

DIN EN ISO 643

ICS 77.040.99

Entwurf

Einsprüche bis 2017-10-25
 Vorgesehen als Ersatz für
 DIN EN ISO 643:2013-05;
 Ersatz für
 E DIN EN ISO 643:2015-06

**Stahl –
 Mikrophotographische Bestimmung der erkennbaren Korngröße
 (ISO/DIS 643:2017);
 Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 643:2017**

Steel –
 Micrographic determination of the apparent grain size (ISO/DIS 643:2017);
 German and English version prEN ISO 643:2017

Acier –
 Détermination micrographique de la grosseur de grain apparente (ISO/DIS 643:2017);
 Version allemande et anglaise prEN ISO 643:2017

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2017-08-25 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 nmp@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 Materialprüfung (NMP), 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 49 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 643:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 101 „Prüfverfahren für Stahl (andere als chemische Analysen)“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

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

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.

Hierbei handelt es sich um einen zweiten Norm-Entwurf.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente 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/DIS 643:2017)

Aciers — Détermination micrographique de la grosseur de grain apparente (ISO/DIS 643:2017)

Steels — Micrographic determination of the apparent grain size (ISO/DIS 643:2017)

ICS:

Deskriptoren:

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

STD Version 2.8l

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Symbole und Abkürzungen	7
5 Kurzbeschreibung	7
6 Auswahl und Vorbereitung der Probe	10
6.1 Lage der Probenentnahmestelle	10
6.2 Sichtbarmachen der Ferritkorngrenzen	10
6.3 Sichtbarmachen der Austenit- und ehemaliger Austenitkorngrenzen	10
6.3.1 Allgemeines	10
6.3.2 Verfahren nach „Bechet-Beaujard“ durch Ätzen mit wässriger gesättigter Pikrinsäurelösung	11
6.3.3 Verfahren nach „Kohn“ durch kontrollierte Oxidation	12
6.3.4 Verfahren nach „McQuaid-Ehn“ durch Aufkohlung bei 925 °C	12
6.3.5 Verfahren mit voreutektoidem Ferrit	13
6.3.6 Bainit oder Verfahren mit gestufter Abschreckung	14
6.3.7 Sensibilisierung austenitischer Stähle, nichtrostender Stähle und Manganstähle	15
6.3.8 Sonstige Verfahren zum Sichtbarmachen ehemaliger Austenitkorngrenzen	15
7 Bestimmung der Korngröße	15
7.1 Bestimmung der Korngröße durch eine Korngrößen-Kennzahl	15
7.1.1 Gleichungen	15
7.1.2 Auswertung durch Vergleich mit genormten Bildreihentafeln	15
7.1.3 Flächenauszahlverfahren	16
7.1.4 Schätzung der Korngrößen-Kennzahl	16
7.2 Bestimmung der Korngröße nach dem Linienschnitt-Verfahren	16
7.2.1 Linienschnittsegment-Verfahren	17
7.2.2 Kreisschnitt-Verfahren	18
7.2.3 Auswertung	19
8 Prüfbericht	20
Anhang A (informativ) Zusammenfassung der Verfahren zum Sichtbarmachen von Ferrit , Austenit oder ehemaligen Austenitkorngrenzen in Stählen	21
Anhang B (normativ) Auswertungsverfahren	22
B.1 Kurzbeschreibung des Flächenauszahlverfahrens	22
B.2 Verfahren nach „Snyder-Graff“	24
B.2.1 Anwendungsbereich	24
B.2.2 Vorbereitung	24
B.2.3 Auswertung	24
B.2.4 Ergebnis	24
B.3 Ein weiteres System zur Kennzeichnung der Korngröße	26
B.3.1 Allgemeines	26
B.3.2 Verfahren mit mittlerem Linienschnittsegment	26

B.3.3	Zählverfahren	26
B.3.4	Numerische Beziehungen zwischen den verschiedenen Korngrößen-Kennzahlen in regelmäßigen Gefügen.....	26

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 643:2017) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 17 „Steel“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 101 „Prüfverfahren für Stahl (andere als chemische Analysen)“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur zweiten parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 643:2012 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 643:2017 wurde von CEN als prEN ISO 643:2017 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.

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 der Bedeutung ISO-spezifischer Benennungen und Ausdrücke, die sich auf Konformitätsbewertung beziehen, sowie Informationen über die Beachtung der Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) zu technischen Handelshemmnissen (TBT, en: Technical Barriers to Trade) durch ISO enthält der folgende Link: Foreword - Supplementary information.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 17, *Steels*, Unterkomitee SC 7, *Methods of testing (other than mechanical tests and chemical analysis)*.

