
Expertise en vue de la fixation de valeurs limites d'exposition à des agents chimiques en milieu professionnel

**Evaluation des effets sur la santé et des méthodes de mesure des niveaux
d'exposition sur le lieu de travail pour le plomb et ses composés inorganiques**

**Mission permanente VLEP
Saisine n°2013-SA-0042**

RAPPORT d'expertise collective

**Comité d'experts spécialisé « Expertise en vue de la fixation de valeurs limites à
des agents chimiques en milieu professionnel »**

Juillet 2017

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21

Mots clés

22 VLEP, valeurs limites, niveaux d'exposition, milieu professionnel, agents chimiques, effets sur la
23 santé, métrologie, méthodes de mesure, lieux de travail, valeur référence, plomb et composés
24 inorganiques

25

26 OEL, limit values, exposure levels, occupational, chemicals, health effects, metrology, measurement
27 methods, workplaces, reference values, lead and inorganic compounds

28

29 Présentation des intervenants

30 **Préambule** : Les experts externes, membres de comités d'experts spécialisés, de groupes de travail
31 ou désignés rapporteurs sont tous nommés à titre personnel, *intuitu personae*, et ne représentent pas
32 leur organisme d'appartenance.

33 GROUPE DE TRAVAIL « METROLOGIE » (2014 – 2017)

34 Les travaux, objets du présent rapport ont été suivis pour la partie « évaluation des méthodes de
35 mesures dans l'air des lieux de travail » par le GT métrologie dont la composition est la suivante :

36 **Président**

37 M. Raymond VINCENT : Retraité – Compétences : hygiène industrielle, métrologie des polluants dans
38 l'air des lieux de travail

39

40 **Vice-présidente**

41 Mme Caroline MARCHAND – Ingénieur à l'institut national de l'environnement industriel et des risques
42 (Ineris) – Compétences : métrologie - qualité de l'air intérieur

43

44 **Membres**

45 Mme Ghislaine GOUPIL – Adjoint Chef de département Pôle Environnement au Laboratoire Central
46 de la Préfecture de Police (LCPP) – Compétences : métrologie - qualité de l'air

47 M. Roger GROSJEAN – Retraité (anciennement Chimiste – Chef de laboratoire du Service Publique
48 Fédéral SPF Emploi, Travail et Concertation Sociale (Belgique)) – Compétences : métrologie des
49 polluants dans l'air, hygiène industrielle, chimie

50 M. Horacio HERRERA – Chef de département à l'Institut universitaire romand de santé au travail (IST)
51 – Spécialités : santé travail (hygiéniste), surveillance des ambiances de travail (métrologie, chimie
52 analytique)

53 M. Jérôme NICOLLE – Chef de projet à l'Université de la Rochelle – Compétences : Chimie analytique
54 - métrologie - air intérieur - santé environnement

55 Mme Nathalie LECLERC – Responsable des projets « air intérieur » à l'Association pour la
56 surveillance et l'étude de la pollution atmosphérique en Alsace (ASPA) – Compétences : métrologie -
57 qualité de l'air intérieur - santé environnement

58 Mme Nadine LOCOGE – Professeur à l'École des Mines de Douai – Compétences : Chimie -
59 métrologie des COV - air intérieur - santé environnement

60 Mme Virginie MATERA – Responsable d'études au laboratoire de chimie analytique inorganique de
61 l'INRS – Compétences : mise au point de méthode de mesure, chimie inorganique - santé travail

62 M. Benoît OURY – Responsable d'études au laboratoire de chimie analytique organique de l'INRS –
63 Compétences : mise au point de méthode de mesure, chimie organique - santé travail

64 M. Olivier RAMALHO – Chef de projet multi-expositions au Centre Scientifique et Technique du
65 Bâtiment (CSTB) et responsable de la métrologie à l'Observatoire de la Qualité de l'Air Intérieur
66 (OQAI) – Compétences : qualité de l'air intérieur, métrologie, odeurs, chimie analytique - santé
67 environnement

68 Mme Caroline RIO – Responsable du Laboratoire Interrégional de Chimie (LIC) – Compétences :
69 Chimie physique - aérosol organique - métrologie - air intérieur - Santé environnement

70 M. Michel SLOIM – Retraité (anciennement Ingénieur chimiste au LCPP) – Compétences : métrologie,
71 chimie analytique - santé travail

72 COMITE D'EXPERTS SPECIALISE

73 Les travaux, objets du présent rapport ont été adoptés pour consultation publique par les CES
74 suivants :

- 75 ■ Comité d'experts spécialisé « expertise en vue de la fixation de valeurs limites à agents chimiques
76 en milieu professionnel » (CES VLEP) (2014 – 2017)

77

78 Président

79 M. Claude VIAU – Professeur associé à l'université de Montréal – Compétences : Toxicologie, IBE,
80 hygiène industrielle, métrologie des polluants

81 Membres

82 M. Marc BARIL – Professeur associé à l'université de Montréal – Compétences : Toxicologie, chimie ;
83 également membre du CES « caractérisation des dangers des substances et valeurs toxicologiques
84 de référence »

85 M. Stéphane BINET – Expert toxicologue à la direction scientifique (INRS) – Compétences :
86 toxicologie

87 Mme Irina CANU – Professeur associé à l'université de Lausanne, Institut universitaire romand de
88 santé au travail. Compétences : Epidémiologie, toxicologie.

89 Mme Anne CHEVALIER – Retraitee – Compétences : Epidémiologie ; également membre du CES
90 « caractérisation des dangers des substances et valeurs toxicologiques de référence »

91 Mme Carole DUPLAINE – Toxicologue (Sud Loire santé au travail) habilitée intervenant en prévention
92 des risques professionnels (IPRP) - Compétences : toxicologie; a démissionné le 13/09/2016.

93 Mme Perrine HOET – Professeur à l'université catholique de Louvain – Compétences : médecine,
94 toxicologie industrielle

95 Mme Yuriko IWATSUBO – Médecin épidémiologiste (Santé publique France, anciennement InVS) –
96 Compétences : épidémiologie des risques professionnels, médecine

97 Mme Anne MAITRE – Professeur des universités – praticien hospitalier (PU-PH) (CHU Grenoble) ;
98 Responsable de l'équipe « Environnement et prédiction de la santé des populations » (faculté de
99 médecine de Grenoble) – Compétences : médecine, toxicologie, IBE, métrologie des polluants,
100 hygiène industrielle

101 M. Fabrizio PARISELLI – Toxicologue (CNRS) - Compétences : toxicologie ; également membre du
102 CES « Substances chimiques visées par les règlements REACH et CLP »

103 Mme Florence PILLIERE – Conseiller médical en toxicologie (INRS) – Compétences : médecine du
104 travail, toxicologie, IBE

105 M. Frank RIVIERE – Médecin du travail (Service de santé des armées) – Compétences : médecine
106 du travail, toxicologie

107 M. Davy ROUSSET : Responsable du laboratoire d'analyse inorganique et de caractérisation des
108 aérosols (INRS) – Compétences : métrologie des polluants dans l'air des lieux de travail, chimie
109 inorganique

110 M. David VERNEZ – Directeur de l'Institut universitaire romand de santé au travail (IST) – Professeur
111 associé à l'Université de Lausanne – Compétences : Hygiène industrielle

- 112 M. Raymond VINCENT – Retraité. Compétences : chimiste, métrologie des polluants
113 M. Adolf VYSKOCIL – Professeur associé à l'université de Montréal – Compétences : toxicologie,
114 IBE, hygiène industrielle
115

Document pour consultation

116 **PARTICIPATION ANSES**

117 **Coordination scientifique**

118 Mme Fatoumata SISSOKO

119 Mme Dominique BRUNET

120 **Contribution scientifique**

121 M. Laurent BODIN

122 Mme Farida LAMKARKACH

123 Mme Amandine PAILLAT

124

125 **Secrétariat administratif**

126 Mme Séverine BOIX

127

Document pour consultation

128	SOMMAIRE	
129		
130	Présentation des intervenants	3
131	Expertise collective : synthèse de l'argumentaire et conclusions	9
132	Rapport d'expertise collective	30
133	Sigles et abréviations	31
134	Liste des tableaux	32
135	Liste des figures	34
136	Préambule	35
137	Partie A – Rapport dévaluation des effets sur la santé	37
138	1. Informations générales	38
139	1.1. Identification et propriétés physico-chimiques	38
140	1.2. Utilisations	39
141	2. Résumé de la synthèse du SCOEL	41
142	3. Cinétique du plomb	42
143	3.1. Absorption	42
144	3.2. Distribution	43
145	3.3. Métabolisation	44
146	3.4. Excrétion	44
147	4. Effets sanitaires	45
148	4.1. Toxicité aiguë et subaiguë	45
149	4.2. Irritation et sensibilisation	45
150	4.3. Toxicité chronique	45
151	4.3.1. Effets neurologiques	45
152	4.3.2. Effets rénaux	56
153	4.3.3. Effets cardiovasculaires	57
154	4.3.4. Effets sur le système immunitaire	58
155	4.3.5. Effets sur le système hématopoïétique	58
156	4.4. Génotoxicité et cancérogénicité	59
157	4.5. Toxicité sur la reproduction	60
158	4.5.1. Effets sur la fertilité masculine	60
159	4.5.2. Effets sur la fertilité féminine	61
160	4.5.3. Effets sur le développement	61
161	4.5.4. Effets sur la tension artérielle chez la femme enceinte	66
162	4.5.5. Conclusion sur les effets sur la reproduction	71

163	5. Construction des VLEP et recommandations	72
164	5.1. VLEP-8h.....	72
165	5.2. Calcul de la VLEP-8h	73
166	5.3. Approche par modélisation PBPk.....	73
167	5.4. Approche à partir des études de terrain.....	74
168	5.5. Conclusion sur les deux approches.....	78
169	5.6. VLCT-15min	80
170	5.7. Mention « peau ».....	80
171	5.8. Mention « bruit »	80
172	6. Conclusions.....	82
173	7. Bibliographie.....	83
174	Partie B – Rapport d'évaluation des méthodes de mesure des niveaux	
175	d'exposition sur les lieux de travail.....	91
176	1. Présentation et discussion des méthodes de mesure de substance dans	
177	l'air des lieux de travail.....	92
178	1.1. Recensement et classement des méthodes de mesure	93
179	1.2. Discussion des méthodes de mesure.....	102
180	1.2.1. Évaluation détaillée des méthodes classées en catégorie 1A.....	102
181	1.2.2. Évaluation détaillée des méthodes classées en catégorie 1B.....	106
182	1.2.2.1 Méthode 1 : spectrométrie d'absorption atomique (atomisation en flamme).....	107
183	1.2.2.2 Méthode 2 : spectrométrie d'absorption atomique par atomisation électrothermique (SAA-ET).....	111
184	1.2.2.3 Méthode 3 : spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif (ICP-AES).....	115
185	1.2.3. Évaluation détaillée des méthodes classées en catégorie 2.....	125
186	1.2.4. Explication de la classification des méthodes en catégorie 3.....	129
187	1.2.4.1 Méthode 5 : spectrométrie fluorescence X (SFX).....	129
188	1.2.4.2 Méthode 7 : Détection colorimétrique à la rhodizonate	131
189	1.2.4.3 Méthode 8 : par photométrie UV/visible.....	131
190	2. Conclusions et recommandations.....	132
191	3. Bibliographie.....	134
192	ANNEXES.....	138
193	Annexe 1 – Lettre de saisine	139
194	Annexe 2- partie A : Analyse de la métrologie des études de terrain utilisées dans le	
195	rapport de Safe Work Australia : « Review of hazards & health effects of inorganic	
196	lead – implications for WHS regulatory policy ».....	140
197	Annexe 3 partie B : Support technique : présentation détaillée des méthodes de mesure	
198	dans l'air des lieux de travail.....	147
199	Annexe 4 : Suivi des actualisations du rapport.....	173

201 Expertise collective : synthèse de l'argumentaire et conclusions

202

203 **Relatives à « l'expertise en vue de la fixation de valeurs limites d'exposition à des agents**
204 **chimiques en milieu professionnel »**

205 **Portant sur l'évaluation des effets sur la santé et des méthodes de mesure des niveaux**
206 **d'exposition sur le lieu de travail pour le plomb et ses composés inorganiques**

207

208 Ce document synthétise les travaux du comité d'experts spécialisé « Expertise en vue de la fixation
209 de valeurs limites à des agents chimiques en milieu professionnel » (CES VLEP) et du groupe de
210 travail « métrologie ».

211 Présentation de la question posée

212 L'Anses a été saisie le 11 Mars 2013 par la direction générale du travail afin de mener les travaux
213 d'expertise nécessaires à la fixation de valeurs limites d'exposition professionnelle pour le plomb et
214 ses composés. La France dispose d'une VLEP-8h¹ pour le plomb et ses composés de 0,10 mg.m⁻³.
215 La direction générale du travail a demandé à l'Agence de réévaluer cette VLEP et les valeurs limites
216 biologiques pour le plomb et ses composés à savoir de 400 µg.L⁻¹ pour les hommes et de 300 µg.L⁻¹
217 pour les femmes et de proposer le cas échéant, de nouvelles valeurs d'exposition en milieu
218 professionnel basées sur des considérations sanitaires.

219

220 Contexte scientifique

221 Le dispositif français d'établissement des VLEP comporte trois phases clairement distinctes :

- 222 - une phase d'expertise scientifique indépendante (seule phase confiée à l'agence) ;
- 223 - une phase d'établissement d'un projet réglementaire de valeur limite contraignante ou
224 indicative par le ministère chargé du travail ;
- 225 - une phase de concertation sociale lors de la présentation du projet réglementaire au sein du
226 Conseil d'Orientation sur les Conditions de Travail (COCT). L'objectif de cette phase étant de
227 discuter de l'effectivité des valeurs limites et de déterminer d'éventuels délais d'application, en
228 fonction de problèmes de faisabilité technico-économique.

229 L'organisation de la phase d'expertise scientifique nécessaire à la fixation des valeurs limites
230 d'exposition professionnelle (VLEP) a été confiée à l'Afsset dans le cadre du plan santé au travail
231 2005-2009 (PST), puis à l'Anses suite à la fusion de l'Afsset et de l'Afssa en 2010.

232 Les VLEP telles que recommandées par le CES « expertise en vue de la fixation de valeurs limites à
233 des agents chimiques en milieu professionnel », sont des niveaux de concentration en polluants dans
234 l'atmosphère des lieux de travail à ne pas dépasser sur une période de référence déterminée et en
235 deçà desquels le risque d'altération de la santé est négligeable. Même si des modifications
236 physiologiques réversibles sont parfois tolérées, aucune atteinte organique ou fonctionnelle de
237 caractère irréversible ou prolongée n'est admise à ce niveau d'exposition pour la grande majorité des
238 travailleurs. Ces niveaux de concentration sont déterminés en considérant que la population exposée
239 (les travailleurs) est une population qui ne comprend ni enfants ni personnes âgées.

¹ Art. R4412-149 du code du travail

240 Ces niveaux de concentrations sont déterminés par les experts du CES à partir des informations
241 disponibles dans des études épidémiologiques, cliniques, de toxicologie animale, etc. L'identification
242 de ces concentrations sécuritaires pour la santé humaine nécessitent généralement d'appliquer des
243 facteurs d'ajustement aux valeurs identifiées directement par les études. Ces facteurs permettent de
244 prendre en compte un certain nombre d'éléments d'incertitude inhérents à la démarche
245 d'extrapolation conduite dans le cadre d'une évaluation des effets sanitaires des substances
246 chimiques sur l'Homme.

247 Trois types de valeurs sont recommandées par le CES :

- 248 - Valeur limite d'exposition 8 heures : il s'agit de la limite de la moyenne pondérée en fonction
249 du temps de la concentration atmosphérique d'un agent chimique dans la zone de respiration
250 d'un travailleur au cours d'un poste de 8 heures. Dans l'état actuel des connaissances
251 scientifiques (en toxicologie, médecine, épidémiologie, etc.), la VLEP-8h est censée protégée
252 d'effets sur la santé à moyen et long termes, les travailleurs exposés régulièrement et pendant
253 la durée d'une vie de travail à l'agent chimique considéré ;
- 254 - Valeur limite d'exposition à court terme (VLCT) : il s'agit de la limite de la moyenne pondérée
255 en fonction du temps de la concentration atmosphérique d'un agent chimique dans la zone de
256 respiration d'un travailleur sur une période de référence de 15 minutes pendant le pic
257 d'exposition quelle que soit sa durée. Elle vise à protéger les travailleurs des effets néfastes
258 sur la santé (effets toxiques immédiats ou à court terme, tels que des phénomènes d'irritation),
259 dus à des pics d'exposition ;
- 260 - Valeur plafond : il s'agit de la limite de la concentration atmosphérique d'un agent chimique
261 dans la zone de respiration d'un travailleur, qui ne doit être dépassée à aucun moment de la
262 période de travail. Cette valeur est appliquée aux substances reconnues comme irritant fort
263 ou corrosif ou pouvant causer un effet grave potentiellement irréversible, à très court terme.

264 Ces trois types de valeurs sont exprimés :

- 265 - soit en mg.m^{-3} , c'est-à-dire en milligrammes d'agent chimique par mètre cube d'air et en ppm
266 (parties par million), c'est-à-dire en centimètres cube d'agent chimique par mètre cube d'air,
267 pour les gaz et les vapeurs ;
- 268 - soit en mg.m^{-3} uniquement, pour les aérosols liquides et solides ;
- 269 - soit en f.cm^{-3} , c'est-à-dire en fibres par cm^3 pour les matériaux fibreux.

270 La valeur de la VLEP-8h peut être dépassée sur de courtes périodes pendant la journée de travail à
271 condition toutefois :

- 272 - que la moyenne pondérée des valeurs sur l'ensemble de la journée de travail ne soit pas
273 dépassée ;
- 274 - de ne pas dépasser la valeur de la VLCT si elle existe.

275 En plus des VLEP, le CES évalue la nécessité d'attribuer ou non une mention « peau », lorsqu'une
276 pénétration cutanée significative a été identifiée (Anses, 2014). Cette mention indique la nécessité de
277 prendre en compte la voie d'exposition cutanée dans l'évaluation de l'exposition et, le cas échéant,
278 de mettre en œuvre des mesures de prévention appropriées (telles que le port de gants de protection).
279 En effet, la pénétration cutanée des substances n'est pas prise en compte pour la détermination des
280 niveaux de valeurs limites atmosphériques et peut donc potentiellement entraîner des effets sanitaires
281 indépendamment du respect de ces dernières.

282 Le CES évalue également la nécessité d'attribuer ou non une mention « ototoxique »² signalant un
283 risque d'atteinte auditive en cas de co-exposition au bruit et à la substance en dessous des limites

² Depuis la publication du rapport Anses 2014, la mention « ototoxique » a été remplacée par la mention « bruit » dans la mesure où c'est la dénomination mention « bruit » qui a été retenue au niveau du comité scientifique européen et qui a été reprise dans la réglementation française pour le styrène.

284 d'exposition recommandées afin que les préventeurs mettent en place des mesures appropriées
285 (collective, individuelle et médicale).

286 Le CES évalue également les méthodes de référence applicables pour la mesure des niveaux
287 d'exposition sur le lieu de travail. La qualité de ces méthodes et leur applicabilité à la mesure des
288 expositions aux fins de comparaison à une VLEP ont été évaluées notamment sur leur conformité aux
289 exigences de performance de la NF-EN 482 et de leur niveau de validation.

290

291 **Organisation de l'expertise**

292 L'Anses a confié au comité d'experts spécialisé (CES) « Expertise en vue de la fixation de valeurs
293 limites à des agents chimiques en milieu professionnel » (CES « VLEP ») l'instruction de cette saisine.
294 L'Agence a également mandaté le groupe de travail « métrologie » pour l'évaluation des méthodes
295 de mesures atmosphériques dans les lieux de travail.

296 Les travaux d'expertise ont été soumis régulièrement au CES tant sur les aspects méthodologiques
297 que scientifiques.

298 Le rapport produit tient compte des observations et éléments complémentaires transmis par les
299 membres du CES.

300 Ces travaux d'expertise sont ainsi issus d'un collectif d'experts aux compétences complémentaires.
301 Ils ont été réalisés dans le respect de la norme NF X 50-110 « qualité en expertise ».

302

303 **Prévention des risques de conflits d'intérêts**

304 L'Anses analyse les liens d'intérêts déclarés par les experts avant leur nomination et tout au long des
305 travaux, afin d'éviter les risques de conflits d'intérêts au regard des points traités dans le cadre de
306 l'expertise.

307 Les déclarations d'intérêts des experts sont rendues publiques *via* le site internet de l'Anses
308 (www.anses.fr).

309

310 **Description de la méthode**

311 Pour l'évaluation des effets sur la santé :

312 Un rapport de synthèse a été élaboré par l'Anses et soumis au CES VLEP qui l'a commenté et
313 complété. Le rapport de synthèse est essentiellement basé sur le rapport d'expertise collective
314 « Evaluation des indicateurs biologiques d'exposition et recommandation de valeurs limites
315 biologiques et de valeurs biologiques de référence pour le plomb et ses composés inorganiques »
316 ainsi que les rapports de l'US EPA (2006) et de l'ATSDR (2007).

317 Le rapport de synthèse est issu d'éléments bibliographiques prenant en compte la littérature
318 scientifique parue sur cette substance jusqu'en 2016. La recherche bibliographique a été effectuée
319 dans les bases de données suivantes : Medline, ScienceDirect.

320 Les articles sources cités en référence ont été réévalués à chaque fois que le CES lui en a fait la
321 demande.

322

323 Pour l'évaluation des méthodes de mesure des niveaux d'exposition sur le lieu de travail :

324 Un rapport de synthèse a été élaboré par le GT « métrologie » et soumis au CES VLEP qui l'a
325 commenté.

326 Le rapport de synthèse présente les différents protocoles de mesure du plomb dans l'air des lieux de
327 travail recensés et regroupés en fonction des méthodes mises en œuvre. Ces dernières ont ensuite
328 été évaluées et classées au regard des exigences de performances indiquées notamment dans la
329 norme NF EN 482 : « Atmosphère des lieux de travail – Exigences générales concernant les
330 performances des modes opératoires de mesurage des agents chimiques » et des critères de décision
331 détaillés dans le rapport méthodologie (Anses 2016b).

332 La liste des principales sources consultées est précisée dans le rapport méthodologie (Anses, 2016b).

333 Le classement de ces méthodes est réalisé selon la manière suivante :

- 334 - catégorie 1A : la méthode est reconnue et validée (l'ensemble des critères de performance de
335 la norme NF-EN 482 sont satisfaits) ;
- 336 - catégorie 1B : la méthode est partiellement validée (les critères essentiels de performance de
337 la norme NF EN 482 sont satisfaits) ;
- 338 - catégorie 2 : la méthode est indicative (des critères essentiels de validation ne sont pas
339 suffisamment explicités) ;
- 340 - catégorie 3 : la méthode n'est pas recommandée (des critères essentiels de validation sont
341 absents ou inappropriés).

342 Une étude comparative et détaillée des méthodes classées en catégorie 1A, 1B et 2 est réalisée au
343 regard des différentes données de validation et de la faisabilité technique, de manière à recommander
344 la ou les méthodes les plus appropriées pour la mesure des concentrations aux fins de comparaison
345 aux VLEP.

346

347 Le rapport ainsi que la synthèse et les conclusions de l'expertise collective ont été adoptées par le
348 CES « Expertise en vue de la fixation de valeurs limites à des agents chimiques en milieu
349 professionnel » le 04 Juillet 2017.

350

351 **Résultat de l'expertise collective concernant les effets sur la santé**

352

353 **Données de toxicocinétique**

354

355 Absorption

356 Le dépôt des particules dans les voies respiratoires est influencé par la taille des particules inhalées,
357 l'âge, d'autres facteurs physiologiques et le débit d'air dans les voies respiratoires (ATSDR 2007).

358 La quantité de plomb absorbée par voie orale est influencée par les caractéristiques physico-
359 chimiques de la substance (taille des particules, solubilité, nature du dérivé de plomb, ...), mais
360 également par les caractéristiques physiologiques de la personne (âge, statut nutritionnel en fer,
361 calcium...). Par inhalation, selon la taille des particules respirées, 30 à 50 % du plomb inhalé est
362 absorbé (ATSDR 2007).

363

364 Distribution

365

366 Le plomb absorbé par voie digestive passe dans la circulation sanguine (ATSDR 2007). Dans le sang,
367 98% du plomb se retrouvent dans le compartiment intra-érythrocytaire, le reste du plomb est lié à
368 l'albumine. Le plomb sanguin est ensuite distribué dans le tissu osseux et les tissus mous tels que le
369 cerveau, les reins et le foie. On le retrouve aussi dans l'appareil reproducteur mâle (épididyme,
370 vésicules séminales, testicules et prostate) ainsi que dans le liquide séminal. Le plomb passe

371 également dans le lait maternel. Les concentrations retrouvées dans le lait maternel sont
372 proportionnelles aux concentrations sanguines maternelles (le ratio entre lait maternel et sang se situe
373 entre 0,01 et 0,48). Le plomb passe également la barrière placentaire (Inserm 1999).

374 Chez un adulte, la demi-vie du plomb dans le sang et les tissus mous est d'environ 30 jours (ATSDR
375 2007) alors que dans le tissu osseux la demi-vie est comprise entre 10 et 30 ans. Environ 94 % de la
376 charge corporelle en plomb chez un adulte se situe dans les os. Le tissu osseux constitue un réservoir
377 endogène d'exposition au plomb, même lorsque cesse l'exposition. Une portion du plomb osseux est
378 ainsi mobilisable vers le plasma dans certaines conditions physiopathologiques. Au cours de stress
379 physiologiques comme la grossesse, lors d'une maladie ou au fur et à mesure de la réduction de la
380 masse osseuse associée au vieillissement, et dans les cas d'ostéoporose, le plomb stocké dans les
381 os est remis en circulation dans le sang. Le plomb accumulé peut donc être libéré dans le sang
382 pendant toute la vie d'une personne (Inserm 1999).

383 Les quantités relatives de plomb dans les autres tissus telles que rapportées par Schroeder et Tipton
384 (1968 cité par ATSDR, 2007), étaient réparties de façon suivante : foie (33%), muscles squelettiques
385 (18%), peau (16%), tissu conjonctif (11%), tissus graisseux (6,4%), reins (4%), poumons (4%) et
386 cerveau (2%).

387

388 Elimination

389 Le plomb est éliminé dans les fèces (25%) et l'urine (75%). L'excrétion urinaire se produit par filtration
390 glomérulaire avec une faible réabsorption tubulaire. Il existe également une faible excrétion *via* les
391 tissus riches en protéines soufrées, ongles, cheveux qui, comme l'urine et l'os peuvent être utilisés
392 comme médias de recherche de biomarqueurs.

393

394 **Données de toxicité**

395 Plusieurs effets sont observés suite à une exposition au plomb en milieu professionnel. Les effets
396 critiques suivants ont été analysés et discutés :

397

398 Effets aigus

399 L'intoxication aigue par le plomb inorganique ne peut résulter que d'une ingestion massive ou d'une
400 administration parentérale (Garnier, 2005). Il existe peu de données dans la littérature sur la toxicité
401 aigüe pour la voie respiratoire.

402

403 Irritation et sensibilisation

404 Il n'existe pas de données dans la littérature sur l'irritation et la sensibilisation.

405

406 Effets neurologiques

407 Les effets neurologiques du plomb ont été largement documentés lors d'expositions supérieures à
408 400 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$. Cependant, à des plombémies inférieures, des effets subtils dont l'interprétation est
409 délicate ont fait l'objet de plusieurs études dont certaines sont décrites dans cette section. Les effets
410 neurologiques rapportés consistent principalement en la diminution de la vitesse de conduction des
411 nerfs sensoriels et moteurs périphériques. L'analyse des effets neurologiques du plomb a été réalisée
412 à partir des différents tableaux présentés dans l'annexe VI du rapport de l'US EPA (2006) classant
413 ces effets selon 4 catégories : posture et stabilité, fonctions cognitives, conduction nerveuse et
414 potentiels évoqués.

415 Alors que les études analysées dans le rapport d'expertise collective rapportent des résultats
416 hétérogènes, certaines d'entre elles se démarquent et permettent de constituer un faisceau de
417 preuves pour la détermination d'une valeur limite biologique (VLB), notamment les études de
418 Schwartz *et al.* 2001, 2005 portant sur l'exploration de différentes fonctions neurocomportementales.
419 L'étude de Schwartz *et al.* (2005) montre des effets (baisse de la performance) statistiquement
420 significatifs avec 8 tests positifs parmi les 11 réalisés correspondant au passage du 25^{ème} au 75^{ème}
421 percentile. La valeur de 210 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ correspond au 25^{ème} percentile. De ce fait, il n'est pas démontré

422 l'absence d'effet pour une plombémie de 210 $\mu\text{g.L}^{-1}$ (25^e percentile) ce qui amène à considérer cette
423 valeur comme un LOAEL. Une valeur seuil pour la plombémie (de 180 $\mu\text{g.L}^{-1}$) a été déterminée
424 graphiquement, valeur en deçà de laquelle les effets du plomb sur certains tests ne semblent pas être
425 observés et correspondant à un NOAEL.

426
427

428 Effets rénaux

429 En population générale, c'est l'insuffisance rénale chronique qui est l'effet critique retenu dans l'avis
430 de l'Anses (Anses 2013) (plombémie en deçà de 15 $\mu\text{g.L}^{-1}$). En populations professionnelles, de
431 nombreuses études ont examiné les effets rénaux potentiels du plomb. Pour les fins du présent
432 rapport, les paramètres étudiés ont été divisés en trois catégories : les indicateurs de diagnostic
433 clinique, les indicateurs d'atteinte glomérulaire précoce et les indicateurs d'atteinte tubulaire précoce
434 (proximale et distale). Bien que leur usage à des fins diagnostiques tend à croître, notamment aux
435 fins de dépistage de néphrotoxicité potentiellement induite par de nouveaux médicaments, la
436 signification clinique des indicateurs précoces reste à établir clairement (Xie *et al.* 2013).

437 En conclusion à partir des études recensées, il semblerait que l'exposition au plomb chez des
438 travailleurs n'ait pas d'effet mesurable sur la fonction rénale ni sur les indicateurs précoces d'effets
439 glomérulaires. Les effets sur le tubule rénal proximal ne sont pas cohérents dans leur ensemble. Bien
440 qu'un NOAEL de 150 $\mu\text{g.L}^{-1}$ ait été déterminé pour ces effets à partir des données sur
441 l' α_1 -microglobuline urinaire, cet effet ne peut être considéré comme délétère (« adverse »). La totalité
442 des études reprises dans cette section conformément à la méthodologie du CES VLEP concerne
443 celles qui ont été réalisées en milieu professionnel. Comme elles s'étalent dans le temps, les groupes
444 « non exposés » de ces études présentent des plombémies supérieures au seuil de 15 $\mu\text{g.L}^{-1}$ auquel
445 il est fait référence au début de la présente section et qui vise à protéger la population générale de la
446 maladie rénale chronique. Il est donc impossible de vérifier l'impact d'expositions professionnelles
447 survenant éventuellement autour de cette faible valeur à partir des données de cette littérature.
448 Toutefois, s'il existe une relation causale entre l'exposition professionnelle au plomb mesurée par la
449 plombémie et la maladie rénale chronique, on s'attendrait à trouver une relation dose-effet et dose-
450 réponse entre la plombémie et les divers indicateurs d'atteinte rénale décrits ici. Or, ni les indicateurs
451 de diagnostic clinique, ni les indicateurs précoces d'effets glomérulaires ne montrent clairement un tel
452 effet, même à des plombémies plusieurs dizaines de fois supérieures au seuil de 15 $\mu\text{g.L}^{-1}$. Seul un
453 indicateur d'effet tubulaire précoce, l' α_1 -microglobuline urinaire, suggère un léger effet sur le tubule
454 rénal à 10 fois le seuil de 15 $\mu\text{g.L}^{-1}$ alors que les autres indicateurs d'effets tubulaires précoces
455 reconnus ne montrent pas de signes clairs d'atteinte tubulaire.

456

457 Effets sur la fertilité masculine

458 Sur les 20 dernières années, de nombreuses études transversales ont mis en évidence des
459 associations entre l'exposition professionnelle au plomb et des anomalies spermatiques (baisse de la
460 numération des spermatozoïdes notamment). Ces observations sont en accord avec les données
461 animales. Cependant les résultats sont parfois discordants et ces études peuvent présenter des
462 limites méthodologiques (notamment les biais de sélection, la variabilité du spermogramme et la
463 pluralité des facteurs à prendre en compte). L'étude européenne de Bonde *et al.* (2002) a permis
464 d'identifier une limite de plombémie en dessous de laquelle la baisse du nombre de spermatozoïdes
465 est peu probable, il s'agit d'environ 450 $\mu\text{g.L}^{-1}$. Cette concentration peut être considérée comme un
466 NOAEL.

467

468 Effets sur la fertilité féminine

469 Les études ayant été menées dans des milieux de travail essentiellement masculins, il n'y a pas de
470 données suffisantes pour évaluer les associations entre l'exposition au plomb et la fertilité féminine.
471 Les études les plus récentes (pour des expositions moins importantes) ne montrent pas de résultats
472 significatifs.

473 Snijder *et al.* (2012), dans une revue de la littérature sur l'impact des expositions professionnelles sur
474 le délai nécessaire à concevoir dont 2 réalisées chez des femmes n'ont pas mis en évidence d'effets
475 statistiquement significatifs en dessous de la VLB actuelle de 300 $\mu\text{g.L}^{-1}$.

476

477 Effets sur le développement

478 Certaines études analysées dans ce rapport d'expertise collective ont quantifié la relation entre le taux
479 de plomb (sang maternel ou dans le cordon) et des paramètres de croissance foetale dans des
480 populations de mères faiblement exposées au plomb. Des relations significatives ont été observées
481 en particulier avec le poids de naissance.

482 En conclusion, l'analyse de ces études semble suggérer que le plomb induit des effets reprotoxiques
483 (retard de croissance intra-utérin, petits poids à la naissance, risque d'avortement spontané et de
484 retard de développement post-natal) à des plombémies inférieures à 100 µg.L⁻¹

485

486 Effets cardiovasculaires et sur la tension artérielle chez la femme enceinte

487 Le rapport de l'US EPA (2006) a recensé un certain nombre d'études réalisées sur des populations
488 professionnelles, parmi lesquelles Glenn *et al.* (2003), Schwartz *et al.* (2000), Sokas *et al.* (1997)
489 Tepper *et al.* (2001), Maheswaran *et al.* (1993), Telišman *et al.* (2004), Lee *et al.* (2001), Lustberg *et*
490 *al.* (2004), Nomiya *et al.* (2002), Wu *et al.* (1996) et une méta-analyse (Nawrot *et al.* (2002)).

491 Selon le rapport de l'US EPA (2006), en milieu professionnel, il existe un effet sur la variation de la
492 tension artérielle chez les travailleurs exposés au plomb, et ceci pour des valeurs de plombémies
493 inférieures à 400 µg.L⁻¹. Cependant l'augmentation du risque d'hypertension artérielle (HTA), n'est
494 pas observée à des niveaux de plombémie inférieure à la VLB actuelle de 400 µg.L⁻¹ et de 300 µg.L⁻¹
495 chez la femme.

496 Concernant les femmes enceintes, 8 études (4 transversales, 3 prospectives et 1 cas-témoins) ont
497 porté sur des niveaux de plombémies moyennes maternelles (ou de sang du cordon pour 2 études)
498 nettement inférieurs à 100 µg.L⁻¹. Toutes montrent une relation entre élévation de plombémie et
499 augmentation de la tension artérielle durant la grossesse, voire risque d'hypertension artérielle, à
500 l'exception d'une mettant en évidence une association positive avec le plomb osseux (et non sanguin).
501 En conclusion, ces études montrent qu'il existe un effet sur la variation de la tension artérielle chez la
502 femme enceinte pour des valeurs de plombémies inférieures à 100 µg.L⁻¹. Toutefois, il n'est pas
503 possible d'identifier un seuil sans effet.

504

505 Génotoxicité et cancérogénicité

506 Les études de génotoxicité montrent que le plomb peut être responsable de lésions de l'ADN et de
507 l'augmentation des niveaux de micronoyaux. Toutefois, il ne semble pas qu'il y ait d'augmentation des
508 niveaux d'aberrations chromosomiques lors d'exposition au plomb. Les études épidémiologiques
509 menées en milieu professionnel suggèrent une relation entre le plomb et le cancer du poumon ou de
510 l'estomac mais les preuves sont limitées par la présence de divers facteurs de confusion potentiels
511 (la co-exposition à l'arsenic ou au cadmium, le tabagisme et les habitudes alimentaires). Le National
512 Toxicology Program (NTP, 2003 et 2004) et le Centre International de Recherche sur le Cancer
513 (CIRC, 2006) ont conclu que les composés du plomb étaient probablement cancérogènes (groupe 2A
514 preuves limitées chez l'Homme et indications suffisantes chez les animaux).

515

516 Effets sur le système immunitaire

517 Les études épidémiologiques suggèrent une association entre l'exposition au plomb et un effet sur le
518 système immunitaire chez les travailleurs qui apparaît pour des plombémies supérieures à la VLB
519 actuelle de 400 µg.L⁻¹.

520

521 Effets sur le système hématopoïétique

522 Les études épidémiologiques rapportées dans le rapport d'expertise collective IBE (Anses 2016a) sur
523 les associations possibles entre l'exposition au plomb et un effet sur le système hématopoïétique ne
524 rapportent pas d'effets significatifs chez les travailleurs des plombémies inférieures à la VLB actuelle
525 400 µg.L⁻¹. Il y a des effets sur l'acide delta-aminolévulinique déshydratase (ALAD) et la
526 protoporphyrine zinc (PPZ) mais non significatifs sur le plan sanitaire.

527

528 **Construction des VLEP**

529 Valeur limite d'exposition professionnelle sur 8h

530 Le CIRC a classé le plomb et ses composés dans le groupe 2A, « Indications limitées de
531 cancérogénicité chez l'Homme et suffisantes chez l'animal » (CIRC 2006). D'après le résultat des
532 études de génotoxicité, le plomb est considéré comme un agent génotoxique indirect (INERIS 2016).
533 Sa génotoxicité indirecte semble liée d'une part, à l'augmentation et la modulation des espèces
534 réactives de l'oxygène, et d'autre part, à son interaction avec les protéines cellulaires, dont celles
535 impliquées dans les mécanismes de réparation de l'ADN (INERIS 2016). Ainsi il semble qu'il existe
536 un seuil pour la cancérogénicité du plomb.

537 Santé Canada (2011, 2017) estime que d'après les études de cancérogénicité du plomb chez
538 l'Homme, le plomb est probablement cancérogène mais à de fortes concentrations ou plombémie.

539 Ainsi le CES VLEP considère que l'action génotoxique du plomb et de ses composés inorganiques
540 pourrait être indirecte et conclut à l'existence d'un seuil de concentration pour la cancérogénicité.

541 Le CES estime que les études de cancérogénicité du plomb chez l'Homme ne permettent pas
542 d'évaluer correctement la relation dose-réponse dans la mesure où des co-expositions à d'autres
543 substances cancérigènes ne peuvent être écartées.

544 Il est à noter que la plupart des études ne présentent pas de résultats sur les niveaux d'exposition
545 atmosphérique en plomb, mais décrivent des concentrations en plomb sanguin associés à des effets
546 sur la santé.

547
548 Le CES VLEP a recommandé, dans le cadre de ses travaux d'expertise pour la surveillance biologique
549 des expositons professionnelles, une valeur limite biologique (VLB) de $180 \mu\text{g.L}^{-1}$ pour la plombémie
550 à partir de deux études (Schwartz *et al.* 2001 et 2005) menées dans une population sud-Coréenne
551 suivie sur environ 2 ans. Ces études ont montré une diminution significative des performances
552 neurocomportementales mesurées à travers une batterie de tests standardisés adaptée à partir de la
553 WHO Neurobehavioral Core test Battery et explorant différents grands registres
554 neurocomportementaux comme les habilités motrices, les fonctions exécutives, la cognition et les
555 émotions (Anses, 2016a).

556 Par ailleurs, pour les femmes susceptibles de procréer, le CES a recommandé de ne pas dépasser
557 la valeur biologique de référence (VBR) de $45 \mu\text{g.L}^{-1}$, basé sur le 95^e percentile des valeurs de
558 l'enquête ENNS (mars 2011) observées en population générale chez les femmes entre 20 et 45 ans,
559 dans la mesure où il n'est pas possible d'identifier un seuil précis sans effet sur la reproduction (Anses
560 2016a).

562 Choix de l'effet critique

563 Sur la base des effets sur la santé identifiés et des données disponibles, le CES VLEP a décidé de
564 construire une VLEP-8h pragmatique pour le plomb et ses composés inorganiques sur la base des
565 effets neurologiques en retenant comme concentration repère la valeur de plombémie de $180 \mu\text{g.L}^{-1}$.
566 Il est à noter que cette VLEP-8h pragmatique a pour objectif premier de limiter les concentrations
567 atmosphériques en plomb dans les atmosphères de travail mais ne vise pas à protéger de possibles
568 effets reprotoxiques (aucune valeur seuil ne pouvant être déterminée à ce jour).
569

570 Calcul de la VLEP-8h

571 Plusieurs organismes (US EPA 2013, ACGIH en 2001, Safe Work Australia en 2014) ont examiné la
572 relation entre les concentrations de plomb sanguin (plombémie ; PbB) et les concentrations
573 atmosphériques de plomb (plomb dans l'air ; PbAir), en calculant un « facteur de pente de l'air » ou
574 ASF³). L'ASF reflète l'augmentation de plombémie pour chaque augmentation de la concentration de
575 plomb dans l'air. Selon l'US EPA (2013), cette relation est non-linéaire en partie à cause de la
576 saturation au niveau du transport (au niveau des érythrocytes). En 2001, l'ACGIH avait souligné que
577 l'utilisation d'un ASF de $0,19 (\mu\text{g.dL}^{-1}) / (\mu\text{g.m}^{-3})$, correspondrait à une exposition de $0,05 \text{ mg.m}^{-3}$

³ ASF : air slope factor

578 (valeur recommandée par l'ACGIH en 2001). Cependant, pour l'ACGIH l'exposition par inhalation
579 n'apparaît pas comme la principale contribution à la plombémie.

580 Dans son rapport en 2014, Safe Work Australia a utilisé cette approche pour établir une valeur limite
581 d'exposition professionnelle (8 heures). Safe Work Australia a retenu 6 études épidémiologiques
582 réalisées en milieu professionnel et a déterminé les facteurs de pente de l'air (à savoir ASF, relation
583 entre les concentrations atmosphériques de plomb inhalable et la plombémie (tableau 1). D'autres
584 études (en dehors des 6 études retenues) n'ont pas été incluses dans ces calculs, considérant que
585 l'exposition non aérienne (ingestion par contact main-bouche) avait été le principal contributeur à la
586 plombémie.

587 Parmi les 6 études en milieu professionnel sélectionnées pour déterminer un ASF, beaucoup ont été
588 réalisées alors que le plomb dans l'essence était encore utilisé, constituant une forte contribution à la
589 plombémie (hors cadre professionnel). Safe Work Australia a donc corrigé son ASF par le bruit de
590 fond lors de la détermination de l'ASF.

591 Dans ces 6 études, pour le calcul de l'ASF moyen, la plombémie (non liée à l'exposition
592 professionnelle) a été prise en compte dans l'équation :

$$593 \quad \text{ASF } (\mu\text{g/dL})(\mu\text{g/m}^3)^{-1} = (\text{PbBOCC} - \text{PbBBkgd})(\mu\text{g/dL}) \div \text{PbAir } (\mu\text{g/m}^3)$$

594 ASF = Facteur de pente de l'air moyen entre PbBBkgd et PbBOCC $(\mu\text{g/dL}) \cdot (\mu\text{g/m}^3)^{-1}$

595 PbBOCC = PbB $(\mu\text{g/dL})$ dans l'étude de terrain associée à la concentration désignée donnée.

596 PbBBkgd = Bruit de fond $(\mu\text{g/dL})$ de l'étude

597 PbAir = Concentration atmosphérique de plomb $(\mu\text{g/m}^3)$.

598 PbB = plombémie $(\mu\text{g/dL})$.

599 Le résultat du calcul à partir des 6 études est présenté dans le tableau 1.

600

Tableau 1 : Calcul des ASF à partir des 6 études épidémiologiques

Reference	Bruit de fond ^a (µg/dL)	PbB ^b (µg/dL)			ASF ^c (µg/dL)/(µg/m ³)		
		0.05 mg/m ³	0.1 mg/m ³	0.15 mg/m ³	0.05 mg/m ³	0.1 mg/m ³	0.15 mg/m ³
Pierre <i>et al.</i> (2002)	9.9	25	27	31	0.30	0.17	0.14
Gartside <i>et al.</i> (1982)	12	42	44	47	0.60	0.32	0.23
King <i>et al.</i> (1979)	23	48	49	51	0.50	0.26	0.19
		34	37	41	0.22	0.14	0.12
		48	52	55	0.50	0.29	0.21
Bishop and Hill (1983)	14	32	36	37	0.36	0.22	0.15
Chavalitnikul <i>et al.</i> (1984)	12	32	39	44	0.40	0.27	0.21
Williams <i>et al.</i> (1969)	18	40	50	60	0.44	0.32	0.28
moyenne					0.42	0.25	0.19

^a Bruit de fond = niveau d'imprégnation non associé à une exposition professionnelle au plomb.

^b PbB = Plombémie correspondant à la concentration atmosphérique désignée. Ces valeurs sont déterminées à partir des données rapportées dans les graphiques ou de l'équation de régression des études lorsque disponible.

^c ASF = Facteur de pente de l'air moyen reliant les concentrations atmosphériques de plomb et la plombémie. Unités (µg/dL)/(µg/m³).

Le CES VLEP estime que parmi les 6 études utilisées dans l'approche australienne, deux études peuvent être retenues sur la base de la qualité de la métrologie pour calculer un ASF (air slope facteur ou facteur de pente de l'air) :

- Celle de Pierre *et al.* (2002) dans laquelle les travailleurs de cristallerie étaient exposés au plomb combiné à des silicates.
- Celle de Chavalitnikul *et al.* (1984), dans laquelle les travailleurs d'une usine de fabrication de batteries (postes d'assemblage et de collage) étaient exposés principalement à des oxydes de plomb.

Ces deux études portent seulement sur deux secteurs d'activité parmi plus d'une dizaine de secteurs d'activité. Ces études ne sont pas représentatives de tous les secteurs d'activité où le plomb peut être utilisé.

La VLEP-8h peut être calculée à partir de l'équation suivante :

$$\text{ASF } (\mu\text{g/dL})/(\mu\text{g/m}^3) = (\text{Pb}_{\text{BOCC}} - \text{Pb}_{\text{BBkgd}}) (\mu\text{g/dL}) \div \text{Pb}_{\text{Air}} (\mu\text{g/m}^3)$$

- 639 En considérant, à partir de l'étude de Pierre *et al.* (2002) :
- 640 - un ASF de **0,30** ($\mu\text{g/dL}/(\mu\text{g}/\text{m}^3)$,
- 641 - un niveau d'imprégnation (PbB_{Bkgd}) de la population générale française issu des données de
- 642 l'enquête ENNS de **73 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$** (95^{ème} percentile **de la population de l'étude ENNS hommes**
- 643 **et femmes confondus de 18 à 74 ans**)
- 644 - une plombémie cible (VLB) de **180 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$** (PbB_{occ})

645 La concentration atmosphérique en plomb (PbAir) serait de **35,7 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$** , valeur arrondie à 40 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

646 Cette valeur correspond à la concentration d'exposition atmosphérique en plomb sur 8h permettant

647 de ne pas dépasser la valeur biologique limite de 180 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$

648 En considérant, à partir de l'étude de Chavalitnitikul *et al.* (1984) :

- 649 - un ASF de **0,40** ($\mu\text{g/dL}/(\mu\text{g}/\text{m}^3)$,
- 650 - un niveau d'imprégnation (PbB_{Bkgd}) de la population générale française issu des données de
- 651 l'enquête ENNS de **73 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$** (95^{ème} percentile **de la population de l'étude ENNS hommes**
- 652 **et femmes confondus de 18 à 74 ans**)
- 653 - une plombémie cible (VLB) de **180 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$** (PbB_{occ})

654 La concentration atmosphérique en plomb (PbAir) serait de 26,8 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$, valeur arrondie à 30 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

655 Cette valeur correspond à la concentration d'exposition atmosphérique en plomb sur 8h permettant

656 de ne pas dépasser la valeur limite biologique de 180 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$.

657 Le CES VLEP retient l'étude de Chavalitnitikul *et al.*, (1984) et son facteur de pente de l'air (ASF) de

658 0,40 plus protecteur, pour le calcul de la VLEP, soit une concentration atmosphérique en plomb

659 (PbAir) de 30 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$. Ce facteur de pente de l'air a été établi à partir d'une étude dans un secteur

660 d'activité spécifique, celui de la fabrication de batteries (postes d'assemblage et de collage) dans

661 lequel les travailleurs étaient exposés principalement à des oxydes de plomb.

662 Le point de départ (POD) étant déterminé à partir d'une étude réalisée avec un grand nombre de

663 travailleurs et sur une longue durée, aucun facteur d'ajustement pour la variabilité inter-individuelle

664 n'est jugé nécessaire.

665 **Ainsi le CES VLEP recommande une VLEP-8h pragmatique de 30 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.**

666

667 **Le CES VLEP tient à préciser que, bien que le plomb dans l'air contribue au moins partiellement**

668 **à l'élévation de la plombémie et donc aux effets sur la santé, la meilleure approche en terme**

669 **de prévention de l'exposition au plomb en milieu professionnel est la surveillance biologique**

670 **des expositions professionnelles.**

671

672 **Valeur limite court terme sur 15 minutes**

673 Les données actuellement disponibles (toxicité aigüe pour la voie respiratoire et irritation) ne

674 permettent pas la recommandation d'une VLCT-15 min pour le plomb et ses composés inorganiques.

675 Aussi conformément à sa méthodologie (Anses 2014), le CES VLEP recommande de ne pas

676 dépasser sur 15 minutes la valeur de 5 fois la VLEP-8h lors de toute exposition professionnelle au

677 plomb et à ses composés inorganiques soit 150 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

678

679

680

681

682

683 **Mention « peau »**

684 Le plomb est responsable d'effets systémiques mais il n'a pas été possible, en l'absence de données
685 suffisantes, de calculer un flux de perméation cutanée et de réaliser le calcul selon la méthode de
686 l'ECETOC⁴.

687 En l'absence de données, la mention « peau » n'est pas recommandée pour le plomb et ses
688 composés.

689

690 **Mention « bruit »**

691 En 2009, l'OSHA considérait le plomb comme une substance ototoxique. En effet, plusieurs études de
692 toxicité chronique chez des animaux exposés au plomb ainsi que des études épidémiologiques chez
693 les travailleurs exposés au plomb suggèrent que le plomb a un effet ototoxique de mécanisme
694 neurotoxique (OSHA 2009).

695 En tenant compte des preuves fournies par les résultats d'études humaines, Vyskocil *et al.* (2011) ont
696 considéré le plomb comme un agent ototoxique. Il n'y a pas de preuve d'interaction après une
697 exposition combinée au plomb et au bruit chez les travailleurs. D'autres études sont nécessaires pour
698 formuler une conclusion définitive au sujet de l'interaction avec le bruit.

699 Bien que le plomb et ses composés soient des agents ototoxiques, la mention « bruit » n'est pas
700 recommandée pour le plomb et ses composés inorganiques faute de données disponibles quant à
701 une possible interaction lors d'une co-exposition au plomb et au bruit.

702

⁴ European Center for Ecotoxicology and Toxicology for Chemicals

703 **Résultat de l'expertise collective concernant les méthodes de mesure**
 704 **atmosphériques dans les lieux de travail**

705

706 **Évaluation des méthodes de mesure du plomb dans l'air des lieux de travail.**

707 Le tableau suivant présente les huit méthodes de mesure recensées et évaluées ainsi que leur
 708 classement.

709

710 **Tableau 2 : Classement des méthodes de mesures du plomb et ses composés inorganiques dans l'air**
 711 **des lieux de travail**

N°	Méthode	Protocoles	Catégorie		
			Contrôle technique réglementaire VLEP-8h	Suivi des expositions court terme	Contrôle technique réglementaire VLCT-15 min
Prélèvement actif de la fraction inhalable – minéralisation acide ou analyse directe					
1	spectrométrie d'absorption atomique flamme (SAA-F)	NIOSH 7082 (1994) OSHA id121 (2002) HSE MDHS 6/3 (1998) INHST MTA/MA-025/A16 (2016) DFG Lead (1985)	1B	1B	3
2	spectrométrie d'absorption atomique par atomisation électrothermique /four graphite (SAA-ET)	NIOSH 7105 (1994) MDHS 6/3 (1998) DFG lead (1985) BGI -505-73-1 (2009)	1B	1B	1B
3	spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif (ICP-AES)	NF ISO 15202-2 (2012) NF ISO 15202-3 (2005) INRS MétroPol M122 (2016) NIOSH 7300 (2003); NIOSH 7301 (2003); NIOSH 7303 (2003) NIOSH 7302 (2014) NIOSH 7304 (2014) NIOSH 7306 (2015) OSHA id125g (2002) OSHA id206 (1991)	1B	1B	1B
4	spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)	NF ISO 30011 (2010) IRSST MA 362 (2010°) OSHA 1006 (2005)	1A	1A	1A
5	spectrométrie fluorescence X (analyse directe)	HSE MDHS 91/2 NIOSH – 7702 (1998)		3	
6	voltampérométrie par redissolution anodique	NIOSH 7701 (2016)	2	2	2
7	Kit de détection au rhodizonate (spot test)	NIOSH 7700 (1996)		3	
8	Photométrie UV/visible	BGIA 6015 (2005)		3(*)	

(*) méthode classée en catégorie 3 du fait d'une absence de données de validation

712

713 Les deux graphiques ci-dessous présentent le domaine de validation des différentes méthodes
 714 classées en catégorie 1B et 2, ainsi que leur limite de quantification au regard de la VLEP-8h et de la
 715 VLCT-15min pragmatiques recommandées par le CES VLEP.

716

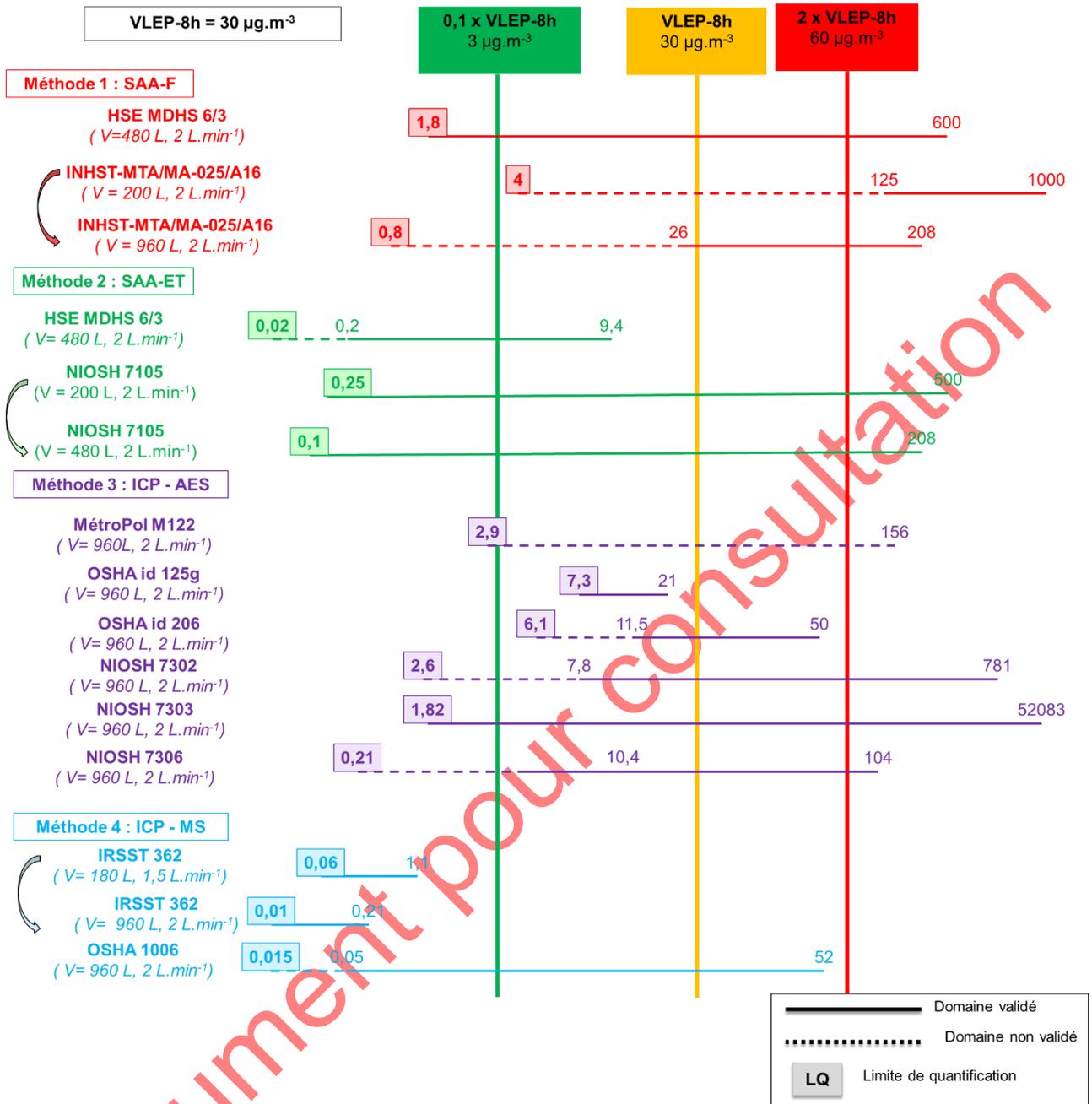
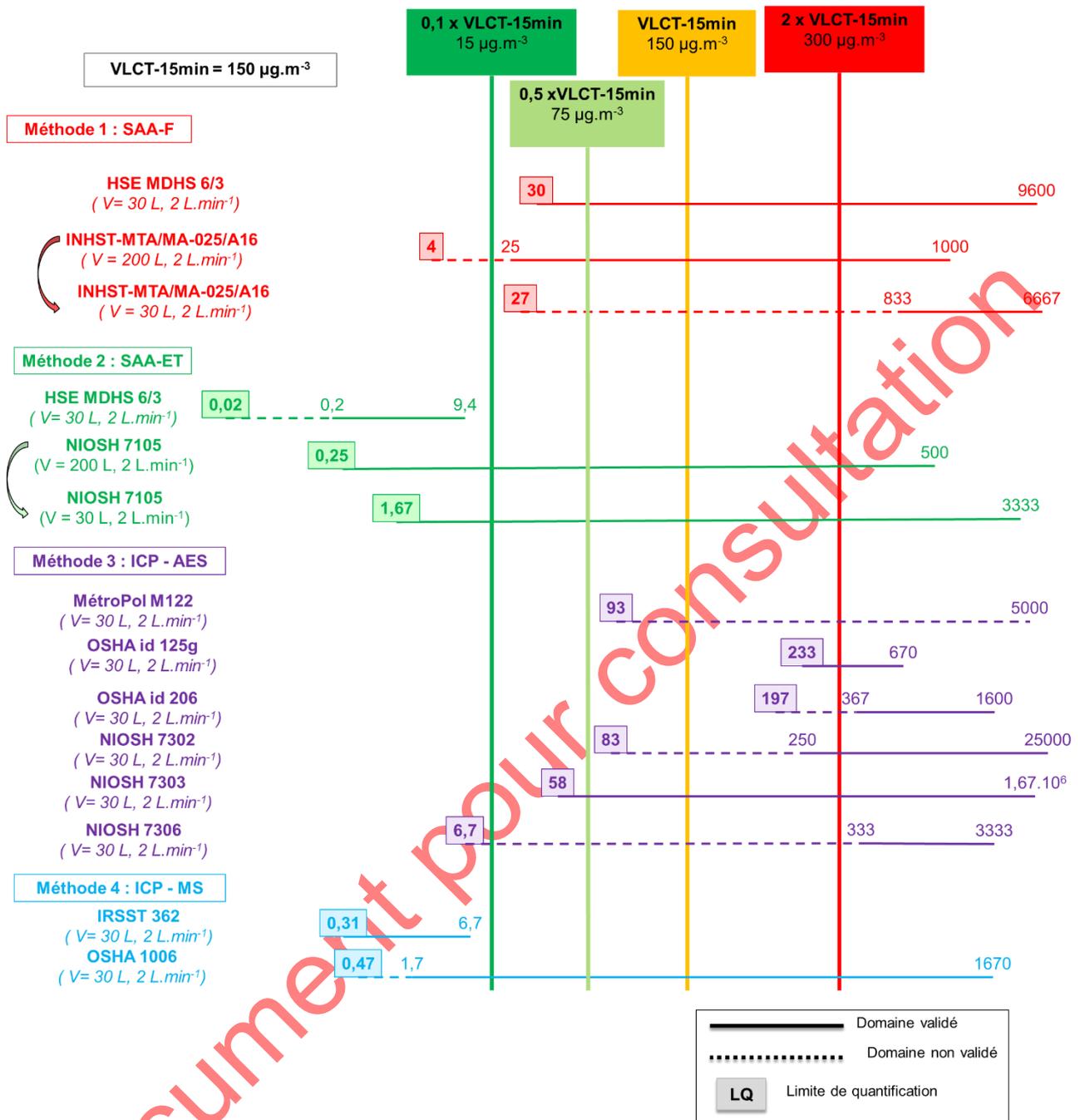


Figure 1 : Domaines de validité et limite de quantification des méthodes recommandées comparés au domaine de 0,1 à 2 fois la VLEP-8h pragmatique recommandée par le CES VLEP

717
718
719
720



721

722

723

724

725

Figure 2 : Domaines de validité et limite de quantification des méthodes recommandées comparés au domaine de 0,1 à 2 fois la VLCT-15min pragmatique recommandée par le CES VLEP

Remarques préalables :

726

- Fraction prélevée :

727

728

729

La plupart des protocoles recensés met en œuvre un dispositif de prélèvement des aérosols généralement constitué d'une cassette 37mm en configuration fermée (prélèvement de la fraction inhalable) ou ouverte (prélèvement de la fraction totale (« total dust » en anglais)).

730

731

732

L'ensemble des protocoles ayant été évalué par dopage à l'aide de solutions de plomb, l'efficacité de collecte n'est pas prise en compte. L'évaluation des méthodes a donc été réalisée en considérant un seul et même dispositif de prélèvement de la fraction inhalable et débit associé pour chaque méthode,

733 à savoir la cassette 37 mm fermée au débit de 2 L.min⁻¹. La seule exception concerne le protocole
734 BGI-505-73-1 qui utilise un préleveur GSP au débit de 10 L.min⁻¹ qui a été conservé pour l'évaluation.

735 • Modes et rendement de minéralisation :

736 Différents modes de minéralisation sont proposés dans les protocoles/méthodes recensés. Ces
737 modes de digestion sont notamment fonction du support utilisé et de l'aspect supposé réfractaire des
738 particules collectées. Ils sont, dans la limite de ces deux items, néanmoins transposables d'une
739 méthode d'analyse à l'autre. Les performances des différents protocoles sont établies au regard de
740 ces modes de digestion, modes qui peuvent dans la plupart des cas, influencer les performances
741 associées. C'est pourquoi l'évaluation des différentes méthodes est implicitement liée aux modes de
742 digestions proposés dans les protocoles associés.

