
**Combustibles solides de
récupération — Détermination du
pouvoir calorifique**

Solid recovered fuels — Determination of calorific value

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21654:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01e0e311-8ae7-460d-9b83-5d5B5a05c31/iso-21654-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01e0e311-8ae7-460d-9b83-5d5B5a05c31/iso-21654-2021>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21654:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01e0e311-8ae7-460d-9b83-5d5B5a05c31/iso-21654-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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

E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	3
4.1 Pouvoir calorifique supérieur.....	3
4.2 Pouvoir calorifique inférieur.....	3
5 Réactifs	4
6 Conditions de laboratoire	5
7 Appareillage	5
7.1 Généralités.....	5
7.2 Appareillage auxiliaire.....	8
7.3 Balances.....	9
8 Préparation de l'échantillon d'essai	9
9 Mode opératoire calorimétrique	9
9.1 Généralités.....	9
9.2 Préparation de la bombe calorimétrique pour le mesurage.....	11
9.2.1 Mode opératoire général.....	11
9.2.2 Utilisation des adjuvants de combustion.....	12
9.3 Assemblage du calorimètre.....	12
9.4 Réaction de combustion et mesurages de la température.....	13
9.5 Analyse des produits de combustion.....	13
9.6 Augmentation de température corrigée θ	14
9.6.1 Augmentation de la température observée.....	14
9.6.2 Calorimètres de type isopéribol et à enceinte statique.....	14
9.6.3 Calorimètres adiabatiques.....	16
9.6.4 Corrections du thermomètre.....	16
9.7 Température de référence.....	16
10 Étalonnage	16
10.1 Principe.....	16
10.2 Référence d'étalonnage.....	17
10.2.1 Conditions de certification.....	17
10.2.2 Conditions d'étalonnage.....	17
10.3 Plage de fonctionnement valide de la capacité calorifique effective ε	17
10.4 Apports auxiliaires.....	18
10.5 Mode opératoire d'étalonnage.....	18
10.6 Calcul de la capacité calorifique effective d'une expérience individuelle.....	19
10.6.1 Base masse d'eau du calorimètre constante.....	19
10.6.2 Base de masse totale constante du calorimètre.....	20
10.7 Fidélité de la valeur moyenne de la capacité calorifique effective ε	21
10.7.1 Valeur constante de ε	21
10.7.2 ε comme fonction de l'augmentation de température observée.....	21
10.8 Répétition de la détermination de la capacité calorifique effective.....	21
11 Pouvoir calorifique supérieur	22
11.1 Généralités.....	22
11.2 Combustion.....	22
11.3 Calcul du pouvoir calorifique supérieur.....	22

11.3.1	Généralités	22
11.3.2	Base masse d'eau du calorimètre constante	23
11.3.3	Base de masse totale constante du calorimètre	25
11.3.4	ε comme fonction de l'augmentation de température observée	25
11.4	Expression des résultats	26
11.5	Calcul sur d'autres bases	26
12	Fidélité	26
12.1	Limite de répétabilité	26
12.2	Limite de reproductibilité	26
13	Calcul du pouvoir calorifique inférieur à pression constante	27
13.1	Généralités	27
13.2	Calculs	27
14	Rapport d'essai	28
Annexe A (normative) Bombes calorimétriques de type adiabatique		30
Annexe B (normative) Bombes calorimétriques isopériboliques et à enceinte statique		34
Annexe C (normative) Bombes calorimétriques automatisées		40
Annexe D (normative) Contributeurs à la teneur en cendres éliminés		43
Annexe E (informative) Liste récapitulative pour la conception et les modes opératoires des expériences de combustion		46
Annexe F (informative) Exemples illustrant les principaux calculs utilisés dans le présent document si une bombe calorimétrique (adiabatique) automatisée est utilisée pour les déterminations		51
Annexe G (informative) Liste des symboles utilisés dans le présent document		55
Annexe H (informative) Diagramme de la détermination en routine du pouvoir calorifique		58
Annexe I (informative) Résultats des essais interlaboratoires		59
Annexe J (informative) Termes additionnels pour la base de l'expression des résultats		62
Annexe K (informative) Aspects environnementaux		63
Bibliographie		65

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 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).

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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 300, *Combustibles solides de récupération*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 343, *Combustibles solides de récupération*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

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.

Introduction

Le présent document est fondé sur l'EN 15400^[1].

