

DOCUMENT
INTERNATIONAL

OIML D 22

Edition 1991 (F)

Guide sur les instruments portatifs pour l'évaluation
des polluants contenus dans l'air en provenance des sites
de décharge de déchets dangereux

Guide to portable instruments for assessing airborne pollutants arising from hazardous wastes

OIML D 22 Edition 1991 (F)



ORGANISATION INTERNATIONALE
DE MÉTROLOGIE LÉGALE

INTERNATIONAL ORGANIZATION
OF LEGAL METROLOGY

Avant-propos

L'Organisation Internationale de Métrologie Légale (OIML) est une organisation intergouvernementale mondiale dont l'objectif premier est d'harmoniser les réglementations et les contrôles métrologiques appliqués par les services nationaux de métrologie, ou organismes apparentés, de ses États Membres.

Les deux principales catégories de publications OIML sont:

- les **Recommandations Internationales (OIML R)**, qui sont des modèles de réglementations fixant les caractéristiques métrologiques d'instruments de mesure et les méthodes et moyens de contrôle de leur conformité ; les États Membres de l'OIML doivent mettre ces Recommandations en application dans toute la mesure du possible;
- les **Documents Internationaux (OIML D)**, qui sont de nature informative et destinés à améliorer l'activité des services de métrologie.

Les projets de Recommandations et Documents OIML sont élaborés par des comités techniques ou sous-comités composés d'États Membres. Certaines institutions internationales et régionales y participent aussi sur une base consultative.

Des accords de coopération ont été conclus entre l'OIML et certaines institutions, comme l'ISO et la CEI, pour éviter des prescriptions contradictoires; en conséquence les fabricants et utilisateurs d'instruments de mesure, les laboratoires d'essais, etc. peuvent appliquer simultanément les publications OIML et celles d'autres institutions.

Les Recommandations Internationales et Documents Internationaux sont publiés en français (F) et en anglais (E) et sont périodiquement soumis à révision.

La présente publication – référence OIML D 22, édition 1991 (F) – placée sous la responsabilité du Comité Technique OIML TC 16/SC 4 *Mesures de terrain des polluants dangereux (toxiques)*, a été approuvée par le Comité International de Métrologie Légale en 1990.

Les publications de l'OIML peuvent être obtenues au siège de l'Organisation:

Bureau International de Métrologie Légale
11, rue Turgot - 75009 Paris - France
Téléphone: 33 (0)1 48 78 12 82 et 42 85 27 11
Fax: 33 (0)1 42 82 17 27
E-mail: biml@oiml.org
Internet: www.oiml.org

GUIDE sur les INSTRUMENTS PORTATIFS pour l'EVALUATION des POLLUANTS CONTENUS dans l'AIR en PROVENANCE des SITES de DÉCHARGE de DÉCHETS DANGEREUX

1. Objet

1.1. Le présent Document fournit définitions et conseils pour le choix d'instruments portatifs pour mesurer les polluants contenus dans l'air sur les sites de décharge de déchets dangereux. Il décrit brièvement plusieurs types d'instruments et certaines de leurs caractéristiques métrologiques et techniques importantes.

1.2. Le présent Document fournit aussi des données et des références bibliographiques sur les applications de ces instruments. L'accent est mis sur les méthodes et les spécifications pour l'essai et l'étalonnage des instruments. Les méthodes d'échantillonnage et les questions d'évaluation ou d'approbation des instruments ne sont pas couvertes par ce Document qui ne se propose pas d'être une Recommandation pour l'approbation de modèle, les vérifications primitive et ultérieure ou le contrôle métrologique des instruments en question.

Note: Certains de ces instruments portatifs pourraient ultérieurement faire l'objet de Recommandations OIML. Les instruments transportables et mobiles pour les mesures sur le terrain ne sont pas traités, sauf, en point 2, pour une brève discussion de leurs applications.

1.3. Le Document décrit l'application générale des instruments portatifs utilisés sur les sites de décharge de déchets dangereux. Ensuite sont donnés des renseignements sur les instruments suivants: (a) instruments pour composants spécifiques, (b) tubes à détection chimique, (c) analyseurs de teneur totale en hydrocarbures, (d) chromatographes en phase gazeuse, (e) analyseurs infrarouge et (f) détecteurs de poussières. On trouvera dans le Tableau 1 des exemples d'instruments portatifs, transportables ou mobiles utilisables sur le terrain.

Note: Ce Document ne s'applique pas aux pompes pour échantillonnage de l'air ni aux instruments de mesure de la radioactivité qui peuvent être nécessaires dans ces applications.

Tableau 1
Instruments pour mesurage sur le terrain de déchets dangereux

Instruments portatifs	Instruments transportables et mobiles
Tubes à détection chimique	Spectromètres à absorption atomique
Instruments pour composants spécifiques	Spectrophotomètres infrarouge à transformée de Fourier
Détecteurs de poussières	Chromatographes en phase gazeuse
Chromatographes en phase gazeuse	Chromatographes en phase gazeuse/spectromètres de masse
Spectrophotomètres infrarouge	Spectromètres à émission de plasma couplés inductivement
Analyseurs de teneur totale en hydrocarbures	Chromatographes en phase liquide
	Spectromètres de masse multi-étages
	Spectromètres à fluorescence à rayon X

- 1.4. Le présent Document s'adresse aux agents gouvernementaux responsables de l'élaboration des réglementations sur les mesurages sur les sites de décharge des déchets dangereux et ceux chargés de l'exécution ou de la surveillance des mesurages sur le terrain. Il peut également être utile aux organismes non réglementaires chargés de responsabilités du même genre. Ce Document est utilisable dans le cadre de l'enseignement, aux niveaux des études générales et universitaires et de la formation continue. Il peut être enfin utile aux constructeurs d'instruments.
- 1.5. Le présent Document ne couvre pas les méthodes spécifiques associées aux mesurages sur le terrain. Toutefois, l'utilisateur ne devrait choisir et utiliser un instrument pour évaluer les polluants contenus dans l'air qu'après avoir tenu compte des points suivants: (a) polluants à mesurer connus ou inconnus, (b) prises en compte des interférences potentielles d'autres gaz avec la mesure du composé intéressant, et (c) étalonnage de l'instrument à des intervalles appropriés et avec des gaz spécifiques, en fonction des polluants à mesurer.
- 1.6. Le présent Document ne traite pas des exigences et essais qui pourraient être nécessaires eu égard à la sécurité des personnes. Les utilisateurs sont en conséquence invités à s'assurer que les instruments satisfont aux exigences de sécurité intrinsèque et d'étiquetage fixées par les réglementations nationales.

2. Application

- 2.1. Des procédures métrologiques ont été établies pour l'analyse de l'environnement [1,2]. Les pollutions émanant de déchets dangereux présentent des problèmes de mesurage d'un genre spécial, vu la nature généralement inconnue du ou des composé(s) à analyser, le caractère épisodique des dégagements et les aspects multi-phases du problème. L'évaluation des polluants contenus dans l'air sur les sites de décharge de déchets dangereux par l'application de techniques d'échantillonnage confirme la nature complexe d'une surveillance de ce genre [3]. Des problèmes similaires se rencontrent dans l'analyse des rejets de produits dangereux et de la contamination des sols et des eaux.
- 2.2. L'utilisation d'instruments portatifs, en particulier ceux opérant en temps réel ou quasi réel, pour la surveillance des décharges de déchets dangereux est prévue par certaines instructions nationales. Par exemple, aux Etats-Unis d'Amérique, ces instructions ont été publiées par Environmental Protection Agency (EPA) et leur utilisation recommandée par le National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH). On y donne en particulier des exigences sur l'utilisation d'analyseurs de teneur totale en hydrocarbures basés sur la photoionisation ou l'ionisation de flamme [4,5]. Les exigences pour l'équipement de protection individuelle des opérateurs de ces instruments et les protocoles d'échantillonnage sur le site sont traitées dans les ouvrages cités en [3-5] et dans les réglementations nationales [6].
- 2.3. L'habitude est d'utiliser des instruments portatifs que l'on peut transporter directement sur les sites de décharge de déchets dangereux. En plus des analyseurs d'hydrocarbures, on trouve parmi ces instruments les chromatographes en phase gazeuse, les analyseurs infrarouge, les tubes à détection chimique, les instruments pour composants spécifiques et les détecteurs de poussières. Des informations sur les performances techniques et métrologiques de ces instruments sont en général fournies par les constructeurs.

