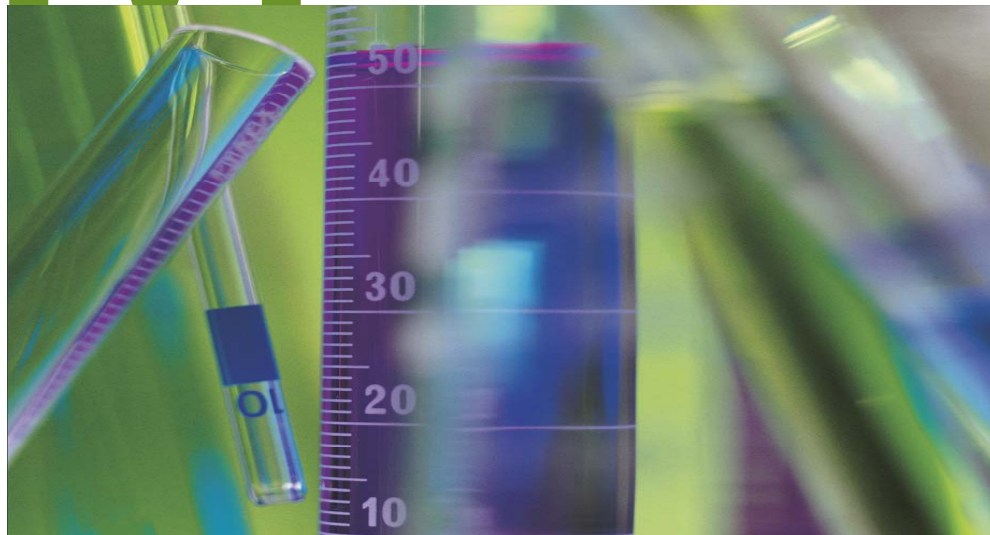


M

Méthodes de laboratoire

Détermination des composés inorganiques
du chrome hexavalent hydrosolubles et hydro
insolubles dans l'air des lieux de travail

MÉTHODE ANALYTIQUE 365



Applicabilité

Cette méthode s'applique à la détermination des composés inorganiques du chrome hexavalent (chrome VI) hydrosolubles et hydro insolubles dans l'air des lieux de travail.

Norme(s)¹

Chrome VI, composés inorganiques hydro insolubles (exprimée en Cr) : 0,01 mg/m³

Chrome VI, composés inorganiques hydrosolubles (exprimée en Cr) : 0,05 mg/m³

Chromate de calcium (exprimée en Cr) : 0,001 mg/m³ [CAS 13765-19-0]

Chromate de plomb (exprimée en Cr) : 0,012 mg/m³ [CAS 7758-97-6]

Chromate de strontium (exprimée en Cr) : 0,0005 mg/m³ [CAS 7789-06-2]

Chromate de zinc (exprimée en Cr) : 0,01 mg/m³ [CAS 13530-65-9, 11103-86-9, 37300-23-5]

Système d'échantillonnage

Filtre copolymère vinyle / acrylique 0,8 µm, 25 mm sur support de plastique dans une cassette 3 pièces en polypropylène (partie inférieure en forme de coupe à vin)

Volume et débit d'échantillonnage recommandés

Volume : 360 litres (L)

Débit : 1,5 à 4 L/min

Analyse

Chromatographie ionique et détection par spectrophotométrie à 540 nm

Valeur minimale rapportée (VMR)

Chrome VI, composés inorganiques hydrosolubles (exprimée en Cr) : 0,04 µg

Chrome VI, composés inorganiques hydro insolubles (exprimée en Cr) : 0,04 µg

Domaine d'application

0,04 µg à 5 µg de chrome VI / échantillon ou 0,0001 à 0,014 mg/m³ pour un volume d'échantillonnage recommandé de 360 litres

Fidélité

Filtre imprégné, composés hydrosolubles : 0,9 % et 0,7 %

Filtre non imprégné, composés hydrosolubles : 0,6 % et 1,6 %

Filtre non imprégné, composés hydro insolubles : 0,7 % et 1,3 %

Incertitude analytique (CV_A)

Filtre imprégné, composés hydrosolubles : 3,6 %

Filtre non imprégné, composés hydrosolubles : 2,6 %

Filtre non imprégné, composés hydro insolubles : 3,8 %



Solidement implanté au Québec depuis 1980, l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail (IRSST) est un organisme de recherche scientifique reconnu internationalement pour la qualité de ses travaux.

NOS RECHERCHES *travaillent pour vous !*

Mission

Contribuer, par la recherche, à la prévention des accidents du travail et des maladies professionnelles ainsi qu'à la réadaptation des travailleurs qui en sont victimes.

Offrir les services de laboratoires et l'expertise nécessaires à l'action du réseau public de prévention en santé et en sécurité du travail.

Assurer la diffusion des connaissances, jouer un rôle de référence scientifique et d'expert.

Doté d'un conseil d'administration paritaire où siègent en nombre égal des représentants des employeurs et des travailleurs, l'IRSST est financé par la Commission de la santé et de la sécurité du travail.

Pour en savoir plus

Visitez notre site Web ! Vous y trouverez une information complète et à jour. De plus, toutes les publications éditées par l'IRSST peuvent être téléchargées gratuitement. www.irsst.qc.ca

Pour connaître l'actualité de la recherche menée ou financée par l'IRSST, abonnez-vous gratuitement au magazine Prévention au travail, publié conjointement par l'Institut et la CSST. Abonnement : 1-877-221-7046

Dépôt légal

Bibliothèque et Archives nationales
2009
ISBN: 978-2-89631-285-6 (PDF)
ISSN: 0820-8395

IRSST - Direction des communications
505, boul. De Maisonneuve Ouest
Montréal (Québec)
H3A 3C2
Téléphone : 514 288-1551
Télécopieur : 514 288-7636
publications@irsst.qc.ca
www.irsst.qc.ca
© Institut de recherche Robert-Sauvé
en santé et en sécurité du travail,
2009

Méthodes de laboratoire

Détermination des composés inorganiques du chrome hexavalent hydrosolubles et hydro insolubles dans l'air des lieux de travail

MÉTHODE ANALYTIQUE 365

Avis de non-responsabilité

L'IRSST ne donne aucune garantie relative à l'exactitude, la fiabilité ou le caractère exhaustif de l'information contenue dans ce document.

En aucun cas l'IRSST ne saurait être tenu responsable pour tout dommage corporel, moral ou matériel résultant de l'utilisation de cette information.

Notez que les contenus des documents sont protégés par les législations canadiennes applicables en matière de propriété intellectuelle.

