

DIN EN ISO 643

ICS 77.040.99

Einsprüche bis 2015-07-08
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 643:2013-05

Entwurf

Stahl –
Mikrophotographische Bestimmung der erkennbaren Korngröße
(ISO/FDIS 643:2015);
Deutsche und Englische Fassung FprEN ISO 643:2015

Steel –
Micrographic determination of the apparent grain size (ISO/FDIS 643:2015);
German and English version FprEN ISO 643:2015

Acier –
Détermination micrographique de la grosseur de grain apparente (ISO/FDIS 643:2015);
Version allemande et anglaise FprEN ISO 643:2015

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-05-08 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 81 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
DIN-Normenausschuss Eisen und Stahl (FES)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (FprEN ISO 643:2015) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ECISS/TC 101 „Prüfverfahren für Stahl (andere als chemische Analysen)“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Gremium ist der Gemeinschaftsarbeitsausschuss NA 062-01-31 GA „Gemeinschaftsarbeitsausschuss NMP/FES: Metallographische Prüfverfahren“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung des ISO/FDIS 643 beigelegt. 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 3785 siehe DIN EN ISO 3785

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 643:2013-05 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Vergleichsbilder in Anhang B aktualisiert;
- b) Dokument redaktionell überarbeitet.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3785, *Metallische Werkstoffe — Kennzeichnung von Probenachsen in Bezug zur Halbzeuggefügetextur*

Stahl — Mikrophotographische Bestimmung der erkennbaren Korngröße (ISO/FDIS 643:2015)

Acier — Détermination micrographique de la grosseur de grain apparente (ISO/FDIS 643:2015)

Steel — Micrographic determination of the apparent grain size (ISO/FDIS 643:2015)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm

Dokument-Untertyp:

Dokumentstufe: parallele formelle Abstimmung vorgelegt

Dokumentsprache: D

STD Version 2.5a

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Symbole und Abkürzungen	5
5 Kurzbeschreibung	5
6 Auswahl und Vorbereitung der Probe	8
6.1 Lage der Probenentnahmestelle	8
6.2 Sichtbarmachen der Ferritkorngrenzen	8
6.3 Sichtbarmachen der Austenit- und ehemaliger Austenitkornmessungen	8
7 Bestimmung der Korngröße	12
7.1 Kennzeichnung der Korngröße durch eine Kennzahl.....	12
7.2 Kennzeichnung der Korngröße nach dem Linienschnitt-Verfahren	14
8 Prüfbericht.....	17
Anhang A (informativ) Zusammenfassung der Verfahren zum Sichtbarmachen von Ferrit-, Austenit- oder ehemaligen Austenitkorngrenzen in Stählen	18
Anhang B (normativ) Bestimmung der Korngröße – Genormte Bildreihentafeln aus ASTM E 112.....	19
Anhang C (normativ) Auswertungsverfahren	34
Literaturhinweise	39

Vorwort

Dieses Dokument (FprEN ISO 643:2015) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee ECISS/TC 101 „Prüfverfahren für Stahl (andere als chemische Analysen)“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen formellen Abstimmung vorgelegt.

Diese vierte Ausgabe, die geringfügige Änderungen beinhaltet, wird die dritte Ausgabe (EN ISO 643:2012) ersetzen. Eine Anmerkung wurde hinter dem ersten Absatz in 7.1.2 hinzugefügt.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/FDIS 643:2015 wurde vom CEN als FprEN ISO 643:2015 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt mikrophotographische Verfahren zur Bestimmung der erkennbaren Ferrit- oder Austenitkorngröße von Stählen fest. Es werden Verfahren zum Sichtbarmachen der Korngrenzen und zur Schätzung der mittleren Korngröße von Proben mit einer gleichmäßigen Größenverteilung beschrieben. Obwohl die Körner dreidimensional sind, können sie durch eine metallographische Schnittebene von einem beliebigen Punkt am Rand eines Korns bis einschließlich durch seinen maximalen Durchmesser so durchschnitten werden, dass auch in einer Probe mit vollständig übereinstimmender Korngröße in der zweidimensionalen Ebene eine erkennbare Korngröße erzeugt wird.

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 3785, *Metallic materials — Designation of test specimen axes in relation to product texture*

ASTM E112, *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1 Korn
erscheint in einer polierten und auf geeignete Weise für die mikrophotographische Untersuchung vorbereiteten Querschnittfläche als geschlossene polygonale Form mit mehr oder weniger gekrümmten Seiten

3.1.1 Austenitkorn
Kristall mit kubisch flächenzentriertem Gitter, das Glühzwillinge enthalten kann

3.1.2 Ferritkorn
Kristall mit kubisch raumzentriertem Gitter, das keine Glühzwillinge enthält

Anmerkung 1 zum Begriff: Für unlegierte Stähle mit einem Kohlenstoffgehalt von 0,25 % oder weniger wird die Ferritkorngröße im Allgemeinen geschätzt. Wenn möglicherweise vorhandene Perlitinseln Maße haben, die den Maßen der Ferritkörner entsprechen, werden diese Inseln als Ferritkörner gezählt.

3.2 Korngrößen-Kennzahl
eine Zahl G , die positiv, Null oder möglicherweise negativ ist und aus der mittleren Anzahl m der Körner bestimmt wird, die auf 1 mm² Querschnittsfläche der Probe gezählt werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Definitionsgemäß ist $G = 1$ für $m = 16$; die anderen Indizes ergeben sich aus folgender Gleichung:

$$m = 8 \times 2^G$$

3.3 Linienschnittpunkte mit Körnern
 N

Anzahl der von einer entweder geradlinigen oder kreisförmigen Messlinie durchquerten Körner

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Bild 1.

Anmerkung 2 zum Begriff: Gerade Messlinien enden üblicherweise innerhalb eines Korn. Diese Endsegmente zählen als 1/2 Korn. $\bar{N}$ ist der Mittelwert der bei einer Anzahl von Auswertungen ermittelten Anzahl Körner, die von einer zufällig angeordneten Messlinie durchquert wird. $\bar{N}$ wird durch die wahre Länge der Messlinie L_T dividiert, um die Anzahl der Linienschnittpunkte der Körner je Längeneinheit der Messlinie $\bar{N}_L$ zu bestimmen, wobei die Messlinie im Allgemeinen in Millimeter (mm) angegeben wird.

3.4

Linienschnittpunkte mit Korngrenzen

P

Anzahl der Schnittpunkte einer geraden oder kreisförmigen Messlinie mit den Korngrenzen

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe Bild 1.

Anmerkung 2 zum Begriff: $\bar{P}$ ist der Mittelwert der bei einer Anzahl von Auswertungen ermittelten Anzahl Korngrenzen, die von einer zufällig angeordneten Messlinie geschnitten wird. $\bar{P}$ wird durch die wahre Länge der Messlinie L_T dividiert, um die Anzahl der Linienschnittpunkte der Korngrenzen je Längeneinheit der Messlinie $\bar{P}_L$ zu bestimmen, wobei die Messlinie im Allgemeinen in Millimeter (mm) angegeben wird.

4 Symbole und Abkürzungen

Die verwendeten Symbole werden in Tabelle 1 angegeben.

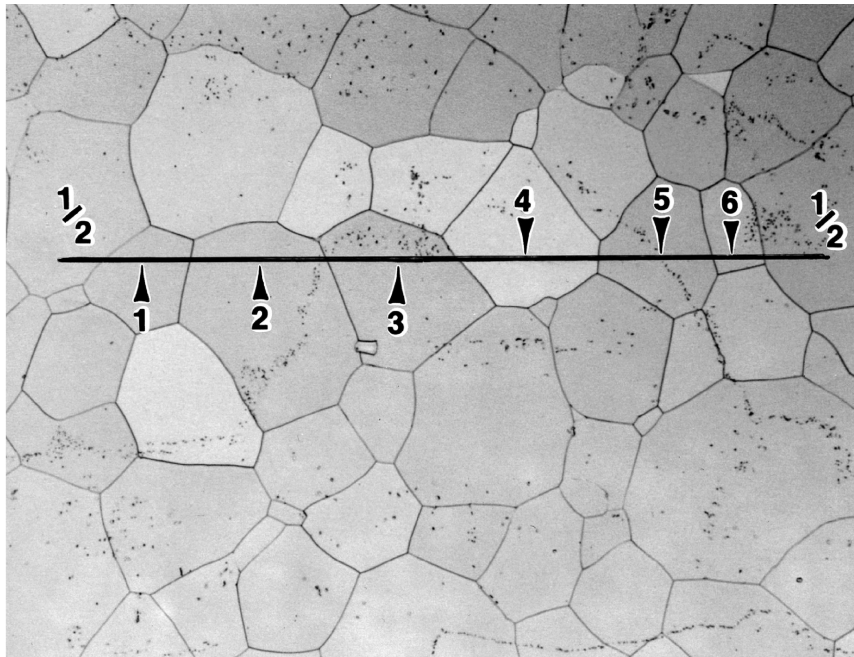
5 Kurzbeschreibung

Die Korngröße wird durch mikrophotographische Untersuchung einer Schnittfläche der Probe bestimmt, die nach einem der Stahlsorte und dem Ziel der Untersuchung entsprechenden Verfahren vorbereitet wurde.

