
**Métaux-durs — Détermination
métallographique de la microstructure —
Partie 2:
Mesurage de la taille des grains de WC**

Hardmetals — Metallographic determination of microstructure —

Part 2: Measurement of WC grain size

**iTeh STANDARD-PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

[ISO 4499-2:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7882f6e-3774-4608-99a5-22a7a4cbaf2a/iso-4499-2-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7882f6e-3774-4608-99a5-22a7a4cbaf2a/iso-4499-2-2008>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4499-2:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7882f6e-3774-4608-99a5-22a7a4cbaf2a/iso-4499-2-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7882f6e-3774-4608-99a5-22a7a4cbaf2a/iso-4499-2-2008>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2008

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Version française parue en 2010

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions, abréviations, symboles et unités.....	2
4 Informations générales	4
5 Appareillage	5
6 Étalonnage	6
7 Mesurage de la granulométrie selon la méthode d'interception linéaire	6
8 Rapport.....	9
Annexe A (informative) Étude de cas de mesurage	11
Annexe B (informative) Modèle de rapport.....	16
Bibliographie.....	18

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4499-2:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7882f6e-3774-4608-99a5-22a7a4cbaf2a/iso-4499-2-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7882f6e-3774-4608-99a5-22a7a4cbaf2a/iso-4499-2-2008>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 4499-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*, sous-comité SC 4, *Échantillonnage et méthodes d'essais des métaux-durs*.

L'ISO 4499-2, ainsi que l'ISO 4499-1, annulent et remplacent l'ISO 4499:1978, qui a fait l'objet d'une révision technique. Une nouvelle section a été ajoutée pour le mesurage quantitatif de la taille des grains de WC dans des métaux-durs.

L'ISO 4499 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Métaux-durs — Détermination métallographique de la microstructure*:

- *Partie 1: Prises de vue photomicrographiques et description*
- *Partie 2: Mesurage de la taille des grains de WC*

Métaux-durs — Détermination métallographique de la microstructure —

Partie 2: Mesurage de la taille des grains de WC

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4499 donne des lignes directrices relatives au mesurage de la taille des grains de métaux-durs selon des techniques métallographiques utilisant uniquement un microscope optique ou électronique. Elle est destinée aux métaux-durs WC/Co frittés (également appelés carbures cémentés ou cermets) contenant principalement du WC sous la forme d'une phase dure. Elle est également destinée au mesurage de la taille des grains et de la distribution au moyen de la technique d'interception linéaire.

La présente partie de l'ISO 4499 couvre essentiellement quatre sujets principaux:

- étalonnage de microscopes, pour appuyer la précision des mesures;
- techniques d'analyses linéaires, pour obtenir suffisamment de données statistiquement significatives;
- méthodes d'analyse, pour calculer des valeurs moyennes représentatives;
- rapports, pour répondre aux exigences modernes de qualité.

La présente partie de l'ISO 4499 est étayée par une étude de cas de mesurage destinée à illustrer les techniques recommandées (voir Annexe A).

La présente partie de l'ISO 4499 ne traite pas les points suivants.

- mesurages de la distribution des grains;
- recommandations sur les mesurages de forme. De plus amples recherches sont nécessaires avant de pouvoir établir des recommandations relatives au mesurage de forme.

Des mesurages de coercivité servent parfois au mesurage de la taille des grains, toutefois les lignes directrices données ici ne traitent que de la méthode de mesurage métallographique. La présente partie de l'ISO 4499 est également rédigée pour les métaux-durs frittés et non pour les poudres caractérisantes. Toutefois, la méthode peut, en principe, servir au mesurage de la granulométrie moyenne de poudres convenablement montées et sectionnées.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3326, *Métaux-durs — Détermination de la coercitivité (d'aimantation)*

ISO 3369, *Matériaux en métal fritté imperméable et métaux-durs — Détermination de la masse volumique*

ISO 3738-1, *Métaux-durs — Essai de dureté Rockwell (échelle A) — Partie 1: Méthode d'essai*

