
**Air ambiant — Détermination de la
concentration en masse de dioxyde
d'azote — Méthode de Griess-Saltzman
modifiée**

*Ambient air — Determination of mass concentration of nitrogen dioxide —
Modified Griess-Saltzman method*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6768:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f883fe64-29e2-4775-b149-c7525c227cc1/iso-6768-1998)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f883fe64-29e2-4775-b149-
c7525c227cc1/iso-6768-1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f883fe64-29e2-4775-b149-c7525c227cc1/iso-6768-1998)



Avant-propos

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

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6768 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 3, *Atmosphères ambiantes*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6768:1985), dont elle constitue une révision technique.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1998

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Air ambiant — Détermination de la concentration en masse de dioxyde d'azote — Méthode de Griess-Saltzman modifiée

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une application modifiée de la méthode de Griess-Saltzman pour déterminer la concentration en masse de dioxyde d'azote dans l'air ambiant.

Cette méthode est applicable à la détermination de la concentration en masse de dioxyde d'azote dans l'air ambiant et confiné, dans la plage comprise entre 0,003 mg/m³ et 2 mg/m³ et pour des durées d'échantillonnage comprises entre 10 min et 2 h.

Les substances présentes dans la masse d'air considérée, et donc dans l'échantillon d'air, qui exercent une influence sur les lectures des appareils, sont données en 7.4. Des informations relatives aux caractéristiques de performance sont données en 8.2.

La présente méthode n'est pas applicable à l'échantillonnage dans la zone de respiration des personnes.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f883fe64-29e2-4775-b149-7525-227416a6-6768-1998>

La méthode de Griess-Saltzman convient pour effectuer des contrôles analytiques des mélanges de gaz pour étalonnage qui sont utilisés pour étalonner les analyseurs par chimiluminescence (ISO 7996).

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 6349:1979, *Analyse des gaz — Préparation des mélanges de gaz pour étalonnage — Méthode par perméation.*

3 Principe

Le dioxyde d'azote présent dans un échantillon d'air est absorbé dans un réactif produisant un colorant azoïque en l'espace d'une durée spécifiée, provoquant l'apparition, dans les 15 min, d'une coloration rose.

L'absorbance de la solution échantillon est déterminée au moyen d'un spectrophotomètre approprié, à une longueur d'onde comprise entre 540 nm et 550 nm. La concentration correspondante en masse de

dioxyde d'azote est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage représentant l'absorbance en fonction de la concentration, préparée en utilisant des solutions de nitrite de sodium de concentrations connues.

4 Réactifs

Pendant l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau dépourvue de nitrites (4.1).

4.1 Eau dépourvue de nitrites.

Si l'eau utilisée pour préparer les solutions d'absorption et d'étalonnage produit une coloration rose en raison de la présence de nitrites, préparer une eau dépourvue de nitrites de la manière suivante. Ajouter dans l'eau un cristal de permanganate de potassium (KMnO_4) et un cristal d'hydroxyde de baryum [$\text{Ba}(\text{OH})_2$] et redistiller l'eau dans un appareil en verre.

4.2 Dichlorhydrate de *N*-(naphtyl-1)éthylènediamine, solution mère à 0,5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de dichlorhydrate *N*-(naphtyl-1)éthylènediamine [$\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH}(\text{CH}_2)_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$] dans 1 000 ml d'eau dépourvue de nitrites (4.1).

Conserver à une température inférieure à 5 °C dans un flacon en verre brun bien bouché. La solution reste stable pendant plusieurs mois.

NOTE Il est également possible de conserver le réactif solide en petites quantités préalablement pesées.

4.3 Solution d'absorption.

Dissoudre 5,0 g d'acide sulfanilique ($\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{HNH}_2$) dans environ 600 ml d'eau dépourvue de nitrite (4.1) et 50 ml d'acide acétique, si nécessaire en chauffant, dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Refroidir la solution jusqu'à la température ambiante, ajouter 100 ml de dichlorhydrate *N*-(naphtyl-1)éthylènediamine en solution (4.2), mélanger et compléter jusqu'au trait avec de l'eau dépourvue de nitrite (4.1).