Les méthodes d'analyses ou d'étalonnage sont celles mises au point ou retenues par l'IRSST pour l'exécution de ses différents mandats. Elles peuvent requérir l'utilisation de matériels, d'opérations ou d'équipements dangereux. Ces méthodes n'ont pas pour but de mentionner tous les problèmes de sécurité associés avec leur utilisation. C'est la responsabilité de l'utilisateur d'établir les pratiques de santé et de sécurité appropriées. L'utilisation des données incluses dans ces méthodes se fera aux seuls risques de l'utilisateur : l'IRSST se dégage de toute responsabilité relative aux erreurs ou aux dommages qui découleraient de telle utilisation et de telle application. Les hyperliens qui apparaissent dans ce document ont été validés au moment de la publication

Responsable technique de la méthode

*Pierre Larivière, M.Sc. chimiste et Lucile Richard, technicienne,
Services et expertises de laboratoire, IRSST*

Approbation

*Pierre Larivière, M.Sc. chimiste,
Marie-Claude Barrette, M.Sc., chimiste,
responsable du programme d'assurance qualité
et Jacques Lesage, M.Sc., chimiste, directeur,
Services et expertises de laboratoire, IRSST*

Autorisation pour publication

*Marie Larue, M.Sc., présidente-directrice générale
Présidence-direction générale, IRSST*



Cette publication est disponible
en version PDF
sur le site Web de l'IRSST.
www.irsst.qc.ca

Ce document technique a été financé par l'IRSST. Les conclusions et recommandations sont celles des auteurs.

CONFORMÉMENT AUX POLITIQUES DE L'IRSS

Les résultats des travaux de recherche publiés dans ce document
ont fait l'objet d'une évaluation par des pairs.

TABLE DES MATIÈRES

PREAMBULE	1
1. DOMAINE D'APPLICATION	2
2. PRINCIPE DE LA METHODE	2
3. INTERFERENCES.....	2
4. MATERIEL.....	3
5. REACTIFS	4
6. ÉCHANTILLONNAGE.....	5
7. PROTOCOLE ANALYTIQUE	6
7.1 Solutions générales	6
7.2 Détermination des composés inorganiques hydrosolubles de chrome VI	7
7.2.1 Matériels spécifiques.....	7
7.2.2 Solutions spécifiques	7
7.2.3 Préparation des échantillons de contrôle de qualité sur filtre	8
7.2.4 Préparation des échantillons.....	9
7.3 Détermination des composés inorganiques hydro insolubles de chrome VI	9
7.3.1 Matériels spécifiques.....	9
7.3.2 Réactifs spécifiques	10
7.3.3 Solutions spécifiques	10
7.3.4 Préparation des échantillons de contrôle de qualité sur filtre	11
7.3.5 Préparation des échantillons.....	11
7.4 Étalonnage	12
7.5 Analyse	13
7.5.1 Contrôle de qualité	13
7.5.2 Séquence d'analyse proposée.....	14
8. CALCULS.....	14
9. PARAMETRES DE VALIDATION.....	15
9.1 Limite de détection, limite de quantification et valeur minimale rapportée (VMR)	15
9.2 Fidélité	15
9.3 Justesse	16
9.4 Récupération	16
9.5 Incertitude de mesure	16
10. REFERENCES.....	17

Préambule

La [Loi sur la santé et la sécurité du travail](#) au Québec a comme objet l'élimination à la source des dangers pour la santé, la sécurité et l'intégrité physique des travailleurs. Des valeurs d'exposition admissibles (VEA) aux substances chimiques ont été fixées à l'annexe 1 du [Règlement sur la santé et la sécurité de travail](#) (RSST). L'article 44 de ce règlement intitulé « *Méthodes* » spécifie que :

« ... Ces gaz, ces fumées, ces vapeurs, ces poussières et ces brouillards présents dans le milieu de travail doivent être prélevés et analysés de manière à obtenir une précision équivalente à celle obtenue en appliquant les méthodes décrites dans le Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail publié par l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail ... »

Pour atteindre ces objectifs, des méthodes d'analyse visant à quantifier le degré d'exposition des travailleurs sont développées et rédigées pour implanter les moyens de contrôle adéquats. Afin d'assister les intervenants en milieu de travail, l'IRSST publie, révisé périodiquement et diffuse le [Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail](#) et la direction Services et expertises de laboratoire publie des méthodes d'analyses des contaminants.

Ces méthodes doivent être utilisées de concert avec les références réglementaires et normatives suivantes :

- ✓ *Loi sur la santé et la sécurité du travail*. L.R.Q., chapitre S-2.1. Éditeur officiel du Québec, (1^{er} août 2007).
http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=2&file=/S_2_1/S2_1.html
- ✓ *Règlement sur la santé et la sécurité du travail*. S-2.1, r.19.01, Décret 885-2001. Éditeur officiel du Québec (25 juillet 2007).
http://www2.publicationsduquebec.gouv.qc.ca/dynamicSearch/telecharge.php?type=2&file=%2F%2FS_2_1%2FS2_1R19_01.htm
- ✓ *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail*. Direction des opérations, IRSST, T-06 Guide technique, Montréal, Québec, (mars 2005). <http://www.irsst.qc.ca/files/documents/PubIRSST/T-06.pdf>
- ✓ NIOSH, National Institute for Occupational Safety and Health.
- ✓ ISO Guide 30, Termes et définitions utilisés en rapport avec les matériaux de référence, 2^e édition, 1992.
- ✓ ISO, Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de métrologie, 2^e édition, 1993.
- ✓ American Industrial Hygiene Association (AIHA), organisme qui accrédite le laboratoire de l'IRSST dans le domaine de l'analyse des contaminants chimiques en milieu de travail et pour l'analyse environnementale microbiologique.

Par ailleurs, toute la terminologie utilisée dans cette méthode est décrite dans l'instruction de travail « I-G-014 » du système de gestion documentaire associée au système qualité de l'IRSST.

1. DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique à la détermination des composés inorganiques hydrosolubles et hydro insolubles du chrome hexavalent (chrome VI) dans l'air des lieux de travail par chromatographie ionique.

La linéarité de la méthode d'analyse a été vérifiée pour des quantités de 0,04 à 5 µg de chrome VI ce qui correspond à des concentrations de 0,0001 à 0,014 mg/m³ dans l'air pour un volume d'échantillonnage recommandé de 360 litres et de 0,004 à 0,5 µg/mL pour un volume final de 10 mL. Le coefficient de détermination (r²) obtenu lors de la validation de la méthode était supérieur à 0,999 pour ce domaine d'application. Des concentrations plus élevées peuvent être rapportées en appliquant des dilutions appropriées aux échantillons.

Le document présente également le mode opératoire de la méthode, les contrôles de performance et propose une séquence d'analyse de routine.

2. PRINCIPE DE LA MÉTHODE

Conformément aux paramètres décrits dans le Guide d'échantillonnage, un volume défini d'air est prélevé à travers un filtre de copolymère vinyle/acrylique afin de recueillir les composés inorganiques de chrome VI en suspension dans l'air des lieux de travail.

Les composés inorganiques de chrome VI provenant de procédés qui génèrent des aérosols liquides acides sont recueillis sur un filtre de copolymère vinyle/acrylique imprégné avec une solution de NaOH 0,5N. Les autres particules en suspension dans l'air contenant des composés inorganiques de chrome VI sont recueillies sur un filtre de copolymère vinyle/acrylique non imprégné.

