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

**Partie 1:
Prises de vue photomicrographiques
et description**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Hardmetals — Metallographic determination of microstructure —
Part 1: Photomicrographs and description*

[ISO 4499-1:2020](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f538194f-12ad-4281-b2ed-c281d1e36774/iso-4499-1-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4499-1:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f538194f-12ad-4281-b2ed-c281d1e36774/iso-4499-1-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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

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
4 Appareillage	1
5 Préparation d'une section d'éprouvette	2
6 Mode opératoire	2
6.1 Préparation métallographique.....	2
6.1.1 Généralités.....	2
6.1.2 Coupe.....	2
6.1.3 Montage.....	2
6.1.4 Rectification.....	3
6.1.5 Rodage.....	3
6.1.6 Polissage.....	4
6.1.7 Nettoyage.....	4
6.2 Décapage.....	5
6.2.1 Généralités.....	5
7 Rapport d'essai	9
Bibliographie	10

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4499-1:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f538194f-12ad-4281-b2ed-c281d1e36774/iso-4499-1-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f538194f-12ad-4281-b2ed-c281d1e36774/iso-4499-1-2020>

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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*, sous-comité SC 4, *Échantillonnage et méthodes d'essais des métaux-durs* en collaboration avec le comité technique CEN/SS M11 *Métallurgie des poudres* du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4499-1:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- dans l'[Article 2](#) et en [6.1.4](#): la référence à l'ISO 3878 a été supprimée;
- un appareil ([4.3](#)) Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) a été ajouté à la liste;
- [3.3](#): «TaC» corrigé.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 4499 se trouve sur le site web de l'ISO.

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.

Métaux-durs — Détermination métallographique de la microstructure —

Partie 1: Prises de vue photomicrographiques et description

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie les méthodes de détermination métallographique de la microstructure de métaux-durs au moyen de prises de vue photomicrographiques.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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).

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

3 Termes et définitions

ISO 4499-1:2020

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

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

3.1

phase α

carbure de tungstène

3.2

phase β

phase liante (par exemple à base de Co, Ni, Fe)

3.3

phase γ

carbure présentant un réseau cubique (par exemple TiC, TaC) qui peut contenir d'autres carbures (par exemple WC) dans une solution solide

4 Appareillage

4.1 Microscope métallographique, permettant des observations à des grossissements allant jusqu'à $\times 1\,500$.

4.2 Microscope électronique à balayage, pour un grossissement supérieur à $\times 1\,500$.

4.3 Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD).

4.4 Équipement pour la préparation de sections d'éprouvette.

5 Préparation d'une section d'éprouvette

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 microstructure.

NOTE Il existe plusieurs méthodes de préparation de surfaces de métaux-durs en vue d'un examen métallographique. 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. Un Guide de bonnes pratiques^[1] a été rédigé par le National Physical Laboratory du Royaume-Uni et donne des directives détaillées concernant la préparation microstructurale. Les points essentiels du Guide de bonnes pratiques sont intégrés en 6.1. L'ASTM a également préparé une norme complète concernant la préparation d'échantillons qui mérite d'être étudiée (ASTM B665)^[2].

6 Mode opératoire

6.1 Préparation métallographique

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.1.1 Généralités

Une bonne préparation métallographique est essentielle pour produire un échantillon poli plat qui révèle la véritable microstructure du métal dur lorsqu'il est décapé. Une mauvaise préparation peut conduire à un arrachage des grains, un décapage irrégulier et des détails faussés dans la microstructure qui affecteront tout mesurage ultérieur.

Les modes opératoires de préparation et décapage peuvent nécessiter des produits chimiques dangereux et toxiques. Il convient que le personnel soit correctement formé et que les installations et précautions telles qu'elles sont décrites dans les directives de sécurité pertinentes soient observées en lieu et place de celles du laboratoire concerné.

6.1.2 Coupe

Dans de nombreux cas, l'échantillon de métal-dur peut devoir être coupé en échantillons plus petits pour une préparation métallographique. Un outillage à diamant est normalement requis pour couper les métaux-durs en échantillons de plus petite taille. Il existe une grande diversité de machines de coupe qui utilisent des lames diamantées incluses sur le rebord du disque. Des temps de coupe rapides sont facilement obtenus. Des machines de découpe au fil, dans lesquelles le diamant est intégré dans un fil, proposent une méthode plus économique. Il est possible d'obtenir de très fines lamelles en utilisant cette méthode, mais uniquement à une vitesse de coupe relativement lente. L'usinage par électroérosion est une méthode plus rapide, toutefois les machines suffisamment rapides ne sont généralement pas adaptées à une installation de préparation métallographique.

