
**Émissions de sources fixes —
Échantillonnage et détermination
de la teneur en mercure dans les gaz
de combustion en utilisant un piège
d'amalgamation avec de l'or**

*Stationary source emissions — Sampling and determination of
mercury compounds in flue gas using gold amalgamation trap*
(standards.iteh.ai)

[ISO 21741:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bc510-bf04-4352-ad92-e0bb193c7798/iso-21741-2020)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bc510-bf04-4352-ad92-
e0bb193c7798/iso-21741-2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bc510-bf04-4352-ad92-e0bb193c7798/iso-21741-2020)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 21741:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bc510-bf04-4352-ad92-e0bb193c7798/iso-21741-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

E-mail: copyright@iso.org

Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
Introduction.....	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Symboles et termes abrégés	2
4.1 Symboles.....	2
4.2 Abréviations.....	4
5 Principe	4
6 Réactifs	5
6.1 Généralités.....	5
6.2 Eau.....	5
6.3 Acide nitrique.....	5
6.4 Acide sulfurique.....	5
6.5 Solution de chlorure stanneux.....	5
6.6 Solution tampon phosphatée.....	5
6.7 Acide fluorhydrique.....	6
6.8 Acide chlorhydrique.....	6
6.9 Solution mère de mercure.....	6
6.10 Solution de rinçage.....	6
6.11 Agent de déshydratation du gaz prélevé.....	6
6.12 Agent de piégeage du mercure.....	6
7 Appareillage	6
7.1 Généralités.....	6
7.1.1 Système de prélèvement sans ligne secondaire.....	7
7.1.2 Système de prélèvement avec ligne secondaire.....	8
7.2 Buse.....	9
7.3 Filtre et porte-filtre.....	10
7.4 Ligne de transfert.....	10
7.5 Unité de prétraitement.....	10
7.6 Piège d'amalgamation avec de l'or.....	11
7.7 Unité de séchage.....	11
7.8 Pompe de prélèvement.....	12
7.9 Thermomètre.....	12
7.10 Manomètre.....	12
7.11 Compteur à gaz.....	12
7.12 Débitmètre.....	12
7.13 Baromètre.....	12
8 Prélèvement	12
8.1 Généralités.....	12
8.2 Position et point de prélèvement.....	12
8.3 Durée de prélèvement et volume prélevé.....	13
8.4 Autres mesurages à effectuer avant le prélèvement.....	13
8.4.1 Débit-volume du gaz au niveau de la section de mesurage du conduit.....	13
8.4.2 Teneur en vapeur d'eau du gaz.....	13
8.4.3 Teneur en oxygène du gaz.....	13
8.5 Assemblage de l'appareillage de prélèvement.....	13
8.6 Prélèvement.....	14
8.7 Contrôle d'étanchéité.....	14
8.8 Assurance de la qualité.....	14
8.9 Récupération de l'échantillon.....	15

8.10	Blanc de réactif.....	15
8.11	Blanc de site.....	16
9	Préparation de l'échantillon.....	16
9.1	Généralités.....	16
9.2	Préparation de l'échantillon en vue de l'analyse du mercure particulaire.....	16
10	Mode opératoire d'analyse.....	16
10.1	Mode opératoire d'analyse applicable au mercure collecté avec le piège d'amalgamation avec de l'or.....	16
10.2	Mode opératoire d'analyse pour le mercure présent dans la solution de rinçage et la solution digérée.....	18
11	Expression des résultats.....	18
11.1	Calcul du volume d'effluent gazeux sec prélevé dans les conditions de prélèvement.....	18
11.2	Calcul du volume de l'échantillon sec d'effluent gazeux normalisé en fonction d'une température normale et d'une pression normale.....	19
11.3	Concentration massique de mercure gazeux dans l'effluent gazeux exprimé en mercure élémentaire sur une base sèche et dans les conditions NTP.....	19
11.4	Concentration massique de mercure dans l'effluent gazeux exprimé en mercure élémentaire, sur une base sèche, dans les conditions NTP et avec une teneur en oxygène de référence.....	21
11.5	Flux massique du mercure exprimé en mercure élémentaire.....	21
11.6	Concentration massique de mercure de l'effluent gazeux exprimé en mercure élémentaire sur une base humide dans les conditions NTP.....	22
11.7	Concentration massique de mercure de l'effluent gazeux exprimé en mercure élémentaire de, sur une base humide dans les conditions NTP et avec une teneur en oxygène de référence.....	22
12	Caractéristiques de performances.....	22
12.1	Limites de détection.....	22
12.2	Évaluation de l'incertitude de mesure.....	22
13	Rapport d'essai.....	23
Annexe A (informative) Préparation du mercure gazeux de référence.....		25
Annexe B (informative) Résultats de l'évaluation de l'incertitude de mesure.....		28
Annexe C (informative) Comparaison des résultats analytiques obtenus en utilisant une unité de réduction catalytique chauffée et une unité de solution de chlorure stanneux.....		30
Annexe D (informative) Comparaison des résultats analytiques obtenus en utilisant la présente méthode et l'EN 13211.....		32
Bibliographie.....		37

