DEUTSCHE NORM **Entwurf** **Oktober 2015**

DIN EN ISO 13383-1

DIN

ICS 81.060.30

Einsprüche bis 2015-11-18
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 623-3:2003-01

Entwurf

Hochleistungskeramik – Mikrostrukturelle Charakterisierung – Teil 1: Bestimmung der Korngröße und der Korngrößenverteilung (ISO 13383-1:2012); Deutsche und Englische Fassung FprEN ISO 13383-1:2015

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –
Microstructural characterization –
Part 1: Determination of grain size and size distribution (ISO 13383-1:2012);
German and English version FprEN ISO 13383-1:2015

Céramiques techniques –
Caractérisation microstructurale –
Partie 1: Détermination de la grosseur du grain et de la distribution granulométrique (ISO 13383-1:2012);
Version allemande et anglaise FprEN ISO 13383-1:2015

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-09-18 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 55 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

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 FprEN ISO 13383-1:2015 durch das Technische Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ übernommen, dessen Sekretariat von DIN 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).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der FprEN ISO 13383-1 beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

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) Übernahme der ISO 13383-1:2012.

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*

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

— *Entwurf* —

CEN/TC 184

Datum: 2015-09

FprEN ISO 13383-1:2015

CEN/TC 184

Sekretariat: DIN

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

Céramiques techniques — Caractérisation microstructurale — Partie 1 : Détermination de la grosseur du grain et de la distribution granulométrique (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)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: einstufiges Annahmeverfahren
Dokument-Sprache: D
STD Version 2.5a

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort 3

1 Anwendungsbereich 4

2 Normative Verweisungen 4

3 Begriffe 4

4 Bedeutung und Anwendung 6

5 Prüfeinrichtung 7
5.1 Einrichtung zur Herstellung des Probenquerschnitts 7
5.2 Probenhalterung 7
5.3 Schleif- und Poliereinrichtung 7
5.4 Ätzanlage 7
5.5 Mikroskop 7
5.6 Kalibriertes Lineal oder kalibrierter Maßstab 7
5.7 Kreisschablone 8

6 Probenvorbereitung 8
6.1 Probenahme 8
6.2 Schneiden 8
6.3 Befestigen der Probe in der Halterung 8
6.4 Schleifen und Polieren 8
6.5 Ätzen 9

7 Mikrophotographie 9
7.1 Allgemeines 9
7.2 Lichtmikroskopie 9
7.3 Rasterelektronenmikroskopie 9
7.4 Kalibrierung der Mikrogefügeaufnahmen 10

8 Ausmessen der Mikrogefügeaufnahmen 10
8.1 Allgemeines 10
8.2 Verfahren A1 11
8.3 Verfahren A2 12
8.4 Verfahren B 12
8.5 Anwendung der automatischen oder halbautomatischen Bildanalyse bei Verfahren A und Verfahren B 13

9 Auswertung 13
9.1 Verfahren A1 13
9.2 Verfahren A2 14
9.3 Verfahren B 14

10 Störungen und Unsicherheiten 15

11 Prüfbericht 15

Anhang A (informativ) Schleif- und Polierverfahren 17

Anhang B (informativ) Ätzverfahren 19

Anhang C (informativ) Einstellen der Köhlerschen Beleuchtung am Lichtmikroskop 21

Anhang D (informativ) Verifizierung des Verfahrens A1 durch einen Ringversuch 22

Anhang E (informativ) Verifizierung des Verfahrens B durch einen Ringversuch 23

Anhang F (informativ) Bestimmung der Korngrößenverteilung 24

Anhang G (informativ) Ergebnisblatt: Korngröße nach ISO 13383-1 25

Literaturhinweise 26

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

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 FprEN ISO 13383-1:2015 durch das Technische Komitee CEN/TC 184 „Hochleistungskeramik“ übernommen, dessen Sekretariat vom DIN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zum einstufigen Annahmeverfahren vorgelegt.

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*

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 13383-1:2012 wurde vom CEN als FprEN ISO 13383-1:2015 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

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

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

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

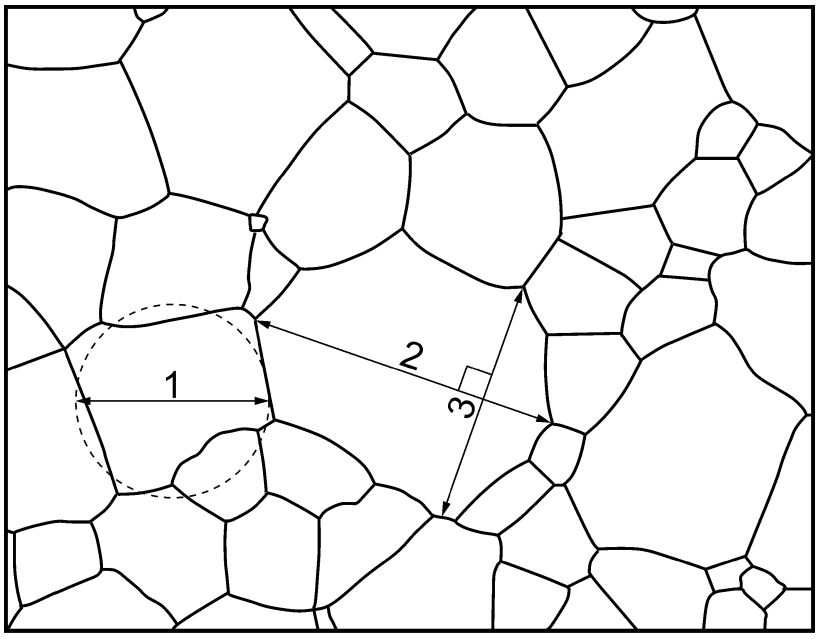
Siehe Bild 1.

