

---

# NORME INTERNATIONALE



# 625

---

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

---

## Charbon et coke — Dosage du carbone et de l'hydrogène — Méthode de Liebig

*Coal and coke — Determination of carbon and hydrogen — Liebig method*

Première édition — 1975-01-15

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

[ISO 625:1975](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4d8b9e6d-36de-420a-8372-9c85ef8f735a/iso-625-1975>

---

CDU 662.642 : 662.66 : 662.749.2 : 543.842/.843

Réf. No : ISO 625-1975 (F)

**Descripteurs** : charbon, coke, analyse chimique, dosage, carbone, hydrogène, teneur en eau, combustion, analyse gravimétrique.

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 625 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 625-1967 et l'Amendement 1 auxquels elle est techniquement identique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4d8b9e6d-36de-420a-8372-9c85e18f735a/iso-625-1975>

La Recommandation ISO/R 625 a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Danemark	Roumanie
Allemagne	Espagne	Royaume-Uni
Australie	Grèce	Suisse
Autriche	Inde	Tchécoslovaquie
Belgique	Italie	Turquie
Bulgarie	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Canada	Pays-Bas	U.S.A.
Chili	Pologne	Yougoslavie
Corée, Rép. de	Portugal	

Le Comité Membre du pays suivant avait désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

France

Le Comité Membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 625 en Norme Internationale :

Royaume-Uni

# Charbon et coke — Dosage du carbone et de l'hydrogène — Méthode de Liebig

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie la méthode de Liebig pour le dosage du carbone total et de l'hydrogène total dans la houille, le charbon brun, 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 haute température, est donnée dans l'ISO 609.<sup>1)</sup>

## 2 PRINCIPE

L'échantillon est brûlé dans un courant d'oxygène, les produits de la combustion incomplète étant brûlés en présence d'oxyde de cuivre; 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 sont retenus par du chromate de plomb, le chlore par une toile d'argent, les oxydes d'azote par du dioxyde de manganèse granulé.

NOTE — Les oxydes d'azote produits par la combustion seraient absorbés, faute de précautions, par l'amiante sodé, et considérés comme anhydride carbonique. Il est possible d'atténuer sensiblement cette erreur de dosage du carbone, qui est de l'ordre de 0,2 % de carbone, en employant un tube de sûreté (voir figure 1) dans lequel les gaz traversent un espace annulaire permettant, par oxydation, de transformer l'oxyde azotique en peroxyde d'azote, lequel est absorbé par le dioxyde de manganèse.

S'il se produit une condensation d'eau dans le premier absorbeur, du peroxyde d'azote pourrait s'y dissoudre et être considéré comme étant de l'eau. À cause du rapport de l'eau à l'hydrogène, l'erreur correspondante dans le dosage de l'hydrogène n'est que faible, à savoir de l'ordre de 0,05 % d'hydrogène. Cette erreur ne peut être évitée qu'en prévoyant un chauffage du tube à absorption jusqu'à une température suffisante pour empêcher la condensation de l'eau.

## 3 RÉACTIFS

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

**3.1 Perchlorate de magnésium**, anhydre (anhydrone), exempt de poussière, de calibre compris entre 2,4 et 0,4 mm et de préférence dans les limites de 1,2 à 0,7 mm (voir note).

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 calibre compris entre 1,2 et 0,7 mm;

**3.3 Dioxyde de manganèse**, granulé.

Dissoudre du sulfate de manganèse dans de l'eau et porter à ébullition. Alcaliniser avec de l'ammoniaque en solution diluée puis, par petites quantités, ajouter, au cours de l'ébullition, du persulfate d'ammonium solide jusqu'à précipitation complète. Filtrer sur un papier à filtration rapide durci, laver à l'eau par décantation, puis avec de l'acide sulfurique dilué et, enfin, à l'eau jusqu'à disparition de toute acidité. Faire passer le précipité humide dans un mortier et placer le tout à l'étuve jusqu'à ce que la majeure partie de l'eau soit évaporée, le produit restant toutefois humide. Pastiller la masse pâteuse à l'aide d'un pilon en exerçant une forte pression sur le produit. Achever le séchage, diviser la masse avec précaution, puis cribler au calibre de 1,2 à 0,7 mm.

