
**Air des lieux de travail — Métaux et
métalloïdes dans les particules en
suspension dans l'air — Exigences
relatives à l'évaluation des procédures
de mesure**

*Workplace air — Metals and metalloids in airborne particles —
Requirements for evaluation of measuring procedures*
(standards.iteh.ai)

[ISO 21832:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b628c5a6-d169-44ec-9139-11d9fa10195f/iso-21832-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b628c5a6-d169-44ec-9139-11d9fa10195f/iso-21832-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21832:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b628c5a6-d169-44ec-9139-11d9fa10195f/iso-21832-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b628c5a6-d169-44ec-9139-11d9fa10195f/iso-21832-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Exigences	3
5.1 Description de la méthode.....	3
5.1.1 Domaine d'application.....	3
5.1.2 Performance de la méthode.....	3
5.1.3 Informations concernant la sécurité.....	3
5.1.4 Dispositifs de prélèvement.....	4
5.1.5 Pompes de prélèvement.....	4
5.1.6 Autres exigences.....	4
5.2 Exigences de performance.....	4
5.2.1 Limite de quantification (LQ).....	4
5.2.2 Taux de récupération analytique.....	5
5.2.3 Incertitude élargie.....	5
6 Réactifs et matériaux	5
6.1 Réactifs.....	5
6.2 Solutions étalons.....	5
6.3 Matériaux de référence.....	5
6.4 Échantillons d'air de référence.....	6
7 Appareillage	6
8 Méthodes d'essai	6
8.1 LD et LQ.....	6
8.1.1 Limite de détection instrumentale (LDI).....	6
8.1.2 LD et LQ de la méthode.....	6
8.2 Taux de récupération analytique.....	7
8.2.1 Généralités.....	7
8.2.2 Procédures de mesure applicables aux composés solubles des métaux et métalloïdes.....	7
8.2.3 Procédures de mesure applicables aux métaux et métalloïdes totaux qui impliquent une mise en solution de l'échantillon.....	7
8.2.4 Procédures de mesure qui n'impliquent pas de mise en solution de l'échantillon	8
8.3 Incertitude de mesure.....	9
8.3.1 Identification des composantes aléatoires et systématiques de l'incertitude.....	9
8.3.2 Estimation des composantes individuelles de l'incertitude.....	9
8.3.3 Calcul de l'incertitude élargie.....	10
9 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Recommandations relatives à la détermination du taux de récupération analytique	11
Annexe B (informative) Expériences de validation de la méthode	13
Annexe C (informative) Estimation de l'incertitude de mesure	14
Annexe D (informative) Interpolation de l'écart-type	32
Annexe E (informative) Exemple d'estimation de l'incertitude élargie	34
Bibliographie	38

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 146, *Qualité de l'air*, sous-comité SC 2, *Atmosphères des lieux de travail*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

La santé des travailleurs dans de nombreuses industries est en danger du fait de l'exposition par inhalation aux métaux et aux métalloïdes toxiques. Les hygiénistes industriels et autres professionnels de santé publique ont besoin de déterminer l'efficacité des mesures prises pour contrôler l'exposition des travailleurs, et cela s'effectue en général en réalisant des mesures de l'air du lieu de travail. Le présent document a été publié dans le but de mettre à disposition une méthode permettant d'effectuer des mesures d'exposition à des niveaux d'ultratraces valides pour un large éventail de métaux et de métalloïdes utilisés dans l'industrie. Il est destiné aux organismes concernés par la santé et la sécurité sur le lieu de travail, aux hygiénistes industriels et autres professionnels de santé publique, aux laboratoires d'analyses, aux industriels utilisateurs de métaux et métalloïdes et à leurs employés.

Le présent document fournit un cadre d'évaluation des performances des procédures de mesure des métaux et métalloïdes par rapport aux exigences générales relatives aux performances des procédures de mesure des agents chimiques dans les atmosphères des lieux de travail, tel que spécifié dans l'ISO 20581. Il permet aux développeurs et aux utilisateurs des procédures de mesure des métaux et des métalloïdes dans les particules en suspension dans l'air d'adopter une approche cohérente vis-à-vis de la validation de méthode. Voir aussi l'[Annexe B](#).