Le résultat obtenu correspond au pouvoir calorifique supérieur de l'échantillon analysé à un volume constant avec toute l'eau des produits de combustion à l'état liquide. En pratique, les combustibles solides de récupération sont brûlés à une pression (atmosphérique) constante et l'eau est condensée ou non (extraite sous la forme gazeuse avec les fumées). Dans les deux cas, la chaleur de combustion de fonctionnement à utiliser est le pouvoir calorifique inférieur du combustible à pression constante. Le pouvoir calorifique inférieur à volume constant peut également être utilisé; des formules sont données pour le calcul de ces deux pouvoirs.

Les principes et modes opératoires généraux permettant l'étalonnage et les expériences sur des combustibles solides de récupération sont présentés dans la partie principale du présent document, tandis que ceux qui concernent l'utilisation d'un type particulier d'instrument calorimétrique sont spécifiés dans les [Annexes A à C](#). L'[Annexe D](#) donne des formules de calcul relatives aux contributeurs à la teneur en cendres éliminés. L'[Annexe E](#) spécifie des listes de contrôle pour réaliser l'étalonnage et les expériences sur combustibles à l'aide de modèles de calorimètres spécifiés. L'[Annexe F](#) donne des exemples destinés à illustrer certains calculs.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 21654:2021](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01e0e311-8ae7-460d-9b83-5d5B5a05c31/iso-21654-2021>

Combustibles solides de récupération — Détermination du pouvoir calorifique

AVERTISSEMENT — Il convient de respecter rigoureusement toutes les dispositions spécifiées dans le présent document afin d'éviter les risques d'explosion ou de déflagration dans la bombe calorimétrique, dans la mesure où la bombe est de conception et de construction standard, et où elle est en bon état mécanique.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination du pouvoir calorifique supérieur de combustibles solides de récupération à volume constant et à une température de référence de 25 °C dans une bombe calorimétrique étalonnée par combustion d'acide benzoïque certifié.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 10304-1, *Qualité de l'eau — Dosage des anions dissous par chromatographie des ions en phase liquide — Partie 1: Dosage du bromure, chlorure, fluorure, nitrate, nitrite, phosphate et sulfate*

ISO 16993, *Biocombustibles solides — Conversion de résultats analytiques d'une base en une autre base*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01e0e311-8ae7-460d-9b83->

ISO 21637, *Combustibles solides de récupération — Vocabulaire*

ISO 21644, *Combustibles solides de récupération — Méthode de détermination de la teneur en biomasse*

ISO 21646,¹⁾ *Combustibles solides de récupération — Préparation des échantillons*

ISO 21660-3, *Combustibles solides de récupération — Détermination de l'humidité par la méthode de séchage à l'étuve — Partie 3: Humidité de l'échantillon pour analyse générale*

EN 15358, *Combustibles solides de récupération — Systèmes de management de la qualité — Exigences particulières pour leur application à la production de combustibles solides de récupération*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et les définitions de l'ISO 21637 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/>

1) En cours d'élaboration. Stade à la date de publication: ISO/DIS 21646:2021.

3.1 pouvoir calorifique supérieur à volume constant
valeur absolue de l'énergie spécifique de la combustion, exprimée en joules, par unité de masse d'un combustible solide de récupération brûlé dans l'oxygène dans une bombe calorimétrique dans des conditions données

Note 1 à l'article: Les produits de combustion sont supposés être l'oxygène gazeux, l'azote, le dioxyde de carbone et le dioxyde de soufre, de l'eau liquide (en équilibre avec la vapeur qu'elle contient) saturée avec du dioxyde de carbone dans les conditions de réaction de la bombe calorimétrique, et des cendres solides, à la *température de référence* (3.4).

3.2 pouvoir calorifique inférieur à volume constant
valeur absolue de l'énergie spécifique de la combustion, exprimée en joules, par unité de masse d'un combustible solide de récupération brûlé dans l'oxygène en conditions de volume constant et telles que toute l'eau des produits de réaction reste sous forme de vapeur (dans un état hypothétique à 0,1 MPa), les autres produits étant tous, comme pour le pouvoir calorifique supérieur, à la *température de référence* (3.4)

3.3 pouvoir calorifique inférieur à pression constante
valeur absolue de la chaleur spécifique (enthalpie) de la combustion, exprimée en joules, par unité de masse d'un combustible solide de récupération brûlé dans l'oxygène à pression constante dans des conditions telles que toute l'eau des produits de réaction reste sous forme de vapeur (à 0,1 MPa), les autres produits étant tous, comme pour le pouvoir calorifique supérieur, à la *température de référence* (3.4)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.4 température de référence
température de référence internationale en thermochimie, 25 °C, adoptée en tant que température de référence des pouvoirs calorifiques (voir 9.7)

Note 1 à l'article: La dépendance à la température du pouvoir calorifique des combustibles solides de récupération est faible [inférieure à 1 J/(g · K)].

