

Quatrième édition
2019-12

Version corrigée
2020-03

**Aciers — Détermination
micrographique de la grosseur de
grain apparente**

Steels — Micrographic determination of the apparent grain size

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 643:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21423689-da65-459c-9509-6488decbf0c0/iso-643-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21423689-da65-459c-9509-6488decbf0c0/iso-643-2019>



Numéro de référence
ISO 643:2019(F)

© ISO 2019

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 643:2019
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21423689-da65-459c-9509-6488decbf0c0/iso-643-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

| | |
|---|-----------|
| Avant-propos..... | iv |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 1 |
| 3 Termes et définitions | 1 |
| 3.1 Grains..... | 1 |
| 3.2 General..... | 2 |
| 4 Symboles | 2 |
| 5 Principe | 3 |
| 6 Sélection et préparation de l'échantillon | 4 |
| 6.1 Prélèvement..... | 4 |
| 6.2 Mise en évidence des joints de grains ferritiques..... | 5 |
| 6.3 Mise en évidence des joints de grains austénitiques et préausténitiques..... | 5 |
| 6.3.1 Généralités..... | 5 |
| 6.3.2 Méthode de «Bechet-Beaujard» par attaque avec une solution aqueuse saturée en acide picrique..... | 5 |
| 6.3.3 Méthode de «Kohn» par oxydation ménagée..... | 6 |
| 6.3.4 Méthode de «McQuaid-Ehn» par cémentation à 925 °C..... | 7 |
| 6.3.5 Méthode de la ferrite proeutectoïde..... | 8 |
| 6.3.6 Méthode de la bainite ou par gradient de trempe..... | 9 |
| 6.3.7 Sensibilisation des aciers inoxydables austénitiques et des aciers au manganèse austénitiques..... | 9 |
| 6.3.8 Autres méthodes de mise en évidence des joints de grains préausténitiques..... | 9 |
| 7 Caractérisation de la grosseur de grain | 10 |
| 7.1 Caractérisation par un indice..... | 10 |
| 7.1.1 Formules..... | 10 |
| 7.1.2 Évaluation par comparaison à des images types..... | 10 |
| 7.1.3 Méthode planimétrique..... | 11 |
| 7.1.4 Estimation de l'indice..... | 11 |
| 7.2 Caractérisation par la méthode du segment intercepté..... | 11 |
| 7.2.1 Méthode du segment intercepté linéaire..... | 11 |
| 7.2.2 Méthode du segment intercepté circulaire..... | 13 |
| 7.2.3 Évaluation des résultats..... | 13 |
| 8 Rapport d'essai | 14 |
| Annexe A (informative) Résumé des méthodes de mise en évidence des joints de grains ferritiques, austénitiques et préausténitiques dans les aciers | 15 |
| Annexe B (normative) Méthode d'évaluation | 16 |
| Bibliographie | 21 |

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 attirée 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 nature volontaire des normes, 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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 17, *Acier*, sous-comité SC 7, *Méthodes d'essais (autres que les essais mécaniques et les analyses chimiques)*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 643:2012), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- 7.1.2 a été modifié;
- l'Annexe B originale a été supprimée et l'Annexe C originale a été renumérotée Annexe B.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

La présente version corrigée de l'ISO 643:2019 inclut les corrections suivantes:

- le signe moins a été remplacé par le signe plus entre les valeurs de la Formule B.9.

Aciers — Détermination micrographique de la grosseur de grain apparente

1 Domaine d'application

La présente document spécifie une méthode de détermination micrographique de la grosseur apparente du grain ferritique ou austénitique des aciers. Elle décrit les méthodes de mise en évidence des joints de grains et d'estimation de la grosseur moyenne de grain d'un échantillon ayant une distribution granulométrique unimodale. Bien que les grains soient de forme tridimensionnelle, le plan de la préparation métallographique peut couper un grain en tout point, passant par un coin du grain ou au travers du diamètre maximal du grain ou entre les deux, produisant de ce fait une gamme de grosseurs de grain apparentes sur le plan bidimensionnel, même dans le cas d'un échantillon présentant une grosseur de grain parfaitement cohérente.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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).

ASTM E112, *Méthodes d'essai normalisées pour déterminer la grosseur moyenne des grains*

3 Termes et définitions

ISO 643:2019

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21423689-da65-459c-9509-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/21423689-da65-459c-9509-6488decbf2c0/iso-643-2019)

L'ISO et l'IEC maintiennent des bases de données terminologiques pour utilisation dans le domaine de la normalisation aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>.

