
Katsiaryna Pashkovskaya

MASTERARBEIT

**Reinheitsgradanalyse von
niedriglegierten Stählen nach den
Normen EN 10247, DIN 50602,
ASTM E45 und ISO 4967**

Zur Erlangung des akademischen Grades
Diplomingenieurin

**Masterstudium
Advanced Materials Science**



**Technische Universität Graz
Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik**

Betreuer:

Univ.-Prof.Dipl.-Ing.Dr.techn. Christof Sommitsch

Graz, September 2014

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|-------|--|----|
| 0 | Kurzfassung..... | 4 |
| 0 | Abstract | 5 |
| 1 | Einleitung..... | 6 |
| 1.1 | voestalpine AG | 7 |
| 1.2 | voestalpine Tubulars GmbH & Co KG..... | 8 |
| 2 | Grundlagen..... | 10 |
| 2.1.1 | Allgemeine Einschlusscharakterisierung und Klassifizierung | 10 |
| 2.1.2 | Beeinträchtigung der mechanischen Eigenschaften durch NME | 12 |
| 2.2 | Methoden zur Reinheitsgradbestimmung..... | 14 |
| 2.2.1 | Auswertungsmethoden und Anwendungsgebiete der Reinheitsgradanalyse.... | 14 |
| 2.2.2 | Lichtmikroskopische Auswertung der NME | 16 |
| 2.2.3 | Rasterelektronenmikroskopie..... | 19 |
| 2.2.4 | Energiedispersives Röntgenspektrometer..... | 20 |
| 2.3 | Normen zur Reinheitsgradbestimmung | 20 |
| 2.3.1 | Normen & Grundbegriffe | 21 |
| 2.3.2 | Normgerechte Probenpräparation | 25 |
| 2.3.3 | Verfahren zur Auswertung des Reinheitsgrades | 25 |
| 2.3.4 | Vergleich der anzuwendenden Normen | 28 |
| 2.4 | Statistische Auswertungsverfahren zur Bestimmung des Reinheitsgrades.... | 32 |
| 3 | Experimenteller Teil | 39 |
| 3.1 | Werkstoffauswahl für die Untersuchung..... | 39 |
| 3.2 | Probenpräparation der Stähle zur Reinheitsgradanalyse | 40 |
| 3.3 | Automatische Bildanalysesoftware „Inclusion Inspector“ | 42 |
| 3.4 | Reinheitsgradbestimmung nach den selektierten Methoden | 42 |
| 3.5 | Gewählte statistische Auswertungsmethoden..... | 44 |
| 3.6 | Einschlusscharakterisierung mittels Rasterelektronenmikroskopie..... | 45 |
| 4 | Auswertung..... | 55 |

| | | |
|-----|---|----|
| 4.1 | Stadium 01 - Statistische Korrelationsauswertung | 56 |
| 4.2 | Stadium 02 - Splittung der Daten nach dem Kohlenstoffgehalt..... | 59 |
| 4.3 | Stadium 03 - Definition der Ausschlusskriterien | 60 |
| 4.4 | Stadium 04 – Stichprobenauswertung..... | 62 |
| 4.5 | Stadium 05 - Prüfvorschrift und Prüfplan..... | 67 |
| 5 | Zusammenfassung der Ergebnisse..... | 71 |
| 6 | Literaturverzeichnis..... | 73 |
| 7 | Abbildungsverzeichnis | 76 |
| 8 | Tabellenverzeichnis | 78 |
| 9 | Anhang | 80 |
| 9.1 | Abbildungen und Tabellen zu Stadium 01 - Statistische Korrelationsauswertung für die Stahlsorte RN18TIL..... | 80 |
| 9.2 | Abbildungen und Tabellen zu Stadiums 02 - Splittung der Daten nach dem Kohlenstoffgehalt | 85 |
| 9.3 | Abbildungen und Tabellen zu Stadiums 03 - Definition der Ausschlusskriterien | 88 |

0 Kurzfassung

In dieser Arbeit werden Reinheitsgradanalysen an selektierten, niedriglegierten Stählen entsprechend den Normen EN 10247, ISO 4967 und ASTM E45 sowie der veralteten und bereits zurückgezogenen DIN 50602 durchgeführt. Da jede Norm ein anderes, nicht miteinander vergleichbares Ergebnis liefert, soll durch die Auswertung nach allen Normen eine Basis an Daten geschaffen werden und eine Gegenüberstellung stattfinden. Nach der Auswertung (DIN 50602, EN 10247) werden die Ergebnisse einer ausführlichen statistischen Betrachtung unterzogen und Grenzwerte, sowie auswertungsrelevante Methoden definiert.

Mit Hilfe von verschiedenen Versuchen anhand einer lichtmikroskopischen Analyse werden alle wichtigen internationalen Normen im Bereich der Reinheitsgradanalyse verglichen. Zuvor sind eine entsprechende Auswahl der zu prüfenden Werkstoffe sowie der genaue Anwendungsbereich zu definieren. Die Untersuchungsmethoden und -ergebnisse sollen im Rahmen der Unsicherheitsgrenzen reproduzierbar und für niedriglegierte Stähle anwendbar sein. Aus dem Vergleich der lichtmikroskopischen Untersuchung werden dann die Grenzwerte auf Basis der EN 10247 für nichtmetallische Einschlüsse (NME) in niedrig legierten Röhrenstählen festgelegt. Diese dienen als Grundlage für künftige Vereinbarungen von technischen Lieferbedingungen zwischen den Kunden und der voestalpine Tubulars GmbH & Co KG. Eine Übersicht der Ein- und Ausgangsgrößen entsprechend der jeweiligen Normen und Methoden, die für die Beurteilung des Reinheitsgrades erforderlich sind, wird in dieser Arbeit ermittelt und angefertigt. Als weiteres Verfahren zur Analyse sei die energiedispersive Rasterelektronenmikroskopie (EDX) zu nennen, die ebenfalls zur Charakterisierung der Stähle angewendet werden wird. Diese Methode ermöglicht die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung einzelner NME.

0 Abstract

This thesis presents and discusses the results of steel purity grade analyses performed on selected low-alloyed steel types according to the standards EN 10247, ISO 4967 and ASTM E45. In addition, analyses are carried out in accordance to the discontinued standard DIN 50602. All these standards return different results which cannot be compared. Therefore, results are used as data basis to perform thorough statistical analyses and to establish thresholds as well as to develop methods facilitating the comparison of results across different standards.

After test materials had been selected and the precise area of application had been defined, optical microscopy was used to compare purity grades according to the standards. The developed results must be applicable to low-alloy steel types used in the tube production and their results must be reproducible within confidence intervals. The results of the optical microscopy were compared and used to establish thresholds for non-metallic inclusions of low-alloy steel types. These thresholds serve as basis for the agreement of technical terms of delivery between customers and voestalpine Tubulars GmbH & Co KG. As part of this work standard specific inputs and outputs as well as the methods necessary to determine the purity grade have been tabulated. An alternative to the use of optical microscopy in order to characterise non-metallic inclusions is the use of an energy dispersive scanning electron microscope which allows determining the chemical composition of single non-metallic inclusions.

1 Einleitung

Nichtmetallische Einschlüsse (NME) können ungewollte Nebenprodukte aus dem Schmelzprozess sein oder gezielt durch die Zugabe von bestimmten Legierungselementen eingebracht werden. Die Verteilung der Einschlüsse im erstarrten Stahl mit Gussgefüge ist meistens ungleichmäßig. Dadurch können anisotrope Bauteileigenschaften auftreten und in weiterer Folge zu Abweichungen der Eigenschaften führen. Die Ermittlung des Reinheitsgrades wurde somit zu einer standardisierten Versuchsmethode zur Charakterisierung der Eigenschaften von Stählen und steht für eine Versagenswahrscheinlichkeit durch Gefüge-Anomalien und zur Sicherstellung von spezifischen Werkstoffparametern für nachfolgende Prozesse und dem entsprechenden Einsatz des Materials.

Bei der Nahtlosrohrherstellung wird der Werkstoff einigen umformtechnischen Prozessschritten unterzogen, durch die die eventuell vorliegenden, lokal angereicherten Zonen mit NME im Vormaterial homogenisiert werden. Der Umformgrad, der in Abhängigkeit der zu walzenden Rohrdimension variieren kann, stellt in Kombination mit der Prozessstemperaturführung eine kritische Größe für die erforderlichen Bauteileigenschaften dar und ist gleichzeitig ein Benchmark mit hoher Priorität an die Qualitätssicherung für Prozess und Produkt.

Die Wichtigkeit der Reinheitsgradanalyse wurde bereits früh erkannt und 1959 ist im Stahl-Eisenblatt die Untersuchungsmethode erstmals entsprechend definiert worden. Aus dieser technischen Vorschrift entwickelte sich im Laufe der Zeit die Norm DIN 50602 „Mikroskopische Prüfung von Edelstählen auf nichtmetallische Einschlüsse mit Bildreihen“. Diese Norm ist mittlerweile ungültig und wurde durch die europäische Norm EN 10247 „Metallographische Prüfung des Gehaltes nichtmetallischer Einschlüsse in Stählen mit Bildreihen“ abgelöst [1]. Da beim Auswerten nach der alten DIN ein subjektiver Anteil des Prüfpersonals das Ergebnis beeinflussen konnte, wurde die Auswertungsmethode als unzureichend zur Charakterisierung für die aktuellen Einsatzgebiete von modernen, ultrahochreinen Stählen betrachtet. Um die aktuell zur Verfügung stehende Technik in Einklang mit dem Bedarfsprofil zur Sicherstellung der erforderlichen Materialparameter zu bringen, wurde die Norm weiterentwickelt und löste sich von subjektiven Betrachtungseinflüssen hin zu einer exakt mathematisch formulierten Verfahrensvorschrift, mit einer

Beschreibung aller erdenklichen Konstellationen an NME. Die resultierende Norm und aktuell gültige Version dieser, ist die EN 10247. Die normierte und klar definierte Vorgehensweise der Auswertungsvorschriften toleriert keine subjektiven Einflüsse mehr und präzisiert das Ergebnis, welches auch nachhaltig sichergestellt ist, vor allem unter dem Gesichtspunkt von wechselndem Prüfpersonal.

Durch die aufwändiger gewordene Begutachtung der zu untersuchenden Proben ist auch der Anspruch an ein qualifiziertes Prüfpersonal gestiegen. Dieses muss nun nicht nur durch visuelle Abgleiche, sondern zusätzlich auch durch exaktes Vermessen der vorliegenden Konstellationen der vorhandenen NME, über die Klassifizierung und die Zusammengehörigkeit vorliegender Einschlusskonglomerate entscheiden, und deren gegenseitige Interaktion beachten.

Trotz der Ungültigkeit der Norm DIN 50602 wird diese in Form von technischen Lieferbedingungen nach wie vor angewandt. Durch neue, nicht miteinander vergleichbaren Resultaten, soll mit dieser Arbeit ein Datenpool zur Generierung der erforderlichen Grenzwerte zur Reinheitsgradbestimmung entsprechend der Norm EN 10247 geschaffen werden. Zur Schaffung des Datenpools ist eine für alle Regelwerke normgerechte Prüfanweisung zu erarbeiten, die dann als Basis zur Auswertung für künftige Untersuchungen herangezogen wird. Ein weiterer Fokus dieser Arbeit liegt in der Aufbereitung der Analyseergebnisse um Korrelationen zwischen den „nicht vergleichbaren“ Resultaten zu finden, die zumindest eine Gültigkeit für die relevanten Legierungskonzepte, die in der Nahtlosrohrherstellung zum Einsatz kommen, aufweisen. Die statistische Aufbereitung des Datenpools dient zur Grenzwertdefinition und soll nachhaltig die eingegrenzten Wertebereiche entsprechend den erforderlichen Produkteigenschaften sicherstellen.

1.1 voestalpine AG

Die voestalpine AG ist ein stahlbasierter Technologie- und Industriegüterkonzern und weltweitführender Anbieter in der Fertigung, Verarbeitung und Weiterentwicklung von anspruchsvollen Stahlprodukten, insbesondere für technologieintensive Branchen wie Automotive, Bahn- & Luftfahrt und Energie. Die AG gliedert sich in vier Divisionen, entsprechend Abbildung 1, mit rund 48.000 Mitarbeiter, 500 Konzerngesellschaften und -Standorten, in über 50 Ländern auf allen fünf Kontinenten. Die wichtigsten Kennzahlen und die belieferten Branchen sind in Abbildung 2 dargestellt. Mit 130 Mio. EUR für Forschung & Entwicklung und 700 angestellten Forschern ist die voestalpine ein sehr forschungsintensives Industrieunternehmen.

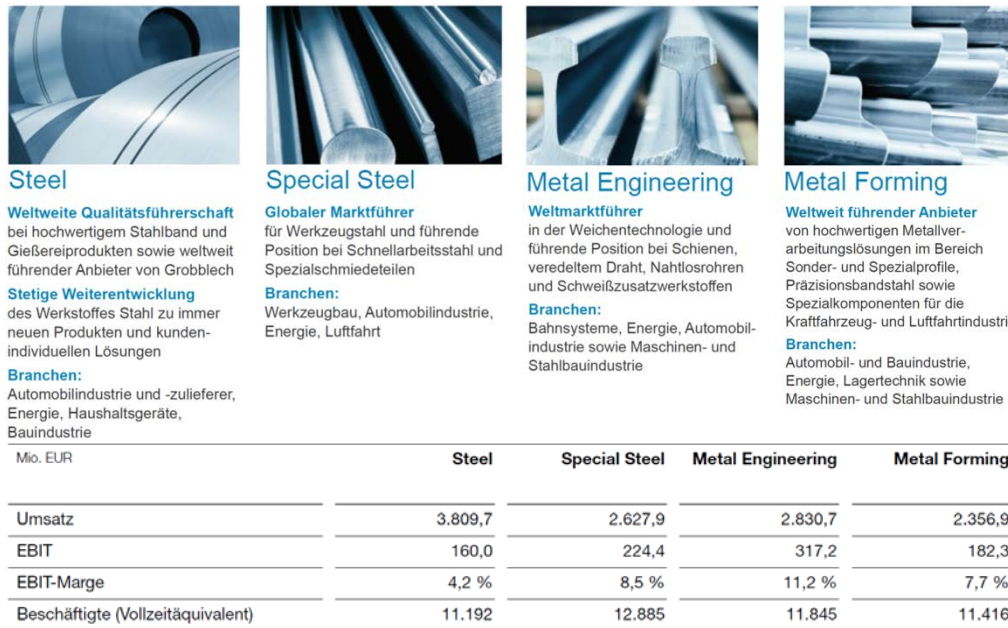


Abbildung 1: Übersicht der vier Divisionen der voestalpine AG mit den wichtigsten Kennzahlen und entsprechender Gliederung [2]

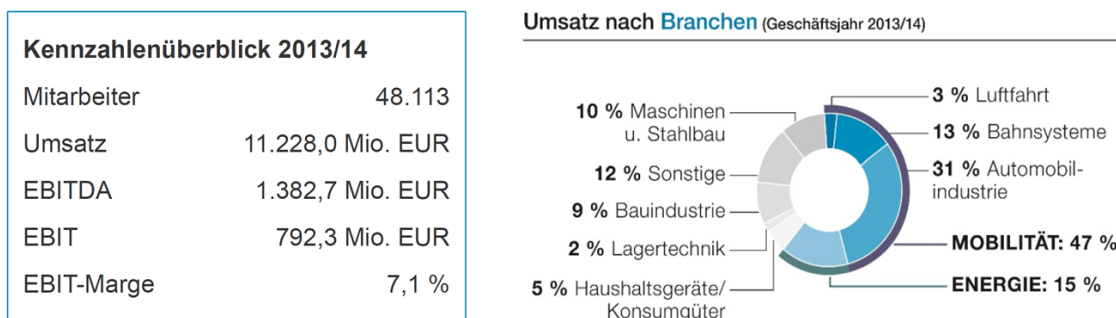


Abbildung 2: Überblick der wichtigsten Konzernkennzahlen und Umsatz nach Branchen [2]

1.2 voestalpine Tubulars GmbH & Co KG

Die voestalpine Tubulars, beheimatet in Kindberg (Österreich, STMK), ist ein Jointventure zwischen National Oil Varco (NOV) Grand Prideco und der voestalpine AG, das im voestalpine Konzern in die Division „Metal Engineering“ eingegliedert ist. Produziert werden nahtlose Stahlrohre mit einem Außendurchmesser von 25 bis 177,8 mm mit einer maximalen Jahreskapazität von 420.000 Tonnen. Das Produktspektrum umfasst viele unterschiedliche Dimensionen und Legierungen mit bis zu 6% Legierungsanteil. Die Produkte sind in zwei Hauptgruppen unterteilt - 1) Oil Country Tubular Goods (OCTG) - Rohre für die Öl- und Gasindustrie mit ca. 85% Anteil, sowie 2) Industrielle Rohre mit ca. 15% Anteil – Konstruktionsrohre bzw. Rohre für diverse mechanische Anwendungen. NOV (USA, Texas) zählt zu den weltweit größten Produzenten von Bohrequipment und verarbeitet unter

Anderem Rohre aus Kindberg, so genannte „Green Pipes“ zu hochwertigem Drillequipment. [2]

Die hohe Fertigungstiefe und Flexibilität in Kombination mit „State of the Art“ Produktionstechnik, Prüfanlagen und Qualitätsstandard und dem Portfolio an Premium Gewindeverbindungen sichern den Stellenwert der voestalpine Tubulars als wichtigen Lieferanten im Gesamtgefüge für spezielle Anwendungen von nahtlosen Rohren. Die weltweiten Produktionskapazitäten [2] für nahtlose Stahlrohre betragen 2012 ca. 32,7 Megatonnen (10⁶ Tonnen). Die größten Lieferanten sind in Tabelle 1 dargestellt [3].

Tabelle 1: Übersicht der größten Hersteller für nahtlose Stahlrohre mit Kapazitäten und den geplanten Kapazitätssteigerungen in Megatonnen (10⁶ Tonnen) [3]

| Unternehmen | Kapazität [Mt] | Geplante Kapazitätssteigerung [Mt] |
|--------------------|-----------------------|---|
| Tenaris | 4,1 | +0,6 |
| TPCO | 3,5 | +0,5 |
| V&M | 2,8 | +1,1 |
| TMK | 2,7 | +0,5 |
| US Steel | 1,4 | - |

2 Grundlagen

Unter nichtmetallischen Einschlüssen versteht man Bereiche im Stahl, mit einem nichtmetallischem Charakter, die eine andere chemische Zusammensetzung als die umgebende Matrix aufweisen und mit dieser eine scharfe Phasengrenzfläche ausbilden [4]. Die Art und das Aussehen dieser nichtmetallischen Einschlüsse resultiert aus Faktoren wie der Stahlsorte, dem Erschmelzungsverfahren und dem Umformgrad des Materials bzw. des Gießstranges (Vormaterial) ab [5].

2.1.1 Allgemeine Einschlusscharakterisierung und Klassifizierung

In diesem Kapitel werden verschiedene Klassifizierungen von NME auf die mechanischen Eigenschaften und deren Einfluss betrachtet. Eine Klassifizierung der Einschlüsse anhand unterschiedlicher Kriterien und Merkmale ist in Tabelle 2 erarbeitet und veranschaulicht.

Nichtmetallische Einschlüsse können entsprechend ihrer Entstehungsursache in zwei Gruppen gegliedert werden [6]:

- **exogene Einschlüsse**
- **endogene Einschlüsse**

Tabelle 2: Klassifizierungskriterien und Merkmale nichtmetallischer Einschlüsse [5, 6, 7, 8]

| Klassifizierungskriterien von NME | Subkriterien | Merkmal |
|-----------------------------------|------------------|---|
| Größe | makroskopisch | > 100 µm |
| | mesoskopisch | > 30 µm und < 100 µm |
| | mikroskopisch | > 1 µm und < 30 µm |
| | submikroskopisch | < 1 µm |
| Entstehungsursache und Herkunft | endogen | Direkt aus der Schmelze |
| | exogen | Einbringung aus oder über die Schlacke, Gießpulver, Feuerfestmaterial oder Ausbrüche aus dem Gießsystem |
| chemische Zusammensetzung | Sulfide | Schwefelverbindungen |
| | Oxide | Sauerstoffverbindungen |
| | Nitride | Stickstoffverbindungen |
| | Phosphide | Phosphorverbindungen |

Exogene Einschlüsse - von außen in den Stahl gelangt - sind meist feuerfeste Partikel und können entweder direkt oder indirekt aus bzw. über Schlacken, Gießpulver, Feuerfestmaterial oder Ausbrüche aus dem Gießsystem in die Schmelze eingebracht werden. [6]

Endogene Einschlüsse - im Stahl selbst entstanden – diese stammen direkt aus metallurgischen Vorgängen der Stahlerschmelzung und –erstarrung und resultieren durch die Reaktionen der Legierungselemente bei der Phasenumwandlung. Die Verbindungen mit Sauerstoff bzw. Schwefel lassen diese weder von der Schmelze in die Schlacke übergehen, noch beim Gießen an die Oberfläche aufsteigen. [6]

Nichtmetallischen Einschlüsse können anhand Ihrer chemischen Zusammensetzung in folgende Gruppen klassifiziert, aber aufgrund der signifikant erhöhten Ausprägung an oxidischen Einschlüssen, werden diese etwas genauer betrachtet und in weitere Untergruppen unterteilt werden: [9, 10]

- **exogene Einschlüsse**
 - Nitride - Stickstoffverbindungen
 - Phosphide - Phosphorverbindungen
- **endogene Einschlüsse**
 - **Oxide - Sauerstoffverbindungen**
 - Korundtyp Al_2O_3 , ...
 - Spinelltyp $\text{MgO}\times\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{FeO}\times\text{Al}_2\text{O}_3$, $\text{MnO}\times\text{Al}_2\text{O}_3$, ...
 - Silikattyp $3\text{Al}_2\text{O}_3\times 2\text{SiO}_2$ (Mullit), $\text{MnO}\times\text{SiO}_2$ (Rodonit), $2\text{FeO}\times\text{SiO}_2$ (Fayalit),
 - **Sulfide - Schwefelverbindungen**

Silikate sind oxidische Verbindungen, die Silizium enthalten und im Stahl in Form von Gläsern aus reinem oder verunreinigtem SiO_2 anzutreffen sind. Diese stellen die größte Gruppe an nichtmetallischen Einschlüssen dar, [9] und in der Realität handelt es sich dabei nicht um reine chemische Verbindungen des Typs MnO , MnS oder SiO_2 sondern meistens um Mischkristalle und Eutektika. Für normale Standarduntersuchungen wird nur eine globale Bestimmung des Anteils an Oxiden durchgeführt ohne explizite Unterteilungen in Oxidtypen. [7]. Der Anteil an Phosphiden ist bedingt durch die Legierungszusammensetzung der zu untersuchenden Stähle, zu gering, um entsprechende Verbindungen auszubilden. Nitridische Verbindungen sind in der Regel gezielt in Spezialstählen durch entsprechende Legierungselementzugabe kurz vor dem Abguss einzubringen, und erfordern spezielle Gleichgewichts-

bedingungen der Schmelze zur Ausbildung, da Nitride erschwerend eine sehr hohe Affinität zu Stickstoff aufweisen [9].

Die Norm EN 10247 definiert den Reinheitsgrad durch Einschlüsse mit einer Länge größer 3,0 μm und/oder einer Breite größer 2,0 μm . Die globularen Einschlüsse mit einem Durchmesser kleiner 3,0 μm , sind als Submikroeinschlüsse definiert und werden keiner Betrachtung untergezogen, außer der Nachweis ist explizit gefordert [1]. Submikroeinschlüsse sind immer vorhanden und unvermeidbar, haben aber in Abhängigkeit des Einsatzbereiches keinen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften und können somit vernachlässigt werden [10]. Die Sicherstellung der spezifizierten Produktmerkmale, wie die mechanischen Eigenschaften oder die Umformbarkeit des Materials, lassen sich über den vorliegenden Reinheitsgrad ableiten [11]. Eine Auswahl an normbasierenden Parametern die zur NME-Bestimmung betrachtet werden können, ist in der folgenden Aufstellung aufgelistet und grenzt zu einem späteren Zeitpunkt die entsprechenden Auswertungsmethoden der EN 10247 ab. Die Methoden werden aber an dieser Stelle noch nicht eingehend analysiert und sind im Kapitel 2.3 abgegrenzt [1, 13].

- **Quantitative Parameter** (Größe, Anzahl, ...)
- **Form & Geometrie** (rund, strichförmig, ...)
- **Verteilung** (Distanzverhältnisse, Anzahl pro Fläche, ...)
- **Chemische Zusammensetzung** (oxidisch, sulfidisch, ...)

Die gelisteten Parameter stützen sich bei näherer Betrachtung auf Kriterien, die aus der gesamten Historie des Stahles, beginnend bei der Herstellung über die Verarbeitung hin zum Produkt oder Halbzeug eingehen. Diese können auf dem Legierungskonzept, spezifischen Eigenschaften, Erschmelzungsverfahren, sekundär Metallurgie, Gießparameter, Gießstrangabmessungen, eingebrachter Umformgrad, Phasenumwandlungen, Erwärmungszyklen, usw. basieren. Die Vielzahl der durchlaufenen Stationen hinterlassen immer lokal beeinflusste Zonen, die einer natürlichen Schwankung unterliegen, auch innerhalb einzelner Chargen [13].

2.1.2 Beeinträchtigung der mechanischen Eigenschaften durch NME

Der Einfluss von NME auf das mechanische Eigenschaftsprofil kann sehr große und vor allem lokale Anomalien generieren, die zum Versagen eines Bauteils führen. Aus diesem Grund wird für Stähle die „sicherheitsrelevante Bauteile“ sind das vorliegende Einschlusskonglomerat eingehend analysiert und beschrieben. [14] Beginnend bei der Morphologie, die durch lokale Abänderung der Kornwachstumsrate, basierend auf dem Einfluss von

Einschlüssen, und den daraus abgewandelten und herabgesetzten statischen und dynamischen Belastungsresistenz von Stählen, kann zum Versagen im Einsatz führen. Spezifische Eigenschaften wie die Korrosionsbeständigkeit können enorm beeinflusst werden, da beispielsweise die Anfälligkeit zur wasserstoffinduzierten Rissbildung deutlich erhöht ist [15, 16].

Die geometrische Ausprägung eines oder mehrerer Einschlüsse in Kombination mit der Lage zur Beanspruchungsrichtung kann bis zur Kerbwirkung durch abgeänderte Fließeigenschaften und somit lokaler Spannungsüberhöhung zum Schadensfall führen. Neben den Spannungsüberhöhungen durch Lastspitzen sind auch Einflüsse wie der Eigenspannungszustand, der sich zusätzlich zur Belastung überlagern kann, nicht zu vernachlässigen. Das Anforderungsprofil der Stähle entwickelt sich in Richtung der ultra- und hochreinen Stähle, um den erforderlichen Belastungen standzuhalten und dies sicherzustellen [17].

Schadensfälle bei Stählen, die eine Härte unter 400 HV aufweisen, laufen entlang von Gleitlinien und Korngrenzen ab. Bei Härten über 400 HV tritt die Schädigung eher über den Mechanismus der lokal induzierten Spannungsüberhöhung ein. Der wichtige Zusammenhang von Reinheitsgrad und Materialermüdung darf bei der Auslegung von Bauteilen **nie** vernachlässigt werden [18]. Die Bruchzähigkeit wird als auslegungskritischer Parameter verwendet, da dieser den direkten Zusammenhang zwischen kritischer Risslänge und Bruchzähigkeit eines Werkstoffes bewertet. Die Formulierung ist in Formel 1 zur Visualisierung angeführt und im direkten Anschluss daran sind die verwendeten Variablen erläutert [17].

$$K_{IC} = \sigma \sqrt{\pi a_c} Y \quad (1)$$

K_{IC} Bruchzähigkeit;
 σSpannungsamplitude;
 a_ckritische Risslänge;
 YGeometriefaktor.

Der Einfluss durch NME, ausgehend von der chemischen Zusammensetzung und deren als kritisch zu bewertende Auswirkungen sind in Tabelle 3 zusammengefasst. Die Basis dieser Tabelle bilden selektierte, spezifische Werkstoffeigenschaften die dem resultierenden Ermüdungsrisiko in Abhängigkeit des Einschlusstyps gegenübergestellt werden.

Tabelle 3: Gegenüberstellung der spezifischen Werkstoffeigenschaften und den resultierenden Ermüdungsrisiken [6, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23]

| Spezifische Werkstoffeigenschaften | Einflussrisiko durch sulfidische Einschlüsse | Einflussrisiko durch oxidische Einschlüsse |
|---|--|---|
| Korrosionsbeständigkeit | Groß -auf die Rissentstehung und -Ausbreitung | Groß -durch Beschleunigung ablaufender Vorgänge; Mäßig -auf Lochfraßkorrosion; |
| Ermüdung | Kaum | Deutlich -für hochfeste Stähle |
| Dauerfestigkeit | Groß -durch Lastspitzen induzierte Spannungsüberhöhungen | Groß -durch Lastspitzen induzierte Spannungsüberhöhungen |
| Polierbarkeit | Kein | Mäßig -durch Härte und Sprödigkeit der NME |
| Härte | Kaum | Mäßig -durch NME Härte |
| Morphologie | Bedingt -durch lokale Kornwachstumsraten | Groß -durch lokale Kornwachstumsraten (NME -Form, -Lage und -Geometrie) |
| Fließgrenze | Kaum | Sinkt mit der Anzahl an NME |
| Eigen Spannungszustand | Groß -durch lokal variierende plastische Verformbarkeit | Groß -durch lokal variierende plastische Verformbarkeit und Wärmeausdehnung |

2.2 Methoden zur Reinheitsgradbestimmung

In diesem Teil werden die unterschiedlichen Methoden zur Bestimmung des Reinheitsgrades von niedriglegierten Stählen betrachtet und die Möglichkeiten der Einschlusscharakterisierung eingehend veranschaulicht.

