

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10076

Première édition
1991-12-15

**Poudres métalliques — Détermination de la
distribution granulométrique par sédimentation
par gravité dans un liquide et mesure de
l'atténuation**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Metallic powders — Determination of particle size distribution by
gravitational sedimentation in a liquid and attenuation measurement*

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45b00d03-b93a-44bf-a06a-
e195f7be511f/iso-10076-1991](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45b00d03-b93a-44bf-a06a-e195f7be511f/iso-10076-1991)



Numéro de référence
ISO 10076:1991(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 10076 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*.

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

ITHE STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10076:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45b00d03-b93a-44bf-a06a-e19170e51118/ISO-10076-1991>

Introduction

La sédimentation, sous l'effet de la pesanteur d'une masse de particules initialement dispersées dans un liquide statique, constitue la base des techniques très répandues de détermination de la distribution granulométrique de ces particules. La taille des particules est déterminée à partir de la vitesse de sédimentation à l'aide de l'équation de Stokes. Le diamètre, ainsi déterminé, ou diamètre de Stokes, est le diamètre d'une sphère ayant même masse volumique et même vitesse en chute libre que la particule dans un fluide de même masse volumique et de même viscosité. La concentration des particules doit être faible pour que les interactions entre particules soient négligeables et le nombre de Reynolds doit également être faible pour que le régime d'écoulement soit essentiellement laminaire.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standardsite.com)

La surveillance de la concentration des particules à une profondeur connue sous la surface d'une suspension initialement homogène permet de calculer la distribution granulométrique en fonction de la surface ou de la masse mesurée.

La présente Norme internationale considère deux méthodes d'atténuation permettant de déterminer la concentration:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45b61a72-1a77-4bb6-b0e195f7be511f/iso-10076-1991>

- l'absorption d'un faisceau lumineux;
- l'absorption d'un faisceau de rayons X.

Bien qu'indirectes ces méthodes de sédimentation-atténuation sont fréquemment utilisées en métallurgie des poudres. Elles donnent des résultats reproductibles dans la mesure où l'on respecte des conditions précises de préparation de la suspension et de mesurage.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10076:1991

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/45b00d03-b93a-44bf-a06a-e195f7be511f/iso-10076-1991>

Poudres métalliques — Détermination de la distribution granulométrique par sédimentation par gravité dans un liquide et mesure de l'atténuation

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes de détermination de la distribution granulométrique des poudres métalliques par mesure de l'atténuation d'un faisceau électromagnétique traversant une suspension de particules en sédimentation dans un liquide sous l'effet de la pesanteur.

Ces méthodes ne sont utilisables que lorsque l'équation de Stokes est applicable, c'est-à-dire pour un écoulement laminaire correspondant à un nombre de Reynolds inférieur à 0,25, et lorsque la sédimentation des particules n'est pas perturbée par un mouvement brownien. Elles sont donc utilisables pour toutes les poudres métalliques, y compris les poudres pour métaux durs, qui contiennent des particules de taille comprise entre 1 µm et 100 µm. Elles ne doivent toutefois pas être utilisées

- a) sauf accord spécial pour les poudres contenant des particules s'écartant trop de l'équiaxialité, du type flocons ou fibres;
- b) pour les mélanges de poudres;
- c) pour les poudres contenant des lubrifiants ou des liants;
- d) pour les poudres qui ne peuvent être dispersées dans un liquide.

De ces prescriptions découlent une limite inférieure et une limite supérieure de détermination de la taille des particules par une méthode de sédimentation (voir 5.1).

Si la particule la plus grosse de l'échantillon dépasse cette limite, pour respecter les conditions ci-dessus, il faut augmenter la viscosité du liquide.

La loi de Stokes demeure théoriquement valable jusqu'à une concentration initiale de 0,5 % (V/V) de

la poudre dans le liquide. Dans certains cas, des concentrations supérieures, pouvant aller jusqu'à 1 % (V/V), peuvent continuer à donner des résultats corrects, mais elles nécessitent pour chaque matériau un contrôle de validité.

