
**Poudres métalliques — Dosage de
l'oxygène par les méthodes de réduction —
Partie 3:
Oxygène réductible par l'hydrogène**

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

Part 3: Hydrogen-reducible oxygen

[ISO 4491-3:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406f18ac-f002-475a-8587-5767ee5b6498/iso-4491-3-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406f18ac-f002-475a-8587-5767ee5b6498/iso-4491-3-1997>



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 4491-3 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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 4491-3:1989), dont les articles 7 et 8 ont fait l'objet d'une révision technique.

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*

© ISO 1997

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

Internet central@iso.ch

X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=iso; s=central

Imprimé en Suisse

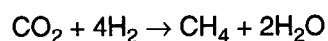
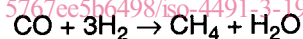
Introduction

La Norme internationale ISO 4993:1981, que la première édition de la présente partie de l'ISO 4491 (ISO 4491-3:1989) avait remplacée, décrivait un montage particulier d'appareils et un mode opératoire permettant le dosage de l'oxygène réductible par l'hydrogène. Il a été trouvé depuis que d'autres montages pouvaient également donner des résultats valables. C'est donc ceux-ci que décrit la présente partie de l'ISO 4491.

Le domaine d'application de la méthode a également été étendu aux poudres contenant du carbone.

Si la poudre contient du carbone, certains oxydes métalliques qui auraient pu autrement être réduits par l'oxygène, le sont par le carbone et donnent du monoxyde ou du dioxyde de carbone. Ces produits ne sont pas dosables par titrage au moyen du réactif de Karl Fischer qui est utilisé pour déterminer la quantité d'eau produite. On obtient donc un résultat trop faible pour la teneur en oxygène réductible par l'hydrogène.

Cette interférence est éliminée en faisant passer les gaz sortant du four à réduction sur un catalyseur qui convertit quantitativement le CO et le CO₂ ainsi formés en méthane et en eau, suivant les équations:



La réaction de conversion se produit à 380 °C sur catalyseur au nickel.

NOTE — Certains oxydes, qui n'auraient pas par ailleurs été réduits par l'hydrogène, peuvent être partiellement réduits par le carbone. Dans ce cas, il convient d'interpréter les résultats avec la plus extrême rigueur [voir ISO 4491-1:1989, paragraphe 4.1.2 d)].

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4491-3:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406f18ac-f002-475a-8587-5767ee5b6498/iso-4491-3-1997>

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

Partie 3: Oxygène réductible par l'hydrogène

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4491 prescrit une méthode pour le dosage de l'oxygène réductible par l'hydrogène dans les poudres métalliques contenant entre 0,05 % (m/m) et 3 % (m/m) d'oxygène.

La méthode est applicable aux poudres métalliques non alliées et partiellement ou complètement alliées, ainsi qu'aux mélanges de carbures et de métaux liants. Elle n'est pas applicable aux poudres contenant des lubrifiants ou des liants organiques.

La méthode peut être étendue aux poudres contenant du carbone par utilisation d'un dispositif catalytique spécial.

Ce document doit être lu conjointement avec l'ISO 760 et l'ISO 4491-1.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/400118ac-f002-475a-8587-5767ee5b6498/iso-4491-3-1997>

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 partie de l'ISO 4491. 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 partie de l'ISO 4491 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 760:1978, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (méthode générale)*.

ISO 4491-1:1989, *Poudres métalliques — Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction — Partie 1: Directives générales*.

3 Principe

Traitement préalable d'une prise d'essai par séchage dans l'azote ou l'argon sec à basse température (170 °C).

Réduction dans un courant d'hydrogène sec pur à une température donnée. Absorption, dans le méthanol, de l'eau formée par réaction des oxydes avec l'hydrogène. Titrage par le réactif de Karl Fischer, le point final étant déterminé soit visuellement grâce au changement de couleur, soit par voie électrométrique, avec deux électrodes indicatrices (point final de titrage biampérométrique).

Pour les poudres contenant du carbone, conversion du monoxyde et du dioxyde de carbone ainsi formés en méthane et en eau à 380 °C à l'aide d'un catalyseur au nickel.

4 Réactifs

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

AVERTISSEMENT — Le réactif de Karl Fischer contient quatre composants toxiques: l'iodure, le dioxyde de soufre, la pyridine et le méthanol. Il est important d'éviter tout contact direct et notamment par inhalation. En cas d'accident, rincer abondamment à l'eau.

