

Rapport de synthèse sur la base scientifique utilisée pour définir des exigences d'incertitude recommandées afin d'étendre l'application de la norme EN 1911 aux procédés à faibles émissions de HCl réglementés par les conclusions MTD (BAT)

Juillet 2026

L'objectif de l'étude HEROES était d'évaluer si la méthode normalisée de référence (méthode décrite dans la norme EN 1911), appliquée au suivi périodique des émissions atmosphériques d'acide chlorhydrique (HCl) des installations industrielles et à l'étalonnage des appareils de mesure en continu pour ce composé, reste adaptée dans un contexte de baisse des valeurs limites d'émission, et donc de concentrations émises plus faibles.

Description

La méthode décrite dans la norme EN 1911 est une méthode manuelle, comprenant une phase de prélèvement sur site, suivie d'une phase d'analyse des échantillons (solutions d'absorption) en laboratoire analytique.

Dans le cadre du projet HEROES, différentes actions ont été proposées par les partenaires afin d'évaluer les facteurs susceptibles d'avoir un impact sur la mesure et donc sur son incertitude, ainsi que la capacité de la méthode à respecter, à faibles niveaux de concentration, le critère d'incertitude défini par la norme.

Les essais ont conduit à l'identification de limites de la méthode, ainsi qu'à des recommandations ou exigences devant être intégrées dans la révision de la norme afin d'améliorer les performances de la méthode et de l'adapter aux futures valeurs limites d'émission.

Cette note synthétise les travaux réalisés et leurs principales conclusions. Les données correspondantes ont été rassemblées afin d'être mises à disposition de la communauté via une plateforme de partage de données (Zenodo DOI :10.5281/zenodo.7576450).

Introduction

L'objectif était d'évaluer la capacité de la méthode normalisée de référence décrite dans la norme EN 1911 (Émissions de sources fixes – Détermination de la concentration massique des chlorures gazeux exprimés en HCl – Méthode de référence) à respecter les perfor-

mances d'incertitude définies par la norme à de faibles niveaux de concentration et, le cas échéant, d'identifier des recommandations ou exigences à intégrer dans la révision de la norme afin d'améliorer les performances et de réduire les incertitudes, pour s'adapter aux futures valeurs limites d'émission.

La méthode de mesure comprend une phase de prélèvement sur site par barbotage dans une solution d'absorption et une phase d'analyse au laboratoire des solutions.

Des essais sur les équipements de prélèvement, des comparaisons interlaboratoires analytiques, des comparaisons interlaboratoires sur banc, des mesures sur site industriel et une évaluation par modélisation de l'impact de la configuration des cheminées ont été réalisés.

La présente note synthétise les conclusions des actions proposées par les partenaires pour évaluer les facteurs susceptibles d'avoir un impact sur la mesure et donc sur son incertitude, en lien avec les différentes étapes de la procédure de mesure ou avec les équipements utilisés.

Évaluation de l'étape analytique de la norme EN 1911 par comparaison interlaboratoires analytique

Des échantillons synthétiques préparés au laboratoire à une concentration connue d'ions chlorure, et des échantillons provenant d'un banc de simulation d'effluents gazeux ont été distribués par le NPL à une sélection de six laboratoires accrédités ISO 17025 pour les analyses

requis par la norme EN 1911. Les résultats obtenus par les laboratoires ont ensuite fait l'objet d'une exploitation statistique selon la norme ISO 5725-6¹.

Pour des concentrations de HCl comprises entre 0 et 10 mg/m³, les échantillons provenant du banc de simulation d'effluents gazeux montrent une dispersion nettement supérieure à celle observée pour les échantillons synthétiques. Ainsi, 42 % des résultats de ces échantillons dépassent l'incertitude annoncée par les laboratoires, contre seulement 6 % pour les échantillons synthétiques.

Cela montre que les essais basés uniquement sur des solutions synthétiques sous-estiment l'incertitude de l'analyse.

A ces niveaux d'incertitudes analytiques et en estimant l'incertitude associée au prélèvement sur la base des critères de performance d'échantillonnage requis par la norme, il a été constaté, que près de 10 % des mesures concernant les installations relevant de la directive IED et près de 20 % des mesures pour les installations soumises aux conclusions MTD ne respecteraient pas le critère d'incertitude globale fixé dans la norme EN 1911.

Dans le contexte d'abaissement des VLE, l'incertitude analytique devra être améliorée pour atteindre des limites d'incertitude globale plus strictes. Actuellement la norme EN 1911 n'impose qu'un critère sur la répétabilité pour l'analyse, une évaluation plus complète de l'incertitude analytique est nécessaire lors de la révision de la norme.

Essais sur les dispositifs de prélèvement : types de barboteurs utilisés et débits appliqués

VTT a procédé à des essais comparatifs visant à évaluer l'effet utilisés sur l'efficacité de collecte des ions chlorure présents dans l'effluent gazeux de différents types de dispositifs de prélèvement par barbotage et débits volumétriques de prélèvement. Quatre types de barboteurs ont été testés à des débits allant de 1,5 à 8 L/min.

