

**Hochleistungskeramik – Monolithische Keramik;
Allgemeine und strukturelle Eigenschaften**Teil 3: Bestimmung der Korngröße und der Korngrößenverteilung (Linienchnittverfahren)
Deutsche Fassung EN 623-3:2001**DIN**
EN 623-3

ICS 81.060.30

Ersatz für
DIN V ENV 623-3:1993-04

Advanced technical ceramics – Monolithic ceramics; General and textural properties – Part 3: Determination of grain size and size distribution (characterized by the linear intercept method);
German version EN 623-3:2001

Céramiques techniques avancées – Méthodes d'essai pour céramiques monolithiques; Propriétés générales et texturales – Partie 3: Détermination de la taille des grains;
Version allemande EN 623-3:2001

Die Europäische Norm EN 623-3:2001 hat den Status einer Deutschen Norm.**Nationales Vorwort**

Diese Europäische Norm wurde im Technischen Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ (Sekretariat: BSI) unter intensiver deutscher Mitarbeit ausgearbeitet. Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NMP 291 „Hochleistungskeramik – Monolithische Werkstoffe“ verantwortlich.

Änderungen

Gegenüber DIN V ENV 623-3:1993-04 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- Inhalt fachlich und redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN V ENV 623-3: 1993-04

Fortsetzung 16 Seiten EN

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

– Leerseite –

Deutsche Fassung

Hochleistungskeramik – Monolithische Keramik;
Allgemeine und strukturelle Eigenschaften

Teil 3: Bestimmung der Korngröße

Advanced technical ceramics – Monolithic ceramics; General and textural properties – Part 3: Determination of grain size and size distribution (characterized by the linear intercept method)

Céramiques techniques avancées – Méthodes d'essai pour céramiques monolithiques; Propriétés générales et texturales – Partie 3: Détermination de la taille des grains

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 19. April 2001 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B-1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Begriffe	3
4 Bedeutung und Anwendung	3
5 Geräte	4
6 Probenvorbereitung	5
7 Mikrophotographie	6
8 Ausmessen der Mikrogefügeaufnahmen	7
9 Berechnung der Ergebnisse	8
10 Störungen und Unsicherheiten	8
11 Prüfbericht	9
Anhang A (informativ) Literaturhinweise zur Stereometrie und zur Korngrößenmessung	10
Anhang B (informativ) Schleif- und Polierverfahren	10
Anhang C (informativ) Ätzverfahren	12
Anhang D (informativ) Einstellung der Köhlerschen Beleuchtung in einem Lichtmikroskop	13
Anhang E (informativ) Überprüfung des in dieser Norm beschriebenen Verfahrens durch einen Ringversuch	14
Anhang F (informativ) Bestimmung der Korngrößenverteilung	15
Anhang G (informativ) Ergebnisblatt – Korngröße nach EN 623-3	16

Vorwort

Dieses Europäische Dokument wurde vom CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“, dessen Sekretariat vom BSI gehalten wird, erarbeitet.

Dieses Europäische Dokument muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis November 2001, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis November 2001 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Diese Europäische Norm ersetzt ENV 623-3:1993.

Die Anhänge A, B, C, D, E, F und G sind informativ.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von EN 623 legt manuelle Messverfahren, mit denen an mikrophotographischen Aufnahmen von polierten und geätzten Proben aus Hochleistungskeramiken die mittlere Korngröße mit Hilfe von Schnittlinien bestimmt wird, fest. Dabei wird nicht der wahre mittlere Korndurchmesser, sondern ein etwas kleinerer Wert bestimmt, indem die mittlere Länge einer Linie ausgewertet wird, die so über einen zweidimensionalen Probenquerschnitt gezogen wird, dass sie die Körner schneidet. Der Zusammenhang mit den wahren Kornmaßen ist von der Kornform und vom Anisotropiegrad des Mikrogefüges abhängig. Diese Norm enthält zwei Verfahren, A und B.

