

Metallografische Prüfverfahren

Ermittlung der Ferrit- oder Austenitkorngröße von Stahl und Eisenwerkstoffen

DIN
50 601

Metallographic test methods; determination of ferritic or austenitic grain size of steels and ferrous materials

Méthodes d'essai métallographiques; détermination de la grosseur du grain ferritique ou austenitique des aciers et matériaux ferreux

Zusammenhang mit der von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen Internationalen Norm ISO 643-1983 und mit der von der Europäischen Gemeinschaft für Kohle und Stahl (EGKS) herausgegebenen EURONORM 103-71 siehe Erläuterungen.

Inhalt

	Seite		Seite
1 Anwendungsbereich und Zweck	1	7 Durchführung und Auswertung	4
2 Begriffe	2	7.1 Vergleich mit der Bildreihentafel (Verfahren 1)	4
2.1 Korn	2	7.2 Linienschnitt-Verfahren (Verfahren 2)	4
2.2 Korngröße	2	7.3 Verfahren nach Snyder und Graff (Verfahren 3)	7
2.3 Korngrößen-Kennzeichnung	2	7.4 Flächenauszahlverfahren (Verfahren 4)	7
3 Verfahren	2	8 Vergleichbarkeit der Ergebnisse der Verfahren 1 bis 4	7
3.1 Allgemeines	2	9 Prüfbericht	7
3.2 Verfahrensarten	2	Anhang A	8
4 Bezeichnung	2	A.1 Grundlagen der Korngrößen-Bestimmungsverfahren	8
5 Probenahme	2	A.2 Weitere Systeme zur Kennzeichnung der Korngröße	10
6 Probenvorbehandlung und Probenvorbereitung	2	A.3 Hinweise zur Gefügeausbildung und Prüfung	10
6.1 Korngröße umwandlungsfreier Stähle	3	A.4 Einfluß von Wärmebehandlungen der Probe	12
6.2 Korngröße des Ferrits und von Kolonien des Perlits in Stählen mit γ/α -Umwandlung	3		
6.3 Korngröße des ehemaligen Austenits in Stählen mit γ/α -Umwandlung	3		

1 Anwendungsbereich und Zweck

In dieser Norm werden mikroskopische Verfahren zur Ermittlung der Ferrit- oder der Austenitkorngröße von Stählen beschrieben. Ausgenommen ist die Ermittlung der Korngröße bainitischer und martensitischer Gefügebestandteile, d. h. der sogenannten Lanzetten (beim Bainit) und Latten (beim Martensit).

Es werden Verfahren zum Sichtbarmachen der Korngrenzen sowie Verfahren zur Messung der bei Raumtemperatur vorhandenen Korngröße festgelegt. Darüber hinaus werden für die Kennzeichnung des Verhaltens der Werkstoffe hinsichtlich der Kornbildung Bedingungen einheitlicher

Wärmebehandlung angegeben. Folgende Werkstoffe werden berücksichtigt:

- umwandlungsfreie, austenitische Stähle
- umwandlungsfreie, ferritische Stähle
- umwandlungsfreie, ferritisch-austenitische Stähle
- Stähle mit γ/α -Umwandlung.

Die Norm bezieht sich auf die in Abschnitt 2.2 angegebenen Korngrößenarten.

Nach Vereinbarung kann die Norm auf andere Eisenwerkstoffe und Nichteisenmetall-Werkstoffe angewendet werden.

Fortsetzung Seite 2 bis 12

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Normenausschuß Eisen und Stahl (FES) im DIN

2 Begriffe

(Siehe auch Anhang A, Tabelle A.1)

2.1 Korn

Ein Korn ist ein einzelner räumlich ausgedehnter Kristallit innerhalb eines metallischen Werkstoffs (Kornhaufwerkes) mit einheitlich ausgerichtetem Gitter. Körner mit Zwillingsstreifen, Unterstrukturen (Kleinwinkelkorn Grenzen), Ausscheidungen oder Einschlüssen werden zum einheitlich ausgerichteten Korn zugehörig betrachtet.

Ein Korn besteht aus den Phasen Austenit oder Ferrit. In Stählen mit γ/α -Umwandlung kann die vor der Umwandlung vorhandene Korngröße des Austenits nur indirekt ermittelt werden (siehe Abschnitt 6.3).

