

PROJET
FINAL

NORME
INTERNATIONALE

ISO/FDIS
4491-1

ISO/TC 119/SC 2

Secrétariat: SIS

Début de vote:
2022-12-05

Vote clos le:
2023-02-27

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

Partie 1: Directives générales

*Metallic powders — Determination of oxygen content by reduction
methods —*

Part 1: General guidelines

[ISO/FDIS 4491-1](https://standards.iso.org/iso/4491-1)

<https://standards.iso.org/iso/4491-1>

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.



Numéro de référence
ISO/FDIS 4491-1:2022(F)

© ISO 2022

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/FDIS 4491-1

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73310498-9b61-4c3a-8ed8-8b42355ba1fa/iso-fdis-4491-1>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

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
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Échantillonnage	1
5 Signification des résultats en fonction de la méthode utilisée	2
5.1 Agent réducteur: hydrogène	2
5.2 Agent réducteur: carbone - méthode par réduction-extraction	3
6 Résumé de la mise en œuvre des méthodes de dosage de l'oxygène par réduction	3
7 Application pratique des méthodes normalisées	4

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/FDIS 4491-1](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73310498-9b61-4c3a-8ed8-8b42355ba1fa/iso-fdis-4491-1)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73310498-9b61-4c3a-8ed8-8b42355ba1fa/iso-fdis-4491-1>

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. 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 le lien suivant: www.iso.org/iso/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*, SC 2, *Échantillonnage et méthodes d'essais des poudres (y compris les poudres pour métaux-durs)*, en collaboration avec le comité technique CEN/SS M11, *Métallurgie des poudres* du Comité européen de normalisation (CEN), conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Cette seconde édition annule et remplace la première édition (ISO 4491-1:1989) dont elle constitue une révision mineure.

Les principales modifications sont les suivantes:

- les références normatives de l'[Article 2](#) ont été mises à jour;
- les [Articles 6](#) et [7](#) ont été déplacés;
- des corrections rédactionnelles ont été apportées et l'actuelle présentation ISO a été appliquée.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 4491 peut être consultée sur le site de l'ISO.

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/members.html.

Introduction

En métallurgie des poudres, la pureté de la poudre est un facteur important de la fabrication des métaux frittés. Parmi les diverses impuretés qui peuvent se trouver dans les poudres, l'oxygène joue un rôle particulier. Il est en effet toujours présent dans toutes les poudres, qu'elles soient métalliques ou d'alliage, et en quantités supérieures à celles que l'on retrouve dans les métaux compacts. La plupart du temps, l'oxygène est présent sous la forme combinée d'oxydes qui apparaissent dans les configurations suivantes:

- film d'oxyde à la surface des particules se formant spontanément sur le métal au contact de l'air ou de l'humidité au cours de la préparation de la poudre, de sa manipulation et de son stockage.
- inclusions d'oxydes, soit oxydes du métal principal demeurant par endroits non réduits pendant le processus de production (dans le cas des poudres réduites), soit oxydes d'autres impuretés provenant de la matière première et/ou du matériel utilisé (par exemple, céramiques réfractaires du four de fusion dans les processus d'atomisation).

Dans la pratique, la teneur en oxygène des poudres métalliques se situe la plupart du temps dans la fourchette de 0,1 % (fraction massique) à 1 % (fraction massique).

Le dosage de l'oxygène peut se faire par diverses méthodes physiques ou chimiques, par exemple:

- a) méthodes spécifiques, telles qu'analyse d'activation ou spectrométrie de masse, permettant de doser directement l'élément O;
- b) méthodes de réduction dans lesquelles les oxydes présents sont entièrement ou partiellement réduits par l'hydrogène ou le carbone. La teneur en oxygène est rapportée, soit à la perte de masse de l'échantillon par réduction, soit à la quantité d'eau ou de CO/CO₂ produite pendant la réaction;
- c) méthodes de séparation, par:
 - mise en solution sélective et dosage chimique de la phase d'oxyde (par exemple, poudre de cuivre, où l'oxyde de cuivre est mis en solution dans l'acide chlorhydrique); ou
 - mise en solution sélective de la phase métallique et évaluation du résidu insoluble (supposé être l'oxyde) (par exemple, poudre d'aluminium, où l'aluminium est mis en solution dans un réactif au brome-méthanol, laissant subsister l'oxyde d'aluminium).

Le présent document ne prend en considération que les méthodes de réduction car elles sont communément utilisées dans les laboratoires pour analyser une grande variété de poudres métalliques.

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

Partie 1: Directives générales

1 Domaine d'application

Le présent document est la première partie d'une série de normes qui traitent du dosage par réduction de l'oxygène dans les poudres métalliques. Il donne des directives générales d'emploi des méthodes de réduction et des recommandations quant à l'interprétation correcte des résultats obtenus.

Les méthodes d'essai sont applicables d'une façon générale à toutes les poudres de métaux, d'alliages, de carbures et de mélanges de ces éléments. Les constituants de la poudre doivent être non volatils dans les conditions de l'essai. La poudre ne doit renfermer ni lubrifiant, ni liant organique.

