

Norme internationale



562

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

Houille et coke - Détermination du taux de matières volatiles

Hard coal and coke — Determination of volatile matter content

Deuxième édition — 1981-11-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 562:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ce06c86-c1a9-4ca8-b763-ca40e4b36a46/iso-562-1981>



CDU 662.66 : 662.749.2 : 543.813

Réf. n° : ISO 562-1981 (F)

Descripteurs : charbon, coke, analyse chimique, dosage, volatilité, matière volatile, mesurage, essai, essai physique.

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 562 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 562-1974), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants:

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

Les comités membres des pays suivants l'avaient désapprouvée pour des raisons techniques:

France
Pays-Bas

Houille et coke — Détermination du taux de matières volatiles

0 Introduction

Le taux de matières volatiles est défini par la perte de masse, moins la perte due à l'humidité, lorsque le charbon ou le coke sont chauffés à l'abri de l'air, dans des conditions normalisées. Cet essai est empirique et, pour obtenir des résultats bien reproductibles, il est indispensable que la vitesse du chauffage, la température finale et la durée totale de l'essai soient soigneusement respectées. L'humidité de l'échantillon doit être déterminée en même temps que les matières volatiles, afin de pouvoir effectuer la correction convenable.

La matière minérale associée à l'échantillon peut, elle aussi, perdre une partie de sa masse dans les conditions d'essai, l'importance de la perte étant fonction tant de la nature que de la quantité des minéraux présents. Lorsqu'un charbon a une teneur en carbonates élevée ou que le résultat est recherché en vue de la classification du charbon, il est nécessaire d'apporter au taux de matières volatiles une correction pour la perte de dioxyde de carbone survenue au cours de la détermination. Une première approximation de cette correction est obtenue en utilisant l'équation (3).

NOTE — Les données expérimentales disponibles sont insuffisantes pour justifier de recommander une correction pour la perte de dioxyde de carbone dans la détermination du taux de matières volatiles du coke. D'ailleurs, l'erreur résultant de cette source sera généralement peu élevée, car les carbonates se décomposent dans le four à coke au cours du procédé de fabrication du coke, bien que quelques carbonates soient susceptibles d'être ajoutés plus tard, si le coke est trempé au moyen des liquides perdus.

L'appareillage et la méthode d'essai sont spécifiés de façon que l'on puisse effectuer une ou simultanément plusieurs déterminations dans le four à moufle.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination du taux de matières volatiles de la houille et du coke. Elle n'est pas applicable au charbon brun et au lignite.

2 Références

ISO 331, *Charbon — Détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse — Méthode gravimétrique directe.*

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

ISO 687, *Coke — Détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse.*

ISO 925, *Combustibles minéraux solides — Dosage du dioxyde de carbone — Méthode gravimétrique.*

ISO 1170, *Charbon et coke — Calculs pour les analyses par rapport à différentes bases.*

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

3 Principe

L'échantillon est chauffé jusqu'à 900 °C à l'abri de l'air, durant 7 min. Le pourcentage de matières volatiles est calculé à partir de la perte en masse de l'échantillon, après avoir retranché la perte en masse due à l'humidité.

4 Réactifs

4.1 Agent déshydratant, soit frais soit récemment régénéré, de préférence auto-indicateur. Le gel de silice, l'alumine activée et le sulfate de calcium anhydre sont des agents déshydratants convenables.

4.2 Benzène (à utiliser avec des échantillons de coke).

5 Appareillage

5.1 Four à moufle, chauffé au gaz ou à l'électricité, dans lequel on peut maintenir une zone convenable à une température constante et uniforme de 900 ± 10 °C. Ce four peut être du type à extrémité fermée, ou comporter à l'arrière un départ des fumées d'environ 25 mm de diamètre et 150 mm de longueur.

Sa capacité calorifique doit être telle que, la température initiale étant de 900 °C, une température minimale de 885 °C se rétablisse en 4 min, de préférence en 3 min, après l'introduction d'un support froid et du creuset ou des creusets, la température étant mesurée avec un thermocouple à soudure nue, comme indiqué en 5.2. En règle générale, le four¹⁾ sera étudié spécialement soit pour recevoir individuellement un seul creuset et son support, soit pour faire des déterminations multiples à l'aide de plusieurs creusets sur un même support.

NOTE — On doit atteindre aussi exactement que possible la température de 900 °C, et la tolérance de ± 10 °C est indiquée pour tenir compte des erreurs inhérentes aux mesurages de la température et de la non-uniformité de la distribution des températures.

On doit choisir un emplacement de support de creuset dans la zone de température uniforme, et adopter cet emplacement pour toutes les déterminations.