Le filtre et la cassette sont ensuite soumis à un traitement pour mettre en solution les composés inorganiques de chrome VI. Deux méthodes de préparation des échantillons sont décrites pour l'extraction des composés du chrome VI hydrosolubles et hydro insolubles, et selon le cas, l'une de ces deux méthodes ou les deux méthodes sont utilisées pour préparer l'échantillon en vue de l'analyse. Les composés inorganiques hydrosolubles de chrome VI sont extraits à température ambiante avec une solution de sulfate d'ammonium/hydroxyde d'ammonium. Les composés hydro insolubles de chrome VI sont extraits avec une solution contenant de l'hydroxyde de sodium/carbonate de sodium dans un bain à ultrasons.

Des aliquotes des solutions provenant des échantillons sont ensuite analysées par chromatographie ionique afin de séparer le chrome VI des autres cations. Le chrome VI est mesuré par spectrophotométrie à 540 nm, après une dérivation post-colonne réalisée à l'aide du diphenyl-1,5 carbohydrazine (DPC) en milieu acide. La dérivation post-colonne consiste à faire réagir le chrome VI avec le DPC pour obtenir du chrome trivalent et de la diphénylcarbazonne. Ces deux composés se combinent ensuite pour former un complexe chromogène de chrome trivalent/diphénylcarbazonne qui possède son maximum d'absorbance à 540 nm. Toutefois, le processus de réaction exact n'est pas totalement expliqué.

La concentration de l'échantillon est déterminée par comparaison entre l'aire obtenue pour l'échantillon et une gamme de solutions étalons.

3. INTERFÉRENCES

Toute substance qui produit une réponse sur le détecteur à 540 nm et qui possède un temps de rétention similaire au chrome VI est une interférence potentielle.

4. MATÉRIEL

Cette section présente une liste du matériel commun et nécessaire pour les deux méthodes d'extraction des composés inorganiques de chrome VI. Le matériel spécifique est identifié dans chacune des procédures d'extraction.

NOTE – Toute la vaisselle réutilisable doit être lavée soigneusement avant utilisation et décontaminée par trempage dans de l'acide nitrique dilué, par exemple HNO₃ 10%, pendant au moins 12 heures puis rincée plusieurs fois avec de l'eau. Toute la vaisselle jetable, par exemple les pointes de pipettes, doit faire préalablement l'objet d'un contrôle visant à déceler la présence de chrome VI.

- Gants à usage unique, imperméables, destinés à empêcher une éventuelle contamination par les mains et protéger l'opérateur de tout contact avec des substances toxiques et corrosives, par exemple gants en nitrile;
- Contenants de volume approprié pour l'entreposage des solutions, par exemple en polyhexafluoroéthène propène (FEP);
- Fioles jaugées de volume approprié munies de bouchons étanches pour la préparation des solutions, par exemple en polyéthylène haute densité (HDPE) ou autre matériel inerte;
- Pipettes volumétriques avec pointes jetables;
- Générateur de vide, par exemple le vide provenant d'une hotte de laboratoire ;
- Montage de filtration sous vide, qui permet la filtration simultanée de plusieurs échantillons, par exemple le système modifié Visiprep de marque Supelco;
- Chromatographe ionique, de marque Dionex ICS-3000, avec les composantes suivantes:

NOTE – Toutes les composantes qui entrent en contact avec l'échantillon ou l'éluant doivent être constituées de matériaux inertes, par exemple de polyétheréthercétone (PEEK), de même que tous les tuyaux de raccordement.

- Pompe isocratique;
- Système d'injection de l'échantillon, composé d'une valve d'injection et d'une boucle d'échantillonnage d'une capacité de 250 µL;
- Colonne de séparation IonPac AS7 et colonne de garde IonPac AG7 de marque Dionex;
- Réservoirs à éluant;
- Module d'introduction du réactif pressurisé par de l'hélium (pureté >99,999%);
- Chambre de réaction colorimétrique à trois voies et boucle de réaction;
- Détecteur spectrophotométrique UV-visible;
- Passeur d'échantillons et vials;
- Système d'acquisition de données;
- Papier pH, permettant de mesurer des niveaux différents (pH 8 et pH 2 et moins);
- Agitateur mécanique avec support pour cassette, par exemple de marque Eberbach;
- Balance analytique de précision adéquate.

5. RÉACTIFS

Cette section présente une liste de réactifs communs et nécessaires pour les deux méthodes d'extraction des composés inorganiques de chrome VI. Les réactifs spécifiques sont identifiés dans chacune des procédures d'extraction.

NOTE – Les réactifs utilisés lors de la préparation des solutions doivent être au minimum de qualité analytique. La concentration de chrome VI présent dans les réactifs et acides minéraux doit être négligeable en comparaison avec la plus faible concentration à déterminer.

- Eau, de résistivité supérieure à 18 MΩ-cm (à 25°C) pour toutes les préparations et dilutions d'échantillon (CAS 7732-18-5);
- Diphenyl-1,5 carbohydrazine (C₆H₅-NH-NH)₂CO, fraction massique de DPC > 98 % (CAS N° 140-22-7);
- Méthanol (CH₃OH), qualité pour chromatographie liquide à haute pression (CAS N° 67-56-1);
- Acide sulfurique (H₂SO₄), concentré, fraction massique ~ 98 % (CAS N° 7664-93-9);

AVERTISSEMENT - L'acide sulfurique concentré est corrosif et provoque des brûlures. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux. Utiliser un équipement de protection individuelle (y compris gants appropriés, écran facial ou lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec de l'acide sulfurique concentré ou dilué. Prendre de grandes précautions lors de la dilution d'acide sulfurique avec de l'eau car ce processus est extrêmement exothermique. Ne pas ajouter d'eau dans l'acide sulfurique car cette opération entraîne des réactions violentes. Tout travail avec des réactifs doit être réalisé sous une hotte.

- Sulfate d'ammonium (NH₄)₂SO₄, fraction massique du sulfate d'ammonium > 99,5 % (CAS N° 7783-20-2);
- Solution d'hydroxyde d'ammonium (NH₄OH), concentrée, fraction massique d'ammoniac ~ 29 % (NH₃) (CAS N° 1336-21-6);

AVERTISSEMENT - L'hydroxyde d'ammonium concentré est irritant pour le système respiratoire et provoque des brûlures. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux, ou par inhalation de vapeurs. Utiliser un équipement de protection individuelle approprié (y compris gants appropriés, écran facial ou lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec une solution d'hydroxyde d'ammonium concentrée. Tout travail avec des réactifs doit être réalisé sous une hotte.

- Acide nitrique (HNO₃), concentré, fraction massique ~ 70 % (CAS N° 7697-37-2);

AVERTISSEMENT - L'acide nitrique concentré est corrosif et oxydant et les fumées d'acide nitrique sont irritantes. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux, ou par inhalation de fumées. Utiliser un équipement de protection individuelle (y compris gants appropriés, écran facial ou lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec de l'acide nitrique concentré ou dilué. Tout travail avec des réactifs doit être réalisé sous une hotte.

