
**Émissions de sources fixes —
Détermination de la concentration en
masse des oxydes d'azote — Méthode
photométrique à la naphthyléthylène
diamine (NEDA)**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Stationary source emissions — Determination of the mass concentration of
nitrogen oxides — Naphthylethylenediamine photometric method*
(standards.iteh.ai)

ISO 11564:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6428a29d-6e66-4721-a17b-d298a00f3942/iso-11564-1998>



Sommaire

Page

1	Domaine d'application	1
2	Principe	1
3	Réactifs	2
4	Appareillage	2
5	Techniques de prélèvement	5
6	Mode opératoire de détermination	10
7	Calculs	12
8	Interférences	13
9	Caractéristiques de performance	13
10	Rapport d'essai	13
	Annexe A: Résultats expérimentaux	14
	Annexe B: Bibliographie	16

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6428a29d-6e66-4721-a17b-d298a00f3942/iso-11564-1998>

© ISO 1998

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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

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.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 11564 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 1, *Émissions de sources fixes*.

[ISO 11564:1998](https://standards.iso.org/iso/11564:1998)

<https://standards.iso.org/iso/11564:1998> Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11564:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6428a29d-6e66-4721-a17b-d298a00f3942/iso-11564-1998>

Émissions de sources fixes — Détermination de la concentration en masse des oxydes d'azote — Méthode photométrique à la naphthyléthylène diamine (NEDA)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode photométrique de détermination de la concentration massique en oxydes d'azote d'effluents gazeux rejeté par des conduits ou cheminées.

NOTE — Les oxydes d'azote (NO_x) sont en fait définis comme étant la somme de NO et NO_2 . La concentration en masse de NO_x s'exprime en concentration équivalente de NO_2 en milligrammes par mètre cube.

La méthode est applicable à la détermination de la concentration massique en oxydes d'azote d'effluents gazeux provenant de la combustion, des processus de traitement de surface des métaux et des processus de réaction de chimie organique, le cas échéant après épuration par lavage, réduction dans la chambre de combustion et/ou dénitrification catalytique, avant leur dispersion dans l'atmosphère.

La présente Norme internationale est applicable à la plage de concentration comprise entre 5 mg/m^3 et $1\,000 \text{ mg/m}^3$ de NO_2 pour un volume d'échantillon de gaz de $1\,000 \text{ ml}$.

Pour des concentrations supérieures à $1\,000 \text{ mg/m}^3$, la détermination de concentrations inférieures ou égales à $5\,000 \text{ mg/m}^3$ peut être effectuée en diluant la solution échantillon ou en prélevant une partie aliquote de la solution d'échantillon.

La présente Norme internationale n'est pas applicable à la détermination du protoxyde d'azote (N_2O).

2 Principe

Les oxydes d'azote d'un échantillon de gaz sont absorbés dans une solution de peroxyde d'hydrogène alcalin ($1,2 \text{ mol/l}$ de $\text{NaOH}/0,6 \%$ de H_2O_2) en présence d'ions cuivriques (Cu^{2+}) et transformés uniquement en ions nitrites. Les ions cuivriques sont catalysés par réaction d'oxydation.

À la concentration ci-dessus, des ions nitrates ne sont pas produits dans la solution d'absorption.

Le peroxyde d'hydrogène de la solution d'absorption perturbe le développement de couleur. Le peroxyde d'hydrogène est donc décomposé par catalyse par les ions cuivriques en chauffant la solution pendant 30 min dans un bain d'eau chaude à $80 \text{ }^\circ\text{C}$.

La concentration en nitrite est déterminée en mesurant l'absorbance de la solution colorée produite par la réaction au sulfanilamide et au naphthyléthylène diamine (NEDA), à l'aide d'un photomètre, à une longueur d'onde de 545 nm .

La concentration en masse du dioxyde d'azote est obtenue à l'aide d'une courbe d'étalonnage établie en utilisant une solution étalon de nitrite de sodium pur.

La durée du prélèvement se situe entre 5 min et 12 min. Le temps nécessaire à la détermination est d'environ 60 min.

3 Réactifs

N'utiliser pour l'analyse que des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée exempte de nitrite.