Les essais réalisés montrent que le type de barboteur utilisé et le débit de prélèvement appliqués n'entraînent pas de différence statistiquement significative sur les concentrations mesurées, même à faible concentration (~2 mg/m³). Ces éléments ne constituent donc pas une source significative d'incertitude, ce qui renforce la robustesse du matériel utilisé dans la méthode EN 1911.

Effet du prélèvement isocinétique en présence de gouttelettes

La norme EN 1911 impose un prélèvement isocinétique en cas de présence de gouttelettes dans l'effluent gazeux, car celles-ci peuvent présenter une teneur élevée en chlorures (chlorures dissous et/ou HCl).

L'influence d'un prélèvement isocinétique sur la mesure du HCl a donc été étudié par CMI de la manière suivante :

- / La variabilité de l'étalonnage d'un dispositif de mesure de vitesse de catégorie tube de Pitot de type S lorsqu'il est associé à différentes configurations de sondes pour le prélèvement isocinétique a été testée sur la soufflerie de CMI.
- / L'impact de la configuration du conduit de cheminée, de la granulométrie et des niveaux de concentration émis sur la répartition des gouttelettes dans la section de mesurage a été évalué par modélisation CFD.

Les résultats des tests ont montré que les variations du coefficient de calibration du tube de Pitot liées à la configuration des sondes restent inférieures à 1,6 %, avec un impact limité sur la mesure.

En revanche, la modélisation CFD montre que la configuration des conduits (coudes, alimentation de la cheminée) et la taille des gouttelettes peuvent générer une forte hétérogénéité des concentrations.

Dans certains cas, l'erreur de mesure peut atteindre jusqu'à 50 %, même lorsque la norme EN 15259 est appliquée.

Ces résultats montrent que la représentativité du prélèvement est un facteur critique à faibles concentrations.

Comparaison interlaboratoires sur banc d'essai

L'Ineris a organisé une intercomparaison sur son banc d'essais rassemblant 9 participants accrédités ISO 17025 pour la mesure d'HCl selon l'EN 1911 afin de tester la capacité de la méthode à mesurer à des concentrations de l'ordre des nouvelles VLE avec une incertitude acceptable.

Des effluents gazeux générés au moyen de chaudières résidentielles à gaz et fioul ont été dopés en HCl à des concentrations comprises entre 2,4 et 12,9 mg/m³, en présence d'interférents tels que NH₃ et SO₂ et distribués simultanément aux participants. Les résultats des participants font l'objet d'une exploitation statistique selon les normes ISO 13258 et ISO 5725 parties 2 et 5.

Les incertitudes élargies calculées par les laboratoires selon l'approche GUM respectent souvent les critères normatifs, mais celles calculées à partir des données de la CIL sont supérieures à 30 % de la concentration mesurée.

Certaines sources d'erreur (facteurs humains, formation de sels, condensation) ne sont pas toujours prises en compte dans les budgets d'incertitude déclarés.

Ces résultats confirment qu'il est nécessaire d'estimer l'incertitude de l'étape analytique de manière plus complète, et indiquent que les critères d'incertitude, notamment à très faible concentration seraient à adapter.

Essais de mise en œuvre de la méthode EN 1911 sur site industriel

Des essais de mise en œuvre de la méthode EN 1911 sur site industriel ont été organisés par le VTT. L'objectif était de mesurer les concentrations de HCl en conditions réelles avec deux lignes conformes à la méthode EN 1911 et deux lignes de mesure d'HCl en continu basées sur la technologie infra-rouge à transformée de Fourier (P-AMS FTIR Gasmeter Dx4000), puis de comparer les résultats.

Les contrôles qualité (tests de fuites, blancs, efficacité de piégeage) associés à la mise en œuvre de l'EN 1911 ont été vérifiés et les critères associés ont été respectés pendant les essais.

Sur la base des données obtenues, les lignes de prélèvement EN 1911 et P-AMS FTIR (Gasmeter Dx4000) semblent fournir des résultats homogènes.

Dans les conditions de mise en œuvre sur site réel, les incertitudes de mesures associées à l'EN1911 calculées pour les concentrations mesurées (comprises entre 4 et 11 mg/m³) étaient de l'ordre de 45 %. Dans ces conditions,

le critère d'incertitude de l'EN 1911 (max. 30 %) ne serait plus respecté à partir d'une VLE de 8 mg/m³.

Conclusion générale

Le projet EMPIR HEROES a conduit à l'identification de facteurs d'influence et de limites de la méthode EN 1911 qui, dans le contexte d'abaissement des VLE, peuvent interroger sa capacité à assurer le suivi périodique des rejets atmosphériques ainsi que l'étalonnage des analyseurs (AMS) utilisés pour la surveillance continue. Des recommandations et des exigences (renforcer l'évaluation de l'incertitude analytique, améliorer la prise en compte des conditions réelles de prélèvement, adaptation des critères d'incertitudes, etc.) à intégrer dans la révision de la norme ont été formulées afin d'améliorer les performances de la méthode et de l'adapter aux futures valeurs limites d'émission.

Les données correspondantes ont été rassemblées afin d'être mises à disposition de la communauté via une plateforme de partage de données (Zenodo DOI :10.5281/zenodo.7576450).

¹ ISO 5725-6:1994 Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure, Partie 6: Utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude