
Norme internationale



7404/5

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

**Méthodes d'analyse pétrographique des charbons bitumineux et de l'anhracite —
Partie 5 : Détermination au microscope du pouvoir réflecteur de la vitrinite**

Methods for the petrographic analysis of bituminous coal and anthracite — Part 5: Method of determining microscopically the reflectance of vitrinite

(standards.iteh.ai)

Première édition — 1984-12-01

[ISO 7404-5:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bf4c856-1689-4967-a4b5-e32c61272e3e/iso-7404-5-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4bf4c856-1689-4967-a4b5-e32c61272e3e/iso-7404-5-1984>

CDU 662.66 : 552 : 620.186

Réf. n° : ISO 7404/5-1984 (F)

Descripteurs : minéral, combustible solide, charbon bitumineux, anhracite, essai, détermination, facteur de réflectance, matériel d'essai, pétrographie, analyse microscopique.

Prix basé sur 11 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 7404/5 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27
Combustibles minéraux solides.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standard.itih.ai)
<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/4bf4c856-1689-4967-a4b5-e32c61272e3e/iso-7404-5-1984>

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

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

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 que sur 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 propriétés d'un charbon donné sont déterminées par les proportions et les associations des macéraux et des substances minérales présents (voir ISO 7404/3), ainsi que par le rang du charbon. Il existe une propriété pouvant normalement être utilisée en tant que paramètre de rang, indépendante de la composition pétrographique: il s'agit du pouvoir réflecteur de la vitrinite du charbon, pouvoir réflecteur qui augmente avec le degré de houillification.

Le pouvoir réflecteur des sub-macéraux de la vitrinite n'est pas constant, même dans une couche unique, de sorte que la valeur obtenue dépendra du choix des sub-macéraux utilisés pour le mesurage. Les mesurages du pouvoir réflecteur sont effectués sur un sub-macéral de la vitrinite, ou sur plusieurs, et, dans le procès-verbal d'essai, il sera nécessaire de mentionner sur quels sub-macéraux les mesurages ont été effectués. En conséquence, le mesurage du pouvoir réflecteur de la vitrinite exige une étape fondamentale, qui consiste en l'identification de la vitrinite et de ses différents sub-macéraux. Dans ce but, il convient de se reporter à l'ISO 7404/1.

Le pouvoir réflecteur obtenu dépend aussi de la nature même du pouvoir réflecteur mesuré (pouvoir réflecteur maximal ou pouvoir réflecteur aléatoire), de sorte qu'il convient de le mentionner dans le procès-verbal d'essai.

Toutes ces méthodes d'analyse sont applicables à des couches de charbon individuelles ou à des mélanges, à condition qu'il y ait un nombre suffisant de mesurages pour permettre un échantillonnage sans biais sur un échantillon représentatif.

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.

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 7404 spécifie une méthode de détermination au microscope du pouvoir réflecteur maximal et du pouvoir réflecteur aléatoire, dans l'huile, des surfaces polies de la vitrinite des charbons. La méthode est applicable à la caractérisation soit de charbons provenant de veines uniques, soit de mélanges de charbons couvrant la totalité de la gamme de rangs des charbons bitumineux et de l'anhracite.

La méthode exige que l'opérateur identifie la vitrinite. Les mesures du pouvoir réflecteur de la vitrinite obtenues par analyse automatique au microscope et ordinateur n'entrent pas dans le cadre de la présente partie de l'ISO 7404.

2 Référence

ISO 7404/1, *Méthodes d'analyse pétrographique des charbons bitumineux et de l'anhracite — Partie 1 : Glossaire de termes.*

3 Définitions

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

4 Principe

Une lumière de longueur d'onde 546 nm d'incidence quasi normale, réfléchiée par une particule de vitrinite parfaitement polie — le mesurage étant effectué sous immersion d'huile à l'aide d'un photomultiplicateur ou d'un dispositif analogue — est comparée à la lumière réfléchiée, dans des conditions identiques, par un certain nombre d'étalons de pouvoir réflecteur connu. Étant donné que les différentes particules de vitrinite se trouvant même dans une couche de charbon unique présentent toujours de petites différences de propriétés optiques, il est effectué un nombre suffisant de lectures portant sur différentes particules, pour s'assurer que les résultats sont représentatifs.