5.2 Pyromètre.

Les caractéristiques de température du four doivent être vérifiées avec un thermocouple à soudure nue, dont les conducteurs ont au plus 1 mm de diamètre. La soudure doit être introduite à mi-distance entre la base du creuset sur son support et la sole du four. Si le support porte plus d'un creuset, on doit vérifier la température sous chaque creuset de cette même façon. On peut éventuellement installer en permanence un thermocouple à gaine dans le four, la soudure de ce thermocouple étant aussi proche que possible du centre de la zone de température uniforme; dans ce cas, on doit comparer fréquemment les températures indiquées par ce thermocouple avec celles du thermocouple à soudure nue, celui-ci étant alors mis en place uniquement lorsque c'est nécessaire.

NOTE — La relation température/force électromotrice d'une soudure maintenue à température élevée varie progressivement avec le temps.

5.3 Creuset et couvercle: Creuset cylindrique muni d'un couvercle bien ajusté, tous les deux en silice fondue. Le creuset et son couvercle doivent avoir une masse comprise entre 10 et 14 g et avoir à peu près les dimensions indiquées sur la figure 1. L'ajustement du couvercle sur le creuset est important pour la détermination; il faut choisir un couvercle s'adaptant au creuset de façon que le jeu horizontal entre ces deux pièces ne dépasse pas 0,5 mm. Après ce choix, on doit meuler le creuset et le couvercle l'un contre l'autre pour obtenir une surface lisse, après quoi on les repère par une marque commune.

NOTE — Pour les déterminations multiples avec des charbons gonflant fortement, il peut être nécessaire d'employer des creusets plus grands;

ceux-ci peuvent atteindre une hauteur de 45 mm sans altérer le taux de matières volatiles déterminé, sous réserve que la vitesse spécifiée de rétablissement de la température soit maintenue.

Dimensions en millimètres

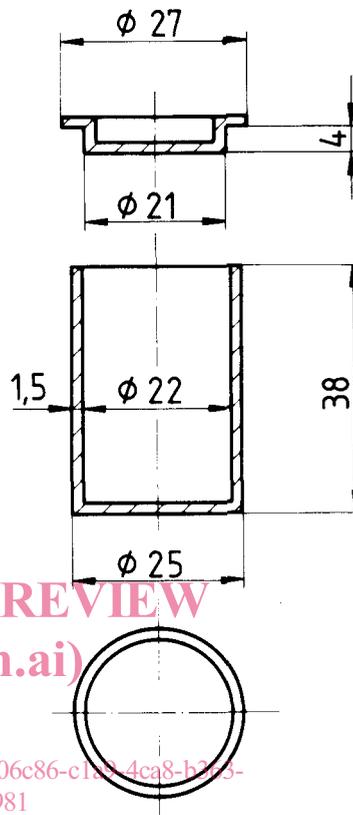


Figure 1 — Creuset et couvercle en silice

On peut utiliser des creusets en d'autres matières réfractaires ou en platine, sous réserve qu'ils donnent les mêmes résultats, avec la tolérance spécifiée, que les creusets en silice recommandés.

5.4 Support, sur lequel on place le creuset dans le four à moufle; il doit permettre de respecter la loi de chauffage. À titre d'exemple, il peut être constitué comme suit:

- pour une détermination unique: une bague en fil d'acier résistant à la chaleur, telle que représentée à la figure 2 a), avec deux disques en amiante de 25 mm de diamètre et 1 mm d'épaisseur reposant sur les prolongements intérieurs de ses montants; ou
- pour des déterminations multiples: un support en fil d'acier résistant à la chaleur, tel que représenté à la figure 2 b), ayant des dimensions convenables, avec un plateau en amiante de 2 mm d'épaisseur sur lequel reposent les creusets.

5.5 Balance, précise à 0,1 mg.

1) Un four, adapté à l'utilisation d'un seul creuset, est décrit dans la norme britannique BS 1016: partie 3; et un autre four, adapté à l'utilisation de plusieurs creusets, est décrit dans la norme allemande DIN 51720.

6 Préparation de l'échantillon

La houille ou le coke utilisé pour la détermination du taux de matières volatiles 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

Chauffer dans le four à moufle (5.1) à 900 ± 10 °C, durant 7 min, soit un creuset (5.3) fermé avec son couvercle, soit des creusets fermés, en nombre nécessaire pour garnir complètement le support (5.4). Les retirer ensuite du four, laisser refroidir le creuset ou les creusets, tout d'abord sur une plaque métallique, puis dans un dessiccateur placé à côté de la balance. Dès que les creusets sont refroidis, peser chacun d'eux, vide avec son couvercle, et introduire dans chaque creuset de 1,00 à 1,01 g de l'échantillon pesé à 0,1 mg près. Remettre en place le couvercle, et tapoter légèrement le creuset sur une surface dure et propre jusqu'à ce que l'échantillon forme une couche d'épaisseur uniforme sur le fond du creuset.

