



## 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*

Deuxième édition — 1985-09-15

PRE-STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 1014:1985](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/404011f8-6270-4a13-ba16-b5980caf9888/iso-1014-1985>

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 1014 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*.

ISO 1014:1985

La Norme internationale ISO 1014 a été pour la première fois publiée en 1975. Cette deuxième édition annule et remplace la première édition, dont elle constitue une révision mineure.

# 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 212  $\mu\text{m}$ , par rapport à l'eau;<sup>1)</sup>
- de détermination de la densité relative apparente du coke, c'est-à-dire le rapport de la masse d'un volume donné de coke, sur sec, à 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 212  $\mu\text{m}$  d'ouverture de maille, est déterminée en utilisant un pycnomètre. L'air est déplacé par ébullition pendant la détermination. On utilise l'eau distillée<sup>1)</sup> 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 Pycnomètre**, 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  $\theta$  °C à  $\pm 1$  °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 col du pycnomètre (3.2.1), relié à celui-ci 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 pycnomètre (3.2.1) 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, prové pour passer au tamis de 212  $\mu\text{m}$  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 pycnomètre (3.2.1) 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 pycnomètre jusqu'au col dans le bain d'eau (3.2.2) à  $\theta$  °C durant 1 h; la valeur de  $\theta$  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 pycnomètre du bain d'eau, refroidir rapidement sous l'eau courante froide, sécher, laisser reposer à côté de la balance (3.2.6) durant 30 min et peser à 0,1 mg près. Vider le pycnomètre et sécher le col.

Sécher (voir la note) 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 kg du coke sec, à 0,1 mg près, et le verser entièrement dans le pycnomètre. Détacher le coke adhérent éventuellement au col ou aux parois du pycnomètre en le lavant avec de l'eau distillée exempte d'air, et compléter à environ 25 ml. Relier le réfrigérant (3.2.4) au col du pycnomètre par le tuyau en caoutchouc et immerger le pycnomètre dans le bain de glycérol (3.2.5). Chauffer le bain jusqu'à ce que l'eau dans le pycnomètre commence à bouillir vigoureusement. Laver les parois du pycnomètre 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 pycnomètre du bain de glycérol, débrancher le réfrigérant et laisser refroidir le pycnomètre. Remplir le pycnomètre d'eau distillée, exempte d'air, à une température de  $\theta$  °C, mettre le bouchon et immerger le pycnomètre jusqu'au col dans le bain d'eau à  $\theta$  °C

1) Il est à noter que la « densité relative vraie » varie en fonction du liquide de déplacement utilisé.

durant 1 h, en compensant les contractions éventuelles du liquide dans le pycnomètre 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 pycnomètre 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

#### 3.5.1 Mode de calcul

La densité relative vraie du coke,  $d$ , est donnée par l'équation

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

où

$m_1$  est la masse, en grammes, de coke sec;

$m_2$  est la masse, en grammes, du pycnomètre rempli d'eau;

$m_3$  est la masse, en grammes, du pycnomètre plus coke, rempli d'eau.

Le résultat (de préférence la moyenne de deux déterminations — voir 3.5.2) doit être exprimé à 0,01 près.

#### 3.5.2 Fidélité

##### 3.5.2.1 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 0,03.

##### 3.5.2.2 Reproductibilité

Les moyennes des résultats de deux déterminations, effectuées dans deux laboratoires différents, sur des prises d'essai représentatives prélevées sur le même échantillon pour analyse, ne doivent pas différer de plus de 0,05.

## 4 Densité relative apparente

### 4.1 Généralités

Des études expérimentales ont montré que les difficultés d'une détermination de la densité relative apparente du coke, prove-

nant du fait que l'eau s'écoule des grands pores 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 m<sup>3</sup>, 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 m<sup>3</sup>, d'une profondeur permettant d'immerger complètement le récipient (4.3.1) et pourvue d'un robinet de vidange.

NOTE — La cuve doit contenir une quantité d'eau suffisante (environ 250 litres), 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 (4.3.2) 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 (4.3.1). 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 (4.3.1) 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 Étuve de séchage**, pouvant contenir le récipient (4.3.1).

### 4.4 Échantillon

L'échantillon doit être représentatif du coke<sup>1)</sup>, et d'un volume suffisant pour permettre d'effectuer deux déterminations.

1) Le tamisat à 25 mm doit être écarté.

## 4.5 Mode opératoire

Peser le récipient (4.3.1), vide et sec, sur la balance à plateaux (4.3.5). Équilibrer le dispositif de pesée (4.3.3) avec l'étrier, suspendre le récipient à l'étrier, l'immerger complètement dans l'eau contenue dans la cuve (4.3.2) et le peser. Retirer le récipient, le laisser s'égoutter durant 10 s, le placer sur le plateau d'égouttage (4.3.4) et le peser à nouveau sur la balance à plateaux. Emplir le récipient de coke et sécher à l'étuve (4.3.6) 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 le 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 m<sup>3</sup> 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 coques, 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 coques, d'appliquer une période d'égouttage de 30 s.

## 4.6 Expression des résultats

### 4.6.1 Mode de calcul

La densité relative apparente du coke,  $d_A$ , est donnée par l'équation

$$d_A = \frac{m_7 - m_4}{(m_9 - m_6) - (m_8 - m_5)}$$

où

$m_4$  est la masse, en grammes, du récipient sec et vide ;

$m_5$  est la masse, en grammes, du récipient vide dans l'eau ;

$m_6$  est la masse, en grammes, du récipient vide après égouttage plus le plateau d'égouttage ;

$m_7$  est la masse, en grammes, du récipient et du coke sec à l'air ;

$m_8$  est la masse, en grammes, du récipient et du coke immergés ;

$m_9$  est la masse, en grammes, du récipient et du coke après égouttage plus le plateau d'égouttage.

Le résultat (de préférence la moyenne de deux déterminations — voir 4.6.2) doit être exprimé à 0,01 près.

## 4.6.2 Fidélité

### 4.6.2.1 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 global, ne doivent pas différer de plus de 0,02.

### 4.6.2.2 Reproductibilité

Les moyennes des résultats de deux déterminations, effectuées dans deux laboratoires différents, sur des prises d'essai représentatives prélevées sur le même échantillon global, ne doivent pas différer de plus de 0,03.

## 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, exprimée 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.

Le résultat doit être exprimé à 1 % près.

## 6 Procès-verbal d'essai

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

- identification du produit soumis à l'essai ;
- référence de la méthode utilisée ;
- paramètre, 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 prévus dans la présente Norme internationale, ou de toutes opérations facultatives.

Page blanche

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

ISO 1014:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/404011f8-6270-4a13-ba16-b5980caf9888/iso-1014-1985>

Page blanche

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

ISO 1014:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/404011f8-6270-4a13-ba16-b5980caf9888/iso-1014-1985>

Page blanche

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

ISO 1014:1985

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/404011f8-6270-4a13-ba16-b5980caf9888/iso-1014-1985>