

NORME INTERNATIONALE

ISO
9055

Première édition
1988-12-15



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

Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Brai pour électrodes — Dosage du soufre par la méthode à la bombe

iTeh STANDARD PREVIEW

*Carbonaceous materials for the production of aluminium — Pitch for electrodes —
Determination of sulfur content by the bomb method*

ISO 9055:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a14ec56-28bb-4a4a-9984-bcf0fe1ffb24/iso-9055-1988>

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9055 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a14ec56-28bb-4a4a-9984-bcf0fe1ffb24/iso-9055-1988>

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Brai pour électrodes — Dosage du soufre par la méthode à la bombe

AVERTISSEMENT — La stricte observation de toutes les précautions prescrites dans la présente Norme internationale évitera une rupture explosive de la bombe ou un soufflage, à la condition que la bombe soit convenablement calculée et construite, et qu'elle soit en bon état mécanique. Il est toutefois recommandé d'entourer la bombe d'un écran protecteur en tôle d'acier d'au moins 13 mm d'épaisseur, ou de prévoir une protection équivalente contre les accidents imprévisibles.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour le dosage du soufre dans le brai pour électrodes utilisé pour la production de l'aluminium.

La méthode est applicable à la fois aux brais de goudron et aux brais de pétrole pourvu qu'ils contiennent au moins 0,1 % (m/m) de soufre.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 6257 : 1980, *Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Brai pour électrodes — Échantillonnage*.

3 Principe

Oxydation de l'échantillon par combustion dans une bombe contenant de l'oxygène sous pression. Le soufre, en tant que sulfate dans les solutions de rinçage de la bombe, est dosé par gravimétrie à l'état de sulfate de baryum.

4 Réactifs et produits

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.

4.1 Acide chlorhydrique, ρ 1,19 g/ml environ, solution 37 % (m/m) environ.

4.2 Eau de brome, saturée.

4.3 Chlorure de baryum, solution à 85 g/l.

Dissoudre 100 g de chlorure de baryum dihydraté ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et diluer à 1 000 ml.

4.4 Carbonate de sodium, solution à 50 g/l.

Dissoudre 135 g de carbonate de sodium décahydraté ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) ou une masse équivalente en produit anhydre dans de l'eau et diluer à 1 000 ml.

4.5 Oxygène, exempt de matières combustibles et de composés soufrés, disponible sous une pression de 4,053 MPa^{*)}.

4.6 Huile de vaseline : Paraffine liquide ou équivalent.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Bombe, de capacité non inférieure à 300 ml, construite de telle manière qu'aucune fuite ne se produise au cours de

*) 1 MPa = 1 MN/m²

l'analyse et que la récupération quantitative des liquides dans la bombe puisse être facilement réalisée.

La surface interne de la bombe peut être en acier inoxydable ou en tout autre matériau qui n'interfère pas avec la combustion ou les produits. Les matériaux utilisés pour l'assemblage de la bombe, tels que le joint de la tête, et l'isolant des circuits électriques doivent être résistants à la chaleur et aux actions chimiques; ils ne doivent participer à aucune réaction qui puisse interférer sur la teneur en soufre dans le liquide se trouvant dans la bombe^[3].

5.2 Capsule en platine, de diamètre extérieur 24 mm à la base, de 27 mm à la partie supérieure, de hauteur 12 mm et de masse comprise entre 10 g et 11 g.

5.3 Fil de mise à feu, en platine, de diamètre 0,4 mm environ.

5.4 Circuit d'allumage, susceptible de fournir suffisamment de courant pour enflammer la mèche de coton ou le fil de nylon sans fondre le fil de platine.

Le courant doit être fourni directement à partir des conducteurs principaux et la tension ne doit pas dépasser 25 V.

AVERTISSEMENT — L'ouverture du circuit d'allumage doit être celui du type qui reste ouvert, sauf quand il est maintenu en position fermée par l'opérateur.

