

NORME
INTERNATIONALE

ISO
2596

Quatrième édition
1994-05-15

**Minerais de fer — Détermination de
l'humidité hygroscopique dans les
échantillons pour analyse — Méthodes
gravimétrique et selon Karl Fischer**
(standards.iteh.ai)

*Iron ores — Determination of hygroscopic moisture in analytical
samples — Gravimetric and Karl Fischer methods*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bcb40ac-fc0e-4161-b444-3207fb5a7ab7/iso-2596-1994>



Numéro de référence
ISO 2596:1994(F)

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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 2596 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 102, *Minerais de fer*, sous-comité SC 2, *Analyse chimique*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 2596:1984), dont elle constitue une révision technique.

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

© ISO 1994

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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Introduction

Dans l'analyse des minerais de fer, le rapport de la valeur analytique de chaque constituant sur la base d'un échantillon sec peut, dans la plupart des cas, être obtenu au moyen d'un échantillon préséché. Cependant, avec certains types de minerais, lorsque le constituant à déterminer dépasse une certaine concentration, comme spécifié à l'article 1 de la présente Norme internationale, cette technique peut donner des résultats erronés. Dans ce cas, une détermination directe de la teneur de l'humidité hygroscopique devient nécessaire, afin de calculer les valeurs analytiques des autres constituants dans le minerai sur la base d'un échantillon sec.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 2596:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bcb40ac-fc0e-4161-b444-3207fb5a7ab7/iso-2596-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bcb40ac-fc0e-4161-b444-3207fb5a7ab7/iso-2596-1994>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 2596:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bcb40ac-fc0e-4161-b444-3207fb5a7ab7/iso-2596-1994>

Minerais de fer — Détermination de l'humidité hygroscopique dans les échantillons pour analyse — Méthodes gravimétrique et selon Karl Fischer

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes pour la détermination de la teneur en humidité hygroscopique comprise entre 0,05 % (*m/m*) et 6 % (*m/m*) des échantillons pour analyse de minerais de fer naturels ou traités, à savoir:

- Méthode 1 — Méthode gravimétrique;
- Méthode 2 — Méthode de Karl Fischer.

La méthode 1 ou 2 peut être utilisée lorsque la valeur analytique du constituant, calculée sur la base d'un échantillon sec, est supérieure à 10 % (*m/m*) dans les types de minerais suivants:

- a) minerais traités contenant du fer métallique (fer réduit directement);
- b) minerais naturels ou traités dans lesquels la teneur en soufre est supérieure à 0,2 % (*m/m*);
- c) minerais naturels ou traités dans lesquels la teneur en eau de constitution est supérieure à 2,5% (*m/m*).

Le résultat obtenu à partir de détermination de l'humidité hygroscopique au moyen de la présente Norme internationale ne doit pas être déclaré comme partie de l'analyse d'un échantillon de minerai.

NOTES

1 Lorsque la teneur en humidité hygroscopique d'une livraison commerciale de minerai est exigée, le mode opératoire de l'ISO 3087:1987, *Minerais de fer — Détermination de l'humidité d'une livraison*, doit être utilisé.

2 Pour des minerais naturels ou traités, en dehors du domaine d'application spécifié sous a) ou b) ou c), la détermi-

nation d'un constituant à une concentration quelconque peut être effectuée en utilisant un échantillon préséché pour essai, préparé comme spécifié dans l'ISO 7764:1985, *Minerais de fer — Préparation des échantillons préséchés pour analyse chimique*.

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 385-2:1984, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 2: Burettes sans temps d'attente*.

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait*.

ISO 760:1978, *Dosage de l'eau — Méthode de Karl Fischer (Méthode générale)*.

ISO 3081:1986, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements — Méthode manuelle*.

ISO 3082:1987, *Minerais de fer — Échantillonnage par prélèvements et préparation des échantillons — Méthode mécanique*.

ISO 3083:1986, *Minerais de fer — Préparation des échantillons — Méthode manuelle*.