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*.

3 Définitions

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

3.1 diamètre de Stokes: Diamètre d'une sphère ayant même masse volumique et même vitesse en chute libre que la particule dans un fluide de même masse volumique et de même viscosité.

3.2 masse volumique effective: Rapport de la masse d'une poudre à son volume mesuré par pycnométrie.

3.3 hauteur de sédimentation: Distance verticale entre la surface de la suspension et le niveau où est mesurée la concentration.

3.4 passant cumulé en masse: Masse de toutes les particules dont le diamètre de Stokes est inférieur à un diamètre donné. S'exprime en pourcentage de la masse totale de particules.

3.5 fraction massique: Masse de toutes les particules dont le diamètre de Stokes se situe entre deux

diamètres donnés. Cette fraction s'exprime en pourcentage de la masse totale des particules.

3.6 intensité à blanc: Intensité du faisceau émergent après passage dans le liquide clair de la cuve de sédimentation.

3.7 intensité de la suspension: Intensité du faisceau émergent pendant la sédimentation.

4 Symboles

Tableau 1 — Signification des symboles utilisés dans le texte

Symbole	Désignation	Unité	Observations
<i>Système de sédimentation</i>			
g	Accélération due à la pesanteur	m/s ²	$g = 9,81 \text{ m/s}^2$
L	Longueur d'absorption	m	Longueur du parcours du faisceau de lumière ou de rayons X à travers la suspension
h	Hauteur de sédimentation	m	
c_0	Concentration initiale	kg/m ³	
c	Concentration	kg/m ³	
ρ_l	Masse volumique du liquide	kg/m ³	
ρ_p	Masse volumique effective de la poudre	kg/m ³	
η	Viscosité du liquide	$\frac{\text{N} \cdot \text{s}}{\text{m}^2}$	
<i>Mesurage</i>			
I_0	Intensité à blanc		
I	Intensité de la suspension		
D	Densité optique		$D = \log_{10} \left(\frac{I_0}{I} \right)$
K_m	Coefficient d'extinction		
A_w	Surface massique projetée des particules orientées de façon aléatoire	m ² /kg	
S_w	Surface spécifique massique de la poudre	m ² /kg	
μ_a	Coefficient d'absorption massique des atomes présents dans la poudre		
t	Temps de sédimentation	s	
d_{st}	Diamètre de Stokes	m	
ΔM	Masse des particules de tailles comprises entre deux diamètres donnés	kg	
q	Fraction, en masse	%	$q = \frac{\Delta M}{\sum_{d=0}^{d=d_m} \Delta M} \times 100$
Q	Passant cumulé en masse	%	$Q = \frac{\sum_{d=0}^{d=d_{st}} \Delta M}{\sum_{d=0}^{d=d_m} \Delta M} \times 100$
d_m	Diamètre de Stokes de la plus grosse particule en suspension	m	

5 Principe

On dirige sur une poudre en suspension dans un liquide, à une profondeur connue h sous la surface, un faisceau horizontal de rayons lumineux ou de rayons X parallèles (voir figure 1).

La suspension est supposée initialement homogène et de concentration C_0 à l'instant $t=0$. On laisse alors les particules sédimenter sous l'effet de la pesanteur. Au début, le nombre de particules sortant du faisceau par le bas est compensé par le nombre de particules y entrant par le haut et n'enregistre aucune variation de la concentration. Dès que la plus grosse particule en suspension (diamètre d_m) provenant de la surface a franchi le plan de mesure, plus aucune particule similaire ne vient le remplacer au niveau de mesure et la concentration à ce niveau commence alors à décroître. Par suite, la concentration c en particules présentes à la profondeur h , à l'instant t , est la concentration en particules de diamètre inférieur à d_{st} , d_{st} étant donné par l'équation de Stokes rapportant le diamètre d_{st} à la vitesse en régime stationnaire $V = h/t$

