
**Air des lieux de travail — Dosage du plomb
particulaire et des particules de composés de
plomb — Méthode par spectrométrie
d'absorption atomique dans la flamme**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Workplace air — Determination of particulate lead and lead
compounds — Flame atomic absorption spectrometric method*
ISO 8518:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2f190c99-f5cc-4fa0-86b0-070b2a201165/iso-8518-1990>



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 8518 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*.

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

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 8518:1990
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sis/21190c99-f5cc-4fa0-86b0-070b2a201165/iso-8518-1990>

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. 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

Imprimé en Suisse

Air des lieux de travail — Dosage du plomb particulaire et des particules de composés de plomb — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme pour la détermination de la concentration moyenne pondérée dans le temps en masse du plomb particulaire et des particules de composés de plomb dans l'air des lieux de travail.

La méthode est applicable à la détermination de masses comprises approximativement entre 10 µg et 200 µg de plomb par échantillon sur la base du mode opératoire normal sans dilution. Le domaine de concentration de plomb dans l'air auquel s'applique la présente méthode est déterminé en partie en fonction de la méthode d'échantillonnage choisie par l'utilisateur (voir 7.1).

La méthode est applicable à l'échantillonnage individuel et à l'échantillonnage à poste fixe.

Le mode opératoire normal avec dissolution de l'échantillon (8.2.2) n'est pas efficace pour tous les composés du plomb (voir article 4). L'utilisation d'un mode opératoire alternatif avec dissolution plus vigoureuse est nécessaire quand sont présents dans l'atmosphère analysée des composés du plomb insolubles dans le mode opératoire normal avec dissolution de l'échantillon (voir 10.1).

Les anions qui précipitent avec le plomb interfèrent, mais cette interférence est surmontée par l'addition de sel disodique de l'acide éthylènedinitrilotétraacétique (EDTA) si nécessaire (voir 10.2).

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la pré-

sente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient 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 les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 648:1977, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un trait.*

ISO 1042:1983, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 3585:1976, *Appareillage, tuyauterie et raccords en verre — Propriétés du verre borosilicaté 3.3.*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai.*

ISO 6955:1982, *Méthodes d'analyse par spectroscopie — Émission de flamme, absorption atomique et fluorescence atomique — Vocabulaire.*

ISO/TR 7708:1983, *Qualité de l'air — Définitions des fractions de tailles des particules pour l'échantillonnage lié aux problèmes de santé.*

ISO 8655-1:—¹⁾, *Instruments volumétriques à piston et/ou à plongeur (IVAP) — Partie 1: Définitions.*

ISO 8655-2:—¹⁾, *Instruments volumétriques à piston et/ou à plongeur (IVAP) — Partie 2: Considérations sur l'utilisation.*

ISO 8655-3:—¹⁾, *Instruments volumétriques à piston et/ou à plongeur (IVAP) — Partie 3: Méthodes d'essai.*

1) À publier.

ISO 8655-4:—¹⁾, *Instruments volumétriques à piston et/ou à plongeur (IVAP) — Partie 4: Spécifications.*

3 Principe

On fait passer un volume d'air connu à travers un filtre afin de recueillir le plomb particulaire et les particules de composés de plomb. Le filtre et l'échantillon de plomb ainsi recueilli sont ensuite incinérés par voie humide à l'acide nitrique et au peroxyde d'hydrogène^[1]. Les solutions de dosage sont aspirées dans la flamme oxydante air-acétylène d'un spectromètre d'absorption atomique équipé d'une lampe à cathode creuse ou d'une lampe à décharge sans électrode pour le plomb. On procède ensuite à des mesurages d'absorbance à 283,3 nm, et les résultats analytiques sont obtenus à l'aide de la méthode directe de dosage (voir ISO 6955:1982, définition 6.1.1).

4 Réactions

En règle générale, la quasi-totalité des composés de plomb généralement trouvés dans les échantillons d'air des lieux de travail sont convertis en ions plomb (Pb^{2+}) solubles dans l'eau au cours du processus d'incinération par voie humide décrit en 8.2.2. Cependant, certains composés du plomb, par exemple le silicate de plomb, ne sont pas dissous. Si un quelconque doute subsiste sur l'efficacité de ce mode opératoire pour la dissolution des composés particuliers de plomb pouvant être présents dans l'atmosphère soumise à l'essai, on doit alors l'examiner (voir 10.1) avant de procéder à ladite méthode.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau (5.1).

