

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom	Numéro CAS
Quartz;Tridymite;Cristobalite; Quartz	14808-60-7;15468-32-3;14464-46-1;14808-60-7

Préparation de l'analyse

Nombre d'étapes de préparation _____ 1

1 étape de préparation :

Etape de préparation n°

Autres conditions de préparation :

Détermination gravimétrique des échantillons prélevés

La détermination gravimétrique de la masse des particules prélevées est réalisée selon la méthode décrite dans la fiche du guide méthodologique " **Analyse gravimétrique** ¹"

¹ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-gravimetrie/metropol-analyse-gravimetrie.pdf>

Traitement des échantillons prélevés par CIP10-A

- Récupérer la mousse dans un bécher approprié et l'attaquer avec 15 mL d'acide chlorhydrique 3N.
- Ajouter 15 mL d'isopropanol et filtrer la solution obtenue sur filtre PVC.
- Disposer la mousse et le filtre PVC dans un creuset taré en platine.
- Imbiber la mousse et le filtre PVC avec de l'éthanol, puis enflammer l'ensemble.
- Calciner le creuset à 600°C pendant 3 h.
- Placer le creuset dans un dessiccateur et laisser refroidir pendant au moins 12 heures.
- Peser le creuset.
- Ajouter 1,5 mg de fluorure de calcium.
- Rincer avec de l'isopropanol et soumettre pendant quelques minutes aux ultrasons.
- Filtrer le mélange sur un filtre en polycarbonate taré.
- Monter ensuite le filtre dans un porte-échantillon de l'appareil de diffraction des rayons X.
- Effectuer une correction des effets de matrice en plaçant le filtre en polycarbonate sur un filtre ou support métallique présentant peu de pics de diffraction (par exemple une pastille support en aluminium-Cf données de validation - compléments)

Remarques :

- L'attaque acide a pour but d'éliminer la calcite dans les mélanges en contenant et d'éviter ainsi la formation d'un silicate de calcium.
- L'ajout systématique de 1,5 mg de fluorure de calcium a pour but de s'affranchir de la non linéarité des courbes d'étalonnage lorsque la quantité de matière déposée sur le filtre en polycarbonate est faible.
- Les échantillons servant de blancs de terrain sont traités de la même façon.

Condition analytique n°

L'analyse gravimétrique, de la préparation des supports de collecte à l'interprétation des pesées est décrite dans la fiche du guide méthodologique " **Analyse gravimétrique** ²" .

² <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-gravimetrie/metropol-analyse-gravimetrie.pdf>

Technique analytique _____ ■ GRAVIMETRIE

Condition analytique n°

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

Technique analytique _____ ■ DIFFRACTION DES RAYONS X

Détecteur _____ ■ DIFFRACTION DES RAYONS X

Commentaires, conseils ou conditions particulières :

Réglage de l'appareil à rayons X et paramètres de fonctionnement

- Régler l'appareil en fonction de ses caractéristiques et des préconisations du constructeur. Déterminer tous les paramètres nécessaires à la répétition de l'essai dans les mêmes conditions et relever les valeurs adoptées.
- Une analyse qualitative est réalisée sur un spectre de diffraction enregistré sur un domaine angulaire étendu. L'analyse quantitative est effectuée sur les raies correspondant aux distances inter-réticulaires d du quartz (3,34 Å, 4,26 Å, 1,82 Å et 1,54 Å) ; de la cristobalite (4,04 Å, 2,49 Å, 2,47 Å et 2,84 Å) ; et de la tridymite (4,11 Å, 4,33 Å et 3,82 Å).

Remarques

- La seconde raie du quartz présente une intensité d'environ 20 % de la raie principale.
- La présence de quartz est fréquente sur les filtres, la cristobalite et la tridymite sont plus rares (respectivement 10 % et moins de 1 % des cas).
- Effectuer l'analyse quantitative sur une raie non interférée.

Interférences

Elles sont dues à la présence dans l'échantillon de composés dont certaines raies de diffraction coïncident ou sont très proches de celles du quartz ou de la cristobalite (par exemple : silicate de calcium, kaolin, biotite).

Étalonnage 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 polluants³

³<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonage/metropol-analyse-etalonage.pdf>

