





## 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'Ecole 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 des Préventions des Pollutions et des Risques du Ministère de l'Ecologie, du Développement et de l'Aménagement Durables 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.**

## RESUME

Depuis plusieurs années, des mesures de HAP sont régulièrement effectuées par les réseaux de surveillance de la qualité de l'air. Par conséquent, les pouvoirs publics doivent disposer de moyens fiables pour pouvoir comparer les évolutions dans le temps de ce type de pollution.

De plus, de nombreuses campagnes d'intercomparaisons sur le benzo(a)pyrène ont été réalisées en France. Elles sont effectuées sur plusieurs années avec différents réseaux de mesure et laboratoires d'analyse. Dans ce cadre, les organisateurs d'intercomparaisons doivent disposer de moyens techniques performants pour pouvoir exploiter les résultats obtenus lors de ces campagnes et vérifier ainsi les compétences des laboratoires d'analyse, également consultés par les AASQA pour réaliser l'analyse de leurs prélèvements.

Dans les 2 cas, la comparaison des résultats implique que la traçabilité des analyses soit réalisée, par exemple via l'utilisation de matériaux de référence qui présentent l'avantage de pouvoir valider la méthode d'analyse, d'assurer la justesse, la fidélité et d'établir la traçabilité métrologique des résultats obtenus aux unités internationales.

Cette année devait donc être consacrée à une étude de faisabilité qui aurait permis de :

- ü de développer et de mettre en œuvre une méthode de dopage de particules à l'aide d'une solution liquide,
- ü d'évaluer les performances d'une telle méthode dans le cadre de la réalisation d'un matériau de référence pour les HAP.

Cependant, l'IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements) qui est l'un des 7 laboratoires de la Commission Européenne a proposé de développer des MRC pour les HAP. Dans le cadre de ce développement, lors de la 8<sup>ème</sup> réunion AQUILA en Juin 2006, l'IRMM a proposé un essai inter laboratoires. Travaillant déjà sur ce sujet, il semblait important que le LNE participe à cet exercice.

Pour sa réalisation, l'IRMM a sélectionné cinq matériaux afin de les tester en vue peut-être de la certification de l'un d'eux. La participation du LNE a consisté à réaliser la détermination des HAP sur les cinq matériaux distribués par l'IRMM avec quatre répétitions pour chacun, en mettant en œuvre la dilution isotopique associée à la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (méthode primaire).

Les résultats ne sont pas encore connus à ce jour.

Des premiers essais de dopage de différents types de « matrice inerte » ont été réalisés. Ils n'ont pas mis en évidence d'influence significative du temps de contact entre les particules et la solution de dopage.

Par contre, il est apparu que le sable de Fontainebleau ne permettait pas de piéger suffisamment les HAP, alors que les essais avec de l'alumine sont apparus plus satisfaisants.

Toutefois, il reste encore à étudier de nombreux facteurs comme le solvant utilisé pour la solution de dopage, la concentration de la solution de dopage, l'homogénéité du produit dopé...

## SOMMAIRE

<b>1. BUT DE L'ETUDE .....</b>	<b>5</b>
<b>2. ETUDE DE FAISABILITE : CAMPAGNE D'EVALUATION DE PM 10.....</b>	<b>6</b>
<b>2.1. Objectif _____</b>	<b>6</b>
<b>2.2. Méthode analytique _____</b>	<b>6</b>
<b>2.3. Résultats _____</b>	<b>7</b>
<b>2.4. Conclusion _____</b>	<b>10</b>
<b>3. PREMIERS ESSAIS DE DOPAGE DE PARTICULES .....</b>	<b>10</b>
<b>3.1. Dopage et extraction _____</b>	<b>10</b>
<b>3.2. Résultats _____</b>	<b>11</b>
<b>4. CONCLUSION GENERALE .....</b>	<b>14</b>
<b>5. PERSPECTIVES.....</b>	<b>14</b>
<b>6. ANNEXE : PROGRAMME DE TRAVAIL 2007 .....</b>	<b>15</b>

## **1. BUT DE L'ETUDE**

Depuis plusieurs années, des mesures de HAP sont régulièrement effectuées par les réseaux de surveillance de la qualité de l'air. Par conséquent, les pouvoirs publics doivent disposer de moyens fiables pour pouvoir comparer les évolutions dans le temps de ce type de pollution.

