

NORME
INTERNATIONALE

ISO
4491-1

Première édition
1989-10-01

**Poudres métalliques — Dosage de l'oxygène par
les méthodes de réduction —**

**Partie 1 :
Directives générales**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Metallic powders — Determination of oxygen content by
reduction methods —*

ISO 4491-1:1989

Part 1: General guidelines

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a626ec48-4a8f-45c7-8585-72142378f5a3/iso-4491-1-1989>



Numéro de référence
ISO 4491-1 : 1989 (F)

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 4491-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*.

ISO 4491-1:1989

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a626ec48-4a8f-45c7-8585-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a626ec48-4a8f-45c7-8585-20163785-3/iso-4491-1-1989)

L'ISO 4491 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Poudres métalliques — Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction*:

- *Partie 1: Directives générales*
- *Partie 2: Perte de masse par réduction dans l'hydrogène (perte dans l'hydrogène)*
- *Partie 3: Oxygène réductible par l'hydrogène*
- *Partie 4: Oxygène total par réduction-extraction*

© ISO 1989

Droits de reproduction réservés. 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Introduction

En métallurgie des poudres, la pureté de la poudre est un facteur important de la fabrication des métaux frittés. Parmi les diverses impuretés qui peuvent se trouver dans les poudres, l'oxygène joue un rôle particulier. Il est en effet toujours présent dans toutes les poudres, qu'elles soient métalliques ou d'alliage, et en quantités supérieures à celles qu'on retrouve dans les métaux compacts. L'oxygène est présent la plupart du temps sous la forme combinée d'oxydes apparaissant sous les configurations suivantes :

- film d'oxyde à la surface des particules se formant spontanément sur le métal au contact de l'air ou de l'humidité au cours de la préparation de la poudre, de sa manipulation et de son stockage;
- inclusions d'oxydes, soit oxydes du métal principal demeurant par endroits non réduits pendant le processus de production (dans le cas des poudres réduites), soit oxydes d'autres impuretés provenant de la matière première ou du matériel utilisé (par exemple, céramiques réfractaires du four de fusion dans les processus d'atomisation).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/616e241-4a8f-45c7-8585-72142378f5a3/iso-4491-1-1989>

Dans la pratique, la teneur en oxygène des poudres métalliques se situe dans la fourchette 0,1 % (m/m) à 1 % (m/m).

Le dosage de l'oxygène peut se faire par diverses méthodes physiques ou chimiques; par exemple,

- a) méthodes spécifiques, telles qu'analyse d'activation ou spectrométrie de masse, permettant de doser directement l'élément O;
- b) méthodes de réduction dans lesquelles les oxydes présents sont entièrement ou partiellement réduits par l'hydrogène ou le carbone. La teneur en oxygène est rapportée, soit à la perte de masse de l'échantillon par réduction, soit à la quantité d'eau ou de CO/CO₂ produite pendant la réaction;
- c) méthodes de séparation par :
 - mise en solution sélective et dosage chimique de la phase d'oxyde (par exemple, poudre de cuivre, où l'oxyde de cuivre est mis en solution dans l'acide chlorhydrique);
 - mise en solution sélective de la phase métallique et évaluation du résidu insoluble (supposé être l'oxyde) (par exemple, poudre d'aluminium, où l'aluminium est mis en solution dans un réactif au brome-méthanol, laissant subsister l'oxyde d'aluminium).

La présente Norme internationale ne considère que les méthodes de réduction. Celles-ci sont en effet communément utilisées dans les laboratoires pour analyser une grande variété de poudres métalliques.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4491-1:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a626ec48-4a8f-45c7-8585-72142378f5a3/iso-4491-1-1989>

Poudres métalliques — Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction —

Partie 1 : Directives générales

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4491 est la première partie d'une série de normes qui traitent du dosage par réduction de l'oxygène dans les poudres métalliques. Elle donne des directives générales d'emploi des méthodes de réduction et des recommandations quant à l'interprétation correcte des résultats obtenus.

Les méthodes d'essai sont applicables d'une façon générale à toutes les poudres de métaux, d'alliages, de carbures et de mélanges de ces éléments. Les constituants de la poudre doivent être non volatils dans les conditions de l'essai. La poudre ne doit renfermer ni lubrifiant ni liant organique.

Il existe néanmoins certaines limites liées à la nature du métal analysé. Ces limites sont étudiées dans l'article 4.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 4491. Au moment de la publication de cette partie de l'ISO 4491, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur cette partie de l'ISO 4491 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 4491-2 : 1989, *Poudres métalliques — Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction — Partie 2: Perte de masse par réduction dans l'hydrogène.*

ISO 4491-3 : 1989, *Poudres métalliques — Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction — Partie 3: Oxygène réductible par l'hydrogène.*

ISO 4491-4 : 1989, *Poudres métalliques — Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction — Partie 4: Oxygène total par réduction-extraction.*

3 Échantillonnage

Pour l'échantillonnage de la poudre, les méthodes indiquées dans l'ISO 3954 : 1977, *Poudres pour emploi en métallurgie des poudres — Échantillonnage*, sont recommandées.

