
Air ambiant — Détermination de la concentration en masse de particules provenant de l'usure des pneumatiques et des chaussées (TRWP) — Méthode par pyrolyse-CG/SM

Ambient air — Determination of the mass concentration of tire and road wear particles (TRWP) — Pyrolysis-GC-MS method
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 20593:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16459d37-bd02-4ad8-925f-27c855ddd0ba/iso-ts-20593-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16459d37-bd02-4ad8-925f-27c855ddd0ba/iso-ts-20593-2017>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 20593:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16459d37-bd02-4ad8-925f-27c855ddd0ba/iso-ts-20593-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Symboles et abréviations	3
4.1 Symboles des unités (voir également l'ISO 4226).....	3
4.2 Abréviations.....	4
5 Principe	4
6 Réactifs	5
7 Appareillage	6
7.1 Échantillonnage de l'air — Matériel et consommables.....	6
7.2 Laboratoires de préparation des éprouvettes.....	6
7.3 Matériel d'analyse.....	6
7.4 Consommables.....	7
8 Gamme de mesurage	7
9 Limite de détection	7
10 Mode opératoire	8
10.1 Généralités.....	8
10.2 Collecte des échantillons.....	8
10.3 Préparation de l'étalon interne deutéré.....	9
10.4 Préparation des courbes d'étalonnage.....	9
10.4.1 Solutions mères.....	9
10.4.2 Courbes d'étalonnage.....	9
10.5 Préparation des échantillons.....	10
10.5.1 Conditionnement du filtre.....	10
10.5.2 Particules en suspension totales PM _{2,5} et PM ₁₀	10
10.5.3 Préparation du filtre.....	11
10.5.4 Ajout des étalons internes.....	11
10.6 Pyrolyse des échantillons.....	11
10.7 Mesurage des échantillons.....	11
11 Analyse	11
11.1 Généralités.....	11
11.2 Concentration en particules en suspension totales PM _{2,5} ou PM ₁₀	12
11.3 Limite de détection des TRWP.....	12
11.4 Quantité de polymère de pneumatique dans l'échantillon.....	12
11.5 Concentration de TRWP dans l'air.....	12
11.6 Concentration en masse de TRWP.....	12
12 Caractéristiques de performance	13
12.1 Généralités.....	13
12.2 Caractéristiques de performance spécifiques.....	13
12.3 Limite de détection de la méthode.....	13
13 Rapport d'essai	13
Annexe A (informative) Recette pour les courbes d'étalonnage et les solutions mères	15
Annexe B (informative) Pyrolyseur à point de Curie	17
Annexe C (informative) Pyrogrammes et courbes d'étalonnage représentatives	18
Annexe D (normative) Calcul des limites de détection des TRWP	25

Annexe E (normative) Calcul des résultats à l'aide de marqueurs dimères	27
Bibliographie	30

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 20593:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16459d37-bd02-4ad8-925f-27c855ddd0ba/iso-ts-20593-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16459d37-bd02-4ad8-925f-27c855ddd0ba/iso-ts-20593-2017>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html

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

Introduction

Les particules provenant de l'usure des pneumatiques et des revêtements routiers (TRWP) sont générées par l'abrasion des bandes de roulement de pneumatiques par la surface de la chaussée et émises dans l'environnement. Les TRWP se composent de particules de bandes de roulement de pneumatiques incluant des matériaux provenant de la surface des revêtements routiers^[3]. La fraction d'élastomères dans les TRWP présentes dans les particules en suspension PM_{2,5} ou PM₁₀ est quantifiée dans le présent document par analyse directe d'un échantillon sur filtre par pyrolyse-CPG-SM. La masse peut être exprimée sur la base du polymère de caoutchouc, de la bande de roulement de pneumatique, ou des particules provenant de l'usure des pneumatiques et des revêtements routiers (TRWP). Cette méthode a été utilisée pour mesurer la concentration dans l'air de TRWP dans la fraction PM₁₀ pour trois régions géographiquement distinctes^[4]. La concentration en TRWP dans le sol et les sédiments a été également caractérisée par une méthode similaire^[5].

