

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom	Numéro CAS
Mercure	7439-97-6

Préparation de l'analyse

Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements _____ 10 jour(s)

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

Il n'y a pas de perte significative de mercure après 3 semaines de conservation. Toutefois, pour les très faibles concentrations, il est préférable de doser les tubes dans les 10 jours suivant le prélèvement.

Séparation des dispositifs _____ oui

1 étape de préparation :

Etape de préparation n°

Type de préparation _____ ■ Solubilisation

Volume _____ 25 mL

Description

Préparation des réactifs

Solution de chlorure stanneux à environ 10 % dans une solution aqueuse d'acide chlorhydrique à 5 %. Solubiliser d'abord le chlorure stanneux dans l'acide chlorhydrique non dilué et compléter ensuite avec de l'eau.

Traitement des tubes

- Transférer quantitativement l'Hydrar[®] et les tampons de laine de verre dans un tube gradué.
- Ajouter dans l'ordre 2 mL d'HNO₃ concentré puis 2 mL d'HCl concentré.
- Boucher le tube et l'incliner de façon à inclure dans la solution toutes les particules adhérant aux parois.
- Laisser reposer pendant 1 h à température ambiante sous hotte aspirante et tube légèrement ouvert pour éviter les surpressions.
- Ouvrir le tube avec précaution, et jauger à 25 mL avec de l'eau. Reboucher, homogénéiser par agitation manuelle.
- Centrifuger la solution ou filtrer sous vide pour éliminer les tampons de laine de verre.
- Traiter les blancs de laboratoire et les blancs de terrain de la même façon.

Traitement des filtres

Si le mercure seul doit être analysé dans l'aérosol prélevé :

- Après avoir vérifié le serrage des différents éléments de la cassette et la présence du bouchon inférieur, introduire dans l'ordre par l'orifice supérieur, à l'aide d'une pipette automatique à embout jetable, 2 mL d'HNO₃ concentré puis 2 mL d'HCl concentré.
- Mettre en place le bouchon supérieur et agiter la cassette.
- Récupérer la solution dans un tube gradué par aspiration sous vide ou en appliquant une légère surpression au sommet de la cassette.
- Rincer le filtre à l'eau et jauger la solution obtenue. Volume final = v (par exemple v = 25 mL). Reboucher, homogénéiser par agitation manuelle.
- Traiter les blancs de laboratoire et les blancs de terrain de la même façon.

Commentaires, conseils ou conditions particulières

Remarque : Si l'on souhaite analyser également les autres éléments présents dans l'aérosol, on peut :

- soit appliquer la méthode MétroPol "Métaux - Métalloïdes" sur le filtre et les particules restants dans la cassette.
- soit utiliser cette méthode et analyser directement la solution en spectrométrie d'émission à plasma (ICP). Dans ce cas la sensibilité sera réduite.

Condition analytique n°

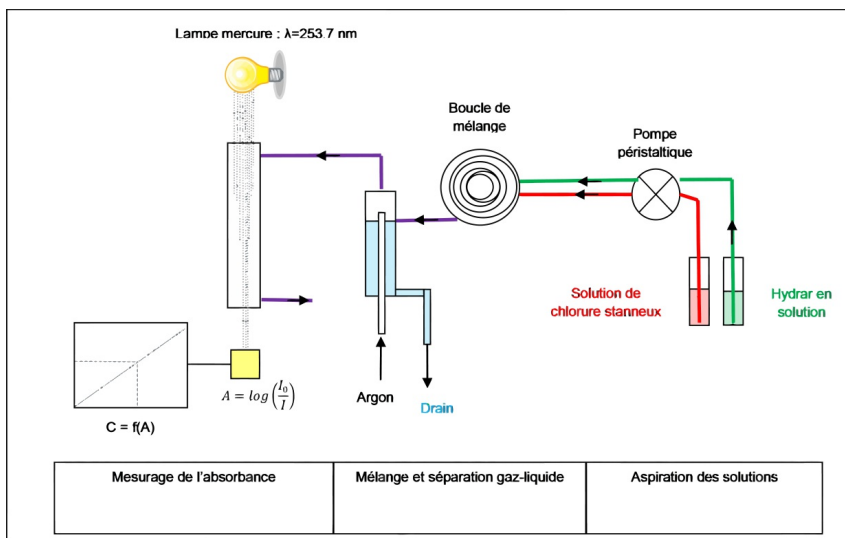
Les conditions analytiques utilisées lors du développement de la méthode sont fournies avec les données de validation.