Beim Perlit wird ein Bereich gleicher Lamellenausrichtung als Kolonie bezeichnet. Eine solche Kolonie kann als ein Korn betrachtet werden, wenn nichts anderes vereinbart wurde. Die Messung des Abstandes der Perlitlamellen ist nicht Gegenstand dieser Norm.

In der Schnittebene des geätzten metallografischen Schliffes erscheinen die einzelnen Körner als Flächen, die sich durch ausgeprägte Korngrenzen gegen die anders gerichteten Nachbarkörner abheben.

In einem Stahl- und Eisen-Werkstoff sind Gestalt und Volumen der Körner nie gleich. Selbst bei Gleichheit erscheint in der Schnittebene ein Gemenge verschieden großer Schnittflächen, weil z.B. bei kugelförmiger Form nur einzelne Körner mittig, andere an anderer Stelle, geschnitten werden.

2.2 Korngröße

Die Korngröße ist ein Kennwert für die Schnittfläche der in der metallografischen Schliffebene geschnittenen Körner. Zur Kennzeichnung ihrer Größe werden sie einer Serie von Vergleichsbildern zugeordnet oder es wird ihr mittlerer Durchmesser, z.B. nach dem Linienschnitt-Verfahren, innerhalb einer Meßstrecke ermittelt.

Je nach den vorhandenen Phasen und den Entstehungsbedingungen unterscheidet man

- bei umwandlungsfreien Stählen die Korngröße des bei Raumtemperatur vorliegenden Austenits, Ferrits oder eines Mischgefüges aus beiden Phasen,
- bei Stählen mit γ/α -Umwandlung die Korngröße des bei Raumtemperatur vorliegenden Ferrits, Perlits oder eines Mischgefüges aus beiden Gefügebestandteilen,
- bei Stählen mit γ/α -Umwandlung die Korngröße des Austenits, der vor der letzten γ/α -Umwandlung vorhanden war. Die Korngrenzen dieses ehemaligen Austenits werden mittels besonderer Verfahren sichtbar gemacht (siehe Abschnitt 6.3).

2.3 Korngrößen-Kennzeichnung

2.3.1 Die Korngrößen-Kennzahl G leitet sich von der gezählten Anzahl m der auf einer Fläche von 1 mm^2 der metallografischen Schliffebene vorhandenen Körner ab. Definitionsgemäß ist $G = 1$ für $m = 16$; die anderen Indizes ergeben sich aus der Gleichung (1):

$$m = 8 \times 2^G \quad (1)$$

Die Korngrößen-Kennzahl G wird allgemein durch Vergleich mit einer achtstufigen Bildreihentafel ermittelt (siehe Abschnitt 7.1).

2.3.2 Das Linienschnitt-Segment L_s ist der Abschnitt einer das Korn durchlaufenden Meßlinie (siehe Abschnitt 7.2).

Die Schnittpunkte dieser Meßlinie mit den Korngrenzen werden als Linienschnittpunkte bezeichnet. Wenn N_o die Anzahl der Körner oder der Korngrenzen ist, die von einer

Linie der Länge L_o in mm, gemessen auf der Probe, geschnitten werden, ergibt sich der Mittelwert des Linienschnitt-Segments $\bar{L}_s$ wie folgt:

$$\bar{L}_s = \frac{L_o}{N_o} \text{ in mm} \quad (2)$$

L_o und N_o können sich als Summe mehrerer Einzelmessungen von Anzahlen N mit Meßlinien L ergeben. $N_o = \sum N$; $L_o = \sum L$.

3 Verfahren

3.1 Allgemeines

Die Korngröße wird durch mikroskopische Untersuchung einer Schlifffläche bestimmt, die nach einer dem Untersuchungsziel angepaßten metallografischen Technik vorbereitet wurde.

Wenn in den Technischen Lieferbedingungen nichts anderes angegeben ist oder bei der Bestellung nichts anderes vereinbart wurde, trifft der Prüfer hinsichtlich des anzuwendenden Verfahrens eine zweckmäßige Wahl.

