
**Émissions de sources fixes —
Échantillonnage et détermination de la
teneur en fluorure gazeux**

*Stationary source emissions — Sampling and determination of gaseous
fluoride content*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 15713:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7deb2620-c155-46c4-8085-9f66c0f3e7ca/iso-15713-2006)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7deb2620-c155-46c4-8085-
9f66c0f3e7ca/iso-15713-2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7deb2620-c155-46c4-8085-9f66c0f3e7ca/iso-15713-2006)



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 15713:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7deb2620-c155-46c4-8085-9f66c0f3e7ca/iso-15713-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7deb2620-c155-46c4-8085-9f66c0f3e7ca/iso-15713-2006>

© 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 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	5
8 Méthode analytique par électrode sélective	9
9 Expression des résultats	11
10 Caractéristiques de performance	14
11 Rapport d'essai	14

ITeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15713:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7deb2620-c155-46c4-8085-9f66c0f3e7ca/iso-15713-2006>

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 15713 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 15713:2006
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7deb2620-c155-46c4-8085-9f66c0f3e7ca/iso-15713-2006>

Introduction

La présente Norme internationale décrit une méthode permettant de mesurer la concentration en composés de fluorure gazeux dans les effluents gazeux qui passent par les conduits ou les cheminées.

Les effets des espèces contenant du fluorure sont préoccupants dans la mesure où le fluorure est irritant pour l'homme lorsqu'il est inhalé à des concentrations élevées et où il peut avoir des effets phytosanitaires néfastes.

Pour les besoins de la présente Norme internationale, le fluorure mesuré est exprimé en équivalent fluorure d'hydrogène. Cette méthode a pour but de mesurer le fluorure d'hydrogène mais, en pratique, le paramètre évalué est défini par calcul. Le fluorure mesuré est de ces composés qui traversent un filtre, se dissolvent dans de l'hydroxyde de sodium dilué et produisent des ions fluorures qui restent présents dans la solution lorsqu'elle est analysée.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 15713:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7deb2620-c155-46c4-8085-9f66c0f3e7ca/iso-15713-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7deb2620-c155-46c4-8085-9f66c0f3e7ca/iso-15713-2006>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15713:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7deb2620-c155-46c4-8085-9f66c0f3e7ca/iso-15713-2006>

Émissions de sources fixes — Échantillonnage et détermination de la teneur en fluorure gazeux

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale s'applique au mesurage des fluorures gazeux entraînés dans les gaz véhiculés dans les cheminées ou les conduits. La teneur en fluorure gazeux est exprimée comme la masse de fluorure d'hydrogène contenue dans les gaz du conduit.

La présente Norme internationale s'applique à toutes les cheminées émettant des gaz dont les concentrations en fluorure sont inférieures à 200 mg/m³. Elle peut être utilisée pour des concentrations plus élevées mais, dans ce cas, l'efficacité d'absorption des barboteurs devrait être vérifiée avant que les résultats ne puissent être considérés comme valides. La limite de détection de la méthode est estimée à 0,1 mg m⁻³ pour un échantillon dont le volume est de 0,1 m³. Tous les composés qui sont volatils à la température de filtration et produisent des composés de fluorure solubles dans l'eau sont mesurés à l'aide de cette méthode. Cette méthode ne mesure pas les composés fluorocarbonés. La concentration de fluorure dans la solution adsorbante est alors mesurée à l'aide d'une électrode sélective. La quantité de fluorure mesurée est alors exprimée par convention en équivalent fluorure d'hydrogène, bien qu'il soit possible que cela ne reflète pas la nature chimique des composés qui sont mesurés.

2 Références normatives

ISO 15713:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7deb2620-c155-46c4-8085-9f56c03e7ca/iso-15713-2006>

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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 9096:2003, *Émissions de sources fixes — Détermination manuelle de la concentration en masse de poussières*

ISO 10780, *Émissions de sources fixes — Mesurage de la vitesse et du débit-volume des courants gazeux dans des conduites*

3 Termes et définitions

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

3.1

prélèvement isocinétique

prélèvement effectué à un débit donné tel que la vitesse et le sens du gaz entrant dans la buse de prélèvement sont identiques à la vitesse et au sens du gaz «dans le conduit» au point de prélèvement

[ISO 9096: 2003]

3.2

point de prélèvement

position spécifique sur la section de prélèvement d'où est extrait l'échantillon

NOTE Les points de prélèvements sont disséminés sur la section de prélèvement de façon à être représentatifs de sous-sections d'aires égales.