2.2.1 Auswertungsmethoden und Anwendungsgebiete der Reinheitsgradanalyse

Zur Bestimmung des Reinheitsgrades gibt es mehr als zwanzig verschiedene Methoden, die die Einschlüsse, entsprechend unterschiedlicher Kriterien erfassen und analysieren können. Relevante Kriterien sind in **Kapitel 2.1.1** bereits definiert und erarbeitet. Da jede Methode spezielle Stärken und Schwächen aufweist, können nicht alle Anforderungen mit einer einzigen Auswertungsmethode erfüllt werden, daher ist es sinnvoll, mehrere Methoden

entsprechend des Bedarfs und des Prüfumfanges zu kombinieren. Die wichtigsten und am häufigsten eingesetzten Methoden sind nachstehend dargestellt [1, 13, 24]:

(1) Lichtmikroskopische Reinheitsgradbestimmung:

- **Manuelle Lichtmikroskopie:** Die vorbereitete Probenoberfläche des Stahles wird im Lichtmikroskop (LIMI) visuell untersucht, dabei werden die Proben 2-dimensional betrachtet. Die Menge, die Größen (5 – 30 µm), die Verteilung und die Morphologie der NME werden analysiert. Die chemische Zusammensetzung kann nicht bestimmt werden, eine Unterscheidung des Einschlusstyps ist nur über unterschiedliche Grauwertkontraste möglich.
- **Automatisierte Lichtmikroskopie:** Die Probenoberfläche wird automatisch am Motortisch des LIMIs abgerastert, um die NME zu detektieren und im Anschluss erfolgt über die entsprechende Software die Auswertung der erforderlichen Kriterien. Gegenüber der manuellen Messung besteht der Vorteil, dass auch die Einschlussverteilung gemessen werden kann. Auch hier kann die chemische Zusammensetzung nicht identifiziert werden und eine Unterscheidung kann nur analog zur manuellen Auswertung über die Grauwertkontraste der NME stattfinden.

(2) Reinheitsgradbestimmung mittels Rasterelektronenmikroskopie:

Das Rasterelektronenmikroskop kombiniert mit einem energiedispersivem Röntgenspektrometer (REM/EDX): Bei dieser Variante ist es möglich, sowohl die 3-dimensionale Morphologie, als auch die chemische Zusammensetzung einzelner Einschlüsse zu ermitteln. Die Probenvorbereitung ist jedoch sehr zeitaufwendig, sodass diese Methode nur zur Abklärung und Identifikation von jenen Einschlüssen, bei denen eine exakte Zuordnung des Einschlusstyps über die LIMI nicht möglich ist. [24, 25]

Weitere Methoden zur Charakterisierung von nichtmetallischen Einschlüssen sind durch folgende, nicht für diese Arbeit relevante, Methoden und Untersuchungen gegeben: Sulfur Print (Chemische Reaktion zwischen Silberschicht auf Fotopapier und Probenoberfläche), Emissionsspektrometer, Massenspektrometer, Röntgenstrahlung und Augerelektronenspektroskopie. Alle Untersuchungsmethoden weisen spezielle Vor- und Nachteile auf. Eine ausreichende Qualität der Analyse für eine prozessbegleitende Untersuchung ist durch die lichtmikroskopische Betrachtung in Kombination mit einer automatisierten

Bildanalysesoftware für die Auswertung gegeben. In speziellen Fällen, kann eine Abklärung der chemischen Zusammensetzung einzelner, nichtmetallischer Einschlüsse im REM mit EDX durchgeführt werden. [24, 25]

Die vorhandene Infrastruktur der voestalpine Tubulars ermöglicht eine Ermittlung des RHG durch die Lichtmikroskopie mit der Software "Inclusion Inspector" von Olympus. Im nächsten Abschnitt werden die beiden ausgewählten Methoden zur Bestimmung des Reinheitsgrades eingehend erläutert und deren Vor- und Nachteile aufgezeigt.

2.2.2 Lichtmikroskopische Auswertung der NME

Bei dieser Auswertung wird ein inverses Auflichtmikroskop verwendet. Hierbei wird die Probe, mit der Prüffläche, die von Interesse ist, nach unten aufgelegt. Ebenfalls wird die Probe von unten mit Licht bestrahlt und so die Probe entsprechend ausgeleuchtet, dass eine Analyse durchgeführt werden kann [26].

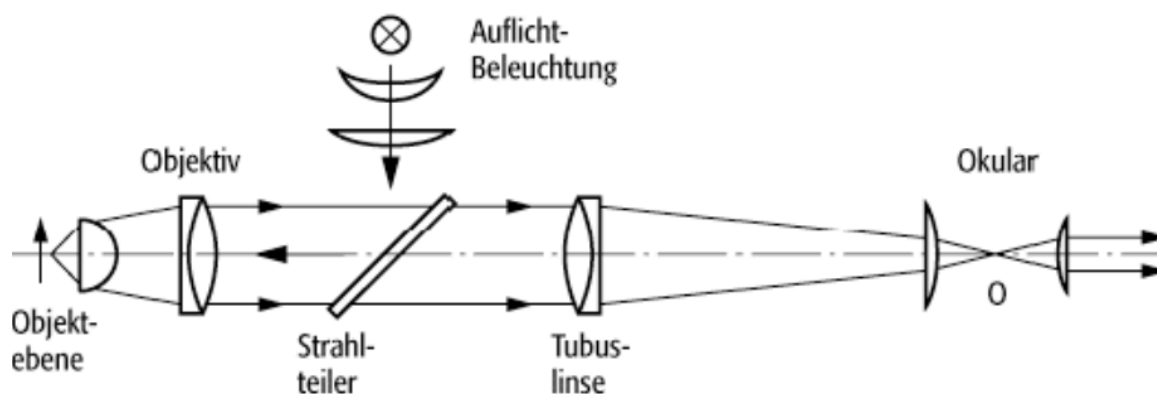


Abbildung 3: Schematische Darstellung Lichtmikroskop [26]

Die Lichtmikroskopie ist eine „zerstörende Prüfung“ zur Charakterisierung des RHGs. Die Probenentnahme erfolgt immer entlang der Hauptverformungsrichtung und wird an gehärteten Proben durchgeführt. Das Härten der Probe steigert die Präparationsqualität der Oberfläche deutlich und dies spiegelt sich in der Qualität des Ergebnisses wieder. Nach der Präparation der Probe durch einbetten, schleifen, polieren und einer Endreinigung der Probenfläche erfolgt die Analyse im Lichtmikroskop. Diese Methode ist eine qualitative und quantitative Verfahren (Größe, Form, Farbe (Graustufe) und Verteilung der NME) zur Bestimmung des Reinheitsgrades. [1] Die wichtigsten Normen für die Reinheitsgradbestimmung sind die ASTM E45, ISO 4967, EN 10247 und DIN 50602. Jede Norm basiert auf unterschiedlichen Bildreihen, welche die Einschlüsse in unterschiedliche Klassen und Typen, unterteilt. Die Auswertung erfolgt über den Vergleich der detektierten Einschlüsse mit der

dazugehörigen Bildreihentafel. Die automatisierte Bildanalyse detektiert die Einschlüsse, klassifiziert diese und erzeugt nach einer standardisierten Vorlage einen Bericht mit den Ergebnissen.

Das Prüfpersonal muss die detektierten Einschlüsse anhand der Einschlusspartikellandkarte (Grauwert) überprüfen und die Zuordnung verifizieren [27]. Die Auswertungssoftware, beziehungsweise das Bildanalyzesystem unterstützt in der Herstellerkonfiguration folgenden Normen [27]:

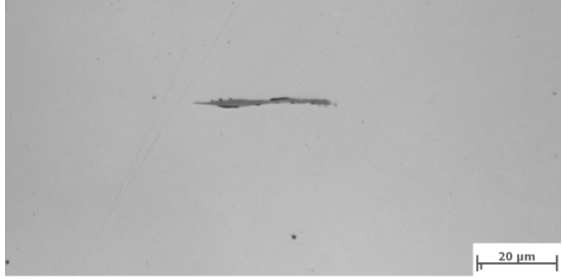
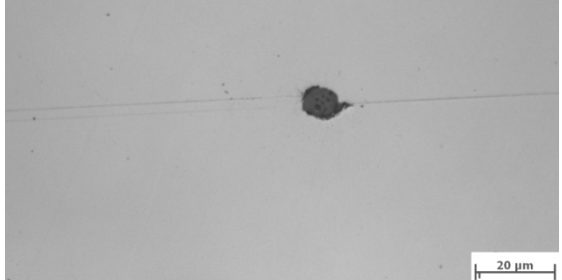
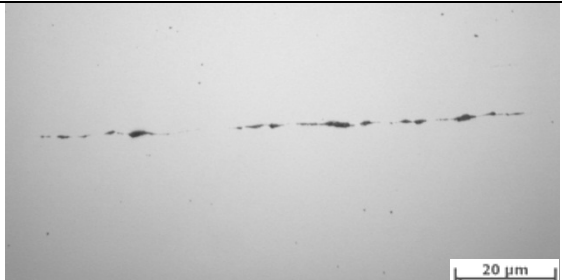


- **ISO 4967 (International gültig)**
- **ASTM E45 (USA)**
- **EN 10247 (EU)**
- **DIN 50602 (Deutschland)**
- **JIS G 0555 (Japan)**

Der Vorteil der Bildanalyzesoftware ist die Erstellung einer "Grauwertlandkarte" der detektierten Einschlüsse unter Berücksichtigung der exakten Position, jedoch ohne Zuordnung nach Art und Klasse des NMEs. Auf Basis dieser Grauwertlandkarte der Partikel besteht jederzeit die Möglichkeit eine erneute Auswertung nach einem anderen Regelwerk durchzuführen. Zu Beginn der Messung wird durch den User die zu ermittelnde Methode und Norm ausgewählt. Die normgerechte Zuordnung des Einschlusstyps wird über den Grauwert in Form einer Schwellwertsetzung definiert. Die Vorgehensweise der Reinheitsgradbestimmung erfolgt über die Probenentnahme, Präparation, Durchführung der Analyse, Verifizierung der Ergebnisse und die Berichterstellung. Der Vorgang wird eingehend im Kapitel 3.3 beschrieben und im Anhang 9.1 befindet sich ein schematischer Ablauf dieser Auswertung mit der die automatisierte Bildanalyzesoftware versinnbildlicht wird. In der angestellten Tabelle 4 wird eine Übersicht der möglicherweise anzufindenden Einschlusstypen in Kombination mit deren Erscheinungsbild gegeben. Es werden der Typ, die Form, die Farbe des Einschlusses und die dazugehörige exemplarische LIM-Darstellung angeführt. [1, 5, 6, 13]

Titancarbonitride sowie andere Ti-Verbindungen werden nicht in der Reinheitsgradbestimmung mittels Lichtmikroskop bewertet, weil diese Einschlüsse zu klein sind. Die Lichtmikroskopie ist die verbreitetste Methode zur Bestimmung der NME, aufgrund ihrer Einfachheit, der kurzen Analysedauer und der geringen Kosten. Die automatisierte Bildanalyse ist mit hohen Anschaffungskosten verbunden und somit für Kleinbetriebe kaum finanzierbar. Dies ist auch der Grund, weshalb die Norm EN 10247 kaum Anklang für

entsprechende Materialspezifikationen findet und weiterhin die bereits zurückgezogene DIN 50602 im Einsatz ist. [1]

Tabelle 4: Übersicht der Einschlusstypen [5, 6]

| Einschlusstyp | Darstellung (Längsschliff) |
|--|--|
| Typ: Sulfid Form: Strichform Farbe: Hellgrau |  |
| Typ: Oxid Form: Globulare Form Farbe: Dunkel grau |  |
| Typ: Oxid Form: Aufgelöste Form Farbe: dunkel grau |  |
| Typ: Silikat Form: Strichform Farbe: schwarz |  |
| Typ: Titancarbonitrid Form: Dreieckig bis Polyeder Farbe: Gelb-orange |  |

2.2.3 Rasterelektronenmikroskopie

Das Rasterelektronenmikroskop (REM) bietet ein höheres Auflösungsvermögen als das Lichtmikroskop. Durch die verwendeten Detektoren ist eine qualitative und quantitative Analyse möglich. Der schematische Aufbau eines REM ist in Abbildung 4 zu sehen. Anzu-merken ist, dass die Elektronen aus der beheizten Wolframkathode emittiert werden und sich von der Kathode zur Anode bewegen und gebündelt beschleunigt werden. Die magnetischen Linsen dienen zur Beleuchtung und Fokussierung der Probe und bestimmen den Konvergenzwinkel, damit der Elektronenstrahl auch fein und punktuell über die leitende Probe geführt werden kann. Die oberhalb der Probe entstehenden Signale werden detektiert, verstärkt und dargestellt. Eine zusätzliche Darstellungsmöglichkeit im REM ist über die Rückstreuielektronen (BSE) gegeben, die durch die Sekundärelektronen (SE) einen Topographiekontrast erzeugen, der im weitesten Sinne dem Dunkelfeld im LIMI entspricht. Der Prozess erfolgt im Vakuum um Wechselwirkungen mit der Umgebung oder Streuung des Elektronenstrahls zu vermeiden. [24, 25, 28, 29]

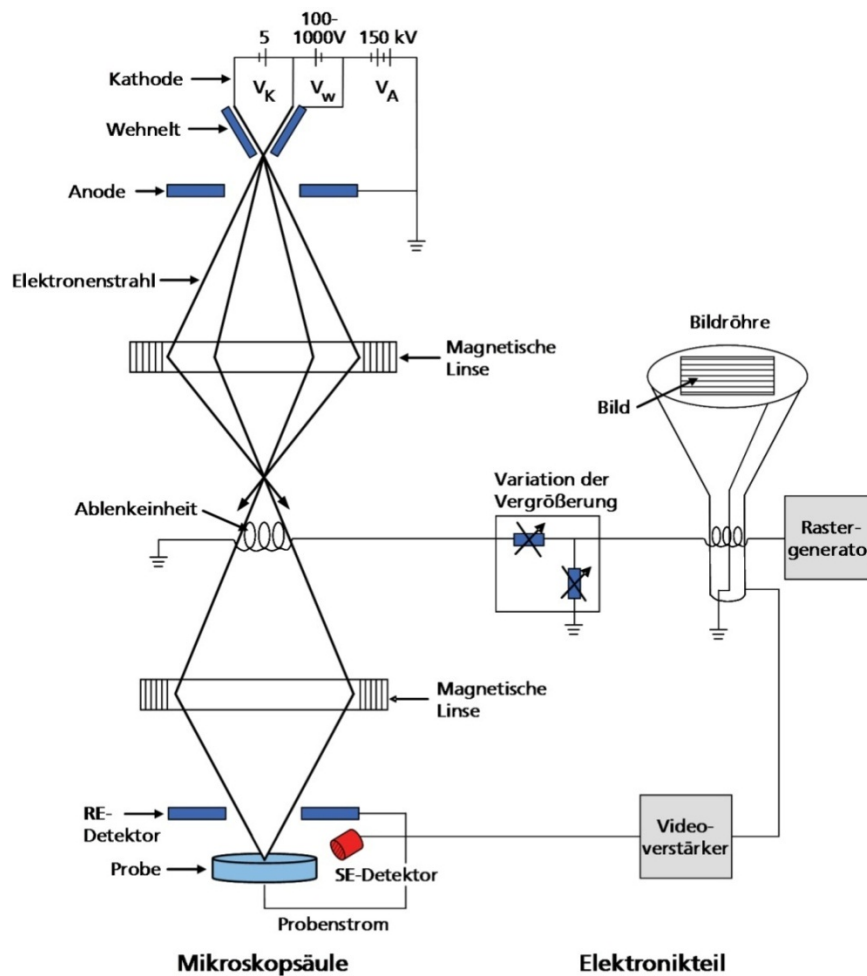


Abbildung 4: Schematische Darstellung Rasterelektronenmikroskop [6]

2.2.4 Energiedispersives Röntgenspektrometer

Bei Detektoren für Röntgenstrahlung unterscheidet man grundsätzlich zwischen zwei Varianten: 1.) dem energiedispersiven und 2.) dem wellenlängendispersiven Spektrometer. Zur Bestimmung der chemischen Zusammensetzungen eines NMEs, wird das energiedispersive Röntgenspektrometer (EDX) eingesetzt. In Abbildung 5 ist der schematische Aufbau eines EDX Detektors dargestellt. Einfallende Röntgenquanten erzeugen in einem Si-Einkristall Ladungsträgerpaare, die verstärkt, und entsprechend ihrer Ladung am Vielkanalanalysator gespeichert werden. Der Detektor und der Vorverstärker werden zur Rauschunterdrückung der Signale gekühlt. Die Verteilung der chemischen Elemente an der Oberfläche der Probe kann mittels EDX charakterisiert werden.

Die Detektion kann über ein Elementverteilungsbild (EDX Mapping), Elementhistogramme, sowie einen Zeilenscan ausgegeben und betrachtet werden [25, 28].

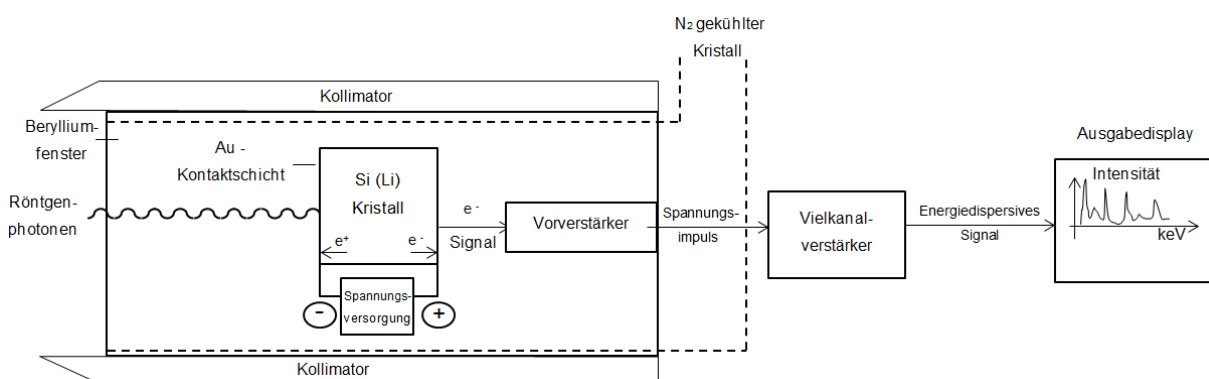


Abbildung 5: Schematischer Aufbau eines energiedispersiven Röntgenspektrometers [29]

2.3 Normen zur Reinheitsgradbestimmung

In diesem Kapitel werden alle Normen zur Bestimmung des Reinheitsgrades beschrieben, die für die vorliegende Arbeit relevant sind. Dabei wird die Probenvorbereitung, die unterschiedlichen Methoden, sowie die Ergebnisdarstellung näher beschrieben um die Normen miteinander vergleichen zu können. Ein Überblick dieser Normen zur Reinheitsgradbestimmung ist in Tabelle 5 gegeben. Dabei wird die Gültigkeit sowie der jeweils zulässige Anwendungsbereich in Augenschein genommen.

Tabelle 5: Anwendungsbereich der Normen zur Ermittlung des Reinheitsgrades
[1, 13, 30, 31]

| Norm | Gültigkeit | Anwendungsbereich |
|---------------|--|---|
| EN 10247 | DE seit 2007 Überarbeitung voraussichtlich ab 2015 verfügbar | Ersatz für DIN 50602 Vergütungsstahl, Einsatzstahl, Walzdraht und Stäbe |
| DIN 50602 | DE 1985 bis 2007 Zurückgezogen | Ersetzt durch die EN 10247 |
| ISO 4967 [30] | SE seit 1979 Version 1998 | Niedriglegierte Stähle |
| ASTM E45 [30] | USA seit 1942 Version 2013 | Niedriglegierte Stähle, Luftfahrt und OCTG |

Die europäische Norm EN 10247 wurde erst im Juli 2007 eingeführt und ersetzt die zurückgezogene DIN 50602. Die Normen stellen neben dem Bildreihenvergleich eine statistische Beschreibung der NME-Verteilung über die analysierte Probestfläche dar. Diese kann aber nur durch die vollautomatische Bildanalyse ermittelt werden. Die Ergebnisse der DIN 50602 unter Verwendung der automatisierten Bildanalyse zeigen breite Streuungen, weil die Definition der Abstandbeziehungen und der NME-Geometrie nicht eindeutig formuliert ist. Es ist daher ein aktuelles Thema, die DIN 50602 zu präzisieren und zu vereinheitlichen, wobei aber keine Rückführung als gültiges Regelwerk angestrebt wird [32].

2.3.1 Normen & Grundbegriffe

In diesem Kapitel werden die Definition der unterschiedlichen Einschlusstypen in Abhängigkeit der jeweiligen Norm sowie der Aufbau der Bildreihentafel beschrieben. Allgemein kann die Reinheitsgraduntersuchung folgendermaßen durchgeführt werden: Die Probe wird nach der Präparation zuerst abgerastert, im Gesichtsfeld werden die detektierten Einschlüsse mit den Bildreihen verglichen und die jeweiligen Einschlüsse den geeigneten Spalten und Zeilen zugeordnet. [1] Die Bildreihe ist mit einer Tabelle vergleichbar, weil die Spalten nach Einschlusstypen, und die Reihen der Größenklassifizierung der Einschlüsse entsprechen.

Ein Beispiel für eine Bildreihentafel zur manuellen Auswertung nach DIN 50602 ist in Abbildung 6 zu sehen. Für spezielle Auswertungsmethoden, bei der den NMEs keine Werte,

sondern nur eine Kategorie zugeordnet werden, sind die Daten auch dieser Bildreihentafel zu entnehmen.

Die in Abbildung 6 dargestellte Bildreihentafel, nach DIN 50602, ist in folgende Einschlusstypen unterteilt [13]:

- **SS: Sulfidische Einschlüsse, strichförmig (Mangansulfidtyp)**
- **OA: Oxidische Einschlüsse, aufgelöste Form (Aluminium Oxide)**
- **OS: Oxidische Einschlüsse, strichförmig (Silikattyp)**
- **OG: Oxidische Einschlüsse, globulare Form**

In den Spalten der Bildreihentafel werden die Einschlusstypen gezeigt, die Größe steigt den Zeilen entsprechend quadratisch an. Die Gesichtsfelder sind rund und repräsentieren die einzelnen Bildausschnitte des Mikroskops [13].

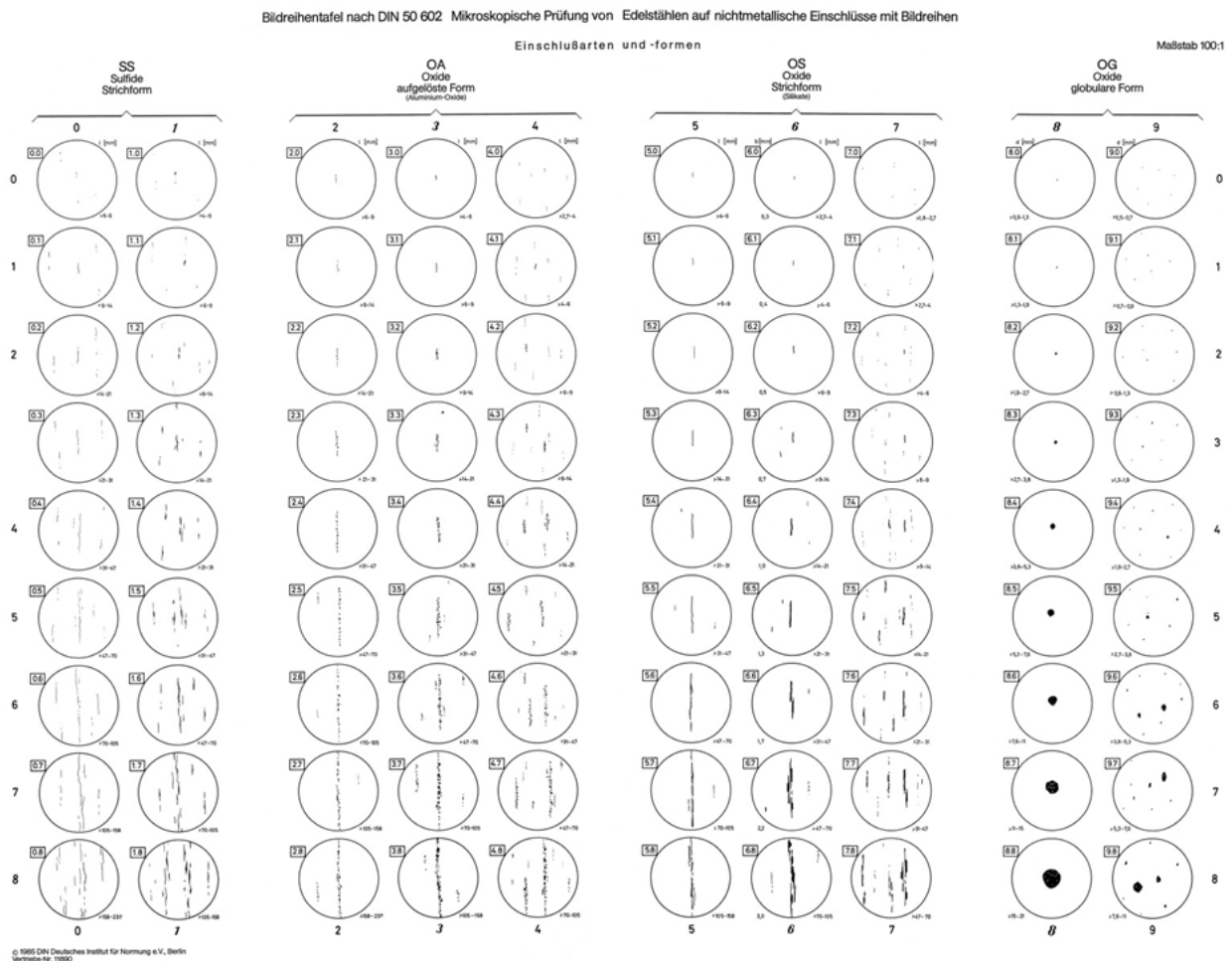


Abbildung 6 : Bildreihentafel zur Prüfung von NME nach DIN 50602 [13]

Der angestellten Auflistung der Einschlusstypen nach ASTM E45 ist zu entnehmen, dass einzelne, regellose, oxidische Einschlüsse in globularer Form nicht relevant sind. Die

ISO 4967 verwendet die gleichen Einschlusstypen analog ASTM E45, wobei hier die Anzahl der einzelnen globularen Einschlüsse in einer eigenen Gruppe DS eingegliedert berücksichtigt werden. [30,31]

Die Unterteilung der Einschlüsse nach ASTM E45 ist folgend getroffen [30]:

- **Gruppe A: langgestreckte Sulfide**
- **Gruppe B: Aluminate in aufgelöster Form**
- **Gruppe C: oxidische Einschlüsse in längsgestreckter Form**
- **Gruppe D: Häufigkeit der globularen Oxide (Gesichtsfeld)**

Die EN 10247 bezieht sich in erster Linie auf die Geometrie und Abstandsverhältnisse der NME. Abbildung 7 zeigt eine schematische Darstellung der Einschlusstypen nach EN 10247, die Unterteilung der NME-Typen ist mit griechischen Buchstaben getroffen worden [1]. Die mathematische Beschreibung der Einschlüsse sowie die Definition der Abstandsbeziehungen erfolgt im direkten Anschluss in der Tabelle 6. Die verwendeten Abkürzungen sind wie folgt definiert → W...Einschlussbreite, L...Einschlusslänge, e...Vertikaldistanz- und t...Horizontaldistanz zwischen zwei Einschlüssen, sowie die Indizes 1,2,... beschreiben jeweils einen einzelnen Einschluss. Nach der chemischen Zusammensetzung sind die Einschlusstypen in folgende Gruppen zusammengefasst [1]:

- **EB – Aluminiumoxide**
- **EC – Silicate**
- **ED – globulare Oxide**
- **EAD – heterogene Einschlüsse, teilweise eingehüllt**

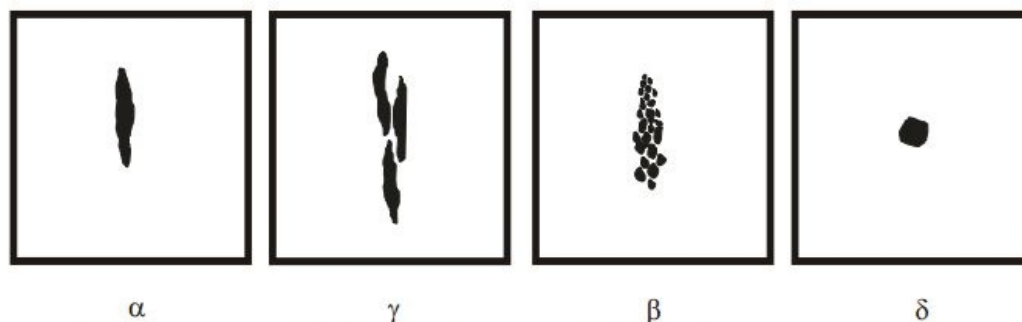
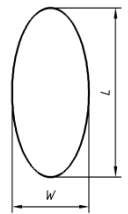
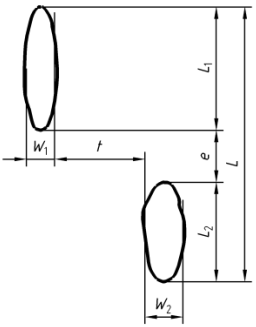
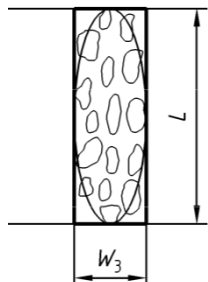
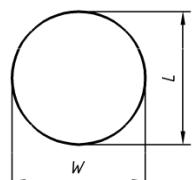


Abbildung 7: Schematische Darstellung der NME-Typen nach EN 10247 [1]

Tabelle 6: Einschlusstypen und ihre mathematischen Beziehungen gemäß EN 10247 [1]

| Typ | Geometrische Beschreibung | Mathematisches Beziehung |
|----------|---|--|
| α | Gestreckte regellose einzelne Einschlüsse |  $L \neq W$ |
| γ | Runde zeilenförmige Einschlüsse |  $e \leq 40 \mu\text{m}$ $t \leq 10 \mu\text{m}$ |
| β | Gestreckte zeilenförmige Einschlüsse |  <p>Die ermittelte Fläche wird mit einem entsprechenden Korrektorkoeffizienten in der Analyse berücksichtigt.</p> |
| δ | Runde regellose einzelne Einschlüsse |  $1,00 \leq l/w < 1,30$ |

Die Klassifikation der NME gemäß der chemischen Zusammensetzung wie in Tabelle 6 veranschaulicht, erlauben den Vergleich mit einer anderen Norm. Die EN 10247 nimmt die Fläche der NME als relative Größe an, wobei diese Änderung durch eine Stufenversetzung beschrieben ist, und nicht Zeilenförmig wie bei den anderen Normen. Das bedeutet, dass jede Zeile in der Bildreihentafel die Einschlüsse derselben Fläche visualisiert, nur bei der EN 10247 ist diese Flächenzuordnung nicht an eine Zeile gebunden und ändert sich über eine Stufenversetzung. Die Auswertung dieser Norm basiert auf der Ermittlung unter Verwendung einer automatischen Bildanalyse, kann aber auch manuell durchgeführt werden. [1]

2.3.2 Normgerechte Probenpräparation

Jede Norm beinhaltet genaue Richtlinien zur Probenentnahme, die fast identisch sind, und diese erfolgt immer parallel zu Hauptumformrichtung. Die Probenentnahme für Bauteile mit komplexer Geometrie wird ebenso exakt beschrieben und definiert. [1, 13]

Normgerecht sind die Anzahl der Proben als auch ihre Lage beziehungsweise Entnahme bestimmt, damit die Prüfung an der geeigneten Oberfläche durchgeführt wird. Anschließend erfolgt die metallographische Präparation mittels Einbetten, Schleifen und Polieren. Beim Polieren ist zu beachten, dass das Herausreißen von Einschlüssen oder Fremdschichten vermieden wird. Die Oberfläche muss sauber sein um eine Ergebnisverfälschung ausschließen zu können. Die unterschiedlichen Anforderungen an die Probenpräparation, gemäß den unterschiedlichen Normen, sind der Tabelle 7 zu entnehmen.

