

Méthode analytique
**Détermination de la concentration en
béryllium 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-396



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 : 978-2-89797-020-8
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 ¹ (VEMP ²)
Béryllium, Métaux et Composés	7440-41-7	0,00015 mg.m ⁻³ ↔ 0,15 µg.m ⁻³

¹ Règlement sur la santé et la sécurité du travail

² VEMP (Valeur d'exposition moyenne pondérée)

APPLICABILITÉ

À tout le béryllium et oxyde de béryllium pouvant être mis en solution lors de la digestion acide utilisée dans cette méthode.

Domaine : 0,0014 µg.m⁻³ à 0,22 µg.m⁻³ de béryllium

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.

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 le béryllium présent dans l'échantillon.

Les interférences non spectrales, généralement appelé effet 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 élevé 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.

PRÉLÈVEMENT

1) Système d'échantillonnage

Support	Solu-Sert™ 25 mm et 37mm (filtre ECM 0,8 µm encapsulé dans une membrane en acétate de cellulose)
Type de dispositif	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⁻¹ (ajustable de 1,5 à 4 L.min⁻¹)

Temps d'échantillonnage : 120 min

Volume d'échantillonnage : 180 litres (L)

3) Durée de conservation testée et validée

Durée indéterminée, 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* ¹

RÉACTIFS ET ÉTALONS

- Acide nitrique (HNO₃), Trace Métal (CAS 7697-37-2)
- Acide sulfurique (H₂SO₄), Trace Métal (CAS 7664-93-9)
- Peroxyde d'hydrogène (H₂O₂), Supra pur (CAS 7722-84-1)
- Solution de Béryllium à 1000 mg.L⁻¹ pour la courbe d'étalonnage.
- Solution de béryllium à 10 mg.L⁻¹ pour les contrôles de qualités.
- Solution de standard interne de Lithium à 100 mg.L⁻¹
- Argon (pureté > 99,998 %)

APPAREILLAGE ET MATÉRIEL

- Contenants de 30 mL jetables pour la digestion des filtres
- Fioles jaugées de volume approprié munies de bouchons étanches pour la préparation des solutions intermédiaires de la courbe d'étalonnage et des contrôles de qualités
- Pipettes électroniques avec embouts jetables
- Pipette Eppendorf munie d'un combotip adapté au besoin
- Éprouvette de 15 mL à bout conique pour centrifugation
- Pinces avec pointes inertes pour la manipulation des filtres
- Plaque chauffante agitatrice
- Centrifugeuse avec support pour éprouvette de 15 mL
- Passeur d'échantillon ESI SC-4 DX avec autodiluteur prepFAST S400V
- Spectromètre de masse à plasma induit (ICP-MS), Nexion 350D, Perkin Elmer

Commentaires :

En raison de la cancérogénicité du béryllium (Notation RSST : C1), il est recommandé pour le personnel manipulant ces échantillons de porter tous les équipements de protection (gants, lunette de protection, sarrau et au minimum un demi masque avec filtre à particule P100).

PRÉPARATION DE L'ANALYSE

Nombre d'étapes de préparation : 1

Étape 1	Digestion acide des échantillons (Solu-Sert™ + particules collectées). Échantillons récupérés et jaugés à 10 mL avec l'acide nitrique à 1 %.
---------	--

Commentaires :

Tous les échantillons de contrôle de qualité (CQ) sont traités selon la même procédure que les autres échantillons. Préparer le nombre de blancs appropriés : 3

Aucune présence de béryllium n'a pu être enregistrée dans les différents lots de Solu-Sert™ utilisés au laboratoire. Un blanc de filtre ajouté à chaque digestion nous permet de vérifier cette information.

CONDITIONS ANALYTIQUES

Technique analytique	: Spectromètre de masse à plasma induit (ICP-MS)
Injecteur	: Boucle d'injection de 1,5 mL
Pompe	: Pompe péristaltique réglée à 6 rpm
Auto-échantillonneur	: ESI SC-4 DX
Auto-diluteur	: PrepFast S400V. Courbes de calibration et CQ automatisés. Dilution automatique des échantillons hors domaine d'analyse.
Éluant	: Mélange d'acide nitrique à 1 % et d'acide sulfurique à 0,1 %
Isotope analysé	: ⁹ Be
Standard interne	: ⁶ Li
Mode d'analyse	: Mode standard
Détecteur	: SimulScan™ dual-stage (pulse counting ou analog)
Puissance du plasma	: 1 600 Watts
Débit de gaz d'argon	: 16 L.min ⁻¹
Débit au nébuliseur	: ≈ 1 L.min ⁻¹

ÉTALONNAGE

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

Commentaires :

La concentration de béryllium déterminée dans l'échantillon doit se situer dans le domaine d'étalonnage de la méthode d'analyse. S'il s'avère que la concentration de béryllium 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 béryllium pour l'échantillon d'air :

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

Où :

C	=	Concentration de Be dans l'échantillon d'air, en mg.m⁻³
Q _{éch}	=	Concentration de Be dans l'extrait de l'échantillon en solution, en µg.L⁻¹
V _{éch}	=	Volume auquel l'échantillon a été jaugé, en L
F	=	Facteur de dilution totale (F=1 en l'absence de dilution)
Q _{3b}	=	Concentration moyenne de Be dans les trois blancs de solution, en µg.L⁻¹
V _b	=	Volume auquel les blancs de solution ont été jaugés en L
V _{air}	=	Volume d'air échantillonné en L

Commentaires :

La concentration de béryllium dans les blancs de solution provient de la moyenne des résultats obtenue lors de l'analyse des trois échantillons de blanc de digestions. La soustraction de la contamination moyenne des trois blancs sera effectuée si cette valeur est supérieure à la LQM de la méthode et si celle-ci est supérieure à $0,5 \times \text{VMR}$ (valeur minimum rapportée).

Une évaluation de la contamination en béryllium dans les Solu-Sert™ nous a démontré que la contamination était négligeable, donc à ne pas prendre en considération. Un blanc de Solu-Sert™ est digéré à chaque séquence d'analyse pour en assurer le suivi.

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, consulter le site Web de l'IRSST.

Limite de détection et Limite de quantification

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	LIMITE DE DÉTECTION ($\mu\text{g.L}^{-1}$)	LIMITE DE QUANTIFICATION ($\mu\text{g.L}^{-1}$)
Béryllium	0,0009	0,0031

Précision (Fidélité)

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	RÉPLICABILITÉ (%)	RÉPÉTABILITÉ (%)
Béryllium	1,3	1,5

Justesse

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	JUSTESSE (%)
Béryllium	98,1

Récupération

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	RÉCUPÉRATION (%)
Béryllium	101,4

Incertitude analytique

Remarque : Ces données représentent la performance de la méthode au moment de sa publication. Pour les valeurs d'incertitude analytique à jour, consulter le 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 (%)
Béryllium	1,2

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^e 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>