

DIN EN ISO 13383-1

ICS 81.060.30

Ersatz für
DIN EN 623-3:2003-01

**Hochleistungskeramik –
Mikrostrukturelle Charakterisierung –
Teil 1: Bestimmung der Korngröße und der Korngrößenverteilung
(ISO 13383-1:2012);
Deutsche Fassung EN ISO 13383-1:2016**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –
Microstructural characterization –
Part 1: Determination of grain size and size distribution (ISO 13383-1:2012);
German version EN ISO 13383-1:2016

Céramiques techniques –
Caractérisation microstructurale –
Partie 1: Détermination de la taille et de la distribution des grains (ISO 13383-1:2012);
Version allemande EN ISO 13383-1:2016

Gesamtumfang 31 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 13383-1:2012 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 13383-1:2016 durch das Technische Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-02-91 AA „Terminologie von Hochleistungskeramik und Prüfung von monolithischen keramischen Werkstoffen und Pulvern“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 6106 siehe DIN ISO 6106
ISO/IEC 17025 siehe DIN EN ISO/IEC 17025

Änderungen

Gegenüber DIN EN 623-3:2003-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) in Abschnitt 5 „Prüfeinrichtung“ die Unterabschnitte 5.4 „Ätzanlage“ und 5.7 „Kreisschablone“ aufgenommen;
- b) Abschnitt 8 „Ausmessen der Mikrogefügeaufnahmen“ wird ausführlicher beschrieben und Verfahren A in Verfahren A.1 und Verfahren A.2 aufgeteilt;
- c) zur Veranschaulichung von Verfahren B wird die Verwendung einer Schablone in Bild 2 dargestellt;
- d) in Abschnitt 9 „Auswertung der Ergebnisse“ wurde ein Unterabschnitt für das Verfahren A.2 eingeführt.
- e) Übernahme der ISO 13383-1:2012.

Frühere Ausgaben

DIN V ENV 623-3: 1993-04
DIN EN 623-3: 2003-01

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

DIN ISO 6106, *Schleifmittel — Überprüfung der Korngrößen von Diamant oder kubischem Bornitrid*

Deutsche Fassung

Hochleistungskeramik —
Mikrostrukturelle Charakterisierung —
Teil 1: Bestimmung der Korngröße und
der Korngrößenverteilung
(ISO 13383-1:2012)

Fine ceramics (advanced ceramics,
advanced technical ceramics) —
Microstructural characterization —
Part 1: Determination of grain size and size distribution
(ISO 13383-1:2012)

Céramiques techniques —
Caractérisation microstructurale —
Partie 1: Détermination de la taille et de la distribution
des grains
(ISO 13383-1:2012)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 18. März 2016 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-CENELEC 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, der ehemaligen jugoslawischen Republik Mazedonien, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Kroatien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, der Türkei, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



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

CEN-CENELEC Management-Zentrum: Avenue Marnix 17, B-1000 Brüssel

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Bedeutung und Anwendung	8
5 Prüfeinrichtung	9
5.1 Einrichtung zur Herstellung des Probenquerschnitts	9
5.2 Probenhalterung	9
5.3 Schleif- und Poliereinrichtung	9
5.4 Ätzanlage	10
5.5 Mikroskop	10
5.6 Kalibriertes Lineal oder kalibrierter Maßstab	10
5.7 Kreisschablone	10
6 Probenvorbereitung	10
6.1 Probenahme	10
6.2 Schneiden	10
6.3 Befestigen der Probe in der Halterung	10
6.4 Schleifen und Polieren	11
6.5 Ätzen	11
7 Mikrophotographie	11
7.1 Allgemeines	11
7.2 Lichtmikroskopie	11
7.3 Rasterelektronenmikroskopie	12
7.4 Kalibrierung der Mikrogefügeaufnahmen	12
7.4.1 Lichtmikroskopie	12
7.4.2 Rasterelektronenmikroskopie	12
8 Ausmessen der Mikrogefügeaufnahmen	13
8.1 Allgemeines	13
8.2 Verfahren A1	14
8.3 Verfahren A2	14
8.4 Verfahren B	14
8.5 Anwendung der automatischen oder halbautomatischen Bildanalyse bei Verfahren A und Verfahren B	15
9 Auswertung der Ergebnisse	16
9.1 Verfahren A1	16
9.2 Verfahren A2	16
9.3 Verfahren B	17
10 Störungen und Unsicherheiten	17
11 Prüfbericht	18

Anhang A (informativ) Schleif- und Polierverfahren	20
Anhang B (informativ) Ätzverfahren	22
Anhang C (informativ) Einstellen der Köhlerschen Beleuchtung am Lichtmikroskop	24
C.1 Zweck	24
C.2 Definition	24
C.3 Einstellen der Köhlerschen Beleuchtung	24
Anhang D (informativ) Verifizierung des Verfahrens A1 durch einen Ringversuch	25
Anhang E (informativ) Verifizierung des Verfahrens B durch einen Ringversuch	26
Anhang F (informativ) Bestimmung der Korngrößenverteilung	27
F.1 Verfahren A2	27
F.2 Verfahren B	27
Anhang G (informativ) Ergebnisblatt: Korngröße nach ISO 13383-1	28
Literaturhinweise	29

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 13383-1:2012 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 13383-1:2016 durch das Technische Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Oktober 2016, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Oktober 2016 zurückgezogen werden.

