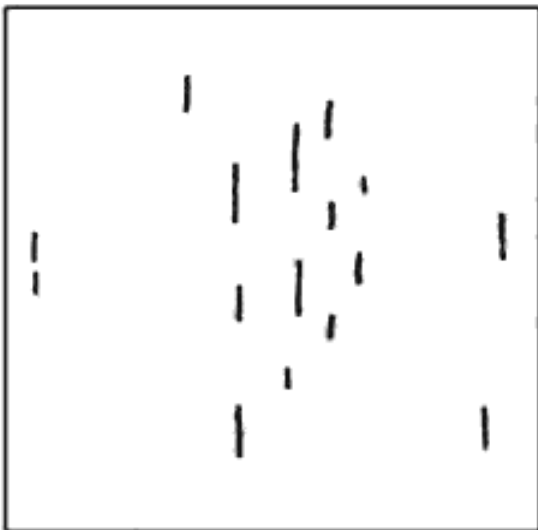
$i = 2,5$



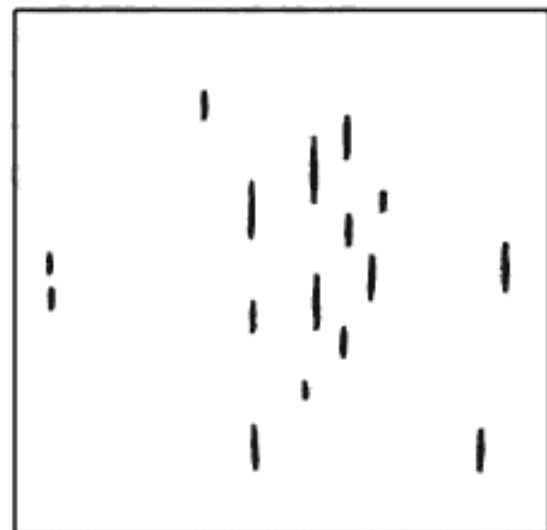
649 мкм



$i = 3$

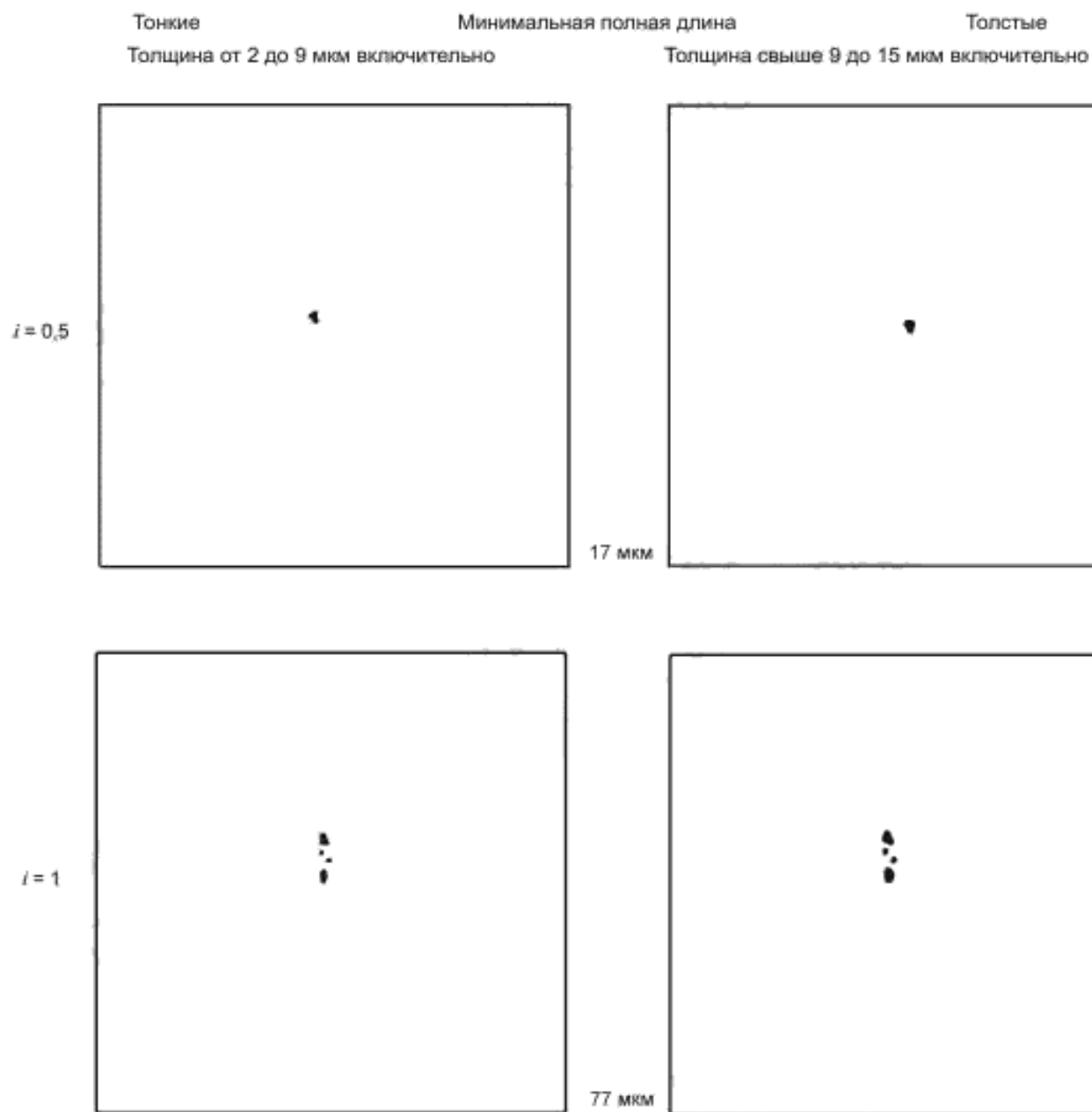


898 мкм



Увеличение 100^x

В
(включения типа алюминатов)



Увеличение 100[×]

