
NORME INTERNATIONALE



349

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

Houille — Essai au dilatomètre Audibert-Arnu

Hard coal — Audibert-Arnu dilatometer test

Première édition — 1975-01-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 349:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2887179-6007-479a-a47c-103ebc46f60b/iso-349-1975>

CDU 662.66 : 536.416

Réf. N° : ISO 349-1975 (F)

Descripteurs : charbon, essai, essai physique, dilatométrie, cokéfaction.

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 27 a examiné la Recommandation ISO/R 349 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. Celle-ci remplace donc la Recommandation ISO/R 349-1963 à laquelle elle est techniquement identique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2887179-6007-479a-a47c-105ebc46100b/iso-349-1975>

La Recommandation ISO/R 349 a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Allemagne	Italie	Royaume-Uni
Autriche	Japon	Tchécoslovaquie
Belgique	Mexique	Turquie
Canada	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Danemark	Pologne	Yougoslavie
Grèce	Portugal	
Inde	Roumanie	

Le Comité Membre du pays suivant avait désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

Espagne

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 349 en Norme Internationale.

Houille — Essai au dilatomètre Audibert-Arnu

0 INTRODUCTION

L'essai Audibert-Arnu constitue l'un des paramètres utilisés par la Commission économique pour l'Europe des Nations Unies, en vue de la Classification internationale des houilles selon leur nature. Il a pour objet de donner, au laboratoire, une appréciation de l'aptitude à la cokéfaction d'une houille ou d'un mélange de houilles.

Cet essai n'est pas destiné, en principe, à apprécier les poussées exercées par les houilles sur les parois des fours industriels de carbonisation, et il ne peut pas être utilisé à cet effet.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination des propriétés de gonflement de la houille, lorsqu'elle est chauffée dans un dilatomètre, dans des conditions normalisées.

2 PRINCIPES ET DÉFINITIONS

Dans un tube étroit calibré avec précision, on introduit un crayon de charbon pulvérisé moulé sous pression, sur lequel on place une tige calibrée en acier (piston), coulissant dans le tube.

L'ensemble est chauffé à un régime constant bien défini.

Une lecture régulière du déplacement du piston en fonction de la température permet, en l'exprimant en pourcentage de la longueur initiale du crayon, de tracer une courbe dont le type est donné à la figure 1.

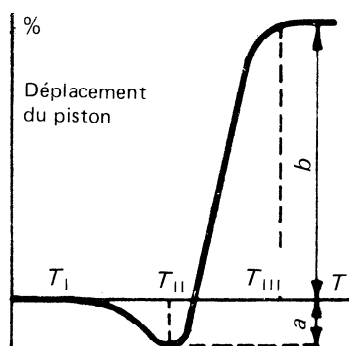


FIGURE 1

Les points suivants sont caractéristiques (voir note) :

- T_I température à laquelle le piston est descendu de $0,5 \text{ mm}^1$) : *température de ramollissement*.
- T_{II} température à laquelle le piston atteint sa position la plus basse : *température de contraction maximale*.
- T_{III} température à laquelle le piston atteint sa position la plus élevée : *température de dilatation maximale*.
- a contraction maximale de la longueur du crayon, %.
- b dilatation maximale de la longueur du crayon, %.

Si, après la contraction, le piston ne remonte pas à son niveau initial, la dilatation, toujours égale en valeur absolue à la différence entre le niveau final du piston et le niveau zéro d'origine, est comptée négativement.

NOTE — Les principaux facteurs susceptibles de fausser les résultats de cet essai empirique sont les suivants :

- a) l'altération du charbon par suite d'une mauvaise conservation ou d'un séchage defectueux;
- b) les écarts de tolérance sur
 - 1) les dimensions intérieures du tube dilatométrique,
 - 2) le jeu entre le tube et le piston,
 - 3) la masse du piston,
 - 4) les dimensions du moule;
- c) les écarts par rapport à la loi de chauffage spécifiée;
- d) les écarts par rapport aux spécifications relatives à la préparation de l'échantillon, en ce qui concerne sa granulométrie et la longueur du crayon après tassement.