3.5 capacité calorifique effective du calorimètre
quantité d'énergie nécessaire pour modifier d'un degré la température du calorimètre

3.6 augmentation de température corrigée
variation de la température du calorimètre due exclusivement aux processus en cours dans la bombe calorimétrique

Note 1 à l'article: Il s'agit de l'augmentation de température totale observée et corrigée en matière d'échange thermique, de puissance d'agitation, etc. (voir 9.6).

Note 2 à l'article: La variation de température peut être exprimée dans d'autres unités: résistance d'un thermomètre en platine ou d'un thermistor, fréquence d'un résonateur à quartz, etc., pour autant qu'une relation fonctionnelle soit établie entre cette quantité et une variation de la température. La *capacité calorifique effective du calorimètre* (3.5) peut être exprimée en unités d'énergie par unité arbitraire de ce type. Les critères relatifs à la linéarité et l'étroitesse des conditions entre les étalonnages et les expériences sur les combustibles sont donnés en 9.3.

Note 3 à l'article: Une liste des symboles utilisés, accompagnés de leur définition, est donnée à l'Annexe G.

Note 4 à l'article: L'Annexe J fournit l'explication de termes pertinents additionnels susceptibles d'être d'intérêt, plus particulièrement en lien avec l'Annexe D. Ces termes peuvent apporter une clarification dans certains cas.

3.7

contributeur à la teneur en cendres éliminé rac [removed ash contributor]

matériau inerte rugueux (par exemple: métaux, verre, pierres, carreaux, etc.) retiré de l'échantillon avant la préparation, pour ne pas endommager les équipements de préparation

Note 1 à l'article: À l'issue du pré-séchage de l'échantillon, les contributeurs à la teneur en cendres éliminés (rac) sont pris en compte pour le calcul de la teneur en cendres, carbone, hydrogène, azote et soufre dans l'échantillon analysé.

Note 2 à l'article: Voir l'[Annexe D](#) pour plus d'informations.

4 Principe

4.1 Pouvoir calorifique supérieur

Une portion pesée de l'échantillon d'analyse d'un combustible solide de récupération est brûlée dans l'oxygène sous haute pression dans une bombe calorimétrique dans des conditions spécifiées. La capacité calorifique effective de la bombe est établie par des expérimentations d'étalonnage par la combustion d'acide benzoïque certifié dans des conditions similaires, indiquées dans le certificat. L'augmentation de température corrigée est établie à partir d'observations de la température avant, durant et après la réaction de combustion. La durée et la fréquence des observations de la température dépendent du type de calorimètre utilisé. De l'eau est ajoutée au préalable dans la bombe afin de créer, avant la combustion, une phase de vapeur saturée (voir 9.2.1 et 10.2.2), permettant ainsi à toute l'eau formée, à partir de l'hydrogène et de l'humidité présente dans l'échantillon, d'être considérée comme de l'eau à l'état liquide.

Le pouvoir calorifique supérieur est calculé à partir de l'augmentation de température corrigée et de la capacité calorifique effective du calorimètre, en prenant en compte les apports de l'énergie d'allumage, de la combustion du ou des fil(s) de mise à feu et des effets thermiques des réactions secondaires comme la formation d'acide nitrique. En outre, une correction est apportée pour tenir compte de la différence d'énergie entre l'acide sulfurique aqueux formé dans la réaction de la bombe calorimétrique et le dioxyde de soufre gazeux, c'est-à-dire le produit de réaction du soufre présent dans le combustible solide de récupération. L'effet énergétique correspondant entre l'acide chlorhydrique aqueux et gazeux peut être négligeable pour les combustibles solides de récupération issus principalement d'une source de biomasse.

