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

**Partie 4:
Oxygène total par réduction-extraction**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Metallic powders — Determination of oxygen content by reduction
methods —
(standards.iteh.ai)*
Part 4: Total oxygen by reduction-extraction

ISO 4491-4:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5Bd4682-41cb-4969-b82c-d8bcb8553b58/iso-4491-4-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4491-4:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53d4682-41cb-4969-b82c-d8bcb8553b58/iso-4491-4-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées 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 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

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Appareillage et matériaux	2
5 Prise d'essai	3
6 Mode opératoire	3
6.1 Généralités.....	3
6.2 Essai à blanc et étalonnage.....	4
6.3 Essai.....	4
7 Expression des résultats	4
7.1 Tolérances admissibles.....	4
7.2 Résultat final.....	4
8 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Exemples de conditions d'extraction de certaines poudres métalliques	6

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4491-4:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5Bd4682-41cb-4969-b82c-d8bcb8553b58/iso-4491-4-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5Bd4682-41cb-4969-b82c-d8bcb8553b58/iso-4491-4-2013>

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 4491-4 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 4491-4:1989), qui a fait l'objet d'une révision mineure.

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*

Introduction

Le dosage de l'oxygène présent dans les poudres métalliques est de la plus extrême importance dans de nombreux domaines de la métallurgie des poudres.

Les méthodes normalisées décrites dans l'ISO 4491-2 et l'ISO 4491-3 ne donnent pas la teneur totale en oxygène de l'échantillon. Certains composants contenant de l'oxygène ne sont en effet pas réduits par l'hydrogène.

Une méthode normalisée permettant de doser l'oxygène total est donc nécessaire. La méthode la plus fréquemment utilisée est la réduction-extraction. Elle peut être réalisée à l'aide de divers appareils disponibles dans le commerce fonctionnant suivant des principes différents d'extraction et de mesurage.

Il convient de souligner que les résultats d'analyse dépendent du type de matériel utilisé et des paramètres d'essai choisis. Toutefois, comme indiqué dans les [Articles 3 à 6](#), il est toujours possible, pour un type de poudre métallique particulier, d'optimiser les conditions d'essai afin d'obtenir des résultats reproductibles et précis, quel que soit l'appareil du commerce utilisé, à condition que celui-ci soit conçu pour soumettre à essai la poudre métallique étudiée.

Il n'est pas possible de normaliser un ou plusieurs appareils particuliers. Certains éléments de base du mode opératoire sont recommandés pour l'analyse des poudres métalliques (voir [Article 6](#)).

NOTE La méthode par réduction-extraction est également applicable à l'azote et certains appareils permettent le dosage simultané de l'oxygène et de l'azote. Cependant, le dosage de l'azote n'est pas couvert par la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4491-4:2013](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5Bd4682-41cb-4969-b82c-d8bcb8553b58/iso-4491-4-2013>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4491-4:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5Bd4682-41cb-4969-b82c-d8bc8553b58/iso-4491-4-2013>

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

Partie 4: Oxygène total par réduction-extraction

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 4491 spécifie une méthode de dosage de l'oxygène total présent dans les poudres métalliques. Cette méthode procède par réduction, puis extraction de l'échantillon à haute température.

Par accord, cette méthode peut également être appliquée au dosage de l'oxygène total dans les matériaux métalliques frittés.

La présente méthode est applicable à toutes les poudres de métaux, d'alliages, de carbures et de mélanges de ces composés non volatils dans les conditions de l'essai. L'échantillon peut se trouver à l'état de poudre ou de comprimé.

L'analyse est menée sur la poudre à l'état de livraison, mais la méthode n'est pas applicable si la poudre contient un lubrifiant ou un liant. Si de telles substances sont présentes, la méthode ne peut être utilisée que si ces substances peuvent être totalement éliminées au préalable par une méthode n'affectant pas la teneur de la poudre en oxygène.

La présente partie de l'ISO 4491 est prévue pour être utilisée conjointement avec l'ISO 4491-1.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/53d4682-41cb-4969-b82c-d8bcb8553b58/iso-4491-4-2013>

2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 4491-1, *Poudres métalliques — Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction — Partie 1: Directives générales*

3 Principe

Une prise d'essai de l'échantillon est chauffée dans un creuset en graphite à température élevée, soit sous vide soit dans un courant de gaz porteur inerte. L'oxygène contenu dans la prise d'essai est converti en oxydes de carbone. Ceux-ci sont extraits et complètement transformés en monoxyde de carbone ou en dioxyde de carbone; ces gaz sont alors dosés par une méthode convenable d'analyse des gaz.

Les principes et les conditions de réduction des méthodes de dosage de l'oxygène total généralement employés sont les suivants:

- a) Environnement dans la chambre de réaction:
 - vide, ou
 - courant de gaz inerte (azote, argon, hélium).
- b) Creuset en graphite:
 - individuel, utilisable une seule fois pour une seule prise d'essai, ou