Bien que le présent document ait été écrit dans le but d'évaluer les performances des procédures de mesure des métaux et métalloïdes, il peut servir de base à l'évaluation des performances des procédures de mesure d'autres agents chimiques présents sous forme de particules en suspension dans l'air, ou dans ces particules, comme les brouillards d'acide sulfurique.

Le présent document se base sur l'EN 13890:2009^[14] qui a été publiée par le Comité européen de normalisation (CEN).

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 21832:2018
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b628c5a6-d169-44ec-9139-11d9fa10195f/iso-21832-2018>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 21832:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b628c5a6-d169-44ec-9139-11d9fa10195f/iso-21832-2018>

Air des lieux de travail — Métaux et métalloïdes dans les particules en suspension dans l'air — Exigences relatives à l'évaluation des procédures de mesure

1 Domaine d'application

Le présent document précise les exigences de performance et les méthodes d'essai pour l'évaluation des procédures de mesure des métaux et métalloïdes présents dans les particules en suspension dans l'air échantillonnées sur un substrat de collecte approprié.

Le présent document spécifie une méthode permettant d'estimer les incertitudes associées aux erreurs aléatoires et systématiques et de les combiner pour calculer l'incertitude élargie de la procédure de mesure dans son ensemble, comme spécifié dans l'ISO 20581.

Le présent document s'applique aux procédures de mesure qui dissocient l'étape de prélèvement de l'étape d'analyse, mais il ne précise aucune exigence de performance concernant la collecte, le transport et le stockage des échantillons, dans la mesure où ces exigences sont traitées dans l'EN 13205-1 et l'ISO 15767.

Le présent document ne s'applique pas aux procédures de mesure des métaux ou métalloïdes présents dans des gaz ou des vapeurs inorganiques (par exemple le mercure, l'arsenic), ni aux procédures de mesure des métaux et métalloïdes présents dans des composés pouvant exister sous forme de mélange de particules/vapeurs (par exemple le trioxyde d'arsenic).

2 Références normatives

ISO 21832:2018

<https://www.iso.org/obp/ui/#iso:code:31:00000000:iso-21832-2018>

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 7708, *Qualité de l'air — Définitions des fractions de taille des particules pour l'échantillonnage lié aux problèmes de santé*

ISO 13137, *Air des lieux de travail — Pompes pour le prélèvement individuel des agents chimiques et biologiques — Exigences et méthodes d'essai*

ISO 18158, *Qualité de l'air — Terminologie*

ISO 20581:2016, *Air des lieux de travail — Exigences générales concernant les performances des procédures de mesure des agents chimiques*

EN 13205-1, *Exposition sur les lieux de travail — Évaluation des performances des dispositifs de prélèvement pour le mesurage des concentrations de particules en suspension dans l'air — Partie 1: Exigences générales*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions de l'ISO 18158, ainsi que les suivants, s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1 échantillon pour essai

échantillon préparé de façon à respecter toutes les conditions spécifiques à un essai

[SOURCE: ISO 11323:2010, 5.6]

3.2 solution d'essai

solution préparée au moyen du processus de mise en solution d'échantillons et, si besoin, ayant été soumise à toutes les autres opérations nécessaires pour la rendre analysable

[SOURCE: ISO 8518:2001, 3.4.4]

4 Principe

Pour les procédures de mesure impliquant la mise en solution des échantillons, les limites de détection instrumentales (LDI) sont déterminées par analyses répétées de solutions de blancs. Pour toutes les procédures de mesure, les limites de détection (LD) et de quantification (LQ) sont déterminées par l'analyse de blancs de laboratoire. Généralement, la limite de détection et la limite de quantification sont calculées comme étant égales respectivement à trois fois et dix fois l'écart-type des mesures réalisées sur les blancs. Les limites de quantification déterminées sont ensuite évaluées en fonction des exigences de performance spécifiées en 5.2.1. Se reporter à l'ISO 18158 pour consulter les définitions de ces termes.

Le taux de récupération analytique est déterminé selon l'une des nombreuses méthodes différentes en fonction de la nature de la procédure de mesure soumise à évaluation. Le taux de récupération analytique déterminé est ensuite évalué en fonction des exigences de performance spécifiées en 5.2.2.

Pour les procédures de mesure des composés solubles des métaux et métalloïdes, le taux de récupération analytique est déterminé par l'analyse de blancs de laboratoire dopés (sauf pour les procédures qui impliquent une méthode de mise en solution de l'échantillon définie par elle-même, voir A.1.1, pour laquelle il est considéré comme égal à 100 %).