L'effet énergétique correspondant entre l'acide chlorhydrique aqueux et gazeux dépend des caractéristiques de l'échantillon, par exemple, la teneur en chlore organique et inorganique, la composition minérale et la valeur réelle du pH du liquide de la bombe calorimétrique. À l'heure actuelle, aucune valeur n'est disponible pour cette correction du chlore. Une teneur en chlore éminemment élevée est recommandée dans l'échantillon d'essai, des fractions de PVC pouvant, par exemple, affecter considérablement le pouvoir calorifique.

Des équipements automatiques peuvent être utilisés lorsque la méthode est validée par des mesures parallèles. Ces équipements automatisés doivent satisfaire à l'ensemble des exigences concernant la taille de l'échantillon, le mode opératoire de chauffage, la température, l'atmosphère et la précision de pesée. Tout écart par rapport au présent paragraphe doit être relevé et justifié.

NOTE L'[Annexe H](#) présente un diagramme relatif à la détermination en routine du pouvoir calorifique.

4.2 Pouvoir calorifique inférieur

Le pouvoir calorifique inférieur à volume constant et le pouvoir calorifique inférieur à pression constante du combustible solide de récupération sont obtenus par calcul à partir du pouvoir calorifique supérieur à volume constant déterminé sur l'échantillon d'analyse. Le calcul du pouvoir calorifique inférieur à volume constant nécessite des informations sur la teneur en humidité et hydrogène de

l'échantillon d'analyse. En principe, le calcul du pouvoir calorifique inférieur à pression constante nécessite également des informations sur la teneur en oxygène et en azote de l'échantillon.

NOTE L'[Annexe H](#) présente un diagramme relatif à la détermination en routine du pouvoir calorifique.

5 Réactifs

5.1 Oxygène, conditionné à une pression suffisamment élevée pour remplir la bombe calorimétrique à 3 MPa, pur titré au moins à 99,5 % de la fraction volumique et exempt de matière combustible.

NOTE L'oxygène obtenu par processus électrolytique peut contenir jusqu'à 4 % de fraction volumique d'hydrogène.

5.2 Fil

5.2.1 Fil d'allumage, fil en nickel-chrome de 0,16 mm à 0,20 mm de diamètre, fil de platine de 0,05 mm à 0,10 mm de diamètre, ou autre fil conducteur approprié avec un comportement thermique bien caractérisé durant la combustion.

5.2.2 Fil de coton, de cellulose blanche, ou équivalent, si nécessaire (voir la NOTE 1 de [9.2.1](#)).

5.3 Adjuvants de combustion, de pouvoir calorifique supérieur, de composition et de pureté connus, par exemple: acide benzoïque, n-dodécane, huile de paraffine, capsules ou poches de combustion.

5.4 Solutions volumétriques et indicateurs normalisés, à utiliser uniquement lorsque l'analyse des solutions finales de la bombe calorimétrique est nécessaire.

5.4.1 Solution d'hydroxyde de baryum, $c[\text{Ba}(\text{OH})_2] = 0,05 \text{ mol/l}$.

5.4.2 Sodium carbonate solution, $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0,05 \text{ mol/l}$.

5.4.3 Solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.4.4 Solution d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,1 \text{ mol/l}$.

5.4.5 Indicateur au méthylorange filtré, solution à 1 g/l: dissoudre 0,25 g de méthylorange et 0,15 g de xylène cyanole FF dans 50 ml d'éthanol à 95 % en fraction volumique et compléter à 250 ml avec de l'eau.

5.4.6 Phénolphtaléine, solution à 10 g/l: dissoudre 2,5 g de phénolphthaléine dans 250 ml d'éthanol avec une fraction volumique de 95 %.

5.5 Acide benzoïque, de qualité calorimétrique standard, certifié par un organisme de normalisation reconnu (ou dont la certification est traçable sans ambiguïté).

NOTE 1 L'acide benzoïque est la seule substance recommandée pour l'étalonnage d'une bombe calorimétrique à oxygène. Pour vérifier la fiabilité d'ensemble des mesurages calorimétriques, des substances d'essai, par exemple du n-dodécane, sont utilisées. Les substances d'essai sont essentiellement utilisées pour apporter la preuve que certaines caractéristiques d'un échantillon, par exemple la vitesse de combustion ou la composition chimique, n'introduisent pas un biais dans les résultats.

