
**Essais de toxicité des effluents du feu —
Lignes directrices pour l'analyse des gaz
et des vapeurs dans les effluents du feu
par spectroscopie infrarouge à
transformée de Fourier (IRTF)**

*Toxicity testing of fire effluents — Guidance for analysis of gases and
vapours in fire effluents using FTIR gas analysis*

iTeh STANDARDS PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 19702:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e2dc1cd-31e9-4219-88ff-34b00c9f7001/iso-19702-2006>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 19702:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e2dc1cd-31e9-4219-88ff-34b00c9f7001/iso-19702-2006>

© ISO 2006

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Mode opératoire d'essai	2
6 Caractéristiques du spectromètre	8
7 Procédure d'étalonnage et mode opératoire d'analyse	9
8 Mise en route de l'essai	10
9 Présentation des résultats	10
10 Fidélité	11
Annexe A (informative) Exemple de dispositif de prélèvement	12
Annexe B (normative) Analyse des matériaux du filtre et de la ligne de prélèvement en vue de l'évaluation de la rétention de gaz	15
Annexe C (informative) Détermination du <u>temps de réponse</u> de la cellule IRTF et du dispositif d'échantillonnage	16
Annexe D (informative) Méthode d'étalonnage par «tube de diffusion» et «en boucle fermée»	19
Annexe E (informative) Caractéristiques du spectromètre	22
Annexe F (normative) Enregistrement des spectres de référence et construction de l'ensemble d'étalonnage	23
Annexe G (informative) Exemple d'équipement	26
Bibliographie	36

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 19702 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 92, *Sécurité au feu*, sous-comité SC 3, *Dangers pour les personnes et l'environnement dus au feu*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 19702:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5e2dc1cd-31e9-4219-88ff-34b00c9f7001/iso-19702-2006>

Introduction

Au cours de ces dernières années, les techniques analytiques ont été largement utilisées pour mesurer les concentrations de composés volatils spécifiques produits tant au cours d'études en laboratoire que dans des feux réels.

L'analyse des gaz dans les effluents du feu, bien qu'elle nécessite occasionnellement de se baser sur des méthodes mises au point dans d'autres domaines (par exemple la pollution atmosphérique), représente un domaine d'étude très particulier en raison de la complexité et de la réactivité des mélanges de gaz et de la possibilité d'une variation rapide de la concentration au fil du temps. Cela a conduit un certain nombre de scientifiques de différents pays à développer de nouvelles méthodes ou à adapter les méthodes existantes pour l'analyse des gaz présents au cours de la combustion, en fonction de leurs propres besoins.

Dans certains cas, des lignes d'analyse communes sont apparues, et il existe maintenant suffisamment d'expertise et d'expérience pour définir des méthodes normalisées pour l'analyse des gaz sélectionnés. Une grande partie de cette information est fournie dans l'ISO 19701, qui présente diverses méthodes chimiques pour la détermination des gaz individuels ayant une importance toxicologique. Normalement, plusieurs méthodes sont nécessaires pour déterminer toutes les espèces présentant un intérêt particulier pour l'analyse des risques de feu.

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) diffère des autres techniques par les points suivants:

- il est possible d'utiliser une seule méthode pour doser une grande diversité de gaz;
- les mesurages par IRTF peuvent être résolus dans le temps, permettant de déterminer la façon dont les espèces se développent pendant la durée du feu;
- si une nouvelle substance toxique devait être identifiée ultérieurement comme étant importante, les données pertinentes relatives à sa présence sont susceptibles d'être extraites des spectres IRTF obtenus dans des expériences antérieures.

L'ISO/TC 92/SC 3 a donc développé l'ISO 19702 comme document distinct.

L'analyse IRTF a été utilisée des deux manières suivantes pour caractériser l'effluent du feu:

- une analyse en circuit ouvert, dans laquelle le faisceau de rayonnement infrarouge est dirigé à travers l'effluent situé à l'intérieur de l'appareillage d'essai;
- une analyse extractive, dans laquelle une partie de l'atmosphère gazeuse issue de l'appareillage d'essai est en permanence envoyée à une cellule d'échantillonnage pour des mesurages à distance (voir par exemple la résolution IMO MSC 61(67), partie 2, sur l'analyse de la toxicité).

Les scientifiques du feu ont appliqué avec succès des variantes des deux méthodes mais la dernière est plus courante.

