

Institut de Recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail

**PhareSST**

---

Environnementales

Méthodes de laboratoire

---

2009

## Détermination des composés inorganiques du chrome hexavalent hydrosolubles et hydro-insolubles dans l'air des lieux de travail

Gagné Sébastien

Suivez ce contenu et d'autres travaux à l'adresse suivante: <https://pharesst.irsst.qc.ca/environnementales>

---

### Citation recommandée

Gagné, S., Cormier, D. et Blanchet-Chouinard, G. (2016). *Détermination des composés inorganiques du chrome hexavalent hydrosolubles et hydro-insolubles dans l'air des lieux de travail* (Méthode analytique n° MA-365). IRSST.

Ce document vous est proposé en libre accès et gratuitement par PhareSST. Il a été accepté pour inclusion dans Environnementales par un administrateur autorisé de PhareSST. Pour plus d'informations, veuillez contacter [pharesst@irsst.qc.ca](mailto:pharesst@irsst.qc.ca).

# Méthodes de laboratoire

# MM

Détermination des composés inorganiques  
du chrome hexavalent hydrosolubles et  
hydro-insolubles dans l'air des lieux de travail  
**MÉTHODE ANALYTIQUE 365**



## Applicabilité

Cette méthode s'applique à la détermination des composés inorganiques du chrome hexavalent (chrome VI) hydrosolubles et hydro-insolubles dans l'air des lieux de travail.

## Normes<sup>1</sup> (VEMP<sup>2</sup>)

Chrome VI, composés inorganiques hydro-insolubles (exprimée en Cr) : 0,01 mg/m<sup>3</sup>

Chrome VI, composés inorganiques hydrosolubles (exprimée en Cr) : 0,05 mg/m<sup>3</sup>

Chromate de calcium (exprimée en Cr) : 0,001 mg/m<sup>3</sup> [CAS 13765-19-0]

Chromate de plomb (exprimée en Cr) : 0,012 mg/m<sup>3</sup> [CAS 7758-97-6]

Chromate de strontium (exprimée en Cr) : 0,005 mg/m<sup>3</sup> [CAS 7789-06-2]

Chromate de zinc (exprimée en Cr) : 0,01 mg/m<sup>3</sup> [CAS 13530-65-9, 11103-86-9, 37300-23-5]

## Système d'échantillonnage

Filtre de quartz 1,2 µm, 25 mm sur support de plastique dans une cassette 3 pièces en polypropylène (partie inférieure en forme de coupe à vin)

## Volume et débit d'échantillonnage recommandés

Volume : 360 litres (L)

Débit : 1,5 à 4 L/min

## Analyse

Chromatographie ionique et détection par spectrophotométrie à 540 nm

## Valeurs minimales rapportées (VMR)

Chrome VI, composés inorganiques hydrosolubles (exprimée en Cr) : 0,04 µg

Chrome VI, composés inorganiques hydro-insolubles (exprimée en Cr) : 0,04 µg

## Domaine d'application

0,04 µg à 10 µg de chrome VI / échantillon ou 0,0001 à 0,028 mg/m<sup>3</sup> pour un volume d'échantillonnage recommandé de 360 litres

## Fidélité<sup>3</sup>

Filtre imprégné, composés hydrosolubles : 1,1 % et 1,7 %

Filtre non imprégné, composés hydrosolubles : 1,0 % et 1,3 %

Filtre non imprégné, composés hydro-insolubles : 2,2 % et 3,1 %

## Incertitude analytique (CVA)

Filtre imprégné, composés hydrosolubles : 1,5 %

Filtre non imprégné, composés hydrosolubles : 1,0 %

Filtre non imprégné, composés hydro-insolubles : 3,6 %

<sup>1</sup> Règlement sur la santé et la sécurité du travail

<sup>2</sup> VEMP (Valeur d'exposition moyenne pondérée)

<sup>3</sup> Répétabilité et répétabilité respectivement

Lorsque imprimé, ce document est non contrôlé.

SVP vous référer au document disponible sur support informatique



Solidement implanté au Québec depuis 1980, l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail (IRSST) est un organisme de recherche scientifique reconnu internationalement pour la qualité de ses travaux.

## NOS RECHERCHES *travaillent pour vous !*

### Mission

Contribuer, par la recherche, à la prévention des accidents du travail et des maladies professionnelles ainsi qu'à la réadaptation des travailleurs qui en sont victimes;

Assurer la diffusion des connaissances et jouer un rôle de référence scientifique et d'expertise;

Offrir les services de laboratoires et l'expertise nécessaires à l'action du réseau public de prévention en santé et en sécurité du travail.

*Doté d'un conseil d'administration paritaire où siègent en nombre égal des représentants des employeurs et des travailleurs, l'IRSST est financé par la Commission de la santé et de la sécurité du travail.*

### Pour en savoir plus

Visitez notre site Web ! Vous y trouverez une information complète et à jour. De plus, toutes les publications éditées par l'IRSST peuvent être téléchargées gratuitement. [www.irsst.qc.ca](http://www.irsst.qc.ca)

Pour connaître l'actualité de la recherche menée ou financée par l'IRSST, consulter le magazine Prévention au travail, publié conjointement par l'Institut et la CNESST. <http://preventionautravail.com>

### Dépôt légal

Bibliothèque et Archives nationales du Québec

2016

ISBN : 978-2-89631-829-2 (PDF)

ISSN : 0820-8395

IRSST - Direction des communications  
et de la valorisation de la recherche  
505, boul. De Maisonneuve Ouest

Montréal (Québec) H3A 3C2

Téléphone : 514 288-1551

Télécopieur : 514 288-7636

[publications@irsst.qc.ca](mailto:publications@irsst.qc.ca)

[www.irsst.qc.ca](http://www.irsst.qc.ca)

© Institut de recherche Robert-Sauvé  
en santé et en sécurité du travail,

2016

IRSST – Direction des laboratoires (12<sup>e</sup> étage)  
505, boul. De Maisonneuve Ouest  
Montréal (Québec) H3A 3C2  
[sac.labo@irsst.qc.ca](mailto:sac.labo@irsst.qc.ca)

# Méthodes de laboratoire

Détermination des composés  
inorganiques du chrome  
hexavalent hydrosolubles et  
hydro-insolubles dans l'air des  
lieux de travail

■ MÉTHODE ANALYTIQUE 365

## Avis de non-responsabilité

Les méthodes d'analyse ou d'étalonnage sont conçues ou ont été retenues par l'IRSST pour l'exécution de divers travaux dans le cadre de mandats qu'on lui confie. Elles peuvent nécessiter des opérations délicates ou requérir l'utilisation de matériels ou d'équipements dangereux. Des risques pour la santé et la sécurité des personnes peuvent être associés à leur utilisation. Ces méthodes sont fournies « telles quelles » sans aucune garantie de quelque nature que ce soit relative aux erreurs ou aux dommages qui découleraient de leur utilisation et de leur application. Le présent avis de non-responsabilité n'entend pas contrevenir aux dispositions de législations canadiennes applicables en cette matière, qu'il s'agisse des lois fédérales, provinciales ou territoriales en vigueur au Canada.

Les hyperliens qui apparaissent dans ce document ont été validés au moment de la publication.

### Responsable technique de la méthode

**Sébastien Gagné**, chimiste toxicologue, M.Sc.,  
Direction des laboratoires - IRSST

### Personnes ayant contribué à la version de cette méthode

*Diane Cormier, technicienne de laboratoire.*

*Direction des laboratoires - IRSST*

*Guillaume Blanchet-Chouinard, stagiaire en chimie*

*Direction des laboratoires - IRSST*



Cette publication est disponible  
en version PDF sur le site Web de l'IRSST.