3.1 Solution d'absorption (1,2 mol/l de NaOH, 0,6 % de H₂O₂, 4,0 % de Na₂CO₃, 0,0005 % de HCOONa)

Dissoudre 48 g d'hydroxyde de sodium, 40,0 g de carbonate de sodium et 5 mg de formiate de sodium dans environ 800 ml d'eau; ajouter 20 ml de peroxyde d'hydrogène (30 %) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

NOTE — La solution d'absorption peut être conservée pendant une semaine dans un récipient bouché, dans un endroit frais et sombre. L'agiter accélère la décomposition du peroxyde d'hydrogène.

3.2 Solution de sulfate cuivrique (4×10^{-4} mol/l)

Dissoudre 1,0 g de sulfate cuivrique (CuSO₄·5H₂O) dans de l'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter jusqu'au trait. Diluer ensuite 10 ml de cette solution avec de l'eau dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter jusqu'au trait.

3.3 Solution de sulfanilamide et d'acide chlorhydrique (0,5 % de sulfanilamide, 20 % d'acide chlorhydrique)

Dissoudre 1,0 g de sulfanilamide dans environ 50 ml d'eau et ajouter 112 ml d'acide chlorhydrique (37 %) dans une fiole jaugée de 200 ml. Compléter jusqu'au trait avec de l'eau.

3.4 Solution de naphthyléthylène diamine (NEDA) (0,1 %)

Dissoudre 0,1 g de dichlorure de NEDA dans 100 ml d'eau.

3.5 Solution de nitrite (250 mg/l, exprimé en NO₂⁻)

Dissoudre 375 mg de nitrite de sodium sec (NaNO₂) et 0,2 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) dans de l'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter jusqu'au trait avec de l'eau et bien homogénéiser.

NOTE — La solution est stable pendant au moins trois mois si elle est conservée dans un flacon bien bouché.

3.6 Solution de nitrite diluée (20 mg/l, exprimé en NO₂⁻)

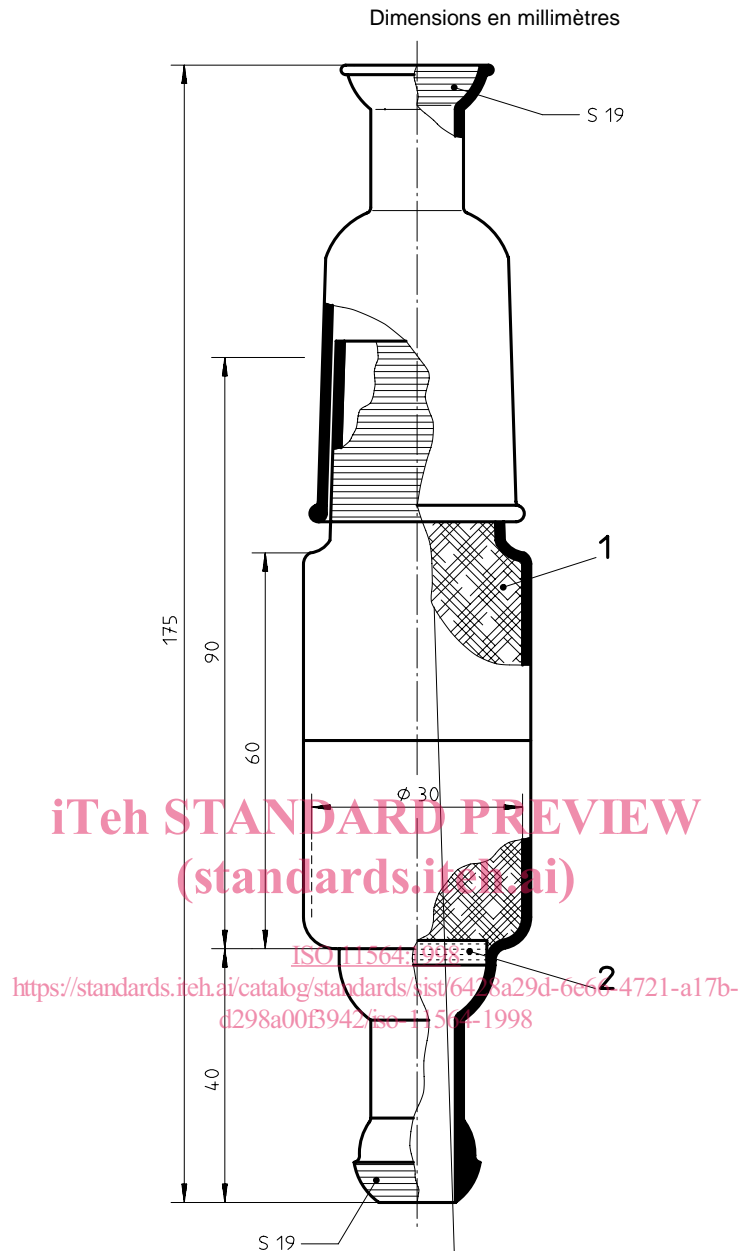
Transvaser 40,0 ml de solution de nitrite (3.5) dans une fiole jaugée de 500 ml. Compléter jusqu'au trait avec de l'eau et bien homogénéiser; 1 ml de cette solution contient 20 µg de NO₂⁻.

