



## Analyse automatique du chlore dans les combustibles secondaires

**Auteur :** Dr. Angela Gröbel, Directrice de produit, Analytik Jena AG, Konrad-Zuse-Str. 1, D-07745 Jena  
[www.analytik-jena.com](http://www.analytik-jena.com) - Analytik Jena France SARL  
**Tél. :** +33 (0) 972 390 233 - **Fax :** +33 (0) 972 390 232  
[www.analytik-jena.fr](http://www.analytik-jena.fr) - [info@analytik-jena.fr](mailto:info@analytik-jena.fr)

Depuis quelques années, l'importance de l'exploitation thermique des déchets présentant un haut pouvoir calorifique sous forme de matériaux combustibles va en grandissant. Compte tenu des ressources de plus en plus maigres de combustibles fossiles, et de l'augmentation des prix, le recyclage efficace des déchets devient de plus en plus attrayant. Néanmoins, la combustion de ce type de matériaux est problématique en raison de leur composition variable et de la proportion élevée de substances nocives. Ce sont surtout les composés chlorés (PVC) qui ont une influence négative. Lors de la combustion, ils libèrent du HCl, une substance non seulement dangereuse pour l'environnement, mais également susceptible d'endommager le système de combustion (colmatage

des échangeurs thermiques, bourrage des buses du cyclone, corrosion). Il est donc indispensable de contrôler soigneusement la teneur en chlore des combustibles utilisés.

### Combustibles secondaires

Le terme générique de combustible secondaire réunit tous les combustibles solides et liquides d'origine non fossile. Ces derniers sont récupérés à partir des déchets industriels et domestiques présentant un haut pouvoir calorifique et sont constitués principalement de matériaux comme les pneus d'automobile, plastiques, restes de fibres de papier, bois usagé, boue d'épuration, boue de bitume, huiles usagées, restes de plantes etc. Les combustibles secondaires sont utilisés principalement dans les centrales thermiques et dans

l'industrie du ciment. Ces combustibles de substitution bon marché remplacent parfois jusqu'à 30% des matières énergétiques classiques. Pour garantir une qualité constante, il faut contrôler en permanence des paramètres importants comme le pouvoir calorifique, les résidus de calcination et la proportion des substances indésirables. En effet, le non-respect des valeurs de référence indiquées réduit non seulement l'efficacité du processus de combustion mais contribue à augmenter les besoins de maintenance et à causer de sérieux dommages sur les centrales de combustion.

Le chlore joue ici un rôle important. Une teneur en chlore trop élevée (> 1 wt-%) se traduit par une augmentation des émissions de HCl et donc par un colmatage (dépôt de chlorures alcalins et de métaux lourds) des parties importantes du réacteur allant jusqu'à la destruction des échangeurs thermiques. Pour éliminer tout problème dès le début, il est particulièrement important de procéder à la détermination précise et rapide du chlore. Plusieurs méthodes (par ex. analyse par spectrométrie de fluorescence de rayons X, combustion selon Schöniger, méthode de décomposition en bombe

ou selon Wickbold) se sont imposées. Elles sont cependant difficiles à réaliser en raison du temps et du personnel nécessaires et ne sont généralement pas entièrement automatisables.

Le multi EA® 4000 CI constitue ici une alternative rapide et fiable. Il allie l'efficacité d'une combustion à une haute température de titrage coulométrique. L'ensemble du processus d'analyse est automatisé - de la distribution de l'échantillon au résultat de l'analyse.

**Le secret réside dans la combustion**  
Les exigences posées à la technique d'analyse sont aussi différentes que la composition de ces combustibles. Leurs propriétés de combustion et leur teneur en chlore varient largement (ppm - wt-%). L'hétérogénéité des combustibles secondaires nécessite soit une longue préparation de l'échantillon soit l'utilisation de grandes quantités d'échantillons.

Seule une décomposition quantitative de tous les composants de la matrice permet de déterminer correctement la teneur en chlore.