Тонкие

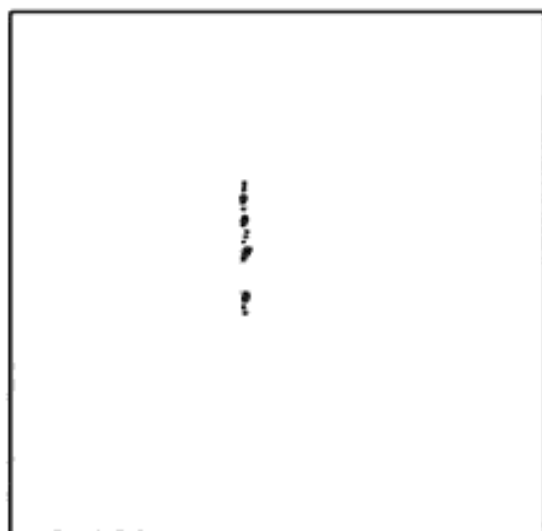
Минимальная полная длина

Толстые

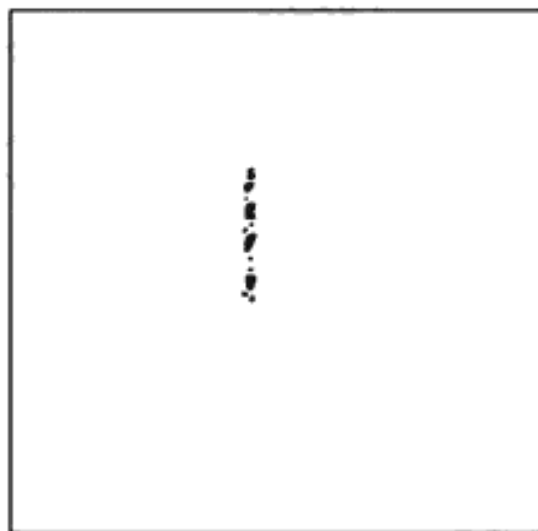
Толщина от 2 до 9 мкм включительно

Толщина свыше 9 до 15 мкм включительно

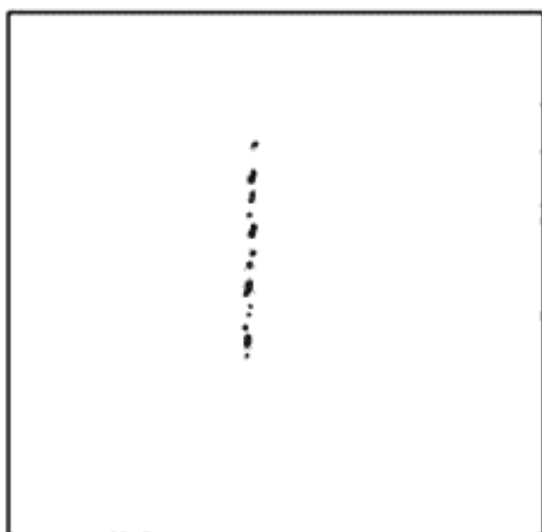
$l = 1.5$



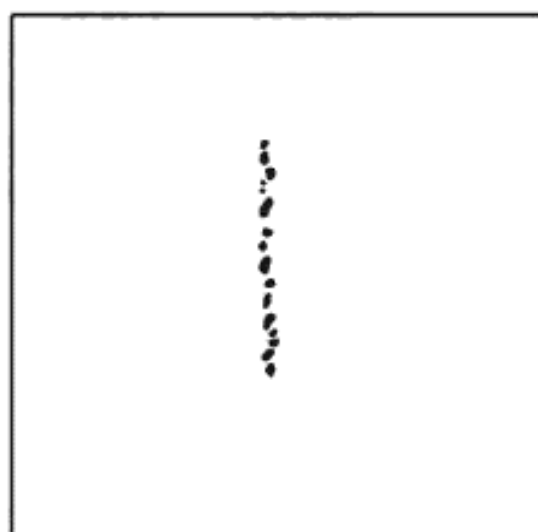
184 мкм



$l = 2$

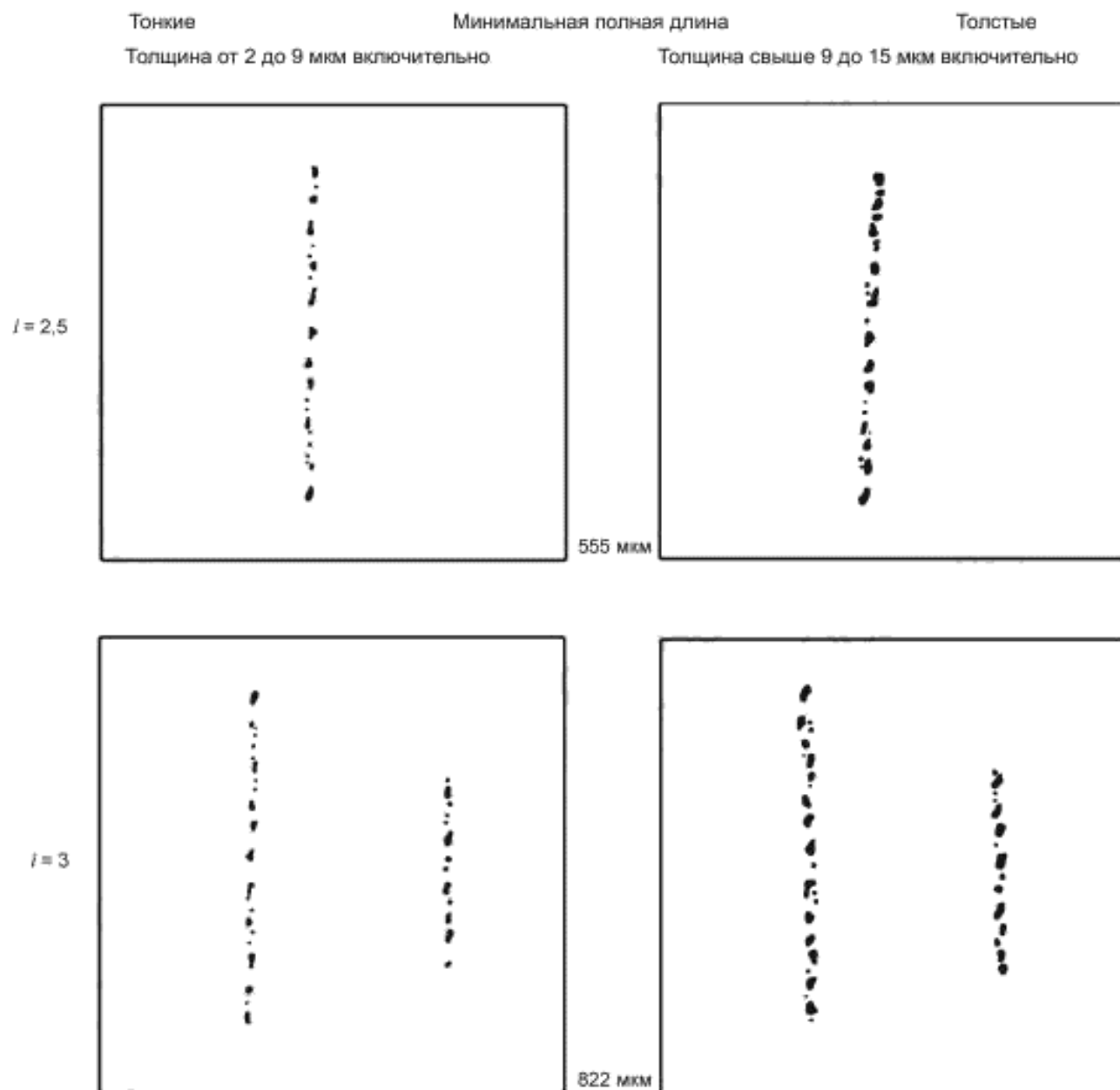


343 мкм



Увеличение $100\times$

ГОСТ Р ИСО 4967—2015



Увеличение 100^x

С
(включения типа силикатов)

