
Norme internationale



6791

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

Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Brais pour électrodes — Détermination du taux de matières insolubles dans la quinoléine

Carbonaceous materials for the production of aluminium — Pitch for electrodes — Determination of content of quinoline-insoluble material

iTeh STANDARD PREVIEW

Première édition — 1981-11-01 (standards.iteh.ai)

ISO 6791:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23ff45d9-ac4b-4c1a-811e-2fcc4205ad3/iso-6791-1981>

CDU 665.777.43 : 669.713.7 : 543.21

Réf. n° : ISO 6791-1981 (F)

Descripteurs : métallurgie d'extraction, électrode, aluminium, brai, analyse chimique, dosage, méthode gravimétrique, insoluble.

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 6791 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en décembre 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

ISO 6791:1981

Afrique du Sud, Rép. d'	Chine	Roumanie
Allemagne, R. F.	Corée, Rép. de	Royaume-Uni
Australie	Égypte, Rép. arabe d'	Suède
Autriche	France	Suisse
Belgique	Hongrie	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Thaïlande
Bulgarie	Pologne	URSS
Canada	Portugal	

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

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 — Brais pour électrodes — Détermination du taux de matières insolubles dans la quinoléine

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique conventionnelle pour la détermination du taux de matières insolubles dans la quinoléine, dans les brais utilisés dans la production de l'aluminium.

2 Référence

ISO 6257, *Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Brais pour électrodes — Échantillonnage.*

3 Principe

Extraction d'une prise d'essai par la quinoléine à une température fixée et pendant une durée spécifiée. Filtration et pesée du résidu.

4 Réactifs et produits

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

4.1 Quinoléine, fraîchement distillée, de température de distillation comprise entre 235 et 237 °C à 1 013 mbar¹⁾.

AVERTISSEMENT — Risque d'empoisonnement par inhalation ou par ingestion. Action irritante sur la peau et les yeux. Éviter d'en respirer les vapeurs et éviter le contact avec la peau, les yeux et les vêtements.

4.2 Toluène.

AVERTISSEMENT — Très inflammable. Nocif par inhalation. Conserver à l'écart de toute source d'ignition. Ne pas fumer. Ne pas jeter les résidus à l'égout. Éviter l'accumulation de charges électrostatiques.

4.3 Support filtrant, type silice de diatomées, exempt de matières organiques et chimiquement neutre.

La granulométrie du produit doit être comprise dans l'intervalle de 1 à 40 µm, avec une granulométrie moyenne comprise entre 6 et 10 µm.

Sécher le produit dans l'étuve (5.4) réglée entre 105 et 110 °C durant 1 h. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser. Répéter les opérations de chauffage, refroidissement et pesée, jusqu'à ce que deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 0,005 g. Conserver le produit séché dans un dessiccateur.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Bain d'eau, réglable entre 70 et 80 °C.

5.2 Entonnoir de Hartley, ou entonnoir d'un type équivalent, ayant un disque de 70 mm de diamètre (un type approprié est illustré sur la figure).

5.3 Tampons filtrants en fibre de verre, de 70 mm de diamètre, avec une rétention égale à 98 % pour des particules de 1,2 µm.

NOTE — Utiliser, si disponible, un entonnoir (5.2) et un tampon (5.3), par exemple de 120 mm de diamètre, ce qui facilite le transfert sur le tampon filtrant de la totalité du résidu retenu sur les parois de l'entonnoir, au cours de la détermination (7.3).

5.4 Étuve électrique, réglable entre 105 et 110 °C.

6 Préparation de l'échantillon

Prélever l'échantillon conformément à l'ISO 6257. Préparer l'échantillon immédiatement avant la détermination.

S'il est suffisamment dur, broyer la totalité de l'échantillon en particules de moins de 200 µm, dans un mortier à l'aide d'un pilon.

Dans le cas de brais trop mous pour être broyés, faire fondre et homogénéiser l'échantillon, en s'assurant que sa température ne dépasse pas 150 °C et que la durée de fusion ne dépasse pas 10 min.

NOTE — Pour les brais mous, la prise d'essai peut être prélevée sur l'échantillon après fusion.

