

---

# Norme internationale



# 502

---

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

---

## Charbon — Détermination du pouvoir agglutinant — Essai Gray-King

*Coal — Determination of caking power — Gray-King coke test*

Deuxième édition — 1982-02-15

**ITEH STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 502:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bde1685e-67ba-4514-a135-64237aa70dcf/iso-502-1982>

---

CDU 662.66 : 536.421.5

Réf. n° : ISO 502-1982 (F)

Descripteurs : charbon, essai, agglutination, électrode en carbone, détermination, masse volumique apparente.

## 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 502 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 502-1974), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

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

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

France

# Charbon — Détermination du pouvoir agglutinant — Essai Gray-King

## 0 Introduction

L'essai Gray-King constitue l'un des paramètres utilisés par la Commission économique pour l'Europe des Nations Unies pour la classification internationale des houilles selon leur nature. Il a pour but l'estimation du pouvoir agglutinant d'un type de charbon ou d'un mélange de charbons, par carbonisation dans des conditions normalisées.

L'essai Gray-King et l'essai Roga servent tous deux à l'évaluation des propriétés agglutinantes des charbons; ils ne mesurent cependant pas exactement les mêmes paramètres et ne peuvent donc pas être considérés comme des méthodes équivalentes.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'évaluation du pouvoir agglutinant du charbon dans des conditions normalisées.

## 2 Référence

ISO 1014, *Coke — Détermination de la densité relative vraie, de la densité relative apparente et de la porosité.*

## 3 Principe

L'échantillon est chauffé, dans des conditions normalisées, jusqu'à une température finale de 600 °C. Le culot de coke obtenu est classé par comparaison avec une série des culots normalisés. Si le culot de coke obtenu est tellement gonflé qu'il remplit la section droite de la cornue, on répète la détermination en utilisant du charbon mêlé à une quantité appropriée de charbon polaire ou d'un produit équivalent. Pour ces charbons fortement gonflants, l'indice Gray-King est défini par la quantité minimale de charbon polaire nécessaire à l'obtention d'un culot de coke résistant et dur, du même volume que le mélange initial de charbon polaire et de charbon.

## 4 Réactif

### 4.1 Charbon polaire étalon (voir 10.1)

Charbon polaire réfractaire :

Humidité moins de 1 %

Matières volatiles	moins de 1,5 %
Cendres	moins de 5 %
Masse volumique en vrac à 25 °C (voir l'annexe)	1,00 à 1,05 g/cm <sup>3</sup>
Densité relative à 25 °C (voir 10.2)	2,05 à 2,09

Granulométrie :

Refus au tamis de 212 µm d'ouverture de maille	0 %
Passé au tamis de 212 µm refusé par le tamis de 125 µm d'ouverture de maille	moins de 26 %
Passé au tamis de 125 µm refusé par le tamis d'ouverture de maille	10 à 40 %
Passé au tamis de 63 µm d'ouverture de maille	50 à 85 %

## 5 Appareillage

**5.1 Four électrique horizontal**, de 50 mm de diamètre intérieur et 300 mm de longueur, dont une extrémité est fermée et l'autre porte un bouchon calorifuge dans lequel est pratiqué, au centre, un trou de 25 mm de diamètre. L'enroulement du four doit permettre de maintenir, sur les 200 mm médians, une température uniforme à 5 °C près, tant à 300 qu'à 600 °C. En variante, on peut construire le four à partir d'un bloc en bronze d'aluminium à chauffage électrique, comportant un ou plusieurs trous de 25 mm de diamètre. Le four doit être calorifugé, placé dans une enveloppe de métal ou d'un autre matériau approprié, et muni d'un thermocouple convenable, situé au-dessus de la cornue après la mise en place de celle-ci; la soudure du thermocouple doit être située au milieu du four. On doit prévoir un appareil permettant d'indiquer la température du four avec une précision de  $\pm 5$  °C. On doit prévoir aussi un contrôleur d'énergie convenable, permettant l'élévation de la température à raison de 5 °C/min. Pour plus de commodité, on peut utiliser un four à plusieurs tubes, permettant des déterminations simultanées. Le four peut être du type fixe ou monté sur rails. Des fours appropriés sont représentés aux figures 2 et 3.

