

NORME INTERNATIONALE



609

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

Charbon et coke — Dosage du carbone et de l'hydrogène — Méthode par combustion à haute température

Coal and coke — Determination of carbon and hydrogen — High temperature combustion method

Première édition — 1975-01-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 609:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d97db7c6-6aea-43d7-b574-8f2b093f61e0/iso-609-1975>

CDU 662.642 : 662.66 : 662.749.2 : 543.842/.843

Réf. N° : ISO 609-1975 (F)

Descripteurs : charbon, coke, analyse chimique, dosage, carbone, hydrogène, teneur en eau, combustion, essai à haute température.

Prix basé sur 7 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 27 a examiné la Recommandation ISO/R 609 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. Celle-ci remplace donc la Recommandation ISO/R 609-1967 à laquelle elle est techniquement identique.

ISO 609:1975

La Recommandation ISO/R 609 a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Danemark	Pologne
Allemagne	Egypte, Rép. arabe d'	Portugal
Australie	Espagne	Roumanie
Autriche	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Italie	Suisse
Bulgarie	Japon	Tchécoslovaquie
Canada	Nouvelle-Zélande	U.S.A.
Chili	Pays-Bas	

Les Comités Membres des pays suivants avaient désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

France
Turquie*
U.R.S.S.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 609 en Norme Internationale.

* Ultérieurement, ce Comité Membre a approuvé la Recommandation.

Charbon et coke – Dosage du carbone et de l'hydrogène – Méthode par combustion à haute température

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode par combustion à haute température, pour le dosage du carbone total et de l'hydrogène total dans la houille, le charbon, le lignite et le coke. Les résultats comprennent le carbone des carbonates et l'hydrogène combiné, sous forme d'humidité et sous forme d'eau de constitution des silicates. La détermination de l'humidité est effectuée simultanément et on apporte la correction correspondante sur la teneur en hydrogène trouvée par combustion. On peut procéder en outre à un dosage du dioxyde de carbone et faire la correction correspondante sur le carbone total, pour tenir compte de la présence de carbonates minéraux.

En variante une méthode pour le dosage du carbone et de l'hydrogène, par combustion à une température moins élevée (méthode Liebig), est donnée dans l'ISO 625.¹⁾

2 PRINCIPE

L'échantillon est brûlé dans un courant rapide d'oxygène, à une haute température, dans un tube étanche; tout l'hydrogène est converti en eau, et tout le carbone en dioxyde de carbone. Ces produits sont absorbés par des réactifs appropriés et dosés par gravimétrie. Les oxydes de soufre et le chlore sont retenus par un rouleau de toile d'argent pur, placé à la sortie du tube.

3 RÉACTIFS

Utiliser uniquement des réactifs de qualité pour analyse et de l'eau distillée.

3.1 Perchlorate de magnésium, anhydre (anhydrone), de calibre inférieur à 1,2 mm et de préférence compris entre 1,2 et 0,7 mm.

NOTE – La régénération du perchlorate de magnésium ne doit pas être tentée car elle présente des risques d'explosion. Le perchlorate de magnésium épuisé doit être jeté à l'évier et évacué au moyen d'un courant d'eau.

3.2 Amiante sodé, de préférence en grains assez gros, par exemple de 3,0 à 1,5 mm et d'au moins 1,2 à 0,7 mm, de préférence du type autovireur.

3.3 Alumine, finement divisée, de calibre approximatif 0,1 mm.

3.4 Solution de borate de sodium, 0,05 N.

3.5 Peroxyde d'hydrogène, solution à 1 %, neutre.

3.6 Toile d'argent pur, d'environ 1 mm d'ouverture de mailles, en fil de 0,3 mm de diamètre environ.

3.7 Oxygène, exempt d'hydrogène, de préférence préparé à partir d'air liquide et non par électrolyse. Avant utilisation, faire passer l'oxygène obtenu par voie électrolytique sur de l'oxyde de cuivre porté au rouge, afin d'éliminer toute trace d'hydrogène.

