

Metallpulver
Bestimmung des Sauerstoffanteils
durch Reduktionsverfahren
Teil 3: Wasserstoffreduzierbarer Sauerstoff
(ISO 4491-3 : 1997)

DIN
ISO 4491-3

ICS 77.160

Ersatz für
Ausgabe 1990-06

Deskriptoren: Pulvermetallurgie, Metallpulver, Reduktionsverfahren,
Sauerstoffgehalt, Wasserstoffreduktion

Metallic powders –
Determination of oxygen content by reduction methods –
Part 3: Hydrogen-reducible oxygen;
(ISO 4491-3 : 1997)

Poudres métalliques –
Dosage de l'oxygène par les méthodes de réduction –
Partie 3: Oxygène réductible par l'hydrogène;
(ISO 4491-3 : 1997)

Die Internationale Norm ISO 4491-3 : 1997, "Metallic powders – Determination of oxygen content by reduction methods – Part 3: Hydrogen-reducible oxygen" ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden.

Nationales Vorwort

Die Internationale Norm ISO 4491-3 : 1997 wurde vom ISO/TC 119/SC 2 unter Beteiligung deutscher Fachleute des Normenausschusses Werkstofftechnologie (NWT) – Pulvermetallurgie (PM) – erarbeitet.

Da die Internationale Norm ISO 4491-3 : 1997 von den an dieser Norm interessierten Kreisen in Deutschland unterstützt wird, beschlossen die zuständigen Arbeitsausschüsse PM2 und PM4, diese Internationale Norm als Deutsche Norm zu übernehmen.

Änderungen

Gegenüber der Ausgabe Juni 1990 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

Der ISO folgend wurde die Norm überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN ISO 4491-3: 1990-06

Fortsetzung Seite 2 bis 11

Normenausschuß Werkstofftechnologie (NWT) – Pulvermetallurgie (PM) –
im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Deutsche Übersetzung

Metallpulver Bestimmung des Sauerstoffanteils durch Reduktionsverfahren Teil 3: Wasserstoffreduzierbarer Sauerstoff

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedskörperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitgliedskörperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Hinsichtlich der elektrotechnischen Normung arbeitet die ISO eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten Internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitgliedskörperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75 % der abstimmenden Mitgliedskörperschaften.

Die Internationale Norm ISO 4491-3 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 119 "Powder metallurgy", Subkomitee SC 2 "Sampling and testing methods for powders (including powders for hardmetals)" erarbeitet.

Diese 2. Ausgabe ersetzt die 1. Ausgabe (ISO 4491-3 : 1989); dabei wurden die Abschnitte 7 und 8 technisch überarbeitet.

ISO 4491 besteht aus den folgenden Teilen mit dem gemeinsamen Haupttitel "Metallpulver – Bestimmung des Sauerstoffanteils durch Reduktionsverfahren":

- Teil 1: Allgemeine Hinweise
- Teil 2: Massenverlust durch Reduktion mit Wasserstoff
- Teil 3: Wasserstoffreduzierbarer Sauerstoff
- Teil 4: Gesamt-Sauerstoffanteil durch Reduktionsextraktion

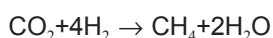
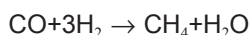
Einführung

Die Internationale Norm, die durch diesen Teil der ISO 4491 (ISO 4491-3 : 1989) ersetzt wird (ISO 4493 : 1981), beschrieb eine spezielle Prüfeinrichtung und ein bestimmtes Verfahren zur Bestimmung von wasserstoffreduzierbarem Sauerstoff. Es hat sich jedoch seitdem erwiesen, daß andere Systeme ebenso sichere Ergebnisse bringen und deshalb werden diese in diesem Teil der ISO 4491 beschrieben.

Zusätzlich wurde der Anwendungsbereich für dieses Verfahren auf kohlenstoffhaltige Pulver ausgedehnt.

Bei Vorhandensein von Kohlenstoff im Pulver werden einige Metalloxide, die sonst durch Wasserstoff reduziert würden, stattdessen durch Kohlenstoff reduziert und bilden Kohlenstoffmonoxid oder Kohlenstoffdioxid. Diese Reaktionsprodukte werden nicht durch Karl-Fischer-Titration erfaßt, die zur Bestimmung der gebildeten Wassermenge angewendet wird. Folglich wird für den mit Wasserstoff reduzierbaren Sauerstoffanteil ein niedrigeres Ergebnis erhalten.

Diese Störung wird dadurch berücksichtigt, daß die abgegebenen Gase über einen Katalysator geführt werden, der gebildetes CO und CO₂ quantitativ in Methan und Wasser nach folgenden Gleichungen umwandelt:



Die Umwandlung wird bei 380 °C an einem Nickelkatalysator durchgeführt.

ANMERKUNG: Bestimmte Oxide, die sonst nicht durch Wasserstoff reduziert würden, können zum Teil durch Kohlenstoff reduziert werden. In solchen Fällen sollte die Auswertung der Ergebnisse mit großer Sorgfalt gehandhabt werden (siehe ISO 4491-1 : 1989, Abschnitt 4.1.2d).

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil der ISO 4491 legt ein Verfahren zur Bestimmung des wasserstoffreduzierbaren Anteils an Sauerstoff von Metallpulvern mit einem Sauerstoff-Massenanteil von 0,05 % bis 3 % fest.

Das Verfahren ist auf unlegierte, anlegierte oder fertiglegierte Metallpulver sowie aus Mischungen von Carbiden und Bindemetallen anwendbar^{N1}). Es kann nicht angewendet werden auf Pulver mit Gleitmittelzusätzen oder organischen Bindemitteln.

