



## Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air



## SURVEILLANCE DES METAUX

Laurent ALLEMAN (EMD)

Novembre 2010





## PREAMBULE

### **Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air**

**Le Laboratoire Central de Surveillance de la Qualité de l'Air est constitué de laboratoires de l'École des Mines de Douai, de l'INERIS et du LNE. Il mène depuis 1991 des études et des recherches finalisées à la demande du Ministère chargé de l'environnement, sous la coordination technique de l'ADEME et en concertation avec les Associations Agréées de Surveillance de la Qualité de l'Air (AASQA). Ces travaux en matière de pollution atmosphérique supportés financièrement par la Direction Générale de l'Énergie et du Climat du Ministère de l'Écologie, de l'Énergie, du Développement Durable et de la Mer sont réalisés avec le souci constant d'améliorer le dispositif de surveillance de la qualité de l'air en France en apportant un appui scientifique et technique aux AASQA.**

**L'objectif principal du LCSQA est de participer à l'amélioration de la qualité des mesures effectuées dans l'air ambiant, depuis le prélèvement des échantillons jusqu'au traitement des données issues des mesures. Cette action est menée dans le cadre des réglementations nationales et européennes mais aussi dans un cadre plus prospectif destiné à fournir aux AASQA de nouveaux outils permettant d'anticiper les évolutions futures.**



**ECOLE DES MINES DE DOUAI**  
**DEPARTEMENT CHIMIE ET ENVIRONNEMENT**

**SURVEILLANCE DES METAUX**

**Laurent ALLEMAN**  
**avec la collaboration technique de**  
**Bruno MALET**

**Convention : 2200105694**

**Novembre 2010**



# SOMMAIRE

RESUME DE L'ETUDE EMD .....	9
1 ..... INTRODUCTION .....	10
2 ..... TRANSMISSION DE CONNAISSANCES .....	11
3 ..... FILTRES VIERGES .....	11
3.1 Contrôle des filtres .....	11
3.2 Fourniture de filtres en fibre de quartz .....	12
4 ..... PARTICIPATION AU COMITE DE SUIVI « BENZENE, METAUX, HAP ».....	13
5 ..... COMPARAISON DE LA METHODE DE PRELEVEMENT DU PB PARTICULAIRE PAR BARBOTAGE ET PAR FILTRATION .....	13
5.1 Le contexte .....	14
5.2 Choix du site de prélèvement de cette étude .....	15
5.3 Le matériel de prélèvement et la méthodologie employée.....	15
5.4 Les résultats d'analyse de la 1 <sup>ère</sup> campagne .....	17
5.5 Les résultats d'analyse de la 2 <sup>ième</sup> campagne .....	20
5.6 Distribution granulométrique .....	21
5.7 Conclusion de l'intercomparaison .....	23
6 ..... CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES .....	24
ANNEXE 1 : DOCUMENT DE REFERENCE DE L'ETUDE.....	26





## RESUME DE L'ETUDE 2010

### SURVEILLANCE DES METAUX

Laurent ALLEMAN

[laurent.alleman@mines-douai.fr](mailto:laurent.alleman@mines-douai.fr); ☎ 03 27 71 26 24

L'ensemble des AASQA effectuent à présent de façon continue ou ponctuelle, l'évaluation et la surveillance du Pb, As, Cd et Ni dans les particules atmosphériques PM<sub>10</sub> dans le cadre de l'application des 1<sup>ère</sup> et 4<sup>ième</sup> directives filles européennes.

Au sein du LCSQA, les objectifs de l'Ecole des Mines de Douai sont d'assurer un rôle de conseil et de transfert de connaissances auprès des AASQA, de procéder à des opérations pour garantir la qualité des résultats, de participer activement aux travaux de normalisation européens et de réaliser une veille technologique sur les nouvelles méthodes de prélèvement et d'analyse susceptibles d'optimiser les coûts.

Au cours de l'année 2010, les travaux réalisés ont porté sur les actions suivantes :

- Fourniture de filtres vierges en fibre de quartz. Des filtres sont achetés par lots, et leurs caractéristiques chimiques sont contrôlées, avant d'être redistribués aux AASQA sur simple demande de leur part. En 2010, 3400 filtres en quartz (Pall et Whatman) ont été distribués auprès de 16 AASQA différentes.
- Participation au comité de suivi « Benzène, métaux, HAP » faisant suite au GT « 4<sup>ième</sup> directive européenne » : nouveaux polluants » sur la stratégie de mesure de As, Cd, Ni, Pb dans l'air ambiant.
- Mise en place et essais comparatif de prélèvements de PM<sub>10</sub> à proximité d'un émetteur industriel de Pb selon deux méthodes. La méthode issue de la norme NF EN 14902 pour le prélèvement de PM<sub>10</sub> dans l'air ambiant sur filtre en quartz, minéralisation au four micro-onde et analyses par ICP-MS et la méthode issue de la norme XP X 43051 pour la détermination des métaux lourds à l'émission par barbotage dans une solution acide.

Des prélèvements par impacteur en cascade Dekati ont également eu lieu afin de déterminer la distribution granulométrique du Pb sur cette zone sous l'influence d'un émetteur industriel.

## SURVEILLANCE DES METAUX

### 1 INTRODUCTION

Dans le cadre de sa politique de surveillance de la qualité de l'air, l'Union Européenne prévoit la surveillance de polluants particuliers. La quatrième directive fille rend obligatoire la mesure des métaux As, Cd et Ni venant s'ajouter à celle du Pb dans les particules PM<sub>10</sub> en suspension dans l'air ambiant. Cette mesure doit être réalisée suivant la méthode de référence NF EN 14902 ou suivant une méthode démontrée équivalente.

La surveillance des métaux en France a pris de l'ampleur au cours des dernières années et est actuellement réalisée par la majorité des AASQA, lors de prélèvements en continu ou ponctuels, soit en vue d'une évaluation préliminaire, soit dans le cadre de la surveillance réglementaire.

Dans ce contexte, le rôle de l'Ecole des Mines de Douai (EMD) inclus à la fois des travaux métrologiques (test et mise au point de méthodes de mesures) et des travaux visant à assurer l'homogénéité et la justesse des mesures réalisées par les AASQA (conseils aux réseaux, test et distribution de filtres vierges en fibre de quartz, élaboration de filtres de comparaison, campagne d'intercomparaison) mais aussi vers de la veille technologique et de la réflexion sur la stratégie de prélèvement.

En 2010, ont été menées à bien les activités suivantes :

- La transmission de connaissances techniques auprès des AASQA et des laboratoires associés,
- La distribution aux AASQA de filtres vierges en fibre de quartz de qualité contrôlée ou de kits de test des laboratoires d'analyse.
- La participation au comité de suivi « Benzène, métaux, HAP ».
- L'organisation d'un essai comparatif entre deux méthodes de prélèvement normalisées distinctes à proximité d'émissions industrielles (filtration et barbotage).