Pour les procédures de mesure des métaux et métalloïdes totaux qui impliquent une mise en solution de l'échantillon, le taux de récupération analytique est déterminé par l'analyse de composés purs, de matériaux de référence ou d'échantillons d'air de référence.

Pour les procédures de mesure des métaux et métalloïdes totaux qui impliquent l'analyse de l'échantillon sur le substrat de collecte, le taux de récupération analytique est déterminé par l'analyse d'échantillons d'air de référence, par l'analyse d'échantillons d'air du lieu de travail caractérisés par une analyse ultérieure à l'aide d'une procédure de référence ou il est estimé sur une base théorique.

L'incertitude de mesure est estimée au moyen d'une approche structurée. En premier lieu, un diagramme des causes et effets est établi pour identifier les composantes individuelles aléatoires et systématiques de l'incertitude d'une procédure de mesure. Après simplification pour résoudre toute duplication, le diagramme qui en résulte est utilisé pour identifier les composantes pour lesquelles des estimations d'incertitude sont exigées. Chacune de ces composantes d'incertitude est ensuite estimée ou calculée à partir de données expérimentales qui sont d'une part associées pour obtenir une estimation de l'incertitude de la méthode de mesure dans son ensemble et d'autre part multipliées par un facteur d'élargissement approprié pour calculer l'incertitude élargie de la méthode, selon les recommandations

de l'Annexe C. Conformément à 5.2.3, l'incertitude élargie déterminée est ensuite évaluée en fonction des exigences générales de performance spécifiées dans l'ISO 20581.

NOTE Voir l'Annexe E pour consulter un exemple de calcul de l'incertitude élargie.

5 Exigences

5.1 Description de la méthode

5.1.1 Domaine d'application

Le domaine d'application de la procédure de mesure doit fournir au minimum des informations concernant:

- a) les métaux et métalloïdes sur lesquels porte la procédure de mesure;
- b) la ou les techniques d'analyse utilisées dans la procédure de mesure;
- c) l'étendue des concentrations de métaux et métalloïdes dans l'air pour laquelle il a été montré que la procédure de mesure satisfait aux critères d'acceptation relatifs à l'incertitude élargie indiquée dans l'ISO 20581, ainsi que le volume d'air prélevé recommandé associé (par exemple $0,01 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$ à $0,5 \text{ mg} \cdot \text{m}^{-3}$ pour un volume d'air prélevé de 960 l);
- d) tous types de métaux et métalloïdes pour lesquels la méthode de préparation de l'échantillon décrite est connue pour être inefficace, ou s'est révélée inefficace;
- e) toutes interférences connues.

En l'absence de procédure de mesure d'un métal ou métalloïde particulier satisfaisant aux exigences du présent document, il convient d'utiliser une procédure de mesure dont les performances sont les plus proches possible des exigences spécifiées.

5.1.2 Performance de la méthode

Pour tous les métaux et métalloïdes inclus dans le domaine d'application de la méthode, la procédure de mesure doit fournir toutes les informations sur les performances de la méthode, y compris les informations suivantes:

- a) la limite de quantification et, si cela est exigé, les limites de détection de la procédure de mesure;
- b) le taux de récupération analytique pour tous les matériaux de référence pour lesquels la méthode de préparation de l'échantillon s'est révélée efficace;
- c) toutes les composantes d'incertitude aléatoires et systématiques de la procédure de mesure, avec leurs valeurs estimées ou déterminées expérimentalement et l'incertitude élargie qui en résulte;
- d) toutes les informations détaillées concernant les interférences connues, y compris les informations appropriées et suffisantes permettant de réduire au minimum leurs effets, le cas échéant.

5.1.3 Informations concernant la sécurité

La procédure de mesure doit fournir des informations pertinentes et suffisantes sur les dangers liés à la sécurité associés aux réactifs et à l'équipement utilisés dans le mode opératoire.

