
**Combustibles minéraux solides — Dosage
du chlore à l'aide du mélange Eschka**

Solid mineral fuels — Determination of chlorine using Eschka mixture

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 587:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fl7965ab-056e-4727-a864-6ba0292f857e/iso-587-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fl7965ab-056e-4727-a864-6ba0292f857e/iso-587-1997>



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

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 587:1981), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 587:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f17965ab-056e-4727-a864-6ba0292f857e/iso-587-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f17965ab-056e-4727-a864-6ba0292f857e/iso-587-1997>

© ISO 1997

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet iso@iso.ch

Version française tirée en 1998

Imprimé en Suisse

Combustibles minéraux solides — Dosage du chlore à l'aide du mélange Eschka

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en chlore de la houille, des charbons bruns et du lignite ainsi que du coke à l'aide du mélange Eschka.

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 331:1983, *Charbon — Détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse — Méthode gravimétrique directe.*

ISO 687:1974, *Coke — Détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse.*

ISO 1015:1992, *Charbon brun et lignites — Détermination de l'humidité — Méthode volumétrique directe.*

ISO 1170:1977, *Charbon et coke — Calcul pour les analyses par rapport à différentes bases.*

ISO 1988:1975, *Charbons et lignites durs — Échantillonnage.*

ISO 2309:1980, *Coke — Échantillonnage.*

ISO 5068:1983, *Charbons bruns et lignites — Détermination de l'humidité — Méthode gravimétrique indirecte.*

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.*

ISO 9411-1:1994, *Combustibles minéraux solides — Échantillonnage mécanique sur minéraux en mouvement — Part 1: Charbon.*

ISO 9411-2:1994, *Combustibles minéraux solides — Échantillonnage mécanique sur minéraux en mouvement — Part 2: Coke.*

3 Principe

Une masse connue d'échantillon intimement incorporée avec le mélange Eschka est calcinée en atmosphère oxydante afin d'éliminer la matière combustible et de transformer le chlore en chlorures alcalins. Ces derniers sont extraits à l'acide nitrique ou à l'eau et dosés soit selon la méthode Volhard soit selon la méthode Mohr ou encore par titration potentiométrique en utilisant une électrode sélective des ions.

4 Réactifs

AVERTISSEMENT — Il faut prendre des précautions lors de la manipulation des réactifs dont beaucoup sont toxiques et corrosifs.

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

4.1 Pour toutes les méthodes

4.1.1 Mélange Eschka.

Mélanger deux parties en masse d'oxyde de magnésium, passé au four quelques instants, avec une partie en masse de carbonate de sodium ou de potassium anhydre. Le mélange doit passer entièrement à travers un tamis de 0,212 mm d'ouverture nominale de maille.

4.1.2 **Acide nitrique**, concentré, exempt de chlore, à environ 70 % (*m/m*).

4.2 Pour les méthodes Volhard et de l'électrode sélective

4.2.1 **Nitrate d'argent**, solution titrée, $c(\text{AgNO}_3) = 0,025 \text{ mol/l}$.

Broyer des cristaux de nitrate d'argent à chaud à 125 °C pendant 2 h à 3 h. Dissoudre 4,247 g de ce broyat dans de l'eau et diluer à 1 000 ml. Conserver dans un flacon en verre ambré.

4.3 Pour la méthode Volhard uniquement

4.3.1 **3,5,5-Triméthyl-1-hexanol**.

4.3.2 **1-Hexanol**.

4.3.3 **Thiocyanate de potassium**, solution titrée, $c(\text{KSCN}) \approx 0,025 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 2,4 g de thiocyanate de potassium dans de l'eau et diluer à 1 000 ml. Titrer par rapport à la solution de nitrate d'argent (4.2.1) et calculer l'équivalence exacte.

4.3.4 **Indicateur à l'alun de fer(II) [sulfate d'ammonium et de fer(III)]**, solution saturée.

Saturer 100 ml d'eau avec environ 125 g d'alun de fer(III) $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}]$ et ajouter une quantité suffisante d'acide nitrique (4.1.2) pour éliminer la couleur brune.

4.4 Pour la méthode Mohr uniquement

4.4.1 **Nitrate d'argent**, solution titrée, $c(\text{AgNO}_3) = 0,050 \text{ mol/l}$.

