

Analyse gravimétrique

Introduction

Cette procédure s'applique à toute détermination gravimétrique, sans souci d'identification, d'une masse d'aérosol solide ou liquide prélevé sur tout support de collecte (filtre, capsule ou mousse) quelle que soit la fraction collectée du prélèvement.

Cette procédure ne tient pas compte du type de dispositif de prélèvement utilisé (cassette, cyclone, impacteurs, tête CATHIA, CIP10 -> se référer aux fiches méthodes ou au guide méthodologique ad hoc pour les spécificités liées à la méthode ou au dispositif) mais uniquement de la nature du support de collecte.

Supports couramment utilisés :

- ◆ Filtre en fibres de quartz ou en fibres de verre
- ◆ Membrane (PVC, ester de cellulose, PTFE, ...)
- ◆ Capsules (dôme en matière plastique et membrane en PVC, dôme à base de cellulose et membrane en esters de cellulose)
- ◆ Mousse en polyuréthane

SOMMAIRE

Principe	3
<i>Matériel analytique.....</i>	<i>3</i>
<i>Précautions particulières.....</i>	<i>3</i>
Opérations préalables	4
Conditionnement des supports de collecte	4
Pesées des supports de collecte.....	5
<i>Pesée initiale</i>	<i>5</i>
<i>Pesée finale (après prélèvement).....</i>	<i>6</i>

Expression des résultats	6
<i>Calcul de la concentration pondérale atmosphérique</i>	6
Bibliographie	7
Auteurs	7
Historique	7
Annexe 1 : Exemples de limites de détection (LD)	8
Annexe 2	9
<i>Influence du conditionnement et de la manipulation des supports</i>	9
Annexe 3 : Détermination des incertitudes de pesées	10
<i>Méthode de calcul limite de détection (LD), de quantification (LQ), intervalle de confiance (IC)</i>	10
<i>Principe du calcul de la Masse, de la Concentration Pondérale et incertitudes associées</i>	11
Calcul de la masse.....	11
Calcul de la concentration pondérale.....	12

PRINCIPE

La détermination de la masse d'aérosol prélevé se fait par différence entre la masse initiale du support de collecte et la masse du support de collecte après prélèvement.

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 de supports de collecte servant de blancs de terrain.

Le choix du support de collecte dépend de la nature de l'aérosol prélevé, de la précision requise pour la mesure de la masse et du recours à d'éventuelles analyses complémentaires. Concernant l'analyse gravimétrique seule, le choix est guidé essentiellement par la sensibilité à l'humidité du matériau envisagé (qui gouverne en grande partie la limite de détection de la méthode), par la capacité de rétention du filtre et par la limite de quantification (LQ) associée. L'[annexe 1](#) de ce guide donne des ordres de grandeur de limite de détection pour certains supports de collecte.

MATERIEL ANALYTIQUE

- ◆ Balance analytique de sensibilité au moins égale au 1/100e de milligramme. Pour la fraction alvéolaire, une balance de sensibilité au moins égale au 1/1000e de milligramme est nécessaire
- ◆ Table de pesée sur silentbloks
- ◆ 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. Il est préférable, dans le cas d'échantillons d'aérosol ou substrats sensibles, de contrôler également la température et l'humidité de la salle des balances [1]
- ◆ Dispositif de neutralisation des charges électrostatiques (indispensable pour les membranes en PVC, recommandé pour l'ensemble des supports)
- ◆ Petit pinceau à poils souples
- ◆ Pincettes adaptées à la pesée de filtre (en métal ou en céramique par exemple)
- ◆ Buvards ne libérant pas de fibres
- ◆ Étuve
- ◆ Verrerie courante de laboratoire

PRECAUTIONS PARTICULIERES

Toutes les manipulations du support de collecte (filtre, membrane, capsule interne, coupelle) seront effectuées avec précaution pour éviter de perdre les matières particulaires collectées. La procédure de transport des supports de collecte doit notamment être validée, afin de garantir qu'aucune perte significative ne peut avoir lieu. Il faut se référer à la méthode indiquée en NF ISO 15767 Annexe D qui indique de réaliser des essais sur 3 x 10 supports dopés à 3 niveaux de charge : proche de la LQ, maximale et intermédiaire [1].

