

---

---

**Biocombustibles solides — Méthode  
de détermination de la fusibilité des  
cendres**

*Solid biofuels — Determination of ash melting behaviour*

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

[ISO 21404:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e2492ce-efd9-4bf8-b7aa-1afec57a44d5/iso-21404-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e2492ce-efd9-4bf8-b7aa-1afec57a44d5/iso-21404-2020>



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

ISO 21404:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e2492ce-efd9-4bf8-b7aa-1afec57a44d5/iso-21404-2020>



### 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

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<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>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>2</b>
<b>5</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Atmosphère d'essai</b> .....	<b>5</b>
<b>8</b> <b>Vérification de l'étalonnage</b> .....	<b>5</b>
<b>9</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>6</b>
9.1    Préparation de la cendre.....	6
9.2    Préparation des éprouvettes.....	6
9.3    Détermination des températures caractéristiques.....	7
<b>10</b> <b>Précision de la méthode</b> .....	<b>7</b>
<b>11</b> <b>Rapports d'essai</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe A</b> (informative) <b>Définition du facteur de forme</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Données de performance</b> .....	<b>10</b>
<b>Annexe C</b> (informative) <b>Exemples de températures caractéristiques</b> .....	<b>12</b>
<b>Bibliographie</b> ..... <a href="https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e2492ce-efd9-4bf8-b7aa-1afec57a44d5/iso-21404-2020">https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e2492ce-efd9-4bf8-b7aa-1afec57a44d5/iso-21404-2020</a>	<b>15</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*.

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

La méthode d'essai décrite dans le présent document fournit des informations sur le comportement des constituants inorganiques composites des cendres de biocombustible solide en fusion à hautes températures.

La fusion des cendres est un processus complexe dans le cadre duquel frittage, retrait (contraction) et dilatation ou gonflement peuvent également se produire.

Cette méthode d'essai est empirique. La cendre utilisée pour l'essai est une matière homogène préparée à partir du combustible par calcination à 550 °C (d'autres températures de calcination de 710 °C ou 815 °C peuvent être utilisées). La détermination est effectuée avec une vitesse de montée en température contrôlée dans une atmosphère contrôlée. À l'inverse, en grandeur réelle, les processus complexes de combustion et de fusion impliquent des mélanges hétérogènes de particules, et des vitesses de montée en température et des compositions de gaz variables.

Les températures caractéristiques déterminées lors de l'essai peuvent être utilisées pour comparer la tendance des cendres issues de différents types et qualités de biocombustibles solides à former des dépôts fondus ou à entraîner une agglomération du lit lors du chauffage.

Cette méthode est fondée sur les méthodes décrites dans le DIN 51730:1998<sup>[1]</sup>, l'ISO 540:2008<sup>[2]</sup> et le CEN/TS 15370-1<sup>[3]</sup>. Les termes «fusibilité des cendres» et «ramollissement des cendres» sont des synonymes de «fusion des cendres».

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

ISO 21404:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e2492ce-efd9-4bf8-b7aa-1afec57a44d5/iso-21404-2020>

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

ISO 21404:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e2492ce-efd9-4bf8-b7aa-1afec57a44d5/iso-21404-2020>

# Biocombustibles solides — Méthode de détermination de la fusibilité des cendres

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode permettant de déterminer les températures caractéristiques lors de la fusion des cendres des biocombustibles solides.

## 2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

## 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 <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

### 3.1

#### température de contraction initiale

##### SST

température à laquelle la surface de l'éprouvette descend à moins de 95 % de la surface originale de l'éprouvette à 550 °C (ou autres températures de calcination utilisées) en raison du retrait de l'éprouvette

Note 1 à l'article: Ce retrait peut être dû à la libération de dioxyde de carbone et de composés alcalins volatils. Il peut aussi être causé par un frittage et peut constituer un premier signe de fusion partielle.

### 3.2

#### température de déformation

##### DT

température à laquelle les premiers signes de fusion se manifestent

Note 1 à l'article: Il est courant que la DT soit atteinte peu avant la HT/FT. Si les résultats d'essai montrent une légère différence de température entre la SST et la DT, ainsi qu'un grand écart de température entre la DT et la HT/FT, il est recommandé que l'analyste étudie les images afin de vérifier si la température enregistrée pour la DT correspond réellement à une fusion, ou s'il s'agit d'un changement de forme causé par un retrait excessif.

