
NORME INTERNATIONALE 4003

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Matériaux en métal fritté perméable — Détermination de la dimension des pores — Méthode bulloscopique

Permeable sintered metal materials — Determination of bubble test pore size

Première édition — 1977-02-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4003:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e80db611-8ff4-4e18-b573-942a619a4303/iso-4003-1977)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e80db611-8ff4-4e18-b573-942a619a4303/iso-4003-1977>

CDU 621.762 : 620.1 : 539.217

Réf. n° : ISO 4003-1977 (F)

Descripteurs : métallurgie des poudres, produit fritté, métal poreux, essai, essai bulloscopique, détermination, porosité.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 4003 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 119, *Matières premières et produits de la métallurgie des poudres*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1975.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 4003:1977](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e80db611-8ff4-4e18-b573-942a61244303/iso-4003-1977)

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Roumanie
Allemagne	Italie	Royaume-Uni
Australie	Japon	Suède
Autriche	Mexique	U.R.S.S.
Canada	Pologne	U.S.A.
Espagne	Portugal	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Matériaux en métal fritté perméable – Détermination de la dimension des pores – Méthode bulloscopique

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'essai, dite bulloscopique, pour déterminer la dimension des pores dans les matériaux perméables frittés de la métallurgie des poudres, c'est-à-dire les filtres, les coussinets auto-lubrifiants, les électrodes poreuses et autres pièces à porosité interconnectée.

NOTE – L'essai bulloscopique doit être considéré comme un essai de contrôle de qualité et non comme une méthode pour définir des nuances de filtres ou pour déterminer les dimensions exactes des pores et la distribution de ces dimensions.

2 RÉFÉRENCE

ISO 2738, *Matériaux en métal fritté perméable – Détermination de la masse volumique et de la porosité ouverte.*

3 PRINCIPE

Imprégnation d'un échantillon avec un liquide d'essai, puis immersion dans le liquide d'essai et introduction d'un gaz (habituellement de l'air) dans l'échantillon, en augmentant lentement la pression du gaz. Détermination de la pression à laquelle apparaissent des bulles à la surface de l'échantillon. Évaluation de la dimension de pore bulloscopique à l'aide d'une formule mathématique.

4 DÉFINITION

dimension de pore bulloscopique : Diamètre capillaire équivalent maximal dans l'échantillon, calculé à partir de la pression minimale mesurée, nécessaire pour expulser la première bulle de gaz à travers l'échantillon (dans des conditions normalisées) imprégné d'un liquide.

La première bulle se forme dans le pore ayant le plus grand étranglement, l'étranglement étant la plus petite section de ce pore.

Pour le calcul, on suppose que cette bulle se forme à l'extrémité d'un capillaire de section circulaire initialement rempli par le même liquide de tension superficielle connue.

Pour un capillaire de section circulaire, le diamètre est lié à la pression de bullage par l'équation

$$d = \frac{4\gamma}{\Delta p} \quad \dots (1)$$

où

d est le diamètre capillaire correspondant à la dimension de pore bulloscopique, en mètres;

γ est la tension superficielle du liquide d'essai, en newtons par mètre;

Δp est la pression différentielle, en pascals, à travers l'échantillon dans les conditions statiques, c'est-à-dire

$$\Delta p = p_g - p_l \quad \dots (2)$$

p_g étant la pression du gaz, en pascals;

p_l étant la pression du liquide au niveau de la formation des bulles, en pascals :

$$p_l = 9,81 \times \rho_l \times h \quad \dots (3)$$

où ρ_l est la masse volumique du liquide d'essai, en kilogrammes par mètre cube;

h est la hauteur du liquide, en mètres, au-dessus du plus haut étranglement de l'échantillon.

