

Replaced by ISO/R 1171 F.V.

Annulée

24

ISO

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

**RECOMMANDATION ISO
R 158**

DÉTERMINATION DES CENDRES DANS LES HOUILLES

1^{ère} ÉDITION

Jun 1960

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 158, *Détermination des cendres dans les houilles*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*, dont le Secrétariat est assuré par la British Standards Institution (B.S.I.).

Au cours de sa première réunion, tenue à Londres, en mars 1950, le Comité Technique procéda à un examen comparatif des normes nationales pour la détermination des cendres.

Au cours de la seconde réunion, tenue à Londres, en 1951, cette question fut discutée à nouveau et des décisions provisoires furent prises sur certains points de détail.

Au cours de la troisième réunion, tenue à Londres, en novembre 1953, il fut convenu de préparer un avant-projet et de charger le Groupe de Travail N° 2 — *Cendres et humidité* — d'essayer de résoudre expérimentalement certaines difficultés majeures.

Le premier avant-projet fut distribué en juin 1954. Il fut examiné par le Groupe de Travail, au cours d'une réunion tenue en octobre 1954, en même temps qu'un contre-projet de la Belgique. Six méthodes pour la détermination des cendres furent présentées. Après examen de tous les résultats, on convint d'adopter la méthode à un seul four et il fut décidé que la température devait s'élever de froid à 500 °C en 30 minutes et de 500 °C à la température définitive en 30 à 60 minutes. Pour la température définitive on admit un chiffre de compromis de 815 °C ± 10 °C.

Un second avant-projet incorporant ces décisions fut distribué, en janvier 1955, aux membres du Comité et fut étudié, ainsi que le rapport du Groupe de Travail, à la quatrième réunion d'ISO/TC 27, tenue à Stockholm en juin 1955. Il fut convenu que la méthode s'appliquerait uniquement à la houille, la question de la température définitive pour les charbons bruns et les lignites nécessitant encore des études. On renonça en même temps à une décision prise à cette époque et on décida de prévoir un échantillon de soit 1 g, soit 2 g, comme précédemment. Il fut décidé d'établir un nouvel avant-projet de recommandation sur cette base.

Cet avant-projet de Recommandation ISO, distribué en juin 1956 à tous les membres du Comité d'ISO/TC 27, et sous réserve de légères modifications, fut adopté comme Projet de Recommandation ISO.

En date du 29 juin 1957, ce Projet de Recommandation ISO (N° 170) fut distribué à tous les Comités Membres de l'ISO et approuvé, sous réserve de quelques modifications, par les Comités Membres suivants (au nombre de 23 sur un total de 38):

*Allemagne	*Irlande	Suède
Autriche	Italie	*Suisse
*Canada	Mexique	Tchécoslovaquie
Danemark	*Nouvelle-Zélande	*Union
Espagne	Pays-Bas	Sud-Africaine
*Grèce	*Portugal	*U.R.S.S.
Hongrie	Roumanie	U.S.A.
Inde	Royaume-Uni	*Yougoslavie

Un Comité Membre s'opposa à l'approbation du Projet: la Belgique.

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en juin 1960, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

* Ces Comités Membres ont déclaré qu'ils n'avaient pas d'objection à formuler contre l'approbation du Projet.

DÉTERMINATION DES CENDRES DANS LES HOUILLES

1. INTRODUCTION

Lorsque le charbon est incinéré totalement, les cendres constituant le résidu de l'opération diffèrent de la matière minérale présente à l'origine dans le charbon et en représentent une fraction plus petite. Cela provient du fait que pendant l'incinération il se produit des réactions diverses, telles que perte d'eau de constitution de la matière schisteuse, perte d'anhydride carbonique des carbonates, conversion en oxyde de fer des pyrites de fer par oxydation, fixation des oxydes de soufre par des bases. La détermination des cendres de la houille se fait donc nécessairement sur une base empirique, puisque les conditions dans lesquelles se fait l'incinération déterminent dans quelle mesure ces réactions se produisent. Il est essentiel par conséquent de suivre strictement la procédure prescrite si l'on veut obtenir des résultats reproductibles.

2. PRINCIPE

La houille est chauffée en présence d'air, la température étant portée d'abord en 30 minutes de la température ambiante à 500 °C, puis en 30 à 60 minutes de 500 °C à 815 °C, cette dernière température étant maintenue jusqu'à masse constante du résidu obtenu. Le pourcentage en cendres se déduit alors de la masse du résidu de l'incinération.

3. APPAREILLAGE

3.1 *Balance*, sensible à 0,1 mg.

