
**Céramiques techniques —
Caractérisation microstructurale —
Partie 1:
Détermination de la taille et de la
distribution des grains**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —
Microstructural characterization —
Part 1: Determination of grain size and size distribution*

ISO 13383-1:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6978059-14e1-4970-af92-928092b6186c/iso-13383-1-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13383-1:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6978059-14e1-4970-af92-928092b6186c/iso-13383-1-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Signification et usage	3
5 Appareillage	4
5.1 Matériel de coupe.....	4
5.2 Matériel de montage.....	4
5.3 Matériel de polissage.....	4
5.4 Matériel d'attaque.....	5
5.5 Microscope.....	5
5.6 Règle ou échelle étalonnée.....	5
5.7 Gabarit circulaire.....	5
6 Préparation des éprouvettes	5
6.1 Échantillonnage.....	5
6.2 Coupe.....	5
6.3 Montage.....	5
6.4 Polissage.....	6
6.5 Attaque.....	6
7 Micrographie	6
7.1 Considérations générales.....	6
7.2 Microscopie optique.....	6
7.3 Microscopie électronique à balayage.....	7
7.4 Micrographies d'étalonnage.....	7
7.4.1 Microscopie optique.....	7
7.4.2 Microscopie électronique à balayage.....	7
8 Mesurage des micrographies	8
8.1 Généralités.....	8
8.2 Méthode A1.....	8
8.3 Méthode A2.....	9
8.4 Méthode B.....	9
8.5 Utilisation d'une analyse d'image automatique ou semi-automatique pour les méthodes A et B.....	10
9 Calcul des résultats	11
9.1 Méthode A1.....	11
9.2 Méthode A2.....	11
9.3 Méthode B.....	12
10 Interférences et incertitudes	12
11 Rapport d'essai	13
Annexe A (informative) Modes opératoires de polissage	15
Annexe B (informative) Modes opératoires d'attaque	17
Annexe C (informative) Réglage de l'éclairage de Köhler dans un microscope optique	19
Annexe D (informative) Vérification de la méthode A1 par un essai interlaboratoires	20
Annexe E (informative) Vérification de la méthode B par un essai interlaboratoires	21
Annexe F (informative) Mesurage de la distribution granulométrique	22
Annexe G (informative) Feuille de résultats: taille des grains selon l'ISO 13383-1	23

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13383-1:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6978059-14e1-4970-af92-928092b6186c/iso-13383-1-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6978059-14e1-4970-af92-928092b6186c/iso-13383-1-2012>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://www.iso.org/standards).

L'ISO 13383-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

L'ISO 13383 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Céramiques techniques — Caractérisation microstructurale*:

- *Partie 1: Détermination de la taille et de la distribution des grains*
- *Partie 2: Détermination de la fraction volumique des phases par évaluation de micrographies*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13383-1:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6978059-14e1-4970-af92-928092b6186c/iso-13383-1-2012>

Céramiques techniques — Caractérisation microstructurale —

Partie 1:

Détermination de la taille et de la distribution des grains

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 13383 décrit des méthodes manuelles de mesure permettant de déterminer la taille de grain de céramiques techniques en utilisant des micrographies d'éprouvettes polies et soumises à une attaque. Les méthodes décrites dans la présente partie ne donnent pas le diamètre moyen vrai du grain, mais un paramètre relativement plus faible selon la méthode appliquée pour analyser une section bidimensionnelle. La relation par rapport aux dimensions vraies du grain dépend de la forme du grain et du degré d'anisotropie de la microstructure. La présente partie contient deux méthodes principales, A et B.

La méthode A est la technique de la moyenne des interceptions linéaires. La méthode A1 s'applique aux céramiques monophasées et aux céramiques ayant une phase cristalline principale et une phase vitreuse au niveau des joints de grains de moins de 5 % environ en volume pour laquelle un comptage des interceptions suffit. La méthode A2 s'applique aux céramiques ayant plus de 5 % environ en volume de pores ou de phases secondaires ou aux céramiques ayant plus d'une phase cristalline principale dans lesquelles les longueurs d'interception individuelles sont mesurées, et peuvent éventuellement être utilisées pour établir une distribution granulométrique. Cette dernière méthode permet de faire la distinction entre les pores et les phases et de calculer séparément la taille moyenne des interceptions de chacun.

