
Méthodes d'échantillonnage et d'analyse des effluents du feu

Methods for sampling and analysis of fire effluents

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 19701:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce78070f-6d3c-450d-b2c1-12e624d91e4f/iso-19701-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce78070f-6d3c-450d-b2c1-12e624d91e4f/iso-19701-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 19701:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce78070f-6d3c-450d-b2c1-12e624d91e4f/iso-19701-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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 Méthodes d'échantillonnage	1
4.1 Considérations générales.....	1
4.2 Concentration et fraction volumique.....	2
4.3 Considérations spéciales.....	2
4.4 Échantillonnage en utilisant des solutions d'absorption de gaz.....	4
4.5 Échantillonnage utilisant des tubes de sorption solides.....	6
4.6 Prélèvement pour l'analyse spectrométrique ou spectrophotométrique.....	7
4.7 Échantillonnage à l'aide de sacs à gaz.....	7
5 Méthodes analytiques pour les gaz de combustion	8
5.1 Monoxyde de carbone par spectroscopie infrarouge non dispersive (IRND).....	8
5.2 Dioxyde de carbone par spectroscopie infrarouge non dispersive (IRND).....	10
5.3 Oxygène par paramagnétisme.....	12
5.4 Cyanure d'hydrogène.....	13
5.5 Chlorure d'hydrogène et bromure d'hydrogène.....	20
5.6 Fluorure d'hydrogène.....	27
5.7 Oxydes d'azote.....	32
5.8 Acroléine.....	38
5.9 Formaldéhyde.....	45
5.10 Acétaldéhyde.....	51
5.11 Aldéhydes totaux par colorimétrie.....	51
5.12 Dioxyde de soufre par chromatographie ionique à haute performance (CLI-HP).....	53
5.13 Disulfure de carbone par CPG/SM en phase gazeuse.....	55
5.14 Sulfure d'hydrogène.....	57
5.15 Ammoniac.....	60
5.16 Composés antimoniques par spectrophotométrie d'absorption atomique (AAS) ou spectrométrie d'émission plasma par couplage inductif (ICP).....	64
5.17 Composés de l'arsenic par spectrophotométrie d'absorption atomique (AAS) ou spectrométrie d'émission plasma par couplage inductif (ICP).....	66
5.18 Phosphore par spectrométrie d'émission plasma par couplage inductif (ICP).....	67
5.19 Phosphates.....	69
5.20 Phénol.....	73
5.21 Benzène.....	77
5.22 Toluène (Méthylbenzène).....	80
5.23 Styène (Phénylène).....	84
5.24 Acrylonitrile et autres nitriles par CPG/SM en phase gazeuse.....	88
5.25 Acide formique.....	90
5.26 Hydrocarbures totaux par FID.....	94
5.27 Isocyanates.....	94
5.28 Espèces organiques oxygénées.....	94
Annexe A (informative) Espèces et techniques de mesure actuellement considérées comme inadaptées aux effluents du feu	95
Annexe B (informative) Tubes colorimétriques pour la détection de produits chimiques	97
Annexe C (informative) Méthodes quantitatives instrumentales	98
Annexe D (informative) Fluorure d'hydrogène par électrode sélective d'ions continue en ligne	112
Bibliographie	115

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 19701 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*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 19701:2005).

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 19701:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce78070f-6d3c-450d-b2c1-12e624d91e4f/iso-19701-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce78070f-6d3c-450d-b2c1-12e624d91e4f/iso-19701-2013>

Introduction

L'analyse des gaz de combustion utilisée dans l'évaluation des risques toxiques et de menace sur la vie, ainsi que pour d'autres utilisations (par exemple l'impact sur l'environnement) est un grand défi pour l'analyste. Les atmosphères de combustion sont par nature des environnements hostiles. Des températures dépassant 1 000 °C sont courantes, la phase gazeuse peut contenir de nombreuses espèces corrosives, toxiques, irritantes ou combustibles, ainsi que des quantités relativement élevées d'eau condensable.

Ces propriétés sont largement incompatibles avec la plupart des méthodes analytiques instrumentales, où un échantillon propre est requis. Cela pose de nombreux problèmes pour la qualification et la quantification des espèces et particules chimiques en atmosphères de combustion. Pour qu'un échantillon présenté à l'instrument de mesure soit toléré, il peut être nécessaire de filtrer les particules et d'éliminer d'autres espèces. Les pertes dans le système d'échantillonnage doivent donc être quantifiables et prises en compte dans l'analyse finale.

Des techniques pour mesurer les espèces chimiques *in situ* existent également; cela fera l'objet d'un futur document.

Les méthodes décrites dans l'[Article 5](#) ont été employées avec succès par un certain nombre de laboratoires. Des études de répétabilité et de reproductibilité de plusieurs méthodes couvertes dans la présente Norme internationale ont été décrites dans la norme NF X 70-100-1[1] et la norme AFAP-3.[2]

Pour les méthodes qui impliquent l'utilisation d'un instrument commercial, l'incertitude sur les valeurs mesurées peut être estimée à partir des données du fabricant et de toute autre information, par exemple la répartition des pertes dans le procédé d'échantillonnage. Pour d'autres méthodes, l'incertitude sur les valeurs mesurées peut se produire à cause de diverses raisons, telles que la sensibilité à la force des réactifs ou la visibilité d'un point final en colorimétrie. Dans ces cas-là, il est supposé que des pratiques d'excellence sont appliquées par le personnel qualifié.

