

## DIN EN ISO 4499-3



ICS 77.040.99; 77.160

**Hartmetalle –  
Metallographische Bestimmung der Mikrostruktur –  
Teil 3: Messung von mikrostrukturellen Merkmalen in Hartmetallen auf  
Basis von Ti (C, N) und WC/kubischem Carbid (ISO 4499-3:2016);  
Deutsche Fassung EN ISO 4499-3:2016**

Hardmetals –

Metallographic determination of microstructure –

Part 3: Measurement of microstructural features in Ti (C, N) and WC/cubic carbide based hardmetals (ISO 4499-3:2016);

German version EN ISO 4499-3:2016

Métaux-durs –

Détermination métallographique de la microstructure –

Partie 3: Mesure des caractéristiques des microstructures des métaux-durs à base de carbures Ti (C, N) et WC/cubiques (ISO 4499-3:2016);

Version allemande EN ISO 4499-3:2016

Gesamtumfang 34 Seiten

DIN-Normenausschuss Werkstofftechnologie (NWT)

## Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 4499-3:2016) wurde vom vom Technischen Komitee ISO/TC 119 „Powder metallurgy“, Subcommittee SC 4 „Sampling and testing methods for hardmetals“ erarbeitet.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 145-01-04 AA „Probenahme und Prüfverfahren für Hartmetalle“ im DIN-Normenausschuss Werkstofftechnologie (NWT).

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

|            |                         |
|------------|-------------------------|
| ISO 4499-1 | siehe DIN EN ISO 4499-1 |
| ISO 4499-2 | siehe DIN EN ISO 4499-2 |

## Nationaler Anhang NA (informativ)

### Literaturhinweise

DIN EN ISO 4499-1, *Hartmetalle — Metallographische Bestimmung der Mikrostruktur — Teil 1: Gefügebilder und Beschreibung*

DIN EN ISO 4499-2, *Hartmetalle — Metallographische Bestimmung der Mikrostruktur — Teil 2: Messung der WC Korngröße*

Deutsche Fassung

Hartmetalle —  
Metallographische Bestimmung der Mikrostruktur —  
Teil 3: Messung von mikrostrukturellen Merkmalen  
in Hartmetallen auf Basis von Ti (C, N) und  
WC/kubischem Carbid  
(ISO 4499-3:2016)

Hardmetals —  
Metallographic determination of microstructure —  
Part 3: Measurement of microstructural  
features in Ti (C, N) and WC/cubic  
carbide based hardmetals  
(ISO 4499-3:2016)

Métaux-durs —  
Détermination métallographique  
de la microstructure —  
Partie 3: Mesure des caractéristiques des  
microstructures des métaux-durs à base de  
carbures Ti (C, N) et WC/cubiques  
(ISO 4499-3:2016)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 4. Februar 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 .....                                          | 3     |
| Vorwort .....                                                       | 4     |
| Einleitung .....                                                    | 5     |
| 1 Anwendungsbereich .....                                           | 6     |
| 2 Normative Verweisungen .....                                      | 6     |
| 3 Begriffe .....                                                    | 6     |
| 4 Symbole und Abkürzungen .....                                     | 7     |
| 5 Kurzbeschreibung .....                                            | 8     |
| 6 Prüfeinrichtung .....                                             | 9     |
| 7 Kalibrierung .....                                                | 10    |
| 8 Präparation der Schliffproben .....                               | 10    |
| 8.1 Metallographische Präparation .....                             | 10    |
| 8.2 Hartmetalle auf Basis von Ti(C, N) – Cermets .....              | 10    |
| 8.3 Hartmetalle auf Basis von WC/kubischem Carbid .....             | 15    |
| 9 Verfahren zur Charakterisierung von Strukturen .....              | 26    |
| 9.1 Auswahl von Strukturaufnahmen .....                             | 26    |
| 9.1.1 Allgemeines .....                                             | 26    |
| 9.1.2 Repräsentative Auswahl .....                                  | 26    |
| 9.1.3 Bestimmung der Homogenität der Größen der harten Phasen ..... | 26    |
| 9.1.4 Inhomogene Materialien .....                                  | 27    |
| 9.2 Phasengrößenmessung .....                                       | 27    |
| 9.2.1 Allgemeines .....                                             | 27    |
| 9.2.2 Phasenmessung mittels Schnittlinien .....                     | 28    |
| 10 Messunsicherheit .....                                           | 30    |
| 11 Prüfbericht .....                                                | 31    |
| Literaturhinweise .....                                             | 32    |

## Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 4499-3:2016) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 119 „Powder metallurgy“ erarbeitet.

