2016-010

Möjligheter att använda PDA inneslutningsanalys för stålgjuterier

Lennart Sibeck

GJUTERI FÖRENINGEN
Swedish Foundry Association

swerea | SWECAST

Swerea SWECAST AB
Box 2033, 550 02 Jönköping
Telefon 036 - 30 12 00
Telefax 036 - 16 68 66
swecast@swerea.se
http://www.swereaswecast.se

© 2017, Swerea SWECAST AB

Sammanfattning

Målet med projektet var att lära oss använda PDA/OES-metoden för att kunna karakterisera och kvantifiera icke-metalliska inneslutningar i stålgjutgods. Ett ytterligare mål var att analysera och utvärdera de prover som togs ut från stålsmältor och gjutna stålkomponenter i ett tidigare projekt. Syftet med utvärderingen av gjutproverna var att bedöma om PDA/OES är en användbar metod för olika typer av gjutstål.

Målen; metod-kunnande och utvärdering av gjutprover, bedöms vara väl uppfyllda. Efter omfattande provning bedöms också PDA/OES som en mycket lämplig metod för att bedöma renhet i stålsmältor och gjutstålskomponenter. Den fungerar bra för låglegerade stål, men kan behöva viss vidareutveckling för rostfria stål och manganstål.

PDA/OES-metoden bedöms vara ett utmärkt redskap för att studera process-variationer, genom att följa relativa förändringar i inneslutningsbilden. Ett fortsättningsprojekt har startats där PDA-metoden kommer att användas för att studera inverkan av legeringsämnenas renhet, inverkan av mängden återgång och en närstudie av desoxidationsprocessen.

Summary

The goal of the project was to learn to use the PDA /OES method to characterize and quantify non-metallic inclusions in steel castings. A further objective was to analyze and evaluate the samples taken from steel melts and cast steel components in a previous project. The purpose of the evaluation of the casting samples was to assess whether the PDA / OES is a useful method for different types of steel castings.

The goals; method-knowhow and the evaluation of casting samples, were estimated to be well satisfied. Extensive testing also showed the PDA /OES-technique as a very suitable method for assessing the cleanliness of steel melts and cast steel components. It works well for low-alloy steels, but may need some further development of stainless steel and manganese steel.

The PDA /OES method is considered to be an excellent tool for the study of process variations, by following the relative changes of inclusions. A follow-up project has been launched, in which the PDA method will be used to study the influence of purity of alloy elements, the effect of the amount of returns and a study of the desoxidation process.

Innehållsförteckning

1 TILLKOMST 1
2 INLEDNING 1
3 SYFTE OCH MÅL 2
4 GENOMFÖRANDE 2
4.1 UPPLÄGG 2
4.2 BESKRIVNING AV PDA-METODEN 3
4.3 BESKRIVNING AV RESULTAT FRÅN PDA-ANALYS 5
4.4 PROVNINGSUTFÖRANDE 6
4.4.1 PDA program-parametrar 6
4.4.2 Provberedning och provning 7
5 RESULTAT 7
5.1 INLEDNING 7
5.2 JÄMFÖRELSE MED ANDRA MÄTNINGAR 8
5.3 REPETERBARHET FÖR PROV IARM28H 9
5.4 PDA-ANALYS AV PROVER FRÅN STÅLGJUTERIER 11
5.4.1 Smältaprover från SSG 11
5.4.2 Komponentprover från SSG 16
5.4.3 Smältaprover från CWP 22
5.4.4 Smältaprover från Combicasting / CWP 25
5.4.5 Smältaprover från Kohlswa 27
5.4.6 Smältaprover från SRP 29
5.4.7 Smältaprover från ÖGAB 31
5.4.8 Prover från smältaförsök hos Swerea SWECAST 41
5.5 SMÄLTAPROVER FRÅN EX-JOBB 44
5.5.1 Ex-jobb: smältaprover från SSG 44
5.5.2 Ex-jobb: smältaprover från Swerea SWECAST 46
6 DISKUSSION 48
6.1 JÄMFÖRELSE MED ANDRA METODER FÖR ATT MÄTA INNESLUTNINGAR 48
6.2 SPRIDNING I PDA-BERÄKNAD O-HALT 48
6.3 ANVÄNDNING AV REFERENSPROV FÖR INNESLUTNINGSMÄTNING 50
6.4 EXTRAPOLERING AV INNESLUTNINGSFÖRDELNINGEN 50
7 SLUTSATS 56
8 INDUSTRINYTTA MED PROJEKTET 572
9 KOMPLETTERANDE ARBETE KRING PDA 572
10 FÖRSLAG TILL FORTSATT ARBETE 572
11 REFERENSER 58

Bilageförteckning

		Antal sidor
Bilaga 1	Sammanställning alla PDA-prover	3
Bilaga 2	Mätdata för prov IARM28H	3

1 Tillkomst

I detta Gjuteriföreningsprojekt tillämpas PDA-metoden, som har börjat användas av stålindustrin för inneslutningsanalys, på prover från stålgjuterier. För projektet har anslagits 200 kkr, SGF uppdragsnummer 2016-015 och Swerea SWECAST projektnummer 20873. Projektet har även stöttats med från InDeGrains-projektet (KK-stiftelsen) och med investering av programvara från Swerea SWECAST.

Deltagare i projeket har varit:

CWP – Torvald Strand

Keycast Meko AB – Bernt Lindeborg

Sandvik SRP – Johan Ekengård (projektledare)

Smålands Stålgjuteri – Leif Ytterell

Österby Gjuteri AB – Mats Fredriksson.

Arbetet med PDA (provberedning, mätning och utvärdering) hos Swerea SWECAST har utförts av Lennart Sibeck och Pär Guth.

2 Inledning

PDA/OES är en metod för att snabbt mäta renhet i stål genom att karakterisera de icke-metalliska inneslutningarna. Genom provtagning direkt från smältan och PDA-analys med optisk spektrometer (OES) kan man bestämma renheten'on-line'. Detta gör det möjligt att justera smältan före avgjutning. PDA-metoden relativa enkelhet gör den också till ett bra verktyg vid processutveckling.

Utvecklingen av PDA-metoden har pågått under lång tid och har nu utvecklats till en nivå som gör det möjligt att använda den i processtyrning. Några stålverk i Europa och Sverige använder tekniken för rutinmässig kvalitetskontroll [1]. Nyligen har projekt genomförts inom Jernkontoret med vidareutveckling av metoden och anpassning till rostfria stål [2 - 4].

Rutinmässiga analyser av smälta förekommer i alla stålgjuterier. Ofta begränsar man sig dock till att skopa upp ett prov i en kopparkokill och göra en kemisk analys med OES-spektrometer. Det finns med PDA/OES stora möjligheter att, efter behov, utvidga analyserna till att också omfatta mätning av stålets renhet. Styrning mot högre renhet ger bättre egenskaper hos stålgjutgodset. Idag finns ingen på golvet användbar analysmetod för att se hur inneslutningsbilden ser ut. Kända metoder är granskning i ljusmikroskop, SEM-analys eller annat, men dessa metoder är både kostsamma och tids- och utrustningskrävande.

I ett föregående G-projekt 2015 [5] utvecklades metodiken för provtagning i smälta. Samtidigt togs ett stort antal prover för PDA-analys i detta projekt.

Projektet förutsatte att SWECAST investerar i programvara för PDA. Det förutsattes också att ytterligare kunskapsuppbyggnad om PDA-metoden görs utanför denna projekt-finansiering (via InDeGrains-projektet).

3 Syfte och mål

Målet med projektet är att lära oss metodiken för att med PDA/OES-tekniken kunna karakterisera och kvantifiera inneslutningar i stålgjutgods. Vidare att analysera de prover som togs i föregående projekt. PDA-analys ger oss kunskaper och på sikt möjligheter att styra inneslutningsbilden och därmed dess påverkan på material-egenskaperna.

4 Genomförande

4.1 Upplägg

Projektet har delats upp i följande delar:

- Teoretisk inlärning av PDA-metoden
- Val av programvara
- Installation av och upplärning på PDA-program
- Utveckling av provberedning
- PDA-mätningar på referensprover
- PDA-mätning på prover från stålgjuterier
- Utvärdering och rapportering

I en inledande fas gjordes instuderingen av PDA-tekniken genom litt-studier [1-4, m.fl.] och kontakter med andra användare, bl.a. annat Arne Bengtsson/Swerea KIMAB som lett JK-projekt om tekniken. En kort beskrivning av PDA ges i avsnitt 2.3.

Det finns programvara specifikt för olika spektrometrar, generella program och egenutvecklade program. Programutveckling pågår fortfarande, framförallt av de algoritmer som används vid beräkning av inneslutningstyper. Det program som valdes, MCI från Bruker, är några år gammalt, men har fördelen att vara väl anpassat till vår spektrometer Bruker Q8. Mätresultat från programmet beskrivs i avsnitt 2.4.

Provberedning av PDA-prover är kritisk för resultatet och här har olika slipmetoder och fräsning testats, se beskrivning i avsnitt 2.5.2.

Den praktiska provningen gjordes enligt följande

- Jämförelse av beräknad O-halt med andra mätningar (avsnitt 3.2)
- Långtidsstabilitet/repeterbarhet (avsnitt 3.3)
- PDA-mätning av prover från stålgjuterier (avsnitt 3.4)
- PDA-mätning av andra prover (avsnitt 3.5)

Provtagning gjordes hos deltagarna; Smålands Stålgjuteri AB, Österby Gjuteri AB, Kohlswa Gjuteri AB, Combi Wear Parts, Combicasting AB och Sandvik SRP AB. Totalt har c:a 50 st prover tagits, se tabell 1. De flesta proverna togs från smältan med sk. lollipop-provtagare, se beskrivning i [5].

Tabell 1: Provtagning från stålgjuterier [5].

Gjuteri	Mtrl	Läge	Antal prov
SSG	2172	Ugn	5
”	”	Komponent	5
"	2225	Ugn	4
”	”	Komponent	5
CWP	CNM 85	Ugn	5
C-C	15Mn5+Ni	Ugn	3
Kohlswa	xx	Ugn+skänk	1+1
SRP	Mn-stål	-	1+1
ÖGAB	Lågleg (1505)	Ugn+skänk	2+1
”	SS 16-5-1	Ugn+skänk	4+1
”	Duplex SS	Ugn+skänk	5+2
SWECAST	2225	Ugn	5
Ex-jobb SSG	2225	Ugn+komponent	~ 15
Ex-jobb SWECAST	2225	Ugn+komponent	~ 10

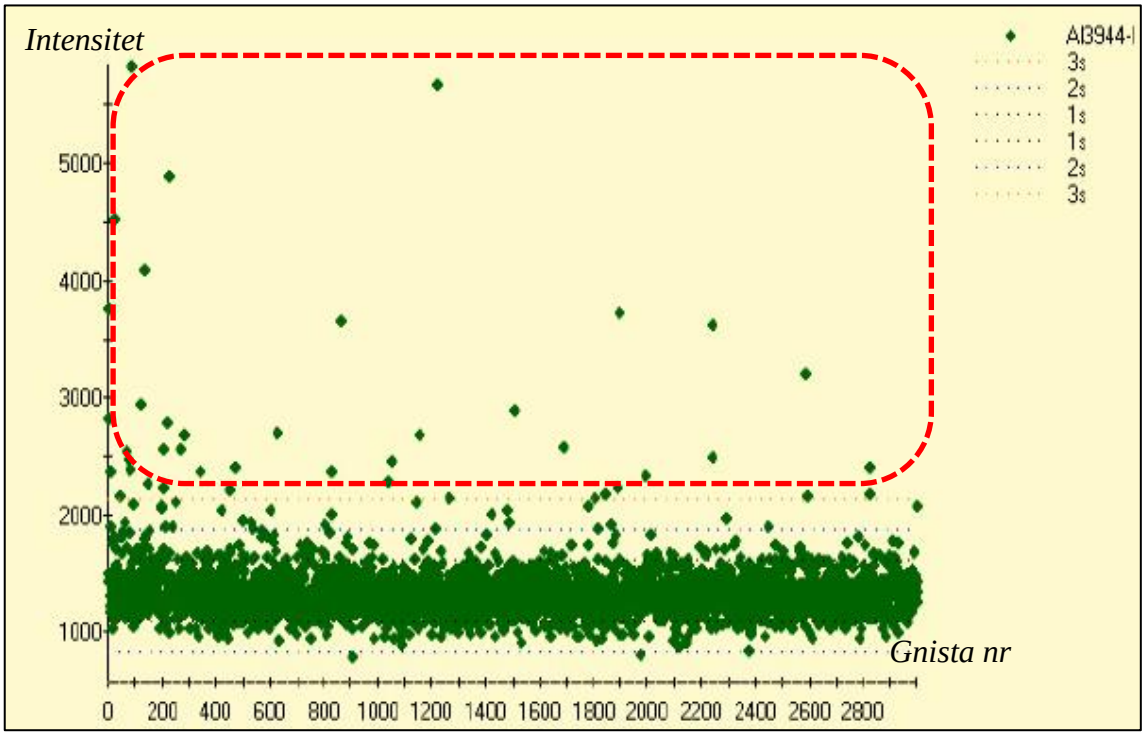
4.2 Beskrivning av PDA-metoden

PDA/OES (Puls-Distributions-Analys) är en metod för att med en OES-spektrometer identifiera och kvantifiera icke-metalliska inneslutningar.

En ”brännfläck” vid analys med optisk spektrometer består av flera gnistor. En spektrometer arbetar i allmänhet med 400-800 Hz och en körning ger då flera tusen gnistor.

De flesta av dessa gnistor hamnar i grundmaterialet men några träffar inneslutningar som har en sammansättning som avviker från grundmaterialet. Dessa avvikande gnistor, sk. ’outliers/avvikare’, med en högre halt av något ämne, mäts med PDA-metoden och ger en identifiering och kvantifiering av inneslutningar. Ett exempel för Al visas i figur 1; mätvärden med höga Al-halter kommer från inneslutningar. Avvikande gnistor klassas efter typ av oxid-inneslutning, Al_2O_3, CaO, MnS osv., även sammansatta inneslutningar kan förekomma. Utifrån intensitet hos den enskilda gnistan beräknas storleken på inneslutningarna; ju högre intensitet desto större inneslutning. Metoden kan inte avgöra vilken form som inneslutningarna har, utan storleken beräknas med antagandet att de är idealt runda. Resultat presenteras som mängd inneslutningar av viss typ, storleksfördelning mm. Mängden olöst syre, som är bundet till inneslutningar, beräknas också och är ett viktigt mått på materialets renhet.

PDA-metoden är mindre tillförlitlig vid utvärdering av ämnen som har höga halter i grundmassan, t.ex. Mn och Si. Om det förekommer väldigt många små inneslutningar, som t.ex. för Ca, kan det vara svårt att detektera ’avvikare’, eftersom medelhalten då blir förhöjd. Stora inneslutningar där flera gnistor träffar samma inneslutningar kan också ge svårigheter vid utvärderingen. PDA-metoden sägs kunna detektera inneslutningar mellan 1 – 10 μm.



Figur 1: Gnistspektrum för Al. Gnistor med hög intensitet (inramade) räknas som 'avvikare/outliers' och bedöms komma från Al-inneslutningar.

För- och nackdelar med PDA är:

+ Enkel och snabb metod för bestämning av antal, storlek och sammansättning hos inneslutningar

+ Enda tillgängliga metoden för on-line process-kontroll

+ Mestadels god överensstämmelse med andra sätt att karakterisera inneslutningar (SEM, O-analys)

+ Viss djupmätning

+ Mycket god tillförlitlighet för vissa ståltyper

- Kan ännu ej användas på alla OES-instrument (ej CCD-instrument)

- Generella algoritmer finns ännu ej för alla ståltyper

- Fungerar mindre bra för vissa inneslutningstyper (Si)

- Ger ej inneslutningens form

- Storleksbegränsning till c:a 1 – 10 µm

Flera undersökningar har gjorts för att se hur väl metoden motsvarar inneslutningsbestämningar med andra metoder [1-4]. Syftet är då att på sikt kunna ersätta dessa mer tidskrävande provningar, t.ex. SEM, för att kunna använda PDA vid jämförelse av materialets renhet hos olika tillverkare. En försiktig tolkning av sådana undersökningar är att en god korrelation mellan PDA och andra metoder kan fås hos den enskilda producenten, men att anpassning till lokala förhållanden behövs.

Sammanfattningsvis kan sägas att PDA är utmärkt lämpad vid studier av process-variationer, för att följa *relativa* förändringar i inneslutningsbilden. För detta ändamål är PDA mycket användbar och oftast fullt tillräcklig. För att använda PDA som en *absolut* mått på renhet krävs mycket anpassning till lokala förhållanden hos resp. stålverk/gjuteri.

4.3 Beskrivning av resultat från PDA-analys

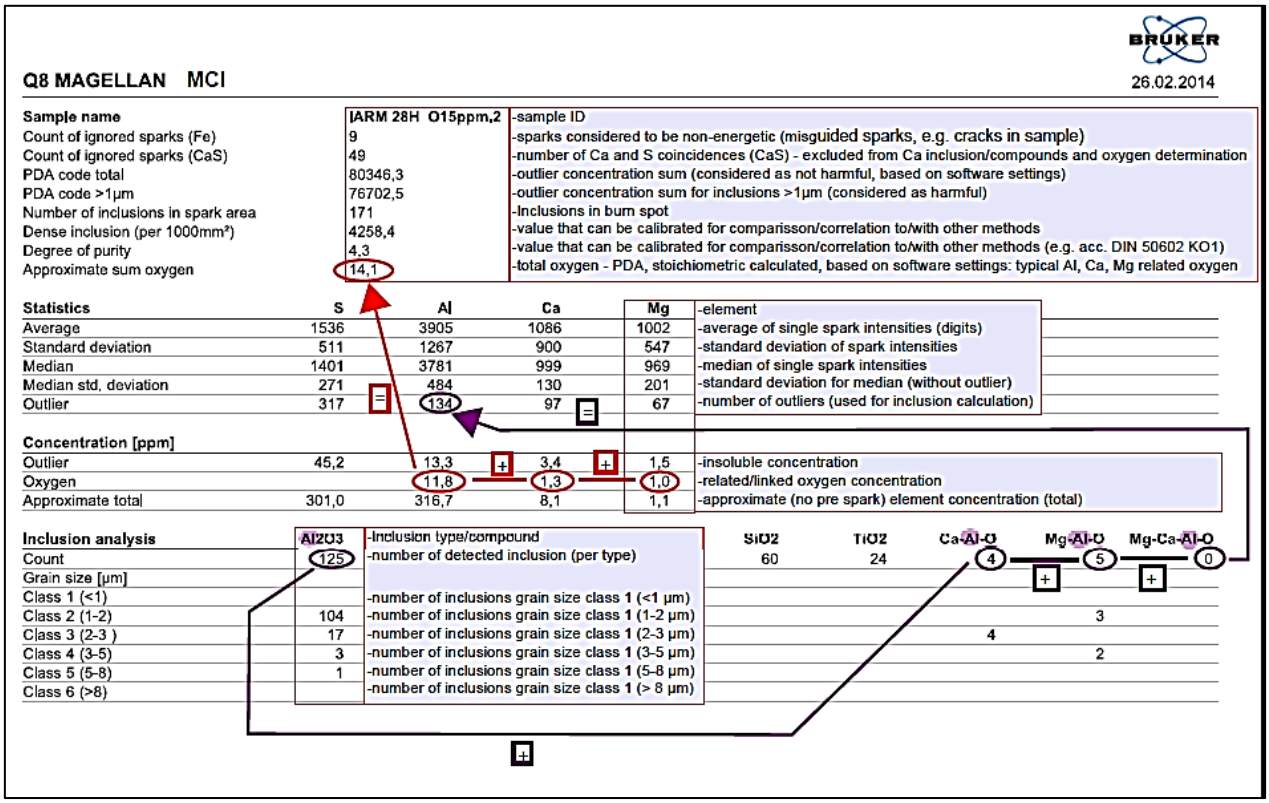
Resultaten från en gnista med Brukers PDA-program (MCI) visas i figur 2.

De viktigaste resultaten är:

- *PDA code*: mått på mängden inneslutningar uttryckt som intensitet
- *Number of inclusions*: totalt antal inneslutningar av alla typer
- (*Dense inclusions och Degree of purity*: beräknad motsvarighet vid bedömning i ljusmikroskop. Begränsat till vissa material/tillverkare och används ej vidare.
- *Approximate sum of oxygen*: totalhalt syre beräknat från andelen olösta syrebindande ämnen (Al, Ca, Mg osv.)
- (*Statistics:* data för interna beräkningar i programmet)
- *Concentration outlier (ppm):* mängden olöst ämne (dvs. andelen av ett ämne som är bundet till inneslutningar och som detekteras som ’avvikare’)
- *Concentration oxygen (ppm):* beräknad mängd O som binds i inneslutningar med detta ämne
- *Concentration Approximate total (ppm):* totalhalt av ämnet (summan av olöst och det som är löst i grundmassan)
- *Inclusion analysis:* antal inneslutningar per typ och storleksintervall.

Vidare visas alla inneslutningar i ternära fasdiagram, t.ex. Al_2O_3-CaO-MgO, för snabb presentation av vilken inneslutningstyp som är vanligast.

De resultat man har använt mest inom det europeiska RAMSCI-projektet [1] är total syrehalt och s.k. B-faktorer för olika oxidbildare, som är desamma som mängden av olöst andel enligt ovan. Man uppger att B-faktorerna visar god korrelation till renhet.



Figur 2: Resultat-tabell för Brukers MCI-program.

4.4 Provningsutförande

4.4.1 PDA program-parametrar

PDA-provningen görs med lägre energi än för vanliga program för kemisk analys och görs därför ofta i samband med 'förgnistningen'. Programmet för Bruker-spektrometern kan köras på två olika sätt; antingen som fristående program (Fe-MCI) eller tillsammans med efterföljande konv. program för kemisk analys. Fördelen med det förra är att det är optimerat för PDA-mätning, är snabbare och ger en mindre brännfläck, så att fler gnistor kan köras på varje prov. Nackdelen är att det ger en lägre noggrannhet på den vanliga kemiska analysen.

För alla prover i denna rapport, har det fristående programmet Fe-MCI använts. Programcykeln visas i tabell 2.

Tabell 2: Gnistning med Fe-MCI-programmet

Moment	*Flushning*	*Förgnistning (rengöring)*	*Huvudgnista (PDA-analys)*
Tid (sek)	*3*	*1*	*7,5*
Frekvens (Hz)	*-*	*300*	*400*

Gnistning 7,5 sek med 400 Hz ger 3000 gnistor per analys. Enligt uppgift från Bruker så har man mätt upp att det vid varje gnista avverkas 35 ng, vilket motsvarar 0,105 mg för varje brännfläck (3 000×35 ng) med ovanstående inställningar.

Vid utvärderingen användes gränsvärdet 2,5×standardavvikelser för att definiera avvikare och beräkningarna gjordes i två iterationer. I Bruker-programmet används också en filtrerings-faktor (0,8) för att identifiera avvikare. Alla gnistor har använts vid beräkningarna. Inneslutningarna mindre än 1 μm togs inte med vid beräkningarna av total inneslutningshalt. Vid beräkning av O-halten som var bundet till inneslutningar användes Al, Ca och Mg. För Mn-stålen tillkommer även Ti.

4.4.2 Provberedning och provning

Provberedning och ev. kontaminering har stor inverkan på resultatet. Eftersom Al-oxider är de vanligaste inneslutningarna användes inte Al-baserat slippapper. För flertalet prover användes, om inget anges, manuell slipning med SiC-papper, grovlek P60. Kontaminering kan ske mellan proven och det rekommenderas att slip-papper byts ofta och åtminstone när nya stålsorter ska provas. Det är också viktigt att proverna är helt plana och att slipbränning undviks. Ojämna eller avrundade ytor kan ge läckage vid gnistning som påverkar resultatet.