3.2 Verfahrensarten

Für die Ermittlung der Korngröße kommen die folgenden vier Verfahren in Betracht:

Verfahren 1

Bestimmung der Korngrößen-Kennzahl G durch Vergleich mit den Gefügebildern der Bildreihentafel, nach Abschnitt 7.1.

Verfahren 2

Bestimmung der Korngröße als mittleres Linienschnittsegment $\bar{L}_s$ nach einem Linienschnitt-Verfahren, nach Abschnitt 7.2.

Verfahren 3

Angabe der von einer Meßstrecke geschnittenen Anzahl von Körnern (nach Snyder und Graff), nach Abschnitt 7.3.

Verfahren 4

Zählung der Körner in einem Kreis und Angabe der sich aus der mittleren Kornfläche ergebenden Korngrößen-Kennzahl G , nach Abschnitt 7.4.

Da die Körner innerhalb einer Schlifffläche und auch innerhalb eines Beobachtungsfeldes im Mikroskop nicht gleich groß sind (siehe Abschnitt 2.1), sind in Abschnitt 7.1 die zulässigen Abweichungen oder die bei der Mittelwertbildung zulässigen Streubreiten der Korngröße festgelegt. In Schiedsfällen müssen diese Bedingungen angewandt werden.

4 Bezeichnung

Beispiel für die Bezeichnung der Korngrößenbestimmung nach Verfahren 1 (V1):

Prüfung DIN 50 601 – V1

5 Probenahme

Soweit die Technischen Lieferbedingungen hierüber nichts aussagen oder bei der Bestellung nichts anderes vereinbart wurde, ist die Anzahl der zu entnehmenden Proben, die Stelle der Probenentnahme oder der Ort der Prüfung an dem Erzeugnis der Wahl des Prüfers überlassen.

6 Probenvorbehandlung und Probenvorbereitung

Die gegebenenfalls thermisch vorbehandelte Probe wird nach der üblichen Verfahrensweise geschliffen, poliert und zur Sichtbarmachung des Gefüges entsprechend den jeweiligen Angaben in den Abschnitten 6.1 bis 6.3 kontrastiert.

6.1 Korngröße umwandlungsfreier Stähle

6.1.1 Die thermische Vorbehandlung kann bei Bedarf vereinbart werden.

6.1.2 Die Korngrenzen von mit Chrom legierten umwandlungsfreien Stählen, die bei Raumtemperatur ein austenitisches, ferritisches oder austenitisch-ferritisches Grundgefüge aufweisen, werden durch Ätzen mit einer Mischung von Salzsäure und Salpetersäure (sogenannte V2A-Beize) oder eine andere geeignete Kontrastierung sichtbar gemacht. Die Korngrenzen von austenitischen Manganstählen und ferritischen Siliciumstählen werden durch Ätzen mit alkoholischer Salpetersäure sichtbar gemacht. Nötigenfalls ist das Ätzverfahren zwischen den Partnern zu vereinbaren.

6.2 Korngröße des Ferrits und von Kolonien des Perlits in Stählen mit γ/α -Umwandlung

6.2.1 Die thermische Vorbehandlung kann bei Bedarf vereinbart werden.

6.2.2 Die Korngrenzen des Ferrits und der Kolonien des Perlits werden durch Ätzen mit alkoholischer Salpetersäurelösung (Nital) oder mit einem anderen geeigneten Ätzmittel sichtbar gemacht.

6.3 Korngröße des ehemaligen Austenits in Stählen mit γ/α -Umwandlung

6.3.1 Die thermische Vorbehandlung wird bei den in Betracht kommenden Verfahren beschrieben.

6.3.2 Zum Sichtbarmachen der Korngrenze im ehemaligen Austenitgebiet nach definierter thermischer Vorbehandlung bzw. im Herstellungszustand werden die nachfolgend beschriebenen Verfahren angewendet:

- Abschreckverfahren (siehe Abschnitt 6.3.2.1),
- Aufkohlungsverfahren nach McQuaid-Ehn (siehe Abschnitt 6.3.2.2),
- Herstellungszustand (ohne erneute Austenitisierung) (siehe Abschnitt 6.3.2.3),
- in Ausnahmefällen andere Verfahren, die besonders vereinbart werden müssen (siehe Anhang A).

