

---

**NORME INTERNATIONALE**



**1015**

---

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

---

**Charbons bruns et lignites – Détermination de l'humidité –  
Méthode volumétrique directe**

*Brown coals and lignites – Determination of moisture content – Direct volumetric method*

Première édition – 1975-11-15

---

CDU 662.642 : 543.812.2

Réf. n° : ISO 1015-1975 (F)

**Descripteurs** : charbon, lignite, analyse chimique, dosage, humidité, méthode volumétrique.

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 1015 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 1015-1969 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1015 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	Iran	Suisse
Canada	Italie	Tchécoslovaquie
Corée, Rép. de	Japon	Turquie
Danemark	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	Yougoslavie

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1015 en Norme Internationale.

# Charbons bruns et lignites – Détermination de l'humidité – Méthode volumétrique directe

## 1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode volumétrique directe de détermination de l'humidité contenue dans les charbons bruns et les lignites. Elle peut être utilisée soit pour la détermination de l'humidité totale, soit pour la détermination de l'humidité contenue dans l'échantillon pour analyse.

## 2 RÉFÉRENCE

ISO . . . , *Charbons bruns et lignites – Échantillonnage et préparation des échantillons.*<sup>1)</sup>

## 3 PRINCIPE

Le charbon brun ou le lignite est placé dans un ballon et chauffé dans du toluène ou du xylène bouillant, sous condenseur à reflux. L'eau est entraînée par les vapeurs de toluène ou de xylène et amenée à un condenseur équipé d'un tube gradué. L'eau se sépare alors dans ce tube pour former la couche inférieure, tandis que le réactif en excès retourne au ballon de distillation par l'intermédiaire d'un trop-plein. L'humidité se calcule d'après la masse de la prise d'essai et le volume de l'eau recueillie.

NOTE – Les résultats obtenus avec le toluène et avec le xylène peuvent ne pas être identiques pour tous les charbons bruns et les lignites, mais toute différence ne devra pas excéder les limites des tolérances acceptées pour cette méthode (voir chapitre 9).

## 4 RÉACTIFS

Le réactif utilisé doit être de qualité pour analyse et de l'eau distillée doit être utilisée durant l'analyse.

**4.1 Toluène** (voir note), point d'ébullition 110 °C.

ou

**4.2 Xylène** (voir note), point d'ébullition entre 135 et 140 °C.

NOTE – En raison de la faible solubilité de l'eau dans le toluène et dans le xylène, il est prouvé que seule une erreur de détermination très faible peut être causée par les variations des conditions de saturation du réactif d'entraînement. Cependant, pour que cette erreur soit insignifiante, il est recommandé d'utiliser le réactif dans les mêmes conditions lors de la détermination et lors de l'étalonnage de l'appareillage.

## 5 APPAREILLAGE

Tous les appareils gradués doivent être de la meilleure qualité pour analyse disponible.

**5.1 Ballon à distillation**, d'une capacité minimale de 500 ml.

**5.2 Réfrigérant**, avec une chemise d'eau de 200 mm de longueur minimale, prolongé par une pointe dirigeant le distillat dans le tube gradué, afin d'éviter qu'il ne touche les parois.

**5.3 Récipient**, destiné à recevoir l'eau condensée, gradué à intervalles de 0,1 ml.

Le réfrigérant, le tube gradué et le ballon sont adaptés les uns aux autres au moyen de raccords en verre rodés (voir note). Un tube de trop-plein, relié au tube gradué ou à la partie inférieure du réfrigérant, permet le retour du réactif condensé au ballon de distillation. Le réfrigérant peut être équipé de façon à opérer la condensation soit par courant de vapeur ascendant, soit par courant descendant.

NOTE – Il est important que le tube gradué et le réfrigérant soient propres. Pour cela, les traiter avec un réactif de nettoyage, par exemple une solution forte de bichromate de potassium dans de l'acide sulfurique.

**5.4 Fragments de tubes de verre**, de 5 mm de diamètre et de 5 mm de longueur, à bords vifs.

**5.5 Tube de pulvérisation**, en verre, par lequel il est possible d'envoyer un réactif destiné à laver la surface intérieure du condenseur. Cette précaution est nécessaire seulement quand on utilise un condenseur à courant ascendant.

**5.6 Burette**, graduée à intervalles de 0,05 ml.

**5.7 Balance**, précise à 10 mg.

## 6 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

**6.1** L'échantillon utilisé pour la détermination de l'humidité totale doit être broyé pour passer au tamis à mailles carrées de 3 mm d'ouverture. Si l'on utilise des broyeurs spéciaux qui évitent toute déperdition d'humidité,

1) En préparation.

l'échantillon peut être broyé directement; dans tout autre cas, l'échantillon doit être amené à une humidité sensiblement égale à celle de l'atmosphère avant d'être broyé; l'humidité totale est alors calculée à l'aide d'une formule (voir note ci-dessous). L'échantillon, placé dans un récipient hermétiquement clos, doit peser au moins 150 g.