Vid manuell SiC-slipning av manganstålsproverna var slipbränning svår att undvika. Manganstålsproverna provbereddes i stället genom fräsning, med HM-skär. (Fräs 50 mm huvud (DC=50) vid 120 rpm och matning 45 mm/minut. Skärhuvudet heter Sandvik Coromill 290. Skären var belagda HM-skär, typ HC som är CVD-belagda med Ti(C,N)+Al2O3+TiN.) Vid fräsning av prover med hög kolhalt kan skären kontamineras med kol, vilket kan leda till att följande prover smutsas ned med kol. Detta visade sig även påverka PDA-resultaten.

Fler brännfläckar per prov ger bättre statistik. I RAMSCI-rapporten [1] rekommenderas 5 brännfläckar. Vid vår provning kördes minst 5 och ofta 10 st brännfläckar per prov. För enstaka, mindre prover med liten yta kördes 3-4 brännfläckar. Exempel på gnistade prover visas i bilaga 1, efter tabellerna.

5 Resultat

5.1 Inledning

I följande avsnitt presenteras resultatjämförelser med andra mätningar, repeterbarhetsmätningar för ett av ’standardproven’ samt slutligen PDA-resultat för proverna från stålgjuterierna och några andra prover.

I tabell 3 ges ett exempel på hur data presenteras i denna rapport. Alla resultat är medelvärden av flera brännfläckar. Antal brännfläckar per prov visas i 2:a kolumnen; ju fler desto bättre statistik. Totala antalet inneslutningar av alla typer ges i 4:e kolumnen. Totalhalt olöst syre är en summering av den beräknade syrehalten som binds av ämnena Al, Ca och Mg (för manganstålen adderas även syre från Ti). Olöst halt (B-faktor) visar hur mycket av ämnena Al, Ca och Mg som är bundet i inneslutningar. I denna tabell visas även, för info, hur mycket syre som är bundet till resp. ämne; dessa syre-halter summeras till total O-halt. I de flesta fall dominerar Al; tillsats av desoxidationsmedel påverkar halten Al-oxider markant. Standardavvikelsen (SD) och relativa standardavvikelsen (RSD) är ett

mått på variationen mellan brännfläckarna; höga värden indikerar stor spridning. Detta kan bero på ojämn fördelning av inneslutningar, förekomst av enstaka större inneslutningar eller ev. instabilitet i mätningarna. Storleksfördelning eller antal inneslutningar per storleksintervall presenteras också, men begränsat till Al-oxider, eftersom de är vanligast förekommande.

Tabell 3: Exempel på resultatpresentation

Prov-nr	Antal bränn-fläckar		Antal inne-slutningar	Totalt O (ppm)	Olöst halt (B-faktor) Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
2	**12**	**Medel**	**281**	**8,1**	**8,9**	**0,4**	**0,0**
		SD	23	1,5	1,7	0,2	
		RSD%	8	19	19	45	

5.2 Jämförelse med andra mätningar

Ett antal tidigare undersökta prover erhölls eller lånades för jämförelse av för jämförelse, se tabell 4. För vissa av dem fanns enbart O-halt uppmätt med förbränningsanalys medan andra hade undersökts i andra PDA-undersökningar [1].

Tabell 4: Referensprover

Lev.	Ståltyp	**Namn**	Tidigare provning
KIMAB	Låglegerat stål	**VRM 22**	JK-projekt, RAMSCI
"	Kol-mangan-stål	**V27**	"
"	Rostfritt CrNiMo	**JK 27**	"
Bruker	Låglegerat stål	**IARM 28H**	Bruker-prover
"	"	**A107**	"
"	"	**B140**	"

Dessa prover analyserades vid flera tillfällen med Brukers Fe-MCI-program; medelvärden för total O-halt och olösligt Al (B-faktor) jämförs i tabell 5 med resultat från andra mätningar.

Överensstämmelsen mellan beräknad O-halt från PDA och förbränningsanalys är god för flertalet referens-prover, med undantag för ett av de låglegerade proverna (A107) och det rostfria provet (JK27). För det rostfria ger Bruker-programmet högre halt olöst syre, jämfört med förbränningsanalys. Observera dock att andra PDA-mätningar ger jämförelsevis stor spridning för detta prov.

B-faktorer för Al (mängd Al bundet till oxider) är något högre för Bruker-mätningarna jämfört med övriga.

Tabell 5: Resultat av beräknad olöst O-halt och B-faktorer hos referensprover

		O-halt (ppm)			Olöst Al, B-faktor (ppm)	
Prov	*Ståltyp*	*Bruker PDA*	*Annan PDA [1]*	*Förbrän-ning*	*Bruker PDA*	*Annan PDA [1]*
VRM 22	låglegerat	18,1 ± 2,5	14 ± 8	17 [1]	18 ± 2,5	11 ± 3
V27	kol-mangan	17,0 ± 4,4	12 ± 4	17 [1]	17 ± 4,4	10 ± 4
JK 27	rostfritt	38,2 ± 8,0	26 ± 10	26 [1]	38 ± 6,8	33 ± 11
IARM 28H	låglegerat	15,4 ± 2,8	-	15-17 *)	15-17	
A107	"	2,6	-	12 (?) *)		
B140	"	~ 4	-	4 *)		
PDA, smältaprover						
27	rostfritt	8,5	76			
29	rostfritt	238	266			
35	duplex	71	53			
36	duplex	286	138			

**) Uppgifter från Bruker*

5.3 Repeterbarhet för prov IARM28H

Provet IARM28H erhölls från Bruker vid installation av PDA-/MCI-programvaran. Det är ett prov ur valsad stång som är väl utprovat och har bl.a. använts i RAMSCI-undersökningen [1]. Provet har använts som en typ av internt ’referensprov’ vid vår provning, med test alla dagar som andra PDA- prover har undersökts. Det finns därför en mätserie under en längre tidsperiod. Omslipning av provet gjordes före varje mätning. Totalt har provet avverkats c:a 0,5 cm från första till sista PDA-mätning, varför inneslutningsbilden kan ha förändrats från tidiga till senare mätningar.

Resultaten av olöst O-halt vid upprepade mätningar under en 3-månaders period visas i figur 3a. Variationerna är små, men med några enstaka mätningar som gav en högre O-halt. (Vi har senare lärt oss att PDA-prov kan kontaminera varandra vid provberedningen; speciellt prover med hög kolhalt kan kontaminera följande prover och ge för höga PDA-värden.)

Medelvärdet för samtliga mätningar i figur 3a är:

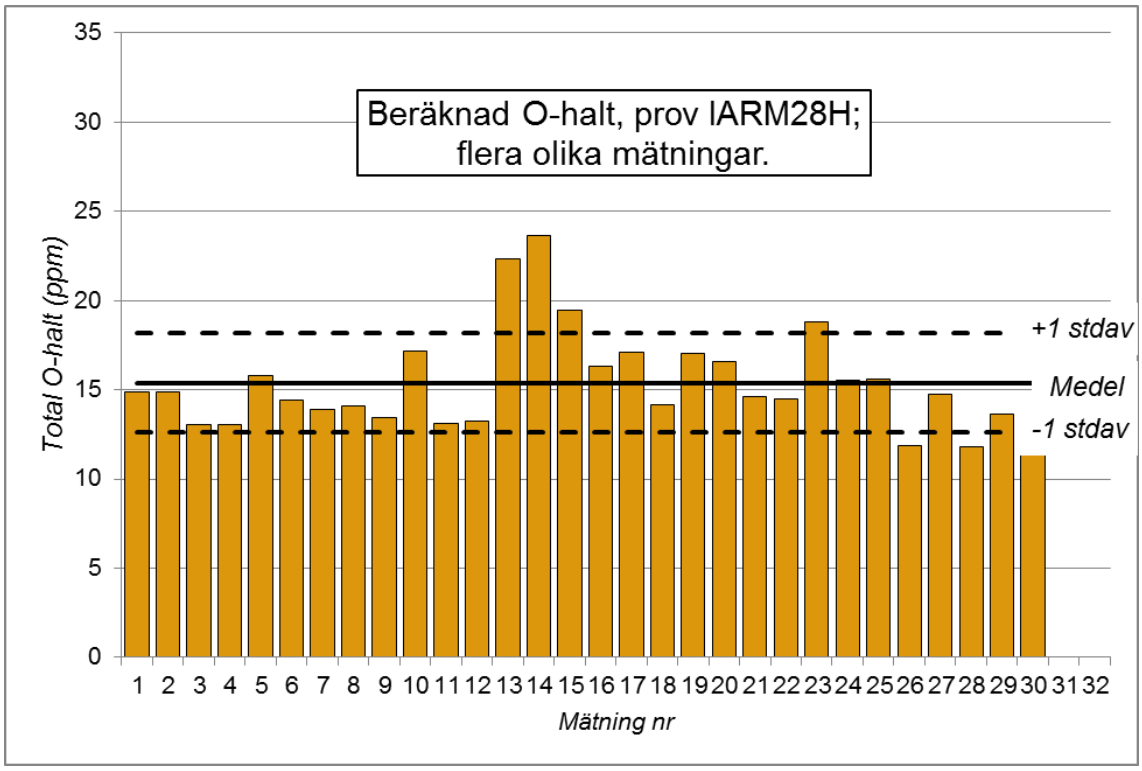
- O = 15,4 ± 2,8 ppm

att jämföra med O-halt 15-17 ppm vid förbränningsanalys. Den genomsnittliga relativa standardavvikelsen för mätserien ligger på 19 %.

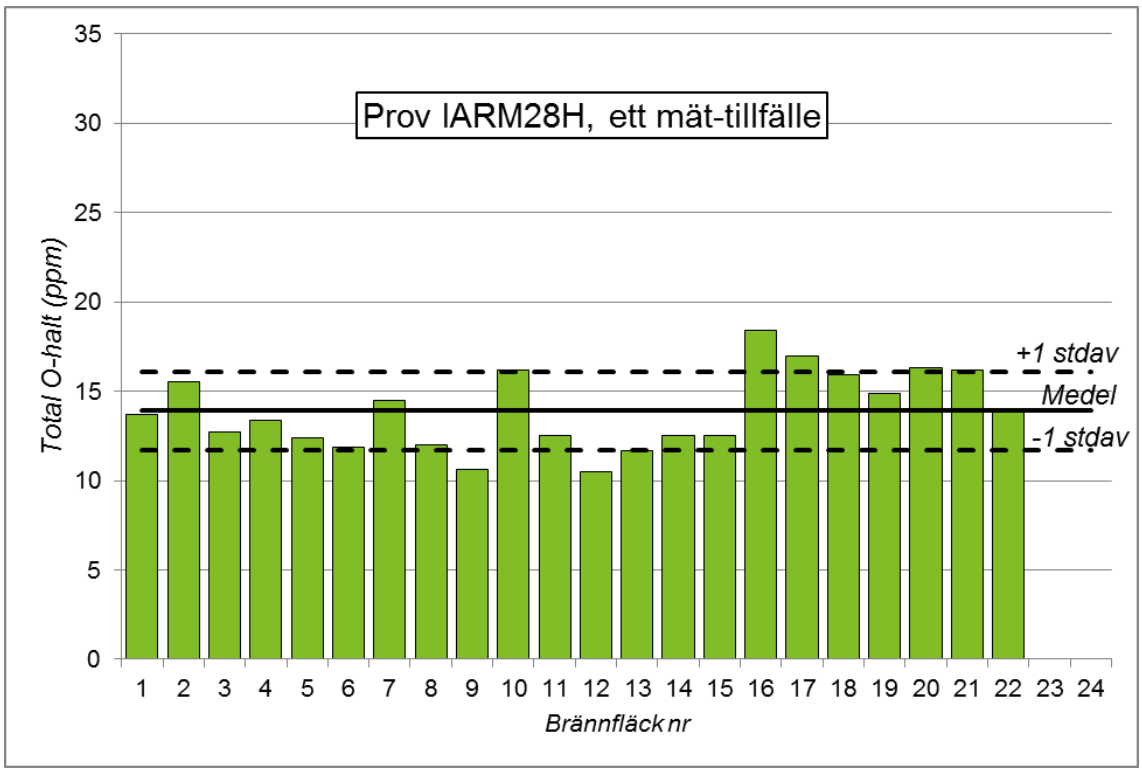
Vid ett tillfälle gjordes PDA-provning med över 20 brännfläckar i följd utan omslipning, med resultat enligt figur 3b. Medelvärdet av denna mätning blev:

- O = 13,9 ± 2,2 ppm (relativ standardavvikelse på 16 %).

Fullständiga resultat för IARM28H finns i Bilaga 2.



Figur 3a: Beräknad O-halt från upprepade PDA-mätningar av prov IARM28H; med medelvärde och standardavvikelse för samtliga.



Figur 3b: Beräknad O-halt från ett mättillfälle (flera brännfläckar) för prov IARM28H; med medelvärde och standardavvikelse för samtliga.

5.4 PDA-analys av prover från stålgjuterier

PDA-analys av de prover från smälta och komponenter som togs i föregående års projekt redovisas i detta avsnitt, uppdelade på resp. stålgjuteri. En fullständig lista över samtliga prover finns i Bilaga 1, med O-halt från PDA-mätningarna. Tre olika provtyper har använts vid provtagningen; lollipop (6 mm) och dual thickness från smälta resp. utkapade prover från komponenter, se också foto i Bilaga 1.

För varje prov redovisas total O-halt och hur mycket som är bundet till oxidbildarna Al, Ca och Mg enligt tidigare beskrivning i avsnitt 3.1. Den totala O-halten är det syre som binds i oxid-inneslutningar och används som ett mått på ”renhet”. Antalet Al-oxid-inneslutningar och deras storleks uppdelat från 1 till > 8 μm visas i tabell- och diagramform (lin-log). Eftersom de större inneslutningarna har störst (negativ) inverkan på egenskaperna, är många, små inneslutningar att föredra framför få och stora. Detta motsvarar en ’brant’ lutning på fördelningskurvorna för inneslutningarna. Ett ’rent’ stål karakteriseras alltså av låg O-halt *och* ett fåtal stora inneslutningar.

5.4.1 Smältaprover från SSG

Provtagning gjordes från två olika smältor, dels ett låglegerat stål (2172) och dels ett seghärdningsstål (2225). Prov togs i samband med förprov och mellan tappningar till skänk. Från samma smältor togs även prov från gjuten komponent, se nästa avsnitt.

PDA-resultaten för **2172** visas i tabell 6-7. Storleksfördelning på inneslutningar visas i figur 4 och i figur 5 visas beräknad total O-halt för smältorna.

Kommentar **2172***:* Förproven har mycket låga till låga O-halter med få, stora inneslutningar. Efter första tappningen ökar mängden inneslutningar kraftigt, för att sedan successivt minska vid följande tappningar. Mängden inneslutningarna minskar för både mindre och större storlekar. Al-desoxidation har troligen utförts före den första tappningen.

PDA-resultaten för **2225** visas i tabell 8-9. Storleksfördelning på inneslutningar visas i figur 6 och i figur 7 visas beräknad total O-halt för smältorna.

Kommentar **2225***:* Förprovet (före desoxidation) har låg O-halt och få, stora inneslutningar. O-halten ökar efter första tappningen och är som högst efter tappning 3/4 för att sedan åter minska.

Kommentar jämförelse mellan 2172 och **2225**: Total O-halt och förändringarna i O-halt och inneslutningsfördelning är likartad före och efter desoxidation för de bägge chargerna, men för 2225-chargen inträffar något vid tappning 3/4 som ger en förhöjd O-halt.

Tabell 6: PDA-resultat för prover från smälta, SSG-2172

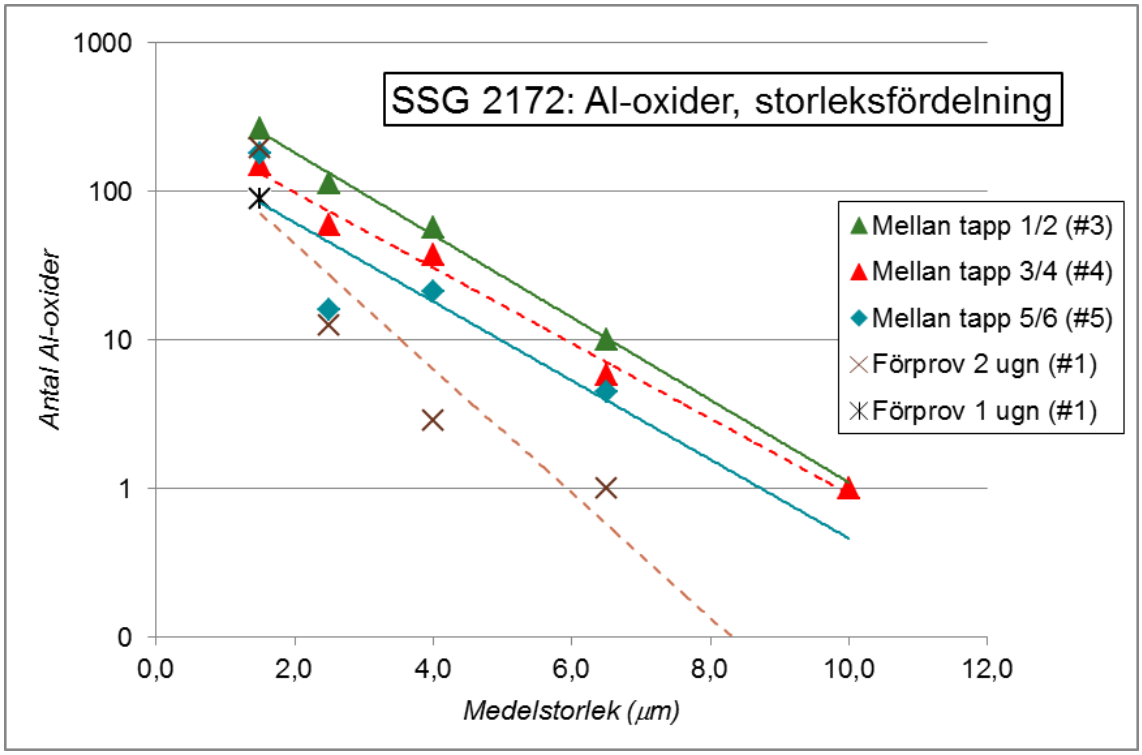
Prov-nr	Antal gnistor		Antal inne-slutningar	Totalt O (ppm)	Olöst halt (B-faktor) Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
1	**11**	**Medel**	**189**	**1,8**	**1,9**	**0,3**	**0,0**
Förprov 1		SD	73	0,5	0,6	0,2	
		RSD%	39	30	30	64	
2	**12**	**Medel**	**281**	**8,1**	**8,9**	**0,4**	**0,0**
Förprov 2		SD	23	1,5	1,7	0,2	
		RSD%	8	19	19	45	
3	**10**	**Medel**	**487**	**75,4**	**84,6**	**0,3**	**0,0**
Mellan		SD	78	19,8	22,2	0,2	
tapp 1/2		RSD%	16	26	26	53	
4	**7**	**Medel**	**303**	**44,7**	**50,2**	**0,1**	**0,0**
Mellan		SD	76	18,9	21,3	0,1	
tapp 3/4		RSD%	25	42	42	125	
5	**10**	**Medel**	**296**	**27,3**	**30,4**	**0,5**	**0,0**
Mellan		SD	54	7,5	8,4	0,4	
tapp 5/6		RSD%	18	27	28	75	

SD = ± standardavvikelse, RSD = ± relativ standardavvikelse.

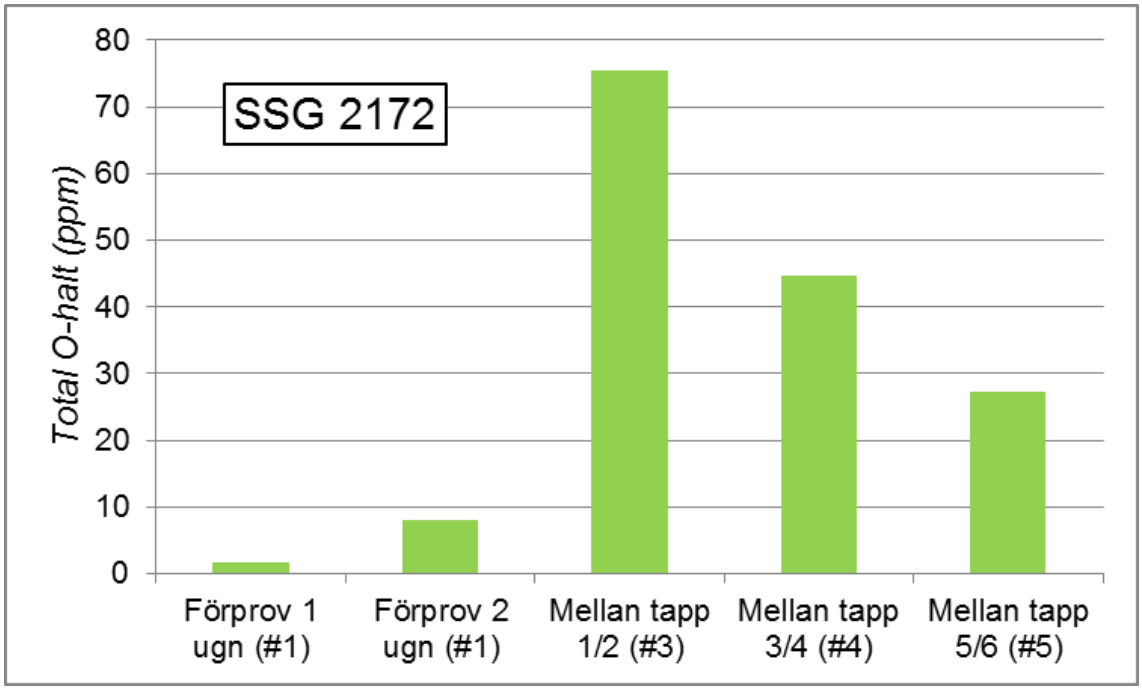
Tabell 7: Inneslutningsfördelning för prover från smälta, SSG-2172

Prov-nr		Antal Al-oxider 1-2µm	2-3µm	3-5µm	5-8µm	>8µm
1	**Medel**	**89**				
Förprov 1	SD	34				
2	**Medel**	**198**	**13**	**3**	**1**	
Förprov 2	SD	13	5	2		
3	**Medel**	**268**	**114**	**58**	**10**	
Mellan tapp 1/2	SD	52	25	11	6	
4	**Medel**	**152**	**59**	**37**	**6**	**1**
Mellan tapp 3/4	SD	63	19	14	5	
5	**Medel**	**180**	**16**	**21**	**5**	
Mellan tapp 5/6	SD	39	6	6	2	

SD = ± standardavvikelse.



