

Norme internationale



5073

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

Charbons bruns et lignites — Dosage des acides humiques

Brown coals and lignites — Determination of humic acids

Première édition — 1985-07-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5073:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f469a6b3-2abb-4733-ad41-f6cd4034d277/iso-5073-1985>

CDU 662.642 : 543.8 : 547.992.2

Réf. n° : ISO 5073-1985 (F)

Descripteurs : minéral, combustible solide, charbon, lignite, analyse chimique, dosage, acide humique.

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 créé à cet effet. 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. 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 5073 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27.
Combustibles minéraux solides.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 5073:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f469a6b3-2abb-4733-ad41-f6cd4034d277/iso-5073-1985>

Charbons bruns et lignites — Dosage des acides humiques

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes de détermination

- a) de la teneur totale en acides humiques, soit la somme des acides humiques liés à la matière minérale du charbon sous forme d'humates, et des acides humiques libres;
- b) de la teneur en acides humiques libres.

La teneur en acides humiques des charbons bruns et des lignites varie selon les types de charbon et leur composition pétrographique.

La présente Norme internationale peut servir dans le cadre de la caractérisation et de l'utilisation des charbons bruns et des lignites, par exemple pour la fabrication de briquettes et en agriculture.

2 Références

ISO 975, *Charbons bruns et lignites — Détermination du rendement en extrait de toluène soluble.*¹⁾

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

ISO 1171, *Combustibles minéraux solides — Détermination des cendres.*

ISO 5068, *Charbons bruns et lignites — Détermination de l'humidité — Méthode gravimétrique indirecte.*

ISO 5069/2, *Charbons bruns et lignites — Échantillonnage — Partie 2: Préparation des échantillons pour la détermination de l'humidité et pour l'analyse générale.*

3 Définitions

Dans le cadre de la présente Norme internationale, les définitions suivantes sont applicables.

3.1 acides humiques: Groupe d'acides polycarboxyliques condensés, amorphes, de masse moléculaire relative élevée, qui se présentent sous forme d'acides humiques libres et sous forme de sels (humates) de calcium, de magnésium, de fer, etc.

3.2 acides humiques libres: Acides humiques obtenus par extraction unique du charbon avec une solution d'hydroxyde de sodium à 1 % (m/m), suivie de leur précipitation en présence d'un acide minéral.

3.3 acide humique total: Somme des acides humiques libres et des acides humiques liés sous forme de sels (humates) obtenus par extraction avec une solution alcaline de pyrophosphate de sodium, puis avec une solution d'hydroxyde de sodium à 1 % (m/m), suivie de leur précipitation en présence d'un acide minéral.

4 Détermination de la teneur totale en acides humiques

4.1 Principe

Réaction d'une solution alcaline de pyrophosphate de sodium à la température ambiante sur un échantillon analytique de charbon débarrassé de ses bitumes; extraction en une seule étape de cet échantillon avec une solution chaude d'hydroxyde de sodium, précipitation des acides humiques avec un excès d'acide minéral, et pesée du précipité.

NOTE — Dans le cadre de la présente Norme internationale, le terme «bitume» est synonyme d'«extrait soluble dans le toluène», comme défini dans l'ISO 975.

4.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

4.2.1 Toluène, $\rho_{20} = 0,867$ g/ml, intervalle de distillation 109 à 111 °C (au moins 95 % du volume doit distiller dans cet intervalle).

AVERTISSEMENT — Le toluène est un produit inflammable et toxique par inhalation, ingestion et absorption cutanée.

4.2.2 Hydroxyde de sodium, solution à 1 % (m/m).

Dissoudre 10 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau et diluer à 1 000 ml.

1) Actuellement au stade de projet. (Révision de l'ISO 975-1975.)

4.2.3 Pyrophosphate de sodium, solution alcaline.

Dissoudre 44,6 g de pyrophosphate de sodium décahydraté ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) et 4 g d'hydroxyde de sodium dans 100 ml d'eau.

4.2.4 Acide chlorhydrique, solution à 5 % (V/V).

4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.3.1 Appareillage d'extraction, pour la séparation des bitumes (voir ISO 975).

4.3.2 Étuve, pouvant être maintenue à une température de 90 ± 5 °C, ou lampe à infrarouge.

