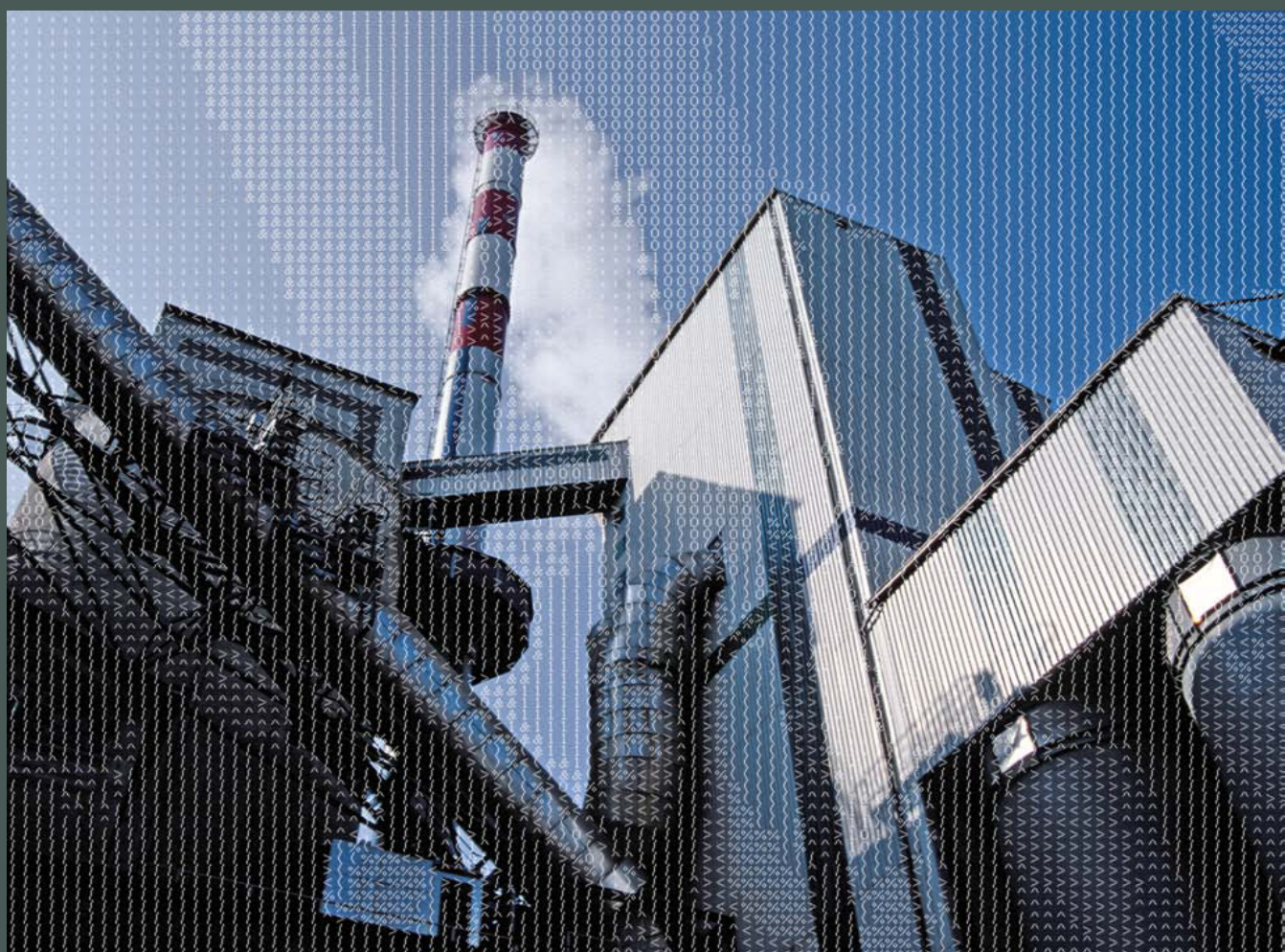


# Mesure des émissions des installations stationnaires

Recommandations sur la mesure des émissions. État 2020



Schweizerische Eidgenossenschaft  
Confédération suisse  
Confederazione Svizzera  
Confederaziun svizra

Office fédéral de l'environnement OFEV

# Mesure des émissions des installations stationnaires

Recommandations sur la mesure des émissions. État 2020

# Impressum

## Valeur juridique

La présente publication est une aide à l'exécution élaborée par l'OFEV en tant qu'autorité de surveillance. Destinée en premier lieu aux autorités d'exécution, elle concrétise les exigences du droit fédéral de l'environnement (notions juridiques indéterminées, portée et exercice du pouvoir d'appréciation) et favorise ainsi une application uniforme de la législation. Si les autorités d'exécution en tiennent compte, elles peuvent partir du principe que leurs décisions seront conformes au droit fédéral. D'autres solutions sont aussi licites dans la mesure où elles sont conformes au droit en vigueur.

## Editeur

Office fédéral de l'environnement (OFEV)  
L'OFEV est un office du Département fédéral de l'environnement, des transports, de l'énergie et de la communication (DETEC).

## Auteurs

Empa, OFEV

## Accompagnement à l'OFEV

Division Protection de l'air et produits chimiques, Section Industrie et combustion

## Référence bibliographique

OFEV (éd.) 2020 : Mesure des émissions des installations stationnaires. Recommandations sur la mesure des émissions. 2<sup>ème</sup> édition actualisée 2020. 1<sup>re</sup> édition 2013. Office fédéral de l'environnement, Berne.  
L'environnement pratique n° 1320 : 162 p.

## Graphisme, mise en page

Cavelti AG, Marken. Digital und gedruckt, Gossau

## Photo de couverture

E. Ammon, AURA/OFEV

## Téléchargement au format PDF

[www.bafu.admin.ch/uv-1320-f](http://www.bafu.admin.ch/uv-1320-f)

Il n'est pas possible de commander une version imprimée.

Cette publication est également disponible en allemand et en italien. La langue originale est l'allemand.

2<sup>ème</sup> édition actualisée 2020. 1<sup>re</sup> parution 2013.

© OFEV 2020

# Table des matières

<b>Abstracts</b>	<b>6</b>	<b>7 Mesure des substances organiques</b>	<b>63</b>
<b>Avant-propos</b>	<b>7</b>	7.1 Introduction	63
<b>Introduction</b>	<b>8</b>	7.2 Mesure du carbone total à l'aide du détecteur à ionisation de flamme (FID)	63
<b>1 Champ d'application et définitions</b>	<b>9</b>	7.3 Détermination des substances au moyen du FID	67
1.1 Champ d'application	9	7.4 Principes généraux de la détermination de composés individuels par des méthodes off-line	70
1.2 Notions et abréviations	9	7.5 Autres méthodes de détermination de composés individuels ou de groupes de composés	82
<b>2 Planification des mesures d'émissions</b>	<b>14</b>	<b>8 Traitement des données brutes</b>	<b>91</b>
2.1 Analyse du problème technique de la mesure	14	8.1 Calculs généraux	91
2.2 Programme de mesure	16	8.2 Mesure des poussières	93
2.3 Site de mesure	17	<b>9 Incertitude de mesure</b>	<b>99</b>
<b>3 Mesure des paramètres physiques</b>	<b>24</b>	9.1 Définitions	99
3.1 Paramètres mesurés dans le flux volumique principal	24	9.2 Détermination de l'incertitude de mesure	100
3.2 Paramètres mesurés dans les flux volumiques partiels	27	9.3 Propagation des erreurs	103
<b>4 Mesure des concentrations de poussières</b>	<b>28</b>	9.4 Incertitude de mesure inhérente à certaines méthodes	106
4.1 Dispositions générales	28	<b>10 Assurance qualité</b>	<b>109</b>
4.2 Mesure des poussières avec des dispositifs internes	30	10.1 Principes	109
4.3 Mesure des poussières avec des dispositifs externes	36	10.2 Compétence technique	111
<b>5 Mesure de métaux, de non-métaux et de leurs composés</b>	<b>40</b>	10.3 Accréditation en Suisse	113
5.1 Généralités	40	<b>11 Appréciation des mesures d'émission</b>	<b>115</b>
5.2 Détermination de métaux, de non-métaux et de leurs composés (sans le mercure)	40	11.1 Bases d'appréciation	115
5.3 Détermination du mercure	44	11.2 Régime d'exploitation déterminant	115
<b>6 Mesure des polluants inorganiques gazeux</b>	<b>47</b>	11.3 Calcul de la moyenne	115
6.1 Généralités et définitions	47	11.4 Appréciation des résultats de mesure	117
6.2 Préparation de l'échantillon	47	11.5 Exemples	118
6.3 Méthodes de mesure on-line	50	<b>12 Rapport</b>	<b>143</b>
6.4 Méthodes de mesure off-line	55	12.1 Généralités	143
		12.2 Exemple de structure d'un rapport	143

<b>13 Installations de combustion alimentées au bois</b>	<b>145</b>
13.1 Planification et réalisation de la mesure	145
13.2 Traitement des données brutes et appréciation de la mesure	147
13.3 Exemple	151
<b>Annexe</b>	<b>159</b>
<b>Répertoires</b>	<b>160</b>

---

# Abstracts

These implementation guidelines describe how emissions are to be measured and evaluated in accordance with the requirements of the Ordinance on Air Pollution Control. They also describe the measurement planning and reporting aspects that are of relevance for evaluating emissions. The measurement recommendations are primarily addressed to cantonal and municipal implementing authorities, as well as to private and public sector testing laboratories and other specialised interest groups.

La présente aide à l'exécution montre comment déterminer et apprécier les émissions polluantes conformément à l'ordonnance sur la protection de l'air. Elle englobe également des aspects relatifs à la planification des mesures et à l'élaboration de rapports. Les présentes Recommandations sur la mesure des émissions sont en premier lieu destinées aux autorités cantonales et communales chargées de l'exécution, aux services de mesure privés et officiels, ainsi qu'aux spécialistes intéressés.

Diese Vollzugshilfe zeigt auf, wie im Sinne der Luftreinhalte-Verordnung Schadstoff-Emissionen zu messen und zu beurteilen sind. Sie umfasst auch die für die Beurteilung relevanten Aspekte der Planung der Messung sowie der Berichterstattung. Die vorliegenden Emissions-Messempfehlungen richten sich in erster Linie an Vollzugsbehörden, private und behördliche Messfachstellen sowie an interessierte Fachleute.

Il presente aiuto all'esecuzione illustra come misurare e valutare le emissioni di inquinanti conformemente all'ordinanza contro l'inquinamento atmosferico. Include tutti gli aspetti della pianificazione delle misurazioni e della rendicontazione rilevanti per la valutazione. Il testo è destinato in primo luogo alle autorità esecutive, agli uffici di misurazione privati e ufficiali e agli esperti interessati.

**Keywords:**

*air pollution control, Ordinance on Air Pollution Control, measurement recommendations, emissions, air pollutants, trade and industry, measurement reports, measurement*

**Mots-clés:**

*protection de l'air, OPAir, recommandation pour la mesure des émissions, émission, polluant atmosphérique, industrie et artisanat, rapport de mesure, prescription de mesure, instrument de mesure*

**Stichwörter:**

*Luftreinhaltung, LRV, Messempfehlung, Emission, Luftschadstoff, Industrie und Gewerbe, Messbericht, Messvorschrift, Messgerät*

**Parole chiave:**

*protezione dell'aria, OIAI, Raccomandazioni misurazione impianti a combustione, emissione, inquinanti atmosferici, industria e artigianato, rapporto di misurazione, direttive di misurazione, strumento di misura*

---

# Avant-propos

La qualité de l'air s'est nettement améliorée depuis l'entrée en vigueur de l'ordonnance sur la protection de l'air, comme le montrent les mesures des immissions effectuées par les stations de mesure nationales et cantonales, ainsi que l'inventaire suisse des émissions.

Une fois que des polluants atmosphériques sont parvenus dans l'environnement, il n'existe aucun moyen de les retirer ensuite de l'air. La seule démarche possible en matière de protection de l'air est donc une réduction des émissions à l'endroit où elles sont générées. Ce principe des mesures prises à la source est inscrit dans la loi sur la protection de l'environnement et l'ordonnance sur la protection de l'air.

Des valeurs limites, qui se fondent sur les techniques les plus récentes, ont été fixées pour les différentes catégories d'installations. Les possibilités offertes par le développement technologique permettent de remplacer des technologies obsolètes, et ainsi d'abaisser les limitations des émissions. Cette tendance conservera à l'avenir toute son importance, car malgré une amélioration de la qualité de l'air, les objectifs fixés par le Conseil fédéral ne sont pas encore atteints.

Les mesures des immissions mettent en évidence la qualité de l'air mais ne permettent pas d'attribuer les polluants émis aux différentes sources. Pour ce faire, des mesures des émissions au niveau de chaque installation sont nécessaires. Elles garantissent, en imputant directement les coûts à celui qui est à l'origine des émissions, que chaque installation respecte les valeurs limites.

Les mesures des émissions sont répétées à intervalles réguliers. On tient ainsi compte des changements qui interviennent au fil du temps sur les installations, qui peuvent être voulus par l'exploitant, notamment lorsqu'il adapte un procédé de production, mais aussi une conséquence involontaire d'un vieillissement de l'installation, par exemple. L'impact éventuel de ces modifications sur les émissions est décelé grâce aux mesures.

Parallèlement à ces contrôles réguliers par échantillonnage, la technique de mesure actuelle permet de mesurer en continu les polluants ou les paramètres corrélés. Les données ainsi obtenues peuvent être utilisées directement pour le pilotage des installations et pour optimiser les émissions générées.

Les mesures des émissions constituent un instrument important de l'appréciation et l'évaluation des sources de polluants. Elles permettent de déterminer et de corriger des divergences par rapport aux prescriptions en matière de protection de l'air, et de maintenir et d'améliorer ainsi la qualité de l'air que nous respirons. Nous remercions de leur engagement les exploitants d'installations, les spécialistes des mesures et les autorités qui ont contribué à cette publication.

Paul Steffen, sous-directeur  
Office fédéral de l'environnement (OFEV)

---

# Introduction

Traditionnellement, dans le domaine de l'hygiène de l'air, la mesure des émissions consistait surtout à déterminer des polluants particuliers dans un effluent gazeux. Actuellement, les mesures portent également sur des polluants gazeux organiques ou inorganiques. L'utilisation de méthodes en continu ou en semi-continu est fréquente. Ces méthodes « on-line » présentent certes de nombreux avantages, mais elles ne sont pas nécessairement plus simples à utiliser qu'une méthode conventionnelle comportant un enrichissement de l'échantillon suivi d'une analyse.

Pour toutes ces méthodes, les principes de la technique de mesure des émissions restent les mêmes. Les appareils modernes exigent également une stratégie de mesure rigoureuse, fondée sur des objectifs de mesure clairs et prenant en compte les régimes d'exploitation de l'installation, le prélèvement d'échantillons, leur analyse, ainsi que l'interprétation des résultats. Sans une connaissance et une documentation précises des conditions-cadres et des limitations qui régissent l'acquisition des résultats, il est impossible d'apprécier correctement ces derniers.

Les spécialistes qui effectuent les mesures ou les analyses doivent disposer de connaissances et d'une expérience pratique suffisantes et faire preuve de conscience professionnelle pour réaliser des mesures des émissions de qualité. Les présentes recommandations établissent les connaissances nécessaires pour planifier et réaliser de telles mesures et interpréter les résultats. Elles indiquent également comment apprécier les résultats à la lumière des valeurs limites de l'ordonnance sur la protection de l'air (OPair)<sup>[1]</sup>.

Les recommandations décrivent des méthodes dites de référence pour la détermination des divers polluants. Les mesures d'émissions visant à démontrer de manière contraignante que les valeurs limites d'émission sont respectées ou dépassées doivent être effectuées à l'aide d'une méthode de référence ou d'une méthode alternative équivalente. Les critères d'équivalence entre les différentes méthodes ont été décrits par la CEN.

Les méthodes de référence citées dans les présentes recommandations sont principalement basées sur les normes européennes existantes (normes CEN). Lorsque celles-ci font défaut, les directives VDI et les méthodes du NIOSH ou OSHA fournissent des pointeurs méthodologiques utiles. Toutefois, lors de l'appréciation des résultats des mesures, il convient de tenir compte exclusivement des exigences de la législation suisse sur la protection de l'air; on ne peut se référer à aucune directive externe.



---

# 1 Champ d'application et définitions

## 1.1 Champ d'application

Les présentes recommandations, rédigées en vertu de l'art. 14, al. 2, de l'ordonnance sur la protection de l'air (OPair)<sup>[1]</sup> s'appliquent à la détermination des émissions de poussières, d'aérosols et de gaz des installations stationnaires.

Elles sont valables pour les installations stationnaires décrites à l'art. 2, al. 1, OPair<sup>[1]</sup>. Pour les installations de combustion jusqu'à 1 MW alimentées à l'huile ou au gaz, et pour celles jusqu'à 70 kW alimentées au bois de chauffage au sens de l'annexe 5, ch. 31, al. 1, OPair, ce sont les recommandations sur la mesure des émissions des installations de combustion (OFEV, 2018)<sup>[3]</sup> qui s'appliquent.

Les présentes recommandations n'abordent pas le problème de la détermination des émissions diffuses de polluants.

## 1.2 Notions et abréviations

### 1.2.1 Notions générales

La notion d'émission désigne le passage de matières polluantes dans l'atmosphère libre. Pour quantifier les émissions, il faut avoir recours aux notions suivantes (voir également<sup>[1]</sup> et <sup>[4]</sup>)

- **Méthode équivalente**
  - méthode de mesure qui permet d'obtenir des résultats identiques à ceux que fournit la méthode de référence. Les critères d'équivalence sont décrits dans un document du Comité européen de normalisation (CEN)<sup>[2]</sup>.
- **Seuil de quantification**
  - concentration minimale d'une substance qu'il est possible de quantifier avec une certitude donnée (en général 95 %).
- **Vérification**
  - contrôles d'un appareil de mesure, effectués selon les prescriptions par l'autorité compétente, et certification de l'appareil (acte officiel).
- **Facteur d'émission**
  - rapport entre la quantité d'un polluant émise et la quantité de matière produite ou consommée (p. ex. kilogrammes par tonne [kg/t]).
- **Calibrage**
  - en métrologie, détermination de l'écart entre la valeur obtenue sur un appareil de mesure et une valeur de référence.

- 
- **Concentration massique**
    - masse des matières émises par rapport au volume de l'effluent gazeux (p. ex. en milligrammes par mètre cube [mg/m<sup>3</sup>]).
  - **Débit massique**
    - volume des matières émises dans l'unité de temps. (p. ex. en grammes par heure [g/h]).
  - **Plan de mesure**
    - plan virtuel perpendiculaire au sens de l'écoulement des effluents gazeux et qui contient tous les points de mesure.
  - **Endroit de mesure**
    - tronçon du canal des effluents gazeux où l'on prélève les échantillons.
  - **Emplacement de mesure**
    - plate-forme d'où l'on procède à la mesure et où sont installés les appareils.
  - **Point de mesure**
    - point du plan de mesure où est prélevé l'échantillon de gaz, ou bien directement effectuée la mesure.
  - **Incertitude de mesure**
    - notée «u», intervalle de part et d'autre de la valeur mesurée «x» qui contient la valeur réelle avec une probabilité donnée.
  - **Seuil de détection**
    - Quantité minimale d'une substance qui peut être détectée dans un échantillon (par rapport à un témoin «vierge») avec une certitude donnée (en gén. 95 %).
  - **Gaz étalon**
    - gaz dont la composition est connue précisément.
  - **Méthode de référence**
    - méthode de mesure définie comme référence et qui fournit une valeur reconnue pour le paramètre mesuré. Des méthodes alternatives peuvent être utilisées si leur équivalence avec la méthode de référence a été prouvée. Dans le milieu européen de la normalisation, on utilise aussi le terme de «méthode de référence normalisée» (MRN) pour désigner une méthode de référence prescrite par le droit européen ou par des lois nationales. Les méthodes de référence normalisées sont, par exemple, employées pour calibrer et valider des dispositifs de mesure automatique ou pour vérifier périodiquement le respect de valeurs limites.

Tab. 1 Symboles et indices utilisés

Symboles utilisés				
Symboles	Signification	Unités		
A	superficie	m <sup>2</sup>		
b	pression atmosphérique	hPa	mbar	
$\bar{C}_i$	concentration moyenne de la composante i	g/m <sup>3</sup>	mg/m <sup>3</sup>	
c <sub>i</sub>	concentration de la composante i	g/m <sup>3</sup>	mg/m <sup>3</sup>	mol/l
D	diamètre d'un plan de mesure circulaire	m	cm	
D <sub>h</sub>	diamètre efficace de la sonde de prélèvement	m	cm	
d	diamètre hydraulique du canal des effluents gazeux	cm	mm	
f	humidité	kg/m <sup>3</sup>	g/m <sup>3</sup>	%-vol.
m	masse	kg	g	mg
$\dot{m}$ ou q <sub>m</sub>	débit massique, flux de matière	kg/h	g/h	mg/h
M <sub>i</sub>	masse molaire du gaz i	g/mol		
n	nombre de mesures ponctuelles	–		
p	pression	hPa	mbar	Pa
Δp	différence de pression	hPa	mbar	Pa
p <sub>i</sub>	pression partielle d'une composante i	hPa	mbar	Pa
r <sub>i</sub>	part volumique du gaz i	m <sup>3</sup> /m <sup>3</sup>	%-vol.	ppm
ρ <sub>i</sub>	densité du gaz i	kg/m <sup>3</sup>	g/m <sup>3</sup>	
s	écart-type	selon le paramètre mesuré		
s <sub>D</sub>	écart-type dans le cas de doubles déterminations	selon le paramètre mesuré		
T	température	K	°C	
t	temps	h	min	s
t <sub>P 95</sub>	facteur de Student pour une certitude statistique P = 95 %	–		
τ	point de rosée	°C		
U	circonférence du canal des effluents gazeux	m		
u	incertitude de mesure	selon le paramètre mesuré		
V	volume des effluents gazeux	m <sup>3</sup>		
$\dot{V}$ ou q <sub>v</sub>	débit volumique, flux volumique	m <sup>3</sup> /h	m <sup>3</sup> /s	
V <sub>M</sub>	volume molaire des gaz parfaits aux conditions normales	22,4 l/mol		
v	vitesse du gaz (notée s'il s'agit d'un volume partiel)	m/s		
x	valeur mesurée	selon le paramètre mesuré		
$\bar{x}$	moyenne d'un ensemble de mesures	selon le paramètre mesuré		
$\underline{x}$	seuil de quantification	selon le paramètre mesuré		
x <sub>0</sub>	valeur de l'essai à blanc	selon le paramètre mesuré		
Z	nombre de couples de valeurs mesurées	–		

**Indices utilisés**

Indices	Signification
d	dynamique, dans le cas de pressions
f	gaz humide
g	sous forme gazeuse
i	valeur ponctuelle
max	valeur maximale du paramètre
n	conditions normales (273 K, 1013 mbar)
N	normalisé, p. ex. à une teneur d'O <sub>2</sub> donnée
s	statique, dans le cas de pressions
sec	sec

**Tab. 2 Facteurs de conversion entre unités**

<b>Pression</b>					
Pascal	1 Pa	=	1 N/m <sup>2</sup>		
		=	10 <sup>-5</sup> bar = 0,01 mbar	1 bar	= 10 <sup>5</sup> Pa
Bar	1 bar	=	0,9870 atm	1 atm	= 1,013 bar
	1 mbar	=	0,7501 Torr (mmHg)	1 Torr	= 1,333 mbar
		=	10,20 mm H <sub>2</sub> O	1 mm H <sub>2</sub> O	= 0,09807 mbar
<b>Température</b>					
Degrés Celsius	0 °C	=	273,15 Kelvin (K)	x °C	= (x + 273,15) K

**Tab. 3 Concentrations**

Les facteurs de conversion se rapportent aux conditions normales.

Composé	1 ppm <sup>1</sup> corresp. à <sup>2</sup> : mg/m <sup>3</sup>	1 mg/m <sup>3</sup> corresp. à: ppm	massemolaire g/mol	volumemolaire <sup>3</sup> l/mol	massevolumique ρ <sub>n</sub> kg/m <sup>3</sup>
org. C (gazeux)	0,536	1,866	12,0	22,40 <sup>3</sup>	0,536
CH <sub>4</sub>	0,716	1,397	16,0	22,36	0,718
C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	1,967	0,508	44,1	21,93	2,011
CO	1,250	0,800	28,0	22,40	1,251
CO <sub>2</sub>	1,963	0,509	44,0	22,26	1,977
HCl	1,627	0,615	36,5	22,25	1,639
HF	0,893	1,112	20,0	21,72	0,921
H <sub>2</sub> O	0,804	1,244	18,0	22,40 <sup>3</sup>	0,804
Air			29,0	22,40	1,293
N <sub>2</sub>			28,0	22,40	1,251
N <sub>2</sub> (avec 0,93 % Ar)			28,2	22,40	1,257
NH <sub>3</sub>	0,760	1,316	17,0	22,07	0,771
NO	1,339	0,747	30,0	22,39	1,340
NO <sub>2</sub>	2,053	0,487	46,0	22,40 <sup>3</sup>	2,053
O <sub>2</sub>			32,0	22,39	1,429
SO <sub>2</sub>	2,858	0,350	64,1	21,89	2,927
SO <sub>3</sub>	3,572	0,280	80,1	22,40 <sup>3</sup>	3,572

1 Fraction molaire (mol/mol): en général les mélanges de gaz sont produits par un procédé gravimétrique et leur fraction molaire est indiquée. 2 Volume molaire 22,40 l/mol. Ceci est aussi valable pour les gaz non parfaits lorsqu'ils sont très dilués. 3 Le volume molaire des gaz parfaits est de 22,4 l/mol aux conditions normales.

## Bibliographie

- [1] Ordonnance du 16 décembre 1985 sur la protection de l'air (OPair) (état 1<sup>er</sup> juin 2018) RS 814,318,142,1; [www.admin.ch/ch/f/rs/c814\\_318\\_142\\_1.html](http://www.admin.ch/ch/f/rs/c814_318_142_1.html)
- [2] CEN/TS 14793: Emissions de sources fixes – Méthode de validation intralaboratoire d'une méthode «alternative» comparée à une méthode de référence (juin 2005).
- [3] Recommandations sur la mesure des émissions des installations de combustion (OFEV, 2<sup>e</sup> édition 2018).
- [4] EN 15259 Qualité de l'air - Mesurage des émissions de sources fixes - Exigences relatives aux sections et aux sites de mesurage et relatives à l'objectif, au plan et au rapport de mesurage (Décembre 2007)

---

## 2 Planification des mesures d'émissions

Des mesures d'émissions sont requises si l'on ne dispose pas d'autres moyens de contrôle garantissant le respect des limitations d'émission. Au cas où une telle mesure se révèle nécessaire, son objectif devra être clairement défini au préalable.

Avant de procéder à la mesure proprement dite, divers préparatifs s'imposent, sans lesquels une exécution dans les règles de l'art n'est pas possible (voir également <sup>[5]</sup>, <sup>[6]</sup>, <sup>[7]</sup>). Ainsi, l'aménagement et l'équipement du site de mesure peuvent sensiblement influencer le résultat de la mesure.

### 2.1 Analyse du problème technique de la mesure

Afin d'obtenir les informations nécessaires avec un investissement technique acceptable, il est indispensable de bien planifier les mesures d'émissions. Lors de cette planification, c.-à-d. avant la mesure, il faut éclaircir les points suivants:

#### 1. **Pourquoi** des mesures doivent-elles être effectuées?

- qu'est-ce qui justifie ces mesures?
  - une décision officielle
  - un projet d'extension de l'installation, etc.
- quel est le but de ces mesures?
  - connaître les émissions de certaines substances pour un type d'installation
  - contrôler des valeurs garanties et des valeurs limites
  - optimiser l'exploitation d'une installation sur le plan des émissions

#### 2. **Que** faut-il mesurer?

- qu'est-ce qui justifie ces mesures?
  - une décision officielle
  - un projet d'extension de l'installation, etc.
- quel est le but de ces mesures?
  - connaître les émissions de certaines substances pour un type d'installation
  - contrôler des valeurs garanties et des valeurs limites
  - optimiser l'exploitation d'une installation sur le plan des émissions

#### 3. **Comment** faut-il effectuer la mesure?

- Choix des méthodes de mesure en fonction des critères susmentionnés (objectifs, seuil de quantification, incertitude de mesure, stabilité des échantillons prélevés, etc.).

---

4. A quels **régimes d'exploitation** de l'installation faut-il effectuer les mesures (à pleine charge ou à charge réduite)?

5. Quels sont les paramètres caractéristiques des régimes d'exploitation? En font également partie le genre et la quantité des substances utilisées.

- quels sont les paramètres d'exploitation à retenir?
- comment ces données sont-elles collectées?
  - lecture ou enregistrement des mesures par l'exploitant
  - mesure réalisée par un tiers indépendant
- qui procède au relevé des paramètres d'exploitation?
  - l'institution chargée des mesures, l'exploitant de l'installation ou le service de la protection de l'environnement compétent.

6. Comment caractériser l'épuration de l'**air vicié**?

- quels sont les paramètres à retenir?
- comment ces données sont-elles collectées?
  - lecture ou enregistrement des mesures par l'exploitant
  - mesure réalisée par un tiers indépendant
- qui procède au relevé des paramètres?
  - l'institution chargée des mesures, l'exploitant de l'installation ou le service de la protection de l'environnement compétent.

7. **Quand** effectuer les mesures?

- quel est le profil probable de variation des émissions dans le temps?
- quand se produisent probablement les émissions les plus élevées?
- le moment de la prise d'échantillon est-il représentatif du processus et de l'installation?

8. **A quel endroit** les mesures doivent-elles s'effectuer?

- dans les gaz épurés, c.-à-d. dans les effluents gazeux, après la dernière étape de l'épuration.
- dans les gaz bruts, c.-à-d. dans les effluents gazeux avant leur épuration.
- entre les différentes phases d'épuration.

9. L'étude doit-elle encore tenir compte **d'autres émissions** (eaux résiduaires, déchets solides)?

- qui effectue les mesures requises à cet effet?
- qui assure la coordination entre les différentes équipes de mesure?
- le rapport est-il rédigé en commun et, si oui, par qui?

10. Des **prescriptions spéciales de sécurité**, dont il faut tenir compte, sont-elles prévues par l'exploitant de l'installation (p. ex. protection contre les explosions)?

Il est important que toutes les informations disponibles concernant l'installation et ses émissions soient prises en compte lors de la planification des mesures. Ce n'est qu'ainsi que l'on peut obtenir des résultats représentatifs et probants moyennant un investissement de mesure acceptable.

---

Dans les cas complexes en relation directe avec l'application de la législation sur la protection de l'environnement, il est recommandé de procéder à cette planification et aux travaux préparatoires d'entente avec le service de la protection de l'environnement compétent.

## 2.2 Programme de mesure

Le programme de mesure découle de l'analyse décrite sous 2.1:

### 2.2.1 Paramètres mesurés dans les effluents gazeux

- Les paramètres se répartissent en trois catégories:
  - Les **paramètres physiques** – pression (p), température (T) et vitesse des effluents gazeux (v) – sont nécessaires pour le calcul du débit volumique et pour la conversion aux conditions normales.
  - La vapeur d'eau, l'oxygène, l'azote et le dioxyde de carbone sont en règle générale les composants principaux des effluents gazeux produits par des procédés thermiques. Ces **grandeurs de référence** sont utilisées, p. ex., pour le calcul de la densité du gaz ( $\rho$ ). Les valeurs limites appliquées à certains procédés sont liées, en outre, à une concentration donnée de ces grandeurs de référence (p. ex. 11 % d'O<sub>2</sub> pour les usines d'incinération des ordures ménagères).
  - Les **polluants** représentent la troisième catégorie de paramètres. Voici quelques exemples: poussières, CO, NO<sub>x</sub>, SO<sub>2</sub>, métaux lourds, etc.

### 2.2.2 Durée de mesure et nombre de mesures ponctuelles

La mesure des émissions qu'il s'agit de limiter doit porter sur une durée bien représentative pour le phénomène à analyser.

Si les prescriptions limitatives ne spécifient rien de particulier, il est nécessaire d'effectuer au moins 3 mesures ponctuelles. Dans le cas de mesures en grille (voir ci-dessous) est considérée comme **mesure ponctuelle** la moyenne des mesures élémentaires effectuées sur chacun des points de la grille.

### 2.2.3 Régime et paramètres d'exploitation

En règle générale, la mesure doit être effectuée au **régime d'exploitation** qui provoque les émissions les plus fortes. Ce régime est caractérisé par des paramètres d'exploitation spécifiques. Suivant les problèmes posés, il peut se révéler nécessaire d'effectuer également des mesures à d'autres régimes.

Paramètres d'exploitation d'une usine d'incinération des ordures ménagères (à titre d'exemple):

- caractéristiques opérationnelles des électrofiltres
- débit des ordures traitées
- production de vapeur
- consommation de produits chimiques pour l'épuration des effluents gazeux
- pH de l'eau de lavage et part recirculée

Avant de procéder à la mesure, il y a lieu de discuter du mode d'exécution avec l'exploitant de l'installation.



---

## 2.3 Site de mesure

Tant le choix de l'endroit de mesure que l'agencement du site de mesure peuvent compromettre la représentativité d'une mesure. S'agissant de nouvelles installations, il faudrait en tenir compte déjà au stade de l'étude du projet. Sur les installations existantes, on est parfois contraint à des compromis.

### 2.3.1 Endroit de mesure

L'endroit de mesure sur le canal devrait répondre aux critères suivants:

- la composition des effluents gazeux doit être représentative des émissions (pas de dilution non admissible).
- la répartition des polluants devrait être aussi homogène que possible sur tout le plan de mesure.
- l'écoulement devrait être rectiligne. Les déviations, embranchements, vannes, ventilateurs et autres installations perturbent l'écoulement des effluents.

Sont appropriés des tronçons de canaux rectilignes, de forme et de section constantes, les canaux verticaux étant préférables aux canaux horizontaux pour la mesure des poussières. Les tronçons de canaux rectilignes devraient avoir les longueurs minimales suivantes:

- *avant l'endroit de mesure (segment à l'entrée): 5 x diamètre hydraulique*
- *après l'endroit de mesure (segment à la sortie): 3 x diamètre hydraulique*

*Le diamètre hydraulique se calcule comme suit:*

$$D_h = 4 \times A/U$$

*où:*

*A = section du canal des effluents*

*U = périmètre du canal des effluents*

Exemples:

- *Cercle:*  $D_h = d$  (= diamètre du cercle)
- *Carré:*  $D_h = a$  (= longueur d'un côté)

S'il n'est pas possible de satisfaire à cette exigence, le segment à l'entrée doit toujours être plus long que celui de la sortie.

### 2.3.2 Plan et points de mesure

Le plan de mesure est un plan virtuel perpendiculaire au sens de l'écoulement des effluents gazeux à l'endroit de mesure et qui contient tous les points de mesure.

Lors de la mesure de poussières ou si la répartition des polluants gazeux dans le plan est inhomogène, il faut effectuer des mesures en grille pour pouvoir déterminer la concentration moyenne sur la section du canal. A cet effet, on échantillonne le flux volumique partiel aux différents points d'une grille fictive placée sur la section, et ce lors de chaque mesure ponctuelle (voir également<sup>[5], [6]</sup>).

### 2.3.3 Nombre de points de mesure pour une section circulaire

Le nombre de points de mesure nécessaires dépend de la section du canal. En règle générale, ces points doivent être choisis selon les indications mentionnées dans le tableau qui suit. Les conditions ainsi que le profil de l'écoulement des effluents gazeux doivent également être pris en considération lors du choix des points de mesure. Le cas échéant leur nombre doit être augmenté.

**Tab. 4 Nombre minimal de points de mesure pour des canaux de section ronde**

*En cas de plusieurs points de mesure, la mesure s'effectue sur deux axes.*

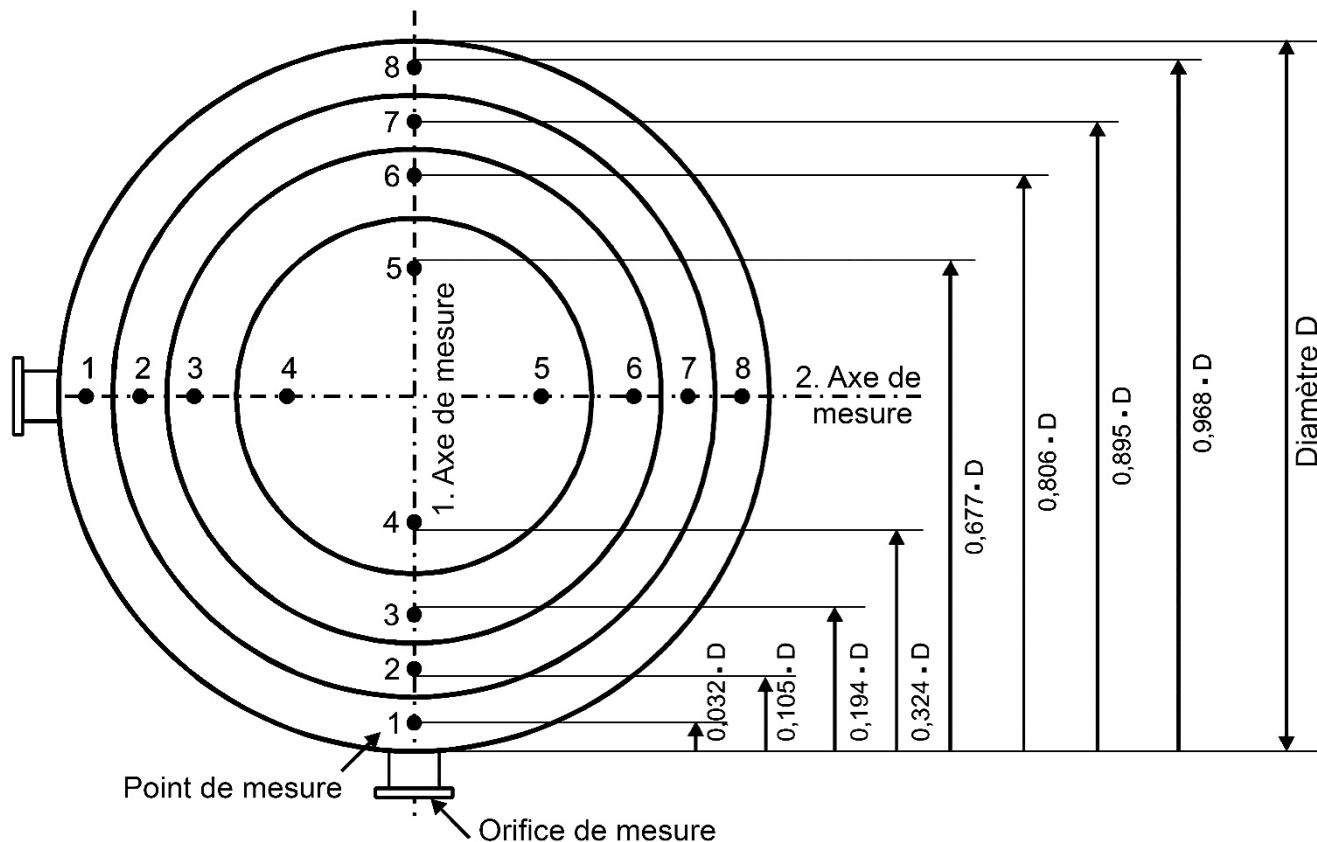
Superficie du plan de mesure [m <sup>2</sup> ]	Diamètre [m]	Nombre de points de mesure
< 0,1	> 0,35	1 (au centre)
0,1 – 1	0,35 – 1,1	4
1,1 – 2,0	1,1 – 1,6	8
> 2,0	> 1,6	au moins 12 et 4 par m <sup>2</sup> (mais au max. 20)

En cas de réduction du nombre de points ou d'axes de mesure, il faut soigneusement justifier cette décision, en effectuant par exemple des mesures exploratoires de la vitesse du gaz ou de la concentration du gaz ou des poussières sur tout le plan de mesure (avec le nombre prescrit de points de mesure).

Ci-après, on applique la règle des tangentes selon la norme EN 13284-1<sup>[6]</sup> pour calculer les points de mesure. Pour la disposition des points de mesure, le plan de mesure est divisé en anneaux concentriques de même superficie. Les points de mesure sont disposés sur les rayons de ces anneaux. La figure 1 montre à titre d'exemple quatre cercles concentriques sur lesquels on a disposé 8 points de mesure par axe. Avec deux axes de mesure on obtient au total 16 points de mesure. Ce nombre de points correspond à celui que requis pour un plan de 4 m<sup>2</sup> environ.

**Fig. 1 Disposition des points de mesure dans un canal de section circulaire**

*Règle des tangentes.*



La disposition des points de mesure en fonction des lignes de gravité des anneaux est établie selon le tableau suivant:

**Tab. 5 Section circulaire**

*Nombre de points de mesure par axe.*

Point no	2 points	4 points	6 points	8 points	10 points
1	0,146 D	0,067 D	0,044 D	0,032 D	0,026 D
2	0,854 D	0,250 D	0,146 D	0,105 D	0,082 D
3	–	0,750 D	0,296 D	0,194 D	0,146 D
4	–	0,933 D	0,704 D	0,323 D	0,226 D
5	–	–	0,854 D	0,677 D	0,342 D
6	–	–	0,956 D	0,806 D	0,658 D
7	–	–	–	0,895 D	0,774 D
8	–	–	–	0,968 D	0,854 D
9	–	–	–	–	0,918 D
10	–	–	–	–	0,974 D

### 2.3.4 Nombre de points de mesure pour une section rectangulaire

L'aménagement de plusieurs orifices de mesure permet d'accéder à plusieurs axes de mesure. Le plan de mesure est à diviser en surfaces égales et de forme semblable à celle du plan de mesure. Les centres de gravité de ces surfaces constituent les points de mesure.

Tab. 6 Nombre minimal de points de mesure pour des canaux de section rectangulaire

Superficie du plan de mesure [m <sup>2</sup> ]	Diamètre [m]	Nombre de points de mesure
< 0,1	–	1 (au centre)
0,1 – 1	2	4
1,1 – 2,0	3	9
> 2,0	> 3	au moins 12 et 4 par m <sup>2</sup> (mais au max. 20)

### 2.3.5 Orifice et emplacement de mesure

La grandeur et le nombre des **orifices de mesure** dépend des appareils utilisés et du problème posé. Pour chaque mesure isocinétique (poussières, dioxines, ammoniac et ses composés) on disposera d'un orifice de mesure indépendant. Pour les mesures de particules solides, un embout selon figure 2 ou un embout de 125 mm selon DIN 2573, suffit en règle générale. Lorsqu'il s'agit de mesurer d'autres composants, en plus des poussières, au moins deux autres orifices (manchons d'un pouce avec filetage extérieur) sont nécessaires.

Fig. 2 Embout pour la mesure des émissions

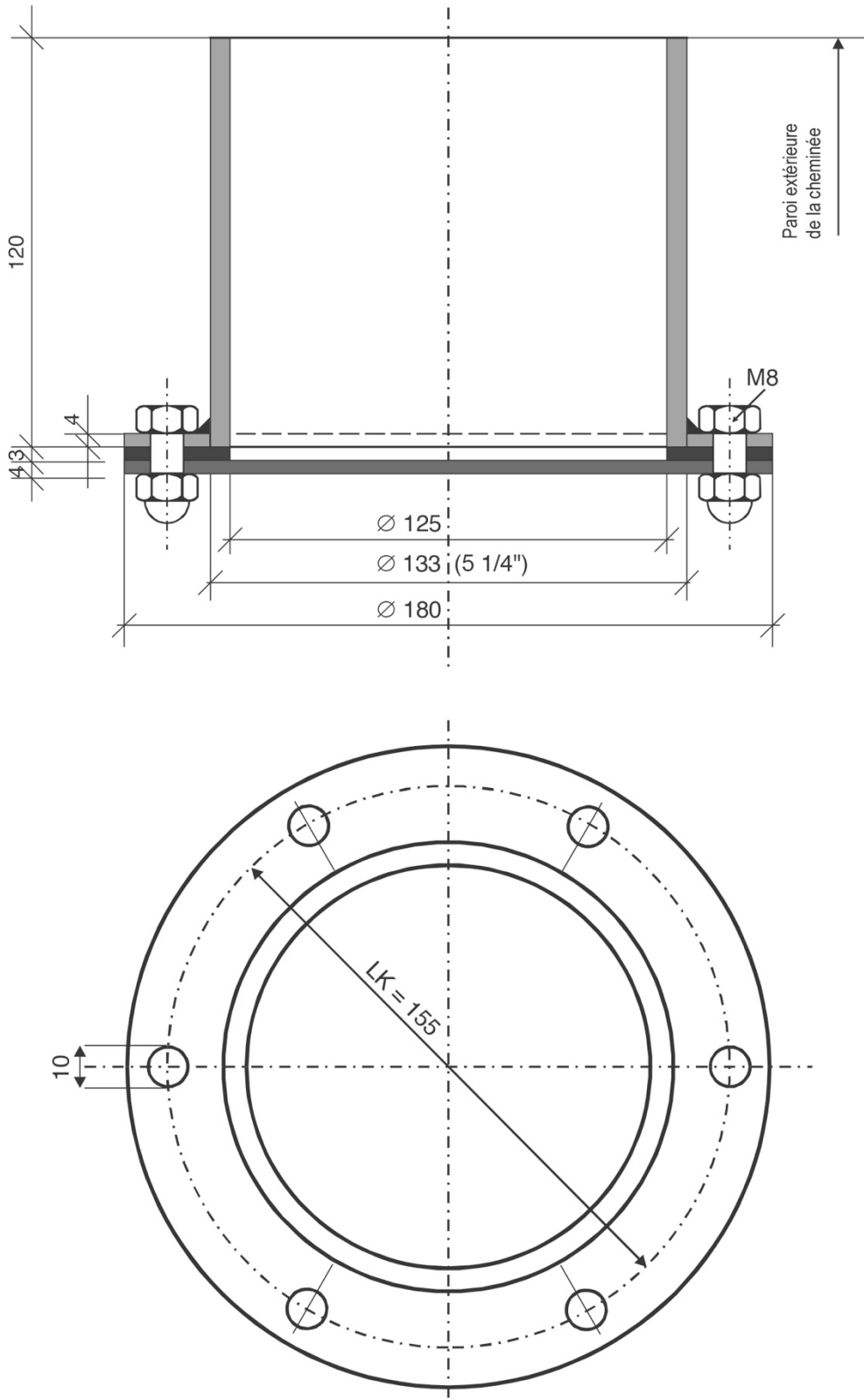
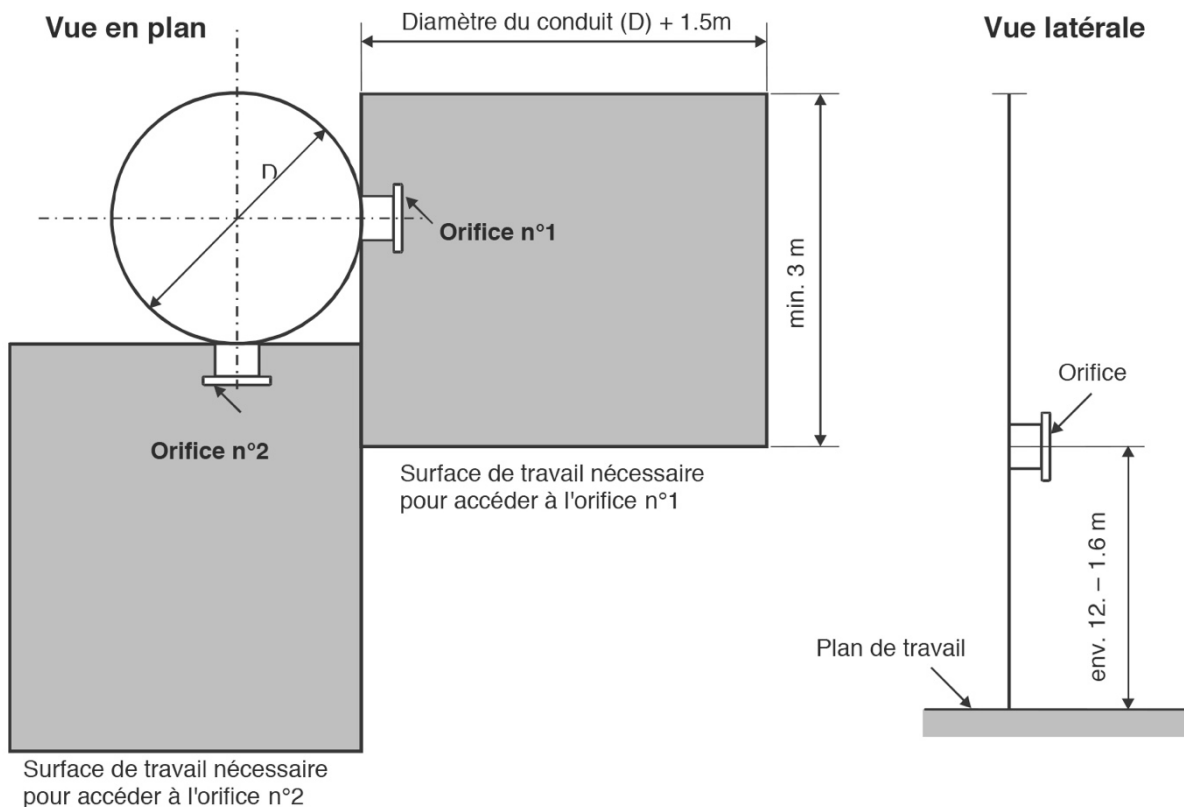


Fig. 3 Exemple d'un emplacement de mesure



La plate-forme de mesure doit satisfaire aux exigences suivantes:

- **Accès** sûr et aisé, si possible aussi pour des palettes (monte-charge, grue).
- **Surface de travail stable**, adaptée au problème à résoudre (voir également l'exemple présenté à la fig. 3)
  - largeur: au moins 3 m
  - profondeur: au moins diamètre du canal + 1,5 m (au minimum 2 m)
  - supportant une charge d'au moins  $250\text{ kg/m}^2$
  - à l'abri des intempéries (pluie, vent, température)
- **Sécurités:**
  - balustrade, muret
  - raccordement au système d'alarme interne de l'entreprise
- **Raccordements:**
  - raccordement électrique (380 V, 15 A) avec fusibles FI
  - repérage de l'emplacement du tableau de distribution interne de l'entreprise
  - eau (amenée et évacuation), si nécessaire
  - air comprimé, si nécessaire

---

## **Bibliographie**

- [5] EN 15259; Qualité de l'air – Mesurage des émissions de sources fixes – Exigences relatives aux sections et aux sites de mesurage et relatives à l'objectif, au plan et au rapport de mesurage
- [6] EN 13-284-1; Emissions de sources fixes – Détermination de la faible concentration en masse de poussières – Partie 1: méthode gravimétrique manuelle
- [7] EN ISO 11771; Qualité de l'air – Détermination de la moyenne temporelle des émissions massiques et des facteurs d'émission – Approche générale

---

## 3 Mesure des paramètres physiques

### 3.1 Paramètres mesurés dans le flux volumique principal

#### 3.1.1 Mesure de la pression dans le canal des effluents gazeux

La mesure de la pression est nécessaire pour le calcul du débit volumique normalisé. En général, on mesure la pression barométrique ( $b$ ) ainsi que la différence de pression ( $\Delta p_s$ ) entre la pression barométrique et la pression statique dans le canal de l'effluent gazeux<sup>[8]</sup>. Ces différences de pression sont toutefois faibles par rapport à la pression barométrique et n'ont que peu d'influence lors du calcul. Le plus souvent, une mesure discontinue, p. ex. à l'aide d'un manomètre à tube en U, suffit. La précision de la mesure de la pression barométrique a davantage d'importance. Pour cette dernière, les baromètres anéroïdes se sont révélés adéquats, à condition toutefois qu'ils soient étalonnés régulièrement.

