

NORME INTERNATIONALE

ISO
7404-4

Première édition
1988-12-15



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

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

Partie 4:

Détermination de la composition en microlithotypes, carbominérites et minérites

Methods for the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite —

Part 4: Method of determining microlithotype, carbominerite and minerite composition

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 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 7404-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d668a123-fe23-44fa-82f0-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d668a123-fe23-44fa-82f0-38d55631670d/iso-7404-4-1988)

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

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

Partie 4 : Détermination de la composition en microlithotypes, carbominérites et minérites

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 déterminé donnent 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 les perspectives 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.

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

Partie 4 : Détermination de la composition en microlithotypes, carbominérites et minérites.

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*¹⁾ publié par le Comité international de pétrographie des charbons.

0.2 Les microlithotypes sont les associations naturelles de macéraux qui caractérisent les différents types visibles de charbon. Par convention, l'identité d'un microlithotype est déterminée par le ou les groupes de macéraux apparaissant dans une zone d'au moins $50 \mu\text{m} \times 50 \mu\text{m}$ et présent(s) en quantités d'au moins 5 % par volume. Ils peuvent donc comprendre un seul macéral ou groupe de macéraux s'il dépasse ces dimensions. Les microlithotypes peuvent comprendre jusqu'à 20 % par volume de minéraux tels que l'argile, le quartz et les carbonates, ou jusqu'à 5 % par volume de minéraux sulfurés. Si la teneur en matière minérale dépasse ces valeurs, le matériau reçoit le nom de minérite ou carbominérite selon les proportions de charbon et de matière minérale.

Les carbominérites peuvent être subdivisées selon le type de la matière minérale.

Les microlithotypes apportent des informations sur la genèse des gisements de houille et peuvent aider à résoudre les problèmes de corrélation des gisements. Comme ils déterminent, avec le rang et la matière minérale, la dureté et la masse volumique du charbon en vrac, les microlithotypes affectent le comportement du charbon dans l'exploitation minière et les processus de préparation du charbon. Les différents microlithotypes déterminent, dans des conditions géologiques données, la répartition des microfissures et, dans une moindre mesure, le clivage dans le charbon. Les résultats des analyses de macéraux peuvent être interprétés de façon plus significative si l'on connaît la composition en microlithotypes. Cette information peut aider à expliquer le comportement du charbon dans les processus d'utilisation commerciale et expérimentale dans lesquels on sait que l'association des macéraux est importante.

1) 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.

NOTE — Le pourcentage volumique de carbonate, d'argile et de minéraux de quartz d'une part, et celui des minéraux sulfurés d'autre part, qui définissent les carbominérites et minérites, correspondent aux masses volumiques qui séparent le charbon des mixtes et les mixtes des schistes dans la préparation du charbon.

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 7404 spécifie une méthode utilisant un réticule avec 20 intersections, pour la détermination des proportions de microlithotypes, de carbominérite et de minérite dans le charbon. Elle traite uniquement des déterminations effectuées sur des blocs de particules polis utilisant la lumière blanche réfléchie.

2 Références

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

- Partie 1: *Glossaire des termes.*
- Partie 2: *Préparation d'échantillons de charbon.*
- Partie 3: *Détermination de la composition en groupes de macéraux.*
- 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 ainsi que la suivante sont applicables.

point: Observation d'une portion du bloc de particules à travers le réticule de l'oculaire, faite pendant l'analyse.

NOTE — L'affectation d'un point à un microlithotype particulier, ou à la carbominérite ou à la minérite, est déterminée par les macéraux et/ou la matière minérale présents aux 20 intersections du réticule. Un point est seulement compté si au moins 10 intersections tombent sur une particule.

4 Principe

Un échantillon représentatif de charbon est utilisé pour préparer un bloc de particules comme décrit dans l'ISO 7404-2. Ce bloc est examiné à l'aide d'un microscope à lumière réfléchie et d'une technique de comptage par points. Les microlithotypes sont identifiés, en immersion, d'après leur composition macérale dans une substance d'enrobage. Les proportions de macéraux sont déterminées en utilisant un réticule avec une grille comportant 20 points d'intersection espacés pour définir une distance de 50 µm sur l'échantillon entre les intersections extrêmes respectivement dans les directions x (abscisse) et y (ordonnée). L'utilisation d'un tel réticule permet à l'analyste de se conformer à la stipulation de volume minimal de 5 % et de dimension minimale de 50 µm.