Peser 8,494 g de nitrate d'argent, séché comme décrit en 4.2.1, dissoudre dans de l'eau et diluer à 1 000 ml. Conserver dans un flacon en verre ambré.

4.4.2 **Chromate de potassium**, indicateur en solution.

Dissoudre 5 g de chromate de potassium dans 100 ml d'eau.

5 Appareillage

5.1 **Balance analytique**, permettant de peser à 0,1 mg près.

5.2 Verrerie volumétrique , conforme aux exigences de qualité A figurant dans les Normes internationales élaborées par l'ISO/TC 48, *Verrerie de laboratoire et appareils connexes*.

5.3 Four électrique à moufle, permettant de maintenir une température de $675\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$, muni d'une ventilation appropriée.

5.4 Creuset, en platine, silice ou porcelaine, d'une capacité d'environ 25 ml.

5.5 Plaque, de 6 mm d'épaisseur, en silice ou autre matériau réfractaire approprié, entrant facilement dans le four à moufle (5.3).

5.6 Appareil de titrage potentiométrique, muni d'une électrode sélective des ions chlorure et d'une électrode de référence double jonction.

6 Préparation de l'échantillon pour essai

L'échantillon pour essai est l'échantillon d'analyse générale préparé conformément à l'ISO 1988, à l'ISO 2309, à l'ISO 5069-2, à l'ISO 9411-1 ou à l'ISO 9411-2, selon le cas. S'assurer que l'échantillon est en équilibre hygroscopique avec l'atmosphère du laboratoire en l'exposant, s'il y a lieu, en couche mince, pendant le temps minimal nécessaire pour parvenir à un équilibre.

Avant de commencer la détermination, homogénéiser l'échantillon pour essai équilibré pendant au moins 1 min, de préférence en appliquant un procédé mécanique.

Si les résultats doivent être calculés sur une base autre que «sec à l'air» (voir article 8), déterminer alors l'humidité, après avoir pesé la prise d'essai (voir 7.1), en utilisant une autre portion de l'échantillon pour essai, suivant la méthode décrite dans l'ISO 331, l'ISO 687, l'ISO 1015 ou l'ISO 5068, selon le cas.

7 Mode opératoire

ISO 587:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fl7965ab-056e-4727-a864-6ba0292f857e/iso-587-1997>

7.1 Combustion

Peser, à 0,1 mg près, une prise d'essai d'environ 1 g pour les échantillons dont la teneur attendue en chlore est supérieure à 0,1 % (*m/m*) ou de 2 g pour les échantillons dont la teneur attendue en chlore est inférieure.

Couvrir uniformément le fond du creuset (5.4) avec 0,5 g de mélange Eschka (4.1.1). Mélanger soigneusement la prise d'essai avec 2,5 g du mélange Eschka dans un récipient approprié. Transvaser le mélange dans le creuset, niveler le contenu en tapotant doucement le creuset sur la pailleasse et le recouvrir à nouveau uniformément de 1 g de mélange Eschka.

NOTE 1 Il est bon de peser d'abord 4 g de mélange Eschka et d'extraire les prises d'essai requises pour la couche du fond et la couche supérieure à l'aide d'un petit tube en verre, étalonné pour chaque lot de mélange Eschka, afin d'obtenir des prises d'essai de 0,5 g et 1 g sans pesée. La couche du fond du mélange Eschka réduit l'attaque sur les surfaces en silice et en porcelaine, de sorte que l'extraction du chlore à l'eau chaude est totale même en cas de détérioration de la surface.

Dans le cas des charbons, placer le creuset chargé dans le four à moufle (5.3) froid et porter la température à $675\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ en 1 h environ. Maintenir cette température pendant encore 2 h. Retirer le creuset et le laisser refroidir.

Dans le cas du coke, placer le creuset chargé sur la plaque (5.5) froide et l'introduire dans le four à moufle à une température de $675\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$. Maintenir cette température pendant 2 h. Retirer le creuset et le laisser refroidir.

NOTE 2 On évite la fissuration des creusets en porcelaine en les refroidissant lentement en les introduisant dans des supports réalisés en matériau réfractaire légèrement poreux après les avoir retirés du four à moufle.

7.2 Réalisation

Réaliser le dosage selon la méthode Volhard (7.2.1), la méthode Mohr (7.2.2) ou la méthode par électrode sélective (7.2.3).

