

DIN EN ISO 13383-2

ICS 81.060.30

Einsprüche bis 2015-11-18
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 623-5:2009-10

Entwurf

**Hochleistungskeramik –
Mikrostrukturelle Charakterisierung –
Teil 2: Bestimmung des Volumenanteils von Phasen durch Auswertung
von Mikrogefügeaufnahmen (ISO 13383-2:2012);
Deutsche und Englische Fassung FprEN ISO 13383-2:2015**

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) –
Microstructural characterization –
Part 2: Determination of phase volume fraction by evaluation of micrographs
(ISO 13383-2:2012);
German and English version FprEN ISO 13383-2:2015

Céramiques techniques –
Caractérisation microstructurale –
Partie 2: Détermination de la fraction volumique des phases par évaluation de
micrographes (ISO 13383-2:2012);
Version allemande et anglaise FprEN ISO 13383-2:2015

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 34 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Nationales Vorwort

Der Text von ISO 13383-2:2012 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als FprEN ISO 13383-2:2015 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 13383-2 beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

ISO 6106:2005	siehe DIN ISO 6106:2006-03
ISO 8486-1:1996	siehe DIN ISO 8486-1:1997-09
ISO 8486-2:1996	siehe DIN ISO 8486-2:1997-09
ISO/IEC 17025	siehe DIN EN ISO/IEC 17025

Änderungen

Gegenüber DIN EN 623-5:2009-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Übernahme der ISO 13383-2:2012.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN ISO 6106:1996-03, *Schleifmittel — Überprüfung der Korngrößen von Diamant oder kubischem Bornitrid*

DIN ISO 8486-1:1997-09, *Schleifkörper aus gebundenem Schleifmittel — Bestimmung und Bezeichnung von Korngrößenverteilung — Teil 1: Makrokörnungen F4 bis F220*

DIN ISO 8486-2:1997-09, *Schleifkörper aus gebundenem Schleifmittel — Bestimmung und Bezeichnung der Korngrößenverteilung — Teil 2: Mikrokörnungen F230 bis F1200*

Hochleistungskeramik — Mikrostrukturelle Charakterisierung — Teil 2: Bestimmung des Volumenanteils von Phasen durch Auswertung von Mikrogefügeaufnahmen (ISO 13383-2:2012)

Céramiques techniques — Caractérisation microstructurale — Partie 2 : Détermination de la fraction volumique des phases par évaluation de micrographes (ISO 13383-2:2012)

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Microstructural characterization — Part 2: Determination of phase volume fraction by evaluation of micrographs (ISO 13383-2:2012)

ICS:

Deskriptoren

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokument-Stage: einstufiges Annahmeverfahren
Dokument-Sprache: D

STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort.....	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	5
4 Prüfeinrichtung	5
4.1 Einrichtung zur Herstellung des Probenquerschnitts	5
4.2 Probenhalterung	5
4.3 Schleif- und Poliereinrichtung.....	5
4.4 Mikroskop	5
4.5 Transparentes Gitter	6
5 Probenvorbereitung.....	6
5.1 Probenahme	6
5.2 Schneiden.....	6
5.3 Einbringen der Probe in die Halterung.....	6
5.4 Schleifen und Polieren	6
5.5 Ätzen	7
6 Mikrophotographie	7
6.1 Allgemeines	7
6.2 Untersuchung.....	7
6.3 Anzahl der Mikrogefügeaufnahmen.....	7
6.4 Lichtmikroskopie	7
6.5 Rasterelektronenmikroskopie	8
7 Ausmessen der Mikrogefügeaufnahmen	8
8 Auswertung	9
9 Störungen und Unsicherheiten	10
10 Prüfbericht.....	10
Anhang A (informativ) Anwendung einer automatischen Bildanalyse (AIA)	12
Anhang B (informativ) Verifizierung des Verfahrens durch Ringversuch	14
Anhang C (informativ) Ergebnisblatt – ISO 13383-2	15
Literaturhinweise	16

Europäisches Vorwort

Der Text von ISO 13383-2:2012 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 206 „Fine ceramics“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als FprEN ISO 13383-2:2015 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 13383-2:2012 wurde vom CEN als FprEN ISO 13383-2:2015 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 13383 legt ein manuelles Messverfahren zur Bestimmung des Volumenanteils der Hauptphasen in Hochleistungskeramiken fest, indem auf Mikrogefügeaufnahmen polierter und geätzter Querschnitte ein quadratisches Liniengitter aufgelegt und die Anzahl der Schnittpunkte der Gitterlinien über jeder Phase ausgezählt wird.

