
**Emission de sources fixes — Détermination
de la concentration en masse de dioxyde de
soufre — Méthode par chromatographie
ionique**

*Stationary source emissions — Determination of mass concentration of
sulfur dioxide — Ion chromatography method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11632:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8cffdd6-673a-4710-9f89-a43f73d84a8/iso-11632-1998>



Sommaire

	Page
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives	1
3 Principe.....	2
4 Réactifs	2
5 Appareillage	3
6 Echantillonnage	8
7 Méthode d'analyse.....	10
8 Expression des résultats	13
9 Caractéristiques de fonctionnement	14
10 Rapport d'essai.....	15
Annexe A	
Exemple de programme de maîtrise de la qualité	16

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11632:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8cfdd6-673a-4710-9f89-a43f373d84a8/iso-11632-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8cfdd6-673a-4710-9f89-a43f373d84a8/iso-11632-1998>

© 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.

ISO/CEI Copyright Office • 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 (comité 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 11632 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 1, *Emissions de sources fixes*.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11632:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8cffdd6-673a-4710-9f89-a43f373d84a8/iso-11632-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8cffdd6-673a-4710-9f89-a43f373d84a8/iso-11632-1998>

Introduction

Il existe plusieurs méthodes intégrées d'échantillonnage et d'analyse pour déterminer la concentration en masse du dioxyde de soufre dans les effluents gazeux des sources d'émissions fixes. Elles englobent des méthodes d'échantillonnage manuel indépendant (ISO 7934) et des systèmes de mesurage automatiques (ISO 7935). Ces derniers sont plus répandus car ils permettent de procéder à un mesurage en continu du dioxyde de soufre souvent prescrit par les autorités responsables de l'environnement. Les méthodes manuelles sont toutefois nécessaires pour étalonner les instruments de mesurage automatiques.

La présente Norme internationale propose une méthode différente de celle de l'ISO 7934, remplaçant la méthode au Thorin d'analyse des ions de sulfate par une méthode d'analyse reposant sur la chromatographie ionique. De plus, la présente norme est destinée à s'appliquer à une plage d'émissions inférieure à celle l'ISO 7934.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11632:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8cffdd6-673a-4710-9f89-a43f73d84a8/iso-11632-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8cffdd6-673a-4710-9f89-a43f73d84a8/iso-11632-1998>

Emission de sources fixes — Détermination de la concentration en masse de dioxyde de soufre — Méthode par chromatographie ionique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode permettant de déterminer la concentration en masse de dioxyde de soufre émis par des installations de combustion et des processus techniques et définit les principales caractéristiques de fonctionnement.

La méthode décrite dans la présente Norme internationale a fait l'objet d'un essai portant sur une plage de concentration de dioxyde de soufre comprise entre 6 mg/m^3 et 333 mg/m^3 , sur des périodes d'échantillonnage de 30 min. Elle est applicable à des concentrations en masse de dioxyde de soufre allant au-delà de cette plage en procédant à une dilution appropriée des solutions d'échantillonnage avant l'analyse ou en utilisant des volumes plus importants de solution d'absorption ainsi qu'à des concentrations en dioxyde de soufre en deçà de cette plage en prolongeant la période d'échantillonnage.

La présente Norme internationale est applicable à l'analyse d'échantillons contenant des pourcentages négligeables d'anhydride sulfurique et de sulfates volatiles (< 5 % de la concentration en dioxyde de soufre escomptée) et d'ammoniac (< 5 mg/m^3).

Toutes les concentrations sont à base de gaz sec, à une température de 273 K et une pression de 101,3 kPa.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des normes internationales en vigueur à un moment donné.

- | | |
|-----------------|--|
| ISO 6879:1983, | <i>Qualité de l'air — Caractéristiques de fonctionnement et concepts connexes pour les méthodes de mesure de la qualité de l'air.</i> |
| ISO 7934:1989, | <i>Émissions de sources fixes — Détermination de la concentration en masse de dioxyde de soufre — Méthode au peroxyde d'hydrogène: perchlorate de baryum/Thorin.</i> |
| ISO 7935:1992, | <i>Émissions de sources fixes — Détermination de la concentration en masse de dioxyde de soufre — Caractéristiques de performance des méthodes de mesurage automatiques.</i> |
| ISO 10396:1993, | <i>Émissions de sources fixes — Échantillonnage pour la détermination automatique des concentrations de gaz.</i> |

