

Méthode analytique

Détermination de la concentration des métaux dans l'air par ICP-MS avec prélèvement effectué sur filtre encapsulé digérable : Solu-Sert

Responsable technique de la méthode

Sébastien Gagné, M. Sc., chimiste toxicologue

Personne(s) ayant contribué à la présente version de cette méthode

Luminita Damian, technicienne de laboratoire

Sappho Vlavianos, stagiaire en chimie, niveau baccalauréat

MA-426





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'étalonnages 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'utilisatrice et 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'utilisatrice et 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 dépôt institutionnel de l'IRSST, PhareSST.

Dépôt légal

Bibliothèque et Archives nationales du Québec, 2025

ISBN : 978-2-89797-332-2

<https://doi.org/10.70010/QKKK3420>



SUIVI DES MODIFICATIONS

PAGE	NATURE DE LA MODIFICATION
Toutes	Nouvelle méthode.



SUBSTANCES	CAS	NORMES ¹ (VEMP ²)
Aluminium et ses composés, en respirable	7429-90-5	5 mg.m ⁻³
Arsenic, élémentaire et composés inorganiques, en totale	7440-38-2	0,01 mg.m ⁻³
Cadmium, élémentaire et composés, en totale	7440-43-9	0,01 mg.m ⁻³
Chrome, métal, en inhalable	7440-47-3	0,5 mg.m ⁻³
Cobalt, élémentaire et composés inorganiques, en respirable	7440-48-4	0,02 mg.m ⁻³
Cuivre, fumée de, en totale	7440-50-8	0,2 mg.m ⁻³
Fer, trioxyde de, fumées et poussières, en totale	1309-37-1	5 mg.m ⁻³
Magnésium, oxyde de, en inhalable	1309-48-4	10 mg.m ⁻³
Manganèse, fumées poussières et composés, en inhalable	7439-96-5	0,2 mg.m ⁻³
Manganèse, fumées poussières et composés, en respirable	7439-96-5	0,05 mg.m ⁻³
Nickel et composés inorganiques, métal, en inhalable	7440-02-0	0,1 mg.m ⁻³
Plomb, et ses composés inorganiques, en totale	7439-92-1	0,05 mg.m ⁻³
Vanadium, pentoxyde de, en inhalable	1314-62-1	0,05 mg.m ⁻³
Zinc, chlorure de (fumées), en totale	7646-85-7	1 mg.m ⁻³
Zinc, oxyde de, en respirable	1314-13-2	2 mg.m ⁻³

¹ Règlement sur la santé et la sécurité du travail

² 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 assistée par micro-onde utilisée dans cette méthode.

Domaine :

SUBSTANCE	DOMAINE
Aluminium	0,038 à 10 mg.m ⁻³
Arsenic	0,0005 à 0,021 mg.m ⁻³
Cadmium	0,0005 à 0,14 mg.m ⁻³
Chrome	0,015 à 2,1 mg.m ⁻³
Cobalt	0,0006 à 0,5 mg.m ⁻³
Cuivre	0,008 à 1,1 mg.m ⁻³
Fer	0,1 à 28 mg.m ⁻³
Magnésium	0,067 à 4,2 mg.m ⁻³
Manganèse	0,002 à 2,5 mg.m ⁻³
Nickel	0,003 à 4,2 mg.m ⁻³
Plomb	0,002 à 0,28 mg.m ⁻³
Vanadium	0,002 à 0,021 mg.m ⁻³
Zinc	0,008 à 1,0 mg.m ⁻³

Remarque : Ces valeurs tiennent compte d'un volume d'échantillonnage recommandé propre à chaque élément, d'une mise en solution dans un volume de 25 mL et d'une dilution 1/10 de l'échantillon.

Coefficient de détermination (r²) > 0,995



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 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.
- 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

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 : selon l'élément [1]

Temps d'échantillonnage : selon l'élément [1]

Volume d'échantillonnage : selon l'élément [1]

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. Utiliser un cyclone nylon lorsque la fraction respirable s'applique.

