

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO R 1018

DÉTERMINATION DE LA CAPACITÉ DE RÉTENTION D'HUMIDITÉ
DES HOUILLES

1^{ère} ÉDITION

Mars 1969

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 1018, *Détermination de la capacité de rétention d'humidité des houilles*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*, dont le Secrétariat est assuré par la British Standards Institution (BSI).

Les travaux relatifs à cette question aboutirent à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En août 1967, ce Projet de Recommandation ISO (N° 1285) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Royaume-Uni
Allemagne	Iran	Suède
Australie	Italie	Suisse
Autriche	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
Belgique	Pays-Bas	Turquie
Corée, Rép. de	Pologne	U.R.S.S.
Danemark	Portugal	Yougoslavie
Espagne	R.A.U.	
France	Roumanie	

Trois Comités Membres se déclarèrent opposés à l'approbation du Projet :

Canada
Japon
U.S.A.

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en mars 1969, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

DÉTERMINATION DE LA CAPACITÉ DE RETENTION D'HUMIDITÉ DES HOUILLES

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit une méthode de détermination de la capacité de rétention d'humidité des houilles.

2. DOMAINE D'APPLICATION

La capacité de rétention d'humidité renseigne sur le rang des houilles et est employée dans leur classement pour corriger le pouvoir calorifique de l'échantillon sur la base humide, les matières minérales étant exclues. La capacité totale de rétention d'humidité est celle de la houille en équilibre avec une atmosphère saturée de vapeur d'eau. Etant donné les difficultés expérimentales insurmontables rencontrées avec une telle atmosphère, la détermination est effectuée à 96 % d'humidité relative.

3. PRINCIPE

La houille est amenée à l'équilibre avec une atmosphère à 96 % d'humidité relative à 30 °C, puis est séchée à masse constante à une température de 105 à 110 °C. Le conditionnement de la houille peut être effectué soit sous pression atmosphérique soit sous pression réduite. La capacité de rétention d'humidité est exprimée en pourcentage en masse de la houille conditionnée humide.

4. RÉACTIF

Pâte de sulfate de potassium. Ajouter suffisamment d'eau au sulfate de potassium pour obtenir une pâte.

5. APPAREILLAGE

5.1 Méthode sous pression atmosphérique

- 5.1.1 *Récipient de conditionnement* (voir Fig. 1). Récipient à double paroi, en feuille de cuivre, avec un couvercle, également à double paroi, formé de deux parties. Le récipient et son couvercle sont revêtus d'un manteau isolant de caoutchouc mousse. Chaque moitié de couvercle est immobilisée par trois crampons placés à intervalles égaux, ou par l'addition d'un poids de 2 kg.
- 5.1.2 *Moteur électrique*, pouvant faire tourner l'hélice à deux pales à environ 1500 t/min.
- 5.1.3 *Pompe*, permettant de faire circuler de l'eau dans le récipient de conditionnement de façon à y maintenir une température de $30 \pm 0,1$ °C.
- 5.1.4 *Vases à tarer*, en verre ou en métal inoxydable, d'environ 50 mm de diamètre et 10 mm de profondeur, munis de couvercles s'ajustant parfaitement.

5.2 Méthode sous pression réduite

- 5.2.1 *Récipient de conditionnement* (voir Fig. 2). Un dessiccateur sous vide, lesté pour éviter qu'il ne flotte quand il est immergé dans l'eau. Le dessiccateur est muni d'un manomètre à mercure sous vide et d'un support en verre ou en métal inoxydable prévu pour soutenir les vases à tarer au-dessus du niveau de la pâte et disposé de façon à protéger les vases à tarer contre les projections dues à la mousse. Le volume de l'espace libre dans le récipient doit être réduit au minimum par le choix d'un récipient d'une forme convenable, par l'augmentation du volume de la pâte ou par l'adjonction d'une matière inerte, telle que perles de verre ou sable lavé.
- 5.2.2 *Bain-marie* (voir Fig. 2), réglé par thermostat à une température de $30 \pm 0,1$ °C.
- 5.2.3 *Vases à tarer*, en verre ou en métal inoxydable, d'environ 22 mm de diamètre et 15 mm de profondeur. L'ajustement du couvercle sur le vase à tarer sera lâche et glissant.

