
**Charbon — Détermination de la teneur
en différentes formes de soufre**

Coal — Determination of forms of sulfur

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 157:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07bcd568-802d-4f59-bb3-93b1b112f2e7/iso-157-1996>



Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comité 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 157 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 157:1975), dont elle constitue une révision technique.

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

© ISO 1996

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 central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Version française tirée en 1998

Imprimé en Suisse

Introduction

Dans de nombreux cas, il est suffisant de connaître la teneur en soufre total du charbon, mais certains travaux nécessitent parfois de connaître la façon dont le soufre est réparti entre la substance carbonneuse et les matières minérales. La nécessité de posséder ces informations peut notamment être en rapport avec la classification et le nettoyage du charbon.

Le soufre se trouve habituellement dans le charbon sous trois formes, à savoir:

Sulfate de soufre dit soufre «sulfate»:

a) soufre sulfate, c'est-à-dire le soufre présent sous forme de sulfates inorganiques;

b) soufre pyritique, c'est-à-dire le soufre présent sous forme de pyrites et de marcassite;

[ISO 157:1996](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07bc1568-8021-4f59-bb3-93b1b1122e7/iso-157-1996>

c) soufre organique, c'est-à-dire le soufre présent sous forme de composés sulfurés organiques.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 157:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07bcd568-802d-4f59-bb3-93b1b112f2e7/iso-157-1996>

Charbon — Détermination de la teneur en différentes formes de soufre

Section 1: Généralités

1.1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes permettant de déterminer la teneur en soufre «sulfate» et en soufre pyritique présents dans les charbons, y compris les charbons bruns et les lignites, et permettant de calculer la quantité de soufre organique présent.

1.2 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 334:1992, *Combustibles minéraux solides — Dosage du soufre total — Méthode Eschka.*
- ISO 351:1984, *Combustibles minéraux solides — Dosage du soufre total — Méthode par combustion à haute température.*
- ISO 1015:1992, *Charbons bruns et lignites — Détermination de l'humidité — Méthode volumétrique directe.*
- ISO 1170:1977, *Charbon et coke — Calculs pour les analyses par rapport à différentes bases.*
- ISO 1988:1975, *Charbons et lignites durs — 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.*

1.3 Principe

Le mode opératoire décrit dans la présente Norme internationale exploite les différences de solubilité des sulfates et des pyrites dans les acides chlorhydrique et nitrique dilués sous reflux, de sorte que l'un et l'autre puissent être prélevés successivement en solution et dosés directement.

Une représentation schématique générale du mode opératoire est indiquée à la figure 1.

1.4 Préparation de l'échantillon pour essai

L'échantillon pour essai est l'échantillon destiné aux analyses générales, préparé conformément à l'ISO 1988 ou à l'ISO 5069-2 selon les cas.

Moudre environ 25 g d'échantillon de manière à leur faire traverser un tamis de 75 µm d'ouverture de maille et en veillant à ce que le taux d'humidité de l'échantillon soit équilibré dans l'atmosphère d'essai, et en l'exposant si nécessaire à l'état de couche mince, pendant la durée minimale nécessaire pour parvenir à l'équilibre.

