
Norme internationale



5068

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

Charbons bruns et lignites — Détermination de l'humidité — Méthode gravimétrique indirecte

Brown coals and lignites — Determination of moisture content — Indirect gravimetric method

Première édition — 1983-10-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5068:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32ef564b-48bb-4086-a9bf-e5a59b60feb/iso-5068-1983)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32ef564b-48bb-4086-a9bf-e5a59b60feb/iso-5068-1983>

CDU 662.642 : 543.812

Réf. n° : ISO 5068-1983 (F)

Descripteurs : charbon, lignite, analyse chimique, dosage, eau, méthode gravimétrique.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW

La Norme internationale ISO 5068 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*, et a été soumise aux comités membres en janvier 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5068:1983](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32ef564b-48bb-4086-a9bf-e5a59b000000/iso-5068-1983>

Afrique du Sud, Rép. d'	Chine	Roumanie
Allemagne, R.F.	Égypte, Rép. arabe d'	Tchécoslovaquie
Australie	Espagne	Thaïlande
Autriche	Inde	Turquie
Belgique	Japon	URSS
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	Yougoslavie
Canada	Pologne	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Charbons bruns et lignites — Détermination de l'humidité — Méthode gravimétrique indirecte

0 Introduction

Les charbons bruns et les lignites sont hygroscopiques, de sorte que leur humidité varie avec l'humidité de l'atmosphère. L'humidité de l'échantillon pour analyse est donc déterminée chaque fois que des prises d'essai sont pesées pour d'autres déterminations analytiques, par exemple pour la détermination des matières volatiles, pour la détermination du pouvoir calorifique, pour le dosage du carbone et de l'hydrogène, etc.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique indirecte de détermination de l'humidité contenue dans les charbons bruns et lignites. Une méthode volumétrique directe de substitution est spécifiée dans l'ISO 1015.

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de base, soit :

- a) Une méthode à une étape, qui peut être utilisée pour déterminer l'humidité totale d'un échantillon spécial pour humidité ou d'un échantillon pour humidité extrait d'un échantillon commun.
- b) Une méthode à deux étapes, qui peut être utilisée pour déterminer l'humidité résiduelle d'un échantillon spécial pour humidité ou d'un échantillon pour humidité extrait d'un échantillon commun.

L'humidité d'un échantillon pour analyse (voir chapitre 0) est déterminée à l'aide de la méthode à une étape modifiée.

2 Références

ISO 1015, *Charbons bruns et lignites — Détermination de l'humidité — Méthode volumétrique directe.*

ISO 5069, *Charbons bruns et lignites — Principes d'échantillonnage*

Partie 1 : Échantillonnage pour la détermination de l'humidité et pour l'analyse générale.¹⁾

Partie 2 : Préparation des échantillons pour la détermination de l'humidité et pour l'analyse générale.¹⁾

3 Principe

3.1 Méthode à une étape

Faire sécher un échantillon, préparé à l'aide d'un broyeur fermé, jusqu'à l'obtention d'une masse constante à une température comprise entre 105 et 110 °C dans un four à azote exempt d'humidité et d'oxygène. Calculer ensuite l'humidité totale à partir de la perte de masse de l'échantillon.

3.2 Méthode à deux étapes

Broyer grossièrement un échantillon et le laisser sécher à l'air à la température ambiante ou à une température plus élevée, mais ne dépassant pas 40 °C, jusqu'à ce qu'il soit en équilibre avec l'atmosphère. (Si l'on doit déterminer l'humidité totale de l'échantillon, calculer la perte de masse pendant l'étape de séchage initiale.) Faire sécher ensuite l'échantillon jusqu'à l'obtention d'une masse constante dans les conditions décrites en 3.1. Calculer l'humidité résiduelle à partir de la perte de masse de l'échantillon déterminée au cours de la dernière étape de séchage. (L'humidité totale est calculée à partir des pertes de masse survenant au cours des deux étapes de séchage.)

