
Norme internationale



6257

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

Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Brais pour électrodes — Échantillonnage

Carbonaceous materials used in the production of aluminium — Pitch for electrodes — Sampling

Première édition — 1980-11-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6257:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04c57e23-8e89-4aa3-9db9-fba6931ce3c/iso-6257-1980>

CDU 665.775. : 669.713.7 : 620.113

Réf. n° : ISO 6257-1980 (F)

Descripteurs : métallurgie d'extraction, aluminium, brai, électrode, matériel d'échantillonnage, échantillonnage.

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 6257 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1978.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 6257:1980](#)

Afrique du Sud, Rép. d'
Allemagne, R.F.
Belgique
Bulgarie
Chine
France
Hongrie
Inde

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04c57e23-8e89-4aa3-9db9-fba693184736/iso-6257-1980>
Israël
Italie
Jamahiriya arabe libyenne
Nouvelle-Zélande
Pologne
Roumanie
Royaume-Uni
Suède

Suisse
Tchécoslovaquie
Turquie
URSS
USA
Yougoslavie

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Brais pour électrodes — Échantillonnage

0 Introduction

L'échantillonnage est une opération essentielle pour l'analyse et les essais. Son importance est mise en évidence dans la présente Norme internationale qui spécifie des méthodes complètes pour l'échantillonnage des types de brais utilisés pour la production électrolytique de l'aluminium.

Ces échantillons doivent représenter d'aussi près que possible le matériau échantillonné (de la totalité ou d'une partie d'un lot, ou d'une livraison) et sous une forme capable de faciliter la détermination de la distribution des valeurs des propriétés.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes d'échantillonnage et de préparation des échantillons, en vue d'essais du brai utilisé comme liant dans la fabrication des électrodes pour la production électrolytique de l'aluminium.

Ces méthodes sont applicables aux brais sous forme liquide ou solide, ces derniers ayant un point de ramollissement supérieur à 30 °C (déterminé selon la méthode spécifiée dans l'ISO 5940), qu'il soit en vrac ou dans plusieurs conteneurs constituant un lot sur les lieux de l'usine, du stockage ou de la livraison.

2 Références

ISO 3165, *Échantillonnage des produits chimiques à usage industriel — Sécurité dans l'échantillonnage.*

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

ISO 6206, *Produits chimiques à usage industriel — Échantillonnage — Vocabulaire.*

3 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes, extraites de l'ISO 6206, sont applicables :

3.1 unité d'échantillonnage : Quantité définie de matière dont les limites peuvent être physiques (par exemple un bidon) ou hypothétiques (par exemple un moment ou un intervalle de temps donné lorsqu'il s'agit d'un courant de matière).

NOTES

1 Inversement, plusieurs unités d'échantillonnage peuvent se trouver rassemblées à l'intérieur, par exemple, d'un emballage ou d'une boîte.

2 En français, le terme «individu» est quelquefois utilisé comme synonyme de «unité d'échantillonnage». En anglais, les termes «individual», «unit» et «item» sont quelquefois utilisés comme synonymes de «sampling unit».

3.2 échantillon : Une ou plusieurs unité(s) d'échantillonnage prélevée(s) parmi un plus grand nombre d'unités d'échantillonnage, ou un ou plusieurs prélèvement(s) élémentaire(s) effectué(s) dans une unité d'échantillonnage.

3.3 échantillon représentatif : Échantillon supposé avoir la même composition que la matière échantillonnée lorsque celle-ci est considérée comme un tout homogène.

3.4 plan d'échantillonnage : Marche à suivre planifiée pour la sélection, le prélèvement et le traitement d'un ou plusieurs échantillon(s) à partir d'un lot (voir 3.6), en vue d'obtenir, à partir de l'échantillon final (voir 3.9), l'information recherchée sur un ou plusieurs caractère(s) de façon qu'une décision sur le lot puisse être prise.

NOTE — Habituellement, pour déterminer une erreur d'échantillonnage acceptable, il faut tenir compte du coût, du travail et du temps.

3.5 livraison : Quantité de matière confirmée par une lettre d'envoi ou un bon d'expédition.

3.6 lot : Totalité de la matière devant être échantillonnée en suivant un plan d'échantillonnage particulier. Un lot peut être composé par plusieurs livraisons, par plusieurs lots techniques ou par plusieurs unités d'échantillonnage.

3.7 lot technique : Quantité définie de matière qui peut être une unité d'échantillonnage ou plusieurs unités d'échantillonnage qui appartiennent à un ensemble à cause de leur fabrication ou de leur production dans des conditions présumées uniformes.

3.8 échantillon global : Ensemble des échantillons (voir 3.2) prélevés, rassemblés, ne conservant pas leur individualité.

3.9 échantillon final : Échantillon obtenu ou préparé selon le plan d'échantillonnage, en vue d'être éventuellement subdivisé en parties identiques destinées à être soumises à des essais, à servir de référence ou à être mises en réserve.

3.10 échantillon pour laboratoire : Échantillon dans l'état de préparation où il est envoyé au laboratoire et destiné à être utilisé pour un contrôle ou pour des essais.

3.11 échantillon contradictoire : Échantillon préparé en même temps que l'échantillon pour laboratoire, identique à celui-ci, accepté par les parties concernées et qui est conservé pour servir d'échantillon pour laboratoire en cas de désaccord.

