

---

# NORME INTERNATIONALE 4503

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

---

## Métaux-durs — Dosage des éléments métalliques par fluorescence de rayons X — Méthode par fusion

*Hardmetals — Determination of contents of metallic elements by X-ray fluorescence — Fusion method*

**iTeh STANDARD PREVIEW**

Première édition — 1978-06-15

**(standards.iteh.ai)**

[ISO 4503:1978](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/959d2894-7fc7-4e89-9ca8-d25135536c09/iso-4503-1978)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/959d2894-7fc7-4e89-9ca8-d25135536c09/iso-4503-1978>

---

CDU 621.762.661.665.2 : 546.3 : 543.422.8

Réf. n° : ISO 4503-1978 (F)

**Descripteurs** : métal dur, carbure, analyse chimique, dosage, métal, cobalt, chrome, fer, manganèse, molybdène, nickel, niobium, tantale, titane, tungstène, vanadium, zirconium, méthode spectrophotométrique, spectrométrie de fluorescence X

Prix basé sur 3 pages

## 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 4503 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 4503:1978](#)

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

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Métaux-durs – Dosage des éléments métalliques par fluorescence de rayons X – Méthode par fusion

## 1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode de fluorescence X par fusion pour le dosage des éléments suivants : cobalt, chrome, fer, manganèse, molybdène, nickel, niobium, tantale, titane, tungstène, vanadium et zirconium dans les carbures et métaux-durs.

## 2 DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique aux

- carbures de niobium, tantale, titane, vanadium, tungstène et zirconium,
- mélanges de ces carbures et des métaux liants non lubrifiés,
- métaux-durs de toutes nuances, préfrittés ou frittés, produits de ces carbures,

ayant les teneurs indiquées au tableau 1.

TABLEAU 1

| Élément | Teneur, % (m/m) |      |
|---------|-----------------|------|
|         | min.            | max. |
| Co      | 0,05            | 50   |
| Cr      | 0,05            | 2,0  |
| Fe      | 0,05            | 2,0  |
| Mn      | 0,05            | 2,5  |
| Mo      | 0,05            | 5,0  |
| Nb      | 0,05            | 15   |
| Ni      | 0,05            | 5,0  |
| Ta      | 0,10            | 30   |
| Ti      | 0,3             | 30   |
| V       | 0,15            | 4,0  |
| W       | 45              | 95   |
| Zr      | 0,05            | 2,0  |

## 3 PRINCIPE

Mesurage de l'intensité du spectre de rayons X caractéristique des éléments à doser. Pour éliminer les effets de la taille des particules et des interactions entre éléments, la prise d'essai est dissoute dans un mélange d'acides approprié, puis convertie en sulfates, ou bien elle est oxydée directement. Les sulfates ou les oxydes sont ensuite fondus avec un mélange de tétraborate de sodium et d'un composé de baryum.

## 4 INTERFÉRENCES

Il convient de tenir compte de l'influence des éléments interférents tels que l'interférence des raies du titane et du tungstène sur celles du vanadium par exemple.

## 5 RÉACTIFS

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

**5.1 Peroxyde de baryum**, anhydre, ou **carbonate de baryum**, anhydre.

**5.2 Tétraborate de sodium**, anhydre.

Pour s'assurer de l'absence d'eau, chauffer le tétraborate de sodium à environ 400 °C.

**5.3 Acide fluorhydrique**,  $\rho$  1,12 g/ml.

**5.4 Acide nitrique**,  $\rho$  1,24 g/ml (acide nitrique,  $\rho$  1,42 g/ml, dilué 1 + 1).

**5.5 Acide sulfurique**,  $\rho$  1,54 g/ml (acide sulfurique  $\rho$  1,84 g/ml, dilué 1 + 1).

## 6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Spectromètre à rayons X.**

**6.2 Fours**, pour oxyder la prise d'essai entre 700 et 900 °C et préparer la masse fondue de borate à environ 1 100 °C.

**6.3 Capsules en platine**, de 50 à 100 ml.

NOTE – Des capsules à 95 % Pt + 5 % Au sont préférables.

**6.4 Plaque** à surface polie, en alliage de platine, par exemple 85 % Pt + 10 % Rh + 5 % Au ou 95 % Pt + 5 % Au.

La plaque doit être maintenue à une température en surface comprise entre 300 et 400 °C, afin que le disque de borate (voir 8.4) se détache facilement sans se fendre.

**6.5 Bagues en laiton ou cylindre en acier réfractaire ou en graphite.**

NOTE — Au lieu de la plaque (6.4) et des bagues en laiton (6.5), des moules en graphite ou en acier réfractaire peuvent être utilisés.

**6.6 Dispositif de polissage à sec ou sous l'eau.**

**7 ÉCHANTILLONNAGE**

7.1 L'échantillon doit être broyé dans un mortier dont le matériau n'altère pas la composition de l'échantillon. Le produit broyé doit passer à travers un tamis de 2 mm d'ouverture de maille si l'on utilise la méthode de la dissolution acide, ou de 0,18 mm d'ouverture de maille si l'on utilise la méthode d'oxydation.

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

**8 MODE OPÉRATOIRE**

8.1 Peser, à 0,001 g près, environ 0,5 g d'échantillon.

NOTE — Si l'échantillon contient un lubrifiant, une correction pour la teneur en lubrifiant doit être effectuée.

8.2 Transformer la prise d'essai placée dans une capsule en platine par la méthode de dissolution de préférence (8.2.1) ou par oxydation (8.2.2). La méthode par oxydation ne doit pas être utilisée si le molybdène est présent à une teneur supérieure à 0,1 % (m/m).

