



Houille — Détermination de l'humidité totale

Hard coal — Determination of total moisture

Deuxième édition — 1981-10-01

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 589:1981](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/55dba788-6a32-400f-b1bb-424b176f478c/iso-589-1981>



CDU 662.66 : 543.812.2

Réf. n° : ISO 589-1981 (F)

Descripteurs : charbon, analyse chimique, dosage, teneur en eau, 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 589 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 589-1974), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

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

Aucun comité membre ne l'avait désapprouvée.

Houille — Détermination de l'humidité totale

0 Introduction

L'humidité du charbon n'est pas une grandeur absolue, et les conditions pour sa détermination doivent être normalisées. Les résultats donnés par les différentes méthodes spécifiées doivent être comparables, dans les limites des tolérances indiquées.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie trois méthodes de détermination de l'humidité totale de la houille. Deux d'entre elles sont applicables dans tous les cas, la troisième est destinée uniquement aux houilles qui ne sont pas sensibles à l'oxydation.

2 Références

ISO 1988, *Charbons et lignites durs — Échantillonnage*.

ISO 5272, *Toluène à usage industriel — Spécifications*.

3 Principe

3.1 Méthode A (pour toutes les houilles)

L'échantillon est chauffé dans un ballon muni d'un réfrigérant à reflux, en présence de toluène bouillant. L'humidité du charbon est entraînée, par la vapeur de toluène, vers un réfrigérant équipé d'un récepteur gradué. L'eau se sépare alors dans ce récepteur pour former la couche inférieure, tandis que le toluène en excès retourne au ballon à distiller par l'intermédiaire d'un trop-plein. L'humidité du charbon est calculée à partir de la masse de l'échantillon et du volume d'eau recueillie.

3.2 Méthode B (pour toutes les houilles)

L'échantillon est séché dans une étuve à une température de 105 à 110 °C, dans un courant d'azote, et l'humidité est calculée d'après la perte de masse.

3.3 Méthode C (seulement pour des houilles non sensibles à l'oxydation, voir 10.1)

L'échantillon est séché à l'air, à une température de 105 à 110 °C, et l'humidité est calculée d'après la perte de masse.

4 Préparation de l'échantillon

4.1 Les échantillons destinés à la détermination de l'humidité doivent être remis dans des récipients hermétiquement clos.

4.2 La masse de l'échantillon doit être d'au moins 300 g; pour les méthodes A et B, le calibre ne doit pas dépasser 3 mm; pour la méthode C, applicable généralement aux échantillons dont le calibre maximal est 20 mm environ, la masse, en kilogrammes, de l'échantillon ne doit pas être inférieure à 0,06 fois le calibre de la plus grande particule, exprimé en millimètres.

4.3 Au cours de sa préparation, l'échantillon peut avoir été séché à l'air; dans ce cas, une formule doit être employée pour calculer l'humidité totale (voir chapitre 8).

4.4 Avant de commencer la détermination, soit par la méthode A, soit par la méthode B, soit selon 10.6, homogénéiser l'échantillon dans un récipient fermé, durant au moins 1 min, de préférence par un procédé mécanique.

5 Méthode A

5.1 Réactif

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1.1 **Toluène** (voir 10.3), conforme aux spécifications de l'ISO 5272.

5.2 Appareillage

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

5.2.1 **Ballon à distiller**, de 500 ml de capacité minimale.

5.2.2 **Réfrigérant**, de 200 mm de longueur minimale, prolongé à sa partie inférieure par une pointe dirigeant le distillat suivant l'axe du récepteur, afin d'éviter qu'il en touche les parois (voir 10.3).

5.2.3 **Récepteur**, pour l'eau condensée, gradué en 0,1 ml (voir 10.2).

Un tube de trop-plein, relié au récepteur ou à la partie inférieure du réfrigérant, permet le retour du toluène condensé vers le ballon à distiller. Le réfrigérant peut être équipé de façon à opérer la condensation, soit par courant de vapeur ascendant, soit par courant de vapeur descendant.

