

NORME
INTERNATIONALE

ISO
13944

Première édition
1996-12-15

**Mélanges de poudres métalliques
lubrifiées — Détermination de la teneur en
lubrifiant — Méthode d'extraction au
Soxhlet, modifiée**
(standards.iteh.ai)

*Lubricated metal powder mixes — Determination of lubricant content —
Modified Soxhlet extraction method*
<https://standards.iteh.ai/en/ISO-13944-1996/4af1-89ac-9479c041c06b/iso-13944-1996>



Numéro de référence
ISO 13944:1996(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 13944 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*, sous-comité SC 2, *Échantillonnage et méthodes d'essais des poudres (y compris les poudres pour métaux-durs)*.

Cette première édition annule et remplace l'ISO 4495:1978, dont elle constitue une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13944:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f78c0e3-4854-4af1-89ae-9479c041c06b/iso-13944-1996>

© ISO 1996

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Mélanges de poudres métalliques lubrifiées — Détermination de la teneur en lubrifiant — Méthode d'extraction au Soxhlet, modifiée

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la teneur en lubrifiant des mélanges de poudres. La méthode est également applicable dans les cas où le dosage d'un élément donné, par exemple carbone et oxygène, est rendu difficile par la présence d'un lubrifiant.

La présente méthode est applicable à condition que l'on dispose d'un solvant approprié au lubrifiant concerné.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Principe

Extraction du lubrifiant à partir d'une prise d'essai de masse déterminée, au moyen d'un solvant approprié. Détermination de la masse de la prise d'essai après extraction et calcul de la perte de masse en pourcentage, représentant le lubrifiant extrait. Le résidu de la prise d'essai après extraction peut ensuite être utilisé pour doser d'autres constituants, selon des méthodes normales, sans interférence du lubrifiant.

3 Appareillage et produits

3.1 Balance analytique, permettant de peser à 1 mg près, le creuset filtrant en verre (voir 3.2.3), avec la prise d'essai.

3.2 Appareil de Soxhlet, tel que représenté à la figure 1, avec des rodages non graissés, comportant les éléments suivants:

3.2.1 Réfrigérant à boules d'Allihn.

3.2.2 Tube extracteur de Soxhlet, entre 150 ml à 200 ml de capacité.

3.2.3 Creuset filtrant en verre fritté (de porosité P 160¹⁾), **papier filtre** (caractérisé par une vitesse de filtration de 1 000 ml/min), **laine de verre** et **longueur de tube en verre** d'environ 30 mm de diamètre, suffisante pour l'étape décrite en 5.3.

Lorsque la teneur en lubrifiant à déterminer est inférieure à 0,5 %, tous ces éléments doivent être nettoyés avec le solvant (3.3) avant utilisation.

1) Comme défini dans l'ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation*.

3.2.4 Ballon à fond rond, de 500 ml de capacité, contenant un élément homogénéisant l'ébullition.

3.2.5 Chauffe-ballon, de puissance suffisante pour évaporer le solvant à une vitesse d'au moins 25 ml/min.

3.3 Solvant organique, approprié à l'extraction du lubrifiant considéré. Des exemples de tels solvants sont: xylène, toluène et éther de pétrole.

AVERTISSEMENT — Il est dangereux de respirer les vapeurs de certains solvants organiques tels que le toluène.

