
Norme internationale



5069/2

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

**Charbons bruns et lignites — Principes
d'échantillonnage —
Partie 2 : Préparation des échantillons pour la
détermination de l'humidité et pour l'analyse générale**

iTeh STANDARD PREVIEW

Brown coals and lignites — Principles of sampling — Part 2 : Sample preparation for determination of moisture content and for general analysis

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1983-12-01

ISO 5069-2:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4279c4a2-4283-4638-8172-32bfl0e546b5/iso-5069-2-1983>

CDU 662.642 : 543.05

Réf. n° : ISO 5069/2-1983 (F)

Descripteurs : charbon, lignite, échantillonnage, échantillon, dosage, humidité.

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.

La Norme internationale ISO 5069/2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*, et a été soumise aux comités membres en mars 1982.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5069-2:1983](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4279c4a2-4283-4638-8172-32bf10e310e5/iso-5069-2-1983)

Allemagne, R. F.
Australie
Autriche
Belgique
Canada

Chine
Corée, Rép. de
Égypte, Rép. arabe d'
Espagne
Hongrie

Pologne
Roumanie
Turquie
URSS

Les comités membres des pays suivants l'ont désapprouvée pour des raisons techniques :

Japon
Tchécoslovaquie

Sommaire

Page

1	Objet et domaine d'application	1
2	Références	1
3	Échantillon	1
4	Principes généraux	1
5	Emplacement	1
6	Équipement	1
7	Préparation des échantillons pour la détermination de l'humidité	2
8	Préparation de l'échantillon pour l'analyse générale	3
9	Détermination de la perte d'humidité au séchage à l'air	4
Figures		
1	Types d'échantillons	5
2	Préparation des échantillons pour la détermination de l'humidité	6
3	Préparation de l'échantillon pour l'analyse générale	7
4	Répartition des neuf prélèvements élémentaires à effectuer sur le cône aplati en vue de la préparation de l'échantillon pour humidité	8

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.itih.ai)
ISO 5069-2:1983
<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/4279c4a2-4285-4058-b192-32bfl0e546b5/iso-5069-2-1983>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5069-2:1983

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4279c4a2-4283-4638-8172-32bfl0e546b5/iso-5069-2-1983>

Charbons bruns et lignites — Principes d'échantillonnage —

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

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 5069 spécifie des méthodes de préparation des échantillons pour laboratoire et des échantillons pour analyse de charbons bruns et de lignites, pour la détermination de l'humidité et pour l'analyse générale.

Le présent document devra être lu conjointement avec l'ISO 5069/1.

2 Références

ISO 1213/2, *Combustibles minéraux solides — Vocabulaire — Partie 2 : Termes relatifs à l'échantillonnage et à l'analyse du charbon.*¹⁾

ISO 1988, *Charbons et lignites durs — Échantillonnage.*

ISO 5069/1, *Charbons bruns et lignites — Principes d'échantillonnage — Partie 1 : Échantillonnage pour la détermination de l'humidité et pour l'analyse générale.*

3 Échantillon

On doit habituellement prélever un échantillon commun (voir ISO 1213/2) pour la détermination de l'humidité et pour l'analyse générale. L'échantillon pour humidité doit être extrait de l'échantillon commun, le reste devant être utilisé pour l'analyse générale. Dans des cas particuliers, il faut prélever un échantillon spécial pour humidité. Les différents types d'échantillons sont présentés à la figure 1.

4 Principes généraux

Le processus de préparation des échantillons comprend plusieurs opérations, dont trois sont fondamentales :

- comminution des particules par concassage ou broyage;
- mélangeage;

c) diminution de la masse de l'échantillon par division de ce dernier (opération de division de l'échantillon). Dans la plupart des cas, le processus de séchage de l'échantillon est nécessaire. La préparation de l'échantillon peut être réalisée en une étape ou en deux étapes. La préparation de l'échantillon pour la détermination de l'humidité totale peut exiger l'utilisation de ces deux méthodes, la méthode à une étape étant considérée comme préférable. La préparation de l'échantillon pour l'analyse générale exige l'utilisation de la méthode à deux étapes. On trouvera, dans l'ISO 1988, les méthodes et la théorie du contrôle des erreurs lors de la préparation des échantillons.