**3.4 Toile de cuivre**.

**3.5 Oxyde de cuivre**, sous forme de fil de cuivre oxydé.

**3.6 Chromate de plomb**, fondu, de calibre compris entre de 2,4 et 1,2 mm.

**3.7 Toile d'argent pur**, d'environ 1 mm d'ouverture de maille, en fil de 0,3 mm de diamètre.

**3.8 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'en éliminer toute trace d'hydrogène.

1) ISO 609, Charbon et coke — Dosage du carbone et de l'hydrogène — Méthode par combustion à haute température.

## 4 APPAREILLAGE

**4.1 Bloc purificateur**, destiné à absorber la vapeur d'eau et le dioxyde de carbone présents dans l'oxygène. Monter le 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.

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 Fours.** Le chauffage du tube à combustion s'effectue au moyen de trois fours, dont les longueurs seront prescrites par l'organisme de normalisation de chaque pays. Pour le tube à combustion de 1,25 m, décrit dans le chapitre 6, les longueurs approximatives suivantes conviennent :

Four N° 1 destiné à porter la nacelle et son contenu à 925 °C – 0,25 m.

Four N° 2 destiné à maintenir à la température de 800 °C toute la fraction du tube garnie d'oxyde de cuivre – 0,5 m.

Four N° 3 pour le chromate de plomb, dont il est destiné à porter la température à 500 °C environ, et pour le rouleau de toile d'argent pur – 0,2 m.

**4.2.2 Tube à combustion**, en silice fondue ou en verre trempé de qualité appropriée. Le diamètre du tube et les longueurs des différentes garnitures peuvent être variables et devront être prescrits par l'organisme de normalisation de chaque pays (voir chapitre 6).

**4.2.3 Nacelle à combustion**, en platine, en porcelaine ou en silice fondue, d'environ 70 mm de longueur.

**4.3 Bloc absorbeur**, destiné à absorber l'eau et le dioxyde de carbone produits par la combustion de l'échantillon. 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) Dioxyde de manganèse granulé (3.3), pour absorber les oxydes d'azote,
- 3) Perchlorate de magnésium (3.1), pour absorber l'eau dégagée par le dioxyde de manganèse,
- 4) Amiante sodé (3.2), pour absorber le dioxyde de carbone,

- 5) Perchlorate de magnésium (3.1), pour absorber l'eau dégagée dans la réaction du dioxyde de carbone sur l'amiante sodé.

La figure 2 représente un bloc absorbeur type, avec les détails de la garniture, dans laquelle A est l'absorbeur d'eau, B l'absorbeur des oxydes d'azote, et C l'absorbeur de l'eau dégagée par le dioxyde de manganèse. Le dioxyde de carbone est absorbé dans D, le perchlorate de magnésium de la partie supérieure servant à absorber l'eau produite par la réaction entre le dioxyde de carbone et l'amiante sodé. Un second absorbeur de dioxyde de carbone, E, peut être incorporé pour plus de sûreté, si on le désire.

Des tubes en U bouchés peuvent être utilisés au lieu des tubes de Midvale (figure 3), lorsque cela paraît préférable.

**4.4 Réglage du débit d'oxygène**, pour lequel il suffit, en général, de monter un détendeur sur la bouteille à oxygène, et de placer en même temps un petit robinet à pointe juste avant l'entrée du bloc purificateur. Il peut être utile de relier un barboteur à la sortie de l'ensemble de l'appareillage pour avoir une indication visuelle de débit.

**4.5 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 ET DOSAGE À BLANC

Dans le cas d'un tube à combustion de 1,25 m de longueur et de 12 à 15 mm de diamètre, la garniture suivante peut convenir.

- 10 mm d'espace libre pour loger un bouchon de caoutchouc;
- 300 mm d'espace libre pour permettre de tirer le four en arrière et l'éloigner de la nacelle;
- 80 mm occupés par une toile de cuivre<sup>1)</sup> (3.4), enroulée en spirale et traversée par un fil de cuivre de gros calibre pourvu d'une boucle destinée à en faciliter le retrait;

1) La spirale et les rouleaux de toile de cuivre sont oxydés pendant le chauffage préliminaire dans un courant d'oxygène.