3.12 échantillon localisé : Échantillon de quantité ou de taille déterminée, qui est prélevé à un endroit donné de la matière, ou à un moment et un endroit donnés lorsqu'il s'agit d'une matière en mouvement, et représentatif de son propre environnement immédiat ou local.

NOTE — En anglais, le terme «snap sample» est quelquefois utilisé comme synonyme de «spot sample».

4 Principes généraux et précautions à prendre

4.1 Contamination de l'échantillon ou du brai à échantillonner

4.1.1 Il est essentiel que rien, dans les opérations d'échantillonnage, ne conduise à une contamination de l'échantillon ou du brai à échantillonner.

4.1.2 Les récipients pour échantillons, l'appareillage pour échantillonnage, les dispositifs auxiliaires, les mains, les gants

et les vêtements de protection de l'échantillonneur doivent être propres.

4.1.3 Le brai subit une lente oxydation en surface au contact de l'air. Un produit finement divisé, même s'il est exposé à l'air durant une brève période, peut donner, à cause de la grande surface par unité de masse, une augmentation significative du point de ramollissement. Il est recommandé que les échantillons contradictoires finement divisés destinés à la conservation soient préparés par fusion et resolidification, de la façon suivante :

Introduire une quantité suffisante de l'échantillon en poudre dans une capsule et placer celle-ci dans une étuve réglée à 50 °C au-dessus du point de ramollissement présumé du brai, c'est-à-dire à une viscosité de $50 \pm 10 \text{ Pa}\cdot\text{s}^*$. Laisser à l'étuve à cette température durant 2 h. Après séjour à l'étuve, le brai fondu doit présenter une surface lisse et brillante, exempte de peaux de surface.

Si la surface du brai fondu est couverte de mousse, ce qui suggère la présence d'eau, la masse fondue doit être rejetée et un nouvel échantillon doit être fondu après maintien durant 2 h environ dans un dessiccateur sous vide, en présence d'un agent déshydratant approprié.

Verser le brai fondu, sans turbulence afin d'éviter d'introduire des bulles d'air, dans un récipient métallique étanche à l'air. Laisser solidifier, puis sceller le récipient.

S'il y a formation de mousse en cours de fusion, l'indiquer dans le procès-verbal d'échantillonnage. Dans ce cas, un échantillon distinct finement divisé doit alors être conservé dans un récipient scellé étanche à l'air, pour le dosage de l'eau.

4.1.4 Tout récipient qui a été ouvert doit être soigneusement refermé aussitôt que possible, et tout joint d'étanchéité abîmé doit être remplacé.

4.2 Échantillonnage en vue du dosage de l'eau dans le brai solide, granulaire ou en morceaux

Pour les expéditions en vrac de brai solide, une série d'échantillons localisés doit être prélevée pour le dosage de l'eau. Ceux-ci peuvent être soit prélevés sur la chaîne transporteuse, pendant le chargement ou le déchargement, soit échantillonnés dans le réservoir ou le compartiment, en surface, au milieu et au fond, pendant le chargement ou le déchargement. Les échantillons individuels doivent être enfermés immédiatement dans des récipients étanches à l'air, et analysés rapidement pour éviter toute perte possible d'eau.

* $\text{Pa}\cdot\text{s} = 10 \text{ P}$ (poises)

4.3 Masse des échantillons pour laboratoire et contradictoire

La masse des échantillons doit être d'au moins 2 kg ou, en variante, au moins trois fois supérieure à la quantité nécessaire pour effectuer les essais. Dans ce dernier cas, l'échantillon ne doit jamais être inférieur à 1 kg.

4.4 Précautions de sécurité

Pour les instructions complètes sur la sécurité, voir ISO 3165. En outre, les instructions particulières suivantes doivent être respectées.

4.4.1 Au cours des opérations d'échantillonnage de brais liquides chauds à partir de grands conteneurs tels que camions ou wagons, l'échantillonneur doit être accompagné par au moins une personne pour assurer la sécurité de l'échantillonneur.

4.4.2 Éviter toute inhalation de vapeur ou de poussière de brai et porter un masque en présence de poussière.

4.4.3 Porter la plus grande attention à la propreté des vêtements de l'échantillonneur.

4.4.4 Les opérations d'échantillonnage sur wagons, lorsqu'il existe une possibilité de manœuvres d'accrochage, doivent être évitées.

4.5 Livraison suspecte

Une livraison doit être considérée comme suspecte si

- un conteneur est endommagé ou défectueux;
- un doute existe quant à la nature du contenu d'un conteneur, par exemple du fait de la présence d'une ancienne étiquette ou d'un marquage incorrect;
- il y a un manque d'uniformité non prévu évident;
- l'on constate des variations évidentes et inhabituelles dans la livraison.

Les échantillons prélevés dans ces circonstances doivent être marqués et ne doivent pas être considérés comme valables sans un accord mutuel entre les parties concernées.

NOTE — Le brai étant un liquide surfondu, on peut avoir avantage, surtout dans le broyage et dans le nettoyage de l'appareillage, à faire subir à l'échantillon une prérefrigération.

Toute opération appliquée à l'échantillon, par exemple l'écrasement avec un pilon, produit de la chaleur qui facilite l'agglomération et la ségrégation de l'échantillon.

Le traitement des brais à bas point de ramollissement est également possible en opérant dans des conditions cryogéniques.

