

---

---

**Métaux-durs — Dosage du carbone  
insoluble (libre) — Méthode  
gravimétrique**

*Hardmetals — Determination of insoluble (free) carbon — Gravimetric  
method*

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

[ISO 3908:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167b9029-e7fe-4ceb-b020-e31c18db2607/iso-3908-2009)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167b9029-e7fe-4ceb-b020-  
e31c18db2607/iso-3908-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167b9029-e7fe-4ceb-b020-e31c18db2607/iso-3908-2009)



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

ISO 3908:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167b9029-e7fe-4ceb-b020-e31c18db2607/iso-3908-2009>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2009

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## 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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

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 et averti de leur existence.

L'ISO 3908 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*, sous-comité SC 4, *Échantillonnage et méthodes d'essais des métaux durs*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 3908:1985), dont elle constitue une révision technique.

*ISO 3908:2009*  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167b9029-e7fe-4ceb-b020-e31c18db2607/iso-3908-2009>

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

ISO 3908:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167b9029-e7fe-4ceb-b020-e31c18db2607/iso-3908-2009>

# Métaux-durs — Dosage du carbone insoluble (libre) — Méthode gravimétrique

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique de dosage du carbone insoluble (libre) [fraction massique de carbone insoluble (libre)] dans les carbures et les métaux-durs.

La présente méthode est applicable aux

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

dont la fraction massique de carbone insoluble est comprise entre 0,02 % et 0,5 %.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3907:2009, *Métaux-durs — Dosage du carbone total — Méthode gravimétrique*

## 3 Principe

Décomposition des carbures et dosage du carbone insoluble par une méthode gravimétrique.

## 4 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.

### 4.1 Acide nitrique, $\rho = 1,20$ g/ml.

Ajouter 2 000 ml d'acide nitrique,  $\rho = 1,42$  g/ml, à 3 000 ml d'eau.

### 4.2 Acide fluorhydrique, $\rho = 1,12$ g/ml.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et le matériel suivant.

**5.1 Appareillage**, tel que spécifié dans l'ISO 3907.

**5.2 Capsule en platine**, de 200 ml de capacité.

**5.3 Dispositif filtrant**: filtre en céramique ou tampon de matériau réfractaire en fibres ou en poudre au fond d'un creuset de Gooch.

NOTE Si nécessaire, prétraiter le matériau réfractaire entre 800 °C et 1 000 °C dans des conditions fortement oxydantes durant au moins 3 h. En cas de prétraitement, conserver dans un dessiccateur.

**5.4 Dispositif de filtration sous vide**.

## 6 Échantillonnage

**6.1** L'échantillon doit être réduit en poudre dans un mortier fabriqué dans un matériau qui n'influe pas sur la composition de l'échantillon. La poudre doit passer au travers d'un tamis de 180 µm d'ouverture de maille.

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

## 7 Mode opératoire

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

### 7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, approximativement 2,5 g d'échantillon d'essai.  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/167b9029-e7fe-4ceb-b020-e31c18db2607/iso-3908-2009>

### 7.2 Attaque

Mettre la prise d'essai (7.1) dans la capsule en platine (5.2). Ajouter 75 ml d'acide nitrique (4.1) et placer la capsule dans un bain d'eau bouillante et l'y maintenir durant 5 min. Ajouter, goutte à goutte, 10 ml d'acide fluorhydrique (4.2), laisser la capsule dans le bain pendant environ 1 h et jusqu'à complète dissolution.

Laisser refroidir la solution jusqu'à température ambiante.

**ATTENTION — L'acide nitrique et l'acide fluorhydrique sont des produits chimiques très dangereux. Tout contact avec le mélange ou toute inhalation de vapeurs doivent être évités. Toute opération avec ce mélange doit être effectuée sous une hotte avec une bonne ventilation.**

### 7.3 Préparation du creuset de Gooch

Introduire le dispositif filtrant (5.3) dans le creuset.

En cas d'utilisation de matériau réfractaire, remplir le creuset à une hauteur de 8 mm à 10 mm en comprimant suffisamment pour retenir l'insoluble sans pour autant ralentir la filtration.

## 7.4 Filtration

Avant la filtration, ajouter de l'eau en quantité limitée pour éviter la précipitation de l'acide tungstique. Filtrer le contenu de la capsule (voir 7.2) sur le dispositif filtrant (5.3). Ensuite, rincer la capsule deux fois avec un peu d'eau. Vérifier que toutes les particules de carbone sont passées sur le dispositif filtrant. Rincer à nouveau la capsule au moins deux fois et laver le dispositif filtrant débarrassé de l'acide avec de l'eau chaude (en général, environ 500 ml sont nécessaires).

Retirer le dispositif filtrant humide du creuset de Gooch et le placer sur une nacelle (voir l'ISO 3907:2009, 4.1.5). Le sécher à 110 °C.

## 7.5 Essai à blanc

Réaliser deux essais à blanc pour chaque série de dosages.

Préparer le creuset de Gooch conformément à 7.3.

Filtrer sur le dispositif filtrant (5.3) un mélange de 75 ml d'acide nitrique (4.1) et de 10 ml d'acide fluorhydrique (4.2), puis procéder conformément à 7.4.

## 7.6 Dosage

Calciner le dispositif filtrant (5.3) dans un courant d'oxygène conformément à l'ISO 3907, l'intérieur du four étant porté à environ 1 200 °C.

iTeh STANDARD PREVIEW

## 8 Expression des résultats (standards.iteh.ai)

### 8.1 Calcul

ISO 3908:2009

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167b9029-e7fe-4ceb-b020-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167b9029-e7fe-4ceb-b020-71648736077c/iso-3908-2009)

La fraction massique de carbone, exprimée en pourcentage, est donnée par la formule:

$$27,29 \times \frac{m_2 - m_1}{m_0}$$

où

$m_0$  est la masse de la prise d'essai, en grammes (g);

$m_1$  est la masse de dioxyde de carbone obtenue au cours de l'essai à blanc, en grammes (g);

$m_2$  est la masse de dioxyde de carbone obtenue par combustion de la prise d'essai, en grammes (g);

27,29 est le facteur de conversion du dioxyde de carbone en carbone, multiplié par 100.

## 8.2 Tolérances

Les écarts entre deux ou trois dosages indépendants ne doivent pas dépasser les valeurs données dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Tolérances

Fraction massique de carbone total %	Écart entre deux dosages %	Écart entre trois dosages %
de 0,02 à 0,1	0,02	0,03
plus de 0,1 à 0,5	0,04	0,05

## 8.3 Résultat final

Noter la moyenne arithmétique des dosages acceptables, arrondie à 0,01 % près (fraction massique).

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)
- a) la référence de la présente Norme internationale;
  - b) tout détail nécessaire à l'identification de l'échantillon d'essai;
  - c) le résultat obtenu; [ISO 3908:2009  
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167b9029-e7fe-4ceb-b020-e31c18db2607/iso-3908-2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167b9029-e7fe-4ceb-b020-e31c18db2607/iso-3908-2009)
  - d) toute opération non spécifiée dans la présente Norme internationale, ou considérée comme facultative;
  - e) les détails de tout incident susceptible d'avoir eu une influence sur le résultat.

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

ISO 3908:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/167b9029-e7fe-4ceb-b020-e31c18db2607/iso-3908-2009>