
Norme internationale



5939

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

Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Brai pour électrodes — Dosage de l'eau — Méthode par entraînement azéotropique (Dean et Stark)

Carbonaceous materials for the production of aluminium — Pitch for electrodes — Determination of water content — Azeotropic distillation (Dean and Stark) method

iteh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1980-07-15 (standards.iteh.ai)

[ISO 5939:1980](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d27a138-d9d4-406a-af2e-88a99aaebf38/iso-5939-1980>

CDU 665.775 : 669.713.7 : 543.812

Réf. n° : ISO 5939-1980 (F)

Descripteurs : brai, électrode, analyse chimique, dosage, eau, appareil de Dean et Stark.

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 5939 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1978.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d27a138-d9d4-406a-af2e-88a99aebf38/iso-5939-1980>

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Suède
Allemagne, R. F.	Inde	Suisse
Australie	Israël	Tchécoslovaquie
Belgique	Italie	Thaïlande
Bulgarie	Mexique	Turquie
Canada	Nouvelle-Zélande	URSS
Corée, Rép. de	Pologne	USA
Égypte, Rép. arabe d'	Roumanie	
France	Royaume-Uni	

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

Pays-Bas

Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Brai pour électrodes — Dosage de l'eau — Méthode par entraînement azéotropique (Dean et Stark)

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode par entraînement azéotropique de dosage de l'eau dans les brais utilisés dans la production de l'aluminium.

La méthode est applicable aux brais dont la teneur en eau est comprise entre 0,1 et 2 % (m/m).

NOTE — Des teneurs en eau excédant 2 % (m/m) peuvent être déterminées par cette méthode en utilisant un tube de recette plus grand.

2 Références

ISO 383, *Verrerie de laboratoire — Assemblages coniques rodés interchangeables*.

ISO 5940, *Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Brai pour électrodes — Détermination de la température (point) de ramollissement par la méthode bille et anneau*.

ISO 6257, *Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Brai pour électrodes — Échantillonnage, préparation et conservation des échantillons pour essai*.¹⁾

3 Principe

Chauffage du brai sous reflux avec du xylène. Recueil du condensat contenant du xylène et de l'eau, dans un tube de recette. Mesure du volume d'eau qui décante dans la partie graduée du tube de recette.

4 Réactif

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Xylène, ou un de ses isomères ou un mélange de ces isomères en n'importe quelle proportion, pourvu que le point d'ébullition soit compris entre 130 et 140 °C. (Voir AVERTISSEMENT au chapitre 6.)

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareil de Dean et Stark, comprenant les éléments suivants :

5.1.1 Ballon de distillation, en verre, de capacité 500 ml, à col rodé conforme à l'ISO 383 (voir figure 1) adaptable au tube de recette (5.1.2).

5.1.2 Tube de recette gradué, de capacité 2 ml. Le tube de recette doit être gradué en 0,05 ml avec une erreur maximale de $\pm 0,02$ ml (voir figure 3).

NOTE — Pour les brais ayant des teneurs en eau excédant 2 % (m/m), utiliser un tube de recette de 10 ml, gradué en 0,2 ml avec une erreur maximale de $\pm 0,06$ ml

5.1.3 Réfrigérant à reflux, relié au tube de recette 5.1.2 (voir figure 2).

NOTE — Nettoyer au préalable le tube de recette gradué et le tube intérieur du réfrigérant de toute trace de contamination. Les laver successivement, par exemple, au mélange sulfochromique, puis à l'eau distillée et enfin à l'acétone et sécher. La parfaite propreté de l'appareil est essentielle à la bonne réussite de l'essai.

1) Actuellement au stade de projet.

6 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — Opérer sous une hotte bien ventilée afin d'éviter d'exposer les opérateurs aux vapeurs toxiques du xylène.

6.1 Prise d'essai

Peser, dans le ballon de distillation (5.1.1), à 0,1 g près, une prise d'essai comprise entre $100 \pm 0,5$ g de l'échantillon grossièrement broyé ou fondu (voir l'ISO 6257).

