

Norme internationale



7404/3

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

**Méthodes d'analyse pétrographique des charbons bitumineux et de l'antracite —
Partie 3: Détermination de la composition en groupes de macéraux**

ITeH STANDARD PREVIEW

Methods for the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite — Part 3: Method of determining maceral group composition

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1984-11-15

ISO 7404-3:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e28ca1be-5d9d-495e-9cb7-9721b579ec53/iso-7404-3-1984>



CDU 662.66 : 552 : 620.186

Réf. n° : ISO 7404/3-1984 (F)

Descripteurs : minéral, combustible solide, charbon, charbon bitumineux, anthracite, essai, dosage, matière organique, matière minérale, analyse microscopique.

Prix basé sur 4 pages

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 7404/3 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27.
Combustibles minéraux solides.

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

[ISO 7404-3:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e28ca1be-5d9d-495e-9cb7-9721b579ec53/iso-7404-3-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e28ca1be-5d9d-495e-9cb7-9721b579ec53/iso-7404-3-1984>

Méthodes d'analyse pétrographique des charbons bitumineux et de l'anhracite —

Partie 3: Détermination de la composition en groupes de macéraux

0 Introduction

0.1 L'importance des analyses pétrographiques a été reconnue à l'échelle internationale pour ce qui concerne la genèse, les variations verticales et latérales, la continuité, le métamorphisme et les utilisations du charbon. Le Comité international de pétrographie des charbons (International Committee for Coal Petrology, ICCP) a émis des recommandations concernant la nomenclature et les méthodes d'analyse, et il a publié un manuel complet décrivant en détail les caractéristiques d'une gamme étendue de charbons. La teneur de la présente Norme internationale est essentiellement conforme à ce manuel, et contient de nombreux commentaires utiles avancés par les membres du Comité international de pétrographie des charbons et des comités membres de l'ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*.

Les analyses pétrographiques d'un charbon déterminent des renseignements relatifs au rang, à la composition des macéraux et des microlithotypes ainsi qu'à la répartition des matières minérales dans le charbon. Le pouvoir réflecteur de la vitrinite est une mesure utile du rang du charbon, et la répartition du pouvoir réflecteur de la vitrinite dans un mélange de charbons, en même temps qu'une analyse des groupes de macéraux, donnent des renseignements relatifs à certaines propriétés chimiques et technologiques importantes du mélange.

La présente Norme internationale traite des méthodes d'analyse pétrographique actuellement utilisées pour caractériser le charbon bitumineux et l'anhracite dans la perspective de leur utilisation technique. Elle établit un système permettant l'analyse pétrographique et comprend cinq parties distinctes:

Partie 1: Glossaire de termes.

Partie 2: Préparation d'échantillons de charbon.¹⁾

Partie 3: Détermination de la composition en groupes de macéraux.

Partie 4: Détermination de la composition en microlithotypes.²⁾

Partie 5: Détermination au microscope du pouvoir réflecteur de la vitrinite.

Pour tous renseignements relatifs à la nomenclature et à l'analyse des lignites, il faut se référer au *Lexique international de pétrographie des charbons*³⁾ publié par le Comité international de pétrographie des charbons.

0.2 Les macéraux sont les constituants organiques du charbon, identifiables au microscope, que l'on peut rassembler en trois groupes: la vitrinite, l'exinite (liptinite) et l'inertinite. Les propriétés d'un charbon donné sont déterminées par les proportions et les associations des macéraux et substances minérales présents, ainsi que par le rang du charbon. La méthode décrite dans la présente partie de l'ISO 7404 ne s'applique qu'aux déterminations effectuées sous un faisceau de lumière blanche réfléchie. Les déterminations utilisant d'autres techniques, par exemple la microscopie par fluorescence, peuvent donner des résultats différents, mais elles ne sont pas encore arrivées à un stade permettant leur normalisation.

Outre les macéraux, il est possible d'identifier dans le charbon certaines substances minérales qui peuvent être séparées ou non en espèces distinctes. Étant donné qu'il n'est pas possible d'établir d'une manière satisfaisante au microscope le taux de matières minérales totales, on le déduit du taux de cendres.

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 7404 spécifie une méthode de détermination des proportions des groupes de macéraux (et, si on le souhaite, des substances minérales) dans les charbons. Elle ne concerne que les déterminations effectuées sur des blocs de grains polis en lumière blanche réfléchie. Si nécessaire, on peut déterminer par cette même méthode les proportions des différents macéraux. Elle ne concerne pas la détermination des proportions des associations naturelles de macéraux, c'est-à-dire microlithotypes (voir ISO 7404/4).

