
Norme internationale



5940

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

Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Brai pour électrodes — Détermination du point de ramollissement par la méthode bille et anneau

Carbonaceous materials for the production of aluminium — Pitch for electrodes — Determination of softening point by the ring-and-ball method

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1981-05-15 (standards.iteh.ai)

[ISO 5940:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ac9633-1294-4cd6-ac0e-38046c79af90/iso-5940-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ac9633-1294-4cd6-ac0e-38046c79af90/iso-5940-1981>



CDU 665.775 : 536.421.2 : 669.713.7

Réf. n° : ISO 5940-1981 (F)

Descripteurs : brai, électrode, essai, essai de ramollissement, point de ramollissement, matériel d'essai.

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 5940 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 :

[ISO 5940:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ac9633-1294-4cd6-ac0e-38046c19419/iso-5940-1981)

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

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Canada
Pays-Bas

Cette Norme internationale a également été approuvée par l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA).

Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Brai pour électrodes — Détermination du point de ramollissement par la méthode bille et anneau

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination du point de ramollissement (température de ramollissement) des brais utilisés dans la production de l'aluminium, au moyen d'un appareil à bille et anneau.

La méthode est applicable aux brais dont le point de ramollissement est égal ou supérieur à 30 °C.

2 Référence

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

3 Principe

Préparation d'une éprouvette en forme de disque par coulée d'une prise d'essai dans un anneau, mise en place de cet anneau dans un bain chauffant et dépôt d'une bille d'acier sur la surface supérieure de l'éprouvette.

Détermination de la température à laquelle l'éprouvette, chauffée à une vitesse prescrite de montée de température devient suffisamment molle pour fléchir jusqu'à une profondeur spécifiée par effet de la masse de la bille.

Cette température correspond au point de ramollissement (température de ramollissement).

4 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, fraîchement bouillie et refroidie.

4.1 Glycérol, pour emploi avec des brais ayant un point de ramollissement supérieur à 85 °C.

4.2 Eau, pour emploi avec des brais ayant un point de ramollissement compris entre 30 et 85 °C.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Appareil à anneau et à bille (voir figure 1 représentant l'appareil assemblé), comportant les éléments suivants.

5.1.1 Anneaux coniques en laiton (voir figure 2), ayant les dimensions suivantes :

- profondeur : $6,4 \pm 0,1$ mm;
- diamètre intérieur au fond : $15,9 \pm 0,1$ mm;
- diamètre intérieur au sommet : $17,5 \pm 0,1$ mm;
- diamètre extérieur au-dessus de l'épaulement : $20,6 \pm 0,1$ mm;
- diamètre extérieur en dessous de l'épaulement : $18,5 \pm 0,5$ mm.

5.1.2 Billes en acier, de diamètre 9,53 mm, pesant chacune $3,50 \pm 0,05$ g.

5.1.3 Guides de centrage des billes.

Une forme appropriée de guide est illustrée à la figure 3.

5.1.4 Bain, constitué par un béccher de capacité 800 ml, forme basse, en verre résistant à la chaleur.

5.1.5 Support d'anneaux, ayant la forme et les dimensions indiquées aux figures 1 et 4.

Le support est formé essentiellement de deux plaques en laiton disposées parallèlement l'une au-dessous de l'autre et distantes de $25 \pm 0,5$ mm. La plaque supérieure est destinée à supporter deux anneaux (5.1.1) et son épaisseur est égale à la distance entre la face inférieure d'un anneau et son épaulement.

Les deux plaques sont supportées par un plateau circulaire ou rectangulaire reposant sur le haut du bain et percé en son centre d'un trou destiné à recevoir le thermomètre (5.1.6).

5.1.6 Thermomètre, sur tige, à mercure, en verre, présentant :

- a) une échelle de 0 à 120 °C pour les brais de points de ramollissement compris entre 30 et 120 °C;
- b) une échelle de 50 à 210 °C pour les brais de points de ramollissement supérieurs à 120 °C.

Des détails relatifs à des thermomètres appropriés sont donnés dans l'annexe A; d'autres thermomètres à caractéristiques similaires peuvent être également utilisés.

