
**Poudres métalliques — Détermination
de la teneur en insolubles dans les
acides pour les poudres de fer, de
cuivre, d'étain et de bronze**

*Metallic powders — Determination of acid-insoluble content in iron,
copper, tin and bronze powders*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4496:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e62545c-35af-461f-83a6-ff9a2ef3fc2e/iso-4496-2017)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e62545c-35af-461f-83a6-
ff9a2ef3fc2e/iso-4496-2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e62545c-35af-461f-83a6-ff9a2ef3fc2e/iso-4496-2017)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4496:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e62545c-35af-461f-83a6-ff9a2ef3fc2e/iso-4496-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e62545c-35af-461f-83a6-ff9a2ef3fc2e/iso-4496-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

| | |
|---|----------|
| Avant-propos..... | iv |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 1 |
| 3 Termes et définitions | 1 |
| 4 Champ d'application | 1 |
| 5 Réactifs | 1 |
| 6 Équipement | 2 |
| 7 Échantillonnage | 2 |
| 7.1 Nombre de prises d'essai..... | 2 |
| 7.2 Masse de la prise d'essai..... | 2 |
| 8 Mode opératoire | 3 |
| 8.1 Poudre de fer..... | 3 |
| 8.2 Poudres de cuivre, d'étain et de bronze..... | 3 |
| 9 Expression des résultats | 4 |
| 9.1 Calcul de la teneur en insolubles dans les acides..... | 4 |
| 9.2 Fidélité..... | 4 |
| 9.3 Écart admissible..... | 4 |
| 9.4 Valeur moyenne..... | 4 |
| 10 Rapport d'essai | 4 |
| Bibliographie | 6 |

[ISO 4496:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e62545c-35af-461f-83a6-ff9a2ef3fc2e/iso-4496-2017)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e62545c-35af-461f-83a6-ff9a2ef3fc2e/iso-4496-2017>

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 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. 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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré 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 4496:1978), dont elle constitue une révision mineure. Les modifications sont les suivantes:

- «de qualité sans cendres (moins de 0,01 % de cendres résiduelles [1])» a été ajouté en 6.3;
- mise en forme générale de la structure.

Poudres métalliques — Détermination de la teneur en insolubles dans les acides pour les poudres de fer, de cuivre, d'étain et de bronze

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes pour déterminer, dans les poudres de fer, de cuivre, d'étain et de bronze, la teneur approximative en éléments non métalliques qui sont insolubles dans les acides minéraux courants.

Par éléments insolubles, on entend généralement des composés tels que la silice et les silicates, les carbures, l'alumine, les argiles ou autres oxydes réfractaires qui peuvent être soit présents dans le matériau avec lequel on fabrique les poudres, soit introduits en cours de fabrication.

2 Références normatives

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

4 Champ d'application

Ces méthodes sont applicables aux poudres métalliques non lubrifiées de fer, de cuivre, d'étain, d'alliages de bronze et de mélanges simples de cuivre et d'étain.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente. Voir le [Tableau 1](#) pour les réactifs nécessaires.

Tableau 1 — Réactifs nécessaires

| Type de poudre | Réactif | Masse volumique, ρ g/ml | Concentration de la solution |
|----------------|--------------------------------------|---------------------------------|------------------------------|
| Fer | Acide chlorhydrique (5.1) | 1,19 | 1 + 1 |
| | Acide chlorhydrique (5.2) | 1,19 | 1 + 25 |
| | Thiocyanate de potassium (5.3) | — | 5 % |
| | Acide nitrique (5.4) | 1,42 | concentré |
| Cuivre | Acide chlorhydrique (5.5) | 1,19 | concentré |
| | Acide nitrique (5.6) | 1,42 | 1 + 1 |
| Étain | Peroxyde d'hydrogène (5.7) | — | 30 % |
| | Acétate d'ammonium (5.8) | — | 200 g/l |
| Bronze | Diéthylthiocarbamate de sodium (5.9) | — | 4 % |
| | Sulfure de sodium (5.10) | — | — |
| Étain | Sulfure d'hydrogène (5.11) | — | — |

6 Équipement

Matériel courant de laboratoire, et ce qui suit. [ISO 4496:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e62545c-35af-461f-83a6-)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e62545c-35af-461f-83a6->

6.1 Balance de laboratoire, de capacité suffisante, et pouvant peser avec une précision de $\pm 0,000$ 1 g.

6.2 Entonnoir en verre, d'environ 70 mm de diamètre.

6.3 Papier filtre, de qualité sans cendres (moins de 0,01 % de cendres résiduelles [1]) pour précipités moyens, d'environ 110 mm de diamètre.

6.4 Four, pouvant fonctionner entre 900 °C et 1 000 °C.

6.5 Creusets en silice fondue ou en porcelaine, prétraités à une masse constante entre 900 °C et 1 000 °C et conservés dans un dessiccateur.

7 Échantillonnage

7.1 Nombre de prises d'essai

Déterminer la teneur en matières insolubles sur deux prises d'essai.

7.2 Masse de la prise d'essai

La masse de la prise d'essai doit être approximativement de 5 g.

8 Mode opératoire

8.1 Poudre de fer

8.1.1 Peser, à 0,000 1 g près, une prise d'essai d'environ 5 g d'échantillon d'essai (masse m_1) et la transférer dans un bécher en verre.

8.1.2 Ajouter avec précaution 100 ml d'acide chlorhydrique (5.1) et recouvrir le bécher d'un verre de montre. Laisser évoluer la solution à température ambiante jusqu'à ce que la réaction soit terminée (plus de dégagement d'hydrogène).

