

NORME
INTERNATIONALE

ISO
1015

Deuxième édition
1992-03-15

**Charbons bruns et lignites — Détermination de
l'humidité — Méthode volumétrique directe**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Brown coals and lignites — Determination of moisture content — Direct
volumetric method*
(standards.iteh.ai)

ISO 1015:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/51378c93-3d71-4274-85d5-479dcd8ccca0/iso-1015-1992>



Numéro de référence
ISO 1015:1992(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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 1015 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*, sous-comité SC 5, *Méthodes d'analyse*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 1015:1975), dont elle constitue une révision mineure.

© ISO 1992

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

Charbons bruns et lignites — Détermination de l'humidité — Méthode volumétrique directe

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode volumétrique directe pour la détermination de l'humidité contenue dans les charbons bruns et les lignites. Elle peut être utilisée soit pour la détermination de l'humidité totale, soit pour la détermination de l'humidité contenue dans l'échantillon pour analyse.

2 Référence normative

La norme suivante contient 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, l'édition indiquée était 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 l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 5069-2:1983, *Charbons bruns et lignites — Principes d'échantillonnage — Partie 2: Préparation des échantillons pour la détermination de l'humidité et pour l'analyse générale.*

3 Principe

Une prise d'essai est chauffée à reflux dans un ballon contenant du toluène ou du xylène bouillant. L'eau est entraînée par les vapeurs de toluène ou de xylène et amenée à un réfrigérant équipé d'un tube gradué. L'eau se sépare alors dans ce tube pour former la couche inférieure, tandis que le réactif en excès retourne au ballon de distillation par l'intermédiaire d'un trop-plein. L'humidité se calcule d'après la masse de la prise d'essai et le volume de l'eau recueillie.

NOTE 1 Les résultats obtenus avec le toluène et avec le xylène peuvent ne pas être identiques pour tous les charbons bruns et les lignites. Il est préférable d'utiliser du toluène comparé au xylène dans les cas où ce dernier peut entraîner la libération de l'eau des groupes fonctionnels du charbon. En outre, pour obtenir des résultats d'humidité comparables avec ceux obtenus par d'autres méthodes, telle celle prescrite dans l'ISO 5068:1983, *Charbons bruns et lignites — Détermination de l'humidité — Méthode gravimétrique indirecte*, il est souhaitable d'employer du toluène qui bout dans un intervalle similaire à celui de la température de séchage prescrite dans l'ISO 5068.

4 Réactifs

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

4.1 Toluène (voir note 2), point de distillation 110 °C.

ou

4.2 Xylène (voir note 2), intervalle de distillation 135 °C à 140 °C.

AVERTISSEMENT — Le xylène et le toluène sont inflammables et nocifs par inhalation, ingestion ou absorption par la peau.

NOTE 2 En raison de la faible solubilité de l'eau dans le toluène et dans le xylène, il est prouvé que seule une erreur de détermination très faible peut être causée par les variations des conditions de saturation du réactif d'entraînement. Cependant, pour que cette erreur soit insignifiante, il est recommandé d'utiliser le réactif dans les mêmes conditions lors de la détermination et lors de l'étalonnage de l'appareillage.

5 Appareillage

Tous les appareils gradués doivent être de la meilleure qualité pour analyse disponible.

5.1 Ballon à distiller, d'une capacité minimale de 500 ml.

5.2 Réfrigérant, avec une chemise d'eau de 200 mm de longueur minimale, prolongé par une pointe dirigeant le distillat dans le tube gradué, afin d'éviter qu'il ne touche les parois.

5.3 Tube, destiné à recevoir l'eau condensée, gradué à intervalles de 0,1 ml.

Il est important que le tube gradué et le réfrigérant soient propres. Pour cela, il faut les traiter avec un réactif de nettoyage, par exemple une solution forte de bichromate de potassium dans de l'acide sulfurique.

Le réfrigérant, le tube gradué et le ballon sont adaptés les uns aux autres au moyen de raccords en verre rodés. Un tube de trop-plein, relié au tube gradué ou à la partie inférieure du réfrigérant, permet le retour du réactif condensé au ballon de distillation. Le réfrigérant peut être équipé de façon à opérer la condensation soit par courant de vapeur ascendant, soit par courant descendant.

5.4 Fragments de tubes de verre, de 5 mm de diamètre et de 5 mm de longueur, à bords vifs, comme régulateurs d'ébullition.

5.5 Tube de pulvérisation, en verre, par lequel il est possible d'envoyer un réactif destiné à laver la surface intérieure du réfrigérant. Cette précaution est nécessaire seulement quand on utilise un réfrigérant à courant ascendant.

5.6 Burette, graduée à intervalles de 0,05 ml.

5.7 Balance, précise à 10 mg.

6 Préparation de l'échantillon

6.1 Préparer l'échantillon pour la détermination de l'humidité totale conformément à l'ISO 5069-2:1983, article 7.

NOTE 3 Si le procédé de séchage à l'air a été appliqué conformément à l'ISO 5069-2:1983, article 9, l'humidité totale M_T , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$M_T = W_{\text{ex}} + M \left(1 - \frac{W_{\text{ex}}}{100} \right)$$

où

W_{ex} est la perte d'humidité au séchage à l'air, exprimée en pourcentage en masse;

M est le pourcentage d'humidité résiduelle de l'échantillon sec à l'air.

