
**Matériaux métalliques frittés, à l'exclusion
des métaux-durs — Préparation
métallographique et examen**

*Sintered metal materials, excluding hardmetals — Metallographic
preparation and examination*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 14321:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47a81e7a-e075-43f0-9695-c1b861ca1752/iso-tr-14321-1997)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47a81e7a-e075-43f0-9695-
c1b861ca1752/iso-tr-14321-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47a81e7a-e075-43f0-9695-c1b861ca1752/iso-tr-14321-1997)



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.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales, mais exceptionnellement, un comité technique peut proposer la publication d'un rapport technique de l'un des types suivants:

- type 1, lorsque, en dépit de maints efforts, l'accord requis ne peut être réalisé en faveur de la publication d'une Norme internationale;
- type 2, lorsque le sujet en question est encore en cours de développement technique ou lorsque, pour toute autre raison, la possibilité d'un accord pour la publication d'une Norme internationale peut être envisagée pour l'avenir mais pas dans l'immédiat;
- type 3, lorsqu'un comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique, par exemple).

Les rapports techniques des types 1 et 2 font l'objet d'un nouvel examen trois ans au plus tard après leur publication afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales. Les rapports techniques du type 3 ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies ne soient plus jugées valables ou utiles.

L'ISO/TR 14321, rapport technique du type 2, a été élaboré par le comité technique ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*, sous-comité SC 3, *Échantillonnage et méthodes d'essais des matériaux métalliques frittés (à l'exclusion des métaux durs)*.

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Introduction

L'examen de la coupe micrographique d'un métal fritté à l'aide d'un microscope optique peut être utile aux fins d'évaluation de la porosité et de la microstructure. Les techniques de prélèvement et de préparation de la surface à observer par polissage et attaque sont similaires à celles utilisées pour l'examen de matériaux massifs. En raison de la porosité rencontrée dans la plupart des matériaux frittés, des précautions spéciales doivent être prises pendant ces opérations. Ces précautions sont destinées à :

- éviter toute interférence sur la grosseur de pore et sa forme, c'est-à-dire l'encrassement de la porosité par des métaux ou des abrasifs, l'arrondissement ou l'arrachement des bords des pores,
- vérifier que la surface observée au microscope est véritablement représentative de la texture et de la microstructure réelle du matériau.

Le présent rapport technique concerne donc plus particulièrement la méthode recommandée pour une préparation correcte de la surface à examiner. Les méthodes d'attaque et d'observation qui sont conventionnelles, sont rappelées uniquement pour mémoire.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/TR 14321:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47a81e7a-e075-43f0-9695-c1b861ca1752/iso-tr-14321-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47a81e7a-e075-43f0-9695-c1b861ca1752/iso-tr-14321-1997>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 14321:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47a81e7a-e075-43f0-9695-c1b861ca1752/iso-tr-14321-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47a81e7a-e075-43f0-9695-c1b861ca1752/iso-tr-14321-1997>

Matériaux métalliques frittés, à l'exclusion des métaux-durs — Préparation métallographique et examen

AVERTISSEMENT — Le présent rapport technique ne se propose pas de traiter des problèmes de sécurité éventuels liés à son application. Il incombe à l'utilisateur de ce rapport technique de prendre les mesures d'hygiène et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des limites réglementaires avant sa mise en œuvre.

1 Domaine d'application

Le présent rapport technique a pour objet de décrire les méthodes optimales de prélèvement, de polissage et d'attaque, afin de préparer une surface micrographique qui soit exactement représentative de la pièce en métal fritté, lorsqu'elle est examinée au microscope optique.

Le présent rapport technique s'applique à tous les métaux frittés y compris ceux ayant reçu en outre un traitement thermique de la surface ou du cœur. Elle ne s'applique pas aux métaux durs, pour lesquels on consultera l'ISO 4505 et l'ISO 4499.

Elle peut s'appliquer aux matériaux métalliques qui contiennent une quantité importante de composants non métalliques (par exemple matériaux de frottement et cermets). Les méthodes spéciales requises pour ces matériaux sont indiquées dans le texte au paragraphe 4.6.3.