De plus, de nombreuses campagnes d'intercomparaisons sur le benzo(a)pyrène ont été réalisées en France. Elles sont effectuées sur plusieurs années avec différents réseaux de mesure et laboratoires d'analyse. Dans ce cadre, les organisateurs d'intercomparaisons doivent disposer de moyens techniques performants pour pouvoir exploiter les résultats obtenus lors de ces campagnes et vérifier ainsi les compétences des laboratoires d'analyse, également consultés par les AASQA pour réaliser l'analyse de leurs prélèvements.

Dans les 2 cas, la comparaison des résultats implique que la traçabilité des analyses soit réalisée, par exemple via l'utilisation de matériaux de référence qui présentent l'avantage de pouvoir valider la méthode d'analyse, d'assurer la justesse, la fidélité et d'établir la traçabilité métrologique des résultats obtenus aux unités internationales.

Cette année devait donc être consacrée à une étude de faisabilité qui aurait permis de :

- Û de développer et de mettre en œuvre une méthode de dopage de particules à l'aide d'une solution liquide,
- Û d'évaluer les performances d'une telle méthode dans le cadre de la réalisation d'un matériau de référence pour les HAP.

Cependant, l'IRMM (Institute for Reference Materials and Measurements) qui est l'un des 7 laboratoires de la Commission Européenne a proposé de développer des MRC pour les HAP. Dans le cadre de ce développement, lors de la 8<sup>ème</sup> réunion AQUILA en Juin 2006, l'IRMM a proposé un essai inter laboratoires. Travaillant déjà sur ce sujet, il semblait important que le LNE participe à cet exercice.

Pour sa réalisation, l'IRMM a sélectionné cinq matériaux afin de les tester en vue peut-être de la certification de l'un d'eux. La participation du LNE a consisté à réaliser la détermination des HAP sur les cinq matériaux distribués par l'IRMM avec quatre répétitions pour chacun, en mettant en œuvre la dilution isotopique associée à la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (méthode primaire).

En plus de la participation à cette campagne, des premiers essais de dopage de différents types de « matrice inerte » ont été réalisés.

## **2. ETUDE DE FAISABILITE : CAMPAGNE D'EVALUATION DE PM 10**

### **2.1. OBJECTIF**

L'IRMM a sélectionné cinq matériaux afin de les évaluer lors du processus analytique global, dont deux sont des matériaux certifiés pour d'autres substances :

1. BCR-605 : particules urbaines certifiées pour le triméthylplomb,
2. BCR-723 : particules de route certifiées pour le palladium, le platine et le rhodium,

Ainsi que trois types de particules collectées spécialement pour cette campagne :

3. Particules de tunnel, prélevées sur les murs d'un tunnel routier,
4. Particules collectées sur un filtre en hiver,
5. Particules collectées sur un filtre en été.

Les filtres ayant servi de support à la collecte sont ceux du système de ventilation de l'IRMM.

Les matériaux ont été séchés, tamisés et broyés avant d'être mis en flacon, chacun contenant environ 0,5 g. Ils ont été nommés particules 1, 2, 3, 4 et 5 mais dans un ordre différent de celui cité précédemment.

Chaque laboratoire a reçu deux flacons pour chaque matériau candidat.

La concentration des différents matériaux a été déterminée à partir d'un dosage mettant en œuvre la dilution isotopique et la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (DI/GC-MS), tout en tenant compte des résultats obtenus pour l'homogénéité et la stabilité.

### **2.2. METHODE ANAYTIQUE**

La concentration des différents matériaux a été déterminée à partir d'un dosage mettant en œuvre une extraction sous solvant chaud pressurisé et la dilution isotopique associée à la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (DI/GC-MS).

#### **2.2.1. Extraction**

La cellule d'extraction est remplie avec l'échantillon, un matériau inerte afin de compléter le volume mort et les composés marqués pour la dilution isotopique.

Les conditions d'extraction sous solvant chaud pressurisé sont résumées dans le tableau 1 et sont identiques à celles de la future norme européenne.

Solvant	Dichlorométhane
Température (°C)	120
Pression (bars)	100
Temps de chauffage (min)	5
Temps statique (min)	6
Volume de rinçage (%)	70
Temps de purge (s)	100
Nombre de cycles	3
Nombre d'extraction	2

**Tableau 1 : Conditions d'extraction**

La prise d'essai pour chaque échantillon est de l'ordre de 0,1 g.

