

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_448	HAP M-448

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ HAP

Choix du domaine de validation :

Il n'existe pas de valeur limite d'exposition française pour les HAP, ni pour les trois hydrocarbures concernés. Nous nous appuyons sur la VLEP-8h de la fraction volatile du brai de houille : 0,2 mg/m³. Il existe aussi des valeurs étrangères, NIOSH, OSHA, ACGIH.

Pour chacun des trois hydrocarbures, la valeur cible considérée est q8h calculée : 10 µg/100 cm².

La validation suit le **protocole de mise au point** ¹ des méthodes de prélèvement surfacique et d'analyse des substances chimiques sur les surfaces de travail (V1 2019).

¹ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-surfaces/metropol-analyse-validation-surfaces.pdf>

le benzo[e]pyrène présente les mêmes propriétés que le benzo[a]pyrène, mais il est beaucoup moins toxique, c'est pourquoi il a été préféré pour réaliser les essais.

Dispositif de prélèvement :

Compresse en coton.

Conditions analytiques

1 injecteur :

PASSEUR AUTOMATIQUE

Volume injecté _____ 10 μ L

1 colonne :

Colonne _____ ■ PHASE INVERSE C18

Granulométrie _____ 3 μ m

Longueur _____ 150 mm

Diamètre _____ 4,6 mm

Commentaires _____ La colonne utilisée pour les essais est une Restek Force C18®

3 détecteurs :

FLUORIMETRIE

Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 375

Longueur d'onde 2 (ou émission) en nm _____ 425

Commentaires _____ Anthracène

Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 250

Longueur d'onde 2 (ou émission) en nm _____ 375

Commentaires _____ Pyrène

Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 265

Longueur d'onde 2 (ou émission) en nm _____ 410

Commentaires _____ Benzo[e]pyrène

Phase mobile	Pourcentage
ACETONITRILE	83
EAU ULTRAPURE	7
METHANOL	10

Recommandations particulières :

Débit 1 mL/min

Validation Méthode Analytique

Limite de quantification (LQa) :