- 2.4. Dans certaines circonstances critiques ou accidentelles, des polluants dangereux peuvent être dégagés dans l'environnement et peuvent inclure un ou plusieurs produits chimiques dans des états physiques ou des concentrations divers. Ces dégagements peuvent avoir un effet à court ou à long terme et impliquer un ou plusieurs des milieux de l'environnement: sol, eaux de ruissellement, eaux souterraines, air [7]. Ces dégagements accidentels peuvent être causés, par exemple, par: déraillement de train, accident de camion ou de bateau, réservoir de stockage qui se renverse ou qui fuit, incendie dans une installation chimique ou pétrolière, sur un bateau, dans un entrepôt de produits chimiques. Bien que certains de ces exemples ne s'appliquent pas directement à la définition de "décharge de déchets dangereux", les mêmes instruments portatifs peuvent être efficaces dans tous les cas.
- 2.5. Sur les sites de décharge des déchets dangereux, on peut être amené à manipuler des produits chimiques inconnus dans des états variés, d'où des dangers potentiels. Un dégagement de polluants inclut en général un ou plusieurs composants chimiques à des concentrations allant d'un niveau non dangereux à un niveau extrêmement dangereux. Les sites de décharge de déchets dangereux peuvent donc agir défavorablement sur un ou plusieurs des milieux exposés (sol, eaux de ruissellement, eaux souterraines, air). Les remèdes peuvent aller du traitement chimique sur place au stockage hors site de substances. Les sites de décharge où différentes limitations et actions correctives peuvent être nécessaires sont, par exemple: lagunes sans revêtement, réservoirs de stockage en surface, réservoirs de stockage enterrés, bidons sur le sol ou enterrés, lieux de déversement de produits chimiques, incinérateurs, emplacements où le sol a été contaminé, remblaiements sanitaires illégaux, usines de produits chimiques et entrepôts désaffectés, déversements illégaux dans les fleuves ou les baies, restes minéraux provenant des travaux miniers.
- 2.6. Des instruments portatifs peuvent aider à déterminer si des concentrations extrêmes de produits chimiques sont présentes dans l'environnement et certains types d'instruments (par exemple: les analyseurs de teneur totale en hydrocarbures, les chromatographes en phase gazeuse, les analyseurs infrarouge, les détecteurs de poussières) peuvent identifier la présence de polluants à un niveau très bas [8]. Alors que ces instruments ne permettent pas toujours d'identifier des composants spécifiques ni d'effectuer avec une bonne répétabilité des mesurages de concentration sur le terrain, ils sont très utiles pour déterminer l'origine des polluants. Cette aptitude de mesure peut aussi être utile pour déterminer l'étendue des zones d'évacuation, les plans d'échantillonnage, la surveillance médicale et sanitaire sur les lieux de travail et lieux publics, les accès publics, ainsi que les actions correctives ou de limitation. Lorsqu'ils sont munis de dispositifs d'enregistrement, les analyseurs en temps réel peuvent être utilisés pour mesurer à long terme les concentrations moyennes pondérées dans le temps.
- 2.7. Des instruments transportables sont souvent utilisés pour compléter les analyses obtenues avec des appareils portatifs sur les sites de décharge de déchets dangereux et lors de dégagements accidentels de produits chimiques ou dans les cas urgents. Certains instruments portatifs ont des limites de détection de composants spécifiques inférieures à 0,5 ppm. Il n'est pas toujours possible d'obtenir ces limites sur le terrain, dans un air ambiant pouvant contenir divers autres composants. Les instruments portatifs sont donc surtout utiles pour déterminer la présence ou l'absence de tel composant spécifique ou la teneur totale en hydrocarbures ou en poussières. Toutefois, les instruments transportables peuvent en général mesurer les concentrations avec une limite de détection bien inférieure à 0,5 ppm dans la plupart des conditions réelles et sont d'une grande utilité pour le mesurage ou l'identification occasionnelle d'un polluant potentiel. Par rapport aux instruments portatifs, les instruments transportables ont l'inconvénient, pour une utilisation sur le terrain, d'être encombrants et de nécessiter des sources d'alimentation en énergie, eau, etc. qui ne sont pas portatives.

2.8. Les polluants contenus dans l'air peuvent avoir un impact direct sur les conditions de santé et de sécurité; il est donc très important que, dans la majorité des cas, le cycle échantillonnage-analyse soit aussi court que possible. L'obtention rapide et sur place des résultats des mesurages est souvent nécessaire pour coordonner les opérations de nettoyage, apporter les remèdes appropriés, prendre en temps opportun des mesures de protection de la santé et de la sécurité. Dans cette optique de surveillance sur le terrain, les résultats d'analyse obtenus par un laboratoire mobile peuvent donc être plus utiles que ceux obtenus par un laboratoire loin du site. L'analyste et les autres spécialistes du laboratoire peuvent donner des conseils pour les prélèvements à effectuer et les précautions à prendre sur le terrain. Si les données analytiques ne sont pas immédiatement nécessaires sur les lieux mêmes, on peut analyser les prélèvements hors site, dans un laboratoire permanent pouvant fonctionner, le cas échéant, 24 heures sur 24. Un tel laboratoire devrait offrir de meilleures valeurs de répétabilité et d'exactitude dans l'analyse, par la qualité supérieure des instruments disponibles pour la préparation des prélèvements, leur manipulation et leur analyse.

2.9. On peut donc satisfaire aux exigences pour les applications citées dans les points 2.1 à 2.8 en analysant les prélèvements soit hors site dans un laboratoire permanent, soit sur le site, au moyen d'instruments transportables dans un laboratoire mobile ou au moyen d'instruments portatifs.

2.10. Les instruments portatifs objets du présent Document sont généralement conçus pour détecter des polluants dont la concentration est dans l'étendue des valeurs limites d'exposition individuelle. Afin d'être efficaces dans la surveillance individuelle, ces instruments devraient être munis ou être associés à un dispositif d'enregistrement des données.

Note: Par limite d'exposition, on entend la concentration maximale acceptable sur le lieu de travail d'un polluant dangereux contenu dans l'air. Elle s'exprime par une moyenne pondérée dans le temps sur la base d'une journée de travail de huit heures. D'autres termes synonymes, "seuil limite" ou "limite d'exposition tolérée", sont d'un usage fréquent dans les réglementations ou recommandations nationales. Les limites d'exposition peuvent varier du fait que chacune d'elles est basée sur des considérations toxicologiques, épidémiologiques, chimiques et réglementaires différentes [9-11].

3. Terminologie (dans l'ordre alphabétique des termes en langue anglaise)

Note: La référence [12] constitue la source principale des définitions des termes utilisés en métrologie. Une liste d'abréviations utilisées dans le présent Document est donnée en Annexe A.

3.1. Exactitude

Etroitesse de l'accord entre le résultat d'un mesurage et la valeur conventionnellement vraie de la grandeur à mesurer.

3.2. Etalonnage

Ensemble des opérations établissant, dans des conditions spécifiées, la relation entre les valeurs indiquées par un instrument de mesure ou un système de mesure et les valeurs connues correspondantes de la grandeur à mesurer.

3.3. Matériau de référence certifié

Matériau de référence dont une ou plusieurs valeurs des propriétés sont certifiées par une procédure techniquement valide, ayant un certificat ou autre document à cet effet, qui l'accompagne ou qui peut lui être rapporté, qui est délivré par un organisme de certification [13, 14].

3.4. Fiches de contrôle d'un instrument

Tracés graphiques de résultats d'essais obtenus à partir de prélèvements ou de processus identiques ou similaires dans le temps ou d'une séquence de mesurages de ce genre, conjointement avec les limites dans lesquelles les valeurs des mesurages sont supposées se trouver quand l'instrument est sous contrôle statistique [15,16].

3.5. Valeur conventionnellement vraie

Valeur d'une grandeur qui peut être substituée à la valeur vraie dans un but déterminé.

3.6. Limite de détection

Concentration d'une substance produisant un signal de sortie moyen égal à trois fois le bruit de fond moyen, déterminé sur une base statistique.

Notes: 1) La limite de détection est parfois définie comme un signal de sortie égal à un autre multiple (deux ou dix) du bruit [2]. Le bruit de fond est le signal de sortie aléatoire d'un instrument analysant un air filtré blanc ou propre.

2) Dans le présent Document, la concentration d'un polluant contenu dans l'air, en phase gazeuse ou vapeur, s'exprime le plus souvent en titre volumique du polluant dans l'air: parties par million (ppm) [v/v (10^{-6})]. Les conditions de température et de pression doivent être spécifiées pour les conversions en masse par unité de volume (généralement mg/m^3). Les conditions de référence peuvent être spécifiées et peuvent être 0 °C ou 20 °C pour la température et une atmosphère ou 101 325 Pa pour la pression.

3.7. Etendue dynamique d'un détecteur

Etendue des concentrations dans laquelle un changement de la concentration d'une substance produit une variation détectable du signal de sortie. La limite inférieure est fixée par la limite de détection et la limite supérieure par le point de saturation du détecteur. La valeur de l'étendue dynamique s'exprime par le rapport de la limite supérieure à la limite inférieure; elle est supérieure ou égale à l'étendue linéaire.