4 APPAREILLAGE

4.1 Deux blocs purificateurs, l'un pour absorber la vapeur d'eau et le dioxyde de carbone de l'oxygène utilisé pour la combustion, l'autre pour le traitement similaire de l'air employé pour balayer les blocs absorbeurs avant et après un dosage. Monter chaque bloc en utilisant les réactifs suivants dans l'ordre indiqué :

- 1) perchlorate de magnésium (3.1) pour absorber l'eau,
- 2) amiante sodé (3.2) pour absorber le dioxyde de carbone,
- 3) perchlorate de magnésium (3.1) pour absorber l'eau dégagée dans la réaction du dioxyde de carbone sur l'amiante sodé.

On doit donner au bloc purificateur des proportions suffisantes pour éviter la nécessité de le recharger fréquemment, même en cas de service ininterrompu.

4.2 Dispositif de combustion

4.2.1 Four, pouvant recevoir un tube de 25 mm environ de diamètre extérieur et le porter, sur une longueur approximative de 12,5 cm, à une température de plus de 1 250 °C, et jusqu'à 1 350 °C au maximum. La courbe de distribution de la température dans un four type est donnée par la figure 1. Le four peut être chauffé par :

- a) une résistance de fil de molybdène ou de tungstène;
- b) une résistance de fil de platine ou de platine rhodié;
- c) résistances formées par des baguettes de carbure de silicium.

1) ISO 625, Charbon et coke – Dosage du carbone et de l'hydrogène – Méthode de Liebig.

Le type c) est le plus économique en ce qui concerne l'installation et a donné toute satisfaction à l'usage.

NOTE — Les fours du type utilisé normalement pour le dosage du carbone ou du soufre dans l'acier ne sont pas appropriés, à cause de l'absence de la section auxiliaire destinée à maintenir le rouleau de toile d'argent à la température correcte.

4.2.2 Tube à combustion, de 20 mm environ de diamètre intérieur et de 700 mm environ de longueur, en porcelaine alumineuse réfractaire, étanche aux gaz à 1 400 °C.

4.2.3 Nacelle à combustion, en porcelaine non vitrifiée, exempte de fer, d'environ 60 mm de longueur, 12,5 mm de largeur et 10 mm de profondeur, résistant à la température de 1 350 °C.

NOTE — Les nacelles ne doivent pas se boursoufler, ni changer de couleur ou de masse par chauffage dans l'oxygène à 1 350 °C durant 3 h. Une bonne nacelle doit servir à 10 à 20 dosages environ, et doit ensuite être mise au rebut, à cause de l'accumulation de cendres fondues. Dans le cas de charbons à taux de cendres élevé, il peut être bon de revêtir la nacelle d'alumine avant d'ajouter l'échantillon, afin d'éviter la fusion des cendres à la nacelle.

4.3 Bloc absorbeur, destiné à absorber l'eau et le dioxyde de carbone produits par la combustion de l'échantillon. Des tubes de Midvale (voir figure 2), qui offrent une grande surface de réaction, sont utilisés pour diminuer la contre-pression de l'appareil et prévenir les fuites au travers du bouchon de caoutchouc qui porte le poussoir. Monter le bloc en utilisant les réactifs suivants dans l'ordre indiqué :

- 1) perchlorate de magnésium (3.1) pour absorber l'eau dégagée par la combustion,
- 2) amiante sodé (3.2) pour absorber le dioxyde de carbone,
- 3) perchlorate de magnésium (3.1) pour absorber l'eau dégagée dans la réaction du dioxyde de carbone sur l'amiante sodé.

Placer des tampons d'ouate au-dessus et au-dessous de l'absorbant, pour éviter l'entraînement des poussières par le courant rapide d'oxygène, et éviter l'éclatement du tube d'amiante sodé, sous l'effet de la chaleur de réaction. La figure 3 représente un bloc absorbeur type, avec les détails de la garniture, dans laquelle A est l'absorbant d'eau, B et C les absorbants de dioxyde de carbone, C servant de contrôle pour informer quand la garniture de B doit être remplacée; il absorbe aussi l'eau dégagée en B par la réaction du dioxyde de carbone sur l'amiante sodé.

4.4 Deux débitmètres, l'un capable de mesurer un débit jusqu'à 300 ml/min, et l'autre, un débit jusqu'à 250 ml/min.

4.5 Tube manométrique en U, pour mesurer la résistance du système.

NOTE — La contre-pression normale dans le système est de 5 à 7 mbar.