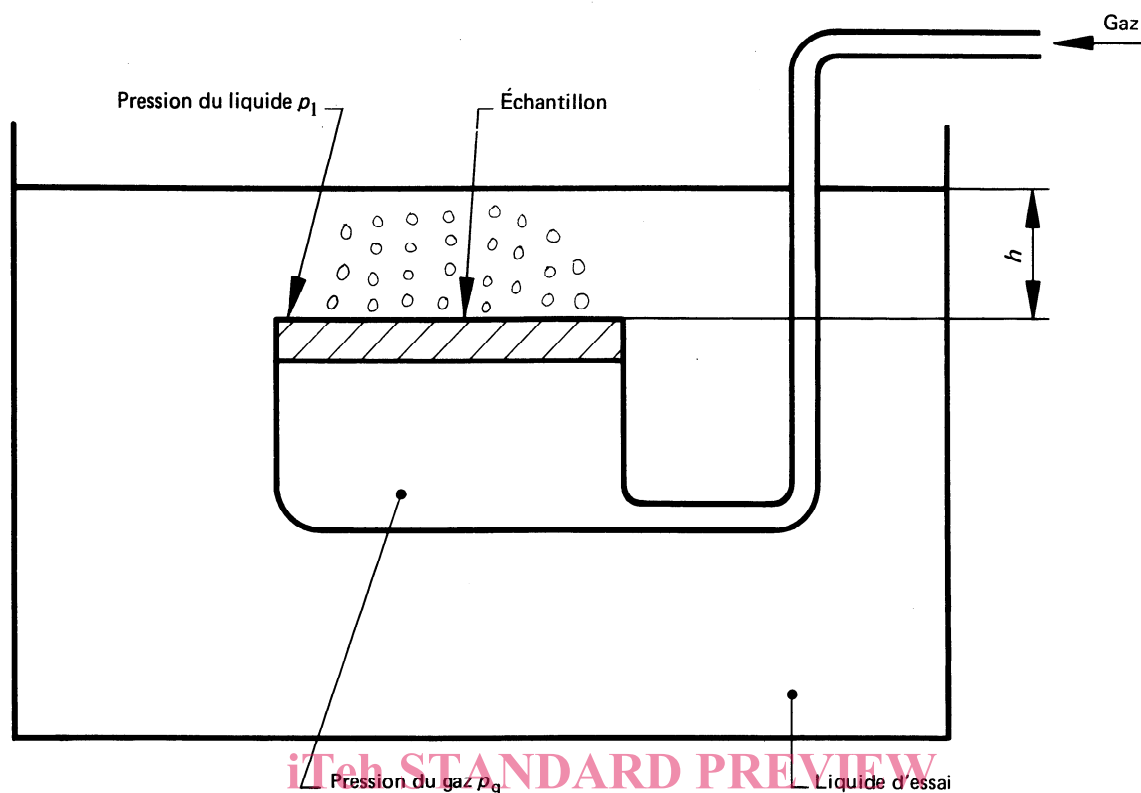


FIGURE — Disposition pour l'essai

NOTES

1 La dimension de pore bulloscopique, correspond à la pression différentielle minimale à laquelle apparaissent de façon continue les premières bulles. Pour cette raison, cette pression est quelquefois appelée «pression minimale de bullage» ou «point de bullage initial». Le diamètre de capillaire correspondant est appelé quelquefois «dimension maximale des pores», ou «diamètre maximal des pores» ou «dimension du plus gros pore». Cependant, la dimension maximale des pores déterminée par cette méthode peut être le résultat d'un défaut local isolé, et, en conséquence, n'est pas représentative de la population des pores.

2 Lorsque la pression augmente au-delà de la pression minimale de bullage (point de bullage initial), plusieurs aspects de bullage se produisent sur l'échantillon. Pour un aspect donné, la pression correspondante peut conduire à définir une dimension de pores conventionnelle. Par exemple, il est courant de spécifier la pression à laquelle se produit un bullage généralisé (bouillonnement sur toute la surface). Ces définitions particulières doivent faire l'objet d'un accord entre fournisseur et utilisateur. En outre, en augmentant graduellement la pression du gaz, on peut observer l'uniformité de la distribution des pores ayant une dimension voisine du maximum. On peut détecter ainsi facilement les fissures et les zones bouchées.

3 L'essai bulloscopique ne constitue pas un mesurage de la dimension maximale des particules que l'échantillon perméable laisse passer (pouvoir de rétention d'un filtre). On peut prévoir qu'un filtre retiendra toutes les particules ayant un diamètre plus grand que la dimension maximale de pores définie dans l'essai bulloscopique; mais, par suite de la forme irrégulière des pores et à cause de phénomènes propres au processus de filtration, le même filtre retient des particules qui sont bien plus petites que la dimension maximale des pores. La détermination de la taille de la plus grosse particule non déformable pouvant traverser la porosité exige des méthodes longues, par exemple le test aux billes de verre. À titre d'estimation, on peut utiliser des facteurs empiriques qui multiplient la dimension de pore bulloscopique calculée d'après l'équation (1). Ce facteur est environ 0,4 pour un métal poreux obtenu à partir de particules sphériques uniformes, et de l'ordre de 0,2 pour un métal poreux provenant de particules irrégulières.

ISO 4003:1977

5 APPAREILLAGE

5.1 Alimentation en gaz filtré et sec (habituellement de l'air), sous une pression appropriée.

5.2 Manodétendeur approprié, permettant de régler continuellement et avec précision la pression de l'air, par exemple un accroissement régulier de la pression à une vitesse donnée, ou une augmentation de pression par paliers, avec la possibilité de maintenir la pression constante à chaque palier.

5.3 Débitmètre, si nécessaire.

5.4 Appareil de mesurage de la pression relative d'air, donnant dans son domaine de mesure une précision de $\pm 1\%$ (manomètre métallique ou manomètre à eau ou à mercure); cet appareil doit être placé près de la cellule d'essai pour faciliter l'examen de l'aspect du bullage et simultanément la lecture de la valeur de la pression.

