

---

---

**Combustibles solides de  
récupération — Méthodes de  
détermination de la teneur en carbone  
(C), hydrogène (H), azote (N) et soufre  
(S) par la méthode instrumentale**

*Solid recovered fuels — Methods for the determination of carbon (C),  
hydrogen (H), nitrogen (N) and sulphur (S) by the instrumental method*  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 21663:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c65a85dc-f309-4b7a-b751-a9f852a173c7/iso-21663-2020)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c65a85dc-f309-4b7a-b751-  
a9f852a173c7/iso-21663-2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c65a85dc-f309-4b7a-b751-a9f852a173c7/iso-21663-2020)



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

ISO 21663:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c65a85dc-f309-4b7a-b751-a9f852a173c7/iso-21663-2020>



**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

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>1</b>
<b>4</b> <b>Consignes de sécurité</b> .....	<b>3</b>
<b>5</b> <b>Principe</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Réactifs et étalons de référence</b> .....	<b>3</b>
<b>7</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>5</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>5</b>
8.1    Conservation et prétraitement des échantillons.....	5
8.2    Préparation des échantillons.....	5
8.3    Préparation de la prise d'essai.....	6
8.4    Étalonnage.....	6
8.5    Analyse d'échantillons.....	6
<b>9</b> <b>Caractéristiques de performance</b> .....	<b>7</b>
<b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>7</b>
<b>Annexe A</b> (normative) <b>Lignes directrices — Caractéristiques de l'échantillon pour</b> <b>laboratoire en vue de l'analyse chimique de CSR</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe B</b> (informative) <b>Données sur les caractéristiques de performance</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe C</b> (informative) <b>Principaux résultats des essais de robustesse</b> .....	<b>12</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>13</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 300, *Combustibles solides de récupération*.

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 détermination de la teneur totale en carbone, hydrogène, azote et soufre est généralement effectuée à l'aide de méthodes instrumentales. Selon la quantité de prise d'essai utilisée, deux différents types de méthodes instrumentales peuvent être utilisés: les microméthodes, qui ne nécessitent que quelques milligrammes d'échantillon; les macrométhodes, qui utilisent quelques grammes d'échantillon. Les microméthodes exigent une préparation très minutieuse de l'échantillon pour essai dans le cadre de l'analyse de combustibles solides de récupération (CSR).

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

ISO 21663:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c65a85dc-f309-4b7a-b751-a9f852a173c7/iso-21663-2020>

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

ISO 21663:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c65a85dc-f309-4b7a-b751-a9f852a173c7/iso-21663-2020>

# Combustibles solides de récupération — Méthodes de détermination de la teneur en carbone (C), hydrogène (H), azote (N) et soufre (S) par la méthode instrumentale

## 1 Domaine d'application

Le présent document établit comment déterminer la teneur totale en carbone, hydrogène, azote et soufre dans les combustibles solides de récupération au moyen d'une méthode instrumentale. Selon la quantité de la prise d'essai, un appareillage micro ou macro-instrumental est utilisé.

Cette méthode s'applique aux concentrations en matière sèche de C > 0,1 %, N > 0,1 %, H > 0,1 % et S > 0,05 %.

## 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 21637, *Combustibles solides de récupération — Terminologie, définitions et descriptions*

ISO 21660-3<sup>1)</sup>, *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*

ISO 21646<sup>2)</sup>, *Combustibles solides de récupération — Préparation des échantillons*

## 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:

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

### 3.1

#### coefficient de variation

estimation de l'écart-type d'une population à partir d'un échantillon (3.10) de n résultats, divisé par la moyenne de cet échantillon

Note 1 à l'article: Souvent exprimé en pourcentage.

Note 2 à l'article: Adapté du guide Eurachem/Citac CG 4.

1) Under preparation. Stage at the time of publication ISO/FDIS 21660-3.

2) Under preparation. Stage at the time of publication ISO/DIS 21646.

## ISO 21663:2020(F)

### 3.2

#### **base anhydre**

base de calcul dans laquelle le matériau est exempt d'*humidité* (3.6)

[SOURCE: ISO 21637, 3.20]

### 3.3

#### **matière sèche**

matière obtenue après élimination de l'*humidité* (3.6) dans des conditions spécifiques

[SOURCE: ISO 21637, 3.22]

### 3.4

#### **échantillon pour analyse générale**

sous-échantillon d'un échantillon pour laboratoire dont la *dimension nominale* (3.7) est inférieure ou égale à 1 mm et qui est utilisé pour un certain nombre d'analyses physiques et chimiques

### 3.5

#### **échantillon pour laboratoire**

échantillon composite reçu par le laboratoire, auquel les procédures de préparation d'échantillon sont appliquées

Note 1 à l'article: Lorsque l'échantillon pour laboratoire subit une préparation supplémentaire (réduction) par subdivision, mélange, broyage ou une combinaison de ces opérations, menant à une dimension nominale  $\leq 1$  mm, on obtient alors un échantillon pour analyse générale. Une prise d'essai est prélevée de l'échantillon pour analyse générale en vue de la réalisation de l'essai ou pour analyse. Lorsqu'aucune préparation de l'échantillon de laboratoire n'est requise, l'échantillon de laboratoire peut être utilisé comme prise d'essai.