5 Échantillonnage du brai solide

5.1 Considérations générales

Le tableau 1 indique la quantité minimale d'échantillon à prélever sur un conteneur ou sur un lot en vrac (toutefois, voir 4.3). Il peut se produire des erreurs d'échantillonnage importantes par suite d'un manque d'homogénéité du matériau et, dans de telles circonstances, il est nécessaire d'augmenter la quantité d'échantillon prélevée.

La quantité d'échantillon nécessaire appelle une considération toute particulière si la quantité à échantillonner est petite (environ 1 t ou moins), ou très grande (environ 1 000 t ou plus). Pour de petites quantités de matériau, le mode opératoire spécifié en 5.2, 5.3 ou 5.4 doit être utilisé pour obtenir l'échantillon pour laboratoire. Les grandes quantités de matériau nécessitent plusieurs prises d'échantillon de 40 kg. Lorsque les livraisons ne sont pas dans des conteneurs, appliquer le mode opératoire spécifié en 5.4.5.2 pour déterminer la quantité optimale d'échantillon.

Tableau 1 — Quantité minimale d'échantillon (sauf si la quantité à échantillonner est très importante ou très petite)

Masse du matériau	Masse de l'échantillon
t	kg
≈ 1 à 10	10
10 à 50	20
> 50	40

5.2 Brai solide en morceaux

5.2.1 Brai stocké en bassin

Le brai stocké en bassin est composé d'une série de couches superposées. Les modes opératoires d'échantillonnage suivants doivent, par conséquent, être suivis.

5.2.1.1 Échantillon représentatif et échantillon global

Diviser approximativement la surface de la couche du brai en portions rectangulaires, chacune ayant une aire ne dépassant pas 180 m². En utilisant une perceuse à trépan (voir figure 1), percer trois trous jusqu'au fond de la couche suivant une diagonale de chaque rectangle. Ces trous doivent être percés au centre et à un sixième de la longueur à partir de chaque extrémité de la diagonale. L'ensemble des prélèvements obtenus pour chaque diagonale constitue l'échantillon représentatif de cette portion. L'ensemble de ces échantillons représentatifs constitue l'échantillon global de la couche.

5.2.1.2 Échantillon localisé

Percer jusqu'à 30 mm au-dessus du niveau à échantillonner et rejeter la poudre obtenue. Continuer à percer sur 30 mm, et recueillir la poudre obtenue qui constitue l'échantillon localisé.

5.2.2 Brai stocké en fûts ou en barils

Si le conteneur a été rempli avec du brai fondu qui s'est solidifié par la suite, il devient peu pratique de fondre à nouveau le matériau afin de l'échantillonner. Procéder alors de la façon suivante :

Retirer l'une des extrémités du conteneur et percer deux trous. Le mélange des poudres ainsi obtenu constitue l'échantillon global.

5.3 Brai en fragments granuleux (comprenant le brai en bâtonnets, en billes, en écailles et autres brais du même genre)

5.3.1 Considérations générales

Ce type de matériau est probablement celui qui montre la plus grande variation de composition dans son conteneur. Par conséquent, une grande attention doit être apportée pour s'assurer de l'obtention d'un échantillon représentatif. La masse de l'échantillon doit être augmentée si la dimension des particules est grande ou si elles présentent une gamme étendue de granulométrie. Une pelle-cuiller de dimensions appropriées peut être utilisée pour l'échantillonnage, ayant de préférence une ouverture d'au moins six fois le diamètre du plus gros des fragments. La réduction de l'échantillon doit être effectuée en réduisant la dimension des morceaux dans l'échantillon final, suivie d'une division mécanique ou d'une quartation.

5.3.2 Petits conteneurs

Déverser le contenu entier du conteneur sur une surface propre et extraire du tas un certain nombre de morceaux et une certaine quantité de fines, représentant approximativement la répartition granulométrique du matériau.

NOTE — Dans un tas constitué par la vidange d'un conteneur, les plus fines particules resteront près du centre du tas, tandis que les plus grosses seront rejetées vers l'extérieur et seront ainsi plus facilement accessibles.

5.3.3 Camions ou wagons

Prélever sélectivement une quantité suffisante du matériau dans toutes les parties du véhicule, de façon qu'elle représente approximativement la répartition granulométrique du matériau dans le véhicule de transport.

NOTE — Les effets de vibration au cours du transport amèneront les fragments les plus gros vers la surface.

5.3.4 Tas

Aplatir le tas au maximum et creuser deux sillons en diagonales se coupant à angle droit. Le matériau enlevé lors du creusement des sillons constitue l'échantillon final.

Les très gros tas de brai solide en grains ou en morceaux ne peuvent pas être échantillonnés de façon satisfaisante *in situ*. Ils doivent être échantillonnés soit lors de la constitution du tas, soit lors de l'enlèvement du matériau.

5.3.5 Cales de navires

L'échantillonnage doit être effectué pendant le chargement ou le déchargement, afin d'éviter d'échantillonner le matériau seulement en surface. Le matériau représentatif de la répartition granulométrique doit être prélevé sur les engins de transport ou bennes, à intervalles réguliers, pendant le chargement et le déchargement, et doit être mélangé pour donner l'échantillon final.

5.3.6 Nombre d'échantillons

À titre de guide pour le nombre des échantillons, voir 5.4.5.