- Chromate de potassium (K₂CrO₄), fraction massique du chromate de potassium > 99,9 % (CAS N° 7789-00-6), pour la préparation des solutions étalons de la courbe d'étalonnage;

NOTE – Idéalement, 2 sources de chrome VI sont nécessaires, la première peut servir à la préparation des étalons pour l'établissement de la courbe d'étalonnage et la deuxième, à la préparation des solutions de contrôle (étalonnage, valeur minimale rapportée et contrôle de qualité sur filtre). Les 2 sources de chrome VI devraient provenir d'un manufacturier différent, sinon d'un lot différent ou en dernier recours d'une solution intermédiaire différente. De plus, la source servant à la préparation des solutions de contrôle devrait présenter une concentration certifiée et garantir une traçabilité aux étalons nationaux.

- Solution commerciale de chrome VI, par exemple certifiée à 1000 µg/mL, pour la préparation des solutions de contrôle (étalonnage, valeur minimale rapportée et les contrôles de qualité sur filtre).
 NOTE – La concentration de certaine solution commerciale est exprimée en µg/mL de chromates (CrO₄)⁻² plutôt qu'en µg/mL de chrome VI. L'analyste doit prendre cela en compte au moment des calculs de même que la concentration certifiée de la solution pour la préparation des solutions intermédiaires.

6. ÉCHANTILLONNAGE

Les composés inorganiques de chrome VI en suspension dans l'air sont prélevés à l'aide d'une cassette 25mm contenant une membrane de copolymère vinyle/acrylique d'une porosité de 0,8µm sur un support de plastique en utilisant une pompe d'échantillonnage dont le débit a été réglé préalablement. Pour chaque série d'échantillons, une cassette témoin contenant une membrane provenant du même lot doit être prévue. Ce témoin doit être traité de la même manière que les cassettes utilisées pour l'échantillonnage pour tout ce qui concerne l'entreposage et le transport vers le point d'échantillonnage, mais ne pas faire passer d'air dans les filtres. Les échantillons peuvent être conservés à la température ambiante. Les paramètres d'échantillonnage recommandés pour le chrome VI sont décrits dans le tableau suivant :

Débit	1,5 à 4 Litres/minute
Volume	360 Litres

Ces paramètres tiennent compte de la norme d'exposition, de la sensibilité de la méthode analytique et de la capacité du système d'échantillonnage, mais pour s'adapter aux contraintes du milieu, le volume d'échantillonnage peut être modifié. Toutefois, lorsque des concentrations élevées de particules en suspension dans l'air sont anticipées, la période d'échantillonnage devrait être plus courte pour éviter de surcharger le filtre (par exemple fumées de soudage, pigments de peinture).

La période d'échantillonnage doit être aussi suffisamment longue pour permettre la détermination du chrome VI à des niveaux significatifs pour l'hygiène industrielle. Le temps d'échantillonnage minimal nécessaire pour que la quantité prélevée de chrome VI soit supérieure à la valeur minimale rapportée de la méthode d'analyse pour une valeur d'exposition moyenne pondérée estimée, est calculée à l'aide de l'équation suivante:

$$T_{\min} = VMR / X * VEMP * Q$$

où

T _{min}	=	Durée minimale de l'échantillonnage, en minutes
VMR	=	Valeur minimale rapportée de la méthode analytique, en microgrammes
X	=	Valeur d'exposition moyenne pondérée estimée, en fraction décimale
VEMP	=	Valeur d'exposition moyenne pondérée, en mg/m ³
Q	=	Débit recommandé pour l'échantillonnage, en litres par minute

7. PROTOCOLE ANALYTIQUE

7.1 Solutions générales

Cette section présente une liste de solutions à préparer qui sont communes et nécessaires pour les deux méthodes d'extraction des composés inorganiques de chrome VI. Les solutions spécifiques sont identifiées dans chacune des procédures d'extraction.

NOTE – Les volumes préparés pour les solutions sont à titre indicatif seulement.

- Solutions d'éluion

- Éluant concentré $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 2,0 mol/L / NH_4OH 1,0 mol/L

Peser environ 264g de sulfate d'ammonium et dissoudre dans environ 500 mL d'eau. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 litre, ajouter 65 mL d'hydroxyde d'ammonium concentré puis agiter pour mélanger. Jauger au trait avec de l'eau, mélanger, puis

transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est de 12 mois à température ambiante.

- Éluant de travail $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 0,2 mol/L / NH_4OH 0,1 mol/L

Verser 200 mL d'éluant concentré dans une fiole jaugée de 2 litres. Jauger au trait avec de l'eau, mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est de 1 mois à température ambiante.

- Solution du réactif de diphenyl-1,5 carbohydrazine (DPC)

Verser environ 500 mL d'eau dans une fiole jaugée de 1 litre. Ajouter lentement et avec précaution 25 mL d'acide sulfurique concentré, agiter, puis laisser refroidir. Peser environ 0,5 g de diphenyl-1,5 carbohydrazine et dissoudre dans 100 mL de méthanol, transférer quantitativement la solution obtenue dans la fiole jaugée contenant l'acide sulfurique puis jauger au trait avec de l'eau. Mélanger puis transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de ce réactif est de 7 jours à température ambiante.

- Solutions de chrome VI

- Solution mère de chrome VI à 1 000 mg/L

Peser précisément environ 375 mg de chromate de potassium (K_2CrO_4) et dissoudre dans un minimum d'eau. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 100 mL, puis jauger au trait avec de l'eau. Mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est de 6 mois à température ambiante.

- Solution intermédiaire de chrome VI à 100 mg/L

Pipeter 1 mL de la solution mère de chrome VI dans une fiole jaugée de 10 mL contenant environ 5 mL d'eau, puis jauger au trait avec de l'eau. Mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est de 3 mois à température ambiante.

- Solution intermédiaire de chrome VI à 10 mg/L

Pipeter 100 µL de la solution mère de chrome VI dans une fiole jaugée de 10 mL contenant environ 5 mL d'eau, puis jauger au trait avec de l'eau. Mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est de 3 mois à température ambiante.

- Solution intermédiaire de chrome VI à 90 mg/L

Pipeter 900 µL de la solution commerciale de chrome VI certifiée à 1000 mg/L, dans une fiole jaugée de 10 mL contenant environ 5 mL d'eau, puis jauger au trait avec de l'eau. Mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est de 3 mois à température ambiante.

- Solution intermédiaire de chrome VI à 9 mg/L

Pipeter 1 mL de la solution intermédiaire de chrome VI à 90 mg/L dans une fiole jaugée de 10 mL contenant environ 5 mL d'eau, puis jauger au trait avec de l'eau. Mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est de 3 mois à température ambiante.

7.2 Détermination des composés inorganiques hydrosolubles de chrome VI

7.2.1 Matériels spécifiques

- Cassettes d'échantillonnage de 25mm en polypropylène (PP), 3 pièces, en forme de gobelet (SKC #225-8585) avec un filtre en copolymères vinyle/acrylique 25mm 0,8µm (Pall DM Metricel #64501) imprégné avec du NaOH 0,5N soutenu par un support en plastique (SKC #225-2901);
- Cassettes d'échantillonnage de 25mm en polypropylène (PP), 3 pièces, en forme de gobelet avec un filtre en copolymères vinyle/acrylique soutenu par un support en plastique.

7.2.2 Solutions spécifiques

- Solutions d'extraction

- Solution d'extraction concentrée $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 0,5 mol/L / NH_4OH 0,5 mol/L

Peser environ 66 g de sulfate d'ammonium et dissoudre dans environ 500 mL d'eau. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 litre, ajouter 34 mL d'hydroxyde d'ammonium concentré puis agiter. Jauger au trait avec de l'eau, mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est de 12 mois à température ambiante.