743 • Conditions environnementales et interférences sur la capacité de piégeage.

744 L'influence de ces paramètres doit être précisée (température, humidité, orientation du dispositif de
745 prélèvement...) et sans mention particulière, la méthode doit être classée en catégorie 2 (Anses
746 2016b). Les conditions environnementales sont peu décrites dans les méthodes recensées. Toutefois
747 la norme NF EN 13890 ne considère pas ces variations comme composantes d'incertitudes
748 contrairement à la norme NF EN 1076 pour les composés gazeux. Ces critères ne sont donc pas
749 considérés comme des critères d'exclusion dans le cadre de cette évaluation.

750 • Données de conservation :

751 Les données de conservation de l'échantillon doivent également être mentionnées, sous peine d'un
752 classement en catégorie 3. Parfois ces éléments ne sont pas précisés dans les protocoles étudiés.
753 Toutefois, la norme NF EN 13890 précise que s'agissant des procédures pour le mesurage des
754 métaux et métalloïdes dans les particules en suspension dans l'air, « les métaux et métalloïdes et
755 leurs composés inorganiques sont généralement stables ». Ce critère n'est donc pas considéré
756 comme un critère d'exclusion.
757

758 Méthode 1 :

759 La méthode consiste à effectuer un prélèvement de la fraction inhalable sur une membrane en esters
760 de cellulose ou nitrate de cellulose, puis une minéralisation en milieu acide pour réaliser un dosage
761 par spectrométrie d'absorption atomique avec une atomisation en flamme (SAA-F).

762 Elle permet de couvrir le domaine de concentrations de 0,1 à 2*VLEP-8h pragmatique et 0,5 à
763 2*VLCT-15min pragmatique. De plus, l'incertitude globale élargie respecte les exigences de la norme
764 EN 482.

765 Le rendement de récupération a été déterminé par piégeage du plomb sur filtre par génération d'un
766 aérosol (protocole NIOSH 7082) ce qui a permis de prendre en compte l'efficacité de captage et le
767 rendement de minéralisation, et ce pour des niveaux de charge compris dans le domaine de 0,1 à
768 2*VLEP-8h pragmatique.

769 Il est à noter toutefois que les interférences ont été identifiées sans être étudiées, c'est pourquoi la
770 méthode a été classée en catégorie 1B pour le contrôle réglementaire de la VLEP-8h pragmatique et
771 le suivi de l'exposition court terme. Toutefois, la limite de quantification étant supérieure à 0,1*VLCT-
772 15min pragmatique, la méthode ne permet pas d'effectuer le contrôle réglementaire de la VLCT-15
773 min pragmatique et est donc classée en catégorie 3 à cet effet.

774

775 Méthode 2 :

776 La méthode consiste à effectuer un prélèvement de la fraction inhalable sur une membrane en esters
777 de cellulose ou nitrate de cellulose, puis une minéralisation en milieu acide pour réaliser un dosage
778 par spectrométrie d'absorption atomique avec une atomisation électrothermique (SAA-ET).

779 La méthode permet de couvrir les domaines de concentrations de 0,1 à 2*VLEP-8h pragmatique et
780 0,1 à 2*VLCT-15min pragmatique. De plus, l'incertitude globale élargie respecte les recommandations
781 de la norme EN 482.

782 Même si le rendement de récupération moyen a été déterminé exclusivement par dopage de supports
783 à l'aide de solutions ou de composés solides du plomb et ce sans prendre en compte l'efficacité de
784 captage, il l'a été à des niveaux de charge compris dans le domaine de validation.

785 Toutefois, les interférences sont mentionnées sans être étudiées, c'est pourquoi la méthode a été
786 classée en catégorie 1B pour les contrôles réglementaires de la VLEP-8h et de la VLCT-15min
787 pragmatiques ainsi que le suivi des expositions court terme.

788

789 Méthode 3 :

790 La méthode consiste à effectuer un prélèvement de la fraction inhalable sur un filtre, puis une
791 minéralisation en milieu acide pour réaliser un dosage par spectrométrie d'émission couplée à un
792 plasma induit (ICP-AES).

793 Les données de validation issues des différents protocoles étudiés sont très disparates liées aux
794 différentes conditions de minéralisation et aux différents types de filtre préconisés.

795 La méthode permet de couvrir les domaines de concentrations de 0,1 à 2*VLEP-8h pragmatique et
796 0,1 à 2*VLCT-15min pragmatique en fonction des protocoles. Les rendements de minéralisation sont
797 variables selon les conditions mises en œuvre, et bien que généralement supérieurs à 90% ils peuvent
798 ne pas satisfaire à ce critère fixé par la norme EN 13890, comme par exemple au niveau bas testé
799 avec la minéralisation préconisée par le protocole NIOSH 7301. Seul le protocole OSHA id125g
800 mentionne, pour déterminer le rendement de récupération, des essais effectués sur des lingettes,
801 d'une part dopés avec des solutions et d'autre part avec des matériaux de référence certifiés
802 (poussières métalliques). Ces essais montrent que le critère de 90% de rendement n'est pas respecté
803 dans tous les cas, notamment pour des poussières de peinture et des poussières issues
804 d'environnements intérieurs. Ces faibles rendements peuvent être liés à la concentration en Pb très
805 faible dans ces matériaux de référence.

806 L'incertitude globale élargie respecte les recommandations de la norme EN 482.

807 Ainsi, la méthode est classée en catégorie 1B pour le contrôle technique réglementaire de la VLEP-
808 8h et de la VLCT-15min pragmatiques ainsi que pour le suivi des expositions court terme.

809

810 Méthode 4 :

811 La méthode consiste à effectuer un prélèvement de la fraction inhalable sur une membrane en esters
812 de cellulose. Le support après prélèvement est minéralisé en milieu acide pour réaliser le dosage par
813 spectrométrie de masse couplée à un plasma induit (ICP-MS).

814 La méthode permet de couvrir les domaines de concentrations de 0,1 à 2*VLEP - 8h pragmatique et
815 de 0,1 à 2*VLCT-15min pragmatique.

816 Des données sur l'incertitude de la méthode sont fournies, la norme NF ISO 30011 mentionne
817 également le respect des exigences de la norme EN 482 sans préciser le détail des calculs. Les
818 autres données de validation (protocole OSHA 1006) sont complètes, notamment avec des essais
819 permettant de valider l'influence de la méthode de minéralisation (avec mise en œuvre d'un matériau
820 de référence certifié), la capacité de piégeage de la membrane filtrante et les conditions de
821 conservation des échantillons prélevés.

822 Ainsi, la méthode est classée en catégorie 1A pour le contrôle technique réglementaire de la VLEP-
823 8h et de la VLCT-15min pragmatiques ainsi que pour le suivi des expositions court terme.

824

825 Méthode 5 :

826 Cette méthode consiste à effectuer un prélèvement par pompage sur support, de préférence de 37
827 ou 25 mm de diamètre selon le poids de poussières attendue, qui sera ensuite analysé directement
828 par spectrométrie de fluorescence au rayon X. Une courbe de calibration avec des supports dopés
829 (génération d'aérosols) est nécessaire pour réaliser ces analyses quantitatives.

830 Cette méthode nécessite, pour obtenir des performances en adéquation avec les performances
831 affichées, un contrôle du taux de charge et de la granulométrie de l'échantillon collecté. La
832 granulométrie des particules prélevées devant être, dans un cas idéal, inférieure à 2,5 µm, ce diamètre
833 ne correspond pas au diamètre aérodynamique médian de la fraction inhalable conventionnelle. Il est
834 également probable que les performances soient altérées dans le cas d'un échantillon hétérogène
835 par nature ou d'une hétérogénéité de dépôt liée à la nature du dispositif de prélèvement. De plus,
836 cette méthode requiert une calibration spécifique sur le support considéré qui peut se révéler
837 fastidieuse.

838 La méthode est donc classée en catégorie 3 pour le contrôle réglementaire de la VLEP-8h et de la
839 VLCT-15min pragmatiques et des expositions court terme.

840

841 Méthode 6 :

842 La méthode permet de couvrir le domaine de 0,1 à 2*VLEP-8h pragmatique en augmentant la durée
843 de prélèvement et le volume à prélever. La méthode permet également de couvrir le domaine de 0,1
844 à 2*VLCT-15min pragmatique. Des informations sont données sur le taux de récupération évalué
845 dans différentes conditions (génération d'aérosols de plomb en laboratoire, sur des prélèvements de
846 terrain et des matériaux de référence certifiés) qui montrent une équivalence de résultats entre la
847 méthode et des méthodes alternatives (ICP-AES et SAA-F) inspirées de variantes de protocoles
848 étudiés précédemment (notamment mélange d'acides utilisés pour la minéralisation). Toutefois, les
849 rendements de minéralisation publiés indiquent une large variabilité avec une moyenne proche ou
850 inférieure à 90%. Il est à noter aussi que les interférences ont été identifiées sans être étudiées et
851 que les données d'incertitudes sont très partielles et peu documentées.

852 C'est pourquoi la méthode a été classée en catégorie 2 pour le contrôle technique réglementaire de
853 la VLEP-8h et de la VLCT-15 min pragmatiques ainsi que pour le suivi des expositions court terme.

854

855 Méthode 7 :

856 Cette méthode consiste à effectuer un prélèvement par pompage à l'aide d'un dispositif de
857 prélèvement de la fraction inhalable sur une membrane en ester de cellulose. Le support est ensuite
858 traité à l'aide d'un kit de détection colorimétrique au rhodizonate, commercialisé par Merck, qui
859 conduit, en présence de plomb à un complexe de couleur jaune/orange.

860 Cette méthode qualitative n'est pas adaptée pour la comparaison des VLEP. Elle ne dispose d'aucune
861 donnée de validation. Elle est donc classée en catégorie 3 pour le contrôle technique réglementaire
862 de la VLEP-8h et de la VLCT-15 min pragmatiques ainsi que pour le suivi des expositions court terme

863

864 Méthode 8 :

865 Dans le protocole BGIA 6015, qui regroupe la liste des différentes méthodes d'analyse utilisables pour
866 le dosage du plomb, une méthode correspondant à la photométrie par absorption dans l'UV/visible
867 est mentionnée dans un tableau de synthèse.

868 Aucune donnée concernant cette méthode n'est publiée, ce qui conduit à classer cette méthode en
869 catégorie 3 pour la VLEP-8h et la VLCT-15min pragmatiques et le suivi des expositions court terme
870 car non évaluable en l'absence de données de validation pour la mesure du plomb.

871

872 **Conclusions et recommandations**

873 Parmi les 8 méthodes recensées,

- 874 • Trois méthodes ne sont pas recommandées pour la mesure du plomb et sont classées en
875 catégorie 3 :
- 876 ○ La méthode n°5 (analyse par fluorescence X) qui repose sur un dispositif de
877 prélèvement pour lequel il faut veiller à la taille de particules inférieures à 2,5 µm afin
878 de limiter le biais d'analyse qui ne correspond pas au domaine de granulométrie de la
879 fraction inhalable (diamètre aérodynamique médian > 20 µm). De plus, sa mise en
880 œuvre est assez fastidieuse (préparation d'une courbe d'étalonnage avec des filtres
881 dopés en poussières). Les données de validation ont par ailleurs été étudiées sur une
882 gamme supérieure à 0,1-2*VLEP-8h pragmatique ;
 - 883 ○ La méthode n°7 (kit de détection colorimétrique) qui est une technique qualitative
884 indicative non adaptée au suivi des VLEP ;
 - 885 ○ La méthode n° 8 (photométrie par absorption dans l'UV/visible) qui ne dispose
886 d'aucune donnée de validation spécifique au plomb.
- 887 • La méthode 4 (ICP-MS) dispose de données de validation complètes. Elle est donc classée
888 en catégorie 1A pour le contrôle technique réglementaire des VLEP-8h et VLCT-15min
889 pragmatiques du plomb ainsi que le suivi des expositions court terme.
 - 890 • Les méthodes 2 (SAA-ET) et 3 (ICP-AES) sont partiellement validées et classées en catégorie
891 1B pour le contrôle technique réglementaire des VLEP-8h et VLCT-15min pragmatiques du
892 plomb ainsi que le suivi des expositions court terme.
 - 893 • La méthode 1 (SAAF) est partiellement validée et classée en catégorie 1 B pour le contrôle
894 technique réglementaire de la VLEP-8h pragmatique et le suivi des expositions court terme.
895 Toutefois, la limite de quantification de cette méthode est supérieure au dixième de la VLCT-
896 15min pragmatique. Elle est donc classée en catégorie 3 pour le contrôle technique
897 réglementaire de la VLCT-15min pragmatique.
898

899 Au vu de ses performances, le CES recommande plus particulièrement la méthode 4 qui met en
900 œuvre l'ICP-MS.

901 Le tableau suivant présente les méthodes recommandées pour le mesurage du plomb et de ses
902 composés inorganiques dans l'air des lieux de travail aux fins de comparaison avec les VLEP (Cf.
903 Tableau 3).

904
905
906 **Tableau 3 : Méthodes recommandées pour la mesure du plomb et de ses composés inorganiques**
907 **dans l'air des lieux de travail aux fins de comparaison avec les VLEP**

N°	Méthode	Protocoles	Catégorie		
			Contrôle technique réglementaire VLEP-8h pragmatique	Suivi des expositions court terme	Contrôle technique réglementaire VLCT-15min pragmatique
1	Spectrométrie d'absorption atomique (SAAF)	NIOSH 7082 (1994) OSHA Id121 (2002) HSE MDHS 6/3 (1998) INHST MTA/MA-025/A16 (2016) DFG Lead (1985)	1B	1B	3 (non recommandée)

2	Spectrométrie d'absorption atomique (SAA-ET)	NIOSH 7105 (1994) MDHS 6/3 (1998) DFG lead (1985) BGI -505-73-1 (2009)	1B	1B	1B
3	Spectrométrie d'émission atomique couplée à un plasma inductif (ICP-AES)	NF ISO 15202-2 (2012) NF ISO 15202-3 (2005) NIOSH 7300 (2003) NIOSH 7301 (2003) NIOSH 7303 (2003) NIOSH 7302 (2014) NIOSH 7304 (2014) NIOSH 7306 (2015) INRS Métropol M-122 (2016) OSHA id125g (2002) OSHA id206 (1991)	1B	1B	1B
4	Spectrométrie de masse couplée à un plasma inductif (ICP-MS)	NF ISO 30011 (2010) IRSST MA 362 (2010) OSHA -1006 (2005)	1A	1A	1A

908

909

910 Conclusions de l'expertise collective

911

912 Sur la base des données actuellement disponibles, le CES VLEP recommande une VLEP-8h
913 pragmatique de 30 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ pour le plomb et ses composés inorganiques et une VLCT-15min
914 pragmatique de 150 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

915 Il ne recommande pas de mention « peau » ni de mention « bruit ».

916 Concernant les méthodes de mesure du plomb et ses composés inorganiques sur les lieux de travail,
917 le CES recommande 1 méthode validée et classée en catégorie 1A ainsi que 2 méthodes
918 partiellement validées et classées en catégorie 1B pour le suivi de la VLEP-8h pragmatique, pour le
919 contrôle technique réglementaire de la VLCT-15min pragmatique ou pour le suivi des expositions
920 court terme :

921 - Méthode classée en catégorie 1A :

922 ○ La méthode 4, consistant à effectuer un prélèvement actif de la fraction inhalable sur
923 membrane, une minéralisation acide puis un dosage par spectrométrie de masse
924 couplée à un plasma induit

925

926 - Méthodes classées en catégorie 1B :

927 ○ La méthode 2, consistant à effectuer un prélèvement actif de la fraction inhalable sur
928 membrane, une minéralisation acide puis un dosage par spectrométrie d'absorption
929 atomique avec une atomisation électrothermique ;

930 ○ La méthode 3, consistant à effectuer un prélèvement actif de la fraction inhalable sur
931 membrane, une minéralisation acide puis un dosage par spectrométrie d'émission
932 couplée à un plasma induit.

933 La méthode n°1 est également partiellement validée et classée en catégorie 1B pour suivi de la VLEP-
934 8h pragmatique et pour le suivi des expositions court terme, mais elle n'est pas recommandée pour
935 le contrôle technique réglementaire de la VLCT-15min pragmatique en raison d'une limite de
936 quantification insuffisante.

937 Au vu de ses performances, le CES VLEP recommande plus particulièrement la méthode 4 mettant
938 en œuvre l'ICP-MS.

939 Le CES VLEP tient à souligner que la détermination de l'efficacité de minéralisation est un prérequis
940 nécessaire à la mise en oeuvre de ces méthodes. S'il existe le moindre doute concernant l'efficacité
941 du mode de minéralisation choisi, en fonction de la nature des matériaux qui pourraient être présents
942 dans l'atmosphère d'essai, il convient de déterminer son efficacité pour cette application particulière.

943

944 **Le CES VLEP tient également à préciser que, bien que le plomb dans l'air contribue au moins**
945 **partiellement à l'élévation de la plombémie et donc aux effets sur la santé, la meilleure**
946 **approche en terme de prévention de l'exposition au plomb en milieu de travail est la**
947 **surveillance biologique des expositions professionnelles.**

948

Document pour consultation

949
950
951
952
953
954
955
956
957
958
959
960
961

962

963

Rapport d'expertise collective

964

965

966
967
968
969
970
971
972
973
974
975
976
977
978

Document pour consultation

979

980 **Sigles et abréviations**

981	ACGIH	American Conference of Governmental Industrial Hygienists
982	AGS	Ausschuss für Gefahrstoffe
983	ALAD	acide delta-aminolévulinique déshydratase
984	ASF	Air slope factor (facteur de pente de l'air)
985	ATSDR	Agency for Toxic Substances and disease Registry
986	BIA	Berufsgenossenschaftliches Institut für Arbeitsschutz
987	BMD	Benchmark Dose
988	CES	Comité d'Experts Spécialisés
989	CIRC	Centre International de Recherche sur le Cancer
990	CL ₅₀	concentration létale 50
991	COCT	Conseil d'Orientation sur les Conditions de Travail
992	CLHP-SM	chromatographie liquide haute performance avec détection par spectrométrie de masse
993		
994	DFG	Deutsche Forschungsgemeinschaft
995	DNC	décali nécessaire pour concevoir
996	ECETOC	European Centre for Ecotoxicology and Toxicology for Chemicals
997	ENNS	Enquête nationale nutrition santé
998	FA	facteur d'ajustement ⁵
999	HTA	hypertension artérielle
1000	IC	Intervalle de confiance
1001	IFA	Institut für Arbeitsschutz der Deutschen Gesetzlichen Unfallversicherung
1002	IMC	indice de masse corporelle
1003	INRS	Institut National de Recherche et de Sécurité
1004	INSHT	Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo
1005	IRSST	Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail
1006	ISO	International Standard Organization
1007	LOAEL	dose minimale entraînant un effet néfaste observé (lowest observed adverse effect level en anglais)
1008		
1009	LOD	limite de détection (limit of detection en anglais)
1010	LOQ	limite de quantification (limit of quantification en anglais)
1011	MDHS	Methods for the Determination of. Hazardous Substances
1012	NIOSH	National Institute for Occupational Safety and Health
1013	NMAM	NIOSH manual of analytical methods
1014	NOAEL	dose maximale sans effet néfaste observé (no observed adverse effect level en anglais)
1015		
1016	NTP	National Toxicology Program
1017	OEHHA	Office of Environmental Health Hazard Assessment
1018	OMS	Organisation Mondiale de la Santé (WHO en anglais)

⁵ Le terme « facteurs d'ajustement » peut également être retrouvé sous le terme facteurs de sécurité ou facteurs d'incertitude, ou facteur d'évaluation selon le domaine d'expertise. Ces différents termes peuvent être employés indifféremment dans d'autres documents de l'Anses. Ils recouvrent à la fois l'incertitude et la variabilité inhérente à l'extrapolation des données lors de l'élaboration de valeur de référence.

1019	OR	odds ratio
1020	OSHA	Occupational Safety and Health Administration
1021	Pa	pascal (unité)
1022	PbAir	plomb dans l'air
1023	PbB	plombémie
1024	PBPK	Physiologically-Based Pharmacokinetic
1025	PM	poids moléculaire
1026	ppm	parties par millions
1027	PPZ	protoporphyrine zinc
1028	PST	Plan Santé au Travail
1029	RR	risque relatif
1030	SCOEL	comité scientifique en matière de limites d'exposition professionnelle à des agents chimiques (Scientific Committee for Occupational Exposure Limits, en anglais) (en français)
1031		
1032		
1033	SNC	système nerveux central
1034	TAD	tension artérielle diastolique
1035	TAS	tension artérielle systolique
1036	UE	Union Européenne
1037	US-EPA	United-States Environmental Protection Agency
1038	UV-VIS	détection ultra-violet/visible
1039	VBR	valeur biologique de référence
1040	VLB	valeur limite biologique
1041	VLCT	valeur limite court terme
1042	VLEP	valeur limite d'exposition professionnelle
1043	VME	valeur moyenne d'exposition
1044		
1045		

1046 Liste des tableaux

1047	Tableau 1 : Calcul des ASF à partir des 6 études épidémiologiques	18
1048	Tableau 2 : Classement des méthodes de mesures du plomb et ses composés inorganiques dans l'air des lieux de travail	21
1049		
1050	Tableau 3 : Méthodes recommandées pour la mesure du plomb et de ses composés inorganiques dans l'air des lieux de travail aux fins de comparaison avec les VLEP	27
1051		
1052	Tableau 4 : Formes principales de plomb retrouvées dans l'environnement d'après fiche INRS N°59 (INRS 2006)	38
1053		
1054	Tableau 5: Résumé des études portant sur la stabilité posturale	46
1055	Tableau 6: Résumé des études portant sur les fonctions cognitives	48
1056	Tableau 7 : Résumé des études portant sur les potentiels évoqués	52
1057	Tableau 8 : Résumé des observations sur les effets du plomb mesuré chez la mère sur la reproduction	65
1058	Tableau 9 : Résumé des observations sur les effets du plomb sur la tension artérielle durant la grossesse (les valeurs numériques correspondent à la plombémie en $\mu\text{g.L}^{-1}$)	70
1059		
1060	Tableau 10 : Exposition à différentes concentrations atmosphériques de plomb et plombémies correspondantes (95 ^{ème} percentile*).	74
1061		
1062	Tableau 11 : Résumé des études utilisées pour le calcul des ASF par Safe Work Australia	74

1063	Tableau 12 : calcul des ASF à partir des 6 études épidémiologiques _____	76
1064	Tableau 13 : Tableau récapitulatif des méthodes de mesurage du plomb et de ses composés inorganiques dans	
1065	l'air des lieux de travail _____	93
1066	Tableau 14 : Classement des méthodes de mesure du plomb dans l'air des lieux de travail _____	94
1067	Tableau 15 : Dispositifs de prélèvement des protocoles recensés et débits recommandés _____	95
1068	Tableau 16 : Modes de minéralisation proposés pour les méthodes 1, 2, 3, 4, 5 et 6 _____	97
1069	Tableau 17 : Limites de détection et de quantification des protocoles de la méthode 4 (ICP-MS) _____	103
1070	Tableau 18 : Rendements de récupération du protocole OSHA 1006 de la méthode 4 (ICP-MS) _____	103
1071	Tableau 19 : Domaines de mesure accessibles vis-à-vis de la VLEP-8h pour les protocoles de la méthode 4	
1072	(ICP-MS) _____	105
1073	Tableau 20 : Domaines de mesure accessibles vis-à-vis de la VLCT-15 min pour les protocoles de la méthode	
1074	4 (ICP-MS) _____	106
1075	Tableau 21 : Limites de détection et de quantification des protocoles associés à la méthode 1 _____	108
1076	Tableau 22 : Domaines de mesure vis-à-vis de la VLEP-8h pragmatique pour les protocoles de la méthode 1	
1077	(SAA-F) _____	110
1078	Tableau 23 : Domaines de mesure accessibles vis-à-vis de la VLCT-15 min pragmatique pour les protocoles de	
1079	la méthode 1 (SAA-F) _____	111
1080	Tableau 24 : Limites de détection et de quantification des protocoles associés à la méthode 2 (SAA -ET) _	112
1081	Tableau 25 : Domaines de mesure accessibles vis-à-vis de la VLEP-8h pour les protocoles de la méthode 2	
1082	(SAA-ET) _____	114
1083	Tableau 26 : Domaines de mesure accessibles vis-à-vis de la VLCT-15 min pour les protocoles de la méthode	
1084	2 (SAA-ET) _____	114
1085	Tableau 27 : Domaine de validation des protocoles mettant en œuvre la méthode 3 _____	116
1086	Tableau 28 : Limites de détection et de quantification des protocoles correspondant à la méthode 3 (ICP-AES)	
1087	_____	118
1088	Tableau 29 : Rendements de récupération déterminés pour la méthode 3 (ICP -AES) _____	119
1089	Tableau 30 : Rendements de minéralisation obtenus avec des MRC – Données protocole OSHA id 125g _	119
1090	Tableau 31 : Domaine de mesure accessible vis-à-vis de la VLEP-8h pragmatique pour les protocoles mettant	
1091	en œuvre la méthode 3 (ICP -AES) _____	123
1092	Tableau 32 : Domaine de mesure accessible vis-à-vis de la VLCT-15min pragmatique pour les protocoles	
1093	mettant en œuvre la méthode 3 (ICP-AES) _____	124
1094	Tableau 33 : rendement de minéralisation de MRC – méthode par voltampérométrie par redissolution anodique	
1095	et une méthode alternative par ICP-AES (source Ashley <i>et al.</i> 1998). _____	127
1096	Tableau 34 : Domaines de mesure accessibles vis-à-vis de la VLEP-8h pour les protocoles de la méthode 6	
1097	(voltampérométrie) _____	128
1098	Tableau 35 : Domaines de mesure accessibles vis-à-vis de la VLCT-15min pragmatique pour les protocoles de	
1099	la méthode 6 (voltampérométrie) _____	129
1100	Tableau 36 : Méthodes recommandées pour la mesure du plomb et de ses composés inorganiques dans l'air	
1101	des lieux de travail _____	133
1102	Tableau 37 : Paramètres descriptifs de la méthode n°1 _____	148
1103	Tableau 38 : Données de validation de la méthode n°1 _____	149
1104	Tableau 39 : Paramètres descriptifs de la méthode n°2 _____	152
1105	Tableau 40: Données de validation de la méthode n°2 _____	153
1106	Tableau 41 : Paramètres descriptifs de la méthode n°3 _____	155

1107	Tableau 42 : Données de validation de la méthode n°3	158
1108	Tableau 43 : Paramètres descriptifs de la méthode n°4	163
1109	Tableau 44 : Données de validation de la méthode n°4	165
1110	Tableau 45 : Paramètres descriptifs de la méthode n°5	167
1111	Tableau 46 : Paramètres descriptifs de la méthode n°5	169
1112	Tableau 47 : Paramètres descriptifs de la méthode n°6	171
1113	Tableau 48 : Données de validation de la méthode n°6	172
1114		

1115 Liste des figures

1116	Figure 1 : Domaines de validité et limite de quantification des méthodes recommandées comparés au domaine de 0,1 à 2 fois la VLEP-8h pragmatique recommandée par le CES VLEP	22
1117		
1118	Figure 2 : Domaines de validité et limite de quantification des méthodes recommandées comparés au domaine de 0,1 à 2 fois la VLCT-15min pragmatique recommandée par le CES VLEP	23
1119		
1120	Figure 3 : Principe général (Anses, 2016b)	92
1121	Figure 4 : Domaine de mesure accessible des méthodes recommandées comparés au domaine de 0,1 à 2 fois la VLEP-8h pragmatique recommandée par le CES VLEP	99
1122		
1123	Figure 5 : Domaine de mesure accessible des méthodes recommandées comparés au domaine de 0,1 à 2 fois la VLCT-15min pragmatique recommandée par le CES VLEP	100
1124		
1125		

1126 Préambule

1127 Le dispositif français d'établissement des VLEP comporte trois phases clairement distinctes :

- 1128 - une phase d'expertise scientifique indépendante (seule phase confiée à l'agence) ;
- 1129 - une phase d'établissement d'un projet réglementaire de valeur limite contraignante ou
1130 indicative par le ministère chargé du travail ;
- 1131 - une phase de concertation sociale lors de la présentation du projet réglementaire au sein du
1132 Conseil d'Orientation sur les Conditions de Travail (COCT). L'objectif de cette phase étant de
1133 discuter de l'effectivité des valeurs limites et de déterminer d'éventuels délais d'application,
1134 fonction de problèmes de faisabilité technico-économique.

1135 L'organisation de la phase d'expertise scientifique nécessaire à la fixation des valeurs limites
1136 d'exposition professionnelle (VLEP) a été confiée à l'Afsset dans le cadre du plan santé au travail
1137 2005-2009 (PST), puis à l'Anses suite à la fusion de l'Afsset et de l'Afssa en 2010.

1138 Les VLEP telles que recommandées par le CES « expertise en vue de la fixation de valeurs limites à
1139 des agents chimiques en milieu professionnel », sont des niveaux de concentration en polluants dans
1140 l'atmosphère des lieux de travail à ne pas dépasser sur une période de référence déterminée et en
1141 deçà desquels le risque d'altération de la santé est négligeable. Même si des modifications
1142 physiologiques réversibles sont parfois tolérées, aucune atteinte organique ou fonctionnelle de
1143 caractère irréversible ou prolongée n'est admise à ce niveau d'exposition pour la grande majorité des
1144 travailleurs. Ces niveaux de concentration sont déterminés en considérant que la population exposée
1145 (les travailleurs) est une population qui ne comprend ni enfants ni personnes âgées.

1146 Ces niveaux de concentrations sont déterminés par les experts du CES à partir des informations
1147 disponibles dans des études épidémiologiques, cliniques ou de toxicologie animale. L'identification
1148 de ces concentrations sécuritaires pour la santé humaine nécessitent généralement d'appliquer des
1149 facteurs d'ajustement aux valeurs identifiées directement par les études. Ces facteurs permettent de
1150 prendre en compte un certain nombre d'éléments d'incertitude inhérents à la démarche
1151 d'extrapolation conduite dans le cadre d'une évaluation des effets sanitaires des substances
1152 chimiques sur l'Homme.

1153 Trois types de valeurs sont recommandées par le CES :

- 1154 - Valeur limite d'exposition 8 heures : il s'agit de la limite de la moyenne pondérée en fonction
1155 du temps de la concentration atmosphérique d'un agent chimique dans la zone de respiration
1156 d'un travailleur au cours d'un poste de travail 8 heures. Dans l'état actuel des connaissances
1157 scientifiques (en toxicologie, médecine, épidémiologie, etc.), la VLEP-8h est censée protégée
1158 d'effets sur la santé à moyen et long termes, les travailleurs exposés régulièrement et pendant
1159 la durée d'une vie de travail à l'agent chimique considéré.
- 1160 - Valeur limite d'exposition à court terme (VLCT) : il s'agit de la limite de la moyenne pondérée
1161 en fonction du temps de la concentration atmosphérique d'un agent chimique dans la zone de
1162 respiration d'un travailleurs sur une période de référence de 15 minutes pendant le pic
1163 d'exposition quelle que soit sa durée. Elle vise à protéger les travailleurs des effets néfastes
1164 sur la santé (effets toxiques immédiats ou à court terme, tels que des phénomènes d'irritation),
1165 dus à des pics d'exposition.
- 1166 - Valeur plafond : il s'agit de la limite de la concentration atmosphérique d'un agent chimique
1167 dans la zone de respiration d'un travailleur, qui ne doit être dépassée à aucun moment de la
1168 période de travail. Cette valeur est appliquée aux substances reconnues comme irritant fort
1169 ou corrosif ou pouvant causer un effet grave potentiellement irréversible, à très court terme

1170 Ces trois types de valeurs sont exprimés :

1171 - soit en mg.m^{-3} , c'est-à-dire en milligrammes d'agent chimique par mètre cube d'air et en ppm
1172 (parties par million), c'est-à-dire en centimètres cube d'agent chimique par mètre cube d'air,
1173 pour les gaz et les vapeurs ;

1174 - soit en mg.m^{-3} uniquement, pour les aérosols liquides et solides ;

1175 - soit en f.cm^{-3} , c'est-à-dire en fibres par cm^3 pour les matériaux fibreux.

1176 La valeur de la VLEP-8h peut être dépassée sur de courtes périodes pendant la journée de travail à
1177 condition toutefois :

1178 - que la moyenne pondérée des valeurs sur l'ensemble de la journée de travail ne soit pas
1179 dépassée ;

1180 - de ne pas dépasser la valeur de la VLCT si elle existe.

1181 En plus des VLEP, le CES évalue la nécessité d'attribuer ou non une mention « peau », lorsqu'une
1182 pénétration cutanée significative a été identifiée (Anses, 2014). Cette mention indique la nécessité de
1183 prendre en compte la voie d'exposition cutanée dans l'évaluation de l'exposition et, le cas échéant,
1184 de mettre en œuvre des mesures de prévention appropriées (telles que le port de gants de protection).
1185 En effet, la pénétration cutanée des substances n'est pas prise en compte pour la détermination des
1186 niveaux de valeurs limites atmosphériques et peut donc potentiellement entraîner des effets sanitaires
1187 indépendamment du respect de ces dernières.

1188 Le CES évalue également la nécessité d'attribuer ou non une mention « ototoxique » signalant un
1189 risque d'atteinte auditive en cas de co-exposition au bruit et à la substance en dessous des limites
1190 d'exposition recommandées afin que les préventeurs mettent en place des mesures appropriées
1191 (collective, individuelle et médicale) (Anses, 2014).

1192 Le CES évalue également les méthodes de référence applicables pour la mesure des niveaux
1193 d'exposition sur le lieu de travail. La qualité de ces méthodes et leur applicabilité à la mesure des
1194 expositions aux fins de comparaison à une VLEP ont été évaluées notamment sur leur conformité aux
1195 exigences de performance de la NF-EN 482⁶ et de leur niveau de validation. Suite à cette évaluation,
1196 les méthodes peuvent être classées en différentes catégories :

1197 - catégorie 1A : méthode permettant la mesure d'une VLEP contraignante. La méthode est
1198 reconnue et validée (l'ensemble des critères de performance de la NF-EN 482 sont satisfaits) ;

1199 - catégorie 1B : méthode permettant la mesure d'une VLEP contraignante sous conditions de
1200 préciser quelques points de la méthode (une grande majorité des critères de performance de
1201 la NF-EN 482 sont satisfaits) ;

1202 - catégorie 2 : méthode permettant la mesure d'une VLEP indicative. Il manque des données
1203 pour que la méthode puisse être validée ;

1204 - catégorie 3 : la méthode n'est pas recommandée et ne doit pas être utilisée à des fins de
1205 comparaison aux VLEP.

⁶ NF EN 482 : 2012 : Exposition sur les lieux de travail – Exigences générales concernant les performances des procédures de mesure des agents chimiques.

Document pour consultation

Partie A – Rapport dévaluation des effets sur la santé

1. Informations générales

1.1. Identification et propriétés physico-chimiques

Le plomb existe sous forme métallique, inorganique et organique. Il prend une forme inorganique lorsqu'il est associé à certains composés pour former des sels de plomb (chlorure, nitrate, oxyde, phosphate et sulfate). Les formes principales de plomb retrouvées en milieu de travail sont résumées dans le tableau 4.

Tableau 4 : Formes principales de plomb retrouvées dans l'environnement d'après fiche INRS N°59 (INRS 2006)

Nom	Identifications et propriétés	
Plomb	Formule	Pb
	N° CAS	7439-92-1
	Etat Physique	Solide
	Aspect	Gris-bleuâtre très mou, malléable
	Solubilité	Insoluble dans l'eau Soluble dans l'acide nitrique et l'acide sulfurique chaud
	Masse molaire	207,2
	Point de fusion	327,4 °C
	Point d'ébullition	1740 °C (à la pres. atm.)
	Densité	11,35
	Pression de vapeur	0,133 kPa à 973 °C 53,3 kPa à 1630 °C
Chlorure de plomb	Formule	PbCl ₂
	N° CAS	7758-95-4
	Etat Physique	Solide
	Aspect	Cristaux blancs
	Solubilité	Soluble dans l'eau (0,99 g/100 ml à 20 °C) Très soluble dans les solutions de soude ou potasse
	Masse molaire	278,11
	Point de fusion	501 °C
	Point d'ébullition	950 °C (à la pres. atm.)
	Densité	5,85 à 25 °C
	Pression de vapeur	0,133 kPa à 547 °C
Chromate de plomb	Formule	PbCrO ₄
	N° CAS	7758-97-6
	Etat Physique	Solide
	Aspect	Poudre jaune à jaune-orange
	Solubilité	Insoluble dans l'eau Soluble dans l'acide nitrique Insoluble dans l'acide acétique et l'ammoniaque
	Masse molaire	323,19
Point de fusion	844 °C décomp	

Carbonate de plomb	Point d'ébullition	
	Densité	6,12 à 15 °C
	Pression de vapeur	
	Formule	PbCO ₃
	N° CAS	598-63-0
	Etat Physique	Solide
	Aspect	Poudre blanche
	Solubilité	Insoluble dans l'eau, l'éthanol, l'ammoniaque Soluble dans les acides nitrique et acétique dilué (décomposition)
	Masse molaire	267,2
	Point de fusion	400 °C décomp
Dioxyde de plomb	Point d'ébullition	
	Densité	6,14
	Pression de vapeur	
	Formule	PbO ₂
	N° CAS	1309-60-0
	Etat Physique	Solide
	Aspect	Poudre cristalline noire brunâtre
	Solubilité	Insoluble dans l'eau. Soluble dans l'acide chlorhydrique. Soluble à chaud dans les solutions de soude.
	Masse molaire	239,21
	Point de fusion	290 °C décomp
Monoxyde de plomb	Point d'ébullition	
	Densité	9,4
	Pression de vapeur	
	Formule	PbO
	N° CAS	1317-36-8
	Etat Physique	Solide
	Aspect	Cristaux jaunes ou jaune-rougeâtres
	Solubilité	Très peu soluble dans l'eau Soluble dans les acides (nitrique et acétique dilués) et les bases (à chaud)
	Masse molaire	223,21
	Point de fusion	888 °C à 897 °C

10

11 1.2. Utilisations

12

13 Le plomb est un élément naturel mais rarement sous forme libre. Il existe majoritairement sous
14 forme inorganique, par opposition à sa forme organique. Il est principalement utilisé dans les
15 batteries automobiles, mais également dans les pigments, les munitions, les alliages,
16 l'enrobage de câbles, la protection contre les rayonnements, la soudure... et anciennement
17 dans les carburants et les peintures (INERIS 2016).

18

19 Le plomb est traditionnellement employé dans la métallurgie (fonderie), à l'état pur ou sous
20 forme d'alliages. Il est également présent dans de nombreux autres secteurs d'activités :

- 21 • L'imprimerie
- 22 • la fabrication et la réparation des accumulateurs au plomb ;
- 23 • la récupération des batteries ou de vieux métaux ;
- 24 • le découpage au chalumeau des tôles et charpentes recouvertes de vieilles
25 peintures au plomb ;
- 26 • la fabrication et l'application des émaux et frites au plomb (poterie, faïencerie)
27 ;
- 28 • l'ébarbage et le polissage de tous objets en plomb ou en alliage de plomb ;
- 29 • le soudage à « l'étain » ;
- 30 • la fabrication et l'utilisation de pigments au plomb pour certaines peintures
31 (chromate de plomb, minium...) ;
- 32 • certains traitements de surface ;
- 33 • verres au plomb (cristal, verres techniques).

34 Si l'usage du plomb et de ses composés tend à disparaître dans certains secteurs d'activités
35 comme l'imprimerie, de nouvelles applications se développent (exemple : pigments et
36 stabilisants de certaines matières plastiques) (INRS 2006).

37

38 **2. Résumé de la synthèse du SCOEL**

39 Le Comité scientifique sur les limites d'exposition professionnelles (SCOEL, 2002) a passé en
40 revue les concentrations de plombémie associées aux effets sur la santé chez les travailleurs.
41 La conclusion était qu'un niveau de plombémie à long terme de 400 µg. L⁻¹ représentait
42 probablement un niveau minimal d'effet néfaste observé (LOAEL) pour une détérioration de la
43 performance dans les tests neurocomportementaux des adultes, et que d'autres effets
44 pouvaient se produire à des plombémies supérieures à 400 µg.L⁻¹.

45 Concernant la génotoxicité, selon le SCOEL, sur la base d'études expérimentales, il semblerait
46 que le plomb n'ait pas d'action génotoxique directe ce qui serait en faveur de l'existence d'un
47 seuil de concentration pour sa cancérogénicité.

48 Le SCOEL considère qu'une VLEP basée sur l'évitement des altérations fonctionnelles du
49 système nerveux centrale (SNC) devrait également protéger contre les effets du système
50 nerveux périphérique et la toxicité rénale, y compris le développement éventuel du cancer
51 rénal et les effets sur la biosynthèse de l'hème et sur la tension artérielle.

52 Sur la base de ces considérations le SCOEL en 2002 a recommandé une valeur limite
53 biologique pour le plomb sanguin de 300 µg.L⁻¹. Cependant, le SCOEL a noté que cette valeur
54 n'est pas considérée comme étant entièrement protectrice des effets potentiels sur le
55 développement des nouveau-nés de mères exposées professionnellement au plomb. En effet,
56 il n'est actuellement pas possible d'identifier un seuil pour prévenir les éventuels effets sur le
57 système nerveux des nouveau-nés. Par conséquent, le SCOEL recommande de limiter
58 l'exposition des femmes en âge de procréer au plomb.

59 Le SCOEL (2002) recommande une VLEP-8h de 0,1 mg.m⁻³ pour le plomb atmosphérique
60 (fumée de plomb et poussières <10 µm). Cette valeur est basée sur des études de terrain dans
61 une usine de batterie au plomb décrites par Lai *et al.* (1997) et Kentner et Fischer (1993). En
62 utilisant l'approche des « preferred numbers », une VLEP-8h de 0,1 mg.m⁻³ est cohérente avec
63 la VLB de 300 µg.L⁻¹.

64 A la lecture du document du SCOEL, l'utilisation des données de Lai *et al.* (1997) pour élaborer
65 cette VLEP-8h de 0,1 mg.m⁻³ n'est pas explicitée. Or, contrairement à ce qui est indiqué dans
66 le document du SCOEL, les auteurs de l'étude de Lai *et al.* 1997 suggèrent qu'une VLEP de
67 0,1 mg.m⁻³ entraînerait des niveaux de PbB beaucoup plus élevés que la VLB de 300 µg.L⁻¹
68 recommandée.

69
70
71
72

73 3. Cinétique du plomb

74

75 Les données présentées (ou rapportées) sont essentiellement des données humaines ;
76 lorsqu'elles ne le sont pas, ceci est précisé dans le texte. De nombreux éléments de
77 toxicocinétique sont issus du rapport de l'ATSDR (2007).

78 3.1. Absorption

79 Pulmonaire

80 Le dépôt des particules dans les voies respiratoires est influencé par la taille des particules
81 inhalées et d'autres facteurs physiologiques, l'âge et le débit d'air dans les voies respiratoires
82 (ATSDR, 2007).

83 L'absorption du plomb inhalé est également influencée par la taille des particules ainsi que
84 leur solubilité. Les particules ayant un diamètre médian supérieur à 2,5 µm se déposent dans
85 les voies respiratoires ciliées (nasopharynx et région trachéo-bronchique). Le transport
86 mucociliaire vers le larynx puis vers le tractus digestif (où elles peuvent être absorbées)
87 constitue la voie d'épuration principale pour les particules de cette taille.

88 Les particules fines (< 1 µm) peuvent être déposées dans la région alvéolaire où elles peuvent
89 être absorbées. D'après des études chez l'Homme, pour des expositions au chlorure de plomb
90 ou à l'hydroxyde de plomb (0,26 à 0,24 µm), environ 25% des aérosols inhalés ont été déposés
91 dans les voies respiratoires (exposition à des aérosols de plomb inorganique pendant 5
92 minutes) (Morrow *et al.* 1980 cité par ATSDR, 2007). Environ 95% du plomb inorganique
93 déposé au niveau alvéolaire est absorbé (Hursh *et al.* 1969 et Wells *et al.* 1975 cité par ATSDR,
94 2007).

95 Chamberlain *et al.* (1978, cité par ATSDR, 2007) ont décrit les vitesses d'absorption de
96 particules submicroniques d'oxyde de plomb ou de nitrate de plomb telles que 22% des
97 particules étaient absorbées en 0,8 heures, 34% en 2,5 heures, 33% en 9 heures et que les
98 particules étaient totalement absorbées en 44 heures.

99 Orale

100 La quantité de plomb absorbée par voie orale est influencée par ses caractéristiques physico-
101 chimiques (taille des particules, solubilité, nature du dérivé de plomb...), mais également par
102 les caractéristiques physiologiques de l'homme (âge, statut nutritionnel en fer, calcium...). La
103 fraction de plomb absorbée chez un enfant serait supérieure à celle d'un adulte. En effet, selon
104 l'ATSDR, entre 30 et 50 % du plomb contenu dans l'alimentation serait absorbé chez les
105 enfants, et entre 3 à 15 % chez les adultes (ATSDR 2007).

106 Cutanée

107 L'absorption cutanée des composés inorganiques de plomb est généralement considérée
108 comme étant très inférieure à l'absorption par inhalation ou par voie orale. Cependant, peu
109 d'études chez l'Homme sont disponibles. Le plomb a été détecté dans les couches supérieures
110 de la couche cornée de travailleurs de batteries en plomb, avant la prise de poste et après
111 nettoyage de la peau (Sun *et al.* 2002 cité par ATSDR, 2007). Des études provenant de
112 l'industrie cosmétique montrent qu'après application d'acétate de plomb radiomarqué (0,12
113 mg dans 0,1 ml ou 0,18 mg dans 0,1 g d'une crème, pendant 12 heures) l'absorption totale
114 était inférieure à 0,3 % (Moore *et al.* 1980 cité par ATSDR, 2007). Le plomb sous forme de
115 nitrates semble également être absorbé mais les résultats sont assez contradictoires. Une
116 étude montre par exemple que 30 % de nitrate de plomb appliqué n'ont pas été retrouvés dans
117 la solution de rinçage (exposition à 4,4 µg sous forme de nitrate de plomb, appliqué sur l'avant-
118 bras de façon occlusive pendant 24 heures, véhicule non renseigné) (Stauber *et al.* 1994 cité

119 par ATSDR, 2007). Des réserves sont cependant émises sur ce résultat dans le rapport de
120 l'ATSDR qui précise que ces 30% n'ont pas forcément été absorbés mais peuvent être restés
121 en surface de la peau. Dans une étude similaire, des mesures de plomb dans des matrices
122 biologiques ont été réalisées (sang, sueur et urine) et ont permis de calculer que, dans les 24
123 heures suivant une exposition par voie cutanée (5 mg de plomb, radiomarké, sous forme
124 nitrate ou acétate), moins de 1% de la dose appliquée était retrouvé.

125 Des études réalisées *in vitro* rapportent que les taux de pénétration à travers la peau humaine
126 variaient avec la forme de plomb (du plus important au moins important) : plomb sous forme
127 de sels complexes avec l'acide oléique, le naphthénate de plomb, l'acétate de plomb puis
128 l'oxyde de plomb (Bress et Bidanset, 1991 cité par ATSDR, 2007).

129 Chez l'animal, des données quantitatives ont été rapportées (exposition de rat, environ 100
130 mg de plomb appliqué en pansement occlusif sur le dos rasé). À partir des mesures de plomb
131 urinaire effectuées avant l'exposition et pendant les 12 jours suivant l'exposition, les composés
132 de plomb peuvent être classés selon les quantités relatives absorbées (en pourcentage de la
133 dose appliquée) : nitrate de plomb (0,03%), stéarate de plomb (0,006%), sulfate de plomb
134 (0,006%), oxyde de plomb (0,005%) et plomb métallique (0,002%).

135 3.2. Distribution

136 Quelle que soit la voie d'absorption, il semble que le plomb inorganique soit distribué de la
137 même manière (Chamberlain *et al.* 1978 et Kehoe, 1987 cités par ATSDR, 2007). La plupart
138 des informations disponibles sur la répartition de plomb pour les principaux organes
139 proviennent d'études d'autopsie menées dans les années 1960 et 1970 et rapportent les
140 charges corporelles accumulées pendant les périodes où les niveaux d'exposition ambiants et
141 professionnels étaient nettement plus élevés qu'actuellement (les plombémies rapportées
142 depuis plusieurs décennies dans l'étude NHANES⁷ ont diminué, passant de plus de 150 µg.L⁻¹
143 en moyenne en 1976 à moins de 20 µg.L⁻¹ en moyenne en 2013).

144 A l'état d'équilibre (soit 3 mois après le début de l'exposition), le compartiment sanguin
145 représente environ 1% de la charge corporelle totale et les concentrations de plomb dans le
146 sang varient considérablement avec l'âge, l'état physiologique (par exemple, la grossesse,
147 l'allaitement, la ménopause). La demi-vie du plomb dans le sang chez l'homme est d'environ
148 30 jours avec de grandes variations interindividuelles (Chamberlain *et al.* 1978 ; Griffin *et al.*
149 1975 ; Rabinowitz *et al.* 1976 cités par ATSDR 2007). Le plomb dans le sang se trouve
150 principalement dans les globules rouges (99%) (Bergdahl *et al.* 1997a, 1998, 1999 ;
151 Hernandez-Avila *et al.* 1998 ; Manton *et al.* 2001 ; Schutz *et al.* 1996 et Smith *et al.* 2002 cités
152 par ATSDR, 2007). La majeure partie du plomb présent dans les érythrocytes est liée à des
153 protéines. Dans le plasma, 40 à 75% du plomb est lié à l'albumine (Al-Modhefer *et al.* 1991 et
154 Ong et Lee, 1980a cités par ATSDR, 2007). Le plomb plasmatique qui n'est pas lié est retrouvé
155 principalement sous forme de complexes avec des composés de bas poids moléculaire
156 comme la cystéine ou l'homocystéine (Al-Modhefer *et al.* 1991 cité par ATSDR 2007).

157 Le plomb sanguin présente une cinétique d'élimination multiphasique en raison des échanges
158 sanguins avec les différents compartiments mais aussi en fonction de la nature de l'exposition
159 (exposition chronique ancienne, exposition récente, exposition unique...)

160 Compte tenu de la cinétique multiphasique, une mesure isolée de plomb sanguin peut
161 représenter à la fois l'exposition court terme et l'exposition long terme, selon le profil et
162 l'historique de l'exposition (US EPA 2006).

163 Chez l'Homme adulte, environ 94% de la charge corporelle totale de plomb se trouve dans les
164 os. L'ostéolyse chez l'adulte peut être responsable d'un relargage de quantités non-

⁷ National Health and Nutrition Examination Survey

165 négligeables de plomb dans le sang et donc de plombémie importante malgré l'arrêt de
166 l'exposition (Fleming *et al.* 1997 ; Inskip *et al.* 1996 ; Kehoe 1987 ; O'Flaherty *et al.* 1982 et
167 Smith *et al.* 1996 cités par ATSDR 2007). Ce phénomène est d'autant plus marqué chez les
168 femmes car la prévalence d'ostéoporose est plus importante que chez l'homme. Le plomb
169 peut être également relargué à partir du squelette maternel durant la grossesse et l'allaitement,
170 ce phénomène étant limité par la supplémentation en calcium (Gulson *et al.* 2016). Une étude
171 a montré que la fraction de plomb séquestré dans l'os pouvait contribuer de 40 à 70 % à la
172 quantité de plomb dans le sang (citée par ATSDR 2007).

173 Le plomb n'est pas réparti uniformément dans l'os. Le plomb s'accumule dans les régions où
174 la calcification est la plus active au moment de l'exposition. A l'âge adulte, la calcification se
175 produit surtout au niveau des sites de remodelage de l'os cortical et de l'os trabéculaire
176 (Aufderheide et Wittmers, 1992 cité par ATSDR 2007).

177

178 Les quantités relatives de plomb dans les autres tissus telles que rapportés par Schroeder et
179 Tipton (1968 cité par ATSDR 2007), étaient réparties de façon suivante : foie (33%), muscles
180 squelettiques (18%), peau (16%), tissu conjonctif (11%), tissus graisseux (6,4%), reins (4%),
181 poumons (4%) et cerveau (2%).

182 3.3. Métabolisation

183 Le plomb inorganique forme principalement des complexes avec une grande variété de
184 protéines et de ligands non protéiques. Le ligand extracellulaire majeur est l'albumine et le
185 ligand intraérythrocytaire majeur est l'acide delta-aminolévulinique déshydratase (ALAD).

186 3.4. Excrétion

187 Le plomb inorganique est excrété principalement dans les urines et les fèces (Chamberlain *et*
188 *al.* 1978 ; Hursh *et al.* 1969 et Kehoe, 1987 cités par ATSDR, 2007). Le rapport entre l'excrétion
189 fécale et urinaire serait d'environ 0,5. Ce rapport augmente proportionnellement à la taille des
190 particules inhalées.

191

192 **4. Effets sanitaires**

193 En raison du nombre important d'études humaines dans la littérature, les données présentées
194 sont essentiellement des données humaines ; lorsqu'elles ne le sont pas, ceci est précisé dans
195 le texte.

196 **4.1. Toxicité aiguë et subaiguë**

197 L'intoxication aiguë par le plomb inorganique ne peut résulter que d'une ingestion massive ou
198 d'une administration parentérale (Garnier, 2005).

199 Des effets sont également retrouvés notamment (ATSDR, 2007) :

- 200 - des troubles digestifs, à type de coliques associant des douleurs et crampes
201 abdominales, ainsi que des vomissements.
- 202 - sur le rein, avec l'apparition de lésions tubulaires associées à une albuminurie, une
203 glycosurie, une hyperphosphaturie, et une diminution de la clairance à la créatinine.
- 204 - sur le système nerveux central, qui se manifestent par une encéphalopathie
205 (ralentissement idéo-moteur, troubles de l'humeur, céphalées) puis un coma avec
206 parfois des convulsions.
- 207 - sur le système vasculaire et hématologique, avec des hémolyses intra-vasculaires et
208 des anémies liées à une perturbation de la synthèse de l'hème.

209 En conclusion, les effets retrouvés suite à une intoxication aiguë au plomb sont :

- 210 - des troubles digestifs,
- 211 - des atteintes rénales tubulaires et hépatiques,
- 212 - des effets sur le système nerveux central
- 213 - une perturbation de la synthèse de l'hème.

214 **4.2. Irritation et sensibilisation**

215 Il n'existe pas de donnée dans la littérature sur l'irritation et la sensibilisation.

216 **4.3. Toxicité chronique**

217 En vue de la révision de la valeur limite biologique (Cf rapport Anses 2016a) pour la
218 surveillance biologique des professionnels exposés, une analyse de la littérature a été
219 réalisée. Cette revue de la littérature s'est appuyée sur les rapports d'expertise antérieurs
220 (Anses 2013, US-EPA 2006, NTP 2012 ...) et les études épidémiologiques plus récentes. Ce
221 rapport est issu d'éléments bibliographiques prenant en compte la littérature scientifique parue
222 sur cette substance jusqu'en 2016.

223 **4.3.1. Effets neurologiques**

224 Les effets neurologiques du plomb ont été largement documentés lors d'expositions
225 supérieures à 400 µg.L⁻¹. Cependant, à des plombémies inférieures, des effets subtils dont
226 l'interprétation est délicate ont fait l'objet de plusieurs études dont certaines sont décrites dans
227 cette section. Les effets neurologiques rapportés consistent principalement en la diminution
228 de la vitesse de conduction des nerfs sensoriels et moteurs périphériques. L'analyse des effets
229 neurologiques a été réalisée à partir des différents tableaux concernant les effets
230 neurologiques sur des populations de travailleurs présentés dans l'annexe VI du rapport de

231 l'US EPA (2006), selon 4 catégories d'effets : posture et stabilité, fonctions cognitives,
232 conduction nerveuse et potentiels évoqués.

233 • Effets sur la stabilité posturale

234 La stabilité posturale vise à maintenir la station debout malgré la gravité et à maintenir
235 l'équilibre lors du mouvement. Le contrôle de la posture est au carrefour de plusieurs voies
236 nerveuses et dépend autant des voies motrices que de l'information sensorielle proprioceptive
237 (voûte plantaire, cou), labyrinthique (oreille interne) et extéroceptive (vision, audition, pression
238 cutanée) (Chia *et al.* 1994). Le rapport de l'US EPA (2006) a recensé 6 études sur la posture
239 et la stabilité (Tableau 5).

240 Chez les travailleurs les plus exposés, avec des plombémies moyennes comprises entre 360
241 (Chia *et al.* 1994) et 560 $\mu\text{g.L}^{-1}$ (Yokoyama *et al.* 1997), les auteurs rapportent une altération
242 de la stabilité posturale et une atteinte labyrinthique voire de tout l'axe neurosensoriel du
243 maintien de la posture liée à une exposition récente (Chia *et al.* 1994 et 1996c ; Yokoyama *et*
244 *al.*, 1997). Dans ces études, le nombre de travailleurs exposés était compris entre 29
245 (Yokoyama *et al.* 1997) et 145 (Dick *et al.* 1999) alors que le nombre de témoins variait de 14
246 (Chia *et al.* 1994; Yokoyama *et al.* 1997) à 84 (Dick *et al.* 1999) avec des plombémies
247 moyennes chez les témoins comprises entre 23 et 63 $\mu\text{g.L}^{-1}$.

248 L'ensemble des études concernant la stabilité posturale emploie des méthodes similaires
249 (plateforme de mesure de balancement postural), ce qui permet d'effectuer des comparaisons
250 entre les résultats de ces différentes études. Plusieurs d'entre elles rapportent des effets
251 significatifs seulement lorsque les yeux sont fermés (Chia *et al.* 1994, Razton *et al.* 2000), ou
252 que les tests sont réalisés sur une jambe (Dick *et al.* 1999). La corrélation avec la plombémie
253 n'est pas toujours observée (Chia *et al.* 1994). Seule l'étude d'Iwata *et al.* (2005) présente une
254 majorité de résultats statistiquement significatifs, que les yeux soient ouverts ou fermés, et
255 permet aux auteurs de dériver une $\text{BMD}_{0,05\text{L}}$ de 140 $\mu\text{g.L}^{-1}$. Ce BMR (Benchmarkrisk ou niveau
256 de réponse) correspond à la probabilité de 5% d'avoir une atteinte de la stabilité posturale
257 chez les travailleurs exposés par rapport aux non exposés.

258

259

Tableau 5: Résumé des études portant sur la stabilité posturale

Étude	Test utilisé	Seuil (LOAEL ^a , BMDL ^b), de plombémie en $\mu\text{g.L}^{-1}$	Remarque
Chia <i>et al.</i> 1994 (Chia <i>et al.</i> 1996c)	Sway measurements – postural sway parameters (open and closed eyes)	360 ^a	Seuls les tests effectués les yeux fermés sont significatifs Indice d'exposition cumulée non significatif Pas de corrélation avec les plombémies
Dick <i>et al.</i> 1999	Computerised postural sway (plateforme – 6 tests)	390 ^a	Seuls les tests sur une jambe sont significatifs

Étude	Test utilisé	Seuil (LOAEL ^a , BMDL ^b), de plombémie en µg.L ⁻¹	Remarque
Iwata <i>et al.</i> 2005	Postural sway measures with Neuromotor Test System (plateforme)	140 ^b	Le degré d'instabilité de la posture est corrélé avec les plombémies
Razton <i>et al.</i> 2000	Computerised postural sway measurement system	375 ^a	Seuls les tests effectués les yeux fermés ou la tête inclinée sont significatifs
Yokoyama <i>et al.</i> 1997	Strain-gauge-type force platform	557 ^a	Seuls les tests effectués les yeux fermés sont significatifs

260

- Effet sur les fonctions cognitives

261 La majorité de ces tests font partie de batteries standardisées au niveau international telles
262 que la Neurobehavioral Core Test Battery (NCTB) dont l'usage est recommandé par
263 l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS) ou le Neurobehavioral Evaluation System (NES)
264 lorsqu'ils sont réalisés sur un ordinateur complétés par le recours à des tests additionnels
265 choisis par l'évaluateur (tableau 6).

266 Dans ces évaluations, la prise en compte des biais d'interprétation est très importante car il
267 existe plusieurs facteurs de confusion potentiels pouvant influencer sur l'association exposition-
268 effet tels que l'âge, l'éducation, la dépression, la consommation de certains médicaments,
269 l'addiction alcoolique, voire la consommation tabagique. Certaines pathologies (séquelles de
270 traumatisme crânien passé, pathologies neuro-dégénératives et certaines pathologies
271 psychiatriques) peuvent également être responsables de résultats erronés.

272 À l'exception des études de Schwartz *et al.* (2001) et de Bleecker *et al.* (2005) qui portent
273 respectivement sur 803 et 256 travailleurs exposés, la majorité des études traitant des
274 fonctions cognitives montrent une puissance faible (taille des groupes limitée, généralement
275 inférieure à 100 travailleurs exposés). De plus, plusieurs études ne comportent pas de groupe
276 témoin (Stollery *et al.* 1991; 1996; Bleecker *et al.* 1997). Le fait que les tests utilisés varient
277 beaucoup d'une étude à l'autre rend également difficile la comparaison entre les différentes
278 études.

279 Il est à noter que 2 études (Osterberg *et al.* 1997 et Lucchini *et al.* 2000) ne montrent pas de
280 différences dans les résultats des tests entre les travailleurs exposés (n = 38 et 68
281 respectivement) présentant des plombémies moyennes comprises entre 280 et 380 µg.L⁻¹, et
282 les témoins (plombémies moyennes comprises entre 40 et 70 µg.L⁻¹).

283 En revanche, plusieurs études rapportent soit une relation dose-réponse parmi les différents
284 groupes exposés (Bleecker *et al.* 1997; 2005; Schwartz *et al.* 2005; Stollery 1996); soit une
285 différence significative entre les travailleurs témoins et ceux exposés (Chia *et al.* 1997; Fiedler
286 *et al.* 2003). L'étude de Chia *et al.* (1997) était menée chez 50 travailleurs (plombémie
287 moyenne de 370 µg.L⁻¹ et 97 professionnels non-exposés au plomb (plombémie moyenne de
288 60 µg.L⁻¹), alors que celle de Fiedler portait sur 40 travailleurs exposés (plombémie moyenne
289 de 140 µg.L⁻¹) et 33 sujets témoins (plombémie moyenne de 40 µg.L⁻¹), et mentionnait une co-
290 exposition aux solvants.

291 De façon générale, Schwartz *et al.* (2001) et Stollery *et al.* (1991 et 1996) suggèrent que les
292 expositions au plomb altèrent essentiellement les fonctions sensorielles et motrices plutôt que

293 cognitives et modifient principalement les résultats des tests requérant des actions
 294 coordonnées (yeux et mains). C'est la raison, selon eux, pour laquelle ces effets ne sont pas
 295 mis en évidence dans toutes les études faisant intervenir des tests sur les fonctions cognitives.