5.1.4 Dispositifs de prélèvement

La procédure de mesure doit:

- exiger de l'utilisateur qu'il choisisse des dispositifs de prélèvement conçus pour recueillir une fraction appropriée de particules en suspension dans l'air, tel que défini dans l'ISO 7708, selon la ou les fractions granulométriques applicables à la valeur limite d'exposition professionnelle (VLEP) des métaux et métalloïdes analysés (par exemple un dispositif de prélèvement de la fraction inhalable, un dispositif de prélèvement de la fraction thoracique ou un dispositif de prélèvement de la fraction alvéolaire);
- préciser que les dispositifs de prélèvement doivent être conformes aux dispositions de l'EN 13205-1;
- exiger, si nécessaire, pour les procédures qui n'impliquent pas une mise en solution de l'échantillon, que l'étalonnage de l'instrument d'analyse utilisé [par exemple spectrométrie de fluorescence X (SFX)] soit spécifique du dispositif de prélèvement utilisé.

5.1.5 Pompes de prélèvement

La procédure de mesure doit exiger de l'utilisateur qu'il utilise des pompes de prélèvement conformes aux dispositions de l'ISO 13137.

5.1.6 Autres exigences

Si nécessaire, la procédure de mesure doit fournir d'autres exigences, par exemple en ce qui concerne le substrat de collecte.

5.2 Exigences de performance

5.2.1 Limite de quantification (LQ)

Pour chaque métal et métalloïde inclus dans le domaine d'application de la procédure de mesure, la limite inférieure de l'étendue de mesure de la méthode appropriée pour la tâche de mesure prévue doit être déterminée. Par exemple, si la tâche de mesure consiste à vérifier la conformité aux VLEP à long terme, la [Formule \(1\)](#) est utilisée pour calculer la plus faible quantité de métal ou de métalloïde qu'il est nécessaire de quantifier dans le cadre de la détermination à une concentration égale à 0,1 fois sa VLEP:

$$m_{\text{inf}} = 0,1 \rho_{\text{VL}} \cdot q_{\text{v,a}} \cdot t_{\text{p,min}} \quad (1)$$

où

m_{inf} est la limite inférieure de l'étendue analytique exigée pour le métal ou métalloïde, en microgrammes;

ρ_{VL} est la VLEP du métal ou métalloïde, en milligrammes par mètre cube;

$q_{\text{v,a}}$ est le débit théorique du dispositif de prélèvement à utiliser, en litres par minute;

$t_{\text{p,min}}$ est la durée de prélèvement minimale à utiliser, en minutes.

Pour les procédures qui impliquent une mise en solution de l'échantillon, la limite inférieure de l'étendue de mesure exigée est calculée pour chaque métal et métalloïde, en microgrammes par millilitre, en divisant la limite inférieure de l'étendue de mesure exigée, exprimée en microgrammes, par le volume de la solution d'essai, exprimé en millilitres. Lorsque l'essai est effectué conformément à [8.1.2.1](#), les LQ déterminées doivent être inférieures aux valeurs qui en résultent.

Pour les procédures qui n'impliquent pas une mise en solution de l'échantillon, lorsque l'essai est effectué conformément à [8.1.2.2](#), les LQ déterminées pour chaque métal et métalloïde doivent être inférieures à la limite inférieure de l'étendue de mesure exigée, exprimée en microgrammes.

5.2.2 Taux de récupération analytique

Lorsque l'essai est effectué conformément à l'une des procédures spécifiées en 8.2, le taux de récupération analytique moyen doit être au moins égal à 90 % pour tous les types de matériaux inclus dans le domaine d'application de la procédure de mesure et le coefficient de variation du taux de récupération analytique doit être inférieur à 5 %.

NOTE L'expression «coefficient de variation» correspond à l'«écart-type relatif», qui est désormais à éviter. Voir également la Note 2 à l'article de l'ISO 3534-1:2006, 2.38^[1].

5.2.3 Incertitude élargie

L'incertitude élargie de la procédure de mesure doit satisfaire aux exigences spécifiées dans l'ISO 20581.

6 Réactifs et matériaux

6.1 Réactifs

Lors de l'analyse, seuls des réactifs de qualité analytique et de l'eau conforme aux exigences relatives à l'eau de qualité 2 spécifiée dans l'ISO 3696 (conductivité électrique inférieure à $0,1 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$, c'est-à-dire résistivité supérieure à $0,01 \text{ M}\Omega \cdot \text{m}$ à une température de $25 \text{ }^\circ\text{C}$) peuvent être utilisés.

