
NORME INTERNATIONALE 4496

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

Poudres métalliques — Détermination de la teneur en insolubles dans les acides pour les poudres de fer, de cuivre, d'étain et de bronze

Metallic powders — Determination of acid-insoluble content in iron, copper, tin and bronze powders

Première édition — 1978-08-01

standards.iteh.ai

[ISO 4496:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5dd4af0-64a0-4137-877c-82ae3a4a7608/iso-4496-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5dd4af0-64a0-4137-877c-82ae3a4a7608/iso-4496-1978>

CDU 621.762 : 669-492.2 : 543.726

Réf. n° : ISO 4496-1978 (F)

Descripteurs : poudre métallique, fer, cuivre, étain, bronze, analyse chimique, dosage, insoluble, acide.

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 4496 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.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 4496:1978](#)

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5dd4af0-64a0-4137-877c-82ae3a217078/iso-4496-1978
Allemagne	France	Suède
Australie	Italie	Tchécoslovaquie
Autriche	Mexique	Turquie
Bulgarie	Pologne	U.R.S.S.
Canada	Portugal	U.S.A.
Chili	Roumanie	Yougoslavie
Égypte, Rép. arabe d'	Royaume-Uni	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Poudres métalliques – Détermination de la teneur en insolubles dans les acides pour les poudres de fer, de cuivre, d'étain et de bronze

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie des méthodes pour déterminer, dans les poudres de fer, de cuivre, d'étain et de bronze, la teneur approximative en éléments non métalliques qui sont insolubles dans les acides minéraux courants.

Par éléments insolubles, on entend généralement des composés tels que la silice et les silicates, les carbures, l'alumine, les argiles ou autres oxydes réfractaires qui peuvent être soit présents dans le matériau avec lequel on fabrique les poudres, soit introduits en cours de fabrication.

2 DOMAINE D'APPLICATION

Ces méthodes sont applicables aux poudres métalliques non lubrifiées de fer, de cuivre, d'étain, d'alliages de bronze et de mélanges simples de cuivre et d'étain.

3 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

Voir le tableau pour les réactifs nécessaires.

4 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

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

4.2 Entonnoir en verre, d'environ 70 mm de diamètre.

4.3 Papier filtre pour précipités moyens, d'environ 110 mm de diamètre.

4.4 Four, pouvant travailler entre 900 et 1 000 °C.

4.5 Creusets en silice fondue ou en porcelaine, prétraités à une masse constante entre 900 et 1 000 °C, et conservés dans un dessiccateur.

5 ÉCHANTILLONNAGE

5.1 Déterminer la teneur en matières insolubles sur deux prises d'essai.

5.2 La masse de la prise d'essai doit être approximativement de 5 g.

Type de poudre	Réactif	Masse volumique, ρ g/ml	Concentration de la solution
Fer	Acide chlorhydrique (3.1)	1,19	1 + 1
	Acide chlorhydrique (3.2)	1,19	1 + 25
	Thiocyanate de potassium (3.3)		5 %
	Acide nitrique (3.4)	1,42	concentré
Cuivre Étain Bronze	Acide chlorhydrique (3.5)	1,19	concentré
	Acide nitrique (3.6)	1,42	1 + 1
	Peroxyde d'hydrogène (3.7)		30 %
	Acétate d'ammonium (3.8)		200 g/l
Cuivre Bronze	Diethyldithiocarbamate sodium (3.9)		4 %
Étain	Sulfure de sodium (3.10)		
	Hydrogène sulfure (3.11)		

6 MODE OPÉRATOIRE

6.1 Poudre de fer

6.1.1 Peser, à 0,000 1 g près, une prise d'essai d'environ 5 g d'échantillon (masse m_1) et la transférer dans un bécher en verre.

6.1.2 Ajouter avec précaution 100 ml d'acide chlorhydrique (3.1) et recouvrir le bécher d'un verre de montre. Laisser évoluer la solution à température ambiante jusqu'à ce que la réaction soit terminée (plus de dégagement d'hydrogène).

NOTE — Si l'on veut exclure les carbures de la quantité de matières insolubles, ajouter 20 ml d'acide nitrique (3.4) à l'acide chlorhydrique (3.1) utilisé comme indiqué en 6.1.2. Continuer ensuite de 6.1.3 à 6.1.6.

6.1.3 Placer le bécher sur une plaque chauffante et chauffer la solution jusqu'à ébullition. La maintenir durant 1 min environ au point d'ébullition. Ajouter ensuite 150 ml d'eau, reporter à l'ébullition et la maintenir durant 1 min environ. Laisser la solution refroidir et reposer durant 5 min.

