

NORME INTERNATIONALE 1014

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

Coke — Détermination de la densité relative vraie, de la densité relative apparente et de la porosité

Coke — Determination of true relative density, apparent relative density and porosity

Première édition — 1975-11-15

CDU 662.613.13 : 531.755.1 : 539.217.1

Réf. n° : ISO 1014-1975 (F)

Descripteurs : coke, essai, mesurage, masse volumique apparente, porosité.

Prix basé sur 3 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 1014 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 1014-1969 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1014 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

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

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1014 en Norme Internationale.

Coke — Détermination de la densité relative vraie, de la densité relative apparente et de la porosité

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie des méthodes

- de détermination de la densité relative vraie du coke broyé jusqu'à 0,2 mm, par rapport à l'eau;
- de détermination de la densité relative apparente du coke, c'est-à-dire le rapport entre la masse d'un volume donné de coke, sur sec, et la masse d'un volume égal d'eau;
- de calcul de la porosité du coke.

2 RÉFÉRENCE

ISO 687, *Coke — Détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse.*

3 DENSITÉ RELATIVE VRAIE

3.1 Principe

La masse d'eau déplacée par une masse connue de coke sec, broyé de façon à pouvoir passer au tamis de 0,2 mm d'ouverture de maille, est déterminée en utilisant un flacon à densité. L'air est déplacé par ébullition pendant la détermination. On utilise l'eau distillée exempte d'air parce que l'emploi de liquides organiques ou d'eau contenant des agents de surface peut donner des résultats variables. Le réglage de la température au moyen d'un thermostat est indispensable, puisqu'une différence de 1 °C peut entraîner une erreur d'environ 0,012 dans les résultats.

3.2 Appareillage

3.2.1 Flacon à densité, d'une capacité de 50 ml.

3.2.2 Bain d'eau, pourvu d'un agitateur et à réglage thermostatique, permettant de maintenir la température requise t °C à ± 1 °C près.

3.2.3 Deux pissettes, dont chacune contient environ 50 ml d'eau distillée, exempte d'air. L'une des pissettes est maintenue à une température élevée (80 à 90 °C) et l'autre est laissée dans le bain d'eau (3.2.2).

3.2.4 Réfrigérant à reflux : tube en verre d'une longueur d'environ 1 m, ayant le même diamètre extérieur que celui du goulot du flacon à densité, relié au flacon par un tuyau en caoutchouc aussi court que possible.

3.2.5 Bain de glycérol : récipient convenable dans lequel une quantité suffisante de glycérol peut être chauffée pour permettre d'y immerger le flacon à densité jusqu'aux deux tiers.

3.2.6 Balance, précise à 0,1 mg.

3.3 Préparation de l'échantillon

Le coke utilisé pour la détermination est l'échantillon pour analyse, broyé pour passer au tamis de 0,2 mm d'ouverture de maille. Avant de commencer la détermination, mélanger soigneusement l'échantillon durant au moins 1 min, de préférence par des moyens mécaniques.

3.4 Mode opératoire

Nettoyer le flacon à densité en utilisant un mélange de bichromate de potassium et d'acide sulfurique, rincer avec soin et l'emplir d'eau distillée exempte d'air. Mettre le bouchon et immerger le flacon jusqu'au goulot dans le bain d'eau à t °C durant 1 h; la valeur de t doit être d'environ 5 °C supérieure à la température ambiante. Après 1 h, enlever la goutte d'eau sur le dessus du bouchon au moyen d'un morceau de papier filtre, retirer le flacon du bain d'eau, refroidir rapidement sous l'eau courante froide, sécher, laisser reposer à côté de la balance durant 30 min et peser à 0,1 mg près. Vider le flacon et sécher le goulot.

