

# NORME INTERNATIONALE

ISO  
9406

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 — Coke cru — Détermination de la teneur en matières volatiles par gravimétrie**

*Carbonaceous materials for the production of aluminium — Green coke — Determination of  
volatile matter content by gravimetric analysis*

## 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 9406 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*.

## Introduction

Le coke cru est le produit résultant de la distillation d'huile minérale. Pour le préparer en vue de la production de produits carbonés pour la production de l'aluminium par électrolyse, ses composants volatils doivent être éliminés par calcination.

La teneur en matières volatiles est un paramètre technique et économique important.

La présente méthode consiste à éliminer les matières volatiles du coke cru et ainsi à en déterminer leur teneur, et elle est basée sur le norme DIN 51 720, *Prüfung fester Brennstoffe — Bestimmung des Gehaltes an Flüchtigen Bestandteilen*.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 9406:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ece0b400-96c1-4e40-ba96-8bf375fffe7e/iso-9406-1988>

# Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Coke cru — Détermination de la teneur en matières volatiles par gravimétrie

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode gravimétrique pour la détermination de la teneur en matières volatiles du coke cru utilisé pour la production de l'aluminium.

La méthode est applicable aux cokes crus dont la teneur en matières volatiles est supérieure à 1 % ( $m/m$ ).

## 2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent 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, les éditions indiquées étaient 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 les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 565 : 1983, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO 5725 : 1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires.*

ISO 6375 : 1980, *Produits carbonés utilisés pour la production de l'aluminium — Cokes pour électrodes — Échantillonnage.*

## 3 Principe

Chauffage d'une prise d'essai dans un creuset à une température fixée et détermination de la perte de masse. Calcul de la teneur en matières volatiles en pourcentage en masse.

## 4 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**4.1 Creusets en silice** non endommagés, au nombre de 10, munis de couvercles rodés, de masse comprise entre 10 g et 15 g, ayant les dimensions indiquées sur la figure 1.

Dimensions en millimètres

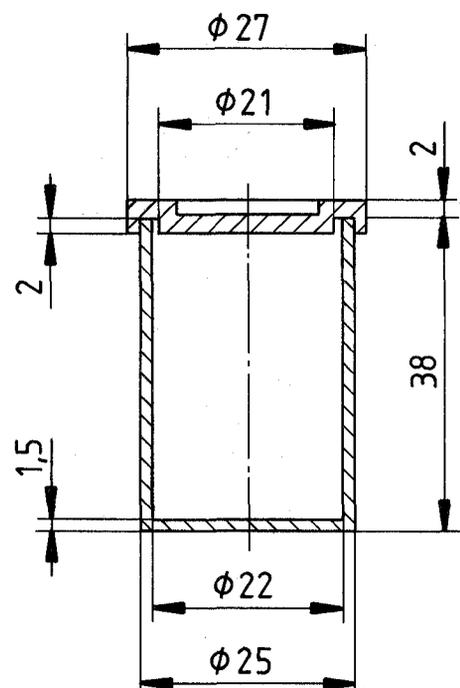


Figure 1

**4.2 Four à moufle**, avec un chauffage électrique horizontal, réglable à  $900\text{ °C} \pm 20\text{ °C}$ , dont les dimensions de l'enceinte utile de chauffage sont les suivantes :

- hauteur : 100 mm;
- largeur : 230 mm;
- longueur : 350 mm,

et en plus avec une ouverture au centre de la porte pour l'introduction d'un thermocouple.

**4.3 Dispositif de mesurage de température** avec thermocouple, dans le domaine  $0\text{ °C}$  à  $1\ 000\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$ .

**4.4 Support pour six creusets**, en acier résistant à la chaleur, ayant les dimensions indiquées sur la figure 2.

**4.5 Étuve électrique**, réglable à  $120\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ .

## 5 Échantillonnage et échantillon

### 5.1 Échantillonnage

Effectuer l'échantillonnage du coke cru conformément aux modalités prescrites dans l'ISO 6375.

### 5.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Broyer, à l'aide d'un pilon dans un mortier, 200 g environ de l'échantillon pour laboratoire (voir ISO 6375), jusqu'à passage au travers d'un tamis de  $250\text{ }\mu\text{m}$  d'ouverture nominale de maille (voir ISO 565). Sécher le produit broyé et tamisé dans l'étuve électrique (4.5), réglée à  $120\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ , jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

## 6 Mode opératoire

### 6.1 Prises d'essai

Chauffer, dans le four à moufle électrique (4.2) réglé à  $900\text{ °C}$  environ, six creusets (4.1), ainsi que leurs couvercles, durant 1 h environ, laisser le tout refroidir à la température ambiante en dessiccateur, et peser les creusets, sans couvercle, à 1 mg près.