3.8. Site de décharge de déchets dangereux

Emplacement contenant des déchets chimiques dangereux pouvant affecter une zone avoisinante plus importante. Cette définition s'applique aussi bien à un site où l'on déverse des déchets dangereux sans contrôle qu'à une décharge autorisée ou à un lieu où des produits chimiques toxiques ou dangereux ont été répandus ou ont pris feu.

- 3.9. Etendue linéaire
Etendue des concentrations dans laquelle le signal de sortie de l'instrument est proportionnel à la concentration de la substance à un pourcentage spécifié près, par exemple $\pm 5-10\%$.
- 3.10. Méthode
Adaptation spécifique d'une technique en vue d'un certain mesurage.
- 3.11. Etalon primaire
Etalon qui présente les plus hautes qualités métrologiques dans un domaine spécifié.
- 3.12. Procédure
Ensembles des instructions écrites nécessaires à l'utilisation correcte d'une méthode.
- 3.13. Matériau de référence
Matériau ou substance dont l'une ou plusieurs des propriétés sont suffisamment bien définies pour permettre de l'utiliser pour l'étalonnage d'un appareil, l'évaluation d'une méthode de mesurage ou pour l'attribution des valeurs aux matériaux.
- 3.14. Répétabilité
Etroitesse de l'accord entre les résultats de mesurages successifs de la même quantité d'un polluant, effectués par le même instrument et sous les mêmes conditions d'utilisation dans un délai assez court. (En lanque anglaise, "repeatability" est synonyme de "precision" dans le cas d'un instrument).
- 3.15. Etalon secondaire
Etalon dont la valeur a été fixée par comparaison avec un étalon primaire.
Note: On se sert d'étalons secondaires dans la plupart des étalonnages d'instrument.
- 3.16. Contrôle statistique d'une mesure
Moyen de déterminer si les résultats de mesures obtenus en utilisant, pendant un temps relativement long, un instrument, une méthode ou un processus, sont à l'intérieur de limites spécifiées établies en tenant compte de l'incertitude et de l'erreur de la mesure.
- 3.17. Traçabilité
Propriété d'un résultat de mesure consistant à pouvoir le relier à des étalons appropriés par l'intermédiaire d'une chaîne ininterrompue de comparaisons.

4. Instruments pour composants spécifiques

4.1. Description générale

4.1.1. Un instrument pour composants spécifiques est conçu et étalonné afin d'identifier et de déterminer quantitativement un composant spécifique ou une classe de composants se trouvant dans l'environnement sous forme de gaz ou de vapeur. Les gaz et les vapeurs toxiques peuvent être détectés jusqu'à une concentration de l'ordre du ppm avec une bonne spécificité et un temps de réponse rapide. La plupart des instruments portatifs incorporent des éléments de détection électrochimiques ou à semi-conducteurs et utilisent des techniques d'échantillonnage par diffusion, c'est-à-dire de diffusion du polluant vers l'élément de détection [8]. L'utilisateur devrait choisir un type d'instrument selon ses performances, appropriées ou requises pour l'application prévue, plutôt que selon sa conception.

Note: L'échantillonnage par diffusion, ou passif, utilise des dispositifs qui échantillonnent à une vitesse régie par la première loi de Fick; dans l'échantillonnage actif, on utilise des pompes échantillonneuses d'air. Le présent Document ne traite pas des instruments colorimétriques.

4.1.2. La détection électrochimique utilise divers principes. Les éléments les plus communs sont les cellules galvaniques, polarographiques, potentiométriques, ampérométriques et à électrodes contrôlées par potentiostat. On peut oxyder ou réduire le polluant à l'électrode active (indiatrice). Selon le genre de cellule, cette réaction produit un courant ou un changement d'équilibre de la cellule, fonction de la pression partielle du polluant dans l'environnement. L'électronique transforme le signal résultant et fournit une indication visuelle et/ou auditive de la concentration du polluant. La spécificité et le temps de réponse dépendent en grande partie des matériaux composant l'électrode et du genre d'élément de diffusion ou de membrane poreuse employé. Divers types d'éléments de détection électrochimiques sont disponibles auprès des constructeurs.

4.1.3. Les éléments de détection à semi-conducteurs fonctionnent selon le principe de l'interaction du polluant en phase gazeuse et du matériau semi-conducteur dont la conductivité change au fur et à mesure que le polluant est absorbé ou oxydé sur la surface semi-conductrice. La réaction qui a lieu est complexe et la spécificité, les interférences et la consommation d'énergie diffèrent de celles des éléments de détection électrochimiques.

4.1.4. Les instruments portatifs ont des limites de détection de l'ordre du ppm. Les plus simples fonctionnent par alarme déclenchée quand le seuil de détection est atteint; d'autres fournissent un affichage analogique ou digital; d'autres enfin ont des mémoires qui peuvent fournir un affichage analogique ou numérique des valeurs de concentration en temps réel et en moyenne pondérée dans le temps. Une dérive de zéro minimale, l'intervalle de mesure et des moyens d'étalonnage, constituent les caractéristiques souhaitables. Pour beaucoup d'applications, l'instrument doit satisfaire à une exigence de "sécurité intrinsèque" [8].

4.2. Polluants détectés

Les polluants détectés peuvent être inorganiques ou organiques, en phase gazeuse ou sous forme de vapeur. Toutefois, on se sert en général de ces instruments pour détecter les gaz ou vapeurs inorganiques, en raison de la meilleure spécificité des éléments de détection pour les gaz inorganiques (par exemple: O₂, CO, CO₂, NO, NO₂, NH₃, N₂H₄, SO₂, H₂S, HCN, COCl₂, etc.). Certains constructeurs utilisent des filtres pour accroître la spécificité pour certains polluants.

4.3. Caractéristiques métrologiques et techniques

4.3.1. Le signal de sortie d'un instrument dans son étendue linéaire déclarée devrait être linéaire à $\pm 5\%$ près. Son exactitude devrait, à température constante, être meilleure que la plus grande de ces deux valeurs: ± 2 ppm ou $\pm 10\%$ de la valeur lue. La répétabilité de l'instrument devrait être meilleure que la plus grande de ces deux valeurs: $\pm 1\%$ de la portée d'échelle (étendue dynamique) ou $\pm 0,5$ ppm. L'étendue de température de fonctionnement devrait être comprise au moins entre 0 °C et 40 °C.

4.3.2. La limite de détection devrait être entre 0,1 et 1,0 ppm et ne devrait pas dépasser la moitié de la limite d'exposition personnelle. L'étendue linéaire devrait s'étendre de la limite d'exposition personnelle à au moins cinq fois celle-ci. Pour certaines applications, il peut être souhaitable d'utiliser des instruments dont l'étendue linéaire dépasse cinq fois la limite d'exposition personnelle.

4.3.3. Les étalonnages devraient être effectués comme prescrit, avec un gaz étalon de référence donnant une concentration des composants à mesurer égale à la limite d'exposition ou proche de ce niveau. Il est recommandé d'effectuer l'étalonnage avec au moins deux concentrations du gaz de référence afin de vérifier la réponse de l'instrument sur toute la gamme de concentration utilisée. L'étalonnage devrait en particulier être effectué après que l'instrument ait été exposé à des poisons potentiels pour le détecteur, à des intempéries ou à une manipulation brutale.

4.3.4. Les instruments pour composants spécifiques réagissent souvent à des polluants autres que les composants spécifiques à mesurer ou qu'ils sont supposés détecter. Les constructeurs devraient par conséquent mentionner les polluants de l'air susceptibles d'interférer avec la détection des composants spécifiques à mesurer.

Note: Un instrument à détecteur électrochimique peut, par exemple, être appelé "moniteur/avertisseur pour H₂S" mais peut également avoir une réponse significative à HCN. Les matières des sites de décharge de déchets dangereux produisent en général des gaz de composition inconnue; ainsi, tous les gaz pouvant entraîner la réponse d'un instrument dans des conditions données devraient être pris en considération. Des instruments marqués "mesureurs de gaz toxiques", sans mention de leur spécificité ni des interférences, ne devraient pas être utilisés.

5. Tubes à détection chimique

5.1. Description générale

5.1.1. Un tube à détection chimique se compose d'un corps tubulaire creux en verre contenant une ou plusieurs couches de matériau inerte imprégné chimiquement. Normalement, les deux extrémités des tubes détecteurs sont fermées par fusion. Pour les utiliser, il faut d'abord casser les deux extrémités et faire entrer dans le tube un volume d'air spécifique, aspiré par une pompe à main. Le tube, la pompe et les autres composants nécessaires forment l'unité de mesure et sont fournis par le même constructeur [17,18].