5.5 Mèche de coton blanc, ou fil de couture en nylon blanc.

5.6 Papier émeri, numéro 00 ou équivalent.

5.7 Pâte d'oxyde de chrome(III), exempte d'émeri.

5.8 Bain d'eau froide.

5.9 Creuset filtrant en porcelaine, de la série P 10 (dimension des pores comprise entre 4 µm et 10 µm).

6 Échantillonnage et échantillon

6.1 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage du brai pour électrodes conformément aux modalités prescrites dans l'ISO 6257.

6.2 Préparation de l'échantillon pour analyse

Préparer l'échantillon pour analyse immédiatement avant le dosage.

Si l'échantillon est suffisamment dur, le broyer, à l'aide d'un pilon dans un mortier, jusqu'à une granulométrie inférieure à 200 µm.

Si le brai est trop mou pour pouvoir le broyer, faire fondre l'échantillon et l'homogénéiser, en s'assurant que la température ne dépasse pas 150 °C et que la durée de la fusion ne dépasse pas 10 min. Il est également possible de transférer directement la quantité de l'échantillon mou pour obtenir la prise d'essai.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de la bombe et de la prise d'essai

Découper un morceau du fil de mise à feu (5.3), d'une longueur de 100 mm. Réaliser un serpentín sur la portion médiane (soit sur 20 mm) et relier les extrémités libres aux bornes.

Placer le serpentín de telle sorte qu'il se trouve au-dessus et sur l'un des côtés de la capsule (5.2). Introduire, entre deux spires de serpentín, une mèche de coton ou un fil de nylon (5.5) de longueur telle que son extrémité plonge dans la capsule.

Introduire 5 ml environ de la solution de carbonate de sodium (4.4) dans la bombe (5.1) et faire tourner celle-ci pour que sa surface interne soit mouillée par la solution. Introduire dans la capsule les masses de prise d'essai et si nécessaire de l'huile de vaseline (4.6) prescrites dans le tableau 1. Peser la prise d'essai à 0,1 mg près. (Lorsqu'on utilise de l'huile de vaseline, agiter le mélange dans la capsule avec une courte baguette de silice qui sera laissée dans la capsule pendant la combustion.)

AVERTISSEMENT — Ne pas utiliser au total plus de 0,8 g de prise d'essai et d'huile de vaseline ou d'autre produit combustible à basse teneur en soufre.

Tableau 1

Teneur en soufre % (m/m)	Masse de la prise d'essai g	Masse d'huile de vaseline g
≤ 5	0,6 à 0,8	0
> 5	0,3 à 0,4	0,3 à 0,4

Lorsque la bombe a été utilisée plusieurs fois pour le dosage du soufre, on constate parfois la présence d'un film sur sa surface intérieure. Cette ternissure doit être enlevée par un polissage périodique. Une méthode satisfaisante de polissage consiste à faire tourner la bombe à une fréquence de rotation de 300 min⁻¹ environ sur un tour et à polir sa face interne avec du papier émeri (5.6) recouvert d'huile légère à machine pour éviter les rayures profondes, puis avec la pâte d'oxyde de chrome(III) (5.7). Ce procédé permet d'éliminer toutes les piqûres, sauf celles qui sont très profondes, et donne un beau poli à la surface. Avant d'utiliser la bombe, il faut la laver avec de l'eau et du savon pour enlever l'huile ou la pâte provenant des opérations de polissage.

L'intérieur de la bombe peut être corrodé par des échantillons contenant plus de 20 mg de chlore. Pour éviter cette corrosion, il est recommandé, pour les échantillons contenant plus de 2 % (m/m) de chlore, que la masse de la prise d'essai soit basée sur la teneur en chlore, ainsi qu'il est indiqué dans le tableau 2.

