
Essais de toxicité des effluents du feu —

Partie 3:

Méthodes d'analyse des gaz et des vapeurs
dans les effluents du feu

(standards.iteh.ai)

Toxicity testing of fire effluents —

Part 3: Methods for the analysis of gases and vapours in fire effluents



Sommaire

	Page
1 Domaine d'application	1
2 Généralités	1
3 Échantillonnage	1
4 Méthodes analytiques pour le monoxyde de carbone	5
5 Méthodes analytiques pour le dioxyde de carbone	10
6 Méthodes analytiques pour l'oxygène	10
7 Méthodes analytiques pour le cyanure d'hydrogène	12
8 Méthodes analytiques pour le chlorure d'hydrogène et le bromure d'hydrogène	15
9 Méthodes analytiques pour le fluorure d'hydrogène	19
10 Méthodes analytiques pour les oxydes d'azote	21
11 Méthodes analytiques pour l'acroléine	26
12 Rapport d'essai	28

Annexes

	Page
A Exemples de séparation de gaz permanents	30
B Autres gaz intéressants	32
C Nouvelles méthodes	34
D Bibliographie	35

© ISO 1993

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Version française tirée en 1994

Imprimé en Suisse

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales, mais, exceptionnellement, un comité technique peut proposer la publication d'un rapport technique de l'un des types suivants:

- type 1, lorsque, en dépit de maints efforts, l'accord requis ne peut être réalisé en faveur de la publication d'une Norme internationale;
- type 2, lorsque le sujet en question est encore en cours de développement technique ou lorsque, pour toute autre raison, la possibilité d'un accord pour la publication d'une Norme internationale peut être envisagée pour l'avenir mais pas dans l'immédiat;
- type 3, lorsqu'un comité technique a réuni des données de nature différente de celles qui sont normalement publiées comme Normes internationales (ceci pouvant comprendre des informations sur l'état de la technique, par exemple).

Les rapports techniques des types 1 et 2 font l'objet d'un nouvel examen trois ans au plus tard après leur publication afin de décider éventuellement de leur transformation en Normes internationales. Les rapports techniques du type 3 ne doivent pas nécessairement être révisés avant que les données fournies ne soient plus jugées valables ou utiles.

L'ISO/TR 9122-3, rapport technique du type 2, a été élaboré par le comité technique ISO/TC 92, *Essais au feu sur les matériaux de construction, composants et structures*, sous-comité SC 3, *Risques d'intoxication par le feu*.

L'ISO/TR 9122 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Essais de toxicité des effluents du feu*:

- *Partie 1: Généralités*
- *Partie 2: Directives pour les essais biologiques permettant de déterminer la toxicité aiguë par inhalation des effluents du feu (principes de base, critères et méthodologie)*
- *Partie 3: Méthodes d'analyse des gaz et des vapeurs dans les effluents du feu*

- *Partie 4: Modèle feu (fours et appareillages de combustion utilisés dans les essais à petite échelle)*
- *Partie 5: Prédications concernant les effets toxiques des effluents du feu*
- *Partie 6: Directives destinées aux législateurs et aux spécificateurs pour l'évaluation du risque de toxicité des incendies dans les bâtiments et dans le transport*

Les annexes A, B, C et D de la présente partie de l'ISO/TR 9122 sont données uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 9122-3:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da88d5f4-bbe1-43b0-99e6-98487ad45dbb/iso-tr-9122-3-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da88d5f4-bbe1-43b0-99e6-98487ad45dbb/iso-tr-9122-3-1993>

Introduction

Ces dernières années, les techniques analytiques ont été utilisées très largement pour la mesure des concentrations de matières volatiles spécifiques générées à la fois pendant les études en laboratoire et les incendies. Ces mesures sont nécessaires aux personnes qui effectuent des recherches et des essais sur des matériaux et des composites, notamment dans le domaine toxicologique et les domaines connexes.

L'analyse des gaz présents dans les effluents du feu, tout en exigeant parfois de faire confiance à des méthodes affinées dans d'autres domaines (par exemple, pollution atmosphérique) représente un domaine d'étude très spécialisé en raison de la complexité et de la réactivité des mélanges gazeux et de la possibilité d'une modification rapide de leur concentration dans le temps. Ceci a induit un certain nombre de scientifiques de différents pays à développer de nouvelles méthodes d'analyse des gaz présents pendant la combustion, ou à adapter les méthodes existantes, conformément à leurs propres besoins.

