

CODE DE BONNES PRATIQUES SUR LES MESURES DES EMISSIONS CANALISEES DE POLLUANTS ATMOSPHERIQUES

SOMMAIRE

Sommaire	3
Liste des tableaux	5
Liste des figures	6
CHAPITRE 1. Introduction	7
CHAPITRE 2. Normes à appliquer	8
CHAPITRE 3. Aspects opératoires généraux du prélèvement des échantillons, de leur conservation et de leur analyse	13
3.1. <i>Emplacement de mesure</i>	15
3.1.1. Aménagement	15
3.1.2. Évaluation de l'emplacement de mesure dans le rapport	18
3.2. <i>Échantillonnage des émissions canalisées en général</i>	20
3.3. <i>Démonstration de l'homogénéité d'une section de mesure</i>	20
3.4. <i>Échantillonnage avec filtre dans ou hors conduit d'évacuation (in-stack ou out-stack)</i>	22
3.5. <i>Contrôle/étalonnage des appareils de mesure et d'échantillonnage</i>	26
3.5.1. Généralités	26
3.5.2. Compteurs à gaz	27
3.5.3. Tubes de Pitot	28
3.5.4. Manomètres	28
3.5.5. Sondes de température/thermocouples	29
3.5.6. Baromètre	29
3.6. <i>Critères de validation d'une méthode de mesure d'émissions</i>	30
3.6.1. Généralités	30
3.6.2. Exigences de validation des moniteurs	31
3.6.3. Limites de détection/de quantification à atteindre par la méthode de mesure	33
3.7. <i>Récipients dans lesquels les échantillons doivent être conservés et délai de conservation</i>	34
3.8. <i>Étalonnage de la méthode d'analyse</i>	43
3.9. <i>Proposition de calcul de l'incertitude de mesure</i>	44
3.9.1. Vue d'ensemble	44
3.9.2. Incertitude de mesure des moniteurs	50
3.10. <i>Rédaction des rapports</i>	51
3.11. <i>Exigences spécifiques applicables à quelques méthodes</i>	52
3.11.1. Détermination gravimétrique de la teneur en poussières	52
3.11.2. Détermination gravimétrique de la teneur en eau	52
3.11.3. Échantillonnage de HCl, HF et d'autres composés par voie chimique humide	53
3.11.4. Échantillonnage des COV par adsorption	54
3.11.5. Mesure de l'oxygène	54
CHAPITRE 4. Commentaire sur certains aspects des normes	55



4.1.	<i>Essais d'étanchéité</i>	55
4.2.	<i>Blancs de terrain</i>	55
4.2.1.	Blancs de terrain lors d'un échantillonnage manuel _____	56
4.2.2.	Blancs de terrain dans le cas des dioxines et des PCB de type dioxine selon l'EN 1948-1, 2, 3, 4 _____	57
4.3.	<i>Mesures des gaz avec moniteurs (appareils de mesure en continu)</i>	58
4.3.1.	Principes de mesure admis _____	58
4.3.2.	Étalonnage et contrôle des moniteurs de gaz _____	58
4.3.3.	Contrôle des pertes dans le conduit _____	61
4.3.4.	Critères applicables à la dérive du zéro et de l'intervalle de mesure _____	61
4.3.5.	Autocertification des gaz étalons _____	62
4.3.6.	Mesure du NO ₂ _____	62
CHAPITRE 5.	Liste des références _____	64
Annexe	_____	67

LISTE DES TABLEAUX

<i>Tableau 1 : Liste synoptique des normes à appliquer (prélèvement et analyse des échantillons)</i>	8
<i>Tableau 2 : Tableau répertoriant les températures prescrites pour la sonde d'échantillonnage et le filtre (filtre dans le conduit d'évacuation ou en dehors)</i>	23
<i>Tableau 3 : Critères de performance des compteurs à gaz selon les normes EN 14791 et EN 14790 révisées en 2017</i>	27
<i>Tableau 4 : Exemple de contrôle de la limite de quantification d'une méthode de mesure d'émissions par voie chimique humide par rapport à une valeur limite d'émission (VLE) fixée par la loi</i>	33
<i>Tableau 5 : Conservation d'échantillons provenant de mesures à l'émission</i>	35
<i>Tableau 6 : Calcul de l'incertitude de calcul pour les différentes composantes</i>	44
<i>Tableau 7 : Exigences applicables aux blancs de terrain</i>	56
<i>Tableau 8 : Principes de mesure admis dans les techniques instrumentales</i>	58

LISTE DES FIGURES

<i>Figure 1 : Termes relatifs à l'emplacement de mesure et à la section de mesure</i>	16
<i>Figure 2 : Linéarité des moniteurs</i>	32
<i>Figure 3 : Carte de contrôle avec limites statistiques 2s et 3s entourant la moyenne</i>	60

CHAPITRE 1. INTRODUCTION

Conformément à l'article 12 du Code du 25/03/1999 de l'inspection, la prévention, la constatation et la répression des infractions en matière d'environnement, et de la responsabilité environnementale (ci-après dénommé le Code de l'inspection) [Ordonnance du 8 mai 2014 modifiant l'ordonnance du 25 mars 1999 relative à la recherche, la constatation, la poursuite et la répression des infractions en matière d'environnement, ainsi que d'autres législations en matière d'environnement, et instituant un Code de l'inspection, la prévention, la constatation et la répression des infractions en matière d'environnement, et de la responsabilité environnementale], les agents chargés de la surveillance peuvent réaliser des mesures de pollution et procéder gratuitement au prélèvement d'échantillons ou les faire exécuter par un laboratoire agréé. L'article 13 dispose que les mesures de pollution s'effectuent selon les modalités et à l'aide d'appareils et de systèmes de mesure qui garantissent l'objectivité et l'intégrité des données recueillies.

Le présent Code de Bonne Pratique relatif aux mesures des émissions canalisées de polluants atmosphériques, en ce compris la conservation et l'analyse des échantillons, est destiné à être utilisé lors de l'exécution de telles mesures en Région de Bruxelles-Capitale.

CHAPITRE 2. NORMES À APPLIQUER

Les normes qui s'appliquent aux paramètres à mesurer et qu'il y a lieu de suivre, sont répertoriées dans le Tableau 1. Les paramètres à mesurer y sont groupés en une série de sous-catégories parce que les aspects spécifiques au prélèvement et à l'analyse des échantillons sont fortement liés au type de paramètre. Une distinction est faite, par exemple, entre des polluants gazeux et particuliers et entre des polluants gazeux inorganiques et des composés organiques (volatils) ...

Tableau 1 : Liste synoptique des normes à appliquer (prélèvement et analyse des échantillons)

Paramètre à mesurer	Norme à appliquer
Paramètres d'émission	
Teneur en humidité	EN 14790
Température	EN ISO 16911-1
Vitesse	EN ISO 16911-1 ISO 10780 ⁽¹⁾
Débit	EN ISO 16911-1 ISO 10780 ⁽¹⁾
Teneur en oxygène (O ₂)	EN 14789
Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)	
Anthracène	ISO 11338-1 à 2
Benzo(a)pyrène	ISO 11338-1 à 2
Benzo(b)fluoranthène	ISO 11338-1 à 2
Benzo(k)fluoranthène	ISO 11338-1 à 2
Indéno(1,2,3-cd)pyrène	ISO 11338-1 à 2
Naphtalène	ISO 11338-1 à 2
Dioxines/PCB	
PCDD + PCDF (dioxines + furannes)	EN 1948-1 à 3
Polychlorobiphényles (PCB)	EN 1948-4
Polluants gazeux inorganiques/échantillonnage par voie chimique humide	
Cyanure d'hydrogène (HCN) Cyanure et ses composés inorganiques, exprimés en HCN	(Projet) EPA OTM 029
Acide fluorhydrique (HF) Fluor et ses composés inorganiques, exprimés en HF	NBN T 95-501 NF X43-304 ⁽²⁾
Acide chlorhydrique (HCl) Chlore et ses composés inorganiques, exprimés en HCl	EN 1911

Paramètre à mesurer	Norme à appliquer	
Ammoniac (NH ₃)	NEN 2826 EPA CTM-027 ⁽³⁾	
Chlore	EPA-method 26	
Sulfure d'hydrogène H ₂ S	VDI 3486 Blatt 2	
Oxydes de soufre (SO _x /SO ₂)	EN 14791 ⁽⁴⁾	
Composés inorganiques/mesurage avec moniteurs		
Dioxyde de carbone (CO ₂)	ISO 12039	
Monoxyde de carbone (CO)	EN 15058	
Méthane (CH ₄)	ISO 25139	
Oxydes d'azote (NO _x /NO ₂)	EN 14792	
Oxydes de soufre (SO _x /SO ₂)	CEN/TS 17021 (SO ₂)	
Protoxyde d'azote (N ₂ O)	EN ISO 21258	
Composés organiques volatils/moniteurs		
Carbone organique total (COT)	EN 12619	
Composés organiques volatils en mg C/Nm ³	EN 12619	
Composés organiques volatils/échantillonnage sur adsorbants		
Composés organiques volatils non méthaniques (COVNM)	CEN/TS 13649	
Benzène		
1,1,1-trichloroéthane		
1,1,2,2-tétrachloroéthane		
1,2-dichloroéthane (DCE)		
Dichlorométhane (DCM)		
Tétrachloroéthylène/perchloroéthylène (PER)		
Tétrachlorométhane (TCM)		
Trichlorobenzène (TCB)		
Trichloréthylène (TRI)		
Trichlorométhane/chloroforme		
Chlorure de vinyle/chloroéthylène		
1,1-dichloroéthylène (1,1-DCE)		
1,2,3-triméthylbenzène		
1,2,4-triméthylbenzène		
1,2-dichlorobenzène		
1,2-dichloroéthylène		
1,3,5-triméthylbenzène		
1,4-dichlorobenzène		
2-chloropropane		
Acétone		
a-chlorotoluène		
Amines R-NH		
Acide acétique		CEN/TS 13649
Butyraldéhyde		
Chlorobenzène		
Chloroéthane		



Paramètre à mesurer	Norme à appliquer
Chlorométhane	
Cyclohexanone	
Isopropylbenzène/cumène	
Mercaptans R-SH /thiols	
Nitrobenzène	
Nitrotoluène	
Oxyde d'éthylène	
Styrène	
Composés particuliers et métaux	
Aluminium	EN 14385 ⁽⁵⁾
Antimoine et ses composés	EN 14385
Arsenic et ses composés	EN 14385
Cadmium et ses composés	EN 14385
Chrome et ses composés	EN 14385
Fer	EN 14385 ⁽⁵⁾
Cobalt et ses composés	EN 14385
Cuivre et ses composés	EN 14385
Mercure et ses composés	EN 13211
Plomb et ses composés	EN 14385
Manganèse et ses composés	EN 14385
Nickel et ses composés	EN 14385
Platine et ses composés	EN 14385 ⁽⁵⁾
Sélénium et ses composés	EN 14385
Tellure et ses composés	EN 14385 ⁽⁵⁾
Thallium et ses composés	EN 14385
Étain et ses composés	EN 14385 ⁽⁵⁾
Vanadium et ses composés	EN 14385
Zinc et ses composés	EN 14385 ⁽⁵⁾
PM10 = poussières d'un diamètre < 10 microns	ISO 23210
Poussières totales	EN 13284-1 (faibles concentrations) ISO 9096 (concentrations plus élevées) ⁽⁶⁾
Autres polluants	
Acétaldéhyde	
Pentachlorobenzène	
Hexachlorobenzène (HCB)	
Dichlorodifluorométhane (fréon)	
Chlorofluorocarbones (CFC)	
Hydrochlorofluorocarbones (HCFC)	
Hydrofluorocarbones (HFC)	
Halons	
di(2-éthylhexyl)-phtalate (DEHP)	
Hexabromobiphényle (HBB)	
Perfluorocarbones (PFC)	
Aldrine	
Chlordane	

Paramètre à mesurer	Norme à appliquer
Chlordécone	
Dichlorodiphényltrichloroéthane (DDT)	
Dieldrine	
Endrine	
Heptachlore	
1,2,3,4,5,6-hexachlorocyclohexane (HCH)	
Lindane	
Mirex	
Pentachlorophénol (PCP)	
Toxaphène	
Hexafluorure de soufre (SF6)	
Diphényléthers polybromés	

⁽¹⁾ La norme applicable à la mesure de la vitesse/du débit des gaz est la NBN ISO 16911. Concernant l'étalonnage des tubes de Pitot, en plus de l'étalonnage en soufflerie par rapport à un anémomètre laser à effet Doppler, la méthode d'étalonnage en soufflerie par rapport à un tube de Pitot de référence normalisé est également autorisée selon l'ISO 10780.

⁽²⁾ La norme applicable à la mesure de la concentration en fluorures gazeux dans les effluents gazeux est la NBN T 95-501. Cette norme déjà ancienne (1984) prescrit comme méthode d'analyse obligatoire celle de l'électrode sélective aux ions. Outre celle-ci, deux techniques d'analyse alternatives peuvent être admises sur la base de la norme française NF X43-304 :

- la spectrophotométrie (technique d'analyse recommandée pour une concentration $\geq 0,3$ mg/l) ;
- la chromatographie d'échange d'ions (technique d'analyse recommandée pour une concentration $\geq 0,1$ mg/l).

Selon la NF X43-304, la combinaison de 1 barboteur (*impinger*) contenant de l'eau et de 2 barboteurs contenant 0,1 N de NaOH peut être tolérée lors de l'échantillonnage combiné de HCl et de HF. La concentration en fluorure et en chlorure est déterminée séparément dans chaque barboteur. Il faut démontrer que l'échantillonnage de HCl et de HF répond aux exigences d'efficacité d'absorption. En variante, on peut aussi utiliser 2 barboteurs contenant de l'eau suivis de 2 barboteurs contenant 0,1 N de NaOH, le chlorure étant analysé uniquement dans les deux premiers flacons et le fluorure, dans tous les flacons.

⁽³⁾ La norme néerlandaise NEN 2826 prescrit la spectrophotométrie pour l'analyse de l'azote ammoniacal. En variante, on peut appliquer la chromatographie d'échange d'ions selon l'EPA CTM-027 pour l'analyser.

⁽⁴⁾ Le dosage du SO₂ par voie chimique humide selon l'EN 14791 n'est pas la méthode à préférer en raison de sa précision limitée (20 %) et de la lenteur de sa réponse. La mesure du SO₂ nécessite de disposer d'un appareil de mesure en continu.

⁽⁵⁾ Ces éléments ne figurent pas explicitement dans l'EN 14385.

⁽⁶⁾ On se reportera également à l'ISO 9096 parce que, selon cette norme, il est aussi possible d'utiliser des filtres à manchon. Ce type de filtres s'emploie classiquement pour des concentrations assez élevées de poussières (domaine d'application selon la norme : entre 20 et 1000 mg/m³). La norme EN 13284-1 prescrit uniquement des filtres plats.

Pour un certain nombre des paramètres du tableau ci-dessus aucune méthode normalisée n'a été mentionnée. Cela signifie qu'on ne dispose pas de normes (internationales) régissant le dosage des paramètres en question dans des effluents gazeux canalisés. Pour ces paramètres, le laboratoire devra démontrer que la méthode utilisée est adaptée à l'exécution de leurs mesures.

En général, une étude de validation passe par les étapes suivantes (cf. la NEN 7777) :

- déterminez, d'après la finalité et le statut de la méthode, les caractéristiques de performance à déterminer ;
- déterminez le domaine d'application (matrices et domaine d'utilisation) pour lequel la méthode doit être validée, et le nombre de sous-domaines dans lequel il doit être divisé en pratique ;
- vérifiez si des exigences externes ne s'appliquent pas aux caractéristiques de performance ou à une partie d'entre elles et, si oui, quelle en est la forme ;
- vérifiez quels échantillons vous avez besoin pour l'étude de validation ;
- réalisez l'étude de validation ;
- évaluez la performance constatée comparativement à d'éventuelles exigences externes ou, à défaut de critères quantitatifs externes, directement par rapport à l'usage prévu ;
- rendez compte des résultats dans un rapport de validation.

Les caractéristiques de performance à déterminer se sélectionnent selon le point 3.6.1.

Les aspects opératoires généraux concernant l'échantillonnage, le lieu de mesure, la démonstration de l'homogénéité, le contrôle et l'étalonnage des appareils de mesure et d'échantillonnage (voir le CHAPITRE 3), et les prescriptions des normes applicables de manière générale (blanc de terrain, exécution de l'essai d'étanchéité, voir le CHAPITRE 4), doivent être également suivis pour les paramètres pour lesquels aucune norme (internationale) n'est disponible.