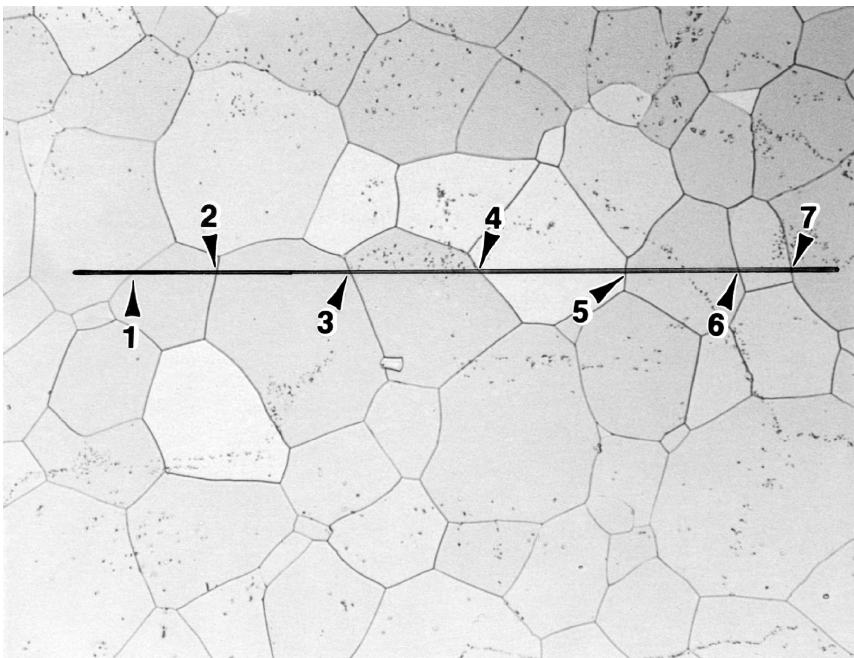
ANMERKUNG Wenn bei der Bestellung oder in der Internationalen Produktnorm das Verfahren zum Sichtbarmachen des Korns nicht festgelegt wird, ist die Auswahl des Verfahrens dem Hersteller überlassen.

Die mittlere Korngröße wird gekennzeichnet:

- a) entweder durch eine Kennzahl,
 - die üblicherweise durch einen Vergleich mit genormten Bildreihentafeln zur Bestimmung der Korngröße ermittelt wird
 - oder durch eine Zählung der mittleren Anzahl Körner je Flächeneinheit;
- b) oder durch den Mittelwert des Linienschnittsegments.



Anzahl Schnittpunkte der Körner N mit einer geraden Messlinie in einphasigem Korngefüge, wenn 6 Körner durchquert werden und zwei Linienschnittsegmente innerhalb eines Korns enden ($2 \times 1/2 = 1 N$), d. h. es ist $N = 7$.



Anzahl Schnittpunkte der Korngrenzen P mit einer geraden Messlinie in einphasigem Korngefüge, wenn 7 Linienschnittpunkte vorliegen, d. h. es ist $P = 7$.

Bild 1 — Beispiele für Linienschnittpunkte mit Korngrenzen (P) und mit Körnern (N)

Tabelle 1 — Symbole

Symbole	Definition	Wert
$\bar{a}$	mittlere Kornfläche, in Quadratmillimeter	$\bar{a} = \frac{1}{m}$
A_F	sichtbare Fläche des Beobachtungsfeldes, in Quadratmillimeter	—
$\bar{d}$	mittlerer Korndurchmesser, in Millimeter	$\bar{d} = \frac{1}{\sqrt{m}}$
D	Durchmesser des Kreises, der auf der Mattscheibe des Mikroskops oder auf der Mikrogefügeaufnahme das Beobachtungsfeld der Proben-Referenzfläche begrenzt	79,8 mm (Fläche = 5 000 mm ²)
g	lineare Vergrößerung des mikroskopischen Bildes (als Referenz)	Im Regelfall: 100
G	Korngrößen-Kennzahl	—
K	Umrechnungsfaktor von der linearen Vergrößerung g auf die lineare Vergrößerung 100	$K = \frac{g}{100}$
l	mittlere Länge des Linienschnittsegments, im Allgemeinen in Millimeter angegeben	$l = \frac{1}{N_L} = \frac{1}{P_L}$
L_T	Wahre Länge der Messlinie, dividiert durch die Vergrößerung, in Millimeter	—
m	Anzahl Körner je Quadratmillimeter Probenfläche im untersuchten Bereich	$m = 2 n_{100}$ (bei 100-facher Vergrößerung) $m = 2 K^2 n_g$ (bei g -facher Vergrößerung)
M	Nummer der genormten Bildreihentafel mit der besten Übereinstimmung, wenn g nicht 100 beträgt	—
n_g	Gesamtanzahl der Körner auf dem von einem Kreis mit dem Durchmesser D festgelegten Beobachtungsfeld (bei g -facher Vergrößerung)	—
n_1	Anzahl der vollständigen Körner innerhalb des Kreises mit dem Durchmesser D	—
n_2	Anzahl der vom Kreis mit dem Durchmesser D geschnittenen Körner	—
n_{100}	Gesamtanzahl der Körner auf dem von einem Kreis mit dem Durchmesser D festgelegten Beobachtungsfeld (bei 100-facher Vergrößerung)	$n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2}$
$\bar{N}$	Mittelwert der bei mehreren Auswertungen bestimmten Anzahl Körner, die von der Länge L der Messlinie geschnitten werden	—
$\bar{N}_L$	mittlere Anzahl Schnittpunkte der Körner je Längeneinheit der Messlinie	$\bar{N}_L = \frac{\bar{N}}{L_T}$
N_x	Anzahl Schnittpunkte je Millimeter in Längsrichtung ^a	—
N_y	Anzahl Schnittpunkte je Millimeter in Querrichtung ^a	—
N_z	Anzahl Schnittpunkte je Millimeter in der dazu rechtwinkligen Richtung ^a	—
$\bar{P}$	Mittelwert der bei mehreren Auswertungen bestimmten Anzahl Korngrenzen, die von zufällig angeordneten Messlinien geschnitten werden	—
$\bar{P}_L$	mittlere Anzahl Schnittpunkte der Korngrenzen je Längeneinheit der Messlinie	$\bar{P}_L = \frac{\bar{P}}{L_T}$

^a Verfahren zur Richtungsbezeichnung nach ISO 3785.

6 Auswahl und Vorbereitung der Probe

6.1 Lage der Probenentnahmestelle

Wenn bei der Bestellung oder in der Internationale Produktnorm die Anzahl der Proben und die Stelle, an der sie dem Produkt zu entnehmen sind, nicht festgelegt werden, ist die Auswahl dem Hersteller überlassen, obwohl bekannt ist, dass die Präzision der Korngrößenbestimmung bei Untersuchung einer größeren Anzahl Proben zunimmt. Daher wird empfohlen, zwei oder mehr Schliiffbilder auszuwerten. Es muss sichergestellt werden, dass die Proben für das Produkt repräsentativ sind (d. h. die Entnahme von stark verformtem Material, z. B. von den äußersten Enden bestimmter Produkte oder durch Scherverfahren ist zu vermeiden usw.). Die Proben müssen nach den üblichen Verfahren poliert werden.

Wenn in der Produktnorm nichts anderes festgelegt ist oder mit dem Kunden vereinbart wurde, muss die Schliifffläche in Längsrichtung der Probe liegen, d. h. parallel zur Hauptverformungsachse bearbeiteter Produkte. Durch eine Bestimmung der Korngröße in einer Querebene wird bei nicht gleichachsigen Körnern ein systematischer Messfehler eingebracht.

6.2 Sichtbarmachen der Ferritkorgrenzen

Ferritkörner werden durch Ätzen mit Nital (ethanolische 2 %ige bis 3 %ige Salpetersäurelösung) oder einem anderen geeigneten Ätzmittel sichtbar gemacht.

6.3 Sichtbarmachen der Austenit- und ehemaliger Austenitkornmessungen

6.3.1 Allgemeines

Bei Stählen, die bei Umgebungstemperatur ein einphasiges oder zweiphasiges Austenitgefüge (Delta-Ferritkörner in austenitischer Matrix) haben, müssen die Körner durch ein Ätzmittel sichtbar gemacht werden. Für einphasige austenitische nichtrostende Stähle sind die am häufigsten verwendeten Ätzmittel „glyceregia“, Kallings Reagenz (Nr. 2) und Marbles Reagenz. Das beste elektrolytische Ätzen für ein- oder zweiphasige nichtrostende Stähle erfolgt mit 60 %iger Salpetersäure bei 1,4 V Gleichstrom, innerhalb von 60 s bis 120 s zum Auffinden der Korngrößen, aber nicht von Zwillingskörnern. Eine wässrige 10 %ige Oxalsäure, 6 V Gleichstrom, innerhalb von 60 s, wird häufig verwendet, ist aber weniger effektiv als 60 % HNO_3 .