NOTE 2 L'[Annexe K](#) présente une liste de contrôle environnemental (voir [Tableau K.1](#)) qui indique les aspects environnementaux possibles en fonction de l'analyse des combustibles solides de récupération à prendre en compte.

NOTE 3 L'acide benzoïque est brûlé sous la forme de granulés. Il est généralement utilisé sans séchage et sans traitement autre que la formation de granulés; le certificat de l'échantillon fournit les informations correspondantes. Il n'absorbe pas l'humidité de l'atmosphère à une humidité relative inférieure à 90 %.

L'acide benzoïque doit être utilisé dans des conditions aussi proches que possible des conditions du certificat; tout écart significatif par rapport à ces conditions doit être signalé conformément aux consignes du certificat. L'énergie de combustion de l'acide benzoïque, telle que définie par le certificat pour les conditions utilisées, doit être adoptée pour le calcul de la capacité calorifique effective du calorimètre (voir [10.2](#)).

6 Conditions de laboratoire

Le laboratoire utilisé pour la détermination du pouvoir calorifique doit satisfaire aux conditions suivantes:

- a) il convient qu'un laboratoire utilisé pour la détermination du pouvoir calorifique ne manipule pas d'autres objets d'essais simultanément dans la même pièce;
- b) il convient que la température ambiante soit relativement stable, que la variation de température ambiante ne dépasse pas 1 °C par mesurage, et que la température ambiante soit comprise dans la plage (15-30) °C;
- c) il convient que la convection de l'air dans la pièce ne soit pas élevée, et donc qu'aucune source de forte chaleur, aucune source de froid et aucun ventilateur ne soient présents;
- d) il convient que l'expérience soit réalisée à l'abri de la lumière du soleil; dans le cas contraire, il convient que le calorimètre soit placé à l'abri de la lumière directe du soleil.

7 Appareillage

ISO 21654:2021

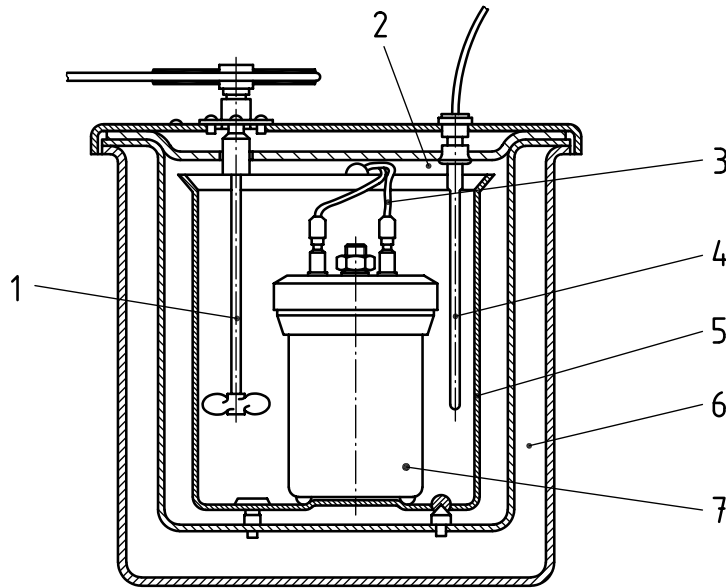
[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01e0e311-8ae7-460d-9b83-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01e0e311-8ae7-460d-9b83-5d5B5a05c31/iso-21654-2021)

[5d5B5a05c31/iso-21654-2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01e0e311-8ae7-460d-9b83-5d5B5a05c31/iso-21654-2021)

7.1 Généralités

7.1.1 Calorimètre (voir la [Figure 1](#)), constitué de la bombe calorimétrique ([7.1.2](#)) assemblée, du seau calorimétrique ([7.1.3](#)) (avec ou sans couvercle), de l'agitateur du calorimètre ([7.1.4](#)), d'eau, d'une sonde thermique et de fils d'allumage dotés de connecteurs à l'intérieur du seau du calorimètre nécessaires à l'ignition de l'échantillon ou intégrés dans les circuits de mesure ou de commande de la température. Durant des mesurages, le calorimètre est inséré dans un thermostat ([7.1.5](#)). La façon dont la température

du thermostat est réglée définit le principe de fonctionnement de l'instrument et, par conséquent, la stratégie d'évaluation de l'augmentation de température corrigée.



