

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom

Métaux - Métalloïdes

## Préparation de l'analyse

Séparation des plages \_\_\_\_\_ oui

Nombre d'étapes de préparation \_\_\_\_\_ 2

### Commentaires sur les étapes :

Toutes les manipulations des supports de collecte seront effectuées avec précaution pour éviter de perdre les matières particulaires collectées.

La première étape concerne la préparation des supports prélevés pour l'analyse gravimétrique.

La seconde étape concerne le traitement des supports pour l'analyse chimique.

### Conditions de conservation testée et validée pour les échantillons préparés :

Pesée immédiate après la neutralisation des charges électrostatiques.

## 2 étapes de préparation :

Etape de préparation n°

Séparation des plages \_\_\_\_\_ oui

Type de préparation \_\_\_\_\_

- Conditionnement
- Neutralisation des charges électrostatiques

### Autres conditions de préparation :

Toutes ces étapes sont décrites dans la fiche du guide méthodologique "Analyse gravimétrie"

Etape de préparation n°

Séparation des plages \_\_\_\_\_ oui

Solvant ou solution \_\_\_\_\_

- ACIDE FLUORHYDRIQUE
- ACIDE NITRIQUE
- PEROXYDE D'HYDROGENE

Type de préparation \_\_\_\_\_

- Minéralisation assistée par micro-onde sous pression

#### Autres conditions de préparation :

La minéralisation est effectuée dans un système de micro-onde sous pression, UltraWAVE, voir la fiche **Synthèse des différentes méthodes de mise en solution des métaux et métalloïdes**<sup>1</sup>.

<sup>1</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-microonde-digestion/metropol-analyse-microonde-digestion.pdf>

Les supports sont placés dans des tubes en Téflon de 17 mL dans lesquels sont ajoutés 4 mL d'HNO<sub>3</sub> + 2 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> + 1 mL HF.

Les tubes sont ensuite placés dans le système de micro-onde :

- rampe de température : 10 minutes de chauffe jusqu'à 260°C
- maintien de la température à 260°C pendant 20 minutes.

S'il reste des composés insolubles, répéter la digestion acide.

La solution obtenue est ajustée à 15 mL avec de l'eau ultra-pure.

Cette méthode de traitement des supports permet la digestion totale du support et de la graisse silicone.

#### Commentaires :

##### Prise en compte des dépôts sur les parois :

De manière optionnelle, il est possible d'évaluer la contribution des dépôts sur les parois lors de prélèvements par impaction en cascade, notamment lorsque la charge sur les supports est importante (phénomène de réentraînement).

Cette évaluation n'est possible que via l'analyse chimique. Il s'agit ici, d'essayer l'ensemble des dépôts en insistant sur les zones où les dépôts sont préférentiellement présents (de manière générale, sous les ajutages c'est-à-dire les orifices des jets plates).

Pour un prélèvement, cette détermination de la contribution des dépôts sur les parois n'est possible qu'à deux conditions :

- Une analyse des supports d'impaction aura été effectuée au préalable
- Un prélèvement global (porte filtre BGI ou tout dispositif de la fraction inhalable) en parallèle du prélèvement sur impacteur en cascade (même endroit, même durée) suivi d'une analyse gravimétrique et chimique.

Protocole de mise en solution et d'analyse :

- Des membranes en ester de cellulose (nombre et diamètre à adapter en fonction de l'importance des dépôts) sont immergées dans de l'isopropanol et sont utilisées après évaporation partielle du solvant (soit environ 1 min après immersion),
- Les parties des impacteurs devant être échantillonnées sont alors essuyées en évitant les joints d'étanchéité (qui peuvent être endommagés au contact de l'isopropanol),
- Une fois les prélèvements des dépôts effectués, les supports sont conditionnés dans des flacons adaptés en prenant soin de laisser le solvant s'évaporer avant de boucher le flacon car l'excès de solvant peut provoquer des réactions très exothermiques au contact des acides utilisés lors de la mise en solution préalable à l'analyse par ICP/AES.

Pour effectuer l'analyse de ces membranes se référer à la méthode MétroPol **M-124**<sup>2</sup>.

<sup>2</sup> [https://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL\\_124](https://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL_124)

Condition analytique n°

L'analyse gravimétrique, de la préparation des supports de collecte à l'interprétation des pesées est décrite dans la fiche du guide méthodologique " **Analyse gravimétrique**"<sup>3</sup>.

<sup>3</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-gravimetrique/metropol-analyse-gravimetrique.pdf>

Technique analytique \_\_\_\_\_

- GRAVIMETRIE

Condition analytique n°

Les conditions analytiques utilisées lors du développement de la méthode sont fournies avec les données de validation.