3 APPAREILLAGE

3.1 Appareils nécessaires à la préparation du crayon de charbon

3.1.1 **Moule**, poli à l'intérieur, muni de ses accessoires, voir figures 2 et 2 A.

3.1.2 **Calibre**, voir figure 2.

3.1.3 **Mouton**, voir figure 3 à titre d'exemple.

3.1.4 **Presse**, voir figure 4, à titre d'exemple.

1) Ou une division, si l'échelle est calibrée en pourcentage de la longueur normalisée du crayon.

3.2 Dilatomètre et accessoires

3.2.1 Tubes dilatométriques et piston, voir figure 5.

3.3 Autres appareils

3.3.1 Four électrique, tel que celui représenté, à titre d'exemple, à la figure 6, consistant en un bloc de métal résistant à l'oxydation et à point de fusion suffisamment élevé. Le bronze d'aluminium est recommandé. Ce bloc de métal est percé d'au moins deux trous de 15 mm de profondeur, recevant les tubes dilatométriques, et d'un trou de 320 mm de profondeur, recevant le dispositif de mesure de la température. Le bloc est chauffé par un enroulement métallique convenablement isolé. Un dispositif de contrôle permet de choisir un régime de chauffe pouvant atteindre 5 °C par minute, entre 300 et 550 °C.

Le four doit être construit de façon à assurer une température uniforme dans les tubes dilatométriques placés en position normale dans chaque trou.

Pour le vérifier, chauffer le four au régime de 5 °C par minute. Quand la température atteint 450 °C, relever, à l'aide d'une sonde thermométrique, la température le long des 180 mm inférieurs d'un tube dilatométrique placé dans le four, et comparer les indications ainsi obtenues avec celles du dispositif habituel de mesure de la température. La différence entre les températures relevées à l'aide de la sonde et la température moyenne, indiquée par le dispositif habituel de mesure de la température, doit être inférieure à

- ± 2 °C dans les 120 mm inférieurs,
- ± 5 °C de 120 à 180 mm.

Cette vérification ne doit pas être confondue avec l'étalonnage ultérieur du dispositif de mesure de la température, elle a seulement pour but de mesurer les variations de température le long du tube.

Le four doit être équipé, pour chaque trou, d'une échelle réglable, gravée, de préférence sur un miroir devant lequel se déplace l'index du piston. L'échelle doit avoir au moins 180 mm de longueur, et être calibrée en millimètres ou en pourcentage de la longueur normalisée du crayon (60 ± 0,25 mm, voir 5.1).

Si on le désire, l'appareil peut être équipé d'un dispositif automatique de réglage du chauffage et complétée par un dispositif d'enregistrement automatique de la courbe.

3.3.2 Dispositif de mesure de la température, pouvant être un thermomètre à mercure, un thermocouple, ou encore un thermomètre à résistance, précis à ± 1,0 % de la température indiquée en degrés Celsius, et permettant la lecture à 1 °C près.

3.3.3 Outils de nettoyage, comportant les pièces suivantes :

3.3.3.1 Foret, environ 7,8 mm de diamètre;

3.3.3.2 Alésoir, consistant en une barre d'acier de section demi-circulaire, de 7,95 mm de diamètre;

3.3.3.3 Brosse en fil de laiton, dont le diamètre doit être légèrement supérieure à 8 mm.

La longueur totale de chaque ustensile de nettoyage doit être de 400 mm.

3.4 Étalonnage de l'appareillage

Étalonner l'appareillage en comparant la température dans le tube dilatométrique de chaque trou avec la température indiquée par le dispositif de mesure de la température placé en position normale. Effectuer l'étalonnage au régime de chauffe choisi en utilisant un thermocouple en fils d'environ 0,6 mm de diamètre dont la soudure touche la paroi du tube à 30 mm au-dessus du fond. Corriger les températures relevées pendant un essai, par les différences trouvées pendant l'étalonnage.

3.5 Contrôle

3.5.1 Dilatomètre

Afin de contrôler l'usure du tube et du piston, après une centaine d'essais effectués dans un tube, comparer les résultats des quatre essais suivants effectués dans ce tube avec ceux obtenus dans un tube neuf. Cette comparaison sera ainsi effectuée successivement sur quatre charbons.