5.1.7 Trépied et toile métallique, destinés à supporter le bain (5.1.4).

5.1.8 Bec Bunsen, muni d'un régulateur si l'alimentation en gaz est sujette à des variations.

5.1.9 Plaque de moulage, ayant les dimensions indiquées à la figure 5.

5.2 Paravent, de forme appropriée, destiné à protéger l'appareillage contre les courants d'air.

NOTE — Il est aussi possible d'utiliser, à la place de l'appareillage manuel, un appareillage automatique à bille et anneau à condition qu'il ait les mêmes dimensions et qu'on se soit assuré qu'il donne les mêmes résultats.

6 Mode opératoire

6.1 Préparation de l'éprouvette

En suivant la méthode spécifiée dans l'annexe B, faire fondre une prise d'essai de 50 g environ de l'échantillon pour laboratoire (voir paragraphe 3.10 de l'ISO 6257) et chauffer les anneaux (5.1.1).

Disposer les anneaux chauffés aux emplacements prévus sur la plaque de moulage (5.1.9) préalablement traitée pour éviter toute adhérence du brai, et verser immédiatement et de façon régulière le brai dans les anneaux.

La quantité de brai utilisée pour chaque anneau doit être telle qu'après 20 min de refroidissement, un léger excès de brai subsiste au-dessus du niveau de l'anneau. Après refroidissement, enlever cet excès par arasement avec un couteau et sans utiliser de chauffage. Il est indispensable que les deux anneaux soient remplis avec du produit fondu au cours d'une seule fusion et soient soumis ensemble à l'essai.

6.2 Préparation de l'appareillage

Placer dans le bain (5.1.4), en évitant toute aération, une quantité suffisante (600 ml conviennent généralement) du glycérol (4.1) ou de l'eau (4.2), de façon que le niveau soit au moins à 50 mm au-dessus du haut des anneaux. Le liquide doit être préalablement refroidi, si nécessaire, à au moins 45 °C en dessous du point de ramollissement présumé du brai, à l'exception toutefois des brais gras, où la température ne doit pas descendre en dessous de 5 °C.

Mettre en place les anneaux remplis sur leur support (5.1.5) et introduire celui-ci dans le bain. Placer le thermomètre approprié (5.1.6) de manière que son axe coïncide avec celui du bécher et que la base de son réservoir soit au niveau du fond des anneaux et à égale distance de chacun d'eux.

Installer les guides de centrage des billes (5.1.3) au-dessus de chaque anneau. Placer deux billes (5.1.2) dans le bain mais pas sur le brai contenu dans les anneaux. Placer le bécher sur le trépied (5.1.7) en veillant à ce que la plaque supportant les anneaux soit horizontale.

Laisser l'appareil assemblé durant 15 min en faisant en sorte que la température du bain ne s'élève pas, puis placer, en utilisant des pinces, les billes dans le guide sur la surface des éprouvettes de brai.

6.3 Détermination

Placer le bec Bunsen (5.1.8) sous le bécher à mi-chemin entre l'axe et le coin du bécher et sur un diamètre à angle droit avec celui comprenant les anneaux et le thermomètre, comme indiqué par les figures 1a) et 1b).

Chauffer de façon que la température s'élève de 5 °C par minute. Sauf durant les premières 3 min, il est essentiel de maintenir cette vitesse de montée en température à 0,5 °C près durant chaque période de 1 min. Il est essentiel que cette vitesse de montée ne soit pas la moyenne durant la durée de l'essai. Considérer comme nuls tous les essais pour lesquels la vitesse de montée en température n'est pas dans ces limites.

Noter la température à laquelle le brai entourant chaque bille touche la plaque inférieure du support. Si, pour les deux billes, cette température diffère de plus de 1 °C, considérer les résultats comme nuls et répéter l'essai. Si l'essai est répété, quelle qu'en soit la raison, effectuer toute l'opération en utilisant une nouvelle prise d'essai.

NOTE — À 85 °C environ, on obtient avec du glycérol des résultats légèrement supérieurs à ceux obtenus avec de l'eau.

7 Expression des résultats

7.1 Mode de calcul

Le point de ramollissement est donné par la moyenne des deux températures enregistrées comme décrit en 6.3. Exprimer le résultat à 0,2 °C près.

