

NORME INTERNATIONALE 1928

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

Combustibles minéraux solides — Détermination du pouvoir calorifique supérieur selon la méthode à la bombe calorimétrique, et calcul du pouvoir calorifique inférieur

Solid mineral fuels — Determination of gross calorific value by the calorimeter bomb method, and calculation of net calorific value

Première édition — 1976-12-01 standards.iteh.ai

[ISO 1928:1976](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/121846ec-421d-464b-9d98-f10a25a01a42/iso-1928-1976)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/121846ec-421d-464b-9d98-f10a25a01a42/iso-1928-1976>

CDU 662.62 : 536.662

Réf. n° : ISO 1928-1976 (F)

Descripteurs : combustible solide, charbon, coke, essai, mesurage.

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 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; ces documents sont en cours de transformation en Normes internationales. Compte tenu de cette procédure, le comité technique ISO/TC 27, *Combustibles minéraux solides*, après examen, est d'avis que la Recommandation ISO/R 1928-1971 peut, du point de vue technique, être transformée. La présente Norme internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 1928-1971 à laquelle elle est techniquement identique.

Les comités membres des pays suivants avaient approuvé la Recommandation ISO/R 1928 :

Afrique du Sud, Rép. d'	France	Suisse
Australie	Grèce	Tchécoslovaquie
Belgique	Iran	Thaïlande
Canada	Pays-Bas	Turquie
Chili	Portugal	U.R.S.S.
Danemark	Roumanie	U.S.A.
Égypte, Rép. arabe d'	Royaume-Uni	Yougoslavie
Espagne	Suède	

Les comités membres des pays suivants l'avaient désapprouvée pour des raisons techniques :

Allemagne
Pologne*

- * Ultérieurement, ce comité membre l'a approuvée.

Le comité membre du pays suivant a désapprouvé la transformation de la Recommandation en Norme internationale :

Tchécoslovaquie

SOMMAIRE

Page

1	Objet et domaine d'application	1
2	Références	1
3	Unités	1
4	Définitions	1
5	Principe	2
6	Réactifs	2
7	Appareillage	2
8	Échantillon	4
9	Mode opératoire	4
10	Corrections	6
11	Expression des résultats	7
12	Fidélité de la méthode	7
13	Calcul du pouvoir calorifique inférieur	8
Annexes		
A	Détermination de la capacité calorifique effective du calorimètre	9
B	Exemples illustrant une méthode de calcul des résultats	10
C	Calculs supplémentaires	13

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/121846ec-421d-464b-9d98-f10a25a01a42/iso-1928-1976>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1928:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/121846ec-421d-464b-9d98-f10a25a01a42/iso-1928-1976>

Combustibles minéraux solides – Détermination du pouvoir calorifique supérieur selon la méthode à la bombe calorimétrique, et calcul du pouvoir calorifique inférieur

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination du pouvoir calorifique supérieur à volume constant d'un combustible solide dans une bombe calorimétrique adiabatique, isothermique ou statique.

Le résultat obtenu selon cette méthode est le pouvoir calorifique supérieur à volume constant de l'échantillon pour analyse, l'eau des produits de la combustion étant condensée en liquide à la température du calorimètre. Dans la pratique, le combustible est brûlé à une pression (atmosphérique) constante et l'eau n'est pas condensée, mais éliminée, sous forme de vapeur, avec les gaz de dégagement. Dans ces conditions, la chaleur de combustion qui apparaît est le pouvoir calorifique inférieur à pression constante du combustible. Le pouvoir calorifique inférieur à volume constant peut également être utilisé; les formules permettant de calculer ces deux valeurs sont données.

2 RÉFÉRENCES

ISO 331, *Charbon – Détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse – Méthode gravimétrique directe.*

ISO 348, *Houille – Détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse – Méthode volumétrique directe.*

ISO 609, *Charbon et coke – Dosage du carbone et de l'hydrogène – Méthode par combustion à haute température.*

ISO 625, *Charbon et coke – Dosage du carbone et de l'hydrogène – Méthode de Liebig.*

ISO 687, *Coke – Détermination de l'humidité de l'échantillon pour analyse.*

ISO 1170, *Charbon et coke – Calculs pour les analyses par rapport à différentes bases.*

3 UNITÉS

3.1 Unité de chaleur : Le joule (J).

$$1 \text{ J} = 1 \text{ newton mètre (N}\cdot\text{m)}$$

$$= 1 \times 10^7 \text{ ergs}$$

$$= 0,238 \ 846 \text{ calories de la Table Internationale (cal}_{T_1})$$

$$(1 \text{ cal}_{T_1} = 4,186 \ 8 \text{ J})$$

3.2 Unité de température : Le kelvin (K).

Un intervalle de température de 1 K est égal à un intervalle de température de 1 °C.

