
**Métaux-durs — Détermination
métallographique de la
microstructure —**

Partie 3:

**Mesure des caractéristiques des
microstructures des métaux-durs
à base de carbures Ti (C, N) et WC/
cubiques**

ISO 4499-3:2016
Hardmetals — Metallographic determination of microstructure —
*Part 3: Measurement of microstructural features in Ti (C, N) and WC/
cubic carbide based hardmetals*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4499-3:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e842dfe-0564-455c-9479-26de4c460777/iso-4499-3-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, 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
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Symboles, abréviations et unités	3
5 Principe	3
6 Appareillage	4
7 Étalonnage	4
8 Préparation des échantillons	5
8.1 Préparation métallographique.....	5
8.2 Métaux-durs – cermets à base de Ti(C,N).....	5
8.3 Métaux-durs à base de carbures WC/cubiques.....	9
9 Mode opératoire de caractérisation des structures	22
9.1 Échantillonnage d'images de structure.....	22
9.1.1 Généralités.....	22
9.1.2 Sélection représentative.....	22
9.1.3 Détermination de l'homogénéité des tailles des phases dures.....	22
9.1.4 Matériaux non homogènes.....	23
9.2 Mesurage de taille de phase.....	23
9.2.1 Généralités.....	23
9.2.2 Mesurage des phases selon la méthode d'interception linéaire.....	23
10 Incertitude de mesure	25
11 Rapport d'essai	25
Bibliographie	27

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/5e842d1e-0564-455c-9479-26de4c460777/iso-4499-3-2016).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*, sous-comité SC 4, *Échantillonnage et méthodes d'essais 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*
- *Partie 3: Mesure des caractéristiques des microstructures des métaux-durs à base de carbures Ti (C,N) et WC/cubiques*
- *Partie 4: Caractérisation de la porosité, des défauts carbone et de la teneur en phase éta*

Introduction

La présente partie de l'ISO 4499 couvre essentiellement les sujets suivants:

- types et phases des matériaux à mesurer, comprenant ce qui suit:
 - cermets Ti(C,N);
 - métaux-durs à base de carbures WC/cubiques;
- méthodes de préparation pour mettre en évidence les différences entre les métaux-durs WC/Co classiques et les matériaux contenant des phases cubiques;
- techniques d'analyses linéaires, pour obtenir suffisamment de données statistiquement significatives pour la quantification des phases;
- méthode d'analyse, pour calculer des valeurs moyennes représentatives;
- rapports, pour répondre aux exigences modernes de qualité.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 4499-3:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e842dfe-0564-455c-9479-26de4c460777/iso-4499-3-2016>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4499-3:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e842dfe-0564-455c-9479-26de4c460777/iso-4499-3-2016>

Métaux-durs — Détermination métallographique de la microstructure —

Partie 3:

Mesure des caractéristiques des microstructures des métaux-durs à base de carbures Ti (C, N) et WC/cubiques

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4499 donne des lignes directrices relatives à la mesure des caractéristiques des microstructures des métaux-durs à base de carbures Ti(C,N) et de métaux-durs WC/Co contenant des carbures cubiques supplémentaires selon des techniques métallographiques utilisant uniquement un microscope optique ou électronique. Elle est destinée aux métaux-durs frittés (également appelés carbures cimentés ou cermets) contenant principalement des carbures et nitrures inorganiques sous la forme d'une phase dure. Elle est également destinée au mesurage de la taille des phases et de la distribution au moyen de la technique d'interception linéaire.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives 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). <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e842dfe-0564-455c-9479-26de4c460777/iso-4499-3-2016>

ISO 4499-1:2008, *Métaux-durs — Détermination métallographique de la microstructure — Partie 1: Prises de vue photomicrographiques et description*

ISO 4499-2:2008, *Métaux-durs — Détermination métallographique de la microstructure — Partie 2: Mesurage de la taille des grains de WC*

3 Termes et définitions

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

3.1

nano

avec une taille de phase de carbonitride ou, respectivement, de carbure cubique <0,2 µm

Note 1 à l'article: Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans l'ISO 4499-2.