5 Matériaux

5.1 Huile d'immersion, non siccative, non corrosive et ayant un indice de réfraction de $1,5180 \pm 0,0004$ à 23°C , à une longueur d'onde de 546 nm, avec un coefficient de température $-dn/dt$ inférieur à $0,0005\text{ K}^{-1}$.

NOTES

1 Si l'huile provient d'un flacon qui a été ouvert pour la première fois plus d'un an avant l'expérience, elle ne doit pas être utilisée, à moins d'effectuer un contrôle de l'indice de réfraction.

2 L'huile ne doit pas contenir de biphényles polychlorés ou d'autres constituants toxiques.

5.2 Étalons.

5.2.1 Étalons du pouvoir réflecteur, consistant en des surfaces polies de matériaux qui doivent

a) être isotropes (ou être des sections de base de minéraux uniaxes);

b) résister à l'usure et à la corrosion;

c) présenter un pouvoir réflecteur constant sur une longue période;

d) être exempts d'inclusions, de limites entre grains, de discontinuités, de fissures ou de fractures internes;

e) présenter un indice d'absorption suffisamment faible pour être négligeable.

Pour éviter qu'une quantité de lumière trop importante, autre que celle réfléchiée par la surface supérieure, ne retourne à l'objectif, le corps de l'étalon doit avoir une profondeur supérieure à 5 mm, ou avoir la forme d'un coin. La surface inférieure doit être mate si elle fait, avec la surface polie supérieure, un angle inférieur à 10° .

Les côtés doivent être protégés de la lumière extérieure.

Le pouvoir réflecteur des étalons doit être proche du pouvoir réflecteur du charbon à mesurer, et il faut utiliser au moins trois étalons de ce genre, avec des pouvoirs réflecteurs bien distincts. (Voir note 2.)

Si le mesurage porte sur un charbon dont le pouvoir réflecteur est supérieur à 2,0 %, il faudra utiliser un ou plusieurs étalons supplémentaires, de pouvoir réflecteur supérieur à 2,0 %.

Tableau 1. — Exemples d'étalons du pouvoir réflecteur couramment utilisés

Designation	Indice de réfraction	Pouvoir réflecteur (%) dans une huile d'indice de réfraction 1,518 à 546 nm (voir 5.1)
Verres optiques	1,70 à 1,97	0,32 à 1,66
Spinelles	1,73	0,42
Saphir blanc	1,77	0,59
Grenat à l'yttrium aluminium (YAG)	1,84	0,92
Grenat au gadolinium gallium (3G)	1,98	1,73
Diamant	2,42	5,28
Carbure de silicium	2,66	7,50

Le tableau 1 ne donne que les valeurs moyennes pour les étalons indiqués. Pour chaque étalon, il est nécessaire de déterminer exactement le pouvoir réflecteur en utilisant un étalon comparable, ou au moyen d'une détermination de l'indice de réfraction.

La connaissance, pour une longueur d'onde de 546 nm, de l'indice de réfraction, n , et de l'indice d'absorption, α (s'il est important), permet de calculer le pouvoir réflecteur, R , en pourcentage, au moyen de l'équation

$$R = \frac{(n - 1,518)^2 + n^2 \alpha^2}{(n + 1,518)^2 + n^2 \alpha^2} \times 100$$

Quand on ne connaît pas l'indice de réfraction, ou quand on pense que les propriétés de surface ne sont pas exactement les mêmes que les propriétés dans la masse, il est nécessaire de

déterminer le pouvoir réflecteur par une comparaison soignée avec un étalon de pouvoir réflecteur connu (voir note 3).

NOTES

- 1 Une méthode recommandée pour le montage d'un étalon en forme de coin est illustrée par la figure 1.
- 2 Pour mesurer un charbon dont le pouvoir réflecteur est de l'ordre de 1,0 %, il faudra utiliser des étalons dont les pouvoirs réflecteurs sont approximativement de 0,6 %, 1,0 % et 1,6 %.
- 3 Il est nécessaire de nettoyer soigneusement les étalons pour éviter de rayer la surface polie. Il peut aussi se produire une ternissure. Quand la surface devient rayée, ou quand une comparaison avec les autres étalons montre que le pouvoir réflecteur a changé, il faut effectuer un polissage.

5.2.2 Étalon zéro : Étalon non réfléchissant, consistant en un bloc de résine opaque ou de charbon, possédant un trou d'environ 5 mm de diamètre et d'environ 5 mm de profondeur, foré dans sa surface supérieure et rempli d'huile d'immersion.

