

---

# Norme internationale



# 587

---

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

---

## Combustibles minéraux solides — Dosage du chlore au moyen du mélange Eschka

*Solid mineral fuels — Determination of chlorine using Eschka mixture*

Deuxième édition — 1981-11-01

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

ISO 587:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b30561b0-594c-437d-a05a-48ed408e6611/iso-587-1981>

---

CDU 662.66 : 662.749.2 : 543.849 : 546.13

Réf. n° : ISO 587-1981 (F)

Descripteurs : charbon, coke, analyse chimique, dosage, chlore.

## 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 587 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

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 587:1974), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Corée, Rép. de	Pologne
Allemagne, R. F.	Danemark	Roumanie
Australie	Égypte, Rép. arabe d'	Royaume-Uni
Autriche	France	Suisse
Belgique	Inde	Tchécoslovaquie
Brésil	Italie	Turquie
Canada	Japon	URSS
Chili	Nouvelle-Zélande	USA
Colombie	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

# Combustibles minéraux solides — Dosage du chlore au moyen du mélange Eschka

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en chlore de tous les combustibles minéraux solides, en utilisant le mélange Eschka. Une autre méthode, qui utilise la combustion à haute température, est spécifiée dans l'ISO 352.

## 2 Références

ISO 352, *Combustibles minéraux solides — Dosage du chlore — Méthode par combustion à haute température.*

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

## 3 Principe

L'échantillon est calciné en contact intime avec le mélange Eschka dans une atmosphère oxydante pour éliminer les matières combustibles et convertir le chlore en chlorures alcalins. Ces derniers sont extraits au moyen d'acide nitrique ou d'eau et sont dosés par titrage selon la méthode de Volhard ou de Mohr.

## 4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

### 4.1 Mélange Eschka.

Mélanger deux parties en masse d'oxyde de magnésium léger, calciné, avec une partie de carbonate anhydre de sodium ou de potassium. Le mélange doit passer entièrement à travers un tamis de contrôle de 200  $\mu\text{m}$  d'ouverture de maille.

### 4.2 Acide nitrique, exempt de chlore, $\rho$ 1,42 g/ml.

*Pour le titrage de Volhard*

### 4.3 Nitrobenzène.

Conserver ce réactif dans un flacon en verre sombre.

### 4.4 Nitrate d'argent, solution étalon de référence, $c(\text{AgNO}_3) = 0,025 \text{ mol/l}$ .

Chauder à 25 °C, durant 2 à 3 h, du nitrate d'argent cristallisé broyé. En dissoudre 4,247 g dans de l'eau et diluer à 1 000 ml.

Conserver cette solution dans un flacon en verre brun.

### 4.5 Thiocyanate de potassium, solution titrée, $c(\text{KSCN}) = 0,025 \text{ mol/l}$ .

Dissoudre 3,5 g de thiocyanate de potassium dans de l'eau et diluer à 1 000 ml.

Étalonner cette solution par titrage avec la solution de nitrate d'argent (4.4), et ajuster à l'équivalence exacte.

### 4.6 Indicateur à l'alun de fer(III) [sulfate d'ammonium-fer(III)], solution saturée.

Saturer 100 ml d'eau avec environ 125 g d'alun de fer(III)  $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}]$  et ajouter de l'acide nitrique (4.2) en quantité suffisante pour faire disparaître la coloration brune de la solution.

*Pour le titrage de Mohr*

### 4.7 Nitrate d'argent, solution titrée, $c(\text{AgNO}_3) = 0,050 \text{ mol/l}$ .

Peser 8,494 g de nitrate d'argent sec, séché comme il est spécifié en 4.4, dissoudre dans de l'eau et diluer à 1 000 ml.

### 4.8 Indicateur au chromate de potassium, solution.

Dissoudre 5 g de chromate de potassium dans 100 ml d'eau.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire : la verrerie graduée doit être conforme aux Normes internationales élaborées par l'ISO/TC 48, *Verrerie de laboratoire et appareils connexes*.

**5.1 Four à moufle**, chauffé électriquement, permettant de disposer d'une zone de température sensiblement uniforme à  $675 \pm 25$  °C, et dont le régime de ventilation assure 4 à 6 renouvellements d'air par minute.

NOTE — On peut obtenir le rythme nécessaire du renouvellement de l'air avec un four à moufle convenable; ce rythme peut être contrôlé au moyen d'un tube de Pitot double.

**5.2 Creusets**, en porcelaine ou en silice, d'environ 25 ml de capacité.

**5.3 Plaque isolante**, de 6 mm d'épaisseur, en silice ou en toute autre matière appropriée, s'adaptant facilement au moufle.

**5.4 Balance**, précise à 0,1 mg.

## 6 Préparation de l'échantillon

Le charbon ou le coke utilisé pour le dosage du chlore 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 le dosage, homogénéiser l'échantillon «sec à l'air», durant au moins 1 min, de préférence par un procédé mécanique.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Décomposition de la prise d'essai

Peser, à 0,1 mg près, environ 1 g de l'échantillon (voir note 1), dans une cuillère, et le verser dans un creuset (5.2) contenant 3 g de mélange Eschka (4.1). Mélanger intimement au moyen d'une petite spatule métallique et recouvrir de 2 g de mélange Eschka.

Placer le creuset sur la plaque isolante (5.3), introduire l'ensemble dans le four à moufle (5.1) à  $675 \pm 25$  °C (voir note 2) et maintenir cette température durant 2 h (voir note 3). Retirer ensuite le creuset et le laisser refroidir.