3.1 Grains

3.1.1

grain

forme polygonale fermée à côtés plus ou moins courbes, qui peuvent être révélés sur une coupe plane de l'échantillon, polie et préparée pour l'examen micrographique. Une distinction est faite entre:

3.1.2

grain austénitique

cristal avec une structure cubique à face centrée qui peut, ou peut ne pas, contenir des macles de recuit

3.1.3

grain ferritique

cristal avec une structure cubique centrée qui ne contient jamais de macles de recuit

Note 1 à l'article: La granulométrie ferritique est généralement estimée pour les aciers non alliés ayant une teneur en carbone inférieure ou égale à 0,25 %. Si des îlots de perlite de dimensions identiques à celles des grains de ferrite sont présents, les îlots sont alors comptés comme grains de ferrite.

3.2 General

3.2.1 indice

nombre G positif, nul ou éventuellement négatif, qui est déterminé à partir du nombre moyen m des grains (3.1.1) dénombrés sur une aire de 1 mm^2 de la coupe de l'échantillon

Note 1 à l'article: Par définition, $G = 1$ pour $m = 16$; les autres indices sont obtenus par la Formule (1)

$$m = 8 \times 2^G \tag{1}$$

3.2.2 interception

N
nombre de grains (3.1.1) traversés par une ligne de mesure droite ou courbe

Note 1 à l'article: Voir Figure 1.

Note 2 à l'article: Les lignes droites de mesure se termineront normalement dans un grain. Ces segments terminaux sont comptés comme une 1/2 interception. \bar{N} est le nombre moyen de grains traversés par la ligne de mesure appliquée de façon aléatoire à divers emplacements. \bar{N} est divisé par la longueur réelle de la ligne de mesure, L_T , habituellement en millimètres, pour obtenir le nombre de grains interceptés par unité de longueur, \bar{N}_L .

3.2.3 intersection

P
nombre de points d'intersection entre les joints de grains (3.1.1) et une ligne de mesure droite ou courbe

Note 1 à l'article: Voir Figure 2.

Note 2 à l'article: \bar{P} est le nombre moyen de joints de grains traversés par la ligne de mesure appliquée de façon aléatoire à divers emplacements. \bar{P} est divisé par la longueur réelle de la ligne de mesure, L_T , habituellement en millimètres, pour obtenir le nombre de joints de grains traversés par unité de longueur, \bar{P}_L .

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.itih.eu)

ISO 643:2019

<https://standards.itih.eu/catalog/standards/sist/21423689-da65-459c-9509-6488deebf0c0/iso-643-2019>

4 Symboles

Les symboles utilisés sont donnés dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Symboles

| Symboles | Définition | Valeur |
|---|---|---|
| \bar{a} | Aire moyenne du grain, en millimètres carrés | $\bar{a} = \frac{1}{m}$ |
| A_F | Aire apparente de la figure d'essai, en millimètres carrés | — |
| \bar{d} | Diamètre moyen du grain, en millimètres | $\bar{d} = \frac{1}{\sqrt{m}}$ |
| D | Diamètre du cercle limitant sur le verre dépoli du microscope ou sur une éprouvette photographique l'image de la surface de référence de l'éprouvette | 79,8 mm (surface = 5 000 mm ²) |
| g | Grossissement linéaire (à noter en référence) de l'image microscopique | En principe 100 |
| G | Indice équivalent de grosseur du grain | — |
| K | Facteur de conversion du rapport de grossissement linéaire $\times g$ au grossissement linéaire $\times 100$ | $K = \frac{g}{100}$ |
| ^a La méthode pour désigner la direction doit être conforme à l'ISO 3785. | | |

Tableau 1 (suite)