Für andere Stähle muss in Abhängigkeit vom Untersuchungsziel eines der nachfolgend aufgeführten Verfahren angewendet werden:

- Verfahren nach „Bechet-Beaujard“ durch Ätzen mit wässriger gesättigter Pikrinsäurelösung (siehe 6.3.2);
- Verfahren nach „Kohn“ durch kontrollierte Oxidation (siehe 6.3.3);
- Verfahren nach „McQuaid-Ehn“ durch Aufkohlung (siehe 6.3.4);
- Verfahren zur Sensibilisierung der Korngrenzen (siehe 6.3.7)
- oder, in Ausnahmefällen sonstige Verfahren, die bei Bestellung besonders vereinbart werden müssen.

ANMERKUNG Die ersten drei Verfahren für ehemalige Austenitkorgrenzen, während die Anderen für austenitische Mangan- oder austenitische nichtrostende Stähle geeignet sind (siehe Anhang A).

Es sollte beachtet werden, dass für Vergleiche zwischen den verschiedenen Verfahren gleiche Wärmebehandlungsbedingungen anzuwenden sind und dass die nach verschiedenen Verfahren ermittelten Ergebnisse beträchtlich voneinander abweichen können.

6.3.2 Verfahren nach „Bechet-Beaujard“ durch Ätzen mit wässriger gesättigter Pikrinsäurelösung

6.3.2.1 Anwendungsbereich

Dieses Verfahren macht Austenitkörner sichtbar, die bei der Wärmebehandlung einer Probe gebildet werden. Es ist auf Proben mit martensitischem oder bainitischem Gefüge anwendbar. Um eine effektive Ätzung zu erzielen, muss ein Mindestgehalt von 0,005 % P vorliegen.

6.3.2.2 Vorbereitung

Das Bechet-Beaujard-Ätzmittel wird üblicherweise auf einer wärmebehandelten Stahlprobe angewendet. Im Allgemeinen ist keine weitere Wärmebehandlung notwendig, wenn die Probe martensitisches oder bainitisches Gefüge hat. Für andere Gefügetypen ist eine weitere Wärmebehandlung erforderlich.

Falls die Bedingungen zur Behandlung der Probe in der Internationalen Produktnorm nicht angegeben werden und keine gegenteiligen Festlegungen getroffen wurden, müssen für wärmebehandelte unlegierte Baustähle und niedrig legierte Stähle folgende Bedingungen angewendet werden:

- 1,5 h bei (850 ± 10) °C für Stähle mit einem Kohlenstoffgehalt größer als 0,35 %,
- 1,5 h bei (880 ± 10) °C für Stähle mit einem Kohlenstoffgehalt kleiner als oder gleich 0,35 %.

Nach dieser Behandlung muss die Probe in Wasser oder Öl abgeschreckt werden.

6.3.2.3 Polieren und Ätzen

Eine ebene Schnittfläche der Probe wird für die mikroskopische Untersuchung poliert. Sie wird über eine geeignete Dauer mit gesättigter wässriger Pikrinsäurelösung geätzt, die mindestens 0,5 % Natriumalkylsulfonat oder ein anderes Entspannungsmittel enthält.

ANMERKUNG Die Ätzdauer kann wenige Minuten bis mehr als eine Stunde betragen. Eine Erwärmung der Lösung auf 60 °C kann die Ätzwirkung verbessern und die Ätzdauer abkürzen.

Zur Verstärkung des Kontrastes zwischen den Korngrenzen und der Grundmasse der Probe ist es mitunter notwendig, das Ätzen und Polieren einmal oder mehrere Male zu wiederholen. Proben aus durchgehärtetem Stahl können vor der Auswahl angelassen werden.

WARNUNG — Beim Erwärmen von Lösungen, die Pikrinsäure enthalten, muss das Verkochen der Lösung vermieden werden, da Pikrinsäure explosiv werden kann.

6.3.2.4 Ergebnis

Die Grenzen ehemaliger Austenitkörner müssen bei der mikroskopischen Untersuchung sofort erkennbar werden.

6.3.3 Verfahren nach „Kohn“ durch kontrollierte Oxidation

6.3.3.1 Anwendungsbereich

Bei diesem Verfahren wird das austenitische Korngefüge erkennbar, das durch selektive Oxidation der Korngrenzen während der Austenitisierung bei der Temperatur einer entsprechenden Wärmebehandlung gebildet wird.

6.3.3.2 Vorbereitung

Eine Fläche der Probe wird poliert. Die übrigen Probenflächen dürfen keine Oxidspuren aufweisen. Die Probe wird in einen Laboratoriumswärmeschrank gebracht, in dem entweder ein Vakuum von 1 Pa vorhanden ist oder ein inertes Gas umläuft (z. B. gereinigtes Argon). Die Probe wird nach dem vom Käufer oder in der Internationalen Produktnorm festgelegten Austenitisierungsverfahren wärmebehandelt.

Nach Abschluss der festgelegten Erwärmungsdauer muss über eine Dauer von 10 s bis 15 s Luft in den Wärmeschrank eingeleitet werden.

Danach wird die Probe in Wasser abgeschreckt. Die Probe kann im Allgemeinen direkt unter einem Mikroskop untersucht werden.

ANMERKUNG 1 Das Oxidationsverfahren kann ohne inerte Atmosphäre durchgeführt werden.

ANMERKUNG 2 Das an der zuvor polierten Oberfläche anhaftende Oxid sollte durch leichtes Polieren mit einem feinen Schmirgelmittel entfernt werden, wobei darauf zu achten ist, dass das Oxidnetz, das sich auf den Korngrenzen gebildet hat, erhalten bleibt; im Anschluss daran sollte das Polieren nach den üblichen Verfahren fortgesetzt werden. Dann sollte die Probe mit Vilellas Ätzmittel geätzt werden:

- Pikrinsäure 1 g,
- Salzsäure 5 ml,
- Ethanol 100 ml.

6.3.3.3 Ergebnis

Die selektive Oxidation der Korngrenzen macht das Gefüge der Austenitkörner erkennbar.

Wenn die Vorbereitung vorschriftsmäßig erfolgt, sollten an den Korngrenzen keine Oxidkügelchen auftreten.

In einigen Fällen kann es notwendig sein, eine Schrägbeleuchtung oder DIC-Verfahren (en: Differential Interference Contrast) anzuwenden, um die Grenzen durch Kontrast besser erkennbar zu machen.

6.3.4 Verfahren nach „McQuaid-Ehn“ durch Aufkohlung bei 925 °C

6.3.4.1 Anwendungsbereich

Dieses Verfahren ist speziell für Einsatzstähle bestimmt und macht Austenitkorngrenzen erkennbar, die beim Aufkohlen dieser Stähle gebildet werden. Dieses Verfahren ist im Allgemeinen nicht geeignet, Korngrenzen erkennbar zu machen, die bei anderen Wärmebehandlungen entstanden sind.

ANMERKUNG Es kann auch eine „Scheinaufkohlung“ angewendet werden. Die Probe wird wie beim Aufkohlen, aber ohne kohlenstoffreiche Atmosphäre behandelt. Die weitere Wärmebehandlung erfolgt nach den Festlegungen für das jeweilige Produkt. Die Korngrenzen werden durch das Bechet-Beaujard-Ätzmittel sichtbar gemacht, siehe 6.3.2.

6.3.4.2 Vorbereitung

Die Proben dürfen keine Spuren einer Entkohlung oder Oberflächenoxidation zeigen. Alle vorangegangenen Kalt- und Warmverformungen, mechanische Bearbeitungen usw. können die Form der gebildeten Körner beeinflussen; in der Produktspezifikation müssen die Behandlungen angegeben werden, die in diesen Fällen vor einer Korngrößenbestimmung durchzuführen sind.

Nach dem Aufkohlen muss die Probe so langsam abgekühlt werden, dass sich an den Korngrenzen der aufgekohlten Probe im übereutektischen Bereich gelöster Kohlenstoff als Zementit ausscheidet.

Die Aufkohlung muss erreicht werden, indem die Probe über eine Dauer von 6 h bei $(925 \pm 10)^\circ\text{C}$ behandelt wird. Zu diesem Zweck wird der Einsatzkasten im Allgemeinen 8 h bei $(925 \pm 10)^\circ\text{C}$ einschließlich der Aufheizzeit gehalten. In den meisten Fällen wird eine 1 mm dicke Aufkohlungszone erzeugt. Nach der Aufkohlung muss die Probe so langsam abgekühlt werden, damit die Ausscheidung des Zementits an den Korngrenzen des übereutektischen Bereichs der Aufkohlungszone sichergestellt ist.

Für jede Durchführung muss ungebrauchtes Aufkohlungspulver verwendet werden.

6.3.4.3 Probenvorbereitung

Die aufgekohlte Probe wird üblicherweise senkrecht zu ihrer Oberfläche zerschnitten. Einer der Querschnitte muss für die mikroskopische Untersuchung vorbereitet werden. Er muss nach a) oder b) geätzt werden.

a) „Le Chatelier- und Igewski“-Reagens (alkalisches Natriumpikrat):

- Pikrinsäure 2 g,
- Ätznatron 25 g,
- Wasser 100 ml.