- Solution d'extraction de travail $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 0,05 mol/L / NH_4OH 0,05 mol/L à pH 8

Verser 100 mL de solution d'extraction concentrée dans une fiole jaugée de 1 litre, puis jauger au trait avec de l'eau. Mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est de 3 mois à température ambiante.

NOTE – Vérifier et ajuster le pH si nécessaire avec quelques gouttes de NH_4OH (ou H_2SO_4) concentrée.

- Solutions étalons de chrome VI pour la courbe d'étalonnage

Pipeter, selon le tableau suivant, les volumes appropriés des solutions intermédiaires de chrome VI (section 7.1) dans des fioles jaugées de 100 mL contenant environ 25 mL de la solution d'extraction de travail, puis jauger au trait avec cette même solution. Mélanger. Le temps de conservation de ces solutions est de 3 mois à température ambiante.

	Volume final (mL)	Solution à 10 mg/L (μL)	Solution à 100 mg/L (μL)	Concentration finale ($\mu\text{g/mL}$)	Concentration finale ($\mu\text{g}/10\text{ mL}$)
S0	100	-	-	0	0
S1	100	100	-	0,01	0,1
S2	100	-	50	0,05	0,5
S3	100	-	100	0,10	1,0
S4	100	-	300	0,30	3,0
S5	100	-	500	0,50	5,0

- Solutions de chrome VI pour le contrôle d'étalonnage (CE) et la valeur minimale rapportée (VMR)

Pipeter, selon le tableau suivant, les volumes appropriés des solutions intermédiaires de chrome VI (section 7.1) dans des fioles jaugées de 100 mL contenant environ 25 mL de la solution d'extraction de travail, puis jauger avec cette même solution. Mélanger. Le temps de conservation de ces solutions est de 3 mois à température ambiante.

	Volume final (mL)	Solution à 9 mg/L (μL)	Solution à 90 mg/L (μL)	Concentration finale ($\mu\text{g/mL}$)	Concentration finale ($\mu\text{g}/10\text{mL}$)
CEH ¹	100	-	500	0,45	4,5
CEB ²	100	-	50	0,045	0,45
VMR	100	45	-	0,004	0,04

¹ Haut-niveau; ² Bas niveau

7.2.3 Préparation des échantillons de contrôle de qualité sur filtre

NOTE – La préparation des échantillons de contrôle est identique pour les 2 types de cassettes (filtre imprégné ou non).

- Enlever les bouchons du côté de l'entrée d'air sur les cassettes;
- Déposer 50 μL de la solution intermédiaire de chrome VI à 90 mg/L dans chacune des cassettes puis remettre les bouchons.

NOTE – La quantité de chrome VI hydrosoluble sur le filtre (4,5 μg / filtre) représente 25% de la VEMP pour un volume d'échantillonnage de 360 litres et un volume final d'extraction de 10 mL.

7.2.4 Préparation des échantillons

NOTE – Le même mode opératoire doit être suivi pour la préparation des échantillons, les contrôles de qualité sur filtre et les blancs de réactifs. Noter dans les enregistrements du laboratoire, toute remarque pertinente concernant l'état de l'échantillon et/ou observation lors de la procédure d'extraction. Rincer trois (3) fois chaque connecteur utilisé du système Visiprep avec de l'eau entre chaque échantillon.

- Enlever les bouchons du côté de l'entrée d'air sur les cassettes;
IMPORTANT – Il faut s'assurer que le bouchon à la sortie d'air est en place et bien enfoncé.
- A l'aide d'une pipette, ajouter dans chaque cassette 5 mL de solution d'extraction de travail, puis remettre fermement le bouchon en place;
- Agiter mécaniquement (environ 225 oscillations/min) les cassettes pendant une heure de manière à ce que la solution d'extraction entre en contact avec toutes les parois internes de la cassette;
- Enlever les bouchons du côté sortie d'air sur chaque cassette et brancher celle-ci sur les connecteurs du support Visiprep, en ayant pris soin de mettre en-dessous une éprouvette identifiée au numéro d'échantillon correspondant ;
- Enlever de nouveau les bouchons du côté de l'entrée d'air, puis ouvrir très doucement le vide pour récupérer la solution dans l'éprouvette correspondante ;
NOTE – Un vide trop élevé peut occasionner un éclaboussement de l'échantillon.
- Fermer le vide, ajouter 3 mL de solution d'extraction diluée dans chaque cassette, puis laisser reposer quelques minutes ;
- Ouvrir le vide de nouveau puis récupérer la solution dans la même éprouvette;
- Fermer le vide et sortir les éprouvettes du système ;
- Jauger au trait de 10 mL avec la solution d'extraction de travail, puis boucher chaque éprouvette jusqu'à l'analyse.

NOTE – Pour la détermination des composés inorganiques hydrosolubles du chrome VI seulement, passer à la section 7.4. Après la dernière extraction, il est important de rincer trois (3) fois chaque connecteur du système Visiprep avec la solution d'extraction puis avec de l'eau. Faire sécher le système en s'assurant qu'il ne reste pas d'eau dans les tubes des connecteurs.

IMPORTANT – Si les composés inorganiques hydro insolubles du chrome VI doivent également être déterminés (sur filtre non imprégné seulement), conserver toutes les cassettes en vue d'un traitement subséquent.

7.3 Détermination des composés inorganiques hydro insolubles de chrome VI

7.3.1 Matériels spécifiques

- Bêchers en plastique, par exemple en polytétrafluoroéthylène (PTFE), de 250 mL pour la préparation des échantillons;
- Pince avec embouts non métalliques, pour retirer le filtre de la cassette;
- Bain à ultrasons;
- Papier enduit de paraffine.

7.3.2 Réactifs spécifiques

- Carbonate de sodium (Na_2CO_3), anhydre, fraction massique du carbonate de sodium >99,9 % (CAS N° 471-34-1);
- Hydroxyde de sodium (NaOH), 10N, fraction massique > 99,5 % (CAS N° 1310-73-2);

AVERTISSEMENT — L'hydroxyde de sodium est irritant pour le système respiratoire et provoque des brûlures. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux, ou par inhalation de poussières. Utiliser un équipement de protection individuelle approprié (y compris gants appropriés, écran facial ou lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec des pastilles d'hydroxyde de sodium ou avec une solution d'hydroxyde de sodium concentrée. Tout travail avec des réactifs doit être réalisé sous une hotte.

- Chromate de plomb (PbCrO_4), fraction massique de chromate de plomb > 99,5 % (CAS N° 7758-97-6), pour la préparation des échantillons de contrôle de qualité sur filtre.

7.3.3 Solutions spécifiques

- Solutions d'extraction

- Solution d'extraction concentrée (NaOH 2% / Na_2CO_3 3%)

Verser 50 mL d'hydroxyde de sodium 10N dans une fiole jaugée de 1 litre contenant environ 250 mL d'eau, puis ajouter 30 g de carbonate de sodium, agiter pour assurer la dissolution du carbonate de sodium et laisser refroidir. Jauger au trait avec de l'eau, mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est de 12 mois à température ambiante.