Zu beachten ist, daß durch die unterschiedliche thermische Probenvorbehandlung die Ergebnisse der Verfahrensweisen im Grundsatz nicht miteinander vergleichbar sind. Zu bevorzugen ist das Abschreckverfahren.

6.3.2.1 Abschreckverfahren

Dieses Verfahren kann an Proben von Stählen nach vorgegebener Wärmebehandlung zur Bildung von martensitischem oder bainitischem Gefüge (Austenitisieren und „Abschrecken“) und gegebenenfalls nach darauffolgendem Anlassen durchgeführt werden. Es ermöglicht eine Beurteilung der Korngröße im Austenitbereich vor der Umwandlung im gesamten Probenvolumen und wird im Gegensatz zu dem Verfahren nach Abschnitt 6.3.2.2 nicht von eindiffundierenden Elementen wie Kohlenstoff und Stickstoff beeinflusst.

Die Probe wird vor der Prüfung wie folgt wärmebehandelt:

- $(850 \pm 10)^\circ\text{C}$ 90 min/Wasser für Stahlsorten mit einem mittleren Massenanteil von Kohlenstoff $\geq 0,35\%$;
- $(880 \pm 10)^\circ\text{C}$ 90 min/Wasser für Stahlsorten mit einem mittleren Massenanteil von Kohlenstoff $< 0,35\%$ einschließlich der nicht direkt zu härtenden Einsatzstähle;
- $(930 \pm 10)^\circ\text{C}$ 4 h/Wasser für direkt zu härtende Einsatzstähle.

Gegebenenfalls ist zur Herstellung eines einheitlichen Ausgangszustandes der Probe eine Vorbehandlung 1150°C 30 min/Luft durchzuführen. Für diese Vorbehandlung dürfen schnelle Erwärmungsgeschwindigkeiten, wie sie z. B. in

Salzbädern erreicht werden, nicht angewendet werden. Für direkt zu härtende Einsatzstähle ist in Schiedsfällen die angegebene Vorbehandlung der Probe vor der Schlichtherstellung vorzunehmen.

Anschließend wird eine ebene Schnittfläche der Probe für die mikroskopische Untersuchung poliert. Sie ist mit einer gesättigten wäßrigen Lösung von Pikrinsäure mit mindestens 0,5% Natriumalkylsulfonat oder einem anderen Spannungsmittel gleicher Wirkungsweise zu ätzen. Die Ätzdauer kann wenige Minuten bis mehr als eine Stunde betragen. Eine Erwärmung des Ätzmittels auf zum Beispiel 60°C kann die Ätzwirkung verbessern und die Ätzdauer abkürzen. Erforderlichenfalls, zur Verstärkung des Kontrastes zwischen den Korngrenzen (Grenzen des ehemaligen Austenitkorns) und der Grundmasse, ist das Ätzen und Polieren einmal oder mehrere Male zu wiederholen. Gegebenenfalls kann die Probe auf Temperaturen von etwa 300°C angelassen werden.

6.3.2.2 Aufkohlungsverfahren nach McQuaid-Ehn (bei 925°C)

Bei dieser Verfahrensweise, die bevorzugt für Einsatzstähle vorgesehen ist, werden die ehemaligen Austenitkorngrenzen durch Ausscheidung von übereutektoidisch gelöstem Kohlenstoff sichtbar gemacht, der sich als Carbid bei langsamem Abkühlen nach Aufkohlungsbehandlung mit festen Mitteln in der Randschicht der Probe an den Korngrenzen ausscheidet. Sie erlaubt nur eine Aussage über die Korngröße in der übereutektoidisch aufgekohlten Randschicht der Probe und wird durch die Wirkung der mit eindiffundierenden Elemente (N) beeinflusst.

Die Prüfbereiche der Proben müssen frei sein von Randentkohlung und Oberflächenoxidation. Es ist zu beachten, daß vorangegangene Kalt- oder Warmverformung, mechanische Bearbeitung oder andere Behandlungen die Korngröße beeinflussen können.

