

D-II-5V1 - : DÉTERMINATION DE LA PERTE AU FEU DES DÉCHETS, BOUES ET DES SEDIMENTS

1. Objet

La présente méthode de référence spécifie une procédure de détermination de la perte au feu dans des déchets, des boues et des sédiments.

2. Domaine d'application

La présente méthode de référence est applicable à tous les types de déchets, boues et sédiments. La perte au feu est souvent utilisé afin d'évaluer la teneur des déchets, des boues et des sédiments en matière organique non volatile. Il convient de noter que la teneur en carbone élémentaire et la volatilisation de matériaux organiques ou des réactions chimiques au sein de composés inorganiques sont comprises, dans le cas échéant, dans la perte au feu.

3. Définitions

Perte au feu : variation de masse résultant du chauffage d'un échantillon dans des conditions spécifiées. La perte au feu s'exprime en pourcentage en masse de la matière sèche.

Résidu calciné : masse restante après chauffage d'un échantillon dans des conditions spécifiées. Le résidu calciné s'exprime en pourcentage de la matière sèche.

Résidu sec (W_{dr}) : fraction massique d'un échantillon restant après séchage à 105 °C.

Teneur en eau (W_w) : fraction massique d'eau dans un échantillon, déterminé par titrage selon la méthode Karl-Fisher.

Matières sèches (W_{dm}) : fraction massique d'un échantillon, eau exclue, exprimée en pourcentage en masse, calculée à partir de la détermination du résidu sec ou de la teneur en eau.

Masse constante : masse obtenue lorsque la variation de masse au cours d'une période de chauffage supplémentaire d'une heure n'excède pas la plus grande des deux valeurs suivantes : 0.5% (m/m) ou 2 mg.

4. Principe

Une prise d'essais est chauffée dans un four jusqu'à 550 ± 25 °C. La différence de masse avant et après le processus de chauffage est utilisée pour calculer la perte au feu.

La détermination est effectuée sur un échantillon préalablement séché selon l'EN 16179 ou directement sur l'échantillon non séché après une étape de séchage intermédiaire, ou encore en se référant à la matière sèche.



5. Interférences

Il n'y a en principe aucune interférence liée à cette détermination, la perte au feu étant un paramètre empirique. Toutefois, dans de nombreux cas, la détermination est utilisée pour évaluer la teneur en matière organique des échantillons de déchets, de boues et de sédiments. Il convient de noter que toute présence de carbone élémentaire dans l'échantillon est comprise dans la valeur de la perte au feu. De plus, toute volatilisation ou réaction chimique des composés inorganiques est également incluse dans cette valeur :

- De l'eau chimiquement liée ou des métaux volatils (dans les hydroxydes formés au cours du processus d'épuration des gaz brûlés, par exemple) sont susceptibles de se dégager lors du chauffage, contribuant à une surévaluation de la perte au feu.
- Le fer ou autres métaux présents dans l'échantillon à l'état métallique sont susceptibles de s'oxyder lors du chauffage, contribuant à la diminution de la perte au feu.
- Les sulfures présents dans l'échantillon sont susceptibles de s'oxyder en sulfates lors du chauffage, contribuant à la diminution de la perte au feu.

6. Appareillages et matériels utilisés

Creuset : à fond plat, résistant à une température de chauffage pouvant atteindre 550 °C et fabriqué par exemple en porcelaine, silice, nickel ou platine.

Four : permettant le maintien d'une température de 550 ± 25 °C.

Dessiccateur : récipient fermé contenant un agent déshydratant.

Balance analytique : possédant une précision de 1 mg ou mieux.

Plaque métallique : qui permet de laisser refroidir les échantillons avant de les mettre dans le dessiccateur.

7. Réactifs utilisés

Sans objet dans cette procédure.