5.3 Pour les deux méthodes

- 5.3.1 *Pompe à vide*.
- 5.3.2 *Creuset filtrant ou entonnoir filtrant*.
- 5.3.3 *Fiole de filtration*.
- 5.3.4 *Appareillage pour la détermination de l'humidité* par une méthode excluant l'oxydation du charbon*.
- 5.3.5 *Papier filtre*, d'environ 200 mm de diamètre.

6. ÉCHANTILLON

Il est essentiel que le charbon soit fraîchement abattu et non altéré. S'il n'est pas possible d'examiner l'échantillon immédiatement, il doit être protégé contre l'oxydation par conservation sous l'eau.

Broyer l'échantillon pour passer au tamis de 0,2 mm selon la méthode décrite dans la Recommandation ISO/R ...**, *Echantillonnage des houilles*. On doit éviter la production d'une quantité trop grande de poussière.

7. MODE OPÉRATOIRE

7.1 Préparation de l'appareillage

- 7.1.1 *Les deux méthodes*. Remplir le récipient de conditionnement de pâte de sulfate de potassium (4.1) jusqu'au niveau indiqué sur la Figure 1 ou sur la Figure 2.
- 7.1.2 *Méthode sous pression atmosphérique*. Relier le récipient de conditionnement à la pompe et faire circuler l'eau à un taux suffisant pour maintenir une température de $30 \pm 0,1$ °C dans le récipient.
- 7.1.3 *Méthode sous pression réduite*. Faire le vide dans le dessiccateur, à plusieurs reprises, jusqu'à cessation de formation de mousse. Pour diminuer toute formation ultérieure de mousse, le dessiccateur devra être gardé sous vide lorsqu'il n'est pas utilisé.

* L'appareillage et le mode opératoire de la Méthode B, décrite dans la Recommandation ISO/R 589, *Détermination de l'humidité totale de la houille*, conviennent; la description en est reproduite en Annexe A.

** Actuellement à l'état d'un avant-projet.

7.2 Traitement préalable de l'échantillon

Mettre environ 20 g d'échantillon, broyé pour passer au tamis de 0,2 mm, dans une fiole conique; ajouter environ 100 ml d'eau distillée, agiter à plusieurs reprises et filtrer sur le creuset ou entonnoir filtrant. Laver le charbon filtré avec deux ou trois portions successives de 25 ml d'eau distillée, en prenant soin que la surface du charbon ne soit pas séchée par une succion excessive. Enlever le charbon du filtre et l'étaler entre deux couches de papier filtre, chaque couche étant formée de huit feuilles de papier filtre. L'épaisseur de la couche de charbon ne devra pas être supérieure à 4 mm. Placer un poids d'environ 10 kg sur la couche supérieure de papier filtre; une partie importante de l'eau adhérent à la surface se trouvant ainsi éliminée. Après 10 minutes environ, enlever le poids et malaxer le charbon soigneusement à l'aide d'une spatule.

7.3 Conditionnement

7.3.1 *Méthode sous pression atmosphérique.* Peser le vase à tarer vide et son couvercle, puis étaler uniformément environ 2 g de charbon préalablement traité (voir paragraphe 7.2) dans le vase à tarer. Placer le vase dans le récipient de conditionnement réglé à une température de $30 \pm 0,1$ °C, de façon qu'il soit au-dessous du niveau de l'orifice d'expulsion d'air. Replacer les deux moitiés du couvercle et les fixer au moyen de crampons ou de poids. Mettre le moteur de l'hélice en marche et faire passer l'air pendant une période de 3 à 6 heures (voir Note 1). Arrêter le moteur, enlever le vase, et refixer le couvercle. Mettre le vase sur le plateau en métal d'une balance et peser rapidement avec une précision de 0,2 mg.

