Norme internationale 331

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION•МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ•ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Charbon — Détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse — Méthode gravimétrique directe

Coal — Determination of moisture in the analysis sample — Direct gravimetric method

Deuxième édition — 1983-09-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 331:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0731a500-be52-471a-ba93-db1c7638d806/iso-331-1983

CDU 662.66 : 543.812 **Réf. nº : ISO 331-1983 (F)**

Descripteurs : charbon, analyse chimique, dosage, humidité, méthode gravimétrique.

ISO 331-1983 (F)

Prix basé sur 3 pages

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 331 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*.

Cette deuxième édition fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.11.2 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la première édition (ISO 331-1975), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

ISO 331:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0721a500-be52-471a-ba93-db1c7638d806/iso-331-1983

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Portugal
Allemagne, R.F.	Inde	Roumanie
Autriche	Israël	Royaume-Uni
Bulgarie	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Japon	Turquie
Chili	Nouvelle-Zélande	USA
Danemark	Pays-Bas	URSS
Espagne	Pologne	Yougoslavie

Le comité membre du pays suivant l'avait désapprouvée pour des raisons techniques :

Belgique

© **Organisation internationale de normalisation, 1983** ●

Imprimé en Suisse

Charbon — Détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse — Méthode gravimétrique directe

0 Introduction

Le charbon étant hygroscopique, son humidité varie en fonction des modifications de l'état hygrométrique de l'atmosphère et, par conséquent, on doit déterminer l'humidité de l'échantillon pour analyse chaque fois que l'on pèse des prises d'essai destinées à d'autres déterminations analytiques, telles que matières volatiles, pouvoir calorifique, carbone et hydrogène. Si toutes ces prises d'essai prélevées pour l'analyse sont pesées le même jour et à peu près au même moment, et si l'on procède sans délai aux analyses, une seule détermination d'humidité peut suffire.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 331:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/673fa9b4-bc82-47fa-ba83-db1c7638d806/iso-331-1983

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode gravimétrique de détermination de l'humidité de l'échantillon de houille, charbon brun et lignite pour analyse.

NOTE — D'autres méthodes, volumétriques, sont données dans l'ISO 348 et l'ISO 1015.

2 Références

ISO 348, *Houille — Détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse — Méthode volumétrique directe.*

ISO 1015, *Charbons bruns et lignites — Détermination de l'humidité — Méthode volumétrique directe.*

3 Principe

L'échantillon de charbon est chauffé entre 105 et 110 °C dans un courant d'azote sec exempt d'oxygène, et l'humidité entraînée est recueillie dans un tube d'absorption contenant un produit déshydratant. L'augmentation de masse du tube d'absorption (déduction faite du résultat d'un essai à blanc fait à part) est due à l'humidité de l'échantillon de charbon.

NOTE — Si l'on prend des précautions convenables contre la réabsorption d'humidité par le charbon séché, on peut mesurer la perte de masse de l'échantillon et la comparer avec le gain de masse du tube d'absorption. Ce mode opératoire est avantageux pour établir une discrimination entre les charbons riches en gaz occlus et ceux qui ne le sont pas.

4 Réactifs

4.1 Agent déshydratant.

Un produit approprié est le perchlorate de magnésium sec (voir la note). Il est important que le même agent déshydratant soit employé aussi bien dans la colonne de dessiccation que dans les tubes d'absorption, puisque l'azote entrant et le gaz sortant du système doivent être desséchés exactement au même degré.

NOTE — L'attention est attirée sur le soin qui doit être apporté à la manipulation et à l'élimination du perchlorate de magnésium. Les exigences nationales doivent être suivies.

4.2 Azote, contenant au maximum 30 ppm d'oxygène (voir l'annexe).

5 Appareillage

La balance utilisée doit être sensible à 0,1 mg.

5.1 Moyens de chauffage, permettant de maintenir un tube laboratoire, en verre, à une température uniforme et constante, comprise entre 105 et 110 °C. Un appareil convenable peut être, par exemple, un four à blocs d'aluminium chauffé électriquement et réglé par thermostat.

5.2 Colonne de dessiccation, garnie d'un déshydratant permettant de sécher le courant d'azote entrant dans le tube laboratoire.

