
**Air des lieux de travail — Détermination
du mercure et des composés minéraux
de mercure — Méthode par spectrométrie
d'absorption atomique ou spectrométrie
de fluorescence atomique de la vapeur
froide**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Workplace air — Determination of mercury and inorganic mercury
compounds — Method by cold-vapour atomic absorption spectrometry
or atomic fluorescence spectrometry*

ISO 17733:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c1af75bc-1624-43d8-aae6-6adbe3ff81ff/iso-17733-2004>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17733:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c1af75bc-1624-43d8-aae6-6adbe3ff81ff/iso-17733-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c1af75bc-1624-43d8-aae6-6adbe3ff81ff/iso-17733-2004>

© ISO 2004

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

| | |
|---|----|
| Avant-propos | v |
| Introduction | vi |
| 1 Domaine d'application | 1 |
| 2 Références normatives | 1 |
| 3 Termes et définitions | 2 |
| 3.1 Définitions générales | 2 |
| 3.2 Définitions relatives à la fraction granulométrique des particules | 3 |
| 3.3 Définitions relatives à l'échantillonnage | 4 |
| 3.4 Définitions relatives à l'analyse | 5 |
| 3.5 Termes statistiques | 6 |
| 4 Principe | 7 |
| 5 Interférences | 8 |
| 6 Exigences | 8 |
| 7 Réactifs | 9 |
| 8 Appareillage | 10 |
| 8.1 Appareillage d'échantillonnage par diffusion | 10 |
| 8.2 Appareillage d'échantillonnage par pompage | 12 |
| 8.3 Appareillage de laboratoire | 15 |
| 8.4 Instrumentation utilisée pour l'analyse | 16 |
| 9 Évaluation de l'exposition professionnelle | 21 |
| 9.1 Généralités | 21 |
| 9.2 Échantillonnage individuel | 21 |
| 9.3 Échantillonnage à point fixe | 22 |
| 9.4 Sélection des conditions de mesurage et du mode de mesurage | 22 |
| 10 Échantillonnage | 23 |
| 10.1 Choix de la méthode d'échantillonnage | 23 |
| 10.2 Prise en compte des effets de la température et de la pression | 24 |
| 10.3 Échantillonnage par diffusion | 24 |
| 10.4 Échantillonnage par pompage | 27 |
| 11 Analyse | 31 |
| 11.1 Généralités | 31 |
| 11.2 Nettoyage de la verrerie et de la verrerie plastique | 31 |
| 11.3 Préparation des solutions de blanc, d'échantillon et d'étalonnage en vue de l'analyse des badges à diffusion | 32 |
| 11.4 Préparation des solutions de blanc, d'échantillon et d'étalonnage en vue de l'analyse des échantillons prélevés par pompage | 33 |
| 11.5 Analyse instrumentale | 36 |
| 11.6 Estimation des limites de détection et de quantification | 39 |
| 11.7 Maîtrise de la qualité | 40 |
| 11.8 Incertitude de mesure | 41 |
| 12 Expression des résultats | 41 |
| 12.1 Calcul des volumes d'air échantillonnés | 41 |
| 12.2 Calcul des concentrations de mercure dans l'air | 42 |
| 13 Performances de la méthode | 42 |
| 13.1 Généralités | 42 |

| | | |
|---|--|----|
| 13.2 | Limites de détection et de quantification | 42 |
| 13.3 | Limite supérieure de la gamme d'analyse | 43 |
| 13.4 | Valeurs de blanc | 43 |
| 13.5 | Biais et fidélité | 44 |
| 13.6 | Incertitude globale des méthodes d'échantillonnage et d'analyse | 45 |
| 13.7 | Effets sur les performances de l'échantillonneur | 45 |
| 13.8 | Débit d'échantillonnage et capacité d'échantillonnage des badges à diffusion | 46 |
| 13.9 | Efficacité de prélèvement, volume de claquage et capacité d'échantillonnage des tubes à adsorption | 47 |
| 13.10 | Conservation..... | 47 |
| 13.11 | Résistance mécanique..... | 47 |
| 13.12 | Interférences | 47 |
| 14 | Rapport d'essai..... | 48 |
| 14.1 | Rapport d'essai..... | 48 |
| 14.2 | Rapport de laboratoire | 49 |
| Annexe A (informative) Guide destiné à faciliter la sélection d'une méthode d'échantillonnage de la vapeur de mercure | | 50 |
| Annexe B (informative) Corrections de température et de pression..... | | 51 |
| Bibliographie..... | | 53 |

