

PROJET DE NORME INTERNATIONALE

ISO/DIS 4499-2

ISO/TC 119/SC 4

Secrétariat: DIN

Début de vote:
2018-06-21

Vote clos le:
2018-09-13

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

ICS: 77.160; 77.040.99

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c31b965ab-3ed2-40c6-84a6-f049137a6563/iso-4499-2-2020>

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

Le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN



Numéro de référence
ISO/DIS 4499-2:2018(F)

© ISO 2018

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c3b965ab-3ed2-40c6-84a6-f049137a6563/iso-4499-2-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en oeuvre, 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, Geneva
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Website: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	2
3 Termes, définitions, abréviations, symboles et unités	2
3.1 Généralités	2
3.2 Termes et définitions	3
3.3 Symboles, abréviations et unités	4
4 Informations générales	5
5 Appareillage	6
6 Étalonnage	7
7 Mesurage de la granulométrie selon la méthode d'interception linéaire	7
7.1 Généralités	7
7.2 Échantillonnage	8
7.2.1 Échantillonnage de produits	8
7.2.2 Échantillonnage de la microstructure	8
7.3 Erreurs de mesurage	9
7.3.1 Erreurs systématiques et aléatoires	9
7.3.2 Grandes tailles de grains de WC	10
7.3.3 Interception minimale mesurable	10
8 Rapport	11
Annexe A (informative) Étude de cas de mesurage	13
Annexe B (informative) Modèle de rapport	19
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 le lien suivant : www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

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*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième 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 :

- Article 5, 2^{ème} alinéa, ajout de la « Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) » ;
- Paragraphe 7.2.1, révision de la liste ;
- 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.

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 frittés (également appelés carbures cémentés ou cermets) contenant principalement du WC (de : Wolframcarbide, en : tungsten carbide) 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 :

- mesurages de la distribution des grains ;
- 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 les lignes directrices données ici ne traitent que de la méthode de mesurage métallographique. Le présent document est également rédigé pour les métaux-durs frittés 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*

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

ISO 3878, *Métaux-durs — Essai de dureté Vickers*

ISO 4489:1978, *Métaux-durs frittés — Échantillonnage et essais*

ISO 4499-1, *Métaux-durs — Détermination métallographique de la microstructure — Partie 1 : Prises de vue photomicrographiques et description*

ISO 4499-4, *Métaux-durs — Détermination métallographique de la microstructure — Partie 4 : Caractérisation de la porosité, des défauts carbone et de la teneur en phase éta*

3 Termes, définitions, abréviations, symboles et unités

3.1 Généralités

Une très large gamme de termes est utilisée pour décrire les poudres de métaux-durs frittés de différentes granulométries. Par exemple, les termes suivants ont servi dans diverses publications et rapports.

Extra-grossière	Fine	Microfine
Grossière	Très fine	Micrograin
Grossière/Moyenne	Ultrafine	Nanophasé
Moyenne	Extrafine	Nanograin
Moyenne/Fine	Submicrométrique	Superfine

Aucun de ces termes n'a été actuellement validé ou bien défini en termes de plages granulométriques par les utilisateurs et les fabricants de poudres ou produits frittés.

En conséquence, après discussion au sein de la communauté des métaux-durs, les termes suivants sont recommandés pour les tailles de grains définies en 3.2.

L'incertitude associée au mesurage d'une taille de grains par interception linéaire est d'environ 10 %, lorsqu'on compte généralement de (200 à 300) grains. Ainsi, il convient de traiter avec soin les mesurages proches ou aux limites entre classes. Il est recommandé de classer de la manière suivante les mesurages à 10 % près de l'une quelconque des limites de classe :

EXEMPLE

0,19 μm dans Nano/Ultrafine	0,21 μm dans Ultrafine/Nano
0,75 μm dans Submicrométrie/Fine	0,85 μm dans Fine/Submicrométrie
1,29 μm dans Fine/Moyenne	1,31 μm dans Moyenne/Fine
2,4 μm dans Moyenne/Grossière	2,6 μm dans Grossière/Moyenne

3.2 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 :

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

3.2.1

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.

3.2.2

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.

3.2.3

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.

3.2.4

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.

3.2.5

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.

3.2.6

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.

3.2.7

extra-grossière

taille de grains de WC $> 6,0 \mu\text{m}$

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

3.3 Symboles, abréviations et unités

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)
ECD	est le diamètre du cercle équivalent, en millimètres (mm)
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)
$\sum l_i$	est la somme des longueurs mesurées de chaque interception individuelle
N	est le nombre de joints de grains traversés
n	est le nombre de grains de WC interceptés
m	est le grossissement
m_{max}	est le grossissement maximum
m_{min}	est le grossissement minimum
s_m	est la granulométrie mesurée, en millimètres (mm)
s_a	est la granulométrie réelle, en millimètres (mm)

4 Informations générales

La présente partie de l'ISO 4499 traite des bonnes pratiques pour le mesurage d'une valeur moyenne de taille de grains de WC. Elle 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 [4]) 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^[12] :

- 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 l'Équation (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 [5].

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^[10] et l'ASTM B665^[11] 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 mesurages précis, 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 [7]). 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).