296

297

Tableau 6: Résumé des études portant sur les fonctions cognitives

Étude	Test utilisé	Seuil (LOAEL ^a , NOAEL ^b) de plombémie en µg.L ⁻¹	Remarque
Bleecker <i>et al.</i> 1997	SRT (simple reaction time)	300 ^a	
Bleecker <i>et al.</i> 2005	Rey Auditory Verbal Learning Test		Pas de résultats significatifs.
Boey <i>et al.</i> Jeyaratnam, 1988	SRT Digit symbol Bourdon-Wiersma Vigilance test Digit Span Visual Tracing test Trail-Making Test Santa Ana Dexterity test Line Pursuing test Flicker-Fusion test	490 ^a	SRT a le plus d'impact
Chia <i>et al.</i> 1997	Digit Span, Santa Ana Dexterity Test, Digit Symbol Test, Benton Visual Retention Test, Pursuit Aiming Test, Grooved Peg Board, Trail Making Test	370 ^a	
Chuang <i>et al.</i> 2005	Chinese version of Neurobehavioral Evaluation System 2 (CNES II) qui inclut : <ul style="list-style-type: none"> - Finger taping - Continuous performance test (reaction time with stimuli) - Associate learning - Symbol digit test - Pattern comparison - Pattern memory - Visual digit span 		Possibilité de réversibilité des effets

Étude	Test utilisé	Seuil (LOAEL ^a , NOAEL ^b) de plombémie en µg.L ⁻¹	Remarque
	<ul style="list-style-type: none"> - Switching attention - Associate delayed recognition - Mood scale - Post-test questionnaire - Vocabulary test 		
<p>Fiedler <i>et al.</i> 2003</p>	<p>Attention-concentration :</p> <p>Simple visual reaction time from Neurobehavioral evaluation system</p> <p>Auditory attention (micro experimental laboratory)</p> <p>Symbol digit substitution</p> <p>Habilités motrices:</p> <p>Finger taping (dominant, non dominant and both hands)</p> <p>Grooved Pegboard</p> <p>Apprentissage et mémoire:</p> <p>California Verbal learning test</p> <p>Continuous visual memory test</p> <p>Rey-Osterrieth Complex Figure Test</p> <p>Humeur :</p> <p>Symptoms Checklist-90-R</p>	140 ^a	2 des 19 tests sont significatifs (symbol digit substitution, California verbal learning test)
<p>Lucchini <i>et al.</i> 2000</p>	<p>Fonction cognitive : Addition, Digit Span, Finger Tapping, Symbol Digit</p> <p>Fonction motrice : Luria Nebraska Neuropsychological Battery</p>	280 ^b	Aucun test significatif
<p>Osterberg <i>et al.</i> 1997</p>	<p>Cognitive function scanner qui inclut : face recognition test, number cognition test, figure</p>	340 ^b	Aucun test significatif

Étude	Test utilisé	Seuil (LOAEL ^a , NOAEL ^b) de plombémie en µg.L ⁻¹	Remarque
	drawing test, pen-to-point test, parallelogram test, continuous graphic test, Bourdon-Wiersma test (attention et vigilance), continuous reaction time		
Schwartz <i>et al.</i> 2001	Tests adaptés du "World Health Organization Neurobehavioral Core Test Battery" : <ul style="list-style-type: none"> - Psychomotor speed : simple reaction time - Executive abilities : Trail making A & B, digit symbol substitution, Purdue pegboard - Verbal memory : digit span total - Visual memory : Benton visual retention - Nonverbal intelligence : colored progressive matrices - Manual dexterity : Pursuit aiming test, Purdue pegboard - Neuropsychiatric : CES-D - Peripheral nervous system sensory : vibration threshold - Peripheral nervous system motor : grip & pinch strength 	180 ^b	8 tests sont significatifs
Schwartz <i>et al.</i> 2005	Idem que Schwartz <i>et al.</i> 2001	210 ^a , correspond au 25 ^e percentile pour lequel l'absence d'effet n'est pas démontrée	

Étude	Test utilisé	Seuil (LOAEL ^a , NOAEL ^b) de plombémie en $\mu\text{g.L}^{-1}$	Remarque
Stollery <i>et al.</i> 1991	Syntactic reasoning Delayed five choice reaction time Category search and recall Visual spatial memory	400 ^b	Les mêmes tests ont été répétés à 3 occasions sur une Période de 8 mois : les effets significatifs tentent à disparaître avec le nombre de répétition.
Stollery 1996	Delayed five choice reaction time	400 ^b	Il s'agit principalement de la ré-analyse des données de Stollery <i>et al.</i> 1991

298

299

- **Effets sur la conduction nerveuse**

L'évaluation de la conduction nerveuse est abordée dans 11 études rapportées par l'US-EPA, dont 9 intègrent des données quantitatives. La conduction nerveuse a été évaluée tant au niveau moteur (électromyographie, EMG, force de préhension) et sensoriel (seuil de perception des vibrations, VPT, seuil de perception du courant, CPT) que central (électroencéphalographie, EEG). Les plombémies des groupes exposés se situent entre 250 (Chuang *et al.* 2004) et 400 $\mu\text{g.L}^{-1}$ (He *et al.* 1988), alors que celles des groupes témoins se situent entre 50 et 100 $\mu\text{g.L}^{-1}$. Plusieurs études ne comportent pas de groupe témoin (Chuang *et al.* 2000; 2004; Kovala *et al.* 1997; Schwartz *et al.* 2001; 2005).

Même si des différences significatives de la vitesse et de l'intensité de la conduction nerveuse motrice et sensorielle sont notées par comparaison aux travailleurs non exposés ou aux différents groupes d'exposition (He *et al.* 1988 ; Chia *et al.* 1996a et 1996b ; Kovala *et al.* 1997 ; Chuang *et al.* 2000 ; Schwartz *et al.* 2001 et 2005), plusieurs limites sont à noter. En effet, plusieurs de ces études semblent avoir été menées sur le même groupe de travailleurs exposés (Chia *et al.* 1996a et 1996b ou encore Schwartz *et al.* 2001 et 2005). De plus, dans l'étude de Chuang *et al.* (2000 et 2004), l'effet est significatif seulement au niveau des pieds et non des mains, alors que dans l'étude de Niu *et al.* (2000), un effet significatif n'est observé qu'au niveau du nerf ulnaire (ou nerf cubital) gauche.

L'étude réalisée par Schwartz *et al.* (2001) se démarque pour l'ensemble des effets observés sur la fonction neurocomportementale et la conduction nerveuse. L'étude porte sur 803 travailleurs exposés provenant de plusieurs usines (plombémie moyenne de 320 $\mu\text{g.L}^{-1}$) ainsi que d'un groupe témoin (53 $\mu\text{g.L}^{-1}$). Sur les 19 tests réalisés, 8 sont significatifs et montrent une corrélation avec la plombémie, en particulier, les 5 tests de dextérité manuelle. Les auteurs mentionnent la possibilité d'un seuil de l'ordre de 180 $\mu\text{g.L}^{-1}$ déterminé graphiquement à partir des régressions non paramétriques (Lowess) pour quatre de ces tests.

324

La même équipe a poursuivi l'étude en incluant un suivi des sujets pendant 2,2 ans (Schwartz *et al.* 2005). Les auteurs rapportent qu'en général, pour les tests significatifs, une

327 augmentation de plombémie de la valeur de l'écart interquartile (du 25^e au 75^e percentile, soit
328 de 210 à 400 µg.L⁻¹) est associée à une diminution de 11% des scores des tests.

329

330 • Effets sur les potentiels évoqués

331 La mesure de différents types de potentiels évoqués a été abordée dans 7 études rapportées
332 dans le rapport de l'US EPA (tableau 7). Globalement, deux types de tests sont utilisés : le
333 VEP pour « visual evoked potential » et le BAEP pour « brainstem auditory evoked
334 potentials ». Deux études (Hirata et Kosaka, 1993 et Murata *et al.* 1993) utilisent également
335 l'ABR (« Auditory brain stem response »), le MAP (« Motor action potential ») et le SSEP
336 (« short-latency somatosensory evoked potential »).

337 Hormis les études d'Abbate *et al.* (1995) et de Bleecker *et al.* (2003) qui comptent
338 respectivement 300 et 359 sujets, les autres études sont de plus faible ampleur (de 22 à 49
339 sujets exposés). Par ailleurs, pour l'ensemble de ces études, soit il n'y a pas de groupe témoin
340 (Abbate *et al.* 1995, Bleecker *et al.* 2003 ; Counter et Buchanan, 2002), soit la plombémie du
341 groupe témoin ou non exposé n'est pas rapportée (Discalzi *et al.* 1992 ; 1993 ; Hirata et
342 Kosaka (1993), Murata *et al.* 1993), ce qui ne permet pas de dériver une valeur seuil
343 d'apparition d'effet. Finalement, deux études rapportent des coexpositions avec le bruit
344 (Counter et Buchanan, 2002) et le zinc et le cuivre (Murata *et al.* 1993).

345

346

Tableau 7 : Résumé des études portant sur les potentiels évoqués

Étude	Test utilisé	Seuil (LOAEL) de plombémie en µg.L ⁻¹	Remarque
Abbate <i>et al.</i> 1995	Latence du potentiel visuel évoqué (VEP)	228	Pas de groupe témoin
Bleecker <i>et al.</i> 2003	BAEP (Brainstem, auditory evoked potential)		Relation dose-réponse Pas de groupe témoin
Counter et Buchanan, 2002	BAER (Brainstem auditory evoked response)		Coexposition au bruit Pas de groupe témoin
Discalzi <i>et al.</i> 1992	BAEP (Brainstem, auditory evoked potential)		Plombémie du groupe témoin non rapportée
Discalzi <i>et al.</i> 1993	BAEP (Brainstem, auditory evoked potential)		Plombémie du groupe témoin non rapportée

Étude	Test utilisé	Seuil (LOAEL) de plombémie en $\mu\text{g.L}^{-1}$	Remarque
Hirata et Kosaka, 1993	Auditory brain stem response (ABR), Motor action potential (MAP) et VEP		Pas de corrélation avec la plombémie
Murata <i>et al.</i> 1993	VEP, BAEP, SSEP (short-latency somatosensory evoked potential)		Coexposition au Zinc et au Cuivre Plombémie du groupe témoin non rapportée

347

348

- **Synthèse et conclusions sur les effets neurologiques**

349

350 Les études portant sur les effets neurologiques du plomb analysées dans ce document
351 rapportent des résultats qui sont hétérogènes, voire divergents. Toutefois, certaines d'entre
352 elles se démarquent et peuvent constituer un faisceau de preuves pour la détermination d'une
353 valeur limite biologique :

354

- Stabilité posturale : Iwata *et al.* 2005 : $140 \mu\text{g.L}^{-1}$

356 Iwata *et al.* ont étudié un groupe composé de 121 travailleurs (hommes) exposés au plomb
357 dans une usine fabriquant des batteries (concentration moyenne en plomb du sang veineux
358 $400 \mu\text{g.L}^{-1} \pm 150$) et de 60 témoins appariés sur l'âge, non exposés au plomb ni à d'autres
359 neurotoxiques ou aux vibrations. La stabilité posturale a été mesurée par le système CATSYS.
360 Une analyse de covariance a permis d'évaluer les différences des paramètres d'équilibre
361 postural entre les deux groupes (analyse ajustée sur les facteurs de confusion, âge, taille,
362 statut tabagique et consommation d'alcool). Une régression linéaire multivariée chez les
363 exposés a été utilisée pour évaluer l'association entre les paramètres de l'équilibre postural
364 (après analyse spectrale) et le niveau de plombémie.

365 Tous les paramètres traduisant l'équilibre postural étaient significativement plus altérés chez
366 les exposés que chez les témoins, exception faite de la déviation sagittale. Chez les exposés,
367 la régression linéaire multiple montre que ce sont les fréquences de 1-2 Hz et 2-4 Hz pour les
368 principaux mouvements qui sont associés significativement au niveau de plombémie,
369 suggérant une atteinte du lobe cérébelleux antérieur. En utilisant les paramètres de l'équilibre
370 postural associés au plomb chez les exposés, on observe des BMDL variant de 121 à 173
371 $\mu\text{g.L}^{-1}$ (moyenne : 144) selon le paramètre d'équilibre postural retenu et le modèle. Cette
372 moyenne est plus faible que la valeur jusque-là reconnue comme valeur critique (300 à 400
373 $\mu\text{g.L}^{-1}$).

374 Dans cette étude, 121 travailleurs d'une usine de batterie exposés au plomb (durée
375 d'exposition de 3 à 49 ans) sont comparés à 60 salariés volontaires recrutés dans une aire
376 proche de l'usine, appariés sur l'âge et non exposés au plomb ni à d'autres neurotoxiques ni
377 aux vibrations. Il est à noter qu'une des limites de cette étude est le choix du groupe contrôle,
378 dont le statut socio-professionnel n'était pas comparable au groupe exposé.

379

380 ○ Fonctions cognitives : Fiedler *et al.* 2003 : 140 µg.L⁻¹

381 L'objectif de l'étude était de comparer les performances cognitives entre des sujets exposés
382 au plomb, aux solvants, plomb/solvants et des personnes non exposés.

383 Les sujets ont été recrutés dans différents secteurs d'activité (acier, peinture, construction et
384 fabrication de batterie). Seuls les travailleurs à temps plein ayant au moins 5 ans d'ancienneté
385 ont été inclus. Parmi les 2765 sujets entrant dans cette catégorie, seulement 157 ont été
386 étudiés. A partir des données du questionnaire de screening, de l'emploi tenu, de mesures du
387 plomb tibial et de l'exposition aux solvants (questionnaire et dosimètres) les sujets ont été
388 classés en 4 groupes d'exposition : 40 exposés au plomb, 45 exposés au plomb/solvants, 39
389 exposés aux solvants et 33 non exposés.

390 L'exposition au plomb est estimée à partir de la mesure du taux de plomb dans le tibia ainsi
391 que par des mesures de plombémies. L'exposition aux solvants a été estimée à partir de la
392 déclaration des sujets, description des emplois et de la mesure de l'exposition au poste de
393 travail. Les plombémies moyennes pour les groupes « plomb » et « plomb/solvant » sont de
394 137 µg.L⁻¹ (écart type : 117) et 121 µg.L⁻¹ (écart type : 116).

395 Les fonctions cognitives ont été évaluées selon 5 registres.

- 396 - Aptitudes sensorielles : simple visual reaction time, auditory attention test
- 397 - Fonctions exécutives : Digit symbol substitution test, Paced auditory serial addition task
- 398 - Habilité motrice : finger tapping pour les mains dominantes, non dominantes et les
399 deux, Grooved Pegboard,
- 400 - Apprentissage et mémoire : California verbal learning test (CVLT), continuous visual
401 memory test, Rey-Osterrieth complex figure test,
- 402 - Humeur et emotions : Symptom check-list-90 R.

403
404 Les auteurs ont observé plus d'erreurs dans les tests d'attention-concentration (symbol digit
405 substitution) et une moins bonne performance dans le test de CVLT parmi les sujets des
406 groupes « plomb » et « plomb/solvant ». La valeur de 140 µg/L peut donc être considérée
407 comme une valeur de LOAEL pour l'apparition d'effets sur la fonction cognitive en lien avec
408 l'exposition au plomb. Cependant, les résultats sont à interpréter avec prudence du fait d'une
409 faible participation et de la nature transversale de l'étude.

410

411 ○ Performances neurocognitives et conduction nerveuse : Schwartz *et al.* 2001, 2005 :
412 180 µg.L⁻¹, 210 µg.L⁻¹

413 L'étude de Schwartz *et al.* (2001) est une étude de bonne qualité qui a évalué l'effet de
414 nombreux facteurs de confusion potentiels. Cette étude présente une valeur déterminée
415 graphiquement (180 µg/L) en deçà de laquelle les effets du plomb ne semblent pas être
416 observés.

417 Une deuxième étude portant sur un suivi longitudinal des travailleurs exposés (Schwartz *et al.*
418 2005) a permis d'examiner l'évolution de la performance aux tests neurocomportementaux en
419 lien avec l'exposition professionnelle au plomb dans une population sud-coréenne. L'étude a
420 été restreinte aux travailleurs exposés ayant participé aux 3 séances de test prévues, soit 576
421 travailleurs suivis au cours d'une période de 2,2 ans en moyenne. La plombémie moyenne
422 dans cette population était de 314 µg.L⁻¹. Parmi les 19 variables mesurées dans les 11 tests
423 psychométriques réalisés, une baisse significative de la performance a été observée pour six
424 d'entre elles en lien avec la plombémie mesurée le jour de la visite.

425 Les auteurs ont montré que l'augmentation de la plombémie de 210 à 400 µg.L⁻¹ (qui
426 correspond à l'écart entre la valeur du 25^{ème} percentile et celle du 75^{ème} percentile) était

427 associée à une baisse de la performance au niveau des fonctions exécutives de 1 à 15 % et
428 du « *Purdue pegboard test* » de 11 à 15%. D'après les calculs réalisés par les auteurs, ces
429 résultats seraient équivalents à une baisse de la performance correspondant à un
430 vieillissement de 4 à 5 ans. Étant donné qu'au quartile inférieur de plombémie ($210 \mu\text{g.L}^{-1}$),
431 l'absence d'effets ne peut être démontrée, la valeur de $210 \mu\text{g.L}^{-1}$ peut alors être considérée
432 comme un LOAEL.

433 D'après l'analyse des données de ces 2 études complémentaires basées sur la même
434 population de travailleurs (Schwartz *et al.* 2001 et 2005), il semble raisonnable de considérer
435 les valeurs de plombémie de $180 \mu\text{g.L}^{-1}$ et $210 \mu\text{g.L}^{-1}$ respectivement comme un NOAEL et un
436 LOAEL pour l'apparition des effets du plomb sur la fonction neurocomportementale et la
437 conduction nerveuse.

438

439 ○ Potentiels évoqués : pas d'étude concluante

440 **Interprétation des tests utilisés :**

441 L'étude de Schwartz *et al.* (2005) repose sur l'utilisation de 11 tests psychométriques visant à
442 explorer différents registres neurocomportementaux (les habilités motrices, les fonctions
443 exécutives, les capacités d'apprentissage, l'état d'humeur et les performances sensorielles et
444 motrices périphériques).

445 Une majorité de ces 11 tests relèvent de la NeuroBehavioral Core Test Battery (NBCTB) qui
446 est une batterie de tests standardisée et créée en 1983 sous l'égide de l'OMS et de l'ATSDR
447 pour réaliser des enquêtes visant à étudier la neurotoxicité des expositions aux produits
448 chimiques et à classer ces substances en fonction de leurs effets neurocomportementaux
449 (Anger *et al.* 2000). Cet ensemble de tests permet d'explorer les habilités motrices des sujets
450 et la coordination fine des mouvements (Santa Ana Dexterity test, Pursuit Aiming test, Simple
451 Reaction Time test), les dimensions exécutives, perceptives et adaptatives dans la réalisation
452 d'une tâche (Digit Symbol Substitution test, Trail Making tests, Benton Visual Retention test),
453 les performances d'apprentissage et de mémorisation (Digit Symbol Substitution test, Digit
454 Span test, Benton Visual Retention test) et l'état d'humeur via un questionnaire (Profile of
455 Mood States). Cette batterie de tests permet donc d'explorer de manière simple et objective
456 un ensemble de fonctions neurocomportementales et de comparer ainsi les performances
457 mesurées entre des groupes exposés et des personnes qui ne le sont pas. Ces tests peuvent
458 être réalisés par des personnels de niveau technique ayant reçu un minimum de formation,
459 sont faciles à mettre en œuvre, y compris à distance, et ne nécessitent pas de matériels
460 coûteux et particuliers.

461 Dans le cas de l'étude de Schwartz *et al.* (2005), 2 tests de la NBCTB ont été substitués par
462 d'autres, le Santa Ana Dexterity test par le Purdue Pegboard test et le questionnaire Profile of
463 Mood States par le Center for Epidemiological Studies Depression Scale. Le Purdue Pegboard
464 test est l'un des tests les plus usités pour explorer la dextérité manuelle en lien avec la
465 prévention des risques professionnels du fait de sa fiabilité et sa validité ainsi que de sa faible
466 sensibilité à des facteurs confondants comme l'âge, le sexe ou la latéralité des fonctions
467 motrices. Le Center for Epidemiological Studies Depression Scale est un questionnaire
468 permettant d'évaluer spécifiquement la symptomatologie dépressive alors que le Profile of
469 Mood States aborde plusieurs types de manifestations (anxiété, dépression, fatigue, colère,
470 manque de confiance, ...).

471 Enfin, cette version modifiée de la NBCTB a été complétée par l'addition de 3 tests
472 supplémentaires : le test des matrices colorées progressives de Raven, un test de perception
473 sensorielle périphérique des vibrations (Vibratron II) et un test de motricité périphérique visant
474 à déterminer la force de serrage de la main (Grip strength test) et des doigts (Pinch strength
475 test). Le test des matrices colorées progressives de Raven est l'un des 3 types de matrices de
476 Raven proposées en fonction du niveau des participants. Celui-ci vise à évaluer le
477 développement intellectuel et le niveau de déficience mentale et a été développé pour

478 comparer les capacités individuelles d'observation et de conceptualisation. Il est plus
479 particulièrement adapté pour les jeunes enfants de 4-11 ans et les personnes âgées et a fait
480 preuve d'une sensibilité certaine pour détecter des troubles neuropsychologiques. Ce test
481 consiste pour le sujet à résoudre une série de problèmes. Chaque problème étant constitué
482 d'une série de figures abstraites, le sujet doit trouver parmi plusieurs figures celle qui manque
483 à la série. Ce test permet ainsi d'explorer la capacité d'adaptation du sujet à une nouvelle
484 situation, d'élaboration d'un schéma de pensée facilitant le maniement et la résolution de
485 problèmes complexes, et d'apprentissage et de restitution des connaissances permettant de
486 résoudre ces problèmes. Les matrices de Raven sont très largement utilisées depuis de
487 nombreuses années dans les différents champs de la psychologie appliquée et sont apparues
488 comme l'un des meilleurs moyens pour évaluer différents aspects de l'intelligence.
489 Au final, l'ensemble de tests mis en œuvre dans l'étude de Schwartz *et al.* (2005) s'appuie
490 d'une part sur des tests relevant de la NBCTB qui sont bien codifiés, simples à mettre en
491 œuvre, dont les performances sont connues et qui permettent de calculer un score global, et
492 d'autre part sur des tests supplémentaires qui permettent d'explorer des aspects qui ne sont
493 pas explorés via la NBCTB comme les capacités intellectuelles ainsi que la sensorialité et la
494 motricité au niveau périphérique. La mise en œuvre de tous ces tests a permis d'obtenir une
495 image complète et précise de ce que sont les effets neurologiques de l'exposition au plomb
496 mais qui ne peut du fait même de la complexité plus grande du jeu de données obtenu être
497 traduite par un score global.

498
499 **En conclusion, l'étude de Schwartz *et al.* 2005 qui a été menée dans une population sud-**
500 **Coréenne suivie sur environ 2 ans a examiné les effets de l'exposition au plomb sur**
501 **différents aspects de la fonctionnalité neurocomportementale des travailleurs en**
502 **utilisant une batterie de 11 tests standardisés (WHO Neurobehavioral Core test Battery**
503 **modifiée, matrices colorées progressives de Raven, perception sensorielle et motricité**
504 **périphérique). Plusieurs résultats significatifs montrant une baisse de performance ont**
505 **été observés dans différents tests et ont été jugés suffisants pour identifier un effet**
506 **sanitaire permettant d'élaborer une VLB.**

507 L'étude de Schwartz *et al.* (2005) montre une baisse de performance aux tests
508 neurocomportementaux statistiquement significative avec 9 tests positifs parmi les 19
509 réalisés. Les résultats de cette étude montrent deux valeurs, une de 400 $\mu\text{g.L}^{-1}$
510 correspondant au 75^{ème} percentile et une seconde 210 $\mu\text{g.L}^{-1}$ correspondant au 25^{ème}
511 percentile. De ce fait, il n'est pas démontré l'absence d'effet pour une plombémie de 210
512 $\mu\text{g.L}^{-1}$ (25^e percentile) ce qui amène le CES à considérer cette valeur comme un LOAEL.
513 Dans leur publication précédente (Schwartz *et al.* 2001), les auteurs mentionnent la
514 possibilité d'un seuil de l'ordre de 180 $\mu\text{g.L}^{-1}$ en deçà duquel les effets du plomb ne
515 semblent pas être observés.

516

517 4.3.2. Effets rénaux

518 Plusieurs articles de revue (Goyer, 1989; Kosnett *et al.* 2007; Evans et Elinder, 2011) ont été
519 publiés sur la néphrotoxicité du plomb. S'il n'y a pas de doute sur les effets rénaux du plomb
520 qui font suite à une exposition aiguë à de fortes doses (par exemple, plombémies supérieures
521 à 600 $\mu\text{g.L}^{-1}$), l'établissement d'un lien entre maladie rénale chronique et plombémie
522 représente un défi (Sabath et Robles-Osorio, 2012). Tout en indiquant comme d'autres auteurs
523 que le plomb affecte le tubule proximal, Goyer (1989) parle de la grande difficulté de mettre
524 un tel effet en évidence suite à une exposition chronique au plomb. Ce même auteur situe à
525 600 $\mu\text{g.L}^{-1}$ le seuil approximatif de plombémie associée à l'atteinte tubulaire rénale. Ces
526 observations sont partagées par Gonick (2008). Roels *et al.* (1999) s'interrogent sur
527 l'interprétation de certaines études portant par exemple sur la kallikréine ou sur la β -N-acétyl-
528 glucosaminidase (NAG) urinaires en raison de l'exposition concomitante au cadmium

529 rencontrée dans certaines de ces études. Ces auteurs sont par ailleurs d'avis qu'il est peu
530 probable que des effets rénaux délétères surviennent chez des travailleurs dont la plombémie
531 est maintenue en-deçà de 700 $\mu\text{g.L}^{-1}$ tout au long de leur carrière. Ils mentionnent que les
532 observations faites en milieu professionnel ne peuvent sans doute pas être extrapolées à la
533 population générale.

534 En population générale, c'est l'insuffisance rénale chronique qui est l'effet critique retenu dans
535 l'avis de l'Anses (Anses 2013) et qui a conduit l'Agence à recommander un seuil de plombémie
536 à ne pas dépasser de 15 $\mu\text{g.L}^{-1}$. En populations professionnelles, de nombreuses études ont
537 examiné les effets rénaux potentiels du plomb. Pour les fins du présent rapport, les paramètres
538 étudiés ont été divisés en trois catégories : les indicateurs de diagnostic clinique, les
539 indicateurs d'atteinte glomérulaire précoce et les indicateurs d'atteinte tubulaire précoce
540 (proximale et distale). Bien que leur usage à des fins diagnostiques tend à croître, notamment
541 aux fins de dépistage de néphrotoxicité potentiellement induite par de nouveaux médicaments,
542 la signification clinique des indicateurs précoces reste à établir clairement.

543

544 **Dans le rapport d'expertise collective IBE (Anses 2016a), le GT IBE et le CES VLEP ont**
545 **conclu à partir des études recensées, qu'il semblerait que l'exposition au plomb chez**
546 **des travailleurs n'ait pas d'effet mesurable sur la fonction rénale ni sur les indicateurs**
547 **précoces d'effets glomérulaires. Les effets sur le tubule rénal proximal ne sont pas**
548 **cohérents dans leur ensemble. Bien qu'un NOEL de 150 $\mu\text{g.L}^{-1}$ ait été déterminé pour**
549 **ces effets à partir des données sur l' α_1 -microglobuline urinaire, cet effet ne peut être**
550 **considéré comme délétère (« adverse »).**

551 **La totalité des études reprises dans la section « effets rénaux » du rapport IBE plomb**
552 **conformément à la méthodologie du CES VLEP concerne celles qui ont été réalisées en**
553 **milieu professionnel. Comme elles s'étalent dans le temps, les groupes « non exposés**
554 **» de ces études présentent des plombémies supérieures au seuil de 15 $\mu\text{g.L}^{-1}$ auquel il**
555 **est fait référence au début de la présente section et qui vise à protéger la population**
556 **générale de la maladie rénale chronique. Il est donc impossible de vérifier l'impact**
557 **d'expositions professionnelles survenant éventuellement autour de cette faible valeur**
558 **à partir des données de cette littérature. Toutefois, s'il existe une relation causale entre**
559 **l'exposition professionnelle au plomb mesurée par la plombémie et la maladie rénale**
560 **chronique, on s'attendrait à trouver une relation dose-effet et dose-réponse entre la**
561 **plombémie et les divers indicateurs d'atteinte rénale décrits dans le rapport IBE plomb**
562 **(Anses 2016a). Or, ni les indicateurs de diagnostic clinique, ni les indicateurs précoces**
563 **d'effets glomérulaires ne montrent clairement un tel effet, même à des plombémies**
564 **plusieurs dizaines de fois supérieures au seuil de 15 $\mu\text{g.L}^{-1}$. Seul un indicateur d'effet**
565 **tubulaire précoce, l' α_1 -microglobuline urinaire, suggère un léger effet sur le tubule rénal**
566 **à 10 fois le seuil de 15 $\mu\text{g.L}^{-1}$ alors que les autres indicateurs d'effets tubulaires précoces**
567 **reconnus ne montrent pas de signes clairs d'atteinte tubulaire.**

568 4.3.3. Effets cardiovasculaires

569 Le rapport de l'US EPA (2006) a recensé un certain nombre d'études réalisées sur des
570 populations professionnelles, parmi lesquelles Glenn *et al.* (2003), Schwartz *et al.* (2000),
571 Sokas *et al.* (1997), Tepper *et al.* (2001), Maheswaran *et al.* (1993), Telişman *et al.* (2004),
572 Lee *et al.* (2001), Lustberg *et al.* (2004), Nomiyama *et al.* (2002), Wu *et al.* (1996) et une méta-
573 analyse (Nawrot *et al.* (2002)).

574 Selon le rapport de l'US EPA (2006), en milieu professionnel, il existe un effet sur la variation
575 de la tension artérielle chez les travailleurs exposés au plomb, et ceci pour des valeurs de
576 plombémies inférieures à 400 $\mu\text{g.L}^{-1}$. Cependant l'augmentation du risque d'hypertension
577 artérielle n'est pas observée à des niveaux de plombémie inférieurs à la VLB actuelle de 400
578 $\mu\text{g.L}^{-1}$ chez l'homme et de 300 $\mu\text{g.L}^{-1}$ chez la femme.

579

580 Les associations entre plombémie et tension artérielle durant la grossesse nécessitent un
581 focus particulier. Concernant les femmes enceintes, 8 études (4 transversales, 3 prospectives
582 et 1 cas-témoins) ont porté sur des niveaux de plombémies moyennes maternelles (ou de
583 sang du cordon pour 2 études) nettement inférieurs à 100 $\mu\text{g.L}^{-1}$. Toutes montrent une relation
584 entre élévation de plombémie et augmentation de la tension artérielle durant la grossesse,
585 voire risque d'hypertension artérielle (HTA), à l'exception d'une mettant en évidence une
586 association positive avec le plomb osseux (et non sanguin). Toutefois, elles ne permettent pas
587 d'identifier un seuil (en dessous de 100 $\mu\text{g.L}^{-1}$).

588 Ces études sont détaillées dans la partie toxicité sur la reproduction.

589 4.3.4. Effets sur le système immunitaire

590 Plusieurs études ont examiné les associations possibles entre l'exposition au plomb et des
591 déficiences du système immunitaire (NTP 2012). Les résultats des études épidémiologiques
592 identifiées par le NTP suggèrent que l'exposition au plomb pourrait être associée à des effets
593 sur l'immunité cellulaire et humorale. Ces effets incluent un changement dans les taux
594 d'immunoglobulines sériques, une baisse de la concentration sérique des lymphocytes T (LT),
595 une modification du ratio LT sur lymphocyte B (LB) dans le sang, la suppression de l'activation
596 des lymphocytes, de la chimiotaxie des neutrophiles et de la phagocytose.

597 **En conclusion, les études épidémiologiques suggèrent une association entre**
598 **l'exposition au plomb et un effet sur le système immunitaire chez les travailleurs qui**
599 **apparaît pour des plombémies supérieures à la VLB actuelle de 400 $\mu\text{g.L}^{-1}$ chez les**
600 **hommes et de 300 $\mu\text{g.L}^{-1}$ chez les femmes.**

601 4.3.5. Effets sur le système hématopoïétique

602 L'exposition au plomb est associée à une perturbation de la synthèse de l'hème. Une
603 augmentation de la plombémie au-dessus de 200 à 300 $\mu\text{g.L}^{-1}$ est suffisante pour réduire de
604 moitié l'activité érythrocytaire de l'ALAD (acide delta-amino-lévalinique déshydratase) et inhibe
605 suffisamment l'activité de la ferrochélatase pour entraîner un doublement des niveaux
606 érythrocytaires de protoporphyrine zinc (PPZ). La perturbation de l'érythropoïèse se produit en
607 l'absence de changements détectables dans le taux d'hémoglobine ou de l'hématocrite et pour
608 des plombémies inférieures à 400 $\mu\text{g.L}^{-1}$ (US-EPA 2006).

609 Le rapport de l'US-EPA indique que l'inhibition de l'ALAD (qui conduit à l'accumulation de son
610 substrat, l'ALA, dans les cellules, puis dans le plasma et dans les urines) augmente
611 proportionnellement avec la plombémie. Il est également rapporté que les concentrations de
612 PPZ augmentent proportionnellement à la plombémie par inhibition de la ferrochélatase. Dans
613 le rapport de Vyskocil *et al.* (1992) il est indiqué que la concentration de la PPZ commencerait
614 à s'élever (mais non significative) lorsque la plombémie atteindrait 200 à 300 $\mu\text{g.L}^{-1}$. Les
615 résultats sont cependant hétérogènes, car d'autres auteurs ont montré que la PPZ serait
616 augmentée lorsque la plombémie atteindrait 350 à 450 $\mu\text{g.L}^{-1}$ chez les hommes ou 250 à 350
617 $\mu\text{g.L}^{-1}$ chez les femmes. A partir de 400 $\mu\text{g.L}^{-1}$ la concentration de PPZ s'élève de façon
618 exponentielle. Selon Suga (1981 cité par Vyskocil *et al.* 1992), la limite supérieure de
619 l'intervalle de confiance des valeurs normales de PPZ est de 540 $\mu\text{g.L}^{-1}$. De façon très
620 approximative, si l'exposition est stable, la concentration en PPZ de 7 $\mu\text{g.g}^{-1}$ d'hémoglobine
621 (1 000 $\mu\text{g.L}^{-1}$) correspond à une plombémie de 600 $\mu\text{g.L}^{-1}$. Quand la plombémie atteint 800
622 $\mu\text{g.L}^{-1}$, on peut observer un niveau de PPZ aux environs de 20 $\mu\text{g.g}^{-1}$ d'hémoglobine (3 000
623 $\mu\text{g.L}^{-1}$). D'après Gillis *et al.* 2012 les concentrations normales de PPZ sont comprises entre
624 160 et 360 $\mu\text{g.L}^{-1}$.

625 Vyskocil *et al.* (1992) indiquent également que l'activité de l'ALAD serait inhibée pour des
626 plombémies inférieures à 100 $\mu\text{g.L}^{-1}$ mais que la signification biologique de cette diminution

627 n'est pas bien connue. Pour l'OSHA, les effets biochimiques sur la synthèse de l'hème
628 représentent la première phase d'un processus pathologique qui peut éventuellement évoluer
629 vers des manifestations cliniques d'intoxication par le plomb. Les valeurs seuils de plombémie
630 associées à une diminution de la concentration de l'hémoglobine ou une anémie sont de 500
631 et 800 $\mu\text{g.L}^{-1}$, respectivement. En dessous de 500 $\mu\text{g.L}^{-1}$, une diminution de la synthèse de
632 l'hème et une diminution de la durée de vie des érythrocytes ont été observées.

633 Mohammad *et al.* (2008) ont étudié les plombémies, l'ALAD, les TBARS (Thiobarbituric acid
634 reactive substance), les concentrations de PPZ et les corrélations entre ces paramètres chez
635 35 peintres en bâtiment exposés depuis plus de 10 ans. Tous les paramètres mesurés étaient
636 significativement différents chez les travailleurs par rapport aux personnes non-exposées. Le
637 marqueur le mieux corrélé aux concentrations sanguines de plomb était l'ALAD ($r_{\text{pearson}} = -$
638 0,71), puis les TBARS, (marqueur de la peroxydation lipidique) et la PPZ ($r_{\text{pearson}} = 0,34$ et 0,30
639 respectivement). Les autres marqueurs n'étaient pas corrélés à la plombémie. Les auteurs ont
640 également rapporté une équation de régression entre la plombémie et la PPZ, telle que
641 $\text{LogPPZ} (\mu\text{g.dL}^{-1}) = 0,3 \text{ LogPbsg} (\mu\text{g.dL}^{-1}) + 0,87$.

642 Une étude similaire avait été conduite avec 20 hommes employés (entre 9 mois et 5 ans) dans
643 une fabrique d'accumulateurs (Gurer-Orhan *et al.* 2004). La plombémie avait été mesurée
644 ainsi que la PPZ et l'ALAD. L'ALAD et la PPZ étaient très bien corrélés à la plombémie ($r = -$
645 0,85 et 0,83 respectivement).

646 Kasperczyk *et al.* (2012) ont mené une étude dans une usine de plomb et de zinc. Les auteurs
647 ont sélectionné 192 travailleurs qui n'étaient pas exposés au zinc. Les mesures ont été
648 réalisées dans des prélèvements sanguins réalisés tous les 3 mois pendant 2 ans. Les auteurs
649 montrent également une forte corrélation entre les concentrations sanguines de plomb
650 (moyennes ou sur le dernier échantillon) et les concentrations de PPZ ($r_{\text{spearman}} = 0,75$ en
651 considérant les 2 moyennes ; 0,66 en corrélant Pbsg et PPZ(moy) ; 0,71 en considérant
652 Pbsg(moy) et PPZ ou PPZ(moy)). Les autres paramètres mesurés n'étaient pas corrélés aux
653 plombémies.

654 **En conclusion, les études épidémiologiques rapportées ici sur les associations**
655 **possibles entre l'exposition au plomb et un effet sur le système hématopoïétique ne**
656 **rapportent pas d'effets significatifs chez les travailleurs pour des plombémies**
657 **inférieures à la VLB actuelle de 400 $\mu\text{g.L}^{-1}$ chez les hommes et de 300 $\mu\text{g.L}^{-1}$ chez les**
658 **femmes. Il y a des effets sur l'ALAD et la PPZ mais non significatifs sur le plan sanitaire.**
659 **Le CES considère que la PPZ n'est pas suffisamment spécifiques aux faibles**
660 **plombémies.**

661 4.4. Génotoxicité et cancérogénicité

662 Les études de génotoxicité montrent que le plomb peut être responsable de lésions de l'ADN
663 et de l'augmentation des niveaux de micronoyaux. Toutefois, il ne semble pas qu'il y ait
664 d'augmentation des niveaux d'aberrations chromosomiques lors d'exposition au plomb.

665 Les études épidémiologiques menées en milieu professionnel suggèrent une relation entre le
666 plomb et le cancer du poumon ou de l'estomac mais les preuves sont limitées par la présence
667 de divers facteurs de confusion potentiels (co-exposition à l'arsenic ou au cadmium, le
668 tabagisme et les habitudes alimentaires). Le National Toxicology Program (NTP, 2003 et 2004)
669 et le Centre International de Recherche sur le Cancer (CIRC) ont conclu que les composés du
670 plomb étaient probablement cancérogènes (groupe 2A preuves limitées chez l'Homme et
671 d'indications suffisantes chez les animaux).

672

673 4.5. Toxicité sur la reproduction

674 4.5.1. Effets sur la fertilité masculine

675 Plusieurs études portant sur le lien entre la plombémie et le spermogramme et/ou les
676 hormones sexuelles ont été identifiées dans la littérature. Dans une étude de Bonde *et al.*
677 (2002) regroupant plusieurs pays européens (n=503 travailleurs dont 362 exposés au plomb
678 avec plombémie moyenne de 310 µg.L⁻¹, min 46-max 645 µg.L⁻¹), le seuil de plombémie pour
679 la réduction de la concentration de spermatozoïdes était de 440 µg.L⁻¹ (mise en évidence d'une
680 association significative pour une plombémie ≥ 500 µg.L⁻¹). En revanche aucune association
681 entre une altération des paramètres spermatiques et la mesure de l'exposition à long terme
682 (somme des plombémies annuelles moyennes, disponibles pour 250 travailleurs) n'a été
683 observée. Dans un sous-groupe de 165 travailleurs (dont la plombémie moyenne était de 280
684 µg.L⁻¹), des corrélations significatives ont été mises en évidence entre les concentrations de
685 plomb dans les spermatozoïdes, le liquide séminal et le sang. Une tendance également à
686 l'altération de la chromatine des spermatozoïdes a été observée pour les concentrations de
687 plomb dans les spermatozoïdes les plus élevées.

688 Alexander *et al.* (1996) ont mis en évidence une association négative entre la numération des
689 spermatozoïdes et la plombémie chez les travailleurs d'une fonderie de plomb (actuelle ou
690 long terme). La plombémie moyenne s'élevait à 224 µg.L⁻¹. En revanche aucune association
691 n'a été observée entre la plombémie et la mobilité et la morphologie des spermatozoïdes, ou
692 les niveaux de testostérone, LH et FSH.

693 De même, dans l'étude de Sadeghniat, 2013, aucune association significative n'a été observée
694 entre la plombémie et les concentrations sanguines d'hormones sexuelles (testostérone totale
695 et libre, FSH et LH) chez les travailleurs (n= 113) exposés au plomb depuis plus de 6 mois
696 (plombémie moyenne : 414,1 µg.L⁻¹).

697 Jensen *et al.* ont publié une revue sur les expositions professionnelles et la fonction
698 reproductive masculine (Jensen, 2006). Concernant le plomb, ils soulignent que la littérature
699 comprend de nombreuses études transversales mettant en évidence des associations entre
700 plombémie et altération des paramètres spermatiques, même si les résultats ne sont pas tous
701 concordants. Ils citent la valeur de 450 µg.L⁻¹, comme seuil en dessous duquel il ne semble
702 pas y avoir d'effet sur la numération des spermatozoïdes ; cette valeur est issue de l'étude
703 européenne de Bonde *et al.* décrite ci-dessus (Bonde, 2002).

704 En 2012, Snijder *et al.* ont publié une revue de la littérature sur l'impact des expositions
705 professionnelles (hommes et femmes) sur le délai nécessaire à concevoir (DNC). Les auteurs,
706 sur la base des 4 études portant sur l'exposition paternelle au plomb (Apostoli, 2000 ; Joffe,
707 2003 ; Shiau, 2004 ; Sallmen, 2000) ont mis en évidence une relation dose-réponse entre
708 plombémies et DNC. Des ratios de fécondabilité significativement inférieurs à 1 sont rapportés
709 pour des plombémies supérieures à 300 µg.L⁻¹ (Shiau, 2004 ; Sallmen, 2000) ou à 400 µg.L⁻¹
710 (Apostoli, 2000).

711 **En conclusion, sur les 20 dernières années, de nombreuses études transversales ont**
712 **mis en évidence des associations entre l'exposition professionnelle au plomb et des**
713 **anomalies spermatiques (baisse de la numération des spermatozoïdes notamment).**
714 **Ces observations sont en accord avec les données animales. Cependant les résultats**
715 **sont parfois discordants et ces études peuvent présenter des limites méthodologiques**
716 **(notamment les biais de sélection, la variabilité du spermogramme et la pluralité des**
717 **facteurs à prendre en compte). L'étude européenne de Bonde *et al.* 2002 a permis**
718 **d'identifier une limite de plombémie en dessous de laquelle la baisse du nombre de**
719 **spermatozoïdes est peu probable, il s'agit d'environ 450 µg.L⁻¹. Cette concentration peut**
720 **être considérée comme un NOAEL.**

721 4.5.2. Effets sur la fertilité féminine

722 D'une façon générale, en dehors des études sur le déroulement de la grossesse (comprenant
723 les fausses couches spontanées), les études sur la fertilité féminine sont rares. De plus, en ce
724 qui concerne le plomb, les études menées en milieu professionnel portent essentiellement sur
725 des sujets masculins.

726 Dans la revue de la littérature de Snijder *et al.* (Snijder, 2012) évoquée plus haut, sur le délai
727 nécessaire à concevoir, une seule étude recherchait une éventuelle association avec la
728 plombémie maternelle (Sallmen, 1995) et n'a pas mis en évidence d'effets statistiquement
729 significatifs, même pour les plombémies les plus élevées ($\geq 1 \mu\text{mol/L}$, soit $207 \mu\text{g.L}^{-1}$).

730 4.5.3. Effets sur le développement

731 Des études ont montré qu'il existait une association entre les plombémies maternelles
732 supérieures à $100 \mu\text{g.L}^{-1}$, d'une part, et le taux de prématurité, de mortalité et de petits
733 poids à la naissance, d'autre part (Bornschein *et al.* 1989 ; Dietrich *et al.* 1989 ; US-EPA,
734 1984 ; McMichael *et al.* 1986 et Rabinowitz *et al.* 1987 cités par Vyskocil *et al.* 1992).

735

736 Prises dans leur ensemble, les études humaines démontrent un effet nocif de l'exposition
737 prénatale au plomb sur le développement neurocomportemental de l'enfant. Il est indiqué,
738 dans le rapport de Vyskocil *et al.* (1992), que des déficits neurocomportementaux peuvent être
739 observés chez des enfants dont l'exposition prénatale au plomb, mesurée par la concentration
740 du plomb dans le sang maternel ou dans le cordon ombilical, est de l'ordre de 100 à $150 \mu\text{g.L}^{-1}$
741 et peut-être même inférieures.

742 Le NTP (NTP 2012) a analysé de nombreuses études chez l'Homme (population travailleurs
743 et générale) montrant un lien entre plombémie et effets reprotoxiques (retard de croissance,
744 faible poids à la naissance). Le NTP a conclu à un niveau de preuve suffisant entre plombémie
745 inférieure à $100 \mu\text{g.L}^{-1}$ et effet sur le développement.

746

747 Etudes sans mesure de plombémies

748 Les études ayant fait l'objet d'une analyse sont : Nördström *et al.* 1979 a et b, Min *et al.* 1996
749 et Irgens *et al.* 1998. En conclusion, l'exposition des pères ne semble pas liée à une
750 augmentation de la survenue de défauts chez les nouveau-nés étudiés, contrairement à celle
751 des mères. L'intérêt de l'étude d'Irgens *et al.* 1998 est de porter sur un ensemble exhaustif et
752 important de sujets mais aucune mesure de l'exposition n'a été faite même sur un échantillon
753 de sujets et certains facteurs de confusion n'ont pas été pris en compte (par exemple le
754 tabagisme).
755

756 Etudes avec mesure de plombémies

757 Etudes menées en population générale

758 Gonzales-Cossio *et al.* (1997) est une sous-étude d'un essai clinique randomisé visant à
759 démontrer l'efficacité de la supplémentation alimentaire calcique des mères allaitantes pour
760 réduire l'exposition des nourrissons au plomb via l'ingestion de lait maternel. D'après cette
761 étude, l'indicateur reflétant le mieux le taux d'imprégnation maternelle au plomb est la
762 concentration de plomb dans la partie corticale du tibia. C'est aussi le seul indicateur pour
763 lequel les auteurs observent une relation dose-réponse linéaire avec le faible poids à la
764 naissance. En ce qui concerne la plombémie maternelle, le faible poids à la naissance n'est
765 observé que chez les nouveau-nés des femmes dont la plombémie est comprise entre 58 et
766 $80 \mu\text{g.L}^{-1}$, mais pas chez les femmes ayant les plombémies supérieures au second quartile de

767 l'exposition ($>80 \mu\text{g.L}^{-1}$). Cela ne semble pas refléter un manque de puissance car les effectifs
768 dans les quatre groupes d'exposition sont très similaires.

769

770 Gundacker *et al.* (2010) s'intéressent aux effets de l'exposition environnementale au plomb et
771 mercure. La concentration du plomb est mesurée dans de nombreux substrats biologiques
772 maternels et du nouveau-né et reflète des niveaux d'exposition au plomb relativement bas. La
773 plombémie maternelle médiane calculée dans l'échantillon des 53 mères incluses dans l'étude
774 était de $25 \mu\text{g.L}^{-1}$. Seule la plombémie maternelle était corrélée avec la concentration du plomb
775 dans le cordon ombilical ($P=0.043$), mais la force de cette corrélation n'a pas été précisée.
776 Une association négative statistiquement significative a été observée entre la plombémie
777 maternelle et le poids et la taille à la naissance ($\beta=-0.258$, $p=0.007$). Elle n'était pas
778 significative pour la taille, ni pour le périmètre crânien du nouveau-né. Dans un modèle de
779 régression ajustée sur la durée de la gestation, la plombémie maternelle était également
780 inversement liée au poids à la naissance ($\beta=-0,262$, $p=0.058$). Cependant d'après ce dernier
781 modèle, la plombémie n'était que le 3^{ème} facteur par ordre d'importance pour expliquer la
782 variation de poids à la naissance, précédée par la durée gestationnelle (2^{ème} facteur) et la
783 concentration placentaire de plomb (1^{er} facteur). La concentration placentaire était
784 positivement associée avec le poids à la naissance et aussi la taille à la naissance.

785 La présentation incomplète des méthodes et des résultats ne permettent pas de dire comment
786 ont été traitées des variables d'exposition et comment doivent être interprétés les coefficients
787 de régression issus des modèles. Les valeurs de la plombémie ont été distribuées comme
788 suit : Min = $10,4 \mu\text{g.L}^{-1}$; Max = $84 \mu\text{g.L}^{-1}$; 25^{ème} percentile = $17,8 \mu\text{g.L}^{-1}$; 75^{ème} percentile = $34,7$
789 $\mu\text{g.L}^{-1}$. Par conséquent, il est difficile de dériver avec certitude un NOAEL ou un LOAEL
790 autrement qu'en considérant la valeur médiane de la plombémie de $25 \mu\text{g.L}^{-1}$.

791 Par ailleurs, il faudrait souligner d'autres limites de cette étude, notamment l'exclusion de 39%
792 de la population des femmes, la grande proportion des femmes avec des données incomplètes
793 17/53 et l'absence de prise en compte de la co-exposition au mercure des femmes incluses
794 dans l'étude.

795 Les trois études suivantes examinent la plombémie maternelle ou le taux de plomb dans le
796 cordon et les paramètres observés chez les nouveau-nés :

797 Odland *et al.* (1999) ont réalisé une étude transversale portant sur le taux du cadmium et du
798 plomb chez la mère et poids de naissance et l'indice de la masse corporelle (IMC) du nouveau-
799 né. Au total, 262 couples mère-nouveau-né ont été recrutés entre avril 1993 et juin 1994 dans
800 les régions arctiques ou subarctique de la Russie et de la Norvège (148 couples mère-enfant
801 en Russie et 114 couples mère-enfant en Norvège). La plombémie maternelle est mesurée
802 juste après l'accouchement. Le taux de plomb est également mesuré dans le sang du cordon.
803 La plombémie maternelle était plus élevée chez les mères russes comparées aux mères
804 norvégiennes, avec une valeur médiane de $0,14 \mu\text{mol.L}^{-1}$ ($29 \mu\text{g.L}^{-1}$) pour les mères russes et
805 $0,06 \mu\text{mol/L}$ ($12,4 \mu\text{g.L}^{-1}$) pour les mères norvégiennes. La concentration du plomb dans le
806 cordon est également plus élevée chez les russes que les norvégiennes. Des régressions
807 linéaires multiples ont examiné la relation entre le poids de naissance et la plombémie
808 maternelle. Dans le modèle final, la plombémie maternelle est significativement liée au poids
809 de naissance après prise en compte de l'âge maternel, l'IMC maternel, la créatinine urinaire,
810 l'habitude tabagique de la mère et le pays (Russie ou Norvège). Dans cette analyse, $1 \mu\text{mol.L}^{-1}$
811 de la plombémie maternelle correspond à une baisse de poids de naissance de 1068 g. Ceci
812 correspond à une baisse de poids de naissance de 5 g par $1 \mu\text{g.L}^{-1}$ de la plombémie
813 maternelle.

814

815 Osman *et al.* (2000) ont étudié la relation entre le taux d'éléments traces et le poids de
816 naissance, le périmètre crânien et la taille à la naissance du nouveau-né parmi 106 femmes

817 suédoises ayant eu un suivi de grossesse entre 1994 et 1996. Le plomb a été mesuré dans le
818 sang maternel, dans le cordon et dans le placenta. La plombémie médiane chez les mères est
819 de 55 nmol/L (11,4 µg.L⁻¹). Le taux médian du plomb dans le cordon est de 54 nmol.L⁻¹ (11
820 µg.L⁻¹). L'analyse par régression multivariée avec ajustement sur l'âge maternel, le nombre
821 d'enfants, le statut tabagique, le sexe de l'enfant, l'âge gestationnel et la concentration de
822 différents métaux a montré que 1 nmol.L⁻¹ de plomb dans le cordon correspondait à une baisse
823 de poids de naissance de 2 g, une baisse du périmètre crânien de 0,0047 cm et une baisse
824 de la taille à la naissance de 0,0088 cm (après conversion, 1 µg.L⁻¹ de plomb correspond à
825 une baisse de poids de 9 g, une baisse du périmètre crânien de 0,022 cm et une baisse de la
826 taille à la naissance de 0,045 cm). La signification clinique de ces baisses de périmètre crânien
827 et de la taille à la naissance n'est pas connue.

828

829 Zhu *et al.* (2010) ont étudié le lien entre la plombémie et les paramètres de la croissance fœtale
830 chez des femmes faiblement exposées au plomb (<100 µg.L⁻¹). La population étudiée est
831 constituée de femmes âgées de 15 à 49 ans entre 2003 et 2005, habitant dans l'état de New
832 York. Les paramètres sanitaires mesurés sont le poids de naissance, un accouchement
833 prématuré (<37 semaines de gestation), le petit poids pour l'âge gestationnel (<10^{ème}
834 percentile du poids gestationnel entre 25^{ème} W et 42^{ème} semaines). Au total, 43 288 femmes et
835 leurs bébés ont été inclus. La plombémie moyenne était de 21 µg.L⁻¹. Pour le poids de
836 naissance, les auteurs observent une relation supralinéaire (la relation est linéaire avec la
837 plombémie élevée à la puissance 0,5) : une augmentation de 10 µg.L⁻¹ de plombémie
838 correspond à une diminution du poids de naissance des nouveau-nés de 4,4 à 27 g, cette
839 baisse était plus marquée pour les plombémies les plus faibles. Cette analyse tient compte
840 des facteurs de confusion tels que l'âge gestationnel, l'âge maternel, l'origine ethnique, le
841 niveau d'éducation, le tabac, l'alcool, la prise de drogues, le nombre de grossesses arrivées à
842 terme, le sexe du nouveau-né ou la participation à un programme d'aide financière. Les
843 auteurs n'ont pas observé de relation statistiquement significative entre la plombémie
844 maternelle et l'accouchement prématuré, ni avec le petit poids de naissance pour l'âge
845 gestationnel.

846 Jelliffe-Pawlowski *et al.* (2006) ont réalisé une étude de cohorte rétrospective portant sur 262
847 paires mère-enfant extraites du programme californien « prévention contre le plomb ». Les
848 auteurs ont étudié l'association de l'intensité des niveaux de plombémie et de la période
849 d'exposition pendant la grossesse avec le poids de naissance, la durée de gestation et les
850 événements suivants : prématurité, faible poids de naissance et faible poids de naissance
851 compte-tenu de l'âge gestationnel.

852 La plombémie a été mesurée chez 6216 femmes dans le cadre de ce programme. Ces femmes
853 enceintes entre 1996 et 2002 ou qui avaient entre 14 et 45 ans au moment des mesures
854 sanguines, ont été recherchées dans le registre des naissances de Californie. Pour faire partie
855 de l'échantillon final, il fallait de plus qu'elles aient donné naissance à un seul enfant, qu'elles
856 ne soient pas fumeuses, ni porteuses d'une pathologie pouvant affecter le cours du
857 développement intra-utérin (par exemple diabète, rubéole...). Les données d'exposition
858 étudiées sont : la plombémie maximum pendant la grossesse (donnée brute ou catégorisée)
859 et la plombémie maximum par trimestre de grossesse.

860 Une analyse de variance a été effectuée pour comparer le groupe des expositions faibles
861 (<=50 µg.L⁻¹ ou pas d'exposition) avec chacun des groupes d'exposition élevée (60-90, 100-
862 190, 20-39, >=400 µg.L⁻¹) pour le poids de naissance et la durée de gestation.

863 Une régression linéaire a été réalisée sur le maximum de la plombémie et d'une part le poids
864 de naissance, d'autre part la durée de gestation. Cette analyse a été réalisée séparément pour
865 les valeurs <100 µg.L⁻¹ et sur les valeurs >= 100 µg.L⁻¹.

866 Pour étudier les liens de la plombémie maximale avec la prématurité et un faible poids de
867 naissance (brut ou ajusté sur l'âge gestationnel), une régression logistique a été réalisée. Dans
868 cette analyse, la plombémie maximale était répartie en classes.

869 Les femmes avec des plombémies max $\geq 100 \mu\text{g.L}^{-1}$ ont tendance à donner naissance plus
870 tôt et leur bébé a un risque augmenté de prématurité (naissance ayant lieu avant la 37^e
871 semaine) et de faible poids ajusté sur l'âge gestationnel par rapport au groupe d'exposition le
872 plus faible. Chaque augmentation d'une unité de $1 \mu\text{g.dL}^{-1}$ (soit $10 \mu\text{g.L}^{-1}$) au-dessus de 100
873 $\mu\text{g.L}^{-1}$ est associée à une diminution de 0,3 jour du temps de gestation.

874 Les risques de prématurité et de faible poids ajusté sur l'âge gestationnel sont multipliés
875 respectivement par 3 et par 4 chez les bébés de mères dont l'exposition est au-dessus de 100
876 $\mu\text{g.L}^{-1}$ par rapport à celles exposées à des niveaux inférieurs.

877 La plombémie au second trimestre est particulièrement en cause avec une décroissance
878 importante du nombre de jours de gestation (diminution de 1 jour de gestation pour chaque
879 augmentation de $10 \mu\text{g.L}^{-1}$ de plombémie en dessus de $100 \mu\text{g.L}^{-1}$).

880 Les données mettent en évidence des effets adverses des niveaux élevés de plomb sanguin
881 pendant la grossesse, en particulier pour les niveaux au-dessus de $100 \mu\text{g.L}^{-1}$: décroissance
882 du nombre de jours de gestation, prématurité et faible poids à âge gestationnel fixé.

883 Kordas (2009) *et al.* ont étudié les interactions environnement-gènes pour comprendre si les
884 folates ingérés et l'exposition maternelle au plomb étaient associés à une faible taille des
885 nouveau-nés. Plus précisément, il s'agissait de vérifier si les folates ingérés modifiaient les
886 effets négatifs du plomb sur la taille et comment les génotypes maternels et infantiles
887 intervenaient. Il s'agit d'une étude transversale portant sur 474 femmes recevant des soins
888 anténataux entre juin 1994 et juin 1995 dans 3 hôpitaux de la ville de Mexico. Elles participaient
889 à un essai randomisé de supplémentation en calcium un mois avant l'accouchement. Les
890 paramètres étudiés étaient la taille, le poids, la circonférence de la tête du bébé à la naissance.
891 Le plomb du tibia et le plomb sanguin (chez la mère) étaient les marqueurs d'exposition
892 utilisés.

893 L'analyse statistique comprenait un modèle de régression linéaire sur la taille à la naissance
894 (poids, taille et circonférence de la tête) en fonction de la quantité de folates ingérés (modèle
895 1), du plomb du tibia (modèle 2) et de leurs interactions. Les deux variables ont été
896 considérées soit sous forme continue soit sous forme catégorielle. Pour le plomb du tibia le
897 seuil est la médiane ($9,4 \mu\text{g.g}^{-1}$). Pour la quantité de folates ingérés le seuil est $400 \mu\text{g.L}^{-1}$.
898 L'ajustement est fait sur l'âge gestationnel, la parité, le tabagisme et le niveau d'éducation
899 maternels, l'âge maternel, le statut matrimonial, l'IMC avant grossesse et le sexe de l'enfant.
900 Des régressions linéaires sur la taille à la naissance en stratifiant par génotype ont été
901 réalisées. La quantité de folates ingérés, le plomb du tibia et leur interaction ont été entrés
902 dans des modèles prédisant le poids, la taille et la circonférence de la tête à la naissance. A
903 la fin un modèle à triple interaction a été testé : génotype x quantité de folates ingérés x plomb
904 du tibia. Le poids de naissance de l'enfant comprend 4 g de plus pour une croissance de
905 folates ingérés de $100 \mu\text{g/jour}$ et les femmes dont la consommation de folates se situe dans
906 le plus grand quartile ont des nouveau-nés qui pèsent 54,8 g de plus que celles du quartile le
907 plus bas. Un plomb du tibia élevé est associé à un poids de naissance plus bas. La quantité
908 de folates ingérés et le plomb du tibia n'étaient pas associés à la taille des bébés ni à la
909 circonférence de la tête.

910 Ni le génotype MTHFR de la mère ni celui de l'enfant n'étaient associés aux caractéristiques
911 de l'enfant à la naissance. L'étude montre que les caractéristiques de taille à la naissance sont
912 associées positivement à la quantité de folates ingérés mais négativement au plomb du tibia.
913 Ces associations sont modestes mais importantes à souligner car les caractéristiques de
914 naissance prédisent le développement ultérieur de l'enfant et les risques pour la santé à l'âge
915 adulte.

916
917
918

Tableau 8 : Résumé des observations sur les effets du plomb mesuré chez la mère sur la reproduction

Effets	Références	Résultats		Remarques
		Pas d'effet	Seuil (plombémie)	
Prématurité, faible poids de naissance	Jelliffe-Pawlowski <i>et al.</i> 2006		>100 µg.L ⁻¹	Menée en population générale
Faible poids à la naissance	Gonzales-Cossio <i>et al.</i> (1997)		58 à 80 µg.L ⁻¹	
Taille, poids à la naissance	Gundacker <i>et al.</i> (2010)		25 µg.L ⁻¹	
Poids à la naissance	Odland <i>et al.</i> (1999)		Baisse de poids de naissance de 5 g par 1 µg.L ⁻¹	
Taille, périmètre crânien, poids à la naissance	Osman <i>et al.</i> (2000)		Diminution du périmètre crânien de 0,022 cm, baisse de la taille de 0,045 cm, baisse de poids de naissance de 9 g, par 1 µg.L ⁻¹ de plombémie maternelle	
Poids à la naissance	Zhu <i>et al.</i> (2010)		Diminution du poids de naissance des nouveau-nés de 4,4 à 27 g par 10 µg.L ⁻¹ de plombémie maternelle	

919
920
921**Etudes menées en populations professionnelles**

922 Lin *et al.* (1998) ont étudié les liens entre **exposition professionnelle paternelle** au plomb et
 923 risque de prématurité et de faible poids de naissance des enfants, puis vérifié si ces deux
 924 risques augmentaient avec l'intensité et la durée de l'exposition.

925 Il s'agit d'une enquête exposés/non exposés au sein d'une cohorte. Les enfants sont nés entre
 926 1981 et 1992. Les exposés sont les enfants dont les pères sont inscrits dans le registre des
 927 salariés de l'industrie des métaux lourds (n=747) de l'Etat de New-York (USA). Les non
 928

929 exposés sont les enfants de conducteurs de bus appariés sur l'âge et le lieu de résidence
930 (n=2259).

931 Les données de santé à la naissance sont issues du registre des naissances de l'Etat. Les
932 données concernant le plomb sont issues du registre des salariés de l'industrie des métaux
933 lourds pour les exposés. Il faut noter un changement en 1986 : avant cette date, le critère
934 d'enregistrement dans le registre était une plombémie de 400 µg.L⁻¹ ou plus tandis qu'elle était
935 seulement de 250 µg.L⁻¹ ou plus après 1986. Le groupe contrôle a été constitué à partir du
936 fichier des conducteurs de bus en appariant en fréquence sur l'âge et le comté de résidence
937 (hypothèse d'un niveau socio-économique semblable entre les deux groupes).