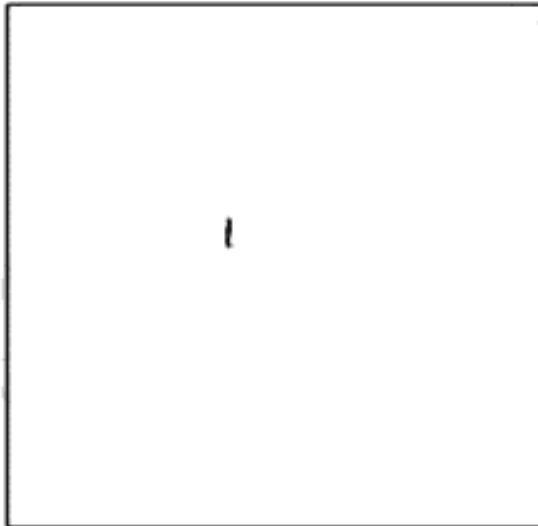
Тонкие

Минимальная полная длина

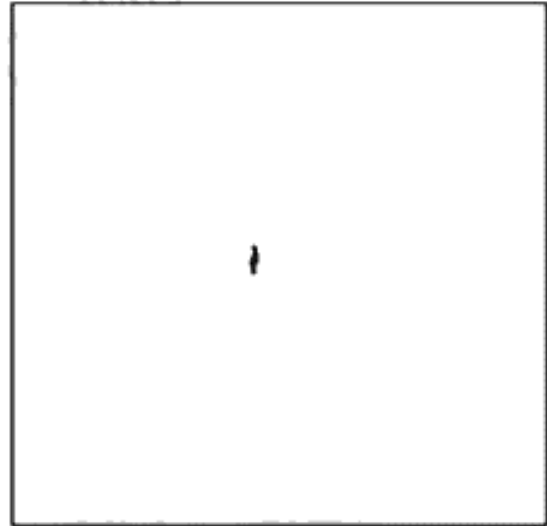
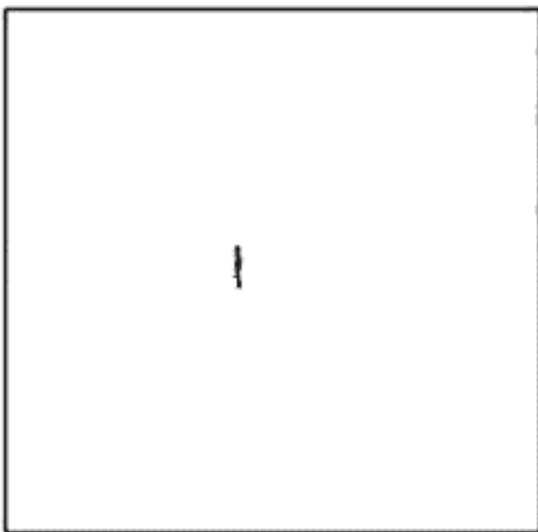
Толстые

