
**Céramiques techniques — Méthode
d'essai relative aux macro-
hétérogénéités dans la microstructure**

*Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —
Testing method for macro-heterogeneity in microstructure*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 18550:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc12e775-c438-4924-a9bf-ef3303b35347/iso-18550-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc12e775-c438-4924-a9bf-ef3303b35347/iso-18550-2016>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 18550:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc12e775-c438-4924-a9bf-ef3303b35347/iso-18550-2016>



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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Appareillage	1
6 Éprouvette	2
7 Mode opératoire	2
7.1 Mesurage de l'épaisseur de l'éprouvette.....	2
7.2 Observation.....	2
7.3 Grossissement.....	3
8 Mesurage des macro-hétérogénéités	3
8.1 Détermination du volume de l'éprouvette examinée.....	3
8.2 Mesurage de la taille des macro-hétérogénéités.....	3
9 Analyse	3
9.1 Taille maximale et taille minimale.....	3
9.2 Intervalle de taille.....	3
9.3 Taille et population des défauts.....	4
9.4 Graphe.....	4
10 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Indices de réfraction des solides et des liquides	5
Annexe B (informative) Exemples de macro-hétérogénéités observées en mode de transmission	6
Bibliographie	9

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/12c775-c458-4924-a90f-ef3303b35347/iso-18550-2016).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

Céramiques techniques — Méthode d'essai relative aux macro-hétérogénéités dans la microstructure

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai permettant de déterminer les macro-hétérogénéités dans la microstructure des céramiques techniques dépassant une certaine taille par rapport au volume du matériau et ayant une incidence sur les propriétés de résistance mécanique des matériaux. Cette méthode se limite à certaines céramiques techniques qui ont une porosité inférieure à 10 % en volume et qui sont transparentes à la lumière visible lorsqu'elles se présentent sous la forme d'une éprouvette mince.

2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables à son application. 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, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

3 Termes et définitions

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

3.1

macro-hétérogénéité grossière

macro-hétérogénéité, par exemple agglomérats, pores, inclusions, grains, d'une taille supérieure à 10 µm, ayant une incidence significative sur la résistance mécanique

3.2

distribution des macro-hétérogénéités grossières

distribution granulométrique des macro-hétérogénéités grossières

3.3

diamètre de cercle équivalent

diamètre d'un cercle ayant la même superficie que la macro-hétérogénéité grossière

4 Principe

Certaines céramiques sont composées de matériaux transparents et leur macro-hétérogénéité est observée en mode de transmission sur une éprouvette mince.

5 Appareillage

5.1 Microscope, permettant l'observation en mode de transmission. Le microscope doit comporter une lentille objectif ayant un grossissement maximal de ×10 et un système d'éclairage à ouverture réglable. Un standard de calibration certifié doit être utilisé pour le calibrage du grossissement.

5.2 Découpeuse, machine adaptée permettant de découper la céramique.

5.3 Meuleuse, machine adaptée permettant de meuler la céramique.

5.4 Polisseuse, machine adaptée permettant de polir la céramique.

5.5 Micromètre, permettant de mesurer l'épaisseur de la section de céramique polie avec une précision de 2 μm .

5.6 lame de microscope, lame transparente adaptée au microscope utilisée pour la mise en place de l'éprouvette dans le microscope.

5.7 Film transparent avec cercles de diamètres différents, pour déterminer le diamètre des défauts du cercle équivalent.

6 Éprouvette

L'éprouvette doit être suffisamment mince pour pouvoir être observée au microscope en mode de transmission. L'épaisseur type dépend du matériau et de sa porosité et elle est comprise entre 30 μm et 200 μm .

L'éprouvette doit être préparée de la manière suivante.

- a) Découper une fine tranche dans la céramique à l'aide d'une découpeuse. Une épaisseur de tranche correspondant au moins à 1 mm, de plus que l'épaisseur finale est recommandée. Pour une céramique d'une épaisseur inférieure à 2 mm, cette étape peut être omise.
- b) Une face de la tranche doit être meulée à l'aide d'une meuleuse et polie à l'aide d'une polisseuse en utilisant des grains abrasifs de taille décroissante, la taille du grain de finition étant inférieure à 1 μm .
- c) L'autre face de la tranche doit être meulée afin d'ajuster son épaisseur de manière appropriée. La face meulée doit ensuite être polie à l'aide de la polisseuse en utilisant les grains abrasifs de taille décroissante mentionnés ci-dessus pour préparer une éprouvette mince en vue de l'observation.
- d) Mettre ensuite en place l'éprouvette fine sur la lame du microscope pour l'observer. De la résine thermoplastique transparente est recommandée pour le montage.
- e) L'épaisseur de l'éprouvette doit être ajustée pour obtenir une transparence adéquate avant l'examen. Avec une éprouvette de transparence adéquate, il est possible de faire correctement la mise au point sur les défauts quelle que soit leur profondeur dans l'éprouvette. Les rayures présentes sur les surfaces avant et arrière servent à examiner l'applicabilité de la présente Norme internationale. Si elles sont facilement visibles depuis la face opposée, la présente Norme internationale peut être appliquée.

7 Mode opératoire

7.1 Mesurage de l'épaisseur de l'éprouvette

L'épaisseur de l'éprouvette doit être mesurée en son centre à l'aide d'un micromètre, à 0,002 mm près.

7.2 Observation

Ajuster le microscope de la manière suivante: placer l'ouverture de la lentille du condenseur dans le système d'éclairage égale à 0,1 ou moins. Il convient que la lentille d'objectif utilisée pour l'observation ait un grossissement inférieur à $\times 10$.