1) Actuellement au stade de projet.

2) En cours d'élaboration.

3) La deuxième édition (1963), avec le supplément publié en 1971, peut être obtenue auprès du Professeur D.G. Murchison, Organic Geochemistry Unit, Department of Geology, University of Newcastle, Newcastle-upon-Tyne, NE1 7RU, Angleterre. Le supplément publié en 1973 peut être obtenu auprès du Centre national de la recherche scientifique, 15, quai Anatole-France, F-75007 Paris, France.

2 Références

ISO 7404, Méthodes d'analyse pétrographique des charbons bitumineux et de l'antracite —

Partie 1: Glossaire de termes.

Partie 2: Préparation d'échantillons de charbon. 1)

Partie 4: Détermination de la composition en microlithotypes. 2)

Partie 5: Détermination au microscope du pouvoir réflecteur de la vitrinite.

3 Définitions

Dans le cadre de la présente partie de l'ISO 7404, les définitions de l'ISO 7404/1 sont applicables.

4 Principe

Un échantillon représentatif de charbon est utilisé pour préparer un bloc de grains comme décrit dans l'ISO 7404/2. Ce bloc est examiné à l'aide d'un microscope à lumière réfléchie, en immersion, et les macéraux sont identifiés par leur pouvoir réflecteur relatif, leur couleur et leur morphologie. Leurs proportions sont déterminées par une méthode de comptage par points.

5 Produits

Milieu d'immersion, ayant un indice de réfraction convenable et compatible avec l'objectif du microscope.

NOTE — S'il faut mesurer le pouvoir réflecteur des macéraux, une huile d'immersion telle que spécifiée dans l'ISO 7404/5 doit être utilisée.

6 Appareillage

6.1 Microscope à lumière réfléchie, ayant un objectif à immersion de X 25 à X 60 de grandissement et un oculaire de X 8 à X 12 de grossissement. L'oculaire doit être muni d'un réticule croisé fin.

6.2 Platine mécanique, pouvant faire avancer l'échantillon par étapes d'égale longueur, de sorte qu'une proportion négligeable des particules examinées puisse faire l'objet de plusieurs comptages. La longueur de chaque étape doit être égale à la moitié du diamètre maximal des particules, soit 0,5 à 0,6 mm pour les échantillons ayant une dimension normalisée de 1 mm. La platine doit aussi permettre un déplacement analogue, par étapes, dans le sens perpendiculaire. Le premier déplacement est de préférence déclenché par le mécanisme de comptage, tandis que le mouvement perpendiculaire peut être réalisé d'une manière satisfaisante à la main.

6.3 Compteur, pouvant enregistrer les comptages dans chaque catégorie et, de préférence, le total général des constituants pétrographiques.

6.4 Matériel de montage des échantillons, comprenant des lames porte-objets, de la pâte à modeler et un dispositif de mise à niveau.

7 Mode opératoire

Régler le microscope (6.1) pour permettre un éclairage de Köhler. Placer la section polie du bloc de grains sur la platine, déposer le liquide d'immersion (chapitre 5) sur la surface du bloc, mettre au point et observer l'image au microscope. Identifier le constituant se trouvant à l'intersection des fils du réticule et effectuer le comptage par points comme suit:

Point d'intersection des fils du réticule sur	Action
Vitrinite (V), exinite (E) ou inertinite (I)	Appuyer sur le bouton du compteur correspondant au groupe.
Substance d'enrobage	Ne pas tenir compte du point.
Matière minérale (MM)	Appuyer sur le bouton du compteur correspondant à la pyrite, au schiste, etc., ou bien ne pas tenir compte du point (voir 0.2 et chapitre 9).
Limite entre des macéraux ou entre un macéral et une substance d'enrobage	Examiner, dans l'ordre, la substance se trouvant contiguë à l'intersection des réticules, en haut à droite, en bas à gauche et en haut à gauche. Prendre le premier des cadrans ne possédant pas de frontière et appuyer sur le bouton pour cette substance (voir la figure).
Pore vide dans un macéral ou une cavité	Ne pas tenir compte du point.

Faire avancer le bloc par étapes successives de gauche à droite, et continuer le comptage jusqu'à l'autre extrémité de l'échantillon. Après un parcours, faire avancer le bloc d'une étape de longueur au moins égale, dans le sens perpendiculaire, et recommencer un autre trajet parallèle. La longueur de l'étape doit être de façon à assurer un comptage uniforme des points sur la surface du bloc de particules.

Le nombre total des comptages doit être d'au moins 500 points.

1) Actuellement au stade de projet.

2) En cours d'élaboration.

