
NORME INTERNATIONALE 4501

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

Métaux-durs — Détermination du titane — Méthode photométrique au peroxyde

Hardmetals — Determination of titanium — Photometric peroxide method

Première édition — 1978-08-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 4501:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6934c653-c84a-433b-8e35-d6997013f1f8/iso-4501-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6934c653-c84a-433b-8e35-d6997013f1f8/iso-4501-1978>

CDU 621.762 : 661.665.2 : 546.82 : 543.42

Réf. n° : ISO 4501-1978 (F)

Descripteurs : métal-dur, analyse chimique, dosage, titane, méthode spectrophotométrique.

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 4501 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 juin 1977.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 4501:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6934c653-c84a-433b-8e35-d699701311e/iso-4501-1978)

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

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Métaux-durs – Détermination du titane – Méthode photométrique au peroxyde

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique au peroxyde pour la détermination du titane dans les carbures et métaux-durs.

2 DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode est applicable aux

- mélanges de poudres de carbure et de métal liant non lubrifiés,
- alliages durs de toutes nuances préfrittés ou frittés, ayant une teneur en titane supérieure à 0,2 % (*m/m*).

3 PRINCIPE

Formation d'un complexe jaune d'acide pertitanique. Détermination de l'absorbance du complexe.

4 INTERFÉRENCES

Il convient de tenir compte des interférences dues à certains éléments, tels que le vanadium et le molybdène par exemple, qui forment également des complexes colorés avec le peroxyde d'hydrogène dans certaines conditions spécifiées. Une correction peut être effectuée si la teneur en chacun de ces éléments est inférieure à 5 % (*m/m*).

5 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Hydrogènefluorure d'ammonium.

5.2 Sulfate d'ammonium.

5.3 Disulfite de sodium.

5.4 Titane métallique de haute pureté ou dioxyde de titane, avec analyse de toutes les impuretés de teneur supérieure à 0,01 % (*m/m*).

5.5 Acide citrique, solution à 30 % (*m/m*).

5.6 Acide perchlorique, ρ 1,54 ou 1,67 g/ml.

5.7 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml.

5.8 Acide sulfurique, ρ 1,54 g/ml (acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml, dilué 1 + 1).

5.9 Peroxyde d'hydrogène, à 30 % (*m/m*).

5.10 Acide fluorhydrique, ρ 1,12 g/ml.

5.11 Acide nitrique, ρ 1,40 g/ml.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Spectrophotomètre ou photomètre à filtre.

7 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

7.1 L'échantillon doit être réduit en poudre dans un mortier dont le matériau n'altère pas la composition de l'échantillon. La poudre doit passer à travers un tamis de 0,18 mm d'ouverture de maille.

7.2 L'analyse doit être réalisée sur deux ou trois prises d'essai.

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Préparation

Choisir la masse de la prise d'essai, le volume de la fiole jaugée et la longueur de la cellule en fonction du tableau 1.

TABLEAU 1

Teneur en titane % (<i>m/m</i>)	Masse de la prise d'essai g	Volume de la fiole ml	Longueur de la cellule mm
0,2 à 4	0,2	250	20
2 à 8	0,2	250	10
5 à 15	0,2	500	10
10 à 30	0,1	500	10

NOTE – Environ 17 mg de titane dans 250 ml de solution finale donne une absorbance de 1 avec une cellule de 10 mm.

8.2 Prise d'essai

Peser à 0,000 1 g près, 0,1 ou 0,2 g d'échantillon.

8.3 Attaque

Introduire la prise d'essai dans une fiole conique de 100 à 200 ml, ou dans un bécher de 250 ml. Ajouter 5 g du sulfate d'ammonium (5.2) et 10 ml de l'acide sulfurique (5.7). Couvrir le bécher ou la fiole avec un verre de montre. Chauffer presque à ébullition jusqu'à dissolution complète.

