
Céramiques techniques (céramiques avancées, céramiques techniques avancées) — Détermination des propriétés de densification des poudres céramiques lors d'un frittage naturel

iTeh STANDARD PREVIEW
(standard technical)

Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of densification properties of ceramic powders on natural sintering

ISO 21821:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52cd55ee-8751-4cd9-bd9f-190792f1be1f/iso-21821-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21821:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52cd55ee-8751-4cd9-bd9f-190792f1be1f/iso-21821-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

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

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Symboles et désignation	2
6 Appareillage	3
7 Prélèvement	6
8 Mode opératoire	6
8.1 Énergie	6
8.2 Traitement thermique	6
8.2.1 Sélection des températures d'essai	6
8.2.2 Cycle thermique	6
8.3 Mesurage	7
9 Expression des résultats	7
9.1 Calcul	7
9.2 Courbe de densification	8
10 Rapport d'essai	9
Bibliographie	11

[ISO 21821:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52cd55ee-8751-4cd9-bd9f-190792f1be1f/iso-21821-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/52cd55ee-8751-4cd9-bd9f-190792f1be1f/iso-21821-2019>

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.

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 www.iso.org/avant-propos.

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

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Céramiques techniques (céramiques avancées, céramiques techniques avancées) — Détermination des propriétés de densification des poudres céramiques lors d'un frittage naturel

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie la méthode d'essai permettant de déterminer dans quelle mesure les comprimés de poudre céramique constitués de poudres céramiques granulées ou non sont densifiés, lorsqu'ils sont frittés à haute température sans appliquer de pression externe ni de force de densification externe. La méthode d'essai s'applique aux oxydes purs, aux mélanges d'oxydes et de solutions solides, et également aux matériaux ne contenant pas d'oxyde (par exemple carbures, nitrures) qui peuvent être frittés sous vide ou sous pression de gaz constante (à 1 bar ou moins) pour empêcher l'oxydation ou la décomposition. La méthode d'essai ne s'applique pas aux céramiques qui ne peuvent être frittées qu'à l'aide de techniques de frittage assistées par pression telles que la compression à chaud («hot pressing», HP), la compression isostatique à chaud («hot isostatic pressing», HIP), le frittage sous pression de gaz («gas pressure sintering», GPS) ou le frittage flash («spark plasma sintering», SPS). Des additifs de frittage inorganiques peuvent être utilisés lorsque leur présence est signalée.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 3611, *Spécification géométrique des produits (GPS) — Équipement de mesure dimensionnel: Micromètres d'extérieur — Caractéristiques de conception et caractéristiques métrologiques*

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

ISO 17172, *Céramiques techniques — Détermination des propriétés de compaction des poudres céramiques*

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:

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

4 Principe

Lorsque les comprimés de poudre céramique font l'objet d'un traitement thermique à haute température, ils se rétractent et se densifient par frittage. La masse, les dimensions (diamètre et hauteur), le volume et la masse volumique apparente d'un comprimé de poudre céramique sont mesurés avant et après frittage par traitement thermique. Les variations de masse, de dimensions, de volume et de masse volumique apparente dépendent de la température maximale, du temps de maintien, de la vitesse de montée en température et de la masse volumique apparente après compactage, et peuvent être

exprimées en fonction de ces paramètres. Par exemple, la variation de la masse volumique relative peut être tracée en fonction de la température de frittage pour chaque pression de compactage.

5 Symboles et désignation

Les symboles utilisés dans le présent document et leurs désignations sont donnés dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Symboles, désignations et unités de masse, de volume, de masse volumique, de dimension et de température de frittage

Symbole	Désignation	Unité	Formule
D_a	Diamètre de l'échantillon avant frittage	mm	—
D	Diamètre de l'échantillon après frittage	mm	—
H_a	Hauteur de l'échantillon avant frittage	mm	—
H	Hauteur de l'échantillon après frittage	mm	—
m_a	Masse avant frittage	g	—
m	Masse après frittage	g	—
V_a	Volume avant frittage	cm ³	—
V	Volume après frittage	cm ³	—
T	Température de frittage	°C	—
$\frac{\Delta D}{D_a}$	Variation relative du diamètre (retrait) à la fin du frittage	—	(3)
$\frac{\Delta H}{H_a}$	Variation relative de la hauteur (retrait) à la fin du frittage	—	(4)
$\frac{\Delta m}{m_a}$	Variation relative de la masse à la fin du frittage	—	(5)
$\frac{\Delta V}{V_a}$	Variation relative du volume à la fin du frittage	—	(6)
$\frac{\Delta \rho}{\rho_a}$	Variation relative de la masse volumique à la fin du frittage	—	(7)
ρ_a	Masse volumique apparente avant frittage	g/cm ³	(1)
ρ	Masse volumique apparente après frittage	g/cm ³	(2)
ρ_{th}	Masse volumique théorique	g/cm ³	—

Ces caractéristiques sont liées par les relations des [Formules \(1\) à \(7\)](#):

$$\rho_a = \frac{m_a}{V_a} \quad (1)$$

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (2)$$

$$\frac{\Delta D}{D_a} = \frac{(D - D_a)}{D_a} \quad (3)$$

$$\frac{\Delta H}{H_a} = \frac{(H - H_a)}{H_a} \quad (4)$$

$$\frac{\Delta m}{m_a} = \frac{(m - m_a)}{m_a} \quad (5)$$

$$\frac{\Delta V}{V_a} = \frac{(V - V_a)}{V_a} \quad (6)$$

$$\frac{\Delta \rho}{\rho_a} = \frac{(\rho - \rho_a)}{\rho_a} \quad (7)$$

6 Appareillage

6.1 Matrice cylindrique, à double effet (type flottant – voir [Figure 1](#)) ou simple effet (voir [Figure 2](#)), devant être constituée d'un matériau dur, de préférence de l'acier trempé ou du carbure de tungstène. Des poinçons supérieur et inférieur de dimensions adéquates telles qu'indiquées à la [Figure 1](#) et à la [Figure 2](#) doivent être utilisés pour produire les comprimés de poudre cylindriques. La partie supérieure de la matrice doit, de préférence, être conçue de façon à 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 une augmentation de diamètre au niveau supérieur et inférieur de la matrice de 1 % environ, comme indiqué à la [Figure 1](#) et à la [Figure 2](#).

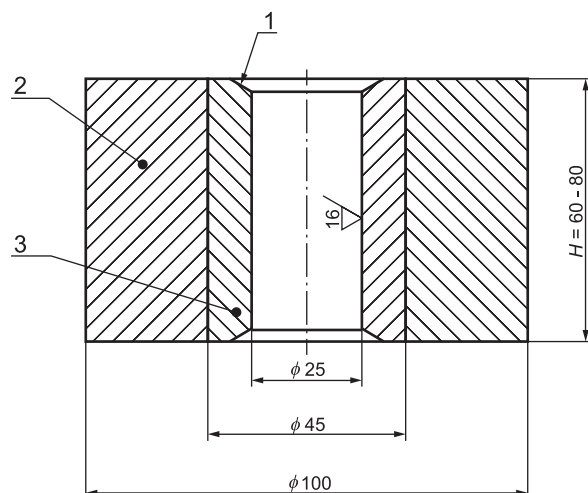
La matrice doit être de type flottant ou suspendu à un ressort (mode 1, voir [Figure 1](#)), ou de type fixe avec un seul poinçon supérieur mobile (mode 2, voir [Figure 2](#)). La matrice doit pouvoir réaliser des comprimés de poudre cylindriques d'un diamètre compris entre 10 mm et 26 mm, avec un rapport hauteur/diamètre compris entre 0,3 et 0,5 (mode 1), ou d'un diamètre compris entre 10 mm et 32 mm, avec un rapport hauteur/diamètre compris entre 0,15 et 0,25 (mode 2).

6.2 Four; il convient qu'il possède une zone chaude suffisamment grande pour loger les dimensions et le nombre d'éprouvettes requis, et qu'il soit capable de maintenir la température d'essai (T) de sorte que la variation maximale de température dans la zone chaude soit de 10 °C. Le four doit permettre une vitesse de montée en température constante pouvant être réglée à 2 °C/h près. Les éléments chauffants, l'isolation thermique et les accessoires intérieurs du four doivent être choisis de manière à être chimiquement compatibles avec les éprouvettes, en évitant les réactions de surface et la génération de pression de vapeur. Les accessoires intérieurs du four servant à porter les éprouvettes doivent être constitués d'une pièce frittée du matériau d'essai ayant au moins 80 % de la masse volumique théorique. Si cela est requis, comme c'est le cas pour les matériaux autres que des oxydes, le four doit également être capable de fournir un vide constant ou une pression de gaz constante (de 1 bar ou moins) d'argon ou d'azote par exemple.

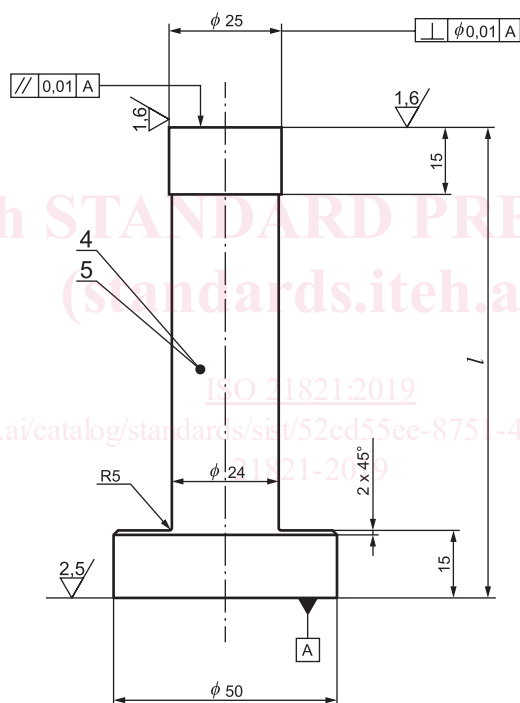
6.3 Presse, capable d'appliquer une force suffisante avec une précision de ± 2 %.

6.4 Balance, capable de peser au moins 10 g, avec une résolution de $\pm 0,001$ g.

6.5 Micromètre, conforme à l'ISO 3611, ou autre dispositif de mesurage approprié permettant de mesurer les dimensions des comprimés de poudre céramique avec une résolution de $\pm 0,01$ mm.



