

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom

Aérosols en fraction inhalable

Préparation de l'analyse

Séparation des dispositifs _____ oui

Nombre d'étapes de préparation _____ 2

Commentaires sur les étapes :

Toutes les manipulations du support de collecte (filtre, membrane ou capsule interne) seront effectuées avec précaution pour éviter de perdre les matières particulaires collectées.

La première étape consiste à conditionner le support de collecte dans le local de pesée pendant au moins 12 heures. La seconde étape consiste à neutraliser les éventuelles charges électrostatiques développées en surface du support de collecte en passant le filtre, la membrane ou la capsule interne sur un générateur d'ions.

Remarques : Il existe des opérations préalables concernant la préparation des dispositifs de prélèvement. Ainsi, les membranes en PVC subissent un traitement préalable au triton afin d'éliminer les charges électrostatiques développées en surface qui peuvent être responsables d'une sous-estimation des particules collectées. De même, une étape de pré-pesée des supports de collecte (y compris les supports de collecte servant de témoins) est nécessaire avant l'assemblage des dispositifs de prélèvement. Ces opérations préalables sont décrites dans la fiche intitulée " **Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise** ¹".

¹ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/pdf/metropol-intervention-preparation.pdf>

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°

Type de préparation _____ ■ Conditionnement

Commentaires :

L'ensemble des manipulations doit se faire dans un local propre ne subissant pas de grande variation de température et si possible ventilé par l'introduction d'air filtré après passage sur un filtre très haute efficacité.

En premier lieu, vérifier la bonne fermeture de la cassette (ou du dispositif porte-filtre) et noter les éventuels incidents. Procéder à l'ouverture de la cassette. Au préalable, dépoussiérer si nécessaire l'extérieur de la cassette à l'aide d'un petit pinceau à poils souples par exemple.

Les cassettes sont ensuite (1) soit entrouvertes (filtre en fibre de quartz ou fibre de verre uniquement), (2) soit démontées à l'aide d'une pince adaptée (pince à embout plat). Si un tampon de cellulose a été utilisé, le séparer du filtre ou de la membrane avec un maximum de précautions afin de ne pas perdre de poussières collectées. Les filtres, les membranes ou les capsules internes sont ensuite placés dans des boîtes de Pétri propres puis étuvés au moins 4 heures à environ 50°C.

Laisser séjourner, dans le local de pesée, les cassettes entrouvertes ou les boîtes de Pétri pendant au moins 12 heures pour conditionner les filtres, les membranes ou les capsules internes.

Etape de préparation n°

Type de préparation _____ ■ Neutralisation Des Charges Électrostatiques

Commentaires :

Neutraliser les éventuelles charges électrostatiques développées en surface en passant chaque filtre, membrane ou capsule interne sur un dispositif pour l'élimination des charges électrostatiques tel qu'un générateur d'ions. Cette phase n'est pas obligatoire en cas d'utilisation de filtres en fibres de quartz ou en fibres de verre. Elle est par contre indispensable pour les supports de collecte en matière électrostatique, comme les membranes en PVC par exemple.

Description

Au préalable d'une analyse par gravimétrie, la préparation des supports de collecte se fait en plusieurs étapes.

Commentaires, conseils ou conditions particulières

Toute manipulation d'un support de collecte (filtre, membrane ou capsule interne) doit être effectuée avec des pinces spéciales.

Condition analytique n°

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

Commentaires, conseils ou conditions particulières :

Cette méthode s'applique à toute détermination gravimétrique, sans souci d'identification, d'une masse de particules prélevée sur tout support de collecte (filtre, membrane ou capsule interne) pour des prélèvements représentatifs de l'une des trois fractions conventionnelles liées à la santé.

Les pesées des supports de collecte doivent être effectuées sur une balance analytique de sensibilité au moins égale au 1/100^e de milligramme. Table à pesée sur silentbloks.