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

Dieses Dokument ersetzt EN 623-3:2001.

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

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 13383-1:2012 wurde vom CEN als EN ISO 13383-1:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Föderation von Nationalen Normungsorganisationen (ISO Mitglieder). Die Erstellung von Internationalen Normen wird normalerweise von ISO Technischen Komitees durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale Organisationen, staatlich und nicht-staatlich, in Liaison mit ISO, nehmen ebenfalls an der Erarbeitung teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Internationale Normen werden in Übereinstimmung mit den Regeln nach ISO/IEC Direktive, Teil 2 erarbeitet.

Die Hauptaufgabe von Technischen Komitees ist es Internationale Normen zu erarbeiten. Internationale Norm-Entwürfe, die von Technischen Komitees verabschiedet wurden, werden den Mitgliedsorganisationen zur Abstimmung zur Verfügung gestellt. Für die Veröffentlichung als Internationale Norm werden mindestens 75 % Zustimmung der abstimmenden Mitgliedsorganisationen benötigt.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

ISO 13383-1 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206, „*Fine ceramics*“ erarbeitet.

ISO 13383 besteht unter dem allgemeinen Titel *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics)* — *Microstructural characterization* aus den folgenden Teilen:

— *Part 1: Determination of grain size and size distribution*

— *Part 2: Determination of phase volume fraction by evaluation of micrographs*

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 13383 beschreibt manuelle Messverfahren zur Bestimmung der Korngröße von Hochleistungskeramik unter Verwendung von mikrophotographischen Aufnahmen polierter und geätzter Proben. Die in diesem Teil beschriebenen Verfahren ergeben nicht den wahren mittleren Korndurchmesser, sondern einen etwas kleineren Wert, je nach dem zur Analyse eines zweidimensionalen Probenquerschnitts angewandten Verfahren. Der Zusammenhang mit den wahren Kornmaßen hängt von der Kornform und vom Anisotropiegrad des Mikrogefüges ab. Dieser Teil enthält zwei Verfahren, Verfahren A und Verfahren B.

Das Verfahren A ist das Verfahren zur Bestimmung der mittleren Schnittlinienlänge (Linienschnittverfahren). Das Verfahren A1 gilt für einphasige Keramikwerkstoffe mit einer kristallinen Hauptphase und einer glasigen Korngrenzenphase mit einem Volumenanteil von höchstens etwa 5 %, bei denen das Auszählen der Schnittpunkte genügt. Das Verfahren A2 gilt für Keramikwerkstoffe mit einem Volumenanteil von über 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 verwendet werden können. Bei letzterem Verfahren können Poren oder Phasen unterschieden werden und für jede kann die mittlere, aus der Schnittlinienlänge bestimmte Korngröße separat bestimmt werden.

ANMERKUNG Ein Verfahren zur Bestimmung des/der Volumenanteils/Volumenanteile der Sekundärphase(n) kann ISO 13383-2 entnommen werden; es bietet in Grenzfällen Entscheidungsmöglichkeiten dafür an, ob Verfahren A1 oder Verfahren A2 angewendet werden sollte.

Das Verfahren B ist das Verfahren zur Bestimmung des mittleren Kreisäquivalentdurchmessers, das bei allen Keramikwerkstoffen mit oder ohne Sekundärphase anwendbar ist. Dieses Verfahren darf auch zur Bestimmung des Seitenverhältnisses der Körner und zur Bestimmung der Korngrößenverteilung angewendet werden.

Es kann sein, dass einige Anwender dieses Teils von ISO 13383 eine automatische oder halbautomatische Bildanalyse auf die Mikrogefügeaufnahmen oder auf direkt angezeigte Gefügebilder anwenden möchten. Die Anwendung dieser Analysenverfahren ist nach diesem Teil unter der Voraussetzung zulässig, dass eine den manuellen Verfahren entsprechende Technik eingesetzt wird (siehe Abschnitt 4 und 8.4).

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).

ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Korngröße

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

3.2

mittlere, aus der Schnittlinienlänge bestimmte Korngröße

g_{mli}

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

3.3

Kreisäquivalentdurchmesser eines Korns

äquivalenter Kreisdurchmesser eines Korns
(en: equivalent circle grain diameter)

d_{ci}

Durchmesser eines Kreises, der dem Umfang eines Korns annähernd entspricht

Siehe Bild 1.