Die EN 10247 schreibt im Gegensatz zu den anderen Normen einen Umformgrad von mindestens 5 vor, damit das Material die entsprechende Verteilung der NME aufweist. Hintergrund dazu ist, dass diese Norm auch eine Auswertungsmethode zur Bestimmung der NME-Verteilung beinhaltet [1].

Tabelle 7: Probenpräparation zur Reinheitsgradbestimmung [1,13, 30, 31]

| Norm | Prüffläche [mm ²] Länge x Breite [mm] | Minimale Probenanzahl [-] | Probenentnahme |
|-----------|--|------------------------------|--------------------------------|
| EN 10247 | 200 20 x 10 | 6 Stück | Abhängig von Materialstärke |
| DIN 50602 | 100 kA | 6 Stück | Abhängig von Materialstärke |
| ISO 4967 | 200 20 x 10 | 6 Stück | Abhängig von Materialstärke |
| ASTM E45 | 160 kA | 6 Stück | Abhängig von Materialstärke |

2.3.3 Verfahren zur Auswertung des Reinheitsgrades

Alle Normen bieten verschiedene Methoden zur Charakterisierung des Reinheitsgrades an. Die Definition der verwendeten Begriffe zur Auswertung des Reinheitsgrades sind der Tabelle 8 zu entnehmen. Eine Übersicht der Normen und die zugeordneten Methoden sind in Tabelle 9 zu sehen.

Tabelle 8: Definition der verwendeten Begriffe zur Auswertung des Reinheitsgrades

| Begriff | Definition |
|--------------------------|---|
| Gesichtsfeld | Das Gesichtsfeld ist der aktuelle Bereich der Probenoberfläche, den man durch das Okular betrachten kann. |
| Prüffläche oder Messfeld | Die Prüffläche bzw. das Messfeld beschreibt die Summe aller möglichen Gesichtsfelder der Probe. |

Tabelle 9: Methoden zur Reinheitsgradbestimmung [1, 18, 22, 23, 24]

| Norm & Methode | Beschreibung |
|------------------------|---|
| EN 10247 Methode K | Methode K – Ermittlung des mittleren Einschlussgehaltes K_n – Anzahl, K_L – Länge, K_a – Fläche, K_d – Durchmesser; a. Für gestreckte Einschlüsse gilt: K_n ; $K_L + K_n$; $K_a + K_n$; b. Für globulare Einschlüsse gilt: K_n ; $K_d + K_n$; $K_a + K_n$; Die Betrachtung einzelner Messfelder ist zulässig. |
| EN 10247 Methode M | Methode M – Ermittlung des größten Einschlusses Für jede Probe und jeden Einschlusstyp wird nur das schlechteste Gesichtsfeld betrachtet. |
| EN 10247 Methode P | Methode P – Ermittlung des größten Einschlusses Das gesamte Messfeld muss abgerastert werden, um den größten Einschluss zu ermitteln. |
| DIN 50602 Methode K | Methode K – Ermittlung des mittleren Einschlussgehaltes nach K_0 , K_1 , K_2 , K_3 , K_4 , K_5 ; Die Einschlüsse werden durch Gewichtungsfaktoren nach ihrer Größenklasse gemäß der Bildreihentafel mit 0 - 5 gewichtet. |
| DIN 50602 Methode M | Methode M – Ermittlung der maximalen Einschlussgröße Diese Methode ermittelt die größten Einschlüsse jedes Typs und jeder Form im gesamten Messfeld. |
| ISO 4967 Methode A | Methode A – Ermittlung des schlechtesten Messfeldes Es wird einzeln für jeden Einschlusstyp ermittelt, die Einschlüsse werden durch Gewichtungsfaktoren nach der Größenklassifizierung gemäß der Bildreihentafel von 0 - 3 gewichtet. |
| ISO 4967 Methode B | Methode B – Ermittlung des mittleren Einschlussgehaltes Es wird der mittlere Einschlussgehalt für alle Messfelder ermittelt. |

| | |
|-----------------------|--|
| ASTM E45 Methode A | Methode A – Ermittlung des schlechtesten Gesichtsfeldes Bei dieser Bewertung wird das Gesichtsfeld mit der größten Anzahl an Einschlüssen jedes Einschlusstyps ermittelt. |
| ASTM E45 Methode B | Methode B – Ermittlung der gesamten Einschlusslänge Alle Einschlüsse, die länger als 0,127 mm sind, werden vermessen und aufsummiert. |
| ASTM E45 Methode C | Methode C – Ermittlung der Oxide und Silikate Bestimmung der Einschlüsse, ohne Sulfide, um die größten Einschlüsse jeder Gruppen zu detektieren. |
| ASTM E45 Methode D | Methode D – Ermittlung des niedrigsten Einschlussgehaltes Diese Methode wird für Stähle mit einem geringen Anteil an Einschlüssen angewendet. |
| ASTM E45 Methode E | Methode E – SAM Zählung Die Größe und die Häufigkeit der Einschlüsse des Typs B werden ermittelt. |

Die Betrachtung aller Methoden und Normen zeigt einige Analogien. Die Auswertung ergibt keine absolute Messgröße mit einer Einheit, sondern nur eine Zuordnung zu einer Gruppe oder einer Klasse. Bei der manuellen Beurteilung wird üblicherweise die 100 fache Vergrößerung gewählt, da die Bildreihentafeln entsprechend dieser Vergrößerung abgebildet sind. Die Bildtafel unterteilt die NME in vier Gruppen, die gemäß der Form und Graustufe, differenziert werden.

Die Methoden richten sich nach dem Untersuchungsziel und dem erforderlichen Anwendungsbereich [1, 13, 24, 30, 31]:

- **Stähle mit hohem Einschlussgehalt: Maximalauswertung**
- **hochreine Stähle: Häufigkeitsauswertung**

Eine Häufigkeitsauswertung basiert immer auf dem mittleren Einschlussgehalt, der auf der gesamten Prüffläche zu jedem einzelnen Einschlusstypen ermittelt worden ist [1,13].

Die Maximalauswertung kann in zwei Gruppen gegliedert werden: [24, 30]

- (1) **Ermittlung der größten Einschlüsse oder**
- (2) **Ermittlung des Gesichtsfeldes mit den größten Einschlüssen jedes Typs**

Die Reinheitsgradbestimmung kann grundsätzlich in zwei Arten der Auswertung unterteilt werden, die Maximalauswertung und die Häufigkeitsauswertung. Die Zuordnung der Methoden gemäß Norm ist in Tabelle 10 dargestellt. Die für diese Arbeit interessanten und untersuchten Auswertungsmethoden sind in der Tabelle 11 in der Abhängigkeit der jeweiligen Normen aufgelistet.

Tabelle 10: Zuordnung der Auswertungsmethoden gemäß Norm [1, 13, 24, 30, 31]

| Norm | Häufigkeitsauswertung | Maximalauswertung |
|-----------|-----------------------|-------------------|
| EN 10247 | Methode K | Methode M, P |
| DIN 50602 | Methode K | Methode M |
| ISO 4967 | Methode B | Methode A |
| ASTM E45 | Methode D, E* | Methode A |

* Methode E nach ASTM E45 ist eine Mischung aus beiden Gruppen

Tabelle 11: Ausgewählte Untersuchungsmethoden der relevanten Normen

| Norm | Methode |
|-----------|------------------------|
| EN 10247 | Methode K |
| DIN 50602 | Methode K ₂ |
| DIN 50602 | Methode K ₀ |
| ISO 4967 | Methode A |
| ASTM E45 | Methode A |

2.3.4 Vergleich der anzuwendenden Normen

Eine Übersicht der auswertungsrelevanten Normen und Methoden ist in Tabelle 12 dargestellt. Wichtige Kennwerte des Reinheitsgrades wie die aufsummierte Größenklassifikation für die Häufigkeitsauswertung, Vergrößerung des Gesichtsfeldes, minimale Einschlussgröße und Abstandsbeziehungen zwischen NME stehen im direkten Vergleich. In der Tabelle 12 werden folgende Abkürzungen verwendet: K (nach EN 10247) Kennwert für die Häufigkeitsauswertung, bezogen auf den mittleren Einschlussgehalt für: K_n – Anzahl, K_L – Länge, K_a – Fläche, K_d – Durchmesser, W - Einschlussbreite, L - Einschlusslänge, e – Vertikaldistanz und t - Horizontaldistanz zwischen zwei Einschlüssen. [1, 13]

Eine weiterführende Gegenüberstellung der Normen zur lichtmikroskopischen Reinheitsgradbestimmung ist in Tabelle 13 näher gegeben. Die Tabelle ist in drei wichtige Bereiche gegliedert:

- **Bereich I – Kenngrößen**
- **Bereich II – Anwendung**
- **Bereich III – Qualitätsfaktoren**

Die eingetragenen Werte stehen stellvertretend als numerische oder kategoriale Kennzahl, beziehungsweise Qualitätsfaktoren, die zur Bewertung des Reinheitsgrades angeführt werden. Die Darstellung der drei Bereiche dient dazu, die Gesichtspunkte beziehungsweise die Auswahl der jeweiligen Norm und deren Auswertungsmethode(n) zu visualisieren und vereinfachen.

Tabelle 12: Vergleich der NME nach den geometrischen Parameter sowie der Größe der Prüffläche unter Berücksichtigung der jeweiligen Auswertungsmethode(n) [1, 13, 24, 30, 31]

| Norm | Häufigkeitsauswertung | Maximalauswertung | Vergrößerung am LIM I | (1) Minimale Prüffläche [mm ²]; (2) Min. Länge x Breite [mm]; (3) Min. Anzahl [Stk]; | Minimale Einschlussgröße für die Auswertung [µm] | Abstandsbeziehungen [µm] |
|-----------|-----------------------|-------------------------|----------------------------|--|--|--------------------------|
| EN 10247 | Methode K | Methode M, Methode P | 50- / 100- / 200- fache | (1) 200; (2) 20x10; (3) 6; | w > 2 d > 3 l > 3 | e ≤ 40 t ≤ 10 |
| DIN 50602 | Methode K | Methode M | 100- / 200- fache | (1) Methode M: 200; (1) Methode K: 100; (3) Methode M,K: 6; | w > 5 d > 5 | Nicht definiert |
| ISO 4967 | Methode B | Methode A | 100- fache | Mindestens 100 Gesichtsfelder der Größe ≥ 50 mm ² ; | w > 2 d > 3 | e ≤ 40 t ≤ 10 |
| ASTM E45 | Methode D, E* | Methode A | 100- fache | (1) 160; | w > 2 d > 3 | e ≤ 40 t ≤ 15 |

* Methode E nach ASTM E45 ist eine Mischung aus beiden Gruppen [30]

Tabelle 13: Vergleichsmatrix zu den Normen EN 10247, DIN 50602, ASTM E45 und ISO 4967 [1, 13, 30, 31, 32]

| Bereich I – Kenngrößen | | | | | | | | Bereich II - Anwendung | | | | |
|---------------------------------|-----------------|-------------------------------|---------------------------|------------------------|--------------------|-----------------------|-------------------|-----------------------------------|---|----------------------|--------------------------|-------------|
| Norm | NME - Parameter | Minimale Einschlussgröße [µm] | Minimale Prüffläche [mm²] | Auswertung | Methode | Häufigkeitsauswertung | Maximalauswertung | Automatische Bildanalyse-software | Zusatzequipment für manuelle Auswertung | Größenklassifikation | Bedienungsfreundlichkeit | |
| EN 10247 | Gesamtfläche | 3 | 200 | Geometrie (chem. Zus.) | K - Wert | K | P, M | 3 | ja | nein | 3 | |
| DIN 50602 | Länge/Breite | 3 | 100 | Geometrie & chem. Zus. | K - Wert | K | M | 1 | nein | ja | 2 | |
| ISO 4967 | Länge/Breite | 3 | 200 | Geometrie & chem. Zus. | Mittelwert | B | A | 2 | nein | ja | 3 | |
| ASTM E45 | Länge/Breite | 3 | 160 | Geometrie & chem. Zus. | Mittelwert | D, E* | A | 2 | nein | ja | 3 | |
| Bereich III – Qualitätsfaktoren | Norm | Klarheit | Interpretierbarkeit | Informationsumfang | Reproduzierbarkeit | Verlässlichkeit | Objektivität | Manipulationsfähigkeit | Widerspruchsfreiheit | Vollständigkeit | Vergleichbarkeit | Genauigkeit |
| | EN 10247 | 2 | 2 | 3 | 3 | 3 | 2 | 1 | 3 | 3 | 2 | 3 |
| | DIN 50602 | 1 | 3 | 2 | 2 | 1 | 1 | 3 | 2 | 1 | 2 | 1 |
| | ISO 4967 | 3 | 2 | 2 | 3 | 3 | 2 | 1 | 2 | 3 | 2 | 2 |
| | ASTM E45 | 3 | 2 | 2 | 3 | 3 | 2 | 1 | 2 | 3 | 2 | 2 |

* Methode E nach ASTM E45 ist eine Mischung aus beiden Gruppen

- 1 - trifft nicht zu oder schlecht umsetzbar
- 2 - trifft teilweise zu oder mäßig umsetzbar
- 3 - trifft zu oder gut umsetzbar

2.4 Statistische Auswertungsverfahren zur Bestimmung des Reinheitsgrades

In diesem Abschnitt werden die relevanten statistischen Werkzeuge und Methoden zur Auswertung der Reinheitsgradanalysen erarbeitet. Für die Messdatenaufbereitung können folgende statistischen Methoden angewendet werden [34]:

- **Deskriptive Statistik:** Beschreibung der vorhandenen Daten durch Maßzahlen und mit Tabellen und Grafiken.
- **Induktive Statistik:** Untersuchung von Gesetzmäßigkeiten und Ursachen, die hinter den Daten stehen und diese (teilweise) erklären.

Die angestellte Tabelle 14 beschreibt die in diesem Kapitel verwendeten allgemeinen Begriffe.

Tabelle 14: Verwendete Begriffe [34, 35, 36]

| | | |
|-------|------------|---|
| Skala | Ordinal | Das Ordinal beschreibt eine Variable mit Ausprägung, zwischen dem Ordinalen besteht eine natürliche Rangordnung |
| | Intervall | Ein Intervall ist eine zusammenhängende Teilmenge einer geordneten Trägermenge |
| | Verhältnis | ein Quotient zweier Zahlen |
| Maße | Streuung | Maßzahlen, die die Streubreite von Werten einer Verteilung um einen geeigneten Lageparameter herum beschreiben, werden mit diesem Begriff zusammengefasst |
| | Quantil | Ein Quantil (Q_p) ist ein Lagemaß der Statistik, also ein Schwellwert, der einen bestimmten Anteil an Werten beschreibt, die kleiner als das Quantil sind. Der Rest der Werte ist größer als das Quantil, wobei das α -Quantil für die nach dem Verhältnis eingeteilten Daten steht: $\alpha:1-\alpha$ (2) |
| | Lage | Eine Lage ist eine zentrale Tendenz einer Verteilung |
| Daten | Mediane | Eine Mediane gibt den Mittelwert für eine Verteilung an |
| | Quartil | Ein Quartil ist eine Grenze zwischen zwei Vierteln einer Verteilung |
| | Extremwert | Ein Extremwert gibt ein lokales Minimum oder Maximum einer Funktion an |

Die deskriptive Statistik beschäftigt sich mit der mathematischen Auswertung von Daten in Form der Berechnung der Maß- und Kennzahlen. Die induktive Statistik kann in zwei Gruppen unterteilt werden [34, 35]:

- **explorative Datenanalyse:** Die explorative Datenanalyse setzt voraus, dass Hypothesen für die Theoriebildung gewonnen werden.
- **konfirmativen Datenanalyse:** Die konfirmative Datenanalyse beschäftigt sich damit, vorhandene Theorien zu prüfen, z.B. durch Schätzen von Parametern oder Testen von Hypothesen.

Im Rahmen der erwähnten Datenanalysen werden die analysierten Daten betrachtet, jene die ein- und zweidimensionale Merkmale aufweisen. Unter den eindimensionalen Merkmale, univariant, versteht man jene Daten, die aus Beobachtungen eines einzelnen Merkmals bestehen. [34]

Die Methoden zur Darstellung sowie zur Bewertung der eindimensionalen Merkmale einer Datenreihe werden in Tabelle 15 mit den dazugehörigen Instrumenten aufgezeigt.

Tabelle 15: Methoden zur Bewertung eindimensionaler Merkmale und die erforderlichen Instrumente [34, 35]

| Methoden | Instrumente |
|---|---|
| Grafische Darstellung | <ul style="list-style-type: none"> • Histogramm • Tortendiagramm • Stabdiagramm • Boxplot |
| Kernschätzer empirischer Verteilungspunkt | Kerndichtenschätzer ist ein Verfahren zur Schätzung der Wahrscheinlichkeitsverteilung einer Zufallsvariable (z.B. Gaußkern, Cauchy-Kern) |
| Maßzahlmethode | <ul style="list-style-type: none"> • Lagemaß (Mittelwert, Median, Quantil, Quartile und Modus) • Streuungsmaß (Standardabweichung, Varianz und Interquartilsdistanz) • Schiefmaß (Schiefe und Schiefkoeffizient) |

Die genannten Methoden wie Mediane, und Quantile werden auch im Box-Whisker-Plots (oder Boxplot) eingesetzt. Die Diagramme werden zur grafischen Darstellung der Verteilung erstellt, die sich aus kardinalskalierten Daten zusammensetzt. Dabei kann auf verschiedene, robuste Streuungs- und Lagemaße zurückgegriffen werden. Ein Boxplot gibt einen schnellen Überblick über die Bereiche der Daten, die vorliegen an. Des Weiteren zeigen diese die Verteilung der Daten in jenem Bereich an. Deshalb werden alle Werte, wie der Median, die zwei Quartile und die beiden Extremwerte in einem sogenannten Box-Whisker-Plot dargestellt.

Eine schematische Darstellung dieses Plots ist in der Abbildung 8 angeführt und die dazugehörige Begriffsbeschreibung ist anschließend in Tabelle 16 zu finden. Die Tabelle enthält die Begriffe, Erklärungen und eine Nummerierung, die stellvertretend für die Lage in der Abbildung erläutert werden. [34, 36, 37]

Tabelle 16: Box-Whisker-Plot - Begriffe und Definitionen [36]

| Position in Abbildung 8 | Begriff | Definition |
|--------------------------------|----------------------|---|
| 1 | Minimum | Kleinsten Datenwert (Ende eines Whiskers oder entferntester Ausreißer) |
| 2 | Unteres Quartil | Die kleinsten 25 % der Daten (kleiner oder gleich) |
| 3 | Median | Die kleinsten 50 % der Daten (kleiner oder gleich) |
| 4 | Oberes Quartil | Die kleinsten 75 % der Daten (kleiner oder gleich) |
| 5 | Maximum | Größter Datenwert (Ende eines Whiskers oder entferntester Ausreißer) |
| 6 | Spannweite | Gesamter Wertebereich (Gesamtlänge des Boxplots, inklusive Ausreißer) |
| 7 | Interquartilsabstand | Wertebereich der mittleren 50 % der Daten |

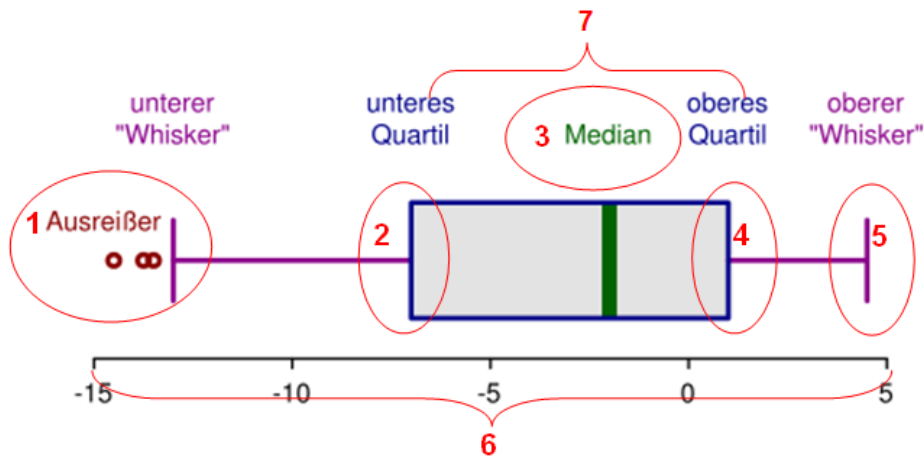


Abbildung 8: Schematische Darstellung eines Box-Whisker-Plots [36]

Oft wird nicht nur ein Merkmal für eine Datenreihe analysiert, sondern gleich mehrere, die direkt zusammenhängenden Informationen über die Datenreihe aufweisen und diese verarbeiten [26]: Qualitative und quantitative Methoden oder eine Korrelation zur Bewertung zweidimensionaler Datenmerkmale können genutzt werden, wobei die Korrelation ein quantitatives Maß zur Beschreibung linearer Zusammenhänge ist. Die Kennwerte geben die Stärke und Richtung des linearen Zusammenhanges zweier Variablen an. Mit der Korrelationsanalyse werden die Beziehungen zwischen den Variablen abgeklärt [37, 38].

Der empirische Korrelationskoeffizient für eine Messreihe, der gepaarte Daten $(x_1, y_1), (x_2, y_2), \dots, (x_n, y_n)$ berechnet, ist in Formel 3 dargestellt [38]:

$$\text{Kor}_e(x, y) := \rho_e(x, y) := r_{xy} := \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}} \quad (3)$$

Der Korrelationskoeffizient kann Werte zwischen -1 und $+1$ annehmen, wobei diese Werte einen vollständig positiven oder negativen linearen Zusammenhang der betrachteten Merkmale widerspiegeln. Wenn der Korrelationskoeffizient einen Wert von 0 aufweist, hängen die beobachteten Merkmale nicht linear voneinander ab. Diese untersuchten Merkmale, ungeachtet der Tatsache, dass sie in nicht-linearer Weise voneinander abhängen, reichen nicht aus, um die stochastische Abhängigkeit der Daten aufzuzeigen. Deshalb ist der Korrelationskoeffizient kein geeignetes Maß für diese Untersuchung, da nur eine Aussage über eine Abhängigkeit getroffen werden kann, aber nicht auf welche Art und Weise diese vorliegt [36].

Eine weitere Methode zur Auswertung der Prüfdaten ist die Qualitätsregelkarte. Statistische Stichprobenkennwerte wie Mittelwert und Standardabweichung einer Datenreihe dienen zur grafischen Darstellung. Auf den Qualitätsregelkarten sind Warn- und Eingriffsgrenzen und die Toleranzgrenzen eingezeichnet, welche die qualitativ schlechten schnell identifizierbar machen und ausschließen können. Die Grundbegriffe der schematischen Darstellungen einer Qualitätsregelkarte werden betrachtet und erklärt. [39]

Auf der X-Achse werden gemäß des chronologischen Ablaufs die gemessenen Stichproben aufgetragen, und auf der Y-Achse die gemessenen Werten. Alle Punkte werden in den Plot eingezeichnet und miteinander verbunden, damit die Regelmäßigkeit der Daten zu detektieren ist. Die Messwerte, die oberhalb oder unterhalb des aufgetragenen Grenzwertes liegen, werden als Ausreißer bezeichnet und sind aus der Auswertung zu entnehmen.

Man unterscheidet zwischen Warn- und Eingriffsgrenzen, die jeweils oberhalb bzw. unterhalb des als optimal definierten Mittelwertes liegen. Abbildung 9 stellt schematisch eine Qualitätsregelkarte dar und die verwendeten Abkürzungen sind der Tabelle 17 zu entnehmen. [39, 40, 41]

Tabelle 17: Warngrenzen und Eingriffsgrenzen für Qualitätsregelkarten [39, 41]

| Abkürzung | Begriff |
|---------------------------|---|
| OEG/UEG | Obere/Untere Eingriffsgrenze – wenn ein Wert über/unter dieser Grenze detektiert wird, muss der Prozess dementsprechend reguliert werden |
| OWG/UWG | Obere/Untere Warngrenze - wenn ein Wert über/unter dieser Grenze detektiert wird, wird der Prozess präventiv überwacht |
| PCR | Prozessfähigkeitsquotient – ist ein Maß für die Prozesssicherheit PCR – Quotient für einen zentrierten Prozess PCR _K - Quotient für einen nicht zentrierten Prozess PCR _{O/U} – oberer/unterer Prozessfähigkeitsquotient |
| Nicht zentrierter Prozess | Prozess, bei dem sich beispielsweise durch Abnützungen der Werkzeuge die Lage der Messpunkte innerhalb der Qualitätskarte stark verändern kann, aber immer innerhalb der Toleranzgrenzen produziert wird. |
| OSG/USG | Obere/Untere Spezifikationsgrenze – obere/untere Toleranzgrenze des spezifizierten Merkmales |
| σ | Standardabweichung |
| μ | Mittelwert |

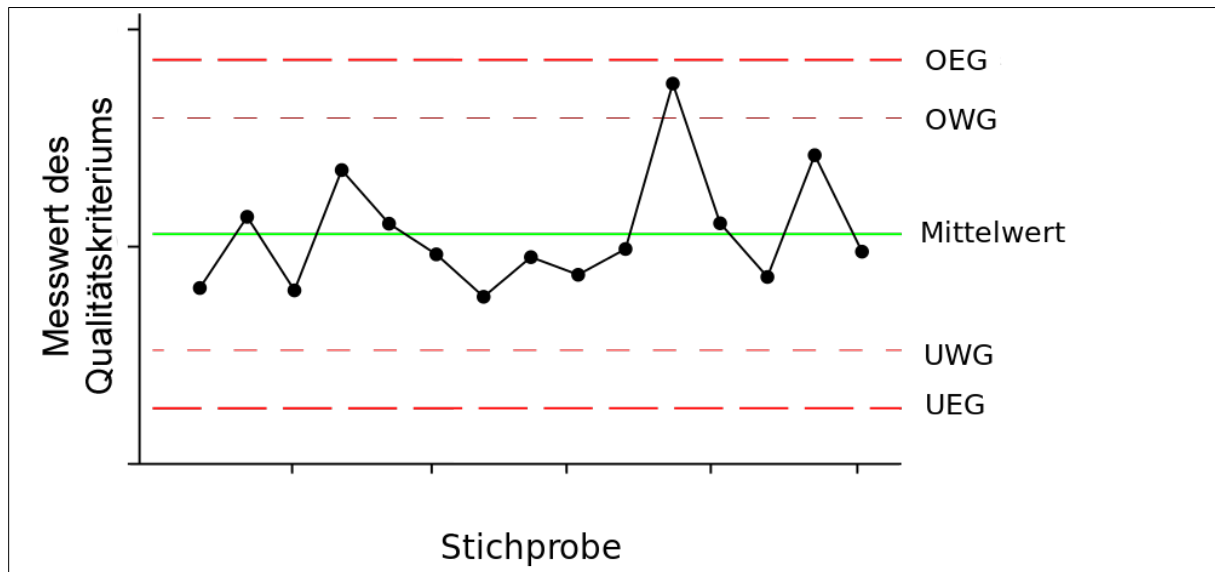


Abbildung 9: Schematische Darstellung eine Qualitätsregelkarte [39]

Der Bereich UWG bis OWG beträgt 95,45% der zulässigen Datenwerte der Stichprobe und ist als Mittelwert in Form der Häufigkeitsverteilung zu interpretieren. Der Bereich UEG bis OEG beträgt 99,73% der zulässigen Datenwerte. Die Punkte, die zwischen der Warn- und der Eingriffsgrenze liegen, erfordern eine Verschärfung der vorliegenden Prozesskontrolle, damit signifikante Abweichungen frühzeitig erkannt und verhindert werden können. [39] Um eine statistisch signifikante Analyse durchführen zu können, muss eine ausreichende Menge an Daten über Stichproben generiert werden.