ISO Guide 25:1990, *Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais.*

3 Principe

Un échantillon représentatif de l'effluent gazeux est extrait à l'aide d'une sonde thermorégulée, filtré et passé à travers une solution de peroxyde d'hydrogène en un temps et à un débit spécifiés. La solution absorbe le dioxyde de soufre de l'échantillon d'effluent gazeux, formant ainsi des anions de sulfate. La concentration en masse du sulfate dans la solution d'absorption est ensuite déterminée par chromatographie ionique.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. L'eau exempte de sulfate doit avoir une conductivité électrique $< 0,01$ mS/m et ne doit contenir aucune matière particulaire de granulométrie $> 0,45$ μm . Lors de la préparation des réactifs, il convient de respecter les règles normales acceptées de sécurité de laboratoire.

4.1 Solution d'absorption, 3 % de H_2O_2

Verser avec une pipette 100 ml d'une solution de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) de 27 % (fraction molaire) à 30 % (fraction molaire) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Compléter avec de l'eau jusqu'au trait repère et bien mélanger. Préparer, si possible, cette solution le jour de son utilisation.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8cfd6-673a-4710-9f89-a43b73d84a8/iso-11632-1998>

4.2 Éluant

Le choix de l'éluant dépend de la colonne de séparation et du détecteur du fabricant. Se reporter aux instructions fournies par ce dernier pour la composition exacte de l'éluant.

NOTE Une solution de $1,7 \times 10^{-3}$ mol/l de NaHCO_3 et de $1,8 \times 10^{-3}$ mol/l de Na_2CO_3 représente un exemple pour un chromatographe d'ions appliquant la technique du supprimeur.

4.3 Solution mère type de sulfate, $10,4 \times 10^{-3}$ mol/l de SO_4^{2-}

Dissoudre 1,814 g de sulfate de potassium (K_2SO_4) de qualité analytique dans de l'eau utilisée comme réactif et diluer à 1 l à l'aide d'une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. 1 ml de solution mère correspond à 1 mg de SO_4^{2-} .

NOTE La solution mère type de sulfate est stable pendant au moins 28 jours lorsqu'elle est conservée à 4 °C. Les étalons sont préparés en diluant la solution mère étalon avec la solution d'absorption, comme spécifié en 7.4.2.

4.4 Solution de régénération pour le supprimeur

Se reporter aux instructions données par le fabricant du supprimeur pour la composition exacte de la solution de régénération.

NOTE Une solution de $12,5 \times 10^{-3}$ mol/l de H_2SO_4 en est un exemple.