Légende

- | | | | |
|---|-------------------------|---|-----------------------------|
| 1 | agitateur (7.1.4) | 5 | seau calorimétrique (7.1.3) |
| 2 | couvercle du thermostat | 6 | thermostat (7.1.5) |
| 3 | fils d'allumage | 7 | bombe calorimétrique |
| 4 | thermomètre | | |

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Figure 1 — Bombe calorimétrique de type classique avec thermostat

Dans les systèmes anéroïdes (systèmes sans fluide), le seau calorimétrique, l'agitateur et l'eau sont remplacés par un bloc métallique. La bombe calorimétrique elle-même fait office de calorimètre dans certains systèmes anéroïdes.

Sur les instruments calorimétriques de combustion hautement automatisés, notamment pour l'évaluation des résultats, le calorimètre est, dans quelques cas, pas aussi bien défini que le calorimètre de type classique. L'utilisation d'un tel calorimètre automatisé s'inscrit néanmoins dans le domaine d'application du présent document si les exigences fondamentales relatives aux conditions d'étalonnage, à la comparabilité entre essais d'étalonnage et essais sur combustible, au rapport de la masse d'échantillon sur le volume de la bombe calorimétrique, à la pression d'oxygène, au liquide de la bombe, à la température de référence des mesurages et à la répétabilité des résultats sont satisfaites. Un tirage papier de certains paramètres spécifiés à partir des mesures individuelles est fondamental. Des détails sont fournis dans l'Annexe C.

Les conditions ambiantes (fluctuation de température, ventilation, etc.) pouvant avoir une influence sur la fidélité de la détermination, les instructions du fabricant pour la mise en place de l'instrument doivent toujours être suivies.

L'équipement adéquat pour déterminer le pouvoir calorifique conformément au présent document est spécifié aux paragraphes 7.2 à 7.4.

7.1.2 Bombe calorimétrique, capable de résister en toute sécurité aux pressions exercées au cours de la combustion. La conception doit permettre une récupération complète de tous les produits liquides. Le matériau de fabrication doit résister à la corrosion due aux acides produits par la combustion de combustibles solides de récupération. Le volume interne approprié de la bombe calorimétrique est compris entre 250 ml et 350 ml.

AVERTISSEMENT — Les éléments constitutifs de la bombe calorimétrique doivent être inspectés régulièrement afin de vérifier l'absence de toute trace d'usure et de corrosion, et une attention particulière doit être accordée à l'état des filetages de la fermeture principale. Les instructions du fabricant concernant la manipulation et l'utilisation sûres de la bombe doivent être observées. Tenir compte de toute réglementation locale concernant la manipulation et l'utilisation sûres de la bombe. En cas d'utilisation de plusieurs bombes calorimétriques du même modèle, il est impératif d'utiliser chaque bombe intégralement. La permutation de pièces peut conduire à des accidents graves.

7.1.3 Seau calorimétrique, constitué de métal, à surface extérieure hautement polie et capable de contenir une quantité d'eau suffisante pour recouvrir entièrement la surface supérieure plane de la bombe calorimétrique durant le brassage de l'eau. Un couvercle permet généralement de réduire l'évaporation de l'eau du calorimètre, mais, à moins qu'il ne soit en bon contact thermique avec le seau, il se produira un décalage de température durant la combustion, entraînant un échange thermique indéfini avec le thermostat et prolongeant la période principale.

7.1.4 Agitateur, fonctionnant à vitesse constante. Il convient que l'axe de l'agitateur comporte une section à faible conduction thermique et/ou de faible masse sous le couvercle du thermostat (7.1.5) l'enveloppant afin de réduire au minimum la transmission de chaleur vers ou en provenance du système; ce point est particulièrement important si l'axe de l'agitateur est en contact direct avec le moteur de l'agitateur. Lorsqu'un couvercle est utilisé pour le seau calorimétrique (7.1.3), il convient que cette section de l'axe soit placée au-dessus du couvercle.

NOTE La vitesse d'agitation d'un calorimètre de type à agitation d'eau est suffisamment élevée pour éviter la formation de zones chaudes au cours de la montée rapide en température du calorimètre. Une vitesse d'agitation permettant de limiter la durée de la période principale à 10 min ou moins est d'ordinaire appropriée (voir les Annexes A et B).

7.1.5 Thermostat (enceinte d'eau), enveloppant entièrement le calorimètre, avec une distance de séparation d'environ 10 mm entre le calorimètre et le thermostat.