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 sur la même section de grains, une huile d'immersion telle que spécifiée dans l'ISO 7404-5 devrait 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 permettre l'insertion d'un réticule.

6.2 Réticule, portant une grille avec 20 intersections conforme au modèle de la figure 1. La distance effective entre les intersections extrêmes dans les directions x et y est respectivement de 50 µm.

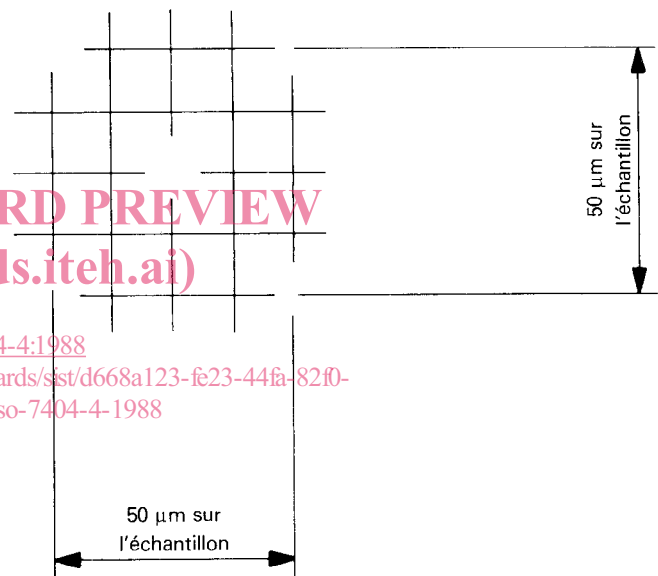


Figure 1 — Dessin d'une grille pour l'analyse des microlithotypes

NOTES

1 On peut supposer qu'avec un nombre total de 20 intersections, un macéral apparaissant sous une seule intersection occupe 5 % du volume de la zone couverte par la grille.

2 Le réticule est conçu pour être utilisé avec une combinaison particulière de l'objectif et de l'oculaire. Le changement de l'objectif ou de l'oculaire nécessitera l'utilisation d'une grille de différentes dimensions.

6.3 Platine mécanique, pouvant faire avancer l'échantillon dans la direction x par pas d'égale longueur, de sorte qu'une proportion négligeable des particules examinées puisse faire l'objet de plusieurs comptages. La longueur de chaque pas 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 pas, dans la direction y . Le déplacement de la platine peut être déclenché à la main ou par le mécanisme de comptage.

6.4 Compteur, pouvant enregistrer les points dans chaque catégorie et, de préférence, le total général des points comptés.

6.5 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

Insérer le réticule (6.2) dans l'oculaire du microscope (6.1).

Régler le microscope pour permettre un éclairage de köhler. Placer la section polie du bloc de particules préparé conformément à l'ISO 7404-2, sur la platine. Ajouter le milieu d'immersion sur la surface du bloc, mettre au point et observer l'image au microscope.

Déterminer le nombre d'intersections sur la particule afin de décider si on doit l'enregistrer comme point dans la technique de comptage et, s'il en est ainsi, si on doit la classer dans la catégorie des microlithotypes, des carbominérites ou des minérites. Si le nombre d'intersections sur une particule est 10 ou plus, le point doit être accepté pour l'analyse. Si il n'y a aucune intersection sur le charbon ou la matière minérale, on ignore le point (c'est-à-dire qu'on ne l'enregistre pas). Si le nombre est inférieur à 10, il doit être enregistré comme catégorie rejetée et l'on doit faire avancer la platine d'un pas. Le nombre de ces points rejetés ne doit pas dépasser 10 % du total des points acceptés et rejetés. Si la proportion dépasse 10 %, il se peut que l'on ait produit des fines en excès pendant la préparation et un nouvel échantillon devrait être préparé si l'on dispose d'assez de matériau. Si cela n'est pas possible, ce fait doit être enregistré dans le procès-verbal d'essai. Pour identifier le matériau sous chaque intersection, appliquer le mode opératoire décrit dans l'ISO 7404-3. La figure 2 présente les critères permettant de déterminer les points acceptés et les points rejetés.

Si la particule est jugée apte à l'analyse, déterminer le nombre d'intersections apparaissant sur la matière minérale. Si le nombre d'intersections sur la matière minérale dépasse le nombre indiqué dans le tableau 1 pour un nombre donné d'intersections sur la particule, le matériau est soit de la carbominérite, soit de la minérite.

