
**Céramiques techniques —
Caractérisation microstructurale —**

**Partie 2:
Détermination de la fraction
volumique des phases par évaluation
de micrographies**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —
Microstructural characterization —*

*Part 2: Determination of phase volume fraction by evaluation of
micrographs*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/284fe9d4-53fa-44e9-a454-c8d8426fb36e/iso-13383-2-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13383-2:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/284fe9d4-53fa-44e9-a454-c8d8426fb36e/iso-13383-2-2012>



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..... | iv |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 2 |
| 3 Termes et définitions | 2 |
| 4 Appareillage | 2 |
| 4.1 Matériel de coupe..... | 2 |
| 4.2 Matériel de montage..... | 2 |
| 4.3 Matériel de polissage..... | 2 |
| 4.4 Microscope..... | 3 |
| 4.5 Grille transparente..... | 3 |
| 5 Préparation des éprouvettes | 3 |
| 5.1 Échantillonnage..... | 3 |
| 5.2 Coupe..... | 3 |
| 5.3 Montage..... | 3 |
| 5.4 Polissage..... | 3 |
| 5.5 Attaque..... | 4 |
| 6 Micrographie | 4 |
| 6.1 Considérations générales..... | 4 |
| 6.2 Contrôle..... | 4 |
| 6.3 Nombre de micrographies..... | 4 |
| 6.4 Microscopie optique..... | 5 |
| 6.5 Microscopie électronique à balayage..... | 5 |
| 7 Mesurage des micrographies | 5 |
| 8 Calcul des résultats | 6 |
| 9 Interférences et incertitudes | 7 |
| 10 Rapport d'essai | 7 |
| Annexe A (informative) Utilisation d'une analyse automatique d'image (AIA) | 9 |
| Annexe B (informative) Vérification de la présente méthode par un essai interlaboratoires | 11 |
| Annexe C (informative) Feuille de résultats — ISO 13383-2 | 12 |
| Bibliographie | 13 |

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://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2841e9d4-531a-44c9-a454-c8d8426fb36e/iso-13383-2-2012).

L'ISO 13383-2 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*

Céramiques techniques — Caractérisation microstructurale —

Partie 2:

Détermination de la fraction volumique des phases par évaluation de micrographies

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 13383 spécifie une méthode manuelle de mesurage en vue de la détermination de la fraction volumique des phases principales de céramiques techniques en utilisant des micrographies de sections polies et soumises à une attaque, en les recouvrant d'un quadrillage carré et en comptant le nombre d'intersections situées au-dessus de chaque phase.

NOTE 1 Cette méthode suppose que les fractions volumiques vraies des phases sont équivalentes aux fractions surfaciques sur une section transversale découpée de façon aléatoire conformément aux principes stéréologiques.

NOTE 2 Des lignes directrices concernant le polissage et l'attaque des céramiques techniques sont données dans les [Annexes A et B](#) de l'ISO 13383-1:2012.

La méthode s'applique aux céramiques comportant une ou plusieurs phases secondaires distinctes, telles que celles rencontrées dans $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$, Si/SiC ou $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}_w$.

Si le matériau d'essai contient des pores discrets, ceux-ci doivent être traités comme une phase secondaire pour les besoins de la présente méthode, à condition qu'il n'y ait aucun signe d'arrachement des grains pendant le polissage pouvant être confondu avec des pores authentiques.

NOTE 3 Si le matériau présente une porosité supérieure à environ 20 %, il existe un risque élevé que la microstructure soit endommagée pendant le processus de polissage, et un mesurage de la fraction volumique des pores peut induire en erreur. Les fractions volumiques des phases secondaires ou la porosité présente à des niveaux inférieurs à 0,05 sont sujettes à une erreur considérable et une dispersion potentielle des résultats. Un nombre de micrographies supérieur ou égal à trois est normalement nécessaire pour améliorer la cohérence et l'exactitude des résultats.

NOTE 4 De nombreuses céramiques contiennent de faibles quantités de phases secondaires vitreuses. Pour obtenir une estimation raisonnable de la teneur en phases vitreuses, il convient que le matériau vitreux entre les grains cristallins soit facilement observable et il convient donc qu'il ait une largeur d'au moins 0,5 μm . La méthode décrite dans la présente partie de l'ISO 13383 n'est pas considérée appropriée pour de fines pellicules vitreuses autour des grains.

NOTE 5 Les microstructures sont rarement homogènes et les teneurs en phases peuvent varier d'une micrographie à l'autre. Il est essentiel d'étudier une zone suffisamment grande de la section préparée pour s'assurer que les zones sélectionnées pour l'évaluation soient représentatives et ne contiennent pas d'irrégularités retenant l'attention. La présente méthode suppose que les zones sélectionnées d'une section transversale préparée sont statistiquement représentatives de l'ensemble de la section échantillonnée.

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 capturées directement. Actuellement, ceci ne relève pas du domaine d'application de la présente partie, mais quelques lignes directrices sont données dans l'[Annexe A](#).