Dans certain cas, des lignes d'analyse communes ont pu émerger et l'on dispose actuellement d'une expertise et d'une expérience suffisantes pour définir des méthodes normalisées pour l'analyse des gaz sélectionnés.

La présente partie de l'ISO/TR 9122 est donc destinée à aider tous ceux qui s'occupent de l'analyse des gaz du feu dans les domaines de la recherche ou des essais à procéder selon des méthodes courantes et établies d'un commun accord. Ce Rapport traite essentiellement des méthodes d'analyse, mais recommande également l'état le plus avancé des connaissances s'agissant des méthodes d'échantillonnage.

La présente partie de l'ISO/TR 9122 présente des méthodes analytiques pour neuf gaz courants. Elle fait aussi référence à d'autres gaz intéressants pour lesquels l'expérience acquise jusqu'ici n'autorise pas une normalisation des méthodes.

Dans chaque cas, des détails spécifiques sur les méthodes d'analyse sont données. Toutefois, en chromatographie (méthode de référence pour le monoxyde de carbone, le dioxyde de carbone et l'oxygène) une expérience très importante existe, des techniques différentes mais acceptables étant largement diffusées à l'échelle internationale.

Dans ces cas, l'analyse est basée sur les conditions d'exécution avec une méthode d'analyse recommandée (c'est-à-dire non obligatoire).

Dans l'ISO/TR 9122-1, un accent tout particulier a été placé sur la nécessité de considérer le problème du risque toxique total plutôt que la toxicité en soi et d'essayer d'intégrer les informations sur la toxicité et la combustibilité (et non pas d'utiliser les informations sur la toxicité en soi comme base des décisions sur le contrôle des matériaux).

Des méthodes spécifiques sont décrites dans la présente partie de l'ISO/TR 9122 pour l'analyse des concentrations dans l'air de monoxyde

de carbone, de dioxyde de carbone, d'oxygène, de cyanure d'hydrogène, de chlorure d'hydrogène, de bromure d'hydrogène, de fluorure d'hydrogène, d'oxydes d'azote et d'acroléine. Des détails de plusieurs méthodes analytiques sont présentés pour chaque gaz, ainsi que des commentaires sur le domaine d'application, la sensibilité, la méthodologie d'étalonnage et les avantages/désavantages des procédures. Les méthodes chromatographiques sont largement utilisées à l'échelon international et ont donc été sélectionnées comme méthodes «recommandées» pour la plupart des gaz.

L'objectif de ce document est également d'identifier le rôle des techniques analytiques, c'est-à-dire uniquement de mesurer/définir/identifier les atmosphères en fonction de gaz étalons spécifiques. Ce document ne précise pas la manière dont l'atmosphère est créée, ce qui relève de l'évaluation du risque toxique.

L'utilisation correcte des méthodes analytiques présentées dans la présente partie de l'ISO/TR 9122 implique que

- l'analyse des gaz échantillonnés a été effectuée conformément aux procédures étalonnées;
- la procédure d'échantillonnage est conforme aux recommandations générales données, en tenant dûment compte de la nature réactive des espèces analysées.

La présente partie de l'ISO/TR 9122 comporte également une liste de composés supplémentaires dont on sait qu'ils sont intéressants pour les effluents du feu, ainsi que des références bibliographiques concernant les méthodes d'analyse. Celles-ci sont uniquement données à titre informatif.

Les méthodes citées sont généralement applicables à l'analyse des effluents du feu qui vont des essais de combustion en laboratoire, c'est-à-dire à petite échelle, aux feux en grandeur réelle. Toutefois, les techniques d'échantillonnage peuvent varier en fonction des dimensions du feu et de sa vitesse de propagation. Étant donné que l'échantillonnage constitue souvent la partie la plus critique d'une procédure d'analyse des gaz des effluents du feu, une très grande attention doit être accordée aux techniques d'échantillonnage. Ce document fournit des directives à cet égard.