- à usage cumulatif, le même creuset recevant successivement un certain nombre de prises d'essai, chacune étant analysée séparément.
- c) Milieu de réaction:
- à sec: seule la prise d'essai est versée dans le creuset en graphite et la réduction s'effectue à l'état solide si le métal analysé ne fond pas, ou
 - en bain de métal: pour accélérer la réduction de certains métaux, il est conseillé de préparer d'abord un bain de métal fusible (par exemple platine, étain, fer, nickel), capable de mettre en solution tant le carbone que la prise d'essai métallique.
- d) Chauffage:
- continu: la prise d'essai est introduite dans le creuset préalablement porté à la température de réaction. La réduction s'effectue pendant un intervalle de temps fixe de l'ordre de plusieurs minutes, ou
 - par chaleur pulsée: le creuset froid contenant la prise d'essai est chauffé par l'envoi d'intensités de courant élevées pendant plusieurs secondes. La réduction s'effectue très rapidement pendant une crête de température qui peut atteindre 3 000 °C.
- e) Dosage de l'oxygène:
- Plusieurs méthodes existent pour doser le CO ou le CO₂. Dans les deux cas, un dispositif de conversion chimique est utilisé afin d'assurer que l'oxygène à doser est complètement transformé en CO ou CO₂. Les méthodes analytiques communément utilisées sont
- le dosage volumétrique (pour le monoxyde de carbone),
 - la chromatographie (pour le monoxyde de carbone),
 - l'absorption infrarouge (pour le dioxyde de carbone),
 - la conductivité thermique (pour le monoxyde de carbone et le dioxyde de carbone), et
 - la coulométrie (pour le dioxyde de carbone).

4 Appareillage et matériaux

Les principales caractéristiques de tout appareillage approprié au dosage de l'oxygène présent dans les poudres métalliques sont les suivantes:

- creusets usinés dans un graphite très pur;
- dispositif de dégazage du creuset en graphite à haute température;
- dispositif d'introduction de la prise d'essai et de dégazage de l'échantillon sous gaz inerte ou sous vide à température ambiante;
- dispositif d'extraction du gaz suivant un cycle thermique défini à l'avance;
- dispositif de purification pour éliminer l'eau;
- dispositif de mesurage pour le dosage du monoxyde de carbone ou du dioxyde de carbone.

Les réactifs nécessaires sont fonction du type d'appareil utilisé, par exemple gaz inerte de pureté élevée (hélium ou argon).

L'étalonnage éventuel du dispositif de mesurage requiert un gaz de pureté élevée, monoxyde de carbone ou dioxyde de carbone, ou des matériaux de référence métalliques à teneur en oxygène certifiée.

5 Prise d'essai

L'analyse doit être faite sur deux prises d'essai. Le nombre de prises d'essai nécessaires pour atteindre la précision requise peut être déterminé par une étude de répétabilité et de reproductibilité. Si aucune étude de répétabilité et de reproductibilité n'est réalisée, l'analyse doit être faite sur deux prises d'essai. Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour préparer la prise d'essai avant de la placer dans l'appareillage.

- a) La prise d'essai est pesée en même temps qu'elle est versée dans le creuset dégazé.
- b) Une quantité d'échantillon de poudre est comprimée dans une petite matrice cylindrique, sans ajout de lubrifiant ni de liant, sous une pression comprise entre 100 MN/mm² et 200 MN/mm². La masse du comprimé est alors déterminée.
- c) Une quantité d'échantillon de poudre est enfermée dans une petite capsule de poids connu, en feuille de platine, d'étain, de nickel ou de fer-nickel de haute pureté. Toute la capsule est pesée. La teneur en oxygène de la feuille doit être connue ou déterminée au préalable.
- d) Dans le cas de comprimés, la prise d'essai est constituée d'un fragment convenable pesé de l'échantillon.

Toutes les pesées doivent se faire à 0,1 mg près.

La capsule en feuille métallique peut être utilisée dans le seul but de faciliter l'introduction de l'échantillon dans l'appareillage. Dans ce cas, sa masse doit être réduite au minimum possible.

Le métal de la capsule peut également être utilisé pour former le bain liquide nécessaire à une bonne extraction. Dans ce cas, la masse de la capsule doit être adaptée au rapport des masses du bain et de la prise d'essai recommandé pour l'analyse particulière.

Lorsqu'un même creuset et un même bain liquide servent à plusieurs analyses consécutives, il est nécessaire de dégazer le bain avant de démarrer chaque opération d'extraction.

Le rapport des masses du bain et de la prise d'essai est, si nécessaire, maintenu plus élevé que la valeur minimale recommandée par l'introduction périodique de fragments de métal, puis le dégazage du bain.

La masse de la prise d'essai doit être adaptée à la plage de sensibilité de l'appareil utilisé et à la teneur attendue en oxygène de l'échantillon. Il est fréquent de choisir cette masse entre 0,1 g et 1 g.

6 Mode opératoire

6.1 Généralités

Pour les raisons indiquées dans l'introduction, il n'est pas possible de spécifier pour chaque métal, alliage et carbure à analyser, et pour chaque type d'appareillage disponible, les conditions de dosage de l'oxygène. Il convient de noter également, surtout lorsque la réduction a lieu à l'état solide, sous chauffage continu, que la réaction peut être lente et que la durée de réduction complète des oxydes dépend du niveau de teneur en oxygène.

Il est recommandé de déterminer par des essais préliminaires les conditions optimales d'essai d'un type donné de matériau dans une plage donnée de teneur en oxygène. Il est courant d'effectuer des essais successifs sur le même échantillon en augmentant les paramètres de réduction (température plus élevée et/ou temps de réaction plus long) jusqu'au point donnant une teneur maximale constante en oxygène. Il est également possible de changer d'autres paramètres (par exemple le bain liquide de métal).

Il est fortement recommandé d'utiliser des matériaux de référence certifiés de même nature que l'échantillon pour garantir que les conditions de fonctionnement adoptées sont bien correctes.