938 Trois groupes d'exposition ont été définis comme suit : groupe 1 (plombémie ≥ 500 µg.L⁻¹),
939 groupe 2 (plombémie : 350-490 µg.L⁻¹) et groupe 3 (plombémie : 250-340 µg.L⁻¹). Pour les
940 sujets avec plusieurs mesures, la moyenne a été calculée. La durée d'exposition a été définie
941 comme suit : 1 an ou moins, 1-5 ans et plus de 5 ans. L'exposition cumulée est définie comme
942 le produit de la valeur moyenne d'exposition par la durée d'exposition.

943 L'analyse statistique a consisté en une régression logistique non conditionnelle pour les
944 variables qualitatives. L'étude du rôle de l'intensité et de la durée d'exposition a été réalisée
945 par le calcul de risques relatifs ajustés sur l'âge paternel, le niveau d'éducation maternel, la
946 race, la résidence, le nombre de grossesses, l'histoire d'avortements spontanés, les
947 complications périnatales, l'adéquation des soins prénatals et le sexe de l'enfant.

948 On n'observe pas de différence entre exposés et témoins pour un faible poids à la naissance,
949 un faible poids compte-tenu de l'âge gestationnel et l'ensemble des phénomènes de santé
950 étudiés. Cependant on constate une augmentation significative du risque de faible poids et de
951 prématurité pour les enfants dont le père a 5 ans ou plus d'exposition élevée après ajustement
952 sur les facteurs de confusion (RR égal respectivement à 3,85 et 2,45). De plus, ces deux
953 risques augmentent avec la durée d'exposition.

954 Bien que les hommes avec un niveau élevé ou une durée importante d'exposition soient
955 relativement rares, il semble qu'un effet sur le développement associé à l'exposition paternelle
956 reste possible, mais les données ne permettent pas d'évaluer un seuil à partir duquel cela
957 pourrait se produire.

958 4.5.4. Effets sur la tension artérielle chez la femme enceinte

959 L'hypertension artérielle (HTA) se définit par la mesure, à plusieurs reprises et dans des
960 conditions adaptées (après plusieurs minutes de repos), d'une tension artérielle systolique
961 (TAS) supérieure ou égale à 140 mm Hg et/ou d'une tension artérielle diastolique (TAD)
962 supérieure ou égale à 90 mm Hg. La notion d'HTA durant la grossesse regroupe plusieurs
963 entités différentes : l'HTA chronique, présente avant la grossesse ; l'HTA gestationnelle ou
964 gravidique, constatée pour la 1^{ère} fois après la 20^{ème} semaine de grossesse ; la prééclampsie
965 qui constitue un syndrome spécifique de l'état de grossesse, apparaissant le plus souvent
966 après la 20^{ème} semaine et associant HTA et protéinurie ; l'éclampsie qui consiste en la
967 survenue, chez une femme prééclampsique, de convulsions sans autre cause individualisable
968 (Beaufils, 2001). La prééclampsie/éclampsie engage le pronostic vital foetal, voire maternel ;
969 ses mécanismes physiopathologiques font l'objet de diverses hypothèses, en lien
970 principalement avec des problèmes de vascularisation du placenta.

971 La monographie NTP (2012) conclut à une augmentation du risque d'HTA durant la grossesse
972 en lien avec des plombémies inférieures à 100 µg.L⁻¹ (*sufficient evidence*), sur la base de 8
973 études, dont les caractéristiques et principaux résultats sont présentés ci-dessous. Il est à
974 noter que ces études ont été menées en population générale.

975 Rabinowitz *et al.* (1987) ont étudié l'association entre plombémie mesurée au sang du cordon
976 et TA de la mère durant la phase de travail, auprès de 3851 femmes ayant accouché à l'Hôpital

977 de Boston. Les chiffres de TAS et TAD retenus étaient les derniers enregistrés durant le travail
978 (avant l'accouchement), ce qui n'est pas représentatif de la TA mesurée au repos. Les notions
979 de diagnostic clinique d'HTA durant la grossesse (retrouvé chez 401 femmes, soit 11%), ou
980 de prééclampsie (4%) ont été également recueillies, à partir des dossiers médicaux renseignés
981 par divers médecins. La plombémie moyenne mesurée au sang du cordon était de 69 ± 33
982 $\mu\text{g.L}^{-1}$ (max=350). La plombémie apparaissait significativement et positivement corrélée à la
983 TAS et la TAD. Il était noté des moyennes significativement plus élevées de TAS (122,7 versus
984 119,6 mm Hg, $p < 0,0001$) et de TAD (77,3 versus 75,9 mm Hg, $p < 0,003$) dans le groupe
985 correspondant au quartile de plombémie le plus élevé ($112,4 \pm 0,9 \mu\text{g.L}^{-1}$, $n=1107$)
986 comparativement au quartile le plus bas ($35,0 \pm 0,3 \mu\text{g.L}^{-1}$, $n=1066$). Une association entre
987 plombémie et TAS a été retrouvée également dans les modèles multivariés. Les auteurs ont
988 estimé des Risques Relatifs (RR) d'HTA durant la grossesse en fonction de différents niveaux
989 de plombémie, après ajustement sur la race, la présence de diabète et l'Indice de Masse
990 Corporelle (IMC). Le niveau de référence (RR=1) correspondait à une plombémie de $7 \mu\text{g.L}^{-1}$
991 (98,7% des plombémies étant supérieures à cette valeur). Un RR significatif de 1,7 (intervalle
992 de confiance IC à 95 % : 1,3-2,1) était associé à une plombémie de $63 \mu\text{g.L}^{-1}$ (50% des
993 plombémies étant supérieures à cette valeur) ; les RR étaient respectivement de 2,2 (IC 95% :
994 1,5-2,9) et de 2,5 (IC 95% : 1,5-3,5) pour des plombémies de 150 et $250 \mu\text{g.L}^{-1}$.

995

996 Wells *et al.* (2011) ont également utilisé la plombémie du sang du cordon, comme substitut de
997 la plombémie maternelle. Ils citent l'étude de Chuang *et al.* (2001) qui, sur la base du dosage
998 du plomb dans le sang du cordon et dans le sang maternel chez plus de 500 couples mère-
999 enfant, ont calculé un ratio sang du cordon/ sang maternel de 0,78. Wells *et al.* (2011) ont
1000 évalué la relation entre plombémie du sang du cordon et les chiffres de TA chez 285 femmes
1001 hospitalisées pour leur accouchement. Ils ont basé leur analyse sur deux couples de chiffres
1002 de TAS et TAD : ceux mesurés à l'admission et ceux correspondant aux chiffres maximaux
1003 enregistrés sur toute la durée de l'hospitalisation. Ils disposaient également, à partir des
1004 dossiers médicaux, de la notion de traitement anti-hypertenseur ainsi que de diagnostics
1005 d'HTA chronique, d'HTA gravidique, ou de prééclampsie, ce qui concernait au total 27 femmes
1006 (soit 9,5%). La moyenne géométrique de plombémie au sang du cordon était de $6,6 \mu\text{g.L}^{-1}$ (IC
1007 95% : 6,1-7,0 ; max=64,7), donc environ 10 fois plus basse que dans l'étude de Rabinowitz *et*
1008 *al.* (1987). Par des régressions multivariées, aucune augmentation d'Odds Ratio (OR) d'HTA
1009 en rapport avec la plombémie n'a été mise en évidence. Toutefois, toujours en contrôlant par
1010 divers facteurs (âge, race, tabac, parité, anémie), il a été mis en évidence une augmentation
1011 significative de la TA chez les femmes situées dans le quartile le plus élevé de plombémie
1012 ($9,6-64,7 \mu\text{g.L}^{-1}$) comparativement à celle du quartile le plus bas ($\leq 4,6 \mu\text{g.L}^{-1}$). Ainsi, pour la
1013 TA à l'admission, l'augmentation entre le 1^{er} et le 4^{ème} quartile de plombémie était de 6,87 mm
1014 Hg (IC 95% : 1,51-12,21) pour la TAS et de 4,40 mm Hg (IC 95% : 0,21-8,59) pour la TAD ;
1015 pour la TA maximale durant l'hospitalisation, l'augmentation était respectivement de 7,72 mm
1016 Hg (IC 95 % : 1,83-13,60) et de 8,33 mm Hg (IC 95% : 1,14-15,53) pour la TAS et la TAD.

1017 Les auteurs ont estimé une Benchmark Dose (BMD), et la limite inférieure de son IC 95%
1018 (BMDL), correspondant à une augmentation d'une déviation standard (DS) de la TA par
1019 rapport aux témoins (à savoir les femmes situées dans le quartile le plus bas de plombémie).
1020 Pour calculer cette BMD (BMDL), ils ont testé 4 modèles différents, appliqués à 4 groupes de
1021 chiffres tensionnels (TAS/TAD à l'admission ou TAS/TAD maximales). Les DS moyennes de
1022 TA étaient comprises entre 11,9 mm Hg (pour la TAD à l'admission) et 20,4 mm Hg (pour la
1023 TAD maximale) ; pour le modèle retenu (*power model*), les 4 BMDL calculées étaient autour
1024 de $14 \mu\text{g.L}^{-1}$. Au total, les auteurs ont conclu à une association significative entre plombémie
1025 et augmentation de TA durant le travail et l'accouchement, pour des valeurs de plombémie au
1026 sang du cordon inférieures à $20 \mu\text{g.L}^{-1}$.

1027

1028 Rothenberg *et al.* (1999) ont conduit à Los Angeles une étude chez 1627 femmes enceintes,
1029 dont 1188 migrantes (principalement d'Amérique Latine). En distinguant populations de
1030 migrantes et de non migrantes, l'objectif était de rechercher une association entre la
1031 plombémie et la TA (conditions standardisées de mesure, avec tensiomètre automatique)
1032 mesurées au 3^{ème} trimestre de grossesse. La moyenne géométrique de plombémie chez les
1033 migrantes était de 23 $\mu\text{g.L}^{-1}$ (standard error of the mean SEM : +0,4/-0,4), plus élevée
1034 ($p < 0,001$) que celle des non migrantes (19 $\mu\text{g.L}^{-1}$; SEM +0,6/-0,4). Par régression multiple, un
1035 effet significatif de la plombémie sur la TAS et la TAD n'a été retrouvé que chez les migrantes.
1036 Chez ces dernières, entre les 5^{ème} et 95^{ème} percentiles de plombémie (soit entre 9 à 62 $\mu\text{g.L}^{-1}$),
1037 la TAS augmente de 2,8 mm Hg et la TAD de 2,4 mm Hg.

1038

1039 Les mêmes auteurs, Rothenberg *et al.* (2002), ont conduit une étude prospective dans les
1040 maternités de Los Angeles. Sur la période de juin 1995 à mai 2001, 3473 femmes enceintes
1041 ont été recrutées au 3^{ème} trimestre de grossesse, avec mesure de la TA (conditions
1042 standardisées, avec tensiomètre automatique) et de la plombémie. Le protocole prévoyait
1043 également de mesurer ces mêmes paramètres en post-partum, associés à la mesure du plomb
1044 osseux au niveau du tibia et du calcaneum. Seules 1006 femmes se sont présentées en post-
1045 partum et au total, après exclusion de femmes porteuses de certaines pathologies, l'analyse
1046 a porté sur 667 femmes. Les moyennes géométriques des plombémies au 3^{ème} trimestre et en
1047 post-partum étaient respectivement de 19 $\mu\text{g.L}^{-1}$ (geometric SD +36/-10) et de 23 $\mu\text{g.L}^{-1}$
1048 (geometric SD +43/-12). La valeur de 100 $\mu\text{g.L}^{-1}$ était dépassée par 10 femmes (1,4%) au 3^{ème}
1049 trimestre et 14 (2,0%) en post-partum. Au total, 31 cas d'HTA ont été observés. Aucune
1050 association entre plombémie (ou plomb osseux) et HTA en post-partum n'a été observée. Il
1051 n'a pas été retrouvé non plus d'association entre plombémie et TA au 3^{ème} trimestre.
1052 Contrairement à ce qui pouvait être attendu, une association significative négative a été mise
1053 en évidence entre plombémie et TAS/TAD en post-partum. Seul le plomb osseux (au niveau
1054 du calcaneum, os trabéculaire, et non du tibia, os cortical) était significativement associé à un
1055 risque d'HTA durant le 3^{ème} trimestre de grossesse et à une augmentation de la TAS et de la
1056 TAD chez les femmes normotendues au 3^{ème} trimestre. Les auteurs ont calculé qu'une
1057 augmentation de la concentration de plomb osseux de 10 $\mu\text{g.g}^{-1}$ calcaneum était associée,
1058 durant le 3^{ème} trimestre de grossesse, à un OR d'HTA de 1,86 (IC 95% : 1,04-3,32) et, chez
1059 les normotendues, à une augmentation de 0,70 mm Hg de TAS (IC 95% : 0,04–1,36) et de
1060 0,54 mm Hg de TAD (IC 95% : 0,01–1,08).

1061

1062 Une autre étude prospective est celle de Sowers *et al.* (2002) conduite auprès de 702 femmes
1063 de faibles revenus dans le New Jersey. La TA était mesurée à chaque trimestre de grossesse,
1064 à l'accouchement et à la 1^{ère} visite de post-partum. La plombémie était mesurée parallèlement
1065 (maximum de 5 mesures par femme). La plombémie moyenne était de 12,2 $\mu\text{g.L}^{-1}$ (SE \pm
1066 0,3) (12,2 \pm 0,4 à 12 semaines ; 10,8 \pm 0,5 à 20 semaines ; 11,0 \pm 0,3 à 28 semaines et 13,2
1067 \pm 0,3 $\mu\text{g.L}^{-1}$ à l'accouchement). La plombémie dépassait 40 $\mu\text{g.L}^{-1}$ chez 17 femmes. Au total,
1068 71 cas d'HTA ou prééclampsie ont été enregistrés. La plombémie était plus élevée chez les
1069 femmes présentant une HTA/ prééclampsie que chez les autres, aux 20^{ème} et 28^{ème} semaines
1070 de grossesse et à l'accouchement (mais non à la 12^{ème} semaine). Les résultats sont présentés
1071 sous forme de graphes et d'analyses longitudinales, et non de résultats bruts. Les auteurs ont
1072 conclu à une évolution différente de la plombémie au cours de la grossesse entre les femmes
1073 normotendues et celles présentant une HTA/prééclampsie. Chez ces dernières, une variation
1074 de plombémie de 0,2 $\mu\text{g.L}^{-1}$ était observée pour chaque variation de 0,1 $\mu\text{g.L}^{-1}$ chez les femmes
1075 normotendues et l'évolution de la plombémie au cours de la grossesse était linéaire et non
1076 curvilinaire (ce qui était le cas chez les normotendues).

1077

1078 La seule étude française est celle de Yasbeck *et al.* (2009) ; il s'agit d'une étude prospective
1079 conduite dans le cadre de la cohorte EDEN (Etude des Déterminants pré et post natals du
1080 développement et de la santé de l'enfant). Elle porte sur les 1017 premières femmes enceintes
1081 incluses dans cette cohorte, s'étant présentées pour un suivi de grossesse avant la 24^{ème}
1082 semaine, dans 2 maternités françaises (Poitiers et Nancy). Pour chaque période (avant 24
1083 semaines de grossesse ; entre 24 et 36 semaines ; après 36 semaines), ont été prises en
1084 compte les moyennes des TAS et des TAD mesurées. Les critères diagnostiques d'HTA
1085 gravidique étaient les suivants : TAS supérieure ou égale à 140 mm Hg et/ou TAD supérieure
1086 ou égale à 90 mm Hg, mesurées lors de 2 visites au moins après la 22^{ème} semaine de
1087 gestation. La plombémie a été mesurée entre les 24^{ème} et 28^{ème} semaines de grossesse,
1088 associée au dosage sanguin de cadmium, manganèse et sélénium. Au total, l'étude a porté
1089 sur 971 femmes. Une HTA gravidique a été diagnostiquée chez 106 femmes (10,9%),
1090 compliquée de protéinurie (prééclampsie) chez 20 d'entre elles (2,1%). La plombémie est
1091 apparue plus élevée chez les femmes enceintes hypertendues ($22 \pm 14 \mu\text{g.L}^{-1}$; min 2- max 85
1092 $\mu\text{g.L}^{-1}$; n=106) comparativement aux normotendues ($19 \pm 12 \mu\text{g.L}^{-1}$; min 2- max 69 $\mu\text{g.L}^{-1}$;
1093 n=865) ($p=0,02$). Il est à noter que la limite de détection pour le plomb sanguin était de $5 \mu\text{g.L}^{-1}$
1094 et que les valeurs inférieures ont été considérées égales à la moitié de cette valeur limite.
1095 Les moyennes géométriques de plombémies étaient respectivement de 19 et $16 \mu\text{g.L}^{-1}$, chez
1096 les hypertendues et les normotendues. Sur la base d'une répartition des plombémies par
1097 quartiles (Q1 < 12; Q2 : 12-17; Q3 : 17-23; Q4 >23 $\mu\text{g.L}^{-1}$) la fréquence d'HTA était plus basse
1098 (7,7% d'HTA) pour Q1 et plus élevée pour Q2 (10,7%), Q3 (11,1%) et Q4 (13,1%) ($p=0,03$),
1099 les auteurs faisant ainsi état d'un risque doublé entre Q1 et Q4. Il a été mis en évidence une
1100 corrélation positive entre plombémie et TAS ($r=0,08$; $p=0,03$) et TAD ($r=0,07$; $p=0,03$) après
1101 24 semaines de gestation, corrélation restant également significative après 36 semaines. L'OR
1102 non ajusté de HTA pour une élévation de plombémie de $10 \mu\text{g.L}^{-1}$ était égal à 3,5 (IC 95% :
1103 1,4-8,9). Le même OR, mais ajusté sur les différents facteurs de confusion, était égal à 3,3 ;
1104 IC 95% : 1,1-9,7. Cet OR ajusté était plus faible et à la limite de la significativité (OR=3,1 ; IC
1105 95% : 1,0-10,0) si la population excluait les 20 femmes atteintes de prééclampsie. Enfin, le
1106 même OR ajusté était plus élevé chez les multipares (OR=4,6 ; IC 95% : 1,0-21,6) que chez
1107 les nullipares (OR=2,9 ; IC 95% : 0,6-15,7) ; la plombémie moyenne étant plus élevée chez
1108 les multipares que chez les nullipares (20 ± 12 vs $18 \pm 13 \mu\text{g.L}^{-1}$, respectivement ; $p=0,003$).
1109 La plombémie comptait pour environ 5% de la variance inexpliquée, dans les modèles
1110 linéaires. Les auteurs ont calculé que durant la 2^{ème} partie de grossesse, chaque augmentation
1111 de $12,6 \mu\text{g.L}^{-1}$ de plombémie était associée à une augmentation de TAS de 3,5 mm Hg et de
1112 TAD de 2,5 mm Hg. Ils concluent que les résultats de cette étude devraient inciter les pouvoirs
1113 publics à revoir la limite acceptable de plombémie chez la femme enceinte qui est actuellement
1114 de $100 \mu\text{g.L}^{-1}$.

1115

1116 Magri *et al.* (2003) ont conduit une étude transversale à Malte, incluant 143 femmes au 3^{ème}
1117 trimestre de grossesse. La plombémie moyenne était plus élevée chez les femmes avec HTA
1118 (n=33) que chez les normotendues (n=93), soit respectivement 96 ± 60 vs $58 \pm 30 \mu\text{g.L}^{-1}$
1119 ($p=0,002$). Cette différence restait significative après correction par l'hématocrite. Une
1120 corrélation positive significative a été mise en évidence entre plombémie et TAS (coefficient
1121 de Pearson=0,314 ; $p<0,001$) et TAD (coefficient de Pearson=0,307 ; $p<0,001$). Cette
1122 corrélation était moindre mais encore significative après correction par l'IMC et l'âge.

1123

1124 Vighi *et al.* (2004) ont réalisé une étude cas-témoins dans une population de 1182 femmes
1125 venant d'accoucher (dans les dernières 24h) dans un des 3 hôpitaux universitaires de Téhéran
1126 (Iran). Après application de critères d'exclusion (liste de pathologies), restaient 882 femmes
1127 éligibles, dont 62 répondant aux critères diagnostiques d'HTA gravidique. Les auteurs ont alors
1128 recherché des femmes normotendues, appariées sur les critères d'âge et de parité aux
1129 femmes hypertendues. Au final, 55 paires cas-témoins ont pu être constituées (donc 110

1130 femmes enceintes au total) ; les 7 cas restant, pour lesquels il n'a pas été possible de trouver
 1131 un témoin apparié, ont été exclus de l'analyse. La plombémie était plus élevée chez les cas
 1132 ($57 \pm 20 \mu\text{g.L}^{-1}$; min 22-max $126 \mu\text{g.L}^{-1}$) comparativement aux témoins appariés ($48 \pm 19 \mu\text{g.L}^{-1}$;
 1133 min 19-max $106 \mu\text{g.L}^{-1}$) ($p < 0,05$). L'analyse par régression logistique, avec le statut
 1134 cas/témoin comme variable dépendante et la plombémie comme variable indépendante (sans
 1135 prise en compte d'autres facteurs, certains ayant constitué des critères d'exclusion, des
 1136 critères d'appariement, ou étant rares comme tabac et alcool) a évalué un OR égal à 3,9 (IC
 1137 95% :1,3-11,7), ce que les auteurs traduisent de la façon suivante : le changement d'une unité
 1138 de plombémie (soit $\text{Ln} = 20,3025 \mu\text{g.L}^{-1}$) entraîne une augmentation de 3,9 fois du risque d'HTA
 1139 durant la grossesse. Il n'a pas été retrouvé de corrélation entre la plombémie et la TAS ou
 1140 TAD chez les cas (hypertendues).

1141 **En conclusion, ces études montrent qu'il existe un effet sur la variation de la tension**
 1142 **artérielle chez la femme enceinte pour des valeurs de plombémies inférieures à $100 \mu\text{g.L}^{-1}$.**
 1143 **Toutefois, il n'est pas possible d'identifier un seuil.**

1144

1145 **Tableau 9 : Résumé des observations sur les effets du plomb sur la tension artérielle durant la**
 1146 **grossesse (les valeurs numériques correspondent à la plombémie en $\mu\text{g.L}^{-1}$)**

Effets	Références	Résultats			Remarques
		Pas d'effet	NOAEL	LOAEL	
Elévation de la TA au 3 ^{ème} trimestre	Rothenberg <i>et al.</i> (1999)			23	23 : Moyenne (moy). chez migrantes dont TA est plus élevée que celles des non migrantes (moy : 19) 62 : 95 ^e percentile migrantes (exemple donné pour chiffrer augmentation de TA entre 5 ^e et 95 ^e P)
	Rothenberg <i>et al.</i> (2002)	X			Effet trouvé avec plomb osseux seulement
Elévation de la TA durant la phase de travail/accouchement	Rabinowitz <i>et al.</i> (1987)		74,5	112,4	LOAEL : Moyenne du 4 ^e quartile; borne inférieure (inf) non indiquée NOAEL : moy du 3 ^e quartile (pas de DS par rapport au 1 ^{er})
	Wells <i>et al.</i> (2011)		6,6	9,6	LOAEL : Borne inf du 4 ^e quartile (9,6) ou BMDL (14) NOAEL : Borne inf du 3 ^e quartile

Elévation de la TA après l'accouchement	Vigeh <i>et al.</i> (2004)	X			Pas d'effet retrouvé chez les cas (patientes hypertendues)
Hypertension artérielle (HTA)	Rabinowitz <i>et al.</i> (1987)		7	63	RR 1,7 pour 63 µg.L ⁻¹
	Wells <i>et al.</i> (2011)	X			
	Rothenberg <i>et al.</i> (2002)	X			Effet trouvé avec Pb osseux seulement
	Yasbeck <i>et al.</i> (2009)			12	Borne inf du 2 ^e quartile (fréquence HTA plus élevée que pour le 1 ^{er} quartile)
	Magri <i>et al.</i> (2003)		58	96	
	Vigeh <i>et al.</i> (2004)		48	57	

- 1147 - Sowers *et al.* (2002) : étude non prises en compte dans ce tableau car résultats présentés sous forme de
 1148 graphes et d'analyses longitudinales ;
 1149 - Magri *et al.* (2003) : les seuls résultats présentés sont la moyenne de plombémie des hypertendues (96)
 1150 et celle des normotendues (58)
 1151 - Vigeh *et al.* (2004) : étude cas-témoins, avec valeurs de Pb dans chaque groupe ;
 1152

1153 Les valeurs présentées comme LOAEL et/ou NOAEL résultent de l'interprétation des experts
 1154 du groupe de travail IBE et du comité d'experts VLEP. Compte tenu de l'étendue des valeurs
 1155 découlant de ces diverses études, il n'est pas possible d'identifier un seuil clair en dessous
 1156 duquel le risque d'HTA serait négligeable chez la femme enceinte.
 1157

1158 4.5.5. Conclusion sur les effets sur la reproduction

1159 Les études épidémiologiques suggèrent une association entre l'exposition au plomb et
 1160 les effets sur la reproduction chez l'homme (altérations de la qualité spermatique
 1161 notamment). Ces associations apparaissent pour des plombémies supérieures à 450
 1162 µg.L⁻¹ (Bonde *et al.* 2002).
 1163

1164 Certaines études analysées dans ce rapport ont quantifié la relation entre le taux du
 1165 plomb (sang maternel ou dans le cordon) et des paramètres de croissance fœtale dans
 1166 des populations de mères faiblement exposées au plomb. Des relations significatives
 1167 ont été observées en particulier avec le poids de naissance.
 1168

1169 En conclusion, l'analyse de ces études semble suggérer que le plomb induit des effets
 1170 reprotoxiques (retard de croissance intra-utérin, petits poids à la naissance etc.) à des
 1171 plombémies inférieures à 100 µg.L⁻¹.

1172 Par ailleurs, les associations entre plombémie et tension artérielle nécessitent d'être
 1173 particulièrement prises en considération chez la femme enceinte.

1174 5. Construction des VLEP et recommandations

1175 5.1. VLEP-8h

1176 Le CIRC a classé le plomb et ses composés dans le groupe 2A, « indications limitées de
1177 cancérogénicité chez l'Homme et suffisantes chez l'animal » (CIRC 2006). D'après le résultat
1178 des études de génotoxicité, le plomb est considéré comme un agent génotoxique indirect
1179 (INERIS 2016). Sa génotoxicité indirecte semble liée d'une part, à l'augmentation et la
1180 modulation des espèces réactives de l'oxygène, et d'autre part, à son interaction avec les
1181 protéines cellulaires, dont celles impliquées dans les mécanismes de réparation de l'ADN
1182 (INERIS 2016). Ainsi il semble qu'il existe un seuil pour la cancérogénicité du plomb.

1183 Santé Canada (2011, 2017) estime que d'après les études de cancérogénicité du plomb chez
1184 l'Homme, le plomb est probablement cancérogène mais à de fortes concentrations ou
1185 plombémie.

1186 Ainsi le CES VLEP considère que l'action génotoxique du plomb et de ses composés
1187 inorganiques pourrait être indirecte et conclut à l'existence d'un seuil de concentration pour la
1188 cancérogénicité.

1189 Le CES estime que les études de cancérogénicité du plomb chez l'Homme ne permettent pas
1190 d'évaluer correctement la relation dose-réponse dans la mesure où des co-expositions à
1191 d'autres substances cancérogènes ne peuvent être écartées.

1192 Il est à noter que la plupart des études ne présentent pas de résultats sur les niveaux
1193 d'exposition atmosphérique en plomb, mais décrivent des concentrations en plomb sanguin
1194 associés à des effets sur la santé.

1195
1196 Le CES VLEP a recommandé, dans le cadre de ses travaux d'expertise pour la surveillance
1197 biologique des expositions professionnelles, une valeur limite biologique (VLB) de $180 \mu\text{g.L}^{-1}$
1198 pour la plombémie à partir de deux études (Schwartz *et al.* 2001 et 2005) menées dans une
1199 population sud-Coréenne suivie sur environ 2 ans. Ces études ont montré une diminution
1200 significative des performances neurocomportementales mesurées à travers une batterie de
1201 tests standardisés adaptée à partir de la WHO Neurobehavioral Core test Battery et explorant
1202 différents grands registres neurocomportementaux comme les habilités motrices, les fonctions
1203 exécutives, la cognition et les émotions (Anses, 2016a).

1204 Par ailleurs, pour les femmes susceptibles de procréer, le CES a recommandé de ne pas
1205 dépasser la valeur biologique de référence (VBR) de $45 \mu\text{g.L}^{-1}$, basée sur le 95^e percentile des
1206 valeurs de l'enquête ENNS (Fréry *et al.*, 2001) observées en population générale chez les
1207 femmes entre 20 et 45 ans, dans la mesure où il n'est pas possible d'identifier un seuil précis
1208 sans effet sur la reproduction (Anses 2016a).

1209
1210 Choix de l'effet critique

1211 Sur la base des effets sur la santé identifiés et des données disponibles, le CES VLEP a décidé
1212 de construire une VLEP-8h pragmatique pour le plomb et ses composés inorganiques sur la
1213 base des effets neurologiques en retenant comme concentration repère la valeur de
1214 plombémie de $180 \mu\text{g.L}^{-1}$.

1215 Il est à noter que cette VLEP-8h pragmatique a pour objectif premier de limiter les
1216 concentrations atmosphériques en plomb dans les atmosphères de travail mais ne vise pas à
1217 protéger de possibles effets reprotoxiques (aucune valeur seuil ne pouvant être déterminée à
1218 ce jour).

1219

1220

1221

1222 **5.2. Calcul de la VLEP-8h**

1223 Le CES VLEP a examiné deux approches pour la reconstruction des concentrations de plomb
1224 atmosphérique (équivalent à des valeurs limites d'expositions professionnelles 8 heures) afin
1225 de ne pas dépasser la plombémie cible (VLB) de $180 \mu\text{g.L}^{-1}$:

1226 1- Reconstruction de la VLEP par modélisation PBPK (approche utilisée par l'OEHHA)

1227 2- Reconstruction de la VLEP à partir des études de terrain

1228 **5.3. Approche par modélisation PBPK**

1229

1230 **Modèles PBPK du plomb**

1231 Il existe de nombreux modèles pour décrire la cinétique du plomb chez l'Homme, et ainsi
1232 calculer la plombémie à partir des données d'exposition. Parmi ces modèles on peut distinguer
1233 les modèles compartimentaux empiriques (Carlisle et Wade, 1992) et des modèles plus
1234 complexes (O'Flaherty, 1993, Leggett, 1993).

1235 L'OEHHA (2013) a déterminé des concentrations de plomb atmosphériques pour protéger les
1236 travailleurs. En l'absence d'étude chez des travailleurs rapportant à la fois des niveaux
1237 d'exposition atmosphériques et des mesures de plombémies comprise entre 50 - 300 $\mu\text{g/L}$
1238 pour une durée d'exposition correspondant à une vie de travail (soit 40 ans), ils ont utilisé un
1239 modèle pour prédire cette relation.

1240 L'OEHHA a réalisé une revue des modèles existants, afin de pouvoir estimer les
1241 concentrations de plomb dans l'air en milieu de travail (pour les travailleurs sans protection
1242 respiratoire) associées à différentes plombémies (50, 100, 150, 200 et 300 $\mu\text{g.L}^{-1}$) pendant 40
1243 ans. L'OEHHA a réalisé une revue des modèles existants et a choisi le modèle non linéaire
1244 développé par Leggett (1993) pour estimer la relation entre l'exposition atmosphérique au
1245 plomb des travailleurs et la plombémie. Ce modèle a été modifié afin d'améliorer sa capacité
1246 prédictive chez les travailleurs. En effet, le modèle a été calibré à partir de données observées
1247 chez les travailleurs et la population générale.

1248 L'OEHHA a également ajouté une nouvelle composante d'exposition au modèle (la fréquence
1249 respiratoire⁸ et le coefficient de transfert pour l'inhalation⁹) pour répondre aux situations
1250 d'exposition en milieu de travail. Au final, les plombémies prédites par les modèles ont été
1251 comparées à celles mesurées dans une étude d'exposition contrôlée et une étude de terrain
1252 afin de confirmer que la composante de l'exposition ajoutée était valide.

1253 En utilisant le modèle de Leggett, l'OEHHA a estimé les concentrations moyennes sur 8 heures
1254 pour des plombémies comprises entre 50 et 300 $\mu\text{g.L}^{-1}$ chez le travailleur après 40 ans
1255 d'exposition en milieu de travail (tableau 10).

⁸ L'OEHHA suppose que le travailleur respire 26 m^3 d'air par jour sur la base de 10 heures d'activité modérée, 6 heures d'activité légère, et 8 heures de repos activité quotidienne.

⁹ Fraction de plomb transférée dans le sang = (fraction déposée dans les alvéoles x 100%) + (fraction déposée dans les régions ciliées et la tête x 30% d'absorption de l'intestin)

1256 **Tableau 10 : Exposition à différentes concentrations atmosphériques de plomb et plombémies**
 1257 **correspondantes (95^{ème} percentile*).**

Concentration atmosphérique de plomb en $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$	Plombémie correspondante $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$
0.5	50
2.1	100
3.9	150
6.0	200
10.4	300

1258

1259 *95^e percentile de plombémie associée à une exposition moyenne atmosphérique1260 **5.4. Approche à partir des études de terrain**

1261

1262 Plusieurs organismes (US EPA 2013, ACGIH 2001, Safe Work Australia 2014) ont examiné la
 1263 relation entre les concentrations de plomb sanguin (plombémie) et les concentrations
 1264 atmosphériques de plomb (plomb dans l'air), en calculant un « facteur de pente de l'air » ou
 1265 ASF (air slope factor). L'ASF reflète l'augmentation de plombémie pour chaque augmentation
 1266 de la concentration de plomb dans l'air. Selon l'US EPA (2013) il est non-linéaire, lié pour une
 1267 part à la saturation au niveau du transport (au niveau des érythrocytes). En 2001, l'ACGIH avait
 1268 souligné que l'utilisation d'un ASF de $0,19 (\mu\text{g}\cdot\text{dL}^{-1}) / (\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3})$, correspondrait à une exposition
 1269 de $0,05 \text{ mg}\cdot\text{m}^{-3}$ (valeur recommandée par l'ACGIH en 2001). Cependant, pour l'ACGIH,
 1270 d'autres sources que l'exposition par inhalation en milieu de travail pourrait contribuer pour
 1271 une grande part à la plombémie.

1272

1273 Dans son rapport en 2014, Safe Work Australia a utilisé cette approche pour établir une VLEP-
 1274 8h. Safe Work Australia a retenu 6 études épidémiologiques réalisées en milieu professionnel
 1275 et a déterminé les facteurs de pente de l'air (à savoir les ASF décrivant la relation entre les
 1276 concentrations atmosphériques de plomb inhalable (PbAir) et la plombémie (PbB)) (tableau
 1277 11). D'autres études n'ont pas été incluses dans ces calculs, considérant que l'exposition non
 1278 aérienne (ingestion par contact main-bouche) avait été le principal contributeur à la
 1279 plombémie.

1280 **Tableau 11 : Résumé des études utilisées pour le calcul des ASF par Safe Work Australia**

Reference	Description	PbAir ^a ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Bkgd ^b ($\mu\text{g}/\text{dL}$)	Commentaire
Pierre <i>et al.</i> (2002)	Etude transversale Cristallerie	1 - 2131 (36 - 403 moyenne arythméti que)	9.9	Régression linéaire. Poussières inhalables ~80% and poussières alvéolaires ~25 - 50% (MMAD < 10 μm).
Gartside <i>et al.</i> (1982)	Etude transversale Usine de fabrication de batteries	<10 - 350	12	Régression linéaire

1281	King et al. (1979)	Usine de fabrication de batteries	~50 - 800	23	Equations de regression utilisées pour le calcul de la plombémie correspondant à une concentration atmosphérique donnée de plomb (PbAir (µg/m ³)) pour chaque usine. Le bruit de fond provient d'études chez des conducteurs de taxi citées par King et al.
1282		Usine de production de colorants/pigments			
1283		Fonderie de plomb/zinc			
1284	Bishop and Hill (1983)	Etude transversale	<10 - 200	14	Les données issues de l'usine F ont été utilisées car elles présentent les relations curvilignes les plus importantes
1285		6 usines de fabrication de batteries			
1286	Chavalitnikul et al. (1984)	Etude transversal	1 - 165	12	Regression Log-log
1287		Usine de fabrication de batteries			
1288	Williams et al. (1969)	Etude transversal	9 - 218	18	Une faible concentration d'exposition (9 µg/m ³) aboutit à 29,1 µg/dL, equation de regression intercept 30,1 µg/dL. Cette valeur est utilisée comme bruit de fond.
1289		Usine de fabrication de batteries			

MMAD = mass Diamètre médian, diameter aérodynamique median

a PbAir = Intervalle des concentrations atmosphérique de plomb rapporté dans l'étude de terrain.

b Bruit de fond = Niveau d'imprégnation non associé à une exposition en milieu professionnel

1310 Safe Work Australia a estimé qu'il existe une corrélation directe entre les concentrations de
1311 plomb dans l'air sur le lieu de travail et les niveaux de plombémie chez les travailleurs, mais
1312 que cette relation pouvait être influencée par plusieurs facteurs (taille des particules, solubilité,
1313 relation temporelle entre les mesures dans l'air et les mesures de plombémie, non distinction
1314 entre le plomb total mesuré dans l'air et le plomb respirable, contact main bouche, tabagisme
1315 ...).

1316 Selon Safe Work Australia, tous ces facteurs auraient été pris en compte dans les études
1317 sélectionnées pour l'établissement de leur ASF. Cependant ils ont considéré comme possible
1318 qu'une ou deux études utilisées pouvaient ne pas refléter l'ensemble des conditions de travail.
1319 Safe Work Australia a donc choisi d'établir un ASF moyen déterminé à partir des 6 études du
1320 tableau 12.

1321 Parmi les études en milieu professionnel sélectionnées pour déterminer un ASF, beaucoup
1322 ont été réalisées alors que le plomb dans l'essence était encore utilisé, constituant une forte
1323 contribution à la plombémie (hors cadre professionnel). Safe Work Australia a donc corrigé
1324 l'ASF par le bruit de fond lors de la détermination de l'ASF.

1325 Dans ces 6 études, pour le calcul de l'ASF moyen, la plombémie (non liée à l'exposition
1326 professionnelle) a été prise en compte dans l'équation :

$$1327 \text{ ASF } (\mu\text{g/dL}) \cdot (\mu\text{g/m}^3)^{-1} = (\text{PbBOCC} - \text{PbBBkgd}) (\mu\text{g/dL}) \div \text{PbAir } (\mu\text{g/m}^3)$$

1328 ASF = Facteur de pente de l'air moyen entre PbBBkgd et PbBOCC ($\mu\text{g/dL}$).($\mu\text{g/m}^3$)-1
 1329 PbBOCC = PbB ($\mu\text{g/dL}$) dans l'étude de terrain associée à la la concentration désignée donnée.
 1330 PbBBkgd = Bruit de fond ($\mu\text{g/dL}$) de l'étude
 1331 PbAir = Concentration atmosphérique de plomb ($\mu\text{g/m}^3$).
 1332 PbB = plombémie ($\mu\text{g/dL}$).

1333 Le résultat du calcul à partir des 6 études est présenté dans le tableau 12.

1334

1335

Tableau 12 : calcul des ASF à partir des 6 études épidémiologiques

1336

Reference	Bruit de fond ^a ($\mu\text{g/dL}$)	PbB ^b ($\mu\text{g/dL}$)			ASF ^c ($\mu\text{g/dL}$).($\mu\text{g/m}^3$) ⁻¹		
		0.05 mg/m^3	0.1 mg/m^3	0.15 mg/m^3	0.05 mg/m^3	0.1 mg/m^3	0.15 mg/m^3
Pierre <i>et al.</i> (2002)	9.9	25	27	31	0.30	0.17	0.14
Gartside <i>et al.</i> (1982)	12	42	44	47	0.60	0.32	0.23
King <i>et al.</i> (1979)	23	48	49	51	0.50	0.26	0.19
		34	37	41	0.22	0.14	0.12
		48	52	55	0.50	0.29	0.21
Bishop et Hill (1983)	14	32	36	37	0.36	0.22	0.15
Chavalitnikul <i>et al.</i> (1984)	12	32	39	44	0.40	0.27	0.21
Williams <i>et al.</i> (1969)	18	40	50	60	0.44	0.32	0.28
moyenne					0.42	0.25	0.19

1350

1351

1352 ^a Bruit de fond= niveau d'imprégnation non associé à une exposition au plomb en milieu professionnel..

1353 ^b PbB = Plombémie correspondant à la concentration atmosphérique désignée. Ces valeurs sont déterminées à
 1354 partir des données rapportées dans les graphiques ou de l'équation de régression lorsque celle-ci est disponible.

1355 ^c ASF = Facteur de pente de l'air moyen reliant les concentrations atmosphériques de plomb et la plombémie.
 1356 Unités ($\mu\text{g/dL}$)($\mu\text{g/m}^3$)⁻¹.

1357 En conclusion, dans son rapport, Safe Work Australia recommande un ASF de 0,4 ($\mu\text{g/dL}$) /
 1358 ($\mu\text{g/m}^3$) qui devrait être utilisé pour une concentration de plomb dans l'air inférieure à 0,05
 1359 mg.m^{-3} .

1360 À des concentrations de plomb dans l'air inférieures à 0,05 mg.m^{-3} , la pente de la relation n'est
 1361 plus la même, ce qui pourrait entraîner une sous-estimation de la plombémie.

1362 Sur la base d'une analyse de la métrologie de ces 6 études (présentée en annexe 2 partie A),
 1363 le CES VLEP conclut que seules les études de Pierre *et al.*, (2002) et de Chavalitnikul *et al.*,
 1364 (1984) peuvent être utilisées pour l'élaboration d'une VLEP-8h.

1365 L'étude de Pierre *et al.* (2002) porte sur une population de 131 ouvriers (98 hommes et 33
1366 femmes) travaillant dans 8 cristalleries en France ; sept groupes ont été formés suivant
1367 l'activité des salariés dont un groupe de salariés indirectement exposés. Dans cette étude, les
1368 expositions au plomb combiné à des silicates (de solubilité plus faible que d'autres composés
1369 du plomb) ont été mesurées par prélèvement individuel de la fraction inhalable (cassette
1370 fermée de 37 mm, filtre microfibrilles de quartz) avec un débit de prélèvement de 1 L.min⁻¹ sur
1371 la totalité du poste de travail dans une usine de fabrication d'objets en cristal. L'analyse a été
1372 réalisée par spectrométrie d'absorption atomique après récupération des particules piégées
1373 sur le filtre et sur les parois internes de la cassette de prélèvement. Cette étude présente une
1374 métrologie atmosphérique de très bonne qualité en raison de la nature et de la durée des
1375 prélèvements, de la prise en compte des particules déposées sur les parois de la cassette et
1376 de la technique d'analyse suffisamment sensible.

1377 A partir de l'étude de Pierre *et al.* (2002), Safe Work Australia a calculé un ASF de 0,3 (µg/dL)
1378 / (µg/m³) qui devrait être utilisé pour une concentration de plomb dans l'air inférieure à 0,05
1379 mg.m⁻³.

1380 L'étude de Chavalitnitikul *et al.* (1984) porte sur une population de 16 ouvriers et 4 contrôles
1381 travaillant dans une usine de fabrication de batteries (postes d'assemblage et de collage).
1382 Dans cette étude, les expositions au plomb (oxydes de plomb principalement) ont été
1383 mesurées par prélèvement individuel (cassette fermée de 37 mm filtre ester de cellulose de
1384 37mm) avec un débit de prélèvement régulé de 1,5-2 L.min⁻¹ sur la totalité du poste de travail,
1385 y compris le temps du repas dans une usine de fabrication d'accumulateurs au plomb.
1386 L'analyse est réalisée par spectrométrie d'absorption atomique a priori sans récupération des
1387 particules piégées sur le filtre et sur les parois internes de la cassette de prélèvement. Cette
1388 étude présente une métrologie atmosphérique de bonne qualité en raison de la nature et de
1389 la durée des prélèvements. La technique d'analyse est suffisamment sensible et précise. Par
1390 contre la non-prise en compte des particules déposées sur les parois de la cassette conduit
1391 probablement à une sous-estimation des niveaux d'exposition.

1392 A partir de l'étude de Chavalitnitikul *et al.* (1984) Safe Work Australia a calculé un ASF de 0,4
1393 (µg/dL) / (ug/m³) qui devrait être utilisé pour une concentration de plomb dans l'air inférieure à
1394 0,05 mg.m⁻³.

1395 Le SCOEL a proposé une valeur limite d'exposition professionnelle à 100 µg.m⁻³ à partir de
1396 l'étude de Lai *et al.* 1997. Ces auteurs ont établi une relation entre PbAir et PbB chez les
1397 travailleurs en utilisant à la fois des régressions linéaires et multiples. Ces modèles prédisaient
1398 que chez un travailleur exposé à 100 µg.m⁻³ de PbAir, la plombémie allait de 436 à 537 µg.L⁻¹.
1399 Le SCOEL avait également indiqué qu'une réduction supplémentaire de la concentration de
1400 PbAir (par exemple de 0,05 mg.m⁻³) dans cette usine ne réduirait pas significativement la
1401 plombémie, en raison d'une absorption par voie digestive consécutive à des mesures
1402 d'hygiène déficientes.

1403 Cette étude porte sur une population de 219 ouvriers (118 hommes, 101 femmes) travaillant
1404 dans deux usines de batteries au plomb. Les prélèvements individuels ont été réalisés à l'aide
1405 d'un dispositif de collecte muni d'une pompe et d'un porte-échantillon avec un support en ester
1406 de cellulose. La fraction prélevée ainsi que la durée de prélèvement sont inconnues (aucune
1407 information sur le type de dispositif et sur le débit de prélèvement). Les prélèvements
1408 atmosphériques ont été réalisés dans la même période (quelques jours) que les bilans
1409 biologiques incluant la plombémie. L'analyse du plomb a été réalisée par spectrométrie
1410 d'absorption atomique à atomisation électrothermique (ETAAS), méthode très sensible sans
1411 indication toutefois sur la LOQ. Un prélèvement sanguin par sujet a été réalisé à l'aide d'un
1412 flacon polypropylène contenant un anticoagulant et l'analyse du plomb sanguin faite par

1413 spectrométrie d'absorption atomique à atomisation électrothermique (ETAAS). Un
1414 questionnaire individuel sur les habitudes alimentaires, le tabac, l'hygiène ... a également été
1415 réalisée.

1416 A part la mention concernant la technique d'analyse (*Spectrophotométrie d'absorption*
1417 *atomique- four*), aucune information n'est donnée sur la technique de mise en solution des
1418 poussières recueillies. Les auteurs indiquent que les mesures de plomb sanguin ou dans l'air
1419 ont été effectuées sous assurance qualité avec participation à un circuit test pour les mesures
1420 atmosphériques. Les travailleurs de l'échantillon étudié portaient (ou déclaraient porter) une
1421 protection respiratoire pour 51,1% ainsi que des gants pour 76,7%. Les auteurs trouvent une
1422 relation significative entre l'élévation de la plombémie et l'utilisation de protections individuelles
1423 (EPI) (*Hygienic score*) témoignant de protections inadaptées générant une exposition
1424 surajoutée, non prise en compte par les mesures d'exposition atmosphériques.

1425
1426 Compte tenu du manque d'informations sur la technique de mesure de l'exposition, et de
1427 relation positive entre plombémies et le port d'EPI chez les travailleurs, le CES VLEP ne retient
1428 pas cette étude.

1429 Le SCOEL semble également s'appuyer sur l'étude de Kentner et Fischer (1993). Cette étude
1430 n'a pas été analysée par le CES VLEP, s'agissant d'un rapport allemand, non traduit et non
1431 publié dans une revue à comité de lecture.

1432 Toutefois une étude des mêmes auteurs a été publiée en 1994 (Kentner et Fischer (1994)¹⁰).
1433 Dans cette étude, les conditions de mesure des concentrations atmosphériques en plomb sont
1434 mauvaises au regard à la fois du type de prélèvement (ambiance) et de la durée de mesurage
1435 très courte : 40 minutes. Vu les vitesses d'échantillonnage du système de prélèvement (1,25
1436 m/s) il semble que le dispositif ait sélectionné la fraction inhalable. La publication manque de
1437 détail à ce sujet. La technique de mise en solution des poussières est décrite sommairement.
1438 La technique d'analyse mise en œuvre, spectrométrie à plasma à couplage inductif (ICP Jobin
1439 Yvon JY 38 Plus), est adaptée au dosage du plomb avec une limite de quantification
1440 probablement bonne compte tenu du volume prélevé : 1 m³.

1441 Les coefficients de régression sont faibles (0,274) que ce soit en régression linéaire ou non
1442 (log des concentrations atmosphériques/plombémies). D'autre part il semblerait que pour
1443 étudier les corrélations entre plomb sanguin et plomb atmosphérique, les auteurs ont utilisé la
1444 moyenne des plombémie et des concentrations atmosphériques par zone de travail, ce qui
1445 conduit à une régression biaisée.

1446 En conclusion, le CES VLEP ne retient pas cette étude ; considérant la mauvaise qualité des
1447 mesures d'exposition atmosphériques (prélèvements d'ambiance de courte durée et de
1448 l'agrégation de ces données, sous forme de moyennes).

1449 5.5. Conclusion sur les deux approches

1450 Concernant la construction de la VLEP-8h, le CES VLEP privilégie les études terrain (c'est-à-
1451 dire les études qui ont examiné la relation entre la plombémie et les concentrations
1452 atmosphériques de plomb dans un milieu de travail) par rapport à la modélisation PBPK.

1453 En effet, la capacité prédictive du modèle de Legget (utilisé par l'OEHHA) a été évaluée à
1454 l'aide des données issues des études de Griffin *et al.* (1975) et de William *et al.* (1969) dans
1455 lesquelles les plombémies mesurées étaient supérieures à 250 µg.L⁻¹. La VLB pour le plomb

¹⁰ Lead exposure in starter battery production: investigation of the correlation between air lead and blood lead levels

1456 recommandée par le CES VLEP est de $180 \mu\text{g.L}^{-1}$, et se situe donc en dehors du domaine de
1457 capacité prédictive du modèle. La construction de la VLEP à partir du modèle de Legget aurait
1458 nécessité une extrapolation rajoutant une incertitude sur la valeur finale de la VLEP-8h.

1459 Le CES VLEP estime que parmi les 6 études utilisées dans l'approche australienne, deux
1460 études peuvent être retenues sur la base de la qualité de la métrologie pour calculer un ASF
1461 (air slope facteur ou facteur de pente de l'air) :

- 1462 - Celle de Pierre et al. (2002) dans laquelle les travailleurs de cristallerie étaient exposés
1463 au plomb combiné à des silicates.
- 1464 - Celle de Chavalitnitikul et al. (1984), dans laquelle les travailleurs d'une usine de
1465 fabrication de batteries (postes d'assemblage et de collage) étaient exposés
1466 principalement à des oxydes de plomb.

1467 Ces deux études portent seulement sur deux secteurs d'activité parmi plus d'une dizaine de
1468 secteurs d'activité. Ces études ne sont pas représentatives de tous les secteurs d'activité et
1469 par conséquent de l'exposition à toutes les formes possibles (spéciation) de plomb pouvant
1470 survenir en milieux professionnels.

1471 La VLEP-8h peut être calculée à partir de l'équation suivante :

$$1472 \text{ ASF } (\mu\text{g/dL})/(\mu\text{g/m}^3) = (\text{PbB}_{\text{OCC}} - \text{PbB}_{\text{Bkgd}}) (\mu\text{g/dL}) \div \text{PbAir } (\mu\text{g/m}^3)$$

1473

1474 En considérant, à partir de l'étude de Pierre *et al.* (2002) :

- 1475 - un ASF de **0,30** $(\mu\text{g/dL})/(\mu\text{g/m}^3)$,
- 1476 - un niveau d'imprégnation (PbB_{Bkgd}) de la population générale française issu des
1477 données de l'enquête ENNS de **$73 \mu\text{g.L}^{-1}$** (95^{ème} percentile **de la population de l'étude**
1478 **ENNS homme et femmes confondus de 18 à 74 ans**)
- 1479 - une plombémie cible (VLB) de **$180 \mu\text{g.L}^{-1}$** (PbB_{OCC})

1480

1481 La concentration atmosphérique en plomb (PbAir) serait de **$35,7 \mu\text{g.m}^{-3}$** , valeur arrondie à 40
1482 $\mu\text{g.m}^{-3}$. Cette valeur correspond à la concentration d'exposition atmosphérique en plomb sur
1483 8h permettant de ne pas dépasser la valeur biologique limite de $180 \mu\text{g.L}^{-1}$

1484 En considérant, à partir de l'étude de Chavalitnitikul *et al.* (1984) :

- 1485 - un ASF de **0,40** $(\mu\text{g/dL})/(\mu\text{g/m}^3)$,
- 1486 - un niveau d'imprégnation (PbB_{Bkgd}) de la population générale française issu des
1487 données de l'enquête ENNS de **$73 \mu\text{g.L}^{-1}$** (95^{ème} percentile **de la population de l'étude**
1488 **ENNS homme et femmes confondus de 18 à 74 ans**)
- 1489 - une plombémie cible (VLB) de **$180 \mu\text{g.L}^{-1}$** (PbB_{OCC})

1490 La concentration atmosphérique en plomb (PbAir) serait de **$26,8 \mu\text{g.m}^{-3}$** , valeur arrondie à 30
1491 $\mu\text{g.m}^{-3}$. Cette valeur correspond à la concentration d'exposition atmosphérique en plomb sur
1492 8h permettant de ne pas dépasser la valeur biologique limite de $180 \mu\text{g.L}^{-1}$.

1493 Le CES VLEP retient l'étude de Chavalitnitikul *et al.* (1984) et son facteur de pente de l'air
1494 (ASF) de 0,40 plus protecteur, pour le calcul de la VLEP, soit une concentration atmosphérique
1495 en plomb (PbAir) de $30 \mu\text{g.m}^{-3}$. Ce facteur de pente de l'air a été établi à partir d'une étude
1496 dans un secteur d'activité spécifique, celui de la fabrication de batteries (postes d'assemblage

1497 et de collage) dans lequel les travailleurs étaient exposés principalement à des oxydes de
1498 plomb.

1499 Le point de départ (POD) étant déterminé à partir d'une étude réalisée avec un grand nombre
1500 de travailleurs et sur une longue durée, aucun facteur d'ajustement pour la variabilité inter-
1501 individuelle n'est jugé nécessaire.

1502 Le CES VLEP recommande une VLEP-8h pragmatique de $30 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

1503 5.6. VLCT-15min

1504 En l'absence de données de toxicité aiguë pour la voie respiratoire, le CES VLEP recommande
1505 la construction d'une VLCT pragmatique.

1506 Ainsi afin de limiter l'importance et le nombre de pics d'exposition et conformément à sa
1507 méthodologie (Anses 2014), le CES recommande de ne pas dépasser sur 15 minutes la valeur
1508 de 5 fois la VLEP-8h soit $150 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

1509 5.7. Mention « peau »

1510 Le plomb est responsable d'effets systémiques mais il n'a pas été possible, en l'absence de
1511 données suffisantes de calculer un flux de perméation cutanée et de réaliser le calcul de
1512 l'ECETOC¹¹. Cependant l'absorption cutanée des composés inorganiques de plomb est
1513 généralement considérée comme étant très inférieure à l'absorption par inhalation ou par voie
1514 orale. Le plomb a été détecté dans les couches supérieures de la couche cornée de travailleurs
1515 dans des usines de récupération de batteries en plomb, avant la prise de poste et après
1516 nettoyage de la peau (Sun *et al.* 2002 cité par ATSDR 2007).

1517 Des études provenant de l'industrie cosmétique montrent qu'après application cutanée
1518 d'acétate de plomb radiomarké (0,12 mg dans 0,1 ml ou 0,18 mg dans 0,1 g d'une crème,
1519 pendant 12 heures) l'absorption totale était inférieure à 0,3 % (Moore *et al.* 1980 cité par
1520 ATSDR 2007). Dans une étude similaire, des mesures de plomb dans des matrices
1521 biologiques (sang, sueur et urine) ont été réalisées et ont permis de calculer que, dans les 24
1522 heures suivant une exposition par voie cutanée (5 mg de plomb, radiomarké, sous forme
1523 nitrate ou acétate), moins de 1% de la dose appliquée était retrouvé.

1524 Compte tenu de ces données partielles et en l'absence de données plus complètes, la mention
1525 « peau » n'est pas recommandée pour le plomb et ses composés.

1526 5.8. Mention « bruit »

1527 En 2009, l'OSHA considérait le plomb comme une substance ototoxique. En effet, plusieurs
1528 études de toxicité chronique chez des animaux exposés au plomb ainsi que des études
1529 épidémiologiques chez les travailleurs exposés au plomb suggèrent que le plomb a un effet
1530 ototoxique de mécanisme neurotoxique (OSHA 2009).

1531 Dans leur rapport sur les effets des substances chimiques sur l'audition et l'interaction avec le
1532 bruit, Vyskocil *et al.* (2011) considèrent le plomb comme un agent ototoxique, argumentant
1533 que chez les ouvriers, il existe des preuves convaincantes indiquant que des pertes auditives
1534 sont induites par l'exposition au plomb et une corrélation entre ces deux paramètres a été
1535 démontrée. Aucune étude animale avec une exposition réaliste au plomb n'a été identifiée.

1536 Les auteurs ont identifié douze études menées auprès de travailleurs à l'exception d'une qui
1537 portait sur une population exposée accidentellement au plomb. Ils rapportent : « *L'audiométrie*

¹¹ European Center for Ecotoxicology and Toxicology for Chemicals

1538 tonale et les potentiels évoqués auditifs du tronc cérébral (PTC) ont été utilisés. Dans huit
1539 études, l'ototoxicité du Pb a été démontrée (Discalzi 1992; Discalzi 1993; Farahat 1997; Forst
1540 1997; Bleecker 2003; Holdstein 1986; Murata 1993; Hirata 1993). Pour l'une de ces études,
1541 les concentrations sanguines du plomb (PbB) s'échelonnaient de 10 à 180 µg/l (Forst 1997¹²).
1542 Deux des huit études démontrent une corrélation entre les seuils auditifs et le PbB (Farahat
1543 1997; Forst 1997) et dans une étude on a trouvé une corrélation entre les réponses de PTC
1544 et le PbB (Bleecker 2003). À l'inverse, quatre des douze études ne rapportent aucun effet
1545 ototoxique associé au plomb (Murata 1995; Lille 1988; Counter 2002; Yokoyama 2002) bien
1546 que dans une étude, réalisée auprès d'ouvriers, une concentration moyenne en PbB de 1000
1547 µg/l soit rapportée (Lille 1988). Malheureusement, les niveaux de bruit n'ont été rapportés que
1548 dans une étude bien menée (Farahat 1997) dans laquelle les niveaux de bruit se situaient
1549 dans une plage de 40 à 50 dB. »

1550 Concernant l'interaction du plomb spécifiquement avec le bruit, Vyskocil *et al.* (2011) ont
1551 identifié une seule étude (Wu *et al.* (2000)) : « Une corrélation significative a été trouvée entre
1552 l'index élevé d'exposition au plomb à long terme (défini par la durée de l'emploi et par la
1553 concentration ambiante en plomb) et la diminution de la capacité auditive. En revanche, une
1554 telle corrélation entre l'exposition au plomb à court terme (définie par la concentration du plomb
1555 dans le sang) et la capacité auditive n'était pas significative ». Ni le niveau d'exposition au bruit
1556 seul, ni l'exposition simultanée au bruit et au plomb à court terme ou à long terme n'ont été
1557 corrélés avec la baisse de la capacité auditive ».

1558 D'autre part, le Nordic Expert Group (NEG 2010), indique qu'il existe une seule étude ayant
1559 contrôlé le niveau de bruit et qu'aucune interaction avec le bruit n'a été détecté. Les
1560 conclusions de Vyskocil *et al.* (2011) et du NEG sont cohérentes pour indiquer qu'il n'existe
1561 aucune preuve d'interaction entre le plomb et le bruit.
1562

1563 En tenant compte des preuves fournies par les résultats d'études humaines, Vyskocil *et al.*
1564 (2011) ont considéré le plomb comme un agent ototoxique. Il n'y a pas de preuve d'interaction
1565 après une exposition combinée au plomb et au bruit chez la population industrielle. D'autres
1566 études sont nécessaires pour formuler une conclusion définitive au sujet de l'interaction avec
1567 le bruit.

1568 Bien que le plomb et ses composés soient des agents ototoxiques, la mention « bruit » n'est
1569 pas recommandée pour le plomb et ses composés inorganiques faute de données disponibles
1570 quant à une possible interaction lors d'une co-exposition au plomb et au bruit.

1571

1572

¹² Après vérification auprès des auteurs, il est indiqué dans le rapport des mg/L, or ce sont des µg/L

1573 **6. Conclusions**

1574 Le CES VLEP recommande une VLEP-8h pragmatique de $30 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$. Cette valeur a été établie
1575 à partir de l'étude Chavalitnitikul *et al.* (1984) et correspond à la concentration d'exposition
1576 atmosphérique en plomb permettant de ne pas dépasser la VLB de $180 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ pour la
1577 plombémie, valeur limite biologique recommandée par le CES VLEP en 2016 afin de prévenir
1578 les effets neurologiques du plomb et des composés inorganiques.

1579 Il est à noter que cette VLEP-8h pragmatique a pour objectif premier de limiter les
1580 concentrations atmosphériques en plomb dans les atmosphères de travail mais ne vise pas à
1581 protéger de possibles effets reprotoxiques (aucune valeur seuil ne pouvant être déterminée à
1582 ce jour).
1583

1584

1585 **Le CES VLEP précise que, bien que le plomb dans l'air contribue au moins partiellement**
1586 **à l'élévation de la plombémie et donc aux effets sur la santé, la meilleure approche en**
1587 **terme de prévention de l'exposition au plomb en milieu professionnel est la surveillance**
1588 **biologique des expositions professionnelles.**

1589

1590

1591 **VLEP-8h pragmatique : $30 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$**

1592 **VLCT-15min pragmatique : ne pas dépasser sur 15 minutes la valeur de 5 fois la VLEP-**
1593 **8h recommandée, à savoir $150 \mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.**

1594 **Pas d'attribution de la mention « peau » ;**

1595 **Pas d'attribution de la mention « bruit ».**

1596

1597

1598 **7. Bibliographie**

1599

1600 ACGIH (2001). Lead. (American Conference of Governmental Industrial Hygienists, Cincinnati)
1601 15p.

1602 Alexander, B. H.; Checkoway, H.; Van Netten, C.; Muller, C. H.; Ewers, T. G.; Kaufman, J. D.;
1603 Mueller, B. A.; Vaughan, T. L.; Faustman, E. M. (1996) Semen quality of men employed at a
1604 lead smelter. *Occup. Environ. Med.* 53: 411-416.

1605 Anger WK , Liang YX , Nell V , Kang SK , Cole D , Bazylewicz-Walczak B , Rohlman DS,
1606 Sizemore OJ. (2000). Lessons learned--15 years of the WHO-NCTB: a review.
1607 *Neurotoxicology* 21(5) :837-846

1608 Anses. (2013). Exposition au plomb : effets sur la santé associés à des plombémies inférieures
1609 à 100 µg/L. (Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du
1610 travail, France).146 p

1611 Anses. (2014). Valeurs limites d'exposition en milieu professionnel – Document de référence.
1612 (Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail,
1613 France). 122 p.

