

DIN EN ISO 4499-2

ICS 77.040.99; 77.160

Entwurf

Einsprüche bis 2018-08-15
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 4499-2:2010-10

**Hartmetalle –
Metallographische Bestimmung der Mikrostruktur –
Teil 2: Messung der WC Korngröße (ISO/DIS 4499-2:2018);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 4499-2:2018**

Hardmetals –
Metallographic determination of microstructure –
Part 2: Measurement of WC grain size (ISO/DIS 4499-2:2018);
German and English version prEN ISO 4499-2:2018

Métaux-durs –
Détermination métallographique de la microstructure –
Partie 2: Mesurage de la taille des grains de WC (ISO/DIS 4499-2:2018);
Version allemande et anglaise prEN ISO 4499-2:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-06-15 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

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

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe 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 nwt@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Werkstofftechnologie (NWT), 10772 Berlin, 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 45 Seiten

DIN-Normenausschuss Werkstofftechnologie (NWT)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4499-2:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 119 „Powder metallurgy“, Unterkomitee SC 4 „Sampling and testing methods for hardmetals“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

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

Für die deutsche Mitarbeit ist der Arbeitsausschuss NA 145-01-04 AA „Probenahme und Prüfverfahren für Hartmetalle“ im DIN-Normenausschuss Werkstofftechnologie (NWT) verantwortlich.

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

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3369	siehe DIN EN ISO 3369
ISO 3738-1	siehe DIN EN ISO 3738-1
ISO 3738-2	siehe DIN EN ISO 3738-2
ISO 3878	siehe DIN ISO 3878
ISO 4489:1978	siehe DIN ISO 4489:1991-07
ISO 4499 (all parts)	siehe DIN EN ISO 4499 (alle Teile)
ISO 4499-1	siehe DIN EN ISO 4499-1
ISO 4499-4	siehe DIN EN ISO 4499-4
ISO 13383-1	siehe DIN EN ISO 13383-1

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 4499-2:2010-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Abschnitt 5, 2. Absatz, „Elektronenrückstreufraktometrie (EBSD) (en: Electron Back Scatter Diffraction)“ eingefügt;
- b) Unterabschnitt 7.2.1, Liste überarbeitet;
- c) Unterabschnitt 7.3.3, Tabelle 1, Reihe „Elektronenrückstreufraktometrie“ hinzugefügt und in Reihe „Rasterelektronenmikroskop“ den Wert für die „Kleinste sichtbare Schnittlinienlänge“ korrigiert von 200 nm auf 400 nm.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3369, *Undurchlässige Sintermetallwerkstoffe und Hartmetalle — Ermittlung der Dichte*

DIN EN ISO 3738-1, *Hartmetalle — Rockwell-Härteprüfung (Skala A) — Teil 1: Prüfverfahren*

DIN EN ISO 3738-2, *Hartmetalle — Rockwell-Härteprüfung (Skala A) — Teil 2: Vorbereitung und Kalibrierung von Standard-Prüfblöcken*

DIN EN ISO 4499 (alle Teile), *Hartmetalle — Metallographische Bestimmung der Mikrostruktur*

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

DIN EN ISO 4499-4, *Hartmetalle — Metallographische Bestimmung der Mikrostruktur — Teil 4: Charakterisierung von Porosität, Kohlenstofffehlern und Anteil an Eta-Phase*

DIN EN ISO 13383-1, *Hochleistungskeramik — Mikrostrukturelle Charakterisierung — Teil 1: Bestimmung der Korngröße und der Korngrößenverteilung*

DIN ISO 3878, *Hartmetalle — Vickers-Härteprüfung*

DIN ISO 4489:1991-07, *Sinterhartmetalle; Probenahme und Prüfung; Identisch mit ISO 4489:1978*

— Leerseite —

Hartmetalle — Metallographische Bestimmung der Mikrostruktur — Teil 2: Messung der WC Korngröße (ISO/DIS 4499-2:2018)

Métaux-durs — Détermination métallographique de la microstructure — Partie 2 : Mesurage de la taille des grains de WC (ISO/DIS 4499-2:2018)