6.1.4 Filtrer la solution à travers un papier filtre et laver le résidu alternativement à l'eau chaude et à l'acide chlorhydrique (3.2) chaud. Répéter le lavage jusqu'à ce que les sels de fer ne soient plus détectés dans l'eau de lavage, par exemple à l'aide de thiocyanate de potassium (3.3).

6.1.5 Peser un creuset à 0,000 1 g près (masse m_2) et y placer le papier filtre avec le résidu. Placer le creuset sur une plaque chauffante pour sécher et carboniser le papier. Chauffer dans le four à une température comprise entre 900 et 1 000 °C jusqu'à ce que la différence entre deux pesées consécutives du creuset contenant le résidu soit inférieure à 0,000 1 g, après refroidissement. Laisser le creuset refroidir complètement dans un dessiccateur.

6.1.6 Déterminer la masse du creuset avec le résidu à 0,000 1 g près (masse m_3).

6.2 Poudres d'étain, de cuivre et de bronze

6.2.1 Peser, à 0,000 1 g près, une prise d'essai d'environ 5 g d'échantillon (masse = m_1) et la transférer dans un bécher en verre.

6.2.2 Ajouter avec précaution 50 ml d'acide chlorhydrique (3.5), recouvrir d'un verre de montre, placer sur le bord d'une plaque chauffante et laisser agir à faible température durant 30 min au minimum.

6.2.3 Retirer le bécher, le refroidir légèrement, ajouter avec précaution 50 ml d'acide nitrique (3.6) et attendre la première réaction qui se déclenche après 10 min environ. Une fois la réaction terminée, ajouter encore 50 ml d'acide nitrique (3.6).

6.2.4 Placer le bécher sur une plaque chauffante. Chauffer la solution jusqu'à son point d'ébullition et maintenir à ébullition jusqu'à ce que le volume soit réduit de moitié.

NOTE — Si le résidu est noir, retirer le bécher de la plaque chauffante, ajouter avec précaution quelques millilitres de peroxyde d'hydrogène (3.7) et faire bouillir durant 2 min. Répéter le traitement au peroxyde d'hydrogène (3.7) jusqu'à disparition du résidu noir.

6.2.5 Ajouter lentement 50 ml d'eau chaude et porter à nouveau à ébullition. Maintenir à ébullition durant environ 1 min. Laisser la solution refroidir et reposer durant 5 min.

6.2.6 Filtrer la solution sur un papier filtre et laver le résidu d'abord à l'acide chlorhydrique (3.5) chaud, puis à l'eau chaude. Répéter le lavage à l'eau jusqu'à ce qu'on ne puisse détecter dans l'eau de lavage :

- dans le cas des poudres de cuivre et de bronze, aucun sel de cuivre, mis en évidence à l'aide de diéthyl-dithiocarbamate de sodium (3.9) par exemple;

- dans le cas des poudres d'étain, aucun sel d'étain, mis en évidence à l'aide de sulfure de sodium (3.10) ou d'hydrogène sulfure (3.11) par exemple.

NOTE — Si l'on soupçonne la présence de sulfate de plomb, laver une ou deux fois avec une solution chaude d'acétate d'ammonium (3.8) et ensuite avec de l'eau.

6.2.7 Peser un creuset à 0,000 1 g près (masse = m_2) et y placer le papier filtre avec le résidu. Placer le creuset sur une plaque chauffante pour sécher et carboniser le papier. Chauffer dans le four à une température comprise entre 900 et 1 000 °C jusqu'à ce que la différence entre deux pesées consécutives du creuset contenant le résidu soit inférieure à 0,000 1 g, après refroidissement. Laisser le creuset refroidir complètement dans un dessiccateur.

6.2.8 Déterminer la masse du creuset avec le résidu à 0,000 1 g près (masse m_3).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

7.1 La teneur en insolubles dans les acides AIC, est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

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

où

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_2 est la masse, en grammes, du creuset vide et pré-traité à sec;

m_3 est la masse, en grammes, du creuset contenant le résidu.

7.2 Calculer le résultat de chaque détermination à 0,01 % près.

7.3 L'écart maximal admissible entre les deux déterminations ne doit pas dépasser 10 % de la valeur moyenne, ou 0,02 % en valeur absolue.

7.4 Noter la moyenne arithmétique des deux déterminations, arrondie à 0,02 % près pour les teneurs inférieures ou égales à 0,25 % et à 0,05 % près pour les teneurs supérieures à 0,25 %.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4496:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5dd4af0-64a0-4137-877c-82ae3a4a7608/iso-4496-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5dd4af0-64a0-4137-877c-82ae3a4a7608/iso-4496-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4496:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5dd4af0-64a0-4137-877c-82ae3a4a7608/iso-4496-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4496:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5dd4af0-64a0-4137-877c-82ac3a4a7608/iso-4496-1978>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4496:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f5dd4af0-64a0-4137-877c-82ae3a4a7608/iso-4496-1978>