



Houille — Détermination de la capacité de rétention d'humidité

Hard coal — Determination of moisture-holding capacity

Première édition — 1975-11-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1018:1975](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fcf6249-15f7-42b3-bb37-76fb143f8da4/iso-1018-1975)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fcf6249-15f7-42b3-bb37-76fb143f8da4/iso-1018-1975>

CDU 662.66 : 543.812.2

Réf. n° : ISO 1018-1975 (F)

Descripteurs : charbon, analyse chimique, dosage, humidité, capacité de rétention.

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 1018 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 1018-1969 à laquelle elle est techniquement identique.

La Recommandation ISO/R 1018 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

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

Les Comités Membres des pays suivants avaient désapprouvé la Recommandation pour des raisons techniques :

Canada
Japon
U.S.A.

Les Comités Membres des pays suivants ont désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 1018 en Norme Internationale :

Japon
Tchécoslovaquie

Houille — Détermination de la capacité de rétention d'humidité

0 INTRODUCTION

La capacité de rétention d'humidité renseigne sur le rang des houilles et est employée dans leur classement pour corriger le pouvoir calorifique de l'échantillon sur la base humide, les matières minérales étant exclues. La capacité totale de rétention d'humidité est celle de la houille en équilibre avec une atmosphère saturée de vapeur d'eau. Étant donné les difficultés expérimentales insurmontables rencontrées avec une telle atmosphère, la détermination est effectuée à 96 % d'humidité relative.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de la capacité de rétention d'humidité de la houille.

2 RÉFÉRENCE

ISO 1988, *Charbons et lignites durs — Échantillonnage*.

3 PRINCIPE

La houille est amenée à l'équilibre avec une atmosphère à 96 % d'humidité relative à 30 °C, puis est séchée à masse constante à une température de 105 à 110 °C. Le conditionnement de la houille peut être effectué soit sous pression atmosphérique soit sous pression réduite. La capacité de rétention d'humidité est exprimée en pourcentage en masse de la houille conditionnée humide.

4 RÉACTIF

Pâte de sulfate de potassium. Ajouter suffisamment d'eau au sulfate de potassium pour obtenir une pâte.

5 APPAREILLAGE

5.1 Méthode sous pression atmosphérique

5.1.1 Récipient de conditionnement (voir figure 1). Récipient à double paroi, en feuille de cuivre, avec un couvercle, également à double paroi, formé de deux parties. Le récipient et son couvercle sont revêtus d'un manteau

isolant de caoutchouc mousse. Chaque moitié de couvercle est immobilisée par trois crampons placés à intervalles égaux, ou par l'addition d'un poids de 2 kg.

5.1.2 Moteur électrique, pouvant faire tourner l'hélice à deux pales à environ 1 500 tr/min.

5.1.3 Pompe, permettant de faire circuler de l'eau dans le récipient de conditionnement de façon à y maintenir une température de $30 \pm 0,1$ °C.

5.1.4 Vases à tarer, en verre ou en métal inoxydable, d'environ 50 mm de diamètre et 10 mm de profondeur, munis de couvercles s'ajustant parfaitement.

5.2 Méthode sous pression réduite

5.2.1 Récipient de conditionnement (voir figure 2). Un dessiccateur sous vide, lesté pour éviter qu'il ne flotte quand il est immergé dans l'eau. Le dessiccateur est muni d'un manomètre à mercure sous vide et d'un support en verre ou en métal inoxydable prévu pour soutenir les vases à tarer au-dessus du niveau de la pâte et disposé de façon à protéger les vases à tarer contre les projections dues à la mousse. Le volume de l'espace libre dans le récipient doit être réduit au minimum par le choix d'un récipient d'une forme convenable, par l'augmentation du volume de la pâte ou par l'adjonction d'une matière inerte, telle que perles de verre ou sable lavé.

5.2.2 Bain d'eau (voir figure 2), réglable par thermostat à une température de $30 \pm 0,1$ °C.

5.2.3 Vases à tarer, en verre ou en métal inoxydable, d'environ 22 mm de diamètre et 15 mm de profondeur. L'ajustement du couvercle sur le vase à tarer sera lâche et glissant.

