

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom	Numéro CAS
Particules diesel; Carbone élémentaire	;7440-44-0

Préparation de l'analyse

Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements _____ 12 mois

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

Après prélèvement, les filtres peuvent être conservés, en attente d'analyse, dans la cassette porte-filtre obturée avec ses bouchons ou être extraits de la cassette et placés individuellement dans des dispositifs adaptés au diamètre du filtre, de type boîte porte-filtre en polystyrène cristal, boîte de type « Pétri » en verre ou polystyrène cristal.

Dans ces conditions et à température ambiante, à l'abri de toute pollution particulaire, les échantillons peuvent être conservés jusqu'à une année sans perte notable de la fraction carbone élémentaire de l'échantillon. Par contre la fraction organique ne sera pas conservée sur une période aussi longue.

1 étape de préparation :

Etape de préparation n°

Type de préparation _____ ■ Découpe

Commentaires :

Seul un poinçon du filtre de 1 ou 1,5 cm² (1x1 cm ou 1x1,5 cm) est analysé. La découpe doit être adaptée au support amovible en quartz sur lequel est placé l'échantillon durant l'analyse.

La surface de collecte du filtre doit être connue car elle intervient dans le calcul final de la concentration en carbone élémentaire dans l'air. L'opérateur doit la mesurer directement sur le filtre, ou l'estimer indirectement à partir du diamètre interne de la cassette porte-filtre. Cette mesure peut être réalisée une seule fois ou de temps en temps, et être utilisée comme paramètre invariable.

Condition analytique n°

Les conditions analytiques utilisées lors du développement de la méthode sont décrites dans les données de validation.

Technique analytique

- ANALYSE THERMO-OPTIQUE
- Protocole EUSAAR 2 mode de correction optique en transmission.

Détecteur

- IONISATION DE FLAMME (FID)

Commentaires, conseils ou conditions particulières :

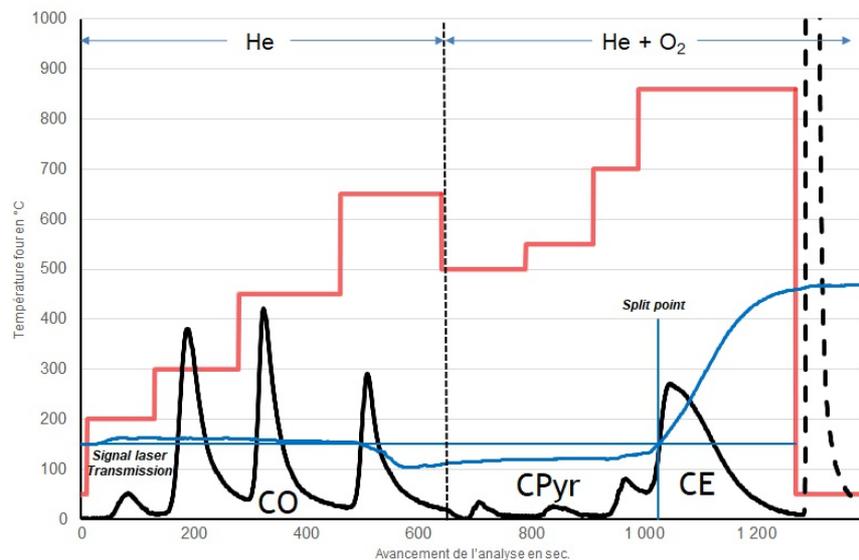
La méthode thermique avec correction optique en transmission (TOT) de quantification du carbone élémentaire dans un échantillon d'aérosol prélevé au travers d'un filtre de quartz allie volatilisation et oxydation thermique. Dans un premier temps, l'échantillon est chauffé graduellement dans une atmosphère inerte (He) à différentes températures pour vaporiser le carbone organique. Dans un second temps l'échantillon est porté par paliers successifs à 850°C dans une atmosphère oxydante (He/O₂, 90/10) afin d'oxyder par combustion le carbone non vaporisé, carbone pyrolytique et élémentaire. Le carbone des substances qui se volatilisent pendant la phase sous hélium est oxydé en CO₂ par un catalyseur au MnO₂, avant d'être réduit en CH₄ pour être quantifié par un détecteur à ionisation de flamme (FID). Pour discriminer le carbone pyrolytique du carbone élémentaire, la transmission d'un faisceau laser à travers l'échantillon est mesurée tout au long de l'analyse. Le carbone pyrolytique absorbe la lumière, sous atmosphère inerte, sa formation se traduit par la diminution de la transmission, sous atmosphère oxydante, lorsqu'il se consume, le filtre s'éclaircit et la transmission augmente. La combustion du carbone pyrolytique est conventionnellement supposée achevée lorsque la transmission retrouve sa valeur initiale. le carbone oxydé à partir de ce point (appelé "split-point") est alors considéré comme le carbone élémentaire constitutif de la particule.