- Solution d'extraction de travail (NaOH 0,2% / Na_2CO_3 0,3%)

Verser 100 mL de solution d'extraction concentrée dans une fiole jaugée de 1 litre contenant environ 500 mL d'eau, puis jauger au trait avec de l'eau. Mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est de 6 mois à température ambiante.

- Solutions étalons de chrome VI pour la courbe d'étalonnage

Pipeter, selon le tableau suivant, les volumes appropriés des solutions intermédiaires de chrome VI (section 7.1) dans des fioles jaugées de 100 mL contenant environ 25 mL de la solution d'extraction de travail, puis jauger au trait avec cette même solution. Mélanger. Le temps de conservation de ces solutions est de 3 mois à température ambiante.

	Volume final (mL)	Solution à 10 mg/L (μL)	Solution à 100 mg/L (μL)	Concentration finale ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	Concentration finale ($\mu\text{g}/10 \text{ mL}$)
S0	100	-	-	0	0
S1	100	100	-	0,01	0,1
S2	100	-	50	0,05	0,5
S3	100	-	100	0,10	1,0
S4	100	-	300	0,30	3,0
S5	100	-	500	0,50	5,0

- Solutions de chrome VI pour le contrôle d'étalonnage (CE) et la valeur minimale rapportée (VMR)

Pipeter, selon le tableau suivant, les volumes appropriés des solutions intermédiaires de chrome VI (section 7.1) dans des fioles jaugées de 100 mL contenant environ 25 mL de la solution d'extraction de travail, puis jauger au trait avec cette même solution. Mélanger. Le temps de conservation de ces solutions est de 3 mois à température ambiante.

	Volume final (mL)	Solution à 9 mg/L (μ L)	Solution à 90 mg/L (μ L)	Concentration finale (μ g/mL)	Concentration finale (μ g/10mL)
CEH ¹	100	-	500	0,45	4,5
CEB ²	100	-	50	0,045	0,45
VMR	100	45	-	0,004	0,04

¹ Haut-niveau; ² Bas niveau

7.3.4 Préparation des échantillons de contrôle de qualité sur filtre

- Peser précisément environ 100 μ g de PbCrO₄ broyé sur un filtre, puis déposer le filtre dans un bécher. Prendre note du poids de PbCrO₄ pesé et calculer l'équivalent en masse de chrome VI.
- Mettre un verre de montre sur le bécher et mettre de côté jusqu'à l'analyse.
NOTE – La quantité de chrome VI hydro insoluble sur le filtre (16 μ g / filtre) représente environ 400% de la VEMP pour un volume d'échantillonnage de 360 litres et un volume final d'extraction de 10 mL. Le facteur gravimétrique est de 0,1609.

7.3.5 Préparation des échantillons

NOTE – Le même mode opératoire de préparation doit être suivi pour les échantillons, les contrôles de qualité sur filtre et les blancs de réactifs. Noter dans les enregistrements du laboratoire, toute remarque pertinente concernant l'état de l'échantillon et/ou observation lors de la procédure d'extraction.

- Procéder d'abord à l'extraction des composés inorganiques hydrosolubles de chrome VI selon l'étape 7.2.5 et si nécessaire, conserver toutes les solutions recueillies en vue d'un traitement subséquent;
- Ouvrir la cassette, récupérer et mettre de côté la partie supérieure (entrée d'air) de la cassette;
- Récupérer soigneusement le filtre de chaque cassette à l'aide de pince en plastique puis transférer celui-ci, côté échantillonné vers le fond, dans un bécher identifié au numéro de l'échantillon correspondant;
- **NOTE** – S'il y a perte de poussières lors du transfert dans le bécher d'extraction, une note appropriée est ajoutée dans les enregistrements du laboratoire afin de consigner par écrit cette observation sur le rapport d'analyse.
- Rincer avec 5 mL de solution d'extraction diluée, la partie supérieure de la cassette au-dessus du bécher correspondant pour récupérer, s'il y a, les particules restantes;
- Mettre sur chaque bécher un verre de montre, puis sceller avec un papier enduit de paraffine;
- Mettre les bécchers au bain à ultrasons pour 1 heure;
- Récupérer la solution de chaque bécher dans une éprouvette identifiée au numéro de l'échantillon correspondant en rinçant quantitativement le bécher avec la solution d'extraction diluée;
- Jauger au trait de 10 mL avec la solution d'extraction de travail puis boucher l'éprouvette jusqu'à l'analyse.

NOTE – Après la dernière extraction, il est important de rincer trois (3) fois chaque connecteur du système Visiprep avec la solution d'extraction puis avec de l'eau. Faire sécher le système en s'assurant qu'il ne reste pas d'eau dans les tubes des connecteurs.

7.4 Étalonnage

- Paramétrer le chromatographe ionique conformément aux recommandations du fabricant et à la méthode d'analyse. Les paramètres les plus importants sont identifiés dans le tableau suivant :

Débit de l'éluant	1,5 mL/min
Débit du réactif (DPC)	~ 0,5 mL/min
Pression au régulateur du DPC	~ 40 psi
Détecteur UV-Visible	Unité AU*min
Longueur d'onde	540 nm
Pression de la pompe	~ 2400 psi
Boucle d'injection	250 µL
Temps de rétention	~ 4,3 min
Temps d'analyse	7 min
Type de traitement de la courbe	Linéaire (YLOff)
Ordonnée à l'origine	Ignore
Méthode d'intégration	Aire de pic
Seuil d'intégration (AU*min)	0,0005

- Mettre en route le système chromatographique et laisser stabiliser la ligne de base pendant une heure au minimum;
NOTE – Pour assurer une réaction quantitative du 1,5-diphénylcarbazine avec le chrome VI, le pH du mélange doit être très acide. Ajuster, si nécessaire, le pH de l'effluent à une valeur inférieure ou égale à pH 2, en réduisant le rapport entre le débit d'éluant et le débit de réactif ou en augmentant la concentration en acide sulfurique dans le réactif à la diphénylcarbazine. Allouer une période de stabilisation d'au moins 15 minutes au système si un ajustement du pH a été nécessaire. Il est important que le rapport entre le débit d'éluant et le débit du réactif reste constant, que le débit total ne dépasse pas le débit maximal du détecteur et que le réactif soit en excès. Le rapport entre le débit d'éluant et le débit de réactif est généralement de l'ordre de 3/1.
- Injecter quelques étalons de concentration identique pour vérifier la stabilité du signal;
NOTE – Le déviation standard relative (RSD) sur les résultats obtenus ne doit pas varier de plus de 5%, dans le cas contraire, laisser le système se stabiliser plus longtemps.
- Mélanger, puis transférer soigneusement dans des vials de 5 mL identifiés au numéro de l'échantillon correspondant, une aliquote de chaque solution étalon, puis fermer avec le bouchon approprié;
- Injecter par ordre de concentration croissante, les différentes solutions d'étalonnage afin de construire une courbe d'étalonnage d'au moins cinq concentrations (la solution de blanc et quatre solutions d'étalonnage) et mesurer l'absorbance du chrome VI, en mode « aire de pic », pour chaque solution d'étalonnage.

