
**Lignes directrices pour l'analyse des
gaz et des vapeur dans les effluents
du feu par spectroscopie infrarouge à
transformée de Fourier (IRTF)**

*Guidance for sampling and analysis of toxic gases and vapours in fire
effluents using Fourier Transform Infrared (FTIR) spectroscopy*

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



Numéro de référence
ISO 19702:2015(F)

© ISO 2015

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	2
3 Termes et définitions	2
4 Principes	3
5 Échantillonnage	4
5.1 Généralités	4
5.2 Température du système de prélèvement	4
5.3 Systèmes filtrants	5
5.4 Sondes de prélèvement	6
5.4.1 Généralités	6
5.4.2 Sondes à un seul trou	7
5.4.3 Sondes à plusieurs trous	8
5.4.4 Positionnement des sondes	8
5.5 Ligne de prélèvement	9
5.6 Sélection, position et débit de la pompe	10
5.7 Temps de réponse du système de prélèvement	11
5.8 Cellule optique	11
6 Spectrophotomètre IRTF	12
6.1 Environnement de l'appareil	12
6.2 Détecteur	12
6.3 Source d'infrarouge	12
6.4 Alignement et propreté des miroirs	13
6.5 Compartiment du spectrophotomètre	13
6.6 Limites du domaine spectral	13
6.7 Résolution	13
7 Étalonnage	13
7.1 Bruit de fond	13
7.2 Limites de détection et de quantification (L_D et L_Q)	14
7.3 Méthodes d'étalonnage	14
7.4 Acquisition et collecte des étalons	14
8 Mode opératoire de mesure	14
8.1 Généralités	14
8.2 Vérifications et contrôles quotidiens	15
8.2.1 Généralités	15
8.2.2 Contrôle de la méthode d'étalonnage	15
8.2.3 Mesurages de sensibilité du spectrophotomètre	15
8.2.4 L'étanchéité du système de prélèvement doit être contrôlée.	15
8.2.5 Contrôle du débit d'échantillonnage	16
8.3 Préparation en vue de l'échantillonnage et de l'analyse	16
8.4 Modes opératoires initiaux précédant immédiatement un essai	16
8.5 Modes opératoires pendant le prélèvement	17
8.6 Modes opératoires après un essai	17
8.7 Réduction des données	17
9 Rapport d'essai	17
10 Fidélité et exactitude	18
10.1 Généralités	18
10.2 Limites L_D et L_Q	18
10.3 Répétabilité et reproductibilité	19

Annexe A (informative) Théorie de l'IRTF	20
Annexe B (informative) Systèmes de prélèvement IRTF	22
Annexe C (informative) Analyse du (des) filtre(s), de la ligne de prélèvement et de la sonde afin d'évaluer la rétention des effluents	27
Annexe D (normative) Détermination du temps de réponse du système de prélèvement IRTF complet	28
Annexe E (informative) Facteurs à considérer pour la sélection d'une cellule optique IRTF	31
Annexe F (normative) Vérification de la performance optique des cellules IRTF	33
Annexe G (informative) Spectrophotomètre	35
Annexe H (normative) Vérification de la performance du spectromètre	39
Annexe I (informative) Gaz de référence	43
Annexe J (informative) Méthodes d'étalonnage	49
Annexe K (informative) Enregistrement des spectres de référence et construction d'un ensemble d'étalonnage	52
Annexe L (informative) Répétabilité et reproductibilité	56
Annexe M (informative) Exemples d'équipements et de paramètres	57
Bibliographie	69

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

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 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. 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 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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](#).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 92, *Sécurité au feu*, sous-comité SC 3, *Dangers pour les personnes et l'environnement dus au feu*.

Cette seconde édition annule et remplace la première édition (ISO 19702:2006), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Introduction

L'échantillonnage et l'analyse des effluents du feu sont requis pour une grande diversité d'applications couvrant des domaines tels que l'évaluation des dangers du feu[4][11][26] et l'impact des feux sur l'environnement.[6] Ces analyses engendrent généralement une liste d'espèces chimiques et de leurs concentrations dans les effluents à un instant spécifique ou sur une certaine durée, et à un endroit donné, pendant (et éventuellement après) la période de production des effluents. Selon l'usage final de ces données, les exigences peuvent aller d'une liste d'espèces chimiques très détaillée, résolue dans le temps, quantifiée et validée, à une simple estimation d'un seul composé ou d'un petit nombre de composés.

