

1-3 butadiène M-424

Prélèvement : Actif sur dispositif spécifique

Analyse : désorption thermique CPG et détection FID

Données de validation _____ validation complète

Numéro de la méthode _____ M-424

Substances

Informations générales

Nom	Classification CMR	Lien CMR	Fiche Toxicologique
1-3 Butadiène	<ul style="list-style-type: none"> ■ C1A ■ M1B 	Dossier CMR INRS	FT 241

Nom	Numéro CAS	Formule Chimique	Masse molaire	Synonymes
1-3 Butadiène	106-99-0	C ₄ H ₆	54,1	Buta-1,3-diène

Substance	données de validation
1-3 Butadiène	Validation_321

Principe et informations

Cette méthode a été mise au point en tenant compte des valeurs limites préconisées par l'ANSES à savoir 0,08 mg/m³ pour des prélèvements longue durée et 0,4 mg/m³ pour des prélèvements de 15 minutes.

Depuis le 9 décembre 2020 une VLEP réglementaire de 2,2 mg/m³ a été décrétée.

Cette méthode est donc adaptée pour des prélèvements dans des atmosphères à faible concentration en 1,3 butadiène. La méthode **M-177**¹ peut être employée pour des concentrations dans l'atmosphère atteignant 2*VLEP.

¹ http://ssawebbo1.inrs.fr/inrs-author/publications/bdd/metro-pol/fiche.html?refINRS=METROPOL_177

Principe de prélèvement et d'analyse

Etat physique _____ Gaz et vapeurs

Type de prélèvements _____ Actif

Principe général et mise en œuvre pratique du prélèvement²

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

Nom du dispositif _____ dispositif spécifique

Technique analytique _____ CHROMATOGRAPHIE EN PHASE GAZEUSE

Injecteur _____ DESORBEUR THERMIQUE

Détecteur _____ IONISATION DE FLAMME (FID)

Domaine d'application

Substance	Quantité minimum sur le dispositif	Quantité maximum sur le dispositif
1-3 Butadiène	0,010 µg	0,800 µg

consignes de sécurité pour les manipulations en laboratoire³

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

Méthode de prélèvement

Préparation des dispositifs de prélèvement en vue d'une intervention en entreprise⁴

⁴ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-intervention-preparation/metropol-intervention-preparation.pdf>

Dispositif de prélèvement

Type de dispositif _____ ■ 2 TUBES DE DESORPTION THERMIQUE diam 1/4 pouce en série

Support ou substrat de collecte _____ ■ CARBOPACK X

Quantité de support dans la plage de mesure (mg) _____ 600

Préparation du substrat :

Le Carbopack X est tamisé à 60 Mesh pour éliminer les particules fines.

Commentaires, conseils, consignes :

Le second tube joue le rôle de plage de garde. En effet, il y a un risque de claquage en présence d'hydrocarbures de la coupe C₄ souvent rencontrés avec le 1-3 butadiène.

Les tubes de prélèvement sont conditionnés pendant 1 heure à 320°C sous flux d'azote avant chaque utilisation.



Schéma du dispositif en série



Les deux tubes sont reliés par une union 1/4" et des noix de serrage Swagelok équipées de ferrules en Téflon®.

Conditions de prélèvement

Débit (L/min) _____ 0,01

Temps de prélèvement maximum en heures _____ 8

Particularités, commentaires, conseils :

Pour des prélèvements courte durée de 15 minutes régler les pompes à 0,030 L/min.

Pompe de prélèvement

- Pompe stable à très faible débit

Conditionnement particulier

Description :

Après le prélèvement, les deux extrémités des tubes sont fermées hermétiquement à l'aide des bouchons métalliques de type Swagelok.

Dispositifs de prélèvement actif pour le prélèvement de gaz ou vapeurs⁵

⁵ <http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-prelevement-gaz-vapeur-actif.pdf>

Méthode d'analyse

Principe général de l'analyse en laboratoire ⁶

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 _____ 28 jour(s)

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

Conservation 7 jours à température ambiante puis 21 jours à 4°C

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 _____ ■ PLOT

Détecteur _____ ■ IONISATION DE FLAMME (FID)