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

ANMERKUNG 2 Anleitungen zum Polieren und Ätzen von Hochleistungskeramiken können ISO 13383-1:2012, Anhänge A und B, entnommen werden.

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

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

ANMERKUNG 3 Falls der Werkstoff eine Porosität von mehr als etwa 20 % aufweist, besteht ein großes Risiko, dass beim Polieren eine Beschädigung des Mikrogefüges auftritt und ein irreführender Porenvolumenanteil ermittelt werden kann. Ergebnisse der Bestimmung von Volumenanteilen einer Sekundärphase oder von Porenvolumenanteilen, die weniger als 0,05 betragen, können merkliche Fehler und möglicherweise auch eine Streuung aufweisen. Um die Konsistenz und Genauigkeit der Ergebnisse zu verbessern, muss eine größere Anzahl als die übliche Anzahl von mindestens drei Mikrogefügeaufnahmen ausgewertet werden.

ANMERKUNG 4 Viele Keramikwerkstoffe enthalten kleine Mengen glasartiger Sekundärphasen. Für eine geeignete Einschätzung des Glasphasenanteils sollte die glasige Phase zwischen den Kristallkörnern leicht erkennbar sein und eine Mindestbreite von 0,5 μm haben. Das in diesem Teil von ISO 13383 beschriebene Verfahren gilt als ungeeignet für dünne, um die Körner angeordnete Glasschichten.

ANMERKUNG 5 Mikrogefüge sind selten homogen, und auf verschiedenen Mikrogefügeaufnahmen können unterschiedliche Phasenanteile vorhanden sein. Es ist wichtig, einen ausreichend großen Bereich des vorbereiteten Querschnitts zu untersuchen, um sicherzustellen, dass repräsentative Bereiche für die Auswertung ausgewählt werden, die keine auffälligen Unregelmäßigkeiten enthalten. Bei diesem Verfahren wird vorausgesetzt, dass die ausgewählten Bereiche eines vorbereiteten Querschnitts statistisch repräsentativ für den gesamten Querschnitt sind, aus dem Proben entnommen wurden.

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 fällt gegenwärtig nicht in den Anwendungsbereich dieses Teils, es sind jedoch einige Hinweise in Anhang C gegeben.

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/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

Volumenanteil einer Phase

Volumen einer in einem Werkstoff vorhandenen und eindeutig identifizierbaren Phase, das als Anteil des gesamten Volumens angegeben wird

3.2

Primärphase

Hauptphase in einem Mikrogefüge, die üblicherweise mehr als 50 % Volumenanteil oder betrachtete Fläche in einem Querschnitt umfasst

3.3

Sekundärphase

eine oder mehrere in einem Werkstoff vorhandene eindeutig identifizierbare Phase(n), die keine kristalline Phase ist(sind)

ANMERKUNG Eine Sekundärphase kann in Form diskreter Körner oder als kontinuierliche Phase vorliegen, die einige oder sämtliche Körner der Hauptphase umgibt. Im Rahmen dieses Teils von ISO 13383 darf Porosität als Sekundärphase behandelt werden.

4 Prüfeinrichtung

4.1 Einrichtung zur Herstellung des Probenquerschnitts

Zur Herstellung des Probenquerschnitts aus dem zu untersuchenden Gegenstand darf jedes geeignete Verfahren angewendet werden. Falls eine Säge mit Diamanttrennscheibe verwendet wird, sollte die Schleifkörnung nicht größer als 150 µm sein.

ANMERKUNG Die Schleifkörnung wird nach ISO 6106 mit D151 bezeichnet; siehe [5].

