
NORME INTERNATIONALE **ISO** 4491



INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Poudres métalliques — Détermination de la perte de masse après réduction par l'hydrogène (perte dans l'hydrogène)

Metallic powders — Determination of loss of mass on hydrogen reduction (hydrogen loss)

Première édition — 1978-06-15

CDU 621.762 : 669-492.2 : 543.714

Réf. n° : ISO 4491-1978 (F)

Descripteurs : poudre métallique, analyse chimique, détermination, perte de masse, réduction chimique, hydrogène.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 4491 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 119, *Matières premières et produits de la métallurgie des poudres*, et a été soumise aux comités membres en juin 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Royaume-Uni
Allemagne	Espagne	Suède
Australie	France	Tchécoslovaquie
Autriche	Italie	U.R.S.S.
Bulgarie	Mexique	U.S.A.
Canada	Pologne	Yougoslavie
Chili	Portugal	
Corée, Rép. de	Roumanie	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Poudres métalliques — Détermination de la perte de masse après réduction par l'hydrogène (perte dans l'hydrogène)

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai pour déterminer la perte de masse relative que subit une poudre métallique quand elle est chauffée dans un courant d'hydrogène pur et sec dans des conditions spécifiées.

Cet essai permet d'évaluer une caractéristique chimique des poudres qui est importante dans l'industrie de la métallurgie des poudres. L'essai n'a pas pour objet de déterminer la teneur de certains éléments spécifiques (voir annexe).

2 DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode d'essai est applicable aux poudres non alliées, partiellement et complètement alliées des métaux indiqués dans le tableau. Elle n'est pas applicable aux poudres contenant du lubrifiant ou aux mélanges de poudres métalliques.

Les résultats peuvent être affectés par la présence de métaux, métalloïdes ou composés réductibles, oxydables ou volatils (voir annexe). Les résultats obtenus sur ces poudres sont à utiliser avec prudence et leur interprétation doit faire l'objet d'un accord entre fournisseur et utilisateur.

3 RÉACTIFS

Les deux gaz ci-après, ayant une teneur en oxygène maximale de 0,005 % et un point de rosée non supérieur à -45°C :

3.1 Hydrogène.

3.2 Azote ou argon.

4 APPAREILLAGE

Un exemple de disposition convenable de l'appareillage est représenté de façon schématique par la figure.

4.1 Balance de laboratoire, de capacité suffisante et capable de peser avec une précision de $\pm 0,000$ 1 g.

4.2 Four électrique tubulaire, pouvant fonctionner en continu aux températures appropriées indiquées dans le

tableau et doté d'un système de régulation capable de maintenir la température de la partie du tube contenant la nacelle dans les tolérances indiquées dans le tableau.

NOTE — Lorsqu'on réalise des essais sur des poudres magnétiques, il est recommandé d'utiliser des fours à bobinage non inductif.

4.3 Tube étanche aux gaz, en quartz ou en matériau réfractaire similaire (par exemple de l'alumine compacte). Le diamètre intérieur du tube doit être compris entre 25 et 40 mm et sa longueur doit être telle qu'il dépasse d'environ 200 mm à chaque extrémité du four.

NOTE — Si l'on doit procéder à un grand nombre de déterminations de perte dans l'hydrogène, on peut utiliser un plus grand four que celui qui est décrit dans la présente Norme internationale et qui permet d'essayer plusieurs prises d'essai simultanément, pourvu que les conditions de température et de durée prescrites dans le tableau soient respectées et que les résultats obtenus soient en accord avec ceux obtenus lorsque l'essai est réalisé dans les conditions de la présente Norme internationale.

4.4 Thermo-couple à gaine étanche, par exemple platine/platine rhodié, et **appareil indicateur** ou **enregistreur**, permettant de mesurer la température avec une précision de $\pm 5^{\circ}\text{C}$.

4.5 Nacelles, de préférence en céramique à haute teneur en alumine à surface polie. D'autres matériaux, tels que par exemple le quartz et le nickel, peuvent être employés quand les conditions d'essai le permettent. Les nacelles doivent avoir des dimensions, par exemple 75 mm de long et 12 mm de large, telles que l'épaisseur de la poudre, uniformément répartie, ne soit pas supérieure à 3 mm.

Les nacelles neuves doivent être prétraitées dans un courant d'hydrogène à la température d'essai et conservées dans un dessiccateur.

Une nacelle peut être utilisée plusieurs fois dans la mesure où elle sert toujours à essayer une poudre de même métal ou du même type et où elle est nettoyée soigneusement par des moyens mécaniques entre les déterminations et conservée dans un dessiccateur.

4.6 Bouteilles d'hydrogène et soit d'azote, soit d'argon, avec manomètres et débitmètres pour contrôler le débit du gaz.

5 ÉCHANTILLONNAGE

- 5.1 La poudre doit être essayée telle que livrée.
- 5.2 La perte de masse doit être déterminée sur deux prises d'essai.
- 5.3 La masse de la prise d'essai doit être d'environ 5 g, excepté pour les poudres de faible masse volumique, où elle peut être réduite pour remplir les conditions de 4.5 et 6.2.