Il convient d'utiliser de l'eau provenant d'un système de purification d'eau qui produit de l'eau ultra pure d'une résistivité supérieure à $0,18 \text{ M}\Omega \cdot \text{m}$ (généralement exprimée par les fabricants de systèmes de purification de l'eau sous la forme «eau de $18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ »).

6.2 Solutions étalons

Utiliser des solutions étalons dont les concentrations en métaux et métalloïdes analysés sont traçables jusqu'à des étalons nationaux et/ou internationaux.

Si des solutions étalons du commerce sont utilisées, respecter la date limite d'utilisation précisée par le fabricant ou la durée de conservation recommandée.

6.3 Matériaux de référence

Pour chaque métal ou métalloïde, utiliser une gamme de matériaux de référence représentative des substances analysées pouvant être présentes dans l'atmosphère des lieux de travail.

Les matériaux de référence doivent être des composés purs de composition connue, des matériaux de référence certifiés (MRC) ou d'autres matériaux caractérisés de manière appropriée (par exemple matériaux caractérisés par une comparaison interlaboratoires).

En cas d'utilisation de MRC, les instructions du fabricant doivent être suivies.

Si un composé spécifique dispose d'une VLEP, il convient d'inclure ce composé dans la gamme des matériaux de référence.

Pour une méthode destinée à avoir une applicabilité à caractère général, il convient que la gamme des matériaux de référence comprenne des composés et des matériaux utilisés dans l'industrie ainsi que des composés et des matériaux susceptibles d'être générés par l'activité professionnelle.

NOTE 1 Il est important que la granulométrie des matériaux de référence soit aussi proche que possible de celle des particules analysées, dans la mesure où les particules inhalables sont souvent beaucoup plus petites et plus solubles que les matériaux massifs grossiers.

NOTE 2 Il se peut que les MRC ayant été caractérisés selon une méthode particulière de mise en solution de l'échantillon ne soient pas appropriés en tant que matériau de référence.

6.4 Échantillons d'air de référence

Utiliser des échantillons de poussière recueillis sur des substrats de collecte (par exemple particules en suspension dans l'air recueillies sur des filtres à l'aide d'un système de prélèvement simultané de plusieurs échantillons), dont la masse des métaux et métalloïdes analysés est connue ou a été mesurée. Il convient que cette masse soit comprise dans les limites de l'étendue de mesure de la méthode.

Lorsqu'il n'est pas exigé de mettre en solution l'échantillon, il convient d'envisager l'utilisation de techniques particulières lors de la préparation des échantillons d'air de référence, comme indiqué en [A.3](#).

7 Appareillage

Ressources et appareillage courants de laboratoire et, en particulier, les équipements d'essai suivants.

7.1 Un système permettant d'ajouter un volume connu de solution étalon aux substrats de collecte avec une fidélité meilleure que 1 %.

7.2 Une balance analytique d'une précision de pesée d'au moins 0,01 mg, étalonnée au moyen de poids traçables par rapport à des étalons nationaux, et vérifiée avant utilisation au moyen d'un poids d'essai.

7.3 Un instrument ou des instruments permettant d'analyser chaque métal ou métalloïde étudié.

8 Méthodes d'essai

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8.1 LD et LQ

ISO 21832:2018

8.1.1 Limite de détection instrumentale (LDI)

<https://standards.iteh.ai/correl/standards/sist/b628c5a6-d169-44ec-9139-11d9fa10195f/iso-21832-2018>

Pour les procédures de mesure qui impliquent une mise en solution de l'échantillon, analyser la solution de blanc d'étalonnage au moins dix fois dans des conditions de répétabilité.

Si l'instrument d'analyse ne fournit pas de réponse mesurable, préparer une solution d'essai avec des concentrations en métaux ou métalloïdes analysés proches de leurs limites de détection instrumentales anticipées en diluant les solutions étalons ([6.2](#)) selon un facteur approprié. Analyser la solution d'essai au moins dix fois dans des conditions de répétabilité.

NOTE La LDI est utilisée pour identifier les variations de performances de l'instrument mais elle est différente de la LD. La LDI est susceptible d'être inférieure à la LD de la méthode car elle ne tient compte que de la variabilité entre les relevés individuels de l'instrument; les déterminations réalisées sur une solution ne tiennent pas compte des contributions à la variabilité de la matrice ou de l'échantillon.

