

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11041

Première édition
1996-04-15

**Air des lieux de travail — Dosage de
l'arsenic particulaire, des composés
particulaires de l'arsenic et des vapeurs de
trioxyde d'arsenic — Méthode par
production d'hydrures et spectrométrie
d'absorption atomique**

ISO 11041:1996

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/ist/11041-1996/11041-1996>
*Workplace air — Determination of particulate arsenic and arsenic
compounds and arsenic trioxide vapour — Method by hydride generation
and atomic absorption spectrometry*



Numéro de référence
ISO 11041:1996(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 11041 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 2, *Atmosphères des lieux de travail*.

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

[ISO 11041:1996](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/11a8c099-f76b-4e64-9d19-f3a5ad00c390/iso-11041-1996)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/11a8c099-f76b-4e64-9d19-f3a5ad00c390/iso-11041-1996>

© ISO 1996

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

Imprimé en Suisse

Air des lieux de travail — Dosage de l'arsenic particulaire, des composés particuliers de l'arsenic et des vapeurs de trioxyde d'arsenic — Méthode par production d'hydrures et spectrométrie d'absorption atomique

AVERTISSEMENT — L'arsenic et les composés de l'arsenic sont toxiques et cancérigènes pour l'homme (voir référence bibliographique [1] citée dans l'annexe A). Éviter toute exposition par inhalation. Il convient d'utiliser une protection individuelle (par exemple un masque protecteur) dans tous les cas où il existe un risque d'exposition à l'arsenic ou à des composés de l'arsenic.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la concentration en masse de l'arsenic particulaire, des composés particuliers de l'arsenic et des vapeurs de trioxyde d'arsenic dans l'air des lieux de travail, soit par production d'hydrures en flux continu, soit par production d'hydrures avec injection de flux pour analyse, et spectrométrie d'absorption atomique. La méthode ne convient pas pour le dosage de l'arsenic sous forme d'arséniures métalliques qui se décomposent en présence d'eau ou d'acide (voir 10.1).

La méthode est applicable à la détermination de masses d'environ 100 ng à 125 µg d'arsenic par échantillon, pour l'analyse de solutions d'essai préparées à l'aide de parties aliquotes de solution échantillon dans la gamme recommandée (voir 9.3.2). La gamme de concentrations d'arsenic dans l'air pour laquelle ce mode opératoire est applicable est déterminée en partie par le mode opératoire d'échantillonnage choisi par l'utilisateur.

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

Certains métaux de transition peuvent interférer dans le dosage de l'arsenic par production d'hydrures/spectrométrie d'absorption atomique (voir 10.3).

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 3585:1991, *Verre borosilicaté 3.3 — Propriétés.*

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 7708:1995, *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.*

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

ISO 8756:1994, *Qualité de l'air — Traitement des données de température, de pression et d'humidité.*

EN 482:1994, *Atmosphères des lieux de travail — Exigences générales concernant les performances des procédures de mesurages des agents chimiques.*

EN 1232:—¹⁾, *Atmosphères des lieux de travail — Pompes pour échantillonnage personnel des agents chimiques — Spécifications et méthodes d'essai.*

3 Principe

3.1 On recueille l'arsenic particulaire, les composés particuliers de l'arsenic et les vapeurs de trioxyde d'arsenic en faisant passer un volume d'air mesuré à travers une membrane filtrante en ester de cellulose et un tampon en cellulose placé en aval et imprégné de carbonate de sodium, installés dans un échantillonneur destiné à recueillir la fraction inhalable des particules d'aérosol.

3.2 La membrane filtrante en ester de cellulose, le tampon en cellulose placé en aval et l'échantillon recueilli sont digérés en phase humide à l'aide d'acide nitrique, d'acide sulfurique et de peroxyde d'hydrogène. L'acide nitrique et le peroxyde d'hydrogène sont éliminés par ébullition sur une plaque chauffante jusqu'à l'apparition de denses fumées blanches de trioxyde de soufre; on laisse ensuite refroidir la solution que l'on complète à un volume donné avec de l'eau.

NOTE 1 Le mode opératoire de dissolution d'échantillon prescrit en 8.2.2 est fondé sur un mode opératoire du NIOSH (voir référence bibliographique [2] citée dans l'annexe A), qui a été modifié afin d'éviter d'amener la solution à sec.

3.3 On prépare une solution d'essai en transférant une partie aliquote de la solution échantillon dans une fiole jaugée, avec des volumes appropriés d'acide sulfurique dilué, d'acide chlorhydrique concentré et de

solution d'iodure de potassium, et en complétant au volume avec de l'eau.

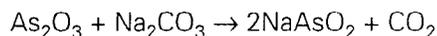
3.4 On fait réagir la solution d'essai avec une solution de tétrahydroborate de sodium, dans un système de production d'hydrures soit en flux continu soit par injection, pour libérer l'arsine et l'hydrogène. Ces produits gazeux sont séparés de la phase de réaction dans un séparateur gaz/liquide et amenés à l'aide d'un gaz de purge inerte dans une cuve d'absorption en silice ou en quartz. Cette cuve d'absorption est montée dans le trajet optique d'un spectromètre d'absorption atomique équipé d'une lampe à arsenic à cathode creuse ou d'une lampe à décharge sans électrode, et chauffée électriquement ou par une flamme oxydante air/acétylène.

NOTE 2 La présente Norme internationale décrit l'utilisation de deux types de systèmes de production d'hydrures. Les systèmes à flux continu fonctionnent par pompage d'un flux continu de solution d'essai vers le mélangeur; ces systèmes donnent naissance à un signal d'absorption atomique constant. Les systèmes d'analyse par injection injectent un volume donné de solution d'essai et produisent un signal d'absorption atomique transitoire.