5.1.2. Les produits chimiques qui se trouvent à l'intérieur du matériau de garniture subissent une réaction chimique quand ils sont exposés à un polluant contenu dans l'air. Cette exposition produit un changement de couleur lors de l'entrée de l'échantillon à chaque coup de pompe. Après le nombre de coups de pompe prescrit, correspondant à un volume spécifique d'air, la concentration d'un polluant est indiquée par la longueur de coloration sur une échelle étalonnée imprimée sur le tube détecteur, s'il s'agit d'un type qui utilise la longueur de coloration. Les valeurs d'échelle pour un type spécifique de tube détecteur sont fixées pour son contenu, son volume et des polluants spécifiques, et pour une valeur précise d'air introduit par la pompe; les tubes détecteurs et les pompes de constructeurs différents peuvent donc ne pas être interchangeables. Pour beaucoup de polluants, le changement de couleur est distinctif; cependant, la présence de gaz ou vapeurs interférant peut entraîner une diffusion de la couleur. Les constructeurs devraient donc fournir des informations sur cet effet.

5.1.3. Dans un autre type de tube détecteur disponible sur le marché, la détection se fait par comparaison ou correspondance entre couleurs des tubes détecteurs. Avec ce type, on donne un certain nombre de coups de pompe jusqu'à ce que la couleur de la couche indicatrice corresponde à la couleur d'une couche de comparaison ou à une couleur de référence attachée au tube détecteur. Le nombre de coups de pompe, équivalant à un volume spécifique d'air, qui permet de faire correspondre la couleur à une couleur étalon donnée est alors utilisé pour calculer la concentration du polluant contenu dans l'air. Certains modèles de tubes détecteurs utilisent un nombre déterminé de coups de pompe et plusieurs étalons de couleurs. L'utilisateur peut avoir à extrapoler entre les couleurs de l'échelle pour déterminer la concentration du polluant.

5.1.4. Il existe un système de tubes détecteurs à lecture directe simultanée pour déterminer des composants inconnus sur les sites de décharge de déchets dangereux. Cet instrument consiste en plusieurs tubes détecteurs, montés en parallèle, qui sont sensibles à divers polluants. Au cours d'un mesurage, un échantillon d'air est aspiré simultanément à travers l'ensemble des tubes détecteurs du système. Des changements de couleurs sont alors observés après l'échantillonnage; plusieurs résultats d'analyse de composants ou de classes de composants peuvent donc être obtenus dans un temps court [19]. Certains constructeurs de tubes détecteurs de ce type fournissent, avec l'équipement de mesure, une logique séquentielle de décision sur la base des indications des tubes multiples.

5.2. Polluants détectés

- 5.2.1. Les tubes à détection chimique réagissent en présence des gaz et vapeurs inorganiques ou organiques contenus dans l'air. Les particules peuvent également être détectables jusqu'à une certaine mesure, par exemple les aérosols composés de particules liquides ou solides.
- 5.2.2. Un système à tubes détecteurs à lecture directe ou à logique séquentielle de décision permet de détecter plusieurs classes de produits chimiques, comme les cétones, les esters, les hydrocarbures halogénés et un certain nombre de gaz inorganiques importants (par exemple: l'ammoniac ou des gaz acides comme le dioxyde de soufre).

5.3. Caractéristiques métrologiques et techniques [17,18,20]

- 5.3.1. L'étendue de mesure des tubes détecteurs est large et comprend des concentrations bien inférieures à 1 ppm et allant jusqu'à quelques pourcents en volume.
- 5.3.2. Plus de 200 types différents de tubes détecteurs susceptibles de mesurer plus de 350 gaz et vapeurs dangereux, organiques ou inorganiques, sont sur le marché.
- 5.3.3. En général, l'exactitude des tubes détecteurs d'un type spécifique varie d'un lot à un autre et d'un constructeur à un autre. Avec chaque lot de tubes détecteurs, le constructeur doit donner l'exactitude de détection pour les classes chimiques spécifiques.
- 5.3.4. Les tubes détecteurs à longueur de coloration ont une échelle de concentration (longueur) imprimée sur la surface du tube. L'échelle peut donner des indications directement en unités de concentration ou en unités de longueur, par exemple en mm. Dans le cas où la concentration n'est pas directement imprimée sur le tube, le constructeur doit fournir un tableau ou un graphique donnant les concentrations en fonction de la longueur de coloration ou de changement de coloration. L'échelle doit être étalonnée par le constructeur du tube au moyen de concentrations connues de gaz de référence [21-24].
- 5.3.5. Un tube détecteur doit être stocké dans les conditions d'environnement spécifiées par le constructeur et doit être utilisé avant la date imprimée sur le tube ou sur l'emballage, ou mis au rebut après cette date.
- 5.3.6. L'étalonnage par l'utilisateur du tube détecteur sur un site de décharge de déchets dangereux n'est généralement pas considéré comme nécessaire, du fait que le tube peut être jugé comme un dispositif analytique "protégé". Chaque tube détecteur est normalement conçu pour un usage unique, quoiqu'il soit possible d'utiliser certains tubes plus d'une fois au cours d'une même journée. Pour certains tubes détecteurs, il peut être possible d'étalonner la longueur de coloration après un mesurage, si les deux extrémités sont scellées immédiatement et que l'on procède ensuite à un contrôle au moyen de gaz de référence dans un laboratoire.
- 5.3.7. Pour les étalonnages sur le terrain, on devrait disposer de concentrations de divers gaz de référence, contenus sous pression dans des bouteilles [13,14].

- 5.3.8. Si l'on utilise un système à tubes détecteurs à lecture directe [19], le débit d'air à travers chaque tube doit être étalonné au moyen d'un appareil de mesure tel qu'un débitmètre à bulle de savon ou un détecteur différentiel déjà étalonné avec un débitmètre à bulle de savon [8].
- 5.3.9. Les tubes à détection chimique répondent souvent à des polluants autres que les composants spécifiques à mesurer ou que les composants pour lesquels ils ont été conçus. Les constructeurs devraient par conséquent mentionner les polluants de l'air susceptibles d'interférer avec la détection des composants spécifiques à mesurer. Les utilisateurs devraient, pour l'interprétation des résultats de mesure, prendre en considération les informations du constructeur sur l'exactitude du tube détecteur.

6. Analyseurs de teneur totale en hydrocarbures

6.1. Description générale

- 6.1.1. Les analyseurs de teneur totale en hydrocarbures (ATH) utilisés sur les sites de décharge de déchets dangereux emploient principalement un détecteur à ionisation de flamme (DIF) ou un détecteur à photoionisation (DPI) [8,25,26].
- 6.1.2. Un instrument portable à DIF consiste en une source d'hydrogène (carburant) avec système de régulation, un système d'échantillonnage continu, une chambre de combustion et d'ionisation, une électrode détectrice et un affichage analogique ou numérique du signal de sortie. Certains instruments peuvent aussi renfermer une bouteille d'air sous pression avec régulation pour activer la combustion et un enregistreur graphique portable. L'instrument est normalement alimenté par une batterie et peut fonctionner de 6 à 8 heures au minimum sur une batterie chargée à fond. Certains peuvent avoir un adaptateur pour utilisation en courant alternatif. Le système d'échantillonnage est conçu uniquement pour l'analyse de la vapeur.
- 6.1.3. Un instrument portable à DPI consiste en une lampe à décharge à gaz à basse pression, une chambre d'ionisation (avec électrode collectrice et accélératrice), une pompe d'échantillonnage, un amplificateur des signaux et un affichage pour la lecture de la concentration. L'instrument est normalement alimenté par une batterie et peut fonctionner de 6 à 8 heures au minimum sur une batterie chargée à fond. Certains peuvent avoir un adaptateur pour utilisation en courant alternatif.
- 6.1.4. Des accessoires supplémentaires utiles pour les ATH consistent en un avertisseur auditif, un enregistreur graphique portable et un système de dilution de l'échantillon de gaz, destiné à accroître l'étendue dynamique.

6.2. Polluants détectés

- 6.2.1. Les ATH à DIF peuvent être utilisés pour détecter pratiquement tout composant organique volatil. Lors de la surveillance des sites de décharge de déchets dangereux, deux grandes classes de composants organiques ne seront cependant pas détectés: (a) les composés pour lesquels les limites d'exposition personnelles sont inférieures aux limites de détection de l'instrument employé et (b) les composants contenant très peu d'atomes de carbone et un nombre égal ou supérieur d'atomes d'oxygène, tels que le formaldéhyde ou l'acide formique qui, soit ne seront pas détectés, soit le seront avec une sensibilité médiocre.