Sécher une portion de l'échantillon de coke durant 1 h à une température comprise entre 105 et 110 °C, refroidir et ensuite peser environ 5 g du coke sec, à 0,1 mg près, et le verser entièrement dans le flacon à densité. Détacher le coke éventuellement adhérent au goulot ou aux parois du flacon en le lavant avec de l'eau distillée, exempte d'air, et compléter à 25 ml environ. Relier le réfrigérant au goulot du flacon par le tuyau en caoutchouc et immerger le flacon dans le bain de glycérol. Chauffer le bain jusqu'à ce que l'eau dans le flacon commence à bouillir vigoureusement. Laver les parois du flacon avec quelques millilitres d'eau distillée, exempte d'air et chaude, afin de détacher l'écume de coke qui a pu se former. Après une ébullition de 30 min, retirer le flacon du bain de glycérol, débrancher le réfrigérant et laisser refroidir le flacon. Remplir le flacon d'eau distillée, exempte d'air, à une température de t °C, mettre le bouchon et immerger le flacon jusqu'au goulot dans le bain d'eau à t °C durant 1 h, en compensant les contractions éventuelles du liquide dans le flacon par addition d'eau distillée exempte d'air et en s'assurant qu'aucune bulle d'air ne se trouve sous le bouchon ou dans le capillaire. Après 1 h, enlever la goutte d'eau sur le dessus

du bouchon; retirer le flacon du bain d'eau, refroidir, sécher, laisser reposer à côté de la balance durant 30 min et peser comme précédemment.

NOTE — Certains coques réactifs sont hygroscopiques et, avec de tels matériaux, il est permis d'omettre la procédure de séchage; dans ce cas, la détermination de l'humidité est effectuée en même temps sur une fraction distincte de l'échantillon pour analyse (voir ISO 687) et la masse de coke prélevée est corrigée en conséquence.

3.5 Expression des résultats

La densité relative vraie du coke, *d*, est donnée par la formule

$$d = \frac{m_1}{m_1 + m_2 - m_3}$$

où

*m*₁ est la masse, en grammes, de coke sec;

*m*₂ est la masse, en grammes, du flacon à densité rempli d'eau;

*m*₃ est la masse, en grammes, du flacon à densité plus coke, rempli d'eau.

Les résultats, de préférence la moyenne de deux déterminations (voir 3.6), doivent être notés à 0,01 près.

3.6 Fidélité de la méthode

Densité relative vraie	Différences maximales acceptables entre les résultats	
	Répétabilité	Reproductibilité
	0,03	0,05

3.6.1 Répétabilité

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

3.6.2 Reproductibilité

Les moyennes des résultats de deux déterminations, effectuées dans deux laboratoires différents, sur des portions représentatives prélevées sur le même échantillon pour analyse, ne doivent pas différer de plus de la valeur fixée ci-dessus.

4 DENSITÉ RELATIVE APPARENTE

4.1 Introduction

Des études expérimentales ont montré que les difficultés d'une détermination de la densité relative apparente du coke, provenant du fait que l'eau s'écoule des grands pores

1) Le tamisat à 25 mm doit être écarté.

après immersion dans l'eau (cela afin de déterminer la quantité d'eau qui a pénétré dans la structure poreuse), peuvent être évitées en limitant cette période d'écoulement à 10 s. Ce procédé conduit à une méthode reproductible, simple, qui fournit des résultats conformes à ceux obtenus avec des méthodes plus complexes, comme, par exemple, la méthode consistant à remplir les pores extérieurs avec de la gélatine.

4.2 Principe

Le volume d'une quantité importante de coke est déterminé par son déplacement dans l'eau. Le rapport de la masse du coke séché à la masse d'un volume égal d'eau donne la densité relative apparente.

4.3 Appareillage

4.3.1 Récipient, d'une capacité de 0,03 m³, dont les parois et la base sont constituées par des toiles en fil de fer galvanisé et d'ouverture de maille d'environ 12 mm, fermé au moyen d'un couvercle de même matériau et d'un dispositif de fermeture.

4.3.2 Cuve, d'une capacité d'environ 0,25 m³, d'une profondeur permettant d'immerger le récipient complètement et pourvue d'un robinet de vidange.

NOTE — La cuve doit contenir une quantité d'eau suffisante (250 litres environ), pour que l'augmentation de la température de l'eau après immersion du coke chaud ne dépasse pas 20 °C.

4.3.3 Dispositif de pesée, permettant de peser, à 1 g près, une masse au plus égale à 2 kg. Le dispositif doit être soutenu fermement au-dessus de la cuve par un support en bois. Un étrier en fil de fer doit passer au-dessus du fléau, puis dans un trou pratiqué dans le support en bois et se terminer par deux crochets que l'on accroche aux parois latérales du récipient. En variante, on peut utiliser une balance à cadran approprié.

4.3.4 Plateau d'égouttage, en tôle de fer galvanisé, de dimensions légèrement supérieures à la base du récipient et d'une profondeur de 13 mm.