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

3 Méthode 1 — Méthode gravimétrique

3.1 Principe

Mise en équilibre de l'échantillon pour analyse avec l'atmosphère du laboratoire. Chauffage d'une partie de cet échantillon à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ dans un tube chauffant sous courant d'azote sec et collecte de l'humidité libérée dans un tube d'absorption contenant un desséchant. Mesurage de l'augmentation corrigée en masse du tube d'absorption.

3.2 Réactifs

3.2.1 Desséchant, perchlorate de magnésium anhydre $[\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2]$ de granulométrie 0,8 mm à 1,25 mm, ou tout autre desséchant convenable d'un pouvoir desséchant équivalent. Il est essentiel que le même desséchant soit utilisé à la fois dans la colonne de dessiccation et dans les tubes d'absorption, étant donné que l'arrivée de l'azote et la sortie du gaz du système doivent être séchées exactement au même degré. L'état de fraîcheur du desséchant à la fois dans la colonne de dessiccation et dans les tubes d'absorption est important, et le degré de confiance ne doit pas être placé sur la propre indication des desséchants.

ATTENTION — Le perchlorate de magnésium est un oxydant puissant et ne doit pas être mis en contact avec des matériaux organiques. Lorsqu'il est épuisé, il ne doit pas être éliminé dans une caisse à résidus, mais doit être évacué par l'évier.

3.2.2 Gel de silice.

3.2.3 Sulfate de cuivre(II) pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$): Matériau cristallisé en poudre meuble, concassé si nécessaire sous un pilon à main, sans broyage, à une dimension de 1 mm environ.

3.2.4 Azote, filtré, préséché et exempt d'huile, contenant moins de $10\ \mu\text{l}$ d'oxygène par litre, à une pression d'environ 35 kPa au-dessus de la pression atmosphérique.

3.3 Appareillage

Un appareillage approprié pour la détermination est représenté schématiquement à la figure 1.

3.3.1 Balance, capable de lire à 0,1 mg près, la charge en masse du vase d'absorption.

3.3.2 Étuve, de préférence du type à bloc métal en aluminium, pouvant contenir un, de préférence plusieurs tubes de dessiccation en verre (3.3.3) et maintenir une température dans l'intervalle de $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ sur une longueur minimale de 160 mm.

3.3.3 Tubes de dessiccation en verre et connexions, comme représentés schématiquement à la figure 2.

3.3.4 Colonnes de dessiccation, d'une capacité de 250 ml, l'une chargée de gel de silice (3.2.2), et l'autre chargée d'un desséchant (3.2.1) pour sécher le courant d'azote (3.2.4) entrant dans les tubes de dessiccation.

3.3.5 Débitmètres, capables de mesurer un débit de l'ordre de $100\text{ cm}^3/\text{min}$ à $200\text{ cm}^3/\text{min}$.

Si une baisse de pression au travers d'un étranglement est utilisée comme un moyen de mesure du débit, le liquide du manomètre doit être une huile non volatile.

3.3.6 Tubes d'absorption, d'un dessin convenable et capables de contenir suffisamment de desséchant (3.2.1) pour éliminer complètement l'humidité du courant d'azote (3.2.4).

Les tubes doivent avoir des connexions d'entrée et de sortie pouvant être scellées et l'orientation du débit de gaz doit être identifiée sans ambiguïté. (Les tubes en U sont les plus convenables.) Le desséchant doit être fermement tassé pour prévenir le «cheminement» et être retenu en position par des tampons en laine de verre.

3.3.7 Nacelles, en matériau inerte et stable tel que verre, acier inoxydable ou porcelaine. Les dimensions approximatives sont $100\text{ mm} \times 20\text{ mm} \times 10\text{ mm}$, et la charge de l'échantillon ne doit pas dépasser $1,5\text{ mg}/\text{mm}^2$. Avant utilisation, les nacelles doivent être séchées à 105 °C environ, puis refroidies et conservées dans un dessiccateur.

