
**Émissions de sources fixes —
Détermination des composés organiques
volatils totaux (COVT) dans les effluents
gazeux des processus sans combustion —
Analyseur à infrarouge non dispersif
équipé d'un convertisseur catalytique**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Stationary source emissions — Determination of total volatile organic
compounds (TVOCs) in waste gases from non-combustion processes —
Non-dispersive infrared analyser equipped with catalytic converter*

ISO 13199:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c9009a-30e9-43d0-9972-64f30e5dbf11/iso-13199-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 13199:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c900f9a-30e9-43d0-9972-64f30e5dbf11/iso-13199-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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	4
5 Principe	4
5.1 Méthode de mesure	4
5.2 Équipement des analyseurs	6
5.3 Respect des critères de performance	6
6 Critères de performance et détermination des caractéristiques de performance	6
6.1 Critères de performance	6
6.2 Détermination des caractéristiques de performance et de l'incertitude de mesure	8
7 Mode opératoire de mesurage	8
7.1 Généralités	8
7.2 Choix du système de mesurage	8
7.3 Échantillonnage	9
7.4 Enregistrement des données	9
7.5 Calculs	9
8 Procédures d'assurance qualité et de contrôle qualité	10
8.1 Généralités	10
8.2 Fréquence des contrôles	10
8.3 AMS pour les mesurages ponctuels	11
8.4 AMS installés en permanence	12
9 Rapport d'essai	14
Annexe A (informative) Schémas d'analyseurs NDIR	15
Annexe B (normative) Gaz opérationnels	18
Annexe C (normative) Modes opératoires pour la détermination des caractéristiques de performance pendant les essais généraux de performance	20
Annexe D (informative) Exemple d'évaluation de la conformité de la méthode NDIR	24
Annexe E (informative) Résultats des essais interlaboratoires	28
Bibliographie	32

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 13199 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 13199:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c900f9a-30e9-43d0-9972-64f30e5dbf11/iso-13199-2012>

Introduction

Les composés organiques volatils (COV) jouent un rôle significatif dans la chimie de l'atmosphère, notamment dans la formation d'oxydants photochimiques et/ou d'ozone (O₃) et de matières particulaires en suspension (MPS), qui sont connus pour avoir un impact négatif sur la santé humaine et les systèmes biologiques. Dans de nombreuses régions du monde, les concentrations atmosphériques sont proches ou supérieures au niveau indiqué dans les lignes directrices de l'OMS ou dans les normes environnementales de chaque pays. Il est donc vivement recommandé que de nombreux pays réduisent l'émission des COV de diverses origines anthropogènes.

Afin de contrôler les émissions de COV résultant d'émissions de sources fixes, il est essentiel que les entreprises évaluent la quantité de COV émis par leurs installations dans lesquelles les solvants organiques ainsi que d'autres produits chimiques sont utilisés pour les processus industriels tels que la peinture, l'impression, le nettoyage, le dégraissage, etc.

Une technique de mesurage continu, précis, simple d'utilisation et d'entretien de la concentration en COV totaux (COVT) dans les effluents gazeux émis à l'atmosphère par les conduits est très utile aussi bien pour les gouvernements que pour les entreprises pour contrôler et réduire les émissions de COV. Cette méthode de mesure basée sur un analyseur NDIR équipé d'un convertisseur catalytique pour l'oxydation des COVT en CO₂ présente certains avantages par rapport aux méthodes de mesure utilisant un détecteur à ionisation de flamme (FID) ou un détecteur à ionisation de flamme avec chromatographie en phase gazeuse (CPG-FID), en particulier:

- a) un fonctionnement sous haute sécurité est possible, car cette méthode n'utilise ni flamme ni hydrogène;
- b) les facteurs de réponse de chaque COV ne sont pas différents les uns des autres;
- c) aucune interférence due à l'oxygène n'est observée.

Il est cependant à noter que cette méthode n'est pas applicable aux effluents gazeux résultant de processus de combustion.

[ISO 13199:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c900f9a-30e9-43d0-9972-64f30e5dbf11/iso-13199-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c900f9a-30e9-43d0-9972-64f30e5dbf11/iso-13199-2012>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13199:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c900f9a-30e9-43d0-9972-64f30e5dbf11/iso-13199-2012>

Émissions de sources fixes — Détermination des composés organiques volatils totaux (COVT) dans les effluents gazeux des processus sans combustion — Analyseur à infrarouge non dispersif équipé d'un convertisseur catalytique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie le principe, les critères de performance essentiels et les procédures d'assurance qualité/contrôle qualité (AQ/CQ) d'une méthode automatique pour mesurer la teneur en composés organiques volatils totaux (COVT) dans les effluents gazeux de sources fixes, en utilisant un analyseur par rayonnement infrarouge non dispersif (NDIR) équipé d'un convertisseur catalytique qui oxyde les COV en dioxyde de carbone.