Figur 4: Inneslutningsfördelning för prover från smälta, SSG-2172



Figur 5: Beräknad O-halt för prover från smälta, SSG-2172

Tabell 8: PDA-resultat för prover från smälta; SSG-2225

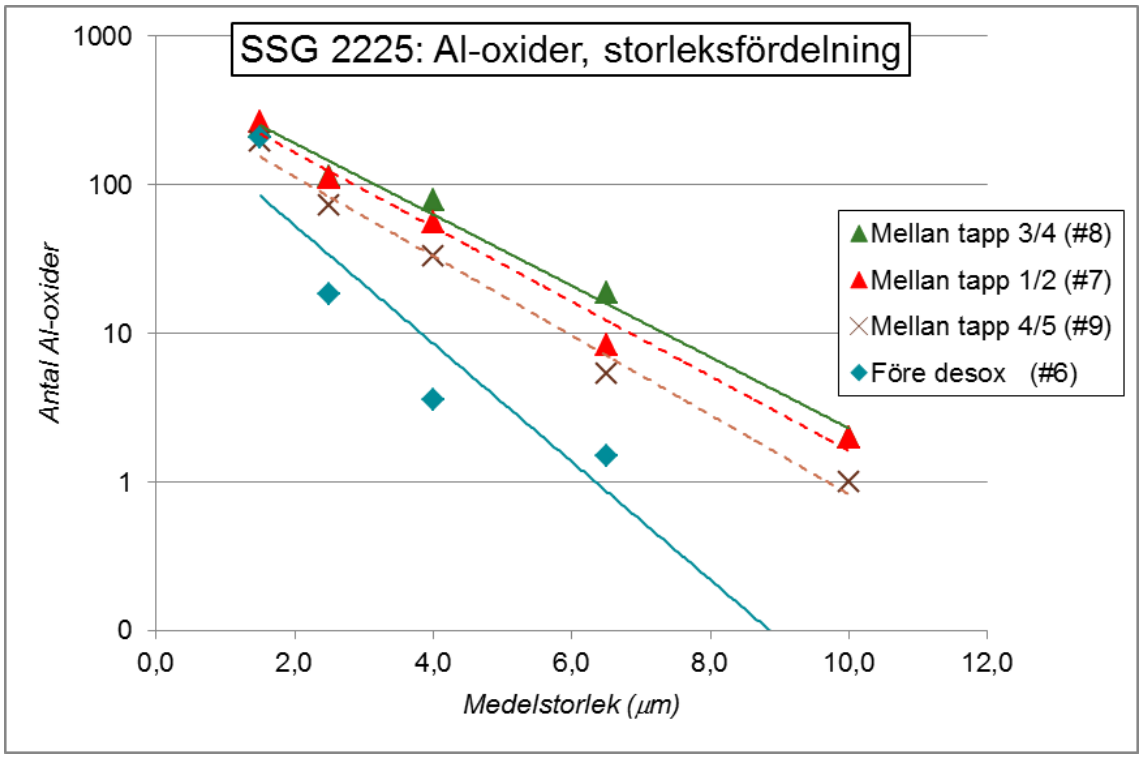
Prov-nr	Antal gnistor		Antal inne-slutningar	Totalt O (ppm)	Olöst halt (B-faktor) Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
6	**10**	**Medel**	**296**	**10,3**	**11,3**	**0,5**	**0,0**
Före		SD	92	5,4	6,1	0,1	
desox		RSD%	31	52	53	24	
7	**10**	**Medel**	**492**	**70,9**	**79,6**	**0,4**	**0,0**
Mellan		SD	54	19,3	21,7	0,1	
tapp 1/2		RSD%	11	27	27	37	
8	**10**	**Medel**	**500**	**107,7**	**121,0**	**0,2**	**0,0**
Mellan		SD	71	17,6	19,7	0,1	
tapp 3/4		RSD%	14	16	16	63	
9	**10**	**Medel**	**328**	**47,7**	**53,5**	**0,2**	**0,0**
Mellan		SD	95	16,7	18,7	0,1	
tapp 5/6		RSD%	29	35	35	35	

SD = ± standardavvikelse, RSD = ± relativ standardavvikelse.

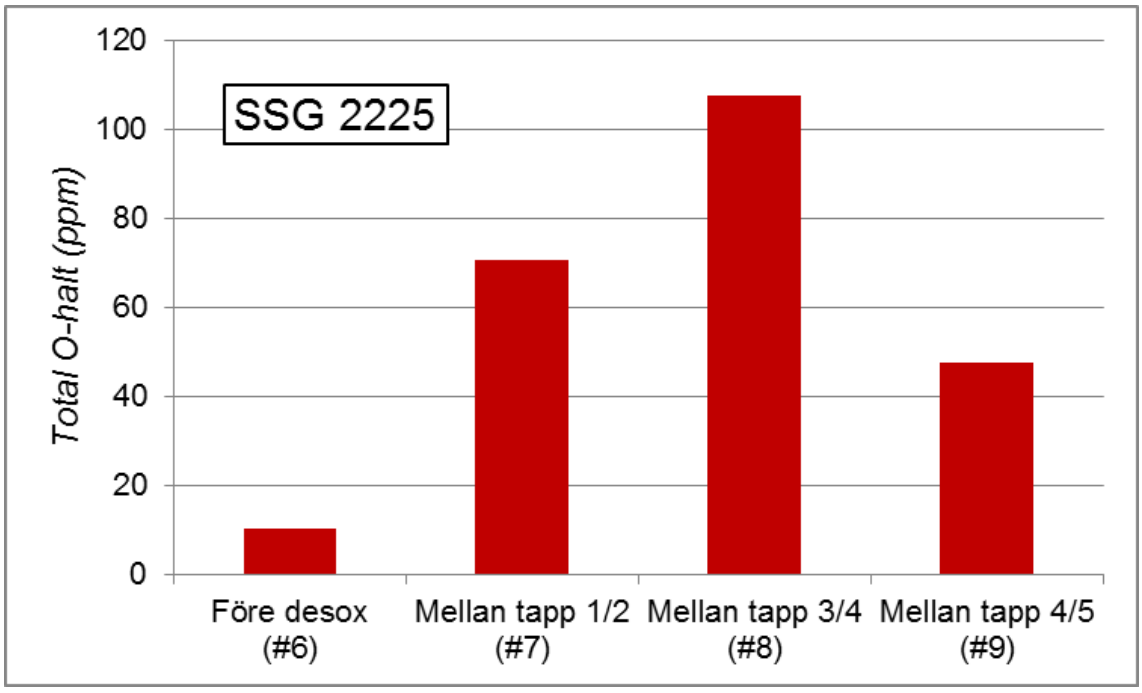
Tabell 9: Inneslutningsfördelning för prover från smälta; SSG-2225

Prov-nr		Antal Al-oxider 1-2µm	2-3µm	3-5µm	5-8µm	>8µm
6	**Medel**	**208**	**19**	**4**	**2**	
Före desox	SD	83	9	3	1	
7	**Medel**	**266**	**110**	**56**	**8**	**2**
Mellan tapp 1/2	SD	35	22	12	5	
8	**Medel**	**246**	**113**	**79**	**19**	**2**
Mellan tapp 3/4	SD	86	41	16	6	1
9	**Medel**	**197**	**72**	**33**	**5**	**1**
Mellan tapp 5/6	SD	74	24	14	5	

SD = ± standardavvikelse.



Figur 6: Inneslutningsfördelning för prover från smälta, SSG-2225



Figur 7: Beräknad O-halt för prover från smälta, SSG-2225

5.4.2 Komponentprover från SSG

Från gjutna komponenter, en avgjuten från vardera smältan i föregående avsnitt, togs prover för PDA-analys ur olika lägen i komponenterna, se provlägen i figur 8-9.

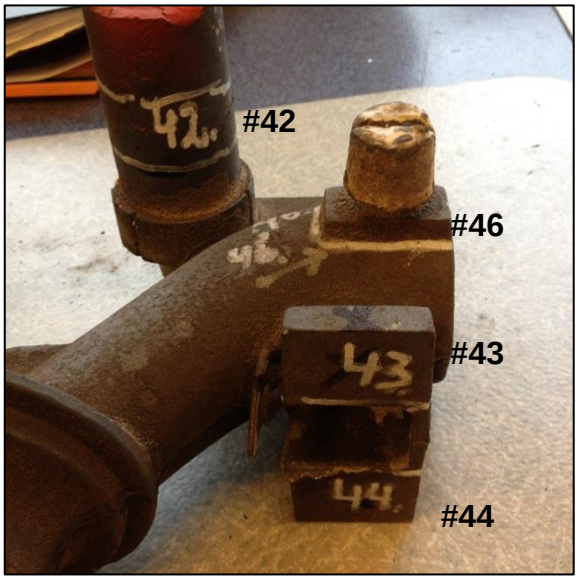
PDA-resultaten för **2172** visas i tabell 10-11. Storleksfördelning på inneslutningar visas i figur 10 och i figur 11 visas beräknad total O-halt för komponentproverna.

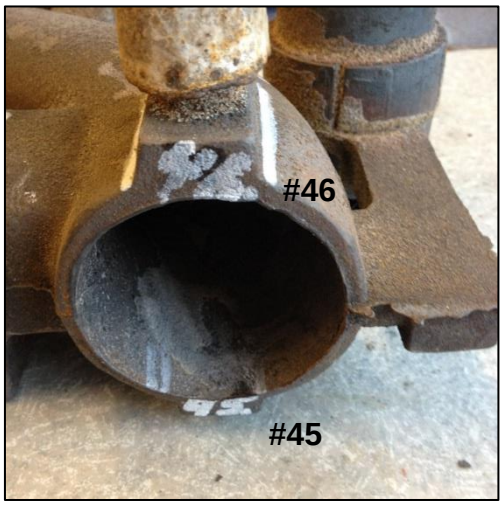
Kommentar **2172***:* två prover, nr 44 och 46, har markant högre O-halt jämfört med de övriga. Detta ser främst ut att bero på att dessa prover innehåller fler, större inneslutningar jämfört med de övriga. Prov nr 46 sitter direkt under en matare, där inneslutningar ansamlas i det sist stelnade materialet. Noterbart är att prov nr 42, direkt under inloppsfiltret har relativt låg O-halt.

PDA-resultaten för **2225** visas i tabell 12-13. Storleksfördelning på inneslutningar visas i figur 12 och i figur 13 visas beräknad total O-halt för komponentproverna.

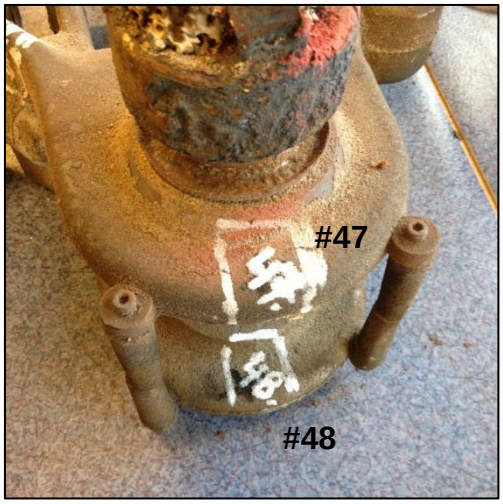
Kommentar **2225***:* två prover, nr 47 och 48, har lägre O-halt medan tre prover, nr 49-51, har c:a 50 % högre O-halt och fler och större inneslutningar. De tre proverna med flest inneslutningar kommer alla från delar av komponenten som var placerade uppåt vid gjutningen. Prov 47 är också uttaget från överdelen, nära matare, men har lägre halt inneslutningar.

Jämförelse mellan ugnsprover och komponenter i **2172** *resp.* **2225:** det är tyvärr inte känt från vilken av tappningarna som komponenterna är gjutna, varför det inte går att jämföra ev. förändringar i inneslutningsmängd. O-halten i komponenterna ser dock ut att vara lika eller högre än de högsta uppmätta värdena i ugn, vilket antyder att mängden inneslutningar kan ha ökat från ugn – skänk – gjutgods.
O-halt och inneslutningsmängd är markant högre hos komponenten i 2225 jämfört med 2172. Detta beror sannolikt mindre på analysskillnader än på skillnader i gjutgodsutformning, men kan också bero på olika O-halt i ugn/skänk.





Figur 8a och b: Provlägen i komponent SSG 2172



Figur 9a och b: Provlägen i komponent SSG 2225

Tabell 10: PDA-resultat för prover från komponent, SSG-2172

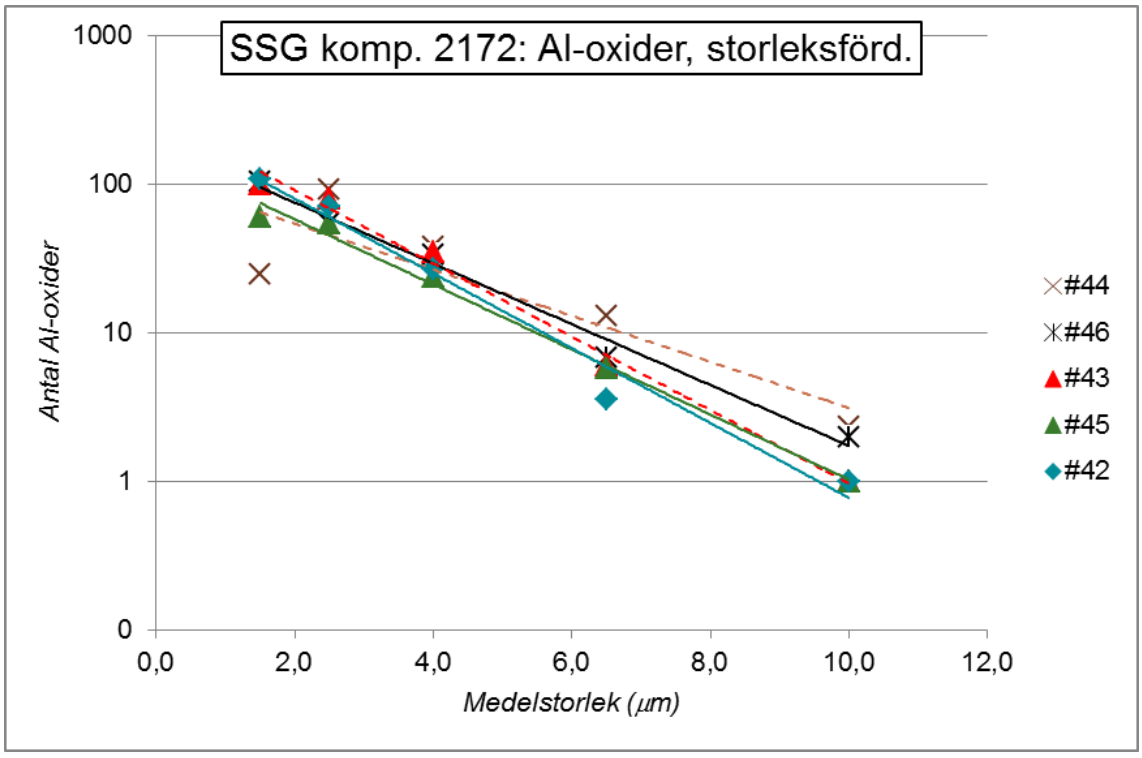
Prov-nr	Antal gnistor		Antal inne-slutningar	Totalt O (ppm)	Olöst halt (B-faktor) Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
42	**10**	**Medel**	**824**	**57,2**	**64,0**	**0,5**	**0,1**
		SD	266	16,2	18,4	1,1	
		RSD%	32	28	29	230	
43	**7**	**Medel**	**774**	**54,5**	**61,1**	**0,1**	**0,1**
		SD	111	9,8	11,0		
		RSD%	32	18	18		
44	**6**	**Medel**	**929**	**87,3**	**98,1**	**0,0**	**0,0**
		SD	117	34,0	38,2		
		RSD%	32	39	39		
45	**8**	**Medel**	**740**	**44**	**49,1**	**0,1**	**0,0**
		SD	113	6	7,0		
		RSD%	32	14	14		
46	**8**	**Medel**	**1002**	**85**	**95,5**	**0,3**	**0,0**
		SD	113	55	61,6		
		RSD%	32	64	65		

SD = ± standardavvikelse, RSD = ± relativ standardavvikelse.

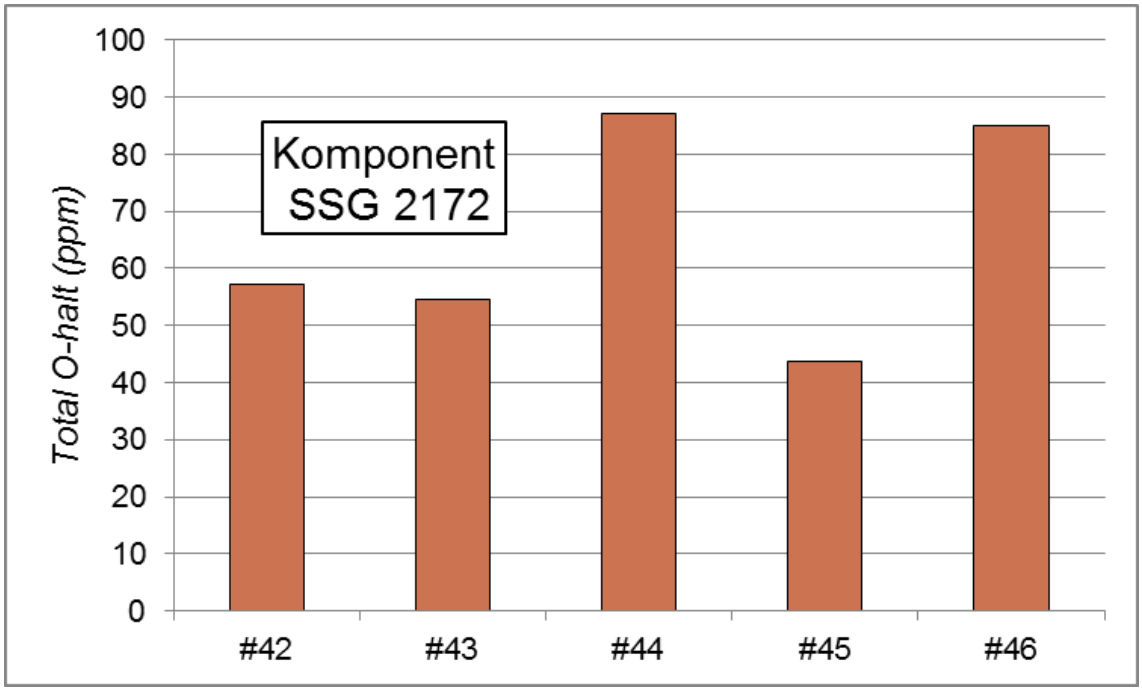
Tabell 11: Inneslutningsfördelning för prover från komponent, SSG-2172

Prov-nr		Antal Al-oxider 1-2µm	2-3µm	3-5µm	5-8µm	>8µm
42	**Medel**	**108**	**72**	**27**	**4**	**1**
	SD	36	13	7	2	
43	**Medel**	**101**	**81**	**35**	**6**	**1**
	SD	49	15	10	3	
44	**Medel**	**25**	**93**	**38**	**13**	**2**
	SD	26	24	17	7	2
45	**Medel**	**60**	**54**	**24**	**6**	**1**
	SD	81	18	4	3	
46	**Medel**	**105**	**55**	**34**	**7**	**2**
	SD	31	31	27	5	

SD = ± standardavvikelse.



Figur 10: Inneslutningsfördelning för prover från komponent, SSG-2172



Figur 11: Beräknad O-halt för prover från komponent, SSG-2172

Tabell 12: PDA-resultat för prover från komponent, SSG-2225

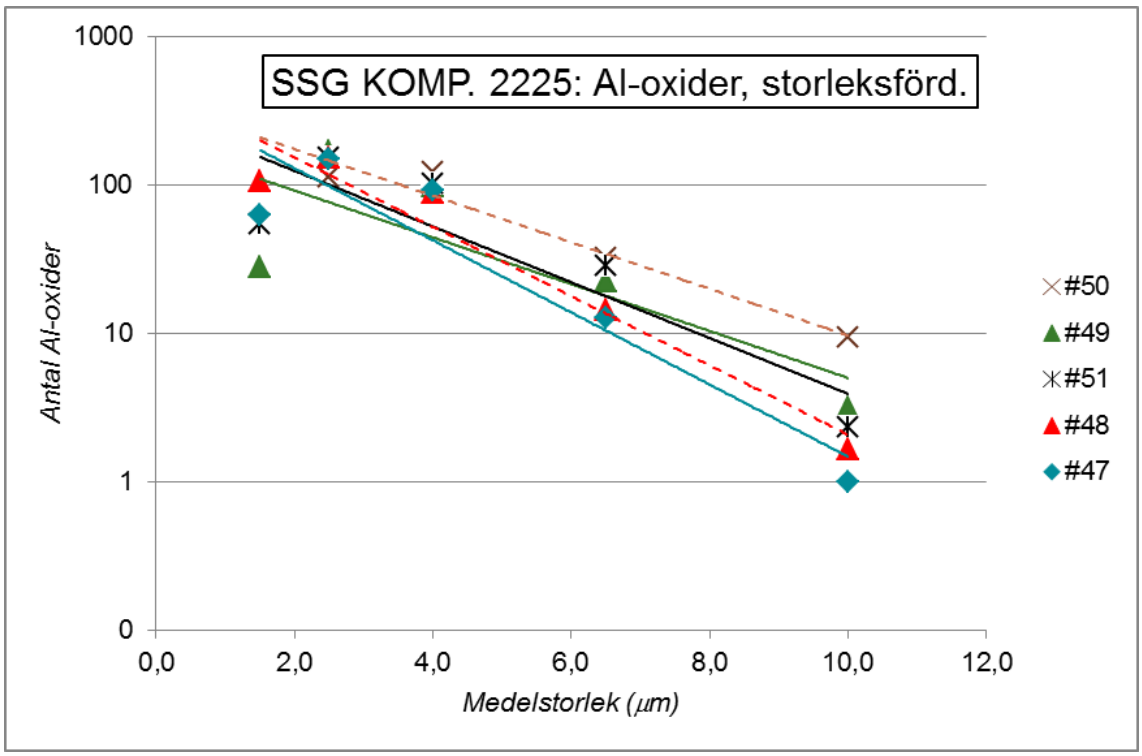
Prov-nr	Antal gnistor		Antal inne-slutningar	Totalt O (ppm)	Olöst halt (B-faktor) Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
47	**10**	**Medel**	**1245**	**125,0**	**140,4**	**0,3**	**0,0**
		SD	118	22,5	25,3		
		RSD%	32	18	18		
48	**10**	**Medel**	**1227**	**124,2**	**139,6**	**0,2**	**0,0**
		SD	118	54,6	61,3		
		RSD%	32	44	44		
49	**8**	**Medel**	**1309**	**170,1**	**191,1**	**0,5**	**0,0**
		SD	70	44,7	50,3	0,3	
		RSD%	32	26	26	64	
50	**8**	**Medel**	**1216**	**199,8**	**224,3**	**0,7**	**0,1**
		SD	269	146,0	164,3		
		RSD%	32	73	73		
51	**5**	**Medel**	**1259**	**170,5**	**191,5**	**0,4**	**0,1**
		SD	146	27,0	30,3	0,2	
		RSD%	32	16	16	56	

SD = ± standardavvikelse, RSD = ± relativ standardavvikelse.