Diese vierte Ausgabe ersetzt die dritte Ausgabe (ISO 643:2012), die durch die Modifikation von Unterabschnitt 7.1.2, die Entfernung von Anhang B und die Neunummerierung der Anhänge überarbeitet wurde.

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 an einem beliebigen Punkt am Rand eines Korns bis einschließlich durch seinen höchsten Durchmesser so durchschnitten werden, dass auch in einer Probe mit völlig konstanter Korngröße in der zweidimensionalen Ebene eine erkennbare Bandbreite von Korngrößen erzeugt wird.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

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

ISO 14250, *Steel — Metallographic characterization of duplex grain size and distributions*

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Korn

geschlossene, polygonale Form mit mehr oder weniger gekrümmten Seiten, die auf einer polierten und auf geeignete Weise für die mikrophotographische Untersuchung vorbereiteten Querschnittsfläche sichtbar gemacht werden kann

Es wird unterschieden zwischen:

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 enthält¹⁾

3.2

Korngrößen

Kennzahl

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 Korngrößen-Kennzahlen ergeben sich aus folgender Gleichung:

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

1) 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.

3.3

Linienschnittpunkte mit Körnern

N

Anzahl der von einer entweder geradlinigen oder kreisförmigen Messlinie durchquerten Körner

Siehe Bild 1.

Anmerkung 1 zum Begriff: Gerade Messlinien enden üblicherweise innerhalb eines Kornes. 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 geschnitten werden. $\bar{N}$ wird durch die wahre Länge der Messlinie L_T , dividiert, um die Anzahl der je Längeneinheit der Messlinie geschnittenen Körner $\bar{N}_L$ 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

Siehe Bild 1.

Anmerkung 1 zum Begriff: $\bar{P}$ ist die durchschnittliche Anzahl der gezählten Korngrenzen, die von einer Messlinie gekreuzt werden, die nach dem Zufallsprinzip an verschiedenen Stellen angeordnet wird. $\bar{P}$ wird durch die wahre Länge der Messlinie L_T , dividiert, um die Anzahl der Linienschnittpunkte mit 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.

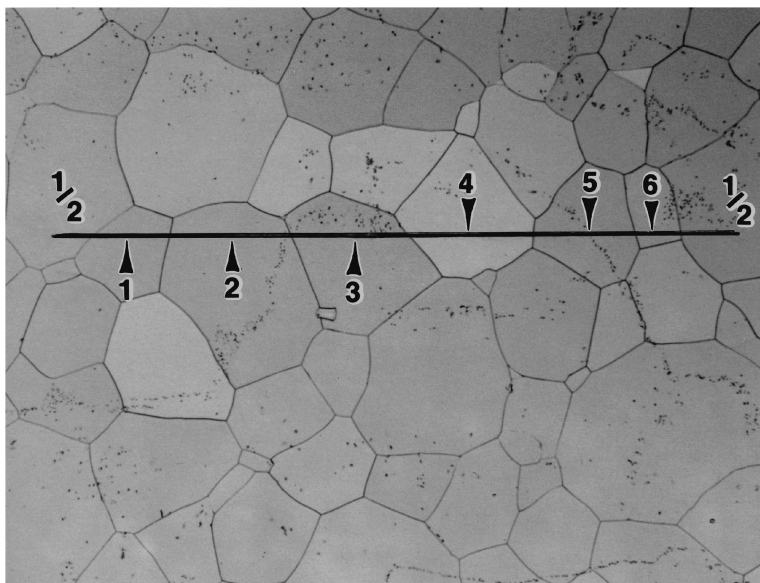
5 Kurzbeschreibung

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

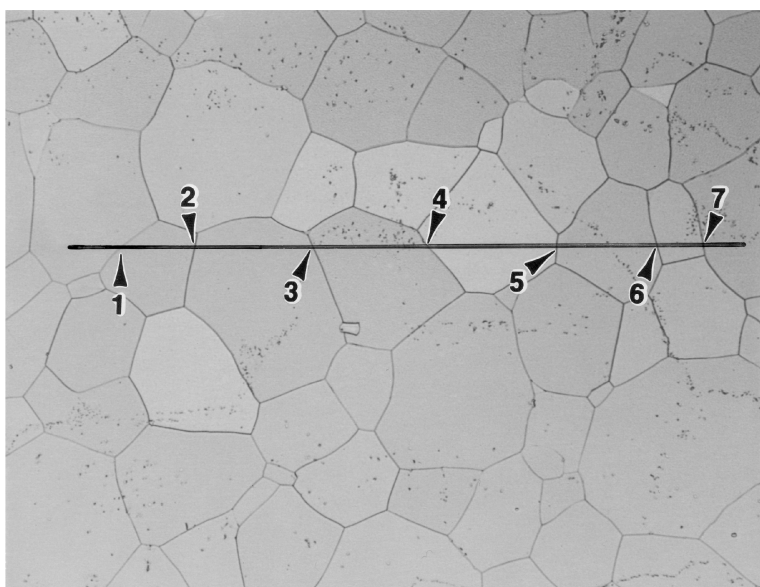
ANMERKUNG Wenn bei der Bestellung oder in der Internationalen Produktnorm das Verfahren zum Sichtbarmachen des Kornes nicht festgelegt wird, ist die Auswahl des Verfahrens dem Hersteller überlassen.

