

	Sintermetalle, ausgenommen Hartmetalle Metallographische Vorbereitung und Prüfung (ISO/TR 14321 : 1997)	Vornorm DIN V 30995
ICS 77.040.10; 77.160 Sintered metal materials, excluding hardmetals – Metallographic preparation and examination (ISO/TR 14321 : 1997) Matériaux métalliques frittés, à l'exclusion des métaux-durs – Préparation métallographique et examen (ISO/TR 14321 : 1997)	Eine Vornorm ist das Ergebnis einer Normungsarbeit, das wegen bestimmter Vorbehalte zum Inhalt oder wegen des gegenüber einer Norm abweichenden Aufstellungsverfahrens vom DIN noch nicht als Norm herausgegeben wird. Zur vorliegenden Vornorm ist kein Entwurf veröffentlicht worden. Nationales Vowort Der Technische Bericht, ISO/TR 14321 wurde vom ISO/TC 119/SC 3 unter Beteiligung deutscher Fachleute des NWT-PM 3 erarbeitet. Fortsetzung Seite 2 bis 11 Normenausschuß Werkstofftechnologie (NWT) – Pulvermetallurgie – im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.	

Deutsche Übersetzung

Sintermetalle, ausgenommen Hartmetalle Metallographische Vorbereitung und Prüfung

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedskörperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jeder Mitgliedskörperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt.

Die Hauptaufgabe der Technischen Komitees der ISO ist die Erarbeitung Internationaler Normen. In Ausnahmefällen kann ein Technisches Komitee die Veröffentlichung eines Technischen Berichtes nach folgenden Gesichtspunkten vorschlagen:

1. Wenn die erforderliche Unterstützung für die Veröffentlichung als Internationale Norm im Technischen Komitee nach wiederholten Bemühungen nicht erlangt werden kann.
2. Wenn ein Objekt noch in der technischen Entwicklung steht oder wenn aus irgendeinem anderen Grund nicht unmittelbar, jedoch zukünftig die Möglichkeit besteht, eine Zustimmung für eine Internationale Norm zu erhalten.
3. Wenn ein Technisches Komitee Angaben zusammengestellt hat, die sich von jenen unterscheiden, die üblicherweise als Internationale Norm veröffentlicht werden (z. B. "Stand der Technik").

Technische Berichte nach Punkt 1 und Punkt 2 werden innerhalb von 3 Jahren nach der Veröffentlichung überprüft, ob sie für eine Umwandlung in Internationale Normen geeignet sind. Technische Berichte nach Punkt 3 müssen notwendigerweise erst überprüft werden, wenn die darin enthaltenen Angaben als nicht weiterhin gültig oder zweckdienlich angesehen werden.

ISO/TR 14321 ist ein Technischer Bericht nach Punkt 2 und wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 119 "Pulvermetallurgie", Subkomitee SC 3 "Probenahme und Prüfverfahren für Sintermetalle (ausgenommen Hartmetalle)" erstellt.

Einleitung

Die Untersuchung eines mikrographischen Querschnitts von Sintermetall mit einem optischen Mikroskop kann bei der Beurteilung der Porosität und der Mikrostruktur sinnvoll sein. Es werden die gleichen Polier- und Ätztechniken bei der Probenahme und Oberflächenvorbereitung angewendet wie bei der Untersuchung von Feststoffen. Da die meisten Sinterwerkstoffe porös sind, sind dabei spezielle Vorkehrungen zu treffen, um

- eine Beeinflussung der Porengröße und -form zu verhindern, d. h. Zusetzen des Porenraums mit Metall oder Schleifmitteln, Abrundung oder Ausbrechen der Porenränder,
- sicherzustellen, daß die mit dem Mikroskop betrachtete Oberfläche wirklich für das tatsächliche Gefüge und die Mikrostruktur des Werkstoffes repräsentativ ist.