ISO 3738-2, *Métaux-durs — Essai de dureté Rockwell (échelle A) — Partie 2: Préparation et étalonnage des blocs de référence*

ISO 3878, *Métaux-durs — Essai de dureté Vickers*

ISO 4489:1978, *Métaux-durs frittés — Échantillonnage et essais*

ISO 4499-1, *Métaux-durs — Détermination métallographique de la microstructure — Partie 1: Prises de vue photomicrographiques et description*

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

3 Termes, définitions, abréviations, symboles et unités

3.1 Généralités

Une très large gamme de termes est utilisée pour décrire les poudres de métaux-durs frittés de différentes granulométries. Par exemple, les termes suivants ont servi dans diverses publications et rapports.

Extra-grossière	Fine	Microfine
Grossière	Très fine	Micrograin
Grossière/Moyenne	Ultrafine	Nanophasé
Moyenne	Extrafine	Nanograin
Moyenne/Fine	Submicrométrique	Superfine

Aucun de ces termes n'a été actuellement validé ou bien défini en termes de plages granulométriques par les utilisateurs et les fabricants de poudres ou produits frittés.

En conséquence, après discussion au sein de la communauté des métaux-durs, les termes suivants sont recommandés pour les tailles de grains définies en 3.2.

L'incertitude associée au mesurage d'une taille de grains par interception linéaire est d'environ 10 %, lorsqu'on compte généralement de 200 à 300 grains. Ainsi, il convient de traiter avec soin les mesurages proches ou aux limites entre classes. Il est recommandé de classer de la manière suivante les mesurages à 10 % près de l'une quelconque des limites de classe:

EXEMPLE

0,19 µm dans Nano/Ultrafine	0,21 µm dans Ultrafine/Nano
0,75 µm dans Submicrométrique/Fine	0,85 µm dans Fine/Submicrométrique
1,29 µm dans Fine/Moyenne	1,31 µm dans Moyenne/Fine
2,4 µm dans Moyenne/Grossière	2,6 µm dans Grossière/Moyenne

3.2 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.2.1

nano

taille de grains de WC < 0,2 µm

NOTE Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans la présente partie de l'ISO 4499.

3.2.2**ultrafine**

taille de grains de WC comprise entre 0,2 μm et 0,5 μm

NOTE Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans la présente partie de l'ISO 4499.

3.2.3**submicrométrique**

taille de grains de WC comprise entre 0,5 μm et 0,8 μm

NOTE Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans la présente partie de l'ISO 4499.

3.2.4**fine**

taille de grains de WC comprise entre 0,8 μm et 1,3 μm

NOTE Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans la présente partie de l'ISO 4499.

3.2.5**moyenne**

taille de grains de WC comprise entre 1,3 μm et 2,5 μm

NOTE Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans la présente partie de l'ISO 4499.

3.2.6**grossière**

taille de grains de WC comprise entre 2,5 μm et 6,0 μm

NOTE Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans la présente partie de l'ISO 4499.

3.2.7**extra-grossière**

taille de grains de WC > 6,0 μm

NOTE Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans la présente partie de l'ISO 4499.

3.3 Symboles, abréviations et unités

Pour les besoins du présent document, les symboles, abréviations et unités suivants s'appliquent.

- A est la surface, en millimètres carrés (mm^2)
- d_{wc} est l'interception linéaire arithmétique moyenne des grains de WC, en micromètres (μm)
- ECD est le diamètre du cercle équivalent, en millimètres (mm)
- L est la longueur de la ligne, en millimètres (mm)
- LI est la distance d'interception linéaire arithmétique moyenne, en micromètres (μm)
- l_i est la longueur mesurée des interceptions individuelles, en micromètres (μm)
- $\sum l_i$ est la somme des longueurs mesurées de chaque interception individuelle

- N est le nombre de joints de grains traversés
- n est le nombre de grains de WC interceptés
- m est le grossissement
- m_{\max} est le grossissement maximum
- m_{\min} est le grossissement minimum
- s_m est la granulométrie mesurée, en millimètres (mm)
- s_a est la granulométrie réelle, en millimètres (mm)

4 Informations générales

La présente partie de l'ISO 4499 traite des bonnes pratiques pour le mesurage d'une valeur moyenne de taille de grains de WC. Elle recommande d'utiliser une technique d'interception linéaire pour obtenir les données. Les mesurages doivent être effectués en suivant les bonnes pratiques pour la préparation de microstructures adaptées aux examens décrits dans l'ISO 4499-1.