**5.2 Cornue** (voir figure 4) : tube en verre résistant à la chaleur ou en silice transparente, de 20 mm de diamètre intérieur et 300 mm de longueur, fermé à l'une de ses extrémités. Il porte une tubulure latérale de 8 mm de diamètre intérieur et 50 mm de longueur, soudée à une distance d'environ 20 mm de l'extrémité ouverte du tube. Le tube doit avoir un fini lisse, et son alésage doit être uniforme ou légèrement tronconique (19 mm à 21 mm) de sorte que le grand diamètre se trouve à l'extrémité ouverte.

**5.3 Piston poussoir**, dont une extrémité est munie d'un disque plat; le piston est destiné à faciliter l'étalement du charbon et à repérer l'extrémité libre de l'échantillon de charbon étalé dans la cornue.

**5.4 Collecteur et tube d'évacuation** : récipient en verre, de dimensions suffisantes, soutenu d'une façon appropriée et fixé à la tubulure latérale de la cornue; il est muni d'un tube d'évacuation vers l'atmosphère, ou d'un tronçon de tube en verre borosilicaté de diamètre réduit, à la sortie duquel le gaz sortant du collecteur peut être brûlé. Le collecteur peut être composé, par exemple, d'un tube en U pouvant être immergé dans l'eau.

## 6 Préparation de l'échantillon

Le charbon utilisé pour la détermination de l'indice Gray-King est l'échantillon pour analyse, broyé pour passer au tamis de 200 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 «sec à l'air», durant au moins 1 min, de préférence par un procédé mécanique.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Charbons donnant des cokes d'indice Gray-King situé dans l'intervalle A à G<sub>2</sub> (voir 10.3)

Porter la température du four à une valeur constante de 325 °C.

Peser, dans une coupelle, 20 à 20,01 g de l'échantillon et les verser dans la cornue (5.2) tenue de manière que le charbon ne puisse entrer dans la tubulure latérale. Achever le versement à l'aide d'un pinceau souple et laisser le charbon tomber jusqu'à l'autre extrémité de la cornue. Puis tenir la cornue en position horizontale, enfoncer le piston (5.3) jusqu'à ce que la face du disque soit à 150 mm de l'extrémité fermée de la cornue, puis agiter et retourner la cornue de manière à étaler le charbon en une couche d'épaisseur uniforme. Retirer le piston et insérer un bouchon aplati d'ouate d'amiante ou un disque entaillé d'amiante pour maintenir le charbon en place. Sans modifier la disposition du charbon, obturer l'extrémité ouverte de la cornue au moyen d'un bouchon réfractaire. Relier le collecteur (5.4) à la tubulure latérale et mettre la cornue en place dans le four (5.1) de manière que le milieu de la couche de charbon

coïncide avec le milieu du four. Si le four est monté sur rails, fixer la cornue en position horizontale, et amener le four à la position voulue.

Augmenter le chauffage du four de manière que la température de 325 °C soit atteinte à nouveau après un intervalle de 3 à 7 min, et maintenir par la suite un régime de chauffe de 5 °C/min, jusqu'à ce que la température de 590 °C soit atteinte. A ce moment, régler le chauffage du four de façon à atteindre une température de 600 °C, et maintenir cette température durant 15 min.

Retirer la cornue (ou ramener le four) et la laisser refroidir. Débrancher le collecteur, retirer le bouchon et extraire le culot de coke pour examen.

NOTE — Si le charbon a un taux de cendres supérieur à 10 %, le résultat Gray-King peut en être modifié.

### 7.2 Charbon donnant des cokes d'indice Gray-King supérieur à G<sub>2</sub> (voir 10.3)

Peser X g du charbon polaire (4.1), X étant toujours un nombre entier, dans un vase à peser et y ajouter (20 - X) g de l'échantillon. Boucher le vase et homogénéiser son contenu.

Verser le mélange dans la cornue et suivre le mode opératoire exactement comme il est décrit en 7.1.

Le cas échéant, répéter la détermination, en faisant varier la quantité de charbon polaire contenue dans 20 g du mélange, jusqu'à l'obtention d'un culot de coke de type G à l'aide de la moindre masse de charbon polaire possible.

## 8 Expression des résultats

Exprimer l'indice Gray-King du coke donné par un charbon, selon la figure 1 et le tableau, qui décrivent et illustrent l'aspect des culots de coke caractéristiques. Dans le cas des charbons donnant un type de coke dont l'indice est supérieur à G<sub>2</sub>, l'indice est défini par la masse minimale, en grammes, de charbon polaire ajouté pour produire un culot de coke normalisé de type G.

## 9 Fidélité de la méthode

Type de coke	Différences maximales admissibles entre les résultats obtenus	
	Dans un même laboratoire (Répétabilité)	Dans des laboratoires différents (Reproductibilité)
A à G <sub>1</sub> supérieur à G <sub>1</sub>	une lettre une unité de l'indice	une lettre une unité de l'indice

### 9.1 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.

## 9.2 Reproductibilité

Les moyennes des résultats de deux déterminations, effectuées dans deux laboratoires différents, sur des prises d'essai représentatives prélevées sur le même échantillon pour analyse après le stade final de la préparation de l'échantillon, ne doivent pas différer de plus de la valeur indiquée précédemment.

## 10 Notes sur le mode opératoire

**10.1** Il a été démontré qu'on peut utiliser des matières autres que le charbon polaire étalon, bien qu'on n'ait pas encore pu définir les paramètres applicables à toutes ces matières. Il est permis d'utiliser n'importe quelle matière qui se serait montrée expérimentalement capable de donner des résultats équivalents à ceux qui sont obtenus en utilisant le charbon polaire étalon. Pour permettre d'effectuer ces expériences, le Royaume-Uni est prêt à fournir un échantillon d'anhracite équivalent, ayant les caractéristiques granulométriques suivantes :

Refus au tamis de 212 $\mu\text{m}$ d'ouverture de maille	0 %
Passé au 212 $\mu\text{m}$ , retenu par le 125 $\mu\text{m}$	5 à 10 %
Passé au 125 $\mu\text{m}$ , retenu par le 63 $\mu\text{m}$	20 à 25 %
Passé au 63 $\mu\text{m}$	65 à 75 %

**10.2** Déterminer la densité relative vraie en utilisant un pycnomètre (voir ISO 1014). Pour assurer le mouillage complet du charbon polaire, utiliser un agent mouillant en solution à 1 %, et réduire à 8 kPa\* la pression à l'intérieur du pycnomètre, renfermant le charbon polaire et la solution mouillante, dans un dessiccateur à vide. Maintenir ce vide durant 10 min avant de placer le pycnomètre dans un bain d'eau dont la température est maintenue constante à 25 °C au moyen d'un thermostat.

**10.3** Bien qu'il n'existe aucune relation précise entre l'indice de gonflement au creuset et l'indice Gray-King, le tableau ci-après donne d'une façon générale une relation vraisemblable. Il sert à indiquer la nécessité éventuelle de faire un mélange avec du charbon polaire, et la quantité de ce dernier qui sera vraisemblablement nécessaire.

Indice de gonflement au creuset	Type de coke Gray-King
0 à 1/2	A à B
1 à 4	C à G <sub>2</sub>
4 1/2 à 6	F à G <sub>4</sub>
6 1/2 à 8	G <sub>3</sub> à G <sub>9</sub>
8 1/2 à 9	G <sub>7</sub> ou au-dessus

La relation ci-dessus, applicable aux charbons du Royaume-Uni, n'est donnée qu'à titre indicatif. Il convient que chaque pays détermine la corrélation applicable à ses propres charbons.

## 11 Procès-verbal d'essai

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

- identification du produit soumis à l'essai;
- référence de la méthode utilisée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