Le réfrigérant, le récepteur et le ballon à distiller sont adaptés les uns aux autres au moyen de joints en verre rodés.

5.2.4 Fragments de tubes de verre, d'environ 5 mm de diamètre et 5 mm de longueur, à bords vifs (ou autres moyens susceptibles d'éviter l'ébullition violente).

5.2.5 Tube de pulvérisation, en verre, par lequel du toluène peut être projeté pour laver la surface intérieure du réfrigérant (uniquement dans le cas où un réfrigérant à courant ascendant est utilisé).

5.3 Mode opératoire

5.3.1 Détermination

Peser, à 0,1 g près, environ 100 g d'échantillon (voir 10.4) et les introduire dans le ballon à distiller sec (5.2.1). Ajouter 200 ml de toluène (5.1.1) de façon que toute trace de charbon adhérent au col ou aux parois du ballon soit entraînée par le réactif. Placer deux ou trois fragments de tubes de verre (5.2.4) dans le ballon pour prévenir une ébullition violente, remplir le récepteur (5.2.3) avec du toluène (5.1.1) et assembler l'appareillage. Chauffer le ballon et maintenir une vive ébullition.

Lorsqu'on ne recueille plus d'eau dans le récepteur gradué (5.2.3), poursuivre la distillation durant 10 min supplémentaires. Pour éliminer les quelques gouttes d'eau adhérent à la surface de l'appareil, quelques minutes avant la fin de la distillation, arrêter l'eau dans le réfrigérant pour permettre aux vapeurs de toluène d'entraîner ces quelques gouttes d'eau; d'autres moyens appropriés peuvent aussi être utilisés.

Relever le volume V d'eau à 0,05 ml près. Si la couche supérieure de solvant dans le récepteur n'est pas claire, placer le récepteur dans un bain d'eau chauffée à 60 °C et l'y laisser séjourner durant 20 min; laisser refroidir à la température ambiante et relever le volume d'eau.

5.3.2 Étalonnage

Étalonner l'appareillage en distillant des volumes connus d'eau, mesurés avec précision, par exemple au moyen d'une microburette, et couvrant la gamme des humidités que l'on peut vraisemblablement rencontrer dans les combustibles. Tracer un graphique donnant les millilitres d'eau ajoutés en fonction des millilitres d'eau récupérés, et l'utiliser, à chaque essai, pour corriger le volume d'eau obtenu.

5.4 Expression des résultats

En admettant que la masse volumique de l'eau soit de 1 g/ml, l'humidité, M , du charbon analysé, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{V_0}{m} \times 100$$

où

m est la masse, en grammes, de charbon prélevé;

V_0 est le volume d'eau corrigé, en millilitres, lu sur le graphique.

Le résultat doit être exprimé à 0,1 % près, en précisant que la détermination a été effectuée selon la méthode A.

6 Méthode B

6.1 Réactifs

6.1.1 Azote, sec et contenant moins de 30 ppm d'oxygène (voir l'annexe).

6.1.2 Agent déshydratant : gel de silice ou autre agent déshydratant, soit frais soit récemment régénérés, pour garnir le dessiccateur.

6.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.2.1 Étuve à azote, pouvant être réglée à une température comprise entre 105 et 110 °C, et disposée de manière à permettre le passage d'un courant d'azote sec et exempt d'oxygène, à une vitesse suffisante pour renouveler l'atmosphère 15 fois par heure. Une étuve convenable est illustrée par la figure.

6.2.2 Vases à peser, plats, en silice ou en verre, à bords rodés, et munis de couvercles ajustés rodés, ou en matière résistante à la corrosion et à la chaleur, munis de couvercles bien ajustés. Le diamètre de chaque vase doit être tel que la masse surfacique de la couche de charbon ne dépasse pas 0,3 g/cm² pour un échantillon de 10 g.

