NORME INTERNATIONALE

ISO 13383-2

Première édition
2012-09-01

Céramiques techniques — Caractérisation microstructurale —

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

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

Part 2: Determination of phase volume fraction by evaluation of micrographs



Numéro de référence
ISO 13383-2:2012(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 ..... **iv**

1 Domaine d'application **1**

2 Références normatives **2**

3 Termes et définitions **2**

4 Appareillage **2**
4.1 Matériel de coupe 2
4.2 Matériel de montage 2
4.3 Matériel de polissage 2
4.4 Microscope 3
4.5 Grille transparente 3

5 Préparation des éprouvettes **3**
5.1 Échantillonnage 3
5.2 Coupe 3
5.3 Montage 3
5.4 Polissage 3
5.5 Attaque 4

6 Micrographie **4**
6.1 Considérations générales 4
6.2 Contrôle 4
6.3 Nombre de micrographies 4
6.4 Microscopie optique 5
6.5 Microscopie électronique à balayage 5

7 Mesurage des micrographies **5**

8 Calcul des résultats **6**

9 Interférences et incertitudes **7**

10 Rapport d'essai **7**

Annexe A (informative) **Utilisation d'une analyse automatique d'image (AIA)** **9**

Annexe B (informative) **Vérification de la présente méthode par un essai interlaboratoires** **11**

Annexe C (informative) **Feuille de résultats — ISO 13383-2** **12**

Bibliographie **13**

© 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 13383-2 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 2: Détermination de la fraction volumique des phases par évaluation de micrographies

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 13383 spécifie une méthode manuelle de mesurage en vue de la détermination de la fraction volumique des phases principales de céramiques techniques en utilisant des micrographies de sections polies et soumises à une attaque, en les recouvrant d'un quadrillage carré et en comptant le nombre d'intersections situées au-dessus de chaque phase.

NOTE 1 Cette méthode suppose que les fractions volumiques vraies des phases sont équivalentes aux fractions surfaciques sur une section transversale découpée de façon aléatoire conformément aux principes stéréologiques.

NOTE 2 Des lignes directrices concernant le polissage et l'attaque des céramiques techniques sont données dans les Annexes A et B de l'ISO 13383-1:2012.

La méthode s'applique aux céramiques comportant une ou plusieurs phases secondaires distinctes, telles que celles rencontrées dans Al_2O_3/ZrO_2, Si/SiC ou Al_2O_3/SiC_w.

Si le matériau d'essai contient des pores discrets, ceux-ci doivent être traités comme une phase secondaire pour les besoins de la présente méthode, à condition qu'il n'y ait aucun signe d'arrachement des grains pendant le polissage pouvant être confondu avec des pores authentiques.

NOTE 3 Si le matériau présente une porosité supérieure à environ 20 %, il existe un risque élevé que la microstructure soit endommagée pendant le processus de polissage, et un mesurage de la fraction volumique des pores peut induire en erreur. Les fractions volumiques des phases secondaires ou la porosité présente à des niveaux inférieurs à 0,05 sont sujettes à une erreur considérable et une dispersion potentielle des résultats. Un nombre de micrographies supérieur ou égal à trois est normalement nécessaire pour améliorer la cohérence et l'exactitude des résultats.

NOTE 4 De nombreuses céramiques contiennent de faibles quantités de phases secondaires vitreuses. Pour obtenir une estimation raisonnable de la teneur en phases vitreuses, il convient que le matériau vitreux entre les grains cristallins soit facilement observable et il convient donc qu'il ait une largeur d'au moins 0,5 µm. La méthode décrite dans la présente partie de l'ISO 13383 n'est pas considérée appropriée pour de fines pellicules vitreuses autour des grains.

NOTE 5 Les microstructures sont rarement homogènes et les teneurs en phases peuvent varier d'une micrographie à l'autre. Il est essentiel d'étudier une zone suffisamment grande de la section préparée pour s'assurer que les zones sélectionnées pour l'évaluation soient représentatives et ne contiennent pas d'irrégularités retenant l'attention. La présente méthode suppose que les zones sélectionnées d'une section transversale préparée sont statistiquement représentatives de l'ensemble de la section échantillonnée.

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 capturées directement. Actuellement, ceci ne relève pas du domaine d'application de la présente partie, mais quelques lignes directrices sont données dans l'Annexe A.

© ISO 2012 – Tous droits réservés

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/IEC 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.

3.1
fraction volumique de phase
volume occupé par une phase distincte et identifiable présente dans un matériau, exprimé en fraction de l'ensemble

3.2
phase primaire
phase principale dans une microstructure, représentant habituellement plus de 50 % en volume ou surface observée dans une section transversale

3.3
phase secondaire
une ou plusieurs phases distinctes et identifiables, autres qu'une phase primaire cristalline dans un matériau

Note 1 à l'article: Une phase secondaire peut prendre la forme de grains discrets ou d'une phase continue entourant quelques-uns ou tous les grains de la phase principale. Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 13383, la porosité peut être traitée comme une phase secondaire.

4 Appareillage

4.1 Matériel de coupe

Toute méthode appropriée peut être utilisée pour préparer la section d'essai à partir de l'élément étudié. Lorsqu'une scie à lame diamantée est employée, il est recommandé que la taille des grains ne dépasse pas 150 µm.

NOTE Cette taille de grains est désignée par D151 selon l'ISO 6106 [5].

4.2 Matériel de montage

Matériel de montage métallurgique approprié et système permettant de brider fermement l'éprouvette pendant le polissage.

4.3 Matériel de polissage

Matériel approprié de polissage employant des abrasifs à base de diamant.

NOTE Une séquence d'abrasifs et de techniques recommandés pour le polissage est donnée dans l'Annexe A de l'ISO 13383-1:2012.

© ISO 2012 – Tous droits réservés