7.3 Grossissement

La taille minimale des défauts examinés est de 10 µm de diamètre de cercle équivalent. Avec une ouverture de 0,1 de la lentille, il convient que l'épaisseur maximale des éprouvettes, qui peut être examinée sur une micrographie, soit de 48 µm et de 28 µm multipliés par l'indice de réfraction de l'éprouvette, pour des lentilles objectifs de grossissement ×4 et ×10, respectivement.

Il convient que la position de mise au point soit située à mi-épaisseur de l'éprouvette à partir de la surface du dessus. Pour une éprouvette à phases multiples, l'indice de réfraction de la phase majoritaire doit être utilisé.

Si l'éprouvette est très transparente, une éprouvette plus épaisse peut être utilisée. Une série de micrographies doit être prise en faisant varier la position de mise au point dans le sens de la profondeur de l'éprouvette. L'intervalle entre deux positions de mise au point doit être inférieur à 48 µm et à 28 µm multipliés par l'indice de réfraction de l'éprouvette, pour des lentilles objectifs de grossissement ×4 et ×10, respectivement.

Les surfaces photographiées ne doivent pas se chevaucher et il convient que les micrographies couvrent au moins 100 macro-hétérogénéités, celles-ci devant être analysées.

8 Mesurage des macro-hétérogénéités

8.1 Détermination du volume de l'éprouvette examinée

Le volume V examiné est donné par la superficie de l'image A_i , l'épaisseur t de la tranche et le nombre n_L d'emplacements examinés.

$$V = A_i \times t \times n_L \quad (1)$$

8.2 Mesurage de la taille des macro-hétérogénéités

Le grossissement net doit être ajusté de manière à ce que le défaut de la taille minimale corresponde à un diamètre de cercle équivalent de plus de 5 mm sur la micrographie. Un film transparent avec des cercles de diamètres variés doit être utilisé pour déterminer le diamètre de cercle équivalent. Déterminer la taille d'au moins 100 macro-hétérogénéités.

9 Analyse

9.1 Taille maximale et taille minimale

Déterminer la plus grande macro-hétérogénéité, ainsi que la plus petite.

9.2 Intervalle de taille

Au moins cinq intervalles de taille doivent être pris en compte entre la taille du plus grand défaut et celle du plus petit défaut à analyser. Les intervalles peuvent ne pas être égaux, mais il convient qu'au moins cinq macro-hétérogénéités soient présentes dans chaque intervalle, sauf dans celui qui contient la plus grande macro-hétérogénéité.

9.3 Taille et population des défauts

La taille et la population des macro-hétérogénéités pour chaque intervalle de taille sont indiquées par les Formules (2) et (3) suivantes:

$$d_{i,m} = (d_{i,l} + d_{i,u})/2 \quad (2)$$

où

$d_{i,m}$ est la taille moyenne de l'intervalle i ;

$d_{i,l}$ est la limite inférieure de l'intervalle i ;

$d_{i,u}$ est la limite supérieure de l'intervalle i .

$$p_i = n_i / (d_{i,u} - d_{i,l}) V \quad (3)$$

où

p_i est la population dans l'intervalle i ;

n_i est le nombre de défauts appartenant à l'intervalle i .

L'unité pour exprimer la population est le nombre de macro-hétérogénéités/mm³/μm.

9.4 Graphe

Tracer un graphe représentant le logarithme de la population en fonction de la taille des macro-hétérogénéités.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fc12e775-c438-4924-a9bf-ef3303b35347/iso-18550-2016>

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit être conforme aux dispositions de l'ISO/IEC 17025 et doit comprendre au minimum les informations suivantes:

- a) la référence à la présente Norme Internationale, à savoir ISO 18850;
- b) le nom de l'éprouvette;
- c) la méthode de préparation de l'éprouvette:
 - 1) la méthode d'usinage;
 - 2) l'épaisseur de l'éprouvette;
- d) la méthode d'observation:
 - 1) le nom du microscope;
 - 2) la lentille objectif (type, grossissement, système optique);
 - 3) l'ouverture utilisée pour l'observation;
- e) les micrographies (micrographies de l'éprouvette et micro-échelle prise pour le grossissement de l'observation, et les résultats e) si nécessaire);
- f) les résultats mesurés pour la distribution granulométrique de la structure non uniforme grossière:
 - 1) la distribution granulométrique de la structure non uniforme (diamètre de cercle équivalent);
 - 2) le volume pour l'observation.

Annexe A (informative)

Indices de réfraction des solides et des liquides

L'indice de réfraction (IR) varie en fonction de la longueur d'onde. Il diminue lorsque la longueur d'onde augmente. Les matériaux de symétries cristallographiques cubiques ont une seule valeur pour chaque longueur d'onde. Ceux avec des structures de cristal non cubiques ont plusieurs valeurs. Le [Tableau A.1](#) donne les valeurs moyennes correspondantes. Le [Tableau A.1](#) ci-dessous indique les valeurs pour la longueur d'onde de 632,8 nm.

Tableau A.1 — Indice de réfraction (IR) de divers matériaux à la longueur d'onde de 632,8 nm

Matériaux	IR
Al ₂ O ₃	1,770
AlN	2,165
MgO	1,735
SiC	2,635
SiO ₂	1,457
Si ₃ N ₄	2,023
BaTiO ₃	2,411
TiO ₂	2,874
ZrO ₂	2,208

Source: <http://www.filmetrics.com/refractive-index-database>