7.3.2 *Méthode sous pression réduite.* Peser le vase à tarer vide et son couvercle et étaler uniformément 1 g de charbon, préalablement traité (voir paragraphe 7.2), dans le vase. Poser le couvercle, sans le fermer complètement, sur le vase chargé que l'on introduit dans le récipient de conditionnement. Mettre le couvercle du récipient de conditionnement en place et faire le vide sous une pression de 20 à 25 mbar. Placer le récipient dans le bain-marie maintenu à une température de $30 \pm 0,1$ °C, et refaire le vide. La pression doit atteindre rapidement 40 mbar environ, qui est la pression de vapeur de la solution saturée de sulfate de potassium à 30 °C. Si la pression dépasse 45 mbar, la réduire par le vide sans déranger le récipient.

Après une période de 24 ± 2 heures, le récipient se trouvant toujours dans le bain-marie, ramener la pression à la pression atmosphérique en laissant entrer lentement de l'air sec à 30 °C. L'air admis suit un circuit comprenant un tube capillaire, une colonne chargée de perchlorate de magnésium anhydre (voir Note 2), et un serpentin en cuivre immergé dans le bain-marie et raccordé à l'entrée du récipient (voir Fig. 2). Pour éviter les variations d'humidité, il est essentiel de s'assurer qu'il n'y a aucune perturbation de l'atmosphère directement en contact avec le charbon conditionné. Ceci peut être réalisé en ajustant la longueur et le diamètre du capillaire G (voir Fig. 2), de façon que le temps nécessaire pour ramener la pression à la pression atmosphérique soit d'environ 15 minutes. Retirer le récipient du bain-marie, enlever le couvercle et placer immédiatement le vase muni de son couvercle sur une balance et peser rapidement avec une précision de 0,2 mg.

NOTES

1. La période de temps nécessaire pour que l'équilibre soit atteint dépendra du rang du charbon. Dans le cas d'un charbon "inconnu", on peut placer plusieurs échantillons de ce même charbon dans le récipient et déterminer sa capacité de rétention d'humidité après plusieurs conditionnements.
2. Il convient de ne pas régénérer le perchlorate de magnésium à cause du risque d'explosion. Le perchlorate de magnésium épuisé doit être jeté à l'évier et évacué au moyen d'un courant d'eau.

7.4 Détermination de l'humidité

Déterminer l'humidité de l'échantillon conditionné selon la méthode décrite en Annexe A, en utilisant le vase dans lequel le charbon a été conditionné.

8. EXPRESSION DES RÉSULTATS

La capacité de rétention d'humidité (*CRH*) de l'échantillon sous analyse, exprimée en pour-cent en masse, est calculée selon la formule suivante :

$$CRH = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse du vase à tarer et de son couvercle, en grammes;

m_2 est la masse du charbon, du vase à tarer et de son couvercle après conditionnement, en grammes;

m_3 est la masse du charbon séché, du vase à tarer et de son couvercle, en grammes.

Le résultat, de préférence la moyenne de deux déterminations (voir chapitre 9), doit être exprimé comme suit :

Capacité de rétention d'humidité	Résultat exprimé à
Inférieure à 5 %	0,1 % près
5 % et plus	0,5 % près

9. FIDÉLITÉ DE LA MÉTHODE

Capacité de rétention d'humidité	Différences maximales acceptables entre les résultats obtenus	
	dans un même laboratoire (Répétabilité)	dans des laboratoires différents (Reproductibilité)
	0,5 % en valeur absolue	1,2 % en valeur absolue