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 $d_{ci,\ perp}$ senkrecht zu 2

Bild 1 — Kreisäquivalentdurchmesser und Definition des Seitenverhältnisses eines Korns

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

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 Die Literaturhinweise verweisen auf Quellenangaben, die sich mit der Stereometrie 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. 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, dass die Anzahl der Schnittpunkte mit Korngrenzen ausgezählt 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 jedoch vernachlässigt werden.

Das Verfahren B, das Verfahren zur Bestimmung des mittleren Kreisäquivalentdurchmessers, bietet eine alternative Verfahrensweise, die darauf beruht, dass der Radius eines Kreises ermittelt wird, der der Grenze des Korns annähernd entspricht. Diese Messung ergibt normalerweise einen Wert, der etwas größer als der mit dem Linienschnittverfahren bestimmte Wert ist, weil er auf der Fläche und nicht auf zufälligen Schnittlängen beruht. Das Verfahren darf außerdem zur Messung des Seitenverhältnisses der Körner angewendet werden und ist daher bei Mikrogefügen mit gestreckten Körnern besser geeignet.

ANMERKUNG Das Verfahren wurde JIS R1670 [1] entnommen.

Bei einem Werkstoffgefüge mit einer Vorzugsausrichtung der Primär- oder Sekundärphasen kann es vorkommen, dass die Ergebnisse dieser Messung möglicherweise nicht die wahre Beschaffenheit des Werkstoffes 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. Das Verfahren B kann besser geeignet sein.

Dieser Teil von ISO 13383 gilt nicht für Verfahren, bei denen zur Bestimmung der mittleren Korngröße durch Auszählen eine kalibrierte Bewegung des Mikroskop-Objekttisches oder eine Projektion auf einen Bildschirm und eine visuelle Auswertung erfolgt. Das letztere 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.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

Falls die automatische oder halbautomatische Bildanalyse (AIA) anzuwenden ist, muss beachtet werden, dass unterschiedliche AIA-Systeme Messungen auf unterschiedliche Weise ermöglichen, meist pixelbasierte Auszählung. Um entsprechende Ergebnisse wie bei den in diesem Teil von ISO 13383 beschriebenen manuellen Verfahren zu erreichen, muss das AIA-System wie beim manuellen Verfahren 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 Prüfeinrichtung

5.1 Einrichtung zur Herstellung des Probenquerschnitts

Eine geeignete Säge mit feinkörniger Diamant-Trennscheibe und einer Flüssigkeitskühlung oder eine andere Einrichtung zur Herstellung des für die Untersuchung vorgesehenen Ausgangsquerschnitts.

ANMERKUNG Empfohlen wird Diamantschleifkorn der Größe 125 µm bis 150 µm, in ISO 6106 [2] mit D151 bezeichnet.

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 Diamantschleifmittel verwendet.

ANMERKUNG Anhang A enthält Empfehlungen zu geeignete Techniken und Schleifmitteln.

5.4 Ätzanlage

Geeignete Ätzanlage, um in dem zu untersuchenden Werkstoff die Korngrenzen durch Ätzen sichtbar zu machen.

ANMERKUNG Anhang B enthält einige Hinweise zu Ätzverfahren.

5.5 Mikroskop

Entweder Lichtmikroskop oder Rasterelektronenmikroskop mit Einrichtungen zum Anfertigen von mikrophotographischen Aufnahmen. Zur Bestimmung der Vergrößerung eines Lichtmikroskops wird ein quadratisches Bezugsnetz und zur Kalibrierung der Vergrößerung eines Rasterelektronenmikroskops werden Latexkügelchen benötigt. In allen Fällen muss die Kalibrierung der Maße der Bezugseinrichtungen auf nationale oder internationale Normen der Längenmessung rückführbar sein.

Zur Überwachung der beim Polieren erreichten Oberflächengüte wird außerdem ein Lichtmikroskop benötigt (siehe 6.4).

5.6 Kalibriertes Lineal oder kalibrierter Maßstab

Ein kalibriertes Lineal oder ein kalibrierter Maßstab, ablesbar auf Werte kleiner als 0,5 mm und mit Fehlergrenzen kleiner als 0,5 %.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

5.7 Kreisschablone

Bei Verfahren B eine Schablone mit ausgeschnittenen Kreisen, deren Durchmesser um jeweils 1 mm zunimmt oder ein Transparentpapier, auf das Kreise aufgezeichnet sind, deren Durchmesser um jeweils 1 mm zunimmt. Die Linienstärke auf einem Transparentpapier darf 0,2 mm nicht überschreiten.

6 Probenvorbereitung

6.1 Probenahme

Die Proben müssen entsprechend den Vereinbarungen zwischen den beteiligten Vertragspartnern entnommen werden.

ANMERKUNG Hinweise können EN 1006 (siehe Literaturhinweis [3]) entnommen werden. In Abhängigkeit vom Zweck der Messung ist es wünschenswert, dass während der Prüfung vollständige Kenntnis über die Positionen innerhalb der Komponenten oder Proben, von denen Querschnitte hergestellt werden, besteht.

6.2 Schneiden

Die Probe muss mit der Einrichtung zur Herstellung des Probenquerschnitts (siehe 5.1) so geschnitten werden, dass der erforderliche Probenquerschnitt erzeugt wird.