3.4

maximale Korngröße (Feretdurchmesser)

maximaler Feretdurchmesser
maximale Feretlänge

$d_{ci, max}$

größtes Maß eines Korns, zweidimensional betrachtet

Siehe Bild 1.

ANMERKUNG Dieser Begriff wird nach ASTM E930 auch als maximaler Schieblehrendurchmesser bezeichnet.

3.5

maximale orthogonale Korngröße

maximale orthogonale Länge

$d_{ci, perp}$

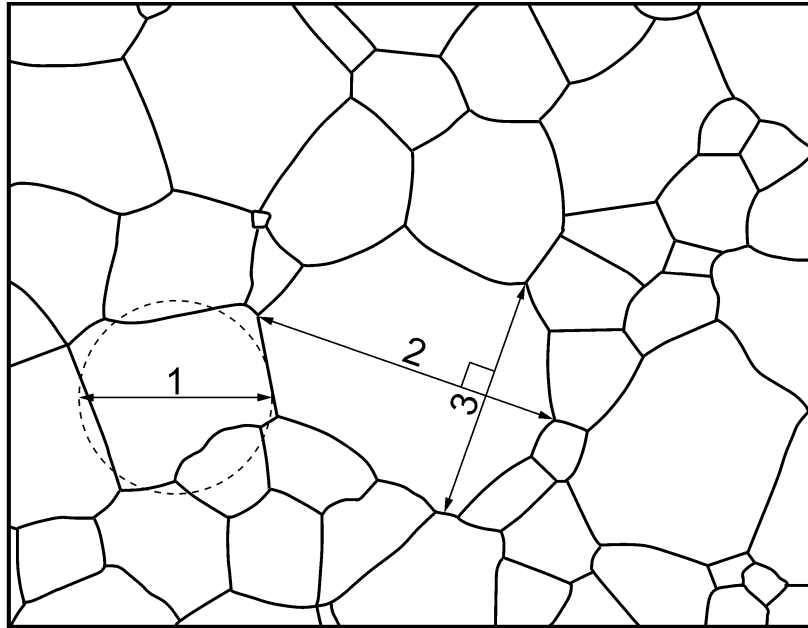
zur Bestimmung des Seitenverhältnisses eines Korns das größte Maß des Korns senkrecht zur maximalen Korngröße (Feretdurchmesser), zweidimensional betrachtet

Siehe Bild 1.

3.6

Seitenverhältnis eines Korns

Verhältnis der maximalen Korngröße (Feretdurchmesser) zur senkrecht dazu gemessenen maximalen orthogonalen Korngröße



Legende

- 1 Kreisäquivalentdurchmesser eines Korns d_{ci}
- 2 maximale Korngröße (Feretdurchmesser) $d_{ci, \max}$
- 3 maximale orthogonale Korngröße $d_{ci, \text{perp}}$ senkrecht zu 2

Bild 1 — Kreisäquivalentdurchmesser und Definition des Seitenverhältnisses eines Korns

4 Bedeutung und Anwendung

Die mittlere Korngröße und die Korngrößenverteilung eines keramischen Werkstoffes 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; diese stellen üblicherweise verschiedene Zahlenwerte für ein bestimmtes Mikrogefüge dar.

ANMERKUNG 1 Die Literaturhinweise verweisen auf Quellenangaben, die sich mit der Stereologie und mit Verfahren zur Größenbestimmung dreidimensionaler Merkmale beschäftigen.

Das wichtigste Anliegen dieses Teils von ISO 13383 ist die Charakterisierung der Hauptphasen. In Werkstoffen, die mehr als eine Phase enthalten, können allerdings kontinuierliche Phasen oder einzelne Körner vorhanden sein. Eine gesonderte Untersuchung der unterschiedlichen Phasen kann notwendig sein. Im Prinzip kann das gleiche Linienschnittverfahren wie bei einphasigen Werkstoffen angewendet werden, aber die einzelnen Schnittlinienlängen, die jede Phase schneiden, müssen ausgemessen und nicht nur ausgezählt werden. Die Charakterisierung der Nebenphasen kann andere Behandlungen erfordern, die nicht in den Anwendungsbereich dieses Teils von ISO 13383 fallen.

Das Verfahren A, das Verfahren zur Bestimmung der mittleren Schnittlinienlänge (Linienschnittverfahren), bietet das einfachste mögliche Verfahren zur Messung eines zweidimensionalen Querschnitts durch den Werkstoff. 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 können. Der Zusammenhang zwischen der aus der Schnittlinienlänge bestimmten mittleren Korngröße und einer wahren dreidimensionalen Korngröße ist nicht einfach und hängt von der Kornform und der mittleren Anzahl der Kristallflächen ab. Dieser Teil von ISO 13383 bietet einfache Verfahren zur Messung von Schnittlinienlängen in einphasigen Werkstoffen, die darauf beruhen,