3.5 Les mesurages d'absorbance sont réalisés à 197,2 nm ou 193,7 nm, et les résultats sont obtenus par la méthode directe de dosage (voir ISO 6955:1982, paragraphe 6.1.1) ou la méthode de dosage par ajouts dosés (voir ISO 6955:1982, paragraphe 6.1.3).

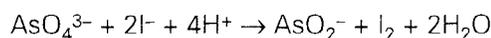
4 Réactions

4.1 Dans la plupart des lieux de travail où existe un risque d'exposition à l'arsenic (par exemple dans l'affinage de métaux, le soudage et autres procédés à chaud), une proportion significative de l'arsenic est présente sous forme de vapeur de trioxyde d'arsenic (voir référence bibliographique [3] citée dans l'annexe A). Cette vapeur est recueillie par réaction avec le carbonate de sodium sur un tampon en cellulose imprégné, placé en aval.



4.2 La plupart des composés de l'arsenic que l'on trouve couramment dans les échantillons d'air de lieux de travail sont convertis en ions arsénates solubles (AsO_4^{3-}) par minéralisation en phase humide, conformément au mode opératoire prescrit en 8.2.2. En cas de doute sur l'efficacité de ce mode opératoire pour dissoudre les composés particuliers de l'arsenic susceptibles d'être présents dans l'atmosphère d'essai, en vérifier l'efficacité avant de l'appliquer (voir 10.2).

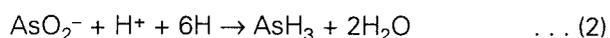
4.3 Avant la production d'hydrures (voir 4.4), les ions arsénates (AsO_4^{3-}) sont réduits en ions arsénites (AsO_2^-) par l'iodure de potassium (voir 8.2.4).



1) À publier.

Cette réduction est nécessaire parce que l'arsenic pentavalent donne une réponse plus faible que l'arsenic trivalent, car il est moins rapidement converti en arsine.

4.4 La production d'hydrures résulte de la réaction entre l'arsenic trivalent et l'hydrogène naissant produit par l'action de l'acide chlorhydrique sur la solution de tétrahydroborate de sodium.



4.5 Les atomes d'arsenic sont produits à partir de l'arsine par l'action de la chaleur dans une cuve d'absorption en silice ou en quartz chauffée électriquement ou par une flamme pauvre air/acétylène.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique et de l'eau conforme aux prescriptions de 5.1.

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

5.2 Carbonate de sodium, solution à 1 mol par litre d'une solution de glycérol à 5 % (V/V).

Peser 10,6 g de carbonate de sodium (Na_2CO_3) dans un bécher de 250 ml (6.2.1.1). Ajouter 5 ml de glycérol et 50 ml d'eau (5.1), et mélanger jusqu'à dissolution. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.2.1.5), compléter au volume avec de l'eau, boucher et bien mélanger.

5.3 Acide chlorhydrique (HCl), concentré, $\rho \approx 1,18$ g/ml, 35 % (m/m) à 36 % (m/m).

La concentration d'arsenic doit être inférieure à 0,01 µg/ml.

AVERTISSEMENT — L'acide chlorhydrique concentré est corrosif, et les vapeurs d'acide chlorhydrique sont irritantes. Éviter le contact avec la peau ou les yeux, ou l'inhalation des vapeurs. Il convient d'utiliser une protection individuelle (gants, écran facial ou lunettes de sécurité, etc.) pour manipuler l'acide chlorhydrique concentré ou dilué, et d'utiliser une hotte d'aspiration pour l'acide chlorhydrique concentré. La pression de vapeur de l'acide chlorhydrique est élevée; attention à la montée en pression dans les fioles bouchées lors de la préparation de mélanges acide/eau.

5.4 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

Verser environ 900 ml d'eau (5.1) dans une fiole jaugée à un trait de 2 000 ml (6.2.1.5). Ajouter soigneusement 1 000 ml d'acide chlorhydrique concentré (5.3) et mélanger. Laisser refroidir, compléter au volume avec de l'eau, boucher et bien mélanger.

NOTE 3 Cette solution est utilisée comme solution de tarage, telle qu'elle est définie dans ISO 6955:1982, paragraphe 5.4.2, mais, dans la présente Norme internationale, la solution de tarage est appelée blanc d'acide.

5.5 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 4.

Verser environ 700 ml d'eau (5.1) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml (6.2.1.5). Ajouter avec précaution 200 ml d'acide chlorhydrique concentré (5.3) et mélanger. Laisser refroidir, compléter au volume avec de l'eau, boucher et bien mélanger.

5.6 Acide nitrique (HNO_3), concentré, $\rho \approx 1,42$ g/ml, 69 % (m/m) à 71 % (m/m).

La concentration d'arsenic doit être inférieure à 0,01 µg/ml.

AVERTISSEMENT — L'acide nitrique concentré est corrosif et oxydant, et les vapeurs d'acide nitrique sont irritantes. Éviter le contact avec la peau ou les yeux, ou l'inhalation des vapeurs. Il convient d'utiliser une protection individuelle (gants, écran facial ou lunettes de sécurité, etc.) pour manipuler l'acide nitrique concentré ou dilué, et d'utiliser une hotte d'aspiration pour l'acide nitrique concentré.

5.7 Acide sulfurique (H_2SO_4), concentré, $\rho \approx 1,84$ g/ml, environ 98 % (m/m).

La concentration d'arsenic doit être inférieure à 0,05 µg/ml.

AVERTISSEMENT — L'acide sulfurique concentré est corrosif et provoque des brûlures. Éviter le contact avec la peau ou les yeux. Il convient d'utiliser une protection individuelle (gants, écran facial ou lunettes de sécurité, etc.) pour manipuler l'acide sulfurique concentré ou dilué. Les vapeurs dégagées lorsqu'on chauffe de l'acide sulfurique concentré sont irritantes; il convient donc d'effectuer cette opération sous une hotte d'aspiration. Il y a lieu de prendre des précautions si l'on ajoute de l'eau à l'acide sulfurique, car ce dernier réagit violemment avec l'eau (il faut préparer des mélanges acide/eau en ajoutant de l'acide à l'eau).