6 Appareillage

6.1 Microscope à lumière réfléchie, binoculaire, polarisant, avec photomètre

NOTE — Les lettres de référence renvoient à la figure 2.

6.1.1 Source lumineuse (A).

Toute source lumineuse de puissance constante peut être utilisée, bien qu'il soit recommandé d'utiliser une lampe à quartz halogène de 100 W de puissance nominale.

6.1.2 Polariseur (E), à lame ou à prisme.

6.1.3 Diaphragmes, consistant en deux diaphragmes d'ouverture variable, l'un étant mis au point sur le plan focal arrière de l'objectif [diaphragme d'ouverture (C)], l'autre étant mis au point sur la surface de l'échantillon [diaphragme de champ (F)]. Il doit être possible de centrer les deux diaphragmes sur l'axe optique du microscope. Les éléments optiques d'un microscope type pour le mesurage du pouvoir réflecteur sont illustrés par la figure 2.

NOTE — Les éléments optiques peuvent ne pas toujours être placés dans le même ordre.

6.1.4 Illuminateur vertical (H) : Prisme de Berek, lame de verre traité simple ou dispositif d'éclairage de Smith (combinaison d'une lame de verre et d'un miroir). Les trajets optiques sont représentés à la figure 3.

6.1.5 Objectif (I), exempt de contraintes, pour lumière polarisée et huile d'immersion de 1,518 d'indice de réfraction, de X 25 à X 60 de grossissement et présentant de faibles réflexions parasites. (Voir 7.2.3.)

6.1.6 Oculaires (L), consistant en deux oculaires, l'un avec réticule pouvant être gradué, de sorte que le grossissement

total [objectif, oculaire et facteur de tube (s'il y en a un)] soit compris entre X 250 et X 750.

NOTE — Il peut être nécessaire d'avoir un troisième oculaire (M) sur le trajet optique allant vers le photomultiplicateur.

6.1.7 Tube de microscope, comprenant les éléments suivants :

- a) un diaphragme de mesure (N), destiné à restreindre le faisceau lumineux atteignant le photomultiplicateur, jusqu'à l'obtention d'un faisceau correspondant à celui réfléchi par une aire de l'échantillon (J) inférieure à $80 \mu\text{m}^2$, et pouvant être aligné avec le réticule de l'oculaire de visée;
- b) un moyen permettant d'isoler optiquement les oculaires d'observation si ces derniers permettent à de la lumière extérieure de pénétrer pendant le mesurage;
- c) un noircissement adéquat pour absorber la lumière parasite (diffuse).

NOTE — Sous réserve des précautions ci-dessus, une partie du faisceau lumineux peut être déviée vers les oculaires ou vers une caméra de télévision pour permettre une observation continue pendant le mesurage du pouvoir réflecteur.

6.1.8 Filtre(s) (O), ayant une transmittance maximale pour $546 \pm 5 \text{ nm}$ et une largeur de bande de transmittance à mi-hauteur inférieure à 30 nm.

NOTE — Les filtres doivent être insérés sur le trajet optique immédiatement avant le photomultiplicateur.

6.1.9 Tube photomultiplicateur (P), installé dans un boîtier fixé au microscope et permettant, à la lumière traversant le diaphragme de mesure et le filtre, d'atteindre la fenêtre du photomultiplicateur.

NOTES

- 1 Le tube photomultiplicateur doit être d'un type recommandé pour les usages à faible luminosité, et il doit avoir une sensibilité convenable à 546 nm avec un courant d'obscurité de faible intensité. Il doit présenter une réponse linéaire sur la totalité de la gamme de mesures, et sa sortie doit être stable sur des périodes allant jusqu'à 1 h.
2. Un tube droit, de 50 mm de diamètre avec fenêtre terminale et contenant 11 dynodes (cathodes secondaires), est fréquemment utilisé.

6.1.10 Platine de microscope (K), pouvant tourner sur 360° , perpendiculaire à l'axe optique et pouvant être centrée par le réglage de la platine ou de l'objectif. La platine tournante doit être équipée d'une surplatine mécanique pouvant faire avancer l'échantillon par étapes de 0,5 mm dans les directions X et Y, et possédant un moyen permettant d'effectuer de petits réglages jusqu'à $10 \mu\text{m}$ dans l'une ou l'autre des directions.

