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

**Partie 2:
Mesurage de la taille des grains de WC**

*Hardmetals — Metallographic determination of microstructure —
Part 2: Measurement of WC grain size*

iteh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 4499-2:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c3b965ab-3ed2-40c6-84a6-f049137a6563/iso-4499-2-2020>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 4499-2:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c3b965ab-3ed2-40c6-84a6-f049137a6563/iso-4499-2-2020>



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, définitions, symboles et abréviations	2
3.1 Termes et définitions	2
3.2 Symboles et abréviations	3
4 Informations générales	3
5 Appareillage	5
6 Étalonnage	5
7 Mesurage de la granulométrie selon la méthode d'interception linéaire	5
7.1 Généralités	5
7.2 Échantillonnage	6
7.2.1 Échantillonnage de produits	6
7.2.2 Échantillonnage de la microstructure	7
7.3 Erreurs de mesurage	7
7.3.1 Erreurs systématiques et aléatoires	7
7.3.2 Grandes tailles de grains de WC	8
7.3.3 Interception minimale mesurable	8
8 Rapport	9
Annexe A (informative) Étude de cas de mesurage	11
Annexe B (informative) Modèle de rapport	16
Bibliographie	18

ISO 4499-2:2020

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/iso/c3b965ab-3ed2-40c6-84a6-f049137a6563/iso-4499-2-2020>

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 www.iso.org/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 4499-2:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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

- le paragraphe 3.1 figurant dans la version précédente a été supprimé ;
- le paragraphe 3.2 a été complété ;
- dans l'Article 5, « Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) » a été ajouté ;
- dans le paragraphe 7.2.1, la liste a fait l'objet d'une révision ;
- dans le paragraphe 7.3.3, Tableau 1, ajout de la ligne « Diffraction des électrons rétrodiffusés » et dans la ligne « Microscope électronique à balayage », correction de la valeur de « Longueur d'interception minimale visible » de 200 nm en 400 nm.

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 2: Mesurage de la taille des grains de WC

1 Domaine d'application

Le présent document donne des lignes directrices relatives au mesurage de la taille des grains de métaux-durs selon des techniques métallographiques utilisant uniquement un microscope optique ou électronique. Il est destiné aux métaux-durs WC/Co (également appelés carbures cémentés ou cermets) contenant principalement du carbure de tungstène (WC¹⁾) sous la forme d'une phase dure. Il est également destiné au mesurage de la taille des grains et de la distribution au moyen de la technique d'interception linéaire.

Le présent document couvre essentiellement quatre sujets principaux :

- étalonnage de microscopes, pour appuyer la précision des mesures ;
- techniques d'analyses linéaires, pour obtenir suffisamment de données statistiquement significatives ;
- méthodes d'analyse, pour calculer des valeurs moyennes représentatives ;
- rapports, pour répondre aux exigences modernes de qualité.

Le présent document est étayé par une étude de cas de mesurage destinée à illustrer les techniques recommandées (voir [Annexe A](#)).

Le présent document ne traite pas les points suivants :

- mesurage de la distribution de la taille ;
- recommandations sur les mesurages de forme. De plus amples recherches sont nécessaires avant de pouvoir établir des recommandations relatives au mesurage de forme.

Des mesurages de coercivité servent parfois au mesurage de la taille des grains, toutefois le présent document ne traite que de la méthode de mesurage métallographique. Il est également rédigé pour les métaux durs et non pour les poudres caractérisantes. Toutefois, la méthode peut, en principe, servir au mesurage de la granulométrie moyenne de poudres convenablement montées et sectionnées.

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 3369, *Matériaux en métal fritté imperméable et métaux-durs — Détermination de la masse volumique*

ISO 3738-1, *Métaux-durs — Essai de dureté Rockwell (échelle A) — Partie 1: Méthode d'essai*

1) ALL : Wolframcarbide, AN : tungsten carbide.

ISO 3738-2, *Métaux durs — Essai de dureté Rockwell (échelle A) — Partie 2: Préparation et étalonnage des blocs de référence*

ISO 4489:2019, *Métaux-durs — Échantillonnage et essais*

ISO 6507-1, *Matériaux métalliques — Essai de dureté Vickers — Partie 1: Méthode d'essai*

ISO 6507-2, *Matériaux métalliques — Essai de dureté Vickers — Partie 2: Vérification et étalonnage des machines d'essai*

ISO 6507-3, *Matériaux métalliques — Essai de dureté Vickers — Partie 3: Étalonnage des blocs de référence*

ISO 6507-4, *Matériaux métalliques — Essai de dureté Vickers — Partie 4: Tableaux de valeurs de dureté*

3 Termes, définitions, symboles et abréviations

3.1 Termes et définitions

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/>

3.1.1

nano

taille de grains de WC < 0,2 µm

Note 1 à l'article: Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans le présent document.