La température de référence internationale de thermo-chimie de 25 °C est utilisée comme température de référence pour le pouvoir calorifique, bien que le pouvoir calorifique du charbon ou du coke dépende très peu de la température [environ 1 J/g·K].

4 DÉFINITIONS

Dans le cadre de la présente Norme Internationale, les définitions suivantes sont applicables.

4.1 pouvoir calorifique supérieur à volume constant : Nombre d'unités de chaleur mesurée, dégagée par la combustion de l'unité de masse de combustible solide, dans une atmosphère d'oxygène, à l'intérieur d'une bombe calorimétrique, dans des conditions normalisées; les produits résiduels sont présumés être formés de gaz d'oxygène, de dioxyde de carbone, de dioxyde de soufre et d'azote, d'eau liquide en équilibre avec sa vapeur et saturée de dioxyde de carbone, et de cendres solides.

4.2 pouvoir calorifique inférieur à volume constant : Nombre d'unités de chaleur qui se dégagerait si une unité de masse du combustible était brûlée dans une atmosphère d'oxygène, dans des conditions de volume constant, les produits résiduels étant présumés être de l'oxygène, du dioxyde de carbone, du dioxyde de soufre, de l'azote, de la vapeur d'eau et des cendres, tous à 25 °C.

4.3 pouvoir calorifique inférieur à pression constante : Nombre d'unités de chaleur qui se dégagerait si une unité de masse du combustible était brûlée dans une atmosphère d'oxygène, dans des conditions de pression constante, les produits résiduels étant présumés être de l'oxygène, du dioxyde de carbone, du dioxyde de soufre, de l'azote, de la vapeur d'eau et des cendres, tous à 25 °C.

4.4 capacité calorifique effective de l'appareillage : Chaleur nécessaire pour provoquer l'élévation de la température d'une unité dans le vase calorimétrique, dans les conditions d'une détermination calorimétrique.

5 PRINCIPE

5.1 Pouvoir calorifique supérieur

Une fraction pesée de l'échantillon de combustible solide est brûlée en atmosphère d'oxygène dans une bombe calorimétrique, dans des conditions normalisées. Le pouvoir calorifique supérieur est calculé d'après l'élévation de la température de l'eau dans le vase calorimétrique et la capacité calorifique effective moyenne de l'appareillage. Il est tenu compte de la chaleur diffusée par le fusible d'allumage, des corrections de thermochimie et, s'il y a lieu, des pertes de chaleur transmises du calorimètre à la chemise d'eau.

5.2 Pouvoir calorifique inférieur

Le pouvoir calorifique inférieur à volume constant et le pouvoir calorifique inférieur à pression constante d'un combustible sont obtenus par calcul, d'après le pouvoir calorifique supérieur à volume constant déterminé sur l'échantillon pour analyse. Le calcul du pouvoir calorifique inférieur à volume constant exige la connaissance du taux d'humidité et de la teneur en hydrogène de l'échantillon pour analyse; le calcul du pouvoir calorifique inférieur à pression constante exige, en plus, la connaissance de la teneur en oxygène de l'échantillon pour analyse.

6 RÉACTIFS

6.1 Oxygène, à une pression permettant le remplissage de la bombe à 3 MPa* et exempt de matières combustibles (l'oxygène obtenu par procédé électrolytique peut contenir jusqu'à 4 % d'hydrogène et, par conséquent, ne convient pas ici).

6.2 Fusible

Fil d'allumage : nickel-chrome de diamètre 0,16 à 0,20 mm, ou platine de diamètre 0,06 à 0,10 mm.

Coton : coton de cellulose blanc.

6.3 Pâte, de ciment à l'aluminosilicate fondu, passant au tamis d'ouverture de maille 63 µm et pouvant être utilisé à des températures allant jusqu'à 1 400 °C, mélangé avec de l'eau.