Autre méthode de dissolution : Introduire la prise d'essai dans une capsule en platine. Ajouter 10 ml d'eau et 5 ml de l'acide fluorhydrique (5.10). Recouvrir la capsule d'un couvercle en polypropylène ou en platine. Chauffer à environ 80 °C. Ajouter l'acide nitrique (5.11) goutte à goutte jusqu'à solubilisation complète. Refroidir. Ajouter 10 ml de l'acide sulfurique (5.7) et 5 g du sulfate d'ammonium (5.2). Chauffer jusqu'à dégagement de fumées (SO₃). Refroidir.

S'il reste des particules ou des matières carbonées non dissoutes, refroidir en dessous de 100 °C et ajouter avec précaution 1 ml de l'acide perchlorique (5.6). Chauffer jusqu'à cessation du dégagement de vapeurs d'acide perchlorique et refroidir à température ambiante.

ATTENTION – Dans l'utilisation de l'acide perchlorique, il faut éviter tout contact avec une matière organique.

8.4 Préparation de la solution pour analyse

Ajouter, par petites quantités, 1 ml du peroxyde d'hydrogène (5.9) en agitant pour mélanger. Ajouter en plusieurs fois 30 ml de la solution d'acide citrique (5.5) en mélangeant. Ajouter 40 ml d'eau.

8.4.1 En utilisant une fiole jaugée de 250 ml

Transvaser la solution dans la fiole jaugée; rincer abondamment à l'eau. Ajouter 25 ml de l'acide sulfurique (5.8), remplir presque jusqu'au trait de jauge et homogénéiser. Refroidir. Ajouter 1 ml du peroxyde d'hydrogène (5.9), homogénéiser, compléter au volume et homogénéiser à nouveau.

8.4.2 En utilisant une fiole jaugée de 500 ml

Transvaser la solution dans la fiole jaugée; rincer abondamment à l'eau. Ajouter 30 ml de la solution d'acide citrique (5.5) et 50 ml de l'acide sulfurique (5.8), remplir presque jusqu'au trait de jauge et homogénéiser. Refroidir. Ajouter 2 ml du peroxyde d'hydrogène (5.9), homogénéiser, compléter au volume et homogénéiser à nouveau.

8.5 Solution de compensation

Transvaser environ 30 ml de la solution colorée (8.4) dans un bécher de 50 ml. Ajouter environ 0,2 g du disulfite de sodium (5.3) pour décolorer la solution. Répéter l'addition de disulfite de sodium, si nécessaire.

8.6 Détermination de l'absorbance

Choisir des cellules appropriées. Mesurer l'absorbance de la solution colorée et de la solution de compensation à une longueur d'onde de 420 nm en utilisant la même cellule ou deux cellules appariées.

9 ÉLIMINATION DES INTERFÉRENCES

9.1 Vanadium

Transvaser 30 ml de la solution colorée (8.4) dans un bécher de 50 ml et ajouter environ 0,1 g de l'hydrogénéofluorure d'ammonium (5.1) qui détruit le complexe coloré de titane. Attendre 3 min. La couleur subsistante est due au vanadium.

Mesurer l'absorbance et la déduire de l'absorbance due au titane et au vanadium.

9.2 Molybdène

Le complexe de peroxyde de molybdène est peu coloré. Il ne peut pas être compensé par des moyens chimiques, mais on peut procéder à une correction à partir de la teneur en molybdène. 1 % de molybdène dans l'échantillon correspond à environ 0,08 % de titane à une longueur d'onde de 420 nm; la correction doit toutefois être déterminée avec le spectrophotomètre utilisé.

10 PRÉPARATION DE LA COURBE D'ÉTALONNAGE

10.1 Solution étalon de titane

La solution étalon de titane peut être préparée à partir de titane métallique ou de dioxyde de titane.