Note 2 à l'article: La température de déformation peut se traduire par un arrondissement des bords, un lissage des surfaces, une expansion du cylindre ou une évolution générale de la forme du cylindre. Si l'éprouvette commence à gonfler ou à former des bulles sans que les bords soient arrondis, la température est enregistrée en tant que DT (puisque le gonflement et la formation de bulles ne se produisent que quand une fraction de la cendre est fondue).

Note 3 à l'article: Pour l'évaluation assistée par ordinateur, un changement de facteur de forme peut être utilisé pour définir la température de déformation. Une définition du facteur de forme se trouve à l'[Annexe A](#).

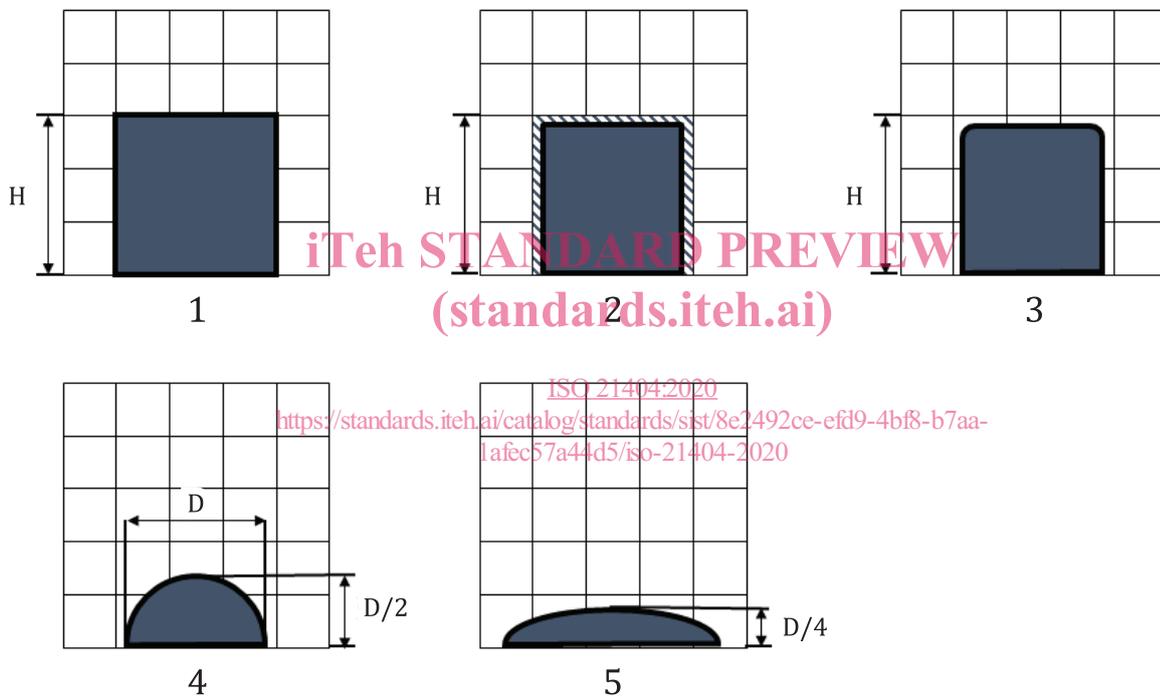
**3.3**  
**température hémisphérique de fusion**  
**HT**

température à laquelle l'éprouvette prend pratiquement une forme hémisphérique, en d'autres termes, la hauteur est égale à la moitié du diamètre de la base

**3.4**  
**température de fluidité**  
**FT**

température à laquelle la cendre se répand sur la dalle de support en une couche dont la hauteur est égale à la moitié de celle de l'éprouvette à la température hémisphérique de fusion, telle que représentée à la [Figure 1](#)

Note 1 à l'article: La moitié de la hauteur de l'éprouvette à la température hémisphérique de fusion a été définie en raison de la fréquence de la formation de bulles. Cet aspect est particulièrement important pour l'évaluation automatique d'images.