Tableau 1 — Nombre maximal autorisé d'intersections tombant sur la matière minérale pour le point que l'on doit classer comme microlithotype

Nombre d'intersections tombant sur la particule	Nombre d'intersections tombant sur	
	le carbonate, l'argile, le quartz	le sulfure
16 à 20	3	0
11 à 15	2	0
10	1	0

Si la particule est un microlithotype, elle est identifiée selon les critères présentés dans le tableau 2 en ne tenant pas compte des intersections sur le carbonate, l'argile ou le quartz.

Tableau 2 — Délimitation des microlithotypes

Microlithotype	Emplacement des intersections tombant sur le charbon
Vitrite	Toutes les intersections dans la vitrinite
Liptite	Toutes les intersections dans l'exinite (liptinite)
Inertite	Toutes les intersections dans l'inertinite
Clarite	Toutes les intersections dans la vitrinite et l'exinite, au moins une intersection dans chacun des deux groupes de macéraux
Durite	Toutes les intersections dans l'inertinite et l'exinite, au moins une intersection dans chacun des deux groupes de macéraux
Vitrinertite	Toutes les intersections dans la vitrinite et l'inertinite, au moins une intersection dans chacun des deux groupes de macéraux
Trimacérite	Au moins une intersection dans chacun des trois groupes de macéraux

Ces critères sont applicables aux microlithotypes contenant des matières minérales ne dépassant pas les limites fixées dans le tableau 1.

Si les intersections sur la substance minérale dépassent les limites fixées dans le tableau 1, déterminer si la particule est de la minérite ou de la carbominérite conformément aux critères présentés dans le tableau 3 et le tableau 4, si nécessaire. Lorsqu'on utilise le tableau 3 pour identifier la carbominérite ou la minérite, les minéraux apparaissant sous les intersections doivent être des sulfures

Tableau 3 — Délimitation des carbominérites (à l'exception de la carbopolyminérite avec sulfure) et minérites

Nombre d'intersections tombant sur la particule	Carbominérite		Minérite	
	Nombre d'intersections tombant sur le carbonate, l'argile, le quartz	le sulfure	Nombre d'intersections tombant sur le carbonate, l'argile, le quartz	le sulfure
19 ou 20	4 à 11	1 à 3	> 11	> 3
17 ou 18	4 à 10	1 à 3	> 10	> 3
16	4 à 9	1 à 3	> 9	> 3
14 ou 15	3 à 8	1 ou 2	> 8	> 2
12 ou 13	3 à 7	1 ou 2	> 7	> 2
11	3 à 6	1 ou 2	> 6	> 2
10	2 à 5	1	> 5	> 1

ou d'autres minéraux, mais pas les deux à la fois. Les carbominérites peuvent être appelées carbankérite, carbargilite, carbosilicite, carbopyrite ou carbopolyminérite selon la matière minérale apparaissant sous les intersections.

Si à la fois le sulfure et les autres minéraux apparaissent sous les intersections de la grille, dans les limites fixées dans le tableau 4, la carbominérite est appelée carbopolyminérite; sinon, la particule est à nouveau classée comme minérite.

Tableau 4 — Délimitation de la carbopolyminérite avec sulfure

Nombre d'intersections tombant sur la particule	Carbopolyminérite	
	Nombre d'intersections tombant sur le carbonate, l'argile, le quartz	le sulfure
16 à 20	1 à 3	1 à 3
11 à 15	1 ou 2	1 ou 2
10	1	1

Le (ou les) groupe(s) de macéraux associé(s) à la matière minérale et apparaissant sous les intersections résiduelles de la grille peut (peuvent) être enregistré(s) pour mieux caractériser la carbominérite.

Une fois le point identifié, faire avancer le bloc de particules d'un pas le long de l'axe des *x* et continuer à compter et à parcourir l'échantillon. À la fin d'une ligne transversale, faire avancer le bloc d'un pas de longueur au moins égale à la précédente sur l'axe des *y* pour commencer la ligne transversale parallèle suivante. Choisir la longueur du pas de façon à assurer un comptage uniforme des points sur la surface du bloc de particules.

Le nombre total de points acceptés doit être d'au moins 500.

NOTE — Pour la détermination d'un microlithotype, on ne tiendra compte que du ou des groupes(s) de macéraux apparaissant sous les intersections. Si une limite naturelle entre deux microlithotypes différents se trouve sous la grille, la détermination se fait comme s'il n'y avait pas de limite.

8 Expression des résultats

Rapporter le nombre de points acceptés par microlithotype, par carbominérite et par minérite sous forme de pourcentage du nombre total de points acceptés. Exprimer les valeurs obtenues en pourcentages volumiques ramenés au nombre entier le plus proche.