Толщина от 2 до 4 мкм включительно

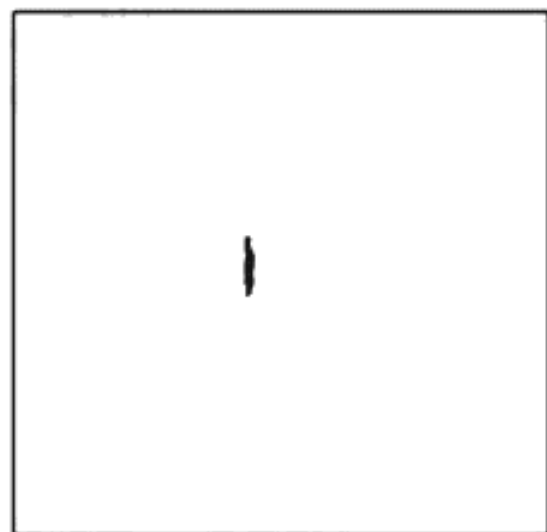
Толщина свыше 4 до 12 мкм включительно

 $i = 0,5$ 

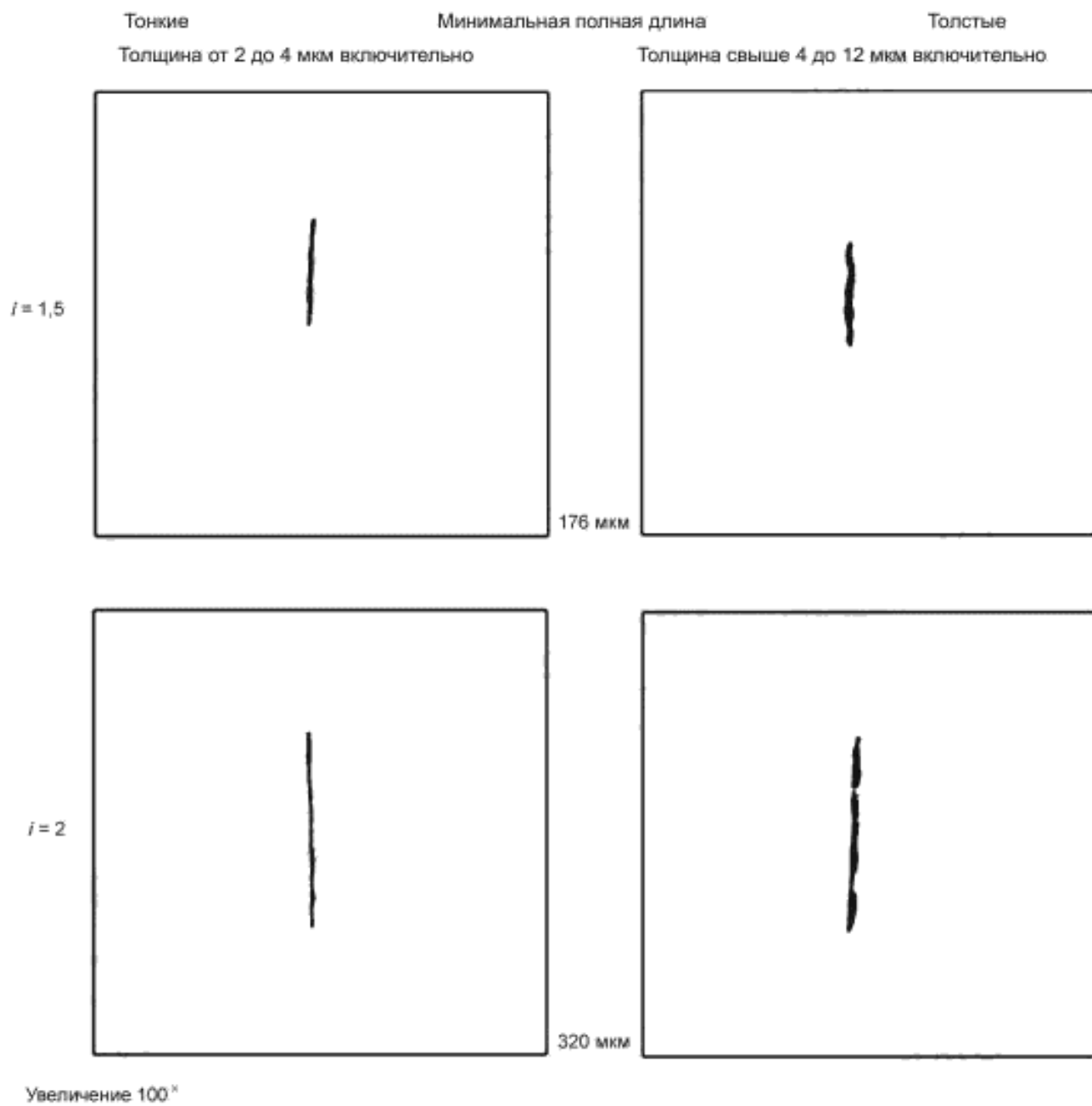
18 мкм

 $i = 1$ 

76 мкм

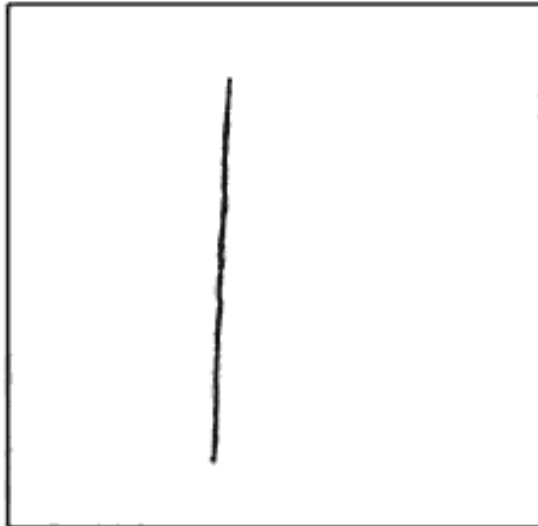
Увеличение $100\times$

ГОСТ Р ИСО 4967—2015

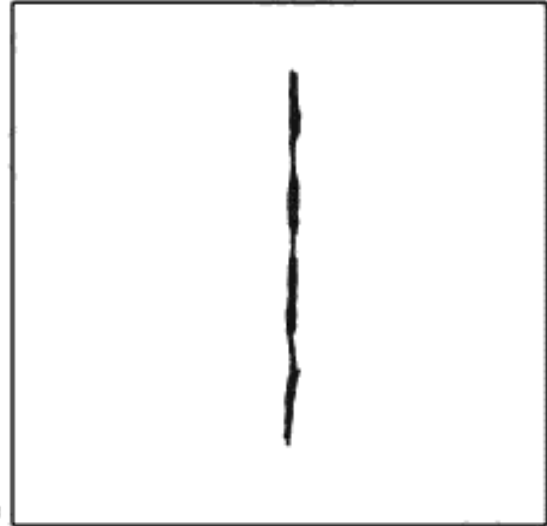


Тонкие Минимальная полная длина Толстые
Толщина от 2 до 4 мкм включительно Толщина свыше 4 до 12 мкм включительно