La masse d'eau d'un thermostat destinée au fonctionnement isotherme doit être suffisamment importante pour compenser les perturbations thermiques engendrées par l'extérieur. Il convient que la précision de la régulation de la température soit d'au moins $\pm 0,1$ K, tout au long de l'expérience. Un thermostat à température constante passive («statique») doit présenter une capacité calorifique suffisamment importante pour limiter les variations de température de l'eau qu'elle contient. Des critères pour juger du comportement de ce type d'enceinte d'eau sont donnés à l'Annexe B.

NOTE 1 Pour une enceinte métallique statique isolée, des propriétés satisfaisantes sont généralement assurées par la mise en place d'une enceinte annulaire d'une contenance minimale en eau de 12,5 l.

NOTE 2 Les calorimètres enveloppés de matériau isolant créant une barrière thermique sont considérés comme des calorimètres à enceinte statique.

Lorsque le thermostat (enceinte d'eau) est nécessaire pour contrôler de près la température du calorimètre, il convient qu'il soit de faible masse et, de préférence équipé de réchauffeurs immergés. L'énergie fournie doit être suffisante pour maintenir la température de l'eau dans le thermostat, à 0,1 K de la température de l'eau du calorimètre, après allumage de la charge. Une fois la température stabilisée à 25 °C, la dérive moyenne calculée de température du calorimètre ne doit pas dépasser 0,000 5 K/min (voir A.3.2).

7.1.6 Instrument de mesure de la température, capable d'indiquer la température avec une précision d'au moins 0,001 K, de façon à pouvoir déterminer des intervalles de température compris entre 2 K et 3 K avec une précision d'au moins 0,002 K ou mieux. La température absolue doit être connue à 0,1 K près par rapport à la température de référence des mesurages calorimétriques. Il convient que

le dispositif de mesure de la température soit linéaire, ou linéarisé, dans ses réponses aux variations de température sur la plage d'utilisation.

À la place des thermomètres traditionnels au mercure, on peut utiliser des sondes thermiques comme les thermomètres à résistance en platine, des thermistances, des résonateurs à quartz, etc., qui, associés à un pont de Wheatstone adéquat, un détecteur de champ zéro, un compteur de fréquence ou d'autres équipements électroniques, fournissent la précision requise. Par souci de préservation de l'environnement, il convient de n'utiliser des thermomètres au mercure qu'en dernier recours conformément à la Convention de Minamata sur l'élimination du mercure. La répétabilité à court terme pour ce type de dispositif doit être de 0,001 K ou mieux. La dérive à long terme ne doit pas dépasser l'équivalent de 0,05 K pour une période de six mois. Avec les sondes à réponse linéaire (pour la température), la dérive est moins susceptible d'engendrer un biais dans les mesurages calorimétriques qu'avec des sondes non linéaires.

Les thermomètres à mercure conformes à l'ISO 651^[2], l'ISO 652^[3], l'ISO 1770^[4] ou l'ISO 1771^[5] satisfont aux exigences, mais ils ne doivent être utilisés qu'en dernier recours. Une loupe avec un grossissement de 5 × environ est nécessaire pour lire la température avec la précision requise.

Un vibreur mécanique convient pour tapoter le thermomètre afin d'éviter l'adhérence de la colonne de mercure (voir 9.4). En l'absence de vibreur, le thermomètre doit être tapoté à la main avant la lecture de la température.

7.2 Appareillage auxiliaire

7.2.1 Creuset, en silice, nickel-chrome, platine ou matériau non réactif similaire.

Il convient que le creuset ait un diamètre compris entre 15 mm et 25 mm, une base plane et une profondeur d'environ 20 mm. Il convient que les creusets en silice aient une épaisseur d'environ 1,5 mm et que les creusets en métal aient une épaisseur d'environ 0,5 mm.

Si des taches de carbone non brûlé apparaissent, un petit creuset en nickel-chrome ou en platine de faible masse (par exemple, d'une épaisseur de 0,25 mm, d'un diamètre de 15 mm et d'une profondeur de 7 mm) peut être utilisé.

7.2.2 Équipement sous pression auxiliaire

7.2.2.1 Régulateur de pression, pour contrôler le remplissage de la bombe calorimétrique avec de l'oxygène.

7.2.2.2 Manomètre de pression (par exemple 0 MPa à 5 MPa), pour indiquer le niveau de pression dans la bombe calorimétrique avec une résolution de 0,05 MPa.