- Incertitude de mesure usuelle
  - *Pression barométrique*:  $\pm 1$  % au moins  $\pm 10$  mbar
  - *Différence de pression*:  $\pm 2$  % au moins  $\pm 0,1$  mbar

#### 3.1.2 Mesure de la température des effluents gazeux

La température des effluents gazeux est utilisée pour le calcul du débit volumique normalisé<sup>[8]</sup>. Suivant les installations, la température des effluents gazeux peut varier fortement (d'env. 20 °C à env. 600 °C) aux différents points de mesure. Pour la mesure de la température, on utilise des thermocouples résistant à la corrosion. Le thermocouple Ni-Cr/Ni, par exemple, est utilisable pour des températures de  $-130$  °C à  $+1400$  °C. Ce-pendant au-dessus de 700 °C, il est nécessaire de se servir d'un thermomètre ventilé<sup>[9]</sup>.

- Incertitude de mesure usuelle
  - *Température*:  $< 200$  °C:  $\pm 5$  °C;  $> 200$  °C:  $\pm 10$  °C

#### 3.1.3 Mesure de la vitesse des effluents gazeux

La vitesse des effluents gazeux varie entre environ 2 et 20 m/s suivant les installations. La mesure de la vitesse est nécessaire pour:

- le calcul du débit volumique principal et du débit massique des émissions
- le prélèvement isocinétique (à vitesse égale) des échantillons de poussières
- le prélèvement proportionnel à la vitesse d'échantillons de substances gazeuses lors de mesures off-line (enrichissement par extraction).



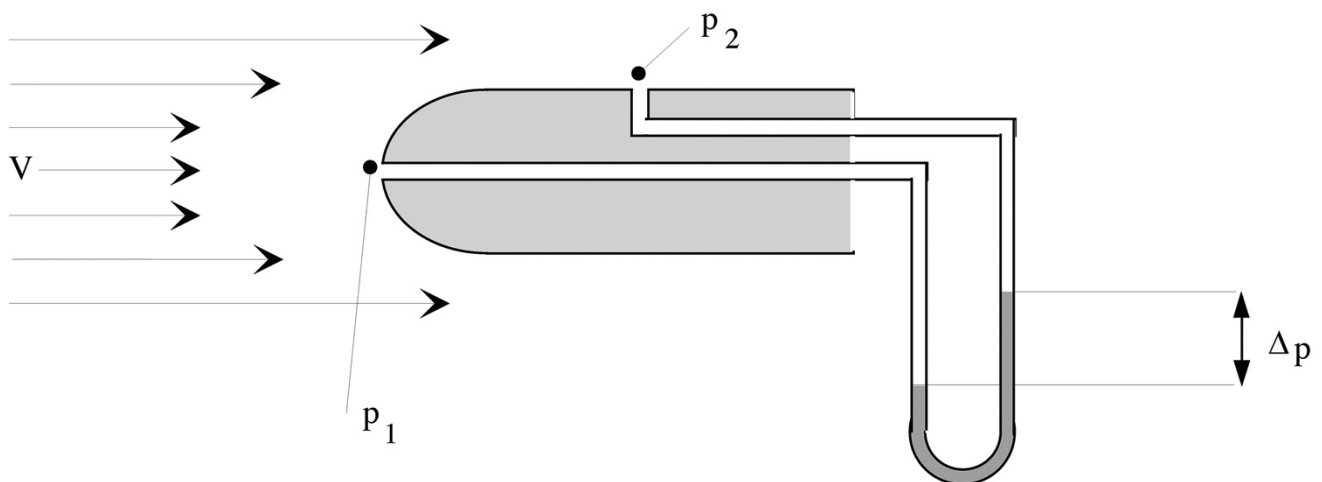
Pour la mesure de la vitesse, on utilise les appareils suivants:

- manomètres différentiels (tube de Prandtl ou tube en S)
- anémomètres à moulinet
- anémomètres à fil chaud

### Manomètres différentiels (tube de Prandtl et tube de Pitot en S)

- Le tube de Prandtl permet de déterminer la différence entre la pression totale ( $p_1$ ) et la pression statique ( $p_2$ ). De cette différence ( $\Delta p$ ), on déduit la vitesse ( $v$ ) de l'effluent gazeux.

Fig. 4 Tube de Prandtl



Calcul de la vitesse :

$$v = \sqrt{\frac{2 \times \Delta p}{\rho}}$$

où:

$\Delta p$  = différence de pression

$\rho$  = densité de l'effluent gazeux

$v$  = vitesse de l'effluent gazeux

Pour  $\Delta p$  en millibar cela donne:

$$V = \sqrt{\frac{200 \times \Delta p [\text{mbar}]}{\rho [\text{kg/m}^3]}} \quad (1 \text{ Pa} = 0,01 \text{ mbar})$$

Pour  $\Delta p$  en mm H<sub>2</sub>O (colonne d'eau):

$$v = \sqrt{\frac{19,62 \times \Delta p [\text{mm H}_2\text{O}]}{\rho [\text{kg/m}^3]}}$$

**Attention:** avec les tubes de Pitot en S, du fait de leur géométrie différente, il faut tenir compte d'un facteur supplémentaire (observer les indications du fabricant).

Les dispositifs d'étranglement sont utilisables pour des effluents dont la vitesse est de 3 m/s et plus.

- Incertitude de mesure usuelle
  - Vitesse de l'effluent gazeux (dispositif d'étranglement;  $v > 3$  m/s):  $\pm 5 - 10 \%$

### Anémomètres à moulinet

- Sur ces appareils, une hélice montée sur un palier à faible frottement est mise en rotation par le flux de gaz. Cette rotation est transformée en un signal analogique proportionnel à l'écoulement.
- Les anémomètres à moulinet sont utilisables pour des effluents gazeux circulant à des vitesses de 0,5 m/s et plus. L'encrassement et la corrosion des paliers ainsi que les hautes températures peuvent créer des problèmes.
- Incertitude de mesure usuelle
  - Vitesse des effluents gazeux (anémomètre à moulinet;  $v > 0,5$  m/s):  $\pm 5 - 10 \%$
- **Vitesse moyenne  $\bar{V}$  des effluents gazeux**
  - La vitesse moyenne des effluents gazeux dans le canal est calculée à partir de mesures ponctuelles dans la section du canal. Les points de mesure doivent être choisis comme indiqué sous 2.3.2 «Plan et points de mesure». La vitesse moyenne des effluents gazeux correspond à la moyenne arithmétique des valeurs mesurées  $v_i$ .

*Vitesse moyenne des effluents gazeux:*

$$\bar{V} = \frac{1}{n} \times \sum_{i=1}^n v_i$$

où:

$\bar{V}$  = vitesse moyenne des effluents gazeux

$n$  = nombre de points de mesure

---

Le débit volumique principal  $\dot{V}$  des effluents gazeux est le volume débité à travers le plan de mesure durant une période déterminée. On calcule ce débit à partir de la vitesse moyenne des effluents gazeux dans le plan de mesure et de la section correspondante du canal A:

$$\dot{V} = \bar{V} \times A$$

où:

$\dot{V}$  = débit volumique principal

$\bar{V}$  = vitesse moyenne des effluents gazeux

A = section du canal

### 3.2 Paramètres mesurés dans les flux volumiques partiels

Le flux volumique partiel est le volume prélevé dans le flux volumique principal en un temps donné par le dispositif de prélèvement. Le volume de gaz prélevé peut être déterminé au moyen de compteurs à gaz (compteurs à gaz «humide» ou «sec»).

Pour le calcul de ces volumes de gaz aux conditions normales, il est nécessaire de mesurer la pression et la température à l'intérieur du compteur à gaz.

- Incertitude de mesure usuelle
  - Compteur à gaz:  $\pm 3\%$

Les détails des calculs figurent au chapitre 8 «Traitement des données brutes».

### Bibliographie

- [8] EN 13284-1; Emissions de sources fixes – Détermination de la faible concentration en masse de poussières – Partie 1: méthode gravimétrique manuelle (mai 2002)
- [9] VDI Richtlinie 3511; Technische Temperaturmessungen (1996)

---

# 4 Mesure des concentrations de poussières

## 4.1 Dispositions générales

### 4.1.1 Méthode de référence

Ce chapitre décrit les méthodes servant à la mesure d'émissions particulières. La méthode de référence est décrite dans la norme EN 13284-1<sup>[10]</sup>. Celle-ci prévoit deux dispositifs d'échantillonnage, selon le type de mesure à effectuer:

- dispositifs internes («in stack»), équipés de filtres plats pour les effluents gazeux «secs» (en dessous du point de rosée)
- dispositifs externes («out stack»), équipés de filtres plats et chauffés afin de garantir que, même si l'effluent gazeux est saturé ou sursaturé en eau, aucune goutte ne s'échappera du filtre ou ne se formera sur celui-ci.

Les échantillons de poussières obtenus par ces méthodes peuvent servir également à la détermination de substances contenues dans les poussières, pour autant que les dispositions appropriées soient prises, (voir chap. 5).

Toutes les différences et simplifications essentielles admises en Suisse sont explicitement mentionnées.

Pour la mesure des effluents gazeux très chargés en poussières (p. ex. les gaz bruts), où les filtres plats prescrits par la méthode de référence risquent de se boucher, il est possible d'appliquer le procédé à douilles filtrantes, décrit plus loin dans ce chapitre. Cependant, comme ce type de filtre ne figure pas dans la méthode de référence, il ne doit être employé que là où il est impossible d'utiliser des filtres plats.

#### • Définition des poussières

- Toutes les substances retenues dans le filtre à une température donnée et qui augmentent le poids du filtre conditionné sont qualifiées de poussières. Les dépôts solides qui se forment dans le système de prélèvement en amont du filtre de mesure sont inclus dans les poussières.

#### Principe de mesure

On prélève de manière isocinétique un flux volumique partiel dans les effluents gazeux et on recueille les poussières qui s'y trouvent sur un filtre. La quantité de poussières est déterminée par gravimétrie. La concentration de poussières dans le flux volumique principal est calculée à partir du flux volumique partiel aspiré et de la quantité de poussières déterminée dans celui-ci.

Le **choix de l'endroit de mesure**, le **prélèvement isocinétique**, l'exécution de **mesures en grille** (voir chap. 2) ainsi que l'**étanchéité** du dispositif de mesure ont une importance capitale dans la mesure des poussières.

#### 4.1.2 Prélèvement isocinétique des échantillons

Un prélèvement à vitesse égale (isocinétique) du flux volumique partiel est nécessaire pour éviter l'apparition de forces d'inertie à l'entrée de la sonde, qui fausseraient la mesure de la concentration des poussières. Comme l'erreur est bien plus grande en cas d'aspiration hypocinétique qu'avec un prélèvement hypercinétique<sup>[11]</sup>, il convient en général d'aspirer de manière légèrement hypercinétique. Il faut en tous les cas veiller à ne pas sortir du spectre de vitesses entre -5 % à +15 %. La vitesse d'aspiration se règle en modulant le débit de la pompe et en choisissant des sondes de prélèvement ayant différents diamètres efficaces.

*Calcul du diamètre efficace de la sonde:*

$$d \text{ [cm]} = 3,6 \times \sqrt{\frac{\dot{V}_{n,f} \times (273 + t_{\text{cheminée}})}{v_{\text{max}} \times (b + p_{s,\text{cheminée}})}}$$

où:

$b$  = pression barométrique (milieu ambiant) [mbar]

$d$  = diamètre de la sonde [cm]

$p_{s,\text{cheminée}}$  = différence de pression (pression stat., pression ambiante du canal des effluents gazeux) [mbar]

$t_{\text{cheminée}}$  = température dans le canal des effluents gazeux [°C]

$v_{\text{max}}$  = vitesse maximale des effluents dans le plan de mesure [m/s]

$\dot{V}_{n,f}$  = débit volumique aspiré (condition normale, humide) [m³/h]

Pour les valeurs intermédiaires, on utilise la sonde du diamètre inférieur le plus proche à disposition.

#### 4.1.3 Paramètres mesurés

- Flux volumique principal
  - superficie du plan de mesure (section du canal des effluents gazeux)
  - vitesse des effluents gazeux
  - pression statique dans le canal
  - température
  - part des composants principaux des effluents gazeux: O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, eau
- Flux volumique partiel
  - masse de poussières (charge)
  - débit volumique, grandeurs servant à la conversion aux conditions normales
- Autres paramètres
  - date et heure
  - pression ambiante

## 4.2 Mesure des poussières avec des dispositifs internes

### 4.2.1 Description sommaire des procédés

Ces procédés se caractérisent par le positionnement du dispositif de filtration dans le canal des effluents gazeux directement derrière la sonde de prélèvement (fig. 5). Le dispositif étant ainsi chauffé par les effluents gazeux, la filtration a lieu à la même température. Ce procédé fait usage de filtres plats, ou, exceptionnellement (p. ex. pour les gaz brut), de douilles filtrantes.

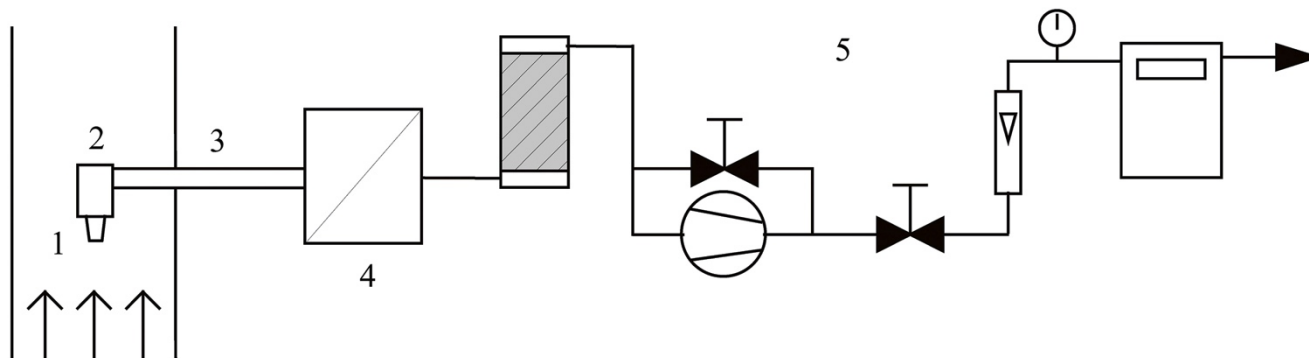
#### Points importants concernant les éléments du dispositif et leur utilisation

La veine est aspirée à travers le filtre, le tube d'aspiration et le récupérateur d'eau de condensation (piège à condensation et colonne de séchage) au moyen d'une pompe réglable. Le volume partiel est mesuré ensuite dans le compteur à gaz.

Les éléments du dispositif d'échantillonnage et du système de rétention qui sont en contact avec les effluents doivent être fabriqués en un matériau résistant à la corrosion et, le cas échéant, résistant à la chaleur (p. ex. acier inoxydable ou titane).

- Sonde
  - La taille de la sonde doit permettre un échantillonnage isocinétique. Sa géométrie sera adaptée au système de rétention utilisé.
- Boîtier du filtre
  - Le filtre doit être inclus dans un boîtier hermétique. Le préchauffage peut se faire dans le conduit des effluents gazeux (en retournant la sonde de prélèvement à contre-courant) ou à l'extérieur du conduit au moyen d'un chauffage d'appoint. Pendant toute la durée de la mesure, la température du dispositif de filtration doit rester en dessus du point de rosée. Lors de manipulations autres que le prélèvement des échantillons proprement dits, il s'agit de veiller à éviter toute entrée de poussières dans la sonde et dans dispositif de filtration, de même que toute perte. Les moments particulièrement délicats sont l'introduction de la sonde dans le canal des effluents gazeux, de son retrait du canal, et le préchauffage dans ce même canal.

Fig. 5 Schéma d'un dispositif d'échantillonnage avec filtre placé à l'intérieur du canal



1 sonde de prélèvement; 2 raccord coudé et tête filtrante; 3 tube d'aspiration; 4 réfrigérateur avec récipient à condensation; 5 installation de mesure pour le débit volumique partiel (colonne de séchage, pompe, rotamètre, compteur à gaz)

- 
- Stockage des filtres
    - Les filtres de mesure sont à stocker dans un récipient étanche aux poussières.
  - Tube d'aspiration
    - Le tube et la conduite d'aspiration peuvent être chauffés pour éviter toute condensation.
  - Colonne de séchage
    - Pour décharger la colonne de séchage (remplie p. ex. de gel de silice), il faut, au besoin, la précéder d'un réfrigérateur.
  - Pompe
    - Il faut utiliser une pompe d'aspiration résistant à la corrosion et la précéder d'un filtre de protection. Le débit volumique partiel doit pouvoir être réglé au moyen d'une vanne de réglage. Si le débit de gaz est mesuré en aval de la pompe, celle-ci doit être étanche.
  - Compteur à gaz
    - Pour assurer un meilleur contrôle du réglage du débit partiel, il faut compléter le compteur à gaz par un dispositif de mesure du flux (rotamètre).
  - Test d'étanchéité
    - L'étanchéité du système de prélèvement des échantillons doit être contrôlée, de l'entrée de la sonde au compteur à gaz. Le test d'étanchéité est à effectuer avec l'orifice de la buse bouché, à une pression plus basse que la pression de fonctionnement attendue. Dans ces conditions, l'entrée d'air parasite ne doit pas dépasser 2 % du débit volumique partiel qui sera pompé lors de la mesure.

### **Compléments et écarts par rapport à la méthode de référence**

- Durée de prélèvement des échantillons
  - La durée de prélèvement des échantillons doit respecter les définitions des valeurs limites établies par l'OPair.

#### **4.2.2 Filtre plat interne**

Ce système de rétention s'utilise pour mesurer de faibles quantités de poussières dans des effluents gazeux «secs». On utilise des filtres plats avec un taux de rétention défini.

### **Points importants concernant les éléments du dispositif et leur utilisation**

- Sonde et boîtier du filtre
  - Pour l'exécution, se référer par exemple à la norme EN 13284-1, Annexe E<sup>[10]</sup>.
- Filtre
  - La matière filtrante doit être inerte face aux composants des effluents (p. ex. téflon, fibres de verre ou de quartz). Une trame-support peut être placée sous le filtre. Des teneurs élevées en HF peuvent influencer certaines matières filtrantes.
  - Lorsqu'ils sont placés dans le canal des effluents, les filtres plats ont en général un diamètre de 40 à 50 mm pour être adaptés à l'orifice de mesure. Les filtres placés à l'extérieur du canal ont entre 50 et 150 mm de diamètre. Il est possible d'utiliser des filtres d'autres dimensions, pour autant qu'ils n'influencent pas le résultat de la mesure.
  - Pour la détermination de la valeur à blanc, on soumet, lors de chaque série de mesures, 3 à 5 filtres de contrôle à tout le processus de mesure, à l'exception du prélèvement de poussières proprement dit (préparation, conditionnement, pesée, transport, post-traitement, conditionnement et pesée).

- 
- Conditionnement et pesée des filtres
    - Tant le filtre que le support de filtre doivent être numérotés. Avant usage, ils sont séchés dans un four, à une température d'au moins 180 °C (le cas échéant, 20 °C au dessus de la température de prélèvement). Le filtre est ensuite équilibré à température ambiante pendant 8 à 12 h dans un local de pesée climatisé, puis il est pesé sur une balance analytique et placé dans un récipient de transport étanche à la poussière. Après la mesure, le filtre sera séché à 160 °C et pesé après équilibrage. Si les filtres de contrôle présentent des écarts systématiques après ce processus, on corrigera les résultats en fonction.
  - Sonde
    - Les dimensions de la sonde doivent être adaptées à celles de l'orifice disponible. Voir un exemple à la figure fig. 6.
    - Un rinçage à l'acétone est indiqué si des dépôts de poussières sont visibles sur le dispositif en amont du filtre. Le traitement est à effectuer selon 4.2.2 et le poids du résidu d'évaporation mesuré sur le témoin à blanc sera réparti entre tous les échantillons de la journée de mesure.

### Champ d'application

- La méthode est applicable à la détermination d'effluents gazeux «secs», à un dont le débit est inférieur à 50 mg/m<sup>3</sup> environ. Elle a en particulier été validée pour des prélèvements de 30 minutes à un débit de quelque 5 mg/m<sup>3</sup>.
- La capacité maximale de rétention de poussières s'élève à environ 20 mg par filtre.
- Les échantillons de poussières obtenus par cette méthode peuvent également être utilisés, moyennant des dispositions appropriées, pour la détermination des substances contenues dans les poussières (voir chap. 5).

### Restrictions

- La méthode n'est pas adaptée pour l'analyse d'effluents gazeux saturés et sursaturés en eau.
- La méthode a été testée sur des effluents gazeux jusqu'à 700 °C.
- Lorsque la température des effluents gazeux est élevée, les valeurs mesurées risquent d'être trop basses, car certaines substances ne condensent qu'à des températures plus basses.
- Une teneur élevée en HF peut modifier les propriétés de certains filtres.

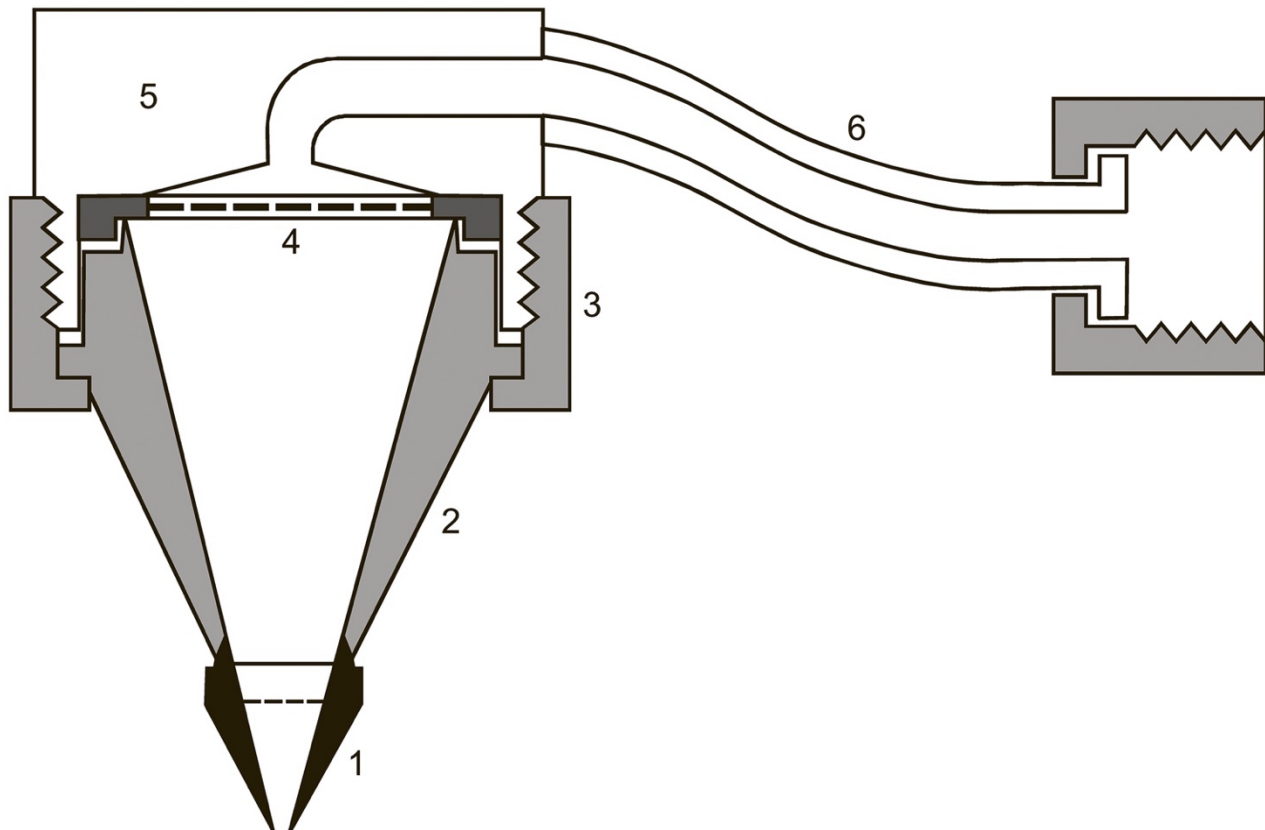
### Caractéristiques

- Le seuil de quantification est de 0,2 mg/m<sup>3</sup> de poussières pour un volume aspiré d'environ 2 m<sup>3</sup>.
- L'incertitude de mesure des valeurs ponctuelles varie selon le type d'installation et la charge en poussières; elle est d'environ 15 %, mais au moins de 0,2 mg/m<sup>3</sup>.

Les caractéristiques indiquées ne sont valables que si le site de mesure est idéal et l'exécution parfaite.



Fig. 6 Filtre plat intérieur



1 sonde de prélèvement; 2 boîtier avec cône d'entrée; 3 écrou de serrage; 4 filtre plat dans son support, 5 boîtier de fermeture avec coude intégré; 6 raccordement au tube d'aspiration

#### 4.2.3 Douille filtrante interne

Ce système de filtration ne s'utilise que pour des mesures dans des effluents gazeux «secs».

##### Points importants concernant les éléments du dispositif et leur utilisation

- Sonde et boîtier du filtre
  - Le dispositif de filtration consiste, p. ex., en une douille filtrante bourrée de laine de quartz suivie, si nécessaire, d'un filtre plat (fig. 7).
- Filtre
  - La matière filtrante doit être inerte face aux composants de l'effluent gazeux. Est par exemple adaptée, la laine de quartz chimiquement pure et stable. La matière filtrante est chauffée pendant 1 h à au moins 250 °C afin d'éliminer toutes les impuretés volatiles. Si la température dans le canal de l'effluent est plus élevée, il faut augmenter la température de traitement en conséquence. Afin d'éliminer toutes les fibres éparses, la douille filtrante doit être rincée à l'air après remplissage (pendant 10 minutes à un débit volumique égal à au moins 1,1 fois celui qui sera utilisé pour la mesure).

- Conditionnement du filtre avant et après le prélèvement des échantillons
  - Les douilles filtrantes remplies sont séchées pendant 1 h à 120 °C avant et après la mesure. Après refroidissement dans un dessiccateur (rempli d'un desséchant, p. ex. du gel de silice), les douilles sont pesées sur une balance analytique.
- Dispositif de prélèvement (sonde, raccord coudé)
  - Du fait des dimensions de l'orifice de prélèvement, un raccord coudé est généralement placé entre la sonde et le filtre. Un rinçage à l'acétone est indiqué si des dépôts de poussières sont visibles sur le dispositif en amont du filtre. En outre, les pièces situées en amont du filtre sont rincées à l'acétone et nettoyées, au moins une fois par jour, à la fin des mesures. La solution de nettoyage est évaporée dans un bécher taré au préalable et les pièces sont ensuite séchées à 120 °C pendant 1 h. Un test à blanc est effectué avec la même quantité de solution de nettoyage. Le poids du résidu d'évaporation mesuré sur le témoin est réparti entre tous les échantillons de la journée de mesure.
  - Si la place est comptée, on peut renoncer au segment d'entrée cylindrique de la sonde (analogue au segment d'entrée du filtre plat, fig. 6)

### Champ d'application

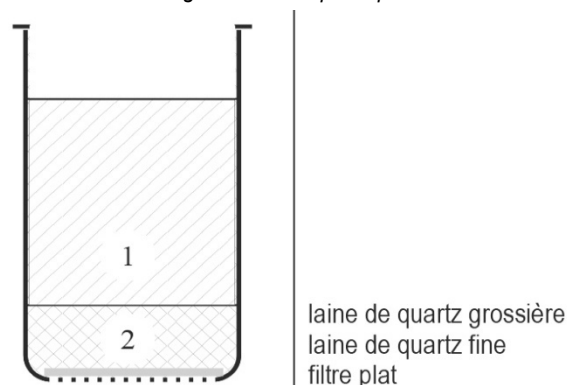
- La méthode est applicable à la détermination d'effluents gazeux «secs» d'une teneur en poussières jusqu'à 1000 mg/m<sup>3</sup>, lorsqu'on se trouve en dehors du champ d'application de la méthode de référence avec des filtres plats.
- La capacité maximale de rétention de poussières s'élève à environ 1000 mg par filtre.
  - Les échantillons de poussières obtenus par cette méthode peuvent également être utilisés, moyennant des dispositions appropriées, pour la détermination des substances contenues dans les poussières (voir chap. 5).

### Restrictions

- La méthode n'est pas adaptée pour l'analyse d'effluents gazeux saturés et sursaturés en eau.
- La méthode a été testée sur des effluents gazeux jusqu'à 700 °C.
- Lorsque la température des effluents gazeux est élevée, les valeurs mesurées risquent d'être trop basses, car certaines substances ne condensent qu'à des températures plus basses.

**Fig. 7 Exemple de bourrage**

Au total environ 1 g de laine de quartz pour une douille de 30 cm<sup>3</sup> de volume.



1 diamètre des fibres environ 9 µm (env. ¾ du volume); 2 diamètre des fibres environ 3 µm (env. ¼ du volume)

---

- Filtres

- Les filtres doivent être étiquetés (numérotés).
- Il est possible d'utiliser des douilles de dimensions différentes et d'autres quantités de ouate, pour autant que cela n'influence pas le résultat de la mesure. La seule matière filtrante admise est la laine de quartz. En règle générale, on emploie un mélange de deux laines de quartz différentes: pour  $\frac{1}{4}$ , de la laine filtrante constituée de fibres d'un diamètre moyen de 3  $\mu\text{m}$  et pour  $\frac{3}{4}$ , de la laine filtrante constituée de fibres d'un diamètre moyen de 9  $\mu\text{m}$  (fig. 7).
- Les filtres plats doivent présenter un degré de rétention de 99,95 % selon EN 1822-1<sup>[12]</sup> et être fabriqués en fibres de verre de quartz exempt de liant organique.
- La différence de pression le long de la douille filtrante peut être d'environ 400 mbar, selon le modèle.

### Caractéristiques

- Le seuil de quantification est de 1  $\text{mg}/\text{m}^3$  de poussières (en combinaison avec un filtre plat) pour un volume aspiré d'environ 2  $\text{m}^3$ .
- L'incertitude de mesure pour les valeurs ponctuelles varie selon le type d'installation et la charge en poussières; elle est d'environ 15 %, mais au moins de 1  $\text{mg}/\text{m}^3$ .

Les caractéristiques indiquées ne sont valables que si le site de mesure est idéal et l'exécution parfaite.

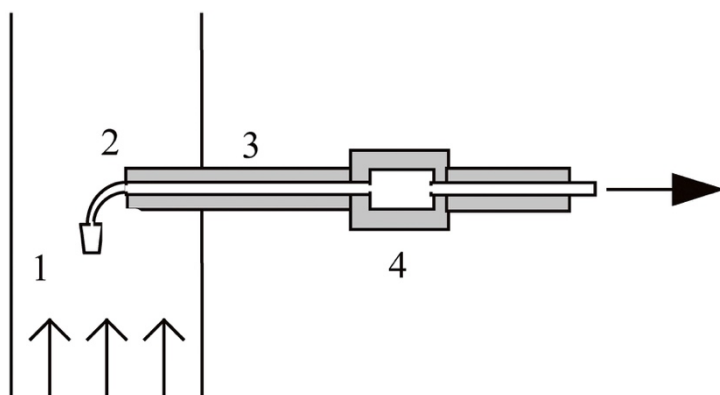
## 4.3 Mesure des poussières avec des dispositifs externes

### 4.3.1 Description sommaire du procédé

Lors de la détermination des poussières, il est essentiel que le filtre ne soit pas humidifié. Contrairement au procédé décrit au chiffre 4.2, le dispositif de filtration en aval de la sonde de prélèvement se trouve hors du canal des effluents gazeux. Le chauffage du tube d'aspiration et du système de rétention vaporise d'éventuelles gouttes d'eau permet d'éviter toute condensation dans le système. Par conséquent, ce dispositif est également adapté à l'analyse d'effluents gazeux sursaturés en eau.

La température du filtre devrait être de 120 °C. Afin d'être certain de vaporiser les gouttes d'eau, il peut être nécessaire de chauffer la sonde de prélèvement à plus de 120 °C.

Fig. 8 Schéma des principaux éléments du filtre extérieur



1 sonde de prélèvement; 2 raccord coudé; 3 tube d'aspiration chauffé; 4 filtre externe chauffé

### Points importants concernant les éléments du dispositif et leur utilisation

- Sonde, raccord coudé et tube d'aspiration
  - Les dimensions de la sonde doivent permettre un prélèvement isocinétique des échantillons. La sonde est suivie d'un raccord coudé et d'un tube d'évaporation chauffé qui amène le flux volumique partiel au filtre de mesure chauffé (fig. 8).
- Autres dispositifs de prélèvement des échantillons
  - Les autres dispositifs de prélèvement des échantillons (tube d'évaporation, colonne de séchage, pompe et compteur à gaz) sont déjà décrits dans les paragraphes précédents. Le test d'étanchéité est effectué selon chiffre 4.2.1.
- Nettoyage
  - Il faut nettoyer la sonde, le raccord coudé et le tube d'aspiration à l'acétone (au moins une fois par jour) pour récupérer tout dépôt de poussière en amont du filtre. Le traitement de la solution d'acétone est effectué selon chiffre 4.2. Le poids du résidu d'évaporation mesuré sur le témoin est réparti entre tous les échantillons de la journée de mesure.
  - Un traitement supplémentaire à l'acide peut être indiqué (voir chap. 5) s'il est prévu de déterminer les composants des poussières (p. ex. des métaux).

- 
- Températures de fonctionnement
    - La température à la sortie du tube d'aspiration devrait être de  $120 \pm 10$  °C. La température du boîtier du filtre doit également être chauffée à 120 °C au moyen d'un chauffage à régulation et être contrôlée.

#### **4.3.2 Filtre plat externe**

Ce dispositif de filtration est adapté à la détermination de faibles teneurs en poussières, dans des effluents gazeux, qu'ils soient «secs», saturés ou sursaturés en eau.

- Boîtier du filtre
  - La fig. 9 présente un exemple d'exécution de boîtier pour filtre externe.
- Filtre
  - La manipulation des filtres plats externes est soumise aux exigences spécifiées sous 4.2.

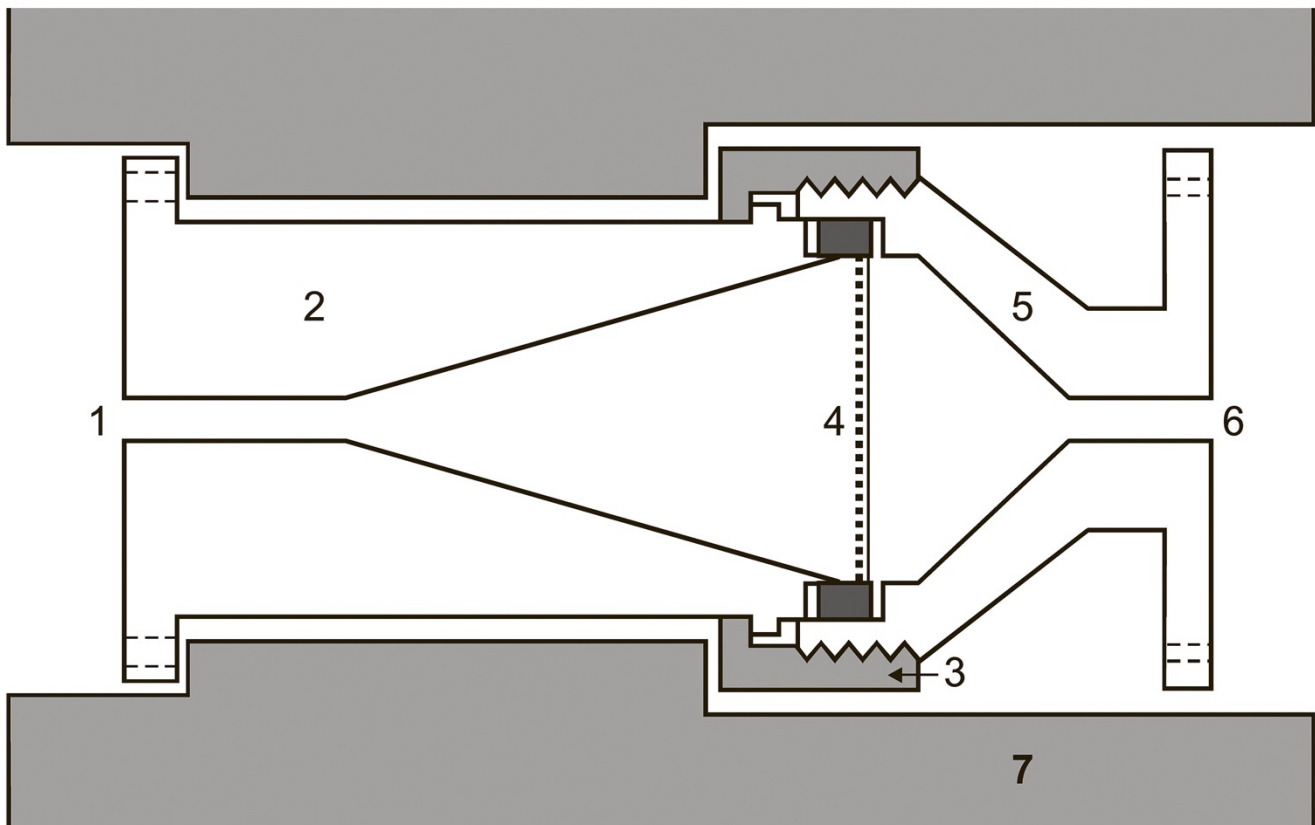
#### **Caractéristiques**

Les caractéristiques de ce dispositif de prélèvement correspondent à celles du dispositif à filtre plat de la méthode de référence, sous 4.2.

#### **Champ d'application**

- Cette méthode convient pour la détermination d'effluents gazeux tant «secs» que saturés et sursaturés en eau, avec des teneurs en poussières d'environ 0,2 à 20 mg/m<sup>3</sup>.
- Comme seule une petite partie du dispositif de prélèvement se trouve dans l'effluent gazeux, cette méthode se prête très bien aux canaux de petite section.

Fig. 9 Schéma des éléments importants du filtre plat extérieur



1 bride de raccordement pour le tube d'aspiration; 2 boîtier avant; 3 écrou de serrage; 4 filtre plat dans son support; 5 boîtier arrière; 6 bride de raccordement à la pompe et au compteur à gaz; 7 chauffage

#### 4.3.3 Douille filtrante externe

- Filtre
  - Les douilles filtrantes sont soumises aux exigences spécifiées sous 4.2.

#### Caractéristiques

Les caractéristiques de ce dispositif de prélèvement correspondent à celles du dispositif de la méthode de référence, sous 4.2.

#### Champ d'application

- La méthode convient pour la détermination d'effluents gazeux «secs», avec des teneurs élevées en poussières (jusqu'à  $1000 \text{ mg/m}^3$ ), qui se situent en dehors du champ d'application de la méthode de référence utilisant des filtres plats.
- Comme seule une petite partie du dispositif de prélèvement se trouve dans l'effluent gazeux, cette méthode se prête très bien aux canaux de petite section.

---

## **Bibliographie**

- [10] EN 13284-1; Emissions de sources fixes – Détermination de la faible concentration en masse de poussières – Partie 1: méthode gravimétrique manuelle (mai 2002).
- [11] Düwel U., Dannecker W.; Neuartige Probenahmeinrichtung zur Staubkonzentrationsmessung in Reingasen von Grossfeuerungsanlagen zum Zweck der Bestimmung anorganischer und organischer Staubinhaltsstoffe, Staub-Reinhaltung der Luft 43: 227 – 284 (1983).
- [12] EN 1822-1; Filtres à air à haute efficacité (EPA, HEPA et ULPA) – Partie 1: classification, essais de performance et marquage (Janvier 2010).

---

# 5 Mesure de métaux, de non-métaux et de leurs composés

## 5.1 Généralités

Le présent chapitre décrit un certain nombre de méthodes pour mesurer des métaux, des non-métaux et leurs composés. Les méthodes de référence sont décrites dans les normes EN 14385 (As, Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Tl et V)<sup>[13]</sup> et EN 13211 (Hg)<sup>[14]</sup>. Toutes les variantes et les simplifications des méthodes de références acceptées en Suisse sont explicitement mentionnés.

Pour déterminer intégralement les substances émises, il faut considérer non seulement la fraction retenue dans le filtre, mais aussi celle qui ne l'est pas (métaux sous forme gazeuse ou liés à de très fines particules).

Les méthodes de d'échantillonnage des poussières décrites au chapitre 4 constituent la base de la mesure des fractions liées à des particules. Pour collecter la fraction non retenue par les filtres, on utilise un système de rétention composé de plusieurs flacons laveurs montés en série.

## 5.2 Détermination de métaux, de non-métaux et de leurs composés (sans le mercure)

### 5.2.1 Prélèvement d'échantillons

#### Principe de la mesure

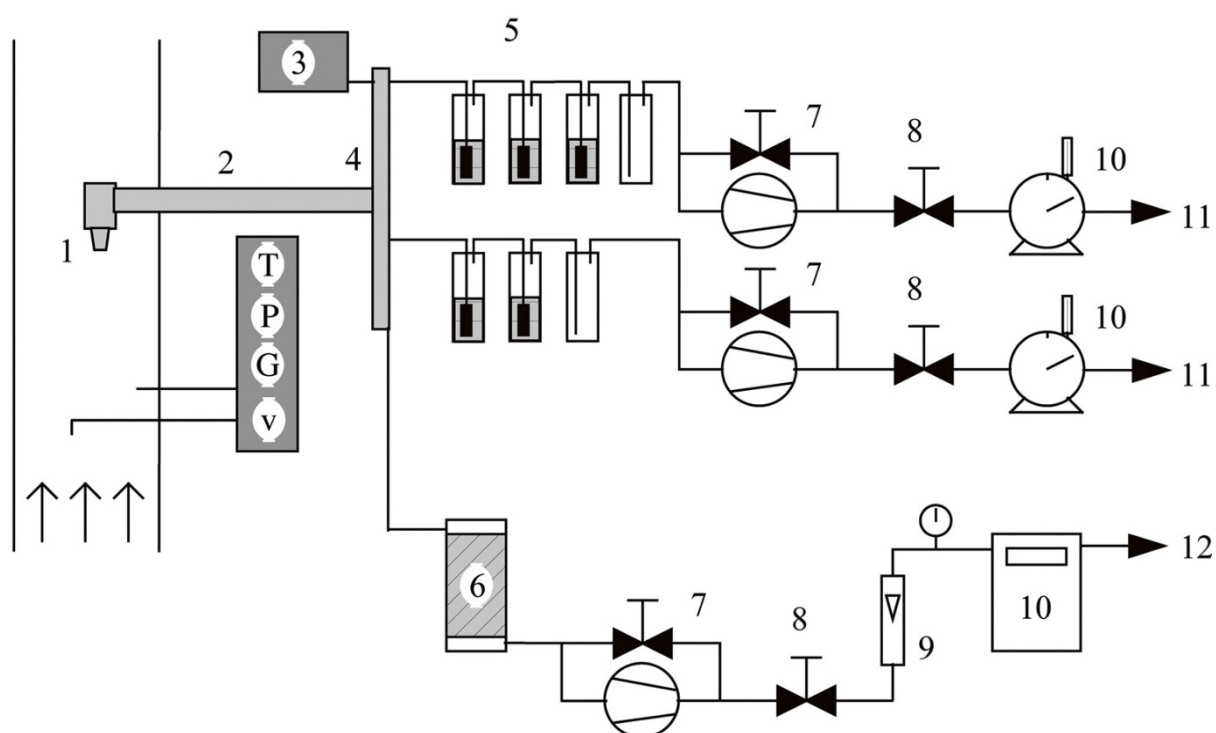
Une veine représentative (flux volumique partiel) est prélevée isocinétiquement dans l'effluent gazeux. Les poussières qui y sont contenues et auxquelles sont liés les métaux (voir le chapitre 4) sont retenues sur un filtre. Les métaux non retenus par le filtre sont capturés par un système de rétention monté en aval. La veine représentative est séparée après la sonde de prélèvement et le dispositif de filtration en un flux volumique destiné à la capture des métaux et en un flux destiné à la détermination des paramètres principaux (flux by-pass). Le premier est dirigé à travers trois flacons laveurs (ou plus) montés en série et remplis d'une solution absorbante. Les deux débits volumiques sont mesurés séparément au moyen de compteurs à gaz. Le prélèvement de la veine représentative doit être proportionnel à la vitesse de l'effluent gazeux dans le conduit d'évacuation.



### Points importants concernant les éléments du dispositif et leur utilisation

- Matériel
  - Les éléments du système de prélèvement et du système de rétention doivent être construits en matériaux résistant à la chaleur et à faibles interactions, afin d'éviter des contaminations (p. ex. en titane ou en verre).
- Sonde de prélèvement, tube d'aspiration, système de rétention des particules et adaptateur
  - Lorsque les filtres sont situés dans le canal des effluents, la température du tuyau de prélèvement et de l'adaptateur doivent avoir dans l'ensemble la même température que les effluents. Si une partie du dispositif en amont des flacons laveurs est à une température plus basse, il peut, par exemple, en résulter des pertes par condensation.
  - Pour les dispositifs externes, le tuyau de prélèvement et le filtre externe doivent être maintenus au moins 20 K au-dessus de la température des effluents, où, si cette dernière exigence est plus sévère, 20 K au-dessus du point de rosée.
- Filtre
  - Pour chacun des éléments analysés, la charge à blanc de la matière filtrante doit être inférieure à  $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$  (par rapport aux  $\text{m}^3$  de gaz échantillonnés). Les filtres contenant des liants organiques ne satisfont en général pas cette exigence. La matière filtrante doit résister à la plus haute température rencontrée.
  - Comme au chapitre 4, les douilles filtrantes ne devraient être employées que si les conditions sont inadaptées à l'emploi de filtres plats.
  - Si les filtres sont également employés pour déterminer les poussières totales, ils doivent être traités avant et après la mesure comme indiqué au chapitre 4.

Fig. 10 Schéma du dispositif de prélèvement d'échantillons de métaux, de non-métaux et de leurs composés

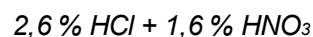


1 filtre pour la rétention des particules avec sonde de prélèvement et coudé; 2 tube de prélèvement, à chauffage réglable; 3 mesure de la température de la veine et dispositif de réglage; 4 adaptateur, avec isolation et, au besoin, chauffage; 5 système d'absorption avec flacons laveurs; 6 condenseur; 7 système de pompe avec régulation by-pass; 8 organe d'obturation; 9 appareil de mesure du débit massique de gaz; 10 appareil de mesure du débit volumique de gaz avec thermomètre; 11 flux pour la capture des éléments ou composés à analyser; 12 by-pass; T mesure de la température; P mesure de la pression; G analyse des gaz; v mesure de la vitesse.

- Nettoyage du système de prélèvement d'échantillons
  - Avant toute série de mesures, toutes les pièces du dispositif qui sont en contact avec le gaz doivent être rincées pendant 1 h dans une solution de lavage à température ambiante. Elles sont ensuite chauffées à environ 60 °C, puis rincées à nouveau pendant 10 minutes. La solution de lavage est composée de 15 volumes d'acide nitrique (env. 65 % masse) et 85 volumes d'eau. Avant le séchage (avec de l'air filtré), on rince à l'eau jusqu'à élimination totale de l'acide. Enfin, les pièces sont conservées à l'abri de la poussière.
  - Après la mesure, le dispositif de prélèvement doit être nettoyé de la même manière. Les solutions de lavage sont analysées et les éléments ou composés qu'elles contiennent sont pris en compte dans l'étape de traitement des données brutes. Pour la détermination des poussières, on peut tout d'abord effectuer une extraction à l'acétone, afin de récupérer les dépôts dans le système de rétention et dans le tube de prélèvement. On détermine également la teneur en métaux du résidu sec de la solution de rinçage à l'acétone.
- Système d'absorption
  - Il est possible de faire fonctionner plusieurs lignes d'absorption en parallèle. Chacune des lignes se compose habituellement d'au moins trois flacons laveurs avec fritte, montés en série (fritte D00; volume 250 ml; remplis avec environ 40 ml de solution absorbante) et réfrigérés, le cas échéant. Pour déterminer les métaux mentionnés plus haut, on peut utiliser les deux solutions absorbantes suivantes:

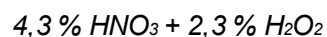
#### Solution A

Mélanger 3 volumes d'acide chlorhydrique (env. 35 % masse) et 1 volume d'acide nitrique (env. 65 % masse). Diluer 1 volume de ce mélange dans 9 volumes d'eau.



#### Solution B

Mélanger 1 volume d'acide nitrique (env. 65 % masse) et 1 volume d'une solution de peroxyde d'hydrogène (env. 35 % masse). Diluer 1 volume de ce mélange dans 13 volumes d'eau.



Avant la mesure, les flacons laveurs sont traités dans une solution de lavage à environ 60 °C pendant 24 h. Lors du prélèvement d'échantillons, il faut éviter tout mélange des solutions absorbantes par débordement d'un flacon laveur dans l'autre.

