

NORME INTERNATIONALE

ISO
9042

Première édition
1988-12-15



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION
ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION
МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ

Aciers — Méthode manuelle d'estimation statistique de la fraction volumique d'un constituant à l'aide de grilles de points

iTeh STANDARD PREVIEW

*Steels — Manual point counting method for statistically estimating the volume fraction of a
constituent with a point grid* (standards.iteh.ai)

[ISO 9042:1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/466a9dcd-0af8-4801-85f2-dfb917d16edc/iso-9042-1988)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/466a9dcd-0af8-4801-85f2-
dfb917d16edc/iso-9042-1988](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/466a9dcd-0af8-4801-85f2-dfb917d16edc/iso-9042-1988)

Numéro de référence
ISO 9042 : 1988 (F)

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9042 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/466a9dcd-0af8-4801-85f2-dfb917d16edc/iso-9042-1988>

Aciers – Méthode manuelle d'estimation statistique de la fraction volumique d'un constituant à l'aide de grilles de points

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode manuelle d'estimation statistique de la fraction volumique d'un constituant de la microstructure d'un acier à l'aide de grilles de points.

Elle s'applique à des constituants qui sont clairement identifiables.

NOTE — Dans toute la présente Norme internationale, le terme «constituant» peut désigner aussi bien une phase qu'un constituant micrographique formé de deux ou plusieurs phases.

2 Principe

2.1 Le principe de base retenu est qu'une grille comportant un nombre donné de points régulièrement répartis, que l'on place systématiquement sur l'image d'une coupe micrographique peut fournir, après un nombre représentatif d'implantations de la grille sur différents champs, une estimation sans biais statistique de la fraction volumique du constituant.

2.2 La méthode consiste donc à superposer la grille de points choisie à un nombre donné de champs observés de la coupe examinée, à compter le nombre de points de la grille inclus dans le constituant et à en déduire sa fraction volumique.

3 Symboles et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les symboles suivants sont utilisés.

n = nombre de champs observés

P_T = nombre total de points de la grille

P_i = nombre de points inclus dans le constituant pour le $i^{\text{ème}}$ champ observé

$P_p(i)$ = proportion de points inclus dans le constituant pour le $i^{\text{ème}}$ champ observé, exprimée en pourcentage du nombre total de points de la grille

$$P_p(i) = \frac{P_i}{P_T} \times 100$$

\bar{P}_p = moyenne arithmétique des valeurs de $P_p(i)$

$$\bar{P}_p = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_p(i)$$

\hat{s} = valeur estimée de l'écart-type (σ)

$$\hat{s} = \left\{ \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n [P_p(i) - \bar{P}_p]^2 \right\}^{1/2}$$

CI = intervalle de confiance pour une probabilité de 95 %

$$CI = \pm 2 \frac{\hat{s}}{\sqrt{n}}$$

V_V = fraction volumique du constituant exprimée en pourcentage

$$V_V = \bar{P}_p \pm CI$$

$$\text{Erreur \%} = \frac{CI}{\bar{P}_p} \times 100$$

= précision statistique.