Il existe néanmoins certaines limites liées à la nature du métal analysé. Ces limites sont étudiées dans l'[Article 4](#).

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 de la publication à laquelle il est fait référence s'applique (y compris tous les amendements).

ISO 3954, *Poudres pour emploi en métallurgie des poudres — Échantillonnage*

ISO 4491-2, *Poudres métalliques — Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction — Partie 2: Perte de masse par réduction dans l'hydrogène (perte dans l'hydrogène)*

ISO 4491-3, *Poudres métalliques — Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction — Partie 3: Oxygène réductible par l'hydrogène*

ISO 4491-4, *Poudres métalliques — Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction — Partie 4: Oxygène total par réduction-extraction*

3 Termes et définitions

Le présent document ne contient pas de liste de termes et définitions.

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 Échantillonnage

Pour l'échantillonnage de la poudre, appliquer les modes opératoires décrits dans l'ISO 3954.

La poudre doit être soumise à l'essai dans les conditions de réception.

Les poudres métalliques sont fréquemment des substances qui réagissent à l'air et à l'humidité. Il faut donc veiller tout particulièrement aux conditions dans lesquelles l'échantillon pour essai est manipulé et stocké. La prise d'essai doit être prélevée juste avant l'analyse.

5 Signification des résultats en fonction de la méthode utilisée

5.1 Agent réducteur: hydrogène

5.1.1 Aux températures d'essai prescrites pour le dosage, seuls les métaux suivants comportent des oxydes totalement réductibles par l'hydrogène:

Fe, Ni, Co, Cu, Ag, Sn, Pb, W, Mo, Re

Aucun des autres oxydes communs n'est réductible, en particulier Al_2O_3 , SiO_2 , ZrO_2 de même que les autres oxydes de métaux alcalins, alcalinoterreux et terres rares. Les oxydes de chrome, de manganèse, de titane et de vanadium peuvent être partiellement réductibles.

5.1.2 D'autres réactions ont néanmoins lieu avec les constituants de la poudre pendant le processus de réduction:

- a) dégagement, pendant le chauffage, de vapeur d'eau et/ou d'hydrocarbures présents dans l'échantillon, et aussi de gaz contenus dans la poudre sous forme adsorbée ou occluse;
- b) élimination complète ou partielle d'éléments tels que carbone, azote, soufre, phosphore présents sous forme libre ou sous forme combinée dans la poudre, qui disparaissent parce qu'ils sont volatils ou parce qu'en réagissant avec l'hydrogène ou les oxydes de la poudre, ils forment des composés volatils;
- c) volatilisation totale ou partielle, selon les conditions d'essai, de certains métaux présents dans la poudre, tels que plomb, étain, cadmium, zinc;
- d) réduction par le carbone présent dans la poudre des oxydes dans les conditions d'essai spécifiées, et peut-être aussi d'oxydes qui ne sont, normalement, pas réduits ou ne sont que partiellement réduits par l'hydrogène, tels que les oxydes de chrome, de manganèse et de vanadium;
- e) possibilité d'oxydation pendant l'essai, par réaction avec l'atmosphère ou avec des oxydes moins réfractaires de poudres d'alliages contenant des éléments métalliques ayant une grande affinité pour l'oxygène tels que chrome, manganèse, silicium, aluminium et titane, ce qui entraîne une diminution apparente de la teneur mesurée en oxygène.

5.1.3 La méthode de la perte dans l'hydrogène décrite dans l'ISO 4491-2, mesure la perte de masse de la prise d'essai lorsqu'elle est soumise à un traitement thermique spécifié dans l'hydrogène. À l'origine, cet essai visait à donner une estimation de la teneur en oxygène d'une poudre métallique dont l'oxyde est réductible par l'hydrogène. Cependant, avec l'arrivée sur le marché de poudres plus complexes ou de poudres d'alliages, toutes les réactions considérées en [5.1.2](#) peuvent contribuer, en plus ou en moins, à la perte de masse mesurée. Cette méthode d'essai devient donc purement conventionnelle et sa reproductibilité requiert un respect scrupuleux du mode opératoire. Elle sert communément de contrôle de routine des poudres de certains métaux définis, conformément à l'ISO 4491-2.

5.1.4 La méthode de dosage de l'oxygène émanant des oxydes réductibles par l'hydrogène conformément à l'ISO 4491-3, mesure par titrage la quantité d'eau formée par la réduction des oxydes par l'hydrogène. En comparaison avec la méthode de détermination de la perte dans l'hydrogène, cette méthode est plus spécifique pour les raisons suivantes:

- le traitement préalable à basse température empêche toute interférence de l'humidité et des gaz adsorbés. Avec une légère modification du mode opératoire, il est possible de doser la teneur en eau dans l'échantillon.

- On évite toute interférence des métalloïdes et des métaux volatils.