Diviser la différence de pourcentage de dilatation observée entre les deux tubes par la «longueur relative» du crayon dilaté obtenue avec le tube neuf. La «longueur relative» est entendue comme étant le rapport de la longueur du crayon dilaté à sa longueur initiale.

Faire alors la moyenne des valeurs obtenues sur les quatre charbons. Si cette moyenne est supérieure à 3,5 en valeur absolue, l'ancien tube doit être rejeté (voir annexe). Si le tube donne encore satisfaction, répéter la comparaison après chaque nouvelle série de 25 essais.

3.5.2 Moule

Vérifier périodiquement l'usure du moule, avec le calibre qui peut aussi servir au contrôle des nouveaux moules.

Si, lorsque le calibre est introduit dans le moule par le grand orifice, l'on voit :

- 1) deux traits du calibre, le moule est trop petit et doit être réalésé;
- 2) un trait, le moule est acceptable;
- 3) pas de trait, le moule est usé et doit être remplacé.

4 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

Certains types de houilles sont particulièrement sensibles à l'oxydation, et il est nécessaire de réduire au minimum leur contact avec l'air après réduction de l'échantillon global.

A cet effet, à titre de précaution spéciale, conserver l'échantillon pour essai après réduction, en atmosphère d'azote privée d'oxygène, ou dans de l'eau fraîchement bouillie. Dans ce dernier cas, faire une pâte de charbon et d'eau, mettre la pâte en flacon, et remplir ensuite celui-ci jusqu'au bouchon avec de l'eau fraîchement bouillie.

On doit s'assurer que l'échantillon pour essai est vraiment représentatif.

Le rapport à adopter entre la masse de l'échantillon pour essai et la dimension maximale des particules est donnée dans le tableau suivant :

Dimension maximale des particules	Masse minimale de l'échantillon pour essai
mm	g
5	1 000
4	500
3	250
2	100
1,5	50

Si le charbon a été conservé sous l'eau, l'essorer sur un filtre à vide. L'exposer ensuite sur un papier filtre à une température au plus égale à 40 °C jusqu'à ce qu'il paraisse sec, mais en aucun cas ne l'y laisser durant plus de 2 h.

Réduire la dimension maximale des particules à 1,5 mm. Mélanger et prélever une part de l'échantillon de 50 à 100 g. Broyer de façon à passer au tamis de 0,16 mm d'ouverture de mailles. Les deux broyages doivent être effectués de façon à produire le minimum possible de fines (voir note). Mélanger à nouveau, et effectuer la détermination sur un échantillon moyen d'environ 10 g. Mouiller cet échantillon avec 1 ml d'eau et mélanger rapidement. Un mélange effectué trop longuement est susceptible de causer des difficultés lors du démoulage du crayon. Pour la même raison, il est essentiel que la préparation du crayon soit effectuée sans interruption.

NOTE – Un broyage trop fin du charbon influe sur le résultat de la détermination. L'échantillon doit être broyé afin d'obtenir la granulométrie suivante :

passant à 0,2 mm	100 %
passant à 0,1 mm	85 à 70 %
passant à 0,06 mm	70 à 55 %

5 MODE OPÉRATOIRE

5.1 Préparation du crayon de charbon

Placer le moule sur son support, la plus grande ouverture en haut, et fixer l'entonnoir sur le moule. Introduire le charbon dans l'entonnoir et commencer à le tasser légèrement dans le moule, à l'aide du piston, sans enlever l'entonnoir. Placer alors le moule assemblé sous le mouton pour faire le tassement de l'échantillon par trois ou quatre

chutes de la masselotte jusqu'à ce que la masse de charbon ne cède plus. Répéter l'opération trois ou quatre fois, jusqu'à ce que le moule soit rempli.