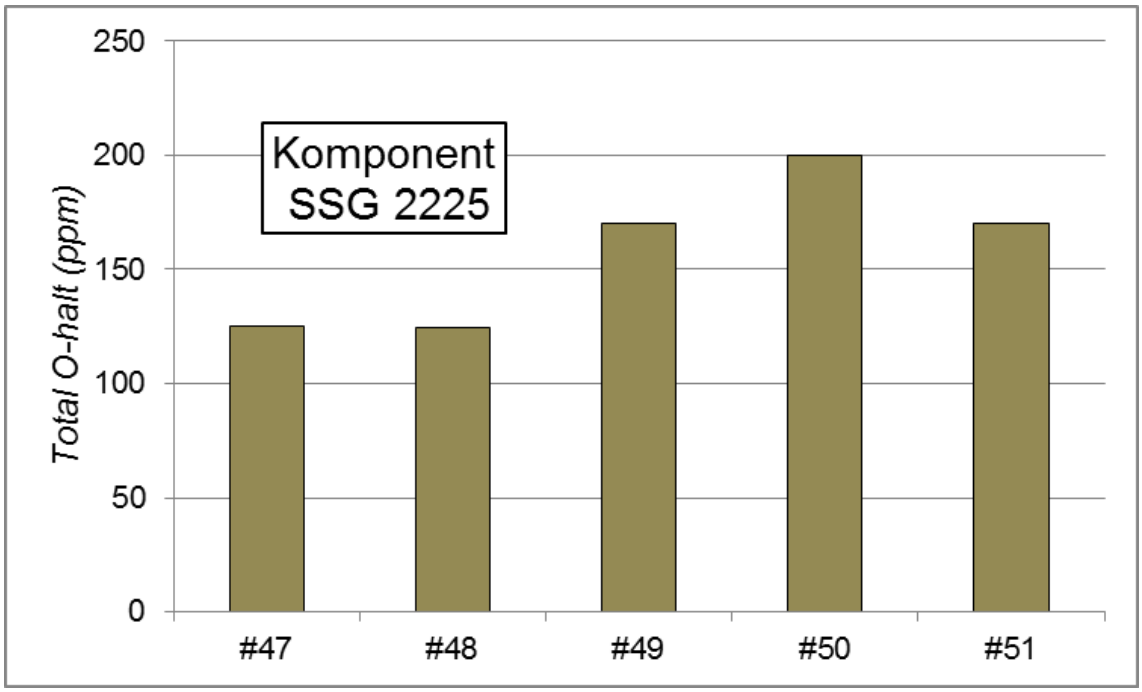
Tabell 13: Inneslutningsfördelning för prover från komponent, SSG-2225

Prov-nr		Antal Al-oxider 1-2µm	2-3µm	3-5µm	5-8µm	>8µm
47	**Medel**	**63**	**150**	**93**	**13**	**1**
	SD	45	39	18	5	
48	**Medel**	**107**	**153**	**89**	**15**	**2**
	SD	39	54	25	12	
49	**Medel**	**28**	**171**	**99**	**23**	**3**
	SD	31	28	9	10	3
50	**Medel**		**113**	**122**	**32**	**9**
	SD		41	61	29	8
51	**Medel**	**55**	**154**	**103**	**28**	**2**
	SD	16	46	20	11	1

SD = ± standardavvikelse.



Figur 12: Inneslutningsfördelning för prover från komponent, SSG-2225



Figur 13: Beräknad O-halt för prover från komponent, SSG-2225

5.4.3 Smältaprover från CWP

Provtagning gjordes från ugn från en smälta, före och mellan olika tappningar till skänk.

PDA-resultaten visas i tabell 14-15. Storleksfördelning på inneslutningar visas i figur 14 och i figur 15 visas beräknad total O-halt för smältorna.

Kommentar: Inneslutningshalten (total O-halt) i ugn visar en tydlig trend, med lägsta halter före första tappningen och successivt ökande mängd inneslutningar vid fler tappningar. Även storleken på inneslutningarna ökar för varje tappning.

Tabell 14: PDA-resultat för prover från CWP

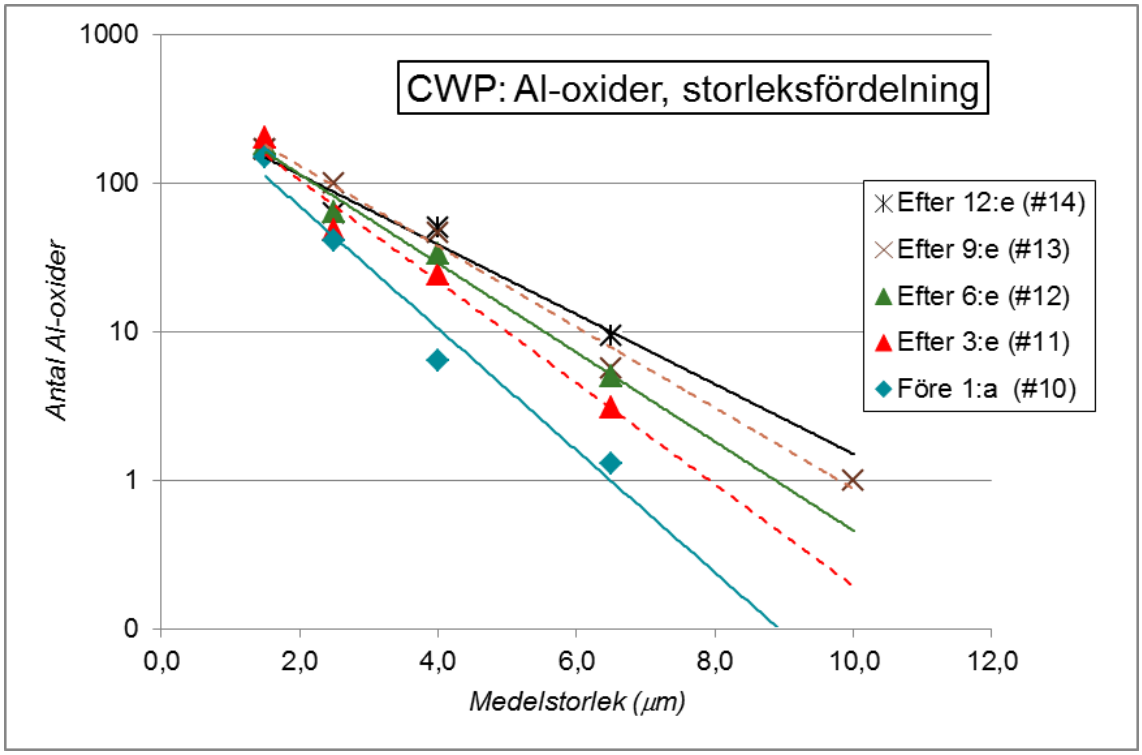
Prov-nr	Antal gnistor		Antal inne-slutningar	Totalt O (ppm)	Olöst halt (B-faktor) Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
10	**10**	**Medel**	**216**	**15,2**	**17,0**	**0,1**	**0,0**
Före 1:a		SD	74	2,6	2,9		
tapp		RSD%	35	17	17		
11	**10**	**Medel**	**313**	**28,4**	**31,8**	**0,3**	**0,0**
Efter 3:e		SD	60	5,5	6,2	0,2	
tapp		RSD%	19	19	20	94	
12	**10**	**Medel**	**311**	**40,8**	**43,5**	**0,2**	**0,1**
Efter 6:e		SD	55	9,5	11,7	0,2	
tapp		RSD%	18	23	27	117	
13	**10**	**Medel**	**416**	**53,1**	**59,3**	**0,5**	**0,2**
Efter 9:e		SD	268	18,0	20,5	1,6	
tapp		RSD%	64	34	34	287	
14	**10**	**Medel**	**307**	**56,7**	**60,0**	**0,4**	**0,1**
Efter 12:e		SD	79	14,8	20,0	1,2	
tapp		RSD%	26	26	33	274	

SD = ± standardavvikelse, RSD = ± relativ standardavvikelse.

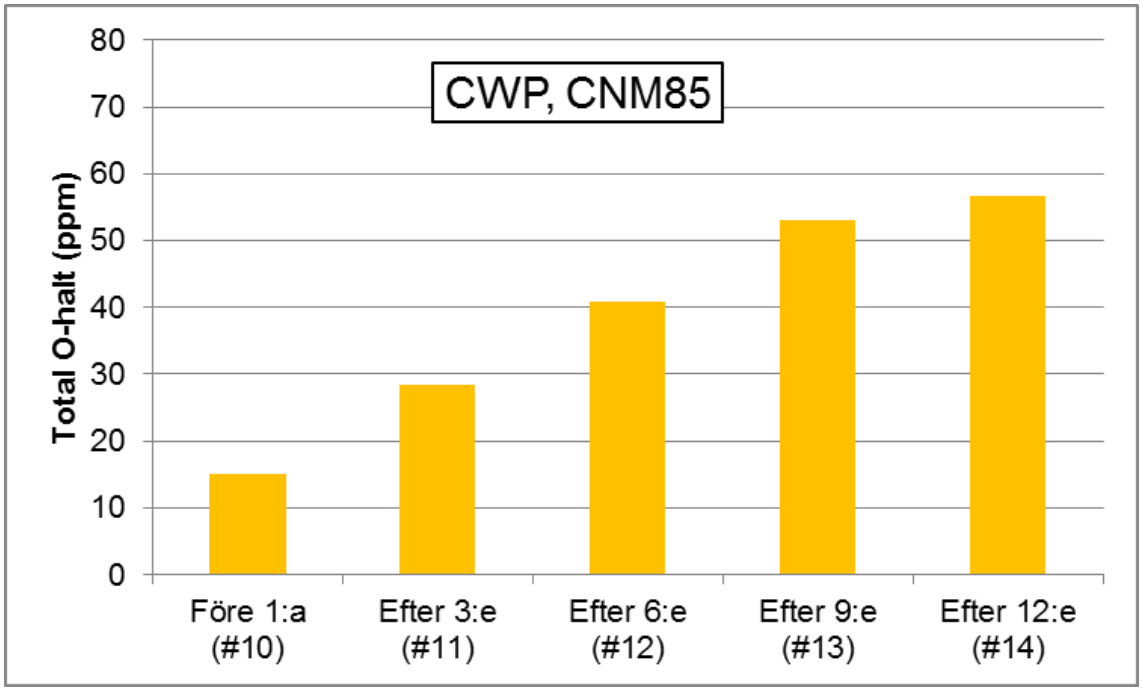
Tabell 15: Inneslutningsfördelning för prover från CWP

Prov-nr		Antal Al-oxider 1-2µm	2-3µm	3-5µm	5-8µm	>8µm
10	**Medel**	**150**	**42**	**6**	**1**	
Före 1:a	SD	64	6	3		
11	**Medel**	**202**	**48**	**25**	**3**	
Eter 3:e	SD	49	11	7	2	
12	**Medel**	**182**	**64**	**34**	**5**	
Efter 6:e	SD	52	16	7	3	
13	**Medel**	**171**	**101**	**46**	**6**	**1**
Efter 9:e	SD	140	12	14	3	
14	**Medel**	**170**	**63**	**50**	**9**	
Efter 12:e	SD	72	17	10	5	

SD = ± standardavvikelse.



Figur 14: Inneslutningsfördelning för prover från smälta, CWP-CNM85



Figur 15: Beräknad O-halt för prover från smälta, CWP-CNM85.

5.4.4 Smältaprover från Combicasting / CWP

Provtagning gjordes från ugn från en smälta, före och efter tappningar i skänk.

PDA-resultaten visas i tabell 16-17. Storleksfördelning på inneslutningar visas i figur 16 och i figur 17 visas beräknad total O-halt för smältorna.

Kommentar: Inneslutningarna (total olöst O-halt) ökar kraftigt efter den första tappningen, men sjunker sedan efter den andra tappningen. Ökningen vid första tappningen är stor, betydligt större än förloppet vid mätningen i föregående avsnitt, medan värdena efter tappning 2 ligger på en betydligt lägre nivå, motsvarande vad som uppmäts i föregående avsnitt. Resultaten indikerar att något avvikande kan ha inträffat vid den första tappningen.

Tabell 16: PDA-resultat för prover från Combicasting/CWP

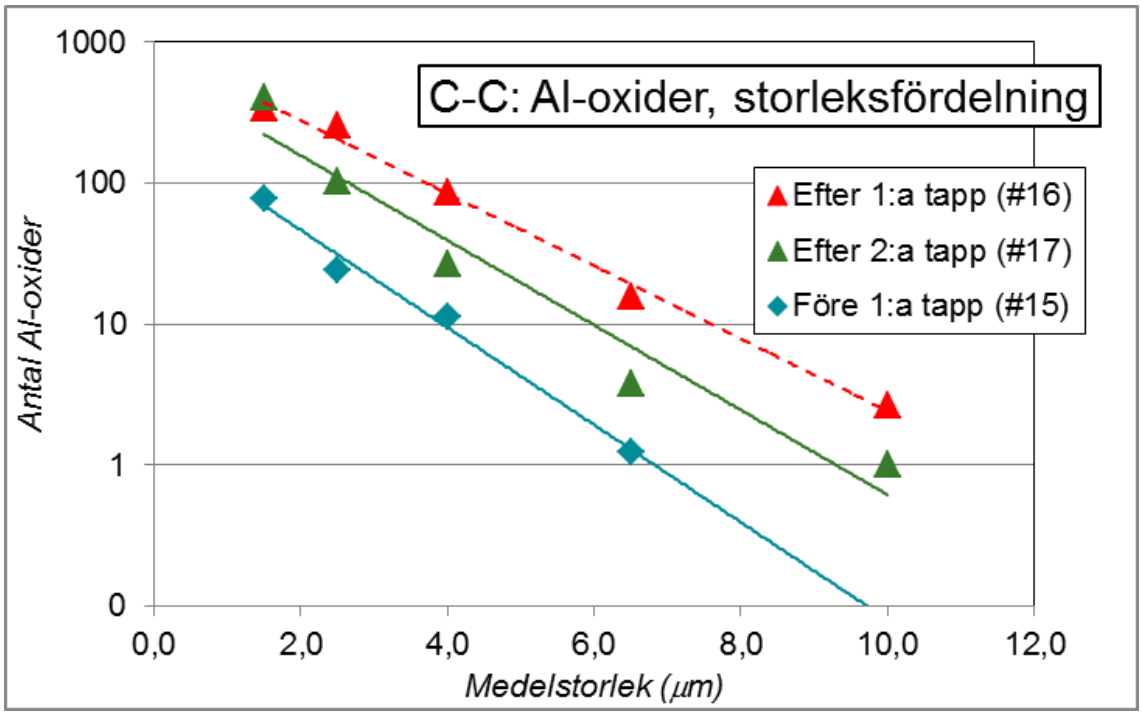
Prov-nr	Antal gnistor		Antal inne-slutningar	Totalt O (ppm)	Olöst halt (B-faktor) Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
15	**10**	**Medel**	**456**	**10,5**	**11,3**	**0,9**	**456**
Före 1:a		SD	358	1,9	1,9	1,8	358
tapp		RSD%	79	18	17	191	79
16	**10**	**Medel**	**838**	**124,6**	**127,5**	**0,5**	**838**
Efter 1:a		SD	151	63,4	79,4	1,3	151
tapp		RSD%	18	51	62	241	18
17	**10**	**Medel**	**615**	**50,7**	**59,8**	**0,5**	**615**
Efter 2:a		SD	63	11,4	15,6	0,9	63
tapp		RSD%	10	22	26	174	10

SD = ± standardavvikelse, RSD = ± relativ standardavvikelse.

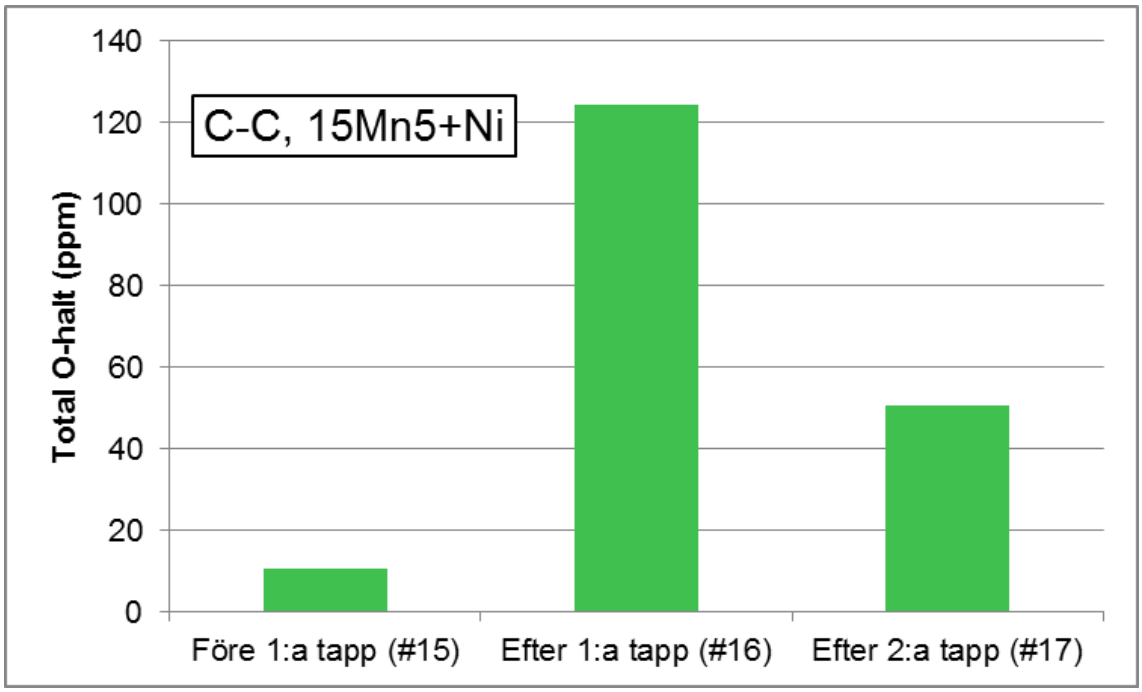
Tabell 17: Inneslutningsfördelning för prover från Combicasting/CWP

Prov-nr		Antal Al-oxider 1-2µm	2-3µm	3-5µm	5-8µm	>8µm
15	**Medel**	**78**	**24**	**11**	**1**	
Före 1:a	SD	41	5	15		
16	**Medel**	**337**	**253**	**85**	**16**	**3**
Efter 1:a	SD	66	92	32	13	2
17	**Medel**	**409**	**102**	**27**	**4**	**1**
Efter 2:a	SD	20	25	9	2	

SD = ± standardavvikelse.



Figur 16: Inneslutningsfördelning för prover från smälta, C-C, 15Mn5+Ni



Figur 17: Beräknad O-halt för prover från smälta, C-V, 15Mn5+Ni

5.4.5 Smältaprover från Kohlswa

Provtagning gjordes på ett seghärdningsstål, från ugn resp. skänk. PDA-resultaten visas i tabell 18-19. Storleksfördelning på inneslutningar visas i figur 18 och i figur 19 visas beräknad total O-halt för smältorna.

Kommentar: Mängden oxidinneslutningar ökar kraftigt från ugn till skänk. Detta beror sannolikt på Al-desoxidation mellan provtagningarna.

Tabell 18: PDA-resultat för prover från Kohlswa

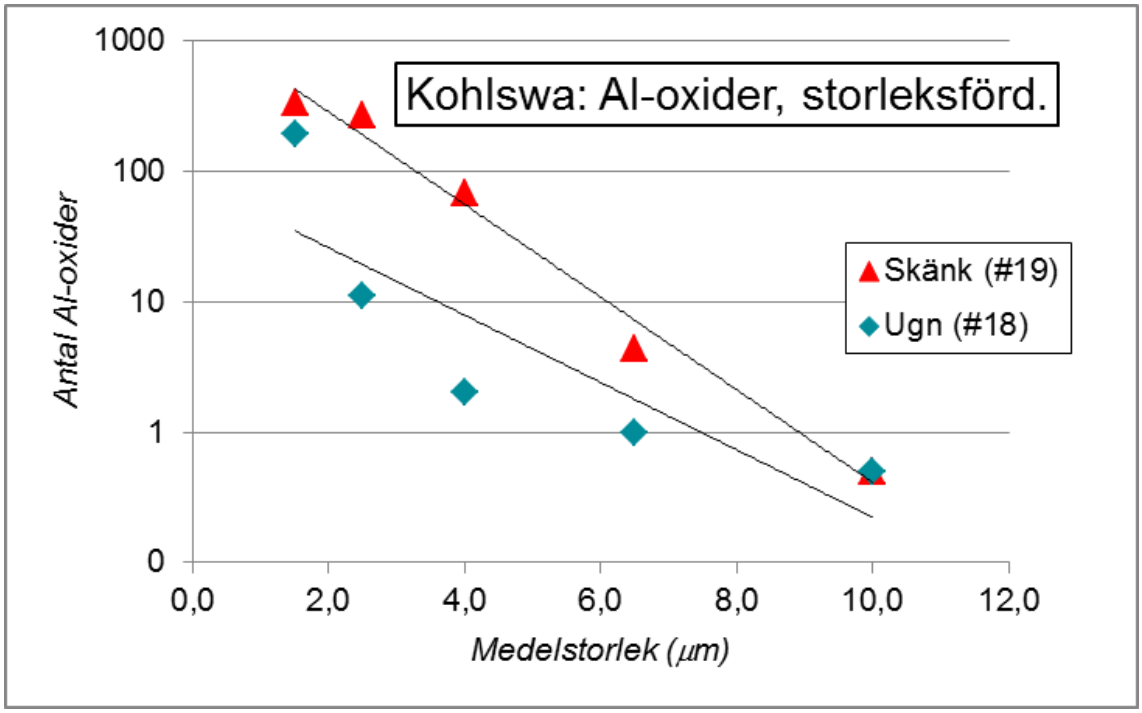
Prov-nr	Antal gnistor		Antal inne-slutningar	Totalt O (ppm)	Olöst halt (B-faktor)		
					Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
18	**10**	**Medel**	**262**	**8,0**	**8,4**	**0,3**	**0,1**
Ugn		SD	46	3,0	3,3	0,1	
		RSD %	*17*	*39,5*	*40*	*47*	
19	**10**	**Medel**	**787**	**92**	**100,6**	**6,1**	**0,4**
Skänk		SD	339	51	53,4	9,2	0,5
		RSD %	*43*	*55,7*	*53*	*151*	*125*

SD = ± standardavvikelse, RSD = ± relativ standardavvikelse.

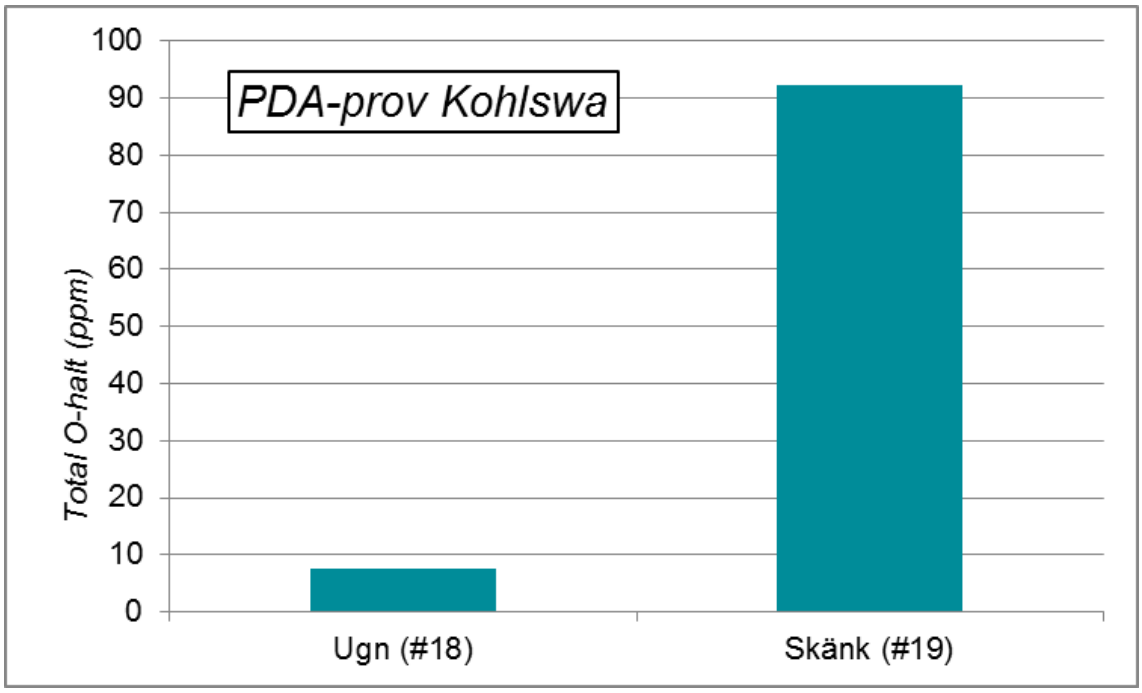
Tabell 19: Inneslutningsfördelning för prover från Kohlswa

Prov-nr		Antal Al-oxider				
		1-2µm	2-3µm	3-5µm	5-8µm	>8µm
18	**Medel**	**192**	**11**	**2**	**1**	**1**
Ugn	SD	24	4	1		
19	**Medel**	**333**	**274**	**69**	**4**	**1**
Skänk	SD	42	108	42	5	

SD = ± standardavvikelse.