$$d_{st} = \sqrt{\frac{18\eta h}{(\rho_e - \rho_l)gt}} \quad (1)$$

Le mécanisme d'atténuation du faisceau est différent pour la lumière visible et pour les rayons X. Dans le cas de l'occultation du faisceau lumineux, on observe une relation indirecte entre l'aire de la poudre et la densité optique. Dans le cas d'absorption rayons X, la concentration mesurée est directement proportionnelle au passant cumulé en masse Q .

5.1 Limite dimensionnelle

Le nombre de Reynolds se définit par

$$R_e = \frac{\rho_l v d_{st}}{\eta} \quad \dots (2)$$

En combinant les équations (1) et (2) et en appliquant la condition $R_e < 0,25$ on obtient la dimension limite

$$(d_{st})_{max} = \sqrt[3]{\frac{4,5\eta^2}{\rho_l g(\rho_e - \rho_l)}}$$

Ainsi, pour du bronze ($\rho_e = 8\,900 \text{ kg/m}^3$) en sédimentation dans l'eau ($\eta = 0,001 \text{ N}\cdot\text{s/m}^2$; $\rho_l = 1\,000 \text{ kg/m}^3$), la limite dimensionnelle supérieure est d'environ $40 \mu\text{m}$.

Le déplacement moyen des particules submicroniques, animées d'un mouvement brownien, dépasse souvent la distance de sédimentation. Les particules fines nécessitent, en outre, un temps de sédimentation très long ou une très faible hauteur de chute. Le premier phénomène pose des problèmes d'ordre pratique et le second entraîne une faible résolution de la courbe de distribution granulométrique. C'est la raison pour laquelle la sédimentation, sous l'effet de la pesanteur, n'est recommandée que jusqu'à un diamètre minimal de $0,5 \mu\text{m}$ pour le bronze et le fer par exemple, et à $1 \mu\text{m}$ pour les métaux de masse volumique plus faible.

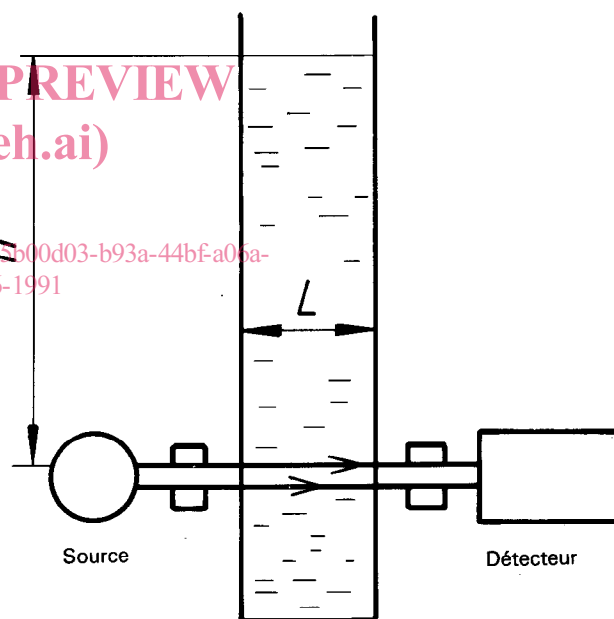


Figure 1 — Disposition générale de l'appareil de sédimentation

5.2 Masse volumique des particules

Si les particules sont poreuses ou spongieuses, il est difficile de définir correctement leur masse volumique effective en cours de sédimentation. Les pores ouverts peuvent être partiellement remplis de liquide, tandis que les pores fermés sont vides et que la masse volumique de la particule ρ_e entrant dans l'équation de Stokes est inférieure à la masse volumique du solide.

Il convient dans ce cas d'avoir recours à une mesure de la masse volumique par pycnométrie dans un liquide approprié, qui donnera une valeur plus proche de la valeur effective que de la valeur supposée de la masse volumique de solide.