6.4 Oxyde d'aluminium, fondu, de qualité analytique reconnue, passant au tamis d'essai d'ouverture de maille 180 µm et étant retenu par un tamis d'essai d'ouverture de maille 106 µm.

6.5 Solutions titrées

6.5.1 Hydroxyde de baryum, solution 0,1 N.

6.5.2 Carbonate de sodium, solution 0,1 N.

6.5.3 Hydroxyde de sodium, solution 0,1 N.

6.5.4 Acide chlorhydrique, solution 0,1 N.

6.6 Indicateurs colorés

6.6.1 Méthylorange, solution à 1 g/l.

Dissoudre 0,25 g de méthylorange et 0,15 g de xylène cyanol FF dans 50 ml d'éthanol à 95 % (V/V), et compléter à 250 ml avec de l'eau.

6.6.2 Phénolphtaléine, solution à 10 g/l.

Dissoudre 2,5 g de phénolphthaléine dans 250 ml d'éthanol à 95 % (V/V).

6.7 Acide benzoïque, étalon thermochimique certifié par un organisme national d'essais.

L'acide benzoïque doit être utilisé dans la condition où il est certifié. Le séchage, ou tout traitement autre que la mise en forme de pastilles, ne doit pas être effectué.

La chaleur de combustion de l'acide benzoïque inscrite sur le certificat pour les conditions d'emploi doit être adoptée pour calculer la capacité calorifique effective du vase calorimétrique.

7 APPAREILLAGE

7.1 Bombe, pouvant résister en toute sécurité aux pressions apparaissant pendant la combustion. Sa construction doit permettre une récupération totale de tous les produits liquides. Les matériaux utilisés pour sa construction doivent résister à la corrosion par les acides qui se dégagent lors de la combustion du charbon ou du coke.

NOTE — Les différentes parties de la bombe doivent être vérifiées régulièrement, du point de vue de l'usure et de la corrosion; les filetages de la fermeture principale doivent être l'objet d'une attention toute particulière.

7.2 Vase calorimétrique, en métal, très poli à l'extérieur et pouvant contenir suffisamment d'eau pour recouvrir complètement la surface supérieure plane de la bombe lorsque l'eau est brassée.

7.3 Agitateur, mû par un moteur à vitesse constante. L'axe de l'agitateur doit comporter un joint isolant au-dessous du couvercle de la chemise d'eau, de manière à réduire la transmission de chaleur soit en provenance du système, soit en sens inverse. Si un couvercle est utilisé pour le vase calorimétrique, le joint isolant doit se trouver au-dessus de ce couvercle.

NOTE — Pour les bombes calorimétriques isothermiques et statiques, le rythme de brassage doit être tel que, lors de la détermination de la capacité calorifique effective faisant intervenir l'usage d'acide benzoïque (voir annexe A), la durée de la période principale (voir 9.2) ne dépasse pas 10 min.

* 1 MPa = 1 MN/m²

7.4 Chemise d'eau, pouvant être du type adiabatique, isothermique ou statique, et contenant le vase calorimétrique avec un vide d'air de 10 mm environ entre le vase et la chemise d'eau.

La chemise d'eau adiabatique doit comporter des chauffe-eau à électrode ou à immersion, capables de fournir de l'énergie à un taux suffisant pour maintenir la température de l'eau dans la chemise, dans les limites de 0,1 K, à la température du vase calorimétrique après l'allumage. Lorsque celle-ci est en équilibre à 25 °C, l'écart de température du vase calorimétrique ne doit pas dépasser 0,000 5 K/min.

La chemise d'eau isothermique doit être munie d'un dispositif permettant de maintenir une température constante à $\pm 0,1$ K.

La capacité calorifique de la chemise d'eau statique doit être suffisamment importante pour restreindre les variations de température de l'eau qu'elle contient. Pendant l'intervalle de temps compris entre l'allumage et l'issue de la période finale, ou durant une période de 15 min, selon la période de temps la plus longue, l'élévation de la température de l'eau dans la chemise doit être inférieure à 0,16 K pour une constante de refroidissement, d , de 0,002 0 (voir 10.2); pour une constante de refroidissement, d , de 0,003 0, l'élévation de la température doit être inférieure à 0,11 K.