- 70 mm d'espace libre destiné à loger la nacelle;
- 50 mm d'espace libre destiné à empêcher la partie antérieure de la nacelle de s'échauffer trop rapidement;
- 10 mm occupés par un rouleau de toile de cuivre<sup>1)</sup> (3.4) formant tampon;
- 450 mm occupés par de l'oxyde de cuivre (3.5);
- 10 mm occupés par un rouleau de toile de cuivre<sup>1)</sup> (3.4) formant tampon;
- 100 mm occupés par le chromate de plomb (3.6);
- 10 mm occupés par un rouleau de toile de cuivre<sup>1)</sup> (3.4);
- 100 mm occupés par un rouleau de toile d'argent pur (3.7);
- 50 mm d'espace libre;
- 10 mm d'espace libre pour loger un bouchon de caoutchouc.

Lors du montage de l'appareil, il convient d'éviter les fuites de gaz en réduisant au minimum l'emploi des raccords en caoutchouc, tous les joints devant par ailleurs être exécutés verre contre verre. Pour lubrifier les bouchons, utiliser de la graisse présentant une faible tension de vapeur.

Avant d'effectuer un dosage avec un tube à combustion nouvellement garni, le chauffer sur toute sa longueur en y faisant passer un courant d'oxygène à un débit d'environ 12 ml/min<sup>2)</sup>. Poursuivre le chauffage durant 3 h, en maintenant à 925 °C la température du four N° 1 à 800 °C la température du four N° 2, et à 500 °C environ la température du four N° 3 qui renferme la partie du tube garnie de chromate de plomb et de toile d'argent pur. Chauffer l'espace vide à la sortie du tube de telle sorte que, sans carboniser le bouchon de caoutchouc, toute condensation de vapeur se trouve évitée.

Pour l'exécution de tout dosage à blanc, relier le bloc absorbeur à l'appareil, puis purger à l'oxygène durant 20 min, en maintenant chaque four à la température d'opération. Débrancher les absorbeurs A et D (et E, le cas échéant) du bloc absorbeur, boucher les bras latéraux et fermer les robinets, et les laisser refroidir jusqu'à équilibre avec la température de la pièce où se trouve la balance. Essuyer chaque absorbeur avec un linge propre, enlever les bouchons des bras latéraux et peser chaque absorbeur. Relier de nouveau le bloc absorbeur au tube à combustion et rouvrir les robinets. Il importe de veiller à ce que l'orifice d'admission du tube d'absorption d'eau du bloc débouche dans le tube à combustion à l'affleurement de la face interne du bouchon en caoutchouc, et de s'assurer que tout joint formé par les éléments du bloc absorbeur se trouve bien réalisé par rapprochement des orifices de ces tubes, le

tube de caoutchouc faisant simplement fonction de joint d'étanchéité. Quand le bloc absorbeur est resté connecté sur l'appareil durant 2 h, le séparer, puis peser les deux absorbeurs A et D (et E, le cas échéant) comme précédemment, en observant les mêmes précautions que lors de la pesée initiale. Si la masse qu'accuse chacun de ces deux absorbeurs ne s'écarte pas de plus de 0,000 5 g de sa valeur antérieure, l'appareil peut être considéré comme étant en état de marche.

NOTE – Peser les absorbeurs A et D (et E, le cas échéant) pleins d'oxygène avant et après chaque dosage, toute opération de purge avec de l'air étant superflue; ne pas peser les absorbeurs B et C.

## 7 MODE OPÉRATOIRE

Au début du premier dosage de la journée, porter les températures des fours à 925 °C, 800 °C et 500 °C respectivement, tout en faisant passer de l'oxygène à raison de 12 ml/min<sup>2)</sup>. Relier le bloc absorbeur et purger durant 20 min. Débrancher le bloc, puis peser les absorbeurs A et D (et E, le cas échéant) conformément aux indications précitées. Arrêter le four N° 1 et le laisser refroidir.

Peser avec précision 0,2 à 0,3 g de l'échantillon, et l'étendre uniformément au fond d'une nacelle, calcinée au préalable. Relier le bloc absorbeur pesé au tube à combustion conformément aux indications précitées. Placer la nacelle et le rouleau de cuivre oxydé dans le tube à combustion, introduire le bouchon en caoutchouc assurant le raccordement au bloc purificateur, puis faire passer à travers l'appareil un courant d'oxygène d'environ 12 ml/min. Allumer le four N° 1 et amorcer la combustion en chauffant le rouleau de cuivre; lorsque celui-ci a atteint la température de 800 °C, tirer le four progressivement en avant de façon à couvrir la nacelle et son contenu, en entretenant dans tout le circuit un courant d'oxygène régulier, tandis que s'effectue la combustion de l'échantillon. Poursuivre jusqu'à disparition de toute trace visible de carbone, et jusqu'à ce que la partie du tube à combustion qui renferme l'échantillon ait été portée à la température de 925 °C.