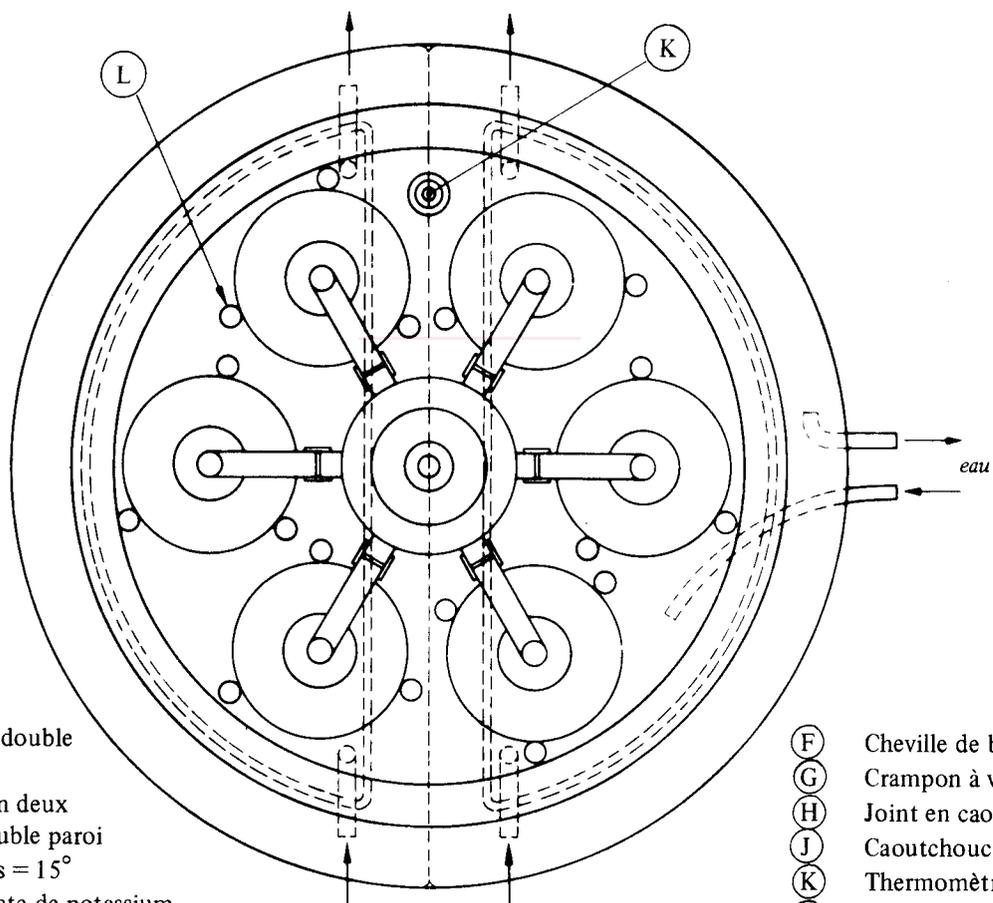
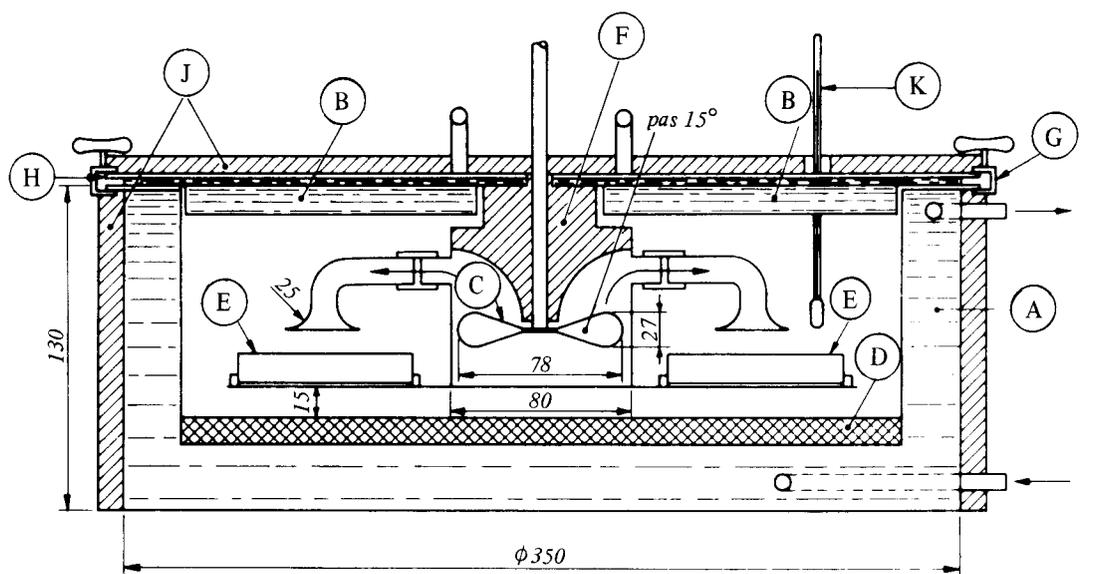
9.1 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations effectuées à différentes périodes, dans un même laboratoire, par la même personne, avec le même appareillage, sur des prises d'essai représentatives prélevées sur le même échantillon pour analyse ne doivent pas différer de plus de la valeur citée ci-dessus.