| Symboles | Définition | Valeur |
|-------------|--|--|
| l | Longueur linéaire moyenne d'interception, généralement exprimée en millimètres | $l = 1/\bar{N}_L = 1/\bar{P}_L$ |
| L_T | Longueur réelle de la ligne de mesure divisée par le grossissement, en millimètres | — |
| m | Nombre de grains par millimètre carré de surface de l'éprouvette dans la région examinée | $m = 2 n_{100}$ (grossissement \times 100) $m = 2 K^2 n_g$ (grossissement \times g) |
| M | Numéro de la planche d'images types la plus proche quand g n'est pas égal à 100 | — |
| n_g | Nombre équivalent total des grains examinés sur l'image de diamètre D (avec grossissement \times g) | — |
| n_1 | Nombre de grains complètement à l'intérieur du cercle de diamètre D | — |
| n_2 | Nombre de grains coupés par le cercle de diamètre D | — |
| n_{100} | Nombre équivalent total des grains examinés sur l'image de diamètre D (avec grossissement \times 100) | $n_{100} = n_1 + \frac{n_2}{2}$ |
| \bar{N} | Nombre moyen de grains interceptés par unité de longueur L | — |
| \bar{N}_L | Nombre moyen de grains interceptés par unité de longueur de la ligne | $\bar{N}_L = \bar{N}/L_T$ |
| N_x | Nombre d'interceptions par millimètre dans la direction longitudinale ^a | — |
| N_y | Nombre d'interceptions par millimètre dans la direction transversale ^a | — |
| N_z | Nombre d'interceptions par millimètre dans la direction perpendiculaire ^a | — |
| \bar{P} | Nombre moyen de joints de grains traversés par la ligne de mesure appliquée de façon aléatoire à divers emplacements | — |
| \bar{P}_L | Nombre moyen d'intersections de joints de grains par unité de longueur de ligne de mesure | $\bar{P}_L = \bar{P}/L_T$ |

^a La méthode pour désigner la direction doit être conforme à l'ISO 3785.

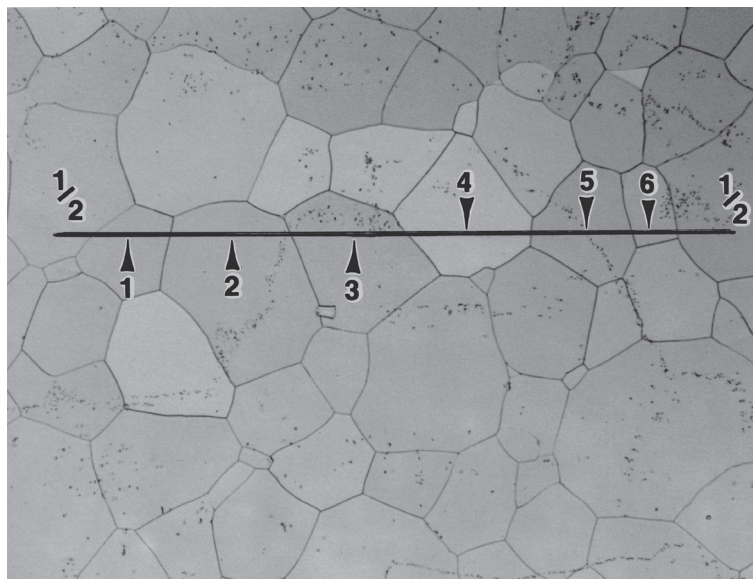
5 Principe

La grosseur de grain est mise en évidence par l'examen micrographique d'une section polie de l'échantillon préparée par une méthode appropriée au type d'acier et à l'information recherchée.

NOTE Si la commande ou la Norme internationale définissant le produit ne stipule pas la méthode de mise en évidence du grain, le choix de cette méthode est laissé à l'initiative du producteur.

Cette grosseur moyenne est caractérisée

- a) par un indice obtenu
 - 1) habituellement par comparaison avec des images types pour le mesurage de la grosseur de grain,
 - 2) ou par comptage pour déterminer le nombre moyen de grains par unité de surface;
- b) ou par la valeur moyenne du segment intercepté.



NOTE Interception (N) comptée pour une ligne droite sur une structure de grain monophasée où les flèches indiquent six interceptions et deux segments de ligne finissant dans un grain ($2 \times 1/2 = 1 N$) et $N = 7$.

Figure 1 — Exemple d'interception, N



NOTE Interception (P) comptée pour une ligne de mesure droite placée sur une structure de grain monophasée où les flèches indiquent sept points d'intersection et $P = 7$.

Figure 2 — Exemple d'interception, P

6 Sélection et préparation de l'échantillon

6.1 Prélèvement

Si la commande ou la Norme internationale définissant le produit ne spécifie pas le nombre d'échantillons et l'emplacement auquel ils doivent être prélevés sur le produit, ceux-ci sont laissés à l'initiative du producteur, bien qu'il ait été montré que la précision de la détermination de la grosseur de grain est améliorée si davantage d'échantillons sont évalués. Par conséquent, il est recommandé d'évaluer deux

sections ou plus. On prendra soin de s'assurer que les échantillons sont représentatifs de la totalité du produit (c'est-à-dire, éviter le matériel fortement déformé, comme celui qui se trouve à l'extrémité de certains produits ou là où le cisailage a été utilisé pour prélever l'échantillon, etc.). Les échantillons doivent être polis conformément aux techniques habituelles.

