

Replaced by ISO/R 1171 gv

27

Annulé **ISO**

ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

RECOMMANDATION ISO
R 586

DÉTERMINATION DU TAUX DE CENDRES DU COKE

1^{ère} ÉDITION

Juillet 1967

REPRODUCTION INTERDITE

Le droit de reproduction des Recommandations ISO et des Normes ISO est la propriété des Comités Membres de l'ISO. En conséquence, dans chaque pays, la reproduction de ces documents ne peut être autorisée que par l'organisation nationale de normalisation de ce pays, membre de l'ISO.

Seules les normes nationales sont valables dans leurs pays respectifs.

Imprimé en Suisse

Ce document est également édité en anglais et en russe. Il peut être obtenu auprès des organisations nationales de normalisation.

HISTORIQUE

La Recommandation ISO/R 586, *Détermination du taux de cendres du coke*, a été élaborée par le Comité Technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*, dont le Secrétariat est assuré par la British Standards Institution (BSI).

Les travaux relatifs à cette question furent entrepris par le Comité Technique en 1958 et aboutirent, en 1961, à l'adoption d'un Projet de Recommandation ISO.

En mars 1964, ce Projet de Recommandation ISO (N° 680) fut soumis à l'enquête de tous les Comités Membres de l'ISO. Il fut approuvé, sous réserve de quelques modifications d'ordre rédactionnel, par les Comités Membres suivants :

| | | |
|----------------|------------------|--------------------------|
| Allemagne | Danemark | République Sud-Africaine |
| Australie | France | Roumanie |
| Autriche | Inde | Royaume-Uni |
| Belgique | Italie | Suisse |
| Canada | Nouvelle-Zélande | Tchécoslovaquie |
| Chili | Pays-Bas | Turquie |
| Colombie | Pologne | U.R.S.S. |
| Corée, Rép. de | R.A.U. | U.S.A. |

Un Comité Membre se déclara opposé à l'approbation du Projet :

Japon

Le Projet de Recommandation ISO fut alors soumis par correspondance au Conseil de l'ISO qui décida, en juillet 1967, de l'accepter comme RECOMMANDATION ISO.

DÉTERMINATION DU TAUX DE CENDRES DU COKE

1. OBJET

La présente Recommandation ISO décrit la méthode pour la détermination du taux de cendres du coke.

2. PRINCIPE

Le coke est chauffé jusqu'à masse constante dans l'air à 815 ± 10 °C. Le pourcentage de cendres est calculé à partir de la masse du résidu après l'incinération.

A condition de prendre des dispositions pour éviter les pertes mécaniques, la lenteur du chauffage nécessaire par mesure de précaution pour la détermination du taux de cendres du charbon n'est pas indispensable pour le coke. Dans le coke, le soufre combiné avec le fer se trouve sous forme de sulfure ferreux, lequel, contrairement aux pyrites de fer du charbon, ne libère pas de soufre par chauffage à 500 °C. Les alcalino-terreux et les différentes formes de soufre se trouvent généralement en petites quantités dans les houilles utilisées pour la cokéfaction, de sorte que la sulfatation des cendres du coke est moins probable que celle des cendres du charbon. Comme le coke est moins réactif que le charbon, la couche utilisée est plus mince afin que la combustion de la prise d'essai soit complète en un temps raisonnable. La température d'incinération est conventionnelle et on a choisi la même que pour le charbon.

3. RÉACTIF

Déshydratant. Utiliser celui-ci soit frais, soit régénéré (auto-indicateur): alumine activée, gel de silice, sulfate de calcium anhydre ou anhydride phosphorique, ou perchlorate de magnésium sec à l'air.

NOTE. — Il convient de ne pas régénérer le perchlorate de magnésium à cause du risque d'explosion. Le perchlorate de magnésium épuisé doit être jeté à l'évier et évacué au moyen d'un courant d'eau.

4. APPAREILLAGE

- 4.1 **Balance**, sensible à 0,1 mg.
- 4.2 **Four à moufle**, permettant de disposer d'une zone de température sensiblement uniforme de 815 ± 10 °C, avec un taux de ventilation d'au moins quatre changements d'air par minute (voir Note 1).
- 4.3 **Capsule ou creuset**, en silice, porcelaine ou platine, avec couvercle (voir Note 2), tels que la couche de coke ne dépasse pas 0,1 g/cm².
- 4.4 **Plaque isolante**. Une plaque plate, de 6 mm d'épaisseur, en silice ou en une autre matière isolante appropriée et qui peut aisément être introduite dans le four à moufle.
- 4.5 **Dessiccateur**, contenant une plaque métallique, de préférence en aluminium, et un déshydratant convenable (voir chapitre 3).

