

NORME
INTERNATIONALE

ISO
21911-1

Première édition
2022-11

**Combustibles solides de
récupération — Détermination de
l'auto-échauffement —**

**Partie 1:
Détermination calorimétrique
isotherme**

*Solid recovered fuels — Determination of self-heating —
Part 1: Isothermal calorimetry*

[ISO 21911-1:2022](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2745709c-b792-40cf-a777-260d8a88a9cd/iso-21911-1-2022)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2745709c-b792-40cf-a777-260d8a88a9cd/iso-21911-1-2022>



Numéro de référence
ISO 21911-1:2022(F)

© ISO 2022

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21911-1:2022

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2745709c-b792-40cf-a777-260d8a88a9cd/iso-21911-1-2022>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2022

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	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage	2
6 Manutention des échantillons	4
6.1 Généralités	4
6.2 Échantillonnage	4
6.3 Transport et stockage de l'échantillon	4
6.4 Préparation des échantillons	4
7 Procédure d'essai	4
7.1 Stabilisation de la température	4
7.2 Préparation du flacon à échantillons	5
7.2.1 Mode opératoire de préparation	5
7.2.2 Mode opératoire permettant d'établir la prise d'essai appropriée en cas d'influence du défaut d'oxygène	5
7.3 Préparation du flacon de référence	5
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	6
7.4.4 Fichier de données de mesurage	6
8 Résultats	7
8.1 Données de test	7
8.2 Données consignées	7
9 Rapport d'essai	7
Annexe A (normative) Étalonnage du calorimètre	9
Annexe B (informative) Exemple de mesurages calorimétriques isothermes de combustible solide de récupération	11
Bibliographie	13

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, *Matières solides de récupération, y compris les combustibles solides de récupération*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 21911 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.

Introduction

Le commerce et l'utilisation des combustibles solides de récupération (CSR) connaissent une croissance mondiale continue. Cela a entraîné une augmentation de la probabilité d'incendies, ce qui a des conséquences sur la manipulation, le transport et le stockage des CSR.

Les CSR peuvent générer spontanément de la chaleur par des processus exothermiques biologiques, chimiques et physiques. L'accumulation de chaleur peut être importante dans les volumes de stockage de grande taille, la conduction thermique dans le matériau étant faible. Dans certaines conditions, la production de chaleur peut entraîner une pyrolyse et un allumage spontané. Le potentiel d'auto-échauffement varie considérablement pour différents types et qualités de CSR et il est important d'être en mesure d'identifier les fractions de CSR ayant un potentiel de production de chaleur élevé afin d'éviter les incendies dans les matériaux stockés.

Le nombre croissant d'incidents indique clairement qu'il est nécessaire que la sécurité soit une priorité, en premier lieu pour la sécurité des personnes et les préoccupations environnementales, mais aussi parce que les interruptions de l'approvisionnement en énergie auront des conséquences importantes. Les incendies de CSR tout au long de la chaîne d'approvisionnement, en plus des problèmes de sécurité et d'environnement et des pertes économiques directes, auront également un impact négatif sur la confiance dans les CSR en tant que source d'énergie fiable. Il peut également en résulter des difficultés à obtenir une couverture d'assurance.

Il est difficile pour les producteurs de CSR, les prestataires de services logistiques, les utilisateurs de CSR, les fournisseurs et fabricants de matériel, les consultants, les autorités et les assureurs de déterminer les mesures de sécurité raisonnables, ainsi que le niveau approprié de protection en raison de l'absence de normes et de recommandations.

Dans le cadre de la détermination et de l'appréciation des risques associés aux CSR, des normes et méthodes d'essai définies sont établies ou doivent être élaborées. Cependant, le vieillissement et la dégradation dus à la manipulation et au stockage des CSR dans des environnements réels affectent leurs caractéristiques, ainsi, il convient donc d'établir des marges de sécurité par rapport aux résultats d'analyse réels.

La méthode d'essai décrite dans le présent document, la calorimétrie isotherme, est une méthode où le flux de chaleur généré par la prise d'essai est mesuré directement. La température de fonctionnement d'un calorimètre isotherme est normalement comprise entre 5 °C et 90 °C (certains calorimètres peuvent atteindre des températures encore plus élevées), elle peut donc mesurer des réactions à basse température telles que celles des bactéries et autres microbes. Cependant, la détermination calorimétrique isotherme est utilisée pour la surveillance de l'activité thermique ou du flux thermique des processus chimiques, physiques et biologiques. Cette technique est le plus souvent utilisée dans les domaines des produits pharmaceutiques des matières énergétiques et du ciment. La calorimétrie isotherme a également été appliquée à la mesure du flux de chaleur provenant de l'auto-échauffement des granulés de biocombustibles solides^{[6]-[10]}.