8.1.2 LD et LQ de la méthode

8.1.2.1 Pour les procédures de mesure qui impliquent une mise en solution de l'échantillon, préparer au moins 10 solutions d'essai à partir des blancs de laboratoire, en suivant la méthode de préparation de l'échantillon décrite dans la procédure de mesure, et analyser les solutions d'essai des métaux ou métalloïdes étudiés dans des conditions de répétabilité.

Si l'instrument d'analyse ne fournit pas de réponse mesurable, doper 10 blancs de laboratoire avec un volume approprié de solution étalon de travail contenant des masses connues et appropriées des métaux ou métalloïdes analysés, de sorte que les solutions d'essai obtenues aient une concentration proche des LD anticipées respectives. Préparer les solutions d'essai à partir des blancs de laboratoire dopés, en suivant la méthode de préparation de l'échantillon décrite dans la procédure de mesure, et analyser les métaux ou métalloïdes étudiés dans les solutions d'essai dans des conditions de répétabilité.

Calculer la LD et la LQ de la méthode pour chacun des métaux ou métalloïdes analysés en les considérant comme étant égales respectivement à trois fois et dix fois l'écart-type^[22].

8.1.2.2 Pour les procédures de mesure qui n'impliquent pas une mise en solution de l'échantillon, analyser au moins 10 blancs de laboratoire dans des conditions de répétabilité.

Calculer la LD et la LQ de la méthode pour chacun des métaux ou métalloïdes analysés en les considérant comme étant égales respectivement à trois fois et dix fois l'écart-type.

8.1.2.3 Comparer les LQ obtenues avec les exigences de [5.2.1](#).

8.2 Taux de récupération analytique

8.2.1 Généralités

Différentes méthodes d'essai sont applicables pour la détermination du taux de récupération analytique, en fonction de la méthode de préparation de l'échantillon utilisée. Ces méthodes sont détaillées séparément en [8.2.2](#), [8.2.3](#) et [8.2.4](#). Voir les recommandations figurant à l'[Annexe A](#).

8.2.2 Procédures de mesure applicables aux composés solubles des métaux et métalloïdes

8.2.2.1 Procédures de mesure qui impliquent une méthode de mise en solution de l'échantillon définie par elle-même

Sauf indication contraire (voir [A.1.2](#)), considérer le taux de récupération analytique comme étant égal à 100 % pour les procédures applicables aux composés solubles des métaux et métalloïdes qui impliquent une méthode de mise en solution de l'échantillon définie par elle-même (voir [A.1.1](#)).

8.2.2.2 Autres procédures de mesure

Pour les procédures de mesure qui n'impliquent pas une méthode de mise en solution de l'échantillon définie par elle-même ou pour lesquelles il pourrait y avoir un problème de compatibilité chimique entre l'analyte et le substrat, préparer au minimum six échantillons d'essai identiques en dopant les blancs de laboratoire avec un volume approprié de solution étalon de travail contenant une masse connue de chacun des métaux ou métalloïdes analysés. Utiliser ensuite la méthode de mise en solution de l'échantillon décrite dans la procédure de mesure pour préparer les solutions d'essai à partir des échantillons pour essai et analyser les solutions qui en résultent au moyen de la méthode d'analyse décrite dans la procédure de mesure.

Renouveler l'essai sur les blancs de laboratoire dopés avec d'autres masses de chacun des métaux ou métalloïdes analysés pour déterminer le taux de récupération analytique sur toute l'étendue de mesure de la procédure de mesure.

Calculer le taux de récupération analytique moyen et le coefficient de variation pour chacun des essais réalisés et comparer les résultats avec les exigences de [5.2.2](#). Si les exigences ne sont pas satisfaites, prendre si possible des mesures correctives (par exemple utiliser un autre substrat de collecte), et renouveler l'essai de récupération analytique.

8.2.3 Procédures de mesure applicables aux métaux et métalloïdes totaux qui impliquent une mise en solution de l'échantillon

8.2.3.1 Détermination du taux de récupération analytique au moyen de composés purs

Préparer au minimum six solutions d'essai à partir de chaque composé pur sélectionné ([6.3](#)) en utilisant la méthode de préparation de l'échantillon décrite dans la procédure de mesure. Utiliser une masse de