5 Appareillage

5.1 Matériel d'échantillonnage

5.1.1 Généralités

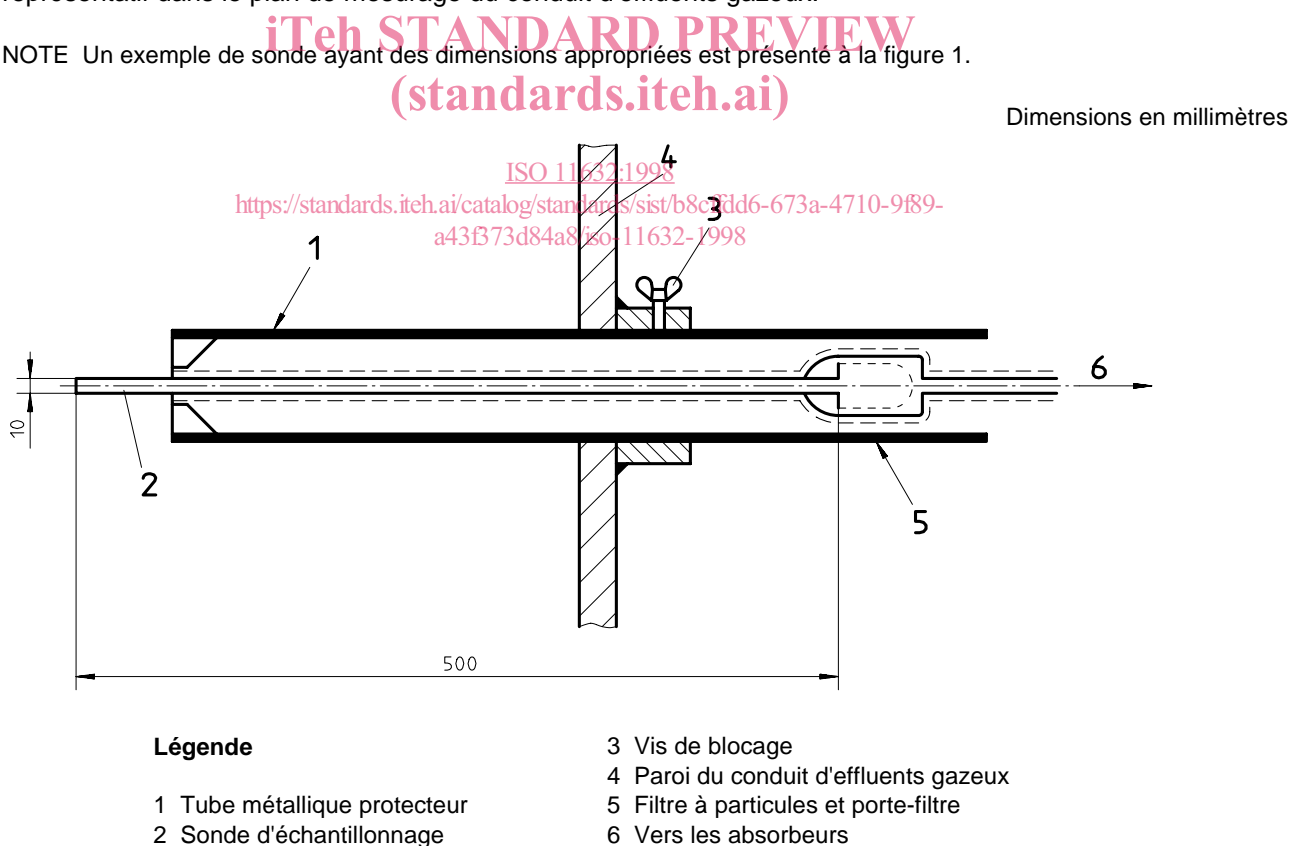
Il est permis d'utiliser des variantes du matériel d'échantillonnage satisfaisant aux prescriptions de performance spécifiées pour chaque composant. Les caractéristiques de performance prévues dans l'article 9 se réfèrent toutefois aux exemples de matériel d'échantillonnage décrits en 5.1.1 à 5.1.16. Il importe que toutes les parties du matériel d'échantillonnage en amont du premier absorbeur soient chauffées et que les composants ne réagissent pas au SO₂ ou ne l'absorbent pas.

NOTE Dans certains cas particuliers, une ligne d'échantillonnage de gaz non chauffée peut être utilisée entre le filtre chauffé et le premier absorbeur mais elle doit être parfaitement rincée avec la solution d'absorption après échantillonnage et les produits de lavage doivent être combinés avec l'échantillon.

5.1.2 Sonde d'échantillonnage

Tube en verre borosilicaté ou en verre de silice comportant un joint sphérique rodé à une extrémité. Il n'est pas exclu d'utiliser d'autres sondes ayant des longueurs et des diamètres intérieurs différents mais le temps de séjour de l'échantillon gazeux dans la sonde doit être réduit au minimum. Un tube extérieur métallique assure la protection et le positionnement de la sonde d'échantillonnage qui est entourée d'une chemise chauffante. Une vis de blocage sert à régler la longueur de la sonde afin d'atteindre le point de mesurage représentatif dans le plan de mesurage du conduit d'effluents gazeux.

NOTE Un exemple de sonde ayant des dimensions appropriées est présenté à la figure 1.



---- indique les zones chauffées

longueur de la sonde d'échantillonnage jusqu'au filtre (A) = 500 mm

diamètre de la sonde d'échantillonnage = 10 mm

diamètre intérieur du tube métallique protecteur compris entre 80 mm et 100 mm.