Bien que les méthodes employées dans d'autres domaines (pollution atmosphérique, par exemple) soient utilisées occasionnellement, l'acquisition de données pertinentes nécessite souvent des techniques d'échantillonnage et d'analyse spécialisées, en raison de la complexité, de la réactivité et de la nature généralement «hostile» des effluents classiques du feu, ainsi que des rapides variations de concentrations généralement observées en fonction du temps et de la distance par rapport au foyer d'incendie.

Les propriétés types suivantes des effluents du feu rendent les méthodes d'échantillonnage et d'analyse plus «traditionnelles» inappropriées:

- les températures élevées supérieures ou égales à 1 000 °C;
- la présence d'aérosols (c'est-à-dire des particules solides et liquides) avec un large éventail de tailles et de distribution des particules, associés à des espèces chimiques adsorbées et absorbées;
- la présence de vapeurs organiques et inorganiques condensables (de l'eau, par exemple);
- un degré de turbulence élevé, avec des concentrations variables dans le temps et l'espace;
- une très grande diversité d'espèces et de concentrations, qui varient généralement rapidement en fonction du temps et de l'emplacement par rapport à la source (ou à la zone de chauffage en cas de modèle de feu physique de «laboratoire»);
- la présence d'espèces acides/corrosives;
- la présence d'espèces solubles dans l'eau et/ou fortement réactives entraînant des pertes d'échantillons.

L'identification de ces facteurs a conduit au développement de nouvelles méthodes ou à l'adaptation des méthodes existantes pour l'échantillonnage et l'analyse des gaz et vapeurs contenus dans les effluents des feux et des essais au feu physiques.

Des méthodes courantes sont apparues ces dernières années et dans certains cas, des normes ont été publiées pour des gaz et des vapeurs choisis. Une grande partie de cette information est fournie dans l'ISO 19701 qui présente diverses méthodes pour l'échantillonnage et l'analyse des gaz individuels ayant une importance toxicologique. Plusieurs méthodes sont souvent nécessaires pour déterminer toutes les espèces présentant un intérêt particulier pour l'analyse des risques de feu.

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) offre un mode opératoire amélioré, en particulier par:

- une méthode unique pour le mesurage des gaz et vapeurs, pertinente pour la toxicologie du feu;
- des mesurages (c'est-à-dire des concentrations d'espèces chimiques présentant un intérêt) résolus dans le temps sur des périodes relativement courtes, en permettant la surveillance du développement des espèces chimiques et de la décroissance tout au long de l'incendie ou de l'essai au feu physique; et
- des données pertinentes relatives à la présence d'une substance toxique qui pourrait être extraite des spectres IRTF enregistrés, si une nouvelle substance toxique venait à être ultérieurement identifiée comme étant importante.

Bien que l'ISO 19701, une fois publiée, récapitulait la technique ainsi que certaines applications de l'IRTF pour l'analyse des gaz de combustion, la méthode a connu depuis des développements considérables et les exigences d'obtention de résultats fiables ont été établies, en utilisant les «meilleures» pratiques opératoires. La présente Norme internationale a été élaborée par l'ISO TC 92, SC 3 afin de spécifier les exigences qui incluront des informations supplémentaires.

L'IRTF peut être utilisée pour analyser les effluents du feu en utilisant ces deux méthodes:

- a) une analyse en circuit ouvert, où le faisceau de rayonnement infrarouge est dirigé à travers l'effluent situé à l'intérieur et/ou à l'extérieur de l'appareillage d'essai au feu;
- b) une analyse extractive, dans laquelle une fraction de l'effluent provenant d'un appareillage d'essai au feu est envoyée en continu, via un système de prélèvement chauffé, à la cellule à gaz de l'instrument d'analyse IRTF, en permettant ainsi de réaliser des mesurages à distance (voir par exemple la résolution IMO MSC.307(88)^[9]).

