

DIN EN ISO 4499-3

ICS 77.040.99; 77.160

Einsprüche bis 2014-06-11

Entwurf**Hartmetalle –****Metallographische Bestimmung der Mikrostruktur –****Teil 3: Messung von mikrostrukturellen Merkmalen in Hartmetallen auf Basis von Ti (C, N) und WC/kubischem Carbid (ISO/DIS 4499-3:2014); Deutsche Fassung prEN ISO 4499-3:2014**

Hardmetals –

Metallographic determination of microstructure –

Part 3: Measurement of microstructural features in Ti (C, N) and WC/Cubic Carbide Based Hardmetals (ISO/DIS 4499-3:2014);

German version prEN ISO 4499-3:2014

Métaux-durs –

Détermination métallographique de la microstructure –

Partie 3: Mesure des caractéristiques des microstructures des métaux-durs à base de carbures Ti (C, N) et WC/cubiques (ISO/DIS 4499-3:2014);

Version allemande prEN ISO 4499-3:2014

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2014-04-11 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 nwt@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 Normenausschuss Werkstofftechnologie (NWT) im DIN, 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 29 Seiten

Normenausschuss Werkstofftechnologie (NWT) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4499-3:2014) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 119 „Powder metallurgy“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC „Hartmetalle — Metallographische Bestimmung der Mikrostruktur“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom CCMC gehalten wird.

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

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

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

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

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

Hartmetalle — Metallographische Bestimmung der Mikrostruktur — Teil 3: Messung von mikrostrukturellen Merkmalen in Hartmetallen auf Basis von Ti (C, N) und WC/kubischem Carbid (ISO/DIS 4499-3:2014)

Métaux-durs — Détermination métallographique de la microstructure — Partie 3 : Mesure des caractéristiques des microstructures des métaux-durs à base de carbures Ti (C, N) et WC/cubiques (ISO/DIS 4499-3:2014)

Hardmetals — Metallographic determination of microstructure — Part 3: Measurement of microstructural features in Ti (C, N) and WC/Cubic Carbide Based Hardmetals (ISO/DIS 4499-3:2014)

ICS:

Deskriptoren:

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Symbole und Abkürzungen	6
5 Kurzbeschreibung des Verfahrens	7
6 Prüfeinrichtung	8
7 Kalibrierung	8
8 Vorbereitung der Schliffproben.....	9
8.1 Metallographische Präparation	9
8.2 Hartmetalle auf Basis von Ti(C, N) – Cermets	9
8.3 Hartmetalle auf Basis von WC/kubischem Carbid	13
9 Verfahren zur Charakterisierung von Strukturen	22
9.1 Auswahl von Strukturaufnahmen	22
9.1.1 Allgemeines	22
9.1.2 Repräsentative Auswahl	22
9.1.3 Größen der harten Phasen: Bestimmung der Homogenität.....	22
9.1.4 Inhomogene Materialien.....	22
9.2 Phasengrößenmessung	22
9.2.1 Messung der Korngröße einer Phase mittels Schnittlinienverfahren	23
10 Messunsicherheit.....	25
11 Prüfbericht.....	26
Literaturhinweise	27

Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 4499-3:2014) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 119 „Powder metallurgy“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC „Hartmetalle — Metallographische Bestimmung der Mikrostruktur“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom CCMC gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

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

- *Part 1: Photomicrographs and description*
- *Part 2: Measurement of WC grain size*
- *Part 3: Measurement of microstructural features in Ti(C,N) and WC/Cubic Carbide Based Hardmetals*
- *Part 4: Characterisation of Porosity, Carbon Defects and Eta-phase content*
- *Part 5: Characterisation and measurement of miscellaneous microstructural features*

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 4499-3:2014 wurde vom CEN als prEN ISO 4499-3:2014 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

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

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

1 Anwendungsbereich

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

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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

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

ASTM B 657, *Guide for Metallographic Identification of Microstructure in Cemented Carbides*

ASTM B 665, *Standard Guide for Metallographic Sample Preparation of Cemented Tungsten Carbides*

ASTM E 112, *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

nano

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

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

3.2

ultrafein

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

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

3.3

feinst

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

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

3.4

fein

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

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

3.5

mittel

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

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

3.6 grob

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

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

3.7 extragrob

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

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

3.8 Ti(C, N)-Cermets

ein TiCN-basiertes Cermet enthält 3 % (*m/m*) bis 30 % (*m/m*) einer Bindephase, die hauptsächlich aus Co und/oder Ni besteht, zusätzlich allerdings Mo enthalten kann; der Rest besteht im Wesentlichen aus einer harten Phase und ein paar geringfügigen Verunreinigungen

Anmerkung 1 zum Begriff: Die harte Phase besteht hauptsächlich aus Titancarbid, -nitrid und/oder -carbonitrid, darf aber außerdem Carbonitride aus (Ti, Ta), (Ti, W) oder (Ti, Ta, W) enthalten.

Anmerkung 2 zum Begriff: Diese Materialien enthalten typischerweise harte Phasen, die Körner mit einer Kern-Rand-Struktur aufweisen.

3.9 Hartmetalle auf Basis von WC/kubischem Carbid

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

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

4 Symbole und Abkürzungen

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

A	die Fläche, in Quadratmillimeter (mm ²)
ECD	der äquivalente Kreisdurchmesser einer festgelegten Phase, in Mikrometer (µm)
L	die Linienlänge einer festgelegten Phase, in Millimeter (mm)
l_i	die in einer festgelegten Phase gemessene einzelne Schnitlinienlänge, in Millimeter (mm)
Σl_i	die Summe aus allen gemessenen einzelnen Schnitlinienlängen
l_x	der arithmetische Mittelwert der Schnitlinienlänge in Phase x, in Mikrometer (µm)
N	die Anzahl der durchquerten Korngrenzen in oder zwischen festgelegten Phasen
n	die Anzahl der durchquerten Körner aus WC, Carbonitrid oder kubischem Carbid
m	die Vergrößerung
$m_{\max}$	die Höchstvergrößerung
$m_{\min}$	die Mindestvergrößerung

5 Kurzbeschreibung des Verfahrens

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

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

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

Es gibt drei Möglichkeiten zur zahlenmäßigen Bestimmung der mittleren Korngröße unterschiedlicher Phasen:

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

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

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 beschrieben:

- durch Linienschnittverfahren, als Heyn-Verfahren bezeichnet, anhand einer geraden Linie, die durch die Struktur gezogen wird;
- durch den äquivalenten Kreisdurchmesser (siehe ISO 4499-2); dieser wird erhalten, indem die Kornflächen der harten Phase gemessen werden und anschließend der Durchmesser eines Kreises mit äquivalenter Fläche angewendet wird.