ANMERKUNG Für die Routineprüfung von Werkstoffen reicht üblicherweise für den zu polierenden Querschnitt eine kleine Fläche mit einer Kantenlänge von höchstens 10 mm aus.

6.3 Befestigen der Probe in der Halterung

Die Probe wird mit einem geeigneten Einbettungsmittel befestigt. Sofern damit zu rechnen ist, dass der Keramikwerkstoff in einigen Bereichen einen signifikanten Anteil offener Poren aufweist (siehe Abschnitt 1), ist es ratsam, die Probe vor dem Einbetten mit dem flüssigen Einbettungsharz im Vakuum zu imprägnieren, weil dadurch eine zusätzliche Stützung während des Polierens erreicht wird.

ANMERKUNG Das Einbetten der Probe ist nicht unbedingt erforderlich. Die Probe kann beispielsweise auch in einer Metallhalterung befestigt werden. Das Einbetten in einem Medium auf Polymerbasis erleichtert jedoch die Befestigung und Handhabung, besonders bei kleinen, unregelmäßig geformten Proben sowie bei spröden Proben mit geringer Festigkeit. Das Befestigungsverfahren sollte unter Berücksichtigung des anzuwendenden Ätzverfahrens ausgewählt werden; siehe Anhang B.

6.4 Schleifen und Polieren

Die Oberfläche der Probe wird geschliffen und poliert. Es ist sorgfältig vorzugehen, um sicherzustellen, dass beim Schleifen eine ebene Oberfläche mit möglichst geringer Beschädigung erreicht wird. Nacheinander werden immer kleinere Schleifkörnungen verwendet, so dass in jeder Bearbeitungsstufe die Schleifspuren der vorangehenden Stufe entfernt werden, bis ein einheitliches Aussehen beim Betrachten im Lichtmikroskop (siehe 5.5) mit starker Vergrößerung erreicht wird. Die nach Abschluss des Schleifens/Polierens erzielte Oberfläche muss frei von optisch sichtbaren Kratzern oder anderen durch das Polieren verursachten Beschädigungen sein, die bei der Bestimmung stören würden.

ANMERKUNG Die Reihenfolge der Schleifkörnungen und der Läppscheiben sollte sorgfältig ausgewählt werden. Im Rahmen dieses Teils von ISO 13383 ist es nicht möglich, spezifische Empfehlungen für alle Arten von Schleif- und Poliermitteln zu geben. Generell ist darauf zu achten, Beschädigungen unter der Oberfläche zu minimieren und durch progressiv feinere Schleifkörnungen zu beseitigen, wobei die Ebenheit der Oberfläche beibehalten wird. Einige Hinweise zum Schleifen und Polieren werden in Anhang A gegeben.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

6.5 Ätzen

Nachdem eine Oberfläche mit guter Qualität erreicht wurde, muss die Probe bei Bedarf geätzt werden, um die Korngrenzen sichtbar zu machen. Auf Vereinbarung zwischen den Vertragspartnern muss ein für die Klasse des Keramikwerkstoffes geeignetes Verfahren angewendet werden. Intensives Ätzen muss vermieden werden.

ANMERKUNG Anhang B enthält einige allgemeine Hinweise mit Empfehlungen zu Ätzverfahren für verschiedene handelsüblich verfügbare Hochleistungskeramikwerkstoffe.

7 Mikrophotographie

7.1 Allgemeines

Lichtmikroskopie oder Rasterelektronenmikroskopie dürfen angewendet werden, wobei die Rasterelektronenmikroskopie erforderlich ist, wenn das Korngefüge des zu prüfenden Werkstoffes mit dem Lichtmikroskop nicht ausreichend aufzulösen ist, entsprechend den Anforderungen an die kleinsten beobachteten Korngrößen oder Sekundärphasen in den gefertigten Aufnahmen.

ANMERKUNG Die Rasterelektronenmikroskopie sollte angewendet werden, wenn die mittlere, aus der Schnittlinienlänge bestimmte Korngröße der Hauptphase bei Verfahren A1 üblicherweise weniger als 2 µm oder bei Verfahren A2 und Verfahren B weniger als etwa 4 µm beträgt.

7.2 Lichtmikroskopie

Im Mikroskop wird eine Beleuchtungsanordnung nach Köhler angewendet.

ANMERKUNG 1 Anhang C enthält Hinweise zur Beleuchtungsanordnung nach Köhler.

Die Probe wird bei einer Vergrößerung untersucht, die ausreicht, um die einzelnen Körner eindeutig aufzulösen. Bei unzureichendem Kontrast, z. B. bei weißen oder durchscheinenden Werkstoffen, wird eine geeignete dünne metallische Beschichtung aufgedampft oder aufgesputtert. Von mindestens drei unterschiedlichen Bereichen der Probenoberfläche werden Mikrogefügeaufnahmen angefertigt.

ANMERKUNG 2 Ein wichtiger Aspekt bei der Wahl der Fläche ist, dass sie zufällig und repräsentativ für den Probenwerkstoff sein sollte. Je nach Zweck der Untersuchung sollte zwischen den Vertragspartnern vereinbart werden, ob es wichtiger ist, mehrere Aufnahmen einer einzelnen polierten Probe oder individuelle Aufnahmen von mehreren Proben einer Charge anzufertigen. Erscheint der Werkstoff außerdem inhomogen oder weist eine breite Korngrößenverteilung auf, kann es von Vorteil sein, mehrere Flächen weniger intensiv zu untersuchen als bei sehr gleichmäßigen Mikrogefügen.

