

NORME
INTERNATIONALE

ISO
8264

Première édition
1989-11-15

**Houille — Détermination des propriétés de
gonflement à l'aide d'un dilatomètre**

Hard coal — Determination of the swelling properties using a dilatometer
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8264:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c524aa75-6a91-435f-86c3-f5d8beaa4e06/iso-8264-1989>



Numéro de référence
ISO 8264 : 1989 (F)

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.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 8264 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27,
Combustibles minéraux solides. [ISO 8264:1989](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c524aa75-6a91-435f-86c3-f5d8beaa4e06/iso-8264-1989>

© ISO 1989

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Introduction

L'essai au dilatomètre Audibert-Arnu a été adopté comme Recommandation ISO/R 349 : 1963 qui fut transformée en Norme internationale ISO 349 : 1975. Lorsqu'elle a été révisée en 1980, on a globalement reconnu que des essais similaires mettant en œuvre des équipements et techniques légèrement différents étaient utilisés dans différents pays. L'un des essais les plus utilisés consistait à mesurer les propriétés de gonflement de la houille à l'aide du dilatomètre Ruhr.

Une étude complète de la construction et du fonctionnement de cet instrument a été faite entre 1973 et 1978 par un groupe de travail du Royaume-Uni. Onze laboratoires ont participé au travail parmi lesquels deux utilisaient le dilatomètre Audibert-Arnu décrit dans l'ISO 349. Au cours de l'important essai interlaboratoire, les résultats ont montré que les valeurs de dilatation et de contraction obtenues avec le dilatomètre Audibert-Arnu étaient respectivement supérieures et inférieures à celles obtenues avec le dilatomètre modifié Ruhr (version décrite dans la présente Norme internationale).

Ces différences étaient attribuées au fait que le matériau en excès sur l'éprouvette pulvérisée était prélevé à l'extrémité la plus large dans la version Audibert de l'essai au dilatomètre et à l'extrémité la plus étroite dans la version Ruhr. Ce dernier mode opératoire permet d'avoir une éprouvette d'un volume plus important et plus uniforme.

Il n'est pas prévu d'annuler l'ISO 349 dans l'immédiat, mais il est proposé de suspendre progressivement l'utilisation de l'essai et de le remplacer par celui décrit dans la présente Norme internationale, essai qui a été mis en pratique et prouvé surtout au Royaume-Uni et en République fédérale d'Allemagne et qui s'est avéré fiable et approprié au mesurage des propriétés de gonflement de tous les types de houille.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8264:1989

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c524aa75-6a91-435f-86c3-f5d8beaa4e06/iso-8264-1989>

Houille — Détermination des propriétés de gonflement à l'aide d'un dilatomètre

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour le mesurage du gonflement de la houille à l'aide d'un dilatomètre.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 428 : 1983, *Alliages cuivre-aluminium corroyés — Composition chimique et formes des produits corroyés.*

ISO 683-1 : 1987, *Aciers pour traitement thermique, aciers alliés et aciers pour décolletage — Partie 1: Aciers corroyés non alliés et faiblement alliés à durcissement par trempe directe se présentant sous la forme de différents produits noirs.*

ISO 1988 : 1975, *Houille — Échantillonnage.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 température de ramollissement; température de contraction initiale: Température à laquelle le piston du dilatomètre descend de 0,5 mm.

NOTE — Voir θ_1 sur la figure 3.

3.2 température de contraction maximale: Température à laquelle le piston du dilatomètre atteint sa position la plus basse.

NOTE — Voir θ_2 sur la figure 3.

3.3 température de resolidification; température de dilatation maximale: Température à laquelle le piston du dilatomètre atteint sa position la plus haute.

NOTE — Voir θ_3 sur la figure 3.

3.4 contraction maximale: Mouvement maximal vers le bas du piston du dilatomètre, mesuré à partir du point zéro et exprimé en pourcentage de la longueur initiale de l'éprouvette.

NOTE — Voir c sur les figures 3 et 4.

3.5 dilatation maximale: Mouvement maximal vers le haut du piston du dilatomètre après contraction, mesuré à partir du point zéro et exprimé en pourcentage de la longueur initiale de l'éprouvette.

NOTE — Voir d sur les figures 3 et 4. La valeur peut être soit positive, soit négative.

