
**Biocombustibles solides —
Détermination des éléments mineurs**

Solid biofuels — Determination of minor elements

**iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

[ISO 16968:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8e8b681-e3cf-48c6-b91e-eb177689e04f/iso-16968-2015)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8e8b681-e3cf-48c6-b91e-
eb177689e04f/iso-16968-2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8e8b681-e3cf-48c6-b91e-eb177689e04f/iso-16968-2015)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16968:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8e8b681-e3cf-48c6-b91e-eb177689e04f/iso-16968-2015>



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	1
4 Symboles et abréviations	2
4.1 Symboles.....	2
4.2 Abréviations.....	2
5 Principe	3
6 Réactifs	3
7 Appareillage	4
8 Préparation de l'échantillon pour essai	4
9 Mode opératoire	4
9.1 Minéralisation.....	4
9.2 Méthodes de détection.....	5
9.3 Étalonnage de l'appareillage.....	5
9.4 Analyse des minéralisats.....	6
9.5 Essai à blanc.....	6
10 Calculs	6
11 Caractéristiques de performance	6
12 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Données de performance	8
Bibliographie	12

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.

L'ISO 16968 a été élaborée par le Comité européen de normalisation (CEN) en collaboration avec le Comité technique ISO/TC 238, *Biocombustibles solides*, conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (l'Accord de Vienne).

Introduction

Dans certains cas, les éléments mineurs présents dans les biocombustibles solides peuvent constituer un problème environnemental. Par exemple, il a été mis en évidence que certaines cultures énergétiques concentrent le cadmium et que, dans des zones polluées, d'autres éléments toxiques peuvent être détectés en concentrations élevées dans les biocombustibles. Cela peut constituer un problème si, par exemple, la cendre de la combustion doit être utilisée dans une forêt sous forme d'engrais. Les éléments traces sont souvent présents dans les biocombustibles en de faibles concentrations, ce qui nécessite une attention particulière afin d'éviter toute contamination lors des étapes de préparation et de décomposition des échantillons. Les concentrations types en éléments mineurs dans les biocombustibles solides peuvent être trouvées dans l'ISO 17225-1. La présente Norme internationale décrit des méthodes chimiques par voie humide. Il est admis d'utiliser d'autres méthodes telles que la fluorescence de rayons X ou une méthode impliquant l'utilisation d'un analyseur direct de mercure si elles sont validées avec des matériaux appropriés (matériaux de référence issus de la biomasse).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16968:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8e8b681-e3cf-48c6-b91e-eb177689e04f/iso-16968-2015)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8e8b681-e3cf-48c6-b91e-
eb177689e04f/iso-16968-2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8e8b681-e3cf-48c6-b91e-eb177689e04f/iso-16968-2015)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16968:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8e8b681-e3cf-48c6-b91e-eb177689e04f/iso-16968-2015>

Biocombustibles solides — Détermination des éléments mineurs

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale est applicable au dosage des éléments mineurs suivants dans tous les biocombustibles solides: arsenic, cadmium, cobalt, chrome, cuivre, mercure, manganèse, molybdène, nickel, plomb, antimoine, vanadium et zinc. De plus, elle décrit des méthodes de décomposition des échantillons et suggère des méthodes instrumentales appropriées pour le dosage des éléments à étudier dans les minéralisats. La méthode décrite dans la présente Norme internationale peut également être utilisée pour le dosage d'autres éléments tels que le sélénium (Se), l'étain (Sn) et le thallium (TI).