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

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 4499-3:2016 wurde vom CEN als EN ISO 4499-3:2016 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

## Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung von Nationalen Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). 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 Arbeit teil. ISO arbeitet eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) bei allen elektrotechnischen Themen zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Im Besonderen sollten die für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten notwendigen Annahmekriterien beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

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. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der empfangenen Patenterklärungen (siehe [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname wird als Information zum Nutzen der Anwender angegeben und stellt keine Anerkennung dar.

Eine Erläuterung der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword - Supplementary information.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 119, *Powder metallurgy*, Subcommittee SC 4, *Sampling and testing methods for hardmetals*.

ISO 4499 besteht unter dem allgemeinen Titel *Hardmetals — Metallographic determination of microstructure* aus den folgenden Teilen:

- *Part 1: Photomicrographs and description*
- *Part 2: Measurement of WC grain size*
- *Part 3: Measurement of microstructural features in Ti(C,N) and WC/cubic carbide based hardmetals*
- *Part 4: Characterisation of porosity, carbon defects and eta-phase content*

## Einleitung

Dieser Teil von ISO 4499 deckt im Wesentlichen folgende Themen ab:

- Materialsorten und zu bestimmende Phasen, einschließlich den folgenden:
  - Ti(C, N)-Cermets;
  - Hartmetalle auf Basis von WC/kubischem Carbid;
- Präparationsverfahren, um Unterschiede zwischen konventionellen WC/Co-Hartmetallen und Materialien, die kubische Phasen enthalten, hervorzuheben;
- lineare Analyseverfahren, um statistisch aussagekräftige Daten zu erhalten;
- Analyseverfahren zur Berechnung von repräsentativen Mittelwerten;
- Auswertung entsprechend den gegenwärtigen Qualitätsanforderungen.

## 1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 4499 gibt Leitlinien für die Messung der mikrostrukturellen Merkmale in Ti(C,N)-basierten Hartmetallen und WC/Co-Hartmetallen, die zusätzlich kubische Carbide enthalten, mittels metallografischer Verfahren ausschließlich unter Anwendung der Licht- oder Elektronenmikroskopie an. Er ist für gesinterte Hartmetalle (auch als Sinterhartmetalle oder Cermets bezeichnet) vorgesehen, die hauptsächlich anorganische Carbide und Nitride als harte Phase enthalten. Er ist ebenfalls für die Messung der Phasengröße und deren Verteilung mit dem Linienschnittverfahren vorgesehen.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 4499-1:2008, *Hardmetals — Metallographic determination of microstructure — Part 1: Photomicrographs and description*

ISO 4499-2:2008, *Hardmetals — Metallographic determination of microstructure — Part 2: Measurement of WC grain size*

## 3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

### 3.1

#### **nano**

bei Carbonitrid bzw. kubischem Carbid mit einer Phasengröße  $< 0,2 \mu\text{m}$

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen mit dem Linienschnittverfahren nach ISO 4499-2.

### 3.2

#### **ultrafein**

bei Carbonitrid bzw. kubischem Carbid mit einer Phasengröße von  $0,2 \mu\text{m}$  bis  $0,5 \mu\text{m}$

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen mit dem Linienschnittverfahren nach ISO 4499-2.

### 3.3

#### **feinst**

bei Carbonitrid bzw. kubischem Carbid mit einer Phasengröße von  $0,5 \mu\text{m}$  bis  $0,8 \mu\text{m}$

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen mit dem Linienschnittverfahren nach ISO 4499-2.

### 3.4

#### **fein**

bei Carbonitrid bzw. kubischem Carbid mit einer Phasengröße von  $0,8 \mu\text{m}$  bis  $1,3 \mu\text{m}$

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen mit dem Linienschnittverfahren nach ISO 4499-2.

### 3.5

#### **mittel**

bei Carbonitrid bzw. kubischem Carbid mit einer Phasengröße von  $1,3 \mu\text{m}$  bis  $2,5 \mu\text{m}$

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen mit dem Linienschnittverfahren nach ISO 4499-2.

### 3.6

#### **grob**

bei Carbonitrid bzw. kubischem Carbid mit einer Phasengröße von 2,5 µm bis 6,0 µm

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen mit dem Linienschnittverfahren nach ISO 4499-2.

### 3.7

#### **extragrob**

bei Carbonitrid bzw. kubischem Carbid mit einer Phasengröße von > 6,0 µm

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen mit dem Linienschnittverfahren nach ISO 4499-2.