3.6 répétabilité: Différence maximale acceptable entre deux déterminations effectuées dans le même laboratoire par le même opérateur avec le même appareillage sur des éprouvettes préparées à partir du même échantillon et essayées simultanément dans deux cornues différentes pendant le même cycle de chauffage ou séparément dans la même cornue pendant des cycles de chauffage différents.

3.7 reproductibilité: Différence maximale acceptable entre les moyennes de deux déterminations effectuées dans chacun de deux laboratoires sur des parties représentatives prélevées sur le même échantillon brut après la dernière phase de préparation de l'échantillon.

4 Principe

Une éprouvette, sous forme de crayon, préparée à partir de poudre de charbon est chauffée à vitesse constante dans une cornue en acier placée dans un four dont le système de contrôle de la température a été préalablement étalonné à l'aide de deux métaux de référence dont on connaît le point de fusion. On observe de façon continue le changement de niveau d'un piston reposant sur l'éprouvette, et l'on fait un relevé caractéristique des propriétés de gonflement du charbon.

5 Matériaux

Les matériaux suivants sont requis pour l'étalonnage de la température (7.1).

5.1 Crayons de graphite, de 30 mm de longueur, 7,4 mm de diamètre de base et 6,8 mm de diamètre supérieur, avec un petit réservoir cylindrique percé dans l'extrémité étroite de chaque crayon.

5.2 Billes métalliques, dans les métaux de référence suivants :

- a) plomb de qualité analytiquement pure, échantillon (Pb) 99,98 % minimum, point de fusion 327,0 °C;
- b) zinc, échantillon (Zn) 99,87 % minimum, point de fusion 419,3 °C.

5.3 Noir de fonderie à base d'eau.

6 Appareillage

6.1 Moule et accessoires

6.1.1 Moule (voir figure 1), en acier, cémenté après usinage. L'alésage doit être poli après cémentation et l'alésage et l'uniformité du cône (c'est-à-dire 1 sur 50) doivent être conformes aux dimensions données dans le tableau 1.

Tableau 1 — Dimensions du moule pour l'essai au dilatomètre

Dimensions en millimètres

Distance de l'extrémité la plus large	Alésage (tolérance: $\pm 0,00$, $+ 0,05$)
0	7,4
10	7,2
20	7,0
30	6,8
40	6,6
50	6,4
60	6,2
70	6,0

NOTE — Des informations sur les calibres adaptés à cet effet peuvent être obtenues auprès de la British Coal Corporation, Coal Research Establishment, Stoke Orchard, Cheltenham, Royaume-Uni.

6.1.2 Maillet à tête plastique, d'environ 200 g de masse.

6.1.3 Mouton (d) (voir figure 1).

6.1.4 Presse (voir figure 1).

6.1.5 Dynamomètre (h) (voir figure 1), capable d'enregistrer une charge de 0 à 15 kN.

6.1.6 Calibre à éprouvette (i) (voir figure 1).

6.2 Dilatomètre

La figure 2 présente une installation générale d'un dilatomètre approprié donnant les dimensions critiques.

6.3 Four du dilatomètre

On doit utiliser un four pouvant chauffer deux cornues ou plus (6.6) à une température de 550 °C à une vitesse de 3 K/min. Le

four doit être conforme aux conditions de fonctionnement suivantes.

Chauffer le four à une vitesse de 3 K/min et mesurer la température au point de détection type, c'est-à-dire en une position équivalente à celle du centre d'une éprouvette placée normalement 30 mm au-dessus de la base interne d'une cornue. Lorsque la température a atteint environ 450 °C, mesurer la température sur les 250 mm inférieurs de la cornue. La différence entre la température de la sonde et la température moyenne indiquée dans la position type de détection ne doit pas dépasser

2 K dans les 120 mm inférieurs;

5 K entre 120 mm et 180 mm;

10 K entre 180 mm et 250 mm.

NOTE — L'instrument utilisé pour mesurer la température peut être soit l'enregistreur décrit en 6.5, soit un autre d'une précision au moins équivalente.