En cas de transformation rapide et incontrôlée, les matrices ►►►



Fig. 1 : multi EA® 4000 – système d'analyse automatique du chlore



Fig. 2 : multi EA® 4000 avec distributeur d'échantillons automatique FPG 48



## cOmplete® His-Tag Purification Resin

### La purification des protéines His-Tag en toute liberté

- Des protéines purifiées même en présence d'EDTA ou de DTT
- Sans relargage de Ni<sup>2+</sup>
- En faible concentration d'Imidazole

**une référence commandée = une seconde offerte !**  
[www.roche-applied-science.com](http://www.roche-applied-science.com)  
 rubrique Produits > Special Offers



COMPLETE est une marque déposée de Roche.

Roche Diagnostics France  
2, avenue du Vercois  
38240 Meylan, France



© ROCHE 2013 - PA-108-13 / Septembre 2013 - Photos - Droits réservés

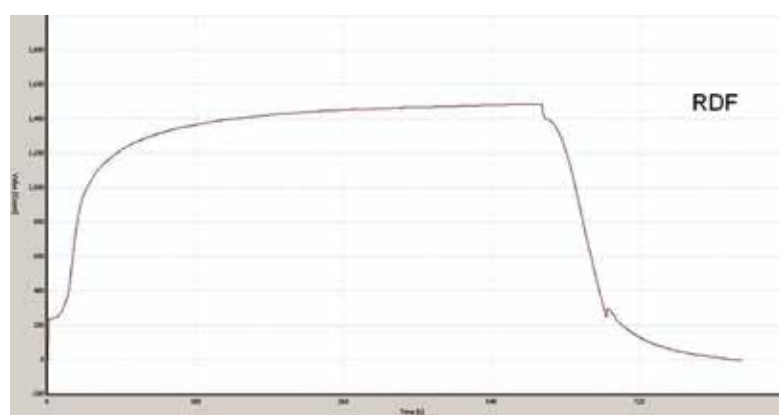
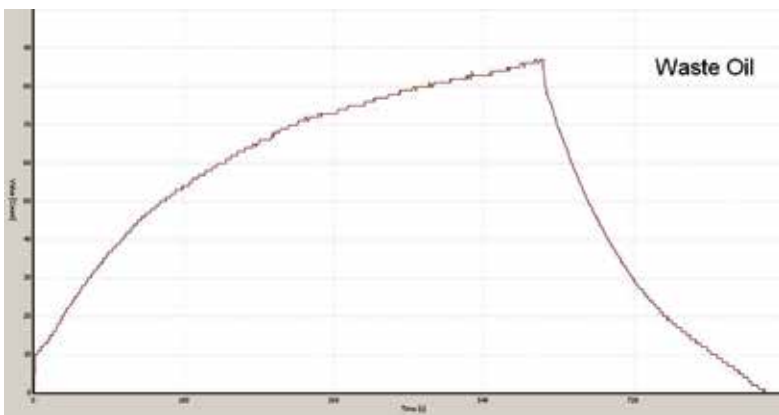


Fig. 3a et 3b : Courbes de mesure des combustibles secondaires présentant différents taux de chlore

organiques ont tendance à former un courant d'oxygène pur. Ce risque augmente en fonction de la masse d'échantillon. Une combustion incomplète a un effet négatif non seulement sur les résultats (moins satisfaisants, mesures diffuses) mais aussi sur la maintenance du système.

Avec le multi EA® 4000, le processus de combustion est adapté automatiquement aux besoins particuliers de chaque composant de l'échantillon, grâce aux détecteurs de flamme de la dernière génération. Ceci permet d'obtenir une combustion idéale, quel que soit la matrice ou la masse, sans effort supplémentaire.

Le multi EA® 4000 est un système de combustion à haute température robuste, spécialement mis au point pour l'analyse des matières solides les plus diverses. En ajoutant des substances auxiliaires, il est également possible d'analyser des liquides visqueux, caractérisés par un point d'ébullition élevé (huiles usagées, bitume). Une dissociation variable du gaz de mesure permet de déterminer les teneurs en chlore dans une grande plage de concentration (1 ppm – 20 wt-%). La capacité particulièrement élevée, jusqu'à 3 g, permet de doser des quantités représentatives sans homogénéisation, même pour les substances hétérogènes. Ceci permet de mesurer sans problème et avec une bonne reproductibilité des substances comme par ex. les restes de plantes broyées.