Les deux modes opératoires (et leurs variantes) ont été appliqués avec succès, bien que la technique d'analyse extractive soit nettement plus répandue pour l'analyse des effluents du feu.

Financé par l'Union Européenne, le projet SAFIR (Smoke Gas Analysis by Fourier Infrared Spectroscopy) ^{[18][19]} qui était axé sur les essais et la validation d'une méthode IRTF extractive utilisable dans une grande diversité de situations, revêt une importance particulière pour le développement de l'IRTF en tant qu'outil pratique pour l'analyse des gaz de combustion. Les résultats de ce projet ont constitué la base de la première version de la présente Norme internationale. La présente version révisée a été actualisée avec des informations plus récentes, telles que celles des Références ^{[8],[15],[21],[25]} et ^[27]

Il convient de noter que toute analyse chimique est sélective en termes d'espèces chimiques déterminées et d'exactitude et de fidélité des mesurages quantitatifs. Certaines méthodes chimiques analytiques peuvent être appropriées pour une détermination précise de certaines espèces mais le sont moins pour d'autres. Ainsi, malgré la possibilité offerte par l'IRTF de mesurer un large éventail d'espèces chimiques présentant un intérêt dans le domaine de l'évaluation des dangers du feu, d'autres méthodes peuvent également être nécessaires pour déterminer toutes les espèces qui présentent un intérêt pour une application particulière. Cependant, l'utilisation de la seule analyse IRTF peut fournir des données dont la qualité est suffisante pour qualifier et calculer les concentrations de la plupart des espèces chimiques qui sont importantes pour l'évaluation des risques toxiques.

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

Lignes directrices pour l'analyse des gaz et des vapeurs dans les effluents du feu par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie des exigences et formule des recommandations relatives aux systèmes de prélèvement à utiliser pour les essais au feu à petite et moyenne échelle, à la sélection des paramètres et l'utilisation de l'instrument IRTF lui-même, ainsi qu'à la collecte et l'utilisation des spectres d'étalonnage.

Les méthodes sont principalement destinées à mesurer les concentrations des espèces chimiques présentes dans les effluents du feu et peuvent être utilisées pour:

- a) fournir des données à utiliser dans l'évaluation de la toxicité de la réaction de combustion sans faire appel à des études biologiques,
- b) calculer les données de rendement dans les études de caractérisation du feu,
- c) fournir des données à utiliser dans la modélisation mathématique du risque que présente l'effluent du feu en caractérisant sa composition générée par des modèles de feu physiques,
- d) caractériser la composition des effluents des modèles physiques à petite échelle et des feux à plus grande échelle à des fins comparatives,
- e) aider à la validation des modèles de feu numériques,
- f) fixer les conditions d'exposition dans les études biologiques, si nécessaire,
- g) surveiller les études biologiques lorsqu'elles sont utilisées, et
- h) aider à l'interprétation des études biologiques, le cas échéant.

La présente Norme internationale spécifie des principes d'échantillonnage et des méthodes pour l'analyse individuelle, dans les effluents du feu, des fractions volumiques dans l'air du monoxyde de carbone (CO), du dioxyde de carbone (CO₂), du cyanure d'hydrogène (HCN), du chlorure d'hydrogène (HCl), du bromure d'hydrogène (HBr), du monoxyde d'azote (NO), du dioxyde d'azote (NO₂) et de l'acroléine (CH₂CHCHO).

Dans les cas les plus courants, un instrument IRTF peut mesurer une large plage de concentrations. En général, cette plage varie de quelques µl/l à plusieurs milliers de µl/l pour HCl, HBr, HF, SO₂, NO_x, HCN et jusqu'à quelques pour-cent pour CO, CO₂ et H₂O. Cette liste est uniquement donnée à titre indicatif et de nombreuses autres espèces pourraient être ajoutées.^[27] Bien qu'elle ne soit pas spécifiquement définie dans la présente Norme internationale car elle n'avait pas été spécifiquement étudiée dans le cadre du projet SAFIR,^[18] la méthode présentée convient également à l'analyse d'autres espèces gazeuses, y compris le fluorure d'hydrogène (HF) et le dioxyde de soufre (SO₂), en utilisant des méthodes d'échantillonnage adaptées.