Après combustion complète, arrêter le chauffage du four N° 1, laisser refroidir la sortie du tube à combustion et débrancher le bloc absorbeur. Essuyer les absorbeurs A et D (et E, le cas échéant), puis les laisser refroidir comme précédemment et les peser.

NOTE – 2 h suffisent, en général, pour une combustion complète d'échantillons de carbone, et 1 h seulement pourrait suffire pour la plupart des échantillons de coke.

Examiner minutieusement les cendres contenues dans la nacelle, afin de déceler les particules de carbone non calciné dont la présence éventuelle infirmerait le dosage, lequel devrait alors être répété.

1) La spirale et les rouleaux de toile de cuivre sont oxydés pendant le chauffage préliminaire dans un courant d'oxygène.

2) Le débit de 12 ml/min correspond à un tube à combustion de 12 à 15 mm de diamètre. L'organisme de normalisation d'un pays prescrivant un tube de diamètre différent doit également prescrire le volume approprié du débit d'oxygène.

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Le carbone total  $C$ , de l'échantillon analysé<sup>1)</sup>, 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, du tube D (et E, le cas échéant) renfermant l'amianté sodé.

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/R 925<sup>2)</sup>.

L'hydrogène total  $H$  de l'échantillon analysé<sup>1)</sup>, 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, du tube A à anhydron.

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.

## 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

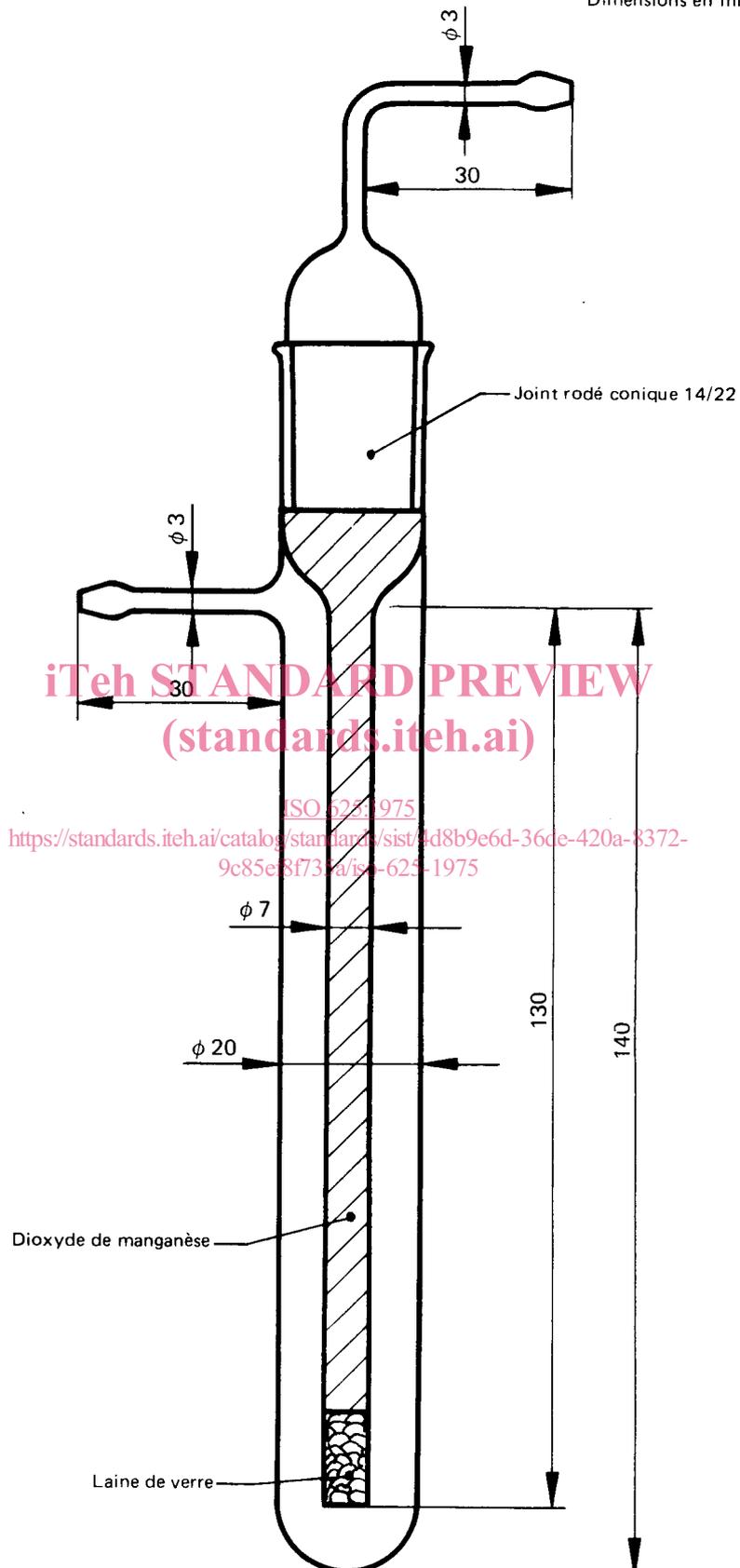
Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- 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.

