

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10070

Première édition
1991-12-15

**Poudres métalliques — Détermination de la
surface spécifique d'enveloppe à partir de
mesures de la perméabilité à l'air d'un lit de
poudre dans des conditions d'écoulement
permanent**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10070:1991
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a1fb3aa-551b-4af1-a0c1-d8495d6a9581/iso-10070-1991>
*Metallic powders — Determination of envelope-specific surface area from
measurements of the permeability to air of a powder bed under
steady-state flow conditions*

NORME

ISO



Numéro de référence
ISO 10070:1991(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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 10070 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10070:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a0fb5aa-e506-4af0-ac09-db495d6a9514/iso-10070-1991>

Introduction

La mesure de la perméabilité d'un lit de poudre tassé à un courant de gaz laminaire constitue la base de la présente Norme internationale. La détermination peut se faire à perte de charge constante (écoulement permanent) ou à perte de charge variable (volume constant).

La perméabilité mesurée dépend de la porosité du lit de poudre. Pour une forme donnée de particule, on peut se servir des valeurs de perméabilité et de porosité pour calculer, à l'aide d'équations de différents types, la surface spécifique de la poudre.

L'aire ainsi calculée n'englobe que les parois des pores du lit balayés par le courant gazeux. Elle ne tient pas compte des pores fermés ou borgnes. Elle se définit comme la surface spécifique d'enveloppe et peut être très différente de la surface totale des particules mesurée, par exemple, par les méthodes d'adsorption de gaz.

Les méthodes normalisées décrites ne se fondent que sur une seule équation et fixent certaines limites quant au type de poudre (forme des particules) et à la porosité du lit auquel elles se rapportent. Ce ne sont donc pas des méthodes absolues, et le résultat qu'elles donnent dépend du mode opératoire et des hypothèses retenues.

Une fois déterminée, la surface spécifique peut être convertie en diamètre sphérique moyen équivalent (voir définitions, article 3).

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10070:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a0fb5aa-e506-4af0-ac09-db495d6a95f4/iso-10070-1991>

Poudres métalliques — Détermination de la surface spécifique d'enveloppe à partir de mesures de la perméabilité à l'air d'un lit de poudre dans des conditions d'écoulement permanent

1 Domaine d'application

1.1 La présente Norme internationale prescrit une méthode de mesure de la perméabilité à l'air et de la porosité d'un lit de poudre métallique tassé, méthode permettant de déduire une valeur de la surface spécifique d'enveloppe. La perméabilité est déterminée dans des conditions d'écoulement permanent, à l'aide d'un débit d'air laminaire à une pression voisine de la pression atmosphérique. La présente Norme internationale ne traite pas de la mesure de la perméabilité à volume constant.

Plusieurs méthodes sont proposées pour remplir l'objectif fixé. De nombreux appareils, disponibles dans le commerce, permettent de mener à bien la détermination. Ces appareils donnent des résultats similaires et reproductibles dans la mesure où les instructions générales données dans la présente Norme internationale sont respectées et où les paramètres d'essai sont identiques.

Il n'est pas possible, dans la présente Norme internationale, de se limiter à un appareil du commerce particulier et au mode opératoire d'essai correspondant. Pour aider néanmoins l'utilisateur, une annexe est prévue (annexe A) pour donner un certain nombre de renseignements pratiques sur trois méthodes spécifiques:

- la méthode Lea et Nurse, impliquant un appareillage construit en laboratoire (voir A.1);
- la méthode Zhang Ruifu, utilisant un appareillage similaire (voir A.2);
- la méthode Gooden et Smith impliquant un appareillage qui peut être construit en laboratoire, mais qui correspond aussi à un modèle du commerce (voir A.3).

Ces méthodes sont données uniquement à titre d'exemple et n'excluent pas l'emploi d'autres matériels commercialisés dans d'autres pays et conformes à la présente Norme internationale.

1.2 La présente méthode est applicable à toutes les poudres métalliques, y compris les poudres de métaux durs, jusqu'à 1 000 μm de diamètre, mais est généralement réservée aux particules de diamètre compris entre 0,2 μm et 50 μm . Elle n'est, en principe, pas employée pour les poudres composées de particules dont la forme s'écarte trop de l'équiaxialité, par exemple du type flocons ou fibres. Dans ce cas, il est admis de ne l'utiliser que par accord entre les parties concernées.

La méthode n'est pas utilisable pour les mélanges de poudres métalliques différentes ou de poudres renfermant des liants ou lubrifiants.