4.3.3 Centrifugeuse, dont la vitesse angulaire minimale est de 210 rad/s, avec éprouvettes d'au moins 100 ml de capacité.

NOTE — La vitesse angulaire de la centrifugeuse doit être assez élevée pour permettre de séparer tous précipités ou colloïdes de la solution correspondante.

4.3.4 Agitateur mécanique.

4.3.5 Bain d'eau bouillante.

4.3.6 Four à moufle, pouvant être maintenu à 600 ± 25 °C.

4.4 Préparation de l'échantillon

Broyer 10 à 15 g de l'échantillon pour laboratoire pour qu'il passe au tamis de 1 mm d'ouverture nominale, en suivant la méthode spécifiée dans l'ISO 5069/2, puis extraire les bitumes en suivant la méthode spécifiée dans l'ISO 975. Sécher à l'air le charbon qui reste après l'extraction et le broyer à nouveau pour qu'il passe au tamis de 212 µm d'ouverture nominale. Déterminer l'humidité en suivant la méthode spécifiée dans l'ISO 1015, et le taux de cendres en suivant la méthode spécifiée dans l'ISO 1171. Noter les valeurs obtenues.

NOTE — Si la teneur en bitumes est inférieure à 3 % (m/m) (masse sèche), on peut omettre l'élimination des bitumes.

4.5 Mode opératoire

4.5.1 Peser 1,0 g (masse sèche et sans cendres) de l'échantillon pour analyse (4.4). Si la teneur présumée en acides humiques est inférieure à 20 % (m/m), doubler la quantité d'échantillon. Mettre la prise d'essai dans une fiole conique de 250 ml (A). Ajouter 100 ml de la solution alcaline de pyrophosphate de sodium (4.2.3) et mélanger durant 1 h à l'aide de l'agitateur mécanique (4.3.4).

Centrifuger la suspension durant 15 min à 210 rad/s (voir 4.3.3). Décanter la solution dans une seconde fiole conique de 1 litre (B). Laver deux fois le résidu non dissous avec 100 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2.2). Centrifuger après

chaque lavage et recueillir les liquides de lavage dans la fiole conique B. Remettre le résidu de charbon ainsi lavé dans la fiole A. Ajouter 100 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2.2) et chauffer durant 2 h sur le bain d'eau bouillante (4.3.5). Laisser refroidir, centrifuger le contenu de la fiole A jusqu'à température ambiante, puis centrifuger durant 15 min à 210 rad/s (voir 4.3.3). Décanter la solution dans la fiole B. Laver deux fois le résidu non dissous avec 100 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2.2). Centrifuger après chaque lavage et recueillir les liquides de lavage dans la fiole B.

NOTE — L'extraction devrait être complète en 7 h.

4.5.2 Filtrer le contenu de la fiole B, recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter jusqu'au trait. Pipeter 100 ml de filtrat dans un bécher et ajouter 60 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.4) pour précipiter les acides humiques. Centrifuger la suspension. Décanter la solution. Laver le résidu avec de l'eau. Répéter le lavage jusqu'à ce que la peptisation des acides humiques commence, laquelle est signalée par la formation d'un gel ou d'un colloïde. Ajouter 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.4) à la solution colloïdale pour reprécipiter les acides humiques.

Séparer du liquide le précipité ainsi obtenu en le filtrant sur un papier filtre sans cendres préalablement séché jusqu'à masse constante dans l'étuve (4.3.2) réglée à 90 ± 5 °C. Transférer le papier filtre dans un vase à peser préalablement chauffé jusqu'à masse constante dans l'étuve (4.3.2) réglée à 90 ± 5 °C. Sécher le vase et le précipité à une température de 90 ± 5 °C durant 1 h. Retirer le vase de l'étuve, laisser refroidir d'abord durant 5 min à l'air, puis dans un dessiccateur contenant un agent déshydratant approprié, et peser. Répéter les opérations de séchage, de refroidissement et de pesée jusqu'à ce que les résultats de deux pesées successives ne diffèrent pas de plus de 0,000 1 g. Noter la masse.