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

La concentration d'arsenic doit être inférieure à 0,01 µg/ml.

AVERTISSEMENT — Le peroxyde d'hydrogène est corrosif et oxydant. Éviter le contact avec la peau ou les yeux. Il convient d'utiliser une protection

individuelle (gants, écran facial ou lunettes de sécurité, etc.) pour manipuler le peroxyde d'hydrogène.

5.9 Iodure de potassium, solution à 100 g/l.

Peser 10,0 g d'iodure de potassium (KI) dans un bécher de 250 ml (6.2.1.1). Ajouter 50 ml d'eau (5.1) et mélanger jusqu'à dissolution. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.2.1.5), compléter au volume avec de l'eau, boucher et bien mélanger.

Préparer une nouvelle solution tous les mois.

5.10 Acide sulfurique, dilué 1 + 9.

Ajouter avec précaution 25 ml d'acide sulfurique concentré (5.7) à 200 ml d'eau (5.1) dans un bécher de 1 litre. Mélanger, laisser refroidir et transférer quantitativement dans une fiole jaugée à un trait de 250 ml (6.2.1.5). Compléter au volume avec de l'eau, boucher et bien mélanger.

5.11 Solution mère étalon d'arsenic, correspondant à 1 000 mg de As par litre.

5.11.1 Utiliser une solution étalon d'arsenic du commerce, à une concentration de 1 000 mg/l. Respecter la date limite d'utilisation ou la durée de conservation recommandée par le fabricant.

On peut également préparer une solution étalon d'arsenic conformément au mode opératoire prescrit en 5.11.2.

5.11.2 Peser avec précision $1,320 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$ de trioxyde d'arsenic (As_2O_3) dans un bécher de 50 ml (6.2.1.1), ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique concentré (5.3), couvrir avec un verre de montre (6.2.1.2) et chauffer à environ $150 \text{ }^\circ\text{C}$ sur la plaque chauffante (6.2.5) sous hotte d'aspiration jusqu'à dissolution complète. Retirer le bécher de la plaque chauffante, laisser refroidir, transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml (6.2.1.5), compléter au volume avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 1 (5.4), boucher et bien mélanger.

Cette solution peut être conservée dans un flacon en polypropylène (6.2.2) pendant une durée maximale d'un an.

AVERTISSEMENT — Le trioxyde d'arsenic est toxique et cancérigène pour l'homme (voir référence bibliographique [1] citée dans l'annexe A). Voir l'avertissement général sur l'arsenic ou les composés de l'arsenic, juste après le titre de la présente Norme internationale.

5.12 Solution fille étalon d'arsenic A, correspondant à 10 mg de As par litre.

Introduire avec précision, à l'aide d'une pipette (6.2.1.3), 1,00 ml de la solution mère étalon d'arsenic (5.11) dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.2.1.5), compléter au volume avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 1 (5.4), boucher et bien mélanger.

Cette solution peut être conservée dans un flacon en polypropylène (6.2.2) pendant une durée maximale d'un mois.

5.13 Solution fille étalon d'arsenic B, correspondant à 1 mg de As par litre.

Introduire avec précision, à l'aide d'une pipette (6.2.1.3), 10,0 ml de la solution fille étalon d'arsenic A (5.12) dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml (6.2.1.5), compléter au volume avec de l'acide chlorhydrique dilué 1 + 1 (5.4), boucher et bien mélanger.

Cette solution peut être conservée dans un flacon en polypropylène (6.2.2) pendant une durée maximale d'un mois.

5.14 Tétrahydroborate de sodium, solution correspondant à une quantité comprise entre 2 g et 20 g de tétrahydroborate de sodium par litre d'une solution d'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l.

Préparer une solution de tétrahydroborate de sodium à la concentration recommandée par le fabricant du système de production d'hydrures (6.2.8). Peser une quantité comprise entre 2 g et 20 g de tétrahydroborate de sodium (NaBH_4) en pastilles ou en poudre et 4 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) en pastilles, et les introduire dans un bécher de 1 litre (6.2.1.1). Ajouter 200 ml d'eau (5.1) et mélanger. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml (6.2.1.5), en la filtrant à travers une membrane filtrante à l'aide d'un appareillage de filtration sous dépression (6.2.6). Compléter au volume avec de l'eau (5.1), boucher et bien mélanger.

Préparer une nouvelle solution tous les jours.

NOTES

4 Il est nécessaire de filtrer la solution pour éliminer les matières particulaires non dissoutes susceptibles d'obstruer la tuyauterie ou le mélangeur du système de production d'hydrures (6.2.8). L'ajout d'alcali permet de minimiser l'hydrolyse de la solution de tétrahydroborate de sodium.

5 Quelques gouttes d'agent antimoissant peuvent être ajoutées à la solution pour réduire la formation de mousse dans le séparateur gaz/liquide du système de production d'hydrures (6.2.8), qui peut perturber la ligne de base.

6 Il convient de conserver la solution dans un flacon en polypropylène (6.2.2) si elle n'est pas transférée dans le réservoir à réducteur du système de production d'hydrures (6.2.8), en continu immédiatement après préparation (voir 8.4.2.2). Il y a lieu de ne pas boucher complètement le flacon pour éviter la montée en pression due au lent dégagement d'hydrogène.

5.15 Hydroxyde de sodium, solution à 5 g/l.

Peser 5,0 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) en pastilles dans un bécher de 1 litre (6.2.1.1). Ajouter 250 ml d'eau (5.1) et mélanger jusqu'à dissolution. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 000 ml (6.2.1.5), compléter au volume avec de l'eau, boucher et bien mélanger.