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée 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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

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

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

Les sources fixes telles que les installations de combustion à charbon, les fours de cimenterie, les activités de fonderie de métaux non ferreux, les installations de calcination et les installations d'incinération de déchets émettent du mercure. Il est donc de plus en plus important de contrôler les émissions massiques de mercure des sources fixes afin de prévenir la pollution environnementale et les effets néfastes du mercure sur la santé.

Le présent document décrit une méthode de prélèvement et de détermination des concentrations en mercure des effluents gazeux dans les conduits ou émis en cheminées d'usine. Le mercure existe généralement sous forme élémentaire (Hg^0) et oxydée (Hg^{2+}), à la fois en phase vapeur et en phase solide, dans les effluents gazeux. Cette méthode permet de déterminer les concentrations totales en mercure en phase vapeur et les concentrations totales en mercure en phase solide dans les effluents gazeux.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 21741:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/658bc510-bf04-4352-ad92-e0bb193c7798/iso-21741-2020>

Émissions de sources fixes — Échantillonnage et détermination de la teneur en mercure dans les gaz de combustion en utilisant un piège d'amalgamation avec de l'or

1 Domaine d'application

Le présent document décrit une méthode de prélèvement et de mesurage du mercure en phase vapeur et en phase solide dans les effluents gazeux des sources fixes. Le mercure existe généralement sous forme élémentaire (Hg^0) et oxydée (Hg^{2+}), à la fois en phase vapeur et en phase solide, dans les effluents gazeux. Le mercure en phase vapeur (gazeux) est collecté par échantillonnage isocinétique ou non isocinétique avec un piège d'amalgamation composé d'or après élimination du mercure en phase solide (particulaire) à l'aide d'un filtre. Le piège d'amalgamation avec de l'or collectant uniquement le mercure élémentaire gazeux, le mercure oxydé (Hg^{2+}) est converti en mercure élémentaire (Hg^0) en phase vapeur, avant le piège d'amalgamation. La concentration en mercure gazeux est déterminée par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) ou par spectrométrie de fluorescence atomique (AFS) après relargage du mercure par chauffage du piège d'amalgamation avec de l'or. Parallèlement, le mercure particulaire est collecté par échantillonnage isocinétique sur un filtre et sa concentration est déterminée par spectrométrie d'absorption atomique à vapeur froide (CVAAS) ou par spectrométrie de fluorescence atomique à vapeur froide (CVAFS) après mise en solution du mercure particulaire.

La concentration totale en mercure dans l'effluent gazeux est exprimée sous forme de somme des concentrations en mercure gazeux et en mercure particulaire.

La méthode d'amalgamation avec de l'or est destinée aux mesurages à court terme (périodiques) du mercure gazeux dans une plage de concentration de $0,01 \mu\text{g}/\text{m}^3$ à $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$ avec des volumes de prélèvement compris entre $0,005 \text{ m}^3$ et $0,1 \text{ m}^3$ et un débit de gaz prélevé compris entre $0,2 \text{ l}/\text{min}$ et $1 \text{ l}/\text{min}$. La plage de mesurage du mercure particulaire s'étend généralement de $0,01 \mu\text{g}/\text{m}^3$ à $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$ avec des volumes de prélèvement compris entre $0,05 \text{ m}^3$ et 1 m^3 .