Verfahren A gilt für einphasige Keramiken und für Keramikwerkstoffe, die eine kristalline Hauptphase und eine glasige Korngrenzenphase mit einem Volumenanteil von kleiner etwa 5 % haben; für Verfahren A ist eine Zählung der Linienschnittpunkte mit den Korngrenzen ausreichend. Verfahren B gilt für Keramiken mit einem Volumenanteil größer etwa 5 % Poren oder Sekundärphasen oder für Keramikwerkstoffe mit mehr als einer kristallinen Hauptphase, bei denen einzelne Schnittlinienlängen gemessen werden, die wahlweise auch zur Bestimmung der Korngrößenverteilung angewendet werden können. Verfahren B ermöglicht die Unterscheidung von Poren oder Phasen sowie eine gesonderte Berechnung der mittleren Größe der jeweiligen Pore oder Phase aus der Schnittlinienlänge.

ANMERKUNG Ein Verfahren zur Bestimmung des Volumenanteils/der Volumenteile der Sekundärphase(n) ist zz. als ENV 623-5 in Erarbeitung; es bietet in Grenzfällen Entscheidungsmöglichkeiten dafür an, ob Verfahren A oder B angewendet werden sollte.

Es kann sein, dass einige Anwender dieser Norm eine automatische oder halbautomatische Bildanalyse auf die Mikrogefügeaufnahmen oder auf direkt angezeigte Gefügebilder anwenden möchten. Die Anwendung dieser Analysenverfahren ist nach der vorliegenden Norm unter der Voraussetzung zulässig, dass eine dem manuellen Verfahren entsprechende Technik eingesetzt wird (siehe Abschnitt 4 und 8.4).

2 Normative Verweisungen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

ENV 1006, *Hochleistungskeramik – Monolithische Keramik – Richtlinien zur Probenahme und Entnahme von Proben*.

EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:1999)*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Europäischen Norm gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Korngröße

die Größe der einzelnen Kristallite in einem Werkstoff und, im Rahmen des hier beschriebenen Prüfverfahrens, die Größe der Primärphase oder der Hauptphase

3.2

mittlere, aus der Schnittlinienlänge bestimmte Korngröße

der Mittelwert des Abstands zwischen den Korngrenzen auf Linien, die in zufälliger Anordnung über eine Mikrogefügeaufnahme oder eine andere Abbildung des Gefüges gezogen wurden

4 Bedeutung und Anwendung

Die mittlere Korngröße und die Korngrößenverteilung eines keramischen Werkstoffs spielen eine bedeutende Rolle bei der Bestimmung vieler Eigenschaften, daher ist die Charakterisierung der Korngröße ein wichtiges Hilfsmittel zur Sicherstellung der Konsistenz der Herstellung. Die Korngröße und/oder Kornform kann aus vielen verschiedenen Maßen abgeleitet werden, wobei das Linienschnittverfahren die einfachste Möglichkeit darstellt, die auf einen zweidimensionalen Schnitt durch den Werkstoff anwendbar ist. Es muss jedoch angemerkt werden, dass der aus der Schnittlinienlänge bestimmte Zahlenwert für die mittlere Korngröße etwas kleiner ist als der Wert, der aus den meisten sonstigen Korngrößenmaßen erhalten wird, da die Schnittlinien

die Körner in einer beliebigen Ebene und nicht unbedingt entlang der längsten Kornachse schneiden. Der Zusammenhang zwischen der aus der Schnittlinienlänge bestimmten mittleren Korngröße und der wahren dreidimensionalen Korngröße ist sehr komplex und hängt von der Kornform und der mittleren Anzahl Kristallflächen ab.

ANMERKUNG Im Anhang A werden Hinweise auf Literaturstellen angegeben, die sich mit der Stereometrie und Verfahren zur Größenbestimmung dreidimensionaler Prüfgegenstände beschäftigen.