5.3 Pour les deux méthodes

5.3.1 Pompe à vide.

5.3.2 Creuset filtrant ou entonnoir filtrant.

5.3.3 Fiole de filtration.

5.3.4 Appareillage pour la détermination de l'humidité,
par une méthode excluant l'oxydation du charbon.¹⁾

5.3.5 Papier filtre, d'environ 200 mm de diamètre.

6 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

Il est essentiel que le charbon soit fraîchement abattu et non altéré. S'il n'est pas possible d'examiner l'échantillon immédiatement, il doit être protégé contre l'oxydation par conservation sous l'eau.

Broyer l'échantillon pour passer au tamis de 0,2 mm selon la méthode spécifiée dans l'ISO 1988. La production d'une quantité trop grande de poussière doit être évitée.

7 MODE OPÉRATOIRE

7.1 Préparation de l'appareillage

7.1.1 Pour les deux méthodes

Remplir le récipient de conditionnement de pâte de sulfate de potassium jusqu'au niveau indiqué sur la figure 1 ou sur la figure 2.

7.1.2 Méthode sous pression atmosphérique

Relier le récipient de conditionnement à la pompe et faire circuler l'eau à un taux suffisant pour maintenir une température de $30 \pm 0,1$ °C dans le récipient.

7.1.3 Méthode sous pression réduite

Faire le vide dans le dessiccateur, à plusieurs reprises, jusqu'à cessation de formation de mousse. Pour diminuer toute formation ultérieure de mousse, le dessiccateur devra être gardé sous vide lorsqu'il n'est pas utilisé.

7.2 Traitement préalable de l'échantillon

Mettre environ 20 g d'échantillon, broyé pour passer au tamis de 0,2 mm, dans une fiole conique; ajouter environ 100 ml d'eau distillée, agiter à plusieurs reprises et filtrer sur le creuset ou l'entonnoir filtrant. Laver le charbon filtré avec deux ou trois portions successives de 25 ml d'eau distillée, en prenant soin que la surface du charbon ne soit pas séchée par une succion excessive. Enlever le charbon du filtre et l'étaler entre deux couches de papier filtre, chaque couche étant formée de huit feuilles de papier filtre. L'épaisseur de la couche de charbon ne devra pas être supérieure à 4 mm. Placer un poids d'environ 10 kg sur la couche supérieure de papier filtre; une partie importante de l'eau adhérent à la surface se trouvant ainsi éliminée. Après 10 min environ, enlever le poids et malaxer le charbon soigneusement à l'aide d'une spatule.

7.3 Conditionnement

7.3.1 Méthode sous pression atmosphérique

Peser le vase à tarer vide et son couvercle, puis étaler uniformément environ 2 g de charbon préalablement traité (voir 7.2) dans le vase à tarer. Placer le vase dans le récipient de conditionnement réglé à une température de $30 \pm 0,1$ °C, de façon qu'il soit au-dessous du niveau de l'orifice d'expulsion d'air. Remplacer les deux moitiés du couvercle et les fixer au moyen de crampons ou de poids. Mettre le moteur de l'hélice en marche et faire passer l'air durant une période de 3 à 6 h (voir 7.3.2, note 1). Arrêter le moteur, enlever le vase, et refixer le couvercle. Mettre le vase sur le plateau en métal d'une balance et peser rapidement avec une précision de 0,2 mg.

7.3.2 Méthode sous pression réduite

Peser le vase à tarer vide et son couvercle et étaler uniformément 1 g de charbon, préalablement traité (voir 7.2), dans le vase. Poser le couvercle, sans le fermer complètement, sur le vase chargé que l'on introduit dans le récipient de conditionnement. Mettre le couvercle du récipient de conditionnement en place et faire le vide sous une pression de 2 à 2,5 kPa. Placer le récipient dans le bain d'eau maintenu à une température de $30 \pm 0,1$ °C, et refaire le vide. La pression doit atteindre rapidement 4 kPa environ, qui est la pression de vapeur de la solution saturée de sulfate de potassium à 30 °C. Si la pression dépasse 4 kPa, la réduire par le vide sans déranger le récipient.

