

CARBURES DURS FRITTES DOSAGE DES ELEMENTS (FLUORESCENCE X)

Page 1/5

SANS RESTRICTION D'UTILISATION

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente méthode traite du dosage des éléments : tungstène, titane, cobalt, tantale, niobium et fer, dans les carbures durs frittés (plaquettes pour outils).

Elément	W	Co	Ti	Ta	Nb
Domaine	50 - 100 %	0 - 20 %	0 - 20 %	0 - 15 %	0 - 5 %

Elle s'inspire de la norme ISO 4503.

2.PRINCIPE

Les carbures sont analysés sous forme de perles par fluorescence X.

3.REACTIFS

3.1.ACIDE NITRIQUE

pour analyses, d = 1,38.

3.2.ACIDE FLUORHYDRIQUE

pour analyses, à 40 %.

3.3.ACIDE SULFURIQUE

pour analyses, d = 1,83.

3.4.TETRABORATE DE SODIUM

séché et conservé en dessiccateur.

3.5.CARBONATE DE BARYUM

séché et conservé en dessiccateur.

3.6.TUNGSTENE PUR

3.7.OXYDE DE TITANE PUR

3.8.COBALT PUR

3.9.TANTALE PUR

3.10.NIOBIUM PUR**3.11.FER PUR****3.12.LIQUEUR D'ATTAQUE**

- Mélanger l'acide nitrique, l'acide fluorhydrique et l'acide sulfurique dans la proportion de 15 - 2 et 4 ml de chacun d'eux pour chaque échantillon.
- Préparer la quantité juste nécessaire.

4.APPAREILLAGE**4.1.CREUSETS EN PLATINE-OR 95-5**

de capacité allant de 70 à 100 ml.

4.2.CREUSETS EN GRAPHITE

Dimensions conseillées :

- hauteur totale : 60 mm,
- Ø extérieur : 55 mm,
- épaisseur : 8 mm.

4.3.MOUFLE

permettant un chauffage jusqu'à 1100 °C.

4.4.SPECTROMETRE DE FLUORESCENCE X**5.MODE OPERATOIRE****5.1.PREPARATION DES ECHANTILLONS**

Les plaquettes de carbure pour outils sont écrasées en morceaux relativement gros afin d'éviter une pollution éventuelle par le fer du mortier.

5.2.PREPARATION DE LA PERLE

- Prise d'essai : 0,500 g $\pm$ 0,001 g.
- Introduire dans le creuset de platine-or 21 ml de la liqueur d'attaque.
- Chauffer doucement au bain de sable (attaque assez longue). Après dissolution complète et lorsque les fumées sulfuriques apparaissent, chauffer plus fortement jusqu'à sec.
- Refroidir, puis introduire le mélange fondant constitué par 15 g de tétraborate de sodium et 4,5 g de carbonate de baryum.
- Chauffer sur bec Mecker jusqu'à fusion du mélange, puis introduire le creuset dans le four dont la température est à 1100 °C.
- Maintenir à cette température pendant 1/4 d'heure en agitant énergiquement de temps à autre.
- Couler alors la fusion dans un creuset en graphite préchauffé sur plaque à 350 °C minimum. Le recouvrir immédiatement (avec une tôle en aluminium par exemple), le laisser 1/4 d'heure, puis retirer et laisser refroidir lentement.
- Toutes les précautions étant respectées, la perle ne doit pas éclater.
- Afin d'obtenir une surface plane, il est recommandé de surfaçer la perle sur papier abrasif n° 180 par exemple.