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17733:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c1af75bc-1624-43d8-aae6-6adbe3ff81ff/iso-17733-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c1af75bc-1624-43d8-aae6-6adbe3ff81ff/iso-17733-2004>

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 17733 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 2, *Atmosphères des lieux de travail*. (standards.iteh.ai)

ISO 17733:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c1af75bc-1624-43d8-aae6-6adbe3ff81ff/iso-17733-2004>

Introduction

Dans de nombreuses industries, la santé des travailleurs est exposée à des risques liés à l'inhalation du mercure et des composés minéraux particuliers de mercure. Les hygiénistes industriels et autres professionnels de santé publique ont besoin de déterminer l'efficacité des mesures prises pour contrôler l'exposition des travailleurs, généralement par le biais de mesurages de l'air du lieu de travail. La présente Norme internationale vise à fournir une méthode permettant d'effectuer des mesurages d'exposition valides pour le mercure et les composés minéraux particuliers de mercure utilisés dans l'industrie. Elle s'adresse aux utilisateurs suivants: les agences concernées par l'hygiène et la sécurité du travail; les hygiénistes industriels et autres professionnels de santé publique; les laboratoires d'analyse; les industriels utilisateurs de mercure et des composés minéraux particuliers de mercure et leurs employés, etc.

La procédure décrite dans la présente Norme internationale est fondée sur une méthode publiée par le United Kingdom Health and Safety Executive^[1] et mise au point après un examen approfondi des techniques d'échantillonnage et d'analyse existantes pour la détermination du mercure et des composés minéraux particuliers de mercure dans l'air^[2]. Cette procédure a été validée dans son intégralité et les données obtenues lors de cette validation sont librement consultables^{[3],[4]}. Des méthodes similaires ont été publiées aux États-Unis par l'Occupational Safety and Health Administration (OSHA)^{[5],[6]} et le National Institute of Occupational Safety and Health (NIOSH)^[7].

Lors de l'élaboration de la présente Norme internationale, il a été supposé que les personnes chargées de l'exécution de ses dispositions et de l'interprétation des résultats obtenus ont les qualifications et l'expérience appropriées.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 17733:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c1af75bc-1624-43d8-aae6-6adbe3ff81ff/iso-17733-2004>

Air des lieux de travail — Détermination du mercure et des composés minéraux de mercure — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique ou spectrométrie de fluorescence atomique de la vapeur froide

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la concentration en masse moyenne pondérée en temps des vapeurs de mercure et des composés minéraux particuliers de mercure dans l'air des lieux de travail. La vapeur de mercure est prélevée sur un adsorbant solide à l'aide d'un badge à diffusion ou par pompage sur tube à adsorption. S'ils sont présents, les composés minéraux particuliers de mercure sont prélevés à l'aide d'un filtre en fibres de quartz. Ils sont analysés par spectrométrie d'absorption atomique de vapeur froide (sigle anglais: CVAAS) ou par spectrométrie de fluorescence atomique de vapeur froide après dissolution du mercure prélevé (sigle anglais: CVAFS).

La présente Norme internationale s'applique à l'appréciation de l'exposition personnelle aux vapeurs de mercure et/ou aux composés minéraux particuliers de mercure dans l'air, pour la comparaison avec les limites d'exposition à long terme ou à court terme pour le mercure et les composés minéraux particuliers de mercure, ainsi que pour l'échantillonnage à point fixe.

La limite inférieure du domaine de travail de la méthode est la limite de quantification. Elle est déterminée par les méthodes d'échantillonnage et d'analyse choisies par l'utilisateur, mais elle est généralement entre 0,01 µg et 0,04 µg de mercure (voir 13.1). La limite supérieure du domaine de travail de la méthode est déterminée par la capacité du badge à diffusion ou du tube à adsorption ou du filtre utilisé pour le prélèvement d'échantillon, mais elle est au minimum de 30 µg de mercure (voir 13.2). La gamme de concentrations de mercure dans l'air pour lesquelles la présente Norme internationale est applicable est déterminée en partie par la méthode d'échantillonnage choisie par l'utilisateur, mais elle dépend également du volume de l'échantillon d'air.