<http://www.irsst.qc.ca/laboratoires/outils-references/methodes-laboratoire>

Ce document technique a été financé par l'IRSST et préparé par la Direction des laboratoires.

Lorsque imprimé, ce document est non contrôlé.  
SVP vous référer au document disponible sur support informatique

No. Révision : 6 - Date de diffusion: 2016-08-18

**IRSST**

Lorsque imprimé, ce document est non contrôlé.  
SVP vous référer au document disponible sur support informatique

No. Révision : 6 - Date de diffusion: 2016-08-18

## TABLE DES MATIÈRES

PREAMBULE .....	1
1. DOMAINE D'APPLICATION .....	2
2. PRINCIPE DE LA METHODE .....	2
3. INTERFERENCES .....	2
4. MATERIEL .....	3
5. REACTIFS COMMUNS .....	4
6. ÉCHANTILLONNAGE .....	5
7. PROTOCOLE ANALYTIQUE .....	5
7.1 SOLUTIONS GENERALES COMMUNES .....	5
7.2 DETERMINATION DES COMPOSES INORGANIQUE HYDROSOLUBLES DE CHROME VI .....	6
7.2.1 <i>Matériels spécifiques</i> .....	6
7.2.2 <i>Réactifs spécifiques</i> .....	7
7.2.3 <i>Solutions spécifiques</i> .....	7
7.2.4 <i>Préparation des échantillons de contrôle de qualité sur filtre</i> .....	8
7.2.5 <i>Préparation des échantillons</i> .....	8
7.2.6 <i>Imprégnation des filtres de quartz avec NaOH 1N (Échantillonnage dans un environnement avec un milieu acide)</i> .....	9
7.3 DETERMINATION DES COMPOSES INORGANIQUE HYDRO-INSOLUBLES DE CHROME VI .....	9
7.3.1 <i>Matériel spécifique</i> .....	9
7.3.2 <i>Réactifs spécifiques</i> .....	9
7.3.3 <i>Solutions spécifiques</i> .....	10
7.3.4 <i>Préparation des échantillons de contrôle de qualité sur filtre</i> .....	11
7.3.5 <i>Préparation des échantillons</i> .....	11
7.4 ÉTALONNAGE .....	12
7.5 ANALYSE .....	13
7.5.1 <i>Contrôle de qualité</i> .....	13
7.5.2 <i>Séquence d'analyse proposée</i> .....	14
8. CALCULS .....	14
9. PARAMETRES DE VALIDATION .....	15
9.1 LIMITE DE DETECTION, LIMITE DE QUANTIFICATION ET VALEUR MINIMUM RAPPOREEE (VMR) .....	15
9.2 FIDELITE .....	15
9.3 JUSTESSE .....	16
9.4 RECUPERATION .....	16
9.5 INCERTITUDE DE MESURE .....	16
10. REFERENCES .....	17

## PRÉAMBULE

Au Québec, la Loi sur la santé et la sécurité du travail a comme objet l'élimination à la source des dangers pour la santé, la sécurité et l'intégrité physique des travailleurs. Des valeurs d'exposition admissibles (VEA) aux substances chimiques ont été énoncées à l'annexe 1 du Règlement sur la santé et la sécurité du travail (RSST). L'article 44 de ce règlement intitulé « *Méthodes* » spécifie que :

« ... Ces gaz, ces fumées, ces vapeurs, ces poussières et ces brouillards présents dans le milieu de travail doivent être prélevés et analysés de manière à obtenir une précision équivalente à celle obtenue en appliquant les méthodes décrites dans le Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail publié par l'Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail ... »

Pour atteindre ces objectifs, des méthodes d'analyse visant à quantifier l'exposition des travailleurs sont développées et rédigées pour favoriser l'implantation de moyens de contrôle adéquats. Afin d'assister les intervenants en milieu de travail, l'IRSST publie, révisé périodiquement et diffuse le *Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail* et la Direction des laboratoires publie des méthodes d'analyses des contaminants.

Par ailleurs, toute la terminologie utilisée dans cette méthode est décrite dans l'instruction de travail « I-G-014 » du système de gestion documentaire associée au système de management de la qualité de l'IRSST.

## 1. Domaine d'application

Cette méthode s'applique à la détermination des composés inorganiques hydrosolubles et hydro-insolubles du chrome hexavalent (chrome VI) dans l'air des lieux de travail par chromatographie ionique.

La linéarité de la méthode d'analyse a été vérifiée pour des quantités de 0,04 à 10 µg de chrome VI ce qui correspond à des concentrations de 0,0001 à 0,028 mg/m<sup>3</sup> dans l'air pour un volume d'échantillonnage recommandé de 360 litres et de 0,004 à 1,0 µg/mL pour un volume final de solution de 10 mL. Le coefficient de détermination (r<sup>2</sup>) obtenu lors de la validation de la méthode était supérieur à 0,990 pour ce domaine d'application. Des concentrations plus élevées peuvent être rapportées en appliquant des dilutions appropriées aux échantillons.

Le document présente également le mode opératoire de la méthode, les contrôles de performance et propose une séquence d'analyse de routine.

## 2. Principe de la méthode

Conformément aux paramètres décrits dans le Guide d'échantillonnage, un volume défini d'air est prélevé à travers un filtre de quartz afin de recueillir les composés inorganiques de chrome VI en suspension dans l'air des lieux de travail.

Les composés inorganiques de chrome VI provenant de procédés qui génèrent des aérosols liquides acides sont recueillis sur un filtre de quartz imprégné d'une solution de NaOH 1N. Les autres particules en suspension dans l'air contenant des composés inorganiques de chrome VI sont recueillies sur un filtre de quartz non imprégné.

Le filtre et la cassette sont ensuite soumis à un traitement pour mettre en solution les composés inorganiques de chrome VI. Deux méthodes de traitement des échantillons sont décrites pour l'extraction des composés du chrome VI hydrosolubles et hydro-insolubles et, selon le cas, l'une de ces deux méthodes ou les deux méthodes sont utilisées pour préparer l'échantillon en vue de l'analyse. Les composés inorganiques hydrosolubles de chrome VI sont extraits à température ambiante avec une solution de sulfate d'ammonium/hydroxyde d'ammonium. Les composés hydro-insolubles de chrome VI sont extraits avec une solution d'hydroxyde de sodium/carbonate de sodium dans un bain chauffant à ultrasons.

Les solutions provenant des échantillons sont ensuite analysées par chromatographie ionique afin de séparer le chrome VI des autres cations. Le chrome VI est mesuré par spectrophotométrie à 540 nm, après une dérivation post-colonne réalisée à l'aide du 1-5,diphénylcarbazide (DPC) en milieu acide. La dérivation post-colonne consiste à faire réagir le chrome VI avec le DPC pour obtenir du chrome trivalent et de la diphénylcarbazonne. Ces deux composés se combinent ensuite pour former un complexe chromogène de couleur rose de chrome trivalent/diphénylcarbazonne qui possède son maximum d'absorbance à 540 nm. Toutefois, le processus exact de réaction n'est pas totalement connu.

La concentration de l'échantillon est déterminée par comparaison entre l'aire obtenue pour l'échantillon et une gamme de solutions étalons.

## 3. Interférences

Toute substance qui produit une réponse au détecteur à 540 nm et qui possède un temps de rétention similaire au chrome VI est une interférence potentielle.

## 4. Matériel

Cette section présente une liste du matériel commun et nécessaire pour les deux méthodes d'extraction des composés inorganiques de chrome VI. Le matériel spécifique est défini dans chacune des procédures d'extraction.

**NOTE :** Toute la vaisselle réutilisable doit être lavée soigneusement avant utilisation et décontaminée par trempage dans de l'acide nitrique dilué, par exemple HNO<sub>3</sub> 35%, pendant au moins 12 heures puis rincée à l'eau déminéralisée. Préalablement à son utilisation, toute la vaisselle jetable, par exemple les embouts de pipettes, doit faire l'objet d'un contrôle visant à détecter la présence de chrome VI.