Pour démouler le crayon de charbon, enlever le support et l'entonnoir. Placer le guide de démoulage à l'extrémité du moule correspondant au plus petit diamètre du crayon. Placer le tube de guidage à l'autre extrémité du moule et disposer le récipient dans le tube de guidage. Introduire le piston de démoulage dans le guide et pousser le crayon de charbon dans le récipient, au moyen de la presse (voir note).

Enfin, ajuster la longueur du crayon à $60 \pm 0,25$ mm, en coupant l'extrémité de plus fort diamètre avec une lame fine.

NOTE – Surtout quand on opère sur des charbons difficiles à démouler, il est recommandé d'enlever de temps en temps et de nettoyer le piston de démoulage, et de nettoyer, en même temps, la surface intérieure du moule.

5.2 Détermination de la dilatation

Chauffer le charbon à un régime de 3 °C par minute.

Introduire prudemment le crayon, la grosse extrémité en premier, dans le tube dilatométrique, et l'amener doucement en place en le poussant avec le piston.

Placer le tube et son contenu dans un des trous du bloc de métal, quand la température du four est de 330 °C. Placer dans un des trous non utilisés un tube vide complet muni de son piston. Si, dans des cas exceptionnels, T_1 est inférieure à 350 °C, enfourner quand la température du four est à 20 °C au-dessous de T_1 .

Après introduction du tube dilatométrique chargé dans le four, attendre que l'index du piston ait pris sa position d'équilibre pour ajuster le zéro de l'échelle. Cette position sera atteinte au bout de 5 min environ.

La température s'abaisse dès l'introduction du dilatomètre dans le four et le chauffage doit être réglé pour ramener la température à 330 °C en 7 à 10 min.

Après avoir atteint la température de 340 °C, la montée en température, d'une minute à l'autre, doit être très régulière et égale au régime de chauffe spécifié, avec une tolérance de ± 3 % de la montée de température spécifiée pour une période de 5 min (voir note).

Au cours de chaque période de 5 min, l'opérateur doit ajuster le régime de chauffe pour corriger tout écart observé au cours de la période précédente, afin d'éviter un cumul d'erreurs.

Si la courbe ne s'enregistre pas automatiquement, il faut noter la durée, la position du piston et la température à des intervalles ne dépassant pas 5 °C. Dans la zone des points critiques, il faut relever les points en nombre suffisant pour pouvoir déterminer la forme exacte de la courbe.

Continuer le chauffage durant 5 min après avoir atteint la dilatation maximale. Arrêter alors le chauffage, et retirer aussitôt le piston pour éviter son blocage dans le tube.

Les déterminations en double doivent être effectuées de façon tout à fait indépendante.

NOTE — La tolérance exigée ($\pm 3\%$ de la montée de température spécifiée pour une période de 5 min) peut ne pas être réalisable, lorsque le dispositif de mesurage de la température utilisé ne permet pas la lecture directe d'une différence de température de 1°C , mais exige l'évaluation de cette différence par estimation seulement. Dans ce cas, une tolérance de $\pm 1^\circ\text{C}$ par 5 min est recommandée.

5.3 Nettoyage du tube et du piston

Il est essentiel que tube dilatométrique et piston soient rigoureusement propres avant de procéder à un essai. La méthode suivante est recommandée pour le nettoyage :

5.3.1 Tube

A l'aide du foret, broyer le semi-coke et en retirer le plus possible. Remplir ensuite le tube de benzène brut ou d'un autre solvant approprié et l'y laisser durant plusieurs heures. Terminer le nettoyage avec l'alésoir, et s'assurer qu'il ne reste pas de produits solides adhérant au fond ou aux parois. Immédiatement avant un essai, faire un dernier nettoyage avec la brosse en fil de laiton.

5.3.2 Piston

Nettoyer le piston, y compris sa base, avec une toile émeri à grains très fins, en prenant soin de ne pas arrondir les angles. Vérifier finalement que le piston coulisse librement dans le tube.

6 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les variations de longueur observées en pourcentage de la longueur initiale du crayon.

