



Charbon — Détermination de l'indice de gonflement au creuset

Coal — Determination of the crucible swelling number

Deuxième édition — 1981-11-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 501:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe044e72-b1ef-4f12-974b-7fa199aceeb1/iso-501-1981>

CDU 662.66 : 536.416

Réf. n° : ISO 501-1981 (F)

Descripteurs : charbon, essai, essai physique, gonflement, indice de gonflement, cokéfaction.

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.

La Norme internationale ISO 501 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 5.10.1 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la première édition (ISO 501:1974), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Inde	Royaume-Uni
Allemagne, R. F.	Italie	Suède
Australie	Japon	Suisse
Autriche	Nouvelle-Zélande	Tchécoslovaquie
Belgique	Pays-Bas	Turquie
Brésil	Philippines	URSS
Chili	Pologne	USA
Danemark	Portugal	Yougoslavie
Espagne	Roumanie	

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

France

Charbon — Détermination de l'indice de gonflement au creuset

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'évaluation des propriétés de gonflement du charbon chauffé dans un creuset fermé.

2 Principe

L'échantillon est chauffé dans un creuset fermé, dans des conditions normalisées, jusqu'à une température finale de 820 ± 5 °C. Le culot de coke obtenu est classé par comparaison avec les profils d'une série type. Le numéro du profil qui correspond le mieux à celui du culot de coke obtenu est l'indice de gonflement au creuset.

On peut utiliser le chauffage au gaz ou électrique. Lorsqu'on utilise un appareillage à chauffage électrique, les résultats doivent être identiques (à 1/2 unité près) à ceux qui sont obtenus par le chauffage au gaz.

3 Préparation de l'échantillon

Le charbon utilisé pour la détermination de l'indice de gonflement est l'échantillon pour analyse, broyé pour passer au tamis de 200 μm d'ouverture de maille. Éviter un broyage trop fin ainsi qu'une exposition inutile à l'air, car cela peut fausser les résultats. Préparer l'échantillon le jour même de l'essai. Dans le cas de charbons particulièrement sensibles à l'oxydation, effectuer l'essai dès que possible et moins de 2 h après le broyage, à moins qu'il soit possible de conserver l'échantillon en atmosphère inerte.

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

4 Méthode par chauffage au gaz

4.1 Appareillage

4.1.1 Creuset et couvercle (voir figure 1) : creuset en silice translucide, de forme basse, muni d'un couvercle également en silice, surmonté d'un anneau. (Si la surface inférieure du cou-

vercle du creuset n'est pas plane, on peut rencontrer des difficultés dans la détermination de l'indice de gonflement du charbon. Il convient alors d'introduire une petite plaque de mica entre le couvercle et le creuset avant de procéder à l'essai.) On peut utiliser des creusets et couvercles en d'autres matières céramiques, sous réserve que les résultats concordent avec ceux qui sont obtenus lorsqu'on utilise un creuset en silice. Le creuset doit être conforme aux spécifications suivantes :