- Gants à usage unique, imperméables, destinés à empêcher une éventuelle contamination par les mains et à protéger l'opérateur de tout contact avec des substances toxiques et corrosives, ex. : gants en nitrile;
- Contenants de volume approprié pour l'entreposage des solutions, par exemple en polyhexafluoroéthène propène (FEP);
- Fioles jaugées de volume approprié munies de bouchons étanches pour la préparation des solutions, par exemple en polyéthylène haute densité (HDPE) ou autre matériel inerte;
- Éprouvettes jaugées de 10 mL :
- Cylindres gradués :
- Pipettes électroniques avec embouts jetables;
- Plaque agitatrice et agitateur magnétique :
- Pincettes avec pointes inertes pour la manipulation des filtres :
- Générateur de vide, ex. : le vide provenant d'une hotte de laboratoire ;
- Montage de filtration sous vide, qui permet la filtration simultanée de plusieurs échantillons, par exemple le système modifié Visiprep de marque Supelco;
- Filtres de quartz imprégnés ou non
- Chromatographe ionique, de marque Thermo-Dionex ICS-3000 ou autre avec les composantes suivantes:
  - Pompe isocratique;
  - Système d'injection de l'échantillon, composé d'une valve d'injection et d'une boucle d'échantillonnage d'une capacité de 100 µL;
  - Colonne de séparation IonPac AS7 et colonne de garde IonPac AG7 de marque Thermo-Dionex;
  - Réservoirs à éluant;
  - Module d'introduction du réactif (DPC) pressurisé par de l'hélium (pureté > 99,999 %);
  - Détecteur spectrophotométrique UV-visible;
  - Passeur d'échantillons et fioles de réserve;
  - Système d'acquisition de données;
- Balance analytique de précision adéquate.
- Four pouvant chauffer jusqu'à 50 degrés Celsius
- Cassettes d'échantillonnage de 25 mm en polypropylène (PP), 3 pièces, en forme de gobelet (SKC # 225-8585) avec un filtre en quartz 25 mm 1,2 µm (SKC # 225-1824) non imprégné ou imprégné avec du NaOH 1N et soutenu par un support en plastique (SKC # 225-2901);

**NOTE :** Il est important de vérifier et de quantifier le CrVI présent sur les filtres préalablement à l'utilisation de ceux-ci.

## 5. Réactifs communs

Cette section présente une liste de réactifs communs et nécessaires pour les deux méthodes d'extraction des composés inorganiques de chrome VI. Les réactifs spécifiques sont définis dans chacune des procédures d'extraction.

**NOTE :** Les réactifs utilisés lors de la préparation des solutions doivent être au minimum de qualité analytique. La concentration de chrome VI présente dans les réactifs et acides minéraux doit être négligeable en comparaison avec la plus faible concentration à déterminer.

- **Eau**, de résistivité supérieure à 18 MΩ-cm (à 25°C) pour toutes les préparations et dilutions d'échantillons (CAS 7732-18-5);
- **1-5,diphénylcarbazine** (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>-NH-NH)<sub>2</sub>CO, fraction massique de DPC > 98 % (CAS N° 140-22-7);
- **Méthanol** (CH<sub>3</sub>OH), qualité pour chromatographie liquide à haute pression (CAS N° 67-56-1);
- **Acide sulfurique** (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), concentré, fraction massique ~ 98 % (CAS N° 7664-93-9);

**AVERTISSEMENT** - L'acide sulfurique concentré est corrosif et provoque des brûlures. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux. Utiliser un équipement de protection individuelle (y compris gants appropriés, écran facial ou lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec de l'acide sulfurique concentré ou dilué. Prendre de grandes précautions lors de la dilution d'acide sulfurique avec de l'eau, car ce processus est extrêmement exothermique. Toujours ajouter l'acide sulfurique à l'eau. Le contraire entraîne des réactions violentes. Tout travail avec ce réactif doit être réalisé sous une hotte.

- **Sulfate d'ammonium** (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, fraction massique du sulfate d'ammonium > 99,5 % (CAS N° 7783-20-2);
- **Solution d'hydroxyde d'ammonium** (NH<sub>4</sub>OH), concentrée, fraction massique d'ammoniac ~ 29 % (NH<sub>3</sub>) (CAS N° 1336-21-6);

**AVERTISSEMENT** - L'hydroxyde d'ammonium concentré est irritant pour le système respiratoire et provoque des brûlures. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux, ou par inhalation de vapeurs. Utiliser un équipement de protection individuelle approprié (y compris gants appropriés, écran facial ou lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec une solution d'hydroxyde d'ammonium concentrée. Tout travail avec ce réactif doit être réalisé sous une hotte.

- **Acide nitrique** (HNO<sub>3</sub>), concentré, fraction massique ~ 70 % (CAS N° 7697-37-2);

**AVERTISSEMENT** - L'acide nitrique concentré est corrosif et oxydant, et les fumées d'acide nitrique sont irritantes. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux, ou par inhalation de fumées. Utiliser un équipement de protection individuelle (y compris gants appropriés, écran facial ou lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec de l'acide nitrique concentré ou dilué. Tout travail avec ce réactif doit être réalisé sous une hotte.

- **Solutions commerciales de chrome VI**, certifiées à 1000 µg/mL pour la préparation des solutions étalons de la courbe d'étalonnage et contrôles;

**NOTE :** Idéalement, deux sources de chrome VI sont nécessaires, la première peut servir à la préparation des étalons pour l'établissement de la courbe d'étalonnage et la deuxième, à la préparation des solutions de contrôle (solutions de contrôle (VMR, ICV-low, ICV-high) et contrôle de qualité sur filtre). Les deux sources de chrome VI devraient provenir d'un fabricant différent, sinon d'un lot différent ou en dernier recours d'une solution intermédiaire différente. De plus, la source servant à la préparation des solutions de contrôle devrait présenter une concentration certifiée et garantir une traçabilité aux étalons nationaux. La solution commerciale utilisée pour la préparation des standards est la solution certifiée en chromates à 1000 ppm de Spex, no cat. AS-CR049-2Y et celle utilisée pour la préparation des solutions de contrôle de qualité et de contrôle de qualité sur filtre est la solution certifiée en chromates à 1000 ppm de Inorganic Venture no cat. ICCRO41-1.

**NOTE :** La concentration de certaines solutions commerciales est exprimée en µg/mL de chromates (CrO<sub>4</sub>)<sup>2-</sup> plutôt qu'en µg/mL de chrome VI. L'analyste doit prendre cela en compte au moment des calculs de même que la concentration certifiée de la solution pour la préparation des solutions intermédiaires.

## 6. Échantillonnage

Les composés inorganiques de chrome VI en suspension dans l'air sont prélevés à l'aide d'une cassette 25 mm contenant un filtre de quartz d'une porosité de 1,2 µm sur un support de plastique en utilisant une pompe d'échantillonnage dont le débit a été préalablement réglé. Pour chaque série d'échantillons, une cassette témoin contenant un filtre provenant du même lot doit être prévue. Cette cassette témoin doit être traitée de la même manière que les cassettes utilisées pour l'échantillonnage pour tout ce qui concerne l'entreposage et le transport vers le point d'échantillonnage, mais sans faire passer d'air à travers celle-ci. Les échantillons peuvent être conservés à la température ambiante. Les paramètres d'échantillonnage recommandés pour le chrome VI sont décrits dans le tableau suivant :

Débit	1,5 à 4 litres/minute
Volume	360 litres

Ces paramètres tiennent compte de la norme d'exposition, de la sensibilité de la méthode analytique et de la capacité du système d'échantillonnage, mais pour s'adapter aux contraintes du milieu, le volume d'échantillonnage peut être modifié. Toutefois, lorsque des concentrations élevées de particules en suspension dans l'air sont anticipées, la période d'échantillonnage devrait être plus courte pour éviter de surcharger le filtre (par exemple fumées de soudage, pigments de peinture).