Commentaires, conseils ou conditions particulières :

Dosage par spectrométrie d'absorption atomique avec générateur de vapeur froide.

Pour l'analyse, l'hopcalite et/ou les particules collectées sont solubilisées à froid en milieu oxydant acide.

Le mercure (Hg^{2+}) obtenu est alors réduit à l'état zéro par une solution de chlorure stanneux dans une boucle de mélange. Les vapeurs de mercure formées sont entraînées par un courant gazeux vers une cellule à fenêtres de quartz placée dans le faisceau d'un spectromètre d'absorption atomique (méthode dite de la "vapeur froide").

**Dosage**

Pour l'utilisation d'un analyseur de mercure avec génération de vapeur froide, ou du "kit hydrure" d'un spectromètre d'absorption ou d'émission atomique, se reporter aux instructions du constructeur. Dans ce dernier cas, réserver un jeu de verrerie au dosage du mercure, toute trace résiduelle de borohydrure de sodium (utilisé par exemple pour produire les hydrures d'arsenic ou de sélénium) perturbant le signal de façon très importante en présence de la matrice. Utiliser également un séparateur gaz/liquide et des tuyaux différents pour les deux agents réducteurs, d'autres réactifs employés pour l'analyse des hydrures pouvant perturber leur analyse. Par exemple l'iodure de potassium, utilisé pour convertir l'arséniate en arsénite réagit avec le mercure pour former du $[\text{HgI}_4]^{2-}$, qui ne réagit pas avec le chlorure d'étain (II), en solution acide*.

- analyser les solutions étalon et tracer la droite d'étalonnage : densité optique en fonction de la quantité de mercure présente dans la solution.
- Le manganèse et le cuivre ainsi que les acides contenus dans les solutions peuvent influencer sur la pente de la droite d'étalonnage. Il est donc important d'utiliser pour chaque type de support de collecte (tubes 200 ou 500 mg et filtres) la courbe d'étalonnage appropriée (établie avec la même matrice).
- Analyser les solutions échantillons qui, en cas de besoin, peuvent être diluées en utilisant les solutions des blancs de laboratoire.
- La concentration C ($\mu\text{g/L}$) de mercure présente dans les échantillons est lue sur la courbe d'étalonnage.

* : ISO 17733:2004 "Workplace air - Determination of mercury and inorganic mercury compounds. Method by cold vapour atomic absorption spectrometry or atomic fluorescence spectrometry"

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

Principe d'étalonnage _____ externe

Solvant de l'étalon _____
▪ EAU
▪ MELANGE ACIDES

Commentaires :

Préparation des étalons

Les solutions étalon sont préparées à partir d'une ou deux solution(s) mère(s) à 1 g/L. Si l'on souhaite utiliser une ou des dilution(s) intermédiaire(s), préparer plusieurs solutions indépendantes, de façon à pouvoir repérer une éventuelle erreur de dilution.

- Dans 6 tubes gradués, verser le contenu de 6 tubes Hydrar[®], ajouter dans l'ordre 2 mL d'HNO₃ concentré puis 2 mL d'HCl concentré et laisser reposer 1 h à température ambiante.
- Préparer une solution notée A à 10 µg/mL de mercure : dans un tube gradué, verser 450 µL d'une solution de mercure à 1 g/L, ajouter 1 mL d'acide nitrique concentré, 1 mL d'acide chlorhydrique concentré et compléter à 45 mL avec de l'eau.
- Préparer une solution notée B à 100 ng/mL de mercure : dans un tube gradué, verser 450 µL de la solution A, ajouter 1 mL d'acide nitrique concentré, 1 mL d'acide chlorhydrique concentré et compléter à 45 mL avec de l'eau.
- Dans les six tubes gradués contenant l'Hydrar[®] dissous, verser respectivement 0 µL, 100 µL, 200 µL, 600 µL, 1000 µL et 2000 µL de solution B et compléter à 25 mL avec de l'eau. Les solutions étalon obtenues sont à 0 ; 0,4 ; 0,8 ; 2,4 ; 4 ; et 8 µg/L.
- Centrifuger les solutions ou filtrer sous vide pour éliminer les tampons de laine de verre.

Remarque : Les solutions étalon utilisées pour l'analyse des filtres ne contenant aucun conservateur, elles doivent être préparées juste au moment de l'analyse.

Calcul de la concentration atmosphérique²

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

Compléments :

Quand le mercure particulaire a été analysé séparément, le même calcul doit être fait pour les deux solutions et les résultats additionnés s'il convient (comparaison à la valeur limite (en µg/m³) du mercure total par exemple).