NORME INTERNATIONALE ISO 647

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

Charbons bruns et lignites — Détermination des rendements en goudron, en eau, en gaz et en résidu de coke par distillation à basse température

Brown coals and lignites — Determination of the yields of tar, water, gas and coke residue by low temperature distillation

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Première édition — 1974-11-01

ISO 647:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94222024-206e-48ce-b016-c6ea18aff3d1/iso-647-1974

CDU 662.643 : 662.613.4 **Réf. N° : ISO 647-1974 (F)**

Descripteurs : charbon, lignite, analyse chimique, dosage, goudron, teneur en eau, gaz de houille, coke, distillation.

Prix basé sur 6 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 647 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 647-1968 à laquelle elle est techniquement identique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO/R 647:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94222024-206e-48ce-b016-c6ea18aff3d1/iso-647-1974

La Recommandation ISO/R 647 avait été approuvé par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Egypte Rép. arabe d'	Portugal
Allemagne	Espagne	Roumanie
Australie	France	Royaume-Uni
Autriche	Inde	Suisse
Belgique	Irlande	Suède
Brésil	Italie	Tchécoslovaquie
Canada	Japon	Turquie
Chili	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Corée, Rép. de	Pays-Bas	Yougoslavie
Danemark	Pologne	

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 647 en Norme Internationale.

© Organisation Internationale de Normalisation, 1974 •

Imprimé en Suisse

Charbons bruns et lignites — Détermination des rendements en goudron, en eau, en gaz et en résidu de coke par distillation à basse température

0 INTRODUCTION

Le rendement en produits de distillation par distillation à basse température, notamment le rendement en goudron, sert de base à la classification du charbon brun et du lignite destinés à être carbonisés à basse température.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination des rendements en goudron, en eau, en gaz et en résidu de coke, obtenus par distillation du charbon brun et du lignite, jusqu'à une température finale de 520 °C.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 RÉFÉRENCE

ISO/R 1015, *Détermination de l'humidité des charbons bruns et des lignites par la méthode volumétrique directe.*

ISO 647:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94222b24-2006-48ce-bb16-c6ea18aff3d1/iso-647-1974

3 PRINCIPE

Chauffage de l'échantillon, dans une cornue en aluminium, jusqu'à une température de 520 °C, durant 80 min. Passage des produits de décomposition dans un récipient refroidi par l'eau; condensation du goudron et de l'eau, et passage des produits gazeux dans l'atmosphère. Pesée du résidu de coke qui reste dans la cornue, puis du récipient et de son contenu, et détermination de la masse de l'eau qui s'y trouve par entraînement par du toluène ou du xylène; calcul de la masse du goudron, par différence.

L'eau totale contenue dans le récipient comprend l'humidité du charbon et celle provenant de sa décomposition. Détermination séparée de l'humidité du charbon, également par entraînement par du toluène ou du xylène, afin de pouvoir calculer l'eau de décomposition.

Soustraction de 100 de la somme des pourcentages en résidu de coke, en goudron et en eau de décomposition, afin d'obtenir le pourcentage en gaz (plus erreurs). Expression des résultats de l'analyse sur les bases «tel qu'analysé» et «sur sec».

4 RÉACTIFS

4.1 Pâte de graphite, broyé à sec et mis sous forme de pâte par mélange avec de l'eau ou avec de l'huile de graissage épaisse.

4.2 Xylène, température d'ébullition 135 à 140 °C;

ou **Toluène,** température d'ébullition 110 °C.

5 APPAREILLAGE

5.1 Cornue, en aluminium, ayant les dimensions indiquées dans la figure 1; lorsque le couvercle est en place, la capacité de la cornue avec le tuyau de sortie doit être de 170 ± 10 ml; le tuyau de sortie doit être en laiton, et sa surface intérieure doit être propre et polie. Avant d'utiliser un assemblage nouveau, on doit le chauffer à 520 °C durant 20 min.