**Légende**

- 1 forme d'origine à la température de référence (calcination)
- 2 SST, température de contraction initiale
- 3 DT, température de déformation
- 4 HT, température hémisphérique de fusion
- 5 FT, température de fluidité

**Figure 1 — Phases qui peuvent intervenir dans le processus de fusion des cendres**

**4 Principe**

La cendre issue du biocombustible est préparée à une température contrôlée de  $(550 \pm 10) \text{ }^\circ\text{C}$ , dans des conditions contrôlées de durée et de spécifications d'équipements. Cette cendre est homogénéisée, et une éprouvette est réalisée à partir de la cendre préparée. Elle est chauffée à vitesse constante et observée en continu pendant qu'elle est chauffée. Les températures auxquelles se produisent des changements caractéristiques de forme sont enregistrées. Les températures caractéristiques sont

définies à l'[Article 3](#). À l'[Annexe C](#), des illustrations parlantes montrent des exemples de températures caractéristiques.

Pour certaines cendres produites à 550 °C, il peut être difficile de déterminer la température de déformation, en raison de la libération de dioxyde de carbone par les carbonates contenus dans les cendres, qui entraîne un important retrait au niveau des éprouvettes. Une calcination à des températures plus élevées permet d'éliminer les carbonates de la cendre, mais elle entraîne également l'élimination des éventuels sels à bas point de fusion qu'elle contient. Dans certains cas (par exemple, lorsque l'on recherche d'éventuels problèmes de fusion de verre sur des granulés de bois), d'autres températures de calcination de (710 ± 10) °C ou (815 ± 10) °C peuvent être utilisées à condition que cela soit précisé dans le rapport d'essai.

## 5 Réactifs

**5.1 Éthanol**, d'une pureté ≥ 95 %.

**5.2 Fil d'or**, d'au moins 0,5 mm de diamètre, ou **plaque en or**, de 0,5 mm à 1,0 mm d'épaisseur, avec une pureté de 99,99 % ou un point de fusion certifié (par exemple, 1 064 °C).

**5.3 Fil de nickel**, d'au moins 0,5 mm de diamètre, ou **plaque en nickel**, de 0,5 mm à 1,0 mm d'épaisseur, avec une pureté de 99,9 % ou un point de fusion certifié (par exemple, 1 455 °C).

NOTE Le nickel est utilisé uniquement pour l'étalonnage en atmosphère réductrice.

**5.4 Fil de palladium**, d'au moins 0,5 mm de diamètre, ou **plaque en palladium**, de 0,5 mm à 1,0 mm d'épaisseur, avec une pureté de 99,9 % ou un point de fusion certifié (par exemple, 1 554 °C).

**5.5 Dioxyde de carbone, monoxyde de carbone, hydrogène ou mélange déjà prêt de dioxyde de carbone et de monoxyde de carbone** avec 55 % (V/V) à 65 % (V/V) de monoxyde de carbone et 35 % (V/V) à 45 % (V/V) de dioxyde de carbone ou **mélange déjà prêt d'hydrogène et de dioxyde de carbone** avec 45 % (V/V) à 55 % (V/V) d'hydrogène et 45 % (V/V) à 55 % (V/V) de dioxyde de carbone.

## 6 Appareillage

**6.1 Nacelles de calcination** en matériau inerte, comme le platine ou le graphite, et d'une taille telle que le chargement de la prise d'essai n'excède pas 1 g/cm<sup>2</sup> de fond, pouvant être utilisées pour toute la biomasse. Avant la première utilisation, la nacelle doit être chauffée jusqu'à la température de calcination pendant 60 min et être refroidie jusqu'à température ambiante avant utilisation. Le matériau de la nacelle ne doit pas réagir avec l'échantillon ou la cendre de celui-ci. En cas d'utilisation de nacelles constituées d'autres matériaux (par exemple, la porcelaine), il faut vérifier qu'aucune réaction ne se produit avec les cendres/la biomasse pendant le processus de calcination, c'est-à-dire qu'il convient que la cendre soit formée de poudre libre (pas de frittage ni de fusion) et qu'il faut que la surface des nacelles soit intacte après la calcination.