Note 2 à l'article: L'échantillon pour laboratoire est l'échantillon final du point de vue de l'échantillonnage, mais du point de vue du laboratoire, il est l'échantillon initial.

Note 3 à l'article: Plusieurs échantillons pour laboratoire sont préparés et envoyés à des laboratoires différents ou au même laboratoire à diverses fins. Dans le cas d'un envoi à un même laboratoire, l'ensemble est en général considéré comme un échantillon unique pour laboratoire et il est documenté en tant qu'échantillon unique.

### 3.6

#### **humidité**

eau pouvant être retirée dans des conditions spécifiques

[SOURCE: ISO 21637, 3.46]

### 3.7

#### **dimension nominale**

plus petite taille de l'ouverture du tamis, utilisée pour déterminer la distribution granulométrique de combustibles solides de récupération, à travers laquelle passent au moins 95 % en masse du matériau

[SOURCE: ISO 21637, 3.48]

### 3.8

#### **granulométrie**

taille des particules de combustible telle que déterminée dans un combustible solide

Note 1 à l'article: Des méthodes de détermination différentes peuvent donner des résultats différents.

### 3.9

#### **précision**

approximation de la concordance entre les essais indépendants/les résultats des mesurages, obtenus dans des conditions données

[SOURCE: ISO 21637, 3.57]



### 3.10 échantillon

quantité de matériau, représentative d'une quantité plus importante dont la qualité doit être déterminée

Note 1 à l'article: Voir aussi prélèvement élémentaire (3.39), échantillon stratifié (3.78), échantillon stratifié aléatoire (3.80), échantillon stratifié arbitraire (3.79), sous-échantillon (3.82) et échantillon pour essai (3.84) dans l'ISO 21637.

[SOURCE: ISO 21637, 3.63, modifiée — Les Notes 1 à 3 à l'article ont été supprimées et une nouvelle Note 1 à l'article a été ajoutée.]

### 3.11 prise d'essai

sous-échantillon soit d'un échantillon pour laboratoire, soit d'un *échantillon pour essai* (3.12) requis pour un mesurage donné

[SOURCE: ISO 21637, 3.83]

### 3.12 échantillon pour essai

*échantillon pour laboratoire* (3.5) ayant subi une préparation adaptée au laboratoire

[SOURCE: ISO 21637, 3.84]

## 4 Consignes de sécurité

La sécurité lors de la manipulation de matières potentiellement dangereuses est régie par les réglementations nationales et européennes pertinentes, auxquelles il convient que chaque laboratoire se réfère.

En outre, les informations suivantes sont fournies:

- seul un personnel expérimenté, respectant les consignes de sécurité du fabricant, doit utiliser des instruments pour la détermination du carbone, de l'hydrogène, de l'azote et du soufre.

## 5 Principe

Une masse connue d'échantillon est traitée avec de l'oxygène, ou dans un mélange oxygène/gaz vecteur, dans des conditions telles qu'elle est convertie en produits gazeux de combustion ou de décomposition. Il s'agit principalement de dioxyde de carbone, de vapeur d'eau, d'azote élémentaire et/ou d'oxydes d'azote, d'oxoacides, d'oxydes de soufre et d'halogénures d'hydrogène. Les produits sont traités afin de s'assurer que tout hydrogène associé au soufre ou aux halogénures est converti, par un procédé catalytique, en vapeur d'eau. Les oxydes d'azote sont réduits en azote et les produits de combustion susceptibles d'interférer avec les modes opératoires ultérieurs d'analyse des gaz sont éliminés de manière appropriée. Les fractions massiques de dioxyde de carbone, de vapeur d'eau et d'azote dans le flux gazeux sont ensuite déterminées quantitativement par des modes opératoires d'analyse instrumentale des gaz appropriés après séparation par piégeage ou sur une colonne chromatographique appropriée.

Les échantillons sont conservés dans un récipient adapté (creuset en étain ou autre), puis déposés dans le four à tubes de quartz à environ 1 250 °C dans un flux d'oxygène pour oxydation complète en présence d'une couche de catalyseur.

## 6 Réactifs et étalons de référence

Tous les réactifs doivent être au moins de qualité analytique et adaptés à leur objet spécifique.

**6.1 Gaz vecteur:** hélium, fraction volumique de 99,99 % ou autres gaz spécifiés par le fabricant de l'instrument.

**6.2 Oxygène:** exempt de matériau de combustion, pureté de 99,95 % en fraction volumique, ou tel que spécifié par le fabricant de l'instrument.

**6.3 Réactifs supplémentaires:** comme spécifiés par le fabricant de l'instrument.

**6.4 Étalons de référence**

Le [Tableau 1](#) donne des exemples de substances organiques pures appropriées pour l'étalonnage.

Le [Tableau 2](#) donne des exemples d'échantillons de biomasse certifiés avec traçabilité métrologique.