Das Verfahren darf bei Einsatz einer speziellen katalytischen Vorrichtung auf kohlenstoffhaltige Pulver ausgedehnt werden.

Diese Norm ist im Zusammenhang mit ISO 760 und ISO 4491-1 anzuwenden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Internationalen Norm waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle Normen unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, werden gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der im folgenden genannten Normen angewendet werden können. Die Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 760 : 1978

Bestimmung von Wasser – Karl-Fischer-Verfahren (allgemeines Verfahren)

ISO 4491-1 : 1989

Metallpulver – Bestimmung des Sauerstoffanteils durch Reduktionsverfahren – Teil 1: Allgemeine Hinweise

3 Grundlage des Verfahrens

Vorbehandlung einer Probe durch Trocknen in trockenem Stickstoff oder Argon bei niedriger Temperatur (170 °C).

Reduktion bei vorgegebener Temperatur in reinem trockenem Wasserstoff. Absorption des Wassers aus der Reaktion von Oxiden mit Wasserstoff in Methanol. Titration mit Karl-Fischer-Reagens, wobei der Endpunkt entweder visuell durch die Farbänderung oder elektrometrisch mit zwei Elektroden (deadstop end-point) bestimmt wird .

Bei kohlenstoffhaltigen Pulvern erfolgt die Umwandlung des gebildeten Kohlenstoffmonoxids und Kohlenstoffdioxids bei 380 °C an einen Nickelkatalysator in Methan und Wasser.

4 Reagenzien

Bei der Analyse sind nur Reagenzien von anerkannter analytischer Reinheit zu verwenden und nur destilliertes Wasser oder Wasser von gleicher Reinheit.

Warnhinweis: Das Karl-Fischer-Reagens enthält vier giftige Bestandteile: Jod, Schwefeldioxid, Pyridin und Methanol. Es ist wichtig, einen direkten Kontakt und besonders ein Einatmen zu vermeiden. Nach unbeabsichtigtem Verschütten mit reichlich Wasser nachspülen.

^{N1}) Nationale Fußnote: Dieses Verfahren wird in Deutschland bei Carbiden und Mischungen aus diesen und aus Bindemetallen nicht angewendet.

4.1 Methanol, wasserfrei

4.2 Karl-Fischer-Reagens, entsprechend 1 mg Sauerstoff je ml

Der Titer des Karl-Fischer-Reagens wird nach einer der folgenden Verfahren bestimmt:

- a) Zugabe von 20 mg bis 30 mg Wasser in das Titrationsgefäß, auf 0,1 mg gewogen;
- b) Zugabe von 100 mg bis 200 mg Natriumtartrat-Dihydrat, gewogen auf 0,1 mg (zertifiziertes Material enthält einen theoretischen Massenanteil von 15,66 % Wasser entsprechend einem Sauerstoff-Massenanteil von 13,92 %). Das Natriumtartrat muß zuvor fein gemahlen und bei $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ bis zur Gewichtskonstanz getrocknet sein.
- c) Durchführung der Prüfung nach dem in Abschnitt 7 beschriebenen Verfahren unter Verwendung von 100 mg bis 200 mg reinem Natriumtartrat-Dihydrat, als Probe auf 0,1 mg gewogen, wobei jedoch die Prüfung auf die Trocknung bei 170°C und die Titration begrenzt ist.

Spezielle Verfahren zur Kalibrierung siehe auch ISO 760.

4.3 Wasserstoff mit einem maximalen Sauerstoff-Massenanteil von 0,005 % und einem Taupunkt von höchstens -45°C .

4.4 Stickstoff oder Argon mit einem maximalen Sauerstoff-Massenanteil von 0,005 % und einem Taupunkt von höchstens -45°C .

4.5 Trocknungsmittel: Granuliertes Aluminiumnatriumsilicat, aktiviertes Silicagel oder Magnesiumperchlorat.

5 Geräte

ANMERKUNG: Der wahlweise Aufbau der Geräte wird schematisch in Bild 1 (Verfahren 1) und Bild 2 (Verfahren 2) gezeigt.

5.1 Wasserstoffversorgung (A) versehen mit einem Druckregler, einem Strömungsregler und einem Durchflußmeßgerät.

5.2 Reinigungseinheit (B) für Wasserstoff, mit Katalysator zum Sauerstoffentzug und Trockeneinrichtung.

5.3 Stickstoff- (oder Argon-) Versorgung (C) mit Druckregler, Strömungsregler und einem Durchflußmeßgerät.

5.4 Dreiwegehahn (D).

5.5 Gastrocknungseinheit (E), die ein Trocknungsmittel (4.5) enthält.

5.6 Gasdichtes Reduktionsrohr (F) aus Quarz oder einem hitzebeständigen Material (z. B. dichtes Aluminium), das einer der folgenden Vorgaben entspricht:

- a) Einseitig geschlossenes Rohr mit einem Innendurchmesser von 27 mm bis 30 mm und einer Länge von etwa 400 mm, mit zwei kleineren Quarzrohren mit einem Durchmesser von 5 mm bis 6 mm und einer Länge von 60 mm bis 80 mm bzw. 200 mm bis 240 mm, die nach Bild 3 angeordnet sind. Dieses Rohr wird zuerst in den Trockenofen und dann in den Reduktionsofen eingesetzt.
- b) Offenes Rohr, mit einem Innendurchmesser von etwa 20 mm, einer Länge von 1 m, mit Gas-Zu- und Ableitung. Dieses Rohr wird gleichzeitig in beide Öfen eingesetzt.