Hauteur extérieure : $26 \pm 0,5$ mm

Diamètre extérieur au sommet : $41 \pm 0,75$ mm

Diamètre intérieur à la base (minimal) : 11 mm

Masse : 11 à 12,75 g

Capacité : 16 à 17,5 ml

Dimensions en millimètres

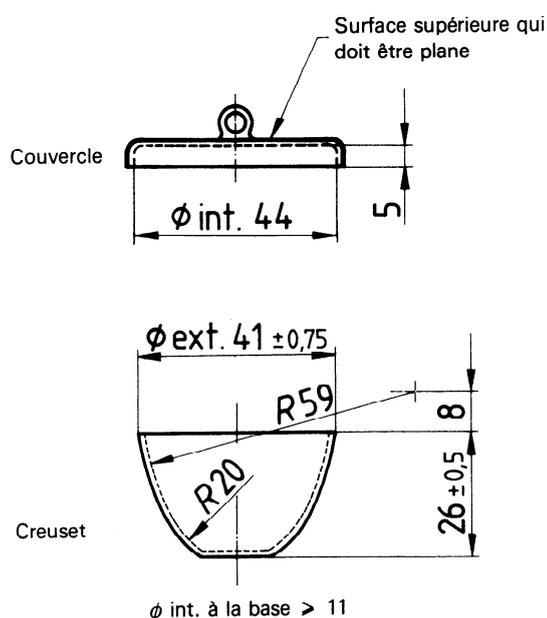


Figure 1 — Creuset et couvercle pour l'essai de gonflement

4.1.2 Couvercle en silice percé (voir figure 2), semblable à celui décrit en 4.1.1, mais présentant un trou de 6 mm de diamètre pour le passage du thermocouple (4.1.7).

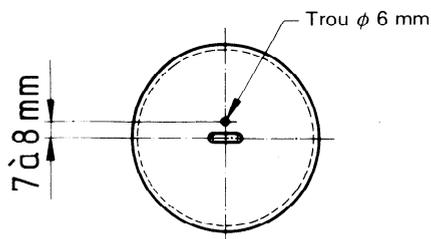


Figure 2 – Couvercle percé du creuset

4.1.3 Triangle, fabriqué avec des tubes de silice de 6 à 6,5 mm de diamètre extérieur, montés sur un fil de nickel-chrome et formant un triangle d'environ 65 mm de côté.

On peut employer du fil de nickel-chrome non protégé, s'il est assez rigide.

4.1.4 Brûleur, pouvant réaliser les conditions de chauffage spécifiées. Les types de brûleurs suivants ont été reconnus satisfaisants :

- a) brûleur Teclu : le diamètre intérieur du tube de celui-ci doit être approximativement de 12,5 mm, lorsque le brûleur fonctionne au gaz d'éclairage de 20 MJ/m³ de pouvoir calorifique;
- b) brûleur Meker : le diamètre extérieur de la grille de celui-ci doit être approximativement de 30 mm, lorsque le brûleur fonctionne au gaz naturel de 40 MJ/m³ de pouvoir calorifique.

4.1.5 Manomètre, destiné à mesurer la pression du gaz.

4.1.6 Écran protecteur : tuyau en amiante-ciment d'environ 150 mm de hauteur, 100 mm de diamètre intérieur et 110 mm de diamètre extérieur. À l'une des extrémités de ce tuyau se trouvent trois encoches de 25 mm de profondeur, dans lesquelles sont encastrées les parties métalliques du triangle (4.1.3) (voir figure 3).

AVERTISSEMENT – Des précautions doivent être prises pour éviter de respirer des poussières d'amiante.

4.1.7 Thermocouple, à fils fins, de diamètre inférieur ou égal à 0,23 mm pour le fil de platine, et à 0,45 mm pour les fils en métaux communs. Les extrémités du couple doivent avoir la forme d'une boucle aplatie.

4.1.8 Poids marqué, de 500 g.

4.2 Préparation de l'appareillage

Assembler l'appareillage comme il est indiqué à la figure 3. Placer un creuset vide (4.1.1) sur le triangle (4.1.3) et encastrer celui-ci dans les encoches de l'écran protecteur (4.1.6). Ajuster

l'amenée de gaz et d'air au brûleur (4.1.4) de façon que la température de la surface intérieure de la base du creuset atteigne 800 ± 10 °C en 1,5 min et 820 ± 5 °C en 2,5 min à partir du moment où le gaz est allumé.

Si l'on emploie un brûleur du type Teclu, on constatera généralement qu'une flamme d'environ 300 mm de hauteur, le creuset étant placé juste au-dessus du sommet du cône bleu de la flamme, donne les conditions de température normalisées.

Si l'on emploie un brûleur du type Meker, placer le creuset approximativement à 10 mm au-dessus de la grille du brûleur, et régler la flamme de façon à atteindre les conditions de température normalisées.

Mesurer la température au moyen du thermocouple (4.1.7) introduit à travers le couvercle percé (4.1.2), la soudure nue et une portion de chaque fil étant en contact avec le centre de la base du creuset vide.