Hardmetals — Metallographic determination of microstructure — Part 2: Measurement of WC grain size (ISO/DIS 4499-2:2018)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe, Abkürzungen, Symbole und Einheiten	6
3.1 Allgemeines	6
3.2 Begriffe	6
3.3 Symbole, Abkürzungen und Einheiten	7
4 Allgemeine Informationen	8
5 Prüfeinrichtung	9
6 Kalibrierung	9
7 Korngrößenmessung mit Linienschnittverfahren	10
7.1 Allgemeines	10
7.2 Probenahme	10
7.2.1 Probenahme von Erzeugnissen	10
7.2.2 Probenahme bezüglich Mikrostruktur	11
7.3 Messfehler	12
7.3.1 Systematische und zufällige Fehler	12
7.3.2 Große WC-Korngrößen	12
7.3.3 Kleinste messbare Schnittlinienlänge	13
8 Auswertung	14
Anhang A (informativ) Fallstudie zur Messung	15
Anhang B (informativ) Proforma-Bericht	20
Literaturhinweise	22

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4499-2:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 119 „Powder metallurgy“ Unterkomitee SC 4 „Sampling and testing methods for hardmetals“ erarbeitet, dessen Sekretariat von DIN (Deutschland) gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 4499-2:2010 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 4499-2:2018 wurde von CEN als prEN ISO 4499-2:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO 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 staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) 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. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe 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 erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 119, *Powder metallurgy*, Unterkomitee SC 4, *Sampling and testing methods for hardmetals* erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 4499-2:2008), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Abschnitt 5, 2. Absatz, „Elektronenrückstreuendiffraktometrie (EBSD) (en: Electron Back Scatter Diffraction)“ eingefügt;
- Abschnitt 7.2.1, Liste überarbeitet;
- Abschnitt 7.3.3, Tabelle 1, Reihe „Elektronenrückstreuendiffraktometrie“ hinzugefügt und in Reihe „Rasterelektronenmikroskop“ den Wert für die „Kleinste sichtbare Schnittlinienlänge“ korrigiert von 200 nm auf 400 nm.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 4499 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gibt Leitlinien für die Messung der Hartmetallkorngröße mittels metallographischer Verfahren ausschließlich unter Anwendung der Licht- oder Elektronenmikroskopie an. Dieser ist für gesinterte WC/Co-Hartmetalle (auch als Sinterhartmetalle oder Cermets bezeichnet) vorgesehen, die hauptsächlich WC (de: Wolframcarbid, en: tungsten carbide) als harte Phase haben. Er ist ebenfalls für die Messung der Korngröße und deren Verteilung mit dem Linienschnittverfahren vorgesehen.

Dieses Dokument deckt im Wesentlichen vier Hauptthemen ab:

- Kalibrierung von Mikroskopen zur Steigerung der Messgenauigkeit;
- lineare Analysenverfahren zum Erhalten von statistisch aussagekräftigen Daten;
- Analysenverfahren zur Berechnung von repräsentativen Mittelwerten;
- Auswertung entsprechend den gegenwärtigen Qualitätsanforderungen.

In diesem Dokument werden die empfohlenen Verfahren durch eine (messtechnische) Fallstudie (siehe Anhang A) veranschaulicht.

Dieses Dokument ist nicht für Folgendes vorgesehen:

- Messungen von Korngrößenverteilung;
- Empfehlungen für Formmessungen. Weitere Untersuchungen sind erforderlich, bevor Empfehlungen für Formmessung gegeben werden können.

Zur Messung der Korngröße werden mitunter Messungen von Koerzitiv-Feldstärke herangezogen, der vorliegende Leitfaden befasst sich jedoch ausschließlich mit einem metallographischen Messverfahren. Darüber hinaus ist er für gesinterte Hartmetalle und nicht zur Charakterisierung von Pulvern vorgesehen. Das Verfahren kann jedoch grundsätzlich zur Messung der mittleren Korngröße von Pulvern, die in geeigneter Weise eingebettet und geteilt sind, herangezogen werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 3369, *Impermeable sintered metal materials and hardmetals — Determination of density*

ISO 3738-1, *Hardmetals — Rockwell hardness test (scale A) — Part 1: Test method*