Le but essentiel des méthodes analytiques décrites dans la présente partie de l'ISO/TR 9122 est de mesurer la concentration des espèces toxiques de manière à fournir une aide

- a) à la caractérisation des modèles de feu;
- b) à l'établissement des conditions d'exposition dans des études biologiques;
- c) au contrôle des études biologiques;
- d) à l'interprétation des études biologiques.

Ces méthodes sont aussi applicables généralement à l'analyse des effluents du feu dans de nombreuses situations comportant des feux en grandeur réelle.

Il n'est pas techniquement valable, et il n'est donc pas recommandé

- a) d'utiliser les analyses chimiques uniquement comme base pour un essai de toxicité générale des matériaux du feu (en raison de la présence éventuelle d'espèces inconnues);

- b) d'utiliser les données de toxicité obtenues chimiquement ou biologiquement comme critères directs pour l'acceptabilité sur le plan de la sécurité incendie de matériaux dans des spécifications ou des réglementations. On soulignera que l'utilisation de ces données sans connaître et intégrer d'autres caractéristiques d'inflammabilité des matériaux comporte un risque sérieux de conclusions erronées, lesquelles contrarieraient des objectifs de sécurité.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 9122-3:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da88d5f4-bbe1-43b0-99e6-98487ad45dbb/iso-tr-9122-3-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da88d5f4-bbe1-43b0-99e6-98487ad45dbb/iso-tr-9122-3-1993>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TR 9122-3:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da88d5f4-bbe1-43b0-99e6-98487ad45dbb/iso-tr-9122-3-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/da88d5f4-bbe1-43b0-99e6-98487ad45dbb/iso-tr-9122-3-1993>

Essais de toxicité des effluents du feu —

Partie 3:

Méthodes d'analyse des gaz et des vapeurs dans les effluents du feu

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO/TR 9122 spécifie des méthodes pour l'analyse individuelle des concentrations dans l'air du monoxyde de carbone (CO), du dioxyde de carbone (CO₂), de l'oxygène (O₂), du cyanure d'hydrogène (HCN), du chlorure d'hydrogène (HCl), du bromure d'hydrogène (HBr), du fluorure d'hydrogène (HF), des oxydes d'azote (NO_x) et de l'acroléine (CH₂CHCHO).

2 Généralités

Dans certains cas, l'expérience a conduit à l'utilisation, sur le plan international, de plusieurs méthodes d'analyses différentes avec des résultats acceptables. Pour ces cas, plusieurs méthodes sont présentées dans la présente partie de l'ISO/TR 9122, une méthode étant identifiée comme la méthode de référence à utiliser dans l'éventualité de désaccords apparents concernant les résultats d'analyse (par exemple entre laboratoires). Toutefois, on notera que la méthode de référence citée peut ne pas être nécessairement la méthode idéale pour les opérations journalières. Aussi, sera-t-il possible de développer de nouvelles méthodes qui seront toutes aussi appropriées.

L'analyse des gaz dans les effluents du feu est très complexe en raison du grand nombre de produits chimiques, organiques et inorganiques, que les atmosphères représentatives peuvent contenir.

La conformité avec la présente partie de l'ISO/TR 9122 implique que

- l'analyse des gaz prélevés a été effectuée à l'aide de procédures normalisées;

- la procédure d'échantillonnage est conforme aux recommandations générales mentionnées à l'article 3 et à la nature des espèces chimiques.

Une deuxième liste de produits chimiques est également communiquée, dont on sait qu'ils présentent un intérêt pour les effluents du feu. Des références bibliographiques concernant les méthodes d'analyse sont également mentionnées (voir annexe B). L'analyse de l'un quelconque de ces produits chimiques par l'une quelconque des méthodes bibliographiques ne fait pas partie de la présente partie de l'ISO/TR 9122.

On notera que la liste des produits chimiques n'est pas exhaustive.

Les concentrations en gaz seront exprimées, en vue des calculs, en rapport volume/volume [c'est-à-dire % (V/V)] plutôt que masse/volume (c'est-à-dire milligrammes par mètre cube).

3 Échantillonnage

3.1 Spécifications et recommandations générales

3.1.1 L'échantillonnage constitue peut-être la partie la plus critique des procédures d'analyse des gaz dans les effluents du feu. Alors que les méthodes analytiques sont généralement utilisées pour de nombreuses espèces gazeuses, l'échantillonnage à partir des atmosphères du feu présente des problèmes inhabituels et difficiles à résoudre.