Des méthodes d'étalonnage sont données dans la présente Norme internationale, ainsi que des lignes directrices sur les opérations de nettoyage recommandées, l'entretien, les contrôles et modes opératoires à effectuer sur l'instrument IRTF et les systèmes de prélèvement qui sont jugés essentiels pour maintenir l'instrument dans un état d'utilisation adapté à l'analyse des effluents du feu.

L'échantillonnage est jugé comme faisant partie intégrante de la méthodologie de mesure IRTF complète et des recommandations sont faites pour la conception, l'entretien et l'utilisation de systèmes adaptés.

La conformité à la présente Norme internationale signifie que:

- Le mode opératoire d'échantillonnage utilisé est en conformité avec les «meilleures pratiques» actuelles reconnues à l'échelle internationale pour les applications décrites.
- Le mode opératoire analytique a été exécuté en respectant les restrictions imposées par la nature de l'atmosphère des effluents du feu et les limites de la méthodologie ITRF elle-même.

La présente Norme internationale fournit uniquement des recommandations pour l'échantillonnage et l'analyse des effluents du feu, basées sur les meilleures pratiques déterminées à partir d'une grande diversité d'études d'essai au feu normalisées et ad hoc, à petite et grande échelle. La présente norme peut ne pas être entièrement applicable dans des méthodes d'essai au feu publiées spécifiques où l'IRTF peut être spécifiée comme une exigence pour l'échantillonnage et l'analyse des effluents dans cet essai particulier. Dans ces cas, les exigences spécifiques relatives à l'échantillonnage et l'analyse par l'IRTF peuvent être publiées dans le cadre des modes opératoires d'essai normalisés et il convient de s'y conformer. Toutefois, si de telles exigences spécifiques n'ont pas été publiées, cette édition de la présente Norme internationale peut servir de base afin d'obtenir des résultats acceptables.

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 6286, *Spectrométrie d'absorption moléculaire — Vocabulaire — Généralités — Appareillage*

ISO 6955, *Méthodes d'analyse par spectroscopie — Émission de flamme, absorption atomique et fluorescence atomique — Vocabulaire*

ISO 12828-1, *Méthode de validation des analyses de gaz d'incendie — Partie 1: Limites de détection et de quantification*

ISO 13344, *Détermination du pouvoir toxique léthal des effluents du feu*

ISO 13571, *Composants dangereux du feu — Lignes directrices pour l'estimation du temps disponible avant que les conditions de tenabilité ne soient compromises*

ISO 13943, *Sécurité au feu — Vocabulaire*

ISO 19701, *Méthodes d'échantillonnage et d'analyse des effluents du feu*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans les ISO 13943, ISO 6286, et ISO 6955 s'appliquent, ainsi que les suivants.

3.1 apodisation

processus mathématique appliqué pour corriger les écarts par rapport à l'interférogramme théorique obtenu en spectroscopie IRTF

Note 1 à l'article: Ce processus élargit les bandes d'absorption et réduit donc la résolution.

3.2 interférogramme

modèle d'intensité de rayonnement variable, résultant de l'interaction de (généralement) deux faisceaux de rayonnement électromagnétique monochromatiques de longueur d'onde identique, lorsque les faisceaux se sont propagés sur un parcours différent avant de se combiner

3.3**résolution**

capacité d'un spectrophotomètre à distinguer deux fréquences (ou nombres d'onde) adjacentes, mathématiquement définie comme la séparation qui produit deux bandes séparées par au moins la demi-intensité de l'une des deux

Note 1 à l'article: En spectroscopie infrarouge, deux bandes consécutives ont souvent une intensité différente. La résolution est alors généralement exprimée par la largeur à mi-hauteur d'une seule bande d'absorption identifiée comme «isolée et mince».

Note 2 à l'article: Elle est généralement exprimée en unités de cm^{-1} et elle représente le plus petit espacement entre les pics d'absorption qui peuvent être résolus.