7.2 Répétabilité et reproductibilité

Pour les brais ayant un point de fusion inférieur à 85 °C :

répétabilité = 0,5 °C

reproductibilité = 2,5 °C

Pour les brais ayant un point de fusion supérieur à 85 °C :

répétabilité = 1,5 °C

reproductibilité = 3,0 °C

8 Procès-verbal d'essai

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

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée; préciser si l'on a utilisé le glycérol ou l'eau comme milieu chauffant;
- c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans la Norme internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5940:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ac9633-1294-4cd6-ac0e-38046c79af90/iso-5940-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/73ac9633-1294-4cd6-ac0e-38046c79af90/iso-5940-1981>

Annexe A

Caractéristiques des thermomètres

Étendue de l'échelle	0 à 120 °C	50 à 210 °C
Subdivisions	0,5 °C	0,5 °C
Immersion	100 mm	100 mm
Trait plus long tous les ¹⁾	1 et 5 °C	1 et 5 °C
Chiffraison tous les	10 °C	10 °C
Longueur totale maximale	430 mm	430 mm
Longueur minimale de l'échelle principale	240 mm	240 mm
Erreur maximale	± 0,6 °C	± 0,8 °C

1) Les traits correspondant à chaque 5 °C doivent être légèrement plus longs que ceux correspondant à chaque 1 °C.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Annexe B

[ISO 5940:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5940-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/5940-1981>
Fusion d'échantillons de brais

B.0 Introduction

Avant de déterminer le point de ramollissement du brai, il faut faire fondre l'échantillon. La précision de la détermination, et en particulier, la reproductibilité, sont considérablement influencées par l'homogénéité de l'échantillon fondu et l'absence de bulles d'air. Le mode opératoire spécifié dans cette annexe est destiné à diminuer les écarts dans les résultats d'essais par l'unification de la température et du temps de chauffage.

B.1 Appareillage

B.1.1 Capsule, de diamètre 55 mm et de profondeur 35 mm.

Les capsules vendues pour emploi avec pénétromètres sont appropriées.

B.1.2 Four, pouvant être maintenu à 50 °C au-dessus du point de ramollissement présumé de l'échantillon.

B.2 Mode opératoire

Peser dans la capsule (B.1.1) 50 g environ de l'échantillon pour laboratoire, pulvériser si son point de ramollissement le permet, et les placer dans le four (B.1.2) réglé à une température de 50 °C au-dessus du point de ramollissement présumé du brai. Placer également les anneaux (5.1.1) dans le four.

Maintenir le brai et les anneaux à cette température durant 2 h et utiliser les anneaux chauffés et le brai fondu pour préparer l'éprouvette comme indiqué en 6.1.

NOTE — Après chauffage, la surface du brai fondu doit être lisse, polie et exempte de peau.

Si la surface du brai fondu est couverte de mousse, indiquant la présence d'eau, jeter ce brai et préparer une autre fusion en utilisant un nouvel échantillon pour laboratoire de 50 g pulvérisé, si son point de ramollissement le permet, celui-ci ayant été séché dans un dessiccateur à vide, en présence d'un agent déshydratant approprié.

