

NORME
INTERNATIONALE

ISO
9855

Première édition
1993-10-15

**Air ambiant — Dosage du plomb dans les
particules d'aérosol collectées sur des
filtres — Méthode par spectrométrie**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Ambient air — Determination of the particulate lead content of aerosols
collected on filters — Atomic absorption spectrometric method*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c70b0de0-2cd6-4d55-bd49-bfcbaf079315/iso-9855-1993>



Numéro de référence
ISO 9855:1993(F)

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 9855 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 3, *Atmosphères ambiantes*.

Les annexes A, B et C font partie intégrante de la présente Norme internationale.

ISO 9855:1993
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c70b0de0-2cd6-4d55-bd49-bfcbaf079315/iso-9855-1993>

© ISO 1993

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 ambiant — Dosage du plomb dans les particules d'aérosol collectées sur des filtres — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode recourant à la mise en solution acide et à la spectrométrie d'absorption atomique pour le dosage chimique du plomb contenu dans les particules d'aérosol collectées sur des filtres à partir de l'air ambiant. La méthode est applicable à des échantillons d'air ambiant contenant des particules de plomb, sous réserve que la quantité de ces particules recueillies sur le filtre d'un appareil d'échantillonnage soit supérieure à 1 µg quand le dosage final se fait par spectrométrie d'absorption atomique de flamme. Le dosage peut porter sur des quantités inférieures à 1 µg si l'on recourt à la spectrométrie d'absorption atomique au four graphite, mais il faut préalablement en établir expérimentalement les limites de détection.

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 présente 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 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

ISO 6879:1983, *Qualité de l'air — Caractéristiques de fonctionnement et concepts connexes pour les méthodes de mesure de la qualité de l'air.*

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

3 Principe

La matière particulaire recueillie sur un filtre est mise en solution en milieu acide. Le plomb présent est solubilisé et la solution de dosage est analysée par spectrométrie d'absorption atomique.

4 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente (telle que prescrite en 4.1). Il est impératif que la teneur en plomb des réactifs soit constante afin que l'on puisse obtenir des valeurs à blanc reproductibles.

4.1 Eau distillée ou **eau déionisée**, dont la teneur en plomb est inférieure à 0,01 µg/ml et la conductivité électrique est inférieure à 0,2 mS/m (2 µS/cm) ou la résistivité électrique est supérieure à 5 kΩ·m.

4.2 Acide nitrique concentré (HNO₃), ρ₂₀ = 1,42 g/ml, redistillé, dont la teneur en plomb est inférieure à 0,01 µg/ml.

4.3 Acide nitrique dilué, environ 0,1 mol/l.

Ajouter 10 ml d'acide nitrique concentré (4.2) à 500 ml d'eau (4.1) et ajouter de l'eau (4.1) pour constituer 1 litre.

4.4 Plomb, solution étalon correspondant à 1 000 µg de Pb par millilitre.

Utiliser des solutions étalons du commerce ayant une concentration de 1 000 µg/ml, ou préparer une solution étalon de plomb comme suit.

Dissoudre 1,598 g ± 0,001 g de nitrate de plomb [Pb(NO₃)₂] préalablement séché à masse constante à 110 °C et refroidi dans un dessiccateur, dans de l'acide nitrique dilué (4.3). Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml à un trait (5.1.2), puis diluer avec de l'acide nitrique dilué (4.3) jusqu'au trait repère.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Verrerie borosilicatée.

NOTE 1 Il est préférable de réserver un jeu de verrerie pour le dosage du plomb par cette méthode afin de s'éviter tout problème dû à une élimination incomplète de la contamination.

5.1.1 Pipettes à un trait, conformes à l'ISO 648.

5.1.2 Fioles jaugées à un trait, dans la fourchette de 10 ml à 1 000 ml, conformes à l'ISO 1042.

5.2 Spectromètre d'absorption atomique, agencé et utilisé conformément aux instructions du fabricant et comportant l'équipement suivant: un brûleur pour emploi d'une flamme air/acétylène et/ou un four graphite avec auto-injection, une lampe à cathode creuse au plomb ou une lampe à décharge sans électrode, et une aptitude à la correction d'atténuation non spécifique (voir ISO 6955) en utilisant une lampe au deutérium ou des systèmes de correction de fond Zeeman ou Smith-Hieftje.

5.3 Équipement d'échantillonnage.