Les gaz qui présentent un danger pour l'environnement, tels que les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), les dioxines, les furanes et les perturbateurs du système endocrinien, seront traités dans un futur document.

La présente Norme internationale est structurée de la façon suivante:

- l'[Article 1](#) décrit le domaine d'application de la présente Norme internationale;
- l'[Article 4](#) décrit les méthodes d'échantillonnage;
- l'[Article 5](#) décrit les méthodes d'analyses des gaz dans l'atmosphère de combustion;
- l'[Annexe A](#) fournit des informations sur des techniques qui se sont révélées inadaptées aux effluents du feu;
- l'[Annexe B](#) décrit brièvement l'utilisation de tubes colorimétriques à aspiration de composés chimiques;
- l'[Annexe C](#) est un sommaire des principales méthodes instrumentales disponibles pour l'analyse de gaz d'incendie, étendant ainsi les informations fournies dans les différents articles, pour chaque espèce chimique;
- l'[Annexe D](#) présente une méthode de mesure continue de la concentration en fluorure d'hydrogène (HF) par électrode ionique sélective.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 19701:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce78070f-6d3c-450d-b2c1-12e624d91e4f/iso-19701-2013>

Méthodes d'échantillonnage et d'analyse des effluents du feu

PRÉCAUTIONS DE SÉCURITÉ — L'attention doit être attirée sur le fait que les gaz de combustion à analyser d'une part, et les nombreux réactifs utilisés pour leurs analyses d'autre part, peuvent être toxiques et présenter des risques sanitaires sérieux. Il est donc admis que les modes opératoires décrits dans ce document seront effectués par un personnel professionnel qualifié, ayant en conséquence une formation adéquate en risques d'hygiène et de sécurité, associés à de telles analyses, ainsi qu'en règles d'hygiène et de sécurité qui sont en vigueur. L'attention doit également être portée à l'élimination sans danger et écologiquement acceptable de tous les produits chimiques utilisés pour les analyses. Cela peut exiger un traitement poussé avant l'élimination des déchets dans l'environnement. On admet de nouveau dans ce document que le personnel responsable de l'élimination de tels réactifs en toute sécurité est adéquatement formé dans ces techniques et est au courant des règlements d'hygiène et de sécurité en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale présente un éventail de techniques d'échantillonnage et de méthodes chimiques analytiques appropriées à l'analyse des différentes espèces chimiques en atmosphères de combustion. Les modes opératoires concernent l'analyse d'échantillons extraits d'un appareil ou d'un écoulement d'effluent à partir d'un appareil d'essai au feu ou d'un modèle physique d'essai au feu, mais il ne rend pas compte de la nature spécifique de l'essai de combustion.

La présente Norme internationale ne couvre pas les aérosols (détaillés en Référence [3]) et la technique de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) (détaillée en Référence [4]).

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce78070f-6d3c-450d-b2c1-12e624d91e4f/iso-19701-2013>

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 13943, *Sécurité au feu — Vocabulaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 13943 s'appliquent.

4 Méthodes d'échantillonnage

4.1 Considérations générales

L'échantillonnage est peut-être la partie la plus critique des modes opératoires, pour l'analyse des gaz dans les effluents du feu. Alors que, dans d'autres domaines, l'échantillonnage et l'analyse sont couramment utilisés pour de nombreuses espèces, l'échantillonnage dans les atmosphères de combustion présente des problèmes peu communs et difficiles.

L'échantillon présenté à l'analyseur doit être aussi représentatif que possible de l'atmosphère d'essai, sans modification provoquée par le système d'échantillonnage. Il convient que le mode opératoire d'échantillonnage influence le moins possible l'atmosphère d'essai (par exemple par appauvrissement du volume d'essai). Il convient que le mode opératoire d'échantillonnage soit aussi peu compliqué

que possible, tout en incorporant tous les dispositifs nécessaires détaillés dans la présente Norme internationale. Le mode opératoire d'échantillonnage doit être capable de fonctionner avec un blocage minimal des lignes d'échantillonnage, avec fusion ou autre perturbation des sondes minimale, et sans permettre la condensation des espèces à analyser.

IMPORTANT — Il est important de comprendre que l'exactitude globale de l'analyse des espèces issues des effluents du feu dépend en grande partie des modes opératoires d'échantillonnage adoptés, en particulier la quantification des pertes dans les sondes, les lignes d'échantillonnage et les systèmes de filtrage.