Compléter le dosage par la méthode de Volhard ou par la méthode de Mohr (voir note 4).

#### NOTES

1 Lorsque la teneur en chlore est inférieure à 0,1 % (*m/m*), la masse de la prise d'essai doit être portée à 2 g.

2 Le dosage du chlore et la détermination du taux de cendres ne doivent pas être effectués en même temps dans le même moufle.

3 On peut placer l'ensemble dans un moufle froid, puis le chauffer jusqu'à  $675 \pm 25$  °C et maintenir cette température durant 2 h.

4 Si la teneur présumée en chlore est très faible, un volume connu de solution étalon de chlorure peut, à ce stade, être ajouté, et le calcul final ajusté pour en tenir compte.

### 7.2 Titration de Volhard

Verser le mélange incinéré dans un bécher et laver le creuset avec environ 125 ml d'eau chaude en recueillant les produits de lavage dans le bécher. Ajouter, avec précaution, 20 ml d'acide nitrique (4.2) et couvrir le bécher d'un verre de montre. Agiter au besoin le contenu du bécher pour faciliter la dissolution.

Le cas échéant (voir la note), filtrer la solution sur un filtre en papier durci, pour filtration rapide, lavé aux acides, en recueillant le filtrat dans une fiole conique. Laver le papier avec de l'eau chaude (par exemple quatre portions de 5 à 10 ml) et ajouter 20,0 ml de la solution de nitrate d'argent (4.4) dans la fiole. Laisser reposer durant 15 min, puis refroidir au besoin à la température ambiante. Ajouter 5 à 10 ml de nitrobenzène (4.3), agiter la solution durant 1 min, ajouter 8 à 10 gouttes de la solution d'indicateur à l'alun de fer(III) (4.6) et titrer avec la solution de thiocyanate de potassium (4.5). Le point final du titrage est atteint lorsque la coloration de la solution vire au rose orangé.

NOTE — La filtration n'est généralement pas nécessaire lorsqu'on utilise des prises d'essai de 1 g de combustibles pauvres en cendres, mais il convient de filtrer dans le cas de prises d'essai supérieures à 1 g (voir 7.1, note 1) ou de combustibles à taux de cendres élevé.

### 7.3 Titration de Mohr

Verser le mélange incinéré dans un bécher, laver le creuset avec de l'eau chaude en recueillant les produits de lavage dans le bécher et broyer le résidu dans le bécher au moyen d'une baguette en verre à bout aplati. Chauffer la solution jusqu'à l'ébullition et filtrer, en utilisant soit un tampon de papier filtre, soit du papier pour filtration rapide, en recueillant le filtrat dans une fiole conique. Laver le résidu avec de l'eau chaude (par exemple cinq portions de 5 ml) en recueillant les produits de lavage dans la fiole. Neutraliser la solution avec de l'acide nitrique (4.2), ajouter 10 gouttes de la solution d'indicateur au chromate de potassium (4.8) et titrer avec la solution de nitrate d'argent (4.7). Le point final du titrage est indiqué par la première apparition d'une coloration brune persistante.

### 7.4 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, sur 5 g de mélange Eschka (4.1) incinéré dans le four à moufle en même temps que les prises d'essai, l'essai à blanc étant conduit de la même manière, jusqu'au point final du titrage<sup>1)</sup>, que le dosage proprement dit. L'essai à blanc révèle à la fois le chlore des réactifs et une contamination éventuelle par l'atmosphère du laboratoire. Cette dernière ne devrait pas avoir d'importance significative.

1) L'appréciation du virage est facilitée par une comparaison avec une solution à blanc préalablement titrée.

## 8 Expression des résultats

### 8.1 Titrage de Volhard

La teneur en chlore (Cl) de l'échantillon analysé<sup>1)</sup>, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{3,545 c (V_2 - V_1)}{m}$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution de thiocyanate de potassium (4.5), utilisé pour le dosage (7.2);

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution de thiocyanate de potassium (4.5), utilisé pour l'essai à blanc (7.4);

$c$  est la concentration réelle, exprimée en moles par litre, de la solution de thiocyanate de potassium (4.5);

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

### 8.2 Titrage de Mohr

La teneur en chlore (Cl) de l'échantillon analysé<sup>1)</sup>, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{3,545 c (V_3 - V_4)}{m}$$

où

$V_3$  est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (4.7), utilisé pour le dosage (7.3);

$V_4$  est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent (4.7), utilisé pour l'essai à blanc (7.4);

$c$  est la concentration réelle, exprimée en moles par litre, de la solution de nitrate d'argent (4.7);

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Le résultat (de préférence la moyenne de deux déterminations — voir chapitre 9) doit être exprimé à 0,01 % près.

## 9 Fidélité de la méthode

Chlore	Différences maximales admissibles entre les résultats obtenus (calculés pour un même taux d'humidité)	
	Dans un même laboratoire (Répétabilité)	Dans des laboratoires différents (Reproductibilité)
	0,03 % en valeur absolue	0,06 % en valeur absolue

### 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 après le stade final de la préparation de l'échantillon, ne doivent pas différer de plus de la valeur indiquée ci-dessus.

## 10 Procès-verbal d'essai

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b30561b0-594c-437d-a05a-882111/iso-587-1981>

- 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.

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

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

ISO 587:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b30561b0-594c-437d-a05a-48ed408e6611/iso-587-1981>

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

ISO 587:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b30561b0-594c-437d-a05a-48ed408e6611/iso-587-1981>

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

ISO 587:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b30561b0-594c-437d-a05a-48ed408e6611/iso-587-1981>