3.3.8 Métal fritté, verre fritté ou disques filtrants similaires, insérés dans les connexions flexibles entre les tubes de dessiccation et d'absorption.

3.3.9 Connexions flexibles, des tubes en élastomère néoprène conviennent. Pour les lignes de courant de gaz après les colonnes de dessiccation, la longueur des connexions flexibles doit être réduite au minimum, de telle sorte que cette tubulure soit utili-

sée essentiellement pour la connexion des sections en verre mises bout à bout.

3.3.10 Vannes de contrôle de débit, à aiguille, à la sortie de chaque débitmètre.

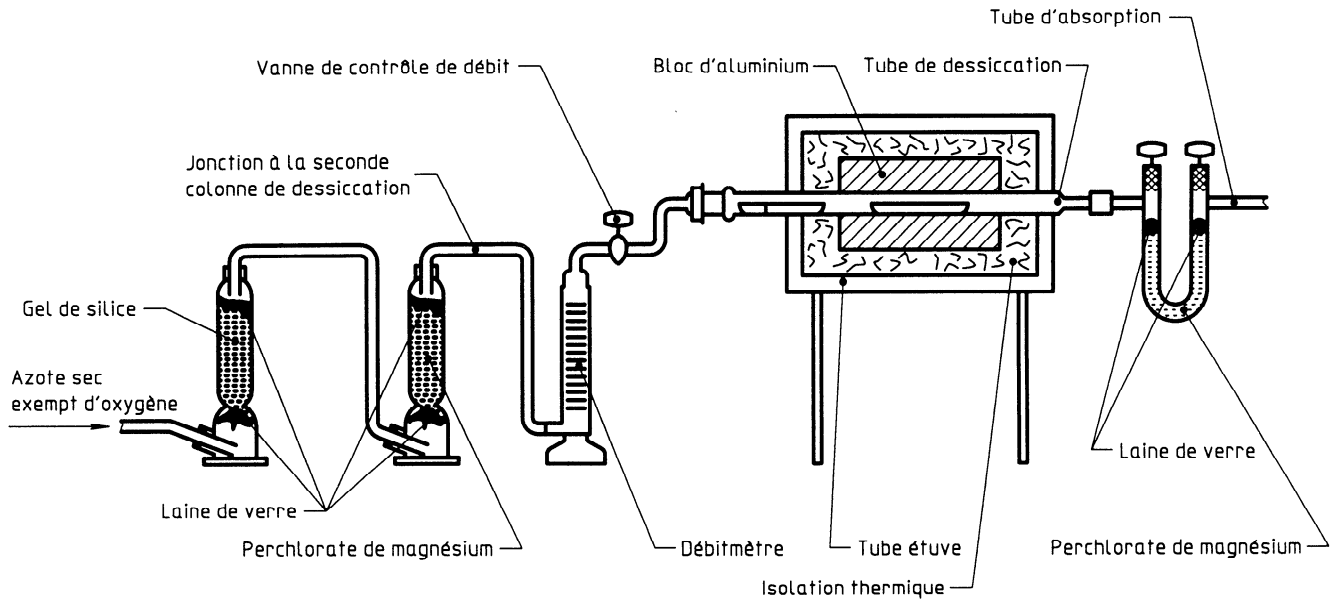


Figure 1 — Appareillage pour la détermination de l'humidité hygroscopique — Méthode 1 (méthode gravimétrique)
 (standards.iteh.ai)

ISO 2596:1994
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bcb40ac-fc0e-4161-b444-3207fb5a7ab7/iso-2596-1994>