Après une période de 24 ± 2 h, le récipient se trouvant toujours dans le bain d'eau, ramener la pression à la pression atmosphérique en laissant entrer lentement de l'air sec à 30 °C. L'air admis suit un circuit comprenant un tube capillaire, une colonne chargée de perchlorate de magnésium anhydre (voir note 2), et un serpentin en cuivre immergé dans le bain d'eau et raccordé à l'entrée du récipient (voir figure 2). Pour éviter les variations d'humidité, il est essentiel de s'assurer qu'il n'y a aucune perturbation de l'atmosphère directement en contact avec le charbon conditionné. Cela peut être réalisé en ajustant la longueur et le diamètre du tube capillaire G (voir figure 2), de façon que le temps nécessaire pour ramener la pression à la pression atmosphérique soit d'environ 15 min. Retirer le récipient du bain d'eau, enlever le couvercle et placer immédiatement le vase muni de son couvercle sur une balance et peser rapidement avec une précision de 0,2 mg.

NOTES

1 La période de temps nécessaire pour que l'équilibre soit atteint dépendra du rang du charbon. Dans le cas d'un charbon «inconnu», on peut placer plusieurs échantillons de ce même charbon dans le récipient et déterminer sa capacité de rétention d'humidité après plusieurs conditionnements.

1) L'appareillage et le mode opératoire de la méthode B, décrite dans l'ISO 589, *Houille — Détermination de l'humidité totale*, conviennent; la description en est reproduite en annexe A.

2 Il convient de ne pas régénérer le perchlorate de magnésium à cause du risque d'explosion. Le perchlorate de magnésium usagé doit être jeté à l'évier et évacué au moyen d'un courant d'eau.

7.4 Détermination de l'humidité

Déterminer l'humidité de l'échantillon conditionné selon la méthode décrite en annexe A, en utilisant le vase dans lequel le charbon a été conditionné.

8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

La capacité de rétention d'humidité, CRH, de l'échantillon sous analyse, exprimée en pourcentage, est donnée par la formule

$$CRH = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

m_1 est la masse, en grammes, du vase à tarer et de son couvercle;

m_2 est la masse, en grammes, du charbon, du vase à tarer et de son couvercle après conditionnement;

m_3 est la masse, en grammes, du charbon séché, du vase à tarer et de son couvercle.

Le résultat, de préférence la moyenne de deux déterminations (voir chapitre 9), doit être exprimé comme suit :

Capacité de rétention d'humidité	Résultat exprimé à
Inférieure à 5 %	0,1 % près
5 % et plus	0,5 % près

9 FIDÉLITÉ DE LA MÉTHODE

Capacité de rétention d'humidité	Différences maximales acceptables entre les résultats	
	Répétabilité	Reproductibilité
	0,5 % en valeur absolue	1,2 % en valeur absolue

