

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
4491-4

Première édition  
1989-10-01

---

---

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

**Partie 4 :**

Oxygène total par réduction-extraction

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

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

*Part 4: Total oxygen by reduction-extraction*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4d4c95e9-9c73-4068-9588-5cfb80625620/iso-4491-4-1989>



Numéro de référence  
ISO 4491-4 : 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 4491-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*.

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 de la présente partie de l'ISO 4491 est donnée uniquement à titre d'information.

## Introduction

Le dosage de l'oxygène présent dans les poudres métalliques est de la plus extrême importance dans de nombreux domaines de la métallurgie des poudres.

Les méthodes normalisées décrites dans les parties 2 et 3 de la présente Norme internationale ne donnent pas la teneur totale en oxygène de l'échantillon. Certains composants contenant de l'oxygène ne sont en effet pas réduits par l'hydrogène.

On a donc besoin d'une méthode normalisée permettant de doser l'oxygène total. La méthode la plus fréquemment utilisée est la réduction-extraction. Elle est réalisée par divers appareils du commerce fonctionnant suivant des principes différents d'extraction et de mesurage.

On notera que les résultats d'analyse dépendent du type de matériel utilisé et des valeurs des paramètres choisis. Toutefois, comme indiqué dans les articles 3 à 6, il est toujours possible d'optimiser les conditions d'essai afin d'obtenir des résultats reproductibles et précis, quel que soit l'appareil du commerce utilisé, pourvu qu'il soit conçu pour essayer la poudre métallique considérée.

Il n'est pas possible de normaliser un ou plusieurs des appareils particuliers disponibles dans le commerce. Certains éléments de base du mode opératoire peuvent néanmoins faire l'objet de recommandations dans la mesure où ils s'appliquent à l'analyse des poudres métalliques (voir article 6).

NOTE — La méthode par réduction-extraction est également applicable à l'azote et certains appareils permettent le dosage simultané de l'oxygène et de l'azote. Le dosage de l'azote ne fait cependant pas l'objet de la présente Norme internationale.

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4491-4:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4d4c95e9-9c73-4068-9588-5cfb80625620/iso-4491-4-1989>

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

## Partie 4 : Oxygène total par réduction-extraction

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4491 prescrit une méthode de dosage de l'oxygène total présent dans les poudres métalliques à des concentrations inférieures ou égales à environ 2 % (*m/m*). Cette méthode procède par réduction, puis extraction de l'échantillon à haute température.

Par accord, cette méthode peut également être appliquée au dosage de l'oxygène total dans les matériaux métalliques frittés.

La présente méthode est applicable à toutes les poudres de métaux d'alliages, de carbures et de mélanges de ces composés non volatils dans les conditions de l'essai. L'échantillon peut se trouver à l'état de poudre ou de comprimé.

La méthode s'applique à la poudre à l'état de livraison, mais la méthode n'est pas applicable si la poudre contient un lubrifiant ou un liant. Si de telles substances sont présentes, l'analyse n'est possible que si ces substances peuvent être totalement éliminées au préalable par une méthode n'affectant pas la teneur de la poudre en oxygène.

La présente partie de l'ISO 4491 doit être lue 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 Principe

Une prise d'essai de l'échantillon est chauffée dans un creuset en graphite à température élevée, soit sous vide, soit dans un courant de gaz porteur inerte. L'oxygène contenu dans la prise d'essai est converti en oxydes de carbone. Ceux-ci sont extraits et complètement transformés en monoxyde de carbone ou en dioxyde de carbone; ces gaz sont alors dosés par une méthode convenable d'analyse des gaz.

Les principes et les conditions de réduction des méthodes de dosage de l'oxygène total généralement employés sont les suivants:

- a) Environnement dans la chambre de réaction:
  - Vide, ou,
  - courant de gaz inerte (azote, argon, hélium).
- b) Creuset en graphite:
  - Individuel, utilisable une seule fois pour une seule prise d'essai, ou,
  - à usage cumulatif, le même creuset recevant successivement un certain nombre de prises d'essai, chacune étant analysée séparément.
- c) Milieu réactif:
  - À sec: seule la prise d'essai est versée dans le creuset en graphite et la réduction s'effectue à l'état solide si le métal analysé ne fond pas, ou,
  - en bain de métal: pour accélérer la réduction de certains métaux, il est conseillé de préparer d'abord un bain de métal fusible (par exemple, platine, étain, fer, nickel), capable de mettre en solution tant le carbone que la prise d'essai métallique.
- d) Chauffage:
  - Continu: la prise d'essai est introduite dans le creuset préalablement porté à la température de réaction. La réduction s'effectue pendant un intervalle de temps fixe de l'ordre de plusieurs minutes, ou,