Dimensions en millimètres

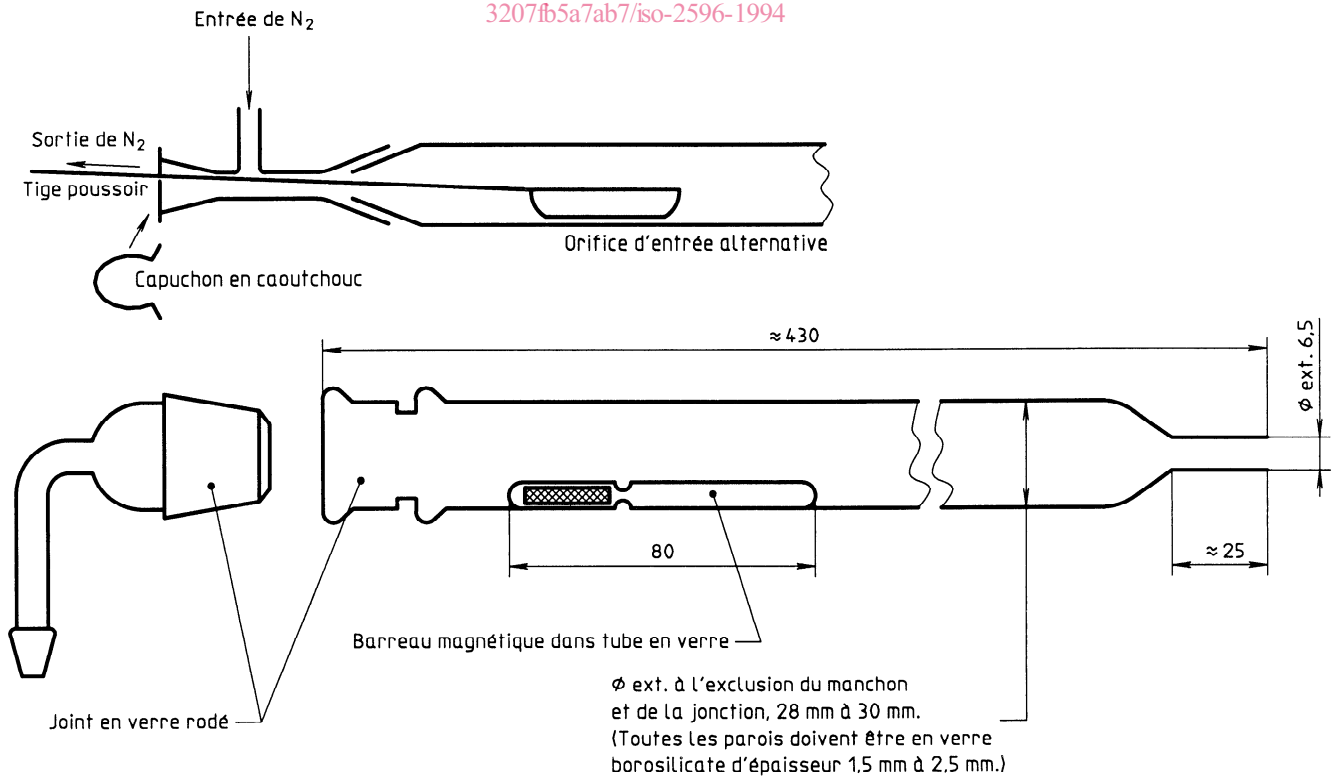


Figure 2 — Tube de dessiccation

3.4 Échantillonnage et échantillons

3.4.1 Échantillon pour laboratoire

Pour l'analyse, utiliser un échantillon pour laboratoire d'une granulométrie inférieure à 160 µm, prélevé conformément à l'ISO 3081 ou à l'ISO 3082, et préparé conformément à l'ISO 3082 ou à l'ISO 3083.

3.4.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Homogénéiser soigneusement l'échantillon pour laboratoire et en prenant des incréments multiples, prélever l'échantillon pour essai, de manière qu'il soit représentatif de tout le contenu du flacon.

L'échantillon pour essai est mis en équilibre approximatif avec l'atmosphère du laboratoire par exposition d'au moins 2 h sur une plaque inerte en une couche de masse surfacique inférieure à 1 mg/mm².

L'échantillon doit être soigneusement homogénéisé immédiatement avant le dosage.