**6.2 Four de calcination**, qui doit pouvoir procurer une zone de chaleur uniforme aux températures requises et atteindre ces températures dans les intervalles de temps spécifiés. Le renouvellement de l'air dans le four doit être suffisant pour éliminer les produits de combustion SO<sub>2</sub> et CO<sub>2</sub> qui se forment lors de la décomposition du biocombustible, avant que ces gaz ne réagissent avec les constituants de la cendre pendant la procédure de chauffage.

NOTE Pour préparer des cendres de charbon conformément à l'ISO 1171, 5 à 10 renouvellements d'air par minute sont nécessaires pour éliminer la réaction du  $\text{SO}_2$  et du  $\text{CO}_2$  avec la cendre. Pour la biomasse, il n'existe pas pour l'instant de preuve scientifique de l'influence du renouvellement de l'air dans le four de calcination, sur les résultats de la fusion des cendres, bien que l'on s'attende à ce qu'il y en ait une. La teneur en cendre de la biomasse est généralement moins importante que celle du charbon, et sa cendre est plus légère que celle de ce dernier. Du fait de cette propriété, la cendre peut s'envoler du creuset de calcination, ce qui peut limiter les possibilités en termes de renouvellement de l'air. Une analyse de sensibilité portant sur l'influence de la variation de ces paramètres sur le résultat en termes de comportement des cendres en fusion peut être précieuse pour certaines configurations.

**6.3 Récipients ou sachets pour échantillons, étanches à l'air**, pouvant contenir (1 à 10) g d'échantillon calciné et laissant une lame d'air libre minimale, par exemple des sachets en PEBD Zip-Lip ou des flacons en PEHD à large col de 50 ml au maximum.

**6.4 Four pour étudier le comportement des cendres en fusion**, à chauffage électrique, remplissant les conditions suivantes:

- a) doit pouvoir atteindre la température maximale, qui est d'au moins 1 500 °C;
- b) doit procurer une zone adéquate de température uniforme dans laquelle chauffer l'éprouvette/les éprouvettes;
- c) doit permettre de chauffer l'éprouvette/les éprouvettes à vitesse constante, à partir de 550 °C;
- d) doit pouvoir maintenir l'atmosphère d'essai requise (voir [Article 7](#)) autour de l'éprouvette/des éprouvettes;
- e) doit permettre d'observer le changement de forme de l'éprouvette/des éprouvettes pendant le chauffage. Les exigences relatives au fonctionnement et à la conception du four doivent être telles qu'une disposition visant à pouvoir observer l'essai en conditions de faible luminosité soit stipulée, qu'elle ait trait à l'éclairage ou à la sensibilité de la caméra.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)  
ISO 21404:2020  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8e2492ce-efd9-4bf8-b7aa-1afcc57a44d5/iso-21404-2020>

**6.5 Pyromètre**, constitué d'un thermocouple en platine/platine-rhodium.

**6.6 Moule**, en laiton, acier inoxydable ou autre matériau adapté pour préparer un cylindre vertical d'une hauteur de 3 mm à 4 mm et d'un diamètre égal à la hauteur.

**6.7 Presse manuelle à compression par ressort**, pour produire l'éprouvette.

NOTE Les fabricants de moules ([6.6](#)) pour fusion des cendres fournissent généralement une presse manuelle conçue pour être utilisée avec le moule. Les presses manuelles fournies par le fabricant sont considérées comme adaptées.

**6.8 Support pour éprouvette**, constitué d'un matériau tel qu'il ne se déforme pas et qu'il ne réagisse pas avec la cendre et ne l'absorbe pas lors de la détermination.

Les supports en dioxyde de zirconium sont adaptés; sinon, une interface non absorbante comme une feuille de platine peut être utilisée entre le support d'origine et l'éprouvette. Il s'est avéré que les supports en alumine frittée ou en mullite à texture fine influencent les résultats, en particulier pour la température FT, en raison de la réaction ou de l'absorption de cendre liquide. Il est donc recommandé de les éviter.

**6.9 Débitmètres**, pour mesurer les constituants des gaz réducteurs (voir [Article 7](#)) et/ou mesurer le débit du gaz oxydant.