[SOURCE: ISO 6286]

3.4**spectrophotomètre**

instrument utilisé pour disperser l'énergie radiante électromagnétique en un spectre et mesurer certaines caractéristiques telles que la longueur d'onde, l'énergie ou l'indice de réfraction, par exemple, servant de base pour la détermination qualitative et quantitative des espèces chimiques qui interagissent avec l'énergie radiante de manière sélective en fonction des espèces

3.5**justesse en longueur d'onde**

capacité d'un spectrophotomètre donné à fournir un flux radiant exact à une longueur d'onde ou un numéro d'onde spécifique

[SOURCE: ISO 6286]

3.6**nombre d'onde**

inverse de la longueur d'onde (λ) du rayonnement électromagnétique

Note 1 à l'article: $\nu = \frac{1}{\lambda}$

où ν (nombre d'onde) est exprimé en centimètres inverse (cm^{-1}) et λ est normalement exprimé en μm . Cette formule implique un facteur de conversion de 10 000 dans le calcul du nombre d'onde à partir de la longueur d'onde.

3.7**garnissage de zéros**

technique de correction appliquée pour espacer des données afin de pouvoir générer des points de données intermédiaires par une régression mathématique

4 Principes

Un système permettant de mesurer des concentrations de gaz et de vapeurs dans les effluents du feu par la technique d'IRTF extractive comprend un système de prélèvement, une cellule optique qui laisse passer la lumière, une source de lumière infrarouge, un interféromètre et un détecteur optique. Un logiciel est requis pour extraire l'identification et les concentrations des espèces à partir des signaux collectés.

Le système de prélèvement est conçu pour fournir un écoulement de gaz à la cellule optique d'IRTF qui est une représentation aussi réelle que possible de l'effluent dans une région connue d'où l'échantillon est extrait. Les inexactitudes, par exemple dues aux pertes par condensation ou adsorption dans les tubes de prélèvement, doivent être comprises, quantifiées et appliquées aux résultats finaux.

Les principes de la spectroscopie infrarouge et de l'IRTF sont détaillés dans de nombreux textes, notamment dans les Références [12],[16] et [28]. L'Annexe A donne un aperçu général de ce principe.

Le processus mathématique qu'un spectrophotomètre IRTF utilise pour générer les concentrations des espèces est généralement breveté et varie suivant le fabricant et le modèle. L'obtention de concentrations

précises nécessite un étalonnage, un examen des formes et séparations des pics spectroscopiques, et une éventuellement vérification de certaines concentrations en appliquant une seconde technique analytique.

5 Échantillonnage

5.1 Généralités

Dans la majorité des cas, les exigences relatives aux systèmes de prélèvement spécifiés dans la présente Norme internationale sont généralement applicables aux essais à petite et grande échelle, mais les exigences d'échantillonnage pour des essais spécifiques ne sont pas détaillées. Ces détails doivent être fournis dans les normes qui décrivent ces essais spécifiques. Les parties du système de prélèvement à concevoir pour un montage d'essai spécifique ou un emplacement de prélèvement dans ce montage comprennent la sonde d'échantillonnage et le filtre, la longueur et la température maintenue de la ligne de prélèvement, et le débit d'échantillonnage. Ces paramètres d'échantillonnage sont normalement spécifiés de manière à correspondre au volume et à la géométrie de la cellule optique dans le spectromètre IRTF[18][19][25][27]. L'Annexe B donne des exemples de systèmes de prélèvement.

La sonde de prélèvement est conçue pour extraire des échantillons totalement représentatifs du montage d'essai et/ou du flux d'effluents du feu et est constituée de matériaux qui seront inertes aux effluents mesurés. Des lignes directrices pour la conception des sondes sont données en 5.4.

Le filtre de la ligne de prélèvement doit capturer les particules afin d'éviter tout dépôt sur les miroirs internes de la cellule IRTF. Des lignes directrices pour le choix des filtres sont données en 5.3.

La conception de la ligne de prélèvement et les caractéristiques de débit influent sur la durée des mesurages de concentrations. Des lignes directrices pour la conception de la ligne de prélèvement et la sélection du débit d'échantillonnage sont données de 5.5 à 5.7.

Le volume et la géométrie de la cellule imposent des restrictions sur le débit d'échantillonnage et donc sur la résolution temporelle des mesurages et l'uniformité du gaz dans la cellule optique. Des lignes directrices pour le choix de la cellule sont données en 5.8.

