
**Émissions de sources fixes — Méthode
manuelle pour la détermination de
la concentration en méthane par
chromatographie en phase gazeuse**

*Stationary source emissions — Manual method for the determination of
the methane concentration using gas chromatography*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 25139:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2b26594-5d0c-468a-980c-73cc1226342a/iso-25139-2011)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2b26594-5d0c-468a-980c-
73cc1226342a/iso-25139-2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2b26594-5d0c-468a-980c-73cc1226342a/iso-25139-2011)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 25139:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2b26594-5d0c-468a-980c-73cc1226342a/iso-25139-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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 Symboles et termes abrégés	2
5 Principe	3
6 Matériel	3
6.1 Système d'échantillonnage	3
6.2 Dispositif analytique	6
7 Mode opératoire de mesurage	6
7.1 Généralités	6
7.2 Échantillonnage	6
7.3 Dosage analytique	8
7.4 Interférents	8
8 Calcul des résultats	8
9 Procédures d'assurance qualité et de contrôle qualité	10
9.1 Généralités	10
9.2 Critères et fréquence des contrôles	10
9.3 Réalisation des contrôles	11
9.4 Vérification du système de mesure	12
10 Caractéristiques de performance	12
11 Rapport d'essai	12
Annexe A (normative) Gaz opérationnels	13
Annexe B (normative) Modes opératoires relatifs à l'assurance qualité et au contrôle qualité	14
Annexe C (informative) Caractéristiques de performance types	16
Bibliographie	18

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 25139 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 1, *Émissions de sources fixes*.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 25139:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2b26594-5d0c-468a-980c-73cc1226342a/iso-25139-2011>

Introduction

Le méthane (CH₄) est un gaz important pour le climat («gaz à effet de serre») et il contribue directement à l'effet de serre dans l'atmosphère. Des sources naturelles et l'activité humaine sont à l'origine des émissions de méthane. L'élevage bovin, la culture du riz, l'extraction et le transport de gaz naturel ainsi que les décharges, par exemple, en constituent des sources significatives. Les usines de compostage, l'utilisation de biogaz et de gaz naturel ainsi que les feux de biomasse constituent d'autres sources importantes contribuant aux émissions de méthane. La présente Norme internationale spécifie une méthode de mesure permettant de déterminer les émissions de méthane provenant de sources fixes.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 25139:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2b26594-5d0c-468a-980c-73cc1226342a/iso-25139-2011>

iTeh STANDARD PREVIEW **(standards.iteh.ai)**

ISO 25139:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2b26594-5d0c-468a-980c-73cc1226342a/iso-25139-2011>

Émissions de sources fixes — Méthode manuelle pour la détermination de la concentration en méthane par chromatographie en phase gazeuse

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode manuelle permettant de déterminer la concentration des émissions de méthane provenant de sources fixes.

La présente Norme internationale spécifie une méthode indépendante de mesurage qui est validée pour des concentrations en masse pouvant atteindre jusqu'à 1 500 mg/m³.

NOTE 1 Une méthode indépendante de mesurage est utilisée, par exemple, pour l'étalonnage ou la validation des systèmes de mesure installés en permanence.

NOTE 2 Une méthode indépendante de mesurage est appelée «méthode de référence normalisée (MRN)» dans l'EN 14181^[5].

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 9169, *Qualité de l'air — Définition et détermination des caractéristiques de performance d'un système automatique de mesure*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c2b26594-5d0c-468a-980c-73cc1226342a/iso-25139-2011>

EN 15267-3, *Qualité de l'air — Certification des systèmes de mesurage automatisés — Partie 3: Spécifications de performance et procédures d'essai pour systèmes de mesurage automatisés des émissions de sources fixes*

3 Termes et définitions

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

3.1

gaz de référence

(qualité de l'air) gaz de composition connue, raccordée et stable

NOTE Dans le contexte de la présente Norme internationale, un gaz de référence est utilisé pour étalonner le chromatographe en phase gazeuse.

3.2

interfèrent

substance interférente

(qualité de l'air) substance présente dans la masse d'air examinée, différente du mesurande, qui a un effet sur la réponse

[ISO 9169:2006, 2.1.12].

3.3
concentration en masse
concentration massique
(émissions de sources fixes) concentration d'une substance dans les effluents gazeux émis, exprimée en masse par volume

NOTE La concentration en masse est souvent exprimée en milligrammes par mètre cube.