Der vorliegende Technische Bericht befaßt sich deshalb insbesondere mit dem für die sachgemäße Vorbereitung der zu prüfenden Oberfläche empfohlenen Verfahren.

Die herkömmlichen Verfahren für das Ätzen und Überprüfen sind hier nur zur Information wiederholt.

WARNHINWEIS: Der vorliegende Technische Bericht hat nicht den Zweck, eventuelle sicherheitstechnische Probleme anzusprechen, die mit einer Anwendung verbunden sind. Es liegt in der Verantwortlichkeit des Anwenders dieses Technischen Berichtes, geeignete Maßnahmen hinsichtlich Gesundheit und Sicherheit festzulegen und die Gültigkeit von gesetzlichen Einschränkungen vor seiner Anwendung festzustellen.

1 Anwendungsbereich

Dieser Technische Bericht hat den Zweck, die optimalen Verfahren für die Probenahme, das Polieren und Ätzen zur Vorbereitung einer metallographischen Oberfläche zu beschreiben, die bei Betrachtung durch ein optisches Mikroskop eine genaue Wiedergabe des Sintermetallteils darstellt.

Dieser Technische Bericht gilt für alle Sintermetalle, einschließlich derjenigen, die einer Kern- oder Oberflächen-Wärmebehandlung unterzogen wurden. Er gilt nicht für Hartmetalle, für die auf ISO 4505 und ISO 4499 verwiesen werden muß.

Dieser Technische Bericht ist für metallische Werkstoffe mit einem beträchtlichen Anteil nichtmetallischer Elemente anwendbar (z. B. Reibwerkstoffe und Cermet). Die für diese Werkstoffe erforderlichen speziellen Verfahren sind in 4.6.3 angegeben.

ANMERKUNG: Die beschriebenen Verfahren können auch bei der metallographischen Untersuchung von ungesinterten Pulverpreßkörpern angewendet werden. In diesem Fall sollten die Verfahren auf den Werkstoff abgestimmt werden, z. B. Reinigen (Entfernen von Druckschmierstoff), Tränken, Zerlegen oder Abschneiden. Es ist ebenfalls möglich, die Morphologie oder Struktur von losem Preßpulver zu untersuchen (siehe 4.4).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Internationalen Norm waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle normativen Dokumente unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, werden gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der im folgenden genannten Normen angewendet werden können. Die Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 2738 : –¹⁾

Permeable sintered metal materials – Determination of density, oil content and open porosity

ISO 4499 : 1978

Hardmetals – Metallographic determination of porosity and uncombined carbon

ISO 4505 : 1978

Hardmetals – Metallographic determination of porosity and uncombined carbon

ISO 13944 : 1997

Lubricated metallic powder mixes – Determination of lubricant content – Modified Soxhlet extraction method

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die für die Vorbereitung von repräsentativen metallographischen Oberflächen empfohlenen Verfahren basieren auf zwei wesentlichen Anforderungen:

- sie dürfen die Morphologie der Poren nahe der zu prüfenden Oberfläche nicht verändern, d. h. der Flächenanteil der betrachteten Poren muß gleich dem tatsächlichen prozentualen Volumen der Porosität sein und die Poren dürfen nicht mit eingeriebenem Metall zugesetzt sein;
- die Poren dürfen das metallographische Verfahren nicht störend beeinflussen, z. B. durch den Einschluß von Ätzflüssigkeit, Schleifmitteln oder Gleitmitteln.

¹⁾ Wird veröffentlicht. (Überarbeitete Fassung von ISO 2738 : 1987)

Unter den verschiedenen Vorsichtsmaßnahmen, die zur Erfüllung dieser Anforderungen getroffen werden müssen, ist die wichtigste das Tränken der Probe mit einem in Wärme aushärtenden Polymer. Das Tränken ist in der Regel wichtig, wenn durch die metallographische Untersuchung Fehler festgestellt werden sollen, z. B. Risse, Kohäsionsverlust und der Sintergrad, indem die Anzahl der ursprünglichen, noch vorhandenen Teilchengrenzen bewertet wird. Es ist nicht effektiv, wenn die Poren von der Probenoberfläche aus nicht zugänglich sind.