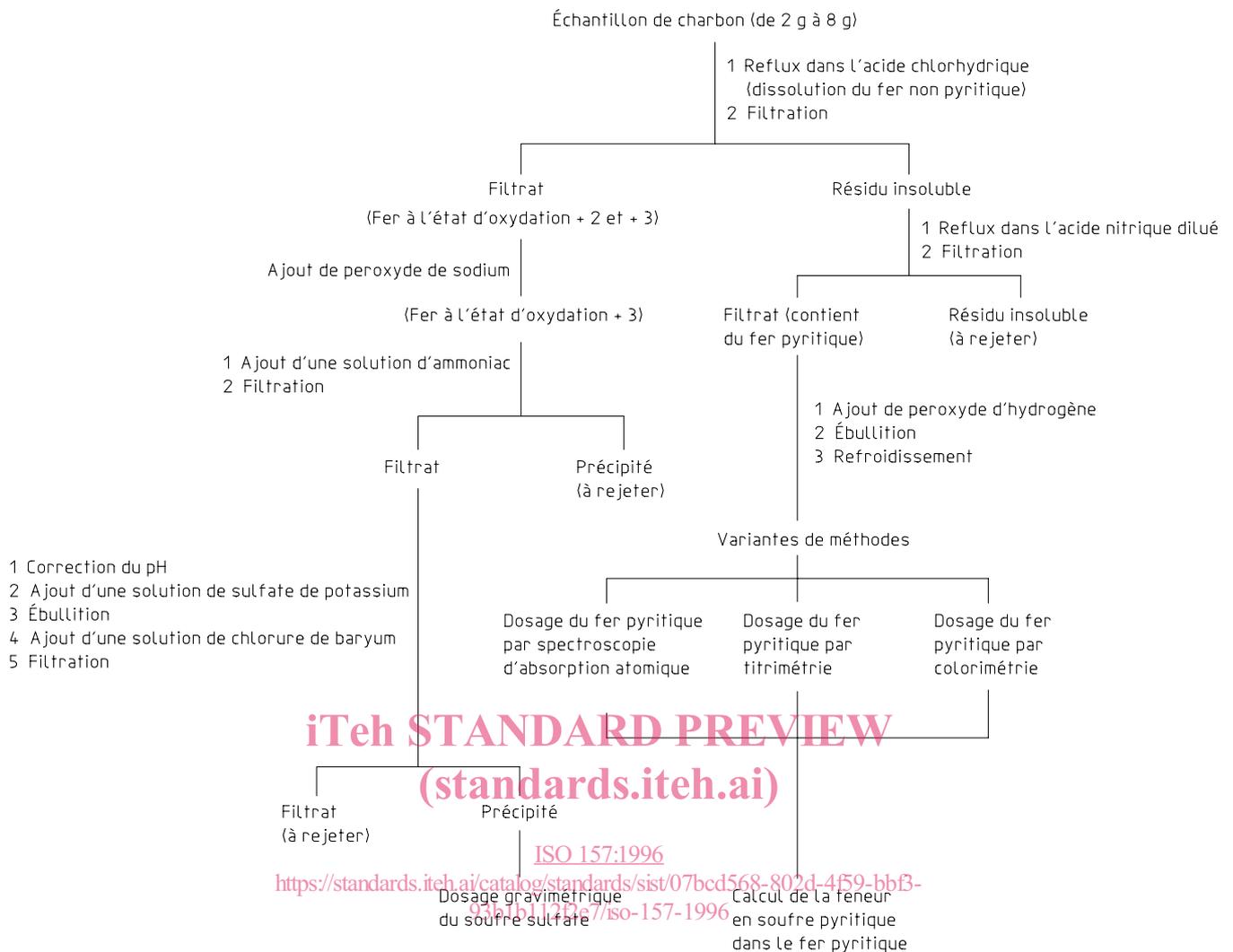
Avant de commencer le dosage, bien homogénéiser l'échantillon pour essai pendant au moins 1 min, de préférence par un moyen mécanique.

S'il est prévu de calculer les résultats autrement que sur un charbon sec à l'air (voir 6.1), déterminer, après avoir pesé la prise d'essai (voir 2.4), le taux d'humidité en utilisant une portion supplémentaire de l'échantillon pour essai, en appliquant la méthode décrite dans l'ISO 331, l'ISO 1015 ou l'ISO 5068 selon les cas.

(standards.iteh.ai)

[ISO 157:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07bcd568-802d-4f59-bb3-93b1b112f2e7/iso-157-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07bcd568-802d-4f59-bb3-93b1b112f2e7/iso-157-1996>



NOTE — Soufre organique = soufre total – (soufre sulfate + soufre pyritique)

Figure 1 — Représentation schématique générale du mode opératoire

Section 2: Séparation du soufre sulfate et du soufre pyritique

2.1 Principe

La prise d'essai est extraite avec de l'acide chlorhydrique dilué, afin de faire passer à la fois le soufre sulfate et le fer non pyritique en solution. Le fer et le soufre pyritiques restent présents dans le résidu qui résulte de la séparation par filtration.

2.2 Réactifs

AVERTISSEMENT — Apporter le plus grand soin à la manipulation des réactifs, un grand nombre d'entre eux étant toxiques et corrosifs.