5.1 Eau, conforme aux prescriptions de l'ISO 3696, qualité 2 (conductivité électrique inférieure à 0,1 mS/m et résistivité supérieure à 0,01 M Ω ·m à 25 °C).

La concentration de plomb doit être inférieure à 0,01 μ g/ml.

5.2 Acide nitrique (HNO_3), concentré, ρ environ 1,42 g/ml, entre 69 % (*m/m*) et 71 % (*m/m*).

La concentration de plomb doit être inférieure à 0,01 μ g/ml.

5.3 Acide nitrique, dilué 1 + 9.

Ajouter 100 ml d'acide nitrique concentré (5.2) à 500 ml d'eau (5.1), compléter à 1 litre avec de l'eau et mélanger soigneusement.

5.4 Plomb, solution étalon correspondant à 1000 mg de Pb par litre.

Utiliser des solutions étalons disponibles dans le commerce ayant une concentration de 1000 mg/l. Respecter la date d'expiration du fabricant ou la durée de conservation préconisée.

En variante, préparer une solution étalon de plomb selon l'une des méthodes suivantes:

a) Dissoudre 1,598 g \pm 0,001 g de nitrate de plomb(II) [$Pb(NO_3)_2$], préalablement séché à masse constante à 110 °C et refroidi dans un dessiccateur, dans de l'acide nitrique dilué (5.3). Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1000 ml (6.2.1.5), compléter au trait repère avec de l'acide nitrique dilué (5.3) et mélanger soigneusement.

b) Dissoudre 1,000 g \pm 0,001 g de plomb métal [pur à 99,9 % (*m/m*) de Pb] dans 200 ml d'acide nitrique dilué 1 + 1, préparé en ajoutant 100 ml d'acide nitrique concentré (5.2) à 100 ml d'eau (5.1). Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1000 ml (6.2.1.5), compléter au trait repère avec de l'eau (5.1) et mélanger soigneusement.

NOTE 1 Des solutions étalons de plomb préparées selon les instructions données en a) et b) peuvent être stockées dans des bouteilles en polypropylène (6.2.2) pendant une période d'un an au maximum.

5.5 Peroxyde d'hydrogène (H_2O_2), solution à environ 30 % (*m/m*).

La concentration de plomb doit être inférieure à 0,01 μ g/ml.

5.6 Acétylène, en bouteille.

5.7 Air comprimé, filtré.

6 Appareillage

6.1 Appareil d'échantillonnage

6.1.1 Filtres, solubles au cours du processus d'incinération par voie humide décrit en 8.2.2, ayant un pouvoir d'arrêt au moins égal à 99 % vis-à-vis de particules d'un diamètre aérodynamique moyen de 0,3 μ m (voir ISO/TR 7708:1983, paragraphe 2.1).

La concentration de plomb doit être inférieure à 0,1 μ g par litre.

NOTE 2 Les filtres à membrane en ester de cellulose de porosité 0,8 μ m à 1,2 μ m conviennent généralement le mieux. Les filtres en cellulose (papier) dont le pouvoir d'arrêt peut être inférieur à 99 % ne peuvent donc

convenir à cet effet. Les filtres en fibre de verre ne se dissolvent pas et ne conviennent donc pas non plus.

6.1.2 Porte-filtres, susceptibles de collecter de la matière particulaire inspirable telle que définie dans l'ISO/TR 7708, et compatibles avec le filtre et autre matériel d'échantillonnage utilisés.

NOTES

3 Le porte-filtre utilisé peut être tel que la matière particulaire inspirable est collectée spécifiquement sur le filtre, ou peut être tel que la matière particulaire qui traverse l'orifice d'entrée ou les orifices constitue la fraction inspirable.

4 Les porte-filtres qui ne sont pas destinés à collecter la matière particulaire inspirable peuvent être utilisés si nécessaire pour satisfaire la législation, par exemple pour satisfaire les exigences de la Directive du Conseil européen 82/605/CEE^[2].

