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

Partie 2 :

Perte de masse par réduction dans l'hydrogène (perte
dans l'hydrogène)

*Metallic powders — Determination of oxygen content by reduction methods —
Part 2 : Loss of mass by hydrogen reduction (hydrogen loss)*



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 4491-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*.

Elle annule et remplace l'ISO 4491 : 1978, dont elle constitue une révision mineure.

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*

L'annexe A fait partie intégrante de la présente partie de l'ISO 4491.

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

Partie 2 :

Perte de masse par réduction dans l'hydrogène (perte dans l'hydrogène)

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4491 prescrit une méthode de détermination de 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 en certains éléments spécifiques. (Voir annexe A et l'ISO 4491-1.)

La présente méthode d'essai est applicable aux poudres non alliées, partiellement et complètement alliées des métaux, indiquées dans le tableau 1 (voir 6.1). 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 A). 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.

Ce document doit être lu conjointement avec l'ISO 4491-1.

2 Référence normative

La norme suivante contient 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, l'édition indiquée était 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 l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 4491-1 : 1989, *Poudres métalliques — Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction — Partie 1 : Directives générales.*

3 Réactifs et matériaux

3.1 Hydrogène, ayant une teneur en oxygène maximale de 0,005 % (*m/m*) et un point de rosée non supérieur à -45 °C.

3.2 Azote ou argon, ayant une teneur en oxygène maximale de 0,005 % (*m/m*) et un point de rosée non supérieur à -45 °C.

(Voir également 6.3, troisième alinéa.)

4 Appareillage

Un exemple de disposition convenable de l'appareillage est représenté de façon schématique sur la figure 1.

4.1 Balance de laboratoire, de capacité suffisante et pouvant peser avec une précision de 0,1 mg.

4.2 Four électrique tubulaire, pouvant fonctionner en continu aux températures appropriées indiquées dans le tableau 1 et doté d'un système de régulation capable de maintenir la température de la partie du tube contenant la nacelle (4.5) dans les tolérances indiquées dans le tableau 1.

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 (résistant à la chaleur jusqu'à 1 000 °C) ou en matériau réfractaire similaire (par exemple, de l'alumine compacte). Le diamètre intérieur du tube doit être compris entre 25 mm et 40 mm et sa longueur doit être telle qu'il dépasse d'environ 200 mm à chaque extrémité du four.