Dimensions en millimètres

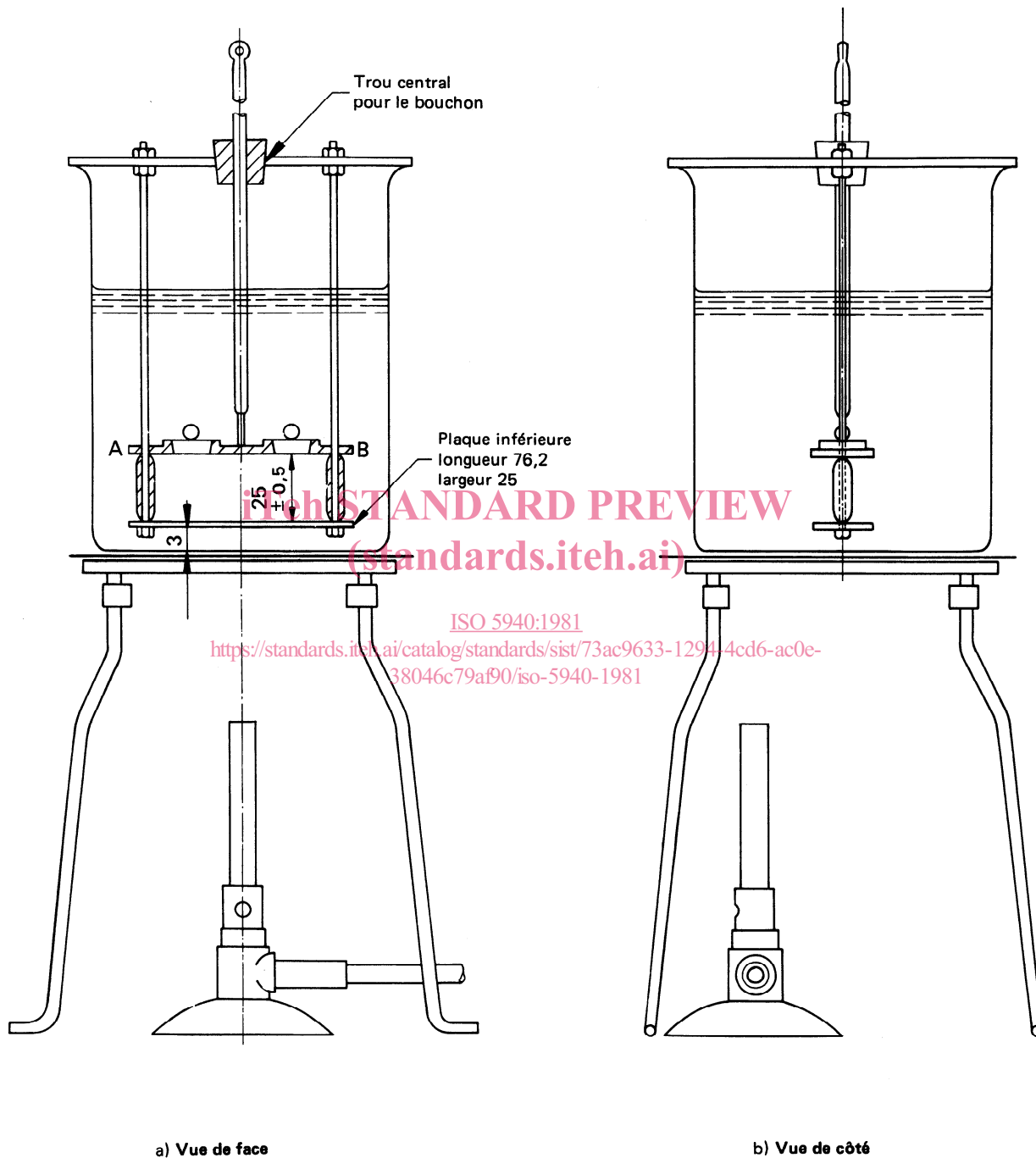


Figure 1 — Appareil assemblé

NOTE — Les guides de centrage des billes n'ont pas été représentés, pour plus de clarté.