Figure 1 — Positionnement de la sonde d'échantillonnage, du porte-filtre et du tube protecteur

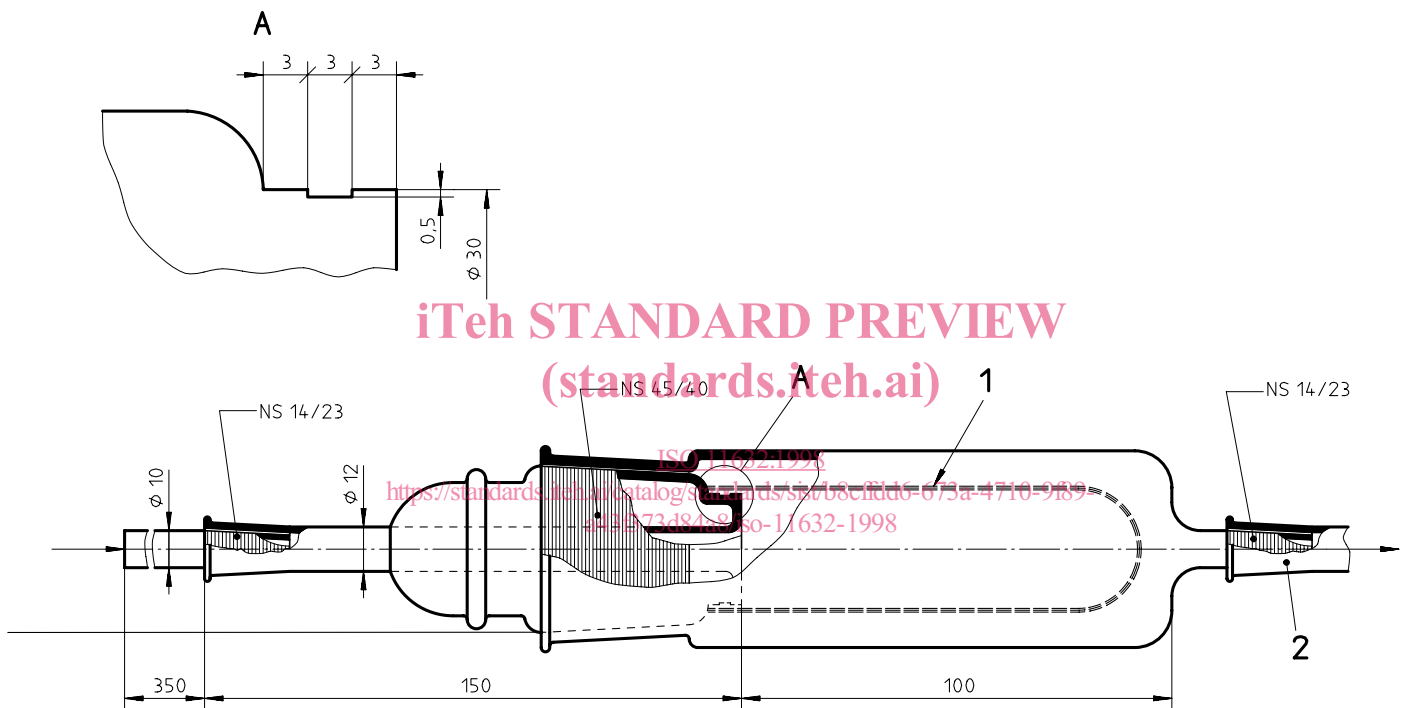
5.1.3 Porte-filtre

Verre borosilicaté ou silice, les extrémités du tube étant des joints sphériques rodés. Le porte-filtre, entouré d'une chemise chauffante, est relié à la sonde d'échantillonnage et logé dans un tube métallique de protection, tel que représenté à la figure 1. La température en aval du porte-filtre est contrôlée à l'aide d'un thermocouple.

NOTE 1 Dans certains cas particuliers où la température des effluents gazeux est > 473 K, il est permis de supprimer la chemise chauffante autour de la sonde d'échantillonnage, du porte-filtre et de la ligne de transfert. Il convient toutefois que la température de la ligne d'échantillonnage en amont du premier absorbeur ne descende pas au dessous de la température du point de rosée acide des effluents gazeux.

NOTE 2 Un exemple de porte-filtre ayant des dimensions appropriées est présenté à la figure 2.

Dimensions en millimètres



Légende

- 1 Filtre à particules en fibres de quartz (variété cartouche)
90 mm × 30 mm de diamètre intérieur
- 2 Thermocouple

Figure 2 — Exemple de filtre à particules et de porte-filtre

5.1.4 Filtre à particules

Il est permis d'utiliser d'autres filtres à particules et différents types de porte-filtre mais il convient de réduire au minimum le temps de séjour de l'échantillon gazeux. Le matériau du filtre (fibre ou laine de quartz progressivement tassée) doit avoir un rendement supérieur à 99 % pour les particules ayant un diamètre de coupure de $0,6 \mu\text{m}$ pour le débit d'échantillonnage réel.