NOTE — Dans le cas d'une chemise métallique calorifugée, cette condition peut être réalisée en prévoyant une capacité de 12,5 l au moins, contenus dans une chemise large et annulaire.

7.5 Appareil de mesurage de la température, permettant d'apprécier les températures avec une précision de 0,002 K après correction, et tel que des intervalles de température de 2 à 3 K puissent être déterminés avec une précision de 0,004 K. Il doit être étalonné, par rapport à un étalon connu, par un laboratoire national de contrôle et d'essais, à des intervalles égaux ou inférieurs à 0,5 K sur l'intervalle de mesure utilisé, ou sur toute l'échelle graduée pour les thermomètres à dilation de mercure dans une gaine en verre.

Les types de thermomètre suivants conviennent :

- a) thermomètres comprenant une résistance en platine, un pont de résistance et un galvanomètre;
- b) thermomètres à dilation de mercure dans une gaine en verre, conformes à l'ISO 651, l'ISO 652, l'ISO/R 1770 ou l'ISO/R 1771.

Un viseur avec un grossissement de 5 X est nécessaire pour lire la température avec la précision requise.

Un vibreur mécanique destiné à frapper doucement le thermomètre durant une période de 10 s environ avant la lecture de la température est souhaitable, afin d'éviter l'adhérence de la colonne de mercure; si ce n'est pas réalisable, le thermomètre doit être frappé manuellement, par exemple avec un crayon.

7.6 Creuset, en silice, nickel-chrome ou platine.

Pour le charbon, le creuset doit être à fond plat, de profondeur inférieure à 20 mm et de diamètre 25 mm environ. Les creusets en silice doivent avoir une épaisseur de 1,5 mm environ, et les creusets en métal de 0,5 mm environ. L'utilisation d'un creuset peu profond en feuille de nickel-chrome, d'épaisseur 0,25 mm environ, est recommandée pour réaliser les essais avec des charbons à taux élevé de cendres, afin de réduire les erreurs résultant d'une combustion incomplète.

Pour le coke, le creuset en nickel-chrome, tel qu'il est décrit pour le charbon, doit être recouvert de la pâte de ciment à l'aluminosilicate fondu (6.3). Après séchage entre 50 et 60 °C, l'excès de pâte doit être gratté afin d'obtenir un revêtement lisse d'épaisseur 1,5 mm environ; le creuset doit alors être incinéré à 1 000 °C durant 2 h. Avant l'emploi, 0,3 g de l'oxyde d'aluminium (6.4) doit être étalé sur le fond du creuset recouvert et tassé à l'aide de l'extrémité aplatie d'une tige métallique.

Pour l'acide benzoïque, il est possible d'utiliser l'un des creusets en nickel-chrome décrits pour le charbon. Si des traces de carbone non brûlé apparaissent, il est possible d'utiliser un creuset plus petit en nickel-chrome ayant, par exemple, une épaisseur de 0,25 mm, un diamètre de 15 mm et une profondeur de 7 mm.

7.7 Circuit d'allumage.

L'énergie électrique doit être de 6 à 12 V, en courant alternatif si elle est fournie par un transformateur-dévolteur, ou en courant continu si elle est fournie par des batteries. Il est souhaitable d'incorporer un ampèremètre ou une lampe témoin dans le circuit, pour indiquer le passage du courant.

L'interrupteur d'allumage doit être à ressort, généralement du type ouvert.

ATTENTION — L'interrupteur d'allumage ne doit pas être monté sur le vase calorimétrique.

7.8 Appareillage auxiliaire pour la pression

7.8.1 Régulateur de pression, permettant de contrôler le remplissage de la bombe en oxygène.

7.8.2 Manomètre (de 0 à 5 MPa), indiquant la pression dans la bombe.

7.8.3 Soupape de décharge, ou disque de rupture, opérant à 3,5 MPa, monté(e) sur le circuit de remplissage pour empêcher une surcharge de la bombe.

ATTENTION — Les appareillages utilisés pour l'oxygène à haute pression doivent être exempts d'huiles et de graisses. Ne pas essayer, ni étalonner le manomètre avec un fluide hydrocarboné.

