

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom	Numéro CAS
Acide fluorhydrique;Composés particulaires fluorés	7664-39-3;

Préparation de l'analyse

Séparation des plages _____ oui

Nombre d'étapes de préparation _____ 3

Commentaires sur les étapes :

La première étape décrit le traitement des filtres imprégnés.

La deuxième étape décrit le traitement des membranes PVC pour la récupération des composés solubles.

La troisième étape décrit le traitement des membranes PVC (préfiltre de la cassette + filtre ayant servi à la récupération des composés insolubles).

3 étapes de préparation :

Etape de préparation n°

Séparation des plages _____ oui

Solvant ou solution _____

- EAU
- ELUANT

Type de préparation _____

- Désorption

Volume _____ 10mL

Ultrasons _____ 5min

Autres conditions de préparation :

- Ouvrir la cassette en veillant à ne pas perdre de particules éventuellement déposées sur parois qui précèdent le préfiltre et à ne pas polluer les filtres imprégnés
- Déposer séparément chaque filtre utilisé pour le prélèvement, les blancs de laboratoire et de terrain sur le fond de béchers ou de flacons.
- Introduire 5 à 20 mL de solution adaptée (eau ou éluant) sur chaque filtre.
- Lors de l'analyse de la fraction particulaire effectuer un rinçage de la partie supérieure de la cassette avec un volume connu du solvant de désorption (en général 5 à 10 mL) pour récupérer les particules éventuellement présentes sur les parois.
- Soumettre les flacons aux ultrasons pendant 5 à 10 minutes (ou agitation mécanique pendant 30 minutes).

Remarque : Traiter les blancs de laboratoire et les blancs de terrain de la même façon.

Etape de préparation n°

Séparation des plages _____ oui

Solvant ou solution _____

- EAU
- ELUANT

Type de préparation _____

- Désorption

Volume _____ 10mL

Ultrasons _____ 5min

Autres conditions de préparation :

Dans un premier temps, les préfiltres sont traités comme les filtres imprégnés.

Filtration :

Les solutions de désorption obtenues pour la membrane PVC et le rinçage des parois de la cassette, sont filtrées sur un deuxième filtre en PVC. Le filtrat récupéré contient les composés solubles.

Il est analysé comme les solutions de désorption des filtres imprégnés.

Les deux membranes PVC sont traitées en suivant la technique de préparation d'analyse N°3.

Commentaires :

Traiter les blancs de laboratoire et les blancs de terrain de la même façon.

Etape de préparation n°

Solvant ou solution _____

- ACIDE CHLORHYDRIQUE
- ACIDE NITRIQUE
- CARBONATE DE SODIUM
- EAU
- OXYDE DE ZINC
- SILICE SiO₂

Type de préparation _____

- Fusion
- Solubilisation

Volume _____ 50mL

Autres conditions de préparation :

Mode opératoire

- Préparation de la solution de nitrate de zinc : dissoudre 25 g d'oxyde de zinc dans 50 mL d'acide nitrique concentré (14 M). Ajouter ensuite 450 mL d'eau et agiter à nouveau.
- Mettre les deux filtres en PVC dans un creuset de platine et ajouter 7 g de Na₂CO₃ anhydre (+ une pointe de spatule de SiO₂ si la présence d'Al₂O₃ est suspectée).
- Mélanger et mettre au four à 900°C pendant une heure.
- Reprendre par de l'eau bouillante dans un bécher et agiter pour bien désagréger le résidu d'attaque.
- Ajouter ensuite 10 mL de solution de nitrate de zinc.
- Laisser reposer le précipité et filtrer sur filtre papier, filtration rapide. Laver avec une solution chaude de Na₂CO₃ à 2 %.
- Ajuster le pH à 5-5,5 par addition de HCl 6 M.
- Refroidir et jauger en fiole de 50 mL.

Commentaires :

Remarque
Traiter les blancs de laboratoire et blancs de terrain de la même façon.

Commentaires, conseils ou conditions particulières

Les solutions de désorption des filtres imprégnés ainsi que les composés solubles récupérés sur les filtres membranes PVC sont dosés par chromatographie ionique. Les composés insolubles sont dosés en potentiométrie avec une électrode spécifique fluorures.

Condition analytique n°

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

Technique analytique _____ ■ CHROMATOGRAPHIE IONIQUE AVEC MEMBRANE DE SUPPRESSION

Injecteur _____ ■ PASSEUR AUTOMATIQUE

Colonne _____ ■ COLONNE A SUPPRESSION
 ■ ECHANGEUSE D'IONS

Détecteur _____ ■ CONDUCTIMETRIE

Commentaires, conseils ou conditions particulières :

Autres méthodes utilisables pour le dosage des solutions de désorption des filtres

Chromatographie ionique sans suppression, détection conductimétrique ou électrophorèse capillaire (**Voir les méthodes d'analyse des Anions minéraux**).

Condition analytique n°

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

Technique analytique _____ ■ POTENTIOMETRIE

Détecteur _____ ■ ELECTRODE SPECIFIQUE

Etalonnage et expression des résultats

La méthode d'étalonnage indiquée est celle utilisée lors du développement. Elle n'a cependant pas de caractère obligatoire

Méthodes d'étalonnage pour la quantification des polluants¹

¹ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ externe

Commentaires :

- Préparation du tampon (TISAB : "Total Ionic Strength Adjustor Buffer") :

Dans un bécher de 1 L, mettre approximativement 500 mL d'eau - ajouter 57 mL d'acide acétique glacial, 58 g de NaCl et 4 g de CDTA (acide diamino-1,2 cyclohexane-N,N,N',N'-tétraacétique) - placer ensuite le récipient dans un bécher d'eau froide et ajouter doucement NaOH 5N dans la solution tout en agitant - mesurer le pH en continu et l'ajuster à 5-5,5 - refroidir à température ambiante puis jauger à 1 L.

- Étalonnage :

- préparer la matrice avec deux filtres PVC en suivant le mode opératoire décrit ci-dessus,
- la gamme d'étalonnage en fluorure sera réalisée dans la matrice,
- prélever 10 mL de solution étalon, ajouter 10 mL de tampon (TISAB) dans un flacon contenant un agitateur magnétique,
- plonger l'électrode de référence et l'électrode au fluor dans cette solution et lire le potentiel après stabilisation,
- tracer la courbe d'étalonnage.

- Dosage des solutions :

- prélever 10 mL de solution d'attaque, ajouter 10 mL de tampon (TISAB) dans un flacon contenant un agitateur magnétique,
- plonger l'électrode de référence et l'électrode au fluor et lire le potentiel après stabilisation.

Calcul de la concentration atmosphérique²

²<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Compléments :

Des exemples de conditions d'analyse sont données dans les données de validation.