Cette méthode est appropriée au mesurage des émissions de COVT résultant de processus autres que les processus de combustion. Cette méthode permet une surveillance en continu par des systèmes de mesurage installés en permanence ainsi que des mesurages ponctuels des émissions de COVT.

Cette méthode a été testée sur site pour des processus de peinture et d'impression dans lesquels les concentrations en COVT dans les effluents gazeux pouvaient atteindre environ 70 mg/m³ à 600 mg/m³.

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

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 9169:2006, *Qualité de l'air — Définition et détermination de caractéristiques de performance d'un système automatique de mesure*

ISO 14956, *Qualité de l'air — Évaluation de l'aptitude à l'emploi d'une procédure de mesurage par comparaison avec une incertitude de mesure requise*

ISO 20988, *Qualité de l'air — Lignes directrices pour estimer l'incertitude de mesure*

3 Termes et définitions

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

3.1

système automatique de mesurage

AMS

système de mesurage interagissant avec les effluents gazeux examinés et renvoyant un signal de sortie proportionnel à l'unité physique du mesurande pendant un fonctionnement sans intervention

NOTE 1 Adapté de l'ISO 9169:2006, 2.1.2.

NOTE 2 Au sens du présent document, un AMS est un système pouvant être fixé sur un conduit pour mesurer et enregistrer en continu ou de manière ponctuelle les concentrations massiques en COVT passant dans le conduit.

3.2

analyseur

élément d'un AMS extractif ou *in situ* effectuant les analyses

[ISO 12039:2001^[3], 3.3]

3.3
étalonnage d'un système automatique de mesurage
procédure consistant à établir la relation statistique entre les valeurs du mesurande indiquées par le système automatique de mesurage et les valeurs correspondantes obtenues selon une méthode de mesure indépendante mise en œuvre simultanément au même point de mesurage

3.4
interférence
effet positif ou négatif sur la réponse du système de mesurage du fait d'un composant de l'échantillon qui n'est pas le mesurande

3.5
interférent
substance interférente
substance présente dans la masse d'air examinée, différente du mesurande, qui a un effet sur la réponse
[ISO 9169:2006, 2.1.12]

3.6
défaut d'ajustement
écart de linéarité
écart systématique, dans l'étendue de l'application, entre la valeur acceptée d'un matériau de référence appliqué au système de mesurage et le résultat du mesurage correspondant produit par le système de mesurage

NOTE Adapté de l'ISO 9169:2006, 2.2.9.

3.7
concentration massique
concentration d'une substance dans un effluent gazeux, exprimée en masse par volume

NOTE 1 Adapté de l'ISO 12039:2001^[3], 3.10.

NOTE 2 La concentration massique est souvent exprimée en milligrammes par mètre cube (mg/m³).

3.8
mesurande
grandeur particulière soumise à mesurage

[Guide ISO/CEI 98-3:2008^[4], B.2.9]

EXEMPLE La concentration massique (mg/m³) des COVT dans les effluents gazeux.

3.9
caractéristique de performance
une des grandeurs attribuées à l'équipement afin de définir ses performances

NOTE Les valeurs, tolérances ou plages peuvent décrire les caractéristiques de performance.

3.10
période de fonctionnement sans intervention
intervalle de temps maximal pendant lequel les caractéristiques de performance restent dans les limites d'une plage prédéfinie sans entretien extérieur, par exemple remplissage, ajustage

[ISO 9169:2006, 2.2.11]

NOTE La période de fonctionnement sans intervention est souvent appelée intervalle de maintenance.

3.11
temps de séjour
durée du transfert du gaz échantillonné de l'entrée de la sonde à l'entrée de la cellule de mesurage

3.12**temps de réponse**

intervalle entre l'instant où un signal d'entrée est soumis à un changement brusque spécifié et le moment où le signal de sortie atteint dans des limites spécifiées sa valeur finale en régime établi et s'y maintient, déterminé comme la somme du temps mort et du temps de montée en mode montée, et la somme du temps mort et du temps de descente en mode descente

[ISO 9169:2006, 2.2.4]

3.13**gaz de réglage du gain**

gaz ou mélange gazeux utilisé pour régler et vérifier un point spécifique sur une courbe d'étalonnage

NOTE Adapté de l'ISO 12039:2001^[3], 3.4.1.

