
**Biocombustibles solides —
Détermination des éléments majeurs
— Al, Ca, Fe, Mg, P, K, Si, Na et Ti**

*Solid biofuels — Determination of major elements — Al, Ca, Fe, Mg, P,
K, Si, Na and Ti*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16967:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/795ebae3-04b5-475a-9160-04ba89771e0d/iso-16967-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/795ebae3-04b5-475a-9160-04ba89771e0d/iso-16967-2015>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16967:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/795ebae3-04b5-475a-9160-04ba89771e0d/iso-16967-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015

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	2
4 Symboles et abréviations	2
4.1 Symboles.....	2
4.2 Termes abrégés.....	2
5 Principe	3
6 Réactifs	3
7 Appareillage	4
8 Préparation de l'échantillon d'essai	4
9 Mode opératoire	4
9.1 Digestion.....	4
9.2 Méthodes de détection.....	6
9.3 Étalonnage de l'appareillage.....	6
9.4 Analyses des minéralisats.....	7
9.5 Essai à blanc.....	7
10 Calculs	7
11 Caractéristiques de performance	7
12 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Liste des facteurs de conversion	9
Annexe B (informative) Données de performance	10
Bibliographie	13

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 238, *Biocombustibles solides*.

Introduction

Les éléments décrits comme étant les éléments majeurs des biocombustibles solides sont en fait ceux des cendres plus que ceux des combustibles. La détermination de ces éléments peut être utilisée pour évaluer le comportement des cendres au cours d'un processus de conversion thermique ou pour évaluer l'utilisation des cendres. De plus, la contamination des combustibles ou la présence d'additifs de processus est indiquée par des valeurs élevées de certains éléments. La contamination du combustible par du sable ou le sol est indiquée par des valeurs élevées de plusieurs éléments.

La présente Norme internationale décrit des méthodes chimiques par voie humide.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 16967:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/795ebae3-04b5-475a-9160-04ba89771e0d/iso-16967-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/795ebae3-04b5-475a-9160-04ba89771e0d/iso-16967-2015>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16967:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/795ebae3-04b5-475a-9160-04ba89771e0d/iso-16967-2015>

Biocombustibles solides — Détermination des éléments majeurs — Al, Ca, Fe, Mg, P, K, Si, Na et Ti

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes de détermination d'éléments majeurs des biocombustibles solides ou de leurs cendres, à savoir Al, Ca, Fe, Mg, P, K, Si, Na et Ti. La détermination d'autres éléments, tels que le baryum (Ba) et le manganèse (Mn), est également possible avec les méthodes décrites dans la présente Norme internationale.

La présente Norme internationale comprend deux parties: la Partie A qui décrit la détermination directe sur le combustible et s'applique aussi aux éléments soufrés ainsi qu'aux éléments mineurs et la Partie B qui décrit une méthode de détermination sur la cendre préparée à 550 °C.

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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 7980, *Qualité de l'eau — Dosage du calcium et du magnésium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique*

ISO 9964-1, *Qualité de l'eau — Dosage du sodium et du potassium — Partie 1: Dosage du sodium par spectrométrie d'absorption atomique*

ISO 9964-2, *Qualité de l'eau — Dosage du sodium et du potassium — Partie 2: Dosage du potassium par spectrométrie d'absorption atomique*

ISO 9964-3, *Qualité de l'eau — Dosage du sodium et du potassium — Partie 3: Dosage du sodium et du potassium par spectrométrie d'émission de flamme*

ISO 11885, *Qualité de l'eau — Dosage d'éléments choisis par spectroscopie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES)*

EN 14780¹⁾, *Biocombustibles solides — Préparation des échantillons*

ISO 16559, *Biocombustibles solides — Terminologie, définitions et descriptions*

ISO 16993, *Biocombustibles solides — Conversion de résultats analytiques d'une base en une autre base*

ISO 17294-2, *Qualité de l'eau — Application de la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP/MS) — Partie 2: Dosage de 62 éléments*

ISO 18122²⁾, *Biocombustibles solides — Méthode de détermination de la teneur en cendres*

ISO 18134-3²⁾, *Biocombustibles solides — Méthodes de détermination de la teneur en humidité — Méthode de séchage à l'étuve — Partie 3: Humidité de l'échantillon pour analyse générale*

1) Sera remplacée par l'ISO 14780.

2) À publier.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 16559 et les suivants s'appliquent.