1614 Anses. (2014). Document repère pour l'établissement de valeurs limites applicables en milieu
1615 professionnel pour les agents chimiques ayant un effet uniquement irritant et corrosif. (Agence
1616 Nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail, France). 50
1617 p.

1618 Anses. (2016a) Document relatif à l'expertise en vue de la fixation de valeurs limites
1619 d'exposition à des agents chimiques en milieu professionnel - Evaluation des indicateurs
1620 biologiques d'exposition en vue de la construction de valeurs limites biologiques et la
1621 recommandation de valeurs biologiques de référence pour le plomb inorganique, pour
1622 consultation publique.

1623 Apostoli, P.; Bellini, A.; Porru, S.; Bisanti, L. (2000). The effect of lead on male fertility: a time
1624 to pregnancy (TTP) study. *Am. J. Ind. Med.* 38: 310-315.

1625 ATSDR (2007). Toxicological profile for lead. (Agency for toxic substances and disease
1626 registry: Atlanta, United States). 582p.

1627 Beaufils M. Hypertension gravidique. *Encycl Méd Chir* (Editions Scientifiques et Médicales
1628 Elsevier SAS, Paris, tous droits réservés). Néphrologie-Urologie, 18-058-D-10,
1629 Gynécologie/Obstétrique, 5-036-A-10, Cardiologie, 11-302-K-10, 2001, 15 p.

1630 Bishop, L. and Hill, W. J. (1983). A Study of the Relationship Between Blood Lead Levels and
1631 Occupational Air Lead Levels. *The American Statistician.* 37: 471-475.

1632 Bleecker, M. L.; Lindgren, K. N.; Tiburzi, M. J.; Ford, D. P. (1997) Curvilinear relationship
1633 between blood lead level and reaction time. Differential association with blood lead fractions
1634 derived from exogenous and endogenous sources. *J. Occup. Environ. Med.* 39: 426-431.

1635 Bleecker, M. L.; Ford, D. P.; Lindgren, K. N.; Scheetz, K.; Tiburzi, M. J. (2003) Association of
1636 chronic and current measures of lead exposure with different components of brainstem
1637 auditory evoked potentials. *Neurotoxicology* 24: 625-631.

1638 Bleecker, M. L.; Ford, D. P.; Lindgren, K. N.; Hoese, V. M.; Walsh, K. S.; Vaughan, C. G. (2005)
1639 Differential effects of lead exposure on components of verbal memory. *Occup. Environ. Med.*
1640 62: 181-187.

1641 Boey, K. W.; Jeyaratnam, J. (1988) A discriminant analysis of neuropsychological effect of low
1642 lead exposure. *Toxicology* 49: 309-314.

- 1643 Bonde, J. P., Joffe, M., Apostoli, P., Dale, A. Kiss, P., Spano, M., Caruso, F., Giwercman, A.,
1644 Bisanti, L., Porru, S., Vanhoorne, M., Comhaire, F., Zschiesche, W. (2002) Sperm count and
1645 chromatin structure in men exposed to inorganic lead: lowest adverse effect levels. *Occup.*
1646 *Environ. Med.* 59: 243-242.
- 1647 Carlisle, J. C.; Wade, M. J. (1992) Predicting blood lead concentrations from environmental
1648 concentrations. *Regul.Toxicol. Pharmacol.* 16: 280-289.
- 1649 Chavalitnitikul, C., Levin, L. and Chen, L.-C. (1984). Study and models of total lead exposures
1650 of battery workers. *American Industrial Hygiene Association Journal.* 45 (12): 802 - 808.
- 1651 Chia, S. E.; Chua, L. H.; Ng, T. P.; Foo, S. C.; Jeyaratnam, J. (1994) Postural stability of
1652 workers exposed to lead. *Occup. Environ. Med.* 51: 768-771
- 1653 Chia, S.E.; Chia, K.S; Chia, H.P.; Ong, C.N.; Jeyaratnam, J. (1996a) Three-year follow-up of
1654 serial nerve conduction among lead-exposed workers. *Scand. J. Work Environ. Health* 22:
1655 374-380.
- 1656 Chia, S. E.; Chia, H. P.; Ong, C. N.; Jeyaratnam, J. (1996b) Cumulative blood lead levels and
1657 nerve conduction parameters. *Occup. Med.* 46: 59-64.
- 1658 Chia, S. E.; Chia, H. P.; Ong, C. N.; Jeyaratnam, J. (1996c) Cumulative concentrations of blood
1659 lead and postural stability. *Occup. Environ. Med.* 53: 264-268.
- 1660 Chia, S.E.; Chia, H.-P.; Ong, C.-N.; Jeyaratnam, J. (1997) Cumulative blood lead levels and
1661 neurobehavioral testperformance. *Neurotoxicology* 18: 793-803.
- 1662 Chuang, H.Y.; Schwartz, J.; Tsai, S.Y.; Lee, M.L. T.; Wang, J.D.; Hu, H. (2000) Vibration
1663 perception thresholds in workers with long term exposure to lead. *Occup. Environ. Med.* 57:
1664 588-594.
- 1665 Chuang HY, Schwartz J, Gonzales-Cossio T, Lugo MC, Palazuelos E, Aro A, et al.
1666 Interrelations of lead levels in bone, venous blood, and umbilical cord blood with exogenous
1667 lead exposure through maternal plasma lead in peripartum women. *Environ Health Perspect.*
1668 2001, 109:527–532.
- 1669 Chuang, H.-Y.; Yu, K.-T.; Ho, C.-K.; Wu, M.-T.; Lin, G.-T.; Wu, T.-N. (2004) Investigations of
1670 vitamin D receptor polymorphism affecting workers' susceptibility to lead. *J. Occup. Health* 46:
1671 316-322.
- 1672 Chuang, H.-Y.; Chao, K.-Y.; Tsai, S.-Y. (2005) Reversible neurobehavioral performance with
1673 reductions in blood lead levels—a prospective study on lead workers. *Neurotoxicol. Teratol.* 27:
1674 497-504.
- 1675 CIRC. WHO (2006). IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans.
1676 Volume 87 – Inorganic and Organic Lead Compounds. International Agency for Research on
1677 Cancer, World Health Organization, Lyon. 529p.
1678 <https://monographs.iarc.fr/ENG/Monographs/vol87/mono87.pdf>
- 1679 Counter, S. A.; Buchanan, L. H. (2002) Neuro-ototoxicity in Andean adults with chronic lead
1680 and noise exposure. *J. Occup. Environ. Med.* 44: 30-38.
- 1681 Dick, R. B.; Pinkerton, L. E.; Krieg, E. F., Jr.; Biagini, R. E.; Deddens, J. A.; Brightwell, W. S.;
1682 Grubb, P. L.; Taylor, B. T.; Russo, J. M. (1999) Evaluation of postural stability in workers
1683 exposed to lead at a secondary lead smelter. *Neurotoxicology* 20: 595-608.
- 1684 Discalzi, G. L.; Capellaro, F.; Bottalo, L.; Fabbro, D.; Moccellini, A. (1992) Auditory brainstem
1685 evoked potentials (BAEPS) in lead-exposed workers. *Neurotoxicology* 13: 207-209.
- 1686 Discalzi, G.; Fabbro, D.; Meliga, F.; Moccellini, A.; Capellaro, F. (1993) Effects of occupational
1687 exposure to mercury and lead on brainstem auditory evoked potentials. *Int. J. Psychophysiol.*
1688 14: 21-25.

- 1689 Evans et Elinder, (2011). Chronic renal failure from lead: myth or evidence-based fact? *Kidney*
1690 *Int.* 79 (3): 272-279.
- 1691 Fiedler, N.; Weisel, C.; Lynch, R.; Kelly-McNeil, K.; Wedeen, R.; Jones, K.; Udasin, I.;
1692 Ohman-Strickland, P.; Gochfeld, M. (2003) Cognitive effects of chronic exposure to lead and
1693 solvents. *Am. J. Ind. Med.* 44: 413-423.
- 1694 Fréry N, Saoudi A, Garnier R, et al. (2011). Exposition de la population française aux
1695 substances chimiques de l'environnement – Tome 1. (Institut de veille sanitaire: Saint-Maurice,
1696 France). 151 p.
- 1697 Garnier R. Toxicité du plomb et ses dérivés. EMC - Toxicologie-Pathologie, Volume 2, Issue
1698 2, 2005, Pages 67–88
- 1699 Gartside, P. S., Buncher, C. R. and Lerner, S. (1982). Relationship of air lead and blood lead
1700 for workers at an automobile battery factory. *International Archives of Occupational and*
1701 *Environmental Health.* 50 (1): 1-10.
- 1702 Gillis BS, Arbieva Z, Gavin IM. Analysis of lead toxicity in human cells. *BMC* 2012 Jul
1703 27;13:344.
- 1704 Glenn, B. S., Stewart, W. F., Links, J. M., Todd, A. C. and Schwartz, B. S. (2003). The
1705 longitudinal association of lead with blood pressure. *Epidemiology.* 14: 30-36.
- 1706 Gonick, H.C., 2008. Nephrotoxicity of cadmium & lead. *The Indian journal of medical research*
1707 128, 335-352.
- 1708 Gonzalez-Cossio, T., Peterson, K. E., Sanin, L. H., Fishbein, E., Palazuelos, E., Aro, A.,
1709 Hernandez-Avila, M., and Hu, H. (1997). Decrease in birth weight in relation to maternal bone-
1710 lead burden. *Pediatrics* 100, 856-862.
- 1711 Goyer, R.A., 1989. Mechanisms of lead and cadmium nephrotoxicity. *Toxicol Lett* 46, 153-162.
- 1712 Griffin, T. B.; Coulston, F.; Wills, H.; Russell, J. C.; Knelson, J. H. (1975) Clinical studies on
1713 men continuously exposed to airborne particulate lead. In: Griffin, T. B.; Knelson, J. H., eds.
1714 *Lead.* Stuttgart, Federal Republic of Germany: Georg Thieme Publishers; pp. 221-240.
- 1715 Gulson B, Mizon K, Korsch M, Taylor A. Revisiting mobilisation of skeletal lead during
1716 pregnancy based on monthly sampling and cord/maternal blood lead relationships confirm
1717 placental transfer of lead. *Arch Toxicol.* 2016 Apr;90(4):805-16.
- 1718 Gundacker, C., Frohlich, S., Graf-Rohrmeister, K., Eibenberger, B., Jessenig, V., Gicic, D.,
1719 Prinz, S., Wittmann, K. J., Zeisler, H., Vallant, B., Pollak, A., and Husslein, P. (2010). Perinatal
1720 lead and mercury exposure in Austria. *Sci Total Environ* 408 (23): 57744-5749.
- 1721 Gurer-Orhan, H.; Sabir, H.D.; Ozgunes, H. (2004) Correlation between clinical indicators of
1722 lead poisoning and oxidative stress parameters in controls and lead-exposed workers.
1723 *Toxicology* 195: 147-154.
- 1724 He FS, Zhang SL, Li G, Zhang SC, Huang JX, Wu YQ. An electroneurographic assessment of
1725 subclinical lead neurotoxicity. *Int Arch Occup Environ Health.* 1988;61(1-2):141-6.
- 1726 Hirata, M.; Kosaka, H. (1993) Effects of lead exposure on neurophysiological parameters.
1727 *Environ. Res.* 63: 60-69.
- 1728 Holdstein Y, Pratt H, Goldsher M, Rosen G, Shenhav R, Linn S, Mor A, Barkai A. Auditory
1729 brainstem evoked potentials in asymptomatic lead-exposed subjects. *J Laryngol Otol.* 1986
1730 Sep;100(9):1031-6.
1731

- 1732 INERIS. 2016 - Fiche de données toxicologiques et environnementales des substances
1733 chimiques. Plomb et ses dérivés inorganiques - DRC-09-103112-08910C Version N°4.1- 2016
1734 (<http://www.ineris.fr/substances/fr/substance/getDocument/9987>, accédé en février 2017)
- 1735 INRS – Fiche toxicologique FT 59, édition 2006
- 1736 Inserm. (1999). Plomb dans l'environnement: quels risques pour la santé ? Rapport. Paris :
1737 les éditions Inserm, 1999 XIV-461 p. (Expertise collective).
- 1738 Irgens, Å.; Krüger, K.; Skorve, A. H.; Irgens, L. M. (1998) Reproductive outcome in offspring
1739 of parents occupationally exposed to lead in Norway. *Am. J. Ind. Med.* 34: 431-437.
- 1740 Iwata, T.; Yano, E.; Karita, K.; Dakeishi, M.; Murata, K. (2005) Critical dose of lead affecting
1741 postural balance in workers. *Am. J. Ind. Med.* 48: 319-325.
- 1742 Jelliffe-Pawlowski, L. L., Miles, S. Q., Courtney, J. G., Materna, B., and Charlton, V. (2006).
1743 Effect of magnitude and timing of maternal pregnancy blood lead (Pb) levels on birth outcomes.
1744 *J Perinatol* 26, 154-162.
- 1745 Jensen TK, Bonde JP, Joffe M. The influence of occupational exposure on male reproductive
1746 function. *Occup Med (Lond)*. 2006 Dec;56(8):544-53. Review
- 1747 Joffe M, Bisanti L, Apostoli P, Kiss P, Dale A, Roeleveld N, Lindbohm ML, Sallmén M,
1748 Vanhoorne M, Bonde JP; Asclepios. Time To Pregnancy and occupational lead exposure.
1749 *Occup Environ Med*. 2003 Oct;60(10):752-8.
- 1750 Kasperczyk, A., Prokopowicz, A., Dobrakowski, M., Pawlas, N., Kasperczyk, S., 2012. The
1751 effect of occupational lead exposure on blood levels of zinc, iron, copper, selenium and related
1752 proteins. *Biol Trace Elem Res* 150, 49-55.
- 1753 King E., Conchie E., Hiett D., Milligan B. Industrial lead absorption. *Ann. Occup. Hyg.*, 1979,
1754 22, 213-239
- 1755 Kordas, K., Ettinger, A. S., Lamadrid-Figueroa, H., Tellez-Rojo, M. M., Hernandez-Avila, M.,
1756 Hu, H., and Wright, R. O. (2009). Methylentetrahydrofolate reductase (MTHFR) C677T,
1757 A1298C and G1793A genotypes, and the relationship between maternal folate intake, tibia
1758 lead and infant size at birth. *Br J Nutr* 102, 907-914.
- 1759 Kosnett, M. J., Wedeen, R. P., Rothenberg, S. J., Hipkins, K. L., Materna, B. L., Schwartz, B.
1760 S., Hu, H. and Woolf, A. (2007). Recommendations for Medical Management of Adult Lead
1761 Exposure. *Environmental Health Perspectives*. 115: 463-471.
- 1762 Kovala, T.; Matikainen, E.; Mannelin, T.; Erkkilä, J.; Riihimäki, V.; Hänninen, H.; Aitio, A. (1997)
1763 Effects of lowlevel exposure to lead on neurophysiological functions among lead battery
1764 workers. *Occup. Environ. Med.* 54: 487-493.
- 1765 Lai JS, Wu TN, Liou SH, Shen CY, Guu CF, Ko KN, Chi HY, Chang PY. A study of the
1766 relationship between ambient lead and blood lead among lead battery workers. *Int Arch Occup*
1767 *Environ Health*. 1997;69(4):295-300.
- 1768 Lee, B.-K., Lee, G.-S., Stewart, W. F., Ahn, K.-D., Simon, D., Kelsey, K. T., Todd, A. C.,
1769 Schwartz, B. S. (2001) Associations of blood pressure and hypertension with lead dose
1770 measures and polymorphisms in the vitamin D receptor and δ -aminolevulinic acid dehydratase
1771 genes. *Environ. Health Perspect.* 109: 383-389
- 1772 Leggett, R. W. (1993) An age-specific kinetic model of lead metabolism in humans. *Environ.*
1773 *Health Perspect.* 101: 598-616.
- 1774 Lin, S., Hwang, S. A., Marshall, E. G., and Marion, D. (1998). Does paternal occupational lead
1775 exposure increase the risks of low birth weight or prematurity? *Am J Epidemiol* 148, 173-181.

- 1776 Lucchini, R.; Albini, E.; Cortesi, I.; Placidi, D.; Bergamaschi, E.; Traversa, F.; Alessio, L. (2000)
1777 Assessment of neurobehavioral performance as a function of current and cumulative
1778 occupational lead exposure. *Neurotoxicology* 21: 805-811.
- 1779 Lustberg, M. E., Schwartz, B. S., Lee, B. K., Todd, A. C., Silbergeld, E. K. (2004) The
1780 polymorphism in the gene for endothelial nitric oxide synthase and blood pressure in lead-
1781 exposed workers from Korea. *J. Occup. Environ. Med.* 46: 584-590.
- 1782 Magri J., Sammut M., Savona-Ventura C. Lead and other metals in gestational
1783 hypertension. *Int J Gynaecol Obstet.* 2003 Oct;83(1):29-36.
- 1784 Maheswaran, R., Gill, J. S., Beevers, D. G. (1993) Blood pressure and industrial lead exposure.
1785 *Am. J. Epidemiol.* 137: 645-653.
- 1786 Mohammad, I.K., Mahdi, A.A., Raviraja, A., Najmul, I., Iqbal, A., Thuppil V. Oxidative stress
1787 painters exposed to low lead levels(2008). *Arh Hig Toksikol*, 59:161-169.
- 1788 Murata, K.; Araki, S.; Yokoyama, K.; Uchida, E.; Fujimura, Y. (1993) Assessment of central,
1789 peripheral, and autonomic nervous system functions in lead workers:
1790 neuroelectrophysiological studies. *Environ. Res.* 61: 323-336.
- 1791 Nawrot, T. S., Thijs, L., Den Hond, E. M., Roels, H. A., Staessen, J. A. (2002) An
1792 epidemiological re-appraisal of the association between blood pressure and blood lead: a
1793 meta-analysis. *J. Hum. Hypertens.* 16: 123-131.
- 1794 The Nordic Expert Group for Criteria Documentation of Health Risks from Chemicals (NEG,
1795 2010) 142. Occupational exposure to chemicals and hearing impairment.
- 1796 Niu, Q.; He, S. C.; Li, H. Y.; Wang, J. Y.; Dai, F. Y.; Chen, Y. L. (2000) A comprehensive
1797 neurobehavioral and neurophysiological study for low level Pb-exposed workers. *G. Ital. Med.*
1798 *Lav. Ergon.* 22: 299-304.
- 1799 Nomiyama, K., Nomiyama, H., Liu, S. J., Tao, Y. X., Nomiyama, T., Omae, K. (2002) Lead
1800 induced increase of blood pressure in female lead workers. *Occup. Environ. Med.* 59: 734-
1801 738.
- 1802 Nordström, S.; Beckman, L.; Nordenson, I. (1978a) Occupational and environmental risks in
1803 and around a smelter in northern Sweden: I. Variations in birth weight. *Hereditas (Lund, Swed.)*
1804 88: 43-46.
- 1805 Nordström, S.; Beckman, L.; Nordenson, I. (1978b) Occupational and environmental risks in
1806 and around a smelter in northern Sweden: III. Frequencies of spontaneous abortion. *Hereditas*
1807 (Lund, Swed.) 88: 51-54.
- 1808 NTP. 2003. Report on Carcinogens Background Document for Lead and Lead Compounds.
1809 National Toxicology Program, Research Triangle Park. 228p.
- 1810 NTP. 2004. Report on Carcinogens , 11th Ed. U.S. department of health and Human Services,
1811 Public Health, National Toxicology Program, Research Triangle Park, NC.
- 1812 NTP (2012). NTP monograph on health effects of low-level lead. (National Toxicology Program
1813 US. Department of Health and Human Services).
- 1814 Odland, J. O., Nieboer, E., Romanova, N., Thomassen, Y., and Lund, E. (1999). Blood lead
1815 and cadmium and birth weight among sub-arctic and arctic populations of Norway and Russia.
1816 *Acta Obstet Gynecol Scand* 78, 852-860.
- 1817
1818 OEHHA (2013). Estimating workplace air and worker blood lead concentration using an
1819 updated physiologically-based pharmacokinetic (PBPK) model. California Environmental
1820 Protection Agency, Office of Environmental Health Hazard Assessment. October 2013.
1821 <http://www.cdph.ca.gov/programs/olppp/Documents/OEHHALeadRept-Full.pdf>.

- 1822 O'Flaherty, E. J. (1993) Physiologically based models for bone-seeking elements. IV. Kinetics
1823 of lead disposition in humans. *Toxicol. Appl. Pharmacol.* 118: 16-29. Osman et al (2000)
- 1824 OSHA (European Agency for Safety and Health at Work) 2009. Combined exposure to noise
1825 and ototoxic substances. 337p.
- 1826 Osman, K., Akesson, A., Berglund, M., Bremme, K., Schutz, A., Ask, K., and Vahter, M. (2000).
1827 Toxic and essential elements in placentas of Swedish women. *Clin Biochem* **33**, 131-138.
- 1828 Österberg, K.; Börjesson, J.; Gerhardsson, L.; Schütz, A.; Skerfving, S. (1997) A
1829 neurobehavioural study of longterm occupational inorganic lead exposure. *Sci. Total Environ.*
1830 201: 39-51.
- 1831 Pierre, F., Vallayer, C., Baruthio, F., Peltier, A., Pale, S., Rouyer, J., Goutet, P., Aubrège, B.,
1832 Lecossois, C., Guillemain, C., Elcabache, J.-M., Verelle, B. and Fabriès, J.-F. (2002). Specific
1833 relationship between blood lead and air lead in the crystal industry. *International Archives of*
1834 *Occupational and Environmental Health.* 75 (4): 217-223.
- 1835 Rabinowitz, M., Schoenbaum S. Pregnancy hypertension, blood pressure during labor, and
1836 blood lead levels. *Hypertension.* 1987 Oct;10(4):447-51.
- 1837 Ratzon, N.; Froom, P.; Leikin, E.; Kristal-Boneh, E.; Ribak, J. (2000) Effect of exposure to lead
1838 on postural control in workers. *Occup. Environ. Med.* 57: 201-203.
- 1839 Roels, H.A., Hoet, P., Lison, D., 1999. Usefulness of biomarkers of exposure to inorganic
1840 mercury, lead, or cadmium in controlling occupational and environmental risks of
1841 nephrotoxicity. *Ren Fail* **21**, 251-262.
- 1842 Rothenberg SJ, Manalo M, Jiang J, Cuellar R, Reyes S, Sanchez M, Diaz M, Khan F, Aguilar
1843 A, Reynoso B, Juaregui M, Acosta S, Johnson C. Blood lead level and blood pressure during
1844 pregnancy in South Central Los Angeles. *Arch Environ Health.* 1999 Nov-Dec;54(6):382-9
- 1845 Rothenberg SJ, Kondrashov V, Manalo M, Jiang J, Cuellar R, Garcia M, Reynoso B, Reyes S,
1846 Diaz M, Todd AC. Increases in hypertension and blood pressure during pregnancy with
1847 increased bone lead levels. *Am J Epidemiol.* 2002 Dec 15;156(12):1079-87
- 1848 Sabath, E., Robles-Osorio, M.L., 2012. Renal health and the environment: heavy metal
1849 nephrotoxicity. *Nefrologia : publicación oficial de la Sociedad Espanola Nefrologia* **32**, 279-
1850 286.
- 1851 Sadeghniat Haghighi K, Aminian O, Chavoshi F, Bahaedini LS, Soltani S, Rahmati Najarkolaei
1852 F. Relationship between blood lead level and male reproductive hormones in male lead
1853 exposed workers of a battery factory: A cross-sectional study. *Iran J Reprod Med.* 2013
1854 Aug;11(8):673-6.
- 1855 Safe Work Australia. (2014). Review of hazards and health effects of inorganic lead –
1856 implications for WHS regulatory policy. Canberra: Safe Work Australia. 143 p.
- 1857 Sallmén M, Lindbohm ML, Nurminen M. Paternal exposure to lead and infertility. *Epidemiology.*
1858 2000 Mar;11(2):148-52.
- 1859 Sallmén M, Anttila A, Lindbohm ML, Kyyrönen P, Taskinen H, Hemminki K. Time to pregnancy
1860 among women occupationally exposed to lead. *J Occup Environ Med.* 1995 Aug;37(8):931-4.
- 1861 Santé Canada. (2011). Rapport provisoire sur l'état des connaissances scientifiques
1862 concernant les effets du plomb sur la santé humaine. Santé Canada, Ottawa (Ontario) 60
1863 pages.
- 1864 Santé Canada (2017). Le plomb dans l'eau potable. Document de consultation publique. Santé
1865 Canada 118 p.

- 1866 SCOEL (2002). Recommendation from the Scientific Committee on Occupational Exposure
1867 Limits for lead and its inorganic compounds. SCOEL/SUM/83. Scientific Committee on
1868 Occupational Exposure Limits, European Commission.
- 1869 Schwartz, B. S., Stewart, W. F., Todd, A. C., Simon, D., Links, J. M. (2000c) Different
1870 associations of blood lead, meso 2,3-dimercaptosuccinic acid (DMSA)-chelatable lead, and
1871 tibial lead levels with blood pressure in 543 former organolead manufacturing workers. Arch.
1872 Environ. Health. 55: 85-92.
- 1873 Schwartz, B S.; Lee, B. K.; Lee, G. S.; Stewart, W. F.; Lee, S. S.; Hwang, K. Y.; Ahn, K.-D.;
1874 Kim, Y.-B.; Bolla, K. I.; Simon, D.; Parsons, P. J.; Todd, A. C. (2001) Associations of blood
1875 lead, dimercaptosuccinic acid-chelatable lead, and tibia lead with neurobehavioral test scores
1876 in South Korean lead workers. Am. J. Epidemiol. 153: 453-464.
- 1877 Schwartz, B. S.; Lee, B.-K.; Bandeen-Roche, K.; Stewart, W.; Bolla, K. I.; Links, J.; et al. (2005)
1878 Occupational lead exposure and longitudinal decline in neurobehavioral test scores.
1879 Epidemiology 16: 106-113.
- 1880 Shiao, C.-Y.; Wang, J.-D.; Chen, P.-C. (2004) Decreased fecundity among male lead workers.
1881 Occup. Environ. Med. 61: 915-923.
- 1882 Snijder, C.A., te Velde, E., Roeleveld, N., Burdorf, A. Occupational exposure to chemical
1883 substances and time to pregnancy: a systematic review. Hum Reprod Update. 2012 May-
1884 Jun;18(3):284-300.
- 1885 Sokas, R. K.; Simmens, S.; Sophar, K.; Welch, L. S.; Liziewski, T. (1997) Lead levels in
1886 Maryland construction workers. Am. J. Ind. Med. 31: 188-194.
- 1887 Sowers, M.; Jannausch, M.; Scholl, T.; Li, W.; Kemp, F. W.; Bogden, J. D. (2002) Blood lead
1888 concentrations and pregnancy outcomes. Arch. Environ. Health 57: 489-495.
- 1889 Stollery, B. T., Broadbent, D. E., Banks, H. A. and Lee, W. R. (1991). Short term prospective
1890 study of cognitive functioning in lead workers. British Journal of Industrial Medicine. 48: 739-
1891 749.
- 1892 Stollery et al., 1996. Reaction time changes in workers exposed to lead. Neurotoxicol. Teratol.
1893 18: 477-483.
- 1894 Telišman, S., Pizent, A., Jurasović, J., Cvitković, P. (2004) Lead effect on blood pressure in
1895 moderately leadexposed male workers. Am. J. Ind. Med. 45: 446-454.
- 1896 Tepper, A., Mueller, C., Singal, M., Sagar, K. (2001) Blood pressure, left ventricular mass, and
1897 lead exposure in battery manufacturing workers. Am. J. Ind. Med. 40: 63-72. US EPA (2006).
1898 Air quality criteria for lead. National Center Environmental Assessment-RTP Division Office of
1899 Research and Development. (U.S. Environmental Protection, Agency, Research Triangle
1900 Park, NC).
- 1901 US EPA (2013). Integrated science assessment for lead. United States Environmental
1902 Protection Agency. EPA/600/R-10/075F. June 2013.
- 1903 Vigh M, Yokoyama K, Mazaheri M, Beheshti S, Ghazizadeh S, Sakai T, Morita Y, Kitamura
1904 F, Araki S. Relationship between increased blood lead and pregnancy hypertension in women
1905 without occupational lead exposure in Tehran, Iran. Arch Environ Health. 2004 Feb;59(2):70-
1906 5.
- 1907 Vyskocil, A., Leroux, T., Truchon, G., Lemay, F., Gagnon, F., Gendron, M., Boudjerida, A., El-
1908 Majidi, N., Viau, C. Effet des substances chimiques sur l'audition. Interactions avec le bruit.
1909 Rapport R-685, IRSST - Direction des communications, Montréal, Québec, Canada, 2011
1910

- 1911 Wells EM, Navas-Acien A, Herbstman JB, Apelberg BJ, Silbergeld EK, Caldwell KL, Jones RL,
1912 Halden RU, Witter FR, Goldman LR. Low-level lead exposure and elevations in blood pressure
1913 during pregnancy. *Environ Health Perspect.* 2011 May;119(5):664-9.
- 1914 Williams M.K., E. King, J. Walford, An investigation of lead absorption in an electric
1915 accumulator factory with the use of personal samplers. *Brit. J. Industr. Med.*, 1969, 26, 202-
1916 216
- 1917 Wu, T.-N., Shen, C.-Y., Ko, K.-N., Guu, C.-F., Gau, H.-J., Lai, J.-S., Chen, C.-J., Chang, P.-Y.
1918 (1996) Occupational lead exposure and blood pressure. *Int. J. Epidemiol.* 25: 791-796.
- 1919 Xie, HG., Wang, SK., Cao, CC., Harpur, E. Qualified kidney biomarkers and their potential
1920 significance in drug safety evaluation and prediction. *Pharmacology & Therapeutics* 137:100-
1921 107.
- 1922 Yazbeck C, Thiebaugeorges O, Moreau T, Goua V, Debotte G, Sahuquillo J, Forhan A,
1923 Foliguet B, Magnin G, Slama R, Charles MA, Huel G. Maternal blood lead levels and the risk
1924 of pregnancy-induced hypertension: the EDEN cohort study. *Environ Health Perspect.* 2009
1925 Oct;117(10):1526-30.
- 1926 Yokoyama, K.; Araki, S.; Murata, K.; Morita, Y.; Katsuno, N.; Tanigawa, T.; Mori, N.; Yokota,
1927 J.; Ito, A.; Sakata, E. (1997) Subclinical vestibulo-cerebellar, anterior cerebellar lobe and
1928 spinocerebellar effects in lead workers in relation to concurrent and past exposure.
1929 *Neurotoxicology* 18: 371-380.
- 1930 Wu TN, Shen CY, Lai JS, Goo CF, Ko KN, Chi HY, Chang PY, Liou SH. Effects of lead and
1931 noise exposures on hearing ability. *Arch Environ Health* 2000;55:109-114.
1932
- 1933 Zhu, M., Fitzgerald, E. F., Gelberg, K. H., Lin, S., and Druschel, C. (2010). Maternal Low-Level
1934 Lead Exposure and Fetal Growth. *Environ Health Perspect* **118**, 1471-1475.

1935
1936
1937
1938
1939
1940
1941
1942
1943
1944
1945
1946
1947

1948
1949

Partie B – Rapport d'évaluation des méthodes de mesure des niveaux d'exposition sur les lieux de travail

Document pour consultation

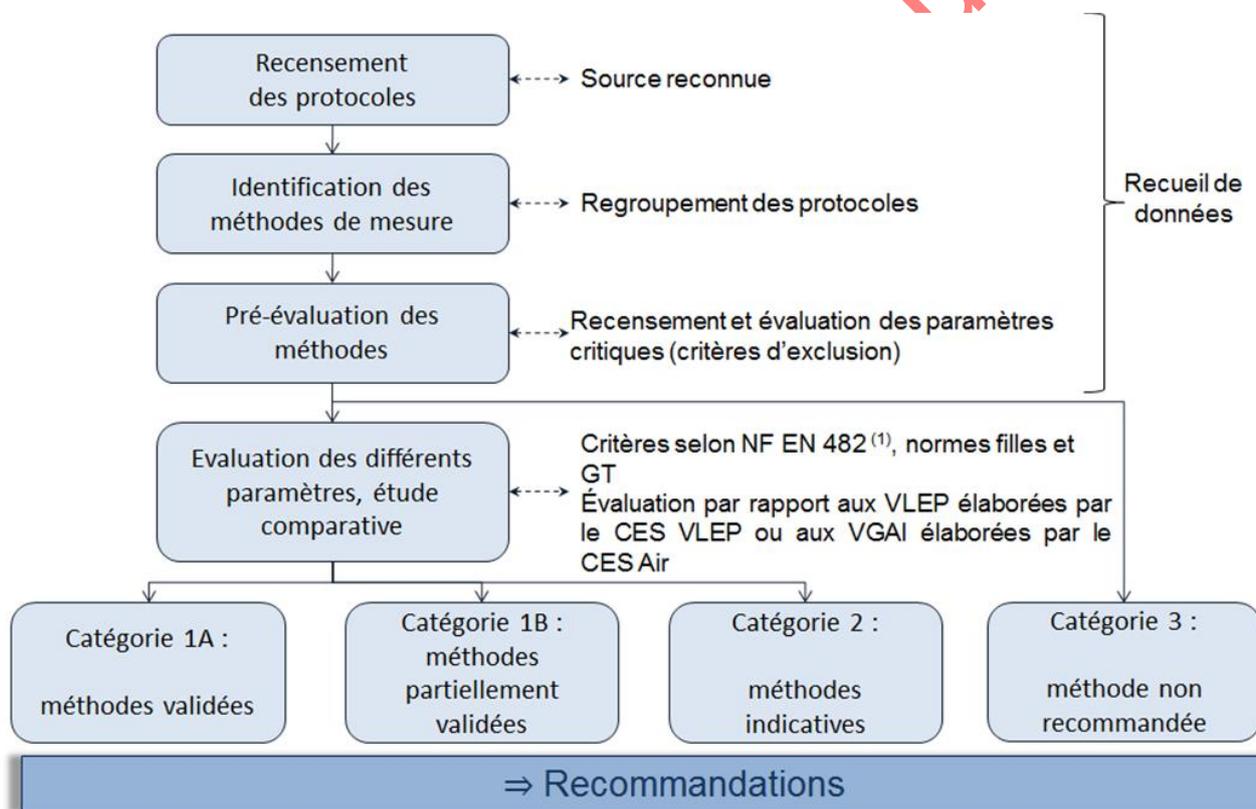
1950 **1. Présentation et discussion des méthodes de**
 1951 **mesure de substance dans l'air des lieux de travail**

1952 Les méthodes de mesure de la concentration d'une substance dans l'air des lieux de travail et l'air
 1953 intérieur sont évaluées de manière à recommander une ou plusieurs méthodes de référence
 1954 permettant d'effectuer des mesures de concentration de la substance à des fins de comparaison
 1955 avec les valeurs de référence proposées par l'Anses.

1956 L'objectif n'est pas de classer l'ensemble des méthodes selon un système de notation chiffrée mais
 1957 plutôt de présenter de manière structurée et systématique les critères permettant d'arriver à un choix
 1958 final fondé sur un jugement scientifique.

1959 La méthodologie détaillée a fait l'objet d'un rapport du groupe de travail « Métrologie ». Le principe
 1960 général est le suivant.

1961



(1) NF EN 482 : Exposition sur les lieux de travail - Exigences générales concernant les performances des procédures de mesure des agents chimiques

1962
 1963

Figure 3 : Principe général (Anses, 2016b)¹³

¹³ Le terme « normes filles » fait référence aux normes disponibles fixant des exigences complémentaires à celles de la norme NF EN 482 devant être satisfaites pour certains types particuliers de procédures et de dispositifs de mesurage

Le sigle GT de cette figure désigne spécifiquement le GT Métrologie en charge du travail d'évaluation des méthodes de mesure

1964 1.1. Recensement et classement des méthodes de mesure

1965 Huit méthodes de mesures ont été recensées. Pour chacune des méthodes, le prélèvement d'air est
 1966 réalisé à l'aide d'un dispositif de prélèvement des particules, généralement de la fraction inhalable,
 1967 sur un filtre en fibre de quartz ou une membrane en mélange d'esters de cellulose (Membrane EC)
 1968 ou membrane PVC. La mise en solution du plomb et de ses composés inorganiques est réalisée par
 1969 une minéralisation acide à l'aide de différents mélanges d'acides possibles. Ces méthodes diffèrent
 1970 de par le mode de minéralisation et la technique analytique utilisée. Ces méthodes ont été
 1971 discriminées selon la technique analytique mise en œuvre, car les modes de minéralisation peuvent
 1972 être communs ou transposables (Cf. plus loin) d'une méthode à une autre.

1973 Le tableau suivant présente les méthodes et protocoles de mesure de la concentration du plomb et
 1974 de ses composés inorganiques dans l'air des lieux de travail recensés.

1975

1976 **Tableau 13 : Tableau récapitulatif des méthodes de mesurage du plomb et de ses composés**
 1977 **inorganiques dans l'air des lieux de travail**

N°	Méthode				Protocoles	
	Prélèvement	Support	Minéralisation	Analyse		
1	Actif fraction inhalable	Filtre en fibres de quartz, membrane EC	Différents mélanges et modes de minéralisation ¹⁴	spectrométrie d'absorption atomique flamme (SAA flamme)	DFG « lead » (1985); <i>FD ISO 8518 (2002)</i> ; <i>AFNOR NF X 43-275 (2002)</i> ; <i>HSE MDHS 6/3</i> <i>(1998)</i> ; <i>MTA/MA-025/A16 (2016)</i> ; <i>MTA/MA-</i> <i>011/A87 (1987)</i> ; <i>IRSST 13-2, NIOSH 7082</i> <i>(1994)</i> ; <i>OSHA id121 (2002)</i> ; <i>MétoPol M121</i> <i>(2016)</i>	
2		Filtre en fibres de quartz, membrane EC		spectrométrie d'absorption atomique atomisation électrothermique /four graphite (SAA – AET)	<i>AFNOR NF X 43-275 (2002)</i> , <i>FD ISO 8518</i> <i>(2002)</i> ; <i>BGI 505-73-1 (2009)</i> ; <i>DFG « lead »</i> <i>(1985)</i> , <i>MétoPol M120 (2016)</i> ; <i>MDHS 6/3</i> <i>(1998)</i> , <i>NIOSH 7105 (1994)</i> , <i>BIA 6310</i>	
3		Filtre en fibres de quartz, membrane EC ou PVC		spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif (ICP – AES)	<i>AFNOR NF X 43-275 (2002)</i> ; <i>NF ISO 15202-2</i> <i>(minéralisation) (2012)</i> et <i>NF ISO 15202-3</i> <i>(2005)</i> ; <i>MétoPol M122, M124, M125 (2016)</i> ; <i>HSE MDHS 99 (1998)</i> ; <i>NIOSH 7300 (2003)</i> ; <i>NIOSH 7301 (2003)</i> ; <i>NIOSH 7303 (2003)</i> ; <i>OSHA id125g (2002)</i> ; <i>OSHA id206 (1991)</i> <i>NIOSH 7302 (2014)</i> , <i>NIOSH 7304 (2014)</i> , <i>NIOSH 7306 (2015)</i>	
4		Membrane EC		spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)	<i>NF ISO 30011 (2010)</i> <i>IRSST MA 362 (2010)</i> <i>OSHA 1006 (2005)</i>	
5		Membrane EC		Sans minéralisation	spectrométrie fluorescence X (SFX)	<i>HSE MDHS 91/2 (1998)</i> <i>NIOSH 7702 (1998)</i>
6		Membrane EC		HNO ₃ dans bain d'ultrasons	voltampérométrie par redissolution anodique	<i>NIOSH 7701 (2016)</i>
7		Membrane EC		sans minéralisation	Kit de détection au rhodizonate (spot test)	<i>NIOSH 7700 (1996)</i>
8		NR		NR	Photométrie UV/visible	<i>BGIA 6015 (2005)</i>

En vert apparaissent les protocoles spécifiques à la mesure du plomb - En italique : protocoles ne présentant pas ou très peu de données de validation concernant le plomb ou ses composés - NR : non renseigné

1978

¹⁴ Voir chapitre 1.1 Remarques concernant les modes de minéralisation

1979 Le tableau suivant présente le classement des méthodes recensées et évaluées pour l'air des lieux
 1980 de travail, ainsi que les protocoles retenus pour l'évaluation. L'évaluation est explicitée dans les
 1981 paragraphes suivants.

1982

1983

Tableau 14 : Classement des méthodes de mesure du plomb dans l'air des lieux de travail

N°	Méthode	Protocoles	Catégorie		
			Contrôle réglementaire VLEP-8h	Suivi des expositions court terme	Contrôle réglementaire VLCT-15 min
Prélèvement actif de la fraction inhalable – minéralisation acide ou analyse directe					
1	spectrométrie d'absorption atomique flamme (SAA-F)	NIOSH 7082 (1994) OSHA id121 (2002) HSE MDHS 6/3 (1998) INHST MTA/MA-025/A16 (2016) DFG Lead (1985)	1B	1B	3
2	spectrométrie d'absorption atomique par atomisation électrothermique /four graphite (SAA-ET)	NIOSH 7105 (1994) MDHS 6/3 (1998) DFG lead (1985) BGI -505-73-1 (2009)	1B	1B	1B
3	spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif (ICP-AES)	NF ISO 15202-2 (2012) NF ISO 15202-3 (2005) INRS MétroPol M122 (2016) NIOSH 7300 (2003); NIOSH 7301 (2003); NIOSH 7303 (2003) NIOSH 7302 (2014) NIOSH 7304 (2014) NIOSH 7306 (2015) OSHA id125g (2002) OSHA id206 (1991)	1B	1B	1B
4	spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)	NF ISO 30011 (2010) IRSST MA 362 (2010°) OSHA 1006 (2005)	1A	1A	1A
5	spectrométrie fluorescence X (analyse directe)	HSE MDHS 91/2 NIOSH – 7702 (1998)	3		
6	voltampérométrie par redissolution anodique	NIOSH 7701 (2016)	2	2	2
7	Kit de détection au rhodizonate (spot test)	NIOSH 7700 (1996)	3		
8	Photométrie UV/visible	BGIA 6015 (2005)	3*		

1984 * méthode non évaluable pour lesquels des critères essentiels de validation ne sont pas documentés.

1985

1986

1987 **Exigences :** Compte tenu des VLEP-8h et VLCT-15 min pragmatiques pour lesquels il est proposé
 1988 de considérer la fraction inhalable par défaut, les méthodes doivent être validées sur les intervalles
 1989 de concentrations suivants :

- 1990 • VLEP-8h pragmatique : 0,1- 2 x VLEP-8h : 3 à 60 $\mu\text{g.m}^{-3}$
- 1991 • VLCT-15 min pragmatique – suivi des expositions court terme : 0,5- 2 x VLCT-15 min : 75 à
 1992 300 $\mu\text{g.m}^{-3}$
- 1993 • VLCT-15 min pragmatique – contrôle réglementaire : 0,1 – 2 x VLCT-15 min = 15 à 300
 1994 $\mu\text{g.m}^{-3}$

1995

1996

Remarques concernant le prélèvement :

1997 La plupart des protocoles recensés met en œuvre un dispositif de prélèvement de la fraction
 1998 inhalable ou bien de la fraction totale (« total dust » en anglais). Le dispositif, dans le cas de la
 1999 fraction inhalable, est généralement constitué de la cassette 37 mm en configuration fermée,
 2000 équipée d'un filtre ou d'une membrane avec un débit de prélèvement recommandé dans la majorité
 2001 des cas de 2 L.min⁻¹ (voir Tableau 15). Pour la fraction totale, le dispositif cassette 37 mm est utilisé
 2002 en configuration ouverte, avec un débit allant de 1 à 4 L.min⁻¹

2003 La cassette porte-filtre 37 mm utilisée en configuration fermée (orifice nominal 4 mm) et munie d'un
 2004 filtre ou membrane au débit 2 L.min⁻¹ permet de déterminer la masse d'aérosol collectée sur ce filtre.
 2005 Ce dispositif pouvant sous-estimer la fraction inhalable notamment en présence de particules
 2006 > 20 μm , il convient, afin de minimiser cette sous-évaluation, de prendre en compte les dépôts de
 2007 particules sur les parois de la cassette et d'analyser ainsi la fraction captée, qui correspond alors à
 2008 la fraction inhalable de l'aérosol.

2009

2010 L'ensemble des protocoles a été évalué par dopage à l'aide de solutions de plomb, de ce fait
 2011 l'efficacité de collecte n'est pas prise en compte. Il est donc possible, pour évaluer les méthodes, de
 2012 considérer un seul et même dispositif de prélèvement de la fraction inhalable et débit associé pour
 2013 chaque méthode.

2014 Le dispositif constitué de la cassette 37 mm fermée, étant au travers des protocoles étudiés, le plus
 2015 couramment utilisé pour échantillonner la fraction inhalable au débit de 2 L.min⁻¹, a donc été pris en
 2016 compte pour l'évaluation des méthodes.

2017 La seule exception concerne le protocole BGI-505-73-1 qui utilise un préleveur GSP au débit de
 2018 10 L.min⁻¹ qui a été conservé pour l'évaluation.

2019

2020

Tableau 15 : Dispositifs de prélèvement des protocoles recensés et débits recommandés

Protocoles	Dispositif de prélèvement décrit dans le protocole		Débit recommandé du protocole (L.min ⁻¹)	Dispositif pour fraction inhalable	Débit pour fraction inhalable
NIOSH 7302, NIOSH 7304, NIOSH 7303, NIOSH 7300, NIOSH 7301, NIOSH 7702, NIOSH 7701, NIOSH 7700, NIOSH 7105, NIOSH 7082,	Cassette 37 mm ouverte	Membrane EC ou en PVC	1 à 4	Cassette 37 mm fermée	2 L.min ⁻¹

Protocoles	Dispositif de prélèvement décrit dans le protocole		Débit recommandé du protocole (L.min ⁻¹)	Dispositif pour fraction inhalable	Débit pour fraction inhalable
MTA/MA-011/A87, MTA/MA-025/A16,	Préleveur fraction inhalable (plusieurs mentionnés)	Membrane EC	Fonction du préleveur		
OSHA 1006, OSHA id206, OSHA id125g, OSHA id121 MétroPol M124	Cassette 37 mm fermée	Membrane EC	2		
IRSST 362			1,5		
MétroPol M120, MetroPol M121, MetroPol M122		Filtre en fibres de quartz	2		
MétroPol M-125	Cassette 37 mm fermée Avec accucap	Membrane EC	2		
NIOSH 7306	Cassette 37 mm fermée Avec capsule acidosoluble	Membrane EC	1 à 4		
NF ISO 15202-2, MDHS 6/3, MDHS 91/2, MDHS 99	Tête de prélèvement conforme à HSE MDHS 14/3 (tête IOM et tête multiorifice)	Membrane EC (diamètre 25 ou 37 mm selon échantillonneur)	2		
BGI 505-73-1	Tête de prélèvement GSP 10	membrane EC	10	GSP 10	10
BIA 6310	Tête de prélèvement GSP	Filtre en fibres de verre	3,5	Non retenu car pas de données de validation	
DFG Lead	Personal air sampler	Nitrate de cellulose	2	Cassette 37 mm fermée	2 L.min ⁻¹

2021

2022

2023

Remarques concernant les modes de minéralisation :

2024

2025

2026

2027

2028

2029

2030

Différents modes de minéralisation sont proposés dans les protocoles/méthodes recensés. Ces modes de digestion sont notamment fonction du support utilisé et de l'aspect supposé réfractaire des particules collectées. Ces protocoles, dans la limite de ces deux items, sont néanmoins transposables d'une méthode d'analyse à l'autre (à quelques exceptions près, comme par exemple, l'utilisation de HClO₄+HNO₃ qui est déconseillée dans le cas de l'analyse par ICP-MS). Le détail des modes de digestion proposés dans les différents protocoles est présenté dans le Tableau 16 et en annexe de ce document.

2031

2032

2033

2034

Rappelons que les performances des différents protocoles sont établies au regard de ces modes de digestion, modes qui peuvent dans la plupart des cas, influencer les performances associées. C'est pourquoi l'évaluation des différentes méthodes sera implicitement liée aux modes de digestions proposés dans les protocoles associés.

2035

2036

2037

Tableau 16 : Modes de minéralisation proposés pour les méthodes 1, 2, 3, 4, 5 et 6

Mode de minéralisation	Méthode d'analyse					Protocole
	SAA-F	SAA-ET	ICP-AES	ICP-MS	voltampérométrie	
HNO ₃ concentré sur plaque chauffante	X	X			X	MTA/MA-025/A16 ; OSHA id121 ; MDHS 6/3 ; DFG Lead - NIOSH 7701
HNO ₃ + H ₂ O ₂ en four microondes				X		OSHA 1006
HNO ₃ + H ₂ O ₂ sur plaque chauffante	X	X				NIOSH7082 ; NIOSH 7105
HNO ₃ +HClO ₄ +H ₂ O ₂ +HCl sur plaque chauffante				X		JRSST 362
HNO ₃ +HCl sur plaque chauffante		X	X	X		BGI 505 ; NIOSH 7301 ; OSHA id 206 ; NIOSH 7303 ; NF ISO 15202-2 ; ISO 30011, NIOSH 7306
HNO ₃ +HF en bains ultrasons	X	X	X	X		MétoPol M-120 ; MétoPol M-121 ; MétoPol M-124 ; MétoPol M-125 ; MétoPol M-122 ; NF ISO 15202-2 ; ISO 30011.
HNO ₃ +HClO ₄ sur plaque chauffante			X			NIOSH 7300 ; NF ISO 15202-2 ; ISO 30011
HNO ₃ +H ₂ SO ₄ +H ₂ O ₂ sur plaque chauffante			X			OSHA id 125g
HNO ₃ +HCl+HF en four micro-ondes			X			MDHS 99
H ₂ SO ₄ +H ₂ O ₂ sur plaque chauffante			X	X		NF ISO 15202-2 ; ISO 30011
HNO ₃ +HF en four micro-ondes			X	X		NF ISO 15202-2 ; ISO 30011
HNO ₃ +HClO ₄ +HF en four micro-ondes			X	X		NF ISO 15202-2 ; ISO 30011
HNO ₃ + micro-ondes			X			NIOSH 7302, NIOSH 7304, NIOSH 7306

2038

2039

2040

2041

2042

2043

2044

2045

2046

D'après la norme NF EN ISO 15202-2, s'il existe le moindre doute concernant l'efficacité de la méthode de mise en solution d'échantillon choisie pour obtenir la récupération analytique requise, lorsque cette méthode est utilisée pour la mise en solution des métaux et métalloïdes étudiés en fonction de la nature des matériaux qui pourraient être présents dans l'atmosphère d'essai, il faut déterminer alors son efficacité pour cette application particulière. À cet effet, dans le cas des métaux et métalloïdes totaux, il est possible d'analyser un échantillon massif de composition connue de nature similaire aux matériaux utilisés ou produits sur le lieu de travail, par exemple un matériau de référence certifié.

2047

2048

2049

Pour la récupération analytique des métaux et métalloïdes solubles, on obtient de meilleurs résultats en analysant des filtres dopés à l'aide d'une solution contenant une quantité connue des composés solubles étudiés.

2050

2051

2052

2053

2054

Si la récupération analytique est inférieure à la valeur acceptable minimale spécifiée dans l'EN 13890 (récupération analytique d'au moins 90 % avec un coefficient de variation inférieur à 5 %), il faut étudier l'utilisation d'une autre méthode de mise en solution d'échantillon. Celle-ci peut ne pas être une méthode spécifiée dans la présente partie de la NF EN ISO 15202, s'il peut être démontré que sa récupération analytique répond aux exigences de l'EN 13890.

2055

2056 Toujours d'après la norme NF EN ISO 15202-2, les méthodes de mise en solution d'échantillon par
2057 ultrasons sont effectuées à des températures relativement basses, mais elles sont souvent aussi,
2058 sinon plus, efficaces que les méthodes utilisant une plaque chauffante (telles que celles spécifiées
2059 à l'Annexe C, à l'Annexe E et à l'Annexe F). Pour analyser des échantillons contenant des matériaux
2060 qui sont résistants aux attaques acides, par exemple certaines fumées de soudage d'acier
2061 inoxydable, l'utilisation d'une méthode de mise en solution par chauffage micro-ondes est
2062 recommandée (voir Annexe G).

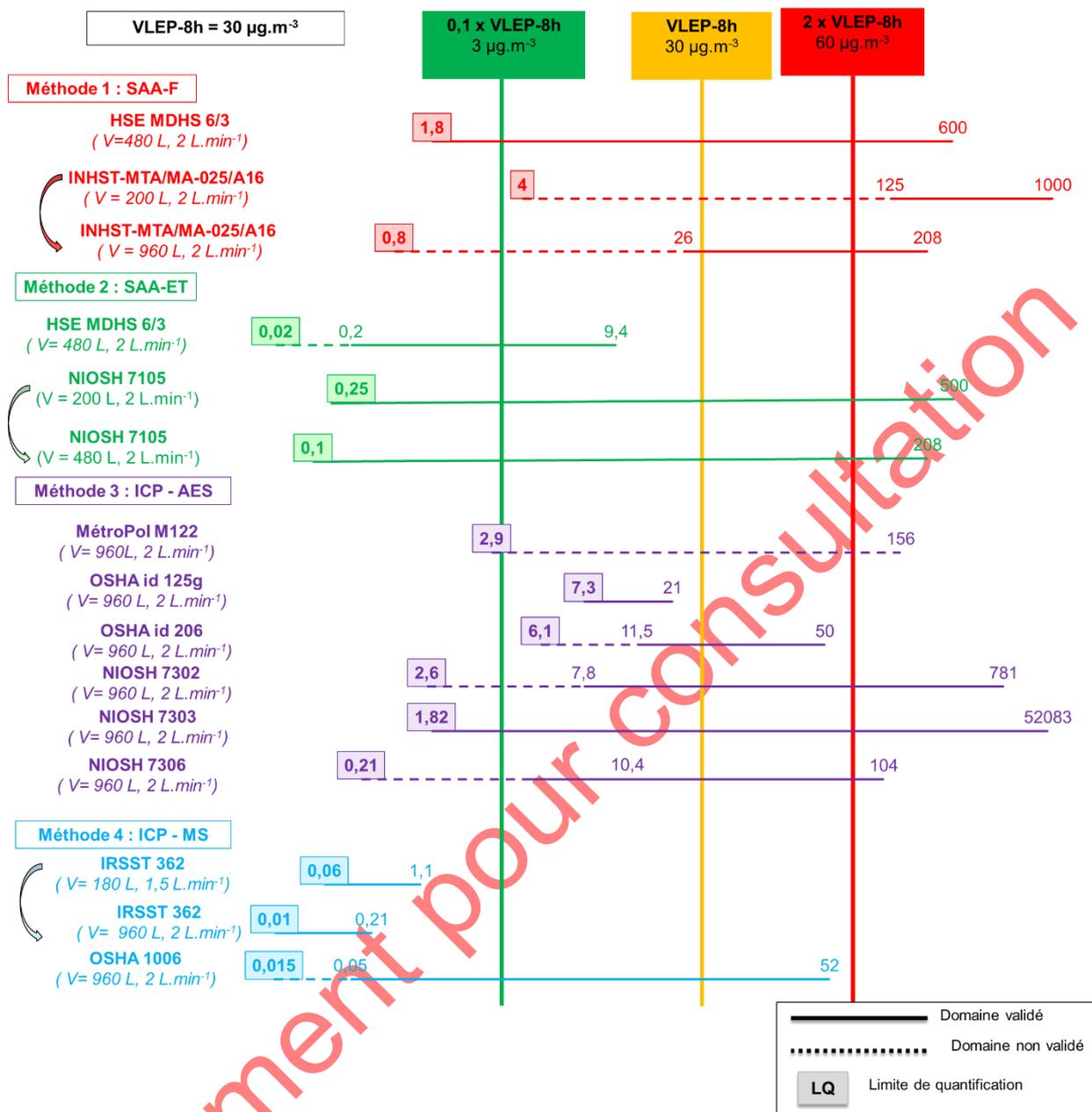
2063 Pour la préparation de solutions d'essai à analyser par ICP-MS, en utilisant la méthode spécifiée
2064 dans l'ISO 30011, il est possible d'être confronté à des interférences polyatomiques et isobariques.
2065 Ceci ne constitue pas un problème pour le plomb compte-tenu de sa masse atomique importante et
2066 de la possibilité de doser sur 4 isotopes différents.

2067

2068 Les figures qui suivent présentent, pour comparaison aux VLEP-8h et VLCT-15 min, les domaines
2069 de mesure accessibles associés aux différentes méthodes recommandées.

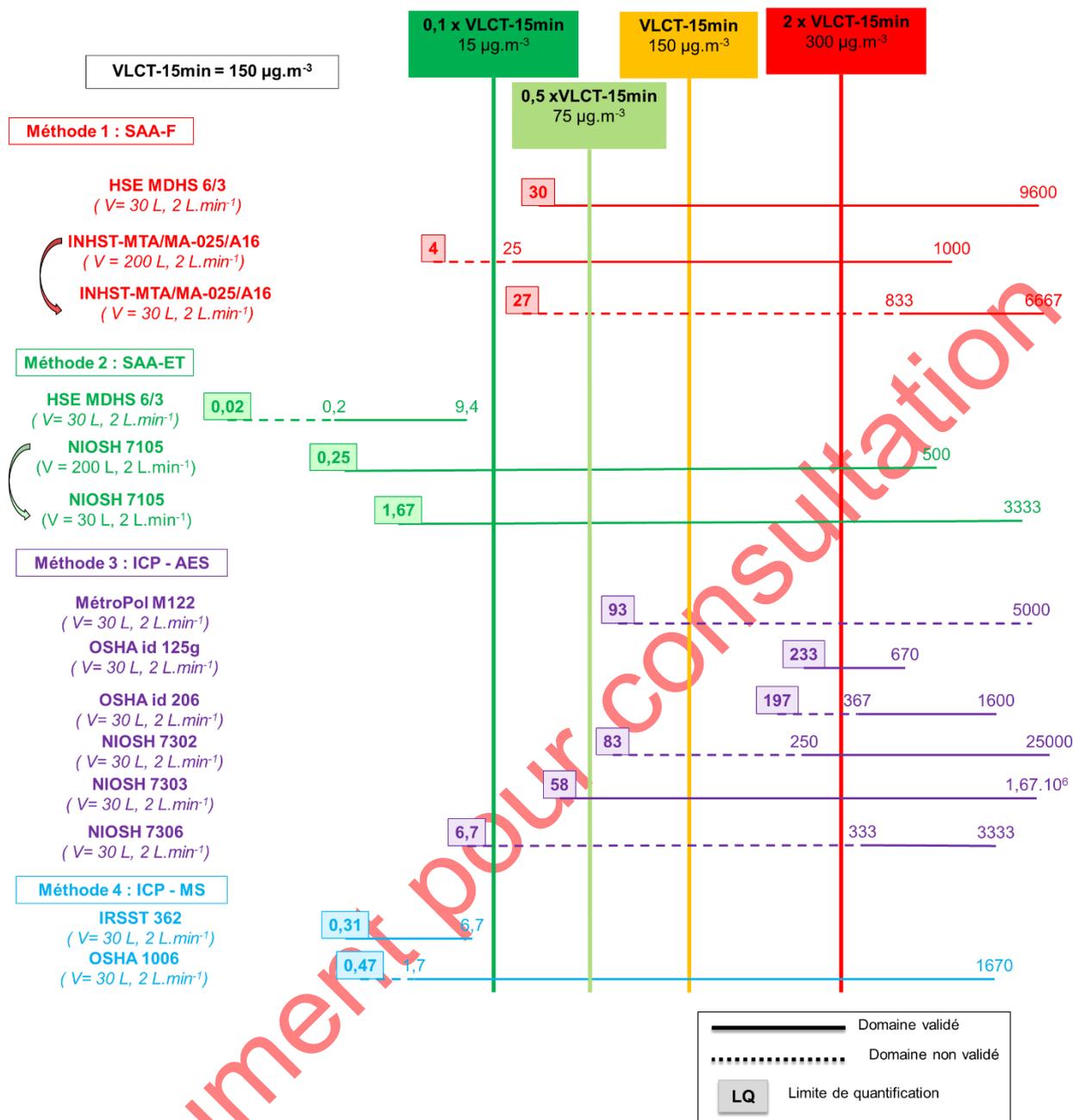
2070

Document pour consultation



2071
 2072
 2073
 2074
 2075

Figure 4 : Domaine de mesure accessible des méthodes recommandées comparés au domaine de 0,1 à 2 fois la VLEP-8h pragmatique recommandée par le CES VLEP



2076

2077

2078

2079

2080

Figure 5 : Domaine de mesure accessible des méthodes recommandées comparés au domaine de 0,1 à 2 fois la VLCT-15min pragmatique recommandée par le CES VLEP

Remarques générales :

2081

2082

2083

2084

2085

2086

2087

2088

2089

- Limites de détection et de quantification : Lors de l'évaluation des méthodes, la discussion sur les limites de quantification sera privilégiée si les deux mentions (LD et LQ) apparaissent dans les méthodes/protocoles.
- Capacité de piégeage (rétention) et rendement de minéralisation :
 - la capacité de piégeage doit être « étudiée par injection d'un aliquote directement sur le support ou dans un flux d'air, déterminée dans les conditions opératoires et suffisante pour mesurer au moins 2 fois la valeur de référence sur une durée, dans un cas idéal, supérieure à 4h ». Sans étude de ce critère, la méthode est classée en catégorie 3.

- 2090
2091
2092
2093
- le rendement de minéralisation doit être déterminé sur le domaine de validation, s'il n'est pas déterminé ou si la valeur est non conforme aux exigences des normes, la méthode est classée en catégorie 3.

2094
2095
2096
2097
2098
2099
2100
2101
2102
2103
2104
2105
2106
2107
2108
2109
2110
2111
2112
2113
2114
2115
2116

La norme ISO 15202-2 mentionne de ne pas utiliser de coefficient de correction pour compenser l'inefficacité supposée d'une méthode de mise en solution, dans la mesure où cela pourrait également entraîner des résultats erronés. Dans d'autres référentiels normatifs applicables aux métaux, métalloïdes (EN 482, EN 13890), il est mentionné que « le biais associé au taux de récupération analytique est éliminé lors de la mise au point de la méthode analytique, mais cela n'est pas toujours possible. Conformément à l'ENV 13005¹⁵, s'il est significatif, il convient de corriger le biais sur les résultats de mesurages. Cependant, cela est souvent impossible dans la pratique, par exemple dans des procédures de mesure de métaux et de métalloïdes dans des échantillons d'air prélevés sur les lieux de travail, du fait de la variation du biais analytique avec la matrice d'échantillon. Le biais analytique doit par conséquent être estimé et traité comme une composante d'incertitude ». La composante d'incertitude systématique du biais d'analyse peut être estimée à partir notamment, des résultats de l'analyse des matériaux de référence certifiés (MRC) et/ou des composés purs ou des résultats des essais de récupération réalisés sur les blancs de laboratoire dopés. Dans les méthodes recensées ici, le taux de récupération est principalement évalué par dopage des supports avec des solutions (le groupe a donc opté pour un classement de ces méthodes, au plus favorable, en 1B). Seuls quatre protocoles présentent des données obtenues à partir de dopage par des particules : soit par dépôt (INHST MTA/MA-025-AA16- méthode 1 SAAF ; OSHA id 125g – méthode 3 ICP-AES, HSE MDHS 6/3- méthode 1 et 2 SAA-F et SAA-ET) ou par génération de poussières (NIOSH 7082 pour la méthode 1 SAAF et MDHS 91/3 pour la méthode 5 SFX).