Après le prélèvement, les solutions sont soit apportées directement au laboratoire sans transvasement, soit transvasées quantitativement, à l'abri des poussières, dans des flacons de transport en verre ou en polyéthylène.

- Test d'étanchéité
  - Le dispositif de prélèvement complet, avec filtre monté et unités absorbantes remplies, doit être soumis à un test d'étanchéité à une pression correspondant à la pression minimale de fonctionnement. Le circuit pour la capture et l'analyse et celui de by-pass sont à contrôler séparément. Les fuites d'air ne doivent pas dépasser 2 % du flux volumique qui sera pompé lors de la mesure<sup>[15]</sup>.

- 
- Prélèvement d'échantillons
    - Le dispositif de prélèvement doit être utilisé conformément aux instructions données au chapitre 4. A cet égard, on notera que la somme de tous les débits volumiques doit correspondre à un prélèvement isocinétique.
    - Les débits volumiques maximaux sont les suivants: Débit volumique de by-pass: 4 m<sup>3</sup>/h; Débit volumique de capture: 0,2 m<sup>3</sup>/h
  - Détermination de la valeur à blanc
    - Lors de chaque mesure, il faut déterminer la valeur à blanc avec le système de prélèvement complet. Comme pour le prélèvement réel, on met en place le filtre de mesure, on ajoute les solutions absorbantes et l'on vérifie l'étanchéité du dispositif. Sans faire passer le gaz échantillonné à travers le dispositif de prélèvement, on change les phases de collecte, que l'on traite et analyse comme les échantillons proprement dits.

### Champ d'application

- La méthode convient pour l'analyse des métaux suivants: antimoine, arsenic, béryllium, cadmium, chrome, cobalt, cuivre, manganèse nickel, plomb, sélénium, thallium, vanadium et zinc.
- Il n'existe pas, à l'heure actuelle, de méthodes de mesure homologuées pour, le palladium, le rhodium, le platine, le tellure et l'étain.

### Caractéristiques des méthodes de référence

Les caractéristiques de la méthode, par exemple le seuil de quantification et l'incertitude de mesure sont précisés dans<sup>[13]</sup>.

### Compléments et écarts par rapport à la méthode de référence

- Taux de rétention
  - Lors de chaque mesure, il faut vérifier le taux de rétention du système d'absorption. Pour ce faire, on analyse séparément la teneur en métaux du dernier flacon laveur. Cette teneur ne devrait pas excéder 10 % de la concentration totale (métaux liés et non liés à des particules).
- Nettoyage
  - Il est possible de simplifier les procédures de nettoyage, par exemple en lavant les flacons à température ambiante, pour autant que les valeurs à blanc soient si basses que toute influence négative sur les mesures puisse être exclue.

### 5.2.2 Préparation des échantillons et analyse

Il n'est pas possible d'exclure un effet de matrice lors de l'analyse d'échantillons d'émissions. Les solutions de calibration devraient donc être fabriquées avec du matériel de référence certifié et dont la matrice est semblable à celle des échantillons. (voir<sup>[13]</sup> pour des informations détaillées). A défaut, on appliquera la méthode de l'addition standard.

### Métaux liés à des poussières

Après la détermination gravimétrique de la teneur en poussières, le filtre à poussières est dissout dans une solution d'acide nitrique (env. 65 % masse) et d'acide fluorhydrique (env. 40 % masse). Cela peut se faire dans un système ouvert ou sous pression.

---

Suivant la concentration, l'analyse se fait par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme ou four graphite (AAS), par spectrométrie d'émission optique (ICP-AES) ou par spectrométrie de masse avec plasma à coupage inductif (ICP-MS).

La norme EN 14385 définit les exigences de base pour l'analyse, mais ne décrit pas en détail les procédés. On trouve des méthodes adaptées dans la directive VDI 2268 feuilles 1 à 4<sup>[16]-[19]</sup>.

### **Fraction des métaux non retenus dans le filtre**

En général, les échantillons peuvent être analysés immédiatement après le temps de prélèvement ou concentration défini. La présence d'un résidu indique que la filtration des particules ne s'est pas déroulée correctement.

### **Compléments et écarts par rapport à la méthode de référence**

En guise d'alternative à la détection par voie humide, l'ouate du filtre chargé peut être broyée, par exemple dans un moulin oscillant à carbure de tungstène ou à disques; puis les métaux (sauf le mercure) analysés par spectrométrie à rayons X. Pour le mercure, on soumet une partie de la ouate broyée à une extraction à l'acide nitrique (env. 33 % masse), avant de l'analyser au spectromètre d'absorption atomique à vapeur froide (voir sous 5.3).

Pour la mesure du cadmium, du zinc et du plomb dans les effluents bruts d'une usine d'incinération d'ordures, on peut aussi utiliser la méthode de préparation des échantillons non validée suivante:

- *Filtre plan*: extraction avec dans HNO<sub>3</sub> 65 % suprapur durant 2 h, cuisson à reflux.
- *Laine de quartz*: four à microondes dans HNO<sub>3</sub> 90 %

## **5.3 Détermination du mercure**

### **5.3.1 Prélèvement d'échantillons de mercure**

#### **Principe de la mesure**

En principe, le prélèvement d'échantillons de mercure se fait de la même façon que pour les autres métaux (chiffre 5.2). La méthode de référence est décrite dans la norme EN 13211<sup>[14]</sup>.

#### **Éléments importants relatifs aux appareils et à leur emploi**

- Système de rétention des particules
  - La volatilité du mercure exige une méthode de dissolution douce ad hoc. Cela signifie que la mesure du mercure lié à des particules nécessite parfois la collecte d'un échantillon spécial de poussière.
- Système d'absorption
  - L'absorption se fait dans au moins deux flacons laveurs avec fritte (fritte D00; volume 250 ml; remplis avec environ 40 ml de solution absorbante), remplis d'une solution de 2 % de KMnO<sub>4</sub> dans 10 % de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.
  - Le dispositif d'absorption est fermé une fois le prélèvement effectué, puis soumis à la détermination analytique sans transvasement.
- Débit du gaz échantillonné
  - Les débits volumiques maximaux sont les suivants: Débit volumique de by-pass: ≤ 4 m<sup>3</sup>/h; Débit volumique des gaz de capture: ≤ 0,2 m<sup>3</sup>/h

## Champ d'application

- La méthode convient pour mesurer les émissions à des concentrations supérieures à 5 µg/m<sup>3</sup> (somme de la concentration des particules liées et de celles non retenues par le filtre)
- On possède une expérience pratique pour les installations suivantes:
  - installations à métaux non-ferreux
  - usines d'incinération des ordures
  - générateurs de chaleur
  - fonderies de verre

## Restrictions

- Les composés organiques ou le SO<sub>2</sub> peuvent provoquer des absorptions non spécifiques.

## Caractéristiques de la méthode de référence

Les caractéristiques de la méthode, par exemple le seuil de quantification et l'incertitude de mesure, sont précisés dans<sup>[14]</sup>.

## Compléments et écarts par rapport à la méthode de référence

- Taux de rétention
  - Lors de chaque mesure, il faut vérifier le taux de rétention du système d'absorption. Pour ce faire, on analyse séparément la teneur en mercure du dernier flacon laveur. Cette teneur ne devrait pas excéder 10 % de la concentration totale (métaux liés à des particules et non liés).
- Remarque
  - En présence d'effluents gazeux fortement réducteurs, il est possible que la solution de permanganate se décolore déjà pendant le prélèvement de l'échantillon. Il faut éviter ce phénomène en ajoutant du KMnO<sub>4</sub>, car les solutions décolorées ne retiennent pas quantitativement le mercure.

### Tab. 7 Caractéristiques

Les caractéristiques indiquées ne sont valables que si le site de mesure est idéal et l'exécution parfaite.

Seuil de quantification	Dans l'effluent gazeux d'une UIOM, pour un volume de gaz partiel de 1 m <sup>3</sup> et des débits volumiques isolés de 0,09 m <sup>3</sup> : <b>Mercure 1 µg/m<sup>3</sup></b>	
Incertitude de mesure	L'incertitude de mesure a été déterminée dans les mêmes conditions (incertitude de mesure relative, sécurité à 95 %)	
	Mercure lié à des particules et non retenu	Incertitude de mesure
	< 20 µg/m <sup>3</sup>	5 µg/m <sup>3</sup>
	> 20 µg/m <sup>3</sup>	25 %

---

### 5.3.2 Préparation de l'échantillon et analyse du mercure

- Mercure lié à des poussières
  - Le résidu chargé est dissout avec de l'acide nitrique dilué (33 % masse) à environ 130 °C pendant 30 minutes sous reflux. L'analyse se fait par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) à vapeur froide.
- Mercure non retenu par le filtre
  - Après réduction au permanganate (décoloration), par exemple au moyen d'une solution de sulfate d'hydroxylammonium (10 % masse), les solutions sont analysées, par AAS en vapeur froide.
- Compléments et écarts par rapport à la méthode de référence
  - Si l'échantillon est homogénéisé (broyé), il est possible de déterminer dans un échantillon de poussières, non seulement, les métaux et les non-métaux (voir sous 5.2), mais encore le mercure. Une partie de l'ouate filtrante broyée est lavée avec de l'acide nitrique, puis analysée au moyen d'une méthode appropriée, par exemple par AAS à vapeur froide.

### Bibliographie

- [13] EN 14385; Emissions de sources fixes – Détermination de l'émission totale de As, Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Sb, Tl et V (mai 2004).
- [14] EN 13211; Qualité de l'air – Emissions de sources fixes – Méthode manuelle de détermination de la concentration en mercure total (juillet 2001).
- [15] EN 13284-1; Emissions de sources fixes – Détermination de la faible concentration en masse de poussières – Partie 1: méthode gravimétrique manuelle.
- [16] VDI-Richtlinie 2268 Blatt 1; Stoffbestimmung an Partikeln, Bestimmung der Elemente Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Sr, V, Zn in emittierten Stäuben mittels atomspektrometrischer Methoden (1987, bestätigt 2008).
- [17] VDI-Richtlinie 2268 Blatt 2; Stoffbestimmung an Partikeln, Bestimmung der Elemente Arsen, Antimon und Selen in emittierten Stäuben mittels Atomabsorptionsspektrometrie nach Abtrennung der flüchtigen Hydride (1990, bestätigt 2007).
- [18] VDI-Richtlinie 2268 Blatt 3; Stoffbestimmung an Partikeln, Bestimmung des Thalliums in emittierten Stäuben mittels Atomabsorptionsspektrometrie (1988, bestätigt 2009).
- [19] VDI-Richtlinie 2268 Blatt 4; Stoffbestimmung an Partikeln, Bestimmung der Elemente Arsen, Antimon und Selen in emittierten Stäuben mittels Graphitrohr-Atomabsorptionsspektrometrie (1990, bestätigt 2007).

---

# 6 Mesure des polluants inorganiques gazeux

## 6.1 Généralités et définitions

Pour mesurer les émissions par des procédés extractifs, on se sert généralement d'instruments de mesure mobiles.

- **Méthode de mesure on-line**
  - Une veine représentative (flux volumique partiel) est dirigée à travers une cellule de mesure. Le composant à analyser est alors analysé en continu grâce à un principe de mesure physique, et la valeur mesurée est également affichée en continu.
- **Méthode off-line, c.-à-d. méthode dans laquelle prélèvement et analyse des échantillons se font séparément prélèvement d'échantillon par enrichissement:**
  - flacons laveurs (phases de prélèvement liquides)
  - tubes à adsorption (phases de prélèvement solides)
  - prélèvement intégral d'échantillons, p. ex. ampoules à gaz, sacs, cylindres ou bouteilles

Une mesure en continu de longue durée n'est possible que on-line. Lors de la mesure des émissions par enrichissement, le prélèvement des échantillons se fait en continu, avec toutefois une interruption au moment du changement d'échantillon.

La mesure de métaux, de non-métaux et de leurs composés, en particulier le mercure, est décrite au chapitre 5.

## 6.2 Préparation de l'échantillon

### 6.2.1 Généralités

Les méthodes on-line sont utilisées exclusivement pour déterminer des composants gazeux. S'agissant des substances gazeuses inorganiques, on peut souvent admettre que leur répartition dans le plan de mesure est suffisamment homogène. Lorsque tel est le cas, le prélèvement des gaz peut se faire en un point fixe, situé approximativement au milieu du plan de mesure. Sinon, le gaz devra être prélevé en différents endroits du plan de mesure (mesure en grille, voir chapitre 2).

Dans la plupart des cas, le gaz échantillonné doit être préparé, afin que la cellule de mesure ne soit souillée ni par des poussières, ni par de l'eau de condensation<sup>[20]</sup>. Le dépoussiérage se fait au moyen de filtres qui doivent être chauffés si l'on s'attend à de la condensation.

---

Il existe trois moyens d'éviter la production d'eau de condensation dans les conduites et dans les instruments de mesure:

- éliminer l'eau par une préparation adéquate du gaz
- chauffer tout le circuit du gaz
- diluer les effluents gazeux

### 6.2.2 Filtration du gaz échantillonné

La filtration est généralement utilisée pour protéger les instruments de mesure lors de la mesure de composants gazeux. Il faut cependant éviter toute incidence sur la concentration des composants à analyser. Cela vaut également pour les échantillons enrichis. Lorsque des parties significatives du composant à analyser sont liées à des poussières, elles devront également être prises en compte. Cela nécessite une mesure en grille et un prélèvement d'échantillons isocinétique comme aux chapitres 2 et 4.

Hormis les filtres internes, qui sont utilisés à la température de l'effluent gazeux, on peut aussi utiliser des filtres externes. La température de ces derniers est généralement de  $120 \pm 10$  °C. Dans certains cas cependant (p. ex. carbone organique lié,  $\text{NH}_3$ ), la filtration doit se faire à des températures plus élevées afin de garantir que l'intégralité des composants à analyser soit dans la phase gazeuse. Dans ces cas, on veillera soigneusement à chauffer à une température au moins égale à celle du filtre toutes les connexions et toutes les parties des instruments qui entrent en contact avec le gaz échantillonné.

### 6.2.3 Comment éviter l'eau de condensation

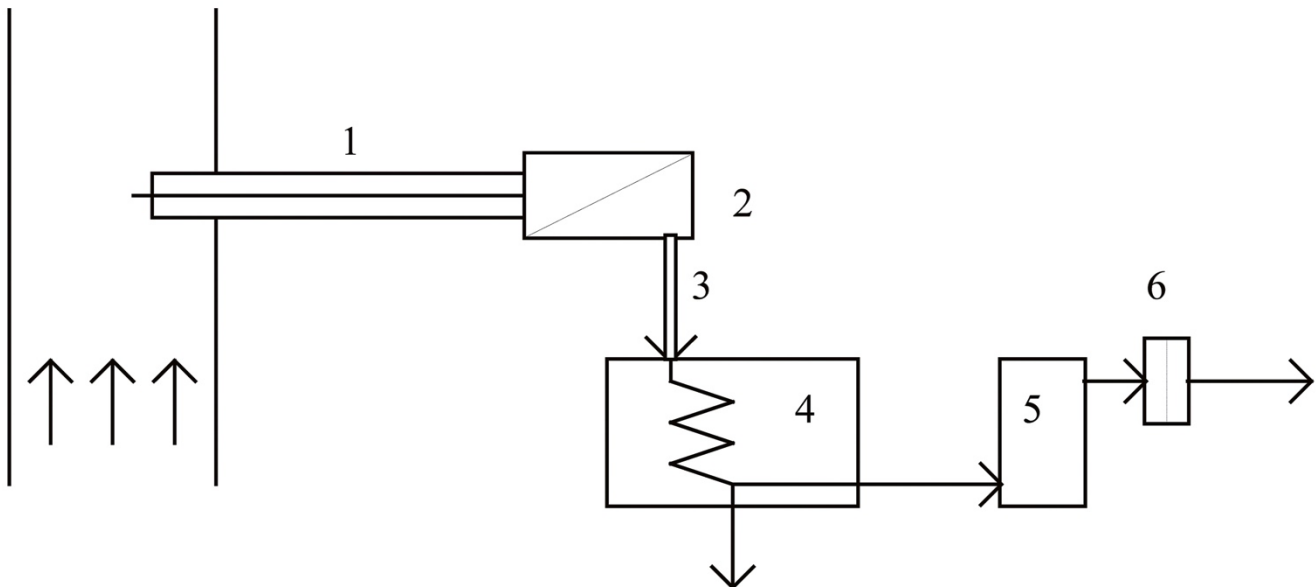
#### Éliminer l'eau par condensation

L'eau est éliminée du flux gazeux par condensation dans un refroidisseur. Ce mode de préparation n'est appropriée que pour des gaz non-réactifs comme l' $\text{O}_2$ , le CO et le NO. Dans la plupart des types d'installations, le  $\text{CO}_2$  peut aussi être considéré comme tel. La conduite entre le canal de l'effluent gazeux et l'instrument de mesure doit être aussi courte que possible.

Ce n'est que lorsque la température du refroidisseur est suffisamment basse que l'humidité résiduelle peut être négligée. Dans le cas contraire, la part d'eau contenue dans le gaz échantillonné devra être prise en compte au moment du traitement des données brutes.



Fig. 11 Exemple de conditionnement de gaz non réactifs



1 tube de prélèvement chauffé (120 °C); 2 filtre chauffé (120 °C); 3 conduite de gaz en PTFE; 4 refroidisseur; 5 unité de séchage (dessiccateur, facultatif); 6 filtre à poussières fin (facultatif)

### Élimination de l'eau par perméation (séchage par perméation)

Un faisceau de tubes capillaires à parois minces, fabriqués en un matériau semiperméable, est placé dans un flux de gaz à contre-courant, dont la pression de vapeur est basse (p. ex. de l'air sec en dépression). Le gradient de pression de vapeur est la force qui entraîne la diffusion de l'eau hors du flux de gaz échantillonné vers l'air de lavage. Pour éviter la condensation dans la première partie de l'appareillage, celui-ci doit être chauffé. Ce qui est déterminant pour la qualité du conditionnement du gaz, c'est qu'aucun des composants à analyser ne puisse traverser la membrane semiperméable, s'y fixer ou être modifié par elle. De plus, les matériaux utilisés doivent être suffisamment résistants aux effluents gazeux. Le calibrage des instruments de mesure doit inclure le dessiccateur à perméation.

Le dessiccateur à perméation ne fait que réduire la teneur en eau du gaz de telle sorte qu'il ne soit plus possible de le refroidir en dessous du point de rosée. Les autres composants présents dans l'effluent gazeux peuvent toutefois condenser en cas de refroidissement et souiller aussi bien le dessiccateur à perméation que les instruments placés en aval. Il est donc recommandé de placer un filtre de protection à l'entrée de l'instrument d'analyse.

### Utilisation d'instruments de mesure chauffés

Lorsque les instruments de mesure sont conçus pour toujours maintenir le gaz à une température au-dessus du point de rosée, la mesure peut aussi se faire directement dans les effluents gazeux humides. Après le prélèvement de la veine représentative, le gaz est au besoin dépoussiéré au moyen d'un filtre chauffé. Le gaz est amené à l'instrument de mesure via une conduite ad hoc. Des problèmes peuvent surgir du fait d'une condensation locale à des endroits plus froids. Par conséquent, on sera particulièrement attentif aux fixations à vis situées entre les différentes unités du dispositif, comme les conduites, les filtres et les instruments de mesure.

Gaz inorganiques pouvant notamment être analysés avec des instruments chauffés:

- NO<sub>x</sub> par chimiluminescence
- H<sub>2</sub>O par la méthode de l'hygromètre à point de rosée

A noter qu'avec cette méthode, on mesure la concentration d'un effluent humide. La proportion d'eau doit être connue pour qu'il soit possible de la prendre en compte dans l'interprétation des résultats. Si la teneur en eau est élevée, il faut vérifier avec soin qu'aucune interférence ne fausse la mesure puisque d'habitude les gaz de calibrage est sec.

## 6.3 Méthodes de mesure on-line

### 6.3.1 Aperçu

A priori, ces méthodes permettent de déterminer de nombreuses substances gazeuses sur la base de leurs propriétés physiques ou chimiques. Le tableau ci-dessous en donne quelques exemples et se limite aux substances pour lesquelles on se sert fréquemment de méthodes on-line:

Tab. 8 Méthodes de mesure on-line

Substance	Principe/méthode de mesure
O <sub>2</sub>	Paramagnétisme
CO <sub>2</sub>	Spectrométrie NDIR
CO	Spectrométrie NDIR
NO	Chimiluminescence, Spectrométrie NDIR
NO <sub>2</sub> , NO <sub>x</sub>	Convertisseur, c.-à-d. réd. en NO puis analyse du NO
H <sub>2</sub> O	Méthode de l'hygromètre à point de rosée, Psychromètre à impact

Par la suite, on n'abordera que les aspects des différents principes de mesure qui sont valables en général. Les problèmes spécifiques à certains instruments ne seront pas traités. Les instruments doivent être manipulés conformément aux instructions ou aux prescriptions du fabricant.

### 6.3.2 Calibrage sur le site de mesure

Les instruments sont calibrés au minimum avant le début et après la fin des mesures, p. ex. au moyen de gaz étalon adéquats. Lorsque les mesures durent longtemps, les instruments sont généralement calibrés trois fois par jour ou plus souvent s'il y a lieu. Le calibrage doit être adapté à l'objectif spécifique poursuivi, en particulier au paramètre déterminant pour l'appréciation (valeur limite). L'étanchéité du circuit de gaz sera examinée avant le premier calibrage. Le gaz de calibrage doit pénétrer dans le dispositif sans perte de pression (p. ex. par débitmètre ou orifice de décharge à barrière liquide) et il doit parcourir la totalité du circuit de gaz (filtre et conduite chauffés, conditionnement du gaz échantillonné).

En général, on ajuste tout d'abord le point zéro de l'instrument au moyen d'un gaz de mise à zéro (p. ex. azote) ou on l'enregistre pour la correction mathématique qui suivra. Puis, on injecte le gaz étalon et l'on règle la pente

de la fonction de calibrage ou on l'enregistre pour la correction mathématique. Il peut être nécessaire, pour certains appareils de vérifier ensuite une seconde fois le point zéro.

S'il s'agit d'un calibrage consécutif à une mesure, on **ne règle pas** l'instrument durant cette opération, mais on enregistre les valeurs affichées. Cela permet de prendre en compte les dérives qui se produisent. Il faut faire tout particulièrement attention à la dérive au voisinage du point zéro car les instruments n'affichent pas tous les valeurs négatives ou ne génèrent pas tous des signaux de sortie négatifs.

Le calibrage se fait en fonction de la mesure à effectuer, dans la même plage que celle de la mesure. Les enregistrements effectués lors du calibrage font partie des données mesurées et seront archivés comme ces dernières.

### Critères pour le calibrage sur site

Pour pouvoir décider de manière fiable et rapide sur site si la dérive constatée sur un instrument fausse la qualité de l'ensemble de la mesure, il est judicieux de définir des critères quant à la dérive maximale admissible. Ceux-ci déterminent si un écart peut être corrigé ultérieurement par calcul ou s'il faut éliminer les résultats obtenus depuis le dernier calibrage correct.

### 6.3.3 Teneur en oxygène

Tab. 9 Paramagnétisme

Principe de mesure	La mesure de l'oxygène (O <sub>2</sub> ) en continu repose sur la susceptibilité magnétique élevée de cette substance. Par exemple, on peut utiliser un corps rempli d'azote placé dans un champ magnétique inhomogène. Ce corps sera plus ou moins repoussé hors du champ en fonction de la concentration d'oxygène dans le gaz que l'on veut analyser. Le signal de mesure découle de l'amplitude du déplacement <sup>[21]</sup>
Conditionnement du gaz échantillonné	S'agissant du conditionnement du gaz échantillonné, l'oxygène fait partie des gaz « non réactifs » ; il peut donc être préparé conformément sous 6.2
Calibrage	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Gaz de mise à zéro: p. ex. azote</li> <li>• Gaz étalon: oxygène de l'air ou gaz contenant de l'oxygène</li> </ul>
Caractéristiques habituelles	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Plage de mesure: 0 à 100 %-vol.</li> <li>• Incertitude de mesure: au moins 0,2 % vol ou suivant la concentration du gaz prélevé, entre * 2 % et * 15 % (chiffres relatifs)</li> </ul>

### 6.3.4 Teneur en eau

La méthode de référence (condensation et absorption) est décrite sous 6.4.2. Lorsqu'il est indiqué de procéder à une mesure on-line, les méthodes suivantes peuvent être employées.

Tab. 10 Point de rosée

Principe de mesure	Une condensation contrôlée se produit sur un miroir thermostatisé. A partir du point de rosée, on peut calculer la pression partielle de l'eau. A partir de celle-ci et de la pression absolue régnant dans le canal de l'effluent gazeux, on calcule ensuite la teneur en eau de l'effluent.	
Calibrage	sur le site de mesure, seul un contrôle de fonctionnement est possible (formation de glace/fonte à 0 °C)	
Conditionnement du gaz échantillonné	Pour la détermination de la concentration d'eau, seules les poussières sont éliminées du gaz échantillonné. Tout le chemin parcouru par celui-ci jusqu'à la cellule de mesure doit être soigneusement chauffé afin d'éviter toute formation de condensation.	
Caractéristiques habituelles de la mesure du point de rosée avec un hygromètre	Plage de mesure	point de rosée d'env. -20 à 100 °C (correspond à env. 0,1 à 100 % vol aux conditions normales)
	Incertitude de mesure	<ul style="list-style-type: none"> <li>• point de rosée &lt; 40 °C ± 5 % (relatif)</li> <li>• point de rosée &gt; 40 °C ± 2,0 °C</li> </ul>
Important pour la mesure de la teneur en eau	<ul style="list-style-type: none"> <li>• éviter les points froids tout au long du chemin parcouru par le gaz jusqu'à et y compris le raccord avec l'instrument</li> <li>• veiller à maintenir propre la surface du miroir</li> </ul>	

Cette méthode de mesure ne doit pas être utilisée isolément pour la détermination de la teneur en eau car les substances condensables autres que l'eau présentes dans l'effluent gazeux peuvent perturber la mesure. Il est donc recommandé de procéder à une détermination parallèle de la teneur en eau par une méthode volumétrique ou gravimétrique (voir sous 6.4.2).

Tab. 11 Psychromètre

Principe de mesure	Le flux de gaz prélevé est amené au-dessus d'un petit récipient rempli d'eau, dont la température est mesurée avec précision. Suivant la teneur en eau du gaz, de l'eau s'évapore du récipient et en extrait de la chaleur. On peut calculer l'humidité du gaz à partir de sa température et de la température du bain.	
Calibrage	Il n'est pas possible d'effectuer un calibrage sur le site de mesure. Il est donc recommandé de procéder à une détermination parallèle de la teneur en eau par une méthode volumétrique ou gravimétrique (voir sous 6.4.2).	
Conditionnement du gaz échantillonné	Lors de la détermination de la teneur en eau, seules les poussières sont éliminées du gaz prélevé. Tout le chemin parcouru par celui-ci jusqu'à la cellule de mesure doit être chauffé avec précaution afin que l'eau ne puisse pas condenser. Cependant, la température du gaz prélevé ne doit pas être trop élevée à l'entrée de la cellule de mesure de certains instruments.	
Caractéristiques habituelles de la mesure du point de rosée avec un psychromètre	Plage de mesure	point de rosée env. 10 à 100 °C (correspond à env. 1 à 100 % vol aux conditions normales)
	Incertitude de mesure	<ul style="list-style-type: none"> <li>• point de rosée &lt; 40 °C ± 2 °C (absolu)</li> <li>• point de rosée &gt; 40 °C ± 5 % (relatif)</li> </ul>

### 6.3.5 Teneur en dioxyde de carbone

Tab. 12 Spectrométrie infrarouge non dispersive (NDIR)

Principe de mesure	La méthode utilise l'absorption du rayonnement infrarouge par le CO <sub>2</sub> , aucune dispersion spectrale n'ayant lieu (non dispersif). On compare l'absorption dans une cuvette de référence avec celle qui se produit dans la cuvette remplie du gaz échantillonné. <sup>[22]</sup>	
Calibrage	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Gaz de mise à zéro</i>: p. ex. azote</li> <li>• <i>Gaz étalon</i>: en fonction de la mesure à effectuer</li> </ul>	
Conditionnement du gaz échantillonné	Dans la plupart des types d'installations, le dioxyde de carbone (CO <sub>2</sub> ) peut aussi être considéré comme un gaz «non réactif» s'agissant du conditionnement du gaz échantillonné. Bien qu'il soit soluble dans l'eau, aux concentrations relativement élevées de la mesure, seule une fraction négligeable est perdue dans le condensat «acide». Le gaz échantillonné peut donc généralement être préparé comme indiqué sous 6.2. S'il se produit des pertes significatives, il faut choisir un autre mode de préparation. Remarque: le gel de silice adsorbe une certaine proportion du dioxyde de carbone ce qui peut donner des valeurs inférieures à la réalité.	
Caractéristiques habituelles de la mesure du dioxyde de carbone	Plage de mesure	0 à 20 %-vol.
	Incertitude de mesure	au moins 0,2 % vol ou, en fonction du spectre de concentrations, ± 10 % (valeur relative)

### 6.3.6 Teneur en monoxyde de carbone

Tab. 13 Spectrométrie infrarouge non dispersive (NDIR)

Principe de mesure	Le principe de mesure est décrit sous 6.3.5 à l'exemple du CO <sub>2</sub> . La spectrométrie NDIR est la méthode de référence européenne pour le CO <sup>[23]</sup> .	
Sensibilité aux interférences	Du fait que la concentration en CO <sub>2</sub> est généralement beaucoup plus élevée que celle du CO dans les effluents gazeux, des interférences peuvent apparaître qui, suivant l'instrument, sont soit compensées automatiquement, soit doivent être corrigées par calcul. Le protoxyde d'azote absorbe le rayonnement IR dans les mêmes longueurs d'onde que le monoxyde de carbone et peut donc produire des interférences dans les analyseurs à NDIR. Dans certaines installations comme, par exemple, les usines d'incinération des boues ou dans les installations de dénitrification à SCNR utilisant de l'urée comme réducteur, le protoxyde d'azote peut apparaître en concentrations importantes. Si des interférences se produisent ou sont attendues, il faut mesurer la concentration du protoxyde d'azote et corriger son influence sur le signal de mesure.	
Calibrage	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Gaz de mise à zéro</i>: p. ex. azote</li> <li>• <i>Gaz étalon</i>: selon l'objectif de la mesure</li> </ul>	
Conditionnement du gaz échantillonné	S'agissant du conditionnement du gaz échantillonné, le monoxyde de carbone (CO) est considéré comme un gaz «non réactif»; il peut donc être préparé comme indiqué sous 6.2.	
Caractéristiques habituelles de la mesure du monoxyde de carbone	Plage de mesure	de 0 – 100 ppm à 0 – 10 000 ppm
	Seuil de quantification	5 mg/m <sup>3</sup>
	Incertitude de mesure	<ul style="list-style-type: none"> <li>• concentrations &lt; 50 mg/m<sup>3</sup> ± 5 mg/m<sup>3</sup></li> <li>• concentrations &gt; 50 mg/m<sup>3</sup> ± 10 % (relatif)</li> </ul>

### 6.3.7 Teneur en monoxyde d'azote

**Tab. 14 Chimiluminescence**

Principe de mesure	Le NO réagit avec le O <sub>3</sub> pour former du NO <sub>2</sub> , dont une partie des molécules se trouvent dans un état excité. Ces molécules excitées retournent à l'état normal en émettant un rayonnement lumineux. La mesure de l'intensité de ce rayonnement permet de déterminer la concentration de NO. La chimiluminescence est la méthode de référence européenne pour le NO <sup>[25]</sup> .	
Calibrage	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Gaz de mise à zéro</i>: p. ex. azote</li> <li>• <i>Gaz étalon</i>: selon l'objectif de la mesure</li> </ul>	
Conditionnement du gaz échantillonné	Le monoxyde d'azote (NO) fait partie des gaz «non réactifs» s'agissant du conditionnement; il peut donc être préparé comme indiqué sous 6.2. L'intensité du rayonnement lumineux dépend de la composition du gaz échantillonné. Des concentrations élevées d'eau, le dioxyde de carbone et, parfois, d'autres composants, peuvent provoquer ce qu'on appelle un quenching dans certains analyseurs, ce qui a pour conséquence des résultats inférieurs à la réalité. Ces interférences doivent être prises en considération dans les mesures.	
Caractéristiques habituelles de la mesure du NO	Plage de mesuree	de 0 – 10 ppm à 0 – 10 000 ppm
	Seuil de quantification	2 mg/m <sup>3</sup> (exprimée en NO <sub>2</sub> )
	Incertitude de mesure	<ul style="list-style-type: none"> <li>• concentrations &lt; 20 mg/m<sup>3</sup> ± 2 mg/m<sup>3</sup> (exprimée en NO<sub>2</sub>)</li> <li>• concentrations &gt; 20 mg/m<sup>3</sup> ± 10 % (relatif)</li> </ul>

**Tab. 15 Spectrométrie infrarouge non dispersive (NDIR)**

*Ces instruments sont particulièrement sensibles à l'eau car celle-ci absorbe aux mêmes longueurs d'onde. Il faut employer uniquement des analyseurs dont l'équivalence avec la méthode de référence a été démontrée.*

Principe de mesure	Le principe de mesure est décrit sous 6.3.5 à l'exemple du CO <sub>2</sub> .	
Calibrage	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Gaz de mise à zéro</i>: p. ex. azote</li> <li>• <i>Gaz étalon</i>: selon l'objectif de la mesure</li> </ul>	
Conditionnement du gaz échantillonné	Voir les instructions sur le conditionnement du gaz au chapitre de la chimiluminescence	
Caractéristiques de la mesure du NO	Plage de mesuree	von 0 – 100 ppm à 0 – 10 000 ppm
	Seuil de quantification	5 mg/m <sup>3</sup> (exprimée en NO <sub>2</sub> )
	Incertitude de mesure	<ul style="list-style-type: none"> <li>• concentrations &lt; 50 mg/m<sup>3</sup> ± 5 mg/m<sup>3</sup> (exprimée en NO<sub>2</sub>)</li> <li>• concentrations &gt; 50 mg/m<sup>3</sup> ± 10 % (relatif)</li> </ul>

### 6.3.8 Teneur en dioxyde d'azote

**Tab. 16 Teneur en dioxyde d'azote**

Principe de mesure	A l'aide d'un convertisseur, le dioxyde d'azote (NO <sub>2</sub> ) est réduit en monoxyde d'azote (NO) et analysé comme tel <sup>[25]</sup> . Les instruments utilisés pour les mesures d'émission font appel à des convertisseurs, par exemple au carbone, au molybdène ou à l'acier.	
	Convertisseur carbone	NO <sub>2</sub> + C → NO + CO température de fonctionnement: env. 350 °C
	Convertisseur molybdène	2 NO <sub>2</sub> → 2 NO + O <sub>2</sub> 3 NO <sub>2</sub> + 2 Mo → 3 NO + 2 MoO <sub>3</sub> température de fonctionnement: env. 450 °C
	Convertisseur acier	2 NO <sub>2</sub> → 2 NO + O <sub>2</sub> température de fonctionnement: env. 650 – 750 °C
Problèmes se produisant avec les convertisseurs	<ul style="list-style-type: none"> <li>• La sensibilité aux interférences avec l'ammoniac varie beaucoup en intensité suivant le type de convertisseur</li> <li>• La sensibilité aux interférences avec le HNO<sub>3</sub> et d'autres oxydes d'azote ne posent généralement pas de problème dans le spectre de concentration des émissions:</li> <li>• Corrosion et salissures et, partant, taux de conversion réduit</li> <li>• Réactions secondaires des oxydes d'azote dans le convertisseur</li> </ul>	
Calibrage	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Gaz de mise à zéro</i>: p. ex. azote</li> <li>• <i>Gaz étalon</i>: NO comme gaz de calibrage pour les deux canaux. Comme l'emploi de NO<sub>2</sub> comme gaz étalon est très problématique, on ne s'en sert généralement pas à l'endroit de mesure.</li> <li>• <i>Convertisseur</i>: le rendement du convertisseur doit être vérifié périodiquement (p. ex. au moins une fois par an) ou lorsque l'on soupçonne des dérangements.</li> </ul>	
Bibliographie	[24], [25]	
Conditionnement du gaz échantillonné	<p>S'agissant du conditionnement, le dioxyde d'azote (NO<sub>2</sub>) fait partie des gaz « réactifs », car il peut se dissoudre dans l'eau, d'où un risque de pertes. Il faut donc éviter tout refroidissement du gaz en dessous du point de rosée avant l'instrument de mesure.</p> <p>Si l'on applique le convertisseur avant l'étape du conditionnement, les oxydes d'azote contenus dans le gaz échantillonné se présentent alors sous la forme de NO. Dans ce cas, l'eau peut être éliminée du gaz, par exemple, par condensation (voir chapitre 6.2).</p> <p>Sous certaines conditions, la norme EN 14792<sup>[24]</sup> admet d'utiliser un procédé de condensation pour le conditionnement du gaz. Il faut alors concevoir le dispositif de refroidissement de manière à minimiser l'absorption du NO<sub>2</sub> dans le condensat. Comme une surpression dans le système de refroidissement accroît les pertes de NO<sub>2</sub>, il faut placer la pompe entre celui-ci et l'instrument de mesure. Un tel procédé ne peut être employé si le rapport NO<sub>2</sub>/NO<sub>x</sub> dépasse 10 %.</p>	
Caractéristiques de la mesure des NO <sub>x</sub>	Les caractéristiques résultent du principe de mesure adopté pour déterminer le NO (voir cidessus). Par ailleurs, il y a lieu de considérer les erreurs dues au convertisseur (rendement, interférences).	

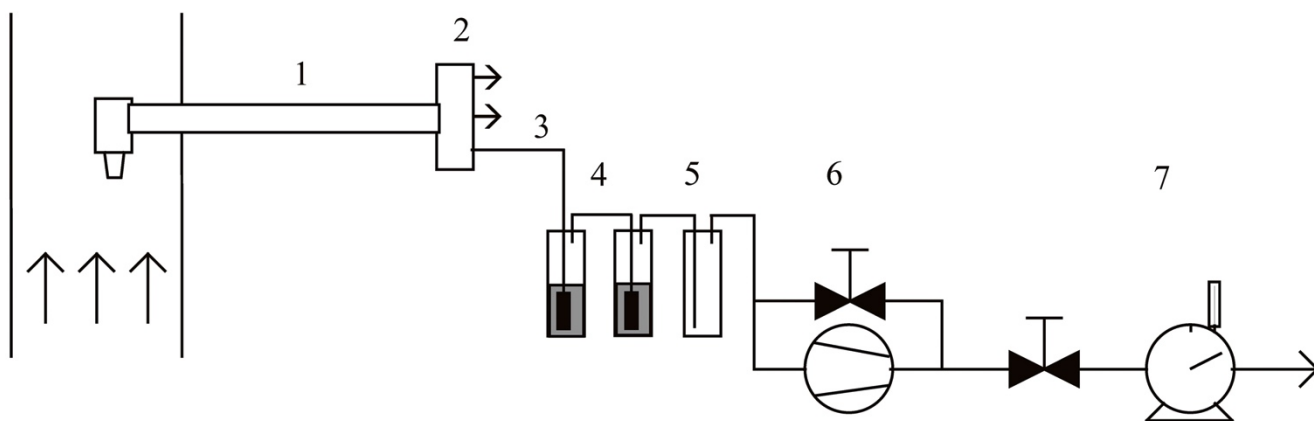
## 6.4 Méthodes de mesure off-line

- Avantages de ces méthodes comparativement aux méthodes on-line:
- dispositifs de mesure bon marché; l'analyse, coûteuse, peut être effectuée en laboratoire.
- en général, on peut atteindre une sélectivité plus élevée du fait qu'un enrichissement sélectif est déjà effectué en amont de l'analyse sélective
- Deux inconvénients importants contrebalancent ces avantages:
- le prélèvement enrichi ne contient pas d'informations sur la distribution temporelle des émissions pendant le prélèvement
- délai entre le prélèvement et le résultat des analyses

### 6.4.1 Généralités à propos des prélèvements par enrichissement

Dans cette méthode, une veine représentative est amenée à travers un dispositif de collecte (flacon laveur, tube à adsorption, piège à froid) au moyen d'une pompe de circulation. La substance à analyser y est retenue et enrichie; elle est ensuite transportée au laboratoire puis analysée. En principe, on peut utiliser des phases de collecte liquides ou solides. Pour mesurer des gaz inorganiques, on se sert presque exclusivement de phases liquides. La détermination précise du volume des gaz prélevés est un élément important de ces méthodes; qui est abordé plus en détail au le chapitre 3.

Fig. 12 Exemple de dispositif de prélèvement



1 sonde de prélèvement avec tube d'aspiration chauffé et, si nécessaire, filtre chauffé (interne ou externe au canal); 2 adaptateur chauffé pour répartir la veine représentative en plusieurs flux pour la prise en parallèle d'échantillons de divers composés; 3 év. conduite de raccordement courte non chauffée p. ex. en PTFE; 4 système d'absorption, év. refroidi; 5 séparateur, év. refroidi; 6 pompe réglable; 7 compteur à gaz avec thermomètre, p. ex. compteur à volant hydraulique ou tour de séchage et compteur à gaz à soufflet

Pour éviter la condensation de l'eau et, par conséquent, des pertes de composés à analyser, les éléments de l'appareillage de prélèvement en contact avec le gaz sont chauffés. Si un raccord court non chauffé (p. ex. en PTFE) est utilisé entre le distributeur et le système de collecte, son contenu fait partie du prélèvement, c'est-à-dire que, après le prélèvement, le raccord est rincé et la solution de rinçage est ajoutée au contenu de la première solution absorbante.

#### Prélèvement par absorption

La veine représentative est amenée dans des flacons laveurs (flacons laveurs en verre avec fritte) remplis d'une solution absorbante appropriée et montés en série (au moins deux flacons laveurs, le dernier ne devant pas contenir plus de 10 % de la quantité totale du polluant). Le dispositif d'absorption est suivi d'un séparateur ainsi que d'une pompe et d'un compteur à gaz.

*Remarque:* le dioxyde de carbone se dissout en partie dans l'eau. Lorsque l'on utilise un compteur à gaz noyé dans l'eau, il faut faire en sorte, avant le début de la mesure, que l'eau soit saturée en CO<sub>2</sub> (p. ex. lavage avec le gaz prélevé pendant 10 minutes).

#### • Attention

- Si l'on emploie des solutions absorbantes volatiles ou si les effluents gazeux sont très chauds, les solutions absorbantes doivent être refroidies. Au besoin, on disposera en amont du système d'absorption un dispositif de refroidissement dont le condensat devra aussi être intégré dans l'analyse.



Voici quelques méthodes pour déterminer les polluants inorganiques gazeux:

**Tab. 17 Méthodes pour déterminer les polluants inorganiques gazeux**

Polluant	Solution absorbante	Source
composés chlorés inorganiques	eau	EN 1911 <sup>[20]</sup>
composés fluorés inorganiques	NaOH dil.	VDI 2470 f. 1 <sup>[26]</sup>
anhydride sulfureux	sol. de H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	EN 14791 <sup>[27]</sup>
composés azotés basiques et ammoniac	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> dilué	VDI 3496 f. 1 <sup>[28]</sup>

### 6.4.2 Teneur en eau

La méthode de référence pour déterminer la teneur en eau par condensation ou absorption est décrite dans la norme EN 14790<sup>[29]</sup>. Dans les cas où cette détermination ne sert qu'à normaliser les valeurs obtenues aux conditions sèches, il est possible d'avoir recours aux méthodes légèrement simplifiées décrites ci-dessous.

#### Prélèvement par condensation

Lors de la mesure de poussières, on prélève une veine représentative relativement importante dans le canal de l'effluent. Après la filtration, une grande partie de l'eau contenue dans l'effluent est éliminée par condensation. L'humidité résiduelle en aval du refroidisseur doit être prise en considération. Si les concentrations résiduelles sont faibles, cela peut se faire par calcul, en prenant comme point de rosée la température à la sortie du refroidisseur. Si le gaz à analysé refroidi est en outre amené dans une tour de séchage (p. ex. gel de silice), l'eau adsorbée peut être déterminée par gravimétrie et additionnée au condensat. En cas de nécessité, on disposera deux tours de séchage en série.

#### Analyse/Détermination volumétrique ou gravimétrique

**Tab. 18 Caractéristiques habituelles de la mesure de la teneur en eau par condensation**

Plage de mesure	limite inférieure: le point de rosée de l'effluent à analyser doit être nettement en dessus de la température du refroidisseur et produire un volume de condensat mesurable. Au besoin, on placera dans le circuit deux cartouches de gel de silice après la condensation
Incertitude de mesure	± 10 % (relatif)

#### Prélèvement par adsorption

La teneur en eau de l'effluent gazeux peut aussi être déterminée entièrement par adsorption (p. ex. gel de silice). Le chemin suivi par le gaz prélevé est chauffé avec soin et aussi court que possible. Le gaz échantillonné est amené dans une cartouche de gel de silice préalablement pesée exactement et son volume est déterminé comme habituellement dans les méthodes de prélèvement enrichi, p. ex., avec un compteur à gaz. Le volume d'effluent à prélever dépend de sa teneur en eau et de la dimension de l'adsorbent.

#### Analyse/Détermination gravimétrique

**Tab. 19 Caractéristiques habituelles de la mesure de la teneur en eau par adsorption**

Plage de mesure	limite inférieure: 0,1 % vol (précision de la balance)
<b>Incertitude de mesure</b>	$\pm 10$ % (relatif)

En général, on disposera 2 cartouches de séchage en série. Il faut s'assurer que le taux d'humidité résiduelle après le système d'absorption est négligeable.

### 6.4.3 Teneur en composés chlorés inorganiques

#### Prélèvement d'échantillon

La méthode de référence est décrite dans EN1911 1 – 3, qui sera bientôt intégrée dans la nouvelle norme EN 1911<sup>[20]</sup>. La détermination des concentrations de composés chlorés gazeux inorganiques (exprimés en HCl dans le résultat) s'effectue sur un échantillon prélevé par enrichissement d'eau.

#### Analyse

La norme EN 1911 décrit les méthodes suivantes d'analyse des solutions absorbantes:

- titrage potentiométrique (nitrate d'argent)
- détermination photométrique (thiocyanate de mercure)
- chromatographie échangeuse d'ions

**Tab. 20 Caractéristiques habituelles de la mesure de la concentration des composés chlorés gazeux inorganiques**

Volume de gaz étalon	env. 100 l/h
<b>Seuil de quantification</b>	selon la méthode d'analyse, 0,2 – 2 mg/m <sup>3</sup>
<b>Incertitude de mesure</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• concentrations &lt; 2 mg/m<sup>3</sup> <math>\pm 0,3</math> mg/m<sup>3</sup></li> <li>• concentrations &gt; 2 mg/m<sup>3</sup> <math>\pm 15</math> % (relatif)</li> </ul>

### 6.4.4 Teneur en composés fluorés inorganiques

#### Prélèvement d'échantillon

Une méthode appropriée est décrite dans la directive VDI 2470, feuille 1<sup>[26]</sup>. La détermination de la concentration des composés fluorés gazeux inorganiques (exprimés en HF dans le résultat) s'effectue sur un échantillon prélevé par enrichissement d'une solution d'hydroxyde de sodium (0,1 mol/l). Cette solution absorbe également une partie du dioxyde de carbone contenu dans le gaz prélevé. Il faut le prendre en compte dans la mesure du volume.

Dans certaines installations (p. ex. les usines d'incinération des ordures), le prélèvement peut aussi se faire dans l'eau en lieu et place de l'hydroxyde de sodium (comme pour le prélèvement du HCl, voir plus haut). Dans d'autres types d'installations, par exemple dans les fours à céramique, le prélèvement de fluorures en solution aqueuse peut cependant conduire à des résultats inférieurs à la réalité car le fluor s'y trouve sous la forme d'hexafluorure de silicium.

## Analyse

La directive VDI décrit les méthodes suivantes d'analyse des solutions absorbantes:

- entraînement à la vapeur d'eau; détermination photométrique par la méthode Alizarin-Koplexan
- détermination potentiométrique directe au moyen d'une électrode fluorosensible

En dérogation à la directive, les échantillons peuvent aussi être analysés par chromatographie échangeuse d'ions.

**Tab. 21 Caractéristiques habituelles de la mesure de la concentration des composés fluorés gazeux inorganiques**

Volume de gaz prélevé	env. 100 l
<b>Seuil de quantification</b>	0,2 mg/m <sup>3</sup>
<b>Incertitude de mesure</b>	• concentrations < 1 mg/m <sup>3</sup> ± 0,2 mg/m <sup>3</sup> • concentrations > 1 mg/m <sup>3</sup> ± 20 % (relatif)
<b>Remarque</b>	<b>Les parties des instruments en contact avec le gaz doivent être en verre de quartz ou en verre pauvre en fluorures</b>

## 6.4.5 Teneur en dioxyde de soufre

### Prélèvement d'échantillon

La méthode de référence est décrite dans la norme EN 14791<sup>[27]</sup>. La détermination de la concentration de dioxyde de soufre (SO<sub>2</sub>) s'effectue sur un échantillon obtenu par enrichissement d'une solution de peroxyde d'hydrogène à 3 %. Le dioxyde de soufre est oxydé en sulfate dans la solution et retenu. Lorsque la concentration de SO<sub>2</sub> est élevée (> 1000 mg/m<sup>3</sup>), le rendement d'absorption peut décroître, il est alors recommandé de réduire le débit volumique ou d'augmenter la concentration de la solution absorbante.

La température de la sonde de prélèvement chauffée et du filtre (fibres de quartz) doit être suffisamment élevée pour éviter toute formation de condensat (point de rosée acide).

En général, cette méthode permet également de déterminer la somme des oxydes de soufre. Le résultat de la concentration de ceux-ci est exprimée en dioxyde de soufre (SO<sub>2</sub>).

## Analyse

L'analyse des solutions absorbantes s'effectue soit par titrage photométrique au perchlorate de baryum avec de la thiorine comme indicateur, ou par chromatographie échangeuse d'ions:

**Tab. 22 Caractéristiques habituelles de la mesure de la concentration du dioxyde de soufre**

Volume de gaz prélevé	env. 100 l
<b>Seuil de quantification</b>	• 2 mg/m <sup>3</sup> (titrage à la thiorine) • 0,1 mg/m <sup>3</sup> (chromatographie)
<b>Incertitude de mesure</b>	• ± 2 mg/m <sup>3</sup> resp. ± 15 % (relatif) (titrage) • 0,1 mg/m <sup>3</sup> resp. ± 15 % (relatif) (chromatographie)



## 6.4.6 Teneur en ammoniac et composés gazeux de l'ammonium

### Introduction

Cette méthode, décrite dans la directive VDI 3496 feuille 1, permet de déterminer la somme des composés de l'ammoniac et de l'ammonium sous forme de gaz ou de particules<sup>[28]</sup>. Du fait qu'une part significative de ces composés se trouve sous forme liée à des particules, une série de mesures isocinétiques en grille est indispensable. On utilisera comme solution absorbante du H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,05 M.