### Détermination Cl automatisée

Les matériaux combustibles secondaires ont été analysés directement à l'aide du multi EA® 4000, sans traitement préliminaire. Les échantillons ont été dosés et transférés automatiquement, à l'aide du distributeur de solides FPG 48.

(Voir figures 1 et 2)

La décomposition de l'échantillon a été réalisée sans catalyseur, à 1000°C dans un courant d'argon/d'oxygène. L'oxygène garantit l'oxygénation complète, l'apport d'argon soutient l'évaporation/la pyrolyse contrôlée des composants organiques de l'échantillon.

La technologie à l'appui des détecteurs de flammes intelligents optimise le processus de combustion, ce qui permet de décomposer les échantillons rapidement, avec un maximum de sécurité.

Le gaz HCl issu de la combustion, a été saisi après le séchage du gaz de mesure à l'aide d'un titrage coulométrique, une application de la loi de Faraday.

N°	Échantillon	Cl [wt-%]	RSD [%]
1	Mélange de bois usagé	0,25	1,30
2	Mélange de plastique	1,85	4,20
3	Biomasse	0,57	3,51
4	Combustible secondaire	0,71	2,80
5	Huiles usagées	0,04	4,33
6	Référence 0,35-wt-% Cl	0,33	2,70

### L'étalonnage, c'était hier

La détermination du chlore par coulométrie étant une méthode absolue, il n'est pas nécessaire d'avoir un étalonnage fastidieux. C'est un net avantage, comparé aux autres principes de détection (XRF, IC).

Pour contrôler le système, il suffit d'une solution de 0,1 ou 0,01 M HCl en vente dans le commerce ou d'un matériel de référence.

### Le test pratique

La majorité des échantillons réels analysés avaient une composition hétérogène (2-4).

Pour pouvoir cependant analyser une aliquote représentative, 500 mg ont été prélevés sur ces échantillons. En comparant les échantillons non homogènes et homogènes, il apparaît que la précision des résultats reste inchangée.

(Voir Tableau)

En raison de la combustion effectuée sur une matrice optimisée, il a généralement suffi d'une triple détermination pour obtenir les résultats escomptés.

(Voir Figure 3a et 3b)

Les résultats démontrent que le multi EA® 4000 est parfaitement adapté aux particularités des matrices et aux différentes teneurs en Cl.

Par ailleurs, le grand nombre de méthodes disponibles et la technologie du détecteur de flamme rendent superflue toute création fastidieuse et souvent erronée de méthodes d'analyse et l'optimisation des paramètres du processus.

### Simple et rapide

Vu l'intérêt croissant pour les combustibles secondaires «de qualité», les systèmes d'analyse rapides et «demandant peu de personnel» continueront leur progression dans les laboratoires.

Les méthodes classiques sont souvent liées à une préparation et une décomposition complexes des échantillons, ce qui réduit la quantité de masse utilisable. Par ailleurs, la

décomposition et la détection ne peuvent pas être réunies dans un système automatique rapide, ce qui signifie deux étapes manuelles séparées. Tout ceci est contraire aux exigences d'un laboratoire moderne et rentable.

Par comparaison, le multi EA® 4000 constitue une alternative rapide et sûre

pour déterminer la teneur en chlore, qui à l'avenir simplifiera énormément l'analyse de routine. L'automatisation du processus d'analyse permet d'augmenter l'efficacité du travail.

© 2013 Analytik Jena AG

**Etes-vous satisfait de votre chromatographie ionique ?**

**Demandez une démonstration !**

**Découvrez la nouvelle gamme Metrohm**

en savoir plus sur nos nouveaux systèmes de chromatographie ionique  
[www.metrohm.fr/CI](http://www.metrohm.fr/CI)

**Metrohm**  
France SAS

Tél. : 01 64 86 97 00 - email : [info@metrohm.fr](mailto:info@metrohm.fr)