5 Emplacement

La zone affectée à la préparation des échantillons doit être fermée, couverte, exempte de courant d'air, et non exposée à la lumière directe du soleil ou à d'autres influences atmosphériques. Un chauffage de la zone n'est autorisé que pendant la période d'hiver, et à une température ne dépassant pas 15 °C. Les dispositifs de chauffage doivent être isolés.

Les échantillons doivent être traités immédiatement après la livraison, et stockés de façon à éviter toute contamination ou perte d'humidité.

6 Équipement

6.1 Principes généraux

L'équipement de préparation des échantillons (concasseurs, broyeurs, diviseurs découpeurs et diviseurs) doit assurer les opérations suivantes :

- broyage de l'échantillon global, pour donner un échantillon pour laboratoire, de granulométrie 10 mm et 3,15 mm, selon les besoins, et division de ces échantillons en quantités requises;
- comminution des échantillons pour laboratoire jusqu'à l'échantillon pour analyse, de granulométrie 1 mm et 0,212 mm, puis division en quantités requises.

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO/R 1213/2.)

6.2 Concasseurs, broyeurs

Ceux-ci doivent être des équipements à grande vitesse.

6.3 Diviseurs

On utilise deux types de diviseurs :

a) Les diviseurs d'échantillons à cloisons (riffles). L'inclinaison du dispositif ne doit pas être supérieure à 30° par rapport à la verticale.

b) Les diviseurs d'échantillons mécaniques, du type giratoire, ou autre; les chambres de réception, à fente, sont placées sur la plaque tournante de façon à intercepter un courant de charbon tombant en chute libre, une ou deux fois à chaque tour, ou bien de façon à collecter un courant continu de charbon tombant en chute libre de la trémie sur le sommet d'un cône.

L'ouverture de tous les types de diviseurs doit être de 2,5 fois la limite supérieure du calibre du charbon faisant l'objet de l'échantillonnage.

6.4 Exigences d'un point de vue technique

6.4.1 Le diviseur doit séparer de l'échantillon global au moins une partie représentative.

6.4.2 La masse minimale de la partie extraite pour l'échantillon pour humidité doit être différente de celle qui est extraite pour l'échantillon pour analyse générale. Elle dépend du calibre du charbon (voir figures 2 et 3).

6.4.3 Le rapport de division doit être proche de 0,1 pour chaque partie extraite.

6.4.4 La qualité de l'échantillon ne doit pas changer pendant la division, par exemple par perte d'humidité.

6.4.5 Le diviseur ne doit pas provoquer d'erreur systématique dans les paramètres déterminés quand le travail s'effectue avec des matériaux non homogènes.

6.4.6 Lors de la division de la plupart des charbons, bien veiller à éviter que le charbon ne colle aux parois latérales du diviseur.

6.5 Exigences relatives au matériel

6.5.1 Les diviseurs doivent être du type à une étape ou à deux étapes (pour des rapports de division élevés).

6.5.2 Les dimensions des éléments fonctionnels du diviseur doivent permettre le passage de la totalité de l'échantillon sans élimination d'une quelconque partie de ce dernier, et sans colmatage.

6.5.3 La vitesse des éléments mobiles du diviseur doit être constante à 1 m/s près.

6.5.4 La dimension minimale (largeur) de la section de passage doit être d'au moins $2,5 D$ et, en tout cas, non inférieure à 50 mm.

6.5.5 Pour les diviseurs d'échantillons du type giratoire, la dimension maximale de l'ouverture doit être de 100 mm.

7 Préparation des échantillons pour la détermination de l'humidité

7.1 Principes généraux

Bien veiller à éviter toute perte d'humidité provoquée par l'évaporation pendant la manipulation et le transport. Tous les échantillons pour humidité doivent être conservés dans des récipients fermés, dans un local frais, avant et après la préparation de l'échantillon, ainsi que pendant tout intervalle de temps entre les différentes étapes de la préparation des échantillons.

Pour éviter toute perte d'humidité pendant la réduction des échantillons et leur division, il faut effectuer ces opérations aussi rapidement que possible.