6.2 Alimentation électrique (en courant continu) stabilisée pour la source lumineuse

Les spécifications suivantes se sont avérées satisfaisantes :

- a) la puissance de la lampe doit être comprise entre 90 et 95 % de la puissance nominale;

- b) les variations de puissance doivent être inférieures à 0,02 % pour une variation de 10 % de la tension d'alimentation;
- c) la tension d'ondulation résiduelle à pleine charge doit être inférieure à 0,07 % crête à crête;
- d) le coefficient de température doit être inférieur à 0,05 % K⁻¹.

6.3 Alimentation électrique (en courant continu) stabilisée pour le tube photomultiplicateur

Les spécifications suivantes se sont avérées satisfaisantes :

- a) les variations de puissance doivent être inférieures à 0,05 % pour une variation de 10 % de la tension d'alimentation;
- b) la tension d'ondulation résiduelle à pleine charge doit être inférieure à 0,07 % crête à crête;
- c) le coefficient de température doit être inférieur à 0,05 % K⁻¹;
- d) un changement de charge allant de zéro à la pleine charge doit provoquer une variation de la tension de sortie inférieure à 0,1 %.

NOTE — S'il est prévu que la tension du réseau, aux périodes à pleine charge, tombe en dessous de 90 % de la tension nominale normale, il faut brancher un régulateur de tension, de puissance convenable, entre le point d'alimentation et les deux alimentations stabilisées (voir 6.2 et 6.3).

6.4 Affichage, comprenant l'un des dispositifs suivants :

- a) un galvanomètre de sensibilité minimale 10⁻¹⁰ A/mm;
- b) un enregistreur de diagrammes;
- c) un voltmètre digital ou un indicateur numérique.

Le dispositif utilisé doit être réglé de façon que son temps de réponse, pour une déviation totale, soit inférieur à 1 s. Il doit, en outre, avoir une résolution de 0,005 % (en pouvoir réflecteur). Un dispositif permettant de corriger la faible tension positive, due à l'éblouissement et au courant d'obscurité du photomultiplicateur, doit être prévu.

NOTES

1 Il est intéressant d'utiliser un dispositif de recherche des maximums, dispositif installé dans le voltmètre ou l'indicateur numérique, pour indiquer les pouvoirs réflecteurs maximaux lors de la rotation de l'échantillon sur la platine. Les valeurs individuelles du pouvoir réflecteur peuvent aussi être mémorisées, par des moyens électroniques ou magnétiques, pour un traitement ultérieur.

2 Un amplificateur à faible bruit de fond et à gain variable peut être utilisé, si nécessaire, pour amplifier le signal provenant du photomultiplicateur avant son envoi à l'affichage.

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

7.1 Mise en place de l'appareillage

(En 7.1.3 et 7.1.4, les lettres entre parenthèses renvoient à la légende de la figure 2.)

7.1.1 Démarrage et mise en service

S'assurer que la température ambiante est stable à 23 ± 3 °C. Allumer la lampe, l'alimentation électrique et les autres éléments électriques de l'appareil. Régler l'alimentation du photomultiplicateur à une tension se trouvant dans la gamme de tensions recommandée par le fabricant du tube photomultiplicateur. Attendre environ 30 min pour que l'appareil atteigne sa stabilité complète avant d'effectuer les mesurages.

7.1.2 Réglage du microscope pour le mesurage du pouvoir réflecteur aléatoire ou du pouvoir réflecteur maximal

Si l'on veut effectuer des mesurages du pouvoir réflecteur aléatoire, s'assurer que le polariseur a été enlevé. Si l'on veut effectuer des mesurages du pouvoir réflecteur maximal, s'assurer que le polariseur est réglé à zéro quand on utilise une lame de verre ou un illuminateur de Smith, ou bien à 45° quand on utilise un prisme de Berek. Si l'on utilise un polariseur à lame, il faut le vérifier, et le remplacer s'il présente une altération importante de couleur.

7.1.3 Eclairage

Déposer l'huile d'immersion sur la surface polie d'un bloc de grains de charbon, monté et mis à niveau sur une lame porte-objet, puis placer l'échantillon sur la platine.

S'assurer que le microscope a été convenablement réglé pour permettre un éclairage de Köhler. Régler le champ éclairé au moyen du diaphragme de champ (F) de façon que son diamètre soit approximativement égal au tiers du diamètre du champ complet. Régler le diaphragme d'ouverture (C) pour diminuer l'éblouissement, mais sans trop diminuer l'intensité lumineuse. Après ce réglage, ne plus modifier le diamètre des diaphragmes.