5.4 Brai en grains

5.4.1 Méthode d'échantillonnage

Un matériau se présentant sous cette forme, passant généralement au tamis de 2 mm d'ouverture de maille, doit être échantillonné au moyen d'une sonde d'échantillonnage (voir figures 2 et 3), de la façon suivante :

Enfoncer la sonde en biais dans le matériau, son côté ouvert en dessous, et la tourner deux ou trois fois. Le côté ouvert étant au-dessus, retirer la sonde avec précaution de façon qu'elle reste remplie du matériau, et en déverser le contenu dans le récipient pour échantillon.

ISO 6257:1980

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/04c57e23-8e89-4aa3-9db9-fba6931ce3c/iso-6257-1980>

5.4.2 Matériau en vrac

Aplatir le tas au maximum et prélever les échantillons avec la sonde, en de nombreux endroits, de façon à obtenir un échantillon aussi représentatif que possible.

Les très gros tas ne peuvent pas être échantillonnés de façon satisfaisante *in situ*. Ils doivent être échantillonnés soit lors de la constitution du tas, soit lors de l'enlèvement du matériau.

5.4.3 Matériau en sacs

Enfoncer doucement la sonde à un endroit où le sac pourra être facilement réparé, par exemple à une couture d'angle ou sur le dessus. Enlever de la sonde tous les fragments du sac avant que le matériau ne soit déversé dans le récipient pour échantillon.

5.4.4 Matériau en fûts ou en barils

Si le couvercle du conteneur ne peut pas être retiré, percer des trous à l'aide d'un vilebrequin de façon à pouvoir insérer la sonde. Il est préférable de prélever une portion allant du dessus vers le fond et une autre latéralement, d'une paroi à l'autre, puis de mélanger les deux. Enlever de la sonde tous les fragments du conteneur avant que le matériau ne soit déversé dans le récipient pour échantillon.

Dans tous les cas, sceller le conteneur immédiatement après l'échantillonnage, en enfonçant des chevilles en bois dans les trous.

Préparer un échantillon pour laboratoire à partir de l'échantillon final, par division mécanique (8.1.1) ou par quartation (8.1.2).

5.4.5 Échantillonnage d'une livraison

5.4.5.1 Livraison en conteneurs

Le nombre minimal d'unités à échantillonner est indiqué dans le tableau 2.

Tableau 2 — Nombre minimal d'unités à échantillonner

Nombre d'unités dans le lot	Nombre minimal d'unités à échantillonner
1 à 10	Toutes les unités
11 à 49	11
50 à 64	12
65 à 81	13
82 à 101	14
102 à 125	15
126 à 151	16
152 à 181	17
182 à 216	18
217 à 254	19
255 à 296	20
297 à 343	21
344 à 394	22
395 à 450	23
451 à 512	24

5.4.5.2 Livraison en vrac

Déterminer le nombre d'échantillons à prélever, de la façon suivante :

Utiliser le graphique de la figure 4 pour déterminer la quantité de matériau à échantillonner en fonction de la quantité mensuelle de matériau qui doit être livrée. Utiliser ensuite le graphique de la figure 5 pour déterminer le nombre d'échantillons à prélever en fonction de la quantité de matériau échantillonnée.

Si la quantité de matériau à échantillonner est inférieure à 100 t, au moins 10 échantillons doivent être prélevés à cause du manque d'homogénéité du matériau. La masse de chaque échantillon prélevé doit être comprise entre 0,5 et 1 kg, mais doit être au moins égale à 20 fois la masse du plus gros grain.

6 Brais gras

Les brais qui sont trop mous à la température ambiante pour permettre une homogénéisation satisfaisante doivent être échantillonnés suivant l'un des modes opératoires suivants, de préférence celui qui est spécifié en 6.1.

6.1 Fondre le brai et l'échantillonner comme spécifié dans le chapitre 7.

6.2 Si la fusion n'est pas possible, échantillonner le produit dans le conteneur à l'aide d'une tarière du type représenté à la figure 6 ou de tout autre moyen approprié, en prélevant des portions de 1 kg environ en chacun des points d'échantillonnage. Fondre l'ensemble des échantillons dans un récipient approprié.

7 Brai liquide chaud

AVERTISSEMENT — Le brai liquide utilisé comme liant dans l'industrie de l'aluminium est généralement stocké à des températures dépassant 150 °C. L'échantillonneur doit, en conséquence, porter des vêtements et des lunettes de protection, ainsi que des gants résistant à la chaleur.

La masse de l'échantillon doit être celle qui est spécifiée pour les brais gras. L'emploi du tube plongeur refroidi à l'eau et de la conduite d'échantillonnage mentionnés ci-après diminuera le risque de perte de matières volatiles.

7.1 Échantillonnage au moyen d'un tube plongeur refroidi à l'eau

Des échantillons représentatifs peuvent être obtenus de la façon suivante :

Immerger le tube plongeur (voir figure 7) dans le brai liquide et l'y laisser durant quelques minutes avant de faire circuler l'eau froide. Déplacer le tube dans le brai afin d'augmenter le volume du brai exploré, puis le retirer lentement de façon que le brai y adhérant s'égoutte dans le tas. Détacher l'échantillon en cassant le brai solide qui adhère au tube plongeur ou, s'il s'agit de brai gras, en le grattant, et répéter l'opération si une plus grande quantité est requise. Si l'on veut obtenir des échantillons plus importants, ne pas superposer les couches de brai l'une sur l'autre car de tels échantillons auraient un point de ramollissement supérieur à celui du matériau échantillonné.

Il faut faire attention aux raccords flexibles pour éviter tout danger de chute de gouttes d'eau dans le brai chaud.