7.9 Chronomètre, placé à un endroit commode et indiquant les minutes et les secondes. Il peut être utile d'y incorporer un dispositif émettant des signaux sonores durant 10 s à intervalles de 1 min.

8 ÉCHANTILLON

Le charbon ou le coke, utilisé pour la détermination du pouvoir calorifique, doit être représenté par l'échantillon pour analyse broyé pour passer au tamis d'essai d'ouverture de maille 200 μm . L'échantillon doit être exposé en une mince couche pendant une période de temps minimale nécessaire pour que son taux d'humidité soit approximativement en équilibre avec l'atmosphère du laboratoire.

L'échantillon doit être homogénéisé, de préférence par des moyens mécaniques, immédiatement avant la détermination. Les fractions utilisées pour les déterminations en double doivent être prélevées en même temps. Le taux d'humidité doit être déterminé en même temps que le pouvoir calorifique, pour appliquer la correction appropriée.

9 MODE OPÉRATOIRE

9.1 Calorimètre adiabatique

Peser le creuset (7.6), à 0,1 mg près, et y placer une quantité suffisante de l'échantillon pour provoquer une élévation de température de 2 à 3 K (voir 9.2, note 1). Peser le creuset et son contenu pour déterminer la masse d'échantillon prélevée.

Tendre, entre les deux bornes de la bombe, un fragment de fil métallique d'allumage. Attacher une masse connue de coton au fil d'allumage (voir 9.2, note 2) et disposer les extrémités du coton de façon qu'elles touchent l'échantillon.

Placer 5 ml d'eau distillée dans la bombe. Assembler la bombe et la charger lentement avec de l'oxygène à une pression de 3 MPa, sans déplacer l'air initial. Si, par inadvertance, la bombe est chargée avec de l'oxygène à une pression supérieure à 3,3 MPa, l'essai doit être rejeté et l'on doit recommencer.

Placer suffisamment d'eau dans le vase calorimétrique pour recouvrir la surface supérieure plane du couvercle de la bombe. Cette masse d'eau doit être le même, à 1 g près, que celle utilisée pour déterminer la capacité calorifique effective moyenne du calorimètre (voir annexe A). Placer le vase calorimétrique dans la chemise d'eau, placer la bombe dans le vase calorimétrique et vérifier que la bombe soit bien étanche. Si de l'air s'échappe de la bombe, l'essai doit être abandonné, la cause de la fuite éliminée et l'on doit recommencer.

Assembler l'appareillage et le faire fonctionner. Utiliser une vitesse constante de brassage de façon que la longueur de l'intervalle prédéterminé (voir annexe A, chapitre A.4) ne dépasse pas 10 min. Régler le circuit en pont de façon que la variation de température du vase calorimétrique soit minimale à la température finale.

Après 10 min, tapoter légèrement le thermomètre et le lire à 0,001 K près («température d'allumage», t_0). Allumer; maintenant l'interrupteur en position fermée juste assez longtemps pour allumer le fusible.

ATTENTION — N'étendre aucune partie du corps au-dessus du calorimètre pendant l'allumage et les 20 s qui suivent.

Après l'intervalle de temps fixé au préalable lors de la détermination de la capacité calorifique effective de l'appareillage (voir annexe A), tapoter le thermomètre de nouveau et le lire à 0,001 K près («température finale», t_n). L'observateur doit prendre soin d'éviter les erreurs de parallaxe lorsqu'il utilise le viseur grossissant pour lire les thermomètres à dilation de mercure dans une gaine en verre.

Retirer la bombe du vase calorimétrique, faire tomber la pression et démonter la bombe. Examiner l'intérieur de la bombe et rejeter l'essai si l'échantillon n'est pas complètement brûlé ou s'il y a des dépôts de suie.

Lors de l'essai de certains coques non réactifs, le résidu dans la bombe contient très souvent une quantité détectable d'échantillon non brûlé. Une correction à appliquer dans le cas d'une combustion incomplète aussi persistante peut être calculée à partir de la quantité de carbone brûlé, qui peut être évaluée selon la méthode décrite dans la note 3 à 9.2.