5.16 Solution détergente de laboratoire, convenant pour le nettoyage des échantillonneurs et du matériel de laboratoire, diluée avec de l'eau (5.1) conformément aux instructions du fabricant.

5.17 Gaz de purge inerte, par exemple argon ou azote, fourni en bouteille ou sous forme de fluide cryogénique.

5.18 Air, comprimé et filtré.

NOTE 7 Ce gaz n'est pas nécessaire si la cuve d'absorption en silice ou en quartz (6.2.9) utilisée est chauffée électriquement.

5.19 Acétylène, en bouteille.

NOTE 8 Ce gaz n'est pas nécessaire si la cuve d'absorption en silice ou en quartz (6.2.9) utilisée est chauffée électriquement.

6 Appareillage

6.1 Matériel d'échantillonnage

6.1.1 Échantillonneurs, permettant de prélever la fraction inhalable des particules d'aérosol (voir 7.1.1), telles que définies dans l'ISO 7708, pouvant être utilisés avec les membranes filtrantes en ester de cellulose et les tampons en cellulose placés en aval (6.1.2), et compatibles avec les pompes de prélèvement (6.1.3) utilisées.

NOTES

9 Différents termes sont utilisés pour décrire les échantillonneurs conçus pour recueillir la fraction inhalable des particules d'aérosol, par exemple têtes d'échantillonnage, systèmes porte-filtres, cassettes.

10 En général, les caractéristiques de prélèvement des échantillonneurs de la fraction inhalable sont telles que les matières particulaires recueillies sur le filtre représentent la fraction inhalable des particules en suspension; celles qui se déposent sur les parois internes de l'échantillonneur ne sont pas prises en considération. Toutefois, certains échantillonneurs sont conçus de sorte que les particules en suspension qui passent par l'orifice (les orifices) d'entrée constituent la fraction inhalable; dans ce cas, les matières particulaires déposées sur les parois internes de l'échantillonneur font partie de l'échantillon. Certains échantillonneurs de ce type intègrent une cassette filtrante interne, qui peut être retirée pour permettre de recueillir facilement ces matières.

11 Les échantillonneurs assemblés par vissage peuvent ne pas être utilisables avec une membrane filtrante en ester de cellulose et un tampon en cellulose placé en aval. En raison de la forte perte de charge d'une membrane filtrante en ester de cellulose, comparée à celle d'un tampon en cellulose, l'air à tendance à suivre le trajet offrant la moindre résistance et à passer le long des vis et par les bords du tampon en cellulose, plutôt qu'à travers la membrane filtrante en ester de cellulose. On peut parfois éliminer les fuites en resserrant les fixations le plus possible, pour comprimer et rendre étanches les bords des tampons en cellulose, mais, sur certains types d'échantillonneurs, cela n'est pas totalement efficace. Les échantillonneurs assemblés par pression peuvent généralement être utilisés avec une meilleure fiabilité.

12 Les échantillonneurs faits en matériau non conducteur ont des propriétés électrostatiques qui peuvent influencer l'échantillonnage représentatif. Lorsque c'est possible, les influences électrostatiques peuvent être réduites en utilisant des échantillons faits en matériau conducteur.

6.1.2 Membranes filtrantes en ester de cellulose et tampons en cellulose placés en aval, de diamètre approprié pour l'échantillonneur choisi (6.1.1).

La masse d'arsenic contenue dans une membrane filtrante en ester de cellulose et dans un tampon en cellulose placé en aval doit être inférieure à 0,01 µg.

6.1.2.1 Les membranes filtrantes en ester de cellulose doivent présenter une efficacité supérieure ou égale à 99 % pour les particules d'un diamètre aérodynamique moyen de 0,3 µm (voir ISO 7708:1995, paragraphe 2.2).

6.1.2.2 Les tampons en cellulose placés en aval doivent être imprégnés de carbonate de sodium dans une zone où l'on sait que la contamination par l'arsenic est faible, conformément au mode opératoire suivant.

Placer les tampons en cellulose sur une feuille de polytétrafluoroéthylène (PTFE) propre ou sur une surface similaire, plane et inerte (6.2.4). Établir le volume de la solution de carbonate de sodium (5.2) juste nécessaire pour mouiller tout le tampon en cellulose, après avoir laissé la solution s'étaler pendant quelques minutes. Disposer ce volume de solution de carbonate de sodium sur chaque tampon en cellulose et laisser sécher plusieurs heures à température ambiante. Conserver les tampons en cellulose imprégnés de carbonate de sodium dans un récipient étanche et les utiliser dans la semaine qui suit leur préparation.

NOTES

13 Le volume de solution de carbonate de sodium nécessaire pour imprégner les tampons en cellulose placés en aval est typiquement de 175 µl pour un tampon de 25 mm de diamètre et de 400 µl pour un tampon de 37 mm de diamètre.

14 On peut réduire la durée de séchage des tampons en cellulose imprégnés de carbonate de sodium en les plaçant dans une étuve à 40 °C pendant 45 min.

15 Les filtres en fibres de verre ou de quartz imprégnés de carbonate de sodium conviennent également pour recueillir les vapeurs de trioxyde d'arsenic (voir référence bibliographique [4] citée dans l'annexe A) et peuvent être utilisés au même titre que les membranes filtrantes en ester de cellulose et les tampons en cellulose imprégnés de carbonate de sodium. Les filtres en fibres de verre ou de quartz ne sont pas dissous par le mode opératoire de dissolution d'échantillon prescrit en 8.2.2, mais ce dernier peut être modifié afin de permettre leur utilisation (voir note 33).