3.3 Méthode de détermination de l'humidité d'un échantillon pour analyse

Faire sécher une prise d'essai de l'échantillon à utiliser pour d'autres déterminations (voir chapitre 0) jusqu'à l'obtention d'une masse constante dans les conditions décrites en 3.1. Calculer l'humidité à partir de la perte de masse de la prise d'essai. La valeur obtenue est utilisée dans les calculs d'autres déterminations à l'état anhydre.

1) Actuellement au stade de projet.

4 Appareillage et produits

4.1 Étuve à azote, pouvant être réglée à une température comprise entre 105 à 110 °C, et disposée de manière à permettre le passage d'un courant d'azote sec et exempt d'oxygène, à une vitesse suffisante pour renouveler l'atmosphère 15 fois par heure. Une étuve convenable est illustrée par la figure.

4.2 Cabine de séchage, à chauffage électrique ou au gaz, thermostatée à 35 ± 5 °C, avec un dispositif de ventilation mécanique.

4.3 Plateau en matériau inoxydable, de dimensions telles que la totalité de l'échantillon puisse être séchée en une couche ne dépassant pas 20 mm d'épaisseur.

4.4 Récipient de pesée, se présentant sous la forme d'un récipient de faible profondeur, en silice ou en verre, avec des bords rodés et recouverts d'un couvercle rodé, ou bien en un matériau thermorésistant et résistant à la corrosion, avec un couvercle bien ajusté. Le diamètre du récipient doit être tel que la masse surfacique de la couche de charbon ne dépasse pas 0,15 g/cm² pour 1 à 2 g de la prise d'un échantillon pour analyse, ou 0,30 g/cm² pour 10 g d'échantillon utilisé dans les autres cas.

4.5 Balance, ayant la sensibilité requise.

4.6 Agent déshydratant, destiné à être utilisé dans le dessiccateur.

Un agent déshydratant convenable est le perchlorate de magnésium sec.

NOTE — L'attention est attirée sur le soin qui doit être apporté à la manipulation et à l'élimination du perchlorate de magnésium. Les exigences nationales doivent être suivies.

4.7 Azote, sec, contenant au maximum 30 ppm d'oxygène (voir l'annexe).

5 Préparation de l'échantillon

5.1 Méthode à une étape

Prélever de l'échantillon spécial pour humidité ou de l'échantillon pour humidité extrait de l'échantillon commun (voir figures 1 et 2 de l'ISO 5069/2), un échantillon pesant au moins 500 g et le concasser dans un broyeur fermé, de manière qu'il passe à travers un tamis de 3,15 mm d'ouverture de maille.

5.2 Méthode à deux étapes

Prélever de l'échantillon spécial pour humidité ou de l'échantillon pour humidité extrait de l'échantillon commun (voir figures

1 et 2 de l'ISO 5069/2), un échantillon pesant au moins 500 g (voir la note) et le broyer grossièrement, de manière qu'il passe à travers un tamis de 20 mm. (Si l'on doit déterminer l'humidité totale, peser l'échantillon avec précision avant de le broyer.)

Faire sécher l'échantillon broyé dans le plateau en matériau inoxydable (4.3) à l'air se trouvant à la température ambiante jusqu'à ce qu'il soit en équilibre approximatif avec l'atmosphère. On peut accélérer le séchage en plaçant l'échantillon sur le plateau dans la cabine de séchage (4.2) réglée à une température non inférieure à 30 °C mais ne dépassant pas 40 °C. Laisser un échantillon séché à cette température atteindre l'équilibre avec l'atmosphère jusqu'à ce que la perte de masse de l'échantillon pendant 2 h soit inférieure à 0,3 % de la masse initiale de l'échantillon.

Broyer l'échantillon séché de la manière décrite ci-dessus, de manière qu'il passe à travers un tamis de 3,15 mm d'ouverture de maille. (Si l'on doit déterminer l'humidité totale de l'échantillon, peser l'échantillon avec précision et calculer la perte de masse W_{ex} de l'échantillon séché à l'air.)