4.2 Concentration et fraction volumique

La concentration des effluents du feu ou d'un gaz toxique est le quotient de sa masse par le volume qui la contient. Pour les effluents du feu, elle est exprimée en grammes par mètre cube ($\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$). Cependant, pour un gaz toxique, la concentration s'exprime généralement en fraction volumique à $T = 298 \text{ K}$ et $P = 1 \text{ atm}$, et est exprimée en microlitres par litre ($\mu\text{L}\cdot\text{L}^{-1}$) (équivalent à $\text{cm}^3/\text{m}^3 = 10^{-6}$).

NOTE 1 La concentration d'un gaz à la température T et à la pression P peut être calculée à partir de sa fraction volumique (si le gaz peut être assimilé à un gaz parfait) en multipliant la fraction volumique par la masse volumique du gaz dans les mêmes conditions de température et de pression.

NOTE 2 Les fractions volumiques des gaz toxiques utilisés doivent s'exprimer en « ppm par volume » mais « ppm » est un terme déconseillé et par conséquent « $\mu\text{L}\cdot\text{L}^{-1}$ » est actuellement utilisé.

4.3 Considérations spéciales

Il existe de nombreux facteurs influençant directement le type spécifique de modes opératoires d'échantillonnage choisi, afin de s'assurer qu'un échantillon adapté est fourni à l'analyseur. Par exemple, les critères de sélection doivent inclure la plage des concentrations prévues, les limites de détection, la réactivité des espèces présentant un intérêt, la présence d'interférences et les valeurs maximales et moyennes de concentration. L'échantillonnage de l'atmosphère, extrêmement complexe et produite lors de la combustion, exige une évaluation très complète de tous les facteurs potentiels qui affecteraient les conditions optimales de collecte et d'analyse de l'échantillon.

Le grand nombre des différents produits fréquemment rencontrés dans les effluents du feu exige souvent l'utilisation de plusieurs approches et de plusieurs méthodes d'échantillonnage, afin d'assurer une identification et une quantification précises des produits de combustion. Le mode opératoire d'échantillonnage choisi dépendra également des instruments et des méthodes analytiques disponibles pour les espèces spécifiques à mesurer.

L'échantillonnage peut comporter l'analyse continue en ligne (par exemple infrarouge non dispersif) ou non continue avec prélèvement en lots d'échantillons (par exemple échantillon dans un ballon sous vide ou flacon laveur). L'échantillonnage en lots peut être encore subdivisé en deux catégories:

- a) échantillonnage « instantané »;
- b) échantillonnage « moyen » (ou intégré).

Bien qu'il n'y ait aucune distinction nette entre les catégories a) et b), on admet généralement que les échantillonnages instantanés concernent les échantillons prélevés sur des périodes de temps courtes (c'est-à-dire $< 1 \text{ min}$ en général), tandis que les échantillonnages intégrés sont en général prélevés sur une période de temps plus longue (soit une partie significative de la période d'essai totale).

Dans certains cas, l'échantillonnage en ligne continu ou semi-continu ou l'échantillonnage instantané peuvent être très bien adaptés pour suivre les changements rapides de l'environnement de combustion et ils fourniront un suivi représentatif des concentrations. Cependant, il arrive souvent que les limites minimales de détection des espèces chimiques présentant un intérêt exigent de plus grands volumes d'échantillons que ceux obtenus en utilisant ces techniques. Si cette limitation analytique existe, l'échantillonnage doit être fait sur une période de temps plus longue. Bien que l'utilisation de plus longues périodes d'échantillonnage permette l'analyse à des concentrations inférieures, cette approche comporte

certaines limitations. Par exemple, ces types d'échantillonnage permettent uniquement la détermination de la concentration moyenne intégrée, obtenue au cours de la période d'échantillonnage, mais ils ne rendent pas compte des changements brusques de concentration des espèces présentant un intérêt. Cependant, des changements brusques de concentration peuvent également être indétectables avec les échantillons obtenus par prélèvement instantané, s'ils ne sont pas prélevés suffisamment fréquemment.

Quand les modes opératoires d'échantillonnage en lots sont employés, il est important de spécifier la fréquence d'échantillonnage, l'heure d'échantillonnage de chaque échantillon et le temps total du prélèvement. Ces informations sont essentielles afin d'assurer une bonne évaluation des données en conjonction avec les autres propriétés du feu, qui peuvent être surveillées (par exemple le dégagement de chaleur, les températures, la perte de masse, l'évolution de la fumée, la propagation des flammes).