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

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

Dimensions en millimètres

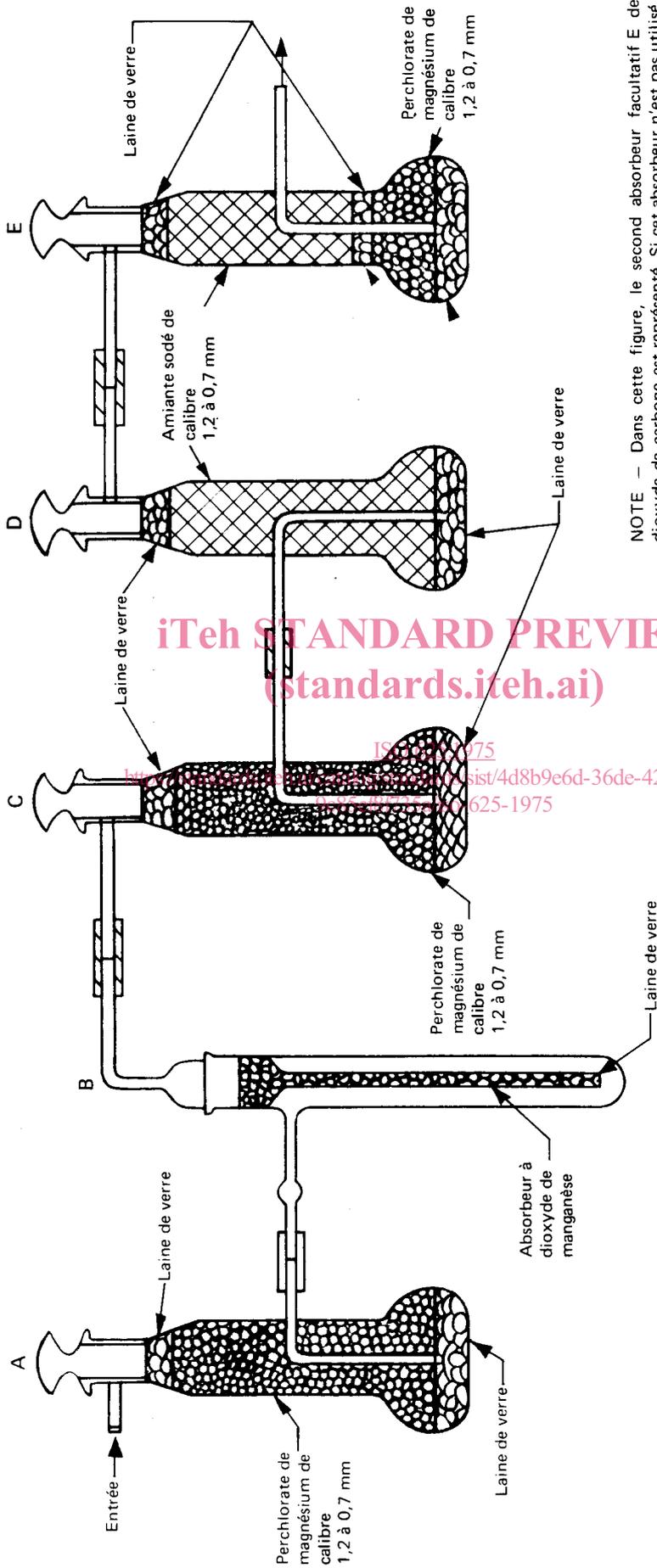


iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 625-1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4d8b9e6d-36de-420a-8372-9c85e8f731a/iso-625-1975>