NOTE Une méthode de détermination de la (des) fraction(s) volumique(s) de la (des) phase(s) secondaire(s) est décrite dans l'ISO 13383-2; elle fournira un moyen de déterminer si la méthode A1 ou la méthode A2 doit être appliquée dans des cas limites.

La méthode B est la méthode du diamètre du cercle moyen équivalent qui s'applique à tout type de céramique avec ou sans phase secondaire. Cette méthode peut également être employée pour la détermination du rapport de forme des grains et de la distribution granulométrique.

Certains utilisateurs de la présente partie de l'ISO 13383 peuvent souhaiter appliquer une analyse automatique ou semi-automatique à des micrographies ou à des images de la microstructure acquises directement. La présente partie le permet si la technique employée simule les méthodes manuelles (voir [Article 4](#) et [8.4](#)).

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables à 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/CEI 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

3 Termes et définitions

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

**3.1
taille de grain**

taille des cristaux individuels dans un matériau et, pour les besoins de la présente méthode d'essai, ceux de la phase primaire ou principale

**3.2
taille moyenne de grain par interception linéaire**

g_{mli}
valeur moyenne de la distance entre les joints de grains, telle que représentée par des lignes positionnées de façon aléatoire tracées sur une micrographie ou toute autre image de la microstructure

**3.3
diamètre circulaire équivalent d'un grain**

d_{ci}
diamètre d'un cercle correspondant au périmètre d'un grain

[SOURCE: Voir [Figure 1.](#)]

**3.4
dimension maximale d'un grain (diamètre de Feret)**

$d_{ci, max}$
dimension maximale d'un grain visualisé en deux dimensions

[SOURCE: Voir [Figure 1.](#)]

Note 1 à l'article: Dans l'ASTM E930, elle est également désignée par le terme «diamètre maximal au pied à coulisse».

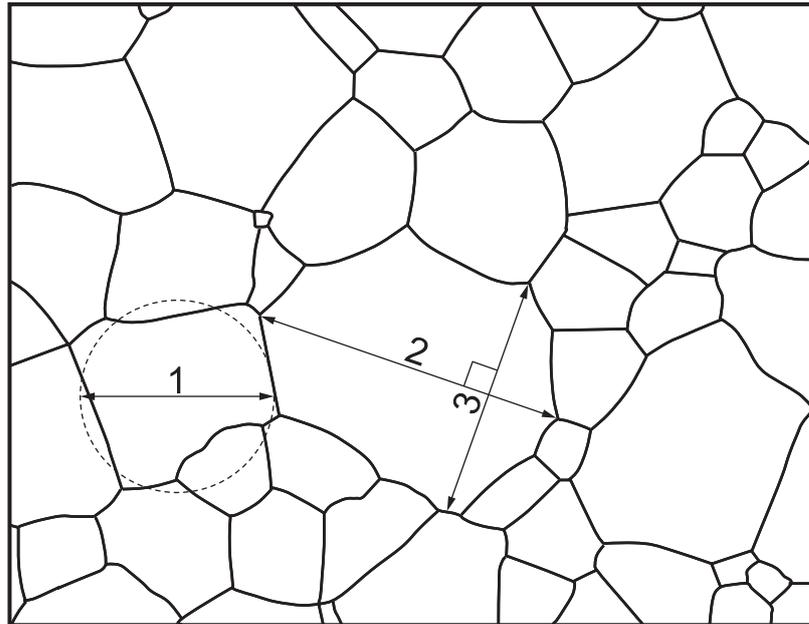
**3.5
dimension orthogonale maximale d'un grain**

$d_{ci, perp}$
pour les besoins de la détermination du rapport de forme d'un grain, plus grande dimension d'un grain perpendiculairement à sa dimension maximale de grain (diamètre de Feret), lorsqu'il est visualisé en deux dimensions

[SOURCE: Voir [Figure 1.](#)]