3.2

ultrafine

avec une taille de phase de carbonitride ou, respectivement, de carbure cubique comprise entre 0,2 µm et 0,5 µm

Note 1 à l'article: Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans l'ISO 4499-2.

**3.3
submicrométrie**

avec une taille de phase de carbonitride ou, respectivement, de carbure cubique comprise entre 0,5 µm et 0,8 µm

Note 1 à l'article: Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans l'ISO 4499-2.

**3.4
fine**

avec une taille de phase de carbonitride ou, respectivement, de carbure cubique comprise entre 0,8 µm et 1,3 µm

Note 1 à l'article: Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans l'ISO 4499-2.

**3.5
moyenne**

avec une taille de phase de carbonitride ou, respectivement, de carbure cubique comprise entre 1,3 µm et 2,5 µm

Note 1 à l'article: Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans l'ISO 4499-2.

**3.6
grossière**

avec une taille de phase de carbonitride ou, respectivement, de carbure cubique comprise entre 2,5 µm et 6,0 µm

Note 1 à l'article: Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans l'ISO 4499-2.

**3.7
extra-grossière**

avec une taille de phase de carbonitride ou, respectivement, de carbure cubique >6,0 µm

Note 1 à l'article: Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans l'ISO 4499-2.

**3.8
cermets Ti(C,N)**

cermet à base de Ti(C,N) contenant de 3 à 30 % en poids d'une phase liante principalement composée de cobalt (Co) et/ou de nickel (Ni), mais pouvant également contenir du molybdène (Mo)

Note 1 à l'article: Le bilan est essentiellement une phase dure avec quelques impuretés mineures.

Note 2 à l'article: La phase dure est principalement composée de carbure de titane, de nitrure et/ou de carbonitride, mais elle peut également inclure des carbonitrides de (Ti, Ta), (Ti, W) ou (Ti, Ta, W).

Note 3 à l'article: Ces matériaux contiennent typiquement des phases dures pouvant donner des grains présentant une structure noyau/bordure.

**3.9
métaux-durs à base de carbures WC/cubiques**

métaux-durs à base de WC hexagonaux, contenant des quantités substantielles d'un carbure présentant un réseau cubique (par exemple TiC ou TaC) et pouvant contenir du W en solution solide

Note 1 à l'article: Ces matériaux contiennent typiquement des phases dures pouvant donner des grains présentant une structure noyau/bordure.

Note 2 à l'article: Voir le [Tableau 1](#).

**3.10
région d'une phase**

constituant unique du métal-dur tel que le métal-dur à base de carbure WC, de carbure cubique ou liant

4 Symboles, abréviations et unités

A	surface, en millimètres carrés (mm ²)
ECD	diamètre du cercle équivalent d'une phase spécifiée, en micromètres (μm)
L	longueur totale de la ligne dans une phase spécifiée, en millimètres (mm)
l_i	longueur mesurée des interceptions individuelles dans une phase spécifiée, en micromètres (μm)
$\sum l_i$	somme des longueurs mesurées de chaque interception individuelle
l_x	interception linéaire arithmétique moyenne dans une phase x , en micromètres (μm)
N	nombre de joints de grains traversés dans ou entre des phases spécifiées
n	nombre de grains de WC, de carbonitride ou de carbure cubique interceptés
m	grossissement
m_{\max}	grossissement maximum
m_{\min}	grossissement minimum

