

Rapport n° 1120/2002, page 1/8
Annexe à n/lettre n° 2002/2316/MFC
14.11.2002

Liège, le 14 NOV. 2002

RAPPORT D'ESSAIS

1. **Renseignements relatifs à la commande :**

Demandeur : Monsieur WILLAERT, pour le compte de la Cellule de Sécurité Alimentaire, c/o Valise Diplomatique, Délégation Kigali-RWANDA, Rue de Genève 1 à 1140 BRUXELLES

2. **Echantillons soumis aux essais :**

Nature : un solide
Prélevé par vos soins
Réceptionné le 17.10.2002

Réf. ISSeP	Réf. client
GE1/02/1012/1	Briquettes

3. **Analyses demandées :**

Humidité, pouvoir calorifique supérieur, analyse élémentaire C-H-N-S-Cl, scan des métaux lourds.

4. **Procédures :**

- C-H-N-S (FISONS EA 1108)
 - Pouvoir calorifique (C 5000)
 - Chlore total (combustibles solides)
 - Taux de cendres (NBN 831-03)
 - Matières sèches (ISO 11465)
 - Prétraitement des échantillons de sol avant analyses physico-chimiques (ISO 11464)
 - Dosage des éléments métalliques
 - . Extraction des métaux (ISO 11466)
 - . Analyse
- (Voir en annexe).

5. **Résultats :**

Les résultats sont repris dans les tableaux ci-joints.

Analyse

L'appareil utilisé est un spectromètre d'émission ICP simultané informatisé de type ICAP 61 E (Thermo-Jarell Ash Corporation).

La solution est prélevée à l'aide d'une pompe péristaltique et transformée en aérosol par nébuliseur pneumatique. Cet aérosol passe dans la chambre d'impact où les grosses gouttes sont éliminées pour être finalement introduit dans la torche à plasma.

La torche à plasma, constituée de trois tubes concentriques en quartz, est entourée d'une bobine à induction connectée à un générateur haute fréquence. La force électromagnétique induite à l'intérieur de la torche provoque l'ionisation d'un gaz neutre, l'argon, créant ainsi un plasma (gaz ionisé électriquement neutre) dont la température atteint 10.000 K°. Cette température élevée est à l'origine de l'excitation des atomes de l'échantillon à analyser.

La lumière émise, qui est caractéristique de l'élément, est ensuite décomposée en raies spectrales par un réseau de diffraction. L'appareil utilisé possède 26 détecteurs photomultiplicateurs permettant de doser 29 éléments. Les détecteurs sont fixes, ce qui ne permet pas de choisir la longueur d'onde, limitant ainsi le nombre d'éléments analysés, mais augmentant la rapidité de l'analyse.

Pour diminuer les limites de détection, l'As est déterminé par la technique par absorption atomique four, le mercure par la technique de vapeur froide par absorption atomique (FIMS).

Taux de cendres (NBN 831-03)

L'échantillon est chauffé à l'air jusqu'à une température de $815^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ et est maintenu à cette température jusqu'à masse constante.

Le taux de cendres est calculé à partir de la masse du résidu après incinération.

Matières sèches (ISO 11465)

L'échantillon tel que reçu est séché jusqu'à masse constante, dans une étuve à air, à une température de $105 \pm 5^{\circ}\text{C}$.

Le taux de matières sèches est calculé à partir de la masse du résidu sec.

Prétraitement des échantillons de sol avant analyses physico-chimiques (ISO 11464)

Après séchage de l'échantillon à l'air ou dans une étuve à 40°C , on élimine manuellement, on décrit et on pèse les matières étrangères supérieures à ± 1 cm (pierres, fragments de verre, de plantes, débris divers, etc.).

L'échantillon est ensuite tamisé à 2 mm. La fraction supérieure à 2 mm est émettée pour pouvoir passer au tamis de 2 mm, les matières étrangères restant sur le tamis sont éliminées et pesées et le reste de l'échantillon est concassé pour passer au tamis de 2 mm.

Les différentes fractions de l'échantillon < 2 mm sont mélangées et homogénéisées pour constituer l'échantillon pour analyse.

L'humidité de l'échantillon pour analyse est déterminée suivant la norme Me1/089/V1.

Dosage des éléments métalliques

Extraction des métaux (ISO 11466)

L'échantillon brut est soumis à l'action d'un mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique (eau régale) pendant 16 h à température ambiante, puis à l'ébullition avec reflux pendant 2 h. L'extrait est ensuite filtré et ajusté au volume avec de l'acide nitrique. Les concentrations de traces de métaux peuvent alors être déterminées à l'aide des méthodes spectrométriques.

