

Données de validation

Numéro de fiche	Titre
METROPOL_449	Suie M-449

Données de validation principales

Généralités

Substance _____ Suie

Choix du domaine de validation :

Il n'existe pas de VLEP-8h pour les suies, donc pas de q8h. En revanche, il y en a une pour les émissions d'échappement des moteurs diesel fixe, 0,05 mg/m³. La validation est réalisée en respectant le **protocole de mise au point** ¹ du prélèvement surfacique et de l'analyse des substances chimiques sur les surfaces de travail. Elle a été réalisée pour des quantités de 2 à 50 mg/100 cm². Les teneurs en HAP de la suie utilisée, à savoir de la poudre de coke de combustion broyée, ont été préalablement déterminées selon le même protocole analytique. Ces teneurs initiales en HAP représentent les valeurs de référence pour le calcul des rendements de récupération.

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

Dispositif de prélèvement :

Comprese en coton

Conditions analytiques

1 injecteur :

PASSEUR AUTOMATIQUE

Volume injecté _____ 10 µL

1 colonne :

Colonne _____ ■ PHASE INVERSE C18

Granulométrie _____ 4 µm

Longueur _____ 150 mm

Diamètre _____ 3 mm

Programme de température _____ oui

Commentaires _____ La colonne utilisée pour la validation est une Restek Pinnacle PAH[®]

6 détecteurs :

FLUORIMETRIE

- Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 270
 Longueur d'onde 2 (ou émission) en nm _____ 330
 Commentaires _____ Naphtalène
- Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 250
 Longueur d'onde 2 (ou émission) en nm _____ 370
 Commentaires _____ Phénanthrène
- Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 330
 Longueur d'onde 2 (ou émission) en nm _____ 430
 Commentaires _____ Pyrène
- Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 270
 Longueur d'onde 2 (ou émission) en nm _____ 390
 Commentaires _____ Benzo[a]anthracène
- Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 270
 Longueur d'onde 2 (ou émission) en nm _____ 390
 Commentaires _____ Chrysène
- Longueur d'onde 1 (ou excitation) en nm _____ 290
 Longueur d'onde 2 (ou émission) en nm _____ 430
 Commentaires _____ Benzo[a]pyrène