### 2.2.2. Méthode analytique

Les analyses ont été réalisées à l'aide d'un couplage d'un chromatographe en phase gazeuse « Autosystem XL » et d'un spectromètre de masse quadripolaire « Turbomass » de chez Perkin-Elmer.

La séparation des composés est réalisée sur une colonne apolaire (5% Phenyl-95% methylpolysiloxane ; longueur : 60 m ; diamètre interne : 0,25 mm ; épaisseur de phase : 0,25 µm).

Les ions de quantification et de vérification sont indiqués dans le tableau 2.

Composé	Ion de quantification	Ion de vérification
Phénanthrène	178	152
Phénanthrène D10	188	160
Fluoranthène	202	101
Fluoranthène D10	212	106
Benzo(a)anthracène	228	114
Benzo(a)anthracène D12	240	120
Benzo(a)pyrène	252	126
Benzo(a)pyrène D12	264	132
Benzo(g,h,i)pérylène	276	138
Benzo(g,h,i)pérylène D12	288	144

**Tableau 2 : Ions de quantification et de vérification**

### 2.3. RESULTATS

Les résultats fournis à l'IRMM, organisateur de la campagne sont résumés dans les tableaux 3 à 7 pour chaque échantillon.

### 2.3.1. Particules 1

Composé	N° Flacon	Concentration (mg/kg)	RSD (%)	Incertitude (mg/kg)
Benzo(a)pyrène	96	1,4	0,1	0,5 (k=2)
	19	1,5		
	96	1,3		
Phénanthrène	96	3,7	0,2	0,5 (k=2)
	19	3,9		
	96	3,6		
Fluoranthène	96	6,7	0,4	0,7 (k=2)
	19	7,4		
	96	7,2		
Benzo(a)anthracène	96	1,7	0,1	0,4 (k=2)
	19	1,7		
	96	1,6		
Benzo(g,h,i)pérylène	96	2,5	0,1	0,3 (k=2)
	19	2,7		
	96	2,5		

**Tableau 3 : Résultats pour les particules 1**

### 2.3.2. Particules 2

Composé	N° Flacon	Concentration (mg/kg)	RSD (%)	Incertitude (mg/kg)
Benzo(a)pyrène	68	1,1	0,1	0,4 (k=2)
	29	1,1		
	68	0,9		
Phénanthrène	68	1,7	0,2	0,4 (k=2)
	29	1,5		
	68	1,4		
Fluoranthène	68	2,2	0,1	0,3 (k=2)
	29	2,1		
	68	1,9		
Benzo(a)anthracène	68	1,0	0,05	0,3 (k=2)
	29	1,0		
	68	0,9		
Benzo(g,h,i)pérylène	68	1,2	0,1	0,2 (k=2)
	29	1,2		
	68	1,1		

**Tableau 4 : Résultats pour les particules 2**



### 2.3.3. Particules 3

Composé	N° Flacon	Concentration (mg/kg)	RSD (%)	Incertitude (mg/kg)
Benzo(a)pyrène	73	1,1	0,1	0,4 (k=2)
	20	1,1		
	73	1,0		
Phénantrène	73	8,6	0,3	0,9 (k=2)
	20	8,6		
	73	8,1		
Fluoranthène	73	11,3	0,2	1,1 (k=2)
	20	11,7		
	73	11,3		
Benzo(a)anthracène	73	1,3	0,1	0,3 (k=2)
	20	1,3		
	73	1,2		
Benzo(g,h,i)pérylène	73	3,8	0,1	0,4 (k=2)
	20	3,8		
	73	3,6		

**Tableau 5 : Résultats pour les particules 3**

### 2.3.4. Particules 4

Composé	N° Flacon	Concentration (mg/kg)	RSD (%)	Incertitude (mg/kg)
Benzo(a)pyrène	62	2,2	0,1	0,5 (k=2)
	23	2,0		
	62	1,9		
Phénantrène	62	14,5	0,1	1,2 (k=2)
	23	14,2		
	62	14,4		
Fluoranthène	62	22,6	0,7	2,1 (k=2)
	23	23,6		
	62	22,2		
Benzo(a)anthracène	62	2,9	0,1	0,4 (k=2)
	23	3,0		
	62	2,9		
Benzo(g,h,i)pérylène	62	6,5	0,2	0,6 (k=2)
	23	6,5		
	62	6,2		

