NORME INTERNATIONALE

ISO 16994

Deuxième édition
2016-07-01

Biocombustibles solides — Détermination de la teneur totale en soufre et en chlore

Solid biofuels — Determination of total content of sulfur and chlorine

Numéro de référence
ISO 16994:2016(F)

© ISO 2016



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **iv**
Introduction ..... **v**
1 Domaine d'application **1**
2 Références normatives **1**
3 Termes et définitions **1**
4 Principe **2**
4.1 Généralités 2
4.2 Décomposition du biocombustible 2
4.3 Dosage du sulfate et du chlorure dans la solution de décomposition 2
4.4 Équipement automatique 2
5 Réactifs **3**
6 Appareillage **3**
6.1 Généralités 3
6.2 Méthode A 3
6.3 Méthode B 4
7 Préparation de l'échantillon pour essai **4**
8 Mode opératoire **4**
8.1 Décomposition 4
8.1.1 Méthode A: Combustion dans une cuve calorimétrique fermée 4
8.1.2 Méthode B: Digestion dans un récipient fermé 6
8.1.3 Essai à blanc 6
8.2 Méthodes de détection 6
8.2.1 Chromatographie ionique 6
8.2.2 Autres méthodes de détection 6
8.3 Étalonnage de l'appareillage 6
8.4 Analyses des solutions de décomposition 7
9 Expression des résultats **7**
9.1 Généralités 7
9.2 Teneur totale en chlore 7
9.3 Teneur totale en soufre 7
10 Caractéristiques de performance **8**
11 Rapport d'essai **8**
Annexe A (informative) **Données de performance** **9**
Bibliographie **11**

© ISO 2016 – Tous droits réservés

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 appelée 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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 238, *Biocombustibles solides*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 16994:2015), dont elle constitue une révision mineure.

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Introduction

Le soufre et le chlore sont présents dans les biocombustibles solides à des concentrations variables. Au cours du processus de combustion, ils sont généralement transformés en oxydes de soufre et en chlorures. La présence de ces éléments et de leurs produits de réaction peut contribuer de manière significative à la corrosion et générer des émissions nuisibles à l'environnement.

Le chlore peut être présent dans différents composés organiques et inorganiques et la teneur totale en chlore doit être supérieure ou égale à la teneur en chlore soluble dans l'eau, laquelle peut être déterminée avec la méthode décrite dans l'ISO 16995.

La combustion dans une atmosphère d'oxygène dans une cuve calorimétrique fermée est la méthode privilégiée pour la digestion des échantillons de biomasse en vue de déterminer la teneur totale en soufre et en chlore. L'avantage de cette méthode repose sur la possibilité de réaliser la digestion par rapport au pouvoir calorifique déterminé selon l'ISO 18125[1)]. La décomposition dans des récipients fermés est une autre méthode adaptée. D'autres techniques d'analyse peuvent aussi être utilisées (par exemple, la combustion à haute température dans un four à tubes et la méthode d'Eschka). Différentes techniques peuvent être utilisées pour doser les composés chlorés et soufrés; par exemple, la chromatographie ionique, la spectrométrie par ICP ou la titrimétrie.

Des équipements automatiques et d'autres méthodes peuvent être utilisés lorsque ces dernières ont été validées avec des échantillons de biomasse de référence d'un type approprié et lorsqu'elles satisfont aux exigences spécifiées à l'Article 10.

L'Annexe B de l'ISO 17225-1:2014 propose une liste des teneurs en soufre et en chlore caractéristiques des biocombustibles solides.

1) À publier.