6.2.2. Les polluants détectés par les ATH à DPI dépendent de l'énergie de la lampe. Un instrument muni d'une source ultra-violette dont la longueur d'onde de sortie correspond à 11,7 eV réagira à tous les hydrocarbures aliphatiques à l'exception du méthane et à tous les hydrocarbures oléfiniques et aromatiques. Ceci est particulièrement utile pour la détection des hydrocarbures chlorés, tels que le tétrachlorure de carbone et le chloroforme, que l'on trouve fréquemment sur les sites de décharge de déchets dangereux. Un instrument équipé d'une source ultra-violette avec pic de sortie dont la longueur d'onde correspond à 10,2 eV réagira à tous les hydrocarbures non saturés (benzène, éthylène, etc.), aux hydrocarbures aliphatiques avec plus de 4 atomes de carbone et aux hydrocarbures chlorés à liaison double, comme le trichloréthylène ou le perchloréthylène. Il ne réagira pas aux composants principaux de l'air comme l'azote, l'oxygène et le gaz carbonique ni aux méthane, éthane ou propane, dont les molécules ont des énergies d'ionisation supérieures à 12 eV. Les systèmes à 10,2 eV et 10,6 eV sont les plus utiles pour effectuer un filtrage et ont la plus grande sensibilité. Un instrument muni d'une source UV avec pic de sortie de longueur d'onde correspondant à 9,5 eV est plus sélectif et aurait proportionnellement une meilleure réponse aux hydrocarbures aromatiques, aux amines et aux mercaptans qu'un instrument à 10,2 eV. On peut se servir de combinaisons de lampes ayant des énergies de sortie différentes comme unités interchangeables d'un instrument pour déterminer la présence de certaines classes de composants. Par exemple, une réponse plus élevée avec une lampe de 11,7 eV qu'avec une lampe de 10,2 eV peut indiquer la présence d'hydrocarbures chlorés tels que le tétrachlorure de carbone ou le chloroforme qui ne répondront qu'à la première lampe. De même, une réponse plus élevée avec une lampe de 9,5 eV qu'avec une lampe de 10,2 eV peut indiquer la présence d'hydrocarbures aromatiques ou d'amines. Les instruments basés sur la photoionisation détecteront aussi les composés inorganiques tels que l'ammoniac, l'iode, le trichlorure de phosphore, le chlore (lampe de 11,7 eV), etc. Puisque généralement les sondes d'échantillonnage de l'air de ces instruments ne sont pas chauffées, ceux-ci ne répondront pas aux produits chimiques qui ne sont pas volatils à température ambiante. De plus, les principaux composants de l'air pur ont tous des énergies d'ionisation supérieures à 12 eV et ne peuvent donc être détectés par une lampe UV.

6.2.3. Les ATH à DIF ou DPI ne sont pas des instruments pour composants spécifiques. Tous les deux réagissent à tous les composants susceptibles d'être ionisés par flamme ou lampe ultra-violette.

6.3. Caractéristiques métrologiques et techniques

6.3.1. Un détecteur à ionisation de flamme fonctionne sur le principe de la combustion des molécules organiques dans une flamme d'hydrogène puis du regroupement sur une électrode des ions résultant. En général, le DIF est plus sensible aux hydrocarbures qu'à toute autre classe chimique. Sa sensibilité diminue pour des molécules similaires où le carbone est remplacé par l'azote, l'oxygène ou des halogènes. Cependant, quand le rapport du carbone au non-carbone atteint ou dépasse 4, la réponse du DIF devient similaire à celle pour les hydrocarbures [25-26].

6.3.2. Les ATH à DIF devraient être étalonnés avec du méthane, du benzène ou autre gaz étalon de référence approprié. Les analyseurs devraient être mis à zéro électroniquement ou avec de l'air non pollué. Le tracé d'étalonnage, concentrations connues en fonction du signal de sortie de l'instrument, consiste en général en 3 à 5 points dans l'étendue de concentration prévue. Dans le cas de polluants connus sur place, on peut directement étalonner l'instrument avec ces composants. Les données d'étalonnage devraient présenter une répétabilité de $\pm 5\%$ ou mieux au cours d'une période de travail. Un ATH avec DIF utilisé sur un site de décharge devrait avoir une réponse linéaire de 0,10 à 1000 ppm (v/v-méthane). La limite de détection pour le méthane devrait être approximativement de 0,10 ppm.

6.3.3. Les ATH à DPI sont étalonnés en commençant par établir le zéro électronique en mettant l'instrument en position d'attente et en réglant le dispositif de contrôle du potentiomètre de zéro jusqu'à ce que l'indication soit à zéro. Ceci est le premier point d'étalonnage. Un ou deux autres points d'étalonnage sont obtenus en laissant s'évaporer un volume connu de benzène ou de toluène dans une chambre au volume d'air connu afin de créer un gaz de concentration connue, ou en utilisant un gaz étalon de référence ou un système dynamique de production de vapeur [21-24,27]. Le contrôle du gain du détecteur (intervalle de mesure) est utilisé pour régler la réponse du détecteur jusqu'à ce qu'il affiche la valeur réelle de référence. La répétabilité de cette méthode devrait être de 5 à 10 % et dépend de l'habileté de l'opérateur. On peut parfois se servir des facteurs de réponse pour évaluer à $\pm 15-20$ % les concentrations d'espèces chimiques du même groupe. Si l'on exige des valeurs plus précises, on devrait alors substituer les composants réels à mesurer au benzène ou au toluène. Si l'on veut obtenir une vérification rapide de la réponse et de la sensibilité de l'instrument, on peut se servir sur place d'une bouteille sous pression contenant un gaz étalon de référence. Un étalon de référence utile est celui qui contient de 10 à 100 ppm d'isobutylène dans l'air. Si l'on doit se servir de l'instrument dans des zones de grande humidité, on devrait mélanger, au gaz étalon de référence, de l'air ayant à peu près ce niveau d'humidité, car une humidité élevée abaisse le signal du détecteur [27].

6.3.4. Un ATH à DPI devrait, pour la majorité des composants, avoir une limite de détection de l'ordre de 0,1 à 1 ppm. En général, les étendues linéaires devraient couvrir trois décades, en partant de la limite de détection. Le temps de réponse permettant d'atteindre une lecture de 90 % de l'indication finale devrait être inférieur à 5 secondes.

7. Chromatographes en phase gazeuse

7.1. Description générale

7.1.1. Un chromatographe en phase gazeuse (CG) portatif utilisé sur les sites de décharge de déchets dangereux est le plus souvent muni d'un ou d'une combinaison des détecteurs suivants: DIF, DPI, DCE (capture d'électrons) ou à DIA (ionisation d'argon) [28]. Le détecteur à conductivité thermique (DCT) est quelquefois utilisé mais n'est pas traité dans ce chapitre [8].

7.1.2. Un chromatographe en phase gazeuse portatif à DIF, DPI, DCE ou DIA comprend une colonne, un système d'injection de l'échantillon (gaz ou gaz/liquide) et un enregistreur graphique portatif, intégrateur ou système de traitement des données. L'unité devrait également comprendre un four ou un dispositif de transfert thermique pour contrôler la température de la colonne (voir note sous point 7.3.1). L'instrument peut fonctionner en courant alternatif ou continu. Le gaz porteur peut être de l'air de grande pureté, de l'hydrogène, de l'hélium, de l'azote ou de l'argon. L'instrument est parfois conçu pour être uniquement utilisé comme analyseur d'hydrocarbures.

7.2. Polluants détectés

7.2.1. Les polluants détectés sont les mêmes qu'avec un ATH à DIF ou DPI. Toutefois, la colonne du chromatographe en phase gazeuse sépare les composants ce qui permet d'identifier et de mesurer les composants individuels.

7.2.2. Un CG portatif peut fonctionner isothermiquement s'il est alimenté par une batterie incorporée; cependant on peut en général effectuer une programmation de la température uniquement si l'on se sert de courant alternatif. Dans les deux cas, il est très important de bien choisir la longueur de la colonne et le matériau de garniture afin de porter au maximum l'efficacité de la colonne. On choisit d'habitude les conditions pour des temps de rétention de 10 minutes ou moins, si possible, pour des échantillons en phase vapeur.

7.2.3. Dans le cas de polluants halogénés, le DCE peut être le meilleur choix pour détecter les concentrations basses. Sur les sites de décharge de déchets dangereux, on retrouve souvent ensemble des substances non-halogénées et halogénées. Dans ces circonstances, une combinaison de deux détecteurs (DPI/DIF, DIA/DIF, DPI/DCE, DIF/DCE, ou DIA/DCE) fournira les meilleurs mesurages.

7.3. Caractéristiques métrologiques et techniques

7.3.1. L'étalonnage d'un CG à DIF, DPI ou DIA peut être réalisé en injectant des concentrations connues de gaz étalon de référence et en enregistrant les temps de rétention pour identifier les divers composants. Le gaz étalon de référence utilisé doit être un étalon de référence certifié ou son équivalent [13,14]. Les aires ou les hauteurs de pic enregistrées sont reportées sur un graphique en fonction des concentrations connues du gaz de référence. Le type de colonne et sa température, ainsi que le volume de l'échantillon sont également notés. En général, 3 à 5 points d'étalonnage sur l'étendue prévue suffisent. Un étalonnage avec plusieurs composants différents simultanés est recommandé. L'instrument, fonctionnant dans des conditions stables avec un gaz étalon de référence, devrait avoir une répétabilité des temps de rétention et des aires de $\pm 2\%$.