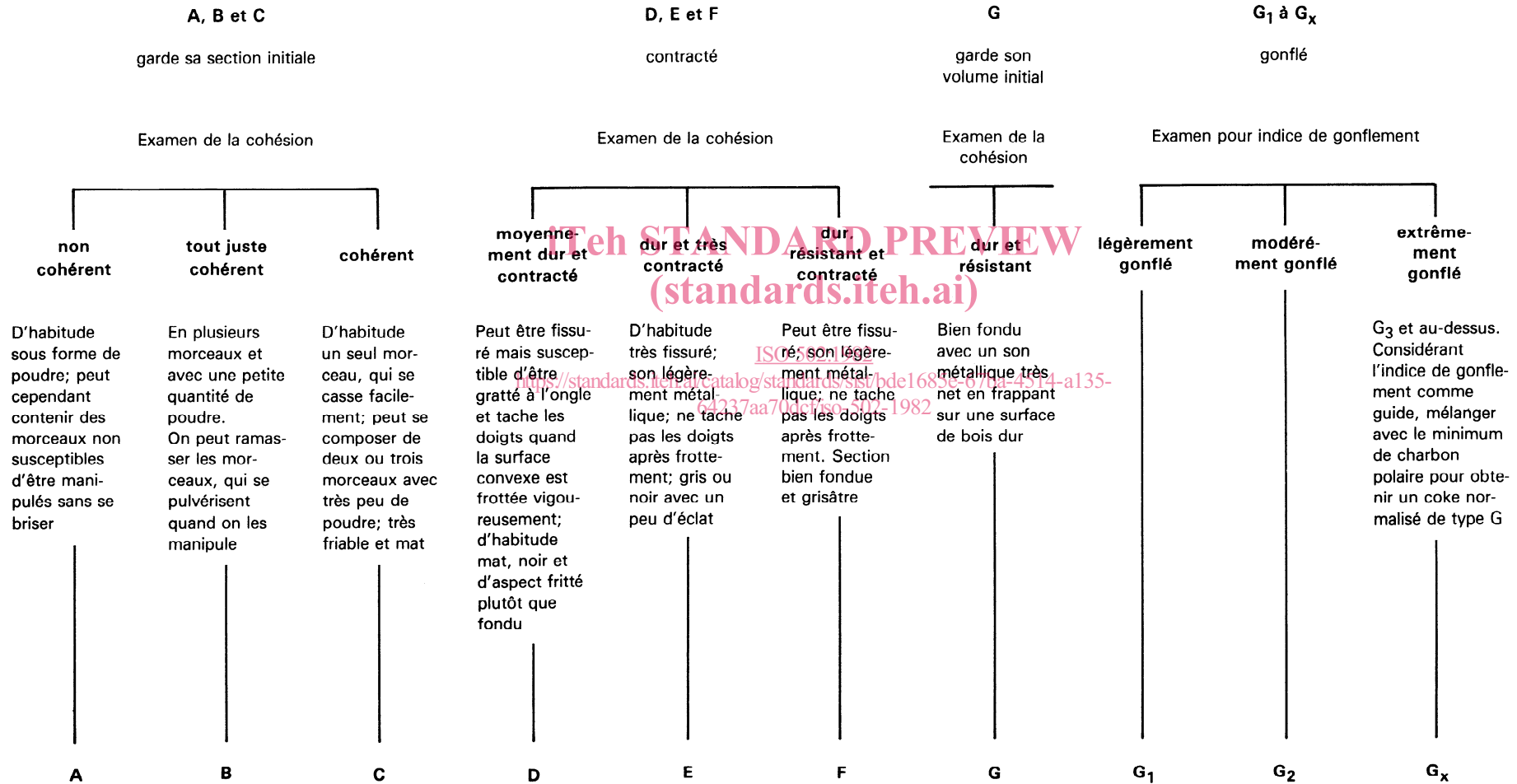
\* 8 kPa = 80 mbar





Figure 1 — Types de coke selon la méthode Gray-King