6.1.3 Pompes d'échantillonnage, avec débit réglable, possédant un débitmètre et capables de maintenir le débit sélectionné (voir 7.1.1) à $\pm 5\%$ près de la valeur nominale durant la période d'échantillonnage (voir 7.1.2). Dans le cas d'échantillonnage individuel, les pompes doivent pouvoir être portées par une personne sans l'empêcher d'assurer son travail normal.

NOTE 5 Une pompe à débit stabilisé peut être nécessaire pour maintenir le débit dans les limites prescrites.

6.1.4 Débitmètre, portable, capable de mesurer le débit sélectionné (voir 7.1.1) à $\pm 5\%$ près, et calibré d'après un étalon primaire, c'est-à-dire un débitmètre dont la précision est conforme aux normes nationales.

NOTES

6 Le débitmètre incorporé à la pompe peut être utilisé à condition qu'il possède une sensibilité adéquate, mais il convient de le calibrer d'après un étalon primaire avec un porte-filtre chargé (7.2.2) en ligne et de le relever à l'aide du débitmètre vertical, s'il est de type «débitmètre à flotteur». Un débitmètre dans la pompe ou ailleurs en ligne peut être mal utilisé s'il y a des fuites dans la ligne d'échantillonnage entre le porte-filtre et le débitmètre.

7 Un débitmètre à lame de savon peut être utilisé comme référence, à condition que sa précision soit conforme aux normes nationales.

8 Si besoin est, noter la température et la pression ambiantes auxquelles le débitmètre a été calibré (voir 7.1.3).

6.1.5 Tuyaux en caoutchouc ou en plastique, de diamètre approprié pour assurer une étanchéité correcte à la pompe et au porte-filtre.

6.1.6 Baromètre.

6.1.7 Thermomètre, couvrant l'échelle de 0 °C à 50 °C, et gradué tous les 1 °C ou mieux.

6.2 Appareillage analytique ou de laboratoire.

Matériel courant de laboratoire, comprenant

6.2.1 Verrerie, fabriquée en verre borosilicaté 3.3 conforme aux prescriptions de l'ISO 3585.

NOTE 9 Il est préférable de mettre en réserve un ensemble de verrerie pour l'analyse du plomb à l'aide de cette méthode afin de s'assurer qu'aucun problème ne se présente à cause de l'élimination incomplète de contamination par les métaux lourds lors du nettoyage (8.1.4).

6.2.1.1 Bêchers, d'une capacité comprise entre 50 ml et 150 ml.

6.2.1.2 Verres de montre, adaptés aux bêchers (6.2.1.1).

6.2.1.3 Pipettes à un trait, conformes aux prescriptions de l'ISO 648.

6.2.1.4 Éprouvette graduée, de 100 ml de capacité.

6.2.1.5 Fioles jaugées à un trait, d'une capacité comprise entre 10 ml et 1000 ml, conformes aux prescriptions de l'ISO 1042.

6.2.2 Bouteilles en polypropylène, d'une capacité comprise entre 100 ml et 1 litre.

6.2.3 Instrument volumétrique à piston, conforme aux prescriptions de l'ISO 8655-1 à l'ISO 8655-4. Pipettes à piston en variante aux pipettes à un trait pour la préparation des solutions d'étalonnage (voir 8.3.2) et la dilution des échantillons hors-gamme (voir 8.5.4), et dispensateurs pour dispenser les acides (voir 8.2.2 et 8.2.3).

6.2.4 Plaque chauffante à thermostat, capable de maintenir une température de surface d'environ 140 °C.

NOTE 10 L'efficacité des thermostats des plaques chauffantes est parfois déficiente, et la température de surface peut aussi varier de façon considérable selon la position sur une plaque chauffante à large surface. Il peut être ainsi utile de caractériser les performances de la plaque chauffante avant usage.

6.2.5 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un brûleur pour utilisation avec une flamme air-acétylène, et d'une lampe à cathode creuse ou d'une lampe à décharge sans électrode pour le plomb.