Lorsque la poudre contient des agglomérats, la surface mesurée peut être affectée par le degré d'agglomération. Si la poudre est soumise à un traitement de désagglomération (voir annexe B), la méthode utilisée doit être subordonnée à l'accord des parties concernées.

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 Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale 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 3252:1982, *Métallurgie des poudres — Vocabulaire*.

ISO 3954:1977, *Poudres pour emploi en métallurgie des poudres — Échantillonnage*.

ISO 4022:1987, *Matériaux métalliques frittés perméables — Détermination de la perméabilité aux fluides*.

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 perméabilité: Capacité d'un matériau poreux à être traversé par un fluide.

NOTE 1 Dans la présente Norme internationale, le fluide utilisé est de l'air sec.

3.2 interstices: Espaces entre les particules d'un lit de poudre, à travers lesquels circule l'air.

3.3 porosité perméable: Quotient du volume des interstices au volume du lit de poudre.

3.4 volume de l'enveloppe: Volume occupé par les particules dans un lit de poudre, sans tenir compte du volume des interstices. En perméamétrie, le volume de l'enveloppe comprend le volume des matières solides augmenté du volume de tous les pores qui ne contribuent pas à la circulation du gaz

(pores fermés, pores borgnes, micropores, micropores ou rugosités superficiels, etc.). Ce volume ne pouvant être mesuré par aucune technique connue, il est considéré, dans la présente Norme internationale, égal au volume utile déterminé par pycnométrie liquide.

3.5 masse volumique de l'enveloppe: Quotient de la masse d'un lit de poudre par le volume de l'enveloppe. La masse volumique de l'enveloppe peut être inférieure à la masse volumique du solide si les particules renferment des pores qui ne contribuent pas au passage du gaz à travers le lit.

3.6 surface spécifique massique: Quotient de l'aire de surface d'une poudre par sa masse. Cette aire dépend du type de méthode utilisée pour la déterminer.

3.7 surface spécifique de l'enveloppe: Aire de la surface spécifique déterminée conformément aux règles de la présente Norme internationale par perméamétrie gazeuse.

3.8 surface spécifique volumique: Rapport de l'aire de la surface spécifique d'une poudre à son volume utile (c'est-à-dire à son volume d'enveloppe).

3.9 diamètre sphérique équivalent: Diamètre de particules sphériques identiques, non poreuses qui, mesurées par la même méthode perméamétrique, présenteraient la même surface spécifique volumique que la poudre étudiée.

4 Symboles et désignations

Tableau 1 — Symboles utilisés dans le texte

Symbole	Désignation	Unité	Observations
	Lit de poudre		
A	Aire de la section transversale	m^2	Aire de la section transversale totale du lit, perpendiculairement au sens d'écoulement $A = \frac{\pi d^2}{4}$
d	Diamètre de la cellule de mesure	m	
L	Épaisseur (ou hauteur)	m	
m	Masse de la poudre	kg	
ρ_e	Masse volumique de l'enveloppe	kg/m^3	
ρ	Masse volumique du solide	kg/m^3	
ϵ_p	Porosité perméable		$\epsilon_p = 1 - \frac{m}{A L \rho_e}$
ϵ	Porosité totale		$\epsilon = 1 - \frac{m}{A L \rho}$
	Débit gazeux		
q	Débit volumique	m^3/s	Exprimé dans les conditions normales (TPN)
p	Pression moyenne du gaz	N/m^2	
Δp	Perte de charge	N/m^2	
η	Viscosité du gaz	Ns/m^2	
T	Température du gaz	K	
M	Masse molaire du gaz	kg/mol	$M = 0,029 \text{ kg/mol}$ pour l'air
R	Constante molaire du gaz	$\frac{J}{mol \cdot K}$	$R = 8,31 \frac{J}{mol \cdot K}$
	Calcul		
K	Coefficient de Kozeny-Carman		Dans la présente Norme internationale, $K = 5,0$
δK_0	Constante du composé		Dans la présente Norme internationale, on utilise la valeur généralement acceptée de 2,25
S_w	Surface spécifique massique	m^2/kg	
S_V	Surface spécifique volumique	m^{-1}	$S_V = \rho_e S_w$
Φ	Perméabilité	m^2	
D	Diamètre de sphère équivalent	m	$D = \frac{6}{S_V} = \frac{6}{\rho_e S_w}$

5 Principes généraux

5.1 La perméamétrie permet fondamentalement de déterminer, de façon expérimentale, la perméabilité Φ d'un lit de poudre dont on connaît la porosité.