Les deux tableaux renvoient à différents types de matériaux: le [Tableau 1](#) fait référence à des substances pures devant être utilisées comme étalons de référence primaires, tandis que le [Tableau 2](#) fait référence à des matériaux de biomasse qui peuvent être utilisés comme témoins, puisque leur teneur dépend du lot.

**Tableau 1 — Étalons de référence**

Nom	Formule	C %	H %	N %	S %
Acétanilide	C <sub>8</sub> H <sub>9</sub> NO	71,1	6,7	10,4	
Antipyrine	C <sub>11</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O	70,19	6,43	14,88	
Atropine	C <sub>17</sub> H <sub>23</sub> NO <sub>3</sub>	70,6	8,0	4,8	
Acide benzoïque	C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	68,8	5,0	0,0	
Cystine	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> N <sub>2</sub> O <sub>4</sub> S <sub>2</sub>	30,0	5,0	11,7	26,7
Diphénylamine	C <sub>12</sub> H <sub>11</sub> N	85,2	6,5	8,3	
EDTA	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> N <sub>2</sub> O <sub>8</sub>	41,1	5,5	9,6	
Phénylalanine	C <sub>9</sub> H <sub>11</sub> NO <sub>2</sub>	65,4	6,7	8,5	
Sulfanilamide	C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S	41,8	4,7	16,3	18,6
Acide sulfanilique	C <sub>6</sub> H <sub>7</sub> NO <sub>3</sub> S	41,6	4,1	8,1	18,5
Thiourée	CH <sub>4</sub> N <sub>2</sub> S	15,78	5,3	36,8	42,12
TRIS	C <sub>4</sub> H <sub>11</sub> NO <sub>3</sub>	39,7	9,1	11,6	
2,5-Bis(5-tert-butyl-benzoxazol-2-yl)thiophène (BBOT)	C <sub>26</sub> H <sub>26</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S	72,5	6,0	6,5	7,4

**Tableau 2 — Exemples d'échantillons de biomasse certifiés avec traçabilité métrologique**

Nom	C %	H %	N %	S %
Alfalfa	45,05		3,6	0,38
Farine d'avoine	45,8	6,7	2,8	0,25
Farine de seigle	45	6,4	1,7	0,14
Farine de blé	45,3	6,4	2,7	0,19

NOTE La valeur certifiée pour les échantillons de biomasse est uniquement indicative et dépend du lot.

## 7 Appareillage

Différentes configurations instrumentales sont disponibles. Les exigences générales d'un appareillage approprié sont les suivantes:

- a) les conditions de combustion doivent être telles que tout le carbone, l'hydrogène, l'azote et le soufre soient convertis en dioxyde de carbone, vapeur d'eau, oxydes d'azote ou azote élémentaire et oxydes de soufre;
- b) pour la détermination du soufre, la configuration instrumentale doit pouvoir atteindre des conditions adéquates de température et de durée de combustion permettant la conversion de tous les composés chimiques susceptibles d'être présents dans l'échantillon (par exemple, les sulfures métalliques nécessitent une température de 1 000 °C et le sulfate de calcium une température > 1 250 °C);
- c) le fil de tungstène ne peut pas être utilisé pour la détermination du soufre car il s'agit d'un piège à soufre. Un fil de cuivre peut par exemple être utilisé comme alternative;
- d) une ou plusieurs étapes de séparation sont généralement prévues pour les dispositifs commerciaux, selon le détecteur utilisé, afin de réduire ou d'éliminer toute interférence possible pendant la détermination ultérieure;
- e) les oxydes d'azote doivent être convertis en azote préalablement à la détermination;
- f) l'hydrogène associé au soufre ou aux halogénures est converti, par un procédé catalytique, en vapeur d'eau;
- g) le système de détection doit fournir une réponse directement corrélée aux concentrations des gaz de combustion, sur toute la plage applicable et de préférence, de manière linéaire;
- h) si une réponse non linéaire est fournie par un système de détection, elle doit inclure des dispositions permettant d'évaluer cette réponse d'une manière qui soit en corrélation exacte avec la concentration du gaz de combustion;
- i) il doit comprendre un moyen d'afficher les réponses ou les calculs du détecteur et de présenter les concentrations de carbone, d'hydrogène, d'azote et de soufre dans l'échantillon après l'entrée d'autres données appropriées, si nécessaire;
- j) balance analytique, d'une résolution d'au moins 1 millièème de la quantité pesée.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Conservation et prétraitement des échantillons

Les échantillons de laboratoire doivent être stockés conformément aux lignes directrices définies à l'[Annexe A](#).

### 8.2 Préparation des échantillons

L'échantillon pour essai doit être préparé à partir de l'échantillon pour laboratoire, conformément à l'ISO 21646.

La dimension nominale de l'échantillon pour essai doit être inférieure ou égale à 1 mm. Pour certains instruments, il peut se révéler nécessaire de préparer un échantillon pour essai présentant une dimension nominale inférieure à 1 mm afin de maintenir la précision souhaitée. Pour les «nouveaux produits», une granulométrie adéquate doit être déterminée au moyen d'expériences de validation.

La taille de la prise d'essai dépend de l'instrument particulier utilisé.