4.6 Bouchon résistant à la chaleur (en acrylonitrile ou en chloroprène), pour relier le bloc absorbeur au tube à combustion.

4.7 Poussoir en silice, présentant une extrémité en forme de disque de 12 mm de diamètre, destiné à pousser la nacelle dans le four. D'environ 450 mm de longueur, il est constitué soit par une tige en silice de 6 mm de diamètre aplatie à une extrémité, soit par un tube en silice, de 6 mm de diamètre, scellé et aplati aux mêmes dimensions.

Le poussoir passe librement dans un tube de verre en forme de T, dont une extrémité s'ajuste dans le bouchon de caoutchouc qui ferme l'extrémité d'entrée du tube à combustion, l'autre étant munie d'un manchon¹⁾ de caoutchouc au travers duquel glisse le poussoir. L'oxygène est admis par la branche latérale du tube en T. Le poussoir porte des marques à partir du disque pour repérer la position de la nacelle dans le tube à combustion lors de la poussée.

4.8 Balance, sensible à 0,1 mg.

5 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

L'échantillon utilisé pour le dosage du carbone et de l'hydrogène est l'échantillon pour analyse, broyé pour passer au tamis de 0,2 mm d'ouverture de maille. Si nécessaire, étaler l'échantillon en couche mince pendant le temps minimum nécessaire pour parvenir à un équilibre entre l'humidité de l'échantillon et l'atmosphère du

laboratoire.

Avant de commencer le dosage, bien homogénéiser l'échantillon «sec à l'air», durant au moins 1 min, de préférence par un procédé mécanique. Exposer de nouveau à l'air, durant quelques heures, une portion de l'échantillon et la mélanger de nouveau avant de peser la prise d'essai.

Une détermination de l'humidité doit être effectuée immédiatement sur le reste de ce sous-échantillon.

6 PRÉPARATION DE L'APPAREILLAGE

6.1 Préparation du tube à combustion

Placer le tube à combustion dans le four de façon que son extrémité de sortie dépasse de 75 mm. Envelopper cette extrémité avec du cordon d'amiante pour éviter la condensation d'eau dans le tube. Introduire le bouchon de caoutchouc qui porte le poussoir en silice dans l'ouverture d'admission du tube à combustion et relier l'alimentation en oxygène purifié à la branche latérale de la pièce de verre en T.

6.2 Préparation et mise en place du rouleau de toile d'argent

Le rouleau de toile d'argent (3.6), à travers lequel passe un fort fil d'argent terminé par une boucle qui permet de le

1) Ce manchon doit être changé périodiquement pour éviter des pertes par fuites.

manipuler, doit avoir une longueur de 75 mm, et un diamètre suffisant pour glisser à frottement doux dans le tube à combustion. Introduire le rouleau de toile d'argent dans l'orifice de sortie du tube à combustion, jusqu'à une distance d'environ 75 mm. Le four ayant atteint sa température de régime de 1 350 °C, relier, au moyen d'un bouchon résistant à la chaleur, le tube à combustion à un barboteur contenant une solution de peroxyde d'hydrogène à 1 % (3.5) et placé à la sortie du tube à combustion. Brûler 0,5 g de charbon contenant 1 à 2 % de soufre, en procédant comme indiqué ci-dessous. Déterminer la quantité d'oxydes de soufre passant à travers le rouleau de toile d'argent, par titrage du peroxyde d'hydrogène au borate de sodium (3.4). Déplacer le rouleau de toile d'argent, de 5 mm en 5 mm, et répéter l'essai jusqu'à l'obtention d'une position pour laquelle le volume de solution de borate de sodium (3.4) correspondant au virage ne dépasse pas 0,2 ml, ce qui représente une rétention d'au moins 99 % des oxydes de soufre par le rouleau de toile d'argent. Noter sa position exacte.

NOTE — Le rouleau de toile d'argent peut absorber une quantité de soufre équivalente à 7 % de la masse de l'échantillon; pour une teneur en soufre plus élevée, la masse de l'échantillon de charbon doit être réduite en proportion. Le rouleau doit être nettoyé périodiquement à l'eau bouillante (pour en retirer le sulfate d'argent¹), dans une solution concentrée d'ammoniaque (pour en retirer le chlorure d'argent) et enfin dans de l'eau, puis il doit être séché. Le soufre total des échantillons examinés entre deux nettoyages du rouleau ne doit pas dépasser 0,035 g.