ISO 3738-2, *Hardmetals — Rockwell hardness test (scale A) — Part 2: Preparation and calibration of standard test blocks*

ISO 3878, *Hardmetals — Vickers hardness test*

ISO 4489:1978, *Sintered hardmetals — Sampling and testing*

ISO 4499-1, *Hardmetals — Metallographic determination of microstructure — Part 1: Photomicrographs and description*

ISO 4499-4, *Hardmetals — Metallographic determination of microstructure — Part 4: Characterisation of porosity, carbon defects and eta-phase content*

3 Begriffe, Abkürzungen, Symbole und Einheiten

3.1 Allgemeines

Zur Beschreibung von Pulvern oder gesinterten Hartmetallen verschiedener Korngröße wird eine Vielzahl an Benennungen verwendet. Die folgenden Benennungen wurden beispielsweise in verschiedenen Veröffentlichungen und Berichten verwendet.

Extragrob	Fein	Mikrofein
Grob	Sehr fein	Mikrokorn
Grob/Mittel	Ultrafein	Nanophase
Mittel	Extrafein	Nanokorn
Mittel/Fein	Feinst	Superfein

Bei keiner dieser Benennungen wurde der Korngrößenbereich unter den Anwendern und Herstellern von Pulvern oder gesinterten Erzeugnissen allgemein vereinbart oder klar festgelegt.

Deshalb werden als Ergebnis der Diskussionen innerhalb der Hartmetall-Branche die folgenden Benennungen für die in 3.2 festgelegten Korngrößen empfohlen.

Werden wie üblich (200 bis 300) Körner gezählt, beträgt die Unsicherheit, die mit der Messung der aus der Schnittlinienlänge bestimmten Korngröße verbunden ist, etwa 10 %. Deshalb sollte bei Messungen im Grenzbereich der Korngrößenklassen sorgfältig vorgegangen werden. Es wird empfohlen, dass die Messungen, die in 10-%-Grenzbereiche der jeweiligen Klassen fallen, folgendermaßen klassifiziert werden sollten:

BEISPIEL

0,19 µm als Nano/Ultrafein	0,21 µm als Ultrafein/Nano
0,75 µm als Feinst/Fein	0,85 µm als Fein/Feinst
1,29 µm als Fein/Mittel	1,31 µm als Mittel/Fein
2,4 µm als Mittel/Grob	2,6 µm als Grob/Mittel

3.2 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: unter <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform: unter <http://www.iso.org/obp>

3.2.1

Nano

mit WC-Korngröße < 0,2 µm

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen mit dem in diesem Dokument beschriebenen Linienschnittverfahren.

3.2.2

ultrafein

mit WC-Korngröße 0,2 µm bis 0,5 µm

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen mit dem in diesem Dokument beschriebenen Linienschnittverfahren.

3.2.3

feinst

mit WC-Korngröße 0,5 µm bis 0,8 µm

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen mit dem in diesem Dokument beschriebenen Linienschnittverfahren.

3.2.4

fein

mit WC-Korngröße 0,8 µm bis 1,3 µm

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen mit dem in diesem Dokument beschriebenen Linienschnittverfahren.

3.2.5

mittel

mit WC-Korngröße 1,3 µm bis 2,5 µm

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen mit dem in diesem Dokument beschriebenen Linienschnittverfahren.

3.2.6

grob

mit WC-Korngröße 2,5 µm bis 6,0 µm

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen mit dem in diesem Dokument beschriebenen Linienschnittverfahren.

3.2.7

extragrob

mit WC-Korngröße > 6,0 µm

Anmerkung 1 zum Begriff: Gemessen mit dem in diesem Dokument beschriebenen Linienschnittverfahren.

3.3 Symbole, Abkürzungen und Einheiten

Für die Anwendung dieses Dokumentes gelten die folgenden Symbole, Abkürzungen und Einheiten.