Les filtres pour analyse doivent être de type à membrane ou fibre de verre. Les filtres non exposés doivent avoir une teneur maximale en plomb considérablement inférieure à la quantité minimale de plomb mesurable par le mode opératoire utilisé.

6 Échantillonnage

La durée d'échantillonnage doit être suffisante pour que la quantité de plomb recueillie suffise pour une analyse quantitative.

7 Mode opératoire

7.1 Nettoyage de la verrerie

7.1.1 Avant usage, tremper toute la verrerie pendant 24 h dans une solution faible de détergent afin d'éliminer tous produits chimiques ou éléments gras résiduels.

7.1.2 Après nettoyage initial (7.1.1), nettoyer toute la verrerie autre que les pipettes (5.1.1) et les fioles jaugées (5.1.2) avec de l'acide nitrique concentré (4.2) chaud et la rincer à fond à l'eau (4.1).

7.1.3 Après le nettoyage initial (7.1.1), nettoyer les pipettes (5.1.1) et les fioles jaugées (5.1.2) en les trempant dans de l'acide nitrique dilué (4.3) pendant plusieurs jours, et les rincer ensuite avec de l'eau (4.1).

Nettoyer la verrerie qui a déjà subi l'opération de nettoyage entière et qui a été réservée pour l'analyse du plomb par la présente méthode en la rinçant à fond avec de l'acide nitrique dilué (4.3) puis avec de l'eau (4.1).

7.2 Étalonnage

7.2.1 Préparation de solutions d'étalonnage

Préparer une solution à blanc d'étalonnage ainsi qu'au moins cinq solutions d'étalonnage afin de couvrir la gamme entière des concentrations prévisibles des solutions de dosage, situées dans l'intervalle linéaire d'utilisation du spectromètre d'absorption atomique (5.2). Procéder par dilution de la solution étalon de plomb (4.4).

Ces solutions d'étalonnage doivent être préparées de manière qu'elles contiennent des concentrations d'acide équivalentes à celles des solutions finales de dosage obtenues selon la méthode de mise en solution choisie (voir 7.3.2).

7.2.2 Mesurages spectrométriques

Préparer le spectromètre d'absorption atomique (5.2) conformément aux instructions du fabricant et optimiser les réglages de l'appareil, notamment le courant de lampe et l'ouverture de fente du monochromateur. Dans le cas de la spectrométrie d'absorption atomique de flamme, optimiser la hauteur du brûleur, les débits de combustible et d'oxydant, ainsi que le débit de nébuliseur. Dans le cas de la spectrométrie d'absorption atomique au four graphite, établir le programme de température optimal afin d'éviter des pertes de plomb, surtout pendant la phase de combustion du programme de température. Ne pas utiliser la spectrométrie au four graphite sans l'auto-injection. Dans tous les cas, il faut pratiquer une correction de l'atténuation non spécifique.

7.2.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Préparer une courbe d'étalonnage en reportant l'absorbance de chaque solution d'étalonnage par rapport à l'absorbance de la solution à blanc d'étalonnage en fonction de la concentration de plomb dans les solutions d'étalonnage, en microgrammes par millilitre (ou, dans le cas de la spectrométrie d'absorption atomique au four graphite, en microgrammes par litre).

7.3 Dosage

7.3.1 Filtre à blanc

Utiliser au moins un filtre non exposé avec chaque lot de filtres exposés à essayer.

7.3.2 Mise en solution acide des filtres

Procéder à la mise en solution de l'échantillon et des filtres à blanc en utilisant l'une des méthodes prescrites dans les annexes A à C. La méthode prescrite dans l'annexe A (mise en solution avec de l'acide nitrique et de l'acide chlorhydrique) est la méthode de référence. Utiliser la méthode prescrite dans l'annexe B (mise en solution avec de l'acide nitrique et du peroxyde d'hydrogène) ou la méthode prescrite dans l'annexe C (mise en solution avec de l'acide nitrique sous pression) uniquement après avoir établi que ces méthodes permettent une récupération analytique complète.

NOTE 2 Cette démonstration se fait en mesurant le taux de récupération obtenu en utilisant la méthode prescrite dans l'annexe B ou C sur des échantillons équivalents à ceux en cours d'analyse et en comparant ensuite les résultats avec ceux obtenus par la méthode de référence prescrite dans l'annexe A. La méthode de référence devrait toujours être utilisée quand une récupération incomplète est attestée par la mesure ou supposée par la présence visible de résidus non dissous.