CHAPITRE 3. ASPECTS OPÉRATOIRES GÉNÉRAUX DU PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS, DE LEUR CONSERVATION ET DE LEUR ANALYSE

Les aspects généraux relatifs à l'exécution de l'échantillonnage, à la conservation des échantillons et à leur analyse lors de mesures d'émissions tels qu'abordés dans ce chapitre sont applicables pour tous les paramètres, donc aussi en l'absence de Codes de Bonne Pratique ou de méthodes normalisées.

Les points traités en particulier dans cette partie sont les suivants.

➤ **Concernant l'échantillonnage**

- Évaluation du lieu de mesure lors de l'établissement du rapport
- Échantillonnage des émissions canalisées en général
- Démonstration de l'homogénéité d'une section de mesure
- Prélèvement des échantillons en cheminée (*in-stack*) ou hors cheminée (*out-stack*)
- Exigences spécifiques pour quelques méthodes

Parfois, les permis d'environnement imposent le respect de conditions ou de méthodes spécifiques d'échantillonnage. Les laboratoires agréés doivent suivre ces dispositions, mais en examinant d'un œil critique si les méthodes ou conditions proposées sont encore d'actualité ou peuvent éventuellement conduire à un résultat moins précis que les normes les plus récentes.

Si la méthode n'est pas actuelle ou risque de conduire à un résultat moins précis, le laboratoire doit prendre contact avec l'autorité (instance ayant délivré le permis ou service d'inspection) avant d'exécuter l'échantillonnage/la mesure.

➤ **Concernant l'équipement de mesure et d'échantillonnage**

- Exigences minimales s'appliquant aux appareils de mesure et d'échantillonnage
- Pour les techniques instrumentales, au minimum les principes de mesure exigés
- Pour les autres appareils, être attentif aux étalonnages internes et externes, fréquences

➤ **Récipients dans lesquels les échantillons doivent être conservés et délai de conservation**

- Type de récipients
- Délai maximal de conservation et conditions de conservation d'un échantillon

➤ **Établissement d'une liste des méthodes d'analyse**

- Limites de détection à atteindre en relation avec la valeur limite d'émission fixée légalement
- Proposition de calcul de l'incertitude de mesure (IM)
 - Mention des facteurs (tant pour le prélèvement des échantillons que pour leur analyse) à reprendre au minimum dans le calcul de l'IM et, le cas échéant, mention de l'IM maximale imposée spécifiée dans la norme considérée ou la législation

- **Rédaction des rapports**
 - Liste des exigences et éléments qui doivent au moins figurer dans le rapport. L'évaluation du plan de mesure selon l'EN 15259 et l'évaluation de l'homogénéité selon cette norme sont aussi des volets importants des rapports.

- **Validation d'une méthode de mesure**
 - Critères de validation d'une méthode de mesure d'émissions en général
 - Critères de validation des moniteurs (appareils de mesure en continu)

3.1. EMPLACEMENT DE MESURE

3.1.1. AMÉNAGEMENT

Le lieu d'exécution d'une mesure d'émission revêt une importance déterminante pour la qualité de ses résultats. La détermination de la vitesse et de la concentration massique du composé à mesurer dans l'effluent gazeux requiert un profil cinétique régulier et stable sans turbulences, ni reflux. Le plan de mesure doit prévoir une grille de points de mesure en nombre suffisant en vue de la détermination de la distribution du composé à mesurer.

La norme régissant l'aménagement de l'emplacement, de la section et de la plate-forme de mesure est la NBN EN 15259. La norme EN 15259 donne les définitions suivantes :

measurement section (= section de mesure):

region of the waste gas duct which includes the measurement plane(s) and the inlet and outlet sections. The measurement section is the region of a conducted source (e.g. waste gas duct, stack) which includes the actual measurement plane and the inlet and outlet sections.

measurement plane (= plan de mesure)

plane normal to the centreline of the duct at the sampling position

Ces termes sont illustrés à la Figure 1.

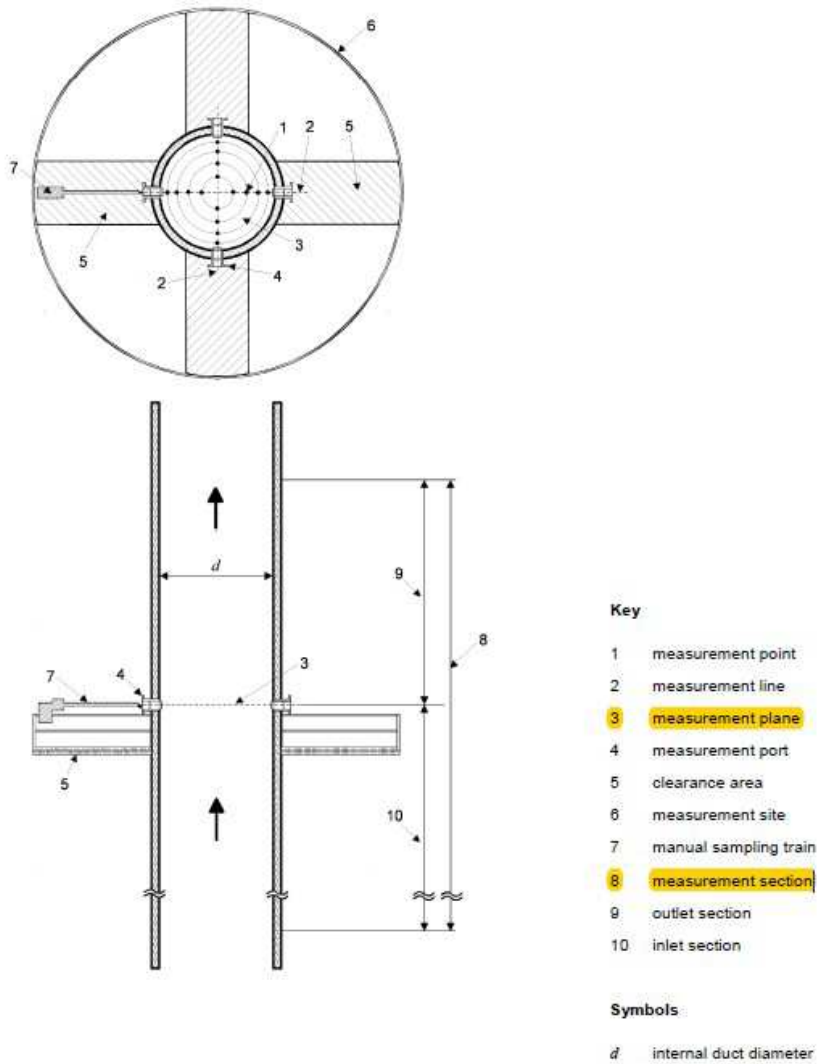


Figure 1 : Termes relatifs à l'emplacement de mesure et à la section de mesure

Les principales dispositions de cette norme sont résumées ci-dessous.

La planification et le choix d'une section de mesure doivent tenir compte des aspects suivants :

- la section de mesure doit permettre le prélèvement d'échantillons représentatifs des émissions dans le plan de mesure en vue de la détermination du débit volumique et de la concentration massique des polluants ;
- le plan de mesure est localisé dans une partie du conduit d'évacuation des effluents gazeux (une cheminée, par exemple) où les conditions d'écoulement et les concentrations peuvent être présumées homogènes. Globalement, l'exigence de l'homogénéité des conditions d'écoulement est rencontrée si le plan de mesure :
 - est éloigné le plus possible dans sa partie aval et amont de perturbations susceptibles d'entraîner une modification de la direction de l'écoulement (par exemple, des perturbations pouvant être provoquées par des coudes, des ventilateurs...), ainsi que de l'amenée d'air ou d'autres flux d'émissions. Ces perturbations peuvent respectivement induire un écoulement en rotation (« non axial ») ou une stratification (formation de couches) dans le canal d'évacuation.

- est situé dans un segment s'étendant en partie rectiligne sur au moins cinq diamètres hydrauliques (D_h) en amont du plan de mesure et au moins deux diamètres hydrauliques en aval (ou au moins cinq diamètres hydrauliques de la partie supérieure de la cheminée au débouché à l'air libre). Il s'agit de lignes directrices concernant les distances. Le diamètre hydraulique se définit comme suit :

$$D_h = 4 \times \text{l'aire de section/périmètre.}$$

Dans le cas d'un conduit rond, le diamètre hydraulique est égal au diamètre réellement mesuré.

- se trouve dans une partie du conduit de forme et de section constantes ;
- chaque point de mesure situé dans un plan de mesure conforme à la NBN EN 15259 doit satisfaire aux 4 conditions d'homogénéité du profil d'écoulement ci-dessous :
- direction du flux gazeux $< 15^\circ$ par rapport à l'axe longitudinal du conduit de gaz ;
 - pas de vitesses négatives locales des gaz ;
 - vitesse minimale des gaz suivant la méthode de mesure du débit volumique :
 - si l'on utilise des tubes de Pitot, la pression différentielle doit être supérieure à 5 Pa en chaque point de mesure ;
 - si l'on utilise des anémomètres à palettes, la vitesse doit être supérieure à 0,5 m/s en chaque point de mesure ;
 - rapport entre vitesses maximale/minimale mesurées des gaz < 3 .

3.1.2. ÉVALUATION DE L'EMPLACEMENT DE MESURE DANS LE RAPPORT

Généralités

Le rapport doit comporter un enregistrement des caractéristiques de l'emplacement de mesure et une évaluation de sa conformité à la norme EN 15259.

Outre les caractéristiques du site de mesure, un rapport de mesures à l'émission doit au moins comprendre les informations suivantes concernant la conformité de l'emplacement de mesure :

- les résultats de l'évaluation selon les 4 conditions de la NBN EN 15259 concernant un profil d'écoulement homogène en tout point de mesure conformément à la norme, à l'exception des situations pour lesquelles des écarts sont admis plus loin. Si le profil des concentrations n'est pas homogène dans le plan de mesure, un échantillonnage pondéré par le débit est requis et le profil cinétique doit être connu. Dans ce dernier cas, il faut encore vérifier que les conditions fixées par la NBN EN 15259 sont remplies. L'évaluation selon les 4 conditions doit être présentée plus en détail dans le rapport :
 - pour les angles mesurés $\geq 15^\circ$: en indiquant les angles réellement mesurés du flux gazeux par rapport à l'axe du conduit par point de mesure ; pour les angles inférieurs à 15° , il suffit d'indiquer « $< 15^\circ$ » ;
 - en indiquant les vitesses individuelles des gaz par point de mesure et le rapport v_{\max}/v_{\min} ;
- le nombre d'ouvertures/d'axes/de points de mesure présents par rapport aux exigences de la NBN EN 15259. Le rapport décrit également les écarts admissibles ne donnant pas lieu à une non-conformité.

À l'exception des écarts admissibles listés ci-après, le fait de ne pas répondre aux 4 exigences d'homogénéité du profil d'écoulement issues de la NBN EN 15259 et la présence d'un nombre insuffisant d'ouvertures/d'axes/de points de mesure doivent être rapportées comme une non-conformité et accompagnée de la description des écarts constatés. En voici quelques exemples :

- non-respect du critère du nombre d'ouvertures/d'axes/de points de mesure ;
- toutes les ouvertures de mesure ne sont pas présentes ;
- à la hauteur des ouvertures de mesure, un garde-corps empêche une mesure sur la totalité du plan de mesure (*traversing* – balayage – maillage – voir le point 3.2) ;
- les ouvertures de mesure sont trop petites pour les sondes à utiliser, en particulier dans le cas des composants liés à la poussière ;
- la plate-forme de mesure est trop petite ;
- ...

Le rapport de mesure doit aussi inclure les informations suivantes sur l'emplacement de mesure, mais sans qu'elles conduisent à une non-conformité de l'emplacement :

- le résultat de l'essai d'homogénéité selon l'EN 15259 avec la stratégie résultante (mesure en 1 point ou maillage) ou le respect du critère de l'homogénéité présumée (avec une mesure en 1 point comme stratégie résultante) ;
- une évaluation par rapport aux lignes directrices sur la distance indiquées dans la NBN EN 15259.

Écarts admissibles par rapport à la norme NBN EN 15259

Dans un certain nombre de situations, des écarts par rapport aux 4 conditions de la NBN EN 15259 relatives à un profil d'écoulement homogène ou au nombre d'ouvertures/d'axes/de points de mesure sont admissibles. Ces écarts ne donnent donc pas lieu à une non-conformité :

- Pour les petites installations chauffées au gaz d'une puissance allant jusqu'à 5 MW, exception faite des brûleurs atmosphériques, on admet les écarts suivants vis-à-vis de la NBN EN 15259 :
 1. une seule ouverture de mesure disponible au lieu de deux ;
 2. une mesure en 1 point est toujours autorisée ;
 3. un ou plusieurs des 4 critères d'homogénéité du profil d'écoulement ne sont pas respectés.
- S'il ne faut mesurer que des paramètres gazeux sans le débit volumique dans un flux gazeux homogène sans gouttelettes, on ne doit pas vérifier les 4 critères d'homogénéité du profil cinétique issus de la NBN EN 15259 et le non-respect d'un ou de plusieurs de ces critères ne constitue pas un écart. Dans le cas de paramètres gazeux non hydrosolubles, cela vaut également pour les flux gazeux homogènes avec gouttelettes.
- S'il ne faut mesurer que des paramètres gazeux et le débit volumique dans un flux gazeux homogène sans gouttelettes et que le débit peut être déterminé d'une autre manière conforme à la NBN EN ISO 16911-1, on ne doit pas vérifier les 4 critères d'homogénéité du profil cinétique et le non-respect d'un ou de plusieurs de ces critères ne constitue pas un écart. Dans le cas de paramètres gazeux non hydrosolubles, cela vaut également pour les flux gazeux homogènes avec gouttelettes.
- S'il ne faut mesurer que des paramètres gazeux sans débit volumique dans un flux gazeux qui est présumé homogène (voir le point 3.3) et sans gouttelettes, le non-respect du critère du nombre d'ouvertures/d'axes/de points de mesure ne constitue pas un écart. Dans le cas de paramètres gazeux non hydrosolubles, cela vaut également pour les flux gazeux présumés homogènes avec gouttelettes.
- S'il ne faut mesurer que des paramètres gazeux et le débit volumique dans un flux gazeux qui est présumé homogène (voir le point 3.3) et sans gouttelettes et que le débit peut être déterminé d'une autre manière – pas de mesures ponctuelles avec tube de Pitot/anémomètre, mais par exemple mesure au gaz traceur ou calcul du débit volumique à partir de la consommation d'énergie des processus de combustion – conforme à la NBN EN ISO 16911-1, le non-respect du critère du nombre d'ouvertures/d'axes/de points de mesure ne constitue pas un écart. Dans le cas de paramètres gazeux non hydrosolubles, cela vaut également pour les flux gazeux présumés homogènes avec gouttelettes.

Dans le cas des autres écarts (non admissibles), les laboratoires doivent procéder à une estimation de leur influence sur le résultat de mesure.

3.2. ÉCHANTILLONNAGE DES ÉMISSIONS CANALISÉES EN GÉNÉRAL

Pour les échantillonnages où les composés à mesurer sont présents dans les particules de poussière ou dans plusieurs phases simultanément telles que poussière, gaz et gouttelettes, il faut toujours réaliser un maillage et un prélèvement en isocinétisme sur les points et les diamètres exigés par l'EN 15259 et par la méthode d'échantillonnage de poussières de l'EN 13284-1. Il faut donc toujours procéder ainsi, entre autres, pour échantillonner des poussières, des métaux lourds, des HAP, des dioxines et des PCB dans les émissions atmosphériques.

En cas de présence de gouttelettes, les composés gazeux hydrosolubles (par exemple, HCl, HF, NH₃, COV hydrosolubles...) doivent être également échantillonnés par maillage et en isocinétisme.

Pour les composés gazeux, une mesure ponctuelle est autorisée à la place d'une mesure sur la totalité du plan de mesure (*traversing* – balayage) si l'une des quatre conditions exposées au point 3.3 est remplie.

Dans le cas d'un échantillonnage de paramètres gazeux par maillage – pour une section de mesure non homogène et en l'absence de gouttelettes dans le conduit d'évacuation –, on peut distinguer les 2 situations suivantes (conformément à la norme EN 15259) :

- 1) le débit traversant le milieu de collecte est adapté au débit massique local dans la surface partielle (échantillonnage proportionnel au débit massique) ;
- 2) le débit ne peut pas être adapté sans diminuer le rendement du système (méthodes manuelles, par exemple avec barboteurs/*impingers*) ou ne peut pas être adapté (méthodes automatiques) ; dans ce cas, on échantillonne en chaque point sur une durée proportionnelle à la vitesse locale.