La méthode utilisant le badge à diffusion ne convient pas pour des mesurages de la vapeur de mercure lorsque l'atmosphère d'essai contient du chlore, par exemple dans le cas d'ateliers traitant du chlore et de la soude. Toutefois, le chlore n'a pas d'incidence sur la méthode de pompage sur tube à adsorption (voir 13.11.1). Les composés gazeux de mercure organique sont susceptibles de créer une interférence positive lors du mesurage de la vapeur de mercure (voir 13.11.2). D'une façon semblable les composés organiques particuliers de mercure et les composés organiques gazeux de mercure adsorbés sur les particules en suspension dans l'air sont susceptibles de créer une interférence positive lors du mesurage des composés minéraux particuliers de mercure (voir 13.11.3).

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

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

ISO 3585, *Verre borosilicaté 3.3 — Propriétés*

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

ISO 7708:1995, *Qualité de l'air — Définitions des fractions de taille des particules pour l'échantillonnage lié aux problèmes de santé*

ISO 8655-1, *Appareils volumétriques à piston — Partie 1: Définitions, exigences générales et recommandations pour l'utilisateur*

ISO 8655-2, *Appareils volumétriques à piston — Partie 2: Pipettes à piston*

ISO 8655-5, *Appareils volumétriques à piston — Partie 5: Dispenseurs*

ISO 8655-6, *Appareils volumétriques à piston — Partie 6: Méthodes gravimétriques pour la détermination de l'erreur de mesure*

EN 13205:2002, *Atmosphères des lieux de travail — Évaluation des performances des instruments de mesurage des concentrations d'aérosols*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 Définitions générales

3.1.1

agent chimique

tout élément ou composé chimique, seul ou mélangé, tel qu'il se présente à l'état naturel ou qu'il résulte d'une activité professionnelle, qu'il soit ou non produit intentionnellement et qu'il soit ou non commercialisé

NOTE Cette définition est extraite de la «Directive 98/24/CE du Conseil, du 7 avril 1998, concernant la protection de la santé et de la sécurité des travailleurs contre les risques liés à des agents chimiques sur le lieu de travail».

[EN 1540^[8]]

3.1.2

zone respiratoire

(général) volume autour de la face du travailleur dans lequel il respire

3.1.3

zone respiratoire

(technique) hémisphère (généralement de 0,3 m de rayon) s'étendant devant la face de la personne, centrée sur le milieu du segment qui joint les oreilles et dont la base est le plan passant par ce segment, le sommet de la tête et le larynx

NOTE 1 Cette définition n'est pas applicable lorsqu'un équipement de protection respiratoire est utilisé.

NOTE 2 Adapté de l'EN 1540^[8].

3.1.4

exposition

(par inhalation) situation dans laquelle un agent chimique est présent dans l'air inhalé par une personne

3.1.5

procédure de mesurage

mode opératoire pour l'échantillonnage et l'analyse d'un ou de plusieurs agents chimiques présents dans l'air, et qui comprend le stockage et le transport de l'échantillon

3.1.6**autonomie de fonctionnement**

(d'une pompe d'échantillonnage) durée pendant laquelle une pompe d'échantillonnage peut fonctionner, à un débit et à une perte de charge spécifiés, sans recharge ou remplacement de l'accumulateur

[EN 1232^[9]]

3.1.7**concentration moyenne pondérée en temps**

concentration d'un agent chimique dans l'atmosphère, en moyenne sur la période de référence

NOTE Une discussion plus détaillée sur les concentrations moyennes pondérées en temps et leur utilisation apparaît dans la publication de l'American Conference of Government Industrial Hygienists (ACGIH)^[10].

3.1.8**valeur limite**

chiffre de référence pour la concentration d'un agent chimique dans l'air

NOTE Un exemple de valeur limite est la Threshold Limit Value[®] (TLV) pour une substance donnée présente dans l'air des lieux de travail, telle qu'établie par l'ACGIH^[10].

3.1.9**période de référence**

période de temps spécifiée pour la valeur limite d'un agent chimique donné

NOTE Ces périodes de référence peuvent être exprimées en terme d'expositions de courte durée ou de longue durée, telles qu'établies par l'ACGIH^[10].

3.1.10**lieu de travail**

emplacement(s) défini(s) dans le(s)quel(s) les activités du travail sont effectuées

[EN 1540^[8]]

3.2 Définitions relatives à la fraction granulométrique des particules**3.2.1****convention inhalable**

spécification cible pour les instruments d'échantillonnage lorsque la fraction inhalable est la fraction intéressante

[ISO 7708]

3.2.2**fraction inhalable**

fraction massique des particules totales en suspension dans l'air inhalées par le nez et par la bouche

NOTE La fraction inhalable dépend de la vitesse et de la direction de l'air, de la fréquence respiratoire et d'autres facteurs.

