



Charbons bruns et lignites – Détermination du rendement en extrait de ~~benzène~~ soluble

Toluène

Brown coals and lignites – Determination of yield of ~~benzene~~-soluble extract

Première édition – 1975-11-15

Toluene

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 975 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 975-1969 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 975 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

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

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 975 en Norme Internationale.

Charbons bruns et lignites — Détermination du rendement en extrait de benzène soluble

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination du rendement en extrait de benzène soluble des charbons bruns et des lignites.

2 RÉFÉRENCE

ISO 1015, *Charbons bruns et lignites — Détermination de l'humidité — Méthode volumétrique directe.*

3 PRINCIPE

Une masse connue de charbon brun ou de lignite est extraite avec du benzène dans un appareil d'extraction. Le solvant est ensuite supprimé par évaporation, et le résidu soluble est séché à masse constante. Le pourcentage d'extrait de benzène soluble est calculé d'après la masse du résidu, après séchage, par rapport à l'état sec.

4 RÉACTIF

Benzène, de la qualité «pur pour analyse», ρ_{20} 0,876 g/ml, intervalle de distillation 80 à 81 °C. Au moins 95 % doivent être distillés dans cet intervalle.

5 APPAREILLAGE

5.1 Appareillage d'extraction. Un appareil convenable (voir la figure) comprend

- une *fiolle conique*, de 500 ml, à fond plat, munie d'un raccord de 40/38, à rodage femelle, en verre;
- un *réfrigérant à reflux*, muni d'un raccord de 40/38, à rodage mâle, en verre, dont la jaquette a une longueur minimale de 400 mm;
- une *cartouche d'extraction*, avec un papier filtre de 30 mm X 90 mm, maintenue par un support en toile métallique.

5.2 Tête à fractionner. Réfrigérant avec un raccord de 40/48, à rodage mâle, qui s'ajuste au raccord à rodage femelle de la fiolle conique.

5.3 Four sous vide, chauffé électriquement et permettant de maintenir une température de 80 ± 2 °C et une pression d'environ 50 kPa.

5.4 Capsule d'évaporation, en verre ou en porcelaine, d'environ 30 mm de hauteur et 80 mm de diamètre.

5.5 Balance, précise à 1 mg.

6 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

Étendre l'échantillon pour laboratoire sur un plateau et le laisser jusqu'à ce que son humidité soit à peu près égale à celle de l'atmosphère. Broyer l'échantillon soigneusement pour passer au tamis de 1 mm d'ouverture de mailles carrées. L'échantillon broyé peut être conservé dans un récipient bouché, rempli à plus de 80 % de sa capacité. Avant de commencer la détermination, bien mélanger l'échantillon broyé, de préférence à l'aide de moyens mécaniques, durant au moins 1 min.

7 MODE OPÉRATOIRE

Peser, avec précision, environ 10 g de l'échantillon broyé; les placer dans la cartouche d'extraction et recouvrir de coton propre.

Placer la cartouche d'extraction dans le support en toile métallique et fixer le support à l'extrémité du réfrigérant à reflux, de façon que le benzène condensé s'égoutte dans la cartouche d'extraction. Ajouter 150 ml de benzène dans la fiolle et relier la fiolle au réfrigérant à reflux. Chauffer la fiolle sur un bain de sable ou par tout autre moyen convenable, de façon à maintenir un flux régulier de benzène à travers l'échantillon. Continuer à chauffer durant 4 h ou jusqu'à ce que le benzène sortant de la cartouche d'extraction soit presque clair, selon le procédé le plus long.

Remplacer le réfrigérant à reflux par la tête à fractionner et distiller le benzène jusqu'à ce qu'il reste environ 20 ml de liquide dans la fiole; les placer quantitativement dans la capsule d'évaporation préalablement pesée, en lavant avec du benzène contenu dans une pissette. Évaporer le reste du benzène dans le four sous vide à 80 °C et à environ 50 kPa¹⁾. Sécher l'extrait résiduel à masse constante.

NOTE – La masse constante est considérée comme obtenue lorsque la différence entre des pesées successives est inférieure à 0,001 g.

Effectuer la détermination de l'humidité sur une autre portion de l'échantillon selon la méthode spécifiée dans l'ISO 1015.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

Le rendement en extrait de benzène soluble, E_B , dans l'échantillon est donné, en pourcentage en masse, par la formule

$$E_B = \frac{m_2 \times 100}{m_1}$$

où

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

m_2 est la masse, en grammes, de l'extrait de benzène soluble.