7.3.3 Mesurage spectrométrique

Déterminer la concentration de plomb dans la solution de dosage (7.3.2) en recourant à la spectrométrie d'absorption atomique soit de flamme soit au four graphite, et ce, en mesurant l'absorbance à une longueur d'onde de 217,0 nm ou 283,3 nm, avec correction de l'atténuation non spécifique.

La concentration de l'échantillon est liée à l'absorbance et peut être déterminée à partir de la courbe d'étalonnage appropriée (7.2.3). Utiliser uniquement la portion linéaire de la courbe d'étalonnage et diluer les solutions de dosage dont la réponse tombe en dehors de cette portion par une quantité appropriée d'acide nitrique dilué (4.3). Enregistrer le taux de dilution retenu. Lorsqu'un four graphite est utilisé, employer le même volume final d'échantillonnage pour l'analyse et l'étalonnage.

7.3.4 Solutions à blanc

Analyser toutes les solutions à blanc (7.3.1) et soustraire la concentration moyenne de plomb dans les solutions à blanc de la concentration de plomb dans les solutions de dosage. Lorsque les solutions de dosage sont diluées afin d'opérer dans l'intervalle de linéarité du spectromètre d'absorption atomique, une dilution équivalente doit être effectuée aussi sur les solutions à blanc; les concentrations moyennes de plomb de ces solutions à blanc diluées doivent être soustraites des concentrations mesurées sur les solutions de dosage diluées. Utiliser des méthodes statistiques normalisées (voir ISO 6879) pour déterminer la limite de détection en se basant sur l'écart-type de la concentration de plomb dans un minimum de six solutions obtenues par dissolution des filtres à blanc.

8 Expression des résultats

Exprimer la concentration massique de plomb ρ_{Pb} , en microgrammes par mètre cube, dans l'échantillon d'air 0,1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ près, en utilisant l'équation

$$\rho_{Pb} = \frac{(\rho_{Pb,1} - \rho_{Pb,2})V_1 \cdot F}{V_{\text{corr}}}$$

où $\rho_{Pb,1}$ est la concentration de plomb, en microgrammes par millilitre, dans la solution de dosage;

$\rho_{Pb,2}$ est la concentration moyenne de plomb, en microgrammes par millilitre, dans les solutions obtenues par la mise en solution de filtres vierges;

V_1 est le volume, en millilitres, auquel la cendre de l'échantillon a été diluée (par exemple, 10 ml);

F est le facteur de dilution utilisé (si applicable);

V_{corr} est le volume corrigé, en mètres cubes, de l'échantillon d'air.

9 Performance des méthodes

L'application de la présente Norme internationale à des filtres vierges à membrane ou à fibre de verre a montré qu'une limite de détection de 1 μg est réalisable en utilisant l'une ou l'autre des trois méthodes d'attaque prescrites dans les annexes A à C. Quand la méthode d'attaque prescrite dans l'annexe A (méthode de référence) est appliquée à des filtres chargés d'un matériau particulaire témoin d'origine urbaine, la récupération du plomb par rapport à la valeur certifiée est de 99,2 % \pm 4,3 % pour des filtres à membrane et de 101,0 % \pm 6,0 % pour des filtres à fibre de verre.

10 Interférences

La méthode peut ne pas convenir pour des échantillons présentant un taux élevé d'éléments susceptibles de produire une interférence avec le signal du plomb. La nature et l'étendue des interférences dépendent du type de spectrométrie d'absorption atomique: flamme ou four graphite. La seule interférence spectrale importante qu'on peut rencontrer est celle produite par l'antimoine lorsque la longueur d'onde de 217,0 nm est utilisée. Lorsque des concentrations élevées de sodium sont présentes dans les solutions de dosage, une correction effective de l'absorbance non spécifique de fond est essentielle.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

a) tous les détails nécessaires pour l'identification de l'échantillon d'air, y compris des détails sur le type d'équipement d'échantillonnage utilisé;