**Tableau 6 : Résultats pour les particules 4**

### 2.3.5. Particules 5

Composé	N° Flacon	Concentration (mg/kg)	RSD (%)	Incertitude (mg/kg)
Benzo(a)pyrène	20	2,2	0,2	0,4 (k=2)
	76	2,4		
	20	2,0		
Phénanthrène	20	3,0	0,3	0,5 (k=2)
	76	3,4		
	20	2,9		
Fluoranthène	20	4,4	0,3	0,5 (k=2)
	76	4,8		
	20	4,2		
Benzo(a)anthracène	20	2,1	0,04	0,3 (k=2)
	76	2,2		
	20	2,1		
Benzo(g,h,i)pérylène	20	3,7	0,2	0,4 (k=2)
	76	3,7		
	20	3,3		

**Tableau 7 : Résultats pour les particules 5**

### 2.4. CONCLUSION

Les résultats ont été envoyés fin juin à l'IRMM.  
Cependant, à ce jour, l'exploitation des résultats de la campagne par l'IRMM n'a toujours pas été communiquée à l'ensemble des participants.

## 3. PREMIERS ESSAIS DE DOPAGE DE PARTICULES

Le but est de déterminer une méthode simple telle que le dopage de particules par une solution liquide, afin d'obtenir un matériau homogène et stable dans le temps.

### 3.1. DOPAGE ET EXTRACTION

La nature de la matrice à doper s'est portée sur :

- ∅ du sable de Fontainebleau car c'est un matériau inerte,
- ∅ de l'alumine qui est un produit polaire dont il est possible de réduire le pouvoir de rétention.

Le solvant de dopage sélectionné est le méthanol, car c'est un solvant volatil qui permet une évaporation relativement rapide.

Une solution de dopage à 5 µg/g de HAP (phénanthrène, fluoranthène, benzo(a)anthracène, benzo(a)pyrène et benzo(g,h,i)pérylène) est préparée.

Puis, environ 5g de matrice (sable de fontainebleau ou alumine) et 25 ml de solvant (méthanol) sont introduits dans un ballon et mélangés.

1 ml de la solution de dopage est ensuite ajouté dans le ballon, ce qui conduit à des concentrations de HAP voisines de 1 µg/g.

Après contact avec la matrice, sous agitation et durant un certain temps, le solvant est évaporé. Le produit sec est alors extrait avec l'ASE.

L'extraction et l'analyse des particules dopées ont été réalisées selon les conditions décrites dans le paragraphe 2.2.2..

## 3.2. RESULTATS

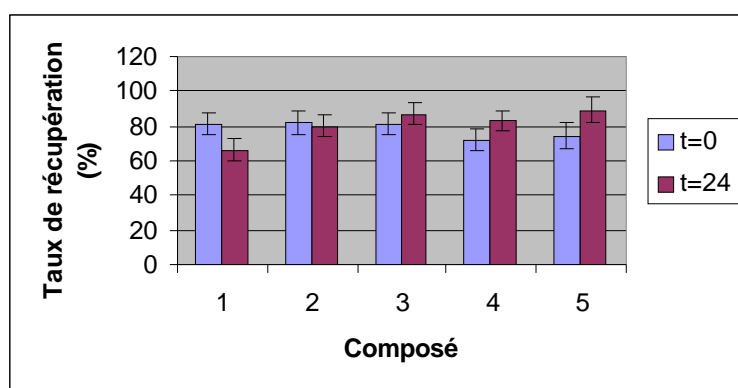
### 3.2.1. Influence du temps de contact entre les composés et la matrice

Afin de favoriser la création d'interactions entre les composés et la matrice, il est souhaitable qu'il y ait un temps de contact suffisamment long. Mais, d'un autre côté, il est important de vérifier que certaines précautions (à l'abri de la lumière par exemple) ont été prises afin d'éviter toute perte des analytes.

Aussi, deux dopages ont été menés en parallèle :

1. La solution de dopage est ajoutée à la matrice, puis agitation durant quelques minutes et évaporation du solvant. Le temps de contact peut donc être considéré comme nul.
2. La solution de dopage est ajoutée à la matrice, puis agitation pendant 24 heures à température ambiante et à l'abri de la lumière. Le solvant est alors évaporé.