Toute manipulation de support de collecte doit être effectuée avec des pincettes adaptées.

Ne pas interrompre la pesée de supports de collecte provenant d'une même série de prélèvements et toujours intercaler la pesée des supports de collecte servant de blancs de terrain dans la série de pesée des autres supports de collecte.

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, la vérification avec des masses de contrôle (carte de contrôle), le réglage du zéro et l'amortissement des oscillations avant lecture.

OPERATIONS PREALABLES

Lors des pesées initiales, débarrasser, si nécessaire, les supports des éventuelles bavures ou résidus provenant de leur fabrication, par un léger brossage au pinceau.

◆ Membranes PVC : lavage Triton X100

Les membranes en PVC subissent un traitement préalable afin d'éliminer les charges électrostatiques développées en surface qui peuvent être responsables d'une sous-estimation de la masse de particules collectées. Les étapes suivantes sont réalisées :

- ▶ Préparer une solution de tensioactif Triton X100, noté triton dans la suite, à 0,1% en masse dans de l'eau. Verser cette solution dans un cristalliseur et immerger les filtres un par un avec une pince en présentant la tranche du filtre perpendiculairement à la surface du liquide.
- ▶ Laisser tremper 30 min.
- ▶ Sortir les filtres et les placer entre deux buvards.
- ▶ Sécher à l'étuve à 50°C au moins 4 h.

◆ Les autres supports de collecte ne nécessitent pas de lavage au triton.

CONDITIONNEMENT DES SUPPORTS DE COLLECTE

Les supports de collecte peuvent être conditionnés dans les dispositifs de prélèvement ou, pour faciliter leur manipulation en vue de l'analyse gravimétrique, dans des boîtes de Pétri (verre ou plastique), boîtes porte-filtre, coupelles (plastique ou aluminium), ou tout autre conditionnement adapté. L'influence de la manipulation (montage/démontage dans cassette fermée et dans impacteur) et du conditionnement (boîtes de Pétri) sur les incertitudes de pesées a été évaluée expérimentalement pour les membranes en PVC ([annexe 2](#)).



Exemples de conditionnement de supports de collecte

PESEES DES SUPPORTS DE COLLECTE

PESEE INITIALE

- ◆ Chaque support de collecte (blanc et support prélevé) est disposé dans son conditionnement adapté, puis placé à l'étuve à 50°C pendant au moins 4 h. Le conditionnement reste entrouvert pendant cette phase pour permettre l'établissement d'un équilibre avec l'atmosphère. Ce traitement permet d'obtenir de meilleures limites de quantification pour les types de supports de collecte couramment utilisés.

ATTENTION : les étapes d'étuvage des supports avant et après prélèvement ne sont pas réalisées dans le cas du prélèvement d'agents chimiques susceptibles de s'évaporer pendant cette étape d'étuvage (présence de composés semi-volatils par exemple).

- ◆ Conditionner les supports de collecte pendant au moins 12 h dans le local de pesée. Le conditionnement reste entrouvert pendant cette phase pour permettre l'établissement d'un équilibre avec l'atmosphère. En règle générale, une durée de conditionnement égale à une nuit est satisfaisante pour le prélèvement sur les lieux de travail utilisant des filtres.

Note 1 :

Avant la pesée de chaque support de collecte, s'assurer que la balance est à zéro et procéder à son réglage si nécessaire.