C-H-N-S (FISONS EA 1108)

Une quantité donnée d'échantillon subit une oxydation complète et instantanée ("flash combustion") qui transforme toutes les substances organiques et inorganiques en produits de combustion.

Les gaz de combustion passent dans un four à réduction (élimination de l'O₂ en excès, transformation des oxydes d'azote en azote) et sont entraînés dans une colonne chromatographique par un gaz porteur (He), où ils sont séparés et détectés sous forme de N₂, CO₂, SO₂ et H₂O à l'aide d'un détecteur à conductivité thermique (TCD) qui produit un signal électrique proportionnel aux concentrations.

Pouvoir calorifique (C 5000)

Les mesures sont effectuées dans le calorimètre IKA C 5000. Le procédé de mesure est automatisé : gestion automatique du remplissage d'oxygène, du remplissage d'eau, de la combustion de l'échantillon, des mesures d'élévation de température et de la décompression de la bombe calorimétrique en fin d'analyse.

Le logiciel prend en charge le calcul du pouvoir calorifique supérieur en intégrant automatiquement la capacité calorifique du système préalablement étalonné grâce à de l'acide benzoïque.

L'échantillon préalablement conditionné (broyé, pastillé et/ou mélangé éventuellement à une quantité connue d'un accessoire de combustion de pouvoir calorifique connu) est brûlé et atmosphère d'oxygène sous conditions normalisées dans une bombe calorimétrique. Le mode choisi de régulation thermique du système calorimétrique est le mode dynamique (cycle rapide).

Le pouvoir calorifique supérieur est calculée d'après l'élévation de la température de l'eau contenue dans la cuve intérieure.

L'analyse élémentaire indispensable pour le calcul du pouvoir calorifique inférieur est réalisée à l'aide d'un appareil FISONS EA 1108.

L'humidité pour analyse est déterminée à l'étuve suivant la norme NBN 831-02 ou par la méthode Karl-Fischer en fonction de la nature de l'échantillon.

Chlore total (combustibles solides)


Après combustion de l'échantillon dans la bombe calorimétrique de Mahler, le chlore libéré est repris à l'eau, puis précipité sous forme de chlorure d'argent. Le dosage est opéré par potentiométrie.

Rapport n° 1120/2002, page 5/8
Annexe

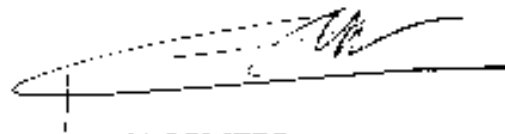
DESCRIPTION DES PROCEDURES D'ESSAI

Remarques :

- Ce rapport ne concerne que les objets soumis aux essais.
- Le présent document ne peut être reproduit, sinon en entier, sans accord du laboratoire.
- Le solde de tout échantillon est conservé, dans la mesure du possible, une semaine après l'envoi du rapport pour les liquides, et un mois après l'envoi du rapport, pour les solides. Ensuite, il est éliminé par nos soins, sauf mention spéciale de votre part.



M.F. CANISIUS,
Service Chimie,
Adjointe Chimie Minérale,
Ingénieur Industriel.



Y. SOMERS,
Docteur en Sciences.

CSA - KIGALI

Résultats

nos réf. : GE 1/2002/1012

1

paramètre	unité	briques	
		s/eq (*)	s/sec
Hé	%	8,34	
Cs	%	10,67	11,64
PC sup	kJ / kg	15345	16740
PC inf	kJ / kg	13980	15465

(*) : éch. broyé sous 200 µm et en équilibre avec l'air

Résultats

vos réf. : email du 18/10/2002

0520 111

nos réf. : GE 1 / 2002 / 1012

Paramètre	unité	briquettes	
		s/sec à l'air	s/sec
Hé	%	8.74	
C tot	%	40.2	44.0
H tot (*)	%	6.6	7.2
N tot	%	1.02	1.12
S tot	%	< 0.20	< 0.22
Cl tot	%	0.32	0.35
As	mg / kg	1.0	1.0
Cr	mg / kg	4.3	4.7
Cu	mg / kg	5.5	8.0
Hg	mg / kg	0.025	0.027
Al	mg / kg	1388	1521
B	mg / kg	14.7	18.1
Zn	mg / kg	31	34
Ba	mg / kg	33	36
Ca	mg / kg	3273	3586
Fe	mg / kg	2735	2997
K	mg / kg	37967	41803
Mg	mg / kg	1488	1631
Mn	mg / kg	122	134
Sr	mg / kg	36	39

(*) y compris l'hydrogène de l'eau