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/IEC 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
fraction volumique de phase
volume occupé par une phase distincte et identifiable présente dans un matériau, exprimé en fraction de l'ensemble

3.2
phase primaire
phase principale dans une microstructure, représentant habituellement plus de 50 % en volume ou surface observée dans une section transversale

3.3
phase secondaire
une ou plusieurs phases distinctes et identifiables, autres qu'une phase primaire cristalline dans un matériau

Note 1 à l'article: Une phase secondaire peut prendre la forme de grains discrets ou d'une phase continue entourant quelques-uns ou tous les grains de la phase principale. Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 13383, la porosité peut être traitée comme une phase secondaire.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/284fe9d4-53fa-44e9-a454-c8d8426fb36e/iso-13383-2-2012>

4 Appareillage

4.1 Matériel de coupe

Toute méthode appropriée peut être utilisée pour préparer la section d'essai à partir de l'élément étudié. Lorsqu'une scie à lame diamantée est employée, il est recommandé que la taille des grains ne dépasse pas 150 µm.

NOTE Cette taille de grains est désignée par D151 selon l'ISO 6106 [5].

4.2 Matériel de montage

Matériel de montage métallurgique approprié et système permettant de brider fermement l'éprouvette pendant le polissage.

4.3 Matériel de polissage

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

NOTE Une séquence d'abrasifs et de techniques recommandés pour le polissage est donnée dans l'[Annexe A](#) de l'ISO 13383-1:2012.

4.4 Microscope

Microscope optique ou microscope électronique à balayage permettant de réaliser des micrographies.

NOTE Bien que le grossissement réel de l'image ne soit pas important pour mesurer la fraction volumique, il est conseillé d'utiliser un graticule de référence pour déterminer le grossissement d'un microscope optique, ou d'utiliser une grille de référence ou des sphères de latex pour étalonner le grossissement d'un microscope électronique à balayage, et pour vérifier l'homogénéité du grossissement dans le champ de vision.

Un microscope optique est également nécessaire pour l'évaluation de la qualité du polissage (voir [5.4](#)).

4.5 Grille transparente

Grille carrée transparente sur un film d'acétate, par exemple, avec une épaisseur de trait ne dépassant pas 0,1 mm.

NOTE 1 Le maillage choisi n'est pas critique, mais peut de manière appropriée être compris entre 3 mm et 15 mm pour réduire la fatigue visuelle. Toutefois, il est nécessaire de prendre en compte les exigences du [6.3](#).

NOTE 2 Une grille appropriée peut être préparée sous forme d'un tracé généré par ordinateur avec un espacement des lignes suffisamment précis pour les besoins de la présente partie de l'ISO 13383.

5 Préparation des éprouvettes

5.1 Échantillonnage

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

NOTE Des recommandations sur ce sujet sont données dans l'EN 1006 (voir Bibliographie [18]). Selon les objectifs du mesurage, il est souhaitable de conserver une connaissance des emplacements au sein des composants ou des éprouvettes à partir desquels sont préparées les sections.

5.2 Coupe

La section de l'éprouvette doit être découpée à l'aide d'un dispositif de coupe (voir [4.1](#)).

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.

5.3 Montage

Monter l'éprouvette à l'aide d'un dispositif de montage approprié.

NOTE 1 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 meulage et le polissage.

NOTE 2 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 éprouvettes 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](#).

5.4 Polissage

Polir la surface de l'éprouvette. Il faut 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 [4.4](#)) à un fort grossissement. Au moins 90 % de la surface de l'éprouvette doit être exempte de rayures visibles au microscope optique ou d'autres dommages

provoqués par le polissage et susceptibles d'interférer avec la mesure. Il faut notamment éviter l'arrachement de phases secondaires discrètes de la surface donnant l'aspect de pores.

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](#) de l'ISO 13383-1:2012.

5.5 Attaque

Lorsqu'une surface polie de bonne qualité a été obtenue, l'éprouvette doit si nécessaire être soumise à une attaque pour exposer les phases individuelles. Toute technique appropriée doit être utilisée, sous réserve d'un accord entre les parties.

NOTE 1 L'[Annexe B](#) de l'ISO 13383-1:2012 donne des lignes directrices générales recommandant des modes opératoires d'attaque pour diverses céramiques techniques courantes.

NOTE 2 Pour l'évaluation optique, il est généralement nécessaire d'attaquer les matériaux à base d'oxyde de telle manière que les phases individuelles se distinguent par des niveaux de contraste différents. Pour une évaluation par microscopie électronique à balayage (MEB), l'attaque peut être inutile si l'on utilise un détecteur d'électrons rétrodiffusés ayant une résolution adéquate en termes de différence nette de numéro atomique entre les phases de manière à générer un contraste. Lorsqu'un détecteur d'électrons secondaires est utilisé, il sera généralement nécessaire de réaliser une attaque pour produire un contraste topographique, à moins que la différence de numéro atomique entre les phases ne soit importante.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

6 Micrographie

6.1 Considérations générales

ISO 13383-2:2012

S'il s'avère que la taille moyenne des grains de chaque phase ou les largeurs des phases vitreuses continues entre les grains sont inférieures à 2 µm, préparer l'éprouvette pour la microscopie électronique à balayage. Pour des tailles de grains comprises entre 2 µm et 4 µm, la microscopie électronique à balayage ou la microscopie optique sont autorisées. Sinon, la microscopie optique est adaptée.