A	die Fläche, in Quadratmillimeter (mm ²)
d_{wc}	die mittlere, aus der Schnittlinienlänge bestimmte WC-Korngröße, in Mikrometer (µm)
ECD	der äquivalente Kreisdurchmesser (en: equivalent circle diameter), in Millimeter (mm)
L	die Linienlänge, in Millimeter (mm)
LI	die mittlere Schnittlinienlänge, in Mikrometer (µm)
l_i	die gemessene einzelne Schnittlinienlänge, in Mikrometer (µm)
$\sum l_i$	die Summe aus allen gemessenen einzelnen Schnittlinienlängen
N	die Anzahl der durchquerten Korngrenzen
n	die Anzahl der durchquerten WC-Körner
m	die Vergrößerung

- $m_{\max}$ die Höchstvergrößerung
 $m_{\min}$ die Mindestvergrößerung
 s_m die gemessene Korngröße, in Millimeter (mm)
 s_a die tatsächliche Korngröße, in Millimeter (mm)

4 Allgemeine Informationen

Dieser Teil von ISO 4499 behandelt die Frage der bewährten Verfahrensweisen (Good-Practice) bei der Messung des Mittelwertes der WC-Korngröße. Hier wird die Anwendung des Linienschnittverfahrens zur Ermittlung von Daten empfohlen. Die Messungen müssen unter Einsatz der bewährten Verfahrensweisen bei der Präparation geeigneter Mikrostrukturen für die Prüfung, die in ISO 4499-1 beschrieben ist, erfolgen.

Die Eigenschaften und Leistungsmerkmale von Hartmetallen sind direkt von der bei der Herstellung gebildeten Mikrostruktur abhängig, die ihrerseits durch die Beschaffenheit der eingesetzten Pulvercharge bestimmt wird. Das Kennen der Mikrostruktur ist der Schlüssel zur Steuerung und Verbesserung der Eigenschaften, und deshalb ist die Messung mikrostruktureller Kenndaten, besonders der Korngröße und Korngrößenverteilung, von höchster Bedeutung.

Die Verfahren der metallographischen Präparation und die Ätzverfahren sind ebenso wichtig wie das Verfahren zur Korngrößenmessung (siehe [1] bis [4]) und diese sind in ISO 4499-1 enthalten. Der Haupttyp des betrachteten Hartmetalls ist WC mit einer Co-Bindephase. Das Verfahren kann jedoch auf Hartmetalle, die Carbide mit einer kubischen Gitterstruktur enthalten oder die auf TiC oder Ti(C,N) basieren, angewendet werden.

Der direkte Weg zur Messung der WC-Korngröße besteht darin, dass ein Querschnitt der Mikrostruktur poliert und geätzt wird und anschließend die quantitativen metallographischen Verfahren zur Messung des Korngrößenmittelwertes — entweder die Flächenausählung oder das Linienschnittverfahren — angewendet werden.

Es gibt drei Möglichkeiten zur Bestimmung der mittleren Korngröße anhand der Anzahl der WC-Körner:

- mittels Länge (einer durch einen 2D-Querschnitt eines Korns gezogenen Linie);
- mittels Fläche (von 2D-Querschnitten von Körnern);
- mittels Volumen (von einzelnen Körnern).

Ein Zahlenmittel(wert) 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.

Bis auf den heutigen Tag wird meistens der Längenparameter angewendet. Dieser kann auf verschiedenen Wegen erhalten werden, wie z. B. mittels paralleler Linien oder Kreise, wie in ASTM E112 [12] beschrieben:

- durch Linienschnittverfahren, als Heyn-Verfahren bezeichnet, anhand einer geraden Linie, die durch die Struktur gezogen wird;
- durch den äquivalenten Kreisdurchmesser; dieser wird erhalten, indem die Kornflächen gemessen werden und anschließend der Durchmesser eines Kreises mit äquivalenter Fläche angewendet wird. Für äquiaxiale Körner ist es möglich, eine als äquivalenter Kreisdurchmesser (ECD) angegebene Korngröße auf eine mittlere Schnittlinienlänge (LI) mithilfe der Gleichung (1) umzurechnen.

$$LI = \sqrt{A} = \sqrt{\pi/4} \text{ ECD} \quad (1)$$

Demnach $ECD = 1,13 \text{ LI}$.

Dieser Ausdruck wird in Literaturhinweisen [1] und [5] besprochen.