3.3. DÉMONSTRATION DE L'HOMOGENÉITÉ D'UNE SECTION DE MESURE

La mesure de composants gazeux en un seul point, à la place d'une mesure sur tout le plan de mesure (*traversing* – balayage), n'est autorisée :

- que si l'homogénéité de la section de mesure a été démontrée selon la NBN EN 15259, auquel cas une mesure ponctuelle en chaque point de mesure de la section est autorisée ;
- qu'en un point déterminé dont il a été prouvé qu'il est représentatif de la section selon la NBN EN 15259 (c'est aussi possible dans un plan de mesure non homogène) ;
- que pour une homogénéité présumée (voir plus loin) ;
- que pour de petites installations chauffées au gaz d'une puissance allant jusqu'à 5 MW, à l'exception des brûleurs atmosphériques.

Pour les diamètres inférieurs à 0,35 m, il ne faut mesurer qu'en un point du conduit d'évacuation des effluents atmosphériques et l'homogénéité ne doit donc pas être prouvée.

Pour les diamètres entre 0,35 m et 1,10 m, l'homogénéité doit être prouvée, sauf si les critères d'homogénéité présumée sont remplis (voir plus loin).

Homogénéité présumée :

Une section de mesure peut être considérée comme homogène sans autres essais si toutes les conditions ci-dessous sont remplies :

- la section est conforme aux règles de distance selon l'EN 15259 ou la norme autrefois en vigueur en Belgique sur la mesure du débit, la NBN T 95-001 (elle a été abrogée et un contrôle selon ses règles de distance est uniquement admis pour les installations dont le permis a été délivré avant le 12/06/2015) ;
- le diamètre du conduit d'évacuation est de 1,10 m maximum, et
- une seule source d'effluents atmosphériques y est raccordée.

** La norme NBN T 95-001 spécifiait que : « Le plan de mesure doit se trouver dans une partie rectiligne du conduit de forme et de section constantes, et d'une longueur égale à au moins six fois le diamètre hydraulique D_h ; elle doit être choisie aux deux tiers de la longueur de la partie droite mesurée à partir du point de départ en amont. »*

Présomption d'inhomogénéité :

Si les critères ci-dessus d'homogénéité présumée ne sont pas tous remplis, donc dans le cas :

- d'une situation de la section moins favorable que ce que prescrivent les normes pour la détermination de la teneur en poussières ou pour la mesure du débit, ou
 - de conduits d'évacuation de diamètres assez grands ($> 1,10$ m), ou
 - du raccordement de plusieurs sources d'effluents atmosphériques au même conduit,
- il y a présomption d'inhomogénéité et il y a lieu de démontrer l'homogénéité.

Fréquence de la démonstration de l'homogénéité :

Si l'on réalise une mesure en 1 seul point, l'homogénéité doit déjà avoir été prouvée. Pour les mesures à l'émission répétées périodiquement dans le même plan de mesure, une détermination de l'homogénéité réalisée 1 fois selon la méthode décrite dans l'EN 15259 suffit tant que le point de mesure et les processus raccordés générateurs des émissions ne changent pas.

Nombre minimal de points de mesure :

L'homogénéité doit être démontrée avec au minimum 8 points de mesure différents pour une section ronde et avec un minimum de 9 pour une section rectangulaire. Comme l'incertitude statistique est trop grande avec un nombre plus petit de points de mesure, ce qui se reflète dans les valeurs élevées de F et de t, les essais portant sur moins de points de mesure sont peu significatifs.

Remarque :

Si les émissions fluctuent fortement dans le temps ou si plusieurs sources présentant des régimes différents sont raccordées au même conduit, les méthodes prescrites ne permettent pas de prouver l'homogénéité. En principe, cela signifie qu'il faut toujours procéder à un balayage, mais la représentativité de la mesure pour l'émission ne sera pas encore garantie pour autant.

Dans les procédés industriels sans combustion où l'O₂ n'est pas un paramètre approprié pour exécuter le test d'homogénéité et où le flux gazeux ne contient pas d'autres paramètres se prêtant à une mesure en continu en vue de l'exécution du test d'homogénéité, on peut en variante vérifier les conditions suivantes :

- l'écart-type des vitesses est < 10 % de la vitesse moyenne ;
- les écarts locaux de température sont inférieurs à 10 °C.

3.4. ÉCHANTILLONNAGE AVEC FILTRE DANS OU HORS CONDUIT D'ÉVACUATION (*IN-STACK* OU *OUT-STACK*)

S'il n'y a pas de risque de condensation et donc, si la température des effluents gazeux se situe suffisamment au-dessus du point de rosée (acide), on peut en règle générale monter un filtre dans le conduit d'évacuation à la température des effluents gazeux. En présence de gouttelettes dans le flux gazeux ou en cas de risque de condensation, il faut toujours utiliser hors de la cheminée une sonde chauffée et un filtre chauffé suffisamment au-dessus du point de rosée du flux gazeux.

Le Tableau 2 donne pour une série de paramètres un aperçu des températures de filtre à régler. Il indique également si une filtration *in-stack* ou *out-stack* est prescrite.

Tableau 2 : Tableau répertoriant les températures prescrites pour la sonde d'échantillonnage et le filtre (filtre dans le conduit d'évacuation ou en dehors)

Paramètre	Température	Filtre dans le conduit d'évacuation ou en dehors ?
Eau	<p>Le filtre et la sonde au moins à 120 °C et au moins 20 °C au-dessus du point de rosée (acide) de l'effluent gazeux</p> <p>Usage autorisé d'une sonde non chauffée pour autant que les parties non chauffées soient prises en compte</p>	Si la température des effluents gazeux est d'au moins 120 °C et au moins 20 °C au-dessus du point de rosée (acide), un filtre est admis dans le conduit d'évacuation.
HCl Le chlore et ses composés inorganiques, exprimés en HCl	<p>Filtration à une température régulée au moins 20 °C supérieure au point de rosée et de préférence égale à au moins 150 °C.</p> <p>Une version antérieure de l'EN 1911-1:1998 indiquait que des pertes de chlorures peuvent se produire du fait de réactions secondaires pendant la filtration à des températures inférieures à 130 °C. Certains effluents gazeux peuvent contenir des sels de calcium ou des hydroxydes, des sels d'ammonium ou du NH₃ libre qui peuvent réagir avec HCl. Il existerait une preuve expérimentale que ces réactions sont fortement favorisées à des températures inférieures à 130 °C. Les produits de la réaction seront retenus sur le filtre.</p>	
Chlore	Le filtre et la sonde au moins 20 °C au-dessus du point de rosée et de préférence à au moins 150 °C	Si la température des effluents gazeux est au moins 20 °C supérieure au point de rosée, un filtre est admis dans le conduit d'évacuation.
NH ₃ gazeux	Mesure du NH ₃ gazeux : le filtre et la sonde à une température régulée réglée sur 105 °C (on évite la condensation ou un filtre humide et l'évaporation des sels	Filtre chauffé hors du conduit d'évacuation à une température régulée de 105 °C

Paramètre	Température	Filtre dans le conduit d'évacuation ou en dehors ?
	d'ammonium est minime dans ce cas). À des températures plus élevées, une volatilisation des aérosols d'ammonium, du nitrate d'ammonium par exemple, peut apparaître, ce qui peut entraîner une surestimation de la concentration d'ammoniac.	
HF	Le filtre et la sonde au moins 20 °C au-dessus du point de rosée et de préférence à au moins 150 °C pour réduire à un minimum les réactions des gaz avec les particules de poussière sur le filtre	Pas de gouttelettes et température des effluents gazeux au moins 20 °C au-dessus du point de rosée : une filtration peut être mise en œuvre dans le conduit d'évacuation
SO _x	Le filtre et la sonde à au moins 120 °C et au moins 20 °C au-dessus du point de rosée (acide) Si le SO _x doit être dosé en présence de SO ₃ , le laboratoire doit pouvoir démontrer que, pendant la mesure, la température était au moins 20 °C supérieure au point de rosée acide ou, en variante, on peut opter en standard pour une température « sûre » de 200 °C. Dans les émissions de procédés, on peut en variante se passer de filtre ou l'analyser, mais ce uniquement en l'absence de sulfates dans le flux gazeux. Si des sulfates sont présents, le filtre doit être chauffé au-dessus du point de rosée acide.	Filtre dans le conduit d'évacuation s'il n'y a pas de gouttelettes et si la température des effluents gazeux est 20 °C au-dessus du point de rosée (acide)
HCN	120 ± 14 °C	Filtre chauffé et hors du conduit d'évacuation
Poussière	Température recommandée : 160 °C ± 5 C <u>Combinaison poussières + métaux totaux</u> et température des effluents gazeux inférieure à 160 °C : toujours un filtre hors du conduit d'évacuation et à 160 °C	Filtre admis dans la cheminée ou en dehors, sauf : 1) en présence de gouttelettes (flux gazeux saturé) : toujours un filtre chauffé et hors de la cheminée ; 2) s'il y a combinaison de poussières et de métaux totaux selon la NBN EN 14385, le filtre doit être placé hors du conduit d'évacuation, dans un boîtier chauffé à 160 °C si la température des effluents gazeux est inférieure à 160 °C,

Paramètre	Température	Filtre dans le conduit d'évacuation ou en dehors ?
		et on applique un post-conditionnement du filtre à 160 °C pour déterminer la teneur en poussières. En effet, ce post-conditionnement à 160 °C peut entraîner une volatilisation de métaux présents sous forme de poussières à la température de l'effluent gazeux. Pendant le post-conditionnement du filtre, la température ne peut jamais dépasser la température de filtration.
Métaux	<u>Combinaison poussières + métaux totaux</u> et température des effluents gazeux inférieure à 160 °C : toujours un filtre hors du conduit d'évacuation et à 160 °C	Filtre dans le conduit d'évacuation ou en dehors <u>Combinaison poussières + métaux totaux</u> et température des effluents gazeux inférieure à 160 °C : toujours un filtre hors du conduit d'évacuation et à 160 °C Filtre hors du conduit d'évacuation : à une température au moins 20 °C supérieure à celle des effluents gazeux ou 20 °C supérieure au point de rosée, la valeur appliquée étant la plus élevée des deux.
Composés organiques volatils/échantillonnage sur cartouche	Différentes configurations possibles en fonction de la température des effluents gazeux et de la présence de gouttelettes et/ou de poussières	
PCDD+PCDF et PCB	Différentes configurations possibles selon l'EN 1948-1 et l'EN 1948-4	
HAP	Différentes configurations possibles selon l'ISO 11338-1	

3.5. CONTRÔLE/ÉTALONNAGE DES APPAREILS DE MESURE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

L'article 13 du Code dispose que les mesures de pollution s'effectuent selon les modalités et à l'aide d'appareils et de systèmes de mesure qui garantissent l'objectivité et l'intégrité des données recueillies.

L'article 14 du Code dispose que le bon fonctionnement des appareils de mesure est contrôlé et qu'un registre est tenu à jour.

3.5.1. GÉNÉRALITÉS

Tous les instruments de mesure tels que compteurs à gaz, thermocouples, manomètres, tubes de Pitot... doivent être contrôlés/étalonnés périodiquement sur toute leur plage de mesure, la périodicité dépendant de la fréquence d'utilisation dans la pratique. Le contrôle/l'étalonnage doit pouvoir être rapporté à des normes (inter)nationales et doit être réalisé par un institut d'étalonnage accrédité ISO 17025 à cet effet.

En variante, le laboratoire peut réaliser lui-même les contrôles/étalonnages par rapport à un appareil de référence étalonné en externe par un institut d'étalonnage accrédité ISO 17025.

Pour les équipements de mesure utilisés sur le terrain, on applique une fréquence type de contrôle/d'étalonnage d'un an ; pour les appareils de référence, les auditeurs de Belac appliquent classiquement une fréquence de 5 ans comme règle générale. Les appareils de référence sont des appareils qui ne servent qu'à en contrôler d'autres et que l'on n'emporte donc pas sur le terrain.

Le laboratoire doit disposer d'une procédure de contrôle/d'étalonnage fixant la fréquence d'étalonnage, la méthode de travail et les critères de rejet des appareils de référence et de mesure. Cette procédure doit être approuvée par les instances compétentes (par exemple, Belac, les laboratoires de référence compétents...).

S'il ressort de l'historique des étalonnages que les instruments de mesure restent toujours conformes à leurs spécifications avant retarage, la fréquence de contrôle/d'étalonnage peut être éventuellement abaissée.

3.5.2. COMPTEURS À GAZ

Selon de récentes normes européennes, l'incertitude élargie (95 % de l'intervalle de confiance) sur le volume de gaz échantillonné peut atteindre 5 % maximum (cf. Tableau 3).

Tableau 3 : Critères de performance des compteurs à gaz selon les normes EN 14791 et EN 14790 révisées en 2017

	Critère de performance
Incertitude-type sur le volume de gaz échantillonné	$\leq 2,5$ % du volume de gaz échantillonné
Incertitude élargie	≤ 5 % du volume de gaz échantillonné
Incertitude-type sur la température du gaz dans le compteur à gaz	≤ 1 % de la température absolue
Incertitude élargie	≤ 2 % de la température absolue
Incertitude-type sur la pression absolue dans le compteur à gaz	≤ 1 % de la pression absolue
Incertitude élargie	≤ 2 % de la pression absolue

Suivant les normes, les incertitudes sur le volume de gaz échantillonné, la température et la pression absolue consistent en une combinaison d'incertitudes consécutives à l'étalonnage, à la résolution ou au relevé, d'une dérive entre 2 étalonnages successifs et de l'écart-type de la moyenne si plusieurs valeurs ont été utilisées pour déterminer la valeur de mesure finale. Les principes du calcul de l'incertitude combinée reposent sur la loi de la propagation des incertitudes issue du Guide ISO/CEI 98-3 (GUM). Un exemple du calcul du budget des incertitudes est repris en annexe des normes EN 14790 et EN 14791.

Selon le GUM, les incertitudes-types sont déterminées suivant une évaluation de type A ou de type B. L'évaluation de type A est une méthode qui évalue l'incertitude-type en procédant à une analyse statistique d'une série d'observations. Une évaluation de type B est une méthode qui évalue l'incertitude-type via une autre approche que l'analyse statistique d'une série d'observations. L'utilisation de données de mesure antérieures, ainsi que l'expérience et les connaissances générales relatives aux caractéristiques des équipements et des appareils de mesure, les informations tirées des certificats d'étalonnage et autres... sont des exemples du second type d'évaluation.

L'incertitude de mesure élargie U – c'est la valeur qui détermine l'intervalle $y-U - y+U$ dans lequel se situe la valeur de mesure présentant un degré de confiance présumé – s'obtient en multipliant l'incertitude-type par un facteur d'élargissement k (*coverage factor*) égal à 2 et correspondant à un niveau de confiance de 95 %.

Le « Guide to the expression of Uncertainty in Measurement », GUM en abrégé (ISO GUM, 1995), est le référentiel de base en ce qui concerne l'établissement de l'incertitude de mesure. Il est complété par des documents plus pratiques ou plus sectoriels tels que le guide d'Eurachem/CITAC « Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (QUAM) » (<http://www.eurachem.org/>). Ce dernier document énonce un certain nombre de règles sur la conversion des composantes de

l'incertitude en incertitudes-types. Ces règles sont brièvement évoquées plus loin dans l'annexe I au présent code de bonne pratique.

3.5.3. TUBES DE PITOT

Tous les tubes de Pitot doivent être étalonnés avant d'être mis en service. Tous les tubes employés sur le terrain doivent être régulièrement étalonnés selon une périodicité (de 1 à 5 ans) qui dépend de la fréquence de leur utilisation. Outre leur étalonnage conformément à la NBN EN ISO 16911-1 (par exemple, dans une soufflerie par rapport à un anémomètre laser à effet Doppler servant d'instrument de référence), leur étalonnage par rapport à un tube de Pitot de référence possédant un facteur d'étalonnage connu, en soufflerie conforme à l'ISO 10780, est également admis. L'étalonnage doit s'effectuer à des vitesses différentes dans les limites du domaine d'application et être traçable sur le plan métrologique. L'étalonnage par rapport à un tube de Pitot de référence selon l'ISO 10780 se pratique pour au moins 2 vitesses différentes étalées sur l'intervalle de mesure, mais pas inférieures à 5 m/s en raison de l'incertitude de mesure accrue. Si l'un des facteurs d'étalonnage déterminés s'écarte de la moyenne de plus de 0,02, on répète l'étalonnage ou on remplace le tube de Pitot.