La poudre doit être essayée à l'état brut de réception.

Les poudres métalliques sont fréquemment des substances qui réagissent à l'air et à l'humidité. Il faut donc veiller tout particulièrement aux conditions dans lesquelles on manipule et on stocke l'échantillon d'essai. La prise pour essai doit être prélevée juste avant l'analyse.

4 Signification des résultats en fonction de la méthode utilisée

4.1 L'agent réducteur est l'hydrogène

4.1.1 Aux températures d'essai prescrites pour le dosage, seuls les métaux suivants ont des oxydes totalement réductibles par l'hydrogène :

Fe, Ni, Co, Cu, Ag, Sn, Pb, W, Mo, Re.

Aucun des autres oxydes communs n'est réductible, et en particulier pas Al_2O_3 , SiO_2 , TiO_2 , ZrO_2 et les oxydes de métaux alcalins ou alcalino-terreux. Les oxydes de chrome, de manganèse et de vanadium peuvent être partiellement réductibles.

4.1.2 D'autres réactions ont néanmoins lieu avec les constituants de la poudre pendant le processus de réduction :

a) dégagement pendant le chauffage de vapeur d'eau, d'hydrocarbures présents dans l'échantillon et aussi de gaz contenus dans la poudre sous forme adsorbée ou occluse;

b) élimination complète ou partielle d'éléments tels que carbone, azote, soufre, phosphore présents sous forme libre ou sous forme combinée dans la poudre, qui disparaissent parce qu'ils sont volatils ou parce qu'en réagissant avec l'hydrogène ou les oxydes de la poudre, ils forment des composés volatils;

c) volatilisation totale ou partielle, selon les conditions d'essai, de certains métaux présents dans la poudre, tels que plomb, étain, cadmium, zinc;

d) réduction par le carbone présent dans la poudre des oxydes dans les conditions d'essai spécifiées, ou peut-être aussi d'oxydes qui ne sont pas normalement réduits ou ne sont que partiellement réduits par l'hydrogène, tels que les oxydes de chrome, de manganèse et de vanadium;

e) possibilité d'oxydation pendant l'essai, par réaction avec l'atmosphère ou avec des oxydes moins réfractaires de poudres d'alliages contenant des éléments métalliques ayant une grande affinité pour l'oxygène tels que chrome, manganèse, silicium, aluminium et titane, ce qui entraîne une diminution apparente de la teneur mesurée en oxygène.

4.1.3 La méthode de la **perte dans l'hydrogène** (ISO 4491-2) mesure la perte de masse de la prise d'essai soumise à un traitement thermique spécifié dans l'hydrogène. À l'origine, cet essai visait à donner une estimation de la teneur en oxygène d'une poudre métallique dont l'oxyde est réductible par l'hydrogène. Avec l'arrivée sur le marché de poudres plus complexes ou de poudres d'alliages, toutes les réactions considérées ci-dessus (4.1.2) peuvent contribuer, en plus ou en moins, à la perte de masse mesurée. Cette méthode devient donc purement conventionnelle et sa reproductibilité requiert un respect scrupuleux du mode opératoire. Elle sert communément de contrôle de routine des poudres de certains métaux définis, indiqués dans l'ISO 4491-2.

4.1.4 La méthode de **dosage de l'oxygène émanant des oxydes** réductibles par l'hydrogène (ISO 4491-3) mesure par titrage la quantité d'eau formée par la réduction des oxydes par l'hydrogène. Comparée à la méthode de détermination de la perte dans l'hydrogène, cette méthode est plus spécifique. En effet:

- le traitement préalable à basse température empêche toute interférence de l'humidité et des gaz absorbés. Avec une légère modification du mode opératoire, il est possible de doser l'eau courante dans l'échantillon;
- on évite toute interférence des métalloïdes et des métaux volatils.

On peut néanmoins avoir à tenir compte de l'interférence du carbone contenu dans l'échantillon. Le carbone réduit en effet une partie des oxydes métalliques qui auraient autrement pu être réduits par l'hydrogène, ce qui donne du monoxyde ou du dioxyde de carbone, composés qui ne sont pas dosés par titrage de l'eau. On obtient donc un résultat trop faible. Deux méthodes sont par conséquent spécifiées:

- Méthode 1: teneur en oxygène correspondant aux oxydes réductibles par l'hydrogène, sans tenir compte de l'interférence du carbone. Cette méthode est utilisable dans la pratique lorsqu'on sait que la poudre échantillonnée est quasi exempte de carbone [$C < 0,02 \%$ (m/m) par exemple], ou que le carbone n'est présent que sous forme non réactive. Le résultat représente alors la teneur en oxygène des oxydes réductibles par l'hydrogène.
- Méthode 2: teneur en oxygène correspondant aux oxydes réductibles par l'hydrogène en tenant compte de l'interférence du carbone. Cette méthode convertit quantitativement en méthane et en eau sur un catalyseur au nickel à 380 °C les gaz $CO + CO_2$ dégagés par la réduction de certains oxydes par le carbone et entraînés par le gaz porteur H_2 . La quantité totale d'eau dosée représente la teneur en oxygène émanant des oxydes réductibles par l'hydrogène, que la réduction réelle ait été causée par l'hydrogène ou par le carbone.