En particulier, l'Union Européenne a financé un projet (SAFIR) axé sur les essais et la validation d'une méthode extractive IRTF destinée à être utilisée dans les essais au feu. Les résultats de ce projet forment la base pour l'ISO 19702.

Dans la présente Norme internationale, des recommandations spécifiques sont fournies pour les systèmes de prélèvement à utiliser dans les mesures à petite et grande échelle, pour la résolution spectrale, ainsi que pour l'obtention et l'utilisation de spectres d'étalonnage. Pour les gaz étudiés spécifiquement dans le projet SAFIR, des informations spectrales sont fournies en guise d'aide aux utilisateurs afin de déterminer les régions spectrales présentant un intérêt particulier. Enfin, les applications de la méthode analytique sont débattues.

L'objectif principal de la méthode analytique présentée ici est de mesurer la concentration des espèces toxiques afin d'aider à:

- a) caractériser les modèles physiques de feu;
- b) valider les modèles numériques de feu;
- c) fixer les conditions d'exposition dans les études biologiques;
- d) effectuer un suivi dans les études biologiques;
- e) interpréter les études biologiques;
- f) fournir des données à utiliser dans l'évaluation de la toxicité de la réaction de combustion sans faire appel à des études biologiques.

Les méthodes sont également généralement applicables aux analyses des effluents du feu dans de nombreux cas, y compris dans des incendies réels.

Toute analyse chimique est sélective.

Les méthodes chimiques analytiques sont généralement appropriées pour une détermination précise de certaines espèces et le sont moins pour d'autres. Par conséquent, plusieurs méthodes peuvent être nécessaires pour déterminer toutes les espèces qui présentent un intérêt particulier.

Dans la plupart des cas, l'analyse IRTF peut fournir les données de concentration nécessaires au calcul des rendements des espèces chimiques ayant une importance en tant que données d'entrée à l'évaluation des risques toxiques.

Les recommandations générales données sont basées sur un travail effectué en utilisant un certain nombre de méthodes d'essais normalisés à petite et grande échelle. Il est important de lire la présente Norme internationale avec les normes suivantes:

- ISO 9705;
- ISO 5660-1:2002;
- ISO 21489:—;
- CEI 60695-7;
- EN 13823:2002;
- ISO 5725.

Essais de toxicité des effluents du feu — Lignes directrices pour l'analyse des gaz et des vapeurs dans les effluents du feu par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des méthodes pour l'analyse individuelle des concentrations dans l'air du monoxyde de carbone (CO), du dioxyde de carbone (CO₂), du cyanure d'hydrogène (HCN), du chlorure d'hydrogène (HCl), du bromure d'hydrogène (HBr), du monoxyde d'azote (NO), du dioxyde d'azote (NO₂) et de l'acroléine (CH₂CHCHO). Bien qu'elles ne soient pas définies de façon spécifique dans la présente Norme internationale, car n'ayant pas été spécifiquement étudiées dans le projet SAFIR, la méthode présentée convient à la plupart des espèces gazeuses qui se prêtent à une analyse par la technique IRTF, y compris le fluorure d'hydrogène (HF) et le dioxyde de soufre (SO₂).

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 5660-1:2002, *Essais de réaction au feu — Débit calorifique, taux de dégagement de fumée et taux de perte de masse — Partie 1: Débit calorifique (méthode au calorimètre conique)*

ISO 5725 (toutes les parties), *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

spectromètre

appareil utilisé pour disperser l'énergie radiante en un spectre et mesurer certaines caractéristiques telles que la longueur d'onde, la masse, l'énergie, ou l'indice de réfraction

3.2

spectroscopie

étude de spectres, destinée à déterminer notamment la composition chimique de substances et les propriétés physiques ou la concentration de molécules, d'ions ou d'atomes

3.3

spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier IRTF

technique permettant de mesurer simultanément les concentrations de plusieurs espèces en utilisant les mathématiques des transformées de Fourier

3.4
résolution

largeur à mi-hauteur de la fonction de forme des raies de l'instrument

NOTE Exprimée en unités de cm^{-1} («centimètre exposant moins un»), elle représente le plus petit espacement entre les pics d'absorption qui peuvent être résolus.