5.3 Indicateurs de débit, capables de mesurer un débit suffisant pour réaliser, dans le tube laboratoire, deux renouvellements d'atmosphère par minute. Si l'on utilise, comme mode de mesurage du débit, la chute de pression dans un étranglement, le liquide du manomètre doit être constitué par une huile non volatile.

5.4 Tubes laboratoire, en verre, d'environ 50 ml de capacité, munis d'une entrée convenable pour l'azote sec et d'une sortie pour l'azote chargé d'humidité, et pouvant contenir 1 g de l'échantillon disposé en couche uniforme, soit dans le tube laboratoire lui-même, soit dans une nacelle qui est introduite dans le tube.

5.5 Nacelles (éventuellement), en matière inoxydable, telle que le verre ou la porcelaine émaillée.

5.6 Tubes d'absorption, de forme appropriée et pouvant contenir suffisamment de produit déshydratant pour absorber complètement l'humidité du courant d'azote.

6 Préparation de l'échantillon

Le charbon utilisé pour la détermination de l'humidité est l'échantillon pour analyse, broyé pour passer au tamis de 212 µm d'ouverture de maille. Si nécessaire, étaler l'échantillon en une couche mince durant le temps minimal nécessaire pour parvenir à un équilibre approximatif entre l'humidité de l'échantillon et l'atmosphère du laboratoire.

Avant de commencer la détermination, homogénéiser l'échantillon de charbon « sec à l'air », durant au moins 1 min, de préférence par un procédé mécanique.

7 Mode opératoire

Régler la vitesse du passage de l'azote (4.2) dans la colonne de dessiccation et l'indicateur de débit, de façon à renouveler deux fois par minute l'atmosphère dans le tube laboratoire. Relier un tube laboratoire vide à un tube d'absorption fermé et au courant d'azote provenant de l'indicateur de débit. Contrôler les fuites du système, ouvrir le tube d'absorption et rajuster le débit, si nécessaire.

Introduire le tube laboratoire dans le four chauffé à 105 à 110 °C et faire passer de l'azote (4.2) durant 15 min. Fermer le tube d'absorption, le débrancher, l'essuyer et le laisser séjourner durant 20 min dans la salle des balances. Ouvrir un instant le tube pour égaliser les pressions, puis le peser à 0,2 mg près en utilisant un tube semblable comme contrepoids (voir note 1).

Pendant que le tube d'absorption séjourne dans la salle des balances avant la pesée, enlever du four le tube laboratoire et le refroidir en y faisant passer un courant d'azote sec. Quand il est froid, y peser, à 0,1 mg près, environ 1 g de charbon, puis le répartir en couche uniforme ne dépassant pas 0,15 g de charbon par centimètre carré.

Brancher de nouveau le tube d'absorption après l'avoir pesé, contrôler qu'il n'y a pas de fuites comme précédemment et, tandis que le courant d'azote passe, chauffer l'échantillon à 105 à 110 °C.

Au bout d'un délai approprié (voir note 2), obturer, débrancher et peser le tube d'absorption, le mode opératoire étant exactement le même que celui décrit ci-dessus au deuxième alinéa. Arrêter le courant d'azote pendant que le tube d'absorption est débranché et obturer la sortie du tube laboratoire. Après avoir effectué la pesée, brancher à nouveau le tube d'absorption, régler le débit de l'azote comme précédemment, et poursuivre le chauffage.

Répéter ce procédé à intervalles de 30 min, jusqu'à ce que la masse du tube d'absorption n'augmente pas de plus de 0,2 mg.

À titre de variante, le charbon peut être pesé dans une nacelle qui est introduite directement dans le tube laboratoire, quand le tube d'absorption a été branché. Dans ce cas, il n'est pas nécessaire d'enlever le tube laboratoire du four ou de le refroidir entre les déterminations, à moins qu'il ne fonctionne aussi comme récipient de pesée pouvant être fermé pendant qu'on détermine la perte de masse du charbon (voir la note du chapitre 3).

NOTES

1 Quand on pèse le tube d'absorption, on peut utiliser un tube semblable comme témoin ; ce tube est traité de la même manière que le tube d'absorption, sauf qu'on n'y fait pas passer d'azote. Pendant la détermination, on suspend le témoin à côté du tube d'absorption.

2 Pour les anthracites et les charbons bitumineux, 1 h de chauffage est suffisante. Pour les charbons bruns et les lignites, une durée plus longue, variable selon leur origine, est nécessaire.