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Biocombustibles solides — Détermination de la teneur totale en soufre et en chlore

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit des méthodes de détermination de la teneur totale en soufre et en chlore des biocombustibles solides. Elle spécifie deux méthodes de décomposition du combustible et différentes techniques d'analyse pour la quantification des éléments présents dans les solutions de décomposition. Elle englobe également l'utilisation d'équipements automatiques sous réserve que la validation soit effectuée conformément aux spécifications et que les caractéristiques de performance soient similaires à celles de la méthode décrite dans la présente Norme internationale.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 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 11885, *Qualité de l'eau — Dosage d'éléments choisis par spectroscopie d'émission optique avec plasma induit par haute fréquence (ICP-OES)*

ISO 14780[2)], *Biocombustibles solides — Préparation des échantillons*

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

ISO 16967:2015, *Biocombustibles solides — Détermination des éléments majeurs — Al, Ca, Fe, Mg, P, K, Si, Na et Ti*

ISO 18125[2)], *Biocombustibles solides — Détermination du pouvoir calorifique*

ISO 18134-3, *Biocombustibles solides — Méthode de détermination de la teneur en humidité — Méthode de séchage à l'étuve — Partie 3: Humidité de l'échantillon pour analyse générale*

Guide CEN 13:2008, *Validation of environmental test methods*

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.

3.1
matériau de référence
MR
matériau ou substance dont une ou plusieurs des valeurs de propriété sont suffisamment homogènes et bien établies pour être utilisées pour l'étalonnage d'un appareil, l'évaluation d'une méthode de mesure ou pour assigner des valeurs aux matériaux

2) À publier.

© ISO 2016 – Tous droits réservés

3.2
matériau de référence certifié
MRC
matériau de référence, accompagné d'un certificat, dont une (ou plusieurs) valeur(s) de la (des) propriété(s) est (sont) certifiée(s) par un mode opératoire qui établit son raccordement à une réalisation exacte de l'unité dans laquelle les valeurs de propriété sont exprimées, et pour laquelle chaque valeur certifiée est accompagnée d'une incertitude à un niveau de confiance indiqué

3.3
NIST standard reference material
MRN
MRC publié par le NIST satisfaisant également aux critères de certification supplémentaires propres au NIST et émis avec un certificat ou un certificat d'analyse consignant les résultats de ses caractérisations et fournissant des informations concernant la ou les utilisations pertinentes du matériau

4 Principe

4.1 Généralités

La détermination de la teneur totale en soufre et en chlore s'effectue en deux étapes (4.2 et 4.3) ou en utilisant un équipement automatique (voir 4.4).

4.2 Décomposition du biocombustible

— Combustion dans une atmosphère d'oxygène dans une cuve calorimétrique et absorption des composants gazeux acides dans une solution d'absorption (méthode A).

— Digestion dans des récipients fermés, conformément à la description fournie dans l'ISO 16967:2015, Partie A (méthode B).

4.3 Dosage du sulfate et du chlorure dans la solution de décomposition

— Chromatographie ionique conforme aux principes de l'ISO 10304-1.

— Spectrométrie par ICP conforme aux principes de l'ISO 11885 (dosage en soufre et en chlore).

4.4 Équipement automatique

Des équipements automatiques peuvent être utilisés lorsque la méthode a été validée avec des échantillons de biomasse de référence d'un type de biomasse approprié. En cas d'utilisation d'un équipement automatique, les composés soufrés et chlorés peuvent être détectés sous la forme de composants gazeux (par exemple, par des méthodes infrarouges). Les analyseurs élémentaires et les analyseurs AOX sont des exemples d'analyseurs automatiques.

En cas d'utilisation d'un équipement automatique ou de la fluorescence X, la méthode doit être validée pour chaque groupe principal de biomasse d'origine (voir l'ISO 17225-1:2014, Tableau 1: biomasse ligneuse, biomasse herbacée ou biomasse fruitière), conformément au Guide CEN 13:2008, Article 3: homologation des autres méthodes avec l'une des deux approches suivantes:

— validation complète applicable aux méthodes de référence;

— validation relative, dans laquelle une comparaison est effectuée par rapport à la méthode de référence en participant, par exemple, à des essais de comparaison interlaboratoires.

NOTE Les équipements validés avec un seul matériau de référence, de la paille par exemple, ne conviennent pas systématiquement pour le dosage du soufre et du chlore, par exemple dans des échantillons de bois, car la concentration des éléments est généralement bien inférieure dans le bois et/ou les influences de la matrice différente sont inconnues.

© ISO 2016 – Tous droits réservés