3.5
interférogramme

composante modulée du faisceau IR au droit du détecteur, mesurée en fonction de la position du miroir

3.6
éprouvette

partie représentative de l'échantillon préparé pour être soumis à essai

3.7
produits de combustion

matériaux solides, liquides ou gazeux provenant d'une combustion

[ISO 13943]

3.8
limite de détection minimale
MDL

la plus petite concentration théorique mesurable de chaque gaz analysé

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Principe

Différentes méthodes d'analyse de gaz de combustion sont utilisées au niveau international avec des résultats acceptables. L'ISO/TR 9122-3 décrit un certain nombre des méthodes normalisées alternatives les plus courantes.

L'analyse des gaz dans les effluents du feu est très complexe en raison du grand nombre des différents produits chimiques organiques et inorganiques potentiellement présents dans une atmosphère représentative. Ce point est débattu de façon plus détaillée conjointement à la présentation de la méthode d'analyse.

La conformité à la présente Norme internationale signifie que:

- l'analyse des gaz prélevés a été effectuée au moyen de procédures normalisées;
- le mode opératoire d'échantillonnage est conforme aux recommandations générales données et tient dûment compte de la nature réactive des espèces analysées.

Le système de prélèvement est une partie intégrante de l'ensemble de la méthode de mesure. Les recommandations seront données séparément pour les diverses parties du système de prélèvement.

5 Mode opératoire d'essai

5.1 Principe

L'effluent issu d'un modèle d'essai au feu ou d'un modèle physique d'essai au feu destiné à l'analyse IRTF est prélevé soit à partir d'un système de prélèvement des gaz, tel qu'un conduit de fumée, soit directement à partir des gaz de combustion. L'échantillon de gaz est entraîné en continu à travers une ligne de prélèvement chauffée vers la cellule d'absorption IR chauffée du spectromètre IRTF. Un faisceau IR qui a subi des interférences est dirigé à travers la cellule à gaz et, à des intervalles choisis, des interférogrammes sont obtenus et sont convertis en spectre d'absorption, après l'essai ou en ligne. Les concentrations des gaz sont

calculées par l'analyse des spectres d'absorption en utilisant l'une ou plusieurs des diverses méthodes débattues dans l'Article 7. La relation donnant la concentration des gaz en fonction du temps peut être évaluée à partir de spectres successifs à des intervalles suffisamment fréquents.

La spectroscopie IRTF est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge. La spécificité de l'IRTF est la conversion d'une irradiance régulière provenant d'une source infrarouge en irradiance qui a subi des phénomènes d'interférences et la conversion d'un interférogramme en spectre caractéristique des longueurs d'onde conventionnelles comportant une information sur une gamme étendue de longueurs d'onde. Dans cette méthode, le spectre est généralement présenté comme une absorbance en fonction du rayonnement exprimé en nombres d'ondes.

Les molécules ayant un moment dipolaire absorbent dans l'infrarouge. Ainsi, seules les molécules qui présentent une asymétrie suffisante peuvent être détectées par leur spectre infrarouge (par exemple, une molécule symétrique telle que l'oxygène ne peut être étudiée dans le domaine infrarouge). Il existe un large éventail d'intensités d'absorption parmi les molécules qui absorbent dans l'infrarouge. Ainsi, certaines espèces faiblement absorbantes peuvent être «perdues» si l'utilisateur règle l'échelle pour la mesure d'une espèce fortement absorbante. À l'inverse, les espèces fortement absorbantes peuvent saturer le spectromètre si l'utilisateur règle l'appareil pour mesurer des espèces faiblement absorbantes. Les concentrations sont reliées aux intensités d'absorption. Cette question est débattue de façon plus détaillée dans l'Article 7.

5.2 Système de prélèvement

Les recommandations relatives aux filtres, à la ligne de prélèvement, à la vitesse de la pompe, à la température, à la pression et à la réponse du système de prélèvement sont les mêmes pour les essais à grande et à petite échelle. Aussi sont-elles données à la fois pour les essais à grande et à petite échelle à la fin de cette section. L'Annexe A présente des exemples de systèmes de prélèvement.