6.1.3 Pompes de prélèvement, conformes aux prescriptions de la EN 1232, à débit réglable, munies d'un débitmètre ou d'un indicateur de défaut de débit, permettant de maintenir le débit approprié (voir 7.1.1) dans les limites de $\pm 5\%$ de la valeur nominale pendant toute la période d'échantillonnage (voir 7.1.2). Pour l'échantillonnage individuel, les pompes doivent pouvoir être portées par une personne sans la gêner dans son travail. Les pompes doivent fournir un débit sans pulsation (si nécessaire, un amortisseur de pulsations doit être incorporé entre l'échantillonneur et la pompe, aussi près que possible de la pompe).

NOTE 16 Des pompes de prélèvement à débit stabilisé peuvent être nécessaires pour maintenir le débit dans les limites prescrites en 6.1.3.

6.1.4 Débitmètre portable, permettant de mesurer le débit approprié (voir 7.1.1) dans les limites de $\pm 5\%$, étalonné à l'aide d'un étalon primaire, c'est-à-dire un débitmètre dont la précision est traçable vis-à-vis des étalons nationaux.

NOTES

17 Le débitmètre incorporé dans la pompe de prélèvement peut être utilisé à condition d'avoir une sensibilité appropriée, d'avoir été étalonné à l'aide d'un étalon primaire avec un échantillonneur chargé en ligne, et à condition d'être lu quand il est en position verticale s'il est du type débitmètre à bille. Toutefois, il est important de vérifier l'absence de fuites dans le train d'échantillonnage, entre l'échantillonneur et le débitmètre, car dans ce cas un débitmètre situé dans la pompe de prélèvement ou en ligne indiquera un débit erroné.

18 Un débitmètre à bulle de savon peut être utilisé comme étalon primaire, à condition que sa précision soit traçable vis-à-vis des étalons nationaux.

19 Le cas échéant (voir 7.1.3.2), il convient d'enregistrer la température et la pression atmosphériques auxquelles le débitmètre a été étalonné.

6.1.5 Accessoires, notamment tuyaux en plastique souple de diamètre approprié pour assurer un raccordement étanche entre les échantillonneurs (6.1.1) et les pompes de prélèvement (6.1.3); ceintures ou harnais permettant de fixer commodément les pompes de prélèvement, sauf si elles sont assez petites pour tenir dans une poche; pinces plates permettant d'installer et de retirer les membranes filtrantes en ester de cellulose et les tampons en cellulose sur les échantillonneurs; et cassettes de transport de filtres ou dispositifs similaires, le cas échéant (voir 7.4.1), pour le transport des échantillons au laboratoire.

6.1.6 Thermomètre, de 0 °C à 50 °C, gradué tous les 1 °C ou moins, pour le mesurage de la température atmosphérique (voir 7.1.3).

6.1.7 Baromètre, pour le mesurage de la pression atmosphérique (voir 7.1.3).

6.2 Appareillage d'analyse ou de laboratoire

Matériel courant de laboratoire, et

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

NOTE 20 Il est préférable de réserver un jeu de verrerie pour l'analyse de l'arsenic par cette méthode. Le mode opératoire de nettoyage prescrit en 8.1.4 peut entraîner un nettoyage insuffisant de la verrerie très contaminée utilisée en usage général.

6.2.1.1 Bêchers, d'une capacité de 50 ml pour la dissolution des membranes filtrantes en ester de cellulose et des tampons en cellulose placés en aval, du diamètre utilisé dans l'échantillonneur (voir 8.2.2), et pour la préparation de la solution mère étalon d'arsenic (5.11.2); d'une capacité de 250 ml pour la préparation de la solution de carbonate de sodium (5.2) et de la solution d'iodure de potassium (5.9); et d'une capacité de 1 litre pour la préparation de la solution de tétrahydroborate de sodium (5.14) et de la solution d'hydroxyde de sodium (5.15).

6.2.1.2 Verres de montre, s'adaptant aux bêchers de 50 ml (6.2.1.1).

6.2.1.3 Pipettes à un trait, conformes aux prescriptions de l'ISO 648, remplissant la même fonction que les instruments volumétriques à piston (6.2.3).

6.2.1.4 Éprouvettes graduées à pied, de différentes capacités comprises entre 10 ml et 1 litre.

6.2.1.5 Fioles jaugées à un trait, de différentes capacités comprises entre 10 ml et 2 000 ml, conformes aux prescriptions de l'ISO 1042.

6.2.2 Flacons en polypropylène, d'une capacité de 1 litre.

NOTE 21 Les flacons réalisés dans d'autres matières plastiques peuvent être utilisés, à condition qu'ils conviennent pour l'utilisation prévue (voir 5.11.2, 5.12, 5.13 et 5.14).

6.2.3 Instruments volumétriques à piston, conformes aux prescriptions de l'ISO 8655-1 à l'ISO 8655-4. Pipettes automatiques, remplissant la même fonction que les pipettes à un trait (6.2.1.3) pour la préparation des solutions filles étalons (5.12 et 5.13), des solutions d'étalonnage (voir 8.3) et des solutions de dosage (voir 8.2.4); et distributeurs à acides et à solution d'iodure de potassium (voir 8.2 et 8.3).

6.2.4 Feuilles de PTFE, ou tout autre surface similaire plane et inerte, convenant pour le traitement

des filtres et des tampons en cellulose avec la solution de carbonate de sodium.

6.2.5 Plaque chauffante, thermostatée, permettant de maintenir des températures de surface d'environ 150 °C (voir 8.1.2), 175 °C et 200 °C (voir 8.2.2).

NOTE 22 L'efficacité de la régulation thermostatique des plaques chauffantes est parfois insuffisante; la température de surface peut également varier considérablement selon la position sur une plaque chauffante de grande surface. Il peut donc être utile de caractériser les performances de la plaque chauffante avant utilisation.

