

---

---

**Biocombustibles solides —  
Détermination de l'auto-échauffement  
des granulés de biocombustibles —**

**Partie 1:  
Détermination calorimétrique  
isotherme**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)  
*Solid biofuels — Determination of self-heating of pelletized  
biofuels —*

*Part 1: Isothermal calorimetry*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1c3c8fc0-70f5-4158-8aac-7d87861a69b9/iso-20049-1-2020>



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

ISO 20049-1:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1c3c8fc0-70f5-4158-8aac-7d87861a69b9/iso-20049-1-2020>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +41 22 749 01 11  
Fax: +41 22 749 09 47  
E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Manipulation des échantillons</b> .....	<b>4</b>
6.1 Généralités.....	4
6.2 Échantillonnage.....	4
6.3 Transport et stockage de l'échantillon.....	4
6.4 Préparation de l'échantillon.....	5
<b>7</b> <b>Mode opératoire d'essai</b> .....	<b>5</b>
7.1 Stabilisation de la température.....	5
7.2 Préparation du flacon à échantillons.....	5
7.2.1 Procédure de préparation.....	5
7.2.2 Procédure permettant d'établir la masse adéquate de la prise d'essai en cas d'influence du défaut d'oxygène.....	6
7.3 Préparation du flacon de référence.....	6
7.4 Mesurage.....	6
7.4.1 Premier mesurage de référence.....	6
7.4.2 Mesurage des échantillons.....	6
7.4.3 Second mesurage de référence.....	7
7.4.4 Fichier de données de mesurage.....	7
<b>8</b> <b>Résultats</b> .....	<b>7</b>
8.1 Données d'essai.....	7
8.2 Données consignées.....	7
<b>9</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>8</b>
<b>10</b> <b>Répétabilité et reproductibilité</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe A (normative) Étalonnage du calorimètre</b> .....	<b>10</b>
<b>Annexe B (informative) Exemples de données de présélection</b> .....	<b>12</b>
<b>Annexe C (informative) Détermination de la cinétique de réaction</b> .....	<b>14</b>
<b>Annexe D (informative) Informations relatives à l'étude interlaboratoires (ILS)</b> .....	<b>22</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>28</b>

## 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](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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](http://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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 238, *Biocombustibles solides*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 20049 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

Partout dans le monde, on observe une croissance continue de la production, du stockage, de la manutention, du transport en vrac et de l'utilisation de biocombustibles solides, en particulier pour ceux présentés sous forme de granulés.

Les caractéristiques physiques et chimiques spécifiques des biocombustibles solides, tout comme la manutention et le stockage de ces derniers, peuvent être à l'origine d'un risque d'incendie et/ou d'explosion, ainsi que de risques pour la santé, tels qu'une intoxication due à l'exposition au monoxyde de carbone, une asphyxie due à la diminution de la teneur en oxygène ou des réactions allergiques.

De la chaleur peut être générée dans les biocombustibles solides par des processus exothermiques biologiques, chimiques et physiques. Les processus biologiques comprennent le métabolisme des champignons et bactéries et se produisent à basses températures; l'oxydation des constituants du bois augmente avec la température et domine à haute température; la production de chaleur due aux processus biologiques et chimiques entraîne un déplacement de l'humidité dans le matériau en vrac, qui s'accompagne d'une sorption et d'une condensation de l'eau, qui sont toutes deux des processus exothermiques. Par exemple, dans un tas de combustible forestier stocké ou un tas de plaquettes de bois humides, tous ces processus peuvent être présents et contribuer à la production de chaleur.

Les biocombustibles solides tels que les granulés de bois sont toutefois intrinsèquement stériles<sup>[1]</sup> en raison des conditions régnant pendant la fabrication (exposition à une chaleur extrême pendant le séchage, fragmentation lors du concassage au marteau et pression lors de l'extrusion) mais peuvent attirer les microbes s'ils deviennent humides lors de la manutention et du stockage, ce qui entraîne un métabolisme et une production de chaleur. L'infiltration d'eau dans un stockage de granulés de bois peut également entraîner les processus physiques mentionnés ci-dessus. Le bois non comprimé, tel que la matière première et les plaquettes, abrite généralement une quantité de microbes qui dans certaines circonstances entraîneront un échauffement. Tous les processus indiqués ci-dessus contribuent à ce que l'on appelle l'auto-échauffement, bien que l'oxydation soit susceptible d'être l'un des principaux facteurs qui contribuent à cet effet dans la plage de températures dans laquelle la plupart des biocombustibles sont stockés. L'accumulation de chaleur peut être importante dans les magasins en vrac de grande taille, la conduction thermique dans le matériau étant faible. Dans certaines conditions, la production de chaleur peut entraîner un emballement thermique et un allumage spontané.