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 s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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

ISO 10396, *Émissions de sources fixes — Échantillonnage pour la détermination automatisée des concentrations d'émission de gaz pour des systèmes fixes de surveillance*

ISO 12141, *Émissions de sources fixes — Détermination d'une faible concentration en masse de matières particulaires (poussières) — Méthode gravimétrique manuelle*

ISO 12846:2012, *Qualité de l'eau — Dosage du mercure — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique (SAA) avec et sans enrichissement*

ISO 16911-1, *Émissions de sources fixes — Détermination manuelle et automatique de la vitesse et du débit-volume d'écoulement dans les conduits — Partie 1: Méthode de référence manuelle*

ISO 17852:2006, *Qualité de l'eau — Dosage du mercure — Méthode par spectrométrie de fluorescence atomique*

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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1

mercure gazeux

mercure existant à la fois sous forme élémentaire et oxydée, traversant un filtre ayant un rendement de collecte d'au moins 99,5 % pour des particules de 0,3 µm de diamètre

3.2

mercure particulaire

mercure existant à la fois sous forme élémentaire et oxydée, contenu dans une particule en phase solide captée par un filtre ayant un rendement de collecte d'au moins 99,5 % pour des particules de 0,3 µm de diamètre

3.3

échantillonnage isocinétique

prélèvement effectué à un débit tel que la vitesse et la direction du gaz entrant dans la buse de prélèvement sont les mêmes que celles du gaz dans le conduit au niveau du *point de prélèvement* (3.4)

3.4

point de prélèvement

position spécifique sur la section de mesure au niveau de laquelle un échantillon est extrait

3.5

NTP

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

4 Symboles et termes abrégés

4.1 Symboles

$M_{A1,Hg}$	quantités de mercure dans le premier piège d'amalgamation avec de l'or (µg)
$M_{A2,Hg}$	quantités de mercure dans le second piège d'amalgamation avec de l'or (µg)
$C_{R,Hg}$	concentration en mercure de la solution de rinçage ayant servi à rincer la ligne de transfert entre le porte-filtre et le tube plongeur de l'impinger contenant la solution de chlorure stanneux, ou l'entrée de l'unité de réduction catalytique, dans le cas d'un système de prélèvement sans ligne secondaire (µg/ml). Voir Figures 1 et 2 .
$C_{R1,Hg}$	concentration en mercure de la solution de rinçage ayant servi à rincer la ligne de transfert entre le porte-filtre et la pièce en T, dans le cas d'un prélèvement avec ligne secondaire (µg/ml). Voir Figure 3 .

