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

**Partie 4:
Caractérisation de la porosité, des
défauts carbone et de la teneur en
phase éta**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Hardmetals — Metallographic determination of microstructure —

*Part 4: Characterisation of porosity, carbon defects and eta-phase
content*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2977d100-4d61-4a4f-93ba-d66a6e533a39/iso-4499-4-2016>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4499-4:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2977d100-4d61-4a4f-93ba-d66a6e533a39/iso-4499-4-2016>



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 et unités	1
5 Principe	2
6 Appareillage	2
7 Étalonnage des instruments de mesure	2
8 Préparation des échantillons	3
8.1 Méthodes de préparation.....	3
8.2 Caractérisation de la porosité et des défauts carbone (graphite).....	3
8.3 Caractérisation de la phase ϵ	3
9 Mode opératoire	3
9.1 Généralités.....	3
9.2 Détermination de la porosité.....	3
9.3 Détermination des défauts carbone.....	4
9.4 Détermination de la phase η (phase ϵ).....	8
10 Incertitude de mesure (standards.iteh.ai)	10
11 Rapport d'essai	10
Bibliographie	11

ISO 4499-4:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2977d100-4d61-4a4f-93ba-d66a6e533a39/iso-4499-4-2016>

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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/foreword.html

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*.

Cette première édition de l'ISO 4499-4 annule et remplace l'ISO 4505:1978, qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

Dans des métaux-durs WC/Co normalisés, la composition chimique, les propriétés magnétiques et la masse volumique sont généralement contrôlées de sorte qu'il n'y ait que les deux phases WC et Co^{[1][2][3]}. La phase Co est un alliage et contient du W et du C en solution solide. La phase WC est stœchiométrique. Si la teneur totale en carbone de la composition est élevée ou basse, alors il est possible d'observer une troisième phase dans la structure. Pour une teneur élevée en C, il s'agit de graphite; pour une teneur basse en C, il s'agit d'une phase êta (η); généralement un carbure M_6C ou $M_{12}C$ où M représente (Co_xW_y) . La présente partie de l'ISO 4499 traite de la détection et du mesurage de ces caractéristiques des microstructures ainsi que du mesurage des niveaux de porosité. La porosité est importante car ces matériaux sont fabriqués par une méthode de la métallurgie des poudres et bien que la technique de frittage en phase liquide soit utilisée pour consolider la structure polyphasée, de faibles niveaux de porosité peuvent apparaître dans certaines circonstances et affecter des propriétés telles que la masse volumique et la résistance mécanique.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 4499-4:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2977d100-4d61-4a4f-93ba-d66a6e533a39/iso-4499-4-2016>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4499-4:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2977d100-4d61-4a4f-93ba-d66a6e533a39/iso-4499-4-2016>

Métaux-durs — Détermination métallographique de la microstructure —

Partie 4: Caractérisation de la porosité, des défauts carbone et de la teneur en phase éta

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4499 spécifie des méthodes de détermination métallographique de la présence, du type et de la répartition de la porosité, du carbone non combiné et de la phase éta dans les métaux-durs.

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).

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

ISO 4499-4:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2977d100-4d61-4a4f-93ba-d66a6e533a39/iso-4499-4-2016>

3 Termes et définitions

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

3.1

défauts carbone

précipités macroscopiques de carbone (graphite) pouvant se présenter sous forme de grandes rosettes angulaires ou de petites lamelles

3.2

phase éta

phase η

carbure cubique basé sur une structure M₆C ou M₁₂C où M est un mélange de Co et de W généralement en proportions égales; et qui peut être présent sous forme de grandes rosettes (diamètre jusqu'à 100 μm) ou de petites particules de dimensions micrométriques

4 Symboles et unités

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 particules de la phase η interceptées
m	grossissement
m_{max}	grossissement maximum
m_{min}	grossissement minimum

5 Principe

La présente partie de l'ISO 4499 traite des questions essentielles suivantes:

- description des méthodes de préparation des échantillons;
- description des méthodes d'identification et de mesure de la caractéristique pertinente.