Limites de quanti par HAP

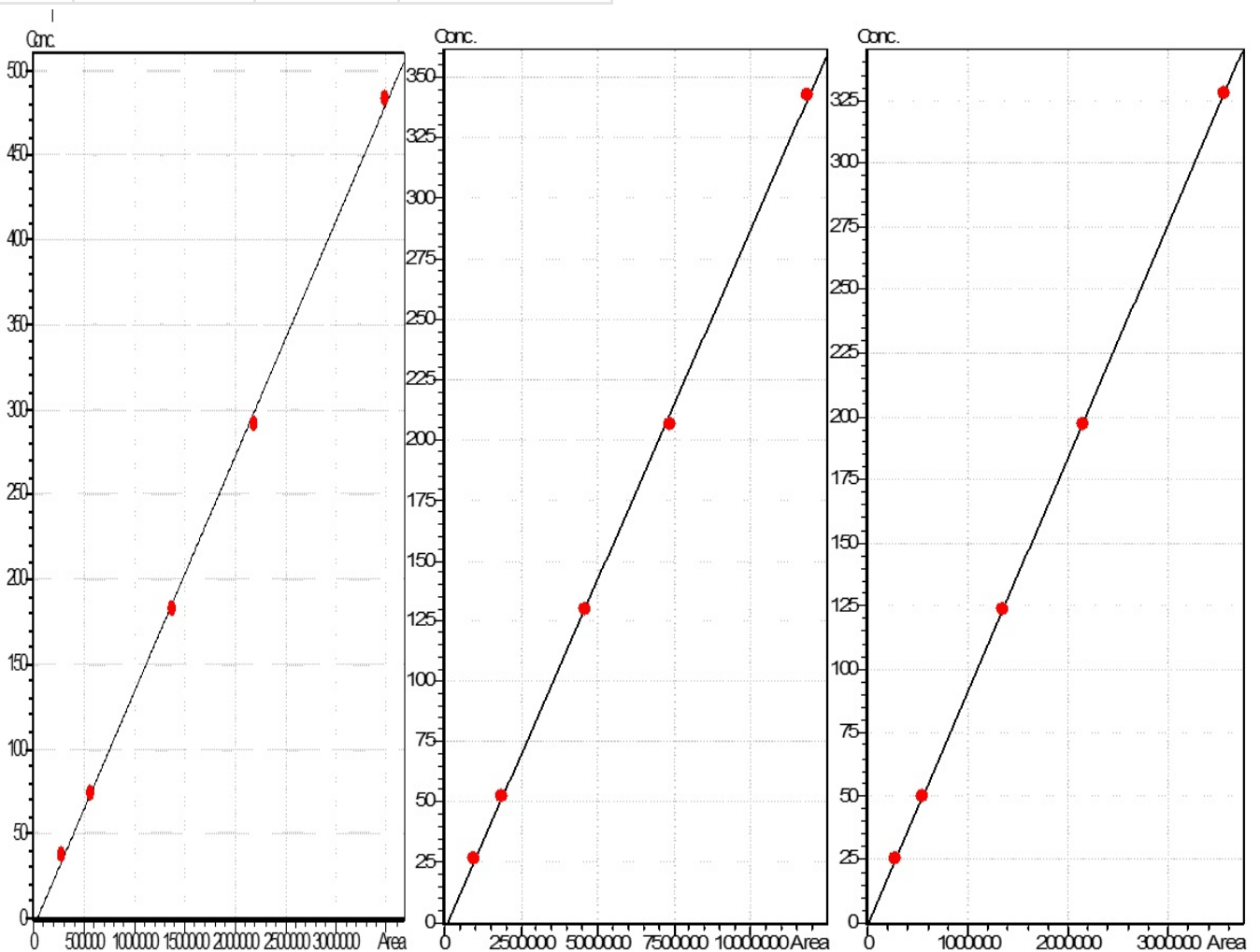
	Anthracène	Pyrène	Benzo[e]pyrène
LQ (ng injectés)	1,0	1,1	1,1

Réponse analytique - linéarité :

Droites d'étalonnage de l'anthracène, du pyrène et du benzo[e]pyrène ($R^2=0,9995 \pm 0,0005$)

Exemple de gammes d'étalonnages

Etalons	Anthracène ng/mL	Pyrène ng/mL	Benzo[e] pyrène ng/mL
E1	37,4	26,5	25,3
E2	73,7	52,3	49,9
E3	182,3	129,4	123,4
E4	291,1	205,6	197,0
E5	483,5	343,1	327,3



Prélèvements surfaciques

Les surfaces de références (plaques de 10 * 10 cm) sont préalablement nettoyées avec une compresse imprégnée de solvant.

Les surfaces de référence sont dopées à l'aide d'une solution dans des flacons contenant les HAP dans le dichlorométhane (10 µg/mL). Des volumes de 1 mL sont répartis sur chaque plaque (selon le protocole de mise au point de méthodes de prélèvement surfacique), puis le dichlorométhane est évaporé sous sorbonne après dopage.

Parallèlement au dopage des plaques, des volumes de 1 mL des solutions sont régulièrement introduits dans des flacons en verre (environ tous les 3 dopages de plaques) afin de servir de valeurs de référence pour le calcul des taux de récupération. Prévoir un minimum de 3 prises de référence pour obtenir une valeur moyenne de référence fiable.

Les prélèvements ont été réalisés par essuyage à l'aide de compresses en coton tissé (Mercurochrome®) imprégnées d'1 mL de solvant au moment du prélèvement. Cinq solvants d'imprégnation ont été évalués : éthanol, éthanol/eau (50:50, v/v), toluène, isopropanol et dichlorométhane (cf. tableaux de résultats d'efficacité des solvants d'imprégnation). Six surfaces de référence ont été dopées pour déterminer le rendement de récupération pour chaque solvant d'imprégnation.