NOTE 1 Un exemple de filtre à particules approprié, en fibre de quartz, de type "cartouche" est présenté à la figure 2. Le filtre est maintenu en position dans le porte-filtre à l'aide d'un fil en acier inoxydable.

NOTE 2 Dans certains cas, un contrôle de la possibilité d'une réaction entre le SO₂ du gaz échantillonné et les particules retenues sur le filtre peut être garanti. On peut y parvenir en comparant les analyses de sulfate sur les fractions de particules obtenues (i) sur le filtre utilisé lors d'un échantillonnage conforme à la présente Norme internationale et (ii) sur les particules provenant d'une autre source sur le site, par exemple un cyclone.

5.1.5 Absorbours

Deux flacons laveurs munis de bouchons en verre sphériques rodés et équipés d'un dispositif d'insertion comportant un fritté. Il est permis d'utiliser des absorbours ayant d'autres dimensions et présentant des configurations différentes à condition de respecter les critères de rendement d'absorption spécifiés en 7.1.

NOTE A titre d'exemple, il est permis d'utiliser deux flacons laveurs Durand de 125 ml, le diamètre des pores du fritté étant compris entre 40 µm et 90 µm (voir figure 3).

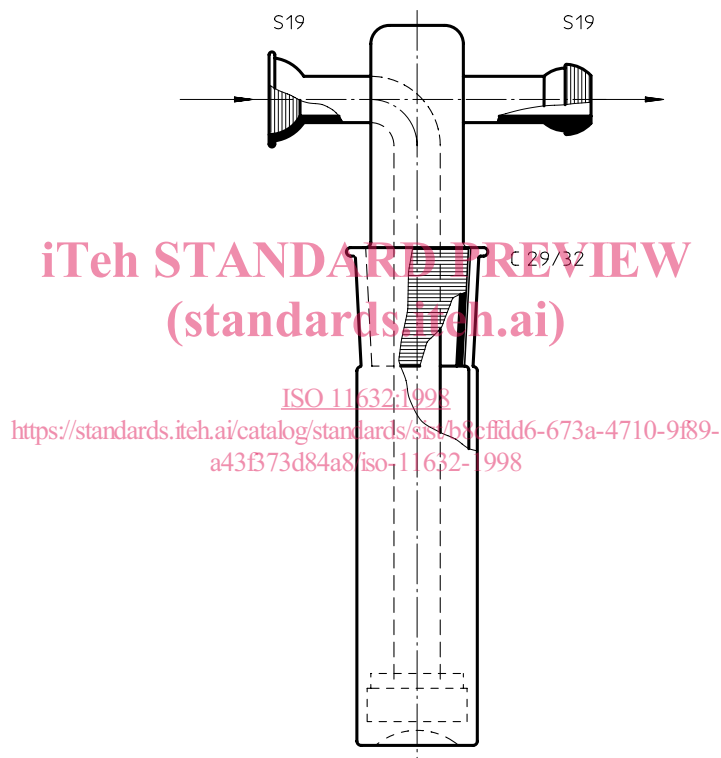


Figure 3 — Exemple d'absorbours

5.1.6 Chemise chauffante

Chemise ou bande chauffante pouvant produire une température d'au moins 473 K.

5.1.7 Régulateur de température

Régulateur de température susceptible d'être associé à la chemise ou à la bande chauffante.

5.1.8 Piège à absorption

Flacon laveur dont le dispositif d'insertion ne possède pas de fritté. Il est relié en amont au second absorbeur et recueille les éventuelles projections de solution d'absorption.

NOTE L'utilisation du piège à absorption est facultative.

5.1.9 Tube desséchant

Tube en verre ou absorbeur rempli d'un agent desséchant pour sécher l'échantillon gazeux et protéger le compteur à gaz et la pompe.

NOTE À titre d'exemple, du silica gel (granulométrie comprise entre 1 mm et 3 mm), préalablement séché à 448 K pendant au moins 2 h, peut être utilisé.