Für den Ablauf der Prüfungen müssen nachstehend angegebene Bedingungen eingehalten werden:

Die Proben werden in geeigneter Verteilung in einen Einsatzkasten gelegt, der mit trockenem, ungebrauchtem Aufkohlungspulver gefüllt ist und sich mit einem Deckel fest, aber nicht gasdicht, verschließen läßt. Üblicherweise besteht das Aufkohlungspulver aus 60 % Massenanteil körniger Holzkohle und 40 % Massenanteil Bariumcarbonat (BaCO_3). Das Volumen des Pulvers muß mindestens das 30fache des Volumens der aufzukohlenden Proben betragen. Zur Aufkohlung werden die Proben 6 h bei $(925 \pm 10)^\circ\text{C}$ gehalten. Dieses wird im allgemeinen erreicht, wenn der Einsatzkasten 8 Stunden in einem Ofen von 925°C steht. Danach wird der Kasten bis dicht unterhalb Ar_1 so langsam abgekühlt, daß sich übereutektoidisch gelöster Kohlenstoff an den Austenit-Korngrenzen als Fe_3C ausscheiden kann. In den meisten Fällen wird auf diese Weise eine Schicht mit Carbidnetz von rund 1 mm Dicke erzeugt. Beim weiteren Abkühlen unterhalb der Umwandlungstemperatur kann die Abkühlungsgeschwindigkeit beliebig schnell sein.

Die aufgekohlte Probe wird senkrecht zu ihrer Oberfläche zerschnitten. Eines der Stücke wird für die mikroskopische Untersuchung geschliffen, poliert und nach einer der beiden folgenden Verfahrensweisen geätzt:

- in einer siedenden Lösung von alkalischen Natriumpikrat folgender Zusammensetzung:

Pikrinsäure	2 g
Ätznatron	25 g
Wasser	100 ml
- mit Salpetersäure (Nital)

HNO_3	2 bis 5 ml
Äthanol	Rest auf 100 ml

Andere Ätzmittel dürfen verwendet werden, sofern sie das gleiche Ergebnis (Verstärkung des Kontrastes zwischen Carbidsaum und Grundmasse) erbringen.

6.3.2.3 Herstellungszustand

Bei diesem Verfahren entfällt eine thermische Vorbehandlung und Wärmebehandlung von Proben. Es dient dazu, die Größe der ehemaligen Austenitkörner am fertigen, bereits wärmebehandelten Werkstück, z. B. nach dem Schweißen, zu prüfen, sofern ein martensitisches oder bainitisches Gefüge vorliegt. Die Prüfung erfolgt an Proben, die dem Werkstück im fertigen Zustand entnommen werden, gegebenenfalls durch Aufsetzmikroskop oder Gefügeabdrucke am Bauteil selbst.

Die Grenzen ehemaliger Austenitkörner können zum Beispiel wie folgt sichtbar gemacht werden:

Nach Schleifen des Untersuchungsbereiches am Werkstück bis Korn 400 wird zunächst mit Diamantpaste der Körnungen 15 µm und 7 µm und abschließend mit unverdünnter Tonerde II poliert. Das Korngrenzenätzmittel in der Zusammensetzung 100 ml Wasser, 2,25 g Pikrinsäure, 1 g CuCl₂, 3 ml Natriumalkylsulfonat wird mit einem Watteschwamm aufgetragen, wobei der sich bildende Cu-Niederschlag von Zeit zu Zeit mit einer gesättigten wässrigen Lösung von NH₄Cl unter Zusatz von 2 KOH-Plättchen auf 100 ml Lösung abgespült wird.

Nach etwa 2 bis 4 min Ätzdauer wird mit Methanol abgespült und getrocknet.

Durch Anlassen kann der Kontrast verbessert werden.

7 Durchführung und Auswertung

7.1 Vergleich mit der Bildreihentafel (Verfahren 1)

Dieses Verfahren ist für fast alle betrieblichen Zwecke ausreichend und somit zu bevorzugen. Mindestens 20 Blickfelder in regelloser Anordnung oder einer in einem Rasternetz liegenden Anordnung müssen der Auswertung zugrunde liegen.

Man vergleicht das Gefüge im Okular, auf der Mattscheibe oder auf einer photographischen Aufnahme mit den Gefügebildern der Bildreihentafel nach Bild 1¹⁾.