7.2 Préparation de l'échantillon pour humidité à partir de l'échantillon commun

On peut extraire l'échantillon pour humidité avant ou après la réduction, selon ce qui est le plus commode, et conformément au schéma de la figure 2.

7.2.1 Extraction de l'échantillon pour humidité avant la réduction

Sans mélanger, extraire l'échantillon commun par basculement, le disposer sur une plaque pour former un cône en prenant soin de minimiser la ségrégation. Le cône doit ensuite être aplati pour former une couche circulaire d'une épaisseur telle que les prélèvements à effectuer le couvrent entièrement. L'humidité de l'échantillon doit être déterminée en prélevant neuf échantillons dans les positions illustrées à la figure 4. La masse totale X de l'échantillon extrait dépend de la granulométrie maximale et est indiquée à la figure 2.

La préparation de l'échantillon doit ensuite être effectuée conformément à la méthode présentée à la figure 2, et selon le type de broyeur dont on dispose :

a) Si l'on dispose d'un broyeur fermé (c'est-à-dire un broyeur complètement fermé pour éviter la perte d'humidité et la poussière), et si le taux d'humidité permet son utilisation, il faut concasser directement l'échantillon de façon qu'il puisse passer à travers un tamis de 3,15 mm d'ouverture de maille carrée, puis le diviser à 500 g. On obtient ainsi l'échantillon pour la détermination de l'humidité totale [voir figure 2a)].

b) Si l'on ne dispose pas de broyeur fermé, et si le calibre maximal dépasse 20 mm, il faut réduire mécaniquement l'échantillon jusqu'à ce qu'il passe juste à travers un tamis de 20 mm d'ouverture de maille. Si le charbon a une dimension inférieure à 20 mm, cette réduction n'est pas nécessaire. Il faut ensuite diviser l'échantillon à 2 kg. On porte cet échantillon jusqu'à un équilibre approximatif en humidité

dans une atmosphère selon 9.2, méthode A, qui concerne la première étape de la détermination de l'humidité totale par la méthode à deux étapes. Il faut ensuite concasser l'échantillon pour qu'il passe à travers un tamis de 3,15 mm d'ouverture de maille carrée, puis le diviser à 500 g. On obtient ainsi l'échantillon pour la détermination de l'humidité résiduelle [voir figure 2b)].

7.2.2 Extraction de l'échantillon pour humidité après la réduction

On peut, si on le souhaite, réduire directement l'échantillon commun pour qu'il passe à travers un tamis de 3,15 mm d'ouverture de maille carrée, à condition que l'on dispose d'un broyeur fermé. L'échantillon réduit doit être placé dans des récipients secs et obturés.

7.3 Préparation de l'échantillon pour humidité à partir de l'échantillon spécial pour humidité

Il faut appliquer la même méthode que celle correspondant à la préparation de l'échantillon pour humidité à partir de la partie X de l'échantillon commun, décrite en 7.2 [voir figures 2a) et 2b)]. Il n'est pas possible d'utiliser l'échantillon spécial pour humidité pour la détermination d'autres propriétés du charbon.

8 Préparation de l'échantillon pour l'analyse générale

On doit utiliser l'échantillon Z, restant après l'extraction de l'échantillon pour humidité à partir de l'échantillon commun selon 7.2, pour la préparation de l'échantillon pour analyse générale. La méthode de préparation de l'échantillon est présentée à la figure 3.

- Si l'on dispose d'un broyeur convenable, et si le taux d'humidité le permet, il faut réduire directement l'échantillon à un calibre de 3,15 mm. L'échantillon réduit doit être divisé à 4 kg, puis porté à un équilibre approximatif avec l'atmosphère; après quoi, il faut le diviser de nouveau jusqu'à environ 2 kg (échantillon pour laboratoire).
- Si l'on ne dispose pas d'un broyeur convenable permettant de broyer le charbon à 3,15 mm, il faut concasser l'échantillon Z à moins de 20 mm, puis le diviser à Y kg, selon le calibre maximal et le taux présumé de cendres (voir figure 3). Cette quantité de charbon doit être portée à un équilibre approximatif avec l'atmosphère, puis réduite à un calibre inférieur à 3,15 mm, pour être enfin divisée à environ 2 kg (échantillon pour laboratoire).