6.2.6 Appareillage de filtration sous dépression

6.2.6.1 Entonnoir de Büchner avec support de filtration, pour filtre de 47 mm de diamètre, en verre borosilicaté 3.3 conforme aux prescriptions de l'ISO 3585.

6.2.6.2 Fiole conique, d'une capacité de 1 litre de type classique ou de type fiole de Büchner, selon le type d'entonnoir avec support de filtration (6.2.6.1), avec possible raccordement au vide, réalisée en verre borosilicaté 3.3 conforme aux prescriptions de l'ISO 3585.

6.2.6.3 Trompe à eau ou pompe à vide, raccordée à l'entonnoir avec support de filtration (6.2.6.1) ou à la fiole conique (6.2.6.2) par une tuyauterie en plastique (6.1.5).

6.2.6.4 Membranes filtrantes, de 47 mm de diamètre et 0,8 µm de taille de pores, en ester de cellulose, en PVC ou autre matériau résistant à la solution de tétrahydroborate de sodium (5.14).

6.2.7 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'une lampe à arsenic à cathode creuse ou d'une lampe à décharge sans électrode. Si la cuve d'absorption (6.2.9) est chauffée par une flamme air/acétylène, le spectromètre à absorption atomique doit être muni d'un brûleur air/acétylène permettant le montage de la cuve d'absorption et alimenté en air comprimé (5.18) et en acétylène (5.19).

6.2.8 Système de production d'hydrures, de l'un des types décrits en 6.2.8.1 et 6.2.8.2.

6.2.8.1 Système de production d'hydrures en flux continu, installé et utilisé conformément aux instructions du fabricant, et comportant

- des réservoirs pour la solution de tétrahydroborate de sodium et le blanc d'acide;
- un échantillonneur automatique pour injecter la solution de dosage (facultatif);
- une (des) vanne(s) en matériau inerte, soit magnétique(s) à aimant plongeur soit pneumatique(s),

pour faciliter la commutation entre les flux-échantillon et blanc d'acide [facultative(s)];

- des pompes péristaltiques ou une pompe péristaltique à canaux multiples, équipée de tuyauteries appropriées résistant à l'acide;
- un (des) mélangeur(s) chimiquement inerte(s) afin de faciliter le mélange du blanc d'acide ou de la solution d'essai, de la solution de tétrahydroborate de sodium et des flux de gaz inerte;
- une boucle de réaction (facultative);
- un séparateur gaz/liquide, avec des entrées appropriées pour le flux de liquide de réaction et le gaz de purge inerte, et des sorties pour les rejets liquides, le gaz de purge et les produits gazeux.

La figure 1 représente un système de ce type.