La période d'échantillonnage doit être aussi suffisamment longue pour permettre la détermination du chrome VI à des niveaux significatifs en matière d'hygiène industrielle. Le temps d'échantillonnage minimal nécessaire pour que la quantité prélevée de chrome VI soit supérieure à la valeur minimale rapportée de la méthode d'analyse pour une valeur d'exposition moyenne pondérée estimée, est calculé à l'aide de l'équation suivante:

$$T_{\min} = VMR / X * VEMP * Q$$

où

- T<sub>min</sub> = Durée minimale de l'échantillonnage, en minutes
- VMR = Valeur minimale rapportée de la méthode analytique, en microgrammes
- X = Valeur d'exposition moyenne pondérée estimée, en fraction décimale
- VEMP = Valeur d'exposition moyenne pondérée, en mg/m<sup>3</sup>
- Q = Débit recommandé pour l'échantillonnage, en litres par minute

## 7. Protocole analytique

### 7.1 Solutions générales communes

Cette section présente une liste de solutions à préparer qui sont communes et nécessaires pour les deux méthodes d'extraction des composés inorganiques de chrome VI. Les solutions spécifiques sont définies dans chacune des procédures d'extraction.

**NOTE :** Les volumes préparés pour les solutions le sont à titre indicatif seulement.

- Solutions d'éluion

- Éluant concentré (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2,0 mol/L / NH<sub>4</sub>OH 1,0 mol/L

Peser environ 264 g de sulfate d'ammonium et dissoudre dans environ 500 mL d'eau. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de 1 litre, ajouter 65 mL d'hydroxyde d'ammonium concentré puis agiter pour mélanger. Jauger au trait avec de l'eau, mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage (FEP). Le temps de conservation de cette solution est de 12 mois à température ambiante.

- Éluant de travail  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  0,2 mol/L /  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,1 mol/L  
Verser 200 mL d'éluant concentré dans une fiole jaugée de deux litres. Jauger au trait avec de l'eau, mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est d'un mois à température ambiante.
- **Solution du réactif de 1-5,diphénylcarbazine (DPC)**  
Verser environ 500 mL d'eau dans une fiole jaugée d'un litre. Ajouter lentement et avec précaution 25 mL d'acide sulfurique concentré, agiter, puis laisser refroidir. Peser environ 0,5 g de 1-5,diphénylcarbazine et dissoudre dans 100 mL de méthanol (en agitant sur une plaque agitatrice), transférer quantitativement la solution obtenue dans la fiole jaugée contenant l'acide sulfurique et l'eau, puis jauger au trait avec de l'eau. Mélanger puis transvider dans le contenant prévu à cet effet de l'ICS-3000. Le temps de conservation de ce réactif est de 14 jours à température ambiante
- **Solutions intermédiaires de chrome VI (pour les courbes d'étalonnage)**
  - Solution intermédiaire de chrome VI à 100 mg/L  
Pipeter 2,22 mL de la solution mère de chromate (Spex, no cat. AS-CR049-2Y) dans une éprouvette de 10 mL, ajouter 7,78 mL d'eau, puis mélanger. Le temps de conservation de cette solution est de trois mois à température ambiante.
  - Solution intermédiaire de chrome VI à 10 mg/L  
Pipeter 222  $\mu\text{L}$  de la solution mère de chromate (Spex, no cat. AS-CR049-2Y) dans une éprouvette de 10 mL, ajouter 9,778 mL d'eau, puis mélanger. Le temps de conservation de cette solution est de trois mois à température ambiante.
- **Solutions intermédiaires de chrome VI (pour les solutions de contrôle de qualité et contrôle de qualité sur filtres [CQ])**
  - Solution de contrôle intermédiaire de chrome VI à 90 mg/L et de contrôle de qualité  
*Note : Préparer deux éprouvettes (une pour les solutions de contrôle de qualité et l'autre pour les CQ sur filtre).*  
Pipeter 2,0 mL de la solution mère de chromate (Inorganic Venture no cat. ICCRO41-1) dans une éprouvette de 10 mL, ajouter 8,0 mL d'eau, puis mélanger. Le temps de conservation de cette solution est de trois mois à température ambiante.
  - Solution de contrôle intermédiaire de chrome VI à 9 mg/L  
Pipeter 200  $\mu\text{L}$  de la solution mère de chromate (Inorganic Venture no cat. ICCRO41-1) dans une éprouvette de 10 mL, ajouter 9,8 mL d'eau, puis mélanger. Le temps de conservation de cette solution est de trois mois à température ambiante.
- **NaOH 10N**  
Hydroxyde de sodium (NaOH), 10N, fraction massique > 99,5 % (CAS N° 1310-73-2);

**AVERTISSEMENT** — L'hydroxyde de sodium est irritant pour le système respiratoire et provoque des brûlures. Éviter toute exposition par contact avec la peau ou les yeux, ou par inhalation de poussières. Utiliser un équipement de protection individuelle approprié (y compris gants appropriés, écran facial ou lunettes de protection, etc.) pour tout travail avec des pastilles d'hydroxyde de sodium ou avec une solution d'hydroxyde de sodium concentrée. Tout travail avec des réactifs doit être réalisé sous une hotte.

## 7.2 Détermination des composés inorganiques hydrosolubles de chrome VI

### 7.2.1 Matériels spécifiques

- .Agitateur mécanique avec support pour cassette, par exemple de marque Eberbach.

## 7.2.2 Réactifs spécifiques

- Oxyde de chrome ( $\text{CrO}_3$ ) (CAS N° 1333-82-0), Aldrich, cat. n° 675644-25G  
 Cette poudre sert à préparer la solution de CQ qui sera utilisée avec les filtres imprégnés au NaOH 1N.

## 7.2.3 Solutions spécifiques

- Solutions d'extraction (utilisées avec les deux types de filtres soient : non imprégnés ou imprégnés)**
  - Solution d'extraction concentrée  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  0,5 mol/L /  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,5 mol/L  
 Peser environ 132 g de sulfate d'ammonium et dissoudre dans environ 500 mL d'eau. Transférer quantitativement la solution dans une fiole jaugée de deux litres, ajouter 68 mL d'hydroxyde d'ammonium concentré puis agiter. Diluer au trait de jauge avec de l'eau, mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage par exemple en FEP. Le temps de conservation de cette solution est de 12 mois à température ambiante.
  - Solution d'extraction de travail  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  0,05 mol/L /  $\text{NH}_4\text{OH}$  0,05 mol/L  
 Verser 100 mL de solution d'extraction concentrée dans une fiole jaugée d'un litre, puis diluer au trait de jauge avec de l'eau. Mélanger et transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est de six mois à température ambiante.
- Solutions étalons de chrome VI pour la courbe d'étalonnage**  
 Pipeter, selon le tableau suivant, les volumes appropriés des solutions intermédiaires de chrome VI (Spex, no cat. AS-CR049-2Y) (section 7.1) dans des fioles jaugées de 100 mL contenant environ 25 mL de la solution d'extraction de travail, puis diluer au trait de jauge avec cette même solution. Mélanger. Le temps de conservation de ces solutions est de trois mois à température ambiante.