7.1.4 Alignement

Centrer et mettre au point l'image du diaphragme de champ, centrer l'objectif (I) par rapport à l'axe de rotation de la platine, puis régler le centre du diaphragme de mesure (N) pour qu'il coïncide avec le point d'intersection du réticule ou avec un point de référence connu se trouvant dans le système de visée.

S'il n'est pas possible d'observer l'image du diaphragme de mesure en superposition avec l'échantillon, il faut choisir un champ de vision contenant une petite inclusion brillante, par exemple un cristal de pyrite, puis l'aligner directement en dessous du réticule. Ajuster le centrage du diaphragme de mesure (N) jusqu'à ce que la valeur lue sur le photomultiplicateur soit maximale.

7.2 Contrôle de la fiabilité et de l'étalonnage de l'appareil

7.2.1 Stabilité de l'appareil

Placer l'étalon possédant le pouvoir réflecteur le plus élevé sous le microscope, et mettre au point en immersion d'huile.

Régler l'amplificateur ou la tension allant au photomultiplicateur jusqu'à ce que la valeur affichée soit identique au pouvoir réflecteur de l'étalon (par exemple, 173 mV peuvent correspondre à un pouvoir réflecteur de 1,73 %). S'assurer que le signal est stable en vérifiant que les valeurs lues varient de moins de 0,02 % (en pouvoir réflecteur) sur une période de 15 min.

7.2.2 Variation de la valeur lue lors de la rotation d'un étalon du pouvoir réflecteur sur la platine

Prendre un étalon dont le pouvoir réflecteur dans l'huile est compris entre 1,6 et 2,0 %, le placer sur la platine et mettre au point en immersion d'huile. Faire lentement tourner la platine et vérifier que la variation maximale de la valeur lue est inférieure à 2 % par rapport au pouvoir réflecteur de l'étalon utilisé. Si la variation est supérieure, contrôler la mise à niveau de l'étalon, s'assurer que la platine est perpendiculaire à l'axe optique et qu'elle tourne dans un plan fixe. Si ces contrôles ne réduisent pas les variations à moins de 2 %, il convient de faire contrôler par le fabricant la stabilité mécanique de la platine et la géométrie du microscope.

7.2.3 Correction des réflexions parasites et du courant d'obscurité du photomultiplicateur

Placer l'étalon zéro sur la platine et noter la valeur affichée, qui représente la somme du courant d'obscurité du photomultiplicateur et des réflexions parasites. Si le total du courant d'obscurité du photomultiplicateur et des réflexions parasites dépasse 0,04 % (en pouvoir réflecteur), déterminer leurs proportions relatives en interrompant le faisceau lumineux atteignant le photomultiplicateur, de sorte que tout signal résiduel ne soit dû qu'au courant d'obscurité du photomultiplicateur. Contrôler le réglage du diaphragme d'ouverture et modifier le tube photomultiplicateur et/ou l'objectif, selon le cas, jusqu'à ce que le signal total soit inférieur à 0,04 % (en pouvoir réflecteur). Quand le signal total est inférieur à 0,04 % (en pouvoir réflecteur), régler l'affichage à zéro en utilisant la commande de correction (voir 6.4). Continuer à effectuer des réglages en utilisant l'étalon maximal (voir 7.2.1) et l'étalon zéro à tour de rôle jusqu'à ce qu'il ne soit plus nécessaire d'effectuer de nouveaux réglages.

7.2.4 Linéarité du signal provenant du photomultiplicateur

Mesurer le pouvoir réflecteur des autres étalons tout en maintenant constants les tensions d'alimentation et le diamètre des diaphragmes, dans le but de vérifier que le système de mesure présente une réponse linéaire dans l'étendue de mesure et que les étalons présentent un pouvoir réflecteur égal à leur pouvoir réflecteur calculé. Faire tourner chaque étalon pour s'assurer que la valeur maximale lue est égale à la valeur calculée. Si la valeur lue pour un étalon quelconque est différente de plus de 0,2 % du pouvoir réflecteur calculé, nettoyer l'étalon et

reprandre l'opération d'étalonnage. Repolir tout étalon qui présente un pouvoir réflecteur différant de plus de 0,02 % de son pouvoir réflecteur calculé.