6.2.6 Balance analytique, d'une précision de $\pm 0,1$ mg.

7 Échantillonnage

7.1 Mode opératoire d'échantillonnage

7.1.1 Caractéristiques de la collecte et du débit

Sélectionner un mode opératoire d'échantillonnage adapté à la collecte de matière particulaire inspirable telle que définie dans l'ISO/TR 7708. En particulier, sélectionner un débit pour lequel le porte-filtre (6.1.2) présente les caractéristiques de collecte requises. Le débit habituel est de 2 l/min.

NOTE 11 Un mode opératoire d'échantillonnage dans lequel la matière particulaire inspirable n'est pas collectée peut être utilisé si nécessaire pour satisfaire la législation, par exemple pour satisfaire les exigences de la Directive du Conseil européen 82/605/CEE^[2].

7.1.2 Durée d'échantillonnage

Sélectionner une période d'échantillonnage de durée suffisante pour s'assurer que la quantité de plomb collectée est adéquate pour permettre la détermination au niveau requis des concentrations de plomb dans l'air. Cependant, la durée d'échantillonnage ne doit pas être plus longue qu'une période de travail représentative, ni assez longue pour risquer la saturation du filtre avec la matière particulaire.

NOTE 12 Dans le calcul de la durée minimale d'échantillonnage requise, il est nécessaire de prendre en considération le débit sélectionné (voir 7.1.1) et la limite inférieure du niveau analytique de la méthode recommandée, c'est-à-dire 10 µg de plomb par filtre (voir 9.3.1). Par exemple, pour déterminer des concentrations de plomb dans l'air avec une limite inférieure de niveau 0,03 mg/m³, la durée minimale d'échantillonnage à un débit de 2 l/min est approximativement de 3 h.

7.1.3 Influences de la température et de la pression

7.1.3.1 Le débit indiqué par certains types de débitmètres dépend de la température et de la pression. Par conséquent, se référer aux instructions du fabricant des débitmètres utilisés, et considérer s'il est nécessaire de faire une correction pour prendre en compte toute différence entre la température et la pression au moment du calibrage du débitmètre et celles au moment de l'échantillonnage. Effectuer cette correction s'il s'avère possible d'avoir une erreur supérieure à 5 % en l'absence de toute correction. S'il faut faire la correction, noter la température et la pression auxquelles le débitmètre a été calibré (6.1.4) et la température et la pression ambiantes au début et à la fin de la période d'échantillonnage (voir 7.2.3 et 7.3.5).

NOTES

13 Dans beaucoup de cas, la correction n'est pas nécessaire car la différence entre la température et la

pression au moment du calibrage du débitmètre et celles au moment de l'échantillonnage n'est pas suffisante pour que la correction soit significative.

14 Un exemple de correction de température et de pression pour le débit indiqué est donné en 9.1.1, pour une chute de pression constante et un débitmètre à section variable.

7.1.3.2 La concentration moyenne pondérée dans le temps en masse de plomb dans l'air est habituellement exprimée aux conditions ambiantes. Cependant, si les résultats doivent être rapportés aux conditions de référence, noter la température et la pression ambiantes au début et à la fin de la période d'échantillonnage (voir 7.2.3 et 7.3.5) et utiliser la correction donnée en 9.1.2.

7.1.4 Généralités

Prendre les précautions selon les recommandations pour les méthodes d'échantillonnage des poussières. (Ces recommandations seront données dans une Norme internationale ultérieure.)

7.2 Préparation de l'appareil d'échantillonnage

Exécuter les opérations suivantes dans un endroit propre où la contamination par le plomb est réputée très faible.

7.2.1 Nettoyer les porte-filtres (6.1.2) avant utilisation en les trempant dans une solution détergente, les rincer soigneusement à l'eau et les sécher.

7.2.2 Mettre en place les filtres (6.1.1) dans des porte-filtres propres et secs (voir 7.2.1). Les filtres ne doivent être manipulés qu'avec des pinces à becs plats, ou avec des gants propres dans le cas de filtres plus grands. Fermer hermétiquement chaque porte-filtre chargé à l'aide d'un couvercle ou d'un bouchon pour le protéger de la contamination par le plomb lors du transport vers le lieu d'échantillonnage et au retour.