FIGURE 1 – Tube de garde



NOTE — Dans cette figure, le second absorbeur facultatif E de dioxyde de carbone est représenté. Si cet absorbeur n'est pas utilisé, l'absorbéur D doit contenir du perchlorate de magnésium dans sa partie supérieure entre deux couches de laine de verre.

iTeh STANDARD PREVIEW  
 (standards.iteh.ai)

FIGURE 2 — Bloc absorbeur

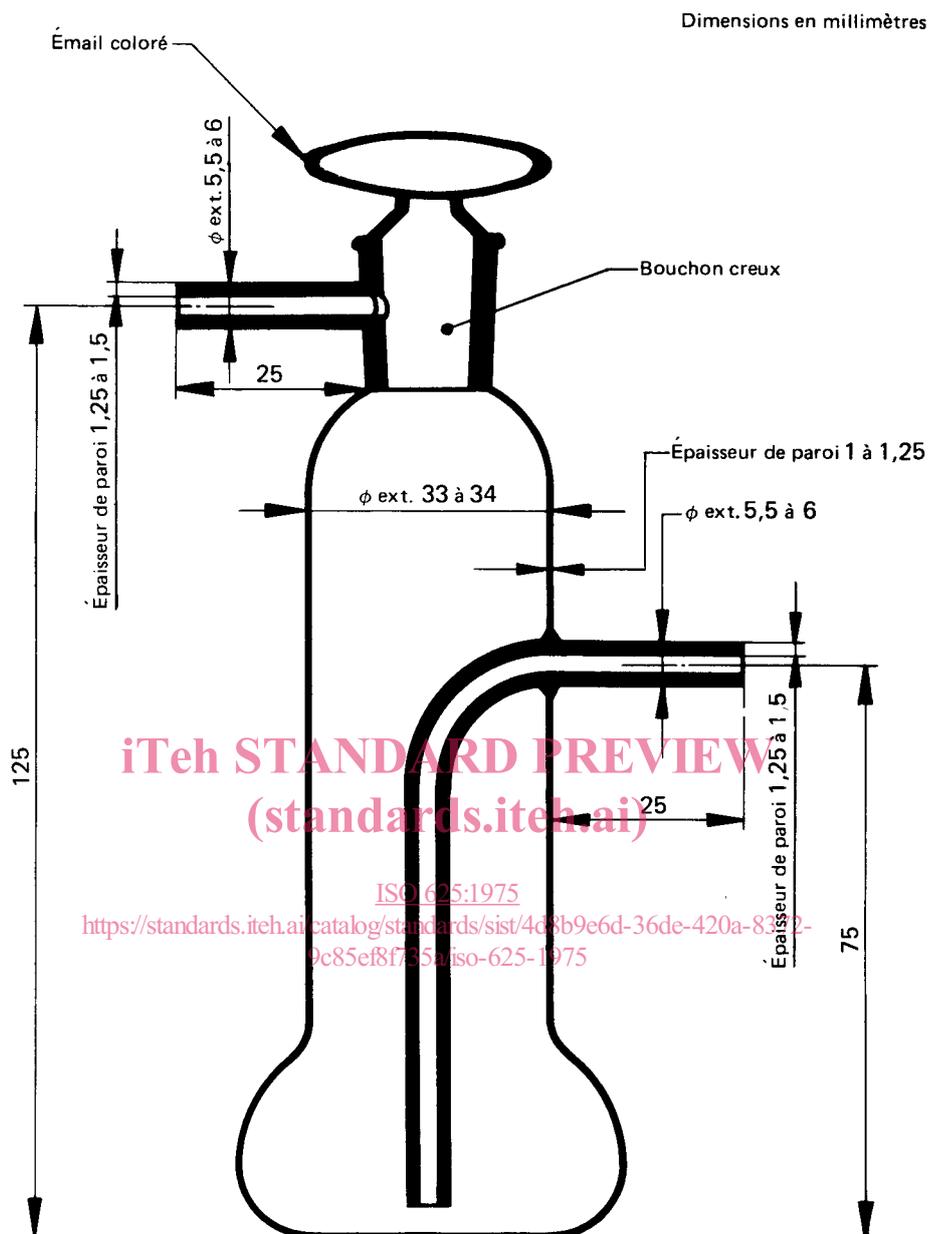


FIGURE 3 — Tube de Midvale