**3.6
rapport de forme d'un grain**

rapport de la dimension maximale de grain (diamètre de Feret) à la dimension orthogonale maximale de grain mesurée perpendiculairement à celle-ci



Légende

- 1 Diamètre circulaire équivalent du grain, d_{ci}
- 2 Dimension maximale du grain (diamètre de Feret), $d_{ci, max}$
- 3 Dimension orthogonale maximale du grain perpendiculairement à 2, $d_{ci, perp}$

Figure 1 — Diamètre du cercle équivalent et définition du rapport de forme

ISO 13383-1:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6978059-14e1-4970-af92-928092b6186c/iso-13383-1-2012>

4 Signification et usage

La taille moyenne des grains et la distribution granulométrique d'un matériau céramique jouent un rôle important dans la détermination de nombreuses propriétés, et la caractérisation de la taille des grains est donc un outil important pour assurer la constance de la fabrication. Il existe de nombreuses mesures de la taille et/ou de la forme des grains et elles ont généralement des valeurs numériques différentes pour une microstructure donnée.

NOTE La Bibliographie contient des sources traitant de la stéréologie et des méthodes de dimensionnement d'objets en trois dimensions.

Le principal objectif de la présente partie de l'ISO 13383 est de permettre la caractérisation des phases principales. Toutefois, dans les matériaux contenant plus d'une phase, les phases peuvent être continues ou sous forme de grains isolés. Il peut être nécessaire de caractériser séparément les différentes phases. Il est possible d'appliquer le même principe d'interception que pour les matériaux monophasés, mais les longueurs d'interception individuelles dans chaque phase doivent être mesurées, plutôt que simplement comptées. La caractérisation des phases secondaires peut nécessiter un traitement différent qui ne relève pas du domaine d'application de la présente partie de l'ISO 13383.

La méthode A (méthode par interception linéaire) constitue la méthode la plus simple possible pour une section bidimensionnelle à travers le matériau. Toutefois, il faut reconnaître que la valeur numérique obtenue pour la taille moyenne par interception linéaire est relativement plus faible que la plupart des autres mesures de taille de grain car les interceptions peuvent traverser les grains en n'importe quelle position et pas nécessairement le long du plus grand axe. La relation entre la taille moyenne par interception linéaire et la taille réelle d'un grain tridimensionnel n'est pas simple et dépend de la forme du grain et du nombre moyen de facettes. La présente partie de l'ISO 13383 fournit des méthodes simples de mesure des distances d'interception dans des matériaux monophasés, basées sur le comptage du nombre d'intersections sur des longueurs données de lignes orientées et positionnées de façon aléatoire ou de cercles positionnés de façon aléatoire, tracés sur une micrographie d'une éprouvette

convenablement coupée, polie et soumise à une attaque. La longueur des lignes traversant de grands pores situés au niveau des joints de grains peut être ignorée, éliminant ainsi tout biais susceptible d'être introduit par la porosité, mais il convient d'ignorer les petits pores situés à l'intérieur des grains.

La méthode B (méthode du diamètre du cercle moyen équivalent) fournit une autre approche basée sur l'identification du rayon d'un cercle s'approchant le plus possible des limites du grain. Cette mesure donne généralement un résultat légèrement plus grand que celui obtenu par la méthode d'interception linéaire moyenne car elle est basée sur la surface et non sur une longueur d'interception aléatoire. La méthode peut également être utilisée pour mesurer le rapport de forme du grain, et elle est donc plus appropriée pour des microstructures à grains allongés.

NOTE Cette méthode est extraite du document JIS R1670 [1].

Si le matériau possède une microstructure présentant une orientation préférentielle des phases principales ou secondaires, les résultats de ce mesurage peuvent ne pas être représentatifs de la nature réelle du matériau. Plutôt que d'utiliser des lignes orientées de manière aléatoire, il peut être nécessaire de limiter les mesurages à des orientations spécifiques. Dans ce cas, il faut l'indiquer dans le rapport d'essai. La méthode B peut être plus appropriée.