8.2.1 Ajouter 15 ml de l'acide nitrique (5.4) à la prise d'essai non oxydée ou partiellement oxydée; chauffer modérément la capsule, ajouter goutte à goutte 2 ml de l'acide fluorhydrique (5.3) et maintenir la capsule à température modérée.

Après dissolution complète de la prise d'essai, ajouter 1 à 2 ml de l'acide sulfurique (5.5). Amener à sec et chauffer à 600 °C environ jusqu'à disparition complète des vapeurs de SO<sub>3</sub>. Refroidir.

Il y a possibilité de transfert du molybdène d'un creuset à l'autre; aussi, des précautions doivent être prises pour éviter ce transfert pendant la période de chauffage. En conséquence, il ne faut pas chauffer ensemble, dans le four, des échantillons à forte et à faible teneur en molybdène.

8.2.2 Oxyder la prise d'essai à l'air dans un four entre 700 et 900 °C durant 1 h environ. Si l'oxydation est complète, continuer comme en 8.3. Si l'oxydation n'est pas complète (comme dans le cas des métaux-durs à haute teneur en titane), reprendre comme en 8.2.1.

8.3 Bien mélanger la prise d'essai avec le mélange tampon fondu composé de 15 ± 0,01 g du tétraborate de sodium (5.2) et de 4 ± 0,01 g du peroxyde de baryum (5.1) ou de 4,5 ± 0,01 g du carbonate de baryum (5.1), et chauffer doucement la capsule jusqu'à ce que son contenu soit complètement fondu et que la réaction ait cessé. Recouvrir la capsule d'un couvercle. Dissoudre les oxydes par fusion à environ 1 100 °C durant 10 à 15 min. Agiter la masse fondue pour obtenir une masse homogène.

8.4 Verser la masse fondue dans la bague préchauffée (6.5) placée sur la plaque support (6.4), posée elle-même sur un dispositif de chauffage porté entre 300 et 400 °C. Laisser refroidir suffisamment jusqu'à ce que le disque se détache de la plaque. Placer le disque et la bague sur une feuille d'amiante et laisser refroidir à température ambiante.

8.5 Polir le disque sur le dispositif de polissage à sec ou sous l'eau (6.6) jusqu'à obtenir une surface unie et lisse. Rincer immédiatement et sécher la surface.

NOTE — Le polissage final à sec ou sous l'eau doit être exécuté à l'aide d'un papier abrasif N 220. Des précautions doivent être prises pour éviter toute contamination d'un échantillon par l'autre, par l'intermédiaire du papier abrasif lorsqu'on emploie le polissage à sec.

8.6 Analyser avec le spectromètre à rayons X.

iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07e09177-11-02/d25135536c09/iso-4503-1978>

**9 ANALYSE PAR FLUORESCENCE DE RAYONS X**

9.1 Choisir tous les paramètres de mesure y compris le matériau de l'anode du tube à rayons X, de manière à obtenir le nombre optimal d'impulsions.

9.2 Utiliser les raies analytiques indiquées dans le tableau 2.

TABLEAU 2

| Élément         | Co, Cr, Fe, Mn, Mo, Nb, Ni, Ti, V, Zr | Ta, W          |
|-----------------|---------------------------------------|----------------|
| Raie analytique | $K_{\alpha 1,2}$                      |                |
|                 |                                       | $L_{\alpha 1}$ |

NOTE — Il est recommandé de mesurer tous les éléments avec la raie de réflexion de premier ordre au moyen d'un cristal de LiF (200). Pour le titane on peut utiliser un cristal de pentaérythritol, en mesurant la raie de second ordre.

9.3 Faire, si nécessaire, les corrections de fond continu.

**10 PRÉPARATION DES COURBES D'ÉTALONNAGE**

Tracer les courbes d'étalonnage sur la base d'échantillons préparés synthétiquement de composition conforme aux données du chapitre 2 et correspondant grossièrement aux nuances des métaux-durs à analyser. Ces échantillons sont préparés en mélangeant des quantités connues avec précision de métaux ou de leurs composés appropriés. Le mélange est analysé de la manière décrite de 8.2 à 8.6.

## 11 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 11.1 Tolérances

Les écarts sur deux ou trois essais indépendants ne doivent pas dépasser les valeurs données dans le tableau 3.

TABLEAU 3

| Teneur<br>%          | Écart pour deux<br>déterminations<br>% | Écart pour trois<br>déterminations<br>% |
|----------------------|--|---|
| de 0,05 à 0,4 inclus | 0,04                                   | 0,05                                    |
| de 0,4 exclu à 2     | 0,20                                   | 0,25                                    |
| de 2 exclu à 10      | 0,30                                   | 0,35                                    |
| de 10 exclu à 30     | 0,4                                    | 0,5                                     |
| de 30 exclu à 95     | 1,0                                    | 1,2                                     |

### 11.2 Résultat final

Noter la moyenne arithmétique des déterminations acceptables, arrondie à la valeur la plus proche comme indiqué dans le tableau 4.

TABLEAU 4

| Teneur<br>%           | Arrondir à<br>% près |
|-----------------------|----------------------|
| de 0,05 à 0,4 inclus  | 0,01                 |
| de 0,4 exclu à 30     | 0,1                  |
| plus de 30 exclu à 95 | 1                    |

## 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;
- 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 4503:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/959d2894-7fc7-4e89-9ca8-d25135536c09/iso-4503-1978>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4503:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/959d2894-7fc7-4e89-9ca8-d25135536c09/iso-4503-1978>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4503:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/959d2894-7fc7-4e89-9ca8-d25135536c09/iso-4503-1978>

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 4503:1978

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/959d2894-7fc7-4e89-9ca8-d25135536c09/iso-4503-1978>