Préparer cette solution au moment de son utilisation.

4 Appareillage

4.1 Sonde de prélèvement, réalisée dans un matériau résistant à la corrosion, par exemple verre borosilicaté ou quartz, de 6 mm à 10 mm de diamètre intérieur, chauffée si nécessaire à une température au-dessus du point de rosée.

4.2 Filtre à particules, destiné à éliminer les matières particulaires du gaz et réalisé par exemple en verre borosilicaté ou en quartz. Le filtre peut être intégré à la sonde de prélèvement ou séparé et peut être localisé à l'intérieur ou à l'extérieur du conduit de gaz résiduaire. La figure 1 donne un exemple de filtre à l'extérieur. La laine de quartz constitue un matériau filtrant inerte approprié; chauffé, si nécessaire.



Légende

- 1 Laine de quartz, environ 0,5 g à 0,8 g, tassée progressivement
- 2 Plaque perforée ou filtre fritté

Figure 1 — Exemple de filtre à particules utilisé à l'extérieur d'un conduit de gaz résiduaire

4.3 Élément chauffant, par exemple des rubans chauffants réglés par thyristor (pour le chauffage du dispositif de prélèvement à l'extérieur de la cheminée).

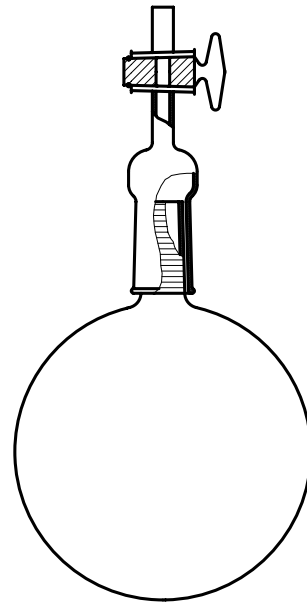
4.4 Raccord en T, par exemple en verre borosilicaté ou en quartz, chauffé si nécessaire.

Ampoule de prélèvement des gaz, ampoule de 1 000 ml, comportant un ou deux robinets [voir figures 2 a) et 2 b)]. La capacité de l'ampoule doit être étalonnée avec de l'eau par volumétrie.

NOTE — Il est également possible de remplacer l'ampoule de prélèvement des gaz de volume exactement connu par une seringue (de 200 ml ou 500 ml de volume, voir 4.13). Dans ce cas, les caractéristiques de performance données peuvent ne pas être atteintes.



a) à deux robinets unidirectionnels



b) à un robinet unidirectionnel

4.6 Flacons de lavage, destinés à éliminer les gaz acides (par exemple SO_2 , HCl) afin de protéger la pompe d'aspiration. Ils ne sont nécessaires qu'en présence d'une quantité importante de gaz acides dans l'échantillon de gaz et dans le cas d'une pompe d'aspiration ne résistant pas à la corrosion.

4.7 Cartouche desséchante, destinée à protéger la pompe. Utiliser un gel de silice en grains ou du chlorure de calcium comme dessiccateur.