7 MODE OPÉRATOIRE

Porter le four à sa température de régime (1 350 °C), et vérifier que le rouleau de toile d'argent est correctement placé. Admettre l'oxygène (3.7) dans l'appareil, environ 30 min avant que la température atteigne 1 350 °C, et ajuster le débit à 300 ml/min.

Étendre uniformément, au fond de la nacelle séchée, environ 0,5 g de l'échantillon et peser avec précision. Couvrir avec environ 0,5 g d'alumine (3.3). (On peut, en opérant avec soin, recouvrir complètement l'échantillon dans la nacelle avec 0,5 g d'alumine.) Connecter le bloc absorbeur, préalablement pesé, et introduire la nacelle chargée dans le tube à combustion, à un endroit tel que son centre se trouve à 240 mm du milieu de la zone la plus chaude. Le poussoir en silice étant complètement en arrière, remettre le bouchon de caoutchouc et continuer à faire passer l'oxygène (3.7) à raison de 300 ml/min. À la fin de chacune des six périodes suivantes d'une minute, pousser la nacelle en avant d'environ 40 mm, en reculant chaque fois le poussoir en silice pour éviter de le déformer; après la dernière poussée, le centre de la nacelle doit se trouver au milieu de la zone la plus chaude (voir note 1).

Laisser la nacelle dans la zone la plus chaude durant encore 4 min. Débrancher le bloc absorbeur, relier au bloc purificateur et purger pendant 10 min avec de l'air épuré à raison de 200 à 250 ml/min. Séparer les appareils A, B et C, fermer les robinets, boucher les tubulures latérales du centre et laisser refroidir (voir note 2).

Essuyer et retirer les capuchons et peser les absorbeurs (voir note 3).

Un fil recourbé de nickel-chrome peut servir à retirer la nacelle chaude, qu'il convient de placer ensuite sur une feuille d'amiante épaisse.

NOTES

1 Certains charbons, qui libèrent des matières volatiles en forte proportion au commencement du chauffage, peuvent causer l'entraînement de particules de charbon. Dans ce cas, la vitesse de poussée doit être réduite selon le mode opératoire ci-dessous :

Introduire la nacelle chargée de façon que son centre soit à 240 mm du centre de la zone la plus chaude. Au bout de la première minute, faire avancer la nacelle de 40 mm. À la fin de chacune des 8 min suivantes, faire avancer la nacelle de 20 mm et, à la fin de la dixième minute, faire avancer la nacelle de 40 mm. Laisser la nacelle dans la zone la plus chaude pendant encore 4 min.

Dans le cas des coques peu réactifs, par exemple ceux qui contiennent moins de 0,5 % de matières volatiles, la vitesse de poussée doit également être réduite comme indiqué ci-dessus.

2 Les tubes de Midvale pour l'absorption du dioxyde de carbone se refroidissent lentement et doivent être abandonnés pendant 60 min avant d'être pesés.

3 Lorsque les tubes de Midvale ne sont pas reliés à l'appareillage, ils doivent être protégés de la contamination par l'atmosphère en fermant les robinets et en obturant les tubes latéraux avec des baguettes de verre fixées dans des tubes de caoutchouc. Il est usuel de peser les tubes d'absorption sans ces capuchons, après les avoir essuyés.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Le carbone total C , de l'échantillon analysé¹⁾, exprimé en pourcentage en masse, est donné par la formule

$$27,29 \frac{m_2}{m_1}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_2 est l'augmentation de masse, en grammes, des absorbeurs B et C.

Le carbone total, moins celui présent sous forme de dioxyde de carbone C_1 , est donné, en pourcentage en masse, par la formule

$$C - 0,273 CO_2$$

où CO_2 est la teneur en dioxyde de carbone, en pourcentage, de l'échantillon analysé, déterminée selon l'ISO 952²⁾.

L'hydrogène total H , de l'échantillon analysé¹⁾, exprimé en pourcentage en masse, est donné par la formule

$$11,19 \frac{m_3}{m_1}$$

où m_3 est l'augmentation de masse, en grammes, de l'absorbeur A, moins l'humidité de l'alumine utilisée (voir note).

