

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom

Composés organiques volatils

Préparation de l'analyse

Durée de conservation testée et validée pour les prélèvements _____ 15jour(s)

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

Les tubes doivent être fermés avec les embouts métalliques de type Swagelok® munis de ferrules en polytétrafluoroéthylène (PTFE). Ils sont conservés à température ambiante.

1 étape de préparation :

Etape de préparation n°

Désorption thermique _____ oui

Condition analytique n°

Les conditions analytiques utilisées lors du développement de la méthode sont fournies avec les données de validation.

Technique analytique _____ ■ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

Injecteur _____ ■ DESORBEUR THERMIQUE

Colonne _____ ■ SEMI-POLAIRE

Détecteur _____ ■ SPECTROMETRIE DE MASSE

Commentaires, conseils ou conditions particulières :

Voir un exemple de conditions analytiques dans les données de validation.

Étalonnage et expression des résultats

Méthodes d'étalonnage pour la quantification des polluants ¹

¹<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ interne

Etalon interne :

Les produits de références possibles sont par exemple :

- les produits deutériés tel C₆D₆ dès lors que la qualité de la colonne autorise l'identification des homologues non deutériés,
- tous les autres produits répondant aux caractéristiques ci-dessus exposées, tel le méthylpropionate ou l'éthylpropionate.

Commentaires :

Dopage

Chaque tube est dopé avec un produit de référence qui sera utilisé comme référence interne lors de l'analyse. La masse d'étalon interne déposée dans le tube est calculée pour représenter 10 à 20 ng dans la source du spectromètre de masse.

Les produits utilisables comme référence doivent :

- être suffisamment volatils pour réaliser une atmosphère de référence,
 - être piégés efficacement sur le tube multi-phases,
 - être stables et facilement thermodésorbables,
 - avoir une masse intermédiaire permettant l'approximation des concentrations des produits plus légers et plus lourds,
 - avoir un spectre de masse comportant des ions caractéristiques,
 - être peu communs pour ne pas être présents dans les atmosphères étudiées.
- Principe

Le dopage est réalisé à partir d'une atmosphère de référence préparée dans un sac d'échantillonnage. Le sac est rempli par un gaz vecteur (He, N₂ ou air) à son volume nominal et une très faible quantité de produit étalon non dilué dans un solvant est injectée dans le sac. L'opérateur s'assure visuellement que le produit est bien volatilisé et peut, le cas échéant, chauffer l'extérieur du sac à l'aide d'un courant d'air chaud. La quantité injectée doit être calculée pour être compatible avec la quantité cible déterminée pour doper le tube. Une fois cette atmosphère de référence réalisée, un volume précis (0,5 à 2 mL) est prélevé à l'aide d'une seringue à gaz et injecté dans le système pour le dopage du tube. Il est possible d'utiliser un injecteur de chromatographe en phase gazeuse alimenté par un gaz vecteur ou un système dédié du type ATIS ou tout autre système équivalent. L'enceinte où est injectée l'atmosphère de référence est balayée par un volume de gaz équivalent au minimum à 15 fois son volume. Ce volume connu de l'atmosphère de référence charge le tube en le traversant.

Pour une série de 10 tubes dopés, au moins deux tubes seront analysés juste après l'étape du dopage pour vérifier la qualité de ce dernier.

Des exemples sont décrits dans la fiche méthodologique screening.

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

Un coefficient de réponse de chaque substance par rapport à l'étalon interne est appliqué en fonction de la famille ou de la masse molaire de la substance. L'influence de ce coefficient sur la qualité du résultat final est très limitée.

Chaque composé identifié peut être évalué semi-quantitativement par rapport à sa valeur limite d'exposition professionnelle par l'intégration de son pic et la comparaison de sa surface avec celle de l'étalon interne (dopage du tube) dont la concentration est connue. La concentration est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$M_p \approx \frac{I_{pp} \times M_{\text{étalon}} \times \text{Surf}_p}{\text{Surf}_{\text{étalon}}}$$

Avec

M_p(ng) : Quantité de polluant p dans l'échantillon analysé,

M_{étalon} : quantité d'étalon interne dans l'échantillon analysé,

I_{pp} : facteur de proportionnalité entre la réponse du polluant p et la réponse de l'étalon interne à la même concentration.

Surf_{étalon} : surface du pic de l'étalon interne, en unité arbitraire de surfaces,

Surf_p : surface du pic du polluant p), en unité arbitraire de surfaces,

Q_{étalon} : quantité d'étalon interne en ng

Q_p : quantité de polluant en ng

Concentration du polluant p dans l'atmosphère

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) \approx M_p \times \frac{10^9}{V}$$

Avec V(L) : volume d'air prélevé.

- Remarque : I_{pp} est calculé en dopant un tube mult phases avec des quantités connues et proches des deux composés. Le facteur de proportionnalité I_p pour le produit p est calculé à l'aide de la formule suivante :

$$I_{pp} = \left(\frac{\text{Surf}_{\text{étalon}}}{Q_{\text{étalon}}} \right) \times \left(\frac{Q_p}{\text{Surf}_p} \right)$$

Le grand nombre de polluants pouvant être retenu sur le tube multi-phases rend leur détermination fastidieuse. En l'absence d'une valeur d'I_p caractéristique d'un produit il est possible d'utiliser l'indice d'un produit proche par sa structure ou ses propriétés. L'influence de ce coefficient sur la qualité de la semi-quantification recherchée est limitée.

- Il n'est pas tenu compte dans le calcul d'une pollution des tubes témoins, si cette pollution n'est pas nulle ou très faible, le prélèvement doit être écarté.

Des exemples de chromatogrammes sont consultables dans les données de validation -compléments.

Calcul de la concentration atmosphérique²

²<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Compléments :