4.8 Pompe à vide, destinée à abaisser la pression dans l'ampoule en dessous de 20 hPa.

4.9 Manomètre, destiné à mesurer la pression avant et après prélèvement des gaz; manomètre à mercure ou équivalent; apte à mesurer la pression dans une plage comprise entre 1 hPa et 1 000 hPa.

4.10 Orifice critique, comprenant un capillaire en verre, de 6 mm de diamètre extérieur, de 1 mm de diamètre intérieur et d'environ 60 mm de longueur. En outre, le capillaire doit être fortement rétréci à une extrémité par fusion.

Il convient que ses caractéristiques de débit soient telles que, dans une ampoule de prélèvement des gaz ayant une capacité d'environ 1 l, une augmentation linéaire de la pression de 10 hPa à environ 500 hPa à 600 hPa se produise en l'espace de 5 min à 12 min.

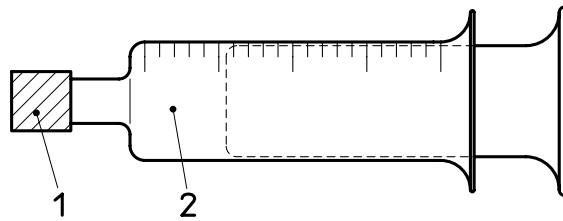
Pour l'essai, l'un des robinets d'une ampoule de prélèvement des gaz dans laquelle on a fait le vide est relié au manomètre et l'autre au capillaire. On note l'augmentation de pression à l'issue de l'ouverture des robinets.

4.11 Thermomètre, destiné à mesurer la température ambiante lors du prélèvement des gaz.

4.12 Spectrophotomètre ou photomètre photoélectrique, capable de fonctionner à une longueur d'onde de 545 nm et d'accepter des cuves de parcours optique de 1,0 cm à 5,0 cm.

NOTE — Il est recommandé de porter des gants en caoutchouc mince afin de protéger la peau des doigts de la solution alcaline. Des gants en chlorure de polyvinyle ne sont pas recommandés car ils sont susceptibles de glisser sur la surface en verre.

4.13 Seringue de 100 ml (facultative), telle que représentée à la figure 3. La seringue peut être utilisée pour introduire la solution d'absorption dans l'ampoule de prélèvement.



Légende

- 1 Tube en caoutchouc silicone
- 2 Solution d'absorption

Figure 3 — Seringue d'introduction de la solution d'absorption

5 Techniques de prélèvement

5.1 Généralités

En fonction du mesurage à effectuer et du matériel disponible, une ligne de prélèvement conforme à l'un des exemples donnés à la figure 4 doit être installée.

La ligne de prélèvement représentée à la figure 4 b) ne peut être utilisée que si l'on sait que la quantité de NO_2 est négligeable. D'une manière générale, la quantité de NO_2 présente dans les gaz provenant d'incinérateurs est faible par rapport à la quantité d'oxydes d'azote totaux (somme de $\text{NO} + \text{NO}_2 = \text{NO}_x$); si la quantité de NO_2 est inférieure à 10 % de NO_x , la perte de NO_2 dans le condensat est en général négligeable.

Veiller à ce qu'il n'y ait pas de fuite dans la ligne de prélèvement.