Pour pouvoir étalonner un tube de Pitot dans son propre laboratoire, il faut :

- disposer d'une procédure d'étalonnage détaillée ;
- disposer d'une soufflerie conforme aux normes (voir plus loin) ;
- évaluer l'incertitude affectant chaque étalonnage.

La soufflerie utilisée pour étalonner les tubes de Pitot doit avoir un diamètre minimal de 30 cm et présenter de plus une section suffisamment grande pour que les tubes qui y seront introduits, n'occupent jamais plus de 3 % de sa surface. La variation de vitesse du flux gazeux ne peut pas être supérieure à 1 % pendant la période nécessaire pour lire le Pitot de référence et le Pitot à étalonner. La vitesse du gaz doit être réglable et pouvoir être portée jusqu'à 18 m/s au moins.

Le recours à des facteurs d'étalonnage de Pitot reposant uniquement sur le concept du tube n'est pas admis.

3.5.4. MANOMÈTRES

La différence de pression régnant dans un flux gazeux traversant un tube de Pitot doit être mesurée avec un micromanomètre, par exemple un manomètre à liquide à pente réglable, ou avec un micromanomètre électronique étalonné. La pression différentielle minimale lisible doit être égale à 5 Pa.

Le manomètre différentiel électronique est souvent sensible aux fluctuations de la vitesse de l'effluent gazeux. Si les fluctuations des pressions différentielles excèdent 10 % des valeurs relevées en moyenne, une atténuation du signal est nécessaire (NBN EN ISO 16911 A.2.2.3).

Tant les manomètres électroniques qu'à liquide nécessitent un étalonnage et/ou un contrôle régulier. L'incertitude de mesure élargie peut atteindre au maximum 1 % de la valeur relevée ou une valeur absolue de 4 Pa maximum, la valeur appliquée étant la plus élevée des deux.

3.5.5. SONDES DE TEMPÉRATURE/THERMOCOUPLES

On doit déterminer la température du gaz pour calculer, entre autres, la densité en chacun des points où l'on mesure la vitesse. Le capteur de température utilisé doit être suffisamment fin pour donner une réponse rapide et subir une influence minimale de la conduction.

La sonde du thermomètre doit être droite et rigide afin que la mesure s'effectue exactement aux mêmes endroits que pour la vitesse du gaz. Un tube de Pitot associé à un thermocouple monté à demeure (sans sonde à aspiration) est recommandé, mais en tenant compte des distances spécifiées dans l'ISO 10780.

Il faut mettre en œuvre des thermocouples ou des capteurs Pt-100 présentant une incertitude de mesure totale sur le résultat final, donc y compris celle de tous les composants et du dispositif de lecture, inférieure à 1 % de la température absolue (K) (ISO 16911-1/ISO 10780).

3.5.6. BAROMÈTRE

L'incertitude de mesure doit être inférieure à 0,3 % de la pression atmosphérique mesurée ou que 300 Pa (ISO 16911-1/ISO 10780).

3.6. CRITÈRES DE VALIDATION D'UNE MÉTHODE DE MESURE D'ÉMISSIONS

3.6.1. GÉNÉRALITÉS

Les laboratoires doivent appliquer les méthodes (de référence) indiquées dans le Tableau 1. Ce sont des méthodes arrêtées par la loi ou recommandées par l'autorité compétente, et fixées dans des normes internationales. Quand on applique l'une d'elles sans la modifier, il suffit de démontrer que les caractéristiques de performance essentielles correspondent à celles documentées et/ou à la finalité de la méthode. La validation à réaliser porte alors au minimum sur :

- la justesse ;
- la reproductibilité intra-laboratoire ;

et, s'il y a lieu, aussi sur :

- le domaine d'utilisation ;
- les limites de détection et de quantification ;
- la répétabilité, et
- la sélectivité.

Si l'on applique une méthode modifiée, c'est-à-dire une méthode qui avait déjà été validée, mais à laquelle on a apporté une modification, il est nécessaire de la revalider en se focalisant sur les caractéristiques de performance dont on peut raisonnablement supposer qu'elles peuvent avoir été influencées par la modification.

Une méthode totalement neuve (entièrement mise au point par le laboratoire lui-même et jamais validée auparavant) réclame une validation complète. Elle portera toujours sur les caractéristiques de performance suivantes :

- le domaine d'utilisation ;
- la justesse ;
- la reproductibilité intra-laboratoire ;
- la sélectivité ;
- la robustesse.

S'il y a lieu, la validation inclura par ailleurs :

- les limites de détection et de quantification ;
- la répétabilité ;
- la linéarité ou, plus généralement, l'écart au modèle ;
- la stabilité/le délai et les conditions de conservation.

3.6.2. EXIGENCES DE VALIDATION DES MONITEURS

Les paramètres suivants doivent être certainement inclus dans l'évaluation de l'incertitude de mesure concernant les moniteurs (appareils de mesure en continu) et doivent donc être déterminés par validation, sauf si des données fiables émanant d'une autre source sont disponibles :

- perte par fuite ;
- pertes dans le conduit et le système de conditionnement, perte/conversion sur le filtre ;
- teneur résiduelle en eau (si non corrigée) ;
- dérive non corrigée du zéro et de l'intervalle de mesure ;
- écart de linéarité (défaut d'adéquation ou *lack of fit*) ;
- répétabilité au niveau de l'intervalle de mesure ;
- interférences ;
- incertitude du gaz d'étalonnage ;
- contribution des facteurs de sensibilité suivants : tension du réseau, pression, débit de prélèvement, température ;
- efficacité du convertisseur pour le NO₂ s'il y a lieu.

Une revalidation est nécessaire dans le cas :

- d'une adaptation essentielle de la méthode ;
- d'un changement de modèle d'appareil ;
- d'un changement de plage de mesure, par exemple en fonction de la modification de la valeur limite d'émission légale.

La validation par modèle d'appareil est admise ; à l'achat d'un modèle comparable, un contrôle à l'entrée suffit (à spécifier dans la procédure, par exemple un contrôle de la linéarité). Il faut toutefois déterminer les limites de détection et de quantification pour chaque appareil séparément.

Exigences minimales applicables à l'évaluation de la linéarité des moniteurs

- Spécification d'un critère pour le coefficient de corrélation (par exemple, $r > 0,995$)
- Matérialisation visuelle de la courbe d'étalonnage afin que les écarts par rapport à celle-ci (= effets résiduels) soient visualisables.
- Nombre minimal de points : 5 + zéro (après élimination de points, il doit en subsister cinq au minimum*)
- Ne pas forcer le passage de la courbe d'étalonnage par zéro.
- Il suffit de mesurer chaque concentration une seule fois.
- Fréquence du contrôle de la linéarité : selon les normes EN, il faut un essai par an.

* Si la droite d'étalonnage est établie avec 7 (6 + zéro) points d'étalonnage, par exemple, mais un point d'étalonnage montre une trop grande déviation par rapport à la droite d'étalonnage (par ex. suite à une mauvaise dilution d'un gaz primaire, démontrable), on peut alors décider d'omettre ce point à condition qu'il reste au moins 5 points + le point zéro (voir Figure 2).

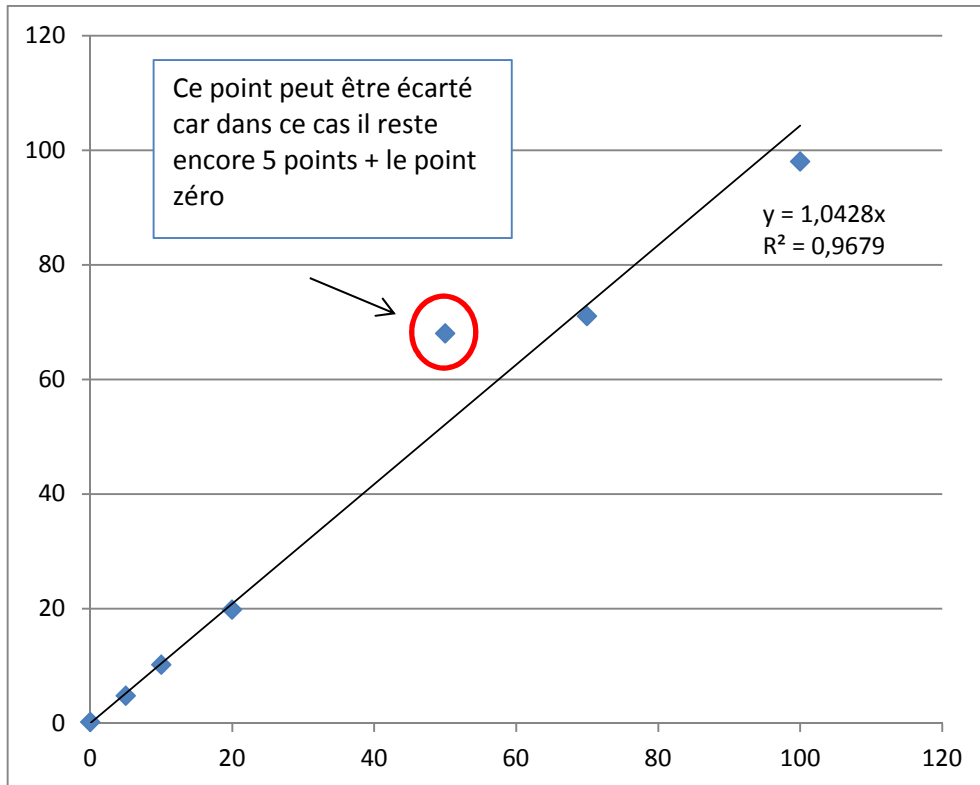


Figure 2 : Linéarité des moniteurs

Il faut éviter de contrôler des valeurs limites d'émission inférieures à 5 % de la plage de mesure d'un appareil de mesure. Comme un certain nombre de contributions à l'incertitude de mesure sont proportionnelles à la plage de mesure, il n'est pas possible de contrôler une valeur limite d'émission avec une précision suffisante à l'extrémité inférieure de l'échelle.

3.6.3. LIMITES DE DÉTECTION/DE QUANTIFICATION À ATTEINDRE PAR LA MÉTHODE DE MESURE

La limite de quantification, la sensibilité, la précision et la fiabilité de la méthode de mesure doivent être adaptées à la valeur limite d'émission prescrite pour la substance à mesurer. La plage de mesure doit au moins couvrir un domaine compris entre 0,1 fois et trois fois cette valeur limite d'émission.

La limite de rapportage d'un paramètre déterminé, à savoir la valeur sous laquelle un composant est rapporté comme « < », ne peut pas dépasser 0,1 fois la valeur limite d'émission (VLE) du paramètre concerné. Dans le cas des mesures à l'émission, la limite de quantification peut être prise comme limite de rapportage.

La limite de quantification (LQ) se calcule comme le double de la limite de détection et équivaut donc à 6 x l'écart-type à des concentrations nulles ou basses. La limite de détection est la concentration qui peut être distinguée de la concentration nulle avec une certitude de 95 % et elle se calcule comme le triple de l'écart-type à une concentration nulle ou basse.

La limite de rapportage ne peut jamais être inférieure à la limite de quantification. Donc, en résumé :

$$\text{Limite de quantification} \leq \text{limite de rapportage} \leq 0,1 \text{ VLE}$$

La limite de quantification d'une méthode de mesure des émissions par voie chimique humide est déterminée par :

- la limite de quantification de la méthode d'analyse ;
- la quantité d'échantillon/de liquide d'absorption après prélèvement ;
- le volume de gaz échantillonné ;
- la durée de l'échantillonnage.

Tableau 4 : Exemple de contrôle de la limite de quantification d'une méthode de mesure d'émissions par voie chimique humide par rapport à une valeur limite d'émission (VLE) fixée par la loi

VLE	5 mg/Nm ³ → plage de mesure requise : 0,5-15 mg/Nm ³
Limite de quantification de la méthode d'analyse	0,4 mg/l
Quantité d'échantillon après lavage	300 ml
Volume de gaz aspiré	30 minutes à 5 l/min = 0,150 Nm ³
<p>→ Ces paramètres d'échantillonnage et la méthode d'analyse concernée livrent une limite de quantification de $0,4 \text{ mg}/1000 \cdot 300 \text{ ml} = 0,12 \text{ mg absolu}/0,150 \text{ Nm}^3 = 0,8 \text{ mg}/\text{Nm}^3$, ce qui n'est pas assez bas.</p> <p>→ La méthode d'analyse n'est pas assez sensible ; les limites de détection et de quantification peuvent être abaissées en échantillonnant plus longtemps, par exemple pendant 60 minutes au lieu de trente, ce qui divise par deux la limite de quantification.</p>	

3.7. RÉCIPIENTS DANS LESQUELS LES ÉCHANTILLONS DOIVENT ÊTRE CONSERVÉS ET DÉLAI DE CONSERVATION

Pour les différents paramètres, il a été vérifié dans les normes applicables :

- dans quel type de récipients les échantillons doivent être conservés ;
- quels sont le délai de conservation maximale et les conditions de conservation d'un échantillon.

Les informations disponibles sont présentées dans le Tableau 5. Si aucun délai ou mode de conservation des échantillons n'est prescrit dans le tableau/la norme, il appartient au laboratoire de les valider lui-même.

Pour les composés organiques volatils figurant dans ce tableau, on peut opter pour la désorption par solvant ou pour la thermodésorption. Ce choix dépend des substances à mesurer, des conditions au point de mesure et de l'équipement du laboratoire concerné. Le tableau reprend les conditions de conservation issues de la CEN/TS 13649 en fonction de la technique de prélèvement.

Tableau 5 : Conservation d'échantillons provenant de mesures à l'émission

Composé	Type d'échantillons	Récipient	Délai de conservation	Mode de conservation
Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)	Filtre	Enveloppé dans un film d'aluminium	A 0-4 °C : extraire dans un délai de 1 semaine après l'échantillonnage	Au frais et dans l'obscurité Température de conservation : 0-4 °C ou à -15 °C ou moins
	Adsorbant	Obturé avec des bouchons en verre et enveloppé dans un film d'aluminium (à l'abri de la lumière)	À -15 °C ou moins : extraction dans un délai d'un mois après échantillonnage	Au frais et dans l'obscurité dans des récipients fermés Température de conservation : 0-4 °C ou à -15 °C ou moins
	Condensat	Verre de teinte foncée avec bouchon en verre dépoli ou en plastique avec insert en téflon	14 jours	Au frais et dans l'obscurité dans des récipients fermés Température de conservation : 0-4 °C ou à -15 °C ou moins Régler sur un pH de 2 avec du HCl
	Échantillon lavé	Verre de teinte foncée avec bouchon en verre dépoli ou en plastique avec insert en téflon	14 jours (comme pour le condensat)	Au frais et dans l'obscurité dans des récipients fermés Température de conservation : 0-4 °C ou à -15 °C ou moins Régler sur un pH de 2 avec du HCl (comme pour le condensat)
Dioxines/PCB	Filtre	Enveloppé dans un film d'aluminium	Pas de délai de conservation défini dans la	Dans l'obscurité, à une température ne dépassant pas



Composé	Type d'échantillons	Réceptif	Délai de conservation	Mode de conservation
			norme	la température ambiante (25 °C maximum)
	Adsorbant	Enveloppé dans un film d'aluminium	Délai indicatif pour les dioxines : 1 mois maximum	
	Échantillon lavé	Verre de teinte foncée avec bouchon en verre dépoli ou en plastique avec insert en téflon		
	Condensat	Verre de teinte foncée avec bouchon en verre dépoli ou en plastique avec insert en téflon		
Polluants inorganiques/échantillonnage par voie chimique humide				
Cyanure d'hydrogène (HCN)	Liquide d'absorption (échantillons dans 6 N de NaOH)	Flacons de 500 ml ou 1000 ml en polyéthylène alcali-résistant (pas pour l'acétone). Bouchon à filet garni au Téflon ou étanche et résistant aux solutions corrosives Les flacons à col étroit sont recommandés	Les échantillons doivent être analysés dans les 30 jours suivant leur prélèvement. Le projet de méthode OTM-029 de l'EPA stipule : Les échantillons sont stables dans la solution basique pendant environ 4 mois s'il n'y a pas d'interférences dans celle-ci. Si du sulfure est présent dans la solution, le cyanure	Conservation des échantillons à 4 ± 2 °C



Composé	Type d'échantillons	Réceptif	Délai de conservation	Mode de conservation
		(moins de fuite)	est stable pendant moins de 1 mois. Tous les échantillons doivent être analysés dans les 30 jours suivant leur prélèvement, puisqu'il peut toujours y avoir des impuretés issues de la matrice d'émission.	
Fluorure d'hydrogène (HF)	Liquide d'absorption (échantillons dans 0,1 N de NaOH)	Plastique, pas de PTFE NF X 43-304 : polyéthylène	Pas de délai de conservation spécifié dans la norme NBN T 95-501 NF X 43-304 (C.2.5) : 2 semaines maximum dans l'obscurité et au frais (4 ± 3 °C)	
Acide chlorhydrique (HCl)	Liquide d'absorption (échantillons dans l'eau)	Plastique, verre	Pas de délai de conservation spécifié dans la norme EN 1911 Délais indicatifs pour le chlorure dans l'eau : - au frais (1-5 °C) : 1 mois - congelé (<-18 °C) : 1 mois	
Ammoniac (NH ₃)	Liquide d'absorption (échantillons dans 0,1 N de H ₂ SO ₄)	Conditional Test Method (CTM-027) : HDPE (polyéthylène de haute densité)	Conditional Test Method (CTM-027) : Les échantillons doivent être analysés dans les 2 semaines suivant leur prélèvement.	Conserver au frais (pas congelé) à 4 °C et ramener d'abord à température ambiante avant l'analyse
Chlore	Liquide d'absorption (échantillons dans 0,1 N de NaOH)	EPA Method 26 : flacons en polyéthylène haute densité avec bouchon fileté garni de Téflon	Pas de délai de conservation dans la norme EPA Method 26 Rem. : durant l'échantillonnage, le chlore est converti en chlorure + HClO, puis	Les échantillons de chlorure peuvent être conservés jusqu'à 4 semaines.