Il est important d'obtenir un contraste suffisant entre les phases afin d'identifier clairement et sans ambiguïté les grains individuellement.

6.2 Contrôle

Contrôler la section transversale échantillonnée au microscope. Si la microstructure semble homogène, préparer des micrographies de zones choisies de manière aléatoire.

NOTE Si une hétérogénéité de la microstructure est suspectée ou si des zones spécifiques d'une section doivent être étudiées, cela est permis, mais doit être consigné dans le rapport.

6.3 Nombre de micrographies

Au moins trois micrographies doivent être préparées à un grossissement suffisant pour identifier clairement toutes les phases à compter. De plus, au moins 100 caractéristiques au total de tout type de données doivent être présentes pour être comptées dans l'ensemble de micrographies.

NOTE Pour un matériau nominalelement homogène, il peut être suffisant d'utiliser un petit nombre de micrographies analysées avec une grille à petit maillage, mais pour un matériau hétérogène, des résultats représentatifs de la moyenne de la section échantillonnée ne peuvent être obtenus de façon fiable qu'en sélectionnant un grand nombre de micrographies de différentes zones, avec un comptage moins intensif à l'aide d'une grille plus grande.

6.4 Microscopie optique

Installer un éclairage de Köhler dans le microscope.

NOTE 1 Des recommandations concernant le réglage des conditions d'éclairage de Köhler sont données dans l'Annexe D de l'ISO 13383-1:2012.

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, choisies de manière aléatoire, en tenant compte de l'homogénéité apparente de la microstructure (voir 6.2).

NOTE 2 A titre de ligne directrice, il convient que la dimension apparente de la zone de phase discrète à compter ait généralement une largeur d'au moins 3 mm. Si le nombre total de grains individuels d'une phase quelconque à compter dans un ensemble quelconque de micrographies est inférieur à cent, préparer davantage de micrographies. Il convient généralement que les micrographies aient des dimensions de 100 mm x 75 mm, mais il peut être avantageux de les agrandir ultérieurement pour faciliter l'évaluation.

6.5 Microscopie électronique à balayage

Monter l'éprouvette sur le porte-éprouvette du microscope. Si l'éprouvette n'est pas électroconductrice, appliquer un mince revêtement conducteur par évaporation ou pulvérisation cathodique. Insérer l'éprouvette dans le microscope en s'assurant que la surface à caractériser est perpendiculaire au faisceau d'électrons, à 5° près.

NOTE 1 Cela permet de s'assurer que l'image ne subit pas de distorsion excessive ni de perte de netteté en raison de l'angle d'observation.

Préparer des photomicrographies à un grossissement approprié (voir 6.4) d'au moins trois zones différentes de l'éprouvette sélectionnées de manière aléatoire, en utilisant l'imagerie par électrons secondaires ou l'imagerie par électrons rétrodiffusés.

NOTE 2 Bien que le contraste entre les phases puisse être amélioré en utilisant l'imagerie par électrons rétrodiffusés, l'image obtenue peut présenter un bruit plus élevé que dans l'imagerie par électrons secondaires et rendre indistinctes les limites entre les phases contrastées. Il peut être utile d'employer des images d'électrons secondaires pour déterminer les proportions des phases, mais des images d'électrons rétrodiffusés pour faciliter l'identification de chaque phase.

Si le nombre de grains de la phase à compter est inférieur à 100 au total dans toutes les micrographies, augmenter le nombre de zones photographiées. Les micrographies doivent généralement avoir des dimensions de 100 mm x 75 mm, mais il peut être avantageux de les agrandir ultérieurement pour faciliter l'évaluation.

NOTE 3 Il est possible que l'écran du microscope ne présente pas un grossissement constant en tous points. Une grille carrée constitue une référence appropriée pour s'assurer du degré de distorsion dans l'écran, car il est facile de détecter des distorsions de la grille. Pour les besoins de la présente méthode d'essai, des distorsions jusqu'à 5 % peuvent généralement être acceptables, à condition que les phases comptées soient réparties uniformément sur toute la surface de la micrographie.

7 Mesurage des micrographies

Si on le souhaite, agrandir la micrographie à une taille appropriée pour faciliter l'observation des caractéristiques. Examiner les dimensions des plus petites caractéristiques à compter. Sélectionner un maillage de grille approprié et préparer une grille carrée (voir 4.5, 6.3 et Article 9) permettant de couvrir la totalité de la micrographie. Coller la micrographie sur une surface lisse. Poser la grille de manière à couvrir toute la surface de la micrographie, aucune intersection de la grille n'étant située directement au-dessus des bords de la micrographie (Figure 1). Compter le nombre d'intersections de la grille n_{ij} qui se situent au-dessus de chaque phase j . Si une intersection de la grille se situe exactement au-dessus de la limite entre deux phases, la compter comme une demi-intersection de grille pour chaque