Ein zusätzliches Verfahren ist das Verfahren nach Jeffries, bei dem die Anzahl der Körner je Flächeneinheit ausgezählt werden kann. Diese kann, falls erforderlich, auf einen äquivalenten Kreisdurchmesser umgerechnet werden.

Es muss angemerkt werden, dass

- die Punkt-/Flächenausählung keine Informationen über die Korngrößenverteilung liefert und
- das Verfahren nach Jeffries nicht für die Anwendung auf Mehrphasen-Materialien, wie z. B. Hartmetalle, vorgesehen ist.

Das empfohlene Verfahren für die Messung der Hartmetallkorngröße ist das Linienschnittverfahren.

5 Prüfeinrichtung

Die Messungen der Korngröße werden anhand der Abbildungen der Mikrostruktur vorgenommen. ISO 4499-1, ASTM B657 [10] und ASTM B665 [11] sollten hinsichtlich der bewährten Verfahrensweisen bei der Präparation von Oberflächen für die Bildgebung nachgeschlagen werden.

Die Abbildungen von Hartmetall-Mikrostruktur werden üblicherweise entweder mittels Lichtmikroskopie, Rasterelektronenmikroskopie (REM) (en: scanning electron microscopy, SEM) oder Elektronenrückstreuendiffraktometrie (EBSD) (en: Electron Back Scatter Diffraction) erzeugt. Für präzise Messungen ist die Anwendung von mittels Rasterelektronenmikroskopie erzeugten Abbildungen besser geeignet. Selbst bei grobkörnigen Materialien durchschneidet die abgebildete Oberfläche eine beträchtliche Anzahl an Korneckpunkten, sodass ein Anteil an kleinen Schnittlinienlängen entsteht, die nur unter Anwendung des Rasterelektronenmikroskops genau gemessen werden können.

Die Messungen der Schnittlinienlängen anhand der erhaltenen Abbildungen können manuell oder halbautomatisch mithilfe einer Bildanalyse vorgenommen werden. Eine automatische Bildanalyse kann in einigen Fällen vorgenommen werden, wenn die Abbildungen eine ausreichend grobkörnige Struktur erfassen und ein guter Kontrast erreicht werden kann; für viele Materialien, besonders für diejenigen mit sehr feinen Korngrößen, ist es jedoch schwierig, gute Abbildungen zu erhalten, daher sind sie für eine automatische Analyse ungeeignet.

Für Materialien mit ultrafeinen Korngrößen und Nano-Korngrößen ist es besonders schwierig, gute Abbildungen unter Anwendung von Rasterelektronenmikroskopen mit Wolframdraht als Elektronenquelle zu erhalten. Für diese Materialien wird eine Anwendung der Feldemissionsrasterelektronenmikroskopie (FESEM) (en: field emission SEM) empfohlen. Diese Systeme ergeben Abbildungen mit einer wesentlich höheren Auflösung, die für Messungen an Materialien mit einer mittleren Schnittlinienlänge von etwa $0,1 \mu\text{m}$ bis $0,2 \mu\text{m}$ ausreichend ist. Für Materialien mit noch kleineren Korngrößen kann es erforderlich sein, die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) anzuwenden. Die Probenahme und Präparation von Probekörpern sind allerdings besonders problematisch (siehe [7]). Um gute Abbildungen zu erhalten, ist bei diesen Materialien eine sorgfältige Präparation von Probekörpern von entscheidender Bedeutung, und häufig ist eine Kombination von Ätzverfahren hilfreich (siehe ISO 4499-1).

6 Kalibrierung

Um zuverlässige quantitative Messungen zu ermöglichen, müssen die Abbildungen gegen ein Objektmikrometer oder einen Maßstab, die auf ein nationales Bezugsnormale rückführbar sind, kalibriert werden. Die am meisten bei REM angewendeten Objektmikrometer sind die SIRA-Bezugsnetze. Diese bestehen aus als Netz angeordneten Linien und sind mit 19,7 Linien je Millimeter und 2 160 Linien je Millimeter verfügbar. Sie müssen jedoch ebenfalls kalibriert und als rückführbar auf ein nationales Bezugsnormale zertifiziert sein.