### Prélèvement d'échantillon

Pour le prélèvement on peut utiliser deux procédures:

1. Filtre de prélèvement (interne ou externe au canal des effluents) pour la fraction particulaire et flacons laveurs pour la fraction sous forme gazeuse
2. Impingers standard pour la capture des particules solides et des composés gazeux

Dans les deux cas, il s'agit d'une méthode de prélèvement par enrichissement d'une solution absorbante, comme décrit sous 6.4. En outre, les dispositifs utilisés et les conditions appliquées lors du prélèvement des particules solides doivent respecter les dispositions du chapitre 4. Cela concerne en particulier la buse, le coude, le filtre, la sonde et le débit. Après chaque mesure ponctuelle, il faut rincer la totalité du parcours gazeux avec de la solution absorbante.

### Analyse

La mesure de la teneur en ammoniac et en composés de l'ammonium se fait par photométrie ou par chromatographie échangeuse d'ions (VDI 3869 feuille 3<sup>[30]</sup>).

Les composés de l'ammonium, liés aux particules retenues par le filtre, sont extraits par agitation dans une solution de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,05 M.

Avec la seconde méthode de prélèvement, la totalité des composés à analyser se trouve dans la solution absorbante. La solution avec les composés d'origine particulaire et la solution de rinçage peuvent donc être mélangée avec celle provenant du premier Impinger pour l'analyse.

Tab. 23 Données estimées pour la mesure de la teneur des composés d'ammonium

<b>Volume de gaz prélevé</b>	• ca. 100 l (flacons laveur, cas 1); • ca. 1000 l (Impingers, cas 2)
<b>Seuil de quantification</b>	• 0,5 mg/m <sup>3</sup>
<b>Incertitude de mesure</b>	• < 3 mg/m <sup>3</sup> ± 0,5 mg/m <sup>3</sup> (absolu) • > 3 mg/m <sup>3</sup> ± 15 % ((relatif)
<b>Seuil de détection</b>	0,1 mg/l

---

### Remarque

Dans certains cas particulier, on peut négliger la fraction de composés de l'ammonium particulaire. Ceci est certainement valable lorsque la teneur en poussières est beaucoup plus faible que celle en ammoniac et en composés gazeux de l'ammonium.

### Important

- La méthode, aussi bien le prélèvement que l'extraction, n'est pas validée
- La méthode d'analyse par chromatographie échangeuse d'ions ou par une électrode spécifique aux ions ammonium n'est pas validée. Le seuil de détection dépend de la méthode d'analyse.
- Les filtres utilisés pour cette détermination ne peuvent pas être utilisés pour la détermination gravimétrique des poussières, car le conditionnement préalable nécessaire (voir sous 4.2.3) entraînerait des pertes.

### Bibliographie

- [20] EN 1911: Emissions de sources fixes – Détermination de la concentration massique en chlorures gazeux, exprimée en HCl – Méthode de référence normalisée (octobre 2010).
- [21] EN 14789: Emissions de sources fixes – Détermination de la concentration volumétrique en oxygène (O<sub>2</sub>) – Méthode de référence: paramagnétisme (février 2006).
- [22] ISO 12039; Emissions de sources fixes – Détermination de la concentration de monoxyde de carbone, de dioxyde de carbone et d'oxygène – Caractéristiques de fonctionnement et étalonnage de systèmes automatiques de mesure (Juin 2001).
- [23] EN 15058: EN 15058; Emissions de sources fixes – Détermination de la concentration massique en monoxyde de carbone (CO) – Méthode de référence: spectrométrie infrarouge non dispersive (juillet 2006).
- [24] EN 14792: EN 14792; Emissions de sources fixes – Détermination de la concentration massique en oxydes d'azote (NO<sub>x</sub>) – Méthode de référence: chimiluminescence (mars 2006).
- [25] ISO 10849; Emissions de sources fixes – Détermination de la concentration en masse des oxydes d'azote – Caractéristiques de performance des systèmes de mesurage automatiques (avril 1996).
- [26] VDI-Richtlinie 2470 Blatt 1; Messung gasförmiger Emissionen; Messen gasförmiger Fluor-Verbindungen; Absorptions-Verfahren (1975, bestätigt 2006).
- [27] EN 14791: Emissions de sources fixes – Détermination de la concentration massique du dioxyde de soufre – Méthode de référence (février 2006).
- [28] VDI-Richtlinie 3496 Blatt 1; Messen gasförmiger Emissionen; Bestimmen der durch Absorption in Schwefelsäure erfassbaren basischen Stickstoffverbindungen (1982, confirmée 2008).
- [29] EN 14790: Emissions de sources fixes – Détermination de la vapeur d'eau dans les conduits.
- [30] VDI-Richtlinie 3869 Blatt 3; Messen von Ammoniak in der Außenluft – Probenahme mit beschichteten Diffusionsabscheidern (Denudern) – Fotometrische oder ionenchromatografische Analyse (Oktober 2010).

---

# 7 Mesure des substances organiques

## 7.1 Introduction

En dépit de l'importance qu'ils ont en termes de qualité de l'air, la mesure en routine des composés organiques est relativement récente. Le moyen le plus efficace de diminuer la concentration de polluants dans l'atmosphère est de recenser les sources d'émission et de les soumettre à un assainissement. L'ordonnance sur la protection de l'air (OPair)<sup>[31]</sup> limite les émissions de substances organiques par le biais de valeurs limites d'émission. Son annexe 1 fixe ainsi des limites pour 120 substances ou classes de substances. Les annexes 2 et 3, quant à elles, définissent d'autres prescriptions relatives à la limitation des émissions pour quelque 35 types d'installations. Les recommandations sur la mesure des émissions citent les normes suisses SN/EN et les directives allemandes (VDI) comme sources de méthodes d'analyse uniquement pour une vingtaine de composés organiques: le déficit méthodologique reste donc important. Pour développer ou adapter des méthodes, on peut recourir à divers recueils de méthodes traitant de l'air extérieur ou de l'hygiène du travail.

A l'heure actuelle, le détecteur à ionisation de flamme (FID) est la méthode d'analyse on-line des émissions organiques la plus répandue. C'est aussi la seule qui fournisse des résultats fiables.

**Attention!** Les mélanges de composés organiques peuvent être toxiques ou explosifs. Cela vaut aussi bien pour le gaz échantillonné que pour l'environnement dans lequel les appareillages de prélèvement et de mesure sont utilisés. Il s'agit donc de prévoir des mesures de sécurité appropriées lors de la planification des mesures, puis de les respecter rigoureusement lors de l'exécution.

## 7.2 Mesure du carbone total à l'aide du détecteur à ionisation de flamme (FID)

### 7.2.1 Bases

A l'aide du FID, on détermine en continu la concentration cumulée du carbone organique lié en mgC/m<sup>3</sup>. L'échantillon de gaz est brûlé dans la flamme d'un gaz combustible contenant de l'hydrogène. La conductibilité électrique de la flamme est mesurée sous la forme d'un courant passant entre deux électrodes sous tension électrique. Le signal est proportionnel au nombre d'atomes de carbone brûlant dans la flamme. Le coefficient de réponse dépend cependant du type de liaison de l'atome de carbone considéré. Cela signifie que de fortes proportions de composés ayant un coefficient de réponse bas génèrent des résultats trop faibles si on ne les corrige pas comme expliqué plus bas.

- 
- La mesure à l'aide du FID est utilisée pour:
  - mesurer les émissions organiques sous forme de gaz ou de vapeur conformément à l'OPair;
  - recueillir des informations sur le comportement des émissions en fonction du temps; pour comprendre si, au moment d'un prélèvement, les émissions étaient vraiment significatives;
  - le contrôle des effluents gazeux contenant un seul composé organique;
  - le contrôle des effluents gazeux contenant des mélanges de substances, mais où il s'agit seulement de distinguer des concentrations très élevées et très faibles.

### Convention

Le détecteur à ionisation de flamme (FID) pour contrôler des installations mentionnées à l'annexe 2 OPair et pour lesquelles une limitation des émissions de substances organiques sous forme de gaz et de vapeur est prescrite. Le résultat est indiqué sous la forme de carbone total (carbone gazeux organique lié; C gaz. org. lié). Les coefficients de réponse des composés mesurés sont considérés comme égaux à 1 lors du traitement des données brutes.

### Remarque

Dans la norme EN 12619 (Détermination de la concentration massique en carbone organique total – Méthode du détecteur continu à ionisation de flamme)<sup>[32]</sup>, des exigences minimales sont indiquées pour les appareils à utiliser. Cette norme fixe les écarts maximaux tolérables pour la linéarité et la sensibilité aux interférences dues à l'oxygène ainsi que pour les coefficients de réponse de certains composés. La norme EN 13526 décrit une méthode applicables aux concentrations élevées de carbone<sup>[33]</sup>.

Dans l'analyse par FID sont considérées comme gazeuses ou comme vapeur toutes les substances qui traversent un filtre approprié, chauffé à une température de  $150\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$ .

### 7.2.2 Prélèvement de l'échantillon et préparation des gaz

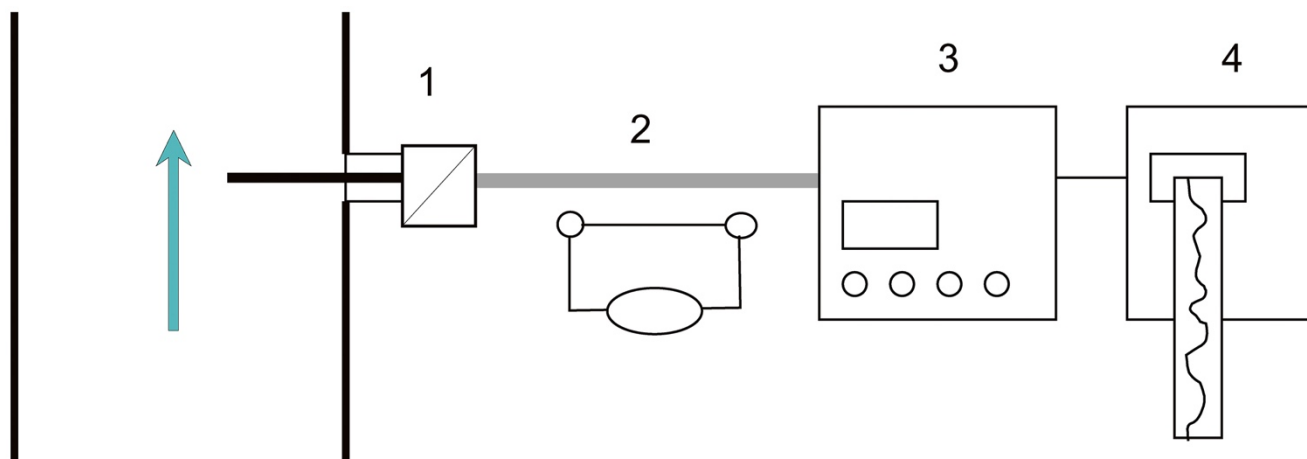
On peut généralement admettre que les substances organiques sous forme de gaz ou de vapeur se répartissent de manière suffisamment homogène dans le plan de mesure. Lorsque cette répartition est homogène, le prélèvement des gaz peut se faire en un point fixe, à peu près au milieu du plan de mesure. Si cette condition d'homogénéité n'est pas remplie, il faut en revanche effectuer le prélèvement de l'échantillon de gaz en différents points du plan de mesure (série de mesures en grille; voir chapitre 2), afin de garantir la représentativité de l'échantillon prélevé.

Lors de la mesure de substances organiques gazeuses, on se sert généralement d'un filtre afin de protéger les instruments de mesure. Comme la température du filtre peut avoir une incidence sur la mesure, surtout en présence de composés peu volatils, on a fixé à  $150\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$  la température du filtre et celle des parties de l'appareillage situées hors du canal des effluents gazeux. Pour éviter des condensations et des adsorptions, on chauffe généralement à  $180\text{ °C}$  les conduites et les parties de l'appareillage en aval. La conduite chauffée entre le filtre et le FID doit être en acier inoxydable ou en PTFE, et être la plus courte possible. Un schéma du dispositif de mesure est présenté à la fig. fig. 13.

On trouvera des informations sur le conditionnement du gaz de mesure sous 6.2.



Fig. 13 Prélèvement et mesure par FID



1 filtre chauffé (à  $150\text{ °C} \pm 10\text{ °C}$ ); 2 conduite chauffée; 3 détecteur à ionisation de flamme (FID); 4 enregistrement des données

Exceptionnellement, lors de la détermination de composés organiques très volatils dans des gaz secs et exempts de particules, il est possible de renoncer tant aux hautes températures qu'à la filtration. Ces divergences doivent être décrites en détail et justifiées dans le rapport de mesure.

On sera attentif à nettoyer toutes les pièces en contact avec l'échantillon de gaz avant la mesure afin d'éviter que des dépôts dans le filtre ou sur les surfaces ne soient libérés au moment de la montée en température et ne faussent les mesures.

### 7.2.3 Calibrage

Le calibrage du FID pour la détermination du carbone gazeux organique lié s'effectue au moyen d'un gaz étalon contenant du propane à environ 80 % de la concentration maximale attendue ou proche de la concentration déterminante. Lors du calibrage, il faut inclure l'ensemble de l'appareillage, y compris le dispositif de prélèvement, le filtre, les conduites, etc. Si l'appareil est calibré par l'intermédiaire d'un raccordement au gaz étalon séparé, il faut effectuer ensuite une vérification de l'ensemble du chemin parcouru par le gaz échantillonné, tant avec du gaz de mise à zéro qu'avec le gaz étalon. D'autres informations relatives au calibrage et aux test d'étanchéité figurent sous 6.3.2.

Avec certains appareils ou gaz combustibles, le signal de mesure est affecté par l'oxygène. Si une telle sensibilité aux interférences est corrigée par calcul, pour autant que l'influence de l'oxygène sur l'instrument de mesure soit connue avec suffisamment de précision, les résultats seront affectés d'une plus grande incertitude; il y a donc lieu d'en faire état dans le rapport de mesure.

Conformément à la norme EN 12619, la sensibilité de l'appareillage aux interférences dues à l'oxygène doit être inférieure à  $0,8\text{ mg C/m}^3$  dans la plage de mesure allant de  $0\text{ mg C/m}^3$  à  $20\text{ mg C/m}^3$  et l'influence de composants parasites doit être globalement inférieure à  $1\text{ mg C/m}^3$ <sup>[32]</sup>.

### Recommandation

Dans certains appareils, la sensibilité à l'oxygène peut être atténuée ou évitée par l'utilisation de mélanges hydrogène-hélium comme gaz combustible. Lorsque la concentration d'oxygène dans l'effluent gazeux est

connue et constante, l'interférence peut aussi être réduite si l'on se sert de gaz étalon présentant la concentration d'oxygène correspondante.

### Prise en compte du taux d'humidité

Etant donné que le calibrage du FID s'effectue généralement au moyen de gaz étalon secs, alors que la mesure porte sur un effluent gazeux contenant de l'eau, il y a lieu de corriger le résultat lors du traitement des données brutes afin de le convertir en une valeur correspondant aux conditions sèches. Cela suppose que la teneur en eau de l'effluent gazeux soit suffisamment bien connue ou qu'elle soit déterminée parallèlement à la mesure FID.

### 7.2.4 Traitement des données brutes

Le chapitre 8 traite en détail de cette étape. Nous n'abordons ici que des aspects spécifiques aux méthodes traitées dans le présent chapitre.

Pour la mesure des émissions organiques gazeuses et sous forme de vapeur selon l'OPair, le signal de mesure est converti en concentration de carbone total d'après la formule (7.1).

$$C_{OC} = \frac{S \times CN_{PG} \times M_{r(C)}}{V_M} \quad (7.1)$$

$C_{OC}$  = concentration de carbone organique lié [mgC/m<sup>3</sup>] sans tenir compte du coefficient de réponse

$S$  = valeur mesurée (signal) du FID calibré [ppmv]

$CN_{PG}$  = nombre d'atomes de carbone dans la molécule du gaz étalon (propane  $CN_{PG} = 3$ )

$M_{r(C)}$  = masse molaire du carbone: 12,01 g/mol

$V_M$  = volume molaire des gaz parfaits: 22,4 l/mol

La convention ci-dessus a pour conséquence une incertitude de mesure relativement grande lors de la détermination du C org. gaz. lié par rapport à d'autres procédés de mesure. Comme la détermination est généralement effectuée avec le gaz humide et corrigée ensuite par calcul, l'incertitude quant à l'humidité contribue aussi à l'incertitude totale propre à la méthode.

Incertain de mesure pour la détermination de carbone organique gazeux lié (C org. gaz. lié): ± 20 % au moins ± 2 mg/m<sup>3</sup>

Lorsque la composition ou le débit volumique des substances analysées dans les effluents gazeux est très variable (≥ 30 % en termes relatifs), il faut en tenir compte lors du traitement des données brutes. Pour obtenir une pondération correcte de la moyenne, il faut calculer la concentration à une fréquence plutôt élevée (p. ex. 1 minute) en mesurant la vitesse ou le débit volumique en continu. La concentration moyenne est calculée à partir du débit massique et du débit volumique émis.

### 7.3 Détermination des substances au moyen du FID

Dans le cas le plus simple, on peut utiliser le FID pour déterminer un composé organique isolé. Cela présuppose que le gaz échantillonné:

- ne comporte qu'un seul composé connu
- est un mélange de substances connues, dont la composition relative est constante en fonction du temps.

#### Composé connu

Si le gaz échantillonné contient des composés organiques substitués tels qu'alcools, éthers, cétones, acides carboxyliques, CFC, etc., les coefficients de réponse du FID s'écartent parfois fortement de 1 et doivent donc être pris en considération.

Dans la mesure du possible, on utilisera pour la détermination quantitative de substances individuelles des gaz étalons contenant le composé considéré à la concentration correspondante. Ce procédé permet de corriger la réponse FID de l'atome de C substitué.

Si l'on dispose de gaz étalons appropriés, on détermine le coefficient de réponse  $f_R$  expérimentalement selon VDI 3481, feuilles 3<sup>[34]</sup> et 6<sup>[35]</sup>.

$$f_R = \frac{ECN}{CN}$$

$f_R$  = coefficient de réponse

$ECN$  = nombre effectif d'atomes de carbone selon le FID dans la molécule à déterminer (Effective Carbon Number)

$CN$  = indice de carbone dans la molécule à déterminer (Carbon Number)

Les manuel d'utilisation des instruments comportent généralement des tables avec les ECN ou les  $f_R$  spécifiques aux FID.

Dans des cas exceptionnels, on peut estimer la teneur en carbone organique lié par approximation à l'aide d'une méthode incrémentielle<sup>[36]</sup>:

$$C_{oc\,eff} = \frac{S \times CN_{PG} \times CN \times M_{r(C)}}{V_M \times ECN}$$

$C_{oc\,eff}$  = concentration de carbone organique lié [mgC/m<sup>3</sup>] compte tenu du coefficient de réponse

$S$  = valeur mesurée (signal) du FID calibré [ppmv]

$CN$  = nombre d'atomes de carbone dans la molécule à déterminer (Carbon Number)

$CN_{PG}$  = nombre d'atomes de carbone dans le gaz étalon (propane = 3)

$ECN$  = nombre effectif d'atomes de carbone selon le FID dans la molécule à déterminer (Effective Carbon Number)

$M_{r(C)}$  = masse moléculaire du gaz carbone fictif (C org = 12 g/mol)

### Mélanges comportant peu de composés différents et en composition constante

Si l'effluent gazeux contient un mélange de quelques substances organiques dont la composition relative est constante (et connue avec une précision suffisante), il est possible de faire des interprétations plus poussées, fondées sur les résultats d'analyses au FID. Pour pouvoir faire des prévisions sur les émissions, il faut remplacer le nombre d'atomes de carbone (CN) et les coefficients de réponse par leurs moyennes pondérées :

$$\overline{CN} = \sum_i r_i \times CN_i \quad \overline{ECN} = \sum_i r_i \times CN_i \times f_{Ri}$$

$r_i$  = part volumique du composant  $i$

$f_{Ri}$  = coefficient de réponse pour le composant  $i$

La concentration  $C_i$  d'un composant  $i$  se calcule à partir de la concentration volumique, selon la formule suivante:

$$C_i = r_i \times \frac{S \times CN_{PG}}{ECN} \times \frac{Mr_i}{V_M}$$

$M_{ri}$  = masse molaire du composant  $i$  [mg/mmol]

$C_i$  = concentration du composant  $i$  [mg/m<sup>3</sup>]

On trouvera d'autres informations sur la mesure faite au moyen du FID dans les directives VDI 3481, feuilles 3<sup>[34]</sup> et 6<sup>[35]</sup>.

#### Tab. 24 Exemple

Un FID calibré au moyen de propane indique 80 ppmv pour le gaz échantillonné. Les composés organiques présents dans ce gaz sont connus et constants pendant la durée de la mesure: 40 % de xylène, 30 % de toluène, 20 % d'acétone et 10 % d'éthanol. Ces données permettent de calculer la moyenne pondérée de l'ECN et du CN:

Composant (Classe OPair)	Part dans l'effluent gazeux	Masse moléculaire %-v ol.	Masse de C g/mol	Réponse $f_R$ -	CN -	ECN (éq. 5)
Xylène (2)	40	106	96	1,00	8	8
Toluène (2)	30	92	84	1,00	7	7
Acétone (3)	20	58	36	0,67	3	2
Ethanol (3)	10	46	24	0,75	2	1,5

$$\overline{CN} = 0,4 \times 8 + 0,3 \times 7 + 0,2 \times 3 + 0,1 \times 2 = 6,1$$

$$\overline{ECN} = 0,4 \times 8 \times 1,00 + 0,3 \times 7 \times 1,00 + 0,2 \times 3 \times 0,67 + 0,1 \times 2 \times 0,75 = 5,85$$

Selon la formule (7.1), la teneur en carbone organique lié se calcule de la manière suivante:

$$C_{oc} = \frac{80 \text{ ppm} \times (3 \times 12,01 \text{ mgC/mmol})}{22,4 \text{ ml/mmol}} = 128,6 \text{ mgC/m}^3$$

Pour déterminer l'émission (CLM), il faut d'abord calculer  $\overline{M}_{C_{eff}}$  à partir de la masse de carbone et du nombre effectif d'atomes de carbone selon le FID:

$$\overline{M}_{C_{eff}} = \overline{ECN} \times M_{r(C)} = 5,85 \times 12 \text{ gC/mol} = 70,2 \text{ gC/mol}$$

et:

$$\overline{M}_r = 0,4 \times 106 + 0,3 \times 92 + 0,2 \times 58 + 0,1 \times 46 = 86,3 \text{ g/mol}$$

à partir de là:

$$C_{LM} = C_{OC} \times \frac{\overline{M}_r}{\overline{M}_{C_{eff}}} = 128,6 \text{ mg/m}^3 \times \frac{86,3 \text{ g/mol}}{70,2 \text{ g/mol}} = 157 \text{ mg de mélange/m}^3$$

$\overline{M}_{C_{eff}}$  = masse moyenne de carbone donnée par le FID dans le mélange [g/mol]

$\overline{M}_r$  = masse molaire moyenne du mélange [g/mol]

$C_{LM}$  = concentration du mélange dans l'effluent gazeux [mg/m<sup>3</sup>]

Ventilé en fonction des classes de l'OPair, il en résulte:

### Classe 2 (xylène et toluène)

$$C_{LM(2)} = C_{OC} \times \frac{\sum_i r_i(2) \times Mr_i(2)}{M_{C_{eff}}}$$

$$C_{LM(2)} = 128,6 \text{ mgC/m}^3 \times \frac{(0,4 \times 106 \text{ g/mol} + 0,3 \times 92 \text{ g/mol})}{70,2 \text{ g/mol}} = 128 \text{ mgLM(2)/m}^3$$

### Classe 3 (acétone et éthanol)

$$C_{LM(3)} = 128,6 \text{ mgC/m}^3 \times \frac{(0,2 \times 58 \text{ g/mol} + 0,1 \times 46 \text{ g/mol})}{70,2 \text{ g/mol}} = 30 \text{ mgLM(3)/m}^3$$

Pour un débit volumique (conditions normales, sec) de 2500 m<sup>3</sup>/h, il résulte les débits massiques suivants:

Quantité totale émise de solvant	393 g/h
Solvant de classe 2	320 g/h
Solvant de classe 3	75 g/h
Incertitude de mesure	<ul style="list-style-type: none"> <li>• concentration 20 % (relatif)</li> <li>• débit massique 25 % (relatif)</li> </ul>

**Tab. 25 Récapitulation***résultats partiellement arrondis.*

	Débit massique	Concentration
Solvant total:	393 g/h ± 98 g/h	157 mg/m <sup>3</sup> ± 31 mg/m <sup>3</sup>
Solvant de classe 2:	320 g/h ± 80 g/h	128 mg/m <sup>3</sup> ± 26 mg/m <sup>3</sup>
Solvant de classe 3:	75 g/h ± 19 g/h	30 mg/m <sup>3</sup> ± 6 mg/m <sup>3</sup>

**Tab. 26 Appréciation**

	Débit massique	Concentration
OPair, annexe 1, ch. 7, classe 2	dès 2 kg/h	< 100 mg/m <sup>3</sup>
OPair, annexe 1, ch. 7, classe 3	dès 3 kg/h	< 150 mg/m <sup>3</sup>

Comme les débits massiques se situent en dessous des exigences de l'OPair, les valeurs limites de concentration n'entrent pas en ligne de compte. Les exigences sont satisfaites.

## 7.4 Principes généraux de la détermination de composés individuels par des méthodes off-line

La norme EN 13649<sup>[37]</sup> définit les règles de base pour le prélèvement off-line d'échantillons de composés individuels, leur préparation et leur analyse. Elle ne fournit toutefois aucune information détaillée quant aux méthodes adaptées à des composés ou classes de composés spécifiques. Dans les paragraphes qui suivent, les indications concernant la détermination de composés individuels sont donc complétés par des références à nombreuses méthodes spécifiques.

### 7.4.1 Développement et validation de méthodes de détermination

Avant de développer une méthode, il faudrait répondre aux questions suivantes:

- Quels composés seront vraisemblablement émis par la source considérée? Lesquels faut-il capter et dans quelle plage de concentration?
- Quelles sont les propriétés physiques et chimiques de ces composés? A la température de l'effluent gazeux ou à température ambiante, se trouvent-ils principalement ou entièrement sous forme gazeuse, ou principalement dans la phase condensée? Sont-ils réactifs ou inertes; en d'autres termes, leur stabilité est-elle critique une fois le prélèvement effectué?
- De quelles méthodes de mesure dispose-t-on? Est-il possible d'appliquer des méthodes provenant de l'hygiène du travail ou de la mesure des immissions?
- Quelles substances secondaires pourraient perturber le prélèvement d'échantillons et l'analyse?

Les objectifs de qualité fixés pour les données découlent des questions spécifiques auxquelles la mesure doit répondre (p. ex. valeurs de garantie et valeurs limites, variation temporelle des émissions). Avant d'appliquer une méthode à une source d'émissions inconnue, il faut la valider pour cette source spécifique. En d'autres termes il faut déterminer les caractéristiques de l'ensemble de la méthode et vérifier qu'elles correspondent avec

---

les objectifs fixés quant à la qualité des données et, le cas échéant, les faire correspondre, par modification des paramètres de la méthode (p. ex. volume des échantillons).

Il est possible d'adapter les conditions de prélèvement au moyen d'une préparation bien ciblée du gaz échantillonné, p. ex. avec un collecteur de condensat avec filtre et refroidisseur ou par dilution. Dans le premier cas, il faut évidemment intégrer ces éléments à la préparation et à l'analyse. En cas de dilution du gaz échantillonné, il importe d'être très attentif à la pureté du gaz de dilution (air, azote, etc.).

Tant lors de l'introduction de nouvelles méthodes, que lors de la reprise ou de l'adaptation de méthodes existantes, il faut généralement déterminer les paramètres suivants:

- seuil de quantification
- plage de mesure
- taux de recouvrement
- précision
- incertitude de mesure
- interférences ou résolution relative (méthodes chromatographiques<sup>[38]</sup>)

La réalisation de la mesure devrait être accompagnée d'un plan d'assurance de la qualité, où sont définies les procédures ad hoc, par exemple pour éviter les contaminations ou pour protéger les personnes et le matériel, pour autant que ces procédures sont spécifiques à la source considérée et non pas inhérentes à la méthode (p. ex. protection contre les explosions).

Pour mesurer les émissions de substances organiques individuelles, on peut en principe utiliser les méthodes de prélèvement suivantes:

- méthodes de prélèvement par enrichissement:
  - absorption dans des solutions (phase de collecte liquide)
  - adsorption sur des corps solides (phase de collecte solide)
  - congélation (cryogenic trapping), ou condensation
- méthodes de prélèvement sans enrichissement, c.-à-d. méthodes collectant un volume de gaz intégral (seringues, pipettes (ampoules), bidons, sacs en plastique, flacons pressurisés)

Les méthodes avec enrichissement sont avantageuses lorsque les seuils de détection doivent être très bas très bas. Après le prélèvement, les composés organiques récoltés sont généralement séparés et dosés par une méthode chromatographique.

## 7.4.2 Sources de méthodes

### Méthodes NIOSH et OSHA

Les volumineux recueils de méthodes des autorités américaines responsables de la protection des travailleurs, NIOSH et OSHA, sont reconnus à l'échelon international en ce qui concerne les mesures de polluants sur le lieu de travail. On trouvera un aperçu à jour des méthodes NIOSH et OSHA sur les sites Internet de ces institutions.

Le NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards<sup>[39]</sup> fournit une bonne synthèse des propriétés, de la toxicité et des méthodes d'analyse des différents composés.

- NIOSH: [www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/](http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/), [www.cdc.gov/niosh/npg/](http://www.cdc.gov/niosh/npg/)
- OSHA: [www.osha.gov/dts/sltc/methods/](http://www.osha.gov/dts/sltc/methods/)

Dans les méthodes de prélèvement avec enrichissement, on se sert essentiellement de filtres et de matériaux adsorbants (également imprégnés avec des réactifs de dérivation sélectifs). Les canules de prélèvement correspondants se trouvent dans le commerce (p. ex. SKC, Supelco, Sigma-Aldrich, Buchs SG). L'analyte est désorbé puis déterminé par chromatographie.

Il faut vérifier avec grand soin si ces méthodes conçues pour le suivi de l'environnement travail peuvent aussi être appliquées aux mesures d'émissions (taux d'humidité, domaine de concentration, etc.). Celles-ci entrent essentiellement en ligne de compte pour la mesure de composés très volatils présents dans l'air vicié rejeté par les entreprises industrielles et artisanales (autres exemples sous 7.5).

Tab. 27 Exemples des méthodes NIOSH et OSHA

Valeur mesurée	Installation	Méthode	Remarques
Tétrachloroéthylène (PER)	Nettoyage chimique de textiles	NIOSH 1003	Enrichissement
Toluène		OSHA 111	Enrichissement
Oxyde d'éthylène	Stérilisateurs à froid, industrie chimique, hôpitaux	OSHA 50	Enrichissement

Exemples d'autres recueils de méthodes: NTIS<sup>[40]</sup> à <sup>[44]</sup>, VDI<sup>[45]</sup>, EPA<sup>[46]</sup>

### 7.4.3 Méthodes de prélèvement avec enrichissement

#### Démarche générale

Dans les méthodes de prélèvement avec enrichissement, une veine représentative est amenée à travers un système de collecte au moyen d'une pompe de circulation (voir fig. 14). Ces méthodes conviennent aussi bien aux composés très volatils sous forme de gaz ou de vapeur qu'aux substances peu volatiles qui sont partiellement ou totalement liées à des particules. S'agissant de la manière correcte de traiter les veines représentatives, le lecteur est renvoyé aux chapitres précédents. Pour régler et déterminer de petits débits volumiques on peut notamment se servir de régulateurs de flux massique (mass flow controller, mfc), comme présenté dans la variante A (fig. 14). La variante B est plutôt conçue pour les débits volumiques relativement importants.

On peut simplifier le prélèvement et l'analyse en procédant de la manière suivante:

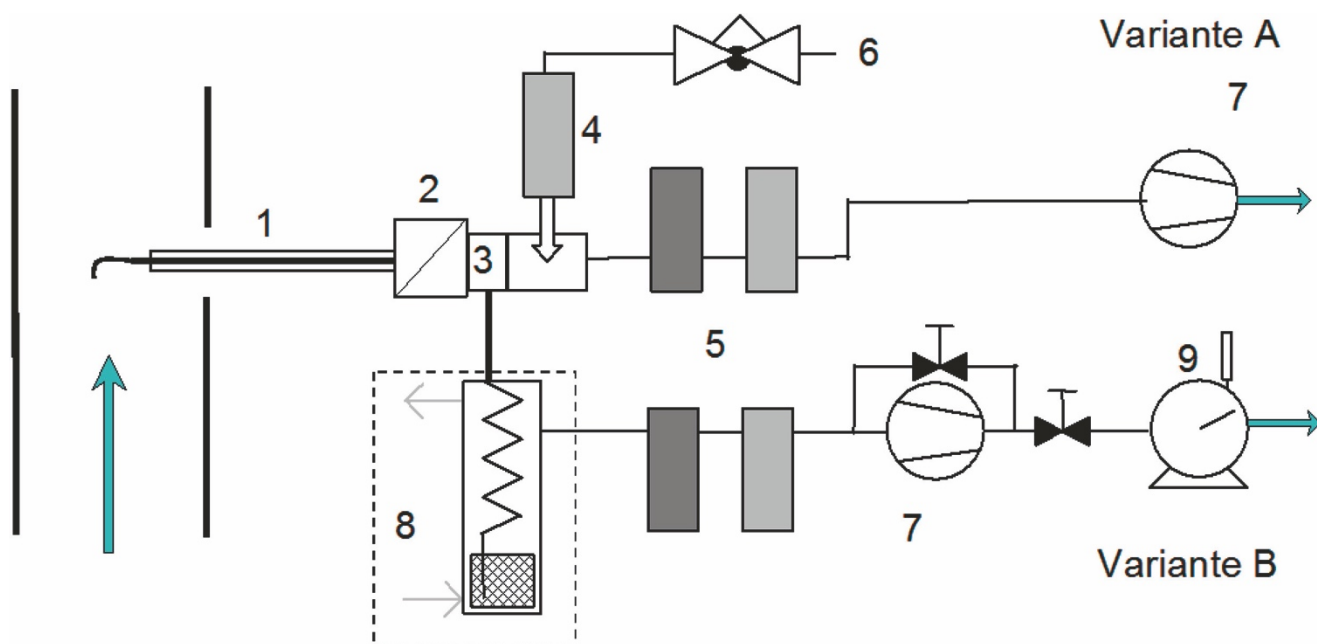
- La mesure continue au moyen d'un FID renseigne sur le profil temporel des émissions et donne des points de repère sur la quantité totale de substances organiques dans les différents échantillons.
- Lors du prélèvement, le gaz échantillonné est amené à travers au moins deux phases de collecte distinctes (flacons laveurs, couches de sorption ou canules à adsorption, etc.). La dernière phase de collecte est utilisée pour contrôler que l'adsorption est complète et ne doit pas contenir plus de 10 % de la quantité totale. A défaut,



il faut remettre en question le résultat (incertitude accrue), voire l'éliminer. Dans des cas clairs (résultat très éloigné de la valeur limite), on peut néanmoins formuler certaines hypothèses sur la base d'estimations. Si un tel résultat figure dans le rapport, il faut indiquer clairement que le prélèvement n'a pas été effectué conformément aux présentes exigences.

- Si, dans des conditions constantes de fonctionnement et de prélèvement (flux du gaz échantillonné, température de l'effluent gazeux, humidité, concentration, C org. lié, etc.), on constate, pour l'échantillon le plus chargé, que moins de 10 % de la charge se trouve dans la dernière phase de collecte, on peut renoncer à analyser séparément la dernière phase des autres échantillons prélevés le même jour au même point de mesure (les différentes phases d'un même prélèvement sont donc fusionnées pour l'analyse).
- Pour déterminer plusieurs substances, il faut, le cas échéant, effectuer plusieurs prélèvements spécifiques en utilisant des dispositifs de prélèvement parallèles.

Fig. 14 Exemples de dispositifs de prélèvement



1 tube d'aspiration chauffé; 2 filtre chauffé; 3 adaptateur (év. chauffé) pour répartir le gaz échantillonné (facultatif); 4 dilution du gaz échantillonné avec de l'air purifié, si nécessaire; 5 système de sorption, à deux étapes au moins; 6 régulateur de flux massique; 7 pompe; 8 refroidisseur avec collecteur de condensat (facultatif); 9 compteur à gaz

### Prélèvement des échantillons

Le prélèvement se fait de manière isocinétique et sous la forme d'une grille de mesures car les parties fixées aux particules sont également prises en considération. Une description détaillée se trouve aux chapitres 2 (grille de mesures) et 4 (mesure des poussières). Si on se trouve en présence de substances en phase gazeuse ou à l'état de vapeur réparties de manière homogène dans le plan de mesure, le prélèvement peut être effectué en un seul endroit. En guise de systèmes de collecte, on peut se servir de flacons laveurs avec des liquides, de tubes à adsorption avec des adsorbants solides ou des pièges à froid, suivant la substance ou le groupe de substances à récolter. Les composés y sont retenus et s'y concentrent avant d'être analysés. Aux Etats-Unis, on utilise essentiellement des sorbants solides. Le prélèvement par réfrigération ne devrait pas jouer de rôle important dans les mesures des émissions, à l'exception de la variante «Prélèvement par adsorption dans un solvant à basse température».

---

Différences entre les méthodes par enrichissement et le prélèvement intégral:

- seuils de détection plus bas du fait de l'enrichissement
- prélèvement de longue durée possible (on ne recueille pas l'ensemble du gaz, mais seulement les substances polluantes et secondaires qu'il contient)
- prélèvement plus complexe

Le tube de prélèvement, ou, tout au moins la partie du tuyau émergeant de la cheminée, ainsi que l'adaptateur servant à répartir la veine représentative sur différents systèmes d'absorption doivent être chauffés. Le système d'absorption est suivi de la pompe et du compteur à gaz (voir fig. 14).

### **Filtre à particules**

Lors de la séparation des particules, il faut éviter que les analytes se modifient du fait des conditions de prélèvement (p. ex. décomposition). La partie enrichie dans le filtre est incluse dans l'analyse. Si aucune part significative de l'analyte n'est retenue dans le filtre (substances très volatiles), on peut renoncer à son analyse. Les substances et groupes de substances pour lesquelles cette simplification est possible sont mentionnées sous 7.5. Dans tous les cas, il y a lieu d'indiquer la température de filtration dans le rapport.

### **Teneur en eau du gaz échantillonné**

Une teneur en eau élevée dans le gaz échantillonné peut compliquer l'adaptation de méthodes issues d'autres domaines (p. ex. protection des travailleurs, mesure des immissions). Il faut décider dans chaque cas de figure s'il est nécessaire de procéder à un prétraitement du gaz et laquelle des trois méthodes – condensation, dilution ou séchage par perméation – est la plus adéquate en fonction du but recherché.

- Refroidisseur et condensat
  - Si un refroidisseur et un flacon destiné à recueillir le condensat sont utilisés pour décharger les étapes d'absorption proprement dits, les fractions qu'ils contiennent doivent également être incluses dans l'analyse. Si la température de condensation est critique pour le taux de séparation, il y a lieu de la noter et de la commenter dans le rapport.
- Dilution
  - Lors de la dilution de l'échantillon de gaz pour abaisser le point de rosée de l'eau, il faut être tout particulièrement attentif à la pureté du milieu diluant (danger de contamination). On procède par exemple en analysant des échantillons à blanc (= exécution d'un prélèvement complet mais sans aspirer d'effluent gazeux à travers l'appareillage). C'est la raison pour laquelle il faut consigner précisément dans le rapport la méthode utilisée pour préparer le milieu diluant et comment le coefficient de dilution a été déterminé. Dans l'indication des résultats, on prendra en compte l'humidité de l'effluent gazeux (conversion à l'état sec).
- Perméation
  - Cette méthode ne convient pas aux composés polaires qui diffusent de manière similaire à l'eau à travers la membrane semi-perméable et donc se perdent. En revanche, le séchage par perméation peut être utilisé pour préparer le gaz en vue d'analyser toute une série de composés apolaires.

### **Enrichissement en phases de collecte liquides**

Une veine représentative est amenée dans au moins deux flacons laveurs montés en série (flacons laveurs en verre fritté, impingers, etc.) et remplis d'une solution absorbante appropriée. Pour protéger la pompe et le compteur à gaz, on installe un séparateur de gouttes en aval du système absorbant.

On sera particulièrement attentif à refroidir les solutions absorbantes si la température des effluents gazeux est élevée. Le cas échéant, on installera un refroidisseur en amont ou en aval du système d'absorption (en aval, pour recondenser la solution absorbante vaporisée).

Sont déterminants pour le choix du milieu absorbant:

- bonne capacité de dissolution des composés à analyser
- taux d'évaporation minimale dans les conditions de prélèvement
- séparation suffisante pour l'analyse chromatographique

Avantages des phases de collecte liquides comparées aux phases solides:

- la condensation de la vapeur d'eau dans le système d'absorption ne pose en général pas de problème (séparation des phases ou miscibilité totale)
- les échantillons peuvent être analysés directement; pas de désorption nécessaire

Les composés polaires très volatils et les hydrocarbures halogénés peuvent être extraits dans des solvants à basse température selon VDI 2457, feuille 2<sup>[47]</sup>. Cette méthode se caractérise par sa faible sensibilité à la vapeur d'eau et englobe des substances dont le point d'ébullition se situe entre 30 et environ 165 °C. Le tableau 1 indique d'autres méthodes adaptées pour la mesure de substances individuelles spécifiques (voir aussi sous 7.4).

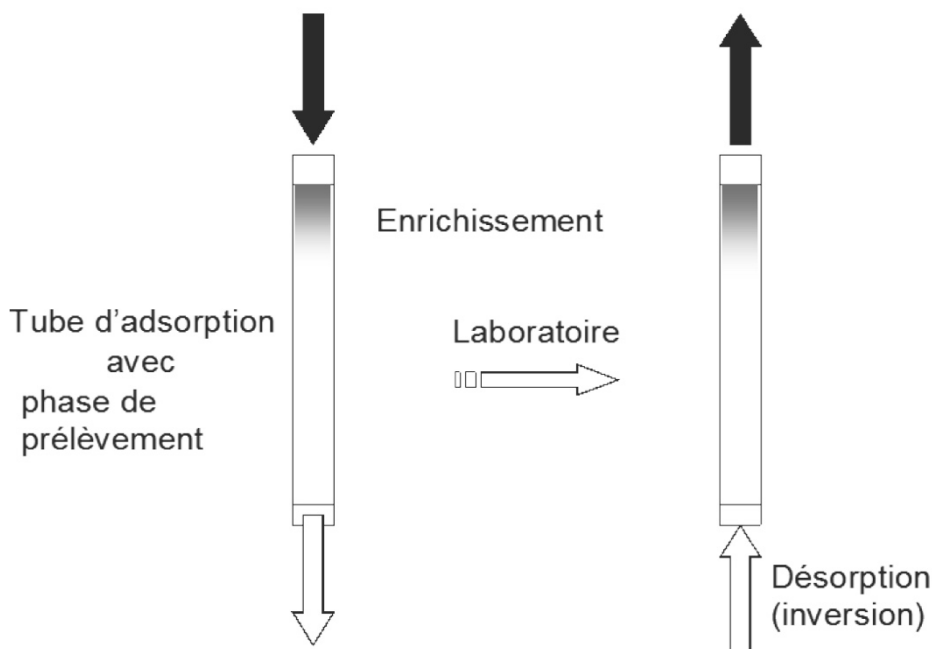
Tab. 28 Prélèvement de substances organiques par enrichissement dans une solution absorbante

Substance	Solution absorbante	Directive
Acides carboxyliques	Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> 5 mM	VDI 2457, feuille 4 <sup>[48]</sup>
Diméthylformamide	Tétrachloroéthylène	VDI 2460, feuille 2 <sup>[49]</sup>
Phénol, crésols, xylénol	Tétrachloroéthylène	VDI 2460, feuille 3 <sup>[50]</sup>
Composés azotés basiques	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 0,05 M	VDI 3496, feuille 1 <sup>[51]</sup>
<b>Formaldéhyde et R-CHOH (R<sub>1</sub> = C<sub>1</sub> – C<sub>3</sub>)</b>	MBTH (3-méthyl-2-benzothiazolinonhydrazone) 0,05 %	VDI 3862, feuille 1 <sup>[52]</sup>

### Choix de phases de collecte solides

L'enrichissement par adsorption sur des adsorbants solides (fig. 15) suivi d'une désorption liquide ou thermique est une méthode éprouvée, surtout parce que l'on dispose aujourd'hui d'un grand nombre de phases adsorbantes développées tout spécialement à cet effet. Force est cependant de constater que, vu le large spectre des propriétés physico-chimiques des composés organiques volatils (points d'ébullition, polarités), l'adsorbant idéal, convenant à toutes les substances, n'existe pas. L'adsorbant adéquat présente un optimum entre la capacité de retenue et celle de désorption. D'une part, la force de sorption doit être suffisamment grande pour que le milieu adsorbant accumule suffisamment de substances pour l'analyse, sans les relâcher. D'autre part, cette force doit pas être assez faible qu'il soit possible de détacher les substances adsorbées avec un minimum de milieu désorbant (gaz ou solvant). Souvent, il faut adapter une combinaison de diverses phases adsorbantes au mélange de substances à déterminer<sup>[53], [54]</sup>.

Fig. 15 Utilisation de tubes d'adsorption



En principe, on distingue deux catégories d'adsorbants:

- les adsorbants puissants tels que le **charbon actif**, qui doivent être désorbés au moyen de solvants liquides
- les adsorbants faibles comme le **carbone graphité (GCB)**, le **crible moléculaire au carbone** ou les **polymères poreux**, utilisés pour la thermo-désorption.

Ci-dessous sont décrites les phases adsorbantes usuelles par ordre décroissant de pouvoir adsorbant. Pour de plus amples informations et les instructions d'utilisation, le lecteur est renvoyé aux catalogues de produits et aux manuels spécifiques<sup>[55] – [58]</sup>

- **Charbon actif**
  - Le charbon actif a une grande surface spécifique (300 à 2000 m<sup>2</sup>/g) et est très thermostable (jusqu'à 700 °C sous gaz inerte). Il possède une surface hétérogène constituée de différents groupes fonctionnels. Cependant, il a comme désavantage d'adsorber l'eau et de parfois fixer ou modifier les substances organiques de manière irréversible. La désorption thermique requiert des températures élevées. De ce fait, le charbon actif ne devrait être utilisé que pour l'extraction de solvants.
- **Tamis moléculaires au carbone**
  - Ces tamis (de type Carbosieve et Carboxen) sont des phases microporeuses destinées à l'analyse d'hydrocarbures très volatils. Ils conviennent pour la thermodésorption. Cependant, à l'instar du charbon actif, ils sont sensibles à l'eau.

- 
- Carbone graphité
    - Le carbone graphité (de type Carbotrap ou Carbopack) est un adsorbant non poreux, non spécifique, à surface hydrophobe très homogène. Les substances polaires telles que l'eau ne sont que faiblement adsorbées. Sa surface spécifique dépend du degré de graphitage et varie entre 6 et 100 m<sup>2</sup>/g.
  - Polymères poreux
    - Les polymères poreux sont des adsorbants très hydrophobes, de faible pouvoir adsorbant, utiles pour la détermination des composés volatils et semi-volatils. Parmi ceux de type Tenax, on trouve aussi des mélanges avec du carbone graphité, qui présentent un meilleur pouvoir de rétention des composés volatils. Certains polymères poreux peuvent se décomposer en présence de gaz très oxydants tels que l'ozone ou le NO<sub>2</sub>, libérant alors des composés organiques susceptibles de provoquer des interférences.
    - Les phases à pouvoir adsorbant accru sont utilisées pour la séparation de mélanges de faible poids moléculaire constitués de composés halogénés ou sulfurés, d'eau, d'alcools, de glycols, d'acides gras libres, d'esters, de cétones ou d'aldéhydes.
    - Les résines Amberlite XAD et ceux spécialement purifiés de type Supelpak sont des résines non ou faiblement ionisées. Elles sont très peu thermostables et sont extraites ou éluées de préférence avec des solvants (adaptées p. ex. pour les dibenzodioxines et furanes polychlorés).
    - Les mousses de polyuréthane sont indiquées pour recueillir des composés non volatils dont les débits sont élevés (p. ex. pesticides, biphényles polychlorés et dibenzodioxines et furanes polychlorés).
  - Phases de collecte inorganiques
    - Les phases de collecte inorganiques telles que l'oxyde d'aluminium, le florasil et le gel de silice sont utilisées dans les méthodes VDI<sup>[59]</sup>, NIOSH et OSHA pour les composés organiques hydrophiles.

### Enrichissement en phases de collecte solides

La bibliographie <sup>[60]–[62], [54]</sup> décrit diverses applications de phases de collecte solides, seule ou en combinaison. Si l'on se sert de combinaisons, il importe de veiller à ce que les adsorbants soient disposés par ordre croissant de capacité d'adsorption dans le sens du flux afin que les composés facilement adsorbables soient retenus avant les phases à fort pouvoir adsorbant, dont ils ne pourraient plus être désorbés. Logiquement, la désorption se fait dans le sens inverse.