4.2 Probenhalterung

Für metallurgische Untersuchungen geeignete Einrichtung zur Aufnahme der Probe und der Hilfsmittel, die eine sichere Halterung der Probe beim Polieren ermöglicht.

4.3 Schleif- und Poliereinrichtung

Geeignete Schleif- und Poliereinrichtung, bei der ein Diamantschleifmittel verwendet wird.

ANMERKUNG Eine für das Polieren empfohlene Reihenfolge von Verfahren und Schleifmitteln ist in ISO 13383-1:2012, Anhang A, angegeben.

4.4 Mikroskop

Ein Lichtmikroskop oder Rasterelektronenmikroskop mit Einrichtung zum Anfertigen von mikrophotographischen Aufnahmen.

ANMERKUNG Obwohl die tatsächliche Vergrößerung der Aufnahme für die Messung des Volumenanteils nicht von Bedeutung ist, wird empfohlen, zur Bestimmung der Vergrößerung eines Lichtmikroskops eine Bezugsstrichplatte oder zur Kalibrierung der Vergrößerung eines Rasterelektronenmikroskops und zur Überprüfung der Gleichmäßigkeit der Vergrößerung über das Sichtfeld ein Bezugsgitter oder Latexkügelchen zu verwenden.

Zusätzlich wird zur Überwachung der beim Polieren erreichten Oberflächenqualität ein Lichtmikroskop benötigt (siehe 5.4).

4.5 Transparentes Gitter

Transparentes quadratisches Gitter, z. B. auf einer Acetatfolie, deren Linien höchstens 0,1 mm breit sind.

ANMERKUNG 1 Der ausgewählte Gitterabstand ist nicht kritisch; er darf zwischen 3 mm und 15 mm betragen, um die Ermüdung der Augen zu verringern. Die Anforderungen nach 6.3 müssen berücksichtigt werden.

ANMERKUNG 2 Für die Anwendung diesen Teils von ISO 13383 darf ein geeignetes Gitter mit einem ausreichend exakten Linienabstand als Computergraphik verwendet werden.

5 Probenvorbereitung

5.1 Probenahme

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

ANMERKUNG Hinweise zur Probenahme können EN 1006 entnommen werden (siehe Literaturhinweis [18]). In Abhängigkeit vom Zweck der Messung ist die exakte Kenntnis der Positionen innerhalb der Komponenten oder Proben, von denen Querschnitte hergestellt werden, wünschenswert.

5.2 Schneiden

Die Probe muss mit der Trenneinrichtung (siehe 4.1) so geschnitten werden, dass der benötigte 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.

5.3 Einbringen der Probe in die Halterung

Die Probe ist unter Verwendung eines geeigneten Einbettungsmittels in eine Halterung einzubringen.

ANMERKUNG 1 Sofern damit zu rechnen ist, dass der keramische Werkstoff in einigen Bereichen (siehe Abschnitt 1) einen signifikanten Anteil offener Poren hat, ist es ratsam, die Probe vor dem Einbetten mit dem flüssigen Einbettungsharz im Vakuum zu imprägnieren, weil dadurch eine zusätzliche Stützung während des Schleifens und Polierens erreicht wird.

ANMERKUNG 2 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 Einbringungsverfahren sollte unter Berücksichtigung des anzuwendenden Ätzverfahrens ausgewählt werden, siehe Anhang B.

5.4 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 wenigen Beschädigungen erreicht wird. Nacheinander werden immer kleinere Schleifkörnungen verwendet, um in jeder Bearbeitungsstufe die Schleifspuren der vorangegangenen Stufe zu beseitigen, bis beim Betrachten unter einem Lichtmikroskop (siehe 4.4) bei starker Vergrößerung ein einheitliches Aussehen erreicht wird. Mindestens 90 % der Probenfläche müssen frei von optisch sichtbaren Kratzern oder anderen durch das Polieren verursachten Beschädigungen sein, die bei der Bestimmung stören würden. Insbesondere muss das Herausbrechen von diskreten Sekundärphasen aus der Oberfläche vermieden werden, was als Poren angesehen werden könnte.

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 muss darauf geachtet werden, 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 ISO 13383-1:2012, Anhang A, gegeben.