Le potentiel d'auto-échauffement semble varier considérablement pour différents types de granulés de biocombustibles solides. La matière brute (première) utilisée et les propriétés de ces matières brutes (premières) ont démontré avoir une influence sur la propension à l'auto-échauffement des granulés de bois produits. Cependant, le processus de production (par exemple: le processus de séchage) influence également le potentiel en matière d'auto-échauffement. Il est donc important d'être en mesure d'identifier les granulés de biocombustibles solides présentant un potentiel de production de chaleur élevé afin d'éviter les incendies dans les matériaux stockés.

Deux types de méthodes d'essai intrinsèquement différentes peuvent être utilisés pour estimer le potentiel en matière d'auto-échauffement:

- a) dans la méthode de la détermination calorimétrique isotherme décrite dans le présent document, le flux thermique produit par la prise d'essai est mesuré directement;
- b) dans les essais utilisant la méthode du point de croisement, la température de la prise d'essai est surveillée et la température ambiante critique (TAC), où la température de la prise d'essai n'augmente pas de façon significative en raison de l'auto-échauffement, est utilisée pour l'évaluation indirecte de l'auto-échauffement.

Ces deux méthodes sont appliquées à différentes températures d'analyse. La température de fonctionnement d'un calorimètre isotherme se situe normalement dans la plage de 5 °C à 90 °C, tandis que les essais avec la méthode du point de croisement sont réalisés à des températures d'analyse (four) plus élevées. Pour les essais utilisant la méthode du point de croisement avec des granulés de bois, les TAC rencontrées pour une prise d'essai de 1 l sont comprises dans la plage de 150 °C à 200 °C.

Il convient donc que l'application des données d'essai soit identifiée avant de sélectionner la méthode d'analyse appropriée.

NOTE 1 Les deux types de méthodes d'essai mentionnées ci-dessus ne mesurent pas la production de chaleur à partir de processus physiques tels que le déplacement de l'humidité.

NOTE 2 Il est probable que les réactions d'oxydation se produisant aux températures basses et hautes pour les granulés de biocombustibles solides soient de nature différente et possèdent donc des vitesses de réaction et des vitesses de production de chaleur différentes. Dans ce cas, l'extrapolation des données issues d'une série d'essais à haute température peut donner lieu à des résultats non concluants et peut ne pas être applicable sans prendre en compte les réactions à basse température. Dans le cas général de deux réactions présentant des énergies d'activation différentes, l'énergie d'activation élevée est «gelée» à basse température et la réaction de faible énergie d'activation est «noyée» à température élevée<sup>[2]</sup>.

NOTE 3 Il a été démontré, pour un nombre limité de types de granulés de bois différents, que les vitesses de réaction dans le régime de température inférieur mesurées par détermination calorimétrique isotherme étaient plus élevées que les données de vitesse de réaction déterminées à partir des essais utilisant la méthode du point de croisement dans le régime de température supérieur<sup>[3]</sup>.

La détermination calorimétrique isotherme est utilisée pour la détermination de l'activité thermique ou du flux thermique des processus chimiques, physiques et biologiques. La méthode décrite dans le présent document est conçue pour le mesurage du flux thermique à partir de l'auto-échauffement des granulés de biocombustibles solides, mais cette technique est le plus souvent utilisée dans le domaine des produits pharmaceutiques, des matières énergétiques et du ciment<sup>[3]</sup> à <sup>[7]</sup>.

Les données issues du mode opératoire d'essai de présélection de la détermination calorimétrique isotherme incluses dans le présent document sont destinées à la comparaison de la production de chaleur spontanée (auto-échauffement) des granulés de biocombustibles solides ([Annexe B](#)).

Sont également fournies des recommandations relatives à l'utilisation des données d'essai de détermination calorimétrique isotherme pour le calcul de la vitesse de réaction globale des réactions productrices de chaleur ([Annexe C](#)).