4.1 Méthanol, anhydre.

4.2 Réactif de Karl Fischer, équivalent à 1 mg d'oxygène par millilitre.

Déterminer le titre du réactif de Karl Fischer par l'une des méthodes suivantes:

- a) Ajouter dans la fiole de titrage 20 mg à 30 mg d'eau pesés à 0,1 mg près.
- b) Ajouter 100 mg à 200 mg, pesés à 0,1 mg près, de tartrate de sodium à 2 molécules d'eau [matériau certifié contenant en théorie 15,66 % (*m/m*) d'eau, ce qui correspond à 13,92 % (*m/m*) d'oxygène], préalablement réduit en poudre fine et séché à masse constante à 105 °C ± 5 °C.
- c) Réaliser l'essai suivant la méthode décrite à l'article 7, en utilisant comme prise d'essai 100 mg à 200 mg de tartrate de sodium pur dihydraté, pesés à 0,1 mg près, mais en s'arrêtant à l'étape du séchage à 170 °C et du titrage ultérieur.

Voir l'ISO 760 pour le détail du mode opératoire d'étalonnage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.3 Hydrogène, ayant une teneur maximale en oxygène de 0,005 % (*m/m*) et un point de rosée ne dépassant pas – 45 °C.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406f18ac-f002-475a-8587-5767ee5b6498/iso-4491-3-1997>

4.4 Azote ou **argon**, ayant une teneur maximale en oxygène de 0,005 % (*m/m*) et un point de rosée ne dépassant pas – 45 °C.

4.5 Déshydratant, du type silicate de sodium aluminium anhydre en granulés, gel de silice activée ou perchlorate de magnésium.

5 Appareillage

NOTE — Les divers montages sont représentés respectivement à la figure 1, pour la méthode 1, et à la figure 2, pour la méthode 2.

5.1 Source d'hydrogène (A), dotée d'un réducteur de pression, d'un régulateur de débit et d'un débitmètre.

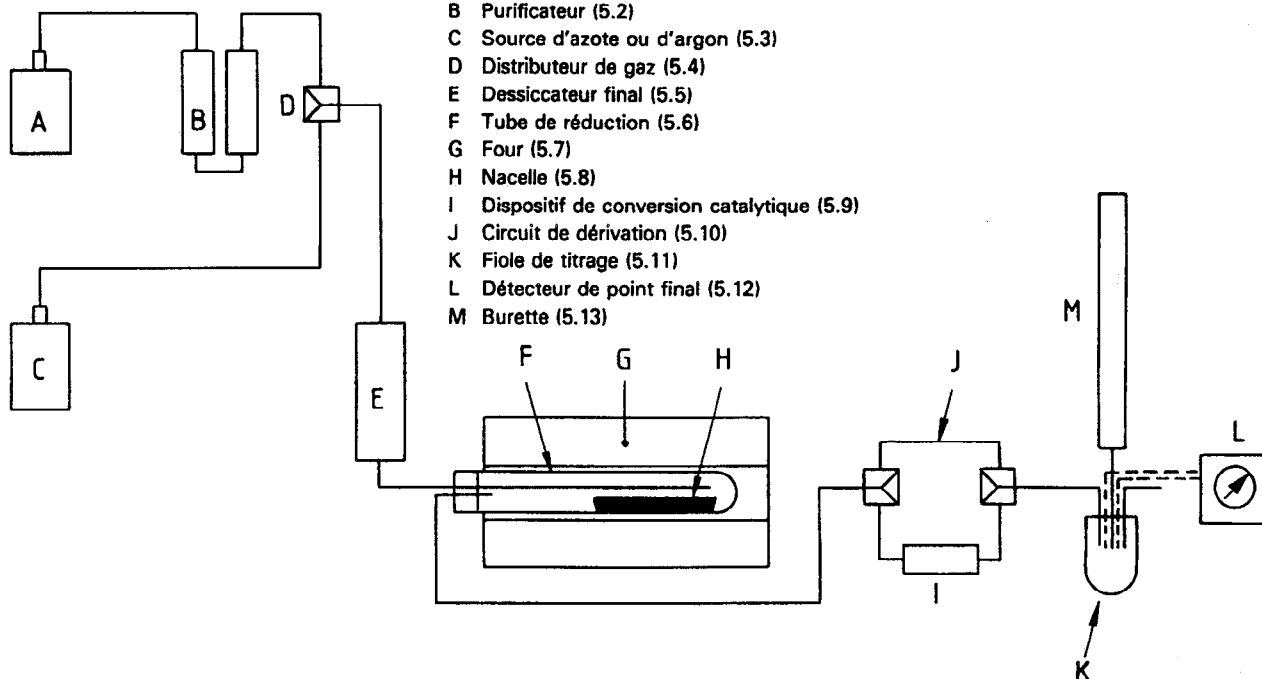
5.2 Purificateur d'hydrogène (B), contenant un désoxydant catalytique et un desséchant.