Transférer le précipité et le papier filtre dans un creuset préalablement chauffé jusqu'à masse constante dans le four à moufle (4.3.6) réglé à une température de 600 ± 25 °C. Calciner le creuset et son contenu à une température de 600 ± 25 °C durant 1 à 2 h. Retirer le creuset du four, laisser refroidir d'abord durant 5 min à l'air, puis dans un dessiccateur contenant un agent déshydratant approprié, et peser. Répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesée jusqu'à ce que les résultats de deux pesées successives ne diffèrent pas plus de 0,000 1 g. Noter la masse.

5 Détermination de la teneur en acides humiques libres

5.1 Principe

Élimination des bitumes, extraction en une seule étape d'un échantillon de charbon avec une solution d'hydroxyde de sodium à 1 % (m/m), précipitation des acides humiques avec un excès d'acide minéral, et pesée du précipité. (Voir la note de 4.1.)

5.2 Réactifs

Voir 4.2.

5.3 Appareillage

Voir 4.3.

5.4 Préparation de l'échantillon

Voir 4.4.

5.5 Mode opératoire

Peser 2,0 g (masse sèche et sans cendres) de l'échantillon pour analyse (4.4). Mettre la prise d'essai dans une fiole conique de 250 ml (A). Ajouter 100 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2.2). Chauffer durant 2 h sur le bain d'eau bouillante (4.3.5). Laisser refroidir le contenu de la fiole A jusqu'à température ambiante, puis centrifuger durant 15 min à 210 rad/s (voir 4.3.3). Décanter la solution dans une seconde fiole conique de 500 ml (B). Laver deux fois le résidu non dissous avec 100 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (4.2.2). Centrifuger après chaque lavage et recueillir les liquides de lavage dans la fiole B.

Filter la solution alcaline contenue dans la fiole B, recueillir le filtrat dans une fiole jaugée de 500 ml et compléter jusqu'au trait. Pipetter 100 ml de la solution alcaline dans un bécher, ajouter 60 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.4) et procéder comme décrit en 4.5.2.

6 Expression des résultats

Calculer la teneur totale en acides humiques ou la teneur en acides humiques libres, exprimée en pourcentage en masse de l'échantillon sec sans cendres et sans bitumes (H_{dabf}) à l'aide de la formule

$$\frac{100 V (m_1 - m_2)}{V_1 m}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, d'acides humiques secs;

m_2 est la masse, en grammes, du résidu de cendres d'acides humiques;

V est le volume total, en millilitres, de la solution alcaline;

V_1 est le volume, en millilitres, de la partie aliquote de la solution alcaline;

m est la masse, en grammes, de charbon prélevé (masse sèche sans cendres et sans bitumes), calculée à l'aide de l'équation

$$m = m_3 \left(\frac{100 - w_W^a - w_A^a}{100} \right)$$

dans laquelle

m_3 est la masse, en grammes, de charbon sans bitumes prélevé par l'analyse;

w_W^a est l'humidité, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon de charbon sans bitumes;

w_A^a est le taux de cendres, exprimé en pourcentage en masse, de l'échantillon de charbon sans bitumes.

Exprimer les résultats à 0,1 % (m/m) près.

7 Fidélité de la méthode

Teneur totale en acides humiques et teneur en acides humiques libres	Différences maximales admissibles entre les résultats d'analyses effectuées en double	
	Dans un même laboratoire (Répétabilité)	Dans des laboratoires différents (Reproductibilité)
Jusqu'à 20 %	10 % du résultat le plus faible	20 % du résultat le plus faible
Plus de 20 %	5 % du résultat le plus faible	10 % du résultat le plus faible

7.1 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations effectuées à différentes périodes, dans un même laboratoire, par la même personne utilisant le même appareillage, sur le même échantillon pour analyse, ne doivent pas différer de plus de la valeur indiquée ci-dessus.

7.2 Reproductibilité

Les moyennes des résultats de deux déterminations, effectuées dans deux laboratoires différents, sur des prises d'essai représentatives prélevées sur le même échantillon après le stade final de la préparation de l'échantillon, ne doivent pas différer de plus de la valeur indiquée ci-dessus.

8 Procès-verbal d'essai

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

- 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5073:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f469a6b3-2abb-4733-ad41-f6cd4034d277/iso-5073-1985>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5073:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f469a6b3-2abb-4733-ad41-f6cd4034d277/iso-5073-1985>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5073:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f469a6b3-2abb-4733-ad41-f6cd4034d277/iso-5073-1985>