NORME INTERNATIONALE

ISO 19702

Deuxième édition
2015-08-01

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

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

Numéro de référence
ISO 19702:2015(F)

© ISO 2015



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

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

Sommaire

Page

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

© ISO 2015 – Tous droits réservés

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

 © ISO 2015 – Tous droits réservés

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

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

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

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

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

© ISO 2015 – Tous droits réservés

Introduction

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

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

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

— les températures élevées supérieures ou égales à 1 000 °C;

— la présence d'aérosols (c'est-à-dire des particules solides et liquides) avec un large éventail de tailles et de distribution des particules, associés à des espèces chimiques adsorbées et absorbées;

— la présence de vapeurs organiques et inorganiques condensables (de l'eau, par exemple);

— un degré de turbulence élevé, avec des concentrations variables dans le temps et l'espace;

— une très grande diversité d'espèces et de concentrations, qui varient généralement rapidement en fonction du temps et de l'emplacement par rapport à la source (ou à la zone de chauffage en cas de modèle de feu physique de «laboratoire»);

— la présence d'espèces acides/corrosives;

— la présence d'espèces solubles dans l'eau et/ou fortement réactives entraînant des pertes d'échantillons.

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

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

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

— une méthode unique pour le mesurage des gaz et vapeurs, pertinente pour la toxicologie du feu;

— des mesurages (c'est-à-dire des concentrations d'espèces chimiques présentant un intérêt) résolus dans le temps sur des périodes relativement courtes, en permettant la surveillance du développement des espèces chimiques et de la décroissance tout au long de l'incendie ou de l'essai au feu physique; et

— des données pertinentes relatives à la présence d'une substance toxique qui pourrait être extraite des spectres IRTF enregistrés, si une nouvelle substance toxique venait à être ultérieurement identifiée comme étant importante.

 © ISO 2015 – Tous droits réservés

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

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

a) une analyse en circuit ouvert, où le faisceau de rayonnement infrarouge est dirigé à travers l'effluent situé à l'intérieur et/ou à l'extérieur de l'appareillage d'essai au feu;

b) une analyse extractive, dans laquelle une fraction de l'effluent provenant d'un appareillage d'essai au feu est envoyée en continu, via un système de prélèvement chauffé, à la cellule à gaz de l'instrument d'analyse IRTF, en permettant ainsi de réaliser des mesurages à distance (voir par exemple la résolution IMO MSC.307(88)[9]).

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

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

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

© ISO 2015 – Tous droits réservés

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

1 Domaine d'application

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

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

a) fournir des données à utiliser dans l'évaluation de la toxicité de la réaction de combustion sans faire appel à des études biologiques,

b) calculer les données de rendement dans les études de caractérisation du feu,

c) fournir des données à utiliser dans la modélisation mathématique du risque que présente l'effluent du feu en caractérisant sa composition générée par des modèles de feu physiques,

d) caractériser la composition des effluents des modèles physiques à petite échelle et des feux à plus grande échelle à des fins comparatives,

e) aider à la validation des modèles de feu numériques,

f) fixer les conditions d'exposition dans les études biologiques, si nécessaire,

g) surveiller les études biologiques lorsqu'elles sont utilisées, et

h) aider à l'interprétation des études biologiques, le cas échéant.

La présente Norme internationale spécifie des principes d'échantillonnage et des méthodes pour l'analyse individuelle, dans les effluents du feu, des fractions volumiques dans l'air du monoxyde de carbone (CO), du dioxyde de carbone (CO_2), du cyanure d'hydrogène (HCN), du chlorure d'hydrogène (HCl), du bromure d'hydrogène (HBr), du monoxyde d'azote (NO), du dioxyde d'azote (NO_2) et de l'acroléine (CH_2CHCHO).

Dans les cas les plus courants, un instrument IRTF peut mesurer une large plage de concentrations. En général, cette plage varie de quelques µl/l à plusieurs milliers de µl/l pour HCl, HBr, HF, SO_2, NO_x, HCN et jusqu'à quelques pour-cent pour CO, CO_2 et H_2O. Cette liste est uniquement donnée à titre indicatif et de nombreuses autres espèces pourraient être ajoutées.[27] Bien qu'elle ne soit pas spécifiquement définie dans la présente Norme internationale car elle n'avait pas été spécifiquement étudiée dans le cadre du projet SAFIR,[18] la méthode présentée convient également à l'analyse d'autres espèces gazeuses, y compris le fluorure d'hydrogène (HF) et le dioxyde de soufre (SO_2), en utilisant des méthodes d'échantillonnage adaptées.

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

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

© ISO 2015 – Tous droits réservés

La conformité à la présente Norme internationale signifie que:

— Le mode opératoire d'échantillonnage utilisé est en conformité avec les «meilleures pratiques» actuelles reconnues à l'échelle internationale pour les applications décrites.

— Le mode opératoire analytique a été exécuté en respectant les restrictions imposées par la nature de l'atmosphère des effluents du feu et les limites de la méthodologie ITRF elle-même.

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

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

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

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

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

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

ISO 13943, *Sécurité au feu — Vocabulaire*

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

3 Termes et définitions

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

3.1
apodisation
processus mathématique appliqué pour corriger les écarts par rapport à l'interférogramme théorique obtenu en spectroscopie IRTF

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

3.2
interférogramme
modèle d'intensité de rayonnement variable, résultant de l'interaction de (généralement) deux faisceaux de rayonnement électromagnétique monochromatiques de longueur d'onde identique, lorsque les faisceaux se sont propagés sur un parcours différent avant de se combiner

 © ISO 2015 – Tous droits réservés