Bei Abbildungen, die mit einem Lichtmikroskop erhalten werden, muss eine Abbildung der Kalibrierstrichplatte ebenfalls unter Anwendung der gleichen Objektive (und Innen-Vergrößerungsschrittwechsler oder Zoomposition) und Beleuchtungsverfahren erhalten werden. Um die Höchstauflösung zu erreichen, muss die Köhlersche Beleuchtung am Mikroskop eingestellt sein (siehe [8]).

Für Abbildungen, die mit einem Rasterelektronenmikroskop erhalten werden, sollten Abbildungen der Strichplatte unter den gleichen Bedingungen (Beschleunigungsspannung in kV, Arbeitsabstand, Beleuchtungsapertur) wie denjenigen für das Hartmetall erhalten werden.

7 Korngrößenmessung mit Linienschnittverfahren

7.1 Allgemeines

Es wird empfohlen, die mittlere Schnittlinienlänge als Parameter zur Bestimmung der WC-Korngröße anzuwenden. Dieses Verfahren ist am einfachsten anzuwenden und liefert einen zusätzlichen Vorteil, weil Daten erhalten werden, die für die quantitative Bestimmung der Verteilungsbreite verwendet werden können.

Bei diesem Verfahren muss eine gerade Linie über eine kalibrierte Abbildung gezogen werden. In einem Einphasen-Material wird die Länge der Linie (L) gemessen, die an einer zufällig gewählten Stelle beginnt, die Anzahl der Korngrenzen (N) durchquert und an einer anderen zufällig gewählten Stelle endet. Die mittlere Schnittlinienlänge LI ist demnach:

$$LI = L/N \quad (2)$$

Wie aus der vorstehenden Gleichung ersichtlich ist, wird ausschließlich die mittlere Schnittlinienlänge berechnet, und es werden keine Informationen über die Korngrößenverteilung ermittelt.

Im Fall eines nominellen Zwei-Phasen-Materials, wie z. B. eines Hartmetalls (α - und β -Phase), ist das Linienschnittverfahren komplizierter, weil an jeder Phase unabhängige Messungen vorgenommen werden müssen, es kann jedoch Informationen über die Korngrößenverteilung liefern. Eine Linie wird über eine kalibrierte Abbildung der Mikrostruktur eines Hartmetalls gezogen. An den Stellen, wo diese Linie einen WC-Korn durchquert, wird die einzelne Schnittlinienlänge (l_i) mit einem kalibrierten Maßstab gemessen (wobei $i = 1, 2, 3, \dots, n$ für den ersten, zweiten, dritten, ... n -ten Korn). Es wird empfohlen, mindestens 100 Körner zu zählen, vorzugsweise jedoch, um die Messunsicherheit auf unter 10 % zu senken, mindestens 200 Körner.

Die mittlere, aus der Schnittlinienlänge bestimmte Korngröße, ist folgendermaßen festgelegt:

$$d_{wc} = \sum l_i / n \quad (3)$$

Die Hartmetallkorngrößen fallen üblicherweise in den Bereich 0,1 μm bis 10 μm . Aufgrund der Messunsicherheit hat es sich bewährt, die mittlere, aus der Schnittlinienlänge bestimmte Korngröße für Werte $> 1,0 \mu\text{m}$ auf eine Dezimalstelle und für Werte $< 1,0 \mu\text{m}$ auf zwei Dezimalstellen anzugeben, d. h. die Ergebnisse werden auf zwei signifikante Stellen, wie z. B. 3,4 μm oder 0,18 μm , angegeben.

Eine Fallstudie ist in Anhang A angegeben.

7.2 Probenahme

7.2.1 Probenahme von Erzeugnissen

Die Probenahme ist ein Verfahren, bei dem ein Hartmetallgegenstand oder ein Bereich innerhalb eines Gegenstandes für eine Prüfung ausgewählt wird. Eine Zufallsprobenahme ist so festgelegt, dass bei der Auswahl eines Einzelelements aus einer Grundgesamtheit jedes Einzelelement der Grundgesamtheit die gleiche Chance hat, ausgewählt zu werden (siehe [9]).