Dimensions en millimètres

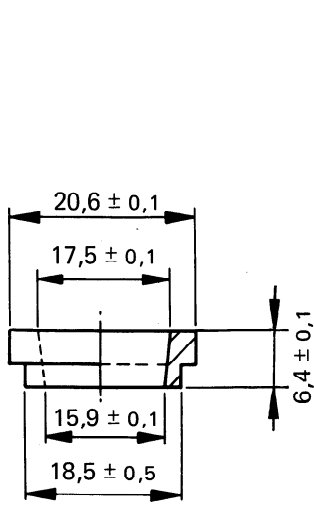


Figure 2 — Anneau conique

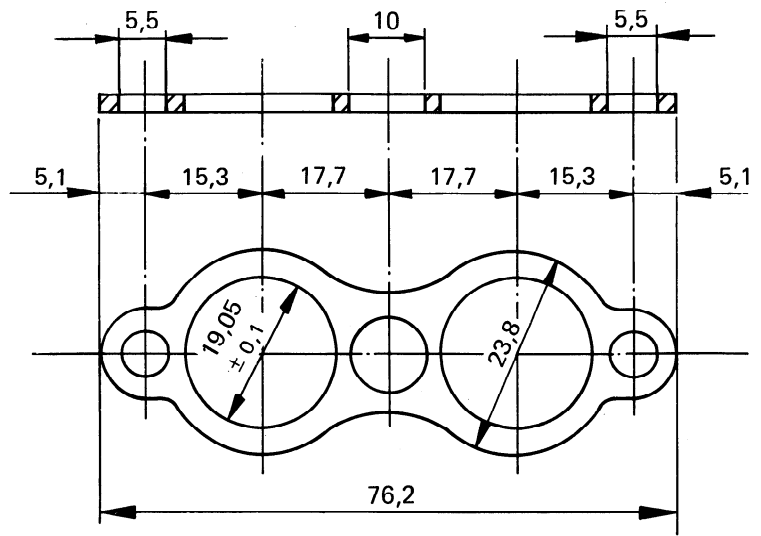
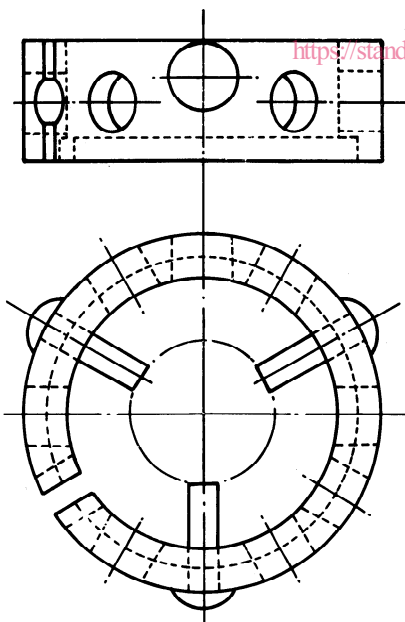


Figure 4 — Support d'anneaux

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)



Guides au sommet de l'anneau, pour le positionnement de la bille au centre de l'échantillon

Figure 3 — Forme recommandée du guide de centrage de la bille

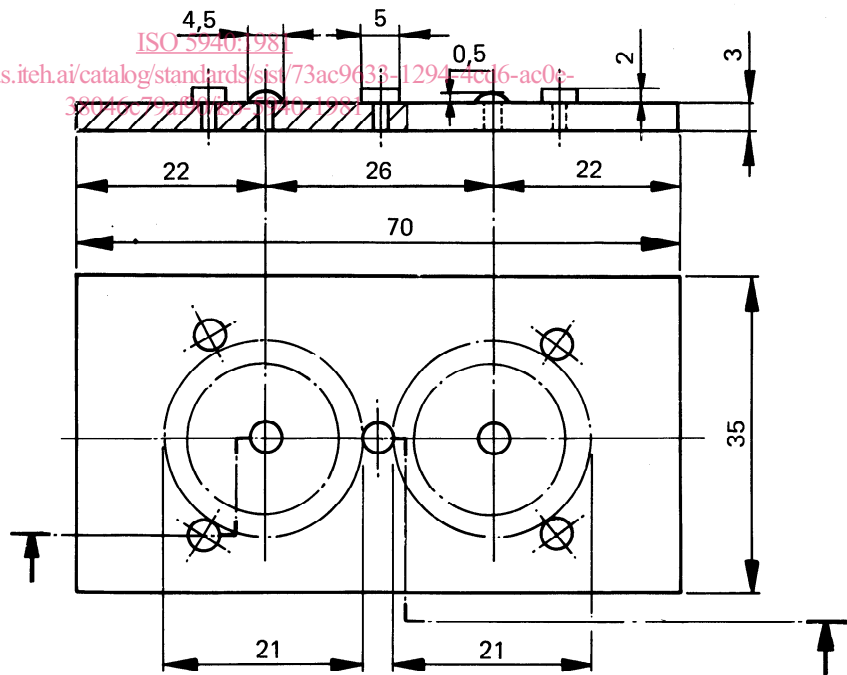


Figure 5 — Plaque de moulage