NOTE — Un traitement rigoureusement identique du creuset avant et après la détermination réduit l'effet de toute trace d'eau éventuellement absorbée à sa surface, tandis qu'un refroidissement rapide réduit l'absorption d'humidité par le résidu de la houille ou du coke.

Ajuster la température de la zone du four à moufle, qui contient un support et un ou plusieurs creusets vides, à 900 ± 10 °C d'après le thermocouple à soudure nue (5.2) placé correctement, ou jusqu'à la température équivalente d'après le thermocouple à gaine. Retirer le support et le ou les creusets vides et fermer la porte du four à moufle pour rétablir l'équilibre de température.

Si l'échantillon est du coke, enlever le couvercle du creuset chargé, ajouter 2 à 4 gouttes de benzène (4.2) et replacer le couvercle. Placer le ou les creusets chargés sur un autre support, introduire le tout dans le four à moufle, fermer la porte et laisser durant exactement 7 min. Retirer, refroidir et peser le ou les creusets de la même façon que pour le ou les creusets vides.

NOTE — Si l'on effectue des déterminations multiples, toute place vacante du support doit être occupée par un creuset vide.

8 Expression des résultats

Le taux de matières volatiles, déterminé sur l'échantillon sec exempt de cendres (V_{daf})¹⁾, exprimé en pourcentage en masse, est donné par les équations

$$V = \frac{100(m_2 - m_3)}{m_2 - m_1} - M \quad \dots (1)$$

$$V_{daf} = \frac{V \times 100}{100 - (M + A)} \quad \dots (2)$$

$$V_{daf} \text{ (corrigé pour CO}_2\text{)} = (V - \text{CO}_2) \times \frac{100}{100 - (M + A)} \quad \dots (3)$$

où

m_1 est la masse, en grammes, du creuset vide et de son couvercle;

m_2 est la masse, en grammes, du creuset avec son couvercle et son contenu, avant chauffage;

m_3 est la masse, en grammes, du creuset avec son couvercle et son contenu, après chauffage;

M est l'humidité, en pourcentage en masse, de l'échantillon analysé, déterminée selon la méthode spécifiée dans l'ISO 331, l'ISO 348 ou l'ISO 687;

A est le taux de cendres, en pourcentage en masse, de l'échantillon analysé, déterminé selon la méthode spécifiée dans l'ISO 1171;

CO_2 est de teneur en dioxyde de carbone, en pourcentage en masse, de l'échantillon analysé, déterminée selon la méthode spécifiée dans l'ISO 925;

V est le taux de matières volatiles, en pourcentage en masse, de l'échantillon analysé.

Les résultats (de préférence la moyenne de deux déterminations — voir chapitre 9) doivent être exprimés à 0,1 % près.

9 Fidélité de la méthode

Échantillon	Différences maximales admissibles entre les résultats obtenus (calculés pour un même taux d'humidité)	
	Dans un même laboratoire (Répétabilité)	Dans des laboratoires différents (Reproductibilité)
Houille à taux de matières volatiles < 10 %	0,3 % en valeur absolue	0,5 % en valeur absolue
Houille à taux de matières volatiles > 10 %	3 % du résultat moyen	0,5 % en valeur absolue ou 4 % du résultat moyen, la plus élevée de ces valeurs étant choisie
Coke	0,2 % en valeur absolue	(voir 9.3)

9.1 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations, effectuées à différentes périodes, dans un même laboratoire, par la même personne uti-

1) Le calcul des résultats sur d'autres bases fait l'objet de l'ISO 1170.

lisant le même appareillage, sur deux prises d'essai représentatives prélevées sur le même échantillon pour analyse, ne doivent pas différer de plus des valeurs indiquées précédemment.

9.2 Reproductibilité (houille)

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

9.3 Reproductibilité (coke)

Aucune valeur de reproductibilité ne peut être indiquée pour les déterminations sur le coke effectuées dans des laboratoires différents, car on ne dispose pas suffisamment de données pour cela.

10 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 562:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ce06c86-c1a9-4ca8-b363-ca40e4b36a46/iso-562-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ce06c86-c1a9-4ca8-b363-ca40e4b36a46/iso-562-1981>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 562:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6ce06c86-c1a9-4ca8-b363-ca40e4b36a46/iso-562-1981>