NOTE — Les méthodes décrites peuvent être également utilisées pour l'examen micrographique de comprimé à vert. Dans ce cas, les méthodes doivent être adaptées au matériau, par exemple: nettoyage (élimination du lubrifiant de compression), imprégnation, fractionnement ou découpage. Il est également possible d'examiner la morphologie ou la structure de poudre non comprimée (voir 4.4).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour le présent rapport technique. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision, et les parties prenantes des accords fondés sur le présent rapport technique sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 2738:—¹⁾, *Matériaux métalliques frittés perméables — Détermination de la masse volumique, de la teneur en huile et de la porosité ouverte.*

ISO 4499:1978, *Métaux-durs — Détermination métallographique de la microstructure.*

ISO 4505:1978, *Métaux-durs — Détermination métallographique de la porosité et du carbone non combiné.*

ISO 13944:1997, *Mélanges de poudres métalliques lubrifiées — Méthodes d'extraction au Soxhlet, modifiée.*

1) À publier. (Révision de l'ISO 2738:1987)

3 Principe

Les méthodes recommandées pour l'obtention de surfaces micrographiques représentatives sont basées sur deux exigences essentielles :

- Elles ne doivent pas altérer la morphologie des pores à proximité de la surface examinée, c'est-à-dire que la fraction de surface des pores observés doit être la même que le pourcentage en volume réel de la porosité et les pores ne doivent pas être remplis de pâte de polissage.
- Elles doivent empêcher les pores d'entraver la méthode métallographique, par exemple en piégeant le produit d'attaque ou les abrasifs ou les lubrifiants.

Parmi les diverses précautions à prendre pour satisfaire à ces exigences, la plus importante consiste à imprégner l'échantillon au moyen d'un polymère thermodurcissable. L'imprégnation est généralement essentielle, si l'examen micrographique est destiné à détecter des imperfections, c'est-à-dire : fissures, manque de cohésion et degré de frittage, en évaluant le nombre de contours de particules initiales encore présents. Elle ne sera pas performante si les pores sont masqués à la surface de l'échantillon.

4 Mode opératoire

4.1 Généralités

La grande variété des moyens et des dispositifs nécessaires à la préparation des surfaces métallographiques, ainsi que la grande variété des exigences et du facteur humain font qu'il est impossible de définir des règles strictes. Les règles décrites dans la présente méthode d'essai doivent être considérées comme des recommandations et des lignes directrices pratiques garantissant l'obtention d'une surface représentative.

[ISO/TR 14321:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47a81e7a-e075-43f0-9695-c1b861ca1752/iso-tr-14321-1997)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47a81e7a-e075-43f0-9695-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47a81e7a-e075-43f0-9695-c1b861ca1752/iso-tr-14321-1997)

4.2 Prélèvement des échantillons [c1b861ca1752/iso-tr-14321-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47a81e7a-e075-43f0-9695-c1b861ca1752/iso-tr-14321-1997)

Le nombre d'échantillons et les zones des surfaces à examiner sont généralement définis sur les plans, ou par accord entre les parties concernées.

Sauf dans certains cas exceptionnels, l'examen sera réalisé sur une section transversale de la pièce. Les sections prélevées parallèlement à la direction de la compression sont utiles parce qu'elles permettent de révéler les défauts de compression et de frittage (fibre neutre).

La première opération consiste à découper la pièce au moyen d'une meule, de façon à éviter de modifier la structure du métal par échauffement, oxydation ou écrouissage. La vitesse doit se situer autour de 40 m/s (environ 3000 tr/min) et la pièce être abondamment arrosée d'un liquide contenant un agent mouillant et un anti-oxydant.

Il convient de se référer aux recommandations des fournisseurs de meules pour le choix de ces dernières.

A titre indicatif, les types suivants de meules peuvent être utilisés :

- Pour les matériaux frittés tendres, des meules à grain moyen SiC, à liant caoutchouc ou résinoïde ;
- Pour des métaux frittés moyennement durs ou très durs, des meules en alumine à grain fin, à liant résinoïde ;

- Des scies basse vitesse, y compris les scies diamantées.

Des scies à fil chargé peuvent être employées dans des cas particuliers (micropièces).

NOTE 1 Pour certains matériaux, qui peuvent réagir avec le liquide de refroidissement, une coupe à sec ou l'utilisation d'un autre liquide plus approprié est recommandée.

NOTE 2 Si l'on désire examiner une zone au voisinage de la surface ou la structure du revêtement de la pièce, dont la dureté peut être très différente de celle du noyau, il est recommandé de n'exécuter le découpage qu'après imprégnation au plastique (voir section 4.4.1). On peut aussi effectuer un dépôt électrolytique qui prend en sandwich la couche de revêtement.

