
NORME INTERNATIONALE 3909

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

Métaux durs — Détermination du cobalt — Méthode potentiométrique

Hardmetals — Determination of cobalt — Potentiometric method

Première édition — 1976-10-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3909:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d928ea54-f7e3-44a9-99cf-52f4de977268/iso-3909-1976>

CDU 621.762 : 546.73 : 543.257.1

Réf. n° : ISO 3909-1976 (F)

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

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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 3909 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 119, *Matières premières et produits de la métallurgie des poudres*, et a été soumise aux Comités Membres en juillet 1975. (standards.iteh.ai)

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Italie	Tchécoslovaquie
Allemagne	Maroc	Turquie
Autriche	Pologne	U.R.S.S.
Espagne	Roumanie	U.S.A.
France	Royaume-Uni	
Irlande	Suède	

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé le document pour des raisons techniques :

Australie
Canada

Métaux durs — Détermination du cobalt — Méthode potentiométrique

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode potentiométrique pour la détermination du cobalt dans les métaux durs.

2 DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode est applicable aux

- mélanges de poudres de carbure et de métal liant non lubrifiés;
- métaux durs de toutes nuances, préfrittés ou frittés,

avec une teneur en cobalt supérieure à 1 % (*m/m*).

3 PRINCIPE

Oxydation du cobalt à l'état trivalent dans une solution fortement alcaline en présence d'un excès de ferricyanure de potassium. Titrage potentiométrique en retour de l'excès, au moyen d'une solution de sulfate de cobalt.

4 INTERFÉRENCES

Il convient de prendre en compte les interférences dues à certains éléments tels que par exemple le vanadium et le manganèse. Le vanadium et le manganèse sont également oxydés par le ferricyanure. Le vanadium réagit stœchiométriquement et il faut appliquer une correction si la teneur en vanadium est inférieure à 0,5 % (*m/m*).

Le manganèse réagit presque stœchiométriquement jusqu'à une teneur de 0,2 % (*m/m*) à condition que la somme tantale plus niobium dans le métal dur soit inférieure à 0,02 % (*m/m*). Au delà, la méthode n'est applicable que si la teneur en manganèse est inférieure à 0,03 % (*m/m*).

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 Sulfate d'ammonium.

5.2 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml.

5.3 Acide fluorhydrique, ρ 1,12 g/ml.

5.4 Acide nitrique, ρ 1,42 g/ml.

5.5 Acide sulfurique, ρ 1,84 g/ml.

5.6 Ammoniaque, ρ 0,91 g/ml.

5.7 Citrate d'ammonium, solution.

Dissoudre 100 g d'acide citrique dans 900 ml d'eau et compléter avec 100 ml de la solution d'ammoniaque (5.6).

5.8 Sulfate de cobalt, solution étalon à 3 g de cobalt par litre.

Préparer la solution à partir de cobalt métal sous forme massive ou d'une solution de sulfate de cobalt et d'ammonium ou de sulfate de cobalt. Si nécessaire, titrer par gravimétrie avec du 1-nitroso-naphtol-2 ou électrolytiquement.

5.9 Ferricyanure de potassium, solution étalon.

1 l doit correspondre à peu près à 3 g de cobalt.

Dissoudre 17 g de $K_3[Fe(CN)_6]$ dans 1 l d'eau.

Déterminer la relation entre les volumes des solutions de sulfate de cobalt (5.8) et de ferricyanure de potassium (5.9) de la manière suivante.

5.9.1 Mettre dans un bécher de 400 ml, 5 g du sulfate d'ammonium (5.1), 40 ml de la solution de citrate d'ammonium (5.7), 50 à 100 ml d'eau, 80 ml de l'ammoniaque refroidie (5.6) et, avec une burette, environ 9 ml de la solution de ferricyanure de potassium (5.9). Soit V_3 ml le volume utilisé.

Titre immédiatement avec la solution de sulfate de cobalt (5.8). Soit V_4 ml le volume utilisé.