5.5 Ätzen

Nachdem eine Oberfläche mit guter Qualität erreicht wurde, muss die Probe bei Bedarf geätzt werden, um die einzelnen Phasen sichtbar zu machen. Es muss ein geeignetes Ätzverfahren angewendet werden, das zwischen den Vertragspartnern zu vereinbaren ist.

ANMERKUNG 1 ISO 13383-1:2012, Anhang B, enthält einige allgemeine Hinweise mit Empfehlungen zu den Ätzverfahren für verschiedene handelsübliche Hochleistungskeramik.

ANMERKUNG 2 Für die optische Auswertung ist es üblicherweise notwendig, Oxidwerkstoffe so zu ätzen, dass eine Unterscheidung der einzelnen Phasen durch unterschiedliche Kontraste möglich wird. Für die Auswertung mit der Rasterelektronenmikroskopie (REM) kann das Ätzen möglicherweise entfallen, wenn ein Rückstreuelektronendetektor mit einer für die unterschiedlichen Ordnungszahlen der Phasen ausreichenden Auflösung eingesetzt wird, so dass ein Kontrast erzeugt wird. Bei Verwendung eines Sekundärelektronendetektors wird zur Erzeugung eines topographischen Kontrasts üblicherweise Ätzen notwendig sein, sofern sich die Ordnungszahlen der Phasen nicht stark voneinander unterscheiden.

6 Mikrophotographie

6.1 Allgemeines

Wenn die mittlere Korngröße jeder Phase oder die Breite der kontinuierlichen glasigen Phasen zwischen den Körnern weniger als 2 µm beträgt, wird die Probe für die Rasterelektronenmikroskopie (REM) vorbereitet. Bei Korngrößen zwischen 2 µm und 4 µm darf entweder REM oder Lichtmikroskopie eingesetzt werden. Ansonsten reicht Lichtmikroskopie aus.

Um die einzelnen Körner eindeutig und unverwechselbar zu identifizieren, ist es wichtig, einen ausreichenden Phasenkontrast zu erreichen.

6.2 Untersuchung

Der Probenquerschnitt wird unter dem Mikroskop untersucht. Wenn das Mikrogefüge homogen erscheint, werden von zufällig ausgewählten Bereichen Mikrogefügeaufnahmen angefertigt.

ANMERKUNG Falls mit Inhomogenitäten des Mikrogefüges zu rechnen ist oder spezifische Bereiche eines Querschnitts untersucht werden sollen, ist das zulässig, muss jedoch im Prüfbericht angegeben werden.

6.3 Anzahl der Mikrogefügeaufnahmen

Mindestens drei Mikrogefügeaufnahmen müssen bei einer zur eindeutigen Identifizierung aller auszählenden Phasen ausreichenden Vergrößerung angefertigt werden. Außerdem müssen bei Auszählung einer Serie von Mikrogefügeaufnahmen insgesamt mindestens 100 Merkmale einer bestimmten Art vorhanden sein.

ANMERKUNG Bei einem nominell homogenen Werkstoff kann die Analyse einer kleinen Anzahl von Mikrogefügeaufnahmen mit einem Gitter mit kleinen Gitterabständen ausreichen; bei einem inhomogenen Werkstoff dagegen können zuverlässige Ergebnisse, die für den für die Probenahme ausgewählten Querschnitt repräsentativ sind, nur an einer großen Anzahl Mikrogefügeaufnahmen von unterschiedlichen Bereichen durch eine weniger intensive Auszählung und die Verwendung eines Gitters mit größeren Gitterabständen erreicht werden.

6.4 Lichtmikroskopie

Am Mikroskop wird eine Köhlersche Beleuchtung verwendet.

ANMERKUNG 1 ISO 13383-1:2012, Anhang D, enthält Hinweise zum Einstellen der Köhlerschen Beleuchtung.

Die Probe wird bei einer Vergrößerung untersucht, die ausreicht, um die einzelnen Körner aufzulösen. Bei unzureichendem Kontrast, z. B. bei weißen oder durchscheinenden Werkstoffen, wird eine geeignete dünne, metallische Beschichtung aufgedampft oder aufgesputtert.