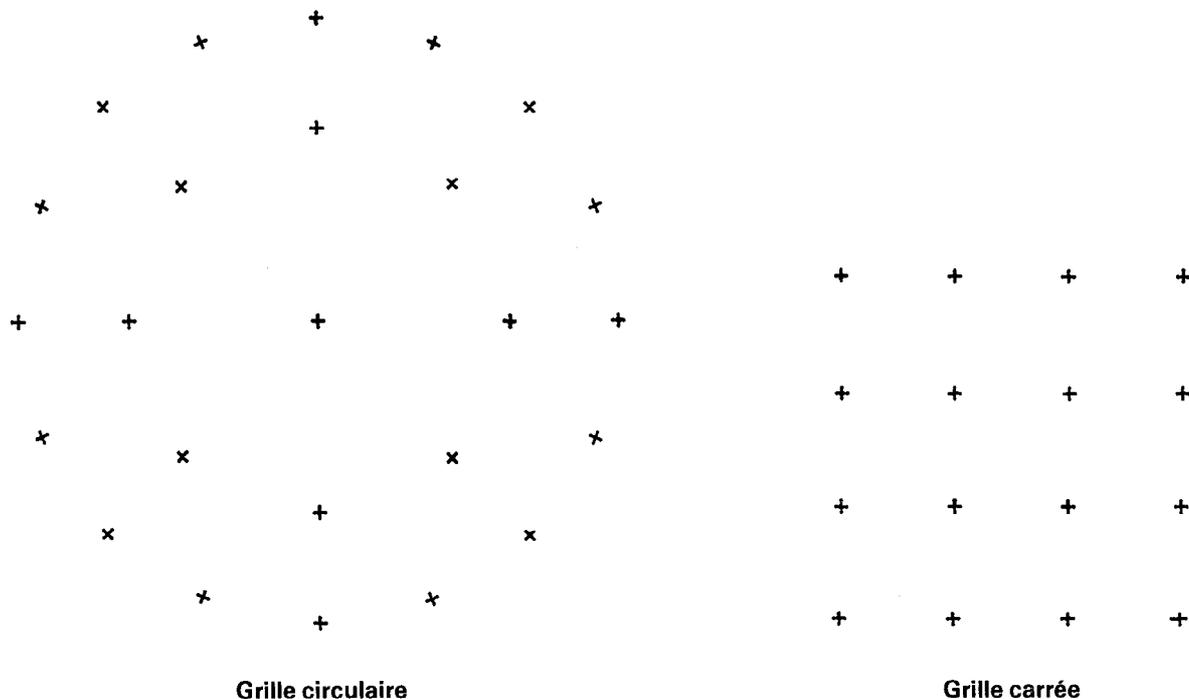
4 Appareillage

4.1 Grille

La grille consiste en un nombre donné de points régulièrement répartis, les points étant représentés par les intersections de lignes très fines. Les deux types de grille (circulaire ou carrée) donnés en exemple sur la figure 1 peuvent être utilisés.

La grille peut être constituée par un réticule placé dans l'oculaire du microscope ou reproduite sur un transparent qui est placé sur l'écran de projection du microscope ou sur des micrographies¹⁾.

1) L'utilisation des micrographies étant plus longue et plus coûteuse doit être évitée dans la mesure du possible.



NOTE — On peut utiliser soit les 25 points, soit les 16 points extérieurs, soit les 9 points intérieurs (grille circulaire).

Figure 1 — Exemples de grilles pouvant être utilisées

4.2 Moyen d'observation

Un microscope ou autre dispositif approprié ayant un écran de projection ou un réticule oculaire et possédant de préférence une platine à déplacement XY est utilisé pour l'observation de la microstructure.

Il est important de vérifier l'incidence du temps d'attaque sur l'estimation de la fraction volumique.

5 Échantillon

5.1 Prélèvement et nombre d'échantillons

L'échantillon doit être représentatif de la microstructure dont on veut estimer l'un des constituants.

Le lieu de prélèvement, l'orientation de la surface à examiner, par exemple, longitudinale ou transversale, le nombre d'échantillons et la surface totale à examiner doivent être spécifiés dans la norme de produit ou faire l'objet d'un accord entre les parties.

5.2 Préparation de l'échantillon

5.2.1 L'échantillon est poli selon les techniques métallographiques. Toutes précautions doivent être prises lors du polissage afin d'éviter toute altération de la microstructure.

5.2.2 Lorsque cela est nécessaire, l'échantillon subit ensuite une attaque micrographique qui a pour objet de mettre en évidence le constituant à mesurer.

Il est recommandé d'effectuer une attaque aussi faible que possible. Les attaques colorantes sont en général préférables à celles qui opèrent par attaque préférentielle d'un ou plusieurs constituants, ces dernières pouvant introduire une source d'erreur.

6 Mode opératoire

6.1 Choix de la grille à utiliser

Une estimation visuelle préalable de la proportion en surface du constituant c'est-à-dire du nombre total de points de la grille, est nécessaire pour le choix de la grille.

Le tableau 1 donne les valeurs recommandées du nombre total de points de la grille en fonction de la proportion en surface du constituant dont on veut estimer la fraction volumique. Ces indications ne correspondent pas à des contraintes d'ordre théorique, mais l'expérience a montré que l'on optimise ainsi le temps nécessaire à l'obtention d'une précision donnée.

Tableau 1 — Valeurs recommandées du nombre total de points de la grille

Proportion en surface du constituant estimée visuellement	Nombre total de points de la grille P_T
2 à 5 % inclus	100
5 à 10 % inclus	49
10 à 20 % inclus	25
> 20 %	16

6.2 Choix du grossissement

La grille choisie est placée sur l'image de la structure. Le grossissement doit être choisi aussi élevé que possible de façon à

éviter que deux points adjacents de la grille appartiennent à la même particule ou au même agrégat de particules du constituant.

6.3 Choix du nombre de champs à observer

Le nombre de champs à observer dépend du pourcentage d'erreur que l'on désire obtenir pour la mesure. Le tableau 2 donne le nombre de champs à observer en fonction de l'erreur choisie et de l'ordre de grandeur de la fraction volumique à déterminer. Un nombre minimal de 30 champs est recommandé pour assurer une statistique acceptable.

Lorsqu'on utilise moins de 30 champs, les coefficients donnés au tableau 3 doivent être utilisés pour modifier l'équation (5) du chapitre 7.

6.4 Répartition des champs à observer

Une fois le nombre de champs à observer choisi (n), on détermine l'espacement des champs qui donne une répartition régulière des champs sur la surface de l'échantillon sans recouvrement des champs entre eux. On en déduit les déplacements de la platine du microscope selon les deux axes X et Y.