$C_{R2,Hg}$	concentration en mercure de la solution de rinçage ayant servi à rincer la ligne de transfert après la pièce en T jusqu'au tube plongeur de l'impinger contenant la solution de chlorure stanneux, ou l'entrée de l'unité de réduction catalytique, dans le cas d'un prélèvement avec ligne secondaire ($\mu\text{g/ml}$). Voir Figure 3 .
$C_{S,Hg}$	concentration en mercure de la solution préparée pour l'analyse du mercure particulaire ($\mu\text{g/ml}$)
d	masse volumique de la solution de réactif (g/ml)
p_{atm}	pression atmosphérique (kPa)
p_{av}	différence de pression moyenne entre le gaz entrant dans le compteur à gaz et l'atmosphère (kPa)
$q_{m,Hg}$	flux massique du mercure exprimé en mercure élémentaire (mg/s)
$q_{V,fg,i}$	débit-volume d'effluent gazeux au niveau de la section de mesurage dans les conditions i de température, de pression, de teneur en vapeur d'eau et en oxygène (m^3/s)
T_{av}	température moyenne du gaz prélevé avant le compteur de gaz (K)
$u_{(y)}$	incertitude-type ($\mu\text{g/m}^3$)
V_d	volume de l'échantillon sec d'effluent gazeux normalisé dans les conditions NTP (m^3)
V_f	valeur finale affichée par le compteur à gaz à la fin du prélèvement (m^3)
$V_{G,d}$	volume de l'échantillon sec d'effluent gazeux destiné à l'analyse du mercure gazeux, normalisé dans les conditions NTP (m^3)
V_i	valeur initiale affichée par le compteur à gaz au début du prélèvement (m^3)
V_l	volume d'air aspiré à travers le compteur à gaz pendant les essais intermédiaires d'étanchéité (m^3)
V_m	volume de l'échantillon sec d'effluent gazeux (m^3)
$V_{\text{principal,d}}$	volume de l'échantillon sec d'effluent gazeux de la ligne principale, normalisé dans les conditions NTP, dans le cas d'un prélèvement avec ligne secondaire (m^3)
$V_{S,d}$	volume de l'échantillon sec d'effluent gazeux prélevé pour l'analyse du mercure particulaire, normalisé dans les conditions NTP (m^3)
$V_{\text{secondaire,d}}$	volume de l'échantillon sec d'effluent gazeux de la ligne secondaire, normalisé dans les conditions NTP, dans le cas d'un prélèvement avec ligne secondaire (m^3)
v_R	volume récupéré de solution de rinçage ayant servi à rincer la ligne de transfert entre le porte-filtre et le tube plongeur de l'impinger contenant la solution de chlorure stanneux, ou l'entrée de l'unité de réduction catalytique, dans le cas d'un prélèvement sans ligne secondaire (ml). Voir Figures 1 et 2 .
v_{R1}	volume récupéré de solution de rinçage ayant servi à rincer la ligne de transfert entre le porte-filtre et la pièce en T dans le cas d'un prélèvement avec ligne secondaire (ml). Voir Figure 3 .
v_{R2}	volume récupéré de solution de rinçage ayant servi à rincer la ligne de transfert après la pièce en T jusqu'au tube plongeur de l'impinger contenant la solution de chlorure stanneux, ou l'entrée de l'unité de réduction catalytique, dans le cas d'un prélèvement avec ligne secondaire (ml). Voir Figure 3 .
v_S	volume de la solution préparée pour l'analyse du mercure particulaire (ml)

w_W	teneur en vapeur d'eau moyenne de l'effluent gazeux au niveau de la section de mesurage pendant la période de prélèvement (%)
$y_{1,j}$	$j^{\text{ème}}$ concentration du premier système de mesure ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
$y_{2,j}$	$j^{\text{ème}}$ concentration du second système de mesure ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
$\rho_{G,Hg,sec}$	concentration massique en mercure gazeux de l'effluent gazeux exprimé en mercure élémentaire, sur une base sèche dans les conditions NTP ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
$\rho_{S,Hg,sec}$	concentration massique en mercure particulaire de l'effluent gazeux exprimé en mercure élémentaire, sur une base sèche dans les conditions NTP ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
$\rho_{Hg,sec}$	concentration massique totale en mercure de l'effluent gazeux exprimé en mercure élémentaire, sur une base sèche dans les conditions NTP ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
$\rho_{Hg,sec,0}$	concentration massique totale en mercure de l'effluent gazeux exprimé en mercure élémentaire, sur une base sèche dans les conditions NTP et à une teneur en oxygène de référence ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
$\rho_{Hg,i}$	concentration massique de mercure de l'effluent gazeux exprimé en mercure élémentaire dans les conditions i de température, de pression, de teneur en oxygène et de teneur en vapeur d'eau ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
$\rho_{Hg,humide}$	concentration massique de mercure de l'effluent gazeux exprimé en mercure élémentaire, sur une base humide dans les conditions NTP ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
$\rho_{Hg,humide,0}$	concentration massique de mercure de l'effluent gazeux exprimé en mercure élémentaire, sur une base humide dans les conditions NTP et à une teneur en oxygène de référence ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
$\varphi_{O,d}$	teneur en oxygène sur une base sèche mesurée pendant le prélèvement (%)
$\varphi_{O,ref}$	teneur en oxygène de référence pour le procédé (%)

4.2 Abréviations

AAS	spectrométrie d'absorption atomique (Atomic Absorption Spectrometry)
AFS	spectrométrie de Fluorescence Atomique
FEP	perfluoro (éthylène/propène), tétrafluoroéthylène/hexafluoropropylène
PFA	alcane alcoyle perfluoré
PTFE	polytétrafluoroéthylène

5 Principe

Le mercure existe en phase vapeur et en phase solide dans les effluents gazeux. Dans la présente méthode, le mercure particulaire est collecté sur un filtre et le mercure gazeux est collecté sur un piège d'amalgamation avec de l'or. La concentration totale en mercure d'un effluent gazeux est exprimée par la somme des deux concentrations.