7.2 Échantillonnage de stocks liquides

Les réservoirs verticaux de grande capacité doivent, de préférence, être équipés d'une série de robinets d'échantillonnage, disposés verticalement et à 1 m les uns des autres, d'accès facile et de manipulation sans danger. Dans ce cas, prélever un échantillon à chaque robinet en le recueillant dans un récipient propre, après avoir fait couler et rejeté plusieurs prélèvements élémentaires.

Si les réservoirs ne sont pas équipés de robinets d'échantillonnage, le brai liquide peut être échantillonné à l'aide d'un bidon d'échantillonnage lesté du type représenté à la figure 8. Prélever les échantillons à intervalles de 1 m sur toute la profondeur du réservoir, en faisant descendre le bidon lesté fermé à la profondeur requise, en marquant une pause pour laisser la température s'équilibrer, en retirant le bouchon et en laissant le temps au bidon de se remplir. Retirer le bidon et vider un peu de l'échantillon de façon à enlever la majeure partie du liquide recueilli dans les niveaux supérieurs pendant la remontée du bidon.

Dans les deux cas, un échantillon représentatif peut être obtenu en mélangeant les échantillons individuels dans un récipient métallique étanche à l'air, ou, si la vérification du manque d'homogénéité est désirée, en les transvasant séparément dans des récipients du même type.

7.3 Échantillonnage en cours de déchargement

Le brai fondu peut être échantillonné à partir d'une conduite, à l'aide d'un échantillonneur sur conduite tel que celui représenté à la figure 9.

Si ce moyen n'est pas disponible, mélanger soigneusement le matériau déchargé et l'échantillonner à l'aide d'une louche du type représenté à la figure 10.

8 Réduction des dimensions de l'échantillon

Seulement une fraction de l'échantillon final est habituellement requise pour la préparation de l'échantillon pour laboratoire. Des modes opératoires appropriés sont spécifiés pour des brais sous forme solide.

8.1 Poudre ou grains

Des échantillons finals de ces matériaux peuvent être réduits par division mécanique ou par quartation.

8.1.1 Division mécanique

Un diviseur typique approprié pour particules de 5 mm environ est représenté à la figure 11 et doit être utilisé de la façon suivante :

Introduire l'échantillon final par le haut dans le diviseur où il est réparti uniformément dans les deux réceptacles. Rejeter le contenu de l'un des réceptacles et introduire le contenu de l'autre à nouveau dans le diviseur. Répéter ces opérations jusqu'à l'obtention de la quantité requise d'échantillon pour laboratoire.

Du fait de la difficulté de nettoyage des diviseurs, il est recommandé d'utiliser un diviseur pour chaque type de matériau.

8.1.2 Quartation

Mélanger convenablement l'échantillon final sur une surface propre et non poreuse, le mettre en tas, puis aplatir le tas.

Prélever, en de nombreux points du tas, au moins vingt portions de masse approximativement égale. Creuser chaque fois jusqu'au fond du tas et s'assurer que la portion prélevée contient du matériau provenant de toute la hauteur du tas.

8.2 Brai gras

Chauffer l'échantillon final à 50 °C environ au-dessus de son point de ramollissement (correspondant à une viscosité de 50 ± 10 Pa·s) déterminé selon la méthode spécifiée dans l'ISO 5940, mélanger soigneusement et verser la quantité requise dans le récipient pour échantillon.

8.3 Brai dur

Pour des échantillons importants, verser l'échantillon final sur la plaque d'échantillonnage (voir figure 12) et, si nécessaire, réduire la dimension d'un élément à moins de 12 mm à l'aide d'un pilon (voir figure 13). Réduire l'importance de l'échantillon à 2,5 kg environ, par division mécanique (8.1.1) ou par quartation (8.1.2). Réduire la dimension d'un élément de l'échantillon réduit, ou de petits échantillons, à moins de 1,5 mm et, d'une manière analogue, réduire à nouveau l'importance de l'échantillon à la quantité requise.

9 Récipients pour échantillons

9.1 Dimensions

Les dimensions du récipient pour l'échantillon pour laboratoire doivent être telles qu'il soit presque entièrement rempli par l'échantillon, en laissant une place suffisante pour la dilatation et pour une homogénéisation ultérieure de l'échantillon.

9.2 Types

9.2.1 Bidons à couvercle articulé

Si des bidons étamés sont utilisés, s'assurer que toutes les soudures se trouvent à l'extérieur. Si l'on doit verser du brai fondu dans de tels bidons, la température du brai ne doit pas être supérieure à 50 °C au-dessus du point de ramollissement déterminé selon la méthode spécifiée dans l'ISO 5940. Les bidons doivent être nettoyés, même lorsqu'ils sont neufs, car aucun contrôle visuel ne peut être effectué sur leur propreté. Le lavage avec un solvant à bas point d'ébullition, tel que l'acétone, et le séchage par soufflage d'air filtré est un procédé pratique. Le solvant peut également être évaporé et les bidons séchés à l'étuve. Du fait de son caractère toxique, le benzène ne doit pas être utilisé. Des précautions appropriées doivent être prises avec des solvants inflammables.

9.2.2 Sacs en plastique

Des sacs en polyéthène peuvent être utilisés de façon satisfaisante comme récipients pour tous les échantillons, sauf ceux de brai gras et de brai liquide.