ISO 20049-1:2020  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1c3c8fc0-70f5-4158-8aac-7d87861a69b9/iso-20049-1-2020>

# Biocombustibles solides — Détermination de l'auto-échauffement des granulés de biocombustibles —

## Partie 1: Détermination calorimétrique isotherme

### 1 Domaine d'application

Le présent document:

- a) spécifie un mode opératoire d'essai général pour la quantification, à l'aide de la détermination calorimétrique isotherme, de la production spontanée de chaleur par les granulés de biocombustibles solides;
- b) spécifie un mode opératoire d'essai de présélection pour les granulés de bois utilisant une température d'appareil de 60 °C;
- c) établit des procédures d'échantillonnage et de manipulation des échantillons de granulés de biocombustibles solides avant l'analyse de la production spontanée de chaleur; et
- d) fournit des recommandations relatives à l'applicabilité et à l'utilisation de la détermination calorimétrique isotherme pour le calcul de la vitesse de réaction nette des réactions productrices de chaleur des granulés de biocombustibles solides.

Le mode opératoire d'essai fourni dans le présent document quantifie la puissance thermique (flux thermique) de l'échantillon pendant l'essai; il n'identifie pas la source de l'auto-échauffement dans la prise d'essai analysée.

Les données relatives à la production spontanée de chaleur déterminées à l'aide du présent document sont uniquement associées à la qualité et à l'âge spécifiques de l'échantillon de matériau. Les résultats sont propres au produit.

Le présent document s'applique exclusivement aux granulés de biocombustibles solides.

Les informations déduites à l'aide du présent document sont destinées à être utilisées dans le contrôle qualité et dans l'identification des dangers et l'évaluation des risques associés aux procédures fournies dans l'ISO 20024:2020.

### 2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 14780, *Biocombustibles solides — Préparation des échantillons*

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

ISO 18135, *Biocarburants solides — Échantillonnage*

ISO 18846, *Biocombustibles solides — Détermination de la teneur en fines dans des quantités de granulés*

### 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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

#### 3.1

##### **température d'analyse**

température de l'environnement d'analyse, c'est-à-dire la température du calorimètre

#### 3.2

##### **auto-échauffement**

élévation de la température d'un matériau due à une réaction exothermique interne

[SOURCE: ISO 13943:2017, 3.341, modifié «<produit chimique>» omis au début de la définition.]

#### 3.3

##### **allumage spontané**

allumage provoqué par une réaction exothermique interne

[SOURCE: ISO 13943:2017, 3.241]

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

Note 1 à l'article: Voir les définitions du terme «allumage» dans l'ISO 13943.

#### 3.4

##### **prise d'essai**

sous-échantillon soit d'un *échantillon pour laboratoire* (3.6), soit d'un *échantillon pour essai* (3.5)

[SOURCE: ISO 16559:2014, 4.202]

#### 3.5

##### **échantillon pour essai**

*échantillon pour laboratoire* (3.6) ayant subi une préparation adaptée au laboratoire

[SOURCE: ISO 16559:2014, 4.203]

#### 3.6

##### **échantillon pour laboratoire**

échantillon composite ou sous-échantillon d'un échantillon composite pour utilisation en laboratoire

[SOURCE: ISO 16559:2014, définition 4.124]

#### 3.7

##### **puissance thermique**

flux thermique produit par l'échantillon durant l'essai et généralement exprimé, par référence à la masse unitaire des granulés de biocombustibles, en W/g ou J/(s · g)

[SOURCE: CEN/TR 16632:2014, 8.3, modifié — remplacement de «ciment» par «granulés de biocombustibles».]

### 4 Principe

La détermination calorimétrique isotherme est une technique sensible permettant d'étudier la production de chaleur ou la consommation de chaleur d'échantillons de types variés. Elle est non destructive et non invasive pour l'échantillon. Lorsque de la chaleur est produite à l'intérieur d'un échantillon, un calorimètre à conduction thermique isotherme (ici appelé calorimètre isotherme)

mesure la puissance thermique (flux thermique). L'échantillon est placé dans un flacon qui est en contact avec un capteur de flux thermique, lui-même en contact avec un dissipateur thermique. Lorsque de la chaleur est produite ou consommée par un processus quelconque, un gradient de température se développe à travers le capteur. Cela produit une tension, qui est mesurée. La tension est proportionnelle au flux thermique à travers le capteur et à la vitesse du processus se produisant dans le flacon contenant l'échantillon. Ce signal est enregistré en continu et en temps réel.