## 2 TRANSMISSION DE CONNAISSANCES

Depuis 1999, grâce à des collaborations avec les AASQA, aux travaux que nous avons menés dans le cadre de programmes de recherche, à notre participation aux groupes de travail européens sur les normes NF EN 14902 et projet de norme PR EN 15841 ainsi qu'aux intercomparaisons européennes (EMEP, JRC, IRMM), l'EMD a acquis une expérience pratique de la mesure des métaux dans les particules atmosphériques en suspension dans l'air ambiant et les dépôts atmosphériques, respectivement. A présent, une partie de notre travail consiste à transférer notre expérience vers les AASQA. Cet échange se fait :

- de façon personnalisée, à travers des contacts téléphoniques et des échanges de courriers avec les AASQA,
- à travers une aide aux AASQA pour la sélection de laboratoires d'analyse. Un questionnaire et une procédure ont été rédigés à cet effet (LCSQA 2/2 : Prélèvement et analyse des métaux dans les particules en suspension dans l'air ambiant, annexe 2, 2006).
- de façon plus générale, par la rédaction du guide technique et méthodologique de l'analyse de l'As, Cd, Ni et Pb dans l'air ambiant (LCSQA 2/2 : Prélèvement et analyse des métaux dans les particules en suspension dans l'air ambiant, 2007).
- par notre transfert d'expertise dans le cadre du groupe de travail sur les incertitudes (concernant les métaux) et du comité de suivi (CS Benzène, Métaux, HAP).
- enfin plus en amont, en participant aux groupes de travail européens sur la normalisation de la mesure des métaux dans l'air ambiant (NF EN 14902) ou dans les retombées atmosphériques (EN 15841).

## 3 FILTRES VIERGES

Les particules PM<sub>10</sub> réglementées sont prélevées sur filtres avant d'être transportées au laboratoire pour l'analyse des métaux. La qualité des filtres vierges est donc un facteur important de la méthode de mesure car les teneurs en métaux cibles qu'ils contiennent peuvent générer une interférence lors de l'analyse. Ce problème est particulièrement significatif pour le nickel, élément pour lequel les teneurs apportées par les médias filtrants en quartz peuvent parfois être du même ordre de grandeur que les teneurs prélevées dans l'air ambiant. Le rôle de l'EMD dans le choix des filtres s'articule autour de deux actions : (1) l'achat en lot, le contrôle et la distribution de filtres en fibre de quartz ; (2) une veille des types et de la qualité des filtres disponibles sur le marché.

### 3.1 Contrôle des filtres

En prenant pour hypothèse (vérifiée jusqu'à présent) que la qualité des filtres est relativement homogène dans un même lot de fabrication, les filtres utilisés fréquemment (ceux distribués aux AASQA) sont achetés par lots (généralement des lots de 2500 à 3500 filtres). Des contrôles de la teneur en métaux (As, Cd, Ni, Pb) sont réalisés avant l'utilisation de chaque nouveau lot de fabrication ou de chaque nouveau modèle de filtres.

Ils sont effectués en prélevant de façon aléatoire dix filtres vierges qui sont préparés et analysés suivant les préconisations de la norme NF EN 14902 : solubilisation par minéralisateur micro-ondes en milieu  $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$  puis analyse par ICP-MS.

### 3.2 Fourniture de filtres en fibre de quartz

Jusqu'à présent, les filtres de 47 mm de diamètre fournis aux AASQA sont soit des filtres Whatman de type QMA, soit des filtres Pall de type Tissuquartz QAT-UP.

Au cours de l'année 2010, nous avons distribué 3400 filtres auprès de 16 AASQA provenant de la marque Whatman (1 lot de fabrication) et de la marque Pall (2 lots de fabrication). Les teneurs moyennes extraites de ces filtres sont rappelées, par numéro de lot dans les tableaux ci-après.

**Tableau 1 : Filtres vierges en fibre de quartz Whatman QMA - lot K11596785**

	<b>As</b>	<b>Cd</b>	<b>Ni</b>	<b>Pb</b>
<i>Teneur (ng/filtre)</i>	0,2	<LDtechn	20,4	2,1
<i>LD<sub>techn.</sub> (ng/filtre)</i>	0,2	0,1	0,7	0,3
<i>LD<sub>méth.</sub> (ng/filtre)</i>	1,2	0,4	8,2	2,3

**Tableau 2 : Filtres vierges en fibre de quartz Pall QAT-UP - lot 55978**

	<b>As</b>	<b>Cd</b>	<b>Ni</b>	<b>Pb</b>
<i>Teneur (ng/filtre)</i>	<LDtechn	<LDtechn	25,2	0,6
<i>LD<sub>techn.</sub> (ng/filtre)</i>	0,2	0,1	0,7	0,3
<i>LD<sub>méth.</sub> (ng/filtre)</i>	0,2	0,1	18,0	0,4

**Tableau 3 : Filtres vierges en fibre de quartz Pall QAT-UP - lot 56077**

	<b>As</b>	<b>Cd</b>	<b>Ni</b>	<b>Pb</b>
<i>Teneur (ng/filtre)</i>	0,2	<LDtechn	16,5	3,2
<i>LD<sub>techn.</sub> (ng/filtre)</i>	0,2	0,1	0,7	0,3
<i>LD<sub>méth.</sub> (ng/filtre)</i>	0,2	0,1	5,1	5,6

La limite de détection méthodologique ( $\text{LD}_{\text{méth.}}$ ) et la limite de détection technique ( $\text{LD}_{\text{techn.}}$ ) sont calculées respectivement à partir de l'analyse d'une série de dix filtres vierges (incluant donc la procédure de minéralisation) et de dix blancs d'acide (incluant la variabilité analytique) suivant la formule générale :  $\text{LD} = 3 \times \sigma$

$\sigma$  est l'écart-type calculé à partir des dix mesures de concentrations.

La  $\text{LD}_{\text{méth.}}$  reflète principalement les variations des teneurs en élément dans les filtres. Ces teneurs sont très inférieures (d'un facteur 100 à 1000) au Seuil d'Evaluation Inférieur ou aux valeurs moyennes urbaines françaises pour des prélèvements hebdomadaires (voir tableau 4).

Les concentrations en d'autres métaux (V, Mn, Cu, Cr, Co et Zn) mesurées sur les filtres vierges selon le protocole de la norme NF EN 14902 sont également disponibles sur simple demande de la part des AASQA, à titre indicatif uniquement, car non réglementés ni validés par la norme utilisée. Ainsi les taux de récupération en Cr obtenus en utilisant la norme NF EN 14902 seront généralement inférieurs à 70%.

**Tableau 4 : Valeurs cibles et seuils d'évaluation minimum (LAT) de la directive et concentrations moyennes françaises (AASQA) dans l'air ambiant en site urbain de fond (2000 - 2005) exprimés en ng/filtre pour des prélèvements hebdomadaires (168 m<sup>3</sup>).**

	<b>As</b>	<b>Cd</b>	<b>Ni</b>	<b>Pb</b>
<i>Valeurs cibles</i>	1008	840	3360	84000
<i>LAT (Seuil min.)</i>	403	336	1680	42000
<i>Valeur moyenne en France (ng/filtre)</i>	118 ± 67	67 ± 34	538 ± 218	3746 ± 3360

Les valeurs cibles de la 1<sup>ère</sup> et 4<sup>ème</sup> directive ont été divisées par 168 pour être exprimées en ng/filtre au lieu de ng/m<sup>3</sup>

#### **4 PARTICIPATION AU COMITE DE SUIVI « BENZENE, METAUX, HAP ».**

L'EMD participe régulièrement aux groupes de travail et comités de suivi dans le but d'apporter son expertise et de répondre aux demandes spécifiques des AASQA et des instances nationales dans le domaine de l'analyse des métaux dans l'air ambiant.