Les propriétés et les performances des métaux-durs dépendent directement de la microstructure élaborée au cours de la fabrication, qui est elle-même contrôlée par les caractéristiques du lot de poudre de départ. Comprendre que la microstructure est essentielle au contrôle et à l'amélioration des propriétés et, par conséquent, au mesurage des caractéristiques microstructurelles, particulièrement la taille des grains et la distribution granulométrique, est de toute première importance.

Les techniques de préparation métallographique et de décapage sont aussi importantes que la méthode de mesurage de la taille des grains (voir les Références [1] à [4]) et elles sont incluses dans l'ISO 4499-1. Le principal type de métal-dur pris en compte est le WC avec un liant de Co_3 . Toutefois, le mode opératoire peut servir pour des métaux-durs contenant des carbures cubiques ou à base de TiC ou Ti(C,N).

La manière la plus directe pour mesurer la taille des grains de WC consiste à polir et décapager une section transversale de la microstructure puis à utiliser des techniques métallographiques quantitatives afin de mesurer la valeur moyenne de la taille des grains au moyen d'un comptage en surface ou au moyen de techniques d'interception linéaire.

Il existe trois manières de définir la taille moyenne en nombre des grains de WC:

- par la longueur (d'une ligne traversant une section 2D d'un grain);
- par la surface (de sections 2D de grains);
- par le volume (de grains individuels).

Une moyenne chiffrée est obtenue en comptant chaque mesurage du paramètre d'intérêt (longueur, surface ou volume) et en divisant la valeur totale du paramètre (longueur, surface ou volume) par le nombre de mesurages.

Le paramètre de longueur est la valeur la plus utilisée à ce jour. Elle peut être obtenue de diverses manières, par exemple au moyen de lignes parallèles ou de cercles, comme décrit dans l'ASTM E112^[12]:

- par interception linéaire, appelée méthode de Heyn, à partir d'une ligne droite tracée sur la structure;

- par le diamètre du cercle équivalent¹⁾; celui-ci est obtenu en mesurant les surfaces des grains puis en prenant le diamètre d'un cercle de surface équivalente.

Une autre méthode est celle qui a été mise au point par Jefferies, d'après laquelle il est possible de compter le nombre de grains par unité de surface. Cette valeur peut, le cas échéant, être convertie en un diamètre de cercle équivalent.

Il faut noter que:

- le comptage des points/de surface ne fournit aucune information concernant la distribution, et
- la méthode de Jefferies n'est pas destinée à être utilisée sur des matériaux multiphase tels que les métaux-durs.

La technique recommandée pour le mesurage de la taille des grains de métaux-durs est la méthode d'interception linéaire.

5 Appareillage

Les mesures de tailles de grains sont obtenues à partir d'images de la microstructure. Il convient de consulter l'ISO 4499-1, l'ASTM B657^[10] et l'ASTM B665^[11] concernant les meilleures pratiques en termes de préparation de surfaces pour l'imagerie.

Les images de structure de métaux-durs sont généralement générées par microscopie optique ou par microscopie électronique à balayage. Pour des mesurages précis, le mieux consiste à utiliser des images de microscope électronique à balayage. Même dans le cas de matériaux à grains grossiers, les sections de surface dont l'image est formée coupent un nombre substantiel d'angles des grains, donnant une proportion de petites interceptions qui ne peuvent être mesurées de manière précise qu'en utilisant le microscope électronique à balayage.