5 Principe

iTeh STANDARD PREVIEW

La présente partie de l'ISO 4499 traite des bonnes pratiques pour le mesurage d'une valeur moyenne de taille de phase dure et de phase liante dans les métaux-durs autres que les métaux-durs WC/Co droits. Elle recommande d'utiliser une technique d'interception linéaire pour obtenir les données relatives aux tailles des caractéristiques. 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 techniques de préparation métallographique et de décapage sont aussi importantes que la méthode de mesurage de la taille des phases (voir également ASTM B 657, ASTM B 665, Référence [1] et Référence [2]). Les méthodes de base sont décrites dans l'ISO 4499-1. D'autres informations pertinentes sont données dans l'Article 8. Les principaux types de métaux-durs étudiés sont ceux contenant des carbures cubiques ainsi que les WC et ceux à base de TiC ou Ti(C,N)[3][4][5]. Une phase à base de carbure cubique est définie comme un carbure présentant un réseau cubique (par exemple TiC, TaC) et contenant en général du W en solution solide après frittage. Ces matériaux contiennent typiquement des phases dures avec des grains présentant une structure noyau/bordure. Des lignes directrices pour mesurer ces détails internes sont données dans l'ISO 4499-2:2008, Annexe A.

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

Les trois manières de définir la taille moyenne en nombre des diverses phases sont les suivantes:

- par la longueur (d'une ligne traversant une section 2D d'une phase);
- par la surface (de sections 2D de régions d'une phase);
- par le volume (de régions individuelles d'une phase).

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.

Les valeurs relatives à la taille des phases les plus utilisées à ce jour sont basées sur le paramètre de longueur. Ces valeurs peuvent être obtenues de diverses manières, par exemple:

- au moyen de lignes parallèles ou de cercles, comme décrit dans l'ASTM E112;
- par interception linéaire, appelée méthode de Heyn, à partir d'une ligne droite tracée sur la structure;
- par le diamètre du cercle équivalent (voir l'ISO 4499-2), qui est obtenu en mesurant les surfaces de grains de la phase dure, puis en prenant le diamètre d'un cercle de surface équivalente.

6 Appareillage

6.1 Microscope optique métallographique, ou autre instrument approprié permettant des observations et des mesurages sur un écran jusqu'au grossissement requis.

6.2 Microscope électronique à balayage, permettant des observations et des mesurages de caractéristiques dont les dimensions sont si réduites qu'elles ne peuvent pas être étudiées à l'aide d'un microscope optique.

6.3 Équipement pour la préparation de sections d'éprouvette.

Les mesures de tailles de phases sont obtenues à partir d'images de la microstructure. Il convient de consulter l'ISO 4499-1, l'ASTM B 657 et l'ASTM B 665 concernant les meilleures pratiques en termes de préparation de surfaces pour l'imagerie.

Les images de structure sont généralement générées par microscopie optique ou par microscopie électronique à balayage. Pour des mesurages précis, il est préférable d'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 matériaux à structure 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. 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 la microscopie électronique à transmission. Toutefois, les problèmes d'échantillonnage et de préparation des éprouvettes sont particulièrement importants. Une préparation soignée des éprouvettes en vue d'obtenir de bonnes images est indispensable pour ces matériaux et une association de méthodes de décapage est souvent utile (voir l'ISO 4499-1).

7 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.

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 [6]).

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 utilisées pour le métal-dur.