5.3 Source d'azote (ou d'argon) (C), dotée d'un réducteur de pression, d'un régulateur de débit et d'un débitmètre.

5.4 Distributeur de gaz (D).

Légende:

- A Source d'hydrogène (5.1)
- B Purificateur (5.2)
- C Source d'azote ou d'argon (5.3)
- D Distributeur de gaz (5.4)
- E Dessiccateur final (5.5)
- F Tube de réduction (5.6)
- G Four (5.7)
- H Nacelle (5.8)
- I Dispositif de conversion catalytique (5.9)
- J Circuit de dérivation (5.10)
- K Fiole de titrage (5.11)
- L Détecteur de point final (5.12)
- M Burette (5.13)



iTeh STANDARD PREVIEW
Figure 1 — Schéma de montage pour la méthode 1
 (standards.iteh.ai)

ISO 4491-3:1997

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406f18ac-f002-475a-8587-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406f18ac-f002-475a-8587-5767e5b6498/iso-4491-3-1997)

[5767e5b6498/iso-4491-3-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406f18ac-f002-475a-8587-5767e5b6498/iso-4491-3-1997)

Légende:

- A Source d'hydrogène (5.1)
- B Purificateur (5.2)
- C Source d'azote ou d'argon (5.3)
- D Distributeur de gaz (5.4)
- E Dessiccateur final (5.5)
- F Tube de réduction (5.6)
- G Four (5.7)
- H Nacelle (5.8)
- I Dispositif de conversion catalytique (5.9)
- J Circuit de dérivation (5.10)
- K Fiole de titrage (5.11)
- L Détecteur de point final (5.12)
- M Burette (5.13)