Peser, dans chaque creuset, à 1 mg près, une prise d'essai de 1 g environ de l'échantillon séché pour essai (5.2).

### 6.2 Contrôle de la température du four

Contrôler le four au moins une fois tous les 3 mois, de la façon suivante.

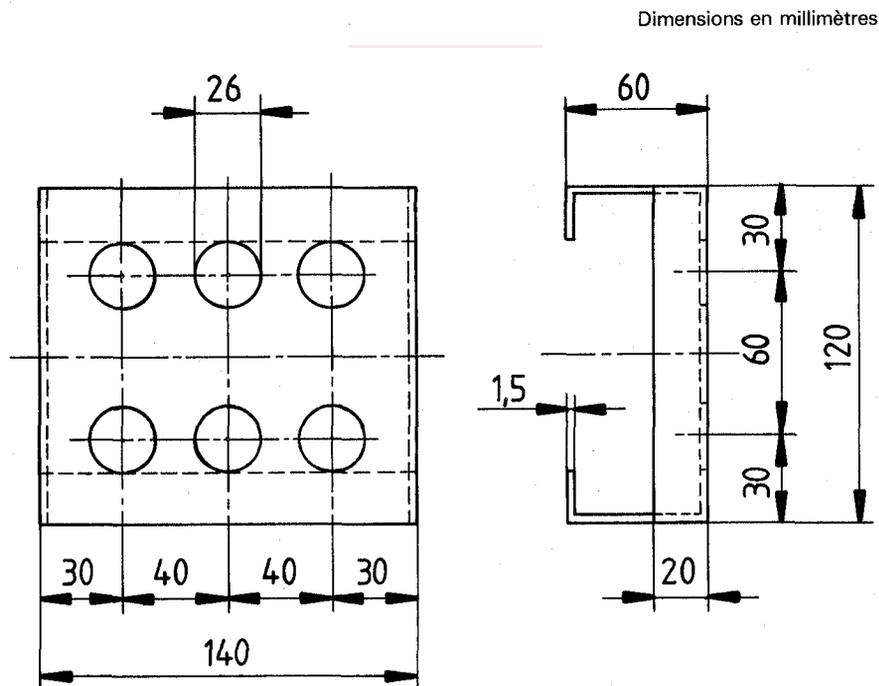


Figure 2

Introduire le support (4.4) avec les six creusets en silice (4.1) vides dans le four préchauffé à  $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Fermer immédiatement la porte du four.

Mesurer la température dans le four en introduisant le thermocouple (4.3) par l'ouverture centrale de la porte et positionner le point de mesure près du centre du four. Positionner le dispositif de régulation de la température du four de façon que la température de  $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$  soit atteinte en 3 min à 4 min après l'introduction du support de creusets.

### 6.3 Détermination

Tapoter délicatement les creusets contenant les prises d'essai (6.1) sur une surface plane durant quelques instants pour aplanir les prises d'essai, fermer les creusets avec leur couvercle et ensuite les poser sur le support. Au cours de la cokéfaction, le support doit être entièrement garni de ses creusets en silice afin que la vitesse de chauffe choisie puisse être respectée. En conséquence, introduire dans les espaces vides du support des creusets en silice (4.1) vides. Mettre le support aussi rapidement que possible dans le four préchauffé à  $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Après  $7\text{ min} \pm 5\text{ s}$ , retirer le support du four. Mettre les creusets sur une plaque froide et les y laisser séjourner 3 min. Les introduire ensuite dans un dessiccateur, les y laisser séjourner 30 min et les repeser à 1 mg près.

Prendre deux prises d'essai de chaque échantillon représentatif. Si l'on trouve qu'un creuset en silice a été endommagé, écarter le résultat et effectuer à nouveau la détermination pour cet échantillon pour essai.

## 7 Expression des résultats

### 7.1 Mode de calcul

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

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

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (6.1);

$m_1$  est la masse, en grammes, du résidu.

Donner comme résultat la moyenne, à 0,1 % près, de deux déterminations effectuées simultanément.

### 7.2 Fidélité (conformément à l'ISO 5725)

$r$  (répétabilité) = 0,2 % ( $m/m$ )

$R$  (reproductibilité) = 0,7 % ( $m/m$ )

## 8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) identification de l'échantillon;
- b) référence de la méthode utilisée;
- 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 les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.