6.1.3 Montage

Le montage de l'échantillon dans de la résine présente plusieurs avantages: il est plus adapté à une préparation automatique, l'échantillon est plus facile à manipuler et les codes d'éprouvette ou leur identification peuvent être inscrits ou écrits sur la monture. Des résines thermodurcissables et durcissables à froid sont disponibles.

Des poudres thermodurcissables (telles que des poudres diallylphtalates et phénoliques) nécessitent une presse de montage dans laquelle l'échantillon est placé dans une chambre, la résine est ensuite ajoutée et est fondue sous pression. La durée d'un cycle pour ces machines peut être assez longue. L'avantage réside en ce qu'aucun produit chimique dangereux n'est utilisé et en ce que la résine présente une durée de conservation illimitée.

Les résines durcissables à froid (telles que des résines époxy, acryliques ou polyester) ne nécessitent aucun équipement autre que les moules dans lesquels l'échantillon est placé avant que la résine soit versée dessus. Les résines se composent normalement de deux éléments, un monomère et un catalyseur. Occasionnellement, un troisième matériau complémentaire est utilisé, par exemple pour augmenter la dureté ou pour agir comme un milieu conducteur. Il en existe divers types qui durcissent en quelques minutes ou en quelques heures; le matériau au durcissement le plus rapide atteint des températures relativement hautes alors que la résine à durcissement lent reste froide. Le montage d'échantillons dans des «résines à durcissement rapide» est plus rapide, tandis qu'une résine durcissant à froid est plus économique pour des lots. Toutefois, un inconvénient réside en ce que ces résines sont généralement associées à un risque chimique, ont une durée de conservation limitée et doivent être conservées au froid.

Un autre point à prendre en considération consiste en ce que, suite à une préparation métallographique d'une surface plate, l'échantillon de métal-dur peut devoir être retiré de sa monture avant le polissage et avant d'être placé dans un SEM (microscope électronique à balayage). Des résines durcissant à froid peuvent être assez difficiles à retirer et peuvent devoir être enlevées de l'échantillon par rectification.

6.1.4 Rectification

Quelle que soit la méthode utilisée pour obtenir une section d'un échantillon de métal-dur, il sera nécessaire de supprimer les dommages considérables de la surface et sous-jacents. Des disques de rectification au diamant sont disponibles auprès des principaux fournisseurs en équipement métallographique. Ils se présentent dans une gamme de tailles d'abrasifs au diamant et permettent des vitesses élevées de retrait de matériau depuis la surface de l'échantillon. Il convient de les utiliser dans un ordre décroissant de taille d'abrasif pour supprimer à la fois les dommages de surface et sous-jacents et en vue d'obtenir la section plane de l'échantillon de métal-dur devant être poli. À chaque étape de la rectification, il convient de poursuivre le processus jusqu'à ce que les dommages de surface (observés par un examen optique sans grossissement) dus à l'étape de préparation précédente soient supprimés, puis de le poursuivre pendant une durée équivalente pour supprimer les dommages sous-jacents. Généralement, pour des microstructures homogènes, il convient de supprimer au moins 200 µm de matériau au cours du processus de rectification en vue d'obtenir une section représentative de la microstructure brute. Pour des matériaux présentant des structures avec gradient, il peut être nécessaire d'accorder plus de soin au contrôle de la quantité supprimée.

Les disques de rectification au diamant sont disponibles sous diverses formes; à liant mécanique, liés par la résine, à treillis métallique et encapsulés dans du plastique. Le coût et la longévité d'utilisation varient considérablement selon la forme utilisée, les disques liés par la résine étant les plus durables et les plus onéreux.

6.1.5 Rodage

Une étape de rodage peut éventuellement être incorporée dans le mode opératoire de préparation immédiatement après la rectification. Le rodage est normalement effectué sur un plateau en verre, en métal, en plastique ou composite sur lequel l'abrasif au diamant est appliqué. Les fonctions essentielles du rodage sont les suivantes:

- la production d'une surface plane;
- une étape intermédiaire entre la rectification et le polissage;
- la suppression des dommages de surface sans impliquer d'autres dommages substantiels sous-jacents;
- des vitesses relativement élevées d'usinage superficiel comparées à celles d'un abrasif au diamant de même taille utilisé sur un chiffon à polir.

