

---

---

**Produits carbonés utilisés pour la  
production d'aluminium — Brais pour  
électrodes — Détermination de la teneur en  
matière volatile**

*Carbonaceous materials for use in the production of aluminium — Pitch for  
electrodes — Determination of volatile matter content*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 12977:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4361faa5-00ed-44a3-a351-8ffca3fce770/iso-12977-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4361faa5-00ed-44a3-a351-8ffca3fce770/iso-12977-1999>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 12977:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4361faa5-00ed-44a3-a351-8fca3fce770/iso-12977-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4361faa5-00ed-44a3-a351-8fca3fce770/iso-12977-1999>

© ISO 1999

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office

Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20

Tel. + 41 22 749 01 11

Fax. + 41 22 749 09 47

E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)

Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

Version française parue en 2000

Imprimé en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes, définitions et symboles</b> .....	1
4 <b>Principe</b> .....	2
5 <b>Réactifs</b> .....	3
6 <b>Appareillage</b> .....	3
7 <b>Échantillonnage et préparation de l'échantillon d'essai</b> .....	4
8 <b>Préparation des solutions d'essai</b> .....	4
9 <b>Préparation de la solution d'étalonnage — solution C</b> .....	5
10 <b>Sélection des conditions chromatographiques</b> .....	5
11 <b>Étalonnage</b> .....	6
12 <b>Détermination</b> .....	6
13 <b>Calcul et expression des résultats</b> .....	7
14 <b>Fidélité</b> .....	9
15 <b>Rapport d'essai</b> .....	9
<b>Annexe A (informative) Points d'ébullition des composés étalonnants</b> .....	11

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 12977 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 47, *Chimie*, sous-comité SC 7, *Oxyde d'aluminium, cryolithe, fluorure d'aluminium, fluorure de sodium, produits carbonés pour l'industrie de l'aluminium*.

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

[ISO 12977:1999](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4361faa5-00ed-44a3-a351-8ffca3fce770/iso-12977-1999)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4361faa5-00ed-44a3-a351-8ffca3fce770/iso-12977-1999>

# Produits carbonés utilisés pour la production d'aluminium — Brais pour électrodes — Détermination de la teneur en matière volatile

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode empirique pour la détermination de la teneur en matière volatile des brais pour électrodes par analyse chromatographique en phase gazeuse de leur solution dans le toluène. Un respect rigoureux du mode opératoire est essentiel en raison de la nature empirique de la méthode.

## 2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

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

## 3 Termes, définitions et symboles

### 3.1 Terme et définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le terme et la définition suivants s'appliquent.

#### 3.1.1

##### **teneur en matière volatile**

pourcentage total en masse des composants présents dans les brais qui ont des temps de rétention en chromatographie en phase gazeuse correspondant aux points d'ébullition à la pression atmosphérique jusqu'à 360 °C dans les conditions adoptées

### 3.2 Symboles, indices et exposants

#### 3.2.1 Symboles

*A* surface du pic chromatographique

*a* pente de la droite de régression

## ISO 12977:1999(F)

$B$	point d'ébullition équivalent à la pression atmosphérique
$b$	intercepte de la droite de régression
$F$	facteur de conversion des surfaces de pics tabulées en pourcentage en masse correspondants dans l'échantillon original de brai
$K_A$	rapport entre les surfaces du dibenzothiophène et du phénanthrène
$K_T$	rapport des temps de rétention
$m$	masse du composé étalonnant
$R$	reproductibilité
$R_f$	facteur de réponse pour les composés étalonnants (5.2)
$r$	répétabilité
$T$	temps de rétention du pic chromatographique
$w_d$	pourcentage en masse de dibenzothiophène présent dans l'échantillon

### 3.2.2 Indices et exposants

A, B, C	solutions A, B, C correspondant respectivement aux chromatogrammes A, B, C
d	dibenzothiophène
$i$	$i$ -ème pic
p	phénanthrène
brai	brai
$T$	temps de rétention
tot	surface totale des composés étalonnants dans le chromatogramme
0	présence dans l'échantillon original de brai
'	contribution résultant de l'adjonction de l'étalon interne de dibenzothiophène

## 4 Principe

Analyse par étalonnage d'un mélange multicomposants pour essai constitué de composés purs comprenant des composants majeurs de goudron de houille sélectionnés, ainsi qu'un composant étalon interne. L'analyse est réalisée par chromatographie en phase gazeuse dans des conditions définies sur une colonne chromatographique ayant une phase stationnaire non polaire.

Les résultats de cette analyse établissent une relation essentiellement rectilinéaire entre les temps de rétention chromatographique des composants individuels du mélange et leurs points d'ébullition à la pression atmosphérique. En outre, l'analyse fournit un facteur de réponse relatif moyen qui met en relation le rapport de la masse totale à la surface totale du pic chromatographique pour les composés étalonnants sélectionnés et le rapport équivalent concernant l'étalon interne.