5.9.2 Calculer le rapport par la formule

$$K = \frac{V_4}{V_3}$$

5.10 Indicateur au rouge de méthyle, solution 1 g/l, ou papier indicateur pour des pH de 3 à 5.

6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Appareil pour titrage potentiométrique, avec un agitateur ou un système quelconque pour remuer le bain.

6.2 Électrode en platine.

6.3 Fil de tungstène ou autre électrode de référence.

6.4 Burettes, de capacité 10 ml.

7 ÉCHANTILLONNAGE

7.1 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.

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

8 MODE OPÉRATOIRE

8.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, de 0,1 à 0,5 g d'échantillon selon la teneur en cobalt.

8.2 Attaque

Mettre la prise d'essai dans un bécher de 400 ml, ajouter 10 à 15 ml de l'acide sulfurique (5.5), 3 ml de l'acide chlorhydrique (5.2) et 5 g du sulfate d'ammonium (5.1). Couvrir le bécher avec un verre de montre et chauffer jusqu'à dissolution complète. Refroidir.

Ajouter, par petites quantités, 40 à 50 ml de la solution de citrate d'ammonium (5.7). Rincer le verre de montre et les parois du bécher avec 20 à 50 ml d'eau. Chauffer la solution doucement jusqu'à ce que tous les sels soient dissous. Refroidir.

On peut également utiliser une autre méthode d'attaque. Mettre la prise d'essai dans un bécher de 400 ml en polypropylène ou dans une capsule en platine, ajouter 10 ml d'eau et 5 ml de l'acide fluorhydrique (5.3) et couvrir avec un couvercle en polypropylène. Chauffer à environ 60 °C. Ajouter, goutte à goutte, l'acide nitrique (5.4) jusqu'à solubilisation complète. Refroidir. Ajouter, par petites quantités, 10 ml de l'acide sulfurique (5.5) et 40 à 50 ml du citrate d'ammonium (5.7). (Si le vanadium est présent, chauffer la solution et refroidir à nouveau.) Rincer le couvercle et les parois du bécher avec 20 à 50 ml d'eau.

8.3 Neutralisation

Ajouter 1 goutte d'indicateur au rouge de méthyle ou utiliser le papier indicateur (5.10). Neutraliser soigneusement l'excès d'acide au moyen de l'ammoniaque (5.6) jusqu'à l'obtention d'une solution faiblement acide (pH de 3 à 5). Éviter de dépasser le point de neutralisation. Refroidir.

8.4 Titrage

Ajouter 80 ml de l'ammoniaque (5.6) préalablement refroidie à 10 °C. Ajouter immédiatement la solution de ferricyanure de potassium (5.9) avec une burette jusqu'à un excès de quelques millilitres, soit V_1 ml le volume utilisé.

Titrer en retour avec la solution de sulfate de cobalt (5.8), soit V_2 ml le volume utilisé.

9 EXPRESSION DES RÉSULTATS

9.1 Calcul

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

$$\frac{(K \times V_1 - V_2) \times T \times 100}{m}$$

où

K est tel que défini en 5.9.2;

T est la masse, en grammes, de cobalt dans 1 ml de solution de sulfate de cobalt;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

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

9.2 Corrections

À titre indicatif, on pourra utiliser les corrections suivantes.

Vanadium : 0,100 % (m/m) de vanadium est équivalent à 0,116 % (m/m) de cobalt.

Manganèse : 0,100 % (m/m) de manganèse est équivalent à 0,107 % (m/m) de cobalt.

9.3 Tolérances

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

Teneur en cobalt %	Écart pour deux déterminations %	Écart pour trois déterminations %
de 1 à 5	0,10	0,12
plus de 5 à 8	0,15	0,18
plus de 8 à 20	0,20	0,25
au delà	0,30	0,35

9.4 Résultat final

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

10 RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la présente Norme Internationale;
- b) tous détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) résultat obtenu;
- d) toutes opérations non spécifiées dans la présente Norme Internationale, ou considérées comme facultatives;
- e) détails de tout incident susceptible d'avoir influencé le résultat.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3909:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d928ea54-f7e3-44a9-99cf-52f4de977268/iso-3909-1976>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3909:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d928ea54-f7e3-44a9-99cf-52f4de977268/iso-3909-1976>