2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 11885, *Qualité de l'eau — Dosage d'éléments choisis par spectroscopie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES)*

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

ISO 16993, *Biocombustibles solides - Conversion de résultats analytiques d'une base en une autre base*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8e8b681-e3cf-48c6-b91e-7768d071c768>

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 17378-2:2014, *Qualité de l'eau — Dosage de l'arsenic et de l'antimoine — Partie 2: Méthode par spectrométrie d'absorption atomique à génération d'hydrures (HG-AAS)*

ISO 18134-3¹⁾, *Biocombustibles solides — Dosage de la teneur en humidité — Méthode de séchage à l'étuve — Partie 3: Humidité de l'échantillon pour analyse générale*

EN 12338, *Qualité de l'eau — Dosage du mercure — Méthodes après enrichissement par amalgame*

EN 14780, *Biocombustibles solides — Préparation des échantillons*

3 Termes et définitions

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

3.1

matériau de référence

MR

un ou plusieurs matériaux ou substances dont les valeurs de propriété sont suffisamment homogènes et bien définies pour permettre leur utilisation pour l'étalonnage d'un appareil, l'évaluation d'une méthode de mesurage ou l'attribution de valeurs à des matériaux

1) À publier.

3.2

matériau de référence certifié

MRC

matériau de référence, accompagné d'un certificat, dont une ou plusieurs valeurs de propriété sont certifiées par un mode opératoire qui établit la traçabilité à une unité de mesure exacte dans laquelle les valeurs de propriété sont exprimées, et pour lequel chaque valeur certifiée est accompagnée d'une incertitude à un niveau de confiance indiqué.

3.3

matériau de référence normalisé du NIST

MRN

MRC fourni par le NIST, satisfaisant aux critères de certification supplémentaires propres au NIST et accompagné d'un certificat ou d'un certificat d'analyse consignnant les résultats des caractérisations dont le matériau a fait l'objet et fournissant des informations concernant la ou les utilisations pertinentes du matériau

4 Symboles et abréviations

4.1 Symboles

As	Arsenic
Cd	Cadmium
Co	Cobalt
Cr	Chrome
Cu	Cuivre
Hg	Mercure
Mn	Manganèse
Mo	Molybdène
Ni	Nickel
Pb	Plomb
Sb	Antimoine
V	Vanadium
Zn	Zinc

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d8e8b681-e3cf-48c6-b91e-eb177689e04f/iso-16968-2015>

4.2 Abréviations

CV-AAS	Spectrométrie d'absorption atomique en phase vapeur à froid
GF-AAS	Spectrométrie d'absorption atomique utilisant un four en graphite
HG-AAS	Spectrométrie d'absorption atomique à génération d'hydrures
ICP-OES	Spectrométrie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence
ICP-MS	Spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence
NBS	National Bureau of Standards

NIST National Institute of Standards and Technology ^a

^a Dénommé National Bureau of Standards (NBS) entre 1901 et 1988, le NIST est un laboratoire de métrologie et d'étalonnage, également connu sous le nom de National Metrological Institute (NMI), constituant un organisme qui ne traite pas d'aspects réglementaires et qui dépend du United States Department of Commerce (Ministère du commerce des États-Unis).

5 Principe

L'échantillon d'analyse est minéralisé dans un récipient fermé, fabriqué en un fluoropolymère, au moyen d'acide nitrique, de peroxyde d'hydrogène et d'acide fluorhydrique, dans un four à micro-ondes, un four à résistance ou un bloc chauffant. Le minéralisat est ensuite dilué et les éléments dosés au moyen d'instruments adaptés.

6 Réactifs

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique ou de qualité supérieure. Si la concentration du blanc est excessivement élevée, c'est-à-dire supérieure à 30 % de la valeur dosée, il convient d'envisager l'utilisation de réactifs ultra-purs.

6.1 Eau, contenant une quantité négligeable d'éléments mineurs, c'est-à-dire une quantité n'ayant aucune incidence significative sur les dosages.

NOTE 1 L'eau désionisée ou distillée à deux reprises permet généralement de satisfaire à cette exigence.

NOTE 2 L'eau utilisée pour les analyses sur les métaux à l'état de traces est généralement produite à l'aide d'un système de production d'eau ultra-pure pour une utilisation en laboratoire (conductivité = 0,056 µS/cm).

6.2 Acide fluorhydrique (HF), 40 % (fraction massique), $\rho = 1,13$ g/ml.

ATTENTION — L'acide fluorhydrique peut être dangereux pour la santé.