Les mesurages de longueurs d'interception effectués à partir des images acquises peuvent être obtenus manuellement ou semi-automatiquement en utilisant une analyse d'image. L'analyse d'image automatique peut servir dans certaines circonstances lorsque les images sont relativement grossières et qu'un bon contraste peut être obtenu, mais, pour de nombreux matériaux, particulièrement ceux à grains très fins, il est difficile d'obtenir de bonnes images et elles ne peuvent généralement pas être soumises à une analyse automatique.

Pour les classes ultrafine et nano, il est particulièrement difficile d'obtenir de bonnes images en utilisant des microscopes électroniques à balayage classiques dont les sources d'électrons sont un filament de tungstène. Pour ces matériaux, il est recommandé d'utiliser un microscope électronique à balayage à émission de champ d'émission. Ces systèmes donnent des images d'une résolution significativement plus élevée, suffisante pour mesurer des matériaux dont les valeurs d'interception moyennes sont comprises entre 0,1 µm et 0,2 µm environ. Pour des matériaux dont la taille des grains est encore plus petite, il peut s'avérer nécessaire d'utiliser un microscope électronique à transmission. Toutefois, les problèmes d'échantillonnage et de préparation des éprouvettes sont particulièrement importants (voir la Référence [7]). Une préparation soignée des éprouvettes en vue d'obtenir de bonnes images est vitale pour ces matériaux et une association des méthodes de décapage est souvent utile (voir l'ISO 4499-1).

1) Il est possible, pour des grains équiaxiaux, de convertir une taille de grain de diamètre de cercle équivalent (ECD) en une valeur d'interception linéaire (LI) au moyen de l'Équation (1).

$$LI = \sqrt{A} = \sqrt{\pi/4} ECD \quad (1)$$

Ainsi, $ECD = 1,13 LI$

Cette expression est traitée dans les Références [1] et [5].

6 Étalonnage

Pour obtenir des mesurages quantitatifs fiables, les images doivent être étalonnées par rapport à un micromètre de microscope ou à échelle conforme à la norme nationale de référence. Les micromètres les plus communément utilisés pour des microscopes électroniques à balayage sont les grilles de la SIRA. Il s'agit de lignes réglées formant une grille disponible avec 19,7 lignes par millimètre et 2 160 lignes par millimètre. Elles doivent toutefois être également étalonnées et certifiées comme étant conformes à une norme nationale de référence.

Pour des images obtenues au moyen d'un microscope optique, une image du réticule d'étalonnage doit également être obtenue au moyen des mêmes objectifs (et d'un changeur d'échelon de grossissement interne ou d'un objectif à longueur focale variable) et de la même technique d'éclairage. Le microscope doit être configuré pour un éclairage Köhler en vue d'obtenir la résolution maximale (voir la Référence [8]).

Pour des images obtenues au moyen d'un microscope électronique à balayage, il convient que les images du réticule soient obtenues dans les mêmes conditions (accélération en kV, distance de travail, éclairage d'ouverture) que celles servant au métal-dur.

7 Mesurage de la granulométrie selon la méthode d'interception linéaire

7.1 Généralités

Il est recommandé d'utiliser l'interception linéaire arithmétique moyenne en tant que paramètre servant à définir la taille des grains de WC. Ce mode opératoire est le plus simple à utiliser et présente en outre l'avantage de fournir des données pouvant servir à quantifier l'étendue de la distribution.

Cette méthode nécessite de tracer une ligne droite traversant une image étalonnée. Pour un matériau monophasé, on mesure la longueur de la ligne (L) commençant en un point aléatoire, traversant un certain nombre de joints de grains (N) et se terminant en une autre position aléatoire. La distance d'interception linéaire moyenne LI est donc:

$$LI = L/N \quad (2)$$

Ainsi que le montre l'Équation (2), seule la distance d'interception linéaire moyenne est calculée. Aucune information concernant la distribution granulométrique n'est obtenue.

