

Chrome VI M-430

Cette méthode décrit le prélèvement en mode Surfaique sur Filtre et l'analyse par chromatographie ionique détection UV de la (des) substance(s) : **Chrome VI**

Données de validation _____ Validation complète

Numéro de la méthode _____ M-430

Substances

Informations générales

Nom	Classification CMR	Lien CMR	Fiche Toxicologique
Chrome VI (composé du), en Cr	<ul style="list-style-type: none"> ■ C1A ■ C1B ■ M1B ■ M2 ■ R2 	CMR-INRS	FT 1 FT 180 FT 256

Nom	Synonymes
Chrome VI (composé du), en Cr	chrome hexavalent

Substance	données de validation
Chrome VI (composé du), en Cr	Validation_333

Famille de substances

- METALLOIDES
- METAUX

Principe et informations

Contrairement aux méthodes de prélèvement atmosphérique, l'absence pour la plupart des composés chimiques de valeurs réglementaires ou de valeurs guides relatives à une exposition professionnelle aux pollutions surfaciques ne permet pas de définir un domaine d'application pour lequel la méthode de prélèvement surfaique doit être validée. La méthode est validée pour un niveau de charge (500 ng / 100 cm²), un domaine de validation de 100 ng à 2 µg sur le support de collecte a été testé dans la **méthode M-43**¹. Les bornes de travail seront adaptées si nécessaire en fonction des situations de travail rencontrées.

¹ http://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL_43

Cette méthode permet d'estimer par essuyage la quantité de Cr VI total sur une surface de travail, sans distinction des fractions soluble et insoluble (comme dans la méthode M-43).

Elle a été validée selon les indications du **Protocole de mise au point des méthodes de prélèvement surfaique**² (V2 - décembre 2019).

² <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-surfaces/metropol-analyse-validation-surfaces.pdf>

Le prélèvement de surface par essuyage est effectué à l'aide d'un filtre en fibre de quartz, diamètre 37 mm, imprégné d'une solution de carbonate de sodium/sulfate de magnésium et humidifié juste avant le prélèvement avec de l'eau ultrapure, dans les conditions décrites dans le document Protocole de mise au point des méthodes de prélèvement surfaique (V2 - décembre 2019).

Après le prélèvement, les filtres sont placés dans des tubes exempts de toute pollution et transmis au laboratoire. Les supports de collecte sont traités selon un protocole permettant d'extraire en une seule fois tous les composés de Cr VI. Les chromates totaux sont convertis en chromates de sodium solubles par l'action combinée d'une solution de carbonate de sodium en milieu alcalin et des ultrasons à 60 °C. Les solutions d'extraction sont analysées par chromatographie ionique afin de séparer le chrome hexavalent du chrome trivalent et d'autres cations métalliques.

Cette méthode permet de prendre en compte pour le Cr VI, le risque d'exposition et sa toxicité par contact cutané.

Nota : Un prélèvement surfaique est également possible par aspiration, à l'aide du dispositif décrit dans la méthode M-43 en traitant les cassettes avec le protocole à une extraction.

Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Particules en suspension (liquides ou/et solides)

Type de prélèvements _____ Surfaique

En savoir plus sur ce type de prélèvement ³

³<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-surfaces/metropol-analyse-validation-surfaces.pdf>

Technique analytique _____ CHROMATOGRAPHIE IONIQUE

Injecteur _____ PASSEUR AUTOMATIQUE

Détecteur _____ ULTRAVIOLET (UV)

Liste des réactifs

- ACIDE SULFURIQUE
- CARBONATE DE SODIUM
- DICHROMATE DE POTASSIUM
- DIPHENYLCARBAZIDE
- EAU
- HYDROXYDE D'AMMONIUM
- HYDROXYDE DE SODIUM
- METHANOL
- SULFATE D'AMMONIUM
- SULFATE DE MAGNESIUM ANHYDRE

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire ⁴

⁴<http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

Méthode de prélèvement

Protocole de mise au point des prélèvements surfaciques⁵

⁵ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-surfaces/metropol-analyse-validation-surfaces.pdf>

Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ■ FILTRE

Support ou substrat de collecte _____ ■ FILTRE FIBRE DE QUARTZ IMPREGNE

Préparation du substrat :

Préparation de la solution d'imprégnation :

Solution de Na_2CO_3 1 M obtenue par dissolution de 10,6 g de Na_2CO_3 dans de l'eau et jauge à 100 mL.

Solution d'imprégnation obtenue par dissolution de 10 g de MgSO_4 dans de l'eau, ajout de 1 mL de solution de Na_2CO_3 1 M et jauge à 100 mL.

Préparation des dispositifs de prélèvement :

Les filtres en fibres de quartz sont imprégnés avec 500 μL de solution. Le séchage est réalisé sous sorbonne pendant 24 h dans un local exempt de toute pollution. Les filtres sont ensuite rangés dans un récipient propre et conservés dans ce local jusqu'à leur utilisation.

Les supports de collecte sont humidifiés juste avant le prélèvement par dépôt de 450 μL d'eau ultrapure, comme recommandé dans le Protocole de mise au point des méthodes de prélèvement surfacique (V2 - décembre 2019) pour avoir un meilleur taux de récupération.

L'humidification du support de collecte préalablement imprégné avec une solution basique ne modifie pas les taux de récupération du Cr VI (voir données de validation). Le pH basique du support de collecte et la présence de MgSO_4 dans la solution d'imprégnation permettent une meilleure gestion des interférents métalliques (voir données de validation méthode M-43).