Le nombre de points acceptés et le pourcentage de points rejetés doivent être indiqués dans le procès-verbal d'essai. Le tableau 5 donne un exemple de la méthode appropriée pour exprimer les résultats.

La nature du charbon associé à la carbominérite et à la minérite, si elle a été déterminée, peut être exprimée

- sous la forme d'observations qualitatives d'ordre général, ou
- sous la forme de valeurs quantitatives de groupes de macéraux sous les intersections restantes

comme indiqué dans le tableau 6.

Tableau 5 — Exemple de méthode d'expression des résultats

Échantillon n°	Date:	
Microlithotype	Nombre de points acceptés	Pourcentage volumique
Vitrite	101	20
Liptite		
Inertite	64	13
Clarite	57	11
Durite	115	23
Vitrinerite		
Trimacérite	141	28
Total microlithotypes		95
Carbominérite	Nombre de points acceptés	Pourcentage volumique
Carbargilite	13	3
Carbankérite		
Carbosilicite		
Carbopyrite	5	1
Carbopolyminérite		
Total carbominérite		4
Minérite	Nombre de points acceptés	Pourcentage volumique
	4	1
Total général		100

Nombre total de points acceptés 500
 Pourcentage de points rejetés 7

Tableau 6 — Nature du charbon associé à la carbominérite et à la minérite (exemple)

Carbo-minérite/minérite (spécifier)	Groupe(s) de macéraux associé(s) observé(s) ¹⁾	Nombre de points acceptés	Points acceptés en pourcentage de carbominérite/minérite spécifiée
Carbargilite	V	3	20
	V + E	12	80
Carbopyrite	V	1	20
	V + E	3	60
	V + E + I	1	20
Minérite	V + I	5	100

- E = exinite
 I = inertinite
 V = vitrine

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 microlithotypes, 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 et à la répétabilité, calculées pour une gamme de pourcentages volumiques d'un constituant donné, sur la base de 500 comptages de points, sont données dans le tableau 7.

Tableau 7 — Écart-type théorique et répétabilité du pourcentage d'un constituant sur la base de 500 comptages de points

Pourcentage volumique, p	Écart-type théorique, σ_t , du pourcentage volumique	Répétabilité, $(2\sqrt{2})\sigma_t$
5	1,0	2,8
20	1,8	5,1
50	2,2	6,3
80	1,8	5,1
95	1,0	2,8

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

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

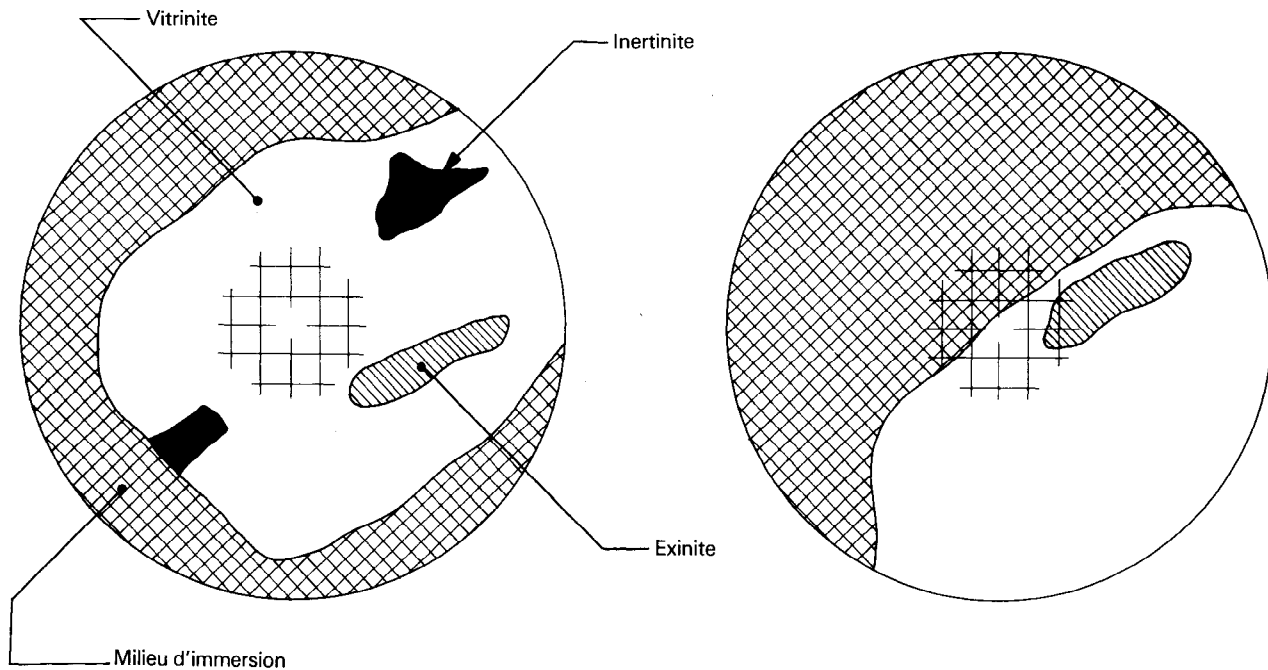
où σ_o est l'écart-type observé.