Pour un matériau essentiellement biphasé tel qu'un métal-dur (phases α et β), la technique d'interception linéaire est moins directe en ce que chaque phase doit être mesurée indépendamment, mais elle peut fournir des informations relatives à la distribution granulométrique. Une ligne est tracée sur une image étalonnée de la microstructure d'un métal-dur. Aux points où cette ligne passe par un grain de WC, la longueur de la ligne (l_i) est mesurée au moyen d'une règle étalonnée (où $i = 1, 2, 3, \dots, n$, pour le 1^{er}, 2^e, 3^e, ..., $n^{\text{ième}}$ grain). Il est conseillé de compter au moins 100 grains, de préférence au moins 200 grains afin de réduire l'incertitude à moins de 10 %.

La taille des grains par interception linéaire moyenne est définie par:

$$d_{wc} = \sum l_i / n \quad (3)$$

La taille des grains d'un métal-dur est généralement comprise entre 0,1 μm et 10 μm . En raison des incertitudes de mesurage, il appartient aux bonnes pratiques d'inscrire au rapport une taille de grains par interception linéaire moyenne avec une décimale pour les valeurs supérieures à 1,0 μm et avec deux décimales pour les valeurs inférieures à 1,0 μm . En conséquence les résultats sont inscrits au rapport avec deux chiffres significatifs, par exemple 3,4 μm ou 0,18 μm .

L'Annexe A donne un exemple réel.

7.2 Échantillonnage

7.2.1 Échantillonnage de produits

L'échantillonnage est le mode opératoire grâce auquel un élément en métal-dur ou une région au sein d'un élément est choisi pour être soumis à l'essai. Un échantillonnage aléatoire se définit par la sélection d'un individu dans une population, chaque individu de la population ayant autant de chances d'être choisi que les autres (voir la Référence [9]).

L'Article 4 de l'ISO 4489:1978, mentionne qu'«un échantillon d'une seule unité suffit généralement à confirmer la classe d'un métal-dur» pour les essais suivants:

- Détermination de la coercivité ISO 3326;
- Détermination de la densité ISO 3369;
- Détermination de la dureté Rockwell HRA ISO 3738-1 et ISO 3738-2;
- Détermination de la dureté Vickers HV ISO 3878.

et pour les essais pouvant être effectués dans des cas particuliers:

- Détermination de la microstructure ISO 4499;
- Détermination de la porosité et du carbone non combiné ISO 4505.

7.2.2 Échantillonnage de la microstructure

On doit particulièrement tenir compte de l'échantillonnage, visant des microstructures, en fonction de la raison pour laquelle les mesurages sont entrepris.

a) Mesurage de vérification général d'un objet isolé sectionné

- Il convient que les images choisies pour l'analyse soient représentatives de la totalité de la section et il convient de les obtenir par un positionnement aléatoire. Le nombre recommandé d'images à préparer est d'au moins quatre, pouvant être analysées de manière intensive afin de mesurer au total au moins 200 grains.

b) Détermination de l'homogénéité de la taille des grains

- Dans ce cas, un ensemble systématique d'images provenant de différents emplacements définis dans la section doit être obtenu et analysé de manière intensive afin de mesurer au moins 200 grains pour chaque emplacement. Cela permettra, par exemple, d'établir des tendances de tailles de grains supérieures à l'erreur probable de mesurage à chaque emplacement (l'erreur fractionnaire est proportionnelle à $1/\sqrt{N}$, où N est le nombre de grains à chaque emplacement).

c) Matériaux non homogènes

- Si la microstructure n'est pas homogène d'un champ de vision au suivant, il appartient aux bonnes pratiques d'augmenter le nombre d'images évaluées mais de les évaluer de manière moins approfondie tout en atteignant un nombre total de caractéristiques supérieur à 200.

Il convient que le grossissement de l'image obtenu soit tel que le champ de vision comprenne entre 10 grains et 20 grains de WC, permettant le mesurage d'interceptions individuelles avec une précision supérieure à 10 %. Cela permet généralement de tracer trois ou quatre lignes d'interception linéaire sur l'image sans intercepter plus d'une fois chacun des grains de WC. La plupart des métaux-durs ayant une anisotropie de structure faible ou nulle, l'utilisation d'un nombre plus ou moins grand de lignes parallèles n'a donc aucune importance. Si une anisotropie est soupçonnée, il est plus avisé d'orienter les lignes de manière aléatoire et