- b) une référence à la présente Norme internationale;
- c) la méthode de mise en solution utilisée;
- d) la concentration de plomb obtenue, en microgrammes par mètre cube, et les variables analytiques utilisées, c'est-à-dire: volume final extrait, taux échelonnés de dilution/concentration, lectures en microgrammes par millilitre, et valeurs à blanc;
- e) le type de spectromètre d'absorption atomique utilisé;
- f) tous les détails opérationnels non prévus dans la présente Norme internationale, ainsi que toutes les circonstances susceptibles d'avoir eu une répercussion sur le résultat de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 9855:1993](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c70b0de0-2cd6-4d55-bd49-bfcbaf079315/iso-9855-1993)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c70b0de0-2cd6-4d55-bd49-bfcbaf079315/iso-9855-1993>

Annexe A (normative)

Mise en solution du filtre à reflux avec de l'acide nitrique et de l'acide chlorhydrique

A.1 Principe

La matière particulaire recueillie sur un filtre est mise en solution à reflux avec de l'acide nitrique et de l'acide chlorhydrique.

A.2 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente. Voir article 4.

A.2.1 Acide nitrique concentré.

Voir 4.2.

A.2.2 Acide chlorhydrique concentré (HCl), $\rho_{20} = 1,18$ g/ml, dont la teneur en plomb est inférieure à 0,01 μ g/ml.

A.2.3 Acide pour la mise en solution.

Mélanger 1 volume d'acide nitrique concentré (A.2.1) avec 2 volumes d'acide chlorhydrique concentré (A.2.2).

A.3 Appareillage

A.3.1 Verrerie borosilicatée.

(Voir 7.1 pour les instructions de nettoyage.)

A.3.1.1 Fioles coniques, de 100 ml de capacité, avec cols en verre rodé.

A.3.1.2 Réfrigérants à reflux, avec joints en verre rodé adaptables aux cols des fioles coniques (A.3.1.1).

A.3.1.3 Éprouvettes graduées, de 100 ml de capacité.

A.3.1.4 Fioles jaugées à un trait, de 50 ml de capacité, conformes à l'ISO 1042.

A.3.2 Plaque chauffante, à contrôle thermostatique.

A.4 Mode de mise en solution pour filtres à membrane

Mettre le filtre dans une fiole conique (A.3.1.1), ajouter 10 ml du mélange acide (A.2.3) et relier à un réfrigérant à reflux (A.3.1.2). Mettre la fiole conique sur la plaque chauffante (A.3.2), porter la température de la plaque chauffante à $100 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ et poursuivre le chauffage de la fiole pendant 2 h. Laisser refroidir l'appareillage. Laver l'intérieur du réfrigérant par application successive de petits volumes d'eau en recueillant les eaux de lavage dans la fiole conique. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 50 ml (A.3.1.4) et diluer avec de l'eau jusqu'au trait repère.

A.5 Mode de mise en solution pour filtres en fibre de verre

Suivre le mode de mise en solution pour filtres à membrane (A.4) jusqu'à ce que la solution soit prête à être transférée dans la fiole jaugée. Filtrer alors en rinçant par application successive de petits volumes d'eau en recueillant les eaux de lavage dans une fiole jaugée de 50 ml (A.3.1.4).

Annexe B (normative)

Mise en solution du filtre avec de l'acide nitrique et du peroxyde d'hydrogène

B.1 Principe

La matière particulaire recueillie sur un filtre est mise en solution avec de l'acide nitrique et du peroxyde d'hydrogène.

B.2 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente. Voir article 4.

B.2.1 Acide nitrique concentré.

Voir 4.2.

B.2.2 Acide nitrique dilué.

Voir 4.3.

B.2.3 Peroxyde d'hydrogène (H₂O₂), à environ 300 g/l (100 volumes), dont la teneur en plomb est inférieure à 0,01 µg/ml.

B.3 Appareillage

B.3.1 Verrerie borosilicatée.

(Voir 7.1 pour les instructions de nettoyage.)

B.3.1.1 Bêchers, de 50 ml de capacité.

B.3.1.2 Verres de montre, d'un diamètre suffisant pour couvrir les bêchers (B.3.1.1).

B.3.1.3 Éprouvettes graduées, de 100 ml de capacité.

B.3.1.4 Pipettes à un trait, conformes de l'ISO 648.

B.3.1.5 Fioles jaugées à un trait, de 10 ml et 25 ml de capacité respective, conformes à l'ISO 1042.

B.3.2 Plaque chauffante, à contrôle thermostatique.

