
Norme internationale



540

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

Combustibles minéraux solides — Détermination de la fusibilité des cendres — Méthode du tube à haute température

Solid mineral fuels — Determination of fusibility of ash — High-temperature tube method

Deuxième édition — 1981-11-01

ITeCh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 540:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f41f7b0c-8417-4675-8da5-9e39f173182c/iso-540-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f41f7b0c-8417-4675-8da5-9e39f173182c/iso-540-1981>

CDU 662.66 : 662.642 : 662.749.2 : 662.613.114

Réf. n° : ISO 540-1981 (F)

Descripteurs : combustible solide, charbon, coke, cendre, essai, essai physique, fusibilité.

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.

La Norme internationale ISO 540 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 540-1974), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

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

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

Belgique

Combustibles minéraux solides — Détermination de la fusibilité des cendres — Méthode du tube à haute température

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination des températures de fusion caractéristiques des cendres provenant de tous les combustibles minéraux solides.

Bien que la détermination soit normalement effectuée au sein d'une atmosphère réductrice, il est parfois possible d'obtenir des renseignements complémentaires en effectuant une détermination ultérieure en atmosphère oxydante (voir note 2).

2 Référence

ISO 1171, *Combustibles minéraux solides — Détermination des températures caractéristiques des cendres.*

NOTES

1 Ne pas tenir compte d'un rétrécissement ou d'une déformation de l'éprouvette, si la pointe ou les arêtes de l'éprouvette restent intactes.

2 En général, les atmosphères réductrices recommandées donnent les températures caractéristiques les plus basses.

3 Principe

Une éprouvette confectionnée avec les cendres est chauffée dans des conditions normalisées sous observation constante. Les températures auxquelles apparaissent des changements caractéristiques de forme sont relevées. Les températures caractéristiques sont les suivantes :

Température de déformation (symbole A)

Température à laquelle apparaissent les premiers signes d'arrondissement de la pointe ou des arêtes de l'éprouvette (voir note 1).

Température d'hémisphère (symbole B)

Température à laquelle l'éprouvette forme approximativement un hémisphère, c'est-à-dire lorsque la hauteur devient égale à la moitié du diamètre de la base, d'après les observations visuelles.

Température d'écoulement (symbole C)

Température à laquelle les cendres s'étalent sur le support en une couche dont la hauteur égale un tiers de la hauteur qu'avait l'éprouvette à la température d'hémisphère.

4 Conditions d'essai

4.1 Forme de l'éprouvette

L'éprouvette doit avoir des arêtes vives, ce qui facilite l'observation, et ne doit pas se plier au cours de la détermination.

La masse de l'éprouvette doit permettre une répartition uniforme de la température dans le corps de l'éprouvette. De trop grandes dimensions doivent donc être évitées.

Les formes suivantes sont acceptables :

- pyramide dont la base est un triangle équilatéral et dont la hauteur est comprise entre deux et trois fois le côté de la base, la hauteur n'étant pas supérieure à 19 mm;
- cube de 3 à 7 mm de côté;
- cylindre droit de 3 à 9 mm de hauteur et de 3 à 9 mm de diamètre, la hauteur étant égale au diamètre.

4.2 Atmosphère d'essai

L'atmosphère réductrice (voir l'avertissement) est aisément obtenue en introduisant dans le four l'un des mélanges de gaz suivants, à un débit linéaire minimal sur l'éprouvette de

400 mm/min, rapporté à la température ambiante (voir note 2) :

- a) 60 ± 5 % (V/V) de monoxyde de carbone et 40 ± 5 % (V/V) de dioxyde de carbone;
- b) 50 ± 5 % (V/V) d'hydrogène et 50 ± 5 % (V/V) de dioxyde de carbone.

Une atmosphère oxydante s'obtient avec de l'air ou du dioxyde de carbone, mais le débit n'est pas déterminant.

AVERTISSEMENT — Lorsqu'on utilise les atmosphères réductrices indiquées ci-dessus, les gaz à la sortie du four contiennent une certaine quantité de monoxyde de carbone; il est donc indispensable d'assurer l'évacuation de ces gaz dans l'atmosphère extérieure, de préférence à l'aide d'une hotte ou d'un système de ventilation efficace. Si l'hydrogène est utilisé dans l'atmosphère réductrice, de grandes précautions doivent être prises pour éviter qu'une explosion se produise.

NOTE — Le débit de gaz n'est pas un facteur essentiel, mais il doit être suffisant pour empêcher toute pénétration d'air dans le four. Le débit de 400 mm/min prescrit est un minimum qui a été déterminé expérimentalement.

5 Appareillage

5.1 Four, de préférence chauffé électriquement, répondant aux conditions suivantes :

- a) il doit permettre d'atteindre la température maximale à laquelle les propriétés des cendres doivent être déterminées (une température de 1 500 °C ou plus peut être nécessaire pour de nombreuses cendres);
- b) il doit comporter une zone suffisante de température uniforme dans laquelle peut être chauffée l'éprouvette;
- c) il doit permettre de chauffer l'éprouvette à un régime uniforme compris dans les limites de 3 à 7 °C/min;
- d) il doit permettre de maintenir autour de l'éprouvette une atmosphère dont la composition est comprise dans les limites voulues;
- e) il doit permettre l'observation du changement de forme de l'éprouvette pendant le chauffage.