	Volume final (mL)	Volume sol. à 10 mg/L ( $\mu\text{L}$ )	Volume sol. à 100 mg/L ( $\mu\text{L}$ )	[Conc.] finale (mg/L)	[Conc.] finale ( $\mu\text{g}/10\text{ mL}$ )
Std 0	100			0	0
Std 1(VMR)	100	40		0,004	0,04
Std 2	100	100		0,01	0,1
Std 3	100		50	0,05	0,5
Std 4 (CCV)	250		250	0,10	1,0
Std 5	100		300	0,30	3,0
Std 6	100		500	0,50	5,0
Std 7*	100		1000	1,00	10,0

\* : Le standard 7 est analysé à chacune des séquences d'analyse, mais il est seulement utilisé pour quantifier les échantillons ayant une concentration comprise entre 5 et 10  $\mu\text{g}/10\text{ mL}$ . Se référer à la section 7.4.

- Solutions de contrôle (ICV-L, ICV-H, VMR)**  
 Pipeter, selon le tableau suivant, les volumes appropriés des solutions intermédiaires de CrVI (Inorganic Venture no cat. ICCRO41-1) dans des ballons jaugés de 100 mL contenant un peu de solution d'extraction de travail, puis diluer au trait de jauge avec cette même solution. Le temps de conservation de ces solutions est de trois mois à température ambiante.

	Volume final (mL)	Volume sol. à 9 mg/L (µL)	Volume sol. à 90 mg/L (µL)	[Conc.] finale (mg/L)	[Conc.] finale (µg/10 mL)
ICV-High	100		500	0,45	4,5
ICV-Low	100		50	0,045	0,45
VMR	100	45		0,004	0,04

- Solution de trioxyde de chrome pour CQ sur filtres de quartz imprégnés au NaOH 1N**  
 Peser précisément 8,5 mg de CrO<sub>3</sub> et jauger à 50 mL avec de l'eau type 1.  
 Le temps de conservation de cette solution est de quatorze mois à température ambiante.
- Solution de NaOH 1N**  
 Préparer le NaOH 1N à partir du NaOH 10N en effectuant une dilution 1/10. Pour préparer 50 mL de solution, pipeter 5 mL de NaOH 10N, transférer dans une fiole jaugée de 50 mL et diluer au trait de jauge avec de l'eau.

### 7.2.4 Préparation des échantillons de contrôle de qualité sur filtre

- Enlever les bouchons du côté de l'entrée d'air sur les cassettes;
- Déposer 50 µL de la solution intermédiaire de chrome VI à 90 mg/L (se référer à 7.1) dans chacune des cassettes vierges contenant un filtre de quartz (imprégné ou non) ainsi qu'un support de plastique, puis remettre les bouchons. Laisser sécher quelques minutes pour les filtres non imprégnés.
- Déposer 50 µL de la solution de trioxyde de chrome (se référer à 7.1) dans chacune des cassettes contenant le filtre imprégné de NaOH 1N. Laisser sécher jusqu'au lendemain, au moins deux heures aux conditions ambiantes ou une heure à environ 50 degrés Celsius avec la porte du four légèrement entre ouverte.

**NOTE :** La quantité de chrome VI hydrosoluble sur le filtre (4,5 µg / filtre) représente 25 % de la VEMP pour un volume d'échantillonnage de 360 litres et un volume final d'extraction de 10 mL.

### 7.2.5 Préparation des échantillons

**NOTE:** Le même mode opératoire doit être suivi pour les échantillons, les CQ et les blancs de réactifs.

**IMPORTANT :** Les cassettes contenant les échantillons, les CQ et les blancs ne doivent, en aucun cas, être ouvertes, au cours du processus d'extraction des composés hydrosolubles, afin de conserver l'étanchéité de la cassette pour la réalisation de l'étape d'extraction des composés insolubles.

- Avant de commencer l'extraction des composés de chrome VI hydrosolubles, enlever la bande de cellulose et bien nettoyer l'extérieur de chaque cassette afin d'enlever toutes traces de contaminant sur les parois. Pour ce faire, utiliser un papier Kimwipe humecté avec de l'eau type 1;
- Enlever les bouchons du côté « inlet » sur les cassettes;
- A l'aide d'une pipette, ajouter dans chaque cassette 5 mL de la solution d'extraction de travail, puis remettre le bouchon;
- Installer les cassettes (côté « inlet » vers le haut) sur le support en mousse de l'agitateur mécanique de type Eberbach et agiter à basse vitesse (sur le cadran, mettre à 250) pendant 30 minutes;
- Tourner la cassette de 90° et agiter pendant 30 minutes supplémentaires;

- Enlever les bouchons du côté « outlet » et brancher les cassettes sur les connecteurs du système de filtration Visiprep, en ayant pris soin de mettre en dessous une éprouvette identifiée au numéro d'échantillon correspondant;
- Enlever les bouchons du côté « inlet » puis ouvrir très doucement le vide (< 20 pouces de Hg) pour récupérer la solution dans l'éprouvette correspondante;  
**NOTE :** Un vide trop élevé peut occasionner un éclaboussement de l'échantillon.
- Fermer le vide, ajouter 2 mL de solution d'extraction dans la cassette et refaire le vide (répéter deux fois);
- Fermer le vide et sortir les éprouvettes du système;
- Diluer jusqu'au trait de jauge avec la solution d'extraction de travail, puis boucher chaque éprouvette;
- Pour la détermination du chrome hexavalent hydrosoluble seulement, passer directement à l'étape de l'analyse. Si les composés hydro-insolubles de chrome hexavalent doivent également être déterminés, conserver les cassettes (témoins et échantillons) en vue d'un traitement subséquent.  
**NOTE :** Après l'extraction des échantillons, il est important de rincer chaque connecteur du système de filtration Visiprep avec la solution d'extraction de travail, puis avec l'eau. Sécher à l'air du compresseur pour évacuer l'eau des connecteurs.

### 7.2.6 Imprégnation des filtres de quartz avec NaOH 1N (Échantillonnage dans un environnement avec un milieu acide)

- Mettre le filtre de quartz sur la partie centrale de la cassette et y déposer 300 µL de NaOH 1N.
- Laisser sécher une nuit aux conditions ambiantes ou une heure dans un four à 50 °C, en laissant la porte légèrement ouverte.
- Conserver les filtres sous atmosphère d'azote, si on prévoit les conserver plus d'un mois. Les filtres se conservent au maximum quatre mois une fois imprégnés. (OSHA ID-215)
- Lors de l'analyse, si la moyenne de trois blancs de filtre est supérieure à la VMR (0,04 µg), une valeur de correction correspondant à la valeur de contamination déterminée est effectuée sur les échantillons.
  - Durée de vie des filtres vierges imprégnés: trois mois sous atmosphère d'azote et un mois aux conditions ambiantes. (au total quatre\_mois)
  - Date de péremption : un mois de l'imprégnation aux conditions ambiantes, ou un mois de la date de la sortie de l'atmosphère d'azote.

## 7.3 Détermination des composés inorganiques hydro-insolubles de chrome VI

### 7.3.1 Matériel spécifique

- Bain chauffant à ultrasons;

### 7.3.2 Réactifs spécifiques

- Carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), anhydre, fraction massique du carbonate de sodium > 99,9 % (CAS N° 471-34-1);
- Chromate de plomb ( $\text{PbCrO}_4$ ), fraction massique de chromate de plomb > 99,5 % (CAS N° 7758-97-6), pour la préparation des échantillons de contrôle de qualité sur filtre.

### 7.3.3 Solutions spécifiques

- **Solutions d'extraction**

- Solution d'extraction concentrée (NaOH 2 % / Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 3 %)

Verser 100 mL d'hydroxyde de sodium 10N dans une fiole jaugée de deux litres contenant environ 250 mL d'eau, puis ajouter 60 g de carbonate de sodium, agiter pour assurer la dissolution du carbonate de sodium et laisser refroidir. Diluer au trait de jauge avec de l'eau, mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est de 12 mois à température ambiante.