Tableau 2 — Prévion du nombre n de champs à observer en fonction de la précision désirée et de l'ordre de grandeur estimé de la fraction volumique du constituant

Ordre de grandeur de la fraction volumique V_V %	Erreur de 33 %				Erreur de 20 %				Erreur de 10 %			
	Nombre de champs n pour une grille de $P_T =$				Nombre de champs n pour une grille de $P_T =$				Nombre de champs n pour une grille de $P_T =$			
	16 points	25 points	49 points	100 points	16 points	25 points	49 points	100 points	16 points	25 points	49 points	100 points
2	110	75	35	(20)	310	200	105	50	1 250	800	410	200
5	50	30	(15)	(8)	125	80	40	(20)	500	320	165	80
10	(25)	(15)	(10)	(4)	65	40	(20)	(10)	250	160	85	40
20	(15)	(10)	(5)	(4)	30	(20)	(10)	(5)	125	80	40	(20)

NOTES

- 1 Les valeurs données dans le tableau 2 sont des ordres de grandeur basés sur la formule

$$n \approx \frac{4}{E^2} \cdot \frac{100 - V_V}{V_V} \cdot \frac{1}{P_T}$$

où

$E = 0,01 \times$ erreur %, et

V_V est exprimée en pourcentage.

- 2 Pour les valeurs indiquées entre parenthèses, les coefficients du tableau 3 doivent être utilisés pour le calcul de l'intervalle de confiance conformément à la formule 5.

Tableau 3 — Facteur multiplicateur pour le calcul de l'intervalle de confiance pour une probabilité de 95 % (formule 5)

Nombre de champs observés n	Facteur multiplicateur
5	2,57
7	2,36
9	2,26
11	2,20
13	2,16
15	2,13
20	2,09
25	2,06
30	2,04

NOTE — Dans le cas où une structure présente une certaine périodicité dans la répartition du constituant à mesurer, on doit éviter une coïncidence entre les points de la grille et la périodicité de la structure. Ceci peut être obtenu soit par l'utilisation d'une grille circulaire, soit dans le cas de grilles carrées ou rectangulaires, en donnant à la grille un certain angle par rapport à l'orientation de la microstructure.

6.5 Examen et cotation des champs

La grille choisie étant placée sur l'image de la microstructure, on examine successivement chaque champ. Le passage d'un champ à un autre est fait sans examiner l'image, uniquement en se basant sur le déplacement de la platine : ceci afin d'éliminer toute possibilité d'introduction d'une erreur de l'opérateur dans le positionnement du champ par rapport à la grille.

Pour chaque champ est noté le nombre P_i de points inclus dans le constituant.

Tout point tombant sur la limite du constituant est compté comme 1/2 point. De même, de façon à minimiser l'erreur, tout point douteux, c'est-à-dire tel que l'on ne peut juger s'il est à l'intérieur ou à l'extérieur du constituant est compté 1/2.

Pour chaque champ, on calcule alors la proportion de points inclus dans le constituant $P_p(i)$ selon la formule

$$P_p(i) = \frac{P_i}{P_T} \times 100 \quad \dots (1)$$

7 Calcul de la fraction volumique V_V

On calcule la moyenne arithmétique \bar{P}_p des valeurs de P_p selon la formule

$$\bar{P}_p = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_p(i) \quad \dots (2)$$

La valeur estimée de l'écart-type relatif à cette moyenne est calculée selon la formule

$$\hat{s} = \left\{ \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n [P_p(i) - \bar{P}_p]^2 \right\}^{1/2} \quad \dots (3)$$

La fraction volumique V_V est donnée par la formule

$$V_V = \bar{P}_p \pm CI \quad \dots (4)$$

L'intervalle de confiance (CI) pour une probabilité de 95 % étant calculé par la formule

$$CI = \pm 2 \frac{\hat{s}}{\sqrt{n}} \quad \dots (5)$$

NOTE — Dans le cas d'un nombre réduit de champs (< 30), le facteur 2 de la formule (5) doit être remplacé par la valeur appropriée choisie dans le tableau 3.

L'erreur sur l'estimation de V_V peut être calculée selon la formule

$$\text{Erreur \%} = \frac{CI}{\bar{P}_p} \times 100 \quad \dots (6)$$

NOTE — Si l'on désire améliorer la précision obtenue, l'on peut effectuer des mesures complémentaires en augmentant le nombre de champs examinés, sachant que, pour réduire de moitié cette erreur, il est nécessaire de multiplier par quatre le nombre de champs observés.

8 Rapport d'essai
(standards.iteh.ai)

Le rapport d'essai doit mentionner au moins les indications suivantes :

- a) nature et identification des échantillons examinés;
- b) orientation des surfaces examinées dans le cas de structure anisotrope;
- c) type de grille employée (forme, nombre total de points);
- d) nombre de champs observés par échantillon et leur espacement;
- e) le grossissement retenu;
- f) valeur de la fraction volumique et, lorsque cela est demandé, valeurs de l'intervalle de confiance et de l'erreur calculée.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9042:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/466a9dcd-0af8-4801-85f2-dfb917d16edc/iso-9042-1988>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9042:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/466a9dcd-0af8-4801-85f2-dfb917d16edc/iso-9042-1988>

CDU 669.14 : 620.18

Descripteurs : acier, essai, analyse microscopique, détermination, microstructure.

Prix basé sur 4 pages