Diese Daten dienen in weiterer Folge zur Analyse der Lage in der Qualitätsregelkarte. Befinden sich alle Messpunkte innerhalb der vorgegebenen Toleranzgrenzen, besteht eine ausreichend hohe Prozesssicherheit. Sollten die Daten eine der spezifizierten Grenzen (Warn- bzw. Eingriffsgrenze) überschreiten, darf von keiner Prozesssicherheit ausgegangen werden, und die entsprechenden Maßnahmen zur Absicherung sind zu treffen.

Eine Möglichkeit, diese Prozessfähigkeit eines zentrierten Prozesses mathematisch zu ermitteln, wird mit der Formel 4 gegeben. In Formel 5 wird die adaptierte Berechnung für einen nicht zentrierten Prozess dargestellt. Dies gilt nur für einzeln entnommene Werte, und betrachtet diese statistisch im Bezug auf die obere und untere Spezifikationsgrenze, sowie den Mittelwert des verbleibenden Datensatzes. [39, 41]

Idealerweise ist ein PCR-Wert von 2,0 für beide Varianten (zentriert und nicht zentriert) wünschenswert, jedoch laut Literatur [40] nur mit 1,67 spezifiziert. Die auf den PCR-Wert bezogene Standardabweichung gibt den Abstand zur Tolerangrenze vom Prozessmittelwert an, und sollte 6σ (nach der Six-Sigma Methode) betragen [40, 41].

Formel 4 [41]:

$$PCR = \frac{OSG - USG}{6\sigma} \quad (4)$$

Formel 5 [41]:

$$PCR_k = \min(PCR_o, PCR_U) = \frac{\min(\mu - USG)(OSG - \mu)}{3\sigma} \quad (5)$$

Die Höhe des PCR_k -Wertes spiegelt die Prozessqualität wieder: Je höher, desto besser ist die Prozessperformance zu beurteilen [40, 41].

3 Experimenteller Teil

In diesem Teil der Arbeit wird der Ablauf der Probenpräparation, die Durchführung der Analyse des Reinheitsgrades, und die Handhabung der automatischen Bildanalysesoftware detailliert beschrieben. Die Untersuchung der chemischen Zusammensetzung einzelner NME, die nicht eindeutig einem Einschlusstyp zuordenbar sind, werden mittels REM und EDX charakterisiert. 5 Werkstoffe, bestehend aus je 5 Walzlosen und 6 Proben, ergeben summiert 150 Stück Proben zur Reinheitsgradanalyse. Die Auswertung erfolgt nach den vier gewählten Normen und den entsprechenden Methoden, die in Tabelle 11 definiert worden sind.

3.1 Werkstoffauswahl für die Untersuchung

Niedriglegierte Stähle bilden den Basiswerkstoff, der bei der voestalpine Tubulars für die Herstellung von nahtlosen Rohren standardmäßig verwendet wird. Da der Reinheitsgrad stark von der Legierungszusammensetzung abhängt, werden für die Werkstoffauswahl Stähle mit grundlegend unterschiedlichen Legierungskonzepten und resultierenden Einsatzbereichen ausgewählt. In der Tabelle 18 sind die ausgewählten Stähle aufgelistet, wobei die Bezeichnung der Stahlsorte einem internen Stahlschlüssel zugrunde liegt, und keine Rückschlüsse auf die tatsächliche Legierungszusammensetzung zulässig sind. Es können auch stellvertretend keine bekannten Externmarken angeführt werden, da es sich hier um Spezialstähle gemäß Kundenwunsch handelt. Die ausgewählten Stahlsorten werden mit der in Tabelle 19 angeführten, repräsentativen chemischen Zusammensetzung anhand einiger Elemente, die im Zusammenhang mit der Reinheitsgraduntersuchung und der Ausbildung von NME stehen, dargestellt. Die Anteile dieser Elemente sind in Gewichtsprozent angegeben.

Tabelle 18: Einsatzbereiche der ausgewählten Stahlsorten

| Stahl | Einsatzbereich |
|------------|----------------------------------|
| RN18TiL | Kranbau |
| RN18TiLX1A | Kranbau |
| RN19VNX44A | Mechanische Konstruktionsrohre |
| RN30FLX73A | Oil Country Tubular Goods (OCTG) |
| RN32LNBV | Oil Country Tubular Goods (OCTG) |

Tabelle 19: Stähle zur Reinheitsgradanalyse, relevante Legierungsbestandteile in Gewichtsprozent angegeben

| Stahlsorte | C | Si | Mn | P | S | Al |
|------------|------|------|------|-------|-------|-------|
| RN18TiL | 0,16 | 0,80 | 1,50 | 0,020 | 0,002 | 0,012 |
| RN18TiLX1A | 0,17 | 0,90 | 1,60 | 0,020 | 0,003 | 0,015 |
| RN19VNX44A | 0,18 | 0,30 | 1,40 | 0,020 | 0,010 | 0,035 |
| RN30FLX73A | 0,27 | 0,30 | 0,80 | 0,010 | 0,005 | 0,035 |
| RN32LNBV | 0,30 | 0,20 | 0,35 | 0,010 | 0,004 | 0,035 |

3.2 Probenpräparation der Stähle zur Reinheitsgradanalyse

Zur Ermittlung des Reinheitsgrades liegt ein wesentlicher Anteil der Signifikanz der Ergebnisse in der Probenpräparation, wobei dies aber nur mit entsprechender Präparationsqualität erzielbar ist. Die Probenpräparation wird nach dem in der Tabelle 20 angeführten Schema durchgeführt, wo auch die einzelnen Teilschritte näher erläutert werden. Anschließend wird ein Beispiel für die Bedeutung der Probenhärte angeführt und anhand einer Auswertung erarbeitet. Das beschriebene Präparationsschema ist der erste Teil des Prüfplanes, der im Zuge dieser Arbeit zu erstellen ist.

Tabelle 20: Ablaufschema Probenpräparation

| Begriff | Definition |
|----------------|---|
| Probenentnahme | Schnittführung parallel zur Rohrachse, Entnahme von 6 Probestücken mit einer Fläche von je 20 x 10 [mm]. Mit diesem Probensatz können Auswertungen nach allen Normen und Methoden durchgeführt werden; sollte die Wandstärke des Rohres < 10 mm sein, müssen entsprechend mehr Proben entnommen werden um die Prüfflächengröße sicherzustellen. |
| Härten | Bei 850°C im Laborofen wird die Probe für 30 min. erhitzt, und anschließend in Öl abgeschreckt, um die Analysequalität zu steigern |
| Einbetten | Die gehärtete Probe wird in der Warmeinbettpresse mit den Resinen Durofast und Clarofast eingebettet, wobei die durchsichtige Deckschicht zur Lesbarkeit der Probenstempelung dient. |
| Schleifen | Präparationsdauer je Schleifstufe ca. 3 Min., wobei die Proben sich mit 300 U/min, und der Probenhalter mit 150 U/min im Uhrzeigersinn drehen. Das Schleifen erfolgt in Stufen der Körnung entsprechend: 80, 220, 500, 1200, 2000; Der Anpressdruck der Proben ist gemäß der Probenhärte zu wählen. |

| | |
|-----------|---|
| Polieren | Präparationsdauer je Polierstufe ca. 4 Min., wobei sich die Proben und der Probenhalter mit 150 U/min im Uhrzeigersinn drehen. Stufe 1: 3µm monokristalline Diamantsuspension; Stufe 2: 1µm polykristalline Diamantsuspension; Schmiermittel für beide Präparationsstufen auf alkoholischer Basis; Der Anpressdruck der Proben ist gemäß der Probenhärte zu wählen. |
| Reinigung | Besondere Sorgfalt ist bei der finalen Reinigung erforderlich, da die erzielte Oberflächenqualität sich in den Analyseergebnissen widerspiegelt. Normalerweise sollte ein Abwaschen der Probenoberfläche mit Alkohol, und anschließendem Trocknen mit einem Föhn ausreichend sein, kann aber im Bedarfsfall mit einem Ultraschallreiniger ergänzt werden. |

In der Tabelle 21 wird der Vergleich der Auswertung anhand der Reinheitsgradbestimmung einer Probe gezeigt, die zuerst ohne, und im Anschluss mit Härten analysiert worden sind. Der Unterschied der Analyseergebnisse, durch die Minimierung der Präparationsartefakte an der Probenoberfläche, zeigt eine bessere Zuordenbarkeit der detektierten NME entsprechend des realen Einschlusstyps und dadurch kann eine bessere Signifikanz des Ergebnisses ohne Eingriff des Prüfpersonals erzielt werden. Verdeutlicht wird dies in der Tabelle 21, bei der die Auswertung der Proben anhand der ISO 4967 Methode A, durchgeführt worden ist. In den ersten beiden Zeilen wird jeweils der Mittelwert der Analyse (Index 1 - Probe ohne Härten; Index 2 - Probe mit Härten) angegeben. Bei genauer Betrachtung des Einschlusstyps Dt, sowie DS ist diese einschlusstypgerechte Zuordnungsproblematik visualisiert.

Die einzelnen Reinheitsgradanalyseergebnisse sind in den unteren vier Zeilen angeführt, sie stehen ebenfalls entsprechend des errechneten Mittelwertes für die Wichtigkeit des Härten der Probe als Präparationsschritt des Gesamtprozesses. Die Striche (-) in der Tabelle 21 (beim Einschlusstyp Ah und Bh) geben an, dass hier keine NME detektiert worden sind.

Tabelle 21: Reinheitsgrad nach ISO 4967, Methode A, einer Probe, ungehärtet (1) und gehärtet (2)

| | At | Ah | Bt | Bh | Ct | Ch | Dt | Dh | DS |
|--------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Mittelwert 1 | 0,25 | 0,00 | 0,50 | 0,00 | 0,50 | 1,00 | 3,00 | 0,00 | 1,50 |
| Mittelwert 2 | 0,00 | 0,00 | 0,50 | 0,00 | 0,50 | 1,00 | 1,00 | 0,00 | 0,50 |
| Probe 1.1 | 0,5 | - | 0,0 | - | 0,0 | 1,0 | 2,0 | 0,0 | 2,0 |
| Probe 1.2 | 0,0 | - | 0,0 | - | 0,0 | 1,0 | 1,0 | 0,0 | 1,0 |
| Probe 2.1 | 0,0 | 0,0 | 1,0 | - | 1,0 | 1,0 | 4,0 | 0,0 | 1,0 |
| Probe 2.2 | 0,0 | 0,0 | 1,0 | - | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 0,0 | 0,0 |

3.3 Automatische Bildanalysesoftware „Inclusion Inspector“

Die automatische Bildanalysesoftware „Inclusion Inspector“ von Olympus ist ein System zur optischen Auswertung und Ermittlung von NME in Stählen. Eine detaillierte Beschreibung des Analyseprozesses wird im Folgenden erarbeitet.

Nach erfolgreicher Probenpräparation gemäß Kapitel 3.2, sollten die Proben unmittelbar ohne Zwischenlagerung der Analyse zugeführt werden, da durch die Interaktion mit dem Sauerstoff in der Luft Artefakte an der Probenoberfläche entstehen können. Am Mikroskop ist die laut Norm vorgeschriebene Vergrößerung auszuwählen und der Analyseprozess ist über die Software zu starten. Nach Auswahl der entsprechenden Norm und Methode ist die zu prüfende Fläche zu definieren und fokussieren. In Folge dessen ist ein Schwellwert zur Unterscheidung der verschiedenen Einschlusstypen einzustellen, und die Prüfung zu starten.

Die Software erstellt eine Partikelgrauwertlandkarte, die vom Prüfpersonal stichprobenartig validiert wird. Besonders untypische und auffällige Partikelergbnisse werden zu 100% nachgeprüft, da die unterschiedlichen Ergebnisse so sehr leicht sortierbar sind und diese Partikel offensichtlich aus den Standardwerten der Probe herausstechen. Während der Auswertung besteht immer die Möglichkeit, jeden einzeln ermittelten Einschluss zu betrachten und diesen zu löschen oder einem anderen Einschlusstyp zuzuordnen, falls eine Falschzuordnung durch die Software erfolgt ist. Während der Messung ist jeder einzelne Einschluss, der größer als 50 µm ist, Teil der Analyse. NME Detektionen < 50 µm werden aufgrund der minimalen Auswirkung auf das fertige Produkt vernachlässigt. Nach erfolgreicher Validierung kann ein Bericht laut Vorlage erstellt werden [27].

3.4 Reinheitsgradbestimmung nach den selektierten Methoden

Für diese Arbeit sind die folgenden Methoden zur Bewertung des Reinheitsgrades ausgewählt worden, da sie für diese Art der Analyse am geeignetsten sind, um die erforderlichen Grenzwerte für die EN 10247 zu ermitteln.

- **EN 10247** **Methode K**
- **DIN 50602** **Methode K₀**
- **DIN 50602** **Methode K₂**
- **ISO 4967** **Methode A**
- **ASTM E45** **Methode A**

Die Methode K0, DIN 50602, entspricht grundsätzlich nicht dem Anforderungsprofil zur Grenzwertdefinition. Da die Stähle aber eine sehr hohe Reinheit aufweisen, und diese Methode auch sehr kleine Partikel detektiert und bewertet, ist diese ergänzend durchgeführt worden. Die selektierten Methoden zur Reinheitsgradbestimmung sind einander in der Tabelle 22 gegenübergestellt und werden einer Betrachtung unterzogen. In der Tabelle 23 sind alle möglichen Einschlusstypen der selektierten Methoden angeführt, und entsprechend der jeweiligen Norm klassifiziert.

Tabelle 22: Gegenüberstellung der selektierten Methoden

| Norm & Methode | Ergebnis | Vorgehensweise bei der Analyse |
|---|--|---|
| EN 10247 Methode K | Mittlere NME-Fläche, bzw. mittlerer Einschlussgehalt | Die Fläche der detektierten NME (korrigiert mit dem entsprechenden, normgerechten Korrekturfaktor), bezogen auf die gesamte Prüffläche, ergibt den mittleren Einschlussgehalt, der für jeden detektierten Einschlusstyp ermittelt wird. |
| DIN 50602 Methode K ₀ Methode K ₂ | Akkumulierte Eischlussanzahl gemäß der Analyseklasse | Die detektierten Einschlüsse werden mit dem entsprechenden Größenklassifikationsfaktor und der entsprechenden Einschlussanzahl multipliziert, aufsummiert und bezogen auf eine Fläche von 1000mm ² ergibt sich der gesuchte Kennwert. Die Analyseklasse K ₀ ist der sensibelste Vertreter und detektiert auch die kleinsten Einschlüsse, die mit steigender K-Klasse vernachlässigt werden. |
| ISO 4967 Methode A | Ermittlung des schlechtesten Gesichtsfeldes | Für jeden Einschlusstyp wird das Gesichtsfeld mit dem größten, stellvertretenden NME auf jeder Probe detektiert und im Anschluss wird der Mittelwert über den gesamten Probensatz gebildet. Diese Norm berücksichtigt auch den Einschlusstyp DS – Durchmesser der globalen Einschlüsse. |
| ASTM E45 Methode A | Ermittlung des schlechtesten Gesichtsfeldes | Für jeden Einschlusstyp wird das Gesichtsfeld mit dem größten, stellvertretenden NME auf jeder Probe detektiert und im Anschluss wird der Mittelwert über den gesamten Probensatz gebildet. |

Tabelle 23: Gegenüberstellung der möglichen Einschlusstypen der selektierten Methoden

| Langgestreckte Sulfide | | Aluminate in aufgelöster Form | | Langgestreckte Oxide | | Häufigkeit (Anzahl) globularer Oxide | | Durchmesser der globularen Oxide |
|----------------------------------|----|-------------------------------|----|----------------------|----|--------------------------------------|----|----------------------------------|
| ASTM E 45 und ISO 4967 Methode A | | | | | | | | |
| At | Ah | Bt | Bh | Ct | Ch | Dt | Dh | DS* |
| EN 10247 Methode K | | | | | | | | |
| $\alpha+\gamma$ (EA) | | β (EB) | | $\alpha+\gamma$ (EC) | | kA | | δ (ED) |
| DIN 50602 Methode K | | | | | | | | |
| SS | | OA | | SO | | kA | | OG |

* bezieht sich nur auf ISO 4967 Methode A

Die in der Tabelle 23 aufgelisteten Einschlusstypen werden bei den Analysen nur nach der Geometrie und dem Grauwert unterschieden, da die exakte chemische Zusammensetzung bei der lichtmikroskopischen Untersuchung nicht ermittelbar ist [1].

Die für die Rohrproduktion, beziehungsweise für die fertigen Produkte relevanten Einschlusstypen sind wie folgt festgelegt:

- **Langgestreckte Einschlüsse**
- **Oxidische Einschlüsse in aufgelöster Form**
- **Oxidische, globulare Einschlüsse**

3.5 Gewählte statistische Auswertungsmethoden

In diesem Kapitel werden die zuvor erarbeiteten, statistischen Methoden zur Aufbereitung der Analysedaten eingegrenzt und entsprechend dem Ziel zur Findung der Grenzwerte, die für die EN 10247 erforderlich sind. Die Auswertung erfolgt in fünf Stadien, die sich gemäß dem chronologischen Ablauf ergeben:

- **Stadium 01:** Statistische Korrelationsauswertung der gesamten Analysedaten
- **Stadium 02:** Splittung der Daten nach dem Kohlenstoffgehalt
- **Stadium 03:** Definition der Ausschlusskriterien
- **Stadium 04:** Stichprobenauswertung und Auswahl der Darstellungsoptionen
- **Stadium 05:** Prüfvorschriften und Prüfplan

Für die ersten drei Stadien werden die Ergebnisse grafisch dargestellt, da diese die Zusammenhänge, die mathematisch auch über den Korrelationskoeffizienten ermittelt werden, am besten visualisieren. Der Korrelationskoeffizient beschreibt die Zusammenhänge der Analysedaten und bringt diese für die Norm EN 10247 in ein Verhältnis. Die Ergebnisse werden gemäß dem vorliegenden Einschlusstyp klassifiziert und innerhalb der Stahlsorte gegenübergestellt. Dieser Vergleich der Analysedaten ist ausschließlich für diese Analyse zulässig und ist nicht für die Gesamtheit der Norm gültig.

Im vierten Stadium wird die grafische Datenaufbereitung mittels Box-Whisker-Plot durchgeführt, da diese Methode für die gefilterten Daten bessere Eintrittswahrscheinlichkeiten repräsentiert. Die Verwendung eines 95% Quantils unterstützt diese Tatsache zusätzlich. Die Stichproben werden zusätzlich auch nach dem Median gestaffelt und im direkten Vergleich zum Mittelwert eines Probensatzes dargestellt.

Der in Stadium fünf zu entwickelnde Prüfplan wird nach Erarbeitung der Probenpräparation, des Auswertungsverfahrens und nach Abgrenzung der entsprechenden, relevanten Methoden und Einschlusstypen mit der statistischen Datenaufbereitung komplettiert.

3.6 Einschlusscharakterisierung mittels Rasterelektronenmikroskopie

Jede der fünf selektierten Stahlsorten, die in Abschnitt 3.1 ausgewählt worden sind, werden demnach mittels energiedispersivem Röntgenspektrometers hinsichtlich der chemischen Zusammensetzung untersucht.

Aus jeder Probe werden dabei drei charakteristische Einschlüsse mittels Zeilenscan und Elementverteilungsbild analysiert und abgebildet. Da die Einschlüsse keine Abweichungen von den im Kapitel 2 erarbeiteten Grundtypen zeigen, werden hier nur stellvertretend NME aus der Stahlsorte RN18TIL verwendet, da die Stähle ähnliche Legierungskonzepte aufweisen, mit Ausnahme des Kohlenstoffgehaltes, und daher besitzen alle Stähle dieselben NME-Typen. Im Gegensatz dazu stehen die Stähle, die Niob legiert sind (z.B. RN32LNBV), und somit mit Niob-Einschlüssen behaftet sind.

In den aufgezeichneten REM-Abbildungen sind links unten im Bild der Dateiname, die Signalquelle, die gewählte Vergrößerung, die Spannung sowie der Arbeitsabstand aufgezeichnet. Auf der rechten Seite im Bild ist der jeweilige Messbalken entsprechend der Vergrößerung hinterlegt. Im Bild ist der zu untersuchende NME mit einem grünen Fadenkreuz

hinterlegt. Aufgrund der schlechten Sichtbarkeit, ist es zusätzlich mit einem roten Pfeil markiert.

In diesem Abschnitt wird der Einsatz des REM zur Validierung der Einschlusstypzuordnung erläutert, die in der lichtmikroskopischen Reinheitsgradanalyse getroffen worden ist. Die Zuordnung ist über die Geometrie und den Grenzwert bestimmt worden. Mittels REM werden dieselben Einschlüsse jetzt zusätzlich nach ihrer chemischen Zusammensetzung geprüft und die Plausibilität der getroffenen Zuordnung verifiziert.

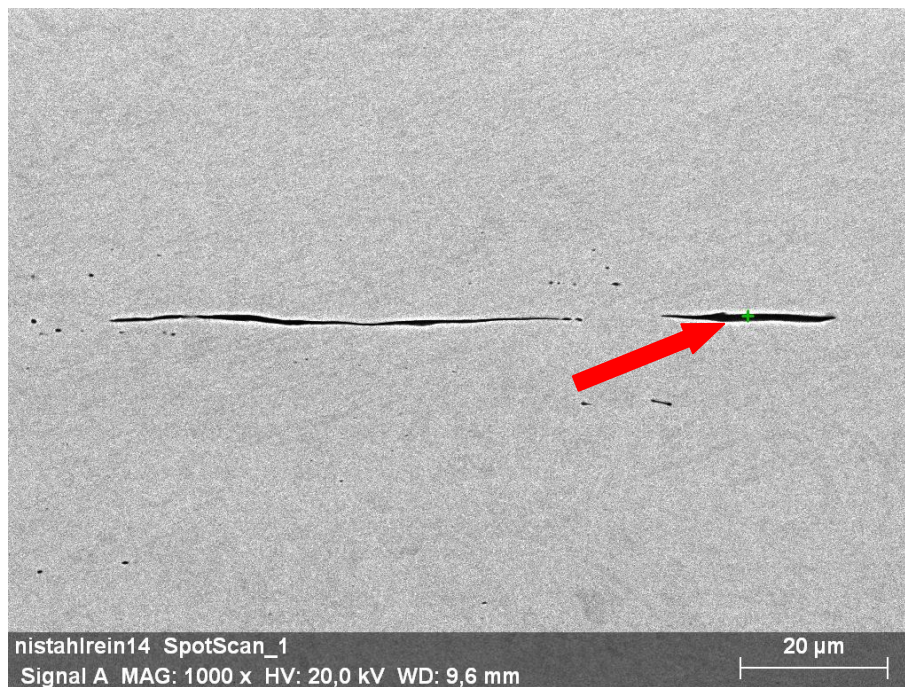


Abbildung 10: Analyse sulfidischer NME

Die in Abbildung 10 gezeigten, vermutlich durch die Umformung gestreckten, sulfidischen Einschlüsse sind von unterschiedlicher Länge. Der linke Einschluss weist eine Länge von ca. 60 µm auf, der rechte ist ca. 20 µm lang. Die beiden Einschlüsse weisen im Bezug zur Länge eine sehr geringe Breite auf, folglich wird der kürzere Einschluss eingehender untersucht. Um die chemische Zusammensetzung des Einschlusses zu bestimmen, wird an der markierten Stelle das vorliegende Spektrum mittels EDX analysiert und das Ergebnis wird in der Abbildung 11 gezeigt.

Bei der Zuordnung der Detektion ist darauf zu achten, dass die Linien, die für das jeweilige Element stehen, sich in einer plausiblen Relation zu einander befinden. Bei den Spitzen, den so genannten Peaks, ist es auch wichtig, dass Überlappungen berücksichtigt werden, da

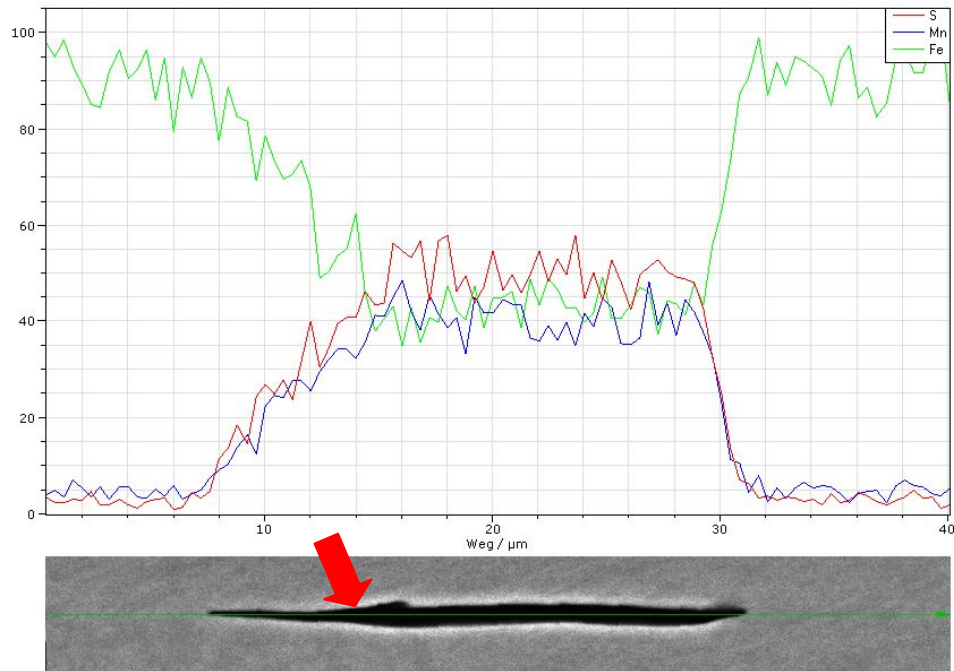


Abbildung 12: Zeilenscan eines sulfidischen NME

Zur Vervollständigung der Abklärung des Einschlusstyps, und als finales Instrument der REM-EDX-Analyse, gibt es die Möglichkeit, ein Elementverteilungsbild zu erstellen. Durch dieses kann man, mittels Auswahl einzelner Elemente und deren entsprechender Einfärbung eine eindeutige Zuordnung der selektierten Elemente entsprechend ihrer Zusammensetzung tätigen. Diese eingefärbten Bilder sind in den Abbildung 13 -15 repräsentativ dargestellt und zeigen den zuvor bestimmten, mangansulfidischen Einschluss. Die Überlagerung der Farben Rot (Schwefel) und Blau (Mangan) in Abbildung 15 ergeben die Farbkombination Violett und zeigen eindeutig das bereits vermutete Mangansulfid.