3.1.2 L'échantillon présenté à l'analyseur doit être aussi représentatif que possible de l'atmosphère d'essai, sans modification provoquée par le système d'échantillonnage.

3.1.3 La procédure d'échantillonnage ne doit influencer l'atmosphère d'essai qu'aussi faiblement que possible (par exemple, par épuisement du volume d'essai).

3.1.4 La procédure d'échantillonnage doit être aussi simple que possible, tout en comprenant toutes les caractéristiques nécessaires présentement détaillées.

3.1.5 La procédure d'échantillonnage doit être capable de fonctionner sans blocage des lignes d'échantillonnage, fusion ou autres ruptures des éprouvettes, condensation d'humidité, etc., pendant la durée de la période d'échantillonnage.

3.1.6 Un comportement idéal du gaz est présumé pour les gaz et les concentrations rencontrées. La température des gaz sera mesurée au point d'échantillonnage.

3.1.7 Une filtration appropriée et efficace doit être maintenue de manière à protéger l'équipement de mesure.

3.2 Considérations particulières

Il existe de nombreux facteurs (par exemple, domaine des concentrations escomptées de l'espèce analysée, limite de détection, présence d'interférences, valeurs de pics comparées aux valeurs moyennes de concentration, etc.) qui vont avoir une influence directe sur le type spécifique de système d'analyse sélectionné. L'échantillonnage de l'atmosphère extrêmement complexe produite pendant la combustion exige une évaluation et une appréciation très approfondies de tous les facteurs potentiels susceptibles d'affecter les conditions optimales de piégeage et d'analyse des échantillons.

Le grand nombre des produits différents fréquemment rencontrés dans les effluents du feu exige souvent l'utilisation de toute une série de procédures et d'approches d'échantillonnage de manière à garantir une identification et une quantification précises des produits de combustion formés. La procédure d'échantillonnage sélectionnée va dépendre de l'instrumentation et des procédures analytiques disponibles pour l'espèce analysée spécifiquement. L'échantillonnage peut impliquer soit une analyse directe continue (par exemple, analyse infrarouge non dispersif) ou un échantillonnage non continu par systèmes de piégeage (par exemple, échantillonnages dans les ballons ou dans des barboteurs, suivis d'une analyse). L'échantillonnage par système de piégeage peut être encore subdivisé en deux catégories:

- a) instantané ou saisi;
- b) moyen ou intégré.

Bien qu'il n'existe pas de distinction nette entre les catégories, il est généralement reconnu que les

échantillons instantanés se réfèrent à des échantillons prélevés sur une période courte, habituellement inférieure à une minute, alors que les échantillons intégrés sont généralement prélevés sur une période de temps plus longue.

Dans certains cas, un échantillonnage continu ou semi-continu direct ou instantané et fréquent peut être parfaitement adapté au suivi du milieu de combustion qui connaît des modifications rapides et donner un profil représentatif de la concentration. Il arrive toutefois fréquemment que la limite détectable minimum du produit analysé exige des volumes d'échantillons plus importants que ceux qui peuvent être prélevés avec ces techniques. Si cette limite analytique existe, l'échantillonnage doit être opéré sur une durée intégrée plus longue. Le fait d'utiliser des périodes d'échantillonnage plus longues permet l'analyse de concentrations plus faibles, mais cette approche se heurte à certaines limites. Par exemple, ces types d'échantillons ne permettent que la détermination de la concentration moyenne intégrée obtenue sur la période d'échantillonnage et ne discernent aucune modification brusque dans l'évolution du produit analysé. Toutefois, des modifications de concentrations brusques peuvent être manquées avec des échantillons obtenus instantanément, si les échantillons ne sont pas prélevés à une fréquence suffisante.

Lorsque l'on utilise les procédures d'échantillonnage par système de piégeage, il est essentiel de spécifier la fréquence d'échantillonnage, le temps de démarrage de chaque échantillonnage et la durée de l'échantillonnage. Cette information est essentielle pour garantir une évaluation appropriée des données en relation avec d'autres propriétés de feu qui peuvent être contrôlées (par exemple, perte de masse, évolution des fumées, propagation de la flamme).