Si, par suite d'usure, le bord supérieur de la partie conique du couvercle se trouve au-dessous de la surface supérieure de la cornue, le volume libre de celle-ci sera inférieur à 160 ml et il importera de remplacer le couvercle par un neuf. Le couvercle surprofilé neuf doit être rodé de façon que le bord supérieur de la partie ronde se trouve à moins de 7 mm au-dessus de la surface supérieure de la cornue lorsque le couvercle est en place, ce qui assurera un volume libre de la cornue ne dépassant pas 180 ml.

5.2 Four, électrique ou à gaz. Si le chauffage est électrique, on emploie un four à résistance ou un four à baguettes de carbure de silicium.

5.3 Couple thermo-électrique relié à un millivoltmètre, ou **thermomètre à mercure à atmosphère d'azote,** étalonné et capable d'indiquer la température jusqu'à 550 °C.

NOTE — Un thermomètre neuf doit être vieilli et puis étalonné avant son emploi, et contrôlé de nouveau à des intervalles de 1 mois, en le comparant à un thermomètre étalon, d'une manière approuvée par une autorité nationale d'essai.

5.4 Récipient, ballon ordinaire en verre, d'une capacité de 750 ml, à rodage conique et à col long ou court selon le raccordement à la cornue (voir figure 2), muni d'un bouchon en caoutchouc ou en verre.

5.5 Bain d'eau réfrigérant, disposé de façon que la distance entre le récipient et les parois du bain ne soit pas inférieure à 2 cm. Le débit d'eau est réglé pour maintenir dans le bain une température comprise entre 10 et 15 °C.

5.6 Appareil de distillation, convenant à la détermination de l'humidité dans le charbon brun ou le lignite, conforme à l'ISO/R 1015.

6 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON POUR ESSAI

Étaler l'échantillon pour laboratoire sur une plaque pour lui permettre d'atteindre une humidité sensiblement égale à celle de l'atmosphère. Broyer l'échantillon soigneusement afin qu'au moins 90 % passent au tamis de 1 mm d'ouverture de maille et 50 % au plus au tamis de 0,2 mm. Si l'humidité de l'échantillon broyé est toujours supérieure à 20 %, procéder à un séchage ultérieur à l'air pour diminuer l'humidité jusqu'à une valeur comprise entre 10 et 20 %. L'échantillon pour essai peut être conservé dans un récipient étanche à l'air. On peut aussi conserver l'échantillon durant 1 semaine au plus dans un récipient bouché, rempli à plus de 80 % de sa capacité.

NOTE — Quand les échantillons sont conservés durant plus de 1 semaine dans des récipients qui ne sont pas hermétiquement scellés ou ne sont pas remplis jusqu'au bord, la diminution de rendement en goudron peut être de l'ordre de 0,5 % et, dans certains cas, la perte peut être beaucoup plus grande.

7 MODE OPÉRATOIRE

Peser, à 0,05 g près, environ 50 g de l'échantillon pour essai et les verser entièrement dans la cornue. Enduire la partie conique du couvercle d'un peu de pâte de graphite, placer le couvercle et le luter, en le tournant. Déterminer parallèlement l'humidité de l'échantillon pour essai selon la méthode prescrite dans l'ISO/R 1015.

Peser le récipient avec son bouchon à 0,05 g près et relier le récipient au tuyau de sortie de la cornue au moyen soit d'un bouchon résistant à la chaleur (voir figure 2a), soit d'une allonge en verre (voir figure 2b). Dans ce dernier cas, insérer le tuyau de sortie en laiton, sur une longueur de 8 mm, dans l'allonge en verre et le réunir de façon étanche à celle-ci au moyen d'un court tuyau en caoutchouc. Enrober le joint avec du coton, de l'amiante, de la toile, du papier filtre ou une matière semblable et le refroidir par un courant d'eau au cours du chauffage de la cornue. Placer la cornue dans le four (voir note 1) et le récipient dans le bain réfrigérant (voir note 2), et contrôler l'étanchéité de l'appareillage. Faire couler l'eau dans le bain réfrigérant, et chauffer la cornue conformément à la loi de chauffage suivante :

Temps écoulé depuis la mise en route	Température
min	°C
10	220
20	310
30	380
40	440
50	480
60	505
70	520
80	520

Maintenir le régime de chauffe entre les limites indiquées à la figure 3.