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

2.2.1 Acide chlorhydrique, concentré, à environ 36 % (m/m).

2.2.2 Acide chlorhydrique, dilué, à environ 15 % (m/m).

Diluer 420 ml d'acide chlorhydrique (2.2.1) à 1 litre avec de l'eau.

2.2.3 Acide nitrique, dilué, à environ 9 % (m/m).

Diluer 130 ml d'acide nitrique concentré [environ 70 % (m/m)] à 1 litre avec de l'eau.

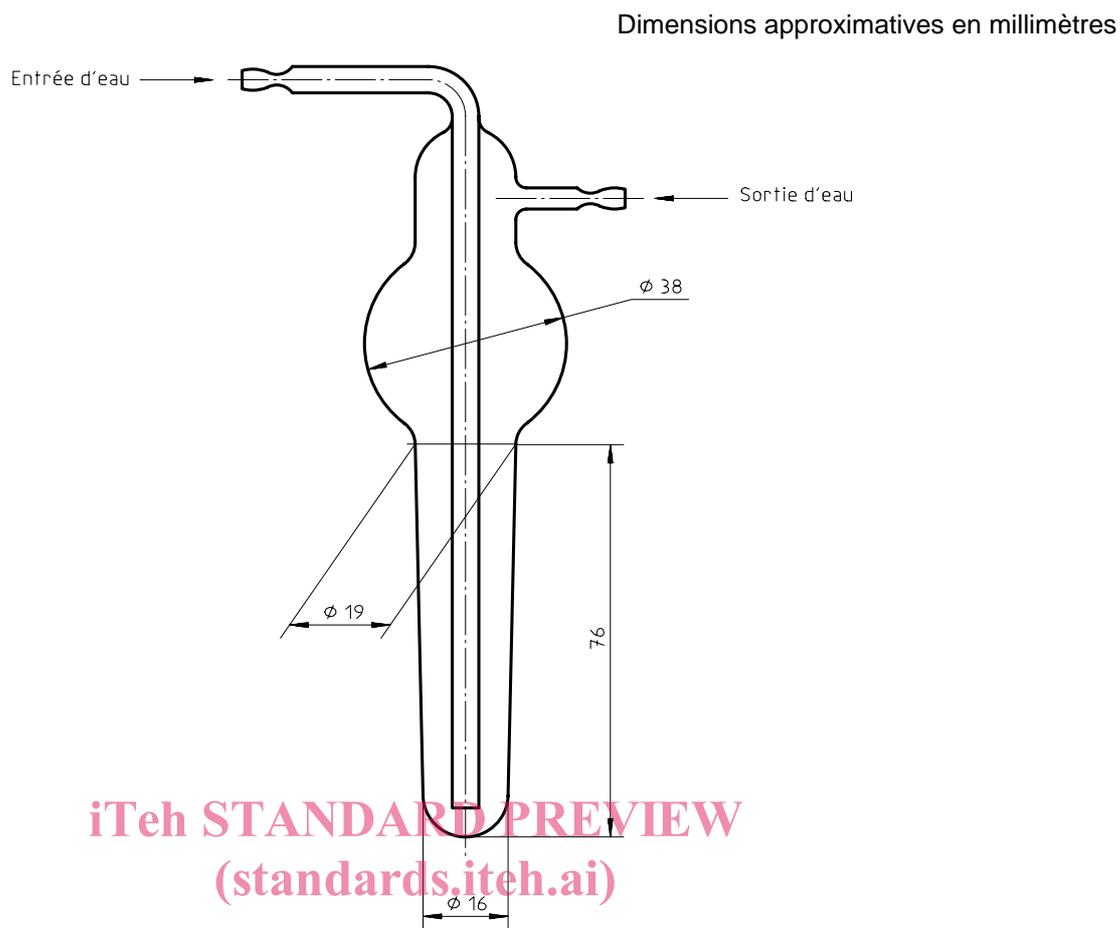
2.3 Appareillage

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07bcd568-802d-4f59-bb3-93b1b112f2e7/iso-157-1996>

2.3.1 Balance analytique, permettant la pesée à 0,1 g près.

2.3.2 Verrerie graduée, conforme aux prescriptions de classe A selon les Normes internationales élaborées par l'ISO/TC 48, *Verrerie de laboratoire et appareils connexes*.