La courbe d'étalonnage est calculée par le logiciel d'acquisition par régression linéaire et est exprimée sous la forme de l'équation suivante :

$$S = m[\text{CrVI}] + b$$

où:

S	=	Signal, en AU*min
m	=	Pente de la courbe d'étalonnage
[Cr VI]	=	Concentration de chrome VI, en µg/10 mL
b	=	Ordonnée à l'origine

NOTE – Le coefficient de détermination (r^2) doit être supérieur à 0,990. Dans le cas contraire, il est possible de supprimer un point d'étalonnage et de retraiter les données pour obtenir un coefficient supérieur à 0,990, mais il convient de respecter un nombre minimal de 4 solutions d'étalonnage incluant la solution de blanc d'étalonnage.

7.5 Analyse

Après l'établissement de la courbe d'étalonnage, les échantillons de contrôle d'étalonnage, valeur minimale rapportée, blanc de réactifs, échantillons de contrôle de qualité sur filtres et les échantillons sont analysés successivement selon la séquence d'analyse proposée (section 7.5.2). La concentration de chrome VI dans les échantillons est ensuite déterminée par comparaison entre l'aire du pic obtenue pour l'échantillon et la gamme de solutions étalons.

NOTE – Une solution étalon est analysée à tous les 7 échantillons. Si la déviation standard relative entre deux résultats de ce même étalon présente une variation de plus de $\pm 5\%$, il faut procéder à un nouvel étalonnage de l'instrument et analyser de nouveau les échantillons qui étaient en cours d'analyse lorsque le changement de sensibilité est apparu.

La concentration de chrome VI déterminée dans l'échantillon doit se situer dans le domaine d'application de la méthode d'analyse. S'il s'avère que la concentration de chrome VI dans l'échantillon est supérieure à la concentration la plus élevée du domaine d'application, une dilution appropriée de l'échantillon avec un appariement de matrice est effectué, puis l'analyse est ré-effectuée de nouveau en tenant compte du facteur de dilution lors des calculs.

7.5.1 Contrôle de qualité

Plusieurs types de contrôles sont analysés au cours de la séquence d'analyse afin de vérifier l'étalonnage et la variation de la sensibilité. Chaque contrôle doit répondre aux critères établis pour ce contrôle et tout dépassement ou déviation doit être documenté et des actions adéquates prévues par le système qualité devront être entreprises.

- **Contrôle d'Étalonnage (CE).** Ces deux solutions de contrôle sont analysées juste après l'étalonnage de l'instrument. Leurs concentrations se situent à environ 10% (CEB) et 90% (CEH) du maximum de la courbe d'étalonnage. **NOTE** - La solution commerciale servant à préparer les solutions de contrôle d'étalonnage doit idéalement provenir d'un manufacturier différent de celui utilisé pour préparer les solutions standards pour la courbe d'étalonnage, sinon d'un lot différent ou en dernier recours d'une solution intermédiaire différente.
- **Contrôle du Blanc d'Étalonnage (CBE).** Cet échantillon de contrôle est la même solution que le blanc d'étalonnage préparée pour la courbe standard et est analysée après les deux CE.
- **Valeur Minimum Rapportée (VMR).** Cet échantillon de contrôle est une solution analysée après les Contrôles d'Étalonnage (CE). Ce contrôle vérifie la réponse de l'instrument à la valeur minimale rapportée de la méthode analytique.
- **Contrôle Continu d'Étalonnage (CCE).** Cet échantillon de contrôle est une des solutions étalons préparées pour la courbe d'étalonnage et est analysée après tous les 7 échantillons. Sa concentration représente environ la concentration au milieu de la courbe d'étalonnage.
- **Contrôle Continu du Blanc d'étalonnage (CCB).** Cet échantillon de contrôle est la même solution que le blanc d'étalonnage préparée pour la courbe d'étalonnage et est analysée après chaque CCE.
- **Blanc De Réactifs (BDR).** Cet échantillon de contrôle est une solution qui contient seulement les réactifs. Il suit toutes les étapes de préparation et d'analyse d'un échantillon. Il sert à vérifier si les étapes de préparation amènent une contamination dans les échantillons. Un (1) blanc de réactifs est analysé pour chaque séquence d'analyse.

- Contrôle de Qualité sur filtres (CQ). Ces échantillons de contrôles sont des filtres enrichis en chrome VI (hydrosoluble ou hydro insoluble). Ils suivent toutes les étapes de préparation et d'analyse d'un échantillon. Deux (2) échantillons de contrôle de même concentration sont analysés pour chaque séquence d'analyse. Les résultats sont utilisés pour vérifier l'exactitude et la précision de la méthode analytique.

7.5.2 Séquence d'analyse proposée

- Étalon (3X)
- Étalons de la courbe d'étalonnage
- Contrôles CEB, CEH, CBE et VMR
- CCE et CCB
- Blanc de réactifs
- Contrôle de Qualité sur filtre #1
- Contrôle de Qualité sur filtre #2
- 4 Échantillons
- CCE et CCB
- 7 échantillons
- CCE et CCB
- 7 échantillons
- Etc...
- CCE et CCB
- VMR
- Eau

8. CALCULS

Le calcul de la concentration de chrome VI pour l'échantillon d'air aux conditions ambiantes s'effectue à l'aide de l'équation suivante:

$$[\text{Cr VI}] = (([\text{Cr VI}]_1 \times V_1 \times F) - ([\text{Cr VI}]_0 \times V_0)) / V$$

où

[Cr VI]	=	Concentration de chrome VI dans l'échantillon (exprimé en chrome), en mg/m ³
[Cr VI] ₀	=	Concentration de chrome VI dans les blancs ¹ de solutions, en µg/10 mL
[Cr VI] ₁	=	Concentration de chrome VI dans l'échantillon, en µg/10 mL
V	=	Volume d'échantillonnage, en litres (L)
V ₀	=	Volume final des blancs de solutions, en millilitres (mL)
V ₁	=	Volume final de l'échantillon, en millilitres (mL)
F	=	Facteur de dilution (F=1 en l'absence de dilution)

¹La concentration de chrome VI dans les blancs de solutions provient de la somme des résultats obtenus lors de l'analyse des échantillons de blanc de réactifs et de blanc de filtres. La concentration des blancs de filtres est déterminée pour chaque lot de filtre imprégné et représente la concentration moyenne de chrome VI obtenu sur 10 échantillons soumis à l'ensemble de la procédure analytique. Les résultats des échantillons ne sont pas corrigés pour les résultats obtenus pour les cassettes témoins. Les résultats des cassettes témoins sont rapportés en masse totale (µg).

9. PARAMÈTRES DE VALIDATION

9.1 Limite de détection, limite de quantification et valeur minimale rapportée (VMR)

La limite de détection méthodologique (LDM) représente la plus basse concentration pour un composé analysé dans une matrice réelle qui, lorsqu'il subit toutes les étapes d'une méthode complète, incluant les extractions chimiques et le prétraitement, produit un signal détectable avec une fiabilité définie statistiquement différent de celui produit par un « blanc » dans les mêmes conditions. La LDM représente la concentration équivalente à 3 fois l'écart type obtenu à partir de 10 échantillons enrichis de chrome hexavalent à très basse concentration et soumis à l'ensemble de la procédure analytique. La limite de quantification méthodologique (LQM) représente la concentration équivalente à 10 fois l'écart type obtenu sur ces mêmes échantillons.