Les essais de feu peuvent être classés grossièrement comme étant «petits» (dimension du laboratoire), «moyens» ou «grands» (généralement en vraie grandeur). Les gaz échantillonnés peuvent être très chauds ou proches de la température ambiante. Les gaz doivent généralement être extraits de l'atmosphère d'essai via une canalisation appropriée, en utilisant une pompe à dépression. Des canalisations en acier inoxydable, aussi courtes que possible, sont souvent utilisées. Dans le cas de la production de gaz très chauds, la ligne d'échantillonnage devra être portée à une température supérieure à 110 °C. La plupart des méthodes analytiques exigent un échantillon sec, exempt de matières particulaires. On peut utiliser de la laine de verre (dans la plupart des cas) comme filtre de matières particulaires, avec un piège supplémentaire constitué par un agent desséchant (par exemple, du sulfate de calcium) pour éliminer l'humidité. Les pièges seront situés juste devant l'analyseur et après toutes les sections chauffées des canalisations d'échantillonnage. Des pièges froids simples sont souvent insuffisants pour éliminer la quantité d'humidité présente dans les effluents du feu; toutefois, ils

peuvent se révéler utiles s'ils sont combinés à d'autres filtres et pièges. Le système analytique et d'échantillonnage particulier utilisé va dicter les exigences d'écoulement et la nécessité de l'élimination de l'humidité. Des précautions devront être prises pour minimiser le volume des systèmes de filtration de manière à diminuer la durée d'échantillonnage.

Les gaz acides (autres que le fluorure d'hydrogène) et le cyanure d'hydrogène seront échantillonnés en utilisant des tuyaux en verre ou revêtus de résine époxyde de manière à minimiser les pertes dues à la réactivité et à la condensation sur les surfaces. Pour l'acide fluorhydrique, des tuyaux revêtus de polytétrafluoroéthylène (PTFE) seront utilisés (des tuyaux en verre et revêtus de verre se révèlent inappropriés). Les pièges d'humidité et de matières particulières seront évités avant l'agent d'échantillonnage (par exemple des barboteurs de type «impinger» ou tubes d'absorption, voir 3.3 et 3.4). Pour ces espèces, les lignes d'échantillonnage devront être aussi courtes que possible et portées à $130\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$. Les gaz acides sont particulièrement susceptibles de subir des pertes sur les surfaces des lignes d'échantillonnage.

Pour les matières organiques (par exemple, l'acroléine), des canalisations en acier inoxydable non revêtu se révèlent appropriées. Des lignes chauffées sont nécessaires, de manière à éviter condensation et humidité. Les pièges à matières particulières seront évités, sauf s'ils sont nécessaires pour l'instrumentation.

La localisation des sondes d'échantillonnage est influencée par les dimensions de l'appareillage d'essai et par les exigences du système analytique. Par exemple, dans des chambres d'essai de toxicité à petite échelle, il peut être souhaitable d'échantillonner à proximité des nez des animaux; toutefois, il convient de noter que cette procédure est susceptible de détecter une concentration en dioxyde de carbone supérieure à la normale en raison des exhalaisons des animaux. La possibilité de stratification des gaz dans les chambres sans un bon mélange doit être prise en compte. De même, on évitera un échantillonnage trop rapproché des parois.

L'étalonnage de l'ensemble du système d'échantillonnage et d'analyse est recommandé afin de garantir l'absence de perte des gaz analysés. Ceci peut être réalisé avec des gaz mixtes étalonnés dans des bouteilles. Toutefois, il est recommandé de vérifier par une analyse indépendante la concentration mentionnée par le fournisseur. Ceci est vrai tout particulièrement pour des gaz réactifs tels que le chlorure d'hydrogène et le fluorure d'hydrogène. La concentration de ces espèces chimiques va se modifier dans le temps, même dans une bouteille fermée. Le «gaz d'étalonnage» sera introduit à l'entrée d'échantillonnage et on lui fera suivre le même itinéraire qu'un gaz d'essai, via des filtres et des pièges s'il y en a, jusqu'à l'analyseur ou l'agent d'échantillonnage.