**Attention:** Pour éviter les résultats en dessous de la réalité, il faut prêter une attention particulière aux points suivants:

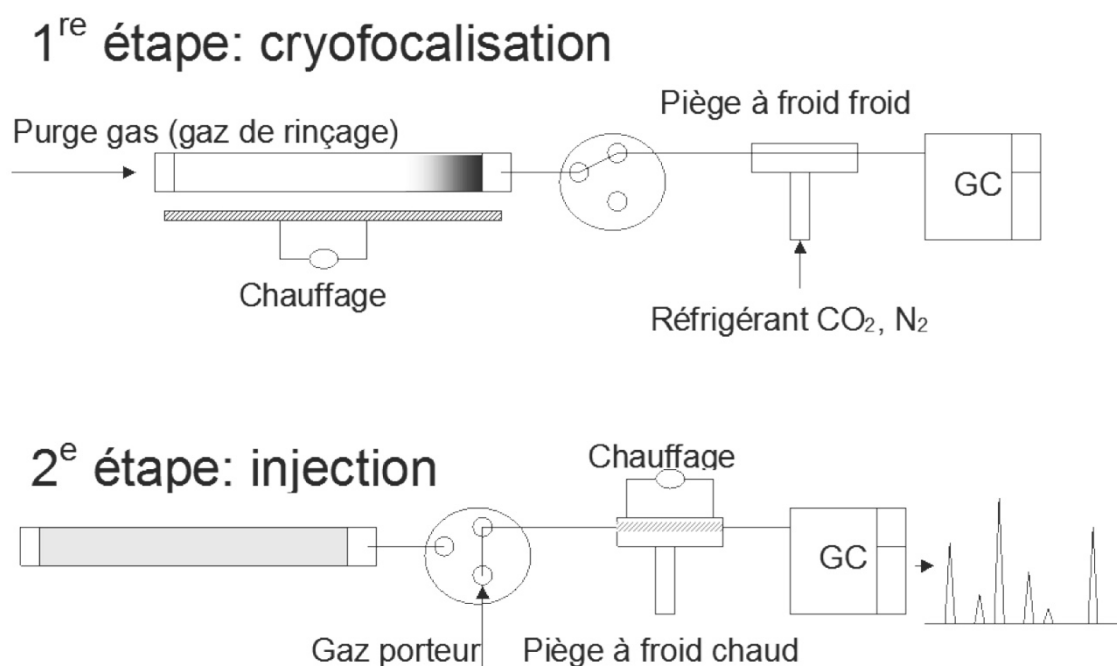
- les canules d'adsorption doivent être parcourues en position verticale afin d'éviter la formation de passages préférentiels dans la phase d'adsorption;
- tant les débits massiques du gaz échantillonné que les charges maximales doivent correspondre aux indications du fabricant;
- un taux d'humidité élevé dans l'effluent gazeux peut abaisser la capacité d'adsorption;
- de l'humidité dans le milieu sorbant peut amoindrir les propriétés de désorption
- des composés s'absorbant très fortement peuvent repousser du milieu sorbant des substances absorbées moins fortement.

## Préparation des échantillons (désorption)

Comme indiqué précédemment, il existe deux possibilités de désorber les analytes:

- **Désorption thermique directe dans le chromatographe en phase gazeuse (purge and trap)**
  - La désorption thermique utilise toute la charge pour une seule analyse (fig. 16). Elle est donc la méthode la plus sensible. Elle fonctionne sans solvants et est facile à automatiser. Cependant, chaque échantillon ne peut être analysé qu'une fois. Si l'analyse échoue, l'échantillon est donc irrémédiablement perdu. Par ailleurs, outre le chromatographe en phase gazeuse (GC), la désorption thermique nécessite une unité de désorption.

Fig. 16 Schéma du procédé de thermodésorption



- **Désorption en phase liquide**

- Lors de la désorption en phase liquide, la phase adsorbante est extraite ou éluée à l'aide d'un solvant. Ensuite, l'échantillon se trouve sous forme liquide et peut donc être analysé à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse ou liquide normal. Les échantillons sont utilisables plusieurs fois et peuvent être traités de manière plus flexible en laboratoire (standardisation, dilution). A cause du pic formé par le solvant, la chromatographie en phase gazeuse ne permet généralement d'analyser que des substances dont le point d'ébullition est plus élevé que celui de l'hexane. Par ailleurs, les composés très volatils peuvent s'évaporer déjà pendant la préparation, ce qui génère des résultats inférieurs à la réalité. D'un autre côté, les échantillons peuvent être légèrement contaminés par des impuretés présentes dans le solvant. Pour abaisser suffisamment le seuil de détection lors d'une désorption en phase liquide, il faut aspirer de grands volumes d'échantillons afin de compenser l'effet de dilution.

---

### Analyse des composés à bas point d'ébullition dans le headspace (technique GC headspace)

- La désorption peut aussi se faire par incorporation de l'adsorbant dans le solvant. Tous deux sont chauffés dans un récipient en verre fermé pour l'analyse headspace. Pour le calibrage, il faut traiter les solutions de la même façon. Dans cette variante de désorption, la dilution et les pertes de substances adsorbées sont minimales. On peut utiliser des solvants à haut point d'ébullition tels que l'alcool benzylique, le diméthylformamide, l'éther diphenylique, etc. On trouvera d'autres informations dans la bibliographie<sup>[63]–[67]</sup>.
- L'analyse GC qui suit est une analyse headspace. Le pic de solvant apparaît en fin de chromatogramme et cela permet d'analyser des composés faiblement à moyennement volatils dont les points d'ébullition se situent entre  $-30\text{ °C}$  et  $150\text{ °C}$ .
- Avantages de la technique GC headspace
  - possibilité de doser des composés à très bas point d'ébullition, jusqu'à  $-30\text{ °C}$  (p. ex. oxyde de diméthyle, chlorométhane);
  - le pic du solvant ne recouvre pas ceux des composés dans le chromatogramme;
  - évite l'emploi de  $\text{CS}_2$  (toxique, très inflammable);
  - l'adsorbant et le désorbant sont réunis dans le récipient d'analyse (vial) sans ou avec peu de pertes de composés à très bas point d'ébullition;
  - charbon actif utilisable comme adsorbant général;
  - dilution minimale lors de l'élution ou désorption;
  - un volume de prélèvement de 3 à 15 l suffit;
  - l'effet de l'adsorption d'eau par l'adsorbant et l'incidence sur la précision de l'analyse sont limités à quelque 5 à 10 %;
  - l'adsorbant (dans des canules) peut être placé tout près de l'emplacement du prélèvement;
  - grande sensibilité pour des substances à bas point d'ébullition ( $< 0,5\text{ mg/m}^3$ );
  - peu d'impuretés arrivent dans le GC, d'où une plus longue durée de vie des colonnes;
  - linéarité des méthodes headspace sur 4 à 5 décennies.
- Inconvénients de la technique GC headspace
  - exigences élevées quant à la pureté du désorbant, une rectification peut s'avérer nécessaire;
  - nécessite de bons systèmes d'échantillonnage, permettant de prélever de faibles volumes par unité de temps (50 à 500 ml/min);
  - exige une coordination et une collaboration entre le laboratoire et les personnes chargées des prélèvements

#### 7.4.4 Procédés intégraux de prélèvement

Ces procédés ne conviennent que pour les composés sous forme de gaz ou de vapeur. La description détaillée d'un procédé intégral figure dans les directives VDI 2457, feuille 1<sup>[68]</sup>.

#### Récipients

Les récipients adéquats pour collecter les gaz d'échantillons intégraux sont par exemple les pipettes à gaz (ampoules), les sacs Tedlar, les barillets en acier ou les bouteilles à gaz comprimé.

#### Prélèvement

Lorsque les substances sont réparties de manière homogène dans le plan de mesure, le prélèvement peut être effectué en un seul point; dans le cas contraire, on procédera à des mesures en grille (voir chapitre 2).

Dans la mesure du possible, on placera une pompe en aval du collecteur de gaz et l'on aspirera dix fois le volume du collecteur avant le prélèvement. Cependant, si l'on estime que la substance à déterminer sera adsorbée à la surface du collecteur (effet de paroi), il faut renoncer au rinçage par le gaz échantillonné. En lieu et place, on utilise des récipients à soutirage avec prévide (ampoules, < 2 hPa), remplis sur place de gaz échantillonné<sup>[68]</sup>. Ces récipients peuvent aussi être remplis au moyen d'une buse critique. Cela permet de prolonger la durée du prélèvement et d'obtenir ainsi une valeur qui reflète une certaine durée. Cependant, comme le débit volumique à travers la buse critique n'est constant que pour une différence de pression donnée, seule une partie du volume peut être utilisée.

### Transport et entreposage

Une fois prélevés, les échantillons doivent être analysés aussi rapidement que possible. Pendant le transport, ils doivent être protégés de la lumière, de la chaleur (transformation des substances qu'ils renferment) et du froid (pertes par condensation). Les composés réactifs et ayant un point d'ébullition très bas doivent être entreposés à basse température.

### Analyse

La détermination de substances très volatiles (point d'ébullition < 80 °C) peut se faire par injection directe dans des chromatographes en phase gazeuse au moyen de seringues étanches aux gaz. Les composés peu volatils doivent être récupérés par extraction au moyen, par exemple, de 2 ml de diéthyléther. L'analyse par chromatographie en phase gazeuse se fait alors par injection de liquide<sup>[68]</sup>.

### Résumé des procédés intégraux de prélèvement

- Avantages
  - appareillage peu important;
  - possibilité de déterminer des valeurs momentanées
- Inconvénients
  - les échantillons sont souvent instables (adsorption par les parois et, parfois, réactions secondaires);
  - faible sensibilité, c.-à-d. seuil de quantification élevé parce que le volume de l'échantillon est limité.

Le prélèvement intégral est adéquat pour, par exemple, les contrôles d'émissions à l'intérieur d'une exploitation, mais il suppose une certaine expérience du traitement des récipients collecteurs avant et après utilisation (p. ex. les ampoules à gaz).

Tab. 29 Procédés VDI avec récipients collecteurs de gaz

Substance	Directive VDI
Composés organiques en général	2457 feuille 5 <sup>[68]</sup>
Chlorure de vinyle	3493 feuille 1 <sup>[69]</sup>

#### 7.4.5 Analyse par chromatographie en phase gazeuse

La chromatographie en phase gazeuse est une méthode qui convient à l'analyse qualitative et quantitative d'un grand nombre de substances. L'échantillon est injecté dans le courant de gaz porteur et amené à travers une colonne chromatographique (phase stationnaire), qui est soit remplie d'un matériau adsorbant ou dont la surface intérieure est couverte par un film. Les différents composants de l'échantillon vont migrer plus ou moins vite en



---

fonction de leur affinité avec la phase stationnaire et quittent la colonne à des moments différents (temps de rétention). A la sortie de la colonne ils pénètrent dans le détecteur qui transforme les «paquets» de substances ainsi séparés en des signaux mesurables qui, dans l'idéal, sont proportionnels à la taille des paquets (soit à la quantité de substance). Les perturbations (dues p. ex. à une séparation insuffisante) peuvent être dans une large mesure évitées par un choix adéquat de la colonne de fractionnement et de la température de fonctionnement ou l'emploi de détecteurs sélectifs.

### Colonnes de fractionnement

Le choix de la colonne dépend du fractionnement à effectuer. Le lecteur est donc renvoyé aux catalogues de produits<sup>[55]-[58], [70]</sup>. Nous nous bornerons ici à synthétiser quelques avantages et inconvénients.

- Colonnes remplies
  - sont moins sensibles aux impuretés
  - peuvent être chargées davantage
- Colonnes capillaires
  - meilleur fractionnement que les colonnes remplies
  - mieux adaptées à l'analyse de traces (moins de pertes par adsorption)
  - sensibles aux impuretés contenues dans le gaz porteur
  - des échantillons très contaminés peuvent raccourcir la durée de vie des colonnes

### Détecteurs

Le choix du détecteur dépend, lui aussi, de l'analyse à effectuer. Les possibilités (enregistrement sélectif), la sensibilité (seuil de détection), le calibrage et les coûts des différents détecteurs sont très variables et doivent être ajustés à la tâche à exécuter.

- Détecteurs non spécifiques
  - détecteur à ionisation de flamme (FID) pour les composés carbonés organiques
  - détecteur à conductivité thermique (TCD) pour les composés organiques et inorganiques
- Détecteurs spécifiques à des groupes
  - détecteur à capture d'électrons (ECD) pour les composés organiques halogénés
  - détecteur par photoionisation (PID) pour les composés organiques insaturés
  - détecteur azote phosphate (NPD) pour les composés contenant du N et du P
  - détecteur à photométrie de flamme (FPD) pour les composés contenant du S et du P
- Détecteur spécifique de molécules
  - spectromètre de masse (MS) pour les composés organiques et inorganiques

#### 7.4.6 Analyse par chromatographie en phase liquide

Outre la chromatographie en phase gazeuse, les substances organiques dans des phases de collecte ou des extraits liquides peuvent aussi être analysées par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) ou par chromatographie ionique (IC)<sup>[48]</sup>.

La HPLC a fait ses preuves dans l'analyse d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (voir sous 7.5) et d'acides carboxyliques volatils. Avec cette méthode, l'échantillon est poussé dans un liquide à travers une colonne de fractionnement, où ses constituants sont séparés. Plusieurs types de détecteurs peuvent être utilisés:

- détection optique: UV/VIS, fluorimétrie, émission de flamme;
- détection électrochimique: coulométrie, polarographie, conductivité

Il est également possible de coupler le HPLC avec d'autres systèmes analytiques complexes tels qu'un spectromètre de masse ou un spectromètre à émission atomique.

## 7.5 Autres méthodes de détermination de composés individuels ou de groupes de composés

### Remarque préliminaire

Les méthodes NIOSH ou OSHA ont été développées pour déterminer l'exposition de personnes sur leur lieu de travail. Dans certaines conditions, elles peuvent aussi être appliquées à la mesure d'émissions. Dans tous les cas, il faut absolument éviter que de l'eau ne condense sur les adsorbants. Pour éviter que les substances adsorbées ne soient relâchées, il faut respecter les volumes de prélèvement et les débits prescrits. Afin de garantir la qualité des mesures, il faut se référer à la méthode originale pour la préparation et l'exécution de la mesure et tester minutieusement tout le procédé, depuis le prélèvement jusqu'à l'analyse. Nous nous limiterons ici à donner un petit aperçu de ces méthodes.

### 7.5.1 Amines aliphatiques

Tab. 30 Descriptif sommaire de la méthode NIOSH n° 2010

La méthode NIOSH n° 2010 peut être utilisée pour déterminer le diéthylamine et le diméthylamine.

<b>Prélèvement</b>	Le prélèvement se fait au moyen de tubes d'adsorption au silicagel (150 mg / 75 mg) avec un débit volumique de 0,01 à 1,0 l/min pour un volume maximal entre 3 et 30 l.	
<b>Préparation, analyse</b>	La désorption s'effectue au moyen d'une solution diluée d'acide sulfurique-méthanol dans un bain à ultrasons. La détermination quantitative se fait au moyen d'un FID, après fractionnement dans le chromatographe en phase gazeuse.	
<b>Caractéristiques</b>	Volume de gaz échantillonné 3 à 30 l (max.)	
	Débit volumique	0,01 à 1,0 l/min
	Plage de mesure	diéthylamines: 36 à 165 mg/m <sup>3</sup> diméthylamine: 7 à 30 mg/m <sup>3</sup>
	Incertitude de mesure	env. ± 25 % (relatif)

Pour les amines aromatiques comme l'aniline, l'o-toluidine, la 2,4-xylidine, la N,N-diméthyl-p-toluidine et la N,N-diméthylaniline, la méthode NIOSH n° 2002 est recommandée.

## 7.5.2 Benzène, Toluène, Xylène

**Tab. 31 Description sommaire de la méthode**

La détermination du benzène dans l'air vicié peut se faire à l'aide de la méthode NIOSH n° 1501. Celle-ci peut aussi être appliquée aux composés suivants (nomenclature originale anglaise): cumene, a-méthylstyrene, styrene, vinyltoluene, p-tert-butyltoluene, ethylbenzene, naphthalene, toluene, and xylene.

<b>Prélèvement</b>	Adsorption sur charbon actif 100 mg / 50 mg avec un flux de 0,01 à 1 l/min. jusqu'à un volume maximal de 30 l. Un relâchement des substances adsorbées est possible pour des volumes supérieurs à 45 l et des concentrations supérieures à 150 mg/m <sup>3</sup> .
<b>Préparation</b>	Désorption par CS <sub>2</sub> . Aucune indication n'est donnée à propos du stockage des échantillons.
<b>Analyse</b>	Chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme.
<b>Caractéristiques</b>	Entre 0,09 mg et 0,35 mg (valeurs absolues, par échantillon), la précision (sr) est donnée égale à 0,036. Un taux d'humidité élevé et la présence d'autres substances organiques peuvent empêcher l'adsorption ou modifier les propriétés de désorption. Suivant la colonne et les conditions de fractionnement, d'autres substances peuvent interférer.

## 7.5.3 Oxyde d'éthylène

**Tab. 32 Description sommaire de la méthode OSHA n° 50**

La méthode OSHA n° 50 peut être appliquée pour analyser l'oxyde d'éthylène (oxiranne) qui est par exemple utilisé dans les stérilisateurs à froid.

<b>Prélèvement</b>	Enrichissement adsorptif sur canules de charbon actif saturé de HBr (des canules déjà préparées sont disponibles dans le commerce). L'oxyde d'éthylène réagit avec charbon actif saturé de HBr et se transforme en 2-bromo-éthanol, plus stable. Il est recommandé d'effectuer des prélèvements à double.	
<b>Préparation, analyse</b>	La désorption liquide se fait au moyen de diméthylformamide (1 ml par couche d'adsorbent), puis le 2-bromo-éthanol est estérifié. Ce dérivé est quantifié par GC/ECD.	
<b>Caractéristiques</b>	Volume de gaz échantillonné	1 – 24 l (max.)
	Débit volumique	0,1 l/min
	Seuil de quantification	env. 5 µg/m <sup>3</sup> (pour 24 l de volume aspiré)
	Incertitude de mesure	env. ± 25 % (relatif)

## 7.5.4 Formaldéhyde

**Tab. 33 Description sommaire de la méthode**

La détermination du formaldéhyde peut se faire au moyen des méthodes suivantes.

Méthode NIOSH n° 2016	Méthode NIOSH n° 3500
Adsorption sur cartouches de silicagel imprégnées de (2-hydroxyméthyl) pipéridine, élution avec de l'acétonitrile, quantification par HPLC/UV	Filtration (PTFE 2 µm), absorption dans des impingers à 1 % de solution de bisulfite de sodium, quantification par spectrométrie d'absorption VIS

Tab. 34 Caractéristiques

Méthode	2016	3500
Volume de gaz échantillonné	15 l (max.)	100 l (max.)
Débit volumique	0,1 – 1,5 l/min	0,2 – 1 l/min
Plage de mesure	25 – 2450 µg/m <sup>3</sup>	1,25 – 7,5 mg/m <sup>3</sup>
Incertitude de mesure	env. ± 25 % (relatif)	

### 7.5.5 Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)

La détermination de la concentration massique d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (en anglais, polycyclic aromatic hydrocarbons; PAH) dans les effluents gazeux peut se faire à l'aide des directives suivantes:

- Prélèvement de HAP à l'aide d'appareils analogues au PCDD/F (norme ISO 11 338, feuilles 1 et <sup>[71]</sup>)
- Détermination des PAH dans les gaz d'échappement de véhicules à essence et diesel (directive VDI 3872 feuille 1<sup>[72]</sup> et feuille 2<sup>[73]</sup>)
- Détermination des PAH dans les effluents gazeux d'installations industrielles stationnaires selon la méthode de dilution (directive VDI 3873 feuille 1<sup>[74]</sup>)
- Détermination de HAP gazeux et liés à des particules dans l'air extérieur (norme ISO 12 884<sup>[75]</sup>)

Les concentrations usuelles de ces composés sont de l'ordre de la microtrace (µg/m<sup>3</sup>). Cela nécessite une validation précise des méthodes par chaque utilisateur.

Dans le cadre de la convention UN/ECE de 1979 concernant la pollution atmosphérique transfrontière (Convention on Long-range Transboundary Air Pollution), un protocole a été adopté en 1998 sur les polluants organiques persistants. Dans ce protocole, il a été décidé entre autres, que pour l'établissement d'inventaires d'émissions, feraient l'objet de relevés quatre substances considérées comme traceurs pour les HAP. La Suisse a également décidé de ratifier ce protocole. Voici ces substances:

- Benzo[b]fluoranthène
- Benzo[k]fluoranthène
- Benzo[a]pyrène
- Indeno[1,2,3-cd]pyrène

Les HAP suivants sont également significatifs en raison de leur cancérogénéité et de leur mutagénéité:

- Benzo[a]pyrène
- Dibenzo[a,h]anthracène

Tab. 35 Description sommaire des méthodes ISO 11338

<b>Prélèvement</b>	Trois méthodes, désignées comme équivalentes, sont décrites pour le prélèvement:	
	Méthode par dilution	Configuration: sonde / tube d'aspiration / air de dilution préparé / caisson de mélange / filtre / adsorbant à 2 stades / pompe / compteur volumétrique
	Méthode filtre/refroidisseur	Configuration: sonde / tube d'aspiration / filtre / refroidisseur / trappe à condensat / adsorbant à 2 stades / pompe / compteur volumétrique (avec ou sans flux partiel)
	Tube d'aspiration réfrigéré	Configuration: sonde / tube d'aspiration (refroidi) / trappe à condensat / adsorbant à 2 stades / filtre / pompe / compteur volumétrique
	Autres conditions importantes à respecter lors du prélèvement	<ul style="list-style-type: none"> <li>• prélèvement isocinétique</li> <li>• grille de mesures</li> <li>• filtre chauffé &lt; 120 °C</li> <li>• température après le condenseur &lt; 20 °C</li> <li>• utiliser du XAD-2, du Poropak PS ou de la mousse de polyuréthane comme milieu adsorbant</li> <li>• prélever et conserver l'échantillon à l'abri de la lumière</li> </ul>
<b>Préparation</b>	Un aliquot de l'extrait (acétone ou méthanol; toluène) est retiré du dispositif de prélèvement et préparé selon la directive VDI 3872 <sup>(42)</sup> (nettoyage chromatographique des extraits sur silicagel, fractionnement par chromatographie).	
<b>Analyse</b>	L'analyse se fait par chromatographie en phase liquide (HPLC), combinée avec un détecteur UV et à fluorescence ou par chromatographie en phase gazeuse et détection par spectromètre de masse. La détermination quantitative se fait à l'aide de séries de dilution et de standards internes.	

### 7.5.6 Tétrachloroéthylène (PER)

Tab. 36 Description sommaire de la méthode NIOSH n° 1003 (Halogenated hydrocarbons)

La détermination du tétrachloroéthylène dans l'air vicié peut se faire par la méthode NIOSH n° 1003. Cette méthode est également appropriée pour les composés suivants (nomenclature originale anglaise): benzyl chloride, bromoform, carbontetrachloride, chlorobenzene, chlorobromomethane, chloroform, o- and p-dichlorobenzene, 1,1-dichloroethane, 1,2-dichloroethylene, ethylene dichloride, hexachloroethane, 1,1,1-trichloroethane, tetrachloroethylene, 1,1,2-trichloroethane, and 1,2,3-trichloropropane.

<b>Prélèvement</b>	Enrichissement adsorptif sur canules de charbon actif (disponibles dans le commerce). Il est recommandé de doubler les prélèvements et de connecter à chaque fois deux canules l'une derrière l'autre, la seconde faisant office de contrôle (détection d'une adsorption incomplète).	
<b>Préparation, analyse</b>	Désorption liquide au moyen de CS <sub>2</sub> (1 ml par couche d'adsorbant), addition d'un standard interne, analyse par GC/FID	
<b>Caractéristiques</b>	Volume de gaz échantillonné	0,2 – 40 l (max.), typique 3
	Débit volumique	0,01 – 0,2 l/min
	Seuil de quantification	suit la méthode chromatographique 3 à 20 mg/m <sup>3</sup> (pour 3 l de volume aspiré)
	Incertitude de mesure	env. ± 25 % (relatif)

### 7.5.7 Dioxines et furanes polychlorés

La norme EN 1948, 1 à 3<sup>[76]</sup> constitue la méthode de référence pour la détermination de la concentration massique de dibenzo-p-dioxines polychlorées et de dibenzofuranes polychlorés présentes dans des effluents gazeux. Cette norme comporte 3 parties:

- Partie 1 Prélèvement
- Partie 2 Extraction et nettoyage
- Partie 3 Identification et Quantification

Tab. 37 Facteurs internationaux d'équivalence toxique (I-TEF)

Congénères de dioxines	I-TEF	Congénères de furanes	I-TEF
2,3,7,8-TCDD	1	2,3,7,8-TCDF	0,1
1,2,3,7,8-PeCDD	0,5	2,3,4,7,8-PeCDF	0,5
		1,2,3,7,8-PeCDF	0,05
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1
		2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01
		1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01
OCDD	0,001	OCDF	0,001

Parmi les 70 isomères de dioxine, on a identifié et quantifié 7 congénères (avec des atomes de chlore substitués aux positions 2, 3, 7 et 8), et parmi les 140 isomères de furane on en a identifié et quantifié 10 (avec des atomes de chlore substitués aux positions 2, 3, 7 et 8). A l'aide des facteurs internationaux d'équivalence toxique (I-TEF) indiqués au tableau 5, on calcule l'indice international de toxicité (I-TEQ) à partir de ces 17 composés.

Les concentrations usuelles de ces composés sont de l'ordre de la nano-trace (ng/m<sup>3</sup>). Cela nécessite une validation précise des méthodes par chaque utilisateur.

## 7.5.8 Description sommaire des méthodes

Tab. 38 Description sommaire des méthodes

<b>Prélèvement (partie 1)</b>	
Trois méthodes, désignées comme équivalentes, sont décrites pour le prélèvement	
Méthode filtre/refroidisseur (méthode LAGA)	Configuration: sonde / tube d'aspiration / filtre / refroidisseur / trappe à condensat / adsorbent à 2 stades / pompe / compteur volumétrique (avec ou sans flux partiel)
Méthode par dilution	Configuration: sonde / tube d'aspiration / air de dilution préparé / caisson de mélange / filtre / adsorbent à 2 stades / pompe / compteur volumétrique
Tube d'aspiration réfrigéré	Configuration: sonde / tube d'aspiration (refroidi) / trappe à condensat / adsorbent à 2 stades / filtre / pompe / compteur volumétrique
Autres conditions importantes à respecter lors du prélèvement	<ul style="list-style-type: none"> <li>• prélèvement isocinétique</li> <li>• grille de mesures</li> <li>• le pic sur le premier niveau d'enrichissement (composés marqués au <math>^{13}\text{C}_{12}</math>) est utilisée comme contrôle de l'échantillonnage. Cette valeur n'est pas prise en compte dans la détermination quantitative.</li> <li>• Durée du prélèvement de 4 à 8 h environ</li> </ul>
<b>Préparation (partie 2)</b>	
<p>La détermination des PCDD/PCDF repose sur la quantification par dilution isotopique avec emploi de GC/MS. Des congénères de PCDD/PCDF avec des atomes de chlore aux positions 2, 3, 7 et 8 et marqués au <math>^{13}\text{C}_{12}</math> sont ajoutés à différents stades du procédé.</p> <p>Dans une première phase, les composés à analyser sont extraits des dispositifs et des phases de collecte à l'aide de différents solvants. Les extraits bruts ainsi obtenus sont concentrés puis nettoyés à l'aide de méthodes complexes de chromatographie en phase liquide. La norme cite certaines méthodes uniquement à titre d'exemple et se limite à définir les critères de qualité à atteindre</p>	
<b>Analyse (partie 3)</b>	
L'analyse des extraits nettoyés se fait par chromatographie en phase gazeuse à haute résolution avec détection par spectrométrie de masse à haute résolution. La quantification se fait à l'aide de séries de dilution et de standards internes. Les pertes qui surviennent pendant l'extraction et la préparation sont prises en compte dans cette méthode.	
Caractéristiques	Les caractéristiques dépendent dans une grande mesure de la matrice de prélèvement. Lors des mesures de validation effectuées dans le cadre de l'élaboration de la norme, on a déterminé des seuils de détection de l'ordre du $\text{pg}/\text{m}^3$ .

## Bibliographie

- [31] Ordonnance du 16 décembre 1985 sur la protection de l'air (OPair), RS 814.318.142.1.
- [32] EN 12619; Emissionen aus stationären Quelle – Bestimmung der Massenkonzentration des gesamten gasförmigen organisch gebunden Kohlenstoffs in geringen Konzentrationen in Abgasen – Kontinuierliche Methode unter Verwendung eines Flammenionisationsdetektors (Februar 2011).
- [33] EN 13526; Emissionen aus stationären Quelle – Bestimmung der Massenkonzentration des gesamten gasförmigen organisch gebunden Kohlenstoffs in Abgasen von Prozessen, bei denen Lösungsmittel eingesetzt werden – Kontinuierliches Verfahren unter Verwendung eines Flammenionisationsdetektors (Mai 2002).
- [34] VDI-Richtlinie 3481, Blatt 3; Messen gasförmiger Emissionen, Messen von flüchtigen organischen Verbindungen, insbesondere von Lösungsmitteln mit dem Flammenionisationsdetektor (FID) (1995, bestätigt 2006).
- [35] VDI-Richtlinie 3481, Blatt 6; Messen gasförmiger Emissionen, Auswahl und Anwendung von C-Summenverfahren (1994, bestätigt 2010).

- 
- [36] Scanlon J.T., Willis D.E. 1985: Calculation of Flame Ionization Detector Relative Response Factors Using the Effective Carbon Number Concept, *Journal of Chromatographic Science*, 1985, 23: p. 333.
- [37] EN 13649; Emissionen aus stationären Quelle – Bestimmung der Massenkonzentration von einzelnen gasförmigen Verbindungen – Aktivkohleadsorptions- und Lösemitteldesorptionsverfahren (Mai 2011).
- [38] VDI-Richtlinie 2457, Blatt 1; Messen gasförmiger Emissionen; Chromatographische Bestimmung organischer Verbindungen – Grundlagen (1997, bestätigt 2008).
- [39] NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards, US Department of Health and Human Services, National Institute for Occupational Safety and Health, Cincinnati, USA, 2005.
- [40] James R.H. et al. 1986: Development of Analytical Methods for Ambient Monitoring and Source Testing for Toxic Organic Compounds, Volume 1 Literatur Review, National Technical Information Service NTIS, U.S. Department of Commerce, Microfine Ltd., Hampshire UK.
- [41] Thomason M.M. et al. 1986: Development of Analytical Methods for Ambient Monitoring and Source Testing for Toxic Organic Compounds, Volume 2 Experimental Studies, National Technical Information Service NTIS, U.S. Department of Commerce, Microfine Ltd., Hampshire UK.
- [42] Harris J.C. et al. 1984: Sampling and Analysis Methods for Hazardous Waste Combustion, U.S. Environmental Protection Agency, EPA-600/8-84-002, National Technical Information Service, U.S. Department of Commerce, Springfield, VA 22161.
- [43] Hansen E.M. 1984: Protocol for the Collection and Analysis of Volatile POHCs Using VOST, Environmental Protection Agency, EPA-600/8-84-007, National Technical Information Service, Springfield VA 22161.
- [44] Schlickerieder L.M. et al. 1985: Modified Method 5 Train and Source Assessment Sampling System; Operators Manual, Environmental Protection Agency, EPA-600/8-84-003, National Technical Information Service, Springfield VA 22161 (1985).
- [45] Richtlinienwerk des VDI Verein Deutscher Ingenieure, Kommission Reinhaltung der Luft (KRdL) im VDI und DIN, VDI-Handbuch Band 5, Analysen- und Messverfahren.
- [46] Compendium of Methods for the Determination of Toxic Organic Compounds in Ambient Air (z.B. [www.epa.gov/ttnamti1/files/am-bient/airtox/tocomp99.pdf](http://www.epa.gov/ttnamti1/files/am-bient/airtox/tocomp99.pdf)).
- [47] VDI-Richtlinie 2457 Blatt 2; Messen gasförmiger Emissionen, Gaschromatographische Bestimmung organischer Verbindungen, Probenahme durch Absorption in tiefkaltem Lösemittel (2-(2-Methoxyethoxy)ethanol, Methylglykol) (1996, bestätigt 2007).
- [48] VDI-Richtlinie 2457 Blatt 4; Messen gasförmiger Emissionen, Chromatografische Bestimmung organischer Verbindungen, Probenahme von sauren Komponenten in alkalischen wässrigen Lösungen – Analyse mit Ionenchromatographie (2000, bestätigt 2006).
- [49] VDI-Richtlinie 2460 Blatt 2; Messen gasförmiger Emissionen, Infrarotspektrometrische Bestimmung von Dimethylformamid (1974, bestätigt 2005).
- [50] VDI-Richtlinie 2460 Blatt 3; Messen gasförmiger Emissionen, Infrarotspektrometrische Bestimmung von Kresolen (1981, bestätigt 2008).
- [51] VDI-Richtlinie 3496 Blatt 1; Messen gasförmiger Emissionen, Bestimmung der durch Absorption in Schwefelsäure erfassbaren basischen Stickstoffverbindungen (1982, bestätigt 2008).
- [52] VDI-Richtlinie 3862 Blatt 1; Messen gasförmiger Emissionen, Messen aliphatischer Aldehyde (C1 bis C3) nach dem MBTH-Verfahren (1990, bestätigt 2006).



- 
- [53] Sturges W.T., Elkins J.W. 1993: Use of Adsorbent to Collect Selected Halocarbons and Hydrohalocarbons of Environmental Interest from Large Air Volumes, *J. Chromatogr.*, 642: p. 123.
- [54] Matisova E., Skrabakova S. 1995: Carbon Sorbents and their Utilization for the Preconcentration of Organic Pollutants in Environmental Samples, *J. Chromatogr.* 707: p. 145.
- [55] Supelco Schweiz, [www.sigmaaldrich.com/switzerland-schweiz.html](http://www.sigmaaldrich.com/switzerland-schweiz.html)
- [56] BGB Analytik Schweiz, [www.bgb-analytik.ch/](http://www.bgb-analytik.ch/)
- [57] Hewlett Packard Chromatographie, [www.gmi-inc.com/](http://www.gmi-inc.com/)
- [58] Bruno T.J. 1995: Handbook for the Analysis and Identification of Alternative Refrigerants, CRC Press, Inc.
- [59] VDI-Richtlinie 2457 Blatt 3; Messen gasförmiger Emissionen, Gaschromatographische Bestimmung organischer Verbindungen, Messen substituierter Aniline, Probenahme durch Adsorption an festen Sammelphasen (1996, bestätigt 2007).
- [60] Figge K., Rabel W., Wieck A. 1987: Adsorption zur Anreicherung von organischen Lufterhaltstoffen; Experimentelle Bestimmung von spezifischen Retentions- und Durchbruchvolumina, *Fresenius Z Anal Chem*, 327: p. 261.
- [61] Brunner F., Crescentini G., Mangani F. 1990: Graphitized Carbon Black: A Unique Adsorbent for Gas Chromatography and Related Techniques, *Chromatographia* 30: p. 565.
- [62] Camel V., Caude M. 1995: Trace Enrichment Methods for the Determination of Organic Pollutants in Ambient Air, *J. Chromatogr. A*; 710: p. 3.
- [63] Kolb B. 1984: Applied Headspace Gas Chromatography, John Wiley and Sons.
- [64] Hachenberg H., Schmidt A.P. 1985: Gas Chromatographic Headspace Analysis, John Wiley and Sons.
- [65] Herber U., Meisch H.U. 1995: Studies about the desorption of volatile halocarbons from active carbon by application of static headspace gas chromatography, *Fres. J. Anal. Chem.* 353: 219 – 221.
- [66] Kolb B. 1987: Die Analyse von Schadstoffen mittels der gaschromatographischen Dampfraumanalyse, *Chemie für Labor und Betrieb* 38: 2 – 7.
- [67] Krebs G., Schneider E. 1991: Head Space GC-Analytik flüchtiger aromatischer und halogener Kohlenwasserstoffe aus Bodenluft, *GIT Fachz. Lab.* 1: 19 – 22.
- [68] VDI-Richtlinie 2457, Blatt 5; Messen gasförmiger Emissionen, Chromatografische Bestimmung organischer Verbindungen, Probenahme mit Gassammelgefässen, gaschromatografische Analyse (2000, bestätigt 2006).
- [69] VDI-Richtlinie 3493 Blatt 1; Messen gasförmiger Emissionen, Messen von Vinylchlorid, Gas-Chromatographisches Verfahren, Probenahme mit Gassammelgefässen. (1982, bestätigt 2008).
- [70] J&W Scientific, [www.chem.agilent.com/](http://www.chem.agilent.com/)
- [71] ISO 11338, Stationary source emissions; Determination of mass concentration of polycyclic aromatic hydrocarbons (2003). Part 1 Sampling; Part 2 Preparation, clean-up and determination
- [72] VDI-Richtlinie 3872 Blatt 1; Messen Emissionen; Messen von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAH); Messen von PAH in Abgasen von PKW-Otto- und Dieselmotoren; Gaschromatographische Bestimmung (1989, bestätigt 2010).

- 
- [73] VDI-Richtlinie 3872 Blatt 2; Messen Emissionen; Messen von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAH); Messen von PAH in verdünnten Abgasen von PKW-Otto- und Dieselmotoren mit Hilfe der Gaschromatographie – Teilstrommethode (1995, bestätigt 2006).
- [74] VDI-Richtlinie 3873 Blatt 1; Messen von Emissionen; Messen von polycyclischen aromatischen Kohlenwasserstoffen (PAH); an stationären industriellen Anlagen – Verdünnungsmethode (RWTÜV-Verfahren) – Gaschromatographische Bestimmung (1992, bestätigt 2008).
- [75] ISO12884; Außenluft – Bestimmung der Summe gasförmiger und partikelgebundener polycyclischer aromatischer Kohlenwasserstoffe – Probenahme auf Filtern mit nachgeschalteten Sorbenzien und anschließender gaschromatographischer/massenspektrometrischer Analyse (2000).
- [76] EN 1948 1 – 3; Emissionen aus stationären Quelle – Bestimmung der Massenkonzentration von PCDD/PCDF und dioxinähnlichen PCB (März 2006) [Teil 1: Probenahme von PCDD/PCDF; Teil 2: Extraktion und Reinigung von PCDD/PCDF; Teil 3: Identifizierung und Quantifizierung von PCDD/PCDF].

---

## 8 Traitement des données brutes

Une fois qu'une mesure d'émission est terminée et que les échantillons ont été analysés en laboratoire, les données brutes sont récapitulées et font l'objet d'un traitement global.

Certaines opérations doivent cependant être effectuées avant la mesure proprement dite. Lors de la mesure des poussières, par exemple, la vitesse d'aspiration dépend de la vitesse de l'effluent gazeux et du diamètre de la sonde de prélèvement. Les composants mesurés en continu ainsi que les paramètres auxiliaires sont déjà partiellement corrigés pendant les mesures et subissent un contrôle de plausibilité.

Les points suivants sont décrits dans d'autres chapitres.

- Conversion de la pression et du volume – chapitre 1
- Mesure des paramètres physiques  
vitesse de l'effluent gazeux, flux volumique principal et partiel – chapitre 3

Une fois toutes ces opérations achevées, il s'agit de vérifier la plausibilité et la cohérence des données (voir chapitre 10).

### Plausibilité

- les résultats se situent-ils dans la plage attendue (en fonction du type d'installation, de l'épuration de l'effluent gazeux, etc.)?
- l'évolution des valeurs mesurées au cours du temps est-elle plausible?

### Cohérence

- le rapport entre l'oxygène et le dioxyde de carbone, p. ex., est-il correct?
- si les mesures ont été effectuées en plusieurs endroits:
  - les différences de concentration entre un point de mesure et un autre sont-elles explicables par le fonctionnement de l'installation?
  - les courbes des concentrations de polluants en fonction du temps déterminées aux différents points de mesure sont-elles correctes?

En général, les concentrations de polluants mesurées sont rapportées aux valeurs correspondant à l'effluent gazeux sec et aux conditions normales. En outre, pour certains types d'installations, ces concentrations sont rapportées à une concentration d'oxygène déterminée.

### 8.1 Calculs généraux

L'expression des résultats en fonction des grandeurs de référence ne doit pas se faire avec des valeurs momentanées. Les valeurs utilisées pour ces opérations doivent être des moyennes mesurées sur un même intervalle de temps (en principe, sur une heure). S'agissant de résultats constitués de plusieurs valeurs, on utilise les moyennes calculées sur ces intervalles.

### 8.1.1 Calcul de l'humidité d'un effluent gazeux

Les valeurs suivantes de l'humidité d'un effluent gazeux sont définies et normalement calculées.

$f_n$  = concentration de vapeur d'eau rapportée à l'effluent gazeux sec aux conditions normales [ $g/m^3$ ]

$$f_n = \frac{m_{H_2O,g}}{V_{n,tr}} m_{H_2O,g} = \text{masse de l'eau sous forme gazeuse}$$

$r_{H_2O}$  = partie de vapeur d'eau dans l'effluent gazeux humide [ $m^3/m^3$ ]

$$r_{H_2O} = \frac{V_{H_2O}}{V_{tr} + V_{H_2O}} = \frac{V_{H_2O,n}}{V_{n,tr} + V_{H_2O,n}} \text{ avec } V_{H_2O,n} = \frac{m_{H_2O,g}}{\rho_{H_2O,n}}$$

$$r_{H_2O} = \frac{\frac{m_{H_2O,g}}{\rho_{H_2O,n}}}{V_{n,tr} + \frac{m_{H_2O,g}}{\rho_{H_2O,n}}} = \frac{\frac{m_{H_2O,g}}{V_{n,tr}}}{\rho_{H_2O,n} + \frac{m_{H_2O,g}}{V_{n,tr}}} = \frac{f_n}{\rho_{H_2O,n} + f_n}$$

$$\rho_{H_2O,n} = \frac{m_{H_2O,g}}{V_{H_2O,g,n}} = \frac{M_{H_2O}}{V_{M,H_2O,g}} = \frac{18 \text{ g/mol}}{22,4 \text{ l/mol}} \times 10^3 \text{ l/m}^3 = 804 \text{ g/m}^3$$

$$r_{H_2O} = \frac{f_n [g/m^3]}{804 \text{ g/m}^3 + f_n [g/m^3]}$$

### 8.1.2 Expression en fonction d'une concentration d'oxygène de référence

Pour certaines installations, l'ordonnance sur la protection de l'air indique des grandeurs de référence. La liste ci-dessous en donne quelques exemples.

- installations de combustion alimentées à l'huile 3 % vol d'oxygène
- installations de combustion de plus de 5 MW alim. au bois 11 % vol d'oxygène
- installations d'incinération de déchets liquides: 3 % vol d'oxygène
- installation d'incinération de déchets gazeux seuls ou en compagnie de déchets liquides: 3 % vol d'oxygène ou en compagnie de déchets liquides ou gazeux: 11 % vol d'oxygène
- installation d'incinération de déchets solides seuls

Calcul de  $c_n$  rapportée à des parts volumiques déterminées de  $O_{2N}$  dans l'effluent.

$$c_n(O_{2N}) = c_n \times \frac{21 \% - r_{O_{2N}} [\%]}{21 \% - r_{O_2} [\%]}$$

### Exemple

Concentration de polluants dans l'effluent gazeux d'une usine d'incinération des ordures ménagères:

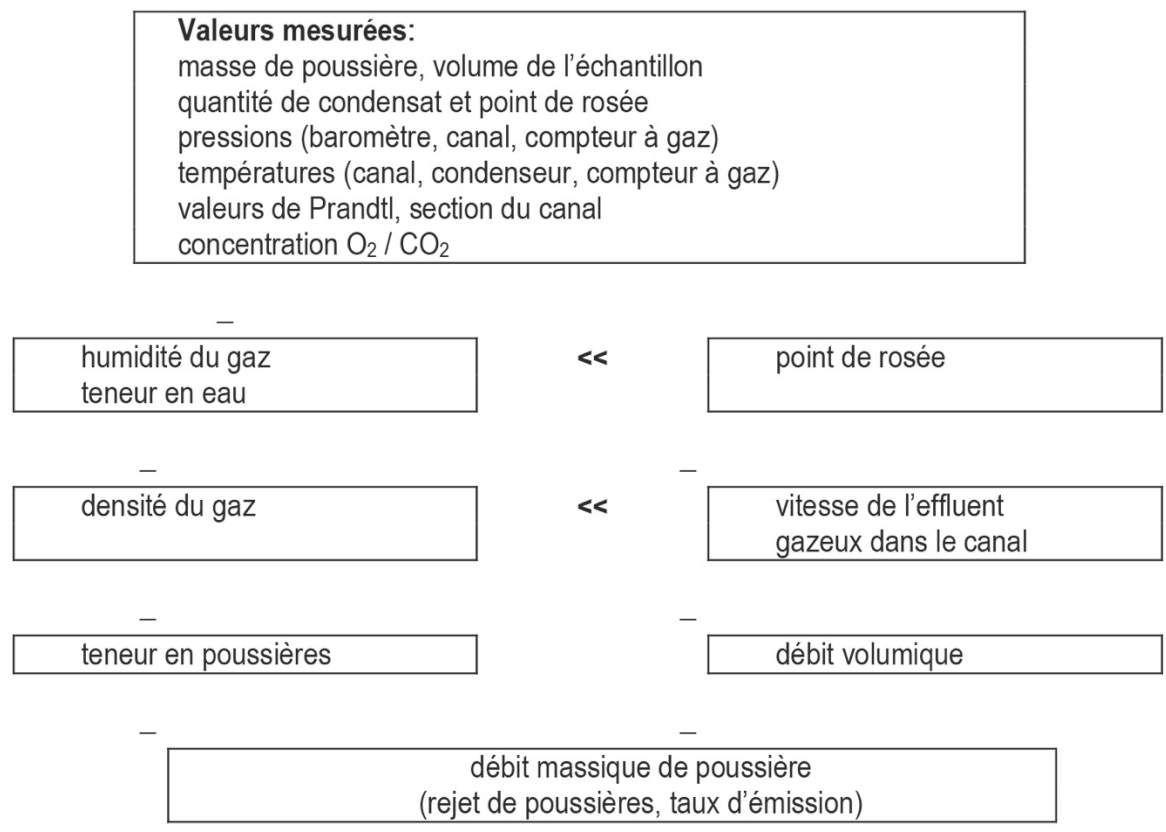
- *grandeur de référence*: 11 %-vol d'oxygène
- *concentration d'oxygène mesurée (moy. sur 1h)*: 7,6 %-vol
- *concentration de poussières (moy. sur 1h)*: 30 mg/m<sup>3</sup>

$$c_n(11\% O_2) = 30,0 \times \frac{21\% - 11,0}{21\% - 7,6} = 22,4 \text{ mg/m}^3$$

## 8.2 Mesure des poussières

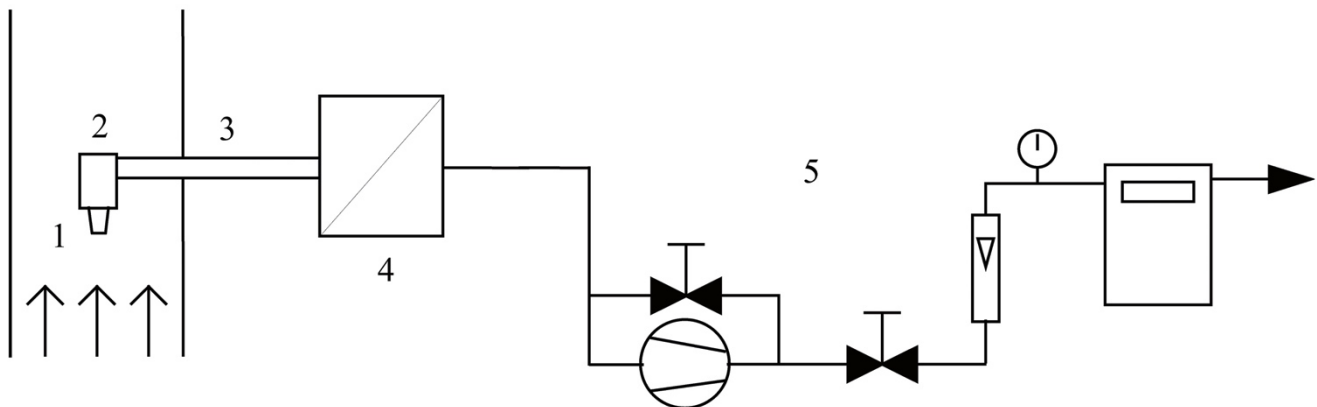
### 8.2.1 Schéma de déroulement du calcul

Fig. 17 Schéma de déroulement du calcul



## 8.2.2 Exemple de calcul

Fig. 18 Dispositif de mesure



1 Sonde de prélèvement; 2 Tête filtrante et raccord coudé; 3 Tube d'aspiration; 4 Condenseur avec récipient à condensat; 5 Pompe, rotamètre, compteur à gaz

On a mesuré les valeurs suivantes:

Tab. 39 Dispositif de mesure

Quantité de poussière sur le filtre	$m_{ST}$	113,2	mg
Volume de l'échantillon aspiré (conditions du compteur à gaz)	$V_B$	4,66	$m^3$
Condensat	$m_{H_2O}$	375	g
Pression barométrique	$b$	965	mbar
Diff. de pression statique entre le canal et le milieu ambiant	$\Delta p_{sR}$	3,8	mbar
Diff. de pression entre le compteur à gaz et le milieu ambiant	$\Delta p_{sG}$	0,0	mbar
Diff. de pression dans le tube de Prandtl (carré de la moyenne des racines de tous les points de la grille)	$\Delta p$	0,563	mbar
Température dans le canal	$T_R$	203	$^{\circ}C$
Température à la sortie du condenseur	$T_K$	32	$^{\circ}C$
Température dans le compteur à gaz	$T_G$	33	$^{\circ}C$
Teneur en dioxyde de carbone (sec)	$r_{CO_2}$	11,7	%
Teneur en oxygène (sec)	$r_{O_2}$	7,6	%
Section du canal	$A$	4,52	$m^2$

### 8.2.3 Débit volumique partiel

#### Calcul du volume prélevé par aspiration, aux conditions normales

##### humide

- *équation des gaz parfaits*: conversion des conditions du compteur à gaz aux conditions normales (y c. humidité résiduelle)

$$V_{n,f} = V_G \times \frac{T_n \times (b + \Delta p_{sG})}{T_G \times p_n} = 4,66 \frac{273 \times (965 + 0)}{(33 + 273) \times 1013} = 3,96 \text{ m}^3$$

##### sec

- *équation des gaz parfaits*: conversion des conditions du compteur à gaz aux conditions normales

$$V_{n,tr} = V_G \times \frac{T_n \times (b + \Delta p_{sG} - p_{H_2O})}{T_G \times p_n} = 4,66 \frac{273 \times (965 + 0 - 47,6)}{(33 + 273) \times 1013} = 3,77 \text{ m}^3$$