Dans le cadre du comité de suivi « Benzène, métaux, HAP », les réunions qui ont eu lieu en 2010 ont fait apparaître un manque d'information concernant les exigences en matière de qualité des résultats à attendre de la part des laboratoires d'analyse des métaux dans l'air ambiant.

De ce point de vue, il faut rappeler ici l'importance du guide technique et méthodologique pour l'analyse des métaux dans les PM<sub>10</sub> (LCSQA 2007/2), qui synthétise l'ensemble des informations nécessaires aux AASQA, depuis le prélèvement jusqu'à la mesure, permettant de respecter les spécifications des directives (2004/107/CE) et normes européennes (NF EN 14902). Un travail d'harmonisation entre les guides techniques métaux et HAP précédemment publiés sera entrepris à la demande des AASQA notamment au niveau de la gestion des blancs, des limites de détection et de l'expression des résultats.

Il faut que les AASQA soient particulièrement vigilantes lors du rendu des résultats d'analyse et s'assurent que les critères de qualité ont été respectés en exigeant conjointement les valeurs des différents contrôles qualités mis en œuvre par le laboratoire au cours de l'analyse.

Des recommandations qui tiennent en 7 points précis à respecter à minima dans les échanges avec les laboratoires d'analyse ont été publiés dans le rapport **LCSQA 2009** en **Annexe 2**.

#### **5 COMPARAISON DE LA METHODE DE PRELEVEMENT DU PB PARTICULAIRE PAR BARBOTAGE ET PAR FILTRATION**

Cette étude s'est focalisée sur la problématique spécifique du prélèvement des PM<sub>10</sub> en vue de l'analyse des métaux réglementés (As, Cd, Ni et Pb) à proximité d'une source d'émission industrielle. En effet, en France métropolitaine, la plupart des dépassements de seuils ont lieu sur des sites proches d'émetteurs industriels

(métallurgie des métaux ferreux et non ferreux, raffinerie, production d'énergie, cimenterie, verrerie, ...)

Il s'agissait de répondre à une demande spécifique d'une AASQA ayant effectué une étude à la demande de la municipalité suite à des travaux de différents bureaux d'étude mettant en évidence des teneurs élevées en Pb à proximité d'une source industrielle connue. Ces bureaux d'étude ont mis en œuvre, en air intérieur et extérieur, des méthodes de prélèvement classiques dans l'air ambiant (prélèvement sur filtre) ainsi que des protocoles opératoires prévus pour les mesures à l'émission (barbotage dans une solution acide). Les résultats obtenus se sont avérés très différents selon la méthode de prélèvement adoptée.

Il est donc apparu nécessaire de déployer une méthodologie permettant :

- d'évaluer la spécificité du site de prélèvement lié à la proximité d'un émetteur de Pb industriel,
- de valider la méthode de prélèvement généralement mis en œuvre par les réseaux de surveillance, à savoir le prélèvement des PM<sub>10</sub> sur filtre en quartz puis l'analyse selon la norme EN14902,
- de reproduire la méthodologie employée par les 2 bureaux d'étude ayant mis en œuvre un système de barbotage pour l'analyse du plomb total (EN 14385),
- de déterminer la distribution granulométrique des particules collectées sur ce site afin de mettre en évidence un éventuel biais vis à vis de la méthode de prélèvement sur filtre.

Les méthodes mises en œuvre étant applicables aux 4 métaux réglementés, nous avons effectués les analyses pour le Pb mais également pour l'As, Cd et Ni.

## 5.1 Le contexte

En 2008, un bureau d'étude a effectué des prélèvements sur une période de 11 jours dans un appartement situé au nord du site industriel se trouvant dans la zone de Lille-Sud. Les particules ont été collectées à l'aide d'un Partisol 2000 (PM<sub>10</sub> sur filtres quartz) et de 2 barboteurs (fraction totale) montés en série et reliés à une pompe électrique localisée dans la même pièce.

Les résultats de cette étude ont permis de mesurer des teneurs en Pb particulaire (sur filtre) de 17,4 ng/m<sup>3</sup> (norme EN 14902) et des teneurs en Pb total (barboteurs) comprises entre 211 et 334 ng/m<sup>3</sup> (norme ISO 17294-2).

En 2009, une deuxième campagne de prélèvement a été effectuée sur une période de 30 jours en air extérieur à l'angle Nord-Est du site industriel. Les concentrations en plomb ont été évaluées suite à la collecte de particules PM<sub>10</sub> sur filtres quartz et par barbotage (fraction totale). Lors de cette seconde étude, les teneurs en Pb particulaire (filtre) étaient de 20 ng/m<sup>3</sup> (EN 14902) et les concentrations moyennes en Pb total (barboteurs) de 140 ng/m<sup>3</sup> (ISO 17294-2).

ATMO NPdC a effectué à la suite une troisième étude au cours de 2x1 semaine sur une zone située à l'Est (sur le toit d'une bibliothèque) et sur un site au Nord Est (sur le toit d'une école) à l'aide d'un Partisol plus (PM<sub>10</sub> sur filtres quartz).

Les résultats de cette étude ont fait apparaître des teneurs moyennes en Plomb particulaire dans les  $PM_{10}$  de l'ordre de  $29,3 \text{ ng/m}^3$  (Ecole) et de  $36,2 \text{ ng/m}^3$  (Bibliothèque). Ils ont pu mettre en évidence une certaine variabilité des teneurs liée à la direction du vent par rapport au site émetteur. Ces concentrations sont significativement supérieures à celles obtenues à la station fixe urbaine de Marcq-en-Barœul ( $8,8 \text{ ng/m}^3$ ), confirmant la typologie industrielle de la zone

On observe donc une certaine variabilité des teneurs en Pb particulaire selon les périodes, les sites de prélèvements et les directions de vents durant les campagnes qui paraît logique au regard de la proximité de la source d'émission. Par contre, le choix de la méthode de prélèvement (filtration ou barbotage) induit une très forte disparité dans les résultats fournis par les différents intervenants.

## 5.2 Choix du site de prélèvement de cette étude

Le site de prélèvement, à environ 6 m de hauteur sur le toit d'une bibliothèque située à 50 m environ à l'est du périmètre externe de l'usine (Photo 1), a été choisi pour des raisons techniques (accès sur le toit facile par une échelle, zone protégée par des grilles) et pour sa grande proximité avec l'industriel.



**Photo 1 : Vue d'avion de l'usine (cercle rouge) et du site de prélèvement (cercle bleu) (Google earth)**

Un cimetière est situé à l'ouest du site de prélèvement alors que de grands ensembles d'appartements sont localisés plus au nord.