- Solution d'extraction diluée 1/2 (NaOH 1 % / Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 1,5 %)

Verser 1 L de solution d'extraction concentrée dans une fiole jaugée de deux litres contenant environ 500 mL d'eau, puis diluer au trait de jauge avec de l'eau. Mélanger, puis transvider dans un contenant d'entreposage. Le temps de conservation de cette solution est de six mois à température ambiante.

- **Solutions étalons de chrome VI pour la courbe d'étalonnage**

Pipeter, selon le tableau suivant, les volumes appropriés des solutions intermédiaires de chrome VI (sous-section 7.1) dans des fioles jaugées de 100 mL contenant environ 25 mL de la solution d'extraction de travail, puis diluer au trait de jauge avec cette même solution. Mélanger. Le temps de conservation de ces solutions est de trois mois à température ambiante.

	Volume final (mL)	Volume sol. à 10 mg/L (µL)	Volume sol. à 100 mg/L (µL)	[Conc.] finale (µg/mL)	[Conc.] finale (µg/10 mL)
Std 0	100			0	0
Std 1 (VMR)	100	40		0,004	0,04
Std 2	100	100		0,01	0,1
Std 3	100		50	0,05	0,5
Std 4 (CCV)	250		250	0,10	1,0
Std 5	100		300	0,30	3,0
Std 6	100		500	0,50	5,0
Std 7	100		1000	1,0	

\* : Le standard 7 est analysé à chacune des séquences d'analyse, mais il est seulement utilisé pour quantifier les échantillons ayant une concentration comprise entre 5 et 10 µg/10 mL. Il faut alors traiter les données à nouveau en ajoutant le standard 7 à la méthode de quantification. Une dilution 1 dans 2 peut aussi être effectuée.

- **Solutions de contrôle**

- **Solution de blanc de réactifs IBV (LRB et CCB)** – voir définition au paragraphe 7.5.1

Pipeter 5 mL de la solution concentrée d'extraction dans une éprouvette de 10 mL, puis diluer au trait de jauge avec de l'eau type 1. Préparer cette solution à chaque séquence d'analyse.

- **Solutions de contrôle (ICV-High, ICV-Low et VMR)** – voir définition au paragraphe 7.5.1

Pipeter, selon le tableau suivant, les volumes appropriés des solutions intermédiaires de CrVI dans des fioles jaugées de 100 ml contenant un peu de solution d'extraction diluée ½ pour hydro-insoluble, puis diluer au trait de jauge avec cette même solution.

**Conservation : trois mois**

	Volume final (mL)	Volume sol. à 9 mg/L ( $\mu$ L)	Volume sol. à 90 mg/L ( $\mu$ L)	[Conc.] finale (mg/L)	[Conc.] finale ( $\mu$ g/10 mL)
ICV-High	100		500	0,45	4,5
ICV-Low	100		50	0,045	0,45
VMR	100	45		0,004	0,04

- Solution de  $PbCrO_4$  pour CQ sur filtres de quartz non imprégnés**  
 Peser précisément 26,9 mg de  $PbCrO_4$ . Transférer le  $PbCrO_4$  dans une fiole jaugée de 50 mL à l'aide de la solution d'extraction diluée  $\frac{1}{2}$ . Dissoudre le sel, puis diluer au trait de jauge avec la même solution.  
**Conservation : quatorze mois (durée proposée)**

### 7.3.4 Préparation des échantillons de contrôle de qualité sur filtre

- Enlever les bouchons du côté « inlet » sur deux cassettes montées;
  - Déposer 50  $\mu$ L de la solution de  $PbCrO_4$  dans chacune des cassettes, laisser sécher jusqu'au lendemain, au moins deux heures aux conditions ambiantes ou une heure à environ 50 degrés Celsius avec la porte du four légèrement entre ouverte. Par la suite, procéder à l'extraction et analyser.
- NOTE :** La concentration représente environ 100 % de la VEMP du chromate de plomb (~4.3  $\mu$ g/filtre) pour un volume d'échantillonnage de 360 L.

### 7.3.5 Préparation des échantillons

**NOTE :** Le même mode opératoire doit être suivi pour les échantillons, les CQ et les blancs de réactifs.

- Procéder d'abord à l'extraction des composés de chrome VI hydrosolubles comme décrit précédemment;
  - À l'aide d'une pipette, ajouter 5 mL de solution d'extraction concentrée dans chaque cassette, puis remettre le bouchon;
  - Ajuster la température du bain chauffant à ultrasons à exactement environ 40 °C. Le niveau d'eau dans le bain doit être assez haut pour couvrir les deux sections inférieures d'une cassette;
  - Installer les cassettes (côté « inlet » vers le haut) sur le support en plastique, installer le support dans le bain à ultrasons pour une période de 60 minutes;
  - Sécher minutieusement les cassettes avec un Kimwipe, à la sortie du bain;
  - Enlever les bouchons du côté « outlet » et brancher les cassettes sur les connecteurs du système de filtration Visiprep, en ayant pris soin de mettre en dessous une éprouvette identifiée au numéro d'échantillon correspondant;
  - Enlever les bouchons du côté « inlet », puis ouvrir très doucement le vide (< 20 pouces de Hg) pour récupérer la solution dans l'éprouvette correspondante (à partir de cette étape, la cassette peut être ouverte afin de favoriser l'évacuation de l'échantillon);
- NOTE :** Un vide trop élevé peut occasionner un éclaboussement de l'échantillon.
- Fermer le vide, ajouter 2 mL d'eau type 1 dans la cassette et refaire le vide (**répéter deux fois**);
  - Fermer le vide et sortir les éprouvettes du système;
  - Diluer jusqu'au trait de 10 mL avec de l'eau type 1, puis boucher l'éprouvette.
- NOTE :** Après l'extraction des échantillons, il est important de rincer chaque connecteur du système de filtration Visiprep avec la solution d'extraction de travail puis avec de l'eau. Sécher à l'air pour évacuer l'eau des connecteurs.

## 7.4 Étalonnage

- Paramétrer le chromatographe ionique conformément aux recommandations du fabricant et à la méthode d'analyse. Les paramètres les plus importants figurent dans le tableau suivant :

Débit de l'éluant	1,5 mL/min
Débit du réactif (DPC)	~ 0,5 mL/min
Pression au régulateur du DPC	~ 40 psi
Détecteur UV-Visible	Unité AU*min
Longueur d'onde	540 nm
Pression de la pompe	~ 2300 psi
Boucle d'injection	100 µL
Temps de rétention	~ 4,3 min
Temps d'analyse	7 min
Type de traitement de la courbe	Linéaire (ignore l'origine, avec offset)
Ordonnée à l'origine	Ignore
Méthode d'intégration	Aire de pic

- Mettre en route le système chromatographique et laisser stabiliser la ligne de base pendant une heure au minimum;
- Injecter quelques étalons de concentration identique pour vérifier la stabilité du signal;  
**NOTE** : La déviation standard relative (RSD) sur les résultats obtenus ne doit pas varier de plus de 5 %, dans le cas contraire, laisser le système se stabiliser plus longtemps.
- Mélanger, puis transférer soigneusement dans des fioles de réserve de 5 mL identifiés au numéro de l'échantillon correspondant, une aliquote de chaque solution étalon, puis fermer avec le bouchon approprié;
- Injecter par ordre de concentration croissante, les différentes solutions d'étalonnage afin de construire une courbe d'étalonnage de sept concentrations (la solution de blanc et six solutions d'étalonnage) et mesurer l'absorbance du chrome VI, en mode « aire de pic », pour chaque solution d'étalonnage.
- La courbe utilisée normalement est de sept points (standards S0 à S6). Le S7 est ajouté à la courbe lorsque l'on retrouve dans les échantillons des concentrations supérieures à la concentration S6. Il faut alors retraiter les données informatiquement. Une dilution des échantillons peut aussi être effectuée, à ce moment, il n'est nécessaire de retraiter les données.