À partir de l'échantillon pour laboratoire préparé selon a) ou b), il faut extraire les trois échantillons suivants :

- un échantillon pour la détermination du rendement en goudron et de l'extrait benzénique¹⁾ soluble (masse approximative 500 g);
- un échantillon pour l'analyse générale (masse approximative 500 g);

- un échantillon pour vérification (masse approximative 1 000 g).

Il faut concasser à moins de 1 mm l'échantillon pour la détermination du rendement en goudron et de l'extrait benzénique soluble, sans autre division. Il faut aussi utiliser cet échantillon pour la détermination de l'humidité résiduelle, pour le calcul des rendements sur sec.

Il faut broyer à moins de 0,212 mm l'échantillon pour analyse générale, puis le diviser à 250 g pour obtenir l'échantillon pour analyse. Cet échantillon doit aussi être utilisé pour la détermination de l'humidité résiduelle. Si l'on utilise pour la détermination de l'humidité la méthode gravimétrique directe, la masse de l'échantillon doit être de 150 g, au lieu des 250 g prévus.

Les trois échantillons pour laboratoire doivent être placés dans des récipients convenables, hermétiquement fermés.

9 Détermination de la perte d'humidité au séchage à l'air

9.1 Principes généraux

Le séchage à l'air doit être effectué à la température ambiante ou à une température supérieure mais ne dépassant pas 40 °C; il doit permettre la circulation libre de l'air au-dessus des échantillons, mais ne pas laisser entrer les poussières. La méthode utilisée pour le séchage à l'air dépend de la forme sous laquelle est reçu le charbon.

9.2 Méthode A

Si le séchage à l'air doit être réalisé par la méthode spécifiée en 7.2.1, peser un plateau sec et placer directement sur le plateau le charbon destiné au séchage à l'air. Répartir uniformément le charbon, sur une profondeur ne dépassant pas 20 mm (sauf pour ce qui est des gaillettes de calibre plus élevé). Peser le plateau avec le charbon. Effectuer la pesée à 0,05 % près par rapport à la masse initiale du charbon. Laisser le charbon sécher à l'air jusqu'à ce que la perte de masse de l'échantillon, sur une période de 2 h, soit inférieure à 0,3 % de sa masse initiale. Noter la masse finale du plateau, avec le charbon séché à l'air, et calculer la perte d'humidité au séchage à l'air, W_{ex} , en pourcentage, à l'aide de l'équation

$$W_{ex} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse, en grammes, du plateau sec;

m_2 est la masse, en grammes, du plateau avec le charbon, avant le séchage à l'air;

m_3 est la masse, en grammes, du plateau avec le charbon, après le séchage à l'air.

1) Il est proposé d'utiliser le toluène au lieu du benzène dans la méthode spécifiée dans l'ISO 975.

9.3 Méthode B

Si l'échantillon est livré dans une boîte fermée, et si un séchage à l'air est nécessaire, peser le récipient et le charbon tels que reçus, avant d'ouvrir la boîte, à 0,5 % près par rapport à la masse totale. Après pesée, transvaser le charbon sur un plateau sec et le répartir uniformément sur une profondeur ne dépassant pas 20 mm (sauf pour ce qui est des gaillettes de calibre plus élevé). Peser le plateau avec le charbon. Laisser le récipient, le couvercle et le charbon sécher à l'air. Éliminer du récipient et du couvercle, par brossage, le charbon séché susceptible d'y adhérer, et l'envoyer sur le plateau. Peser le récipient sec et vide avec son couvercle. Effectuer le séchage à l'air jusqu'à ce que la perte de masse de l'échantillon, sur une période de 2 h, soit inférieure à 0,3 % de sa masse initiale. Enlever le charbon du plateau, le remettre dans le récipient, remettre en place le couvercle et repeser le tout. Calculer la perte d'humidité au séchage à l'air, W_{ex} , en pourcentage, à l'aide de l'équation

$$W_{ex} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse, en grammes, du récipient sec et vide, avec son couvercle;

m_2 est la masse, en grammes, du récipient fermé, avec le charbon, avant le séchage à l'air;

m_3 est la masse, en grammes, du récipient fermé, avec le charbon, après le séchage à l'air.