5.2 Pyromètre, comprenant un thermocouple au platine/platine rhodié, dont la justesse doit être vérifiée périodiquement (voir notes en 5.5).

5.3 Moule, pour la préparation de l'éprouvette.

5.4 Support, pour l'éprouvette.

Le support doit être fait en une matière telle qu'il ne se déforme pas, ne réagisse pas sur les cendres et ne les absorbe pas au cours de la détermination.

Bien qu'en général les supports en alumine frittée, en mullite à grain fin ou en platine sur un support réfractaire soient satisfai-

sants, des difficultés peuvent se produire avec certaines cendres, et seule l'expérience peut indiquer quel est le meilleur support à utiliser dans ces conditions.

5.5 Instrument optique, permettant de relever le profil de l'éprouvette à n'importe quel moment de la détermination. Les dimensions relatives du profil peuvent être aisément évaluées au moyen d'un réticule (voir note 1).

NOTES

1 Avec la plus grande éprouvette pyramidale, un pyromètre optique peut être employé et, dans ce cas, l'instrument optique peut être supprimé.

2 La justesse du pyromètre peut être aisément contrôlée par observation des points de fusion de l'or (1 063 °C), du nickel (1 452 °C) et du palladium (1 552 °C). Il est à noter que, si le nickel est utilisé, une atmosphère à 100 % d'hydrogène est nécessaire. L'or et le palladium peuvent être fondus dans la même atmosphère que celle utilisée pour l'essai de fusibilité des cendres.

6 Préparation de l'éprouvette

Préparer les cendres selon la méthode spécifiée dans l'ISO 1171. L'opérateur doit s'assurer que l'incinération est complète.

Broyer les cendres dans un mortier en agate, jusqu'à ce que la granulométrie maximale soit inférieure à 76 µm.

Humecter avec de l'eau ou, si nécessaire, avec une solution adhésive (par exemple dextrine, amidon ou gomme arabique), une quantité suffisante des cendres préparées, en faire une pâte et la presser dans le moule (5.3). Pour faciliter le démoulage de l'éprouvette, le moule peut être préalablement enduit d'une mince couche de graisse minérale.

Laisser sécher l'éprouvette, la monter sur son support (5.4), puis enlever toutes matières organiques éventuellement présentes en la chauffant lentement à l'air jusqu'à une température d'environ 815 °C.

NOTE — Si ceci est préféré, le chauffage préalable à l'air de l'éprouvette peut être effectué dans le four utilisé pour l'essai.

7 Mode opératoire

Transférer l'éprouvette, montée sur son support (5.4), dans le four (5.1) préalablement chauffé à une température de 815 °C, et régler la composition et le débit de l'atmosphère. Élever la température à un régime uniforme dans les limites de 3 à 7 °C/min (voir la note) et enregistrer les températures auxquelles apparaissent les changements de formes caractéristiques. Dans le cas de certaines cendres, on peut rencontrer des difficultés provenant, par exemple, de l'influence des facteurs suivants : formation d'ampoules, distorsion, rétrécissement, gonflement, manque d'humectation du support, éclatement de bulles gazeuses internes; dans de tels cas, il est souhaitable d'enregistrer l'existence de ces phénomènes et éventuellement de faire un nouvel essai en utilisant un autre type de support.

NOTE — Le régime plus faible de chauffage est préférable dans le cas des plus grandes éprouvettes; avec les éprouvettes plus petites, une élévation de température de 10 °C/min peut parfois être satisfaisante.

8 Fidélité de la méthode

Fusibilité des cendres	Différences maximales admissibles entre les résultats obtenus	
	Dans un même laboratoire (Répétabilité)	Dans des laboratoires différents (Reproductibilité)
Température de déformation (A)	30 °C	
Température d'hémisphère (B)	30 °C	(voir 8.2)
Température d'écoulement (C)	50 °C	

8.1 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations, effectuées à différentes périodes, dans un même laboratoire, par la même personne utilisant le même appareillage, sur la même préparation de cendres, ne doivent pas différer de plus des valeurs indiquées ci-dessus.

8.2 Reproductibilité

Aucune valeur de reproductibilité ne peut être indiquée pour les déterminations effectuées dans des laboratoires différents, car on ne dispose pas de suffisamment de données sur lesquelles on pourrait fonder de telles valeurs.¹⁾

9 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) température de déformation (symbole A), arrondie aux plus proches 10 °C;
- d) température d'hémisphère (symbole B), arrondie aux plus proches 10 °C;
- e) température d'écoulement (symbole C), arrondie aux plus proches 10 °C;
- f) forme et dimensions de l'éprouvette;
- g) composition de l'atmosphère;
- h) nature du support;
- j) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- k) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

(standards.iteh.ai)

ISO 540:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f41f7b0c-8417-4675-8da5-9e39f173182c/iso-540-1981>

1) Des travaux ultérieurs, effectués au Royaume-Uni, permettent de recommander les valeurs suivantes qui, si elles étaient adoptées, rendraient nécessaires des modifications appropriées à apporter à 8.2 :

Reproductibilité : A 80 °C; B 50 °C; C 80 °C.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 540:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f41f7b0c-8417-4675-8da5-9e39f173182c/iso-540-1981>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 540:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f41f7b0c-8417-4675-8da5-9e39f173182c/iso-540-1981>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 540:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f41f7b0c-8417-4675-8da5-9e39f173182c/iso-540-1981>