NOTE 1 Un appareil commercial de détermination calorimétrique isotherme dispose généralement de plusieurs canaux et peut donc être utilisé pour mesurer plusieurs échantillons simultanément.

Pour chaque échantillon (canal), il existe une référence inerte qui se trouve sur un capteur de flux thermique parallèle. Pendant le temps où le flux thermique est surveillé, toute fluctuation de la température pénétrant dans l'appareil influencera dans une même mesure l'échantillon et les capteurs de référence. Cette architecture permet une détermination très précise de la chaleur produite ou consommée par l'échantillon seul, tout en éliminant efficacement les autres perturbations thermiques qui ne sont pas liées à l'échantillon. Le flux thermique mesuré est normalisé en fonction du poids de l'échantillon et le résultat est exprimé en mW/g.

NOTE 2 La température de fonctionnement d'un calorimètre isotherme se situe généralement dans la plage comprise entre 5 °C et 90 °C. Toutefois, il existe des calorimètres qui possèdent une plage de températures de fonctionnement légèrement plus étendue.

NOTE 3 La teneur en humidité de l'échantillon de granulé de biocombustible peut avoir un impact sur le résultat de l'essai. L'étendue de cet impact n'est pas connue au moment de la publication du présent document.

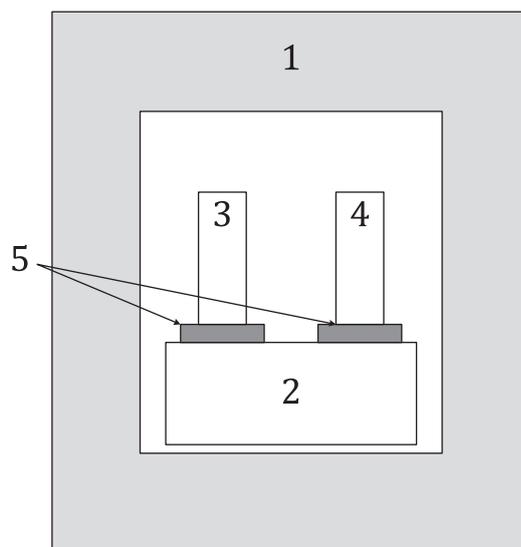
## 5 Appareillage

**iTeh STANDARD PREVIEW**

(standards.iteh.ai)

Appareillage de laboratoire usuel et, en particulier, ce qui suit.

**5.1 Calorimètre isotherme**, se composant d'un porte-échantillon pour le flacon à échantillons et le flacon de référence, chacun relié thermiquement aux capteurs de flux thermique, eux-mêmes reliés thermiquement à un puits thermique constant. Voir l'exemple à la [Figure 1](#).



### Légende

- |   |                       |   |                            |
|---|-----------------------|---|----------------------------|
| 1 | thermostat            | 4 | référence                  |
| 2 | dissipateur thermique | 5 | capteurs de flux thermique |
| 3 | échantillon           |   |                            |

**Figure 1 — Représentation schématique d'un calorimètre isotherme**

## ISO 20049-1:2020(F)

Le calorimètre doit être étalonné à la température d'analyse (voir [Annexe A](#)). La température d'analyse pour le mode opératoire d'essai de présélection doit être de 60 °C.

La référence doit présenter un niveau de bruit aléatoire faible et être stable face à la dérive (voir [Annexe A](#)).

La sensibilité minimale pour la mesure de la puissance de sortie doit être de 100 µW.

Le matériel d'acquisition de données doit être capable de réaliser des enregistrements continus de la sortie du calorimètre mesurée à un intervalle de temps minimal de 10 s.

**5.2 Flacons** en verre d'un volume d'au moins 20 ml et équipés d'un couvercle étanche à l'air équipé d'un joint inerte.

Des flacons d'un volume autre que 20 ml peuvent être utilisés si la prise d'essai est modifiée en conséquence (voir [7.2.1](#)). Dans ce cas, cet écart par rapport au mode opératoire standard doit être noté dans le rapport d'essai.