Avant la pesée de chaque support de collecte, s'assurer que la balance est à zéro et procéder à son réglage si nécessaire. Peser chaque support de collecte et enregistrer la valeur affichée après amortissement des oscillations (30 s ou 1 min après stabilisation de la balance). Dans tous les cas, respecter le mode d'emploi de la balance, particulièrement en ce qui concerne le temps de stabilisation à la mise en route ou remise en route après extinction, le calibrage éventuel, le réglage du zéro et l'amortissement des oscillations avant lecture. Comme pour les pesées initiales des supports de collecte vierges, toujours intercaler la pesée de supports de collecte servant de blancs de terrain dans la série de pesée des autres supports de collecte. Par exemple, pour une boîte de 10 supports de collecte, réaliser les séquences suivantes : 1 2 8 3 4 9 5 6 10 7 ou 1 8 2 3 4 9 5 6 7 10, où les supports de collecte 8, 9 et 10 sont des blancs de terrain. Ne pas interrompre la pesée de supports de collecte provenant d'une même série de prélèvements.

Remarque 1 : Les tampons en cellulose éventuellement utilisés en dessous du filtre ou de la membrane pour éviter leur déformation et obtenir une bonne étanchéité dans la cassette ne sont jamais pesés.

Remarque 2 : Supports de collecte servant de blanc terrain.

- Certaines cassettes de la série ne seront pas utilisées durant le prélèvement. Les supports de collecte correspondants serviront de blancs de terrain pour estimer les perturbations ayant pu survenir pendant le stockage et les manipulations diverses.

- Il y a en principe au moins trois cassettes servant de blancs de terrain par série.

- En cas d'absolue nécessité (manque de supports de collecte suite à un incident par exemple), un blanc de terrain pourra être utilisé pour le prélèvement. Il en sera tenu compte dans le calcul de l'intervalle de confiance du résultat, sachant qu'une telle pratique augmente l'incertitude sur l'ensemble des résultats de la boîte concernée.

- Sont pris en compte par les blancs de terrain : les variations de température et de degré hygrométrique du local de pesée ainsi que les perturbations liées aux manipulations des supports de collecte.

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 polluants²

² <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-et-alonnage/metropol-analyse-et-alonnage.pdf>

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

La détermination de la masse de particules prélevées se fait par différence entre la masse du support de collecte vierge et sa masse après prélèvement, de la manière qui est décrite ci-dessous. A noter que les variations de masse induites aussi bien par les conditions hygrométriques différentes entre les pesées initiales et les pesées après prélèvement que par les perturbations apportées par la manipulation des supports de collecte lors de leur conditionnement dans des cassettes de prélèvement, sont compensées autant que possible, par la comparaison avec celles des support de collecte servant de blancs de terrain.

Soient

M_{ix} la masse initiale du x^e support de collecte utilisé,

M_{fx} la masse finale du x^e support de collecte utilisé,

T_{iy} la masse initiale du y^e support de collecte servant de blanc de terrain,

T_{fy} la masse finale du y^e support de collecte servant de blanc de terrain

Δ la différence de masse d'un support de collecte entre la pesée initiale et la pesée finale (ΔM_x pour le x^e support de collecte utilisé et ΔT_y pour le y^e blanc de terrain),

n nombre de blancs de terrain utilisés (en général $n \geq 3$)

Calculer la variation de masse moyenne des blancs de terrain :

$$\overline{\Delta T} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \Delta T_{iy} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (T_{fy} - T_{iy})$$

La masse de particules "Masse_x" (en mg) prélevée sur le support de collecte x est donnée par la formule :

$$\text{Masse}_x = \Delta M_x - \overline{\Delta T}$$

Soit, pour trois supports de collecte témoins :

$$\text{Masse}_x = \Delta M_x - \frac{1}{3} \times (\Delta T_1 + \Delta T_2 + \Delta T_3)$$

La concentration pondérale de l'atmosphère prélevée $C_{\text{masse},x}$ (en mg/m³) est donnée par la formule :

$$C_{\text{masse},x} = \frac{\text{Masse}_x}{V_{\text{prél}}}$$

où $V_{\text{prél}}$ est le volume d'air prélevé exprimé en m³.