Figur 18: Inneslutningsfördelning för prover från smälta, Kohlswa.



Figur 19: Beräknad O-halt för prover från smälta, Kohlswa.

5.4.6 Smältaprover från SRP

Provtagning gjordes på en manganstålssmälta. När i processen som proverna är tagna är tyvärr inte känt.

PDA-resultaten visas i tabell 20-21. Storleksfördelning på inneslutningar visas i figur 20 och i figur 21 visas beräknad total O-halt för smältorna.

Kommentar: I dessa prover har tillsatts både Al och Ti; prov nr 20 har hög halt olöst Al, medan prov 21 har hög halt olöst Ti. Vid beräkning av O-halt har antagits att Ti enbart binds till oxider. Antagligen förekommer Ti dessutom som nitrider och karbider, men dessa kan inte särskiljas av PDA-programmet.

Inneslutningsmängden (total O-halt) ökar från prov 20 till 21, fördelat så att mängden Al-inneslutningar är hög i prov 20 och lägre i prov 21, medan Ti-inneslutningar är få i prov 20 och högre i prov 21. Spridningen i inneslutningsmängd är stor i det senare provet.

Tabell 20: PDA-resultat för prover från SRP

Prov-nr	Antal gnistor		Antal inne-slutningar	Total O (ppm)	Olöst halt (B-faktor) Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)	Ti (ppm)
20	**5**	**Medel**	**694**	**90,7**	**98,3**	**2,1**	**0,2**	**3,4**
		SD	31	16,2	18,0	0,4	0,1	0,5
		RSD%	4	18	18	18	56	15
21	**5**	**Medel**	**829**	**125,8**	**36,2**	**0,2**	**0,1**	**97,3**
		SD	65	29,9	9,0	0,1	0,1	24,7
		RSD%	8	24	25	38	39	25

SD = ± standardavvikelse, RSD = ± relativ standardavvikelse.

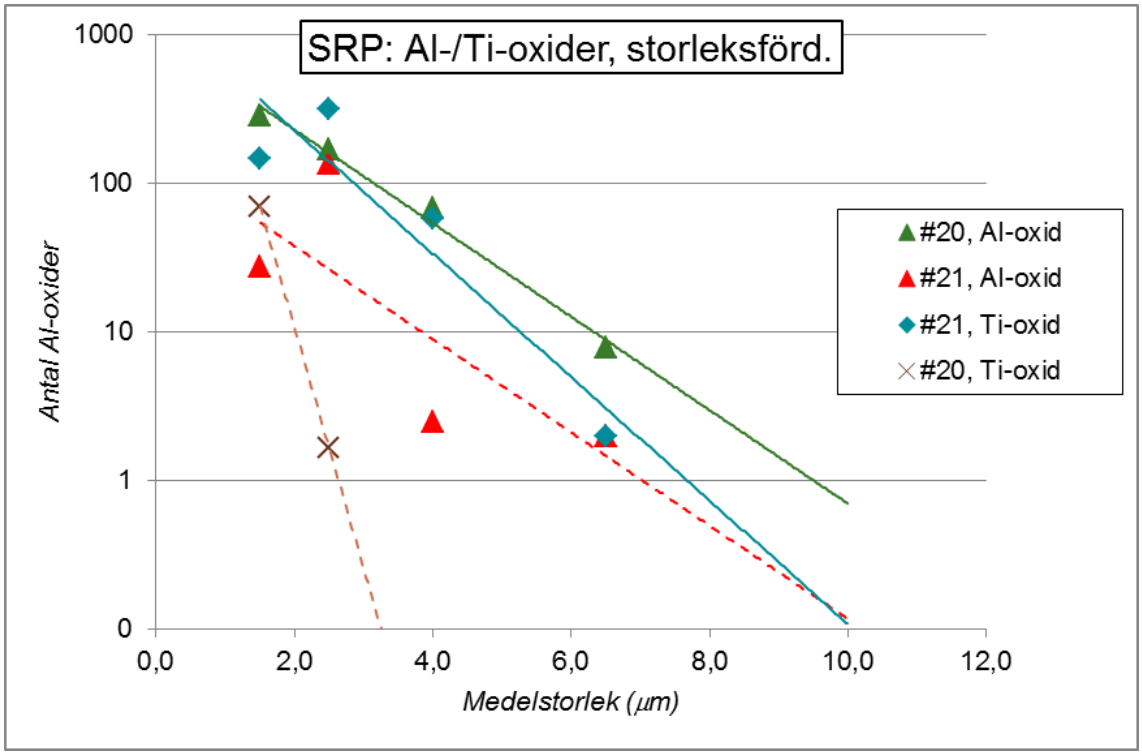
Tabell 21 a: Inneslutningsfördelning Al-oxider för prover från SRP

Prov-nr		Antal Al-oxider 1-2µm	2-3µm	3-5µm	5-8µm	>8µm
20	**Medel**	**284**	**168**	**68**	**8**	
	SD	31	22	11	3	
21	**Medel**	**28**	**137**	**3**	**2**	
	SD	11	15	1	1	

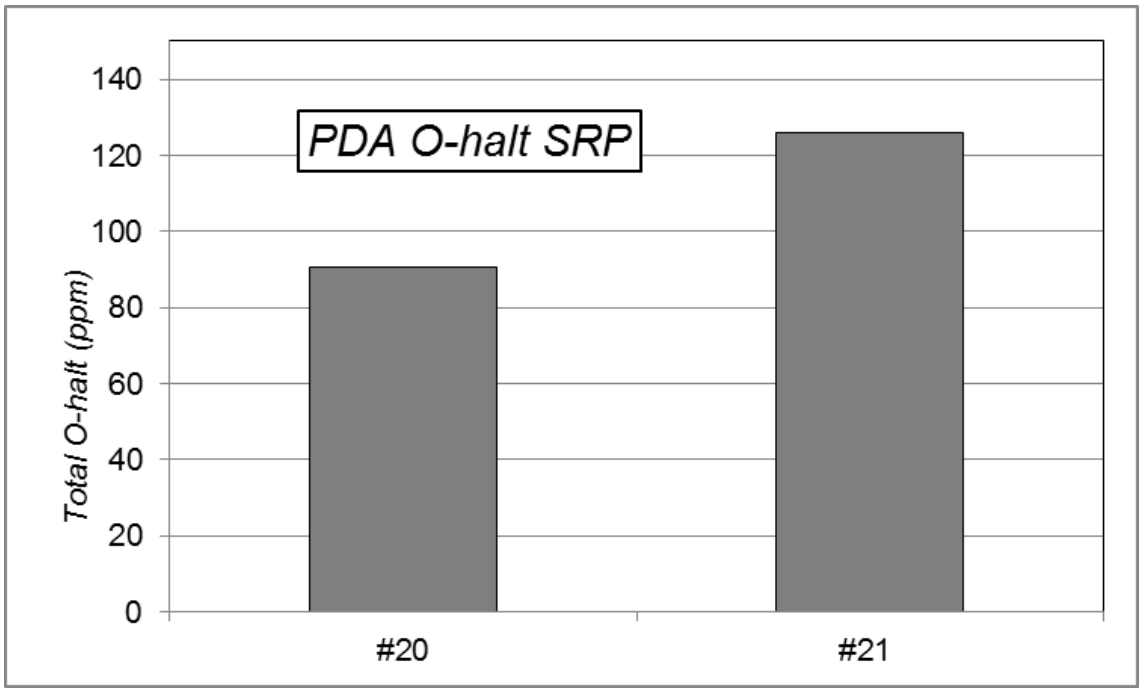
Tabell 21 b: Inneslutningsfördelning Ti-oxider för prover från SRP

Prov-nr		Antal Ti-oxider 1-2µm	2-3µm	3-5µm	5-8µm	>8µm
20	**Medel**	**70**	**2**			
	SD	26	1			
21	**Medel**	**147**	**319**	**58**	**2**	
	SD	71	87	17	1	

SD = ± standardavvikelse.



Figur 20: Inneslutningsfördelning för Al- och Ti-oxider i prover från smälta, SRP



Figur 21: Beräknad O-halt för prover från smälta, SRP

5.4.7 Smältaprover från ÖGAB

5.4.7.1 Låglegerat stål

Provning gjordes på ett låglegerat kol-manganstål i ugn och i skänk, med två prover tagna från ugn och ett från skänk efter Al-desoxidation. (Ett av ugnsproven, nr 22, uppvisade stor spridning i O-halt och PDA-analyserades därför två gånger.)

PDA-resultaten visas i tabell 22-23. Storleksfördelning på inneslutningar visas i figur 22 och i figur 23 visas beräknad total O-halt för smältorna.

Kommentar: Proven från ugn, nr 22 och 23, har relativt låg halt av inneslutningar, även om om-analysen av prov 22 ligger högre. Efter skänkdesoxidation ökar mängden inneslutningar markant och även mängden stora inneslutningar.

Tabell 22: PDA-resultat för prover från smälta; ÖGAB-1505

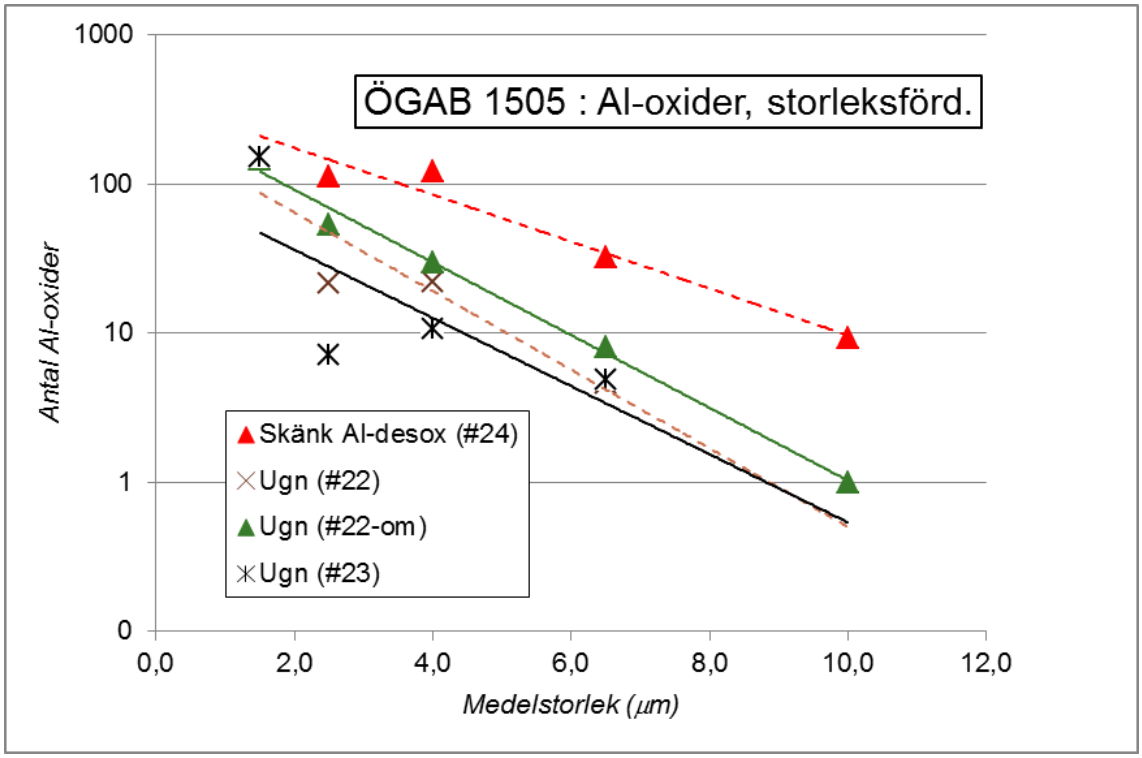
Prov-nr	Antal gnistor		Antal inne-slutningar	Totalt O (ppm)	Olöst halt (B-faktor) Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
22	**10**	**Medel**	**397**	**26,7**	**30,0**	**0,2**	**0,0**
Ugn I		SD	138	15,0	16,8	0,2	
		RSD%	35	56	56	136	
22	**8**	**Medel**	**971**	**51,1**	**55,9**	**2,3**	**0,7**
Ugn I		SD	251	28,1	31,5	1,4	0,4
omprov		RSD%	26	55	56	62	
23	**8**	**Medel**	**253**	**18,4**	**20,5**	**0,3**	**0,0**
Ugn II		SD	30	5,0	5,5	0,0	
		RSD%	12	27	27	0	
24	**10**	**Medel**	**716**	**81,7**	**91,5**	**0,4**	**0,3**
Skänk		SD	91	29,3	32,4	0,8	
Al-desox		RSD%	13	36	35	211	

SD = ± standardavvikelse, RSD = ± relativ standardavvikelse.

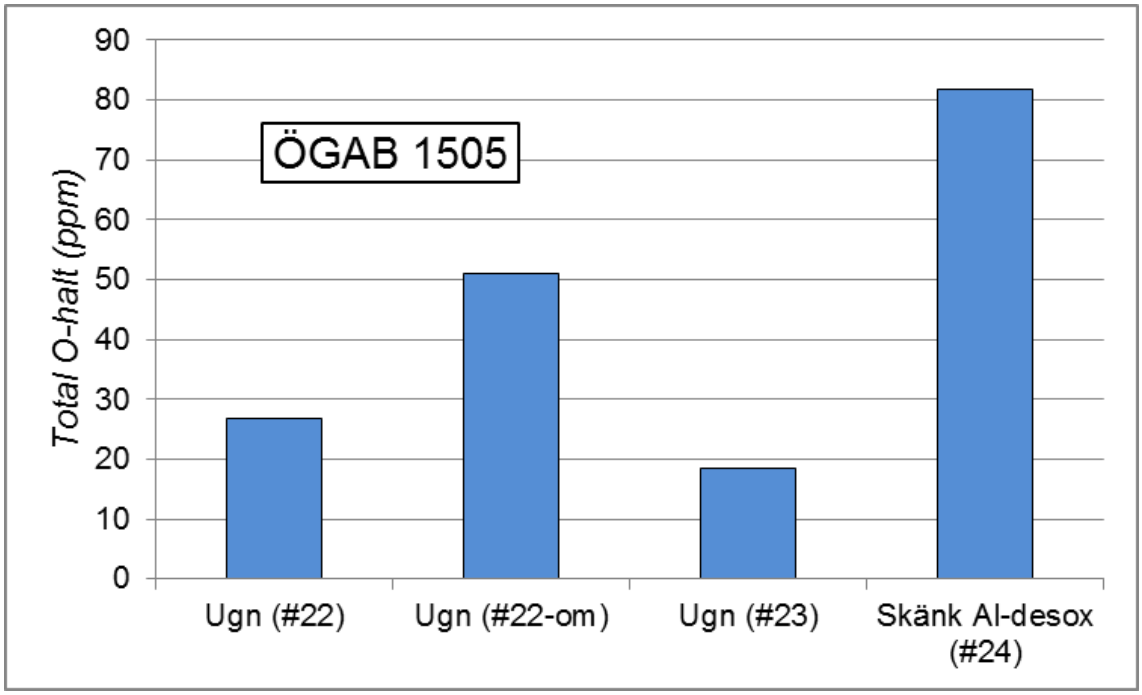
Tabell 23: Inneslutningsfördelning för prover från smälta; ÖGAB-1505

Prov-nr		Antal Al-oxider 1-2µm	2-3µm	3-5µm	5-8µm	>8µm
22	**Medel**	**153**	**22**	**22**	**5**	
Ugn I	SD	115	18	11	4	
22	**Medel**	**146**	**53**	**30**	**8**	**1**
Ugn I, om	SD	54	28	19	7	
23	**Medel**	**153**	**7**	**11**	**5**	
Ugn II	SD	35	3	5	2	
24	**Medel**	**350**	**209**	**48**	**7**	**2**
Skänk, Al	SD	37	37	19	6	

SD = ± standardavvikelse.



Figur 22: Inneslutningsfördelning för prover från smälta, ÖGAB-1505



Figur 23: Beräknad O-halt för prover från smälta, ÖGAB-1505

5.4.7.2 Rostfritt

Provtagning gjordes på en smälta av ett martensitiskt rostfritt (16-5-1) och två smältor av ett duplext rostfritt (2205). Den ena av de duplexa smältorna (duplex 1) skrotades senare pga. analysavvikelse. Prov togs både från ugn och från skänk efter Al-desoxidation. För några prov bestämdes också total syrehalt med förbränningsanalys; se resultat i tabell 5.

PDA-resultaten för **16-5-1** visas i tabell 24-25. Storleksfördelning på inneslutningar visas i figur 24 och i figur 25 visas beräknad total O-halt för smältorna.

PDA-resultaten för **duplex 1** visas i tabell 26-27. Storleksfördelning på inneslutningar visas i figur 26 och i figur 27 visas beräknad total O-halt för smältorna.

PDA-resultaten för **duplex 2** visas i tabell 28-29. Storleksfördelning på inneslutningar visas i figur 28 och i figur 29 visas beräknad total O-halt för smältorna.

Kommentar **16-5-1***:* I samtliga ugnsprover är mängden inneslutningar relativt låg (O-halt mellan c:a 10 – 30 ppm) medan inneslutningsmängden efter skänkdesoxidation ökar mycket kraftigt. Mängd och storlek på inneslutningar är mycket hög jämfört med låglegerat stål, se föregående avsnitt. För två av proverna, nr 27 och 29, gjordes en O-analys med förbränning - överensstämmelsen med PDA-analysen var god i ena fallet och sämre i det andra fallet, se tabell 5.

Kommentar **duplex 1***:* Analysen i ugn låg högt i kol och chargen skrotades senare innan avgjutning. Inneslutningsmängden är relativt låg och minskar något i det desoxiderade provet. Detta skiljer sig från andra prover; det är möjligt att provet kan vara felmärkt.

Kommentar **duplex 2***:* Proverna från ugn, före desoxidation, visar varierande mängd inneslutningar från relativt låg till hög nivå. Efter skänkdesoxidation är inneslutningshalten mycket hög, med flera stora inneslutningar. Samtliga dessa prover uppvisade stora variationer (ovanligt höga standardavvikelser) och resultaten bör därför behandlas med försiktighet. För två av proverna, nr 35 och 36, gjordes en O-analys med förbränning - överensstämmelsen med PDA-analysen varierade, se tabell 5.

Tabell 24: PDA-resultat för prover från smälta: ÖGAB 16-5-1

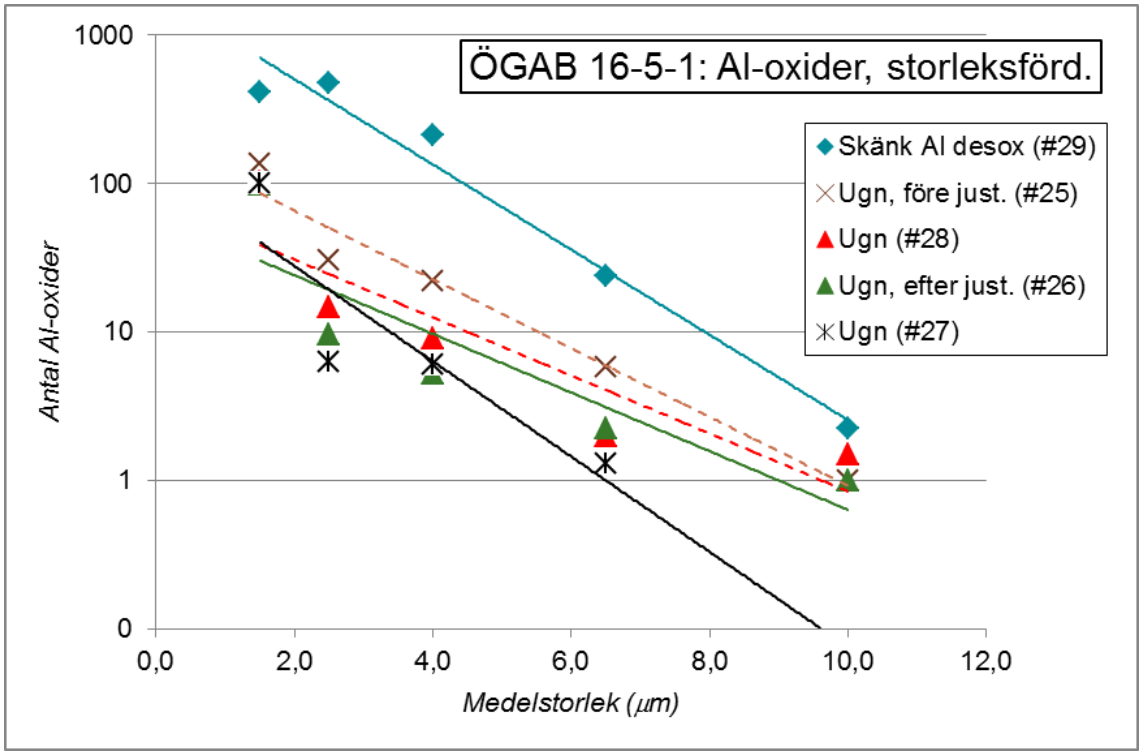
Prov-nr	Antal gnistor		Antal inne-slutningar	Totalt O (ppm)	Olöst halt (B-faktor) Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
25	**10**	**Medel**	**259**	**31,3**	**34,9**	**0,5**	**0,1**
Ugn I		SD	27	5,0	5,6	0,1	
före just.		RSD%	11	16	16	27	
26	**10**	**Medel**	**182**	**10,5**	**11,6**	**0,5**	**0,0**
Ugn II		SD	48	4,3	4,8	0,1	
efter just.		RSD%	27	41	41	30	
27	**9**	**Medel**	**178**	**8,5**	**9,3**	**0,5**	**0,0**
Ugn III		SD	54	1,7	1,9	0,0	
		RSD%	31	20	21		
28	**7**	**Medel**	**413**	**23,6**	**25,9**	**1,1**	**0,1**
Ugn IV		SD	188	10,4	11,3	1,5	
		RSD%	46	44	44	138	
29	**10**	**Medel**	**1198**	**238,1**	**267,1**	**0,3**	**0,8**
Skänk		SD	127	42,0	47,6	0,6	
Al-desox		RSD%	11	18	18		

SD = ± standardavvikelse, RSD = ± relativ standardavvikelse.