Recommandations particulières :**Eluant, débit 1mL/min**

Durée (min)	Eau	Acétonitrile
0	40	60
5	40	60
30	0	100

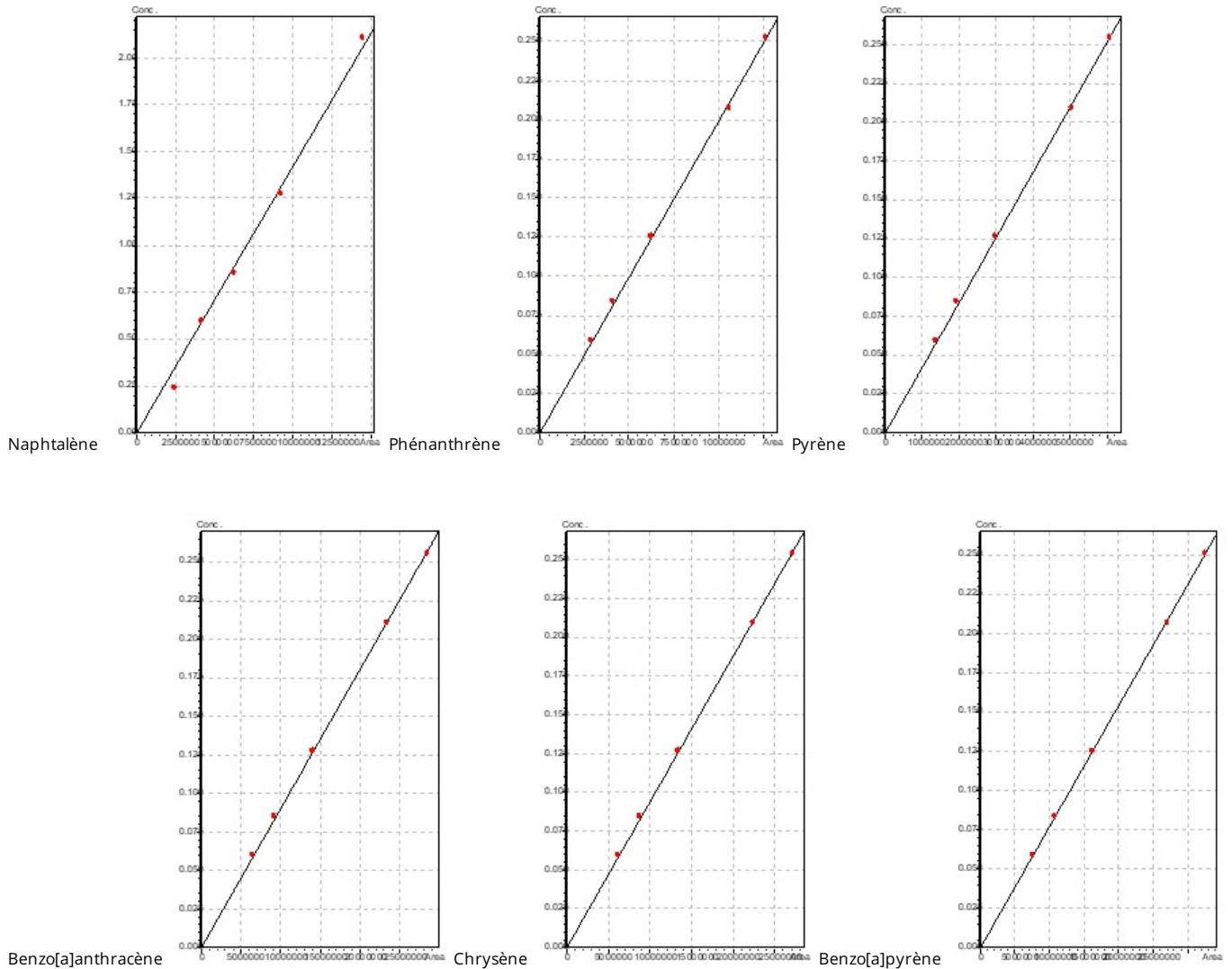
Validation Méthode Analytique

Limite de quantification (LQa) :

	Naphtalène	Phénanthrène	Pyrène	Benzo[a]anthracène	Chrysène	Benzo[a]pyrène
LQ (ng injectés)	3,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3

Réponse analytique - linéarité :

Dropes d'étalonnage $R^2=0,997 \pm 0,001$. les concentrations sont en $\mu\text{g/mL}$.



Prélèvements surfaciques

Les surfaces de références (plaques de $10 * 10 \text{ cm}$) sont préalablement nettoyées avec une compresse imprégnée de solvant.

La suie est déposée de façon homogène sur les surfaces de référence. La masse de suie déposée est contrôlée par différence gravimétrique.

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. Trois solvants d'imprégnation ont été évalués : l'eau, l'isopropanol et un mélange éthanol-eau (50:50, v/v) (cf. tableaux de résultats d'efficacité des solvants d'imprégnation). Pour chaque solvant d'imprégnation et chaque niveau de dopage, quatre surfaces de référence ont été dopées pour déterminer le rendement de récupération.

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 cm^2 . 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, v/v) est ajouté avant extraction par ultra-sons pendant 10 minutes. Enfin, les extraits sont filtrés (PTFE 0,45 µm) avant injection.

Taux de récupération

Rendements de récupération (%) obtenus pour les six HAP déposés sur les surfaces issus de quatre expériences. Solvants d'imprégnation : Eau, isopropanol, éthanol/eau (50:50).

Solvant d'imprégnation	Eau			isopropanol			Ethanol/eau (50:50)		
	2	10	50	2	10	50	2	50	
Masse de suie déposée en mg	2	10	50	2	10	50	2	50	
Naphtalène	85,2	89,0	97,5	88,1	94,2	101,2	111,5	88,4	
Phénanthrène	100,7	97,3	110,7	94,5	103,5	102,3	107,5	88,4	
Pyrène	107,3	98,6	110,9	93,5	100,4	95,1	102,8	98,5	
Benzo[a]anthracène	89,0	95,1	106,8	90,2	104,4	105,0	105,7	118,8	
Chrysène	102,0	100,9	115,5	129,8	105,7	98,2	128,8	103,6	
Benzo[a]pyrène	110,1	91,0	103,4	113,4	93,8	96,3	124,4	97,3	
Cumul 6 HAP	KT Moyen	99,1	95,3	107,5	101,6	100,3	99,7	113,5	100,1
	Ecart type	9,9	4,6	6,4	16,5	5,2	3,8	10,7	10,4

Compte tenu des rendements de récupération proches observés, les 3 liquides peuvent être utilisés comme solvant d'imprégnation des compresses pour les prélèvements surfaciques en entreprises.

Conservations après prélèvements

Les essais de conservation ont été réalisés pour deux durées de 8 jours et 35 jours à 4°C avec une charge q = 10 mg de suie déposée sur des compresses.

Temps de conservation : 8 jours à 4 °C

	Naphtalène	Phénanthrène	Pyrène	Benzo(a)anthracène	Chrysène	Benzo(a)Pyrène
KC1	76 %	82 %	85 %	81 %	96 %	89 %
KC2	90 %	83 %	84 %	100 %	88 %	87 %
KC3	92 %	85 %	87 %	80 %	100 %	93 %
KC moyen	86 %	83 %	85 %	87 %	95 %	90 %
Ecart type	9 %	2 %	2 %	11 %	6 %	3 %

Temps de conservation : 35 jours à 4 °C

	Naphtalène	Phénanthrène	Pyrène	Benzo(a)anthracène	Chrysène	Benzo(a)Pyrène
KC1	92 %	108 %	112 %	111 %	121 %	119 %
KC2	89 %	111 %	113 %	84 %	124 %	79 %
KC3	92 %	105 %	113 %	108 %	82 %	120 %
KC moyen	91 %	108 %	113 %	101 %	109 %	106 %
Ecart type	2 %	3 %	1 %	15 %	23 %	23 %

La conservation à 4°C sur 8 jours et 35 jours apparaît globalement acceptable malgré une variabilité significative (100 % ± 15 % environ) elle-même dépendante de la variabilité de la matrice utilisée. Une conservation à - 18°C pourrait abaisser cette variabilité.

Informations complémentaires

Analyse en détection UV

La détection par fluorescence peut être remplacée par la détection UV : Longueur d'onde 254 nm. cette technique est cependant moins sensible.