5.5 Dispositif d'examen du bullage à la surface de l'échantillon; il doit être approprié à la forme de l'échantillon, permettre de le saturer complètement de liquide et de le maintenir immergé sous une couche de liquide de hauteur constante durant tout l'essai. Dans le cas où l'échantillon est creux ou d'une forme non plane, il doit être possible de le faire tourner autour de son plus grand axe horizontal pour examiner toute la surface.

5.6 Liquide d'essai, choisi en fonction de la nature du métal constituant l'échantillon essayé. Parmi les liquides purs qui mouillent parfaitement les métaux, on emploie le plus souvent : l'éthanol à 95 %, le méthanol, l'isopropanol ou le tétrachlorure de carbone (voir les propriétés de ces liquides dans le tableau). L'essai est effectué à température ambiante (20 ± 5 °C). La tension superficielle γ du liquide d'essai est donnée par les tables de constantes.

TABLEAU – Liquides d'essai utilisés avec les métaux perméables

Liquide d'essai	Masse volumique g/cm ³	Tension superficielle à 20 °C N/m
Méthanol	0,79	0,022 5
Éthanol à 95 %	0,805	0,023
Isopropanol	0,79	0,021 5
Tétrachlorure de carbone ¹⁾	1,59	0,027

1) Les vapeurs de tétrachlorure de carbone étant toxiques, toutes précautions usuelles d'emploi doivent être prises.

S'il existe un défaut, il peut arriver que la première bulle se produise dans une zone éloignée de la génératrice supérieure. Dans ce cas, après avoir diminué la pression, reprendre l'essai en faisant tourner l'échantillon sur lui-même, et augmenter à nouveau la pression par quantités plus faibles.

NOTES

1 L'imprégnation de l'échantillon par le liquide d'essai est effectuée de façon à saturer sa porosité ouverte. Utiliser de préférence l'imprégnation sous vide telle que spécifiée dans l'ISO 2738.

2 Lorsqu'une détermination est répétée sur un même échantillon, il est nécessaire de réimprégner celui-ci totalement avant l'essai.

3 Il est important de sceller convenablement l'échantillon dans l'appareil. Si des bulles apparaissent au voisinage des joints, le résultat est à rejeter et l'essai doit être répété après avoir amélioré l'étanchéité du joint.

4 Lorsque l'échantillon comprend une couche à pores fins supportée par une base à pores plus gros, la dimension de pore bulloscopique caractérisant le matériau est celle de la couche à pores fins. L'échantillon doit être essayé de façon que les bulles apparaissent à la surface à pores fins.

5 Après accord particulier entre fournisseur et utilisateur, il est possible de considérer également la pression de bullage à laquelle se produit un aspect donné de formation de bulles (voir note 2, chapitre 4).

6 MODE OPÉRATOIRE

L'échantillon doit être propre et sec, débarrassé de toute matière étrangère, ainsi que de toute trace de graisse ou autre substance analogue pouvant perturber le mouillage parfait et uniforme du métal par le liquide d'essai.

Imprégner complètement l'échantillon de liquide. Fixer l'échantillon sur le dispositif d'examen bulloscopique et l'immobiliser de façon à le laisser immergé sous une hauteur de liquide la plus faible possible, compatible avec une observation commode de l'apparition des bulles. Mesurer cette hauteur h (voir figure), ainsi que la température.

Partant d'une pression effective de gaz nulle, augmenter très régulièrement cette pression à une vitesse comprise entre 20 et 100 Pa/s (suivant la dimension de pores prévue) et en observant continuellement la surface de l'échantillon. Dans le cas d'un échantillon creux ou cylindrique, tourner celui-ci pour examiner toute sa surface, la pression étant alors augmentée par quantités de 50 à 500 Pa (suivant la dimension de pores prévue), le palier de pression étant maintenu pendant la rotation servant à observer la surface.

Noter la pression de bullage initiale lorsqu'apparaît un chapelet de bulles continu en un point (ou peut-être en plusieurs points isolés simultanément).

7 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer la dimension de pore en utilisant la formule du chapitre 4. Noter la moyenne arithmétique de trois déterminations arrondie à 5 % près.

8 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- référence à la présente Norme internationale;
- tous détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- nature du liquide utilisé;
- vitesse de montée en pression;
- endroit où apparaît la première bulle;
- résultat obtenu;
- toutes opérations non spécifiées dans la présente Norme internationale, ou considérées comme facultatives;
- détails de tout incident susceptible d'avoir influencé le résultat.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.itih.ai)

ISO 4003:1977
<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/e80db611-8ff4-4e18-b573-942a619a4303/iso-4003-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4003:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e80db611-8ff4-4e18-b573-942a619a4303/iso-4003-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4003:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e80db611-8ff4-4e18-b573-942a619a4303/iso-4003-1977>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4003:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e80db611-8ff4-4e18-b573-942a619a4303/iso-4003-1977>