Bei Verfahren A sollte als Richtlinie für die Vergrößerung gelten, dass die mittlere Größe jedes einzelnen Korns im Allgemeinen mindestens 2 mm und vorzugsweise mindestens 3 mm groß erscheint. Bei Verfahren B sollte die typische Größe der diskreten Phasenflächen oder Poren mindestens 5 mm große erscheinen. Erscheinen die Körner oder Phasenbereiche kleiner als angegeben, wird eine stärkere Vergrößerung eingestellt, bei der neue Mikrogefügeaufnahmen angefertigt werden. Ausgedruckte Mikrogefügeaufnahmen sollten üblicherweise 100 mm × 75 mm groß sein, wobei es vorteilhaft sein kann, diese später zu vergrößern, um die Auswertung zu erleichtern.

7.3 Rasterelektronenmikroskopie

Die Probe wird in der Probenhalterung des Mikroskops befestigt. Falls die Probe elektrisch nicht leitend ist, wird eine dünne leitfähige Beschichtung aufgedampft oder aufgesputtert. Die Probe wird so in das Mikroskop eingesetzt, dass die zu untersuchende Oberfläche senkrecht zum Elektronenstrahl mit Abweichungen von höchstens 5° angeordnet ist.

ANMERKUNG 1 Dadurch wird sichergestellt, dass bei unterschiedlichen Blickwinkeln keine übermäßige Bildverzerrung oder Fokusverlust auftritt.

Mit einer geeigneten Vergrößerung (siehe 7.2) werden von mindestens drei verschiedenen Bereichen der Probe Mikrogefügeaufnahmen angefertigt, wobei die gleichen Hinweise wie für lichtmikroskopische Aufnahmen gelten.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

ANMERKUNG 2 Das Aussehen der Mikrogefügeaufnahmen kann in Abhängigkeit von der verwendeten Beschleunigungsspannung variieren. Zur Verbesserung des Kontrasts können Spannungen von weniger als 15 kV vorteilhaft sein.

7.4 Kalibrierung der Mikrogefügeaufnahmen

7.4.1 Lichtmikroskopie

Bei der Lichtmikroskopie wird, sofern nicht bereits durchgeführt, zur Kalibrierung der Vergrößerung eine Mikrogefügeaufnahme der Bezugsstrichplatte bei derselben Vergrößerung wie bei den Mikrogefügeaufnahmen angefertigt. Die Größe der Abstände der auf der Mikrogefügeaufnahme dargestellten Strichplatte wird gemessen und zur Berechnung der Vergrößerung verwendet.

7.4.2 Rasterelektronenmikroskopie

Zur Kalibrierung der lateralen (in X-Richtung) und vertikalen (in Y-Richtung) Vergrößerung der rasterelektronenmikroskopischen Mikrogefügeaufnahmen werden entsprechende Abbildungen einer Bezugsstrichplatte, eines Bezugsnetzes oder kalibrierter Kügelchen bei gleicher Betriebsspannung und gleicher Arbeitshöhe des Mikroskoptisches wie beim Anfertigen der Mikrogefügeaufnahmen angefertigt.

ANMERKUNG Die Vergrößerung des Bildschirms oder Bilderfassungssystems des Mikroskops ist möglicherweise nicht an allen Punkten konstant. Ein quadratisches Netz liefert ein geeignetes Bezugsmuster zur Bewertung des Grades der Bildschirmverzeichnung, da die Deformationen eines Netzes leicht zu erkennen sind. Wenn im gesamten Sichtfeld eine gleichmäßige Bildverzeichnung auftritt, d. h. erscheinen die laterale (in X-Richtung) und vertikale (in Y-Richtung) Vergrößerung zwar unterschiedlich, aber konstant, können beim Ausmessen der Mikrogefügeaufnahmen Korrektionen angewendet werden. Die effektive Vergrößerung jeder Messlinie (siehe 8.2) kann durch Angabe ihres Winkels zur Horizontalen auf den Mikrogefügeaufnahmen und durch die Anwendung einer Winkelkorrektion auf die Vergrößerung in X-Richtung errechnet werden. Dieses Verfahren darf nur nach entsprechender Vereinbarung zwischen den Vertragspartnern angewendet werden, und muss im Prüfbericht angegeben werden (siehe Abschnitt 11).

Zur Berechnung der lateralen (in X-Richtung) und vertikalen (in Y-Richtung) Vergrößerung wird dasselbe Verfahren wie bei lichtmikroskopischen Mikrogefügeaufnahmen angewendet (siehe 7.4.1). Falls zum Kalibrieren Kügelchen verwendet wurden, werden die horizontalen und vertikalen Maße von mindestens sechs Kügelchen gemessen und die entsprechenden Mittelwerte berechnet. Falls sich die errechnete vertikale und horizontale Vergrößerung um mehr als 5 % unterscheiden oder individuell auf unterschiedlichen Bildschirmbereichen um mehr als 5 % schwanken, ist die Bildverzeichnung für die Zwecke dieses Teils von ISO 13383 nicht zulässig.

8 Ausmessen der Mikrogefügeaufnahmen

8.1 Allgemeines

Die Mikrogefügeaufnahmen werden untersucht. Wenn sie überwiegend nur eine Phase und weniger als 5 % einer Sekundärphase aufweisen, wird Verfahren A1 oder Verfahren B angewendet. Weisen sie eine Sekundärphase von mindestens 5 % auf, die kontinuierlich oder in Form einzelner Körner auftreten kann, wird anstelle des Verfahrens A1 alternativ das Verfahren A2 angewendet. Falls zusätzlich die Bestimmung der Korngrößenverteilung erforderlich ist, wird Verfahren A2 oder Verfahren B angewendet.