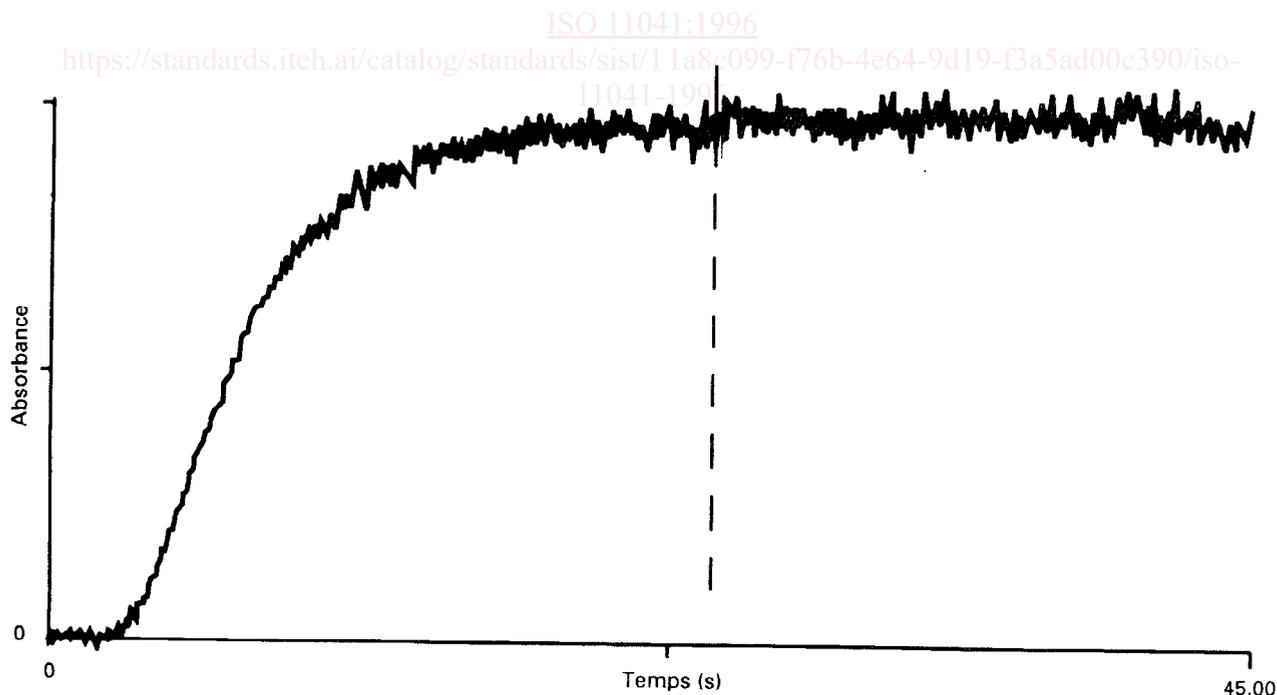
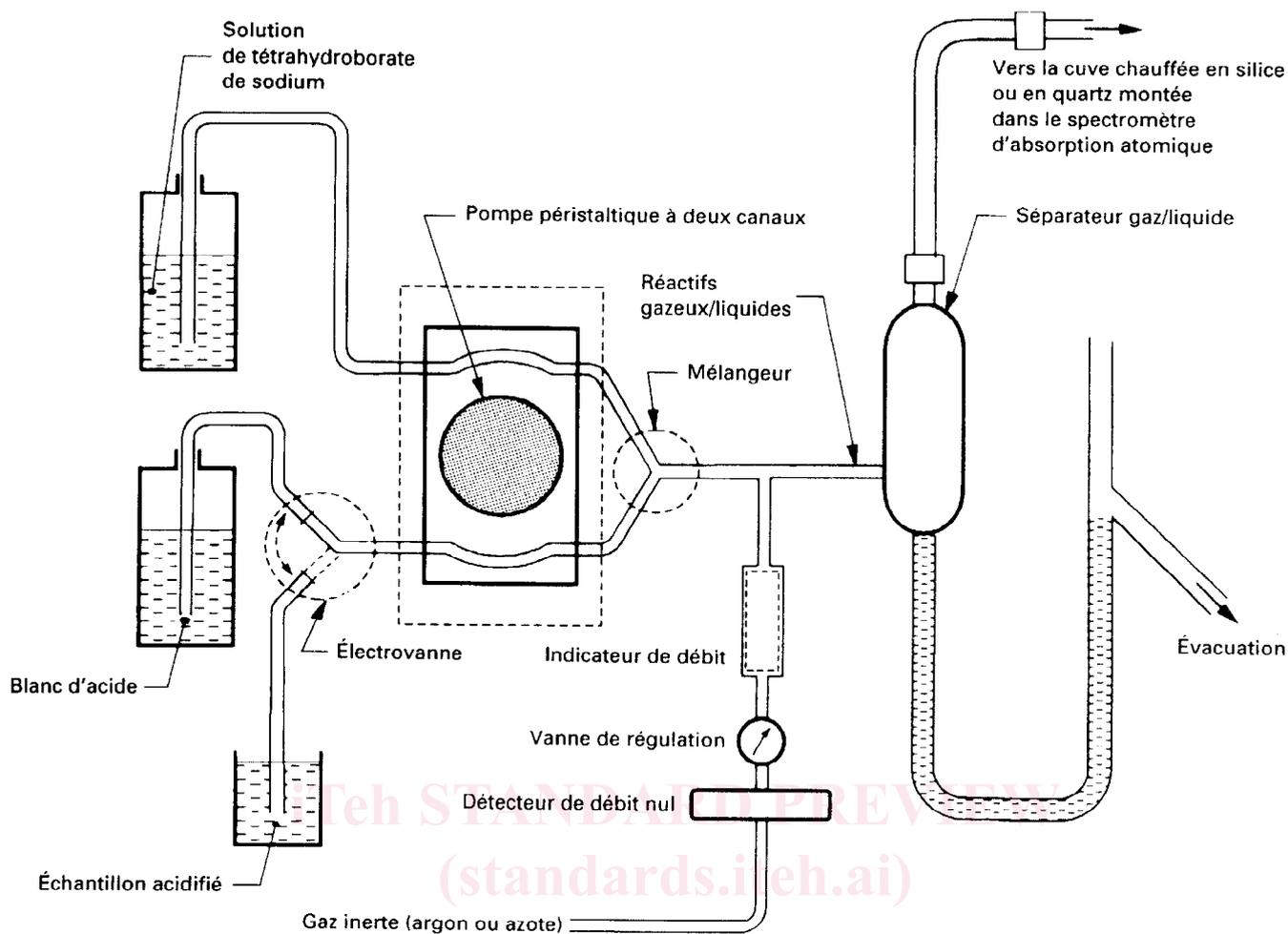
NOTE 23 Tous les systèmes de production d'hydrures en flux continu fonctionnent sur le même principe, mais la plomberie est différente selon les systèmes. En particulier, certains systèmes de production d'hydrures en flux continu ne comportent pas de vanne(s); la solution acide et la solution d'essai sont alors pompées en continu vers un mélangeur supplémentaire situé en amont du mélangeur où est introduite la solution de tétrahydroborate de sodium.

6.2.8.2 Système de production d'hydrures avec injection de flux pour analyse, installé et utilisé conformément aux instructions du fabricant, et comportant

- des réservoirs pour la solution de tétrahydroborate de sodium et le blanc d'acide;
- des pompes péristaltiques à canaux multiples, équipées de tuyauteries appropriées résistant à l'acide;
- un échantillonneur automatique pour injecter la solution de dosage;
- une vanne d'injection en matériau inerte actionnée à l'air comprimé ou par solénoïde, pour injecter un volume reproductible de solution de dosage dans le flux de blanc d'acide;
- un (des) mélangeur(s) chimiquement inerte(s) afin de faciliter le mélange du blanc d'acide ou de la solution d'essai, de la solution de tétrahydroborate de sodium et des flux de gaz de purge inerte;
- une boucle de réaction (facultative);
- un séparateur gaz/liquide, avec une entrée pour le flux de liquide de réaction et des sorties pour les rejets liquides, le gaz de purge et les produits gazeux.