Le choix du débit volumétrique de prélèvement dépend de divers paramètres qui sont notamment la taille de la cellule d'absorption, le degré de turbulence à l'intérieur de cette cellule, la température de l'effluent, la vitesse à laquelle les concentrations des espèces changent au cours de l'expérience, le rendement du système de filtration de la suie, la longueur de la ligne de prélèvement (pour contrôler les effets de la diffusion axiale), etc. Il convient que le diamètre de la ligne de prélèvement soit également ajusté en fonction de ces paramètres, au moins pour éviter des pertes de charge significatives dans les lignes de grande longueur. Le débit de prélèvement doit être également choisi de façon à ne pas perturber l'expérimentation. En effet, il peut y avoir des différences entre les conditions de prélèvement pour différents appareils, même si l'échelle est identique.

Les recommandations pour la sonde dépendent quelque peu du type de mesurage et sont traitées séparément pour les expériences effectuées à grande et à petite échelle.

ATTENTION — Les gaz de combustion provenant de la cellule à gaz IRTF doivent retourner à la conduite d'évacuation de l'instrument d'essai au feu ou doivent être évacués autrement, sans risque de mettre en danger le personnel, à un emplacement qui ne perturbe pas les mesurages.

5.2.1 Température

La température du système de prélèvement doit être maintenue aussi élevée que possible afin de réduire le risque de condensation et le lessivage ultérieur des gaz de combustion solubles déposés par l'échantillon. L'ensemble du système doit être maintenu à une température minimale de 150 °C, bien que la température recommandée soit de 180 °C.

Il convient que la température dans tout le système de prélèvement soit homogène, ou augmente légèrement le long du système depuis la sonde jusqu'à la cellule à gaz, afin d'éviter des points froids qui peuvent constituer des points de condensation pour l'eau et les gaz solubles.

5.2.2 Sonde

5.2.2.1 Petite échelle

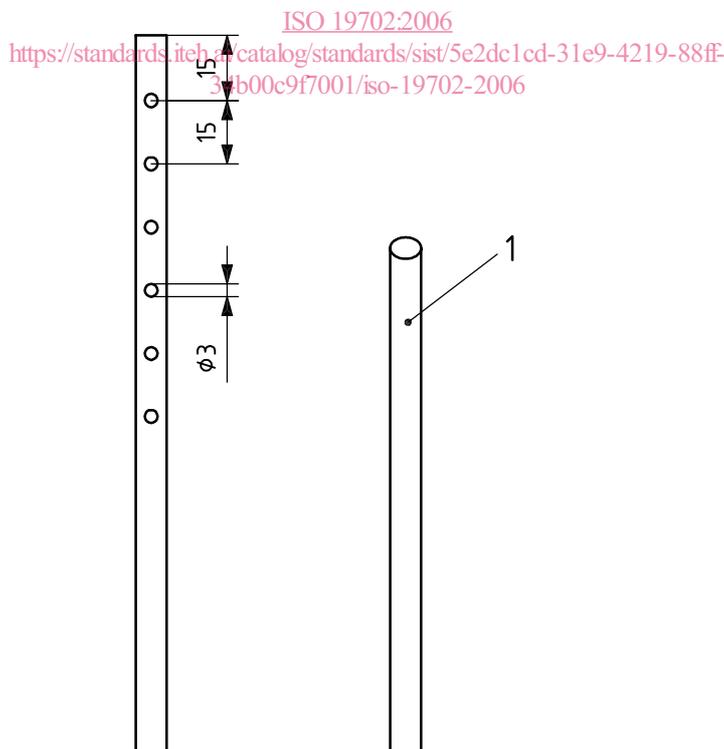
Le prélèvement des gaz provenant d'essais à petite échelle dépend du modèle de feu (par exemple: chambre de fumée décrite dans l'ISO 5659, four tubulaire, calorimètre conique défini dans l'ISO 5660-1). Le meilleur choix d'une sonde et son emplacement sont étroitement liés au modèle de feu. Seules des recommandations sont données dans la présente Norme internationale.

5.2.2.1.1 Différents types de sondes peuvent être utilisés, à savoir sondes à un seul trou ou à plusieurs trous. Le choix dépendra directement du modèle de feu considéré. Pour obtenir un mélange d'effluent représentatif, une sonde à plusieurs trous est préférable en cas de présomption d'effets de stratification des gaz. Un exemple des différents types de sondes est illustré à la Figure 1.

5.2.2.1.2 La sonde doit être fabriquée en matériau résistant à la corrosion, l'acier inoxydable étant recommandé, avec un diamètre minimal de trou de 3 mm.