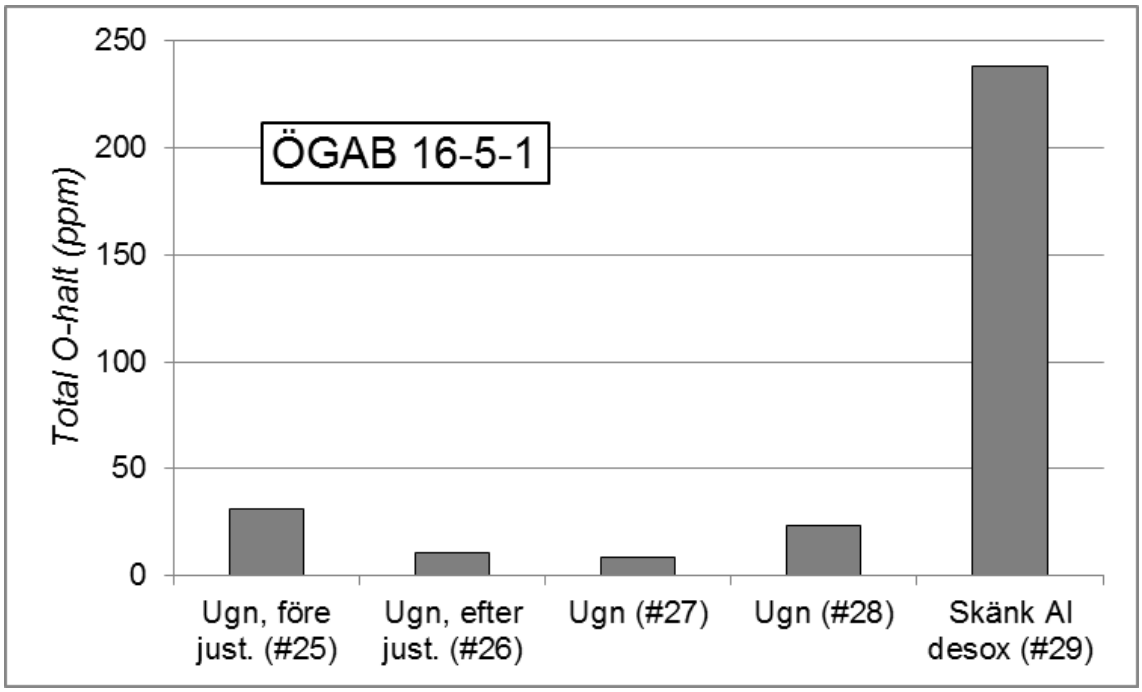
Tabell 25: Inneslutningsfördelning för prover från smälta: ÖGAB 16-5-1

Prov-nr		Antal Al-oxider 1-2µm	2-3µm	3-5µm	5-8µm	>8µm
25	**Medel**	**137**	**31**	**22**	**6**	**1**
Ugn I	SD	25	7	4	2	
26	**Medel**	**98**	**10**	**5**	**2**	**1**
Ugn II	SD	27	5	3	1	
27	**Medel**	**101**	**6**	**6**	**1**	
Ugn III	SD	23	2	2		
28	**Medel**	**103**	**15**	**9**	**2**	**2**
Ugn IV	SD	35	18	7	1	
29	**Medel**	**409**	**478**	**212**	**24**	**2**
Skänk	SD	48	59	32	11	

SD = ± standardavvikelse.



Figur 24: Inneslutningsfördelning för prover från smälta, ÖGAB 16-5-1



Figur 25: Beräknad O-halt för prover från smälta, ÖGAB 16-5-1

Tabell 26: PDA-resultat för prover från smälta: ÖGAB duplex 1

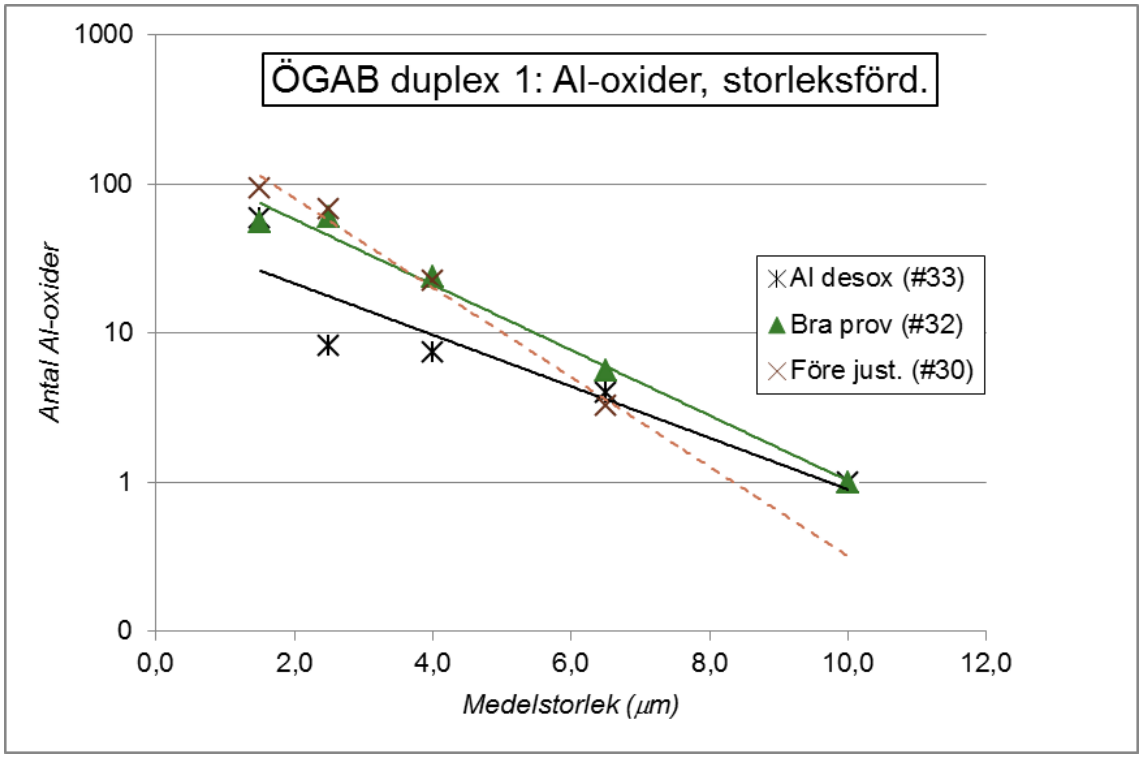
Prov-nr	Antal gnistor		Antal inne-slutningar	Totalt O (ppm)	Olöst halt (B-faktor)		
					Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
30	**7**	**Medel**	**224**	**31,4**	**34,8**	**0,9**	**0,1**
Före		SD	54	5,5	6,2	1,0	
juster.		RSD%	24	18	18	110	
32	**8**	**Medel**	**147**	**30,6**	**29,8**	**0,1**	**0,0**
Bra		SD	53	19,6	19,2	0,1	
prov		RSD%	36	64	64	139	
33	**9**	**Medel**	**96**	**16,9**	**18,7**	**0,3**	**0,2**
Al-		SD	47	15,3	17,2	0,2	
desox.		RSD%	49	91	92	76	

SD = ± standardavvikelse, RSD = ± relativ standardavvikelse.

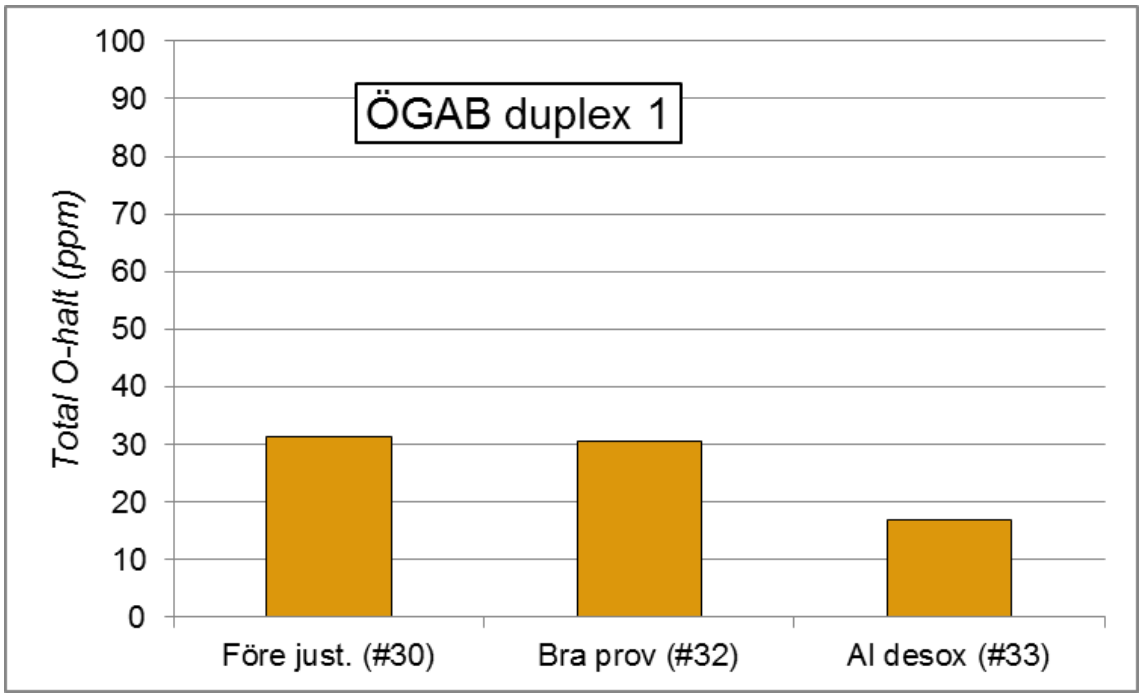
Tabell 27: Inneslutningsfördelning för prover från smälta: ÖGAB duplex 1

Prov-nr		Antal Al-oxider				
		1-2µm	2-3µm	3-5µm	5-8µm	>8µm
30	**Medel**	**93**	**68**	**23**	**3**	
Före just.	SD	30	8	5	2	
32	**Medel**	**55**	**60**	**24**	**6**	**1**
Bra prov	SD	21	22	11	5	
33	**Medel**	**60**	**8**	**8**	**4**	**1**
Al-desox.	SD	33	9	9	3	

SD = ± standardavvikelse.



Figur 26: Inneslutningsfördelning för prover från smälta, ÖGAB duplex 1



Figur 27: Beräknad O-halt för prover från smälta, ÖGAB duplex 1.

Tabell 28: PDA-resultat för prover från smälta: ÖGAB duplex 2

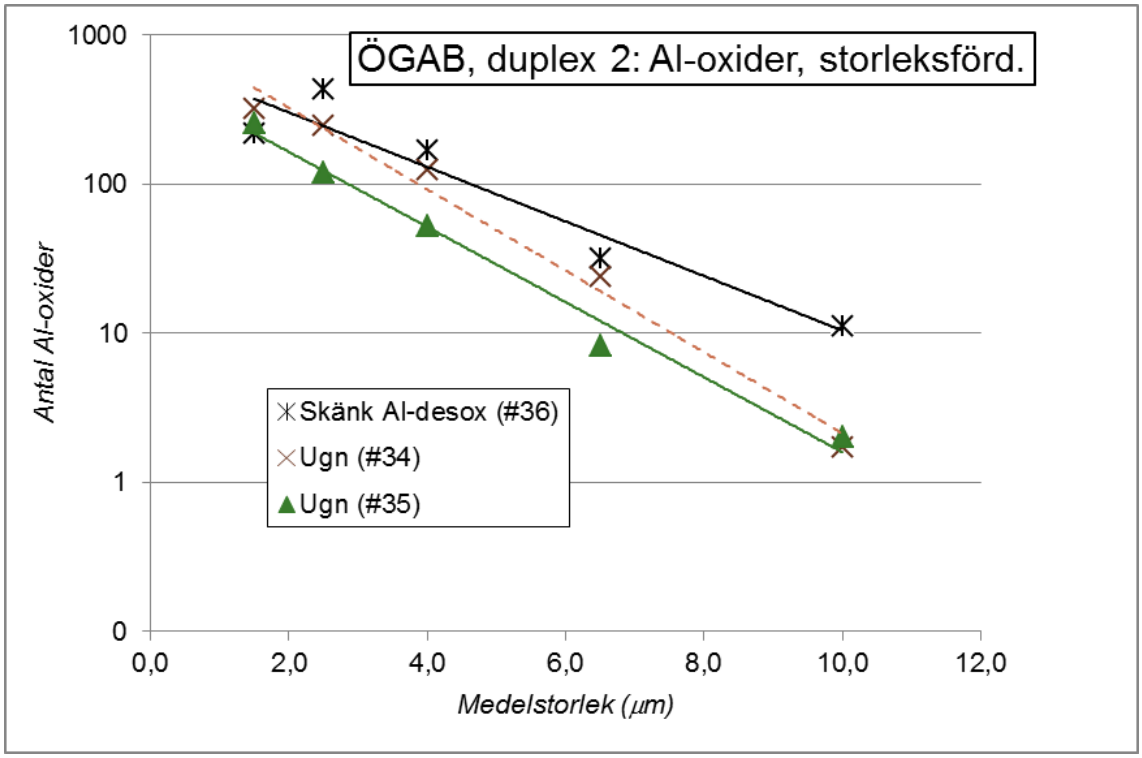
Prov-nr	Antal gnistor		Antal inne-slutningar	Totalt O (ppm)	Olöst halt (B-faktor)		
					Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
34	**10**	**Medel**	**778**	**166,5**	**186,5**	**1,5**	**0,0**
Ugn I		SD	393	126,5	142,2	1,1	
		RSD%	51	76	76	70	
35	**10**	**Medel**	**454**	**70,7**	**79,4**	**0,3**	**0,0**
Ugn II		SD	158	39,3	44,2	0,1	
		RSD%	35	56	56	29	
36	**11**	**Medel**	**951**	**285,8**	**316,2**	**6,5**	**3,1**
Skänk		SD	298	314,4	340,9	16,7	7,4
Al-desox.		RSD%	31	110	108	256	

SD = ± standardavvikelse, RSD = ± relativ standardavvikelse.

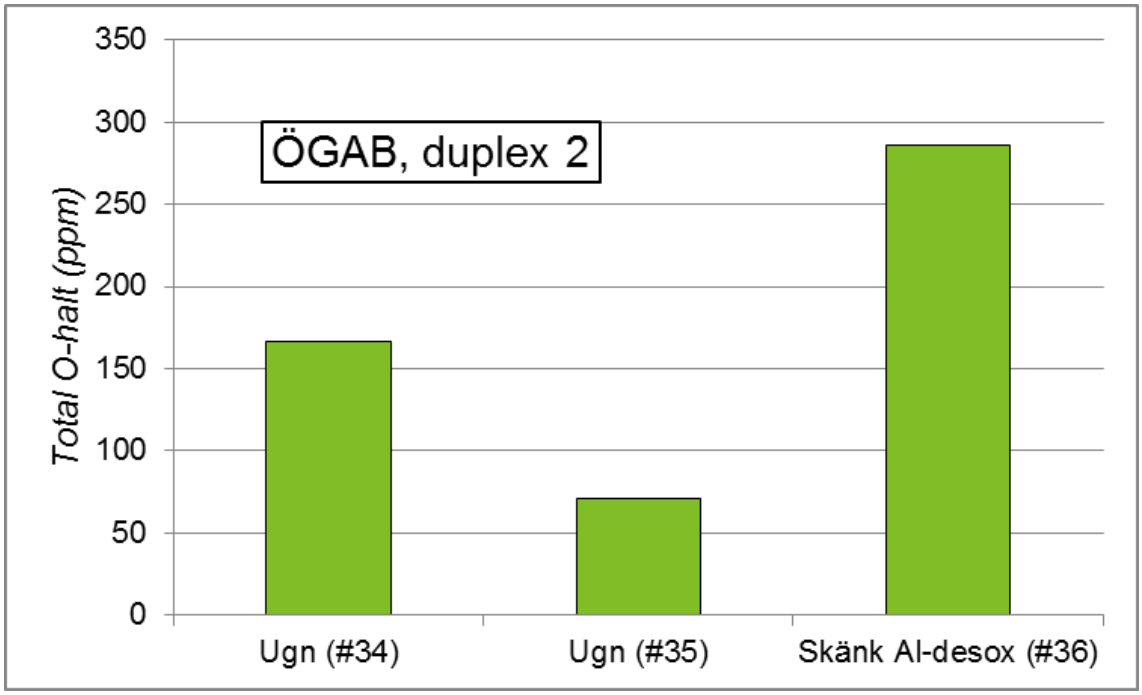
Tabell 29: Inneslutningsfördelning för prover från smälta: ÖGAB duplex 2

Prov-nr		Antal Al-oxider				
		1-2µm	2-3µm	3-5µm	5-8µm	>8µm
34	**Medel**	**318**	**246**	**125**	**24**	**2**
Ugn I	SD	90	193	117	23	
35	**Medel**	**259**	**120**	**53**	**8**	**2**
Ugn II	SD	60	66	37	7	
36	**Medel**	**217**	**433**	**170**	**32**	**11**
Skänk Al	SD	81	88	65	53	23

SD = ± standardavvikelse.



Figur 28: Inneslutningsfördelning för prover från smälta, ÖGAB-duplex 2.



Figur 29: Beräknad O-halt för prover från smälta, duplex 2.

5.4.8 Prover från smältaförsök hos Swerea SWECAST

Provtagning gjordes från en försökssmälta av seghärdningsstål 2225, med provtagning enligt tabell 30. Samtidigt med provtagning för PDA gjordes mätning av fritt syre i smältan med Celox.

PDA-resultaten visas i tabell 31-32. Storleksfördelning på inneslutningar visas i figur 30 och i figur 31 visas PDA-beräknad total halt olöst O och Celox-mätning av fritt O i smältorna.

Kommentar: Med Celox mäts den fria eller lösta syrehalten i smältan, dvs. syre som ej är bundet till några inneslutningar. Denna varierar med smälta-temperatur, ev. skyddande slagg, desoxidations-tillsatser mm. Vid stelning och svalning minskar den fria syrehalten i stålet och är nära noll vid rumstemperatur. Syrehalten i smältan är flera gånger högre än i det stelnade materialet. PDA-mätningar ger däremot enbart olöst syre, dvs. det syre som är bundet till olika oxidiska inneslutningar i det stelnade materialet.

Figur 31 visar att syre bundet till inneslutningar (PDA O-halt) ökar kraftigt vid desoxidation, samtidigt som det fria syret (Celox) minskar kraftigt. Vid fortsatt varmhållning minskar mängden inneslutningar (PDA-O) genom avskiljning, samtidigt som den fria syre-halten (Celox) återigen ökar. Desoxidation ökar även storleken på inneslutningarna, se Figur 30.

Tabell 30: Provtagning av PDA-prover hos Swerea SWECAST [6].

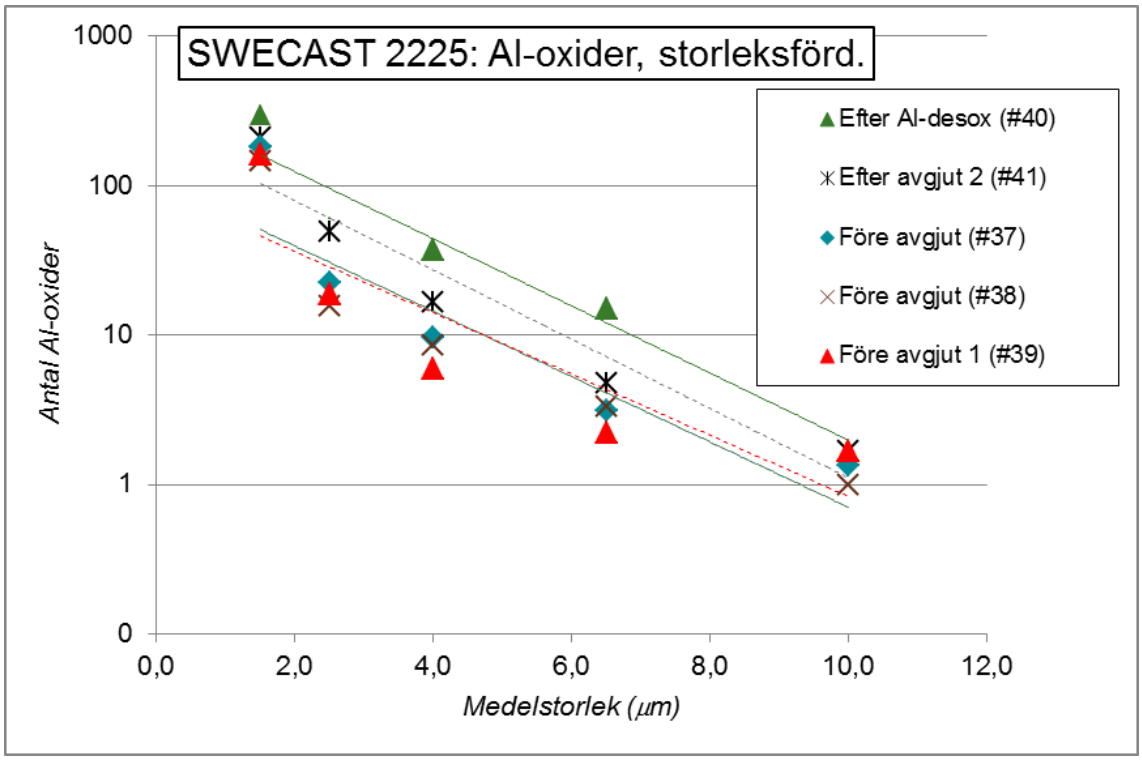
Tid	Händelse	Temp (°C)	Stålprov nr	Celox (ppm)	PDA O-halt (ppm)
12.05	**Slutprov**	**1669**	**1, 2**	**-**	**25,0 / 15,9**
12.10		**1700**	**3**	**304**	**15,0**
12.20	**Avgjutning kölprov I, II, III**				
12.22	**Desoxidation 200 g Al-granulat**				
12.25		**1701**	**4**	**74**	**70,0**
12.30	**Avgjutning kölprov IIII, V, VI**				
12.35		**1681**	**5**	**207**	**34,7**
12.40	**Avgjutning externa formar 1-3**				

Tabell 31: PDA-resultat för prover från smälta: SWECAST 2225.

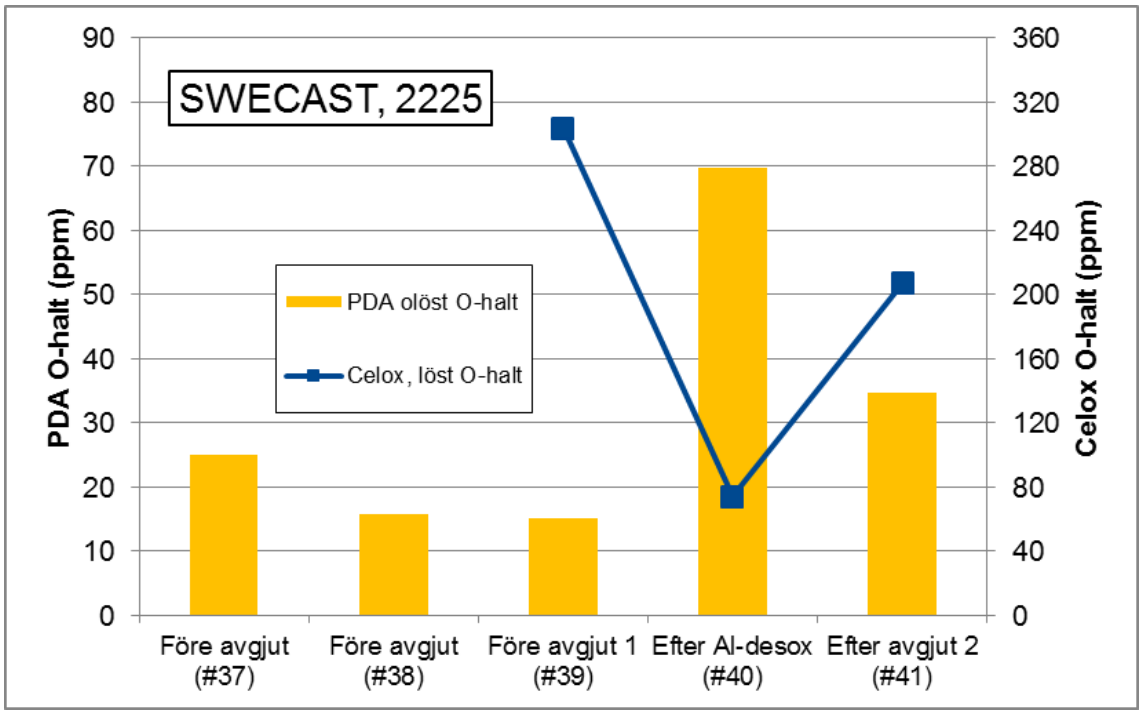
Prov-nr	Antal gnistor		Antal inne-slutningar	Totalt O (ppm)	Olöst halt (B-faktor)		
					Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
37	**10**	**Medel**	**652**	**25**	**27,4**	**1,3**	**0,1**
Före avgjut		SD	161	12	13,0	0,8	0,1
		RSD%	25	47	47	60	129
38	**7**	**Medel**	**571**	**16**	**17,3**	**1,1**	**0,1**
Före avgjut		SD	117	5	6,0	0,9	0,1
		RSD%	20	33	35	82	125
39	**7**	**Medel**	**419**	**15**	**16,7**	**0,4**	**0,1**
Före avgjut 1		SD	109	14	16,2	0,4	0,1
		RSD%	26	96	97	87	125
40	**8**	**Medel**	**532**	**70**	**77,6**	**1,0**	**0,0**
Efter Al-desox		SD	132	18	21,7	0,8	0,1
		RSD%	25	26	28	84	265
41	**10**	**Medel**	**627**	**35**	**38,8**	**0,5**	**0,0**
Efter avgjut 2		SD	327	25	27,6	0,4	0,0
		RSD%	52	71	71	80	316

Tabell 32: Inneslutningsfördelning för prover från smälta: SWECAST 2225.