3.3 Échantillonnage recourant à des absorbeurs de solutions gazeuses

L'absorption de gaz en solution utilisant des bouteilles de lavage des gaz, des barboteurs, des barboteurs de type «impinger», etc., repose toujours sur les mêmes principes. L'atmosphère d'essai est poussée ou extraite à travers l'agent d'absorption à une vitesse mesurée pendant une durée spécifiée. À la fin de la période d'échantillonnage, la solution fait l'objet d'une analyse des espèces intéressantes (par exemple, ion chlorure pour l'absorption de gaz chlorhydrique dans l'eau). En supposant une efficacité de 100 % (voir discussion ci-dessous), on peut calculer la concentration des espèces mesurées en solution. Une équation type est présentée ci-après:

$$G = \frac{S \times V \times H \times g/s \times 10^{-6}}{R \times T}$$

où

G est la concentration du gaz, en parties par million (V/V);

S est la concentration de la solution, en grammes par litre ou en moles par litre (voir H pour les unités conformes);

V est le volume de la solution, en litres;

H est la constante de gaz à une température et à une pression définies, en litres par gramme ou en litres par mole (voir S pour les unités);

g/s est le rapport des masses atomiques ou moléculaires pour les espèces gazeuses (g) et les espèces en solution (s), si elles sont différentes (par exemple, chlorure d'hydrogène/chlorure);

R est le débit du gaz dans l'épurateur du type à chocs, en litres par minute;

T est la durée de l'écoulement gazeux, en minutes.

Par exemple, si la concentration mesurée de la solution en chlorures (Cl^-) était de 0,006 g/l dans 25 cm³ de solution (0,025 l) à 20 °C et sous une pression de 1 atmosphère et que le débit de gaz était de 0,25 l/min pendant 2 min

$$G = \frac{6 \times 0,025 \times 0,659 \times \frac{(36,5)}{(35,5)} \times 10^{-6}}{0,25 \times 2}$$

$$G = 203 \text{ ppm de chlorure d'hydrogène}$$

Le volume de la solution de l'absorbeur et le débit total du gaz influencent directement le rapport des concentrations du gaz et de la solution. Pour une concentration de gaz donnée, un volume de solution

plus petit et/ou un volume de gaz (échantillonnés) plus grand vont donner des concentrations en solution plus élevées. Le choix des conditions d'échantillonnage sera dicté par les exigences de la technique analytique incluant le volume et la vitesse d'échantillonnage tolérée, la concentration escomptée du gaz dans l'atmosphère d'essai, la nécessité d'échantillonnages fréquents, etc.

L'efficacité de l'absorption d'un gaz dans un liquide est influencée par

- a) la solubilité du gaz dans la solution;
- b) les caractéristiques physiques de l'absorbeur;
- c) le rapport du débit du gaz au volume de la solution.

De manière générale, l'efficacité de l'absorption est estimée empiriquement en faisant passer une concentration connue du gaz considéré à travers une série de barboteurs de type «impinger» et en mesurant le «passage» à partir du premier barboteur (c'est-à-dire quelles que soient les quantités recueillies dans les autres pièges). Une autre vérification de l'efficacité d'un système d'écoulement/barboteurs de type «impinger» donné consisterait à effectuer une série d'expériences avec une concentration de gaz connue, en utilisant des barboteurs différents, ainsi que divers débits. En pratique, toutefois, on est souvent limité par le choix de l'appareillage et il faut choisir alors des débits de gaz et des volumes de solution basés sur l'équation ci-dessus, avec une connaissance de la concentration possible en gaz et des limites de la mesure analytique.

Il existe, fondamentalement, quatre types d'absorbeurs de gaz en solutions: les bouteilles de lavage à gaz simples (avec des barboteurs de type «impinger»), les absorbeurs spiralés ou hélicoïdaux, les colonnes à perles de verre garnies et les barboteurs frittés. Les bouteilles de lavage à gaz, ou barboteurs de type «impinger», fonctionnent en extrayant le gaz à travers un tube (doté généralement d'une ouverture à étranglement) qui est immergé dans le liquide. Ce type se révèle des plus appropriés pour les gaz hautement solubles, étant donné que le temps de contact entre la solution et le gaz est court et que la dimension des bulles est relativement importante. Pour des espèces moins solubles, les autres absorbeurs présentent un temps de contact plus long et/ou une dimension de bulle plus faible (qui augmente le contact de surface relatif). Les absorbeurs spiralés ou hélicoïdaux sont confectionnés avec des formes spéciales de manière à permettre un temps de contact prolongé. Le débit dans ces barboteurs est limité en raison du débordement de la solution. Les colonnes garnies de billes de verre permettent une augmentation du contact gaz/liquide en dispersant les bulles à travers un lit de perles de verre. Les débits peuvent être plus élevés que pour les absorbeurs spiralés.