- 2117
2118
2119
2120
2121
2122
2123
2124
2125
2126
2127
2128
2129
2130
2131
2132
2133
2134
2135
2136
- L'influence des conditions environnementales et les interférences sur la capacité de piégeage doivent être précisées (température, humidité, orientation du dispositif de prélèvement...) et sans mention particulière, la méthode doit être classée en catégorie 2 (Anses, 2016). Les conditions environnementales sont peu décrites dans les méthodes recensées. Toutefois la norme NF EN 13890 ne considère pas ces variations comme composantes d'incertitudes contrairement à la norme NF EN 1076 pour les composés gazeux. Ces critères ne seront donc pas considérés comme des critères discriminants dans le cadre de cette évaluation.
 - Les données de conservation doivent également être mentionnées, sous peine d'un classement en catégorie 3. Parfois ces éléments ne sont pas précisés dans les protocoles étudiés. Si on se réfère à la norme en vigueur (EN 13890), s'agissant des procédures pour le mesurage des métaux et métalloïdes dans les particules en suspension dans l'air, il est mentionné que « Les métaux et métalloïdes et leurs composés inorganiques sont généralement stables. Cependant, si nécessaire, l'incertitude associée au stockage de l'échantillon peut être estimée par l'analyse d'échantillons à la perte d'échantillon du substrat collecteur pendant le transport (sic). S'il est raisonnablement possible de supposer une perte d'échantillon négligeable pendant le transport, la composante d'incertitude sur le transport peut être ignorée ». Les méthodes 1, 2 et 5 ne présentent pas de données s'agissant de ce critère. Néanmoins, la conservation ayant été testée dans deux protocoles (OSHA id-125g sur la méthode 3 - ICP-AES et OSHA 1006 sur la méthode 4-ICP-MS) les résultats obtenus

¹⁵ ENV 13005 : 1999 - Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure

(NB cette norme a depuis été annulée et remplacée par la norme NF ISO/CEI GUIDE 98-3 Juillet 2014 - Incertitude de mesure - Partie 3 : guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM : 1995) - Incertitude de mesure - Partie 3 : guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM : 1995))

2137 sont considérés comme transposables à l'ensemble des méthodes. Ce critère ne sera donc
2138 pas considéré comme un critère d'exclusion des méthodes 1, 2 et 5.

2139 1.2. Discussion des méthodes de mesure

2140 1.2.1. Évaluation détaillée des méthodes classées en catégorie 1A

2141 Une seule méthode a été classée en catégorie 1 A pour le contrôle technique réglementaire de la
2142 VLEP-8h et de la VLCT-15 min et pour le suivi des expositions court terme : Méthode 4 : Analyse
2143 par spectrométrie de masse associée à un four plasma (ICP-MS).

2144

2145 La méthode 4 est décrite par 2 protocoles et une norme ISO 30011 (2010) dans le tableau 13. Cette
2146 méthode consiste à effectuer un prélèvement par pompage à l'aide d'un dispositif de prélèvement
2147 de la fraction inhalable sur un support de prélèvement (filtre ou membrane). Le support après
2148 prélèvement est minéralisé en milieu acide pour réaliser le dosage par spectrométrie de masse
2149 couplée à un plasma induit (ICP-MS).

2150 La norme ne donnant pas de données de validation, la méthode a été évaluée sur la base des
2151 données des 2 protocoles OSHA 1006 et IRSST 362.

2152

2153 Prélèvement :

2154 Il est effectué sur une membrane constitué d'un mélange d'esters de cellulose dans les deux
2155 protocoles.

2156 Le débit recommandé est de 2 L.min⁻¹ (OSHA 1006), ou 1,5 L.min⁻¹ (IRSST 362). Le volume maximal
2157 recommandé est fixé à 180 L (IRSST 362) ou 480 L (OSHA 1006).

2158 Domaine de validation :

2159 La méthode a été validée par dopage de supports avec une solution d'un sel de plomb (IRSST 362,
2160 OSHA 1006).

2161 - Entre 1 et 20 µg.L⁻¹, ce qui correspond à 0,01 à 0,2 µg/filtre pour un volume de minéralisation
2162 de 10 mL et à 0,06 à 1,1 µg.m⁻³ pour un volume prélevé de 180 L (IRSST 362).

2163 - Entre 0,05 et 50 µg/filtre (OSHA 1006) soit domaine de concentration compris entre 0,1 et
2164 104 µg.m⁻³ (pour un volume de 480 L à un débit de 2 L.min⁻¹).

2165

2166 Le domaine du protocole IRSST 362 correspond au domaine d'étalonnage étudié dans le protocole.

2167

2168 Limites de détection et de quantification :

2169 Les protocoles OSHA 1006 et IRSST362 mentionnent la limite de détection et de quantification

2170 • OSHA 1006 : 0,0042 et 0,014 µg/filtre, soit 0,009 et 0,03 µg.m⁻³ pour un volume de 480 L
2171 (volume recommandé par le protocole).

2172 • IRSST 362 : 0,27 et 0,89 µg.L⁻¹, soient respectivement 0,003 et 0,009 µg/filtre (pour un
2173 volume final de 10 mL et une dilution au dixième de la solution de minéralisation). Ces
2174 niveaux de charge correspondent à 0,02 et 0,05 µg.m⁻³ pour un volume de 180 L, mentionné
2175 dans le protocole.

2176

2177

2178

Tableau 17 : Limites de détection et de quantification des protocoles de la méthode 4 (ICP-MS)

Protocole	LD			LQ		
	$\mu\text{g.L}^{-1}$	μg	$\mu\text{g.m}^{-3}$	$\mu\text{g.L}^{-1}$	μg	$\mu\text{g.m}^{-3}$
OSHA 1006	-	0,0042	0,009 (V = 480 L)	-	0,014	0,03 (V = 480 L)
IRSST 362	0,27	0,003	0,02 (V = 180 L)	0,89	0,009	0,05 (V = 180 L)

2179

2180

Rendement de récupération

2181

2182

2183

Dans le protocole OSHA 1006, le rendement de récupération a été déterminé par dopage des membranes d'une part avec des solutions de sels de plomb et d'autre part avec un matériau de référence certifié SRM 1648 (poussières urbaines).

2184

Les essais ont été conduits, pour les dopages avec les solutions :

2185

2186

2187

2188

- Sur des membranes de prélèvement en esters de cellulose (6 niveaux de charge compris entre 0,05 et 50 $\mu\text{g}/\text{filtre}$ et N=6/niveau) après minéralisation selon la méthode du protocole (2 mL de HNO_3 + 0,2 mL de H_2O_2) au four micro-ondes dans une matrice finale constituée de HNO_3 4%+ HCl 1%+étalon interne+1% d'éthanol.
- Sur des tampons supports des membranes filtrantes (1 niveau de charge de 25 μg) après une première minéralisation au four micro-ondes en milieu HNO_3 (4mL) H_2O_2 (0,3 mL) puis ajout, après refroidissement, de HCl (1 mL) avant une deuxième minéralisation puis centrifugation des solutions.
- Sur des filtres en nitrate de cellulose mis en œuvre pour l'essuyage des parois de la cassette (1 niveau de charge de 25 μg) après minéralisation selon la méthode du protocole.

2195

2196

2197

2198

2199

2200

Les essais ont été conduits, pour les dopages avec le SRM 1648, à un niveau de charge d'environ 670 μg de plomb (soit une prise d'essai de 100mg de SRM). Le traitement a ensuite été effectué selon une première minéralisation au four micro-ondes avec le mélange d'acides du protocole (HNO_3 + H_2O_2) puis ajout, après refroidissement de HNO_3 (1 mL) suivi d'une autre minéralisation. Après un nouveau refroidissement et ajout de HCl (1 mL) puis nouveau chauffage, les solutions sont ensuite analysées.

2201

2202

2203

2204

Le protocole IRSST 362 détermine un rendement de récupération de 101,5 % obtenu par dopage de 28 membranes en ester de cellulose à quatre niveaux de charge (7 membranes/niveaux, niveaux non précisés) (IRSST 362).

2205

2206

Tableau 18 : Rendements de récupération du protocole OSHA 1006 de la méthode 4 (ICP-MS)

support	minéralisation	Gamme	Rendement (%)
Membranes EC dopées avec une solution	$\text{HNO}_3/(\text{H}_2\text{O}_2)/\text{HCl}/$ micro-ondes	0,05 à 50 μg	101 \pm 1,4 à 108 \pm 1,9
	$\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}_2/\text{HCl}$ plaque	12,5 et 25 μg	101 \pm 1,5

Tampons dopés (tampon cellulose pour support EC)	HNO ₃ /(H ₂ O ₂)/HCl/ micro-ondes	25 µg	102 ± 1,2
Membranes en nitrate de cellulose pour essuyage parois de la cassette	HNO ₃ /(H ₂ O ₂)/HCl micro-ondes	25 µg	102 ± 1,2
Membranes EC dopées avec le SRM 1648	HNO ₃ /H ₂ O ₂ /HCl micro-ondes	670 µg	96,4 ± 1,9 %
	HNO ₃ /H ₂ O ₂ /HCl plaque		94,4 ± 2,0 %

2207

2208

2209 Par rapport au volume recommandé dans le protocole OSHA 1006, les rendements de récupération
 2210 obtenus sur les membranes en esters de cellulose correspondent à des concentrations comprises
 2211 entre 0,1 à 100 µg.m⁻³ (avec le dopage par une solution) et à 1395 µg.m⁻³ (avec le dopage avec le
 2212 SRM 648).

2213

2214 Capacité de piégeage

2215 Dans le protocole OSHA 1006, la capacité de piégeage a été étudiée par dopage de la membrane
 2216 en esters de cellulose associée à un tampon de cellulose imprégné de Na₂CO₃ avec une solution
 2217 de plomb (niveau de charge de 25 µg ou une concentration équivalente de 52 µg.m⁻³), puis balayage
 2218 par de l'air (T=22,2°C, RH=80%) sur la membrane pendant 5h au débit de 2 L.min⁻¹. Après analyse
 2219 de la membrane et du tampon, la quantité de dopage a été retrouvée à 100% sur le filtre sans
 2220 claquage (absence de plomb détectable sur le tampon).

2221

2222 Conservation des échantillons

2223 Dans le protocole OSHA 1006, la conservation d'échantillons a été étudiée par dopage de
 2224 membranes avec une solution de Pb à une charge de 25 µg de Pb (N = 18 supports) puis balayage
 2225 d'air (T = 22°C, HR = 80%) pendant 4h au débit de 2 L.min⁻¹.

2226 Les analyses des membranes ont ensuite été réalisées, après minéralisation, aux temps T=0, 3, 6,
 2227 10, 13 et 17 jours avec une conservation des échantillons à température ambiante.

2228 Les taux de récupération obtenus sur cette période ont été compris entre 97,5 et 104% sans que
 2229 des différences ne soient observées au cours du temps.

2230

2231 Linéarité du détecteur

2232 Dans le protocole OSHA 1006, la linéarité du détecteur a été établie sur un domaine compris entre
 2233 2,5 et 50 µg dans la solution d'étalonnage, ce qui correspond à une gamme de concentrations entre
 2234 5,2 et 104 µg.m⁻³ pour un volume de 480 L.

2235 Dans le protocole IRSST 362, la linéarité a été établie à partir d'une courbe d'étalonnage construite
 2236 avec 5 solutions d'étalonnage, dont le domaine est compris entre 1 et 20 µg.

2237

2238 Spécificité de la méthode :

2239 La méthode n'est pas spécifique de la substance en ce qui concerne le prélèvement mais devient
 2240 spécifique par le choix de la méthode d'analyse pour laquelle le plomb a une réponse spécifique
 2241 (sans distinction du composé). Le Pb présente trois isotopes stables (^{206}Pb , ^{207}Pb , ^{208}Pb) et la
 2242 mesure se fait sur la moyenne de ces isotopes. Il n'y a pas d'interférences isobariques répertoriées
 2243 avec le plomb.

2244 Le protocole OSHA 1006 mentionne qu'aucune interférence n'est connue.

2245 La norme ISO 30011 précise que la majorité des appareils d'ICP-MS sur le marché contiennent des
 2246 cellules de collision/réaction, qui provoquent une dissociation par collision des espèces ioniques
 2247 polyatomiques de sorte qu'elles sont éliminées en tant qu'interférences par une discrimination en
 2248 fonction de l'énergie cinétique. Néanmoins, en l'absence de technologie des cellules de
 2249 collision/réaction, plusieurs types d'interférences peuvent conduire à des inexactitudes dans le
 2250 dosage des traces, interférences qui peuvent se résumer comme :

- 2251 - Des interférences isobariques élémentaires
- 2252 - Une sensibilité liée à l'abondance, conduisant à des chevauchements de pics de différentes
 2253 amplitudes.
- 2254 - Des interférences isobariques dues à des ions polyatomiques
- 2255 - Des interférences physiques
- 2256 - Des effets de mémoire.

2257 Pour ce qui concerne l'élément Pb, aucun phénomène d'interférence n'est indiqué.

2258

2259 Incertitudes :

2260 Les incertitudes ont été déterminées par dopage des supports :

- 2261 - Selon le protocole OSHA 1006, la fidélité globale (« overall precision ») est de 10,3%. Cette
 2262 donnée a été établie lors des essais de conservation des échantillons (et tient compte d'une
 2263 erreur de 5 % liée à la variabilité de la pompe).
- 2264 - Selon le protocole IRSST 362, à quatre niveaux de charge et 11 membranes/niveau, (N = 44
 2265 supports) l'incertitude de mesure analytique (« CV_A ») est égale à 6% et l'incertitude de mesure
 2266 étendue (« CV_E ») à 15,3%. Les valeurs de « réplicabilité » (correspondant à la reproductibilité)
 2267 et « répétabilité » sont égales respectivement à 2,1 et 2,7% et l'« exactitude » égale à 98,5%.

2268 Selon la norme ISO 30011, des expériences de laboratoire ont montré que cette procédure de
 2269 mesurage dans son ensemble est, pour le plomb, conforme aux exigences générales de
 2270 performance spécifiées dans la norme NF EN 482 concernant l'incertitude globale des mesurages
 2271 réalisés pour comparaison avec les valeurs limites.

2272

2273 Domaine accessible pour la mesure de la VLEP-8h

2274 Pour définir ce domaine vis-à-vis de la mesure de la VLEP-8h, un prélèvement sur une durée de 8h
 2275 au débit de 2 L.min⁻¹ soit 960 L a été pris en compte.

2276

2277 **Tableau 19 : Domaines de mesure accessibles vis-à-vis de la VLEP-8h pour les protocoles de la**
 2278 **méthode 4 (ICP-MS)**

Protocole	Support	Minéralisation	LQ (µg)	Capacité (µg)	Volume (L)	Domaine de Concentration (µg.m ⁻³)	Fraction de la VLEP-8h
IRSST 362	Membrane EC	Mélange d'acide : HNO ₃ /HClO ₄	0,009	0,2	960	0,01 – 0,2	0,0003 – 0,007

		(4:1) et H ₂ O ₂ +HCl Plaque chauffante			(8 h à 2 L.min ⁻¹)		
OSHA 1006		Micro-onde HNO ₃ /H ₂ O ₂	0,014	50		0,015- 52	0,0005 - 1,7

2279

2280

2281 Domaine accessible pour la mesure de la VLCT-15min pragmatique

2282 Pour définir ce domaine vis-à-vis de la mesure de la VLCT-15 min pragmatique, un prélèvement sur
2283 une durée de 30 min au débit de 2 L.min⁻¹ soit 30 L a été pris en compte.

2284

2285 **Tableau 20 : Domaines de mesure accessibles vis-à-vis de la VLCT-15 min pour les protocoles de la**
2286 **méthode 4 (ICP-MS)**

Protocole	Support	Minéralisation	LQ (µg)	Capacité (µg)	Volume (L)	Domaine de Concentration (µg.m ⁻³)	Fraction de la VLCT-15 min
IRSST 362	Membrane EC	Mélange d'acide : HNO ₃ /HClO ₄ (4:1) et H ₂ O ₂ +HCl	0,009	0,2	30 (15min à 2 L.min ⁻¹)	0,31 – 6,7	0,002 – 0,045
OSHA 1006		Micro-onde HNO ₃ /H ₂ O ₂	0,014	50		0,47 – 1670	0,003 - 11

* Il s'agit du domaine d'étalonnage donné en domaine d'application.

2287

2288 La méthode permet d'atteindre le domaine 0,1 à 2 x VLEP-8h et 0,1 à 2 x VLCT-15 minutes.

2289

2290 **La méthode permet de couvrir le domaine de concentrations de 0,1 à 2 VLEP - 8h pragmatique**
2291 **(3 à 60 µg.m⁻³) et un domaine de 0,1 à 2 VLCT-15 min pragmatique (15 à 300 µg.m⁻³). Elle**
2292 **permet ainsi d'effectuer des contrôles réglementaires de la VLEP-8h et de la VLCT-15min**
2293 **pragmatiques et de suivre les prélèvements de courte durée.**

2294 **Des données sur l'incertitude de la méthode sont fournies, la norme NF ISO 30011 mentionne**
2295 **également le respect des exigences de la norme EN 482 sans préciser le détail des calculs.**
2296 **Les autres données de validation (protocole OSHA 1006) sont complètes, notamment avec**
2297 **des essais permettant de valider l'influence de la méthode de minéralisation (avec mise en**
2298 **œuvre d'un MRC certifié), la capacité de piégeage de la membrane filtrante et les conditions**
2299 **de conservation des échantillons prélevés.**

2300 **C'est pourquoi la méthode a été classée en catégorie 1A pour les contrôles réglementaires**
2301 **de la VLEP-8h et de la VLCT-15min pragmatiques ainsi que le suivi des expositions court**
2302 **terme.**

2303

2304 1.2.2. Évaluation détaillée des méthodes classées en catégorie 1B

2305 Trois méthodes ont été classées en catégorie 1B :

- 2306 • Méthode 1 : Analyse par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation en flamme
2307 (SAAF) pour le contrôle technique réglementaire de la VLEP-8h pragmatique et pour le suivi

2308 des expositions court terme. Cette méthode est cependant classée en catégorie 3 pour le
2309 contrôle technique réglementaire de la VLCT-15min pragmatique.

2310 • Méthode 2 : Analyse par spectrométrie d'absorption atomique - électrothermique (SAA-ET)
2311 pour le contrôle technique réglementaire de la VLEP-8h et de la VLCT-15min pragmatiques
2312 ainsi que pour le suivi des expositions court terme.

2313 • Méthode 3 : Analyse par spectrométrie d'émission atomique associée à un four plasma (ICP-
2314 AES) pour le contrôle technique réglementaire de la VLEP-8h et de la VLCT-15min
2315 pragmatiques ainsi que pour le suivi des expositions court terme.

2316

2317 1.2.2.1 Méthode 1 : spectrométrie d'absorption atomique (atomisation en flamme).

2318 La méthode 1 est décrite par 8 protocoles et deux normes (Cf. Tableau 13). Cette méthode consiste
2319 à effectuer un prélèvement par pompage à l'aide d'un dispositif de prélèvement de la fraction
2320 inhalable sur un support de prélèvement (filtre ou membrane). Le support après prélèvement est
2321 minéralisé en milieu acide pour réaliser le dosage par spectrométrie d'absorption atomique avec une
2322 atomisation en flamme (SAA-F).

2323 Deux protocoles ne publient aucune donnée de validation. C'est le cas des protocoles INRS
2324 MétroPol M-121 (2016), IRSST 13-2 ainsi que la norme NF X 43 275.

2325 Deux protocoles publient des données de validation insuffisantes, tels les protocoles FD ISO 8518,
2326 et MTA/MA-011/A87.

2327 Les quatre protocoles précités ne sont pas évalués dans la suite et seuls les protocoles NIOSH 7082
2328 (1994), OSHA id121 (2002), HSE MDHS 6/3 (1998), DFG Lead (1995) et INHST MTA/MA-025/A16
2329 (2016) ont été étudiés.

2330

2331 Prélèvement

2332 Il est effectué sur une membrane constitué d'esters de cellulose (NIOSH 7082, INHST MTA/MA-
2333 025-A/16, MDHS 6/3 et OSHA id121) ou de nitrate de cellulose (DFG « lead »). Le débit de
2334 prélèvement recommandé est égal à 2 L.min⁻¹ (DFG Lead, MDHS 6/3 et OSHA id121) ou compris
2335 entre 1 et 4 L.min⁻¹ (NIOSH 7082). Le débit de prélèvement n'est pas mentionné dans le protocole
2336 MTA/MA-025-A/92.

2337 Le volume recommandé est fixé à 480 L maximum pour le protocole DFG Lead, compris entre 480
2338 et 960 L pour OSHA id121, supérieur ou égal à 200 L pour l'INHST MTA/MA-025/A16), et 1500 L
2339 maximum pour NIOSH 7082. Il n'est pas indiqué dans le protocole MDHS 6/3.

2340

2341 Domaine de validation

2342 La méthode a été validée par dopage de filtres avec une solution d'un sel plomb (OSHA id121) par
2343 génération d'aérosols de nitrate de plomb (NIOSH 7082) ou dopage de filtres avec du plomb
2344 particulaire (INHST MTA/MA-025-A16 ; HSE MDHS 6/3) :

2345 - Entre 0,9 et 288 µg/filtre (MDHS 6/3) ce qui correspond à un domaine de concentration
2346 compris entre 1,9 et 600 µg.m⁻³ (pour un volume de 480 L à un débit de 2L.min⁻¹)

2347 - Entre 20 et 40 µg/filtre (OSHA id121) qui correspond à un domaine de concentration compris
2348 entre 21 et 42 µg.m⁻³, pour un prélèvement de 960 L.

2349 - Entre 10 à 200 µg/filtre (NIOSH 7082) qui correspond à un domaine de concentration compris
2350 entre 50 et 1 000 µg.m⁻³ (volume prélevé de 200 L).

2351 - A 100 et 200 µg.m⁻³ pour 480 L (DFG Lead).

2352 Le protocole INHST MTA/MA-025/A16 mentionne une plage d'applicabilité de la méthode entre 5 et
 2353 200 µg/filtre qui correspond à un domaine de concentrations entre 25 et 1000 µg.m⁻³ (volume prélevé
 2354 de 200 L).

2355

2356 Limites de détection et de quantification

2357 Pour 3 protocoles, seule la limite de détection est mentionnée, laquelle est égale à :

2358 - 0,05 µg.mL⁻¹, soit 1,25 µg/filtre (pour un volume final de 25 mL) ou 1,3 µg.m⁻³, pour V = 960
 2359 L (OSHA id121).

2360 - 2,6 µg/filtre (NIOSH 7082), soit 13 µg.m⁻³, pour V = 200 L

2361 - 33 µg.m⁻³, pour un volume d'air de 480 L (DFG Lead).

2362

2363 Pour ces protocoles, les limites de quantification respectives, calculées en considérant que
 2364 LQ = 3,3 * LD.

2365 Les protocoles MDHS 6/3 et INSHT MTA/MA-025/A16 donnent la limite de détection et la limite de
 2366 quantification :

2367 • MDHS 6/3 : 0,025 et 0,084 µg.mL⁻¹ soient respectivement 0,25 et 0,84 µg/filtre (pour un
 2368 volume de 10 mL) soient 8,4 et 28 µg.m⁻³ pour un volume de 30 L mentionné dans le
 2369 protocole. Pour un volume de 480 L, ces limites sont LD = 0,52 µg.m⁻³ et LQ=1,75 µg.m⁻³

2370 • MTA/MA-025/A16 : 0,3 et 0,8 µg/filtre soient 1,5 et 4 µg.m⁻³ pour un volume de 200 L (volume
 2371 minimal recommandé par le protocole)

2372

Tableau 21 : Limites de détection et de quantification des protocoles associés à la méthode 1

Protocole	LD			LQ		
	µg.mL ⁻¹	µg	µg.m ⁻³	µg.mL ⁻¹	µg	µg.m ⁻³
OSHA id 121	0,05	1,25		-	4,13*	4,3 (V = 960 L)
NIOSH 7082	-	2,6		-	8,58*	42,9 (V = 200 L)
DFG Lead	-		33 (V = 480 L)	-	52,3*	108,9* (V = 480 L)
MDHS 6/3	0,025	0,25	0,52 (V = 480)	0,084	0,84	1,75 (V = 480 L)
INSHT MTA/MA- 025/A16	-	0,3	1,5 (V = 200 L)	-	0,8	4 (V = 200 L)

* : LQ estimée d'après LQ = 3,3 * LD

2373

2374 Rendement de récupération

2375 Le rendement de récupération obtenu soit par dopage d'une solution aqueuse d'un sel de plomb
 2376 (OSHA id121) de plomb métal (MDHS 6/3) ou soit par génération d'une atmosphère de poussières
 2377 de plomb et dopage de sels de plomb (NIOSH 7082) conduit aux valeurs suivantes :

- 2378 - (99,3 ± 4,7) %, pour N = 300 filtres dopés avec une charge de 20 à 40 µg (OSHA id121) soit
2379 de 21 à 42 µg.m⁻³ (V = 960 L) ;
- 2380 - 98%, pour des filtres dopés avec une atmosphère de PbNO₃ et une charge entre 18 et 72 µg
2381 de Pb ; 92% et 103% pour une charge de 200 µg selon la mise en solution par acide nitrique
2382 seulement ou acide nitrique + peroxyde d'hydrogène (NIOSH 7082). Avec des filtres chargés à
2383 200 µg d'oxyde de plomb PbO ou de sulfure de plomb PbS, le rendement est de 93% en milieu
2384 acide nitrique et avec le dioxyde de plomb PbO₂, il atteint 100% en milieu acide
2385 nitrique+peroxyde d'hydrogène. Avec des filtres dopés par des MRC renfermant du plomb issu
2386 de peintures, le rendement est de 95% pour les deux milieux de minéralisation. Concernant des
2387 fumées de plomb collectées sur un filtre type Gelman GN-4 un rendement de (97 ± 2%) a été
2388 obtenu pour 24 échantillons prélevés à un débit variant de 0,15 à 4 L.min⁻¹. Une quantité de
2389 poussières sur filtre ne devant pas excéder 2 mg de poussières totales est mentionnée dans le
2390 protocole NIOSH 7082. Les niveaux de dopage étudiés correspondent à des concentrations
2391 comprises entre 90 et 1000 µg.m⁻³ (V = 200 L) ;
- 2392 - 96 à 99%, pour N = 10 filtres dopés avec une seule charge de 48 µg (DFG Lead) soit
2393 100 µg.m⁻³ ;
- 2394 - (103,9 ± 4,9)% pour N = 130 filtres dopés avec une charge entre 0,9 et 288 µg (MDHS 6/3)
2395 soit de 1,9 et 600 µg.m⁻³ (V = 480 L).

2396 Le protocole de l'INHST ne donne pas de rendement de récupération.

2397

2398 Linéarité du détecteur

2399 La linéarité du détecteur a été établie :

- 2400 - Entre 0,5 et 20 µg.mL⁻¹, ce qui correspond à un domaine de concentrations entre 13 et
2401 52 µg.m⁻³ pour un volume de 960 L (OSHA id121) ;
- 2402 - Entre 0,25 et 20 µg.mL⁻¹ ce qui correspond à 2,5 et 200 µg/filtre. Soit à un domaine de
2403 concentrations entre 12,5 et 1000 µg.m⁻³ pour un volume de 200 L (NIOSH 7082) ;
- 2404 - Entre 1 et 5 µg.mL⁻¹, ce qui correspond à un domaine de concentrations entre 21
2405 et 100 µg.m⁻³ pour un volume de 480 L (DFG « lead »).
- 2406 - Entre 0,09 et 5 µg.mL⁻¹, ce qui correspond à un domaine de concentrations entre 1,9
2407 et 104 µg.m⁻³ pour un volume de 480 L (MDHS 6/3).

2408

2409 Spécificité

2410 Le prélèvement n'est pas spécifique des poussières de plomb. Seule l'analyse, par le choix de
2411 conditions analytiques appropriées (choix de la longueur d'onde) permet le dosage du plomb en
2412 s'affranchissant de composés interférents potentiels, tels Al, Be, Th et Zr. Par ailleurs, certains
2413 anions tels que les phosphates, carbonates, fluorures, iodures, acétates ainsi que l'élément Ca
2414 seraient susceptibles d'interférer s'ils étaient présents en excès (OSHA id121, INHST MTA/MA-
2415 A16).

2416 Toutefois, on peut s'affranchir de ces interférences chimiques en travaillant dans une flamme
2417 appauvrie en comburant (mode « fuel lean »). De plus, le choix de travailler à la longueur d'onde de
2418 217 nm permet de supprimer les phénomènes d'absorption non atomiques.

2419

2420 Incertitudes

2421 Le protocole MDHS 6/3 a estimé l'incertitude élargie selon les exigences de la norme NF EN 482,
2422 soit l'« overall uncertainty » égale à 28% au maximum, pour une charge entre 0,9 et 288 µg/filtre,
2423 soit entre 1,9 et 600 µg.m⁻³ (V = 480 L) et qui correspond au domaine 0,063 - 30 x VLEP-8h.

2424 Cette incertitude prend en compte l'incertitude d'échantillonnage (5%) l'incertitude du prélèvement
2425 (5%) et l'incertitude d'analyse.

2426 Le protocole INSHT MTA/MA-025/A16 mentionne une incertitude élargie selon les exigences de la
2427 norme NF EN 482 à 25,6% entre 5 et 200 µg/filtre, soit entre 25 et 1000 µg. m⁻³ (V = 200 L)

2428 Les autres protocoles donnent des données partielles de l'incertitude :

2429 - *Un coefficient of variation (CV)* égale à 4,7% pour un dopage liquide des supports entre 20
2430 et 40 µg (N=300). (OSHA id121g)

2431 - *Une déviation standard (« standard deviation (s) »)* comprise entre 2,7 et 4,6%, pour des
2432 concentrations équivalentes de 100 et 200 µg.m⁻³ (N = 10) associée à une variation moyenne
2433 (« *mean variation (u)* ») comprise entre 6,1 et 10,4%. (DFG Lead)

2434 - *Une exactitude (« accuracy »)* donnée comme égale 17,6%, incluant un biais (« *bias* ») de -
2435 3,1%, une fidélité (« *precision* ») de 3%, et une fidélité globale (« *overall precision* ») de 7,2%
2436 pour un domaine étudié compris entre 0,13 et 0,4 mg.m⁻³ (NIOSH 7082).

2437

2438 **Domaine de mesure accessible pour la mesure de la VLEP-8h pragmatique**

2439 Dans tous les cas, le domaine d'applicabilité de la méthode correspond à une charge sur le
2440 filtre comprise entre le seuil de quantification et la charge la plus élevée à laquelle des essais de
2441 validation sont décrits dans chaque protocole.

2442 Pour définir ce domaine vis-à-vis de la mesure de la VLEP-8h, un prélèvement sur une durée de 8h
2443 au débit de 2L.min⁻¹ soit 960 L a été pris en compte.

2444 **Tableau 22 : Domaines de mesure vis-à-vis de la VLEP-8h pragmatique pour les protocoles de la**
2445 **méthode 1 (SAA-F)**

	Support	Minéralisation	LQ (µg)	Capacité (µg)	Volume d'air (L)	Domaine accessible (µg.m ⁻³)	Fraction de la VLEP-8h
OSHA id121	Membrane EC	HNO ₃ Plaque chauffante	4,2	40	960 (8h à 2 L.min ⁻¹)	4,4 à 42	0,15 – 1,4
NIOSH 7082		HNO ₃ + H ₂ O ₂ Plaque chauffante	8,6	200		8,9 - 208	0,3 -6,9
INSHT MTA/MA-025/A16		HNO ₃ Plaque chauffante	0,8	200		0,8 – 208	0,03 – 6,9
MDHS 6/3		HNO ₃ + H ₂ O ₂ Plaque chauffante	0,9	288		0,9 – 300	0,03 - 10
DFG Lead	Nitrate de cellulose	HNO ₃ + plaque chauffante	16	96		16,7 - 100	0,6 – 3,3

2446

2447

2448 **Domaine de mesure accessible pour la mesure de la VLCT-15 min pragmatique :**

2449 Pour définir ce domaine vis-à-vis de la mesure de la VLCT-15 min un prélèvement sur une durée de
2450 15 min au débit de 2 L.min⁻¹ soit 30 L a été pris en compte.

2451

2452 **Tableau 23 : Domaines de mesure accessibles vis-à-vis de la VLCT-15 min pragmatique pour les**
2453 **protocoles de la méthode 1 (SAA-F)**

	Support	Minéralisation	LQ (µg)	Capacité (µg)	Volume d'air (L)	Domaine accessible (µg.m ⁻³)	Fraction de la VLCT-15min
OSHA id121	Membrane EC	HNO ₃ Plaque chauffante	4,2	40	30 (15min à 2 L.min ⁻¹)	140 - 1333	0,9 - 9
NIOSH 7082		HNO ₃ + H ₂ O ₂ Plaque chauffante	8,3	200		277 - 6667	1,8 - 44
INSHT MT/MA-025-/A16		HNO ₃ Plaque chauffante	0,8	200		27 - 6667	0,2 - 44
MDHS 6/3		HNO ₃ + H ₂ O ₂ Plaque chauffante	0,9	288		30 - 9600	0,2 - 64
DFG Lead	Nitrate de cellulose	HNO ₃ + plaque chauffante	16	96		533 - 3200	3,6 - 21

2454

2455 **La méthode permet de couvrir le domaine de concentrations de 0,1 à 2 VLEP-8h pragmatique**
2456 **(3 à 60 µg.m⁻³) et un domaine de 0,5 à 2xVLCT-15min pragmatique (75 à 300 µg.m⁻³) pour des**
2457 **prélèvements de courte durée. De plus, l'incertitude globale élargie respecte les exigences**
2458 **de la norme EN 482.**

2459 **Le rendement de récupération a été déterminé par piégeage du plomb sur filtre par génération**
2460 **d'un aérosol (protocole NIOSH 7082) ce qui a permis de prendre en compte l'efficacité de**
2461 **captage et le rendement de minéralisation, et ce pour des niveaux de charge compris dans le**
2462 **domaine de 0,1 à 2 VLEP-8h.**

2463 **Il est à noter toutefois que les interférences ont été identifiées sans être étudiées, c'est**
2464 **pourquoi la méthode a été classée en catégorie 1B pour le contrôle réglementaire de la VLEP-**
2465 **8h pragmatique et le suivi de l'exposition court terme. La limite de quantification validée étant**
2466 **supérieure à 0,1*VLCT-15min pragmatique, la méthode ne permet pas d'effectuer le contrôle**
2467 **réglementaire de la VLCT-15 min pragmatique conduisant à un classement en catégorie 3.**

2468

2469 1.2.2.2 Méthode 2 : spectrométrie d'absorption atomique par atomisation 2470 électrothermique (SAA-ET).

2471 La méthode 2 est décrite par 5 protocoles et deux normes NF X 43 275 (2002) et FD ISO 8518
2472 (2002), lesquels sont indiqués dans le tableau 13. Cette méthode consiste à effectuer un
2473 prélèvement par pompage à l'aide d'un dispositif de prélèvement de la fraction inhalable sur un
2474 support de prélèvement (filtre ou membrane). Le support après prélèvement est minéralisé en milieu
2475 acide pour réaliser le dosage par spectrométrie d'absorption atomique avec une atomisation
2476 électrothermique (SAA-ET).

2477 Deux protocoles ne publient aucune donnée de validation. C'est le cas du protocole INRS MétroPol
2478 M-120 (2015) et de la norme NF X 45 275.

2479 Un protocole FD X 8518 publie des données de validation très partielles.

2480 Les trois protocoles précités ne sont pas évalués dans la suite et seuls les 4 protocoles NIOSH 7105
2481 (1994), MDHS 6/3, DFG « Lead » (1985) et BGI 505-73-1 (2009) ont été étudiés.
2482

2483 Prélèvement

2484 Il est effectué sur une membrane constitué d'esters de cellulose (NIOSH 7105, MDHS 6/3) ou de
2485 nitrate de cellulose (DFG lead, BGI 505-73-1). Le débit de prélèvement recommandé est égal à
2486 $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ (DFG Lead, MDHS 6/3), compris entre $1 \text{ et } 4 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ (NIOSH 71052) ou $10 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ (BGI
2487 505).

2488 Le volume maximal recommandé est fixé à 480 L (DFG « Lead »), 1200 L (BGI-505) ou 1500 L
2489 (NIOSH 7105). Il n'est pas indiqué dans le protocole MDHS 6/3.

2490

2491 Domaine de validation

2492 La méthode a été validée par dopage de filtres avec une solution de composés du plomb (DFG Lead
2493 et BGI-505), de plomb métal (HSE MDHS 6/3). Le protocole NIOSH 7105 ne mentionne pas la
2494 méthode de dopage.

2495 - Entre $0,1 \text{ et } 4,5 \text{ }\mu\text{g}/\text{filtre}$ (MDHS 6/3) ce qui correspond à un domaine de concentration
2496 compris entre $0,2 \text{ et } 9,4 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ (si l'on considère un volume de 480 L à un débit de $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$).

2497 - Entre $0,05 \text{ et } 100 \text{ }\mu\text{g}/\text{filtre}$ (NIOSH 7105) ce qui correspond à un domaine de concentration
2498 compris entre $0,25 \text{ et } 500 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ (pour un volume de 200 L)

2499 - Les protocoles DFG « lead » et BGI-505-73-1 ne précisent pas le domaine de validation.

2500

2501 Limites de détection et de quantification

2502 Seul le protocole DFG Lead ne donne que la limite de détection soit $1 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ pour un volume d'air
2503 de 480 L. La limite de quantification, calculée ($\text{LQ}=3,3 \text{ LD}$) est égale à $3,3 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

2504 Pour le protocole BGI-505-73-1, c'est la limite de quantification seule qui est donnée et fixée à
2505 $0,13 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ (pour un volume d'air de 1200 L).

2506 Les protocoles NIOSH 7105 et MDHS 6/3 donnent la limite de détection et de quantification

2507 - MDHS 6/3 : $0,3 \text{ et } 1 \text{ ng}\cdot\text{mL}^{-1}$ soient respectivement 3 et 10 ng/filtre (pour un volume final de
2508 10 mL) soient $0,1 \text{ et } 0,33 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ pour un volume de 30 L mentionné dans le protocole. Pour un
2509 volume de 480 L, ces limites sont $\text{LD}=0,0062 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ et $\text{LQ}=0,021 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$.

2510 - NIOSH 7105 : $0,02 \text{ et } 0,05 \text{ }\mu\text{g}/\text{filtre}$ soient $0,1 \text{ et } 0,25 \text{ }\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ pour un volume de 200 L (volume
2511 recommandé par rapport au domaine d'applicabilité du protocole).

2512

2513 **Tableau 24 : Limites de détection et de quantification des protocoles associés à la méthode 2 (SAA-
2514 ET)**

Protocole	LD			LQ		
	$\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	μg	$\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$	$\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$	μg	$\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$
NIOSH 7105	-	0,02	0,1 (V = 200 L)	-	0,05	0,25 (V = 200L)
DFG Lead	-	-	1	-	-	3,3*

			(V = 480 L)			(V = 480 L)
MDHS 6/3	0,0003	0,003	0,006 (V = 480 L)	0,001	0,010	0,021 (V = 480 L)
BGI 505-73-1	-	-	-	-	-	0,13 (V = 1200 L)
* : LQ estimée d'après $LQ = 3,3 * LD$						

2515

2516

2517 Rendement de récupération

2518 Le rendement de récupération obtenu soit par dopage une solution aqueuse d'un sel de plomb (DFG
2519 Lead, BGI 505) soit par dépôt du plomb métal (MDHS 6/3, NIOSH 7105) ou de composés solides
2520 du plomb (PbO, PbO₂, PbS, poussières de peinture) selon NIOSH 7105 conduit aux valeurs
2521 suivantes :

- 2522 - 92 à 94%, pour 10 filtres dopés avec une seule charge de 48 µg (DFG lead) soit 100 µg.m⁻³.
- 2523 - 98-99% pour 6 filtres dopés avec une charge de 2 mg de Pb et 0,5 mg de PbO (BGI 505).
- 2524 - (99,5 ± 2,5)% pour 80 filtres dopés avec une charge entre 0,1 et 4,5 µg (MDHS 6/3) soit de
2525 0,21 et 9,4 µg.m⁻³ (V = 480 L).

2526 Le protocole du NIOSH 7105 ne donne pas de rendement de récupération.

2527

2528 Linéarité du détecteur

2529 La linéarité du détecteur a été établie :

- 2530 - Entre 0,002 et 0,1 µg.mL⁻¹ (volume final de 10 mL), ce qui correspond à un domaine de
2531 concentrations entre 0,1 et 5 µg.m⁻³ pour un volume de 200 L (NIOSH 7105).
- 2532 - Entre 5 et 25 µg/L, ce qui correspond à un domaine de concentration de 0,4 et 1,7 µg.m⁻³
2533 pour un volume de 1,2 m³ (BGI 505-73-1).
- 2534 - Entre 0,00065 et 0,050 µg.mL⁻¹ (volume final de 10 mL), ce qui correspond à un domaine de
2535 concentrations entre 0,013 et 1,04 µg.m⁻³ pour un volume de 480 L (MDHS 6/3).
- 2536 - Entre 0,025 et 0,075 µg.mL⁻¹ (volume final de 10 mL), ce qui correspond à un domaine de
2537 concentrations entre 0,52 et 1,56 µg.m⁻³ pour un volume de 480 L (DFG lead).

2538

2539 Spécificité

2540 Le prélèvement n'est pas spécifique des poussières de plomb. Seule l'analyse, par le choix de
2541 conditions analytiques appropriées (choix de la longueur d'onde) permet le dosage du plomb.
2542 Toutefois, aucune interférence n'est mentionnée avec ce mode d'atomisation (MDHS 6/3).

2543 De fortes concentrations en calcium, phosphates, carbonates, fluorures, iodures, acétates seraient
2544 susceptibles d'interférer dont il est possible de s'affranchir par un traitement supplémentaire de
2545 l'échantillon (NIOSH 7105).

2546

2547 Incertitudes

2548 Seul le protocole MDHS 6/3 a estimé l'incertitude élargie selon les exigences de la norme NF EN
2549 482 : soit l' « overall uncertainty » égale à 20% au maximum, pour une charge entre 0,1 et

2550 4,5 µg/filtre, soit entre 0,2 et 9,4 µg.m⁻³ (V = 480 L) et qui correspond au domaine 0,007-0,31xVLEP-
2551 8h.

2552 Cette incertitude prend en compte l'incertitude d'échantillonnage (5%) l'incertitude du prélèvement
2553 (5%) et l'incertitude d'analyse.

2554 Deux autres protocoles donnent des données partielles de l'incertitude, essentiellement des écart-
2555 types de répétabilité analytique :

2556 - Une « *standard deviation* » (s) comprise entre 6,3 et 8,7%, pour des concentrations
2557 équivalentes de 1 et 2 µg.m⁻³ (N = 10) associée à une « *mean variation* » (u) entre 12,7 et
2558 19,4%. (DFG Lead).

2559 - Une « *relative standard deviation* » égale respectivement à 2,2%, 1% et 0,8% pour des
2560 dopages de membranes avec une solution de composés du plomb au niveau de 12, 60, et 120
2561 µg de Pb (BGI 505).

2562 - Une « *precision (Sr)* » de 0,049 sans détermination d'autres paramètres d'incertitudes
2563 (NIOSH 7105)

2564

2565 **Domaine de mesure accessible pour la mesure de la VLEP-8h pragmatique**

2566 Pour définir ce domaine vis-à-vis de la mesure de la VLEP-8h, un prélèvement sur une durée de 4h
2567 au débit de 2 L.min⁻¹ soit 480 L a été pris en compte (hormis pour le protocole BGI qui met en œuvre
2568 un préleveur GSP au débit de 10 L.min⁻¹).

2569

2570 **Tableau 25 : Domaines de mesure accessibles vis-à-vis de la VLEP-8h pour les protocoles de la**
2571 **méthode 2 (SAA-ET)**

	Support	Minéralisation	LQ (µg)	Capacité (µg)	Volume d'air (L)	Domaine accessible (µg.m ⁻³)	Fraction de la VLEP-8h
NIOSH 7105	MCE	HNO ₃ + H ₂ O ₂	0,05	100	480 (4h à 2 L.min ⁻¹)	0,10 – 208	0,003 – 7
MDHS 6/3		Plaque chauffante	0,01	4,5		0,02 – 9,4	0 0007 - 0,3
DFG Lead	Nitrate de cellulose	HNO ₃ + plaque chauffante	1,6	NR		3 - NR	0,1 - NR
BGI 505-73-1		HNO ₃ + HCl+ plaque chauffante	0,16	NR	1200 (2h à 10 L.min ⁻¹)	0,13 - NR	0,004 - NR

NR = Non Renseigné

2572

2573

2574 **Domaine de mesure accessible pour la mesure de la VLCT-15 min pragmatique :**

2575 De même, afin d'évaluer l'applicabilité de la méthode pour le contrôle de la VLCT-15min
2576 pragmatique, les domaines de mesure accessibles avec des prélèvements de 15min ont été
2577 calculés.

2578

2579 **Tableau 26 : Domaines de mesure accessibles vis-à-vis de la VLCT-15 min pour les protocoles de la**
2580 **méthode 2 (SAA-ET)**

	Support	Minéralisation	LQ (µg)	Capacité (µg)	Volume d'air (L)	Domaine accessible (µg.m ⁻³)	Fraction de la VLCT-15 min
NIOSH 7105	MCE	HNO ₃ + H ₂ O ₂	0,05	100	30 (15min à 2 L.min ⁻¹)	1,67 - 3333	0,01 - 22
MDHS 6/3		Plaque chauffante	0,01	4,5		0,33 - 150	0,002 - 1
DFG Lead	Nitrate de cellulose	HNO ₃ + plaque chauffante	1,6	NR		53 - NR	0,356 - NR
BGI 505-73-1		HNO ₃ + HCl+ plaque chauffante	0,16	NR	150 (15min à 10 L.min ⁻¹)	1,07 - NR	0,007 - NR

2581

2582 **La méthode permet de couvrir le domaine de concentrations de 0,1 à 2 VLEP-8h pragmatique**
 2583 **(3 à 60 µg.m⁻³) et le domaine de 0,1 à 2 VLCT-15min pragmatique (15 à 300 µg.m⁻³). De plus,**
 2584 **l'incertitude globale élargie respecte les recommandations de la norme EN 482.**

2585 **Même si le rendement de récupération moyen a été déterminé exclusivement par dopage de**
 2586 **supports à l'aide de solutions ou de composés solides du plomb et ce sans prendre en**
 2587 **compte l'efficacité de captage, il l'a été à des niveaux de charge compris dans le domaine de**
 2588 **validation.**

2589 **Toutefois, les interférences sont mentionnées sans être étudiées, c'est pourquoi la méthode**
 2590 **a été classée en catégorie 1B pour les contrôles réglementaires de la VLEP-8h et de la VLCT-**
 2591 **15min pragmatiques ainsi que le suivi des expositions court terme.**

2592

2593 1.2.2.3 Méthode 3 : spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage 2594 inductif (ICP-AES) 2595

2596 La méthode 3 est décrite par 12 protocoles et une norme déclinée en trois parties (NF ISO 15202),
 2597 (Tableau 13). Cette méthode consiste à effectuer un prélèvement par pompage à l'aide d'un
 2598 dispositif de prélèvement de la fraction inhalable sur un support de prélèvement. Le support après
 2599 prélèvement est minéralisé en milieu acide pour réaliser un dosage par spectrométrie d'émission
 2600 couplée à un plasma induit (ICP).

2601 Les données de validations ont été complétées par un rapport de validation de la méthode analytique
 2602 par le HSL (HSL 2002).

2603 Deux protocoles (MétroPol M-124, M-125) ne publient aucune donnée de validation. Un protocole
 2604 (MDHS 99) ainsi que la norme NF ISO 15202 publient des données de validation très partielles.

2605 Les trois protocoles précités ainsi que la norme ne sont pas évalués dans la suite et seuls les 9
 2606 protocoles OSHA id125g (2002) OSHA id 206 (1991) INRS MétroPol M-122 (2016), NIOSH 7300
 2607 (2003), NIOSH 7301 (2003), NIOSH 7303 (2003), NIOSH 7302 (2014), NIOSH 7304 (2014) et
 2608 NIOSH 7306 (2015) ont été étudiés.
 2609

2610 Prélèvement :

2611 Différents supports de prélèvement sont décrits en fonction du protocole : filtres en fibre de quartz
 2612 (MétroPol M122), membranes en esters de cellulose (MétroPol M124, NIOSH 7300, NIOSH 7301,

2613 NIOSH 7302, NIOSH 7303, OSHA id125g, OSHA id206) pouvant être associé à une capsule soudée
 2614 (MétroPol M125) ou acido-soluble (NIOSH 7306), et membranes en PVC (NIOSH 7300, NIOSH
 2615 7301, NIOSH 7304). Il existe des capsules entièrement en PVC, soit avec une capsule en PVC et
 2616 filtre en MEC soit entièrement en ester de cellulose tel que décrit dans le protocole NIOSH 7306.

2617

2618 Le débit de prélèvement recommandé est égal à 2 L.min⁻¹ (protocoles OSHA, MétroPol) ou compris
 2619 entre 1 et 4 L.min⁻¹ (protocoles NIOSH).

2620 Le volume maximal recommandé est fixé à 480 L (OSHA id125g), 960 L (OSHA id206) ou sur le
 2621 domaine 50 - 2 000 L (NIOSH 7300, NIOSH 7301) ou 35 -100 000 L (NIOSH 7303).

2622

2623 Analyse :

2624 Il y a deux manières différentes d'observer les signaux émis par un plasma : par visée radiale (ou
 2625 latérale) ou par visée axiale. La différence entre ces deux visées repose sur la position du système
 2626 optique par rapport à l'axe du plasma. L'analyse du signal par visée radiale ou axiale a une influence
 2627 sur la sensibilité. La norme NF ISO 15202-3 note que l'observation axiale peut s'avérer nécessaire
 2628 pour atteindre la limite de quantification souhaitée mais elle présente davantage de risque
 2629 d'interférences spectrales que l'observation radiale. Le rapport du HSL a retenu les 2 modes
 2630 d'observation pour l'analyse du plomb afin de réduire la fréquence de dilution des échantillons.

2631

2632 Domaine de validation :

2633 La méthode a été validée par dopage des supports avec des solutions aqueuses de plomb pour tous
 2634 les protocoles indiqués dans le tableau suivant. Concernant le protocole NIOSH 7306, il est
 2635 recommandé de mettre en œuvre les conditions de minéralisation décrites par les protocoles NIOSH
 2636 7300, 7301, 7302 ou 7303. Les conditions de validation rapportées pour ce protocole ont été
 2637 obtenues en suivant le mode de minéralisation décrit par le protocole NIOSH 7302.

2638

2639

Tableau 27 : Domaine de validation des protocoles mettant en œuvre la méthode 3

Protocole	Support	Minéralisation	Quantité de Pb (µg/filtre)	Volume (L)	Domaine de Concentration (µg.m ⁻³)
INRS MétroPol M-122	Fibre de quartz	HF + HNO ₃ ultra-sons (volume final entre 20 et 40 mL)	1,5 - 150	480	3,1 – 312
OSHA id125g	EC	H ₂ SO ₄ / HNO ₃ / H ₂ O ₂ Plaque chauffante (volume final de 25 mL si Vair<200L et 50 mL si Vair> 200 L)	5 - 20	480	10 - 42
OSHA id206	EC	HCl/ HNO ₃ Plaque chauffante (volume final de 25 mL)	11 - 48	480	23 - 100
NIOSH 7303	EC	HCl/HNO ₃ Plaque chauffante	1,75 - 50 000	500	3,5 - 100 000

		(volume final de 25 mL)			
NIOSH 7300	EC	HClO ₄ /HNO ₃ Plaque chauffante (volume final de 25 mL)	1,54 – 6,4*	500	3,1 - 13
	PVC		1,56 – 6,4*		
NIOSH 7301	EC	HNO ₃ /HCl Plaque chauffante (volume final de 25 mL)	1,54 – 6,4*	500	3,1 - 13
	PVC		1,56 – 6,4*		
NIOSH 7302	EC	HNO ₃ /eau désionisée (1 :1) Micro-ondes (Volume final de 25 mL)	2,5 - 750	960	2,6 - 781
NIOSH 7304	PVC	HNO ₃ /eau désionisée (5 :1) Micro-ondes (Volume final de 50 mL)	5 - 1500	960	5,2 - 1562
NIOSH 7306	EC + capsule acido-soluble	HNO ₃ /eau désionisée (1 :1) Micro-ondes (Volume final de 25 mL)	10 - 100	960	10,4 - 104

2640 * Il s'agit de niveaux bas correspondant aux valeurs certifiées de 3*et 10*LOD instrumentale

2641

2642 Limites de détection et de quantification :

2643 Les protocoles NIOSH 7300, NIOSH 7301 et NIOSH 7306 ne donnent que la limite de détection :

- 2644 - NIOSH 7300 et NIOSH 7301 : 2,5 ng.mL⁻¹ soit 0,062 µg/filtre (volume final de 25 mL) et une
2645 concentration de 0,12 µg.m⁻³ pour un volume d'air de 500 L. La limite de quantification, calculée
2646 (LQ=3,3 LD) est égale à 0,41 µg.m⁻³
- 2647 - NIOSH 7306 : 0,062 µg/filtre, soit une limite de quantification calculée égale à 0,21 µg.m⁻³ pour
2648 960 L d'air prélevé.

2649

2650 Tous les autres protocoles (OSHA, MétroPol M-122, NIOSH 7302, 7303 et 7304) donnent la limite
2651 de détection et de quantification soit en solution, soit sur le support, soit directement dans l'air selon
2652 le protocole.

- 2653 • OSHA id125g : 2,1 et 7 µg/filtre soient 4,4 et 14,6 µg.m⁻³ pour un volume de 480 L.
- 2654 • OSHA id 206 : 0,071 et 0,237 µg.mL⁻¹ soit 1,8 et 5,9 µg/filtre (volume final de 25 mL)
2655 correspondant à une concentration LD= 3,75 µg.m⁻³ et LQ= 12,3 µg.m⁻³ pour un volume de
2656 480 L.
- 2657 • MétroPol M-122 : LD=2 µg.m⁻³ et LQ= 6 µg.m⁻³ pour un volume de 480 L.
- 2658 • NIOSH 7303 : 0,023 et 0,07 µg.mL⁻¹ soit 0,58 et 1,75 µg/filtre (volume final de 25 mL)
2659 correspondant à une concentration LD=1,2 µg.m⁻³ et LQ=3,5 µg.m⁻³ pour un volume prélevé
2660 de 500 L.
- 2661 • NIOSH 7302 : LDanalytique = 0,6 µg/échantillon, LQ = 2,48 µg/échantillon ce qui correspond
2662 à 2,6 µg.m⁻³ pour 960 L d'air prélevé.
- 2663 • NIOSH 7304 : LDanalytique = 0,6 µg/échantillon, LQ = 5,025 µg/échantillon ce qui
2664 correspond à 5,2 µg.m⁻³ pour 960 L d'air prélevé.
- 2665

2666 La limite de détection mentionnée par le protocole NIOSH 7306 est la plus basse rapportée bien que
 2667 le protocole implique la minéralisation d'une part de la membrane EC et d'autre part de la capsule
 2668 acido-soluble.

2669

2670

2671

Tableau 28 : Limites de détection et de quantification des protocoles correspondant à la méthode 3 (ICP-AES)

Protocole	LD			LQ		
	$\mu\text{g.mL}^{-1}$	$\mu\text{g}/\text{support}$	$\mu\text{g.m}^{-3}$	$\mu\text{g.mL}^{-1}$	$\mu\text{g}/\text{support}$	$\mu\text{g.m}^{-3}$
INRS MétroPol M-122	-	0,84	1,75 (V = 480 L)	-	2,8	6 (V = 480 L)
OSHA id125g	-	2,1-	-	-	7	14,6 (V = 480 L)
OSHA id206	0,071	1,8	3,75 (V = 480 L)	0,237	5,9	12,3 (V = 480 L)
NIOSH 7303	0,023	-	1,2 (V = 500 L)-	0,07	1,75	3,5 (V = 500 L)
NIOSH 7300	0,0025	0,062	0,12 (V = 500 L)	-	-	0,41* (V = 500 L)
NIOSH 7301	0,0025	0,062	0,12 (V = 500 L)	-	-	0,41* (V = 500 L)
NIOSH 7302	-	0,6	0,63 (V = 960 L)	-	2,48	2,6 (V = 960 L)
NIOSH 7304	-	1	1,04 (V = 960 L)	-	5,025	5,2 (V = 960 L)
NIOHS 7306	-	0,062	0,06 (V = 960 L)	-	0,2*	0,21* (V = 960 L)

* : LQ estimée d'après $LQ = 3,3 * LD$

2672

2673

Rendement de récupération :

2674

2675

2676

Le rendement de récupération a été déterminé pour 6 protocoles par dopage d'une solution aqueuse d'un sel de plomb sur la membrane filtrante (MétroPol M-122, NIOSH7300, NIOSH 7301, NIOSH 7302, NIOSH 7304 et NIOSH 7306).

2677

2678

2679

2680

Selon le protocole OSHA id125g, le rendement de récupération a été déterminé par dopage de lingettes (Ghost wipes) avec une solution aqueuse de plomb à 4 niveaux de charge (4 échantillons /charge) 66,7 - 100 respectivement de 1,8, 10,100 et 1000 μg , minéralisation en milieu $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$, avec un volume final de 50 mL.

2681

2682

2683

2684

2685

De plus le protocole de l'OSHA Id-125g propose des données sur le rendement de récupération de matériaux de référence (NIST 2580 – poussières de peinture au plomb, NIST 2538 poussières d'environnements intérieurs, NIST 1648 poussières de sites urbains) associés à des lingettes (« Ghost Wipes »). Pour chaque MRC certifié, 3 essais ont été effectués en réalisant un dopage d'environ 100 mg de poussières.

2686

2687

Il convient de noter que, vis-à-vis des essais à partir des MRC, la minéralisation a été réalisée en deux étapes successives :

2688

2689

2690

2691

- Une première minéralisation effectuée directement avec les lingettes,
- Puis après filtration sur membrane en esters de cellulose de la première solution de minéralisation, une seconde minéralisation a été à nouveau effectuée avec les filtres chargés des résidus de poussières non minéralisées.

2692

2693

Les résultats obtenus correspondant à la somme des quantités de plomb dosées dans chaque solution de minéralisation.

2694

2695 Les protocoles NIOSH 7303 et OSHA id121 ne mentionnent pas de données de rendement de
2696 récupération.

2697

2698 Les valeurs obtenues pour les protocoles concernés sont donnés dans le Tableau 29.

2699 Les valeurs obtenues pour le protocole OSHA id 125g à partir des MRC sont données dans le
2700 Tableau 30.

2701

2702

Tableau 29 : Rendements de récupération déterminés pour la méthode 3 (ICP-AES)

Protocole	Support	Minéralisation	Quantité de Pb (µg/support)	Rendement de récupération (%)
INRS MétroPol M-122	Fibre de quartz	HF + HNO ₃ ultra-sons	1,5 - 150	105,6 – 95,5
OSHA ID 125G	Ghost Wipes puis membrane EC	H ₂ SO ₄ / HNO ₃ Plaque chauffante	5 - 20	66,7 (*) - 100
NIOSH 7300	Membrane EC	HClO ₄ / HNO ₃ Plaque chauffante	1,54 - 6,4	109,4 – 101,7
NIOSH 7301		HNO ₃ / HCl Plaque chauffante	1,54 – 6,4	88 – 102,2
NIOSH 7300	PVC	HClO ₄ / HNO ₃ Plaque chauffante	1,56 - 6,4	109,6 - 103,2
NIOSH 7301		HNO ₃ /HCl Plaque chauffante	1,56 – 6,4	82 – 99,4
NIOSH 7302	Membrane EC	HNO ₃ /eau désionisée (1 :1) Micro-ondes (Volume final de 25 mL)	7,5 - 750	98,9 à 104
NIOSH 7304	PVC	HNO ₃ /eau désionisée (5 :1) Micro-ondes (Volume final de 50 mL)	15 - 1500	95,85 à 100,54
NIOSH 7306	Membrane EC + capsule acido-soluble	HNO ₃ /eau désionisée (1 :1) Micro-ondes (Volume final de 25 mL)	10 - 100	100 à 101

(*) La valeur est obtenue à un niveau de dopage de 1,8µg / lingette (ghost wipe)

2703

2704

Tableau 30 : Rendements de minéralisation obtenus avec des MRC – Données protocole OSHA id 125g

	Teneur en Pb du MRC (%)	Rendement de récupération final (%)
NIST 2580 – peinture au plomb	4,3	93,4 – 76,2 – 78
NIST 2538 éléments traces dans poussières intérieures	0,009	80,6 – 75,2 – 79,7
NIST 1648 particules en suspension urbaine	0,66	96,2 – 97,8 – 94,4

2707

2708 De ces tableaux, il ressort que :

- 2709 1) Le rendement de récupération rapporté des protocoles INRS sur filtres en quartz, OSHA
2710 id125g sur lingettes et NIOSH 7300 sur membranes en esters de cellulose et PVC respectent
2711 dans l'ensemble l'exigence de la norme NF EN 13890 (rendement > 90%).
- 2712 • Dans le protocole INRS, pour une minéralisation en milieu HF+HNO₃.
 - 2713 • Dans le protocole NIOSH 7300 pour une minéralisation en milieu HClO₄+ HNO₃.
 - 2714 • Dans le protocole OSHA id125g sur lingette pour minéralisation en milieu H₂SO₄+ HCl et
2715 en présence de H₂O₂.
 - 2716 • En revanche, avec le protocole NIOSH 7301, pour une minéralisation en milieu
2717 HNO₃+HCl, on observe en général des rendements supérieurs sur filtre en ester de
2718 cellulose que sur filtre PVC, mais on note que pour un niveau de charge de l'ordre de
2719 1,5µg (soit une concentration de 3µg.m⁻³, pour un volume d'air de 500L) et ce pour les
2720 deux types de filtres, que le critère sur le rendement n'est pas respecté.
 - 2721 • Il en est de même avec le protocole OSHA id125g pour un niveau de charge de l'ordre
2722 de 1,8µg (soit une concentration de 3,75 µg.m⁻³, pour un volume de 480 L), avec lequel
2723 le rendement est de 66,7%
 - 2724 • Les rendements de minéralisation en milieu HNO₃ / micro-ondes (protocoles NIOSH
2725 7302, NIOSH 7304 et NIOSH 7306) respectent l'exigence de la norme NF EN 13890
2726 (rendement > 90%)
- 2727 2) Le critère d'acceptation sur le rendement de récupération du protocole OSHA id125g à partir
2728 des dopages de lingettes avec les MRC, n'est respecté sur l'ensemble des essais qu'avec
2729 le NIST 1648 (poussières urbaines) et respecté sur un seul des 3 essais avec le NIST 2580
2730 (poussières de peinture). Les rendements faibles peuvent être liés à la concentration en Pb
2731 très faible dans l'échantillon.