## 5.3 Le matériel de prélèvement et la méthodologie employée

Plusieurs types de préleveurs ont été positionnés sur le toit de la bibliothèque au cours des 2 semaines de prélèvements qui se sont déroulées du 20 au 27 septembre et du 4 au 11 octobre 2010 :

- un Partisol 2000 (fourni et installé par ATMO NPdC) avec une tête de prélèvement  $PM_{10}$  ( $1 \text{ m}^3/\text{h}$ ) et muni d'un filtre en fibre de quartz (QMA, Watman),
- un MicroVol 1100 muni d'une tête  $PM_{10}$  (3L/mn) et d'un filtre en quartz (QAT-UP, Pall),
- un impacteur en cascade Dekati 12 étages (de  $10\mu\text{m}$  à  $0,03 \mu\text{m}$  à 10L/mn) munis des filtres en téflon (Mitex, Millipore),
- une série de 3 barboteurs (flacons laveurs) de 250 ml en polypropylène (PP) munis de tubes et frités en téflon et remplis de 125 ml d'une solution mixte de  $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$  (5%/5% v/v), couplée à une pompe fonctionnant à 3 L/mn reliée à un compteur à gaz Gallus. Une fiole à vide et une cartouche de desséchant (gel de silice) sont placés en amont de la pompe pour la protéger de l'humidité.
- une série de 3 barboteurs de 250 ml en PP munis de tubes et frités en téflon et remplis de 125 ml d'une solution mixte de  $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$  (5%/5% v/v). En amont des barboteurs, une tête de prélèvement  $PM_{10}$  (MicroVol) est munie d'un filtre en quartz. Le tout est couplé à une pompe fonctionnant à 3 L/mn reliée à un compteur Gallus. Une fiole à vide et une cartouche de desséchant (gel de silice) sont placées en amont de la pompe pour la protéger de l'humidité.

Les 3 barboteurs placés en série permettent de s'assurer que la totalité des polluants visés a bien été piégée par la solution acide lors du passage de l'air prélevé. Ainsi, les teneurs dans le 3<sup>ième</sup> barboteur ne doivent pas dépasser 30% de la concentration totale des polluants analysés (XP X43-051). Ceci a pu être vérifié lors de la campagne de prélèvement.

Tout le matériel, à l'exception du Partisol, est protégé contre d'éventuelles dégradations par une cage en bois grillagé munie d'un toit en plastique contre les intempéries (Photo 2).



**Photo 2 : Equipement ayant servi au prélèvement des fractions particulières et totales en vue de l'analyse des métaux réglementés**



- Précautions lors du prélèvement :

Les filtres (quartz et téflon) et solutions de barbotage ont été préparés puis placés respectivement dans les portes filtres et les barboteurs en salle blanche juste avant le début de la campagne. Tous les portes filtres et barboteurs ont été emballés dans des sacs en plastique hermétiques avant d'être transportés sur le terrain et lors de leur retour au laboratoire afin de limiter les risques de contamination.

Un relevé des débits de tous les préleveurs et le changement des desséchants placés en amont des pompes a eu lieu tous les 2 jours pendant la campagne de prélèvement.

- L'analyse des filtres et des solutions de barbotage :

Les filtres en quartz provenant du Partisol ou des têtes de prélèvement des MicroVol 1100 ainsi que les filtres en téflon de l'impacteur Dekati ont été minéralisés au four micro-ondes selon la norme EN14902 (milieu  $\text{HNO}_3/\text{H}_2\text{O}_2$  à  $200^\circ\text{C}$ ) puis analysés par ICP-MS.

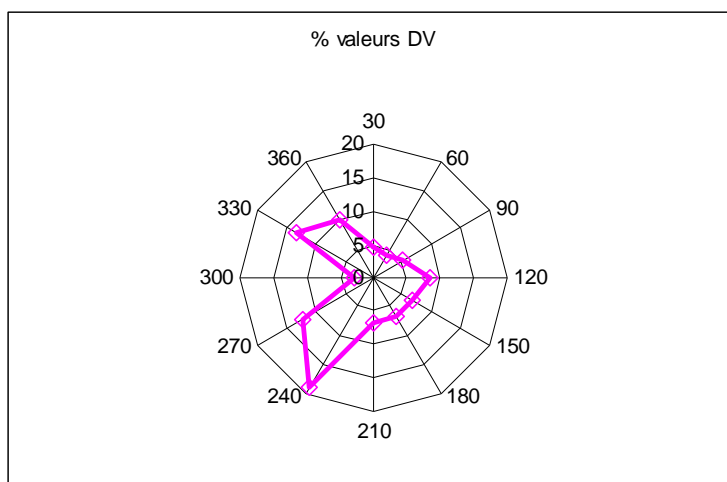
Les solutions de barbotage ont été pesées, complétées à leur volume d'origine si nécessaire, puis analysées par ICP-MS après dilution.

De nombreux contrôles qualité ont été effectués afin de valider les méthodologies mises en œuvre : blancs de filtres de terrain, blancs de filtre de laboratoire, blancs d'attaques acides, blancs de barboteurs, analyses de matériaux de référence certifiés, analyses de solutions standard de référence.

Les conditions météorologiques lors de cette campagne ont été pluvieuses ce qui a pu entraîner un éventuel biais dans la représentativité des mesures effectuées. D'autre part, le site de mesure est séparé de l'usine par une rangée d'arbres à feuilles caduques pouvant également interférer en cette saison, avec le transport des polluants particuliers provenant du site industriel.

#### **5.4 Les résultats d'analyse de la 1<sup>ère</sup> campagne**

Une comparaison *stricto sensu* entre les résultats de prélèvements par impaction, par filtration et par barbotage suppose que les méthodes sont strictement équivalentes ce qui n'est évidemment pas le cas. Ce travail n'a d'ailleurs pas pour objectif d'établir une quelconque équivalence entre ces diverses techniques de prélèvement. Cependant, les informations que l'on peut obtenir de ce type d'étude permet de mieux comprendre les limites de chacune de ces méthodes et les éventuels biais qui leurs sont associées.



**Graphique 1 : Rose des vents de la station ATMO NPdC de Tourcoing durant la première semaine de prélèvement**

Les vents dominants au cours de cette première semaine ont faiblement impacté notre station de mesure par rapport au site industriel émetteur. On s'attend donc à des teneurs en Pb peu élevées.

#### 5.4.1 Prélèvements sur filtres en quartz ou en téflon

Le tableau ci-dessous reprend les teneurs en As, Cd, Ni et Pb mesurées sur les filtres en Teflon (Dekati) et en quartz (MicroVol et Partisol). Le MicroVol 2 représente le filtre placé en amont du train de barboteurs

**Tableau 5 : Concentrations obtenues lors de la première semaine de mesure par les différents préleveurs par filtration et impaction**

	Valeurs Limites/Cibles ng/m <sup>3</sup>	DEKATI* ng/m <sup>3</sup>	MicroVol 1 ng/m <sup>3</sup>	MicroVol 2 ng/m <sup>3</sup>	Partisol ng/m <sup>3</sup>
<b>Pb</b>	500	41,4	40,9	33,2	23,7
<b>Cd</b>	5	0,25	0,27	0,25	0,26
<b>As</b>	6	0,67	0,67	0,60	0,63
<b>Ni</b>	20	5,2	5,8	2,6	1,9

\* somme des différentes fractions granulométriques de l'impacteur DEKATI

Les résultats sont très comparables pour l'As et le Cd, quel que soit le type de préleveur, du même ordre de grandeur pour le Pb (écart de 40% maximum) mais significativement différent pour le Ni. L'ensemble des concentrations restent très en dessous des valeurs limites ou valeurs cibles des directives européennes.