3.5 Mode opératoire

3.5.1 Conditionnement de l'appareillage

3.5.1.1 Conditionnement du tube d'absorption

Porter la température du tube de dessiccation (3.3.3) à 105 °C ± 2 °C et maintenir cette température durant les étapes 3.5.1 à 3.5.4.

Ajuster le débit d'azote (3.2.4) pour assurer un débit constant de 150 cm³/min à 200 cm³/min à travers le tube de dessiccation. Raccorder le tube d'absorption fermé (3.3.6) à un tube de dessiccation vide et vérifier qu'il n'y a pas de fuite dans le système (débit zéro). Ouvrir les robinets du tube d'absorption, réajuster le débit si nécessaire, et faire passer l'azote au travers du tube de dessiccation pendant 15 min.

NOTE 3 Le conditionnement du tube d'absorption est seulement nécessaire avant le premier dosage de la journée.

3.5.1.2 Pesage du tube d'absorption

Fermer les robinets du tube d'absorption, en fermant tout d'abord le robinet de sortie et arrêter le courant d'azote. Déconnecter le tube d'absorption et fermer la sortie du tube de dessiccation. Essuyer le tube d'absorption avec un chiffon propre et sec, non pelucheux, et laisser reposer pendant 20 min dans la salle de la balance. Ouvrir momentanément les robinets du tube d'absorption pour uniformiser la pression, puis peser à 0,1 mg près.

3.5.2 Essai à blanc

Reconnecter le tube d'absorption pesé, rétablir le courant d'azote au débit précédent, vérifier qu'il n'y a pas de fuite dans le système et ouvrir les robinets du tube d'absorption.

Retirer rapidement le raccord d'entrée, placer une nacelle vide (3.3.7) dans le tube de dessiccation à l'entrée dans la zone chauffante et introduire la tige poussoir magnétique. Remettre immédiatement en place le raccord d'entrée et déplacer la nacelle jusqu'au centre de l'étuve au moyen d'un aimant.

NOTES

4 Durant la mise en place de la nacelle dans le tube de dessiccation en 3.5.2 à 3.5.4, des précautions doivent être prises impliquant essentiellement une technique soignée, pour éviter l'entrée d'humidité provenant des sources extérieures dans le tube de dessiccation.

5 Un raccord d'entrée d'ouverture étroite et une tige poussoir extérieure peuvent être utilisés alternativement, étant entendu que la baguette est retirée et l'entrée fermée aussi rapidement que possible.

Après 2 h, suivre exactement la procédure décrite en 3.5.1.2.

L'accroissement de la masse du tube d'absorption pour l'essai à blanc doit être aussi faible que possible et ne pas dépasser 2 mg. Répéter la détermination de l'essai à blanc après l'analyse de l'échantillon pour essai pour s'assurer que la valeur de l'essai à blanc est essentiellement constante.

3.5.3 Essai de contrôle

NOTE 6 L'essai de contrôle est nécessaire lors des premiers essais de l'appareillage complet ou à d'autres moments appropriés, par exemple lors d'un changement de matériel ou d'opérateur et lorsqu'un contrôle à intervalles réguliers de l'état des tubes d'absorption est requis.

Lorsqu'une valeur satisfaisante pour l'essai à blanc est obtenue, peser dans la nacelle refroidie, utilisée pour l'essai à blanc, à 0,000 2 g près, 0,1 g à 0,2 g de sulfate de cuivre(II) pentahydraté (3.2.3). La masse prélevée doit être en rapport avec la teneur maximale approximative attendue en humidité du type de minéral analysé.

Répéter le mode opératoire décrit en 3.5.2, en utilisant la nacelle contenant le sulfate de cuivre(II) pesé. L'accroissement de la masse du tube d'absorption, corrigée de la valeur de l'essai à blanc, devrait correspondre à une teneur en eau de sulfate de cuivre(II)

comprise entre 28,5 % (*m/m*) et 29,2 % (*m/m*). Sinon, la cause devra en être déterminée.