NOTE — La masse de l'échantillon, en kilogrammes, ne doit pas être inférieure à 0,1 de la granulométrie maximale, en millimètres, pour les granulométries comprises entre 3 et 20 mm, et ne doit en aucun cas être inférieure à 500 g.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

5.3 Méthode de détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse

Prélever de l'échantillon pour analyse une prise d'essai pesant au moins 150 g.

NOTE — La granulométrie de l'échantillon pour analyse utilisé pour la détermination des goudrons et des extraits benzéniques solubles* doit être inférieure à 1 mm et à 0,212 mm pour les autres déterminations.

6 Mode opératoire

6.1 Méthode à une étape

Peser, à 0,002 g près, environ 10 g de l'échantillon dans le récipient de pesée (4.4) propre et sec. Placer le récipient, sans son couvercle, dans l'étuve (4.1) préalablement chauffée à une température de 105 à 110 °C. Sécher l'échantillon durant exactement 60 min à cette température. Retirer le récipient du four, remettre en place le couvercle et, après un rapide refroidissement à l'air sur une plaque métallique, transférer le récipient dans un dessiccateur contenant l'agent déshydratant (4.6). Après avoir atteint la température d'équilibre avec la température ambiante, c'est-à-dire au bout d'environ 20 min, repeser le récipient. Pour assurer un séchage complet, sécher à nouveau durant des périodes supplémentaires de 30 min jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives de l'échantillon soit inférieure à 0,01 g. Pour les calculs, utiliser la perte de masse la plus élevée au cours de ces pesées successives.

* Il est proposé de remplacer le benzène par le toluène dans l'ISO 975.