7.2.3 Connecter chaque pompe d'échantillonnage (6.1.3) à un porte-filtre chargé (voir 7.2.2) à l'aide d'un tuyau en caoutchouc ou en plastique (6.1.5), s'assurer qu'aucune fuite ne peut se produire. Enlever le couvercle ou le bouchon protecteur, mettre la pompe en marche et régler le débit sélectionné (voir 7.1.1) avec une précision de $\pm 5\%$ en utilisant le débitmètre calibré (6.1.4). Pour finir, arrêter la pompe et refermer hermétiquement le porte-filtre avec son couvercle ou son bouchon. Si nécessaire, noter la température et la pression ambiantes (voir 7.1.3).

NOTE 15 Si l'on n'utilise pas une pompe à débit stabilisé (voir note 5), laisser fonctionner la pompe pendant

15 min avant de régler le débit. Ceci permet à la pompe de chauffer et au débit de se stabiliser. Puis, mettre de côté le filtre utilisé et mettre en place un nouveau filtre dans le porte-filtre pour collecter l'échantillon. Pour finir, réajuster le débit à la valeur sélectionnée, arrêter la pompe et refermer hermétiquement le porte-filtre.

7.3 Collecte des échantillons

7.3.1 Dans le cas d'échantillonnage individuel, fixer le porte-filtre au revers du travailleur, aussi près de la bouche et du nez qu'il est réalisable. Puis attacher la pompe d'échantillonnage à l'opérateur de façon à minimiser le dérangement. Dans le cas d'échantillonnage à poste fixe, choisir un site d'échantillonnage approprié.

7.3.2 Lorsqu'on est prêt à commencer l'échantillonnage, retirer le couvercle ou le bouchon du porte-filtre et mettre la pompe en marche pour démarrer la collecte. Noter l'heure et la valeur initiale du débit relevée sur le débitmètre incorporé à la pompe.

7.3.3 Le débit doit être maintenu à $\pm 5\%$ près de la valeur nominale pendant toute la durée de la période d'échantillonnage. Étant donné la possibilité pour le filtre de s'obstruer avec des matières particulaires lourdes ou par la présence de vapeurs d'huile ou d'autres liquides dans l'air, l'indicateur de débit de la pompe doit être relevé souvent (une fois par heure au minimum) pour vérifier s'il y a une baisse quelconque du débit (voir note 16). L'échantillonnage doit être arrêté immédiatement en cas de problème.

NOTE 16 L'observation régulière du débitmètre d'une pompe à débit stabilisé n'est pas essentielle, mais est utile pour contrôler le fonctionnement correct de la pompe.

7.3.4 Si le débit n'est pas maintenu dans les limites prescrites en 7.3.3, considérer les échantillons comme non valables.

7.3.5 À la fin de la période d'échantillonnage (voir 7.1.2), mesurer le débit avec une précision de $\pm 5\%$, en utilisant le débitmètre calibré (6.1.4), arrêter la pompe et noter le débit et l'heure. Si nécessaire, noter aussi la température et la pression ambiantes (voir 7.1.3). Refermer hermétiquement le porte-filtre avec son couvercle ou son bouchon, et déconnecter le porte-filtre de la pompe.

7.3.6 Enregistrer soigneusement l'identité de l'échantillon à toutes les données relatives à l'échantillonnage (voir article 11). Calculer le débit moyen pendant la période d'échantillonnage en faisant la moyenne des mesures de débit prises au début et à la fin de la période d'échantillonnage. Si

nécessaire, calculer aussi la moyenne des températures et pressions ambiantes (voir 7.1.3). Calculer le volume d'air prélevé, en litres, aux conditions ambiantes, en multipliant la moyenne du débit, en litres par minute, par la durée d'échantillonnage, en minutes.

7.3.7 À chaque lot de dix échantillons, joindre deux filtres issus du même lot de filtres utilisés pour la collecte d'échantillons. Soumettre ces filtres exactement à la même manipulation que les échantillons, sauf que l'on ne fera pas passer de l'air à travers. Étiqueter ces filtres comme des blancs.