9.1 Répétabilité

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

9.2 Reproductibilité

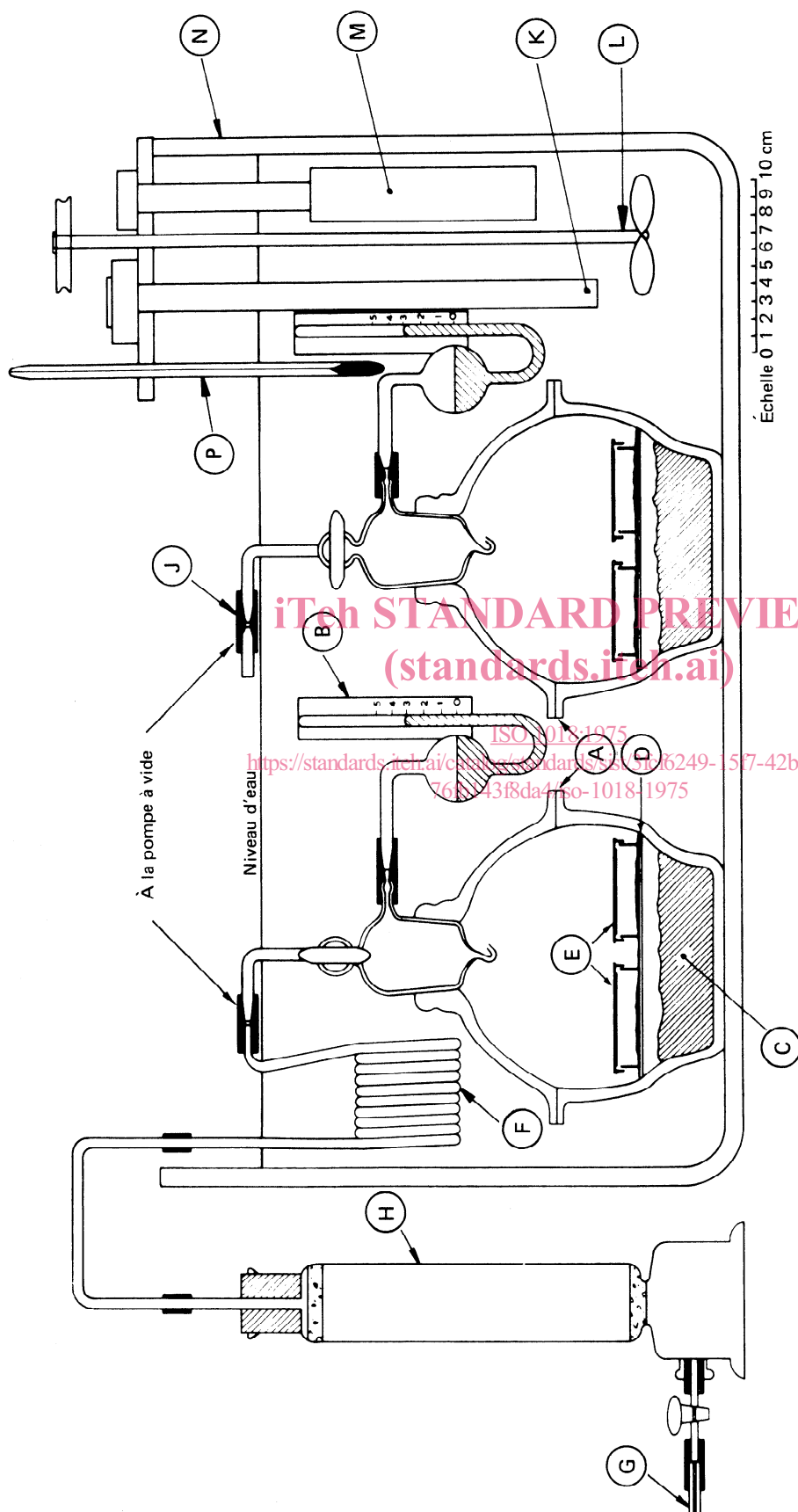
La moyenne des résultats de deux déterminations effectuées dans deux laboratoires différents, sur des prises d'essai représentatives prélevées sur le même échantillon pour analyse, ne doivent pas différer de plus de la valeur ci-dessus.

10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

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

- 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 facultatives.





- (A) Récipients sous pression réduite, lestés convenablement, à l'intérieur ou à l'extérieur, pour éviter qu'ils ne flottent
- (B) Manomètre à mercure
- (C) Pâte de sulfate de potassium et d'eau
- (D) Support, en verre ou en métal inoxydable, destiné à soutenir les échantillons et à les protéger contre la mousse provenant de la pâte de sulfate de potassium. Une deuxième plaque parallèle, placée en dessus de celle qui recouvre la pâte, évite l'encrassement du support des vases
- (E) Échantillons de houille contenus dans les supports en verre ou en métal inoxydable
- (F) Serpentin en cuivre
- (G) Tube capillaire de longueur et de diamètre convenables
- (H) Colonne garnie de perchlorate de magnésium frais
- (I) Obturation en caoutchouc et en verre
- (J) Régulateur de température
- (K) Agitateur
- (L) Élément de chauffage
- (M) Bain à parois en verre, de préférence
- (N) Thermomètre