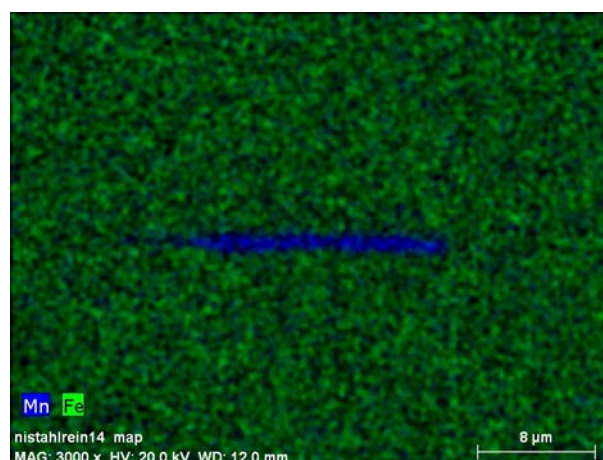


Abbildung 13: Elementverteilungsbild eines mangansulfidischen Einschlusses; Grün – Eisen, Blau – Mangan

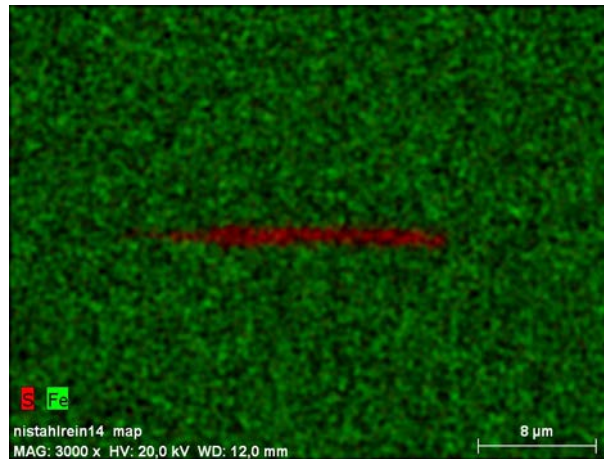


Abbildung 14: Elementverteilungsbild eines mangansulfidischen Einschlusses; Grün – Eisen, Rot – Schwefel

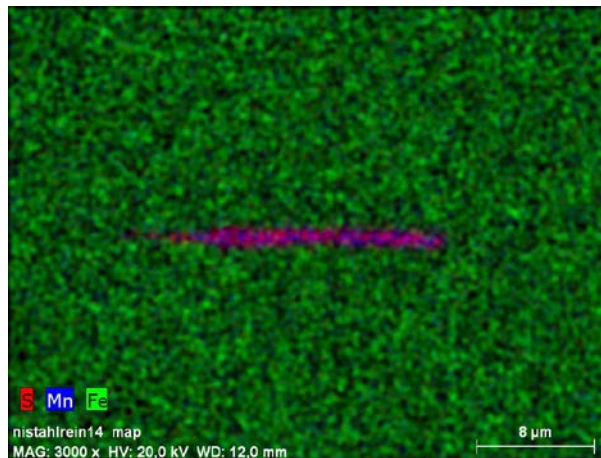


Abbildung 15: Elementverteilungsbild eines mangansulfidischen Einschlusses; Grün – Eisen, Blau – Mangan, Rot – Schwefel, Violett – Überlagerung Mangan/Schwefel;

Die folgende Analyse eines globularen Oxides ist exakt nach dem gleichen Schema ausgewertet, validiert und sichergestellt wie am oben angeführten Beispiels des Mangansulfids. Abbildung 16 zeigt eine REM-Analyse des Einschlusses. Lediglich auf die Elementverteilungsbilder sowie auf den Zeilenscan ist verzichtet worden, da eine eindeutige Aussage bereits mit dem EDX-Spektrum (Abbildung 17) gegeben ist. Die Abbildungen sind nach demselben Ablaufschema angeordnet und zeigen den Analyseprozess in chronologischer Weise.

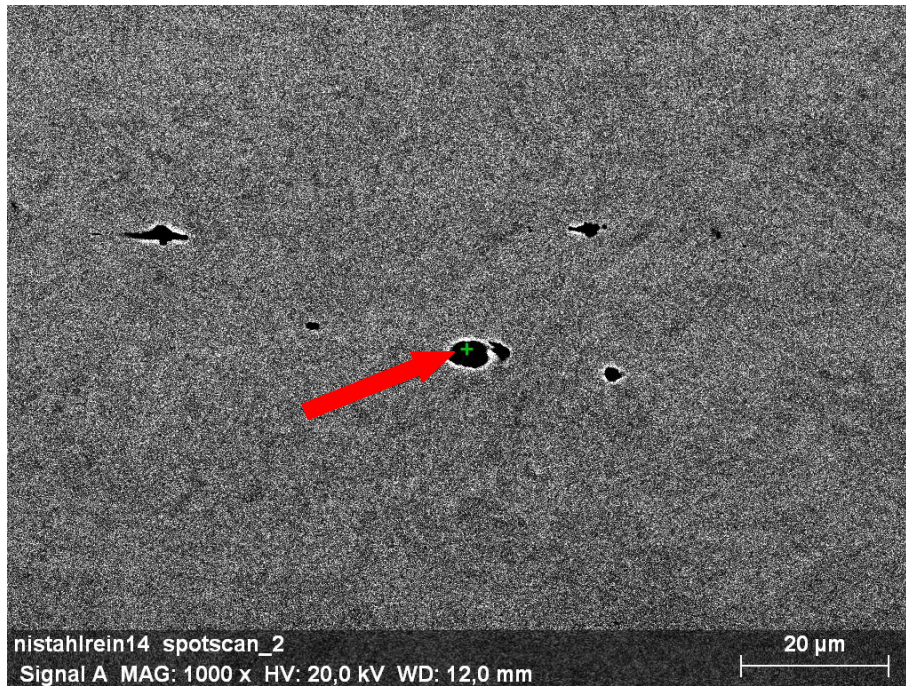


Abbildung 16: REM-Analyse eines oxidischen NME

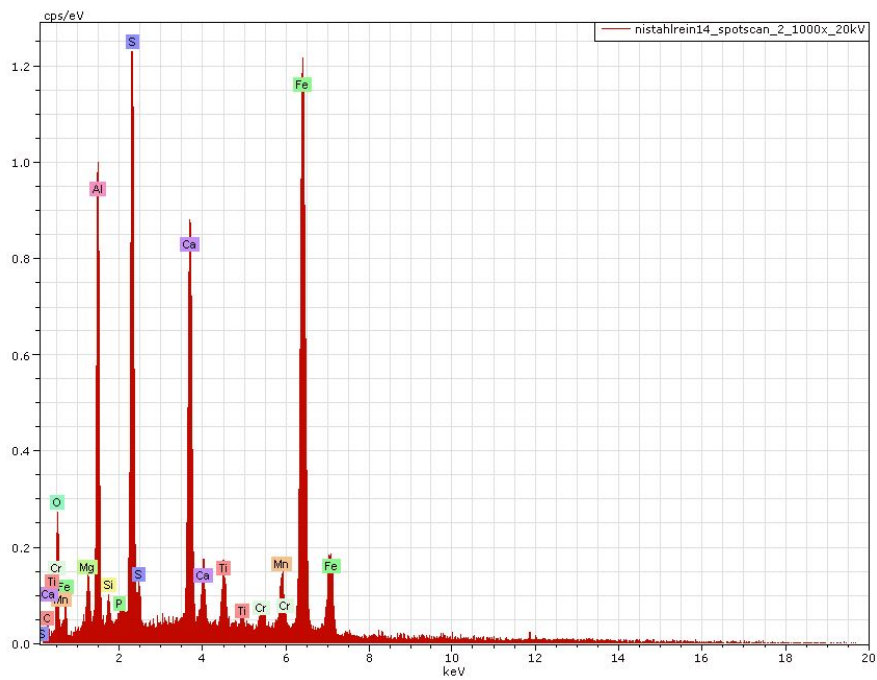


Abbildung 17: EDX-Spektrum des vermutlich oxidischen NME

Der NME wird durch die Analyse als globularer, oxidischer Einschluss in Form eines Calciumaluminats identifiziert, das verformungsbedingt eine Schwefelhülle besitzt.

In Abbildung 18 wird zur Vervollständigung noch ein Titan/Niob NME ausgewertet, der ca. 2 μm groß ist und sich unmittelbar neben einem langgestreckten Einschluss versteckt. Das EDX-Spektrum in Abbildung 19 sowie der dazugehörige Zeilenscan in Abbildung 20 bestätigen die Vermutung, dass es sich um einen Titan/Niob NME handelt.

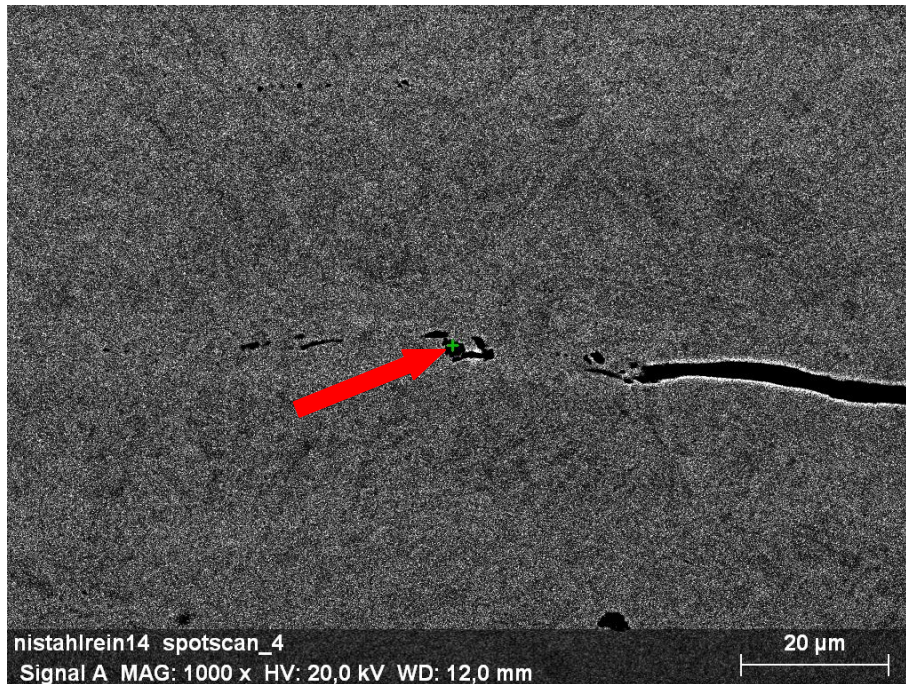


Abbildung 18: REM-Analyse eines Titan/Niob NME

Im Stahl der Bezeichnung RN32LNBU werden im Rückstreumodus des REM zur besseren Kontrastierung von schweren, chemischen Elementen die in Abbildung 21 und Abbildung 22 aufgenommenen Bilder erstellt.

Durch die helle Darstellung kann von schweren Elementen ausgegangen werden, die sich im EDX-Spektrum in Abbildung 23 als mehr oder weniger reines Niob identifizieren lassen. Daher handelt es sich hier nicht um einen NME sondern um Niob, das als Legierungselement in den Stahl eingebracht wird. Die Abmessung des linken, größeren Fragments liegt bei ca. 5 μm .

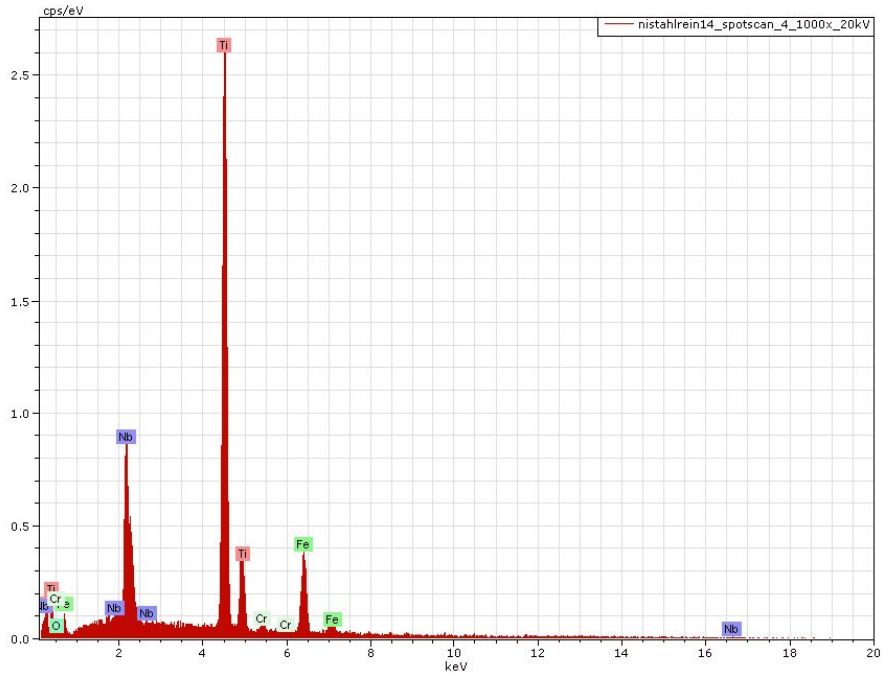


Abbildung 19: EDX-Spektrum eines Titan/Niob NME

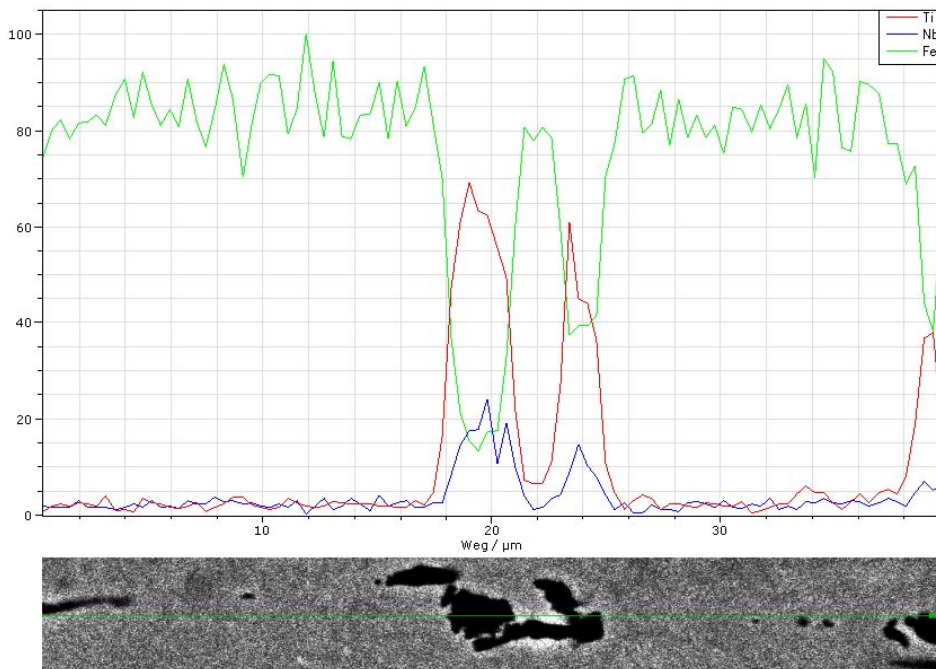


Abbildung 20: Zeilenscan Titan/Niob NME

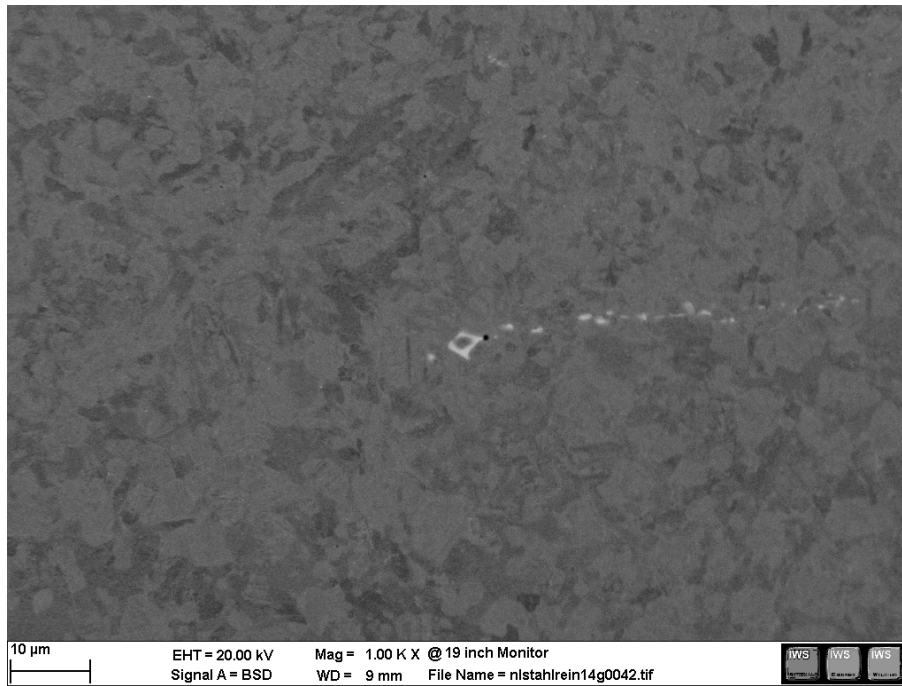


Abbildung 21: Aufnahme (BSM) – NME / Legierungselement

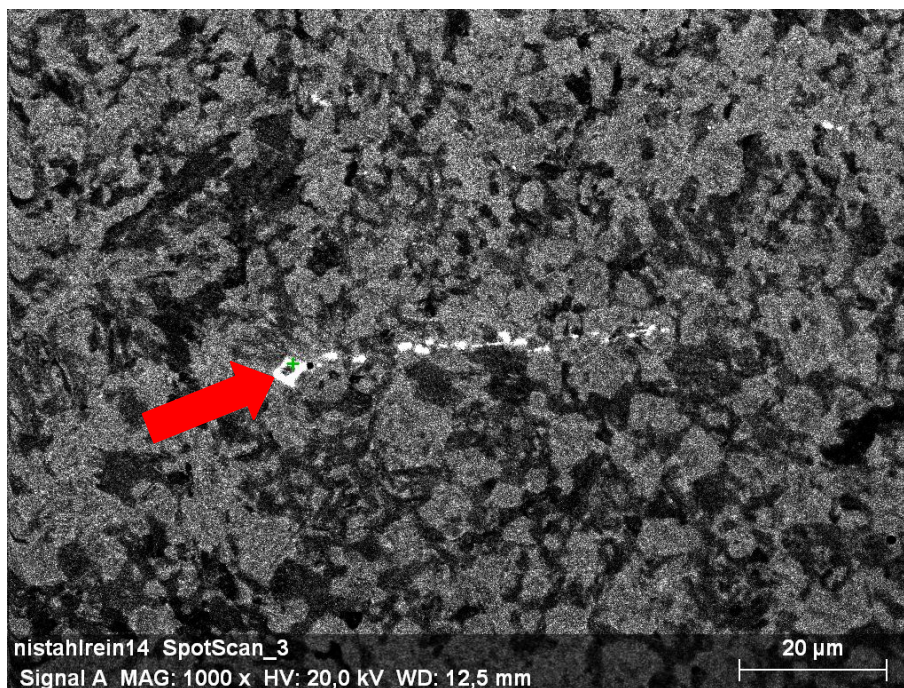


Abbildung 22: Aufnahme – NME / Legierungselement

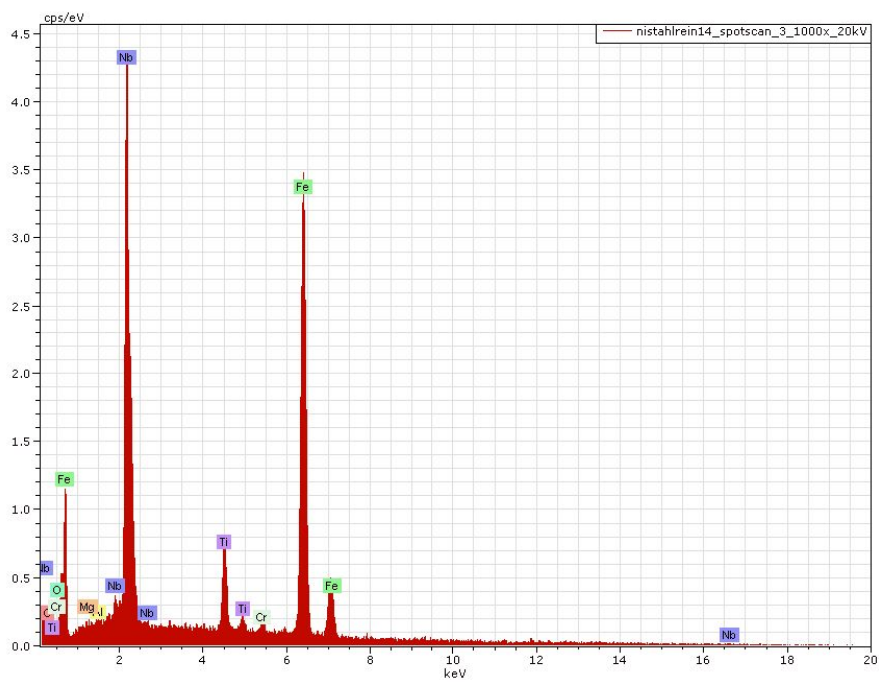


Abbildung 23: NME / Legierungselement

4 Auswertung

In diesem Kapitel werden die ermittelten Reinheitsgradanalysedaten entsprechend der erarbeiteten Grundlagen hinsichtlich der Korrelationsfähigkeit zur Findung der Grenzwerte für die EN 10247 untersucht. Der Ablauf der Auswertung richtet sich nach der in Kapitel 3 vorgestellten chronologischen Vorgehensweise, nach der auch das folgende Kapitel angeführt ist. Die festgelegten, relevanten Einschlusstypen zur Reinheitsgradermittlung sind inklusive der verwendeten Abkürzungen für das gesamte Kapitel gültig und in Tabelle 24 zusammengeführt. Nach der Auswertung des Reinheitsgrades der 150 Stahlproben und entsprechender Datenaufbereitung werden diese statistisch hinsichtlich ihrer Konsistenz analysiert und verarbeitet. Die getroffenen Annahmen sind ausschließlich für Betrachtungen in der nahtlosen Rohrproduktion gültig und nicht auf die Gesamtheit der verwendeten Normen übertragbar.

Die in diesem Kapitel zur Erstellung des Datenpools erforderlichen Stähle sind in Tabelle 25 angeführt und mit den entsprechenden Walzlosnummern zusammengefasst. Durch die Walzlosnummer sind alle wichtigen Produktionsdaten des Rohres abrufbar. Für die Auswertung haben diese aber keine nähere Bedeutung und werden daher durch Ordnungsnummern ersetzt, die ebenfalls dieser Tabelle 25 zu entnehmen sind

Tabelle 24: Auswertungsrelevante Einschlusstypen mit den entsprechenden Abkürzungen

| Verwendete Abkürzung | Einschlusstyp |
|----------------------|---|
| ET 1 | Langgestreckte sulfidische Einschlüsse |
| ET 2 | Oxidische Einschlüsse in aufgelöster Form |
| ET 3 | Oxidische Einschlüsse in globularer Form |

Tabelle 25: Walzlos- und Ordnungsnummern der analysierten Stähle

| Ordnungsnummer | RN18TIL | RN18TILX1A | RN19VNX44A | RN30FLX73A | RN32LNBV |
|----------------|---------|------------|------------|------------|----------|
| 1 | 176781 | 181474 | 181970 | 181046 | 167078 |
| 2 | 174360 | 181472 | 181972 | 181047 | 167072 |
| 3 | 177028 | 181470 | 181971 | 181045 | 167071 |
| 4 | 174388 | 181471 | 181976 | 181044 | 167073 |
| 5 | 176786 | 181469 | 181974 | 181568 | 167077 |

4.1 Stadium 01 - Statistische Korrelationsauswertung

Die ermittelten Reinheitsgradanalysedaten werden bezüglich ihrer Vergleichbarkeit in Form von Korrelationen betrachtet. Der errechnete Korrelationskoeffizient jeder Stahlsorte kann einen Wert zwischen -1 und +1 annehmen und zeigt somit eventuell vorliegende, lineare Zusammenhänge. Ist der ermittelte Wert 0, sind keine linearen Abhängigkeiten der Daten gegeben [34]. Die Rohre, die zur Probenentnahme bereitgestellt worden sind, stammen aus der laufenden Produktion und sind gemäß der spezifizierten Kundenanforderungen positiv geprüft worden und entsprechend zur Auslieferung freigegeben. Das ist ein sehr wichtiges Kriterium, denn Fehlerproben würden die Datenbereiche drastisch vergrößern und in weiterer Folge keine Korrelation zulassen. Die Auswertungen sind für alle relevanten Einschlusstypen durchgeführt worden, aber an dieser Stelle wird nur der Einschlusstyp 1 - langgestreckter sulfidischer Einschluss – exemplarisch anhand der Stahlsorte RN18TILX1A in Abbildung 24 gezeigt. Die restlichen Auswertungen der anderen Stähle sind im Anhang 9.1 hinterlegt.

Auf der X-Achse sind die Ordnungszahlen entsprechend der Walzlose aufgetragen und auf der Y-Achse die Werte der Reinheitsgradanalyse. Da die Skalen nicht für alle Normen und Methoden kombinierbar sind, werden diese für jede Stahlsorte in Form eines eigenen Diagramms erstellt. Zur besseren Visualisierung sind die Analysedaten über eine Trendlinie miteinander verbunden. Die Anordnung der Messdaten für die Walzlose (Ordnungsnummer) 1 – 5 entspricht dem chronologischen Verlauf der Analysen und kann daher als zufällig betrachtet werden.

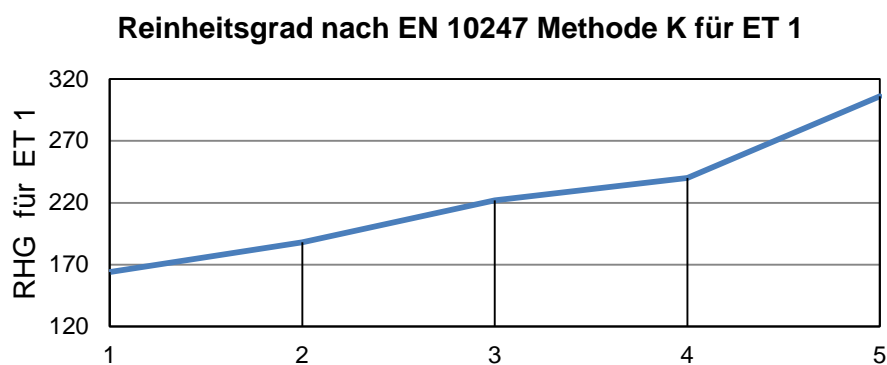
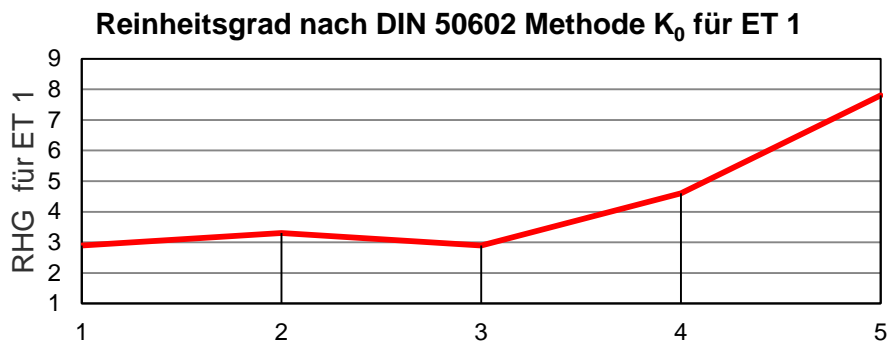
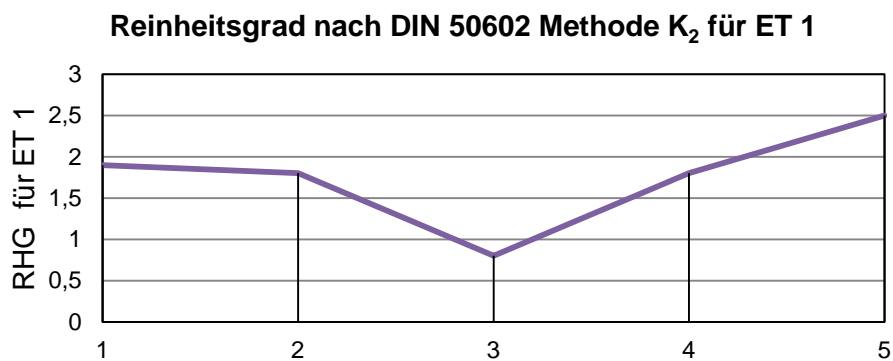


Abbildung 24: Reinheitsgrad nach EN 10247 Methode K für ET 1

Abbildung 25: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K₀ für ET 1Abbildung 26: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K₂ für ET 1

Bei Betrachtung der Abbildungen 24 – 26 lässt sich anhand der Trendlinien auf den ersten Blick kein offensichtlicher Zusammenhang feststellen. Betrachtet man allerdings nur die Analyseergebnisse der EN 10247 und der DIN 50602, Methode K₀, so folgt die Trendlinie einer ähnlichen Tendenz, unterscheidet sich jedoch deutlich im Wertebereich auf Grund der unterschiedlichen Methoden. Im Weiteren werden noch die Reinheitsgradanalysen nach der ASTM E45, Methode A und der ISO 4967, Methode A ergänzend betrachtet und bewertet und sind in den angestellten Abbildungen 27 und 28 visualisiert.

