NORME INTERNATIONALE

ISO 13383-1

Première édition
2012-09-01

Céramiques techniques — Caractérisation microstructurale —

Partie 1: Détermination de la taille et de la distribution des grains

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Microstructural characterization —

Part 1: Determination of grain size and size distribution

Numéro de référence
ISO 13383-1:2012(F)

© ISO 2012



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012, 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 ..... **v**

1 Domaine d'application **1**

2 Références normatives **1**

3 Termes et définitions **1**

4 Signification et usage **3**

5 Appareillage **4**
5.1 Matériel de coupe 4
5.2 Matériel de montage 4
5.3 Matériel de polissage 4
5.4 Matériel d'attaque 5
5.5 Microscope 5
5.6 Règle ou échelle étalonnée 5
5.7 Gabarit circulaire 5

6 Préparation des éprouvettes **5**
6.1 Échantillonnage 5
6.2 Coupe 5
6.3 Montage 5
6.4 Polissage 6
6.5 Attaque 6

7 Micrographie **6**
7.1 Considérations générales 6
7.2 Microscopie optique 6
7.3 Microscopie électronique à balayage 7
7.4 Micrographies d'étalonnage 7
7.4.1 Microscopie optique 7
7.4.2 Microscopie électronique à balayage 7

8 Mesurage des micrographies **8**
8.1 Généralités 8
8.2 Méthode A1 8
8.3 Méthode A2 9
8.4 Méthode B 9
8.5 Utilisation d'une analyse d'image automatique ou semi-automatique pour les méthodes A et B 10

9 Calcul des résultats **11**
9.1 Méthode A1 11
9.2 Méthode A2 11
9.3 Méthode B 12

10 Interférences et incertitudes **12**

11 Rapport d'essai **13**

Annexe A (informative) **Modes opératoires de polissage** **15**

Annexe B (informative) **Modes opératoires d'attaque** **17**

Annexe C (informative) **Réglage de l'éclairage de Köhler dans un microscope optique** **19**

Annexe D (informative) **Vérification de la méthode A1 par un essai interlaboratoires** **20**

Annexe E (informative) **Vérification de la méthode B par un essai interlaboratoires** **21**

Annexe F (informative) **Mesurage de la distribution granulométrique** **22**

Annexe G (informative) **Feuille de résultats: taille des grains selon l'ISO 13383-1** **23**

© ISO 2012 – Tous droits réservés

Bibliographie **24**

 © ISO 2012 – Tous droits réservés

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.

L'ISO 13383-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

L'ISO 13383 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Céramiques techniques — Caractérisation microstructurale:*

— *Partie 1: Détermination de la taille et de la distribution des grains*

— *Partie 2: Détermination de la fraction volumique des phases par évaluation de micrographies*

© ISO 2012 – Tous droits réservés

Céramiques techniques — Caractérisation microstructurale —

Partie 1: Détermination de la taille et de la distribution des grains

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 13383 décrit des méthodes manuelles de mesurage permettant de déterminer la taille de grain de céramiques techniques en utilisant des micrographies d'éprouvettes polies et soumises à une attaque. Les méthodes décrites dans la présente partie ne donnent pas le diamètre moyen vrai du grain, mais un paramètre relativement plus faible selon la méthode appliquée pour analyser une section bidimensionnelle. La relation par rapport aux dimensions vraies du grain dépend de la forme du grain et du degré d'anisotropie de la microstructure. La présente partie contient deux méthodes principales, A et B.

La méthode A est la technique de la moyenne des interceptions linéaires. La méthode A1 s'applique aux céramiques monophasées et aux céramiques ayant une phase cristalline principale et une phase vitreuse au niveau des joints de grains de moins de 5 % environ en volume pour laquelle un comptage des interceptions suffit. La méthode A2 s'applique aux céramiques ayant plus de 5 % environ en volume de pores ou de phases secondaires ou aux céramiques ayant plus d'une phase cristalline principale dans lesquelles les longueurs d'interception individuelles sont mesurées, et peuvent éventuellement être utilisées pour établir une distribution granulométrique. Cette dernière méthode permet de faire la distinction entre les pores et les phases et de calculer séparément la taille moyenne des interceptions de chacun.

NOTE Une méthode de détermination de la (des) fraction(s) volumique(s) de la (des) phase(s) secondaire(s) est décrite dans l'ISO 13383-2; elle fournira un moyen de déterminer si la méthode A1 ou la méthode A2 doit être appliquée dans des cas limites.

La méthode B est la méthode du diamètre du cercle moyen équivalent qui s'applique à tout type de céramique avec ou sans phase secondaire. Cette méthode peut également être employée pour la détermination du rapport de forme des grains et de la distribution granulométrique.

Certains utilisateurs de la présente partie de l'ISO 13383 peuvent souhaiter appliquer une analyse automatique ou semi-automatique à des micrographies ou à des images de la microstructure acquises directement. La présente partie le permet si la technique employée simule les méthodes manuelles (voir Article 4 et 8.4).

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables à l'application 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/CEI 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

3 Termes et définitions

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

© ISO 2012 – Tous droits réservés

3.1
taille de grain
taille des cristaux individuels dans un matériau et, pour les besoins de la présente méthode d'essai, ceux de la phase primaire ou principale

3.2
taille moyenne de grain par interception linéaire
g_{mli}
valeur moyenne de la distance entre les joints de grains, telle que représentée par des lignes positionnées de façon aléatoire tracées sur une micrographie ou toute autre image de la microstructure

3.3
diamètre circulaire équivalent d'un grain
d_{ci}
diamètre d'un cercle correspondant au périmètre d'un grain

[SOURCE: Voir Figure 1.]

3.4
dimension maximale d'un grain (diamètre de Feret)
$d_{\mathrm{ci,\,max}}$
dimension maximale d'un grain visualisé en deux dimensions

[SOURCE: Voir Figure 1.]

Note 1 à l'article: Dans l'ASTM E930, elle est également désignée par le terme « diamètre maximal au pied à coulisse ».

3.5
dimension orthogonale maximale d'un grain
$d_{\mathrm{ci,\,perp}}$
pour les besoins de la détermination du rapport de forme d'un grain, plus grande dimension d'un grain perpendiculairement à sa dimension maximale de grain (diamètre de Feret), lorsqu'il est visualisé en deux dimensions

[SOURCE: Voir Figure 1.]

3.6
rapport de forme d'un grain
rapport de la dimension maximale de grain (diamètre de Feret) à la dimension orthogonale maximale de grain mesurée perpendiculairement à celle-ci

© ISO 2012 – Tous droits réservés