### 3.8

#### **Ti(C, N)-Cermets**

TiCN-basiertes Cermet enthält 3 % (Massenanteil) bis 30 % (Massenanteil) einer Bindephase, die hauptsächlich aus Co und/oder Ni besteht, aber auch Mo enthalten darf

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Rest besteht im Wesentlichen aus einer harten Phase und einigen geringfügigen Verunreinigungen.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die harte Phase besteht hauptsächlich aus Titancarbid, -nitrid und/oder -carbonitrid, darf aber außerdem Carbonitride aus (Ti, Ta), (Ti, W) oder (Ti, Ta, W) enthalten.

Anmerkung 3 zum Begriff: Diese Materialien enthalten typischerweise harte Phasen, die Körner mit einer Kern-Rand-Struktur aufweisen können.

### 3.9

#### **Hartmetalle auf Basis von WC/kubischem Carbid**

hexagonale WC-basierte Hartmetalle, die wesentliche Mengen eines Carbids mit einem kubischen Gitter enthalten, z. B. TiC oder TaC, und die W in fester Lösung enthalten können

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Materialien enthalten typischerweise harte Phasen, die Körner mit einer Kern-Rand-Struktur aufweisen können.

Anmerkung 2 zum Begriff: Siehe Tabelle 1.

### 3.10

#### **Phasenbereich**

einzelner Bestandteil des Hartmetalls wie WC, kubisches Carbid oder Bindephase

## 4 Symbole und Abkürzungen

|              |                                                                                                                  |
|--------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $A$          | die Fläche, in Quadratmillimeter (mm <sup>2</sup> )                                                              |
| ECD          | der äquivalente Kreisdurchmesser (en: „Equivalent Circle Diameter“) einer festgelegten Phase, in Mikrometer (µm) |
| $L$          | die Gesamtlinienlänge einer festgelegten Phase, in Millimeter (mm)                                               |
| $l_i$        | die in einer festgelegten Phase gemessene einzelne Schnittlinienlänge, in Mikrometer (µm)                        |
| $\Sigma l_i$ | die Summe aus allen gemessenen einzelnen Schnittlinienlängen                                                     |
| $l_x$        | der arithmetische Mittelwert der Schnittlinienlänge in Phase x, in Mikrometer (µm)                               |
| $N$          | die Anzahl der durchquerten Korngrenzen in oder zwischen festgelegten Phasen                                     |

|            |                                                                              |
|------------|------------------------------------------------------------------------------|
| $n$        | die Anzahl der durchquerten Körner aus WC, Carbonitrid oder kubischem Carbid |
| $m$        | die Vergrößerung                                                             |
| $m_{\max}$ | die Höchstvergrößerung                                                       |
| $m_{\min}$ | die Mindestvergrößerung                                                      |

## 5 Kurzbeschreibung

Dieser Teil von ISO 4499 behandelt die Frage der bewährten Verfahrensweisen bei der Messung des Mittelwertes der Phasengrößen der harten Phase und der Bindephase in anderen Hartmetallen als reinem WC/Co. Es wird die Anwendung des Linienschnittverfahrens zur Bestimmung der Daten der Kenngrößen empfohlen. Die Messungen müssen unter Einsatz der bewährten Verfahrensweisen für die Präparation geeigneter Mikrostrukturen für die Prüfung, die in ISO 4499-1 beschrieben ist, erfolgen.

Die Verfahren der metallographischen Präparation und die Ätzverfahren sind ebenso wichtig wie das Verfahren zur Phasengrößenmessung (siehe auch ASTM B 657, ASTM B 665, [1] und [2] in den Literaturhinweisen). Die grundlegenden Verfahren sind in ISO 4499-1 beschrieben. Weitere relevante Informationen werden in Abschnitt 8 gegeben. Die Haupttypen der betrachteten Hartmetalle sind die, die sowohl kubische Carbide als auch WC enthalten und die, die auf TiC oder Ti(C, N) basieren [3] [4] [5]. Eine kubische Carbidphase ist definiert als Carbid mit einer kubischen Gitterstruktur, wie z. B. TiC oder TaC, und die nach dem Sintern üblicherweise auch W in fester Lösung enthält. Diese Materialien enthalten normalerweise harte Phasen, die Körner mit einer Kern-Rand-Struktur aufweisen. Die Richtlinien zur Messung dieser internen Details sind in ISO 4499-2:2008, Anhang A, enthalten.

Der direkteste Weg zur Messung der Phasengröße einer Phase besteht darin, dass ein Querschnitt der Mikrostruktur poliert und geätzt wird und anschließend die quantitativen metallographischen Verfahren zur Messung des Kenngrößenmittelwertes — entweder die Flächenausählung oder das Linienschnittverfahren — angewendet werden.