10.1.1 Solution étalon de titane préparée à partir de titane métallique

Peser environ 250 mg du titane métallique (5.4) et les transférer dans une fiole conique de 200 ml. Ajouter 30 ml d'eau et 20 ml de l'acide sulfurique (5.8). Couvrir la fiole. Chauffer doucement en conservant le volume constant par addition d'eau jusqu'à ce que tout le métal soit dissous. Refroidir. Ajouter environ 1 ml du peroxyde d'hydrogène (5.9) pour oxyder le titane. Évaporer l'eau en chauffant jusqu'à dégagement de fumées. Refroidir. Ajouter 10 g du sulfate d'ammonium (5.2) et chauffer doucement jusqu'à dissolution des dépôts adhérant aux parois de la fiole. Refroidir. Ajouter environ 50 ml d'eau. Transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml et ajouter 25 ml de l'acide sulfurique (5.8). Refroidir. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Calculer la teneur en titane en grammes de Ti par litre.

10.1.2 Solution étalon de titane préparée à partir de dioxyde de titane

Peser une quantité de dioxyde de titane (5.4) calculée de manière à ce qu'elle contienne environ 250 mg de titane, et la transférer dans une fiole conique de 200 ml. Ajouter

10 g du sulfate d'ammonium (5.2) et 10 ml de l'acide sulfurique (5.7). Couvrir la fiole. Chauffer presque à ébullition jusqu'à obtenir une solution limpide. Refroidir. Ajouter, par petites quantités 1 ml du peroxyde d'hydrogène (5.9) au cours du mélange par agitation. Ajouter environ 50 ml d'eau. Transvaser dans une fiole jaugée de 250 ml et ajouter 25 ml de l'acide sulfurique (5.8). Refroidir. Compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser. Calculer la teneur en titane en grammes Ti par litre.

10.2 Étalonnage

Déterminer la pente de la courbe en donnant l'absorbance en fonction de la teneur en titane, c'est-à-dire l'absorbance pour 1,0 mg de titane dans 250 ml de solution, en procédant par exemple comme suit :

Transférer dans quatre fioles coniques 5 g de sulfate d'ammonium (5.2) et 10 ml de l'acide sulfurique (5.7). Ajouter séparément dans trois de ces fioles 5,0, 10,0 et 15,0 ml de solution étalon de titane (10.1). Utiliser la fiole restante pour l'essai à blanc. Continuer comme en 8.4 à 8.6.

11 EXPRESSION DES RÉSULTATS

11.1 Calcul

La teneur en titane est donnée, en pourcentage en masse, par la formule

$$\frac{100 \times A \times V}{25 \times a \times m \times L}$$

où

A est l'absorbance attribuable au titane dans l'alliage dur;

a est l'absorbance lorsque la concentration est de 1 mg de titane par 250 ml avec une cellule de 10 mm;

m est la masse, en milligrammes, de la prise d'essai;

V est le volume, en millilitres, de la solution colorée;

L est la longueur, en millimètres, de la cellule.

Le résultat doit être arrondi à 0,01 % près.

11.2 Tolérances

Les écarts sur deux ou trois essais indépendants ne doivent pas dépasser les valeurs données dans le tableau 2.

TABLEAU 2

Teneur en titane %	Écart pour deux déterminations %	Écart pour trois déterminations %
de 0,2 à 5 inclus	0,10	0,12
de 5 exclu à 8	0,15	0,18
de 8 exclu à 15	0,20	0,25
au-delà de 15	0,30	0,35

11.3 Résultat final

Noter la moyenne arithmétique des déterminations acceptables, arrondie à 0,1 % près.

12 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- référence de la présente Norme internationale;
- tous détails nécessaires à l'identification de l'échantillon pour essai;
- 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.iteh.ai)

ISO 4501:1978
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6934c653-c84a-433b-8e35-d6997013f1fe/iso-4501-1978>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4501:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6934c653-c84a-433b-8e35-d6997013ffe/iso-4501-1978>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4501:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6934c653-c84a-433b-8e35-d6997013ffe/iso-4501-1978>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 4501:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6934c653-c84a-433b-8e35-d6997013ffe/iso-4501-1978>