Cependant, il se peut qu'il soit nécessaire de prendre en considération l'interférence du carbone contenu dans l'échantillon. Une partie des oxydes métalliques qui auraient autrement pu être réduits par l'hydrogène est réduite par le carbone, ce qui donne du monoxyde ou du dioxyde de carbone, composés qui ne sont pas dosés par titrage de l'eau. On obtient donc un résultat trop faible. En conséquence, deux méthodes sont spécifiées:

- Méthode 1: teneur en oxygène correspondant aux oxydes réductibles par l'hydrogène, sans tenir compte de l'interférence du carbone. Cette méthode est utilisable dans la pratique lorsqu'on sait que la poudre échantillonnée est quasi exempte de carbone [par exemple $C < 0,02 \%$ (m/m)] ou que le carbone n'est présent que sous forme non réactive. Le résultat représente alors la teneur en oxygène des oxydes réductibles par l'hydrogène.
- Méthode 2: teneur en oxygène correspondant aux oxydes réductibles par l'hydrogène en tenant compte de l'interférence du carbone. Cette méthode convertit quantitativement en méthane et en eau sur un catalyseur au nickel à 380 °C les gaz CO + CO₂ dégagés par la réduction de certains oxydes par le carbone et entraînés par le gaz porteur H₂. La quantité totale d'eau dosée représente la teneur en oxygène émanant des oxydes réductibles par l'hydrogène, que la réduction réelle ait été causée par l'hydrogène ou par le carbone.

Suivant les indications de [5.1.2 d\)](#), certains oxydes qui autrement ne seraient pas réduits par l'hydrogène, peuvent être partiellement réduits par le carbone. Dans ce cas, les conditions d'essai doivent faire l'objet d'un accord spécial et il convient d'interpréter les résultats avec un soin extrême.

5.2 Agent réducteur: carbone - méthode par réduction-extraction

Cette méthode conforme à l'ISO 4491-4 se fonde sur la réduction de l'échantillon par le graphite à très haute température, (2 000 °C à 3 000 °C), soit sous vide, soit dans un courant de gaz inerte pur (argon, par exemple). Les conditions opératoires sont choisies en fonction du métal analysé de telle sorte que tous les oxydes soient totalement réduits, même les plus réfractaires. Les interférences sont totalement exclues, quelles qu'elles soient, et le résultat représente avec précision la teneur en oxygène total de l'échantillon.

6 Résumé de la mise en œuvre des méthodes de dosage de l'oxygène par réduction

Deux cas sont étudiés:

- Métaux dont l'oxyde est réductible par l'hydrogène et qui contiennent éventuellement du carbone, par exemple:

Fe, Ni, Co, Cu, Ag, Sn, Pb, W, Mo, Re

Lorsque ce type de métal est réduit par l'hydrogène, le comportement de l'oxygène et la teneur en carbone sont représentés par les résultats analytiques donnés dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Représentation des résultats analytiques dans le cas de métaux dont l'oxyde est réduit par l'hydrogène

Teneur en oxygène	des oxydes réduits par l'hydrogène	O _H
	des oxydes réduits par le carbone	O _C
	des oxydes restants (non réduits)	O _r
Teneur en carbone ayant réagi		C _O

- Tous métaux (contenant ou non du carbone)

Lorsque l'oxygène est totalement réduit par le graphite (méthode par réduction-extraction), on mesure la teneur en oxygène total, O_t .

7 Application pratique des méthodes normalisées

Le [Tableau 2](#) résume les méthodes applicables en fonction du type de poudre analysé et de la nature de l'oxygène à doser. Il convient de souligner qu'en combinant plusieurs méthodes, il est possible d'obtenir des informations précises, par exemple:

- sur l'oxygène «réductible par l'hydrogène» et l'oxygène «non réductible par l'hydrogène», c'est-à-dire sur la présence d'oxydes réfractaires dans les métaux «réductibles par l'hydrogène»;
- sur l'effet interne du carbone, éventuellement présent, sur la réduction des oxydes.

Une autre méthode intéressante consiste à doser l'oxygène total sur une prise d'essai déjà réduite par l'hydrogène (par un essai de perte dans l'hydrogène ou un essai de détermination de l'oxygène réductible par l'hydrogène). Cette méthode permet de doser la teneur en oxygène non réduit par l'hydrogène (et par le carbone interne) dans les conditions de réduction par l'hydrogène.

Tableau 2 — Détermination de la teneur en fonction de la méthode utilisée

Poudre	Méthode				
	Perte dans l'hydrogène	Oxygène réductible dans l'hydrogène		Réduction-extraction	
		Méthode directe	Correction du carbone	Sur l'échantillon initial	Sur l'échantillon réduit par l'hydrogène
Métaux dont l'oxyde est réductible par l'hydrogène					
Ne contenant pas de carbone	O_H	O_H	O_H	$O_t = O_H + O_r$	O_r
Contenant du carbone	$O_H + O_C + C_O$	O_H	$O_H + O_C$	$O_t = O_H + O_C + O_r$	O_r
Tout autre métal				O_t	

NOTE Dans ce tableau, il est supposé qu'il n'existe pas d'interférences dues à l'humidité, aux gaz adsorbés, aux métaux volatils et réoxydables.