

Méthode analytique

## **Détermination de la concentration des métaux dans l'air par ICP-MS – Prélèvement effectué sur filtre encapsulé digérable : Solu-Sert™**

**Responsable technique de la méthode**

Mickaël Calosso, M. Sc., Chimiste

**Personne ayant contribué à la présente version de cette méthode**

Marie-France Bisson, Technicienne de laboratoire

MÉTHODES DE  
LABORATOIRES

MA-394



### **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.

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

### **Dépôt légal**

Bibliothèque et Archives nationales du Québec, 2018  
ISBN : 978-2-89631-991-6  
ISSN : 0820-8395

Lorsque imprimé, ce document est non contrôlé.  
SVP vous référer au document disponible sur support informatique

No. Révision : 1 - Date de diffusion: 2018-07-19

Lorsque imprimé, ce document est non contrôlé.  
SVP vous référer au document disponible sur support informatique

No. Révision : 1 - Date de diffusion: 2018-07-19

SUBSTANCES	CAS	NORMES <sup>1</sup> (VEMP <sup>2</sup> )
Aluminium, fumées de soudage	7429-90-5	5 mg.m <sup>-3</sup>
Arsenic, élémentaire et composés inorganiques	7440-38-2	0,1 mg.m <sup>-3</sup>
Cadmium, élémentaire et composés	7440-43-9	0,025 mg.m <sup>-3</sup>
Chrome, métal	7440-47-3	0,5 mg.m <sup>-3</sup>
Cobalt, élémentaire et composés inorganiques	7440-48-4	0,02 mg.m <sup>-3</sup>
Cuivre, fumée de	7440-50-8	0,2 mg.m <sup>-3</sup>
Fer, trioxyde de, fumées et poussières	1309-37-1	5 mg.m <sup>-3</sup>
Magnésium, oxyde de (fumées)	1309-48-4	10 mg.m <sup>-3</sup>
Manganèse, fumées poussières et composés	7439-96-5	0,2 mg.m <sup>-3</sup>
Nickel, métal	7440-02-0	1 mg.m <sup>-3</sup>
Plomb, et ses composés mis en solution	7439-92-1	0,5 mg.m <sup>-3</sup>
Vanadium, pentoxyde de, fumées et poussières respirables	1314-62-1	0,05 mg.m <sup>-3</sup>
Zinc, chlorure de (fumées)	7646-85-7	1 mg.m <sup>-3</sup>

<sup>1</sup> Règlement sur la santé et la sécurité du travail

<sup>2</sup> VEMP (Valeur d'exposition moyenne pondérée)

## APPLICABILITÉ

À tous les composés métalliques ou oxydes métalliques pouvant être mis en solution lors de la digestion acide utilisée dans cette méthode.

### Domaine :

SUBSTANCES	DOMAINE	SUBSTANCES	DOMAINE
Aluminium	0,028 à 11,1 mg.m <sup>-3</sup>	Magnésium	0,056 à 2,2 mg. m <sup>-3</sup>
Arsenic	0,00028 à 0,017 mg.m <sup>-3</sup>	Manganèse	0,00056 à 1,1 mg.m <sup>-3</sup>
Cadmium	0,00014 à 0,056 mg.m <sup>-3</sup>	Nickel	0,0011 à 2,2 mg.m <sup>-3</sup>
Chrome	0,0056 à 1,1 mg.m <sup>-3</sup>	Plomb	0,00056 à 0,11 mg.m <sup>-3</sup>
Cobalt	0,00022 à 0,044 mg.m <sup>-3</sup>	Vanadium	0,00056 à 0,11 mg.m <sup>-3</sup>
Cuivre	0,0022 à 0,44 mg.m <sup>-3</sup>	Zinc	0,0056 à 1,1 mg.m <sup>-3</sup>
Fer	0,028 à 11,1 mg.m <sup>-3</sup>		

**Remarque :** Ces valeurs tiennent compte d'un volume d'échantillonnage recommandé de 180 litres, d'une mise en solution dans un volume de 10 mL et d'une dilution 1/10 de l'échantillon.