Je nachdem, welches Verfahren angewendet wird, hängt das Vertrauen bei der Bestimmung der mittleren Korngröße von der Verteilung der offensichtlichen Korngrößen und der Anzahl der unabhängig gemessenen Korngrößen ab. Bei einem einphasigen Keramikwerkstoff mit sichtbarer gleichmäßiger und isotroper Größe und Form der Körner, wird das Auszählen von insgesamt etwa 100 Körnern oder Kornschnittstellen auf allen Mikrogefügeaufnahmen eine mittlere Korngröße innerhalb von $\pm$ 10 % des wahren Mittelwertes ergeben. Bei Keramikwerkstoffen, die dieses Kriterium nicht erfüllen, muss im Allgemeinen eine größere Anzahl von Körnern oder Kornschnittstellen ausgezählt werden, um dieses Vertrauensniveau zu erreichen. Falls eine genauere Schätzung erforderlich ist, muss eine größere Anzahl von Körnern oder Kornschnittstellen ausgezählt werden.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

Bei Routineuntersuchungen zur Qualitätskontrolle an einem Werkstoff mit gleichmäßiger Körnung, die nachweislich konsistent ist, kann das Auszählen von insgesamt etwa 100 Körnern in drei repräsentativen Bereichen ausreichend sein. Bei einem Werkstoff mit anfänglich unbekanntem Mikrogefüge, mehreren Phasen, bevorzugter Kornorientierung oder breiter Korngrößenverteilung können insgesamt üblicherweise 300 Körner, vielleicht auch 500 Körner, erforderlich sein.

ANMERKUNG 1 Bei einigen Anwendungen kann es wichtiger sein, eine große Anzahl von Proben oder Bereichen in einem Prüfstück des zu prüfenden Werkstoffes systematisch zu prüfen als auf mindestens drei willkürlich gewählte Bereiche zu fokussieren.

ANMERKUNG 2 Falls ungewiss ist, ob ausreichend viele Körner oder Kornschnittstellen ausgezählt wurden, sollte mit fortschreitender Auszählung ein „kumulierter gleitender Mittelwert“ der Korngröße berechnet werden. Das Auftragen des kumulierten gleitenden Mittelwertes über der Anzahl von Körnern oder Kornschnittstellen liefert einen sichtbaren Entwicklungsfortschritt zu einem stabilen Endergebnis innerhalb des für die Schätzung erforderlichen Unsicherheitsbereiches.

Verfahren A1 (siehe 8.2), Verfahren A2 (siehe 8.3) und Verfahren B (siehe 8.4) sind für manuelles Ausmessen ausgedruckter Mikrogefügeaufnahmen des als „unbekannt“ behandelten Werkstoffes vorgesehen und erfordern Vorsichtsmaßnahmen bei der Messung. Zusätzliche Faktoren bei der Anwendung halbautomatischer oder vollautomatischer Bildanalysesysteme sind in 8.5 beschrieben. Die für Verfahren A1 und Verfahren A2 genannte Anforderung von mindestens fünf eingezeichneten Linien in zufälliger Anordnung darf begründet gelockert werden, wenn der Werkstoff bekanntermaßen ein gleichmäßiges, isotropes und konsistentes Mikrogefüge aufweist. Ebenso darf die Gesamtanzahl der ausgezählten Körner oder Kornschnittstellen verringert werden; allerdings dürfen auf keinen Fall weniger als 100 Merkmale ausgezählt werden (mindestens 30 je Mikrogefügeaufnahme).

8.2 Verfahren A1

Außer in begründeten Ausnahmefällen werden mindestens fünf dünne, gerade Messlinien in zufälliger Anordnung und Ausrichtung so auf jeder Mikrogefügeaufnahme eingezeichnet, dass sie insgesamt mindestens 100 Körner, vorzugsweise bis zu 300 Körner, auf mindestens drei Mikrogefügeaufnahmen schneiden.

ANMERKUNG 1 Auf einer Mikrogefügeaufnahme in der üblichen Größe von 100 mm × 75 mm, die Körner mit einer mittleren Größe von 3 mm aufweist und den Anforderungen nach 7.1 entspricht, ergeben fünf Linien mit einer Länge von 75 mm eine für dieses Prüfverfahren ausreichende Anzahl von Kornschnittstellen.

ANMERKUNG 2 Die zufällige Anordnung der Linien stellt sicher, dass der Einfluss von Texturierung, lokal oder generell, minimiert wird.

Zunächst wird mit dem kalibrierten Lineal oder Maßstab (siehe 5.6) die Länge jeder Messlinie auf 0,5 mm gemessen und die Gesamtlänge der Messlinien $L(t)$ berechnet. Anschließend wird die Anzahl $N(i)$ der Schnittpunkte der Messlinien mit den Korngrenzen ausgezählt. Schneidet die Linie den Berührungspunkt von drei Körnern, werden 1,5 Schnittpunkte gezählt. Schneidet die Linie eine große Pore, eine breite Korngrenze oder eine Sekundärphase, entweder diskret oder kontinuierlich, wird das als ein Schnittpunkt gezählt. Die Gesamtlänge $L(p)$ der geraden Messlinie, die große Poren schneidet, wird gemessen. Verläuft eine Messlinie entlang einer Korngrenze, wird das als ein Schnittpunkt gezählt.