1) Le calcul des résultats selon d'autres bases est traité dans l'ISO 1170.

2) ISO 925, *Dosage du dioxyde de carbone dans le charbon par la méthode gravimétrique.*

L'hydrogène total, moins celui présent sous forme d'humidité H_1 , est donné, en pourcentage en masse, par la formule

$$H - 0,1119 M$$

où M est l'humidité, en pourcentage, de l'échantillon analysé.

Les résultats (de préférence la moyenne de deux déterminations, voir chapitre 9) doivent être exprimés à 0,1 % près pour le dosage du carbone, et à 0,01 % près pour le dosage de l'hydrogène.

NOTE — L'humidité totale de l'alumine est déterminée par chauffage de 1 g de celle-ci à 1 350 °C dans l'appareil, et par absorption par du perchlorate de magnésium (3.1) de l'eau dégagée.

Le séchage à 105 °C est insuffisant, car l'eau de l'alumine n'est pas libérée au-dessous de 1 000 °C. Il suffit d'une ou deux déterminations d'humidité pour chaque bouteille d'alumine (3.3).

9 FIDÉLITÉ DE LA MÉTHODE

	Différence maximale admissible entre les résultats (calculés pour un même taux d'humidité)	
	Répétabilité	Reproductibilité
Carbone	0,25 % en valeur absolue	0,5 % en valeur absolue
Hydrogène	0,12 % en valeur absolue	0,25 % 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 des prises d'essai représentatives prélevées 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 :

- 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 facultatives.