3.2 *Four à moufle*, permettant d'obtenir une zone de température pratiquement uniforme de 500 °C après 30 minutes de chauffe en partant de la température ambiante, puis de porter cette température à 815 ± 10 °C en 30 à 60 minutes, et ensuite de maintenir cette dernière température constante. L'aération est telle que l'air dans le four soit renouvelé complètement au moins 4 fois par minute.

NOTE. Le nombre de renouvellements d'air par minute peut être déterminé d'après le débit gazeux dans la cheminée, mesuré à l'aide d'un tube de Pitot et utilisant un manomètre sensible.

3.3 *Nacelle*, de silice, porcelaine ou platine, de 10 à 15 mm de profondeur et munie éventuellement d'un couvercle, de dimension telle que pour la prise d'essai utilisée, la couche de charbon ne dépasse pas 0,15 g/cm².

4. MODE OPÉRATOIRE

Avant de commencer la détermination, mélanger soigneusement pendant une minute au moins, de préférence à l'aide d'un dispositif mécanique, l'échantillon de charbon « sec à l'air », broyé pour passer au tamis de 0,2 mm d'ouverture de mailles.

Peser une nacelle propre et sèche, avec son couvercle (voir Note 1) et répartir uniformément 1 à 2 g de l'échantillon dans la nacelle en s'assurant que la couche ne dépasse pas 0,15 g/cm². Peser la nacelle avec son contenu et son couvercle et calculer par différence la masse de l'échantillon. Introduire la nacelle découverte dans le four à la température ambiante, porter la température d'abord à 500 °C en 30 minutes, puis à 815 ± 10 °C dans les 30 à 60 minutes suivantes et maintenir cette dernière température pendant 60 minutes (voir Note 2). Retirer la nacelle du four (voir Note 3). La laisser refroidir pendant 10 minutes sur une plaque froide métallique, puis pendant 15 minutes dans un dessiccateur placé près de la balance. Peser la nacelle avec son contenu et son couvercle. Calciner à nouveau à la température finale jusqu'à masse constante (± 0,001 g). Se reporter à la masse initiale de la nacelle et du couvercle pour obtenir la masse des cendres en pour-cent et exprimer celle-ci avec une seule décimale.

NOTES

1. Lorsque des nacelles de silice sont utilisées, il est nécessaire immédiatement avant d'en déterminer la masse, de les porter à 815 ± 10 °C et de les maintenir à cette température pendant 15 minutes, puis de les laisser refroidir comme il est prescrit pour les dosages eux-mêmes.
2. Lorsque la houille est de source inconnue, ou lorsque sa teneur, tant en soufre qu'en anhydride carbonique, est élevée (au-dessus de 2% dans chaque cas), un régime de chauffe différent est prescrit, notamment comme suit: 60 minutes de chauffe pour atteindre 500 °C, 60 minutes pour porter la température de 500 à 815 °C, 60 minutes pour maintenir la température à 815 °C.
3. Lorsque les cendres sont légères et floconneuses, couvrir la nacelle avant de la retirer du four.

5. CALCUL DES RÉSULTATS

Soient: m_1 = masse de la nacelle avec son couvercle, exprimée en grammes,
 m_2 = masse de la nacelle avec son couvercle et la prise d'essai, exprimée en grammes,
 m_3 = masse de la nacelle avec son couvercle et les cendres, exprimée en grammes,
 A = pourcentage des cendres dans l'échantillon,

A est défini par la formule
$$A = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100$$

6. PRÉCISION

Le tableau ci-dessous indique les différences maximales acceptables

d'une part, entre les résultats de plusieurs déterminations effectuées à différentes périodes dans un même laboratoire, sur un même échantillon, par une même personne utilisant le même appareillage, et

d'autre part, entre les moyennes des résultats de deux déterminations effectuées dans des laboratoires différents, sur des portions représentatives prélevées sur le même échantillon global de houille après le dernier stade de la réduction.

Cendres	Différences maximales acceptables entre résultats obtenus	
	dans un même laboratoire	dans des laboratoires différents
Moins de 10%	0,2% en valeur absolue	0,3% en valeur absolue
10% et plus	2,0% du résultat obtenu	3,0% du résultat obtenu

Recommandation ISO/R 158

ISO/R 158 - 1960 (F)
ERRATUM
novembre 1961

DÉTERMINATION DES CENDRES DANS LES HOUILLES

1^{re} Edition — Juin 1960

Premier tirage — avril 1961

ERRATUM

Page 2, paragraphe 6, lignes 5 & 6: supprimer la phrase *On renonça... précédemment.*