4.3.5 Balance à plateaux, d'une charge maximale de 25 kg et précise à 25 g.

4.3.6 Four de séchage pouvant contenir le récipient.

4.4 Échantillon

L'échantillon doit être représentatif du coke¹⁾, et d'un volume suffisant pour permettre d'effectuer deux déterminations.

4.5 Mode opératoire

Peser le récipient, vide et sec, sur la balance à plateaux. Équilibrer le dispositif de pesée avec l'étrier, suspendre le récipient à l'étrier, l'immerger complètement dans l'eau et le peser. Retirer le récipient, le laisser s'égoutter durant 10 s, le placer sur le plateau d'égouttage et le peser à

nouveau sur la balance à plateaux. Emplir le récipient de coke et sécher à l'étuve jusqu'à masse constante (voir note 1). Peser aussitôt le coke et le récipient chauds sur la balance à plateaux. Suspendre le récipient plein à l'étrier et l'immerger complètement dans l'eau (voir note 2). Agiter le récipient après 1 min pour éliminer les bulles d'air. Après un laps de temps supplémentaire de 2 min, noter la masse du récipient immergé dans l'eau, retirer le récipient de la cuve et laisser s'égoutter durant 10 s (voir note 3). À la fin de cette période, placer le récipient sur le plateau d'égouttage et le peser à nouveau sur la balance à plateaux.

NOTES

- 1 Le temps nécessaire pour sécher 0,03 m³ de coke du calibre en question doit être déterminé par des essais distincts. Le séchage à 105 °C pendant la nuit est plus commode, mais il est possible de réduire cette durée en séchant le coke à 200 °C.
- 2 Le coke doit être immergé dans la cuve lorsqu'il est encore chaud pour faciliter le déplacement de l'air à la surface. La pesée finale, après séchage, sert à vérifier que la siccité est complète.
- 3 Certains cokes, par exemple ceux qui contiennent un grand nombre de pores de petites dimensions, peuvent demander une période prolongée d'égouttage il est recommandé, pour ces cokes, d'appliquer une période d'égouttage de 30 s.

4.6 Expression des résultats

La densité relative apparente du coke, d_A , est donnée par la formule

$$d_A = \frac{M_0 - m_0}{(M_2 - m_2) - (M_1 - m_1)}$$

où

- m_0 est la masse, en grammes, du récipient sec et vide;
- m_1 est la masse, en grammes, du récipient vide dans l'eau;
- m_2 est la masse, en grammes, du récipient vide après égouttage plus le plateau d'égouttage;
- M_0 est la masse, en grammes, du récipient et du coke sec à l'air;
- M_1 est la masse, en grammes, du récipient et du coke immergés;
- M_2 est la masse, en grammes, du récipient et du coke après égouttage plus le plateau d'égouttage.

Les résultats, de préférence la moyenne de deux déterminations (voir 4.7), doivent être notés à 0,01 près.

4.7 Fidélité de la méthode

Densité relative apparente	Différences maximales acceptables entre les résultats	
	Répétabilité	Reproductibilité
	0,02	0,03

4.7.1 Répétabilité

Les résultats de deux déterminations, effectuées dans un même laboratoire, par la même personne, utilisant le même appareillage, sur des portions représentatives prélevées sur le même échantillon global, ne doivent pas différer de plus de la valeur fixée ci-dessus.

4.7.2 Reproductibilité

Les moyennes des résultats de deux déterminations, effectuées dans deux laboratoires différents, sur des portions représentatives prélevées sur le même échantillon global, ne doivent pas différer de plus que la valeur fixée ci-dessus.

5 POROSITÉ

5.1 Principe

La porosité est déterminée à partir de la densité relative (voir chapitre 3) et de la densité relative apparente du coke (voir chapitre 4).

5.2 Expression des résultats

La porosité du coke, en pourcentage en volume, est donnée par la formule

$$\frac{d - d_A}{d} \times 100$$

où

- d est la densité relative vraie du coke;
- d_A est la densité relative apparente du coke.

Les résultats doivent être notés à 1 % près.

6 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1014:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a8eed17-0854-4bf0-938f-e40687eea7e6/iso-1014-1975>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1014:1975](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2a8eed17-0854-4bf0-938f-e40687eea7e6/iso-1014-1975>