NOTE — Suivant les indications de 4.1.2 d), certains oxydes qui autrement ne seraient pas réduits par l'hydrogène, peuvent être partiellement

réduits par le carbone. Dans ce cas, les conditions d'essai doivent faire l'objet d'un accord spécial et l'interprétation des résultats doit se faire avec un soin extrême.

4.2 L'agent réducteur est le carbone : méthode par réduction-extraction

Cette méthode (ISO 4491-4) se fonde sur la réduction de l'échantillon par le graphite à très haute température (2 000 à 3 000 °C), soit sous vide, soit dans un courant de gaz inerte pur (argon par exemple). Les conditions opératoires sont choisies en fonction du métal analysé de telle sorte que tous les oxydes soient totalement réduits, même les plus réfractaires. Les interférences sont totalement exclues, quelles qu'elles soient, et le résultat représente avec précision la teneur totale en oxygène de l'échantillon.

5 Application pratique des méthodes normalisées

Le tableau 1 résume les méthodes applicables en fonction du type de poudre analysé et de la nature de l'oxygène à doser. On notera qu'en combinant plusieurs méthodes on peut obtenir des informations précises, par exemple:

- sur l'oxygène «réductible par l'hydrogène» et l'oxygène «non réductible par l'hydrogène», c'est-à-dire sur la présence d'oxydes réfractaires dans les métaux «réductibles par l'hydrogène»;
- sur l'effet interne du carbone éventuellement présent sur la réduction des oxydes.

Une autre méthode intéressante consiste à doser l'oxygène total sur une prise d'essai déjà réduite par l'hydrogène (par un essai de perte dans l'hydrogène ou un essai de détermination de l'oxygène réductible par l'hydrogène). Cette méthode permet de doser la teneur en oxygène non réduit par l'hydrogène (et par le carbone interne) dans les conditions de réduction par l'hydrogène.

6 Résumé de la mise en œuvre des méthodes de dosage de l'oxygène par réduction

Deux cas sont étudiés:

- a) Métaux dont l'oxyde est réductible par l'hydrogène et qui peuvent contenir du carbone, par exemple:

Fe, Ni, Co, Cu, Ag, Sn, Pb, W, Mo, Re.

Lorsque ce type de métal est réduit par l'hydrogène, le comportement de l'oxygène et la teneur en carbone sont représentés par les résultats analytiques suivants:

teneur en oxygène	{	des oxydes réduits par l'hydrogène	O_H
		des oxydes réduits par le carbone	O_C
		des oxydes restants (non réduits)	O_r
teneur en carbone ayant réagi			C_O

- b) Tous métaux (contenant ou non du carbone)

Lorsque l'oxygène est totalement réduit par le graphite (méthode par réduction-extraction), on mesure la teneur totale en oxygène (O_T).

Tableau 1 – Détermination de la teneur en fonction de la méthode utilisée

Poudre	Méthode				
	Perte dans l'hydrogène	Oxygène réductible dans l'hydrogène		Réduction-extraction	
		Méthode directe	Correction du carbone	Sur l'échantillon initial	Sur l'échantillon réduit par l'hydrogène
Métaux dont l'oxyde est réductible par l'hydrogène :					
ne contenant pas de carbone	O_H	O_H	O_H	$O_t = O_H + O_r$	O_r
contenant du carbone	$O_H + O_C + C_O$	O_H	$O_H + O_C$	$O_t = O_H + O_C + O_r$	O_r
Tout autre métal				O_t	

NOTE — Dans ce tableau, on suppose l'absence d'interférences dues à l'humidité, aux gaz adsorbés et métaux volatils et réoxydables.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4491-1:1989](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a626ec48-4a8f-45c7-8585-72142378f5a3/iso-4491-1-1989)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a626ec48-4a8f-45c7-8585-72142378f5a3/iso-4491-1-1989>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4491-1:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a626ec48-4a8f-45c7-8585-72142378f5a3/iso-4491-1-1989>

CDU 621.762 : 543.73 : 546.21

Descripteurs : métallurgie des poudres, poudre métallique, analyse chimique, dosage, oxygène, méthode par réduction.

Prix basé sur 3 pages