3.1
matériau de référence
MR
matériau ou substance dont une (ou plusieurs) valeur(s) de la (des) propriété(s) est (sont) suffisamment homogène(s) et bien établie(s) pour être utilisée(s) pour l'étalonnage d'un appareil, l'évaluation d'une méthode de mesure, ou pour assigner des valeurs aux matériaux

3.2
matériau de référence certifié
MRC
matériau de référence, accompagné d'un certificat, dont une (ou plusieurs) valeur(s) de la (des) propriété(s) est (sont) certifiée(s) par un mode opératoire qui établit son raccordement à une réalisation exacte de l'unité dans laquelle les valeurs de propriété sont exprimées, et pour laquelle chaque valeur certifiée est accompagnée d'une incertitude à un niveau de confiance indiqué

3.3
matériau de référence normalisé NIST
MRN
MRC publié par le NIST satisfaisant également aux autres critères de certification supplémentaires propres au NIST et émis avec un certificat ou un certificat d'analyse consignnant les résultats de ses caractérisations et fournissant des informations concernant la (ou les) utilisation(s) pertinente(s) du matériau

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Symboles et abréviations

ISO 16967:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/795ebae3-04b5-475a-9160-04ba89771e0d/iso-16967-2015>

4.1 Symboles

Al	Aluminium
Ca	Calcium
Fe	Fer
Mg	Magnésium
P	Phosphore
K	Potassium
Si	Silicium
Na	Sodium
Ti	Titane

4.2 Termes abrégés

MRC	Matériau de référence certifié
ICP-OES	Spectrométrie d'émission optique avec plasma à couplage inductif
ICP-MS	Spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif

FAAS	Spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme
FES	Spectrométrie d'émission de flamme
MRN	Matériau de référence normalisé
BNS	Bureau National de Normalisation
NIST	L'Institut National des Normes et Technologies (NIST) , connu entre 1901 et 1988 en tant que Bureau National de Normalisation (BNS) est un laboratoire produisant des étalons de référence. Il est également connu sous la désignation d'Institut National de Métrologie (INM) qui est une agence non réglementaire du Département du Commerce aux États-Unis.

5 Principe

L'échantillon est digéré dans un flacon fermé au moyen de réactifs, de la température et de la pression. La digestion est effectuée soit directement sur le combustible (Partie A), soit sur une cendre préparée à 550 °C (Partie B).

La détection des éléments peut être effectuée par ICP-OES, ICP-MS, FAAS ou FES.

6 Réactifs

Il convient que tous les réactifs soient de qualité analytique ou supérieure. Si des éléments mineurs doivent également être dosés, il convient d'utiliser les meilleures qualités de réactif.

6.1 Eau, contenant des quantités négligeables d'éléments majeurs, en d'autres termes des quantités qui ne contribuent pas de manière significative aux dosages. L'eau déminéralisée remplira normalement cette condition.

6.2 Acide nitrique (HNO₃), ≥ 65 % (m/m), ρ = 1,41 g/ml.

6.3 Peroxyde d'hydrogène (H₂O₂), 30 % (m/m), ρ = 1,11 g/ml.

6.4 Acide fluorhydrique (HF), 40 % (m/m), ρ = 1,13 g/ml.

ATTENTION — L'acide fluorhydrique peut présenter des risques pour la santé.

6.5 Acide borique (H₃BO₃), 4 % (m/m).

6.6 Utilisation des matériaux de référence certifiés (MRC ou MRN)

Utiliser des matériaux de référence certifiés, délivrés par une autorité reconnue au niveau international, pour vérifier si la précision de l'étalonnage satisfait aux caractéristiques de performance requises. Exemples de matériaux de référence certifiés: feuilles d'épinard NBS 1570, feuilles de verger NBS 1571, feuilles de tomate NBS 1573 et aiguilles de pin NBS 1575.

Si, en raison des effets de la matrice ou des limitations de la plage de concentration, aucune récupération valable de matériaux de référence certifiés ne peut être effectuée, l'étalonnage au moyen d'au moins

deux MRC ou MRN peut résoudre ces problèmes. Dans ce cas, des MRC ou MRN autres que ceux utilisés pour l'étalonnage doivent être utilisés à des fins de vérification.

NOTE Un MRC ou MRN est principalement préparé et utilisé pour trois raisons: (1) contribuer au développement de méthodes d'analyse précises, (2) étalonner les systèmes de mesure utilisés pour faciliter les échanges de marchandises, le contrôle qualité en institut, déterminer les caractéristiques de performance ou mesurer une propriété à la limite des connaissances technologiques, et (3) garantir l'adéquation à long terme et l'intégrité des programmes d'assurance qualité en termes de mesures.

7 Appareillage

7.1 Four ou bloc chauffant appropriés pour le système de décomposition utilisé, four électrothermique ou bloc chauffant pouvant être utilisé à une température d'au moins 220 °C avec une précision de ± 10 °C.

7.2 Four à micro-ondes, prévu pour une utilisation en laboratoire et équipé d'un contrôle de température.

7.3 Flacons de digestion de l'échantillon, conçus pour le système chauffant utilisé, normalement fabriqués en fluoroplastique.