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, TraceMetal (CAS 7697-37-2)
- Solution commerciale multiélément de standard interne
- Solution commerciale multiéléments ajustée pour notre courbe d'étalonnage
- Solutions commerciales multiéléments ajustées pour nos contrôles (ICV, CQ, VMR)
- Argon (pureté > 99,998 %), hélium (pureté > 99,9999 %)

APPAREILLAGE ET MATÉRIEL

- Pincettes avec pointes inertes pour la manipulation des filtres
- Tube en téflon de 110 mL pour micro-onde (MARSXpress™ Plus Vessels)
- Fioles jaugées de volume approprié munies de bouchons étanches pour préparation de solutions étalons ou de contrôles
- Éprouvettes graduées de 13 et 50 mL à usage unique
- Pipette Eppendorf munie d'un Combipip pour l'ajout des acides concentrés
- Centrifugeuse avec accessoires pour éprouvettes de 50 mL
- Pipettes électroniques avec embouts jetables
- Micro-onde MARS 6, CEM
- 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 tubes de téflon utilisés pour la digestion des échantillons ont suivi un cycle de décontamination incluant un trempage dans un bain d'acide nitrique concentré.

PRÉPARATION DE L'ANALYSE

Nombre d'étapes de préparation : 3

Étape 1	Digestion des échantillons (Solu-Sert™ + particules collectées) à l'acide nitrique concentré (10 mL / tube) assistée par micro-onde. Échantillons récupérés, parois rincées avec 5 mL d'eau et éprouvettes jaugées à 25 mL avec de l'eau.
Étape 2	Dilution systématique des échantillons 1/10 avec de l'eau pour une matrice d'acide nitrique finale à 4 %.
Étape 3	Analyse des échantillons par ICP-MS.



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

- 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** : Acide nitrique 4 %
- Méthode de digestion** : Micro-onde
- Paramètres du micro-onde** :

Type de Vessel	Xpress Plus
Rampe	20 minutes
Température	160° C
Temps	30 minutes
Power	290-1800 W



Isotope analysé	: ²⁴ Mg, ²⁷ Al, ⁵¹ V, ⁵² Cr, ⁵⁵ Mn, ⁵⁷ Fe, ⁵⁹ Co, ⁶⁰ Ni, ⁶³ Cu, ⁶⁶ Zn, ⁷⁵ As, ¹¹¹ Cd, ^{206,207,208} Pb
Standard interne	: ⁴⁵ Sc, ⁸⁹ Y, ⁷² Ge, ¹⁵⁹ Tb
Mode d'analyse	: 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
Débit de gaz d'hélium	: 3,9 et 4.9 L.min ⁻¹
Détecteur	: SimulScan™ dual-stage (pulse counting ou analog)
Puissance du plasma	: 1600 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 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 mg/m³
Q _{éch}	=	Concentration de l'élément dans 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)
C _f	=	Contamination de l'élément sur les filtres, en µg
Q _{3b}	=	Concentration moyenne de l'élément dans les trois blancs de solution, en µg.L⁻¹
V _b	=	Volume auquel les blancs de solution ont été jaugés, en L
F _b	=	Facteur de dilution
V _{air}	=	Volume d'air échantillonné en L



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 la 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 Cf 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 Cf = 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, consulter le site Web de l'IRSST.

Limite de détection et Limite de quantification

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	LIMITE DE DÉTECTION (µg/éch.)	LIMITE DE QUANTIFICATION (µg/éch.)
Aluminium	2,3	7,6
Arsenic	0,025	0,083
Cadmium	0,011	0,035
Chrome	0,24	0,78
Cobalt	0,009	0,03
Cuivre	0,13	0,44
Fer	1,2	4,0
Magnésium	0,58	1,9
Manganèse	0,036	0,12
Nickel	0,021	0,069
Plomb	0,013	0,043
Vanadium	0,028	0,094
Zinc	0,28	0,94

Précision (Fidélité)

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



Justesse

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	JUSTESSE (%)
Aluminium	99
Arsenic	99
Cadmium	98
Chrome	95
Cobalt	96
Cuivre	97
Fer	96
Magnésium	96
Manganèse	96
Nickel	96
Plomb	99
Vanadium	100
Zinc	95

Récupération

COMPOSÉ OU ÉLÉMENT	RÉCUPÉRATION (%)
Aluminium	104
Arsenic	108
Cadmium	107
Chrome	106
Cobalt	106
Cuivre	107
Fer	105
Magnésium	102
Manganèse	103
Nickel	107
Plomb	107
Vanadium	105
Zinc	108



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

Pour de l'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. (2012). *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail* (Guide technique n° T-06, 8^e éd. (mise à jour 8.1)). IRSST. <https://pharesst.irsst.qc.ca/guides/35/>
2. *Règlement sur la santé et la sécurité du travail*, c. S-2.1, r. 13.