Vérifier l'appareillage à de fréquents intervalles, afin de s'assurer que les conditions normalisées sont respectées.

Dimensions en millimètres

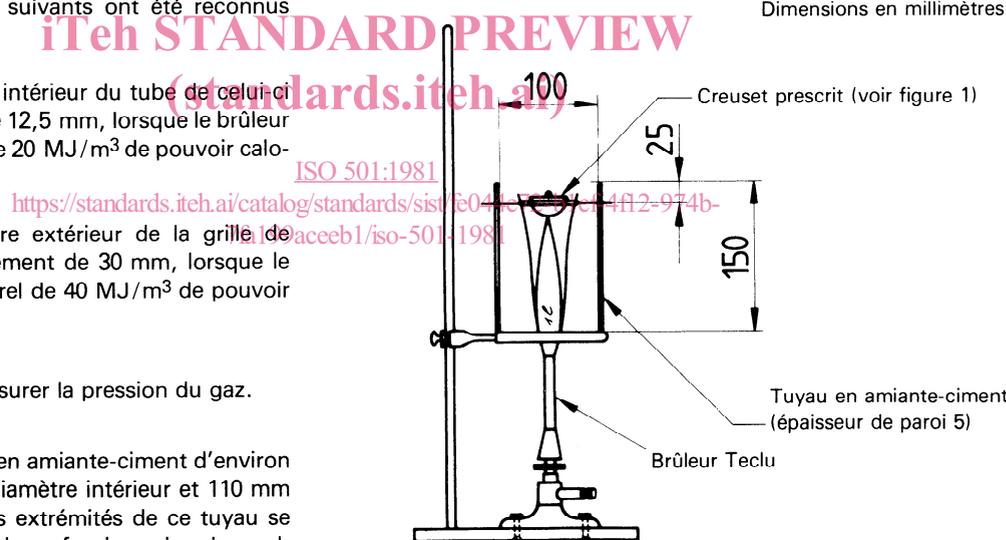


Figure 3 – Appareillage pour la méthode par chauffage au gaz

4.3 Mode opératoire

Peser 1,00 à 1,01 g de l'échantillon fraîchement broyé (voir chapitre 3) dans un creuset (4.1.1) sec, et tapoter légèrement ce dernier environ 12 fois sur la table pour niveler la surface du charbon. Couvrir le creuset avec le couvercle non percé, et le placer droit sur le triangle (4.1.3) encastré dans les encoches de l'écran protecteur (4.1.6). Allumer le gaz et chauffer dans les conditions normalisées, durant le temps nécessaire pour brûler complètement les matières volatiles et, en tout cas, durant au moins 2,5 min. Éteindre le gaz et laisser refroidir le creuset.

Enlever avec précaution le résidu du creuset.