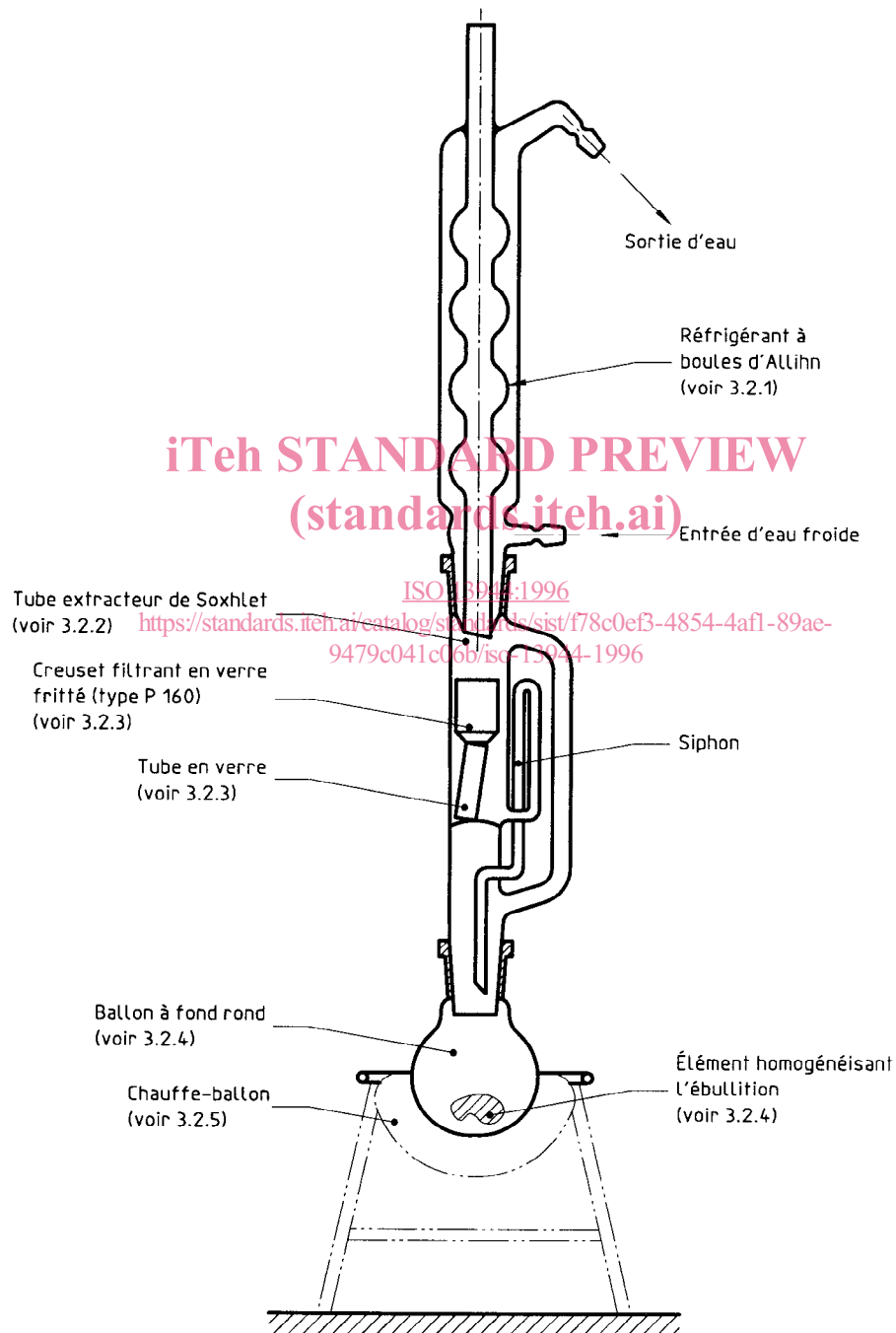


Figure 1 — Appareil de Soxhlet (3.2)

4 Prises d'essai

- 4.1** Le dosage doit être effectué sur deux prises d'essai.
- 4.2** En général, les prises d'essai doivent être prélevées sur la poudre en l'état où elle a été reçue.
- 4.3** La masse de chaque prise d'essai doit être d'environ 50 g si la teneur en lubrifiant est inférieure ou égale à 2 %, elle doit être d'environ 25 g si la teneur en lubrifiant est supérieure à 2 %.