La perméabilité s'obtient par mesure du débit volumique q et de la perte de charge Δp d'un écoulement laminaire de gaz sec (en général de l'air) traversant le lit en continu.

Le coefficient de perméabilité est donné par la loi de Darcy:

$$\Phi = \frac{q\eta L}{A \Delta p} \quad \dots (1)$$

5.2 L'équation de Carman-Arnell relie la surface spécifique massique à la porosité et à la perméabilité d'un lit de poudre tassé et tient compte à la fois de la viscosité en régimes d'écoulement visqueux et moléculaire. Cette équation peut s'écrire:

$$\Phi = \frac{\varepsilon_p}{K\eta} \left[\frac{\varepsilon_p^2}{S_V^2(1-\varepsilon_p)^2} + \frac{8}{3} \sqrt{\frac{2RT}{\pi M}} \times \frac{\delta k_o \eta \varepsilon_p}{p S_V(1-\varepsilon_p)} \right] \quad \dots (2)$$

La solution de l'équation (2) qui implique une équation quadratique en S_V peut être simplifiée par l'évaluation séparée de deux termes: la constante de Kozeny S_K et l'écoulement moléculaire S_m , suivie d'une combinaison de ceux-ci pour obtenir S_V .

La constante de Kozeny, S_K , est donnée par l'équation

$$S_K = \sqrt{\frac{A \Delta p \varepsilon_p^3}{K(1-\varepsilon_p)^2 L \eta q}} \quad \dots (3)$$

Ce terme est identique à l'équation donnée par Kozeny-Carman pour S_V et quantifie l'influence d'un écoulement en ligne sur l'aire de la poudre.

L'écoulement moléculaire, S_m , est donné par l'équation

$$S_m = \frac{A \Delta p}{KLq} \times \frac{8}{3} \sqrt{\frac{2RT}{\pi M}} \times \frac{\delta k_o \varepsilon_p^2}{p(1-\varepsilon_p)} \quad \dots (4)$$

où, pour l'air,

$$S_m = 81 S_K^2 \frac{(1-\varepsilon_p) \eta}{p \varepsilon_p} \sqrt{T} \quad \dots (5)$$

S_V est donc déterminé par l'équation

$$S_V = \frac{S_m}{2} + \sqrt{\frac{S_m^2}{4} + S_K^2} \quad \dots (6)$$

La surface spécifique massique est

$$S_w = \frac{S_V}{\rho_e} \quad \dots (7)$$

Le diamètre de sphère moyen équivalent, D , est donné par

$$D = \frac{6}{S_V} = \frac{6}{\rho_e S_w} \quad \dots (8)$$

L'équation de Carman-Arnell (2) doit être utilisée lorsque la surface spécifique volumique est supérieure à 10^6 m^{-1} (taille moyenne de particule inférieure à $6 \mu\text{m}$), car l'effet de l'écoulement moléculaire de la perméabilité devient significatif à côté de l'effet de l'écoulement visqueux.

Pour les poudres plus grossières on peut, sous réserve d'accord entre les parties concernées, utiliser l'équation de Kozeny-Carman (3). L'erreur commise si l'on néglige l'effet de l'écoulement moléculaire est d'environ 10 % au niveau de $6 \mu\text{m}$ et augmente au fur et à mesure que la poudre devient plus fine.

La surface spécifique massique, S_w , est donnée par

$$S_w = \sqrt{\frac{\varepsilon_p^3 A \Delta p}{5,0 (1-\varepsilon_p)^2 q \eta L \rho_e^2}} \quad \dots (9)$$

5.3 Les méthodes et les appareils utilisés dans la pratique diffèrent selon le principe de mesure du débit volumique du gaz et de la perte de charge. L'annexe A décrit, à titre d'exemple, trois méthodes: la méthode de Lea et Nurse, la méthode de Zhang Ruifu et la méthode de Gooden et Smith.

5.4 L'équation de Kozeny-Carman s'applique de façon optimale aux poudres équiaxiales et seulement sur une plage restreinte de porosité du lit, fonction du type de poudre considéré. Le coefficient de Kozeny varie avec la forme des particules et leur répartition granulométrique. Dans la présente Norme internationale, la valeur retenue pour K est 5,0 mais d'autres valeurs peuvent être utilisées par accord entre les parties concernées.

5.5 Compte tenu des restrictions indiquées en 5.4, il convient en premier lieu de déterminer expérimentalement la variation de la surface spécifique en fonction de la porosité pour le type particulier de poudre à mesurer.