[ISO 7708]

3.2.3**particules totales en suspension dans l'air**

toutes les particules en suspension dans un volume donné d'air

NOTE Du fait que tous les appareils de mesure sont dans une certaine limite sélectifs en taille de particules, il est souvent impossible de mesurer la concentration en particules totales en suspension dans l'air.

[ISO 7708]

3.3 Définitions relatives à l'échantillonnage

3.3.1

badge à diffusion

échantillonneur à diffusion de type badge

badge passif

échantillonneur à diffusion dans lequel le gaz ou la vapeur passe dans l'adsorbant soit par perméation à travers une fine membrane solide, soit par diffusion à travers une membrane poreuse

NOTE Comparée à la distance de diffusion, la surface d'exposition d'un badge à diffusion est grande.

3.3.2

échantillonneur à diffusion

échantillonneur passif

dispositif capable de prélever des échantillons de gaz ou de vapeur dans l'atmosphère à une vitesse contrôlée par un processus physique tel que la diffusion gazeuse à travers une couche d'air statique ou la perméation à travers une membrane, mais qui ne fait pas appel à un déplacement d'air à travers l'échantillonneur

[EN 838^[11]]

3.3.3

échantillonneur individuel

appareil fixé sur une personne qui échantillonne l'air dans sa zone respiratoire

[EN 1540^[8]]

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.3.4

échantillonnage individuel

processus d'échantillonnage de l'air exécuté en utilisant un échantillonneur individuel

[ISO 17733:2004](#)

[EN 1540^[8]]

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c1af75bc-1624-43d8-aae6-6adbe3ff81ff/iso-17733-2004>

3.3.5

échantillonneur

appareil utilisé pour prélever les particules en suspension dans l'air

NOTE Les instruments utilisés pour prélever les particules ont fréquemment d'autres appellations, par exemple: les têtes d'échantillonnage, les porte-filtres, les cassettes porte-filtres etc.

3.3.6

tube à adsorption

tube, généralement de métal ou de verre, contenant un adsorbant actif ou un substrat imprégné de réactif, à travers lequel passe l'échantillon d'air à un débit contrôlé par une pompe d'échantillonnage

[EN 1076^[12]]

3.3.7

échantillonneur à point fixe

appareil qui prélève l'air, sans être fixé sur une personne

3.3.8

échantillonnage à point fixe

processus d'échantillonnage de l'air exécuté en utilisant un échantillonneur à point fixe

3.4 Définitions relatives à l'analyse

3.4.1

solution de blanc

solution préparée à partir d'un blanc de réactifs, d'un blanc de laboratoire ou d'un témoin en utilisant le même mode opératoire que pour la préparation de l'échantillon

3.4.2

solution de blanc d'étalonnage

solution d'étalonnage préparée sans addition de solution étalon intermédiaire

NOTE La concentration de mercure dans la solution de blanc d'étalonnage est considérée comme nulle.

3.4.3

solution d'étalonnage

solution obtenue par dilution de la solution étalon intermédiaire, contenant le mercure à une concentration qui est appropriée à l'étalonnage de l'instrument d'analyse

NOTE La technique d'appariement de matrice est généralement utilisée pour préparer les solutions d'étalonnage.

3.4.4

témoin

capsule d'adsorbant, filtre ou tube à adsorption qui a été manipulé comme l'échantillon mais qui n'est pas utilisé pour l'échantillonnage

NOTE Pour les besoins de la présente Norme internationale, le témoin est placé dans un badge à diffusion, un échantillonneur ou un tube à adsorption, transporté jusqu'au site d'échantillonnage puis renvoyé au laboratoire pour analyse.

3.4.5

blanc de laboratoire

capsule d'adsorbant, filtre ou tube à adsorption vierge, pris dans le lot utilisé pour l'échantillonnage mais ne quittant pas le laboratoire

3.4.6

gamme dynamique linéaire

gamme de concentrations sur laquelle la courbe d'étalonnage du mercure est linéaire

NOTE La gamme dynamique linéaire est comprise entre la limite de détection et le début de courbure de l'étalonnage.