7.4 Balance.

7.4.1 Partie A: balance, avec une précision d'au moins 1 mg.

7.4.2 Partie B: balance, avec une précision d'au moins 0,1 mg.

7.5 Fioles jaugées en plastique.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16967:2015

standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/795ebae3-04b5-475a-9160-04ba89771e0d/iso-16967-2015

8 Préparation de l'échantillon d'essai

L'échantillon d'essai est un échantillon pour analyse générale d'une granulométrie supérieure nominale maximale de 1 mm, préparé conformément à l'EN 14780³⁾.

Le taux d'humidité de l'échantillon d'essai doit être déterminé conformément à l'ISO 18134-3.

9 Mode opératoire

9.1 Digestion

9.1.1 Partie A: dosage direct sur le combustible

La décomposition doit être effectuée dans des flacons fermés. Elle peut survenir dans un four, un bloc chauffant ou un four à micro-ondes.

- Mélanger 500 mg d'échantillon broyé et homogénéisé, pesé à 1 mg près, avec 3,0 ml de H₂O₂ (30 %), 8,0 ml de HNO₃ (65 %) et 1,0 ml de HF (40 %) dans un flacon de digestion fermé. Un temps de réaction d'au moins 5 min doit être observé avant de refermer le flacon. Fermer trop tôt le flacon de digestion peut entraîner une augmentation rapide de la pression, excédant quelquefois la limite de pression maximale du flacon.

3) Sera remplacée par l'ISO 14780.

Si l'échantillon est supposé présenter une teneur en cendres supérieure à 10 %, il convient d'utiliser 2,0 ml d'acide fluorhydrique (40 %).

- Le flacon ne doit pas être chauffé trop rapidement. Chauffer l'échantillon selon les programmes de chauffage suivants pour la digestion:

Chauffage par résistance ⁴⁾: Étape 1: augmenter progressivement la température pour atteindre 220 °C sur 1 h

Étape 2: maintenir durant 1 h à 220 °C

Chauffage par micro-ondes ⁵⁾: Étape 1: augmenter progressivement la température pour atteindre 190 °C sur 15 min

Étape 2: maintenir à 190 °C durant 20 min

Si la limite de pression maximale du flacon est dépassée durant la digestion et que, de ce fait, le clapet de décharge s'est ouvert, il convient d'écarter la digestion en raison de la perte éventuelle de Si (sous la forme de SiF₄ gazeux).

NOTE Certains systèmes à bombes de digestion disponibles utilisent des flacons en fluoropolymère, qui ne résistent pas à des températures supérieures à 170 °C. Dans ce cas, cette température plus basse peut être utilisée, sous réserve que l'échantillon soit maintenu plus longtemps à cette température et que des résultats comparables puissent être obtenus, par exemple, en utilisant des matériaux de biomasse de référence équivalents.

- Après un refroidissement jusqu'à température ambiante, l'acide fluorhydrique est neutralisé par l'ajout de 10 ml de H₃BO₃ (4 %).

Si 2,0 ml d'acide fluorhydrique (40 %) ont été utilisés pour la digestion, il convient d'utiliser 20 ml de H₃BO₃ (4 %) pour la neutralisation.

- Chauffer de nouveau l'échantillon selon les programmes de chauffage suivants pour la neutralisation:

Chauffage par résistance⁴⁾: Étape 1: chauffer rapidement à 180 °C

Étape 2: maintenir à 180 °C durant 15 min

Chauffage par micro-ondes⁵⁾: Étape 1: chauffer rapidement à 150 °C

Étape 2: maintenir à 150 °C durant 15 min.

- Après refroidissement, transvaser le minéralisat dans une fiole jaugée. Rincer le flacon de digestion avec précaution et transvaser la solution de rinçage dans la fiole jaugée. Ajouter de l'eau déminéralisée au minéralisat en un volume approprié, défini en fonction de la méthode de détection à utiliser.

9.1.2 Partie B: dosage sur une cendre préparée à 550 °C

- Chauffer l'échantillon selon le mode opératoire décrit dans l'ISO 18122 pour obtenir la cendre. Veiller à ce que le mode opératoire d'obtention des cendres soit effectué en parfaite conformité avec celui-ci, des écarts dans les températures d'obtention des cendres, de temps et de taux de refroidissement de l'air influençant les résultats. Le seul écart par rapport à l'ISO 18122 consiste en la possibilité d'utiliser des creusets en platine ou graphite pour la préparation des cendres, il est cependant possible d'utiliser des types de creusets plus importants. L'utilisation des additifs mentionnés dans l'ISO 18122 pour garantir la combustion complète n'est pas permise dans la préparation. Il n'est pas non plus permis d'effectuer une transformation en cendres continue en rajoutant de l'échantillon sur les cendres précédentes dans le creuset.

Il s'avérera souvent nécessaire pour préparer une quantité suffisante de cendre pour la digestion, d'utiliser des quantités plus importantes d'échantillon que dans le mode opératoire de l'ISO 18122. Le

4) La température mentionnée se rapporte au dispositif de chauffage (par exemple étuve).

5) La température mentionnée se rapporte à la solution de digestion.