Conserver à une température inférieure à 5 °C dans un flacon en verre brun bien bouché. La solution reste stable pendant 2 semaines.

4.4 Mélanges de gaz.

Préparer les mélanges de gaz utilisés pour contrôler le rendement d'absorption (7.1.1) suivant la technique de perméation spécifiée dans l'ISO 6349 ou selon toute autre méthode équivalente.

4.5 Réactifs pour la préparation de la courbe d'étalonnage

4.5.1 Nitrite, solution à 250 mg/l.

Dissoudre 375 mg de nitrite de sodium (NaNO_2) dans de l'eau dépourvue de nitrite (4.1), dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Compléter au trait avec de l'eau dépourvue de nitrite et bien mélanger.

Conserver dans un flacon bien bouché. La solution reste stable pendant au moins 3 mois.

1 ml de cette solution contient 250 µg de NO_2^- .

4.5.2 Nitrite, solution à 2,5 mg/l.

Verser 10,0 ml de la solution de nitrite (4.5.1) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Compléter au trait avec de l'eau dépourvue de nitrite (4.1) et bien mélanger.

Préparer cette solution juste avant de l'utiliser.

1 ml de cette solution contient 2,5 µg de NO_2^- .

5 Appareillage

5.1 Matériel courant de laboratoire et équipement d'échantillonnage, tel que spécifié de 5.1.1 à 5.1.7.

5.1.1 Ligne d'échantillonnage.

Tube en verre borosilicaté, en acier inoxydable ou en polytétrafluoroéthylène ayant un diamètre intérieur d'environ 6 mm et le plus court possible, mais ne dépassant en aucun cas 2 m, et comportant une entrée d'air orientée vers le bas.

S'il n'est pas possible d'utiliser d'aussi courtes lignes d'échantillonnage, il faut utiliser une tuyauterie d'échantillonnage auxiliaire, composée d'une ligne d'échantillonnage ayant un diamètre intérieur d'environ 50 mm et munie d'un raccord relié à la ligne d'échantillonnage, et d'une pompe aspirant l'air à un débit d'environ 2 m³/h [voir figure 1 c)].

ITeH STANDARD PREVIEW

5.1.2 Filtre en ouate de coton. (standards.iteh.ai)

Tube en verre borosilicaté de diamètre intérieur d'au moins 15 mm et de longueur d'environ 80 mm, rempli d'ouate de coton décolorée, non blanchie optiquement et non finie. Ce tube ne doit être monté sur la ligne d'échantillonnage que s'il est nécessaire d'éliminer l'ozone de l'air avant que ce dernier ne pénètre dans le barboteur à embout fritté (voir également 7.4).

5.1.3 Barboteur à embout fritté.

Barboteurs en verre borosilicaté, équipés d'un embout fritté dont la porosité doit être suffisamment fine pour obtenir un rendement d'absorption d'au moins 0,95 sans créer une perte de charge trop importante en cours d'utilisation. L'emploi d'embouts frittés ayant un diamètre de pore compris entre 40 µm et 60 µm s'avère approprié. La figure 2 représente quatre exemples de barboteurs à embout fritté (types A à D) jugés adéquats.

Le rendement d'absorption de chaque barboteur à embout fritté doit être contrôlé au moins une fois par an en utilisant des mélanges de gaz pour étalonnage préparés suivant la technique de perméation spécifiée dans l'ISO 6349 ou selon toute autre méthode équivalente.

Les embouts frittés colorés doivent être nettoyés au moyen d'un mélange de bichromate de potassium en solution et d'acide sulfurique concentré ou au moyen de tout autre produit de nettoyage adéquat. Si l'on utilise un mélange d'acide sulfurique et de bichromate, il faut veiller à rincer soigneusement les embouts frittés avec de l'eau dépourvue de nitrite (4.1).

AVERTISSEMENT — Éviter tout contact avec le bichromate et les réactifs qui en contiennent, et, en particulier, avec le mélange d'acide sulfurique et de bichromate.