— par chaleur pulsée: le creuset froid contenant la prise d'essai est chauffé par l'envoi d'intensités de courant élevées pendant plusieurs secondes. La réduction s'effectue très rapidement pendant une crête de température qui peut atteindre 3 000 °C.

e) Dosage de l'oxygène:

Plusieurs méthodes existent pour doser le CO ou le CO<sub>2</sub>. Dans les deux cas, on utilise un dispositif de conversion chimique qui vérifie que tout l'oxygène est transformé en CO ou CO<sub>2</sub>. Les méthodes analytiques communément utilisées sont

- le dosage volumétrique (du monoxyde de carbone),
- la chromatographie (du monoxyde de carbone),
- l'absorption à infrarouge (du dioxyde de carbone)
- la conductivité thermique (du monoxyde et du dioxyde de carbone)
- la coulométrie (du dioxyde de carbone)

## 4 Appareillage et matériaux

Les caractéristiques de tout appareillage approprié au dosage de l'oxygène présent dans les poudres métalliques sont les suivantes:

- creusets usinés dans un graphite très pur;
- dispositif de dégazage du creuset en graphite à haute température;
- dispositif d'introduction de la prise d'essai et de dégazage de l'échantillon sous gaz inerte ou sous vide à température ambiante;
- dispositif d'extraction du gaz suivant un cycle thermique défini à l'avance;
- dispositif de purification pour éliminer l'eau;
- dispositif de mesurage pour le dosage du monoxyde de carbone ou du dioxyde de carbone.

Les réactifs nécessaires sont fonction du type d'appareil utilisé, par exemple, gaz inerte de pureté élevée (hélium ou argon).

L'étalonnage éventuel du dispositif de mesurage requiert un gaz de pureté élevée, monoxyde de carbone ou dioxyde de carbone, ou des matériaux de référence métalliques à teneur en oxygène certifiée.

## 5 Prise d'essai

L'analyse doit être faite sur deux prises d'essai. Plusieurs méthodes sont utilisables pour préparer la prise d'essai avant de la placer dans l'appareillage.

- a) La prise d'essai est pesée en même temps qu'elle est versée dans le creuset dégazé.

b) Une quantité d'échantillon de poudre est comprimée dans une petite matrice cylindrique, sans ajout de lubrifiant ni de liant, sous une pression comprise entre 100 MN/mm<sup>2</sup> et 200 MN/mm<sup>2</sup>. On détermine alors la masse du comprimé.

c) Une quantité d'échantillon de poudre est enfermée dans une petite capsule de poids connu, en feuille de platine d'étain, de nickel ou de fer-nickel de haute pureté. Toute la capsule est pesée. La teneur en oxygène de la feuille doit être connue ou déterminée au préalable.

d) Dans le cas de comprimés, la prise d'essai est constituée d'un fragment convenable pesé de l'échantillon.

Toutes les pesées doivent se faire à 0,1 mg près.

La capsule en feuille métallique peut être utilisée dans le seul but de faciliter l'introduction de l'échantillon dans l'appareillage. Dans ce cas, sa masse doit être réduite au minimum possible.

Le métal de la capsule peut également être utilisé pour former le bain liquide nécessaire à une bonne extraction. Dans ce cas, la masse de la capsule doit être adaptée au rapport des masses du bain et de la prise d'essai, suivant les recommandations de l'analyse particulière.

Lorsqu'un même creuset et un même bain liquide servent à plusieurs analyses consécutives, il est nécessaire de dégazer le bain avant de démarrer chaque opération d'extraction. Le rapport des masses du bain et de la prise d'essai est, si nécessaire, maintenu plus élevé que la valeur minimale recommandée par l'introduction périodique de fragments de métal, puis le dégazage du bain.

La masse de la prise d'essai doit être adaptée à la plage de sensibilité de l'appareil utilisé et à la teneur probable en oxygène de l'échantillon. Il est fréquent de choisir cette masse entre 0,1 g et 1 g.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Généralités

Pour les raisons indiquées dans l'introduction, il n'est pas possible de spécifier pour chaque métal, alliage et carbure à analyser, et pour chaque type d'appareillage disponible les conditions de dosage de l'oxygène. Il est à noter également, surtout lorsque la réduction a lieu à l'état solide, sous chauffage continu, que la réaction peut être lente et que la durée de réduction complète des oxydes dépend du niveau de teneur en oxygène.