On peut, à titre d'exemple, procéder à des déterminations successives de la perméabilité sur des prises d'essai de masse identique d'un échantillon de laboratoire donné, en tassant le lit de poudre à différents niveaux de porosité décroissante. Dans une certaine plage de porosité, la surface spécifique demeure pratiquement constante en fonction de la porosité. Les déterminations ne sont donc valables que lorsque la porosité se trouve dans cette plage

de valeurs correspondant à une surface spécifique pratiquement constante.

5.6 Les équations précédentes font intervenir la porosité perméable du lit de poudre ε_p et la masse volumique de l'enveloppe des particules, ρ_e . Ces paramètres sont liés par l'équation

$$\varepsilon_p = 1 - \frac{m}{A L \rho_e} \quad \dots (10)$$

La masse volumique de l'enveloppe ρ_e n'est égale à la masse volumique du solide, ρ , que pour les particules non poreuses et lisses. Dans ce cas, $\varepsilon_p = \varepsilon$.

Dans tous les autres cas, la masse volumique de l'enveloppe ρ_e doit être mesurée par une méthode pycnométrique appropriée. On peut, par accord entre les parties concernées, adopter à la place de la masse volumique de l'enveloppe, la masse volumique de solide, ρ , ou n'importe quelle autre masse volumique convenue.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de la prise d'essai

L'échantillonnage doit avoir été effectué conformément à l'ISO 3954.

La prise d'essai doit être prélevée dans l'échantillon pour laboratoire à l'état brut de livraison. Le séchage en atmosphère appropriée ou la désagglomération (voir annexe B) ne sont permis que sur accord entre les parties concernées.

Peser à 0,1 % près, la totalité de la prise d'essai de poudre.

6.2 Préparation du lit de poudre tassé

L'épaisseur, L , du lit ne doit pas être inférieure à 50 fois le diamètre moyen des particules et le diamètre du lit ne doit pas être inférieur à 100 fois le diamètre moyen des particules.

NOTE 2 Des discontinuités se produisent, à la surface du lit, qui peuvent entraîner des effets de paroi et de bord. Ces effets sont négligeables (donnant une erreur de moins de 2 % sur la valeur de la perméabilité) si le diamètre et la hauteur du lit correspondent aux prescriptions qui précèdent.

Maintenir la prise d'essai en place dans la cellule en plaçant à chaque extrémité un disque en papier poreux et au fond une plaque rigide perforée.

En général, remplir la cellule en une seule fois de toute la masse de la prise d'essai, en tapotant doucement la paroi pour tasser la poudre. Recouvrir le lit d'un disque en papier poreux et comprimer le tout à l'aide d'un piston. Ce piston doit avoir des rainures

ou des trous pour faciliter l'évacuation du gaz pendant l'opération de tassement. Tasser la poudre en appliquant lentement l'effort sur le piston jusqu'à une valeur donnant une porosité de la gamme désirée et/ou un tassement uniforme du lit.

NOTE 3 S'il apparaît que la porosité du lit n'est pas homogène, il est recommandé de procéder au remplissage de la cuve par compactages progressifs.

Extraire le piston en lui imprimant un mouvement rotatif pour déranger le moins possible le lit de poudre.

6.3 Détermination

Mesurer l'épaisseur du lit à 0,25 % près. La température pendant l'essai ne doit pas varier de plus de ± 3 °C par rapport à la température ambiante où se fait l'étalonnage.

Faire circuler à travers le lit de poudre un débit constant de gaz. Mesurer le débit et la perte de charge. La perte de charge doit être faible par rapport à la pression atmosphérique (moins de 4 000 N/m² environ), de façon que la compressibilité du gaz puisse être négligée (voir l'annexe A, A.2, si l'on doit tenir compte de la compressibilité et en corriger les effets).

Effectuer, si besoin est, un essai à blanc pour corriger l'effet du disque en papier.

7 Expression des résultats

La surface spécifique de la poudre se calcule à l'aide des équations (3), (5) et (6) ou de l'équation (9).