Von mindestens drei zufällig ausgewählten, unterschiedlichen Bereichen der Probenoberfläche werden unter Berücksichtigung der scheinbaren Homogenität des Mikrogefüges (siehe 6.2) Mikrogefügeaufnahmen angefertigt.

ANMERKUNG 2 Bei der Wahl der Vergrößerung sollte als Leitlinie gelten, dass die mittlere Größe des auszuwertenden diskreten Phasenbereiches im Allgemeinen mindestens 3 mm groß erscheint. Falls die Gesamtanzahl der einzelnen Körner irgendeiner in einer Serie von Mikrogefügeaufnahmen auszuwertenden Phase weniger als 100 beträgt, werden mehrere Mikrogefügeaufnahmen angefertigt. Die Mikrogefügeaufnahmen sollten üblicherweise 100 mm × 75 mm groß sein, wobei es vorteilhaft sein kann, sie später zu vergrößern, um die Auswertung zu erleichtern.

6.5 Rasterelektronenmikroskopie

Die Probe wird in der Probenhalterung des Mikroskops befestigt. Falls die Probe elektrisch nicht leitend ist, wird eine dünne leitfähige Schicht 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.

Von mindestens drei verschiedenen Bereichen der Probe werden mittels Sekundär- oder Rückstreuelektronen Mikrogefügeaufnahmen mit einer geeigneten Vergrößerung (siehe 6.4) angefertigt.

ANMERKUNG 2 Obwohl mit Rückstreuelektronen der Kontrast zwischen den Phasen verbessert werden kann, ist eine unschärfere Aufnahme als mit Sekundärelektronen möglich und die Grenzen zwischen kontrastierenden Phasen können verwischt sein. Es kann vorteilhaft sein, zum Auszählen der Phasenverhältnisse Sekundärelektronenbilder und zur Erleichterung der Identifizierung jeder Phase jedoch Rückstreuelektronenbilder zu verwenden.

Falls die Anzahl der Körner der auszuwertenden Phase auf allen Mikrogefügeaufnahmen insgesamt weniger als 100 beträgt, wird die Anzahl der Bereiche, von denen Mikrogefügeaufnahmen angefertigt werden, erhöht. Die Mikrogefügeaufnahmen müssen üblicherweise 100 mm × 75 mm groß sein, wobei es vorteilhaft sein kann, sie später zu vergrößern, um die Auswertung zu erleichtern.

ANMERKUNG 3 Die Vergrößerung des Mikroskop-Bildschirms ist möglicherweise nicht an allen Punkten konstant. Ein quadratisches Gitter liefert ein geeignetes Bezugsmuster zur Bewertung des Grades der Bildschirmverzerrung, da Deformationen des Gitters leicht zu erkennen sind. Für dieses Prüfverfahren können Verzeichnungen von bis zu 5 % zulässig sein, vorausgesetzt, die auszuwertenden Phasen sind über die gesamte Fläche der Mikrogefügeaufnahme homogen verteilt.

7 Ausmessen der Mikrogefügeaufnahmen

Bei Bedarf werden die Mikrogefügeaufnahmen so stark vergrößert, dass die jeweils zu bestimmenden Merkmale leicht zu erkennen sind. Die Maße der kleinsten auszuzählenden Merkmale werden untersucht. Ein quadratisches Gitter mit einem geeigneten Gitterabstand wird so ausgewählt (siehe 4.5, 6.3 und Abschnitt 9), dass die Gitterfläche die gesamte Mikrogefügeaufnahme abdeckt. Die Mikrogefügeaufnahme wird auf eine ebene Fläche geklebt. Das Gitter wird so über die gesamte Fläche der Gefügeaufnahme aufgelegt, dass keine Gitterschnittpunkte unmittelbar an den Rändern der Mikrogefügeaufnahme liegen (Bild 1). Die Gitterschnittpunkte n_{ij} , die über jeder Phase j liegen, werden ausgezählt. Falls ein Gitterschnittpunkt genau über der Grenze zwischen zwei Phasen liegt, wird er als halber Gitterschnittpunkt für jede Phase gezählt. Wenn die Porosität einzuschätzen ist, gilt diese Regel auch bei Gitterschnittpunkten, die genau über dem Rand einer Pore liegen. Die Gesamtanzahl der Gitterschnittpunkte über der Fläche der Mikrogefügeaufnahme wird ausgezählt. Falls keine Poren erfasst werden, wird die Anzahl der Gitterschnittpunkte ausgezählt, die über den kristallinen oder glasigen Phasen des Werkstoffes liegen.