5.1.10 Pompe d'échantillonnage

Pompe à membrane étanche susceptible de prélever l'échantillon gazeux, avec un débit se situant dans la plage comprise entre 0,02 m³/h et 0,2 m³/h pendant la période d'échantillonnage, pour une pression comprise entre – 10 kPa et – 30 kPa. Un petit réservoir d'égalisation de pression entre la pompe et le rotamètre peut être placé afin d'éliminer l'effet de pulsation de la pompe à membrane sur ce dernier.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.1.11 Rotamètre

Débitmètre ou rotamètre pouvant mesurer l'échantillon gazeux sélectionné, l'erreur admissible étant $< \pm 2\%$ de la limite supérieure de mesurage.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b8cfd6-673a-4710-9f89-a43f373d84a8/iso-11632-1998>

5.1.12 Vanne de régulation

Vanne à pointeau permettant de régler le débit de l'échantillon gazeux entre 0,02 m³/h et 0,2 m³/h.

5.1.13 Compteur à gaz

Compteur à gaz sec muni d'un thermomètre (5.1.14) pouvant fonctionner à un débit de l'échantillon gazeux compris entre 0,02 m³/h et 0,2 m³/h environ, l'erreur admissible étant $< \pm 2\%$ du volume mesuré.

5.1.14 Tubulure de raccordement

Tubulure de raccordement dans une certaine plage de longueur et de diamètres intérieurs. Toutes les parties de la ligne d'échantillonnage situées en amont du premier absorbeur doivent être réalisées dans un matériau qui ne réagit pas au SO₂ ou ne l'absorbe pas. Les prescriptions sont moins strictes pour les parties du système d'échantillonnage situées en aval des absorbeurs mais il est recommandé d'utiliser des matériaux résistants à la corrosion.

NOTE Le verre borosilicaté, le verre de silice, le polytétrafluoroéthylène (en amont des absorbeurs) ainsi que le polyéthylène et le silicone (en aval des absorbeurs) représentent des exemples de matériaux appropriés.

5.1.15 Thermomètre

Thermomètre ayant une plage de mesure comprise entre 268 K et 323 K, l'erreur admissible étant $< \pm 2 \%$ de la limite supérieure de mesure.

5.1.16 Baromètre

Baromètre pouvant mesurer la pression atmosphérique (kPa) présente sur les lieux d'échantillonnage, l'erreur admissible étant $< \pm 1 \%$ de la limite supérieure de mesure.

5.1.17 Chronomètre étalonné.

5.2 Matériel d'analyse

5.2.1 Balance pour analyses

Balance pour analyses, pouvant peser à 0,0001 g près.

5.2.2 Chromatographe d'ions

Système d'analyse complet comprenant un chromatographe d'ions et tous les accessoires requis, y compris les seringues, colonnes pour analyse, gaz comprimés, détecteur et dispositif d'enregistrement. Les exigences essentielles minimales concernant un système de chromatographie ionique entrant dans le domaine d'application de la présente norme sont les suivantes (voir figure 4) :

- a) **Système d'injection d'échantillon.** Un système d'injection automatique à volume constant peut être utilisé.
- b) **Colonne de séparation des anions.** Cette colonne assure la séparation des anions de l'échantillon, permettant de procéder à un mesurage précis de l'aire et de la hauteur du pic des anions de sulfate. D'autres anions susceptibles d'être présents dans la solution échantillon englobent F^- , Cl^- et NO_3^- . Le pouvoir de résolution de la colonne de séparation doit être suffisant pour empêcher la résolution du pic (R_s) de descendre en dessous de 1,3 lorsque

$$R_s = \frac{2(t_2 - t_1)}{(w_1 + w_2)}$$

où

- t_1 est le temps de rétention du premier pic, en secondes ;
- t_2 est le temps de rétention du deuxième pic, en secondes ;
- w_1 est la largeur de pic, en secondes, sur l'axe du temps du premier pic ;
- w_2 est la largeur de pic, en secondes, sur l'axe du temps du deuxième pic.

D'une manière générale, il est recommandé d'utiliser une précolonne ou une colonne de garde des anions afin de protéger la colonne de séparation des anions. Si le système n'en comporte pas, les temps de rétention seront plus courts. Deux types différents peuvent être utilisés, ceux contenant le même substrat que la colonne de séparation et ceux remplis d'un polymère macroporeux.

- c) **Détecteur.** Il convient que la méthode de détection repose sur un mesurage de la conductivité électrique avec ou sans dispositif suppresseur et puisse fournir les données requises en 7.5.