6.2.3 Balance, précise à 1 mg.

6.3 Mode opératoire

Peser, à 0,01 g près, un vase (6.2.2) vide, propre et sec, ainsi que son couvercle; y répartir ensuite, uniformément, au moins 10 g d'échantillon. Poser le couvercle sur le vase et peser à nouveau pour déterminer la masse du charbon prélevé.

Mettre le couvercle dans un dessiccateur et chauffer le vase découvert dans l'étuve (6.2.1), réglée à 105 à 110 °C, jusqu'à masse constante (voir 10.5). Remettre le couvercle sur le vase, refroidir ce dernier rapidement sur une plaque de métal durant 10 min, puis le placer dans le dessiccateur. Peser après 10 min environ.

6.4 Expression des résultats

L'humidité, M , du charbon analysé, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

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

m_2 est la masse, en grammes, du vase, du couvercle et de l'échantillon avant chauffage;

m_3 est la masse, en grammes, du vase, du couvercle et de l'échantillon après chauffage.

Le résultat doit être exprimé à 0,1 % près, en précisant que la détermination a été effectuée selon la méthode B.

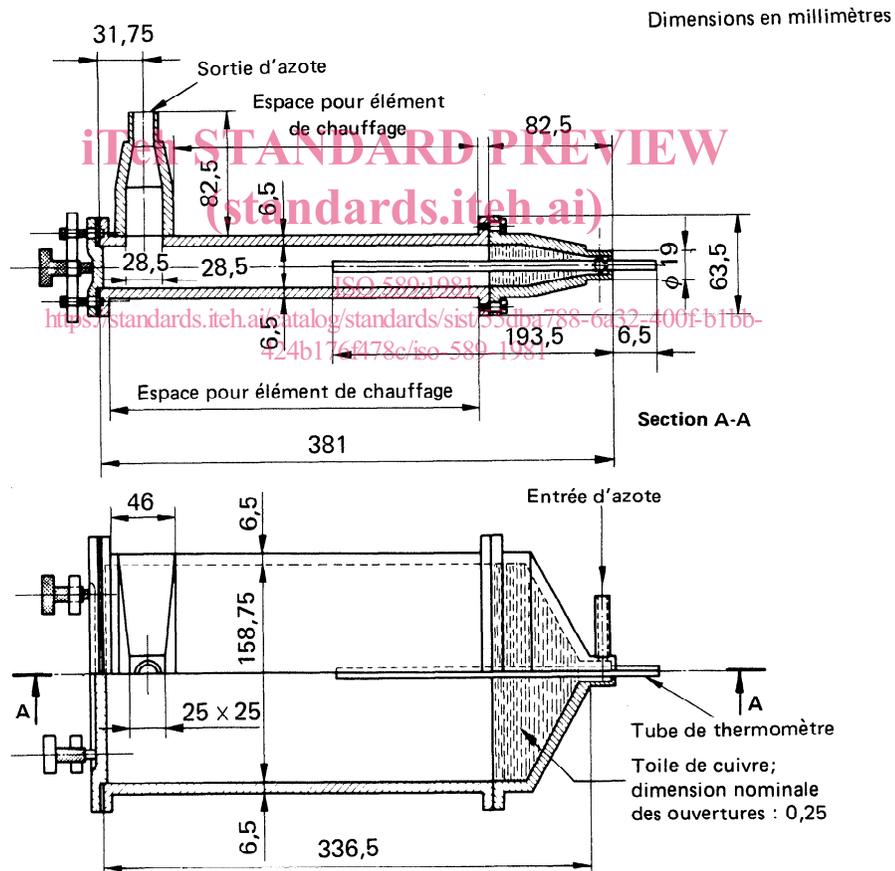


Figure — Étuve à azote, convenable

7 Méthode C

7.1 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

7.1.1 Étuve à air, pouvant être réglée à une température comprise entre 105 et 110 °C, et dont le rythme de renouvellement de l'atmosphère soit suffisamment rapide, par exemple 3 à 5 fois par heure.