Les essais au feu peuvent être classés comme « petit » (taille à l'échelle du laboratoire ou de la paillasse), « intermédiaire » ou « grand » (en général, grandeur nature). Les gaz prélevés peuvent être soit chauds, soit proches de la température ambiante. Les gaz doivent généralement être extraits à partir de l'atmosphère d'essai au travers de tuyaux dédiés à cet effet, à l'aide d'une pompe à aspiration. Les tuyaux en acier inoxydable, aussi courts que possible, sont souvent utilisés. Dans le cas de production de gaz chauds, la ligne d'échantillonnage doit être chauffée à une température d'au moins 100 °C. Plusieurs méthodes analytiques exigent un échantillon séché et débarrassé de toutes les particules. La laine de verre peut être utilisée (dans la plupart des cas) comme filtre de particules, avec un autre piège constitué d'un agent déshydratant (par exemple le sulfate de calcium ou le chlorure de calcium), afin d'éliminer l'humidité. Il convient que les pièges soient situés juste avant l'analyseur et après toutes les sections de chauffage des tubes d'échantillonnage. Les pièges à refroidissement simples sont souvent insuffisants pour éliminer les quantités d'humidité présentes dans les effluents du feu; cependant, ils peuvent être utiles s'ils sont placés en conjonction avec d'autres filtres et d'autres pièges. La technique d'échantillonnage ainsi que le système analytique employés dicteront les exigences de débit et le besoin d'éliminer l'humidité. Il convient que des précautions soient prises pour minimiser le volume des systèmes de filtrage, afin de réduire le temps d'échantillonnage.

À l'exception du fluorure d'hydrogène (HF), les gaz acides doivent être prélevés en utilisant des tubes en verre, des tubes revêtus d'époxy ou des tubes en PTFE, afin de minimiser les pertes dues à la réactivité et à la condensation sur la surface des tubes. Pour le fluorure d'hydrogène, des tubes revêtus de PTFE doivent être utilisés (les tubes en verre et revêtus de verre ne conviennent pas). Pour ces espèces qui sont relativement réactives et qui sont sujettes aux pertes, les lignes d'échantillonnage doivent être aussi courtes que possible et doivent être chauffées à une température suffisante pour éviter toute condensation. Le chlorure d'hydrogène (HCl) et le bromure d'hydrogène (HBr) peuvent être adsorbés sur des particules de suie aussi bien que sur les lignes d'échantillonnage de gaz (incluant les tubes en PTFE).

Pour les matériaux organiques (par exemple l'acroléine), les tuyaux en acier inoxydable sans revêtement conviennent, mais les lignes d'échantillonnage doivent être chauffées afin d'éviter toute condensation. Les pièges à particules, bien qu'habituellement nécessaires, peuvent être évités dans certains cas et il convient de vérifier les exigences de l'instrument à cet égard.

La localisation et la taille des sondes d'échantillonnage sont régies par la taille de l'appareillage d'essai et les exigences du système analytique. Cependant, le positionnement des sondes d'échantillonnage pour les appareils spécifiques est au-delà du domaine d'application de la présente Norme internationale. En général, la possibilité de stratification des gaz dans les chambres, sans mélange effectif, doit être prise en compte et il convient d'éviter l'échantillonnage au voisinage des parois de la chambre d'essai.

L'étalonnage du système complet d'échantillonnage et d'analyse, plutôt que juste celui du système d'analyse, est recommandé, afin de s'assurer que toutes les pertes sur le parcours de l'échantillon sont prises en compte. Il convient que tous les étalonnages tiennent donc compte des facteurs tels que la fuite du gaz (dans et hors des lignes d'échantillonnage) et l'adsorption des gaz sur les sondes, les lignes d'échantillonnage, les filtres et les autres composants. Les gaz d'étalonnage sont souvent obtenus en bouteilles. Cependant, il est recommandé de vérifier la concentration indiquée par le fournisseur par une analyse indépendante. Cela est particulièrement vrai pour les gaz réactifs tels que HCl et HF, qui peuvent se décomposer sur des périodes de temps relativement courtes, même dans une bouteille fermée. Le gaz d'étalonnage doit être introduit au niveau de la sonde d'échantillonnage et doit parcourir le même trajet

que le gaz d'essai, à travers les filtres et les pièges, s'ils sont présents, jusqu'au système d'analyse ou au milieu d'échantillonnage.

4.4 Échantillonnage en utilisant des solutions d'absorption de gaz

Les absorptions de gaz en solution par l'utilisation de bouteilles de lavage de gaz, de tubes de barbotage, de flacons laveurs, etc., se basent toutes sur le même principe. L'atmosphère d'essai est aspirée ou poussée à travers le milieu absorbant à une vitesse mesurée pendant une période de temps spécifiée. À la fin de la période d'échantillonnage, la solution est analysée pour les espèces présentant un intérêt (par exemple l'ion chlorure pour l'absorption d'acide chlorhydrique gazeux dans l'eau). En admettant une efficacité de 100 % (voir la discussion ci-après), il est possible de calculer la concentration des espèces en phase gazeuse, comme étant celle mesurée en solution. Une équation typique de calcul des concentrations est donnée par l'Équation (1):

$$\dot{A}_G = \frac{\dot{A}_S \times V \times (m_G / m_S)}{q \times t} \tag{1}$$

où

- ρ_G est la concentration en gaz;
- ρ_S est la concentration de la solution;
- V est le volume de la solution, exprimé en litres;
- m_G/m_S est le rapport de la masse atomique ou de la masse moléculaire pour les espèces en phase gazeuse, G, et les espèces en phase liquide, S, si différentes, par exemple HCl/Cl);
- q est le débit du courant de gaz traversant le flacon laveur, exprimé en litres par minute;
- t est la durée du débit de gaz, exprimé en minutes;

La fraction volumique du gaz, X_G , peut être calculée en divisant la concentration par la masse volumique, d , du gaz dans les conditions ambiantes de température et de pression. Si le gaz peut être assimilé à un gaz parfait, la masse volumique peut être calculée, comme suit:

$$d = \frac{M_G}{H} \tag{2}$$

$$X_G = \dot{A}_G \frac{H}{M_G} \tag{3}$$

où

- M_G est la masse molaire des espèces en phase gazeuse, g;
- H est le volume de gaz occupé par 1 mole de gaz parfait dans les conditions ambiantes de température (T) et de pression (P) appropriées. [$H = 8,314 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1} \times 1 \text{ mol} \times T/P$].