7.2.1 Méthode Volhard

Transvaser le mélange calciné dans un bécher, laver le creuset avec environ 125 ml d'eau chaude et ajouter les eaux de lavage dans le bécher. S'il reste des particules non calcinées, arrêter l'essai et répéter le dosage en prolongeant la durée de la combustion. Ajouter avec précaution 20 ml d'acide nitrique (4.1.2) et recouvrir le bécher avec un verre de montre, en tournant ou en agitant, si nécessaire, le contenu afin de faciliter la dissolution.

S'il y a lieu, filtrer la solution sur un papier à filtration rapide, sans cendres, lavé à l'acide, en recueillant le filtrat dans une fiole conique¹⁾. Laver le filtre avec une petite quantité d'eau chaude (par exemple quatre portions de 5 ml à 10 ml), refroidir à température ambiante et ajouter 20 ml de solution de nitrate d'argent (4.2.1) dans la fiole, puis homogénéiser. Ajouter immédiatement 5 ml de 3,5,5-triméthyl-1-hexanol (4.3.1) ou de 1-hexanol (4.3.2), agiter la solution pendant 1 min afin de coaguler le précipité, ajouter 8 à 10 gouttes d'indicateur à l'alun de fer(II) (4.3.4) et titrer avec la solution de thiocyanate de potassium (4.3.3). Le point final est atteint lorsque la solution prend une couleur légèrement rose-orange.

7.2.2 Méthode Mohr

Transvaser le mélange calciné dans un bécher, laver le creuset avec de l'eau chaude, recueillir les eaux de lavage dans le bécher et broyer le résidu se trouvant dans le bécher à l'aide d'une baguette de verre à extrémité plate. S'il reste des particules non calcinées, arrêter l'essai et répéter le dosage en prolongeant la durée de la combustion.

Faire bouillir la solution et la filtrer à l'aide d'un papier filtre ou d'un papier à filtration rapide, en recueillant le filtrat dans une fiole conique. Laver le résidu avec cinq portions (5 ml chacune) d'eau chaude, en recueillant les eaux de lavage dans la fiole. Neutraliser la solution à l'acide nitrique (4.1.2) en utilisant un papier pH. Ajouter 10 gouttes de chromate de potassium (4.4.2) et titrer avec la solution de nitrate d'argent (4.4.1). L'apparition d'une coloration brune indique le point final.

[ISO 587:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fl7965ab-056e-4727-a864-6ba0292f857e/iso-587-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fl7965ab-056e-4727-a864-6ba0292f857e/iso-587-1997>

7.2.3 Méthode par électrode sélective

Transvaser le mélange calciné dans un bécher, laver le creuset avec 50 ml à 70 ml d'eau chaude et ajouter les eaux de lavage dans le bécher. S'il reste des particules non calcinées, arrêter l'essai et répéter le dosage en prolongeant la durée de la combustion. Ajouter avec précaution 20 ml d'acide nitrique (4.1.2) et recouvrir le bécher avec un verre de montre, en tournant ou en agitant, si nécessaire, le contenu afin de faciliter la dissolution.

S'il y a lieu, filtrer la solution sur un papier filtre à filtration rapide, sans cendres, lavé à l'acide, en recueillant le filtrat dans une fiole conique¹⁾. Laver le filtre avec une petite quantité d'eau chaude (il est recommandé de ne pas dépasser un volume total de filtrat de 100 ml) et le laisser refroidir à température ambiante.

Titrer avec la solution de nitrate d'argent à 0,025 mol/l (4.2.1), en utilisant l'appareil de titrage potentiométrique (5.6).

7.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en appliquant le mode opératoire décrit en 7.1 et 7.2 mais sans prise d'essai. Il permet d'évaluer le chlore dans les réactifs et toute contamination dans l'atmosphère de laboratoire. Cela ne doit pas être quantitativement significatif.

¹⁾ La filtration est généralement inutile lors de l'utilisation de prises d'essais de 1 g de combustibles à faible taux de cendres mais elle est nécessaire dans le cas de prises d'essai plus importantes ou de combustibles à taux de cendres élevé.