Prov-nr		Antal Al-oxider				
		1-2µm	2-3µm	3-5µm	5-8µm	>8µm
37	**Medel**	**182**	**22**	**10**	**3**	**1**
Före avgjut	SD	46	9	4	1	
38	**Medel**	**144**	**16**	**9**	**3**	**1**
Före avgjut	SD	45	5	3	1	
39	**Medel**	**160**	**19**	**6**	**2**	**2**
Före avgjut 1	SD	69	15	4	2	1
40	**Medel**	**292**	**51**	**37**	**15**	
Efter Al-desox	SD	18	7	7	5	
41	**Medel**	**211**	**49**	**17**	**5**	**2**
Efter avgjut 2	SD	49	44	9	4	1



Figur 30: Inneslutningsfördelning för PDA-prover från smälta, SWECAST 2225.



Figur 31: Beräknad O-halt för PDA-prover från smälta och Celox-mätning i smälta, SWECAST-2225.

5.5 Smältaprover från ex-jobb

I ett ex-jobb som utfördes inom ’Röde Orm’-projektet studerades inneslutningarna i mikroskop och svepelektronmikroskop (SEM) [7]. Två försök gjordes, med låglegerat stål 2225 från Smålands Stålgjuteri (SSG) resp. Swerea SWECAST. Proven togs både från smälta och från uppgjutna kölprover. Flertalet av dessa prover har nu även analyserats med PDA och resultaten jämförts med tidigare mätningar.

5.5.1 Ex-jobb: smältaprover från SSG

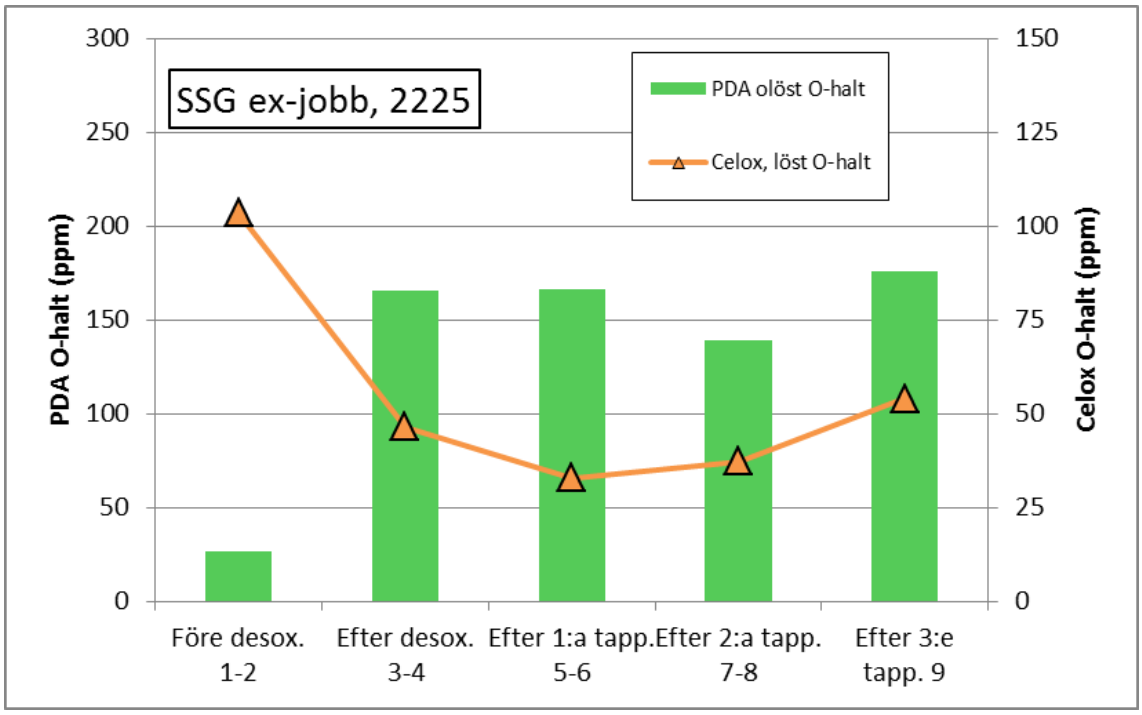
Proven togs från ugn under smälta-hanteringen och resultaten för beräknad total olöst O-halt uppmätt med PDA, fritt syre i smältan uppmätt med Celox och inneslutningsmätningar i SEM visas i tabell 33. Resultaten har plottats i figur 32 - 33.

Kommentar: Mängden inneslutningar (total PDA O-halt) ökar kraftigt efter desoxidation och ligger sedan relativt konstant vid efterföljande tappningar. Fritt löst syre i smältan, mätt med Celox, minskar kraftigt vid desoxidation, för att sedan sakta öka vid tappning.

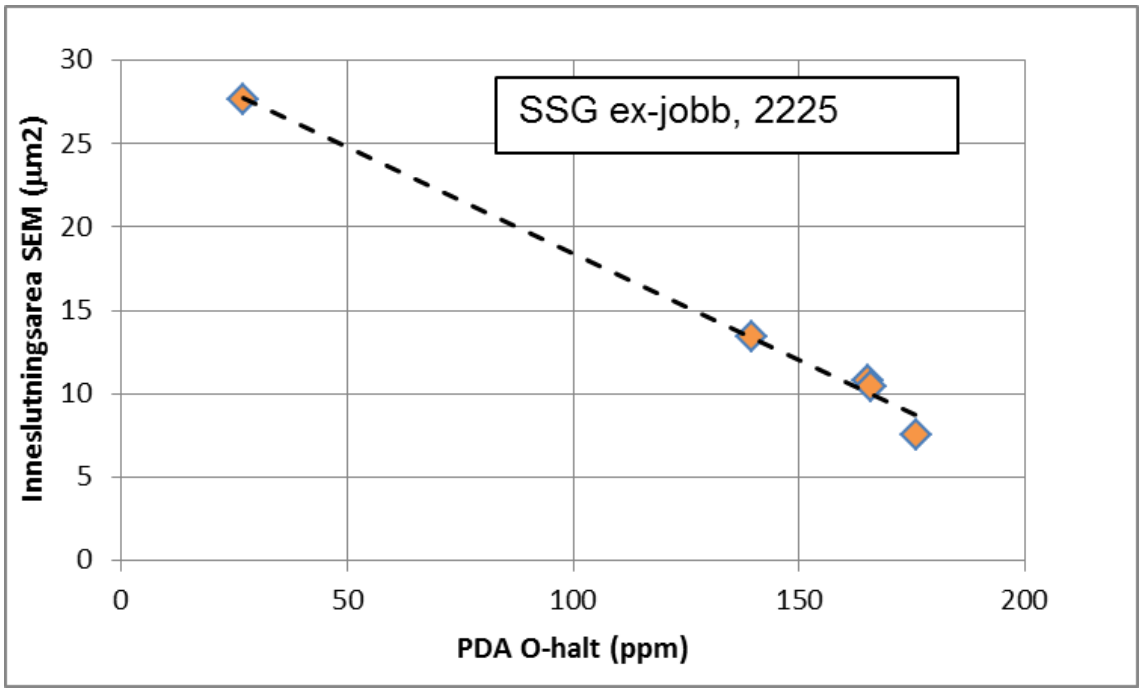
Inneslutningsmätningar i SEM omfattar samtliga inneslutningar, medan de redovisade PDA-mätningarna främst gäller Al-oxider. SEM-mätningarna rapporterades ge stor spridning. När värdena plottas mot PDA O-halt, se Figur 33, så visar dessa märkligt nog ett omvänt förhållande, dvs. proverna med låg inneslutningsmängd enligt PDA har stor inneslutningsarea enligt SEM-mätning.

Tabell 33: PDA-resultat för prover från smälta: ex-jobb SSG, 2225.

Prov	Prov-läge	Prov-nr	PDA O-halt (ppm)		Celox - O	Inneslutningsarea (µm^2)	
				medel	(ppm)		medel
1, 2	*Före desox.*	1b	27,8	**26,8**	103	8	**27,6**
		1c		**± 1,1**		58	**± 19,4**
		2a	27,7		*T=1672℃*	34	
		2b	25,5			15	
		2c	26,2			22	
3, 4	*Efter desox.*	3b	160	**165,3**	46	13	**10,8**
		3c		**± 23,6**		12	**± 4,5**
		4a	140		*T=1672℃*	3	
		4b	164			10	
		4c	197			15	
5, 6	*Efter 1:a tapp.*	5b	120	**166,0**	33	27	**10,4**
		5c	182	**± 27,3**		6	**± 10,2**
		6a	180		*T=1669℃*	6	
		6b	186			11	
		6c	162			1	
7, 8	*Efter 2:a tapp.*	7b	168	**139,4**	37	32	**13,4**
		7c	148	**± 19,0**		12	**± 12,5**
		8a	133		*T=1664℃*	19	
		8b	120			2	
		8c	128			2	
9	*Efter 3:e tapp.*	9b	205	**176,0**	54	11	**7,5**
		9c	147	**± 41,0**	*T=1652℃*	4	**± 4,7**



Figur 32: PDA (bunden) O-halt och. Celox (fri) O-halt i smältan, ex-jobb SSG, 2225



Figur 33: Total inneslutningsarea uppmätt i SEM vs. PDA (bunden) O-halt, ex-jobb SSG, 2225.

5.5.2 Ex-jobb: smältaprover från Swerea SWECAST

Proven togs från ugn under smälta-hanteringen och resultaten; beräknad total olöst O-halt uppmätt med PDA, fritt syre i smältan uppmätt med Celox och inneslutningsmätningar i SEM visas i tabell 34. Resultaten har plottats i figur 34 – 35 och i figur 36 visas hur kontraktionen (Z) från dragprov varierar med PDA O-halt.

Kommentar: Mängden inneslutningar (total PDA O-halt) ökar kraftigt efter den första desoxidationen och ökar ytterligare efter den extra Al-tillsatsen. Fritt löst syre i smältan, mätt med Celox, minskar kraftigt vid varje Al-tillsats.

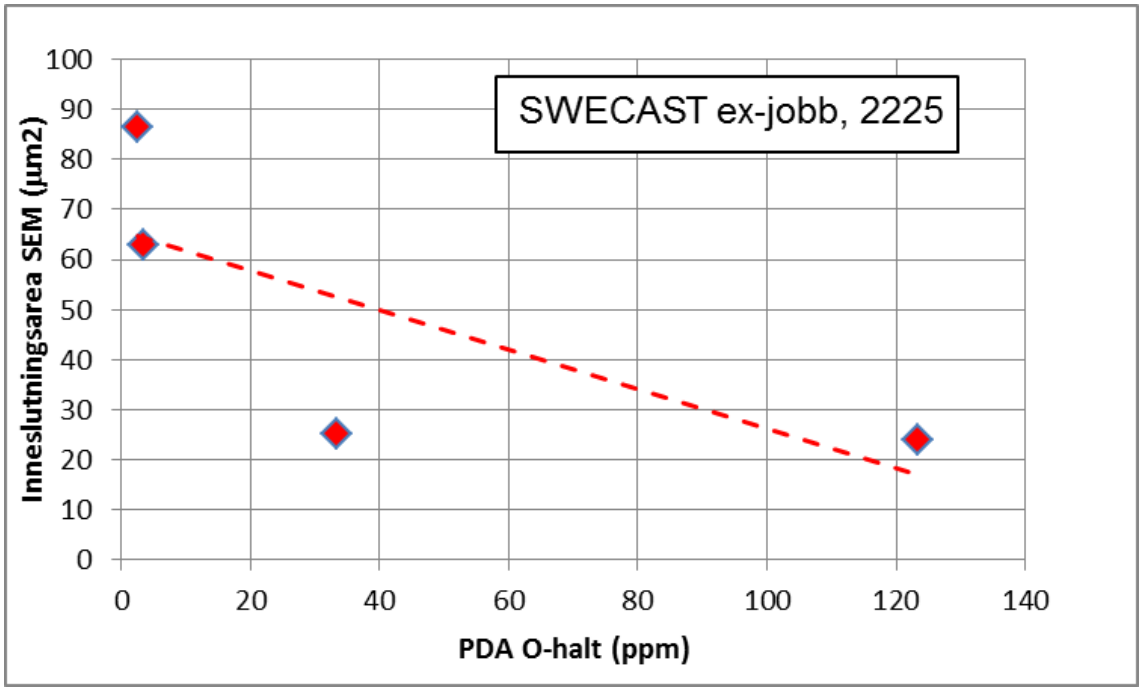
Liksom i förra avsnittet, så verkar sambandet mellan mängden inneslutningar mätt med PDA resp. SEM vara det omvända.

Duktiliteten, mätt som kontraktion vid dragprovning, minskar med ökande PDA inneslutningsmängd.

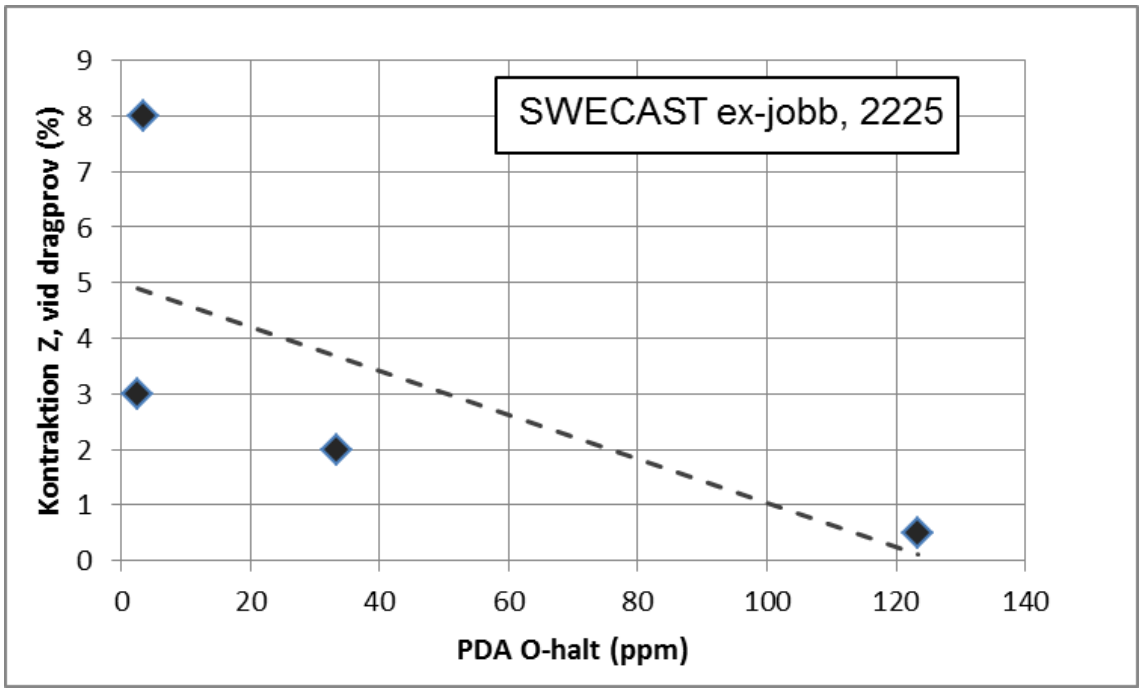
Tabell 34: PDA-resultat för prover från smälta: ex-jobb SWECAST, 2225.

		Prov-	PDA O-halt (ppm)		Celox O	Inneslutningsarea (μm^2)		Z
Prov	Provtagning	nr		Medel	(ppm)		medel	(%)
1	*Smältning klar*	1A	4,2	**2,5**	214	28	**86**	3
		1B	1,7	**± 1,4**		146	**± 59**	
		1C	1,7		*(T=1743℃)*	84		
2	*Efter 1h varmhållning*	2A	2,2	**3,5**	190	108	**63**	8
		2B	2,3	**± 2,2**		50	**± 41**	
		2C	6		*(T=1755℃)*	31		
3	*Efter Al-desox. I (200g)*	3A	37,1	**33,4**	94	16	**25**	2
		3B	32,3	**± 3,3**		33	**± 8**	
		3C	30,7		*(T=1744℃)*	26		
4	*Efter Al-desox. II (+600g)*	4A	94	**123,3**	23	13	**24**	0,5
		4B	112	**± 36,4**		7	**± 25**	
		4C	164		*(T=1735℃)*	52		

Figur 34: PDA (bunden) O-halt och. Celox (fri) O-halt i smältan, ex-jobb SWECAST, 2225.



Figur 35: Total inneslutningsarea uppmätt i SEM vs. PDA (bunden) O-halt, ex-jobb SWECAST, 2225.



Figur 36: Kontraktion vid dragprovning vs. PDA O-halt, exjobb SWECAST 2225.

6 Diskussion

6.1 Jämförelse med andra metoder för att mäta inneslutningar

I denna studie har det inte funnits utrymme för att mäta inneslutningar med andra metoder, t.ex. i ljusmikroskop eller med SEM. Dessutom har arbetet mer varit inriktat mot att studera processförändringar, där *relativa* data har varit tillräckliga. Jämförelser med litteraturdata från andra PDA-mätningar, se t.ex. avsnitt 3.2, visar på god överensstämmelse mellan PDA och SEM, vilket indirekt ger en koppling till de SEM-mätningar av inneslutningar som utförts i dessa undersökningar.

I denna rapport har SEM-mätningar från tidigare ex-jobb, se avsnitt 3.5, jämförts med de aktuella PDA-mätningarna, men här var dock överensstämmelsen mellan mätningarna dålig.

6.2 Spridning i PDA-beräknad O-halt

Spridningen för resp. prov har tidigare redovisats för de olika stålgjuterierna. I detta avsnitt har spridningen för alla prover, i total O-halt, beräknats som variation i RSD (relativ standardavvikelse), se resultat i tabell 35.

I snitt ligger den relativa standardavvikelsen mellan 30-40 % på proverna tagna från smältor, dvs. mätresultaten kan anges som: X ± 35 % × X. Något tydligt samband mellan RSD och uppmätt O-halt verkar inte finnas, se figur 37, även om något prov med hög O-halt uppvisar stor spridning. Lollipop-proverna uppvisar högre spridning jämfört med dual-thicknessproverna. Närmare granskning visar

att två av gjuterierna där lollipop-prov använts (ÖGAB och SWECAST) har markant högre sprodning än övriga och drar upp medelvärdet.

Jämförs istället spridningen för olika ståltyper, se tabell 36, så är spridningen (RSD) mindre för låglegerat stål jämfört med rostfritt stål. Granskar man detta närmare, så kommer de rostfria proverna från samma gjuteri och jämför man med det låglegerade stålet från samma gjuteri, så uppvisar även detta ett högt värde på RSD, se avsnitt 3.4.7.1. Skillnaden i spridning kan alltså bero på annat än ståltyp, t.ex. provtagning mm. Detta bör granskas närmare i det fortsatta arbetet.

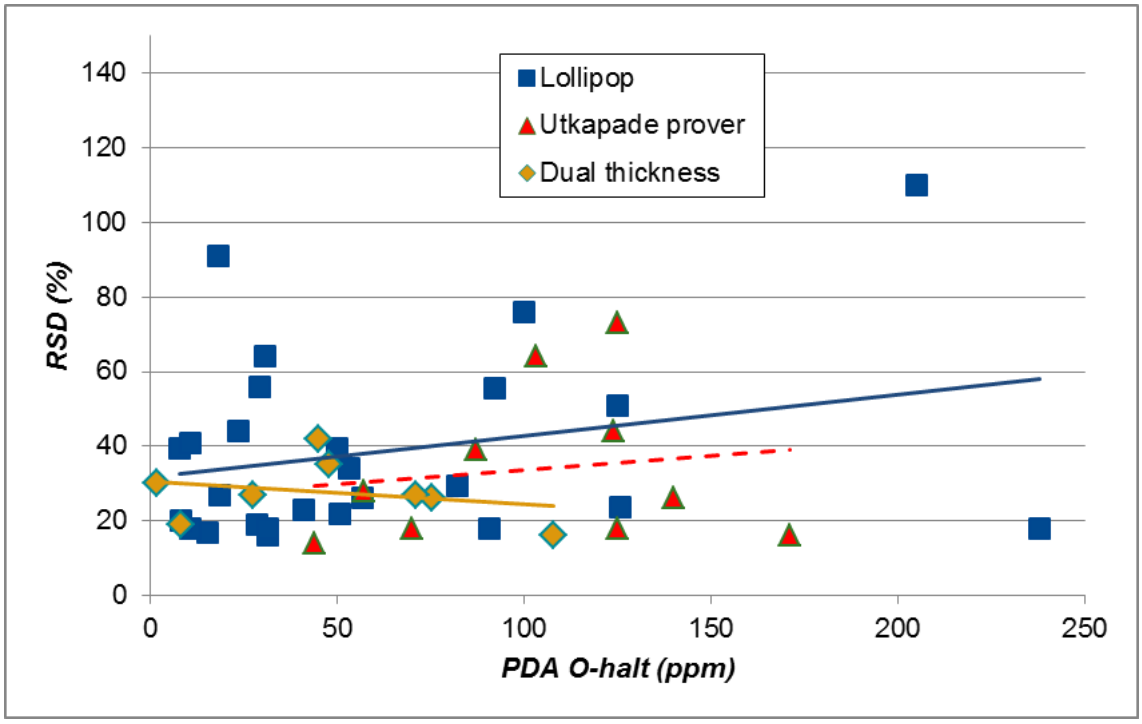
För referensprovet IARM 28H är genomsnittlig relativ standardavvikelse (RSD) för alla mätningar 19 %. Detta prov är taget från valsad stång och är betydligt mer homogent än proverna från smältorna.

Tabell 35: Relativ standard-avvikelse (RSD) för PDA O-halt för alla prover.

	Provtyp			
	Lollipop	*Dual thickness*	*Utkapade prover*	*IARM28H*
Medel - RSD	39	28	34	19
Stdav - RSD	24	13	22	13
Antal prover	27	8	8	30

Tabell 36: Relativ standard-avvikelse (RSD) för PDA O-halt för olika ståltyper från stålgjuterierna.

	Ståltyp		
	Lågleg. stål	*Rostfritt stål*	*Mn-stål*
Medel - RSD	31	49	21
Stdav - RSD	12	31	23
Antal prover	22	11	2



Figur 37: RSD (relativ standardavvikelse) för resp. provtyp vs. total O-halt beräknad vid PDA-mätning.

6.3 Användning av referensprov för inneslutningsmätning

Ett referensprov, IARM28H, har provats varje dag som PDA-prover analyserats, se mätresultat i figur 3a. Fördelen med detta är att ev. variationer i provberedning, spektrometerinställningar, stabilitet mm. har kunnat kontrolleras mot ett känt prov. Däremot har referensprovet inte använts för att normalisera/kalibrera mätdata, t.ex. O-halt för gjutproverna och det är inte heller känt om någon annan har gjort på liknande sätt. Att använda referens-provet på detta sätt kan undersökas/diskuteras i samband med kommande provningar.