Technique analytique \_\_\_\_\_ ■ SPECTROMETRIE D'EMISSION A PLASMA (ICP/AES)

**Commentaires, conseils ou conditions particulières :**

### Réglage de l'appareil et essais préliminaires

- Pour la détermination des éléments totaux ou insolubles, s'assurer que l'appareil est bien équipé d'un matériel de travail résistant à l'acide fluorhydrique (nébuliseur, chambre de nébulisation et injecteur).  
Dans la mesure où l'appareil et le volume de solution disponible le permettent, effectuer une analyse qualitative de quelques échantillons représentatifs de la série d'échantillons à analyser. En déduire les éléments à déterminer : ceux relevant de l'hygiène industrielle (toxiques ou traceurs) et ceux pouvant interférer sur l'analyse.
- Choisir pour chaque élément la (ou les) longueur(s) d'onde de mesure en fonction de la gamme de concentration attendue et des interférents possibles (provenant de l'échantillon ou du filtre). Fixer les points de correction de fond.
- Effectuer les pré-réglages nécessaires (alignement de la torche, profilage en longueur d'onde, etc.) et déterminer les paramètres du plasma selon les instructions du constructeur.
- Déterminer le délai avant le début d'une mesure, le nombre et le temps de lecture donnant des résultats satisfaisants (choisir le meilleur compromis pour le nombre et la durée des lectures).
- Déterminer les coefficients de correction inter-éléments si les interférences n'ont pas pu être toutes évitées (ces coefficients peuvent parfois être calculés automatiquement pendant l'étalonnage du spectromètre, il s'agit alors d'en vérifier la pertinence).
- Sauvegarder ces paramètres dans la méthode.

### Interférences

- En spectrométrie d'émission à plasma, les interférences spectrales trouvées dans la littérature seront soit évitées par le choix d'une raie analytique alternative, soit corrigées après mesure (si possible simultanée) de l'interfèrent.

### Etalonnage et expression des résultats

La méthode d'étalonnage indiquée est celle utilisée lors du développement. Elle n'a cependant pas de caractère obligatoire.

#### Méthodes d'étalonnage pour la quantification des polluants<sup>4</sup>

<sup>4</sup> <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage/metropol-analyse-etalonnage.pdf>

Principe d'étalonnage \_\_\_\_\_ externe

Solvant de l'étalon \_\_\_\_\_ ■ Même solvant que celui des échantillons

Commentaires :

### Préparation des solutions étalons

- Utiliser des filtres du même type que ceux utilisés pour le prélèvement et qui auront subi le même traitement, y compris le graissage.
- L'homogénéité des filtres par lots doit être vérifiée et une valeur de blanc filtre moyen doit être déterminée pour 6 filtres minimum.

Les solutions étalons sont préparées dans une matrice reconstituée directement à partir de une ou deux solution(s) mère(s) à 1 g/L. Si on souhaite utiliser une ou des dilution(s) intermédiaire(s), préparer plusieurs solutions indépendantes, de façon à pouvoir repérer une éventuelle erreur de dilution.

Les étalons sont préparés par dilution volume à volume de "double" étalon avec du "double" blanc filtre :

- double étalon : solution aqueuse de concentration double de celle souhaitée dans l'étalon final,
- double blanc filtre : x supports sont dissous dans 4 x mL HNO<sub>3</sub> + 2 x mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> + 1 x mL HF. On jauge à ( x/2 v ) mL avec de l'eau (v est le volume de jaugeage utilisé lors de la mise en solution des supports).

### Remarques

Une alternative à cette méthode de préparation des étalons est la suivante :

- y mL de solution étalon concentrée (1 g/L ou 100 mg/L),
- 5 mL de blanc filtre concentré ( x filtres + 4 x mL HNO<sub>3</sub> + 2 x mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> + 1 x mL HF avec par exemple x = 50),
- jaugeage à v mL avec de l'eau.
- L'étalon zéro ETA<sub>0</sub> (ou solution de tarage - cf. NF T 01-041) est réalisé soit par dilution volume à volume du double blanc filtre avec de l'eau, soit par dilution du blanc filtre concentré (exemple : 5 mL de blanc filtre concentré - jaugeage à v mL).
- La gamme de travail retenue couvrira de préférence un domaine où la réponse de l'appareil est linéaire ou présente une faible déviation à la linéarité (voir critère de courbure dans "données de validation - compléments" de la méthode M-122<sup>5</sup>). Dans ce dernier cas, le nombre minimal d'étalons sera de 5 afin de pouvoir mieux déterminer à partir de quelle valeur se situe le début de l'écart à la linéarité.
- Dans le cas de la préparation d'étalons multi-élémentaires, et en particulier pour les analyses par ICP, préparer les solutions étalon de telle façon que le rapport des concentrations des différents éléments ne soit pas constant et que la charge saline totale soit pour tous du même ordre de grandeur.

### Étalonnage

- Définir la gamme d'étalonnage et étalonner l'appareil, l'auto-zéro étant fait sur ETA<sub>0</sub>.
- Tracer la courbe d'étalonnage.

### Dosage

En règle générale, on passe 5 à 10 échantillons (filtres prélevés et blancs), puis on passe l'étalon de contrôle ETA<sub>QC</sub> et l'étalon ETA<sub>0</sub> pour vérifier la stabilité de l'appareil. Passer également des échantillons dilués par 2 ou 4 dans ETA<sub>0</sub> pour chaque type de poussière afin de vérifier un éventuel effet de matrice.

Pour les analyses, il est recommandé de suivre le protocole décrit dans "données de validation - compléments" de la méthode M-122.

<sup>5</sup> [https://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL\\_122](https://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL_122)

### Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

L'interprétation des pesées est décrite dans la fiche du guide méthodologique "Analyse gravimétrique".

Le traitement des données pour les prélèvements par impacteur en cascade peut être réalisé en utilisant l' **outil excel** <sup>6</sup> proposé sur le site INRS.

<sup>6</sup> <https://www.inrs.fr/media.html?refINRS=outil129>

Compléments :