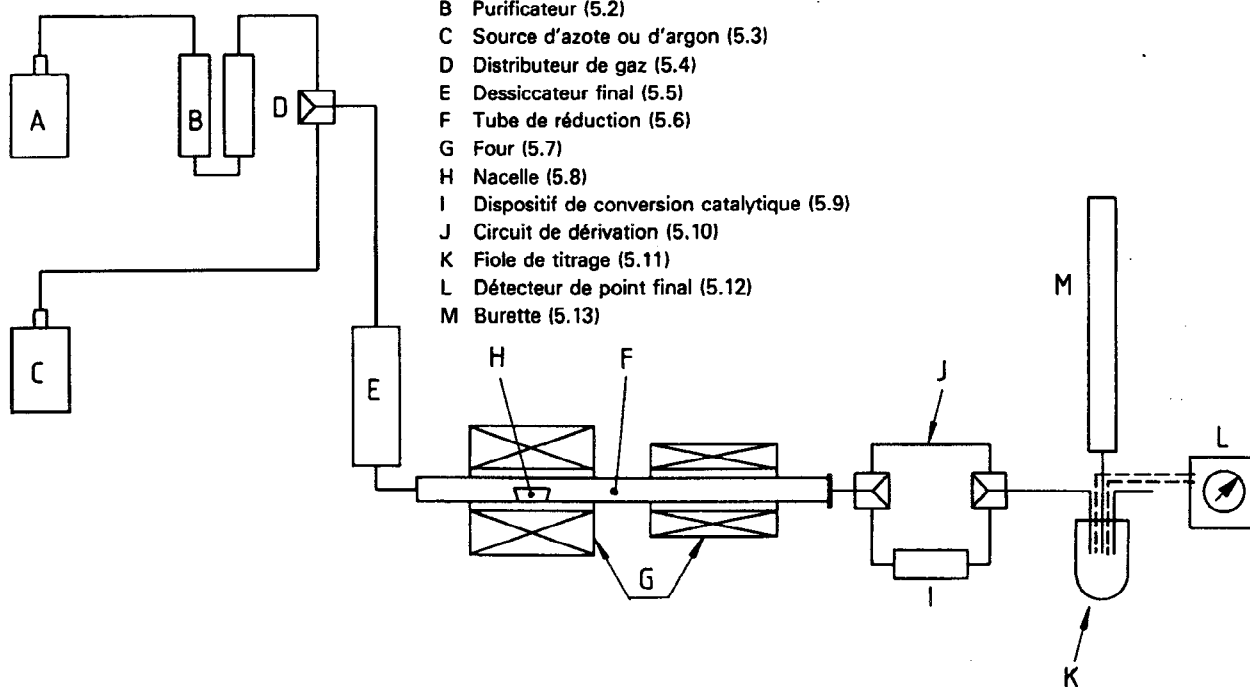


Figure 2 — Schéma de montage pour la méthode 2

5.5 Dessiccateur final (E), contenant l'un des déshydratants (4.5).

5.6 Tube de réduction (F), étanche au gaz, en quartz ou en matériau réfractaire (par exemple alumine dense), de l'un des types suivants:

- a) Tube fermé à une extrémité, d'un diamètre intérieur de 27 mm à 30 mm et d'une longueur d'environ 400 mm, renfermant deux plus petits tubes en quartz de 5 mm à 6 mm de diamètre et, respectivement, de 60 mm à 80 mm et 200 mm à 240 mm de longueur, disposés de la manière indiquée à la figure 3. Ce dispositif est placé dans le four de séchage, puis dans le four de réduction.
- b) Tube à extrémités ouvertes, d'environ 20 mm de diamètre intérieur, de 1 m de longueur, avec une arrivée et une sortie de gaz. Ce tube est placé en permanence dans les deux fours.

5.7 Deux fours (G), dont l'un sert à sécher la prise d'essai et l'autre à réduire les oxydes, équipés de thermostats maintenant la température de la partie du tube contenant la nacelle (5.8) dans les tolérances spécifiées.

NOTE — Si cela est possible, on peut utiliser un seul four combinant les deux fonctions.

5.8 Nacelle (H), de préférence en céramique à haute teneur en alumine, à surface polie, de taille suffisante pour n'être remplie qu'à moitié par la prise d'essai. La nacelle doit être conditionnée dans l'hydrogène à 900 °C à 1 100 °C pendant au moins 1 h et conservée dans un dessiccateur jusqu'à l'emploi.

iTeh STANDARD PREVIEW

5.9 Dispositif de conversion catalytique (I), comprenant un tube en verre rempli de catalyseur au nickel, et un four à thermostat capable de maintenir la température dans le tube en verre à 380 °C. Le catalyseur doit baigner en permanence dans l'hydrogène.

ISO 4491-3:1997

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406f18ac-f002-475a-8587-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406f18ac-f002-475a-8587-5767ee5b6498/iso-4491-3-1997)

[5767ee5b6498/iso-4491-3-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406f18ac-f002-475a-8587-5767ee5b6498/iso-4491-3-1997)

5.10 Circuit de dérivation (J), à utiliser lorsque le dispositif de conversion catalytique n'est pas nécessaire, pour éviter d'envoyer de l'air sur le catalyseur.

5.11 Fiole de titrage (K), de 200 ml à 300 ml de capacité, avec agitateur magnétique ou l'équivalent; si le point final doit être déterminé par électrométrie, la fiole présentera deux électrodes en platine.