Dans tous les cas de figure, il convient d'indiquer la valeur de la masse volumique utilisée pour le calcul du diamètre de Stokes.

5.3 Absorption de la lumière (photosédimentation)

Par hypothèse simplificative, on admettra que l'absorption de la lumière par une suspension suit la loi de Lambert-Beer, à savoir:

$$\ln(I_0/I) = A_w c L K_m \quad \dots (3)$$

Cette loi suppose, en règle générale, que

- les particules sont opaques et de forme convexe (pour qu'elles remplissent la condition théorique que leur aire extérieure est égale au quadruple de leur aire projetée);
- la densité optique initiale est inférieure à 0,7 (si l'on veut obtenir une bonne résolution);
- le coefficient d'extinction est constant (habituellement K_m est pris égal à 1).

On peut alors réécrire l'équation (3) sous la forme

$$\begin{aligned} \ln(I_0/I) &= S_w c L K_m / 4 \quad \dots (4) \\ &= S_w c L / 4 \quad \text{si } K_m = 1 \end{aligned}$$

Il y a lieu de noter que les hypothèses ci-dessus ne sont pas valables, du fait que K_m dépend de la taille des particules, de la distribution granulométrique et de la capacité des particules à transmettre la lumière. L'atténuation n'est donc pas directement proportionnelle à S_w et ces méthodes ne sont utilisables que pour comparer des poudres similaires. K_m dépend aussi de la géométrie optique du faisceau lumineux et il faut donc spécifier quel instrument l'on utilise.

La densité optique mesurée est proportionnelle au passant cumulé de particules par surface. Elle peut être convertie en distribution en masse par le calcul

si l'on utilise l'équation (4) ou par intégration (voir les exemples en annexe A, A.1).

L'équation (4) peut être utilisée pour déterminer la densité optique D :

$$D = 0,434 \times \frac{A}{4s} \quad \text{ou } D = \alpha A \quad \dots (5)$$

où

A est la surface de toutes les particules présentes dans le volume délimité par le faisceau lumineux de section s ;

α est une constante de proportionnalité.

Considérons maintenant le changement d'état de la suspension au niveau du faisceau pendant un court intervalle de temps $\Delta t = t_2 - t_1$, t_1 et t_2 correspondant, selon l'équation (1), aux diamètres de Stokes d_1 et d_2 . Entre les temps t_1 et t_2 , les particules appartenant à la fraction limitée par les diamètres d_1 et d_2 , ont disparu de la zone du faisceau. Leur masse est ΔM , par définition. L'aire de toutes les particules présentes dans le faisceau a décru de ΔA (qui est l'aire des particules ayant disparu à ce niveau) soit:

$$\begin{aligned} \Delta A &= S_{1-2} \times \Delta M \quad \dots (6) \\ &= \frac{6}{\rho_e \bar{d}} \times \Delta M \end{aligned}$$

où S_{1-2} est la surface spécifique massique de cette fraction granulométrique supposée avoir un diamètre moyen de Stokes \bar{d} , donné par

$$\bar{d} = \frac{d_1 + d_2}{2} = \frac{6}{\rho_e S_{1-2}}$$

En remaniant l'équation (6), on obtient

$$\Delta M = \frac{\rho_e}{6} \bar{d} \Delta A$$

Il résulte de l'équation (5) que la variation de densité optique mesurée est

$$\Delta D = \alpha \times \Delta A$$

Enfin, l'équation à utiliser pour faire les calculs de répartition de masse pour chaque intervalle granulométrique d_1 à d_2 est la suivante:

$$\Delta M = \beta \bar{d} \Delta D \quad \dots (7)$$

où β est une constante.