7 FIDÉLITÉ DE LA MÉTHODE

	Différence maximale acceptable entre résultats	
	dans un même laboratoire (répétabilité)	dans des laboratoires différents (reproductibilité)
Dilatation	$7 \left(1 + \frac{b}{100} \right)$ où <i>b</i> est la dilatation maximale en pourcentage	(voir 7.2)

7.1 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations, effectuées à différentes périodes, dans un même laboratoire, par la même personne, utilisant le même appareillage, sur le même échantillon pour analyse, ne doivent pas différer de plus de la valeur indiquée ci-dessus.

7.2 Reproductibilité

On ne peut pas spécifier de valeur de reproductibilité pour les déterminations effectuées dans différents laboratoires, parce que l'on ne dispose pas d'assez de données sur lesquelles l'on pourrait baser une telle valeur.

8 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les renseignements suivants :

- a) si l'échantillon soumis à l'essai remplit ou non les conditions spécifiées au chapitre 5;
- b) loi de chauffage adoptée;
- c) courbe donnant les variations de longueur, exprimées en pourcentage, en fonction de la température, établie à une échelle normalisée relative, une même longueur représentant 10°C horizontalement et 5% verticalement;
- d) températures T_I , T_{II} et T_{III} , arrondies aux 5°C les plus proches;
- e) contraction pour cent (*a*), arrondie au nombre entier le plus voisin;
- f) dilatation pour cent (*b*), arrondie :
 au nombre entier le plus voisin, si elle est négative;
 au multiple entier de 5 le plus proche, si elle est positive et au plus égale à 100% ;
 au multiple entier de 10 le plus proche, si elle est positive et supérieure à 100% .

ANNEXE

CONTRÔLE DES TUBES DILATOMÉTRIQUES

Après que 100 déterminations ont été effectuées dans un seul tube, les quatre suivantes seront effectuées et répétées dans un tube neuf. Les résultats doivent alors être examinés de la façon suivante :

Si b_o est la dilatation avec l'ancien tube,

b_n est la dilatation avec le tube neuf.

Calculer le rapport :
$$x = \frac{b_o - b_n}{1 + \frac{b_n}{100}}$$

Si, alors, la moyenne de la valeur de x pour les quatre charbons, en tenant compte du signe, diffère de plus de 3,5 en valeur absolue, l'ancien tube doit être rejeté.

Exemple 1

Charbon	b_o	b_n	$b_o - b_n$	x
A	100	113	-13	-6,1
B	13	17	-4	-3,4
C	61	59	2	1,3
D	45	55	-10	-6,4

Valeur moyenne de $x = -3,6$

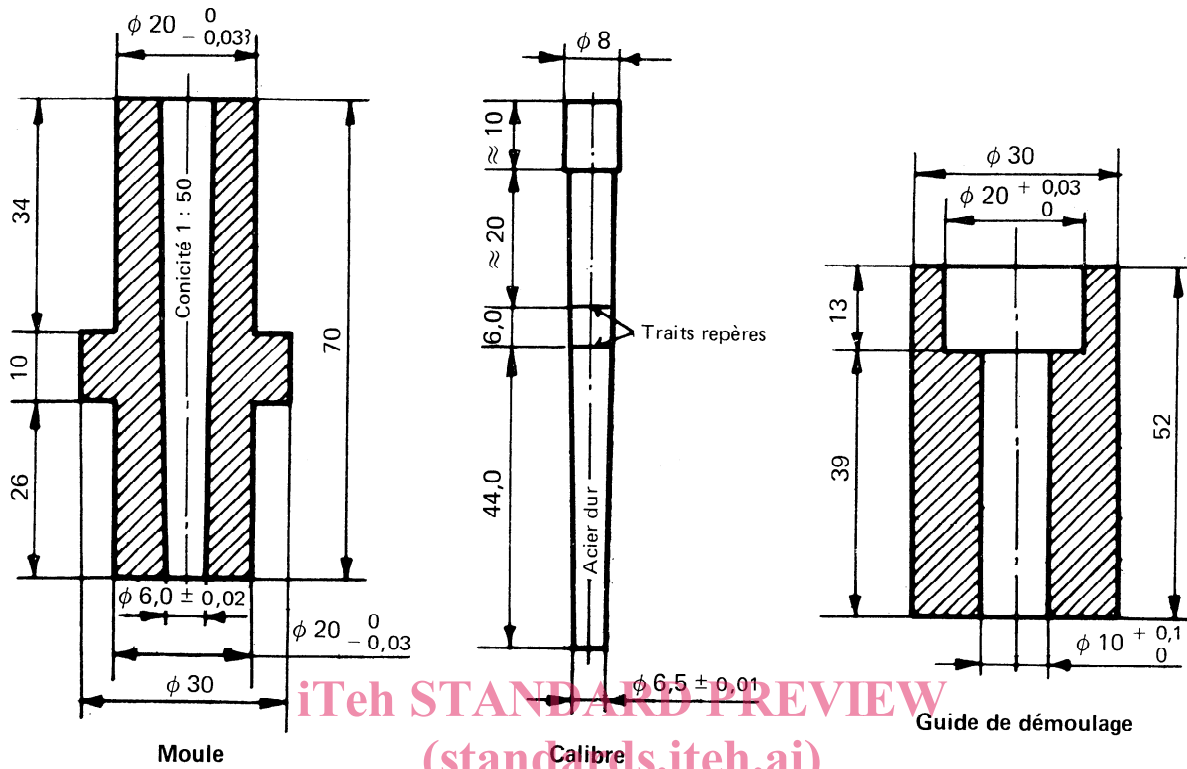
L'ancien tube doit donc être rejeté.