La figure 1 regroupe pour les cinq composés les taux de récupération quasiment après dopage ( $t = 0$ ) et 24 heures après ( $t = 24$ ).



**Figure 1 :** Taux de récupération en fonction du temps de contact entre la solution de dopage et les particules (composés 1 : phénanthrène, 2 : fluoranthène, 3 : benzo(a)anthracène, 4 : benzo(a)pyrène, 5 : benzo(g,h,i)pérylène)

Il n'apparaît pas de différence significative entre les deux temps de contact dans les conditions mises en œuvre pour préserver les composés. Toutefois, les résultats permettent de montrer qu'il sera possible par la suite de favoriser la création d'interactions entre la matrice et le composé en jouant sur des temps de contact pouvant aller jusqu'à 24 heures.

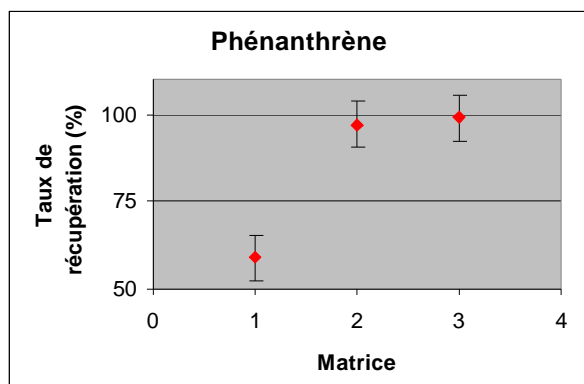
### 3.2.2. Influence de la matrice

Trois matrices ont été sélectionnées :

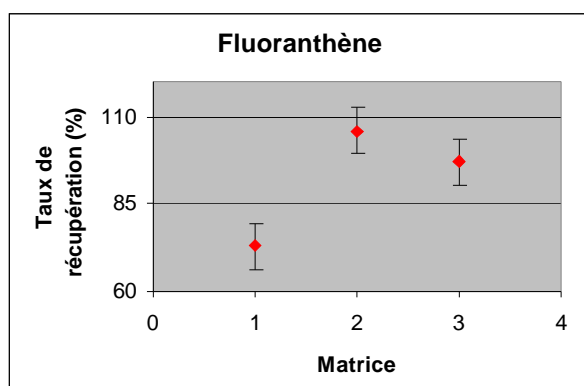
- ∅ le sable de Fontainebleau : matrice inerte devant permettre d'observer uniquement des phénomènes d'adsorption ;
- ∅ l'alumine neutre : matrice polaire ;
- ∅ l'alumine désactivée par ajout d'eau afin de diminuer sa capacité de rétention.

Elles ont été dopées avec la même solution que précédemment et le temps de contact a été minimal.

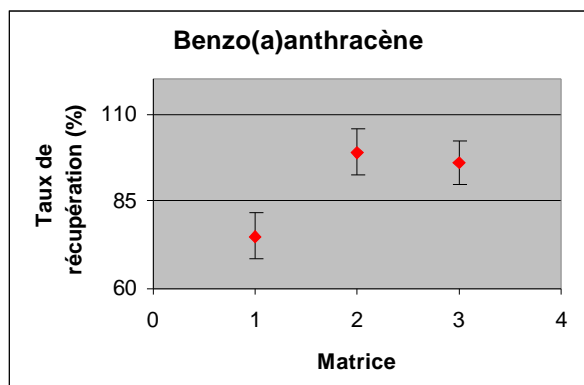
Les figure 2, 3, 4, 5 et 6 regroupent les résultats obtenus.



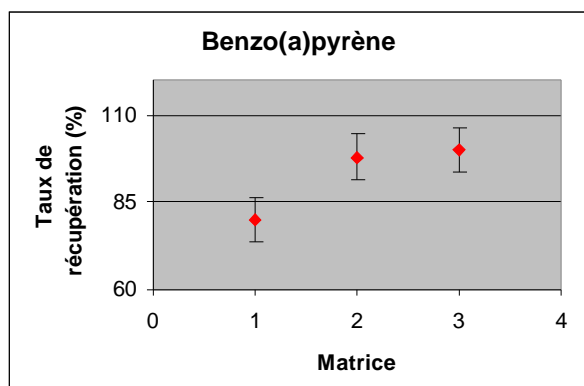
**Figure 2 :** Taux de récupération du phénanthrène en fonction de la matrice dopée (matrice 1 : sable de Fontainebleau, matrice 2 : alumine neutre, matrice 3 : alumine désactivée)