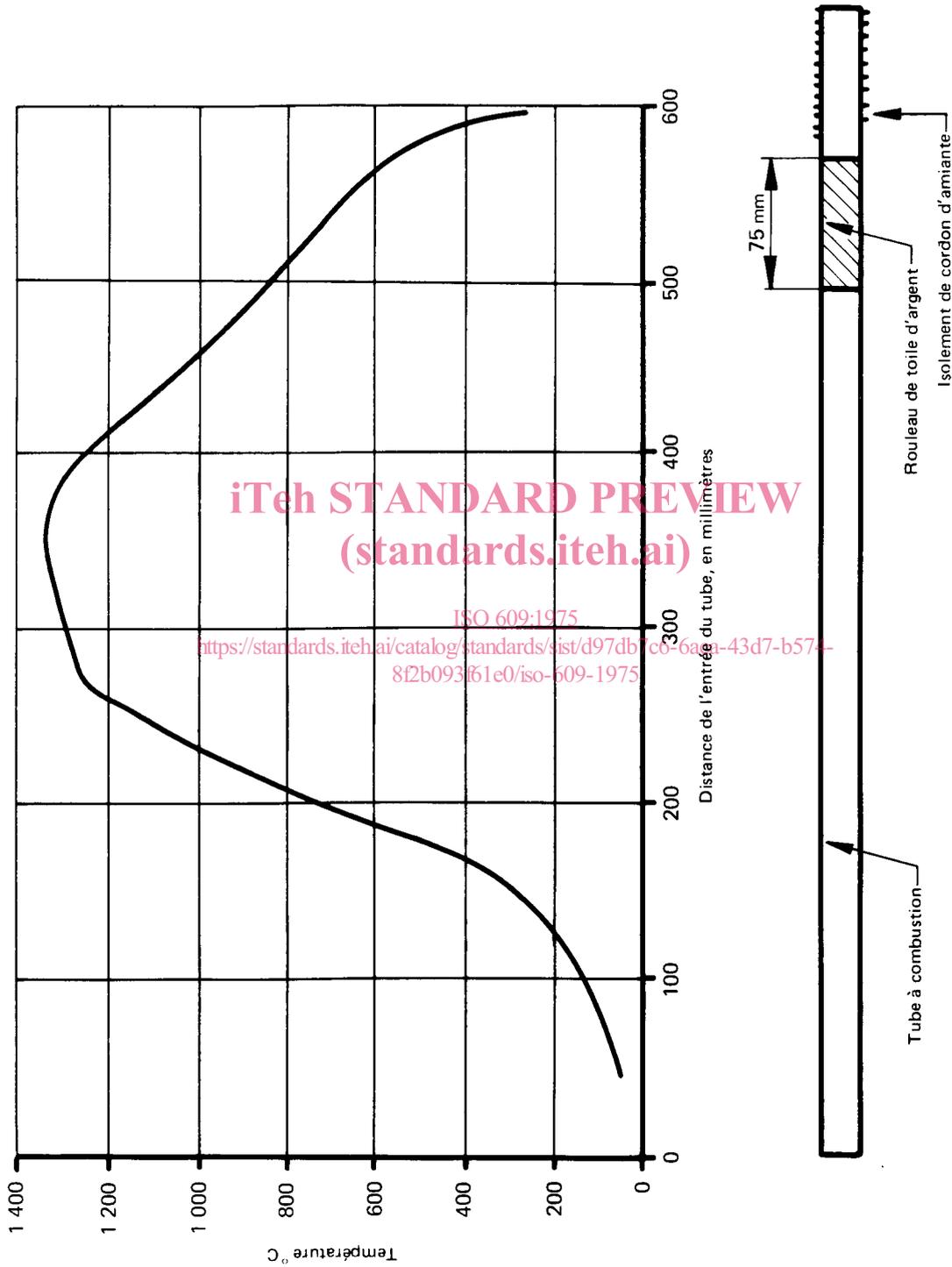
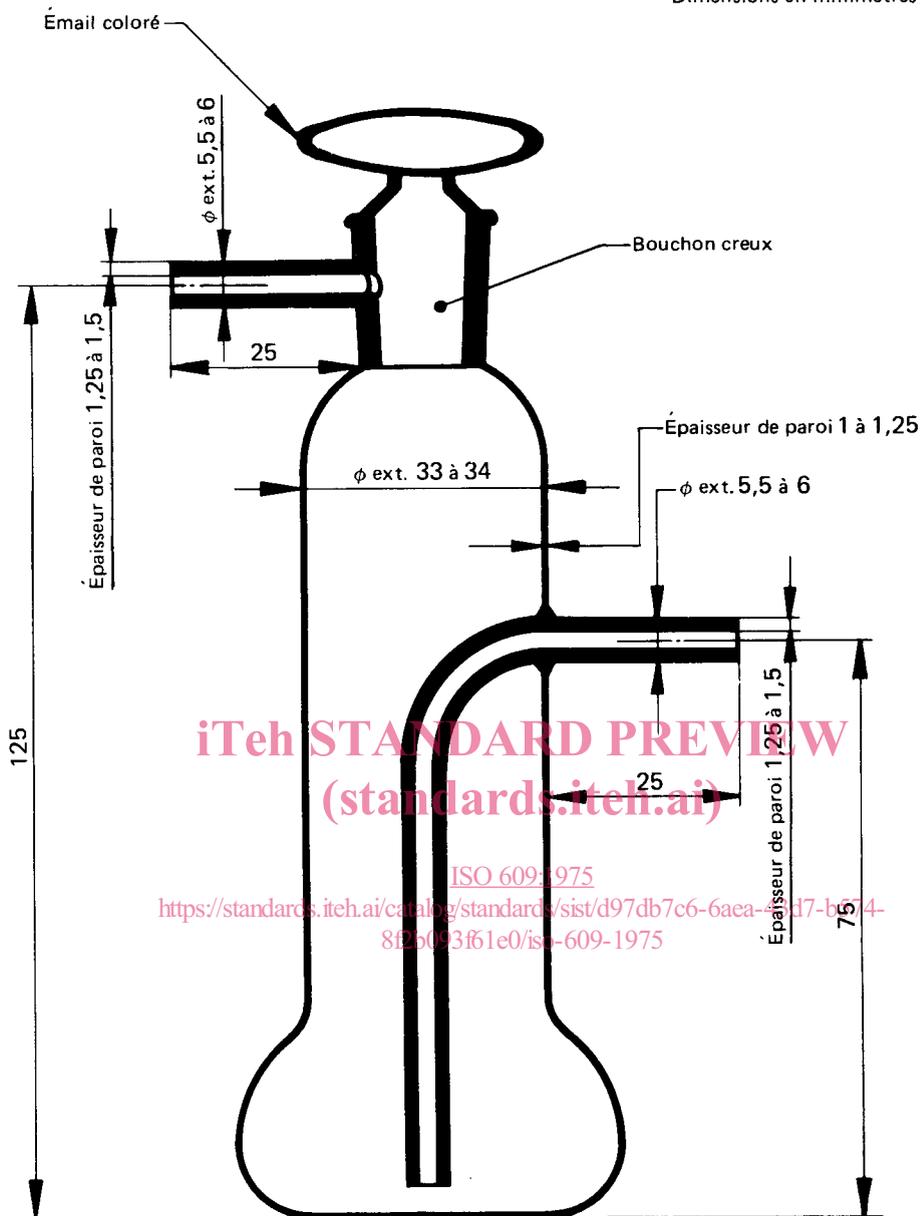