6.3 Peroxyde d'hydrogène (H₂O₂), 30 % (fraction massique), $\rho = 1,11$ g/ml.

6.4 Acide nitrique (HNO₃), ≥ 65 % (fraction massique), $\rho = 1,41$ g/ml.

6.5 Acide borique (H₃BO₃), 4 % (fraction massique).

6.6 Matériaux de référence certifiés (MRC ou MRN), fournis par une organisation reconnue au niveau international, pour vérifier si l'exactitude de l'étalonnage satisfait aux caractéristiques de performance requises.

EXEMPLES NBS 1570 feuilles d'épinard, NBS 1571 feuilles de verger, NBS 1573 feuilles de tomate, and NBS 1575 aiguilles de pin.

Si, en raison des effets de matrice ou des limites de la plage de concentration, aucune récupération satisfaisante 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 un tel cas, des MRC ou des MRN autres que ceux utilisés pour l'étalonnage doivent être utilisés à des fins de vérification.

NOTE Les MRC et les MRN sont préparés et utilisés pour répondre à trois objectifs principaux: (1) contribuer à l'élaboration de méthodes d'analyse exactes; (2) étalonner les systèmes de mesure utilisés pour faciliter les échanges de marchandises, établir un contrôle qualité, déterminer les caractéristiques de performance ou mesurer une propriété à la limite des connaissances technologiques actuelles; et (3) vérifier l'adéquation et l'intégrité à long terme des programmes d'assurance qualité des mesurages.

7 Appareillage

7.1 Four ou bloc chauffant adapté au système de décomposition utilisé, four chauffant au moyen d'une résistance ou bloc chauffant, pouvant être utilisé à une température d'au moins 220 °C et avec une exactitude de ± 10 °C.

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

7.3 Récipients de minéralisation pour échantillons, adaptés au système de chauffage utilisé, généralement constitués d'un plastique fluoré.

7.4 Balance, d'une résolution minimale de 1 mg.

7.5 Fioles jaugées en plastique.

8 Préparation de l'échantillon pour essai

L'échantillon pour essai est un échantillon pour analyse générale d'une granulométrie supérieure nominale inférieure ou égale à 1 mm, préparé conformément à l'EN 14780. Lors du broyage de l'échantillon, une attention particulière doit être accordée au risque de contamination par les matériaux constitutifs internes du broyeur. Ces matériaux doivent être choisis en fonction des éléments à doser. Si, par exemple, le chrome et le nickel doivent être dosés avec un degré d'exactitude élevé et pour de faibles concentrations, il convient d'éviter que les pièces du broyeur en contact avec l'échantillon soient en acier inoxydable et d'utiliser, par exemple, des pièces en carbure de tungstène ou en titane. En raison de leur vitesse d'abrasion élevée, il convient en général de ne pas utiliser des broyeurs à grande vitesse.

Les résultats doivent être calculés sur une base sèche. La teneur en humidité de l'échantillon pour essai doit, par conséquent, être déterminée conformément à l'ISO 18134-3.

9 Mode opératoire

9.1 Minéralisation

- Dans le récipient de minéralisation, peser entre 400 mg et 500 mg d'échantillon homogénéisé, à 1 mg près;
- Ajouter 2,5 ml de peroxyde d'hydrogène (à 30 %) et attendre pendant 1 min à 5 min;
- Ajouter 5 ml d'acide nitrique (à 65 %);
- Ajouter 0,4 ml d'acide fluorhydrique (à 40 %) et fermer le récipient de minéralisation. Il est possible de ne pas ajouter d'acide fluorhydrique sous réserve qu'il soit possible de prouver que des résultats équivalents peuvent être obtenus pour le type de biocombustible solide concerné. En cas d'utilisation d'acide fluorhydrique, l'instrument utilisé pour l'analyse doit être équipé de composants résistant à cet acide.