EXEMPLE Si la concentration en ion chlorure (Cl⁻) de la solution mesurée était de 0,006 g × dm⁻³ dans une solution de 0,025 dm³, à une température thermodynamique de 293,15 K, sous une pression ambiante de 1 bar (10⁵ Pa = 10⁵ J × m⁻³) et à un débit gazeux de 0,25 dm³/min pendant 2 min; la concentration du gaz en chlorure d'hydrogène est donnée par:

$$\rho_G = [0,006 \text{ g.dm}^{-3} \times 0,025 \text{ dm}^3 \times (36,461 / 35,453)] / [0,25 \text{ dm}^3/\text{min} \times 2 \text{ min}]$$

$$\rho_G = [0,00015 \text{ g} \times 1,028] / 0,50 \text{ dm}^3$$

$$\rho_G = 0,0003084 \text{ g.dm}^{-3} = 308,4 \text{ mg.m}^{-3}$$

La fraction volumique du chlorure d'hydrogène est donnée par:

$$X_G = 308,4 \text{ mg.m}^{-3} \times (8,314 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1} \times 293,15 \text{ K} / 105 \text{ J.m}^{-3}) / 36,461 \text{ g.mol}^{-1}$$

$$X_G = 308,4 \text{ mg.m}^{-3} \times 0,02437 \text{ m}^3.\text{mol}^{-1} / 36,461 \text{ g.mol}^{-1}$$

$$X_G = 0,0002061 = 206,1 \text{ }\mu\text{L.L}$$

Le volume de la solution de l'absorbeur et le débit total du gaz affectent directement le rapport des concentrations en phase gazeuse et en phase liquide. Pour une concentration en gaz donnée, un plus petit volume de solution et/ou un plus grand volume de gaz prélevé produiront des concentrations en solution plus élevées. Le choix des conditions d'échantillonnage, incluant le volume et la vitesse d'échantillonnage autorisés, la concentration en gaz dans l'atmosphère d'essai prévue, la nécessité d'un échantillonnage fréquent, etc., sera dicté par les exigences de la technique analytique.

L'efficacité d'absorption d'un gaz dans le liquide est influencée par:

- a) la solubilité du gaz dans la solution;
- b) les caractéristiques physiques de l'absorbeur;
- c) le rapport du débit d'écoulement du gaz au volume de solution.

Généralement, l'efficacité d'absorption est estimée empiriquement en permettant l'écoulement d'un gaz présentant un intérêt, d'une concentration connue, à travers une série de flacons laveurs et en mesurant la « fuite » au premier flacon laveur (c'est-à-dire ce qui est obtenu dans les autres pièges). Un autre contrôle sur l'efficacité d'un système débit/flacon laveur donné est de mener une série d'expériences avec une concentration connue en gaz, en utilisant différents flacons laveurs et différents débits d'écoulement. Cependant, dans la pratique, le choix de l'appareil est limité, et les débits de gaz et les volumes de solution de piégeage seront basés sur l'Equation (1), en tenant compte des caractéristiques connues des méthodes d'analyse.

ISO 19701:2013

Il existe quatre types pour les solutions absorbeurs de gaz: les flacons laveurs simples (flacons laveurs miniatures y compris), les absorbeurs en spirale ou hélicoïdaux, les colonnes à garnissage de perles de verre et les tubes de flacons laveurs frittés. Les flacons de lavage, ou flacons laveurs, fonctionnent en faisant passer le gaz à travers un tube (possédant en général un étranglement), qui est immergé dans le liquide/la solution de piégeage. Ce type est le plus approprié pour les gaz fortement solubles, parce que le temps de contact entre la solution et le gaz est court et la taille des bulles est relativement grande. Pour les espèces moins solubles, les autres absorbeurs offrent un temps de contact plus long et/ou une plus petite taille de bulles (ce qui augmente la surface relative de contact). Les absorbeurs en spirale, ou hélicoïdaux, sont construits dans des formes spéciales afin de permettre un temps de contact plus long. Le débit d'écoulement dans ces flacons laveurs est limité en raison de la possibilité de débordement des solutions de piégeage à des débits élevés. Les colonnes à garnissage de perles de verre permettent une augmentation du contact gaz/solution en dispersant les bulles à travers un lit de perles de verre. Les débits peuvent être plus grands que pour les absorbeurs en spirale.