Pour étudier la production de chaleur à haute température, d'autres types de méthodes d'essai, comme les essais d'auto-échauffement utilisant la méthode du point de croisement, peuvent être plus appropriés.

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

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.

Combustibles solides de récupération — Détermination de l'auto-échauffement —

Partie 1: Détermination calorimétrique isotherme

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode d'analyse pour la quantification, à l'aide de la détermination calorimétrique isotherme, de la production spontanée de chaleur par les combustibles solides de récupération.

Le présent document donne des lignes directrices concernant l'applicabilité et l'utilisation de la méthode d'analyse spécifiée. Il établit en outre des procédures d'échantillonnage et de manipulation des échantillons de combustibles solides de récupération avant l'analyse de la production spontanée de chaleur.

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.

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 — Vocabulaire*

ISO 21645, *Combustibles solides de récupération — Méthodes d'échantillonnage*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 21637 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 <https://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>> supprimé de la définition.]

3.3

prise d'essai

sous-échantillon soit d'un *échantillon pour laboratoire* (3.5), soit d'un *échantillon pour essai* (3.4) requis pour un mesurage donné

3.4

échantillon pour essai

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

3.5

échantillon pour laboratoire

partie de l'échantillon envoyée au laboratoire ou reçue par ce laboratoire

3.6

puissance thermique

flux thermique produit par l'échantillon durant l'essai

Note 1 à l'article: Exprimé en W ou J/s.

Note 2 à l'article: Également communément exprimé comme puissance thermique spécifique en référence à la masse unitaire de combustible solide de récupération en W/g ou J/(s·g).

4 Principe

La détermination calorimétrique isotherme est une des techniques sensibles 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. La production de chaleur due à des changements physiques, chimiques ou biologiques dans un échantillon peut être mesurée. Lorsque de la chaleur est produite ou consommée par un processus quelconque, un gradient de température se développe à travers le capteur. Cela produira une tension proportionnelle au flux thermique à travers le capteur et à la vitesse du processus se produisant dans le flacon contenant l'échantillon. Le signal est enregistré en continu et en temps réel. standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2745709c-b792-40cf-a777-260d8a88a9cd/iso-21911-1-2022

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

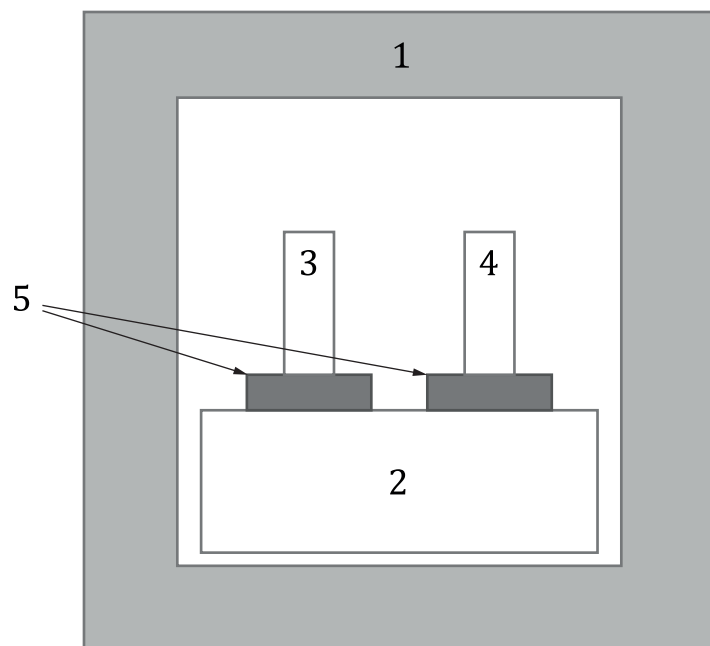
Pour chaque échantillon (canal), il existe une référence inerte qui se trouve sur un capteur de flux thermique parallèle. Pendant le temps où le flux thermique est surveillé, toute fluctuation de la température pénétrant dans l'appareil influencera dans une même mesure l'échantillon et les capteurs de 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 de la masse 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.

5 Appareillage

Il faut utiliser l'appareillage de laboratoire usuel et, en particulier, ce qui suit.

5.1 Calorimètre isotherme, contenant 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 | | |

ISO 21911-1:2022
<http://www.iso.org/standard/260d8a88a9cd/iso-21911-1-2022>
Figure 1 — Représentation schématique d'un calorimètre isotherme

Le calorimètre doit être étalonné pour la température d'analyse conformément à l'[Annexe A, Articles A.1, A.2 et A.3](#). Les températures d'analyse pour le mode opératoire d'essai de présélection sont de 50 °C et 70 °C.