In dieser Norm wird ein einfaches Verfahren zur Messung der Schnittlinienlängen in einphasigen Werkstoffen festgelegt, das darauf beruht, dass die Anzahl der Schnittpunkte mit Korngrenzen gezählt wird, die auf bestimmten Längen gerader oder kreisförmiger Messlinien vorhanden sind, wenn die Messlinien zufällig auf einer Mikrogefügeaufnahme eines auf geeignete Weise polierten und geätzten Probenquerschnitts angeordnet und ausgerichtet werden. Die Länge der Linien, die große, an den Korngrenzen befindliche Poren schneiden, kann vernachlässigt werden, wodurch systematische Fehler eliminiert werden, die durch die Porosität eingebracht werden können; kleine Poren innerhalb der Korngrenzen sollten vernachlässigt werden. In Werkstoffen, die mehr als eine Phase enthalten, können kontinuierliche Phasen oder einzelne Körner vorhanden sein. Eine gesonderte Untersuchung der unterschiedlichen Phasen kann notwendig sein. Das wichtigste Anliegen dieser Norm ist die Charakterisierung der Hauptphasen. Im Prinzip kann das gleiche Linienschnittverfahren wie für einphasige Werkstoffe angewendet werden, aber die einzelnen Schnittlinienlängen, die jede Phase schneiden, sollten gemessen und nicht nur gezählt werden. Die Charakterisierung der Nebenphasen kann andere Behandlungen erfordern, die nicht in den Anwendungsbereich dieser Norm fallen.

Falls das Werkstoffgefüge eine bevorzugte Ausrichtung der Primär- oder Sekundärphasen zeigt, kann es sein, dass die Ergebnisse dieser Messung möglicherweise nicht die wahre Beschaffenheit des Werkstoffs repräsentieren. Anstelle von Messungen mit zufällig ausgerichteten Messlinien kann eine Beschränkung auf bestimmte Ausrichtungen notwendig werden. In diesem Fall muss im Prüfbericht ein entsprechender Hinweis erfolgen.

Diese Norm gilt nicht für Verfahren, bei denen zur Bestimmung der mittleren Korngröße durch Auszählen eine kalibrierte Bewegung des Mikroskop-Objektisches oder eine Projektion auf einen Bildschirm und eine visuelle Auswertung erfolgt. Das letztgenannte Verfahren kann zwar zu Ergebnissen führen, die den an Mikrogefügeaufnahmen ermittelten Ergebnissen entsprechen, bietet jedoch keine Möglichkeit zur Verifizierung der Messergebnisse, da keine permanente Aufzeichnung erfolgt.

Falls die automatische oder halbautomatische Bildanalyse (AIA) anzuwenden ist, muss beachtet werden, dass unterschiedliche AIA-Systeme Messungen auf unterschiedliche Weise ermöglichen; es können unterschiedliche Parameter zur Bestimmung der Schnittlinienlänge angewendet werden, z. B. Parameter, die auf der Zählung der Bildelemente auf einer Kornfläche beruhen. Um entsprechende Ergebnisse wie beim manuellen, in dieser Norm beschriebenen Verfahren zu erreichen, müssen die AIA-Systeme geeignet programmiert werden. Auf Vereinbarung zwischen den Beteiligten darf alternativ zum manuellen Verfahren z. B. ein modifiziertes AIA-Verfahren angewendet werden; in diesem Fall muss im Prüfbericht ein entsprechender Hinweis erfolgen.

5 Geräte

5.1 Einrichtung zur Herstellung der Probenquerschnitte

Eine geeignete, mit einer Diamantscheibe ausgestattete Trennsäge zur Herstellung des für die Untersuchung vorgesehenen Ausgangsquerschnitts. Die Trennscheibe muss mit einem metallgebundenen Diamantschleifkorn der Größe 125 mm bis 150 mm ausgestattet sein und gekühlt werden.

ANMERKUNG Die Schleifkörnung wird in ISO 6106 mit D 151 bezeichnet; siehe Anhang A.

5.2 Probenhalterung

Für metallurgische Untersuchungen geeignete Einrichtung zur Aufnahme der Probe und Hilfsmittel, die eine sichere Halterung der Proben beim Polieren ermöglichen.

5.3 Schleif- und Poliereinrichtung

Geeignete Schleif- und Poliereinrichtung, die ein Diamantschleifmittel anwendet.

ANMERKUNG Geeignete Techniken und Schleifmittel werden im Anhang B empfohlen.

5.4 Mikroskop

Lichtmikroskop oder Rasterelektronenmikroskop mit Einrichtungen zur Herstellung von Mikrophotographien. Eine Bezugsstrichplatte wird zur Bestimmung der Vergrößerung eines Lichtmikroskops benötigt, und ein