Laver le contenu de la bombe calorimétrique dans un bûcher avec de l'eau distillée. Laver le dessous du couvercle de la bombe et l'extérieur du creuset avec de l'eau distillée; verser les eaux de lavage dans le bûcher. Diluer jusqu'à 100 ml environ et faire bouillir pour éliminer le dioxyde de carbone. La solution étant encore chaude, titrer avec la solution d'hydroxyde de baryum (6.5.1), en utilisant la solution de phénolphthaléine (6.6.2) comme indicateur. Ajouter 20 ml de la solution de carbonate de sodium (6.5.2), filtrer la solution chaude et laver le précipité avec de l'eau distillée. Lorsque la solution est froide, titrer le filtrat avec la solution d'acide chlorhydrique (6.5.4), en utilisant la solution de méthylorange (6.6.1) comme indicateur, sans tenir compte du virage de la phénolphthaléine. (Ces titrages peuvent être omis si la teneur en soufre du charbon et la correction pour la formation d'acide nitrique sont connues; voir 9.2, note 4.)

9.2 Calorimètres isothermiques et statiques

Peser le creuset (7.6), à 0,1 mg près, et y placer une quantité suffisante de l'échantillon pour provoquer une élévation de température de 2 à 3 K (voir note 1). Peser le creuset et son contenu pour déterminer la masse d'échantillon prélevée.

Tendre, entre les deux bornes de la bombe, un fragment de fil métallique d'allumage. Attacher une masse connue de coton au fil d'allumage (voir note 2) et disposer les extrémités du coton de façon qu'elles touchent l'échantillon.

Placer 5 ml d'eau distillée dans la bombe. Assembler la bombe et la charger lentement avec de l'oxygène à une pression de 3 MPa, sans déplacer l'air initial. Si, par

inadvertance, la bombe est chargée avec de l'oxygène à une pression supérieure à 3,3 MPa, l'essai doit être rejeté et l'on doit recommencer.

Placer suffisamment d'eau dans le vase calorimétrique pour recouvrir la surface supérieure plane du couvercle de la bombe. Cette masse d'eau doit être la même, à 1 g près, que celle utilisée pour déterminer la capacité calorifique effective moyenne du calorimètre. La température initiale de l'eau doit être telle que, à la fin de la période principale, la température ne dépasse pas celle de l'eau dans la chemise de plus de 0,5 K. Placer le vase calorimétrique dans la chemise d'eau, placer la bombe dans le vase calorimétrique et vérifier que la bombe soit bien étanche. Si de l'air s'échappe de la bombe, l'essai doit être rejeté, la cause de la fuite éliminée et l'on doit recommencer.

Assembler l'appareillage. Mettre l'agitateur en marche et maintenir son fonctionnement à une vitesse constante pendant toute la durée de la détermination. Agiter durant 10 min au moins avant de commencer la lecture de la température (voir note 5). Faire cette lecture à 0,001 K près et continuer ainsi à intervalles de 1 min durant 5 min. Tapoter légèrement le thermomètre durant les 10 s qui précèdent chaque lecture; prendre soin d'éviter les erreurs de parallaxe en utilisant le viseur grossissant pour lire les thermomètres à dilatation de mercure dans une gaine en verre. Allumer immédiatement après avoir effectué la dernière lecture de température de la période préliminaire (voir a), ci-après); maintenir l'interrupteur en position fermée juste assez longtemps pour allumer le fusible.

ATTENTION – N'étendre aucune partie du corps au-dessus du calorimètre pendant l'allumage et les 20 s qui suivent.

Lire le thermomètre comme suit :

a) *Période préliminaire.* Si, durant cette période de 5 min, l'écart moyen entre les valeurs du taux de variation de la température est supérieur à 0,001 K/min (voir note 6), continuer à lire le thermomètre à des intervalles de 1 min jusqu'à ce que l'écart moyen soit inférieur à 0,001 K durant une période de 5 min.

La dernière température de la *période préliminaire* est la température initiale de la *période principale* (t_0).

b) *Période principale.* Durant les quelques premières minutes de la période principale, il n'est pas possible de lire le thermomètre à 0,001 K près, mais reprendre les lectures à cette précision dès que possible et les continuer jusqu'à la fin de l'essai. La période principale ne se termine pas nécessairement au moment où la température maximale est atteinte; la fin est estimée au point où commence la *période finale*.

c) *Période finale.* Elle commence avec la période de 5 min consécutives durant lesquelles le gradient moyen des décroissances de température, avec la décroissance moyenne des gradients entre eux, est inférieur ou égal à 0,001 K (voir note 6).