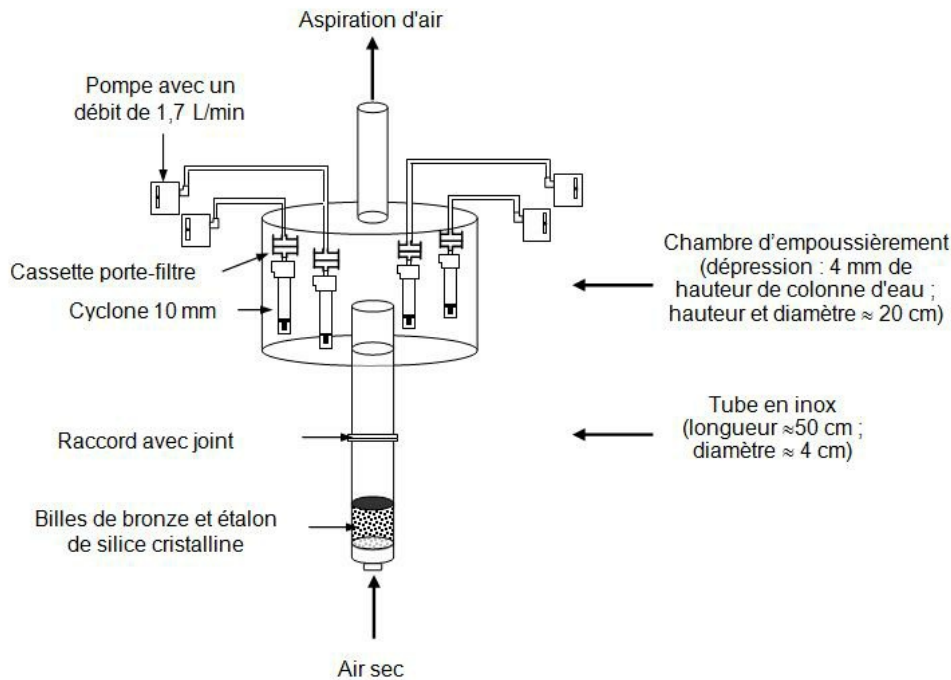
Principe d'étalonnage _____ externe

Commentaires :

Préparation des étalons

Comparaison étalon certifié/étalon secondaire

- Les étalons sont réalisés à l'aide d'un étalon secondaire raccordé à un étalon de silice certifié. L'intensité des raies augmentant avec la taille des particules, ces étalons doivent être de granulométrie proche pour pouvoir être comparés sinon l'influence de la granulométrie doit être étudiée.
- Cette étape est réalisée à l'aide du montage ci-dessous dont l'intérêt est de réduire le plus possible la quantité de matière nécessaire, la quantité d'étalon certifié étant toujours très limitée.
- Les dimensions sont données à titre indicatif.



Mode opératoire

- Repérer les faces des filtres à l'œil nu ou suivant la méthode décrite dans les données complémentaires.
- Préparer les filtres (neutralisation de l'électricité statique...) et les peser conformément à la méthode **Aérosols en fraction alvéolaire sur cyclone**.
- Placer un dispositif de prélèvement (cyclone et cassette porte-filtre) dans la chambre d'empoussièrment. Relier ce système à une pompe à débit réglé à 1,7 L/min ($\pm 5\%$).
- Générer de la poussière de silice (dans un premier temps l'étalon certifié puis l'étalon secondaire).
- Attendre l'homogénéisation de la chambre, puis prélever à des temps définis de façon à obtenir des dépôts de silice de masse croissante.
- Après prélèvement, nettoyer l'extérieur du dispositif de prélèvement, séparer le cyclone de la cassette et boucher la cassette.

Remarques

- Ces manipulations doivent être réalisées en maintenant l'ensemble en position normale de fonctionnement et en évitant les chocs.
- Le cyclone devra être nettoyé par aspiration des poussières à l'aide d'un aspirateur contenant "un filtre absolu" ou tout autre système permettant de limiter l'exposition. Cette étape permet d'éviter une accumulation de particules sur les parois du cyclone qui modifierait ces propriétés.
- Retirer le filtre de la cassette avec précaution, le conditionner et le peser à nouveau pour avoir la masse exacte de poussière déposée.
- Analyser en diffraction des rayons X les différents filtres, comparer les résultats obtenus et établir la corrélation entre ces deux étalons.

Préparation des filtres étalons pour CIP10-A

- Peser la silice cristalline alvéolaire et ajouter 1,5 mg de fluorure de calcium.
- Disposer l'ensemble dans un bécher avec 10 mL d'isopropanol.
- Couvrir le bécher avec un verre de montre et passer aux ultrasons pendant au moins 3 minutes. Renouveler l'opération si toutes les particules ne sont pas en suspension.
- Filtrer la suspension obtenue ainsi que la solution de rinçage (isopropanol) du bécher et du verre de montre sur un filtre polycarbonate taré.
- Conditionner le filtre et le peser. Tenir compte des éventuelles pertes pour déterminer la masse réelle de silice cristalline.
- Monter ensuite le filtre dans un porte-échantillon de l'appareil de diffraction des rayons X.
- Effectuer une correction des effets de matrice en plaçant le filtre en polycarbonate sur un filtre ou support métallique présentant peu de raies de diffraction (par exemple une pastille support en aluminium-Cf données de validation - compléments).

La gamme de chargement à réaliser est de 25 μg à au moins 2000 μg sur des filtres en polycarbonate de diamètre de pore 0,4 μm .

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

La concentration de silice cristalline C (mg/m^3) dans l'air échantillonné est donnée par :

$$C = \frac{\sum k_{\alpha ij} I_{ij}^{\alpha}}{V_A} \frac{I_{Si}^0}{I_{Si}}$$

avec :

I_{ij}^{α} : intensité pour la phase j de la raie de diffraction i (principale non interférée), en coups degrés (2 θ) par seconde, portée à la puissance α

$k_{\alpha ij}$: coefficients de la régression polynomiale (3^e degré maximum) déterminés par étalonnage, pour la puissance α de la phase j de la raie de diffraction i . Seuls les coefficients significativement différents de 0 ($\leq 5\%$) sont pris en compte

I^0_{Si} : intensité de la raie d'indices de Miller 100 de l'échantillon de silicium, mesurée lors de l'étalonnage, en (coups/seconde)*degrés

I_{Si} : intensité de la raie d'indices de Miller 100 de l'échantillon de silicium, enregistrée lors du mesurage, en (coups/seconde)*degrés

V_A : volume d'air échantillonné, en m^3

Remarque

- Si des effets de matrice ont été corrigés, multiplier la concentration par le facteur de correction d'adsorption de la matrice.

- Le comptage du blanc de laboratoire doit toujours être inférieur à la LQ, si non, identifier le problème.

Calcul de la concentration atmosphérique⁴

⁴<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Compléments :