$p_{H_2O}$  = La pression partielle de la vapeur d'eau dans le récipient de condensation (TK = 32 + 273 = 305 K) est tirée d'une table ou d'une courbe des pressions de vapeur:  $p_{H_2O} = 47,6 \text{ mbar}$

#### Concentrations de vapeur d'eau, rapportées à l'effluent gazeux SEC

$$f_n = \frac{m_{H_2O,K}}{V_{n,tr}} + \frac{p_{H_2O} \times \rho_{H_2O,n}}{b - \Delta p_{sG} - p_{H_2O}}$$

condensat      humidité résiduelle

$m_{H_2O,K}$  = masse de l'eau condensée

$$f_n = \frac{375}{3,77} + \frac{47,6 \times 804}{965 - 0 - 47,6} = 141 \text{ g/m}^3$$

#### Part volumique de la vapeur d'eau dans l'effluent gazeux HUMIDE

$$r_{H_2O} = \frac{f_n}{\rho_{H_2O,n} + f_n} = \frac{141}{804 + 141} = 0,149 = 14,9 \%$$

**Calcul direct de  $r_{H_2O}$** 

$$r_{H_2O} = \frac{\text{volume vapeur d'eau}}{\text{volume total (humide)}} = \frac{\frac{m_{H_2O}}{\rho_{H_2O,n}} + V_{n.f} \times \frac{p_{H_2O}}{(b + \Delta p_{SG})}}{V_{n.f} + \frac{m_{H_2O}}{\rho_{H_2O,n}}}$$

$$r_{H_2O} = \frac{\frac{375}{804} + 3,96 \times \frac{47,6}{(965 + 0)}}{3,96 + \frac{375}{804}} = \frac{14,9 \%}{100 \%} = 14,9 \%$$

**Détermination du point de rosée dans le canal**

Calcul de la pression de vapeur d'eau dans le canal:

$$p_{H_2O} = r_{H_2O} \times (b + \Delta p_{SR}) = \times \frac{14,9 \%}{100 \%} (965 - 3,8) = 143 \text{ mbar}$$

La température du point de rosée  $\tau$  correspondante est alors tirée d'une table ou d'une courbe des pressions de vapeur. Si le point de rosée est mesuré directement dans l'effluent gazeux, on peut calculer la concentration de la vapeur d'eau en procédant dans l'ordre inverse.

$$p_{H_2O} = 143 \text{ mbar}$$

$$\tau = 53,0 \text{ }^\circ\text{C}$$

**8.2.4 Calcul du débit volumique principal****Calcul de la densité du gaz**

Le calcul se fait proportionnellement à partir de la densité connue de chacun des gaz purs  $\rho_n$ , les composants des gaz qui n'apparaissent qu'en traces (< 1 %) ne devant généralement pas être pris en compte.

$$\rho_n = \sum_i r_i \times \rho_{n,i}$$

Densité du gaz **sec** aux conditions normales:

$$\rho_n = r_{CO_2} \times \rho_{CO_2} + r_{O_2} \times \rho_{O_2} + (1 - r_{CO_2} - r_{O_2}) \times \rho_{N_2}$$

$$\rho_n = \frac{11,7 \%}{100 \%} \times 1,977 + \frac{7,6 \%}{100 \%} \times 1,429 + \left(1 - \frac{11,7 \%}{100 \%} - \frac{7,6 \%}{100 \%}\right) \times 1,257 = 1,354 \text{ kg/m}^3$$



Densité du gaz **humide** aux conditions normales:

$$\rho_{n,f} = r_{H_2O} \times \rho_{H_2O} + (1 - r_{H_2O}) \times \rho_n$$

$$\rho_{n,f} = \frac{14,9 \%}{100 \%} \times 0,804 + \left(1 - \frac{14,9 \%}{100 \%}\right) \times 1,354 = 1,272 \text{ kg/m}^3$$

Densité du gaz **humide** aux conditions du canal:

$$\rho_R = \rho_{n,f} \frac{T_n \times (b + \Delta p_{sR})}{T_R \times p_n} = 1,272 \frac{273 \times (965 - 3,8)}{(203 + 273) \times 1013} = 0,692 \text{ kg/m}^3$$

### Calcul de la vitesse du gaz

A partir des mesures effectuées avec le tube de Prandtl dans la cheminée et de la densité de l'effluent gazeux, il est possible de calculer la vitesse moyenne.

$$\bar{v} = \sqrt{\frac{2 \times \Delta p}{\rho_R}} = \sqrt{\frac{200 \times 0,563 \text{ mbar}}{0,692 \text{ kg/m}^3}} = 12,8 \text{ m/s}$$

### Débit volumique principal dans différentes conditions

Au régime d'exploitation:

$$\dot{V}_R = \bar{v} \times A = 12,8 \text{ m/s} \times 4,52 \text{ m}^2 \times 3600 \text{ s/h} = 208 282 \text{ m}^3/\text{h}$$

Aux conditions normales, **humide**:

$$\dot{V}_{n,f} = V_R \times \frac{T_n \times (b + \Delta p_{sR})}{T_R \times p_n} = 208 282 \times \frac{273 \times (965 - 3,8)}{(203 + 273) \times 1013} = 113 347 \text{ m}^3/\text{h}$$

Aux conditions normales, **sec**:

$$\dot{V}_n = V_{n,f} \times (1 - r_{H_2O}) = 113 347 \times \left(1 - \frac{14,9 \%}{100 \%}\right) = 96 458 \text{ m}^3/\text{h}$$

## 8.2.5 Calcul des émissions de poussières

### Teneur en poussières

$$c_n = \frac{m_{st}}{V_{n,tr}} = \frac{113,2}{3,77} = 30,0 \text{ mg/m}^3$$

Calcul de  $c_n$  rapportée à la grandeur de référence (11 % vol d'oxygène)

$$c_n(O_{2N}) = c_n \times \frac{21 \% - r_{O_{2N}} [\%]}{21 \% - r_{O_2} [\%]}$$

$$c_n(11 \% O_2) = 30,0 \times \frac{21 \% - 11 \%}{21 \% - 7,6 \%} = 22,4 \text{ mg/m}^3$$

### Débit massique des poussières émises:

$$\dot{m} = c_n \times \dot{V}_n = 30,0 \text{ mg/m}^3 \times 96\,458 \text{ m}^3 \text{ h} \times 10^{-6} \text{ mg/kg} = 2,89 \text{ kg/h}$$

## 8.2.6 Récapitulation des résultats (mesures ponctuelles)

Tab. 40 Récapitulation des résultats (mesures ponctuelles)

Paramètres physiques					
Pression d'air	mbar	965	±	10	
Dépression stat. dans le canal de l'effluent gazeux	mbar	3,8	±	0,1	
Température effluent gazeux	°C	203	±	10	
Vitesse moyenne effluent gazeux	m/s	12,8	±	0,6	
Débit volumique:					
Au régime d'exploitation, humide	m³/h	208 000	±	10 400	
Aux conditions normales, sec	m³/h	96 500	±	7 700	
Grandeurs de référence					
Oxygène	%-vol	7,6	±	0,5	
Dioxyde de carbone	%-vol	11,7	±	1,2	
Teneur en eau de l'effluent humide	%-vol	14,9	±	1,5	
Point de rosée	°C	53,0	±	2,0	
Substances polluantes					
rapporté à 11%-vol O <sub>2</sub>					
Concentration de poussière	mg/m³	30,0	±	4,5	22,4 ± 3,5
Débit massique: poussière	kg/h	2,89	±	0,52	

---

## 9 Incertitude de mesure

En principe, toute mesure est affectée d'erreurs. La valeur mesurée est donc différente de la vraie valeur. L'ampleur de l'écart dépend de la méthode de mesure ainsi que de la qualité des standards de calibrage et de la manipulation du dispositif de mesure. La fiabilité des systèmes de mesure, des méthodes de mesure et des résultats doit donc être chiffrée pour chaque mesure par l'indication de l'incertitude de mesure.

### 9.1 Définitions

Les définitions utilisées correspondent à celles des normes DIN 1319, 3e partie<sup>[78]</sup> et DIN 55350, 13e partie<sup>[79]</sup>.

- **Valeur vraie**
  - valeur effective du paramètre dans les conditions régnant au moment de la mesure.
- **Valeur escomptée**
  - moyenne de toutes les valeurs obtenues par répétition continue de la mesure dans des conditions identiques. La valeur escomptée d'une méthode de mesure se distingue de la valeur vraie par l'erreur systématique intrinsèque de la méthode en question.
- **Exactitude**
  - désignation qualitative de l'écart avec lequel les résultats d'une mesure s'approchent de la vraie valeur. L'exactitude englobe la justesse et la précision.
- **Justesse**
  - désignation qualitative de l'écart avec lequel la valeur escomptée d'une méthode de mesure s'approche de la vraie valeur.
- **Précision**
  - Désignation qualitative de l'ampleur de l'écart entre deux résultats de mesure indépendants l'un de l'autre lors de la répétition d'une méthode de mesure déterminée.
  - Expression qualitative de la dispersion des résultats.
- **Erreur de mesure, écart de mesure:**
  - Ecart entre une valeur mesurée et la valeur vraie. L'erreur de mesure comporte deux composantes, l'erreur systématique et l'erreur aléatoire.
  - En lieu et place de la notion d'erreur (en anglais «error»), la norme DIN utilise actuellement celle d'«écart». Dans la présente recommandation, on se sert des deux notions.
  - Erreur absolue  $\Delta x$  = écart entre la valeur mesurée  $x_a$  et la valeur vraie  $x$ :  $\Delta x = x_a - x$
  - Erreur relative  $\varepsilon_x$  = erreur absolue rapportée à la grandeur réelle  $x$ :

$$\varepsilon_x = \frac{\Delta x}{x} \approx \frac{\Delta x}{x_a}$$

- 
- **Erreur de mesure systématique (écarts de mesure systématiques):**
    - Composante de l'écart de mesure qui reste constante durant plusieurs mesures ou qui varie d'une façon prévisible. Les erreurs de mesure systématiques ont toujours la même valeur lorsque les conditions sont identiques.
    - Ecart entre valeur escomptée et vraie valeur.
  - **Erreur de mesure aléatoire (écart de mesure aléatoire):**
    - composante de l'écart de mesure qui varie de manière imprévisible durant plusieurs mesures.
  - **Ecart-type s:**
    - mesure de la dispersion des valeurs mesurées.
  - **Intervalle de confiance:**
    - fourchette s'étendant de part et d'autre du résultat de mesure, qui contient la valeur escomptée avec une probabilité donnée.
  - **Incertitude de mesure u:**
    - fourchette s'étendant de part et d'autre du résultat de mesure, qui contient la valeur vraie avec une probabilité donnée.
  - **Incertitude relative de mesure  $r_u$ :**
    - incertitude de mesure rapportée à la valeur.
$$r_u = \frac{u}{x_a}$$
  - **Composantes systématiques de l'incertitude de mesure  $u_s$  ( $r_u s$ ):**
    - composantes de l'incertitude de mesure dues à des erreurs systématiques non chiffrables.
  - **Composantes aléatoires de l'incertitude de mesure  $u_z$  ( $r_u z$ ):**
    - composantes de l'incertitude de mesure dues à des erreurs aléatoires non chiffrables. Cette composante est égale à l'intervalle de confiance.
  - **Limites d'erreurs:**
    - valeurs maximales convenues des écarts (positifs et négatifs) de l'affichage (sortie analogique ou digitale) des dispositifs et des appareils de mesure. Elles ne doivent pas non plus être dépassées par des écarts aléatoires (DIN). Les fabricants d'appareils garantissent en général le respect de limites d'erreurs spécifiées.

## 9.2 Détermination de l'incertitude de mesure

La cause de l'incertitude de mesure réside dans la somme des erreurs systématiques et aléatoires non chiffrables. Conséquence de ces deux types d'erreurs, on distingue dans l'incertitude de mesure une composante systématique et une composante aléatoire:

$$u_x = u_s + u_z$$

- $u_x$  = incertitude de mesure de la mesure ponctuelle
- $u_s$  = composante systématique (erreurs systématiques non détectées)
- $u_z$  = composante aléatoire (erreur aléatoire)

S'il n'y a pas de corrélation entre les deux composantes et si la composante systématique comporte plusieurs valeurs (3 ou plus), il est possible de former la somme des carrés des deux composantes:

$$u_x = \sqrt{u_s^2 + u_z^2}$$

### 9.2.1 Composante systématique $u_s$

La détermination de la composante systématique de l'incertitude de **mesure** se fait par analyse de l'ensemble de la méthode de mesure. Celle-ci est décomposée en ses éléments constitutifs (p. ex. les différentes étapes du travail), de manière à ce qu'on puisse déterminer ou estimer l'incertitude systématique de chaque élément, puis calculer la composante systématique de **l'incertitude de mesure de l'ensemble de la méthode utilisée par addition des carrés des différentes valeurs obtenues**:

$$u_s = \pm \sqrt{u_{s1}^2 + u_{s2}^2 + \dots + u_{sn}^2}$$

### 9.2.2 Composante aléatoire $u_z$

Si les valeurs de mesure ou les écarts entre les valeurs de mesure et la valeur vraie sont répartis normalement, la **composante aléatoire de l'incertitude de mesure** (l'intervalle de confiance) peut être calculée de façon simple à partir de l'écart-type. Ce dernier peut être déterminé à partir d'une série de mesures multiples.

#### Calcul de l'écart-type à partir de mesures multiples sur un échantillon

Soient  $n$  mesures effectuées en série du même gaz étalon ou  $n$  mesures simultanées dans l'air évacué.

$$s = + \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad (9.1)$$

$s$  = écart-type

$x_i$  = valeur de la  $i^{\text{ème}}$  mesure

$n$  = nombre de mesures

#### Calcul de l'écart-type à partir de $m$ doubles déterminations

À  $m$  instants où des prélèvements sont effectués, 2 mesures sont réalisées simultanément.

$$s_D = + \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^m (x_{1j} - x_{2j})^2}{2m}} \quad (9.2)$$

$m$  = nombre de déterminations doubles

$x_{1j}, x_{2j}$  = deux valeurs isolées appartenant à l'instant  $j$  auquel des échantillons ont été prélevés

### Ecart-type de valeurs moyennes

Il est plus petit que celui d'une valeur isolée et se calcule par la formule suivante:

$$s_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{n}} \quad (9.3)$$

$N$  = nombre de mesures, dans le cas de doubles déterminations,  $n = 2m$

$S$  = écart-type des valeurs isolées

$s_{\bar{x}}$  = écart-type de la valeur moyenne

### Calcul de la composante aléatoire de l'incertitude de mesure

Le calcul se fait à partir de l'écart-type (dans le cas d'une distribution normale, voir ci-dessus):

$$u_{z,x} = \pm s_x \times t_{f,P}$$

$u_{z,x}$  = composante aléatoire de l'incertitude de mesure d'une valeur isolée

$s_x$  = écart-type (éq. 9.1 ou 9.2) des valeurs de mesure, resp. de leurs écarts par rapport à la valeur vraie

$t_{f,P}$  = facteur  $t$  pour  $f$  degrés de liberté et la certitude statistique  $P$

Par similitude avec (9.3), on obtient pour la composante aléatoire de l'incertitude de mesure de la **valeur moyenne**:

$$u_{z,\bar{x}} = \pm s_{\bar{x}} \times t_{f,P} = \frac{u_{z,x}}{\sqrt{n}}$$

$n$  = nombre de mesures ponctuelles

$s_{\bar{x}}$  = écart-type de la valeur moyenne (éq. 9.3)

Le facteur  $t$  est d'autant plus petit que le nombre de mesures effectuées est grand et que la certitude statistique demandée est petite. S'agissant des mesures d'émission, une certitude statistique de 95 % est usuelle ( $P = 95\%$ ). Le nombre de degrés de liberté  $f$  est égal au nombre des observations indépendantes utilisées pour calculer l'écart-type.

- Ecart-type par mesure multiple sur un échantillon (9.1):  $f = n - 1$
- Ecart-type à partir de doubles déterminations (9.2):  $f = m$

Il résulte, pour l'incertitude de mesure totale de la valeur moyenne (pour l'addition linéaire des deux composantes):

$$u_{\bar{x}} = u_{s,\bar{x}} + u_{z,\bar{x}} = u_{s,\bar{x}} + \frac{u_{z,x}}{\sqrt{n}}$$

La composante systématique de l'incertitude de mesure fait que celle-ci ne diminue pas proportionnellement à  $\sqrt{n}$  dans le cas de mesures multiples.

### 9.3 Propagation des erreurs

Le résultat  $y$  des mesures se calcule à partir des valeurs  $x_1, x_2, \dots, x_n$  mesurées.

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$$

L'erreur qui affecte la valeur calculée  $y$  est déterminée par l'erreur de mesure des valeurs initiales et la façon dont celles-ci sont liées mathématiquement; en d'autres termes, les erreurs de mesure se propagent.

#### 9.3.1 Propagation des erreurs de mesure systématiques

Il est superflu de calculer la propagation d'erreurs systématiques dans lesquelles la valeur et le signe de l'écart sont connus. De telles erreurs devraient être prises en compte par une **correction** adéquate du paramètre mesuré.

Il est toutefois fréquent que des paramètres soient **affectés d'erreurs systématiques minimales** dont on connaît l'amplitude maximale, mais pas le signe (p. ex. limites d'erreurs de gaz de calibrage et d'instruments de mesure). De telles erreurs ne peuvent pas être corrigées mais contribuent à l'incertitude de mesure des résultats. **L'erreur systématique maximale** d'un résultat se calcule de la manière suivante.

Tab. 41 Propagation des erreurs de mesure systématiques

Opération mathématique	Erreur systématique maximale
Addition et soustraction $y = x_1 \pm x_2$	Addition des erreurs absolues $ \delta y  =  \delta x_1  +  \delta x_2 $
Multiplication et division $y = x_1 x_2$ ou $y = \frac{x_1}{x_2}$	Addition des erreurs relatives $\left  \frac{\delta y}{y} \right  = \left  \frac{\delta x_1}{x_1} \right  + \left  \frac{\delta x_2}{x_2} \right $
Exponentiation et racines $y = x^a$ ou $y = \sqrt[a]{x}$	Multiplication des erreurs relatives par l'exposant $\left  \frac{\delta y}{y} \right  = \left  a \times \frac{\delta x}{x} \right $ ou $\left  \frac{\delta y}{y} \right  = \left  \frac{1}{a} \times \frac{\delta x}{x} \right $

Si la composante systématique de l'incertitude de mesure d'un résultat provient de l'action conjuguée d'un grand nombre ( $\geq 3$ ) d'écarts systématiques isolés, elle devrait être calculée par addition quadratique des **erreurs probables**:

$$y = x_1 \pm x_2 \pm \dots \pm x_n \quad |\delta y| = \sqrt{\delta_{x_1}^2 + \delta_{x_2}^2 + \dots + \delta_{x_n}^2}$$

### 9.3.2 Propagation des erreurs de mesure aléatoires

S'agissant des erreurs de mesure aléatoires, l'écart-type de la grandeur dérivée se calcule à partir des écarts-types des grandeurs initiales, au moyen de la loi de propagation des erreurs de Gauss. Lorsque les grandeurs initiales sont stochastiquement indépendantes, celle-ci se formule de la façon suivante:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_n) s_y = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left( \frac{\partial f(x_1, x_2, \dots, x_n)}{\partial x_i} \right)^2 \times s_i^2}$$

La composante aléatoire de l'incertitude de mesure (intervalle de confiance) se calcule à partir de l'écart-type.

Tab. 42 Propagation des erreurs de mesure aléatoires

Opération mathématique	Intervalle de confiance du résultat
Addition et soustraction $y = x_1 \pm x_2$	Addition géométrique des incertitudes de mesure <b>absolues</b> $u_{z,y} = \sqrt{u_{z,x_1}^2 + u_{z,x_2}^2}$
Multiplication et division $y = x_1 \times x_2 y = \frac{x_1}{x_2}$	Addition géométrique des incertitudes de mesure <b>relatives</b> ${}_r u_{z,y} = \sqrt{{}_r u_{z,x_1}^2 + {}_r u_{z,x_2}^2}$
Exponentiation et racines $y = x^a y = \sqrt[a]{x}$	Multiplication des incertitudes de mesure relatives par l'exposant ${}_r u_{z,y} = a \times {}_r u_z, x, {}_r u_{z,y} = \frac{1}{a} \times {}_r u_{z,x}$

### 9.3.3 Propagation des erreurs dans les mesures d'émissions

Lors des mesures d'émission, la propagation des erreurs est importante dans les cas suivants:

#### Exemple 1

#### Incertitude de mesure d'un débit massique de polluant

$$\text{Débit volumique: } {}_r u_{vs} = \sqrt{{}_r u_g^2 + {}_r u_d^2 + {}_r u_t^2 + {}_r u_p^2}$$

*Incertitudes de mesure relatives:*

${}_r u_{vs}$  = débit volumique

${}_r u_g$  = vitesse

${}_r u_d$  = diamètre

${}_r u_t$  = température

${}_r u_p$  = pression dans la cheminée



$$\text{Débit massique: } r u_{ms} = \sqrt{r u_{vs}^2 + r u_c^2}$$

*Incertitudes de mesure relatives:*

$r u_{ms}$  = débit massique

$r u_{vs}$  = débit volumique

$r u_c$  = concentration

## Exemple 2

**Incertitude de mesure d'une méthode off-line avec prélèvement d'échantillons et analyse**

$$r u = \sqrt{r u_{Pn}^2 + r u_{An}^2}$$

*Incertitudes de mesure relatives:*

$r u$  = procédé de mesure global

$r u_{Pn}$  = prélèvement d'échantillon

$r u_{An}$  = analyse

## Exemple 3

**Incertitude de mesure de métaux avec parties liées à des poussières et parties non retenues**

$$C_{tot} = C_{st} + C_{fg}$$

$$u_{tot} = \sqrt{u_{st}^2 + u_{fg}^2} \text{ ou: } r u_{tot} = \frac{1}{C_{tot}} \times \sqrt{r u_{st}^2 \times C_{st}^2 + r u_{fg}^2 \times C_{fg}^2}$$

*Concentrations:*

$C_{tot}$  = totale

$C_{st}$  = partie liée à des poussières

$C_{fg}$  = partie non retenue

*Incertitudes de mesure absolues des concentrations:*

$u_{tot}$  = totale

$u_{st}$  = partie liée à des poussières

$u_{fg}$  = partie non retenue

### Exemple 4

#### Incertitude de mesure d'une concentration de polluants normée à une concentration donnée d'oxygène

Dans un tel résultat de mesure, il faut considérer tant l'erreur de mesure de l'oxygène que celle de la mesure du polluant proprement dit. L'erreur de la mesure de l'oxygène peut fortement dominer, surtout aux concentrations élevées.

$$r_{u_{x,N}} = \sqrt{r_{u_x}^2 + \left(\frac{[O_2]}{21 - [O_2]}\right)^2 \times r_{u_{O_2}}^2} = \sqrt{r_{u_x}^2 + (k)^2 \times r_{u_{O_2}}^2}$$

*Incertitudes de mesure relatives:*

$r_{u_{x,N}}$  = résultat de la mesure normé à la conc. d'oxygène de référence

$r_{u_x}$  = valeur mesurée non normée

$r_{u_{O_2}}$  = valeur de la mesure de la concentration d'oxygène

$O_2$  = concentration d'oxygène sec [%-vol.]

$$k = \frac{[O_2]}{21 - [O_2]}$$

Tab. 43 Tableau des valeurs k pour quelques concentrations d'oxygène

O <sub>2</sub> [% vol]	1	3	5	7	9	11	13	15	17	19	20
Valeur k	0,1	0,2	0,3	0,5	0,8	1,1	1,6	2,5	4,2	9,5	20

## 9.4 Incertitude de mesure inhérente à certaines méthodes

L'incertitude de mesure permet de caractériser non seulement la fiabilité des **valeurs de mesure**, mais encore celle des **méthodes** utilisées. L'incertitude inhérente à une méthode de mesure est égale à l'incertitude de mesure obtenue dans des conditions données pour les différentes valeurs. L'incertitude de mesure ne peut être utilisée comme paramètre caractéristique d'une méthode que s'il règne, lors de la mesure concrète, des conditions comparables à celles qui régnaient lors de la validation de la méthode au cours de laquelle ladite incertitude de mesure a été déterminée. Lorsqu'on indique une incertitude de mesure spécifique à une méthode (p. ex. dans des rapports), il faut prendre en compte le fait que celle-ci est fonction de l'amplitude de la valeur mesurée.

**Exemple:** mesure d'émission de poussières avec l'appareil à tête filtrante (douille filtrante bourrée d'ouate de quartz et filtre plan, montés en série)

	Domaine	Incertitude de mesure
Moyennes horaires	≤ 5 mg/m <sup>3</sup>	± 1 mg/m <sup>3</sup>
	> 5 mg/m <sup>3</sup>	± 15 %

**Tab. 44 Tableau des facteurs t***Probabilité d'erreur  $\alpha$  pour une distribution binomiale.*

DL \ $\alpha$	0,10	0,05	0,02	0,01	0,002
1	6,314	12,706	31,821	63,657	318,309
2	2,920	4,303	6,965	9,925	22,327
3	2,353	3,182	4,541	5,841	10,214
4	2,132	2,776	3,747	4,604	7,173
5	2,015	2,571	3,365	4,032	5,893
6	1,943	2,447	3,143	3,707	5,208
7	1,895	2,365	2,998	3,499	4,785
8	1,860	2,306	2,896	3,355	4,501
9	1,833	2,262	2,821	3,250	4,297
10	1,812	2,228	2,764	3,169	4,144
11	1,796	2,201	2,718	3,106	4,025
12	1,782	2,179	2,681	3,055	3,920
13	1,771	2,160	2,650	3,012	3,852
14	1,761	2,145	2,624	2,977	3,787
15	1,753	2,131	2,602	2,947	3,733
16	1,746	2,120	2,583	2,921	3,686
17	1,740	2,110	2,567	2,898	3,646
18	1,734	2,101	2,552	2,878	3,610
19	1,729	2,093	2,539	2,861	3,579
20	1,725	2,086	2,528	2,845	3,552
40	1,684	2,021	2,423	2,704	3,307
60	1,671	2,000	2,390	2,660	3,232
80	1,664	1,990	2,374	2,639	3,195
100	1,660	1,984	2,364	2,626	3,174
1000	1,646	1,962	2,330	2,581	3,098
$\infty$	1,645	1,960	2,326	2,576	3,090

DL = degrés de liberté;  $\alpha$  = probabilité d'erreur pour une distribution binomiale. A une certitude P de, par exemple, 0,95 (= 95 %) correspond une probabilité d'erreur  $\alpha$  de 0,05 (= 5 %) (tiré de Sachs 1984).

## Bibliographie

- [77] DIN; Internationales Wörterbuch der Metrologie – International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology; Beuth Verlag GmbH (1984).
- [78] DIN-Norm 55350; Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik; Teil 13: Begriffe zur Genauigkeit von Ermittlungsverfahren und Ermittlungsergebnissen (1987).
- [79] DIN-Norm 1319; Grundbegriffe der Messtechnik; *Teil 1*: Allgemeine Grundbegriffe (1985). *Teil 2*: Begriffe für die Anwendung von Messgeräten (1980). *Teil 3*: Begriffe für die Messunsicherheit und für die Beurteilung von Messgeräten und Messeinrichtungen (1983).
- [80] DIN/ISO 6879; Verfahrenskenngrößen und verwandte Begriffe für Messverfahren zur Messung der Luftbeschaffenheit (1984).

- 
- [81] DIN/ISO 5725; Ermittlung der Wiederholund Vergleichpräzision von festgelegten Messverfahren durch Ringversuche (1988).
- [82] Directive VDI 2449 feuille 2; Grundlagen zur Kennzeichnung vollständiger Messverfahren; Begriffsbestimmungen (1987).

# 10 Assurance qualité

Le but de l'assurance qualité (AQ) est de garantir que les résultats des mesures aient la qualité voulue. Dans un système d'AQ, l'accent ne doit pas être mis sur la détection des erreurs, mais sur leur prévention.

- **Dispositions à prendre au niveau des méthodes de mesure**
  - utilisation d'équipements de mesure (ou de procédés de mesure) qui, compte tenu de leurs caractéristiques (erreur systématique, incertitude de mesure, seuil de quantification, etc.), sont à même, a priori, de répondre aux exigences posées;
  - contrôle et vérification des normes (gaz étalon, valeurs de référence);
  - standardisation de méthodes de mesure et de calibrage, ainsi que de matériaux de référence
- **Dispositions touchant l'application des méthodes de mesure**
  - organisation du travail
  - assurance de la qualification du personnel
  - participation à des essais comparatifs

**Tab. 45 Objectifs de qualité**

*Dans les mesures d'émission, les objectifs de qualité suivants revêtent une importance particulière.*

Objectif	Méthode de mesure
Justesse (erreur systématique)	Mesure en parallèle faisant intervenir des méthodes de mesure indépendantes
Précision (erreur aléatoire)	Mesure en parallèle avec la même méthode de mesure

L'assurance qualité est particulièrement complexe dans le domaine des systèmes automatiques de mesure, qui, par rapport aux méthodes manuelles, impliquent de déterminer toute une série de paramètres opérationnels supplémentaires. La norme EN 9169<sup>[83]</sup> définit ces paramètres et décrit comment les déterminer. La norme EN 14818<sup>[84]</sup> définit les principes de l'assurance qualité des systèmes automatiques de mesure des émissions.

## 10.1 Principes

### 10.1.1 Norme européenne (EN ISO 17025)

La norme européenne EN ISO 17025<sup>[85]</sup> décrit les critères qui président à l'exploitation d'un laboratoire d'essai. Cette dénomination réunit notamment les institutions qui effectuent des mesures d'émission. Le but de cette norme est de renforcer la confiance envers les laboratoires d'essais qui fonctionnent selon ses critères. Le présent chapitre se borne à aborder quelques aspects importants de cette norme, qui touchent les mesures d'émission (en particulier la compétence technique). La norme CEN/TS 15675<sup>[86]</sup> contient des indications détaillées sur l'application de la norme EN ISO 17025 à la mesure des émissions.

---

Il s'agit, pour l'essentiel de dispositions devant garantir la représentativité, la justesse, la précision et l'intégralité des résultats de mesure. Le système d'assurance qualité inclut cependant aussi la gestion et l'organisation de l'exploitation. A cet égard, les points suivants jouent un rôle prépondérant.

- Impartialité, indépendance et intégrité
- Aspects juridiques
  - identification
  - collaboration avec le mandant et les sous-traitants
- Compétence technique
  - administration et organisation
  - personnel
  - locaux et équipements
  - mode de travail

#### **10.1.2 Impartialité, indépendance et intégrité**

L'une des exigences fondamentales que pose la norme EN ISO 17025 à un laboratoire d'essai est l'impartialité, l'indépendance et l'intégrité. Cela signifie que le laboratoire et son personnel doivent être à l'abri de toute influence commerciale, financière ou autre, susceptible de perturber leur jugement technique.

#### **10.1.3 Aspects juridiques**

- Identification juridique
  - Elle comprend les indications portant sur la forme juridique du laboratoire d'essai et la preuve de son existence (inscription au registre du commerce).
- Collaboration avec le mandant
  - L'accomplissement du mandat doit pouvoir être supervisé par le mandant, lequel doit avoir le droit d'assister au contrôle. Les méthodes d'essai doivent être publiées.
- Mandats en sous-traitance
  - Si des parties d'essais sont adjudgées en sous-traitance, les laboratoires qui les accomplissent sont soumis aux mêmes exigences.

#### **10.1.4 Administration et organisation**

Un système d'assurance qualité doit garantir la mise en place et le maintien de l'assurance qualité. La stratégie, les responsabilités et les limites de celles-ci ainsi que l'organisation des flux d'informations y sont définies, de même qu'une procédure de traitement des plaintes.

---

## 10.2 Compétence technique

### 10.2.1 Qualification des collaborateurs

La norme EN ISO 17025 prescrit que le laboratoire doit posséder les compétences nécessaires pour accomplir les essais dont il est chargé. Cela suppose évidemment qu'il dispose de personnel en suffisance. Ce dernier devra posséder la formation, l'instruction et l'expérience nécessaires ainsi que les connaissances techniques indispensables. Il maîtrisera les procédés de mesure à appliquer. Cela requiert une formation adéquate des collaborateurs, la parfaite organisation de leur mise au courant ainsi que l'existence d'une formation permanente.

### 10.2.2 Locaux et équipement

En vertu de la norme EN ISO 17025, les locaux et l'équipement doivent permettre l'accomplissement des essais dans les règles de l'art. S'agissant d'essais se déroulant à l'extérieur du laboratoire, par exemple sur une installation, ces exigences s'appliquent également à l'organisation du point de mesure.

### 10.2.3 Exploitation des instruments de mesure

Selon la norme EN ISO 17025, tous les instruments de mesure doivent être calibrés. Pour les composantes en phase gazeuse, par exemple, la concentration du gaz étalon doit se situer dans la plage des valeurs mesurées (valeurs limites ou de garantie). Pour ce qui est des mesures d'émission, dans lesquelles les instruments sont exposés à des conditions ambiantes très variables, il faut effectuer de fréquents calibrages :

- On effectuera en général un calibrage le matin, à midi et le soir sur des appareils correctement préchauffés et ayant une faible dérive.
- Si le signal dérive sensiblement pendant les mesures, on effectuera un calibrage avant et après chaque mesure (en général avec chaque valeur horaire).
- La dérive des indications des gaz de mise à zéro et de contrôle doit être prise en compte par interpolation.

### Contrôle des instruments et des procédés de mesure

Lorsqu'il s'agit d'instruments et de procédés de mesure déjà connus ainsi que de champs d'application éprouvés, on peut, en général, se limiter au contrôle périodique des caractéristiques suivantes.

- Sensibilité (pente) et linéarité de la fonction de calibrage et d'analyse
- Seuil de quantification
- Stabilité du signal de sortie
- Fonction de certaines composantes des instruments ou des procédés (p. ex. taux de conversion des convertisseurs NO, analyse de matériaux de référence)

Dans le cas des instruments de mesure pour lesquels on ne possède pas encore d'expérience concrète, il importe de vérifier d'autres caractéristiques telles que, par exemple, les interférences, le taux de redondance, etc.

---

#### 10.2.4 Manutention des gaz étalon

En présence de gaz et de mélanges de gaz corrosifs, on utilisera des vannes en matières inertes (p. ex. vannes à membranes métalliques). Les conduites de gaz étalon doivent être adaptées aux composants qu'il s'agit de mesurer.

#### Contrôle des standards (gaz étalon)

Etant donné que les erreurs commises au calibrage entraînent des écarts systématiques, la justesse des gaz étalon est une condition préliminaire essentielle pour la qualité des résultats des mesures. Par conséquent, il faut vérifier la justesse de ces gaz et leur aptitude au stockage.

- Tests simples
  - comparaison de tout nouveau gaz étalon acheté avec le gaz précédemment utilisé
  - comparaisons avec les gaz étalon utilisés par d'autres instituts
  - comparaison entre les gaz étalon de différents fabricants
- Examen analytique des gaz étalon au moyen de méthodes de mesure indépendantes
  - analyses chimiques par voie humide (p. ex. SO<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub>)
  - dilution statique ou dynamique des gaz purs avec de l'azote ou de l'air (p. ex. NO, CO, CO<sub>2</sub>, C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>)

L'incertitude de mesure des procédés analytiques étant généralement plus grande que les limites d'erreur du gaz étalon garanties par le fabricant, l'examen analytique n'est souvent qu'une vérification destinée à déterminer si aucune erreur n'a été commise dans la fabrication du gaz étalon.

#### Programme de calibrage

Le programme de calibrage des instruments de mesure utilisés doit être conçu et accompli selon la norme EN ISO 17025 de telle sorte que les mesures soient rapportées à la normale de mesure nationale ou internationale si cela est judicieux. Les exigences de qualité valent aussi pour les grandeurs physiques comme, par exemple, les mesures de température, de pression et, tout particulièrement, pour la détermination du volume partiel dans le cas du prélèvement d'échantillons enrichis par extraction.

#### Gestion des gaz étalon

Elle doit être bien structurée et tenir compte de la durée de conservation et des délais de livraison des gaz étalon. Il y a lieu de vérifier périodiquement la validité de la garantie de stockage.

#### 10.2.5 Instructions de travail et organisation du travail

##### Instructions relatives aux travaux standard

Toutes les opérations et les phases de travail doivent être consignées par écrit conformément à la norme EN ISO 17025. Ces instructions (p. ex. directives de laboratoire) portant sur l'utilisation des équipements d'essai ainsi que sur la préparation des stands d'essai permettent d'uniformiser la réalisation des investigations. Pour de nombreuses mesures de polluants, il est possible de se référer à des procédés de mesure validés (p. ex. directives CEN). Si l'on s'écarte de ceux-ci, il y a lieu de procéder à des vérifications. Les écarts seront justifiés et consignés par écrit.



---

### **Journaux de consignation des instruments**

Conformément à la norme EN ISO 17025, il y a lieu d'enregistrer tous les principaux équipements d'essai et de mesure (p. ex. dans des journaux de consignation). Ceux-ci mentionneront toutes les opérations entreprises avec ou sur un instrument de mesure (mesures, travaux d'entretien, réparations, modifications, calibrages périodiques à des fins de contrôle, etc.). Cela permet d'établir un lien entre les valeurs de mesure et l'état technique de l'équipement.

### **Procès-verbal de travail**

Selon la norme EN ISO 17025, tous les enregistrements effectués durant la mesure, toutes les données et observations saisies doivent être conservés pendant une durée convenable. Les enregistrements des calibrages effectués en font également partie.

La tenue de procès-verbaux spécifiques aux travaux à accomplir facilite l'enregistrement des données et garantit leur intégralité. Le procès-verbal de travail constitue le fil rouge de la mesure dans son entier. Y sont consignés tous les documents existants, feuilles de données et dossiers relatifs à la mesure. Par ailleurs, on y inscrit les résultats déterminants pendant toute la mesure, de sa conception à l'élaboration du rapport final, sous forme d'un journal (qui a fait quoi, quand, et où peut-on trouver d'autres renseignements?). Ces documents doivent permettre de suivre le déroulement d'une mesure, voire de la répéter.

#### **10.2.6 Contrôle de plausibilité des données brutes**

Un tel contrôle doit être effectué pour toute mesure. Il s'agit, en l'occurrence, des questions suivantes:

- Les valeurs de mesure sont-elles complètes?
- Les valeurs de mesure se situent-elles dans des limites plausibles?
- Le profil des valeurs de mesure en fonction du temps est-il plausible?
- La courbe de valeurs de mesure interdépendantes correspond-elle aux prévisions?

Ce contrôle permet de détecter les valeurs de mesure peu vraisemblables. Mais seule une vérification poussée de l'équipement de mesure permettra de déterminer si ces valeurs sont réellement fausses.

### **10.3 Accréditation en Suisse**

En Suisse, les laboratoires d'essai peuvent demander leur accréditation selon la norme EN ISO 17025. Cette accréditation repose sur l'ordonnance sur le système suisse d'accréditation<sup>[87]</sup>. Suivant sa forme, l'accréditation atteste que l'organe qui en bénéficie est apte à effectuer des vérifications, des calibrages, des essais, des contrôles ou à délivrer des certificats répondant aux exigences internationales. Le Service suisse d'accréditation est géré par l'Office fédéral de métrologie et d'accréditation (METAS). La volonté de réaliser des mesures de haute qualité requiert nécessairement l'existence d'un système d'assurance qualité, mais celui-ci ne doit pas nécessairement déboucher sur une accréditation.

---

## Champ d'application de l'accréditation

Il englobe toutes les activités d'un service de mesure pour lesquelles celui-ci est accrédité. Le Service suisse d'accréditation distingue trois types d'accréditation suivant les champs d'application.

- *Type A*: Application de méthodes d'essai définies
- *Type B*: Réalisation de types d'essais définis
- *Type C*: Réalisation d'essais dans un champ d'application technique bien défini

## Déroulement

Il est possible de requérir une accréditation auprès du METAS après ou pendant la mise en place du système d'assurance qualité et sa mise en pratique dans les travaux et opérations quotidiens. Les modalités sont décrites en détail dans une brochure explicative. Voici les principales étapes.

- Requête
- Entretien d'information
- Désignation de l'expert
- Entretien préliminaire
- Analyse des dossiers, du laboratoire, des instruments et du personnel
- Rapport d'expertise
- Evaluation par la commission fédérale d'accréditation
- Requête de la commission fédérale d'accréditation au directeur de du METAS
- Décision du directeur du METAS
- Documentation (p. ex. certificat d'accréditation)
- Surveillance du service de mesure accrédité (contrôles périodiques)

## Bibliographie

- [83] EN 9169; Qualité de l'air – Définition et détermination de caractéristiques de performance d'un système automatique de mesurage (juillet 2006).
- [84] EN 14181; Emissionen aus stationären Quellen – Qualitätssicherung für automatische Messeinrichtungen (Projet, novembre 2012).
- [85] EN ISO 17025; Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais (septembre 2005).
- [86] CEN/TS 15675; Qualité de l'air – Mesures des émissions de source fixes – Application de l'EN ISO/CEI 17025: 2005 à des mesurages périodiques (mars 2008).
- [87] Ordonnance du 17 juin 1996 sur le système suisse d'accréditation et la désignation de laboratoires d'essais et d'organismes d'évaluation de la conformité, d'enregistrement et d'homologation (Ordonnance sur l'accréditation et la désignation, OAccD).

---

# 11 Appréciation des mesures d'émission

## 11.1 Bases d'appréciation

Les commentaires exposés dans le présent chapitre montrent comment il y a lieu d'apprécier les résultats d'une mesure d'émission du point de vue des limitations inscrites dans l'ordonnance sur la protection de l'air (OPair).

Pour pouvoir apprécier les émissions produites par une installation, il faut connaître ou avoir défini un certain nombre de faits:

- la mesure a-t-elle été effectuée au moment opportun, c.-à-d. au régime d'exploitation déterminant pour l'évaluation?
- les intervalles de temps sur lesquels calculer les moyennes déterminantes pour l'appréciation ont-ils été définis (p. ex. moyenne horaire, ou semi-horaire)?
- l'incertitude de mesure inhérente à la méthode employée et aux valeurs mesurées est-elle connue?

## 11.2 Régime d'exploitation déterminant

Les limitations des émissions inscrites dans l'OPair s'appliquent en principe à tous les régimes d'exploitation usuels d'une installation. Des dérogations sont possibles lors de la mise en marche et de l'arrêt de l'installation (art. 15, al. 5, OPair). Les limitations ne s'appliquent pas aux dérangements.

Lors des mesures de réception et de contrôle, il n'est généralement pas possible, pour des questions de temps, de passer en revue tous les régimes d'exploitation possibles d'une installation. On peut donc limiter les investigations aux régimes qui génèrent les émissions les plus importantes. Ceux-ci seront donc considérés comme les régimes d'exploitation déterminants pour l'appréciation de l'installation.

## 11.3 Calcul de la moyenne

### 11.3.1 Bases légales

En vertu de l'art. 15 OPair, les valeurs limites d'émission sont généralement considérées comme respectées lorsque les valeurs moyennes, pondérées sur une période d'une heure, ne dépassent pas les valeurs limites.

Pour calculer la moyenne, il faut effectuer les mesures durant un régime d'exploitation déterminant pour l'appréciation de l'installation, par exemple, lors du fonctionnement à plein régime ou durant un cycle d'exploitation.

---

Selon l'art. 15, al. 2, OPair, l'autorité peut fixer d'autres unités de temps appropriées pour calculer les moyennes lorsque la situation le justifie.

Pour quelques installations, énumérées aux annexes 2 et 3 de l'OPair, les unités de temps servant à calculer les moyennes sont fixées différemment de ce que prévoit l'art. 15 de l'ordonnance. Cela vaut pour:

- les installations pour la production de chlore (annexe 2, ch. 232)
- les usines d'aluminium (annexe 2, ch. 432)
- les installations d'incinération des déchets (annexe 2, ch. 713)
- les installations pour l'incinération de lessive de sulfite (annexe 2, ch. 732)
- les systèmes de ramonage automatique de grandes installations de combustion (annexe 3, ch. 23)
- les installations de combustion alimentées au bois (annexe 3, ch. 524)

### 11.3.2 Procédé

Si la mesure est effectuée pendant 60 minutes sans interruption, la concentration moyenne obtenue pendant ce laps de temps est la moyenne horaire.

La moyenne des valeurs ponctuelles mesurées pendant une durée de prélèvement de 50 à 70 minutes est également considérée en général comme la moyenne horaire.

#### Méthodes de mesure en continu

Lors de mesures d'émission effectuées à l'aide d'instruments à affichage continu, il y a lieu, dans le cas de procédés qui durent plus d'une heure et pour lesquels il s'agit d'obtenir la moyenne horaire, de calculer la moyenne horaire mobile. Dans ce cas, l'intervalle de temps sur laquelle a été calculé la moyenne est à spécifier dans le rapport.

#### Echantillon enrichi

Pour les échantillons enrichis, la durée de prélèvement d'une seule mesure est en principe de 60 minutes (= valeur sur 60 minutes).

Lorsque la situation l'exige et lorsque le profil général des émissions est connu, il est possible de calculer la moyenne horaire à partir de valeurs ponctuelles mesurées sur des durées de prélèvement plus courtes. Le profil des émissions doit être suffisamment bien connu pour que ces valeurs ponctuelles soient représentatives. A partir de mesures ponctuelles consécutives correspondant au total à une durée d'au moins 50 minutes et d'au plus 70 minutes, il est également possible, dans ces conditions, de calculer une moyenne horaire.

Il est indispensable de calculer la moyenne sur des intervalles plus courts lorsque, par exemple, des impératifs de production ne permettent pas de maintenir l'installation au régime intéressant (p. ex. au plein régime) pendant une heure entière.

#### Emissions constantes

Lorsque les émissions générées par un procédé sont connues et très constantes, on peut, dans des cas bien définis, les évaluer sur la base de mesures effectuées pendant moins de 60 minutes.

---

### Valeurs de mesure inférieures à le seuil de quantification

Si des mesures ponctuelles donnent des résultats inférieurs au seuil de quantification, on remplacera ces derniers par une valeur égale à la moitié du seuil de quantification lors du calcul de la moyenne.

## 11.4 Appréciation des résultats de mesure

Pour apprécier les résultats d'une mesure, il faut connaître l'incertitude inhérente à celle-ci (voir chap. 9). Les principes suivants s'appliquent à la comparaison avec les limites d'émission (limites de débit massique et limites de concentration).

Lors de la mesure de différents polluants, on considère séparément la valeur maximale de chacun d'eux.

**Cas 1** aucune moyenne mesurée, y compris l'incertitude de mesure, ne dépasse la valeur limite.

$$(x + u) \leq \text{VLE} \quad \text{la valeur limite est respectée.}$$

**Cas 2** une ou plusieurs moyennes dépassent la valeur limite après déduction de l'incertitude de mesure.

$$(x - u) > \text{VLE} \quad \text{la valeur limite est dépassée.}$$

**Cas 3** une ou plusieurs moyennes se situent aux alentours de la valeur limite compte tenu de l'incertitude de mesure.

$$(x - u) \leq \text{VLE} \text{ et } (x + u) > \text{VLE} \quad \text{et la valeur mesurée se situe aux alentours de la valeur limite.}$$

dans ces formules:  $x$  = valeur moyenne maximale mesurée;  $u$  = incertitude de mesure; VLE = valeur limite d'émission

- Remarque à propos du 3e cas
  - En général, l'installation ne doit pas prêter à réclamation. (L'incertitude de mesure profite à l'exploitant de l'installation.)

---

## 11.5 Exemples

Nous allons voir, maintenant, à l'aide d'exemples, comment réaliser et évaluer une mesure d'émission dans des cas de figure donnés. Les exemples ont été subdivisés en trois groupes sur la base des caractéristiques d'émission. Il y a lieu de considérer plusieurs régimes d'exploitation suivant les installations.

- Installations à débit volumique continu et à concentrations constantes de polluant
  - installation de combustion à huile (exemple 1)
  - installation de combustion à huile lourde (exemple 2)
  - installation de sablage équipée d'un laveur (exemple 3)
  - installation d'incinération des ordures (exemple 4)
- Installations à débit volumique continu et à concentrations très variables de polluants
  - installation pour l'application de revêtements équipée d'un filtre à charbon actif (exemple 5)
  - installation de torréfaction de café avec postcombustion catalytique (exemple 6)
  - usine de zingage à chaud avec filtre en tissu (exemple 7)
- Installations à débit volumique périodiquement interrompu

### Remarques

- Les concentrations données dans les exemples ci-après se rapportent déjà à l'effluent **gazeux sec aux conditions normales** (0 °C et 1013 mbar).
- Les installations et les méthodes de mesure décrites dans les exemples ci-après ne servent qu'à illustrer la démarche suivie et n'ont aucun caractère contraignant dans l'optique des méthodes de mesure choisies.
- Le traitement des données brutes et l'incertitude de mesure sont également traités aux chapitres 8 et 9.
- Le chapitre 13 présente quelques exemples de mesures effectuées sur des installations de combustion à bois.

### 11.5.1 Installation de combustion à huile (exemple 1)

#### Installation

- Description
  - installation de combustion à huile à plusieurs allures avec recirculation externe de l'effluent gazeux
  - puissance calorifique 1,5 MW
  - température de la chaudière 60 °C à 90 °C
- Polluants significatifs et valeurs limites (OPair; annexe 3, ch. 41)
- La concentration d'oxygène de référence est de 3 % vol.
  - concentration d'oxydes d'azote 120 mg/m<sup>3</sup>
  - concentration de monoxyde de carbone 80 mg/m<sup>3</sup>

#### Régimes d'exploitation déterminants

Sont déterminants les régimes d'exploitation générant les émissions maximales. Dans le cas présent, les émissions d'oxydes d'azote et de monoxyde carbone atteignent un maximum peu après la mise en marche, mais cela est dû à l'entrée en fonction de la régulation de la recirculation de l'effluent gazeux; ce phénomène fait donc partie de la phase initiale.

#### Méthode de mesure

Tant la concentration des polluants gazeux que celle de l'oxygène sont mesurées en continu et pondérées électroniquement sur l'intervalle de temps considéré.