Le résultat doit être exprimé dans une ou plusieurs des unités suivantes:

- surface spécifique massique S_w , en mètres carrés par kilogramme ou en mètres carrés par gramme;
- surface spécifique volumique S_v , en mètres carrés par mètre cube ou en centimètres carrés par centimètre cube;
- diamètre de sphère équivalent D (équation 8), en mètres ou en micromètres.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;

- c) la méthode et l'appareillage utilisés;
- d) le mode de séchage et de désagglomération éventuel;
- e) la masse volumique adoptée (voir 5.6);
- f) la porosité perméable ε_p du lit;
- g) l'équation utilisée pour le calcul de la surface spécifique;
- h) la valeur du coefficient de Kozeny-Carman, s'il est différent de 5,0 (voir 5.4);
- i) le résultat obtenu;
- j) le détail de tout phénomène susceptible d'avoir affecté le résultat obtenu;
- k) toutes les opérations non spécifiées dans la présente Norme internationale ou considérées comme facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10070:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4a0fb5aa-e506-4af0-ac09-db495d6a95f4/iso-10070-1991>

Annexe A (informative)

Exemples de méthodes de détermination de la perméabilité

A.1 Méthode de Lea et Nurse (voir figure A.1)

Dans cette méthode, on fait passer un débit permanent d'air sec d'abord dans le lit de poudre puis sur la résistance capillaire fixe d'un débitmètre ouvert sur l'atmosphère. La perte de charge Δp à travers le lit est mesurée au manomètre (indication h_1) et le débit q est mesuré par le débitmètre à capillaire (indication h_2). La relation entre le débit q et l'indication h_2 du manomètre se détermine par un étalonnage approprié. Dans le cas considéré, l'indication donnée par l'instrument est absolue, tous les facteurs de l'équation (A.1) étant soit connus, soit mesurés:

$$S_w^2 = \frac{\varepsilon_p^3 C_1 h_1 A}{5,0 (1 - \varepsilon_p)^2 C_2 h_2 \eta L \rho_e^2} \quad \dots (A.1)$$

où

C_1 est le coefficient d'étalonnage du manomètre mesurant la perte de charge ($\Delta p = C_1 h_1$);

C_2 est le coefficient d'étalonnage du débitmètre à capillaire ($q = C_2 h_2$);

les autres symboles sont définis au tableau 1.

Pour augmenter la précision de la détermination de la perméabilité, il est recommandé de régler le débit de façon à obtenir trois valeurs différentes de h_2 et trois relevés correspondants du manomètre h_1 . C'est la moyenne des trois rapports expérimentaux h_1/h_2 qui est utilisée dans l'équation (A.1).

NOTES

4 Pour contrôler l'uniformité du lit, il convient de répéter la détermination sur différentes quantités de poudre tassée à la même porosité ou sous la même force de compression. Si le lit est uniforme, les résultats seront les mêmes.

5 Lorsqu'on contrôle un nouveau type de poudre, il est recommandé de déterminer sa surface spécifique à poro-

sité décroissante. La plage de porosité sur laquelle se fait le contrôle standard est définie par la plage de porosité correspondant à une valeur quasi constante de la surface spécifique. En général, la porosité du lit doit être comprise entre 0,45 et 0,7.

6 Un rapport linéaire entre le débit et la perte de charge est le signe d'un écoulement non turbulent qui permet le recours à l'équation de Carman-Arnell (2) ou à l'équation de Kozeny-Carman (9).

7 Il est recommandé d'utiliser, de façon périodique, des poudres de référence certifiées pour vérifier la précision et le bon fonctionnement de l'instrument.

A.2 Méthode de Zhang Ruifu

A.2.1 La méthode met en œuvre un appareillage similaire à celui de Lea et Nurse, mais la perte de charge dans le lit de poudre, Δp , peut atteindre 20 000 N/mm². Par ailleurs, par simple détermination d'un diamètre équivalent apparent, D_K , à une valeur connue de ε_p , la méthode permet la mesure directe de divers types de valeurs de surface spécifique et de diamètre.

Pour tenir compte de la compressibilité de l'air, on réécrit la relation fondamentale de Carman-Arnell [(2) en 5.2] sous la forme

$$\Phi = \frac{\varepsilon_p}{K} \left[\frac{\varepsilon_p^2}{S_V^2 (1 - \varepsilon_p)^2} + \frac{\varepsilon_p}{S_V (1 - \varepsilon_p)} \times Z \lambda \right]$$

où, pour l'air à température ambiante:

Z est le coefficient d'écoulement moléculaire (égal à 3,4);

λ est le libre parcours moyen, exprimé en mètres, des molécules dans l'air, à la pression moyenne p du lit de poudre, soit:

$$\lambda = 0,097 \times 10^{-6} \times \frac{p_n}{p}$$

où p_n est la pression atmosphérique normale (101 300 N/m²).