

CONCENTRATION PONDÉRALE D'UN AÉROSOL SUR MOUSSE TOURNANTE (CIP10)

Substances mesurables

Fraction prélevée	Débit (L/min)	Système de prélèvement	Substances	VME (mg/m ³)
Inhalable cf. fiche H ₄	10	CIP10-I	Substances pour lesquelles la valeur limite est basée sur la fraction inhalable	-
Thoracique cf. fiche H ₄	7	CIP10-T	Coton (fibres de)	0,2
			Lin (fibres de)	0,2
			Chanvre (fibres de)	0,2
			Fibres végétales (toutes sortes, non déjà citées par ailleurs)	0,5
Alvéolaire cf. fiche H ₄	10	CIP10-A	Silice	-
			Graphite	2
			Poussières réputées sans effet spécifique	5

Domaine d'application

Ces procédures s'appliquent à la détermination gravimétrique, sans soucis d'identification, d'une masse d'aérosol prélevé sur une mousse filtrante placée dans la coupelle rotative d'un CIP10. Selon le sélecteur utilisé, la fraction de l'aérosol recueillie peut être inhalable, thoracique ou alvéolaire (cf. fiche H4).

Principe

- La détermination de la masse d'aérosol prélevé se fait par différence entre la masse du média filtrant vierge et la masse du média filtrant après prélèvement.
- Les variations de masse induites aussi bien par les conditions hygrométriques différentes entre les pesées initiales et les pesées après prélèvement que par les perturbations apportées par la manipulation des mousses lors de leur conditionnement dans les coupelles, sont compensées autant que possible, par la comparaison avec des coupelles témoins.

PRÉLÈVEMENT

Échantillonneur

- Système de prélèvement CIP10 (en version inhalable, thoracique ou alvéolaire) contenant une coupelle munie d'un filtre en mousse polyuréthane.

Conditions usuelles d'utilisation

Selon la fraction prélevée (cf. tableau ci-dessus).

Lors de l'utilisation d'un CIP10 utiliser des gants non talqués pour manipuler les coupelles tarées.

Remarque

Pour plus de détails, lire les fiches méthodologiques H1 et H4.

ANALYSE

Méthode

Détermination gravimétrique avec balance analytique de sensibilité au moins égale au $1/100^e$ de milligramme.

MATÉRIEL DE PRÉLÈVEMENT

- Appareil de prélèvement CIP10 muni de son sélecteur de fraction et réglé au débit nominal de la fraction concernée (cf. fiche H4).
- Coupelles rotatives tarées dans leur boîte de transport.
- Gants non talqués.

MATÉRIEL ANALYTIQUE

- Balance analytique de sensibilité au moins égale au $1/100^{\text{e}}$ de milligramme.
- Table à pesée sur silentblocs.
- Local propre ne subissant pas de grande variation de température et si possible ventilé par l'introduction d'air filtré après passage sur un filtre très haute efficacité.
- Sorbonne à flux laminaire.
- Étuve.

RÉACTIFS (qualité analytique)

- Eau déionisée.

PRÉCAUTIONS PARTICULIÈRES

- Toutes les manipulations des coupelles et des mousses doivent être effectuées avec des pinces spéciales et/ou avec des gants non-talqués.
- Ne pas interrompre la pesée de média filtrants provenant d'une même série de prélèvements et toujours intercaler la pesée des témoins dans la série de pesée des autres média filtrants.
- Respecter le mode d'emploi de la balance, particulièrement en ce qui concerne le temps de stabilisation à la mise en route, le calibrage éventuel, le réglage du zéro et l'amortissement des oscillations avant lecture.
- Sont pris en compte par les témoins : les variations de température et de degré hygrométrique du local de pesée.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONNEURS

La préparation des coupelles se fait en plusieurs étapes.