Dans certains cas, l'approche adoptée dans l'ISO 4499-2 et l'ISO 4499-3 peut être utile, la méthode d'interception étant utilisée sur des prises de vue microphotographiques de la structure pour quantifier de façon appropriée la taille des caractéristiques, telles que les rosettes de graphite ou de la phase η .

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 (MEB), 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.

7 Étalonnage des instruments de mesure

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/mm et 2 160 lignes/mm. 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 [4]).

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 Méthodes de préparation

Il existe plusieurs méthodes de préparation de surfaces de métaux-durs en vue d'un examen métallographique. À titre d'exemple, une description détaillée est présentée dans l'ISO 4499-1. En premier lieu, une rectification grossière est réalisée pour supprimer suffisamment de matériau en vue de garantir que la véritable structure est révélée. Après la rectification au moyen de meules diamantées, un polissage est effectué au moyen d'une pâte ou de poudres de diamant de plus en plus fines allant jusqu'à 1 µm sur des rodoirs rigides, par exemple en plastique fin, en feutre fin ou en papier.

8.2 Caractérisation de la porosité et des défauts carbone (graphite)

Pour la porosité et les défauts carbone, la section d'éprouvette doit être préparée comme pour un examen métallographique et la surface à examiner doit être exempte de marques de rectification et de polissage. Il est nécessaire de faire attention à éviter l'arrachement de particules qui peut conduire à une évaluation erronée de la porosité.

8.3 Caractérisation de la phase éta

Un décapage est nécessaire pour révéler les particules de la phase éta (voir 9.4). La phase éta est un carbure métallique (généralement M_6C ou $M_{12}C$, où M est une combinaison de Co et de W, par exemple Co_3W_3C), qui se forme lorsque la teneur totale en carbone du métal-dur est relativement faible. En général, il peut se former selon deux morphologies, soit sous forme de grandes rosettes, soit sous forme de petites particules de taille similaire à celle des autres phases dures (WC ou carbures cubiques) présentes dans le métal-dur (voir 9.4). La présence de la phase éta est généralement déterminée après un décapage léger dans une solution à 10 % de réactif de Murakami pendant quelques secondes, immédiatement suivi d'un rinçage à l'eau (voir l'ISO 4499-1), qui fonctionne bien pour identifier les grandes rosettes de la phase éta. Lorsque la phase éta est présente sous forme de petites particules (voir Figure 6), il est recommandé d'utiliser une solution de Murakami à 5 % pendant 20 min, puis de laver l'échantillon à l'eau. Dans les deux cas, il convient de sécher soigneusement la surface à l'acétone ou à l'alcool sans essuyer.

9 Mode opératoire

9.1 Généralités

Si la porosité ou le carbone non combiné n'est pas uniforme sur la surface de la section d'éprouvette examinée, les emplacements sur la section auxquels se rapporte l'évaluation doivent être identifiés, par exemple haut, bas, arête, bordure (couche superficielle), cœur, etc.

Il convient de souligner que les figures présentées dans le présent Article ne représentent qu'environ $\frac{1}{7}$ du champ de vision dans le microscope.

9.2 Détermination de la porosité

La taille de pore est définie comme étant la dimension maximale du pore dans la section. La présence de fissures ou de fentes doit être notée séparément.

9.2.1 Les pores de dimension inférieure ou égale à 10 µm doivent être évalués par exploration de la surface de la section d'éprouvette à un grossissement de 100 × ou 200 ×. Une surface pleinement représentative de la section d'éprouvette doit être examinée et comparée aux séries de prises de vue photomicrographiques présentées à la Figure 1 ou à la Figure 2, selon le grossissement choisi. Le niveau de porosité doit être indiqué par référence à la prise de vue photomicrographique correspondante et