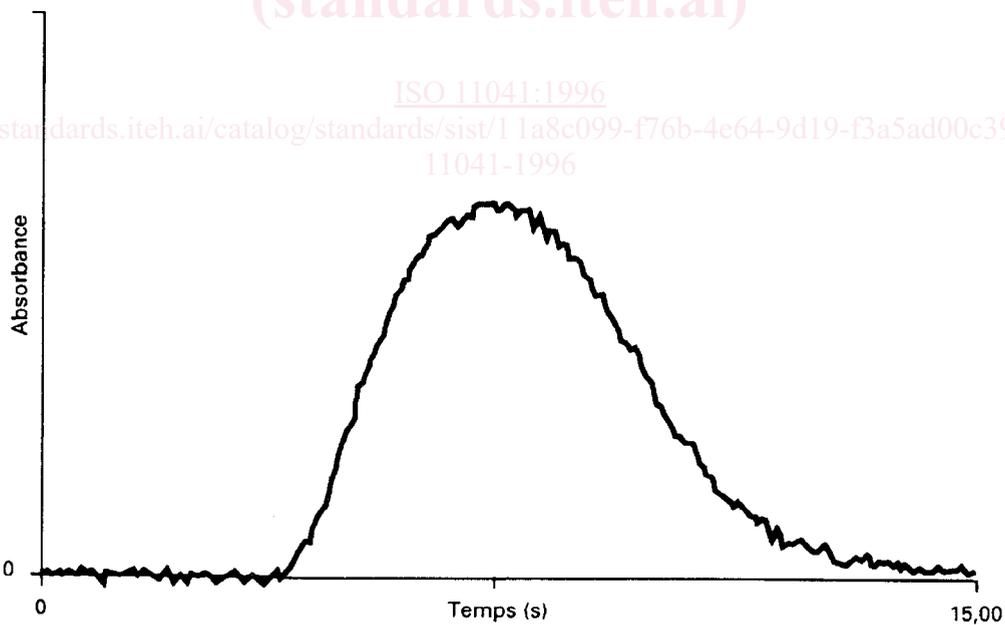
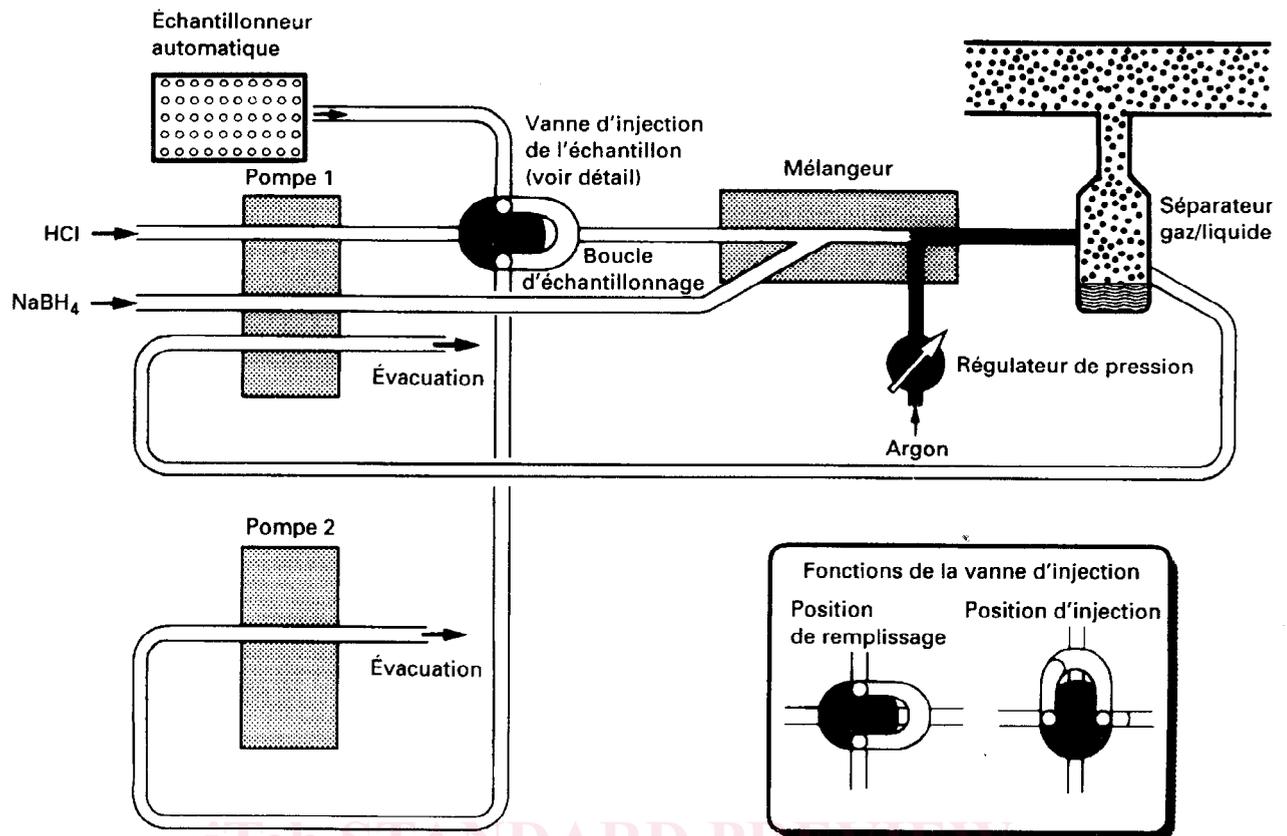
La figure 2 représente un système de ce type.

AVERTISSEMENT — L'arsine (AsH₃) est générée lorsqu'on fait réagir des solutions contenant de l'arsenic avec du tétrahydroborate de sodium. Ce gaz est très toxique, mais il n'est normalement produit qu'en très faibles quantités. Cependant, afin d'éliminer le risque d'exposition à l'arsine, il est essentiel que le récipient utilisé pour les déchets liquides soit muni d'un ventilateur aspirant local efficace, pour éviter que des gaz dégagés par



Réponse du spectromètre d'absorption atomique lorsque la vanne fait passer le flux véhiculé vers le mélangeur en basculant du blanc d'acide à la solution du dosage acidifiée

Figure 1 — Schéma d'un exemple de configuration d'un système de production d'hydrures en flux continu



Réponse du spectromètre d'absorption atomique lorsque la vanne d'échantillonnage a injecté un volume déterminé de solution de dosage acidifiée dans le flux de blanc d'acide

Figure 2 — Schéma d'un exemple de configuration d'un système de production d'hydrures avec injection de flux pour analyse