Composé	Type d'échantillons	Réceptif	Délai de conservation	Mode de conservation
			entièrement en chlorure après addition de thiosulfate de sodium juste après l'échantillonnage	
Sulfure d'hydrogène H ₂ S	Solution absorbante à l'acétate de cadmium (il se forme du CdS durant l'échantillonnage)	Non repris dans la norme	Pas de délai de conservation spécifié dans la norme VDI 3486 Blatt 2	Non repris dans la norme
Oxydes de soufre (SO _x /SO ₂)	Liquide d'absorption (échantillons dans 0,3 % ou 3 % de H ₂ O ₂)	Non repris dans la norme (elle parle seulement de « matériel adapté »)	Pas de délai de conservation spécifié dans la norme EN 14791	Non repris dans la norme
Composés organiques volatils/échantillonnage sur cartouche				
Composés organiques volatils non méthaniques (COVNM) Benzène 1,1,1-trichloroéthane 1,1,2,2-tétrachloroéthane 1,2-dichloroéthane (DCE) Dichlorométhane (DCM) Tétrachloroéthylène/perchloroéthylène (PER) Tétrachlorométhane (TCM) Trichlorobenzène (TCB) Trichloréthylène (TRI) Trichlorométhane/chloroforme Chlorure de vinyle/chloroéthylène 1,1-dichloroéthylène (1,1-DCE)	Cartouche d'adsorption pour désorption par solvant ou thermodésorption	Les conteneurs et matériaux émettant des COV (le bois, certains plastiques et le ruban d'étanchéité par exemple) ne peuvent servir ni à stocker, ni à transporter des échantillons. Les conteneurs de transport des cartouches d'adsorption	<u>Généralités</u> La stabilité des composants à analyser sur l'adsorbant utilisé doit être connue par validation. Le délai de conservation maximal des échantillons y correspondant doit être connu pour chaque composant et correspondre à une perte maximale de 10 %. Si les cartouches d'adsorption échantillonnées ne peuvent pas être analysées dans un délai de 7 jours, il faut les conserver dans un conteneur étanche à l'air, à < 4 °C (au frais). Toutes les cartouches d'adsorption conservées au frais doivent d'abord être ramenées à température ambiante avant d'être retirées du conteneur et ouvertes pour analyse. Cela empêche la condensation de se former sur les cartouches	



Composé	Type d'échantillons	Réceptient	Délai de conservation	Mode de conservation
1,2,3-triméthylbenzène 1,2,4-triméthylbenzène 1,2-dichlorobenzène 1,2-dichloroéthylène 1,3,5-triméthylbenzène 1,4-dichlorobenzène 2-chloropropane Acétaldéhyde Acétone a-chlorotoluène Amines R-NH Acide acétique Butyraldéhyde Chlorobenzène Chloroéthane Chlorométhane Chloroéthane Chlorométhane Cyclohexanone Isopropylbenzène/cumène Mercaptans R-SH /thiols Nitrobenzène Nitrotoluène Oxyde d'éthylène Styrène		doivent être propres.	froides.	<p>Désorption par solvant : Cartouches d'adsorption au charbon actif Les cartouches adsorbantes échantillonnées doivent être fermées et transportées dans un conteneur sans COV et étanche à l'air, non exposé à un ensoleillement direct et maintenu à une température inférieure à 25 °C.</p> <p>Thermodésorption : Les cartouches de désorption thermique doivent être obturées avec des bouchons de stockage à long terme avant l'échantillonnage et tout de suite après, comme spécifié dans l'EN ISO 16017-1. Une fois obturées, ces cartouches sont conservées et transportées dans un conteneur sans COV et étanche à l'air, non exposé à un ensoleillement direct et maintenu à une température inférieure à 25 °C. Si les cartouches sont conservées au frais, les bouchons doivent être fixés plus solidement lorsque la température minimale de conservation est atteinte.</p>
Composés particuliers et métaux				
Aluminium ⁽¹⁾ Fer ⁽¹⁾	<i>Liquide d'absorption (HNO₃ à 3,3 %/H₂O₂ à 1,5 %)</i>	<i>Flacons en PE avec bouchon en PTFE, PFA, FEP, PP ou PE</i>	<i>Analyse des liquides dans les 2 semaines suivant leur échantillonnage</i>	<i>Les échantillons de liquide sont conservés dans des flacons en PE à une température < 6 °C, au</i>



Composé	Type d'échantillons	Récipient	Délai de conservation	Mode de conservation
	<i>Filtre</i>	<i>non teinté.</i>		<i>réfrigérateur par exemple.</i>
Antimoine et ses composés	Liquide d'absorption (HNO ₃ à 3,3 %/H ₂ O ₂ à 1,5 %) Filtre	Flacons en PE avec bouchon en PTFE, PFA, FEP, PP ou PE non teinté.	Analyse des liquides dans les 2 semaines suivant leur échantillonnage	Les échantillons de liquide sont conservés dans des flacons en PE à une température < 6 °C, au réfrigérateur par exemple.
Arsenic et ses composés				
Cadmium et ses composés				
Chrome et ses composés				
Cobalt et ses composés				
Cuivre et ses composés				
Mercuré et ses composés	Liquide d'absorption (échantillons dans du KMnO ₄ à 2 %/H ₂ SO ₄ à 10 % ou dans du K ₂ Cr ₂ O ₇ à 4 %/HNO ₃ à 20 %) Filtre	Verre (borosilicaté, de quartz), polypropylène (PP), polyéthylène (PE) Bouchon en PTFE, PFA, FEP, PP ou PE non teinté.	Analyse des liquides dans les 2 semaines suivant leur échantillonnage	Échantillons (liquides absorbants et filtres) en flacon de PP ou PE : conserver au frais (< 6°C) Échantillons en flacon de verre (de quartz) : à température ambiante
Plomb et ses composés	Liquide d'absorption (HNO ₃ à 3,3 %/H ₂ O ₂ à 1,5 %) Filtre	Flacons en PE avec bouchon en PTFE, PFA, FEP, PP ou PE non teinté.	Analyse des liquides dans les 2 semaines suivant leur échantillonnage	Les échantillons de liquide sont conservés dans des flacons en PE à une température < 6 °C, au réfrigérateur par exemple.
Manganèse et ses composés				
Nickel et ses composés				
<i>Platine et ses composés ⁽¹⁾</i>	<i>Liquide d'absorption (HNO₃ à 3,3 %/H₂O₂ à 1,5 %) Filtre</i>	<i>Flacons en PE avec bouchon en PTFE, PFA, FEP, PP ou PE non teinté.</i>	<i>Analyse des liquides dans les 2 semaines suivant leur échantillonnage</i>	Les échantillons de liquide sont conservés dans des flacons en PE à une température < 6 °C, au réfrigérateur par exemple.
Sélénium et ses composés	Liquide d'absorption (HNO ₃ à 3,3 %/H ₂ O ₂ à 1,5 %) Filtre	Flacons en PE avec bouchon en PTFE, PFA, FEP, PP ou PE non teinté.	Analyse des liquides dans les 2 semaines suivant leur échantillonnage	Les échantillons de liquide sont conservés dans des flacons en PE à une température < 6 °C, au réfrigérateur par exemple.
<i>Tellure et ses composés ⁽¹⁾</i>	<i>Liquide d'absorption (HNO₃ à 3,3 %/H₂O₂ à</i>	<i>Flacons en PE avec bouchon en PTFE,</i>	<i>Analyse des liquides dans les 2 semaines suivant leur</i>	<i>Les échantillons de liquide sont conservés dans des flacons en</i>



Composé	Type d'échantillons	Réceptient	Délai de conservation	Mode de conservation
	1,5 %) Filtre	PFA, FEP, PP ou PE non teinté.	échantillonnage	PE à une température < 6 °C, au réfrigérateur par exemple.
Thallium et ses composés	Liquide d'absorption (HNO ₃ à 3,3 %/H ₂ O ₂ à 1,5 %) Filtre	Flacons en PE avec bouchon en PTFE, PFA, FEP, PP ou PE non teinté.	Analyse des liquides dans les 2 semaines suivant leur échantillonnage	Les échantillons de liquide sont conservés dans des flacons en PE à une température < 6 °C, au réfrigérateur par exemple.
Étain et ses composés ⁽¹⁾	Liquide d'absorption (HNO ₃ à 3,3 %/H ₂ O ₂ à 1,5 %) Filtre	Flacons en PE avec bouchon en PTFE, PFA, FEP, PP ou PE non teinté.	Analyse des liquides dans les 2 semaines suivant leur échantillonnage	Les échantillons de liquide sont conservés dans des flacons en PE à une température < 6 °C, au réfrigérateur par exemple.
Vanadium et ses composés	Liquide d'absorption (HNO ₃ à 3,3 %/H ₂ O ₂ à 1,5 %) Filtre	Flacons en PE avec bouchon en PTFE, PFA, FEP, PP ou PE non teinté.	Analyse des liquides dans les 2 semaines suivant leur échantillonnage	Les échantillons de liquide sont conservés dans des flacons en PE à une température < 6 °C, au réfrigérateur par exemple.
Zinc et ses composés ⁽¹⁾	Liquide d'absorption (HNO ₃ à 3,3 %/H ₂ O ₂ à 1,5 %) Filtre	Flacons en PE avec bouchon en PTFE, PFA, FEP, PP ou PE non teinté.	Analyse des liquides dans les 2 semaines suivant leur échantillonnage	Les échantillons de liquide sont conservés dans des flacons en PE à une température < 6 °C, au réfrigérateur par exemple.
Al ⁽¹⁾ Fe ⁽¹⁾	Liquide d'absorption (HNO ₃ à 3,3 %/H ₂ O ₂ à 1,5 %) Filtre	Flacons en PE avec bouchon en PTFE, PFA, FEP, PP ou PE non teinté.	Analyse des liquides dans les 2 semaines suivant leur échantillonnage	Les échantillons de liquide sont conservés dans des flacons en PE à une température < 6 °C, au réfrigérateur par exemple.
PM10 = poussières d'un diamètre < 10 microns			Non repris dans la norme	Les filtres doivent être conservés dans des récipients fermés et identifiés.
Poussières totales			Non repris dans la norme	Non repris dans la norme

⁽¹⁾ Ces éléments ne figurent pas explicitement dans la norme EN 14385

3.8. ÉTALONNAGE DE LA MÉTHODE D'ANALYSE

Les solutions étalons lors de l'analyse doivent toujours être élaborées dans le même substrat que celui dans lequel les échantillons sont mesurés, sauf s'il peut être démontré que le substrat n'a pas d'influence. Si les échantillons sont neutralisés au préalable, on peut utiliser une courbe d'étalonnage dans l'eau.

3.9. PROPOSITION DE CALCUL DE L'INCERTITUDE DE MESURE

3.9.1. VUE D'ENSEMBLE

Le Tableau 6 donne, pour une série de composés du Tableau 1, une vue d'ensemble de références à des calculs de l'incertitude de mesure prescrits conformément aux normes existantes. Lorsque c'est possible, ces calculs sont aussi élargis à d'autres polluants pour lesquels les normes actuelles ne prescrivent rien.

Tableau 6 : Calcul de l'incertitude de calcul pour les différentes composantes

Composé	Norme	Référence à la norme sur le calcul de l'incertitude de mesure	Facteurs à prendre en compte au minimum	Incertitude maximale admise selon la norme
Paramètres d'émission				
Teneur en humidité	EN 14790	Annexe C Tableau C.4	<ul style="list-style-type: none"> - Incertitude sur le poids de l'eau collectée - Incertitude sur le volume de gaz échantillonné (incertitudes sur le compteur à gaz, incluant celles sur la température et la pression au niveau du compteur, sur la fuite admise) 	20%
Vitesse/débit	EN ISO 16911-1	Annexe F Exemple de budget d'incertitude établi pour le mesurage de la vitesse et du débit-volume au moyen d'un tube de Pitot	<ul style="list-style-type: none"> - Incertitude sur le facteur du tube de Pitot - Incertitude associée à la pression dynamique locale moyenne 	

Composé	Norme	Référence à la norme sur le calcul de l'incertitude de mesure	Facteurs à prendre en compte au minimum	Incertitude maximale admise selon la norme
			– Incertitude sur la densité du gaz	
Teneur en oxygène (O ₂)	EN 14789	7.3 Annexe B	Voir le point 3.9.2 du présent document	0,3 % en vol. absolu Rem.: diffère des 6 % relatifs indiqués par la norme
Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)	ISO 11338-1 à 2	Pas de calcul de l'incertitude de mesure repris	<ul style="list-style-type: none"> – Incertitude sur l'analyse (biais et incertitude sur le biais, reproductibilité) – Incertitude sur le volume de gaz échantillonné (incertitudes sur le compteur à gaz, incluant celles sur la température et la pression au niveau du compteur, sur la fuite admise) 	–
Dioxines/PCB	EN 1948-1	Pas de calcul de l'incertitude de mesure repris	<ul style="list-style-type: none"> – Incertitude sur l'analyse (biais et incertitude sur le biais, reproductibilité) – Incertitude sur le volume de gaz échantillonné (incertitudes sur le compteur à gaz, incluant celles sur la température et la pression au niveau du compteur, sur la fuite admise) 	

Composé	Norme	Référence à la norme sur le calcul de l'incertitude de mesure	Facteurs à prendre en compte au minimum	Incertitude maximale admise selon la norme
Polluants inorganiques/échantillonnage par voie chimique humide				
HCl	EN 1911	8.3 Annexe C (Tableau C.4)	<ul style="list-style-type: none"> - Incertitude sur l'analyse (biais et incertitude sur le biais, reproductibilité) - Incertitude sur la détermination du volume/du poids du liquide d'absorption - Incertitude sur le volume de gaz échantillonné (incertitudes sur le compteur à gaz, incluant celles sur la température et la pression au niveau du compteur, sur la fuite admise) 	
SO _x /SO ₂ par voie chimique humide	EN 14791	10.3 Annexe C (Tableau C.4)	<ul style="list-style-type: none"> - Incertitude sur l'analyse (biais et incertitude sur le biais, reproductibilité) - Incertitude sur la détermination du volume/du poids du liquide d'absorption - Incertitude sur le volume de gaz échantillonné (incertitudes sur le compteur à gaz, incluant celles sur la température et la pression au niveau du 	20 %

Composé	Norme	Référence à la norme sur le calcul de l'incertitude de mesure	Facteurs à prendre en compte au minimum	Incertitude maximale admise selon la norme
			compteur, sur la fuite admise)	
Autres composants (HF, NH ₃ , HCN, chlore, H ₂ S)		Pas de calcul de l'incertitude de mesure repris dans les normes respectives	Même approche que pour HCl et SO _x	Concernant HF, la norme française NF X 43-304 prescrit pour la méthode d'analyse un critère de performance de ≤ 2,5 % de la valeur mesurée en mg/l et une incertitude globale maximale inférieure à ± 20 % (échantillonnage + analyse) au niveau de la valeur limite d'émission (VLE)
Composants inorganiques/mesure avec surveillance				
CO	EN 15058	7.3 Annexe B (Tableau B.3)	Voir le point 3.9.2 du présent document	6 %
NO _x	EN 14792	7.3 Annexe D (Tableau D.3)	Voir le point 3.9.2 du présent document	10 %
SO ₂	CEN/TS 17021	8 Annexe A Tableau A.5	Voir le point 3.9.2 du présent document	15 %
Autres composantes			Même approche que pour les composants ci-dessus	