Dieses Reagens wird durch Eintauchen für mindestens 1 min bei 100°C oder durch elektrolytisches Ätzen bei Raumtemperatur 60 s bei einem Gleichstrom von 6 V benutzt.

b) Nital:

- Salpetersäure 2 ml bis 5 ml,
- Ethanol Restmenge zum Auffüllen auf 100 ml.

Andere Ätzmittel können angewendet werden, sofern sie gleiche Ergebnisse ermöglichen.

6.3.4.4 Ergebnis

Die Grenzen der ehemaligen Austenitkörner in der übereutektischen aufgekohlten Oberflächenzone werden durch Ausscheidung von voreutektoidem Zementit nachgezeichnet.

6.3.5 Verfahren mit voreutektoidem Ferrit

ANMERKUNG Im Anhang A werden Richtlinien für die Anwendung dieses Verfahrens in Abhängigkeit vom Mikrogefüge des jeweiligen Produkts aus Stahl angegeben.

6.3.5.1 Kurzbeschreibung

Das Verfahren ist für unlegierten Stahl mit einem Kohlenstoffgehalt von etwa 0,25 % bis 0,6 % sowie für niedrig legierte Stähle geeignet, z. B. Stähle, die Mangan-Molybdän, 1 % Chrom, 1 % Chrom-Molybdän und 1,5 % Nickel-Chrom enthalten. Die Grenzen der ehemaligen Austenitkörner werden als voreutektoides Ferritnetz erkennbar gemacht.

6.3.5.2 Vorbereitung

Die in der Produktnorm angegebenen Austenitisierungsbedingungen werden angewendet. Proben aus unlegiertem Stahl oder einem anderem Stahl mit geringer Härtebarkeit werden in Luft oder im Ofen abgekühlt oder teilweise isothermisch so umgewandelt, dass die Austenitkorngrenzen durch Ferrit konturiert werden.

Proben aus legierten Stählen werden nach dem Austenitisieren teilweise isothermisch bei einer geeigneten Temperatur im Bereich von 650 °C bis 720 °C umgewandelt und dann in Wasser abgeschreckt.

ANMERKUNG 1 Die für die Umwandlung erforderliche Zeit schwankt in Abhängigkeit vom Stahl; üblicherweise hat sich nach 1 min bis 5 min genügend Ferrit abgeschieden, obwohl mitunter längere Zeiten gefordert werden können, bis zu etwa 20 min.

ANMERKUNG 2 Für legierte Stähle ist eine Probe mit Maßen von 12 mm × 6 mm × 3 mm geeignet, um bei einer isothermischen Behandlung eine gleichmäßige Umwandlung zu erreichen.

6.3.5.3 Polieren und Ätzen

Die Proben werden für die mikroskopische Untersuchung zerschnitten, poliert und geätzt. Zum Ätzen wird ein geeignetes Mittel, z. B. Salzsäure und Pikrinsäure angewendet (Vilellas Reagenz).

6.3.6 Bainit oder Verfahren mit gestufter Abschreckung

ANMERKUNG Im Anhang A werden Richtlinien zur Anwendung dieses Verfahrens in Abhängigkeit vom Mikrogefüge des jeweiligen Stahlprodukts angegeben.

6.3.6.1 Kurzbeschreibung

Das Verfahren ist für Stähle mit etwa eutektoider Zusammensetzung geeignet, d. h. für Stähle mit einem Kohlenstoffgehalt ab 0,7 % Massenanteil. Die Grenzen der ehemaligen Austenitkörner werden erkennbar gemacht, indem um die Martensitkörner ein Netz aus feinstreifigem Perlit oder Bainit gebildet wird.

6.3.6.2 Vorbereitung

Um eine vollständige Austenitisierung sicherzustellen, wird die Probe auf eine Temperatur von höchstens 30 °C über A_{C3} erhitzt (d. h. auf die Temperatur, bei der beim Erhitzen die Umwandlung des Ferrits in Austenit abgeschlossen ist).

Die Probe wird mit kontrollierter Geschwindigkeit so abgekühlt, dass ein teilweise gehärtetes Gefüge entsteht, bei dem die Martensitkörner von feinstreifigem Perlit oder Bainit umgeben werden.

Dieses Gefüge kann auf einem der folgenden Wege erzeugt werden:

- a) durch vollständiges Abschrecken eines Stabes mit bestimmtem Querschnitt in Wasser oder gegebenenfalls in Öl, so dass er an der Oberfläche vollständig, in der Stabmitte jedoch nur teilweise erhärtet;
- b) durch gestufte Abschreckung eines Stabes mit 12 mm bis 25 mm Durchmesser oder mit quadratischem Querschnitt, indem er nur auf einem Teil seiner Länge in Wasser eingetaucht wird.

Dann wird die Probe poliert und geätzt.

6.3.7 Sensibilisierung austenitischer Stähle, nichtrostender Stähle und Manganstähle

Die Korngrenzen können durch Abscheidung von Carbiden erkennbar gemacht werden, die durch Erhitzen auf eine Sensibilisierungstemperatur im Bereich von 482 °C bis 704 °C (900 °F bis 1 300 °F) erreicht wird. Zum Sichtbarmachen der Carbide können alle geeigneten Ätzmittel angewendet werden.

Dieses Verfahren sollte nicht auf austenitische Stahlsorten mit sehr geringen Kohlenstoffgehalten angewendet werden.

6.3.8 Sonstige Verfahren zum Sichtbarmachen ehemaliger Austenitkorngrenzen

Bei bestimmten Stählen kann nach einer einfachen Wärmebehandlung (Glühen oder Normalglühen, Härten und Vergüten usw.) bei einer mikroskopischen Untersuchung die Form der Austenitkörner auf folgende Weise sichtbar gemacht werden: Netzwerk aus voreutektoidem Ferrit, der Perlitkörner einschließt, Netzwerk aus sehr feinstreifigem Perlit, der Martensitkörner einschließt usw. Das Austenitkorn kann auch durch thermisches Ätzen im Vakuum (nicht unbedingt mit nachfolgender Oxidation) sichtbar gemacht werden. In den genannten Fällen müssen diese vereinfachten Verfahren¹⁾ in der Produktspezifikation erwähnt werden.

7 Bestimmung der Korngröße

7.1 Kennzeichnung der Korngröße durch eine Kennzahl

7.1.1 Gleichungen

Die Kennzahl wird in 3.2 nach Gleichung (1) bestimmt:

$$m = 8 \times 2^G \quad (1)$$

Diese Gleichung kann auf folgende Weise umgeformt werden:

$$G = \frac{\lg m}{\lg 2} - 3 \quad (2a)$$

oder

$$G = \frac{\lg m}{0,301} - 3 \quad (2b)$$

1) Zu diesen Verfahren gehören: Ausscheidungen an den Korngrenzen während des Abkühlens; gestufte Abkühlungsverfahren usw.

7.1.2 Auswertung durch Vergleich mit genormten Bildreihentafeln

Das auf dem Bildschirm (oder einer Mikrogefügeaufnahme) untersuchte Beobachtungsfeld wird mit einer Reihe von genormten Bildtafeln²⁾ oder Auflegblättern verglichen (Okulargitter für die Korngrößenbestimmung können unter der Voraussetzung angewendet werden, dass sie nationalen oder internationalen Standards entsprechen). Die genormten Bildreihentafeln mit einer Vergrößerung von 100 werden von 00 bis 10 so nummeriert, dass ihre Nummer der Kennzahl G entspricht.

ANMERKUNG Alle genormten Bildreihentafeln aus Anhang B werden bei einer 100fachen Vergrößerung dargestellt. Als unterschiedliche Größen der Kreise werden 00 bis 2,5 und 3,0 bis 10 verwendet. Für die Bildreihentafel von 1,0 wird, in Übereinstimmung mit Gleichung (1), dieselbe Bildreihentafel von 3,0 mit 2facher Vergrößerung verwendet.

Es kann dann die genormte Bildreihentafel mit der Korngröße bestimmt werden, die am besten mit der Korngröße der untersuchten Beobachtungsfelder der Probe übereinstimmt. Für jede Probe müssen mindestens drei zufällig ausgewählte Beobachtungsfelder ausgewertet werden.

Für den Fall, dass eine von 100 abweichende Vergrößerung g des Beobachtungsfeldes auf der Mattscheibe oder der Mikrogefügeaufnahme angewendet wird, entspricht die Kennzahl G der Nummer M der Bildtafel mit der besten Übereinstimmung, wobei die gewählte Vergrößerung folgendermaßen zu berücksichtigen ist:

$$G = M + 6,64 \lg \frac{g}{100} \quad (3)$$

In Tabelle 2 werden die Zusammenhänge zwischen den Korngrößen-Kennzahlen für übliche Vergrößerungen angegeben.