EXEMPLE Un mélange de propane et d'air est normalement utilisé.

3.14**point d'échelle**

valeur de la grandeur de sortie (signal mesuré) du système automatique de mesurage pour les besoins de l'étalonnage, de l'ajustage, etc., représentant une valeur mesurée correcte générée par le matériau de référence

3.15**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]

NOTE L'incertitude-type d'un résultat de mesurage est une estimation de l'écart-type de l'ensemble de tous les résultats de mesurage possibles qui peuvent être obtenus à l'aide de la même méthode de mesure que celle utilisée pour le mesurande présentant une valeur unique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c9009a-30e9-43d0-9972-30e5dbf1/iso-13199-2012>

3.16

composés organiques volatils totaux <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7c9009a-30e9-43d0-9972-30e5dbf1/iso-13199-2012>

COVT

par convention, composés organiques totaux présents ayant une pression partielle inférieure à leur tension de vapeur saturée à pression et à température atmosphériques ambiantes

NOTE Les valeurs mesurées de COVT (concentration massique ou concentration volumique) se réfèrent en général au carbone.

3.17**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]

3.18**gaz de zéro**

gaz ou mélange gazeux utilisé pour établir le point zéro sur une courbe d'étalonnage dans une plage de concentrations donnée

[ISO 12039:2001^[3], 3.4.2]

3.19**point zéro**

valeur spécifiée de la grandeur de sortie (signal mesuré) du système automatique de mesurage et représentant le passage par zéro de la ligne d'étalonnage, en l'absence du composant mesuré

4 Symboles et termes abrégés

γ	concentration massique en COVT
$\bar{\gamma}$	concentration massique moyenne mesurée en COVT
φ	fraction volumique de COVT (= 10^{-6})
e_i	résidu (défaut d'ajustement) au niveau i
k	facteur d'élargissement
M_C	masse molaire du carbone (= 12 g/mol)
n	nombre de mesurages
s_j	écart-type au niveau j
$s_{r,j}$	écart-type de répétabilité
$s_{R,j}$	écart-type de reproductibilité
u	incertitude-type de la concentration massique en COVT
$u(\phi_{\text{COVT}})$	incertitude composée de la concentration massique en COVT
$U(\phi_{\text{COVT}})$	incertitude élargie de la concentration massique
V_M	volume molaire (22,4 l/mol)
$C_{V,r}$	coefficient de variation de la répétabilité
$C_{V,R}$	coefficient de variation de la reproductibilité
$C_{V,u}$	coefficient de variation de l'incertitude-type
\bar{x}	moyenne des valeurs mesurées x_i
x_i	$i^{\text{ème}}$ valeur mesurée
\bar{x}_i	moyenne des valeurs mesurées au niveau i
\hat{x}_i	valeur estimée par la droite de régression au niveau i
AMS	système automatique de mesurage
NDIR	analyseur par rayonnement infrarouge non dispersif
AQ	assurance qualité
CQ	contrôle qualité

