
Charbons bruns et lignites — Dosage des acides humiques

Brown coals and lignites — Determination of humic acids

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5073:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27cd44ce-b264-480b-851d-2cfb0e99f8eb/iso-5073-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27cd44ce-b264-480b-851d-2cfb0e99f8eb/iso-5073-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 5073:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27cd44ce-b264-480b-851d-2cfb0e99f8eb/iso-5073-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27cd44ce-b264-480b-851d-2cfb0e99f8eb/iso-5073-2013>



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 Termes et définitions	1
4 Principe	1
4.1 Acides humiques totaux.....	1
4.2 Acide humique libre.....	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Extraction des acides humiques totaux.....	3
8.2 Extraction de l'acide humique libre.....	3
8.3 Dosage des acides humiques dans les extraits.....	3
9 Expression des résultats	4
10 Fidélité de la méthode – Limite de répétabilité	5
11 Rapport d'essai	5
Annexe A (normative) Détermination du rapport de la teneur en carbone des acides humiques des charbons bruns et lignites	6

ISO 5073:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27cd44ce-b264-480b-851d-2cfb0e99f8eb/iso-5073-2013>

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 5073 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*, sous-comité SC 5, *Méthodes d'analyse*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 5073:1999), dont elle constitue une révision mineure.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27cd44ce-b264-480b-851d-2cfb0e99f8eb/iso-5073-2013>

Introduction

Dans la présente Norme internationale, les acides humiques sont dosés par la méthode volumétrique avec titrage des extraits.

L'essai est empirique et, afin de garantir l'exploitabilité des résultats, il est essentiel que la composition de la solution d'extraction, la température et la durée d'extraction soient attentivement contrôlées. Il a été prouvé que la valeur 0,59, qui constitue le rapport moyen de la teneur en carbone des acides humiques pour beaucoup de charbons bruns et lignites, est applicable. Il est également possible d'utiliser une autre valeur, prédéterminée, comme décrit dans l'[Annexe A](#), et applicable dans différents pays ou lieux.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 5073:2013](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27cd44ce-b264-480b-851d-2cfb0e99f8eb/iso-5073-2013>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5073:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/27cd44ce-b264-480b-851d-2cfb0e99f8eb/iso-5073-2013>

Charbons bruns et lignites — Dosage des acides humiques

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit les méthodes volumétriques pour le dosage

- a) des acides humiques totaux, et
 - b) de l'acide humique libre,
- des charbons bruns et lignites.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont 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 1171, *Combustibles minéraux solides — Détermination des cendres*

ISO 1213-2, *Combustibles minéraux solides — Vocabulaire — Partie 2: Termes relatifs à l'échantillonnage, l'essai et l'analyse*

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

ISO 5069-2, *Charbons bruns et lignites — Principes d'échantillonnage — Partie 2: Préparation des échantillons pour la détermination de l'humidité et pour l'analyse générale*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 1213-2, ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

acides humiques

groupe de composés complexes organiques amorphes, de masse moléculaire relativement élevée, qui se présentent sous la forme d'acides libres et de sels métalliques (humates)

3.2

acides humiques totaux

acides humiques extraits par une solution alcaline de pyrophosphate de sodium

3.3

acide humique libre

acide humique extrait par une solution d'hydroxyde de sodium

4 Principe

4.1 Acides humiques totaux

L'extraction d'un échantillon pour analyse de charbon est effectuée au moyen d'une solution alcaline de pyrophosphate de sodium. Le carbone présent dans les extraits d'acides humiques est oxydé avec du

dichromate de potassium, après quoi est effectué un titrage de l'excès de dichromate avec une solution titrée de sulfate ferreux d'ammonium.

4.2 Acide humique libre

L'extraction d'un échantillon pour analyse de charbon est effectuée au moyen d'une solution d'hydroxyde de sodium. Le carbone présent dans les extraits d'acides humiques est oxydé avec du dichromate de potassium, après quoi est effectué un titrage de l'excès de dichromate avec une solution titrée de sulfate ferreux d'ammonium.

5 Réactifs

5.1 Solution alcaline d'extraction de pyrophosphate de sodium.

Dissoudre 15 g de pyrophosphate de sodium cristallin ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) et 7 g d'hydroxyde de sodium dans 1 000 ml d'eau.

5.2 Solution d'hydroxyde de sodium.

Dissoudre 10 g d'hydroxyde de sodium dans 1 l d'eau.

5.3 Solution titrée de dichromate de potassium, $c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 4,903 6 g de dichromate de potassium, préalablement séché à 130 °C, dans de l'eau. Transvaser dans une fiole jaugée de 1 l et compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau.