L'opération terminée, arrêter le chauffage et retirer la cornue du four sans détacher le récipient, laisser reposer durant 10 min pour permettre au goudron qui s'est amassé dans le tuyau de sortie de couler dans le récipient. Détacher le récipient de la cornue et transvaser au besoin le goudron qui se trouve dans le tuyau de sortie dans le récipient, avec une petite spatule (voir note 3). Fermer le récipient et le tuyau de sortie de la cornue au moyen des bouchons, et laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Récupérer avec soin le résidu de coke, et le peser à 0,05 g près dans un vase à peser.

Essuyer l'extérieur du récipient pour éliminer l'eau qui y adhère et peser de nouveau pour obtenir la masse du goudron plus celle de l'eau totale.

Ajouter 200 ml de toluène ou de xylène au récipient et déterminer l'eau totale par la méthode prescrite dans l'ISO/R 1015.

NOTES

1 Il importe de préchauffer certains types de fours pour permettre d'obtenir une température de 220 °C en moins de 10 min après avoir mis la cornue en place.

2 Le récipient doit être immergé autant que possible dans le bain réfrigérant; cependant ni le bouchon de caoutchouc ni la partie rodée ne doivent être en contact avec l'eau.

3 Il ne restera qu'un très petit résidu de goudron dans un tuyau en laiton propre et lisse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 647:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94222024-206e-48ce-b016-c6ea18aff3d1/iso-647-1974

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Les rendements de l'échantillon analysé[1] sont donnés par les formules suivantes

Résidu de coke, %

$$= \frac{m_4 \times 100}{m_0}$$

Goudron, %

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

Eau (décomposition), %

$$= \frac{m_3 \times 100}{m_0} - M$$

Gas (plus erreurs), %

$$= 100 - (\text{Coke} + \text{goudron} + \text{eau totale})$$

$$= \frac{(m + m_1 - m_2 - m_3) \times 100}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de l'échantillon prélevé;

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

m_1 est la masse, en grammes, du récipient vide avec son bouchon;

m_2 est la masse, en grammes, du récipient avec son bouchon plus celle du goudron, plus celle de l'eau totale;

m_3 est la masse, en grammes, de l'eau totale déterminée par entraînement;

m_4 est la masse, en grammes, du résidu de coke;

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

Les rendements «sur sec» sont obtenus en multipliant les résultats ci-dessus par $\frac{100}{100 - M}$

Le résultat (de préférence la moyenne de deux déterminations, voir chapitre 9) doit être exprimé à 0,1 % près. Les rendements en goudron, en résidu de coke, en eau de décomposition et en gaz doivent être exprimés sur les bases «tel qu'analysé» et «sec». La teneur en goudron peut, en outre, être exprimée sur la base «eau et cendres exclues».

9 FIDÉLITÉ DE LA MÉTHODE

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Paramètres de l'essai (sur sec)	Différences maximales admissibles entre résultats	
	Répétabilité	Reproductibilité
Goudron	0,5 % en valeur absolue	0,7 % en valeur absolue
Eau	0,4 % en valeur absolue	0,8 % en valeur absolue
Résidu de coke	0,7 % en valeur absolue	1,0 % en valeur absolue

ISO 647:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94222024-206e-48ce-b016-e6ea18aff3d1/iso-647-1974

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 essai, ne doivent pas différer de plus des valeurs indiquées ci-dessus.