[ISO 25140:2010^[3], 3.4]

3.4
incertitude (de mesure)
paramètre, associé au résultat d'un mesurage, qui caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient raisonnablement être attribuées au mesurande

[Guide ISO/CEI 98-3:2008^[4], 2.2.3]

3.5
incertitude-type
incertitude du résultat d'un mesurage exprimée sous la forme d'un écart-type

[Guide ISO/CEI 98-3:2008^[4], 2.3.1]

4 Symboles et termes abrégés

AMS	système automatique de mesure (<i>automatic measuring system</i>)
FID	détecteur à ionisation de flamme (<i>flame ionization detector</i>)
FPM	caoutchouc fluoré
CG	chromatographe en phase gazeuse
PE	polyéthylène
PET	polyéthylène téréphtalate
PLOT	colonne capillaire à couche poreuse (<i>porous layer open tubular</i>)
PTFE	polytétrafluoroéthylène
AQ/CQ	assurance qualité et contrôle qualité
A	aire de pic
e_j	résidu pour un niveau de concentration en masse, γ_j
f_{CG}	coefficient d'étalonnage CG
k	pente de la courbe d'étalonnage
L	limite de détection
$m_{H_2O,v}$	masse de vapeur d'eau
M_{CH_4}	masse molaire du méthane (16 g/mol)
M_{H_2O}	masse molaire de l'eau (18 g/mol)
n	nombre de mesurages
s_r	écart-type de répétabilité

S_{CG}	signal CG
$S_{CG,cal}$	signal CG en réponse au matériau de référence appliqué
V_0	volume de gaz sec échantillonné
V_m	volume molaire dans les conditions normales de température et de pression (22,4 l/mol)
x_i	i^e valeur mesurée
$\bar{x}$	moyenne des valeurs mesurées, x_i
$\bar{x}_j$	moyenne des valeurs mesurées pour un niveau de concentration en masse, γ_j
$\gamma_{CH_4,s}$	concentration en masse en méthane dans les conditions normales de température et de pression
$\gamma_{CH_4,(H_2O)_0}$	concentration en masse en méthane dans les conditions de référence en vapeur d'eau (gaz sec)
γ_{CH_4,O_2}	concentration en masse en méthane dans les conditions de référence en oxygène
γ_j	j^e niveau de concentration en masse
$\rho_{H_2O,v}$	masse volumique de la vapeur d'eau
$\varphi_{CH_4,cal}$	teneur en méthane, exprimée en fraction volumique, du gaz de référence appliqué lors de l'étalonnage
$\varphi_{CH_4,o}$	teneur en méthane, exprimée en fraction volumique, dans les conditions de fonctionnement
φ_{H_2O}	teneur en vapeur d'eau, exprimée en fraction volumique, de l'effluent gazeux
$\varphi_{O_2,m}$	teneur en oxygène mesurée, exprimée en fraction volumique, de l'effluent gazeux
$\varphi_{O_2,ref}$	teneur en oxygène de référence, exprimée en fraction volumique

5 Principe

L'échantillon de gaz est extrait du conduit d'effluents gazeux via un système d'échantillonnage et pompé dans un sac de prélèvement de gaz ou dans une boîte métallique (canister). Une fraction de l'échantillon est extraite du sac ou du canister et introduite dans un système de chromatographie en phase gazeuse. Après séparation dans une colonne remplie ou une colonne capillaire, le méthane est dosé au moyen d'un détecteur à ionisation de flamme.

6 Matériel

6.1 Système d'échantillonnage

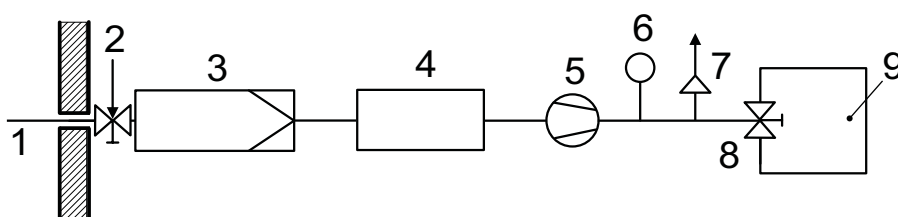
Le système d'échantillonnage doit permettre l'extraction de l'échantillon de gaz du conduit d'effluent gazeux. Il se compose en général:

- d'une sonde de prélèvement;
- d'un filtre à particules;
- d'un refroidisseur du gaz échantillonné;
- d'un débitmètre pour le gaz échantillonné;
- d'une pompe de prélèvement du gaz;

- d'une pompe à vide, si nécessaire;
- d'un dispositif de prélèvement du gaz (sac, tube en verre ou canister) ou d'une boucle d'injection directe du CG.