7.4 Transport

Expédier les échantillons dans un récipient conçu pour empêcher toute détérioration pendant le transport et qui aura été convenablement étiqueté afin de garantir une manipulation correcte. Si possible, expédier les échantillons dans les porte-filtres dans lesquels ils ont été collectés, les couvercles ou bouchons étant toujours en place.

8 Mode opératoire

8.1 Nettoyage de la verrerie et des bouteilles en polypropylène

8.1.1 Avant usage, nettoyer toute la verrerie par trempage dans une solution de détergent pour en ôter toute trace de graisse ou de substance chimique.

8.1.2 Après le nettoyage initial (voir 8.1.1), nettoyer tous les béciers à l'acide nitrique chaud. Pour cela, les remplir à un tiers de leur capacité avec de l'acide nitrique concentré (5.2), les chauffer à environ 140 °C sur la plaque chauffante (6.2.4) sous hotte aspirante jusqu'à quasi-évaporation du liquide, les laisser refroidir, puis les rincer soigneusement à l'eau (5.1).

8.1.3 Après le nettoyage initial (voir 8.1.1), nettoyer toute la verrerie à l'exception des béciers par trempage dans de l'acide nitrique dilué (5.3) pendant plusieurs jours, puis rincer soigneusement à l'eau (5.1).

8.1.4 Nettoyer la verrerie ayant subi le processus complet de nettoyage décrit en 8.1.1, 8.1.2 et 8.1.3, et qui a été mise en réserve pour l'analyse du plomb à l'aide de cette méthode, en la rinçant à fond à l'acide nitrique dilué (5.3) puis à l'eau (5.1).

8.1.5 Avant usage, nettoyer les bouteilles en polypropylène par trempage dans de l'acide nitrique dilué (5.3) pendant plusieurs jours, puis les rincer soigneusement à l'eau (5.1).

8.2 Préparation de l'échantillon et de l'essai à blanc

8.2.1 Ouvrir les porte-filtres et transférer les échantillons et les blancs (voir 7.3.7) dans des béchers individuels propres (6.2.1.1).

NOTE 17 Si les porte-filtres utilisés sont tels que les particules qui passent au travers de l'orifice d'entrée représentent la fraction inspirable (voir note 3), laver toute matière particulaire adhérant aux parois internes du porte-filtre dans les béchers en utilisant un volume minimal d'eau (5.1).

8.2.2 Ajouter 3 ml d'acide nitrique concentré (5.2) et 1 ml de peroxyde d'hydrogène (5.5) à chaque bécher (voir note 18), couvrir d'un verre de montre (6.2.1.2) et chauffer à environ 140 °C sur la plaque chauffante (6.2.4) sous hotte aspirante jusqu'à quasi-évaporation du liquide. Répéter cette opération deux fois en utilisant 3 ml d'acide nitrique concentré et 1 ml de peroxyde d'hydrogène à chaque fois. Continuer à chauffer le bécher sur la plaque chauffante à environ 140 °C jusqu'à quasi-siccité et apparition de cendres blanches. Ne pas cuire le résidu (voir note 20). Lorsque le résidu est sec, le retirer de la plaque chauffante et le laisser refroidir. Rincer soigneusement le verre de montre, ainsi que les parois de chaque bécher, avec 3 ml à 5 ml d'acide nitrique dilué (5.3), le replacer sur la plaque chauffante à environ 140 °C, et laisser de nouveau la solution s'évaporer juste à sec.

NOTES

18 S'il n'y a pas de dioxyde de plomb dans l'échantillon, il n'est pas nécessaire d'ajouter le peroxyde d'hydrogène (5.5).

19 La température exacte de la plaque chauffante n'est pas critique. Une température de 140 °C est utilisée parce qu'elle suffit à faire évaporer le liquide à un niveau acceptable, tandis qu'elle n'est pas assez élevée pour évaporer le liquide à un tel niveau qu'il y ait un risque significatif de cuisson par inadvertance du résidu.

20 Si le résidu s'enflamme, le plomb sera perdu. Dans ce cas, reporter la concentration en masse de plomb dans l'échantillon d'air supérieure ou égale au résultat de l'analyse, et mentionner la raison pour laquelle le résultat est reporté de cette manière dans le rapport d'essai. Cela est préférable à la destruction de l'échantillon, puisque les actions correctives relatives peuvent être retardées si la masse de plomb restant après la pyrolyse a un niveau significatif.