9.2 Reproductibilité

Les moyennes des résultats de deux déterminations, effectuées dans deux laboratoires, sur des prises d'essai représentatives prélevées sur le même échantillon pour laboratoire, ne doivent pas différer de plus des valeurs indiquées ci-dessus.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

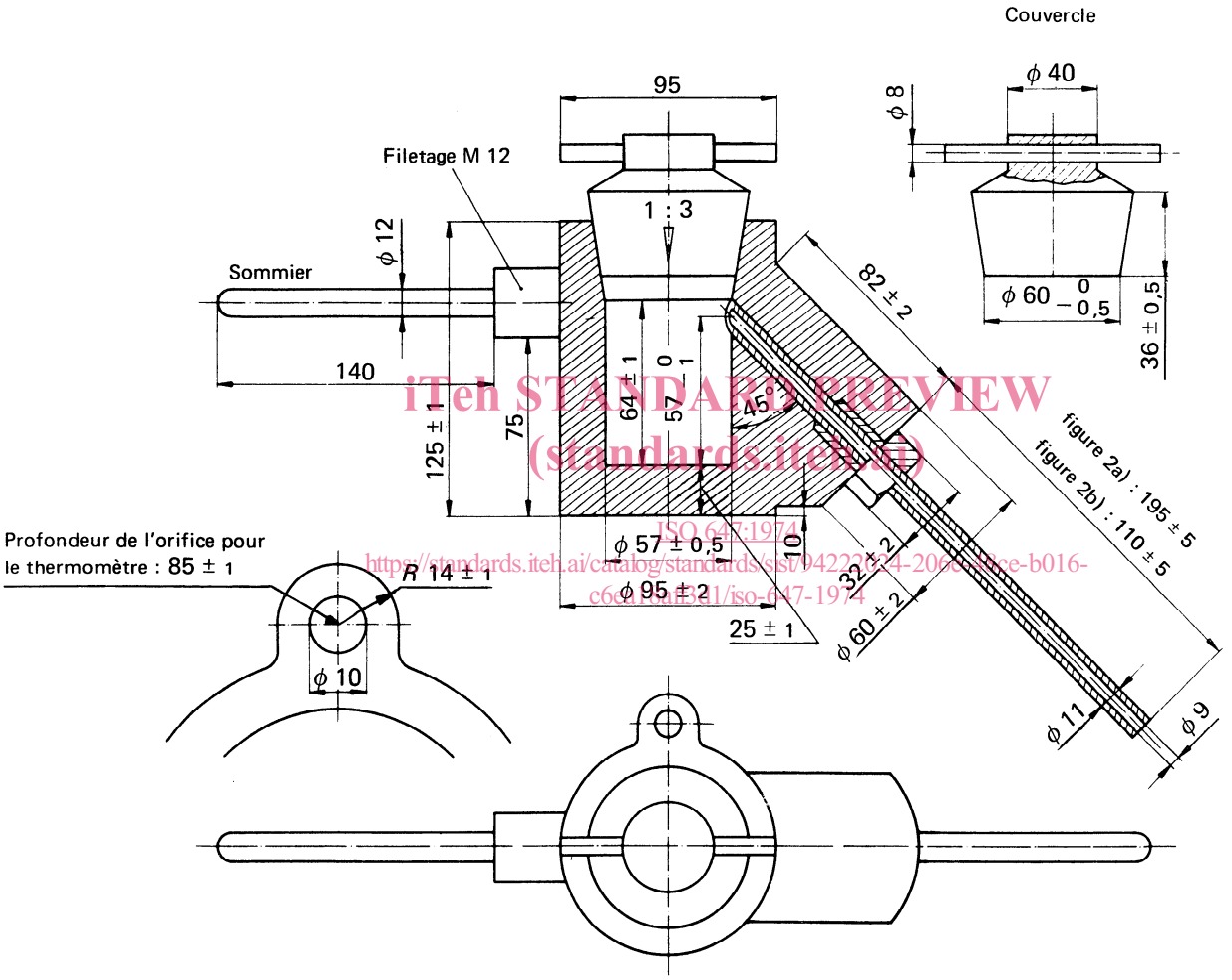
a) référence de la méthode utilisée;

b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;

d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou facultatives.