Divers fournisseurs proposent des disques abrasifs de différentes compositions en fonction de la dureté du matériau à préparer. Toutefois, cette étape de préparation peut ne pas être nécessaire si une taille d'abrasif au diamant plus grossière est utilisée sur un chiffon à polir en tant qu'étape supplémentaire. De la même manière que pour les étapes de rectification, il convient que le temps de rodage soit suffisant pour supprimer tous les dommages de surface puis poursuivi pendant une durée équivalente pour supprimer les dommages sous-jacents.

6.1.6 Polissage

Les étapes de polissage sont normalement exécutées sur un court tissu pelucheux ou non¹⁾ avec des tailles dégressives d'abrasif au diamant. Les tailles d'abrasif sont généralement de 15 µm, 6 µm, 3 µm et 1 µm pour chaque étape de polissage. L'abrasif peut être appliqué sous la forme d'une suspension, d'un aérosol, d'une pâte ou selon d'autres méthodes propriétaires.

La suspension est plus adaptée aux machines de polissage automatiques lorsqu'elle est vaporisée sur le chiffon à polir à intervalles réguliers. L'avantage du système réside en ce qu'un abrasif au diamant neuf présentant une bonne capacité de coupe est présent au cours des étapes de polissage permettant un usinage superficiel rapide. La méthode est contrôlable et économique.

Des pulvérisateurs d'aérosol peuvent être utilisés dans des machines de polissage manuelles et semi-automatiques et peuvent également être économiques. À nouveau, un abrasif neuf est facilement appliqué sur le chiffon à polir pour garantir de bonnes vitesses de suppression du matériau.

L'utilisation de lubrifiants est un autre aspect important à prendre en considération au cours des étapes de polissage. Ils jouent un double rôle. En premier lieu, ils agissent en tant qu'agent de refroidissement. Au cours du processus de polissage, les abrasifs au diamant coupent les grains de WC et des températures élevées sont probablement atteintes au point de coupe. Cela peut affecter la véritable microstructure du métal-dur et porter préjudice à l'abrasif au diamant, provoquant sa fragmentation rapide. L'action refroidissante du lubrifiant empêche d'atteindre des températures élevées. Le deuxième rôle du lubrifiant consiste à garantir que l'abrasif appliqué sur le chiffon de polissage est utilisé de manière efficace. Au cours de l'étape de polissage, des débris d'usure sont produits et l'abrasif au diamant se fragmente. Le chiffon de polissage peut alors s'encrasser et devenir inefficace. Il convient qu'un lubrifiant soit ajouté à intervalles réguliers de sorte que les débris d'usure formés deviennent suffisamment fluides pour être repoussés vers le bord du chiffon, ce dernier étant alors nettoyé par cette action avant que de l'abrasif neuf soit ajouté. Dans la plupart des cas, les machines de polissage automatiques et semi-automatiques utilisent un lubrifiant à base d'alcool. Des lubrifiants propriétaires sont disponibles pour des techniques de polissage manuel.

Pour chacune des étapes de polissage, l'éprouvette est polie jusqu'à ce que les dommages de surface de l'étape de préparation précédente soient supprimés. Le temps de polissage est alors prolongé d'une durée supplémentaire équivalente en vue de supprimer les dommages sous-jacents. L'incapacité à supprimer les dommages sous-jacents apparaît rapidement après le décapage lorsqu'un rainurage ou un décapage irrégulier peut être observé. Les dommages sous-jacents sont de préférence décapés et révélés sous la forme de lignes assez larges d'un décapage plus profond qui peuvent être observées au moyen d'un microscope optique. Après chaque étape de polissage, l'éprouvette et les montures d'éprouvette (pour un polissage automatique) doivent être abondamment nettoyés.

6.1.7 Nettoyage

Un principe sous-jacent à la préparation métallographique est la propreté entre chaque étape de rectification et de polissage. Ce principe empêche les débris et grains abrasifs d'être transportés jusqu'à l'étape suivante. Des détergents et de l'eau chaude peuvent être utilisés entre ces étapes. Les éprouvettes et montures d'éprouvette utilisées pour les machines de polissage automatique peuvent être immergées dans un bain de nettoyage à ultrasons. Les éprouvettes et montures d'éprouvette

1) Texmet et DP Pan sont des exemples de produits adaptés disponibles dans le commerce. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif de ces produits.

peuvent ainsi être séchées en utilisant un rinçage à l'alcool suivi d'un séchage à l'air chaud ou de l'air comprimé exempt d'huile.