Composé	Norme	Référence à la norme sur le calcul de l'incertitude de mesure	Facteurs à prendre en compte au minimum	Incertitude maximale admise selon la norme
			Voir le point 3.9.2 du présent document	
Composés organiques volatils/moniteurs				
Carbone organique total (COT)	EN 12619	6.3.3 Annexe C	Voir le point 3.9.2 du présent document	
Composés organiques volatils/ échantillonnage sur adsorbants	CEN/TS 13649	8.2	<ul style="list-style-type: none"> - Incertitude sur l'analyse (biais et incertitude sur le biais, reproductibilité) - Incertitude sur la détermination du volume/poids du liquide désorbant (désorption par solvant) - Incertitude sur le volume de gaz échantillonné (incertitudes sur le compteur à gaz, incluant celles sur la température et la pression au niveau du compteur, sur la fuite admise) 	<p>1 %</p> <p>5 %</p>
Métaux totaux (sous forme particulaire et gazeuse)	EN 14385 EN 13211 (Hg)	Pas de calcul de l'incertitude de mesure repris dans les normes respectives	<ul style="list-style-type: none"> - Incertitude sur l'analyse (biais et incertitude sur le biais, reproductibilité) - Incertitude sur le volume de gaz échantillonné (incertitudes sur le compteur à gaz, incluant celles sur la température et la pression au niveau du 	

Composé	Norme	Référence à la norme sur le calcul de l'incertitude de mesure	Facteurs à prendre en compte au minimum	Incertitude maximale admise selon la norme
			compteur, sur la fuite admise)	
Poussières totales	EN 13284-1	Pas de calcul de l'incertitude de mesure repris dans les normes respectives	<ul style="list-style-type: none"> - Incertitude sur le pesage des poussières - Incertitude sur le volume de gaz échantillonné (incertitudes sur le compteur à gaz, incluant celles sur la température et la pression au niveau du compteur, sur la fuite admise) 	
PM10	ISO 23210	10.3 et 10.4 Annexe C.2.4	<ul style="list-style-type: none"> - Incertitude de mesure par répétition des dosages avec 2 systèmes de mesure identiques dans des conditions de répétabilité ou de reproductibilité 	

3.9.2. INCERTITUDE DE MESURE DES MONITEURS

Pour les mesures avec des moniteurs (appareils de mesure en continu), tout laboratoire agréé doit disposer d'une évaluation de l'incertitude de mesure. Si les normes applicables comprennent un critère pour celle-ci, il faut s'y conformer. L'incertitude affectant la mesure de l'oxygène doit se situer dans les limites d'une valeur de 0,3 % en vol. absolu.

L'incertitude de mesure doit être déterminée aux environs de la valeur limite d'émission, mais il doit être possible de la calculer pour chaque concentration mesurée. Un certain nombre de contributions à l'incertitude de mesure sont proportionnelles à la plage de mesure ou constantes (erreur absolue constante), d'autres sont proportionnelles à la concentration mesurée (erreur relative constante). Ces termes doivent être clairement distingués dans le calcul de l'incertitude de mesure.

Le calcul de l'incertitude associée aux mesures avec des moniteurs doit s'effectuer conformément aux normes européennes EN 14789 pour l'oxygène, EN 14792 pour les NO_x, EN 15058 pour le CO, et à la spécification technique CEN/TS 17021 pour le SO₂. Les résultats de ce calcul doivent répondre, pour chaque valeur limite d'émission contrôlée, à l'incertitude de mesure maximale autorisée de 10 % pour les NO_x, de 6 % pour le CO et de 15 % pour le SO₂.

Les facteurs à intégrer absolument dans l'évaluation de l'incertitude de mesure pour la surveillance sont répertoriés au point 3.6.2.

S'agissant des contributions des coefficients de sensibilité (tension du réseau, pression, débit d'échantillonnage, température), les normes EN contiennent des valeurs de spécifications assez élevées. Si l'on ne dispose pas de la valeur exacte pour les appareils anciens, on utilise dans le calcul la moitié de la spécification admise. À l'achat de nouveaux appareils de mesure, il faut demander à leur fournisseur les spécifications des coefficients de sensibilité selon la norme EN, par exemple le tableau 1 de l'EN 15267-3, qui sont nécessaires comme contribution à l'incertitude de mesure. On emploiera de préférence les données déterminées par un institut indépendant.

3.10. RÉDACTION DES RAPPORTS

Le rapport doit comprendre au minimum les données suivantes :

- la référence d'identification unique du rapport de mesures ;
- l'identification du demandeur des mesures ;
- la date et les périodes (durée d'échantillonnage) des mesures et des prélèvements ;
- le nom des échantillonneurs/de l'exécutant des mesures ;
- la localisation (de préférence, par coordonnées GPS) ou une description détaillée du lieu de prélèvement de l'échantillon, si nécessaire avec dessin et/ou photos en annexe ;
- dans le cas d'une mesure dans une entreprise, l'identification du ou des représentants de l'exploitant s'il(s) étai(en)t présents lors de l'échantillonnage ;
- l'enregistrement des caractéristiques de l'emplacement de mesure et le contrôle de sa conformité avec la norme : évaluation du plan de mesure selon NBN EN 15259 et évaluation de l'homogénéité selon cette norme ; en cas d'écarts non admissibles, le rapport comprendra une estimation de leur impact sur les résultats ;
- la référence à la méthode de mesure, constituée au moins du code de la méthode normalisée applicable et de la spécification de la technique d'échantillonnage et d'analyse appliquée ;
- le statut en matière d'accréditation (ou d'agrément) pour chaque paramètre ;
- tous les écarts par rapport à la méthode normalisée, y compris leur justification. Le rapport de mesure doit comprendre les observations relatives à toutes les éventualités susceptibles d'avoir eu une influence sur la qualité des mesures et/ou des analyses, ainsi qu'une estimation de leur impact sur les résultats, par exemple le non-respect du délai de conservation des échantillons ;
- concernant les résultats : l'unité dans laquelle le résultat - final - est exprimé, doit être conforme au cadre d'évaluation ;
- si des valeurs de contrôle sont incluses dans le rapport de mesure, il faut aussi indiquer clairement de quelle réglementation ou de quel autre document ces valeurs proviennent ;
- des renseignements complémentaires si la méthode d'échantillonnage ou la réglementation l'exige ;
- en annexe au rapport de mesure :
 - o les rapports complets d'analyse des échantillons ;
 - o des graphiques des mesures en continu sur une échelle adaptée et lisible.

Dans les cas suivants, le rapport de mesure comprendra une remarque :

- a) Lorsqu'à la requête du demandeur des mesures, celles-ci n'ont pas été réalisées de façon totalement conforme à la méthode normalisée. Dans ce cas, il faut préciser clairement qu'il s'agit d'un écart sollicité par le demandeur ; par ailleurs, il faut spécifier les points sur lesquels on s'est écarté de la norme. Si le demandeur a communiqué le motif pour lequel il jugeait l'adaptation nécessaire, on pourra également le mentionner.
- b) Lorsqu'en raison des conditions locales, l'échantillonnage n'a pas pu être réalisé de façon totalement conforme à la méthode normalisée. Dans ce cas, il faut spécifier les points sur lesquels on s'est écarté de la méthode normalisée, et les conditions locales en raison desquelles cela a été nécessaire. On attend d'un laboratoire agréé qu'il indique clairement les éventuels défauts d'une installation du demandeur qui rendent impossible un échantillonnage conforme. (L'imposition de) leur correction relève de la responsabilité du demandeur.

- c) Lorsque des anomalies de fonctionnement de l'installation à échantillonner ont été signalées par le demandeur ou si on en a constaté. Dans ce cas, il faut spécifier de quelles anomalies de fonctionnement il s'agit, et indiquer si elles ont été signalées par le demandeur ou si le laboratoire chargé d'exécuter les mesures les a constatées/confirmées lui-même. Le laboratoire ne se prononce pas sur le bien-fondé ou non des anomalies signalées ou sur leur impact potentiel sur la représentativité de l'échantillonnage.

Les exigences relatives à la limite minimale de rapportage sont reprises au point 3.6.3.

3.11. EXIGENCES SPÉCIFIQUES APPLICABLES À QUELQUES MÉTHODES

3.11.1. DÉTERMINATION GRAVIMÉTRIQUE DE LA TENEUR EN POUSSIÈRES

- Les exigences de la norme EN 13284-1 doivent être satisfaites. Elles priment sur celles des autres normes, comme l'ISO 9096, par exemple en ce qui concerne le contrôle de l'isocinétisme et les spécifications sur le matériel telles que le diamètre minimal des sondes (6 mm).
- Le contrôle de l'isocinétisme doit être réalisé pour chaque point de mesure. À cet effet, il faut noter ou enregistrer toutes les 5 minutes l'ensemble des paramètres requis. Les écarts de l'isocinétisme sont calculés pour chaque point et les critères d'écart maximal (-5 % à +15 %) s'appliquent à chaque point de mesure.
- Le recours à des filtres-tampons en laine de verre et de quartz n'est pas autorisé, puisque l'efficacité exigée de 99,5 % pour les particules de 0,3 µm (99,5 % pour celles de 0,6 µm) ne peut être démontrée.
- L'incertitude relative élargie d'un compteur volumique de gaz s'élève au maximum à 5%. Le compteur à gaz est équipé d'un thermomètre avec une incertitude relative maximale de 2% et d'une mesure de pression avec une incertitude relative maximale de 2%.
- Le conditionnement du filtre à 160 °C conformément à l'EN 13284-1 doit toujours faire partie des possibilités du laboratoire, même si d'autres températures sont utilisées dans la pratique.
- Sur demande, le conditionnement du filtre doit pouvoir être réglé sur une autre température que 160 °C (pour les types de poussières présentant un comportement thermique spécifique).

3.11.2. DÉTERMINATION GRAVIMÉTRIQUE DE LA TENEUR EN EAU

Les exigences de la norme EN 14790 doivent être satisfaites. Elles priment sur les autres exigences.

- La teneur en eau doit être déterminée sous la forme d'une moyenne au moins semi-horaire.
- La teneur en eau doit être déterminée au moins par adsorption et pesage. La condensation seule ne suffit pas, sauf s'il ne faut connaître la teneur en eau que pour régler l'isocinétisme.
- Une balance doit être présente à proximité du lieu de mesure si la teneur en eau est nécessaire pour réaliser un prélèvement isocinétique. Dans l'autre cas, un pesage est également permis après les mesures.
- La balance doit être accompagnée d'un poids de contrôle et d'au moins un critère fixe de déviation. En cas de dépassement du critère, une action adaptée doit être entreprise.

Si la teneur en eau n'est requise que pour mesurer la vitesse (réglage de l'isocinétisme), il est permis d'appliquer en variante les méthodes suivantes pour déterminer la teneur en eau :

- la psychrométrie ;
- la détermination de la teneur en eau par condensation ;

- une sonde capacitive d'humidité.

Ces méthodes ne peuvent pas servir à convertir des concentrations en gaz secs pour les comparer aux valeurs limites d'émission ou à convertir un débit volumique humide en débit volumique de gaz secs dans le cas où il faut calculer des débits massiques, sauf si la teneur en eau du flux gazeux est inférieure à 2 % en vol. Si l'application de l'une de ces méthodes révèle que la teneur en eau est inférieure à 2 % en vol., il n'y a plus besoin de pratiquer une détermination selon l'EN 14790. En revanche, il faudra continuer à calculer la valeur effectivement mesurée.

Les méthodes alternatives de détermination de la teneur en eau par respectivement psychrométrie et condensation sont décrites dans la norme NBN T 95-001.

La sonde capacitive d'humidité ou la psychrométrie peut être également utilisée si l'on choisit d'échantillonner les COV par la méthode d'adsorption.

Pour les installations de chauffage et d'incinération d'une puissance allant jusqu'à 10 MW, il est également autorisé de calculer la teneur en eau en se basant sur la teneur en oxygène mesurée et sur la connaissance de la composition chimique élémentaire du combustible.

3.11.3. ÉCHANTILLONNAGE DE HCl, HF ET D'AUTRES COMPOSÉS PAR VOIE CHIMIQUE HUMIDE

- L'incertitude relative élargie d'un compteur volumique de gaz s'élève au maximum à 5%. Le compteur à gaz est équipé d'un thermomètre avec une incertitude relative maximale de 2% et d'une mesure de pression avec une incertitude relative maximale de 2%.
- Il faut déterminer l'efficacité des barboteurs (*impingers*) au moins pour l'équipement et les conditions d'échantillonnage choisis (débit d'aspiration, temps) en analysant séparément la solution d'absorption du dernier barboteur. Le débit de gaz, le remplissage de liquide, la forme et le diamètre de la pointe, et la distance au sol sont des paramètres essentiels.
- Si les normes en vigueur spécifient des critères pour l'efficacité d'absorption, il faut les appliquer.
- Selon la NF X43-304, la combinaison de 1 barboteur contenant de l'eau et de 2 barboteurs contenant 0,1 N de NaOH peut être utilisée pour l'échantillonnage combiné du HCl et du HF. La concentration de fluorure et de chlorure est déterminée séparément dans chaque barboteur. Pour l'échantillonnage du HCl et du HF, il faut démontrer que les exigences en matière d'efficacité d'absorption sont remplies. En variante, on peut aussi faire suivre 2 barboteurs remplis d'eau par 2 barboteurs remplis de 0,1 N de NaOH, auquel cas le chlorure est analysé seulement dans les deux premiers flacons et le fluorure, dans tous.
- Le dosage de SO₂ par voie chimique humide selon l'EN 14791 n'est pas la méthode à préférer en raison de sa précision limitée (20 %) et de la lenteur de sa réponse. La mesure du SO₂ nécessite de disposer d'un appareil de mesure en continu.

3.11.4. ÉCHANTILLONNAGE DES COV PAR ADSORPTION

- Enregistrement obligatoire du volume total de gaz échantillonné sur des cartouches, par exemple avec compteur à gaz. La section de *back-up* doit toujours être analysée (pénétration maximale de 5 % de la quantité totale).
- Le liquide d'extraction choisi doit être de qualité chromatographique et ne peut pas contenir d'interférents pouvant éluer ensemble avec les composés à doser.
- Le taux de récupération minimal (efficacité de désorption) s'élève à 80 %. Par dérogation à la norme CEN/TS 13649, on admet une efficacité de désorption tombant jusqu'à 75 % à condition que cette valeur soit répétable ; cela équivaut à une dispersion de 5 % maximum. La valeur ciblée est une efficacité de désorption de 90 %. On applique une correction du taux de récupération dans le calcul du résultat.
- Les solutions d'étalonnage sont préparées dans le même solvant que celui utilisé pour la désorption. Les concentrations des échantillons à analyser doivent se situer dans la plage des concentrations des solutions d'étalonnage. L'étalonnage réclame l'utilisation d'une solution étalon à au moins 3 niveaux différents de concentration.
- La température à l'entrée de la cartouche d'adsorption peut s'élever à 40 °C au plus.
- Usage d'un système de dilution pour des teneurs en eau élevées du flux gazeux et en cas de risque de condensation

Exigences supplémentaires de validation :

Les rendements de désorption doivent être déterminés une seule fois par validation. Si les conditions de chargement changent ou si l'on emploie un autre liquide de désorption, il faut pratiquer une nouvelle validation.

3.11.5. MESURE DE L'OXYGÈNE

- La mesure d'oxygène est soumise à une exigence de précision stricte égale à 0,3 % en vol. absolu parce qu'elle est utilisée pour la conversion des valeurs de mesure en teneur de référence en oxygène. Le fondement de cette exigence rigoureuse découle des règles de propagation des erreurs, appliquées à la formule de conversion en teneur de référence en oxygène. C'est lorsque les teneurs en oxygène sont élevées que ce critère est le plus critique.
- Lors de l'étalonnage du moniteur (appareil de mesure en continu) d'oxygène avec de l'air extérieur, le gaz doit être soit complètement déshydraté, soit soumis à une réfrigération régulée au moyen du refroidisseur de gaz de fumée. Si la teneur en eau résiduelle de l'air extérieur en aval du refroidisseur est la même pendant l'étalonnage du moniteur et pendant la mesure des gaz de fumée, il n'y a pas besoin d'en tenir compte. Dans ce cas-là, on peut aussi appliquer une concentration en oxygène de 20,95 % pour étalonner le moniteur (comme pour un étalonnage sur de l'air totalement sec). Mais, si le point de rosée de l'air extérieur est inférieur à la température du refroidisseur, la différence de teneur d'eau en aval du refroidisseur lors de l'étalonnage et de la mesure doit être prise en compte.