9.3 Marquage et conservation

Tous les récipients contenant les échantillons doivent être marqués, de préférence avec des étiquettes à œillet. Si l'on utilise des étiquettes collantes, il faut consolider leur fixation par un ruban adhésif transparent.

Tous les détails doivent être inscrits, de façon indélébile, sur l'étiquette. Les échantillons doivent être conservés de manière à éviter l'oxydation atmosphérique (voir 4.1.3 et 4.1.4).

10 Appareillage d'échantillonnage

Les schémas et dimensions de l'appareillage illustré ne sont pas impératifs et sont destinés à servir de guide. Lorsqu'ils sont dis-

ponibles, l'emploi de dispositifs automatiques d'échantillonnage, par exemple sur les bandes transporteuses, est recommandé.

10.1 Perceuse

Une perceuse pneumatique est utilisée avec un trépan à quatre pointes. Les trépan sont reliés à la perceuse par des tiges de longueurs différentes (0,6 à 4,3 m). Les trépan représentés à la figure 1 peuvent avoir un diamètre allant de 42 à 63 mm et avoir un trou latéral pour laisser passer l'air comprimé.

10.2 Sondes

Deux modèles types de sondes d'échantillonnage sont représentés aux figures 2 et 3. Si le matériau ne s'écoule pas, la sonde d'échantillonnage à bout fermé (voir figure 3) doit être utilisée. L'emploi de sondes d'échantillonnage est décrit en 5.4.

10.3 Tarière

Une tarière d'échantillonnage de type simple est représentée à la figure 6.

10.4 Tube plongeur refroidi à l'eau

Un modèle type de tube est représenté à la figure 7. L'eau entre en A par la branche d'un raccord en T et, après refroidissement de la surface intérieure du tube B, elle passe par le tube interne et sort en C.

10.5 Échantillonneur sur conduite

Un tuyau, de diamètre 12 mm environ, est fixé sur le côté d'une section verticale d'une conduite, à une distance d'au moins quatre fois le diamètre de la conduite de tout dispositif tel que le coude, dérivation ou vanne, mais non d'un dispositif mélangeur-réducteur spécialement conçu et, de préférence, à l'aval d'une pompe (voir figure 9). Le tuyau pénètre jusqu'au centre de la conduite, et son extrémité intérieure est biseautée à 45° face au flux de liquide (circulant de bas en haut) dans la conduite. La longueur du tuyau dépassant à l'extérieur de la conduite doit être aussi courte que possible, et le tuyau doit se terminer par un robinet.

10.6 Bidon lesté

Un modèle type de bidon est représenté à la figure 8. L'emploi du bidon est décrit en 7.2.

10.7 Louche

Un modèle type de louche est représenté à la figure 10. Le diamètre doit être tel que la louche puisse passer aisément dans la bonde du conteneur à échantillonner, mais une tige coulissante avec verrouillage, adaptée comme indiqué, peut être utilisée pour contrôler cette action. Huit ou neuf dents, d'au moins

10 mm de hauteur, doivent être découpées sur le pourtour de la louche.

10.8 Diviseur d'échantillon

Un modèle type de diviseur, convenant pour les matériaux solides de diamètre 5 mm environ, est représenté à la figure 11. Le courant d'échantillon, passant uniformément à travers les ouvertures, est fractionné en un certain nombre d'éléments égaux, les éléments alternés étant soit recueillis dans le bac pour échantillon, soit rejetés. Il est à noter que l'échantillon réduit peut ne pas être entièrement représentatif du courant d'échantillon complet.

10.9 Plaque d'échantillonnage et pilons

Un modèle type de plaque d'échantillonnage, en acier dur, est représenté à la figure 12. La figure 13 donne les dimensions convenant à des pilons de masse 2,3 et 4,5 kg.

11 Procès-verbal d'échantillonnage

Un procès-verbal d'échantillonnage doit être rédigé, contenant toutes les informations essentielles se rapportant au matériau échantillonné et à la façon dont l'échantillon a été préparé. Il doit contenir au moins les indications suivantes :

- a) référence de la présente Norme internationale et, plus précisément, des chapitres de celle-ci qui ont été suivis;
- b) marques d'identification précises telles que nom et numéro correspondant à celui de l'étiquette figurant sur le récipient pour échantillon;
- c) date et durée de prélèvement de l'échantillon;
- d) localisation du brai (par exemple : récipient n°, cale n°) et tous détails s'y rapportant, tels que «sur la bande transporteuse pendant le déchargement»;
- e) catégorie de l'échantillon (voir chapitre 3);
- f) importance approximative de la livraison;
- g) nombre de prélèvements effectués, matériel utilisé (par exemple : tarière, sonde), masse approximative prélevée avant la réduction des dimensions de l'échantillon, et méthode de réduction (par exemple : par division mécanique, par quartation) utilisée;
- h) commentaires sur toutes anomalies telles que conditions atmosphériques inhabituelles ou contamination évidente;
- j) 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.