5.4 Absorption des rayons X (sédimentation X)

Dans ce cas, avec un spectre continu de rayonnement X, l'absorption est proportionnelle à la masse de poudre dans le faisceau:

$$\ln \left(\frac{I_0}{I} \right) = \mu_a cL$$

La concentration est directement proportionnelle au passant cumulé en masse:

$$\frac{Q}{100} = \frac{c}{c_0}$$

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de l'échantillon pour essai

La poudre à mesurer est prise telle que livrée et échantillonnée selon les prescriptions de l'ISO 3954. Sauf accord entre les parties, il ne faut procéder à aucune désagglomération, aucun broyage ni aucun traitement de la poudre. En cas d'accord, établir un descriptif détaillé de l'opération ou donner les références du traitement effectué. L'annexe B donne, à titre d'exemple, des descriptifs de plusieurs méthodes de désagglomération de l'échantillon.

Si la poudre à essayer contient une portion appréciable de grosses particules (c'est-à-dire de diamètre supérieur à 100 µm), tamiser ces particules avant l'essai de sédimentation. Noter cette opération dans le rapport d'essai.

6.2 Préparation de la suspension

6.2.1 Choix du liquide de suspension

Le liquide utilisé pour faire la suspension doit remplir les conditions suivantes:

- avoir une masse volumique inférieure à celle du solide;
- ne pas dissoudre le solide ou réagir à son contact;
- mouiller le solide et l'empêcher de s'agglomérer;
- avoir une viscosité telle que l'analyse ne prenne pas trop de temps et que les grosses particules ne sédimentent pas trop rapidement (voir 7.1).

Il est fréquent qu'un liquide pur ne donne pas une bonne dispersion de particules. Dans ce cas, on utilisera un agent dispersant ou mouillant, dissous dans le liquide ou incorporé à la poudre.

L'annexe C donne, à titre d'exemple, une liste de liquides de suspension et d'agents dispersants. L'aptitude à l'emploi des produits doit être vérifiée de la manière indiquée en 6.2.2.

6.2.2 Contrôle de la dispersion

Diverses méthodes sont utilisables pour vérifier l'absence d'agglomérats dans une suspension.

6.2.2.1 Examen au microscope

Une goutte de la suspension préparée est déposée sur la lame de verre d'un microscope recouverte très soigneusement par une lamelle. L'examen de la préparation sous un grossissement approprié permet de voir si les particules sont complètement séparées et forment une bonne dispersion ou, au contraire, si elles sont rassemblées en chaînes ou en grappes.

6.2.2.2 Sédimentation qualitative

Laisser reposer la suspension. Une suspension correctement dispersée sédimente moins rapidement qu'une suspension qui flocule et ne présente pas de frontière bien nette entre le liquide devenu limpide et la couche toujours trouble au fur et à mesure de la sédimentation. Le sédiment obtenu est rigide, compact et de volume minimal.

6.2.2.3 Sédimentation quantitative avec mesurage photométrique

Procéder aux mesures d'atténuation immédiatement après l'agitation en utilisant différents liquides de suspension, mais avec la même concentration en poudre. Une valeur maximale de densité optique indique une dispersion optimale.

6.2.2.4 Sédimentation quantitative avec absorption des rayons X

Procéder à des essais quantitatifs avec différents liquides de suspension et différentes concentrations en partant, par exemple, d'une concentration faible de 0,1 % (V/V). Le meilleur système est celui qui donne la plus grande proportion de fines.

6.2.3 Préparation de la suspension

6.2.3.1 La masse volumique et la viscosité du liquide à la température d'essai doivent être connues ou mesurées.

Préparer la suspension à la concentration choisie en partant d'une prise d'essai pesée, ou bien d'ajouter lentement le liquide de suspension à la poudre, travailler jusqu'à obtenir la consistance d'une pâte puis diluer le tout pour obtenir la suspension. Si le liquide de suspension ne mouille pas rapidement la poudre, ajouter une goutte d'agent mouillant à la prise d'essai sèche. Compléter au volume approprié.