Plusieurs techniques de prélèvement sont disponibles, telles que:

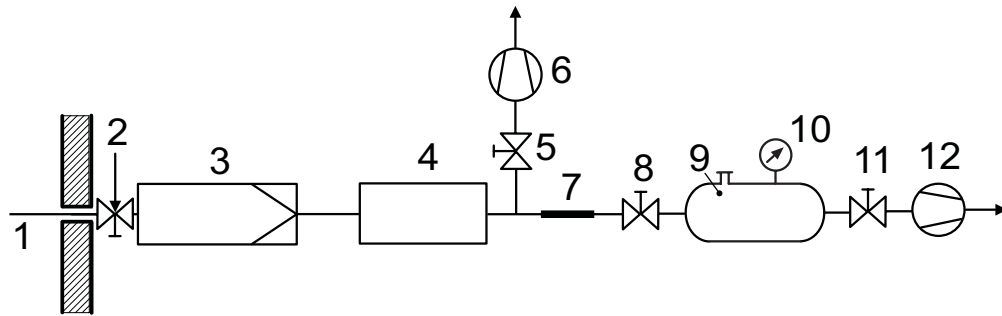
- l'utilisation de sacs de prélèvement de gaz avec une pompe en amont (voir Figure 1);
- l'utilisation d'ampoules de prélèvement du gaz sous vide en verre ou de canisters en matériaux résistants à la corrosion (par exemple l'acier inoxydable) avec une pompe en amont (voir Figure 2);
- l'utilisation du «principe du poumon» avec les sacs de prélèvement de gaz positionnés dans le container sous vide;
- l'utilisation d'un système d'échantillonnage semblable à celui de la Figure 1, mais dont le sac de prélèvement de gaz est remplacé par une ligne d'échantillonnage directement raccordée à la boucle d'injection du CG.



Légende

- 1 sonde de prélèvement, chauffée (si nécessaire)
- 2 vanne permettant l'introduction des gaz d'essai
- 3 filtre à particules, chauffé
- 4 refroidisseur du gaz échantillonné ou sécheur à perméation
- 5 pompe du gaz échantillonné
- 6 débitmètre
- 7 vanne de bypass pour la purge du système de prélèvement
- 8 vanne du sac de prélèvement
- 9 sac de prélèvement de gaz

Figure 1 — Exemple de système d'échantillonnage avec sac de prélèvement de gaz



Légende

- 1 sonde de prélèvement, chauffée (si nécessaire)
- 2 vanne permettant l'introduction des gaz d'essai
- 3 filtre à particules, chauffé
- 4 refroidisseur du gaz échantillonné ou sécheur par perméation
- 5 vanne de régulation
- 6 pompe de prélèvement du gaz
- 7 limiteur de débit
- 8 vanne d'arrêt
- 9 ampoule de prélèvement de gaz ou canister
- 10 dispositif de mesurage de la pression et de la température
- 11 vanne d'arrêt
- 12 pompe à vide (si nécessaire)

Figure 2 — Exemple de système d'échantillonnage avec ampoule en verre de prélèvement de gaz sous vide

La ligne d'échantillonnage doit être aussi courte que possible. Elle doit être installée de façon à descendre vers le refroidisseur. La condensation doit être évitée en tout point du système d'échantillonnage.

Le système d'échantillonnage doit satisfaire aux exigences suivantes:

- la sonde de prélèvement doit être composée d'un tube en acier inoxydable ou en verre qui peut être chauffé à 150 °C, si nécessaire, et être équipée d'un dispositif (par exemple une vanne) permettant l'introduction des gaz d'essai;
- le filtre à particules doit être en céramique ou en fibres de quartz; il doit être placé dans un porte-filtre et doit pouvoir être chauffé à 150 °C, si nécessaire;
- la ligne d'échantillonnage doit être en acier inoxydable ou en PTFE et doit pouvoir être chauffée à 150 °C, si nécessaire;
- le refroidisseur d'échantillon de gaz ou sécheur par perméation doit être adapté à un débit allant jusqu'à 1 l/min;
- la pompe de prélèvement du gaz doit être étanche aux gaz avec un débit réglable (allant jusqu'à 1 l/min) et doit pouvoir être chauffée, si nécessaire;
- la pompe à vide doit amener le container de prélèvement du gaz sous vide à une pression résiduelle comprise entre 10 hPa et 20 hPa;
- les éléments permettant de raccorder les composants du dispositif d'échantillonnage doivent être composés de tubes en matériaux inertes, par exemple en PTFE ou FPM;
- le débitmètre avec vanne de contrôle doit être adapté au mesurage du débit d'échantillonnage;
- le container de prélèvement de gaz doit être étanche au gaz (par exemple sac en plastique avec embout de remplissage obturable ou canister en matériau résistant à la corrosion équipé de vannes) et d'un volume compris entre 5 l et 30 l;