Les tubes de barbotage frittés contiennent un disque fritté ou sintérisé au niveau du tube d'entrée du gaz afin de disperser le gaz en fines bulles (la taille des bulles dépend de la porosité du fritté). Il est nécessaire d'observer des précautions en utilisant de tels flacons laveurs, de sorte que le phénomène d'écumage ne se produise pas et de sorte que la coalescence des bulles fines ne contrarie pas l'effet du fritté. D'autre part, il est également nécessaire de filtrer les atmosphères contenant des fumées (particules ou aérosols liquides) avant de les prélever au travers du flacon laveur fritté, afin d'empêcher le colmatage du fritté (ce qui peut se produire très facilement). Un tel colmatage peut également se produire avec l'accumulation de dépôts de type cireux. Certaines espèces de gaz (par exemple HCl) peuvent être absorbées sur un filtre, en particulier si des particules ont également été emprisonnées sur le filtre.

À noter que les gaz très solubles, tels que HCl et HF, peuvent entraîner un retour d'eau le long du tube d'échantillonnage. Pour ces gaz, il est souvent nécessaire d'inclure un flacon laveur vide qui agira comme un piège à liquide.

4.5 Échantillonnage utilisant des tubes de sorption solides

Les tubes de sorption solides constituent une méthode alternative aux absorbeurs de gaz par solution pour l'échantillonnage de certains gaz des effluents du feu. Après l'échantillonnage, les espèces présentant un intérêt sont désorbées dans l'eau et leur analyse peut alors être faite en utilisant une méthode similaire à celle utilisée pour les absorbeurs en solution aqueuse.

Les avantages des tubes de sorption solides comparés aux absorbeurs en solution sont

- a) la facilité de manipulation;
- b) la compacité;
- c) l'efficacité d'absorption élevée; et
- d) la capacité d'être situé directement au point d'échantillonnage.

Ce dernier avantage peut avoir des conséquences dramatiques dans la mesure du HF, du HCl et du HBr dans les effluents du feu, car ce sont des espèces qui sont facilement perdues sur les surfaces intérieures des lignes d'échantillonnage. Avec les tubes de sorption solides (excepté dans des conditions de chaleur extrême), il n'y a pas besoin de ligne d'échantillonnage en amont du tube de sorption lui-même. Tout le matériel associé (par exemple les vannes, les débitmètres et les pompes) peut être situé en aval des tubes, même à une grande distance du point d'échantillonnage. Cela assure que l'échantillon est aussi représentatif de l'atmosphère du feu que possible.

Une grande expérience a été acquise avec l'utilisation des tubes de sorption solides, par exemple dans les domaines du prélèvement atmosphérique et dans la surveillance de l'exposition du personnel sur son lieu de travail. Des tubes similaires ont été reconsidérés pour leur utilisation potentielle dans le prélèvement d'échantillons des effluents du feu. Deux études [5], [6] ont été effectuées utilisant des sorbants solides pour mesurer certains gaz dans des incendies de bâtiments réels. Ces tubes étaient placés dans des boîtes d'échantillonnage portatives, portées par des pompiers, qui combattaient réellement l'incendie. Des tubes de conception semblable, contenant du charbon actif, avaient été utilisés pour prélever des échantillons de HF [7] et de HCN. [8] Des tubes contenant des éclats d'hydroxyde de sodium pour l'absorption de gaz acides ont été également décrits. [9] Un mode opératoire pour les tubes d'échantillonnage en succession en un endroit précis (par exemple toutes les 3 min ou 5 min), sans enlever ou remplacer les tubes, a été décrit pour le prélèvement d'échantillons de gaz dans des incendies de taille réelle. [8]

Le calcul de la concentration originale en gaz (par exemple HCl), à partir des espèces représentatives récupérées dans la solution désorbante (par exemple Cl⁻), est le même que celui décrit pour les absorbants en solution, sauf que le volume de solution est le volume de liquide désorbant. Dans la pratique, une petite partie aliquote, au lieu de la solution entière, de la solution désorbante est souvent utilisée pour l'analyse, ce facteur doit donc être pris en compte.

Les mêmes considérations qui s'appliquaient aux absorbeurs en solution, en ce qui concerne l'absorption inefficace, la fuite et la relation entre volume prélevé et la concentration en gaz et en solution, s'appliquent également à l'utilisation des sorbants solides. Au lieu de la taille des bulles, c'est la taille des particules de l'absorbant qui est importante (les grandes particules offrent moins de superficie par unité de volume et plus d'occasions de canalisation, des particules de plus petite taille peuvent causer l'obturation du tube lors du prélèvement de gaz humides). Il convient que les tubes soient suffisamment petits (en général 100 mm de longueur et 6 mm de diamètre extérieur) de façon que deux tubes puissent être facilement placés en série, afin de permettre la possibilité d'évaluer la fuite au niveau du premier tube.