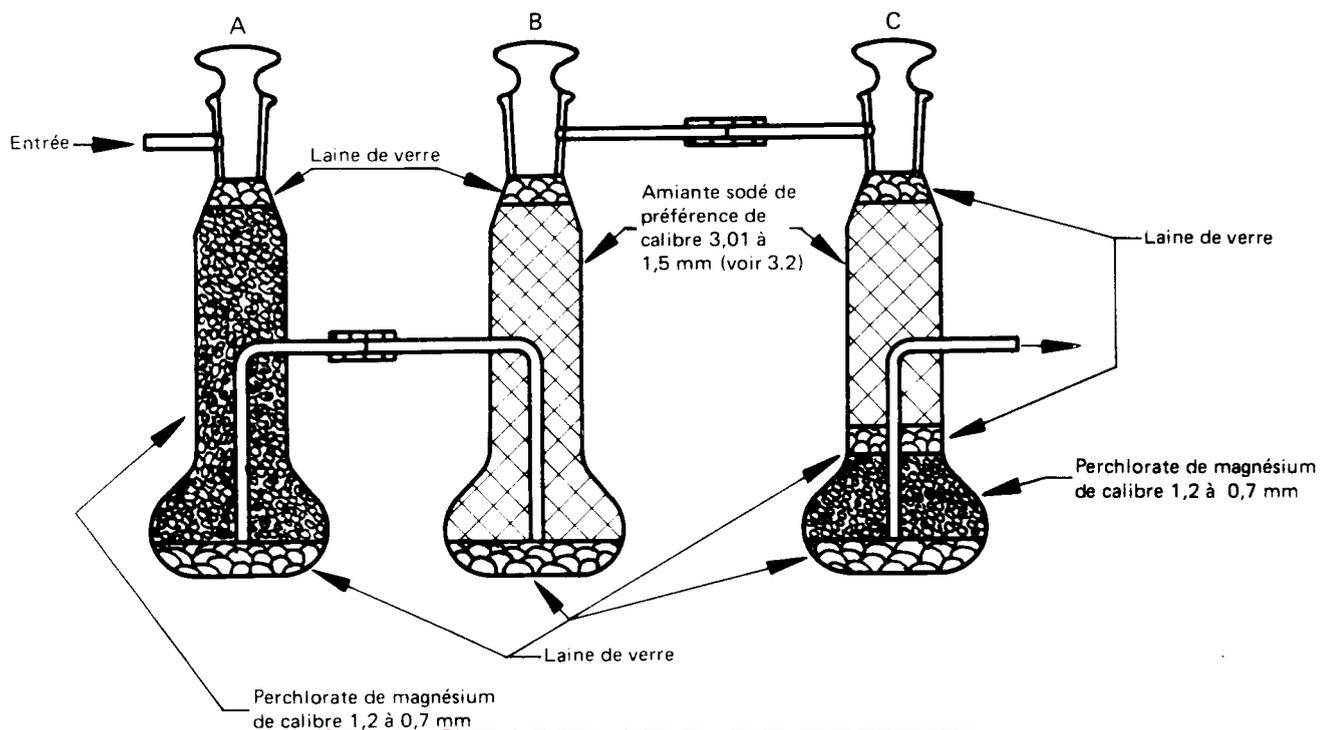
FIGURE 1 -- Courbe typique de distribution de la température dans le four

Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 609-1975
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d97db7c6-6aea-4d7-b514-8f2b093f61e0/iso-609-1975>

FIGURE 2 – Tube de Midvale



ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

FIGURE 3 — Bloc absorbeur

ISO 609:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d97db7c6-6aea-43d7-b574-8f2b093f61e0/iso-609-1975>