4.3 Nettoyage des échantillons avant imprégnation

Après découpage sous eau ou liquide, la pièce est généralement saturée d'eau et d'additifs. La pièce peut également contenir de l'huile et d'autres matières organiques provenant d'un traitement antérieur. Les matières organiques sont éliminées ensuite. Le nettoyage de l'échantillon doit être exécuté par extraction en recourant à un appareil de Soxhlet et un solvant approprié (acétone, toluol, ou hydrocarbure chloré) conformément à l'ISO 13944. Les solvants ne doivent influencer aucun des composants de la microstructure. L'échantillon est ensuite séché.

L'extraction doit être poursuivie pendant une durée suffisante pour éliminer la totalité des matières organiques de la surface et des pores. Cela peut demander 24 heures. Par ailleurs, le respect du mode opératoire de l'ISO 2738 pourra éventuellement demander moins de temps. L'échantillon est épuisé de manière répétitive et séché jusqu'à ce que la perte de poids entre deux séchages consécutifs soit inférieure à 0,06 %.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47a81e7a-e075-43f0-9695-c1b861ca1752/iso-tr-14321-1997>

4.4 Imprégnation et enrobage

Une imprégnation complète des pores de l'échantillon (ou de la pièce) au moyen d'un matériau plastique thermodurcissable est effectuée afin de :

1. Remplir les pores complètement, de manière à éviter une pénétration ultérieure de liquide pendant le polissage et l'attaque au réactif.
2. Renforcer les parois des pores qui sont proches de la surface, de manière à empêcher leur déformation sous l'action des abrasifs de polissage. Cette déformation entraîne également une fermeture progressive des pores en surface et donc une sous-estimation de la porosité apparente, comparée à la fraction volumique réelle de la porosité.
3. Enrober l'échantillon, ce qui rend plus pratique le maniement, le polissage et l'attaque aux acides.

L'imprégnation doit, de préférence, être exécutée dans des conditions de vide primaire avec un matériau plastique fluide qui est stable à la température d'imprégnation, mais peut être ensuite polymérisé pour former un solide relativement dur par durcissement approprié. La pression dans l'appareil doit rester à une valeur telle qu'elle n'entraîne pas l'ébullition de l'imprégnant. A titre indicatif, une imprégnation peut être réalisée à l'aide de l'appareillage représenté à la figure 1. Il est important que le moule soit lubrifié à l'aide d'un agent démoulant. L'échantillon doit être placé dans un moule

cylindrique en plastique ou en caoutchouc siliconé, recouvert de résine liquide. Un moule en deux pièces facilitera l'extraction ultérieure de l'échantillon.

L'échantillon et le support sont ensuite placés dans une enceinte à vide. Le dégazage et l'imprégnation doivent se poursuivre pendant 3 heures à 80 °C, ou à une température appropriée pour la résine thermodurcissable considérée. Il est souhaitable que la résine soit de faible viscosité et qu'elle ne durcisse pas pendant la période initiale de 3 heures. La résine phénolique ou la résine époxyde, qui peuvent être imprégnées à température ambiante, sont des exemples de résine thermodurcissable appropriée. Il convient que la résine époxyde ne présente pas de retrait excessif. Une fois revenu à la pression atmosphérique, le moule doit être durci dans un four à passage d'air à 120 °C pendant 12 heures. Ces conditions dépendent de la nature du produit d'imprégnation. Après extraction du moule, l'échantillon est prêt pour le polissage.

NOTE — Si la dureté de surface de l'échantillon est inférieure à la dureté du cœur, on risque d'obtenir une surface d'examen convexe après polissage. Cela peut être évité en insérant autour de l'échantillon quelques morceaux de matériaux dont la dureté est à peu près équivalente à celle du cœur. Dans tous les cas, la forme plate devra être conservée pendant toute la préparation.

Pour les poudres de métal, placer environ 2 cm³ de plastique liquide et 1 cm³ de poudre de métal dans le moule et agiter soigneusement le mélange de manière à mouiller la poudre de métal. Ensuite ajouter le reste du plastique de manière à former un enrobage d'une épaisseur de 1,5 cm à 2 cm. Les poudres peuvent être imprégnées sous vide, comme pour les autres échantillons poreux. On veillera à éviter la ségrégation de la poudre dans la résine.

La figure 2 illustre des exemples de micrographies d'échantillons de bronze fritté polis.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.5 Prépolissage

ISO/TR 14321:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/47a81e7a-e075-43f0-9695-c1b861ca1752/iso-tr-14321-1997>

Le prépolissage doit être réalisé par étapes successives au moyen de papiers abrasifs de granulométrie progressivement plus fines, avec arrosage et sous une pression décroissante. Les rayures de l'opération précédente doivent être éliminées au stade suivant, et le prépolissage qui suit doit être poursuivi pendant une période équivalente. Le prépolissage doit être réalisé de préférence en utilisant un disque tournant à une vitesse de 150 tr/min à 300 tr/min et d'un diamètre de 200 mm à 250 mm. Si l'on utilise le prépolissage à main sur une plaque, l'échantillon doit être tourné à 90° entre chaque étape du prépolissage, de façon à ce que les nouvelles stries croisent les précédentes à 90°.