Si les pouvoirs réflecteurs des étalons ne donnent pas une courbe linéaire, vérifier la linéarité du signal du photomultiplicateur en utilisant des étalons provenant d'autres origines. Si ces derniers ne peuvent donner de graphique linéaire, on peut effectuer un contrôle supplémentaire de la linéarité du signal au moyen de plusieurs filtres neutres qui, du fait d'un étalonnage préalable, réduisent le flux lumineux de quantités connues. S'il se confirme que le signal provenant du photomultiplicateur est non linéaire, remplacer le tube photomultiplicateur et effectuer autant de contrôles supplémentaires qu'il est nécessaire pour obtenir la linéarité du signal.

7.2.5 Étalonnage de l'appareil

La fiabilité de l'appareil étant assurée, s'assurer que l'affichage donne des valeurs correctes pour l'étalon zéro et pour les trois étalons du pouvoir réflecteur dont le pouvoir réflecteur est proche de celui du charbon à mesurer. Pour cela, appliquer les méthodes spécifiées de 7.2.1 à 7.2.4. Le pouvoir réflecteur de chaque étalon, apparaissant sur l'appareil d'affichage, ne doit pas différer de plus de 0,02 % de sa valeur calculée.

7.3 Mesurage du pouvoir réflecteur de la vitrinite

7.3.1 Généralités

Le procédé permettant de mesurer le pouvoir réflecteur maximal est spécifié en 7.3.2 et celui permettant de mesurer le pouvoir réflecteur aléatoire est spécifié en 7.3.3. Dans ces paragraphes, le terme «vitrinite» correspond à un ou plusieurs sub-macéraux du groupe de la vitrinite.

Comme il a été expliqué en 0.2, le choix des sub-macéraux sur lesquels sont effectués les mesurages affecte les résultats, de sorte qu'il est important de décider au départ sur quels sub-macéraux le pouvoir réflecteur sera mesuré, cette information devant être mentionnée dans le procès-verbal d'essai.

7.3.2 Méthode de mesurage du pouvoir réflecteur maximal de la vitrinite dans l'huile

S'assurer que le polariseur est monté sur le microscope comme spécifié en 7.1.2 et que les contrôles appropriés ont été effectués sur l'appareil comme spécifié en 7.1 et 7.2.

Immédiatement après l'étalonnage de l'appareil, placer un bloc poli préparé à partir de l'échantillon à soumettre à l'essai et mis à niveau sur la platine mécanique; les mesurages sont alors effectués en commençant dans l'un des angles de la zone à balayer. Déposer l'huile d'immersion sur la surface et mettre au point sur l'échantillon.

Déplacer légèrement l'échantillon à l'aide de la platine mécanique jusqu'à ce que les réticules soient mis au point sur une zone convenable de vitrinite. S'assurer que l'aire de mesure ne contient ni craquelures, ni défauts de polissage, ni inclusions minérales, ni effets de relief, et qu'elle est éloignée des limites entre macéraux.

Laisser la lumière arriver au photomultiplicateur et faire tourner la platine sur 360° à une fréquence de rotation ne dépassant pas 10 min^{-1} . Noter le pouvoir réflecteur maximal enregistré pendant la rotation de la platine.

NOTE — Pendant la rotation du bloc sur 360° , on doit en théorie obtenir deux maximums identiques. Si les deux valeurs lues sont très différentes, il faut en rechercher la raison et la corriger. Il arrive que des bulles d'air se trouvant dans l'huile arrivent sur la zone à mesurer, ce qui conduit à des valeurs fausses. Si l'on voit les bulles d'air, ou bien si l'on pense qu'il y en a, ne pas prendre la lecture en considération et éliminer les bulles d'air en rabaisant la platine, en essuyant l'élément frontal de l'objectif à l'aide d'un tissu spécial, puis en ajoutant une goutte d'huile sur la surface et en remettant au point sur l'échantillon.

Faire déplacer l'échantillon dans la direction X , par étapes, chaque étape ayant une longueur de 0,5 mm. Effectuer un mesurage quand les fils du réticule tombent sur une plage correcte de vitrinite. Pour s'assurer que le mesurage est effectué sur une zone convenable de vitrinite, on peut déplacer l'échantillon sur une distance inférieure à $10 \mu\text{m}$, à l'aide de la platine mécanique. À la fin du balayage, placer l'échantillon au début de la ligne de balayage suivante, en gardant entre ces deux lignes un espace d'au moins 0,5 mm. Choisir l'interligne de façon à s'assurer que les mesurages soient uniformément répartis sur la surface du bloc. Continuer à effectuer des mesurages du pouvoir réflecteur en utilisant cette méthode d'échantillonnage.