Retirer la bombe du vase calorimétrique, faire tomber la pression et démonter la bombe. Examiner l'intérieur de la bombe et abandonner l'essai si l'échantillon n'est pas complètement brûlé ou s'il y a des dépôts de suie.

Lors de l'essai de certains coques non réactifs, le résidu dans la bombe contient très souvent une quantité détectable d'échantillon non brûlé. Une correction à appliquer dans le cas d'une combustion incomplète aussi persistante peut être calculée à partir de la quantité de carbone brûlé, qui peut être évaluée selon la méthode décrite dans la note 3.

Laver le contenu de la bombe calorimétrique dans un bécher avec de l'eau distillée. Laver le dessous du couvercle de la bombe et l'extérieur du creuset avec de l'eau distillée; verser les eaux de lavage dans le bécher. Diluer jusqu'à 100 ml environ et faire bouillir pour éliminer le dioxyde de carbone. La solution étant encore chaude, titrer avec la solution d'hydroxyde de baryum (6.5.1), en utilisant la solution de phénolphtaléine (6.6.2) comme indicateur. Ajouter 20 ml de la solution de carbonate de sodium (6.5.2), filtrer la solution chaude et laver le précipité avec de l'eau distillée. Lorsque la solution est froide, titrer le filtrat avec la solution d'acide chlorhydrique (6.5.4), en utilisant la solution de méthylorange (6.6.1) comme indicateur, sans tenir compte du virage de la phénolphtaléine. (Ces titrages peuvent être omis si la teneur en soufre du charbon et la correction pour la formation d'acide nitrique sont connues; voir note 4.)

NOTES

1 Généralement 1 g de charbon constitue une prise d'essai convenable. Pour les charbons à taux élevé de cendres, l'utilisation d'un échantillon de 0,75 g et d'un creuset peu profond en feuille de nickel-chrome (voir 7.6) réduira les risques de combustion incomplète.

2 Pour plus de commodité, une longueur mesurée de coton de masse linéique connue peut être utilisée; la longueur utilisée pour chaque détermination du pouvoir calorifique devrait être la même que celle utilisée pour la détermination de la capacité calorifique effective du système.

3 Le carbone non brûlé dans le creuset peut être déterminé de la manière suivante. Transférer le contenu du creuset (sans le revêtement) dans une capsule en porcelaine ou en silice, et sécher durant 1 h à 320 °C. Refroidir, peser la capsule et son contenu, à 0,1 mg près, chauffer à 815 °C durant 1 h, refroidir et peser de nouveau pour déterminer la perte de masse. Cette perte représente la masse de carbone non brûlé. La masse de carbone non brûlé peut également être déterminée selon l'une des méthodes spécifiées dans l'ISO 609 et l'ISO 625. Si l'on trouve plus de 6 mg de carbone non brûlé, la correction ne sera pas valable et la détermination du pouvoir calorifique devra être répétée.

4 Pour une bombe quelconque donnée et dans des conditions constantes de dégagement de la chaleur, la quantité d'acide nitrique formé et, par conséquent, la correction qui en découle, sont relativement constantes; pour les charbons durs, la valeur caractéristique sera généralement de 33 J et de 25 J pour les charbons anthracites. Une fois que la valeur a été fermement établie, on peut l'utiliser dans les essais ultérieurs, au lieu de la déterminer. La détermination de la correction pour la formation d'acide sulfurique peut alors être simplifiée de la façon suivante :

Titrer les eaux de lavage chaudes (mais pas bouillantes) de la bombe avec la solution d'hydroxyde de sodium (6.5.3), en utilisant la solution de méthylorange (6.6.1) comme indicateur, pour déterminer l'acidité totale. Retrancher de ce titre (en millilitres) 0,7 fois la correction pour la formation d'acide nitrique, en joules, afin d'obtenir le volume de solution d'acide sulfurique 0,1 N présente.

Si la teneur en soufre de l'échantillon et la correction convenable pour la formation d'acide nitrique sont toutes deux connues, le titrage des acides dans les eaux de lavage de la bombe est inutile. La correction pour la formation d'acide sulfurique est égale à 9,5 J par milligramme de soufre de la masse de charbon utilisée pour la détermination du pouvoir calorifique.