Le Ni, un élément plus difficile à doser, dont les teneurs, particulièrement faible cette semaine (potentiellement due à une pluviosité importante), sont peut être entachées d'une plus grande incertitude lié à un problème de contamination notamment (blanc de terrain pouvant représenter jusqu'à 30% de la teneur sur le filtre).

Concernant le plomb, les variations peuvent être attribuées à des débits de prélèvements différents entre le MicroVol (3L/mn) et le Partisol (16,9L/mn) (impact

notamment sur l'efficacité du seuil de coupure) ou à la méthode de collecte par impaction (Dekati) sur des matrices différentes (filtres quartz ou téflon). Pour le prélèvement par impaction, la mesure des teneurs élémentaires sur chacun des 12 étages de l'impacteur puis la sommation de ces concentrations entraîne inévitablement une plus grande incertitude sur le résultat final ainsi qu'une multiplication des sources de contamination.

#### 5.4.2 Prélèvements par barbotage

Deux trains de 3 barboteurs ont été mis en œuvre durant ces essais. L'un était connecté à une tête de prélèvement PM<sub>10</sub> (MicroVol 2) muni d'un filtre en quartz alors que l'autre prélevé directement l'air ambiant. Tous les deux fonctionnaient à un débit nominal de 3 L/mn.

On peut observer des teneurs généralement plus élevées dans le train de barboteur sans pré-filtre en quartz pour le Pb, Cd et As avec une diminution logique allant du premier au troisième barboteur.

La fraction totale collectée par barbotage sans pré-filtre est cohérente avec les teneurs obtenue directement sur filtres dans le cas du Cd et de l'As mais les concentrations en Pb sont significativement plus faibles qu'attendues. L'observation d'un résidu noir sur le fritté du premier barboteur nous laisse à penser que certaines particules grossières sont restées bloquées en amont et n'ont pu être mises en contact avec la solution de barbotage. Il est également possible que les coudes au niveau des tubes d'introduction ou de connections entre les barboteurs soient des zones de piégeage de particules.

La fraction « gazeuse ou ultrafine » collectée par barbotage à la suite du pré-filtre en quartz indique des valeurs négligeables pour le Cd et l'As et une teneur en Pb relativement faible représentant 10-20% du plomb total. On peut donc penser que l'efficacité de piégeage du filtre a été quantitative lors de ces essais pour ces 3 éléments.

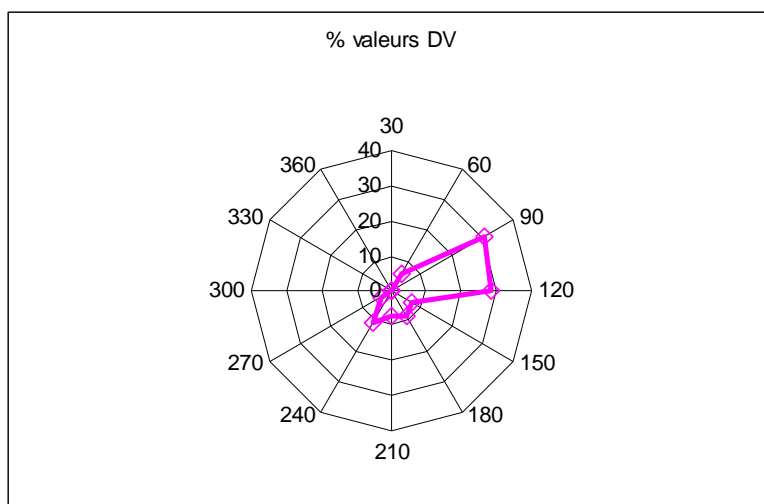
Dans le cas du Ni, le comportement observé n'est pas cohérent avec des teneurs très supérieures dans les barboteurs après filtres par rapport aux barboteurs sans filtres. Les concentrations sont également supérieures à la fraction particulaire mesurée par Partisol, MicroVol ou Dekati et peuvent très probablement être attribué à des problèmes de contamination lors du prélèvement (blanc de terrain représentant 5 à 30% de la teneur en Ni).

**Tableau 6 : Concentrations obtenues lors de la première semaine de mesure par barbotage**

	Sans filtre PM10				Avec filtre PM10			
	Barboteur 1 ng/m <sup>3</sup>	Barboteur 2 ng/m <sup>3</sup>	Barboteur 3 ng/m <sup>3</sup>	Total ng/m <sup>3</sup>	Barboteur 1 ng/m <sup>3</sup>	Barboteur 2 ng/m <sup>3</sup>	Barboteur 3 ng/m <sup>3</sup>	Total ng/m <sup>3</sup>
<b>Pb</b>	10,6	3,5	1,4	<b>15,4</b>	3,0	0,9	0,6	<b>4,5</b>
<b>Cd</b>	0,2	0,1	0,0	<b>0,4</b>	0,1	0,0	0,0	<b>0,1</b>
<b>As</b>	0,4	0,1	0,1	<b>0,6</b>	0,0	0,0	0,0	<b>0,0</b>
<b>Ni</b>	9,5	1,5	1,7	<b>12,7</b>	11,8	19,1	4,8	<b>35,8</b>

## 5.5 Les résultats d'analyse de la 2<sup>ème</sup> campagne

Les vents dominants au cours de cette seconde semaine sont passés en partie au dessus du site industriel avant d'atteindre notre station de mesure. On s'attend donc à des teneurs en Plomb plus élevées que lors de la première semaine.



Graphique 2 : Rose des vents de la station ATMO NPdC de Tourcoing durant la deuxième semaine de prélèvement

### 5.5.1 Prélèvements sur filtres en quartz ou en téflon

On peut noter une augmentation sensible des concentrations en Pb, As et Ni (Tableau 7) alors que le Cd n'est, semble-t-il, pas affecté par une direction de vent favorisant l'apport d'émissions en provenance de l'usine. Les concentrations restent toutefois bien en dessous des valeurs limites ou valeurs cibles des directives européennes.

Tableau 7 : Concentrations obtenues lors de la deuxième semaine de mesure par les différents préleveurs

	Valeurs	DEKATI*	MicroVol 1	MicroVol 2	Partisol
	Limites/Cibles				
	ng/m <sup>3</sup>	ng/m <sup>3</sup>	ng/m <sup>3</sup>	ng/m <sup>3</sup>	ng/m <sup>3</sup>
<b>Pb</b>	500	64,2	57,6	60,7	42,6
<b>Cd</b>	5	0,28	0,31	0,33	0,30
<b>As</b>	6	0,83	1,32	1,28	1,14
<b>Ni</b>	20	7,4	14,6	6,7	3,1

\* somme des différentes fractions granulométriques de l'impacteur DEKATI

Comme lors de la première semaine de campagne, on peut observer une bonne concordance pour les teneurs en Cd et As entre les différents préleveurs alors que le Pb présente un écart maximal de 30 % environ. Là encore, le Ni montre une différence très significative que l'on attribue principalement à des problèmes de contamination.

