
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

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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.

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. Titration 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 totale 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.

Titrer 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.