Dimensions en millimètres

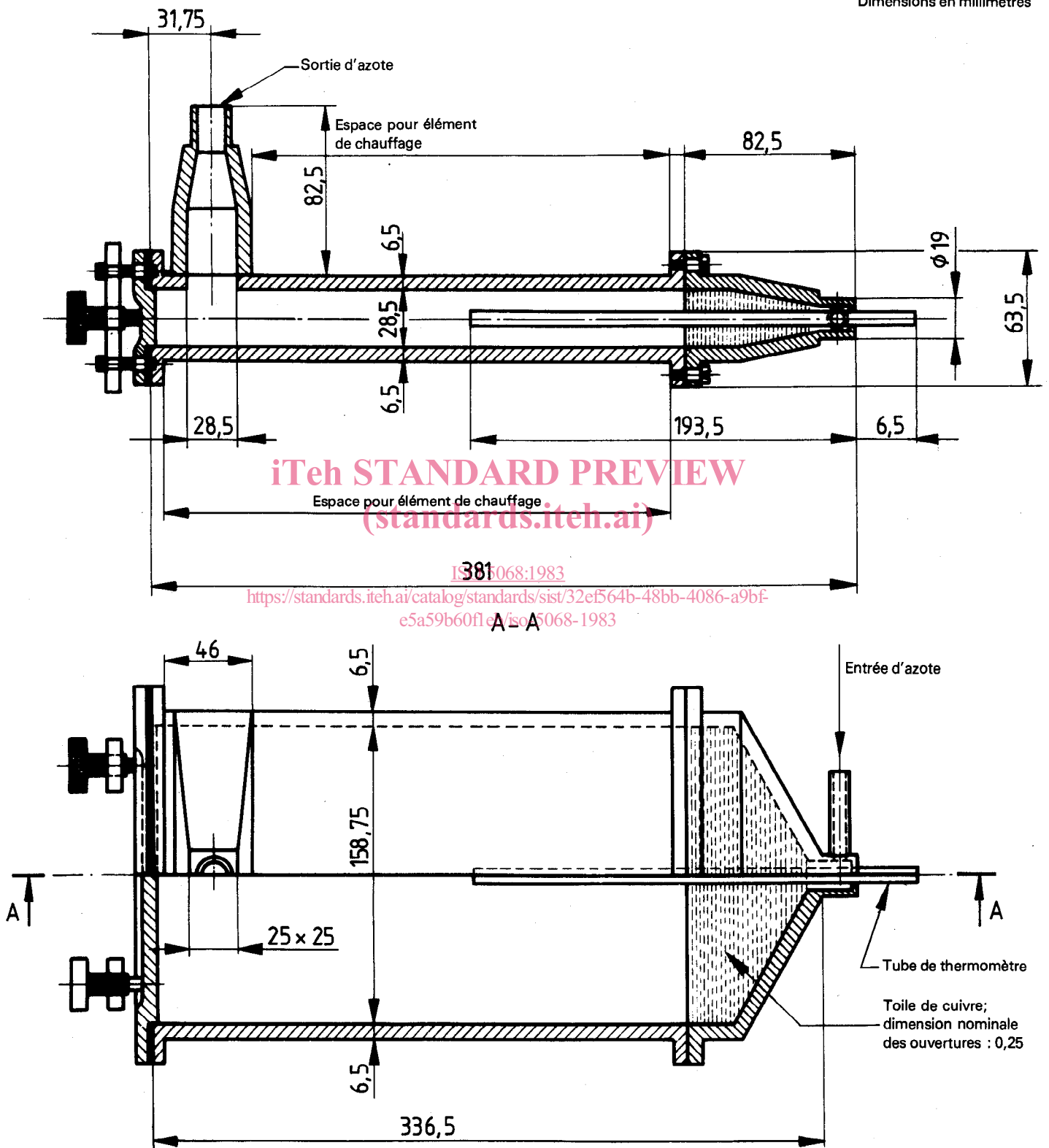


Figure — Étuve à azote, convenable

6.2 Méthode à deux étapes

Procéder comme il est indiqué en 6.1 et utiliser une prise d'essai préparée conformément à 5.2.

6.3 Méthode de détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse

Peser, à 0,002 g près, 1 à 2 g de l'échantillon (6.3) et l'introduire dans le récipient de pesée (4.4) propre et sec, puis placer ce dernier dans le four de séchage (4.1) préalablement chauffé à une température de 105 à 110 °C, et sécher durant 60 min à cette température. Retirer le récipient du four, remettre en place le couvercle et, après un rapide refroidissement à l'air sur une plaque métallique, transférer le récipient dans un dessiccateur contenant l'agent déshydratant (4.6). Après avoir atteint la température d'équilibre avec la température ambiante, repeser à 0,002 g près. Pour assurer un séchage complet, sécher à nouveau durant des périodes supplémentaires de 30 min jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives de l'échantillon soit inférieure à 0,001 g. Pour les calculs, utiliser la perte de masse la plus élevée au cours de ces pesées successives.

7 Expression des résultats

Calculer l'humidité totale, W_t^r , déterminée par la méthode à une étape, l'humidité résiduelle, W_h , après préséchage de l'échantillon, déterminée par la méthode à deux étapes, et l'humidité de l'échantillon pour analyse, W^a , en pourcentage, au moyen de la formule

$$W = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

où

m_0 est la masse, en grammes, du charbon avant séchage;

m_1 est la perte de masse, en grammes, du charbon après séchage.

NOTE — Lorsque la méthode à deux étapes est utilisée, l'humidité totale «en l'état», W_t^r , exprimée en pourcentage, est donnée par la formule

$$W_t^r = W_{ex} + W_h \times \left(1 - \frac{W_{ex}}{100}\right)$$

où

W_{ex} est la perte de masse de l'échantillon de granulométrie inférieure à 20 mm, due au séchage à l'air, exprimée en pourcentage en masse;

W_h est l'humidité résiduelle de l'échantillon séché à l'air, de granulométrie inférieure à 3 mm, exprimée en pourcentage en masse.

Prendre comme résultat final de l'essai la moyenne arithmétique des résultats d'au moins deux ou trois déterminations (voir 8.1) si les conditions de répétabilité sont remplies. Exprimer les résultats de l'essai à 0,1 % près.

8 Fidélité de la méthode

8.1 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux déterminations, effectuées dans un même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même appareillage, sur deux prises d'essai provenant du même échantillon, ne doit pas dépasser les valeurs indiquées dans le tableau.