### 5.5.2 Prélèvements par barbotage

Comme lors de la première semaine de mesure, on observe des teneurs généralement plus élevées dans le train de 3 barboteurs sans pré-filtre en quartz pour le Pb, Cd et As. Par contre, contrairement à la première campagne, la diminution attendue entre le premier et le troisième barboteur n'est pas systématiquement obtenue. Ceci provient sans doute du fait que nous avons éliminé le fritté du premier barboteur lors de ce second prélèvement après avoir constaté un dépôt de particules noires à ce niveau. On peut donc penser que l'efficacité de piégeage du premier barboteur en a été réduite.

La fraction totale collectée par barbotage sans pré-filtre est cohérente avec les teneurs obtenue directement sur filtres dans le cas du Cd et de l'As. Comme précédemment, les concentrations en Pb sont à nouveau significativement plus faibles qu'attendues. L'observation d'un résidu noir sur le fritté du second barboteur (nous avons retiré le fritté du premier suite aux observations de la première campagne) confirme le problème de blocage des grosses particules par cette méthode entraînant sans doute une sous-estimation pour le Pb, mais pas pour l'As ou le Cd. Ces observations semblent donc indiquer que le Pb est associé à des particules de dimensions supérieures à celle de l'As ou du Cd.

La fraction « gazeuse ou ultrafine » collectée par barbotage avec pré-filtre en quartz indique à nouveau des valeurs négligeables pour le Cd et l'As et une teneur en Pb ne représentant que 10-15% du plomb total. Là encore, on peut considérer que le filtre en quartz collecte de manière quantitative ces 3 métaux réglementés.

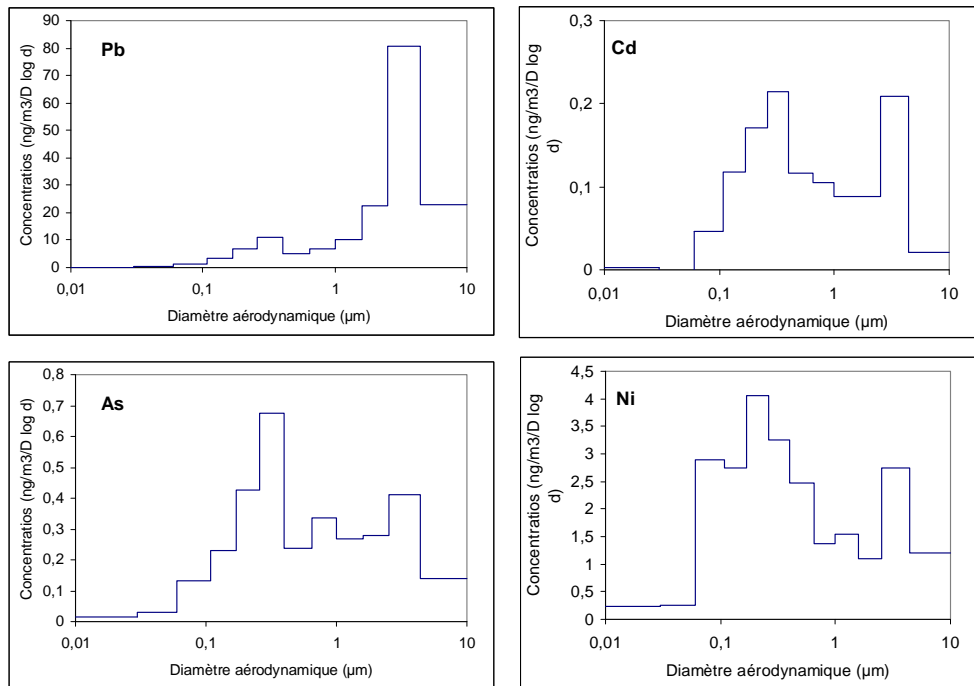
Dans le cas du Ni, le comportement observé n'est pas cohérents (teneurs très supérieures dans les barboteurs après filtres et supérieures à la fraction particulaire seule) et peut probablement être attribué à des problèmes de contamination lors du prélèvement. Le faible débit d'air nécessaire au bon fonctionnement des barboteurs (3 L/mn) induit des concentrations basses dans les solutions à doser venant s'ajouter aux risques de manipulation et de contamination plus importants que dans le cas de mesures sur filtres. Cette méthode, préconisée pour la mesure des concentrations en métaux à l'émission, est donc à déconseiller dans le cas de mesures de concentrations dans l'air ambiant.

**Tableau 8 : Concentrations obtenues lors de la deuxième semaine de mesure par barbotage**

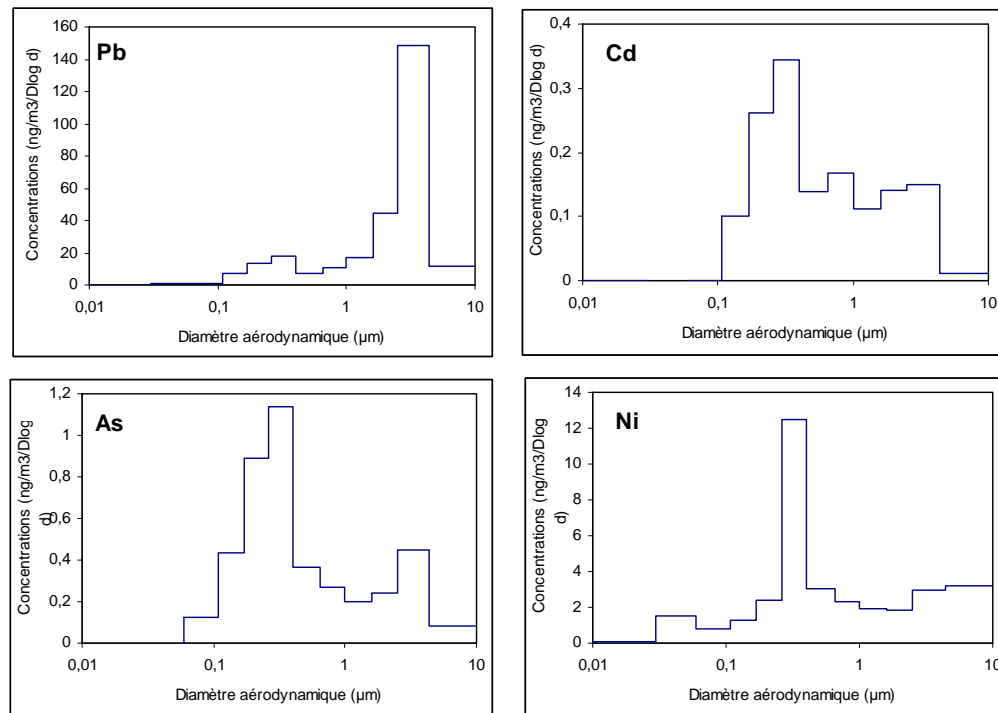
	Sans filtre PM10				Avec filtre PM10			
	Barboteur 1 ng/m <sup>3</sup>	Barboteur 2 ng/m <sup>3</sup>	Barboteur 3 ng/m <sup>3</sup>	Total ng/m <sup>3</sup>	Barboteur 1 ng/m <sup>3</sup>	Barboteur 2 ng/m <sup>3</sup>	Barboteur 3 ng/m <sup>3</sup>	Total ng/m <sup>3</sup>
<b>Pb</b>	12,8	9,5	2,1	<b>24,3</b>	2,0	1,0	2,8	<b>5,9</b>
<b>Cd</b>	0,1	0,2	0,0	<b>0,3</b>	0,0	0,0	0,0	<b>0,0</b>
<b>As</b>	0,3	0,9	0,2	<b>1,4</b>	0,1	0,0	0,0	<b>0,1</b>
<b>Ni</b>	11,0	1,0	13,9	<b>25,9</b>	7,9	6,0	3,7	<b>17,7</b>

### 5.6 Distribution granulométrique

Les distributions en taille des éléments As, Cd, Ni et Pb ont été déterminées à l'aide de l'impacteur en cascade Dekati pour chaque semaine de prélèvement. Les résultats sont apparus relativement similaires d'une semaine à l'autre.