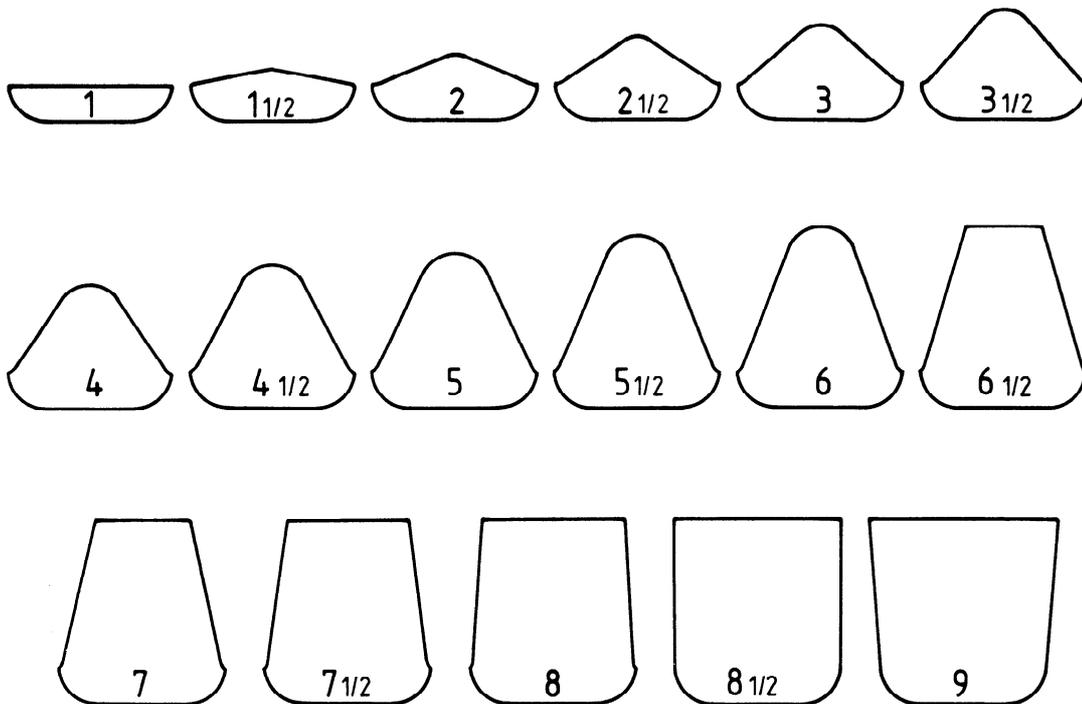


Figure 4 — Détermination de l'indice de gonflement au creuset — Profils types et indices de gonflement correspondants

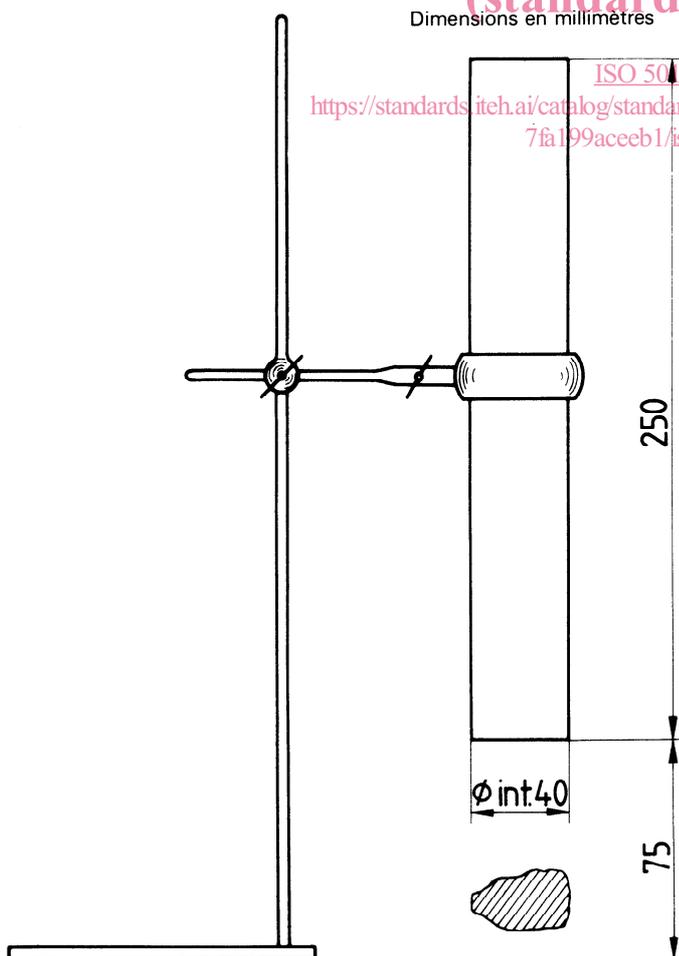


Figure 5 — Appareillage d'observation du culot

Si le résidu n'est pas cohérent, c'est-à-dire en majeure partie pulvérisé, aucun examen ultérieur n'est nécessaire, et ce résultat doit être désigné par l'indice de gonflement 0.