La valeur minimale rapportée (VMR) consiste en la quantité minimale de contaminant qui est quantifiée dans les laboratoires de l'IRSST. Elle tient compte d'un ou de plusieurs des aspects suivants : la linéarité de la méthode dans les conditions expérimentales utilisées, l'efficacité de la récupération et la pertinence du dosage à de très bas niveaux de concentration.

COMPOSÉS INORGANIQUES DE CHROME VI	TYPE DE FILTRE	LIMITE DE DÉTECTION (µg par filtre)	LIMITE DE QUANTIFICATION (µg par filtre)	VALEUR MINIMALE RAPPORTÉE (µg par filtre)
Hydro-soluble ¹	imprégné	0,003	0,010	0,04
Hydro-soluble ^{2,4}	non imprégné	0,003	0,009	0,04
Hydro insoluble ^{3,4}	non imprégné	0,004	0,012	0,04

¹ K₂CrO₄; ² CaCrO₄ et K₂CrO₄; ³ PbCrO₄, SrCrO₄ et ZnCrO₄; ⁴ moyenne quadratique des résultats

9.2 Fidélité

La fidélité correspond à l'étroitesse de l'accord entre les résultats obtenus en appliquant le procédé expérimental à plusieurs reprises dans des conditions bien déterminées. Selon les conditions d'exécution de l'essai, cette caractéristique s'exprime sous forme de réplicabilité ou de répétabilité pour une méthode analytique. La fidélité correspond à la précision de la méthode.

La réplicabilité a été déterminée à partir des résultats individuels obtenus sur 24 échantillons soumis à la même procédure analytique (4 niveaux de concentration, 6 échantillons par niveau de concentration) dans le même laboratoire et dans les conditions suivantes : même analyste, même appareil et même jour.

La répétabilité a été déterminée à partir des résultats individuels obtenus de 24 échantillons soumis à la même procédure analytique (4 niveaux de concentration, 6 échantillons par niveau de concentration) dans le même laboratoire et dont au moins l'un des éléments suivants était différent: l'analyste, l'appareil, le jour.

COMPOSÉS INORGANIQUES DE CHROME VI	TYPE DE FILTRE	RÉPLICABILITÉ (%)	RÉPÉTABILITÉ (%)
Hydro-soluble ¹	imprégné au NaOH	0,9	0,7
Hydro-soluble ^{2,4}	non imprégné	0,6	1,6
Hydro insoluble ^{3,4}	non imprégné	0,7	1,3

¹ K₂CrO₄; ² CaCrO₄ et K₂CrO₄; ³ PbCrO₄, SrCrO₄ et ZnCrO₄; ⁴ moyenne quadratique des résultats

9.3 Justesse

La justesse correspond à l'écart de l'accord entre la valeur certifiée par un organisme reconnu (ou en lien avec celui-ci) et le résultat moyen qui a été obtenu sur 10 échantillons soumis à l'ensemble de la procédure analytique. La justesse se mesure, à un niveau donné de concentration, dans le domaine d'application de la méthode. Elle s'exprime en fonction de l'erreur relative.

COMPOSÉS INORGANIQUE DE CHROME VI	TYPE DE FILTRE	JUSTESSE (%)
Hydro-soluble ¹	imprégné au NaOH	99,5
Hydro-soluble ^{2,4}	non imprégné	96,5
Hydro insoluble ^{3,4}	non imprégné	92,9

¹ K₂CrO₄; ² CaCrO₄ et K₂CrO₄; ³ PbCrO₄, SrCrO₄ et ZnCrO₄; ⁴ moyenne quadratique des résultats

9.4 Récupération

Le taux de récupération correspond à la différence (en pourcentage) entre la concentration mesurée d'un échantillon fortifié et la concentration mesurée du même échantillon non fortifié, divisée par la concentration de la substance ajoutée. Ce rapport tient compte de la transformation chimique qui s'est produite, s'il y a lieu. On retrouve au tableau suivant, les pourcentages de récupération obtenus pour différents composés inorganiques hydrosolubles et hydro insolubles de chrome VI.

COMPOSÉS DE CHROME VI	RÉCUPÉRATION (%)	N	CV (%)
Chromate de potassium ¹ [CAS #7789-00-6]	98,6	35	1,6
Chromate de potassium ² [CAS #7789-00-6]	95,6	35	2,9
Chromate de calcium [CAS #13765-19-0]	101	35	1,4
Chromate de plomb [CAS #7758-97-6]	99,9	35	1,3
Chromate de strontium [CAS #7789-06-2]	101	35	2,6
Chromate de zinc [CAS #13530-65-9]	99,9	35	1,1

¹ sur filtre imprégné ² sur filtre non imprégné

9.5 Incertitude de mesure

L'incertitude de mesure analytique (CV_A) de la méthode a été calculée avec les résultats individuels obtenus sur 35 échantillons (5 niveaux de concentration, 7 échantillons par niveau) soumis à l'ensemble de la procédure analytique. L'incertitude de mesure analytique est égale à la racine carrée de la somme des carrés des CV divisée par le nombre de concentrations.

L'incertitude de mesure étendue (CV_E) pour l'ensemble du dosage et de l'échantillonnage a été calculée en tenant compte d'un coefficient de variation estimé à 5 % pour l'échantillonnage et d'un seuil de probabilité de 95 %.

COMPOSÉS INORGANIQUE DE CHROME VI	TYPE DE FILTRE	CV _A (%)	CV _E (%)
Hydro-soluble ¹	imprégné	3,6	12,1
Hydro-soluble ^{2,4}	non imprégné	2,6	11,1
Hydro insoluble ^{3,4}	non imprégné	3,8	12,3

¹ K₂CrO₄; ² CaCrO₄ et K₂CrO₄; ³ PbCrO₄, SrCrO₄ et ZnCrO₄; ⁴ moyenne quadratique des résultats

10. RÉFÉRENCES

Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail. Direction des opérations, IRSST, T-06 Guide technique, Montréal, Québec, (Février 2005). <http://www.irsst.qc.ca/files/documents/PubIRSST/T-06.pdf>

ISO 16740:2005, Air des lieux de travail — Détermination du chrome hexavalent dans les particules en suspension dans l'air - Méthode par chromatographie ionique et détection spectrophotométrique avec diphénylcarbazine

United States Occupational Safety and Health Administration (OSHA), OSHA Analytical Methods Manual, Method ID-215 (version 2) — Hexavalent chromium in workplace atmospheres, OSHA, Salt Lake City, UT, États-Unis (2006). http://www.osha.gov/dts/sltc/methods/inorganic/id215_v2/id215_v2.html

ASHLEY, K., HOWE, A.M., DEMANGE, M. and NYGREN, O., Sampling and analysis considerations for the determination of hexavalent chromium in workplace air, *J. Environ. Monit.*, 5, 2003, p. 707