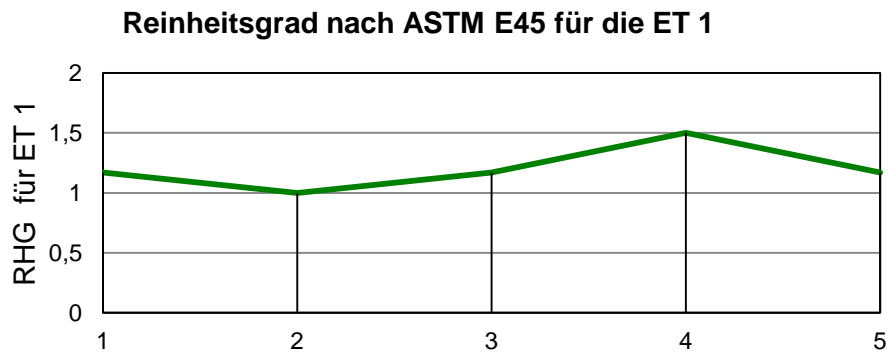


Abbildung 27: Reinheitsgrad nach ASTM E45 für ET 1

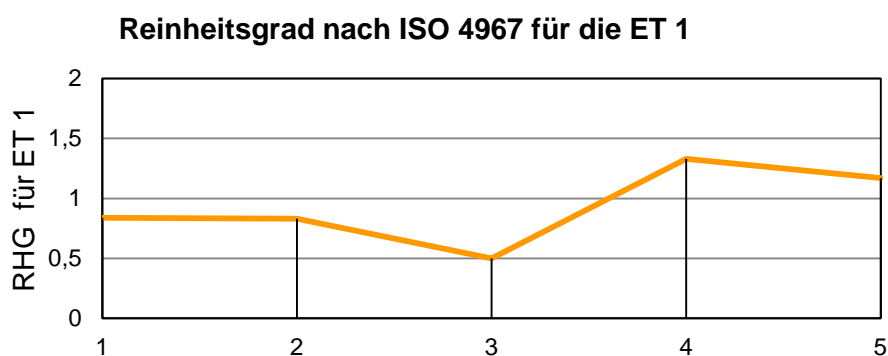


Abbildung 28: Reinheitsgrad nach ISO 4967 für ET 1

Auch bei diesen Auswertungen ist anhand der Trendlinie eine gewisse Datenkorrelation ersichtlich. Diese wird auch mittels der empirisch errechneten Korrelationskoeffizienten, die in der Tabelle 26 näher ausgeführt werden, bestätigt. Die Berechnung der Korrelationskoeffizienten ist gemäß den in Kapitel 2.4 erklärten Formeln 3 erfolgt.

Bei näherer Betrachtung der ermittelten Koeffizienten werden auch die optisch wahrgenommenen linearen Zusammenhänge validiert. Die DIN 50602, Methode K_0 zeigt besonders hohe lineare Zusammenhänge für die Stahlsorten mit einem Kohlenstoffgehalt unter 0,20%, da die Werte über 0,9 liegen, und somit eine sehr hohe Übereinstimmungswahrscheinlichkeit aufweisen. Im Gegensatz dazu weisen die Stahlsorten mit einem Kohlenstoffgehalt über 0,20% eine schlechte, beziehungsweise sogar eine negative Korrelation auf. Wenn man die Analysemethoden klassifizieren würde, könnte folgende Reihung über die linearen Zusammenhänge getroffen werden: Gute Korrelation - DIN 50602, Methode K_0 ; Mittlere Korrelation – ASTM E45, Methode A und ISO 4967, Methode A; Schlechte Korrelation – DIN 50602, Methode K_2 .

Tabelle 26: EN 10247 Korrelationskoeffizienten NME ET 1

| Norm & Methode | RN18TIL | RN18TILX1A | RN19VNX44A | RN30FLX73A | RN32LNBV |
|--------------------------|---------|------------|------------|------------|----------|
| DIN 50602 K ₀ | 0,93 | 0,92 | 0,94 | -0,44 | 0,27 |
| DIN 50602 K ₂ | 0,41 | 0,40 | 0,07 | -0,26 | 0,52 |
| ASTM E45 | 0,82 | 0,29 | 0,88 | 0,24 | 0,40 |
| ISO 4967 | 0,74 | 0,51 | 0,80 | 0,11 | -0,09 |

Die empirischen Werte zeigen teilweise sehr gute, beziehungsweise auch sehr schlechte Übereinstimmungen. Der Korrelationskoeffizient kann manche Zusammenhänge sehr gut beschreiben, aber auf die gesamte Bandbreite der Reinheitsgrasanalyse bezogen ist dieser nicht aussagekräftig genug. Die Abweichungen können zum Einen über die Legierungskonzepte der Stähle und den daraus resultierenden NME begründet werden, zum Anderen verhindert die „hohe“ Reinheit der Proben, dass sich die resultierenden Reinheitsgradergebnisse über die ganze, zulässige Bandbreite ausdehnen und dadurch ist der Wertebereich nur ein kleines Areal der möglichen Betrachtungszone.

Um dieses Areal zu maximieren, wäre das Auffinden von größeren NME aller Typen vorteilhaft, aber wie zuvor erwähnt, dürfen keine fehlerhaften Proben zur Analyse herangezogen werden. Dieser Umstand zeigt die Möglichkeit auf, diese Analyseergebnisse durch weitere Messungen zu ergänzen und dementsprechend eine Steigerung der Aussagekraft zu erzielen.

4.2 Stadium 02 - Splittung der Daten nach dem Kohlenstoffgehalt

Ein weiterer Ansatz zur Signifikanzsteigerung könnte über die Sortierung der Analyseergebnisse bestehen. Die absteigend sortierten Analysedaten sind im Diagramm der Abbildung 29 veranschaulicht.

Zusätzlich ist in diesem gegenüberstellenden Diagramm ein Mittelwert, gebildet aus den Trendlinien, in Form einer strichlierten Linie zu sehen. Dieser offensichtliche Zusammenhang zwischen Kohlenstoffgehalt der Legierung und den Analysedaten wird zusätzlich noch eingehender untersucht, damit die Aussagekraft der Ergebnisse gesteigert werden kann.

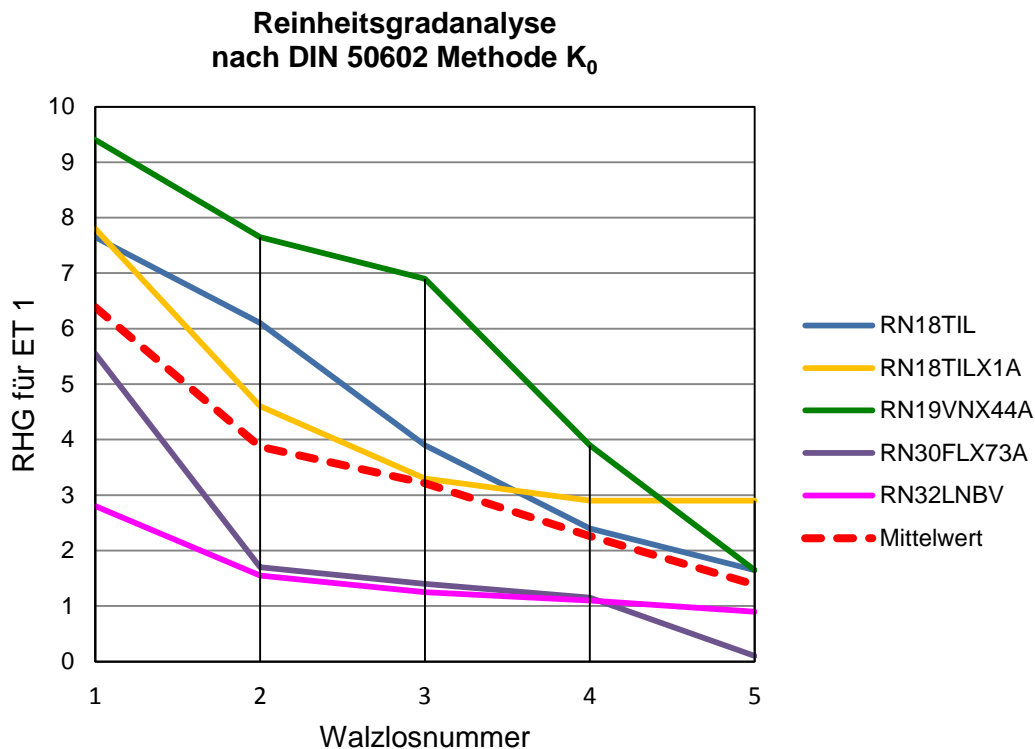


Abbildung 29: Gegenüberstellung der absteigend sortierten Reinheitsgrade

Über die in Abbildung 29 gezeigten Daten werden die ermittelten, sortierten Analysedaten anhand des ET1 veranschaulicht. Mit Fokus auf den Mittelwert kann folgende Aussage getroffen werden: Die Analysedaten der fünf untersuchten Stähle sind durch die Mittelwertdarstellung in zwei Bereiche zu unterteilen. Beachtet man nun diese Bereiche hinsichtlich der vorliegenden Legierungskonzepte, ist der Kohlenstoffgehalt ein mögliches Kriterium, das dieser Trennung entspricht.

Eine Analyse mit ausschließlich Fehlerproben könnte in Zukunft gesondert betrachtet werden, um die ermittelten Grenzwerte abzusichern, dies ist jedoch nicht Teil dieser Arbeit. Die Daten der weiteren Einschlusstypen ET2 zeigen noch geringere Vergleichbarkeiten als die erläuterten Daten dieses Abschnittes und sind im Anhang 9.2 hinterlegt.

4.3 Stadium 03 - Definition der Ausschlusskriterien

Im Abschnitt 4.2 konnte die Steigerung der Signifikanz durch die Trennung der Analysedaten aufgezeigt werden. Ein weiterer Ansatz zur Verbesserung liegt noch im Ausschluss von sehr kleinen Einschlüssen. Die zur Verfügung stehenden Normen decken jeweils zeilenmäßig die gleiche Fläche des jeweiligen Einschlusstyps ab, nur die EN 10247 unterscheidet sich an

dieser Stelle, da die flächenmäßige Unterscheidung der Einschlusstypen über eine Stufenfunktion abgedeckt wird. Aus diesem Grund, werden die Analysedaten folglich hinsichtlich der Fläche entsprechend Zeile 1 und Zeile 2 gemäß der Bildreihentafel und für die EN 10247 Stufenversetzung gerecht ausgeschlossen, da diese wie schon in den Grundlagen erörtert, keinen Einfluss auf das Produkt Rohr und die jeweiligen Anwendungsgebiete aufweisen.

Tabelle 27 zeigt die Steigerung der Korrelationskoeffizienten mit Ausschluss der Einschlusstypen gemäß der Fläche nach Zeile 1 und 2. Ebenso werden die Messwerte gleich Null aus der Bewertung ausgeschlossen. Diese stehen nur dafür, dass keine Detektionen aufgefunden worden sind und daher keine Aussagekraft besitzen, aber sehr wohl einen Einfluss hinsichtlich der Datenkonsistenz in Form der Verteilungsverzerrung aufweisen.

Tabelle 27: Gegenüberstellung der Korrelationskoeffizienten den Ausschlusskriterien der unterliegenden Analysedaten

| Ordnungsnummer | EN 10247 | ISO 4967 | ASTM E45 | DIN 50602 K0 | DIN 50602 K2 | EN 10247 - 1 Zeile | EN 10247 -1,2 Zeile |
|-----------------------|-----------------|-----------------|-----------------|---------------------|---------------------|---------------------------|----------------------------|
| 1 | 164 | 0,84 | 1,17 | 2,9 | 1,9 | 160 | 93 |
| 2 | 188 | 0,83 | 1 | 3,3 | 1,8 | 145 | 75 |
| 3 | 222 | 0,5 | 1,17 | 2,9 | 0,8 | 200 | 107 |
| 4 | 240 | 1,33 | 1,5 | 4,6 | 1,8 | 217 | 129 |
| 5 | 306 | 1,17 | 1,17 | 7,8 | 2,5 | 286 | 188 |
| Korrelation 1 | | 0,50 | 0,29 | 0,91 | 0,40 | | |
| Korrelation 2 | | 0,51 | 0,37 | 0,90 | 0,43 | | |
| Korrelation 3 | | 0,57 | 0,34 | 0,94 | 0,54 | | |

Die Daten der anderen Reinheitsgradanalysen zum Einschlusstyp ET2, sind im Anhang 9.3 hinterlegt.

Folglich sind künftige Reinheitsgradanalysen unter Berücksichtigung dieser Ausschlusskriterien durchzuführen:

- (1) Ausschluss der Einschlusstypen entsprechend der Fläche gemäß Zeile 1 & 2**
- (2) Ausschluss der Null-Werte**
- (3) Trennung der Daten hinsichtlich des Kohlenstoffgehaltes**

4.4 Stadium 04 – Stichprobenauswertung

Um sich einen guten Überblick über alle 150 Untersuchungen zu verschaffen, werden Box-Whisker-Plots der ermittelten Datenreihen aus der Tabelle 28 gebildet. Abbildung 30 stellt den Box-Whisker-Plot für die Stahlsorte RN18TIL, ET 1 dar. Das Ergebnis zeigt eine gute Verteilung der Reinheitsgrade innerhalb des Walzloses mit Ausnahme von Walzlos 5, da dieses einen sehr großen Wertebereich aufweist.

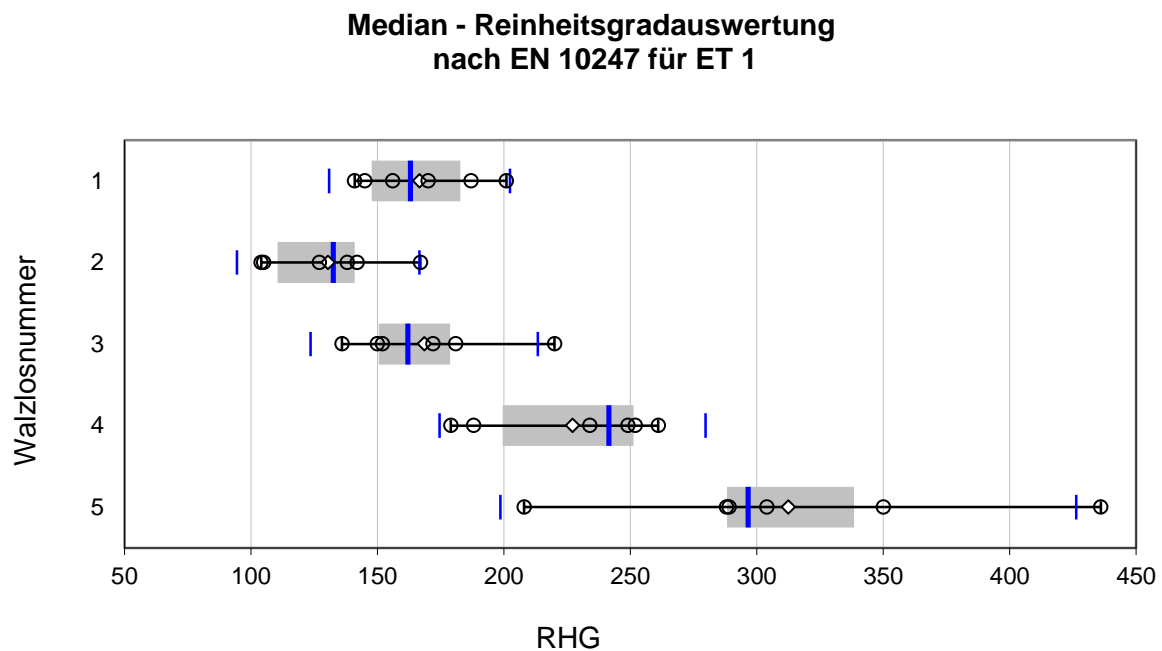


Abbildung 30: Box-Whisker-Plot; Reinheitsgrad nach EN 10247, ET 1, RN18TIL

Die entsprechenden Plots für die Stahlsorte RN18TILX1A werden in Abbildung 31 für den ET 1 und in Abbildung 32 für den ET 2 gezeigt. Der in Abbildung 32 gezeigte Box-Whisker-Plot weist keine Zentrierung der Daten auf und durch die beinhalteten Nullwerte sind große Schwankungen vorhanden.

Alle Stichproben werden zusätzlich zum berechneten Korrelationskoeffizienten ergänzt, um eine Vergleichbarkeit der Reinheitsgraddaten zu erzielen. Tabelle 29 zeigt die Korrelationskoeffizienten für den ET 1 sowie einen guten linearen Zusammenhang dieser.

Tabelle 28: Stichprobenanalyse - Median und Quantil 95%

| Ordnungs- nummer | EN 10247 | | | DIN 50602 K ₀ | | | DIN 50602 K ₂ | | |
|---------------------|----------|-------|-------|--------------------------|-------|-------|--------------------------|------|------|
| | ET 1 | ET 2 | ET 3 | ET 1 | ET 2 | ET 3 | ET 1 | ET 2 | ET 3 |
| 1 | 163 | 4,815 | 0 | 1,15 | 0,625 | 0,125 | 0,5 | 0 | 0 |
| 2 | 132,5 | 0 | 0 | 0,35 | 0,15 | 0,075 | 0 | 0 | 0 |
| 3 | 162 | 0 | 4,665 | 0,6 | 0,425 | 0 | 0,1 | 0 | 0 |
| 4 | 241,5 | 0 | 3,615 | 0,8 | 0,1 | 0,25 | 0,5 | 0 | 0,1 |
| 5 | 296,5 | 0,895 | 0 | 2,1 | 0,325 | 0,125 | 0,3 | 0 | 0 |
| 6 | 70,5 | 3,57 | 0 | 0,175 | 0,875 | 0,025 | 0,1 | 0 | 0 |
| 7 | 98 | 0,89 | 0 | 0,525 | 1,05 | 0,075 | 0,2 | 0 | 0 |
| 8 | 92 | 3,58 | 0 | 0,425 | 1,775 | 0,075 | 0,1 | 0 | 0 |
| 9 | 104,5 | 1,775 | 0 | 0,675 | 1,15 | 0,025 | 0,2 | 0 | 0 |
| 10 | 178,5 | 0 | 0 | 1,225 | 1,175 | 0,15 | 0,3 | 0 | 0 |
| 11 | 321,5 | 1,785 | 4,61 | 1,375 | 0,325 | 0,025 | 0 | 0 | 0 |
| 12 | 209,5 | 2,695 | 0 | 1,15 | 0,4 | 0,05 | 0 | 0 | 0 |
| 13 | 264,5 | 1,81 | 0 | 1,3 | 0,55 | 0,05 | 0 | 0 | 0 |
| 14 | 56,5 | 3,59 | 0 | 0,275 | 0,425 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 15 | 149 | 1,8 | 0,34 | 0,475 | 0,4 | 0,05 | 0 | 0 | 0 |
| 16 | 89,5 | 0 | 0 | 0,2 | 0,2 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 17 | 54,5 | 1,895 | 0 | 0,2 | 0,025 | 0,025 | 0 | 0 | 0 |
| 18 | 39,9 | 0,945 | 0 | 0,475 | 0,2 | 0 | 0,25 | 0 | 0 |
| 19 | 46,4 | 0 | 0 | 0,275 | 0,05 | 0 | 0 | 0 | 0 |

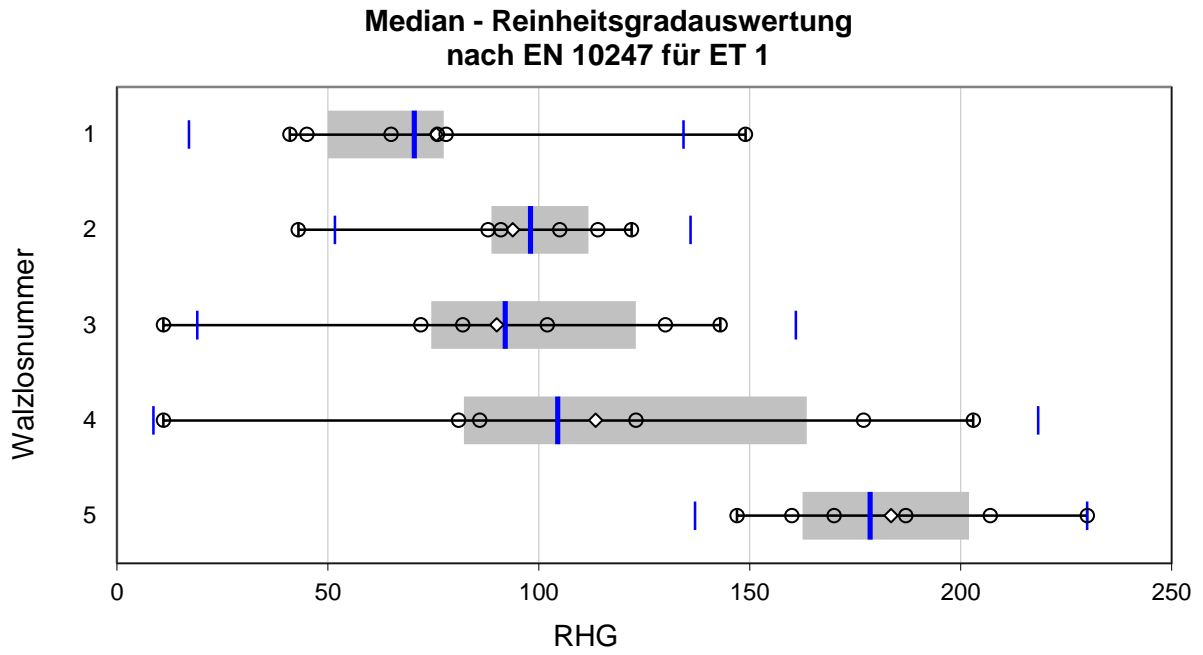


Abbildung 31: Box-Whisker-Plot; Reinheitsgrad nach EN 10247, ET 1, RN18TILX1A

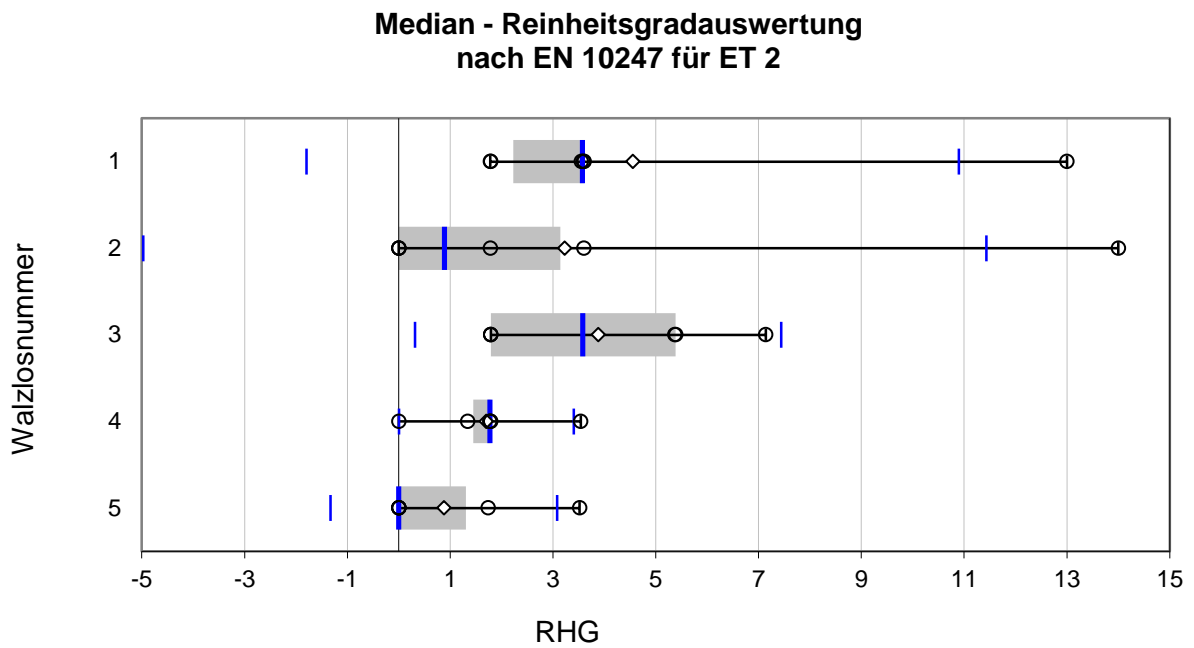


Abbildung 32: Box-Whisker-Plot; Reinheitsgrad nach EN 10247, ET 2, RN18TILX1A

Tabelle 29: Korrelationskoeffizienten nach EN 10247 und DIN 50602, Methode K₀ für ET 1, ET 2 und ET 3.

| Stahlsorte | ET 1 | ET 2 | ET 3 |
|------------|------|-------|-------|
| Gruppe 1 * | 0,77 | 0,26 | 0,37 |
| RN18TIL | 0,85 | 0,81 | 0,54 |
| RN18TILX1A | 0,72 | 0,053 | -0,01 |
| RN19VNX44A | 0,78 | 0,16 | 0,20 |
| RN30FLX73A | 0,73 | 0,34 | -0,08 |
| RN32LNBV | 0,28 | 0,21 | -0,11 |

* Zusammenfassung der Stahlsorten mit einem Kohlenstoffgehalt von unter 0,20%

In Abbildung 33 wird ein Diagramm mit einem 95 % Quantil für den Reinheitsgrad nach EN 10247, Methode K, ET 1 für alle Stahlsorten dargestellt. Die in Abbildung 33 und 34 verwendeten Ordnungsnummern sind laut Tabelle 30 gewählt und stehen für die jeweilige Stahlsorte und das analysierte Walzlos.

Tabelle 30: Ordnungsnummer stellvertretend für die Walzlosnummer und Stahlsorte

| Nr | RN18TIL | Nr | RN18TILX1A | Nr | RN19VNX44A | Nr | RN30FLX73A | Nr | RN32LNBV |
|----|---------|----|------------|----|------------|----|------------|----|----------|
| 1 | 174360 | 6 | 181469 | 11 | 181970 | 16 | 181044 | 21 | 167071 |
| 2 | 174388 | 7 | 181470 | 12 | 181972 | 17 | 181045 | 22 | 167072 |
| 3 | 176781 | 8 | 181471 | 13 | 181971 | 18 | 181046 | 23 | 167078 |
| 4 | 176786 | 9 | 181472 | 14 | 181976 | 19 | 181047 | 24 | 167077 |
| 5 | 177028 | 10 | 181474 | 15 | 181974 | 20 | 181568 | 25 | - |

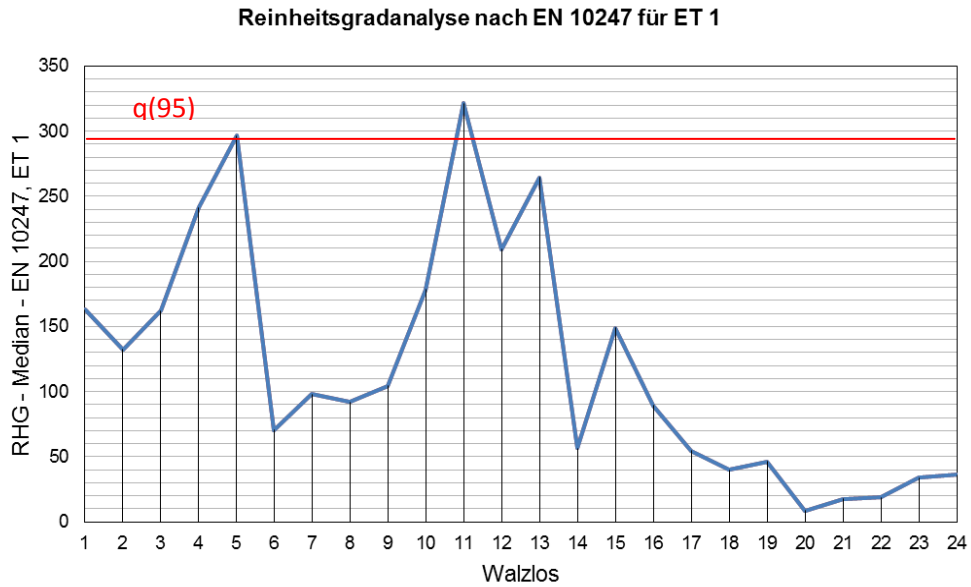


Abbildung 33: Reinheitsgradanalyse nach EN 10247, Methode K für ET 1

Auf der Abszisse sind die Ordnungszahlen entsprechend Tabelle 30 aufgetragen und auf der Ordinate die Mediane der Reinheitsgradanalyse. Walzlos 5 und 11 liegen über dem angesetzten Quantil mit 95 %. Abbildung 34 zeigt das gleiche Diagramm mit dem 95 % Quantil für den Reinheitsgrad nach DIN 50602, Methode K für ET 1. Auch nach der DIN 50602 liegen die Walzlose 5 und 11 ebenfalls oberhalb.