Si l'on veut exclure les carbures de la quantité de matières insolubles, ajouter 20 ml d'acide nitrique (5.4) à l'acide chlorhydrique (5.1) utilisé comme indiqué en 8.1.2. Continuer ensuite de 8.1.3 à 8.1.6.

8.1.3 Placer le bécher en verre sur une plaque chauffante et chauffer la solution jusqu'à ébullition. Maintenir à ébullition durant environ 1 min. Ajouter ensuite 150 ml d'eau, porter à nouveau à ébullition et la maintenir durant 1 min. Laisser la solution refroidir et reposer durant 5 min.

8.1.4 Filtrer la solution sur le papier filtre et laver le résidu alternativement à l'eau chaude et à l'acide chlorhydrique (5.2) chaud. Répéter le lavage jusqu'à ce que les sels de fer ne soient plus détectés dans l'eau de lavage, par exemple à l'aide de thiocyanate de potassium (5.3).

8.1.5 Peser un creuset à 0,000 1 g près (masse m_2) et y placer le papier filtre avec le résidu. Placer le creuset sur une plaque chauffante pour sécher et carboniser le papier. Chauffer dans le four à une température comprise entre 900 °C et 1 000 °C jusqu'à ce que la différence entre deux pesées consécutives du creuset contenant le résidu soit inférieure à 0,000 1 g, après refroidissement. Laisser le creuset refroidir complètement dans un dessiccateur.

8.1.6 Déterminer la masse du creuset avec le résidu à 0,000 1 g près (masse m_3).

8.2 Poudres de cuivre, d'étain et de bronze

8.2.1 Peser, à 0,000 1 g près, une prise d'essai d'environ 5 g d'échantillon d'essai (masse m_1) et la transférer dans un bécher en verre.

8.2.2 Ajouter avec précaution 50 ml d'acide chlorhydrique (5.5), recouvrir d'un verre de montre, placer sur le bord d'une plaque chauffante et laisser agir à faible température durant 30 min au minimum.

8.2.3 Retirer le bécher, le refroidir légèrement, ajouter avec précaution 50 ml d'acide nitrique (5.6) et attendre la première réaction qui se déclenche après 10 min environ. Une fois la réaction terminée, ajouter encore 50 ml d'acide nitrique (5.6).

8.2.4 Placer le bécher sur une plaque chauffante et chauffer la solution jusqu'à ébullition. Maintenir à ébullition jusqu'à ce que le volume soit réduit de moitié.

Si le résidu est noir, retirer le bécher de la plaque chauffante, ajouter avec précaution quelques millilitres de peroxyde d'hydrogène (5.7) et faire bouillir durant 2 min. Répéter le traitement au peroxyde d'hydrogène (5.7) jusqu'à disparition du résidu noir.

8.2.5 Ajouter lentement 50 ml d'eau chaude et porter à nouveau à ébullition. Maintenir à ébullition durant environ 1 min. Laisser la solution refroidir et reposer durant 5 min.

8.2.6 Filtrer la solution sur un papier filtre et laver le résidu d'abord à l'acide chlorhydrique (5.5) chaud, puis à l'eau chaude. Répéter le lavage à l'eau:

- dans le cas des poudres de cuivre et de bronze, jusqu'à ce qu'aucun sel de cuivre ne soit détecté dans l'eau de lavage, par exemple à l'aide de diéthylthiocarbamate de sodium (5.9); ou
- dans le cas de la poudre d'étain, jusqu'à ce qu'aucun sel d'étain ne soit détecté dans l'eau de lavage, par exemple à l'aide de sulfure de sodium (5.10) ou de sulfure d'hydrogène (5.11).

Si l'on soupçonne la présence de sulfate de plomb, laver une ou deux fois avec une solution chaude d'acétate d'ammonium (5.8) et ensuite avec de l'eau.

8.2.7 Peser un creuset à 0,000 1 g près (masse m_2) et y placer le papier filtre avec le résidu. Placer le creuset sur une plaque chauffante pour sécher et carboniser le papier. Chauffer dans le four à une température comprise entre 900 °C et 1 000 °C jusqu'à ce que la différence entre deux pesées consécutives du creuset contenant le résidu soit inférieure à 0,000 1 g, après refroidissement. Laisser le creuset refroidir complètement dans un dessiccateur.

8.2.8 Déterminer la masse du creuset avec le résidu à 0,000 1 g près (masse m_3).

9 Expression des résultats

9.1 Calcul de la teneur en insolubles dans les acides

La teneur en insolubles dans les acides (AIC) est donnée, en pourcentage en masse, par la [Formule \(1\)](#):

$$AIC = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_2 est la masse, en grammes, du creuset vide, sec et prétraité;

m_3 est la masse, en grammes, du creuset contenant le résidu.

9.2 Fidélité

Calculer le résultat de chaque détermination à 0,01 % près.

9.3 Écart admissible

L'écart maximal admissible entre les deux déterminations ne doit pas dépasser 10 % de la valeur moyenne ou 0,02 % en valeur absolue, en retenant la plus grande des deux valeurs.

9.4 Valeur moyenne

Noter la moyenne arithmétique des deux déterminations, arrondie à 0,02 % près pour les teneurs inférieures ou égales à 0,25 % et à 0,05 % près pour les teneurs supérieures à 0,25 %.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence au présent document, à savoir l'ISO 4496;

- b) toutes les précisions nécessaires à l'identification de l'échantillon d'essai;
- c) le résultat obtenu;
- d) toutes les opérations non spécifiées dans le présent document, ou considérées comme facultatives;
- e) des précisions concernant tout phénomène susceptible d'avoir eu une incidence sur le résultat d'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4496:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e62545c-35af-461f-83a6-ff9a2ef3fc2e/iso-4496-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2e62545c-35af-461f-83a6-ff9a2ef3fc2e/iso-4496-2017>