Die mittlere Korngröße wird gekennzeichnet

- a) entweder durch eine Korngrößen-Kennzahl,
 - die üblicherweise durch einen Vergleich mit genormten Bildreihentafeln zur Bestimmung der Korngröße ermittelt wird,
 - oder durch die Ermittlung 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 Kornes 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, wobei die Pfeile auf 7 Linienschnittpunkte zeigen, 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 $\times g$ auf die lineare Vergrößerung $\times 100$	$K = \frac{g}{100}$
l	mittlere Länge des Linienschnittsegments, im Allgemeinen in Millimeter angegeben	$l = 1/\bar{N}_L = 1/\bar{P}_L$
L_T	wahre Länge der Messlinie, dividiert durch die Vergrößerung, in Millimeter	—
m	Anzahl Körner je Quadratmillimeter Probenfläche im untersuchten Bereich	$m = 2n_{100}$ (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)	$n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2}$
$\bar{N}$	mittlere Anzahl der geschnittenen Körner je Längeneinheit L	—
$\bar{N}_L$	mittlere Anzahl der geschnittenen Körner je Längeneinheit der Messlinie	$\bar{N}_L = \bar{N}/L_T$
N_x	Anzahl Linienschnittpunkte mit Körnern je Millimeter in Längsrichtung ^a	—
N_y	Anzahl Linienschnittpunkte mit Körnern je Millimeter in Querrichtung ^a	—
N_z	Anzahl Linienschnittpunkte mit Körnern je Millimeter in der	—

Symbole	Definition	Wert
	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 der Schnittpunkte der Messlinie je Längeneinheit mit Korngrenzen	$\bar{P}_L = \bar{P}/L_T$
^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 Internationalen 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 Schliffbilder 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 Schlifffläche 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 Ferritkorngrenzen

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

6.3 Sichtbarmachen der Austenit- und ehemaliger Austenitkorngrenzen

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, da sich damit die Korngrößen, aber nicht die von Zwillingskörnern, auffinden lassen. Eine wässrige 10 %ige Oxalsäure, 6 V Gleichstrom, bis zu 60 s, wird häufig verwendet, ist aber weniger effektiv als 60 % HNO₃.

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);
- andere Verfahren, die bei Bestellung vereinbart werden.

ANMERKUNG Die ersten drei Verfahren sind für ehemalige Austenitkorngrenzen, 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. Die nach verschiedenen Verfahren ermittelten Ergebnisse dürfen beträchtlich voneinander abweichen.

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 ein martensitisches oder bainitisches Gefüge hat. Für andere Gefügearten 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 muss für die mikroskopische Untersuchung poliert sein. Sie muss über eine geeignete Dauer mit gesättigter wässriger Pikrinsäurelösung geätzt werden, die mindestens 0,5 % Natriumalkylsulfonat oder ein anderes geeignetes Netzmittel enthält.

ANMERKUNG Die Ätzdauer kann wenige Minuten bis mehr als eine Stunde betragen. Eine Erwärmung der Lösung auf 60 °C kann eventuell 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 mehrmals zu wiederholen. Proben aus durchgehärtetem Stahl dürfen 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 muss poliert sein. Die übrigen Probenflächen dürfen keine Oxidspuren aufweisen. Die Probe ist in einen Laboratoriumswärmeschrank zu bringen, 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 ist die Probe in Wasser abzuschrecken. 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 darf 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, einschließlich der Aufheizzeit, bei $(925 \pm 10)^\circ\text{C}$, gehalten. In den meisten Fällen wird eine 1 mm dicke Aufkohlungszone erzeugt. Nach der Aufkohlung wird die Probe so langsam abgekühlt, um die Ausscheidung des Zementits an den Korngrenzen des übereutektischen Bereichs der Aufkohlungszone sicherzustellen.

Für jede Durchführung muss ungebrauchtes Aufkohlungspulver verwendet werden.

6.3.4.3 Probenvorbereitung

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

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

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

Dieses Ätzmittel wird durch Eintauchen für mindestens 1 min bei 100°C oder durch elektrolytisches Ätzen bei Raumtemperatur für 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 dürfen angewendet werden, sofern sie dieselben 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.