Pour déterminer la teneur en mercure particulaire d'un effluent gazeux, un échantillon est prélevé par prélèvement isocinétique et les particules sont collectées sur un filtre conformément à l'ISO 9096 ou l'ISO 12141. Le mercure particulaire retenu sur le filtre est mis en solution à partir du filtre et la concentration en mercure est déterminée par spectrométrie d'absorption atomique à vapeur froide (CVAAS, ISO 12846) ou par spectrométrie de fluorescence atomique à vapeur froide (CVAFS, ISO 17852). La description de l'étape de digestion pour les solutions liquides, donnée dans l'Article 5

de l'ISO 12846:2012 et dans l'Article 7 de l'ISO 17852:2006 n'est pas utile et doit être omise. Une fois préparés (voir 9.2 du présent document), les échantillons sont immédiatement analysés.

Pour déterminer la teneur en mercure gazeux d'un effluent gazeux, un échantillon est prélevé par prélèvement isocinétique ou non isocinétique. Le mercure élémentaire gazeux qui traverse le filtre est collecté sur un piège d'amalgamation avec de l'or et le mercure oxydé gazeux est converti en mercure élémentaire à l'aide d'une solution de chlorure stanneux ou d'une unité de réduction catalytique chauffée, puis collecté sur le piège d'amalgamation avec de l'or. Le mercure amalgamé avec l'or est relargué par chauffage du piège et sa teneur est déterminée par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) ou par spectrométrie de fluorescence atomique (AFS).

Le mercure particulaire et le mercure gazeux sont prélevés simultanément par échantillonnage isocinétique si les débits et les volumes de prélèvement totaux applicables aux déterminations de la teneur en mercure particulaire et en mercure gazeux sont identiques.

6 Réactifs

6.1 Généralités

Pour mettre en œuvre la méthode, les réactifs suivants doivent être de qualité analytique reconnue.

6.2 Eau

De qualité 1 telle que spécifiée dans l'ISO 3696 pour la préparation et la dilution de tous les échantillons.

6.3 Acide nitrique

$w(\text{HNO}_3) = 65 \%$, $d(\text{HNO}_3) = 1,4 \text{ g/ml}$.

NOTE L'acide nitrique est disponible à la fois sous la forme $d(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ g/ml}$ [$w(\text{HNO}_3) = 650 \text{ g/kg}$] et $d(\text{HNO}_3) = 1,42 \text{ g/ml}$ [$w(\text{HNO}_3) = 690 \text{ g/kg}$].

6.4 Acide sulfurique

$c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$.

Ajouter lentement 28 ml d'acide sulfurique concentré [$d(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,84 \text{ g/ml}$] dans une fiole jaugée contenant environ 500 ml d'eau tout en refroidissant et en agitant, puis compléter à 1 000 ml avec de l'eau tout en agitant.

6.5 Solution de chlorure stanneux

$\rho(\text{SnCl}_2) = 100 \text{ g/l}$.

Ajouter 60 ml d'acide sulfurique (6.4) sur 10 g de chlorure d'étain (II) dihydraté, et chauffer pour dissoudre tout en agitant. Après refroidissement, compléter à 100 ml avec de l'acide sulfurique (6.4). Il convient de purger cette solution avec un gaz inerte, tel que l'argon et l'azote, avant de l'utiliser pour éliminer les traces de Hg. Cette solution doit être utilisée la semaine suivant sa préparation.

6.6 Solution tampon phosphatée

$c(\text{KH}_2\text{PO}_4) = 0,025 \text{ mol/l}$ et $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4) = 0,025 \text{ mol/l}$, pH = 6,86 à 298 K.

Prélever 3,39 g de dihydrogénophosphate de potassium et 3,54 g d'hydrogénophosphate de disodium dans un bécher et ajouter de l'eau pour les dissoudre. Transvaser la solution du bécher vers une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Conserver cette solution dans un récipient en plastique fluoré à base de PTFE, PFA ou FEP.