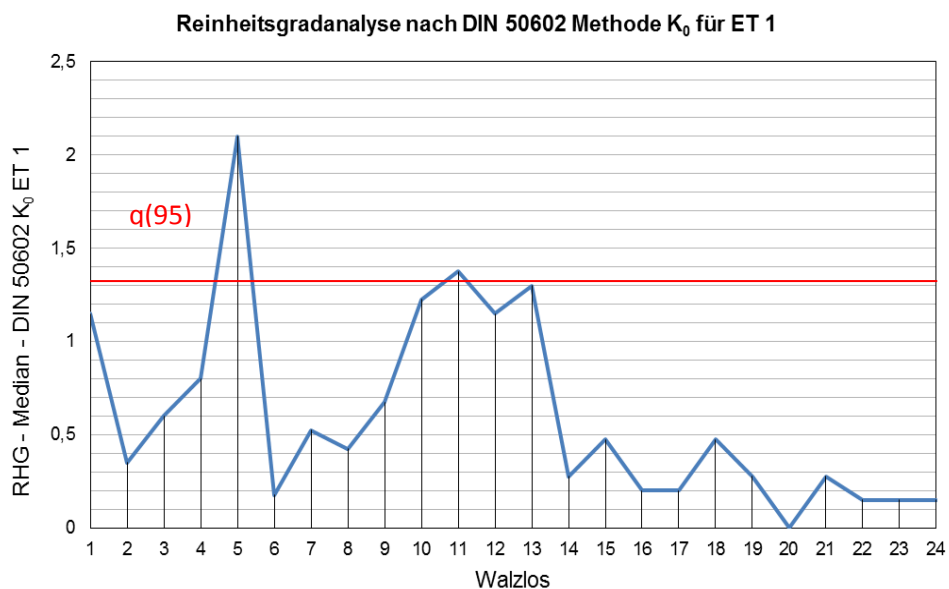


Abbildung 34: Reinheitsgradanalyse nach DIN 50602, Methode K₀, für ET 1

Der Reinheitsgrad für die unterschiedlichen Normen und deren Methoden zeigen für Grenzfälle gute Vergleichbarkeiten, da sowohl die DIN als auch die EN die analysierten Walzlose 5 & 11 über das Quantil mit 95 % identifizieren. Um die Prozessfähigkeit der Reinheitsgradbestimmung zu berechnen, müssen die Grenzwerte, deren Standardabweichung sowie das Streuungsmaß, das Lagemaß und das Schiefmaß der Datenreihe bekannt sein. Um die benötigten Werte empirisch zu ermitteln und um ein statistisch signifikante Ergebnis zu erhalten, muss ein Datenpool geschaffen werden, der alle Nullwerte ausschließt.

4.5 Stadium 05 - Prüfvorschrift und Prüfplan

In diesem Abschnitt wird der in den Grundlagen erarbeitete, vereinheitlichte Prüfplan zur Schaffung des erforderlichen Datenpools zusammengefasst dargestellt. Dieser wird in weiterer Folge mittels eines Diagrammes in tabellarischer Form visualisiert und dient als Grundlage für alle künftigen Untersuchungen. Die in dieser Arbeit aufgezeigten Ergebnisse sind bereits gemäß diesem Schema in Form der Reinheitsgradanalyse ermittelt worden. Die ursprünglich vorhergesehenen Datensätze können nicht zur Maximierung der Stichprobenauswertung herangezogen werden, da bei der Prüfung der Datenkonsistenz der Daten leider unterschiedliche Bezugssysteme erkannt worden sind und resultierend daraus keine Vergleichbarkeit zu erzielen ist.

Damit diese Problematik der unterschiedlichen Bezugssysteme künftig vermieden werden kann, erfolgen alle Prüfungen des Reinheitsgrades mit der automatischen Bildanalysesoftware „Inclusion Inspector“ von Olympus gemäß dem in Tabelle 31 gezeigten Prüfplans. Anhand dieser Maßnahme wird abgesichert, dass die in Zukunft ermittelten Reinheitsgrade einem Bezugssystem (Prüffläche) entsprechen und so auch vergleichbar sind, obwohl sich diese hinsichtlich der Norm und Methode unterscheiden.

Der Prüfablauf des folgenden Schemas ist grundsätzlich in fünf Stufen gegliedert, und hat sowohl für laufende Untersuchungen eine Gültigkeit als auch für additive, außerordentliche Prüfungen. Die erforderlichen, normgerechten Routinen und Methoden sind in der Software mit den entsprechenden Einstellungen hinterlegt und können nur von einem Administrator abgeändert werden.

Die Bereiche des Prüfplans zur Ermittlung des Reinheitsgrades sind folgendermaßen gegliedert und werden anschließend entsprechend erklärt:

- **Prüfauftrag**
- **Probenpräparation**
- **Auswertung des Reinheitsgrades mit der automatischen Bildanalysesoftware „Inclusion Inspector“**
- **Datenpool**
- **Pooldaten Auswertung**

Tabelle 31: Prüfplan

| Prüfplan – Untersuchung des Reinheitsgrades | |
|--|--|
| Prüfauftrag | |
| Anforderung durch Produktionsauftrag | Kundendatenblatt |
| Anforderung Sonderprüfung | Interne Charakterisierungen und Analysen |
| Festlegung der Auswertungsmethoden & Norm | Erfassung des Probenbedarfs laut Produkt-Datenblatt bzw. Sonderprüfauftrag |



| Probenpräparation | |
|-----------------------------------|---|
| Trennen | Schnitt parallel zur Rohrachse => Längsschliff, 6 Proben |
| Kennzeichnung der Probe(n) | Stempelung der Probe mit Walzlos & Reinheitsgrad Probe (1-6) |
| Härten | Bei 850°C im Laborofen die Probe für 30 Min. erhitzen, anschließend in Öl abschrecken, um die Analysequalität zu steigern |
| Einbetten | Die gehärteten Proben in der Warmeinbettpresse mit den Resinen Durofast und Clarofast einbetten, wobei die durchsichtige Deckschicht zur Lesbarkeit der Probenstempelung dient. |
| Schleifen | Das Schleifen muss in Stufen der Körnung entsprechend erfolgen: 80, 220, 500, 1200, 2000; Der Anpressdruck der Proben wird gemäß der Probenhärte gewählt. Präparationsdauer je Schleifstufe ca. 3 Min. |
| Polieren | Stufe 1: 3µm monokristalline Diamantsuspension; Stufe 2: 1µm polykristalline Diamantsuspension; Schmiermittel für beide Präparationsstufen auf alkoholischer Basis; Der Anpressdruck der Proben wird gemäß der Probenhärte gewählt. Präparationsdauer je Stufe ca. 4 Min. |
| Reinigung | Besondere Sorgfalt ist bei der finalen Reinigung erforderlich, da die erzielte Oberflächenqualität sich in den Analyseergebnissen wieder spiegelt. Probenoberfläche mit Alkohol abwaschen, anschließend mit Föhn trocknen. Falls nötig, Probenoberfläche im Ultraschallreiniger ergänzend behandeln |



| Auswertung des Reinheitsgrades mit der automatischen Bildanalysesoftware „Inclusion Inspector“ | |
|---|--|
| Auswahl der Norm & Methode | Basisauswertung ohne Einschränkungen gemäß voestalpine Tubulars – Vorlage EN 10247, Methode K |
| Mikroskop Probenhandling | Proben am Mikroskopisch mit der Analysefläche nach unten auflegen und fixieren. Proben ausrichten (horizontal und vertikal) |
| Definition der Schwellwerte | Über den Grauwert wird mittels Livebild eine Unterscheidung der vorliegenden ET getroffen |
| Definition der Prüffläche | Je Walzlos sind 6 Proben mit je einer Prüffläche von 105 ±5 mm² zu untersuchen Rohr WD > 10 mm → 6 Proben Rohr WD < 10 mm → mehr Proben erforderlich Prüffläche fokussieren über Livebildabgleich für entsprechende Bildqualität und Schärfe, Probenlage parametrieren; |
| Start der Analyse | Analyse starten unter Berücksichtigung der Ausschlusskriterien bzw. Splittung gemäß Kohlenstoffgehalt |
| Partikel validieren | Detektierte Partikel kontrollieren und korrigieren |
| Prüfdaten validieren | Prüfdaten auf Plausibilität kontrollieren |
| Prüfung abschließen | Bericht nach Standardvorlage erstellen |



| Datenpool | |
|------------------|-----------------------|
| Datenpool | Prüfergebnis einfügen |



| Auswertung Pooldaten | |
|--------------------------------|--|
| Statistische Auswertung | Statistische Bewertung der Analysedaten mit vergrößerter Stichprobenanzahl |

* Nicht Teil dieser Arbeit, wird erst mit entsprechendem Umfang der Stichprobe durchgeführt

Die künftigen, ermittelten Daten müssen zuerst auf die Verteilung geprüft werden, da diese eingangs ein richtiges Kriterium zur Auswahl der richtigen Methode bilden. Für normalverteilte Analysedaten gilt folgendes:

- (1) Ermittlung der Datenverteilung des vorliegenden Datenpools**
- (2) Berechnung der relevanten Maßzahlen (Streuungsmaß und Lagemaß)**
- (3) Qualitätsregelkarte zur Prozessbewertung entwickeln und untersuchen**
 - a. Berechnung der Warn- und Eingriffsgrenzen
 - b. Berechnung des Prozessfähigkeitsquotienten
- (4) Berechnung der Spezifikationsgrenzen**

Voraussichtlich werden die Daten des Reinheitsgrades der Schadensfälle und Fehlerproben eine gute lineare Vergleichbarkeit aufweisen. Der Reinheitsgrad soll nach den entsprechenden Normen ermittelt werden und die festgelegten Einschlusstypen bewerten.

5 Zusammenfassung der Ergebnisse

Die Erkenntnisse und Resultate der durchgeführten statistischen Analysen zur Reinheitsgradbestimmung und Findung der erforderlichen Grenzwerte entsprechend EN 10247 sind in diesem Kapitel zusammengefasst. Ein Ausblick über die weiteren erforderlichen Tätigkeiten zur Fixierung der benötigten Grenzwerte beenden die Ausführungen und definieren den weiteren Verlauf zur Schaffung des erforderlichen Datenpools als Basis für eine künftige statistische Auswertung.

Eine Korrelation zwischen den ermittelten Prüfdaten des Reinheitsgrades unter der Berücksichtigung der Anwendbarkeit und einer Staffelung entsprechend des Kohlenstoffgehaltes ist erfolgreich ermittelt worden. Die Anwendbarkeit bezieht sich ausschließlich auf Legierungskonzepte die maximal 6% Gesamtanteil an Zusätzen aufweisen. Diese Einschränkung entspricht nicht der Gesamtheit der Norm EN 10247. Daher ist auch keine generelle Gültigkeit der erarbeiteten Thesen auf diese zu übertragen und diese sind somit ausschließlich für die Nahtlosrohrproduktion der voestalpine Tubulars relevant.

Die ursprünglich angedachten und der Auswertung zugrundeliegenden Daten konnten nicht herangezogen werden, da Abweichungen in der Basiskonfiguration der Detektion analysiert worden sind und keine Vergleichbarkeit zugelassen haben. Der daraufhin entwickelte und im Prozess implementierte Prüfplan zur Ermittlung des Reinheitsgrades dient zur Erstellung eines Datenpools, durch Vereinheitlichung der Prüfparameter, welche in weiterer Folge zur Abklärung der aufgestellten Thesen dienen. Die zukünftig ermittelten, auf Basis des Prüfplans durchgeführten Messungen und die daraus resultierenden Daten, bilden folglich die gesuchten Grenzwerte ab.

Der zu generierende Datenpool, welcher sich unter Berücksichtigung der Zuordnung entsprechend der Kohlenstoffgehaltsklasse der Legierung und zusätzlicher Vernachlässigung von kleinen Einschlüssen gemäß EN 10247 ohne Zeile 1 und Zeile 2 ergibt, weist keinen Einfluss auf die Produktqualität auf. Da diese grundsätzlich nicht auswertungsrelevant sind, steigert sich nachweislich die Signifikanz der ermittelten Korrelationskoeffizienten.

Die Prüfdaten können anhand Ihrer Beschaffenheit, die sich erst künftig abzeichnen wird, über zwei Wege zur statistischen Betrachtung und somit zur Ergebnisfindung dienen. Die

hohe Qualität in Form der Reinheit des eingesetzten Vormaterials in der Rohrproduktion, welche mittels LD-Verfahren im Schwesterunternehmen voestalpine Stahl Donawitz produziert wird, lässt analog der Stichproben eine Normalverteilung erwarten.

Datenpool – Normalverteilung der Prüfdaten:

Die zu analysierenden Proben stammen ausschließlich aus der Serienproduktion, damit die Datenkonsistenz gewährleistet werden kann und einer Normalverteilung unterliegen. Die erforderliche Probenanzahl kann nur sinnvoll empirisch abgeklärt werden und ist über die Signifikanz der ermittelten Korrelationskoeffizienten möglich. Durch regelmäßige Intervalle der statistischen Auswertung, kann die absolute Änderung der Koeffizienten betrachtet werden, und die Anzahl an Prüfdaten validiert werden. Der Vorteil dieser Methode ist es, alle Normen miteinander zu vereinigen, und somit eine exaktere Beschreibung der Grenzwerte durchzuführen.

Datenpool – Extremwertanalyse:

Proben die durch Schadensfälle oder Ausschuss in der Produktion stammen, können zur Absicherung der über die normalverteilten generierten Grenzwerte dienen. Voraussetzung für diese statistische Analyse ist eine gesonderte Datenmenge, mit der eine Aussage zu den Grenzwerten auf Basis von DIN 50602 sowie EN 10247 getroffen werden kann.

Die enorme Wichtigkeit der Reinheitsgradermittlung und die erfolgreiche Implementierung der automatischen Bildanalyse, auf Basis gleicher Prüfparameter, ermöglichen die schon längst zurückgezogene aber standardmäßig verwendete Norm DIN 50602 auch in den Produktspezifikationen durch die gültige EN 10247 zu substituieren. Durch die EN 10247 in Kombination mit einer Softwarelösung zur automatischen Bildanalyse, ist ein Regelwerk zur Prüfung des Reinheitsgrades von Stählen geschaffen worden, ohne jegliche Einflüsse des Prüfergebnisses auf Basis von subjektiven Empfindungen des durchführenden Prüfpersonals. Dieses Konzept entspricht dem hohen Standard, den moderne (ultra)hochreine Stähle im Hinblick auf den Stahlreinheitsgrad erfüllen müssen und rundet durch entsprechende Prüfung, auf Basis von exakt definierten mathematischen Beziehungen und Zuständen der vorliegenden nichtmetallischen Einschlüsse, die Qualität in Form der Prüfung ab.

6 Literaturverzeichnis

- [1] Materialprüfung, Deutsches Institut für Normung. Metallographische Prüfung des Gehaltes nichtmetallischer Einschlüsse in Stählen mit Bildreihen : Deutsche Fassung. EN 10247: 2007, Düsseldorf: Beuth, 2007.
- [2] voestalpine Konzernpräsentation, 2014.
- [3] www.tube.de, Dezember, 2013 (Nahtlosrohr Kapazitäten die 10 größten Hersteller).
- [4] Kiesling, R.: Non-metallic Inclusions in Steel: Kiessling, R. and Lange, N. Inclusions belonging to the pseudo-ternary system MnO-SiO₂-Al₂O₃ and related systems. 2nd. : Metals Society, 1978.
- [5] www.metallograf.de, Dezember, 2013.
- [6] Dahl, W.: Eigenschaften und Anwendungen von Stählen 1/2 : Band 1: Grundlagen / Band 2: Stahlkunde. : Verlag der Augustinus Bhg, 1993.
- [7] Bargel, H.-J. ; Schulze, Günter ; Hilbrans, Hermann ; Hübner, Karl-Heinz ; Krüger, Oswald ; Bargel, Hans-Jürgen ; Schulze, Günter: Werkstoffkunde.. 8. überarb. Aufl.. Heidelberg: Springer-Verlag GmbH, 2004.
- [8] Weißbach, W. ; Dahms, Michael: Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung. 15. überarb. u. erw. Aufl. 2004. Wiesbaden: Vieweg, 2004.
- [9] www.ru.wikipedia.org, Dezember, 2013.
- [10] Ovtchinnikov, S.: Kontrollierte Erstarrung und Einschlußbildung bei der Desoxidation von hochreinen Stahlschmelzen. Freiburg i.B.: , 2002.
- [11] Ohser, J.: Statistical analysis of microstructures in materials science, S 169.
- [12] Aktionson, H.V., Shi G.: Charakterization of inclusions in clean steels: a review including the statistics of extremes methodr. Progress in Material Science, 2003.
- [13] Deutsche Institut für Normung.(Ed.): DIN 50602, Mikroskopische Prüfung von Edelstählen auf nichtmetallischer Einschlüsse mit Bildreihen, Beuth Verlag GmbH, Berlin, 1985.
- [14] Murakami, Y: Metal fatigue: effects of small defects and nonmetallic inclusions: effects of small defects and nonmetallic inclusions. 1. Aufl.. Amsterdam: Elsevier, 2002.
- [15] Szklarska-śmialowska, Z., Lunarska, E.: The effect of sulfide inclusions on the susceptibility of steels to pitting, stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement Materials and Corrosion, 1981.
- [16] Cheng, Y. Frank: Stress Corrosion Cracking of Pipelines. New York: John Wiley & Sons, 2013.
- [17] Grote, K.-H.: Dubbel Taschenbuch für den Maschinenbau. Berlin Heidelberg New York: Springer-Verlag, 2011.

- [18] Pühringer, J.: Normative Reinheitsgradprüfung Bedeutung - Hintergründe, ASMET, 2013
- [19] Wang Y. and Akid R.: Role of Nonmetallic Inclusions in Fatigue, Pitting, and Corrosion Fatigue. Corrosion: February 1996, Vol. 52, No. 2, 1996.
- [20] Gnip I. P., Pokhmurs'kii V. I., Antoshchak I. M.: Effects of nonmetallic inclusions on stress corrosion cracking in steels, July–August, 1992, Volume 28, Issue 4, pp 348-354
- [21] Rodionova I. G., Baklanova O. N., Zaytsev A. I.: K voprosu o sostave i svoystvakh korrozionno-aktivnykh nemetallicheskich vklyucheniyy v trubnykh stalyakh, mekhanizmakh vliyaniya na korroziyu. Moscow, 2002.
- [22] www.markmet.ru/statya_po_metallurgii/ März, 2014.
- [23] www.eschmanntextures.com/ Artikel „Polieren von Werkzeugstählen“, März, 2014.
- [24] Tatzreiter, A.: Statistische Absicherung von Reinheitsgradbestimmungen bei Stählen unterschiedlicher Verfahrensrouten mittels automatisierter, lichtmikroskopischer Methode, Bachelorarbeit MU Leoben, 2012.
- [25] Colliex, Christian ; Kohl, Helmut: Elektronenmikroskopie : eine anwendungsbezogene Einführung. 1. Aufl.. Stuttgart: Wiss. Verlag-Ges., 2008.
- [26] www.techniklexikon.net, Juni, 2014.
- [27] Handbuch: Olympus Inclusion Inspector, 2013.
- [28] <http://www.sensore-electronic.com/> Juni, 2014
- [29] Skriptum „REM“, April, 2012.
- [30] American Society for Testing and Materials (Ed.): ASTM E45, Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel, Beuth Verlag GmbH, 2011.
- [31] International Organization of Standardization (Ed.): ISO 4967, Steel – Determination of content of nonmetallic inclusions – Micrographic method using standard diagrams, 1998.
- [32] ASMET UA Sitzung, Oktober 2013.
- [33] <http://de.wikipedia.org/wiki/Informationsquali>, Juni, 2014.
- [34] Frühwirth R.: Einführung in die Planung von Experimenten und die Auswertung von Meßergebnissen, VO Skript 142.340, Institut für Hohenenergiephysik, Oktober 2010.
- [35] Gränicher, Heini: Messung beendet - was nun? : Einführung und Nachschlagewerk für die Planung und Auswertung von Messungen. 2. Aufl.. Zürich: vdf Hochschulverlag AG, 1996.
- [36] <http://de.wikipedia.org/wiki/Quantil>, Mai, 2013
- [37] Bortz, Jürgen ; Döring, Nicola: Forschungsmethoden und Evaluation : für Human- und Sozialwissenschaftler ; mit ... 70 Tabellen. 3. überarb. Aufl. 2002. Nachdruck. Berlin, Heidelberg: Springer, 2002.]

- [38] <http://www.tangram.co.uk/GI-InfoSheet06-ProblemSolving.html/> Tangram Technology Ltd. 1998, Mai, 2014
- [39] http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Xquer_Regelkarte.svg, Mai, 2014
- [40] Pyzdek, Thomas ; Keller, Paul: The Six Sigma Handbook, Third Edition. Madison: McGraw Hill Professional, 2009.
- [41] Montgomery C. D.: Introduction To Statistical Quality Control, 4Th Ed. : Wiley India Pvt. Limited, 2007.

7 Abbildungsverzeichnis

| | |
|--|----|
| Abbildung 1: Übersicht der vier Divisionen der voestalpine AG mit den wichtigsten Kennzahlen und entsprechender Gliederung [2] | 8 |
| Abbildung 2: Überblick der wichtigsten Konzernkennzahlen und Umsatz nach Branchen [2]. | 8 |
| Abbildung 3: Schematische Darstellung Lichtmikroskop [26] | 16 |
| Abbildung 4: Schematische Darstellung Rasterelektronenmikroskop [6] | 19 |
| Abbildung 5: Schematischer Aufbau eines energiedispersiven Röntgenspektrometers [29] . | 20 |
| Abbildung 6 : Bildreihentafel zur Prüfung von NME nach DIN 50602 [13] | 22 |
| Abbildung 7: Schematische Darstellung der NME-Typen nach EN 10247 [1] | 23 |
| Abbildung 8: Schematische Darstellung eines Box-Whisker-Plots [36] | 35 |
| Abbildung 9: Schematische Darstellung eine Qualitätsregelkarte [39] | 37 |
| Abbildung 10: Analyse sulfidischer NME | 46 |
| Abbildung 11: EDX-Spektrum des vermutlich sulfidischen NME | 47 |
| Abbildung 12: Zeilenscan eines sulfidischen NME..... | 48 |
| Abbildung 13: Elementverteilungsbild eines mangansulfidischen Einschlusses; Grün – Eisen, Blau – Mangan | 48 |
| Abbildung 14: Elementverteilungsbild eines mangansulfidischen Einschlusses; Grün – Eisen, Rot – Schwefel | 49 |
| Abbildung 15: Elementverteilungsbild eines mangansulfidischen Einschlusses; Grün – Eisen, Blau – Mangan, Rot – Schwefel, Violett – Überlagerung Mangan/Schwefel; | 49 |
| Abbildung 16: REM-Analyse eines oxidischen NME | 50 |
| Abbildung 17: EDX-Spektrum des vermutlich oxidischen NME..... | 50 |
| Abbildung 18: REM-Analyse eines Titan/Niob NME | 51 |
| Abbildung 19: EDX-Spektrum eines Titan/Niob NME | 52 |
| Abbildung 20: Zeilenscan Titan/Niob NME | 52 |
| Abbildung 21: Aufnahme (BSM) – NME / Legierungselement..... | 53 |
| Abbildung 22: Aufnahme – NME / Legierungselement..... | 53 |
| Abbildung 23: NME / Legierungselement..... | 54 |
| Abbildung 24: Reinheitsgrad nach EN 10247 Methode K für ET 1 | 56 |
| Abbildung 25: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K ₀ für ET 1 | 57 |
| Abbildung 26: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K ₂ für ET 1 | 57 |
| Abbildung 27: Reinheitsgrad nach ASTM E45 für ET 1 | 58 |
| Abbildung 28: Reinheitsgrad nach ISO 4967 für ET 1..... | 58 |
| Abbildung 29: Gegenüberstellung der absteigend sortierten Reinheitsgrade..... | 60 |

| | |
|---|----|
| Abbildung 30: Box-Whisker-Plot; Reinheitsgrad nach EN 10247, ET 1, RN18TIL..... | 62 |
| Abbildung 31: Box-Whisker-Plot; Reinheitsgrad nach EN 10247, ET 1, RN18TILX1A..... | 64 |
| Abbildung 32: Box-Whisker-Plot; Reinheitsgrad nach EN 10247, ET 2, RN18TILX1A..... | 64 |
| Abbildung 33: Reinheitsgradanalyse nach EN 10247, Methode K für ET 1..... | 66 |
| Abbildung 34: Reinheitsgradanalyse nach DIN 50602, Methode K ₀ , für ET 1..... | 66 |
| Abbildung 44: Reinheitsgrad nach EN 10247 Methode K für ET 2..... | 80 |
| Abbildung 45: Reinheitsgrad nach ISO 4967 für ET 1..... | 81 |
| Abbildung 46: Reinheitsgrad nach ASTM E45 für ET 1..... | 81 |
| Abbildung 47: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K ₀ für ET 1..... | 81 |
| Abbildung 48: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K ₂ für ET 1..... | 82 |
| Abbildung 49: Reinheitsgrad nach EN 10247 Methode K für ET 2..... | 82 |
| Abbildung 50: Reinheitsgrad nach ISO 4967 für ET 2..... | 82 |
| Abbildung 51: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K ₀ für ET 2..... | 83 |
| Abbildung 52: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K ₂ für ET 2..... | 83 |
| Abbildung 53: Reinheitsgrad nach EN 10247 Methode K für ET 3..... | 83 |
| Abbildung 54: Reinheitsgrad nach ISO 4967 für ET 3..... | 84 |
| Abbildung 55: Reinheitsgrad nach ASTM E45 für ET 3..... | 84 |
| Abbildung 56: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K ₀ für ET 3..... | 84 |
| Abbildung 57: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K ₂ für ET 3..... | 85 |
| Abbildung 58: Gegenüberstellung der absteigend sortierten Reinheitsgrade..... | 86 |
| Abbildung 59: Gegenüberstellung der absteigend sortierten Reinheitsgrade..... | 86 |
| Abbildung 60: Gegenüberstellung der absteigend sortierten Reinheitsgrade..... | 87 |
| Abbildung 61: Gegenüberstellung der absteigend sortierten Reinheitsgrade..... | 87 |

8 Tabellenverzeichnis

| | |
|--|----|
| Tabelle 1: Übersicht der größten Hersteller für nahtlose Stahlrohre mit Kapazitäten und den geplanten Kapazitätssteigerungen in Megatonnen (10^6 Tonnen) [3]..... | 9 |
| Tabelle 2: Klassifizierungskriterien und Merkmale nichtmetallischer Einschlüsse [5, 6, 7, 8] | 10 |
| Tabelle 3: Gegenüberstellung der spezifischen Werkstoffeigenschaften und den resultierenden Ermüdungsrisiken [6, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23]..... | 14 |
| Tabelle 4: Übersicht der Einschlusstypen [5, 6] | 18 |
| Tabelle 5: Anwendungsbereich der Normen zur Ermittlung des Reinheitsgrades [1, 13, 30,31] | 21 |
| Tabelle 6: Einschlusstypen und ihre mathematischen Beziehungen gemäß EN 10247 [1] .. | 24 |
| Tabelle 7: Probenpräparation zur Reinheitsgradbestimmung [1,13, 30, 31]..... | 25 |
| Tabelle 8: Definition der verwendeten Begriffe zur Auswertung des Reinheitsgrades..... | 26 |
| Tabelle 9: Methoden zur Reinheitsgradbestimmung [1, 18, 22, 23, 24] | 26 |
| Tabelle 10: Zuordnung der Auswertungsmethoden gemäß Norm [1, 13, 24, 30, 31] | 28 |
| Tabelle 11: Ausgewählte Untersuchungsmethoden der relevanten Normen..... | 28 |
| Tabelle 12: Vergleich der NME nach den geometrischen Parameter sowie der Größe der Prüffläche unter Berücksichtigung der jeweiligen Auswertungsmethode(n) [1, 13, 24, 30, 31]..... | 30 |
| Tabelle 13: Vergleichsmatrix zu den Normen EN 10247, DIN 50602, ASTM E45 und ISO 4967 [1, 13, 30, 31, 32] | 31 |
| Tabelle 14: Verwendete Begriffe [34, 35, 36]..... | 32 |
| Tabelle 15: Methoden zur Bewertung eindimensionaler Merkmale und die erforderlichen Instrumente [34, 35]..... | 33 |
| Tabelle 16: Box-Whisker-Plot - Begriffe und Definitionen [36]..... | 34 |
| Tabelle 17: Warngrenzen und Eingriffsgrenzen für Qualitätsregelkarten [39, 41]..... | 36 |
| Tabelle 18: Einsatzbereiche der ausgewählten Stahlsorten..... | 39 |
| Tabelle 19: Stähle zur Reinheitsgradanalyse, relevante Legierungsbestandteile in Gewichtsprozent angegeben | 40 |
| Tabelle 20: Ablaufschema Probenpräparation | 40 |
| Tabelle 21: Reinheitsgrad nach ISO 4967, Methode A, einer Probe, ungehärtet (1) und gehärtet (2) | 41 |
| Tabelle 22: Gegenüberstellung der selektierten Methoden..... | 43 |
| Tabelle 23: Gegenüberstellung der möglichen Einschlusstypen der selektierten Methoden .. | 44 |

| | |
|---|----|
| Tabelle 24: Auswertungsrelevante Einschlusstypen mit den entsprechenden Abkürzungen | 55 |
| Tabelle 25: Walzlos- und Ordnungsnummern der analysierten Stähle..... | 55 |
| Tabelle 26: EN 10247 Korrelationskoeffizienten NME ET 1 | 59 |
| Tabelle 27: Gegenüberstellung der Korrelationskoeffizienten den Ausschlusskriterien der unterliegenden Analysedaten..... | 61 |
| Tabelle 28: Stichprobenanalyse - Median und Quantil 95%..... | 63 |
| Tabelle 29: Korrelationskoeffizienten nach EN 10247 und DIN 50602, Methode K_0 für ET 1, ET 2 und ET 3. | 65 |
| Tabelle 30: Ordnungsnummer stellvertretend für die Walzlosnummer und Stahlsorte | 65 |
| Tabelle 31: Prüfplan | 68 |
| Tabelle 32: EN 10247 Korrelationskoeffizienten der NME ET 2 für alle Stahlsorten | 80 |
| Tabelle 33: EN 10247 Korrelationskoeffizienten der NME ET 3 für alle Stahlsorten | 80 |
| Tabelle 34: Walzlos- und Ordnungsnummern der analysierten Stähle für das Stadium 02 ... | 85 |
| Tabelle 35: Gegenüberstellung der Korrelationskoeffizienten und den Ausschlusskriterien für die unterliegenden Analysedaten für ET 2 | 88 |