Le matériel d'acquisition de données doit être capable de réaliser des enregistrements continus de la sortie du calorimètre mesurée à des intervalles de temps inférieurs ou égaux de 10 s.

La référence doit présenter un niveau de bruit aléatoire faible et être stable face à la dérive, conformément à l'[Annexe A, Article A.4](#).

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

5.2 Flacon à échantillons, fait de verre, d'un volume minimal de 20 ml et équipé d'un couvercle étanche à l'air équipé d'un joint inerte. Des flacons d'un volume supérieur à 20 ml peuvent être utilisés si la prise d'essai est modifiée en conséquence (voir [7.2.2](#)). Dans ce cas, cet écart par rapport au mode opératoire standard est noté dans le rapport d'essai.

5.3 Balance, pour laquelle une précision d'au moins 10 mg est recommandée.

6 Manutention des échantillons

6.1 Généralités

La manipulation des échantillons est importante pour la préservation des propriétés physiques, chimiques et biologiques des échantillons de combustibles solides de récupération. Le transport et le stockage (voir 6.3) sont particulièrement importants pour les propriétés d'auto-échauffement, car la réactivité de l'échantillon peut être réduite par une exposition prolongée à l'air ou à l'oxygène et/ou à des températures élevées.

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

6.2 Échantillonnage

L'échantillonnage des CSR doit être effectué conformément aux procédures décrites dans l'ISO 21645.

Le volume minimal de l'échantillon de laboratoire doit être 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 L'exigence d'un conteneur étanche à l'air a pour but de limiter les réactions chimiques ou biologiques qui peuvent avoir lieu en présence d'oxygène.

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 la détérioration de l'échantillon due 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.

6.4 Préparation des échantillons

Les CSR peuvent être un mélange de nombreux matériaux différents et le flux peut être hétérogène, ce qui rend difficile l'obtention d'un échantillon représentatif à utiliser pour les essais. Une manière d'y remédier consiste à broyer et à homogénéiser le matériau.

Il convient que le procédé de broyage choisi n'augmente pas la température au-dessus de la température ambiante, afin de ne pas accélérer les réactions d'auto-échauffement.

7 Procédure d'essai

7.1 Stabilisation de la température

Régler la température de l'appareil à la température d'analyse choisie. Les températures d'analyse normales pour la présélection sont de 50 °C et 70 °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 Mode opératoire de préparation

Il convient de prélever une quantité suffisante de l'échantillon 3 h à 4 h avant l'essai, si celui-ci est stocké dans un congélateur, pour atteindre l'équilibre thermique avec la température ambiante avant l'essai.

La prise d'essai doit être placée dans un flacon en verre d'un volume minimal de 20 ml.

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

Ajouter au flacon à échantillons une prise d'essai correspondant à environ 50 % du volume du flacon. Noter la masse de la prise d'essai ajoutée au flacon en verre.

NOTE Comme la densité entre les différents types de CSR peut différer de manière significative, il n'est pas possible de spécifier une masse d'échantillon exacte à ajouter au flacon. L'ISO 20049-1, qui est une norme de détermination calorimétrique isotherme correspondante pour les biocombustibles en granulés, spécifie que 4 g ± 0,1 g de granulés sont déversés dans un flacon en verre de 20 ml. Cela correspond à environ 50 % du volume du flacon.

Le couvercle du flacon en verre standard doit être serré après y avoir placé la prise d'essai.

Le flacon à échantillons préparé ne doit pas être préchauffé.

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 en 8.1.

7.2.2 Mode opératoire permettant d'établir la prise d'essai appropriée en cas d'influence du défaut d'oxygène

Pour trouver le volume d'échantillon approprié afin d'éviter toute influence du défaut d'oxygène, effectuer d'abord des essais avec des volumes d'échantillon correspondant à environ 50 % et 25 % du volume du flacon à échantillons. Si la différence de production de chaleur totale normalisée entre les deux volumes d'échantillon (normalisés par la masse de l'échantillon) est non significative (écart relatif inférieur à 10 %), aucun autre essai n'est nécessaire; il est approprié d'utiliser un volume d'échantillon de 50 %. Cependant, si la différence est significative, des essais supplémentaires avec des prises d'échantillon plus petites (masse ou volume inférieur) doivent être effectués afin d'établir le volume d'échantillon auquel 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.

NOTE Il a été indiqué que la capacité thermique du mélange de déchets solides municipaux (teneur d'humidité d'environ 10 % en masse) est de 1,4 J/(g.K)^[9]. Si la capacité thermique spécifique de l'échantillon de CSR ou de déchets n'est pas disponible, une valeur de 1,4 J/(g.K) peut être supposée et la [Formule \(1\)](#) peut être utilisée pour les calculs.

$$M_r \times C_{pr} = M_w \times C_{pw} \quad (1)$$

où

M_r est la masse de référence;