3.5.4 Dosage

Lorsqu'une valeur satisfaisante de l'essai à blanc a été obtenue (et similairement pour l'essai de contrôle, si celui-ci est nécessaire), peser, à partir de l'échantillon pour essai équilibré (3.4.2), la prise d'essai requise pour le dosage du constituant traité dont le résultat doit être donné sur une base sèche. Conserver cette prise d'essai dans le récipient spécifié. Immédiatement après, peser à 0,1 mg près, conformément au tableau 1, la prise d'essai pour la détermination de l'humidité hygroscopique.

**Tableau 1 — Masse de la prise d'essai —
Méthode 1 (méthode gravimétrique)**

Teneur en humidité hygroscopique % (<i>m/m</i>)	Masse de la prise d'essai g
0,05 à 2	2,0
2 à 6	1,0

Transvaser dans une nacelle sèche (3.3.7), en répartissant régulièrement le matériau. Sans attendre, répéter le mode opératoire décrit en 3.5.2 en utilisant la nacelle contenant la prise d'essai à la place d'une nacelle vide et enregistrer l'accroissement total en masse du tube d'absorption.

Répéter la détermination de l'humidité hygroscopique chaque fois que la détermination du constituant dont on doit donner le résultat sur une base sèche est répétée, de préférence avec un changement de l'opérateur ou alors à un autre moment. Les valeurs de l'humidité hygroscopique ne doivent pas être prises comme moyennes, mais doivent être utilisées individuellement pour corriger la valeur correspondante du constituant.

3.6 Expression des résultats

3.6.1 Calcul de la teneur en humidité hygroscopique

La teneur en humidité hygroscopique (*A*) exprimée en pourcentage en masse, est calculée par l'équation suivante:

$$A = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \quad \dots (1)$$

où

- m_1 est l'accroissement en masse, en grammes, du tube d'absorption pendant l'essai;
- m_2 est l'accroissement en masse, en grammes, du tube d'absorption pendant l'essai à blanc;
- m_3 est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

3.6.2 Calcul du résultat final

Le résultat est calculé à quatre décimales et arrondi à la seconde décimale comme suit:

- a) lorsque le chiffre de la troisième décimale est inférieur à 5, il est rejeté, et le chiffre de la seconde décimale reste inchangé;
- b) lorsque le chiffre de la troisième décimale est un 5 et si un chiffre autre que 0 figure à la quatrième décimale, ou si le chiffre à la troisième décimale est supérieur à 5, le chiffre à la seconde décimale est majoré d'une unité;
- c) lorsque le chiffre de la troisième décimale est 5, et si le chiffre de la quatrième décimale est 0, il est rejeté, et le chiffre de la seconde décimale reste inchangé s'il s'agit de 0, 4, 6 ou 8, ou est majoré d'une unité s'il s'agit de 1, 3, 5, 7 ou 9.

Pour les besoins d'un procès-verbal d'essai interne, le pourcentage d'humidité hygroscopique doit être mentionné à 0,05 % (*m/m*) près. Pour ce calcul, doubler le résultat final qui a été arrondi à la seconde décimale, l'arrondir à la première décimale en utilisant la procédure décrite précédemment et diviser le résultat par 2.

3.7 Rapport d'essai (pour l'usage interne d'un laboratoire uniquement)

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) nom et adresse du laboratoire d'essai;
- b) date d'émission du rapport d'essai;
- c) référence à la présente Norme internationale;
- d) détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- e) résultat de l'analyse;
- f) numéro de référence du résultat;

g) toutes caractéristiques notées au cours du dosage et toutes opérations non spécifiées dans cette section sur le résultat.

4 Méthode 2 — de Karl Fischer

4.1 Principe

Mise en équilibre de l'échantillon pour analyse avec l'atmosphère du laboratoire. Chauffage d'une partie de cet échantillon à $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ dans un tube chauffant sous un courant d'azote sec et collecte de l'humidité libérée dans l'éthylène glycol. Mesurage de la teneur en humidité par tirage avec la solution de Karl Fischer avec détection électrométrique de la fin de réaction.