La présente partie de l'ISO 13383 ne couvre pas les méthodes de mesure de la taille moyenne des grains par comptage en utilisant le déplacement de la platine d'un microscope étalonné ou une projection sur écran, accompagné d'une observation visuelle. Bien que cette dernière méthode puisse produire un résultat équivalent à l'analyse de micrographies, elle n'offre pas de moyen de vérification des résultats de mesure car aucun enregistrement permanent n'est obtenu.

Si une analyse d'image automatique ou semi-automatique (AIA) doit être utilisée, il faut reconnaître que les différents systèmes d'AIA réalisent le mesurage de différentes manières, généralement basées sur un comptage des pixels. Pour obtenir des résultats équivalents à ceux des méthodes manuelles décrites dans la présente partie de l'ISO 13383, le système d'AIA doit être programmé pour fonctionner d'une manière similaire à la méthode manuelle. Par accord entre les parties concernées, une telle méthode d'AIA équivalente peut être utilisée en alternative à la méthode manuelle et, si tel est le cas, cela doit être mentionné dans le rapport d'essai.

5 Appareillage

5.1 Matériel de coupe

Scie appropriée à lame diamantée à grains fins avec un refroidissement par liquide ou un autre dispositif pour préparer la coupe initiale destinée à l'étude.

NOTE Une dimension de grains abrasifs de 125 μm à 150 μm est recommandée, désignée par D151 dans l'ISO 6106 [2].

5.2 Matériel de montage

Matériel de montage métallurgique approprié et système permettant de brider fermement les éprouvettes pendant le polissage.

5.3 Matériel de polissage

Matériel approprié de polissage employant des abrasifs à base de diamant.

NOTE L'Annexe A recommande des techniques et des abrasifs.

5.4 Matériel d'attaque

Matériel approprié pour le processus d'attaque devant être utilisé pour révéler les joints de grains dans le matériau étudié.

NOTE L'[Annexe B](#) fournit des recommandations concernant les méthodes d'attaque.

5.5 Microscope

Microscope optique ou microscope électronique à balayage permettant de réaliser des micrographies. Une lame d'étalonnage micrométrique est nécessaire pour déterminer le grossissement du microscope optique, et une grille carrée de référence ou des sphères de latex sont requises pour l'étalonnage de l'amplification d'un microscope électronique à balayage. Dans tous les cas, l'étalonnage des dimensions des références doit pouvoir être relié à des étalons nationaux ou internationaux de mesure de longueur.

Un microscope optique est également nécessaire pour l'évaluation de la qualité du polissage (voir [6.4](#)).

5.6 Règle ou échelle étalonnée

Règle ou échelle étalonnée, permettant d'effectuer des lectures à au moins 0,5 mm près et ayant une précision minimale de 0,5 %.

5.7 Gabarit circulaire

Pour la méthode B, pochoir comportant des cercles dont le diamètre augmente par incréments de 1 mm, ou feuille transparente sur laquelle est tracée une série de cercles par incréments de 1 mm. L'épaisseur des traits sur une feuille transparente ne doit pas être supérieure à 0,2 mm.

6 Préparation des éprouvettes ISO 13383-1:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6978059-14e1-4970-af92-928092b6186c/iso-13383-1-2012>

6.1 Échantillonnage

Les éprouvettes doivent être prélevées selon les modalités définies entre les parties concernées.

NOTE Des recommandations sur ce sujet sont données dans l'EN 1006 (voir Bibliographie [3]). Selon les objectifs du mesurage, il est souhaitable de conserver une parfaite connaissance des emplacements au sein des composants ou des éprouvettes à partir desquels sont préparées les coupes.

6.2 Coupe

La section de l'éprouvette doit être découpée à l'aide d'un dispositif de coupe (voir [5.1](#)).

NOTE Pour les contrôles de routine de matériaux, une petite surface ne dépassant pas 10 mm de côté est normalement adéquate comme section à polir.

6.3 Montage

Monter l'éprouvette à l'aide d'un dispositif de montage approprié. Si la céramique est susceptible de présenter une porosité ouverte significative dans certaines zones (voir [Article 1](#)), il est conseillé d'imprégner sous vide l'éprouvette avec une résine liquide de montage avant l'enrobage, afin d'obtenir un support pendant le polissage.

