
Norme internationale



3908

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

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

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

Deuxième édition — 1985-02-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 3908:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b74069c-c3f2-46a9-8a44-343f6ae39b86/iso-3908-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9b74069c-c3f2-46a9-8a44-343f6ae39b86/iso-3908-1985>

CDU 621.762 : 546.26 : 543.21

Réf. n° : ISO 3908-1985 (F)

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

Prix basé sur 2 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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 3908 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 119, *Métallurgie des poudres*.

[ISO 3908:1985](#)

La Norme internationale ISO 3908 a été pour la première fois publiée en 1976. Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, dont elle constitue une révision technique.

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

1 Objet

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

2 Domaine d'application

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 teneur en carbone insoluble est de 0,02 à 0,5 % (m/m).

3 Référence

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

4 Principe

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

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 Acide nitrique, ρ 1,20 g/ml.

Ajouter 2 000 ml d'acide nitrique, ρ 1,42 g/ml, à 3 000 ml d'eau.

5.2 Acide fluorhydrique, ρ 1,12 g/ml.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Appareillage décrit dans l'ISO 3907.

6.2 Capsule en platine, de 200 ml de capacité.

6.3 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 et 1 000 °C dans des conditions fortement oxydantes durant au moins 3 h. En cas de prétraitement, conserver dans un dessiccateur.

6.4 Dispositif de filtration sous vide.

7 Échantillonnage

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

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

8 Mode opératoire

8.1 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, approximativement 2,5 g d'échantillon.

8.2 Attaque

Mettre la prise d'essai (8.1) dans la capsule en platine (6.2). Ajouter 75 ml de l'acide nitrique (5.1) et placer la capsule dans un bain d'eau bouillante et l'y maintenir durant 5 min. Ajouter, goutte à goutte, 10 ml de l'acide fluorhydrique (5.2), laisser la capsule dans le bain environ 1 h jusqu'à complète dissolution.

Laisser refroidir la solution à température ambiante.

ATTENTION — L'acide nitrique et l'acide fluorhydrique sont des produits chimiques très dangereux. Il faut éviter

tout contact avec le mélange ou toute inhalation de vapeurs. Toute opération avec ce mélange doit être effectuée sous une hotte avec une bonne ventilation.

8.3 Préparation du creuset de Gooch

Introduire le filtre en céramique (6.3) dans le creuset.

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

8.4 Filtration

Avant filtration, ajouter de l'eau en quantité limitée pour éviter la précipitation de l'acide tungstique. Filtrer le contenu de la capsule (voir 8.2) sur le dispositif filtrant (6.3). Rincer la capsule deux fois avec un peu d'eau. Vérifier que toutes les particules de carbone sont passées sur le filtre. Rincer à nouveau la capsule au moins deux fois et laver le dispositif filtrant débarrassé de l'acide avec de l'eau chaude (environ 500 ml).

Enlever le dispositif filtrant humide du creuset de Gooch et le placer sur une nacelle (voir paragraphe 5.1 de l'ISO 3907). Le sécher à 110 °C.

8.5 Essai à blanc

Réaliser deux essais à blanc pour chaque série de dosages.

Préparer le creuset de Gooch selon 8.3.

Filtrer sur le dispositif filtrant (6.3) un mélange de 75 ml d'acide nitrique (5.1) et de 10 ml d'acide fluorhydrique (5.2), puis procéder selon 8.4.

8.6 Dosage

Calciner le dispositif filtrant (6.3) dans un courant d'oxygène selon les prescriptions de l'ISO 3907, l'intérieur du four étant porté à environ 1 200 °C.

9 Expression des résultats

9.1 Calcul

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

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

où

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

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

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

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

9.2 Tolérances

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

Teneur totale en carbone % (m/m)	Écart pour deux dosages % (m/m)	Écart pour trois dosages % (m/m)
de 0,02 à 0,1	0,02	0,03
plus de 0,1 à 0,5	0,04	0,05

9.3 Résultat final

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

10 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal 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 eu une influence sur le résultat.