
NORME INTERNATIONALE 3907

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

Métaux-durs — Détermination du carbone total — Méthode gravimétrique

Hardmetals — Determination of total carbon — Gravimetric method

Première édition — 1977-01-15

CDU 621.762 : 546.26 : 543.21

Réf. no : ISO 3907-1977 (F)

Descripteurs : métallurgie des poudres, produit fritté, métal dur, analyse chimique, dosage, carbone, méthode gravimétrique.

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 3907 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 septembre 1975.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Allemagne	Espagne	Royaume-Uni
Australie	France	Suède
Autriche	Italie	Tchécoslovaquie
Brésil	Mexique	Turquie
Canada	Pologne	U.R.S.S.
Corée, Rép. dém. p. de	Portugal	U.S.A.
Égypte, Rép. arabe d'	Roumanie	Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée

Métaux-durs — Détermination du carbone total — Méthode gravimétrique

1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination gravimétrique du carbone total dans les carbures et les métaux-durs.

2 DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique aux

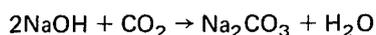
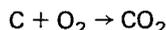
- carbures de chrome, hafnium, molybdène, niobium, tantale, titane, vanadium, tungstène et zirconium,
- mélanges de ces carbures et des métaux liants non lubrifiés,
- métaux-durs de toutes nuances, préfrittés ou frittés, produits de ces carbures,

dont la teneur en carbone total est supérieure à 4 % (*m/m*).

3 PRINCIPE

Oxydation du carbone en gaz carbonique dans un courant d'oxygène pur à haute température, avec, si nécessaire, adjonction d'un flux.

Absorption du gaz carbonique, entraîné par l'oxygène, par l'amiante sodé dans un flacon taré. Détermination de l'accroissement de la masse de l'amiante sodé, qui correspond à la quantité de gaz carbonique formé.



4 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.

4.1 Oxygène, de pureté minimale 99 %.

4.2 Perchlorate de magnésium, anhydre.

ATTENTION — Afin de prévenir toute explosion, il convient d'éviter le contact de ce réactif avec des produits organiques et, plus particulièrement, lorsqu'on l'élimine.

4.3 Flux, par exemple étain sous forme métallique, cuivre sous forme métallique ou oxyde, fer sous forme métallique.

4.4 Amiante sodé : amiante en granulés d'environ 2 mm de diamètre, imprégnés de soude caustique. Éviter autant que possible le contact avec l'air.

5 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareillage, comprenant une bouteille d'oxygène et une unité de purification, un four électrique avec un tube de combustion, une unité de purification et une autre pour absorber le gaz carbonique.

Chaque unité doit être reliée à la suivante au moyen de tubes étanches.

Le schéma de l'appareillage est donné à la figure 1.

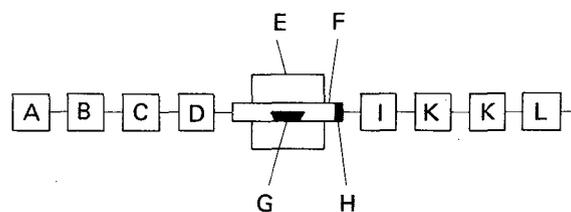


FIGURE 1

A — Bouteille d'oxygène (4.1) avec mano-détendeur.

B — Débitmètre.

C – Four électrique, avec un tube de combustion en porcelaine non poreuse contenant de l'amiante platiné, dont la température est maintenue à 625 °C environ.

D – Unité de séchage et de purification de l'oxygène (4.1), contenant du perchlorate de magnésium anhydre (4.2) et de l'amiante sodé (4.4), séparés par de la laine de verre ou de la laine de silice. Le diamètre de cette unité doit être d'environ 25 mm et sa longueur de 100 mm environ.

E – Four électrique, capable de travailler à 1 350 °C avec un système de réglage de température approprié.

F – Tube de combustion, en matériau réfractaire non poreux, dont le diamètre intérieur peut varier de 18 à 30 mm et dont la longueur doit être au moins de 650 mm, afin que les extrémités du tube, pendant le maintien à température, ne dépassent pas 60 °C.

G – Nacelle, en matériau réfractaire, prétraitée à la température de travail durant 10 min dans un courant d'oxygène, ou bien entre 800 et 1 000 °C durant 1 h.

Les dimensions de la nacelle doivent être appropriées, par exemple 80 à 100 mm de long, 12 à 14 mm de large et 8 à 9 mm de profondeur.

Cette nacelle prétraitée doit être conservée dans un dessiccateur. Les surfaces rodées du dessiccateur et de son couvercle ne doivent pas être graissées.