1) 1 mbar = 100 Pa

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — L'attention est attirée sur les dangers que comporte l'emploi de la quinoléine et du toluène (voir **AVERTISSEMENTS** en 4.1 et 4.2). Effectuer toutes les opérations qui utilisent ces produits sous une hotte bien ventilée.

7.1 Prise d'essai

Peser, à 0,005 g près, 1 g environ de l'échantillon pour essai.

7.2 Préparation du filtre

Chauffer un des tampons filtrants (5.3) dans l'étuve (5.4) réglée entre 105 et 110 °C durant 1 h. Transférer le tampon filtrant dans un dessiccateur, le laisser refroidir à la température ambiante et le peser à 0,005 g près. Répéter les opérations de chauffage, refroidissement et pesée, jusqu'à ce que deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 0,005 g. Placer le tampon dans l'entonnoir de Hartley (5.2), propre et sec.

7.3 Détermination

Transférer quantitativement la prise d'essai (7.1) dans un bécher de 100 ml. Ajouter 1 g environ du support filtrant (4.3) pesé à 0,005 g près et 25 ml de la quinoléine (4.1). Agiter le contenu du bécher pour casser tous morceaux et couvrir le bécher avec un verre de montre.

Immerger partiellement le bécher dans le bain d'eau (5.1) réglé entre 70 et 80 °C et, en même temps, immerger un autre bécher contenant 100 ml environ de la quinoléine (4.1). Porter la température des contenus des deux béchers entre 70 et 80 °C et continuer le chauffage durant 15 à 20 min en agitant de temps en temps le contenu du bécher contenant la prise d'essai.

Placer l'entonnoir de Hartley contenant le tampon filtrant (voir 7.2) sur une fiole à filtrer. Humidifier le tampon filtrant avec un peu de la quinoléine chaude et appliquer à la fiole un dispositif d'aspiration. Dès que la quinoléine sera passée à travers le filtre, commencer la filtration de la prise d'essai solubilisée et de tout résidu, sans remuer trop la solution, en filtrant par portions de 2 ml et en versant la portion suivante après que la première est complètement passée. Au cours de la filtration, la solution restant dans le bécher doit être maintenue dans le bain d'eau à la température de 70 à 80 °C. Quand la filtration est complète, rincer le bécher cinq fois avec des portions d'environ 5 ml de la quinoléine chaude prélevée de l'autre bécher, pour faire passer toute la matière insoluble restant sur le tampon filtrant. Laver le résidu avec d'autres portions de 5 ml de quinoléine chaude jusqu'à ce que le liquide de lavage devienne clair. Dix rinçages environ sont généralement nécessaires.

Laver le bécher qui contenait la prise d'essai avec dix portions d'environ 5 ml chacune de toluène (4.2) laissant le liquide s'égoutter complètement entre chaque rinçage. Durant toute la durée de la filtration, s'assurer que la plus petite quantité possible de solution et de résidu vienne en contact avec les parois de l'entonnoir.

Arrêter l'aspiration, retirer le tampon filtrant contenant le résidu et, après avoir fait tomber sur le tampon filtrant toute matière solide qui serait retenue sur les parois de l'entonnoir, le placer dans l'étuve (5.4) réglée entre 105 et 110 °C durant 1 h environ. Transférer le tampon et son contenu dans un dessiccateur, le laisser refroidir à la température ambiante et le peser à 0,005 g près. Répéter les opérations de chauffage, refroidissement et pesée, jusqu'à ce que deux pesées consécutives ne diffèrent pas de plus de 0,005 g. De 2 à 3 h sont en général suffisantes.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

Le taux de matières insolubles dans la quinoléine, exprimé en pourcentage en masse, est donné par la formule

$$\frac{m_3 - m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1);

m_1 est la masse, en grammes, du tampon filtrant séché (5.3);

m_2 est la masse, en grammes, du support filtrant (4.3) ajouté;

m_3 est la masse, en grammes, du tampon filtrant, du support filtrant et du résidu séchés.