NOTE — Si le procédé de séchage à l'air a été appliqué, l'humidité totale,  $M_T$ , en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$M_T = X + M \left( 1 - \frac{X}{100} \right)$$

où

$X$  est la perte due au séchage, en pourcentage en masse, de l'échantillon d'origine;

$M$  est le pourcentage d'humidité résiduelle de l'échantillon sec à l'air.

**6.2** Pour la détermination de l'humidité contenue dans l'échantillon pour analyse, l'échantillon utilisé doit être broyé pour passer au tamis de 0,2 mm d'ouverture de mailles et séché à l'air.

## 7 MODE OPÉRATOIRE

### 7.1 Étalonnage de l'appareillage

Étalonner chaque appareil en distillant plusieurs volumes d'eau exactement connus, mesurés à l'aide de la burette et couvrant la gamme des teneurs en eau que l'on peut vraisemblablement rencontrer dans les échantillons pour analyse. Tracer un graphique donnant le volume, en millilitres, d'eau ajoutée en fonction du volume de l'eau récupérée, lu sur l'échelle du tube gradué. Utiliser le graphique pour corriger le volume d'eau obtenu lors de chaque essai.

L'étalonnage doit être répété chaque fois qu'il y aura modification soit des réactifs, soit de l'appareillage.

### 7.2 Prise d'essai

Avant de commencer la détermination de l'humidité contenue dans l'échantillon pour analyse, homogénéiser durant au moins 1 min, de préférence par des moyens mécaniques, l'échantillon séché à l'air.

Peser, à 0,01 g près, 50 g d'échantillon (pour les échantillons dont la teneur en eau est supérieure à 20 %, on devra peser 25 g d'échantillon) et les introduire dans le ballon de distillation sec. Ajouter 200 ml du toluène (4.1) ou du xylène (4.2) de sorte que toute partie de l'échantillon adhérant au goulot ou aux parois latérales soit entraînée dans le ballon par le réactif.

NOTE — La masse de la prise d'essai et les dimensions du récipient sont complémentaires. En général, l'eau condensée doit occuper un tiers, au moins, du volume gradué du récipient.

### 7.3 Détermination

Remplir le récipient avec le même réactif. Placer deux ou trois fragments de tubes de verre dans le ballon à distillation pour éviter une ébullition violente, et assembler l'appareillage. Faire passer le courant d'eau dans le

réfrigérant et chauffer le ballon doucement et uniformément, de façon que son contenu commence à bouillir au bout de 15 min environ. Régler le chauffage de sorte que la vitesse de distillation soit de 2 à 4 gouttes par seconde.

Continuer la distillation jusqu'à ce que le reflux de toluène ou de xylène soit limpide et qu'il ne se rassemble plus d'eau dans le récipient. Si l'on utilise un réfrigérant ascendant, faire descendre les gouttes d'eau adhérant aux parois intérieures du réfrigérant ou aux parois supérieures du tube gradué avec le réactif employé, en utilisant le tube de pulvérisation, et continuer la distillation pendant une période suffisante pour que l'on puisse être certain que l'eau ramenée au ballon de distillation soit amenée au récipient. Laisser la turbidité du distillat s'estomper et lire le volume d'eau récupéré dans le récipient.

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur en eau,  $M$ , de l'échantillon analysé, exprimée en pourcentage en masse, en prenant la masse volumique de l'eau à 1 g/ml, est donnée par la formule

$$M = \frac{V_c}{m} \times 100$$

où

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

$V_c$  est le volume d'eau corrigé, en millilitres, lu sur le graphique (voir 7.1).

Le résultat obtenu représente

a) soit le pourcentage en masse d'humidité totale de l'échantillon si ce dernier n'a pas été précédemment séché à l'air;

b) soit le pourcentage d'humidité résiduelle si le séchage à l'air est compris dans la préparation de l'échantillon (voir note, 6.1);

c) soit le pourcentage d'humidité de l'échantillon pour analyse.

Le résultat final doit être noté à 0,1 % près.

## 9 FIDÉLITÉ DE LA MÉTHODE

Humidité	Différences maximales acceptables entre les résultats	
	Répétabilité	Reproductibilité
Inférieure à 20 %	0,4 % en valeur absolue	0,8 % en valeur absolue
Égale ou supérieure à 20 %	2,0 % du résultat	4,0 % du résultat

### 9.1 Répétabilité

La différence maximale acceptable entre les déterminations effectuées de manière indépendante dans un même laboratoire sur deux échantillons humides différents prélevés simultanément conformément aux principes établis dans l'ISO . . . , ne doit pas excéder la valeur ci-dessus.

### 9.2 Reproductibilité

La différence maximale acceptable entre les déterminations effectuées de manière indépendante dans différents laboratoires sur deux échantillons humides différents prélevés simultanément conformément aux principes établis dans l'ISO . . . , ne doit pas excéder la valeur 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;
- e) le réactif d'entraînement utilisé et son degré de saturation (c'est-à-dire «humide» ou «sec»).

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

ISO 1015:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46798a56-07e1-439e-b708-6730be45d175/iso-1015-1975>

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

ISO 1015:1975

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/46798a56-07e1-439e-b708-6730be45d175/iso-1015-1975>