7.2.2.3 Soupape de décharge ou disque de sécurité, fonctionnant à 3,5 MPa et installé dans la conduite de remplissage, pour empêcher tout remplissage excessif de la bombe calorimétrique.

ATTENTION — L'équipement destiné à être utilisé avec l'oxygène sous haute pression doit rester exempt d'huile et de graisse (une graisse pour vide poussé recommandée par le fabricant peut être utilisée conformément au manuel d'utilisation de l'instrument). Ne pas exécuter l'essai ou étalonner le manomètre de pression avec un fluide hydrocarbure.

7.2.3 Circuit d'allumage

L'alimentation électrique doit être de 6 V à 12 V en courant alternatif provenant d'un transformateur abaisseur de tension ou en courant continu provenant d'accumulateurs. Il est souhaitable d'intégrer au circuit une lampe témoin qui indique que le courant passe.

Lorsque la mise à feu est effectuée manuellement, le contact d'allumage doit être de type à ressort normalement ouvert et doit être placé de manière à ne faire courir aucun risque inutile à l'opérateur (voir l'avertissement de [9.4](#)).

7.3 Balances

7.3.1 Balance pour peser l'échantillon, la mèche, avec une précision d'au moins 0,1 mg; une précision de 0,01 mg est préférable et recommandée si la masse de l'échantillon est de l'ordre de 0,5 g ou moins (voir [9.2.1](#)).

7.3.2 Balance pour peser l'eau du calorimètre, avec une précision de 0,5 g (à moins que l'eau puisse être répartie dans le calorimètre en volume de la précision requise, voir [9.3](#)).

7.4 Thermostat (facultatif), pour stabiliser la température de l'eau du calorimètre avant chaque expérience à une température initiale prédéterminée à environ $\pm 0,3$ K.

8 Préparation de l'échantillon d'essai

L'échantillon de combustible solide de récupération utilisé pour la détermination du pouvoir calorifique doit généralement être l'échantillon pour analyse générale (broyé en vue de passer à travers un tamis de contrôle ayant une ouverture de 1,0 mm) préparé conformément au mode opératoire donné dans l'ISO 21646.

La préparation de l'échantillon d'essai pour la détermination du pouvoir calorifique de la partie biomasse/non-biomasse du combustible solide de récupération doit être effectuée conformément à l'ISO 21644.

En raison de leur faible densité, les combustibles solides de récupération doivent être soumis à des essais sous la forme de granules. Presser un granulé d'une masse de $(1 \pm 0,1)$ g au moyen d'une force adaptée à la production d'une éprouvette compacte. En variante, l'essai peut être effectué sous la forme de poudre enfermée dans une poche ou une capsule de combustion.

NOTE 1 Pour les matériaux d'échantillon ayant une forte teneur en plastiques ou caoutchouc, la masse de l'échantillon est réduite à une masse s'inscrivant entre 0,4 g et 0,8 g.

NOTE 2 Pour les matériaux d'échantillon ayant une fraction massique de cendres ≥ 30 % sur sec, un adjuvant de combustion est utilisé (voir [9.2.2](#)).

Pour les matériaux d'échantillon, la masse de l'échantillon peut être réduite selon les spécifications du calorimètre.

L'échantillon doit être bien mélangé et en équilibre humide raisonnable par rapport à l'atmosphère du laboratoire. La teneur en humidité doit être déterminée simultanément à la pesée des échantillons pour la détermination du pouvoir calorifique; sinon l'échantillon doit être maintenu dans un petit récipient hermétiquement fermé jusqu'à l'achèvement des analyses d'humidité, pour permettre d'apporter les corrections appropriées à l'humidité dans l'échantillon d'analyse.

La teneur en humidité de l'échantillon d'analyse doit être déterminée conformément à l'ISO 21660-3.

9 Mode opératoire calorimétrique

9.1 Généralités

La détermination calorimétrique consiste en deux expériences séparées, la combustion de la référence d'étalonnage (acide benzoïque) et la combustion des combustibles solides de récupération, les deux étant effectuées dans les mêmes conditions spécifiées. Le mode opératoire calorimétrique pour les deux types d'expérience est essentiellement identique. En fait, la similarité d'ensemble est une exigence