NORME INTERNATIONALE

ISO 17172

Première édition 2014-02-01

Céramiques techniques — Détermination des propriétés de compaction des poudres céramiques

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of compaction properties of ceramic powders

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 17172:2014 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2bf63bb-6ee0-4577-99fb-aff00b3fdc45/iso-17172-2014



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 17172:2014 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2bf63bb-6ee0-4577-99fb-aff00b3fdc45/iso-17172-2014



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8 CH-1214 Vernier, Genève Tél.: +41 22 749 01 11 E-mail: copyright@iso.org Web: www.iso.org

Publié en Suisse

So	Sommaire			
Avant-propos				
1	Dom	naine d'application	1	
2	Réfé	rences normatives	1	
3	Prin	cipe	1	
4	Sym	boles et désignation	1	
5	Appa	areillage	1	
6	Écha	ntillonnage	2	
7	Mode opératoire		2	
	7.1	Quantité	2	
	7.2	Nettoyage de la matrice et des poinçons	2	
	7.3	Conditions d'essai de la poudre	2	
	7.4	Lubrification		
	7.5	Compaction et éjection		
	7.6	Pressions de compaction		
8	Expression des résultats			
	8.1	Calcul		
	8.2	Courbe de compaction	4	
9	Rap	port d'essai <mark>Teh STANDARD PREVIEW</mark>	4	
Bibl	iograpl	standards.iteh.ai)	8	

<u>ISO 17172:2014</u>

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2bf63bb-6ee0-4577-99fb-aff00b3fdc45/iso-17172-2014

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 206, *Céramiques techniques*.

Céramiques techniques — Détermination des propriétés de compaction des poudres céramiques

1 Domaine d'application

La présente Norme Internationale spécifie la méthode d'essai pour déterminer dans quelle mesure les poudres céramiques, granulées ou non, sont compactées lorsqu'elles sont soumises à une charge de compression uniaxiale dans une matrice de confinement, dans des conditions spécifiées.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO/IEC 17025, Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais

3 Principe iTeh STANDARD PREVIEW

Les poudres céramiques, granulées ou non, sont compactées uniaxialement dans une matrice de confinement par compression à double action (mode 1) ou par compression à simple action (mode 2). Les échantillons de poudres céramiques peuvent être comprimés soit sous une seule pression spécifiée soit sous une série de pressions spécifiées. La masse volumique apparente du comprimé de poudre céramique est déterminée après éjection de la matrice c2bf63bb-6ee0-4577-99fb-

La masse volumique obtenue dans le premier cas représente les propriétés de compaction de la poudre céramique à la pression spécifiée. Les masses volumiques obtenues dans le second cas sont utilisées pour tracer la courbe de compaction de la poudre céramique, qui représente graphiquement la masse volumique en fonction de la pression de compaction.

4 Symboles et désignation

Symbole	Désignation	Unité
$ ho_{ m a}$	Masse volumique apparente	g/cm ³
m	Masse du comprimé de poudre	g
V	Volume du comprimé de poudre	cm ³

Si la masse volumique apparente est mesurée pour une seule pression spécifiée, par exemple 100 MPa, le symbole devient $\rho_a(100)$.

5 Appareillage

5.1 Il convient que **la matrice cylindrique** soit constituée d'un matériau dur (de préférence de l'acier trempé ou du carbure de tungstène).

La matrice doit comporter deux poinçons, inférieur et supérieur, produisant des comprimés de poudre cylindriques et être du type flottant ou du type suspendu à un ressort (mode 1) ou du type stationnaire, avec un seul poinçon supérieur mobile (mode 2). La matrice doit pouvoir réaliser des comprimés de poudre cylindriques d'un diamètre compris entre 10 mm et 26 mm, avec un rapport de la hauteur

au diamètre compris entre 0,3 et 0,5 (mode 1), ou d'un diamètre compris entre 10 mm et 32 mm, avec un rapport de la hauteur au diamètre compris entre 0,15 et 0,25 (mode 2), selon les tolérances indiquées à la Figure 1. La partie supérieure de la matrice doit, de préférence, être conçue pour éviter toute détérioration du comprimé de poudre pendant l'éjection due au phénomène dit d'effet ressort. Il convient d'utiliser un cône d'éjection d'une hauteur de 5 mm, permettant d'augmenter le diamètre de 1 % environ à la partie supérieure de la matrice, conformément à la Figure 1.

- **5.2 Presse**, capable d'appliquer une force suffisante avec une précision de ±2 %.
- **5.3 Balance**, capable de peser au moins 10 g, avec une résolution de $\pm 0,001$ g.
- **5.4 Micromètre** ou autre dispositif approprié pour la mesure des dimensions des comprimés de poudre avec une résolution de ± 0.01 mm.