Tableau — Identification du type de coke Gray-King



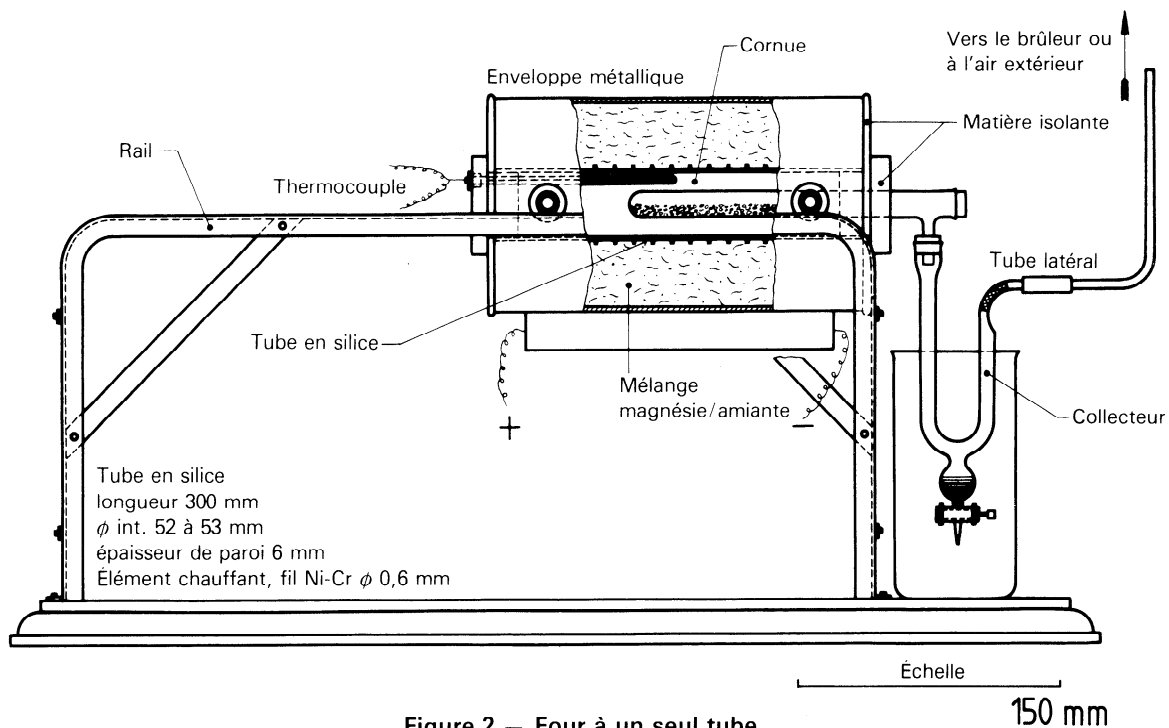
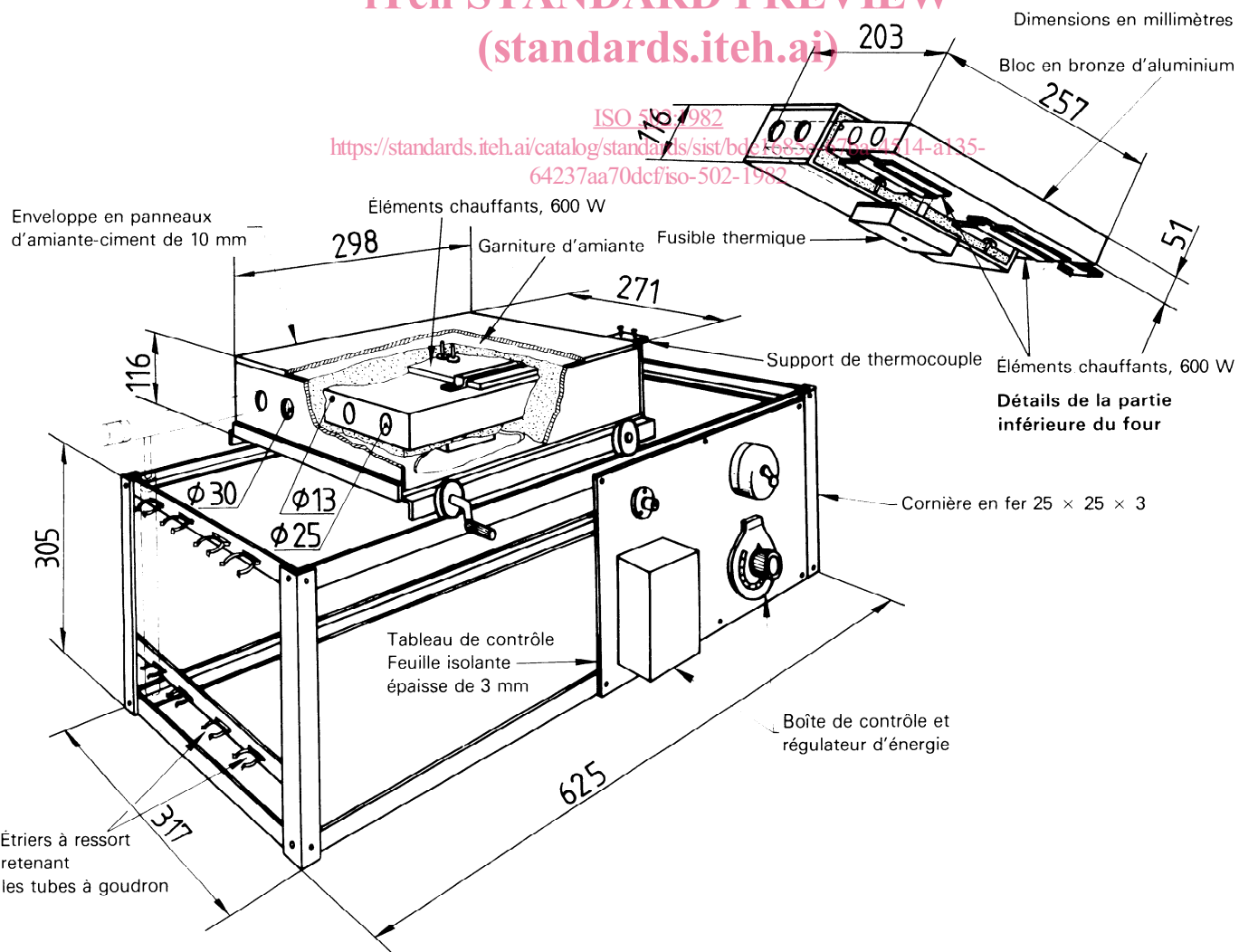