**Coefficient de détermination ( $r^2$ ) > 0,998 ou Coefficient de corrélation  $r$  > 0,999**

## LIMITATIONS ET INTERFÉRENCES

- Les concentrations obtenues dépendent de la capacité de notre méthode à mettre en solution les métaux présents dans l'échantillon.
- On distingue deux types d'interférences : les interférences spectrales et non spectrales.
- Les interférences non spectrales, généralement appelées effets de matrice, ont pour origine la composition de la matrice et ont pour conséquence une suppression physique du signal de l'analyte. Ce phénomène est observé lorsque la matrice est composée d'un niveau trop élevée de sels dissous ou d'une concentration en acide trop élevée dans l'échantillon. Dans la mesure du possible, l'effet de matrice peut être atténué ou éliminé par l'utilisation d'un standard interne et/ou par la dilution de l'échantillon quand cela est possible.
- Les interférences spectrales existent sous deux formes : les interférences isobariques et les interférences polyatomiques. Les isotopes d'intérêts sélectionnés ont permis d'éviter la présence d'interférences isobariques. L'utilisation d'une cellule de collision/réaction en mode collision permet d'atténuer ou d'éliminer la présence d'interférences polyatomiques.

## PRÉLÈVEMENT

### 1) Système d'échantillonnage

<b>Support</b>	Solu-Sert™ 25 mm et 37 mm (filtre ECM 0,8 µm encapsulé dans une membrane en acétate de cellulose)
<b>Type de dispositif</b>	Cassette 2 pièces en polypropylène avec support de cellulose

**Consigne** : Un échantillon-témoin contenant un filtre provenant du même lot doit être prévu. Voir référence [1] pour la fréquence et le nombre à prévoir.

**Remarque** : En raison des propriétés hygroscopiques de la cellulose, les Solu-Sert™ ne sont pas recommandés pour l'analyse gravimétrique.

### 2) Conditions de prélèvement recommandées

**Débit** : 1,5 L.min<sup>-1</sup> (ajustable de 1,5 à 4 L.min<sup>-1</sup>)

**Temps d'échantillonnage** : 120 min

**Volume d'échantillonnage** : 180 litres (L)

### 3) Durée de conservation testée et validée

Stable à température ambiante

### 4) Entreposage

À température ambiante

Durée maximale : N'a pas été déterminée

### 5) Détails

Retirer les bouchons de la cassette et relier la partie supérieure (bouchon rouge) à l'aide d'un tube flexible à la pompe.

Procéder à l'échantillonnage selon le débit et la durée recommandée.

Après l'échantillonnage, replacer les bouchons sur la cassette et bien emballer pour l'expédition.

Pour plus d'information sur l'échantillonnage, se référer au *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail* <sup>1</sup>

## RÉACTIFS ET ÉTALONS

- Acide nitrique, TraceMetal (CAS 7697-37-2)
- Acide perchlorique, TraceMetal (CAS 7601-90-3)
- Acide chlorhydrique, TraceMetal (CAS 7647-01-0)
- Peroxyde d'hydrogène, Supra (CAS 7722-84-1)
- Solution commerciale multiéléments de standard interne
- Solution commerciale multiéléments ajustées pour notre courbe d'étalonnage
- Solutions commerciales multiéléments ajustées pour nos contrôles
- Argon (pureté > 99,998 %), hélium (pureté > 99,9999 %)

## APPAREILLAGE ET MATÉRIEL

- Pinces avec pointes inertes pour la manipulation des filtres
- Bêchers de digestion de 50 mL en téflon
- Fioles jaugées de volume approprié munies de bouchons étanches pour préparation de solutions étalons ou de contrôles
- Éprouvettes graduées de 13 et 15 mL à usage unique
- Pipette Eppendorf munie d'un Combotip pour l'ajout des acides concentrés
- Centrifugeuse avec accessoires pour éprouvettes de 15 mL
- Pipettes électroniques avec embouts jetables
- Plaque chauffante agitatrice
- Passeur d'échantillon ESI SC-4 DX avec autodiluteur prepFAST S400V
- Spectromètre de masse à plasma induit (ICP-MS), Nexion 350D, Perkin Elmer

### Commentaires :

- Tous les bêchers de téflon utilisés pour la digestion des échantillons ont suivi un cycle de décontamination incluant un trempage dans un bain d'acide nitrique concentré.
- Les solutions aqueuses concentrées d'acide perchlorique sont fortement oxydantes. Elles peuvent réagir de manière explosive avec de nombreux produits : alcools, glycols, cétones, éthers, glycérol, hypophosphites, sulfoxydes, acier, bismuth, antimoine, etc.
- Les agents déshydratants, tels que l'acide sulfurique, le pentaoxyde de diphosphore ou l'anhydride acétique, conduisent à la formation d'heptaoxyde de dichlore (anhydride de l'acide perchlorique), composé explosif.

## PRÉPARATION DE L'ANALYSE

Nombre d'étapes de préparation : 2

Étape 1	Digestion acide des échantillons (Solu-Sert™ + particules collectées). Échantillons récupérés et jaugés à 10 mL avec l'acide nitrique à 1 %.
Étape 2	Dilution systématique des échantillons 1/10 dans une matrice d'acide nitrique à 1 %.