NOTES

1. Le nombre de renouvellements de l'atmosphère du moufle par minute peut être déterminé en mesurant le flux d'air dans le conduit d'évacuation au moyen d'un tube de Pitot et d'un manomètre sensible.
2. L'emploi d'un couvercle est facultatif et les références à un couvercle dans les chapitres 6 et 7 n'indiquent pas une préférence.

5. MODE OPÉRATOIRE

Avant de commencer la détermination, bien homogénéiser pendant une minute au moins, de préférence par moyen mécanique, l'échantillon de coke pour l'analyse générale (voir Note 1), broyé pour passer au tamis de 0,2 mm d'ouverture de mailles.

Peser avec précision une capsule et son couvercle (voir Note 2), propres et secs; dans la capsule, peser avec précision 1 à 2 g, prélevé sur l'échantillon. Répandre le coke uniformément dans la capsule, placer la capsule découverte sur la plaque isolante et introduire cette dernière dans le four à moufle maintenu à 815 ± 10 °C (voir Note 3); l'y laisser jusqu'à masse constante (voir Note 4).

Quand l'incinération est complète, retirer la plaque et la capsule du four à moufle, couvrir la capsule de son couvercle (si utilisé), et laisser refroidir, d'abord sur une plaque métallique épaisse pendant 10 minutes et, finalement, dans un dessiccateur pendant 15 minutes. Si l'on n'a pas utilisé le couvercle, laisser refroidir la capsule sur la plaque métallique épaisse pendant 2 ou 3 minutes, puis dans le dessiccateur pendant 25 minutes. Peser la capsule (couverte) et soustraire la masse initiale de la capsule (et son couvercle) pour obtenir la masse des cendres.

NOTES

1. Si l'échantillon du coke séché dans la détermination de l'humidité totale est utilisé dans la préparation de l'échantillon pour l'analyse générale, il n'est pas nécessaire de le sécher à l'air après l'avoir broyé. Lors de l'emploi d'un échantillon préparé pour l'analyse générale, il convient de le sécher à l'air avant ou après le broyage destiné à le faire passer au tamis de 0,2 mm.
2. Les capsules en silice doivent être calcinées à 815 ± 10 °C pendant 15 minutes et refroidies comme indiqué ci-dessus immédiatement avant d'être pesées.
3. La capsule peut aussi être placée dans un moufle froid et chauffée le plus rapidement possible à 815 °C la durée de chauffage étant calculée à partir du moment où le moufle atteint 815 ± 10 °C. Dans ce cas, on peut se passer de la plaque isolante.
4. Dans les conditions décrites, l'incinération doit être complète en 75 minutes. On dit que la masse est constante quand une nouvelle période de chauffage à 815 °C de 15 minutes au moins n'apporte pas une variation de plus de 0,5 mg.

6. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Si m_1 = masse de la capsule (et de son couvercle), exprimée en grammes,

m_2 = masse de la capsule (et de son couvercle), et du coke, exprimée en grammes,

m_3 = masse de la capsule (et de son couvercle), et des cendres, exprimée en grammes,

et A = pourcentage de cendres du coke analysé,

$$\text{alors } A = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100$$

Le résultat (de préférence la moyenne de déterminations en double - voir paragraphe 7 ci-dessous) doit être exprimé à 0,1 % près.

7. PRÉCISION DE LA DÉTERMINATION

| Cendres | Différences maximales acceptables entre les résultats obtenus | |
|---------------|---|----------------------------------|
| | dans un même laboratoire | dans des laboratoires différents |
| Moins de 10 % | 0,2 % en valeur absolue | 0,3 % en valeur absolue |
| 10 % et plus | 2,0 % du résultat | 3,0 % du résultat |

7.1 Dans un même laboratoire

Les résultats de déterminations, en double, effectuées à différentes périodes, dans un même laboratoire, par la même personne, utilisant le même appareillage, sur des portions représentatives prélevées sur le même échantillon pour analyse, ne doivent pas différer de plus que les valeurs citées ci-dessus.

7.2 Dans des laboratoires différents

Les moyennes des résultats des déterminations, en double, effectuées dans chacun des deux laboratoires différents sur des prises d'essai prélevées sur le même échantillon après le stade final de la réduction, ne doivent pas différer de plus que les valeurs citées ci-dessus.