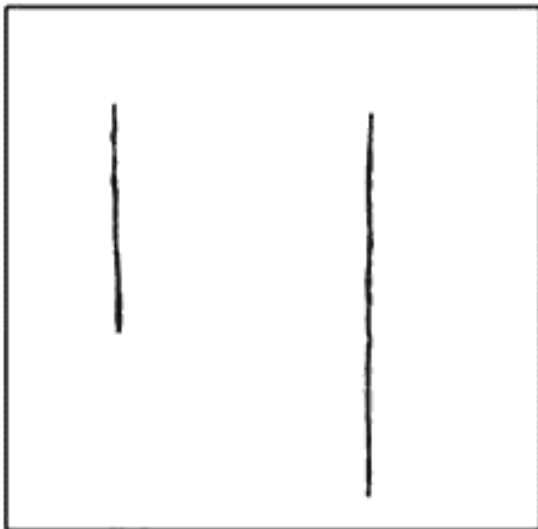
$i = 2,5$



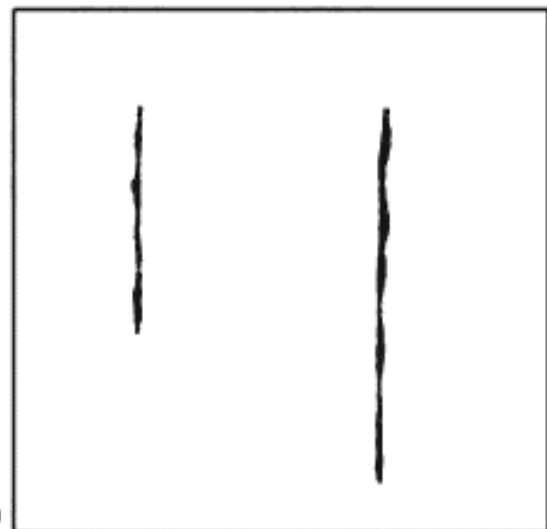
510 мкм



$i = 3$

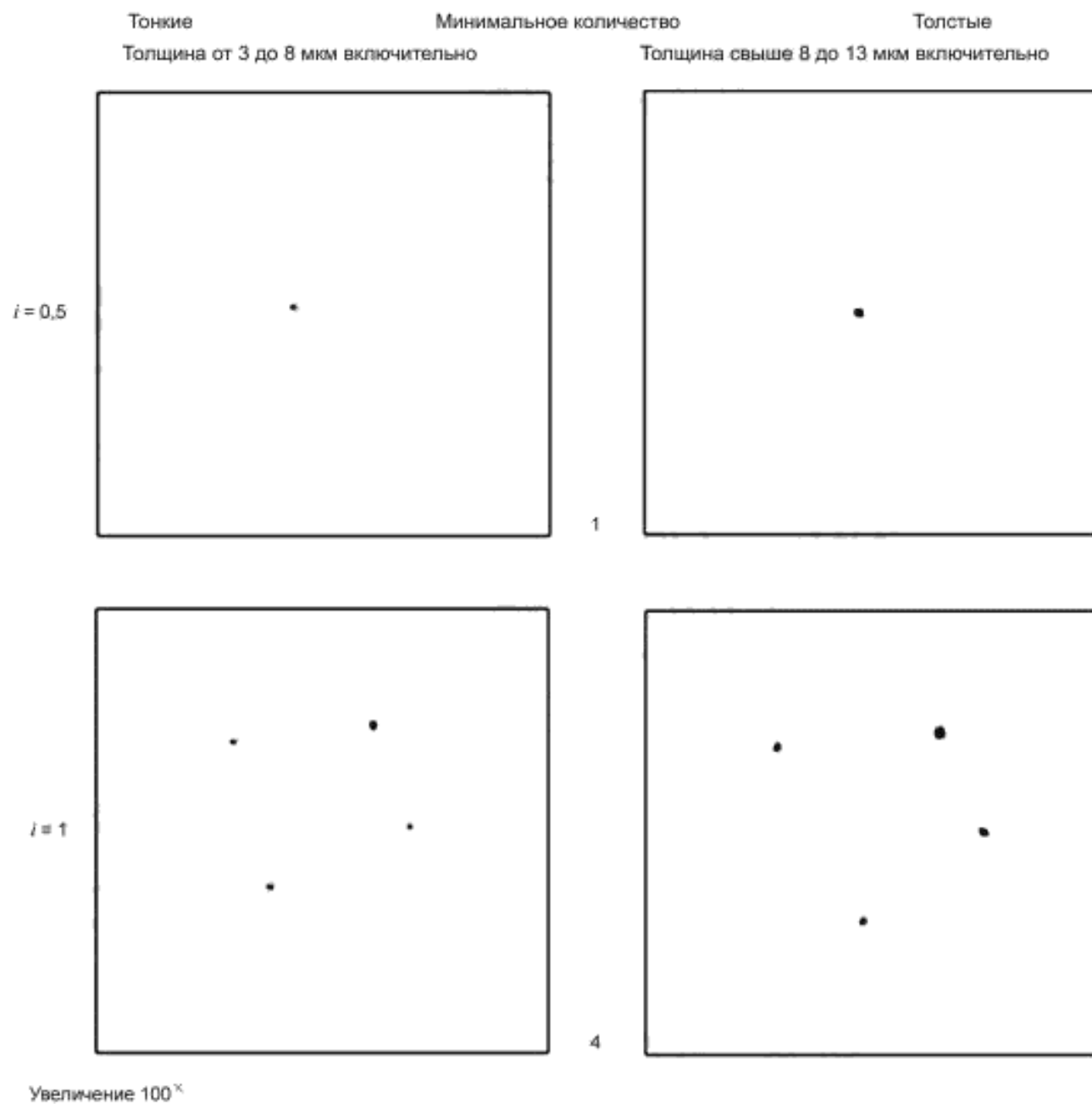


746 мкм



Увеличение $100\times$

D
(включения типа глобулярных оксидов)