Pour des raisons de sécurité, les gaz extraits et analysés doivent retourner à la conduite d'évacuation du montage d'essai au feu, ou être sinon évacués sans mise en danger du personnel et vers un emplacement qui ne perturbe pas les mesurages. En cas d'essai normalisé contenant une exigence ou une option d'analyse des gaz par IRTF, il est prévu que la présente Norme internationale donne des exigences spécifiques relatives à l'élimination sans danger du flux d'effluents après le mesurage (par exemple, si les effluents seront remis en circulation ou éliminés en toute sécurité).

L'exigence applicable à chaque partie du système de prélèvement est décrite séparément dans les paragraphes suivants. L'Annexe M donne des exemples d'équipement IRTF brevetés et de systèmes de prélèvement qui se sont avérés adaptés à l'analyse des effluents du feu.

NOTE L'échantillonnage réalisé dans le cadre des essais à grande échelle, tels que l'ISO 9705 pour les grands calorimètres ouverts, est décrit dans la Référence.[3]

5.2 Température du système de prélèvement

5.2.1 Le système de prélèvement doit être porté à une température de consigne comprise entre 150 °C et la température de la cellule à gaz (valeur maximale recommandée: 190 °C).

5.2.2 La température du système de prélèvement complet doit être maintenue constante et non supérieure à celle de la cellule à gaz afin d'éviter toute condensation dans la cellule.

NOTE 1 Il est important de chauffer le gaz dans le système de prélèvement jusqu'à une température aussi proche que possible de la température de consigne du système. Un mode opératoire pour contrôler la température du gaz dans la cellule optique est donné en F.1.

Il convient que la température du système soit constante mais la condition la plus importante est que la température de la cellule à gaz soit la plus élevée dans le système de prélèvement.

La température doit être suffisamment élevée pour empêcher la condensation et les pertes dues à la dissolution des gaz de combustion solubles provenant de l'échantillon. L'ensemble du système de prélèvement doit être maintenu à une température minimale de 150 °C, bien que la température recommandée soit de 180 °C.[18][19]

NOTE 2 La température ne doit pas dépasser 200 °C en tout point situé entre le point de prélèvement et la cellule à gaz car les réactions chimiques entre les composants des effluents du feu prélevés pourraient conduire à une modification de la composition des gaz au-delà de cette température. Les oxydes d'azote sont particulièrement sensibles à ce paramètre.

5.3 Systèmes filtrants

5.3.1 Une cellule à gaz équipée de miroirs internes doit être protégée par un filtre à particules contre la suie/le dépôt de particules provenant de l'effluent prélevé.

5.3.2 Le filtre doit normalement être positionné juste après la sonde de prélèvement et avant la ligne de prélèvement chauffée.

5.3.3 Le filtre doit être chauffé uniformément dans un boîtier afin d'empêcher toute condensation de liquides.

NOTE 1 Le placement des filtres dans la ligne de prélèvement est important car un placement incorrect peut entraîner des pertes d'échantillons significatives (par exemple par adsorption de gaz sur les particules) qui conduisent à des profils de concentration/temps déformés des espèces mesurées.

NOTE 2 Pour certaines conceptions de filtre et de boîtier, le placement du filtre directement entre la sonde et la ligne de prélèvement peut, dans certains cas, engendrer des problèmes aux premiers stades d'un feu dans un compartiment. Le média filtrant, bien que chauffé extérieurement, peut être refroidi en interne par le flux de gaz prélevé froid. Une différence de température importante peut alors apparaître entre le média filtrant interne et le boîtier du filtre chauffé. Cette situation crée des conditions propices à la condensation de l'eau, des gaz acides solubles dans l'eau ainsi que des vapeurs à point d'ébullition élevé à l'intérieur du média filtrant. Les gaz piégés peuvent être libérés dès que la température du média filtrant augmente, en entraînant une nouvelle déformation de l'historique des concentrations. Pour éviter ce phénomène, une ligne de prélèvement suffisamment longue, comportant un nombre approprié de segments chauffés, peut être utilisée pour préchauffer les échantillons de gaz jusqu'à la température prévue de la ligne, avant l'entrée en contact avec le média filtrant.