- ◆ Neutraliser les éventuelles charges électrostatiques développées en surface en passant chaque support de collecte sur un dispositif pour l'élimination des charges électrostatiques telle qu'une électrode antistatique Cette phase est recommandée pour l'ensemble des supports de collecte, surtout dans le cas où la salle de pesée n'est pas régulée en humidité relative. Elle n'est cependant pas obligatoire en cas d'utilisation de filtres en fibres de quartz ou en fibres de verre ou de cassettes internes métalliques. Elle est par contre indispensable pour les supports de collecte en matière électrostatique, comme les membranes en PVC et PC (polycarbonate) ou les coupelles du CIP10 par exemple.
- ◆ Peser chaque support de collecte et enregistrer la valeur affichée après amortissement des oscillations (30 s ou 1 min après stabilisation de la balance). L'indication de la balance ne doit pas être enregistrée avant la stabilisation de cette dernière [1].
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.

Note 2 :

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 ni étuvés.

Note 3 :

Dans le cas du CIP10, le support de collecte correspond à l'ensemble coupelle – mousse – couvercle.

Support de collecte servant de blanc de terrain

Certains supports/dispositifs ne seront pas utilisés durant le prélèvement. Les supports de collecte correspondants serviront de blancs de terrain pour estimer les perturbations ayant pu survenir pendant le stockage, le transport et les manipulations diverses (conditionnement et déconditionnement du dispositif par exemple).

Il y a en principe au moins trois blancs de terrain par série. La norme NF X43-257 (2016) [2] préconise 2 ou 3

blancs par dizaine de supports actifs et la norme NF ISO 15767 [1] au moins un blanc pour dix dispositifs de prélèvement. Nous recommandons un nombre de blancs correspondant à 10% du nombre total de prélèvements actifs avec un minimum de 3 blancs de terrain.

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 série concernée (voir [annexe 3](#)).

PESEE FINALE (APRES PRELEVEMENT)

L'ensemble des opérations décrites pour la pesée initiale est réalisé de manière identique pour la pesée finale. Procéder comme pour les pesées initiales (y compris en ce qui concerne la neutralisation des charges électrostatiques), en intercalant les pesées des supports de collecte servant de blancs de terrain et celles des autres supports de collecte utilisés.

EXPRESSION DES RESULTATS

CALCUL DE LA CONCENTRATION PONDERALE ATMOSPHERIQUE

- Soient M_{ix} la masse initiale du $x^{\text{ème}}$ support de collecte utilisé,
 M_{fx} la masse finale du $x^{\text{ème}}$ support de collecte utilisé,
 M_{Tiy} la masse initiale du $y^{\text{ème}}$ support de collecte servant de blanc de terrain,
 M_{Tfy} la masse finale du $y^{\text{ème}}$ support de collecte servant de blanc de terrain,
 ΔM la différence de masse d'un support de collecte entre les pesées initiale et finale (ΔM_x pour le $x^{\text{ème}}$ support de collecte utilisé et ΔM_{Ty} pour le $y^{\text{ème}}$ 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 :

$$\overline{\Delta M_T} = \frac{1}{n} \sum_{y=1}^n (M_{Tfy} - M_{Tiy})$$

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

$$Masse_x = \Delta M_x - \overline{\Delta M_T}$$

Soit, pour trois blancs de terrain :

$$Masse_x = \Delta M_x - \frac{1}{3} \times (\Delta M_{T1} + \Delta M_{T2} + \Delta M_{T3})$$

La concentration pondérale de l'atmosphère prélevée C_p (en mg/m³) est donnée par la formule :

$$C_p = \frac{Masse_x}{V_{prél}}$$

où $V_{prél}$ est le volume d'air prélevé exprimé en m^3 .

Un exemple de détermination de l'intervalle de confiance est donné en *annexe 3*.

BIBLIOGRAPHIE

[1] NF ISO 15767:2009 Air des lieux de travail. Contrôle et caractérisation de l'incertitude de pesée des aérosols collectés. La Plaine Saint-Denis, AFNOR, 2009, 25 p.

[2] NF X 43-257:2016. Air des lieux de travail. Prélèvement d'aérosol à l'aide d'une cassette "fermée" (orifice 4 mm). La Plaine Saint-Denis, AFNOR, 2016, 23 p.