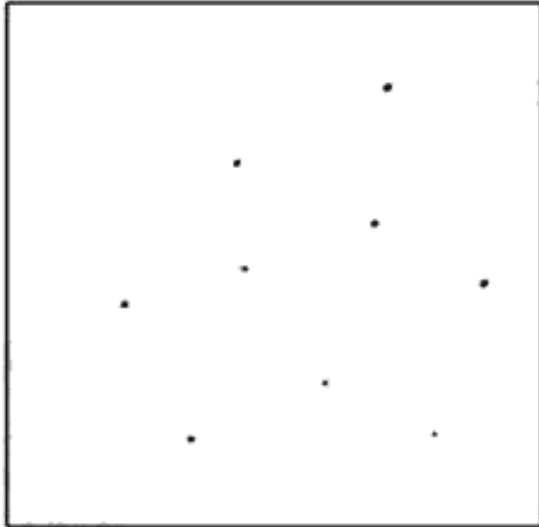


Тонкие
Толщина от 3 до 8 мкм включительно

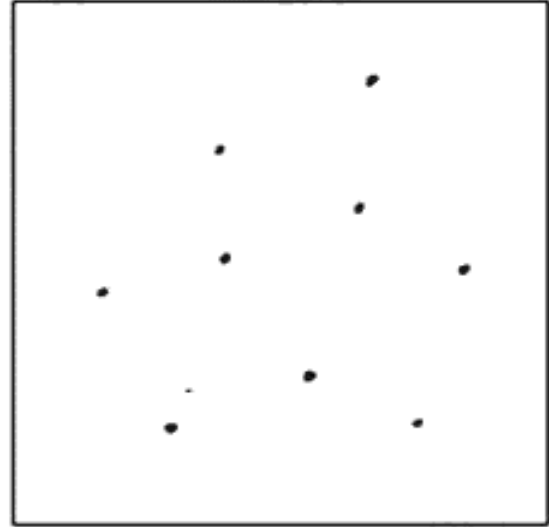
Минимальное количество

Толстые
Толщина свыше 8 до 13 мкм включительно

$i = 1,5$



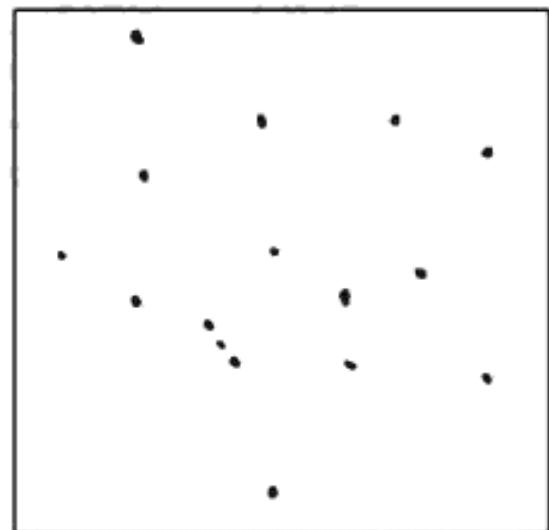
9



$i = 2$



16



Увеличение 100^x

Тонкие

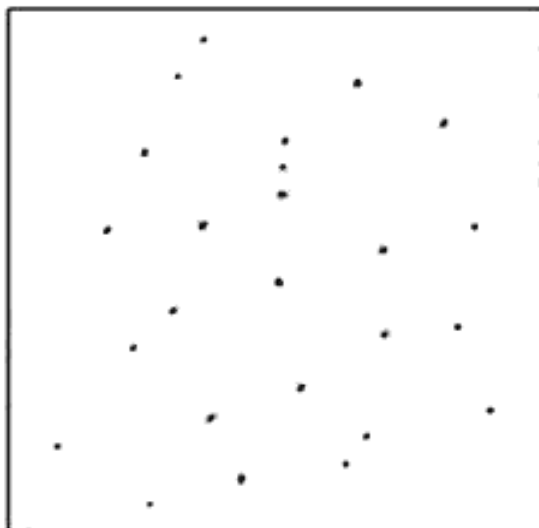
Минимальное количество

Толстые

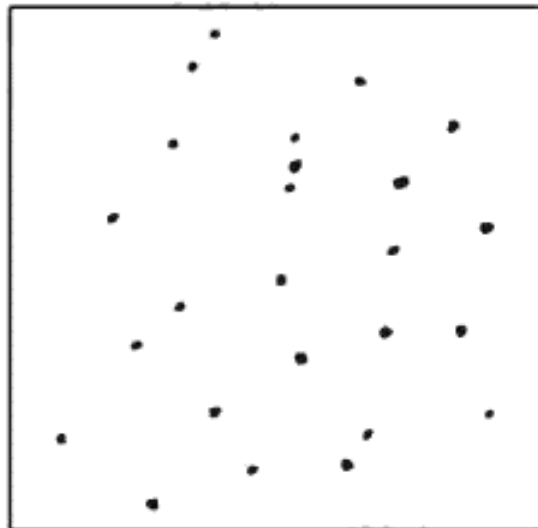
Толщина от 3 до 8 мкм включительно

Толщина свыше 8 до 13 мкм включительно

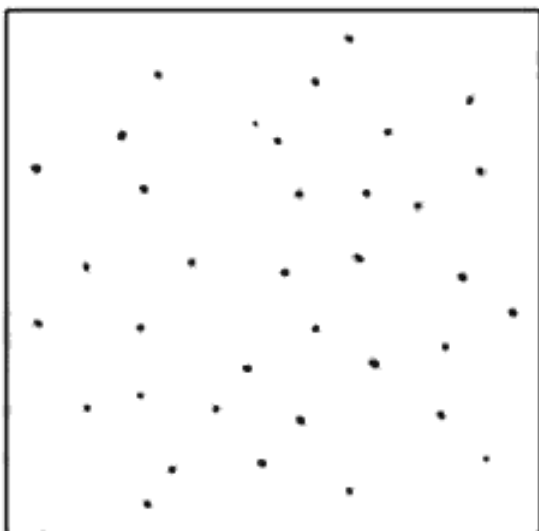
$i = 2,5$



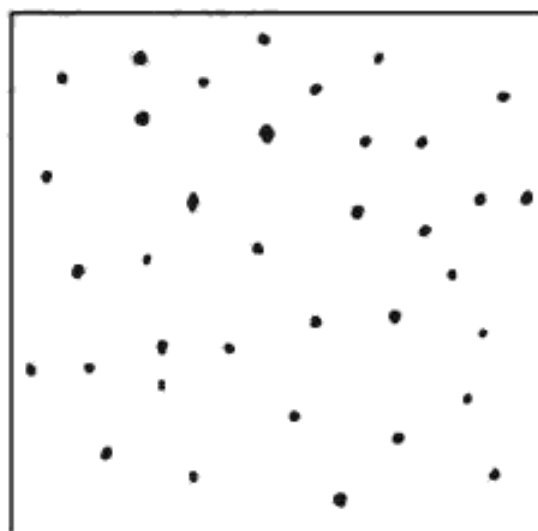
25



$i = 3$

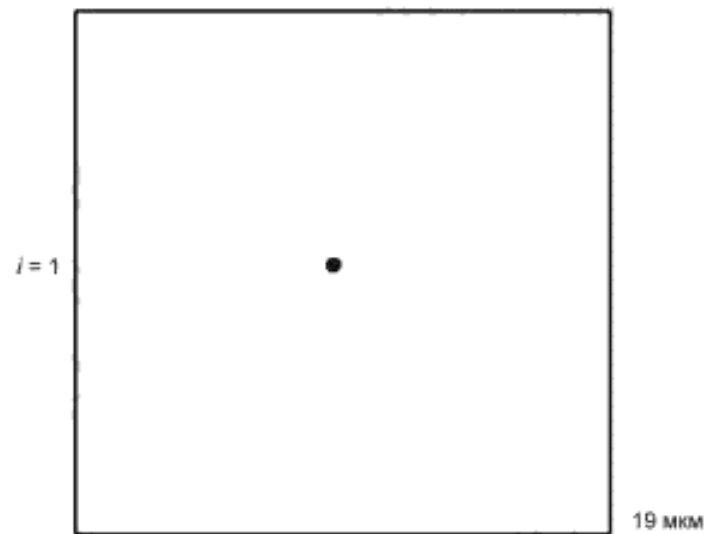
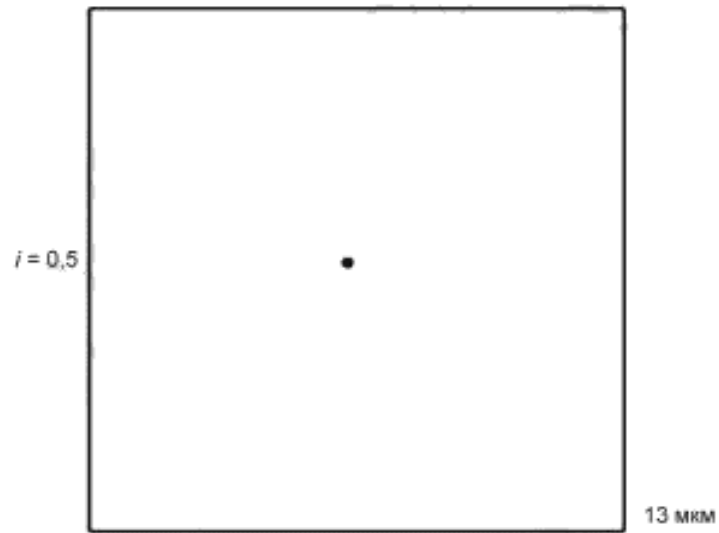