Les tubes de sorption solides sont sujets à l'obturation due à la collecte de suie. Cela peut être déterminé pendant l'échantillonnage par une diminution du débit d'échantillonnage. Il convient de maintenir le même débit au cours de la durée du prélèvement à l'aide d'un dispositif de débit constant; autrement, une erreur est introduite dans le calcul de la concentration en gaz. Un tampon en laine de verre, inséré de manière lâche à l'entrée du tube, réduit la tendance à l'obturation due à la suie.

La désorption thermique de l'échantillon adsorbé est également possible, cela se fait en chauffant le tube dans un jet de gaz inerte, chassant de ce fait l'échantillon, sans avoir besoin de l'étape en solution liquide.

4.6 Prélèvement pour l'analyse spectrométrique ou spectrophotométrique

L'utilisation d'analyse spectrométrique [spectrométrie de masse directe (SM)] et d'analyses spectrophotométriques [non dispersive à infrarouge (IRND) et infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)] est devenue relativement répandue ces dernières années. En particulier, les techniques de IRTF sont devenues prédominantes.[9],[10],[11] La mesure continue au moyen des techniques d'analyse IRND (par exemple pour le CO et le CO₂) est maintenant si courante que plusieurs entreprises fabriquent des instruments commerciaux conçus à cet effet.

Pour deux de ces méthodes (SM directe et IRTF), il est important que les effluents du feu soient dépourvus de toutes les particules avant qu'ils soient introduits dans l'analyseur. Le filtre utilisé, qui est souvent placé à la jonction de la ligne d'échantillonnage et de la chambre d'essai, doit être inerte, afin qu'il ne réagisse avec aucun des gaz considérés. Une unité de filtrage en acier inoxydable contenant un filtre en fibres de verre (par exemple le microfiltre multigrade Whatman GMF150¹), 1 µm, 47 mm de diamètre) a été jugée comme étant appropriée. La ligne d'échantillon et le filtre (et pour le IRTF également la cellule d'absorption) sont chauffés à une température supérieure à 120 °C (des températures comprises entre 120 °C et 150 °C ont été considérées comme étant appropriées), afin d'empêcher la formation d'eau liquide, d'empêcher la dissolution des gaz solubles dans l'eau (par exemple le HCN et les gaz acides) et la condensation d'autres gaz.

Quand un filtre est utilisé, il est nécessaire de vérifier à quel degré les espèces présentant un intérêt ont été retenues par le filtre. Si la rétention s'est produite, il est nécessaire d'effectuer des corrections sur les concentrations mesurées. La quantité de matériaux retenue dépend principalement du type et de la capacité du filtre utilisé, de la nature des espèces chimiques et du volume de gaz passé à travers le filtre.

4.7 Échantillonnage à l'aide de sacs à gaz

L'échantillonnage avec des sacs à gaz peut être employé pour la plupart des méthodes analytiques. L'atmosphère d'essai est pompée ou on la laisse s'écouler sous pression, dans un sac à gaz à un débit constant mesuré, pendant une période de temps mesurée, obtenant ainsi un volume connu d'échantillon dans le sac. Il est nécessaire de filtrer les effluents du feu avant de passer dans le sac; de simples filtres de laine de verre pour particules et des pièges à humidité en chlorure de calcium, disposés en ligne, se sont avérés efficaces. Cependant, un absorbant en chlorure de calcium enlèvera la vapeur d'eau et les gaz solubles dans l'eau. À la fin de la période d'échantillonnage, le sac peut être stocké avant d'être relié à l'analyseur, mais il est important de savoir qu'il convient de réduire le temps de stockage au minimum, de préférence moins de 1 h. Les gaz tels que le HF et le HCl peuvent se dissoudre dans l'eau condensée/emprisonnée et ce phénomène réduira donc la concentration présentée à l'analyseur.

Les sacs doivent être étanches et inertes aux gaz et ceux avec une doublure en fluorure de polyvinyle (PVF) sont recommandés.

Le [Tableau 1](#) récapitule les méthodes analytiques et les types d'échantillons exigés pour chaque méthode décrite dans la présente Norme internationale.

Tableau 1 — Type d'échantillonnage pour les méthodes analytiques décrites

Gaz	Méthode analytique	Type d'échantillon pour l'analyse
Oxyde de carbone (CO)	IRND	gaz
Dioxyde de carbone (CO ₂)	IRND	gaz
Oxygène (O ₂)	Paramagnétisme	gaz
Acide cyanhydrique (HCN)	Colorimétrie (chloramine T) Colorimétrie (acide picrique) CLI-HP	solution solution solution

1) Le filtre Whatman GMF150 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.