Die folgenden drei Möglichkeiten können zur zahlenmäßigen Bestimmung der mittleren Größe unterschiedlicher Phasen definiert werden:

- mittels Länge (einer durch einen 2D-Bereich einer Phase gezogenen Linie);
- mittels Fläche (von 2D-Bereichen von Phasenbereichen);
- mittels Volumen (von einzelnen Phasenbereichen).

Ein Zahlenmittelwert wird erhalten, indem die einzelnen Messwerte des betrachteten Parameters (Länge, Fläche oder Volumen) zusammengezählt werden und der Gesamtwert des Parameters (Länge, Fläche oder Volumen) durch die Anzahl der Messungen dieses Parameters dividiert wird.

Die Werte für die Phasengröße, die bislang meistens eingesetzt wurden, basierten auf einem Längenparameter. Dieser kann auf den folgenden unterschiedlichen Wegen erhalten werden, wie z. B.:

- mittels paralleler Linien oder Kreise, wie in ASTM E112 beschrieben;
- durch Linienschnittverfahren, als Heyn-Verfahren bezeichnet, anhand einer geraden Linie, die durch die Struktur gezogen wird;
- durch den äquivalenten Kreisdurchmesser (siehe ISO 4499-2); dieser wird erhalten, indem die Kornflächen der harten Phase gemessen werden und anschließend der Durchmesser eines Kreises mit äquivalenter Fläche verwendet wird.

## 6 Prüfeinrichtung

**6.1 Metallographisches Lichtmikroskop**, oder eine andere geeignete Einrichtung, die Beobachtungen und Messungen auf einem Bildschirm bis zur geforderten Vergrößerung erlaubt.

**6.2 Rasterelektronenmikroskop**, mit dem Merkmale abgebildet und gemessen werden können, die zu klein sind, um sie mit dem Lichtmikroskop aufzulösen.

### 6.3 Ausstattung zur Präparation der Schliiffproben.

Die Messungen der Phasengröße werden anhand mikroskopischer Aufnahmen durchgeführt. ISO 4499-1, ASTM B 657 und ASTM B 665 sollten hinsichtlich der bewährten Verfahrensweisen bei der Präparation von Oberflächen für die Bildgebung konsultiert werden.

Die Aufnahmen der Mikrostruktur werden üblicherweise entweder mittels Lichtmikroskopie oder Rasterelektronenmikroskopie (REM) angefertigt. Für präzise Messungen ist es besser, Rasterelektronenmikroskop-Aufnahmen zu verwenden. Selbst bei grobkörnigen Materialien durchschneidet die abgebildete Oberfläche eine beträchtliche Anzahl an Korneckpunkten, sodass ein Anteil an kleinen Schnittlinienlängen entsteht, die nur mit dem Rasterelektronenmikroskop genau gemessen werden können.

Die Messungen der Schnittlinienlängen anhand der angefertigten Aufnahmen können manuell oder halbautomatisch mittels Bildanalyse durchgeführt werden. Automatische Bildanalyse kann in einigen Fällen angewendet werden, wenn die Aufnahmen eine ausreichend grobkörnige Struktur erfassen und ein guter Kontrast erreicht werden kann. Aber bei vielen Materialien, besonders bei denjenigen mit sehr feinen Korngrößen, ist es jedoch schwierig, gute Aufnahmen anzufertigen. Sie sind daher im Allgemeinen für eine automatische Analyse ungeeignet.

Bei ultrafeinen und Nano-strukturierten Materialien ist es besonders schwierig, gute Aufnahmen mit Rasterelektronenmikroskopen mit Wolframdraht als Elektronenquelle anzufertigen. Für diese Materialien wird die Anwendung der Feldemissionsrasterelektronenmikroskopie (FESEM) (en: „Field Emission Scanning Electron Microscope“) empfohlen. Bei diesen Systemen werden Aufnahmen mit einer wesentlich höheren Auflösung angefertigt, die für Messungen an Materialien mit einer mittleren Schnittlinienlänge von etwa 0,1 µm bis 0,2 µm ausreichend sind. Bei Materialien mit noch kleineren Korngrößen kann es erforderlich sein, die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) anzuwenden. Die Probenahme und Präparation von Probekörpern sind allerdings besonders problematisch. Um gute Aufnahmen zu erzielen ist bei diesen Materialien eine sorgfältige Präparation von Probekörpern von entscheidender Bedeutung und häufig ist eine Kombination von Ätzverfahren hilfreich (siehe ISO 4499-1).