Des marqueurs chimiques spécifiques sont générés à partir de TRWP intacts, par pyrolyse d'éprouvettes prélevées dans un échantillon. Les marqueurs chimiques se composent de fragments de dimères caractéristiques et spécifiques, obtenus par pyrolyse de polymères de pneumatiques de voitures particulières et de camions, incluant le caoutchouc butadiène, le caoutchouc styrène-butadiène et le caoutchouc isoprène. Les fragments de polymères générés par pyrolyse des échantillons sont ensuite séparés par chromatographie en phase gazeuse et identifiés par spectroscopie de masse. La concentration en masse des TRWP est calculée sur la base des taux d'utilisation en moyenne de part de marché des polymères dans les pneumatiques et sur la base de la caractérisation préalable de la teneur en minéraux des TRWP. La spécificité des polymères de caoutchouc est réalisée par quantification de fragments de dimères composés de deux unités monomères^{[6][7]}. La répétabilité est obtenue par l'utilisation d'un étalon interne deutéré présentant une structure polymère similaire à celle des polymères de bandes de roulement de pneumatiques. L'étalon interne permet de corriger les différences de taille de prélèvement, les effets de matrice et les variations dans le temps de la réponse de l'instrument. La méthode convient pour surveiller les variations de concentrations en TRWP dans l'air ambiant sur un temps d'intégration moyen spécifique.

ISO/TS 20593:2017
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/16459d37-bd02-4ad8-925f-27c855ddd0ba/iso-ts-20593-2017>

Air ambiant — Détermination de la concentration en masse de particules provenant de l'usure des pneumatiques et des chaussées (TRWP) — Méthode par pyrolyse-CG/SM

AVERTISSEMENT 1 — Il convient que les personnes utilisant le présent document soient familiarisées avec les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document ne prétend pas couvrir tous les problèmes de sécurité potentiels liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente norme d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

AVERTISSEMENT 2 — Certains modes opératoires spécifiés dans le présent document peuvent impliquer l'utilisation ou la génération de substances ou de déchets pouvant représenter un danger environnemental local. Il convient de se référer à la documentation appropriée concernant la manipulation et l'élimination après usage en toute sécurité.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour la détermination de la concentration en suspension par volume d'air ($\mu\text{g}/\text{m}^3$), de la concentration en masse ($\mu\text{g}/\text{g}$) et de la fraction massique (%) des particules provenant de l'usure des pneumatiques et des revêtements routiers (TRWP) dans les échantillons de particules en suspension (PM) dans l'air ambiant.

Le présent document établit les principes pour la collecte d'échantillons d'air, la génération de fragments par pyrolyse de l'échantillon et la quantification des fragments de polymères générés. La masse quantifiée des polymères est utilisée pour calculer la fraction de particules de bandes de roulement dans les particules en suspension (PM) et la concentration des particules de bandes de roulement dans l'air. Ces quantités sont exprimées sur une base de TRWP qui comprend la masse de particules provenant des bandes de roulement et la masse d'incrustations provenant de l'usure du revêtement routier; ces quantités peuvent être également exprimées en termes de polymères de caoutchouc de pneumatiques ou en termes de bandes de roulement de pneumatiques.

Les échantillons d'air sont collectés sur des filtres en fibres de quartz avec sélection des particules selon la taille dans une gamme de $\text{PM}_{2,5}$ ou de PM_{10} . La méthode convient pour la détermination des TRWP dans les atmosphères intérieures ou extérieures.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 4225, *Qualité de l'air — Aspects généraux — Vocabulaire*

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 4225 ainsi que les suivants s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

3.1
air ambiant

air extérieur auquel peuvent être exposés les personnes, les plantes, les animaux et les matériaux

3.2
temps d'intégration

intervalle de temps pendant lequel la qualité de l'air a été exprimée sous forme de moyenne

3.3
échantillonnage continu

échantillonnage, sans interruption, pendant toute une opération ou un temps prédéterminé