6 Échantillonnage

- **6.1** En règle générale, il convient de soumettre la poudre à essai dans l'état où elle se trouve à la réception. Dans certains cas, elle peut être séchée. Si la poudre doit être séchée, il convient de le faire à 110 °C ± 5 °C pendant au moins 24 h et de la laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur jusqu'à exécution de l'essai. Si la poudre contient des additifs organiques ou des substances volatiles, il convient de ne pas la sécher.
- 6.2 En cas de traitement (par exemple, séchage) de la poudre avant l'essai, celui-ci doit être consigné dans le rapport d'essai.

 (standards.iteh.ai)

7 Mode opératoire

ISO 17172:2014

https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2bf63bb-6ee0-4577-99fb-aff00b3fdc45/iso-17172-2014

7.1 Quantité

La quantité de l'échantillon d'essai doit être choisie pour obtenir le nombre requis de comprimés de poudre aux dimensions spécifiées en <u>5.1</u>. Trois comprimés de poudre doivent être comprimés par pression de compaction (voir <u>7.6</u>). Si nécessaire, il convient de réaliser des essais préliminaires afin de déterminer la quantité de poudre nécessaire pour satisfaire à cette exigence.

7.2 Nettoyage de la matrice et des poinçons

Essuyer l'intérieur de la matrice et les poinçons, par exemple à l'aide d'une serviette en papier propre et doux, imbibée d'un solvant approprié tel que l'acétone. Laisser le solvant s'évaporer.

7.3 Conditions d'essai de la poudre

- **7.3.1** Les poudres qui ne contiennent pas de lubrifiant doivent être compactées:
- a) soit dans une matrice sèche;
 - NOTE Un grippage et une usure excessive de la matrice peuvent se produire, notamment à des pressions de compaction élevées.
- b) soit dans une matrice aux parois lubrifiées (voir 7.4.2);
- c) soit dans une matrice sèche, après mélange d'un lubrifiant avec la poudre (voir 7.4.3);
- d) soit dans l'état où elles ont été reçues.
- **7.3.2** Les poudres qui contiennent un lubrifiant doivent être compactées dans une matrice sèche.

7.4 Lubrification

7.4.1 La lubrification des parois de la matrice ou de la poudre est susceptible de modifier les résultats de la compaction. De même et en fonction du type et de la quantité de lubrifiant ajoutée à la poudre, les résultats peuvent présenter de larges variations. Le rapport d'essai (voir <u>Article 9</u>) doit donc indiquer si une lubrification a été effectuée ou non et si elle a porté sur les parois de la matrice ou sur la poudre.

En cas de lubrification, appliquer l'une des deux méthodes suivantes (voir 7.4.2 et 7.4.3).

7.4.2 Pour lubrifier la paroi de la matrice, lui appliquer un mélange ou une solution de lubrifiant dans un liquide organique volatil, par exemple 20 g d'acide stéarique dans 980 g d'acétone. Après élimination de tout liquide en excès, faire évaporer la solution adhérant aux parois, en laissant une fine couche de lubrifiant.

Une autre méthode consiste à comprimer dans la matrice, avant l'essai, des sphères inertes (sphères de polyuréthanne, par exemple), revêtues de ce lubrifiant. Après le retrait du disque comprimé de matériau inerte, une fine couche de lubrifiant demeure sur les parois de la matrice.

7.4.3 Lubrifier la poudre à soumettre à essai en la mélangeant soigneusement avec une quantité de 0,1 % à 3,0 % en poids d'un lubrifiant solide adapté (du stéarate de zinc ou de l'acide stéarique, par exemple).

7.5 Compaction et éjection

iTeh STANDARD PREVIEW

- **7.5.1** Insérer le poinçon inférieur dans la matrice de manière à laisser dans cette dernière un volume libre suffisant pour contenir la poudre ceramique [voir Figure 2 (a)].
- **7.5.2** Verser la poudre dans la matrice jusqu'a0 atteindre une hauteur de remplissage uniforme [voir Figure 2(a)]. https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2bf63bb-6ee0-4577-99fb-aff00b3fdc45/iso-17172-2014
- **7.5.3** Essuyer la paroi de la matrice pour retirer la poudre qui a pu y adhérer pendant le remplissage de la matrice.
- **7.5.4** Insérer le poincon supérieur dans la matrice [voir Figure 2(b)].
- **7.5.5** Positionner la matrice et ses poinçons inférieur et supérieur entre les extrémités des plateaux de la presse. Appliquer puis relâcher une pression préliminaire. Cette pression doit être inférieure à la pression la plus faible appliquée lors de l'essai.

Appliquer la pression d'essai sélectionnée et la maintenir pendant au moins 10 s [voir Figure 2(c)].

La masse volumique apparente du comprimé de poudre dépend respectivement de la vitesse de déplacement du poinçon et de la vitesse d'augmentation de la force. Par conséquent, la vitesse de déplacement du poinçon ou la vitesse d'augmentation de la force doit être enregistrée dans le rapport d'essai.