Tabelle 2 — Zusammenhänge zwischen den Korngrößen-Kennzahlen für übliche Vergrößerungen

Vergrößerung des Beobachtungsfeldes	Korngrößen-Kennzahl für ein Beobachtungsfeld, das durch die folgende Nr. der Richtreihentafel gekennzeichnet wird							
25	−3	−2	−1	0	1	2	3	4
50	−1	0	1	2	3	4	5	6
100	1	2	3	4	5	6	7	8
200	3	4	5	6	7	8	9	10
400	5	6	7	8	9	10	11	12
500	5,6	6,6	7,6	8,6	9,6	10,6	11,6	12,6
800	7	8	9	10	11	12	13	14

7.1.3 Flächenauszahlverfahren

Die Auswertung des Flächenauszahlverfahrens wird im Anhang C beschrieben.

7.1.4 Schätzung der Korngrößen-Kennzahl

Unabhängig davon, ob die Schätzung durch Vergleich oder Zählung durchgeführt wird, ist die erreichte Genauigkeit selten größer als eine halbe Einheit. Die angegebene Kennzahl muss auf eine ganze Zahl gerundet werden.

2) Diese genormten Bildreihentafeln werden in ASTM E 112 [(Tafeln IA und IB) (Anhang B)] festgelegt. Die ausgewählten genormten Bildreihentafeln sollten während der gesamten Untersuchung angewendet werden.

7.2 Kennzeichnung der Korngröße nach dem Linienschnitt-Verfahren

Auf einem Projektionsschirm, einem Rasternetz, einem Monitor oder einer Mikrogefügeaufnahme einer für das Produkt repräsentativen Probe wird bei einer bekannten Vergrößerung g die Anzahl der Schnittpunkte gezählt, die zwischen einer Messlinie bekannter Länge mit den Körnern N oder mit den Korngrenzen P auftreten.

Die Messlinie kann geradlinig oder kreisförmig sein. Das in Bild 2 dargestellte Messgitter zeigt die Arten der empfohlenen Messlinien.

Das Gitter muss nur einmal auf ein zu untersuchendes Beobachtungsfeld aufgebracht werden. Es wird zufällig auf eine ausreichende Anzahl von Bildfeldern angewendet, um eine gültige Zählung zu erhalten.

Die drei Kreise müssen folgende in Millimeter angegebenen Maße haben:

Durchmesser	Umfang
79,58	250,0
53,05	166,7
26,53	83,3
Gesamt:	500,0

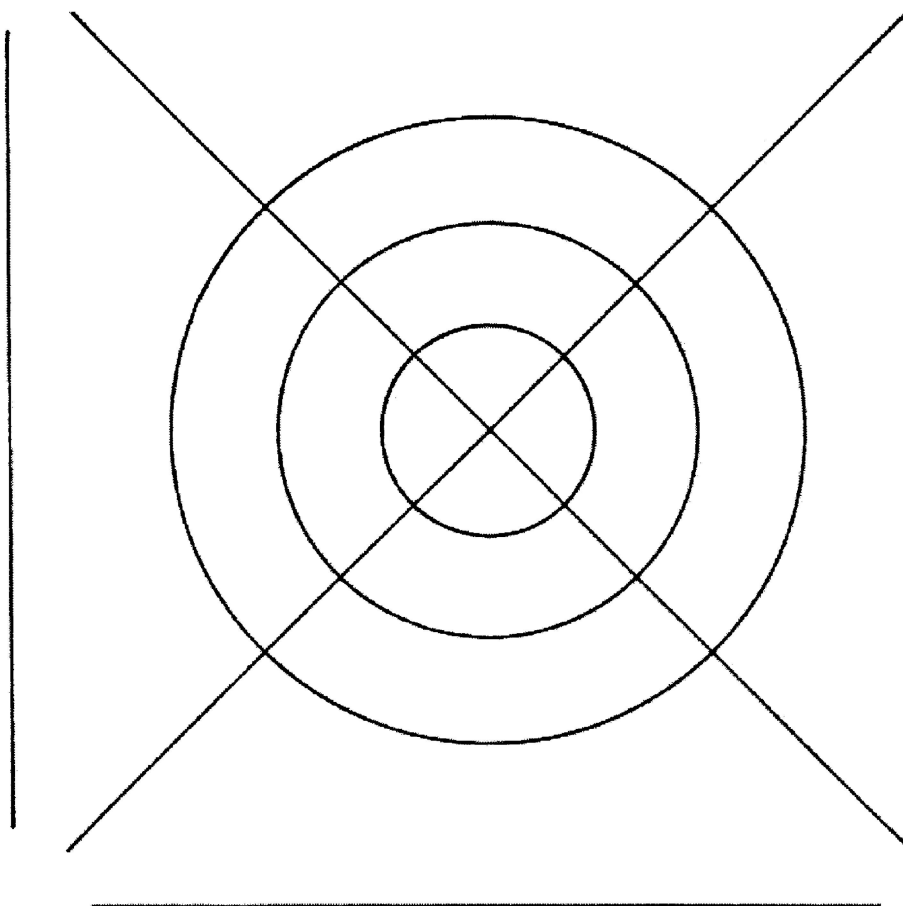


Bild 2 — Empfohlenes Messgitter für das Linienschnittsegment-Verfahren

7.2.1 Linienschnittsegment-Verfahren

7.2.1.1 Bild 2 zeigt ein Prüfmuster, das zur Messung der Korngröße nach dem Linienschnitt-Verfahren angewendet werden kann. Die drei konzentrischen Kreise haben einen Gesamtumfang (Gesamtlänge der Messlinie) von 500 mm. Ein kreisförmiges Messgitter dient der Bestimmung des Mittelwertes für Kornformen mit Abweichungen von der Gleichachsigkeit und vermeidet das Problem, dass Linien innerhalb von Körnern enden. Bild 2 zeigt auch vier gerade Messlinien, von denen zwei diagonal, eine vertikal und eine horizontal angeordnet sind. Die beiden Diagonalen haben eine Länge von 150 mm, die Länge der horizontalen bzw. der vertikalen Messlinie beträgt jeweils 100 mm. Auch die geraden Messlinien dienen der Bestimmung des Mittelwerts für Kornformen mit Abweichungen von der Gleichachsigkeit. Wenn der Grad der Korndehnung von Interesse ist, können aber auch nur die Körner gezählt werden, die von der vertikalen und der horizontalen (getrennt voneinander angeordneten) Messlinie geschnitten werden, wenn sie so ausgerichtet sind, dass die horizontale Messlinie parallel zur Verformungsachse (und die vertikale Messlinie damit rechtwinklig zur Verformungsachse) auf einer in Längsrichtung orientierten Schliffebene liegt [siehe 7.2.3 c)].

Die Vergrößerung muss so ausgewählt werden, dass mindestens 50 Schnittpunkte in einem einzigen Beobachtungsfeld gezählt werden. Es müssen mindestens fünf zufällig ausgewählte Beobachtungsfelder mit einer Gesamtanzahl von mindestens 250 Schnittpunkten ausgewertet werden.

ANMERKUNG Falls die Korngröße der Probe eine Änderung der Vergrößerung erfordert, um die gewünschte Anzahl von Schnittpunkten zu erreichen, kann auch die Länge der Messlinien variiert werden, sofern die Messlinien so ausgerichtet werden, dass die Korn-Anisotropie berücksichtigt wird.

Für die Auszählung von Schnittpunkten mit Körner und Korngrenzen gelten für einphasiges Korngefüge bei Anwendung geradliniger Messlinien folgende Regeln.

7.2.1.2 Bei Auszählung der Anzahl Schnittpunkte mit Körnern N , ist

- N gleich 1, wenn ein Korn von einer Messlinie durchquert wird,
- N gleich 0,5, wenn eine Messlinie in einem Korn endet,
- N gleich 0,5, wenn das Ende einer Messlinie gerade ein Korn erreicht.

7.2.1.3 Bei Auszählung der Anzahl Schnittpunkte mit Korngrenzen P ist

- P gleich 1, wenn eine Korngrenze von einer Messlinie durchschnitten wird,
- P gleich 1, wenn eine Messlinie eine Tangente zu einer Korngrenze bildet,
- P gleich 1,5, wenn der Schnittpunkt mit einer Messlinie auf einen Tripelpunkt fällt.

ANMERKUNG Das im Anhang C beschriebene Verfahren nach „Snyder-Graff“ ist ein Linienschnitt-Verfahren für Werkzeugstahl (Schnellarbeitsstähle).

7.2.2 Kreisschnitt-Verfahren

Es wird die im Bild 2 dargestellte Anordnung der Kreise empfohlen.

Die Messlinie besteht entweder aus allen drei im Bild 2 dargestellten konzentrischen Kreisen oder nur aus einem einzelnen Kreis.

Die Gesamtlänge der drei Kreisumfänge des im Bild 2 dargestellten empfohlenen Messgitters beträgt 500 mm. Die Vergrößerung oder der Durchmesser des Kreises muss so ausgewählt werden, dass beim Auflegen des Messgitters auf das zu untersuchende Beobachtungsfeld 40 bis 50 Schnittpunkte vorhanden sind.

Wenn die Auswertung mit Hilfe nur eines Kreises erfolgt, ist der größte Kreis anzuwenden, dessen Umfang 250 mm beträgt. In diesem Fall muss die Vergrößerung so ausgewählt werden, dass mindestens 25 Schnittpunkte zu zählen sind.