3.1.2

ultrafine

taille de grains de WC 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 le présent document.

3.1.3

submicrométrie

taille de grains de WC 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 le présent document.

3.1.4

fine

taille de grains de WC 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 le présent document.

3.1.5

moyenne

taille de grains de WC 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 le présent document.

3.1.6**grossière**

taille de grains de WC 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 le présent document.

3.1.7**extra-grossière**

taille de grains de WC > 6,0 μm

Note 1 à l'article: Mesuré au moyen de la méthode d'interception linéaire moyenne décrite dans le présent document.

3.2 Symboles et abréviations

Pour les besoins du présent document, les symboles, abréviations et unités suivants s'appliquent.

A	est la surface, en millimètres carrés (mm^2)
d_{wc}	est l'interception linéaire arithmétique moyenne des grains de WC, en micromètres (μm)
EBS	est la diffraction des électrons rétrodiffusés
ECD	est le diamètre du cercle équivalent, en millimètres (mm)
FESEM	est la SEM à émission de champ
L	est la longueur de la ligne, en millimètres (mm)
LI	est la distance d'interception linéaire arithmétique moyenne, en micromètres (μm)
l_i	est la longueur mesurée des interceptions individuelles, en micromètres (μm)
LOM	est le petit grossissement
m	est le grossissement
m_{max}	est le grossissement maximum
m_{min}	est le grossissement minimum
N	est le nombre de joints de grains traversés
n	est le nombre de grains de WC interceptés
$\sum l_i$	est la somme des longueurs mesurées de chaque interception individuelle
s_a	est la granulométrie réelle, en millimètres (mm)
SEM	est la microscopie électronique à balayage
s_m	est la granulométrie mesurée, en millimètres (mm)
TEM	est la microscopie électronique en transmission

4 Informations générales

Le présent document traite des bonnes pratiques pour le mesurage d'une valeur moyenne de taille de grains de WC. Il recommande d'utiliser une technique d'interception linéaire pour obtenir les

données. 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 propriétés et les performances des métaux-durs dépendent directement de la microstructure élaborée au cours de la fabrication, qui est elle-même contrôlée par les caractéristiques du lot de poudre de départ. Comprendre que la microstructure est essentielle au contrôle et à l'amélioration des propriétés et, par conséquent, au mesurage des caractéristiques microstructurelles, particulièrement la taille des grains et la distribution granulométrique, est de toute première importance.

Les techniques de préparation métallographique et de décapage sont aussi importantes que la méthode de mesurage de la taille des grains (voir les Références [1] à [6]) et elles sont incluses dans l'ISO 4499-1. Le principal type de métal-dur pris en compte est le WC avec un liant de Co. Toutefois, le mode opératoire peut servir pour des métaux-durs contenant des carbures cubiques ou à base de TiC ou Ti(C, N).

La manière la plus directe pour mesurer la taille des grains de WC 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 grains au moyen d'un comptage en surface ou au moyen de techniques d'interception linéaire.

Il existe trois manières de définir la taille moyenne en nombre des grains de WC :

- par la longueur (d'une ligne traversant une section 2D d'un grain) ;
- par la surface (de sections 2D de grains) ;
- par le volume (de grains individuels).

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.

Le paramètre de longueur est la valeur la plus utilisée à ce jour. Elle peut être obtenue de diverses manières, par exemple au moyen de lignes parallèles ou de cercles, comme décrit dans l'ASTM E112^[14] :

- par interception linéaire, appelée méthode de Heyn, à partir d'une ligne droite tracée sur la structure ;
- par le diamètre du cercle équivalent ; celui-ci est obtenu en mesurant les surfaces de grains, puis en prenant le diamètre d'un cercle de surface équivalente. Il est possible, pour des grains équiaxiaux, de convertir une taille de grain de diamètre de cercle équivalent (ECD) en une valeur d'interception linéaire (LI) au moyen de la [Formule \(1\)](#).

$$LI = \sqrt{A} = \sqrt{\pi/4} \text{ ECD} \quad (1)$$

Ainsi, $\text{ECD} = 1,13 \text{ LI}$.

Cette expression est traitée dans les Références [1] et [7].

Une autre méthode est celle qui a été mise au point par Jefferies, d'après laquelle il est possible de compter le nombre de grains par unité de surface. Cette valeur peut, le cas échéant, être convertie en un diamètre de cercle équivalent.

Il faut noter que :

- le comptage des points/de surface ne fournit aucune information concernant la distribution ; et
- la méthode de Jefferies n'est pas destinée à être utilisée sur des matériaux multiphase tels que les métaux-durs.

La technique recommandée pour le mesurage de la taille des grains de métaux-durs est la méthode d'interception linéaire.