9.2 Reproductibilité

La moyenne des résultats de deux déterminations effectuées dans deux laboratoires différents, sur des prises d'essai représentatives prélevées sur le même échantillon pour analyse, ne doivent pas différer de plus de la valeur citée ci-dessus.

Dimensions en millimètres



- (A) Récipient à double paroi
- (B) Couvercle en deux parties à double paroi
- (C) Hélice - pas = 15°
- (D) Pâte de sulfate de potassium
- (E) Vases à tarer

- (F) Cheville de bronze
- (G) Crampon à vis
- (H) Joint en caoutchouc
- (J) Caoutchouc mousse
- (K) Thermomètre
- (L) Clous de position

FIG. 1 - Appareillage pour la détermination de la capacité de rétention d'humidité du charbon (Méthode sous pression atmosphérique)

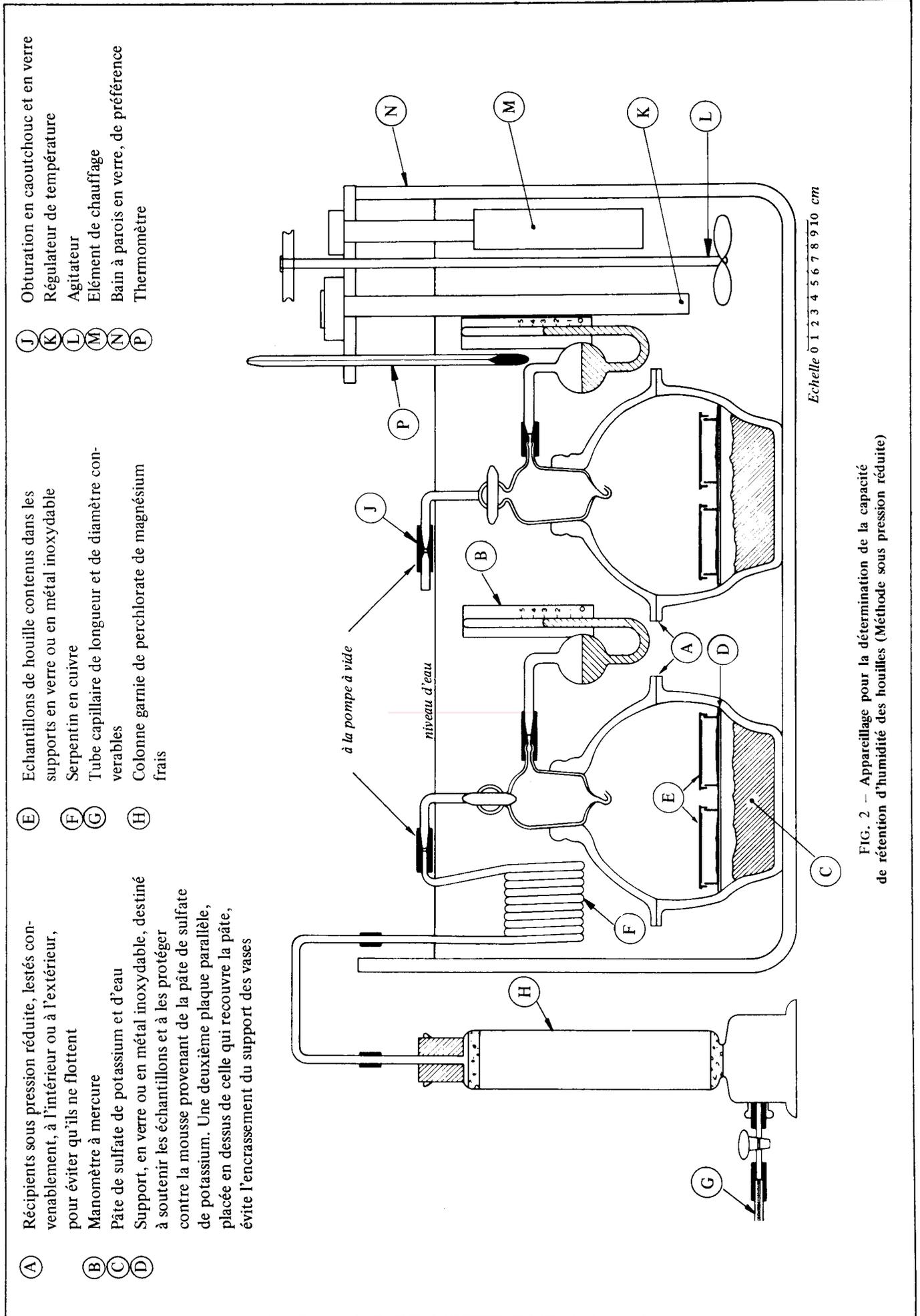


FIG. 2 — Appareillage pour la détermination de la capacité de rétention d'humidité des houilles (Méthode sous pression réduite)

ANNEXE A

DÉTERMINATION DE L'HUMIDITÉ DANS LE CHARBON CONDITIONNÉ

A.1 RÉACTIFS

A.1.1 *Azote sec* et contenant moins de trente parties par million d'oxygène (voir Annexe B).

A.1.2 *Déshydratant* pour dessiccateur, gel de silice ou autres déshydratants, soit frais, soit fraîchement régénérés.

A.2 APPAREILLAGE

A.2.1 *Étuve à azote*. Une étuve capable d'être maintenue à une température comprise entre 105 et 110 °C et disposée pour permettre le passage d'un courant d'azote sec, exempt d'oxygène, à une vitesse suffisante pour renouveler l'atmosphère quinze fois par heure.

A.2.2 *Vases à tarer*. Voir paragraphe 5.1.4 ou 5.2.3.

A.3 MODE OPÉRATOIRE

Oter le couvercle du vase à tarer et le placer dans le dessiccateur. Chauffer le vase découvert à l'étuve à une température comprise entre 105 et 110 °C jusqu'à masse constante. Remettre le couvercle sur le vase, refroidir ce dernier rapidement sur une plaque froide, puis l'introduire dans le dessiccateur pendant une période de temps inférieure à 10 minutes et peser avec une précision de 0,2 mg.

NOTE. – Une période de chauffe de 1 heure est normalement suffisante. Un changement inférieur à 1 mg pendant une période de chauffe supplémentaire de 30 minutes exprime la constance de la masse.