Les valeurs de l'écart-type observé sont normalement supérieures aux valeurs de l'écart-type théorique données dans le tableau 7, en raison des différences d'identification des microlithotypes ou des macéraux par différents opérateurs et de la variation entre les sous-échantillons. Actuellement, il n'existe pas suffisamment de preuves d'analyses conjuguées permettant d'évaluer l'effet d'une mauvaise identification.

10 Procès-verbal d'essai

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

- la référence de la présente partie de l'ISO 7404;
- tous les détails nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- le nombre de points acceptés analysés et le pourcentage des points rejetés;
- les résultats obtenus;
- la nature du charbon associé à la carbominérite et à la minérite si elle a été déterminée.



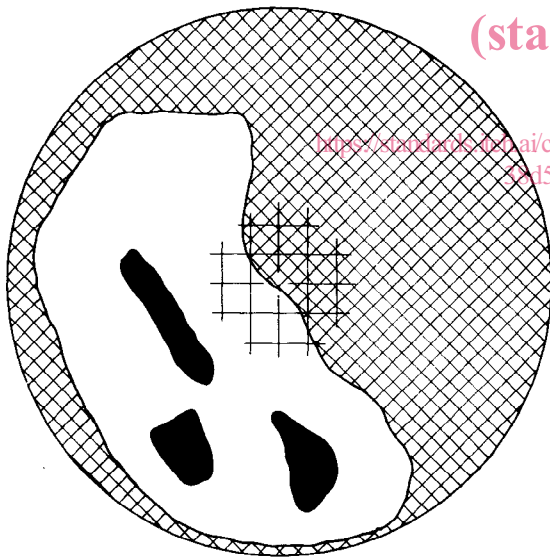
a) Point accepté
 Toutes les intersections sur le charbon
 Microlithotype vitrite
 Toutes les intersections sur la vitrinite

b) Point accepté
 > 10 intersections sur le charbon
 Microlithotype clarite
 9 intersections sur la vitrinite, 2 sur l'exinite

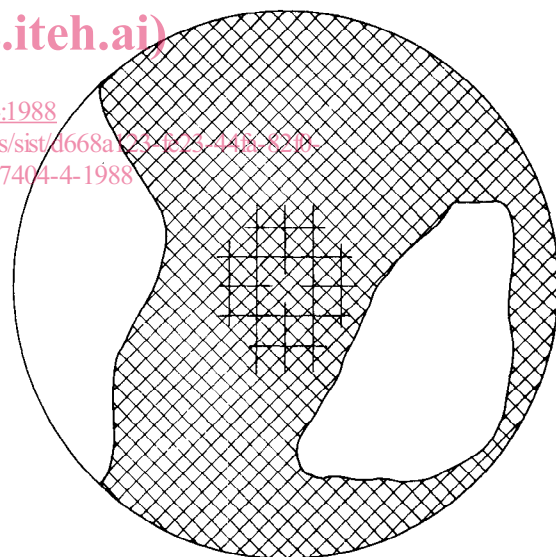
iTeh STANDARD PREVIEW
 (standards.iteh.ai)

ISO 7404-4:1988

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d668a123-4225-440b-8296-3455631670d/iso-7404-4-1988>



c) Point rejeté mais enregistré séparément
 < 10 intersections sur le charbon



d) Aucun point enregistré
 Aucune intersection sur le charbon

NOTE — Le comptage des intersections se fait sur une seule particule.

Figure 2 — Critères utilisés pour déterminer les catégories de points acceptés et rejetés

CDU 662.66 : 552.1

Descripteurs: minéral, combustible solide, charbon, charbon bitumineux, anthracite, essai, dosage, micro-lithotype, pétrographie, analyse microscopique.

Prix basé sur 6 pages