Tableau 1 (suite)

Gaz	Méthode analytique	Type d'échantillon pour l'analyse
Chlorure d'hydrogène (HCl) Bromure d'hydrogène (HBr)	ISE CLI-HP Titrimétrie	solution solution solution
Fluorure d'hydrogène (HF)	ISE CLI-HP ISE en ligne	solution solution solution
Oxyde d'azote (NO ₂)	Chimiluminescence	gaz
Dioxyde d'azote (NO ₂)	CLI-HP	solution
Monoxyde d'azote (NO)	Gfx-IR	gaz
acroléine (2-propénal)	Colorimétrie CLHP CPG/SM	solution solution gaz
Formaldéhyde (méthanal)	Colorimétrie CLHP	solution solution
Acétaldéhyde (éthanal)	CLHP CPG/SM	solution solution
Aldéhydes totaux	Colorimétrie	solution
Dioxyde de soufre (SO ₂)	CLI-HP	solution
Disulfure de carbone (CS ₂)	CPG/SM, CPG/FPD	gaz
Sulfure d'hydrogène (H ₂ S)	CLI-HP CPG/FPD	solution solution
Ammoniac (NH ₃)	Colorimétrie CLI-HP Titrage	solution solution solution
Composés antimoniés	AAS ou ICP	solution
Composés d'arsenic	AAS ou ICP	solution
Phosphore	ICP	solution
Phosphates	Colorimétrie CLI-HP	solution solution
Phénol	CLHP CPG/SM	solution gaz
Benzène	CLHP CPG/SM	solution gaz
Toluène (méthylbenzène)	CLHP CPG/SM	solution gaz
Styrène (phénylène)	CLHP CPG/SM	solution gaz
Acrylonitrile	CPG/SM	solution
Acide formique	CLI-HP CLHP	solution solution
Hydrocarbures (totaux)	FID	gaz

5 Méthodes analytiques pour les gaz de combustion

5.1 Monoxyde de carbone par spectroscopie infrarouge non dispersive (IRND)

5.1.1 Application et limitations

La méthode fournit des possibilités d'analyse continue/de surveillance pour le monoxyde de carbone. Les appareils d'analyse sont en général des instruments autonomes et ils contiennent des pompes

d'échantillonnage, un appareil de filtrage de l'échantillon, le matériel d'analyse et l'électronique. La mesure directe de la concentration en monoxyde de carbone est généralement fournie (sous forme numérique ou analogique) ainsi qu'une sortie pour connecter des appareils d'enregistrement. Des instruments fournissant des analyses pour le monoxyde de carbone et le dioxyde de carbone dans le même boîtier sont aussi disponibles.

5.1.2 Sensibilité et sélectivité

Les instruments disponibles peuvent mesurer l'oxyde de carbone sur une plage de concentration allant de valeurs inférieures à 1 µl/l à plus de 50 000 µl/l (5 %), avec une résolution commune de 0,1 % de la plage choisie. Les interférences avec les composés azotés, l'eau et le dioxyde de carbone ont été décrites.

5.1.3 Autres considérations

Les instruments à plages de concentration multiples sont disponibles pour couvrir toutes les concentrations généralement rencontrées dans les effluents du feu, ces concentrations seront normalement supérieures à la plage de concentration allant de 500 µl/l à 50 000 µl/l. La méthode est non destructive et l'échantillon peut être réutilisé pour l'analyse d'autres composés, tout en tenant compte que certains composants de l'échantillon, par exemple les particules, les gaz acides et l'eau, peuvent être perdus lors du filtrage et du prélèvement de l'échantillon.

5.1.4 Principes d'analyse

Les instruments IRND fonctionnent en faisant passer un faisceau de rayonnement infrarouge (IR), d'une longueur d'onde fixée, à travers l'échantillon. La longueur d'onde IR utilisée est située dans la région d'absorption spectroscopique principale du monoxyde de carbone (et qui ne sera pas absorbée de manière significative par d'autres espèces). L'absorption du rayonnement est une mesure de la concentration en monoxyde de carbone dans la cellule de l'échantillon de gaz interne. Certaines améliorations peuvent inclure un système à « double faisceau » qui peut compenser les effets causés par des espèces interférentes et d'autres effets.

5.1.5 Mode opératoire

Voir l'[Article 4](#) pour les principes d'échantillonnage et C.2 pour les principes généraux de la méthode. Cependant, pour l'analyse du monoxyde de carbone par IRND, les informations spécifiques données de [5.1.6](#) à [5.1.10](#) sont appropriées.

Normalement, il suffit d'alimenter les instruments et de relier la ligne d'échantillonnage. Il est habituellement commode de définir une plage de concentration pour laquelle l'analyse sera effectuée, et donc il est souhaitable que le système d'enregistrement utilisé (par exemple un enregistreur de données) ait une résolution suffisante pour la plage choisie.

5.1.6 Prélèvement

Il est essentiel que le courant de gaz échantillonné entrant dans l'instrument soit traité afin d'éliminer toutes les particules en suspension et toutes les vapeurs condensables dans les conditions ambiantes. De simples filtres, en ligne, en laine de verre et en chlorure de calcium, se sont avérés efficaces. Des débits d'écoulement de l'échantillon d'un ordre de grandeur de quelques litres par minute sont communs, et lorsque le point d'échantillonnage est situé à quelques mètres de l'instrument d'analyse, une ligne d'échantillonnage séparément pompée et chauffée, ayant un débit plus élevé, peut être utilisée, avec l'accès d'échantillonnage de l'instrument qui y est raccordé.

5.1.7 Analyse

Il n'y a pas d'exigence à appliquer des modes opératoires analytiques supplémentaires.