3.4
composé deutéré

composé contenant au moins une molécule de *deutérium* (3.5)

3.5
deutérium

isotope mineur et stable de l'hydrogène, dont le noyau possède un proton et un neutron

3.6
étalon interne

composé ajouté à un échantillon en une quantité fixée qui est presque identique à l'analyte cible utilisé pour corriger la dérive de l'instrument et les interférences de matrice

3.7
période de mesurage

intervalle de temps entre le premier et le dernier mesurage

3.8
contrôle

mesure répétée destinée à suivre l'évolution d'un paramètre pendant un intervalle de temps

3.9
bruit de fond naturel

concentration d'une espèce donnée dans une masse d'air idéale dans laquelle les émissions anthropogéniques sont négligeables

3.10
diamètre aérodynamique d'une particule

diamètre d'une sphère de masse volumique 1 g/cm^3 possédant la même vitesse terminale de chute dans l'air calme liée à la gravité que celle de la particule, dans les mêmes conditions de température, de pression et d'humidité relative

3.11
particule

petite partie de matière solide ou liquide

3.12
particules en suspension — 2,5 μm

PM_{2,5}

particules en suspension (3.11) traversant une entrée de taille sélective avec une coupure d'efficacité à 50 % pour un *diamètre aérodynamique* (3.10) de 2,5 μm

Note 1 à l'article: Voir «Convention thoracique» dans l'ISO 7708:1995, Article 6.

3.13**particules en suspension — 10 µm****PM₁₀**

particules en suspension (3.11) traversant une entrée de taille sélective avec une coupure d'efficacité à 50 % pour un diamètre aérodynamique de 10 µm

Note 1 à l'article: Voir «Convention alvéolaire à haut risque» dans l'ISO 7708:1995, Article 7.

3.14**analyse par pyrolyse**

décomposition de molécules de polymères organiques en fragments caractéristiques séparés par chromatographie en phase gazeuse et quantifiés par spectroscopie de masse

Note 1 à l'article: Le principe de décomposition d'un échantillon consiste à appliquer de l'énergie thermique à un échantillon encapsulé dans un pyrolyseur en l'absence d'oxygène. Les réactions secondaires sont minimisées par l'échauffement rapide du pyrolyseur à la température cible.

3.15**durée d'échantillonnage**

intervalle de temps pendant lequel est prélevé un seul échantillon

3.16**particules provenant de l'usure des pneumatiques et des revêtements routiers****TRWP**

masse discrète de *particules* (3.11) allongées produites à l'interface de frottement entre la bande de roulement du pneumatique et la surface de la chaussée au cours de l'usage d'un pneumatique

Note 1 à l'article: Les particules sont constituées de particules de bande de roulement enrichies par des incrustations minérales provenant de la surface du revêtement routier.

3.17**convention thoracique**

fraction massique des *particules* (3.11) inhalées qui pénètrent au-delà du larynx

3.18**convention alvéolaire**

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

4 Symboles et abréviations**4.1 Symboles des unités (voir également l'ISO 4226)**

µg	microgramme (10 ⁻⁶ gramme)
cm	centimètre (10 ⁻² mètre)
m ³	mètre cube
cm ²	centimètre carré
µg/m ³	microgramme par mètre cube

4.2 Abréviations

BdD	vinylcyclohexène (dimère de butadiène)
d-BdD	dimère de butadiène deutéré
d-IPD	dimère d'isoprène deutéré
d-PI	polyisoprène deutéré
d-PB	polybutadiène deutéré
BR	caoutchouc butadiène
CPG-SM	chromatographe en phase gazeuse/spectromètre de masse
IPD	dipentène (dimère d'isoprène)
IR	caoutchouc isoprène
LD	limite de détection
LQ	limite de quantification
PM	particules en suspension
PM _{2.5}	particules en suspension ayant un diamètre aérodynamique inférieur à 2,5 µm
PM ₁₀	particules en suspension ayant un diamètre aérodynamique inférieur à 10 µm
NR	caoutchouc naturel
SBR	caoutchouc styrène-butadiène
TRWP	particules provenant de l'usure des pneumatiques et des revêtements routiers