Tableau 2

Teneur en chlore % (m/m)	Masse de la prise d'essai g	Masse d'huile de vaseline g
2 à 5	0,4	0,4
> 5 à 10	0,2	0,6
> 10 à 20	0,1	0,7
> 20 à 50	0,05	0,7

Si l'échantillon n'est pas complètement miscible dans l'huile de vaseline, utiliser tout autre diluant combustible à basse teneur en soufre sans dépasser la masse 0,8 g pour l'ensemble prise d'essai-diluant non volatil.

7.2 Introduction de l'oxygène

Mettre en place la capsule et disposer la mèche de coton ou le fil en nylon de telle sorte que son extrémité plonge dans la prise d'essai. Monter la bombe et fixer le couvercle solidement.

AVERTISSEMENT — Si la bombe a été inclinée ou a reçu un choc, ne pas introduire d'oxygène ou ne pas procéder à la mise à feu.

Admettre lentement l'oxygène (pour éviter le débordement de l'huile de la capsule) jusqu'à l'obtention de la pression indiquée dans le tableau 3.

Tableau 3

Capacité de la bombe ml	Pression relative minimale ¹⁾ MPa	Pression relative maximale ¹⁾ MPa
300 à 350	3,95	4,15
350 à 400	3,65	3,85
400 à 450	3,14	3,34
450 à 500	2,84	3,04

1) Les pressions minimales sont choisies de manière à assurer suffisamment d'oxygène pour permettre une combustion complète et les pressions maximales sont celles qui correspondent aux conditions de sécurité.

7.3 Combustion

Immerger la bombe dans le bain d'eau froide (5.8). Relier les bornes au circuit d'allumage (5.4) ouvert et fermer le circuit pour enflammer la prise d'essai.

AVERTISSEMENT — Ne pas se trouver près de la bombe durant au moins 20 s après la mise à feu.

Retirer la bombe du bain au moins 10 min après la mise à feu.

Laisser s'échapper les gaz lentement et à un débit uniforme pour que cette opération dure au moins 1 min, puis ouvrir la bombe et examiner son contenu.

Si l'on constate la présence de traces de brai non brûlé ou de dépôts de suie, considérer l'essai comme nul, nettoyer soigneusement la bombe et recommencer l'essai.

7.4 Récupération de la solution soufrée

Rincer l'intérieur de la bombe, la capsule contenant la vaseline et la surface intérieure du couvercle de la bombe à l'aide d'un fin jet d'eau et recueillir les eaux de rinçage dans un bécher de 600 ml muni d'un repère indiquant 75 ml.

Récupérer tout précipité éventuellement présent dans la bombe à l'aide d'une baguette en verre munie d'un embout en caoutchouc. Laver la base des bornes jusqu'à ce qu'un indicateur coloré approprié montre que les eaux de lavage sont neutres. (Le volume des eaux de lavage dépasse normalement 300 ml.)

Ajouter 10 ml de l'eau de brome saturée (4.2) aux eaux de lavage. Introduire la capsule dans un bécher de 50 ml et ajouter 5 ml d'eau de brome saturée et 2 ml d'acide chlorhydrique (4.1) ainsi qu'une quantité suffisante d'eau pour recouvrir tout juste la capsule. Chauffer le contenu de ce bécher juste au-dessus de son point d'ébullition durant 3 min à 4 min et le verser dans le bécher contenant les eaux de lavage de la bombe. Rincer soigneusement la capsule et le bécher avec de l'eau et enlever tout précipité éventuellement présent dans la capsule à l'aide de la baguette en verre munie de son embout en caoutchouc.

Ajouter les eaux de lavage de la capsule et du bécher de 50 ml, ainsi que le précipité s'il y en a, aux eaux de lavage de la bombe déjà rassemblées dans le bécher de 600 ml. Ne pas filtrer les eaux de lavage, puisque la filtration risque de retenir le soufre présent sous forme de produits insolubles.