6.2 Préparer l'échantillon pour la détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse conformément à l'ISO 5069-2:1983, article 8.

7 Mode opératoire

7.1 Étalonnage de l'appareillage

Étalonner chaque appareil en distillant plusieurs volumes d'eau exactement connus, mesurés à l'aide de la burette (5.6) et couvrant la gamme des teneurs en eau que l'on peut vraisemblablement rencontrer dans les échantillons pour analyse. Tracer un graphique donnant le volume, en millilitres, d'eau ajoutée en fonction du volume de l'eau récupéré, lu sur l'échelle du tube gradué (5.3). Utiliser le graphique pour corriger le volume d'eau obtenu lors de chaque essai.

L'étalonnage doit être répété chaque fois qu'il y aura modification soit des réactifs, soit de l'appareillage.

7.2 Prise d'essai

Avant de commencer la détermination de l'humidité contenue dans l'échantillon pour analyse, homogénéiser durant au moins 1 min, de préférence par des moyens mécaniques, l'échantillon sec à l'air.

Peser, à 0,01 g près, environ 50 g d'échantillon (pour les échantillons dont la teneur en eau est supérieure à 20 % (m/m), peser 25 g d'échantillon) et les introduire dans le ballon à distiller (5.1) sec. Ajouter 200 ml du toluène (4.1) ou du xylène (4.2) de sorte que toute partie de l'échantillon adhérant au goulot ou aux parois latérales soit entraînée dans le ballon par le réactif.

NOTE 4 La masse de la prise d'essai et les dimensions du récipient sont complémentaires. En général, l'eau condensée devrait occuper un tiers, au moins, du volume gradué du tube (5.3).

7.3 Détermination

Remplir le tube gradué avec le même réactif. Placer deux ou trois fragments de tubes de verre (5.4) dans le ballon à distiller pour éviter une ébullition violente, et assembler l'appareillage. Faire passer le courant d'eau dans le réfrigérant (5.2) et chauffer le ballon doucement et uniformément, de façon que son contenu commence à bouillir au bout d'environ 15 min. Régler alors le chauffage de sorte que la vitesse de distillation soit de 2 à 4 gouttes par seconde.

Poursuivre la distillation jusqu'à ce que le reflux de toluène ou de xylène soit limpide et qu'il ne se rassemble plus d'eau dans le tube gradué. Si l'on utilise un réfrigérant ascendant, faire descendre les gouttes d'eau adhérant aux parois intérieures du

réfrigérant ou aux parois supérieures du tube gradué avec le réactif employé, en utilisant le tube de pulvérisation (5.5), et continuer la distillation pendant une période suffisante pour que l'on puisse être certain que l'eau ramenée au ballon à distiller soit amenée au tube gradué. Laisser la turbidité du distillat s'estomper et lire le volume d'eau récupéré dans le tube gradué.

8 Expression des résultats

L'humidité, M , de l'échantillon analysé, exprimée en pourcentage en masse, en prenant la masse volumique de l'eau à 1 g/ml, est donnée par la formule

$$M = \frac{V_c}{m} \times 100$$

où

V_c est le volume d'eau corrigé, en millilitres, lu sur le graphique (voir 7.1);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Le résultat obtenu représente

- soit le pourcentage en masse d'humidité totale de l'échantillon si ce dernier n'a pas été précédemment séché à l'air;
- soit le pourcentage d'humidité résiduelle si le séchage à l'air est compris dans la préparation de l'échantillon (voir 6.1, note 3);
- soit encore le pourcentage d'humidité de l'échantillon pour analyse.

Le résultat final doit être noté à 0,1 % (m/m) près.

9 Fidélité de la méthode

9.1 Répétabilité

La différence maximale acceptable entre les déterminations effectuées de manière indépendante dans un même laboratoire sur deux échantillons humides différents prélevés simultanément conformément aux principes établis dans l'ISO 5069-2, ne doit pas dépasser les valeurs indiquées dans le tableau 1.

9.2 Reproductibilité

La différence maximale acceptable entre les déterminations effectuées de manière indépendante dans différents laboratoires sur deux échantillons humides différents prélevés simultanément conformément aux principes établis dans l'ISO 5069-2, ne doit pas dépasser les valeurs indiquées dans le tableau 1.

Tableau 1 — Données de fidélité

Humidité	Différence acceptables entre les résultats	
	Répétabilité	Reproductibilité
Inférieure à 20 % (m/m)	0,4 % (m/m)	0,8 % (m/m)
Égale ou supérieure à 20 % (m/m)	2,0 % du résultat	4,0 % du résultat

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- référence de la méthode utilisée;
- le réactif d'entraînement utilisé et son degré de saturation (c'est-à-dire «humide» ou «sec»);
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale ou dans la Norme internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1015:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/51378c93-3d71-4274-85d5-479dcd8ccca0/iso-1015-1992>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1015:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/51378c93-3d71-4274-85d5-479dcd8ccca0/iso-1015-1992>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1015:1992

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/51378c93-3d71-4274-85d5-479dcd8ccca0/iso-1015-1992>

CDU 662.642:543.812.2

Descripteurs: charbon, lignite, analyse chimique, dosage, humidité, méthode volumétrique.

Prix basé sur 3 pages