CHAPITRE 4. COMMENTAIRE SUR CERTAINS ASPECTS DES NORMES

Ce chapitre donne pour un certain nombre de paramètres un commentaire sur l'interprétation de certains aspects des normes, l'accent étant surtout mis sur une série de contrôles qualité imposés dans les différents Codes de Bonne Pratique et normes. Le but est de parvenir à une interprétation ou à une approche uniforme de ces aspects par les différents organismes accrédités/agrérés qui réalisent les mesures dans la pratique.

Les contrôles qualité dont il sera question ici, portent entre autres sur la réalisation d'essais d'étanchéité, le prélèvement de blancs de terrain, l'étalonnage des moniteurs (appareils de mesure en continu) et la détermination de leur dérive.

4.1. ESSAIS D'ÉTANCHÉITÉ

La procédure doit donner une description qualitative des modalités d'exécution de l'essai d'étanchéité ; la durée de l'essai peut être éventuellement une donnée cruciale.

- Les essais d'étanchéité doivent faire l'objet d'un enregistrement quantitatif (enregistrer aussi les étapes de la chronologie, les relevés du compteur à gaz, le débit de fuite résiduel !).
- L'essai d'étanchéité doit être au moins réalisé à la dépression la plus élevée susceptible de se produire pendant l'essai.
- Le critère général concernant le débit de fuite maximal admissible est, selon les normes, de 2% du débit nominal d'échantillonnage. Pour les échantillonnages de PCDD/F's/PCB's/HAP's et COV par adsorption, le débit de fuite peut s'élever au maximum à 5% du débit d'échantillonnage.
- La contribution prise en compte dans l'incertitude de mesure doit correspondre à la fuite réellement autorisée (les fuites et les pertes sont des postes distincts, même si les différentes normes EN appliquent un critère de 2 % à la somme).

Conseils sur divers essais d'étanchéité

- Des essais qualitatifs ou semi-quantitatifs (par exemple, 10 bulles d'air par minute maximum ou descente du flotteur du rotamètre) sont autorisés à condition que l'exécutant puisse démontrer à quel pourcentage quantitatif de fuite le résultat correspond, et il doit certainement rester inférieur à 2 % du débit d'échantillonnage (exception : un taux maximal de 5 % est autorisé dans le cas des dioxines, des PCB et des HAP).
- Il est indiqué de disposer de bouchons pour chaque type de sonde utilisé ; pour les échantillonnages par voie chimique humide, de préférence des bouchons qui peuvent être extraits progressivement afin d'éviter les projections de liquide hors des barboteurs quand on en retire le bouchon.

4.2. BLANCS DE TERRAIN

Les exigences s'appliquant spécifiquement aux blancs de terrain figurent dans le Tableau 7. Comme l'absence d'un blanc de terrain peut conduire à une contestation de la validité d'une mesure,

aucune exception à ce qui est spécifié dans ce tableau n'est admise. Il faut toujours prélever un blanc de terrain, l'analyser et le mentionner dans le rapport.

La procédure de prélèvement du blanc de terrain est la même pour les composants ne figurant pas spécifiquement dans ce tableau : toute l'installation doit être montée comme dans le cas d'un échantillonnage réel, puis on aspire de l'air ambiant dans tout le train de prélèvement pendant 2 minutes minimum, sauf si l'on peut s'attendre à des concentrations ambiantes accrues du composé à mesurer. Dans ce cas-là, le blanc de terrain doit être prélevé suivant la procédure de l'essai d'étanchéité.

Dans le blanc de terrain la teneur du composé à mesurer peut s'élever classiquement à 10 % maximum de la valeur limite d'émission (VLE).

4.2.1. BLANCS DE TERRAIN LORS D'UN ÉCHANTILLONNAGE MANUEL

Tableau 7 : Exigences applicables aux blancs de terrain

Norme	Fréquence	Procédure ⁽²⁾	Critère de validation?	Rapport
EN 1948-1 Dioxines	Voir le point 4.2.2	Comme pour l'échantillonnage Aspirer de l'air ambiant dans tout le train de prélèvement durant 2 minutes minimum	Oui, 10 % de la VLE	Oui, tous les blancs de terrain
EN13284-1 Poussières, méthode manuelle	Après chaque série ⁽¹⁾ Au moins 1/jour	Comme pour l'échantillonnage Aspirer de l'air ambiant dans tout le train de prélèvement durant 2 minutes minimum	Oui, 10 % de la VLE journalière	Oui, tous les blancs de terrain
EN 1911 Chlorures inorganiques gazeux, exprimés en HCl	Avant chaque série ⁽¹⁾ Au moins 1/jour	Comme pour l'échantillonnage Aspirer de l'air ambiant dans tout le train de prélèvement durant 2 minutes minimum	Oui, 10 % de la VLE	Oui, tous les blancs de terrain
CEN/TS 13649 COV par adsorption	Au moins 1/jour Pour >6 échant. minimum 2/jour ⁽³⁾ , Pour >10échant. minimum 3/jour ⁽³⁾ Même lot que pour les vrais échantillons	Comme pour l'échantillonnage Aspirer de l'air ambiant dans tout le train de prélèvement durant 2 minutes minimum	10 % de la VLE	Oui, tous les blancs de terrain
EN 13211 Hg dans les gaz de fumée	1/campagne + chaque cheminée	Comme pour l'échantillonnage Aspirer de l'air ambiant dans tout le train de prélèvement durant 2 minutes minimum	Non	Oui, tous les blancs de terrain
EN 14385 Métaux	1/campagne + chaque cheminée	Comme pour l'échantillonnage Aspirer de l'air ambiant dans tout le train de prélèvement durant 2 minutes minimum	Oui, 10 % de la VLE	Oui, tous les blancs de terrain

⁽¹⁾ La définition de série de mesures est empruntée à titre de référence à la norme relative aux chlorures inorganiques gazeux, l'EN 1911:2010 : il s'agit de mesures réalisées en série sur une



même cheminée dans les mêmes conditions de procédé. Quand il y a plusieurs séries de mesures, il suffit de prélever 1 blanc de terrain si les mesures sont réalisées avec du matériel qui est préparé au même moment et suivant la même procédure et qui est utilisé pour le même procédé industriel ou sur différentes lignes de ce procédé industriel.

⁽²⁾ Dans le cas de concentrations élevées du composé à mesurer dans l'environnement, le blanc de terrain doit être prélevé selon la procédure de l'essai d'étanchéité. Dans ce cas-là, il faut également encore exécuter un essai d'étanchéité sur le train de prélèvement lui-même.

⁽³⁾ Au moins 1 blanc de terrain par jour et par méthode de mesure (combinaison cartouche + désorption) ; les autres blancs peuvent être éventuellement remplis par analyse de la section de *back-up* des échantillons réels.

4.2.2. BLANCS DE TERRAIN DANS LE CAS DES DIOXINES ET DES PCB DE TYPE DIOXINE SELON L'EN 1948-1, 2, 3, 4

En raison de la complexité de l'échantillonnage des émissions de dioxines et du coût élevé de leur analyse, tous les laboratoires doivent appliquer de façon stricte et identique les exigences suivantes.

Il faut prélever un blanc :

- pour chaque campagne, une campagne s'entendant comme une période ne dépassant pas trois jours consécutifs de mesurage ;
- à l'emplacement-même de la mesure (donc, par exemple, pas au bas de la cheminée si l'échantillonnage proprement dit a lieu en hauteur) ;
- avec le même équipement que pour l'échantillonnage, y compris toutes les pièces avec récupération des mêmes fractions que dans le cas de l'échantillon ;
- ce blanc doit toujours être analysé ;
- la valeur du blanc de terrain est toujours mentionnée dans le rapport.

Les mêmes exigences s'appliquent aux blancs de terrain des PCB et des HAP.

4.3. MESURES DES GAZ AVEC MONITEURS (APPAREILS DE MESURE EN CONTINU)

4.3.1. PRINCIPES DE MESURE ADMIS

Le Tableau 8 donne les principes de mesure admis quand on utilise des techniques instrumentales.

Tableau 8 : Principes de mesure admis dans les techniques instrumentales

Composé	Méthode de référence et principe de mesure	Autres méthodes admises
CO	EN 15058 (NDIR/GFC*)	
NOx	EN 14792 (NO : Chimiluminescence NO ₂ : Chimiluminescence avec utilisation d'un convertisseur)	NO/NO ₂ NDUV NO-NDIR + convertisseur de NO ₂ en NO**
SO ₂	EN 14791 (Méthode de mesure par voie chimique humide)	NDUV NDIR Fluorescence aux UV
O ₂	EN 14789 (Paramagnétisme)	
COV	EN 12619 (Concentrations de COVT jusqu'à 1000 mg/m ³) Détection à ionisation de flamme (FID)	

* Photomètre à corrélation par filtre gazeux

** L'analyse NO₂-NDIR n'est pas admise en raison d'interférences avec l'eau

L'utilisation de cellules électrochimiques pour la mesure de CO, CO₂, NOx, SO₂ et O₂ est permise pour des installations de combustion jusqu'à 10 MW. La norme NBN EN 50379-1 décrit les spécifications auxquelles les appareils de mesures électriques portatifs doivent satisfaire pour mesurer les gaz de combustion des installations de combustion.

4.3.2. ÉTALONNAGE ET CONTRÔLE DES MONITEURS DE GAZ

a) *Étalonnage sur place et enregistrement*

- Tous les moniteurs de gaz sont étalonnés avant le mesurage sur le site de mesure-même avec un gaz de mise à zéro et un gaz de réglage de sensibilité, puis vérifiés avec un gaz de contrôle.
- Après la mesure, on procède à un nouveau contrôle avec le gaz de mise à zéro et le gaz de réglage de sensibilité.
- Tous les étalonnages doivent être traçables dans les fichiers électroniques de données (tant le gaz de mise à zéro et le gaz de réglage de sensibilité que le gaz de contrôle).

b) *Qualité des gaz étalons*

Un gaz étalon certifié est exigé comme gaz de réglage de sensibilité :

- Un gaz avec un certificat d'étalonnage, fourni sous l'accréditation ISO 17025 (BELAC ou équivalent) par un producteur accrédité au titre d'organisme d'étalonnage ;

- ou bien un gaz étalon traçable selon l'ISO 17025, l'analyse réalisée par un laboratoire accrédité ou agréé étant considérée comme la bonne valeur. Dans le dernier cas, il faut suivre les exigences décrites *infra* (cf. le point 4.3.5) concernant l'autocertification des gaz étalons ;
- un exploitant qui exécute des mesures d'autocontrôle et dont les méthodes ont été reconnues conformes à l'ISO 17025, peut certifier les gaz étalons à usage interne en appliquant les mêmes conditions qu'un laboratoire agréé.

Gaz étalon pour l'oxygène

- L'air extérieur déshydraté est un bon choix comme gaz étalon pour l'O₂. La teneur de l'air sec en oxygène est de 20,95 %. Quand on étalonne le moniteur d'oxygène avec de l'air extérieur, le gaz doit soit être totalement déshydraté (avec une cartouche au gel de silice, par exemple), ou réfrigéré de manière régulée dans le refroidisseur de gaz de fumée.
- La norme européenne EN 14789 propose d'utiliser une valeur de 20,9 % avec une incertitude relative de 0,5 % (= 0,1 % d'O₂ en valeur absolue). La précision de la mesure de l'oxygène étant soumise à des exigences critiques, il est indiqué d'employer la valeur plus « juste » de 20,95 %. Dans ce cas, l'incertitude (0,002 % sur 20,946 % ; source : CRC Handbook of Chemistry and Physics, 56^e édition) est négligeable par rapport à d'autres erreurs.
- A une concentration supérieure à 15 % d'O₂, le critère d'incertitude relative de 2 % (k=2) spécifié par l'EN 14789 pour le gaz de réglage de sensibilité à l'O₂ est trop grand pour être conforme à une incertitude absolue maximale admise égale à 0,3 % en vol.

L'incertitude d'étalonnage admise sur le flacon peut s'élever à 2 % maximum pour le CO, le CO₂, les NO_x, le SO₂ et le propane. Ceci est conforme aux normes EN 15058 pour le CO, EN 14792 pour les NO_x, EN 14789 pour l'O₂ et CEN/TS 17021 pour le SO₂ avec extension au CO₂.

La valeur certifiée des gaz étalon doit être basée sur (ou contrôlée via) une analyse de vérification précise.

c) Gaz de contrôle

Après avoir étalonné les appareils de mesure de gaz, on doit y faire passer un gaz de contrôle distinct pour toutes les composantes. Le gaz de contrôle ne doit pas forcément provenir d'un fournisseur accrédité ou avoir été certifié ISO 17025.

Distinct : le gaz de contrôle ne peut être du gaz étalon dilué.

Les gaz étalons et de contrôle proviendront de préférence de fournisseurs différents. Si ce n'est pas le cas, le fournisseur des gaz devra pouvoir démontrer que ces gaz sont distincts, ou le laboratoire doit avoir certifié le gaz étalon par rapport à un gaz d'un autre fournisseur. Il est recommandé de dissocier aussi dans le temps et de façon contrôlée l'achat du gaz étalon et celui du gaz de contrôle.

Concentration du gaz de contrôle : de préférence, autour de 50 % de la plage de mesure

d) Cartes de contrôle pour les mesures d'effluents gazeux avec surveillance

Le résultat obtenu avec le gaz de contrôle injecté dans tout le système de prélèvement après l'étalonnage du moniteur est noté sur une carte de contrôle lors de chaque mesure afin de soumettre la qualité du mesurage à un suivi. Le mesurage répété du même gaz de contrôle livre

une dispersion des résultats. Elle peut être due à des erreurs accidentelles, mais aussi systématiques.

La mise en place d'une assurance qualité au moyen de cartes (graphiques) de contrôle a pour but :

- de maintenir la dispersion des résultats dans les limites fixées ;
- de signaler le plus vite possible le dépassement de ces limites et les tendances ;
- d'empêcher autant que possible la publication de résultats de mesure anormaux ;
- de repérer la cause des anomalies et d'en prévenir la réapparition à l'avenir.

Les normes existantes traitant de l'usage de cartes de contrôle sont la norme néerlandaise NEN 6603:2010 et l'ISO 7870-2:2013 (utilisation de la carte de contrôle de Shewhart).

On peut utiliser deux types de cartes de contrôle pour les mesures de gaz avec moniteurs (appareils de mesure en continu) :

- une carte assortie de limites définies statistiquement, une règle étant aussi appliquée aux tendances (par exemple, 11 points du même côté de la moyenne, 7 points consécutifs sur une courbe ascendante ou descendante, 4 dépassements d'affilée de 1s du même côté...). L'application normale d'une carte de contrôle à limites statistiques doit être précédée de la détermination de la moyenne et de l'incertitude-type relatives au contrôle concerné. Selon la NEN 6603, on calcule à cet effet la moyenne et/ou l'écart-type (formule du calcul de l'écart-type « s » sur la base de mesures répétées : voir le point 3.5.2 « Compteurs à gaz ») à partir d'au moins 20 observations recueillies dans des conditions de reproductibilité intra-laboratoire. Comme limites de contrôle, on emploie l'incertitude-type multipliée par deux et par trois. Les limites 2s sont des limites d'avertissement et, pour une distribution normale, 95,45 % des observations se situeront dans ces limites. Les limites 3s sont des limites d'intervention et, pour une distribution normale, 99,70 % des observations se situeront dans ces limites. Les deux types de limites sont portés sur la carte de contrôle avec la moyenne (voir la Figure 3).