La figure 2 présente un four approprié (pour chauffer trois cornues) qui se compose d'un boîtier muni d'une base et d'un couvercle. Ce couvercle supporte dans un trou central un bloc cylindrique d'alliage d'aluminium et de cuivre (CuAl10Ni5Fe4), conforme à l'ISO 428, tel qu'il a été fabriqué (c'est-à-dire non recuit), de 65 mm de diamètre et de 460 mm de longueur. Le bloc a trois trous d'une profondeur minimale de 380 mm et d'un diamètre de 15,0 mm \pm 0,1 mm, percés comme l'indique la figure 2. La surface supérieure peut être isolée par un morceau de carton de forme adéquate. Le bloc est chauffé électriquement par une résistance isolée pouvant faire monter la température du bloc jusqu'à 550 °C à une vitesse de 3 K/min. L'espace entre le bloc et le boîtier est rempli d'un matériau de calorifugeage. Un capteur de température approprié est placé dans la troisième cornue de façon que le haut de ce capteur se trouve au centre à 30 mm au-dessus de la base interne de la cornue. La distance de 30 mm est fixée en utilisant un crayon de graphite (5.1) comme instrument de mesure.

6.4 Contrôleur de température

Le contrôleur de température doit être un instrument différent de celui que l'on utilise pour enregistrer l'augmentation de température pendant l'essai. Il doit être de type automatique programmé et doit pouvoir maintenir une vitesse moyenne d'élévation de la température de 3 K/min \pm 0,05 K/min entre 250 °C et 550 °C avec une variation maximale de \pm 1 K par augmentation de 30 K pour toute période de 10 min avec une précision de \pm 1 K.

6.5 Enregistreur de température

On doit utiliser un système approprié permettant d'obtenir un relevé complet de la variation de température pendant l'essai.

6.6 Cornue et piston

On doit utiliser une cornue cylindrique faite dans un tube d'acier de type 28 Mn6 conforme à l'ISO 683-1 étiré à froid sans soudure, et muni d'un bouchon fileté étanche au gaz à sa base et d'un collier à son extrémité haute. Lorsqu'on insère la cornue dans un trou du four, elle doit être soutenue uniquement par le collier, le bouchon fileté étant éloigné de la base du trou.

Lorsque la cornue est neuve, son diamètre interne doit être de $8,00 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ et son diamètre externe doit être de $14,5 \text{ mm} \pm 0,1 \text{ mm}$. Vérifier le diamètre interne avec une jauge à billes appropriées lorsque la cornue est neuve, puis refaire la vérification après 100, 150, 200, etc., essais. Si le diamètre interne du tiers inférieur de la cornue a augmenté au-delà de $8,075 \text{ mm}$, mettre la cornue au rebut.

Le piston est usiné dans une tige d'acier de type C 55 conforme à l'ISO 683-1. La masse combinée du piston et du stylo doit être ajustée à $150 \text{ g} \pm 5 \text{ g}$ en usinant des portions découpées du piston. La différence entre le diamètre du piston et le diamètre interne de la cornue doit être de $0,2 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ lors de la fabrication. Si cette différence dépasse $0,275 \text{ mm}$ lors de l'utilisation, le piston doit être remplacé. Le piston doit coulisser librement dans la cornue.

Il faut prévoir un support pour permettre aux cornues et pistons de refroidir en position verticale après la sortie du four.

6.7 Système d'enregistrement du mouvement du piston

On doit utiliser un système approprié permettant d'enregistrer le mouvement du piston par rapport au temps sur un tableau. L'échelle horizontale (temps) doit être telle que, lorsqu'on convertit une plage de $180 \text{ }^\circ\text{C}$ en température (voir 7.3.3), celle-ci occupe une longueur d'au moins 150 mm . Sur l'échelle verticale, une expansion ou une contraction de 5% doit occuper au moins 3 mm . Ceci est réalisable soit par un système stylo/tableau, soit par un transducteur/enregistreur de signaux électriques.

La figure 2 présente un système mécanique simple. Dans cet exemple, deux essais sont enregistrés simultanément sur les côtés opposés du tableau au moyen de stylos fixés solidement sur le haut des pistons. Le tableau est fixé à un cylindre qui tourne à une vitesse uniforme soit grâce à un mouvement d'horloge, soit grâce à un moteur synchrone, et il est monté sur un support fixé à la partie haute du boîtier extérieur du dilatomètre.

6.8 Instruments de nettoyage

6.8.1 Mèche, d'environ $7,8 \text{ mm}$ de diamètre et 400 mm de longueur de tige.

6.8.2 Carrelet, de 8 mm de diamètre et 400 mm de longueur de tige.

NOTE — On peut également utiliser un alésoir résistant à l'usure, de $7,95 \text{ mm}$ de diamètre et 400 mm de longueur de tige.