Dimensions en millimètres



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 647:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7942208-4-2066-4ace-b016-c6ca1daf8a1/iso-647-1974

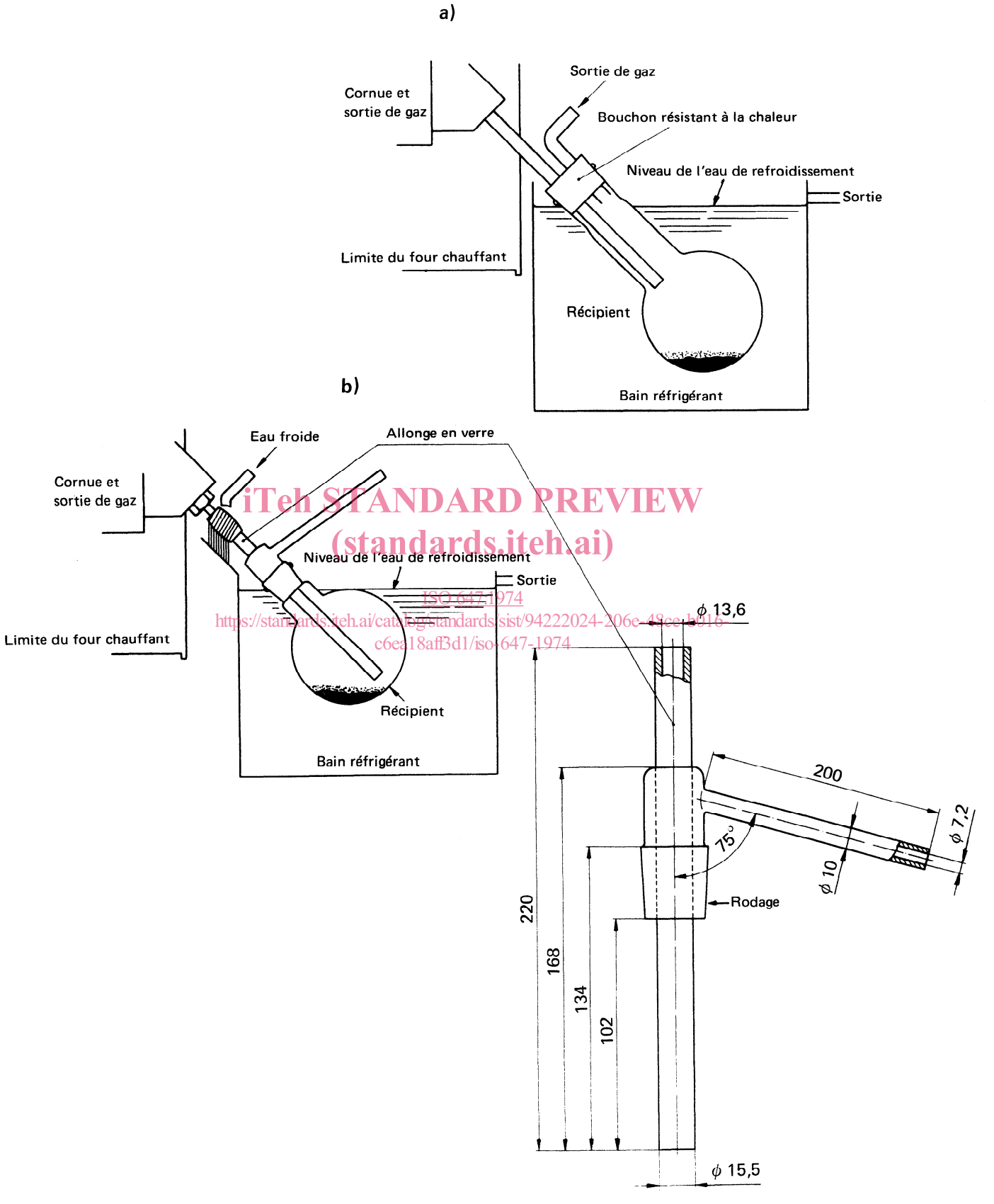
Matériaux : Cornue en aluminium; teneur en aluminium > 99 %

volume de la cornue 170 ± 10 ml

Tuyau de sortie : laiton.