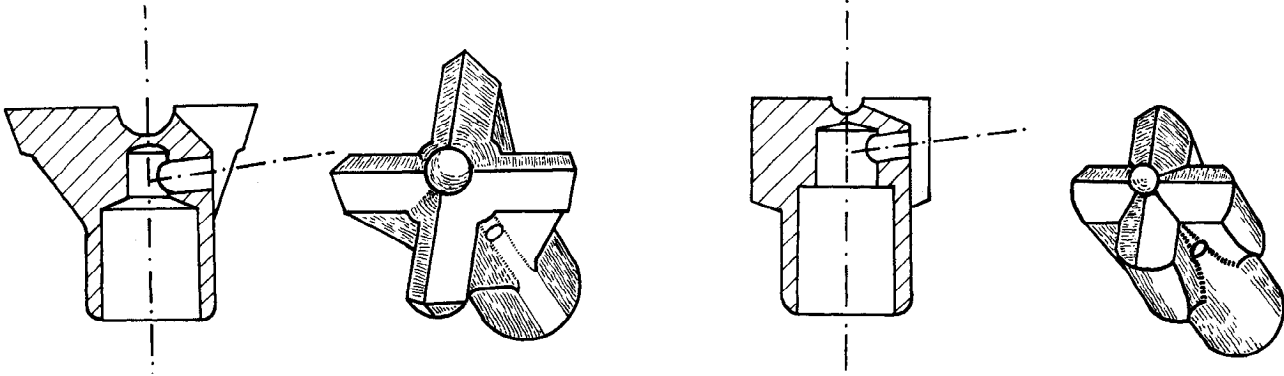


Figure 1 — Modèles types de trépan pour perceuse d'échantillonnage

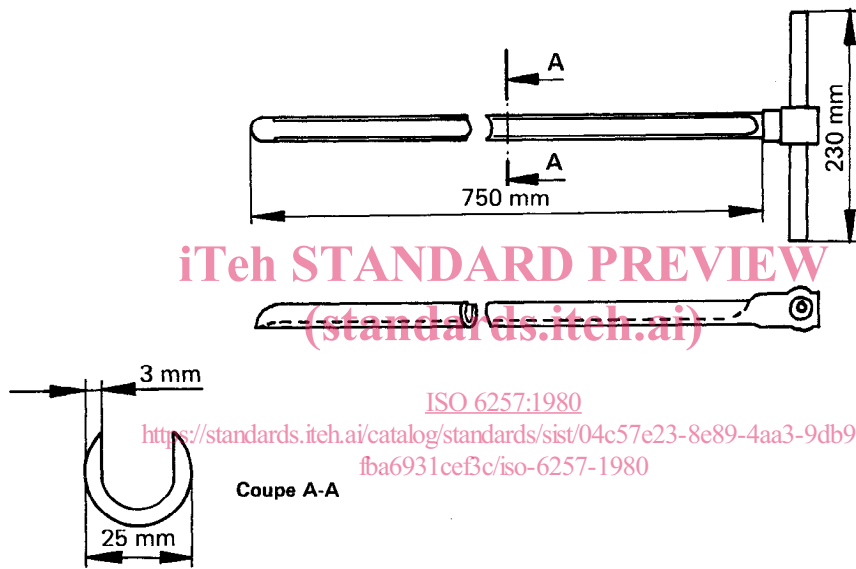


Figure 2 — Sonde d'échantillonnage à bout ouvert — Dimensions types

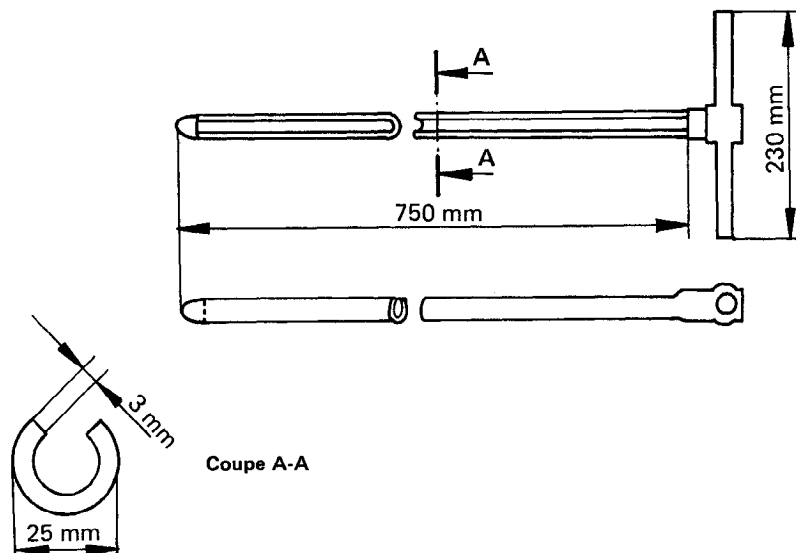


Figure 3 — Sonde d'échantillonnage à bout fermé — Dimensions types