8.2 Fidélité

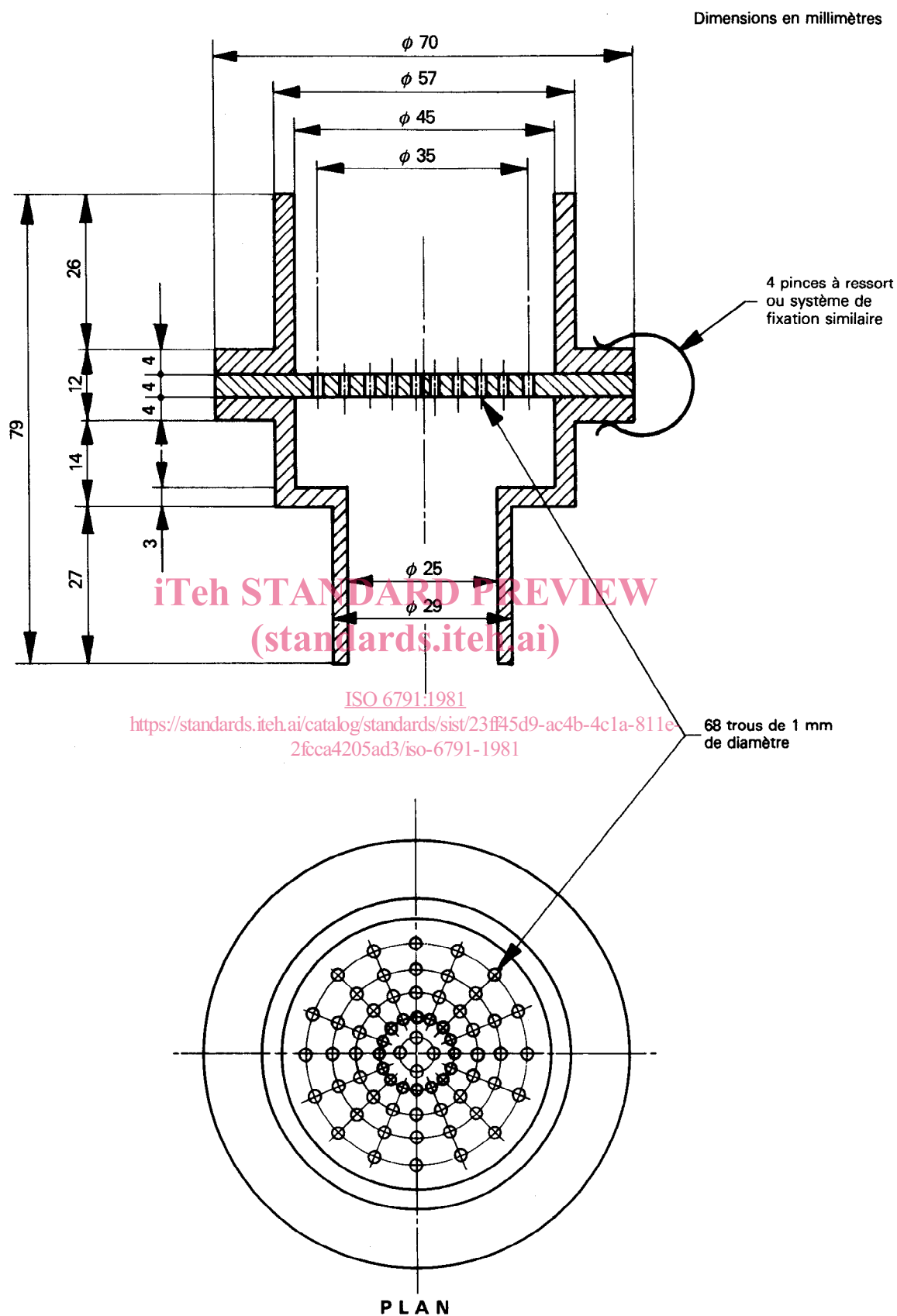
Répétabilité : 1 %

Reproductibilité : 1,50 %

9 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 rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- 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.



Matériau : Aluminium ou tout autre métal approprié

Finitions : Ajuster avec précision tous les trous polis et les faces jointives

Figure — Détails de l'entonnoir de Hartley

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6791:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23ff45d9-ac4b-4c1a-811e-2fcca4205ad3/iso-6791-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6791:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23ff45d9-ac4b-4c1a-811e-2fcca4205ad3/iso-6791-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6791:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/23ff45d9-ac4b-4c1a-811e-2fcca4205ad3/iso-6791-1981>