8 Expression des résultats

8.1 Méthode Volhard

La teneur en chlore (w_{Cl}) de l'échantillon analysé, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$w_{\text{Cl}} = \frac{3,545 c_1 (V_2 - V_1)}{m}$$

où

c_1 est la concentration, en moles par litre, de la solution de thiocyanate de potassium (4.3.3);

V_1 est le volume, en millilitres, de solution de thiocyanate de potassium (4.3.3) utilisé pour le dosage (7.2.1);

V_2 est le volume, en millilitres, de solution de thiocyanate de potassium (4.3.3) utilisé pour l'essai à blanc (7.3);

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

8.2 Méthode Mohr

La teneur en chlore (w_{Cl}) de l'échantillon analysé, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$w_{\text{Cl}} = \frac{3,545 c_2 (V_3 - V_4)}{m}$$

où

c_2 est la concentration, en moles par litre, de la solution de nitrate d'argent (4.4.1);

V_3 est le volume, en millilitres, de solution de nitrate d'argent (4.4.1) utilisé pour le dosage (7.2.2);

V_4 est le volume, en millilitres, de solution de nitrate d'argent (4.4.1) utilisé pour l'essai à blanc (7.3);

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

8.3 Méthode par électrode sélective

La teneur en chlore (w_{Cl}) de l'échantillon analysé, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$w_{\text{Cl}} = \frac{3,545 c_3 (V_5 - V_6)}{m}$$

où

c_3 est la concentration, en moles par litre, de la solution de nitrate d'argent (4.2.1);

V_5 est le volume, en millilitres, de solution de nitrate d'argent (4.2.1) utilisé pour le dosage (7.2.3);

V_6 est le volume, en millilitres, de solution de nitrate d'argent (4.2.1) utilisé pour l'essai à blanc (7.3);

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

8.4 Toutes méthodes

Exprimer les résultats comme étant la moyenne de deux déterminations, à 0,01 % près.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 587:1997

<https://standards.iteh.ai/en/standards/iso/587/587-1997>

6ba0292f857e/iso-587-1997

Les résultats de la détermination décrite dans la présente Norme internationale sont consignés sur la base «sec à l'air». Le calcul des résultats sur d'autres bases est traité dans l'ISO 1170.

9 Fidélité

9.1 Limite de répétabilité

Il convient que les résultats de deux déterminations, effectuées à différentes périodes dans un court intervalle de temps, dans un même laboratoire, par la même personne utilisant le même appareillage, sur des prises d'essai représentatives, prélevées sur le même échantillon pour analyse, ne diffèrent pas de plus de 0,03 % en valeur absolue.

9.2 Différence critique de reproductibilité

Il convient que les moyennes des résultats de deux déterminations, effectuées dans deux laboratoires différents, sur des prises d'essai représentatives, prélevées sur le même échantillon après le stade final de la séparation de l'échantillon, ne diffèrent pas de plus de 0,06 % en valeur absolue.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) la référence à la présente Norme internationale;
- b) une identification de l'échantillon essayé;
- c) les résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- d) tous les détails particuliers éventuels relevés au cours de la détermination;
- e) toute opération non prévue dans la présente Norme internationale ou facultative;
- f) la date de l'essai.

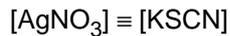
Annexe A (informative)

Dérivation des facteurs utilisés pour les calculs dans la présente Norme internationale

A.1 Généralités

Dans la présente annexe, les masses atomiques relatives et les masses moléculaires relatives sont présentées dans les formules chimiques entre crochets.

Les équivalences des dosages dans la présente Norme internationale sont les suivantes:



A.2 Méthode Volhard

Le pourcentage en masse de chlore dans l'échantillon (w_{Cl}) est donné par la formule

$$w_{\text{Cl}} = \frac{[(cV - c_1V_1) - (cV - c_1V_2)] \times 35,45}{1000} \times \frac{100}{m}$$

$$\frac{3,545 c_1(V_2 - V_1)}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de solution de nitrate d'argent (4.2.1) utilisé pour le dosage (7.2.1) et l'essai à blanc (7.3);

V_1 est le volume, en millilitres, de solution de thiocyanate de potassium (4.3.3) utilisé pour le dosage (7.2.1);

V_2 est le volume, en millilitres, de solution de thiocyanate de potassium (4.3.3) utilisé pour l'essai à blanc (7.3);

c est la concentration, en moles par litre, de la solution de nitrate d'argent (4.2.1);

c_1 est la concentration, en moles par litre, de la solution de thiocyanate de potassium (4.3.3);

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

35,45 est la masse atomique relative du chlore, [Cl].