ANMERKUNG Die Auszählung kann erleichtert werden, indem diejenigen Schnittlinien mit einem Blatt Papier abgedeckt werden, die über und unter der auszuzählenden Linie liegen; dadurch wird die Augenbelastung und das Risiko, sich zu verzählen, verringert, siehe Bild 1.

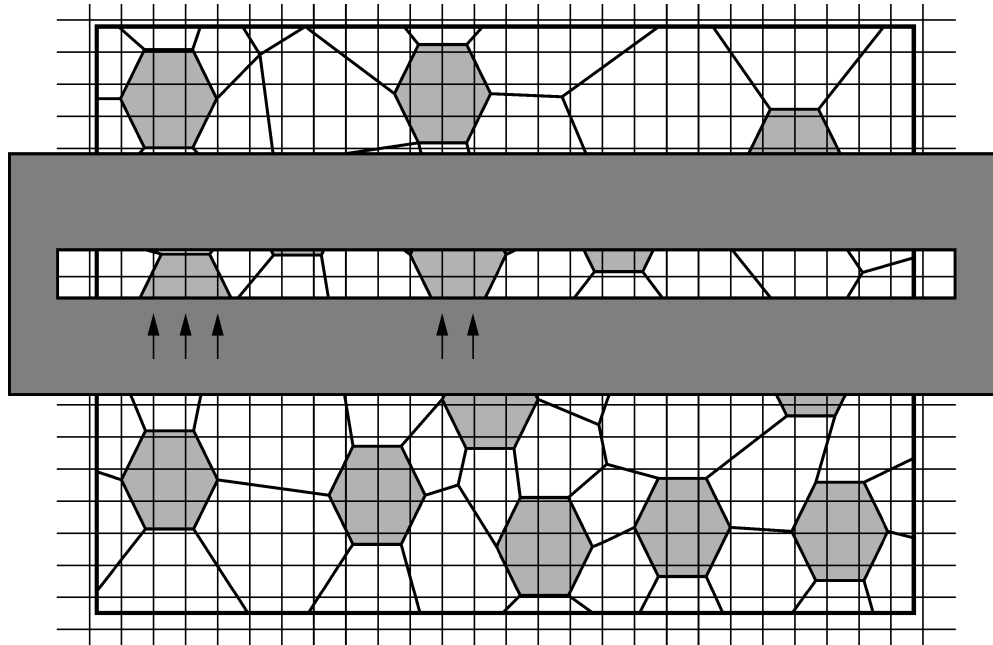


Bild 1 — Schematische Darstellung des Mikrogefüges mit aufgelegtem quadratischem Gitter und wahlweiser Abdeckung. Die Pfeile kennzeichnen die Gitterschnittpunkte.

8 Auswertung

Falls Porosität als eine Phase anzusehen und auszuzählen ist, wird der Volumenanteil jeder Phase nach Gleichung (1) berechnet:

$$V_{ff} = \frac{n_{ij}}{N} \quad (1)$$

Dabei ist

n_{ij} die Gesamtanzahl der Gitterschnittpunkte, die über der Phase j liegen;

N die Gesamtanzahl der Gitterschnittpunkte, die über der Mikrogefügeaufnahme liegen.

Falls keine Porosität zu berücksichtigen ist, siehe Gleichung (2):

$$V_{ff} = \frac{n_{ij}}{\sum n_{ij}} = \frac{n_{ij}}{(N - n_p)} \quad (2)$$

Dabei ist

n_{ij} die Anzahl der Gitterschnittpunkte, die über der festen Phase j liegen;

n_p die Anzahl der Gitterschnittpunkte, die über Poren liegen;

$\sum n_{ij}$ die Summe aller Gitterschnittpunkte, die über allen festen Phasen liegen.