
Norme internationale



6999

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 de la masse volumique — Méthode pycnométrique

Carbonaceous materials for the production of aluminium — Pitch for electrodes — Determination of density — Pycnometric method

ITEH STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1983-12-15

[ISO 6999:1983](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afl598ec-ddeb-462a-9777-9f32b35b8632/iso-6999-1983>

CDU 665.777 : 669.713 : 531.754.4

Réf. n° : ISO 6999-1983 (F)

Descripteurs : aluminium, production, brai, électrode, essai, détermination, masse volumique, méthode pycnométrique, 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 6999 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, et a été soumise aux comités membres en juillet 1982.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

		https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afl598ec-ddeb-462a-9777-9f32b3518812/iso-6999-1983
Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Roumanie
Allemagne, R.F.	France	Suède
Australie	Hongrie	Suisse
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Belgique	Italie	Thaïlande
Canada	Nigeria	URSS
Chine	Nouvelle-Zélande	USA
Corée, Rép. de	Pays-Bas	
Égypte, Rép. arabe d'	Portugal	

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

Royaume-Uni

Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Brai pour électrodes — Détermination de la masse volumique — Méthode pycnométrique

0 Introduction

La masse volumique du brai utilisé pour la préparation des électrodes pour la production de l'aluminium est une caractéristique qui permet d'avoir un aperçu sur la constance de sa qualité. La connaissance de ce paramètre est essentielle en vue de l'utilisation optimale du brai.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pycnométrique de détermination de la masse volumique du brai employé pour la préparation des électrodes utilisées dans l'industrie de l'aluminium.

2 Références

ISO 3507, *Pycnomètres*.

ISO 5725, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité par essais interlaboratoires*.

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

3 Principe

Mesurage, selon une méthode pycnométrique, de la masse volumique du brai à 25 °C, après dégazage sous vide.

4 Réactifs et produits

Au cours de la détermination, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.1 Éthanol, à 95 % (V/V).

4.2 Acétone.

4.3 Agent mouillant non ionique, solution aqueuse à 0,1 % (m/m).

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Pycnomètre, Gay-Lussac, type 3, de capacité 25 ml (voir ISO 3507).

5.2 Pompe à vide, munie d'une soupape de sûreté et d'un filtre, d'un débit de 1 m³/h environ, capable d'assurer une pression résiduaire de 33 mbar.

5.3 Enceinte étanche, pour recevoir le pycnomètre (5.1), capable de maintenir le vide pendant la détermination et munie d'une ampoule à décanter appropriée.

AVERTISSEMENT — Lorsque l'appareil est sous vide, placer devant un écran de protection.

Un type d'appareil assemblé est représenté à la figure.

5.4 Étuve électrique, réglable à 120 ± 2 °C.

5.5 Bain d'eau, réglable à 25 ± 0,05 °C.

6 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué selon les modalités spécifiées dans l'ISO 6257.

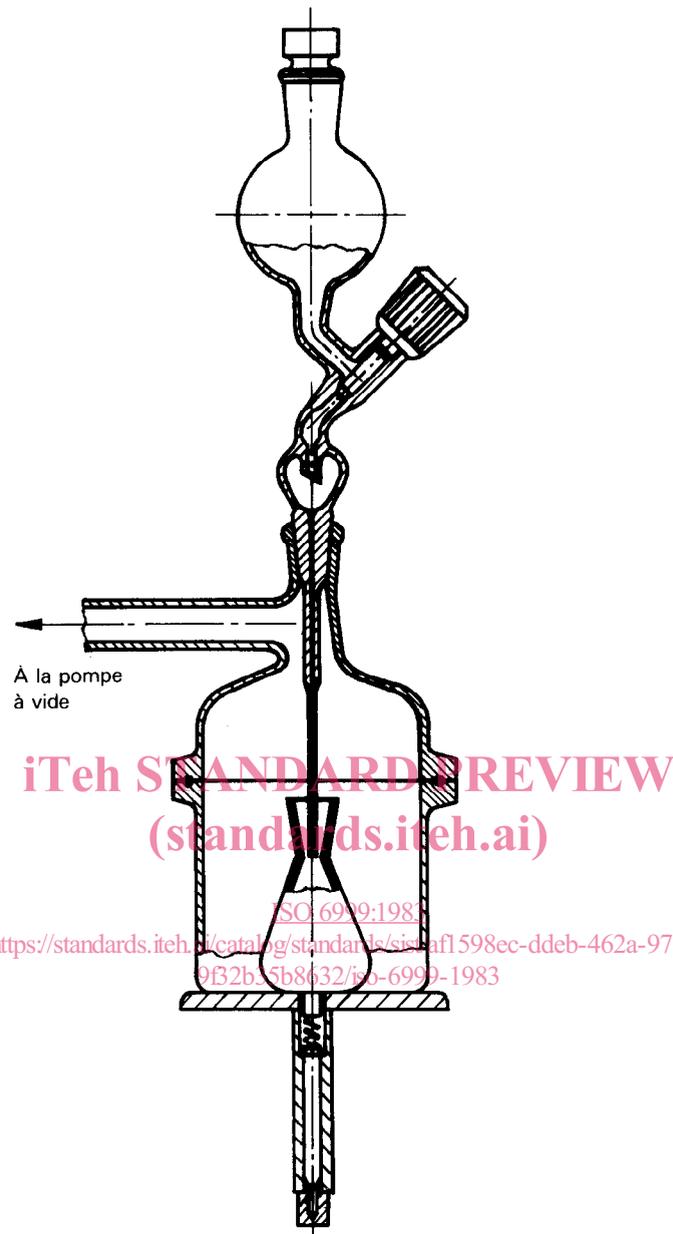


Figure — Type d'appareil assemblé, pour la détermination de la masse volumique à l'aide d'un pycnomètre

7 Mode opératoire

7.1 Étalonnage du pycnomètre

Les pycnomètres du commerce sont en général étalonnés à 20 °C, alors que la présente détermination est effectuée à 25 °C. Il est donc nécessaire d'étalonner le pycnomètre à cette température.