8.2.3 Lorsque chaque bécher est sec, le retirer de la plaque chauffante, le laisser refroidir et dissoudre le résidu dans 1 ml d'acide nitrique concentré (5.2).

8.2.4 Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée à un trait de 10 ml (6.2.1.5) et compléter au trait repère avec de l'eau (5.1). Si nécessaire, filtrer à travers un filtre de cellulose (papier) (6.1.1), qui a été prélavé avec de l'acide nitrique dilué (5.3) puis avec de l'eau (5.1).

8.3 Préparation des solutions d'étalonnage

8.3.1 Utiliser de l'acide nitrique dilué (5.3) comme solution de tarage (voir ISO 6955:1982, définition 5.4.2).

8.3.2 Préparer au moins six solutions d'étalonnage, y compris un terme zéro (voir ISO 6955:1982, définition 5.4.7), en diluant la solution étalon de plomb (5.4) avec de l'acide nitrique dilué (5.3). Les solutions d'étalonnage doivent couvrir le domaine compris entre 0 µg/ml et 20 µg/ml de plomb si l'on utilise la raie de plomb de 283,3 nm (voir 8.4.1).

NOTE 21 Le domaine de l'ensemble des solutions d'étalonnage est donné à titre d'information. La limite supérieure du domaine opérationnel dépend de la longueur d'onde utilisée, et elle est également régie par des facteurs instrumentaux qui ont une incidence sur la sensibilité et la linéarité de la courbe d'étalonnage. Par conséquent, le domaine de l'ensemble des solutions d'étalonnage peut être modifié légèrement, mais lorsqu'on procède à des modifications, s'assurer que le spectromètre fournira une réponse conforme aux limites de courbure prescrites dans la note 22 sur l'autre domaine de concentrations sélectionné.

8.3.3 Les solutions d'étalonnage peuvent être stockées dans des bouteilles en polypropylène (6.2.2) pendant une période d'un mois au maximum.

8.4 Étalonnage

8.4.1 Sélection de la raie analytique

Sélectionner une raie analytique pour le mesurage de l'absorbance. La raie de plomb de 283,3 nm doit être utilisée, à moins que l'on ne trouve des concentrations élevées de plomb au cours de l'étape analytique (voir 8.5.1) et à moins que l'utilisation d'une raie analytique moins sensible ne soit identifiée comme étant la méthode la plus appropriée pour effectuer des analyses répétées (voir 8.5.4).

NOTE 22 La raie la plus sensible pour le plomb est 217,0 nm, mais celle-ci est sujette à des interférences spectrales possibles avec l'antimoine, et l'existence d'un bruit de fond spectral significatif à 217,0 nm rend essentielle à cette longueur d'onde une correction pour l'absorption non spécifique (voir ISO 6955:1982, définition 5.1.5). La raie de 283,3 nm présente une sensibilité quelque peu inférieure à la raie de 217,0 nm. Mais elle n'est pas sujette aux interférences spectrales et le bruit de fond spectral à 283,3 nm est tel qu'il n'est pas nécessaire de corriger pour l'absorption non spécifique à cette longueur d'onde. De plus, tandis que les limites de détection obte-

nues dépendent de l'instrument utilisé, les mesures d'absorbance faites à 283,2 nm ont généralement un meilleur rapport signal/bruit que celles faites à 217,0 nm et ainsi une meilleure limite de détection. C'est pourquoi on utilise, dans la présente Norme internationale, la raie de plomb de 283,3 nm.

8.4.2 Réglage du spectromètre

Régler le spectromètre à absorption atomique (6.2.5) pour effectuer les mesurages d'absorbance à la longueur d'onde sélectionnée (voir 8.4.1), en suivant les recommandations du fabricant quant aux paramètres de fonctionnement spécifiques de l'instrument. Utiliser une flamme oxydante air-acétylène.

8.4.3 Mesurages spectrométriques

Pendant que l'on aspire la solution de tarage (voir 8.3.1) dans la flamme, régler le zéro du spectromètre. Puis, aspirer les solutions d'étalonnage (voir 8.3.2) dans la flamme et mesurer l'absorbance pour chaque solution.