36

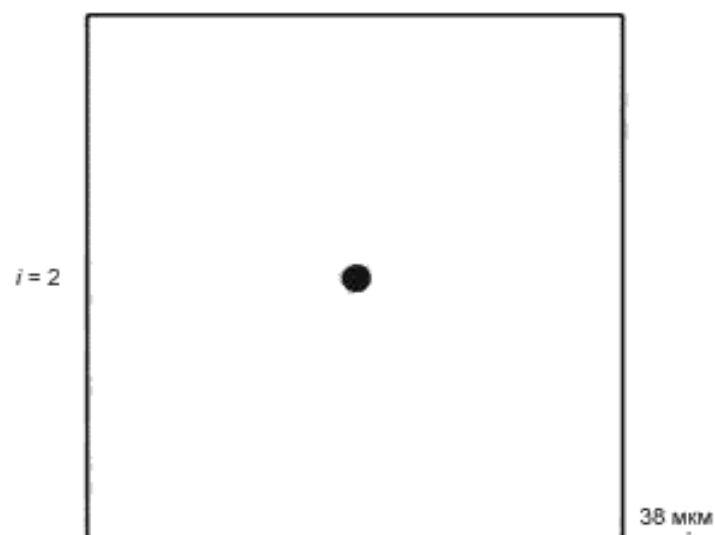
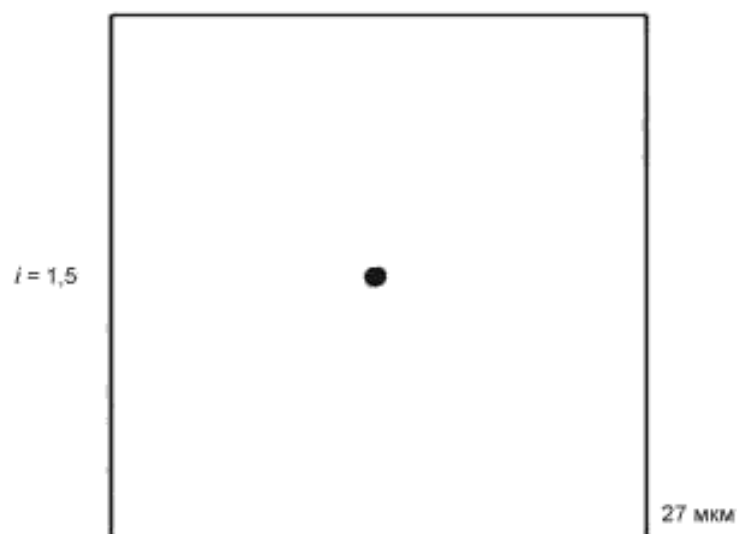


Увеличение $100\times$

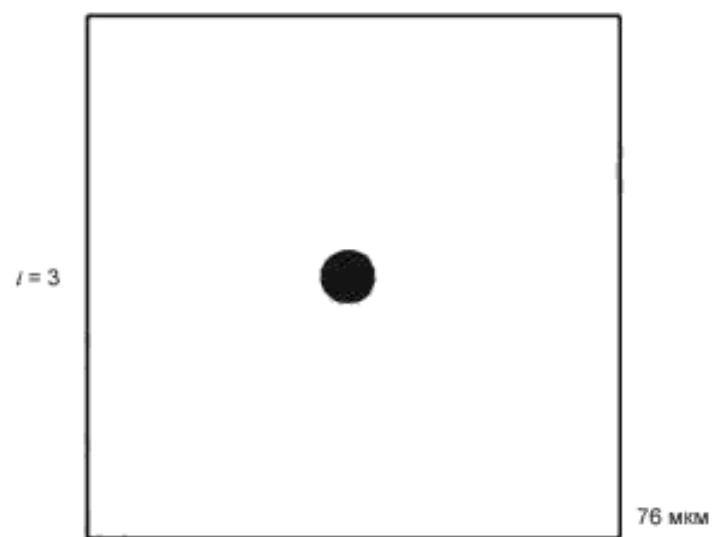
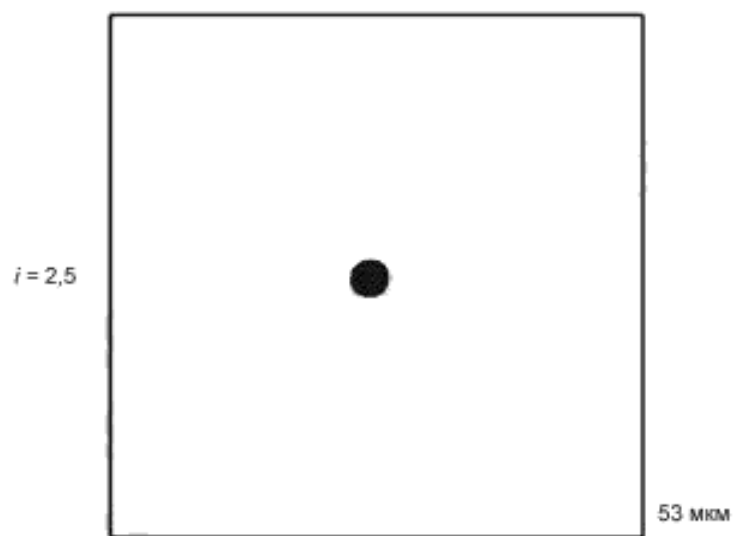
DS
(включения типа одиночных глобулярных оксидов)
Диаметр более 13 до 76 мкм
Минимальный диаметр



Увеличение $100\times$



Увеличение 100[×]



Увеличение $100\times$

Приложение В
(справочное)