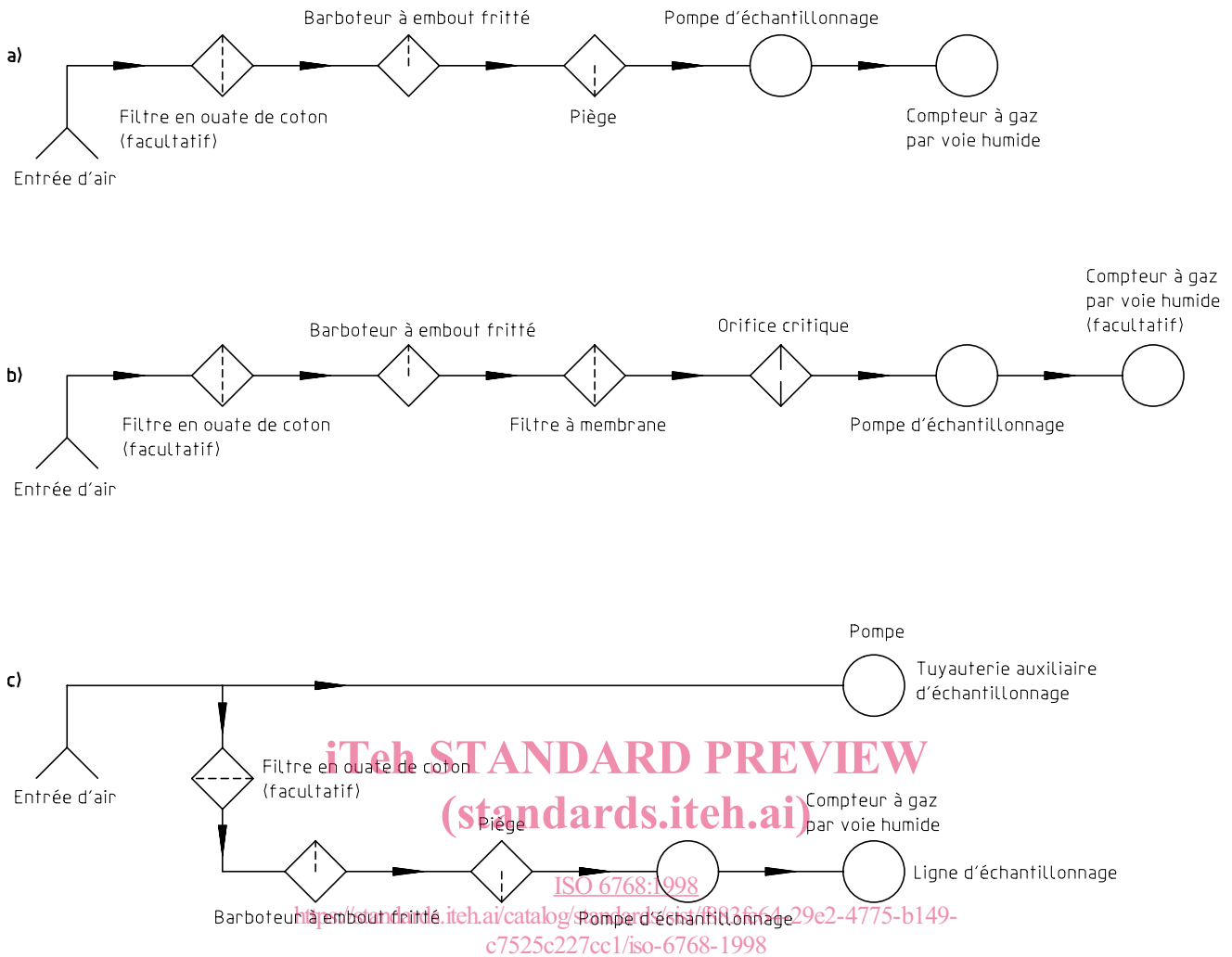


Figure 1 — Exemples de lignes d'échantillonnage pour déterminer la concentration en masse du dioxyde d'azote dans l'air ambiant

5.1.4 Piège.

Fliege conique de 100 ml de capacité, remplie de laine de verre.