Note: On peut satisfaire à l'exigence de répétabilité de $\pm 2\%$ pour les temps de rétention de deux manières: (a) de préférence en maintenant constants la température de la colonne et le débit de gaz porteur ou (b) en injectant immédiatement avant et immédiatement après chaque analyse chromatographique un gaz étalon de référence - des n-alcènes ou des composants semblables aux composants à mesurer et dont les temps de rétention encadrent ceux des composants à mesurer.

7.3.2. Sur place un étalonnage de contrôle devrait être réalisé avec un gaz étalon de référence, comme indiqué au point 7.3.1. Sur un site de décharge de déchets dangereux, on doit utiliser un enregistreur-traceur et un intégrateur de pics (sauf si l'intégrateur produit aussi un tracé chromatographique), parce que ce tracé est nécessaire pour l'examen ou l'archivage des mesurages.

7.3.3. L'étendue linéaire et la limite de détection, pour le benzène, des chromatographes munis des détecteurs ci-après devraient, respectivement, avoir au moins les valeurs suivantes: DIF, 10^5 et 0,1 ppm (vol); DPI, 10^4 et 0,01 ppm (vol); DIA, 10^3 et 0,01 ppm (vol).

7.3.4. Un CG portatif peut être muni de microprocesseurs avec des temps de rétention et des valeurs de réponse du détecteur programmés pour des composants spécifiques à mesurer. Ces instruments doivent également être étalonnés avant et pendant l'utilisation sur place conformément au point 7.3.1.

7.3.5. Les chromatographes en phase gazeuse réagissent souvent à des polluants autres que les composants spécifiques à mesurer ou les composants pour la détection desquels ils ont été conçus. Les constructeurs devraient par conséquent mentionner les polluants de l'air susceptibles d'interférer avec la détection des composants spécifiques à mesurer.

8. Spectrophotomètres infrarouge

8.1. Description générale

8.1.1. Un spectrophotomètre infrarouge portatif (analyseur infrarouge) se compose d'une source de lumière infrarouge, d'un dispositif de dispersion de la longueur d'onde, de fentes variables, d'un détecteur sensible à l'infrarouge comme le sulfate de triglycine ou le tantalate de lithium, d'une pompe d'échantillonnage, d'une cellule et d'un dispositif indicateur analogique ou numérique. Des accessoires utiles sont un microprocesseur pour stocker les données d'étalonnage, un enregistreur-traceur portatif et une pompe à soufflet en métal pour le transfert de l'échantillon ou du gaz étalon de référence vers la cellule.

8.1.2. Le fonctionnement des analyseurs infrarouge est basé sur la mesure de l'absorption d'énergie par un composant gazeux à analyser, à une ou plusieurs longueurs d'onde spécifiques, le long d'un trajet déterminé dans lequel le changement d'énergie est proportionnel à la concentration du composant. La radiation infrarouge provoque la vibration de liaisons moléculaires spécifiques et donc l'absorption à certaines longueurs d'onde discrètes. Plus le trajet à travers la cellule est long, plus la limite de détection est basse. Pour la surveillance de l'air, l'instrument peut avoir une cellule à trajet fixe ou variable [8].

8.2. Polluants détectés

Les polluants détectés sont les composants qui ont des bandes d'absorption dans la région spectrale de 2,5 à 25 micromètres. Certains polluants contenus dans l'air sur les sites de décharge peuvent être difficiles à détecter dans l'infrarouge à cause d'interférences provenant du CO₂, CO ou H₂O de l'atmosphère. La résolution minimale d'un instrument devrait être de 1 % de la longueur d'onde utilisée.

8.3. Caractéristiques métrologiques et techniques

8.3.1. Un analyseur infrarouge portatif utilisé pour détecter un composant connu ou supposé sur un site de décharge de déchets dangereux est en général étalonné par la méthode de la boucle fermée qui utilise une pompe de recirculation d'air [29]. L'instrument est d'abord réglé sur le trajet le plus long pour avoir la meilleure sensibilité et sur la longueur d'onde correspondant à la bande d'absorption spécifique des composants à mesurer. Cette information peut provenir de données de référence ou peut être vérifiée en balayant avec un gaz étalon de référence avec une concentration connue du composant chimique considéré. On règle l'instrument à l'indication zéro avec, comme échantillon de gaz, de l'air convenablement filtré ou pur. On injecte ensuite dans le système d'amenée de gaz des volumes mesurés d'un gaz étalon de référence contenant un seul composant. On relève les changements d'absorption d'énergie. Puisque la spectrophotométrie infrarouge est une méthode d'essai non-destructive, on peut injecter des quantités supplémentaires de gaz étalon de référence pour étalonner sur toute l'étendue de concentration à surveiller. Les interférences par d'autres composants peuvent être calculées. Les données pour les calculs sont obtenues en ajoutant des concentrations connues de gaz interférant aux composants à mesurer dans le système d'amenée de gaz et en mesurant les changements d'absorption, à la longueur d'onde de détection des composants à mesurer, par rapport à la concentration des composants interférant.

8.3.2. Sur place l'instrument est réglé à la même longueur d'onde et au même trajet que ceux utilisés pour

l'étalonnage pour mesurer un composant spécifique. On introduit des échantillons par le système d'amenée de gaz et on relève la variation de l'énergie absorbée par rapport à la courbe d'étalonnage pour le composant à mesurer. Les mesurages sur le terrain devraient avoir une répétabilité de $\pm 10\%$.

Note: Un changement significatif de la réponse de l'instrument à des composants spécifiques à mesurer peut être causé par des variations de l'humidité relative et de la concentration en gaz carbonique. L'étalonnage décrit au point 8.3.1 doit donc être effectué sous des conditions simulant dans la mesure du possible les conditions prévues sur le site.

8.3.3. Pour la détection de composants organiques inconnus, on peut faire fonctionner l'instrument à 3,4 micromètres qui est la longueur d'onde caractéristique de la liaison H-C avec le trajet de cellule le plus long possible. Sur le terrain, la réponse de l'instrument dans ces conditions devrait être rapportée en équivalents de concentrations d'hexane et de méthane selon la réponse d'étalonnage de l'instrument à ces composants, sur l'étendue de concentrations à mesurer par la méthode de la boucle fermée.

8.3.4. Un analyseur infrarouge donne des résultats plus spécifiques que ceux qui sont obtenus avec un analyseur de teneur totale en hydrocarbures. La limite de détection pour un composant unique à mesurer dans l'air devrait être comprise entre 1 et 10 ppm (v/v). Le choix de la longueur d'onde des composants à mesurer est d'une importance extrême afin de minimiser les interférences, qui sont additives pour les échantillons de gaz. La limite de détection doit être déterminée pour chaque composant à mesurer en présence des composants susceptibles d'interférer.

8.3.5. Un analyseur infrarouge réagit souvent à des polluants autres que les composants spécifiques à mesurer ou les composants pour la détection desquels il a été conçu. Les constructeurs devraient par conséquent mentionner les polluants de l'air susceptibles d'interférer avec la détection des composants spécifiques à mesurer.

9. Détecteurs de poussières

9.1. Description générale

9.1.1. Les détecteurs de poussières portatifs à lecture directe en vente dans le commerce se divisent en trois catégories: oscillateurs piézoélectriques à quartz, instruments à absorption de rayons bêta et instruments à diffusion de la lumière [8].

9.1.2. Un détecteur à oscillateur piézoélectrique se compose d'un précipitant électrostatique à configuration de pointe sur plan qui dépose des poussières contenues dans l'air sur l'une de deux électrodes d'un cristal de quartz. On fait osciller le cristal à sa fréquence naturelle de résonance au moyen d'un circuit électronique. Une diminution graduelle de la fréquence de sortie du cristal découle de la présence de poussières sur sa surface, permettant ainsi la mesure de la concentration massique des poussières contenues dans l'échantillon. Une petite pompe à diaphragme, un collecteur de préselection des dimensions des particules, un mécanisme de nettoyage du cristal, des batteries et l'appareillage électronique d'appoint composent l'instrument.

9.1.3. Un détecteur massique à absorption de rayons bêta se compose d'un précollecteur de sélection des dimensions des particules, qui retient la fraction non-respirable, d'un étage de collecte des particules (par exemple, un dispositif d'impact à jet sur plaque, ou un filtre), d'une source radioactive à émission de rayons bêta (par exemple, du carbone-14), d'un détecteur bêta (par exemple, un tube Geiger-Muller), d'un circuit de mise en forme et de comptage des impulsions, d'une pompe et de batteries. Un comptage bêta de référence est tout d'abord réalisé sur un substrat de collecte propre; ensuite la poussière est collectée pendant un temps déterminé et un comptage bêta est réalisé à travers le dépôt de poussières. La concentration massique de poussières dans l'air est calculée en fonction du rapport entre les comptages bêta initial et final et du volume d'air échantillonné (la surface de collecte et le coefficient d'atténuation massique de la radiation bêta sont des constantes de l'instrument). Les limitations en sensibilité, temps de réponse, flexibilité opérationnelle et le coût élevé des instruments à absorption de rayons bêta ont amené une réduction de leur emploi aux Etats-Unis; toutefois, dans la Communauté Européenne, ils sont surtout utilisés pour la surveillance de l'air ambiant.