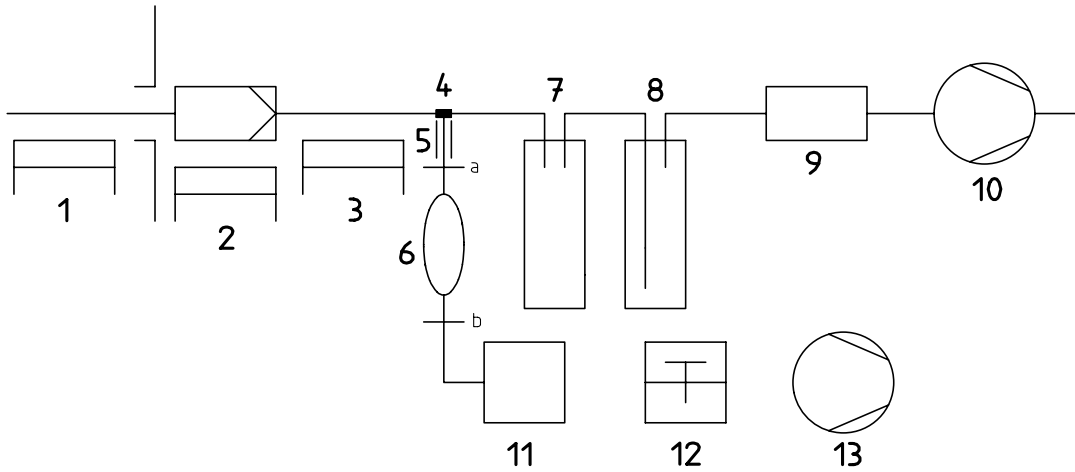
ISO 11564:1998
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6428a29d-6e66-4721-a17b-d298a00f3942/iso-11564-1998>

5.2 Prélèvement des gaz avec une ampoule à deux robinets

5.2.1 Prélèvement avec une ampoule sous vide

5.2.1.1 Raccordement de l'ampoule et mesurage de la pression et de la température avant prélèvement des gaz

Raccorder l'ampoule de prélèvement préalablement séchée et mise sous vide (6) à l'appareil de prélèvement, comme représenté à la figure 4 a). Mettre la pompe d'aspiration (10) en route et purger la ligne de prélèvement pendant quelques minutes (minimum 3 min) avec les effluents gazeux. Ouvrir ensuite le robinet de l'ampoule de prélèvement (b) fixée au manomètre, puis mesurer et enregistrer la pression dans l'ampoule (p_0). Simultanément, mesurer et enregistrer la température (t_0) à proximité de l'ampoule; il convient que cette température soit identique à la température dans l'ampoule.



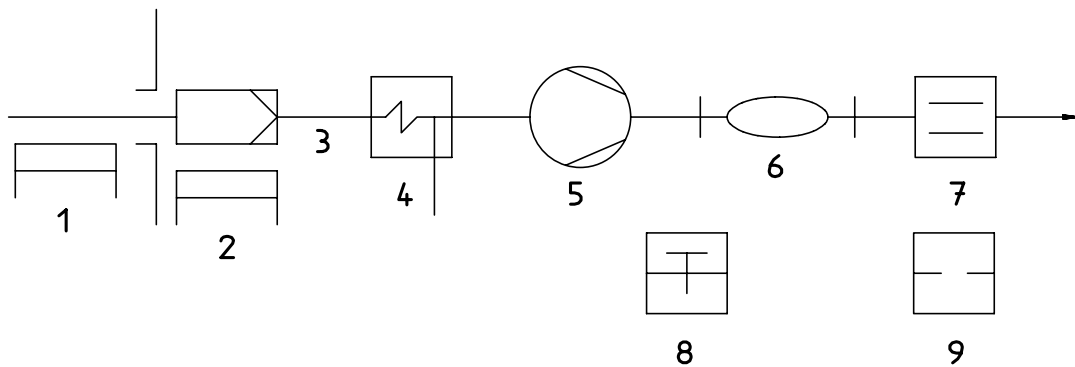
Légende

- 1 Sonde de prélèvement, chauffée si nécessaire
- 2 Filtre à particules, chauffé si nécessaire
- 3 Ligne de prélèvement (aussi courte que possible), chauffée si nécessaire
- 4 Raccord en T
- 5 Capillaire
- 6 Ampoule de prélèvement des gaz [selon figure 2 a)]
- 7 Flacon vide (antiretour), si nécessaire
- 8 Flacon contenant une solution d'hydroxyde de sodium, si nécessaire
- 9 Cartouche desséchante
- 10 Pompe d'aspiration
- 11 Manomètre
- 12 Thermomètre
- 13 Pompe à vide