5.1.5 Filtre à membrane.

5.1.6 Pompe d'échantillonnage et système de commande, capable d'aspirer l'air à un débit d'environ 0,4 l/min à 0,6 l/min pendant la durée du prélèvement.

5.1.7 Dispositif de mesure du débit d'air.

Utiliser soit un compteur par voie humide, un débitmètre étalonné en verre et à section variable, un orifice critique étalonné ou un débitmètre massique étalonné. Dans tous les cas, il convient que le débit d'air en volume soit connu à ± 5 % près.

Pour contrôler l'étalonnage du débitmètre à section variable, de l'orifice critique ou du débitmètre massique, il est commode d'utiliser un compteur par voie humide ou un débitmètre à bulles de savon.

5.2 Spectrophotomètre, capable de déterminer l'absorbance à une longueur d'onde comprise entre 540 nm et 550 nm, et d'utiliser des cuves optiques, telles que spécifiées en 5.3, pour effectuer des mesures spectrophotométriques de liquides.

5.3 Cuves optiques, planes, appariées, caractérisées par un chemin optique de 10 mm à 50 mm.

5.4 Pipettes à un trait, ayant une capacité de 5 ml, 10 ml, 15 ml, 20 ml, 25 ml et 50 ml.

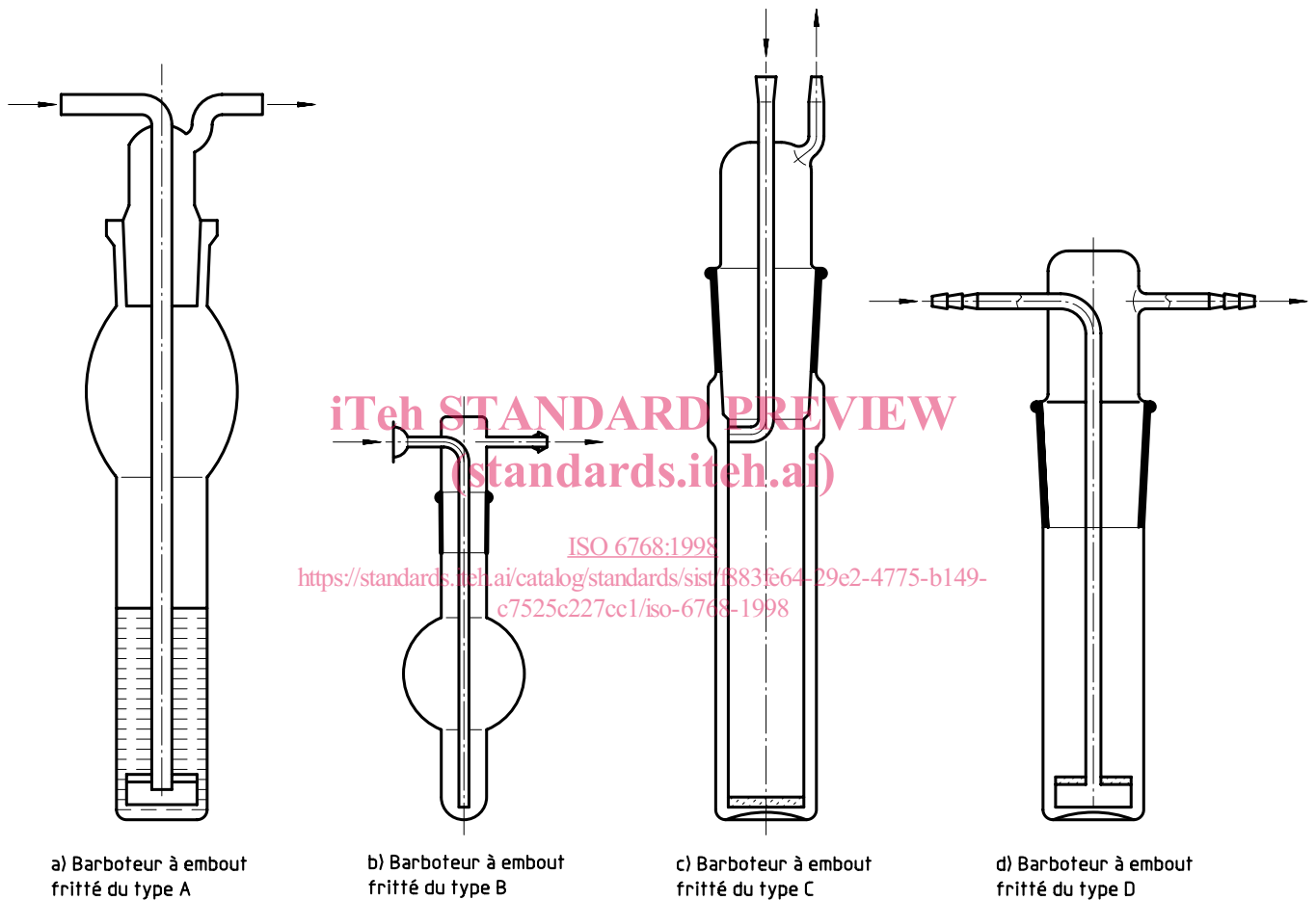


Figure 2 — Exemples d'absorbeurs convenant pour l'échantillonnage du dioxyde d'azote
(Les extrémités des tubes de verre de chacun de ces absorbeurs peuvent être des joints rodés sphériques, ou des joints rodés coniques, ou des olives.)

6 Échantillonnage

Monter une ligne d'échantillonnage conformément aux exemples représentés à la figure 1 et aux exigences particulières relatives à la masse d'air considérée. Utiliser des joints en verre rodé en amont du barboteur à embout fritté ou un équipement en verre bout-à-bout muni de raccords en polychlorure de vinyle ou en polytétrafluoroéthylène.

Au moyen d'une pipette (5.4), introduire un volume approprié de solution d'absorption (4.3) dans le barboteur à embout fritté préalablement séché (5.1.3), soit 25 ml dans les barboteurs de type A, 20 ml dans les barboteurs de type B, 50 ml dans les barboteurs de type C et 10 ml dans les barboteurs de type D. Raccorder le barboteur à embout fritté à la ligne d'échantillonnage.