5 Mode opératoire

- 5.1** Peser ensemble le creuset filtrant en verre avec un papier filtre et un tampon de laine de verre, à 1 mg près (m_1).
- 5.2** Déposer la prise d'essai sur le papier filtre, au fond du creuset filtrant et recouvrir d'un tampon de laine de verre. Peser le creuset avec le papier filtre, la prise d'essai et le tampon de laine de verre, à 1 mg près (m_2).
- 5.3** Placer le creuset et son contenu dans le tube extracteur de Soxhlet en utilisant une longueur de tube en verre pour amener le bord supérieur du creuset au niveau de la plus haute courbure du siphon.
- 5.4** Verser environ 300 ml de solvant dans le ballon à fond rond et raccorder ce dernier au tube extracteur de Soxhlet (voir figure 1).
- 5.5** Chauffer le solvant jusqu'au point d'ébullition. Il est recommandé d'effectuer un essai préliminaire pour un type donné de poudre et de solvant, afin de déterminer la durée minimale nécessaire pour obtenir une extraction complète. En général, cette durée est inférieure à 30 min. L'extraction d'une poudre contenant 0,8 % de stéarate de zinc, avec le toluène comme solvant pendant 10 min à 20 min, correspondant à la fin du cycle d'extraction, s'est avérée suffisante. La durée déterminée lors de l'essai préliminaire est valable pour tous les essais qui seront réalisés ultérieurement avec la même combinaison poudre et solvant.
- 5.6** Une fois l'extraction terminée, retirer le creuset et son contenu de l'appareil de Soxhlet et sécher par aspiration sur entonnoir de Büchner. Remplir ensuite le creuset avec du solvant frais et sécher de nouveau par aspiration. Pour effectuer un dernier rinçage, remplir le creuset d'éther diéthylique (s'assurer que la température du creuset et de son contenu est inférieure à 30 °C pour éviter l'inflammation) et sécher par aspiration. Laisser s'évaporer les éventuels résidus d'éther pendant environ 15 min pour éviter l'inflammation lors de l'introduction du creuset dans l'étuve où il sera maintenu à 110 °C pendant 30 min.
- 5.7** Après refroidissement dans un dessiccateur, peser le creuset et son contenu à 1 mg près (m_3).
- 5.8** Les prises d'essai peuvent être prélevées sur la poudre restant après l'extraction au moyen d'une spatule pour déterminer la teneur en d'autres constituants du mélange (par exemple, le carbone au moyen d'un analyseur de carbone ou l'oxygène par l'une des méthodes décrites dans les différentes parties de l'ISO 4491).

6 Expression des résultats

- 6.1** La teneur en lubrifiant, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

- m_1 est la masse, en grammes, du creuset avec le papier filtre et le tampon de laine de verre;
- m_2 est la masse, en grammes, du creuset avec le papier filtre, le tampon de laine de verre et la prise d'essai;
- m_3 est la masse, en grammes, du creuset et de son contenu, après extraction.

6.2 La différence maximale admissible entre les résultats des deux déterminations ne doit pas dépasser 0,1 % (*m/m*). Si la différence dépasse 0,1 % (*m/m*), rejeter les résultats et répéter les deux déterminations avec de nouvelles prises d'essai.

6.3 Consigner la moyenne arithmétique des résultats des deux déterminations, en arrondissant la valeur obtenue à 0,05 % (*m/m*).

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) la référence à la présente Norme internationale;
- b) tous les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon soumis à l'essai;
- c) le solvant utilisé;
- d) la durée d'extraction;
- e) le résultat obtenu;
- f) les détails de toutes les opérations effectuées, non spécifiées dans la présente Norme internationale ou considérées comme facultatives;
- g) les détails relatifs à tout incident ayant pu influencer sur le résultat d'essai;
- h) la date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13944:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f78c0e3-4854-4af1-89ac-9479c041c06b/iso-13944-1996>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13944:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f78c0e3-4854-4af1-89ae-9479c041c06b/iso-13944-1996>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13944:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f78c0ef3-4854-4af1-89ae-9479c041c06b/iso-13944-1996>

ICS 77.160

Descripteurs: métallurgie des poudres, poudre métallique, mélange, analyse chimique, dosage, lubrifiant, méthode par extraction.

Prix basé sur 4 pages
