

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom	Numéro CAS
Silice amorphe	112945-52-5

Préparation de l'analyse

Nombre d'étapes de préparation _____ 1

1 étape de préparation :

Etape de préparation n°

- Solvant ou solution _____
- ACIDE FLUORHYDRIQUE
 - ACIDE NITRIQUE
 - PEROXYDE D'HYDROGENE
- Type de préparation _____
- Minéralisation assistée par micro-onde sous pression

Commentaires :

Traiter les blancs de laboratoire et les blancs de terrain de la même façon.

Description

Mode opératoire / Mise en solution du support :

Toutes ces opérations sont réalisées sous sorbonne.

- Retirer délicatement la membrane du dispositif de prélèvement
- Mettre la membrane dans un tube en Téflon (de 15 mL)
- Ajouter directement 5 mL d' HNO_3 ,
- Mettre un bouchon en téflon perforé sur le tube,
- Minéralisation par UltraWAVE en deux étapes, avec une montée en température (T1) en 15 min à 240°C et maintien de la température (T1) pendant 15 min avant refroidissement (T2), selon les conditions opératoires suivantes :

Etapas	E (W)	T1 (°C)	T2 (°C)	P (bar)	t (min)
Rampe	1500	240	60	110	15
Palier	1500	240		110	15

- Après le cycle de chauffage et refroidissement à 60°C, transvaser la solution dans un tube en polypropylène (ou PE).
- Ajouter 0,025 mL d'HF dans la solution encore chaude et agiter légèrement la solution.
- Le lendemain, avant l'analyse ajouter 2 mL d' H_2O_2 et jauger à 20 mL avec de l'eau ultrapure.

Commentaires, conseils ou conditions particulières

Lors de la mise en solution, l'échantillon, très réfractaire aux acides les plus couramment utilisés, nécessite l'utilisation de l'acide fluorhydrique (HF) qui dissout totalement la silice mais cette réaction entraîne la formation de SiF_4 gazeux qui peut s'évaporer. La quantité d'HF devra être optimisée pour éviter une minéralisation incomplète ou une perte de silice (voir informations complémentaires dans les données de validation).

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 :

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).

Effectuer l'optimisation de l'appareil et déterminer les paramètres du plasma selon les instructions du constructeur. Déterminer les temps de rinçage et de stabilisation 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). 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'interférent.

Étalonnage 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 polluants¹

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

Principe d'étalonnage _____ externe

Solvant de l'étalon _____ ■ ACIDE NITRIQUE

Commentaires :

L'étalonnage est réalisé dans l'acide nitrique 2 % sur une gamme de 0 à 30 mg/L avec, si besoin, une correction de l'effet de matrice par un étalon interne, l'yttrium.

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

L'étalonnage étant réalisé avec un étalon certifié en silicium, les concentrations sont recalculées en SiO₂.

Calcul de la concentration atmosphérique²

²<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

$$C_{masse} = \frac{(C - C_{blanc}) * V_{sol}}{Q_{prél} * t_{prél}} * \frac{M_{substance}}{M_{dosée}}$$

■

Compléments :