La courbe d'étalonnage est calculée avec le logiciel d'acquisition par régression linéaire et est exprimée sous la forme de l'équation suivante :

$$S = m[\text{CrVI}] + b$$

où :

S	=	Signal, en AU*min
m	=	Pente de la courbe d'étalonnage
[Cr VI]	=	Concentration de chrome VI, en µg/10 mL
b	=	Ordonnée à l'origine

**NOTE** : Le coefficient de détermination ( $r^2$ ) doit être supérieur à 0,990. Dans le cas contraire, il est possible de supprimer un point d'étalonnage et de retraiter les données pour obtenir un coefficient supérieur à 0,990, mais il convient de respecter un nombre minimal de six solutions d'étalonnage incluant la solution de blanc d'étalonnage.

## 7.5 Analyse

Après l'établissement de la courbe d'étalonnage, les échantillons de contrôle d'étalonnage, la valeur minimale rapportée, le blanc de réactifs, les échantillons de contrôle de qualité sur filtres et les échantillons sont analysés successivement selon la séquence d'analyse proposée (sous-section 7.5.2). La concentration de chrome VI dans les échantillons est ensuite déterminée par comparaison entre l'aire du pic obtenue pour l'échantillon et la gamme de solutions étalons.

**NOTE :** Une solution étalon est analysée à tous les 8 échantillons. Si la déviation standard relative entre deux résultats de ce même étalon présente une variation de plus de  $\pm 10\%$ , il faut procéder à un nouvel étalonnage de l'instrument et analyser de nouveau les échantillons qui étaient en cours d'analyse lorsque le changement de sensibilité est apparu.

La concentration de chrome VI déterminée dans l'échantillon doit se situer dans le domaine d'application de la méthode d'analyse. S'il s'avère que la concentration de chrome VI dans l'échantillon est supérieure à la concentration la plus élevée du domaine d'application, 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. Toutefois, si la concentration retrouvée est comprise entre 5 et 10  $\mu\text{g/mL}$ , le point S7 peut être ajouté à la courbe. Il faut alors traiter les données à nouveau.

### 7.5.1 Contrôle de qualité

Plusieurs types de contrôle sont analysés au cours de la séquence d'analyse afin de vérifier l'étalonnage et la variation de la sensibilité. Chaque contrôle doit répondre aux critères qui lui sont spécifiques et tout dépassement ou déviation doit être documenté et des actions adéquates prévues par le système qualité devront être entreprises.

- Contrôle d'étalonnage (ICV). Ces deux solutions de contrôle sont analysées juste après l'étalonnage de l'instrument. Leurs concentrations se situent à environ 10 % (ICV-L) et 90 % (ICV-H) du maximum de la courbe d'étalonnage. NOTE - La solution commerciale servant à préparer les solutions de contrôle d'étalonnage doit idéalement provenir d'un fabricant différent de celui dont le produit a été utilisé pour préparer les solutions standards pour la courbe d'étalonnage, sinon d'un lot différent ou en dernier recours d'une solution intermédiaire différente.
- Contrôle du blanc d'étalonnage (IBV). Cet échantillon de contrôle est la même solution que celle du blanc d'étalonnage préparée pour la courbe standard et est analysée après la VMR.
- Valeur minimum rapportée (VMR). Cet échantillon de contrôle est une solution analysée après les deux contrôles d'étalonnage (ICV). Ce contrôle vérifie la réponse de l'instrument à la valeur minimale rapportée de la méthode analytique.
- Contrôle continu d'étalonnage (CCV). Cet échantillon de contrôle est une des solutions étalons préparées pour la courbe d'étalonnage et est analysé après tous les huit échantillons. Sa concentration représente environ la concentration au milieu de la courbe d'étalonnage.
- Contrôle continu du blanc d'étalonnage (CCB). Cet échantillon de contrôle est la même solution que celle du blanc d'étalonnage préparée pour la courbe d'étalonnage et est analysé à la fin de la séquence d'analyse après le dernier CCV.
- Contrôle de qualité sur filtres (CQ). Ces échantillons de contrôle sont des filtres enrichis en chrome VI (hydrosoluble ou hydro-insoluble). Ils suivent toutes les étapes de préparation et d'analyse d'un échantillon. Deux échantillons de contrôle de même concentration sont analysés pour chaque séquence d'analyse. Les résultats sont utilisés pour vérifier l'exactitude et la précision de la méthode analytique.

## 7.5.2 Séquence d'analyse proposée

- Étalon (S4) (3X)
- Étalons de la courbe d'étalonnage
- CCV
- Contrôles ICV-L, ICV-H, VMR et IBV
- Contrôle de qualité sur filtre # 1
- CCV
- Contrôle de qualité sur filtre # 2
- Trois blancs de media (pour les filtres imprégnés seulement)
- Sept Échantillons
- CCV
- Huit échantillons
- CCV
- Huit échantillons
- Etc.
- CCB et CCV
- Eau

## 8. Calculs

Le calcul de la concentration de chrome VI pour l'échantillon d'air aux conditions ambiantes s'effectue à l'aide de l'équation suivante :

$$[\text{Cr VI}] = (([\text{Cr VI}]_1 \times V_1 \times F) - ([\text{Cr VI}]_0 \times V_0)) / V$$

où :

- [Cr VI] = Concentration de chrome VI dans l'échantillon (exprimée en chrome), en mg/m<sup>3</sup>
- [Cr VI]<sub>0</sub> = Concentration de chrome VI dans les blancs<sup>1</sup> de solution, en µg/10 mL
- [Cr VI]<sub>1</sub> = Concentration de chrome VI dans l'échantillon, en µg/10 mL
- V = Volume d'échantillonnage, en litres (L)
- V<sub>0</sub> = Volume final des blancs de solution, en millilitres (mL)
- V<sub>1</sub> = Volume final de l'échantillon, en millilitres (mL)
- F = Facteur de dilution (F=1 en l'absence de dilution)

<sup>1</sup>La concentration de chrome VI dans les blancs de solution provient de la somme des résultats obtenue lors de l'analyse des échantillons de blanc de réactif et de blanc de filtre. La concentration des blancs de filtre est déterminée pour chaque séquence d'imprégnation de filtres imprégnés et représente la concentration moyenne de chrome VI obtenu sur trois blancs de filtre soumis à l'ensemble de la procédure analytique. Dans ce cas, si la moyenne obtenue des trois blancs de filtre dépasse la valeur minimum rapportée, alors une correction est effectuée sur les résultats obtenus des différents échantillons. Les résultats des échantillons ne sont pas corrigés pour les résultats obtenus pour les cassettes témoins. Les résultats des cassettes témoins sont rapportés en masse totale (µg).

## 9. Paramètres de validation

### 9.1 Limite de détection, limite de quantification et valeur minimum rapportée (VMR)

La limite de détection méthodologique (LDM) représente la plus basse concentration pour un composé analysé dans une matrice réelle qui, lorsqu'il subit toutes les étapes d'une méthode complète, incluant les extractions chimiques et le prétraitement, produit un signal détectable avec une fiabilité définie statistiquement différent de celui produit par un « blanc » dans les mêmes conditions. La LDM représente la concentration équivalente à trois fois l'écart type obtenu à partir de 10 échantillons enrichis de chrome hexavalent à très basse concentration et soumis à l'ensemble de la procédure analytique. La limite de quantification méthodologique (LQM) représente la concentration équivalente à 10 fois l'écart type obtenu sur ces mêmes échantillons.

La valeur minimale rapportée (VMR) consiste en la quantité minimale de contaminant qui est quantifiée dans les laboratoires de l'IRSST. Elle tient compte d'un ou de plusieurs des aspects suivants : la linéarité de la méthode dans les conditions expérimentales utilisées, l'efficacité de la récupération et la pertinence du dosage à de très bas niveaux de concentration.