**Graphique 3 Distribution granulométrique issue de la première campagne de mesure**



**Graphique 4 Distribution granulométrique issue de la seconde campagne de mesure**

On observe une distribution essentiellement bimodale pour l'As et Cd (submicronique et supermicronique) et une distribution monomodale (supermicronique) pour le Pb. Le Ni présente une distribution plus complexe multimodale, variant d'une semaine à l'autre.

Le plomb est généralement associé à la fraction submicronique des particules en lien avec des processus de combustion à haute température (trafic automobile notamment). La répartition atypique du Pb observée dans cette étude, avec une concentration maximale dans la gamme 2,5 – 4  $\mu\text{m}$ , est très certainement liée à la proximité de l'usine de retraitement et de production de batteries au plomb.

En effet, le procédé Barton employé par cette entreprise pour la fabrication de batteries au plomb consiste à oxyder du Pb en PbO sous un flux d'air comprimé pour la production de la pâte. Les particules de PbO ainsi formées (70%) contenant encore 30% de Pb présentent une granulométrie moyenne d'environ 5  $\mu\text{m}$  selon le guide INRS (ED746) sur la fabrication des accumulateurs au plomb.

On peut donc faire les hypothèses suivantes :

Lorsque le vent passe au dessus du site industriel, les particules issues de la production peuvent s'échapper de l'enceinte de l'usine (émissions canalisées ou diffuses) et aller se déposer plus loin. Ainsi, les prélèvements effectués sous le vent seront plus impactés par ces particules riches en Pb d'un diamètre proche de 5 $\mu\text{m}$  (cas de la deuxième semaine de mesure).

Pour une direction de vent différente, les particules plombées seront essentiellement issue d'un ré-envol de poussières provenant de la zone impactée par l'usine (cas de la première semaine de mesure). Le site de prélèvement (le toit de la bibliothèque) se situe dans la zone d'iso-concentration en Pb dans les sols de 500mg/kg de matière sèche (arrêté préfectoral de 2007 la société pour la poursuite d'exploitation). Ces poussières remises en suspension présentent généralement un diamètre aérodynamique également de quelques microns mais dont les concentrations sont plus faibles par un phénomène de mélange avec d'autres sources de particules.

## 5.7 Conclusion de l'intercomparaison

Cette étude a permis de confirmer la cohérence des mesures de métaux par la méthode de prélèvement par filtration (EN 12341 et NF EN 14902) à proximité d'une usine émettrice de particules contenant du Pb. Les différences observées entre la méthode de référence (prélèvement par Partisol) et des méthodes de prélèvement non-équivalentes (impaction, filtration à très bas débit) sont négligeables pour l'As et le Cd et restent acceptables dans le cas du Pb. Pour le Ni, les écarts indiquent un biais d'un facteur 2 à 4 qui peut être attribué à des problèmes de contamination et à des préleveurs sans doute inadaptés pour cette étude.

La méthode de prélèvement par barbotage, généralement mise en œuvre à l'émission, ne se justifie pas au vu des faibles concentrations rencontrées et de la distribution granulométrique observée ne faisant pas apparaître de teneurs importantes dans la fraction ultrafine.

Ceci est confirmé par des concentrations négligeables en As et Cd et assez faibles en Pb dans les solutions de barbotage après filtration. Cette méthode n'est clairement pas adaptée pour la mesure du Ni dans les conditions de cette étude (contaminations importantes vis-à-vis des teneurs mesurées) du fait des faibles débits d'air nécessaires au bon fonctionnement des barboteurs.

Dans le cas d'une utilisation de barboteurs sans pré-filtres, des problèmes ont été mis en évidence pour le Pb notamment, au niveau des frités qui bloquent le passage des grosses particules présentes en grandes quantités à proximité de l'émetteur industriel. L'utilisation de barboteurs sans frité mais avec un plus grand volume de barbotage afin de permettre un temps de contact suffisant entre les particules et la solution acide peut être envisagée pour des essais ultérieures.

Les fortes teneurs en Pb obtenues par des bureaux d'étude lors d'études précédentes sur la zone et mettant en œuvre des systèmes par barbotage n'ont pas été observées. Les particules présentent une distribution granulométrique atypique pour le Pb en milieu urbain avec des concentrations maximales dans la gamme 2,5 - 4,4 µm en parfaite concordance avec les procédés de fabrication et la granulométrie des poudres de Pb utilisées par l'industriel.

## 6 CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Les éléments As, Cd, Ni et Pb dans les PM<sub>10</sub> sont actuellement analysés dans le cadre de l'évaluation préliminaire ou de la surveillance réglementaire par une majorité d'AASQA. Nos actions, en 2010, ont visé à assurer la qualité et l'homogénéité des résultats au niveau national ainsi que la transmission d'informations vers les AASQA. Nous avons également cherché à favoriser l'amélioration et le transfert de nos compétences à travers les actions suivantes :

- Le contrôle et la distribution de filtres vierges en fibre de quartz (Pall ou Watman) pour le prélèvement des PM<sub>10</sub> en vue de l'analyse des métaux,
- La participation au comité de suivi « Benzène, métaux, HAP » faisant suite au GT « 4<sup>ème</sup> directive européenne » : nouveaux polluants » sur la stratégie de mesure de As, Cd, Ni, Pb dans l'air ambiant.
- L'organisation d'une intercomparaison entre la méthode de prélèvement du Pb particulaire par barbotage (à l'émission) et par filtration (air ambiant) à proximité d'un émetteur industriel.

La distribution de filtres en fibre de quartz, déjà effective depuis huit ans s'avère confortée par l'intérêt continu que lui portent les AASQA (3400 filtres distribués au cours de l'année 2010 auprès de 16 associations).

Le comité de suivi sur le Benzène, métaux et HAP s'est réuni régulièrement au cours de l'année 2010 afin d'échanger avec les AASQA les compétences et expériences dans le domaine de la mesure et de la stratégie de surveillance des métaux dans l'air ambiant. Une harmonisation entre les différents guides techniques doit avoir lieu à la demande des AASQA concernant la gestion des blancs, les limites de détection et l'expression des résultats.

L'exercice de comparaison entre la méthode de prélèvement du Pb particulaire par barbotage et par filtration (NF EN 14902) à proximité d'un émetteur industriel a permis de confirmer l'efficacité du Partisol en tant que préleveur de référence, y compris dans ce type d'environnement. La distribution granulométrique du Pb à proximité d'une usine de fabrication de batterie fait ressortir une fraction supermicronique centrée



autour de 3  $\mu\text{m}$ . L'utilisation de barboteurs n'est donc pas justifiée par l'éventuelle présence d'une fraction ultrafine ou gazeuse et peut entraîner des risques de contamination importants au vue des faibles teneurs mesurées (notamment dans le cas du Ni).