NOTE 1 Pour cette concentration relativement faible en acide fluorhydrique, la seule modification généralement nécessaire en cas d'utilisation d'instruments d'ICP-OES ou d'ICP-MS consiste à utiliser un nébuliseur résistant à l'acide fluorhydrique. Il est possible que des informations concernant l'utilisation de l'acide fluorhydrique soit données par le fabricant de l'instrument.

Dans certains cas, il est possible d'utiliser de l'acide borique pour complexer l'acide fluorhydrique, notamment en cas d'utilisation de méthodes de GF-AAS ou d'ICP-OES. Ce point doit être validé pour l'instrument concerné. Une attention particulière doit être accordée à ce que l'acide borique utilisé présente la pureté nécessaire.

- Chauffer l'échantillon selon les programmes de chauffage pour minéralisation suivants:

Chauffage par résistance²⁾ Étape 1: Pendant une heure, chauffer jusqu'à atteindre une température de 220 °C, à une vitesse de 3,33 °C/min.

Étape 2: maintenir durant 1 h à 220 °C.

NOTE 2 Certains systèmes à bombes de minéralisation disponibles dans le commerce impliquent l'utilisation de récipients constitués d'un fluoropolymère qui ne résistent pas à des températures supérieures à 170 °C. En cas d'utilisation de tels systèmes, cette température plus basse peut être utilisée, sous réserve qu'il soit possible de démontrer que les résultats ainsi obtenus sont comparables à ceux obtenus à 220 °C, par exemple, en utilisant des matériaux de référence issus de la biomasse équivalents.

Chauffage par micro-ondes³⁾: Étape 1: Pendant 15 min, chauffer jusqu'à atteindre une température de 190 °C

Étape 2: maintenir durant 20 min à 190 °C.

- Après refroidissement, transvaser le minéralisat dans une fiole jaugée. Rincer le récipient de minéralisation avec précaution avec de l'eau de haute pureté et verser la solution de rinçage dans la fiole jaugée. Ajouter de l'eau de haute pureté au minéralisat jusqu'à atteindre un volume approprié, défini en fonction de la méthode de détection à utiliser.

9.2 Méthodes de détection

- Les éléments mineurs As, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, Tl, V et Zn peuvent être détectés par ICP-MS, ICP-OES ou GF-AAS sous réserve que les limites de détection de la méthode utilisée soient suffisantes pour les caractéristiques du combustible à vérifier.
- les éléments mineurs As et Se peuvent être dosés par HG-AAS selon les principes décrits dans l'ISO 17378-2.
- l'élément mineur Hg peut être dosé par CV-AAS selon les principes décrits dans l'EN 12338.
- il est possible d'utiliser une méthode d'ICP-OES conformément aux principes décrits dans l'ISO 11885.
- il est possible d'utiliser une méthode d'ICP-MS conformément aux principes décrits dans l'ISO 17294-2.
- D'autres méthodes instrumentales peuvent être utilisées après validation au moyen d'un matériau de référence approprié issu de la biomasse, à condition que les caractéristiques de performance soient équivalentes à celles décrites dans la présente Norme internationale.

9.3 Étalonnage de l'appareillage

Si le système analytique est évalué pour la première fois, définir une fonction d'étalonnage pour les mesurages conformément aux instructions des fabricants. Si nécessaire, ajuster durant l'analyse la fonction d'étalonnage définie. Vérifier les performances de l'instrument en utilisant des modes opératoires normalisés acceptés tels que la répétition des essais, l'utilisation de MRN et/ou de MRC, l'utilisation d'échantillons témoins et de cartes de contrôle. Le programme d'étalonnage et de contrôle qualité doit être organisé et mis à jour de façon à permettre l'obtention de l'incertitude de mesure requise. Les résultats de l'étude de validation BioNorm2 ([Annexe A](#)) démontrent quels résultats peuvent être obtenus au moyen des instruments disponibles dans le commerce qui sont utilisés par les laboratoires expérimentés.

2) La température indiquée correspond à la température du dispositif chauffant (par exemple, le four).

3) La température indiquée correspond à la température de la solution en cours de minéralisation.