### Commentaires :

Tous les échantillons de contrôle de qualité (CQ) sont traités selon la même procédure que les autres échantillons. Préparer un nombre de blancs approprié pour estimer le niveau de contamination des réactifs et de l'étape de digestion.

## CONDITIONS ANALYTIQUES

<b>Technique analytique</b>	: Spectromètre de masse à plasma induit (ICP-MS)
<b>Injecteur</b>	: Boucle d'injection de 1,5 mL
<b>Pompe</b>	: Pompe péristaltique réglée à 6 rpm
<b>Auto-échantillonneur</b>	: ESI SC-4 DX
<b>Auto-diluteur</b>	: PrepFast S400V. Courbes de calibration et CQ automatisés. Dilution automatique des échantillons hors domaine d'analyse
<b>Éluant</b>	: Acide nitrique 1 %
<b>Isotope analysé</b>	: <sup>24</sup> Mg, <sup>27</sup> Al, <sup>51</sup> V, <sup>52</sup> Cr, <sup>55</sup> Mn, <sup>57</sup> Fe, <sup>59</sup> Co, <sup>60</sup> Ni, <sup>63</sup> Cu, <sup>66</sup> Zn, <sup>75</sup> As, <sup>111</sup> Cd, <sup>206</sup> , <sup>207</sup> , <sup>208</sup> Pb
<b>Standard interne</b>	: <sup>45</sup> Sc, <sup>89</sup> Y, <sup>72</sup> Ge, <sup>159</sup> Tb
<b>Mode d'analyse</b>	: DEC/KED (Discrimination en Énergie Cinétique/Kinetic Energy Discrimination). L'hélium est utilisé comme un gaz non réactif qui permet l'atténuation ou l'élimination des interférences polyatomiques.
<b>Débit de gaz d'hélium</b>	: 3,9 et 4.9 L.min <sup>-1</sup>
<b>Détecteur</b>	: SimulScan™ dual-stage (pulse counting ou analog)
<b>Puissance du plasma</b>	: 1600 Watts
<b>Débit de gaz d'argon</b>	: 16 L.min <sup>-1</sup>
<b>Débit au nébuliseur</b>	: ≈ 1 L.min <sup>-1</sup>

---

## ÉTALONNAGE

La concentration de l'extrait de l'échantillon est déterminée par une équation de type  $Y = AX$ .

### Commentaires :

La concentration des éléments déterminée dans l'échantillon doit se situer dans le domaine d'étalonnage de la méthode d'analyse. S'il s'avère que la concentration d'un ou de plusieurs éléments dans l'échantillon est supérieure à la concentration la plus élevée de ce domaine, une dilution appropriée de l'échantillon avec un appariement de matrice est effectuée, puis l'analyse est réalisée de nouveau en tenant compte du facteur de dilution lors des calculs. Par conséquent, la valeur minimum rapportée (VMR) sera ajustée en fonction de la dilution supplémentaire.

## CALCULS ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calcul de la concentration de l'élément considéré pour l'échantillon d'air :

$$C = \frac{(Q_{éch} \times F \times V_{éch}) - C_f - (Q_{3b} \times F_b \times V_b)}{V_{air}}$$

Où :

C	=	Concentration de l'élément dans l'échantillon d'air, en <b>mg.m<sup>-3</sup></b>
Q <sub>éch</sub>	=	Concentration de l'élément dans l'échantillon en solution, en <b>µg.L<sup>-1</sup></b>
V <sub>éch</sub>	=	Volume auquel l'échantillon a été jaugé, en <b>L</b>
F	=	Facteur de dilution totale (F=1 en l'absence de dilution)
C <sub>f</sub>	=	Contamination de l'élément sur les filtres, en <b>µg</b>
Q <sub>3b</sub>	=	Concentration moyenne de l'élément dans les trois blancs de solution, en <b>µg.L<sup>-1</sup></b>
V <sub>b</sub>	=	Volume auquel les blancs de solution ont été jaugés en <b>L</b>
F <sub>b</sub>	=	Facteur de dilution
V <sub>air</sub>	=	Volume d'air échantillonné en <b>L</b>

### Commentaires :

- La concentration des éléments dans les blancs de solution provient de la moyenne des résultats obtenue lors de l'analyse des trois échantillons de blanc de digestion. La soustraction de la contamination moyenne des trois blancs sera effectuée si cette valeur est supérieure à la limite de quantification de la méthode (LQM) et si celle-ci est supérieure à 0,5 × VMR (valeur minimum rapportée) pour l'élément considéré.
- Une évaluation statistique de la contamination des filtres est effectuée au laboratoire avant de rendre disponible ceux-ci. La contamination des filtres C<sub>f</sub> est prise en considération lorsque la quantité de l'élément (Ex : Fe) est > à 5 % de la VMR. Si la quantité de l'élément est < à 5 % de la VMR C<sub>f</sub> = 0.
- Les résultats des échantillons ne sont pas corrigés pour les résultats obtenus pour les cassettes témoins.