FIGURE 2 — Appareillage pour la détermination de la capacité de rétention d'humidité des houilles (méthode sous pression réduite)

ANNEXE A

DÉTERMINATION DE L'HUMIDITÉ DANS LE CHARBON CONDITIONNÉ

A.1 RÉACTIFS

A.1.1 Azote, sec et contenant moins de 30 ppm d'oxygène (voir annexe B).

A.1.2 Déshydratant pour dessiccateur, gel de silice ou autres déshydratants, soit frais, soit fraîchement régénérés.

A.2 APPAREILLAGE

A.2.1 Étuve à azote, capable d'être maintenue à une température comprise entre 105 et 110 °C et disposée pour permettre le passage d'un courant d'azote sec, exempt d'oxygène, à une vitesse suffisante pour renouveler l'atmosphère quinze fois par heure.

A.2.2 Vases à tarer : Voir 5.1.4 ou 5.2.3.

A.3 MODE OPÉRATOIRE

Ôter le couvercle du vase à tarer et le placer dans le dessiccateur. Chauffer le vase découvert à l'étuve à une température comprise entre 105 et 110 °C jusqu'à masse constante. Remettre le couvercle sur le vase, refroidir ce dernier rapidement sur une plaque froide, puis l'introduire dans le dessiccateur durant une période inférieure à 10 min et peser avec une précision de 0,2 mg.

NOTE — Une période de chauffe de 1 h est normalement suffisante. Un changement inférieur à 1 mg durant une période de chauffe supplémentaire de 30 min exprime la constance de la masse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ANNEXE B

ÉQUIPEMENT POUR LA PURIFICATION DE L'AZOTE

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fcf6249-15f7-42b3-bb37-76fb143f8da4/iso-1018-1975>

B.1 Il est essentiel que l'azote employé pour la ventilation d'une étuve soit d'une certaine pureté, puisque la faible quantité d'oxygène résiduel, qui est présente dans l'azote commercial, peut causer l'oxydation et aboutir, de ce fait, à un résultat trop bas quand l'humidité est déterminée par perte de masse au séchage. Un bon équipement pour la purification de l'azote est donc nécessaire. Un tel équipement doit être capable de traiter au moins 600 ml par minute à la pression de quelques millibars. Il consiste en un tube de quartz de 500 mm de longueur et de 37 mm de diamètre intérieur, contenant 1,2 kg de fil de cuivre réduit. La source de gaz est une bouteille d'azote comprimé. Le tube de purification est chauffé dans un four convenable, qui entoure le tube sur une longueur de 380 mm et permet à une partie du remplissage de fil de cuivre d'émerger d'une longueur de 80 mm environ de l'extrémité de sortie, de façon à produire une chute de température du courant de gaz. Le cuivre réduit est chauffé à environ 500 °C. Les dernières traces d'oxygène sont retenues par la très grande surface du cuivre.

B.2 Au cas où il serait nécessaire de réduire de l'oxyde de cuivre éventuellement formé par la purification de l'azote, on y pourvoirait par un courant d'hydrogène passant dans le tube contenant le cuivre chauffé entre 450 et 500 °C. L'eau formée par la réduction est expulsée dans l'atmosphère. Avant son emploi, le tube doit être purgé à l'azote, le cuivre réduit est extrait du tube et la matière qui aurait pu s'agglomérer est concassée; puis le tube est rempli de nouveau. Cela supprime tout évidage.

B.3 Finalement, passer l'azote purifié à travers une couche de perchlorate de magnésium qui lui enlève ses dernières traces d'humidité.

B.4 En l'absence d'un équipement pour la purification de l'azote, on peut aussi employer de l'azote commercial, à condition qu'il contienne moins de 30 ppm d'oxygène.