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 partie de l'ISO 4491, qui

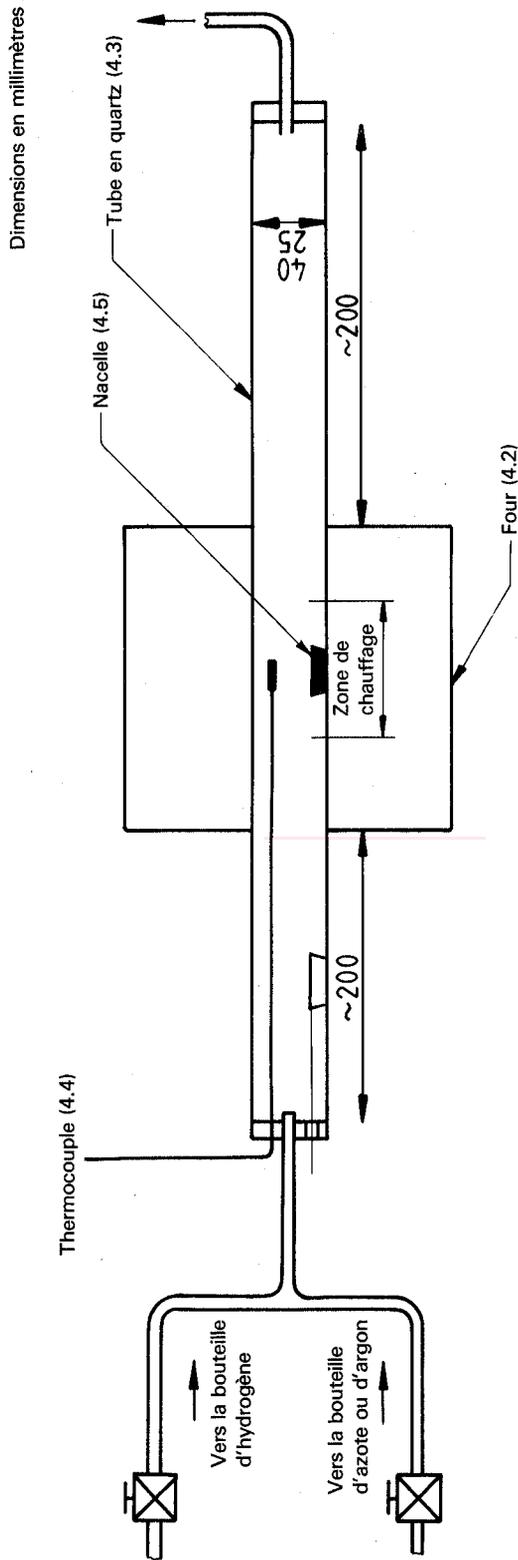


Figure 1 — Schéma de montage d'essai approprié

permette d'essayer plusieurs prises d'essai simultanément, pourvu que les conditions de température et de durée prescrites dans le tableau 1 soient respectées, et que les résultats obtenus soient en accord avec ceux que donne un essai réalisé avec l'appareillage préféré.

4.4 Thermocouple à gaine étanche, par exemple, platine/platine rhodié, et **appareil indicateur ou enregistreur**, permettant de mesurer la température avec une précision de 5 °C.

Si pour une raison ou une autre, il est souhaitable de placer le thermocouple indicateur à l'extérieur du tube de réduction, on peut le faire. Il faudra cependant procéder dans ce cas à un étalonnage sur un second thermocouple placé à l'intérieur du tube pour vérifier que la température de l'échantillon d'essai se situe bien dans les limites et tolérances du tableau 1.

4.5 Nacelle, 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. La nacelle doit avoir des dimensions, par exemple, 75 mm de long et 12 mm de large, telles que l'épaisseur de la poudre, uniformément répartie, ne dépasse pas 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 à l'état de réception.

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

Effectuer deux déterminations sur chaque échantillon pour essai.

6.1 Porter le four (4.2), avec le tube (4.3) en place, à la température indiquée dans le tableau 1 selon la poudre métallique essayée.

Tableau 1 — 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
Rhénium	1 150 ± 20	60
Argent	550 ± 10	30

1) Résultats à interpréter avec prudence. Voir annexe A article A.6.

6.2 Peser la nacelle (4.5) à 0,1 mg 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 0,1 mg près.

6.3 Introduire l'azote (3.2) 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.

En cas de difficultés pour prévenir l'éjection de la poudre de la nacelle, la poudre peut être comprimée (sans addition de lubrifiant) sous la forme d'un compact de faible densité, ou enveloppée dans une feuille de cuivre non oxydée si un compact avait 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.

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 (3.1) 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 1. Durant cette période, maintenir la température du four dans les limites prescrites.

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 min 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 0,1 mg 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 Le résultat de chaque détermination doit être calculé à 0,01 % (m/m) près. La différence entre les deux déterminations ne doit pas excéder 0,04 % en valeur absolue lorsque la perte dans l'hydrogène est inférieure à 0,8 % (m/m). Lorsque la perte dans l'hydrogène est égale ou supérieure à 0,8 % (m/m), la différence ne doit pas excéder 5 % de la valeur moyenne.

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

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la présente partie de l'ISO 4491;
- b) tous détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) moyenne des deux résultats (voir 7.3);
- d) détails de toutes opérations non spécifiées dans la présente partie de l'ISO 4491 ou considérées comme facultatives;
- e) détails de tout incident susceptible d'avoir influé sur le résultat.

Annexe A (normative)

Interprétation des résultats

A.1 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.2 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.3 La perte de masse comprend la vapeur d'eau et/ou les hydrocarbures présents dans la poudre.

A.4 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.5 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.6 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 exemple de ces métaux, on peut citer le plomb, le zinc et le cadmium.

A.7 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.8 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).