

COV M-338

Prélèvement : Actif sur tube multi-lits

Analyse : désorption thermique et détection masse

Données de validation _____ Informations complémentaires

Numéro de la méthode _____ M-338

Ancien numéro de fiche _____ 107

Substances

Informations générales

Nom
Composés organiques volatils

Nom	Synonymes
Composés organiques volatils	COV

Substance	données de validation
Composés organiques volatils	Validation_246

Famille de substances

- COV

Principe et informations

Cette méthode, destinée à caractériser les atmosphères de travail contenant des composés organiques volatils (COV), englobe l'identification des composés prélevés et leur semi-quantification. Ces informations seront utiles pour le préventeur soucieux de hiérarchiser les risques.

La méthode proposée est optimisée pour identifier le maximum de COV dans une atmosphère, mais ne prétend pas être exhaustive et suppléer à l'observation et l'analyse des milieux étudiés.

Cette méthode est détaillée dans le **guide méthodologique** ¹.

¹ <https://www.inrs.fr/publications/bdd/metropol/guide-methodologique-metropol.html>

Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Gaz et vapeurs

Type de prélèvements _____ Actif

Principe général du prélèvement. ²

² <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-principe/metropol-prelevement-principe.pdf>

Nom du dispositif _____ tube multi-lits

Technique analytique _____ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

Injecteur _____ DESORBEUR THERMIQUE

Détecteur _____ SPECTROMETRIE DE MASSE

Consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire ³

³ <http://www.inrs.fr/media.html?refINRS=ED%20953>

Méthode de prélèvement

Le prélèvement actif des gaz et vapeurs⁴

⁴ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-gaz-vapeur-actif/metropol-prelevement-gaz-vapeur-actif.pdf>

Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ■ TUBE EN ACIER 88,9 mm diam ext 6,35mm diam int 4,8 mm

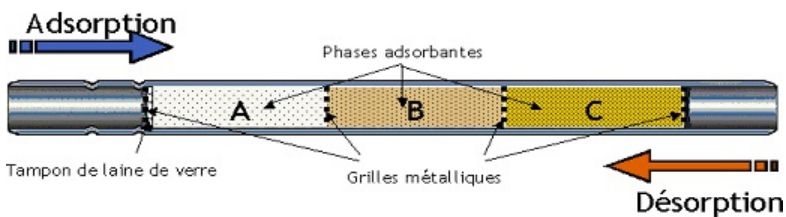
Support ou substrat de collecte _____ ■ 3 PHASES ABSORBANTES

Préparation du substrat :

Les trois plages sont disposées par pouvoir absorbant croissant et séparées par des tampons de laine de verre désalanisée. Deux phases graphitées et un tamis moléculaire. L'échantillonneur est **dopé** avant le prélèvement avec un ou plusieurs étalons internes.

Commentaires, conseils, consignes :

Les tubes sont identifiés par un numéro permanent gravé sur le corps du tube. NE PAS UTILISER DE MARQUEUR sur le tube.



Ces tubes sont commercialisés.

Conditions de prélèvement

Plage de débit

Débit mini (L/min) _____ 0,025

Débit maxi (L/min) _____ 0,100

Temps de prélèvement maximum en heures _____ 4

Particularités, commentaires, conseils :

En général le débit choisi sera de 0,050 L/min.

Le débit de la pompe sera ajusté à l'aide d'un système adapté, sans le support de prélèvement. Le caractère semi-quantitatif de la méthode autorise une certaine imprécision.

Volume recommandé : 2 à 6 L, à 20°C.

Pompe de prélèvement

■ Pompe à débit très bas de 0,01 à 0,5 L/min

Méthode de screening⁵

⁵ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-intervention-screening.pdf>

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire⁶

⁶ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-principe/metropol-analyse-principe.pdf>

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° 1

Désorption thermique _____ oui

1 condition analytique :

Condition analytique n° 1

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.

Etalonnage et expression des résultats

Méthodes d'étalonnage pour la quantification des polluants⁷

⁷<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 :

$$M_p \approx \frac{I_{pp} \times M_{\text{étalon}} \times Surf_p}{Surf_{\text{étalon}}}$$

Avec

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

$M_{\text{étalon}}$: 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,

$Q_{\text{étalon}}$: quantité d'étalon interne en ng

Q_p : quantité de polluant en ng

Concentration du polluant p dans l'atmosphère

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

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 atmosphérique⁸

⁸<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Contacts

metropol@inrs.fr

Bibliographie

Norme NF EN ISO 16017-1 Echantillonnage et analyse des composés organiques volatils par tube à adsorption/ désorption thermique/ chromatographie en phase gazeuse sur capillaire. Partie 1 : échantillonnage par pompage.

Le screening, un outil pour l'identification des composés organiques volatils dans une atmosphère de travail, B.Oury, INRS, Hygiène et sécurité du travail, 3^{ème} trimestre 2011-222/19.

Historique

Version	Date	Modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
107/V01	30-11-2009	Création
M-338/V01	Mars 2016	Mise en ligne