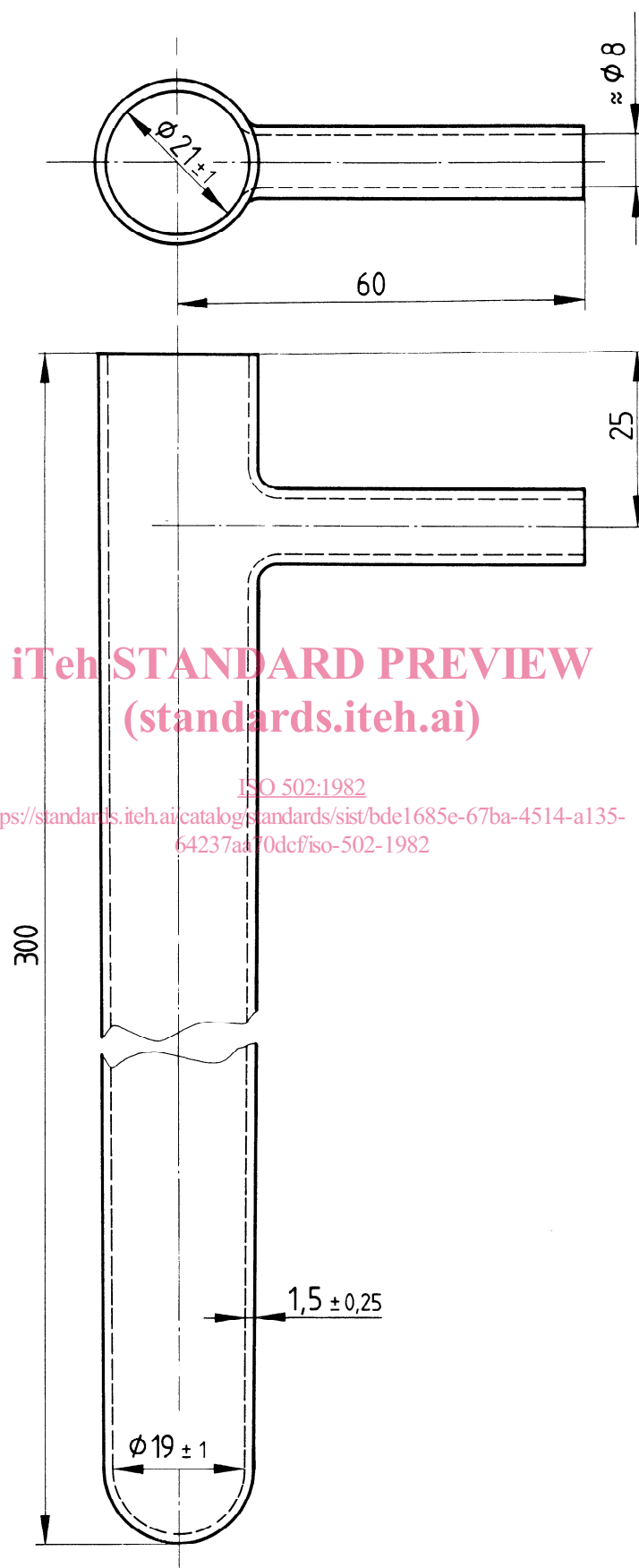
Figure 2 — Four à un seul tube

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)





Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 502:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bde1685e-67ba-4514-a135-64237ad70dcf/iso-502-1982>

Figure 4 — Cornue