a) Matrice

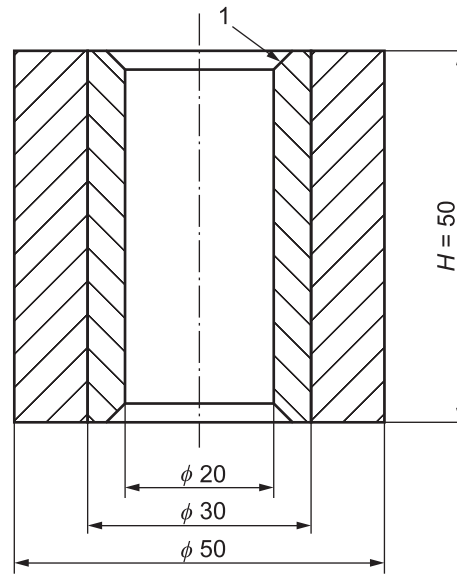


b) Poinçons supérieur et inférieur

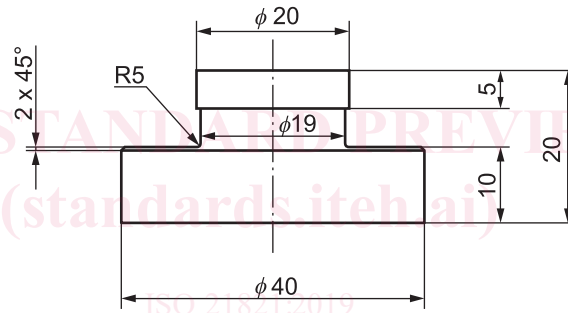
Légende

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

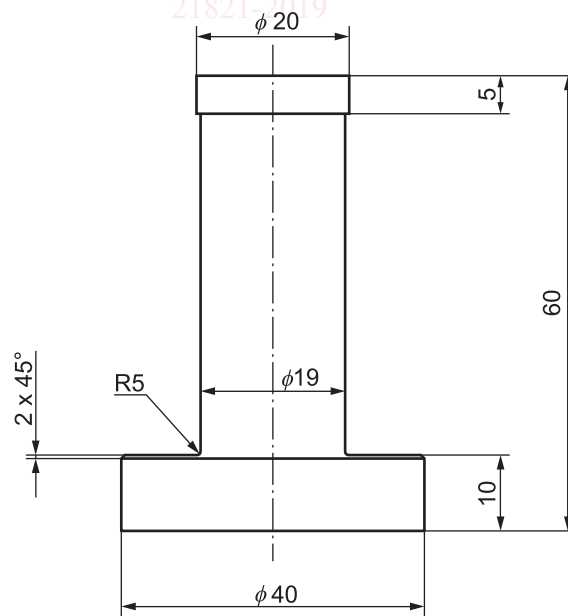
Figure 1 — Exemple de matrice cylindrique et de poinçons pour le compactage en mode 1



a) Matrice



b) Poinçon inférieur



c) Poinçon supérieur

Légende

1 cône d'éjection

Figure 2 — Exemple de matrice cylindrique et de poinçons pour le compactage en mode 2

7 Prélèvement

7.1 En règle générale, la poudre céramique granulée ou non granulée doit être soumise à essai dans l'état où elle se trouve à la réception. Dans certains cas, elle peut être séchée. S'il est requis qu'elle soit séchée, elle doit être séchée à (110 ± 5) °C pendant au moins 24 h puis refroidie à température ambiante dans un dessiccateur jusqu'à exécution de l'essai. Si la poudre céramique granulée ou non granulée contient des additifs organiques ou des substances volatiles, elle ne doit pas être séchée.

7.2 En cas de traitement (séchage par exemple) de la poudre céramique granulée ou non granulée avant l'essai, celui-ci doit être consigné dans le rapport d'essai.

8 Mode opératoire

8.1 Énergie

Préparer les comprimés de poudre céramique conformément à l'ISO 17172, en réalisant au moins trois pièces à chacune des pressions de compactage sélectionnées parmi celles données dans l'ISO 17172.

8.2 Traitement thermique

8.2.1 Sélection des températures d'essai

Les mesurages doivent être effectués sur une plage de températures d'essai. La limite inférieure de la plage est définie comme la température à laquelle la masse volumique relative (ρ/ρ_{th}) est d'environ 0,9. La limite supérieure est définie comme:

- a) la température à laquelle est observé le début de la dédensification résultant de la croissance des grains; ou
- b) la température à laquelle est notée une perte de masse substantielle.

La plage de température doit faire au moins 100 °C.

Des essais préliminaires peuvent être utilisés pour définir la plage de températures, auquel cas le cycle thermique spécifié en [8.2.2](#) doit être utilisé.

8.2.2 Cycle thermique

Les comprimés de poudre céramique doivent être frittés dans des conditions de traitement thermique optimisées qui doivent être consignées dans le rapport d'essai. Les conditions de traitement thermique optimisées sont les suivantes:

- a) vitesses de montée en température;
- b) temps de maintien aux températures d'essai;
- c) vitesses de descente en température;
- d) atmosphère (par exemple air, vide, argon, azote) et sa pression.

Le refroidissement est normalement assuré par coupure du chauffage dans le four, mais peut être régulé si cela est requis.

Si les comprimés de poudre contiennent des additifs organiques, il peut être nécessaire de les éliminer lors d'un traitement thermique distinct à une température inférieure (<650 °C). Un tel traitement