NOTE Il n'est pas essentiel d'enrober l'éprouvette. Par exemple, elle pourrait être fixée sur un support métallique. Toutefois, l'enrobage dans un milieu à base de polymère facilite la prise et la manipulation, notamment pour de petites éprouvettes de forme irrégulière et des matériaux fragiles et friables. Il convient que la méthode de montage choisie tienne compte du mode opératoire devant être utilisé pour l'attaque; voir l'[Annexe B](#).

6.4 Polissage

Polir la surface de l'éprouvette. Il convient de s'assurer que le polissage produise une surface plane avec un minimum de dommage. Employer des tailles de grains abrasifs de plus en plus petites en éliminant à chaque étape les dommages causés lors de l'étape précédente jusqu'à ce qu'aucun changement d'aspect ne soit observé au microscope optique (voir 5.5) à un fort grossissement. La surface finale doit être exempte de rayures visibles au microscope optique ou d'autres dommages provoqués par le polissage et susceptibles d'interférer avec la mesure.

NOTE Il convient de choisir avec précaution la séquence de grains abrasifs et de types de polisseuse. Dans le cadre du domaine d'application de la présente partie de l'ISO 13383, il est impossible de donner des recommandations spécifiques pour tous les types de matériau. Le principe général à adopter est la réduction des dommages sous la surface et leur élimination par des grains abrasifs de plus en plus fins tout en conservant une surface plane. Des lignes directrices concernant le polissage sont données dans l'Annexe A.

6.5 Attaque

Lorsqu'une surface de bonne qualité a été obtenue, l'éprouvette doit si nécessaire être soumise à une attaque pour exposer les joints de grains. Toute technique adaptée à la classe de matériau céramique doit être utilisée, sous réserve d'un accord entre les parties concernées. Une intensité d'attaque excessive doit être évitée.

NOTE L'Annexe B donne des lignes directrices générales recommandant des modes opératoires d'attaque pour diverses céramiques techniques courantes.

7 Micrographie

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

7.1 Considérations générales

Il est possible d'utiliser la [microscopie optique](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/28978059-14c114970-ad22-2809286186c159-1-13383-1-2012) ou la [microscopie électronique à balayage](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/28978059-14c114970-ad22-2809286186c159-1-13383-1-2012), cette dernière étant requise si la résolution en microscopie optique n'est pas adaptée à une structure granulaire fine, selon les exigences en matière de tailles minimales de grains ou de phases secondaires observées dans les images préparées.

NOTE En général, si la taille moyenne par interception linéaire de la phase principale est inférieure à environ 2 µm pour la méthode A1 ou inférieure à environ 4 µm pour les méthodes A2 et B, il convient d'utiliser la microscopie électronique à balayage.

7.2 Microscopie optique

Installer un éclairage de Köhler dans le microscope.

NOTE 1 L'Annexe C donne des recommandations concernant l'installation d'un éclairage de Köhler.

Examiner l'éprouvette à un grossissement suffisant pour distinguer clairement les grains individuellement. Si le contraste obtenu est insuffisant, par exemple dans des matériaux blancs ou translucides, appliquer un mince revêtement métallique approprié par évaporation ou pulvérisation cathodique. Préparer des micrographies d'au moins trois zones différentes de la surface de l'éprouvette.

NOTE 2 Lors du choix des zones, il est important que celles-ci soient choisies au hasard et représentatives du matériau d'essai. Selon l'objectif de l'étude, il convient que les parties concernées déterminent conjointement s'il est plus important d'employer plusieurs images d'un seul échantillon poli ou des images individuelles de plusieurs échantillons d'un lot. Par ailleurs, si le matériau semble hétérogène ou présenter une large distribution granulométrique, il peut être avantageux d'évaluer davantage de zones de façon moins approfondie que dans le cas d'une microstructure très homogène.

A titre de ligne directrice pour la méthode A, il convient que la taille moyenne de chaque grain distinct soit d'au moins 2 µm, et de préférence d'au moins 3 µm, dans l'image analysée. Pour la méthode B, il convient que la dimension type des zones de phase discrète ou des pores soit d'au moins 5 µm. Si les grains ou les zones de phase apparaissent plus petites que ces niveaux, augmenter le grossissement