- concentration d'oxygène:
  - mesure en continu par paramagnétisme
- concentration des oxydes d'azote:
  - mesure en continu par la méthode de chimiluminescence (directive VDI 2456)
- concentration de l'azote organique lié dans l'huile
  - par chimiluminescence (ASTM D 4629)
- concentration du monoxyde de carbone:
  - mesure en continu par absorption infrarouge non dispersive (directive VDI 2459)

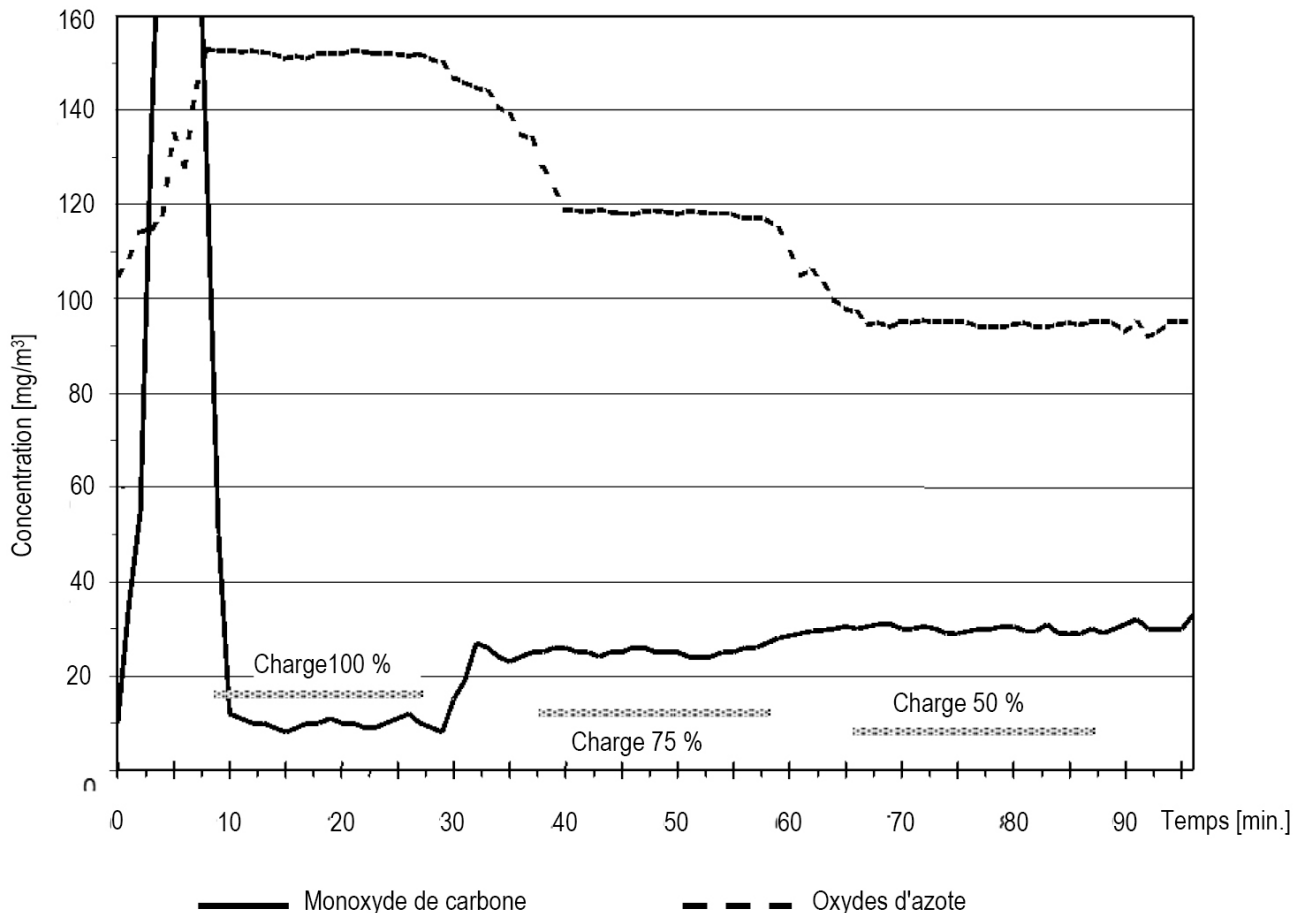
#### Résultats de mesure

Tab. 46 Résultats de mesure

La concentration de l'azote organique lié est de 210 mg/kg d'huile.

Régime	Oxydes d'azote NO <sub>2</sub>	monoxyde de carbone	Oxygène
100 %	152 mg/m <sup>3</sup>	10 mg/m <sup>3</sup>	3,3 %-vol
75 %	118 mg/m <sup>3</sup>	25 mg/m <sup>3</sup>	3,8 %-vol
50 %	95 mg/m <sup>3</sup>	30 mg/m <sup>3</sup>	4,3 %-vol

Fig. 19 Profil des concentrations de monoxyde de carbone et d'oxydes d'azote émises



### Traitement des données brutes

Lorsque des contraintes opérationnelles interdisent de prolonger la mesure, il faut pondérer les valeurs de mesure dès que l'installation fonctionne à régime constant. Les temps de pondération inférieurs à 5 minutes sont possibles dans le cas d'installations tournant à régime très constant, mais il est nécessaire de les justifier dans le rapport. Si l'installation ne tourne pas à régime constant, il faut prolonger les temps de pondération ou répéter la mesure jusqu'à ce que les résultats soient suffisamment cohérents.

Dans l'installation considérée ici, la valeur maximale des émissions de NO<sub>x</sub> mesurée pendant 20 minutes, 152 mg/m<sup>3</sup>, est aussi égale à la moyenne horaire de 152 mg/m<sup>3</sup> (sans correction de l'oxygène), il n'est pas nécessaire d'effectuer d'autres mesures. Pour la comparaison avec la valeur limite, on admet que la valeur pondérée sur 20 minutes à plein régime est égale à la moyenne horaire.

On procède de la même façon pour calculer les émissions maximales de monoxyde de carbone.



Calcul des moyennes déterminantes pour l'évaluation, rapportées à une concentration d'oxygène de 3 % vol (teneur en oxygène de référence pour les installations de combustion à huile selon l'OPair):

Régime 100 %

$$NO_2 = 152 \text{ mg/m}^3 \times \frac{21,0 - 3,0}{21,0 - 3,3} = 155 \text{ mg/m}^3$$

Régime 50 %

$$CO = 30 \text{ mg/m}^3 \times \frac{21,0 - 3,0}{21,0 - 4,3} = 32 \text{ mg/m}^3$$

- Correction de la concentration d'oxydes d'azote en fonction de la proportion contenue dans le combustible
  - Teneur en azote de l'huile: 210 mg/kg huile
  - Concentration de référence: 140 mg/kg huile
  - Concentration dans l'effluent gazeux: 155 mg/m<sup>3</sup> moins la correction due à la concentration d'azote dans l'huile

$$155 \text{ mg/m}^3 - \left( 210 \frac{\text{mg}}{\text{kg Öl}} - 140 \frac{\text{mg}}{\text{kg Öl}} \right) \times 0,2 \frac{\text{mg/m}^3}{\frac{\text{mg}}{\text{kg Öl}}} = 141 \text{ mg/m}^3$$

- Incertitude de mesure
  - oxydes d'azote: env. ± 10 % relatif (selon directive VDI 2456)
  - azote organique lié dans l'huile: env. ± 8 % (relatif, selon ASTM D 4629)
  - monoxyde de carbone: env. ± 10 % relatif (selon directive VDI 2459)
  - oxygène: ± 0,2 %-vol absolu (selon indications du fournisseur pour cette plage de concentration); correspond à 5 % relatif avec k (3 % O<sub>2</sub>) = 0,2
- Incertitude de mesure de la valeur mesurée (concentration de monoxyde de carbone) rapportée à 3 % O<sub>2</sub>:

$$u_{rel} = \sqrt{(10 \%)^2 + (0,2 \times 5 \%)^2} \approx \pm 10 \%$$

- Incertitude de mesure de la valeur mesurée (concentration des oxydes d'azote) rapportée à 3 % O<sub>2</sub> et corrigée en fonction de la teneur de l'huile en azote:

$$u_{rel} = \sqrt{(10 \%)^2 + (0,2 \times 8 \%)^2 + (0,2 \times 5 \%)^2} \approx \pm 10 \%$$

---

### Appréciation

- Appréciation des émissions d'oxydes d'azote
  - *Résultat de mesure à plein régime*:  $141 \text{ mg/m}^3 \pm 10\%$  (127 – 155  $\text{mg/m}^3$ )
  - *Valeur limite de l'OPair pour les NO<sub>x</sub>*: 120  $\text{mg/m}^3$ .
- **L'installation NE répond PAS aux exigences de l'OPair concernant les oxydes d'azote**
  
- Appréciation des émissions de monoxyde de carbone
  - *Résultat de mesure à 50 %*:  $32 \text{ mg/m}^3 \pm 10\%$  (29 – 35  $\text{mg/m}^3$ )
  - *Valeur limite de l'OPair pour le CO*: 80  $\text{mg/m}^3$ .
- **L'installation répond aux exigences de l'OPair concernant le monoxyde de carbone**

## 11.5.2 Installation de combustion à huile lourde (exemple 2)

### Installation

- Description
  - installation de combustion à huile lourde équipée de brûleur modulé (15 MW)
  - alimentation en combustible en fonction du régime (huile de chauffage S, qualité A)
- Polluants significatifs et valeurs limites (OPair; annexe 3, ch. 42)
- La concentration d'oxygène de référence est de 3 % vol
  - concentration de poussières: 80 mg/m<sup>3</sup>
  - concentration de monoxyde de carbone: 170 mg/m<sup>3</sup>
  - concentration d'oxydes d'azote: 450 mg/m<sup>3</sup>

### Régime d'exploitation déterminant

Les émissions de poussières peuvent être maximales tant à haut régime qu'à bas régime, suivant l'installation. C'est pourquoi, dans le présent exemple, les mesures de poussières sont effectuées dans les deux plages de fonctionnement.

### Méthode de mesure

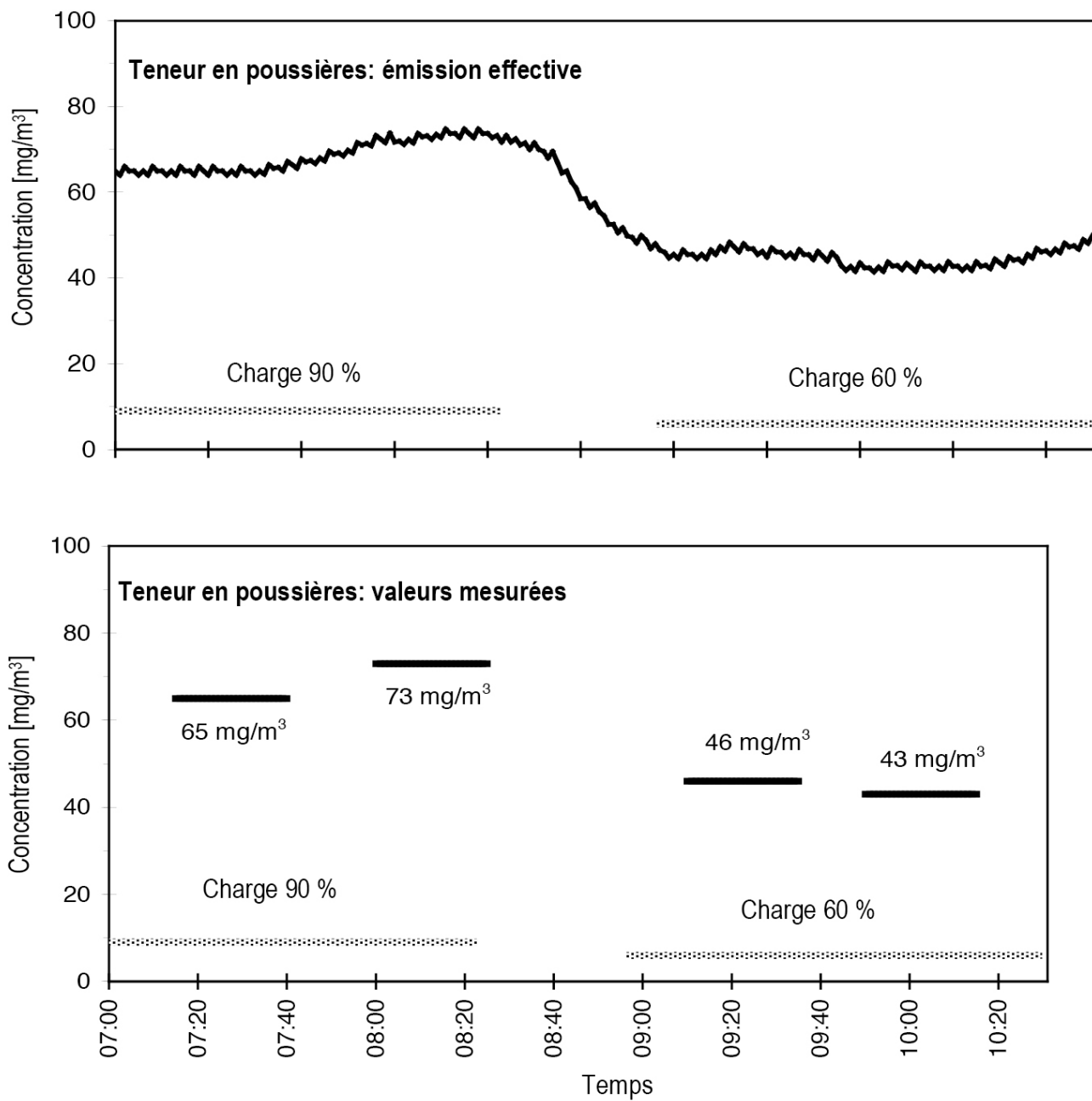
- *concentration d'oxygène:*
  - mesure en continu par paramagnétisme
- *concentration des poussières:*
  - échantillon enrichi selon chapitre 4 (pour chaque régime sont prélevés 2 échantillons pendant 25 minutes)
- *concentration des oxydes d'azote:*
  - mesure en continu par la méthode de chimiluminescence (directive VDI 2456)
- *concentration du monoxyde de carbone:*
  - mesure en continu par absorption infrarouge non dispersive (directive VDI 2459)

### Résultats de mesure

Tab. 47 Résultats de mesure

Heure	Régime	Durée de la mesure	Conc. des poussières	Conc. de l'oxygène
07:15 – 07:40	90 %	25 Min.	65 mg/m <sup>3</sup>	3,1 %-vol
08:00 – 08:25	90 %	25 Min.	73 mg/m <sup>3</sup>	3,0 %-vol
09:10 – 09:35	60 %	25 Min.	46 mg/m <sup>3</sup>	4,5 %-vol
09:50 – 10:15	60 %	25 Min.	43 mg/m <sup>3</sup>	4,7 %-vol

Fig. 20 Profil de la concentration de poussières émises



## Traitement des données brutes

**Tab. 48 Traitement des données brutes**

La concentration d'oxygène de référence est de 3 % vol.

Heure	Concentration poussières	Concentration oxygène	Conc. poussières avec 3 % O <sub>2</sub>
07:15 – 07:40	65 mg/m <sup>3</sup>	3,1 %-vol	65 mg/m <sup>3</sup>
08:00 – 08:25	73 mg/m <sup>3</sup>	3,0 %-vol	73 mg/m <sup>3</sup>
09:10 – 09:35	46 mg/m <sup>3</sup>	4,5 %-vol	50 mg/m <sup>3</sup>
09:50 – 10:15	43 mg/m <sup>3</sup>	4,7 %-vol	47 mg/m <sup>3</sup>

Dans cet exemple, ce sont les valeurs de mesure obtenues à haut régime (90 %) qui sont déterminantes pour la comparaison avec la valeur limite d'émission.

Calcul de la moyenne :

$$\bar{x}_{max} = \frac{(65 \text{ mg/m}^3 + 73 \text{ mg/m}^3)}{2} = 69 \text{ mg/m}^3$$

La moyenne  $\bar{x}_{max} = 69 \text{ mg/m}^3$  est la moyenne horaire maximale (la durée totale de prélèvement des échantillons est de 50 minutes).

- Incertitude de mesure
  - Mesure des poussières:  $\pm 15 \%$  relatif
  - Oxygène:  $\pm 5 \%$  relatif (selon indication du fabricant) avec K (3 % O<sub>2</sub>, concentration O<sub>2</sub> mesurée) = 0,2

Incertitude de mesure de la concentration de poussières ( $u_{rel}$ ) rapportée à 3 % O<sub>2</sub> :

$$u_{rel} = \sqrt{(15 \%)^2 + (0,2 \times 5 \%)^2} \approx \pm 15 \% \text{ valeur ponctuelle}$$

Le chapitre 9 explique comment calculer l'incertitude de mesure d'une valeur moyenne en présence de plusieurs mesures ponctuelles.

$$u_{rel} = u_{rel,s} + u_{rel,z} = 10 \% + 5 \% = 15 \% \text{ valeur ponctuelle}$$

$$\bar{u}_{rel} = u_{rel,s} + \frac{u_{rel,z}}{\sqrt{n}} = 10 \% + \frac{5 \%}{\sqrt{2}} \approx 13,5 \% \text{ valeur moyenne}$$

### Appréciation

- Résultat de la mesure de poussières:  $69 \text{ mg/m}^3 \pm 13,5 \%$  (60 – 78 mg/m<sup>3</sup>)
- Valeur limite de l'OPair pour les poussières:  $80 \text{ mg/m}^3$

→ L'installation répond aux exigences de l'OPair

- Monoxyde carbone et oxydes d'azote
  - La mesure, le traitement des données brutes et l'appréciation des analyses des NO<sub>x</sub> et du CO gazeux se font comme dans l'exemple 1.

### 11.5.3 Installation de sablage équipée d'un laveur (exemple 3)

#### Installation

- Description
  - 2 cabines de sablage
  - système commun d'évacuation d'air par un ventilateur
  - puissance d'évacuation constante (pour 2 cabines)
- Polluants significatifs et valeurs limites (OPair; annexe 1, ch. 4)
  - Si le débit massique de poussières est de 0,5 kg/h ou plus, les émissions de poussières ne doivent pas excéder 50 mg/m<sup>3</sup> globalement.

#### Régime d'exploitation déterminant

Est déterminants le régime d'exploitation qui produit le plus de poussières. Il est probable que ce maximum soit atteint lorsque les deux cabines sont utilisées en même temps. Par ailleurs, la qualité de la pièce traitée joue un rôle prépondérant.

#### Méthode de mesure

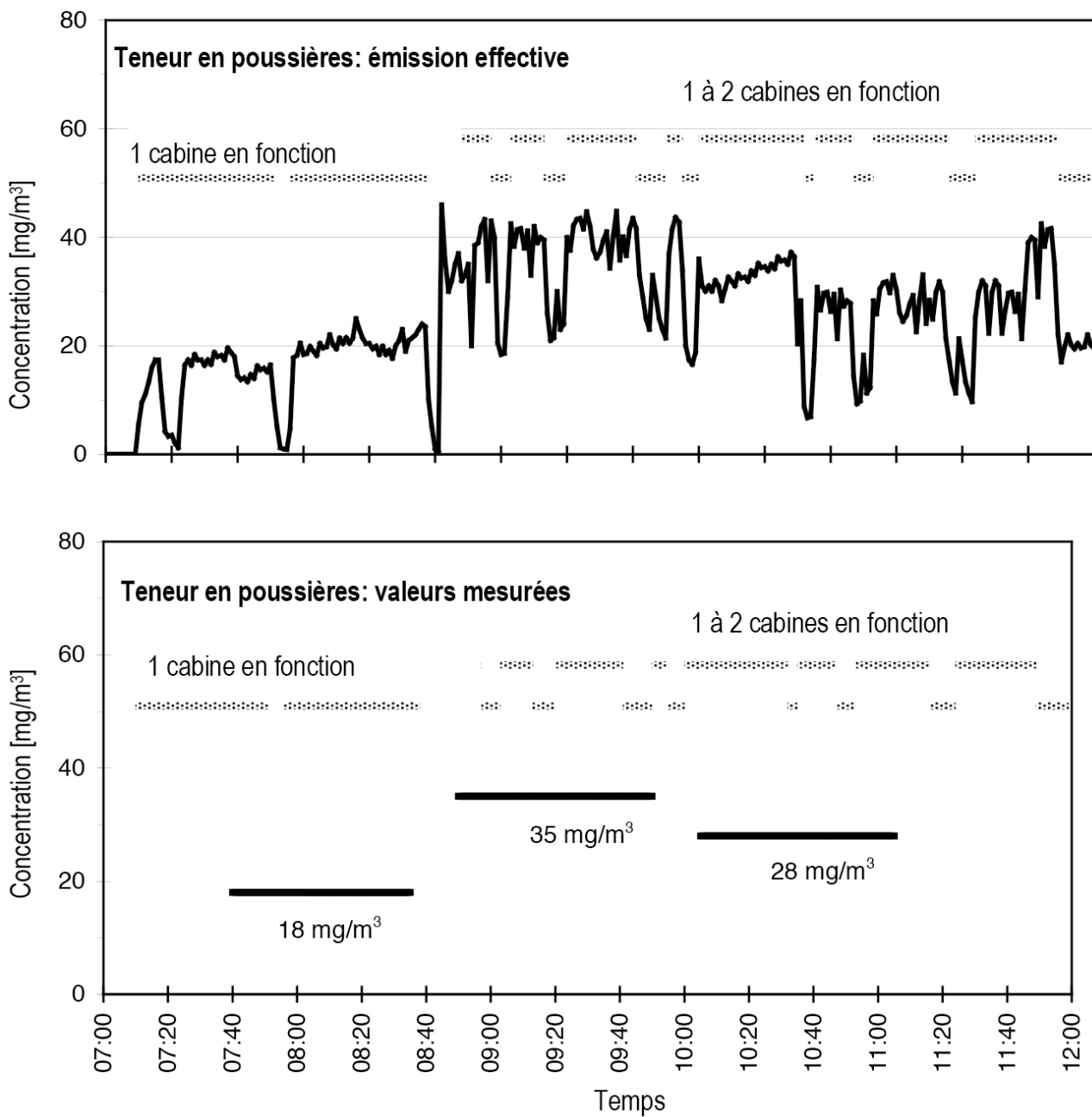
- *débit volumique*: mesures ponctuelles avec un manomètre différentiel selon chapitre 3
- *concentration de poussières*: échantillon enrichi selon chapitre 4

#### Résultats de mesure

Tab. 49 Résultats de mesure

Heure de la mesure	Durée de la mesure	Conc. des poussières	Débit volumique	
07:40 – 08:35	55 Min.	18 mg/m <sup>3</sup>	1 510 m <sup>3</sup> /h	1 cabine en service
08:50 – 09:50	60 Min	35 mg/m <sup>3</sup>	1 490 m <sup>3</sup> /h	2 cabine en service
10:05 – 11:05	60 Min.	28 mg/m <sup>3</sup>	1 505 m <sup>3</sup> /h	2 cabine en service

Fig. 21 Profil de la concentration des poussières émises



## Traitement des données brutes

Tab. 50 Traitement des données brutes

Heure de la mesure	Conc. des poussières	Débit volumique	Débit massique de poussières
07:40 – 08:35	18 mg/m <sup>3</sup>	1 510 mg/m <sup>3</sup>	27 g/h
08:50 – 09:50	35 mg/m <sup>3</sup>	1 490 mg/m <sup>3</sup>	52 g/h
10:05 – 11:05	28 mg/m <sup>3</sup>	1 505 mg/m <sup>3</sup>	42 g/h

- *Calcul de la moyenne:*
  - Comme prévu, c'est à plein régime que surviennent les émissions les plus élevées. Le changement de pièce fait partie de l'exploitation normale et n'est pas pris spécialement en compte dans la mesure.
- *Incertitude de mesure:*
  - Débit volumique ± 7 % relatif
  - Mesure des poussières
  - concentration ± 15 % relatif

débit massique

$$u_{rel} = \sqrt{(15\%)^2 + (7\%)^2} \approx \pm 17\% \text{ relatif}$$

## Appréciation

Résultat de la mesure des poussières	Débit massique	Concentration
	52 g/h ± 17 % (43 – 61 g/h)	35 mg/m <sup>3</sup> ± 15 % (30 – 40 mg/m <sup>3</sup> )
Valeur limite de l'OPair pour les poussières	0,5 kg/h	50 mg/m <sup>3</sup>

→ **L'installation répond aux exigences de l'OPair**

La valeur limite des émissions de poussières est respectée pendant l'exploitation tant d'une cabine seule que des deux cabines simultanément.



#### 11.5.4 Installation d'incinération des ordures (exemple 4)

##### Installation

- Description
  - usine communale d'incinération des ordures équipée d'un dispositif de dépoussiérage et d'un lavage de l'effluent gazeux et d'une dénitrification catalytique
  - fonctionnement 24 h sur 24 par équipes (env. 10 t/h de déchets urbains)
- Polluants significatifs et valeurs limites (OPair; annexe 2, ch. 7)
- La concentration d'oxygène de référence est de 11 % vol.

Tab. 51 Exemple v valeurs limites des UIOM

Polluant	Concentration limite
poussières	10 mg/m <sup>3</sup>
plomb, zinc et leurs composés (exprimés en métaux, cumulés)	1 mg/m <sup>3</sup>
mercure, cadmium et leurs composés, chacun	0,1 mg/m <sup>3</sup>
oxydes de soufre (exprimés en SO <sub>2</sub> )	50 mg/m <sup>3</sup>
oxydes d'azote (monoxyde d'azote et dioxyde d'azote, exprimés en NO <sub>2</sub> , pour un débit massique de 2,5 kg/h et plus	80 mg/m <sup>3</sup>
composés chlorés inorganiques gazeux, exprimés en HCl	20 mg/m <sup>3</sup>
composés fluorés inorganiques gazeux, exprimés en HF	2 mg/m <sup>3</sup>
ammoniac et composés de l'ammonium, exprimés en NH <sub>3</sub>	5 mg/m <sup>3</sup>
substances organiques gazeuses, exprimées en carbone total	20 mg/m <sup>3</sup>
monoxyde de carbone	50 mg/m <sup>3</sup>

Dans cet exemple, on se borne à décrire la mesure des composés chlorés inorganiques (HCl), représentative des autres mesures.

##### Régime d'exploitation déterminant

Est déterminants le régime d'exploitation du four à puissance nominale.

Pour évaluer les émissions, on se réfère à la réglementation spéciale décrite à l'annexe 2, ch. 713, OPair: «Pour évaluer les émissions, on calculera la moyenne des valeurs enregistrées pendant une phase de fonctionnement de plusieurs heures».

### Méthode de mesure

La concentration de l'oxygène est mesurée en continu et pondérée électroniquement sur l'intervalle de temps considéré.

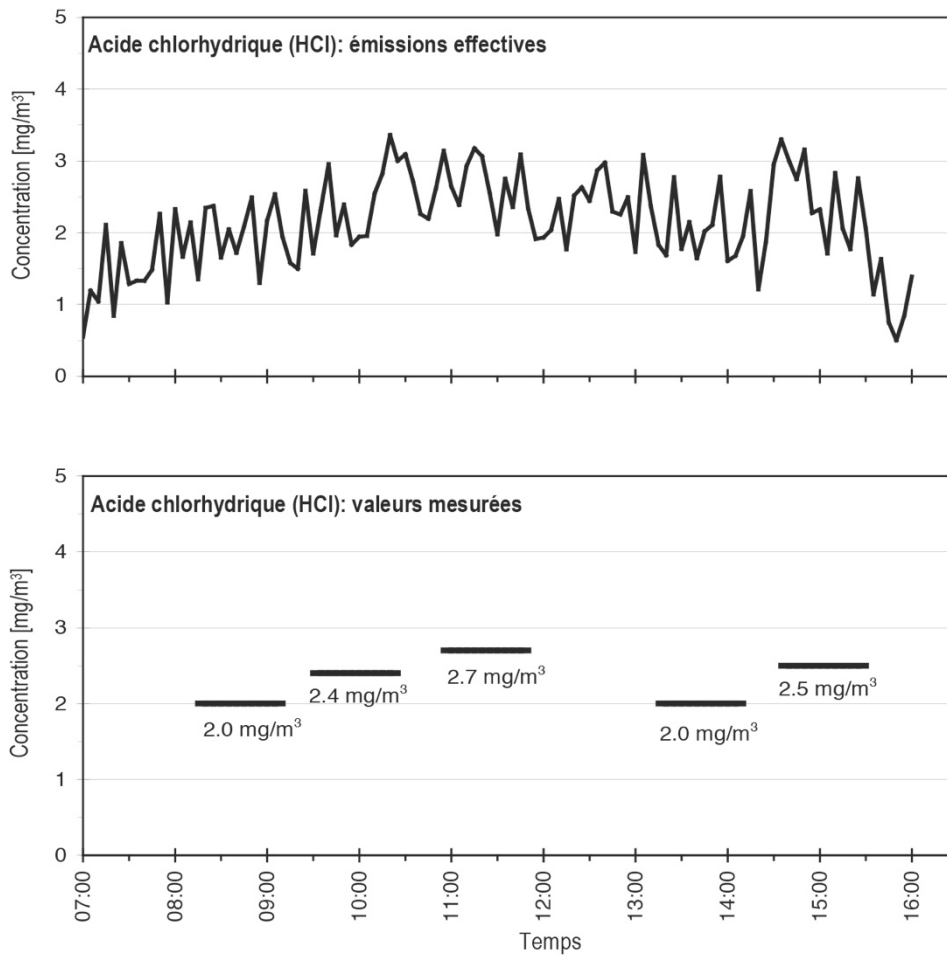
- *concentration d'oxygène:*
  - mesure en continu par paramagnétisme
- *teneur en eau:*
  - moyenne horaire par la méthode de condensation
- *composés chlorés inorganiques:*
  - échantillon enrichi dans l'eau déionisée (directive VDI 3480, feuille 1). L'analyse se fait ensuite par chromatographie échangeuse d'ions.

### Résultats de mesure

- Composés chlorés inorganiques
  - La concentration d'oxygène de référence est de 11 % vol.

Tab. 52 Résultats de mesure

Heure de la mesure	Durée de la mesure	Conc. HCl	Conc. oxygène	Conc. de HCl rapportée à 11 % O <sub>2</sub>
08:15 – 09:15	60 Min.	2,0 mg/m <sup>3</sup>	10,4 %-vol	1,9 mg/m <sup>3</sup>
09:30 – 10:30	60 Min.	2,4 mg/m <sup>3</sup>	10,1 %-vol	2,2 mg/m <sup>3</sup>
10:55 – 11:55	60 Min.	2,7 mg/m <sup>3</sup>	10,6 %-vol	2,6 mg/m <sup>3</sup>
13:15 – 14:15	60 Min.	2,0 mg/m <sup>3</sup>	10,9 %-vol	2,0 mg/m <sup>3</sup>
14:35 – 15:35	60 Min.	2,5 mg/m <sup>3</sup>	11,3 %-vol	2,6 mg/m <sup>3</sup>

**Fig. 22 Profil des émissions : concentration des composés chlorés inorganiques****Traitement des données brutes**

Calcul de la moyenne:

$$\bar{c}_{HCl} = \frac{(1,9 + 2,2 + 2,6 + 2,0 + 2,6)}{5} = 2,3$$

$$\bar{c}_{HCl} = 2,3 \text{ mg/m}^3$$

- Incertitude de mesure:
  - HCl  $\pm 15\%$  (relatif), au moins  $\pm 0,5 \text{ mg/m}^3$  (absolu)
  - oxygène  $\pm 1\%$  relatif (selon indications du fabricant) avec K (11 % O<sub>2</sub>) = 1,1

Compte tenu des concentrations obtenues, c'est l'incertitude de mesure absolue de  $\pm 0,5 \text{ mg/m}^3$  qui s'applique ici. Pour calculer l'incertitude de mesure de la concentration de HCl rapportée à 11 % O<sub>2</sub> ( $u_{rel}$ ), on se sert d'une indication relative.

$$u_{rel,HCl} = \frac{u_{abs,HCl}}{\bar{c}_{HCl}} = \frac{0,5 \text{ mg/m}^3}{2,3 \text{ mg/m}^3} \times 100 \% = 22 \%$$

$$u_{rel} = \sqrt{(u_{HCl})^2 + (1,1 \times u_{O_2})^2}$$

$$u_{rel} = \sqrt{(22 \%)^2 + (1,1 \times 1 \%)^2} = 22 \%$$

*valeur ponctuelle*

$$u_{rel} = u_{rel,s} + u_{rel,z} = 12 \% + 10 \% = 22 \%$$

*moyenne*

$$\bar{u}_{rel} = u_{rel,s} + \frac{u_{rel,z}}{\sqrt{n}} = 12 \% + \frac{10 \%}{\sqrt{5}} \approx 16 \%$$

### Appréciation

- *Résultat de la mesure de HCl:*  $2,3 \text{ mg/m}^3 \pm 16 \%$  (1,9–2,7  $\text{mg/m}^3$ ).
- *Valeur limite de l'OPair pour le HCl:*  $20 \text{ mg/m}^3$ .

→ **L'installation répond aux exigences de l'OPair**

### 11.5.5 Installation de revêtement équipée d'un adsorbant à charbon actif (exemple 5)

#### Installation

- Description
  - installation servant à l'application de revêtements et à l'impression de bandes de papier à l'aide de vernis contenant des solvants
  - concentration pratiquement constante des solvants dans l'effluent gazeux brut
  - récupération des solvants dans des installations d'adsorption comportant deux adsorbants à charbon actif travaillant en alternance
  - changement automatique de l'adsorbant une fois saturé par le solvant
  - débit volumique constant de 3000 m<sup>3</sup>/h
- Polluants significatifs et valeurs limites (OPair; annexe 2, ch. 6)

Les émissions organiques sous forme de gaz ou de vapeur sont exprimées en carbone total et ne doivent pas dépasser 150 mg/m<sup>3</sup> globalement pour un débit massique de 3 kg/h.

#### Régime d'exploitation déterminant

L'appréciation se fait sur la base d'un cycle d'adsorbant. La phase particulièrement intéressante est la dernière heure qui précède la saturation.

#### Méthode de mesure

Le carbone total est enregistré et dessiné graphiquement en continu à l'aide du détecteur à ionisation de flamme (FID, voir aussi la directive VDI 3481).

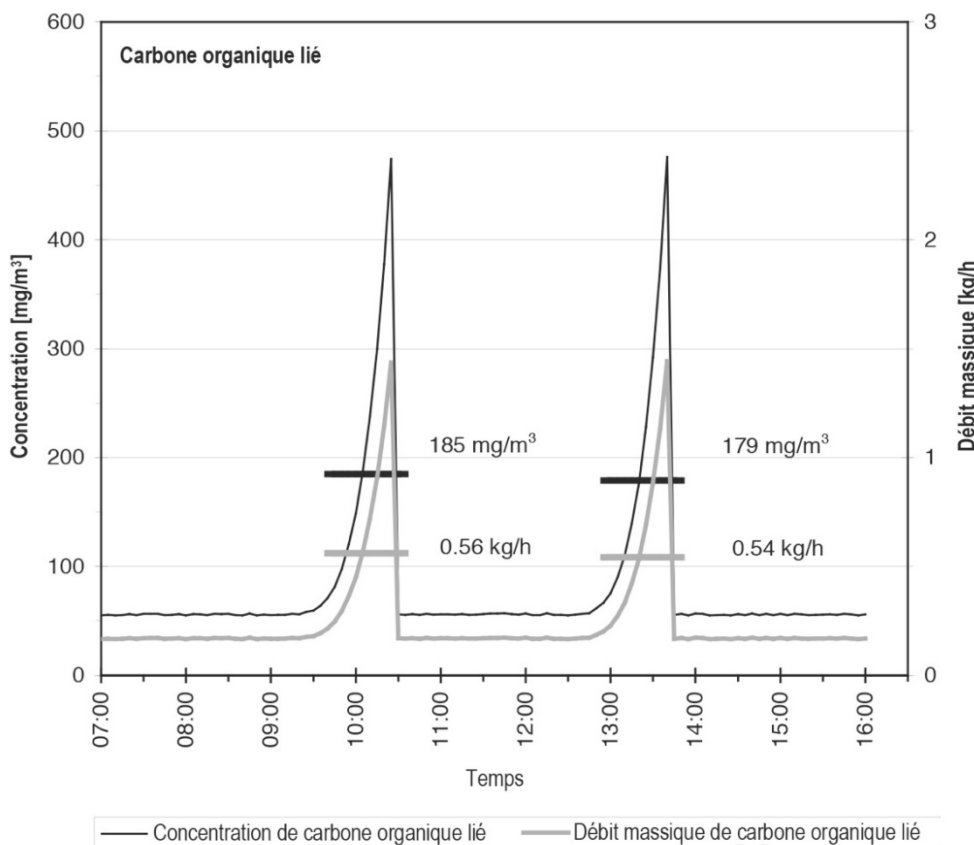
**Remarque:** Comme le carbone total est en fait une concentration cumulée de plusieurs composés distincts, par convention, on détermine le carbone organique lié gazeux au moyen du détecteur à ionisation de flamme (FID). Le résultat est exprimé en carbone rapporté au propane (gaz de calibrage). Il s'ensuit que l'incertitude de mesure est plus élevée que celle qui découle de la détermination de composants individuels avec l'utilisation du gaz de calibrage ad hoc.

#### Résultats de mesure

Tab. 53 Résultats de mesure

Changement de filtre	Période de pondération	Durée	Concentration carbone organique lié
10:30	09:30 – 10:30	60 Min.	185 mg/m <sup>3</sup>
13:45	12:45 – 13:45	60 Min.	179 mg/m <sup>3</sup>

Fig. 23 Profil des émissions : concentration du carbone organique lié gazeux



### Traitement des données brutes

- Calcul de la moyenne
  - Seule nous intéresse l’heure de fonctionnement durant laquelle les émissions de carbone organique lié sont les plus élevées, autrement dit l’heure qui précède le changement de l’adsorbent. La moyenne horaire déterminante pour la comparaison avec la valeur limite (de 09h30 à 10h30) s’élevait à 185 mg/m<sup>3</sup>.
  - Le débit massique durant ce laps de temps se calcule à partir de la concentration de l’effluent gazeux multipliée par le débit volumique.

$$\dot{m} = \bar{c}_{HC} \times \dot{V} = 185 \text{ mg/m}^3 \times 3000 \text{ m}^3/\text{h} = 560\,000 \text{ mg/h} = 0,56 \text{ kg/h}$$

- Incertitude de mesure:
  - Détermination du débit volumique  $u_{\dot{V}} = 8 \%$
  - Concentration du carbone total:  $\pm 2 \%$  de la valeur extrême du domaine (selon indications du fabricant). Dans cet exemple, les mesures sont effectuées dans le domaine des 1000 ppm. Cela correspond à une incertitude de mesure de:

$$u_{HC} = 32 \text{ mg/m}^3 \text{ (absolu)}$$

$$u_{HC} = 17 \% \text{ (relatif, rapporté à la moyenne de } 185 \text{ mg/m}^3\text{)}$$

Débit massique

$$u_{rel} = \sqrt{(u_{\dot{V}})^2 + (u_{HC})^2} u_{rel} = \sqrt{(8\%)^2 + (17\%)^2} = 19 \%$$

---

## Appréciation

Résultat des mesures avec le FID	Débit massique	Concentration
	0,56 kg/h $\pm$ 19 % (0,45 – 0,67 kg/h)	185 mg/m. $\pm$ 17 % (154 – 216 mg/m.)
<b>Valeur limite OPair</b>	3 kg/h	150 mg/m.

La valeur limite (OPair) appliquée au débit massique des émissions est respectée; de ce fait la valeur limite des concentrations n'entre pas en ligne de compte.

→ **L'installation répond aux exigences de l'OPair**

---

### 11.5.6 Installation de torréfaction de café avec postcombustion catalytique (exemple 6)

#### Installation

- Description
  - installation de torréfaction de taille moyenne: 600 kg de café brut à l'heure
  - 6 charges de 100 kg de café brut chacune à torréfier à l'heure
  - épuration de l'effluent gazeux par postcombustion catalytique.
- Polluants significatifs et valeurs limites (OPair; annexe 2, ch. 56)

Les émissions organiques sous forme de gaz ou de vapeur sont exprimées en carbone total et ne doivent pas dépasser une concentration de 150 mg/m<sup>3</sup> pour une installation ayant un rendement situé entre 100 et 750 kg/h de matière première.

#### Régime d'exploitation déterminant

Est déterminant le fonctionnement de l'installation à sa pleine capacité de torréfaction.

#### Méthode de mesure

Le carbone total est enregistré et dessiné graphiquement en continu à l'aide du détecteur à ionisation de flamme (FID, voir aussi la directive VDI 3481).

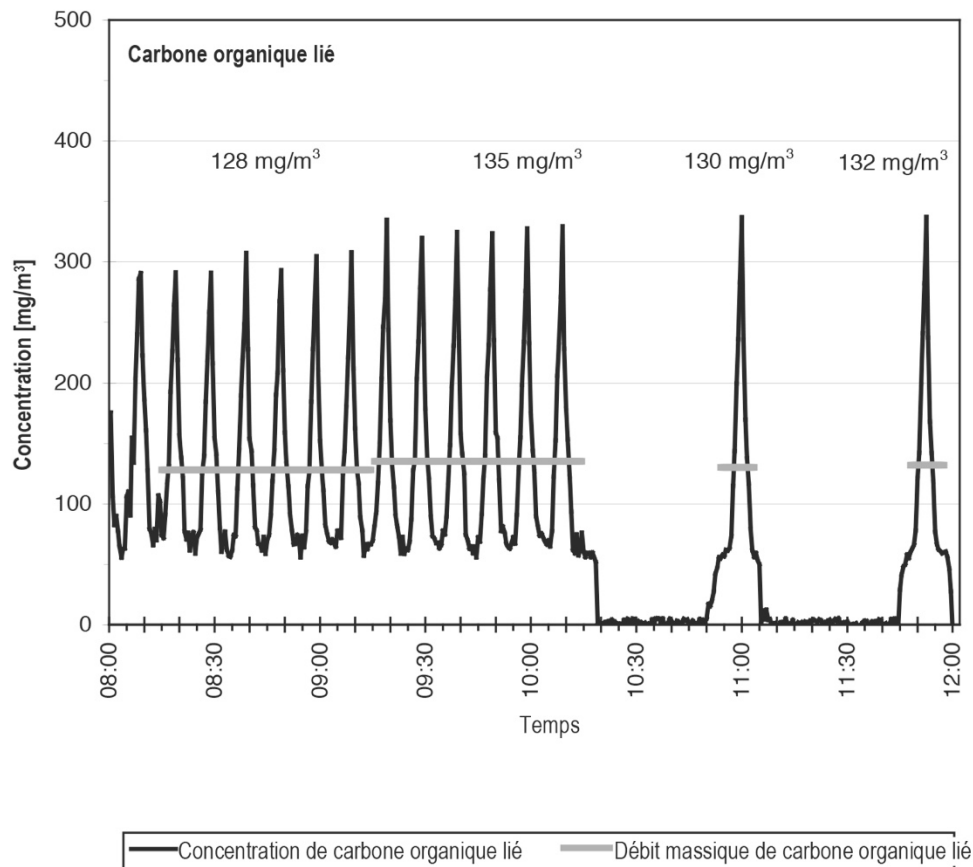
**Remarque:** Comme le carbone total est en fait une concentration cumulée de plusieurs composés distincts, par convention, on détermine le carbone organique lié gazeux au moyen du détecteur à ionisation de flamme (FID). Le résultat est exprimé en carbone rapporté au propane (gaz de calibrage). Il s'ensuit que l'incertitude de mesure est plus élevée que celle qui découle de la détermination des composants isolés et de l'utilisation du gaz de calibrage ad hoc.

#### Résultats de mesure

Heure de la mesure	Durée de la mesure	Concentration carbone organique lié
08:15 – 09:15	60 Min.	128 mg/m <sup>3</sup>
09:15 – 10:15	60 Min.	135 mg/m <sup>3</sup>



Fig. 24 Profil des émissions de carbone organique lié gazeux



### Traitement des données brutes

- *Calcul de la moyenne à plein régime:*
  - On disposait de 130 minutes environ pour effectuer les mesures à plein régime. Deux moyennes horaires ont été déterminées.
- *Incertitude de mesure:*
  - Concentration du carbone total:  $\pm 2\%$  de la valeur extrême du domaine (selon indications du fabricant). Dans cet exemple, les mesures sont effectuées dans le domaine des 1000 ppm. Cela correspond à une incertitude de mesure  $u_{HC} = 32 \text{ mg/m}^3$  (absolu) et  $u_{HC} = 24\%$  (relatif rapporté à la moyenne de  $135 \text{ mg/m}^3$ ).

### Appréciation

- *Résultat des mesures avec le FID:*  $135 \text{ mg/m}^3 \pm 24\%$  ( $103 - 167 \text{ mg/m}^3$ ).
- *Valeur limite OPair:*  $150 \text{ mg/m}^3$  (pour les installations de 100 à 750 kg/h de capacité de torréfaction)

→ **Les émissions produites par l'installation se situent au voisinage de la valeur limite de l'OPair**

- Réglementation dérogatoire:
  - calcul de la moyenne pour les torréfactions isolées

---

Les mesures effectuées entre 11 et 12 h ont eu lieu pendant des opérations de torréfaction isolées. On a formé pour chacune d'elles une moyenne sur 10 minutes: 130 mg/m<sup>3</sup> et 132 mg/m<sup>3</sup>.

En principe, on admettra qu'une installation de torréfaction de café moderne, dotée d'un dispositif d'épuration des effluents gazeux, est en mesure de respecter les valeurs limites d'émission de l'OPair même si elle fonctionne à plein régime. Par conséquent, une installation sera évaluée en fonction de ses émissions à plein régime, même si l'on y effectue uniquement des torréfactions ponctuelles.

Dans l'exemple 6, à plein régime, il est possible de torréfier 6 charges à l'heure, autrement dit une charge toutes les dix minutes. Il est donc correct de calculer la moyenne sur 10 minutes. Les émissions seront ensuite extrapolées à 1 h sur la base de la valeur maximale obtenue (132 mg/m<sup>3</sup>), car on peut admettre que même en moyenne horaire à plein régime (= 6 charges/h), les émissions s'élèvent à  $\bar{C} = 132 \text{ mg/m}^3$ .

- *Résultat des mesures avec le FID*: 132 mg/m<sup>3</sup> ± 24 % (100 – 164 mg/m<sup>3</sup>)
- *Valeur limite OPair*: 150 mg/m<sup>3</sup> (pour les installations de 100 kg/h à 750 kg/h de capacité de torréfaction)

→ **Les émissions produites par l'installation se situent au voisinage de la valeur limite de l'OPair**

---

### 11.5.7 Usine de zingage à chaud (exemple 7)

#### Installation

- Description
  - bain de zingage avec enceinte couverte (superficie du bain 5 m<sup>2</sup>)
  - pièces à zinguer: pièces de taille relativement grande
  - épuration d'air par filtre en tissu, 17 000 m<sup>3</sup>/h
- Polluants significatifs et valeurs limites (OPair; annexe 2, ch. 45)

Les émissions sous forme de poussières ne doivent pas dépasser un total de 10 mg/m<sup>3</sup>. Les valeurs limites d'émission se rapportent à une quantité d'air évacué de 3000 m<sup>3</sup> par mètre carré de superficie de bain de zinc et par heure. Les émissions ne seront mesurées que durant l'immersion dans le bain de zinc.

#### Régime d'exploitation déterminant

Est déterminante une journée représentative pour l'installation fonctionnant à plein rendement.

Le ch. 452, annexe 2, OPair contient une disposition particulière concernant la mesure des émissions: Les émissions ne seront mesurées que durant l'immersion dans le bain de zinc. Celle-ci s'étend du moment où la pièce à zinguer entre en contact avec le bain jusqu'au moment où elle le quitte.

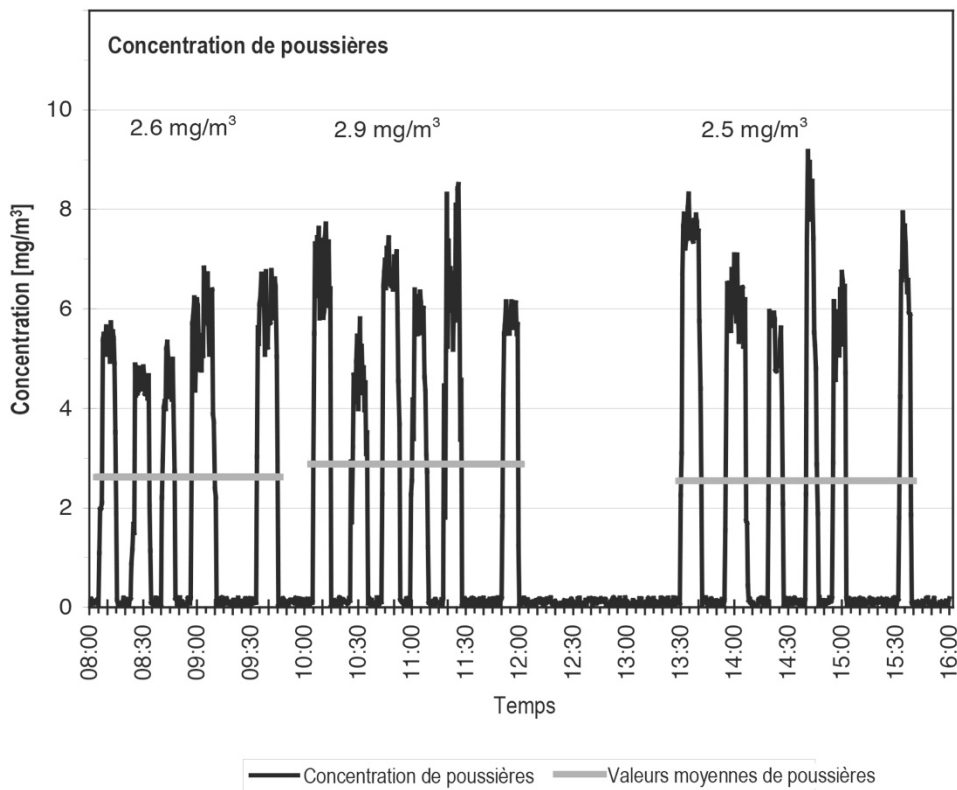
#### Méthode de mesure

- *débit volumique:*
  - mesures ponctuelles avec un manomètre différentiel selon chap. 3
- concentration de poussières:
  - échantillon enrichi selon chapitre 4.

#### Résultats de mesure

- Mesure
  - Pour simplifier la mesure, le prélèvement de l'échantillon n'a pas été interrompu entre les différentes phases d'immersion. Comme les émissions de poussières sont quasiment négligeables durant ces phases intermédiaires, les émissions effectives pendant l'immersion peuvent être calculées ultérieurement. A cet effet, il faut déterminer la durée exacte de l'immersion au moyen d'un chronomètre.