7.1.2 Plateaux, résistant à la corrosion et à la chaleur, et de dimensions adéquates pour recevoir la totalité de l'échantillon (voir 4.2), à raison d'environ 1 g d'échantillon par centimètre carré d'aire.

7.1.3 Balance, suffisamment précise pour que l'échantillon et le récipient, tels qu'ils sont reçus, soient pesés à 0,1 % près.

7.2 Mode opératoire

Peser l'échantillon et le récipient qui le contient, tels qu'ils ont été reçus, à 0,1 % près (si l'échantillon a un calibre maximal inférieur à 3 mm, voir 10.6). Peser un plateau (7.1.2) vide et sec, y verser l'échantillon aussi complètement que possible, et répartir celui-ci uniformément, à raison d'environ 1 g par centimètre carré d'aire.

Sécher le récipient mouillé avec tout le charbon qui y adhère en le chauffant, puis verser le reste de l'échantillon sur le plateau et peser le récipient sec et vide.

Placer le plateau chargé dans l'étuve (7.1.1), réglée à 105 à 110 °C. Chauffer le plateau chargé jusqu'à masse constante (voir 10.5); peser le plateau chaud pour éviter l'absorption d'eau pendant le refroidissement. Le temps nécessaire peut varier de 3 à 6 h, ou davantage, selon le calibre du charbon.

7.3 Expression des résultats

L'humidité, M , du charbon analysé, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{(m_1 - m_4) - (m_3 - m_2)}{(m_1 - m_4)} \times 100$$

où

m_1 est la masse, en grammes, du récipient et de l'échantillon;

m_2 est la masse, en grammes, du plateau vide;

m_3 est la masse, en grammes, du plateau et de l'échantillon après chauffage;

m_4 est la masse, en grammes, du récipient sec et vide.

Le résultat doit être exprimé à 0,1 % près, en précisant que la détermination a été effectuée selon la méthode C.

8 Calcul et expression de l'humidité totale

8.1 Échantillon non séché à l'air

Lorsqu'un séchage à l'air n'a pas été effectué pendant la préparation de l'échantillon, l'humidité M du charbon analysé (voir 5.4, 6.4 ou 7.3) doit être exprimée comme humidité totale.

8.2 Échantillon séché à l'air

Lorsqu'un séchage à l'air a été effectué pendant la préparation de l'échantillon, selon le mode opératoire spécifié dans l'ISO 1988, l'humidité totale, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$X + M(1 - X/100)$$

où

X est la perte au séchage, en pourcentage en masse, de l'échantillon initial;

M est l'humidité résiduelle, exprimée en pourcentage en masse, déterminée sur l'échantillon séché à l'air.

8.3 Expression de l'humidité totale

Le résultat de la détermination de l'humidité totale doit être exprimé à 0,1 % près, en précisant la méthode de détermination utilisée.

9 Fidélité des méthodes

Humidité	Différences maximales admissibles entre les résultats obtenus	
	Dans un même laboratoire (Répétabilité)	Dans des laboratoires différents (Reproductibilité)
moins de 10 %	0,5 % en valeur absolue	(voir 9.2)
10 % et plus	un vingtième du résultat moyen	(voir 9.2)

9.1 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations (voir 10.7), effectuées à différentes périodes, dans un même laboratoire, par la même personne utilisant le même appareillage, sur des prises d'essai représentatives prélevées sur le même échantillon global, ne doivent pas différer de plus des valeurs indiquées ci-dessus.

9.2 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 pour cela.

10 Notes sur le mode opératoire

10.1 En général, les charbons peuvent être considérés comme non sensibles à l'oxydation s'ils appartiennent aux classes 0 à 5 de la classification internationale des houilles suivant leur nature, adoptée par la Commission économique pour l'Europe des Nations Unies; en cas de doute, employer la méthode A ou la méthode B.