Il est important d'éviter toute perte d'eau au cours de la préparation de la prise d'essai. Si la température (point) de ramollissement présumée de l'échantillon est supérieure à 50 °C (voir ISO 5940), le rendre fragile par refroidissement; le broyer et le peser de manière à exclure toute humidité étrangère (voir ISO 6257).

Pour des échantillons de brais plus mous, qui ne peuvent pas être broyés, employer le minimum de chaleur pour les fondre.

6.2 Dosage

Dans le ballon contenant la prise d'essai (6.1), ajouter 100 ml de xylène (4.1) et quelques billes de verre pour régulariser l'ébullition. Raccorder le ballon à l'appareil de Dean et Stark et faire circuler de l'eau froide dans la jaquette du réfrigérant. Chauffer doucement le ballon jusqu'à dissolution de la prise d'essai et régler le chauffage de façon que le condensat s'écoule de l'extrémité du réfrigérant à la cadence de 2 à 5 gouttes par seconde.

Continuer la distillation jusqu'à ce que l'eau condensée ne soit plus visible en aucun endroit de l'appareil, sauf au fond du tube gradué de recette, et jusqu'à ce que le volume d'eau recueilli demeure constant durant 5 min. Si un anneau persistant d'eau condensée se forme dans le tube réfrigérant, le faire disparaître en augmentant la vitesse de distillation de quelques gouttes par seconde durant quelques minutes.

Quand l'entraînement de l'eau est terminé, laisser le tube de recette et son contenu refroidir à température ambiante, lire le volume d'eau à la plus proche division de l'échelle, en apportant une correction pour toute erreur certifiée de l'appareil.

7 Expression des résultats

7.1 Mode de calcul

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

$$\frac{m_1 \times 100}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

m_1 est la masse, en grammes, de l'eau recueillie dans le tube de recette.

NOTE — La supposition que 1 ml d'eau correspond à la masse de 1 g, est suffisamment précise pour le but de cette détermination.

7.2 Fidélité

Répétabilité $\pm 0,1$ g, en valeur absolue.

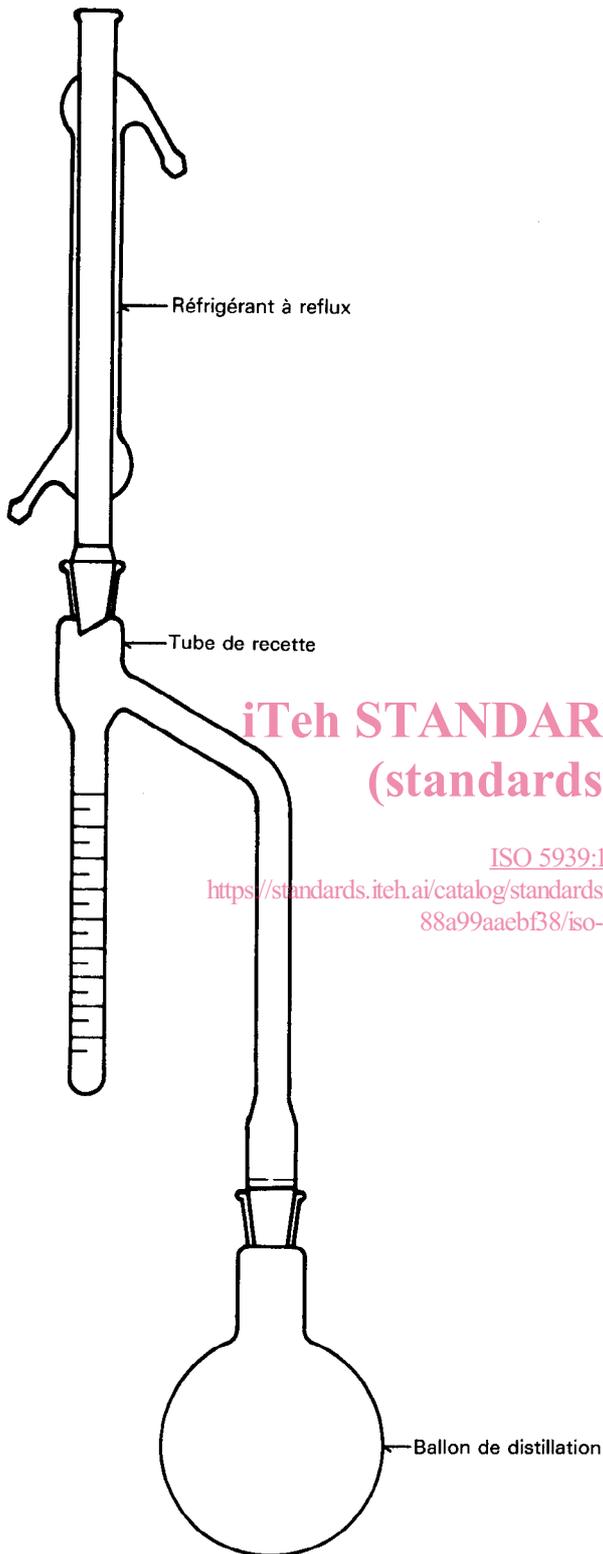
Reproductibilité $\pm 0,2$ g, en valeur absolue.