À des intervalles de 15 min (ou au plus 50 points), contrôler à nouveau l'étalonnage de l'appareil, en utilisant l'étalon dont le pouvoir réflecteur est le plus proche de celui de la vitrinite possédant le pouvoir réflecteur le plus élevé dans l'échantillon (voir 7.2.5). Si le pouvoir réflecteur de l'étalon diffère de plus de 0,02 % de sa valeur théorique, rejeter le groupe le plus récent de lectures et les reprendre après avoir étalonné à nouveau l'appareil en utilisant la totalité des étalons.

Effectuer des mesurages du pouvoir réflecteur sur la vitrinite jusqu'à ce qu'il y ait eu un nombre suffisant de mesures enregistrées. Si, pour 98 % des mesures, la dispersion de la valeur de réflectance est

- inférieure à 0,35 %, calculer la réflectance moyenne sur la base de 100 mesures;
- dans l'intervalle de 0,35 % à 0,70 %, calculer la réflectance moyenne sur la base de 500 mesures;
- supérieure à 0,70 %, calculer la réflectance moyenne sur la base d'au moins 1 000 mesures.

7.3.3 Méthode de mesurage du pouvoir réflecteur aléatoire de la vitrinite dans l'huile

Utiliser la même méthode que celle spécifiée en 7.3.2, sauf que les mesurages sont effectués sans le polariseur et sans rotation du bloc échantillon. Étalonner l'appareil comme spécifié en 7.2.5.

Effectuer des mesurages du pouvoir réflecteur sur la vitrinite jusqu'à ce qu'il y ait eu un nombre suffisant de mesures enregistrées. Si, pour 98 % des mesures, la dispersion de la valeur de réflectance est

- inférieure à 0,40 %, calculer la réflectance moyenne sur la base de 100 mesures;

- dans l'intervalle de 0,40 % à 0,80 %, calculer la réflectance moyenne sur la base de 500 mesures;
- supérieure à 0,80 %, calculer la réflectance moyenne sur la base d'au moins 1 000 mesures.

8 Expression des résultats

Les résultats peuvent être présentés soit sous la forme de valeurs individuelles, soit sous la forme de mesures regroupées dans des intervalles de 0,05 % de pouvoir réflecteur (tranche $\frac{1}{2} V$) ou de 0,10 % de pouvoir réflecteur (tranche V). Calculer le pouvoir réflecteur moyen et l'écart-type de la façon suivante.

Si les valeurs individuelles obtenues sont enregistrées, calculer le pouvoir réflecteur moyen et l'écart-type au moyen des équations (1) et (2) respectivement :

$$\bar{R} = \frac{\sum R_i}{n} \quad \dots (1)$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{n \sum R_i^2 - (\sum R_i)^2}{n(n-1)}} \quad \dots (2)$$

où

\bar{R} est le pouvoir réflecteur maximal moyen ou le pouvoir réflecteur aléatoire moyen, en pourcentage;

R_i est la $i^{\text{ème}}$ valeur individuelle du pouvoir réflecteur;

n est le nombre de mesures;

σ est l'écart-type.

Si les résultats sont exprimés par le nombre de mesurages effectués dans des tranches $\frac{1}{2} V$ ou V , ces équations deviennent :

$$\bar{R} = \frac{\sum R_i x_i}{n}$$

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (R_i^2 x_i) - n \bar{R}^2}{n-1}}$$

où

R_i est la valeur centrale de la tranche $\frac{1}{2} V$ ou V ;

x_i est le nombre de mesures du pouvoir réflecteur dans la tranche $\frac{1}{2} V$ ou V .

Indiquer les sub-macéraux de la vitrinite auxquels se rapporte la valeur de \bar{R} et, si le mesurage a porté sur le pouvoir réflecteur maximal ou le pouvoir réflecteur aléatoire. Indiquer aussi le nombre de points de mesure. Le pourcentage de vitrinite, dans chaque tranche $\frac{1}{2} V$ ou V , peut être présenté sous la forme d'un histogramme. Un exemple de méthode permettant d'exprimer les résultats est présenté dans le tableau 2 et l'histogramme correspondant est représenté à la figure 4.