OPÉRATIONS PRÉALABLES

- Les mousses en polyuréthane contenues dans les coupelles rotatives de prélèvement sont relativement sensibles à l'humidité de l'air ambiant sur le plan de leur stabilité massique. D'autre part, les mousses utilisées étant de fabrication industrielle, un soin particulier doit être apporté à leur lavage, préalablement à leur emploi.
 - Les mousses sont lavées dans de l'eau savonneuse tiède et pressées plusieurs fois pendant le lavage et les premiers rinçages. Rincer au moins 5 fois à l'eau déionisée filtrée.
Remarque
Si une analyse de silice cristalline doit être effectuée postérieurement à l'analyse gravimétrique, filtrer la dernière eau de rinçage sur une membrane et s'assurer de l'absence de silice sur celle-ci. Dans le cas contraire, continuer le lavage des mousses.
 - Laver séparément les coupelles avec leur couvercle.
 - Faire sécher les mousses et les coupelles à l'étuve en les plaçant à plat sur un plateau propre pendant environ 12 h à environ 50°C.
 - Placer les mousses propres dans les coupelles au moyen d'une pince.
- Ouvrir les coupelles et placer le couvercle sous la coupelle ouverte. Les mettre pendant 4 h à l'étuve à 50°C. Conditionner ensuite les coupelles par un séjour d'une nuit dans le local de pesée (les coupelles avec leur couvercle seront pesées avec les mousses).

PESÉE DES COUPELLES

- Avant la pesée de chaque coupelle, s'assurer que la balance est à zéro et procéder à son réglage si nécessaire.
- Peser chaque coupelle repérée et enregistrer la valeur affichée après amortissement des oscillations (30 s ou 1 min après stabilisation de la balance).
- Toujours intercaler la pesée des coupelles servant de témoins dans la série de pesée des autres coupelles. Par exemple, pour une boîte de 10 coupelles, réaliser les séquences suivantes : 1 2 8 3 4 9 5 6 10 7 ou 1 8 2 3 4 9 5 6 7 10 où les coupelles 8, 9 et 10 sont des coupelles témoins.

PRÉPARATION DES COUPELLES

- **Coupelles de CIP10** : elles sont simplement rebouchées.
- Certains échantillonneurs ne seront pas utilisés durant le prélèvement. Les média filtrants correspondants serviront de témoins pour estimer les perturbations ayant pu survenir pendant le stockage et les manipulations diverses.
- Il y a en principe au moins trois témoins par boîte contenant au maximum 10 coupelles, témoins compris.
- En cas d'absolue nécessité (manque d'échantillonneurs suite à un incident par exemple), un témoin pourra être utilisé pour le prélèvement. Il en sera tenu compte dans le calcul de l'intervalle de confiance du résultat, sachant qu'une telle pratique réduit sensiblement la précision de l'ensemble des résultats de la boîte concernée.

 4/8	MÉTROPOL CONCENTRATION PONDÉRALE D'UN AÉROSOL SUR MOUSSE TOURNANTE (CIP10)	Fiche 085 Mise à jour 23/09/04
--	---	--

PESÉE APRÈS PRÉLÈVEMENT

Toutes les manipulations décrites ci-dessous seront effectuées avec précaution pour éviter de perdre les matières collectées.

OUVERTURE DES ÉCHANTILLONNEURS

Couppelles

- Ouvrir les coupelles et placer le couvercle sous la coupelle ouverte.
- Placer les coupelles ouvertes pendant 4 h à l'étuve à 50°C.
- Conditionner ensuite les coupelles ouvertes par un séjour d'une nuit dans le local de pesée.

PESÉE

Procéder comme pour les pesées initiales, en intercalant les pesées des coupelles témoins et celles des coupelles utilisées.