B.4 Mode de mise en solution pour filtres à membrane

Au filtre placé dans un bêcher de 50 ml (B.3.1.1), ajouter 3 ml d'acide nitrique concentré (B.2.1) et 1 ml de peroxyde d'hydrogène (B.2.3). Recouvrir avec un verre de montre (B.3.1.2) et chauffer sur la plaque chauffante (B.3.2) à 180 °C ± 5 °C jusqu'à évaporation de la plupart de l'acide. Répéter cette addition d'acide et de peroxyde d'hydrogène, suivie d'une évaporation, au moins deux fois. Puis, poursuivre le chauffage jusqu'à ce que le résidu soit à peine sec et qu'une cendre blanche apparaisse. Ne pas cuire le résidu. Si le résidu s'enflamme, rejeter l'échantillon car du plomb aura été perdu. Rincer le verre de montre et les côtés du bêcher avec un petit volume d'acide nitrique dilué (B.2.2). Remettre le verre de montre et évaporer jusqu'à ce que le résidu soit presque sec. Refroidir et ajouter 1 ml d'acide nitrique concentré (B.2.1) pour dissoudre le résidu. Transférer quantitativement la solution en y ajoutant de nouveaux volumes d'acide nitrique dilué (B.2.2) dans une fiole jaugée de 10 ml (B.3.1.5) et diluer avec de l'acide nitrique dilué jusqu'au trait repère.

B.5 Mode de mise en solution pour filtres en fibre de verre

Suivre le mode de mise en solution pour filtres à membrane (B.4) jusqu'à évaporation finale de l'acide. Dissoudre le résidu dans 2,5 ml d'acide nitrique (B.2.1). Filtrer la solution en lavant par application successive de petits volumes d'acide nitrique dilué (B.2.2) et en recueillant les liquides de lavage dans une fiole jaugée de 25 ml (B.3.1.5), et diluer avec de l'acide nitrique dilué jusqu'au trait repère.

Annexe C (normative)

Mise en solution du filtre avec de l'acide nitrique sous pression

C.1 Principe

La matière particulaire recueillie sur un filtre est mise en solution avec de l'acide nitrique en utilisant un récipient de digestion sous pression garni de polytétrafluoroéthylène (PTFE).

C.2 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente. Voir article 4.

C.2.1 Acide nitrique concentré.

Voir 4.2.

C.2.2 Acide nitrique dilué.

Voir 4.3.

C.3 Appareillage

C.3.1 Verrerie borosilicatée.

(Voir 7.1 pour les instructions de nettoyage.)

C.3.1.1 Pipettes à un trait, conformes à l'ISO 648.

C.3.1.2 Fioles jaugées à un trait, de 10 ml et 25 ml de capacité respective, conformes à l'ISO 1042.

C.3.2 Récipient de mise en solution sous pression, comprenant un récipient extérieur en acier inoxydable avec couvercle contenant un récipient intérieur en PTFE avec couvercle. Le volume du récipient intérieur doit être d'au moins 20 ml. Le récipient doit être capable de résister à une température d'au moins 190 °C et des pressions de plus de 20 MPa. Le récipient doit être pourvu d'une soupape de sûreté pour évacuer toute pression excessive.

C.3.3 Étuve ou dispositif de chauffage, à contrôle thermostatique, capable de fonctionner à 180 °C ± 2 °C et pourvu d'un thermocontact de sécurité intervenant à une température de 190 °C.

C.4 Mode de mise en solution pour filtres à membrane

Au filtre placé dans le récipient intérieur en PTFE du récipient de mise en solution sous pression (C.3.2), ajouter 1 ml d'acide nitrique concentré (C.2.1). Fermer le récipient intérieur par son couvercle en PTFE et l'installer dans le récipient extérieur en acier inoxydable. Fermer le récipient extérieur par son couvercle en appliquant un couple prescrit. Placer l'ensemble dans une étuve ou un dispositif de chauffage (C.3.3). Chauffer à 180 °C pendant 12 h, puis laisser le récipient et l'étuve ou le dispositif de chauffage se refroidir complètement à température ambiante.

Ouvrir le récipient froid de mise en solution et enlever le récipient intérieur en PTFE. Au moyen d'une pipette (C.3.1.1), transférer quantitativement la solution obtenue en lavant par application successive de petits volumes d'acide nitrique dilué (C.2.2) et en recueillant les liquides de lavage dans une fiole jaugée de 10 ml (C.3.1.2), et diluer avec de l'acide nitrique dilué jusqu'au trait repère.