8 Préparation des échantillons

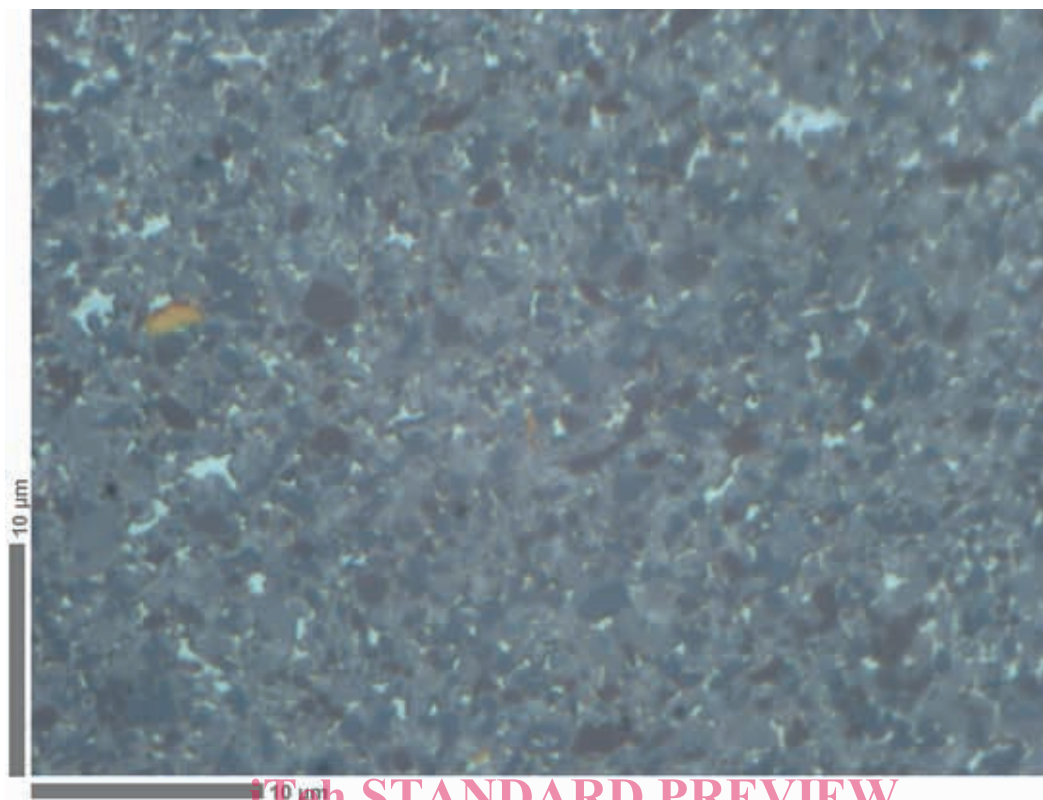
8.1 Préparation métallographique

Les étapes fondamentales pour obtenir de bonnes coupes métallographiques des matériaux de métaux-durs sont décrites en détail dans l'ISO 4499-1:2008, 6.1 pour la coupe, le montage, la rectification, le rodage, le polissage et le nettoyage, excepté pour l'étape de polissage final de ces matériaux qui a été exécutée en utilisant une suspension colloïdale de silice (granulométrie de 40 nm) sur un tissu non pelucheux en soie. Les méthodes appropriées de décapage pour les cermets et les métaux-durs contenant des carbures cubiques sont décrites respectivement en 8.2 et 8.3.

8.2 Métaux-durs – cermets à base de Ti(C,N)

Il est recommandé de préparer les échantillons conformément à l'ISO 4499-1:2008, 6.2.1, en utilisant la technique de décapage 1. Il convient d'utiliser les conditions de décapage dans un mélange A à environ 20 °C mais pendant 30 s à 60 s. Les Figures 1 à 5 illustrent des images représentatives de cermets types pour les techniques de microscopie optique et électronique. Les images obtenues par microscopie électronique à balayage montrent qu'un grand nombre de particules de la phase dure présentent une structure noyau/bordure, où les «noyaux» sombres correspondent aux Ti(C,N) non dissous provenant du mélange initial de poudres et que la «masse» grise correspond aux structures (Ti,W,X)(C,N), ayant la même orientation que le «noyau» formé durant le frittage en phase liquide à haute température.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e842dfe-0564-455c-9479-26de4c460777/iso-4499-3-2016>



NOTE En microscopie optique, les phases majeures sont les suivantes: phase liante (bleu clair), Ti(C,N) non dissous provenant de la poudre initiale (gris-bleu foncé), (Ti,W,X)(C,N) (gris) et impuretés de TiN (jaune doré).

Figure 1 — Cermet du commerce à faible teneur en phase liante (6 % en poids), microphotographie optique utilisant un objectif immergé dans l'huile, grossissement initial $\times 1\,600$