Des perspectives peuvent être envisagées pour le futur :

- Maintenir une surveillance de la qualité des résultats par des campagnes régulières d'inter-comparaison auprès des laboratoires d'analyse intégrant l'ensemble du protocole analytique (minéralisation et analyse chimique) ou auprès d'instances européennes (IRMM, JRC, NILU-EMEP...). De ce fait, l'organisation d'exercices d'inter-comparaison pour la mesure des métaux réglementés tous les deux ans doit se poursuivre afin de pérenniser les progrès accomplis par les participants des exercices précédant et de permettre à de nouveaux entrants de s'auto-évaluer.
- Poursuivre les efforts engagés dans la recherche de techniques d'analyse ne nécessitant pas de préparation des échantillons et permettant de réduire les coûts d'analyse, problème majeur pour les AASQA. Une veille technologique maintenue sur ce sujet permettra d'en suivre l'évolution et d'identifier si une nouvelle méthode pourrait répondre aux besoins des AASQA.
- Après au moins trois années complètes d'évaluation préliminaire ou de surveillance réglementaire sur l'ensemble des ZAS ou à proximité d'émetteurs industriels, il est important de pouvoir effectuer un bilan des résultats obtenus par les différents acteurs du réseau de surveillance national. Ce bilan pourra s'appuyer sur les prochains PSQA, les données de la BDQA, les rapports d'activités et toutes autres informations disponibles ou fournies par les AASQA. Les renseignements porteront notamment sur le nombre de sites de mesures (ZAS, proximité industrielle, ...) indicatives (14%) ou fixes (50%), le nombre de dépassements de seuils (LAT, UAT, valeurs cibles), la mise en œuvre éventuelle d'estimation objective ou de modélisation.

## **ANNEXE 1 : DOCUMENT DE REFERENCE DE L'ETUDE**



## THEME 4 : METROLOGIE DU BENZENE – HAP - METAUX

### SURVEILLANCE DES METAUX DANS LES PARTICULES EN SUSPENSION DANS L'AIR AMBIANT

*Responsable de l'étude : EMD*

#### Objectifs

Les objectifs de cette étude sont :

- la poursuite de l'assistance aux AASQA par un appui technique, des tests de validation des supports de prélèvement et la fourniture de filtres vierges en fibre de quartz pour la surveillance des métaux réglementés.
- la mise en application de la directive « nouveaux polluants » par une participation active au comité de suivi "Benzène, HAP et Métaux".
- la participation au GT « incertitudes » pour la partie métaux. Exemple de calcul d'incertitudes.
- L'étude comparée de la méthode normalisée de prélèvement par filtration et de l'utilisation de barboteurs pour la mesure des métaux en zone à proximité industrielle.

#### Contexte et travaux antérieurs

Ces travaux sont menés dans le cadre du développement et de la mise en place de la surveillance des métaux par les AASQA. L'EMD accomplit depuis de nombreuses années son rôle de conseiller technique et de maître d'œuvre en assurance-qualité auprès des réseaux et effectue une veille technologique sur les méthodes de prélèvement et d'analyse. Nous avons participé activement aux groupes de travail européens (CEN) sur la mesure des métaux dans l'air ambiant et les retombées atmosphériques.

- Dans un souci de qualité et d'homogénéité des mesures sur l'ensemble du territoire français, nous conseillons les AASQA sur la mise en œuvre du prélèvement et de l'analyse des métaux dans les particules atmosphériques et nous leur fournissons des filtres en fibre de quartz, de qualité contrôlée par nos soins (3000 à 4000 filtres distribués chaque année à plus d'une 20<sup>aine</sup> d'AASQA).
- Depuis 2003, nous avons réalisé cinq exercices de comparaison inter-laboratoires pour la mesure des éléments As, Cd, Ni et Pb sur des échantillons de particules comparables prélevés en parallèle ainsi que plus récemment, sur des solutions étalons en collaboration avec le LNE (en 2005, 2007 et 2009). Ces exercices ont permis de montrer la bonne qualité des résultats fournis par la majorité des laboratoires prestataires, mais aussi, la possibilité d'obtenir de ces laboratoires, des limites de quantification plus faible que celles demandées par la directive et d'appliquer la méthode d'estimation des incertitudes développer par le LCSQA dans le cadre du GT « incertitudes ».
- Le Comité de Suivi « benzène, HAP et métaux » a notamment pour mission de proposer une stratégie de prélèvement rationnelle sur l'ensemble du territoire afin de répondre efficacement à la problématique d'évaluation préliminaire et de surveillance des métaux.

Ces propositions entraînent des actions sur le terrain qui devront être évaluées et éventuellement amendées après mise en application par les AASQA.

### Travaux proposés pour 2010

- [Action EMD] Poursuite de notre rôle de **conseiller technique** (méthodologie de prélèvement, choix des laboratoires, gestion et validation des données) auprès des AASQA, ainsi que la **distribution de filtres en fibre de quartz de qualité contrôlée par nos soins**.
- [Action EMD] participation au **comité de suivi « Benzène, HAP, métaux »** lié à la mise en place des propositions stratégiques sur l'évaluation et la surveillance. [Action EMD] Nous participerons activement au **GT « incertitudes »** concernant la partie métaux afin de finaliser le guide d'estimation des incertitudes et de **valider la méthode par une mise en application sur des échantillons réels** fournis à titre d'exemple et analysés par des laboratoires prestataires français.
- [Action EMD] **Etude comparée** de la méthode normalisée de **prélèvement par filtration sur filtre en quartz** (EN 14902 : métaux dans l'air ambiant) et de **l'utilisation de barboteurs** (NF XP X43-051: émissions de sources fixes - Détermination de l'émission totale des métaux lourds et d'autres éléments spécifiques) pour la mesure des métaux dans les particules collectées à proximité industrielle. Une étude de la distribution granulométrique sera menée en parallèle à l'aide d'un impacteur en cascade DEKATI. Il s'agit d'évaluer la fraction de métaux susceptible de ne pas être collectée par la méthode normalisée car associée soit à des granulométries très fines issues de processus industriels à haute température et présentant des teneurs en métaux potentiellement élevées ou inversement, des fractions supérieures à 10µm non prises en compte par la EN 14902.

### *Renseignements synthétiques*

Titre de l'étude		<b>Surveillance des métaux dans l'air ambiant</b>	
Personne responsable de l'étude		Laurent Alleman	
Travaux	pérennes		
Durée des travaux pluriannuels			
Collaboration AASQA	L'ensemble des AASQA effectuant des mesures de métaux		
Heures d'ingénieur	EMD : 300	INERIS :	LNE :
Heures de technicien	EMD : 400	INERIS :	LNE :
Document de sortie attendu	Rapport LCSQA		
Lien avec le tableau de suivi CPT			
Lien avec un groupe de travail	GT " Incertitudes "		
Matériel à acquérir pour l'étude	Réacteurs micro-ondes, filtres salle blanche Matériel de pilotage de l'ICP-MS Barboteurs en téflon		