**6.10 Mortier et pilon** en agate ou en oxyde de zirconium, ou d'autres instruments de broyage adéquats comme un broyeur à boulets en matériau résistant à l'abrasion.

**6.11 Instrument optique**, permettant d'observer le profil de l'éprouvette tout au long de la détermination via une caméra ou un appareil vidéo.

## 7 Atmosphère d'essai

Lors de l'essai de fusion des cendres, une atmosphère oxydante ou réductrice peut être utilisée en fonction des conditions du système de combustion et/ou en fonction des exigences. Une atmosphère oxydante est obtenue via l'introduction d'air ou de dioxyde de carbone dans le four avec une vitesse de débit linéaire au niveau de l'éprouvette comprise entre 100 mm/min et 250 mm/min, calculée à température ambiante. L'atmosphère réductrice est quant à elle obtenue via l'introduction d'un mélange de:

- a) 55 % (V/V) à 65 % (V/V) de monoxyde de carbone avec 35 % (V/V) à 45 % (V/V) de dioxyde de carbone; ou
- b) 45 % (V/V) à 55 % (V/V) d'hydrogène avec 45 % (V/V) à 55 % (V/V) de dioxyde de carbone dans le four au même débit que pour l'atmosphère oxydante.

**NOTE** Le débit n'est pas très important; l'essentiel est qu'il soit suffisant pour éviter toute entrée d'air dans le four dans le cas d'une atmosphère réductrice. Toutefois, le même niveau de débit est recommandé pour une atmosphère oxydante. Pour les fours de grand diamètre, un débit d'environ 400 mm/min peut être nécessaire pour une atmosphère réductrice. Dans tous les cas, se reporter aussi aux instructions du fabricant. Il est possible de calculer le débit de réglage du rotamètre en multipliant le débit en millimètres par minute par la section intérieure du tube du four et en procédant à une conversion en litres par minute.

**AVERTISSEMENT** — Lors de l'utilisation de l'atmosphère réductrice décrite ci-dessus, les gaz qui sortent du four contiennent une portion de monoxyde de carbone; il est donc indispensable de faire en sorte qu'ils soient évacués vers l'atmosphère extérieure, de préférence via une hotte ou un système de ventilation efficace. Si de l'hydrogène est utilisé dans l'atmosphère réductrice, il faut veiller à éviter toute explosion, en procédant à un balayage de dioxyde de carbone avant l'introduction de l'hydrogène et après l'arrêt de l'alimentation en hydrogène. Si un mélange déjà prêt de dioxyde de carbone et d'hydrogène est utilisé pour l'atmosphère d'essai, de l'azote gazeux peut être utilisé pour le balayage.

## 8 Vérification de l'étalonnage

Contrôler le pyromètre au moins une fois par an et à chaque fois que nécessaire, par exemple après avoir changé des éléments chauffants, dans des conditions d'essai de routine par observation du point de fusion de l'or (5.2) et, si possible, à la température maximale du four (6.4), du point de fusion du palladium (5.4). Placer le fil de référence à différents endroits dans le four. Tester l'atmosphère réductrice en observant le point de fusion du nickel (5.3).

Si les points de fusion observés pour l'or ou le palladium diffèrent de plus de 10 °C des points de fusion des matériaux indiqués en 5.2 et 5.4, procéder à un nouveau réglage ou à un nouvel étalonnage.

Une alternative à l'observation du point de fusion de l'or et du palladium consiste à contrôler le pyromètre à l'aide d'un thermocouple certifié par un laboratoire de référence reconnu ou avec un étalonnage permettant de remonter à un laboratoire de référence standard.

Si le point de fusion observé pour le nickel diffère de plus de 10 °C de celui indiqué en 5.3, cela peut être dû à une oxydation du nickel causée par une atmosphère pas assez réductrice. Vérifier si l'appareil comporte des fuites, contrôler le débit et la qualité des gaz et vérifier à nouveau le point de fusion du nickel.

**NOTE** L'obtention d'un point de fusion correct pour le nickel ne garantit pas que la composition de l'atmosphère réductrice soit correcte, car il pourrait y avoir des écarts considérables avant que la fusibilité ne soit affectée.