5.3.4 Le filtre doit être porté à une température de consigne comprise entre 150 °C et la température de la cellule à gaz du spectromètre.

NOTE La température maximale recommandée de la cellule à gaz du spectromètre est 190 °C.

5.3.5 Le filtre recommandé est de type cylindrique, et non à surface plane.

NOTE Du fait de sa surface importante, un filtre cylindrique offre une capacité de filtration élevée, caractéristique particulièrement importante pour le filtre primaire ou le pré-filtre. Des filtres cylindriques en céramique de 75 mm de long, 31 mm de diamètre et 2 µm de porosité ont été utilisés avec succès dans différents types d'essais au feu[13][14][18]. Les autres matériaux des filtres cylindriques peuvent être le polytétrafluoroéthylène (PTFE), la fibre de verre et l'acier inoxydable.

Les filtres en laine de verre, céramique et acier inoxydable pourraient induire des pertes de fluorure d'hydrogène et il convient de les éviter dans la ligne de prélèvement lorsque le flux d'effluents est susceptible de contenir du fluorure d'hydrogène.

La porosité et la taille du filtre doivent être choisies à titre de compromis permettant un piégeage suffisant de la suie et d'autres particules sans entraîner un colmatage prématuré du filtre, en utilisant les recommandations ci-dessus comme un guide.

5.3.6 Des filtres à surface plane peuvent également être utilisés.

NOTE 1 Comparés aux filtres cylindriques, les filtres à surface plane présentent généralement une capacité de filtration inférieure et un risque de colmatage accru. Ils peuvent néanmoins être utilisés efficacement comme filtres secondaires s'ils sont positionnés après un pré-filtre cylindrique.

NOTE 2 Lorsqu'aucun pré-filtre n'est utilisé, un filtre de 1 µm de porosité et de 47 à 75 mm de diamètre offre le meilleur compromis pour les filtres à surface plane (comparés aux filtres de 0,45 µm et/ou 5 µm en PTFE), bien que d'autres porosités et diamètres puissent être utilisés avec succès[18]. L'utilisation réussie d'un filtre en acier inoxydable de 1 ou 2 µm a également été rapportée. Les filtres en acier inoxydable peuvent être nettoyés et régénérés par calcination. Les Références [15] et [21] donnent des détails sur le choix des filtres.

5.3.7 Les filtres doivent être analysés afin de détecter la présence éventuelle de gaz acides si ces derniers doivent être mesurés et que des pertes peuvent être attendues au niveau du filtre.

NOTE 1 Les pertes de gaz acides dans le filtre sont dues à l'adsorption sur les particules de suie et/ou de liquide présentes dans le panache du feu ou sur la suie retenue par le filtre. Les pertes par adsorption sont particulièrement importantes lorsque le mesurage porte sur de faibles concentrations de gaz acides ou en cas de prélèvement sur une courte période. Dans ces conditions, les gaz acides peuvent initialement être retirés du flux d'effluents prélevé jusqu'à saturation des sites d'adsorption dans le filtre. À l'issue de cette étape, la majorité du composant gazeux acide sera transférée dans la ligne de prélèvement. Ce transfert entraîne un rejet parasite de gaz acide à partir du filtre au fil du temps, qui ne correspond pas exactement au rejet des gaz acides provenant de l'atmosphère prélevée. Pour estimer ces pertes, un mode opératoire pour analyser les gaz retenus sur le filtre est donné dans l'[Annexe C](#).

NOTE 2 Une analyse des pertes de chlorure d'hydrogène (HCl) dans les filtres a été réalisée dans le cadre du projet SAFIR.[18] L'analyse chimique des filtres lors des mesurages de portes effectués au cours des expériences en enceinte d'essai de l'ISO 9705 a montré que les pertes étaient faibles (pertes entre 0,4 et 1,3 % par rapport à la quantité totale prélevée) de HCl dans les filtres cylindriques en céramique. Une rétention de HCl légèrement supérieure a été observée pour un filtre à surface plane en fibre de verre (pertes relatives comprises entre 1,1 et 5,8 %). Dans les deux cas, les pertes relatives de HCl les plus élevées ont été observées lorsque la concentration mesurée de HCl était faible.