CALCUL DE L'INTERVALLE DE CONFIANCE SUR LA MASSE COLLECTÉE

- L'incertitude sur la masse d'aérosol collectée dépend de celle sur la pesée des supports de collecte, ainsi que de celle sur la variation moyenne de masse des blancs de terrain. Celle-ci est fonction, elle aussi, de l'incertitude sur la pesée mais aussi du nombre de blancs de terrain utilisés.

- Elle est estimée à partir de la variation de masse de séries de blancs de terrain, traités en des jours différents, choisis afin de refléter les variations possibles de conditions climatiques. L'écart-type de ces données sert à déterminer les limites de détection, de quantification et l'incertitude de la méthode, après que les masses aient été corrigées de la variation de masse moyenne des blancs de terrain de la série de mesures considérée.
- Pour obtenir cet écart-type, répéter z fois (avec par exemple z = 4) les opérations suivantes, en essayant de se trouver dans des conditions climatiques différentes (température, pression et humidité relative) et représentatives des conditions de travail. Utiliser si possible des supports de collecte d'un lot différent pour chacune de ces séries d'essai.
 - Peser un certain nombre de supports de collecte servant de blancs de terrain (par exemple 6) issus d'un même lot (pesée initiale).
 - Répéter la pesée de ces mêmes supports de collecte un autre jour (pesée finale).
 - Déterminer la variation de masse ΔT pour chacun de ces supports de collecte, et la variance s_i^2 (avec i variant de 1 à z) de ces variations de masse.

Remarque

Vérifier que le nombre de séries de supports de collecte retenu et le nombre de supports de collecte dans chaque série assurent un nombre de degrés de liberté suffisant pour les calculs (par exemple 25 degrés de liberté pour cinq séries de 6 mesures).

- Calculer la moyenne s^2 des variances des z séries de mesures.

- Calculer la variance s_{Masse}^2 de la masse collectée :

$$s_{\text{Masse}}^2 = \left(1 + \frac{1}{n}\right) s^2$$

où n est le nombre de blancs de terrain utilisés pour déterminer la variation de masse moyenne de la série de mesures considérée.

Remarque

Cette méthode de calcul est conforme à celle décrite dans la norme NF ISO 15767 dont la norme NF X 43-257 recommande l'emploi.

- L'intervalle de confiance sur la masse est [Masse - k . s_{Masse} , Masse + k . s_{Masse}]

où k est le facteur d'élargissement. On prend en général k = 2 (voir NF EN 482:2006).

EXEMPLES D'APPLICATION NUMERIQUE

Exemple 1 : Détermination des limites de détection, de quantification et de l'incertitude à partir de la mesure de la variation de masse de 5 séries de 6 supports de collecte en fibre de quartz servant de blancs de laboratoire (25 degrés de liberté).

Tableau 1a
Éléments de calcul

Série de pesée	Écart de masse ΔT (masse finale - masse initiale) (μg)						Écart-type des blancs de laboratoire (s_b)	Variance des blancs de laboratoire (s_b^2)
1	-18	-22	-15	-6	-21	5	10	109,4
2	-5	-11	-4	-4	-2	-6	3	9,5
3	15	15	23	7	17	13	5	27,2
4	19	7	15	7	17	13	5	25,6
5	-13	-9	-13	-16	-15	-11	3	6,6
Variance moyenne (s^2)								35,6

Tableau 1b
Limites de détection, de quantification et incertitude

Nombre de blancs de laboratoire utilisés	Variance de la masse collectée (s_b^2)	Limite de détection ($3 \times s_b$, en μg)	Limite de quantification ($10 \times s_b$, en μg)	Incertitude sur une pesée* ($2 \times s_b$, en μg)
2	53	22	73	14,6
3	48	21	69	13,8
4	45	20	67	13,3
5	43	20	65	13,1

*Le facteur d'élargissement de 2 correspond approximativement à une probabilité de 95 %.