8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- identification de l'échantillon;
- référence de la méthode utilisée;
- résultats ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte tenu de tous détails particuliers relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5939:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d27a138-d9d4-406a-a2e-88a99aaebf38/iso-5939-1980>

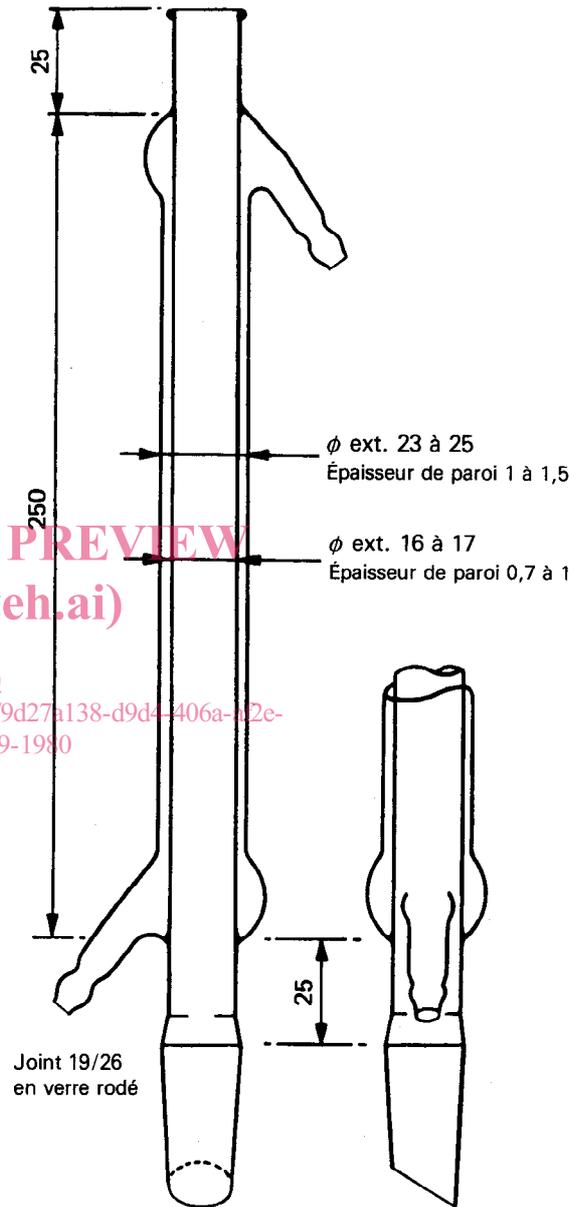


Figure 2 — Forme appropriée de réfrigérant à reflux (5.1.3)