5.4 Solution oxydante de dichromate de potassium, $c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,4 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 20 g de dichromate de potassium dans 1 l d'eau.

5.5 Solution de titrage de sulfate ferreux d'ammonium, $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] = 0,1 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 40 g de sulfate ferreux d'ammonium dans 1 l d'eau. Ajouter 20 ml d'acide sulfurique concentré. Conserver dans une bouteille ambrée.

Titrer la solution de titrage de sulfate ferreux d'ammonium avec la solution titrée de dichromate de potassium $c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0,1 \text{ mol/l}$ (5.3) pour chaque lot d'échantillons à analyser.

Introduire à l'aide d'une pipette 25 ml de solution titrée de dichromate de potassium (5.3) dans un erlenmeyer de 300 ml. Ajouter 70 ml à 80 ml d'eau. Ajouter prudemment 10 ml d'acide sulfurique concentré et 3 gouttes d'indicateur de 1,10-phénanthroline. Après refroidissement, effectuer un titrage à l'aide de la solution titrée de sulfate ferreux d'ammonium jusqu'à l'obtention d'une couleur rouge.

Calculer la concentration, en moles par litre, de la solution de sulfate ferreux d'ammonium, comme suit:

$$c = 0,1 \times 25/V$$

où

c représente la concentration, exprimée en moles par litre, de la solution de sulfate ferreux d'ammonium;

V représente le volume de la solution ferreux d'ammonium requis pour le titrage.

5.6 Indicateur de 1,10-phénanthroline.

Dissoudre 1,5 g de 1,10-phénanthroline et 1 g de sulfate ferreux d'ammonium dans 100 ml d'eau. Conserver dans une bouteille ambrée.

5.7 Acide sulfurique, concentré, $\rho_{20} = 1,84$ g/ml.

6 Appareillage

6.1 Bain d'eau, thermostatique à (100 ± 1) °C, présentant au moins quatre orifices.

6.2 Balance, d'une exactitude de 0,1 mg.

7 Échantillonnage

Préparer l'échantillon pour le dosage des acides humiques conformément à l'ISO 5069-2.

Pour le calcul par rapport à une base sèche, le taux d'humidité de l'échantillon pour analyse doit être déterminé conformément à l'ISO 5068-2.

8 Mode opératoire

8.1 Extraction des acides humiques totaux

Peser $(0,2 \pm 0,000 2)$ g d'échantillon pour analyse dans un erlenmeyer. Ajouter 150 ml de solution alcaline d'extraction de pyrophosphate de sodium (5.1) et mélanger jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement mouillé. Placer un petit entonnoir sur l'erlenmeyer et chauffer l'ensemble dans le bain d'eau bouillante (6.1) pendant 2 h, en agitant fréquemment afin de garantir la précipitation des matières insolubles.

Retirer l'erlenmeyer du bain d'eau. Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante et transvaser quantitativement en utilisant de l'eau l'extrait et le résidu dans une fiole jaugée de 200 ml. Compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau et agiter afin de garantir un mélange intime.

Déterminer les acides humiques totaux ($w_{HA,t}$) extraits par la solution alcaline de pyrophosphate de sodium comme spécifié en 8.3.

8.2 Extraction de l'acide humique libre

Peser $(0,2 \pm 0,000 2)$ g d'échantillon pour analyse dans un erlenmeyer. Ajouter 150 ml de solution d'extraction d'hydroxyde de sodium (5.2) et mélanger jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement mouillé. Placer un petit entonnoir sur l'erlenmeyer et chauffer l'ensemble dans le bain d'eau bouillante (6.1) pendant 2 h, en agitant fréquemment afin de garantir un mélange intime.

Retirer l'erlenmeyer du bain d'eau. Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante et transvaser quantitativement en utilisant de l'eau l'extrait et le résidu dans une fiole jaugée de 200 ml. Compléter jusqu'au trait de jauge avec de l'eau et agiter afin de garantir un mélange intime.

Doser l'acide humique libre ($w_{HA,f}$) extrait par l'hydroxyde de sodium comme spécifié en 8.3.

8.3 Dosage des acides humiques dans les extraits

8.3.1 Oxydation des extraits

Introduire à l'aide d'une pipette 5 ml d'extrait clarifié ou filtré à sec dans un erlenmeyer de 250 ml à 300 ml. Introduire à l'aide d'une pipette 5 ml de solution oxydante de dichromate de potassium (5.4) dans l'erlenmeyer. Ajouter prudemment 15 ml d'acide sulfurique concentré (5.7). Placer dans le bain