
**Charbons bruns et lignites —
Détermination du rendement en
extrait de benzène soluble — Méthode
semi-automatique**

*Brown coals and lignites — Determination of yield of benzene-soluble
extract — Semi-automatic method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 975:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37838f02-b690-4da2-8ff9-93ee15536225/iso-975-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37838f02-b690-4da2-8ff9-93ee15536225/iso-975-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 975:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37838f02-b690-4da2-8ff9-93ee15536225/iso-975-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactif	1
5 Appareillage	1
6 Réglage préalable de l'appareil	2
6.1 Réglage de la température d'extraction.....	2
6.2 Sélection des durées d'extraction, de rinçage et d'évaporation.....	2
6.3 Mode opératoire.....	2
7 Expression des résultats	3
8 Fidélité de la méthode	3
8.1 Limite de répétabilité.....	3
8.2 Différence critique de reproductibilité.....	4
9 Rapport d'essai	4

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 975:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37838f02-b690-4da2-8ff9-93ee15536225/iso-975-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37838f02-b690-4da2-8ff9-93ee15536225/iso-975-2013>

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 975 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*, sous-comité SC 5, *Méthodes d'analyse*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 975:2000), qui a fait l'objet d'une révision technique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 975:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37838f02-b690-4da2-8ff9-93ee15536225/iso-975-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37838f02-b690-4da2-8ff9-93ee15536225/iso-975-2013>

Introduction

La détermination du rendement en extrait soluble dans le benzène est effectuée au moyen d'un appareil semi-automatique: un système associant extraction, rinçage et évaporation. Tant que l'échantillon est placé dans la chambre d'extraction de l'appareil, l'essai peut être effectué automatiquement.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 975:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37838f02-b690-4da2-8ff9-93ee15536225/iso-975-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37838f02-b690-4da2-8ff9-93ee15536225/iso-975-2013>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 975:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/37838f02-b690-4da2-8ff9-93ee15536225/iso-975-2013>

Charbons bruns et lignites — Détermination du rendement en extrait de benzène soluble — Méthode semi-automatique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une méthode semi-automatique de détermination du rendement en extrait soluble dans le benzène des charbons bruns et lignites.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 5068-2, *Charbons bruns et lignites — Détermination de l'humidité — Partie 2: Méthode gravimétrique indirecte pour l'humidité de l'échantillon d'analyse*

3 Principe

Une prise d'essai de charbon brun ou de lignite est soumise à une extraction au benzène dans un appareil d'extraction semi-automatique. Le solvant est ensuite retiré par évaporation et le résidu soluble séché jusqu'à obtention d'une masse constante. Le pourcentage d'extrait soluble dans le benzène est calculé à partir de la masse du résidu après séchage et est rapporté sur la base de la matière sèche.

4 Réactif

4.1 Benzène, réactif de qualité analytique, $\rho_{20} = 0,876$ g/ml, présentant un intervalle de distillation compris entre 80 °C et 81 °C. Au moins 95 % du benzène doit pouvoir être distillé dans cet intervalle.

AVERTISSEMENT — Le benzène est inflammable et toxique lorsqu'il est inhalé, ingéré ou absorbé de manière cutanée. L'essai doit être effectué sous une hotte et la récupération du benzène doit être aussi complète que possible.

5 Appareillage

5.1 Appareil d'extraction semi-automatique, contenant principalement deux unités: le dispositif d'extraction-évaporation continues et le régulateur. Le dispositif d'extraction-évaporation continues comprend un erlenmeyer de 100 ml, une chambre d'extraction et un réfrigérant. La chambre d'extraction mesure 180 mm de long, présente un diamètre interne de 30 mm et comprend une paroi à double enveloppe à travers laquelle l'eau du bain circule afin de maintenir la température d'extraction dans l'ensemble de la chambre d'extraction.

5.2 Cartouche pour extraction, 25 mm × 80 mm. La cellulose ou les autres cartouches peuvent être achetées ou fabriquées comme suit.

Découper le papier filtre en morceaux de 75 mm × 75 mm et de 25 mm × 25 mm. Humidifier un gros morceau du papier filtre avec de l'eau distillée et l'enrouler fermement autour de la paroi externe d'un tube à essai de 25 mm de diamètre présentant un petit trou percé en son fond. Humidifier ensuite un petit morceau de papier filtre et l'enrouler autour du fond. Enrouler ensuite alternativement trois gros morceaux

et deux petits morceaux autour du tube à essai. Retirer la cartouche humide ainsi formée en soufflant par l'ouverture du tube à essai et la faire sécher à l'air libre ou dans une étuve à une température de 100 °C.

5.3 Étuve à air, en mesure de maintenir une température comprise entre 105 °C et 110 °C, ou **étuve à vide**, chauffée électriquement, dans laquelle peuvent être maintenues une température de 80 °C ± 2 °C et une pression d'environ 50 kPa.