Оценка поля и сверхразмерных включений или строчек

В.1 Пример оценки поля

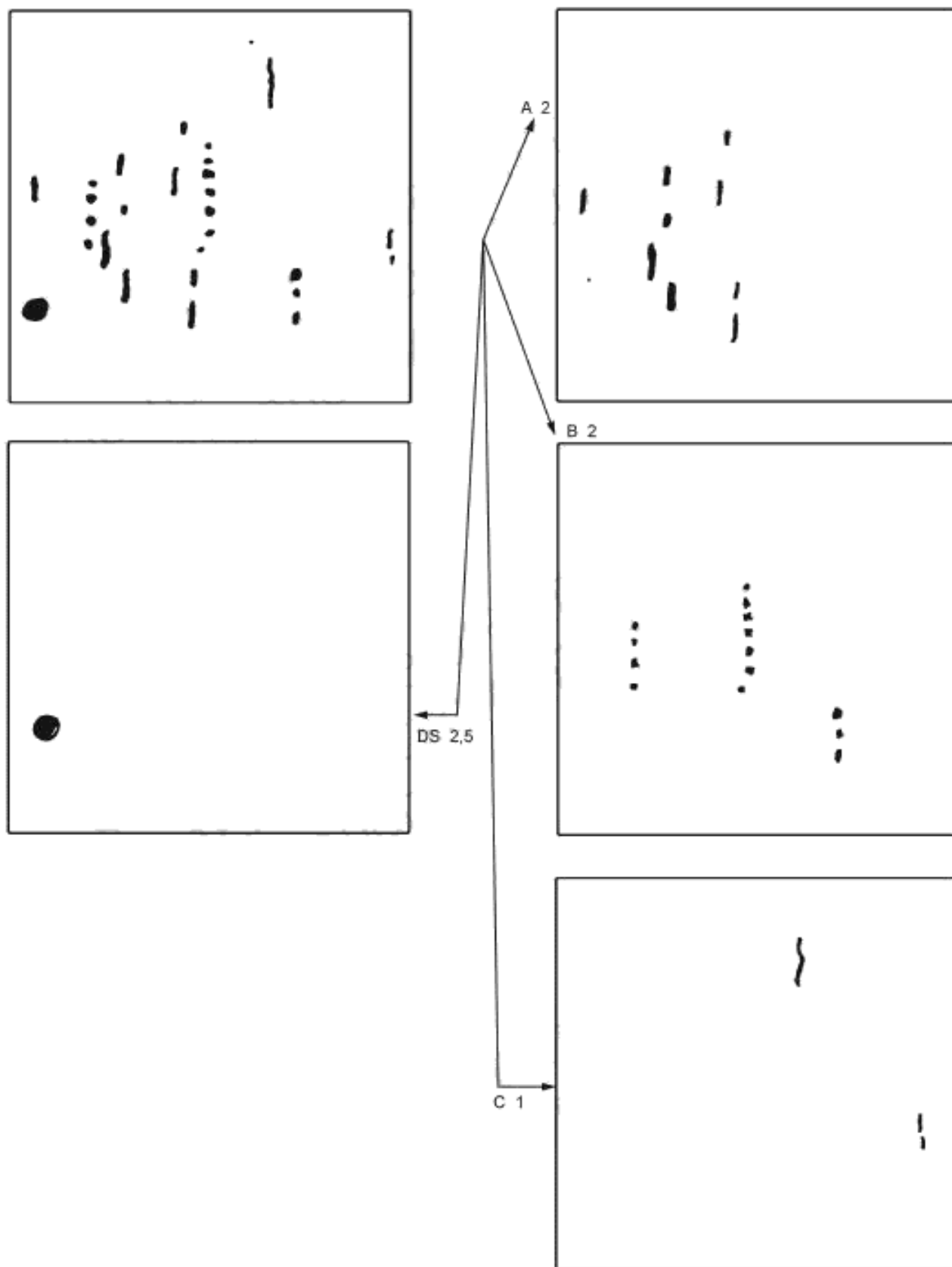


Рисунок В.1— Оценка поля

Верхний левый чертеж на рисунке В.1 показывает поле, наблюдаемое при увеличении $100\times$, на котором можно различить четыре типа неметаллических включений. В зависимости от их формы и распределения эти включения классифицируют как следующие четыре типа:

- тип А, сульфиды;
- тип В, алюминаты (разрушенные включения);
- тип С, силикаты;
- одно глобулярное включение.

Наблюдаемое поле оценивается путем его сравнения для каждого типа включений с наиболее близким эталонным изображением, не учитывая другие типы включений. Такая оценка дает следующие баллы: А 2, В 2, С 1 и DS 2,5.

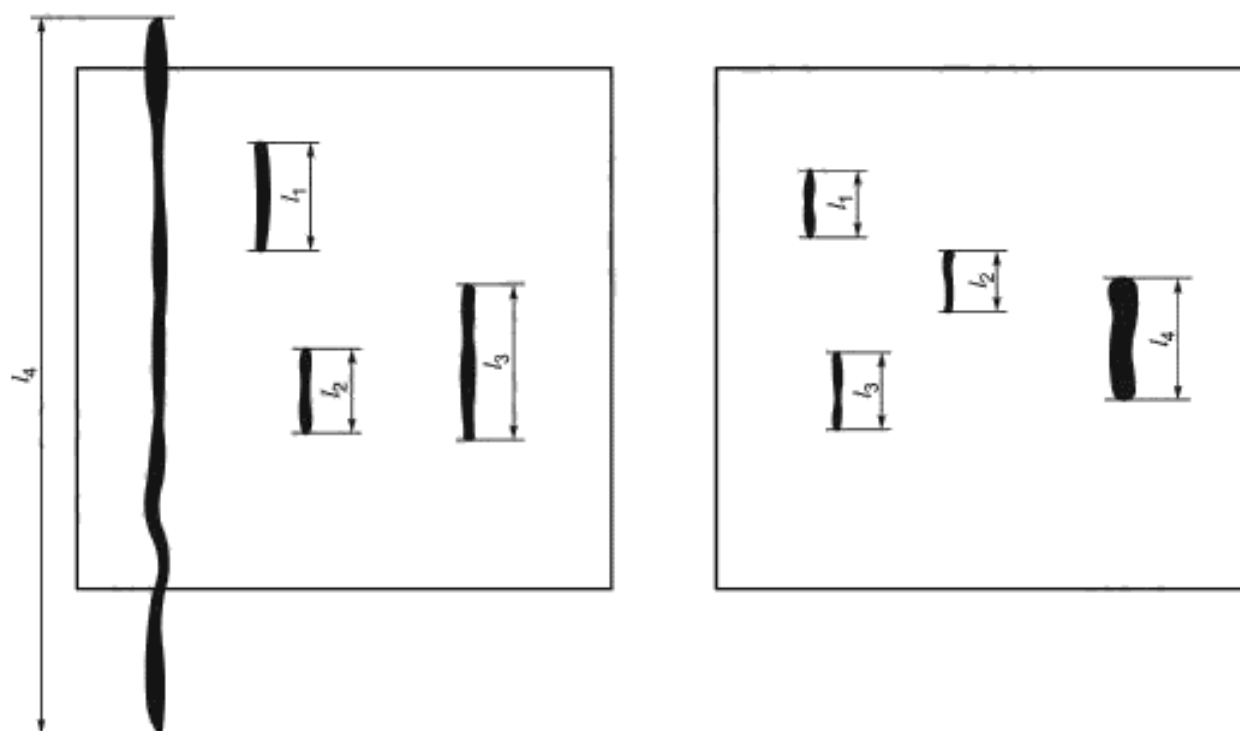
В.2 Пример оценки сверхразмерных включений или строчек

Если включение или строчка являются сверхразмерными только по длине, то при использовании метода В часть включения или строчки, находящуюся в пределах поля, а при использовании метода А — 0,71 мм прибавляют к длине всех остальных включений такого же типа и такой же толщины, присутствующих в этом поле [см. рисунок В.2а].

Если включение или строчка являются сверхразмерными по ширине или диаметру (включения типа D), то это включение следует оценивать как толстое включение для данного поля [см. рисунок В.2б].

Если количество включений типа D больше 49, то балл следует вычислять из выражения, приведенного в приложении D.

Для включений типа DS диаметром более 0,107 мм балл можно вычислить из выражения, приведенного в приложении D.



Оценка поля основана на полной длине L
 $L = 0,71 + l_1 + l_2 + l_3$ с отдельным указанием сверхразмерной длины l_4
 а — Для включений или строчек сверхразмерных только по длине

Оценка поля основана на полной длине L
 $L = l_1 + l_2 + l_3 + l_4$ с отдельным указанием сверхразмерной ширины l_4
 б — Для включений или строчек сверхразмерных по ширине или диаметру

Рисунок В.2 — Оценка поля со сверхразмерными включениями или строчками