H – Bouchon, en laine de silice ou amiante calciné.

I – Dessiccateur, contenant du perchlorate de magnésium anhydre (4.2).

K – Flacon absorbeur, contenant de l'amiante sodé (4.4) et un peu de perchlorate de magnésium anhydre (4.2).

Un exemple de flacon absorbeur est donné à la figure 2.

L – Flacon absorbeur, inversé par rapport à K.

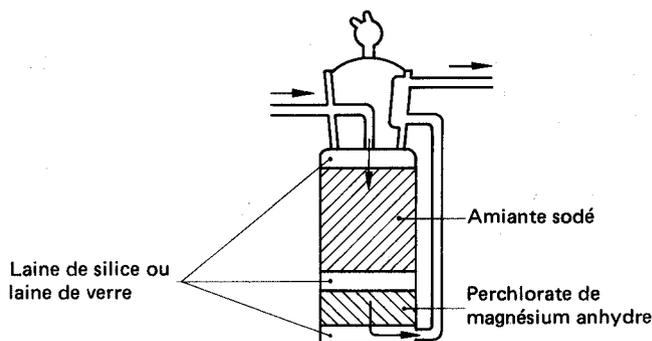


FIGURE 2

5.2 Crochet, en métal réfractaire d'une teneur en carbone inférieure à 0,05 %. Son diamètre doit être d'environ 3 mm et sa longueur de 500 à 600 mm.

6 ÉCHANTILLONNAGE

6.1 L'échantillon doit être réduit en poudre dans un mortier en matériau qui n'influence pas la composition de l'échantillon. La poudre doit passer à travers un tamis de 0,18 mm.

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

7 MODE OPÉRATOIRE

Vérifier la température dans la zone de combustion (1 200 à 1 350 °C, et au moins 1 300 °C, si le carbure de chrome est présent), l'étanchéité de l'ensemble et le bon fonctionnement de la purification de l'oxygène. Envoyer l'oxygène dans l'appareil durant 10 à 15 min sous un débit de 300 à 500 cm³ par minute selon le diamètre du tube utilisé. Déconnecter ensuite le flacon absorbeur (K), le peser à la température ambiante et le remettre en place.

7.1 Prise d'essai

La masse de la prise d'essai (m_0) doit être choisie de telle façon que la quantité de carbone soit voisine de 0,03 g et doit être pesée à 0,000 1 g près.

On y ajoutera, si nécessaire, 0,1 à 1 g du flux (4.3).

7.2 Essai à blanc

On réalise l'essai à blanc par combustion (tel que décrit en 7.3 et 7.4) avec la quantité de flux prescrite et en déterminant soigneusement l'accroissement de masse (m_1) dans les flacons absorbeurs.

7.3 Combustion

Ouvrir le tube de combustion à l'extrémité où pénètre l'oxygène et au moyen du crochet (5.2), mettre en place la nacelle contenant la prise d'essai au milieu de la partie chauffée du tube. Fermer rapidement et envoyer immédiatement l'oxygène sous un débit de 300 à 500 cm³ par minute, selon le diamètre du tube utilisé. Laisser passer l'oxygène durant 10 à 20 min afin de chasser complètement le gaz carbonique de l'unité de purification et du tube de combustion.

7.4 Détermination

Fermer les bouchons des flacons absorbeurs (K) et les retirer immédiatement de l'appareillage. Après refroidissement jusqu'à la température ambiante, ouvrir et fermer rapidement les robinets pour mettre les flacons à la pression atmosphérique et peser ces derniers à 0,000 1 g près. Il est recommandé d'examiner visuellement la masse fondue dans la nacelle pour s'assurer que la combustion a été complète. L'accroissement de masse représente la quantité de gaz carbonique absorbée (m_2).

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

8.1 Calcul

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

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

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_1 est la masse, en grammes, de gaz carbonique obtenue au cours de l'essai à blanc;

m_2 est la masse, en grammes, de gaz carbonique obtenue par combustion de la prise d'essai;

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

8.2 Tolérances

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

Teneur totale en carbone %	Écart pour deux déterminations %	Écart pour trois déterminations %
de 4 à 10	0,05	0,06
plus de 10	0,07	0,08

8.3 Résultat final

Noter la moyenne arithmétique des déterminations acceptables, arrondie à 0,01 % près.

9 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 3907:1977

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1adb9f8f-bad0-4d89-8ba3-8ff869c559df/iso-3907-1977>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3907:1977](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1adb9f8f-bad0-4d89-8ba3-8ff869c559df/iso-3907-1977>