5 Principe

Le polymère de bande de roulement est quantifié en utilisant l'étalonnage par étalon interne et l'aire de pic des ions caractéristiques de fragments correspondant aux dimères du polymère brut. Les produits de décomposition thermique des polymères réticulés à base de caoutchouc naturel (NR), de caoutchouc styrène-butadiène (SBR) et de caoutchouc butadiène (BR), dépendent de l'abondance des polymères dans l'échantillon. La pyrolyse du caoutchouc SBR génère du butadiène, du vinylcyclohexène (dimère de butadiène) et du styrène, tandis que la pyrolyse du caoutchouc BR génère uniquement un monomère de butadiène et du vinylcyclohexène. Le caoutchouc NR est associé à un monomère d'isoprène et à un dipentène (dimère d'isoprène). Les fragments de dimères ont une bonne spécificité pour les polymères de caoutchouc, alors que les substances organiques aussi bien anthropiques que naturelles produisent les marqueurs de monomères^[6]. Par conséquent, les composés monomères utilisés comme marqueurs de pyrolyse subissent des interférences provenant de sources environnementales de particules autres que des particules TRWP et ne conviennent pas pour la quantification de la masse ou de la fraction de TRWP dans l'air. Un exemple bien connu est le styrène, qui est généré par pyrolyse de caoutchouc SBR et de particules de gaz d'échappement de moteurs diesels^[8]. Les polymères de pneumatiques et les dimères de fragments de pyrolyse utilisés pour la quantification des TRWP sont indiqués à la [Figure 1](#).

Le mode opératoire repose sur l'utilisation d'étalons internes constitués d'homopolymères deutérés pour augmenter la fidélité et l'exactitude de la concentration mesurée en TRWP. Un étalon interne est un composé chimique qui est presque identique à l'analyte cible, mais avec des différences suffisantes en termes de masse et de groupes fonctionnels pour être distingué de l'analyte cible par la méthode d'analyse. L'étalon interne est utilisé pour corriger les effets de matrice qui affectent la pyrolyse des polymères et la récupération des fragments. Cette correction est effectuée en comparant la réponse

de l'instrument pour l'étalon interne en quantité connue à la réponse de l'instrument pour les analytes cibles. L'étalon interne corrige également les variations d'état de la source d'ions du spectromètre de masse et les fluctuations des débits de gaz porteurs. Les étalons internes utilisés sont le polyisoprène deutéré (d-PI) et le polybutadiène deutéré (d-PB), qui sont des polymères marqués au deutérium (isotope mineur et stable de l'hydrogène). Les produits de décomposition thermique de d-PI et de d-PB obtenus selon la méthode par pyrolyse-CPG-SM sont identifiés sur la base du temps de rétention et du rapport masse/charge (m/z) à partir des marqueurs dipentène et vinylcyclohexène respectivement associés au NR et au SBR/BR.

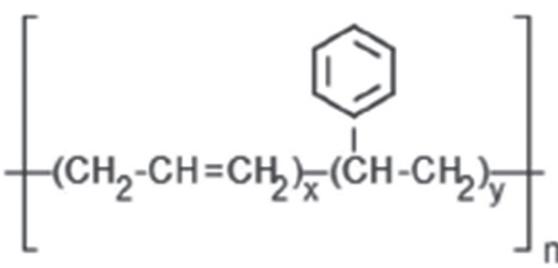
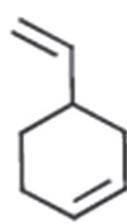
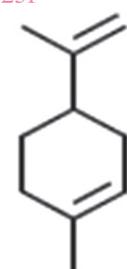
Formule du polymère	Dimère
$\left[(\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}_2)_x (\text{CH}-\text{CH}_2)_y \right]_n$  <p style="text-align: center;">SBR</p>	 <p style="text-align: center;">Vinylcyclohexène</p>
$\left[\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2 \right]_n$ <p style="text-align: center;">BR</p>	 <p style="text-align: center;">Vinylcyclohexène</p>
$\left[\text{CH}_2-\overset{\text{CH}_3}{\text{C}}=\text{CH}-\text{CH}_2 \right]_n$ <p style="text-align: center;">NR</p>	 <p style="text-align: center;">Dipentène</p>

Figure 1 — Produits dimères de pyrolyse de polymères de caoutchouc de pneumatiques

6 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue pour l'analyse.