Sauf indication contraire dans la norme de produit ou par accord avec le client, la face polie de l'échantillon doit être longitudinale, c'est-à-dire parallèle à l'axe principal de la déformation des produits corroyés. Les mesurages de la grosseur de grain sur un plan transversal seront biaisés si le grain n'est pas équiaxe.

6.2 Mise en évidence des joints de grains ferritiques

Les grains ferritiques doivent être mis en évidence par attaque au nital (solution de 2 % à 3 % d'acide nitrique dans de l'éthanol), ou à l'aide d'un réactif approprié.

6.3 Mise en évidence des joints de grains austénitiques et préausténitiques

6.3.1 Généralités

Dans le cas des aciers présentant une structure austénitique monophasée ou biphasée (grains de ferrite delta dans une matrice austénitique) à la température ambiante, le grain doit être mis en évidence par une solution d'attaque. Pour les aciers inoxydables austénitiques monophasés, les réactifs chimiques les plus couramment utilisés sont le réactif glyceresia, le réactif de Kalling (n° 2) et le réactif de Marble. La meilleure attaque électrolytique pour les aciers inoxydables monophasés ou biphasés est l'acide nitrique aqueux à 60 % à 1,4 V c.c. pendant 60 s à 120 s, car il met en évidence les joints de grains mais pas les macles. L'acide oxalique à 10 %, 6 V c.c. jusqu'à 60 s, est couramment utilisé mais est moins efficace qu'une solution de HNO₃ à 60 %.

Dans le cas d'autres aciers, l'une ou l'autre des méthodes décrites ci-après doit être utilisée, compte tenu de l'information recherchée, à savoir:

- méthode de «Bechet-Beaujard» par attaque avec une solution aqueuse saturée en acide picrique (voir [6.3.2](#));
- méthode de «Kohn» par oxydation ménagée (voir [6.3.3](#));
- méthode de «McQuaid-Ehn» par cémentation (voir [6.3.4](#));
- méthode de sensibilisation des joints de grains (voir [6.3.7](#));
- d'autres méthodes prévues par accord particulier à la commande.

NOTE Les trois premières méthodes s'appliquent aux joints de grains préausténitiques, les autres aux aciers au manganèse austénitiques ou aux aciers inoxydables austénitiques; voir l'[Annexe A](#).

Si des essais comparatifs sont effectués pour les différentes méthodes, il est indispensable d'utiliser les mêmes conditions de traitement thermique. Les résultats peuvent sensiblement diverger d'une méthode à l'autre.

6.3.2 Méthode de «Bechet-Beaujard» par attaque avec une solution aqueuse saturée en acide picrique

6.3.2.1 Domaine d'application

Cette méthode met en évidence le grain austénitique formé au cours du traitement thermique de l'échantillon. Elle est applicable aux échantillons qui ont une structure martensitique ou bainitique. Pour que cette attaque soit efficace, la teneur en P doit être $\geq 0,005$ %.

6.3.2.2 Préparation

Le réactif de Bechet-Beaujard est normalement utilisé sur un échantillon en acier soumis à un traitement thermique. Normalement, aucun traitement thermique ultérieur n'est nécessaire si l'échantillon présente une structure martensitique ou bainitique. Dans le cas contraire, un traitement thermique est nécessaire.

Si les conditions de traitement de l'éprouvette ne sont pas prévues par la Norme internationale définissant le produit et sauf spécification contraire, les conditions suivantes doivent être appliquées dans le cas des aciers de construction non alliés pour traitement thermique et des aciers faiblement alliés:

- 1,5 h à (850 ± 10) °C pour les aciers dont la teneur en carbone est supérieure à 0,35 %;
- 1,5 h à (880 ± 10) °C pour les aciers dont la teneur en carbone est inférieure ou égale à 0,35 %.

Après ce traitement, l'éprouvette est généralement trempée dans l'eau ou dans l'huile.

6.3.2.3 Polissage et attaque

Une surface plane de l'échantillon doit être polie pour l'examen micrographique. Elle doit être attaquée pendant un temps suffisant au moyen d'une solution aqueuse saturée en acide picrique additionnée d'au moins 0,5 % d'alkylsulfonate de sodium ou d'un autre agent mouillant approprié.

NOTE La durée d'attaque peut varier de quelques minutes à plus d'une heure. Chauffer la solution à 60 °C peut améliorer l'action d'attaque et réduire la durée d'attaque.

