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

*Lubricated metal-powder mixes — Determination of lubricant content —
Soxhlet extraction method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13944:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73239262-db6c-4285-a598-6a5b7fe80301/iso-13944-2012)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73239262-db6c-4285-a598-
6a5b7fe80301/iso-13944-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73239262-db6c-4285-a598-6a5b7fe80301/iso-13944-2012)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13944:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73239262-db6c-4285-a598-6a5b7fe80301/iso-13944-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée 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.

L'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 deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 13944:1996), qui a fait l'objet d'une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13944:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73239262-db6c-4285-a598-6a5b7fe80301/iso-13944-2012>

iTeh STANDARD PREVIEW **(standards.iteh.ai)**

ISO 13944:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73239262-db6c-4285-a598-6a5b7fe80301/iso-13944-2012>

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

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en lubrifiant d'un mélange de poudres. La méthode convient également à la préparation d'échantillons pour déterminer la teneur en autres composants, par exemple le graphite ou l'oxygène, dont le dosage est perturbé par la présence d'un lubrifiant.

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

2 Principe

Le lubrifiant est extrait d'une prise d'essai de masse déterminée, au moyen d'un solvant approprié. La masse de la prise d'essai est déterminée après extraction et la perte de masse en pourcentage représentant le lubrifiant extrait est calculée.

Le résidu de la prise d'essai après extraction peut ensuite être utilisé pour le dosage des autres composants, selon des méthodes normales, sans interaction du lubrifiant.

3 Appareillage et produits

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

ISO 13944:2012

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73239262-db6c-4285-a598-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73239262-db6c-4285-a598-6a5b7fe80301/iso-13944-2012)

3.2 Appareil de Soxhlet, représenté à la Figure 1, dont les joints ne sont pas graissés, constitué des éléments suivants.

3.2.1 Réfrigérant d'Allihn (à boules).

3.2.2 Tube extracteur de Soxhlet, d'une capacité de 150 ml à 200 ml.

3.2.3 Creuset filtrant en verre fritté (de porosité P 160¹⁾), **papier filtre** (ayant une vitesse de filtration de 1 000 ml/min), **laine de verre** et **tube en verre** d'environ 30 mm de diamètre, d'une longueur 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 du solvant organique (3.3) avant utilisation.

3.2.4 Ballon à fond rond, d'une capacité de 500 ml, 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 le xylène, le toluène et l'éther de pétrole.

3.4 Système automatisé pour la méthode d'extraction au Soxhlet, qui peut être utilisé comme solution de rechange pour l'essai, à la place du dispositif décrit en 3.2. Il convient que les principes de base du système automatisé soient les mêmes que ceux de l'appareil d'essai manuel décrit en 3.2.

1) Telle que définie dans l'ISO 4793, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation*.

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

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 % ou d'environ 25 g si la teneur en lubrifiant est supérieure à 2 %.

5 Mode opératoire

5.1 Peser ensemble, à 1 mg près (m_1), le creuset filtrant en verre avec un papier filtre et un tampon de laine de verre dans l'ouverture du creuset. Il est important de s'assurer que le papier filtre est sec. Il convient, si besoin, de sécher le papier filtre avant analyse pour éviter des erreurs causées par l'humidité.

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, à 1 mg près (m_2), le creuset avec le papier filtre, la prise d'essai et le tampon de laine de verre.

5.3 Placer le creuset et son contenu dans l'extracteur de Soxhlet en utilisant la longueur du 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 du solvant dans le ballon à fond rond, et raccorder ce dernier au tube extracteur de Soxhlet (voir Figure 1).

ISO 13944:2012

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73239262-db6c-4285-a598-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73239262-db6c-4285-a598-6a5b7fe80301/iso-13944-2012)

[6a5b7fe80301/iso-13944-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73239262-db6c-4285-a598-6a5b7fe80301/iso-13944-2012)