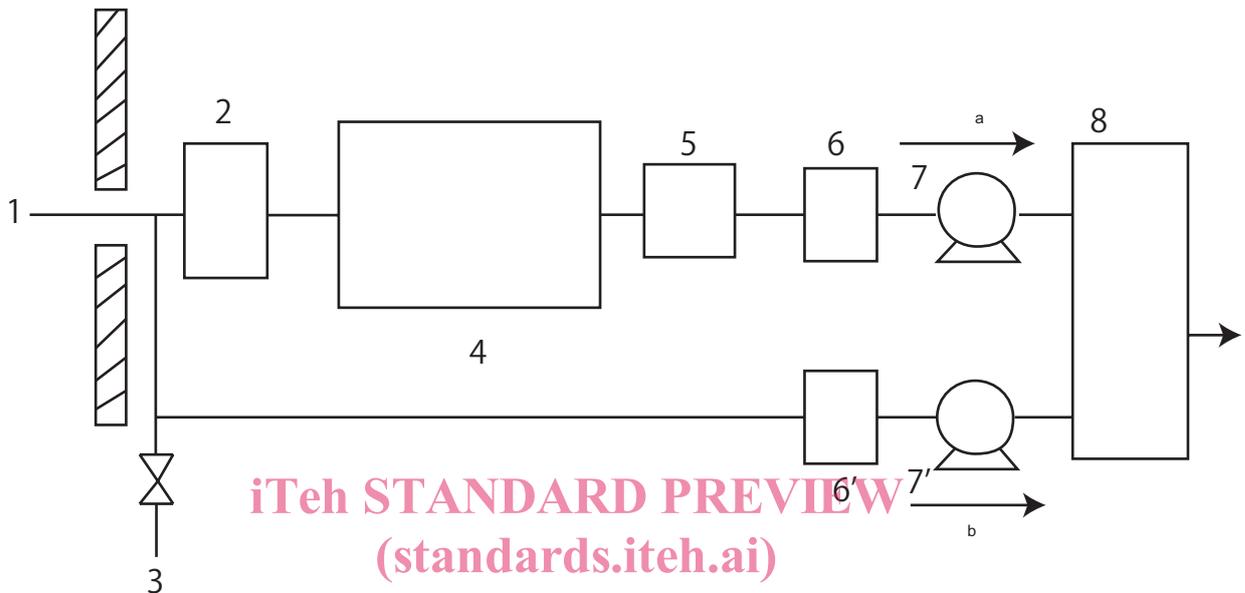
5 Principe

5.1 Méthode de mesure

Le système de mesurage comprend un système de conditionnement de l'échantillon et l'analyseur NDIR pour mesurer le CO₂ équipé du convertisseur permettant d'oxyder les COVT en CO₂ comme indiqué à la Figure 1. Une partie du gaz prélevé (gaz A) passe dans le convertisseur (et dans le système d'élimination de l'humidité) et pénètre dans l'analyseur NDIR, tandis qu'une autre partie du gaz prélevé (gaz B) passe dans le système

d'élimination de l'humidité et pénètre dans l'analyseur NDIR. La différence de concentration en CO_2 entre le gaz A et le gaz B est égale à la concentration en CO_2 provenant des COVT.

Le convertisseur se compose d'un catalyseur d'oxydation tel que le métal platine qui est chauffé à environ $450\text{ }^\circ\text{C}$ pour oxyder complètement les COVT en CO_2 . Pour éviter tout endommagement éventuel de l'analyseur NDIR en présence de composés halogénés tels que le chlore et/ou des chlorures produits lorsque les composés organiques halogénés sont oxydés, un épurateur de composés halogénés contenant certains adsorbants est placé en aval du convertisseur. La Figure 1 montre un exemple du système de mesurage comprenant un analyseur NDIR ainsi qu'un convertisseur.



Légende

- | | | | |
|---|--|-------|-------------------------------------|
| 1 | sonde de prélèvement, chauffée (si nécessaire) | 5 | épurateur de composés halogénés |
| 2 | filtre à particules (chauffé, si nécessaire) | 6, 6' | système d'élimination de l'humidité |
| 3 | entrée du gaz de zéro et du gaz de réglage du gain | 7, 7' | pompe |
| 4 | convertisseur | 8 | analyseur NDIR |
| a | Gaz A. | b | Gaz B. |

Figure 1 — Schéma du système de mesure (exemple)

L'échantillonnage consiste en une extraction d'une petite portion de gaz dans une grande quantité d'effluent gazeux, et qui soit vraiment représentative de la composition du flux gazeux.

Une partie du flux d'effluent gazeux est introduite directement dans l'analyseur NDIR équipé du convertisseur catalytique par la sonde de prélèvement, le filtre à particules et la ligne de prélèvement. Il convient que le dispositif de prélèvement comprenant le filtre servant à éliminer les particules fines susceptibles d'obstruer l'analyseur NDIR soit chauffé pour éviter la condensation de l'échantillon, si nécessaire.

Le dispositif de prélèvement doit:

- être réalisé dans un matériau chimiquement et physiquement inerte aux constituants de l'effluent gazeux à analyser;
- NOTE L'acier inoxydable, le polytétrafluoroéthylène ou le fluorure de polypropylène sont des matériaux éprouvés.
- être conçu pour garantir un temps de séjour de l'échantillon inférieur à 60 s; il est recommandé d'utiliser une pompe externe avec dérivation dans le cas de lignes de prélèvement longues ou à forte perte de charge;
 - comporter un dispositif de filtration en amont de la ligne de prélèvement afin de retenir toutes les particules susceptibles d'affecter le bon fonctionnement de l'appareil;

- d) être doté d'une entrée permettant l'injection des gaz de zéro et de réglage du gain au niveau de la buse d'entrée de la sonde de prélèvement ou à proximité, en amont du filtre.

5.2 Équipement des analyseurs

Les analyseurs de gaz utilisent, comme principe de mesurage, l'absorption du rayonnement infrarouge (IR) par le composant mesuré dans les plages de longueurs d'onde caractéristiques. Les analyseurs fonctionnent selon la méthode à infrarouge non dispersif (NDIR), la sélectivité de mesurage étant obtenue à l'aide du détecteur de rayonnement qui se remplit du composant à mesurer. Les Figures A.1, A.2 et A.3 sont des schémas d'un analyseur NDIR type permettant de mesurer la concentration massique en COVT.