Du fait que le composé étalon interne sélectionné, le dibenzothiophène, est aussi un composant normal du goudron de houille, il est nécessaire d'effectuer l'analyse chromatographique subséquente du brai sur deux solutions, l'une avec l'étalon interne, l'autre sans, ce qui permet de calculer la réponse surface/masse du chromatographe à l'étalon interne.

À partir de ce dernier chiffre et du facteur de réponse relatif moyen pour les composants du mélange pour essai d'étalonnage, les quantités de matériau représentées par les pics du chromatogramme d'analyse de l'échantillon d'essai sont calculées. Ces données, ainsi que les relations préalablement établies entre le temps de rétention chromatographique et les points d'ébullition à la pression atmosphérique des composants, permettent d'établir par simulation une courbe de distillation ou une table des valeurs pour l'échantillon d'essai.

À partir de ces valeurs, il est possible de calculer par interpolation la somme des pourcentages des composants avec des points d'ébullition à la pression atmosphérique jusqu'à 360 °C inclus.

## 5 Réactifs

**AVERTISSEMENT** — Se reporter aux fiches techniques de santé et de sécurité du fournisseur de réactifs pour les précautions à prendre pour une utilisation sans danger des réactifs énumérés en 5.1, en 5.2 et en 5.3.

**5.1 Dibenzothiophène**, titré au moins à 98 % en masse.

**5.2 Composés étalonnants**<sup>1)</sup>, soit naphthalène, 2-méthyl-naphthalène, acénaphthène, dibenzofurane, fluorène, phénanthrène, fluoranthène et pyrène, tous devant être titrés au moins à 98 % et aucun ne devant contenir une quantité mesurable d'une impureté quelconque susceptible de coéluer avec le dibenzothiophène (5.1) dans les conditions chromatographiques adoptées.

NOTE Les points d'ébullition des composés étalonnants sont donnés dans l'annexe A.

**5.3 Toluène**, de qualité analytique.

## 6 Appareillage

Instruments courants de laboratoire et ce qui suit.

**6.1 Chromatographe en phase gazeuse**, avec injecteur chauffé apte à fonctionner à 300 °C, un détecteur d'ionisation de flamme et son amplificateur associé, et étant équipé pour une utilisation avec des colonnes capillaires dans des conditions de température programmées s'étalant approximativement entre 50 °C et 300 °C, à des vitesses de chauffage de 1 °C/min à 10 °C/min.

Il est préférable d'utiliser une injection sans flux divisés. Si une autre méthode est utilisée, elle doit être consignée dans le rapport d'essai (voir article 15).

**6.2 Intégrateur électronique**, conçu pour traiter le signal du chromatographe en phase gazeuse (6.1) afin de donner les temps de rétention et les surfaces des pics chromatographiques.

Il est possible de combiner l'intégrateur avec le chromatographe en phase gazeuse (6.1) ou de l'utiliser comme un appareil séparé.

**6.3 Colonne capillaire**, ayant une phase stationnaire non polaire, avec une faible perte de substances dans les conditions chromatographiques adoptées pour l'essai.

<sup>1)</sup> Les composés «étalonnants» sont utilisés comme matériaux de référence pour l'étalonnage.

Lorsque la colonne fonctionne dans les conditions choisies d'analyse sans injection d'un échantillon, la ligne de base du chromatogramme doit rester rectiligne sans variation significative sur la gamme des temps de rétention incluant ceux du naphthalène et du pyrène.

NOTE 1 Une colonne type est de 12 m à 25 m de longueur, construite de tubes capillaires en verre de silice de diamètre intérieur de 0,53 mm au minimum, en prenant en compte une injection sans flux divisés et le volume d'injection sélectionné (voir article 10).

La colonne doit avoir une phase stationnaire par liaison chimique du type poly(diméthylsiloxane).

NOTE 2 D'autres phases stationnaires, qui ont les caractéristiques requises de faible perte de substances et qui produisent des pics symétriques montrant une relation rectilinéaire similaire entre les temps de rétention et les points d'ébullition des composés étalonnants énumérés en 5.2, sont acceptables.

**6.4 Seringues chromatographiques**, d'un type et d'une capacité correspondant aux caractéristiques du système d'injection du chromatographe en phase gazeuse (6.1).

NOTE La capacité type requise sera comprise entre 1 µl et 25 µl.

**6.5 Fioles jaugées**, conformes aux exigences de l'ISO 1042, d'une capacité de 10 ml et de 100 ml.

**6.6 Bain ultrasonique**, d'un type conçu pour un usage général de laboratoire.

NOTE La puissance nominale du bain ultrasonique est de 100 W à 200 W et sa fréquence de fonctionnement est de 40 kHz.

**6.7 Pilon et mortier**, composés ou revêtus d'un matériau dur, non abrasif et qui n'est, par conséquent, pas susceptible de contaminer l'échantillon.

NOTE Les matériaux types appropriés sont notamment l'agate, le carbure de tungstène et le carbure de silicium.

**6.8 Tamis d'essai**, d'ouverture nominale 212 µm conforme aux exigences de l'ISO 565, avec couvercle et collecteur.

## 7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon d'essai

Préparer un échantillon représentatif d'environ 5 g à 10 g de brai selon la méthode décrite dans l'ISO 6257. Broyer l'échantillon avec le pilon et le mortier (6.7) jusqu'à ce que la totalité du brai passe dans le tamis (6.8).