**5.3 Balance**, d'une précision d'au moins 10 mg.

## 6 Manipulation des échantillons

### 6.1 Généralités

Une bonne manipulation des échantillons est importante pour la préservation des propriétés des échantillons de granulés de biocombustibles solides. Le transport et le stockage (voir [6.3](#)) sont particulièrement importants pour les propriétés d'auto-échauffement car la réactivité de l'échantillon sera réduite par une exposition prolongée à l'oxygène de l'air. Cela est encore accentué lors d'une exposition à des températures élevées.

Il convient que l'historique de l'échantillon et que les conditions de manipulation de l'échantillon soient indiqués de façon aussi exhaustive que possible dans le rapport d'essai.

### 6.2 Échantillonnage

L'échantillonnage des granulés de biocombustibles solides doit être effectué conformément aux procédures décrites dans l'ISO 18135.

La taille minimale de l'échantillon pour laboratoire est de 500 ml.

### 6.3 Transport et stockage de l'échantillon

L'échantillon pour laboratoire doit être transporté dans un conteneur d'échantillon étanche à l'air et fermé.

NOTE 1 Un conteneur étanche à l'air est utilisé pour limiter la quantité d'oxygène disponible afin de réduire les réactions d'oxydation avec l'échantillon.

L'échantillon doit complètement remplir le conteneur.

NOTE 2 Le fait que le conteneur soit complètement rempli limite la quantité d'air dans le conteneur (c'est-à-dire la quantité d'oxygène) et diminue également les détériorations de l'échantillon dues à l'usure physique (c'est-à-dire réduit la quantité de fraction fine).

Le temps s'écoulant entre l'échantillonnage et l'analyse doit être réduit au minimum et les températures élevées doivent être évitées.

NOTE 3 Il a été constaté qu'un échantillon peut être stocké pendant plusieurs mois sans changements significatifs en matière de réactivité, s'il est placé dans un congélateur directement après sa réception par le laboratoire d'analyses.

## 6.4 Préparation de l'échantillon

Toute fraction fine doit être retirée de l'échantillon pour laboratoire afin de créer un échantillon pour essai avant d'extraire les prises d'essai. La fraction fine peut être éliminée par tamisage manuel délicat à l'aide d'un tamis de 3,15 mm conformément à l'ISO 18846.

NOTE La fraction fine est éliminée afin d'éviter que la fraction fine produite lors de la manipulation et du transport soit incluse dans la prise d'essai.

La prise d'essai doit être prélevée de façon aléatoire dans l'échantillon pour essai. Les procédures de l'ISO 14780 doivent être suivies.

## 7 Mode opératoire d'essai

### 7.1 Stabilisation de la température

Régler la température de l'appareil à la température d'analyse choisie. La température d'analyse pour le mode opératoire d'essai de présélection est de 60 °C.

Suivre la procédure du fabricant pour vérifier la stabilité de la température.

NOTE Les valeurs du critère de stabilité varient pour les calorimètres mis en œuvre et sont généralement décidées par le logiciel.

### 7.2 Préparation du flacon à échantillons

#### 7.2.1 Procédure de préparation

Le flacon à échantillons préparé ne doit pas être préchauffé.

NOTE 1 Le préchauffage du flacon à échantillons est souvent utilisé pour réduire la perturbation du signal de mesure due au déséquilibre thermique entre l'échantillon et le calorimètre. Toutefois, le préchauffage n'est pas appliqué dans le présent mode opératoire d'essai, car il a été constaté au cours d'une étude interlaboratoires (ILS) préliminaire que le préchauffage n'était pas favorable à l'incertitude de mesure dans la présente application.

Manipuler l'échantillon à l'aide d'une paire de pinces ou de gants en caoutchouc afin d'éviter toute contamination de l'échantillon.

Utiliser si possible des granulés entiers ou de gros morceaux de granulés.

Dans le flacon à échantillons (5.2), peser une prise d'essai de 0,2 g de granulés par volume en ml du flacon à échantillons utilisé. Par exemple, utiliser  $4 \pm 0,1$  g de granulés pour un flacon en verre de 20 ml.

NOTE 2 Il a été démontré pour les granulés de bois qu'il n'y a pas de différence significative dans la puissance thermique mesurée pour les mesurages effectués sur des granulés entiers par rapport à des morceaux de granulés plus petits (mélange de particules de 2 mm et moins)<sup>[8]</sup>.