AVERTISSEMENT — Utiliser les réactifs conformément aux réglementations appropriées en matière de santé et de sécurité.

6.1 Chloroforme, de qualité analytique.

6.2 Hélium, d'une pureté de 99,999 5 %.

7 Appareillage

7.1 Échantillonnage de l'air — Matériel et consommables

7.1.1 Filtre en fibres de quartz

Un filtre en fibres de quartz de 47 mm, composé de filaments tissés doit être utilisé en raison de sa compatibilité avec la méthode pyrolyse-CPG-SM. Il convient que le filtre soit adapté pour le mesurage de particules PM_{2,5} ou PM₁₀, en formant un joint étanche approprié avec le dispositif d'échantillonnage. Les filtres doivent être posés à plat dans le dispositif d'échantillonnage et demeurer intacts durant la manipulation. Le filtre choisi doit être compatible avec le dispositif d'échantillonnage des particules en suspension dans l'air ambiant. Les filtres en fibres de quartz sont fragiles et doivent être manipulés avec précaution pour un mesurage exact des masses. Une préparation du filtre n'est pas nécessaire, mais il convient de vérifier l'absence de contamination en effectuant au moins une analyse de filtre témoin conformément à [7.2](#).

7.1.2 Dispositif d'échantillonnage des particules en suspension dans l'air ambiant

Le dispositif d'échantillonnage des particules en suspension dans l'air ambiant doit être conçu en accord avec un guide d'application ou une méthode de référence nationale ou internationale identifiée pour la collecte des échantillons de particules en suspension (PM).

7.2 Laboratoires de préparation des éprouvettes

Les laboratoires de préparation des éprouvettes et les filtres en fibres de quartz choisis pour l'analyse doivent être suffisamment exempts de contamination pour que les analyses des filtres témoins démontrent l'absence de polymères, telle qu'établie par la limite de détection de la méthode. Au moins une analyse à blanc doit être effectuée par chaque laboratoire et pour chaque type de filtre en fibres de quartz utilisé pour la collecte des échantillons et également lorsque des modifications ont été apportées aux modes opératoires et aux matériels courants de laboratoire.

7.2.1 Laboratoire de détermination gravimétrique des particules en suspension (PM)

Des échantillons doivent être préparés pour la détermination gravimétrique des particules en suspension (PM) dans un environnement exempt de contamination par les polymères et les particules. Aucun échantillon pour analyse ne doit être préparé avant que les filtres témoins n'aient été soumis avec succès à des analyses. Le laboratoire doit conditionner les filtres en fibres de quartz conformément à la méthode de référence nationale ou internationale identifiée pour la collecte de l'échantillon de PM_{2,5} ou de PM₁₀.

7.2.2 Laboratoire d'analyse par pyrolyse

Les échantillons doivent être préparés pour l'analyse par pyrolyse dans un environnement exempt de contamination par les polymères. Aucun échantillon pour analyse ne doit être préparé avant que les filtres témoins n'aient été soumis avec succès à des analyses.

7.3 Matériel d'analyse

7.3.1 Généralités

Avant l'analyse par pyrolyse, la masse totale des PM collectées sur le filtre est déterminée par une méthode gravimétrique. Après la détermination de la masse des PM, l'analyse par pyrolyse destructive est effectuée à l'aide d'un système intégré composé d'un pyrolyseur interfacé avec un chromatographe en phase gazeuse/un spectromètre de masse (CPG-SM).