[3] NF EN 482:2021. Exposition sur les lieux de travail. Procédures pour déterminer la concentration d'agents chimiques. Exigences élémentaires relatives aux performances. La Plaine Saint-Denis, AFNOR, 2021, 24 p.

AUTEURS

N. Carabin, N. Gaudel, D. Rousset, X. Simon

INRS, Métrologie des polluants (metropol@inrs.fr)

HISTORIQUE

Version	Date	Modifications
1	Janvier 2024	Création de la fiche
2	Mars 2024	Correction erreur formule

ANNEXE 1 : EXEMPLES DE LIMITES DE DETECTION (LD)

À titre d'information, on trouvera dans le Tableau 1 ci-dessous les ordres de grandeur de certaines caractéristiques de filtres utilisables. La limite de détection (LD) 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, que les supports de collecte aient été étuvés ou non. Ces données sont issues de séries d'essais réalisés dans plusieurs laboratoires disposant d'équipements différents, à des moments différents dans la période d'un an, sur des lots de supports de collecte différents.

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 1. Ordres de grandeur de certaines caractéristiques liées aux supports de collecte

Type de support de collecte	Membrane polycarbonate	Membrane en acétate ou en esters de cellulose	Membranes en PVC	Filtres en microfibres de verre ou de quartz	Capsules dôme PVC / membrane en esters de cellulose	Couppelles 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 pour un nombre de blancs égal à 3 selon la norme NF ISO 15767, avec 24 ou 25 degrés de liberté

** Minimum - maximum des séries

À titre d'information également, on trouvera dans le Tableau 2 ci-dessous les valeurs des limites de détection (LD) pour des supports de collecte usuellement rencontrés en gravimétrie, issues de données uniquement INRS. Une partie de ces valeurs, notées avec deux astérisques, sont issues de travaux réalisés en 2022 dans des conditions extrêmes de pesée en termes d'humidité relative de la salle de pesée (HR=22%, T=24,5°C) pour des supports ayant subi un prétraitement par étuvage. En effet, les pesées ne doivent pas, dans la mesure du possible, être réalisées dans des conditions d'humidité relative hors de la plage 20% à 80%. Les pesées ont été réalisées sur des balances analytiques de sensibilité au moins égale au 1/100^{ème} de mg. Ces valeurs n'ont pas vocation à être représentatives de toutes les mesures gravimétriques puisqu'elles n'ont pas été obtenues en respectant strictement la norme NF ISO 15767 [1], mais simplement à donner un ordre de grandeur de LD atteignables avec un prétraitement par étuvage. Une autre partie de ces valeurs, notées avec trois astérisques, sont issues de travaux dans des conditions environnementales de la salle de pesées variables (HR=34 à 65%, T=21°C), de 2015 à 2022.

Il est à noter que le lavage au triton des membranes PVC permet d'améliorer d'un facteur 10 la valeur de la LD, dans les conditions d'essais des travaux INRS.

Tableau 2. Exemple de valeurs de limite de détection pour certains types de supports de collecte (2015-2022)

Type de support de collecte	Membrane PVC (Ø37 mm)**	Membrane PVC lavé triton (Ø37 mm)**	Capsule dôme plastique / Membrane PVC (Ø37 mm)**	Capsule dôme cellulose / Membrane esters de cellulose (Ø37 mm)**	Membrane PVC lavé triton (Ø25 mm)***	Capsule dôme plastique / Membrane PVC (Ø25 mm)***
Limite de détection* (µg)	61	6	18	38	4 - 9	15

Type de support de collecte	Membrane polycarbonate (Ø37 mm)**	Membrane en ester de cellulose (Ø37 mm)**	Fibre de quartz (Ø37 mm)**	Membrane PTFE (Ø37 mm)**	Cupelle de CIP10 avec mousse**	Membrane PTFE (Ø25 mm)***
Limite de détection* (µg)	10	23	38	22	139	5 - 13

* La limite de détection est calculée selon la norme NF ISO 15767 pour un nombre de blancs égal à 3 (voir annexe 3)