Toutefois, le nettoyage de l'éprouvette avant la rectification est nettement plus critique. Il a été découvert dans de nombreux cas que l'utilisation d'eau chaude et de certains détergents peut entraîner des taches de la phase liante au Co. Il est recommandé d'effectuer le nettoyage dans un bain à ultrasons en utilisant un détergent adapté dans de l'eau chaude qui est connue pour ne pas affecter le liant au Co ou, en variante, si l'éprouvette n'est pas montée dans du plastique, il est recommandé de la rincer dans de l'acétone. Si des éprouvettes destinées à un examen optique sont montées dans du plastique, il convient alors d'éviter l'acétone. Dans ce cas, il vaut mieux utiliser de l'eau chaude et de l'éthanol. Il est particulièrement recommandé de nettoyer les éprouvettes de manière ultrasonique dans de l'acétone avant un examen dans un microscope électronique.

6.2 Décapage

6.2.1 Généralités

Le décapant primaire recommandé pour révéler la microstructure est le réactif de Murakami. Le réactif se compose de ferricyanure de potassium et de potassium ou d'hydroxyde de sodium. Ces produits réagissent les uns avec les autres pour donner du ferricyanure de potassium et de l'oxygène (naissant) qui attaque les grains de carbure et les joints de grains alors que la phase liante n'est généralement pas affectée. Des solutions de constituants peuvent être préparées et conservées séparément. De plus, lors du décapage de quantités importantes de métaux-durs, la puissance du réactif diminuera rapidement et il conviendra d'utiliser une solution neuve lorsque les temps nécessaires à un décapage efficace seront prolongés de manière inacceptable.

Le décapant préférable est une solution fraîchement préparée de quantités égales de 10 % à 20 % (fraction massique) de solutions aqueuses d'hexacyanoferrate (III) de potassium [ferricyanure de potassium] et d'hydroxyde de potassium ou de sodium (10 g à 20 g dans 100 ml d'eau). Il est conseillé que le temps de décapage à 20 °C soit compris entre 0,5 min et 6 min en fonction de la granulométrie de WC. Pour les structures à grains grossiers, des temps de décapage plus longs sont nécessaires.

Le réactif de Murakami attaque la phase WC (all: Wolframcarbide, an: tungsten carbide). Les grains de WC adjacents sont attaqués à des vitesses différentes en fonction de leur orientation cristallographique par rapport à la surface polie. Des différences de hauteur et des marches sont ainsi créées entre les grains adjacents. Pour améliorer le contraste il est parfois pratique d'utiliser un décapant supplémentaire qui attaque la phase liante. Il s'agit généralement de décapants à base d'acide, tels que le Nital (acide nitrique et éthanol), l'acide fluorhydrique (HF) dilué, des solutions de chlorure ferrique (FeCl₃) ou des mélanges acides tels que de l'eau régale (mélanges d'acides nitrique et chlorhydrique).

Il est recommandé de retirer tout matériau de montage des éprouvettes de métal-dur avant le décapage. Des problèmes surviennent avec les matériaux montés dans de la résine durcissant à froid lorsque de l'acétone est utilisée pour nettoyer l'échantillon. Une petite quantité de résine est dissoute et se dépose sur la surface polie, ce qui affecte le décapage ultérieur.

L'utilisation de montures conductrices telles que celles remplies de particules de fer ou d'aluminium s'est également avérée affecter le mode opératoire de décapage. Le réactif attaque le milieu conducteur, induisant son dépôt sur la surface de l'échantillon, un décapage irrégulier et une réduction de la puissance du réactif, entraînant alors une reproductibilité faible en termes de temps de décapage. Le même problème survient lors du décapage d'échantillons reliés à des embouts de microscope électronique à balayage en aluminium. Il convient de retirer l'éprouvette de l'embout avant le décapage.

Il convient d'effectuer le décapage dans des béciers en verre. Il a été découvert que les béciers en polymère affectent le processus de décapage et conduisent à des dépôts sur la surface qui entraînent des problèmes lorsqu'un microscope électronique à balayage est utilisé. Ce phénomène est associé à des composés organiques présents sur la surface qui sont «fissurés» par le faisceau électronique donnant lieu à des dépôts carbonés conduisant à une charge locale de la surface de l'éprouvette. Ces dépôts détériorent l'image et sont probablement dus à l'attaque du polymère par le réactif de Murakami qui forme un composé organique se déposant sur la surface de l'éprouvette.