- NOTE Compte tenu des différentes technologies de fabrication des presses (mode 1 et mode 2), il est difficile de spécifier une vitesse d'augmentation de la force ainsi que la vitesse de déplacement du poinçon. Au moins l'un de ces paramètres doit être mentionné sur le rapport d'essai.
- **7.5.6** Procéder lentement à la décompression (10 mm/min, par exemple), pour éviter de casser le comprimé de poudre.
- **7.5.7** Extraire le poinçon supérieur de la matrice.

7.5.8 Éjecter le comprimé de poudre en utilisant un mouvement relatif entre la matrice et le poinçon inférieur [voir Figure 2(d)]. Peser la masse du comprimé de poudre à 0,001 g près et mesurer les dimensions du comprimé de poudre à 0,01 mm près dans une plage temporelle comprise entre environ 10 s et 100 s après l'éjection.

NOTE L'effet ressort est un élément important du comportement de compaction. Cette valeur peut être calculée en utilisant le diamètre intérieur de la matrice et le diamètre extérieur mesuré du comprimé de poudre.

7.6 Pressions de compaction

Pour tracer la courbe de compaction de la poudre à différentes pressions, les pressions appliquées peuvent inclure 25 MPa, 50 MPa, 100 MPa et 200 MPa. Si les propriétés de compaction doivent être déterminées à une seule pression, il convient qu'il s'agisse de l'une des pressions indiquées ci-dessus.

8 Expression des résultats

8.1 Calcul

La masse volumique apparente du comprimé de poudre est donnée par la Formule (1):

$$\rho_a = m / V \tag{1}$$

Calculer la masse volumique apparente en g/cm³ à 0,01 g/cm³ près.

Exprimer les propriétés de compaction, pour une pression de compaction donnée, comme étant la moyenne des trois valeurs de la masse volumique apparente, obtenues à la pression spécifiée.

8.2 Courbe de compaction

<u>ISO 17172:2014</u>

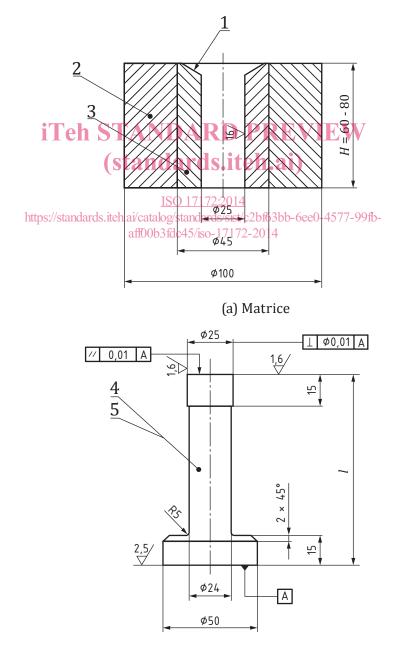
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2bf63bb-6ee0-4577-99fb-Tracer la courbe de compaction de la poudre passant par les points représentant la moyenne des déterminations de ρ_a , pour chacune des pressions spécifiées (la variation de la masse volumique apparente des comprimés de poudre en fonction de la pression de compression), comme représenté à la Figure 3.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit être conforme aux dispositions de l'ISO/IEC 17025 et doit comporter, le cas échéant, les informations suivantes:

- a) le nom de l'établissement qui effectue l'essai;
- b) la date de l'essai, l'identification et le numéro du rapport, l'opérateur et le signataire;
- c) la température et l'humidité relative en laboratoire;
- d) une référence à la présente Norme internationale (à savoir l'ISO 17172);
- e) tous les détails d'identification de la poudre céramique (type de matériau, fabricant, lot ou numéro de code);
- f) l'état de prétraitement de la poudre céramique granulée ou non;
- g) le type, la nature et la quantité de lubrifiant et de tous autres additifs organiques utilisés lors de l'essai, couvrant:
 - 1) la lubrification des parois de la matrice ou l'absence de lubrification;
 - 2) la lubrification de la poudre ou l'absence de lubrification (indiquer la manière dont le lubrifiant a été ajouté);

- 3) les autres additifs organiques;
- h) tous les détails d'identification de la presse (type, modèle) et de la matrice (diamètre intérieur, matériau);
- i) le mode de compression (mode 1 ou mode 2);
- j) les pressions de compaction;
- k) la vitesse de déplacement du poinçon (ou la vitesse d'augmentation de la force);
- l) les dimensions, la masse et la masse volumique apparente des comprimés de poudre;
- m) le résultat obtenu, y compris la courbe de compaction;
- n) les détails de tout événement qui aurait pu affecter le résultat;
- o) les commentaires sur l'essai ou les résultats d'essai.



(b) Poinçons supérieur et inférieur

ISO 17172:2014(F)

Légende

- 1 cône d'éjection (hauteur: 5 mm; augmentation du diamètre: env. 1 %)
- 2 frette
- 3 matériau dur
- 4 poinçon supérieur, l = H 10
- 5 poinçon inférieur, l = H + 35

Figure 1 — Exemple de matrice cylindrique et de poinçons