5.4 Balance analytique, exacte à 0,1 mg.

6 Réglage préalable de l'appareil

6.1 Réglage de la température d'extraction

Placer une cartouche pour extraction avec environ 2 g d'échantillon de charbon dans la chambre d'extraction. Ajouter 60 ml à 70 ml de benzène dans l'erlenmeyer. Raccorder l'erlenmeyer à la chambre d'extraction. Brancher l'alimentation électrique et appuyer sur le bouton programme. Le dispositif d'extraction-évaporation sera ensuite progressivement abaissé jusqu'à ce que l'erlenmeyer soit immergé dans le bain d'eau et que ce dernier commence à chauffer. Lorsque la première goutte de benzène condensé retombe du réfrigérant, régler la température du bain d'eau de sorte à obtenir une vitesse de condensation d'environ 4 ml/min à 5 ml/min et de manière que l'échantillon soit complètement immergé dans le benzène dans la cartouche. Enregistrer la température et ajuster la position du régulateur de température. Il convient de réajuster cette température en fonction des changements de température ambiante.

6.2 Sélection des durées d'extraction, de rinçage et d'évaporation

En général, les durées appropriées des trois étapes susmentionnées sont respectivement de 180 min, 10 min et 50 min. Elles peuvent être facilement réglées au moyen des minuteurs correspondants. En cas de teneur élevée en constituants solubles dans le benzène dans l'échantillon ou de pression barométrique excessivement basse, etc., il peut être nécessaire de réajuster la durée d'extraction afin de garantir le résultat final correct de l'extraction, lequel devra être jugé au caractère incolore des dernières gouttes de la solution d'extraction.

6.3 Mode opératoire

Peser, à 0,2 mg près, environ 2 g d'échantillon d'essai pour analyse générale, transférer dans la cartouche pour d'extraction (5.2) et couvrir avec un coton absorbant fermement accolé à la paroi de la cartouche.

Placer la cartouche pour extraction avec l'échantillon dans la chambre d'extraction (5.1).

Ajouter 60 ml à 70 ml de benzène dans un erlenmeyer préalablement séché et pesé avec exactitude.

Assembler l'appareil.

Brancher l'alimentation électrique. Appuyer sur le bouton programme. L'appareil effectuera alors automatiquement l'expérience conformément à la séquence suivante:

Le dispositif d'extraction-évaporation est abaissé jusqu'à ce que l'erlenmeyer soit immergé dans le bain d'eau, comme pour le réglage préalable, et jusqu'à ce que le réfrigérant se trouve dans une position inclinée permettant le reflux. Le chauffage du bain d'eau est débuté simultanément.

Lorsque la température d'extraction préalablement établie est atteinte, la pompe commence à faire circuler l'eau chaude entre le bain et la paroi à double enveloppe de la chambre d'extraction. La vapeur de benzène provenant du ballon passe à travers la chambre d'extraction et atteint le réfrigérant, où elle est ensuite condensée avant de retomber sur la cartouche. L'étape d'extraction commence alors.

Après 180 min, ou une autre durée établie, la pompe s'arrête et l'extraction est terminée. L'eau chaude gagne le bain. La température de la chambre d'extraction chute jusqu'à atteindre une température à laquelle la vapeur de benzène ne peut qu'atteindre la chambre d'extraction et se condenser dans cette

dernière. Cela permet de rincer la paroi du ballon, sur laquelle l'extrait soluble dans le benzène était adsorbé grâce au benzène condensé. Il s'agit là de l'étape de rinçage.

Après 10 min, le rinçage est terminé. Le réfrigérant passe automatiquement dans une position inversée permettant la distillation. La pompe se remet en route afin de faire à nouveau circuler l'eau chaude. La vapeur de benzène se condense dans le réfrigérant et circule jusqu'au récipient. L'étape d'évaporation débute alors.

Une fois la durée d'évaporation (50 min) écoulée, le système d'extraction-évaporation est relevé jusqu'à sa position d'origine, permettant ainsi de retirer l'erlenmeyer de la chambre d'extraction. Le programme est alors terminé.

Détacher l'erlenmeyer avec le résidu soluble. Le sécher dans l'étuve à air (5.3) maintenue à une température comprise entre 105 °C et 110 °C ou dans l'étuve à vide maintenue à une température de 80 °C ± 2 °C et à environ 50 kPa jusqu'à obtention d'une masse constante.

NOTE La masse est jugée constante lorsque la différence de masse entre deux séchages successifs ne dépasse pas 0,001 g.

Déterminer le taux d'humidité sur une prise d'essai différente grâce à la méthode spécifiée dans l'ISO 5068-2.

7 Expression des résultats

Le rendement en extrait soluble dans le benzène, $w_{E,ad}$, dans l'échantillon d'essai pour analyse générale, exprimé en pourcentage massique, est donné par la formule:

$$w_{E,ad} = \frac{m_1 \times 100}{m_2}$$

où

m_1 est la masse, en grammes, de l'extrait soluble dans le benzène;

m_2 est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Le rendement, exprimé sur la base de la matière sèche, est donné par la formule:

$$w_{E,d} = \frac{100}{100 - w_M} \times w_{E,ad}$$

où

w_M est la fraction massique d'humidité, en pourcent, de l'échantillon d'essai pour analyse générale.

Le résultat (la moyenne de plusieurs déterminations, voir 8.1) doit être rapporté sur la base de la matière sèche à 0,1 % près.

8 Fidélité de la méthode

8.1 Limite de répétabilité

Il convient que les résultats des différentes déterminations, effectuées à différents moments dans un court intervalle, dans le même laboratoire, par le même opérateur, avec le même appareillage, sur deux prises d'essai représentatives prélevées à partir du même échantillon pour analyse, ne diffèrent pas de plus des valeurs figurant dans le [Tableau 1](#).