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Porter le four, avec le tube en place, à la température indiquée dans le tableau selon la poudre métallique essayée.

TABLEAU – Températures et temps de réduction

Poudre métallique	Température de réduction °C	Temps de réduction min
Bronze à l'étain	775 ± 15	30
Cobalt	1 050 ± 20	60
Cuivre	875 ± 15	30
Cupro-plomb ¹⁾ et Bronze au plomb ¹⁾	600 ± 10	10
Fer	1 150 ± 20	60
Acier allié	1 150 ± 20	60
Plomb ¹⁾	550 ± 10	30
Molybdène	1 100 ± 20	60
Nickel	1 050 ± 20	60
Étain	550 ± 10	30
Tungstène	1 150 ± 20	60

1) Résultats à interpréter avec prudence. Voir annexe, chapitre A.5.

6.2 Peser la nacelle à 0,000 1 g près. Répartir la prise d'essai sur une épaisseur uniforme ne dépassant pas 3 mm à l'intérieur de la nacelle. Peser la nacelle contenant la prise d'essai à 0,000 1 g près.

6.3 Introduire l'azote dans le tube à un débit correspondant à une vitesse de gaz d'au moins 25 mm/s, mesurée dans la zone froide du tube, durant une période d'au moins 1 min. Introduire dans le tube la nacelle contenant la prise d'essai et la déplacer jusqu'à ce qu'elle soit au centre de la zone de température uniforme du four. La nacelle doit être déplacée assez lentement de façon à éviter l'éjection de la poudre sous l'effet possible d'un dégagement intense du gaz. Continuer à faire circuler l'azote durant 1 min.

NOTES

1 En cas de difficultés pour prévenir l'éjection de la poudre de la nacelle, la poudre peut être comprimée (sans addition de lubrifiant) pour obtenir un compact de faible densité, ou enveloppée dans une feuille de cuivre non oxydée si un tel compact a une trop

faible résistance à cru. La feuille de cuivre ne peut être utilisée que lorsque la température d'essai est supérieure au point de fusion du cuivre.

2 Lorsqu'on examine des poudres susceptibles de se combiner avec l'azote (par exemple dans les poudres d'aciers alliés au chrome), les opérations de purge doivent être effectuées avec de l'argon au lieu d'azote. Voir 6.5 et 6.6.

6.4 Introduire de l'hydrogène et arrêter le débit d'azote, faire passer dans le tube un courant régulier d'hydrogène correspondant à une vitesse du gaz d'au moins 25 mm/s dans la zone froide du tube. Cette vitesse correspond à peu près à un débit de 50 l/h pour un tube de 25 mm de diamètre et de 110 l/h pour un tube de 40 mm de diamètre. Maintenir le courant d'hydrogène durant le temps indiqué dans le tableau. Durant cette période, maintenir la température du four dans les limites prévues.

6.5 À la fin du temps prescrit, introduire de nouveau de l'azote dans le tube et interrompre le courant d'hydrogène. Retirer la nacelle au bout de 2 à 3 min vers la partie froide du tube au-delà de l'extrémité du four.

6.6 Laisser refroidir la nacelle avec la prise d'essai sous azote jusqu'à 35 °C, la retirer du tube et la laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur.

6.7 Peser la nacelle contenant la prise d'essai à 0,000 1 g près.

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 La perte d'hydrogène, HL, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$HL = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la nacelle prétraitée vide (4.5);

m_2 est la masse en grammes, de la nacelle avec la prise d'essai avant l'essai;

m_3 est la masse, en grammes, de la nacelle avec la prise d'essai après l'essai.

7.2 L'écart maximal admissible entre les deux déterminations ne doit pas excéder 0,04 % en valeur absolue lorsque la perte dans l'hydrogène est inférieure à 0,8 %; lorsque la perte dans l'hydrogène est égale ou supérieure à 0,8 %, la différence ne doit pas excéder 5 % de la valeur moyenne. Le résultat de chaque détermination doit être calculé à 0,01 % près.

7.3 La perte dans l'hydrogène se calcule à partir de la moyenne de deux résultats; elle est donnée à 0,02 % près pour les pertes inférieures ou égales à 0,8 % et à 0,05 % près pour les pertes supérieures à 0,8 %.

8 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la présente Norme internationale;
- b) tous détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) résultat obtenu;
- d) toutes opérations non spécifiées dans la présente Norme internationale ou considérées comme facultatives;
- e) détails de tout incident susceptible d'avoir influencé le résultat.

ANNEXE

INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

A.0 La perte de masse d'une poudre après réduction par l'hydrogène, communément appelée «perte dans l'hydrogène», est une caractéristique de la poudre qui s'est avérée utile dans le traitement des matériaux de la métallurgie des poudres. Elle était à l'origine considérée comme une estimation de la teneur en oxygène des oxydes réductibles par l'hydrogène, mais avec l'avènement de poudres plus complexes et des poudres alliées, d'autres transformations chimiques peuvent maintenant contribuer, de façon positive ou négative, à la perte de masse mesurée.