## VALIDATION

*Remarque : Ces données de validation représentent la performance de la méthode au moment de sa publication. Pour les valeurs à jour de certaines données, se référer au site Web de l'IRST.*

### Limite de détection et Limite de quantification

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	LIMITE DE DÉTECTION (µg.L <sup>-1</sup> )	LIMITE DE QUANTIFICATION (µg.L <sup>-1</sup> )
Aluminium	1,4	4,6
Arsenic	0,056	0,19
Cadmium	0,022	0,074
Chrome	2,7	9,0
Cobalt	0,041	0,14
Cuivre	0,47	1,6
Fer	1,5	5,1
Magnésium	5,5	18,5
Manganèse	0,12	0,41
Nickel	0,31	1,0
Plomb	0,11	0,37
Vanadium	0,11	0,35
Zinc	1,0	3,5

**Précision (Fidélité)**

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	RÉPLICABILITÉ (%)	RÉPÉTABILITÉ (%)
Aluminium	3,0	3,3
Arsenic	2,7	3,5
Cadmium	2,4	3,3
Chrome	4,2	3,9
Cobalt	2,6	3,3
Cuivre	3,2	3,1
Fer	2,3	2,3
Magnésium	3,3	2,6
Manganèse	2,9	3,2
Nickel	2,6	3,8
Plomb	2,3	2,1
Vanadium	3,3	3,5
Zinc	2,8	3,1

**Justesse**

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	JUSTESSE (%)
Aluminium	97,6
Arsenic	97,2
Cadmium	97,0
Chrome	97,8
Cobalt	99,6
Cuivre	99,2
Fer	99,9
Magnésium	98,6
Manganèse	99,3
Nickel	99,4
Plomb	98,8
Vanadium	96,7
Zinc	99,4

**Récupération**

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	RÉCUPÉRATION (%)
Aluminium	102,9
Arsenic	97,3
Cadmium	99,9
Chrome	98,2
Cobalt	100,5
Cuivre	98,4
Fer	100,3
Magnésium	99,4
Manganèse	100,2
Nickel	102,7
Plomb	98,7
Vanadium	97,8
Zinc	100,1



## Incertitude analytique

Remarque : Ces données représentent la performance de la méthode au moment de sa publication. Pour les valeurs d'incertitude analytique à jour, se référer au site Web de l'IRSST.

L'incertitude de mesure analytique ( $CV_a$ ) de la méthode est déterminée à partir de résultats individuels obtenus sur des échantillons soumis à l'ensemble de la procédure analytique. Celle-ci ne tient pas compte d'un seuil de probabilité (95 %, par exemple), ni de la contribution de l'incertitude associée à l'échantillonnage.

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	$CV_a$ (%)
Aluminium	3,2
Arsenic	3,0
Cadmium	2,9
Chrome	4,9
Cobalt	2,8
Cuivre	3,9
Fer	2,7
Magnésium	4,7
Manganèse	3,4
Nickel	3,3
Plomb	2,6
Vanadium	3,7
Zinc	3,4

Pour information supplémentaire sur la détermination des incertitudes, se référer au *Document Explicatif pour éléments de validation de méthodes*, I-G-041, de la Direction des Laboratoires de l'IRSST.

---

## RÉFÉRENCES

1. Institut de recherche en santé et sécurité au travail (IRSST). « Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail », *Études et recherches*, Guide technique T-06, 8<sup>e</sup> édition (mise à jour 8.1), 2012, 191 p.  
<http://www.irsst.qc.ca/files/documents/PubIRSST/T-06.pdf>
2. « Règlement sur la santé et la sécurité du travail » dans LégisQuébec. *Publications Québec*, chapitre S-2.1, r. 13, à jour au 15 novembre 2017, [Québec], Éditeur officiel du Québec.  
<http://legisquebec.gouv.qc.ca/fr/pdf/cr/S-2.1,%20R.%2013.pdf>
3. Institut national de recherche et de sécurité (INRS), *Fiche toxicologique n°141*, Paris, France, 2009.