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

a) Système de prélèvement chauffé, ampoule de prélèvement à deux robinets

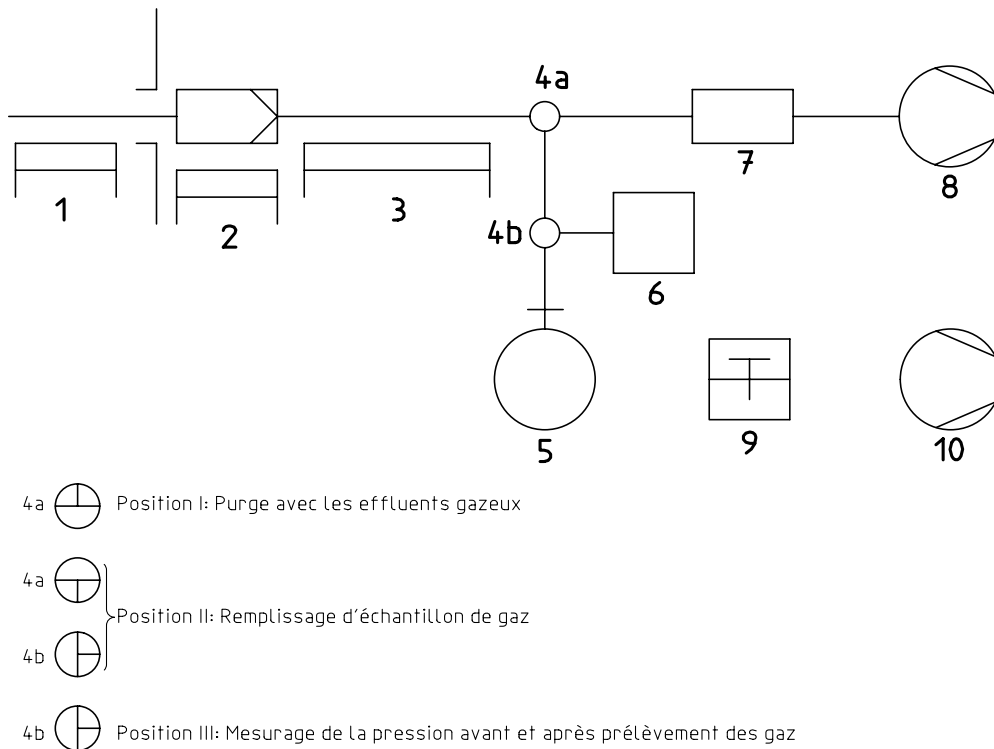
ISO 11564:1998
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6428a29d-6e66-4721-a17b-d298a00f3942/iso-11564-1998>



Légende

- 1 Sonde de prélèvement, chauffée si nécessaire
- 2 Filtre à particules, chauffé si nécessaire
- 3 Ligne de prélèvement (aussi courte que possible), chauffée si nécessaire
- 4 Séparateur de condensat
- 5 Pompe d'aspiration
- 6 Ampoule de prélèvement des gaz
- 7 Débitmètre des gaz
- 8 Thermomètre
- 9 Baromètre

b) Système de prélèvement à condensation, ampoule de prélèvement à deux robinets



Légende

- 1 Sonde de prélèvement, chauffée si nécessaire
- 2 Filtre à particules, chauffé si nécessaire
- 3 Ligne de prélèvement (aussi courte que possible), chauffée si nécessaire
- 4 Robinet à trois voies
- 5 Ampoule de prélèvement des gaz [selon figure 2 b)]
- 6 Débitmètre
- 7 Cartouche desséchante
- 8 Pompe d'aspiration
- 9 Thermomètre
- 10 Pompe à vide

c) Système de prélèvement chauffé, ampoule de prélèvement à un robinet

Figure 4 — Exemples de lignes de prélèvement

5.2.1.2 Introduction de l'échantillon de gaz et mesurage de la pression et de la température après prélèvement des gaz

Ouvrir le robinet de l'ampoule de prélèvement (a) fixée au capillaire. L'ampoule de prélèvement des gaz doit être remplie de gaz seulement jusqu'à une pression de 100 hPa à 600 hPa (en fonction de la concentration de NO_x

nouveau la température près de la fiole (t_1); normalement $t_1 = t_0$.

NOTE — Des recommandations pour choisir la pression d'échantillonnage en fonction de la concentration en NO_2 et de l'épaisseur de la cuve optique sont données dans le tableau 1.