Les barboteurs frittés comportent un disque en verre fritté sur le tube d'entrée du gaz, de manière à disperser le gaz en fines bulles (la taille des bulles dépend de la porosité du verre fritté). Il faut veiller à certaines précautions lors de l'utilisation de ces barboteurs, de manière à ne pas donner lieu à un moussage, la coalescence des fines bulles pouvant alors annuler l'objectif du verre fritté. De même, des atmosphères chargées de fumées (contenant des matières particulaires ou des aérosols liquides) seront filtrées avant d'opérer l'extraction à travers un barboteur fritté de manière à empêcher le colmatage du verre fritté (ce qui se produit très facilement). Les précautions relatives à la filtration des atmosphères de combustion ont été présentées par ailleurs (voir 3.2). Certaines espèces de gaz (par exemple, le chlorure d'hydrogène) peuvent être absorbées sur un filtre, notamment une fois que celui-ci a recueilli des particules de suie.

3.4 Échantillonnage faisant appel à des tubes pour adsorption de solides

Les tubes pour adsorption de solides constituent une alternative aux absorbeurs de gaz en solution pour l'échantillonnage de certains gaz provenant des effluents du feu. Après échantillonnage, les espèces étudiées sont désorbées dans l'eau et l'on exécute une analyse similaire à celle des absorbeurs en solution aqueuse.

Les avantages des tubes à adsorption de solides par rapport aux absorbeurs en solution sont les suivants:

- a) facilité de manipulation;
- b) caractère compact;
- c) efficacité d'absorption élevée;
- d) possibilité de localisation directement au point d'échantillonnage.

Ce dernier avantage peut avoir des conséquences particulièrement importantes lors de la mesure de fluorure d'hydrogène, de chlorure d'hydrogène et de bromure d'hydrogène dans les effluents du feu, étant donné que ces espèces se perdent facilement sur les surfaces internes des lignes d'échantillonnage. Avec les tubes pour adsorption de solides, sauf dans les zones de chaleur extrême, il n'est pas nécessaire d'avoir une ligne d'échantillonnage en tête du tube à adsorption même. Tous les accessoires associés (vannes, rotamètres et pompes) peuvent être situés derrière les tubes, et même à une distance respectable du point d'échantillonnage. Ceci garantit un échantillon aussi représentatif que possible de l'atmosphère du feu.

Les tubes à adsorption sont utilisés depuis des années pour l'échantillonnage atmosphérique et pour le contrôle du personnel sur le lieu de travail. Ce n'est que récemment que des tubes similaires ont fait

l'objet d'un nouvel examen en vue de leur utilisation potentielle dans l'échantillonnage des effluents du feu. Deux études [1 et 2] ont été réalisées en utilisant des adsorbants de solides pour mesurer certains gaz dans des incendies réels d'immeubles. Ces tubes étaient placés dans des boîtes d'échantillonnage portées par des pompiers qui combattaient réellement l'incendie. Des tubes de conception similaire, contenant du charbon actif ont été utilisés pour échantillonner le fluorure d'hydrogène^[3] et, avec de la chaux sodée, pour l'échantillonnage du chlorure d'hydrogène^[3 et 4] et du cyanure d'hydrogène^[4]. Des tubes contenant de la soude en paillettes pour l'absorption des gaz acides ont été également décrits^[5]. Une procédure utilisant des tubes en vue d'un échantillonnage séquentiel (par exemple, toutes les 3 min ou les 5 min) qui ne nécessiterait ni leur déplacement ni leur remplacement, a été décrite pour l'échantillonnage des gaz dans les incendies en vraie grandeur^[4].