8 Essai à blanc

Déterminer les résultats donnés par l'appareillage dans un essai à blanc en appliquant le mode opératoire exactement comme décrit dans le chapitre 7, mais sans échantillon. L'augmentation de masse du tube d'absorption due à l'essai à blanc ne doit pas dépasser 1 mg. Déduire la valeur trouvée au cours de l'essai à blanc de la masse d'eau recueillie à chaque détermination.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 331:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0731a500-be52-471a-ba93-db1c7638d806/iso-331-1983

9 Expression des résultats

L'humidité du charbon analysé, M, exprimée en pourcentage, est donnée par la formule

$$\frac{(m_2 - m_3)}{m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de charbon prélevée ;

m_2 est l'augmentation de masse, en grammes, du tube d'absorption au cours de l'essai ;

m_3 est l'augmentation de masse, en grammes, du tube d'absorption au cours de l'essai à blanc.

Les résultats (de préférence la moyenne de deux déterminations — voir 10.1) doivent être exprimés à 0,1 % près.

10 Fidélité de la méthode

	Différences maximales admissibles entre les résultats obtenus	
Humidité	**Dans un même laboratoire** (Répétabilité)	**Dans des laboratoires différents** (Reproductibilité)
	0,2 % en valeur absolue	(voir 10.2)

10.1 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations, effectuées 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 et pesées en même temps, ne doivent pas différer de plus de la valeur indiquée ci-dessus.

10.2 Reproductibilité

Les résultats obtenus dépendant des conditions d'humidité dans les différents laboratoires, conditions qui peuvent varier, il n'est pas possible de donner une valeur limite de reproductibilité.

11 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

a) identification du produit soumis à l'essai ;

b) référence de la méthode utilisée ;

c) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés ;

d) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai ;

e) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives ;

f) date de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Annexe

ISO 331:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0751a500-0e52-471a-ba95-db1c7638d806/iso-331-1983

Équipement pour la purification de l'azote

(Fait partie de la Norme.)

Il est essentiel que l'azote employé pour la ventilation d'une étuve à espace libre minimal soit relativement pur, puisque même la faible quantité d'oxygène résiduel, qui est présente dans l'azote commercial, peut causer une oxydation et aboutir, de ce fait, à un résultat trop bas lorsque l'humidité est déterminée par la perte de masse au séchage. Un bon équipement pour la purification de l'azote est donc nécessaire, et celui qui est décrit ici est capable d'en traiter au moins 600 ml par minute, à une pression de quelques millimètres de mercure conventionnels. Une source de gaz appropriée est constituée par une bouteille d'azote comprimé. L'équipement pour la purification consiste en un tube de quartz de 500 mm de longueur et de 37 mm de diamètre intérieur, contenant 1,2 kg de cuivre réduit sous forme de fil. Le tube de purification est chauffé dans un four convenable, qui entoure le tube sur une longueur de 380 mm et permet à la partie remplie de fil de cuivre d'émerger d'environ 80 mm à l'extrémité de sortie du tube, de façon à provoquer une chute de température du courant gazeux. Le cuivre réduit est chauffé à environ 500 °C. Les dernières traces d'oxygène sont retenues par la très grande surface du cuivre.

S'il est nécessaire de réduire l'oxyde de cuivre éventuellement formé au cours de la purification de l'azote, cela peut être réalisé en faisant passer un courant d'hydrogène dans le tube contenant le cuivre chauffé entre 450 et 500 °C. L'eau formée au cours de la réduction est expulsée dans l'atmosphère. Avant son réemploi, le tube est purgé à l'azote, le cuivre réduit est extrait du tube et la matière qui aurait pu s'agglomérer est concassée, puis le tube est rempli à nouveau.

En l'absence d'un équipement pour la purification de l'azote, on peut aussi employer de l'azote commercial, à condition qu'il ne contienne pas plus de 30 ppm d'oxygène.

Dans chaque cas, l'azote purifié doit passer au travers d'une couche de perchlorate de magnésium, qui lui enlève ses dernières traces d'humidité.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 331:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0731a500-be52-471a-ba93-db1c7638d806/iso-331-1983

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 331:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0731a500-be52-471a-ba93-db1c7638d806/iso-331-1983

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 331:1983
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0731a500-be52-471a-ba93-db1c7638d806/iso-331-1983