2.3.3 Réfrigérant doigt de gant, adaptable au col d'une fiole conique de 250 ml (voir figure 2).



ISO 157:1996

Figure 2 — Réfrigérant doigt de gant destiné au dosage du soufre sulfate et du soufre pyritique

93b1b112f2e7/iso-157-1996

2.4 Mode opératoire

2.4.1 Prise d'essai

Prélever une prise d'essai de la masse indiquée dans le tableau 1 en fonction de la teneur en soufre total escomptée, en pesant à 0,1 mg près.

Tableau 1 — Prise d'essai

Teneur en soufre total % (m/m)	Masse de la prise d'essai g
< 0,7	8
0,7 à 2,0	5
< 2,0	2

2.4.2 Extraction

Transvaser la prise d'essai dans une fiole conique de 250 ml, ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique dilué (2.2.2) et adapter le réfrigérant (2.3.3) au col de la fiole. Faire bouillir pendant 30 min, en veillant à ce que l'eau traverse le condenseur selon un débit lent. Ôter le réfrigérant et rincer soigneusement vers l'intérieur de la fiole. Filtrer le mélange sur un papier à grain moyen lavé à deux reprises avec de l'acide chlorhydrique dans un bécher de grande contenance. Laver trois fois le résidu avec de l'acide chlorhydrique dilué (2.2.2) et trois fois supplémentaires avec de l'eau distillée chaude, en utilisant un volume total d'environ 30 ml. Conserver le filtrat destiné au dosage du soufre sulfate (voir section 3). Transvaser immédiatement le résidu lavé non dissous et le papier filtre dans une fiole conique de 250 ml, ajouter 50 ml d'acide nitrique dilué (2.2.3) et conserver l'ensemble pour le dosage du soufre pyritique (voir section 4).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 157:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07bcd568-802d-4f59-bb3-93b1b112f2e7/iso-157-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/07bcd568-802d-4f59-bb3-93b1b112f2e7/iso-157-1996>

Section 3: Dosage du soufre «sulfate»

3.1 Principe

La teneur en soufre «sulfate» extrait de la prise d'essai à l'aide d'acide chlorhydrique dilué est déterminée par un dosage gravimétrique par précipitation avec du chlorure de baryum.

3.2 Réactifs

AVERTISSEMENT — Apporter le plus grand soin à la manipulation des réactifs, dont plusieurs sont toxiques et corrosifs.

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

3.2.1 Peroxyde d'hydrogène, solution à environ 30 % (*m/m*).

3.2.2 Rouge de méthyle, solution d'indicateur.

Dissoudre 1 g d'acide 2-(4-diméthylaminophénylazo)benzoïque, sel de sodium (rouge de méthyle) dans 1 litre d'eau.

3.2.3 Ammoniac, solution concentrée, de concentration au moins égale à 25 % (*m/m*).

3.2.4 Acide chlorhydrique, concentré, à environ 36 % (*m/m*).

3.2.5 Sulfate de potassium, solution à environ 2 g/l.

Dissoudre environ 2 g de sulfate de potassium dans de l'eau et diluer à 1 litre.

3.2.6 Chlorure de baryum, solution à environ 85 g/l.

Dissoudre 100 g de chlorure de baryum dihydrate dans de l'eau et diluer à 1 litre. Filtrer, avant utilisation, à travers un papier filtre ou un tampon de papier filtre à grain fin, lavé à deux reprises avec de l'acide.

3.2.7 Nitrate d'argent, solution à environ 17 g/l.

Dissoudre 17 g de nitrate d'argent dans de l'eau et diluer à 1 litre. Conserver dans une bouteille en verre teinté.

3.3 Appareillage

3.3.1 Balance analytique, permettant la pesée à 0,1 mg près.

3.3.2 Verrerie graduée, conforme aux prescriptions de classe A selon les Normes internationales élaborées par l'ISO/TC 48.

3.3.3 Four à moufle électrique, pouvant être maintenu à $800\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$, équipé d'une vitesse d'aération adéquate.