## 8 Préparation des solutions d'essai

### 8.1 Solution d'essai A — sans adjonction d'un étalon interne

Peser environ 1 g de l'échantillon broyé pour essai (voir article 7), à 0,1 mg près, directement dans une fiole volumétrique de 10 ml (6.5).

Enregistrer la masse, puis ajouter du toluène (5.3) en quantité suffisante pour remplir le corps de la fiole sans atteindre le trait, et introduire le bouchon sans l'enfoncer.

Si le bain ultrasonique (6.6) comporte un dispositif de chauffage apte à maintenir le contenu à une température comprise entre 60 °C et 70 °C, placer la fiole dans le bain et la soumettre au traitement ultrasonique à une température dans cette gamme pendant 20 min.



Si le bain ultrasonique ne peut maintenir son contenu à une température comprise entre 60 °C et 70 °C, chauffer la fiole et son contenu à cette même plage de température dans un bain-marie pendant 5 min, puis le soumettre au traitement ultrasonique pendant 5 min. Répéter encore trois fois les opérations de chauffage et de traitement ultrasonique, pour obtenir un traitement ultrasonique de 20 min au total.

Enlever la fiole et la laisser refroidir à température ambiante. Remplir la fiole de toluène jusqu'au trait, introduire le bouchon, puis secouer vigoureusement la fiole à la main pendant environ 20 s. Laisser reposer la fiole et son contenu pendant 1 h au minimum et, de préférence, jusqu'au lendemain, pour laisser la matière solide en suspension se déposer avant l'analyse.

Conserver la solution à l'abri de la lumière solaire directe ou d'une lumière diurne forte, à une température comprise entre 15 °C et 30 °C. Effectuer l'analyse dans les 48 h suivant la préparation de la solution.

**NOTE** La période de décantation est destinée à diminuer la quantité de matière insoluble qui sera aspirée avec la solution dans la seringue (6.4) puis injectée dans le chromatographe en phase gazeuse (6.1), et à limiter ainsi l'encrassement de l'orifice d'injection ou de la colonne par des dépôts non volatils qui risqueraient de compromettre l'efficacité du système. Sous réserve que l'on prenne soin d'éviter toute perte de la solution ou de ses composants volatils, le processus de décantation peut être écourté par la centrifugation d'une portion aliquote de taille appropriée ou par filtration à travers un filtre adapté n'interagissant pas avec la solution.

## 8.2 Solution d'essai B — avec adjonction d'un étalon interne

Peser environ 0,01 g de dibenzothiophène (5.1), à 0,1 mg près, directement dans une fiole volumétrique de 10 ml (6.5), puis préparer la solution comme décrit en 8.1. Enregistrer les masses de dibenzothiophène et de brai.

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

## 9 Préparation de la solution d'étalonnage — solution C

Peser 0,1 g ± 0,001 g de dibenzothiophène (5.1) et 0,001 g de chacun des composés étalonnants (5.2), à 0,1 mg près, directement dans une fiole volumétrique de 100 ml (6.5); enregistrer les masses, puis ajouter le toluène (5.3) en quantité suffisante pour remplir le corps de la fiole sans atteindre le trait.

Placer la fiole dans le bain ultrasonique et la soumettre au traitement ultrasonique jusqu'à ce que tous les solides soient dissous. Laisser refroidir la fiole à température ambiante, puis compléter par du toluène jusqu'au trait. Agiter la fiole pour mélanger la solution.

Garder la solution à l'abri de la lumière solaire directe ou d'une lumière diurne forte et la conserver jusqu'à utilisation dans l'obscurité à une température comprise entre 15 °C et 30 °C. Éliminer la solution après un mois et préparer une solution fraîche.

## 10 Sélection des conditions chromatographiques

Établir les paramètres de fonctionnement pour le chromatographe en phase gazeuse (6.1), la colonne capillaire (6.3) et l'intégrateur électronique (6.2), pour une efficacité optimale dans l'analyse ci-après, selon les instructions du fabricant. Déterminer si l'intégrateur électronique comporte un dispositif de «surface minimale» qui lui permet d'ignorer les petits pics et s'assurer qu'il est réglé à la valeur la plus basse compatible avec un fonctionnement satisfaisant.

Régler l'intégrateur électronique de façon qu'il ignore les pics du solvant toluène et ne recueille les données que pour les pics subséquents.

Régler la température initiale, la vitesse d'augmentation de la température et la température finale du chromatographe en phase gazeuse à des valeurs qui donnent la relation la plus rectilinéaire possible entre les temps de rétention des composants de la solution C (voir article 9) et leurs points d'ébullition à la pression atmosphérique. Si les conditions optimales de température pour la colonne capillaire (6.3) utilisée ne sont pas déjà connues, commencer avec une température initiale de colonne réglée à 60 °C, une vitesse d'augmentation de la température de 5 K/min et une température finale de 300 °C.