NOTE — W_{ex} est le symbole utilisé dans l'ISO 5068, et il est utilisé pour maintenir la cohérence entre les normes.

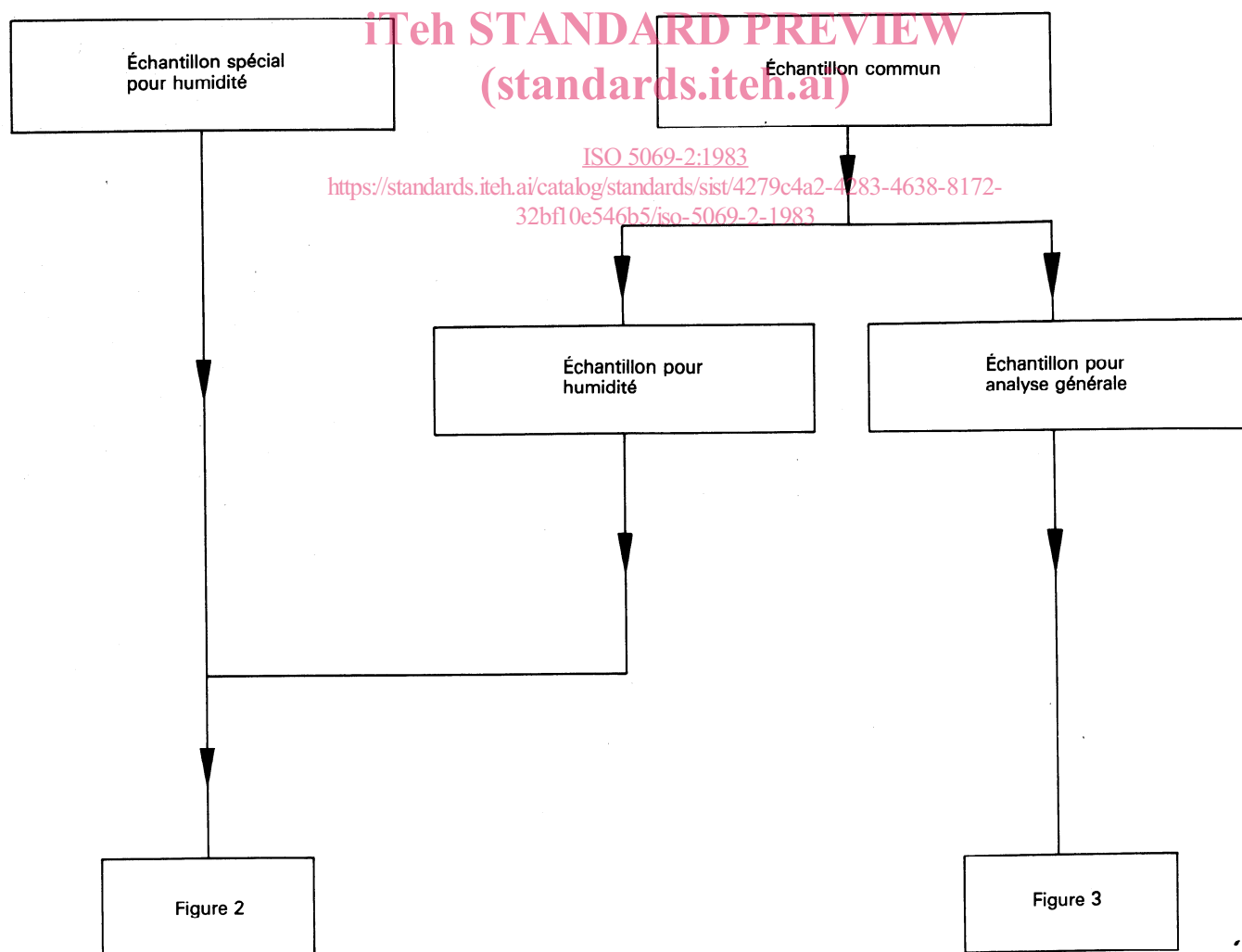