Das Linienschnitt-Verfahren unter Verwendung von Kreisen tendiert dazu, dass leicht erhöhte Längen der erfassten Segmente und folglich leicht verringerte Anzahlen von Schnittpunkten bestimmt werden. Zum Ausgleich werden die auf einen Tripelpunkt fallenden Schnittpunkte jeweils als zwei Schnittpunkte gezählt, im Gegensatz zum Linienschnittsegment-Verfahren, bei dem sie als 1,5 Schnittpunkte gezählt werden.

7.2.3 Auswertung

Die Anzahl von Schnittpunkten der Körner N oder von Schnittpunkten der Korngrenzen P mit der Messlinie wird an einer bestimmten Anzahl zufällig ausgewählter Beobachtungsfelder ermittelt. Die jeweiligen Mittelwerte $\bar{N}$ oder $\bar{P}$ werden errechnet.

Wenn L_T die wahre Länge der Messlinie ist, dann gilt:

$$\bar{N}_L = \frac{\bar{N}}{L_T} \quad \text{und} \quad \bar{P}_L = \frac{\bar{P}}{L_T} \quad (4)$$

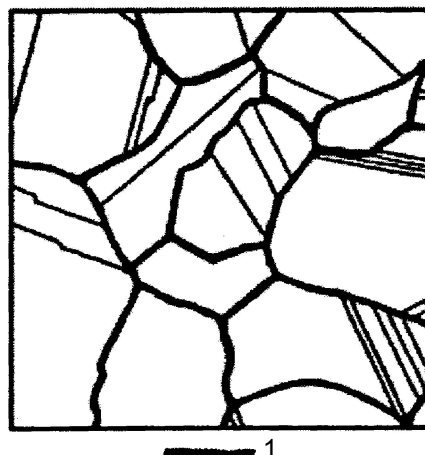
Bei ungleichachsigen Körnern kann die Anzahl der Schnittpunkte der Körner N bzw. der Schnittpunkte der Korngrenzen P mit den geraden Messlinien, die parallel zu den drei Hauptrichtungen angeordnet sind, ermittelt werden. Die drei Hauptrichtungen können auf zwei beliebigen der drei Hauptprüfebenen (längs, quer und planar) gefunden werden.

Die mittlere Anzahl der Schnittpunkte der Körner $\bar{N}_L$ bzw. der Schnittpunkte der Korngrenzen $\bar{P}_L$ mit den Messlinien wird aus der Kubikwurzel des Produkts aus den drei Messungen bestimmt:

$$\bar{N}_L = (\bar{N}_{Lx} \times \bar{N}_{Ly} \times \bar{N}_{Lz})^{1/3} \quad \text{und} \quad \bar{P}_L = (\bar{P}_{Lx} \times \bar{P}_{Ly} \times \bar{P}_{Lz})^{1/3} \quad (5)$$

wobei die Striche über den Größen anzeigen, dass sie Mittelwerte (Durchschnittswerte) einer Anzahl von Messungen darstellen, während x, y und z die Hauptrichtungen kennzeichnen (längs, quer und planar).

- a) Körner mit unterschiedlichen Größen-Kennzahlen: In einigen Fällen können die untersuchten Proben Körner enthalten, die zwei oder mehr unterschiedlichen Systemen von Korngrößen-Kennzahlen zuzuordnen sind. Ein Hinweis darauf ist z. B. das Vorhandensein mehrerer Körner, deren Maße sich merklich von den sonst vorhandenen Korngrößen unterscheiden (siehe ISO 14250).
- b) Zwillingkörner: Sofern nicht anders festgelegt, werden sie als Einzelkorn gezählt, d. h. Zwillingkorngrenzen werden nicht berücksichtigt (siehe Bild 3).
- c) Ungleichachsige Körner: Die Kornform kann beschrieben werden, indem an einer in Längsrichtung orientierten Probe die mittlere Länge des Linienschnittsegments in Verformungsrichtung durch die mittlere Länge des Linienschnittsegments rechtwinklig zur Verformungsrichtung dividiert wird. Der auf diese Weise ermittelte Wert wird als Korndehnungsverhältnis oder Anisotropieindex bezeichnet.
- d) Neue Verfahren zur Korngrößenbestimmung, wie z. B. Ultraschallverfahren, automatische quantitative Bildanalyse usw. können zur Messung der Korngröße bestimmter Werkstoffe unter der Voraussetzung angewendet werden, dass zuvor die Genauigkeit dieser Verfahren durch eine extensive Kreuzkorrelation nachgewiesen wurde.



Legende

- 1 Korngrenzen

Bild 3 — Auswertung der Kornanzahl (Zwillingkörner)

8 Prüfbericht

Im Prüfbericht müssen angegeben werden:

- a) die Sorte des untersuchten Stahls;
- b) die Art des untersuchten Korns;
- c) das angewendete Verfahren, die Betriebsbedingungen, die Art der Auswertung (d. h. manuelle oder automatische Bildanalyse);
- d) die Korngrößen-Kennzahl oder der Wert des mittleren Linienschnittsegments.

Anhang A (informativ)

Zusammenfassung der Verfahren zum Sichtbarmachen von Ferrit-, Austenit- oder ehemaligen Austenitkorgnrenzen in Stählen

Verfahren	Anwendbar auf folgende Stähle
Ätzverfahren nach „Bechet-Beaujard“ (siehe 6.3.2)	Stähle mit martensitischem, angelassenem martensitischem oder bainitischem Gefüge, das $\geq 0,005$ % Phosphor enthält
Oxidationsverfahren nach „Kohn“ (siehe 6.3.3)	unlegierte und niedrig legierte Stähle
Aufkohlungsverfahren nach „McQuaid-Ehn“ (siehe 6.3.4)	Einsatzstähle
Verfahren mit scheinbarer Aufkohlung (siehe 6.3.4)	Einsatzstähle
Verfahren mit voreutektoidem Ferrit (siehe 6.3.5)	unlegierte Grobkornstähle mit einem Kohlenstoffgehalt zwischen 0,26 % und 0,6 %; auch niedrig legierte Stähle, z. B. Mn-Mo, 1 % Cr, 1 % Cr-Mo und 1,5 % Cr-Ni
Zwischenstufen- oder gestuftes Abschreckverfahren (siehe 6.3.6)	Grobkornstähle mit etwa eutektoidem Kohlenstoffgehalt, d. h. 0,7 % bis 0,8 % Kohlenstoff
Verfahren zur Sensibilisierung der Korgnrenzen (siehe 6.3.7)	unstabilisierte austenitische oder nichtrostende Duplexstähle mit einem Kohlenstoffgehalt $> 0,025$ % ^a
Abschreck- und Anlassverfahren (siehe 6.3.8)	unlegierte Stähle
Direktätzen mit geeignetem Ätzmittel (siehe 6.2)	alle einphasigen Stähle
^a Werden austenitische Mn-Stähle bei 550 °C bis 600 °C wärmebehandelt (gealtert), entsteht ein feiner Carbidniederschlag an den Korgnrenzen.	

Anhang B
(normativ)