Thermogramme d'une analyse sous protocole thermique EUSAAR 2 et correction optique en transmission :

Courbe rouge : profil de température en °C du protocole EUSAAR2

Courbe noire : signal FID

Courbe bleue : mesure de la transmission du rayon laser au travers du filtre



Cas des prélèvements effectués dans les atmosphères du BTP et les carrières (atmosphère polluée par des particules de carbone inorganique, carbonates...)

- Avant l'analyse, exposer durant 3 heures le filtre à des vapeurs d'acide chlorhydrique de concentration 6M pour libérer le dioxyde de carbone d'origine minérale. Cette méthode peut entraîner des dommages irréversibles à l'analyseur si elle est mal maîtrisée. Un lavage par immersion du poinçon dans l'eau ultra-pure suivi d'un séchage en étuve, limite ce risque.

Cas des prélèvements effectués dans une atmosphère très polluée (filtres très sombres ou noirs ou transmission du poinçon introduit dans le four représentant moins de 5 % de la valeur d'un poinçon de filtre quartz vierge (valeur du poinçon précédent en fin d'analyse)) :

- avant l'analyse, laver les filtres à l'aide d'un mélange de solvants, (dichlorométhane/n-hexane/acétone 1/2/2) et sécher afin d'éliminer le maximum de composés organiques et améliorer la transmission du faisceau laser durant l'analyse.

Etalonnage et expression des résultats

La méthode d'étalonnage indiquée est celle utilisée lors du développement.

Principe d'étalonnage _____ interne

Etalon interne :

Hélium/Méthane

Commentaires :

En l'absence d'un étalon primaire traçable à concentration connue de carbone élémentaire dans une matrice de carbone organique en partie pyrolysable, l'étalonnage prend en compte l'ensemble du carbone présent dans l'échantillon analysé, quelque soit sa forme, organique, élémentaire, pyrolytique et minérale.

Principe de l'étalonnage : La concentration en carbone est déterminée par un étalonnage interne piloté par l'analyseur. L'étalonnage interne est lui-même paramétré par un étalonnage externe réalisé au plus tous les 6 mois dont la qualité est vérifiée chaque jour par l'analyse d'un échantillon dopé.

L'étalonnage interne est réalisé à la fin de chaque analyse, il définit la masse de carbone élémentaire piégée sur le poinçon de filtre analysé. Un volume connu d'un mélange étalon hélium/méthane est injecté dans l'analyseur lorsque l'analyse de l'échantillon prend fin, la réponse du détecteur FID à cette quantité connue de méthane rapportée à un coefficient de réponse convertissant l'intégration de la surface du pic étalon en μg de carbone permet de calculer une concentration en μg de carbone pour la surface en cm^2 du poinçon analysé.

Le coefficient de réponse, signal FID pour une quantité connue de méthane/ μg carbone, est calculé par étalonnage externe et dopage de poinçons de filtres en fibres de quartz décarbonés avec 8 à 12 μL de solutions de concentrations connues de sucrose dans l'eau ultra-pure. La concentration de carbone dans l'eau ultra-pure est au préalable vérifiée et intégrée, si non nulle, à la concentration totale de carbone de l'étalon sucrose. Il sera préparé une solution de sucrose pour chaque concentration participant à la construction de la gamme d'étalonnage, le dépôt sur filtre étant d'un volume compris entre 8 et 12 μL , connus précisément par détermination volumétrique et/ou gravimétrique.

Principales caractéristiques de l'étalon Sucrose :

N° CAS : 57-50-1

Formule brute : $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$

T°C de fusion : 185-187°C

Masse molaire : 342,308 g

Masse molaire de carbone : 144,132 g

% de carbone/mole de sucrose : 42,11 %

Calcul de la concentration dans l'air :

L'analyseur rend un résultat exprimé en μg de carbone élémentaire pour un centimètre carré de filtre. Pour déterminer la concentration massique en carbone élémentaire dans l'air, il est nécessaire d'utiliser la formule suivante :

$$EC = m_{EC} \times A / V$$

EC est la concentration atmosphérique en carbone élémentaire, exprimée en microgrammes par mètre cube prélevé ($\mu\text{g EC}/\text{m}^3$),

m_{EC} est la masse de carbone élémentaire déterminée par l'analyse et exprimée en microgrammes pour un centimètre carré de filtre ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$),

A est la surface de collecte du filtre analysé exprimée en centimètres carrés (cm^2),

V est le volume d'air prélevé exprimé en mètres cubes (m^3).

Compléments :