Commentaires, conseils, consignes :

Important : Avant toute utilisation de supports de collecte, évaluer les teneurs en Cr VI des blancs de laboratoire et l'homogénéité du lot pour s'assurer d'avoir une LQa en accord avec les besoins (par exemple LQa < 100 ng/support).

Compléments

Le protocole d'essuyage utilisé pour valider la méthode est décrit dans les données de validation.

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire⁶

⁶ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-principe.pdf>

Préparation de l'analyse

Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements _____ 15jour(s)

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

température ambiante

Nombre d'étapes de préparation _____ 1

Commentaires sur les étapes :

La préparation est réalisée en une seule étape avec l'extraction directe du Cr VI total.

1 étape de préparation :

Etape de préparation n° 1

Solvant ou solution _____ ■ PREPARATION PARTICULIERE

Type de préparation _____ ■ Extraction

Volume _____ 5mL

Ultrasons _____ 60min à 60°C

Autres conditions de préparation :

Solution d'extraction :

Préparer une solution contenant Na_2CO_3 3 % + NaOH 2 % (obtenue par dissolution de 30 g Na_2CO_3 + 20 g NaOH dans de l'eau et jauge à 1 L).

Extraction du Chrome VI "total" (une seule extraction)

- Ouvrir le tube contenant le support de collecte, introduire à l'aide d'une pipette automatique à embout jetable, exactement 5 mL de la solution d'extraction Na_2CO_3 3 % + NaOH 2 %.
- Reboucher le tube et le placer pendant une heure aux ultrasons à environ 60 °C.
- Au bout d'une heure, sortir les tubes et laisser refroidir.
- Ouvrir délicatement le tube pour ne pas perdre de solution, ajouter 5 mL d'eau ultra-pure et agiter délicatement pour récupérer toutes les gouttelettes déposées sur le pourtour du tube.

Filtration :

Il convient de filtrer tous les échantillons préalablement à l'analyse, en s'assurant que le dispositif de filtration utilisé n'induit pas de réduction du Cr^{VI} .

Dérivation

Moment de la dérivation _____ lors d'un traitement post-colonne

Réactif _____ ■ 1,5-DIPHENYLCARBAZIDE

Nom du/des dérivé(s) formé(s) et numéro(s) CAS correspondants :

La dérivation consiste à faire réagir le chrome hexavalent avec la 1,5-diphénylcarbazine pour obtenir du chrome trivalent et de la diphénylcarbazine. Ces deux composés se combinent ensuite pour former un complexe de chrome trivalent / diphénylcarbazine contenant le chromogène magenta ($\lambda = 540 \text{ nm}$).

1 condition analytique :

Condition analytique n° 1

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

Technique analytique _____ ■ CHROMATOGRAPHIE IONIQUE

Injecteur _____ ■ PASSEUR AUTOMATIQUE

Colonne _____ ■ ECHANGEUSE D'IONS

Détecteur _____ ■ ULTRAVIOLET (UV)

Commentaires, conseils ou conditions particulières :

- Éluant : $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 0,25 M / NH_4OH 0,1 M obtenu par dissolution de 66 g de $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ et 13 mL de NH_4OH dans de l'eau et jauge à 2 L.
- Réactif post-colonne : diphénylcarbazine 0,002 M / méthanol 10 % / H_2SO_4 0,5 M. Verser environ 500 mL d'eau dans une fiole jaugée de 1 L. Ajouter lentement et avec précaution 28 mL d' H_2SO_4 concentré, agiter et laisser refroidir. Dissoudre 0,5 g de 1,5-diphénylcarbazine dans 100 mL de méthanol, transférer dans la fiole jaugée de 1 L contenant H_2SO_4 dilué, jaugez avec de l'eau. Boucher et mélanger. Préparer une solution fraîche chaque jour.

Ensemble de chromatographie ionique contenant un module d'introduction du réactif post-colonne pour la dérivation avec té de mélange et serpentin de réaction de 750 μL . Débit : 0,33 mL/min (Débit total éluant + réactif post-colonne : 1,33 mL/min).

Tous les composants qui entrent en contact avec l'échantillon ou le flux d'éluant doivent, dans la mesure du possible, être composés de matériaux inertes, par exemple de polyéthéréthercétone (PEEK) de même que tous les tuyaux de raccordement.

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 polluants⁷

⁷<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ externe

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

Commentaires :

Réaliser des étalons à partir d'une (de) substance(s) de référence, commerciale(s) ou synthétisée(s) en laboratoire. Le solvant utilisé pour réaliser les solutions sera celui choisi pour le traitement des échantillons.

Compléments :

Les solutions étalons sont préparées dans la solution d'extraction sans filtre et sans $MgSO_4$ (sa présence ne modifiant pas la réponse de la méthode - Voir données de validation).

Le résultat de l'essuyage sera exprimé en $ng / 100\text{ cm}^2$, correspondant à la quantité de Cr^{VI} récupérée sur la surface essuyée.

Auteurs

metropol@inrs.fr

Bibliographie

- W. ESTEVE - Le prélèvement surfacique : vers un nouvel outil d'évaluation, INRS, département Métrologie des polluants, hygiène et sécurité du travail (HST), n°248, septembre 2017.
- OSHA SAMPLING AND ANALYTICAL METHODS – W4001 : Hexavalent chromium. Salt Lake City (USA), Occupational Safety and Health Administration (OSHA), 2001, 26 p.
- Brookhaven National laboratory. IH75190 : Surface Wipe Sampling for Metals. Upton, NY : Brookhaven National laboratory, Safety & Health service Division, Industrial Hygiene Group, Rev23 - 2017, 16p.

Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
M-430/V01	08/10/2020	Création.