ITeCh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7404-3:1984

index de réfraction convenable standards/sist/e28ca1be-5d9d-495e-9cb7-9721b579ec53/iso-7404-3-1984

pas

Li pas

pas

fs

Li d'un pas

pas

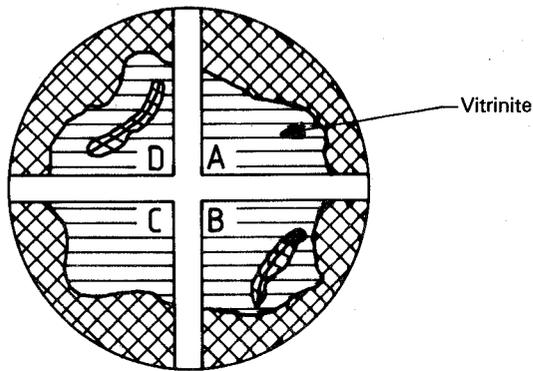
du pas

pas comptages

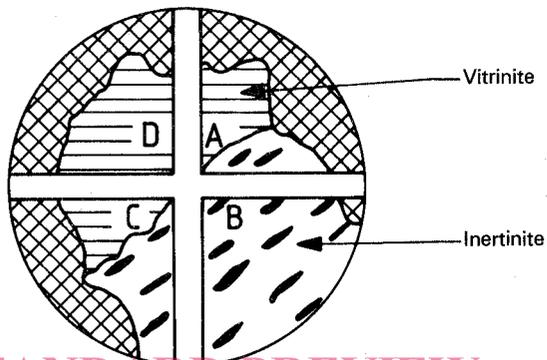
de points acceptés

et choisir la

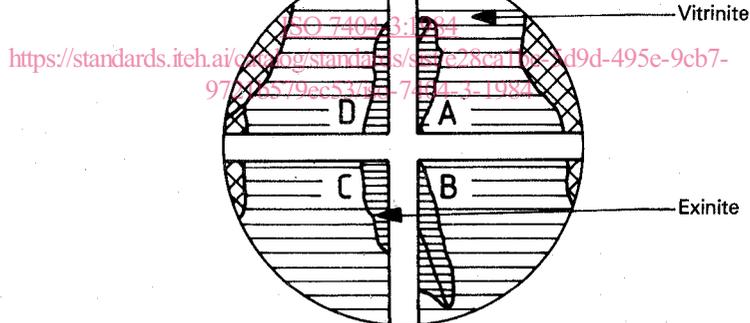
Voilà ISO 7404/4



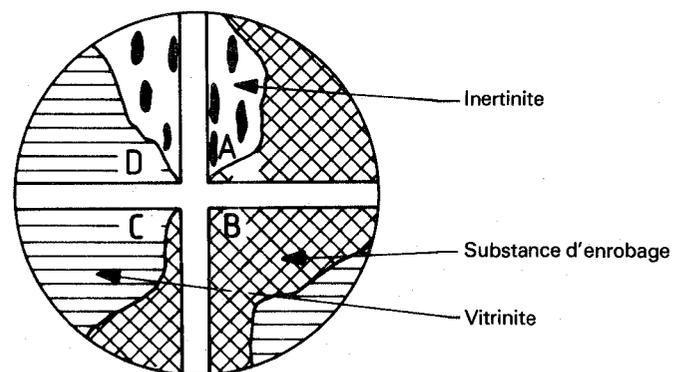
a) Cas normal — Point de comptage A (vitrinite)



b) Cas limite — Point de comptage B (inertinite)
(standards.iteh.ai)



c) Cas limite — Point de comptage C (exinite)



d) Cas limite — Point non pris en compte

NOTE — La largeur des fils du réticule a été exagérée aux fins de clarté.

Figure — Cas normal et limites entre des macéraux ou entre un macéral et une substance d'enrobage

8 Expression des résultats

Calculer le pourcentage volumique de chaque constituant. Ce pourcentage est égal au pourcentage de points correspondants, les résultats étant ramenés au nombre entier le plus proche. La forme des résultats dépend de la méthode utilisée pour ce qui est des matières minérales (voir 0.2), et les résultats doivent être exprimés sur l'une des bases suivantes:

- a) les matières minérales ne sont pas prises en compte:
 $\% V + \% E + \% I = 100$
- b) les matières minérales sont comptées:
 $\% V + \% E + \% I + \% MM = 100$
- c) les matières minérales sont calculées:
 $\% V + \% E + \% I + \% MM = 100$

Dans la méthode c), les matières minérales ne sont pas prises en compte dans le comptage par points, mais leur pourcentage volumique est calculé à partir des cendres, au moyen d'une relation empirique connue et acceptée.

