
**Nanotechnologies — Distribution
granulométrique et concentration
de nanoparticules inorganiques en
milieu aqueux par spectrométrie
de masse à plasma induit en mode
particule unique**

*Nanotechnologies — Size distribution and concentration of inorganic
nanoparticles in aqueous media via single particle inductively coupled
plasma mass spectrometry*

get full document from standards.iteh.ai



Sample Document

get full document from standards.iteh.ai



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	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Abréviations	2
5 Conformité	2
6 Mode opératoire	3
6.1 Principe	3
6.2 Appareillage et équipement	3
6.3 Produits chimiques, matériaux de référence et réactifs	3
6.3.1 Produits chimiques	3
6.3.2 Matériaux de référence	4
6.3.3 Réactifs	4
6.4 Échantillons	5
6.4.1 Quantité d'échantillon	5
6.4.2 Dilution de l'échantillon	5
6.5 Réglages instrumentaux et contrôle de performance	5
6.5.1 Réglages du système ICP-MS	5
6.5.2 Contrôle de performance du système ICP-MS	6
6.6 Détermination de l'efficacité du transport	6
6.6.1 Détermination de l'efficacité du transport sur la base de la fréquence mesurée des particules	6
6.6.2 Détermination de l'efficacité du transport sur la base de la taille mesurée des particules	7
6.7 Détermination de la linéarité de la réponse	8
6.8 Détermination du niveau de blanc	8
6.9 Analyse de la suspension aqueuse	8
6.10 Conversion des données	10
7 Résultats	10
7.1 Calculs	10
7.1.1 Calcul de l'efficacité du transport	10
7.1.2 Calcul de la réponse de l'ICP-MS	11
7.1.3 Calcul de la concentration et de la taille des particules	11
7.1.4 Calcul de la limite de détection de la concentration des particules	12
7.1.5 Calcul de la limite de détection de la taille des particules	13
7.1.6 Calcul de la concentration ionique	14
7.2 Critères de performance	14
7.2.1 Efficacité du transport	14
7.2.2 Linéarité de la courbe d'étalonnage	14
7.2.3 Échantillons témoins	14
7.2.4 Nombre de particules détectées	14
8 Rapport d'essai	14
Annexe A (informative) Tableur de calcul	16
Bibliographie	20

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'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/foreword.html.

Le présent document a été élaboré par l'ISO/TC 229, *Nanotechnologies*.

Introduction

Le présent document a été développé en réponse à la demande mondiale de méthodes appropriées pour la détection et la caractérisation de nanoparticules dans les produits alimentaires et de consommation. Des produits basés sur les nanotechnologies ou contenant des nanoparticules manufacturées sont déjà utilisés et commencent à avoir des effets sur les industries et marchés alimentaires associés. Par conséquent, la probabilité d'une exposition directe et indirecte des consommateurs aux nanoparticules manufacturées (outre les nanoparticules naturelles) augmente. La détection de nanoparticules manufacturées dans la nourriture, dans les échantillons toxicologiques et dans les études d'exposition devient ainsi essentielle pour la compréhension des avantages potentiels, ainsi que des risques potentiels, de l'utilisation des nanoparticules.

La spectrométrie de masse à plasma induit en mode particule unique (spICP-MS) est une méthode capable de détecter des nanoparticules uniques à des concentrations très faibles. L'échantillon aqueux est introduit en continu dans un système ICP-MS classique qui est défini de manière à acquérir des données selon une grande résolution temporelle (c.-à-d. une courte durée d'acquisition). Suite à la nébulisation, une fraction des nanoparticules entre dans le plasma où elles sont atomisées et où chaque atome est ionisé. Chaque particule atomisée donne un nuage d'ions. Ce nuage d'ions est échantillonné par le spectromètre de masse et comme la densité ionique dans ce nuage est élevée, l'impulsion du signal est élevée comparée au bruit de fond (ou de base) lorsqu'une résolution élevée est utilisée. Une durée de fonctionnement usuelle est comprise entre 30 s et 200 s et est appelée «balayage temporel». Le spectromètre de masse peut être réglé de façon à mesurer chaque élément spécifique mais en raison de la résolution temporelle élevée, une seule valeur de rapport masse/charge est généralement considérée pendant une séquence d'exécution (avec les instruments courants).