6.7 Acide fluorhydrique

$w(\text{HF}) = 40 \%$, $d(\text{HF}) = 1,16 \text{ g/ml}$.

6.8 Acide chlorhydrique

$w(\text{HCl}) = 37 \%$, $d(\text{HCl}) = 1,19 \text{ g/ml}$.

6.9 Solution mère de mercure

Conforme aux solutions étalons de mercure spécifiées dans l'ISO 12846 et l'ISO 17852.

6.10 Solution de rinçage

$w(\text{HNO}_3) = 50 \text{ g/kg}$.

Prélever 77 g d'acide nitrique [$w(\text{HNO}_3) = 650 \text{ g/kg}$] ou 72 g d'acide nitrique [$w(\text{HNO}_3) = 690 \text{ g/kg}$] dans un récipient en plastique fluoré à base de PTFE, PFA ou FEP, et ajouter de l'eau jusqu'à obtenir un poids total de 1 kg.

6.11 Agent de déshydratation du gaz prélevé

Gel de silice coloré à grosses particules.

6.12 Agent de piégeage du mercure

Des matériaux de support, tels qu'une terre de diatomée et des billes de silice, recouverts d'une fine couche d'or ou de nanoparticules d'or, sont utilisés comme agent de piégeage du mercure. Étant donné que la capacité d'amalgamation dépend de la surface spécifique de l'or, les matériaux de support et une méthode de plaquage à l'or doivent être choisis de façon à obtenir une surface spécifique suffisante pour la plage de validation de la méthode ciblée en teneur en mercure. Les agents de piégeage sont disponibles dans le commerce ou peuvent être préparés en laboratoire.

Un agent de piégeage peut par exemple être préparé de la façon suivante: sur 3 g de terre de diatomée d'une granulométrie de 420 μm à 590 μm , ajouter une solution préparée en dissolvant 1 g d'acide tétrachloroaurique (III) dans 20 ml à 30 ml d'eau, et mélanger pour homogénéiser. Chauffer à environ 353 K pour sécher, mettre au four et chauffer à environ 1 073 K pendant 30 min tout en introduisant de l'air. Des nanoparticules d'or (diamètre moyen d'environ 10 nm) dispersées dans de l'eau ou de l'éthanol sont également disponibles pour préparer l'agent de piégeage ainsi que l'acide tétrachloroaurique (III). Dans ce cas, utiliser la solution préparée en ajoutant 0,3 g de solution aqueuse ou éthanolique de nanoparticules d'or à 10 % dans 20 ml à 30 ml d'eau à la place de la solution d'acide tétrachloroaurique (III). En général, les matériaux de support recouverts de nanoparticules d'or sont capables de collecter de plus grandes quantités de mercure que ceux recouverts d'une fine couche d'or préparés avec de l'acide tétrachloroaurique (III).