4.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696.

4.2.1 Desséchant, perchlorate de magnésium anhydre $[\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2]$ de granulométrie 0,8 mm à 1,25 mm, ou tout autre desséchant convenable d'un pouvoir desséchant équivalent.

ATTENTION — Le perchlorate de magnésium est un oxydant puissant et ne doit pas être mis en contact avec des matériaux organiques. Lorsqu'il est épuisé, il ne doit pas être éliminé dans une caisse à résidus, mais doit être évacué par l'évier.

4.2.2 Gel de silice

4.2.3 Sulfate de cuivre(II), pentahydraté ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$): Matériau cristallin en poudre meuble, concassé si nécessaire sous un pilon à main, sans broyage, à une dimension de 1 mm environ.

4.2.4 Azote filtré, préséché et exempt d'huile, contenant moins de $10\ \mu\text{l}$ d'oxygène par litre, à une pression d'environ 35 kPa au-dessus de la pression atmosphérique.

4.2.5 Éthylène glycol, ($\text{CH}_2\text{OH}, \text{CH}_2\text{OH}$) anhydre

4.2.6 Solution de Karl Fischer, 2,5 mg $\text{H}_2\text{O}/\text{ml}$ à 3,0 mg $\text{H}_2\text{O}/\text{ml}$

Ce réactif est disponible commercialement ou peut être préparé comme spécifié dans l'ISO 760. Étalonner cette solution au moyen de l'un des réactifs suivants:

- a) une solution étalon eau/méthanol;
- b) eau ajoutée au moyen d'une microseringue;
- c) acide citrique monohydraté $[\text{C}(\text{OH})(\text{COOH})(\text{CH}_2\text{COOH})_2, \text{H}_2\text{O}]$;
- d) tartrate disodique dihydraté $[(\text{CHOH}, \text{COONa})_2, 2\text{H}_2\text{O}]$.

Transvaser une quantité appropriée de l'un des réactifs a), b), c) ou d), dans une cellule d'absorption contenant de l'éthylène glycol qui a été titré jusqu'au virage, puis suivre la procédure de titrage décrite en 4.5.2. Le facteur (*F*), en milligrammes d'eau par millilitre, de la solution de Karl Fischer est calculé à partir de ce titrage.

Ajouter de l'eau au moyen d'une microseringue au travers du septum en caoutchouc. Pour l'addition d'acide citrique ou de tartrate disodique dihydraté, enlever le septum en caoutchouc, et en assurant un courant d'azote à travers l'appareillage, ajouter le réactif, puis remettre immédiatement le bouchon. Ajouter la solution étalon eau/méthanol au moyen d'une burette.

4.3 Appareillage

Un appareillage approprié pour la détermination est représenté schématiquement à la figure 3.

Matériel courant de laboratoire, y compris pipettes à un trait conformes aux spécifications de l'ISO 648, et

4.3.1 Étuve, de préférence du type à bloc métal en aluminium, pouvant contenir un, ou de préférence plusieurs tubes de dessiccation (4.3.2) et maintenir une température dans l'intervalle de $105\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ sur une longueur minimale de 160 mm.

4.3.2 Tubes de dessiccation en verre et connexions, comme représentés schématiquement à la figure 4.

4.3.3 Colonnes de dessiccation, d'une capacité de 250 ml, l'une chargée de gel de silice (4.2.2) et l'autre d'un desséchant (4.2.1), destinées à sécher le courant d'azote entrant dans les tubes de dessiccation.

4.3.4 Débitmètres, capables de mesurer un débit de l'ordre $100\text{ cm}^3/\text{min}$ à $200\text{ cm}^3/\text{min}$. Si une baisse de pression au travers d'un étranglement est utilisée comme un moyen de mesure du débit, le liquide du manomètre doit être une huile non volatile.