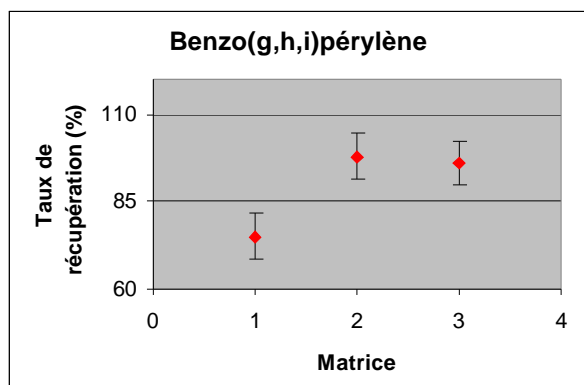
**Figure 3 :** Taux de récupération du fluoranthène en fonction de la matrice dopée (matrice 1 : sable de Fontainebleau, matrice 2 : alumine neutre, matrice 3 : alumine désactivée)



**Figure 4 :** Taux de récupération du Benzo(a)anthracène en fonction de la matrice dopée (matrice 1 : sable de Fontainebleau, matrice 2 : alumine neutre, matrice 3 : alumine désactivée)



**Figure 5 :** Taux de récupération du Benzo(a)pyrène en fonction de la matrice dopée (matrice 1 : sable de Fontainebleau, matrice 2 : alumine neutre, matrice 3 : alumine désactivée)



**Figure 6 :** Taux de récupération du Benzo(g,h,i)pérylène en fonction de la matrice dopée (matrice 1 : sable de Fontainebleau, matrice 2 : alumine neutre, matrice 3 : alumine désactivée)

Pour tous les composés, le dopage de sable de Fontainebleau ne paraît pas satisfaisant, puisque seulement 70 % des composés sont récupérés. Le phénomène d'adsorption ne serait donc pas suffisant.

Par contre, l'alumine paraît bien retenir les HAP avec des taux de récupération voisins de 100%. Il n'existe pas de différence significative entre les résultats obtenus avec de l'alumine neutre ou de l'alumine désactivée. Ceci tendrait à montrer que les sites désactivés ne sont pas suffisamment nombreux pour mettre en évidence une réelle différence.

Au vu de ces résultats, notre choix devra donc s'orienter vers des produits polaires comme base de matrice afin de fournir suffisamment de sites de rétention aux HAP.

#### **4. CONCLUSION GENERALE**

Il est difficile de se prononcer sur la campagne d'essais organisée par l'IRMM, puisque les résultats du LNE ont été envoyés fin juin, et qu'à ce jour, l'exploitation des résultats de la campagne par l'IRMM n'a toujours pas été communiquée à l'ensemble des participants.

Concernant l'étude sur l'élaboration de matériaux de référence, les premiers essais sont très satisfaisants, car ils ont permis de mettre en évidence qu'il est possible de laisser la solution de HAP en contact avec une matrice pendant 24 heures sans qu'il y ait de perte ou de dégradation des composés. De plus, il est clair qu'il faudra privilégier des matrices à tendance polaire.

#### **5. PERSPECTIVES**

Le dopage d'une matrice est un processus complexe dont il faut maîtriser au mieux toutes les étapes. Il nous reste maintenant à étudier l'influence du solvant de dopage, le mode de séchage des particules, l'influence de la concentration de la solution... en vue d'évaluer l'homogénéité et la robustesse de ce dopage.

## 6. ANNEXE : PROGRAMME DE TRAVAIL 2007

*Métrologie des polluants  
de la 4<sup>ème</sup> directive fille*

*Programme pluriannuel*

### DEVELOPPEMENT DE MATERIAUX DE REFERENCE POUR LES HAP

*Responsable de l'étude : LNE*

#### 1. OBJECTIF

Depuis plusieurs années, des mesures de HAP sont régulièrement effectuées par les réseaux de surveillance de la qualité de l'air. Par conséquent, les pouvoirs publics doivent disposer de moyens fiables pour pouvoir comparer les évolutions dans le temps de ce type de pollution.