7 Appareillage

7.1 Généralités

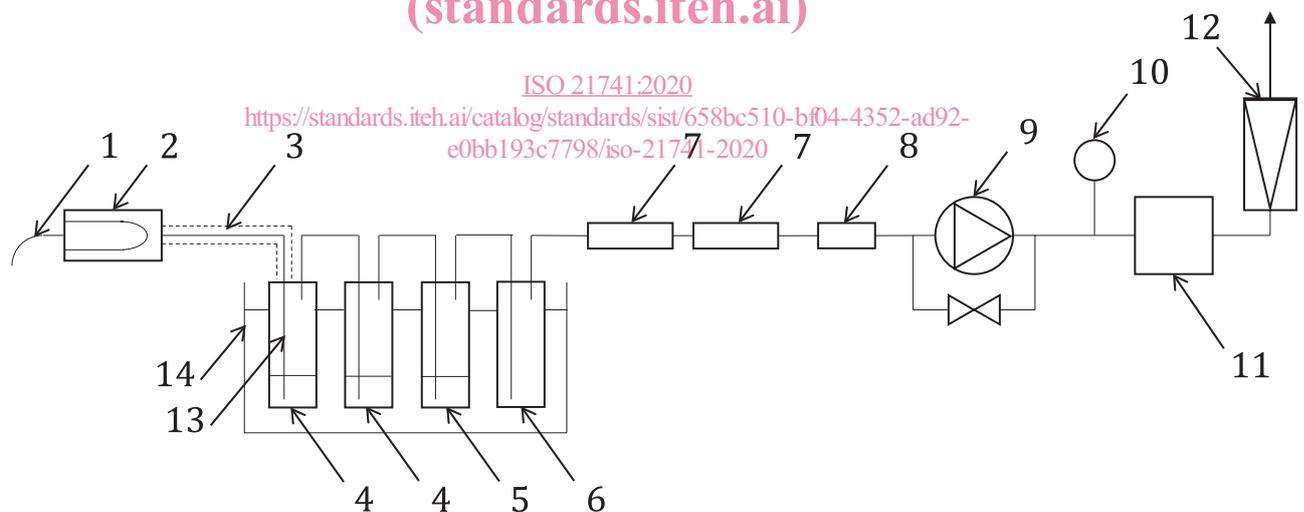
Deux types de systèmes de prélèvement peuvent être utilisés: un système sans ligne secondaire et un système avec ligne secondaire. Dans le cas d'un système sans ligne secondaire, la totalité de l'effluent gazeux prélevé passe à travers les pièges d'amalgamation avec de l'or, tandis que dans le cas d'un système avec ligne secondaire, seule une partie de l'effluent gazeux prélevé passe à travers les pièges d'amalgamation avec de l'or. Le système de prélèvement sans ligne secondaire est utilisé lorsque le débit et le volume de prélèvement total correspondant aux déterminations des teneurs en mercure gazeux et en mercure particulaire, sont identiques. Le système de prélèvement avec ligne secondaire est utilisé

lorsque le débit ou le volume de prélèvement total correspondant aux déterminations des teneurs en mercure gazeux et en mercure particulaire, est différent.

Il est également possible d'utiliser deux lignes de prélèvement, une pour le mercure particulaire et une pour le mercure gazeux, même lorsque le débit ou le volume de prélèvement total est différent. Deux buses de prélèvement, respectivement pour le mercure particulaire et le mercure gazeux, sont placées au niveau de points voisins sur lesquels les paramètres physicochimiques sont tels que la concentration en mercure et le débit de gaz sont considérés équivalents. Le mercure particulaire est collecté sur le filtre par échantillonnage isocinétique. Le mercure gazeux est collecté sur les pièges d'amalgamation avec de l'or par échantillonnage non isocinétique après élimination des particules. L'échantillonnage non isocinétique du mercure gazeux est uniquement possible lorsque l'effluent gazeux ne contient aucune gouttelette d'eau.

7.1.1 Système de prélèvement sans ligne secondaire

La [Figure 1](#) est un schéma du système de prélèvement sans ligne secondaire utilisant une unité de réduction au chlorure stanneux. Le système de prélèvement est composé d'une sonde de prélèvement comprenant une buse et un filtre qui peuvent être chauffés si nécessaire, une ligne de transfert chauffée, deux impingers contenant une solution de chlorure stanneux pour réduire le Hg^{2+} en Hg^0 , un impinger contenant une solution tampon phosphatée, un impinger vide utilisé comme piège à liquide, deux pièges d'amalgamation avec de l'or pour collecter le mercure gazeux, une unité de séchage contenant du gel de silice, une pompe de prélèvement, un compteur à gaz et un système de mesure du débit du gaz prélevé. Un thermomètre et un manomètre doivent être installés sur la ligne de prélèvement pour mesurer la température et la pression au niveau du compteur à gaz. Un baromètre doit être utilisé pour mesurer la pression atmosphérique pendant l'essai afin que le volume de gaz prélevé puisse être normalisé dans les conditions de 273,15 K et 101,325 kPa.



Légende

1	buse	8	unité de séchage (gel de silice)
2	filtre et porte filtre	9	pompe
3	ligne de transfert chauffée	10	thermomètre et manomètre
4	impinger contenant du SnCl_2	11	compteur à gaz
5	impinger contenant la solution phosphatée	12	débitmètre
6	piège à liquide (impinger vide)	13	tube plongeur de l'impinger
7	piège d'amalgamation avec de l'or	14	bain de refroidissement

Figure 1 — Schéma d'un système de prélèvement sans ligne secondaire utilisant une unité de réduction au chlorure stanneux