Figure 1 — Types d'échantillons

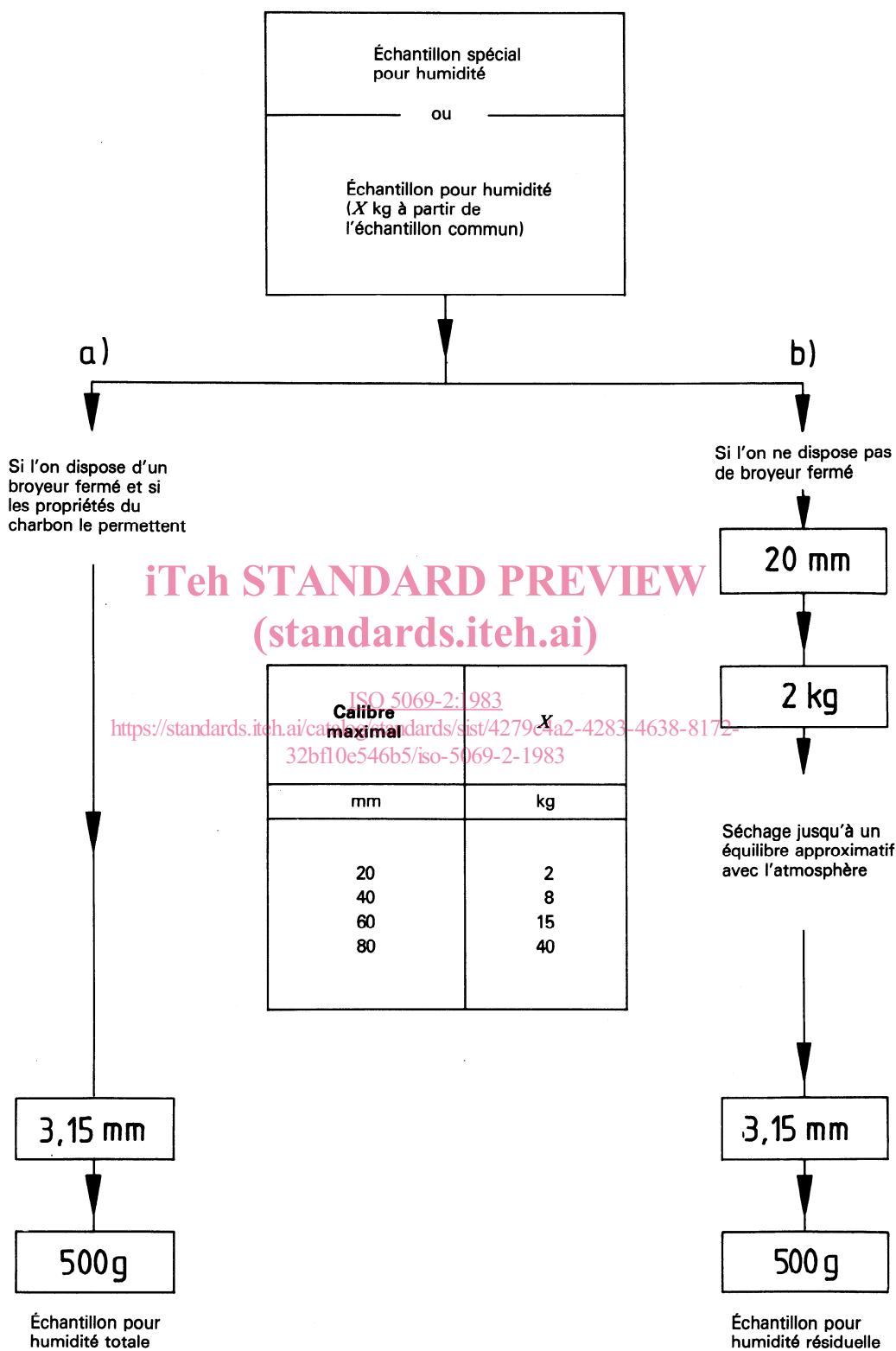


Figure 2 — Préparation des échantillons pour la détermination de l'humidité