Il est donc nécessaire de tenir compte des facteurs suivants dans l'interprétation des résultats expérimentaux.

A.1 La perte de masse mesurée ne comprend pas l'oxygène présent sous forme d'oxydes tels que SiO_2 , Al_2O_3 , MgO , CaO , BeO et TiO_2 , qui ne sont pas réductibles dans les conditions de l'essai.

A.2 La perte de masse comprend la vapeur d'eau et/ou les hydrocarbures présents dans la poudre.

A.3 La perte de masse comprend les gaz absorbés ou occlus, qui peuvent être présents dans la poudre et qui sont libérés lors du chauffage. Cette quantité de gaz est normalement négligeable.

A.4 La perte de masse comprend les éléments autres que l'oxygène, qui sont présents dans la poudre et qui, dans les conditions spécifiées de l'essai, sont partiellement ou complètement éliminés, soit parce qu'ils sont volatils, soit parce qu'ils réagissent avec l'hydrogène ou avec des oxydes présents dans la poudre pour former des composés volatils. Comme exemples, on peut citer le carbone, l'azote, le phosphore et le soufre.

A.5 La perte de masse comprend les métaux présents dans la poudre qui sont volatils dans les conditions spécifiées de l'essai et qui sont donc partiellement ou complètement éliminés pendant l'essai. Comme exemples de ces métaux, on peut citer le plomb, le zinc et le cadmium.

A.6 Si la poudre contient du carbone, la perte de masse pendant l'essai de perte dans l'hydrogène peut comprendre l'oxygène des oxydes qui, dans les conditions spécifiées de l'essai, peuvent être réduits par le carbone. Comme exemples de ces oxydes, on peut citer Cr_2O_3 et MnO qui, lorsqu'ils sont présents dans les poudres d'acier, peuvent être réduits par le carbone dans les conditions spécifiées de l'essai.

A.7 Les poudres contenant du manganèse et/ou du chrome ou d'autres éléments ayant une grande affinité pour l'oxygène, peuvent être oxydées pendant l'essai par l'atmosphère du four ou par réduction des oxydes moins réfractaires. Dans les cas extrêmes, cette oxydation peut donner une valeur négative pour la perte dans l'hydrogène (c'est-à-dire une augmentation de masse pendant l'essai).

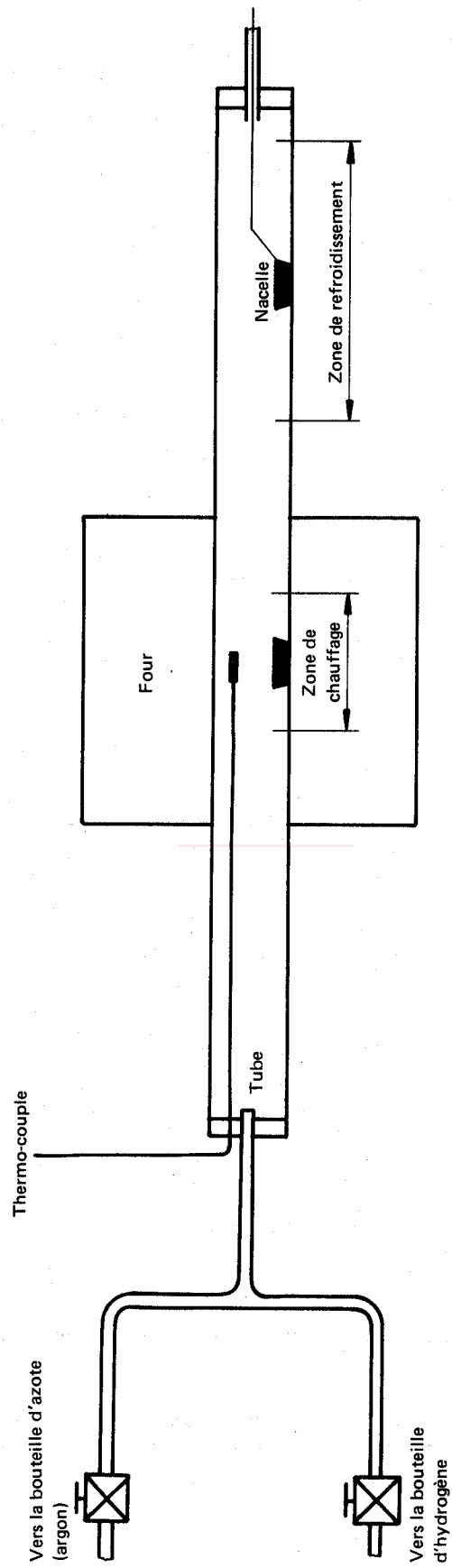


FIGURE — Disposition de l'appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4491:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32b21464-6fb3-47eb-be44-db8c63b43f68/iso-4491-1978>