9 Anhang

9.1 Abbildungen und Tabellen zu Stadium 01 - Statistische Korrelationsauswertung für die Stahlsorte RN18TIL

Tabelle 32: EN 10247 Korrelationskoeffizienten der NME ET 2 für alle Stahlsorten

| Norm & Methode | RN18TIL | RN18TILX1A | RN19VNX44A | RN30FLX73A | RN32LNBV |
|----------------|---------|------------|------------|------------|----------|
| DIN 50602 K0 | 0,24 | 0,01 | -0,07 | -0,01 | -0,70 |
| DIN 50602 K2 | 0 | 0,83 | 0,09 | 0,09 | -0,58 |
| ISO 4967 | 0,48 | 0 | 0,21 | 0,09 | kA |

Tabelle 33: EN 10247 Korrelationskoeffizienten der NME ET 3 für alle Stahlsorten

| Norm & Methode | RN18TIL | RN18TILX1A | RN19VNX44A | RN30FLX73A | RN32LNBV |
|----------------|---------|------------|------------|------------|----------|
| DIN 50602 K0 | -0,31 | -0,30 | -0,24 | -0,87 | -0,52 |
| DIN 50602 K2 | -0,02 | -0,22 | -0,44 | -0,41 | kA |
| ASTM E45 | 0,40 | 0,30 | 0,66 | -0,41 | -0,10 |
| ISO 4967 | -0,52 | 0,50 | 0,35 | -0,25 | -0,10 |

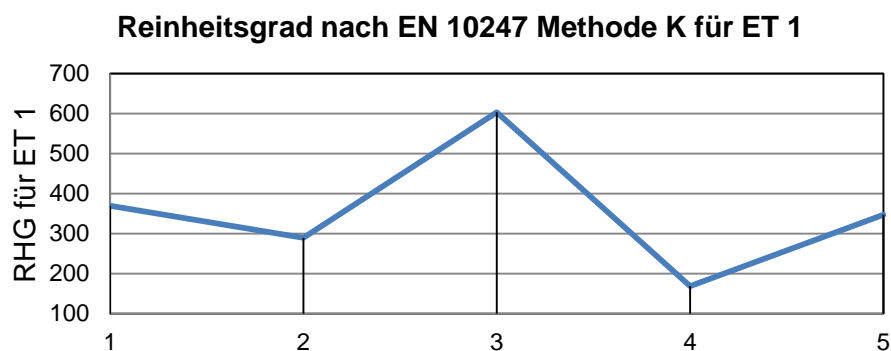


Abbildung 35: Reinheitsgrad nach EN 10247 Methode K für ET 2

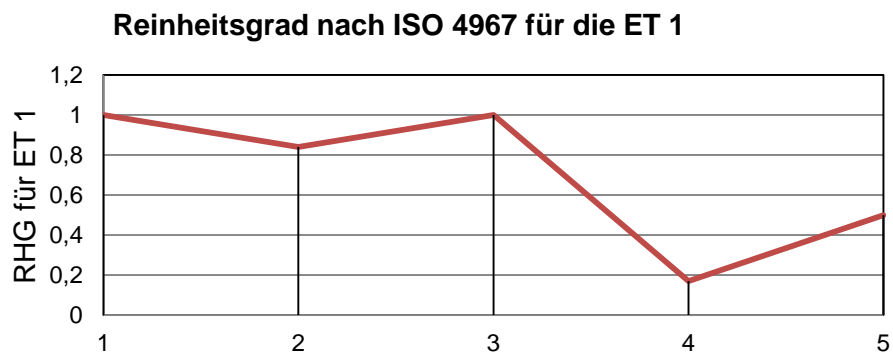


Abbildung 36: Reinheitsgrad nach ISO 4967 für ET 1

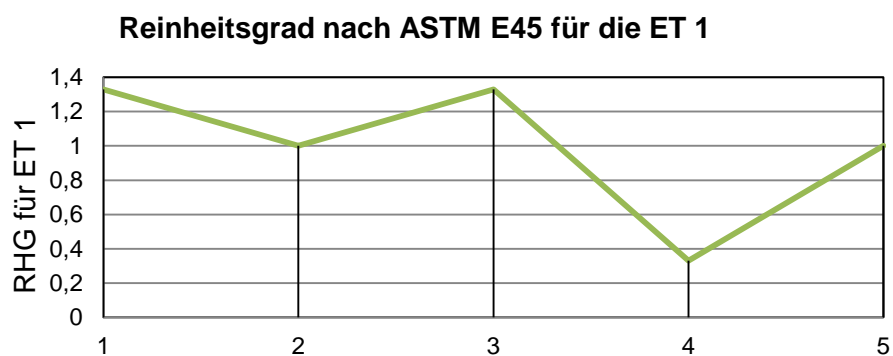
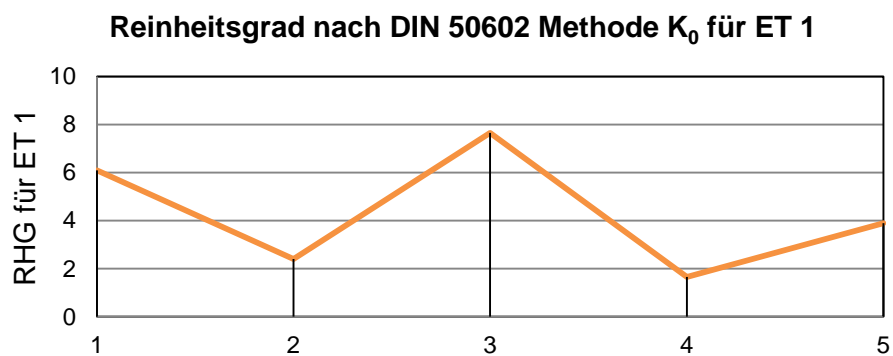


Abbildung 37: Reinheitsgrad nach ASTM E45 für ET 1

Abbildung 38: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K₀ für ET 1

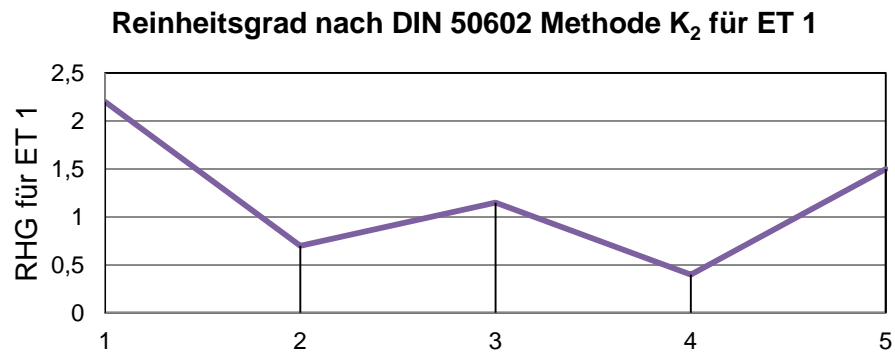


Abbildung 39: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K₂ für ET 1

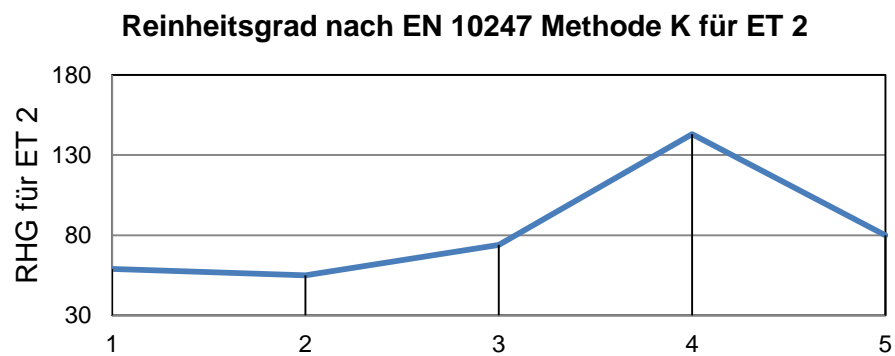


Abbildung 40: Reinheitsgrad nach EN 10247 Methode K für ET 2

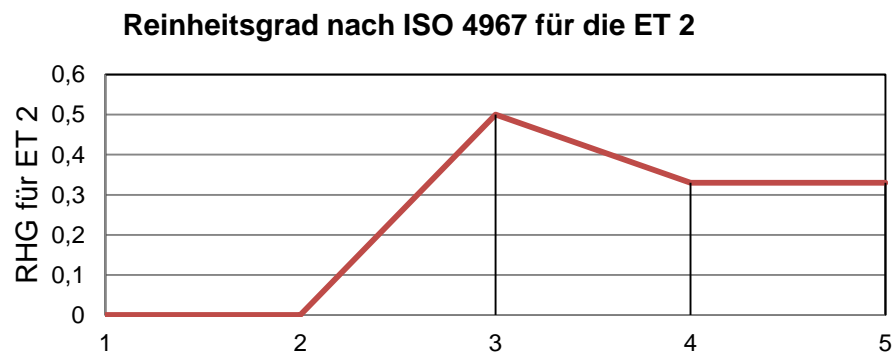


Abbildung 41: Reinheitsgrad nach ISO 4967 für ET 2

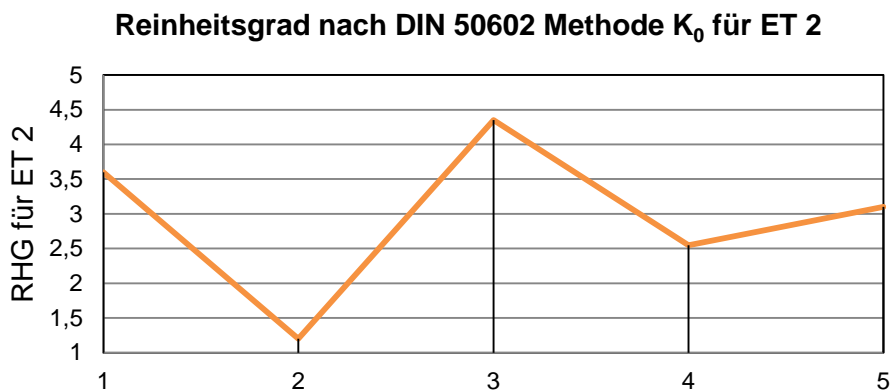


Abbildung 42: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K_0 für ET 2

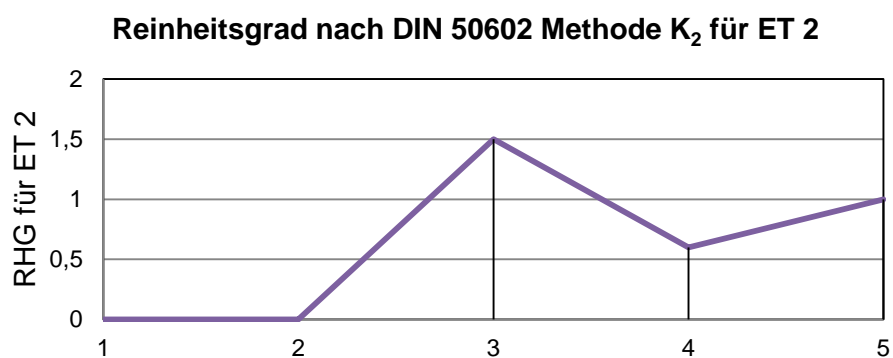


Abbildung 43: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K_2 für ET 2

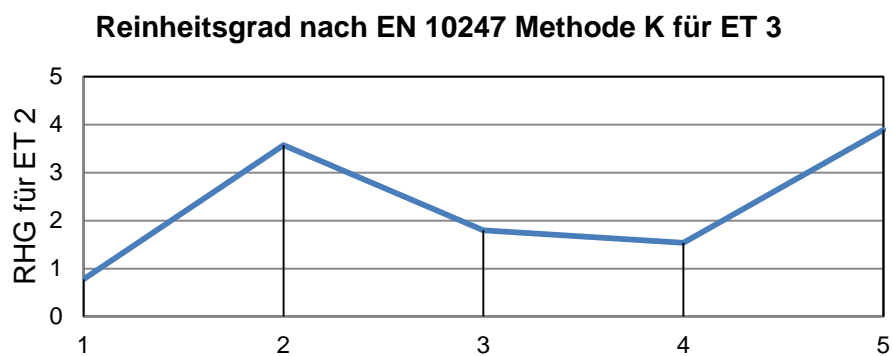


Abbildung 44: Reinheitsgrad nach EN 10247 Methode K für ET 3

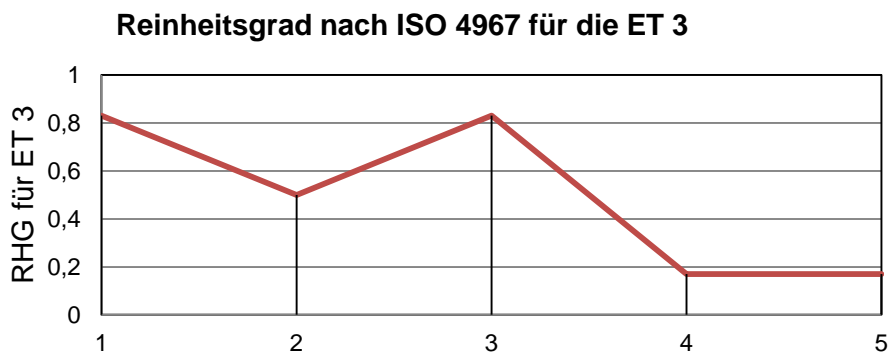


Abbildung 45: Reinheitsgrad nach ISO 4967 für ET 3

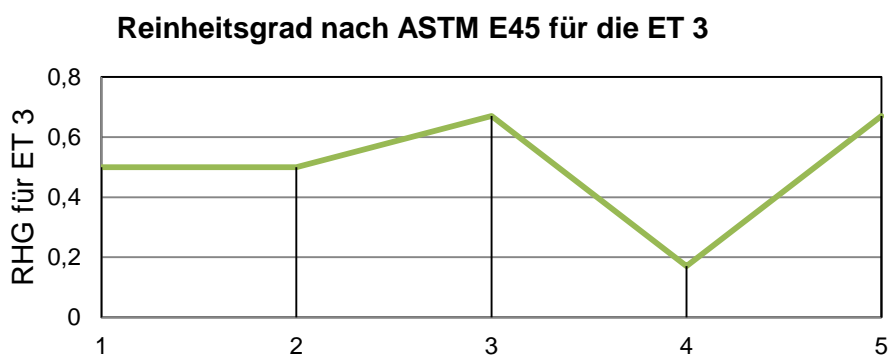


Abbildung 46: Reinheitsgrad nach ASTM E45 für ET 3

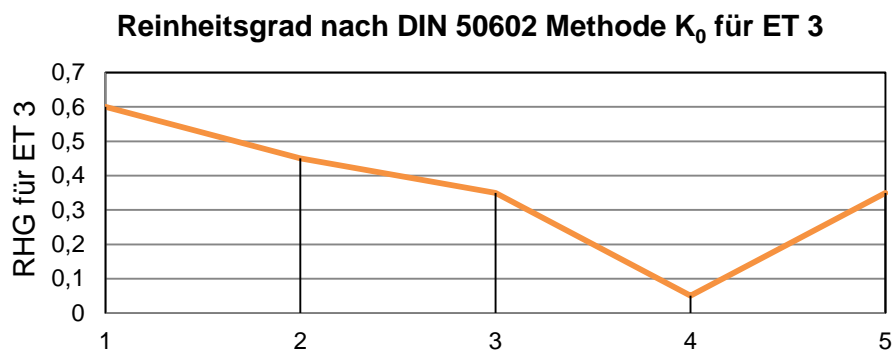
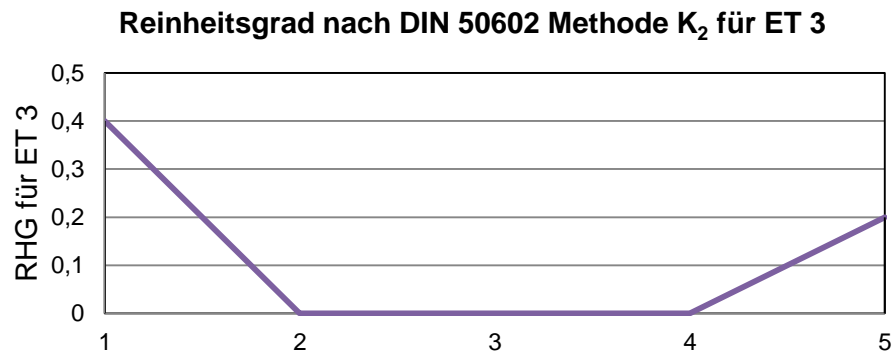


Abbildung 47: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K₀ für ET 3

Abbildung 48: Reinheitsgrad nach DIN 50602 Methode K₂ für ET 3

9.2 Abbildungen und Tabellen zu Stadiums 02 - Splittung der Daten nach dem Kohlenstoffgehalt

Tabelle 34: Walzlos- und Ordnungsnummern der analysierten Stähle für das Stadium 02

| | RN18TIL | RN18TILX1A | RN19VNX44A | RN30FLX73A | RN32LNBV |
|---|----------------|-------------------|-------------------|-------------------|-----------------|
| 1 | 176781 | 181474 | 970 | 181046 | 167078 |
| 2 | 174360 | 181472 | 972 | 181047 | 167072 |
| 3 | 177028 | 181470 | 971 | 181045 | 167071 |
| 4 | 174388 | 181471 | 976 | 181044 | 167073 |
| 5 | 176786 | 181469 | 974 | 181568 | 167077 |

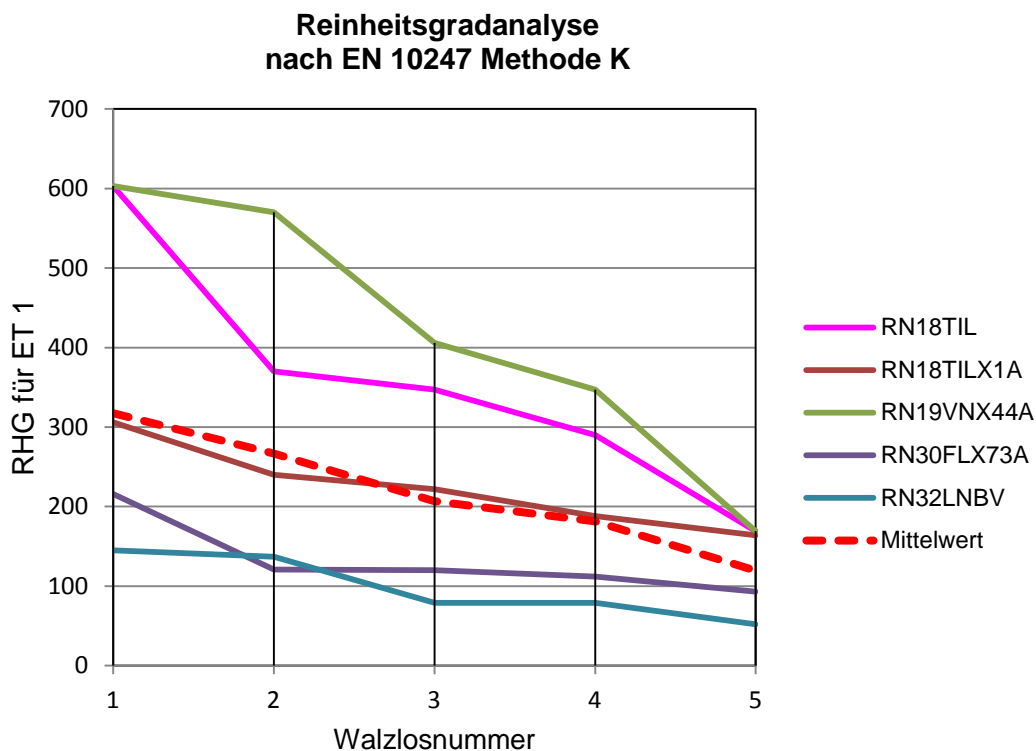


Abbildung 49: Gegenüberstellung der absteigend sortierten Reinheitsgrade

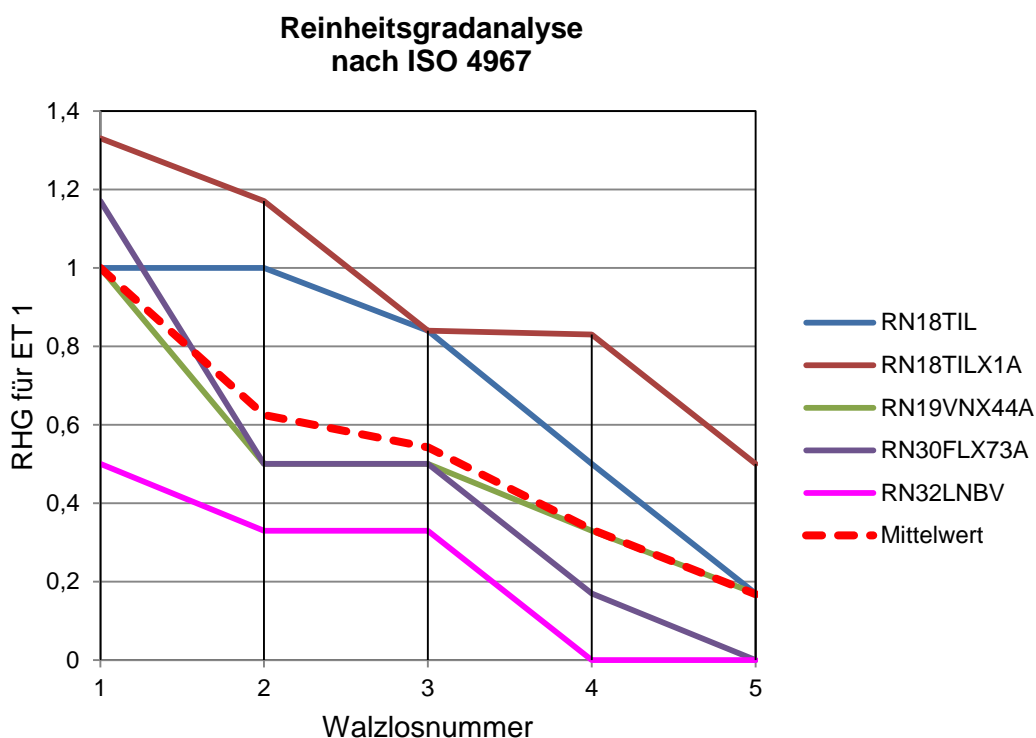


Abbildung 50: Gegenüberstellung der absteigend sortierten Reinheitsgrade

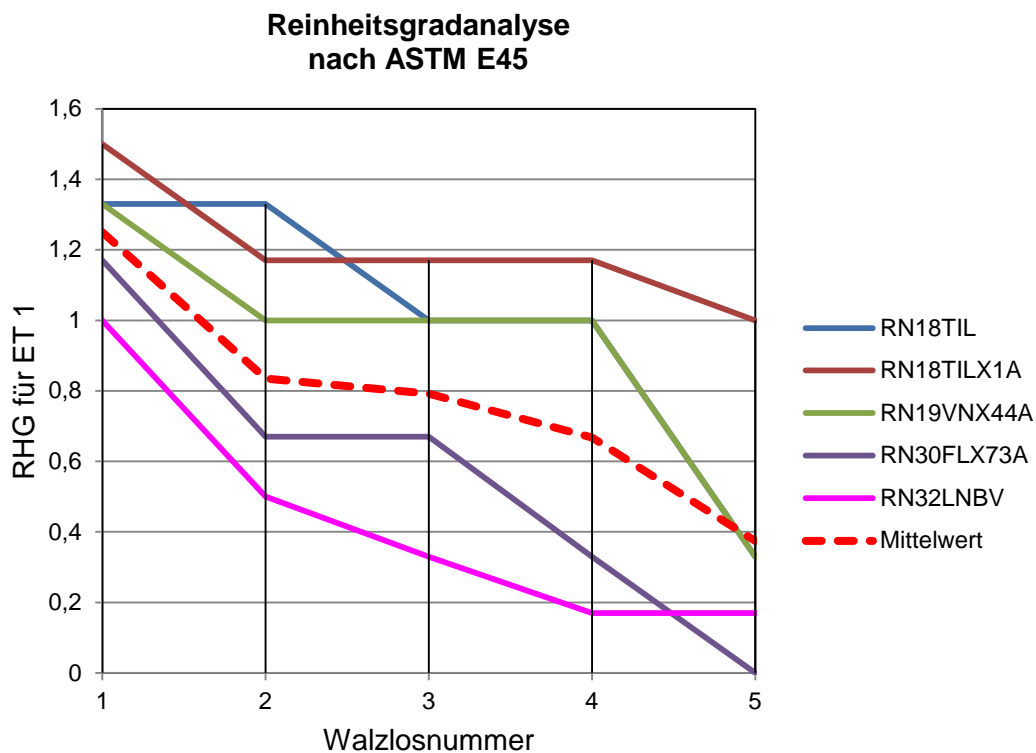


Abbildung 51: Gegenüberstellung der absteigend sortierten Reinheitsgrade

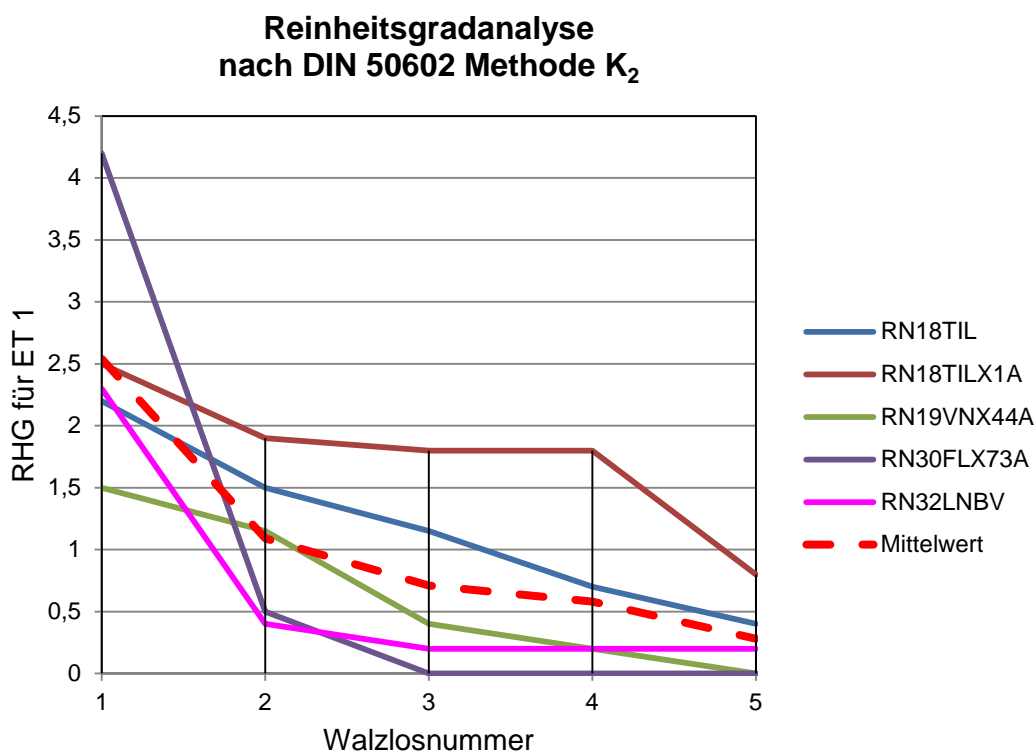


Abbildung 52: Gegenüberstellung der absteigend sortierten Reinheitsgrade

9.3 Abbildungen und Tabellen zu Stadiums 03 - Definition der Ausschlusskriterien

Tabelle 35: Gegenüberstellung der Korrelationskoeffizienten und den Ausschlusskriterien unterliegenden Analysedaten für ET 2

| Walzlos- nummer | EN10247 | ISO4967 | ASTM E45 | DIN 50602 K0 | DIN 50602 K2 | EN10247 -1 Zeile | EN 10247 -1,2 Zeile |
|--------------------|---------|---------|-------------|-----------------|-----------------|---------------------|------------------------|
| 1 | 23 | 0,33 | kA | 5,85 | 0,4 | 20 | 3,29 |
| 2 | 40 | 0,33 | kA | 5,75 | 0,6 | 13 | 4,48 |
| 3 | 30 | 0,33 | kA | 10,5 | 0,4 | 18 | 3,87 |
| 4 | 28 | 0 | kA | 8,85 | 0,5 | 12 | 1,68 |
| 5 | 19 | 0,33 | kA | 6,7 | 0 | 8,32 | 0,9 |
| Korrelation 1 | | 0 | - | 0,00 | 0,80 | | |
| Korrelation 2 | | 0,26 | - | 0,14 | 0,44 | | |
| Korrelation 3 | | 0,43 | - | 0,04 | 0,72 | | |