3.4.7

interférence de matrice

effet de matrice

interférence non spectrale

interférence de nature non spectrale due à une différence entre la solution d'étalonnage et les solutions d'essai

3.4.8

appariement de matrice

technique utilisée pour réduire le plus possible les effets de matrice sur les résultats d'analyse, consistant à préparer des solutions d'étalonnage dans lesquelles les concentrations d'acides et des autres solutés majeurs de la solution sont appariées avec celles des solutions d'essai

3.4.9

blanc de réactifs

combinaison de tous les réactifs utilisés pendant la mise en solution de l'échantillon, en quantités équivalentes à celles utilisées pour la préparation du blanc de laboratoire, du témoin et des solutions d'échantillons

3.4.10

mise en solution des échantillons

processus permettant d'obtenir une solution contenant du mercure à partir d'un échantillon, ce processus peut ou non impliquer la mise en solution complète de l'échantillon

3.4.11

préparation des échantillons

toutes les opérations effectuées sur un échantillon, après le transport et le stockage, pour le préparer à l'analyse, y compris la transformation de l'échantillon en une forme mesurable le cas échéant

3.4.12

solution d'échantillon

solution préparée au moyen du processus de mise en solution d'échantillons

NOTE Une solution d'échantillon peut nécessiter des traitements ultérieurs, par exemple une dilution, afin d'obtenir une solution d'essai prête à l'analyse.

3.4.13

solution étalon mère

solution utilisée pour la préparation des solutions d'étalonnage, contenant du mercure à une concentration certifiée garantissant une traçabilité aux étalons nationaux

3.4.14

solution d'essai

solution de blanc ou solution d'échantillon ayant été soumise à toutes les opérations, comprenant une dilution, permettant de les préparer à l'analyse

NOTE Si ces solutions ne sont pas soumises à des traitements ultérieurs avant analyse, la solution d'échantillon de blanc est la solution de blanc et la solution d'échantillon est la solution d'essai.

3.4.15

solution étalon intermédiaire

solution préparée par dilution de la solution étalon mère contenant le mercure à une concentration qui est mieux adaptée à la préparation des solutions d'étalonnage que les concentrations en mercure de la solution étalon mère

3.5 Termes statistiques

3.5.1

récupération analytique

rapport entre la masse d'analyte mesurée lors de l'analyse d'un échantillon et la masse connue d'analyte dans cet échantillon

NOTE La récupération analytique est exprimée en pourcentage.

3.5.2

erreur systématique

biais

écart systématique des résultats d'un processus de mesurage par rapport à la valeur vraie de la caractéristique de la qualité de l'air elle-même, ou à la valeur de référence acceptée

[ISO 6879^[13]]

3.5.3

incertitude globale

⟨d'une procédure de mesurage ou d'un instrument⟩ quantité utilisée pour caractériser dans son ensemble l'incertitude du résultat indiqué par un appareil ou une procédure de mesurage

NOTE Elle s'exprime, en pourcentage, par une combinaison de l'erreur systématique et de la fidélité, en général conformément à la formule suivante:

$$\frac{|\bar{x} - x_{\text{ref}}| + 2s}{x_{\text{ref}}} \times 100$$

où

\bar{x} est la valeur moyenne des résultats d'un nombre (n) de mesures répétées;

x_{ref} est la valeur de référence vraie ou acceptée d'une mesure;

s est l'écart-type des mesures.

[EN 482^[14]]

3.5.4 fidélité

étroitesse de l'accord entre les résultats obtenus lors de résultats d'essais indépendants dans des conditions stipulées

[ISO 6879^[13]]

3.5.5 valeur vraie

valeur qui caractérise une grandeur parfaitement définie, dans les conditions qui existent lorsque cette grandeur est considérée

NOTE La valeur vraie d'une grandeur est une notion théorique et, en général, ne peut pas être connue exactement.

[ISO 3534-1^[15]]

ISO 17733:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c1af75bc-1624-43d8-aae6-6adbe3ff81ff/iso-17733-2004>

3.5.6 incertitude

(de mesure) paramètre, associé au résultat d'un mesurage, qui caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient raisonnablement être attribuées au mesurande

[VIM^[16]]

NOTE 1 Le paramètre peut être, par exemple, un écart-type (ou un multiple de celui-ci) ou la demi-largeur d'un intervalle de niveau de confiance déterminé.