Enregistrer la valeur affichée par le compteur par voie humide (5.1.7) ainsi que l'heure d'entrée en fonctionnement de la pompe d'échantillonnage (5.1.6). Ajuster le régulateur du débit d'air de façon à obtenir un débit d'environ 0,4 l/min à 0,6 l/min.

La durée d'échantillonnage est comprise entre 10 min et 2 h, selon les exigences. Protéger la solution d'absorption de la lumière pendant l'échantillonnage.

À la fin de la durée d'échantillonnage, mettre hors tension la pompe d'échantillonnage, noter la valeur lue sur le compteur par voie humide ainsi que l'heure. Retirer le barboteur à embout fritté de la ligne d'échantillonnage. Mélanger le gros de la solution échantillon qui se trouve en dehors de l'embout fritté avec la faible quantité de solution échantillon qui se trouve à l'intérieur de l'embout. Ce mélange est effectué en aspirant une quantité suffisante à travers l'embout fritté et en la refoulant, et ce plusieurs fois de suite.

Boucher soigneusement le barboteur à embout fritté et protéger la solution échantillon de la lumière. Laisser la solution échantillon reposer pendant 15 min.

Étant donné la stabilité limitée dans le temps de la solution échantillon, la durée comprise entre la fin de l'échantillonnage et le début des mesurages à effectuer avec la solution échantillon ne doit pas dépasser 20 h.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 6768:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f883fe64-29e2-4775-b149-c7525c227cc1/iso-6768-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f883fe64-29e2-4775-b149-c7525c227cc1/iso-6768-1998>

7 Mode opératoire

7.1 Essai des barboteurs à embout fritté

7.1.1 Contrôle du rendement d'absorption

Conformément aux exemples donnés à la figure 1, assembler une ligne d'échantillonnage en montant en série deux barboteurs du même type, contenant chacun le volume approprié de solution d'absorption, comme spécifié à l'article 6.