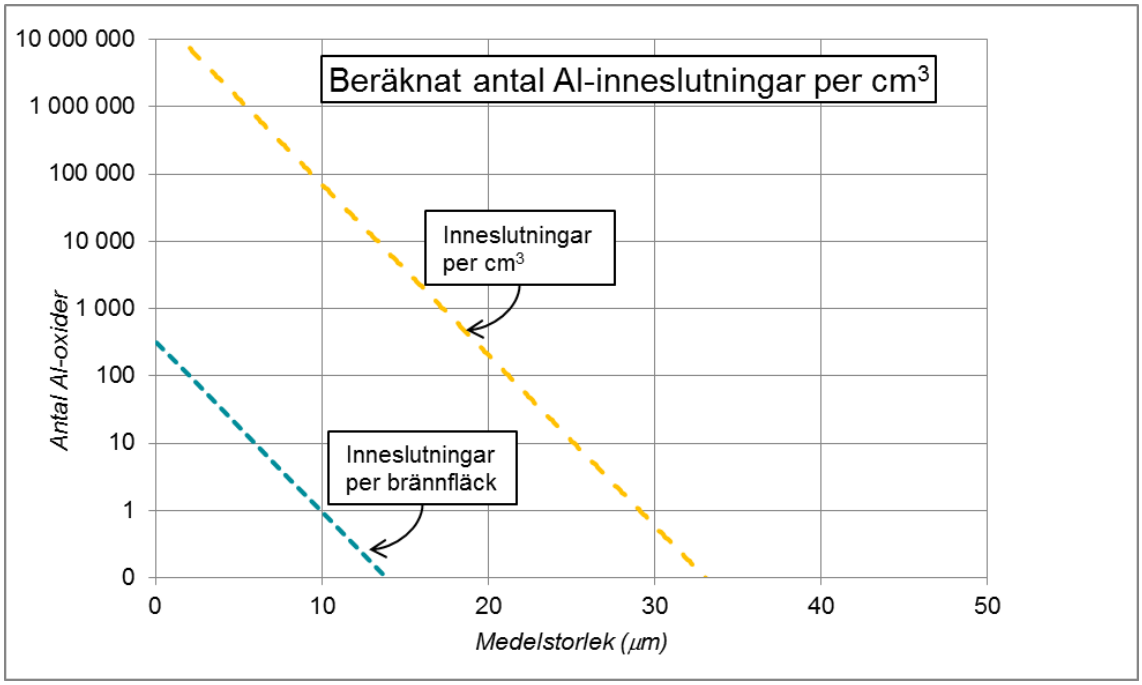
6.4 Extrapolering av inneslutningsfördelningen

Mängden material som mäts i varje brännfläck är litet. Enligt uppgifter från Bruker avverkas/förångas 35 ng i varje enskild gnista, med de inställningar som används i det använda Fe-MCI-programmet. Detta ger att c:a 105 µg avverkas i varje brännfläck (med 3000 gnistor), vilket motsvarar en volym av $1{,}35 \times 10^{-5}$ cm^3 eller 0,014 mm^3.

Som visats i flera diagram i rapporten, är inneslutningarna fördelade så att det finns många små och få stora partiklar. Detta gör att sannolikheten att hitta stora inneslutningar är liten när provningsvolymen är liten. Dessutom kan, som tidigare påpekats, PDA-metoden bara detektera inneslutningar mellan c:a 1 µm till c:a 10 µm. PDA-mätningarna ger också antalet inneslutningar i detta intervall; mest är det små inneslutningar som detekteras. Men inneslutningar större än max-gränsen är mer intressanta, eftersom de har en storlek som kan påverka egenskaperna och större inneslutningar är mer skadliga än små. I det följande resoneras hur man skulle kunna extrapolera mätdata från PDA-mätningarna för att få en uppskattning av mängden stora partiklar.

Diagrammen med inneslutningsfördelningar, har givit ett linjärt samband när antalet Al-oxider har plottats mot deras storlek. Om man antar att ett liknande samband gäller även för större inneslutningar, så skulle man kunna uppskatta antalet stora inneslutningar i en större materialvolym. I figur 38 visas beräkning av inneslutningsfördelning i 1 cm^3 material. (Som underlag har använts data från desoxiderat SSG-2172, se figur 4, som är representativt för flera av de låglegerade smältaproverna.)

Enligt dessa beräkningar kan 1 cm3 stål innehålla många inneslutningar som är större än 20-30 µm. Inneslutningar av denna storlek kan ha en negativ inverkan på stålets duktilitet, utmattningsegenskaper och skärbarhet. Liknande beräkningar skulle kunna göras på andra prover för att få en grovuppskattning av förekomsten av stora inneslutningar Observera dock att beräkningar bygger på en mycket kraftig extrapolering av mätdata.



Figur 38: Extrapolering av inneslutningsfördelning för en enskild brännfläck till en materialvolym på 1 cm^3.

7 Slutsats

Målet med projektet var att lära oss använda PDA/OES-metoden för att kunna karakterisera och kvantifiera icke-metalliska inneslutningar i stålgjutgods. Ett ytterligare mål var att analysera och utvärdera de prover som togs ut från stålsmältor och gjutna stålkomponenter i ett tidigare projekt. Syftet med utvärderingen av gjutproverna var att bedöma om PDA/OES är en användbar metod för olika typer av gjutstål.

Målen; metod-kunnande och utvärdering av gjutprover, bedöms vara väl uppfyllda. Efter omfattande provning bedöms också PDA/OES som en mycket lämplig metod för att bedöma renhet i stålsmältor och gjutstålskomponenter. Den fungerar bra för låglegerade stål, men kan behöva viss vidareutveckling för rostfria stål och manganstål.

PDA/OES-metoden bedöms vara ett utmärkt redskap för att studera process-variationer, genom att följa relativa förändringar i inneslutningsbilden. Ett fortsättningsprojekt har startats där PDA-metoden kommer att användas för att studera inverkan av legeringsämnenas renhet, inverkan av mängden återgång och närstudie av desoxidations-processen.

8 Industrinytta med projektet

PDA/OES-metoden används, efter projektets avslutning, rutinmässigt hos SWECAST. Den bedöms ha stor nytta för processoptimering och för utveckling av renare gjutstål. PDA kan användas för att följa hur processförändringar påverkar inneslutningsbilden, se exempel under avsnitt ’Förslag till fortsatt arbete’.

Projektet har gett stor industrinytta och innebär att svenska stålgjuterier har ett verktyg för att karakterisera inneslutningar som gör att de ligger i framkant vid fortsatt processutveckling.

9 Kompletterande arbete kring PDA

I detta projekt har ett stort steg tagits för att förstå och rutinmässigt kunna använda PDA/OES-tekniken för olika ståltyper och vår kunskap bedöms ligga betydligt över det basala. Ytterligare fördjupning kan behövas inom bl.a. följande områden:

- Studera bästa ytfinhet vid provberedning (slipning, fräsning) mm.
- Vilka rutiner ska användas för att minimera nedsmutsning av prover vid provberedning
- Fortsatt optimering av PDA för rostfria stål och manganstål
- Fortsatta studier av stål med titan-tillsats
- Fortsatta studier av inverkan av parametrar i MCI-programmet, bl.a. inverkan av borttagning av gnistor i början av mätningen

10 Förslag till fortsatt arbete

PDA-metoden bedöms som mycket lämplig för att studera processvariationer. Exempel på användning kan vara:

- Följa bildning och avskiljning av inneslutningar
- Följa inverkan av desoxidation; för stor eller för liten desoxidationstillsats, mäta den tid det tar för avskiljning av Al-oxider mm.
- Mäta vilka inneslutningstyper som bildas; Al_2O_3, TiO_2 osv.
- Storleksfördelning av inneslutningar; renhetsindex, extrapolering av storlek
- Mäta inneslutningar i olika områden i komponenter – jämföra ’erfarenhet’ och simulering
- Inverkan på mekaniska egenskaper
- Inverkan på skärbarhet
- Processkontroll
- Acceptabel renhetsnivå

11 Referenser

[1] A Bengtsson et al, Process-based steel cleanliness investigations and rapid metallurgical screening of inclusions by modern PDA techniques (Ramsci), 2012 EUR 25153 EN (2011)

[2] O Ericsson, En experimentell studie av provtagning av flytande stål, D 831, TO45-39, Jernkontorets Forskning, (2010)

[3] A Bengtsson m.fl., Förbättrad uppföljning och styrning av metallurgiska processer genom tillförlitlig bestämning av inlösta element och icke-metalliska inneslutningar i stålprover, D 845, Jernkontorets Forskning, (2012).

[4] A Bengtsson mfl. Innestyr Fas 1, TO45-41, Jernkontorets Forskning TO45-41 (2010)

[5] R Lisell, Processtyrning i stålgjuterier, projekt, SWECAST prpojekt G933S, rapport 2015-01 (2015)

[6] Å Lauenstein och R Lisell, , Argonbehandling för renare stål SWECAST rapport 2014-011 (2015)

[7] F. Beckius och K. Hartelius, *Kontrollerad gjutprocess för renare stål*, Examensarbete i maskinteknik, Jönsköpings Tekniska Högskola (2014).

Bilaga 1: Sammanställning alla PDA-prover

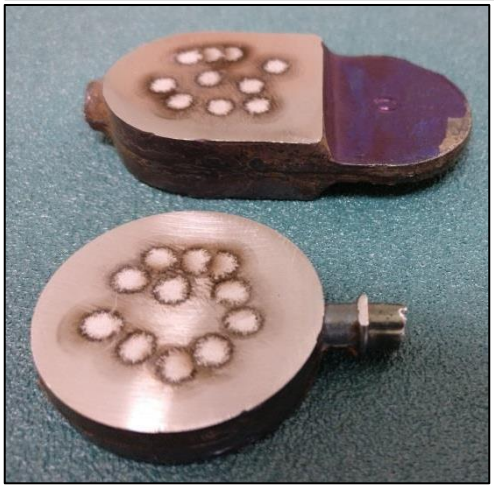
Gjuteri	*Stålsort internt*	*Ståltyp/smältdatum*	*Löp-nr*	*Prov-typ*	*Mät-datum 1*	*O-PDA*	*Mät-datum2*	*O-PDA*	*Prov-nr*	*Beskrivning*
SSG	2172	lågleg. C-Mn-stål	1	D	03-nov	1,8			1.1	förprov 1 ugn
		2015-05-21	2	D	03-nov	8,1			1.2	förprov 2 ugn
			3	D	03-nov	75,4			1.3	mellan tappning 1/2
			4	D	03-nov	45,0			1.4	mellan tappning 3/4
			5	D	03-nov	27,3			1.5	mellan tappning 5/6
		-”-	42	M	10-nov	57,2	13-dec	61,3	2172-1	Gjutgods, läge 1
			43	M	10-nov	55-92	13-dec	52,1	2172-2	Gjutgods, läge 2
			44	M	10-nov	87,0	13-dec	36,9	2172-3	Gjutgods, läge 3
			45	M	10-nov	43,8	13-dec	43,0	2172-4	Gjutgods, läge 4
			46	M	09-nov	103,0	13-dec	50,8	2172-5	Gjutgods, läge 5
SSG	2225	lågleg. seghä-stål	6	L	03-nov	10,3	13-dec	5,8	2.1	före desox
		2015-05-21	7	D	03-nov	71,0	13-dec	47,3	2.2	mellan tappning 1/2
			8	D	03-nov	108,0	13-dec	75,4	2.3	mellan tappning 3/4
			9	D	03-nov	47,7	13-dec	36,9	2.4	mellan tappning 4/5
		-”-	47	M	10-nov	125,0			2225-1	Gjutgods, läge 1
			48	M	10-nov	124,0			2225-2	Gjutgods, läge 2
			49	M	10-nov	117-170			2225-3	Gjutgods, läge 3
			50	M	10-nov	125,0			2225-4	Gjutgods, läge 4
			51	M	10-nov	171,0			2225-5	Gjutgods, läge 5
CWP	CNM85	lågleg. 'seghä-stål'	10	L	02-nov	15,2			1	före 1:a tappning
	HJ	2015-09-16	11	L	02-nov	28,4			2	efter tappning 3 (?)
	150761		12	L	02-nov	40,8			3	efter tappning 6 (?)
			13	L	02-nov	53,1			4	efter tappning 9 (?)
			14	L	02-nov	56,7			5	efter tappning 12 (?)
CombiCast	CC15Mn5+Ni	lågleg. C-Mn-stål	15	L	02-nov	10,5			6 (1)	före 1:a tappning
	CC	2015-09-16	16	L	02-nov	125,0			7 (2)	efter tappning 1:a
	150486		17	L	02-nov	50,7			8 (3)	efter tappning 2:a
Kohlswa	?	lågleg. seghä-stål	18	L	02-nov	7,6			U	Ljusbågsugn
			19	L	02-nov	92,0			S	Skänk
SRP	?	Mn-stål	20	L	20-23 nov	90,7			1	?
			21	L	20-23 nov	125,8			2	?
ÖGAB	1505	lågleg. C-Mn-stål	22	L	03-nov	22-27-39			1	Ugn
	#7164	2015-06-03	23	L	03-nov	18,4			2	Ugn
			24	L	03-nov	82,0			3	Skänk, Al-desox

Bilaga 1, forts: Sammanställning alla PDA-prover

Gjuteri	*Stålsort internt*	*Ståltyp/smältdatum*	*Löp-nr*	*Prov-typ*	*Mät-datum 1*	*O-PDA*	*Mät-datum2*	*O-PDA*	*Prov-nr*	*Beskrivning*
ÖGAB	690-0	SS 16Cr-5Ni-1Mo	25	L	10-nov	31,3			690-1	ugn, före just.
	#7162	2015-06-03	26	L	10-nov	10,5			690-2	ugn, efter just Ni/Cr
		D-L = 76 ppm	27	L	10+14-nov	7,4-8,5			690-3	ugn
			28	L	10-nov	23,6			690-4	ugn
		D-L = 266 ppm	29	L	10-nov	238,0			690-5	skänk, Al desox
ÖGAB	640-1	SS duplex	30	L	14-nov	31,4			640-1	före just
	#7163		32	L	14-nov	30,6			640-3	bra prov
			33	L	14-nov	18,0			640-4	Al desox
ÖGAB	640-1	SS duplex	34	L	10+14-nov	51-149			640-2.1	ugn
	#7163	D-L = 53 ppm	35	L	10+14-nov	37-71			640-2.2	ugn
		D-L = 138 ppm	36	L	10+14-nov	192-222			640-2.3	skänk, Al-desox
SSC	2225	lågleg. Seghä-stål	37	D	03-nov	25,0			1	
			38	D	03-nov	15,9			2	
			39	D	03-nov	15,0			3	
			40	D	03-nov	70,0			4	
			41	D	03-nov	34,7			5	

Provtyp: L = lollipop, D = Dual thickness, M = mikroprov

Figur 1-1: Foto av smältaprover med PDA-gnistor; dual-thickness-prover (till vänster) och lollipop-prover (till höger).



Bilaga 2: Mätdata för prov IARM28H

Tabell 2-1: PDA-resultat för prover från upprepade mätningar av prov IARM28H

					Olöst halt (B-faktor)		
Prov-nr		Antal gnistor	Antal inneslutningar	Beräknad O-halt (ppm)	Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
20161012:1026	Medel	5	375	14,9	15,7	1,6	0,4
	SD		119	5,4	5,8	0,5	0,2
	RSD%		32	36	37	30	52
20161012:1044	Medel	5	375	14,9	15,7	1,6	0,4
	SD		119	5,4	5,8	0,5	0,2
	RSD%		32	36	37	30	52
20161012:1750	Medel	5	291	13,1	13,8	1,3	0,3
	SD		59	2,8	3,1	0,2	0,1
	RSD%		20	22	22	14	35
20161013:1120	Medel	5	291	13,1	13,8	1,3	0,3
	SD		59	2,8	3,1	0,2	0,1
	RSD%		20	22	22	14	20
20161013:1602	Medel	4	330	15,8	16,6	1,9	0,4
	SD		38	2,0	2,1	0,2	0,1
	RSD%		11	13	12	13	23
20161019:0913	Medel	4	343	14,5	15,2	1,8	0,4
	SD		26	1,5	1,5	0,4	0,2
	RSD%		8	11	10	23	40
20161020:1414	Medel	22	351	13,9	14,8	1,4	0,3
	SD		63	2,2	2,3	0,3	0,1
	RSD%		18	16	16	24	36
20161020:0818	Medel	5	385	14,1	14,7	1,9	0,4
	SD		41	0,8	0,8	0,3	0,1
	RSD%		11	5	5	15	23
20161102:1329	Medel	5	448	13,4	14,3	1,2	0,3
	SD		99	2,3	2,4	0,2	0,1
	RSD%		22	17	17	17	25
20161102:1530	Medel	5	295	17,2	18,6	1,2	0,2
	SD		27	13,4	14,9	0,1	0,1
	RSD%		9	78	80	12	56
20161103:0806	Medel	5	337	13,1	13,9	1,5	0,3
	SD		24	2,3	2,6	0,2	0,1
	RSD%		7	18	18	17	46
20161103:1402	Medel	5	329	13,2	14,1	1,3	0,3
	SD		59	2,8	3,1	0,2	0,1
	RSD%		18	21	22	16	46
20161109:0903	Medel	5	613	22,3	23,6	2,1	0,7
	SD		66	1,6	1,8	0,2	0,3
	RSD%		11	7	7	11	40

Tabell 2-1, forts

Prov-nr		Antal gnistor	Antal inneslutningar	Beräknad O-halt (ppm)	Olöst halt (B-faktor) Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
20161109:1501	Medel	5	636	23,6	25,1	2,6	0,4
	SD		132	3,9	4,4	0,9	0,1
	RSD%		21	16	17	35	23
20161110:0923	Medel	3	503	19,5	18,8	2,6	0,4
	SD		250	7,0	9,9	1,5	0,2
	RSD%		50	36	53	56	48
20161110:0926	Medel	5	500	16,3	16,8	2,7	0,4
	SD		150	4,4	5,1	0,6	0,2
	RSD%		30	27	30	21	47
20161110:0933	Medel	4	514	17,1	17,0	4,2	0,5
	SD		114	1,9	2,6	1,3	0,1
	RSD%		22	11	15	31	27
20161110:1006	Medel	5	366	14,2	14,9	1,6	0,5
	SD		84	1,6	1,8	0,2	0,5
	RSD%		23	11	12	14	113
20161110:1244	Medel	5	488	17,0	17,9	2,0	0,5
	SD		138	3,0	3,2	0,3	0,3
	RSD%		28	18	18	17	61
20161114:1319	Medel	5	305	16,6	17,1	2,4	0,6
	SD		69	1,8	1,9	0,5	0,2
	RSD%		22	11	11	20	34
20161114:1428	Medel	5	280	14,6	15,2	1,8	0,5
	SD		12	2,0	1,9	0,4	0,5
	RSD%		4	13	12	21	87
20161123:0905	Medel	4	338	14,5	15,0	2,2	0,3
	SD		12	1,8	1,8	0,4	0,2
	RSD%		4	12	12	17	56
20161123:0917	Medel	5	483	18,8	18,9	4,4	0,5
	SD		101	3,1	2,8	1,9	0,1
	RSD%		21	17	15	45	14
20161124:1418	Medel	5	350	15,5	15,5	3,2	0,7
	SD		54	2,8	2,5	1,2	0,3
	RSD%		15	18	16	38	52
2016-11-28	Medel	5	327	15,6	16,2	2,1	0,5
	SD		65	2,7	2,7	0,6	0,2
	RSD%		20	17	16	27	34
2016-12-13, I	Medel	5	352	11,9	12,4	1,6	0,3
	SD		56	2,2	2,4	0,2	0,2
	RSD%		16	19	19	14	50

Tabell 2-1, forts

Prov-nr		Antal gnistor	Antal inneslutningar	Beräknad O-halt (ppm)	Olöst halt (B-faktor) Al (ppm)	Ca (ppm)	Mg (ppm)
2016-12-13, II	Medel	5	488	14,8	15,4	2,1	0,4
	SD		89	3,1	3,3	0,4	0,2
	RSD%		18	21	21	18	47
2016-12-13, III	Medel	5	376	11,8	12,5	1,3	0,2
	SD		75	1,7	1,8	0,3	0,1
	RSD%		20	14	14	25	34
20161223:1328	Medel	5	407	13,6	14,0	2,4	0,3
	SD		89	1,6	1,3	1,5	0,0
	RSD%		22	11	9	61	0
2017-01-04	Medel	5	380	14,0	11,9	1,6	0,4
	SD		28	1,7	6,6	0,4	0,1
	RSD%		7	12	55	24	18

Sammanställning alla mätningar: totalt 30 st

	Medel		*395*	*15,4*	*16,0*	*2,0*	*0,4*
	STD		*94*	*2,8*	*2,9*	*0,8*	*0,1*
	RSD		*24*	*18*	*18*	*39*	*30*

Tabell 2-2: Inneslutningsfördelning från upprepade mätningar av prov IARM28H.

		Antal Al-oxider				
Prov-nr		**1-2µm**	**2-3µm**	**3-5µm**	**5-8µm**	**>8µm**
20161012:1026	Medel	190	9	6	1	
	SD	43	6	4		
20161012:1044	Medel	190	11	6	1	
	SD	43	5	4		
20161012:1750	Medel	152	12	6	1	
	SD	30	2	3		
20161013:1120	Medel	152	12	6	1	
	SD	30	2	3		
20161013:1602	Medel	169	11	9		
	SD	22	3	3		
20161019:0913	Medel	168	14	6		
	SD	26	1	2		
20161020:1414	Medel	182	16	5	1	
	SD	32	6	2		
20161020:0818	Medel	190	8	6		
	SD	12	2	2		
20161102:1329	Medel	204	12	5		
	SD	36	4	1		
20161102:1530	Medel	179	9	4	2	
	SD	23	2	2		
20161103:0806	Medel	200	7	5	2	
	SD	31	3	4		
20161103:1402	Medel	160	11	7	1	
	SD	24	6	3		
20161109:0903	Medel	241	30	11	1	
	SD	19	4	3		
20161109:1501	Medel	243	33	11	1	
	SD	38	14	3		
20161110:0923	Medel	179	26	9	2	
	SD	105	15	4	2	
20161110:0926	Medel	148	21	7	1	
	SD	93	9	2	0	
20161110:0933	Medel	89	20	10	1	
	SD	38	3	4		
20161110:1006	Medel	192	17	5		
	SD	45	4	1		
20161110:1244	Medel	154	21	8	1	
	SD	25	5	5	0	

Tabell 2-2: forts.

		Antal Al-oxider				
Prov-nr		**1-2µm**	**2-3µm**	**3-5µm**	**5-8µm**	**>8µm**
20161114:1319	Medel	115	12	10	1	
	SD	31	2	2	0	
20161114:1428	Medel	132	11	8	1	
	SD	15	4	3	0	
20161123:0905	Medel	155	15	6	1	
	SD	29	3	3	0	
20161123:0917	Medel	168	18	10	1	
	SD	14	6	3		
20161124:1418	Medel	95	9	6	1	
	SD	26	3	2		
2016-11-28	Medel	147	14	7	1	
	SD	28	3	3		
2016-12-13, I	Medel	155	10	4	1	
	SD	34	4	2		
2016-12-13, II	Medel	169	9	6	2	
	SD	18	2	1		
2016-12-13, III	Medel	177	8	5		
	SD	31	3	3		
20161223:1328	Medel	179	13	5	1	
	SD	18	10	1		
2017-01-04	Medel	202	11	6	1	
	SD	17	3	3		

Sammanställning alla mätningar: totalt 30 st

	Medel	169	14	7	1	-
	STD	35	6	2	0	
	RSD	20	45	29	30	