NOTE 2 L'incertitude de mesure comprend, en général, plusieurs composantes. Certaines peuvent être évaluées à partir de la distribution statistique des résultats de séries de mesurages et peuvent être caractérisées par des écart-types expérimentaux. Les autres composantes, qui peuvent aussi être caractérisées par des écart-types, sont évaluées en admettant des distributions de probabilité, d'après l'expérience acquise ou d'après d'autres informations. L'ISO GUM^[17] désigne ces différents cas de figure «évaluations de l'incertitude, respectivement type A et type B».

4 Principe

La vapeur de mercure est prélevée de manière passive ou active. L'échantillonnage actif consiste à faire passer un volume d'air connu au travers d'un tube à adsorption en utilisant une pompe. L'échantillonnage passif repose sur le principe de la diffusion contrôlée dans un badge. Dans le cadre de ces deux méthodes d'échantillonnage (par pompage et par diffusion), la vapeur de mercure entrant dans le dispositif d'échantillonnage est prélevée sur un adsorbant solide connu sous la marque Hydrar (voir 8.1.2) mais qui est généralement commercialisé sous le nom de Anasorb C 300.

Plusieurs méthodes d'échantillonnage sont utilisées, dépendant de l'application spécifique.

- a) Lorsqu'il est établi que l'atmosphère d'essai ne contient aucun composé minéral particulaire de mercure, la vapeur de mercure est prélevée sur un badge à diffusion ou par aspiration, au moyen d'une pompe, d'un volume connu d'air au travers d'un tube à adsorption.
- b) Lorsqu'il est établi que l'atmosphère d'essai ne contient pas de vapeur de mercure, les composés minéraux particuliers de mercure sont prélevés par aspiration, au moyen d'une pompe, d'un volume connu d'air au travers d'un filtre en fibres de quartz, monté dans un échantillonneur conçu pour prélever la fraction inhalable des particules en suspension dans l'air, définie conformément à l'ISO 7708.
- c) Lorsque l'atmosphère d'essai contient de la vapeur de mercure et des composés minéraux particuliers de mercure, les échantillons de vapeur de mercure sont prélevés par aspiration sur un tube à adsorption. Le tube à adsorption, qui collecte la vapeur de mercure, est précédé d'un filtre en fibres de quartz pour prélever les composés minéraux particuliers de mercure. Il est possible de ne pas utiliser le pré-filtre si les composés minéraux particuliers de mercure ne constituent pas une proportion importante (par exemple > 10 %) du mercure inorganique total (vapeur de mercure et composés minéraux particuliers de mercure) présent dans l'atmosphère d'essai (voir 10.1.3).

Après l'échantillonnage, l'adsorbant et/ou le filtre sont traités à l'aide de 2 ml d'acide nitrique concentré et de 2 ml et d'acide chlorhydrique concentré, puis chauffés dans un bain-marie régulé à 50 °C pendant 1 h, afin de dissoudre le mercure prélevé. Les solutions d'échantillons sont mélangées avec une solution de chlorure d'étain(II) dans un système de génération de vapeur froide à flux continu, à injection dans le flux ou à injection discrète. La vapeur de mercure est formée par réduction des ions de mercure divalent et est entraînée par un courant de gaz inerte, jusqu'à la cellule de mesure d'un spectromètre d'absorption atomique ou d'un spectromètre de fluorescence atomique doté d'une lampe à cathode creuse au mercure ou d'une lampe à décharge sans électrode. Les mesurages de l'absorbance ou de la fluorescence sont réalisés à 253,7 nm et les résultats sont obtenus à l'aide de la technique de la courbe analytique (voir l'ISO 6955:1982, 6.1^[18]).

Les résultats peuvent être utilisés pour l'évaluation de l'exposition, au lieu de travail, à la vapeur de mercure, aux composés minéraux particuliers de mercure ou au mercure minéral total (voir l'EN 689^[19]).

5 Interférences

La méthode utilisant le badge à diffusion ne convient pas pour des mesurages de la vapeur de mercure lorsque l'atmosphère d'essai contient du chlore, par exemple dans les ateliers traitant du chlore et de la soude. Toutefois, le chlore n'a pas d'incidence sur la méthode de pompage sur tube à adsorption (voir 13.12.1). Les composés gazeux de mercure organique sont susceptibles de créer une interférence positive lors du mesurage de la vapeur de mercure (voir 13.12.2). Les composés particuliers de mercure organique présents dans les particules en suspension dans l'air et les composés gazeux de mercure organique adsorbés sur les particules en suspension dans l'air sont susceptibles de créer une interférence lors du mesurage des composés minéraux particuliers de mercure (voir 13.12.3). Les interférences spectrales sont négligeables lorsque le mercure est mesuré par CVAAS à l'aide de la méthode décrite dans la présente Norme internationale et aucune interférence n'est observée lorsque le mercure est mesuré par CVAFS (voir 13.12.4).