3.3 NTP

conditions normales de température (273,15 K) et de pression (101,325 kPa)

4 Principe

En raison de la réactivité et de la solubilité élevées du fluorure d'hydrogène, des précautions particulières sont nécessaires pour réduire le plus possible les pertes irréversibles d'espèces étudiées et prélever un échantillon représentatif. Tout d'abord, si les matériaux de la sonde de prélèvement, des barboteurs et des tubes de liaison sont mal choisis, ceux-ci pourraient réagir irréversiblement avec les espèces étudiées. Ensuite, si la sonde contient des gouttelettes d'eau condensée avant les barboteurs, les espèces étudiées risquent de s'y dissoudre et donc de ne pas être prises en compte dans le mesurage. En outre, si la fumée contient des gouttelettes d'eau, il est possible que l'échantillon ne soit pas représentatif s'il n'est pas prélevé isocinétiquement.

Les conditions d'écoulement au niveau du plan d'échantillonnage sont déterminées avant l'échantillonnage. S'il y a des gouttelettes d'eau, alors un prélèvement isocinétique en plusieurs points de prélèvement est nécessaire. L'homogénéité des profils spatiaux de la vitesse des effluents gazeux, de la température et de la concentration en oxygène est examinée. Si une variabilité importante est observée pour l'un quelconque de ces paramètres, mais qu'il n'y a aucune gouttelette d'eau, alors l'échantillonnage est réalisé en plusieurs points de prélèvement, mais à un débit constant. Si ces paramètres sont homogènes, alors l'échantillonnage est effectué en un seul point de prélèvement, à un débit constant.

Pour déterminer la teneur en fluorure gazeux des effluents gazeux, un échantillon représentatif quantifié de ce gaz est acheminé vers une sonde de prélèvement chauffée et un filtre. Toute gouttelette d'eau susceptible de contenir des composés de fluorure gazeux dissous est évaporée dans la sonde chauffée. Les particules pouvant contenir des composés de fluorure à l'état solide sont retenues par filtration des particules à une température contrôlée. Les composés de fluorure gazeux ou, plus précisément, les composés de fluorure solubles dans l'eau qui traversent le filtre sont absorbés à l'aide d'une chaîne de prélèvement comprenant une série de barboteurs qui contiennent une solution d'hydroxyde de sodium.

Les concentrations d'ions fluorures dissous dans les solutions recueillies sont mesurées selon la technique de l'électrode sélective.

5 Réactifs

Pour mettre en œuvre cette méthode, il est nécessaire que les réactifs suivants soient de qualité analytique reconnue. Si leur aspect a changé, il convient de les mettre au rebut.

- 5.1 **Solution d'absorption**, solution de NaOH à 0,1 mol/l.
- 5.2 Agent dessiccatif de l'échantillon de gaz, gel de silice moyen auto-indicateur.
- 5.3 **Tampon commercial d'ajustement de force ionique totale (TISAB).**

Chlorure de sodium

Acétate de sodium trihydraté

Citrate monohydraté trisodique

Acide acétique glacial

Eau déionisée ou distillée

NaOH à 5,0 mol/l

5.4 Solutions d'étalonnage

Eau déionisée ou distillée

Fluorure de sodium

6 Appareillage

6.1 Introduction

Une représentation schématique de l'équipement nécessaire à l'échantillonnage des fluorures gazeux est donnée à la Figure 1. L'appareillage se compose de l'assemblage d'une sonde de prélèvement et d'un filtre qui peuvent être chauffés si nécessaire, d'une chaîne de barboteurs contenant une solution d'hydroxyde de sodium pour piéger les fluorures gazeux, d'un manomètre, d'une vanne de régulation de l'aspiration, d'une pompe aspirante, d'un compteur à gaz et d'un système de mesurage du débit-volume du gaz prélevé. Un thermomètre et un manomètre doivent être inclus dans la chaîne de prélèvement pour déterminer, si besoin, la température et la pression relative du gaz dosé. Un baromètre doit être utilisé pour mesurer la pression atmosphérique pendant l'essai afin que le volume de l'échantillon de gaz puisse être ramené aux conditions normales de 273,15 K et 101,325 kPa.