** Ces données sont issues de travaux INRS réalisés en 2022, dans des conditions extrêmes de pesée en termes d'humidité relative de la salle de pesée (HR=22%, T=24,5°C) pour des supports **ayant subi un prétraitement par étuvage**

*** Ces données sont issues de travaux INRS, dans des conditions environnementales de la salle de pesées variables (HR=34 à 65%, T=21°C)

ANNEXE 2

INFLUENCE DU CONDITIONNEMENT ET DE LA MANIPULATION DES SUPPORTS

Les incertitudes de pesées ne sont pas liées uniquement à la phase analytique. D'autres paramètres peuvent entrer en jeu lors d'une campagne de prélèvement : montage et démontage des supports dans les dispositifs de prélèvement, conditionnement, transport... Pour tenter d'évaluer l'influence de ces différentes opérations, des essais ont ainsi été réalisés sur 4 semaines pour des supports PVC 25 mm (32 filtres de 4 lots différents) et 37 mm (27 filtres de 3 lots différents) alternativement montés, conservés et transportés dans un impacteur en cascade (étages 25 mm et filtre terminal 37 mm), des cassettes 25 et 37 mm (K7), et des boîtes de Pétri en verre (PV) ou en plastique (PP). Les supports de collecte ont été tritonnés, mais non étuvés. Les résultats sont donnés Tableau 3.

Tableau 3. Variation des LD, LQ et incertitudes de pesée pour les supports PVC 25 et 37 mm en fonction du conditionnement (Balance Mettler Toledo MX5)

Type Support / Conditionnement	LD* (µg)	LQ* (µg)	Incertitude * (µg)	Nb séries de pesées	Nb pesées
PVC 37 (Total)	9,2	30,7	6,1	12	108
PVC 37 impacteur (Term.)	17	58	11,7	4	12
PVC 37 K7	7	23	4,6	4	24
PVC 37 PP	7	23	4,7	4	36
PVC 37 PV	5	17	3,4	4	36
PVC 25 (Total)	8,6	28,5	5,7	16	128
PVC 25 impacteur (et.)	11	35	7,0	8	48
PVC 25 K7	3	8	1,7	4	16
PVC 25 PP	4	13	2,6	4	32
PVC 25 PV	4	13	2,6	4	32

* Calculée pour une série avec n = 3 témoins

Les LD et incertitudes sont du même ordre de grandeur que celles déterminées en annexe 1 pour les mêmes supports. De ce fait, **les modes de conditionnement n'ont aucune influence sur la LD dans les conditions testées.**

ANNEXE 3 : DETERMINATION DES INCERTITUDES DE PESEES

Remarque

Le calcul d'incertitude ne prend pas en compte les éventuelles pertes de matière durant le transport, qui doivent alors être évaluées si le type de dispositif de collecte le justifie. Si ce risque n'est pas négligeable, il doit être intégré dans le calcul pour chaque couple support de collecte/type de poussière.

METHODE DE CALCUL LIMITE DE DETECTION (LD), DE QUANTIFICATION (LQ), INTERVALLE DE CONFIANCE (IC)

Cette méthode de calcul est conforme à celle décrite dans la norme NF ISO 15767 [1] dont la norme NF X 43-257 [2] recommande l'emploi.

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 préférence blancs de terrain). Celle-ci est fonction, elle aussi, de l'incertitude sur la pesée mais aussi du nombre de blancs utilisés.

Elle est estimée à partir de la variation de masse de séries de blancs, traités en des jours différents, choisis afin de refléter les variations possibles des 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 la série de mesures considérée.