5.2.2.1.3 Pour l'essai au four tubulaire, la sonde d'extraction achemine une partie de l'écoulement total depuis le four jusqu'à l'IRTF (généralement en divisant le débit évacué). Dans ce cas, il convient que le diamètre intérieur de la sonde d'extraction ne soit pas inférieur à 3 mm, dans le cas d'une sonde à un seul trou.

5.2.2.1.4 Les échantillons peuvent être extraits d'un conduit d'extraction utilisé dans des essais à petite échelle au moyen d'une sonde placée dans le conduit d'extraction de l'essai particulier. Dans ce type de situation, il est recommandé d'utiliser une sonde à plusieurs trous insérée perpendiculairement à la direction de l'écoulement des gaz de combustion, les trous étant orientés vers l'aval par rapport au sens de l'écoulement du gaz.



Dimensions en millimètres

Légende

1 diamètre intérieur

Figure 1 — Schéma de sondes pour le prélèvement dans un conduit d'extraction

Des précautions doivent être prises afin de réaliser des prélèvements représentatifs. Afin d'éviter toute perturbation de l'effluent, le prélèvement d'un volume de gaz ne doit représenter qu'une petite fraction de l'écoulement total qui traverse la conduite. La sonde doit être placée de manière à éviter de rendre turbulent l'écoulement de l'effluent (effluents bien mélangés) et en un endroit aussi proche que possible de la source du feu (afin de limiter la condensation ou les réactions secondaires entre les gaz). La mise en place de la sonde doit être considérée pour chaque modèle de feu, en tenant compte de l'effet de la stratification et/ou du profil des vitesses dans les tubes d'écoulement.

La sonde doit être nettoyée régulièrement pour s'assurer que les trous ne se bouchent pas, cela réduisant la fiabilité du prélèvement.

5.2.2.2 Grande échelle

Le type de sonde recommandé plus haut pour le conduit d'extraction utilisé au cours des essais à petite échelle est approprié pour les mesurages dans le conduit de l'essai à grande échelle tel que la pièce selon l'ISO 9705 ou l'appareillage d'essai SBI.

Toutefois, si le prélèvement est réalisé directement à partir de gaz de combustion non homogènes, il convient de prélever un échantillon représentatif de l'ensemble des gaz de combustion étudiés. Pour cela, il est nécessaire que les dimensions des trous présentent un dégradé sur toute la longueur de la sonde et que la sonde soit localisée de façon à traverser les gaz de combustion étudiés. Un exemple de sonde appropriée est donné dans le Tableau 1. Cette sonde a été appliquée avec succès à des mesurages pris dans la porte de la pièce ISO 9705, l'embase de la sonde (le plus près de la pompe) ayant été placé au sommet de la porte ISO 9705 et la sonde ayant traversé la porte diagonalement, s'arrêtant à 30 cm en dessous du haut de l'entrée de porte.

iTeh STANDARD PREVIEW

Tableau 1 — Exemple de sonde appropriée pour le prélèvement des gaz de combustion depuis la porte de la pièce ISO 9705

Caractéristiques de la sonde ^a	
Nombre de trous	Diamètre du trou mm
1 (le plus près de l'extrémité)	5
2	3,2
3	2,5
4	2,1
5	1,8
6	1,6
7 (le plus près de la pompe)	1,5

^a Le diamètre intérieur de cette sonde est de 6 mm et les trous sont séparés d'une distance de 10 cm. L'extrémité de la sonde est fermée.

La sonde est placée de façon qu'elle traverse le haut de l'ouverture de la porte, le trou le plus bas étant à 30 cm au-dessous du sommet de la porte. Les trous sont orientés vers l'aval par rapport au sens d'écoulement des gaz de combustion.

5.2.3 Cellule à gaz

Il convient que la cellule à gaz soit constituée d'un matériau inerte résistant aux gaz de combustion mesurés (par exemple, l'aluminium revêtu de nickel ou la silice synthétique sont souvent utilisés).

Il a été montré que l'aluminium revêtu de nickel pouvait céder rapidement si l'épaisseur du revêtement n'était pas suffisante. Des précautions doivent être prises lors de l'utilisation de ce type d'équipement.

Le volume et la longueur du trajet optique de la cellule à gaz sont critiques pour le temps de réponse de l'ensemble du système de mesure, et un volume de cellule à gaz compris entre 0,2 l à 2 l est normalement recommandé dans les essais au feu. La longueur du trajet est susceptible de varier en fonction du volume de la cellule à gaz. Une longueur de trajet optique comprise entre 2 m et 10 m est appropriée pour l'analyse des effluents du feu. Le volume et la longueur du trajet de la cellule à gaz doivent être adaptés en fonction de la limite de détection souhaitée et du modèle de feu considéré.