NOTE — Une tranche V correspond à une fourchette du pouvoir réflecteur de 0,1 % et une tranche $\frac{1}{2} V$ à une fourchette du pouvoir réflecteur de 0,05 %. Pour éviter un chevauchement des pouvoirs réflecteurs exprimés avec deux décimales, les fourchettes de valeur appartenant aux tranches V et $\frac{1}{2} V$ sont, par exemple, les suivantes :

Tranche V : 0,60 à 0,69; 0,70 à 0,79; etc. (bornes comprises)

Tranche $\frac{1}{2}$ V : 0,60 à 0,64; 0,65 à 0,69; etc. (bornes comprises)

Le point central de la fourchette 0,60 à 0,69 est 0,645.

Le point central de la fourchette 0,60 à 0,64 est 0,62.

Tableau 2 — Exemple de méthode permettant d'exprimer les résultats

Échantillon n° 1

Pouvoir réflecteur mesuré : Aléatoire

Sub-macéraux de la vitrinite : Télocolinite et desmocollinite

Pouvoir réflecteur ¹⁾	Nombre de lectures	Pourcentage
0,40 à 0,44		
0,45 à 0,49		
0,50 à 0,54		
0,55 à 0,59		
0,60 à 0,64		
0,65 à 0,69		
0,70 à 0,74		
0,75 à 0,79		
0,80 à 0,84		
0,85 à 0,89	2	—
0,90 à 0,94	12	2
0,95 à 0,99	12	2
1,00 à 1,04	15	3
1,05 à 1,09	14	3
1,10 à 1,14	39	8
1,15 à 1,19	78	15
1,20 à 1,24	47	9
1,25 à 1,29	39	8
1,30 à 1,34	18	4
1,35 à 1,39	20	4
1,40 à 1,44	23	5
1,45 à 1,49	29	6
1,50 à 1,54	66	13
1,55 à 1,59	65	13
1,60 à 1,64	13	3
1,65 à 1,69	8	2
1,70 à 1,74		
1,75 à 1,79		
1,80 à 1,84		
1,85 à 1,89		
1,90 à 1,94		
1,95 à 1,99		
Nombre total de mesures, n :	500	
Pouvoir réflecteur moyen, \bar{R} :	1,32 %	
Écart-type, σ :	0,20 %	

1) On peut changer les limites supérieure et inférieure selon nécessité.

9 Fidélité

9.1 Répétabilité

La répétabilité de la détermination du pouvoir réflecteur maximal moyen ou du pouvoir réflecteur aléatoire moyen est la différence entre deux déterminations individuelles, chacune étant fondée sur le même nombre de mesurages effectués par le même opérateur sur le même bloc 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.

La répétabilité dépend d'un certain nombre de facteurs, parmi lesquels

- a) la précision limitée de l'étalonnage au moyen des étalons du pouvoir réflecteur (voir 7.2.5);
- b) la dérive admissible de l'étalonnage pendant les mesurages (voir 7.3.2);
- c) le nombre de mesurages effectués et la fourchette du pouvoir réflecteur de la vitrinite, même si le charbon provient d'une couche unique.

L'effet combiné de ces facteurs peut être exprimé sous la forme d'un écart-type du pouvoir réflecteur moyen allant jusqu'à 0,02 % pour un charbon provenant d'une couche unique, ce qui correspond à une répétabilité pouvant aller jusqu'à 0,06 %.

9.2 Reproductibilité

La reproductibilité de la détermination du pouvoir réflecteur maximal moyen ou du pouvoir réflecteur aléatoire moyen est la différence entre deux déterminations individuelles, chacune étant fondée sur le même nombre de mesurages 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.

Si les opérateurs sont convenablement formés à l'identification de la vitrinite ou des sub-macéraux corrects, et que les pouvoirs réflecteurs des étalons utilisés sont connus d'une manière fiable, les déterminations du pouvoir réflecteur moyen, effectuées par des opérateurs différents dans des laboratoires différents, conduisent à des écarts-types de l'ordre de 0,03 %, ce qui donne une reproductibilité de 0,08 %.

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 total de mesures;
- d) le type de mesure (pouvoir réflecteur maximal ou aléatoire);
- e) le type des sub-macéraux de la vitrinite utilisés dans la détermination;
- f) les résultats obtenus;
- g) toutes autres caractéristiques de l'échantillon, observées au cours de l'analyse et pouvant être intéressantes lors de l'utilisation des résultats.