2732 Bien que les rendements de récupération obtenus avec les protocoles NIOSH et INRS soient
2733 satisfaisants, il s'avère que le milieu de minéralisation recommandé par le protocole NIOSH 7301
2734 (HNO₃+HCl) serait moins efficace que celui du protocole NIOSH 7300 (HClO₄+ HNO₃) notamment
2735 pour des charges avoisinant une concentration dans l'air de 3 µg.m⁻³

2736 Toutefois, selon la norme NF ISO 15202-2, plusieurs modes de minéralisation (détaillées dans les
2737 annexes de la norme) ont été validées comme étant efficaces (biais négligeable) pour la
2738 minéralisation des poussières de plomb. Il s'agit de minéralisation :

- 2739 • En milieu HNO₃ +HCl sur plaque chauffante
- 2740 • En milieu HF+HNO₃ par agitation aux ultrasons
- 2741 • En milieu H₂SO₄+ H₂O₂ sur plaque chauffante
- 2742 • En milieu HNO₃+HClO₄ sur plaque chauffante.
- 2743 • En milieu HF+HNO₃ ou HNO₃+HClO₄ +HF par digestion dans un système à micro-ondes
2744 (T>180°C).

2745 Ces différentes techniques ont été validées pour permettre une minéralisation satisfaisante des
2746 composés du plomb en respectant strictement le protocole de minéralisation décrit dans les annexes
2747 de la norme.

2748 Ces méthodes de minéralisation peuvent constituer des solutions alternatives à celles décrites dans
2749 les protocoles NIOSH en fonction de la nature des poussières prélevées.

2750 Par exemple, l'acide chlorhydrique est favorable à la mise en solution de composés difficilement
2751 solubles dans l'acide nitrique seul.

2752 L'acide fluorhydrique doit être privilégié pour la mise en solution de poussières renfermant
2753 notamment des silicates de plomb.

2754 En présence de fumées de soudage, la mise en solution par un système de digestion par micro-
2755 ondes en milieu HF+HNO₃ est recommandée et s'avère être très efficace vis-à-vis du plomb. Dans
2756 le rapport du HSL (Final report on project R48113), la méthode de minéralisation mentionnée est
2757 celle d'une minéralisation en système micro-ondes selon l'annexe G de la norme. De même, le
2758 protocole HSE MDHS99 recommande ce mode de minéralisation dans un mélange d'acides
2759 HNO₃+HF+HCl. Néanmoins, dans tous les cas ou des poussières ne seraient pas complètement
2760 minéralisées avec la méthode choisie, il pourra être nécessaire de procéder à une minéralisation
2761 complémentaire.

2762 Il convient de mentionner que, vis-à-vis des essais réalisés dans le protocole OSHA ID125g, sur des
2763 lingettes avec des MRC, le groupe de travail considère que les données obtenues peuvent
2764 s'appliquer à des supports de prélèvements conventionnels (membranes en esters de cellulose,
2765 PVC).

2766

2767 Conservation des échantillons :

2768 Le protocole OSHA id125g fournit des données de conservation sur des lingettes (« Ghost Wipes »)
2769 dopées avec une charge de 100 µg de Pb (N = 12). Le taux de récupération obtenu sur des durées
2770 de conservation comprises entre 0 et 15 jours a varié entre 93 et 96,7%. Le groupe de travail a
2771 considéré que les données obtenues sur ce type de support sont applicables à des supports plus
2772 conventionnels (supports PVC, EC).

2773 La stabilité des solutions d'échantillon (après minéralisation) a été investiguée dans le protocole
2774 OSHA id125g rapportant une différence à 7 jours par rapport à l'analyse initiale variant de 0,3 à 1,8%
2775 pour une concentration en plomb cible de 0,5 mg.m⁻³.

2776 Les protocoles du NIOSH mentionnent que les échantillons sont stables, sans plus de précision.

2777

2778 Linéarité du détecteur :

2779 La seule information disponible documentée par le protocole de l'OSHA id125g concerne la linéarité
2780 obtenue en vue de la détermination de la limite de détection et la limite de quantification de la
2781 méthode avec des lingettes. La courbe d'étalonnage est construite avec des lingettes dopées au
2782 moyen d'une solution de plomb entre 0,31 et 3,2 µg par lingette, soit un domaine de concentrations
2783 compris entre 0,0062 et 0,064 µg.mL⁻¹ (pour un volume final de 50 mL). Ce domaine, en termes de
2784 concentrations dans l'air, s'étendrait entre 0,64 et 6,7 µg.m⁻³. Le protocole mentionne que la linéarité
2785 doit être vérifiée lors de calibrations régulières.

2786 Les autres protocoles ne font pas mention de la linéarité du détecteur.

2787

2788 Spécificité de la méthode :

2789 La méthode n'est pas spécifique de la substance en ce qui concerne le prélèvement mais devient
2790 spécifique par le choix de la méthode d'analyse pour laquelle le plomb a une réponse spécifique
2791 (sans distinction du composé). Les interférences spectrales peuvent être minimisées en
2792 sélectionnant la longueur d'onde du Pb la moins interférée. Les logiciels de pilotage de l'instrument
2793 permettent également de corriger une interférence entre deux éléments par un facteur de correction
2794 inter-élément. Le protocole OSHA ID125g fournit un facteur de correction pour le cobalt (Co). Il
2795 indique que ce facteur est dépendant du matériel analytique.

2796 La norme NF ISO 15202-3 indique que l'importance des interférences spectrales éventuelles a été
2797 examinée et qu'aucune correction relative aux interférences spectrales n'est apparue nécessaire
2798 pour les mesurages effectués à l'aide de la longueur d'onde de 220,353 pour le plomb.

2799

2800 Incertitudes :

2801 Les incertitudes ont été déterminées par dopage des supports :

- 2802 • Dans le domaine de concentrations compris entre 0,01 et 0,04 mg.m⁻³ (à 2 L.min⁻¹ pendant
2803 480 min), l'analytical error (combinant le biais et le coefficient de variation obtenus lors de la
2804 détermination du taux de récupération) est de 12,1 % (OSHA id125g).
- 2805 • Dans le domaine de concentrations compris entre 0,023 et 0,1 mg.m⁻³ (à 2 L.min⁻¹ pendant
2806 480min) l'overall error, combinant le biais et le coefficient de variation est de 15,7% (OSHA
2807 id206)
- 2808 • Dans le protocole INRS MétroPol M-122, seule la répétabilité de mesure (RSD) est
2809 mentionnée comme égale 2% à un niveau de concentration de 0,031 mg.m⁻³.
- 2810 • Dans les protocoles NIOSH (7300, 7301 et 7303), la répétabilité de mesure (RSD) est
2811 donnée pour les niveaux bas correspondant aux valeurs certifiées de 3*et 10*LOD
2812 instrumentale variant de 0,88 à 4,4%.

2813

2814 Les protocoles NIOSH 7302, 7304 et 7306 mentionnent des données d'incertitudes déterminées soit
2815 par dopage des membranes (NIOSH 7302 et 7304) soit lors d'essais interlaboratoire (NIOSH 7306) :

- 2816 • NIOSH 7302 : entre 2,5 et 750 µg
 - 2817 ○ biais (bias) = -2,46%
 - 2818 ○ fidélité globale (Overall precision) = 0,544 %,
 - 2819 ○ exactitude (accuracy) = 3,36 %
- 2820 • NIOSH 7304 : entre 5 et 1500 µg
 - 2821 ○ biais (bias) = -2,41 %
 - 2822 ○ fidélité globale (Overall precision) = 2,79%
 - 2823 ○ exactitude (accuracy) = 6,9%
- 2824 • NIOSH 7306 : entre 10 et 100 µg
 - 2825 ○ biais (bias) = 0,439 %
 - 2826 ○ fidélité globale (Overall precision) = 5 %
 - 2827 ○ exactitude (accuracy) = 9,9 %

2828

2829 La norme NF ISO 15202-3 précise que des expériences de laboratoire ont été réalisées pour
2830 démontrer que la procédure de mesurage dans son ensemble est conforme aux exigences
2831 générales de performance spécifiées dans la norme NF EN 482 concernant l'incertitude globale des
2832 mesurages réalisés pour comparaison avec les valeurs limites, notamment pour le plomb.

2833 Le document du HSL décrit de façon détaillée la validation de la mesure du plomb en vue d'une
2834 comparaison avec une valeur limite moyenne de 8h pondérée en temps (durée de prélèvement de
2835 30 min à 8h) et avec une valeur limite d'exposition à court terme (durée de prélèvement de 15 min)
2836 (HSL, 2002). L'incertitude élargie a été évaluée selon les exigences de la norme NF EN 482 :

- 2837 • Overall uncertainty (Limit value – 8h : 0,15 mg.m⁻³) :
 - 2838 ○ for analytical bias : 25,1 à 36,1%
- 2839 • Overall uncertainty (Limit value – 8h : 0,05 mg.m⁻³) :
 - 2840 ○ for analytical bias : 25,3 à 47,3%*. Les essais sur 30 minutes de prélèvement n'étaient
2841 pas conformes aux exigences de la norme NF EN 482 alors que ceux sur 2h et 8h
2842 l'étaient.
 - 2843 ○ U(c) - Expanded uncertainty (k=2): 0,212

2844

2845 Les conditions de ces tests étaient les suivantes : filtre EC, débit d'échantillonnage de 2 L.min⁻¹, une
 2846 mise en solution par micro-onde en récipient fermé (Annexe G de la norme NF ISO 15202-2) avec
 2847 un mélange d'acide HNO₃/HClO₄.

2848 Concernant la fidélité analytique, la norme NF EN 15202-3 indique que ces mêmes expériences de
 2849 laboratoire ont montré une variabilité analytique, CV (analyse), généralement dans la gamme
 2850 comprise entre 2 % et 5 % pour les concentrations en métaux et métalloïdes supérieures à 10 fois
 2851 la limite de détection de la méthode.

2852

2853 Domaine accessible pour la mesure de la VLEP-8h pragmatique

2854 Pour définir ce domaine vis-à-vis de la mesure de la VLEP-8h pragmatique, un prélèvement sur une
 2855 durée de 8h au débit de 2 L.min⁻¹ soit 960 L a été pris en compte.

2856

2857 **Tableau 31 : Domaine de mesure accessible vis-à-vis de la VLEP-8h pragmatique pour les protocoles**
 2858 **mettant en œuvre la méthode 3 (ICP-AES)**

Protocole	Support	Minéralisation	LQ (µg/filtre)	Capacité (µg)	Volume (L)	Domaine de Concentration (µg.m ⁻³)	Fraction de la VLEP-8h	
INRS MétroPol M-122	Fibre de quartz	HF + HNO ₃ ultra-sons	2,8*	150	960 (8h à 2 L.min ⁻¹)	2,9– 156	0,1 – 5	
OSHA id 125g	Membrane EC	H ₂ SO ₄ / HNO ₃ Plaque chauffante	7*	20		7,3 – 21	0,24 – 0,7	
OSHA id 206	Membrane EC	HClO ₄ /HNO ₃ Plaque chauffante	5,9	48		6,15 – 50	0,2 – 1,7	
NIOSH 7303	Membrane EC	(HNO ₃ /HCl) Plaque chauffante	1,75	50000		1,82 – 52083	0,06 – 1736	
NIOSH 7300 et 7301	Membrane EC	HClO ₄ /HNO ₃ Plaque chauffante	0,205	NR		960 (8h à 2 L.min ⁻¹)	0,21 - NR	0,0007 - NR
	PVC	HNO ₃ /HCl Plaque chauffante						
NIOSH 7302	Membrane EC	HNO ₃ /eau désionisée (1 :1) Micro-ondes	2,48	750			2,6 – 781	0,09 – 26
NIOSH 7304	PVC	HNO ₃ /eau désionisée (5 :1) Micro-ondes	5,025	1500			5,2 – 1562	0,17 – 52
NIOSH 7306	Membrane EC + capsule acido-sensible	HNO ₃ /eau désionisée (1 :1) Micro-ondes	0,2	100			0,21 - 104	0,007 – 3,5

* Ces données correspondant aux limites de quantification mentionnées par les protocoles sont supérieures aux bornes inférieures du domaine de concentration testé, mais ont été prises en compte pour définir le domaine accessible car plus contraignantes.

2859

2860 **Domaine accessible pour la mesure de la VLCT-15min pragmatique**

2861 Pour définir ce domaine vis-à-vis de la mesure de la VLCT-15 min un prélèvement sur une durée de
 2862 15 min au débit de 2 L.min⁻¹ soit 30 L a été pris en compte.

2863

2864

2865

2866

Tableau 32 : Domaine de mesure accessible vis-à-vis de la VLCT-15min pragmatique pour les protocoles mettant en œuvre la méthode 3 (ICP-AES)

Protocole	Support	Minéralisation	LQ (µg/filtre)	Capacité (µg)	Volume (L)	Domaine de Concentration (µg.m ⁻³)	Fraction de la VLCT-15 min	
INRS MétroPol M-122	Fibre de quartz	HF + HNO ₃ ultra-sons	2,8	150	30 (15min à 2 L.min ⁻¹)	93 - 5000	0,62 - 33	
OSHA id 125g	Membrane EC	H ₂ SO ₄ / HNO ₃ Plaque chauffante	7	20		233 – 670	1,6 – 4,5	
OSHA id 206	Membrane EC	HClO ₄ /HNO ₃ Plaque chauffante	5,9	48		197- 1600	1,3 - 11	
NIOSH 7303	Membrane EC	(HNO ₃ /HCl) Plaque chauffante	1,75	50000		58 - 1666667	0,39 - 11111	
NIOSH 7300 et 7301	Membrane EC	HClO ₄ /HNO ₃ Plaque chauffante	0,205	NR		30 (15min à 2 L.min ⁻¹)	6,8 - NR	0,05 - NR
	PVC	HNO ₃ /HCl Plaque chauffante						
NIOSH 7302	Membrane EC	HNO ₃ /eau désionisée (1 :1) Micro-ondes	2,48	750			83 - 25000	0,55 – 167
NIOSH 7304	PVC	HNO ₃ /eau désionisée (5 :1) Micro-ondes	5,025	1500			168 - 50000	1,1 – 333
NIOSH 7306	Membrane EC + capsule acido-soluble	HNO ₃ /eau désionisée (1 :1) Micro-ondes	0,2	100			6,7 - 3333	0,04 - 22

* Ces données correspondant aux limites de quantification mentionnées par les protocoles sont supérieures aux bornes inférieures du domaine de concentration testé, mais ont été prises en compte pour définir le domaine accessible car plus contraignantes.

2867

2868

2869

2870

Les données de validation issues des différents protocoles étudiés sont très disparates liées aux différentes conditions de minéralisation (nature des mélanges d'acides et dispositifs de chauffage) et aux différents types de membranes (EC, PVC, EC+capsule acido-soluble).

2871

2872

2873

Les domaines de mesures accessibles couvrent le dixième de la VLEP-8h avec un prélèvement de 960 L d'air pour certains protocoles (INRS MétroPol M 122, NIOSH 7300, 7301, 7302 et 7306). Les conditions opératoires de certains protocoles permettent d'atteindre le

2874 **dixième de la VLCT-15min pragmatique avec un prélèvement de 30 L d'air (NIOSH 7300,**
2875 **NIOSH 7301 et NIOSH 7306).**

2876 **Les rendements de minéralisation sont variables selon les conditions mises en œuvre, et**
2877 **bien que généralement supérieurs à 90% ils peuvent ne pas satisfaire à ce critère fixé par la**
2878 **norme EN 13890, comme par exemple au niveau bas testé avec la minéralisation préconisée**
2879 **par le protocole NIOSH 7301.**

2880 **Seul le protocole OSHA id125g mentionne, pour déterminer le rendement de récupération,**
2881 **des essais effectués sur des lingettes (ghost wipes), dopés d'une part avec des solutions et**
2882 **d'autre part avec des matériaux de référence certifiés (poussières métalliques). Ces essais**
2883 **montrent que le critère de 90% de rendement n'est pas respecté dans tous les cas,**
2884 **notamment pour des poussières de peinture et des poussières issues d'environnements**
2885 **intérieurs. Ces faibles rendements peuvent être liés à la concentration en Pb très faible dans**
2886 **ces matériaux de référence.**

2887 **Des données d'incertitudes sont disponibles dans les différents protocoles mais non**
2888 **calculées selon la norme NF EN 482. Ces données sont complétées par un rapport du HSL**
2889 **(Final Report on project R48113) qui démontre la validation du mode de minéralisation par**
2890 **micro-onde mentionné dans l'annexe G de la norme NF ISO 15202-2, avec la mise en œuvre**
2891 **d'un mélange d'acides $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$, pour des filtres en esters de cellulose et détermine que**
2892 **l'incertitude globale respecte les exigences de la norme NF EN 482.**

2893 **Ainsi, la méthode est classée en catégorie 1B pour le contrôle technique réglementaire de la**
2894 **VLEP-8h et de la VLCT-15min pragmatiques ainsi que pour le suivi des expositions court**
2895 **terme.**

2896

2897 **1.2.3. Évaluation détaillée des méthodes classées en catégorie 2**

2898 Seule la méthode 6 (voltampérométrie par redissolution anodique) a été classée en catégorie 2 pour
2899 le contrôle technique réglementaire de la VLEP-8h et de la VLCT-15min pragmatique ainsi que pour
2900 le suivi des expositions court terme.

2901 Cette méthode est décrite par le protocole NIOSH 7701 récemment mis à jour (2016). Cette méthode
2902 consiste à effectuer un prélèvement par pompage sur une membrane EC. Le support après
2903 prélèvement est minéralisé en milieu acide (HNO_3) dans un bain à ultrasons puis le dosage est
2904 réalisé par voltampérométrie par redissolution anodique avec une électrode recouverte de mercure.

2905 Les données de validation ont été complétées par les données issues de deux publications (Ashley
2906 *et al.* 1995 et Ashley *et al.* 1998) mentionnées en référence dans le protocole NIOSH 7701.

2907

2908 Remarque sur la technique d'analyse.

2909 L'appareil utilisé pour l'analyse est portable et peut être emporté sur site. Il est constitué d'une cellule
2910 d'électrolyse. Deux modèles d'équipements sont disponibles selon la nature de l'électrode utilisée

2911 Dans les publications précitées, il est précisé que l'analyse peut mettre en œuvre soit :

- 2912 • Une électrode en graphite vitreux régénérable (« renewable ») sur laquelle on effectue, avant
2913 analyse, par électrolyse un dépôt de mercure à partir d'une solution de $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$.
- 2914 • Une électrode immédiatement disponible, dont le descriptif n'est pas mentionné « screen
2915 printed electrode »).

2916 Dans tous les cas, les échantillons sont d'abord minéralisés dans 1 mL de HNO_3 (10%), soumis à
2917 un traitement aux ultrasons (durée de 30 min au moins) puis refroidis.

2918 Puis, une aliquote de l'échantillon (entre 0,1 et 0,5 mL) est ensuite introduite dans la cellule
2919 d'électrolyse, où sont ajoutés à volume égal 50% d'eau + 50% d'électrolyte (*), jusqu'à obtenir un
2920 volume final de 10 mL.

2921 Il est mentionné que l'électrolyte est en proportions définies de chlorure de sodium, acide ascorbique
2922 et soude en milieu aqueux, l'acide ascorbique ayant pour rôle de dégazer chimiquement l'oxygène
2923 présent dans l'échantillon qui pourrait interférer lors de la mesure.

2924 La cellule électrochimique est constituée de 3 électrodes, l'électrode de travail (renewable ou screen
2925 printed) d'une électrode de référence (Ag/AgCl/KCl) et d'une contre électrode en platine pour assurer
2926 l'électrolyse. Le potentiel rédox de redissolution se situe à -0,1 V par rapport à la référence.

2927 Sur une électrode en graphite vitreux, l'analyse est conduite en réalisant d'abord un dépôt sur un
2928 temps défini de plomb métallique par réduction ($Pb^{++} \rightarrow Pb(Hg)$) sur l'électrode de mercure au
2929 potentiel rédox approprié (-0,9 V) puis en procédant ensuite à la redissolution anodique par balayage
2930 du potentiel.

2931

2932 Prélèvement :

2933 Il est effectué sur une membrane constituée d'esters de cellulose (EC). Le débit de prélèvement est
2934 compris entre 1 et 4 L.min⁻¹.

2935 Le volume recommandé est de 20 à 1500 L.

2936

2937 Domaine de validation :

2938 La méthode a été validée par dopage des membranes avec un générateur de poussières de plomb
2939 sur un domaine compris entre 40 et 80 µg de plomb, soit 333 à 666 µg.m⁻³ pour un volume d'air
2940 prélevé de 120 L.

2941

2942 Limites de détection et de quantification :

2943 La limite de détection de la méthode mentionnée par le protocole NIOSH 7701 est égale à 0,09
2944 µg/filtre, soit 0,75 µg.m⁻³, pour un volume de 120 L d'air. La limite de quantification est égale à 0,31
2945 µg/filtre soit 2,6 µg.m⁻³.

2946

2947 Capacité de la méthode :

2948 Le protocole NIOSH 7701 mentionne que la quantité sur le filtre ne doit pas dépasser 5 mg de
2949 poussières totales.

2950

2951 Rendement de récupération (Ashley *et al.* 1998):

2952 Le rendement de récupération sur les membranes filtrantes n'a pas été étudié de façon directe. Des
2953 essais pour déterminer le rendement de récupération ont été réalisés à partir de matériaux de
2954 référence certifiés NIST qui sont :

- 2955 • Le SRM 1579, poussières de peintures de plomb
- 2956 • Le SRM 1648, poussières d'atmosphères urbaines
- 2957 • Le SRM 2074, constitué de sédiments de rivière.

2958 Afin d'évaluer les valeurs de rendement, sur chaque type d'électrode, celles-ci ont été comparées
2959 aux valeurs obtenues avec une méthode de référence impliquant une minéralisation en milieu HNO₃
2960 concentré + H₂O₂ à 30% sur plaque chauffante (identique à celle décrites dans les protocoles 7082
2961 et 7105 de la méthode d'analyse par SAA-F ou SAA-ET) suivie d'une analyse par ICP-AES.

2962 Les résultats obtenus sont donnés dans le Tableau 33.

2963 De plus, des essais ont été réalisés sur des échantillons réels prélevés lors d'activités de décapage
2964 de peintures au plomb sur des ponts autoroutiers, et ce pour des niveaux de charge sur le filtre
2965 compris entre 0,09 et supérieurs à 1500 µg, aux fins d'évaluer les quantités retrouvées sur les
2966 échantillons selon le protocole voltampérométrie (sur les 2 types d'électrode) et le protocole de
2967 référence alternatif (ICP-AES). Quelle que soit l'électrode, les résultats sont comparables.

2968 Par ailleurs, des essais ont aussi été réalisés sur des échantillons préparés en laboratoire par
2969 dopage avec des poussières de plomb, et pour des niveaux de charge compris entre 40 et 80 µg
2970 aux fins d'évaluer les quantités retrouvées sur les filtres selon le protocole voltampérométrie et
2971 un protocole alternatif mettant en œuvre une minéralisation en milieu HNO₃ concentré+ H₂O₂ 30%
2972 puis analyse selon le protocole NIOSH 7082 par SAA-F, mais avec une minéralisation par four micro-
2973 ondes. Les résultats sont également comparables (Ashley *et al.* 1995).

2974

2975 **Tableau 33 : rendement de minéralisation de MRC – méthode par voltampérométrie par redissolution**
2976 **anodique et une méthode alternative par ICP-AES (source Ashley *et al.* 1998).**

Matériau x de référence à teneur certifiée en Pb	Teneur massique en Pb (%)	Minéralisation HNO ₃ ultra-sons Électrode régénérable		Minéralisation HNO ₃ ultra-sons Électrode à usage unique		Minéralisation HNO ₃ /H ₂ O ₂ plaque chauffante (analyse ICP-AES)	
		Masse de Pb (µg)	Rendement récupération (%)	Masse de Pb (µg)	Rendement récupération (%)	Masse de Pb (µg)	Rendement récupération (%)
SRM 1579a – peinture au plomb	11,83	1310 à 13900	94,5 ± 5,7 % (n=11)	26,8 - 2496	90,8 ± 9,8 % (n=12)	92 à 5785	91,6 ± 16,9 % (n=10)
SRM 1648 particules urbaines	0,655	157 à 1670	90,2 ± 3,8 % (n=12)	160 à 1626	87,7 ± 4,2 % (n=12)	157 à 1448	85,5 ± 5,3 % (n=12)
SRM 2704 sédiments de rivière	0,0161	11 à 37,6	87,5 ± 10,7 % (n=12)	22,2 à 239	95,1 ± 13,7 % (n=12)	22,2 à 239	92,8 ± 17,5 % (n=12)

2977

2978 - L'ensemble des essais de rendement sur les MRC et comparaison du protocole avec les
2979 méthodes de référence montrent que : Les rendements de récupération observés avec le
2980 protocole ne sont pas significativement différents de ceux observés avec le protocole mettant
2981 en œuvre la méthode de dosage par ICP-AES, même si la variabilité des valeurs est très
2982 sensiblement supérieure pour la méthode de référence et pour les 3 SRM considérés. Le
2983 protocole 7701 considère, bien que les rendements observés soient assez variables et que
2984 certains d'entre eux n'atteignent pas 90%, que le rendement de récupération est supérieur à
2985 90%.

2986 - Les résultats des mesures faites, d'une part sur les échantillons réels entre 0,09 et > 1500µg/
2987 filtre, d'autre part sur les échantillons dopés entre 40 et 80µg/filtre, présentent une très bonne
2988 corrélation avec les résultats observés dans chaque cas avec la méthode de référence
2989 correspondante considérée (ICP-AES et SAA-F).

2990

2991 Linéarité du détecteur :

2992 Selon la publication de Ashley (Ashley *et al.* 1998) il a été établi, pour déterminer la LD et la LQ un
 2993 domaine de linéarité avec des essais conduits entre 0,09 et environ 1 µg. De plus, il est précisé que,
 2994 bien que le domaine de linéarité n'ait pas été évalué, il a été observé que la courbe de réponse de
 2995 l'appareil était linéaire jusqu'à au moins 1 mg (avec un coefficient de corrélation de 0,999).

2996 Le domaine de linéarité correspondrait donc à des concentrations comprises entre 0,75 µg.m⁻³ et
 2997 8333 µg.m⁻³ pour un volume prélevé de 120 L.

2998

2999 Spécificité de la méthode :

3000 La méthode n'est pas spécifique de la substance en ce qui concerne le prélèvement mais peut
 3001 devenir spécifique par le choix de la méthode d'analyse pour laquelle le Pb a une réponse spécifique
 3002 (sans distinction du composé). Bien que la méthode puisse être considérée comme spécifique par
 3003 le choix du potentiel d'oxydation choisi, certains interférents sont signalés, tels le thallium et le cuivre,
 3004 qui en forte concentration, pourrait provoquer un biais positif. De plus, la présence de tensio-actifs
 3005 sur les électrodes peut perturber la réaction électrochimique.

3006

3007 Incertitudes :

3008 Les données d'incertitudes ont été étudiées dans le domaine de 25 à 150 µg.m⁻³ et reposant sur des
 3009 masses de plomb non précisées, et sont partielles. Le protocole précise :

3010 - Une valeur de fidélité analytique (« precision (Sr) ») est égale à 0,068 pour un dopage du
 3011 support à 60 µg.

3012 - Une valeur de fidélité globale (« overall precision ») de 8,7% (électrodes à usage unique) ou
 3013 9,4% (électrodes régénérables).

3014 - Une valeur d'exactitude (« accuracy ») de 17,2% (électrodes à usage unique) ou 19,3%
 3015 (électrodes régénérables).

3016 - Un biais considéré comme négligeable.

3017 Le justificatif de ces facteurs d'incertitudes n'est pas mentionné dans les publications.

3018

3019 Domaine accessible pour la mesure de la VLEP-8h pragmatique

3020 Pour définir ce domaine vis-à-vis de la mesure de la VLEP-8h, un prélèvement sur une durée de 8h
 3021 au débit de 2 L.min⁻¹ soit 960 L a été pris en compte.

3022

3023 **Tableau 34 : Domaines de mesure accessibles vis-à-vis de la VLEP-8h pour les protocoles de la**
 3024 **méthode 6 (voltampérométrie)**

Protocole	Support	Minéralisation	LQ (µg/filtre)	Capacité (µg)	Volume (L)	Domaine de Concentration (µg.m ⁻³)	Fraction de la VLEP-8h
NIOSH 7701	MCE	HNO ₃ dans bain d'ultrasons	0,31	1500	960 (8h à 2 L.min ⁻¹)	0,32 – 1562	0,01 - 52

3025

3026 Domaine accessible pour la mesure de la VLCT-15min pragmatique

3027 Pour définir ce domaine vis-à-vis de la mesure de la VLCT-15min pragmatique, un prélèvement
 3028 sur une durée de 15 min au débit de 2 L.min⁻¹ soit 30 L a été pris en compte.

3029

3030
3031**Tableau 35 : Domaines de mesure accessibles vis-à-vis de la VLCT-15min pragmatique pour les protocoles de la méthode 6 (voltampérométrie)**

Protocole	Support	Minéralisation	LQ (µg/filtre)	Capacité (µg)	Volume (L)	Domaine de Concentration (µg.m ⁻³)	Fraction de la VLCT-15 min
NIOSH 7701	MCE	HNO ₃ dans bain d'ultrasons	0;31	1500	30 (15 min à 2 L.min ⁻¹)	10 - 50000	0,07 - 333

3032

3033 **La méthode permet de couvrir le domaine de 0,1-2 * VLEP-8h (3 – 60 µg.m⁻³) en augmentant**
 3034 **la durée de prélèvement et le volume à prélever. La méthode permet également de couvrir le**
 3035 **domaine de 0,1 à 2*VLCT-15min pragmatique (15 – 300 µg.m⁻³). Elle est donc utilisable pour**
 3036 **réaliser des contrôles réglementaires de la VLEP-8h et de la VLCT-15 min et suivre les**
 3037 **concentrations courte durée.**

3038 **Des informations sont données sur le taux de récupération évalué dans différentes**
 3039 **conditions (génération d'aérosols de plomb en laboratoire, sur des prélèvements de terrain**
 3040 **et des matériaux de référence certifiés) qui montrent une équivalence de résultats entre la**
 3041 **méthode et des méthodes alternatives (ICP-AES et SAA-F) inspirées de variantes de**
 3042 **protocoles étudiés précédemment (notamment mélange d'acides utilisés pour la**
 3043 **minéralisation). Toutefois, les rendements de minéralisation publiés (Ashley et al. 1998)**
 3044 **indiquent une large variabilité avec une moyenne proche ou inférieure à 90%.**

3045 **Il est à noter aussi que les interférences ont été identifiées sans être étudiées et que les**
 3046 **données d'incertitudes sont très partielles et peu documentées.**

3047 **C'est pourquoi la méthode a été classée en catégorie 2 pour le contrôle réglementaire de la**
 3048 **VLEP-8h et de la VLCT-15 min pragmatiques ainsi que pour le suivi des expositions court**
 3049 **terme.**

3050

3051

3052 1.2.4. Explicitation de la classification des méthodes en catégorie 3

3053 Trois méthodes ont été classées en catégorie 3 :

- 3054 • Méthode n°5 - Analyse par spectrométrie fluorescence X (SFX)
- 3055 • Méthode n°7 – Analyse par kit de détection au rhodizonate (spot test)
- 3056 • Méthode n°8 : Analyse par photométrie UV/visible

3057 1.2.4.1 Méthode 5 : spectrométrie fluorescence X (SFX)

3058 La méthode, décrite dans le protocole HSE MDHS 91/2 (2015) consiste à effectuer un prélèvement
 3059 par pompage sur support, de préférence de 37 ou 25 mm de diamètre selon le poids de poussières
 3060 attendue, qui sera ensuite analysé directement par spectrométrie de fluorescence au rayon X. Une
 3061 courbe de calibration avec des supports dopés (génération d'aérosols) est nécessaire pour réaliser
 3062 ces analyses quantitatives.

3063 Il est nécessaire de veiller à ne pas dépasser un taux de charge préconisé et fonction du diamètre
 3064 du support (< 0.5 mg pour Ø 25 mm et 1 mg pour Ø 37).

3065 La granulométrie des particules est déterminante et influe sur les performances de cette méthode.
 3066 Ainsi le biais analytique, provoqué par les effets granulométriques, est estimé à moins de 10 % à
 3067 condition que les particules soient de taille inférieure à 2,5 µm. De ce fait, le prélèvement de la

3068 fraction inhalable, qui correspond à des particules pouvant dépasser 10 µm risque d'être assez
3069 important et d'être à l'origine d'un biais élevé.

3070 Les membranes EC de porosité 0,8 µm de 25 mm de diamètre sont plutôt recommandées, sans
3071 toutefois exclure des membranes de 37 mm. Le débit de prélèvement est fonction du dispositif de
3072 prélèvement mis en œuvre.

3073 Le taux de récupération analytique n'est pas estimé.

3074 Dans le cas général, la méthode précise que, du fait d'un effet d'absorption dans la matrice des
3075 rayons X de haute énergie à au moins 20 µm de profondeur, une sous-estimation notable du biais
3076 (> 10%) due aux effets granulométriques pourrait se produire, ce qui serait probablement le cas pour
3077 des raies de longueur d'onde de basse énergie. Ce phénomène pourrait être plus marqué avec des
3078 raies L, ce qui est le cas pour le plomb.

3079 Il est toutefois indiqué que, lorsqu'on exploite les raies L de fluorescence les effets granulométriques
3080 sont minimales pour les éléments de numéro atomique égaux ou supérieurs à $Z = 82$ (cette valeur
3081 correspondant à celle de l'élément Pb).

3082 Ainsi, en exploitant la raie $L\beta$ du plomb pour des échantillons issus de différents secteurs d'activité,
3083 on observe un bon accord de résultats entre la XRF et les méthodes de spectrométrie atomique.

3084 Toutefois, le protocole recommande que la granulométrie ne dépasse pas 2,5 µm et que la charge
3085 sur le support soit inférieure à 0,5 mg, pour limiter le biais.

3086

3087 La méthode n'est pas spécifique de la substance en ce qui concerne le prélèvement mais devient
3088 spécifique par le choix des conditions opératoires fixées pour le spectromètre à dispersion de
3089 longueur d'onde (longueur d'onde, raie de fluorescence, paramètres de fonctionnement du système
3090 XRF).

3091 Pour le plomb, l'analyse est réalisée sur la raie $L\beta$ dans les conditions de paramétrage suivantes :

- 3092 - tube générateur à une puissance de 100kV et 25 mA
- 3093 - le cristal de dispersion de longueur d'onde est LiF 200
- 3094 - Le collimateur est en mode « fine »
- 3095 - Le détecteur est un compteur à scintillation

3096 Il peut se produire certaines interférences avec le plomb, ainsi :

- 3097 - En présence d'As, il est préférable de mesurer As $K\beta$ et Pb $L\beta_1$ plutôt que As $K\alpha$ et
3098 Pb $L\alpha$.
- 3099 - En présence de Sn, la discrimination en énergie du détecteur doit être paramétrée
3100 pour éliminer les impulsions de Sn d'énergie élevée.

3101 L'incertitude globale des mesurages a été évaluée selon les exigences générales de performance
3102 spécifiées dans la norme NF EN 482 en considérant un volume minimal de 60 L (durée de
3103 prélèvement de 30 min à 2 L.min⁻¹). Cependant, ces expériences ont été réalisées sur la base d'une
3104 comparaison avec une valeur limite de 150 µg.m⁻³, équivalente à 5 fois la VLEP-8h recommandée
3105 par le CES et dans deux domaines, soit entre 0,5 et 2,5 VLEP-8h et entre 2,5 et 10 VLEP-8h. Le
3106 niveau d'incertitude atteindrait respectivement 49,9% et 27,7% dans chacun de ces domaines.

3107

3108 ***Cette méthode nécessite, pour obtenir des performances en adéquation avec les***
3109 ***performances affichées, un contrôle du taux de charge et de la granulométrie de l'échantillon***
3110 ***collecté. La granulométrie des particules prélevées devant être, dans un cas idéal, inférieure***
3111 ***à 2,5 µm, ce diamètre ne correspond pas au diamètre aérodynamique médian de la fraction***
3112 ***inhalable conventionnelle. Il est également probable que les performances soient altérées***

3113 ***dans le cas d'un échantillon hétérogène par nature ou d'une hétérogénéité de dépôt liée à la***
3114 ***nature du dispositif de prélèvement (ex échantillonneur bouton).***

3115 ***Cette méthode étant non destructive, une vérification des concentrations obtenues par une***
3116 ***méthode alternative (ICP-AES ou ICP-MS après digestion acide des échantillons) en cas de***
3117 ***doute reste possible. Cependant cette analyse est rendue délicate par l'usage de films en***
3118 ***polymère (polypropylène ou Mylar®) qui permettent de maintenir l'échantillon en place et***
3119 ***assure une surface plane lors de l'analyse en XRF ; une perte d'échantillon si ces films sont***
3120 ***retirés est probable et l'analyse du support avec ces films peut s'avérer délicate.***

3121 ***Par ailleurs, si la sensibilité n'est pas suffisante il est possible d'augmenter la puissance ou***
3122 ***le temps d'analyse, au risque de dégrader le support de collecte.***

3123 ***De plus, cette méthode requiert une calibration spécifique sur le support considéré qui peut***
3124 ***se révéler fastidieuse.***

3125 ***La méthode est donc classée en catégorie 3 pour le contrôle réglementaire de la VLEP-8h et***
3126 ***de la VLCT-15min pragmatiques et des expositions court terme.***

3127

3128 1.2.4.2 Méthode 7 : Détection colorimétrique à la rhodizonate

3129 Cette méthode est décrite par le protocole NIOSH 7700 (1996). Cette méthode consiste à effectuer
3130 un prélèvement par pompage à l'aide d'un dispositif de prélèvement de la fraction inhalable sur une
3131 membrane en ester de cellulose. Le support est ensuite traité à l'aide du kit de détection
3132 colorimétrique au rhodizonate, commercialisé par Merck, qui conduit, en présence de plomb à un
3133 complexe de couleur jaune/orange.

3134 Cette méthode met en œuvre un tube colorimétrique n'est pas adaptée pour la comparaison des
3135 VLEP (Anses, 2016b). Étant une méthode qualitative, et ne disposant d'aucune donnée de validation
3136 analytique, elle est donc classée en catégorie 3.

3137

3138 1.2.4.3 Méthode 8 : par photométrie UV/visible

3139 Dans le protocole BGIA 6015, qui regroupe la liste des différentes méthodes d'analyse utilisables
3140 pour le dosage du plomb, une méthode correspondant à la photométrie par absorption dans
3141 l'UV/visible est citée dans un tableau.

3142 Aucune donnée concernant cette méthode n'est publiée, ce qui conduit à classer cette méthode en
3143 catégorie 3 pour la VLEP-8h et la VLCT-15min pragmatiques et le suivi des expositions court terme
3144 car non évaluable en l'absence de données de validation pour la mesure du plomb.

3145

3146 2. Conclusions et recommandations

3147 Huit méthodes de mesure du plomb (et de ses composés inorganiques) dans l'air des lieux de travail
3148 ont été recensées.

3149 La plupart des protocoles recensés mettent en œuvre des dispositifs permettant de prélever la
3150 fraction inhalable. Par ailleurs, seule une méthode (ICP-MS) publiée, au travers du protocole OSHA
3151 1006, des données sur l'efficacité de captage. De même, la majorité des protocoles de ces méthodes
3152 publient un rendement de récupération déterminé par dopage de supports avec des solutions, à
3153 l'exception de quelques protocoles qui ont étudié ce paramètre par dopage à l'aide de poussières
3154 sur filtres ou avec des matériaux de référence certifiés.

3155 Indépendamment des dispositifs de prélèvement mis en œuvre, les 8 méthodes suivantes ont été
3156 évaluées selon la technique d'analyse.

- 3157 • Méthode n°1 : spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation flamme (SAAF)
- 3158 • Méthode n°2 : spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique
3159 (SAA-ET)
- 3160 • Méthode n°3 : spectrométrie d'émission atomique couplée à un plasma à induction (ICP-
3161 AES)
- 3162 • Méthode n°4 : spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)
- 3163 • Méthode n°5 : spectrométrie fluorescence X (SFX)
- 3164 • Méthode n°6 : analyse par voltampérométrie de redissolution anodique
- 3165 • Méthode n°7 : analyse par kit de détection au rhodizonate
- 3166 • Méthode n°8 : analyse par photométrie UV/Visible

3167 Dans l'ensemble des protocoles étudiés, il n'est pas fait mention d'études de l'influence des
3168 conditions environnementales et des interférences sur la capacité de piégeage. Cependant,
3169 considérant le caractère stable des métaux et plus particulièrement du plomb, le groupe de travail a
3170 décidé que ces critères ne seraient pas pris en compte dans le cadre de cette évaluation.

3171 Trois méthodes ne sont pas recommandées pour la mesure du plomb et sont classées en
3172 catégorie 3 :

- 3173 • La méthode n°5 (analyse par fluorescence X (SFX)), décrite par le protocole MDHS 91,
3174 repose sur un dispositif de prélèvement pour lequel il faut veiller à la taille de particules
3175 inférieures à 2,5 µm afin de limiter le biais d'analyse qui ne correspond pas au domaine de
3176 granulométrie de la fraction inhalable (diamètre aérodynamique médian > 20 µm). De plus,
3177 sa mise en œuvre est assez fastidieuse (préparation d'une courbe d'étalonnage avec des
3178 filtres dopés en poussières). Les données de validation ont par ailleurs été étudiées sur une
3179 gamme supérieure à 0,1-2*VLEP-8h.
- 3180 • La méthode n°7, décrite dans le protocole 7700, mise en œuvre avec un kit de détection
3181 colorimétrique, est une technique indicative qui n'est pas adaptée pour la comparaison des
3182 VLEP (Anses, 2016).
- 3183 • La méthode n° 8 documentée par le protocole BGIA 6015 ne dispose d'aucune donnée de
3184 validation spécifique au plomb. Elle est non évaluable car des critères essentiels de
3185 validation issus de la norme NF EN 482 ne sont pas documentés.

3186

3187 ***La méthode 4 (ICP-MS) dispose de données de validation complètes. Elle est donc***
3188 ***classée en catégorie 1A pour le contrôle réglementaire des VLEP-8h et VLCT-15min***
3189 ***pragmatiques du plomb ainsi que le suivi des expositions court terme.***

3190 **Les méthodes 2 (SAA-ET) et 3 (ICP-AES) sont partiellement validées et classées en**
 3191 **catégorie 1B pour pour le contrôle réglementaire des VLEP-8h et VLCT-15min**
 3192 **pragmatiques du plomb ainsi que le suivi des expositions court terme.**

3193 **La méthode 1 (SAAF) est partiellement validée et classée en catégorie 1B pour le**
 3194 **contrôle réglementaire de la VLEP-8h pragmatique et le suivi des expositions court**
 3195 **terme. Toutefois, la limite de quantification de cette méthode est supérieure au dixième**
 3196 **de la VLCT-15min pragmatique. Elle est donc classée en catégorie 3 pour le contrôle**
 3197 **technique réglementaire de la VLCT-15min pragmatique.**

3198

3199 **Au vu de ses performances, le CES VLEP recommande plus particulièrement la méthode 4**
 3200 **mettant en œuvre l'ICP-MS.**

3201 Le CES VLEP tient à souligner que la détermination de l'efficacité de minéralisation est un prérequis
 3202 nécessaire à la mise en oeuvre de ces méthodes. S'il existe le moindre doute concernant l'efficacité
 3203 du mode de minéralisation choisi, en fonction de la nature des matériaux qui pourraient être présents
 3204 dans l'atmosphère d'essai, il convient de déterminer son efficacité pour cette application particulière.

3205

3206

3207

Tableau 36 : Méthodes recommandées pour la mesure du plomb et de ses composés inorganiques dans l'air des lieux de travail

N°	Méthode	Protocoles	Catégorie		
			Contrôle réglementaire VLEP-8h	Suivi des expositions réglementaire court terme	Contrôle réglementaire VLCT-15 min
Prélèvement actif de la fraction inhalable – minéralisation acide ou analyse directe					
1	Spectrométrie d'absorption atomique (SAAF)	NIOSH 7082 (1994) OSHA Id121 (2002) HSE MDHS 6/3 (1998) INHST MTA/MA-025/A16 (2016) DFG Lead (1985)	1B	1B	3 (non recommandée)
2	Spectrométrie d'absorption atomique (SAA-ET)	NIOSH 7105 (1994) MDHS 6/3 (1998) DFG lead (1985) BGI -505-73-1 (2009)	1B	1B	1B
3	Spectrométrie d'émission atomique couplée à un plasma inductif (ICP-AES)	NF ISO 15202-2 (2012) NF ISO 15202-3 (2005) NIOSH 7300 (2003) NIOSH 7301 (2003) NIOSH 7303 (2003) NIOSH 7302 (2014) NIOSH 7304 (2014) NIOSH 7306 (2015) INRS Métropol M-122 (2016) OSHA id125g (2002) OSHA id206 (1991)	1B	1B	1B
4	Spectrométrie de masse couplée à un plasma inductif (ICP-MS)	NF ISO 30011 (2010) IRSST MA 362 (2010) OSHA -1006 (2005)	1A	1A	1A

3208

3. Bibliographie

3209 Anses (2016b) Méthodologie d'évaluation des méthodes de mesure dans l'air des lieux de travail et
3210 l'air intérieur. Rapport du groupe de travail « Métrologie ». Agence nationale de sécurité sanitaire,
3211 Maisons-Alfort, France.

3212 Ashley, Kevin, Korrie J. Mapp, and Mark Millson. 1998. "Ultrasonic Extraction and Field-Portable
3213 Anodic Stripping Voltammetry for the Determination of Lead in Workplace Air Samples." *American
3214 Industrial Hygiene Association Journal* 59 (10):671-679.

3215 Ashley, Kevin. 1995. "Ultrasonic extraction and field-portable anodic stripping voltammetry of lead
3216 from environmental samples." *Electroanalysis* 7: 1189–1192.

3217 HSL – 2002 - Final report on project R48113 – ICP AES methode for metal in air : Pt 2 – analysis –
3218 HSL/2002/05

3219

3220 Références complètes des protocoles

3221 Date du recensement des méthodes : mars 2014 mise à jour mai 2017.

Référence complète	
BGIA 6015	IFA Arbeitsmappe Lieferung 34/2005.13 – IV/2005 - Aufbereitungsverfahren zur Analytik metallhaltiger Stäube
BGI 505-73-01 issued January 2009	Method for the determination of lead and its inorganic compounds – published in The MAK-Collection Part III: Air Monitoring Methods, Vol. 13 - DFG, Deutsche Forschungsgemeinschaft © 2012 Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. Published 2012 by Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA
DFG Lead (completed in 1985)	Lead [Air Monitoring Methods, 1991]." In The MAK - Collection for Occupational Health and Safety – https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/3527600418.am743992e0001 , accede en mars 2014)
NF ISO 15202-1	NF ISO 15202-1 : Juillet 2012 - Air des lieux de travail – Détermination des métaux et métalloïdes dans les particules en suspension dans l'air par spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif – Partie 1 : Échantillonnage
NF ISO 15202-2	NF ISO 15202-2 : mars 2012 - Air des lieux de travail – Détermination des métaux et métalloïdes dans les particules en suspension dans l'air par spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif – Partie 2 : Préparation des échantillons
NF ISO 15202-3	NF ISO 15202-3 : décembre 2005 - Air des lieux de travail – Détermination des métaux et métalloïdes dans les particules en suspension dans l'air par spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif – Partie 3 : Analyse
NF ISO 30011	NF ISO 30011 : décembre 2010 - Air des lieux de travail – Détermination des métaux et métalloïdes dans les particules en suspension dans l'air par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif

HSE MDHS 6/3	HSE – Methods for the Determination of Hazardous Substances (MDHS) guidance – MDHS 6/3 – Lead and inorganic compounds of lead in air - Laboratory method using flame or electrothermal atomic absorption spectrometry – March 1998
HSE MDHS 91/2	HSE – Methods for the Determination of Hazardous Substances (MDHS) guidance – MDHS 91/2 – Metals and metalloids in air by X-ray fluorescence spectrometry – february 2015 (http://www.hse.gov.uk/pubns/mdhs/pdfs/mdhs91-2.pdf , accédé le 03/04/2015)
INRS MétroPol M120	INRS MétroPol M-120/V01 – Métaux et métalloïdes – Juillet 2016 (http://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL_120 , accédé le 07/02/2017)
INRS MétroPol M121	INRS MétroPol M-121/V01 – Métaux et métalloïdes – Juillet 2016 (http://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL_121 , accédé le 07/02/2017)
INRS MétroPol M122	INRS MétroPol M-122/V01 – Métaux et métalloïdes – Juillet 2016 (http://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL_122 , accédé le 07/02/2017)
INRS MétroPol M124	INRS MétroPol M-124 /V01– Métaux et métalloïdes – Juillet 2016 (http://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL_124 , accédé le 07/02/2017)
INRS MétroPol M125	INRS MétroPol M-125/V01 – Métaux et métalloïdes – Juillet 2016 (http://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/fiche.html?refINRS=METROPOL_125 , accédé le 07/02/2017)
INSHT MTA/MA-025/A16	INSHT MTA/MA-025/A16 : 2016 - Determinación de metales y sus compuestos iónicos en aire. Método de captación en filtro / espectrofometría de absorción atómica con llama atómica (http://www.insht.es/InshtWeb/Contenidos/Documentacion/FichasTecnicas/MethodosAnalisis/Ficheros/MA/MA_025_A92.pdf , accédé le 09/05/2017)
IRSST MA 362	Larivière, Pierre ; Bisson, Marie-France ; Barrette, Marie-Claude ; Lesage, Jacques - Détermination de métaux dans l'air des lieux de travail par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS) - Méthodes analytiques / Méthode MA-362, Montréal, IRSST, 2011, 22 pages (http://www.irsst.qc.ca/media/documents/PubIRSST/MA-362.pdf , accédé le 03/04/2015)
NIOSH 7300	NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth Edition, 3/15/03, Method 7300, issue 3 : Elements by ICP (Nitric/Perchloric Acid Ashing) (http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/7300.pdf , accede le 03/04/2015)
NIOSH 7301	NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth Edition, 3/15/03, Method 7301, issue 3 : Elements by ICP (Aqua Regia Ashing) (http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/7301.pdf , accede le 03/04/2015)
NIOSH 7302	NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fifth Edition, 7/21/14, Method 7302, issue 1 : Elements by ICP (Microwave Digestion) (http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/7302.pdf , accede le 03/04/2015)
NIOSH 7302 backup data report	Elements by ICP using Microwave Digestion - NMAM 7302, issue 1 – Backup data report - L C. Stone, J.B. Perkins, D.M. Rogers – final april 17, 2003 - (https://www.cdc.gov/niosh/docs/2014-151/pdfs/bud/7302_bud.pdf , accede le 15/06/2017)

NIOSH 7303	NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth Edition, 3/15/03, Method 7303, issue 1 : Elements by ICP (Hot Block/HCl/HNO ₃ Digestion) (http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/7303.pdf , accede le 03/04/2015)
NIOSH 7304	NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fifth Edition, 6/25/14, Method 7304, issue 1 : Elements by ICP (Microwave Digestion) (http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/7304.pdf http://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/7302.pdf , accede le 03/04/2015)
NIOSH 7304 backup data report	Elements by ICP using Microwave Digestion - NMAM 7302, issue 1 – Backup data report - L C. Stone, J.M. Reynolds, J.B. Perkins, D.M. Rogers – last update 11/20/03- https://www.cdc.gov/niosh/docs/2014-151/pdfs/bud/7304_bud.pdf , accede le 15/06/2017)
NIOSH 7306	NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fifth Edition, 10/09/15, Method 7306, issue 1 : Elements by Cellulosic Internal Capsule Sampler (https://www.cdc.gov/niosh/docs/2003-154/pdfs/7306.pdf , accede le 15/06/2017)
OSHA id121	OSHA Sampling and analytical methods – Method n°ID121 : Metal & Metalloid Particulates In Workplace Atmospheres (Atomic Absorption) – February 2002 (https://www.osha.gov/dts/sltc/methods/inorganic/id121/id121.pdf , accédé le 03/04/2015)
OSHA id125g	OSHA Sampling and analytical methods – Method n°ID125G : Metal and Metalloid Particulates in Workplace Atmospheres (ICP Analysis) – September 2002 (https://www.osha.gov/dts/sltc/methods/inorganic/id125g/id125g.pdf , accédé le 03/04/2015)

3222

3223

3224

3225

Autres références

INRS MétroPol H2	INRS MétroPol H2 : 23/09/04 – Echantillonnages des aérosols – Echantillonnage individuel d'un aérosol par « cassette fermée » (http://www.inrs.fr/inrspub/inrs01.nsf/inrs01_metropolMeth_view/58F18758F0293F75C1256D5C0041E704/\$File/MetH2.pdf , accédé le 26/10/2015)
NF X 43-257 - 2008	Qualité de l'air - Air des lieux de travail - Prélèvement d'aérosol à l'aide d'une cassette (orifice 4 mm)
NF X 43-259 - 1990	Qualité de l'air - Air des lieux de travail - Prélèvement individuel ou à poste fixe
NF X 43-275 - 2002	Qualité de l'air – Air des lieux de travail – Dosage d'éléments présents dans l'air des lieux de travail par spectrométrie atomique
FD CEN/TR 15230 : 2005	Atmosphères de lieux de travail - Guide pour l'échantillonnage des fractions d'aérosols inhalables, thoraciques et alvéolaires
NT 764 (Notas Técnicas de Prevencion)	« Evaluación de la exposición laboral a aerosoles (II): muestreadores personales de las fracciones del aerosol » (http://www.insht.es/InshtWeb/Contenidos/Documentacion/FichasTécnicas/NTP/Ficheros/752a783/ntp-764.pdf)

NF EN 13890 - 2009	Exposition sur les lieux de travail - Procédures pour le mesurage des métaux et métalloïdes dans les particules en suspension dans l'air - Exigences et méthodes d'essai
NF EN 1076	NF EN 1076 : Janvier 2010 – Exposition sur les lieux de travail - Procédures pour le mesurage des gaz et vapeurs à l'aide de dispositifs de prélèvement par pompage - Exigences et méthodes d'essai
NF EN 482 + A1 - 2015	Exposition sur les lieux de travail - Exigences générales concernant les performances des procédures de mesure des agents chimiques

3226

3227

3228

3229

Document pour consultation

ANNEXES

Document pour consultation

Annexe 1 – Lettre de saisine

2013-SA-0042


LIBERTÉ • ÉGALITÉ • FRATERNITÉ
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

COURRIER ARRIVÉ
14 MARS 2013
DIRECTION GÉNÉRALE

Ministère du travail, de l'emploi, de la formation professionnelle et du dialogue social


Direction
générale du travail
DGT

Service des relations et des
conditions de travail
SRCT

Sous-direction des conditions
de travail, de la santé et de la
sécurité au travail
CT

Bureau des risques
chimiques, physiques et
biologiques
CT2

39-43, Quai André-Chevreton
75002 Paris Cedex 12

Téléphone : 01 44 39 26 72
01 44 39 24 69

Télécopie : 01 44 39 23 48
Services d'informations
au public :
Internet : www.travail.gouv.fr

Le directeur général du travail

à

Monsieur Marc MORTUREUX
Directeur général de l'Agence nationale de
sécurité sanitaire de l'alimentation, de
l'environnement et du travail
27-31 avenue du Général Leclerc
94701 Maisons-Alfort Cedex

Copie :

Mme Patricia BLANC, directrice générale
de la prévention des risques
M. Jean-Yves GRALL, directeur général
de la santé
M. Patrick DEHAUMONT, directeur général
de l'alimentation
Mme Nathalie HOMOBONO, directrice
générale de la concurrence, de la
consommation et de la répression des fraudes

Paris, le 11 MARS 2013

Affaire suivie par : Olivier Calvez
Tél : 01 44 38 31 31
Mél : olivier.calvez@dgt.travail.gouv.fr
Objet : saisine relative à une mission d'expertise sur la valeur limite d'exposition professionnelle et la valeur limite biologique du plomb et ses composés

Par courrier du 25 janvier 2013, vous m'avez transmis la copie de l'avis et du rapport relatifs à la saisine de la direction générale de la santé et la direction générale de la prévention des risques sur les effets sur la santé associés à des plombémies inférieures à 100 µg/L de sang.

Un rapport de 2010 publié par l'Autorité européenne de sécurité des aliments (EFSA) montre des effets neurotoxiques, cardiovasculaires et rénaux pour des plombémies inférieures à 100 µg/L de sang.

Le comité d'experts spécialisés (CES) a retenu comme effet critique les effets rénaux chez l'adulte et a considéré qu'une valeur de plombémie de 15 µg/L de sang permet de protéger la population entière, y compris les enfants, contre l'ensemble des effets sur la santé du plomb.

Au regard de ces nouvelles données établies par des études scientifiques récentes, l'agence recommande de revoir l'ensemble des valeurs de référence pour le plomb, y compris celles applicables en milieu de travail.

Annexe 2- partie A : Analyse de la métrologie des études de terrain utilisées dans le rapport de Safe Work Australia : « Review of hazards & health effects of inorganic lead – implications for WHS regulatory policy »

Rapporteur 1 :

Référence : L. Bishop & W. J. Hill. *A study of the relationship between blood lead levels and occupational air lead levels. The American Statistician, 1983, 37, 471 – 475*

Etude statistique réalisée à partir de données d'exposition (PbA) et de données de plombémie (PbS) sur des ouvriers employés dans 6 usines de fabrication de batteries entre 1975 et 1981. Sur cette période, l'OSHA a diminué la valeur limite de 200 à 50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$. On déduit de l'article que les entreprises à partir de 1979 ont mis en place des équipements de protection individuelle (EPI) pour respecter la valeur limite. Les données sont censurées en fonction de l'année et des concentrations atmosphériques : avant 1979, seuls les individus avec une concentration < 200 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ sont pris en compte, car au-delà les auteurs supposent qu'ils portent un équipement de protection respiratoire (EPR). A partir de 1980, ils ne prennent en compte que les individus présentant des PbA > 50 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ car ils supposent qu'ils portent un EPR. C'est un biais important de l'étude.

Aucune indication n'est fournie ni sur l'origine des données (a priori il s'agit de données fournies par les entreprises) ni sur les techniques de prélèvement et d'analyse. Les données PbA correspondent à des prélèvements individuels sur 8h. Dans le cas de PbS et PbA il s'agit de moyennes mensuelles individuelles (nb de mesures inconnu) comprises entre 10 – 175 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ et 21 – 61 $\mu\text{g}/\text{dL}$ respectivement (détermination graphique pour l'année 1978) et diminuent dans la majorité des usines sur la période étudiée (6 ans).

Conclusion : En l'absence d'informations complémentaires, cette étude ne présente, d'un point de vue métrologie, aucune garantie qui permette de prouver la robustesse des données de PbA et PbS.

Référence : M.K. Williams, E. King, J. Walford, *An investigation of lead absorption in an electric accumulator factory with the use of personal samplers. Brit. J. Industr. Med., 1969, 26, 202-216.*

Etude sur une population de 39 ouvriers (hommes uniquement) d'une usine de batteries au plomb. Les prélèvements individuels ont été réalisés à l'aide d'un dispositif de collecte muni d'une pompe et d'un porte-échantillon (Personal air Sampler, Casella) fonctionnant à un débit de 1.54 L/min en moyenne. La fraction prélevée est inconnue même si une publicité mentionne la séparation de la fraction alvéolaire de la fraction non alvéolaire à partir d'un nuage de poussière (*Ann. Occup. Hyg., 12, 2, pp. ?*). Le prélèvement est réalisé sur la durée du poste de travail, pause comprise sur 2 semaines (soit 387 résultats). Le support de prélèvement est inconnu (« filter disc »). L'analyse est réalisée par polarographie sans indication sur la LOQ.

Des prélèvements sanguins quotidiens ont été réalisés uniquement la 2^{ème} semaine à l'aide d'une seringue plastique jetable et d'un flacon PE « décontaminé » contenant un anticoagulant. L'analyse du PbS est réalisée par spectrophotométrie visible (515 nm) après ajout de réactifs. L'étendue de la technique d'analyse est comprise entre 23 et 163 $\mu\text{g}/\text{dL}$.

Les concentrations moyennes en PbA (ramenées à un prélèvement sur 8h) sont comprises entre 9 (groupe contrôle) et 218 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ selon l'activité du salarié. Les concentrations en PbS sont comprises entre 27.2 (groupe contrôle) et 74.2 $\mu\text{g}/\text{dL}$.

Conclusion : Les concentrations en PbS et PbA du groupe contrôle (secteur plastique) sont clairement distinctes de celles des ouvriers exposés au Pb et montrent que les techniques analytiques utilisées sont suffisamment sensibles compte-tenu des niveaux mesurés. L'utilisation d'un dispositif de collecte d'aérosol individuel est un plus, bien que ni la fraction collectée ni l'efficacité de collecte ne soient connues. Par ailleurs, une correction d'environ 23% sur les concentrations en PbA est effectuée pour prendre en compte la variation de débit de la pompe avec et sans capteur ce qui augmente l'incertitude sur les valeurs de PbA. Malgré ces réserves, les résultats métrologiques de cette étude peuvent être pris en compte.

Référence : F. Pierre, C. Vallayer, F. Baruthio, A. Peltier, S. Pale, J. Rouyer, P. Goutet, B. Aubrège, C. Lecossois, C. Guillemin, J.M. Elcabache, B. Verelle, J.F. Fabriès. Specific relationship between blood lead and air lead in the crystal industry. Int. Arch. Occup. Environ. Health, 2002, 75, 217-223.

Etude sur une population de 131 ouvriers (98 hommes et 33 femmes) parmi 8 cristalleries en France. 7 groupes ont été formés suivant l'activité des salariés dont 1 groupe de salariés indirectement exposés.

Un seul prélèvement individuel a été réalisé par salarié sur l'intégralité du poste de travail. Les prélèvements ont été réalisés à l'aide d'une cassette fermée de 37 mm munie d'un filtre en fibres de quartz à un débit de prélèvement de 1 L/min. La fraction prélevée est assimilable à la fraction inhalable compte-tenu de la granulométrie des aérosols déterminée en parallèle à l'aide d'un impacteur MARPLE (diamètre aérodynamique moyen < 10 µm). La concentration en plomb est déterminée par spectrométrie d'absorption atomique après minéralisation des particules dans la cassette (prise en compte des dépôts sur les parois).

Les prélèvements sanguins ont été effectués 5 semaines après les prélèvements atmosphériques (durée de métabolisation du plomb) sur l'ensemble des 131 salariés suivis plus un groupe référence de 21 personnes employées dans une entreprise de la même région) à l'aide de containers sans Pb et de l'héparine comme anticoagulant. Les échantillons sont transportés au laboratoire dans les 5 h suivant leurs prélèvements et congelés à -20°C jusqu'à leur analyse. L'analyse en plomb est réalisée par spectrométrie d'absorption atomique à atomisation électrothermique (ETAAS), méthode très sensible. L'analyse est réalisée par appariement de matrice des solutions étalons dans du sang humain « low-level » (NDLR faible concentration en Pb probablement).

La moyenne géométrique des concentrations en PbA est comprise entre 28 (groupe exposition indirecte) et 248 µg/m³ (étendue 1 - 2134 µg/m³) selon l'activité du salarié. La moyenne géométrique des concentrations en PbS est comprise entre 18.1 (groupe exposition indirecte) et 35.0 µg/dL (étendue 10.9 – 61.3 µg/dL), celle du groupe référence est de 92 µg/dL (étendue 5.5 – 17.8 µg/dL).

Une bonne corrélation est retrouvée entre PbA et PbS dans ce cas mais plus faible que celle trouvées dans la littérature notamment dans les usines de fabrication de batteries ce qui amènent les auteurs à conclure 1) que le PbA dans les cristalleries est biodisponible mais à un moindre degré du fait de sa solubilité plus faible liée à sa spéciation (combinés à des silicates). Le mode de minéralisation (utilisation de HF - NDLR non indiqué dans la publication) permet cependant de prendre en compte ce Pb.