Pour obtenir cet écart-type, il faut répéter plusieurs fois les opérations suivantes, en essayant de se trouver dans des conditions climatiques différentes (température, pression et humidité relative) et représentatives des conditions de travail. Il convient en pratique d'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 (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 ΔM_T pour chacun de ces supports de collecte, et la variance s_B^2 de ces variations de masse pour chaque série de pesées.
- ▶ Calculer la moyenne des variances des différentes séries de mesures $\overline{s_B^2}$
- ▶ Calculer la variance s_Q^2 de la masse collectée : $s_Q^2 = \left(1 + \frac{1}{n}\right) \overline{s_B^2}$
où n est le nombre de blancs utilisés pour déterminer la variation de masse moyenne de la série de mesures considérée.
- ▶ L'incertitude élargie sur la masse U_{Masse_x} , la limite de détection (LD) et la limite de quantification (LQ) entre 2 séries de pesée sont calculées à partir de la variance de la masse de matière collectée sur un support S_Q^2 :
- ▶ Incertitude sur la masse obtenue par différence entre 2 pesées : $U_{\text{Masse}_x} = 2 \times \sqrt{S_Q^2}$
- ▶ Limite de détection sur la pesée par différence de masse : $LD = 3 \times \sqrt{S_Q^2}$
- ▶ Limite de quantification sur la pesée par différence de masse : $LQ = 10 \times \sqrt{S_Q^2} = 5 \times U_{\text{Masse}_x}$

PRINCIPE DU CALCUL DE LA MASSE, DE LA CONCENTRATION PONDERALE ET INCERTITUDES ASSOCIEES

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. 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 supports de collecte servant de blancs.

Calcul de la masse

La masse Masse_x pour un support est le résultat de la différence de masses entre deux séries (appelées ici initiale et finale) corrigée de la variation des blancs entre ces 2 mêmes séries :

$\text{Masse}_x = (M_{\text{finale}} - M_{\text{initiale}}) - \overline{\Delta M_T}$, avec $\overline{\Delta M_T}$ = moyenne de la variation de masse des blancs.

Le résultat obtenu Masse_x sera associé à l'incertitude qui en résulte exprimée sous la forme d'une borne inférieure et supérieure et calculées à partir de l'incertitude de pesées associée au mode opératoire et à la balance.

Le résultat Masse_x sera exprimé comme suit : $\text{Masse}_x \pm k \times \sqrt{S_Q^2}$ (unité de pesée), où $k = 2$ est le facteur d'élargissement (voir [3]).

La borne inférieure $\text{Masse}_{x,\text{inf}}$ correspond à $\text{Masse}_x - k \times \sqrt{S_Q^2}$ et la borne supérieure $\text{Masse}_{x,\text{sup}}$ correspond à $\text{Masse}_x + k \times \sqrt{S_Q^2}$. Si $\text{Masse}_{x,\text{inf}} < 0$, alors le résultat par défaut pour $\text{Masse}_{x,\text{inf}}$ est 0.

Calcul de la concentration pondérale

La concentration pondérale (C_p) se définit comme le rapport $C_p = \frac{\text{Masse}_x}{V_{\text{prél}}}$ avec :

- ▶ Masse_x la différence de masse d'un support exprimée en mg
- ▶ $V_{\text{prél}}$ le volume de prélèvement en m^3

Il sera nécessaire pour calculer la concentration pondérale de renseigner le volume de prélèvement $V_{\text{prél}}$.

La variance sur la concentration pondérale est donnée par la formule $S_{C_p}^2 = \frac{S_Q^2 + (C_p^2 \times S_{V_{\text{prél}}}^2)}{V_{\text{prél}}^2}$ avec :

- ▶ $S_{C_p}^2$ la variance de la concentration pondérale
- ▶ S_Q^2 la variance de la masse de matière collectée sur un support comme défini ci-dessus
- ▶ C_p^2 la concentration pondérale au carré
- ▶ $S_{V_{\text{prél}}}^2$ la variance liée à la mesure du volume de prélèvement $V_{\text{prél}}$

L'incertitude sur le volume est ici fixée à 5% ce qui revient à remplacer $S_{V_{\text{prél}}}^2$ par $(0,05 \times V_{\text{prél}})^2$ dans l'équation.