Plusieurs attaques et polissages successifs sont parfois nécessaires pour assurer un contraste suffisant entre les joints de grains et le fond général de l'échantillon. Dans le cas de l'acier trempé à cœur, un revenu peut être effectué avant prélèvement de l'échantillon.

AVERTISSEMENT — En chauffant des solutions contenant de l'acide picrique, des précautions doivent être prises pour éviter l'ébullition des solutions car l'extrait sec d'acide picrique peut devenir explosif.

6.3.2.4 Résultat

Les joints de grains préausténitiques doivent immédiatement être mis en évidence à l'examen microscopique.

6.3.3 Méthode de «Kohn» par oxydation ménagée

6.3.3.1 Domaine d'application

Cette méthode met en évidence la configuration des grains austénitiques formée par oxydation préférentielle des joints au cours de l'austénitisation à la température d'un traitement thermique déterminé.

6.3.3.2 Préparation

Une face de l'échantillon doit être polie. Le reste de sa surface ne doit pas présenter de traces d'oxyde. L'échantillon doit être placé dans un four de laboratoire dans lequel soit un vide de 1 Pa est obtenu, soit un gaz inerte y circule (par exemple de l'argon purifié). Traiter thermiquement l'échantillon conformément à la procédure d'austénitisation spécifiée par le client ou comme définie par la Norme internationale définissant le produit.

À la fin de la période de chauffage indiquée, de l'air doit être introduit dans le four pendant une durée de 10 s à 15 s.

L'échantillon est ensuite trempé à l'eau. En général, l'échantillon peut être directement observé au microscope.

NOTE La méthode d'oxydation peut être appliquée sans atmosphère inerte.

Il convient d'éliminer l'oxyde adhérent à la surface précédemment polie par un polissage léger à l'aide d'un abrasif fin, en veillant à ce que le réseau d'oxyde qui s'est formé sur les joints de grains soit conservé, puis il convient de terminer le polissage par les méthodes habituelles. Il convient alors d'attaquer l'échantillon en utilisant le réactif de Vilella:

- acide picrique 1 g
- acide chlorhydrique 5 ml
- éthanol 100 ml

6.3.3.3 Résultat

L'oxydation préférentielle des joints révèle la configuration des grains austénitiques.

Si la préparation est bien conduite, l'apparition d'oxyde aux joints de grains n'a généralement pas lieu.

Dans certains cas, il peut être nécessaire de recourir à un éclairage oblique, ou aux méthodes de contraste d'interférence différentielle (DIC, Differential Interference Contrast), pour mieux distinguer les joints par effet de relief.

6.3.4 Méthode de «McQuaid-Ehn» par cémentation à 925 °C

(standards.iteh.ai)

6.3.4.1 Domaine d'application

Cette méthode spécifique aux aciers pour cémentation met en évidence les joints de grains austénitiques formés pendant la carburation de ces aciers. Elle ne convient généralement pas pour mettre en évidence les grains formés au cours d'un autre traitement thermique.

NOTE Le procédé de «cémentation simulée» (mock carburizing) peut également être utilisé. L'échantillon est soumis au même traitement thermique mais sans atmosphère riche en carbone. Il est alors soumis au traitement thermique auquel le produit serait traité. Le réactif de Bechet-Beaujard est employé pour révéler les joints de grains, voir [6.3.2](#).

6.3.4.2 Préparation

Les échantillons doivent être exempts de toute trace de décarburation ou d'oxydation superficielle. Tout traitement antérieur froid, chaud, mécanique, etc., peut voir un effet sur la forme du grain obtenu; la spécification du produit doit énoncer les traitements à effectuer avant détermination dans les cas où il est recommandé de tenir compte de ces considérations.

Après cémentation, l'échantillon doit être refroidi à une vitesse suffisamment lente pour assurer la précipitation de la cémentite aux joints de grains de la zone hypereutectoïde de la couche cémentée.

La cémentation doit être effectuée par maintien de l'échantillon à (925 ± 10) °C pendant 6 h. Cela est généralement obtenu par maintien de la caissette de cémentation à (925 ± 10) °C pendant 8 h, ce qui comprend la durée de préchauffage. Dans la plupart des cas, on obtient une couche cémentée d'environ 1 mm. Après la cémentation, refroidir l'échantillon à une vitesse suffisamment lente pour assurer la précipitation de la cémentite aux joints de grains de la zone hypereutectoïde de la couche cémentée.

Un ciment neuf doit être employé à chaque fois.