Il convient que la cellule à gaz soit chauffée à une température minimale de 150 °C et que la température et la pression dans la cellule soient régulées pendant toute la durée de l'essai au feu. Il est recommandé de maintenir constantes la température et la pression car elles ont une incidence sur l'intensité de la bande spectrale (voir Annexe A). Si la température ou la pression dans l'essai au feu ne peut être maintenue à la même valeur que celle utilisée au cours de la collecte des spectres d'étalonnage, il convient d'apporter des corrections pour tenir compte de cette différence au moment du calcul des concentrations des espèces. Cependant, la correction n'est valable que dans le cas d'une variation limitée de température et de pression. Cette correction peut être appliquée en utilisant la loi universelle des gaz. Cette correction peut ne pas être complètement efficace dans tous les cas du fait d'une variation non linéaire de la forme des spectres sous l'influence de la pression et la température.

5.2.4 Filtre

La cellule à gaz (miroirs internes) doit être protégée contre l'intrusion de suie provenant des gaz de combustion.

NOTE Cette exigence est toujours valable sauf en cas d'utilisation d'une cellule de type «cellule sale». Dans ce cas, la suie peut pénétrer dans la cellule à gaz. Toutefois, ces cellules, appropriées uniquement lorsque de petites quantités de suie sont attendues, ne sont pas recommandées pour l'étude des essais au feu.

Un ou plusieurs filtres peuvent être placés (soit entre la sonde et la ligne de prélèvement, soit après la ligne de prélèvement. Les deux positions ont des avantages et des inconvénients.

Le placement du filtre entre la sonde et la ligne de prélèvement protège la ligne de prélèvement contre l'accumulation de suies qui peuvent adsorber les gaz acides. L'inconvénient de cet emplacement du filtre réside en ce qu'aux premiers stades d'un feu, le média filtrant peut être refroidi par le courant du gaz échantillon. Une grande différence de température peut apparaître entre le centre géométrique du média filtrant et le boîtier du filtre chauffé. Cela va créer les conditions favorables pour la rétention de l'eau et des gaz acides solubles dans l'eau dans le média filtrant. Il faut prendre soin d'utiliser une sonde chauffée suffisamment longue de sorte à préchauffer les gaz échantillons avant leur contact avec le média filtrant, et/ou un boîtier du filtre chauffé de diamètre suffisamment petit de sorte à permettre au boîtier du filtre de chauffer plus efficacement le cœur du média filtrant. La diminution du diamètre d'un filtre à membrane a l'avantage de diminuer l'absorption des gaz acides sur le filtre.

Le placement des filtres en aval de la ligne de prélèvement chauffée permet de préchauffer l'échantillon de gaz avant qu'il n'atteigne les filtres. Avec le maintien du média filtrant à une température élevée, le risque de condensation d'eau et de piégeage des gaz acides dans le média filtrant est réduit.

Les filtres à membrane plans ou les filtres cylindriques sont recommandés. Il convient que les filtres plans aient une porosité de 5 µm et un diamètre de 47 mm, bien que d'autres dimensions puissent être utilisées. Le placement d'un filtre à haut rendement et à forte porosité en amont de ce filtre à faible porosité prolonge la durée de vie du filtre en aval. Les filtres à fibres de verre, les filtres céramiques et les filtres revêtus de PTFE se sont avérés appropriés. Il faut apporter beaucoup de soin aux opérations impliquant des filtres chauffés, en particulier au voisinage de la limite haute des températures de fonctionnement, car le filtre est soumis au cours des essais à des températures supérieures à 150 °C sur une longue durée.

Les filtres de laine de verre ne peuvent être utilisés pour l'analyse du fluor. La porosité du filtre doit être choisie comme un compromis permettant un piégeage suffisant de la suie sans entraîner un colmatage prématuré du filtre.

Il convient que le boîtier du filtre soit fabriqué en acier inoxydable (bien que le PTFE puisse être utilisé dans certains cas) et que la température du filtre ne soit pas inférieure à 150 °C.