FIGURE 1 — **Cornue**

Dimensions en millimètres

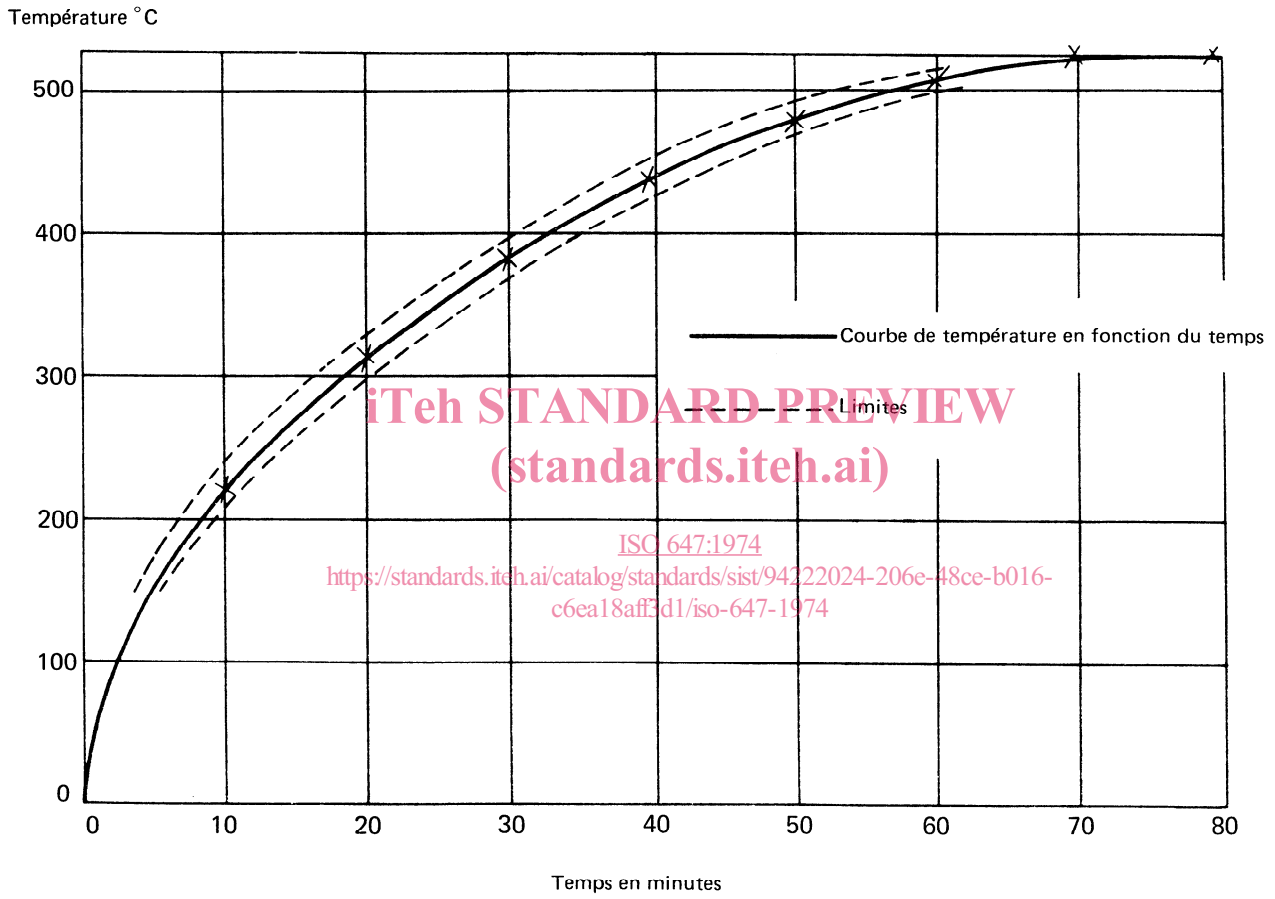


iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 647:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94222024-206e-48ce-b916-c6ea18aff3d1/iso-647-1974

FIGURE 2 — **Disposition du récipient dans le bain réfrigérant**

Durée totale de la distillation à basse température entre 20 et 520 °C : 80 min

Durée effective de la distillation à basse température entre 310 et 520 °C : 60 min



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 647:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94222024-206e-48ce-b016-c6ea18aff3d1/iso-647-1974

FIGURE 3 — **Loi de chauffage**