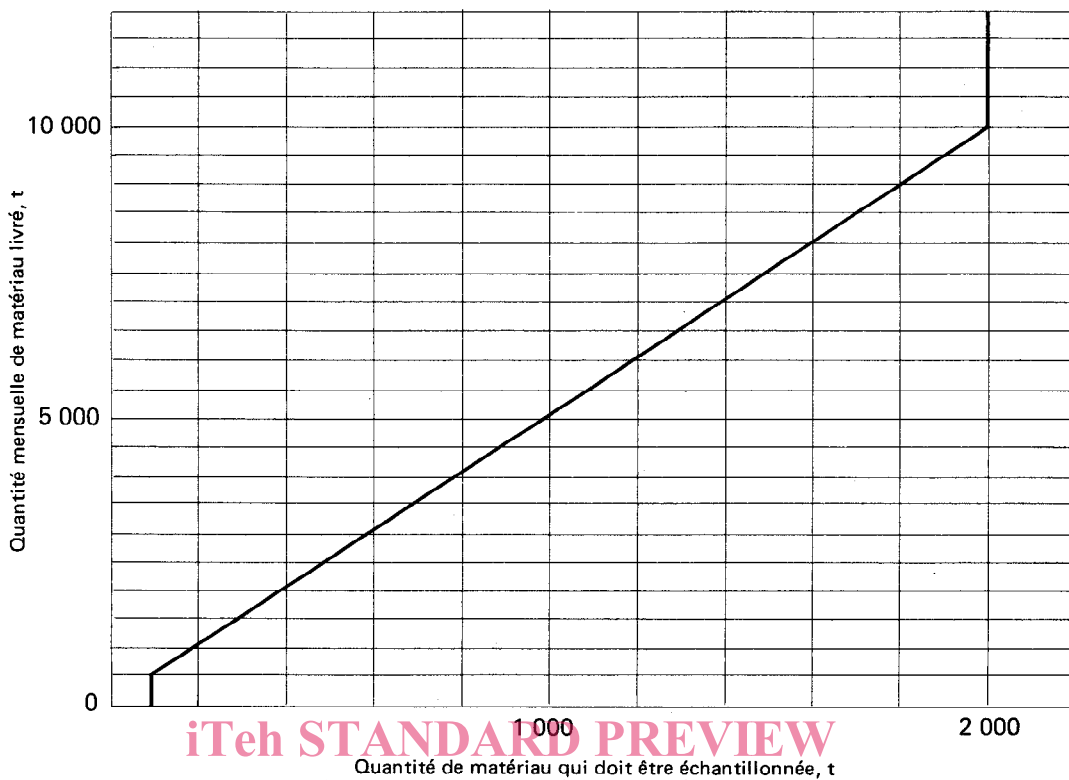


Figure 4 – Quantité de matériau à échantillonner en fonction de la quantité mensuelle de matériau livré

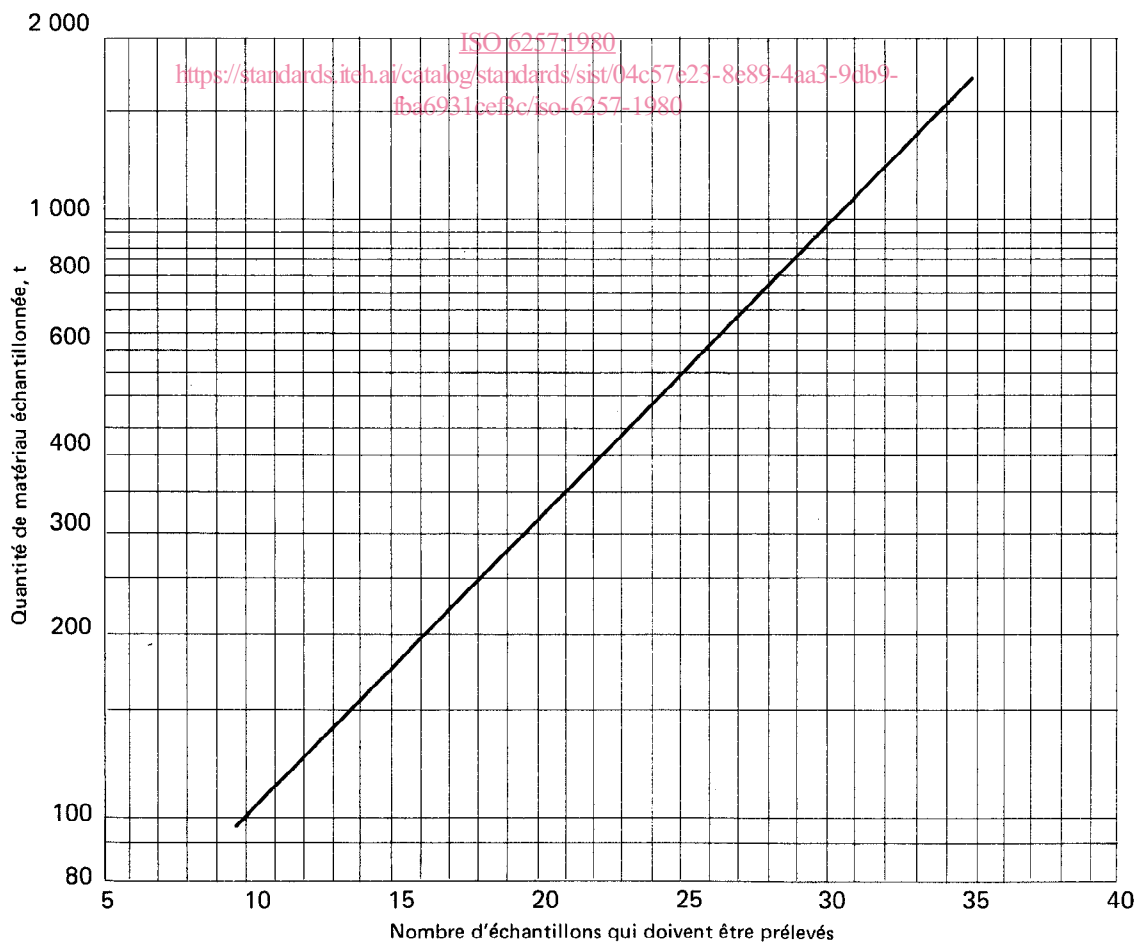


Figure 5 – Nombre d'échantillons à prélever en fonction de la quantité de matériau échantillonnée