Pour chaque plaque dopée, un premier essuyage est effectué en réalisant des allers-retours avec la compresse de sorte à couvrir toute la superficie de 100 cm². La compresse est repliée sur elle-même puis un second essuyage perpendiculaire au premier est réalisé. Enfin, la compresse est de nouveau repliée sur elle-même afin de réaliser un troisième essuyage identique au premier.

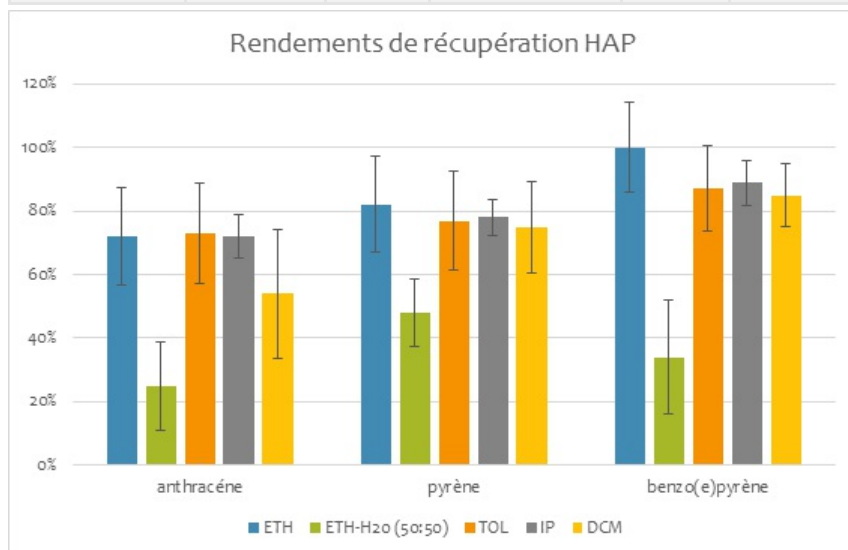
Remarque : ce mode de pliage de la compresse peut être adapté par l'opérateur s'il le juge pertinent ou nécessaire, notamment en fonction du type de compresse utilisée.

Protocole de préparation des échantillons

Chaque compresse est placée dans un flacon d'au moins 20 mL. Un volume de 15 mL d'un mélange méthanol/dichlorométhane (50:50) est ajouté avant extraction par ultrasons pendant 10 minutes. Enfin, les extraits sont filtrés (PTFE 0,45 µm) avant injection.

Taux de récupération

Solvant d'imprégnation		Ethanol	Ethanol/eau 50/50	Toluène	Isopropanol	Dichlorométhane
Anthracène	Kt Moyen %	72	25	73	72	54
	Ecart type %	15	14	16	7	20
Pyrène	Kt Moyen %	82	48	77	78	75
	Ecart type %	15	10	16	6	14
Benzo[e]pyrène	Kt Moyen %	100	34	87	89	85
	Ecart type	14	18	13	7	10
Cumul 3 HAP		85	36	79	80	71



Compte tenu des rendements obtenus et de la toxicité des solvants étudiés, **l'éthanol ou l'isopropanol sont préconisés** comme solvant d'imprégnation des compresses pour les prélèvements surfaciques en entreprises.

Conservation après prélèvements

Les essais de conservation ont été réalisés sur le pyrène pour une durée de 30 jours à 4°C avec une charge q = 10 µg déposée sur des compresses (puis évaporées sous sorbonne avant analyse à t0 ou conservation).

	Pyrène
charge	q = 10 µg
KC1	79 %
KC2	82 %
KC3	84 %
KC4	86 %
KC5	88 %
KC6	89 %
KC moyen	85 %
Ecart type	4 %

Informations complémentaires

Analyse en détection UV :

La détection par fluorescence peut être remplacée par la détection UV. La longueur d'onde sera alors de 254 nm. Cette technique est cependant moins sensible.