La concentration pondérale sera exprimée comme $C_p \pm 2 \times S_{C_p}$ où :

- ▶ C_p est la concentration pondérale exprimée en mg/m^3
- ▶ S_{C_p} est la racine carrée de $S_{C_p}^2$ comme défini ci-dessus

La borne inférieure C_p^{inf} correspond à $C_p - 2 \times S_{C_p}$ et la borne supérieure C_p^{sup} correspond à $C_p + 2 \times S_{C_p}$. Si $C_p^{\text{inf}} < 0$, alors le résultat par défaut pour C_p^{inf} est 0.

Exemple d'application numérique (2010)

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 4a : Éléments de calcul

Série de pesée	Écart de masse ΔM_T (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 $\overline{s_B^2}$								35,6

Tableau 4b : Limites de détection, de quantification et incertitude

Nombre de blancs de laboratoire utilisés	Variance de la masse collectée (S_Q^2)	Limite de détection ($3 \times S_Q$, en μg)	Limite de quantification ($10 \times S_Q$, en μg)	Incertitude sur une pesée* ($2 \times S_Q$, 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 5a : Éléments de calcul

Série de pesée	Écart de masse ΔM_T (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 $\overline{s_B^2}$					95,9

Tableau 5b : Limites de détection, de quantification et incertitude

Nombre de blancs de laboratoire utilisés	Variance de la masse collectée (S_Q^2)	Limite de détection ($3 \times S_Q$, en μg)	Limite de quantification ($10 \times S_Q$, en μg)	Incertaince sur une pesée* ($2 \times S_Q$, 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%.

Exemple 3

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 coupelles de CIP10 servant de blancs de laboratoire (25 degrés de liberté).

Remarque

Ce type de données peut provenir d'un relevé rétroactif de mesures de blancs de laboratoire.

Tableau 6a : Éléments de calcul

Série de pesée	Écart de masse ΔM_T (Masse finale - Masse initiale) (μg)						Écart-type des blancs de laboratoire (s_B)	Variance des blancs de laboratoire (s_B^2)
1	-585	-582	-567	-548	-537	-532	23	520,3
2	-252	-214	-185	-236	-169	-177	34	1145,9
3	294	323	328	364	389	328	34	1127,5
4	669	566	520	511	465	410	89	7889,9
5	1132	1135	1216	1173	1219	1165	38	1430,7
Variance moyenne $\overline{s_B^2}$								2422,8

Tableau 6b : Limites de détection, de quantification et incertitude

Nombre de blancs de laboratoire utilisés	Variance de la masse collectée (S_Q^2)	Limite de détection ($3 \times S_Q$, en μg)	Limite de quantification ($10 \times S_Q$, en μg)	Incertaince sur une pesée* ($2 \times S_Q$, en μg)
2	3634	181	603	120,6
3	3230	171	568	113,7
4	3029	165	550	110,1
5	2907	162	539	107,8

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

Exemple 4

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 coupelles de CIP10 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.

Tableau 7a : Éléments de calcul

Série de pesée	Écart de masse ΔM_T (Masse finale - Masse initiale) (μg)			Écart-type des blancs de laboratoire (s_B)	Variance des blancs de laboratoire (s_B^2)
1	-548	-537	-532	8	67,0
2	-236	-169	-177	37	1339,0
3	364	389	328	31	940,3
4	511	465	410	51	2557,0
5	1173	1219	1165	29	849,3
6	392	433	409	21	424,3
7	316	224	181	69	4756,3
8	-287	-283	-314	17	284,3
9	-930	-850	-860	44	1900,0
10	-920	-770	820	76	5833,3
11	520	580	510	38	1433,3
12	-280	-340	-290	32	1033,3
Variance moyenne $\overline{s_B^2}$					1784,8

Tableau 7b : Limites de détection, de quantification et incertitude

Nombre de blancs de laboratoire utilisés	Variance de la masse collectée (s_Q^2)	Limite de détection ($3 \times s_Q$, en μg)	Limite de quantification ($10 \times s_Q$, en μg)	Incertainitude sur une pesée* ($2 \times s_Q$, en μg)
2	2677	155	517	103,5
3	2380	146	488	97,6
4	2231	142	472	94,5
5	2142	139	463	92,6

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