6.2 Sonde

La sonde doit être une longueur de tube rigide et doit pouvoir supporter la température dans le conduit. Elle doit être résistante aux attaques chimiques des différents polluants se trouvant dans le conduit. La sonde doit plus particulièrement être résistante aux attaques de fluorure pour éviter les pertes d'échantillon. Les matériaux adaptés au prélèvement de fluorure sont la silice ou les alliages de type Monel[®]1).

La sonde doit comprendre un système de chauffage permettant de maintenir le gaz à une température de sortie d'au moins 423 K ou $> 20 \text{ K} \pm 5 \text{ K}$ au-dessus de la température du point de rosée, selon la température la plus élevée.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7deb2620-c155-46c4-8085-9f66c0f3e7ca/iso-15713-2006>

Avant chaque prélèvement, les surfaces internes de la sonde de prélèvement doivent être minutieusement nettoyées par rinçage à l'eau déionisée. Il sera d'abord nécessaire de laisser la sonde refroidir entre les prélèvements. Le rinçage de la sonde doit être répété jusqu'à ce qu'il n'y ait plus aucune trace de poussières dans l'eau de rinçage.

6.3 Filtre et logement du filtre

Un filtre doit être utilisé pour capter les poussières afin d'empêcher la dissolution de toute particule de fluorure soluble. Les filtres peuvent être placés dans le conduit entre la buse et la sonde seulement s'il n'y a pas de gouttelette d'eau ou à l'extérieur du conduit, avant le premier barboteur. Si un filtre est utilisé à l'extérieur du conduit, il doit être chauffé à une température d'au moins 423 K ou $> 20 \text{ K} \pm 5 \text{ K}$ au-dessus de la température du point de rosée, selon la température la plus élevée, pour éviter toute condensation. Si la quantité de particules de fluorure dans l'échantillon est inférieure à 10 % du total, alors le filtre peut être omis.

Les matériaux utilisés pour les filtres et les porte-filtres doivent être résistants aux attaques de fluorure; les frittés en verre, par exemple, piégeront le fluorure gazeux et ne peuvent donc pas être utilisés comme support-filtre. Les support-filtres doivent être munis d'un joint étanche à l'air pour éviter les fuites provenant de l'extérieur ou autour du filtre.

1) Les alliages de type Monel[®] sont des exemples de produits appropriés disponibles sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

Le filtre doit pouvoir supporter des expositions prolongées jusqu'à 40 K au-dessus de la température choisie et avoir une efficacité de captation d'au moins 99,5 % pour des particules dont le diamètre est de 0,3 µm.

Avant utilisation et avant chaque prélèvement, le logement du filtre doit être minutieusement nettoyé à l'aide d'eau distillée déionisée jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de poussière sur les surfaces internes du porte-filtre.

6.4 Chaîne de prélèvement

Les barboteurs doivent être reliés à la sonde de prélèvement à l'aide de matériaux résistant au fluorure d'hydrogène. Les matériaux qui conviennent sont le polypropylène, le polyéthylène ou le tubage Viton^{®2)}. La chaîne de prélèvement se compose d'une série de quatre barboteurs au travers desquels les échantillons de gaz passent et les fluorures sont retenus dans la solution. Les barboteurs peuvent être en quartz, en polypropylène ou en polyéthylène. La taille qui convient est comprise entre 125 ml et 250 ml.

Les deux premiers barboteurs doivent contenir entre 50 ml et 100 ml d'une solution de NaOH à 0,1 mol/l de qualité analytique.

Le troisième barboteur doit être laissé vide pour recueillir tout transfert par débordement de la solution d'absorption.

Le quatrième barboteur doit être utilisé comme unité de séchage. Il n'est pas nécessaire que ses matériaux de construction soient résistants au fluorure d'hydrogène. Il doit être rempli de gel de silice pour sécher l'échantillon de gaz avant qu'il ne passe par l'unité d'aspiration, le compteur à gaz et le débitmètre. Avant utilisation, tous les barboteurs doivent être rincés et nettoyés avec de l'eau distillée ou déionisée et un écouvillon pour ballons.

Lors du prélèvement, les gaz doivent pénétrer dans le premier barboteur à sa base et barboter dans la solution d'hydroxyde de sodium avant de pénétrer dans le deuxième barboteur, à sa base.

La géométrie des barboteurs et la quantité de solution d'absorption utilisée doivent être telles qu'une efficacité d'absorption des fluorures gazeux d'au moins 95 % est atteinte au débit de prélèvement choisi et dans la gamme de concentration examinée. Des preuves que ce critère est satisfait doivent être apportées en au moins une occasion au débit maximal utilisé avec cet équipement ainsi conçu.