4.3.5 Nacelles, en matériau inerte et stable tel que verre, acier inoxydable ou porcelaine. Les dimensions approximatives sont 100 mm × 20 mm × 10 mm, et la charge de l'échantillon ne doit pas dépasser 1,5 mg/mm². Avant utilisation, les nacelles doivent être séchées à 105 °C environ, puis refroidies et conservées dans un dessiccateur.

4.3.6 Métal fritté, verre fritté ou disques filtrants similaires, insérés dans les connexions flexibles entre les tubes de dessiccation et d'absorption.

4.3.7 Connexions flexibles, des tubes en élastomère néoprène conviennent. Pour les lignes de courant de gaz après les colonnes de dessiccation, la longueur des connexions flexibles doit être réduite au minimum, de telle sorte que cette tubulure soit utilisée essentiellement pour la connexion des sections en verre mises bout à bout.

4.3.8 Vannes de contrôle de débit, à aiguille, à la sortie de chaque débitmètre.

4.3.9 Cellule d'absorption, vases en verre tels que représentés schématiquement à la figure 5. Les orifices pour les électrodes de platine, les burettes et entrées de gaz doivent tous être étanches aux gaz, afin d'éviter que l'humidité pénètre dans les cellules.

NOTE 7 Si la solution étalon eau/méthanol n'est pas utilisée pour l'étalonnage, l'introduction d'une seule burette dans la cellule d'absorption sera nécessaire.

4.3.10 Électrodes de platine, soit séparées, soit une double.

4.3.11 Agitateurs magnétiques et barreaux aimantés.

4.3.12 Titrateurs électroniques, adaptés au dosage selon Karl Fischer et équipés d'un ampèremètre (0,50 µA) ou d'un moyen équivalent pour l'indication électrométrique de la fin de réaction.

4.3.13 Burettes, conformes aux spécifications de l'ISO 385/2 (classe A), ou équivalentes, d'une capacité de 25 ml.

4.4 Échantillonnage et échantillons

4.4.1 Échantillon pour laboratoire

Pour l'analyse, utiliser un échantillon pour laboratoire d'une granulométrie inférieure à 160 µm, prélevé conformément à l'ISO 3081 ou à l'ISO 3082, et préparé conformément à l'ISO 3082 ou à l'ISO 3083.

4.4.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Homogénéiser soigneusement l'échantillon pour laboratoire et en prenant des incréments multiples, prélever l'échantillon pour essai de manière qu'il soit représentatif de tout le contenu du flacon.

L'échantillon pour essai est mis en équilibre approximatif avec l'atmosphère du laboratoire par exposition d'au moins 2 h sur une plaque inerte en une couche de masse surfacique inférieure à 1 mg/mm².

L'échantillon doit être soigneusement homogénéisé immédiatement avant le dosage.

4.5 Mode opératoire

4.5.1 Conditionnement de l'appareillage

Porter les tubes de dessiccation (4.3.2) à une température de 105 °C ± 2 °C et maintenir cette température durant les étapes 4.5.1 à 4.5.5.

Ajuster le débit d'azote (4.2.4) pour assurer un débit constant de 150 cm³/min à 200 cm³/min à travers les tubes de dessiccation. Fermer la sortie de chaque colonne de dessiccation et vérifier qu'il n'y a pas de fuite dans le système (débit zéro). Reconnecter la sortie de chaque tube de dessiccation avec l'entrée de chaque cellule d'absorption, réajuster le débit si nécessaire. Laisser le système se purger pendant 10 min et maintenir ce courant durant les étapes 4.5.3 à 4.5.5.

Retirer le septum en caoutchouc de la cellule d'absorption et transvaser 40 ml d'éthylène glycol (4.2.5) dans la cellule au moyen d'une pipette. Remettre le septum en caoutchouc.

Mettre en marche le titrateur électrométrique (4.3.12) et l'agitateur magnétique (4.3.11), en ajustant la vitesse de ce dernier pour assurer une homogénéisation convenable. Maintenir une vitesse d'agitation constante durant le titrage et entre les titrages successifs de l'essai à blanc, de l'échantillon étalon et de l'échantillon pour essai.