Après chaque étape de prépolissage, l'échantillon doit être soigneusement lavé à l'eau ou au moyen ou d'un solvant approprié additionné de détergent, et si possible, nettoyé aux ultra-sons de manière à éliminer grains abrasifs et particules métalliques. Après rinçage, l'échantillon doit être séché dans un jet d'air propre et soumis à l'étape de prépolissage suivante, en utilisant un papier abrasif plus fin. La séquence préférée de dimensions de grain de papier abrasif est généralement la suivante : 180, 220, 400 et 600 (1 Emery à 0000 Emery). Les poudres métalliques ne sont prépolies que sur papier de 600 meshes. A la fin du prépolissage, l'échantillon propre doit être rincé et séché.

Les fournisseurs de matériel métallographique proposent des disques de rodage spéciaux qui réduisent considérablement la durée du prépolissage.

4.6 Polissage

4.6.1 Généralités

Le polissage final est exécuté en utilisant l'alumine pour les matériaux frittés à dureté élevée ou faible, et le diamant pour des matériaux frittés plus durs. Si les échantillons ont été complètement imprégnés de résine, on peut recourir à un polissage électrolytique (voir 4.6.4).

Cela s'applique facilement lorsque la porosité du matériau est inférieure à 10%.

Il est important d'exécuter le polissage de manière telle que la fraction de surface de la porosité examinée à la surface de l'échantillon reflète exactement le niveau réel de porosité de l'échantillon. Un polissage inapproprié peut entraîner l'exagération ou la sous-estimation de la fraction de surface de la porosité. Il est suggéré d'utiliser un échantillon de densité uniforme et de fraction de surface de porosité connues pour les essais initiaux. De cette façon, il sera possible d'avoir une idée de la durée approximative du polissage.

Il est essentiel de ne pas mélanger divers grains d'alumine ou de diamant sur les disques. Les disques doivent être également réservés pour des types de métaux donnés et l'on veillera à ne pas polir un métal avec un disque qui a été utilisé pour un métal différent.

Les alliages d'aluminium peuvent être polis avec du diamant ou de la magnésie, mais pas avec de l'alumine qui détériore la surface de l'échantillon.

Les matériaux de frottement et les cermets peuvent être polis avec du diamant.

4.6.2 Polissage à l'alumine

Pendant cette opération, l'échantillon doit être maintenu fermement et opérer un mouvement circulaire, dans le sens opposé à celui du plateau, pendant le polissage.

Outre l'élimination des rayures dues au prépolissage et de la couche de métal perturbée normale à la surface, le polissage doit également éliminer tout métal quelconque qui aurait encrassé la porosité. Pour favoriser l'élimination du matériau qui masque les pores, on peut recourir à une attaque aux acides par immersion pendant 1 min à 2 min sur l'échantillon prépoli. Le polissage est ensuite exécuté au moyen d'un feutre sur des disques en rotation, imprégné d'alumine en suspension. Le feutre à un nappage long, ce qui favorise grandement l'ouverture et la révélation de la porosité. Le polissage doit être, par exemple, exécuté en utilisant successivement des grains d'alumine aux dimensions de 1 μm et 0,05 μm , avec rinçage à l'eau après chaque étape de polissage. L'action du feutre et de l'alumine, en ouvrant la porosité encrassée, va souvent exagérer la fraction de surface véritable de la porosité. Si les pores ont été ouverts, un échantillon examiné par réflexion sous la lumière, à l'œil nu, montrera une surface uniformément rugueuse, même à 98 % de densité totale. Un poli spéculaire indique que les pores ne sont pas ouverts. Le polissage à la main avec une alumine de 1 μm peut exiger 4 min à 8 min, pour ouvrir les pores encrassés. Si nécessaire, réimprégner l'échantillon et le repolir en utilisant un papier abrasif de 400 meshes.

Cette fraction de surface réelle de la porosité diminue la fraction de surface apparente de la phase métallique provenant de l'état exagéré existant après le polissage grossier.

La fraction de surface réelle de la porosité peut alors être restaurée par polissage au diamant avec une pâte diamantée de 1 μm sur tissu laine MOL pendant 2 min à 4 min.