6.5 Unité d'aspiration

La pompe est utilisée pour acheminer l'échantillon à travers la chaîne de prélèvement. Il doit s'agir d'une pompe étanche à l'air pouvant maintenir le débit de prélèvement choisi tout au long de la période de prélèvement; elle doit être réglée à l'aide d'un régulateur de débit.

6.6 Thermomètre

Un thermomètre étanche à l'air doit être installé dans la ligne de prélèvement après l'unité de séchage et avant le compteur à gaz. Le thermomètre doit pouvoir mesurer la température absolue à $\pm 1\%$ de la température absolue.

6.7 Manomètre différentiel

Le manomètre différentiel doit être utilisé pour mesurer la différence de pression entre le gaz entrant dans le compteur volumétrique et la pression atmosphérique. Il doit pouvoir mesurer une différence de pression à $\pm 1\%$ de la pression différentielle.

2) Le tubage Viton[®] est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente Norme internationale et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

6.8 Compteur volumétrique

Le volume de l'échantillon de gaz doit être mesuré à l'aide d'un compteur à gaz étalonné. Le compteur à gaz doit pouvoir mesurer le volume de gaz prélevé à $\pm 2\%$ du volume réel.

6.9 Débitmètre de gaz prélevé

Un débitmètre doit être utilisé pour garantir que le débit du gaz prélevé est compris dans les limites spécifiées en 6.4, mais aussi pour effectuer les actions décrites en 7.5, 7.7 et 7.8. Cet instrument doit pouvoir mesurer le débit à $\pm 10\%$ du flux.

6.10 Baromètre

Un baromètre doit être utilisé pour mesurer la pression atmosphérique locale, en kilopascals (kPa), à $\pm 1\%$ de la pression absolue.

6.11 Plate-forme de travail

Une plate-forme de travail sécurisée doit être fournie sur le lieu de prélèvement de manière que les points de prélèvement puissent être atteints en toute sécurité.

7 Échantillonnage

7.1 Lieu et points de prélèvement

Le lieu de prélèvement doit disposer d'un ou de plusieurs orifices d'accès adaptés, au travers desquels la sonde de prélèvement peut être introduite pour pénétrer dans le conduit. L'orifice ou les orifices doivent pouvoir être scellés lorsqu'ils ne sont pas utilisés. Le prélèvement peut être réalisé isocinétiquement (en cas de présence de gouttelettes d'eau) ou non isocinétiquement en des points conformes aux exigences appropriées de l'ISO 9096. Un prélèvement multipoints à un débit constant doit être effectué conformément aux exigences appropriées de l'ISO 9096. L'échantillonnage sera normalement effectué sur au moins deux diamètres du conduit et plusieurs points de prélèvement sur chaque ligne.

Lorsque c'est impossible, en raison de contraintes dues à la conception du conduit ou pour des raisons de sécurité, le plan d'échantillonnage doit se situer sur une longueur droite du conduit, de préférence verticale, ayant une forme et une aire de section constantes. Il doit être situé aussi loin que possible en aval de tout obstacle susceptible de créer une zone de perturbation et de provoquer une modification de l'écoulement (perturbations causées, par exemple, par un coude, un ventilateur ou un registre).

L'emplacement auquel un échantillon de gaz représentatif doit être prélevé est une partie importante du mode opératoire d'échantillonnage. Un échantillonnage représentatif exige de prélever le gaz à partir d'un flux homogène dans le conduit. Pour y parvenir, la vitesse, la température et la concentration en oxygène doivent être d'abord déterminées en des points de prélèvement représentatifs du plan d'échantillonnage choisi. L'objectif de ce mode opératoire est de confirmer que le profil de vitesse est conforme à l'exigence de l'ISO 9096. La température et l'oxygène ne doivent pas varier le long du conduit de plus de 5 % de la valeur moyenne pour éviter une stratification susceptible d'avoir une incidence sur la concentration mesurée. Si aucune stratification n'est détectée, alors un point de prélèvement représentatif doit être choisi.

7.2 Durée de prélèvement minimale et volume minimal de l'échantillon

La période de prélèvement minimale et le nombre d'échantillons prélevés dépendront de la nature du processus qui est à l'origine des émissions. La durée de prélèvement doit être d'au moins 30 min. Si les émissions d'un processus cyclique doivent être mesurées, alors la période de prélèvement totale doit couvrir au moins un cycle de fonctionnement du processus.