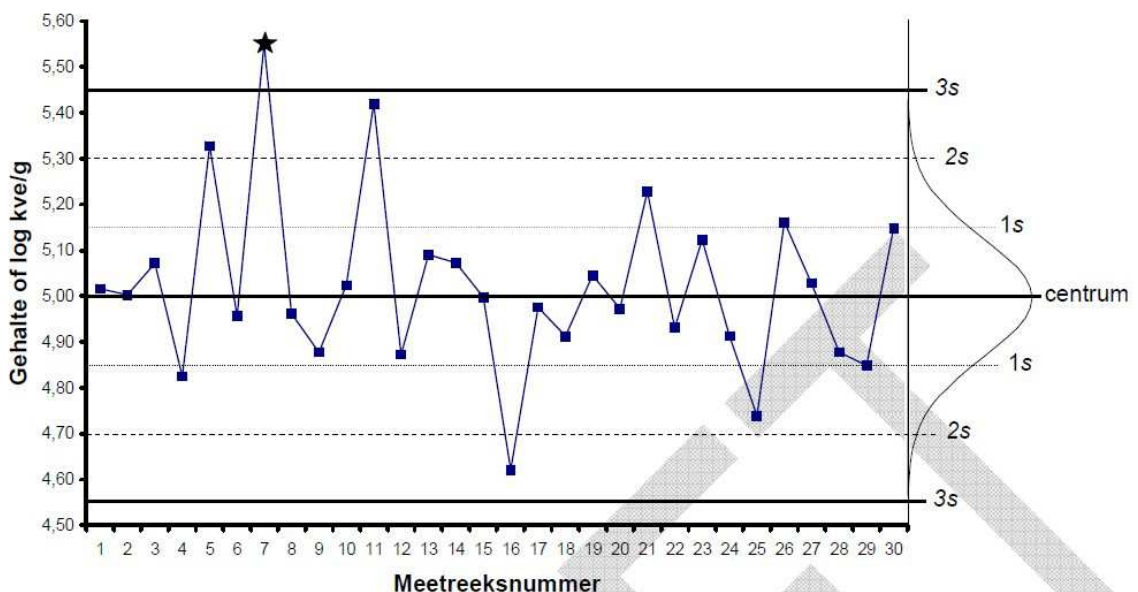


Figure 3 : Carte de contrôle avec limites statistiques 2s et 3s entourant la moyenne

- Une carte de contrôle à limites fixes : en raison de la courte durée d'utilisation des flacons de gaz dans les mesures à l'émission, on porte généralement sur cette carte le rapport valeur de mesure/valeur du certificat avec « 1 » comme valeur centrale ; les alarmes de tendance consécutives au changement de flacon de gaz ne nécessitent pas d'intervention. Quand on utilise des limites fixes sur les cartes de contrôle, les limites doivent être fondées quantitativement.

Les cartes de contrôle doivent être disponibles sur place et directement complétées avant que la mesure proprement dite ne débute.

Il est interdit de compléter la carte de contrôle *a posteriori* ou de la faire compléter en un autre endroit par un responsable qualité qui n'était pas présent sur le site de mesure, parce que cela peut conduire à la poursuite de mesures d'une qualité non maîtrisée.

L'exécutant des mesures doit avoir une compréhension totale du système et des critères des cartes de contrôle afin de pouvoir intervenir directement et adéquatement en cas d'anomalies.

4.3.3. CONTRÔLE DES PERTES DANS LE CONDUIT

Lors de chaque mesure, le laboratoire doit contrôler les pertes dans le système de prélèvement (conduit d'aspiration, conditionnement du gaz...) :

- en exposant directement les moniteurs à du gaz étalon (suivant les normes EN !)
- en injectant du gaz de contrôle dans tout le système de prélèvement.

Les pertes dans le système de prélèvement doivent être intégrées à l'incertitude totale de mesure.

4.3.4. CRITÈRES APPLICABLES À LA DÉRIVE DU ZÉRO ET DE L'INTERVALLE DE MESURE

- Avant et après le mesurage, le gaz de mise à zéro et le gaz étalon sont diffusés sur le site de mesure pour contrôler la dérive du zéro et de l'intervalle de mesure.
- Critères de dérive du zéro et de l'intervalle de mesure applicables à la mesure avec des moniteurs selon les normes EN qui s'appliquent aussi à la mesure avec appareils électrochimiques :

	Dérive admise, exprimée en % de la concentration dans le gaz étalon	
	Zéro	Intervalle de mesure
Aucune correction nécessaire	≤ 2%	≤ 2%
Correction des valeurs mesurées	2 - 5 %	2 - 5 %
Rejet de la mesure	> 5%	> 5%

- Les appareils et le système d'acquisition de données doivent admettre des valeurs négatives (à l'exception des appareils électrochimiques).

Concernant l'oxygène, les critères de l'EN 14789, point 8.4.3 (identiques à ceux du tableau ci-dessus) sont beaucoup trop larges et on applique les critères suivants :

	Dérive admise, exprimée en % O ₂	
	Zéro	Intervalle de mesure
Aucune correction nécessaire	≤ 0,2%	≤ 0,2%
Correction des valeurs mesurées	0,2 - 0,3 %	0,2 - 0,3 %
Rejet des valeurs mesurées	> 0,3%	> 0,3%

4.3.5. AUTOCERTIFICATION DES GAZ ÉTALONS

Un laboratoire agréé peut étalonner lui-même ses gaz étalons par rapport à un autre gaz étalon certifié ou à des grandeurs primaires (longueur, temps et masse).

Conditions d'utilisation sur site de gaz autocertifiés selon l'ISO 17025 par le laboratoire par rapport à des gaz BELAC

1. Une procédure d'étalonnage du gaz étalon doit être disponible.
2. L'incertitude d'étalonnage du flacon à certifier doit être déterminée et les modalités de sa détermination doivent être également spécifiées dans la procédure.
3. Incertitude d'étalonnage admise : 2 % maximum. L'incertitude élargie du gaz étalon primaire certifié doit donc être inférieure à 2 % pour pouvoir atteindre une incertitude totale de 2 %.

La procédure d'étalonnage doit au moins répondre aux exigences suivantes :

- au moins 2 mesures comparatives distinctes du gaz non certifié sont réalisées par rapport au gaz étalon certifié ou à l'étalon primaire ;
- la valeur moyenne d'au moins deux mesures est adoptée comme valeur certifiée ;
- la limitation à deux mesures comparatives n'est admise que si la reproductibilité de cette mesure a été déterminée en détail à l'avance (sur un minimum de 6 mesures) ; on peut se servir de la carte de contrôle pour déterminer la reproductibilité ;
- cette reproductibilité est intégrée à l'incertitude de mesure sur la valeur moyenne mentionnée sur le certificat ;
- une mesure du zéro et de l'échelle de mesure doit être réalisée entre les deux mesures ;
- l'échelle de mesure et le zéro sont ajustés à chaque fois ou incorporés dans le résultat final.

4.3.6. MESURE DU NO₂

Mesure du NO₂ au moyen d'un convertisseur et de la mesure du NO :

1. Détermination de l'efficacité du convertisseur NO₂/NO :
 - o Minimum 95 % selon l'EN 14792 (mesure des NO_x avec le moniteur de chimiluminescence)
 - o Critères considérés actuellement comme une bonne pratique :

Action	Efficacité du convertisseur
➤ Pas de correction	≥ 95%
➤ Correction	80-95 %
➤ Rejet des résultats	< 80%
 - o Efficacité du convertisseur : à tester aux concentrations de NO₂ les plus fortes rencontrées dans la pratique. Comme ligne directrice – pour les mesures des procédés

d'incinération –, une concentration en NO₂ égale à $\pm 10\%$ de la plage de mesure la plus élevée des NO_x ou de la valeur limite d'émission suffit pour le test.

- Certains convertisseurs s'avèrent fonctionner moins efficacement à de fortes concentrations de NO₂. Quand on utilise un convertisseur pour mesurer des procédés émettant de fortes concentrations de NO₂, son efficacité doit avoir été prouvée pour la concentration rencontrée.

2. NO₂ : marges plus grandes pour la dérive

Si la contribution du NO₂ est très petite (par rapport aux NO_x totaux), des dérives plus grandes du zéro et de l'intervalle de mesure sont admissibles pour le NO₂ si le laboratoire peut démontrer que l'incertitude de mesure sur les NO_x n'augmente pas significativement de ce fait et qu'elle reste sous 10 % pour les mesures selon les normes EN.

CHAPITRE 5. LISTE DES RÉFÉRENCES

CEN/TS 13649

Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of individual gaseous organic compounds - Sorptive sampling method followed by solvent extraction or thermal desorption

CEN/TS 17021

Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of sulphur dioxide by instrumental techniques

Draft method EPA OTM-29

Other test method 29- Sampling and Analysis for hydrogen cyanide emissions from stationary sources

EN 1911

Stationary source emissions - Determination of mass concentration of gaseous chlorides expressed as HCl – Standard reference method

EN 12619

Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of total gaseous organic carbon - Continuous flame ionisation detector method

EN 13211

Air quality – Stationary source emissions – Manual method of determination of the concentration of total mercury

EN 13284

Stationary source emissions – Determination of low range mass concentration of dust
Part 1: Manual gravimetric method

EN 14385: 2004

Stationary source emissions – Determination of the total emission of As, Cd, Cr, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Sb, Tl and V

EN 14789

Stationary source emissions - Determination of volume concentration of oxygen (O₂) - Reference method - Paramagnetism

EN 14790

Stationary source emissions - Determination of the water vapour in ducts

EN 14791

Stationary source emissions - Determination of mass concentration of sulphur dioxide - Reference method

EN 14792

Stationary source emissions - Determination of mass concentration of nitrogen oxides (NO_x) -
Reference method: Chemiluminescence

EN 15058

Stationary source emissions - Determination of the mass concentration of carbon monoxide (CO) -
Reference method: Non-dispersive infrared spectrometry

EN 15259

Air quality - Measurement of stationary source emissions -
Requirements for measurement sections and sites and for the measurement objective, plan and
report

EN ISO 16911-1

Stationary source emissions — Manual and automatic determination of velocity and volume flow
rate in ducts —
Part 1: Manual reference method

EN ISO 21258

Stationary source emissions — Determination of the mass concentration of dinitrogen monoxide
(N₂O) — Reference method: Non-dispersive infrared method

EPA method 26

Determination of hydrogen halide and halogen emissions from stationary sources

EPA Conditional Test method CTM-027

Procedure for collection and analysis of ammonia in stationary sources

ISO 10780

Stationary source emissions — Measurement of velocity and volume flowrate of gas streams in
ducts

ISO 11338-1

Stationary source emissions — Determination of gas and particle-phase polycyclic aromatic
hydrocarbons — Part 1: Sampling

ISO 11338-2

Stationary source emissions — Determination of gas and particle-phase polycyclic aromatic
hydrocarbons — Part 2: Sample preparation, clean-up and determination

ISO 12039

Stationary source emissions — Determination of carbon monoxide, carbon dioxide and oxygen —
Performance characteristics and calibration of automated measuring systems

ISO 25139

Stationary source emissions — Manual method for the determination of the methane
concentration using gas chromatography

NBN T 95-501

Détermination de la concentration en fluorures gazeux des effluents gazeux

NBN EN 50379-1

Spécification pour les appareils électriques portatifs conçus pour mesurer les paramètres des gaz de combustion dans les conduits d'évacuation des appareils de chauffage - Partie 1 : Prescriptions générales et méthodes d'essai

NEN 2826

Luchtkwaliteit - Uitworp door stationaire puntbronnen

Monsterneming en bepaling van het gehalte aan gasvormig ammoniak

NF X43-304

Emissions de sources fixes

Mesurage de la concentration en composés fluorés, exprimée en HF

VDI 3486 Blatt 2

Messen gasförmiger Emissionen

Messen der Schwefelwasserstoff-Konzentration

Jodometrisches Titrationsverfahren

ANNEXE

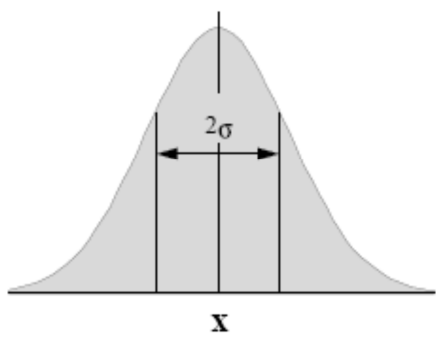
Cette annexe décrit brièvement un certain nombre de règles sur la conversion des composantes de l'incertitude en incertitudes-types selon le guide de l'Eurachem/CITAC « Quantifier l'Incertainitude dans les Mesures Analytiques (QUAM) » (<http://www.eurachem.org/>).

- Lorsque la composante de l'incertitude a été évaluée expérimentalement à partir de la dispersion de mesures répétées, cette dispersion peut être immédiatement exprimée sous la forme d'un écart-type. La contribution à l'incertitude d'une mesure unique est l'écart-type observé à partir des n mesures répétées :

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

Pour les paramètres pour lesquels on détermine toujours une moyenne \bar{X} , on utilise l'écart-type de la moyenne comme incertitude-type. Cet écart-type de la moyenne \bar{X} des n mesures se calcule comme suit :

$$s_{\bar{x}} = \frac{s}{\sqrt{n}}$$

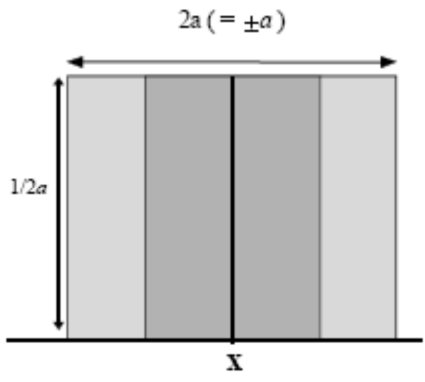
Distribution normale		
Forme	À utiliser quand :	Incertitude
	<p>Une estimation est faite à partir des mesures répétées d'un processus variant de manière aléatoire ;</p> <p>une incertitude est exprimée sous la forme d'un écart-type s, d'un écart-type relatif s/\bar{x} ou d'un coefficient de variation % CV sans spécifier la distribution ;</p> <p>une incertitude est donnée sous la forme d'un intervalle de confiance à 95 % (ou autre) $x \pm c$ sans spécification de la distribution.</p>	<p>$u(x) = s$</p> <p>$u(x) = s$</p> <p>$u(x) = x \cdot (s/\bar{x})$</p> <p>$u(x) = \frac{CV\%}{100} \cdot x$</p> <p>$u(x) = c/2$ (pour c à 95 %)</p> <p>$u(x) = c/3$ (pour c à 99,7 %)</p>

- Lorsque l'estimation d'une incertitude est déduite de résultats et de données antérieurs, cette incertitude peut déjà être exprimée sous la forme d'un écart-type. Lorsqu'un intervalle de confiance est donné avec un certain niveau de confiance (sous la forme de $\pm a$ à p%), il faut encore diviser la valeur a par le facteur d'élargissement k , conformément au niveau de confiance donné.

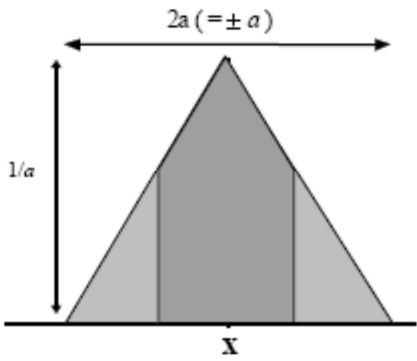
Exemple :

Si la précision de lecture d'une balance est limitée à $\pm 0,2$ mg avec un intervalle de confiance de 95 % (= 2s), cette valeur doit d'abord être divisée par le facteur d'élargissement « 2 » afin de convertir le niveau de confiance en écart-type. Celui-ci est égal à 0,1 mg.

- Si une limite est donnée sous la forme de $\pm a$ sans spécification du niveau de confiance et s'il existe des raisons de penser que des valeurs extrêmes sont probables, on peut supposer que la distribution est rectangulaire, avec un écart-type de $a/\sqrt{3}$.

Distribution rectangulaire		
Forme	À utiliser quand :	Incertitude
	<p>Un certificat ou une autre spécification donne des limites sans spécifier l'intervalle de confiance (par exemple, 25 ml \pm 0,05 ml) ;</p> <p>une estimation est faite sous la forme d'un intervalle maximum ($\pm a$) sans connaître la forme de la distribution (spécifications maximales, tolérances).</p>	$u(x) = \frac{a}{\sqrt{3}}$

- Si une limite est donnée sous la forme de $\pm a$ sans spécification du niveau de confiance et s'il y a des raisons de penser que des valeurs extrêmes sont improbables, on peut supposer que la distribution est triangulaire, avec un écart-type de $a/\sqrt{6}$.

Distribution triangulaire		
Forme	À utiliser quand :	Incertitude
 <p>The diagram shows a shaded triangular distribution. The base is labeled 'x' and the height is labeled '1/a'. The width of the base is indicated as '2a (= ± a)'.</p>	<p>Les informations disponibles sur x sont moins limitées que pour une distribution rectangulaire. Des valeurs proches de x sont plus probables que celles situées près des bornes ;</p> <p>une estimation est établie sous la forme d'un intervalle maximum ($\pm a$) décrit à l'aide d'une distribution symétrique.</p>	$u(x) = \frac{a}{\sqrt{6}}$