Diese Gefügebilder im Abbildungsmaßstab 100 : 1 sind mit (römisch) I bis VIII so numeriert, daß ihre Nummer gleich der Korngrößen-Kennzahl G (arabisch) 1 bis 8 ist. Man bestimmt dasjenige Bild der Reihe, dessen Korngröße derjenigen des jeweiligen Blickfeldes am nächsten kommt. Bei Korngrößen $< \text{Kennziffer } 8$ muß bei einer Vergrößerung größer als 100 : 1 gemessen werden. Es ist darauf zu achten,

daß in dem jeweiligen Blickfeld der mittlere Korndurchmesser nicht kleiner erscheint als im Bild VIII dargestellt.

Bei der Bestimmung der Korngrößen-Kennzahl durch Vergleich mit Bildreihen (und auch durch Auszählen, siehe Anhang A, Abschnitt 1.1) erreicht man selten eine Genauigkeit, die besser ist als ein ganzer Zahlenschritt der Kennzahlenreihe. Die Korngrößen-Kennzahl wird daher als eine ganze Zahl angegeben. Im **einzelnen** Blickfeld bleiben bis max. 30 % Flächenanteil einer vom Mittelwert des Vergleichsbildes abweichenden Korngröße unberücksichtigt. Wenn jedoch bei mehr als 15 % **aller** auszuwertenden Blickfelder Anteile mit abweichenden Korngrößen-Kennzahlen vorkommen, werden diese ebenfalls vermerkt. In einem solchen Fall ist die Mindestzahl der auszuwertenden Blickfelder (20) mindestens zu verdoppeln. Mit dieser Grenzregelung für die Vernachlässigung einzeln auftretender Flecken mit abweichenden Korngrößen kann deren Flächeninhalt maximal etwa 5 % der gesamten ausgewerteten Fläche erreichen (im Maximalfall $0,3 \times 0,15 = 0,045$ oder 4,5 % Flächenanteil)²⁾.

Tabelle 1 gibt die Zusammenhänge unter den Korngrößen-Kennzahlen für die gebräuchlichen Abbildungsmaßstäbe für den Fall an, daß eine von 100 : 1 abweichende Vergrößerung angewandt werden muß.

7.2 Linienschnitt-Verfahren (Verfahren 2)

Bei diesem Verfahren wird durch Zählung im Okular, auf der Mattscheibe des Mikroskops oder der photographischen Aufnahme eines kennzeichnenden Blickfeldes die von der Meßlinie durchquerte Anzahl Körner bestimmt. Man kann auch die Anzahl der Linienschnittpunkte mit den Korngrenzen feststellen. Beide Zählverfahren erbringen das gleiche Ergebnis. Bei mittleren Linienschnittsegmenten $\bar{L}_s \leq 0,02 \text{ mm}$ muß eine Vergrößerung $> 100 : 1$ angewendet werden.

Die Meßstrecke ist üblicherweise gerade (siehe Abschnitt 7.2.1), kann aber auch kreisförmig sein (siehe Abschnitt 7.2.2). Wenn nichts anderes festgelegt wurde, ist eines der in Bild 2 dargestellten Meßgitter anzuwenden.

¹⁾ Die Gefügebilder stimmen mit den Gefügebildern der Bildtafel B aus der EURONORM 103-71 und der Internationalen Norm ISO 643 – 1983 überein. Auf besondere Vereinbarung können auch die drei in Betracht kommenden Bildreihen nach ASTM E 112-77 angewandt werden.

²⁾ Nach dem Linienschnittverfahren würde der Anteil von $\leq 5\%$ das Ergebnis kaum beeinflussen.

Tabelle 1. Schema zur Ermittlung der Korngrößen-Kennzahl G bei einer von 100 : 1 abweichenden Vergrößerung

Vergrößerung des beobachteten Bildes nach DIN 50600	Gefügebild Nr							
	I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII
25 : 1	– 3	– 2	– 1	0	1	2	3	4
50 : 1	– 1	0	1	2	3	4	5	6
100 : 1	1	2	3	4	5	6	7	8
200 : 1	3	4	5	6	7	8	9	10
(500 : 1) *)	6	7	8	9	10	11	12	13
(1000 : 1) *)	8	9	10	11	12	13	14	15

*) Gerundete Werte der Korngrößen-Kennzahl (Abweichung $\leq \frac{1}{8}$ oder $\leq 12,5\%$, z. B. für $\bar{L}_s$)