7.1.1 Détermination de la masse du pycnomètre

AVERTISSEMENT — Le mélange sulfochromique provoque de graves brûlures; il est cancérigène et, en contact avec des matériaux inflammables, peut provoquer des incendies. Éviter le contact avec les yeux, la peau et les

vêtements. Éviter d'en respirer les vapeurs. Porter des vêtements et des lunettes de protection lorsqu'on utilise ce mélange.

Laver le pycnomètre (5.1) avec un mélange sulfochromique tiède en prenant toutes les précautions nécessaires. Le rincer soigneusement d'abord à l'eau courante, puis à l'eau distillée et à l'éthanol (4.1) et enfin à l'acétone (4.2). Sécher le pycnomètre dans un courant d'air et le peser à 0,000 1 g près (m_0).

7.1.2 Détermination du volume du pycnomètre

Remplir le pycnomètre avec de l'eau distillée à une température de 23 à 24 °C, le boucher avec son bouchon, s'assurer que de l'eau s'échappe de l'orifice du bouchon et essuyer le pycnomètre avec du papier filtre.

Introduire le pycnomètre rempli dans le bain d'eau (5.5) réglé à $25 \pm 0,05$ °C et laisser l'équilibre thermique du système s'établir à cette température. Araser l'eau au niveau de la partie supérieure du bouchon. Retirer le pycnomètre du bain d'eau, le refroidir légèrement avec de l'acétone (4.2) et l'essuyer soigneusement avec du papier filtre.

Peser le pycnomètre rempli à 0,000 1 g près (m_1).

Le volume V , en millilitres, du pycnomètre est donné par la formule

$$\frac{m_1 - m_0}{0,997\ 05}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, du pycnomètre propre, sec et vide;

m_1 est la masse, en grammes, du pycnomètre rempli d'eau;

0,997 05 est la masse volumique, en grammes par millilitre, de l'eau à 25 °C.

NOTES

1 Le volume V du pycnomètre est arrondi à 0,000 1 ml. L'étalonnage doit être répété tous les 3 mois; la masse m_0 doit rester constante à 0,001 g.

2 Il est essentiel que la détermination du volume du pycnomètre soit effectuée plusieurs fois et dans des jours différents, afin d'éliminer l'influence du milieu extérieur ainsi que les petites différences dans le réglage du bain d'eau. Le volume V doit représenter la moyenne de 8 à 10 déterminations.

7.2 Détermination de la masse volumique

7.2.1 Prise d'essai

Peser, à 0,000 1 g près, $5 \pm 0,1$ g de l'échantillon pour laboratoire (voir chapitre 6), de granulométrie comprise entre 1 et 2 mm (m_2) dans le pycnomètre propre et sec, préparé selon 7.1.1.

7.2.2 Détermination

Remplir l'ampoule à décanter reliée à l'enceinte étanche (5.3) avec la solution d'agent mouillant (4.3). Introduire le pycnomètre, sans bouchon, contenant la prise d'essai (7.2.1) dans l'enceinte et mettre en marche la pompe à vide (5.2) durant 5 min en laissant fermé le robinet de l'ampoule, jusqu'à l'obtention d'une pression résiduaire de 33 à 35 mbar.

Ouvrir lentement le robinet de l'ampoule et faire tomber, goutte à goutte, la solution d'agent mouillant jusqu'à faire entrer dans le pycnomètre 20 ml environ de solution. Fermer le robinet. Maintenir le vide dans l'enceinte jusqu'à disparition des bulles d'air. Ramener lentement l'appareil à la pression ambiante, ouvrir l'enceinte, retirer le pycnomètre et compléter le remplissage avec la solution d'agent mouillant. Boucher le pycnomètre

et poursuivre la détermination selon les modalités spécifiées en 7.1.2, à partir de l'alinéa: «Introduire le pycnomètre rempli dans le bain d'eau...»

Peser le pycnomètre rempli à 0,000 1 g près (m_3).

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

La masse volumique du brai, exprimée en grammes par millilitre, est donnée par la formule

$$V = \frac{m_2 - (m_3 - m_0)}{0,997\ 05}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, du pycnomètre propre, sec et vide;

m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.2.1);

m_3 est la masse, en grammes, du pycnomètre contenant la prise d'essai et l'eau;

0,997 05 est la masse volumique, en grammes par millilitre, de la solution d'agent mouillant (4.3), pratiquement égale à celle de l'eau.

8.2 Fidélité (voir ISO 5725, paragraphe 3.1)

Écart-type de répétabilité: 0,004 g/ml.

Écart-type de reproductibilité: 0,006 g/ml.

Résultats arrondis à la troisième décimale.

8.3 Contrôle de la détermination

Des erreurs systématiques peuvent être mises en évidence en effectuant de temps en temps des déterminations sur des matériaux de référence.

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 les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6999:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af1598ec-ddeb-462a-9777-9f32b35b8632/iso-6999-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6999:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af1598ec-ddeb-462a-9777-9f32b35b8632/iso-6999-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6999:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af1598ec-ddeb-462a-9777-9f32b35b8632/iso-6999-1983>