8. Préparation de l'échantillon

Les échantillons solides sont broyés (en évitant de les chauffer) et réduits à une granulométrie de 250 µm. En l'absence de volatils, les échantillons peuvent être séchés à l'air avant broyage. La température de séchage ne doit pas dépasser 40 °C.

Les échantillons liquides doivent être homogénéisés juste avant le pesage.

Il convient de séparer les corps étrangers ou matériaux non broyables (tels les composants métalliques comme les écrous, les boulons et la ferraille) de l'échantillon et de relever la masse et la nature de ces derniers.

9. Mode opératoire

Préparer un creuset, le placer dans le four et le chauffer à 550 ± 25 °C pendant au moins 20 min. Transférer le creuset du four au dessiccateur après une phase intermédiaire de refroidissement sur une plaque métallique, puis laisser le refroidissement se poursuivre à température ambiante. Peser le creuset vide jusqu'à masse constante au milligramme près ($m(a)$) sur une balance analytique.

Transférer 1 g de l'échantillon dans le creuset puis peser au milligramme près ($m(b)$). Des masses plus importantes peuvent être prises si nécessaire.

Introduire le creuset dans le four et le chauffer à 550 ± 25 °C pendant au moins 1 h. Retirer le creuset très chaud du four et le laisser refroidir à température ambiante sur une tôle propre pendant quelques minutes. Transférer le creuset pendant qu'il est encore chaud dans le dessiccateur, et le laisser finir de refroidir à température ambiante. Peser le creuset contenant le résidu calciné au milligramme près ($m(c)$) dès que la température ambiante est atteinte. La calcination peut être considérée comme complète à l'obtention d'une masse constante. Si tel n'est pas le cas à 550 ± 25 °C, noter la valeur déterminée au bout d'un troisième chauffage comme dernière mesure. Ce point doit être signalé dans le rapport d'essai.

Déterminer la matière sèche sur les échantillons exempts de volatils ou la teneur en eau pour les échantillons contenant des volatils selon la norme NBN EN 15934.

10. Expression des résultats

10.1 Perte au feu, échantillons exempts de matières volatiles

$$W_{101} = \left(\frac{m(b) - m(c)}{m(b) - m(a)} \times 100 - (100 - W_{dm}) \right) \times \frac{100}{W_{dm}}$$

W_{101} est la perte au feu de l'échantillon en pourcentage de l'échantillon de résidu sec ou exempt d'eau;

W_{dm} est la teneur en matière sèche de l'échantillon, en pourcentage

$m(a)$ est la masse du creuset vide, en grammes ;

$m(b)$ est la masse du creuset contenant l'échantillon non séché, en grammes;

$m(c)$ est la masse du creuset contenant le résidu calciné, en grammes.



10.2 Perte au feu, échantillons contenant des matières volatiles

$$W_{101} = \left(\frac{m(b) - m(c)}{m(b) - m(a)} \times 100 - W_w \right) \times \frac{100}{100 - W_w}$$

W_{101} est la perte au feu de l'échantillon en pourcentage de l'échantillon de résidu sec ou exempt d'eau;

W_w est la teneur en eau de l'échantillon, en pourcentage

$m(a)$ est la masse du creuset vide, en grammes ;

$m(b)$ est la masse du creuset contenant l'échantillon non séché, en grammes;

$m(c)$ est la masse du creuset contenant le résidu calciné, en grammes.

11. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- Une référence à la présente méthode de la Région wallonne ;
- L'identification complète de l'échantillon ;
- Les précisions relatives au traitement préalable auquel l'échantillon a éventuellement été soumis ;
- Les résultats obtenus ;
- Les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

12. Référence

NBN EN 15169 : Caractérisation des déchets - Détermination de la perte au feu des déchets, des boues et des sédiments.

NBN EN 15934 : Boues, bio-déchets traités, sols et déchets – Calcul de la teneur en matière sèche par détermination du résidu sec ou de la teneur en eau

NBN EN 16179 : Boues, bio-déchets et sols – Lignes directrices pour le prétraitement des échantillons