COMPOSÉ INORGANIQUE DE CHROME VI	TYPE DE FILTRE	LIMITE DE DÉTECTION (µg par filtre)	LIMITE DE QUANTIFICATION (µg par filtre)	VALEUR MINIMALE RAPPORTÉE (µg par filtre)
Hydrosoluble <sup>1</sup>	imprégné	0,002	0,005	0,04
Hydrosoluble <sup>2</sup>	non imprégné	0,003	0,008	0,04
Hydro-insoluble <sup>3,4</sup>	non imprégné	0,002	0,006	0,04

<sup>1</sup> CrO<sub>3</sub>; <sup>2</sup> K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>; <sup>3</sup> CaCrO<sub>4</sub>, PbCrO<sub>4</sub>, SrCrO<sub>4</sub> et ZnCrO<sub>4</sub>; <sup>4</sup> moyenne quadratique des résultats

### 9.2 Fidélité

La fidélité correspond à l'étroitesse de l'accord entre les résultats obtenus en appliquant le procédé expérimental à plusieurs reprises dans des conditions bien déterminées. Selon les conditions d'exécution de l'essai, cette caractéristique s'exprime sous forme de répliquabilité ou de répétabilité pour une méthode analytique. La fidélité correspond à la précision de la méthode.

La répliquabilité a été déterminée à partir des résultats individuels obtenus sur 24 échantillons soumis à la même procédure analytique (4 niveaux de concentration, 6 échantillons par niveau de concentration) dans le même laboratoire et dans les conditions suivantes : même analyste, même appareil et même jour.

La répétabilité a été déterminée à partir des résultats individuels obtenus de 24 échantillons soumis à la même procédure analytique (4 niveaux de concentration, 6 échantillons par niveau de concentration) dans le même laboratoire et dont au moins l'un des éléments suivants était différent: l'analyste, l'appareil, le jour.

COMPOSÉ INORGANIQUE DE CHROME VI	TYPE DE FILTRE	RÉPLICABILITÉ (%)	RÉPÉTABILITÉ (%)
Hydrosoluble <sup>1</sup>	imprégné au NaOH 1N	1,1	1,7
Hydrosoluble <sup>2</sup>	non imprégné	1,0	1,3
Hydro-insoluble <sup>3,4</sup>	non imprégné	3,0	3,7

<sup>1</sup> CrO<sub>3</sub>; <sup>2</sup> K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>; <sup>3</sup> CaCrO<sub>4</sub>, PbCrO<sub>4</sub>, SrCrO<sub>4</sub> et ZnCrO<sub>4</sub>; <sup>4</sup> moyenne quadratique des résultats

### 9.3 Justesse

La justesse correspond à l'écart de l'accord entre la valeur certifiée par un organisme reconnu (ou en lien avec celui-ci) et le résultat moyen qui a été obtenu sur 10 échantillons soumis à l'ensemble de la procédure analytique. La justesse se mesure, à un niveau donné de concentration, dans le domaine d'application de la méthode. Elle s'exprime en fonction de l'erreur relative.

COMPOSÉ INORGANIQUE DE CHROME VI	TYPE DE FILTRE	JUSTESSE (%)
Hydrosoluble <sup>1</sup>	imprégné au NaOH	96,0
Hydrosoluble <sup>2</sup>	non imprégné	94,8
Hydro-insoluble <sup>3,4</sup>	non imprégné	94,4

<sup>1</sup> CrO<sub>3</sub>; <sup>2</sup> K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>; <sup>3</sup> CaCrO<sub>4</sub>, PbCrO<sub>4</sub>, SrCrO<sub>4</sub> et ZnCrO<sub>4</sub>; <sup>4</sup> moyenne quadratique des résultats

### 9.4 Récupération

Le taux de récupération correspond à la différence (en pourcentage) entre la concentration mesurée d'un échantillon fortifié et la concentration mesurée du même échantillon non fortifié, divisée par la concentration de la substance ajoutée. Ce rapport tient compte de la transformation chimique qui s'est produite, s'il y a lieu. On retrouve au tableau suivant, les pourcentages de récupération obtenus pour différents composés inorganiques hydrosolubles et hydro-insolubles de chrome VI.

COMPOSÉ DE CHROME VI	RÉCUPÉRATION (%)	N	CV (%)
Trioxyde de chrome <sup>1</sup> [CAS # 1333-82-0]	97,7	30	0,7
Chromate de potassium <sup>2</sup> [CAS # 7789-00-6]	95,7	30	0,8
Chromate de calcium <sup>2</sup> [CAS # 13765-19-0]	102,5	30	7,1
Chromate de plomb <sup>2</sup> [CAS # 7758-97-6]	102,8	30	1,7
Chromate de strontium <sup>2</sup> [CAS # 7789-06-2]	97,2	30	6,2
Chromate de zinc <sup>2</sup> [CAS # 13530-65-9]	104,0	30	3,1

<sup>1</sup> sur filtre imprégné <sup>2</sup> sur filtre non imprégné

### 9.5 Incertitude de mesure

L'incertitude de mesure analytique (CV<sub>A</sub>) de la méthode a été calculée avec les résultats individuels obtenus sur 35 échantillons (5 niveaux de concentration, 7 échantillons par niveau) soumis à l'ensemble de la procédure analytique. L'incertitude de mesure analytique est égale à la racine carrée de la somme des carrés des CV divisée par le nombre de concentrations.

L'incertitude de mesure étendue (CV<sub>E</sub>) pour l'ensemble du dosage et de l'échantillonnage a été calculée en tenant compte d'un coefficient de variation estimé à 5 % pour l'échantillonnage et d'un seuil de probabilité de 95 %.

COMPOSÉ INORGANIQUE DE CHROME VI	TYPE DE FILTRE	CV <sub>A</sub> (%)	CV <sub>E</sub> (%)
Hydrosoluble <sup>1</sup>	imprégné	1,5	10,2
Hydrosoluble <sup>2</sup>	non imprégné	1,0	10,0
Hydro-insoluble <sup>3,4</sup>	non imprégné	3,6	12,3

<sup>1</sup> CrO<sub>3</sub>; <sup>2</sup> K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>; <sup>3</sup> CaCrO<sub>4</sub>, PbCrO<sub>4</sub>, SrCrO<sub>4</sub> et ZnCrO<sub>4</sub>; <sup>4</sup> moyenne quadratique des résultats

## 10. Références

*Guide d'échantillonnage des contaminants de l'air en milieu de travail*. Direction des opérations, IRSST, T-06  
Guide technique, Montréal, Québec, (Février 2005). <http://www.irsst.qc.ca/files/documents/PubIRSST/T-06.pdf>

ISO 16740:2005, *Air des lieux de travail — Détermination du chrome hexavalent dans les particules en suspension dans l'air - Méthode par chromatographie ionique et détection spectrophotométrique avec diphénylcarbazine*

INRS, Institut national de recherche et de sécurité, *Méthode Métropole 084*, 2014, Paris, France.

United States Occupational Safety and Health Administration (OSHA), *OSHA Analytical Methods Manual, Method ID-215 (version 2) — Hexavalent chromium in workplace atmospheres*, OSHA, Salt Lake City, UT, États-Unis (2006). [http://www.osha.gov/dts/sltc/methods/inorganic/id215\\_v2/id215\\_v2.html](http://www.osha.gov/dts/sltc/methods/inorganic/id215_v2/id215_v2.html)

ASHLEY, K., HOWE, A.M., DEMANGE, M. et NYGREN, O., « Sampling and analysis considerations for the determination of hexavalent chromium in workplace air », *J. Environ. Monit.*, 5, 2003, p. 707