EXPRESSION DES RÉSULTATS

CALCUL DE LA CONCENTRATION PONDÉRALE ATMOSPHERIQUE

Soient M_{ix} la masse initiale du x^e média filtrant utilisé

M_{fx} la masse finale du x^e média filtrant utilisé

T_{iy} la masse initiale du y^e média filtrant témoin

T_{fy} la masse finale du y^e média filtrant témoin

Δ la différence de masse d'un média filtrant entre la pesée initiale et la pesée finale (ΔM_x pour le x^e média filtrant utilisé et ΔT_y pour le y^e témoin)

La masse d'aérosol Q_x (en mg) prélevé sur le média filtrant x est donnée par la formule (pour 3 témoins) :

$$Q_x = \Delta M_x - \frac{1}{3} (\Delta T_1 + \Delta T_2 + \Delta T_3)$$

La concentration pondérale de l'aérosol dans l'atmosphère prélevée C_p (en mg/m³) est donnée par la formule :

$$C_p = \frac{Q_x}{V}$$

où V est le volume d'air prélevé exprimé en m³.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] NF X 43-262. Octobre 1990. Air des lieux de travail. Détermination gravimétrique du dépôt alvéolaire de la pollution particulaire. Méthode de la coupelle rotative. Paris-La Défense, AFNOR, 1990, 12 p.
- [2] NF ISO 15 767. Mars 2004 (indice de classement NF X 43-266). Atmosphères des lieux de travail - Contrôle et caractérisation des erreurs de pesée des aérosols collectés. Saint-Denis-La-Plaine Cedex, AFNOR, 2004.

ANNEXE 1 INTERVALLE DE CONFIANCE

CALCUL DE L'INTERVALLE DE CONFIANCE SUR LA MASSE COLLECTÉE

Peser 10 fois un objet métallique dont la masse est proche de celle des coupelles :

- soit σ^2 la variance de la série de valeurs obtenues,
- soient ΔT_{\max} et ΔT_{\min} la plus grande et la plus petite différence de masses obtenues pour les témoins.

Calculer l'estimateur s^2 de la variance des différences de masses des témoins à l'aide de la formule :

$$s = \frac{\Delta T_{\max} - \Delta T_{\min}}{m_q}$$

où $m_q^{(1)}$ = 1,128 pour 2 témoins
1,693 pour 3 témoins
2,059 pour 4 témoins
2,326 pour 5 témoins

Comparer les valeurs s^2 et $2\sigma^2$, soit X la plus grande des deux : $X = \text{Sup} [s^2, 2\sigma^2]$

Calculer la variance $\sigma^2(Q)$ de la masse collectée :

$$\sigma^2(Q) = \left(1 + \frac{1}{n}\right) X \quad \text{où } n \text{ est le nombre de témoins}$$

L'intervalle de confiance sur la masse est : $[Q - t \cdot \sigma(Q), Q + t \cdot \sigma(Q)]$

où t est la valeur de la table de Student au risque P choisi.

Pour $P = 0,05$ qui est le risque généralement accepté :

t = 12,7 pour 2 témoins
4,3 pour 3 témoins
3,2 pour 4 témoins
2,8 pour 5 témoins

⁽¹⁾Les valeurs de m_q , sont tirées de la table "étendue réduite de la loi normale" voir par exemple : Modélisation et estimation des erreurs de mesures. CETAMA, Technique et Documentation, 1998, p. 58 et p. 648.

CALCUL DE L'INTERVALLE DE CONFIANCE SUR LA CONCENTRATION PONDÉRALE ATMOSPHÉRIQUE

Soit $\sigma^2(V)$ la variance liée à la mesure du volume.

Si cette valeur n'est pas déterminée expérimentalement, la calculer en prenant par exemple :

$$\sigma(V)/V = 0,05$$

Calculer la variance $\sigma^2(C_p)$ de la concentration :

$$\sigma^2(C_p) = \frac{1}{V^2} [\sigma^2(Q) + C_p^2 \cdot \sigma^2(V)]$$

L'intervalle de confiance sur la concentration pondérale atmosphérique est :

$$[C_p - t \cdot \sigma(C_p), C_p + t \cdot \sigma(C_p)]$$

en prenant pour t la même valeur qu'au paragraphe précédent.

Remarques

On peut également utiliser la norme NF ISO 15 767 de Mars 2004.

À titre d'exemple, en appliquant cette norme à la pesée de coupelles CIP10 on a obtenu :

- Limite de détection (3σ) : 240 μg ,*
- Incertitude estimée ($\pm 2\sigma$) : $\pm 160 \mu\text{g}$.*