NOTE 23 Utiliser un auto-échantillonneur pour présenter les solutions d'étalonnage au spectromètre d'absorption atomique peut améliorer la fidélité des mesurages d'absorbance et réduire le volume de solution consommée.

8.4.4 Fonction d'étalonnage

Pour les instruments contrôlés par un microprocesseur ou un micro-ordinateur, utiliser un algorithme convenable pour élaborer la fonction d'étalonnage. Pour les instruments dépourvus de cette compétence, préparer une courbe d'étalonnage en traçant l'absorbance des solutions d'étalonnage par rapport à la concentration de plomb, en microgrammes par millilitre, dans les solutions respectives.

NOTE 24 En général, il est préférable de travailler dans le domaine linéaire de l'étalonnage, où l'absorbance est proportionnelle à la concentration de plomb dissous. Cependant, on peut tolérer une certaine courbure, mais la pente des 20 % supérieurs de la courbe d'étalonnage ne doit pas être inférieure à 70 % de la pente des 20 % inférieurs, calculés de la même manière. Si l'étalonnage obtenu ne satisfait pas ces limites de courbure, préparer une nouvelle gamme de solutions d'étalonnage avec des concentrations de plomb inférieures à celles préconisées en 8.3.2.

8.5 Détermination

8.5.1 Pendant que l'on aspire la solution de tarage (voir 8.3.1) dans la flamme, régler le zéro du spectromètre. Aspirer la solution de dosage et la solution à blanc (8.2.4) dans la flamme et mesurer l'absorbance pour chaque solution. Pour les instruments

contrôlés par un microprocesseur ou un micro-ordinateur, utiliser la fonction d'étalonnage (8.4.4) pour calculer la concentration de plomb dans la solution de dosage et la solution à blanc, et lire directement les résultats dans les unités de concentration. Pour les instruments dépourvus de cette compétence, déterminer la concentration de plomb dans la solution de dosage et la solution à blanc à partir de la courbe d'étalonnage (voir 8.4.4).

NOTE 25 Utiliser un auto-échantillonneur pour présenter la solution de dosage et la solution à blanc au spectromètre d'absorption atomique peut améliorer la fidélité des résultats et réduire le volume de solution consommée.

8.5.2 Aspirer la solution de tarage (voir 8.3.1) et une solution intermédiaire d'étalonnage après toutes les cinq à dix solutions de dosage et mesurer l'absorbance pour chaque solution. Si l'on observe une dérive de la courbe de base pendant que l'on aspire la solution de tarage, réajuster le zéro du spectromètre. Si l'aspiration de la solution intermédiaire d'étalonnage indique qu'il y a eu une modification de la sensibilité de plus de $\pm 5\%$, prendre les mesures correctives appropriées suivantes. Utiliser soit les commodités logicielles du microprocesseur ou du micro-ordinateur pour corriger l'influence de la modification de la sensibilité lors du calcul de la concentration de plomb dans les solutions analysées par la suite, soit interrompre l'analyse et ré-étalonner le spectromètre comme décrit en 8.4.3 et 8.4.4. Dans les deux cas, ré-analyser les solutions qui ont été analysées pendant que la sensibilité changeait.

8.5.3 Lorsqu'on détecte de très faibles concentrations de plomb dans la solution de dosage, recourir à l'extension de l'échelle de mesure pour améliorer la fidélité des mesurages faits près de la limite de détection.

8.5.4 En présence de concentrations élevées de plomb, diluer une partie aliquote de la solution de dosage pour amener la concentration dans le domaine de l'étalonnage. Effectuer toutes les dilutions avec de l'acide nitrique dilué (5.3) et noter le facteur de dilution DF. En variante, utiliser une raie analytique moins sensible.

NOTE 26 Si l'on utilise une raie analytique moins sensible, il faudra ré-étalonner le spectromètre en utilisant une gamme appropriée de solutions d'étalonnage ayant des concentrations de plomb supérieures à celles préconisées en 8.3.2.

8.5.5 Analyser toutes les solutions à blanc et calculer la concentration moyenne de plomb dans les solutions à blanc.