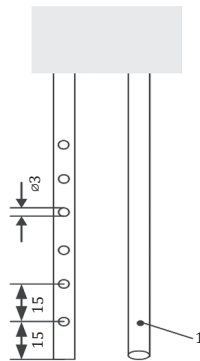
Les cinétiques d'absorption sur le filtre n'ont pas été caractérisées et il est donc difficile d'établir un profil réel de temps/concentration des espèces acides dans l'atmosphère de combustion prélevée. Cependant, lorsque la quantité totale de gaz produit au cours de la combustion est requise, il convient d'ajouter la quantité mesurée sur le filtre à la quantité totale mesurée par IRTF (voir [Annexe C](#)). Il faut souligner que l'adsorption sur le filtre a un effet sur l'exactitude des mesurages en fonction du temps des gaz émis pendant la combustion. Lorsque des mesures en fonction du temps sont requises, il convient de tenir compte des informations sur les gaz analysés sur le filtre afin d'estimer l'effet potentiel sur les données de concentration/temps.

5.3.8 Il convient de noter que certains matériaux de filtres peuvent contenir du chlore. Il convient de mesurer la teneur en chlore d'un filtre propre, non utilisé, afin d'établir une référence pour la détermination du niveau de chlore adsorbé à partir des gaz de combustion.

5.4 Sondes de prélèvement

5.4.1 Généralités

Deux types de sondes peuvent être distingués: les sondes à un seul trou et les sondes à plusieurs trous. Le choix dépend du modèle de feu physique duquel l'échantillon est extrait afin d'obtenir un mélange d'effluents représentatif. Un exemple des deux types de sondes est présenté sur [Figure 1](#).



Légende

1 Diamètre intérieur

NOTE Il a été montré qu'un diamètre intérieur de 4 mm sur une sonde à un seul trou fonctionnait correctement.^[18]

Figure 1 — Représentation schématique d'une sonde à plusieurs trous et d'une sonde à un seul trou utilisées pour le prélèvement dans un conduit d'extraction

5.4.1.1 La sonde doit être constituée d'un matériau résistant à la corrosion et ne doit pas réagir significativement avec les gaz à analyser.^{[18][19]}

NOTE 1 Le PTFE ou un polymère perfluoroalcoxy (PFA) est recommandé en tant que matériau entrant en contact avec le flux d'effluents.

NOTE 2 Une sonde en PTFE est généralement inerte et engendrerait peu de risques de pertes. La souplesse du matériau pourrait être un inconvénient dans certaines applications, par exemple lorsqu'un positionnement précis est nécessaire. Un autre inconvénient est que le PTFE n'est pas adapté aux hautes températures car ces dernières influent sur les propriétés du matériau et une dégradation thermique se produit à des températures suffisamment élevées.

NOTE 3 Du quartz et/ou des aciers inoxydables peuvent être utilisés pour certains effluents, mais ils réagissent avec le chlorure d'hydrogène (HF).

NOTE 4 Une sonde en acier inoxydable placée dans une position où la température est initialement inférieure à celle de l'effluent prélevé peut créer une condensation des produits porteurs d'eau. Ce phénomène conduira à des pertes d'échantillons, un exemple important d'espèce gazeuse sujette aux pertes étant le chlorure d'hydrogène (HCl).

NOTE 5 Une sonde pratique peut être construite en utilisant un tube en acier inoxydable garni d'un tube en PTFE à alésage plus étroit ou d'une résine époxyde. Le tube en acier inoxydable facilitera le chauffage ohmique direct (c'est-à-dire le passage d'un courant électrique à basse tension dans le tube métallique) et le garnissage en PTFE ou époxyde réduira également les pertes sur les surfaces de la sonde.

5.4.1.2 La sonde doit être nettoyée avant chaque essai afin d'éviter toute obstruction complète ou partielle des trous.

5.4.2 Sondes à un seul trou

5.4.2.1 Une sonde à un seul trou convient lorsque le flux d'effluents sera probablement correctement mélangé/homogène.

5.4.2.2 Dans le cas d'un modèle de feu physique à écoulement traversant (un four à tubes^[7] par exemple), la sonde d'extraction prélève une certaine proportion de l'écoulement homogène total de