7 Mode opératoire

7.1 Étalonnage de la température

Effectuer les opérations suivantes pour chaque position dans le four autre que la position utilisée pour le capteur de température.

Enduire les 30 mm inférieurs de la paroi interne et le filetage de la vis ainsi que le bouchon d'étanchéité de la cornue et la face inférieure du piston (6.6) d'une fine couche de noir de fonderie

(5.3) avant l'essai afin d'empêcher les matériaux de référence fondus d'adhérer au matériau de la construction en acier. Sécher par chauffage modéré.

Placer une bille de plomb [5.2a)] dans la cavité située à l'extrémité étroite d'un crayon de graphite (5.1). Placer le crayon dans une cornue, remettre le bouchon à vis en place et assembler le piston et le mécanisme d'enregistrement. Insérer la cornue dans le four à une température d'environ $280 \text{ }^\circ\text{C}$ et déterminer les points de fusion du plomb à l'aide de la procédure décrite en 7.3.3, en remplaçant l'éprouvette (voir 7.2.2) par un crayon de graphite préparé. Répéter cette procédure avec une bille de zinc [5.2b)].

Avant de réutiliser les crayons de graphite, chauffer l'extrémité étroite de chaque crayon à la flamme d'un bec de Bunsen pendant quelques secondes et secouer le réservoir cylindrique pour en enlever le métal fondu.

Refaire l'étalonnage après 200 essais ou après 3 mois d'utilisation, en prenant la première éventualité ou lors du remplacement d'un composant.

Si la différence entre les températures types et les températures indiquées est inférieure à 7 K , fixer un facteur de correction des températures indiquées. Si la différence est supérieure à 7 K , vérifier le système capteur/indicateur par étalonnage potentiométrique direct par rapport à une force électromotrice type, par exemple.

7.2 Préparation de l'échantillon pour essai et des éprouvettes

7.2.1 Échantillon pour essai

7.2.1.1 Généralités

Deux méthodes permettant de préparer l'échantillon sont décrites. Si la détermination doit être effectuée juste après la préparation de l'échantillon, on peut utiliser la fragmentation directe (7.2.1.2). S'il est probable qu'il y aura un retard entre la fragmentation et les essais, ou si un échantillon pour laboratoire ayant une taille maximale de particules égale à $600 \mu\text{m}$ est requis pour les autres essais, il faut utiliser la méthode décrite en 7.2.1.3. Dans tous les cas, il faut éviter qu'il y ait une quantité excessive de fins.

NOTE — Les broyeurs à disque à faible vitesse sont appropriés pour effectuer ces fragmentations.

7.2.1.2 Fragmentation directe

Sécher l'échantillon de charbon à l'air et le réduire en particules de $212 \mu\text{m}$ de taille maximale pour donner un échantillon de 225 g , comme décrit dans l'ISO 1988, en évitant l'oxydation. La répartition granulométrique de l'échantillon pour essai doit être conforme à ce qui suit:

passant le tamis de contrôle de $212 \mu\text{m}$: 100%

passant le tamis de contrôle de $125 \mu\text{m}$: 70% à 60%

passant le tamis de contrôle de $63 \mu\text{m}$: 40% à 30%

Commencer la détermination dès que possible après la préparation de l'échantillon pour essai.

7.2.1.3 Fragmentation via un échantillon pour laboratoire de 600 µm

Si les autres analyses nécessitent du charbon dont la taille maximale des particules est 600 µm, sécher l'échantillon à l'air et réduire à une taille maximale de particules de 600 µm en évitant qu'il y ait une quantité excessive de fins, pour obtenir un échantillon pour laboratoire de 225 g. Pour préparer les éprouvettes du dilatomètre, écraser un sous-échantillon de 20 g pour obtenir un échantillon pour essai dont les particules auront une taille maximale de 212 µm et une répartition granulométrique comme en 7.2.1.2. Commencer la fragmentation finale dès que possible après la fragmentation à 600 µm et la détermination dès que possible après la fragmentation à 212 µm.

7.2.1.4 Stockage de l'échantillon

Si nécessaire, stocker l'échantillon pour essai en atmosphère inerte dans une fiole hermétique en verre.