De plus, de nombreuses campagnes d'intercomparaison sur le benzo(a)pyrène ont été réalisées en France. Elles sont effectuées sur plusieurs années avec différents réseaux de mesure et laboratoires d'analyse. Dans ce cadre, les organisateurs d'intercomparaisons doivent disposer de moyens techniques performants pour pouvoir exploiter les résultats obtenus lors de ces campagnes et vérifier ainsi les compétences des laboratoires d'analyse, également consultés par les AASQA pour réaliser l'analyse de leurs prélèvements.

Dans les 2 cas, la comparaison des résultats implique que la traçabilité des analyses soit réalisée, par exemple via l'utilisation de matériaux de référence qui présentent l'avantage de pouvoir valider la méthode d'analyse, d'assurer la justesse, la fidélité et d'établir la traçabilité métrologique des résultats obtenus aux unités internationales.

Cette année sera donc consacrée à une étude de faisabilité qui permettra :

- Ø de développer et de mettre en œuvre une méthode de dopage de particules à l'aide d'une solution liquide
- Ø d'évaluer les performances d'une telle méthode dans le cadre de la réalisation d'un matériau de référence pour les HAP.

#### 2. CONTEXTE ET TRAVAUX ANTERIEURS

Dans un premier temps, une recherche de matériaux de référence pour le benzo(a)pyrène a été réalisée en 2006. 43 matériaux de référence ont été répertoriés, mais seulement sept sont des solutions contenant le benzo(a)pyrène : deux se présentent sous forme de particules ou de poussières, mais sont en rupture de stock. Au regard de ces résultats, développer des matériaux de référence pour les HAP apparaît comme une nécessité et un véritable challenge.

Dans un second temps, une recherche bibliographique a été réalisée sur différentes bases de données. Malheureusement, si une bibliographie importante est disponible sur la réactivité des HAP dans l'atmosphère, elle est quasi inexistante sur la fabrication de matériaux de référence. Quelques méthodes de fabrication de particules dopées ont été identifiées pour des applications autres que la réalisation d'un matériaux de référence. De ce fait, peu d'informations sont disponibles sur les caractéristiques importantes, dans la fabrication d'un matériaux de référence, qui sont l'homogénéité d'un lot et sa stabilité.

Différentes voies de fabrication de matériaux de référence ont été envisagées, à partir des informations obtenues. Une méthode a retenu plus particulièrement notre attention, car simple de mise en œuvre, peu coûteuse et traçable aux étalons nationaux : c'est la méthode de dopage des particules à partir d'une solution liquide de HAP. Il est toutefois, nécessaire de la mettre en œuvre, de la tester afin de vérifier que cette méthode puisse répondre aux exigences de la fabrication d'un matériau de référence.

### 3. TRAVAUX PROPOSES POUR 2007

En 2007, le LNE propose de déterminer si une méthode simple telle que **le dopage de particules par solution liquide** peut répondre aux exigences de la fabrication d'un matériau de référence.

Le développement de cette méthode permettra d'étudier en détail les conditions d'imprégnation des particules afin d'obtenir une répartition homogène et une bonne stabilité du matériau dans le temps.

Le développement de la méthode de dopage de particules comprendra plusieurs étapes, à savoir :

- Ø la préparation d'une solution titrée de HAP par gravimétrie, dans laquelle seront versées des particules synthétiques ou des particules nettoyées ;
- Ø l'agitation pendant plusieurs heures de cette solution ;
- Ø le séchage de ces particules ;
- Ø la répartition de la masse de particules dopées obtenue en lot contenant chacun la même quantité ;
- Ø la réalisation de tests d'homogénéité sur les différents lots.

Des points plus critiques seront particulièrement étudiés tels que :

- Ø l'influence du temps d'agitation ;
- Ø le choix du solvant ;
- Ø la méthode de séchage ;
- Ø la nature des particules à doper (Alumine, Bille de latex, sable de fontainebleau...)
- Ø l'influence de la concentration de la solution de dopage.



**4. COLLABORATION**

Ø MEDAD, ADEME

**5. DUREE DES TRAVAUX**

Cette étude de développement est effectuée sur trois ans (2006-2008).

**6. PERSONNEL EN CHARGE DES TRAVAUX**

Ø Béatrice Lalère (Coordinateur)

Ø Maryline Peignaux