Exemple 2 : Détermination des limites de détection, de quantification et de l'incertitude à partir de la mesure de la variation de masse de 12 séries de 3 supports de collecte en fibre de quartz servant de blancs de laboratoire (24 degrés de liberté).

Remarque : Ce type de données peut provenir d'un relevé rétroactif de mesures de blancs de laboratoire ou de blancs de terrain.

Tableau 2a
Éléments de calcul

Série de pesée	Écart de masse ΔT (masse finale - masse initiale) (μg)			Écart-type des blancs de laboratoire (s_b)	Variance des blancs de laboratoire (s_b^2)
1	-1	-1	-6	3	8,3
2	22	21	20	1	1,0
3	36	57	57	12	147,0
4	7	6	8	1	1,0
5	10	9	6	2	4,3
6	4	6	10	3	9,3
7	11	7	10	2	4,3
8	46	24	45	12	154,3
9	-5	14	9	10	97,0
10	-50	-65	-50	9	75,0
11	-92	-67	-94	15	226,3
12	3	-31	-34	21	422,3
Variance moyenne (s^2)					95,9

Tableau 2b
Limites de détection, de quantification et incertitude

Nombre de blancs de laboratoire utilisés	Variance de la masse collectée (s_0^2)	Limite de détection ($3 \times s_0$, en μg)	Limite de quantification ($10 \times s_0$, en μg)	Incertitude sur une pesée* ($2 \times s_0$, en μg)
2	144	36	120	24,0
3	128	34	113	22,6
4	120	33	109	21,9
5	115	32	107	21,5

*Le facteur d'élargissement de 2 correspond approximativement à une probabilité de 95 %.

CARACTERISTIQUES DES FILTRES ET MEMBRANES

À titre d'information, on trouvera dans le tableau 3 les ordres de grandeur de certaines caractéristiques de filtres utilisables. La limite de détection indiquée correspond à une détermination de masse de matière collectée (impliquant donc deux pesées), sur la base de trois filtres servant de blancs de laboratoire (1) (2)

La rétention maximale R désigne la densité surfacique de matière collectée sur un filtre, qu'il est recommandé de ne pas dépasser si l'on veut limiter les pertes de matière par choc, pendant le transport par exemple. Ces valeurs correspondent à un dépôt relativement homogène. Elles peuvent être dépassées si les filtres sont manipulés avec beaucoup de précautions ou s'ils sont placés dans des capsules ou cassettes internes; cependant leur colmatage progressif peut devenir alors un phénomène limitatif.

Tableau 3
Ordres de grandeur de certaines caractéristiques liées aux supports de collecte

Type de support de collecte	Membrane polycarbonate	Membrane en acétate ou en mélange d'esters de cellulose	Membranes en PVC	Filtres en microfibrilles de verre ou de quartz	Capsules soudées à une membrane en mélange d'esters de cellulose	Coupelles de CIP10 avec mousse
Limite de détection* (μg)			14-20**	9-63**	45-113**	81-275**
R (mg/cm^2)	0,5	1	1	3	>> 1	

*Calculée selon la norme NF ISO 15767, avec 24 ou 25 degrés de liberté

**Minimum - maximum de séries d'essais réalisés dans plusieurs laboratoires disposant d'équipements différents, à des moments différents, sur des lots de supports de collecte différents

$$3 \times \sqrt{\sigma \left(1 + \frac{1}{3}\right)}$$

(1) Limite de détection = , avec s = écart-type moyen des séries de pesées ayant servi à le déterminer.

(2) Voir NF ISO 15767

Calcul de la concentration atmosphérique³

³<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Compléments :