Le calcul de la concentration initiale du gaz (par exemple, chlorure d'hydrogène) à partir de celle de la solution désorbée (par exemple, chlorure) est le même que celui décrit pour les absorbeurs en solution, à cette exception près que le volume en solution est le volume de la liqueur désorbée. En pratique, une petite solution aliquotée de la solution de désorption est souvent utilisée, de préférence à la solution entière, de sorte qu'il faut tenir compte de ce facteur.

La même remarque pour les absorbeurs en solution vis-à-vis de l'inefficacité de l'absorption, des fuites et de la relation entre le volume échantillonné au gaz et la concentration de la solution s'applique également à l'utilisation d'adsorbants de solides. Au lieu de la dimension des bulles, il faut se préoccuper de la dimension particulière de l'absorbant (de grandes particules offrent une surface plus faible par unité de volume et plus de chances de création de cheminements, de petites particules peuvent provoquer l'obstruction du tube lors de l'échantillonnage de gaz humides). Les tubes sont suffisamment petits (longueur typique: 10 cm, diamètre extérieur 0,6 cm) de sorte qu'il est possible de placer aisément deux tubes en série pour diminuer la possibilité de fuites.

Les tubes par adsorption de solides sont sujets à des obstructions dues au recueil de la suie. Ceci s'observe facilement lors d'un essai par une diminution du débit. Le même débit sera maintenu pendant toute la durée de l'échantillonnage en utilisant un dispositif à débit constant; dans le cas contraire, une erreur est introduite dans le calcul de la concentration en gaz. Le fait de placer sans le serrer un bouchon en fibre de verre dans l'entrée du tube va diminuer la tendance de ce dernier à se boucher lors du recueil de la suie.

Une désorption thermique de l'échantillon adsorbé est également possible si le tube d'échantillonnage est réchauffé dans un courant de gaz inerte, ce qui entraîne l'évacuation de l'échantillon sans qu'il soit besoin de recourir au stade de la solution liquide.

4 Méthodes analytiques pour le monoxyde de carbone

4.1 Généralités

Ces méthodes ont trait à l'analyse du monoxyde de carbone (CO) à des concentrations comprises entre 50 ppm et 10 % dans l'air ou dans une atmosphère privée d'oxygène. La méthode de référence est la chromatographie en phase gazeuse (méthode par charges successives, ou discontinue); une autre méthode est une analyse par infrarouge non dispersif (continue).

Étant donné que la chromatographie gazeuse constitue aujourd'hui un outil de laboratoire ordinaire, la conformité avec la présente partie de l'ISO/TR 9122 se base essentiellement sur les spécifications d'exécution, ce qui permet d'utiliser diverses méthodes. Les méthodes recommandées sont données en détail. L'utilisation de ces méthodes n'est pas obligatoire si l'on peut démontrer que la mise en œuvre d'autres méthodes se situe dans le domaine de précision désiré.

4.2 Chromatographie en phase gazeuse

4.2.1 Exigences de fonctionnement

La chromatographie en phase gazeuse constitue une méthode discontinue idéale pour l'analyse du monoxyde de carbone présent dans les gaz de combustion^[6 à 11]. Pour des concentrations de 500 ppm à 10 %, la chromatographie directe est utilisée avec une détection en conductimétrie thermique. Pour des concentrations de 50 ppm à 500 ppm, le monoxyde de carbone est réduit en méthane pour la détection par ionisation de flammes.

L'analyse doit être réalisée dans un domaine étalonné de fonctionnement, approprié à l'expérience. Ce domaine étalonné doit être établi avec un minimum de trois injections de gaz pur de concentration en gaz connue, couvrant l'extrémité inférieure, moyenne et supérieure du domaine, de façon à pouvoir réaliser des interpolations de toute concentration en gaz «inconnue». Si ceci n'est pas possible avec une interpolation linéaire, une courbe d'étalonnage peut alors être tracée, un minimum de cinq points d'étalonnage séparés étant alors exigé. Il peut ne pas être nécessaire d'établir le domaine d'étalonnage complet à intervalles fréquents; toutefois, des vérifications régulières seront nécessaires pour s'assurer que l'instrument fonctionne dans les limites du domaine défini.

4.2.2 Échantillonnage et procédure

Échantillonner les gaz provenant de l'appareil d'essai en utilisant une sonde appropriée et un récipient inerte, de manière à garantir que l'échantillon est bien