Introduire l'entrée de la ligne d'échantillonnage dans la sortie d'un dispositif à perméation (ou appliquer toute autre méthode équivalente) permettant d'obtenir des mélanges de gaz (voir 4.4) à un débit supérieur à celui supposé exister à l'entrée de la ligne d'échantillonnage. Préparer un mélange de gaz ayant une concentration en masse de dioxyde d'azote d'environ 1 mg/m³. Éviter des concentrations en masse de dioxyde d'azote supérieures à 2 mg/m³.

Choisir une durée d'échantillonnage permettant d'obtenir l'absorption d'une masse de dioxyde d'azote d'environ 0,5 µg par millilitre de solution d'absorption exposée dans le premier barboteur à embout fritté et effectuer l'échantillonnage comme spécifié à l'article 6.

Calculer le rendement d'absorption en divisant l'absorbance de la solution échantillon dans le premier barboteur à embout fritté par la somme des absorbances de la solution échantillon dans le premier et le second barboteur à embout fritté.

Le rendement d'absorption doit être d'au moins 0,95. Il convient de ne pas utiliser de barboteurs à embout fritté qui ne satisferaient pas à cette exigence.

NOTE En général, l'influence de l'évaporation est négligeable lorsque la durée d'échantillonnage est courte. En revanche, si cette durée est longue, si l'on utilise un petit volume de solution d'absorption et si l'air est sec, il convient de tenir compte de l'influence de l'évaporation.

7.1.2 Contrôle de la porosité des embouts frittés

La porosité des embouts frittés pouvant avoir été altérée par les nettoyages répétés, un contrôle des embouts doit être effectué en appliquant, par exemple, une méthode appropriée permettant de vérifier la tension superficielle, si l'on suppose que la porosité a subi une variation.

NOTE Le personnel expérimenté et qualifié peut juger de l'efficacité d'un embout fritté en observant la répartition du gaz dans un liquide.

7.2 Étalonnage

7.2.1 Préparation de la série de solutions d'étalonnage

Préparer une série de solutions d'étalonnage ayant des concentrations en masse en ions nitrite de 0,0 µg/ml, 0,25 µg/ml, 0,5 µg/ml, 0,75 µg/ml et 1,0 µg/ml en introduisant à la pipette respectivement 0 ml, 5 ml, 10 ml, 15 ml et 20 ml de la solution de nitrite (4.5.1) dans une série de fioles jaugées à un trait de 50 ml de capacité; compléter jusqu'au trait avec la solution d'absorption (4.3) et mélanger.

Laisser les solutions reposer pendant 15 min.

7.2.2 Mesurages spectrophotométriques

Préparer le spectrophotomètre (5.2) conformément aux instructions du fabricant, et après stabilisation, effectuer les ajustements nécessaires et régler la longueur d'onde sur une valeur fixe dans le domaine compris entre 540 nm et 550 nm.

Verser une quantité suffisante de chacune des quatre solutions d'étalonnage (7.2.1) dans les cuves optiques (5.3) et relever l'absorbance de chacune en la comparant à celle qui caractérise une cuve optique contenant une quantité suffisante de la solution d'absorption (4.3).

7.2.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Préparer une courbe d'étalonnage en représentant l'absorbance, A , de chaque solution d'étalonnage (7.2.1) par rapport à l'absorbance de la solution d'absorption (4.3), en fonction de la concentration en masse d'ions nitrite, ρ_{NO_2} , dans la solution correspondante (voir figure 3).

Noter qu'il convient que la pente de la droite, définie par l'équation

$$\frac{\Delta A}{\Delta \rho_{\text{NO}_2}} = \frac{1}{f_{\text{NO}_2}}$$

soit de $(0,992 \pm 0,030)$ ml/µg sur une plage optique de 10 mm. Si ce n'est pas le cas, essayer tous les réactifs.