Plus importante que le choix spécifique du matériau d'un filtre et de sa porosité est l'analyse des filtres utilisés pour y rechercher des gaz acides si ceux-ci sont dosés. En effet, les gaz acides peuvent être adsorbés de façon imprévisible sur les particules de suie présentes dans un panache du feu ou sur la suie retenue par le filtre. Le comportement en adsorption est particulièrement important lorsque le mesurage porte sur de faibles concentrations de gaz acides car un certain comportement en saturation est prévu, à savoir, la quantité adsorbée sur le filtre diminue à mesure que le filtre se sature en gaz acides. Un exemple de mode opératoire pour analyser les gaz retenus sur le filtre est donné dans l'Annexe B.

Il convient de noter que certains filtres contiennent du chlore. Si le filtre est nettoyé pour la collecte des gaz retenus sur la suie ou condensés avec l'eau provenant de la combustion, des précautions doivent être prises pour déterminer la teneur en chlore en l'absence des gaz de combustion afin d'obtenir une ligne de base et pouvoir déterminer la quantité de chlore adsorbé provenant des gaz de combustion.

Les cinétiques d'absorption sur le filtre n'ont pas été caractérisées. Cependant, lorsque la quantité totale de gaz produit au cours de la combustion est requise, il convient que la quantité mesurée sur le filtre soit additionnée à la quantité totale mesurée par IRTF. Il faut bien comprendre que l'adsorption sur le filtre a un effet sur l'exactitude des mesurages en fonction du temps des gaz émis pendant la combustion. Lorsque des mesures en fonction du temps sont requises, les informations sur les gaz analysés sur le filtre doivent être prises en compte afin d'identifier l'effet potentiel sur les courbes de la concentration en fonction du temps.

Le dépôt de suie sur l'optique d'une cellule peut être réduit à un minimum en choisissant un système IRTF dont les miroirs de cellule à gaz et les fenêtres de cellule sont montés en position verticale.

5.2.5 Ligne de prélèvement

Une ligne de prélèvement de gaz en PTFE offre la meilleure performance. Il convient que cette ligne soit maintenue à une température constante d'au moins 150 °C. Un diamètre intérieur compris entre 3 mm et 4 mm est approprié. Il convient que la longueur soit aussi courte que possible et une longueur de 4 m a été jugée appropriée. Les problèmes dus à l'adsorption des gaz, particulièrement les gaz acides, sur les parois de la ligne de prélèvement deviennent plus prononcés dans le cas d'une ligne de prélèvement plus longue.

On peut s'attendre à un effet de saturation pour la ligne de prélèvement comme décrit pour les filtres ci-dessus. Cela signifie qu'une ligne vieillie au préalable adsorbe moins de gaz acides qu'une ligne neuve. Ce comportement n'a pas été caractérisé et, de ce fait, aucune méthode recommandée de vieillissement de la ligne n'est disponible.

Des matériaux divers tels que les matériaux synthétiques, la silice pure, le PTFE et l'acier inoxydable se sont avérés appropriés pour les lignes de prélèvement. Leur utilisation dépend du type de gaz à analyser.

5.2.6 Vitesse de la pompe

Il convient que le débit d'échantillonnage soit le plus élevé possible sans encourir de problèmes dus au colmatage des filtres. La valeur minimale recommandée du débit de la pompe est de 3,5 l/min, bien qu'elle dépende du volume de la cellule et du temps de réponse requis. Dans le cas d'un four tubulaire, par exemple, un débit inférieur s'avère généralement suffisant.

5.2.7 Temps de réponse du système de prélèvement

Dans la mesure où des laboratoires différents disposent d'équipements différents, il est difficile de recommander un seul et même montage expérimental pour les mesures IRTF. Afin d'interpréter correctement les résultats IRTF et de les comparer à d'autres mesures effectuées au cours de la même expérience, il est primordial de connaître le temps de réponse du système. Un mode opératoire de détermination du temps de réponse pour l'ensemble du système de prélèvement est résumé dans l'Annexe C.

En général, la cellule à gaz de l'IRTF est responsable en majeure partie du temps de réponse. Un temps de réponse approché peut être calculé au moyen d'une estimation du volume total de votre système de prélèvement et de la cellule à gaz à diviser par le débit dans votre système. Cette valeur ne prend pas en compte l'effet de la géométrie du système de prélèvement, mais elle est généralement supérieure à 70 % du temps de réponse total.