Alternativ werden mit einem Zirkel auf jeder Mikrogefügeaufnahme mindestens drei Kreise mit zufällig angeordneten Mittelpunkten eingezeichnet, deren Durchmesser mindestens dem 10fachen der erwarteten mittleren Korngröße entsprechen. Mit dem kalibrierten Lineal oder Maßstab (siehe 5.5) werden die Kreisdurchmesser d auf 0,5 mm gemessen und die Summe ihrer Umfangslängen $L(t)$ wird berechnet. Die Anzahl $N(i)$ der Schnittpunkte jedes Kreises mit den Korngrenzen wird ausgezählt. Fällt der Schnittpunkt mit dem Berührungspunkt von drei Körnern zusammen, wird das als 1,5 Schnittpunkte gezählt. Schneidet die Linie eine große Pore, eine breite Korngrenze oder eine Sekundärphase, entweder diskret oder kontinuierlich, wird das als ein Schnittpunkt gezählt. Die Bogenlänge $L(p)$ der kreisförmigen Messlinie, die große Poren schneidet, wird näherungsweise gemessen.

ANMERKUNG 3 Für die Zwecke dieses Teils von ISO 13383 wird eine große Pore als eine an den Korngrenzen befindliche Pore definiert. Kleine Poren im Inneren der Körner sollten vernachlässigt werden.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

8.3 Verfahren A2

Außer in begründeten Ausnahmefällen werden mindestens fünf gerade Messlinien in zufälliger Anordnung und Ausrichtung so auf jeder Mikrogefügeaufnahme eingezeichnet, dass insgesamt mindestens 100, vorzugsweise bis zu 300 diskrete Bereiche oder Poren des zu untersuchenden Typs geschnitten werden. Körner, die den Rand der Mikrogefügeaufnahme berühren, werden vernachlässigt. Der Abstand L_i zwischen den Korngrenzenschnittstellen quer über jeden Phasenbereich oder über jede Pore wird, bei Bedarf unter Einsatz einer Sehhilfe, mit dem kalibrierten Lineal oder Maßstab (siehe 5.6) gemessen. Die Gesamtanzahl $N(g)$ der gemessenen Phasenbereiche oder Poren wird ausgezählt.

8.4 Verfahren B

Die Schablone oder das Transparentpapier wird nacheinander auf jede Mikrogefügeaufnahme gelegt. Für jedes ganze Korn in der Mikrogefügeaufnahme (d. h. Körner, die den Rand der Aufnahme schneiden, werden vernachlässigt) wird der Kreis bestimmt, der der Korngrenze am ehesten entspricht unter Verwendung des sichtbaren Kriteriums, dass etwa gleichgroße Flächen im Inneren des Korns und außerhalb des Korns liegen sollten (siehe Bild 2). Der Kreisdurchmesser wird aufgezeichnet. Auf den Mikrogefügeaufnahmen müssen alle ganzen Körner ausgemessen werden. Es müssen mindestens 100 Körner, vorzugsweise bis zu 300 Körner, ausgemessen werden.

Falls das Seitenverhältnis der Körner ausgemessen werden soll, wird dasselbe Verfahren angewendet, allerdings werden bei jedem Korn die Kreise auf den längsten Korndurchmesser (Feretdurchmesser) und auf den maximalen Korndurchmesser senkrecht zum längsten Korndurchmesser (siehe Bild 1) angepasst. Diese Durchmesser werden aufgezeichnet. Alternativ darf ein kalibriertes Lineal verwendet werden.

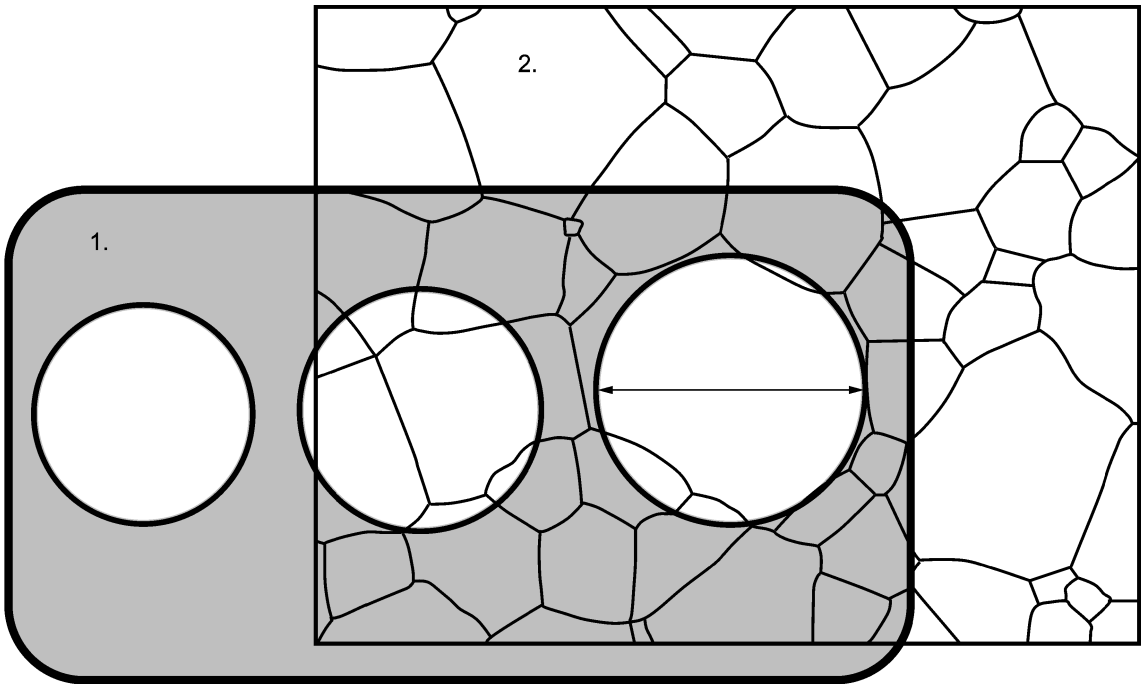


Bild 2 — Verwendung einer Schablone (1), die auf eine Mikrogefügeaufnahme (2) gelegt und visuell an das ausgewählte auszumessende Korn angepasst wird