Si le résidu forme un culot cohérent de coke mais n'est pas gonflé, le placer sur une surface plane et charger avec le poids de 500 g (4.1.8). Si le culot supporte le poids sans se briser en plus de deux ou trois morceaux durs, le désigner par l'indice de gonflement 1; s'il s'effrite ou se désintègre, le désigner par l'indice de gonflement 1/2.

Si le culot de coke est gonflé, le comparer avec les profils types numérotés, illustrés à la figure 4. Tourner le culot autour de son axe, de manière que le profil le plus grand soit visible, afin d'effectuer la comparaison; désigner le résultat par l'indice de gonflement inscrit dans le profil, à la figure 4, auquel il correspond le plus exactement. Une méthode d'observation qui évite les erreurs de parallaxe est illustrée à la figure 5.

Effectuer cinq essais successifs. Après chaque essai, calciner la calamine et essayer le creuset avec un chiffon propre.

5 Méthode par chauffage électrique

5.1 Appareillage

5.1.1 Four.

Un modèle convenable de four électrique est représenté à la figure 6, bien que d'autres modèles de fours puissent être utilisés s'ils donnent des résultats équivalents (à 1/2 unité près) à ceux qui sont obtenus avec le chauffage au gaz.

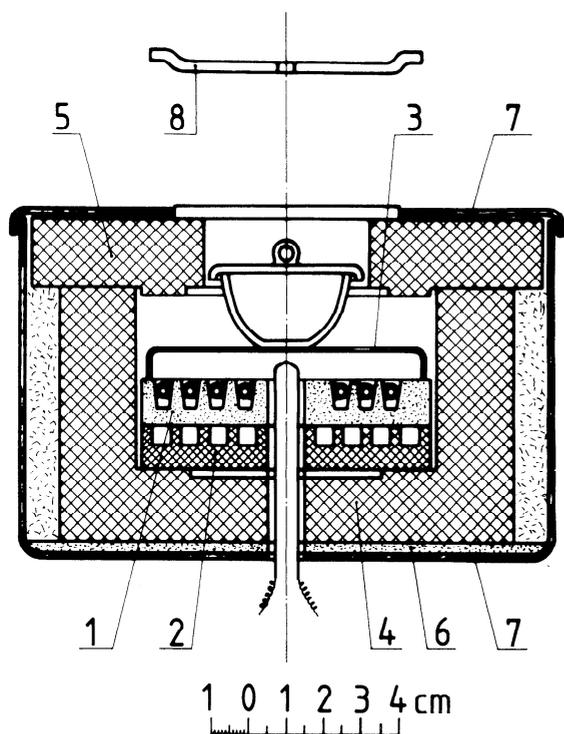


Figure 6 — Four à chauffage électrique

Le four est composé d'une plaque en matière réfractaire rainée (1), d'environ 88 mm de diamètre et 13 mm d'épaisseur, portant l'élément chauffant qui peut être une spirale métallique. La plaque repose sur une autre plaque rainée (2). Une capsule en silice (3), de 1 mm d'épaisseur, 10 mm de hauteur et environ 85 mm de diamètre extérieur, est placée, retournée, au-dessus des spires et sert de support au creuset.

Les plaques sont entourées d'un cylindre en matière réfractaire (4), d'environ 140 mm de diamètre, présentant un évidement de 90 mm de diamètre et environ 60 mm de profondeur. Le cylindre est muni d'un couvercle en matière réfractaire (5) de 20 mm d'épaisseur, percé au centre avec une ouverture de 50 mm de diamètre, pour permettre l'introduction du creuset. Le cylindre en matière réfractaire repose sur une feuille d'amiante (6) de 3 à 5 mm d'épaisseur; il est entouré d'une couche isolante, de 10 mm d'épaisseur, en fibre d'amiante et oxyde de magnésium léger. Le four est placé entièrement dans une enveloppe en aluminium (7).

Une ouverture, pratiquée à travers la base du four, permet de placer un thermocouple en contact avec la face inférieure de la capsule en silice.