Il est recommandé de déterminer par des essais préliminaires les conditions optimales d'essai d'un type donné de matériau dans une plage donnée de teneur en oxygène. Il est courant d'effectuer des essais successifs sur le même échantillon en augmentant les paramètres de réduction (température plus élevée et/ou temps de réaction plus long) jusqu'au point donnant une teneur maximale constante en oxygène. Il est également possible de changer d'autres paramètres (par exemple, le bain liquide de métal).

Il est fortement recommandé d'utiliser des matériaux de référence certifiés de même nature que l'échantillon pour garantir que les conditions de fonctionnement adoptées sont bien correctes.

## 6.2 Essai à blanc et étalonnage

En règle générale, on effectue un essai à blanc dans les conditions choisies, mais en éliminant la prise d'essai.

L'étalonnage ou la vérification du bon état de marche de l'appareil se fait suivant les instructions de son fabricant, en général à partir de gaz purs (monoxyde de carbone ou dioxyde de carbone) ou de matériaux de référence certifiés pour leur teneur en oxygène.

## 6.3 Essai

L'essai s'effectue suivant les instructions de mise en œuvre du matériel, dans les conditions choisies (voir 6.1). L'annexe A présente, à titre d'exemple, les conditions de réduction de certaines poudres métalliques.

## 7 Expression des résultats

### 7.1 Tolérances admissibles

La différence entre les deux déterminations ne doit pas dépasser les valeurs indiquées au tableau 1.

## 7.2 Résultat final

On indiquera la moyenne arithmétique des deux déterminations, arrondie suivant la règle du tableau 1.

## 8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes :

- référence à la présente partie de l'ISO 4491;
- tous les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- méthode d'extraction éventuelle du lubrifiant ou du liant;
- type de matériel utilisé;
- toutes les conditions d'essai pertinentes (température, durée, bain liquide, capsule, etc.);
- résultat final obtenu (voir 7.2);
- détails de toutes les opérations non spécifiées dans la présente partie de l'ISO 4491 ou considérées comme facultatives;
- détails de tous les incidents ayant pu affecter le résultat.

ISO 4491-4:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4d4c95e9-9c73-4068-9588-5cfb80625620/iso-4491-4-1989>

Tableau 1

Teneur en oxygène % (m/m)	Différence maximale admissible entre les deux déterminations	Arrondissement à la valeur absolue la plus proche
< 0,005	20 % de la valeur moyenne	0,000 5
Supérieure à 0,005 à 0,01	10 % de la valeur moyenne	0,001
Supérieure à 0,01 à 0,02	10 % de la valeur moyenne	0,002
Supérieure à 0,02 à 0,05	5 % de la valeur moyenne	0,002
Supérieure à 0,05 à 0,1	5 % de la valeur moyenne	0,005
Supérieure à 0,1 à 0,2	5 % de la valeur moyenne	0,01
Supérieure à 0,2 à 0,5	5 % de la valeur moyenne	0,02
Supérieure à 0,5 à 1,0	5 % de la valeur moyenne	0,05
Supérieure à 1,0 à 2,0	5 % de la valeur moyenne	0,1

## Annexe A (informative)

### Exemples de conditions d'extraction de certaines poudres métalliques

Tableau A.1

Poudre métallique	Milieu réactionnel	Rapport minimal bain/prise d'essai massique	Température <sup>1)</sup> °C
Fer, acier	Sans bain ni capsule en étain	—	2 000
Titane	Bain de nickel	12 : 1	2 100
Titane, zirconium et hafnium	Capsule en platine et bain de platine	20 : 1	2 100
Molybdène et tungstène	Sans bain	—	2 400
Niobium et tantale	Bain de nickel et d'étain	5 : 1	2 400
Aluminium	Bain de cuivre	5 : 1	2 400
Cuivre	Sans bain	—	1 900
Mélange pour métaux-durs	Fer-Nickel et capsule d'étain	4 : 1	2 400

1) Ces températures sont des valeurs pratiques pour une extraction avec chauffage continu (durée de 1 min à 10 min, selon la teneur en gaz). L'extraction en four à chaleur pulsée se fait généralement à une température supérieure à 3 000 °C. Une durée de 4 s à 20 s est normalement suffisante pour une réaction complète.

(standards.iteh.ai)

[ISO 4491-4:1989](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4d4c95e9-9c73-4068-9588-5cfb80625620/iso-4491-4-1989)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4d4c95e9-9c73-4068-9588-5cfb80625620/iso-4491-4-1989>

---



---

**CDU 621.762 : 543.73 : 546.21**

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

Prix basé sur 4 pages

---



---