5.3 Respect des critères de performance

5.3.1 Généralités. Le système automatique de mesurage (AMS) basé sur la méthode NDIR doit répondre aux critères de performance spécifiés dans le Tableau 1. Les caractéristiques de performance associées sont déterminées comme spécifié de 5.3.2 à 5.3.4.

5.3.2 Essais généraux de performance. Dans le cadre des essais généraux de performance, le fabricant du système de mesurage doit montrer que le modèle d'analyseur répond aux critères de performance pertinents donnés dans le Tableau 1. Le mode opératoire mis en œuvre pour ces essais généraux de performance doit être conforme aux normes en vigueur.

5.3.3 Opérations d'assurance qualité (AQ) et contrôle qualité (CQ) en routine en laboratoire. Au cours d'essais réguliers en laboratoire effectués dans le cadre du programme de contrôle qualité continu, l'utilisateur de l'AMS doit montrer que les critères de performance pertinents indiqués dans le Tableau 1 sont respectés pour l'AMS concerné.

5.3.4 Opérations d'assurance qualité pendant le fonctionnement sur site. Au cours du fonctionnement sur site, l'utilisateur de l'AMS doit contrôler que les critères de performance pertinents énumérés dans le Tableau 1 sont respectés.

6 Critères de performance et détermination des caractéristiques de performance

6.1 Critères de performance

Le Tableau 1 donne une vue d'ensemble des caractéristiques et des critères de performance pertinents de l'analyseur et du système de mesurage à évaluer à trois niveaux, au cours d'un essai général de performance, lors des opérations d'AQ/CQ en routine en laboratoire et pendant le fonctionnement sur site. Les valeurs incluses dans le calcul de l'incertitude élargie sont indiquées dans la dernière colonne.

Tableau 1 — Critères de performance pertinents de l'analyseur et du système de mesurage à évaluer au cours de l'essai général de performance lors des opérations d'AQ/CQ en routine (en laboratoire) et pendant le fonctionnement sur site

Caractéristique de performance	Critère de performance	Essais généraux de performance	AQ/CQ (laboratoire)	Fonctionnement sur site	Paramètre pris en compte pour évaluer l'incertitude
Temps de réponse	≤120 s	✓	✓	✓	—
Écart-type de répétabilité du point zéro en laboratoire	≤1 % de la limite supérieure de l'étendue de mesure minimale utilisée	✓	✓ ^a	—	✓
Écart-type de répétabilité du point d'échelle en laboratoire	≤2 % de la limite supérieure de l'étendue de mesure minimale utilisée	✓	✓ ^a	—	✓
Défaut d'ajustement	≤2 % de la limite supérieure de l'étendue de mesure minimale utilisée	✓	✓	—	✓
Dérive du zéro sur 24 h	≤2 % de la limite supérieure de l'étendue de mesure minimale utilisée	✓	—	✓	✓
Dérive du gain en 24 h	≤2 % de la limite supérieure de l'étendue de mesure minimale utilisée	✓	—	✓	✓
Influence de la pression atmosphérique, pour une variation de 2 kPa ^b	≤2 % de la limite supérieure de l'étendue de mesure minimale utilisée	✓	—	—	✓
Influence de la température ambiante, pour une variation de 10 K	≤2 % de la limite supérieure de l'étendue de mesure minimale utilisée	✓	—	—	✓
Influence de la tension électrique pour une variation pour 10 V	≤2 % de la limite supérieure de l'étendue pour 10 V	✓	—	—	✓
Influence du CO ₂ et d'autres interférents ^c	≤4 % de la limite supérieure de l'étendue utilisée	✓	✓	—	✓
Rendement du convertisseur, soumis à essai avec du CH ₄	≥95 %	✓	✓	—	✓
Pertes et fuites dans la ligne de prélèvement et le système de conditionnement	≤2 % de la valeur mesurée	—	—	✓	—
Il convient que la limite supérieure de l'étendue de mesure minimale utilisée soit adaptée à l'application, de sorte que les valeurs mesurées soient comprises entre 20 % et 80 % de l'étendue de mesure de l'analyseur.					
^a Du gaz de zéro et du gaz de réglage du gain contenant 1 000 mg/m ³ de CO ₂ doit être utilisé pour les opérations d'AQ/CQ en routine en laboratoire.					
^b La pression soumise à essai est définie dans les recommandations du fabricant.					
^c Voir C.5.					