Le rendement, exprimé sur la base «sec», est donné par la formule

$$E_B \times \frac{100}{100 - M}$$

où M est l'humidité de l'échantillon pour analyse, en pourcentage en masse.

Les résultats (de préférence la moyenne de deux déterminations, voir chapitre 9) doivent être notés par rapport à l'état sec, à 0,1 % près.

9 FIDÉLITÉ DE LA MÉTHODE

Rendement en extrait de benzène soluble, % (m/m) (sur la base «sec»)	Différences maximales acceptables entre résultats	
	Répétabilité	Reproductibilité
inférieur à 5	0,3 % en valeur absolue	0,5 % en valeur absolue
de 5 à 10 inclus	0,5 % en valeur absolue	0,7 % en valeur absolue
supérieur à 10	5 % moyenne des résultats	7 % moyenne des résultats

9.1 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations, effectuées à des périodes différentes, dans un même laboratoire, par la même personne, utilisant le même appareillage, sur deux prises d'essai représentatives prélevées sur le même échantillon broyé pour analyse, ne doivent pas différer de plus de la valeur ci-dessus.

9.2 Reproductibilité

La moyenne des résultats de deux déterminations, effectuées dans deux laboratoires différents, sur des prises d'essai représentatives prélevées sur le même échantillon broyé pour analyse, ne doit pas différer de plus de la valeur ci-dessus.

NOTE – Si les dimensions des échantillons distribués sont supérieures à 1 mm, ces tolérances peuvent être élargies.

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.

1) Un four à circulation d'air maintenu entre 100 et 105 °C ou tout autre dispositif de séchage peut être utilisé, à condition de bien prendre soin d'éviter l'inflammation des vapeurs de benzène ou la décomposition du résidu.

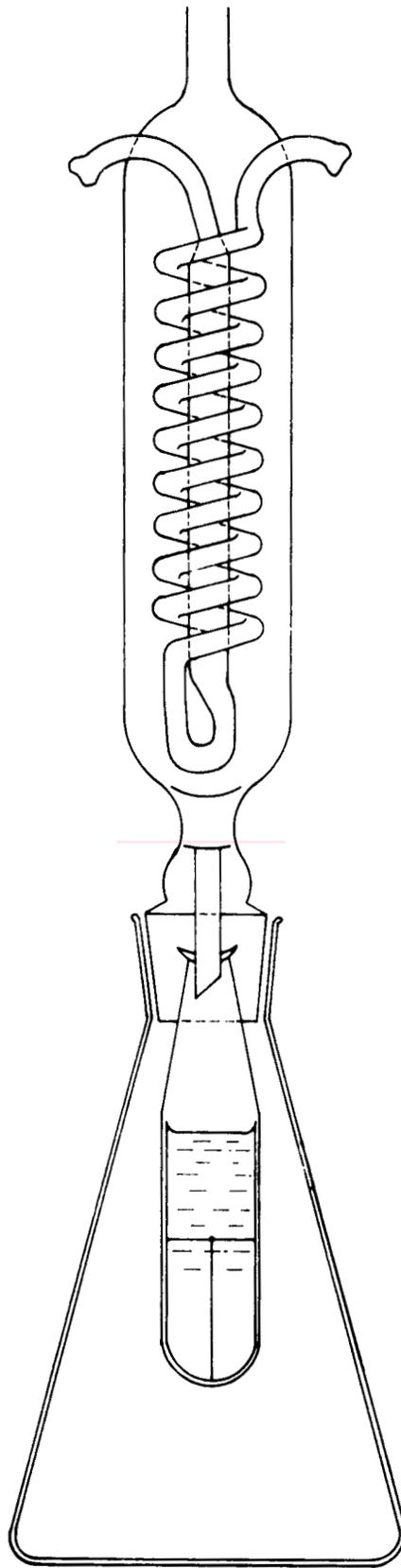


FIGURE – Appareillage pour la détermination de l'extrait de benzène soluble

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 975:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf5e26b0-7063-455b-b6fa-6b199284c65e/iso-975-1975>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 975:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bf5e26b0-7063-455b-b6fa-6bf99284c65e/iso-975-1975>