La méthode adoptée et le nombre de points comptés doivent être mentionnés dans le procès-verbal d'essai.

NOTE — Voici des exemples des équations permettant de calculer les matières minérales, % MM, en pourcentage en volume:

$$\% MM = 0,61 w_A - 0,21 \quad \dots (1)$$

$$\% MM = \frac{w_M}{2,07 - 0,011 w_M} \quad \dots (2)$$

où

w_A est le taux de cendres, en pourcentage en masse, sur la base «sec à l'air»;

w_M est le taux de matières minérales, en pourcentage en masse, donné par l'équation

$$w_M = 1,08 w_A + 0,55 w_S$$

w_S étant la teneur en soufre, en pourcentage en masse, sur la base «sec à l'air».

L'équation (2) est fondée sur des densités relatives supposées de 1,35 et 2,8 respectivement pour les macéraux et les matières minérales.

Ces équations se sont avérées satisfaisantes dans certains bassins houillers, mais elles risquent de ne pas s'appliquer nécessairement dans toutes les parties du monde. Il est essentiel pour l'utilisateur de mettre au point des équations convenant aux charbons faisant l'objet de l'analyse.

9 Fidélité

9.1 Répétabilité

La répétabilité de la détermination du pourcentage volumique d'un constituant est la différence entre deux déterminations individuelles, chacune étant fondée sur le même nombre de comptages effectués par le même opérateur sur le même échantillon en utilisant le même appareil, 95 % de ces différences se trouvant dans la fourchette ainsi obtenue. La répétabilité peut être calculée à partir de la formule

$$(2\sqrt{2}) \sigma_t$$

où σ_t est l'écart-type théorique.

Si l'opérateur ne fait que des erreurs négligeables lors de la classification des macéraux, les résultats de l'analyse sont sujets à des écarts-types que l'on peut calculer sur la base de la loi binomiale. Si l'on enregistre, pour un groupe macéral donné,

p % du nombre total de comptages, N , l'écart-type théorique, σ_t , de p est donné par l'équation

$$\sigma_t = \sqrt{\frac{p(100-p)}{N}}$$

Les valeurs correspondant à l'écart-type théorique, au coefficient de variation et à la répétabilité, calculées pour une gamme de pourcentages volumiques d'un constituant donné, sur la base de 500 points, sont données dans le tableau.

Tableau — Écart-type théorique et répétabilité du pourcentage d'un constituant sur la base de 500 points

p	Écart-type théorique, σ_t	Coefficient de variation, $100\sigma_t/p$	Répétabilité $(2\sqrt{2})\sigma_t$
5	1,0	20	2,8
20	1,8	9	5,1
50	2,2	4,4	6,3
80	1,8	2,3	5,1
95	1,0	1,1	2,8

NOTE — Par exemple, si on trouve 80 % pour le pourcentage volumique de la vitrinite d'un échantillon, on peut s'attendre à obtenir deux résultats différant de moins de 5,1 points % (par exemple 78 % et 83 %) dans 19 cas sur 20.

9.2 Reproductibilité

La reproductibilité de la détermination du pourcentage volumique d'un constituant est la différence entre deux déterminations individuelles, chacune étant fondée sur le même nombre de comptages effectués par deux opérateurs différents sur deux sous-échantillons différents provenant du même échantillon en utilisant des appareils différents, 95 % de ces différences se trouvant dans la fourchette ainsi obtenue. La reproductibilité peut être calculée à partir de la formule

$$(2\sqrt{2}) \sigma_o$$

où σ_o est l'écart-type observé.

Les valeurs de l'écart-type observé sont normalement supérieures aux valeurs de l'écart-type théorique données dans le tableau, en raison des différences d'identification des macéraux par différents opérateurs et de la variation entre les sous-échantillons; on a constaté qu'elles variaient entre environ 1,5 et 2,0 fois les valeurs théoriques, selon le rang et l'hétérogénéité du charbon.

10 Procès-verbal d'essai

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

- a) la référence de la présente partie de l'ISO 7404;
- b) tous les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- c) le nombre de points comptés;
- d) si les matières minérales sont comptées, négligées ou calculées, et (si elles sont calculées) l'équation utilisée;
- e) les résultats obtenus;
- f) toutes autres caractéristiques de l'échantillon, observées au cours de l'analyse et pouvant être intéressantes lors de l'utilisation des résultats.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7404-3:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e28ca1be-5d9d-495e-9cb7-9721b579ec53/iso-7404-3-1984>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 7404-3:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e28ca1be-5d9d-495e-9cb7-9721b579ec53/iso-7404-3-1984>