

## DIN EN 623-5



ICS 81.060.30

Ersatz für  
DIN V ENV 623-5:2002-10

**Hochleistungskeramik –  
Monolithische Keramik - Allgemeine und strukturelle Eigenschaften –  
Teil 5: Bestimmung des Volumenanteils von Phasen durch Auswertung  
von Mikrogefügeaufnahmen;  
Deutsche Fassung EN 623-5:2009**

Advanced technical ceramics –  
Monolithic ceramics - General and textural properties –  
Part 5: Determination of phase volume fraction by evaluation of micrographs;  
German version EN 623-5:2009

Céramiques techniques avancées –  
Céramiques monolithiques - Propriétés générales et textures –  
Partie 5: Détermination de la fraction volumique de phase par évaluation des  
microphotographies;  
Version allemande EN 623-5:2009

Gesamtumfang 20 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

## **Nationales Vorwort**

Dieses Dokument (EN 623-5:2009) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI (Vereinigtes Königreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-02-91 AA „Prüfung von Hochleistungskeramik — Monolithische Werkstoffe“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

## **Änderungen**

Gegenüber DIN V ENV 623-5:2002-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Inhalt redaktionell überarbeitet.

## **Frühere Ausgaben**

DIN V ENV 623-5: 2002-10

**Deutsche Fassung**

**Hochleistungskeramik —  
Monolithische Keramik —  
Allgemeine und strukturelle Eigenschaften —  
Teil 5: Bestimmung des Volumenanteils von Phasen durch  
Auswertung von Mikrogefügeaufnahmen**

Advanced technical ceramics —  
Monolithic ceramics —  
General and textural properties —  
Part 5: Determination of phase volume fraction by  
evaluation of micrographs

Céramiques techniques avancées —  
Céramiques monolithiques —  
Propriétés générales et textures —  
Partie 5: Détermination de la fraction volumique de phase  
par évaluation des microphotographies

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 19. Juni 2009 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 des CEN 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, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

**Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel**

# Inhalt

Seite

|                                                                                              |           |
|----------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>Vorwort</b>                                                                               | <b>3</b>  |
| <b>1 Anwendungsbereich</b>                                                                   | <b>4</b>  |
| <b>2 Normative Verweisungen</b>                                                              | <b>4</b>  |
| <b>3 Begriffe</b>                                                                            | <b>5</b>  |
| <b>4 Geräte</b>                                                                              | <b>5</b>  |
| 4.1 Einrichtung zur Herstellung der Probenquerschnitte                                       | 5         |
| 4.2 Probenhalterung                                                                          | 5         |
| 4.3 Schleif- und Poliereinrichtung                                                           | 5         |
| 4.4 Mikroskop                                                                                | 5         |
| 4.5 Transparentes Bezugsgitter                                                               | 5         |
| <b>5 Probenvorbereitung</b>                                                                  | <b>6</b>  |
| 5.1 Probenahme                                                                               | 6         |
| 5.2 Schneiden                                                                                | 6         |
| 5.3 Einbringen der Probe in die Halterung                                                    | 6         |
| 5.4 Schleifen und Polieren                                                                   | 6         |
| 5.5 Ätzen                                                                                    | 6         |
| <b>6 Mikrophotographie</b>                                                                   | <b>7</b>  |
| 6.1 Allgemeines                                                                              | 7         |
| 6.2 Untersuchung                                                                             | 7         |
| 6.3 Anzahl der Mikrogefügeaufnahmen                                                          | 7         |
| 6.4 Lichtmikroskopie                                                                         | 7         |
| 6.5 Rasterelektronenmikroskopie (REM)                                                        | 8         |
| <b>7 Ausmessen der Mikrogefügeaufnahmen</b>                                                  | <b>8</b>  |
| <b>8 Berechnung der Ergebnisse</b>                                                           | <b>8</b>  |
| <b>9 Störungen und Unsicherheiten</b>                                                        | <b>9</b>  |
| <b>10 Prüfbericht</b>                                                                        | <b>10</b> |
| <b>Anhang A (informativ) Schleif- und Polierverfahren</b>                                    | <b>11</b> |
| <b>Anhang B (informativ) Ätzverfahren</b>                                                    | <b>13</b> |
| <b>Anhang C (informativ) Anwendung einer automatischen Bildanalyse (AIA)</b>                 | <b>14</b> |
| C.1 Hintergrund                                                                              | 14        |
| C.2 Analysentechniken                                                                        | 14        |
| C.3 Anforderungen an die Mikrogefügeaufnahme                                                 | 14        |
| C.4 Kalibrierung                                                                             | 14        |
| <b>Anhang D (informativ) Einstellung der Köhlerschen Beleuchtung in einem Lichtmikroskop</b> | <b>15</b> |
| D.1 Zweck                                                                                    | 15        |
| D.2 Definition                                                                               | 15        |
| D.3 Einstellung der Köhlerschen Beleuchtung                                                  | 15        |
| <b>Anhang E (informativ) Überprüfung des Verfahrens durch Ringversuch</b>                    | <b>16</b> |
| <b>Anhang F (informativ) Ergebnisblatt</b>                                                   | <b>17</b> |
| <b>Literaturhinweise</b>                                                                     | <b>18</b> |

## Vorwort

Dieses Dokument (EN 623-5:2009) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom BSI gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Januar 2010, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Januar 2010 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können, ohne dass diese vorstehend identifiziert wurden. CEN [und/oder] CENELEC sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ist Ersatz für ENV 623-5:2002.