10.2 Il est important que le récepteur et le réfrigérant soient propres. Pour cela, il faut les traiter avec un réactif de nettoyage, par exemple une solution concentrée de dichromate de potassium dans de l'acide sulfurique.

10.3 La miscibilité de l'eau avec le toluène étant faible, la possibilité d'erreur de détermination due à la variation de l'état de saturation du réactif d'entraînement est minime. Cependant, pour réduire cette erreur afin qu'elle ne soit pas significative, il est recommandé, comme précaution, d'employer le réactif dans le même état, aussi bien pendant la détermination que pendant l'étalonnage de l'appareillage.

10.4 En variante, on peut opérer sur 50 g d'échantillon, si l'humidité est telle que la capacité du récepteur serait vraisemblablement dépassée en utilisant 100 g d'échantillon.

10.5 La constance de masse est définie comme une variation inférieure à 0,2 % de la perte totale de masse, après une période supplémentaire de chauffage d'au moins 30 min.

10.6 Si l'échantillon reçu pour la méthode C a été préparé par broyage à une granulométrie de 3 mm, il est possible d'en prélever au moins 10 g, mais il faut alors employer la méthode B, en remplaçant l'étuve à azote (6.2.1) par l'étuve à air (7.1.1).

10.7 On peut faire des déterminations en double par la méthode C, avec des échantillons en double prélevés selon le mode opératoire spécifié dans l'ISO 1988.

11 Procès-verbal d'essai

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

- a) identification du produit essayé;
- 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.

ISO 589:1981
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/55dba788-6a32-400f-b1bb-424b176f478c/iso-589-1981>

Annexe

Équipement pour la purification de l'azote

(Fait partie de la Norme.)

Il est essentiel que l'azote employé pour la ventilation d'une étuve à espace libre minimal soit relativement pur, puisque même la faible quantité d'oxygène résiduel, qui est présente dans l'azote commercial, peut causer une oxydation et aboutir de ce fait à un résultat trop bas lorsque l'humidité est déterminée par perte de masse au séchage. Un bon équipement pour la purification de l'azote est donc nécessaire, et celui qui est décrit ici est capable d'en traiter au moins 600 ml par minute, à une pression de quelques millimètres de mercure conventionnels. Une source de gaz appropriée est constituée par une bouteille d'azote comprimé. L'équipement pour la purification consiste en un tube de quartz de 500 mm de longueur et de 37 mm de diamètre intérieur, contenant 1,2 kg de cuivre réduit sous forme de fil. Le tube de purification est chauffé dans un four convenable, qui entoure le tube sur une longueur de 380 mm et permet à la partie remplie de fil de cuivre d'émerger d'environ 80 mm à l'extrémité de sortie du tube, de façon à provoquer une chute de température du courant gazeux. Le cuivre réduit

est chauffé à environ 500 °C. Les dernières traces d'oxygène sont retenues par la très grande surface du cuivre.

S'il est nécessaire de réduire l'oxyde de cuivre éventuellement formé au cours de la purification de l'azote, cela peut être réalisé en faisant passer un courant d'hydrogène dans le tube contenant le cuivre chauffé entre 450 et 500 °C. L'eau formée au cours de la réduction est expulsée dans l'atmosphère. Avant son réemploi, le tube est purgé à l'azote, le cuivre réduit est extrait du tube et la matière qui aurait pu s'agglomérer est concassée, puis le tube est rempli à nouveau.

En l'absence d'un équipement pour la purification de l'azote, on peut aussi employer de l'azote commercial, à condition qu'il ne contienne pas plus de 30 ppm d'oxygène.

Dans chaque cas, l'azote purifié doit passer à travers une couche de perchlorate de magnésium, qui lui enlève ses dernières traces d'humidité.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 589:1981

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/55dba788-6a32-400f-b1bb-424b176f478c/iso-589-1981>