Si la différence est supérieure à ce qui est indiqué dans le tableau, il faut effectuer une troisième détermination, et il faut prendre comme résultat de l'essai la moyenne arithmétique des deux valeurs les plus proches l'une de l'autre, dans le cadre de la différence acceptable. Si la valeur obtenue pour la troisième détermination diffère de chacune des deux premières déterminations d'une valeur inférieure au maximum acceptable, il faut prendre comme résultat de l'essai la moyenne arithmétique des trois déterminations.

8.2 Reproductibilité

Les résultats des essais, effectués dans deux laboratoires, sur des prises d'essai représentatives du même échantillon, doivent être considérés comme douteux s'ils présentent une différence supérieure aux valeurs indiquées dans le tableau.

9 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- identification du produit soumis à l'essai;
- 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 de toutes opérations facultatives;
- date de l'essai.

Tableau — Différences maximales admissibles entre les résultats

Humidité			Différences maximales admissibles entre les résultats obtenus	
			Dans un même laboratoire (Répétabilité)	Dans des laboratoires différents (Reproductibilité)
Moins de 10 %	Humidité résiduelle, W_h		0,3 % en valeur absolue	—
	Humidité de l'échantillon pour analyse, W^a		0,2 % en valeur absolue	—
10 % et au-dessus	Humidité totale, W_t^r		3 % du résultat (méthode à une étape)	5 % du résultat
	Humidité résiduelle, W_h		0,4 % en valeur absolue	—
	Humidité de l'échantillon pour analyse, W^a		2,0 % du résultat	—

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 5068:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/ef564b-48bb-4086-a9bf-e5a59b60feb/iso-5068-1983> **Annexe**

Équipement pour la purification de l'azote

(Fait partie de la Norme.)

Il est essentiel que l'azote employé pour la ventilation d'une étuve à espace libre minimale soit relativement pur, puisque même la faible quantité d'oxygène résiduel, qui est présente dans l'azote commercial, peut causer une oxydation et aboutir, de ce fait, à un résultat trop bas lorsque l'humidité est déterminée par la perte de masse au séchage. Un bon équipement pour la purification de l'azote est donc nécessaire, et celui qui est décrit ici est capable d'en traiter au moins 600 ml par minute, à une pression de quelques millimètres de mercure conventionnels. Une source de gaz appropriée est constituée par une bouteille d'azote comprimé. L'équipement pour la purification consiste en un tube de quartz de 500 mm de longueur et de 37 mm de diamètre intérieur, contenant 1,2 kg de cuivre réduit sous forme de fil. Le tube de purification est chauffé dans un four convenable, qui entoure le tube sur une longueur de 380 mm et permet à la partie remplie de fil de cuivre d'émerger d'environ 80 mm à l'extrémité de sortie du tube, de façon à provoquer une chute de température du courant gazeux. Le cuivre réduit

est chauffé à environ 500 °C. Les dernières traces d'oxygène sont retenues par la très grande surface du cuivre.

S'il est nécessaire de réduire l'oxyde de cuivre éventuellement formé au cours de la purification de l'azote, cela peut être réalisé en faisant passer un courant d'hydrogène dans le tube contenant le cuivre chauffé entre 450 et 500 °C. L'eau formée au cours de la réduction est expulsée dans l'atmosphère. Avant son réemploi, le tube est purgé à l'azote, le cuivre réduit est extrait du tube et la matière qui aurait pu s'agglomérer est concassée, puis le tube est rempli à nouveau.

En l'absence d'un équipement pour la purification de l'azote, on peut aussi employer de l'azote commercial, à condition qu'il ne contienne pas plus de 30 ppm d'oxygène.

Dans chaque cas, l'azote purifié doit passer au travers d'une couche de perchlorate de magnésium, qui lui enlève ses dernières traces d'humidité.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5068:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/32ef564b-48bb-4086-a9bf-e5a59b60feb/iso-5068-1983>