Etalonnage et expression des résultats

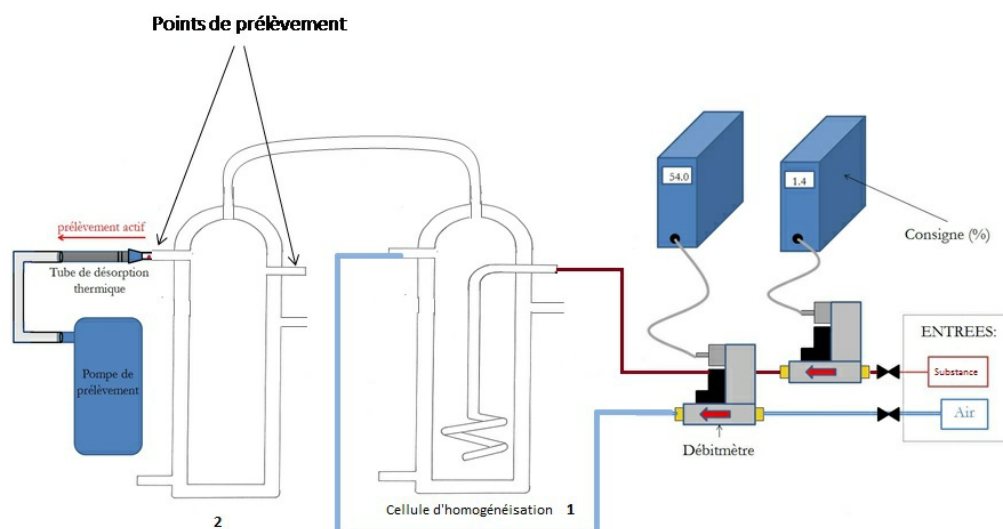
Principe d'étalonnage _____ externe

Commentaires :

Les étalons sont préparés par prélèvement d'un volume connu qd'une atmosphère de concentration contrôlée en substance.

L'atmosphère calibrée est générée à partir d'une bouteille de gaz étalon diluée au sein d'une cellule d'homogénéisation (1). Une fraction de l'atmosphère générée est prélevée dans la cellule de prélèvement (2) pendant un temps déterminé.

Montage de dopage des étalons :



Protocole de dopage des étalons :

La bouteille, équipée d'un manomètre (0 à 6 bars) est connectée à un débitmètre massique (noté « substance » sur le schéma). Sa gamme de débit est de 0 à 1 NL/min. Le débitmètre massique « air » est connecté à de l'air sous pression (réseau ou bouteille) équipé d'un manomètre (0 à 12 bars). Sa gamme de débit est de 0 à 2 NL/min.

Le mélange des deux flux s'effectue dans une cellule d'homogénéisation. Le plus petit flux, celui sortant du débitmètre « substance », est relié à la spirale de la cellule. L'installation doit être placée sous sorbonne afin d'évacuer le mélange généré en toute sécurité. Les prélèvements sont effectués dans une seconde cellule. La quantité de substance déposée sur les tubes variera en fonction du temps de prélèvement.

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

La quantité de substance déposée sur chaque tube est calculée de la manière suivante :

	Débitmètre substance	Débitmètre air
Débit max (Nl/min)	$\varnothing_{subst. max}$	$\varnothing_{air max}$
Consigne pour dilution à 2 ppm	X %	Y %
Débit effectif (L/min)	$\varnothing_{air/subst.} = \frac{\varnothing_{max} \times consigne(\%)}{100} \times \frac{760}{P_{atm}} \times \frac{(273 + T)}{273}$	
Concentration (µg/L)	$C_1 = \frac{C_2 \times \varnothing_{subst}}{(\varnothing_{subst} + \varnothing_{air})} \times \frac{M}{0,082 \times (273 + T)}$	
Masse dopée sur le tube (µg)	$m = \varnothing \times t \times C_1$	

Le débit réel de la pompe équipée du tube de prélèvement est mesuré à l'aide d'un débitmètre à lame de savon (ou équivalent) avant et après le prélèvement. La valeur retenue est la moyenne des débits.

\varnothing_{subst} : débit du débitmètre "substance" en L/min

\varnothing_{air} : débit du débitmètre "air" en L/min

P_{atm} : pression atmosphérique en mmHg

T : température du prélèvement en °C

C_1 : concentration dans la cellule de prélèvement en µg/L

C_2 : concentration de la substance dans la bouteille en ppm

M : masse molaire de la substance en g/mol

m : masse de substance en µg

\varnothing : débit moyen de la pompe de prélèvement en L/min

t : temps de prélèvement en min

Calcul de la concentration atmosphérique⁷

⁷<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Contacts

metropol@inrs.fr

Bibliographie

Air des lieux de travail. Procédures pour le mesurage des gaz et vapeurs à l'aide de dispositifs de prélèvement par pompage. Exigences et méthodes d'essais. NF EN 1076 : 2010 (X43-286). La Plaine Saint-Denis, AFNOR 2010.

Guide méthodologique MétroPol : Bonnes pratiques pour l'évaluation des expositions chimiques ou biologiques - **Mise au point des méthodes de prélèvement et d'analyse des gaz et vapeurs organiques dans l'air des lieux de travail** ⁸.

⁸<http://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-validation-gaz-actif.pdf>

Historique

version	date	modification(s) faisant l'objet de la nouvelle version
M-424/01	Octobre 2018	Création
M-424/02	Février 2021	Précisions concernant les valeurs limites retenues pour la méthode