7.5 Dosage

Évaporer le mélange des eaux de lavage de manière à ramener le volume à 200 ml environ, en utilisant une plaque chauffante ou toute autre source de chaleur. Régler l'apport de chaleur de façon à maintenir une légère ébullition de la solution. Ajouter ensuite 10 ml de la solution de chlorure de baryum (4.3) en un jet fin ou goutte à goutte. Agiter la solution au cours de l'introduction et ensuite durant 2 min. Recouvrir le bécher d'un verre de montre nervuré, tout en maintenant une légère ébullition jusqu'à ce que le volume de la solution soit réduit à 75 ml environ, comme indiqué par le repère sur le bécher.

Retirer le bécher de la source de chaleur et le laisser refroidir durant 1 h avant de filtrer.

Filtrer le liquide surnageant sur un papier filtre sans cendres (voir note 1).

Laver le précipité à l'eau par décantation d'abord, puis le faire passer sur le papier filtre et le laver jusqu'à ce que les eaux de lavage soient exemptes de chlorure. Mettre le papier filtre contenant le précipité dans un creuset taré à 0,1 mg près et le porter à faible chauffage jusqu'à sécheresse (voir note 2).

Chauffer le creuset suffisamment pour carboniser complètement le papier filtre sans l'enflammer, puis finalement, calciner au rouge vif jusqu'à ce que le résidu soit de couleur blanche. Une fois la calcination terminée, laisser refroidir le creuset à la température ambiante et le peser à 0,1 mg près.

NOTES

1 Le creuset filtrant en porcelaine (5.9) taré peut être utilisé à la place du papier filtre. Dans ce cas, laver le précipité jusqu'à ce que les eaux de lavage soient exemptes de chlorure et ensuite le sécher à 500 °C ± 25 °C, jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

2 Une méthode satisfaisante de séchage, de carbonisage et de calcination du papier filtre et du précipité consiste à introduire le creuset contenant le papier filtre mouillé dans un four à moufle électrique froid et de mettre celui-ci en fonctionnement. Le séchage, le carbonisage et la calcination se réalisent habituellement à la vitesse désirée.

7.6 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc pour tout nouveau réactif, huile de vaseline ou produit combustible à basse teneur en soufre. Pour

effectuer un essai à blanc avec l'huile de vaseline, en peser 0,3 g à 0,4 g et appliquer le mode opératoire normal.

8 Expression des résultats

8.1 Mode de calcul

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

$$\frac{(m_1 - m_2) \times 0,1373}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée;

m_1 est la masse, en grammes, de sulfate de baryum obtenue avec la prise d'essai;

m_2 est la masse, en grammes, de sulfate de baryum obtenue lors de l'essai à blanc;

0,1373 est le facteur de conversion du BaSO_4 en S.

8.2 Fidélité

L'écart admissible entre deux résultats ne doit pas être supérieur à la valeur appropriée indiquée dans le tableau 4.

Tableau 4

Valeurs en pourcentage en masse

Teneur en soufre	Répétabilité	Reproductibilité
0,1 à 0,5	0,04	0,05
> 0,5 à 1,0	0,05	0,09
> 1,0 à 1,5	0,08	0,15
> 1,5 à 2,0	0,12	0,25
> 2,0 à 5,0	0,18	0,27

9 Rapport d'essai

Le rapport 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.

ISO 9055:1988
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a14ec56-28bb-4a4a-9984-bcf0fe1ffb24/iso-9055-1988>

Annexe A (informative)

Bibliographie

- [1] ASTM D 129-64, *Standard test method for sulfur in petroleum products (General bomb method)*.
- [2] BS 2000 : Part 61 : 1982, *Petroleum and its products — Part 61: Sulphur in petroleum products (bomb method)*.
- [3] BS 4791 : 1985, *Specification for calorimeter bombs*.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9055:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a14ec56-28bb-4a4a-9984-bcf0fe1ffb24/iso-9055-1988>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9055:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a14ec56-28bb-4a4a-9984-bcf0fe1ffb24/iso-9055-1988>

CDU 665.777 : 542.5 : 546.22

Descripteurs : produit industriel, électrode, brai, analyse chimique, dosage, soufre, aluminium, production.

Prix basé sur 4 pages