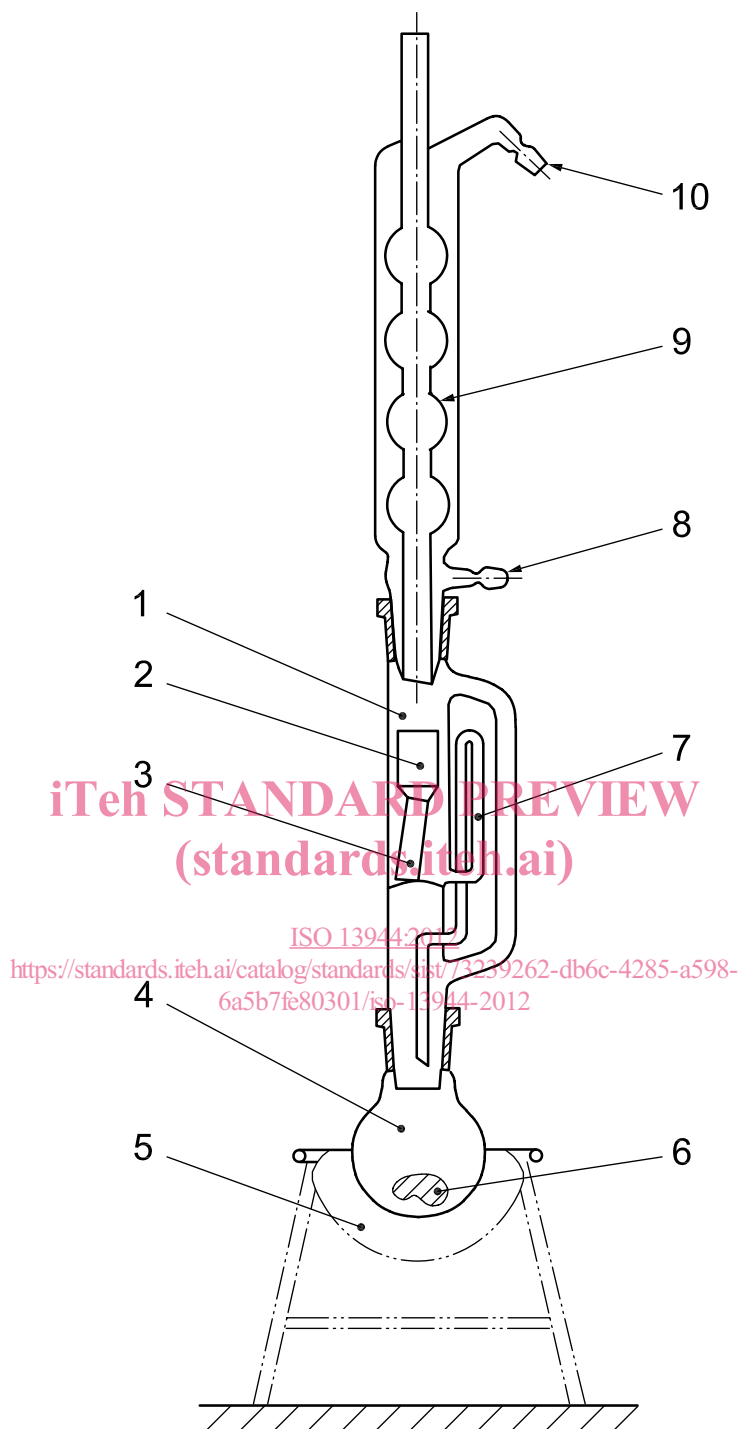
5.5 Chauffer le solvant jusqu'au point d'ébullition. Il est recommandé d'effectuer un essai préliminaire pour un type donné de poudre et de solvant, afin de déterminer la durée minimale nécessaire pour obtenir une extraction complète. En général, cette durée est inférieure à 30 min. Pour les poudres contenant 0,8 % de stéarate de zinc, et avec le toluène comme solvant, une extraction 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.

Au lieu d'effectuer un dernier rinçage, on peut sécher les échantillons à 125 °C pendant 30 min dans une atmosphère inerte.

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 au moyen d'une spatule dans la poudre restant après l'extraction pour déterminer la teneur des autres composants du mélange (par exemple le graphite, au moyen d'un analyseur de graphite, ou l'oxygène, par l'une des méthodes décrites dans les différentes parties de l'ISO 4491, *Poudres métalliques — Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction*). Avant de prélever une prise d'essai, l'échantillon restant doit être homogénéisé car il est possible que le mode opératoire d'extraction ait fractionné l'échantillon.



Légende

- | | | | |
|---|--|----|---|
| 1 | tube extracteur de Soxhlet (voir 3.2.2) | 6 | élément homogénéisant l'ébullition (voir 3.2.4) |
| 2 | creuset filtrant en verre fritté (type P 160) (voir 3.2.3) | 7 | siphon |
| 3 | tube en verre (voir 3.2.3) | 8 | entrée d'eau froide |
| 4 | ballon à fond rond (voir 3.2.4) | 9 | réfrigérant d'Allihn (à boules) (voir 3.2.1) |
| 5 | chauffe-ballon (voir 3.2.5) | 10 | sortie d'eau |

Figure 1 — Appareil de Soxhlet (3.2)

6 Expression des résultats

6.1 La teneur en lubrifiant, exprimée en fraction massique en pourcentage, 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 dosages doit être inférieure ou égale à 0,1 % (en fraction massique). Si la différence est supérieure à 0,1 % (en fraction massique), rejeter les résultats et répéter les deux dosages avec de nouvelles prises d'essai.

6.3 Consigner dans le rapport d'essai la moyenne arithmétique des deux dosages, arrondie à 0,05 % (en fraction massique) près.

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

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

iTeh STANDARD PREVIEW **(standards.iteh.ai)**

ISO 13944:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73239262-db6c-4285-a598-6a5b7fe80301/iso-13944-2012>