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

8.5 Anwendung der automatischen oder halbautomatischen Bildanalyse bei Verfahren A und Verfahren B

Soll ein automatischer oder halbautomatischer Bildanalysator zum Ausmessen der Mikrogefügeaufnahmen oder der Bildschirmdarstellungen verwendet werden, müssen folgende Punkte beachtet werden, damit die Ergebnisse mit dem in diesem Teil von ISO 13383 beschriebenen manuellen Verfahren vergleichbar sind:

a) der Kontrastunterschied an den Korngrenzen muss für das Nachweissystem ausreichend sein, um diese als solche zu erkennen. Falls für die Aufnahme besser sichtbare Korngrenzen erforderlich sind, sollten die Einstellungen manuell anstatt mittels der Gerätesoftware so lange verändert werden, bis gesichert ist, dass mit der Softwaremethode vergleichbare Ergebnisse erreicht werden;

b) bei den Verfahren A1 und A2 sollte die Aufnahme in mindestens fünf zufällig ausgewählten Richtungen abgetastet werden, was entweder mittels entsprechender Software oder durch Drehen der Aufnahme in zufällige Richtungen und Abtasten der horizontalen Linien erreicht werden kann. Das Abtasten der Probe in nur eine Richtung ist im Allgemeinen nicht zulässig, weil dadurch keine Anisotropie erfasst wird, außer, eine Untersuchung rechtfertigt das;

c) die Vorgangsweise der Äquivalentbildanalyse bei Verfahren B dient dazu, mit Pixelzählen einzelne Kornbereiche auszumessen, die den Rand der Mikrogefügeaufnahmen nicht schneiden, und anschließend einzelne Kreisäquivalentdurchmesser zu errechnen. Es ist sorgfältig darauf zu achten, dass bei allen Körnern und schmalen Korngrenzen gleichmäßiger Kontrast sichergestellt ist, weil ansonsten die Korngröße unterschätzt wird;

d) der Bildanalysator muss für die Vergrößerung unter Verwendung von Mikrogefügeaufnahmen oder Abbildungen eines Gitters oder Netzes kalibriert werden, wie bei den manuellen Verfahren;

e) das Berechnungsprogramm der Software muss auf die gleiche Weise wie das manuelle Verfahren funktionieren, damit keine großen Poren in die Auszählung einbezogen werden;

f) der Prüfbericht muss eine vollständige Dokumentation des angewendeten Verfahrens enthalten.

ANMERKUNG Werden diese Punkte nicht eingehalten, können die Ergebnisse merklich von denen des manuellen Verfahrens abweichen.

9 Auswertung

9.1 Verfahren A1

Sowohl bei geraden als auch kreisförmigen Messlinien wird die mittlere Schnittlinienlänge g_{mli}, angegeben in Mikrometer, für jede Mikrogefügeaufnahme nach folgender Gleichung berechnet:

$$g_{\mathrm{mli}} = \frac{\left[L(t) - L(p) \times 10^3\right]}{N(i) \times m} \qquad (1)$$

Dabei ist

$L(t)$ die Gesamtlänge der geraden Messlinien, in Millimeter; bei kreisförmigen Messlinien die Summe der Kreisumfänge, in mm;

$L(p)$ die Gesamtlänge, auf der die Messlinien große Poren oder Einschlüsse schneiden, in mm;

$N(i)$ die Anzahl der auf jeder Mikrogefügeaufnahme ausgezählten Schnittpunkte;

m die kalibrierte Vergrößerung der Mikrogefügeaufnahme.

Aus den für jede einzelne Mikrogefügeaufnahme bestimmten Werten wird der Mittelwert von g_{mli} berechnet.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

9.2 Verfahren A2

Für jeden diskreten Phasenbereich oder für jede diskrete Pore wird die mittlere Schnittlinienlänge g_{mli}, in Mikrometer, nach folgender Gleichung berechnet:

$$g_{mli} = \frac{\left[\sum L_i \times 10^3\right]}{N(g) \times m} \quad (2)$$

Dabei ist

L_i die i-te individuelle Schnittlinienlänge, in mm;

Σ das Summenzeichen;

$N(g)$ die Anzahl der ausgezählten diskreten Phasenbereiche oder Poren;

m die kalibrierte Vergrößerung der Mikrogefügeaufnahme.

Gegebenenfalls wird eine Schnittliniengrößenverteilung erstellt.

ANMERKUNG In Anhang F ist ein geeignetes Verfahren angegeben.

9.3 Verfahren B

Der mittlere Äquivalentkorndurchmesser g_{ecd}, in Mikrometer, wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$g_{ecd} = \frac{\left[\sum d_{ci} \times 10^3\right]}{N(d) \times m} \quad (3)$$

Dabei ist

d_{ci} der Äquivalentdurchmesser des i-ten Korns, in mm;

Σ das Summenzeichen;

$N(d)$ die Anzahl der ausgemessenen Körner;

m die kalibrierte Vergrößerung der Mikrogefügeaufnahme.