Exemple 2

Charbon	b_o	b_n	$b_o - b_n$	x
E	54	56	-2	-1,3
F	81	80	1	0,6
G	109	117	-8	-3,7
H	40	44	-4	-2,8

Valeur moyenne de $x = -1,8$

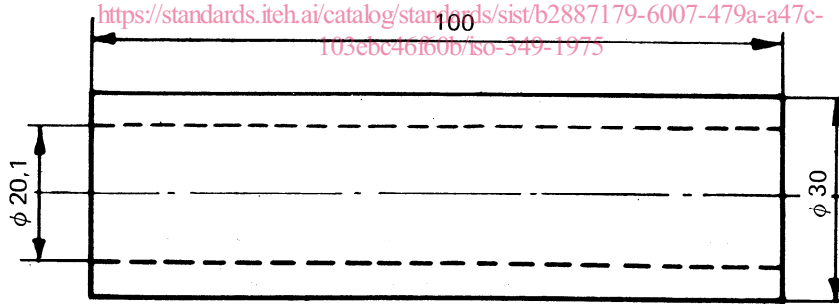
L'ancien tube peut donc encore servir pour 25 nouvelles déterminations, à la suite desquelles il doit être vérifié à nouveau.



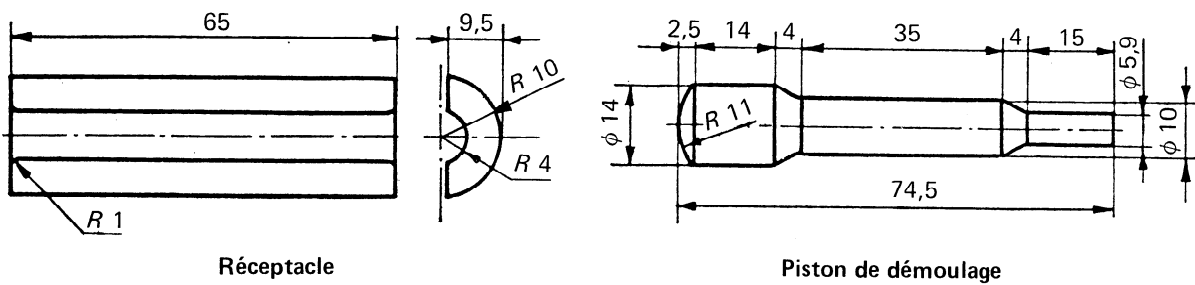
iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 349:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b2887179-6007-479a-a47c-105ebc461606/iso-349-1975>



Tube de guidage



Réceptacle

Piston de démoulage

Matière :

Moule, guide de démoulage, tube de guidage, réceptacle : bronze dur.