7.2.2 Éprouvette

Placer 10 g de l'échantillon pour essai (7.2.1) dans un petit bêcher en verre; ajouter environ 1 ml d'eau et mélanger intimement pendant 2 min à 5 min à l'aide d'un agitateur en verre. La quantité d'eau doit être telle que le charbon reste à peine entier lorsqu'on le serre entre les doigts.

Monter le moule (6.1.1) bouché et reposant sur le socle sur une surface ferme. Placer environ 0,5 g de l'échantillon humidifié dans le moule et placer le mouton (6.1.3) sur le charbon. Consolider l'échantillon par trois ou quatre grands coups de maillet (6.1.2). Ajouter au moins cinq autres incréments dans le moule et serrer pour remplir le tambour du moule. Une fois que la dernière portion a été insérée et consolidée, comprimer encore l'éprouvette dans la presse à vis (6.1.4) en appliquant en continu une charge maximale de 15 kN. Relâcher la charge dès que l'on atteint 15 kN.

Retirer le support et le bouchon du tambour du moule. Araser l'extrémité large de l'éprouvette pour effacer les irrégularités. Cela s'obtient facilement en grattant l'extrémité de l'éprouvette en utilisant un racloir de largeur appropriée qui s'adapte dans la cavité à la base du tambour du moule. Un morceau de lame de scie à mouvements alternatifs correctement meulée et ayant une arête droite convient à cet usage.

Faire sortir l'éprouvette formée en suspendant le moule sur le bras porteur de la presse et en vissant le piston sur la surface comprimée de l'échantillon. Réduire la longueur de l'éprouvette à 60 mm ± 0,5 mm en enlevant du matériau de l'extrémité étroite, en utilisant, par exemple, un couteau pointu de façon que l'éprouvette soit conforme à la longueur d'un calibre de 60 mm (voir figure 1).

Deux éprouvettes sont requises.

7.3 Détermination

7.3.1 Nombre d'essais

Effectuer la détermination en double à l'aide d'éprouvettes préparées à partir du même échantillon pour essai et essayées soit dans deux cornues dans le même four pendant un seul cycle de chauffage ou dans la même cornue pendant des cycles de chauffage indépendants dans le four.

7.3.2 Inspection de l'appareillage

Il est essentiel que l'essai soit effectué avec les cornues suspendues librement dans le four et que la cornue et le piston du dilatomètre soient parfaitement propres. Nettoyer après chaque essai comme décrit en 7.3.4.

7.3.3 Détermination de la dilatation

Placer une éprouvette (7.2.2), l'extrémité étroite vers le haut, dans la cornue du dilatomètre et insérer le piston dans la cornue de façon qu'il repose sur l'éprouvette.

Stabiliser la température du four à 30 °C au-dessous de la température de ramollissement ou, si on ne connaît pas cette dernière, à la température appropriée indiquée dans le tableau 2 ou, si l'on ne connaît pas la teneur en matière volatile, à 265 °C.

Tableau 2 — Température du four pour l'essai au dilatomètre

Teneur en matière volatile du charbon (sur la base sec, sans cendres) % (m/m)	Température stabilisée de chargement °C
> 38,1	265
28,1 à 38,0	295
18,1 à 28,0	325
< 18,0	355

Insérer la cornue contenant l'éprouvette et le piston dans le trou approprié du four et laisser 10 min au système pour qu'il regagne la température stabilisée de chargement. Fixer le mécanisme d'enregistrement au piston pendant cette période et régler sur le point zéro.

NOTE — Il est recommandé d'avoir un léger décalage par rapport à zéro afin de faciliter la lecture du tableau.

Commencer le programme de chauffage et, après une autre période de 10 min, déclencher l'enregistreur et indexer la température, comme l'indique l'enregistrement de température, sur le tableau.

Arrêter l'essai lorsqu'il n'y a eu aucune dilatation ultérieure pendant 5 min ou lorsque aucune dilatation n'a eu lieu jusqu'à 500 °C. Dans les 5 min qui suivent la fin du processus de dilatation, ou à 500 °C lorsqu'il n'y a eu aucune dilatation, effectuer un second indexage de la température du four avec l'enregistreur de température sur le tableau de dilatation. Si, dans la période entre les températures indexées, l'enregistreur de température indique un taux d'augmentation de la température différent de 3 K/min, c'est-à-dire 30 °C ± 1 °C pour tout intervalle de 10 min, l'essai n'est pas valable.