Falls das mittlere Seitenverhältnis der Körner bestimmt werden soll, wird das mittlere Seitenverhältnis R nach folgender Gleichung berechnet:

$$R = \frac{\left[\sum R_i\right] \times 10^3}{N(d)} \quad (4)$$

Dabei ist

R_i das Seitenverhältnis des i-ten Korns, bestimmt als $d_{ci,\,max}/d_{ci,\,perp}$;

$d_{ci,\,max}$ die maximale Kornlänge (Feretlänge), in mm;

$d_{ci,\,perp}$ die maximale Korngröße senkrecht zur maximalen Kornlänge (Feretlänge), in mm.

Gegebenenfalls wird eine Kreisäquivalentdurchmesserverteilung erstellt.

ANMERKUNG In Anhang F ist ein geeignetes Verfahren angegeben.

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10

10 Störungen und Unsicherheiten

Die Beschaffenheit des Mikrogefüges der Probe kann das mit dieser Prüfung erzielte Ergebnis beeinflussen, besonders in Fällen mit einer breiten Korngrößenverteilung (z. B. bei einer bimodalen Verteilung) oder wenn es schwierig ist, ein geeignetes Ätzverfahren zum Hervorheben der Korngrenzen zu finden.

Bei Verfahren A1 wird vorausgesetzt, dass der Anteil der kontinuierlichen Sekundärphase im Vergleich zu der/den kristallinen Hauptphase(n) klein ist. Mit zunehmender Breite der Sekundärphase zwischen den Körnern der Hauptphase wird die wahre mittlere Korngröße in wachsendem Maße überschätzt, und es sollte vorzugsweise Verfahren A2 angewendet werden. Bei Verfahren A2 wird außerdem vorausgesetzt, dass der Gesamtanteil an kleinen Poren vernachlässigbar ist.

Als Hauptursache für Unsicherheiten dieses Verfahrens werden zufällige Fehler angesehen, die sich durch die Auswahl der Probenbereiche, von denen Mikrogefügeaufnahmen angefertigt werden, sowie durch die Anordnung der geraden oder kreisförmigen Messlinien auf den Mikrogefügeaufnahmen ergeben. Ersteres hängt von der Homogenität des Mikrogefüges der Probe ab und letzteres von subjektiven Elementen bei der Auswahl der Lage der geraden oder kreisförmigen Messlinien.

Unsicherheiten, die sich aus der Vergrößerung und Auszählung ergeben, werden unter der Voraussetzung als vernachlässigbar betrachtet, dass der in diesem Teil von ISO 13383 beschriebene Ablauf eingehalten wird.

ANMERKUNG 1 Mit einem internationalen Ringversuch wurden die potenziellen Ursachen der Streuung bei Messungen nach Verfahren A1 nachgewiesen. Die Ergebnisse sind in Anhang D zusammengefasst.

Bei Verfahren B erfolgt die Messung schrittweise, ausgehend von den Abstufungen der Kreisdurchmesser der Schablone oder des Transparentpapiers, und liegt im Ermessen des Prüfers, jedem unregelmäßig geformten Korn einen geeigneten Kreis zuzuordnen. Vorausgesetzt, es wird eine ausreichende Anzahl von Körnern ausgemessen, sollte der systematische Fehler des Mittelwertes nicht mehr als eine Abstufung betragen.

ANMERKUNG 2 Mit einem nationalen Ringversuch wurden die Konsistenz dieses Verfahrens und der Zusammenhang mit Verfahren A1 nachgewiesen. Die Ergebnisse sind in Anhang E zusammengefasst.

Die statistische Unsicherheit der mittleren, aus der Schnittlinienlänge bestimmten Korngröße wird durch die Anzahl der ausgezählten Kornschnittstellen oder der gemessenen Korndurchmesser beeinflusst. Werden mindestens 100 Körner ausgezählt, ergibt sich eine Schätzung, die üblicherweise etwa zu ± 8 % konsistent ist, angegeben als ein Standardfehler des Mittelwertes (etwa ± 16 %, angegeben als Grenzwerte des Vertrauensbereiches von 95 %). Werden 300 Körner ausgezählt, verringert das diesen Wert auf etwa ± 3 % (etwa ± 6 %, angegeben als Grenzwerte des Vertrauensbereiches von 95 %). Diese Messunsicherheiten sollten angegeben werden, wenn ein Messwert mit einem Standardwert verglichen wird.

Verfahren A und Verfahren B ergeben unterschiedliche Zahlenwerte, weil die Messverfahren auf verschiedenen Grundlagen basieren. Stereologisch beträgt der Mittelwert der zufällig angeordneten Schnittlinienlängen nach Verfahren A wahrscheinlich etwas weniger als der mittlere Durchmesser des Kreises der Fläche, der den zufällig angeordneten Schnittpunkten des planaren Querschnitts entspricht.

11 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss nach den Vorschriften zur Berichterstellung von ISO/IEC 17025 erstellt werden und muss mindestens die folgenden Angaben enthalten:

a) Name des Prüflaboratoriums;

b) eindeutige Kennzeichnung des Berichts;

c) Name und Adresse des Auftraggebers;

d) relevante Einzelheiten zur Probe, einschließlich Werkstoffart, Herstellungscode, Chargennummer usw.;

e) Datum des Eingangs der Probe(n) und der Prüfung;

f) Verweisung auf diesen Teil von ISO 13383, d. h. ISO 13383-1:2012;

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 13383-1:2015-10