Le four doit être équipé d'un régulateur de température convenable et d'un ampèremètre.

5.1.2 Creuset et couvercle, du type décrit en 4.1.1.

5.1.3 Couvercle en silice percé, du type décrit en 4.1.2.

5.1.4 Thermocouples :

- thermocouple à fils fins, du type décrit en 4.1.7;
- thermocouple en métal commun, destiné à mesurer la température de la face inférieure de la capsule en silice.

5.2 Préparation de l'appareillage

Mettre en marche le four (5.1.1) et régler le courant de façon à pouvoir maintenir une température stable d'environ 850 °C à la base du creuset (5.1.2) reposant sur la plaque de silice. Enlever le creuset et introduire un creuset froid muni d'un couvercle percé à travers lequel passe le thermocouple à fils fins [5.1.4 a)], de façon que sa soudure nue et une portion de chaque fil reposent sur le fond du creuset. S'assurer que les conditions de chauffage normalisées sont atteintes, c'est-à-dire 800 ± 10 °C après 1,5 min et 820 ± 5 °C après 2,5 min à partir du moment où l'on introduit le creuset. Si ces conditions ne sont pas atteintes, faire varier le chauffage jusqu'à ce qu'elles le soient. Enregistrer la température du four indiquée par le thermocouple placé contre la face inférieure de la capsule en silice, cette température servant de repère.

5.3 Mode opératoire

Peser 1,00 g à 1,01 g de l'échantillon fraîchement broyé (voir chapitre 3) dans un creuset (5.1.2) sec, et tapoter légèrement ce dernier environ 12 fois sur la table pour niveler la surface du charbon. Couvrir le creuset avec le couvercle non percé, et le placer dans l'axe du four sur la capsule en silice. Chauffer jusqu'à cessation du dégagement des matières volatiles et, en tout cas, durant au moins 2,5 min.

Retirer le creuset du four et le laisser refroidir. Examiner le résidu comme il est spécifié en 4.3.

Effectuer cinq essais successifs, en remplaçant rapidement un creuset par le suivant, pour éviter les pertes de chaleur par le haut du four. En variante, on peut employer un couvercle en matière réfractaire (8), représenté à la figure 6, pour maintenir la température du four entre les essais.

Après chaque essai, calciner la calamine et essuyer le creuset avec un chiffon propre.

6 Expression des résultats

Exprimer l'indice de gonflement de l'échantillon de la façon suivante :

Indice de gonflement 0 : résidu pulvérulent;

Indice de gonflement 1/2 : le culot de coke n'est pas gonflé, et il se désagrège sous le poids de 500 g;

Indice de gonflement 1 : le culot de coke n'est pas gonflé, mais il supporte le poids de 500 g, ou se casse simplement en deux ou trois morceaux durs;

Indice de gonflement 1 1/2 à 9 : numéro du profil de la figure 4 auquel le culot gonflé correspond le mieux.

L'indice de gonflement de l'échantillon est donné par la moyenne des cinq résultats, et doit être exprimé à 1/2 unité près.

7 Fidélité de la méthode

Indice de gonflement au creuset	Différences maximales admissibles entre les résultats obtenus	
	Dans un même laboratoire (Répétabilité)	Dans des laboratoires différents (Reproductibilité)
	1 unité	1/2 unité

7.1 Répétabilité

L'écart des résultats des cinq essais, effectués dans un même laboratoire, par la même personne utilisant le même appareillage, sur le même échantillon pour analyse, ne doit pas dépasser la valeur indiquée ci-dessus.

7.2 Reproductibilité

Les moyennes de deux séries de cinq résultats, obtenues dans deux laboratoires différents, sur des prises d'essai représentati-

ves prélevées sur le même échantillon après le stade final de la préparation de l'échantillon, ne doivent pas différer de plus de la valeur indiquée ci-contre.

8 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 501:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe044e72-b1ef-4f12-974b-7fa199acceeb1/iso-501-1981>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 501:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/fe044e72-b1ef-4f12-974b-7fa199aceeb1/iso-501-1981>