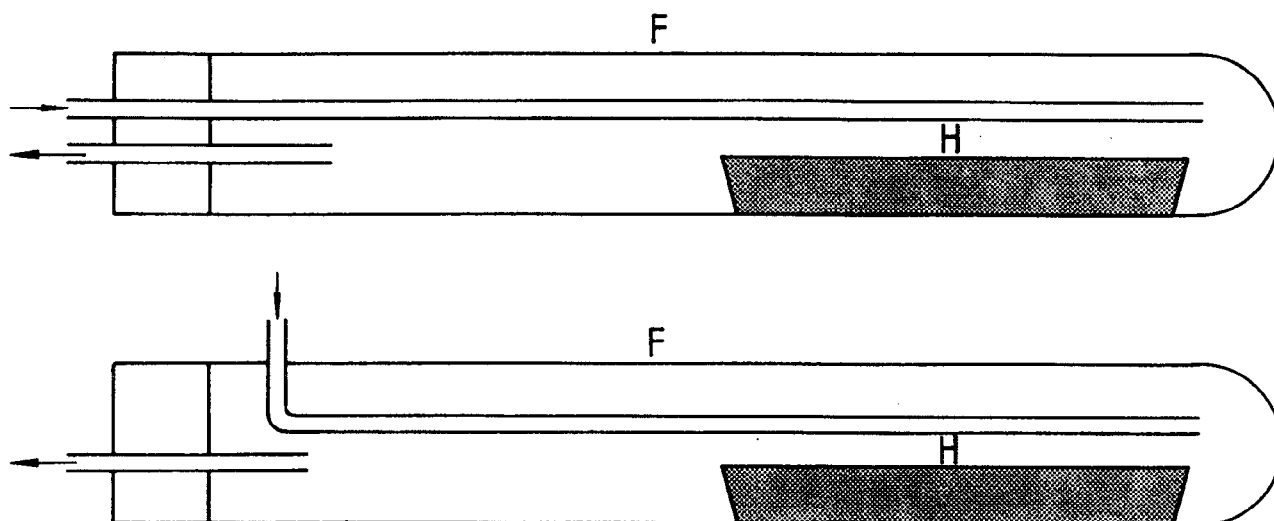
5.12 Détecteur de point final (L), seulement dans le cas d'une détection électrométrique du point final (voir figure 4).

5.13 Burette (M), de 25 ml de capacité, à pointe fine, graduée en divisions de 0,05 ml, protégée de l'humidité atmosphérique par un tube protecteur rempli d'un des produits déshydratants (4.5).

Il est possible d'utiliser des variantes du matériel indiqué en 5.11, 5.12 et 5.13 ou n'importe quel appareil de titrage de Karl Fischer du commerce, pourvu qu'ils respectent les exigences de l'ISO 760.

6 Échantillonnage

La poudre doit être essayée à l'état brut de réception.



Légende:

F Tube de réduction (5.6)

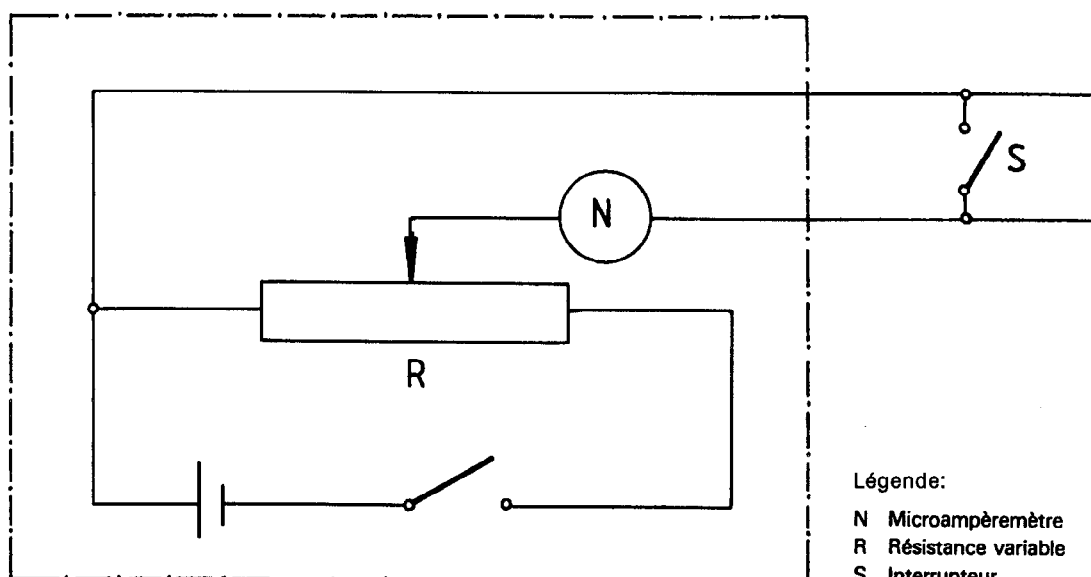
H Nacelle (5.8)

Figure 3 — Exemples de tubes de réduction

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4491-3:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/406f18ac-f002-475a-8587-5767ee5b6498/iso-4491-3-1997>



Légende:

N Microampèremètre

R Résistance variable

S Interrupteur

Figure 4 — Schéma de circuit d'un détecteur électrométrique de point final (voir 7.3.4)