9.1.4. Un instrument à diffusion de la lumière se compose d'une source lumineuse (d'habitude, une diode émettrice de lumière à GaAs ou GaAlAs), d'un détecteur de lumière diffusée (typiquement un détecteur au silicium), d'objectifs collimateurs et récepteurs, d'un appareillage électronique auxiliaire et d'une batterie. Certains instruments incorporent une pompe et un précollecteur de sélection de dimension des particules alors que d'autres échantillonnent passivement sur la base de courants d'air de convection et de circulation. Un instrument de type néphélogométrique convient à la surveillance des sites de décharge de déchets dangereux. Il se base sur la mesure de l'intensité d'un faisceau lumineux provenant d'une source de lumière définie, diffusée par diverses concentrations de particules de poussière.

9.1.5. D'autres accessoires utiles pour ces instruments incluent un petit dispositif portatif pour le stockage des données ainsi qu'un enregistreur-traceur. On peut aussi utiliser un filtre à membrane pour recueillir les échantillons de poussières à analyser ultérieurement, un élément de référence de diffusion de la lumière et un adapteur pour filtrer l'air destiné à vérifier et à mettre à zéro la réponse.

9.2. Polluants détectés

9.2.1. Les détecteurs de poussières réagissent à la présence de particules contenues dans l'air, c'est-à-dire aux aérosols contenant des particules aussi bien liquides que solides.

9.2.2. Du fait que les détecteurs de poussières ne sont pas sélectifs à des particules spécifiques, des interférences avec des sources autres que celles d'intérêt peuvent se produire; sur les sites de décharge de déchets dangereux, il faut donc faire attention aux emplacements de prélèvement et tenir compte des mesures de l'ambiance. Plusieurs détecteurs répartis sur le site et fonctionnant simultanément peuvent être nécessaires pour assurer des mesures significatives.

9.3. Caractéristiques métrologiques et techniques

9.3.1. Les oscillateurs piézoélectriques à cristal de quartz couvrent la gamme de dimensions de particules d'environ 0,01 à 5 μm , alors que les instruments à diffusion de la lumière réagissent aux particules de 0,1 à 10 μm . La gamme couverte par un instrument à absorption de rayons bêta est fonction de la méthode de collecte: de 0,5 à 10 μm quand on utilise un dispositif à impact et sans limite inférieure spécifique quand on se sert d'un filtre. Certains détecteurs de poussières incluent des précollecteurs conçus pour limiter la concentration des poussières mesurées à celles composant la fraction respirable, c'est-à-dire, avec une élimination à 50 % pour soit 3,5 μm , soit 5,0 μm .

Note: Les exigences de conception des précollecteurs diffèrent aux USA et dans la Communauté Européenne. Aux Etats Unis d'Amérique, il est exigé de limiter progressivement la collecte de telle manière que 50 % des particules d'un diamètre aérodynamique de 3,5 μm et 100 % des particules d'un diamètre de 10 μm ne soient pas collectées. Dans la Communauté Européenne, les limites respectives sont 5 μm et 7,1 μm [11]. Les deux critères sont reconnus par les normes de l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO) [30].

9.3.2. L'étendue globale de concentration massique dans l'air couverte par un instrument à quartz piézoélectrique est 0,01 à 10 mg/m^3 avec une étendue dynamique de 100 et une limite de détection de 0,01 mg/m^3 . L'étendue globale couverte par un instrument à diffusion de la lumière du type néphélométrique est 0,002 à 200 mg/m^3 avec une étendue dynamique de 1000 et une limite de détection de 0,001 mg/m^3 . L'étendue de concentration massique pour un détecteur bêta est 0,1 à 50 mg/m^3 avec une étendue dynamique de 20 pour un dispositif à impact, et 0,01 à 10 mg/m^3 avec une étendue dynamique de 50 à 100 pour un dispositif à filtre.

9.3.3. La réponse des détecteurs de poussières à lecture directe dépend de plusieurs paramètres des particules: (a) taille des particules, pour les instruments à oscillateur piézoélectrique à quartz et (b) taille des particules, forme et indice de réfraction pour les instruments à diffusion de la lumière. Tout spécialement pour les instruments de ce dernier type, les étalonnages devraient se faire au moyen de poussières étalons représentatives des conditions sur le terrain. Une mesure gravimétrique de référence exécutée sur les poussières provenant d'une collecte sur filtre simultanée peut être appropriée pour les deux types d'instruments.

9.3.4. Certains instruments néphélométriques incorporent des étalons de référence pour étalonnage, ou des dispositifs de contrôle de l'intervalle de mesure, basés sur l'insertion d'éléments de diffusion de la lumière. Les instruments à absorption de rayons bêta incluent souvent un absorbeur d'étalonnage.

9.3.5. L'instrumentation nécessaire aux mesures gravimétriques de référence comprend les dispositifs suivants: un précollecteur à inertie (seulement dans le cas où la fraction respirable des particules doit être mesurée), un support de filtre avec un filtre du type à membrane, une pompe, un débitmètre et l'appareillage de contrôle du débit, une balance de laboratoire pouvant peser des filtres jusqu'à 100 mg avec une répétabilité de $\pm 0,05$ mg ou meilleure.

9.3.6. Un autre aspect de l'étalonnage est le maintien d'un détecteur étalon de poussières, installé dans un laboratoire mobile ou stationnaire et auquel peuvent être comparés tous les détecteurs du site au moyen d'un générateur d'aérosol.

Note: L'étalonnage d'un instrument sur le terrain n'est pas toujours réalisable parce que la collecte simultanée dans un filtre, nécessaire à la détermination gravimétrique de la concentration des poussières, peut ne pas fournir sur le site un échantillon d'un poids suffisant pour assurer une pesée exacte. Dans ce cas on devrait disposer d'un laboratoire d'étalonnage équipé d'un appareil de production d'un aérosol stable (par exemple, un petit générateur à lit fluidisé avec colonne de déionisation) et une chambre de mélange et d'échantillonnage pour produire des échantillons de poussières ou d'aérosol pour l'étalonnage simultané de l'échantillonneur à filtre et du détecteur. Les poussières de référence produites par ce laboratoire devraient avoir des propriétés similaires à celles provenant du site de décharge de déchets dangereux. Si des renseignements spécifiques sur ces poussières ou sur l'aérosol produit ne sont pas disponibles, des poussières étalons devraient être employées pour l'étalonnage [12,13].

9.3.7. Toutes les surfaces d'un oscillateur piézoélectrique et des composants optiques d'un instrument doivent être nettoyées périodiquement et l'instrument doit être réajusté au zéro selon les spécifications du constructeur.

9.3.8. Un détecteur de poussières peut être vérifié de façon routinière, en ce qui concerne sa réponse à une concentration zéro, en le purgeant avec de l'air pur filtré. Certains instruments à diffusion de la lumière ont un système interne de purge à l'air. La stabilité du zéro d'un instrument, particulièrement s'il s'agit d'un instrument néphélogométrique, devrait être déterminée pour permettre l'évaluation de sa répétabilité et de l'exactitude globale des mesures.

10. Procédures générales d'étalonnage et d'essai

10.1. Tous les instruments portatifs utilisés pour la mesure des émanations chimiques dans l'air devraient être étalonnés, soumis à des essais et maintenus en bon état avant leur usage, selon les instructions du constructeur.

10.2. Les utilisateurs devraient examiner si un instrument peut fonctionner correctement sur le terrain sous diverses conditions atmosphériques et opérationnelles extrêmes, telles que des températures basses ou élevées, des environnements poussiéreux ou propres, une humidité basse ou très élevée, la pluie ou la neige, des vents forts et des rafales. Le constructeur devrait spécifier le degré auquel ces conditions opérationnelles influent sur les performances de l'instrument. Les conseils pour spécifier les conditions environnementales d'essai, qui se trouvent dans le Document International OIML D 11 "Exigences générales pour les instruments de mesure électroniques" [31] peuvent s'avérer utiles.

10.3. Les utilisateurs devraient considérer les moyens suivants permettant de vérifier sur le terrain la réponse d'un instrument de surveillance des dégagements de polluants provenant de sites de décharge de déchets dangereux aussi bien que de déversements effectués dans des circonstances critiques ou accidentelles.

10.3.1. Gaz étalon de référence

Pour tous les travaux sur le terrain, on devrait disposer d'une petite bouteille de gaz étalon de référence sous pression, disponible dans le commerce et que l'on peut relier à un matériau de référence certifié [13,14]. Ce gaz de référence permet des vérifications périodiques de routine des instruments et de leur performance quand la concentration sur le terrain d'un polluant déterminé présente des changements importants.

Note: On doit faire attention à réduire au minimum l'exposition du personnel aux gaz de référence nocifs, comme le benzène, utilisés pour les essais et étalonnages.