5 Appareillage

Les mesures de tailles de grains sont obtenues à partir d'images de la microstructure. Il convient de consulter l'ISO 4499-1, l'ASTM B657^[12] et l'ASTM B665^[13] concernant les meilleures pratiques en termes de préparation de surfaces pour l'imagerie.

Les images de structure de métaux-durs sont généralement générées par microscopie optique, par microscopie électronique à balayage ou par diffraction des électrons rétrodiffusés. Pour des mesures précises, le mieux consiste à 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 classes 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 un microscope électronique à transmission. Toutefois, les problèmes d'échantillonnage et de préparation des éprouvettes sont particulièrement importants (voir la Référence [9]). Une préparation soignée des éprouvettes en vue d'obtenir de bonnes images est vitale pour ces matériaux et une association des méthodes de décapage est souvent utile (voir l'ISO 4499-1).

6 Étalonnage

ISO 4499-2:2020

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 par millimètre et 2 160 lignes par millimètre. 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 [10]).

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 servant au métal-dur.

7 Mesurage de la granulométrie selon la méthode d'interception linéaire

7.1 Généralités

Il est recommandé d'utiliser l'interception linéaire arithmétique moyenne en tant que paramètre servant à définir la taille des grains de WC. Ce mode opératoire est le plus simple à utiliser et présente en outre l'avantage de fournir des données pouvant servir à quantifier l'étendue de la distribution.

Cette méthode nécessite de tracer une ligne droite traversant une image étalonnée. Pour un matériau monophasé, on mesure la longueur de la ligne (L) commençant en un point aléatoire, traversant un certain nombre de joints de grains (N) et se terminant en une autre position aléatoire. La distance d'interception linéaire moyenne LI est spécifiée dans la [Formule \(2\)](#) :

$$LI = L / N \quad (2)$$

Ainsi que le montre la [Formule \(2\)](#), seule la distance d'interception linéaire moyenne est calculée. Aucune information concernant la distribution granulométrique n'est obtenue.

Pour un matériau essentiellement biphasé tel qu'un métal-dur (phases α et β), la technique d'interception linéaire est moins directe en ce que chaque phase doit être mesurée indépendamment, mais elle peut fournir des informations relatives à la distribution granulométrique. Une ligne est tracée sur une image étalonnée de la microstructure d'un métal-dur. Aux points où cette ligne passe par un grain de WC, la longueur de la ligne (l_i) est mesurée au moyen d'une règle étalonnée (où $i = 1, 2, 3, \dots, n$, pour le 1er, 2ème, 3ème, ..., n ème grain). Il est conseillé de compter au moins 100 grains, de préférence au moins 200 grains afin de réduire l'incertitude à moins de 10 %.

La taille des grains par interception linéaire moyenne est définie par la [Formule \(3\)](#) :

$$d_{wc} = \sum l_i / n \quad (3)$$

La taille des grains d'un métal-dur est généralement comprise entre 0,1 μm et 10 μm . En raison des incertitudes de mesurage, il est de bonne pratique de consigner dans le rapport une taille de grains par interception linéaire moyenne avec une décimale pour les valeurs supérieures à 1,0 μm et avec deux décimales pour les valeurs inférieures à 1,0 μm . En conséquence, les résultats sont consignés dans le rapport avec deux chiffres significatifs, par exemple 3,4 μm ou 0,18 μm .

L'[Annexe A](#) donne un exemple réel.

7.2 Échantillonnage

7.2.1 Échantillonnage de produits

L'échantillonnage est le mode opératoire grâce auquel un élément en métal-dur ou une région au sein d'un élément est choisi pour être soumis à l'essai. Un échantillonnage aléatoire se définit par la sélection d'un individu dans une population, chaque individu de la population ayant autant de chances d'être choisi que les autres (voir la Référence [11]).

L'ISO 4489:2019, Article 4 spécifie: « Pour confirmer la nuance de métal-dur, il est généralement suffisant de ne prélever qu'un seul échantillon pour essai. » Les essais suivants doivent être réalisés conformément aux Normes internationales données dans l'ISO 4489:2019, 5.1 :

- | | |
|-------------------------------------------|----------------------------------------------------|
| — détermination de la coercivité | aucune norme disponible ; |
| — détermination de la masse volumique | ISO 3369 ; |
| — détermination de la dureté Rockwell HRA | ISO 3738-1 et ISO 3738-2 ; |
| — détermination de la dureté Vickers HV | ISO 6507-1, ISO 6507-2, ISO 6507-3 et ISO 6507-4 ; |

et pour les essais pouvant être effectués dans des cas particuliers :

- | | |
|----------------------------------------------------------|---------------------------------|
| — détermination de la microstructure | ISO 4499 (toutes les parties) ; |
| — détermination de la porosité et du carbone non combiné | ISO 4499-4. |