Le nombre d'impulsions détectées par seconde est directement proportionnel au nombre de nanoparticules dans la suspension aqueuse qui est mesurée. Afin de calculer les concentrations, l'efficacité du transport doit être déterminée en premier lieu à l'aide d'une nanoparticule de référence. L'intensité de l'impulsion et la zone d'impulsion sont directement proportionnelles à la masse de l'élément mesuré dans une nanoparticule, et donc au cube du diamètre de la nanoparticule (c.-à-d. en supposant une géométrie sphérique de la nanoparticule). Cela signifie que pour toute augmentation du diamètre d'une particule, la réponse est amplifiée à la puissance trois et par conséquent, une validation correcte de la réponse pour chaque plage de tailles de chaque composition de nanoparticule est exigée. La performance de l'étalonnage est meilleure lorsqu'un matériau de référence nanoparticulaire est utilisé; toutefois, ces matériaux ne sont pas souvent disponibles. L'étalonnage du présent mode opératoire est donc effectué au moyen de solutions ioniques normalisées de l'élément mesuré dans les mêmes conditions d'analyse.

Les données peuvent être traitées par un logiciel disponible commercialement ou peuvent être importées dans un programme de tableur personnalisé afin de calculer les concentrations numérique et massique, la taille (le diamètre équivalent sphérique) et la distribution granulométrique numérique correspondante des nanoparticules. De plus, ces mêmes données permettent de déterminer les concentrations massiques d'ions présents dans le même échantillon.

Le lecteur intéressé peut consulter les Références [1] à [4] pour plus d'informations.

Sample Document

get full document from standards.iteh.ai

Nanotechnologies — Distribution granulométrique et concentration de nanoparticules inorganiques en milieu aqueux par spectrométrie de masse à plasma induit en mode particule unique

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détection de nanoparticules dans des suspensions aqueuses et de caractérisation de la concentration numérique et massique des particules et de la distribution granulométrique numérique au moyen d'un ICP-MS en mode de résolution temporelle afin de déterminer la masse des nanoparticules individuelles et des concentrations ioniques.

La méthode est applicable à la détermination de la taille de nanoparticules inorganiques (par exemple les métaux et oxydes métalliques tels que Au, Ag, TiO₂, BVO₄, etc.), de tailles comprises entre 10 nm et 100 nm (et des particules de tailles plus grandes comprises entre 1 000 nm et 2 000 nm) dans des suspensions aqueuses. Les composés métalliques autres que les oxydes (par exemple sulfites, etc.), les composites métalliques ou les particules enrobées avec un noyau métallique peuvent être déterminés si la composition chimique et la densité sont connues. Les concentrations numériques de particules qui peuvent être déterminées dans les suspensions aqueuses sont comprises entre 10⁶ particules/L et 10⁹ particules/L, ce qui correspond à des concentrations massiques comprises environ entre 1 ng/L et 1 000 ng/L (pour des particules d'or de 60 nm). Les chiffres réels dépendent du type de spectromètre de masse utilisé et du type de nanoparticules analysées.

Outre les concentrations de particules, les concentrations ioniques dans la suspension peuvent également être déterminées. Les limites de détection sont comparables aux mesurages normalisés de l'ICP-MS. À noter que les nanoparticules de tailles inférieures à la limite de détection de taille de particules de la méthode spICP-MS peuvent être quantifiées comme étant ioniques.

La méthode proposée dans le présent document n'est pas applicable à la détection et la caractérisation de nanoparticules organiques ou à base de carbone comme les encapsulations, les fullerènes et les nanotubes de carbone (CNT). De plus elle n'est pas applicable aux éléments autres que le carbone et qui sont difficiles à déterminer par ICP-MS. La Référence [5] donne une description générale des éléments qui peuvent être détectés et des tailles de particules minimales qui peuvent être déterminées par spICP-MS.

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/TS 80004-1, *Nanotechnologies — Vocabulaire — Partie 1: Termes «coeur»*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO/TS 80004-1 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/>;