10.3.2. Gaz de référence préparé sur place

Un gaz étalon de référence peut ne pas être disponible pour un essai sur le terrain. Une alternative est de placer une quantité connue d'un composant organique extrêmement volatil, comme le toluène, dans un récipient de volume connu [21-24]. Ces gaz de référence préparés sur place peuvent être produits à partir de plusieurs composants, selon les nécessités. Ils ne peuvent fournir que des renseignements qualitatifs, puisque les données quantitatives sur les concentrations reposent sur la connaissance de la température et de la pression auxquelles le gaz de référence a été utilisé.

10.3.3. Vérifications opérationnelles sommaires

Dans certains cas un gaz de référence n'est pas disponible et ne peut être préparé pour déterminer les conditions de fonctionnement in situ de l'instrument. Dans ce cas, on devrait utiliser un matériau ou un composant pour produire une réponse positive de l'instrument avant son utilisation. Voici des exemples de matériaux ou de composants dont on peut souvent disposer à cet effet: essence, stylos feutres, fumée de cigarette et gaz d'échappement de véhicules. Ce genre de vérification opérationnelle sommaire ne doit être utilisé, au lieu des recommandations décrites dans les points 10.3.1 ou 10.3.2, qu'en dernier ressort. A moins que l'instrument n'ait été vérifié selon les procédures décrites dans les points 10.3.1 ou 10.3.2, on ne pourra pas faire confiance aux données quantitatives obtenues lors des mesurages sur le terrain.

10.4. On doit relever, dans un journal tenu pour chaque instrument, les procédures et résultats d'étalonnage et de vérification. Ce journal devrait inclure assez de détails sur l'historique du fonctionnement de l'instrument pour pouvoir établir un programme de maintenance adéquat. Un instrument doit être étalonné après maintenance et réparation.

10.5. Une fiche de contrôle devrait être conservée pour chaque instrument, afin de déterminer si ses performances après étalonnage sont sous contrôle statistique [15,16].

ANNEXE A

LISTE DES ABRÉVIATIONS

ATH	Analyseur de teneur totale en hydrocarbures
DIF	Détecteur à ionisation de flamme
DPI	Détecteur à photoionisation
DCE	Détecteur à capture d'électrons
DIA	Détecteur à ionisation d'argon
DCT	Détecteur à conductivité thermique
CG	Chromatographe en phase gazeuse

RÉFÉRENCES

- [1] Taylor, J.K. and Stanley, T.W., eds. Quality Assurance for Environmental Measurements, American Society for Testing and Materials Special Pub. 867, PCN 04867000-16 ASTM, Philadelphia, PA (1985). ISBN-0-8031-0224-0
- [2] American Chemical Society Committee on Environmental Improvement, Principles of Environmental Analysis, Analytical Chemistry, 55: 2210-2218 (1983). ISSN-0003-2700
- [3] Levine, S.P. and Martin, W.F., eds. Protecting Personnel at Hazardous Waste Sites, Butterworths, Woburn, Mass. (1985). ISBN-0-250-40642-X
- [4] Standard Operating Safety Guides [for Use at Hazardous Waste Sites], U.S. Environmental Protection Agency (OERP-HRSD-ERT), (1984).
- [5] Occupational Safety and Health Guidance Manual for Hazardous Waste Activities, U.S. Department of Health and Human Services (PHS/CDC/NIOSH) Pub. 85-115, Washington, D.C. (1985).
- [6] Hazardous Waste Operations and Response, 29 Code of Federal Regulations 1910.120, 52 (153) 29620-29654 (August 10, 1987).
- [7] Crowhurst, D., Measurement of Gas Emissions from Contaminated Land, Building Research Establishment (BRE) Report No. ISBN-0-85125-246X, BRE, Garston, Watford WDZ-7JR, UK (1987).
- [8] Lioy, P.J. and Lioy, M.J.Y. eds., Air Sampling Instruments for Evaluation of Atmospheric Contaminants, American Conference of Governmental Industrial Hygienists, Cincinnati, Ohio (1983).
- [9] Encyclopedia of Occupational Health and Safety, Bureau International du Travail (BIT) (1983).
- [10] Threshold Limit Values and Biological Exposure Indices for 1986-1987, American Conference of Governmental Industrial Hygienists, Cincinnati, Ohio (1986). ISBN-0-9367212-81-3
- [11] Cook, W.A., Occupational Exposure Limits-Worldwide, American Industrial Hygiene Association, Akron, Ohio (1987). ISBN-0-932627-27-7
- [12] Groupe mixte BIPM, CEI, ISO et OIML, Vocabulaire International des Termes Fondamentaux et Généraux de Métrologie, ISO (1984 et modifications de 1987).

- [13] McKenzie, ed., NIST Standard Reference Materials Catalog 1990-1991, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD 20899, USA.
- [14] ISO, Répertoire des matériaux de référence certifiés, Dernière édition.
- [15] Provost, L.P. and Elder, R.S., Choosing Cost-Effective QA/QC Programs for Chemical Analysis, U.S. Environmental Protection Agency PA/600/4-85/056; National Technical Information Services PB85.241461 (1985).
- [16] Wernimont, G., Use of Control Charts in the Analytical Laboratory, Industrial and Engineering Chemistry, 18:587-592 (1946). ISSN-0019-7866.
- [17] Direct Reading Colorimetric Indicator Tubes Manual, American Industrial Hygiene Association, Akron, Ohio (1976). ISBN-0-932627-07-2
- [18] ASTM D4490-85, Standard Practice for "Measuring the Concentration of Vapors using Detector Tubes", Annual Book of ASTM Standards, Vol. 11.03, ASTM. Philadelphia (1986). ISBN-0-8031-1360-9
- [19] King, M.V., Eller, P.M. and Costello, R.J., A Qualitative Sampling Device for Use at Hazardous Waste Sites, American Hygiene Association Journal, 44:615-618 (1983). ISSN-0002-8894
- [20] Collings, A.J., Performance Standard for Detector Tube Units Used to Monitor Gases and Vapours in Working Areas, Pure and Applied Chemistry, 54:1763-1767 (1982). ISSN-0033-4545
- [21] Dixon, S.W., et al., A Multiconcentration Controlled Test Atmosphere System for Calibration Studies, American Industrial Hygiene Association Journal, 45:99-104 (1984). ISSN-0002-8894
- [22] Woodfin, W.J., Gas and Vapor Generating Systems for Laboratories, U.S. Department of Health and Human Services (PHS/CDC/NIOSH) Pub. 84-113, Cincinnati, Ohio (1984).
- [23] Leichnitz, K., et al., Calibrating Test Gases for Calibration of Methods Used in Environmental Analysis, Pure and Applied Chemistry, 55(7): 1239-1250 (1983). ISSN-0033-4545
- [24] Norme ISO 6141:1984, Analyse des gaz - Mélange de gaz pour étalonnage - Certificat de préparation du mélange.
- [25] Wiley, M.A., and McCammon, C.S. Jr., Evaluation of Direct Reading Hydrocarbon Meters (Flame Ionization, Photoionization and IR), U.S. Department of Health and Human Services (NIOSH), Pub. 76-166 (April 1976).
- [26] Manual of Recommended Practice for Combustible Gas Indicators and Portable, Direct Reading Hydrocarbon Detectors, American Industrial Hygiene Association, Akron, Ohio (1980). ISSN-0002-8894

- [27] Levine, S.P., Gonzalez, J.A., and Kring, E.V., A Dynamic Vapor Exposure System for Evaluating Passive Dosimeters, *American Industrial Hygiene Association Journal*, 47:347-353 (1986).

- [28] Berkeley, R.E., Evaluation of a Portable Photoionization Gas Chromatograph for Analysis of Toxic Organic Pollutants in Ambient Air, U.S. Environmental Protection Agency (EMSL-RTP), EPA/600/54-86/041 (1987).

- [29] Samimi, B.S., Calibration of [Portable Infrared] Gas Analyzers: Extent of Vapor Loss Within a Closed Loop Calibration System, *American Industrial Hygiene Association Journal*, 44: 40-45 (1983).

- [30] Rapport Technique ISO 7708:1983, Qualité de l'air - Définition des fractions de taille des particule pour l'échantillonnage lié aux problèmes de santé.

- [31] Document International OIML D 11 (1986), Exigences générales pour les instruments de mesure électroniques.

TABLE DES MATIERES

	Page
1 Objet.....	3
2 Application	4
3 Terminologie	6
4 Instruments pour composants spécifiques.....	9
5 Tubes à détection chimique.....	11
6 Analyseurs de teneur totale en hydrocarbures.....	13
7 Chromatographes en phase gazeuse	15
8 Spectrophotomètres infrarouge.....	17
9 Détecteurs de poussières	18
10 Procédures générales d'étalonnage et d'essai.....	21
Annexe A. Données expérimentales	23
Références.....	24