Calibre, piston de démoulage : acier au vanadium.

FIGURE 2 – Moule et accessoires

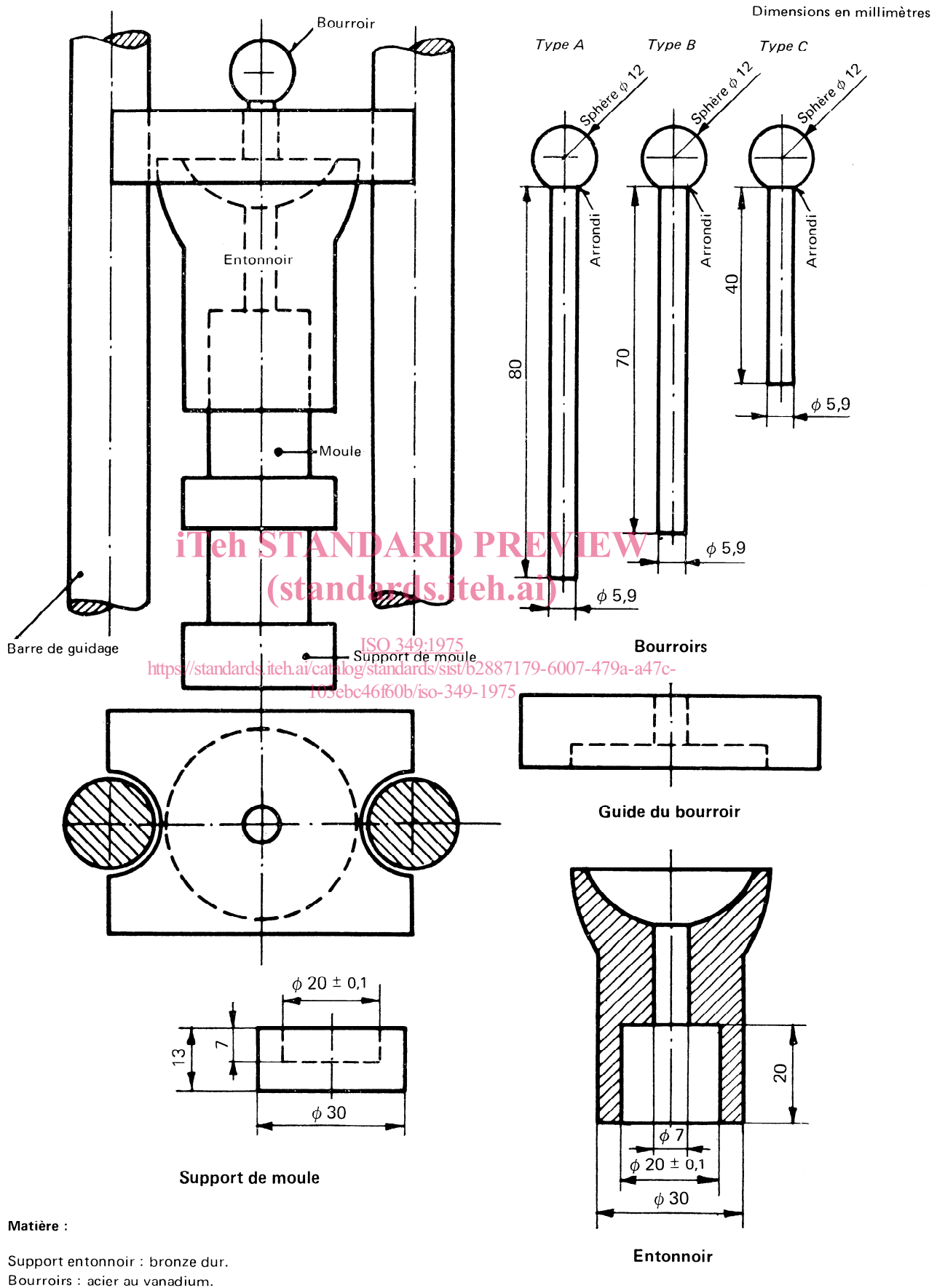


FIGURE 2 A – Moule et accessoires (fin)