Conclusion : La méthodologie utilisée pour cette étude est robuste et les résultats métrologiques sont fiables, utilisant des techniques validées et éprouvées. C'est par ailleurs l'étude la plus récente. Elle est cependant limitée à un secteur d'activité particulier.

Référence : E. King, E. Conchie, D. Hiatt, B. Milligan. Industrial lead absorption. Ann. Occup. Hyg., 1979, 22, 213-239.

Etude sur une population de 81 ouvriers (hommes uniquement) dans 3 usines distinctes : 1) usine de batteries au plomb (19 salariés suivis), 2) usine de pigments (34 salariés) et 3) fonderie Pb-Zn

(48 salariés). Ces salariés ont été suivis entre 8 et 12 semaines selon la période de prélèvement vers 1974 – 1975.

Les prélèvements d'air ont été réalisés à l'aide d'un impacteur en cascade individuel (Casella cascade impactor) fonctionnant à un débit de 2.5 L/min. Il est équipé de 4 étages d'impaction (lames de verres « graissées » au glycérol) et d'un filtre terminal en fibre de verre. Les classes granulométriques des particules prélevées sur les étages d'impaction sont successivement 18 µm, 11 - 20 µm (moyenne 14 µm), 3.6 - 9 µm (moyenne 6 µm) et 0.7 – 5 µm (moyenne 1.4 µm). Les particules sont extraites séquentiellement des supports d'impaction et du filtre terminal avec H₂O, puis HCl 0.1N, puis HCl 1N et enfin HCl 10 N. Cette extraction séquentielle est réalisée pendant 50 min à température ambiante en mélangeant 1 g de sable fin, le support de prélèvement et 10 mL de réactif. A la fin de chaque cycle, le surnageant est extrait après centrifugation et le réactif suivant est ajouté. La concentration en PbA total est donc la somme de tous les fractions en taille et en solubilité (16 fractions car le filtre terminal est traité avec le dernier support d'impaction). L'analyse en Pb est réalisée par spectrométrie d'absorption atomique flamme (FAAS). Les prélèvements atmosphériques sont réalisés sur une journée entière ou sur un poste de travail une fois par semaine (10 prélèvements max par opérateur de jour sur l'ensemble de l'étude, moins sur un opérateur posté).

Les résultats en concentration en PbA sont à considérer avec précaution pour les raisons suivantes :

- L'orifice d'entrée de l'impacteur a été modifié et la fraction collectée est donc modifiée ;
- En raison notamment du dépôt sur les parois, un impacteur n'est pas un dispositif fiable pour la détermination quantitative de la concentration d'un agent chimique dans l'air des lieux de travail (sous-estimation) ;
- La sous-estimation de la concentration est renforcée par le nombre de supports et d'étapes de préparation avant analyse (perte de matière ou récupération incomplète en fin de manip avec une partie des particules et de la solution piégées dans la porosité du sable) ;
- La méthode finale d'extraction (HCl 10N à température ambiante) ne permet pas de garantir la dissolution complète des particules contenant du Pb, notamment les plus réfractaires (issues de la fonderie ou de la fabrication de pigments)

Pour l'ensemble de ces raisons, la concentration réelle en PbA est certainement sous-estimée dans cette étude.

Les prélèvements sanguins sont effectués à l'aide d'une seringue contenant de l'héparine et servant ainsi de container pour le transport et la conservation de l'échantillon. 2 méthodes d'analyse sont utilisées pour déterminer PbS : la technique dite du « punched disc » (le sang est déposé sur un disque, et après séchage, le disque est découpé et Pb analysé par spectrométrie d'absorption atomique (AAS)), et la technique dithizone (formation d'un complexe coloré avec les ions Pb en milieu basique et analyse par spectrophotométrie visible LOQ 0.3 µg/dL). 1/3 des échantillons (usine 3) ont été analysés par 3 laboratoires différents avec des résultats cohérents mais sans précision sur la méthode utilisée.

Les concentrations en PbA sont comprises entre 34 et 1145 µg/m³ environ et les concentrations en PbS entre 22 et 90 µg/dL environ (détermination graphique). Il n'y a pas de différence significative dans la corrélation PbA-PbS en considérant la solubilité ou la taille par rapport au plomb total. La discussion a ainsi été restreinte au plomb total et aucune corrélation entre PbS-PbA n'a pu être établie, suggérant l'importance de l'absorption gastro-intestinale de particules grossières peu solubles.

Conclusion : La détermination de la concentration en plomb atmosphérique souffre de beaucoup de lacunes même si l'approche pouvait sembler intéressante (prise en compte de la solubilité et la taille des particules). Une détermination indépendante de PbA avec une méthode conventionnelle aurait sûrement aidé à une meilleure interprétation des données.

Référence : P.S. Gartside, C.R. Buncher, S. Lerner. Relationship of air lead and blood lead for workers at an automobile battery factory. Int. Arch. Occup. Environ. Health, 1982, 50, 1-10.

Etude sur 3 ans (1974-1976) sur une population de 972 ouvriers en 1974 (dont 25 femmes), 926 en 1975 (dont 12 femme) et 762 en 1976 dans une usine de fabrication de batteries pour voiture. Seules les analyses de 751 salariés restés 3 ans dans le même département ont cependant été prises en compte dans l'analyse des résultats.

Les prélèvements d'air ont été réalisés à l'aide de dispositif de prélèvement d'ambiance mobile de 1974 à mai 1976 puis à l'aide de dispositifs individuels de décembre 1975 à fin 1976. Les prélèvements sanguins ont été effectués à une fréquence inférieure ou égale à 1 mois (0 à 12 prélèvements par an par salarié, 5 salariés avec plus d'un prélèvement dans un mois). Les analyses en Pb ont été réalisées en interne de 1974 à février 1976 puis par un laboratoire extérieur à partir de février 1976.

Aucune autre information n'est disponible concernant les méthodes de prélèvements et d'analyses.

98.6% des concentrations en PbA sont inférieures à 300 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (moyenne arithmétique 115 $\mu\text{g}/\text{m}^3$) et 99.8% de concentrations en PbS inférieures à 80 $\mu\text{g}/\text{dL}$ (moyenne arithmétique 43 $\mu\text{g}/\text{dL}$).

L'analyse de la relation PbA-PbS a cependant été limitée à l'année 1976 en ne considérant que les prélèvements individuels suivis dans les 30 jours suivants au maximum d'un prélèvement sanguin, ce qui correspond à 132 valeurs pour 94 salariés du même département. Pour ces données, les concentrations en PbA sont comprises entre 9 et 362 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ environ et les concentrations en PbS entre 22 et 72 $\mu\text{g}/\text{dL}$ environ (détermination graphique). A partir des données exploitables, les auteurs conclut que les variations en PbA n'expliquent que 9% de la variation en PbS et que de nombreuses données manquent.

Conclusion : En l'absence d'informations complémentaires, cette étude ne présente, d'un point de vue métrologie, aucune garantie qui permette de prouver la robustesse des données de PbA et PbS.

Référence : C. Chavalitnikul, L. Levin, L.C. Chen. Study and models of total lead exposures of battery workers. Am. Ind. Hyg. Assoc., 1984, 45, 802-808.

Etude sur 2 semaines sur une population de 16 ouvriers + 4 contrôles dans une usine de fabrication de batteries.

Un prélèvement individuel a été réalisé par salarié et par jour sur l'intégralité du poste de travail, pause déjeuner comprise. Les prélèvements ont été réalisés à l'aide dispositif de prélèvement muni d'un filtre en esters de cellulose de 37 mm de diamètre à un débit de prélèvement compris entre 1.5 et 2 L/min. En l'absence d'information concernant le dispositif de collecte, la fraction prélevée n'est pas connue. Les auteurs renvoient sur le manuel du NIOSH (NMAM) sans préciser la méthode utilisée. 5 salariés du département collage portent un EPR et environ 2 personnes (20% de 11) dans le département assemblage.

Un prélèvement sanguin a également été réalisé par salarié et par jour pendant les 2 semaines de l'étude. Des prélèvements surfaciques (mains, visages, surfaces de travail) ont également été réalisés.

Les concentrations en PbA (moyenne et étendue) sont de 1.8 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (1.6 – 2.1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$) pour le groupe contrôle, 71.2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (16.1 – 164.8 $\mu\text{g}/\text{m}^3$) pour le département assemblage et 99.9 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (90.6 – 114.2 $\mu\text{g}/\text{m}^3$) pour le département collage. Les concentrations en PbS (moyenne et étendue) sont de 12.2 $\mu\text{g}/100\text{g}$ (<10 - 17 $\mu\text{g}/100\text{g}$) pour le groupe contrôle, 34.4 $\mu\text{g}/100\text{g}$ (25 - 51 $\mu\text{g}/100\text{g}$) pour le département assemblage et 41 $\mu\text{g}/100\text{g}$ (38 - 49 $\mu\text{g}/100\text{g}$) pour le département collage. L'analyse de variance indique qu'il n'y a pas d'influence du port d'un EPR.

Une bonne corrélation PbA-PbS (moyenne individuelle) a été identifiée même si celle-ci est fortement influencée par la présence de 2 groupes distincts (exposés/non exposés).

Conclusion : La méthodologie utilisée pour cette étude semble robuste avec la prise en compte de la contamination surfacique et les résultats métrologiques semblent fiables, utilisant a priori des techniques validées et éprouvées (référence au NMAM sans plus de détail). Une meilleure description des méthodes serait cependant un plus. Elle est cependant limitée à un secteur d'activité particulier et à une faible population étudiée.

Evaluation de la métrologie utilisée lors des études de terrain

Référence	Qualité métrologique	Commentaires
Bishop & Hill (1983)	--	Absence d'information
Williams <i>et al.</i> (1969)	+	Quelques réserves sur PbA
Pierre <i>et al.</i> (2002)	+++	
King <i>et al.</i> (1979)	-	Biais probable sur PbA
Gartside <i>et al.</i> (1982)	--	Absence d'information
Chavalitnitikul <i>et al.</i> (1984)	++	

Rapporteur 2 :

Pierre, F., Vallayer, C., Baruthio, F., Peltier, A., Pale, S., Rouyer, J., Goutet, P., Aubrège, B., Lecossois, C., Guillemin, C., Elcabache, J.-M., Verelle, B. and Fabriès, J.-F. (2002). Specific relationship between blood lead and air lead in the crystal industry. *International Archives of Occupational and Environmental Health*. 75 (4): 217-223.

Les expositions ont été mesurées par prélèvement individuel de la fraction inhalable (cassette fermée de 37 mm, filtre microfibrilles de quartz) à un débit de prélèvement régulé de 1l/min sur la totalité du poste de travail dans une usine de fabrication d'objets en cristal. L'analyse est réalisée par spectrométrie d'absorption atomique après désorption des particules piégées sur le filtre et sur les parois internes de la cassette de prélèvement.

La distribution des tailles de particules a été obtenue par prélèvement individuel à l'aide d'un impacteur à 8 étages de type Marple, afin de déterminer les fractions inhalable et respirable.

Cette étude présente une métrologie atmosphérique de très bonne qualité en raison de la nature et de la durée des prélèvements, la prise en compte des particules déposées sur les parois de la cassette et une technique d'analyse suffisamment sensible.

Chavalitnitikul, C., Levin, L. and Chen, L.-C. (1984). Study and models of total lead exposures of battery workers. *American Industrial Hygiene Association Journal*. 45 (12): 802 - 808.

Les expositions ont été mesurées par prélèvement individuel de la fraction inhalable (cassette fermée de 37 mm, filtre ester de cellulose) à un débit de prélèvement régulé de 1,5-2l/min sur la totalité du poste de travail, y compris le temps du repas dans une usine de fabrication d'accumulateurs au plomb. L'analyse est réalisée par spectrométrie d'absorption atomique a priori sans désorption des particules piégées sur le filtre et sur les parois internes de la cassette de prélèvement.

Cette étude présente une métrologie atmosphérique de bonne qualité en raison de la nature et de la durée des prélèvements. La technique d'analyse est suffisamment sensible et précise. Par contre la non-prise en compte des particules déposées sur les parois de la cassette conduit probablement à une sous-estimation des niveaux d'exposition.

Gartside, P. S., Buncher, C. R. and Lerner, S. (1982). Relationship of air lead and blood lead for workers at an automobile battery factory. *International Archives of Occupational and Environmental Health*. 50 (1): 1-10.

Les mesures d'exposition ont été réalisées par prélèvements d'ambiance et individuels sans aucune précision sur le dispositif de prélèvement et la technique d'analyse mise en œuvre dans une de fabrication d'accumulateurs au plomb. Il n'est pas possible d'estimer la fraction prélevée et l'exploitation des résultats est réalisée indépendamment en fonction du type de prélèvement : individuel ou ambiance. Cette approche entraîne probablement une sous – estimation des niveaux d'exposition.

Compte tenu des informations manquantes dans cet article cette étude ne doit pas être retenue pour dériver une VLEP.

King, E., Conchie, A., Hiatt, D. and Milligan, B. (1979). Industrial lead absorption. *Annals of Occupational Hygiene*. 22 (3): 213-239.

L'étude a été menée dans trois sites différents : fabrication de batteries, fabrication de pigments pour la poterie et raffinage des minerais de plomb ou de zinc. Les expositions ont été mesurées par prélèvement individuel à l'aide d'un impacteur en cascade Casella à un débit de 2.5l/min. Les fractions prélevées sont similaires à celles collectées avec une cassette fermée. Les prélèvements

ont couvert toute la durée du poste de travail avec une interruption pendant la pause déjeuner. L'analyse est réalisée par spectrométrie d'absorption atomique après extraction séquentielle des particules piégées sur chaque étage d'impaction avec des solutions d'acide chlorhydrique de normalités différentes.

Cette étude présente une stratégie de prélèvement de bonne qualité en raison de la nature et de la durée des prélèvements, de la prise en compte de la distribution granulométrique des particules et leur solubilité. Par contre bien que la technique d'analyse soit suffisamment sensible et adaptée, l'extraction séquentielle à froid avec des solutions d'HCl, le manque d'informations sur les rendements d'extraction ne garantit pas une fiabilité élevée sur les résultats.

Williams, M.K., King, E. and Walford, J. (1969). An investigation of lead absorption in an electric accumulator with use of personal samplers. British J. Industrial Medicine. 26:202-216.

Les mesures d'exposition ont été réalisées par prélèvement individuel à l'aide d'un système Casella sur filtre dont il n'est pas évident de déterminer l'efficacité. L'analyse est ensuite effectuée par polarographie, méthode peu sensible. Cette étude ne doit pas être retenue en raison de la fiabilité des résultats liée à des corrections du débit de prélèvement pour des appareils de prélèvement peu performants en matière de régulation de débit.

Bishop, L. and Hill, W. J. (1983). A Study of the Relationship Between Blood Lead Levels and Occupational Air Lead Levels. The American Statistician. 37: 471-475.

Peu de renseignements si ce n'est que les mesures ont été réalisées par prélèvement individuel, sans d'autres informations sur la technique d'analyse, le système de prélèvement et la durée d'échantillonnage. Les auteurs eux-mêmes se posent des questions sur la fiabilité des résultats de mesures d'exposition («if air lead levels were deliberately manipulated...») et estiment que la relation exposition atmosphérique /plomb sanguin est biaisée par les conditions d'hygiène et l'ingestion de particules de plomb.

Cette étude ne devrait pas être retenue.

Proposition de classement des études en fonction de la qualité de la métrologie atmosphérique.

Reference	Description	Qualité Métrologie
Pierre et al. (2002)	Cross section study. Crystal factory	++++
Gartside et al. (1982)	Cross section study. Battery factory	--
King et al. (1979)	Battery factory Dye/pigment production Lead/zinc smelter	+
Bishop et Hill (1983)	Cross section study. 6 battery factories	--
Chavalitnikul et al. (1984)	Cross section study. Battery factory	+++
Williams et al. (1969)	Cross section study. Battery factory	-

Annexe 3 partie B : Support technique : présentation détaillée des méthodes de mesure dans l'air des lieux de travail

Document pour consultation

Annexe 3 B.1 : Méthode n°1 : Détermination des composés du plomb par absorption atomique – flamme (SAAF)**Tableau 37 : Paramètres descriptifs de la méthode n°1**

Description		DFG Lead	OSHA id 121	MDHS 6/3	NIOSH 7082	MTA/MA-025/A16	norme FD ISO 8518	MTA/MA-011/A87	MétoPol M121
Gaz/vapeur - Aérosol - Mixte		fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable
Prélèvement	Actif / passif	actif	actif	actif	actif	actif	actif	actif	actif
	Système de prélèvement	Dispositif de prélèvement individuel non précisé; Filtre en nitrate de cellulose $\varnothing=37$ mm et porosité 0,8 μ m.	Cassette fermée 37 ou 25 mm Filtre en MCE- $\varnothing=37$ ou 25 mm de porosité 0,8 μ m + tampon de cellulose	Tête de la fraction inhalable Filtre en MCE de porosité 0,8 μ m	Cassette fermée 37 mm Filtre en MCE- $\varnothing=37$ mm de porosité 0,8 μ m + tampon de cellulose	Filtre à membrane	N.R.	Cassette fermée 37 ou 25 mm Filtre en MCE- $\varnothing=37$ mm de porosité 0,8 μ m	Cassette fermée 37 mm Filtre fibres de quartz- $\varnothing=37$ mm (conformité à la norme NF X 43257)
	Débit	2 L.min ⁻¹	2 L.min ⁻¹	fonction de la tête de prélèvement	entre 1 et 4 L.min ⁻¹	N.R.	N.R.	de 1 à 4 L.min ⁻¹	2 L.min ⁻¹
	Volume	480 litres	480 à 960 litres	N.R.	200 à 1500 litres	N.R.	N.R.	200 à 1200 litres	120 à 240 litres
	Durée	240 min	240 à 480 min	N.R.	8 heures	N.R.	N.R.		N.R.
	Analyse	Préparation échantillon	Mise en solution dans un mélange HNO ₃ /eau (1:1); Chauffage sur plaque chauffante (T=180°C) jusqu'à évaporation (3mL); Répéter l'opération avec l'ajout de 3 mL de HNO ₃ concentré; Rinçage puis volumage à 50 mL.	Mise en solution dans 3 à 5 mL de HNO ₃ : Mise sur plaque chauffante (évaporation à 1 mL; Ajout de 1 à 2 mL de HNO ₃ ; évaporation sur plaque chauffante à 1 mL; Volumage à 25 mL	Mise en solution dans 5 mL HNO ₃ (1+1) + 100 μ L de H ₂ O ₂ ; Chauffage sur plaque chauffante (T=150°C) jusqu'à évaporation (1 mL). Récupération par rinçage et volumage à 10 mL	Mise en solution dans 3 mL HNO ₃ + 1 mL H ₂ O ₂ (30%); Chauffage sur plaque chauffante (T=140°C); évaporation à 0,5 mL; Refaire 2 fois l'opération avec ajout de 2 mL HNO ₃ + 1 mL H ₂ O ₂ (30%) à chaque fois; évaporation à 0,5 mL; Volumage à 10 mL	Mise en solution dans 5 mL HNO ₃ concentré; Chauffage sur plaque chauffante (T=140°C); évaporation; Ajouter HNO ₃ et refaire l'opération, chauffage, puis évaporation à 0,5-1 mL; Volumage à 10 mL	minéralisation par micro ondes, ultrasons plaque chauffante	Mise en solution dans 5 mL HNO ₃ + 1 mL H ₂ O ₂ (30%); Chauffage sur plaque chauffante (T=140°C); évaporation à 0,5 mL; Refaire l'opération avec ajout de HNO ₃ concentré; puis chauffage à 100°C pour compléter la dissolution; évaporation à 1 mL; Volumage à 10 mL
Technique d'analyse		AA: flamme et électrothermique	AA: flamme	AA: flamme et électrothermique	AA: flamme	AA: flamme	AA: flamme et électrothermique	AA: flamme	AA: flamme et électrothermique
Paramètres analytiques		Flamme : Lampe au deutérium; $\lambda=283$ nm; mélange air/acétylène; courant de la lampe (selon constructeur)	Flamme air/acétylène; lampe à cathode creuse; $\lambda=283$ nm	Flamme air/acétylène; lampe à décharge; $\lambda=217$ nm	Flamme air/acétylène; lampe à décharge; $\lambda=217$ nm	Flamme air/acétylène; lampe à décharge; $\lambda=217$ nm	Flamme air/acétylène; lampe à décharge; $\lambda=217$ nm	Flamme air/acétylène; lampe à cathode creuse ou à décharge; $\lambda=283$ nm ou 217 nm	Flamme air/acétylène; lampe à décharge; $\lambda=283,3$ nm

Tableau 38 : Données de validation de la méthode n°1

Données de validation	DFG Lead	OSHA id 121	MDHS 6/3	NIOSH 7082	MTA/MA-025/A16	norme FD ISO 8518	MTA/MA-011/A87	MétoPol M121
Domaine de validation	100 et 200 µg.m ⁻³	20 à 40 µg/filtre	Flamme : de 0.9 à 288 µg/filtre	10 à 200 µg/filtre	5 à 200 µg/filtre	Flammé : de 1 à 200 µg/filtre	50 à 1000 µg.m ⁻³ pour 200L	10 à 200 µg.m ⁻³
Coefficient de désorption / Efficacité de désorption	-	-	-	-	-	-	-	-
Taux de récupération	Dopage avec une solution au niveau de 48 µg (N= 10); taux moyen : 96-99% (flamme)	Dopage (N=300) avec une solution sur des niveaux de 20 - 40 µg : 99.3 ±4,7%	Flamme (N= 130) : dopage de 0.9 à 288 µg/filtre (103.9±4.9)%	Dopage de 18 à 72 µg/filtre : 98% Dopage à 200 µg dans différentes conditions de minéralisation et pour différents composés du plomb dont des matériaux de référence : Pb / HNO3 : 92 ± 4% Pb/HNO3 + H2O2 : 103 ± 3% PbO /HNO3 : 93 ± 4% PbS/ HNO3 : 93 ± 5% PbO2 /HNO3 : 82 ± 3% PbO2/ HNO3 + H2O2: 100 ± 1% Pb in paint* /HNO3 : 95 ± 6 Pb in paint* /HNO3 + H2O2: 95 ± 6%	N.R.	N.R.	données du NIOSH 7082	N.R.
Données de validation expérimentale du débit d'échantillonnage	-	-	-	-	-	-	-	-
Capacité / Volume de claquage	-	-	-	-	-	-	-	-
Linéarité de réponse du détecteur (instrument d'analyse)	entre 1 et 5 µg.mL ⁻¹	de 0.5 à 20 µg.mL ⁻¹	de 0,09 à 5 µg.mL ⁻¹	de 0,25 à 20 µg.mL ⁻¹	N.R.	N.R.	de 0,25 à 20 µg.mL ⁻¹	N.R.
Essais de conservation et de stockage avant analyse	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.
Conditions environnementales	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.

Données de validation		DFG Lead	OSHA id 121	MDHS 6/3	NIOSH 7082	MTA/MA-025/A16	norme FD ISO 8518	MTA/MA-011/A87	MétroPol M121
Sélectivité		aucune interférence attendue	Étude de l'influence d'éléments métalliques (Al, Be, Th, Zr) et d'anions (PO ₄ ³⁻ , CO ₃ ²⁻ , I ⁻ , F ⁻) sur le résultat analytique.	N.R.	N.R.	Analyse : interférences des anions (SO ₄ ²⁻ , PO ₄ ³⁻ , I ⁻ , F ⁻ , CO ₃ ²⁻ et interférences spectrales, d'absorption non spécifiques et d'ionisation.	N.R.	Interférence des anions : CO ₃ ²⁻ , PO ₄ ³⁻ , I ⁻ , F ⁻ , CH ₃ COO ⁻ (si des concentrations 10 fois plus élevées que la concentration de plomb), ajouter 1 mL de solution Na ₂ -EDTA avant dilution avec de l'acide nitrique. Interférence : Ca ²⁺ ou SO ₄ ²⁻ dans des concentrations élevées (10 fois la concentration de plomb), ajouter le lanthane à une concentration de 1 mg/La/mL	N.R.
Spéciation		non	non	non	non	non	non	non	non
Conditions de détermination de VLEP-8h	Estimation de l'incertitude élargie	Analyse : répétabilité à partir de dopage de filtres aux niveaux de 100 et 200 µg.m ⁻³ en flamme ; Sr=4.6- 2.7% mean variation (u) : 6,4 - 10,4%	Analyse : coefficient of variation (N=300) : 4.7% entre 20 et 40 µg /filtre.	overall uncertainty : < 28% (flamme) (NF EN 482)	Analyse : overall precision: 7.2% (aérosol de plomb) et 6.8% (brouillard de plomb) pour un domaine de concentration comprise entre 0.13 et 0.4 mg.m ⁻³ (aérosol) et comprise entre 0.15 et 1.7 mg.m ⁻³ (brouillard)	N.R.	Flamme : répétabilité < 10% (niveaux entre 0.9 et 2.25) et < 3% (niveaux entre 3.6 et 288 µg)	données du NIOSH 7082	N.R.
		N.R.	-	Echantillonnage : 5% ; Prélèvement : 5% ; Analyse : Flamme : <10% (de 0,9 à 2.25 µg) et < 3% (de 3.6 à 288 µg)	Biais : -3.1% ; Justesse : 17.6%	N.R.	N.R.	N.R.	
	Limite de détection	LQ= 33 µg.m ⁻³ (flamme)	C= 0.05 µg.mL ⁻¹ ; V = 25 mL	N.R.	LOD= 2.6 µg/filtre (valeur estimée et non validée)	0,3 µg/filtre	Flamme : C= 0.5 µg.m ⁻³ (Vair=480 L)	données du NIOSH 7082	N.R.
		V air = 480 litres	analytical DL	N.R.	N.R.	méthode des blancs filtres et V = 200 litres	Flamme : LD= 0.25/filtre ; Four LD=0.003 µg/filtre	données du NIOSH 7082	N.R.

Données de validation		DFG Lead	OSHA id 121	MDHS 6/3	NIOSH 7082	MTA/MA-025/A16	norme FD ISO 8518	MTA/MA-011/A87	MétroPol M121
	Limite de quantification	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	0,8 µg/filtre	Flamme : C= 1,75 µg.m ⁻³ (Vair=480 L)	N.R.	N.R.
		N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	méthode des blancs filtres et V = 200 litres	Flamme : LD= 0,84/filtre; Four LD=0,01 µg/filtre	N.R.	N.R.
Conditions de détermination de VLCT-15min	Estimation de l'incertitude élargie	-	-	-	-	-	-	-	-
		-	-	-	-	-	-	-	-
	Limite de détection	-	-	Flamme: 0,025 µg.mL ⁻¹ pour V = 10 mL 8,4 µg.m ⁻³ pour V = 30 litres d'air	-	-	-	-	-
		-	-	à partir des blancs filtres	-	-	-	-	-
	Limite de quantification	-	-	Flamme: 0,084 µg.mL ⁻¹ pour V = 10 mL 28 µg.m ⁻³ pour V = 30 litres d'air	-	-	-	-	-
		-	-	à partir des blancs filtres	-	-	-	-	-
INFORMATIONS COMPLEMENTAIRES		-							-
Informations complémentaires									Spécification d'un protocole d'analyse; Technique de préparation des étaons dans la matrice filtre; Techniques de minéralisation avec et sans jaugeage

Document pour consultation

Annexe 3B.2 : Méthode n°2 : Détermination des composés du plomb par absorption atomique – électrothermique / four graphite (SAA-ET)**Tableau 39 : Paramètres descriptifs de la méthode n°2**

Description		BGI 505	DFG Lead	NIOSH 7105	MDHS 6/3	norme FD ISO 8518	MétoPol M120
Gaz/vapeur - Aérosol - Mixte		fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable
Actif / passif		actif	actif	actif	actif	actif	actif
Prélèvement	Système de prélèvement	Tête de prélèvement GSP 10 (inhalable): Filtre en nitrate de cellulose $\varnothing=37$ mm et porosité 0.8 μ	Dispositif de prélèvement individuel non précisé; Filtre en nitrate de cellulose $\varnothing=37$ mm et porosité 0.8 μ .	Cassette fermée 37 mm Filtre en MCE- $\varnothing=37$ mm de porosité 0,8 μ + tampon de cellulose	Tête de la fraction inhalable Filtre en MCE de porosité 0.8 μ	N.R.	Cassette fermée 37 mm Filtre fibres de quartz- $\varnothing=37$ mm (conformité à la norme NF X 43257)
	Débit	10 L.min ⁻¹	2 L.min ⁻¹	de 1 à 4 L.min ⁻¹	fonction de la tête de prélèvement	N.R.	2 L.min ⁻¹
	Volume	1200 litres	480 litres	Vmax: 1500 litres	N.R.	N.R.	120 à 240 litres
	Durée	120 min	240 min	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.
	Préparation échantillon	Mise en solution dans 10 mL d'un mélange d'acides (1.4 l HNO ₃ + 570 mL HCl+130 mL H ₂ O) Placement dans une capsule, chauffage à reflux (T+ 125°C, t=2h) en bloc chauffant ; Refroidissement vers 50°C puis rinçage à l'eau avec 10 mL	Mise en solution dans 1 à 2 mL d'un mélange HNO ₃ /eau (1:1) ; Chauffage sur plaque chauffante (T=180°C) jusqu'à évaporation (3mL); Répéter l'opération avec l'ajout de 3 mL de HNO ₃ concentré; Rinçage puis volumage à 50 mL.	Mise en solution dans un mélange de 3 mL HNO ₃ + 1 mL H ₂ O ₂ 30%; Chauffage sur plaque chauffante (T= 140°C); Evaporation à 0.5 mL; Rinçage avec 3-5 mL de HNO ₃ puis évaporation à 0.5 mL; Refroidissement et volumage à 10 mL	Mise en solution dans 5 mL HNO ₃ (1+1) + 100 μ l de H ₂ O ₂ ; Chauffage sur plaque chauffante (T= 150°C) jusqu'à évaporation (1 mL). Récupération par rinçage et volumage à 10 mL	minéralisation par micro ondes, ultrasons plaque chauffante	Plomb total : Mise en solution dans 3mL HF+ 2 mL HNO ₃ ; passage aux ultrasons (durée: 10 min) avec chauffage éventuel à T:60°C. Plomb soluble : Mise en solution dans H ₂ O désionisée à 37°C; rinçage des cassettes avec HNO ₃ dilué (1 à 5%) puis volumage à définir
Technique d'analyse	AA: électrothermique	AA: flamme et électrothermique	AA: électrothermique	AA: flamme et électrothermique	AA: flamme et électrothermique	AA: flamme et électrothermique	
Paramètres analytiques	Four graphite: λ : 283 nm; lampe au deutérium; dilution de la solution dans 3V d'eau (dilution 4 fois); injection de 20 μ l	Four : Températures de décomposition et atomisation à définir; gaz inerte: argon; volume d'injection: 50 μ l.	Four graphite; λ : 283 nm ou 217 nm; lampe à cathode creuse ou lampe à décharge;	Flamme air/acétylène; lampe à décharge; λ : 217 nm	Flamme air/acétylène; lampe à cathode creuse ou à décharge; λ : 283 nm ou 217 nm	Flamme air/acétylène ou four graphite	

Tableau 40: Données de validation de la méthode n°2

Données de validation		BGI 505	DFG Lead	NIOSH 7105	MDHS 6/3	norme FD ISO 8518	MétoPol M120
Domaine de validation		N.R.	N.R.	0.05 à 100 µg/filtre	Four: de 0.1 à 4.5 µg/filtre	Four: de 0;01 à 0,5 µg/filtre	de 10 à 200 µg/m3
Coefficient de désorption / Efficacité de désorption		-	-	-	-	N.R.	-
Taux de récupération		Dopage avec des solutions aux niveaux de 12, 60, 120 µg/filtre (6 essais/niveau) : Rendement moyen=98-99%.	Dopage avec une solution au niveau de 50 µg (N=10); taux moyen : 92-94% (four)	N.R.	Four (N=130): de 0.1 à 4.5 µg/filtre: (99.5±2.5)%	N.R.	N.R.
Données de validation expérimentale du débit d'échantillonnage		-	-	-	-	-	-
Capacité / Volume de claquage		-	-	-	-	-	-
Linéarité de réponse du détecteur (instrument d'analyse)		N.R.	N.R.	N.R.	de 0;08 à 5 µg.mL-1	N.R.	N.R.
Essais de conservation et de stockage avant analyse		N.R.	aucune interférence attendue	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.
Conditions environnementales		N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.
Sélectivité		N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.
Spéciation		non	non	non	non	non	non
Conditions de détermination de VLEP-8h	Estimation de l'incertitude élargie	Analyse: répétabilité à partir de dopage de filtres aux niveaux de 12, 60, 120 µg ; sr=2.2% (12µg); 1.0% (60µg); 0.8% (120 µg)	Analyse: répétabilité à partir de dopage de filtres aux niveaux de 1 et 2 µg en four; Sr= 8.7-6.3%	Analyse: Répétabilité sr= 4.9%	overall uncertainty (NF EN 482) <20% (four)	Four: répétabilité< 5% (niveaux entre 0.1 et 4.5 µg)	N.R.

Données de validation		BGI 505	DFG Lead	NIOSH 7105	MDHS 6/3	norme FD ISO 8518	MétoPol M120
		N.R.	N.R.	N.R.	Echantillonnage : 5% ; Prélèvement : 5% ; Analyse: Flamme : <10% (de 0,9 à 2.25 µg) et <3% (de 3.6 à 288 µg) Four : <5% (de 0,1 à 4.5 µg)		N.R.
Limite de détection		N.R.	LD= 1 µg.m ⁻³ (four)	LOD=0.02 µg soit 0.04 µg.m ⁻³ (V= 480l)	N.R.	Four: C=0;006 µg/m3	N.R.
		N.R.	V air = 480 litres	N.R.	N.R.	Four LD=0.003 µg/filtre	N.R.
	Limite de quantification	LQ=0,13 µg/m3 pour une quantité de 0.04µg dans l'échantillon, ; v d'usage de 20 mL et dilution 4 fois.	N.R.	LOD=0.05 µg soit 0.1 µg.m ⁻³ (V= 480l)	N.R.	Four: C=0;021 µg/m3	N.R.
		à partir de blancs filtres; V air = 1.2 m3	N.R.	N.R.	N.R.	Four LD=0.01 µg/filtre	N.R.
Conditions de détermination de VLCT- 15min	Estimation de l'incertitude élargie	-	-	-	-	-	-
		-	-	-	-	-	-
	Limite de détection	-	-	-	Four: 0,3 ng.mL ⁻¹ pour V = 10 mL 0,1 µg.m ⁻³ pour V = 30 litres d'air	-	-
		-	-	-	à partir des blancs filtres	-	-
	Limite de quantification	-	-	-	Four: 1 ng.mL ⁻¹ pour V = 10 mL 0.34 µg.m ⁻³ pour V = 30 litres d'air	-	-
		-	-	-	à partir des blancs filtres	-	-
INFORMATIONS COMPLEMENTAIRES		-	-	-	-	-	-
Informations complémentaires							Spécification d'un protocole d'analyse; Technique de préparation des étalons dans la matrice filtre; Techniques de minéralisation avec et sans jaugeage

Annexe 3B.3 : Méthode n°3 : Détermination des composés du plomb par spectrométrie d'émission atomique avec plasma à couplage inductif (ICP-AES)

Tableau 41 : Paramètres descriptifs de la méthode n°3

Description		OSHA id206	OSHA id125g	normes NF ISO 15202-1, 2 et 3	NIOSH 7300	NIOSH 7301	NIOSH 7303	MDHS99	NIOSH 7302	NIOSH 7304	NIOSH 7306	MétroPol M122	MétroPol 124 et 125	norme NF X 43275
Gaz/vapeur - Aérosol - Mixte		fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable
Prélèvement	Actif / passif	actif	actif	actif	actif	actif	actif	actif	actif	actif	actif	actif	actif	actif
	Système de prélèvement	Cassette fermée 37 mm Filtre en MCE ou PVC- \varnothing 37 ou 25 mm de porosité 0,8 μ + tampon de cellulose	Cassette fermée 37 ou 25 mm Filtre en MCE- \varnothing 37 ou 25 mm de porosité 0,8 μ + tampon de cellulose	pas de dispositif décrit	Cassette fermée \varnothing 37 mm: filtre en ester de cellulose 0,8 μ de porosité ou en PVC 5 μ de porosité	Cassette fermée \varnothing 37 mm: filtre en ester de cellulose 0,8 μ de porosité ou en PVC 5 μ de porosité	Cassette fermée \varnothing 37 mm: filtre en ester de cellulose 0,8 μ de porosité	Cassette fermée de diamètre approprié : Filtre en MCE de porosité 0,8 μ	Cassette fermée \varnothing 37 mm: filtre en ester de cellulose 0,8 μ de porosité	Cassette fermée \varnothing 37 mm: filtre en ester de cellulose 0,8 μ de porosité	Cassette fermée \varnothing 37 mm: filtre en ester de cellulose 0,8 μ de porosité + capsule en cellulose	Cassette fermée 37 mm Filtre fibres de quartz- \varnothing 37 mm (conformité à la norme NF X 43257)	Cassette fermée avec ou sans capsule accucap \varnothing 37 mm Filtre ester de cellulose porosité 0,8 μ	Cassette fermée 37 mm Filtre fibres de quartz- \varnothing 37 mm (conformité à la norme NF X 43257)
	Débit	2 l/min	2 l/min	entre 1 et 5 L.min ⁻¹ selon le dispositif de prélèvement	de 1 à 4 L.min ⁻¹	de 1 à 4 L.min ⁻¹	de 1 à 4 L.min ⁻¹	pompes conformes à EN 1232	de 1 à 4 L.min ⁻¹	de 1 à 4 L.min ⁻¹	de 1 à 4 L.min ⁻¹	2 L.min ⁻¹	2 L.min ⁻¹	2 L.min ⁻¹

Description		OSHA id206	OSHA id125g	normes NF ISO 15202-1, 2 et 3	NIOSH 7300	NIOSH 7301	NIOSH 7303	MDHS99	NIOSH 7302	NIOHS 7304	NIOHS 7306	MétroPol M122	MétroPol 124 et 125	norme NF X 43275
	Volume	480 litres max 960 L	480 litres (volume minimum)	N.R.	de 50 à 2000 litres	de 50 à 2000 litres	de 35 à 100000 litres	N.R.	de 50 à 2000 litres	de 50 à 2000 litres	de 4 à >2000 litres	120 à 240 litres	N.R.	N.R.
	Durée	N.R.	240 min	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.				N.R.	N.R.	N.R.
Analyse	Préparation échantillon	Mise en solution du filtre +tampon dans 8 mL de HCl puis 2 mL de HNO ₃ ; Chauffage sur plaque chauffante et évaporation jusqu'à 1 mL (Vair > 400 l) ou 0.5 mL (Vair < 400l); Rinçage puis volumage à 10 mL	Ajout de 4mL H ₂ SO ₄ (1:1)+ 2 mL de HNO ₃ pour Vair > 200l ou 2mL H ₂ SO ₄ et 2 mL HNO ₃ pour Vair < 200l; Chauffage sur plaque chauffante (t=10 min); ajout de 2-3 gouttes de H ₂ O ₂ ; chauffage puis refroidissement; ajout de 2 mL (4 mL si V > 200l) de HCl; chauffage (ébullition) puis refroidissement; volumage à 50 mL (ou 25 mL si Vair < 200 litres).	6 protocoles de minéralisation décrits en annexe de la norme NF ISO 15202-2	Mise en solution dans 5 mL d'un mélange acide(*); repos 30 min à Tambiante; Chauffage sur plaque chauffante (T=120°C, t= 5 min); évaporation à 0.5 mL; puis ajout de 2 mL du mélange d'acides puis chauffage mêmes conditions; rinçage; chauffage à 150°C jusqu'à évaporation à 0.5 mL; rinçage 2-3 mL du mélange acide et volumage à	Mise en solution dans 5 mL d'un mélange acide(*); repos 30 min à Tambiante; Chauffage sur plaque chauffante (T=120°C, t= 5 min); évaporation à 0.5 mL; puis ajout de 2 mL du mélange d'acides puis chauffage mêmes conditions; rinçage; chauffage à 150°C jusqu'à évaporation à 0.5 mL; rinçage 2-3 mL du mélange acide et volumage à	Mise en solution dans 1.25 mL HCl; Chauffage sur plaque chauffante (T=95°C, t= 5 min); Refroidissement (t=5 min) puis ajout de 1.25 mL HNO ₃ ; Chauffage (T=95°C, t=15 min); refroidissement (t=15 min) puis volumage à 25 mL.	Mise en solution dans 3 mL HNO ₃ + 1 mL HCl+1 mL LHF; passage au four micro ondes (T= 180°C, t=15 min); refroidissement puis volumage à 25 mL	HNO ₃ /eau désionisée (1 : 1) Micro-ondes	HNO ₃ /eau désionisée (5 : 1) Micro-ondes	Mise en solution selon NIOSH 7300, 7301, 7302 ou 7303	Plomb total : Mise en solution dans 3mL HF+ 2 mL HNO ₃ ; passage aux ultrasons (durée: 10 min) avec chauffage éventuel à T:60°C.; Plomb soluble : Mise en solution dans H ₂ O désionisée à 37°C; rinçage des cassettes avec HNO ₃ dilué (1 à	Avec jaugeage :Ajout de 0.5 mL de HClO ₄ conc puis 2 mL d'un mélange d'acides (2V HNO ₃ +1v HCl+1v HF); passage aux ultrasons (durée: 10 min) avec chauffage éventuel à T:60°C.; tranvaser dans une fiole et volumage à 20 mL. Sans jaugeage: procéder de la même façon mais la solution de	Plomb total : Mise en solution dans 3mL HF+ 2 mL HNO ₃ ; passage aux ultrasons (durée: 10 min) avec chauffage éventuel à T:60°C.; Plomb soluble : Mise en solution dans H ₂ O désionisée à 37°C; rinçage des cassettes avec HNO ₃ dilué (1 à

Description		OSHA id206	OSHA id125g	normes NF ISO 15202-1, 2 et 3	NIOSH 7300	NIOSH 7301	NIOSH 7303	MDHS99	NIOSH 7302	NIOHS 7304	NIOHS 7306	MétroPol M122	MétroPol 124 et 125	norme NF X 43275
					25 mL. (*) mélange d'acides :1V de HClO4 conc+ 4V de HNO3 conc	25 mL. (*) mélange d'acides :1V de HNO3conc+ 3V de HCl conc						5%) puis volumage à 15 mL	minéralisation est analysée dans la cassette sans volumage.	5%) puis volumage à définir
	Technique d'analyse	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES	ICP-AES
	Paramètres analytiques	Plasma alimenté en argon;débit de gaz: 12 à 16 L.min ⁻¹ (plasma); 5 mesures/échantillon;T intégration = 10s; débit du nébuliseur= 0.8 à 1.6 mL.min ⁻¹ ; RF power=1.1 kW	Plasma alimenté en argon;débit de gaz: 12 à 16 L.min ⁻¹ (plasma); 2 à 10 mesures/échantillon;T intégration =3 à 10s; débit du nébuliseur= 0.8 à 1.6 mL.min ⁻¹ ; RF power= 1.1 kW	les lignes générales des paramètres d'analyse sont données dans NF ISO 15202-3	N.R.	N.R.	N.R.	Identification des lignes directrices des principaux paramètres	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	selon les instructions du fournisseur

Document pour consultation

Tableau 42 : Données de validation de la méthode n°3

	OSHA id206	OSHA id125g	normes NF ISO 15202-1 , 2 et 3	NIOSH 7300	NIOSH 7301	NIOSH 7303	NIOSH 7302	NIOSH 7304	NIOSH 7306	MDHS9 9	MétroPol M122	MétroPol 124 et 125	norme NF X 43275
Domaine de validation	entre 11 et 48 µg	5 et 20 µg	N.R.	de 5 à 2000 µg.m ⁻³ (V = 500L)	de 5 à 2000 µg.m ⁻³ (V = 500L)	LOQ à 50 000 µg/filtre jusqu'à 100 mg.m ⁻³	2,5 – 750 µg	5 – 1500 µg	10 – 100 µg	N.R.	entre 10 et 200 µg/m ³	N.R.	N.R.
Coefficient de désorption / Efficacité de désorption	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Taux de récupération	N.R.	<p>Sur supports en verre à Ctarget (essuyage par lingette) : récupération =80.4 à 93.6% (N=6, 100 µg/surface);</p> <p>Sur lingettes aux niveaux RLQ, 0;1, 1, 10 Ctarget (1,8; 10; 100; 1000 µg/éch): récupération: 66.7% (RLQ),97.3% (0.1 target),97.6% (target), 100% (2 target);</p> <p>Supports de verre à Ctarget (2 opérateurs): entre 89.5 et 97.1% (opérateur 1) et entre 91.6 et</p>	fixation d'une exigence minimale de 90% (voir norme NF ISO 15202-3)	Dopage de filtres EC et PVC aux niveaux 3 LOD et 10 LOD: EC : 109.4% (LOD) et 101.7% (LOQ) PVC: 109,6 - 103,2	Dopage de filtres EC et PVC aux niveaux 3 LOD et 10 LOD: EC : 88% (LOD) et 102,2% (LOQ) PVC: 82% (LD) - 99,4% (LQ)	N.R.	98,9 à 104 % (dopage de filtre avec solution)	95,85 à 100,54 % (dopage de filtre avec solution)	100 à 101 % (dopage de filtre avec solution)	N.R.	Dopage de filtres en fibres de quartz dopés avec solutions de 1,5; 15 et 150 µg (1 filtre/niveau); récupération = 105.6% (point bas) , 99.3% (point moyen) , 95.5% (point haut)	N.R.	N.R.

	OSHA id206	OSHA id125g	normes NF ISO 15202-1 , 2 et 3	NIOSH 7300	NIOSH 7301	NIOSH 7303	NIOSH 7302	NIOSH 7304	NIOSH 7306	MDHS9 9	MétoPol M122	MétoPol 124 et 125	norme NF X 43275
		94,6% (opérateur 2). Matériaux de référence 1 - NIST 2580 peinture au plomb ~ 4400 µg/éch : 76,4 à 93,4% 2 - NIST 2583 poussières intérieures ~ 8 µg/éch : 75,2 à 80,6% 3 - NIST 1648 particules en suspension urbaine ~ 665 µg/éch : 94,4 à 97,8%											
Données de validation expérimentale du débit d'échantillonnage	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Capacité / Volume de claquage	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Linéarité de réponse du détecteur (instrument d'analyse)		entre 2µg et 8 µg		N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.		N.R.	N.R.
Essais de conservation et de stockage avant analyse		Lingettes dopées (C target) pendant 15 jours (12 échantillons): récupération=94,8-96,7% ; solutions minéralisées (C target) pendant 7 jours à T		N.R.	N.R.	N.R.	N.R. Le protocole mentionne que les échantillons sont stables	N.R. Le protocole mentionne que les échantillons sont stables	N.R. Le protocole mentionne que les échantillons sont stables	N.R.		N.R.	N.R.

		OSHA id206	OSHA id125g	normes NF ISO 15202-1 , 2 et 3	NIOSH 7300	NIOSH 7301	NIOSH 7303	NIOSH 7302	NIOSH 7304	NIOSH 7306	MDHS9 9	MétroPol M122	MétroPol 124 et 125	norme NF X 43275
			ambiant= variation entre 0;3 et 1.8%											
Conditions environnementales		-	-	-	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	-	N.R.	N.R.
Sélectivité		Identification de l'existence d'interférents chimiques et spectraux	-	-	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.	-	N.R.	N.R.
Spéciation		non	non	non	non	non	non	non	non	non	non	non	non	non
Conditions de détermination de VLEP-8h	Estimation de l'incertitude élargie	Analyse : Overall precision = 15.7%	Analyse: analytical error=12;1%	N.R.	N.R.	N.R.	N.R.				Incertitude élargie doit satisfaire la norme EN 482	N.R.	N.R.	N.R.
		Répétabilité: Sr=4.3% (N=18 filtres entre 11 et 48 µg) ; Biais = - 3.8%	Répétabilité: Sr=4 % (entre 5 et 20µg) ; Biais = 4%	Biais: exigence d'être < 10% ; Répétabilité d'analyse: sR= 2-5% (niveaux supérieurs à 10 LD) avec le protocole G de la norme	Analyse: répétabilité é (N=25): 2.41 % (3 LOD) et 0.88% (10 LOD) pour filtres MCE porosité 0.45µ; 6.12% (3 LOD) et 2.9% (10	Analyse: répétabilité é (N=25): 6.52 % (3 LOD) et 1.06% (10 LOD) pour filtres MCE porosité 0.45µ; 0.9% (3 LOD) et 4.4% (10	N.R.	biais (bias) = - 2,46% fidélité globale (Overall precision) = 0,544 % , exactitude (accuracy) = 3,36 %	Biais (bias) = - 2,41 % fidélité globale (Overall precision) = 2,79% exactitude (accuracy) = 6,9%	Biais (bias) = 0,439 % fidélité globale (Overall precision) = 5 % exactitude (accuracy) = 9,9 %	-	Analyse: répétabilité (N= 10) de l'étalon à 1 µg.mL ⁻¹ (soit 31 µg/l avec V = 15 mL) : RSD=2%	N.R.	N.R.

	OSHA id206	OSHA id125g	normes NF ISO 15202-1 , 2 et 3	NIOSH 7300	NIOSH 7301	NIOSH 7303	NIOSH 7302	NIOSH 7304	NIOSH 7306	MDHS9 9	MétroPol M122	MétroPol 124 et 125	norme NF X 43275
				LOD) pour filtres PVC porosité 5µ.	LOD) pour filtres PVC porosité 5µ.								
Limite de détection	Instrumental:LD = 1.8 µg/filtre	Instrumental: LD= 2.1 µg (V = 50 mL) Méthode (lingettes): DLOP=0.55 µg (V = 50 mL) soit LD= 1.1 µg.m ⁻³ (Vair= 480 L)	Instrumental: L D=10 µg/l soit 1 µg/m3 (V = 50 mL)	LD= 0,0025 µg.mL ⁻¹ ; 0,062 µg (filtres MCE et PVC)	LD= 0,0025 µg.mL ⁻¹ ; 0,062 µg (filtres MCE et PVC)	LD= 0,023 µg.mL ⁻¹ (V = 25 mL)	0,6 µg	1 µg	0,062	0.5 µg/m3 (V = 25 mL)	Méthode:LD= 0,84 µg	LD=0,6 µg	N.R.
	selon les performances instrumentales; V = 480 litres	selon les performances instrumentales; V = 480 litres	selon les performances instrumentales; V = 480 litres	Etude de blancs filtres; V = 480 l	Etude de blancs filtres; V = 480 l	à partir d'échantillons massifs et V = 480 L				Objectif de 10 µg/l - V = 480l	à partir de blancs filtres (N=40) ; V = 480 litres	Etude de cassettes avec accuap	N.R.
Limite de quantification	Instrumental:LQ =5.9 µg/filtre	Instrumental: L Q= 7 µg (V = 50mL) Méthode (lingettes): RLQ=1.8 µg (V = 50 mL) soit LQ= 3.6 µg.m ⁻³ (Vair=480 L)	Instrumental: L Q=33 µg/l soit 3.4 µg/m3 (V = 50 mL)	NR	NR	LQ = 0,07 µg.mL ⁻¹ (V = 25 mL)	2,48 µg	5,025 µg	NR	1.7 µg/m3 (V = 25 mL)	Méthode:LQ= 2,8 µg	NR	N.R.
	selon les performances instrumentales; V = 480 litres	selon les performances instrumentales; V = 480 litres	selon les performances instrumentales; V = 480 litres	NR	NR	à partir d'échantillons massifs et V = 480 LI				Objectif de 33 µg/l - V = 480l	à partir de blancs filtres (N=40) ; V = 480 litres	NR	N.R.
	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

		OSHA id206	OSHA id125g	normes NF ISO 15202-1 , 2 et 3	NIOSH 7300	NIOSH 7301	NIOSH 7303	NIOSH 7302	NIOSH 7304	NIOSH 7306	MDHS9 9	MétroPol M122	MétroPol 124 et 125	norme NF X 43275
Conditions de détermination de VLCT-15min	Estimation de l'incertitude élargie	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Limite de détection	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
INFORMATIONS COMPLEMENTAIRES													-	-
Informations complémentaires												Spécification d'un protocole d'analyse; Technique de préparation des étalons dans la matrice filtre; Techniques de minéralisation avec et sans jaugeage	0	Spécification d'un protocole d'analyse; Technique de préparation des étalons dans la matrice filtre; Techniques de minéralisation avec et sans jaugeage

Document pour consultation

Annexe 3B.4 : Méthode n°4 : Détermination des composés du plomb par spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS)**Tableau 43 : Paramètres descriptifs de la méthode n°4**

Description		norme 30011	OSHA 1006	IRSST362
Gaz/vapeur - Aérosol - Mixte		fraction inhalable	fraction inhalable	fraction inhalable
Prélèvement	Actif / passif	actif	actif	actif
	Système de prélèvement	renvoi NF EN 15202-1	Cassette fermée 37 mm Filtre en MCE- ϕ = 37 mm de porosité 0,8 μ + tampon de cellulose (BUP)	Cassette fermée 37 mm Filtre en MCE- ϕ = 37 mm de porosité 0,8 μ
	Débit	-	2 L.min ⁻¹	1.5 L.min ⁻¹
	Volume	-	480 litres	180 litres
	Durée	-	240 min	-
	Préparation échantillon	renvoi NF EN 15202-2	mise en solution dans 2 mL HNO ₃ + 0.2 mL H ₂ O ₂ (30%) - passage au four microondes (P=600W, T→104°C (9 min) puis T=104°C (3min) Refroidir (10 min) puis ajout de 0.5 mL HCl -passage au four micro ondes (P=600W, T→86°C(5 min) puis T=86°C(1 min) refroidir volumage à 50 mL	Mise en solution dans 6 mL du mélange HNO ₃ + HClO ₄ (4:1) puis passage sur plaque chauffante (T=150°C, évaporation à 1 mL); Ajout de 1 mL H ₂ O ₂ puis passage sur plaque chauffante (évaporation à 1 mL);Ajout de 5 mL de HCl puis passage sur plaque chauffante (T=150°C, évaporation à sec); rinçage à HNO ₃ 1% puis plaque chauffante (qq min); refroidir puis rinçage avec HNO ₃ 1%; volumage à 10 mL
Technique d'analyse	ICP-MS	ICP-MS	ICP-MS	

	Paramètres analytiques	avec quadripôle utilisation de cellule de collision/réaction si possible	Mode de détection: dual; Mode d'acquisition : peak hopping; Temps de séjour: 20 ms; Balayage/ 50/lecture ; Temps d'intégration : 1s ; 3 réplicats; Etalonnage interne	Mode de détection: pulse; Mode d'acquisition: peak hopping ; Balayages: 10/lecture ; 3 réplicat ; Etalonnage externe
--	-------------------------------	---	---	--

Document pour consultation

Tableau 44 : Données de validation de la méthode n°4

Description	norme 30011	OSHA 1006	IRSST362
Domaine de validation	-	0,05 à 50 µg/filtre	1 à 20 µg.L ⁻¹ soit de 0,06 à 1.1 µg.m ⁻³ (V = 180 L)
Coefficient de désorption / Efficacité de désorption	-	-	-
Taux de récupération	-	Dopage par des solutions à 5 niveaux (LQ, 0.1, 0.5, 1 et 2 VLEP-8h (50 µg/m3) : 101 à 108 % Dopage de tampons de cellulose à 1 VLEP: 99.4 à 103% Dopage avec 100 mg d'un matériel de référence "SRM 1648" puis minéralisation au four micro ondes: 94.5 à 99.1 %	Dopage par des solutions (4 niveaux et 7 filtres /niveau) :101.5%
Données de validation expérimentale du débit d'échantillonnage	-	-	-
Capacité / Volume de claquage	-	Dopage d'un filtre EC et Tampon imprégné de Na ₂ CO ₃ (BUP) - T=22°C, HR=80%, débit de 2L.min ⁻¹ : N=4; taux de récupération moyen de 101%. Pas de détection de Pb dans le BUP	-
Linéarité de réponse du détecteur (instrument d'analyse)	-	2,5 à 50 µg (solution étalonnage)	linéarité par courbe d'étalonnage dans le domaine de 0,1 à 1,1 µg.m ⁻³
Essais de conservation et de stockage avant analyse	N.R.	Dopage par solution de plomb (25 µg) et conservation jusqu'à 17 jours à Tambiante : N=28 - taux de récupération variant de 97,5 à 104%	N.R.
Conditions environnementales	N.R.	N.R.	N.R.
Sélectivité	N.R.	N.R.	N.R.
Spéciation	non. Interférence isobariques élémentaires Sensibilité liée à l'abondance conduisant à des chevauchements de pics Interférences isobariques dues à des ions polyatomiques	non. Aucune interférence connue	non

Description		norme 30011	OSHA 1006	IRSST362
		Interférences physiques Effets de mémoire		
Conditions de détermination de VLEP-8h	Estimation de l'incertitude élargie	N.R.	Analyse : reproductibilité (N=18) : 10.3%	Analyse+ prélèvement : répétabilité (N=44) : 6% ; reproductibilité : 15.3%
		N.R.	N.R.	N.R.
	Limite de détection	N.R.	0.0042 µg/support	0,27 µg.L ⁻¹
		N.R.	V = 480 l et volumage à 50 mL	V = 180 l et volumage à 10 mL
	Limite de quantification	N.R.	0,014 µg/support	0,89 µg.L ⁻¹
		N.R.	V = 480 l et volumage à 50 mL	V = 180 l et volumage à 10 mL
Conditions de détermination de VLCT-15min	Estimation de l'incertitude élargie	-	-	-
		-	-	-
	Limite de détection	-	-	-
		-	-	-
	Limite de quantification	-	-	-
		-	-	-
INFORMATIONS COMPLEMENTAIRES				
Informations complémentaires				

Annexe 3B.5 : Méthode n°5 : Détermination des composés du plomb par fluorescence X (FRX)**Tableau 45 : Paramètres descriptifs de la méthode n°5**

Description		MDHS 91
Gaz/vapeur - Aérosol - Mixte		fraction inhalable
Prélèvement	Actif / passif	actif
	Système de prélèvement	Tête de la fraction inhalable Filtre à membrane de 25 mm (préférable) ou de 37 mm
	Débit	Fonction de la tête de prélèvement
	Volume	N.R.
	Durée	en général 2 heures (charge maximale = 500 µg pour \varnothing =25mm et 1000 µg pour \varnothing =37mm)
Analyse	Préparation échantillon	sans préparation
	Technique d'analyse	fluorescence X
	Paramètres analytiques	Paramètres choisis en fonction des raies de l'élément plomb (raies d'émission, correction de fond, détecteur) Pour Pb: raie L β ; Puissance du tube: 100 kW- 25 mA; tube avec anode SC/Mo; ouverture "fine collimator"= 0.3 mm; "coarse collimator"= 4 mm. cristal dispersif. LiF220; détection par compteur à scintillation.

Document pour consultation

Tableau 46 : Paramètres descriptifs de la méthode n°5

Description		MDHS 91
Domaine de validation		jusqu'à 500 µg/litre (compatibilité avec technique d'analyse)
Coefficient de désorption / Efficacité de désorption		-
Taux de récupération		Pas d'exigence puisqu'il n'y a pas de minéralisation
Données de validation expérimentale du débit d'échantillonnage		-
Capacité / Volume de claquage		-
Linéarité de réponse du détecteur (instrument d'analyse)		N.R.
Essais de conservation et de stockage avant analyse		N.R.
Conditions environnementales		N.R.
Sélectivité		Sélective par la raie exploitée L β Effet d'absorption dans la matrice des rayons X de haute énergie à au moins 20 µ de profondeur : sous estimation notable du biais (>10%) due aux effets granulométriques. Ne pas dépasser la granulométrie de 2,5mm de diamètre des particules en suspension
Spéciation		non
Conditions de détermination de VLEP-8h	Estimation de l'incertitude élargie	-
	Limite de détection	-
	Limite de quantification	-
Conditions de détermination de VLCT-15min	Estimation de l'incertitude élargie	overall uncertainty : < 49.9% (sr= 16.9%) entre 0.1 et 0.5 VLEP et <27.5% (sr= 3.8%) entre 0.5 et 2 VLEP; prélèvements entre 30 min et 8 h. Biais < 10% si quantité > 500 µg et pour des particules < 2.5µ
	Limite de détection	LD= 0.3 µg à partir de blancs filtres
	Limite de quantification	LD= 1 µg à partir de blancs filtres
INFORMATIONS COMPLEMENTAIRES		-
Informations complémentaires		Difficulté de préparation de la courbe d'étalonnage (chambre d'empoussièrement, microbalance) et nécessité de vérifier le dépôt des standards par une méthode alternative ICP-AES, AA)

Document pour consultation

Annexe 3B.6 : Méthode n°6 : Détermination des composés du plomb par voltampérométrie par redissolution anodique**Tableau 47 : Paramètres descriptifs de la méthode n°6**

Description		NIOSH 7701
Gaz/vapeur - Aérosol - Mixte		fraction inhalable
Prélèvement	Actif / passif	actif
	Système de prélèvement	Cassette fermée \varnothing = 37 mm ; filtre MCE porosité 0.8 μ + tampon
	Débit	de 1 à 4 l/min
	Volume	V mini = 20 l; Vmaxi=1500 l
	Durée	8 heures; agitation des tubes (5-10 s) volumage à 100 mLmL.
Analyse	Préparation échantillon	Mise en solution dans 10 mLmL HNO ₃ 10%; placer aux ultra sons; centrifuger à Tambiante, t = 30 min;
	Technique d'analyse	voltampérométrie
	Paramètres analytiques	selon les instructions du fabricant

Tableau 48 : Données de validation de la méthode n°6

Description		NIOSH 7701
Domaine de validation		au moins 200 à 5000 $\mu\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$ (V = 120L) de 0.31 à > 1000 $\mu\text{g}/\text{filtre}$
Coefficient de désorption / Efficacité de désorption		-
Taux de récupération		Par essai interlaboratoire, taux de récupération > 90% à un niveau non précisé
Données de validation expérimentale du débit d'échantillonnage		-
Capacité / Volume de claquage		-
Linéarité de réponse du détecteur (instrument d'analyse)		N.R.
Essais de conservation et de stockage avant analyse		N.R.
Conditions environnementales		N.R.
Sélectivité		Non. Choix du potentiel d'oxydation. Interférences signalées: Thallium et Cuivre Présence de tensio actifs sur les électrodes peuvent perturber la réaction électrochimique
Conditions de détermination de VLEP-8h	Estimation de l'incertitude élargie	Overall precision : 8.7% (screen printed electrodes) et 9.4% (électrodes à film de mercure ou verre carboné) Accuracy = 17.4% (électrodes sans régénération) et 19.3% (électrodes avec régénération).
	Limite de détection	LD= 0.09 $\mu\text{g}/\text{support}$ valeur estimée. V = 120L
	Limite de quantification	N.R. N.R.
Conditions de détermination de VLCT-15min	Estimation de l'incertitude élargie	- -
	Limite de détection	- -
	Limite de quantification	- -
INFORMATIONS COMPLEMENTAIRES		-
Informations complémentaires		Absence de données sur les conditions d'analyse (nature des électrodes)

Annexe 4 : Suivi des actualisations du rapport

Date	Version	Description de la modification
04/07/2017	01	Première version pour consultation publique

Document pour consultation