**Bestimmung der Korngröße – Genormte Bildreihentafeln aus
ASTM E 112³⁾**

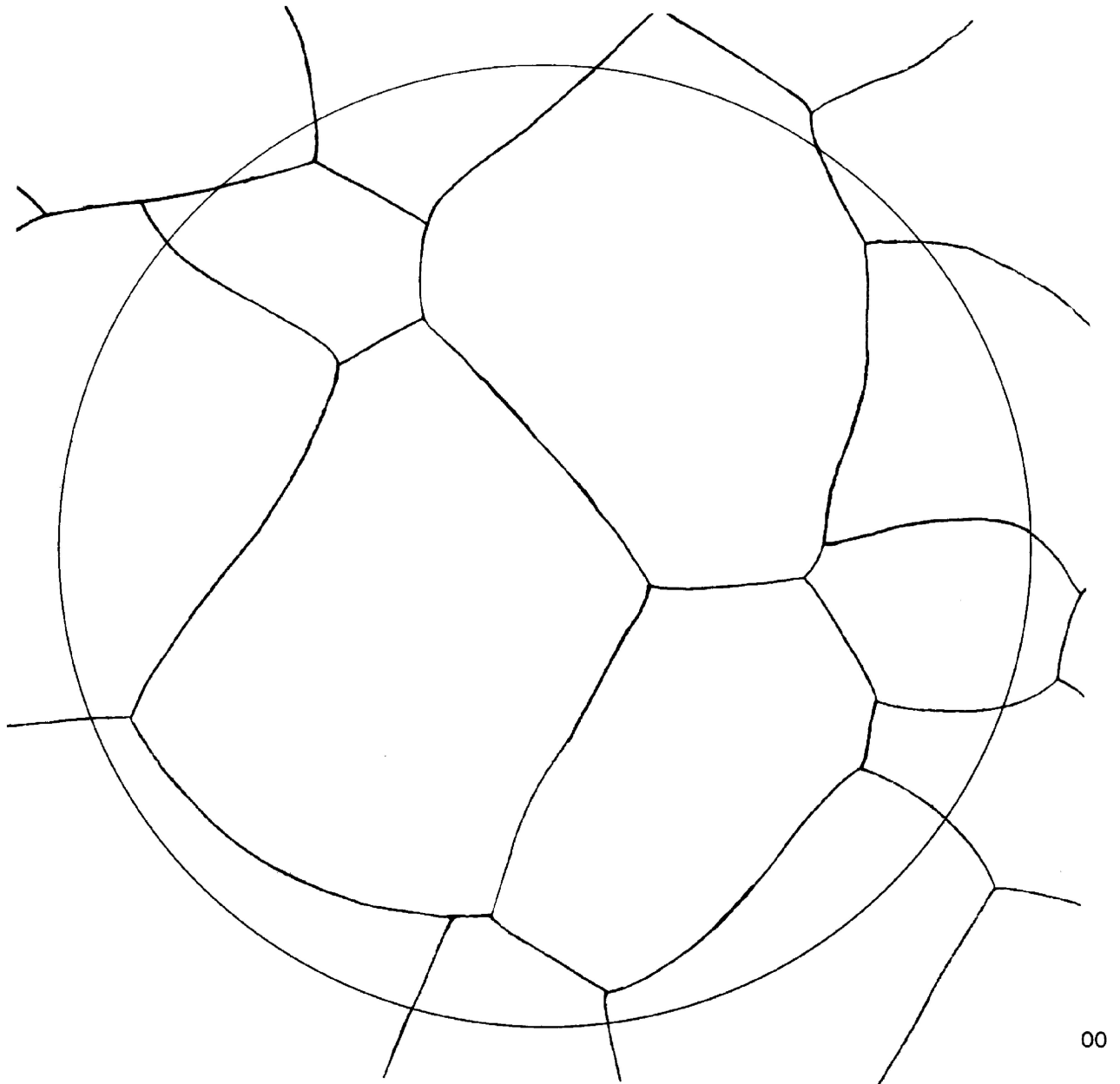
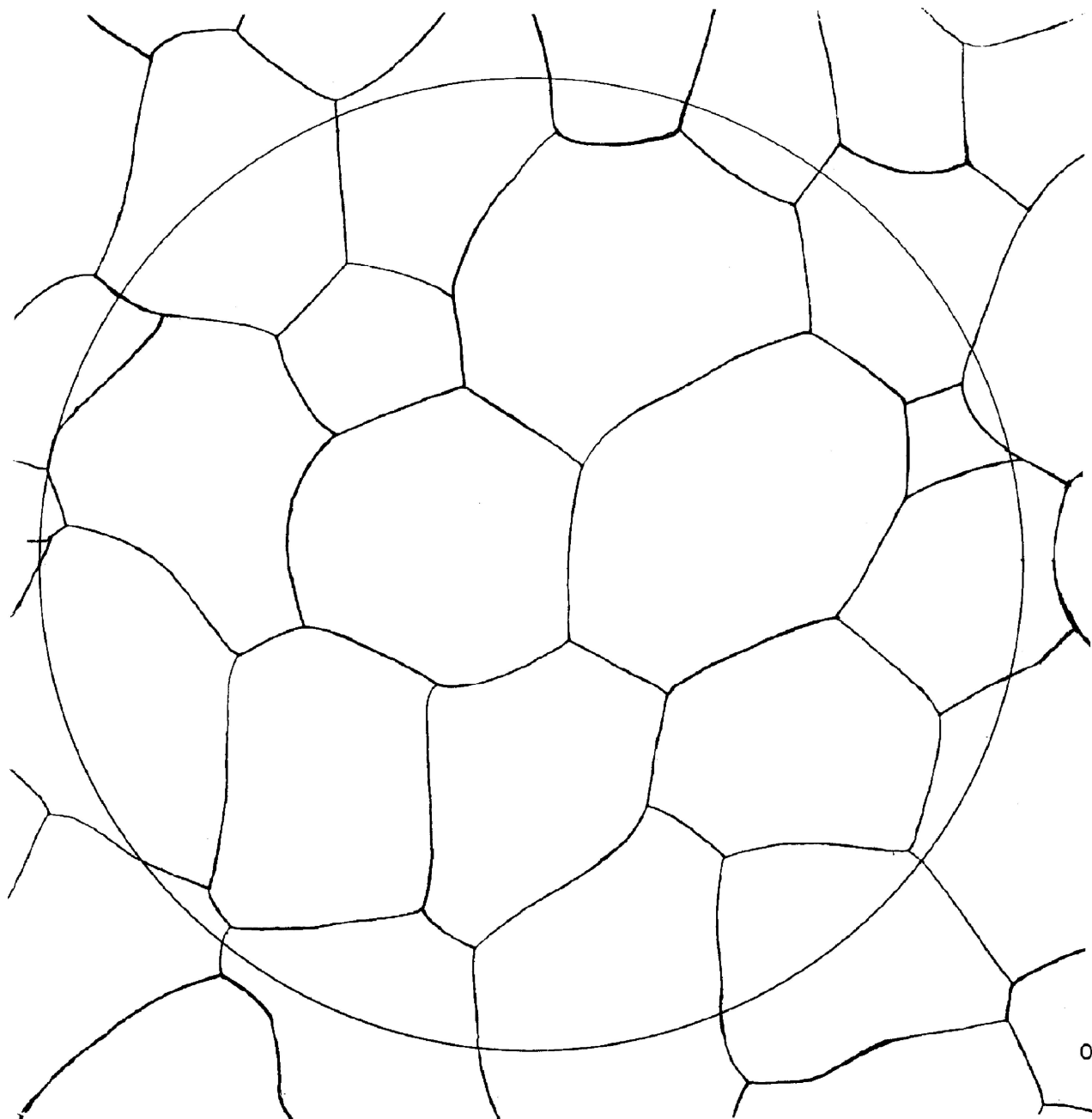
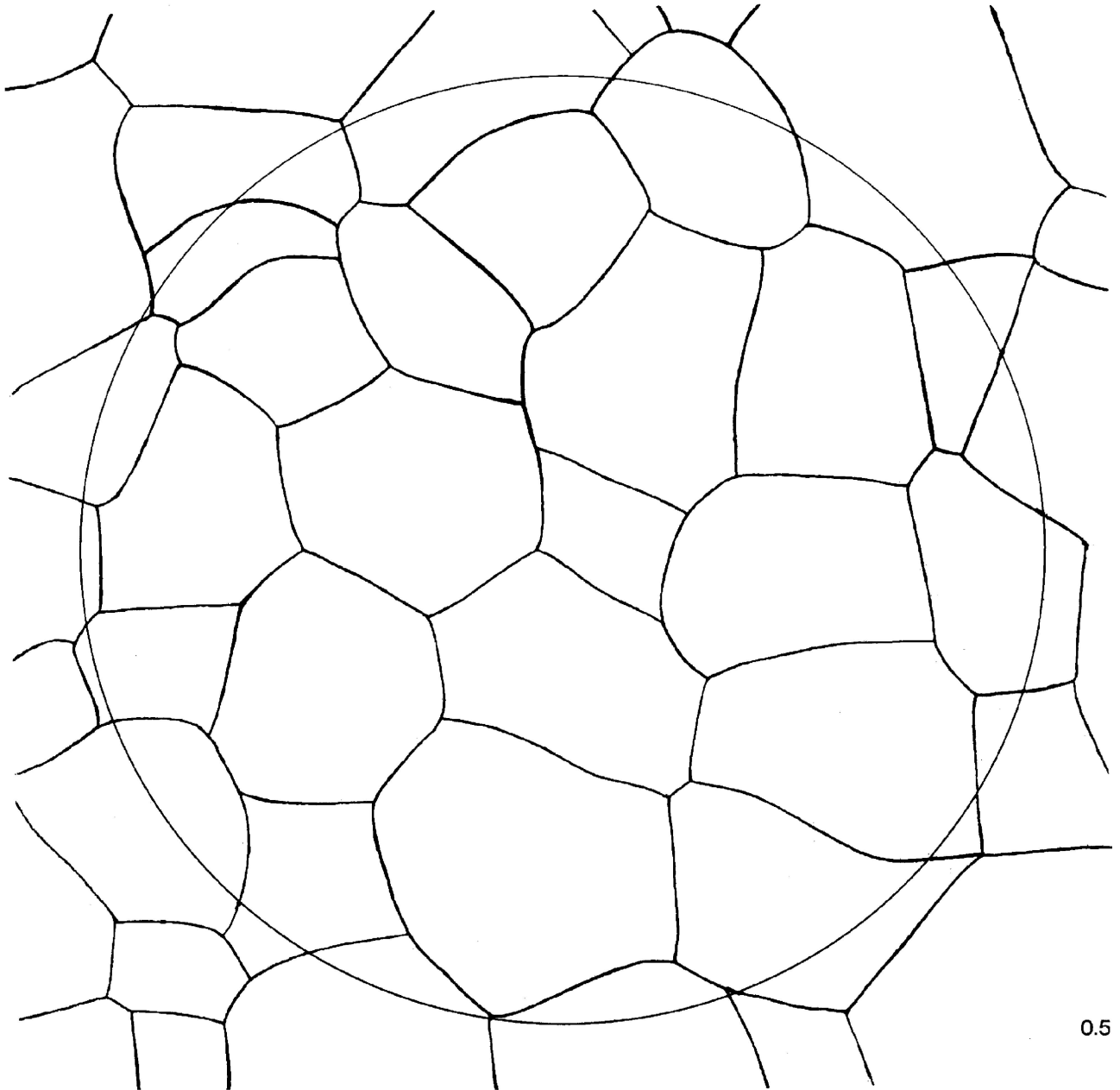


