
Norme internationale



1017

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

Charbons bruns et lignites — Détermination des matières solubles dans l'acétone de l'extrait au toluène soluble («substances résineuses»)

Brown coals and lignites — Determination of acetone-soluble material ("resinous substances") in the toluene-soluble extract

Deuxième édition — 1985-12-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1017:1985](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bffa04ca-719b-44d3-814f-39a4892c90b9/iso-1017-1985)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bffa04ca-719b-44d3-814f-39a4892c90b9/iso-1017-1985>

CDU 662.642 : 543.832

Réf. n° : ISO 1017-1985 (F)

Descripteurs : minéral, combustible solide, charbon, lignite, analyse chimique, dosage, produit en solution, acétone.

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 1017 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (1017-1975), dont elle constitue une révision technique.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Charbons bruns et lignites — Détermination des matières solubles dans l'acétone de l'extrait au toluène soluble (« substances résineuses »)

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en matières solubles dans l'acétone (« substances résineuses ») de l'extrait de toluène soluble des charbons bruns et des lignites.

NOTE — L'extrait à l'acétone devra contenir également un certain pourcentage de cire dissoute simultanément avec les « substances résineuses ».

2 Référence

ISO 975, *Charbons bruns et lignites — Détermination du rendement en extrait de toluène soluble.*

3 Principe

L'échantillon d'extrait de toluène soluble du charbon brun ou du lignite, obtenu selon la méthode spécifiée dans l'ISO 975, est traité avec de l'acétone à une température de 18 à 22 °C. La fraction soluble est filtrée ou centrifugée, puis séchée jusqu'à l'obtention d'une masse constante, après évaporation du solvant. Le pourcentage de matières solubles dans l'acétone est calculé d'après la masse du résidu après séchage.

4 Réactif

Acétone, de qualité analytique reconnue.

AVERTISSEMENT — L'acétone est inflammable et toxique par inhalation, par ingestion ou par absorption cutanée.

5 Appareillage

5.1 Centrifugeuse, ayant une fréquence de rotation de 1 600 tr/min.

La fréquence de rotation de la centrifugeuse doit être suffisante pour garantir la séparation de la fraction soluble du charbon générateur.

5.2 Récipients en verre, cylindriques ou coniques, de 15 ml de capacité, équipés de bouchons rodés en verre et pouvant être utilisés dans la centrifugeuse.

5.3 Capsule d'évaporation, en verre ou en silice, de 20 mm de hauteur et 50 mm de diamètre.

5.4 Étuve électrique de séchage sous vide, permettant de maintenir une température de 80 ± 2 °C et une pression d'environ 50 kPa.

5.5 Étuve électrique à air, permettant de maintenir une température de 100 à 110 °C.

5.6 Lampe à sécher à infrarouge.

5.7 Tamis de contrôle en toile métallique, de 100 µm d'ouverture nominale de maille.

6 Préparation de l'échantillon

Le résidu obtenu à partir de l'extrait de toluène soluble, lui-même obtenu selon la méthode spécifiée dans l'ISO 975, doit être broyé pour passer au tamis (5.7).

Si le résidu se présente sous la forme d'un liquide visqueux, le refroidir dans du dioxyde de carbone solide à une température de -80 °C, puis broyer.

7 Mode opératoire

7.1 Conditions d'essai

La haute sélectivité de l'acétone exige un contrôle sévère de la température pendant la détermination. La température du solvant, la température de la pièce au début et à la fin de la détermination ne doivent pas différer de plus de 0,5 °C et doivent être comprises entre 18 et 22 °C.

7.2 Détermination

Peser, à 1 mg près, environ 0,5 g de l'échantillon dans un récipient en verre (5.2). Ajouter 7 ml d'acétone (chapitre 4) et agiter durant 2 min exactement (voir note 1). Laisser la fraction

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1017:1985
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bffa04ca-719b-44d3-814f-39a4892c90b9/iso-1017-1985>

d'acétone soluble se reposer et décanter dans la capsule d'évaporation (5.3), sèche et préalablement pesée. Si la fraction ne s'éclaircit pas, elle peut être centrifugée durant 1 min, puis décantée, ou filtrée si nécessaire (voir note 2), dans la capsule d'évaporation (voir note 3).

Ajouter à nouveau 7 ml d'acétone dans le récipient en verre et répéter l'extraction décrite ci-dessus jusqu'à ce que trois extractions aient été effectuées ou que l'agent d'extraction soit devenu clair, selon ce qu'il advient en premier lieu. Si l'on a utilisé un papier filtre, le rincer avec quelques millilitres d'acétone, puis ajouter les produits de rinçage dans la capsule d'évaporation.

Placer la capsule d'évaporation dans l'étuve de séchage sous vide (5.4), évaporer l'acétone à 80 ± 2 °C et environ 50 kPa. L'évaporation peut également être effectuée en utilisant la lampe à sécher à infrarouge (5.6). Transférer la capsule dans l'étuve à air (5.5) et sécher à 105 ± 3 °C jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

NOTES

1 Pour éviter l'échauffement du solvant, le récipient en verre doit être tenu par sa partie supérieure avec l'index et le majeur, tandis que le pouce immobilise le bouchon rodé en verre. Des protège-doigts en caoutchouc doivent être portés.

2 Étant donné que la solution d'acétone fera remonter le papier filtre, les dimensions de ce dernier doivent être aussi petites que possible.

3 Toute particule d'extrait au toluène soluble adhérant à la partie supérieure du récipient en verre, après l'agitation, doit être lavée en inclinant prudemment le récipient et la fraction doit être mise à décanter à nouveau, ou centrifugée.

8 Expression des résultats

La teneur en matières solubles dans l'acétone, $A_{C_{20}}$, de l'échantillon analysé, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par l'équation

$$A_{C_{20}} = \frac{Km_2}{m_1}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, d'extrait de toluène soluble prélevé;

m_2 est la masse, en grammes, de matières solubles dans l'acétone;

$$K = 100 + 2,5(20 - t)$$

$$\text{où } t = \frac{t_1 + t_2 + t_3}{3}$$

t_1 étant la température, en degrés Celsius, de l'acétone utilisée pour l'extraction;

t_2 étant la température ambiante, en degrés Celsius, au début de la détermination;

t_3 étant la température ambiante, en degrés Celsius, à la fin de la détermination.

Le résultat (la moyenne de deux déterminations — voir 9.1) doit être exprimé à 0,1 % (m/m) près.

9 Fidélité de la méthode

Teneur en matières solubles dans l'acétone % (m/m)	Différences maximales admissibles entre les résultats	
	Répétabilité	Reproductibilité
Inférieure à 20	0,3 % en valeur absolue	0,5 % en valeur absolue
De 20 à 30	0,4 % en valeur absolue	0,7 % en valeur absolue
De 30 à 50	0,5 % en valeur absolue	0,9 % en valeur absolue
Supérieure à 50	1,0 % du résultat moyen	1,8 % du résultat moyen

9.1 Répétabilité

Le résultat de deux déterminations, effectuées à différentes périodes, dans un même laboratoire, par la même personne utilisant le même appareillage, sur la même fraction extraite au toluène, ne doivent pas différer de plus de la valeur indiquée 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 la même fraction extraite au toluène, ne doit pas différer de plus de la valeur indiquée ci-dessus.

10 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;
- 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 prévues dans la présente Norme internationale ou dans la Norme internationale à laquelle il est fait référence, ou de toutes opérations facultatives.