4 Durchführung

4.1 Allgemeines

Die Vielzahl der Mittel und Möglichkeiten zur Vorbereitung von metallographischen Oberflächen sowie die vielen unterschiedlichen Anforderungen und der Einfluß des Prüfpersonals machen es unmöglich, strikte Regeln festzulegen. Die in diesem Prüfverfahren beschriebenen Regeln sind als Empfehlungen und praktische Anleitungen zu betrachten, durch die sichergestellt wird, daß eine repräsentative Oberfläche erzielt wird.

4.2 Probenahme

Die Anzahl der Proben und die zu prüfenden Oberflächenbereiche werden im allgemeinen in den Zeichnungen festgelegt oder zwischen den Beteiligten vereinbart.

Außer in bestimmten Ausnahmefällen wird die Untersuchung an einem Querschnitt des zu prüfenden Teils vorgenommen. Parallel zur Preßrichtung entnommene Abschnitte erleichtern das Auffinden von Preß- und Sinterfehlern (neutrale Achse).

In einem ersten Schritt wird das zu prüfende Teil mit einer Schleifscheibe so abgetrennt, daß eine Veränderung des Metallgefüges durch Erwärmung, Oxidation oder Kaltverfestigung vermieden wird. Die Geschwindigkeit muß etwa 40 m/s (ca. 50 s^{-1}) betragen und das Teil muß ausgiebig mit einer Flüssigkeit besprüht werden, die einen Klarspüler und ein Antioxidationsmittel enthält.

Für die Auswahl von Schleifscheiben sollte auf die Empfehlungen der Schleifscheibenlieferer verwiesen werden.

Es können folgende Schleifscheibenarten verwendet werden:

- für weiche Sinterwerkstoffe, mittelfeinkörnige (SiC) Schleifscheiben mit Gummi- oder Kunstharzbindung;
- für mittelharte oder sehr harte Sintermetalle, Schleifscheiben aus feinkörnigen Aluminiumoxid mit Kunstharzbindung
- langsam laufende Sägen, einschließlich Diamant-Gesteinssägen.

In besonderen Fällen (Mikroteile) können Diamantdrahtschneider verwendet werden.

ANMERKUNG 1: Bei einigen Werkstoffen, die mit der Kühlflüssigkeit reagieren können, wird ein Trockenschnitt oder die Verwendung einer anderen geeigneteren Flüssigkeit empfohlen.

ANMERKUNG 2: Muß ein Bereich nahe der Oberfläche oder das Gefüge des Überzugs des zu prüfenden Teils untersucht werden, dessen Härte sich von der Härte des Kerns sehr unterscheidet, dann wird empfohlen, das Abtrennen erst nach vorherigem Tränken mit Kunststoff (siehe 4.4.1) vorzunehmen. Es kann auch eine Schicht eines Überzugs zwischen elektrolytischer Auflage und Kernwerkstoff untersucht werden.

4.3 Reinigen der Proben vor dem Tränken

Nach dem Abtrennen unter Wasser oder Flüssigkeit ist das Teil normalerweise mit Wasser und Zusatzstoffen gesättigt. Das Teil kann auch Öl und andere organische Stoffe aus vorherigen Behandlungen enthalten. Die organischen Stoffe werden als nächstes entfernt. Das Reinigen der Probe muß durch Extraktion mit einem Soxhlet-Apparat und einem geeigneten Lösungsmittel (Azeton, Toluol oder Chlorkohlenwasserstoff) nach ISO 13944 erfolgen. Die Lösungsmittel dürfen keine Komponenten der Mikrostruktur angreifen. Anschließend wird die Probe getrocknet.