6 Exigences

La procédure de mesurage doit être conforme à toute Norme internationale, européenne ou nationale applicable spécifiant les exigences de performance pour le mesurage des agents chimiques présents dans l'air des lieux de travail (par exemple l'ISO 6879^[13]).

7 Réactifs

Pour l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et uniquement de l'eau telle que spécifiée en 7.1.

7.1 Eau, conforme aux exigences de l'ISO 3696 de qualité 2 (conductivité électrique inférieure à $0,1 \text{ mS}\cdot\text{m}^{-1}$ et résistivité supérieure à $0,01 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ à $25 \text{ }^\circ\text{C}$).

Il est recommandé d'utiliser une eau ayant été traitée dans un système de purification fournissant une eau ultrapure, de résistivité supérieure à $0,18 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$.

7.2 Acide nitrique (HNO_3), concentré, ρ environ $1,42 \text{ g}\cdot\text{ml}^{-1}$, environ 70 % en fraction massique.

La concentration en mercure doit être inférieure à $0,002 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$.

AVERTISSEMENT — L'acide nitrique concentré est corrosif et oxydant et les fumées d'acide nitrique sont irritantes. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux, ou par inhalation de fumées. Utiliser un équipement approprié de protection individuelle (y compris des gants, un écran facial ou des lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec de l'acide nitrique. La mise en solution de l'échantillon à l'aide d'acide nitrique concentré doit être réalisée sous une hotte dans des récipients ouverts.

7.3 Acide nitrique, dilué 1:9

Ajouter environ 700 ml d'eau (7.1) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml (8.3.1.4). Avec précaution, ajouter 100 ml d'acide nitrique concentré (7.2) dans la fiole et agiter pour mélanger. Laisser refroidir, diluer jusqu'au trait avec de l'eau, boucher et mélanger soigneusement.

7.4 Acide chlorhydrique (HCl), concentré, ρ environ $1,18 \text{ g}\cdot\text{ml}^{-1}$, environ 36 % en fraction massique.

La concentration en mercure doit être inférieure à $0,002 \text{ mg}\cdot\text{l}^{-1}$.

AVERTISSEMENT — L'acide chlorhydrique concentré est corrosif et les vapeurs d'acide chlorhydrique sont irritantes. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux, ou par inhalation de vapeurs. Utiliser un équipement approprié de protection individuelle (y compris des gants, un écran facial ou des lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec de l'acide chlorhydrique. Manipuler les récipients ouverts contenant de l'acide chlorhydrique concentré sous une hotte. La pression de la vapeur de l'acide chlorhydrique est élevée, en conséquence lors de la préparation de mélanges acide chlorhydrique/eau, faire attention aux remontées de pression dans les fioles bouchées.

7.5 Mélange dilué d'acide nitrique et d'acide chlorhydrique, dilution 1:1:23

Ajouter environ 700 ml d'eau (7.1) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml (8.3.1.4). Avec précaution, ajouter 40 ml d'acide nitrique concentré (7.2) et 40 ml d'acide chlorhydrique concentré (7.4) dans la fiole et agiter pour mélanger. Laisser refroidir, diluer jusqu'au trait avec de l'eau, boucher et bien mélanger.

NOTE Ce réactif est nécessaire uniquement pour l'analyse des échantillons prélevés à l'aide de tubes à adsorption.

7.6 Mélange dilué d'acide nitrique et acide chlorhydrique, dilution 2:2:21

Ajouter environ 700 ml d'eau (7.1) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml (8.3.1.4). Avec précaution, ajouter 80 ml d'acide nitrique concentré (7.2) et 80 ml d'acide chlorhydrique concentré (7.4) dans la fiole et agiter pour mélanger. Laisser refroidir, diluer jusqu'au trait avec de l'eau, boucher et bien mélanger.

NOTE Ce réactif est nécessaire uniquement pour l'analyse des échantillons prélevés à l'aide de badges à diffusion.

7.7 Chlorure d'étain(II), hydraté ($\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)