Figure 1 — Ensemble type de l'appareil de Dean et Stark (5.1)

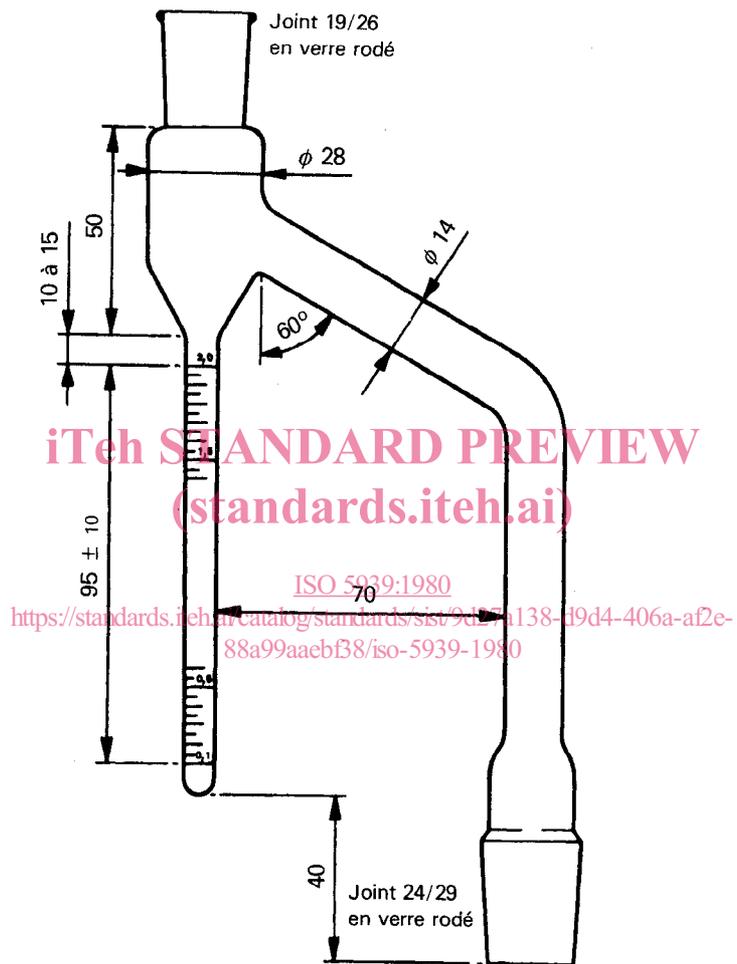


Figure 3 — Tube de recette de 2 ml (5.1.2)

Annexe

Publications ISO concernant le dosage de l'eau dans différents produits, utilisant l'entraînement azéotropique (Dean et Stark)

(Cette annexe ne fait pas partie intégrante de la Norme.)

- ISO 348 — Houille — Détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse — Méthode volumétrique directe.
- ISO 589 — Houille — Détermination de l'humidité totale.
- ISO 934 — Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en eau — Méthode par entraînement.
- ISO 939 — Épices — Détermination de la teneur en eau — Méthode par entraînement.
- ISO 1015 — Charbons bruns et lignites — Détermination de l'humidité — Méthode volumétrique directe.
- ISO 1897/2 — Phénol, *o*-crésol, *m*-crésol, *p*-crésol, acide crésylique et xylénols à usage industriel — Méthodes d'essai — Partie 2 : Dosage de l'eau — Méthode de Dean et Stark.
- ISO 3733 — Produits pétroliers et produits bitumineux — Détermination de la teneur en eau — Méthode par distillation.
- ISO 4318 — Agents de surface et savons — Détermination de la teneur en eau — Méthode par entraînement azéotropique.

(standards.iteh.ai)

[ISO 5939:1980](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d27a138-d9d4-406a-af2e-88a99aaeb38/iso-5939-1980)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d27a138-d9d4-406a-af2e-88a99aaeb38/iso-5939-1980>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5939:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9d27a138-d9d4-406a-af2e-88a99aaebf38/iso-5939-1980>