Serrer le couvercle du flacon à échantillons correctement après le chargement de l'échantillon.

Si un défaut d'oxygène influençant les résultats d'essai se produit dans le flacon fermé pendant le mesurage, suivre la procédure indiquée en 7.2.2. Une méthode permettant de détecter un défaut d'oxygène significatif est fournie au paragraphe 8.1.

NOTE 3 Il a été démontré qu'un défaut d'oxygène dans le flacon fermé n'influence généralement pas de façon significative la production de chaleur mesurée dans les mesurages réalisés avec des granulés de bois à l'aide du mode opératoire d'essai de présélection recommandé dans le présent document.<sup>[8]</sup> Toutefois, dans certains cas, avec des granulés hautement réactifs, le défaut d'oxygène peut influencer les résultats des essais.

### 7.2.2 Procédure permettant d'établir la masse adéquate de la prise d'essai en cas d'influence du défaut d'oxygène

Pour identifier la masse adéquate de l'échantillon permettant d'éviter l'influence du défaut d'oxygène, réaliser dans un premier temps les essais avec une masse d'échantillon de 4 g et de 2 g (si un flacon à échantillons de 20 ml est utilisé). Si la différence de production de chaleur totale normalisée entre les deux masses d'échantillon (4 g et 2 g) est non significative (écart relatif inférieur à 10 %), aucun autre essai n'est nécessaire; il est approprié d'utiliser une masse d'échantillon de 4 g. Cependant, si la différence est significative, des essais supplémentaires avec des masses d'échantillon de 1 g et de 3 g doivent être effectués afin d'établir la masse d'échantillon à laquelle l'effet du défaut d'oxygène est non significatif.

### 7.3 Préparation du flacon de référence

Préparer deux flacons de référence pour chaque flacon à échantillons (pour chaque canal).

La prise du matériau de référence doit avoir la même capacité thermique totale que la prise d'essai. L'eau est un matériau de référence recommandé, bien que d'autres matériaux non réactifs puissent être utilisés, par exemple le sable de quartz sec.

Un flacon en verre standard de 20 ml contenant 1,3 g d'eau désionisée peut être utilisé comme flacon de référence pour soumettre à essai 4,0 g de granulés de bois.

NOTE Il a été indiqué que la capacité thermique des granulés de bois (teneur en humidité d'environ 6,5 % en masse) se situe dans une plage comprise entre 1,2 J/(g·K)<sup>[9]</sup> et 1,6 J/(g·K)<sup>[10]</sup>. Si aucune donnée relative à l'échantillon de granulés de bois concerné n'est disponible, une valeur de 1,4 J/(g·K) peut être supposée, ce qui se traduit par un échantillon de référence de 1,3 g d'eau désionisée, approprié pour les essais réalisés avec 4,0 g de granulés de bois.

Si le calorimètre est équipé d'une référence fixe, il faut s'assurer que la référence est appropriée pour l'essai de granulés de biocombustibles.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1c3c8fc0-70f5-4158-8aac-7d87861a69b9/iso-20049-1-2020>

### 7.4 Mesurage

#### 7.4.1 Premier mesurage de référence

Commencer l'essai par un mesurage de référence:

- 1) placer un flacon de référence dans la position de référence. Cette référence doit être maintenue stationnaire pendant toute la durée de l'essai;
- 2) placer un second flacon de référence en position de mesurage pour le mesurage de référence;
- 3) lorsque l'appareil a atteint des conditions stables, effectuer un mesurage de référence de 30 min.

NOTE Cela s'applique à tous les canaux qui sont utilisés pour le mesurage.

Les données de mesurage de référence doivent être incluses dans le fichier de données de mesurage.

#### 7.4.2 Mesurage des échantillons

Une fois le premier mesurage de référence effectué, remplacer le flacon de référence en position de mesurage par le flacon à échantillons.

Mesurer le flux thermique depuis le flacon à échantillons et l'enregistrer dans le fichier de données de mesurage. Le mesurage doit être effectué jusqu'à ce que le développement de la chaleur ne soit plus influencé de manière significative et sur une durée minimale de 24h.

NOTE La procédure de démarrage de l'essai et de sauvegarde des données dans le fichier de données de mesurage peut varier d'une marque de calorimètre à conduction isotherme à l'autre.