Bild B.1 — Vergleichsbild 1A — Unverzwilligte (Flächenätzung), 100fache Vergrößerung

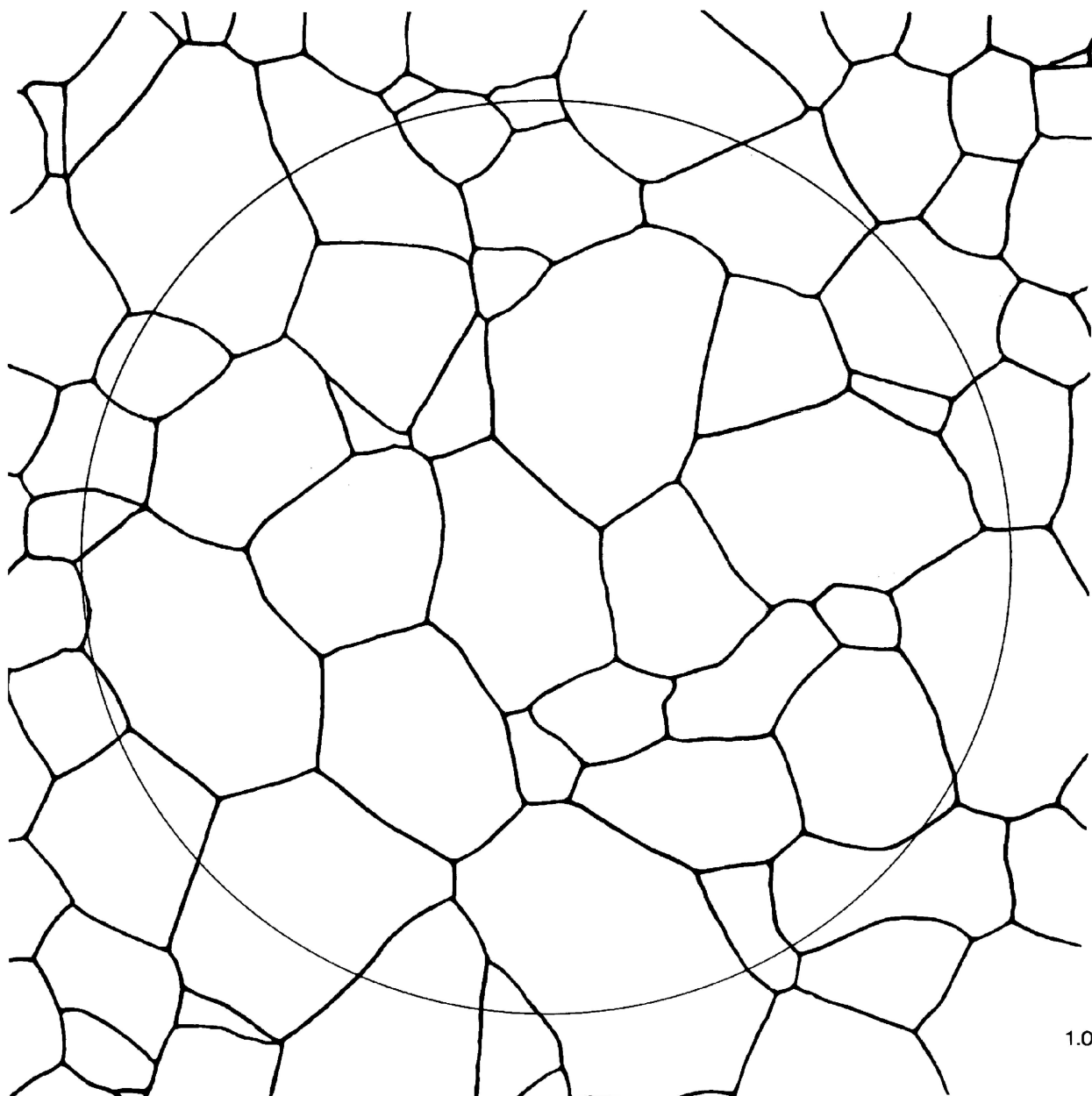
3) Die Bildreihentafeln wurden mit entsprechender Erlaubnis aus ASTM E 112 übernommen. Die Kontaktstelle für Vergleichsbilder zur Bestimmung der Korngröße ist ASTM, 100 Barr Harbor Drive, Philadelphia, PA 19428 3914, USA (Anzugeben ist die Referenz Nr. ADJ 12-501120-10).



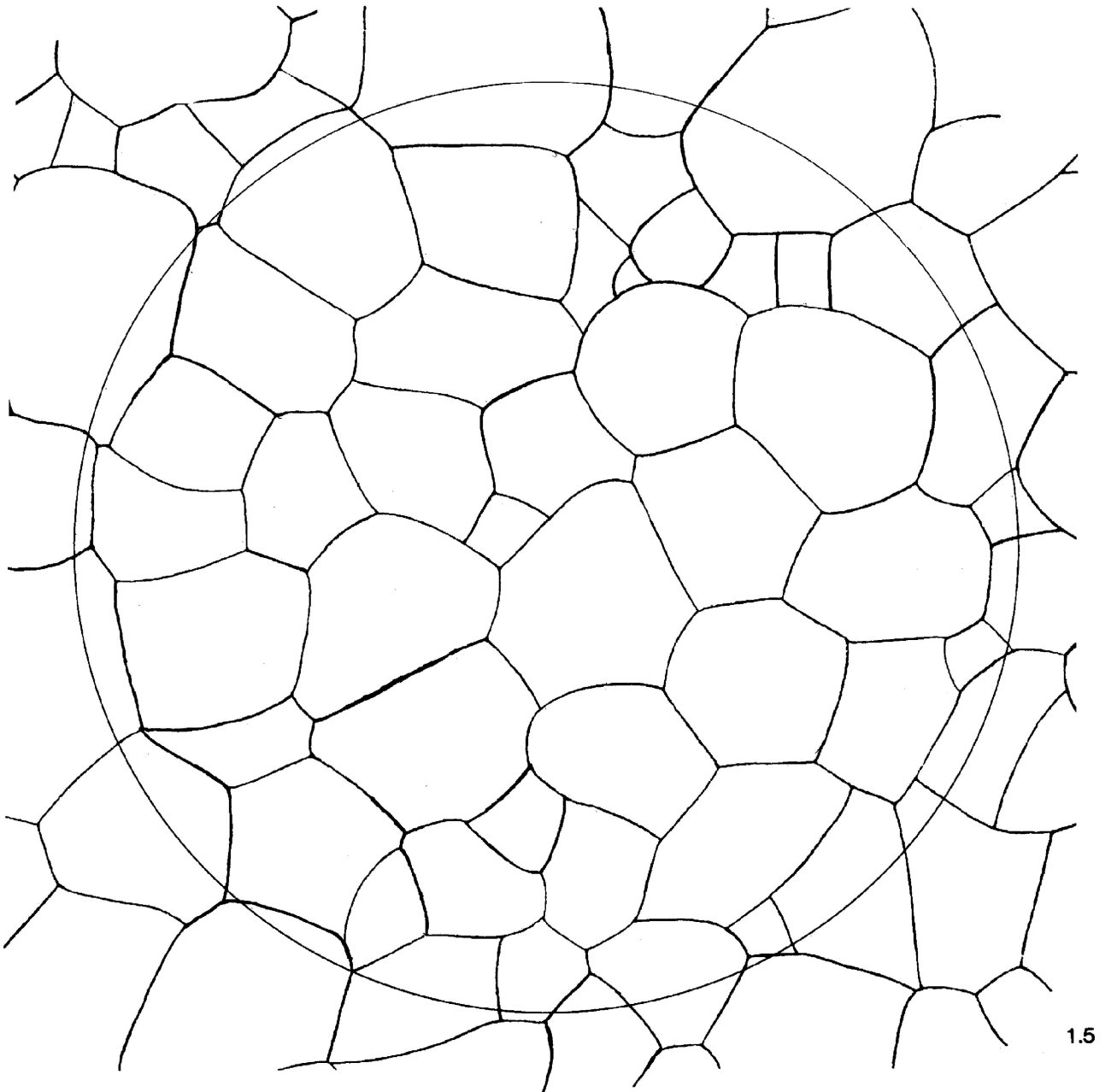
Vergleichsbild 1A — Unverzwilligte (Flächenätzung), 100fache Vergrößerung
(fortgesetzt)



Vergleichsbild 1A — Unverzwilligte (Flächenätzung), 100fache Vergrößerung
(fortgesetzt)



Vergleichsbild 1A — Unverzwilligte Körner (Flächenätzung), 100fache Vergrößerung
(fortgesetzt)



Vergleichsbild 1A — Unverzwilligte (Flächenätzung), 100fache Vergrößerung
(fortgesetzt)