Fig. 25 Profil de la concentration des poussières émises



N°	Heure de la mesure	Durée [min.]	Durées d'immersion [min., s]	Durée tot. d'immersion [min., s]	Conc. de poussières [mg/m.]
1	08:05 – 09:45	100	9' 36" 10' 20" 7' 00" 13' 25" 11' 14"	51' 35"	2,6
2	10:05 – 12:00	115	9' 20" 9' 05" 9' 35" 9' 25" 9' 40" 9' 15"	56' 20"	2,9
3	13:30 – 15:38	128	11' 15" 12' 25" 7' 50" 6' 30" 7' 00" 6' 05"	51' 05"	2,5

### Traitement des données brutes

La durée de mesure a toujours été choisie de manière à ce que le temps d'immersion total soit compris entre 50 et 70 minutes. En vertu de l'annexe 2, chiffre 452, OPair, seules les émissions durant l'immersion sont déterminantes. Les concentrations de poussières qui en résultent se calculent comme il suit.

**Mesure 1**

- durée totale de la mesure: 100 min.
- durée totale d'immersion: 51 min. 35 s = 51,6 min.

*part de l'immersion*

$$\frac{51,6}{100} = 0,52$$

*concentration de poussières pendant toute la durée de la mesure*

$$c_{Pouss} = 2,6 \text{ mg/m}^3$$

*concentration de poussières pendant toute la durée d'immersion*

$$c_{Pouss,t} = \frac{2,6 \text{ mg/m}^3}{0,52} = 5,0 \text{ mg/m}^3$$

Conformément à l'OPair, les émissions doivent être rapportées à un débit de 3000 m<sup>3</sup>/h et à 1 m<sup>2</sup> de superficie de bain:

$$c_{Pouss,t,V} = \frac{5,0 \text{ mg/m}^3}{5 \times 3000 \text{ m}^3/\text{h}} \times 17\,000 \text{ m}^3/\text{h} = 5,7 \text{ mg/m}^3$$

**Mesure 2**

- part de l'immersion: 0,49
- concentration de poussières pendant l'immersion: 5,9 mg/m<sup>3</sup>
- concentration de poussières rapportée à 3000 m<sup>3</sup>/h et 1 m<sup>2</sup> de superficie de bain: 6,7 mg/m<sup>3</sup>

**Mesure 3**

- part de l'immersion: 0,40
- concentration de poussières pendant l'immersion: 6,3 mg/m<sup>3</sup>
- concentration de poussières rapportée à 3000 m<sup>3</sup>/h et 1 m<sup>2</sup> de superficie de bain: 7,1 mg/m<sup>3</sup>
- Incertitude de mesure
  - Détermination du débit volumique:  $u_V = \pm 7 \%$  (relatif)
  - Enregistrement du temps d'immersion (incertitude du moment d'entrée et de sortie):  $u_Z = \pm 5 \%$  (relatif)
  - Mesure de poussières avec un filtre plat:  $\pm 15 \%$  (relatif) au moins 0,2 mg/m<sup>3</sup> (absolu).
  - Poussières (corrigées en fonction du temps et rapportées à 3000 m<sup>3</sup>/h et 1 m<sup>2</sup>)

$$u_{rel} = \sqrt{(u_V)^2 + (u_Z)^2 + (u_F)^2}$$

$$u_{rel} = \sqrt{(7 \%)^2 + (5 \%)^2 + (15 \%)^2} = 17 \%$$

---

### Appréciation

- *Résultat de la 3<sup>ème</sup> mesure: 7,1 mg/m<sup>3</sup> ± 17 % 5,9 – 8,3 mg/m<sup>3</sup>*
- *Valeur limite OPAir pour les poussières: 10 mg/m<sup>3</sup>*

→ **L'installation répond aux exigences de l'OPair**

#### 11.5.8 Installations produisant des émissions et un débit volumique discontinus

Dans ces installations, seul le débit massique maximal émis par heure est clairement défini. Il correspond à la quantité maximale de polluants qu'il est possible d'émettre en une heure et peut donc être mesuré directement.

Si la valeur limite du débit massique est dépassée par une installation de ce genre, il est très délicat de proposer un schéma général d'évaluation sur la base de la valeur limite des concentrations. Dans les installations en circuit fermé, il se produit, par exemple au moment de leur ventilation, de brefs pics de concentrations, qui peuvent dépasser la valeur limite. Cependant, si une installation plus ancienne émettait une même charge de manière continue, elle pourrait néanmoins respecter les valeurs limites.

Dans ces cas, il incombe à l'autorité compétente de définir une appréciation spécifique à chaque situation et correspondant à l'état de la technique. Ces critères d'appréciation doivent être fixés avant la mesure; le cas échéant, il peut être nécessaire de procéder à des mesures préalables, qui serviront de base aux décisions à prendre.

---

# 12 Rapport

## 12.1 Généralités

- Le rapport doit être lisible:
  - avoir une structure claire (table des matières)
  - ne pas contenir de détails inutiles
- Le rapport doit répondre complètement aux questions posées dans la phase préparatoire de la mesure.
- Le rapport doit être adapté au public cible. Les rapports de mesures d'émission ont souvent deux destinataires, le spécialiste de l'environnement et/ou l'exploitant de l'installation.
- Il doit contenir toutes les informations nécessaires de manière à montrer comment la mesure a été effectuée.
- Il doit présenter ou permettre une appréciation complète des émissions.

## 12.2 Exemple de structure d'un rapport

- Indications générales
  - Nom et adresse de l'institut de mesure
  - Identification précise du rapport (p. ex. numéro)
  - Nom et adresse du mandant (év. personne de contact)
  - Adresse et désignation précise de l'installation
  - Personnes participant à la mesure, à l'analyse et au traitement des données brutes
  - Lieu, date et signature de la personne responsable de la mesure
- Mandat
  - Référence au mandat écrit ou à la décision de l'autorité
  - Motif et but de la mesure
- Résumé
  - Bref rappel de ce qui a été fait
  - Principaux résultats
- Installation
  - Description de l'installation (évent. schéma)
  - Caractérisation des principaux éléments de l'installation, p. ex. principe de fonctionnement, fabricant, année de construction
- Programme de mesure
  - Jour auquel la mesure a été effectuée (date de la mesure)
  - Heures de la mesure (quand les mesures ont-elles été faites, à quels régimes d'exploitation?)
  - Emplacement de mesure (localisation de l'endroit de la mesure et section du canal de l'effluent gazeux)
  - Paramètres (quels paramètres ont été mesurés ou relevés à quels régimes d'exploitation?)

- 
- Technique de mesure
    - Méthodes de mesure: principe, avec référence à la méthode de mesure (OFEV, VDI, CEN, NIOSH)
    - Indications relatives aux instruments de mesure: fabricant, modèle, principe, concentration des gaz de calibrage, conditionnement du gaz échantillonné, description du dispositif de mesure (p. ex. longueur et type des conduites de raccordement)
    - Incertitude de mesure (intervalle de confiance 95 %) des méthodes de mesure utilisées (indication pour les valeurs ponctuelles compte tenu de l'endroit de la mesure)
    - Limites de détection quantitative des méthodes de mesure
  - Données d'exploitation
    - Données d'exploitation relevées et responsable de leur relevé
    - Type de relevé (p. ex. indication de l'exploitant, lecture de l'instrument d'exploitation, mesurée par l'exécutant du mandat)
  - Résultats de la mesure
    - Représentation des valeurs de mesure sous forme de tableaux*
      - paramètres physiques (p, T, v,  $\dot{V}$ )
      - grandeurs de référence (O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O etc.)
      - concentrations, débits massiques, coefficients d'émission (si judicieux)
      - émissions polluantes
    - Chaque tableau doit comporter*
      - les limites de détection quantitative, tout au moins si elles ne sont pas atteintes
      - les incertitudes de mesure des valeurs ponctuelles et des moyennes déterminantes
    - Remarques relatives aux mesures*
      - Description de relations, corrélations, paradoxes, incohérences, particularités, etc. apparues lors de la mesure ou lors du traitement des données brutes.
  - Comparaison avec les valeurs limites, év. appréciation
    - Sous forme de tableau et d'un commentaire
  - Annexes
    - Elles contiennent les indications (données, prescriptions, etc.) qui ne sont pas nécessaires pour la compréhension du rapport, mais qui peuvent avoir de l'importance dans la réponse à des questions complémentaires (p. ex. analyses de combustible, procès-verbaux d'exploitation.).



---

# 13 Installations de combustion alimentées au bois

Le présent chapitre décrit comment et à l'aide de quels dispositifs les émissions doivent être mesurées. Ces informations complètent les chapitres 4 et 6.

## 13.1 Planification et réalisation de la mesure

### 13.1.1 Etendue et durée de la mesure

Pour apprécier les émissions d'une installation à un certain régime d'exploitation, il faut effectuer trois mesures consécutives de 15 minutes chacune. Toute dérogation à cette règle doit être justifiée par des motifs relevant de l'exploitation ou de la technique de mesure.

### 13.1.2 Régimes d'exploitation

#### Paramètres d'exploitation déterminants

Il convient de définir avant la mesure quels paramètres d'exploitation de l'installation sont déterminants pour l'appréciation des émissions. Sont importants:

- le mode d'alimentation (automatique ou manuel)
- la catégorie de combustible selon l'annexe 5, ch. 31, al. 1, OPair
- la puissance calorifique maximale ( $P_{cal}$ ) selon la plaquette d'identité<sup>1</sup>

#### Régimes d'exploitation déterminants

Le *contrôle de réception* des installations à alimentation automatique doit comprendre deux mesures des émissions, d'abord au régime le plus bas ( $\geq 40\%$ ), puis au régime le plus élevé ( $\leq 70\%$ ). Quant aux *contrôles périodiques* d'installations à alimentation automatique dont la puissance calorifique maximale se situe entre 70 kW et 1 MW, ils s'effectuent en règle générale au régime auquel est réglée l'installation. En revanche, les contrôles périodiques des installations d'une puissance calorifique supérieure à 1 MW doivent toujours comprendre des mesures aux deux régimes.

#### Début de la mesure

Dans le cas d'installations à alimentation automatique, la mesure s'effectuera dès que le régime choisi est stable<sup>2</sup>, mais au plus tard après 30 minutes.

<sup>1</sup> Si seule la puissance nominale est indiquée:  $P_{cal} = 1,15 \times$  puissance nominale. Cette estimation simplifiée peut ne pas convenir pour les installations à accumulation, où la phase de combustion est courte et la phase d'émission de chaleur plus longue.

<sup>2</sup> Remarque: température de réglage atteinte ( $\pm 10\%$ )

Pour les installations alimentées manuellement, on commencera la mesure 15 minutes après le démarrage à froid en ayant chargé la plus grande quantité de combustible recommandée par le fabricant. La mesure devra être interrompue et l'installation rechargée lorsque la concentration d'oxygène dépasse 18 % vol.

Aussi bien pour les installations à alimentation automatique que pour celles alimentées manuellement, on évacuera au besoin artificiellement la chaleur de la chaudière, afin d'éviter des interruptions durant la mesure. Le ramonage automatique devra rester enclenché pendant la mesure. Si l'intervalle entre deux cycles de ramonage dépasse 60 minutes, il faut, le cas échéant, mentionner l'occurrence du ramonage dans le rapport de mesure.

**Tab. 54 Programme de mesure**

Selon la puissance nominale de l'installation de combustion alimentée au bois et le type de combustible, on mesurera les grandeurs suivantes:

Puissance calorifique	Combustible <sup>1</sup>	Grandeurs mesurées
Au-delà de 70 kW jusqu'à 1 MW	Let. a, b, c et d	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Concentration de poussières</li> <li>• Concentration d'oxygène</li> <li>• Concentration de monoxyde de carbone</li> </ul>
Au-delà de 1 MW jusqu'à 3 MW	Let. a, b et d ch. 1	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Concentration de dioxyde de carbone</li> <li>• Puissance calorifique</li> <li>• Concentration d'ammoniac<sup>2</sup></li> </ul>
Au-delà de 1 MW jusqu'à 10 MW	Let. c et d ch. 2	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Concentration de poussières</li> <li>• Concentration d'oxygène</li> <li>• Concentration de monoxyde de carbone</li> </ul>
Au-delà de 3 MW jusqu'à 10 MW	Let. a, b et d ch. 1	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Concentration de dioxyde de carbone</li> <li>• Puissance calorifique</li> <li>• Concentration d'oxydes d'azote</li> <li>• Emission massique d'oxydes d'azote</li> <li>• Concentration d'ammoniac<sup>2</sup></li> </ul>
Au-delà de 10 MW	Let. a, b, c et d	Comme ci-dessus + substances organiques sous forme de gaz ou de vapeur

<sup>1</sup> Catégorie de combustible selon l'annexe 5, ch. 31, al. 1, OPair; <sup>2</sup> Dans les installations dotées de dispositifs de dénitrification qui requièrent l'ajout d'ammoniac ou d'urée.

**Tab. 55 Méthodes de mesure**

Les méthodes de mesure à utiliser sont les suivantes:

Concentration de poussières	Recommandations sur la mesure des émissions, chap. 4; pour simplifier, on estime la concentration d'eau dans l'effluent gazeux nécessaire pour la prise isocinétique d'échantillons à partir des concentrations mesurées de dioxyde de carbone et d'oxygène (chap. 13.2.3)
Concentration d'oxygène	En continu avec le calculateur de moyennes (chap. 6)
Concentration de dioxyde de carbone	a) en continu avec le calculateur de moyennes (chap. 6) b) à partir de la concentration d'oxygène (triangle de combustion)
Concentration de monoxyde de carbone	En continu avec le calculateur de moyennes (chap. 6)
Concentration d'oxydes d'azote	En continu avec le calculateur de moyennes (chap. 6)
Emission massique d'oxydes d'azote	Calculée à partir du débit volumique de l'effluent gazeux et de la concentration d'oxydes d'azote
Concentration d'ammoniac	Absorption dans l'acide sulfurique dilué, suivie d'un dosage de l'ammonium en laboratoire
Concentration des substances organiques sous forme de gaz ou de vapeur	Détecteur à ionisation de flamme FID (chap. 7.2)
Puissance calorifique	a) bilan de carbone (en général) voir chap. 13.2.2 b) déterminée sur la base de la quantité de bois brûlé et du taux d'humidité de celui-ci

**Tab. 56 Description de l'installation et du régime d'exploitation**

Les informations suivantes concernant l'installation, le combustible et les conditions de mesure doivent figurer dans le rapport de mesure soumis à l'appréciation de l'autorité compétente.

Aspect considéré	Paramètre	Information devant figurer dans le rapport
Installation	Dernier service/entretien	Date
	Heures de service de la chaudière (indications selon affichage)	Chiffre pour chaque régime d'exploitation, mode veille compris Nombre de démarrages
	Dépoussiérage	Type de dépoussiérage (filtre à sec; électrofiltre); heures de service avec filtre enclenché et en mode bypass
	Accumulateur de chaleur	Volume
Combustible	Type, grandeur des morceaux	Appréciation visuelle, y compris du stock
	Teneur en eau	En %
	Provenance	Fournisseur
Conditions de mesure	Ramonage automatique de chaudière	Doit être enclenché
	Température de la chambre de combustion	°C
	Mesure de la vitesse	En continu: oui/non
	Monteur présent	Oui/non

## 13.2 Traitement des données brutes et appréciation de la mesure

Pour la procédure de traitement des données brutes, se référer au chap. 8

### 13.2.1 Appréciation de la mesure

Les émissions moyennes sur une période d'une demi-heure sont déterminantes pour apprécier les régimes d'exploitation qui font l'objet des mesures.

Avec trois mesures consécutives  $x_1$ ,  $x_2$  et  $x_3$  de 15 minutes chacune, on peut déterminer deux moyennes semi-horaires:

*Moyennes semi-horaires*

$$\bar{x}_a = \frac{x_1 + x_2}{2} \text{ et } \bar{x}_b = \frac{x_2 + x_3}{2}$$

*Les incertitudes absolues sur les mesures sont:*

$$u_{\bar{x}_a} = \frac{1}{2} \times \sqrt{u_{x_1}^2 + u_{x_2}^2} \text{ et } u_{\bar{x}_b} = \frac{1}{2} \times \sqrt{u_{x_2}^2 + u_{x_3}^2}$$

La valeur limite est considérée comme respectée si aucune des deux valeurs moyennes  $\bar{x}_a$  ou  $\bar{x}_b$  ne la dépasse (compte tenu de l'incertitude de mesure).

### 13.2.2 Détermination de la puissance calorifique

Le calcul ci-après de la puissance calorifique doit toujours être effectué lors de mesures qui accompagnent le contrôle de réception. Lors de mesures effectuées dans le cadre d'un contrôle périodique, on peut indiquer à la place le chiffre affiché par l'installation, pour autant que l'autorité d'exécution n'exige pas le calcul.

La puissance calorifique (Pcal) fournie pendant la mesure des émissions peut être calculée en première approximation par le biais du débit volumique de l'effluent gazeux et de la teneur de l'effluent gazeux en monoxyde et en dioxyde de carbone (bilan de carbone). La relation est la suivante.

$$Pcal = H_u^{bois} \times q.de\ bois = H_u^{bois} \times \frac{1}{r_c} \times \text{émission massique de carbone} \quad (13.1)$$

$$\text{Émission massique de carbone} = \dot{V}_{n,sec} \times (r_{CO_2,sec} + r_{CO,sec}) \times 0,536 \quad (13.2)$$

$$Pcal = H_u^{bois} \times \frac{1}{r_c} \times \dot{V}_{n,sec} \times (r_{CO_2,sec} + r_{CO,sec}) \times 0,536 \quad (13.2\ \text{dans}\ 13.1)$$

*Q. de bois* = quantité de bois brûlé; état de référence: humide; [kg/h]

*Pcal* = puissance calorifique; [kW]

$H_u^{bois}$  = pouvoir calorifique du bois brûlé; état de référence: humide [kWh/kg]

$r_c$  = teneur en carbone du bois; état de référence: humide; [kg C / kg bois]

$\dot{V}_{n,sec}$  = débit volumique de l'effluent gazeux; [m<sup>3</sup>/h]; état de référence: 0 °C, 1013 mbar, sec, concentration d'oxygène actuelle

$r_{CO_2,sec}$  = concentration volumique du dioxyde de carbone dans l'effluent gazeux; état de référence: sec; [m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>]; (remarque: 1 % vol = 0,01 m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>)

$r_{CO,sec}$  = concentration volumique du monoxyde de carbone dans l'effluent gazeux; état de référence: sec; [m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>]; (remarque: 1 ppmvol = 10<sup>-6</sup> m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>)

0,536 = densité normée d'un gaz carboné hypothétique; [kg/m<sup>3</sup>];  
Calcul: 0,012 [kg/mol]/0,0224 [m<sup>3</sup>/mol] = 0,536 [kg/m<sup>3</sup>].

## Explications

- Emission massique de carbone: débit massique de CO + CO<sub>2</sub>, converti en C en kg/h
- $r_c = r_{c,bois,asec} \times (1-x)$  où  $r_{c,bois,asec} = \frac{m_c}{m_{bois,asec}} = 0,49 \text{ kg/kg}$
- Le pouvoir calorifique du bois absolument sec est d'environ 5,0 kWh/kg.
- $H_{u(asec)}^{bois}$  doit être diminué de la chaleur de vaporisation de l'eau apportée par le biais du bois:

$$H_u^{bois} = H_{u(asec)}^{bois} \times (1-x) - \Delta h_x \times x = \frac{H_{u(asec)}^{bois} - \Delta h_x \times u}{1+u}$$

Exemple:

$$x = 15 \% \rightarrow u = \frac{w}{1-w} = \frac{0,15}{1-0,15} = 0,176 = 17,6 \%$$

$$H_u^{bois} = 5 \times (1 - 0,15) - 0,678 \times 0,15 = \frac{5 - 0,678 \times 0,176}{1 + 0,176} = 4,15 \text{ kWh/kg}$$

$\Delta h_x$  = chaleur spécifique d'évaporation de l'eau à 25 °C = 0,678 kWh/kg

$x$  = teneur en eau du bois brûlé; état de référence: bois humide; [kg/kg]

$u$  = taux d'humidité du bois brûlé; état de référence: bois absolument sec (asec); [kg/kg]

La valeur utilisée pour le pouvoir calorifique du bois  $H_u^{bois}$  doit être indiquée dans le rapport.

### 13.2.3 Dosage simplifié de l'humidité de l'effluent gazeux

Lors de mesures de poussières, on ne prend en compte habituellement que le débit volumique partiel «sec» de l'effluent gazeux, après déduction du taux d'humidité. Cependant, une prise d'échantillon isocinétique présuppose la connaissance du débit volumique partiel de l'effluent gazeux humide.

Pour les mesures d'émissions effectuées sur des installations de combustion alimentées au bois, il suffit de déterminer l'humidité de l'effluent gazeux par calcul.

Dans les installations à alimentation continue, le taux d'humidité de l'effluent gazeux peut être considéré comme proportionnel à la concentration de dioxyde de carbone. Cela vaut en particulier lorsque le taux d'humidité de l'air de combustion est relativement faible. Dans ces cas, l'humidité de l'effluent gazeux est déterminée à partir de la composition du bois utilisé comme combustible, de sa teneur en eau  $x$  et de la dilution de l'effluent gazeux (teneur en CO<sub>2</sub>).

Connaissant la teneur en eau du combustible et la concentration de dioxyde de carbone de l'effluent, on peut calculer le taux d'humidité approximatif de l'effluent gazeux (en % vol) de la manière suivante.

$$r_{H_2O,sec} = f \times r_{CO_2,sec}$$

où:

$r_{H_2O,sec}$  = concentration volumique de l'eau dans l'effluent gazeux; état de référence: sec; [ $m^3/m^3$ ];  
(remarque: 1 % vol = 0,01  $m^3/m^3$ )

$r_{CO_2,sec}$  = concentration volumique du dioxyde de carbone dans l'effluent gazeux; état de référence: sec;  
[ $m^3/m^3$ ]; (remarque: 1 % vol = 0,01  $m^3/m^3$ )

$f$  = facteur de proportionnalité selon tableau ci-après ou égal à  $f = 0,734 + \frac{1,36 \times x}{1-x}$

$x$  = teneur en eau du bois brûlé; état de référence: humide; [kg/kg]; (Remarque: 10 % = 0,1 kg/kg)

**Tab. 57 Exemples de facteurs de proportionnalité**

Estimation de la concentration d'eau dans les effluents gazeux d'installations alimentées au bois.

Teneur en eau $x$ du combustible humide [kg/kg]	Exemple	$f$
0,00		0,74
0,10	Résidus de menuiserie	0,89
0,10	Granulés de bois (pellets)	0,89
0,25	Copeaux séchés	1,19
0,50	Copeaux de bois vert	2,10

## 13.3 Exemple

### 13.3.1 Description de l'installation et du régime d'exploitation

Tab. 58 Description de l'installation et du régime d'exploitation

Type d'installation:	plaquettes, catégorie de combustible let. b selon l'OPair, teneur en eau $x =$
Combustible:	plaquettes, catégorie de combustible let. b selon l'OPair, teneur en eau $x = 30\%$ masse $\Rightarrow f = 1,32$
Puissance calorifique:	550 kW Pcal (indiquée sur la plaquette d'identité)
Epuration des fumées:	multicyclone
Équipements complémentaires:	régulation de la température de l'enceinte chauffante et régulation $\lambda$
Emplacement de la mesure:	cheminée verticale cylindrique; diamètre intérieur: 40 cm; segment d'entrée; rectiligne: 2 m; segment de sortie rectiligne: > 5 m
Prélèvement des échantillons:	deux points de mesure sur l'axe de mesure (mesure de la vitesse de l'effluent gazeux et mesure des particules solides); 1 point de mesure au milieu (concentration des gaz et température de l'effluent gazeux)
Régime d'exploitation:	exploitation à pleine puissance; la grande chaudière dans la chaufferie a été arrêtée pendant toute la durée de la mesure afin d'obtenir un dégagement de chaleur suffisant
Valeurs limites selon l'OPair:	$c_{pouss,N} = 20 \frac{mg}{m^3}$ ; $c_{CO,N} = 500 mg/m^3$
Etat de référence N:	0 °C, 1013 mbar, sec, 13 vol. % O <sub>2</sub>

### 13.3.2 Méthodes et instruments de mesure

Tab. 59 Méthodes et instruments de mesure

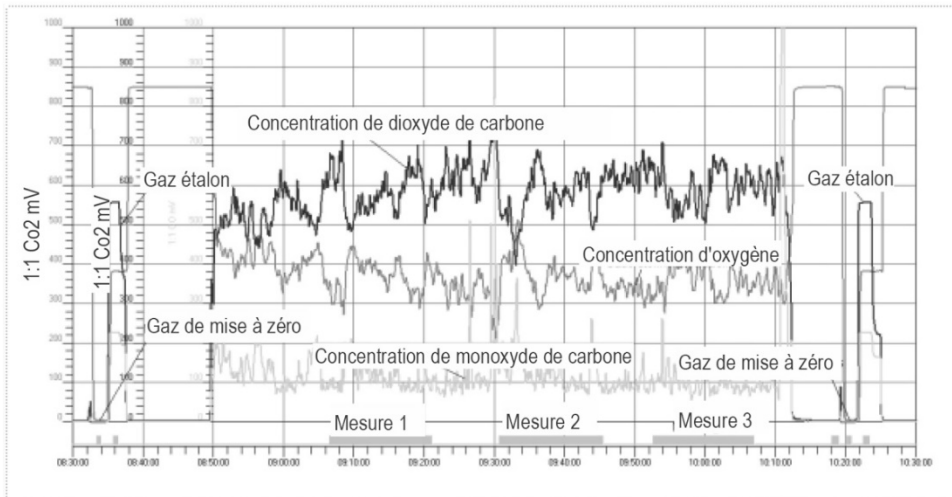
Grandeur mesurée	Méthode	Incertitude de mesure dans l'exemple présenté <sup>1</sup>	Instrument de mesure
Concentration de poussières	Chap. 4	$r u_{c_{pouss,n}} = 15\%$	Tête filtrante
Concentration d'oxygène	Chap. 6	$u_{rO_{2,sec}} = 0,2 vol\%$	Analyseur d'oxygène paramagnétique
Concentration de dioxyde de carbone	Chap. 6	$u_{rCO_{2,sec}} = 0,2 vol\%$	Analyseur de gaz infrarouge non-dispersif (NDIR)
Concentration de monoxyde de carbone	Chap. 6	$r u_{cCO,n} = 10\%$	Analyseur de gaz infrarouge non-dispersif (NDIR)
Vitesse de l'effluent gazeux	Chap. 3	$r u_v = 10\%$	Anémomètre à moulinet
Température de l'effluent gazeux	Chap. 3	$u_T = 5\text{ °C}$	Thermocouple
Pression barométrique		$u_b = 3 mbar$	Baromètre anéroïde

<sup>1</sup> Remarque: dans le cas de la concentration de poussières, de la concentration de monoxyde de carbone et de la vitesse de l'effluent gazeux, l'incertitude est relative (indice r placé devant le sigle), pour les autres paramètres, l'incertitude est absolue

La température de l'effluent gazeux ainsi que la concentration d'oxygène, de dioxyde de carbone et de monoxyde de carbone sont enregistrées en continu. Les moyennes quart-horaires sont déterminées à l'aide d'un calculateur de moyennes électronique. La vitesse de l'effluent gazeux est relevée chaque fois immédiatement avant d'effectuer le prélèvement de l'échantillon pour la mesure de la concentration de particules solides.

### 13.3.3 Résultats des mesures

Fig. 26 Profil des concentrations des composants gazeux de l'effluent



Tab. 60 Résultats des mesures

Pression barométrique:  $b = 962 \text{ mbar}$ ; Dépression dans la cheminée:  $\Delta p = 0,3 \text{ mbar}$ .

	Unité	Mesure 1	Mesure 2	Mesure 3
Début des mesures		09:06	09:30	09:52
Fin des mesures		09:21	09:45	10:07
Vitesse de l'effluent gazeux	[m/s]	4,1	4,3	4,2
Température de l'effluent	[°C]	157	159	162
Conc. moy. O <sub>2</sub> : $r_{O_2,sec}$	[vol %]	9,1	9,4	8,9
Conc. moy. CO <sub>2</sub> : $r_{CO_2,sec}$	[vol %]	11,5	11,3	11,7
Conc. moy. CO: $r_{CO,sec \text{ ppm}}$	[vol-ppm]	233	266	194
Poussières(moyenne): $c_{pouss,n}$	[mg/m <sup>3</sup> ]	194	191	178

Etat de référence:  $n: 0^\circ\text{C}, 1013 \text{ mbar}, \text{sec}$ ; Abréviations: O<sub>2</sub>: oxygène; CO<sub>2</sub>: dioxyde de carbone; CO: monoxyde de carbone

### 13.3.4 Traitement des données brutes

#### Normalisation de la concentration de particules solides

##### Mesure 1

$$c_{pouss,N,1} = c_{pouss,n,1} \times \frac{21\% - r_{O_2N}}{21\% - r_{O_2,sec}} = 194 \times \frac{21\% - 13\%}{21\% - 9,1\%} = 130 \text{ mg/m}^3$$

##### Mesure 2

$$c_{pouss,N,2} = 132 \text{ mg/m}^3$$

##### Mesure 3

$$c_{pouss,N,3} = 118 \text{ mg/m}^3$$



## Normalisation de la concentration de monoxyde de carbone

### Mesure 1

$$c_{CO,N,1} = r_{CO_{sec},ppm} \times 1,25 \times \frac{21\% - r_{O_2,N}}{21\% - r_{O_2,sec}} = 233 \times 1,25 \times \frac{21\% - 13\%}{21\% - 9,1\%} = 196 \text{ mg/m}^3$$

### Mesure 2

$$c_{CO,N,2} = 230 \text{ mg/m}^3$$

### Mesure 3

$$c_{CO,N,3} = 161 \text{ mg/m}^3$$

*Etats de référence = n: 0 °C, 1013 mbar, sec;*

*N = 0 °C, 1013 mbar, sec, N % vol O<sub>2</sub> (dans l'exemple présenté 13 % vol)*

*r<sub>CO<sub>sec</sub>,ppm</sub> = concentration volumique de monoxyde de carbone dans l'effluent gazeux; [m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>];  
(remarque: 1ppm<sub>vol</sub> = 10<sup>-6</sup> m<sup>3</sup>/m<sup>3</sup>)*

*1,25 = facteur de conversion des ppm en mg/m<sup>3</sup> (cp. chap. 1.2 tab. 3)*

## Moyennes semi-horaires de la concentration de particules solides

$$\bar{c}_{pouss,N,a} = \frac{c_{pouss,N,1} + c_{pouss,N,2}}{2} = \frac{130 + 132}{2} = 131 \text{ mg/m}^3$$

$$\bar{c}_{pouss,N,b} = \frac{c_{pouss,N,2} + c_{pouss,N,3}}{2} = \frac{132 + 118}{2} = 125 \text{ mg/m}^3$$

## Moyennes semi-horaires de la concentration de monoxyde de carbone

$$\bar{c}_{CO,N,a} = \frac{c_{CO,N,1} + c_{CO,N,2}}{2} = \frac{196 + 230}{2} = 213 \text{ mg/m}^3$$

$$\bar{c}_{CO,N,b} = \frac{c_{CO,N,2} + c_{CO,N,3}}{2} = \frac{230 + 161}{2} = 195 \text{ mg/m}^3$$

**Puissance calorifique (chap. 13.2.2)**

$$P_{cal} = H_u^{bois} \times \frac{1}{r_c} \times \dot{V}_{n,sec} \times (r_{CO_2,sec} + r_{CO_{sec}}) \times 0,536 \quad (13.1)$$

$$H_u^{bois} \times 5,0 \times (1 - 30 \%) - 0,678 \times 30 \% = 3,3 \text{ kWh/kg} \quad (13.2)$$

$$\dot{V}_{n,sec} = \dot{V}_{n,f} \times \frac{1}{1 + r_{H_2O,sec}} \quad \dot{V}_{n,f} \times \frac{1}{1 + f \times r_{CO_2,sec}} \quad (13.3)$$

$$\dot{V}_{n,f} = A \times v \times 3600 \frac{(b + \Delta p) \times 273}{1013 \times (273 + T)} \quad (13.4)$$

$\dot{V}_{n,f}$  = débit volumique de l'effluent gazeux; [ $m^3/h$ ]; état de référence: 0 °C, 1013 mbar, humide

$\dot{V}_{n,sec}$  = débit volumique de l'effluent gazeux; [ $m^3/h$ ]; état de référence: 0 °C, 1013 mbar, sec

$f$  = facteur de proportionnalité (voir sous 13.2.3)

Si l'on introduit 13.4, 13.3 et 13.2 dans 13.1, on obtient:

$$P_{cal} = 1061 \times H_u^{bois} \times \frac{A \times v \times (b + \Delta p) \times (r_{CO_2,sec} + r_{CO_{sec}})}{(1 - w) \times (273 + T) \times (1 + f \times r_{CO_2,sec})} \text{ kW}$$

$A$  = surface de la section de mesure; [ $m^2$ ]; dans l'exemple présenté:  $0,2 \times 0,2 \times \pi = 0,1257 \text{ m}^2$

$v$  = vitesse moyenne de l'effluent gazeux dans le plan de mesure; [ $m/s$ ]

$T$  = température de l'effluent gazeux; [ $^{\circ}C$ ]

**Mesure 1**

$$P_{cal} = 1061 \times 3,3 \times \frac{0,1257 \times 4,1 \times (962 - 0,3) \times (11,5 \% + 233 \times 10^{-6})}{(1 - 30 \%) \times (273 + 157) \times (1 + 1,32 \times 11,5 \%)} = 576 \text{ kW}$$

**Mesure 2**

$$P_{cal} = 593 \text{ kW}$$

**Mesure 3**

$$P_{cal} = 592 \text{ kW}$$

## Incertitudes sur la mesure

### Incertitudes sur la mesure des particules solides

$$r u_{c_{pouss,N}} = \sqrt{\left(r u_{c_{pouss,n}}\right)^2 + \left(\frac{1}{21\% - r_{O_2,sec}}\right)^2 \times \left(u_{r_{O_2,sec}}\right)^2}$$

$$u_{c_{pouss,N}} = r u_{c_{pouss,N}} \times c_{pouss,N}$$

$r u_{c_{pouss,N}}$  = incertitude relative sur la détermination des particules solides; état de référence: 0 °C, 1013 mbar, sec, 13 % vol O<sub>2</sub>; [%]

$r u_{c_{pouss,n}}$  = incertitude relative sur la détermination des particules solides; état de référence: 0 °C, 1013 mbar, sec; [%]; dans l'exemple: 15 %

$u_{r_{O_2,sec}}$  = incertitude absolue sur la détermination de l'oxygène; état de référence: sec; [% vol]

$r_{O_2,sec}$  = concentration volumique d'oxygène dans l'effluent gazeux; état de référence: sec; [% vol]

$u_{c_{pouss,N}}$  = incertitude absolue sur la concentration de poussières; état de référence: 0 °C, 1013 mbar, sec, 13 % vol O<sub>2</sub>; [mg/m<sup>3</sup>]

#### Mesure 1

$$r u_{c_{pouss,N,1}} = \sqrt{(15\%)^2 + \left(\frac{1}{21\% - 9,1\%}\right)^2 \times (0,2\%)^2} = 0,15 = 15\%$$

$$u_{c_{pouss,N,1}} = 15\% \times 130 = 20 \text{ mg/m}^3$$

#### Mesure 2

$$r u_{c_{pouss,N,2}} = 15\% ; u_{c_{pouss,N,2}} = 20 \text{ mg/m}^3$$

#### Mesure 3

$$r u_{c_{pouss,N,3}} = 15\% ; u_{c_{pouss,N,3}} = 18 \text{ mg/m}^3$$

### Moyennes semi-horaires

$$u_{\bar{c}_{pouss,N,a}} = \frac{1}{2} \times \sqrt{u_{c_{pouss,N,1}}^2 + u_{c_{pouss,N,2}}^2} = \frac{1}{2} \times \sqrt{20^2 + 20^2} = 14 \text{ mg/m}^3$$

$$u_{\bar{c}_{pouss,N,b}} = \frac{1}{2} \times \sqrt{u_{c_{pouss,N,2}}^2 + u_{c_{pouss,N,3}}^2} = \frac{1}{2} \times \sqrt{20^2 + 18^2} = 13 \text{ mg/m}^3$$

## Incertitudes sur la mesure du monoxyde de carbone

$$r u_{c_{CO,N}} = \sqrt{(r u_{c_{CO,n}})^2 + \left(\frac{1}{21\% - r_{O_2,sec}}\right)^2 \times (u_{r_{O_2,sec}})^2}; u_{c_{CO,N}} = r u_{c_{CO,N}} \times c_{CO,N}$$

$r u_{c_{CO,N}}$  = incertitude relative sur la détermination du monoxyde de carbone; état de référence 0 °C, 1013 mbar, sec, 13 % vol O<sub>2</sub>; [%]

$r u_{c_{CO,n}}$  = incertitude relative sur la détermination du monoxyde de carbone; état de référence 0 °C, 1013 mbar, sec; [%]; dans l'exemple présenté: 10 %

$u_{r_{O_2,sec}}$  = incertitude absolue sur la détermination de l'oxygène; état de référence: sec; [% vol]

$r_{O_2,sec}$  = concentration volumique d'oxygène dans l'effluent gazeux; état de référence: sec; [% vol]

$u_{c_{CO,N}}$  = incertitude absolue sur la concentration de monoxyde de carbone; état de référence: 0 °C, 1013 mbar, sec, 13 % vol O<sub>2</sub>; [mg/m<sup>3</sup>]

### Mesure 1

$$r u_{c_{CO,N,1}} = \sqrt{(10\%)^2 + \left(\frac{1}{21\% - 9,1\%}\right)^2 \times (0,2\%)^2} = 0,10 = 10\%$$

$$u_{c_{CO,N,1}} = 10\% \times 196 = 20 \text{ mg/m}^3$$

### Mesure 2

$$r u_{c_{CO,N,2}} = 10\%; u_{c_{CO,N,2}} = 23 \text{ mg/m}^3$$

### Mesure 3

$$r u_{c_{CO,N,3}} = 10\%; u_{c_{CO,N,3}} = 16 \text{ mg/m}^3$$

## Moyennes semi-horaires

$$u_{\bar{c}_{CO,N,a}} = \frac{1}{2} \times \sqrt{u_{c_{CO,N,1}}^2 + u_{c_{CO,N,2}}^2} = \frac{1}{2} \times \sqrt{20^2 + 23^2} = 15 \text{ mg/m}^3$$

$$u_{\bar{c}_{CO,N,b}} = \frac{1}{2} \times \sqrt{u_{c_{CO,N,2}}^2 + u_{c_{CO,N,3}}^2} = \frac{1}{2} \times \sqrt{23^2 + 16^2} = 14 \text{ mg/m}^3$$

### Incertitude sur la mesure de la puissance calorifique

$$r u_{Pcal} = \sqrt{\begin{aligned} & (r u_A)^2 + (r u_V)^2 + \frac{u_b^2 + u_{\Delta p}^2}{(b + \Delta p)^2} + \frac{u_T^2}{(273 + T)^2} + \frac{u_{CO_{2,sec}}^2}{(r_{CO_{2,sec}} + r_{CO_{sec}})^2} + \frac{(1 - f \times r_{CO_{2,sec}})^2 \times u_{CO_{2,sec}}^2}{(1 + f \times r_{CO_{2,sec}})^2 \times (r_{CO_{2,sec}} + r_{CO_{sec}})^2} + \\ & \frac{(r_{CO_{2,sec}} \times u_f)^2}{(1 + f \times r_{CO_{2,sec}})^2} + \frac{(0,678)^2 \times u_w^2}{(5 - 5,678 \times x)^2 \times (1 - x)^2} \end{aligned}}$$

#### Mesure 1

$$u_d = 2 \text{ cm pour } d = 40 \text{ cm} \Rightarrow r u_d = 0,05 \Rightarrow r u_A = 2 \times r u_d = 0,1; r u_V = 10 \% = 0,1; u_b = 3 \text{ mbar}; u_{\Delta p} = 0,2 \text{ mbar}; u_T = 5^\circ\text{C}; u_{CO_{2,sec}} = 0,2 \% \text{vol}$$

$$r u_{CO_{2,sec}} = 10 \% \rightarrow u_{CO_{2,sec}} = 10 \% \times 233 \times 10^{-6} x = 30 \% ; u_x = 10 \% ; u_f = 0,3$$

$$= \sqrt{\frac{r u_{Pcal,1}}{\begin{aligned} & (0,1)^2 + (0,1)^2 + \frac{(3)^2 + (0,2)^2}{(962 - 0,3)^2} + \frac{(5)^2}{(273 + 157)^2} + \frac{(10 \% \times 233 \times 10^{-6})^2}{(11,5 \% + 233 \times 10^{-6})^2} + \\ & \frac{(1 - 1,32 \times 233 \times 10^{-6})^2 \times (0,2 \%)^2}{(1 + 1,32 \times 11,5 \%)^2 \times (11,5 \% + 233 \times 10^{-6})^2} + \frac{(11,5 \% \times 0,3)^2}{(1 + 1,32 \times 11,5 \%)^2} + \frac{(0,678)^2 \times (10 \%)^2}{(5 - 5,678 \times 30 \%)^2 \times (1 - 30 \%)^2} \end{aligned}}}$$

#### Mesure 1

$$r u_{Pcal,1} = 0,149 = 15 \% \Rightarrow u_{Pcal,1} = 86 \text{ kW}$$

#### Mesure 2

$$r u_{Pcal,2} = 0,149 = 15 \% \Rightarrow u_{Pcal,2} = 88 \text{ kW}$$

#### Mesure 3

$$r u_{Pcal,3} = 0,149 = 15 \% \Rightarrow u_{Pcal,3} = 88 \text{ kW}$$

---

### 13.3.5 Appréciation

La valeur déterminante pour la comparaison avec la valeur limite d'émission est la moyenne semi-horaire la plus élevée.

*Concentration des particules solides:*

$$\bar{c}_{pouss,N,a} = 131 \pm 14 \text{ mg/m}^3 ; \text{ valeur limite fixée dans l'OPair: } 20 \text{ mg/m}^3$$

→ **Le résultat de la mesure est supérieur à la valeur limite; l'installation est déclarée non conforme s'agissant des poussières.**

*Concentration de CO:*

$$\bar{c}_{CO,N,a} = 213 \pm 15 \text{ mg/m}^3 ; \text{ valeur limite fixée dans l'OPair: } 500 \text{ mg/m}^3$$

→ **Le résultat de la mesure est inférieur à la valeur limite; l'installation est conforme aux exigences relatives à la concentration de CO dans les émissions.**

# Annexe

## Tableau des facteurs t

Tab. 61 Tableau des facteurs t

Probabilité d'erreur  $\alpha$  pour une distribution binomiale.

DL	$\alpha$	0,10	0,05	0,02	0,01	0,002
1		6,314	12,706	31,821	63,657	318,309
2		2,920	4,303	6,965	9,925	22,327
3		2,353	3,182	4,541	5,841	10,214
4		2,132	2,776	3,747	4,604	7,173
5		2,015	2,571	3,365	4,032	5,893
6		1,943	2,447	3,143	3,707	5,208
7		1,895	2,365	2,998	3,499	4,785
8		1,860	2,306	2,896	3,355	4,501
9		1,833	2,262	2,821	3,250	4,297
10		1,812	2,228	2,764	3,169	4,144
11		1,796	2,201	2,718	3,106	4,025
12		1,782	2,179	2,681	3,055	3,920
13		1,771	2,160	2,650	3,012	3,852
14		1,761	2,145	2,624	2,977	3,787
15		1,753	2,131	2,602	2,947	3,733
16		1,746	2,120	2,583	2,921	3,686
17		1,740	2,110	2,567	2,898	3,646
18		1,734	2,101	2,552	2,878	3,610
19		1,729	2,093	2,539	2,861	3,579
20		1,725	2,086	2,528	2,845	3,552
40		1,684	2,021	2,423	2,704	3,307
60		1,671	2,000	2,390	2,660	3,232
80		1,664	1,990	2,374	2,639	3,195
100		1,660	1,984	2,364	2,626	3,174
1000		1,646	1,962	2,330	2,581	3,098
$\infty$		1,645	1,960	2,326	2,576	3,090

DL = degrés de liberté,  $\alpha$  = probabilité d'erreur pour une distribution binomiale

A une certitude P de, par exemple, 0,95 (= 95 %) correspond une probabilité d'erreur  $\alpha$  de 0,05 (= 5 %) (tiré de Sachs 1984).

# Répertoires

## Figures

Fig. 1 Disposition des points de mesure dans un canal de section circulaire.....	19
Fig. 2 Embout pour la mesure des émissions.....	21
Fig. 3 Exemple d'un emplacement de mesure.....	22
Fig. 4 Tube de Prandtl.....	25
Fig. 5 Schéma d'un dispositif d'échantillonnage avec filtre placé à l'intérieur du canal.....	30
Fig. 6 Filtre plat intérieur.....	33
Fig. 7 Exemple de bourrage.....	34
Fig. 8 Schéma des principaux éléments du filtre extérieur.....	36
Fig. 9 Schéma des éléments importants du filtre plat extérieur.....	38
Fig. 10 Schéma du dispositif de prélèvement d'échantillons de métaux, de non-métaux et de leurs composés.....	41
Fig. 11 Exemple de conditionnement de gaz non réactifs.....	49
Fig. 12 Exemple de dispositif de prélèvement.....	56
Fig. 13 Prélèvement et mesure par FID.....	65
Fig. 14 Exemples de dispositifs de prélèvement.....	73
Fig. 15 Utilisation de tubes d'adsorption.....	76
Fig. 16 Schéma du procédé de thermodésorption.....	78
Fig. 17 Schema des Rechnungsablaufes.....	93
Fig. 18 Dispositif de mesure.....	94
Fig. 19 Profil des concentrations de monoxyde de carbone et d'oxydes d'azote émises.....	120
Fig. 20 Profil de la concentration de poussières émises.....	124
Fig. 21 Emissionsverlauf der Feststoff-Konzentration.....	127
Fig. 22 Profil des émissions: concentration des composés chlorés inorganiques.....	131
Fig. 23 Profil des émissions: concentration du carbone organique lié gazeux.....	134
Fig. 24 Profil des émissions de carbone organique lié gazeux.....	137
Fig. 25 Profil de la concentration des poussières émises.....	140
Fig. 26 Profil des concentrations des composants gazeux de l'effluent.....	152



---

## Tables

Tab. 1 Symboles et indices utilisés.....	11
Tab. 2 Facteurs de conversion entre unités .....	12
Tab. 3 Concentrations.....	13
Tab. 4 Nombre minimal de points de mesure pour des canaux de section ronde.....	18
Tab. 5 Section circulaire.....	19
Tab. 6 Nombre minimal de points de mesure pour des canaux de section rectangulaire.....	20
Tab. 7 Caractéristiques .....	45
Tab. 8 Méthodes de mesure on-line .....	50
Tab. 9 Paramagnétisme .....	51
Tab. 10 Point de rosée.....	52
Tab. 11 Psychromètre.....	52
Tab. 12 Spectrométrie infrarouge non dispersive (NDIR) .....	53
Tab. 13 Spectrométrie infrarouge non dispersive (NDIR) .....	53
Tab. 14 Chimiluminescence.....	54
Tab. 15 Spectrométrie infrarouge non dispersive (NDIR) .....	54
Tab. 16 Teneur en dioxyde d'azote .....	55
Tab. 17 Méthodes pour déterminer les polluants inorganiques gazeux.....	57
Tab. 18 Caractéristiques habituelles de la mesure de la teneur en eau par condensation.....	57
Tab. 19 Caractéristiques habituelles de la mesure de la teneur en eau par adsorption.....	58
Tab. 20 Caractéristiques habituelles de la mesure de la concentration des composés chlorés gazeux inorganiques.....	58
Tab. 23 Données estimées pour la mesure de la teneur des composés d'ammonium.....	61
Tab. 24 Exemple.....	68
Tab. 25 Récapitulation .....	70
Tab. 26 Appréciation.....	70
Tab. 27 Exemples des méthodes NIOSH et OSHA.....	72
Tab. 28 Prélèvement de substances organiques par enrichissement dans une solution absorbante.....	75
Tab. 29 Procédés VDI avec récipients collecteurs de gaz.....	80
Tab. 30 Descriptif sommaire de la méthode NIOSH n° 2010 .....	82
Tab. 31 Description sommaire de la méthode .....	83
Tab. 32 Description sommaire de la méthode OSHA n° 50 .....	83
Tab. 33 Description sommaire de la méthode .....	83
Tab. 34 Caractéristiques.....	84
Tab. 35 Description sommaire des méthodes ISO 11338.....	85
Tab. 36 Description sommaire de la méthode NIOSH n° 1003 (Halogenated hydrocarbons).....	85

---

Tab. 37 Facteurs internationaux d'équivalence toxique (I-TEF).....	86
Tab. 38 Description sommaire des méthodes .....	87
Tab. 39 Dispositif de mesure.....	94
Tab. 40 Récapitulation des résultats (mesures ponctuelles).....	98
Tab. 41 Propagation des erreurs de mesure systématiques .....	103
Tab. 42 Propagation des erreurs de mesure aléatoires.....	104
Tab. 43 Tableau des valeurs k pour quelques concentrations d'oxygène.....	106
Tab. 44 Tableau des facteurs t.....	107
Tab. 45 Objectifs de qualité.....	109
Tab. 46 Résultats de mesure.....	119
Tab. 47 Résultats de mesure.....	123
Tab. 48 Traitement des données brutes.....	125
Tab. 49 Résultats de mesure.....	126
Tab. 50 Traitement des données brutes.....	128
Tab. 51 Exemple valeurs limites des UIOM .....	129
Tab. 52 Résultats de mesure.....	130
Tab. 53 Résultats de mesure.....	133
Tab. 54 Programme de mesure.....	146
Tab. 55 Méthodes de mesure.....	146
Tab. 56 Description de l'installation et du régime d'exploitation.....	147
Tab. 57 Exemples de facteurs de proportionnalité .....	150
Tab. 58 Description de l'installation et du régime d'exploitation.....	151
Tab. 59 Méthodes et instruments de mesure .....	151
Tab. 60 Résultats des mesures .....	152
Tab. 61 Tableau des facteurs t.....	159