EN 623 *Hochleistungskeramik — Monolithische Keramik — Allgemeine und strukturelle Eigenschaften* besteht aus fünf Teilen:

- *Teil 1: Prüfung auf Anwesenheit von Oberflächenfehlern durch Farbstoffeindringtests*
- *Teil 2: Bestimmung von Dichte und Porosität*
- *Teil 3: Bestimmung der Korngröße und der Korngrößenverteilung (Linienschnittverfahren)*
- *Teil 4: Bestimmung der Oberflächenrauheit*
- *Teil 5: Bestimmung des Volumenanteils von Phasen durch Auswertung von Mikrogefügeaufnahmen*

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

## 1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von EN 623 legt ein manuelles Messverfahren zur Bestimmung des Volumenanteils der Hauptphasen in Hochleistungskeramiken fest, indem auf Mikrogefügeaufnahmen polierter und geätzter Querschnitte ein quadratisches Liniengitter aufgelegt und die Anzahl der Schnittpunkte der Gitterlinien über jeder Phase ausgezählt werden.

ANMERKUNG 1 Bei diesem Verfahren wird vorausgesetzt, dass die tatsächlich vorhandenen Volumenanteile einer Phase nach stereologischen Prinzipien den Flächenanteilen entsprechen, die auf einem zufällig festgelegten Querschnitt vorhanden sind.

ANMERKUNG 2 Anleitungen zum Polieren und Ätzen von Hochleistungskeramiken können in den Anhängen A und B nachgelesen werden.

Das Verfahren gilt für keramische Werkstoffe mit einer oder mehreren deutlich erkennbaren Sekundärphase(n), die z. B. in  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ , Si/SiC oder in  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}_w$  gefunden werden.

Falls der zu untersuchende Werkstoff diskrete Poren enthält, können sie im Rahmen dieses Verfahrens als Sekundärphase angesehen werden, sofern es keine Hinweise darauf gibt, dass beim Polieren Körner aus dem Gefüge herausgebrochen wurden, die mit echten Poren verwechselt werden könnten.

ANMERKUNG 3 Falls der Werkstoff eine Porosität von mehr als etwa 20 % aufweist, ist das Risiko groß, dass beim Polieren eine Schädigung des Feingefüges aufgetreten ist und ein irreführender Porenvolumenanteil ermittelt werden kann.

Ergebnisse der Bestimmung von Volumenanteilen einer Sekundärphase oder von Porenvolumenanteilen, die weniger als 0,05 betragen, können merkliche Fehler und möglicherweise auch eine Streuung aufweisen. Üblicherweise müssen, um Konsistenz und Genauigkeit der Ergebnisse zu verbessern, mehr als die Mindestanzahl von drei Mikrogefügeaufnahmen ausgewertet werden.

ANMERKUNG 4 Viele Keramiken enthalten kleine Mengen glasartiger Sekundärphasen. Für eine geeignete Einschätzung des Glasphasenanteils sollte die glasige Phase zwischen den Kristallkörnern leicht zu beobachten sein und eine Mindestbreite von 0,5  $\mu\text{m}$  haben. Das in dieser Europäischen Norm beschriebene Verfahren gilt als ungeeignet für dünne, um die Körner angeordnete Glasschichten.

Bei diesem Verfahren wird davon ausgegangen, dass die ausgewählten Bereiche eines vorbereiteten Querschnitts statistisch repräsentativ für den gesamten Querschnitt sind, aus dem Proben entnommen wurden.

ANMERKUNG 5 Feingefüge sind selten homogen, und auf verschiedenen Mikrogefügeaufnahmen können unterschiedliche Phasenanteile vorhanden sein. Es ist wichtig, ein ausreichend großen Bereich des vorbereiteten Querschnitts zu prüfen, um sicherzustellen, dass repräsentative Bereiche für die Auswertung ausgewählt werden, die keine augenfälligen Unregelmäßigkeiten enthalten.

Es kann sein, dass einige Anwender dieser Europäischen Norm eine automatische oder halbautomatische Bildanalyse auf die Mikrogefügeaufnahmen oder auf direkt angezeigte Gefügebilder anwenden möchten. Die Anwendung dieser Analysenverfahren fällt gegenwärtig nicht in den Anwendungsbereich dieser Europäischen Norm, während einige Richtlinien im Anhang C angegeben werden.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN 1006, *Hochleistungskeramik — Monolithische Keramik — Leitlinie zur Auswahl von Proben für die Beurteilung von Eigenschaften*

EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025:2005)*