À la fin de l'essai, déconnecter les mécanismes d'enregistrement et retirer l'ensemble cornue-piston du four. On peut séparer le piston de la cornue et le refroidir séparément en le suspendant à l'air libre sur un support approprié.

7.3.4 Nettoyage du four, de la cornue et du piston

Vérifier et nettoyer l'équipement à la fin de chaque essai comme suit.

7.3.4.1 Four

Vérifier que l'on peut suspendre librement chaque cornue par le col. Si ce n'est pas possible, nettoyer les trous dans le bloc du four.

7.3.4.2 Cornue et bouchon

Retirer le bouchon, écraser le demi-coke et en enlever autant que possible avec la mèche creuse (6.8.1). Terminer le nettoyage de la cornue à l'aide du carrelot (6.8.2) et d'un alésoir si nécessaire. Nettoyer l'extrémité du bouchon avec du papier-émeri très fin en veillant, dans la mesure du possible, à ne pas abraser le métal. On peut utiliser à cet effet des solvants tels que la pyridine ou le diméthylformamide à condition que toutes les exigences nécessaires des réglementations nationales en matière de santé et de sécurité soient respectées.

7.3.4.3 Piston

Nettoyer le piston, y compris sa base, avec de la paille de fer et du papier-émeri très fin en veillant à ne pas arrondir les arêtes. Vérifier que le piston coulisse librement dans la cornue nettoyée; les tolérances requises entre le piston et la cornue sont indiquées en 6.6.

8 Expression des résultats

Relever les cinq paramètres de base suivants obtenus à partir des tableaux après la fin de l'essai (voir figures 3 et 4) :

- température de ramollissement, θ_1 (3.1), en degrés Celsius;
- température de contraction maximale, θ_2 (3.2), en degrés Celsius;
- température de resolidification, θ_3 (3.3), en degrés Celsius;
- contraction maximale, c (3.4), en pourcentage;
- dilatation maximale, d (3.5), en pourcentage.

La dilatation est positive si la ligne finale de dilatation maximale se trouve au-dessus de la ligne zéro [voir figure 4a)] et négative si elle se trouve au-dessous [voir figure 4b)]. Si la courbe du dilatomètre ne monte pas après la contraction initiale, le comportement en dilatation est noté « contraction uniquement » [voir figure 4c)]. Si le tracé final de la courbe n'est pas vraiment horizontal, mais descend vers le bas [voir figure 4d)], consigner la contraction comme étant la valeur observée à 500 °C.

Si la dilatation maximale, d , est supérieure à 300 %, la consigner comme étant $d > 300$.

Moyenner les résultats des déterminations en double acceptables (voir 9.1) et arrondir à l'entier le plus proche la température, la contraction et la dilatation.

9 Fidélité

Lorsque la méthode prescrite dans la présente Norme internationale est appliquée de façon satisfaisante, les valeurs numériques de répétabilité (3.6) et de reproductibilité (3.7) ne doivent pas dépasser celles indiquées dans le tableau 3.

Les tolérances de dilatation fractionnée doivent être arrondies à l'entier supérieur.

9.1 Répétabilité

Les résultats des déterminations en double effectuées dans le même laboratoire par le même opérateur à l'aide du même dilatomètre, sur des éprouvettes préparées à partir du même échantillon pour essai, ne doivent pas différer de plus des valeurs indiquées dans le tableau 3.

9.2 Reproductibilité

Les moyennes des déterminations en double acceptables effectuées dans deux laboratoires différents, sur des éprouvettes préparées à partir d'échantillons représentatifs prélevés sur le même échantillon brut après réduction à une taille maximale de particules de charbon de 2,8 mm, ne doivent pas différer de plus des valeurs indiquées dans le tableau 3. Si l'on observe des différences constamment supérieures à ces limites, cela indique qu'il faut continuer les recherches sur les méthodes d'échantillonnage et d'essai.

Tableau 3 — Fidélité de l'essai au dilatomètre

Propriété	Répétabilité	Reproductibilité
Paramètres de température	7 K	15 K
Contraction, c	5 unités	8 unités
Dilatation négative, d	5 unités	8 unités
Dilatation positive, d	$5 \left(1 + \frac{d}{100} \right)$	$5 \left(2 + \frac{d}{100} \right)$

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence de la méthode utilisée;
- b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.